

# 液状バインダを添加した鉄微粉末の加圧流動成形法の開発

日本大学 生産工学部 機械工学科

講師 高橋清造

(平成3年度研究開発助成 AF-91013)

## 1. 研究の背景

粉末冶金 (P/M) 法は、圧粉成形された粉末を焼結して機械部品を製造する。良好な焼結製品を得るためには、粉末の特性、粉末の金型への充てん性、成形時の粉末の流動性、更に成形体の金型からの離型性、脱バインダ性、粉末の焼結性等が関係している。

現在最も広く行われている乾式プレス成形は、成形1サイクルの時間が短く (高い量産性)、寸法精度が高く、更に低コストである等の利点がある。しかしながら、複雑な形状の成形は困難であるなどの欠点がある。その主たる原因は成形時の粉末の流動不足による。そのために流動性の良好な粉末が求められている。粉末の流動性は粒度、粒度分布、粒形、粒子の表面状態、見掛密度に関係する。

本研究は新しい成形法である加圧流動成形法を開発し、本法の適用できる粉末の範囲を拡大することを目的としている。加圧流動成形法の長所をまとめると、(1) 本成形法のための特別な粉末、か粒粉を必要としない。(2) 単軸プレスによる金型を用いた乾式プレス成形が可能である。(3) 成形粉末は流動パラフィンを含んでおり、成形時の粉末に流動性を付与し、成形時に粉末は金型内で流動する。

しかし、(1) 粉末の金型への充てん性が悪化する。(2) 射出成形よりは短時間で終了するが、脱バインダ工程が必要となる。(3) 射出成形と比較して成形できる形状が制限されるなどの課題がある。

得られた成形体には次の特長がある。(1) 成形体の密度

は乾式成形の結果より高い。(2) 成形体内の密度差は少ない。(3) 微粉末を成形した場合には、焼結時の寸法収縮が均一となり、焼結体の寸法精度は高く、故に焼結体の後加工が少ない。

## 2. 研究成果の概要

加圧流動成形法を開発を進めつつ、各種の粉末成形に適用した経緯は、はじめに鉄粉末の成形、次に鉄微粉末のか粒粉の成形に適用した。更にファインセラミックスか粒粉の成形に応用した。その結果をまとめると、以下になる。

### 2.1 鉄鋼系粉末の成形体の高密度化、高強度化

良好な鉄鋼系焼結体を得るために成形体に要求される性質は、粉末自体の焼結性が良好でないために、成形体が高密度であること、更に成形体内に低密度部が存在しないことである。本成形法は成形時に粉末の流動が起こることから、通常の乾式プレス成形された成形体に発生する欠陥 (クラックの発生、寸法精度が悪い) は解消できる可能性がある。

鉄鋼系粉末を成形する本成形法の工程図は Fig.1 に示す。本成形法の特徴は流動パラフィンの添加により、乾式プレス成形でありながら、成形時の粉末が流動することにある。成形体の寸法は Fig.2 に示し、薄肉カップとした。カップは底とカップ壁を粉末が成形する場合、おのおのは粉末の圧縮比が異なり、単純な形状ではあるが、成形体内に密度差が発生しやすい。

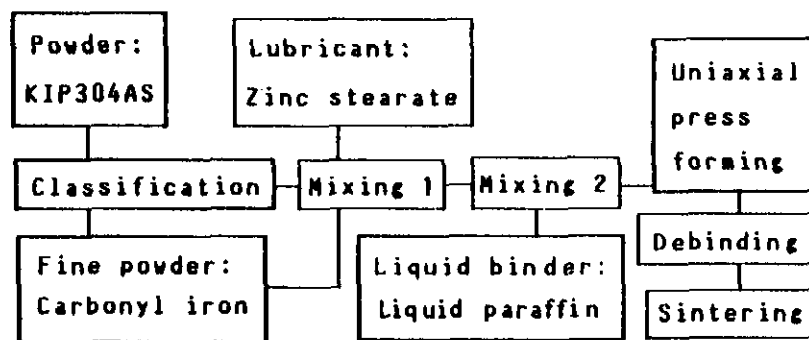


Fig. 1 Process diagram of Press Powder Flow Compaction from iron powder with controlled particle size distribution.

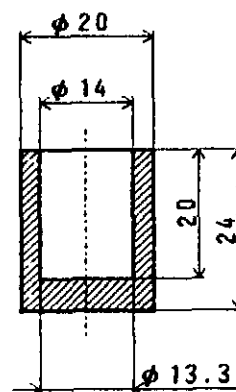


Fig. 2 Dimension of formed green compact (mm).

得られた成形体は乾式プレス成形の成形体と比較して高密度で (Fig.3)、かつ成形体内の密度差が少ない (Fig.4)。とくに、粉末の粒度分布を調整した成形体の結果、成形体は薄肉部をもつが、成形時の粉末の流動が良好であることを示した (Fig.5)。成形体は相対密度が90%と高く、内部の密度差は2%と少ない。また焼結した薄肉部の密度、強度ともに実用レベルであった (Fig.6)。

## 2.2 鉄微粉末の均一密度な成形

焼結性の良好な微粉末の成形では、射出成形と同様に成形体が高密度であることよりは、成形体内の密度差が少ないことが要求される。鉄微粉末を成形する場合には、少量の樹脂バインダで造粒したか粒粉を成形する。か粒粉は生粉末と比較して充てん性が高く、成形体の保形性が向上する。成形に用いた粉末はカーボニル鉄粉末 (平均粒径:

6  $\mu\text{m}$ ) と破碎鉄粉末 (10  $\mu\text{m}$ ) である。

Fig.7に工程図を示すように、PVA水溶液を混合、乾燥する造粒過程が入る。成形体は2.1項に示したカップと同様である。流動パラフィンの添加にともなう成形体の密度、成形体内の密度分布はFig.8~Fig.11に示す。

成形体内の密度差は、上記の要求に対して十分に小さい。成形時の粉末の流動を定性的に考察するために、成形体内の密度差と成形圧の関係を図.12、Fig.13に示した。成形圧の上昇にともなうカップ壁の密度上昇が現れており、カップ底から流動した粉末がその原因である。焼結体は成形体から大きな寸法収縮を起こすが、乾式成形の結果と比較して均一な収縮となる。また、本成形法の脱バインダは短時間で終了することを確かめた。

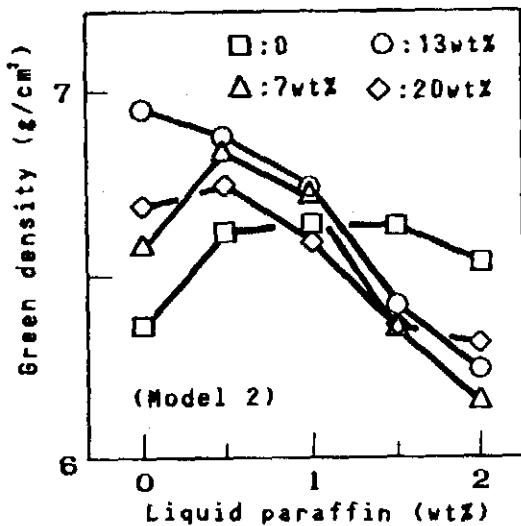


Fig. 3 Relation between green density and content of liquid paraffin by changing in addition of carbonyl iron powder. (Model 2; 150  $\mu\text{m}$  : 87%, 60  $\mu\text{m}$  : 11%, 30  $\mu\text{m}$  : 2%)

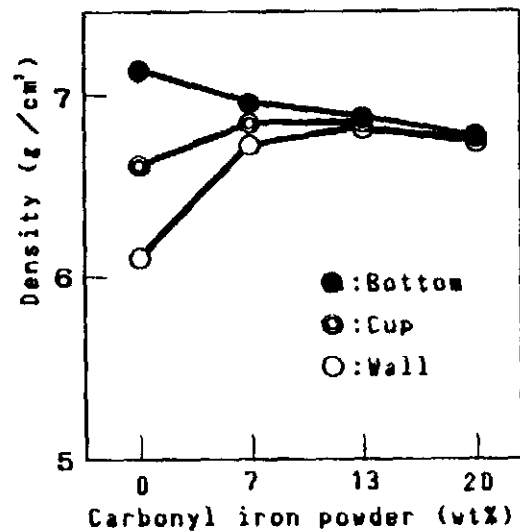


Fig. 4 Relation between partial density of green compact and addition of carbonyl iron powder. (Liquid paraffin : 0.5 wt%)

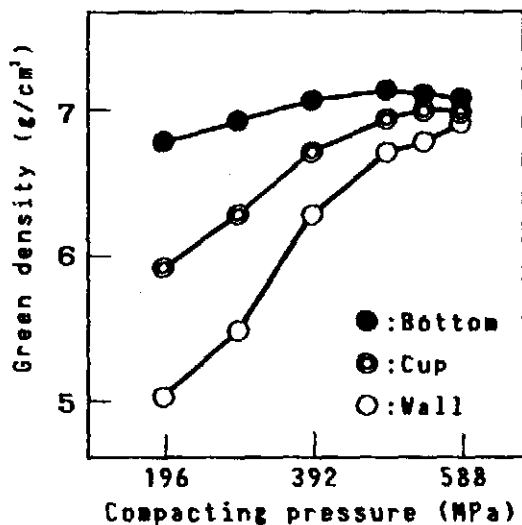


Fig. 5 Relation between partial density of green compact and compacting pressure. (Model 2 + 6  $\mu\text{m}$  : 13 wt% + LP : 0.5 wt%)

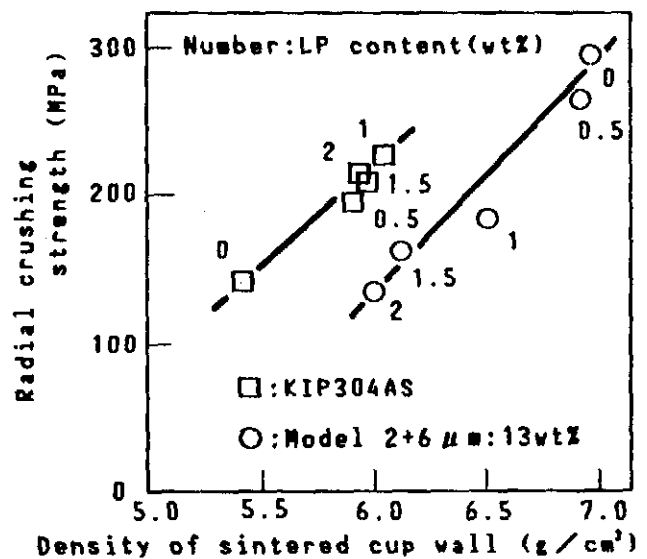


Fig. 6 Relation between radial crushing strength and density of sintered cup wall.

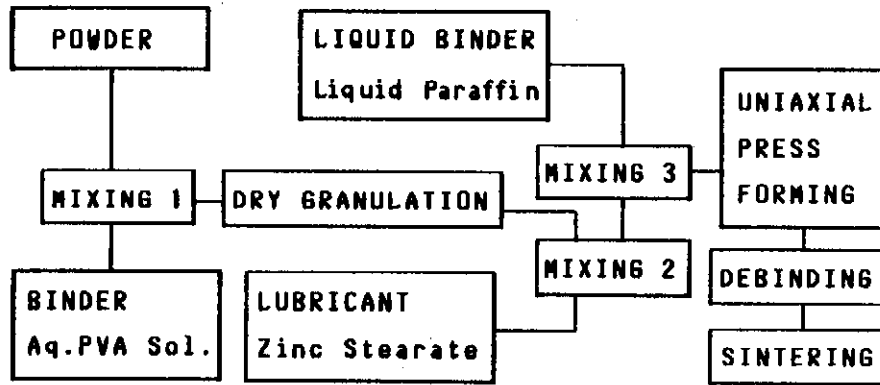


Fig. 7 Process diagram of Press Powder Flow Compaction.

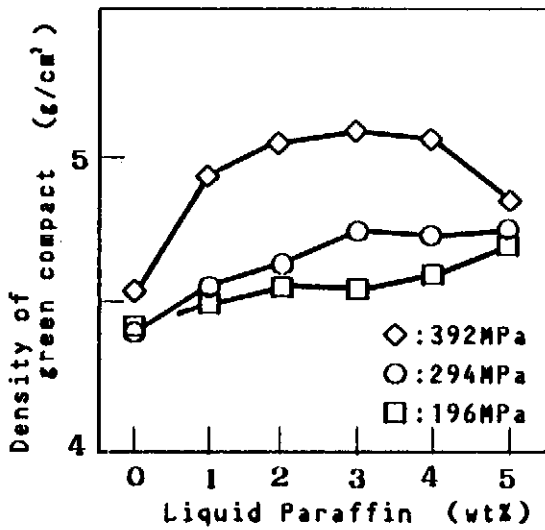


Fig. 8 Relation between density of green compact from carbonyl iron powder with 2wt % PVA and content of liquid paraffin.

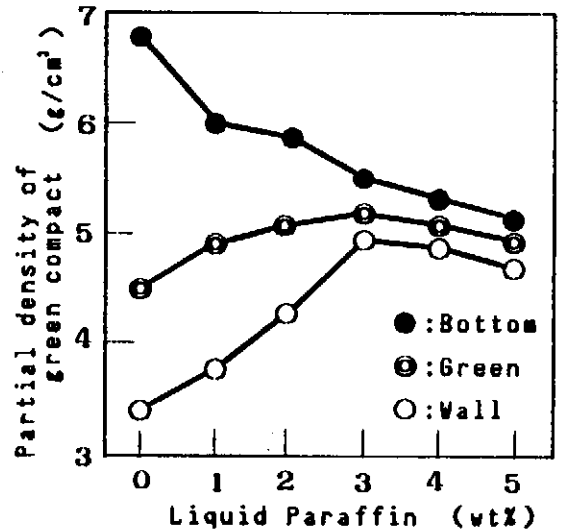


Fig. 9 Relation between partial density of green compact from carbonyl iron powder with 2wt % PVA under compacting pressure 392 MPa and content of liquid paraffin.

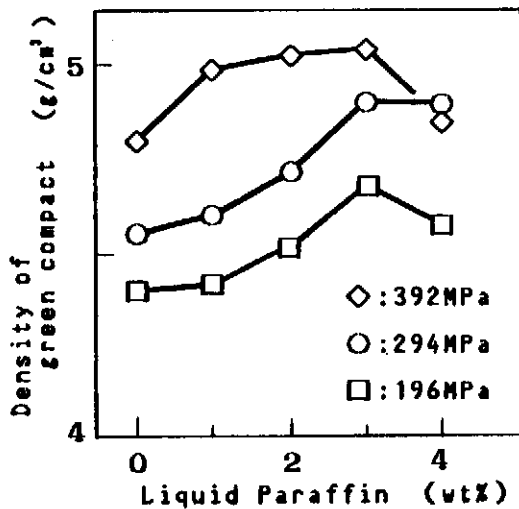


Fig. 10 Relation between partial density of green compact from crushed iron powder with 2wt % PVA and content of liquid paraffin.

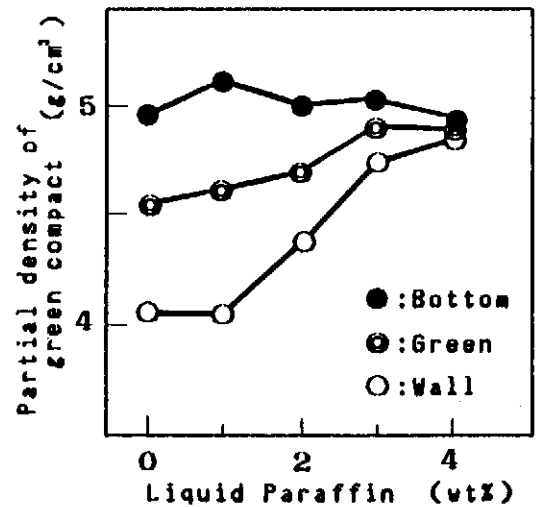


Fig. 11 Relation between partial density of green compact from crushed iron powder with 2wt % PVA under compacting pressure 294 MPa and content of liquid paraffin.

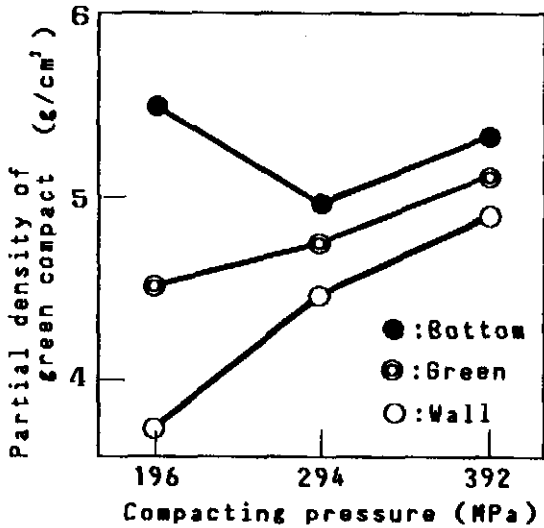


Fig. 12 Relation between partial density of green compact and compacting pressure from carbonyl iron powder with 2wt% PVA and 3wt% liquid paraffin.

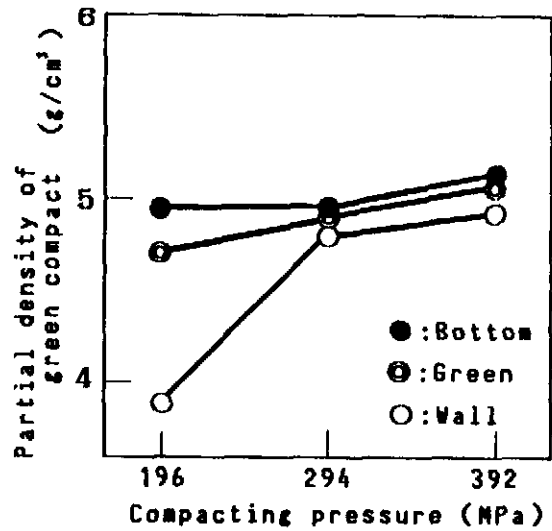


Fig. 13 Relation between partial density of green compact and compacting pressure from crushed iron powder with 2wt% PVA and 3wt% liquid paraffin.

2. 3 ソフトフェライトか粒粉及びアルミナか粒粉の成形  
鉄微粉末のか粒粉の成形結果を実用化されているファインセラミックスの成形に応用した。難加工材であるセラミックスは粉末冶金法が唯一の成形方法であり、各種の成形法がある。ファインセラミックスの焼結体はコストアップの原因となる後加工を低減する必要があり、焼結体の寸法精度は極めて重要である。ここでは、ソフトフェライトか立粉及びアルミナか粒粉を成形、焼結した結果について説明する。

成形体の形状は2. 1項と同様のカップである。2. 2項で示した工程と同じく微粉末の造粒が必要である。成形体は熱分解法の脱バインダ後に、焼結した。

成形体は本成形法の特徴である内部の密度差の減少が認められ、適切な流動パラフィンの添加量において、欠陥が全く良好であった (Fig.14, Fig.15)。

ソフトフェライトの成形時の粉末流動性について、カップ底の厚さとの関係で考察した結果、成形圧の上昇(8MPaから196Mpaまで)によって流動する粉末量は約10vol%と多量であることがわかった。(Fig.16)。また、成形体内の密度差が少ない成形体を焼結した結果、焼結体の法精度は高い (Fig.17)。

アルミナか粒粉の成形では、流動パラフィンの添加による、パンチストロークを成形圧との関係から、粉末の流動発生したと思われる変曲点を実験で捉えることができた (Fig.18)。得られた焼結体の寸法精度は内部の密度差と関があり、密度差の少ない場合は、高精度であった (Fig.19, Fig.20, Photo.1)。

2. 4 本成形法の研究成果は実際の粉末成形に適用できる。

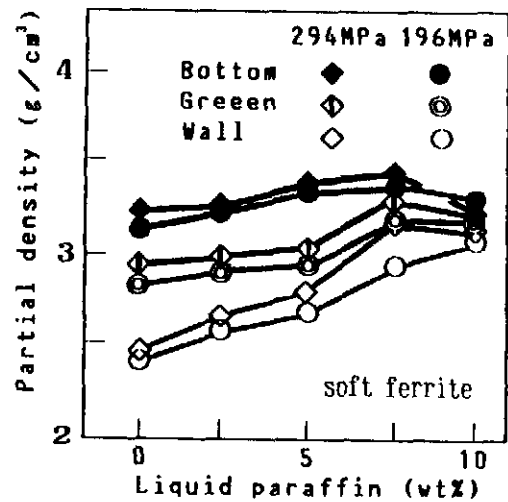


Fig. 14 Relation between partial density of green compact and content of liquid paraffin.

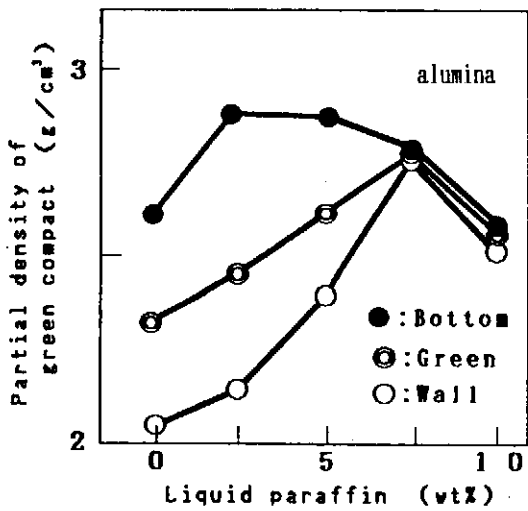


Fig. 15 Relation between partial density of green compact and content of liquid paraffin.(compacting pressure :196MPa)

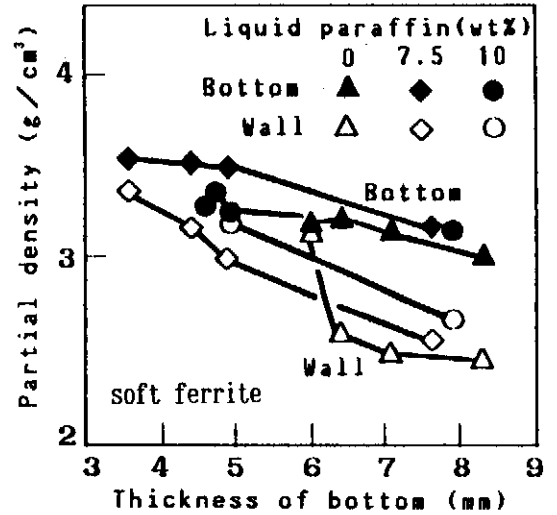


Fig. 16 Relation between partial density of green compact and thickness of cup bottom by changing in content of liquid paraffin.

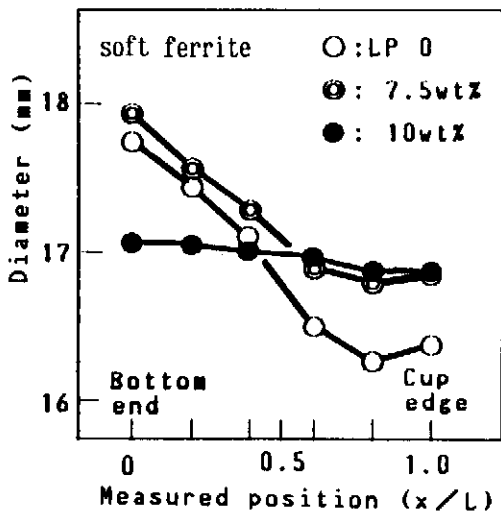


Fig. 17 Change in diameter of sintered compact. (196MPa, 1350°C\*4h)

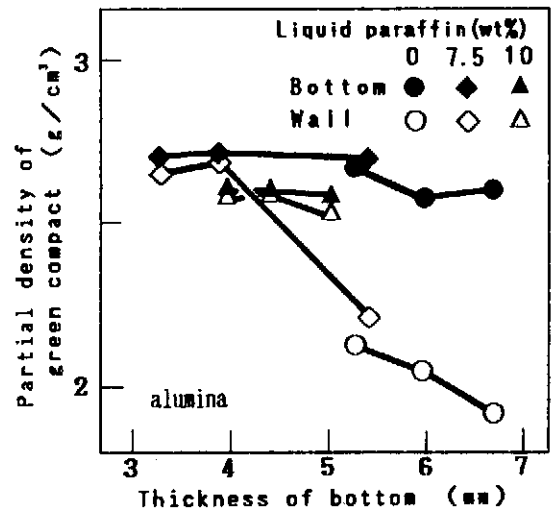


Fig. 18 Diagram of compacting pressure - punch stroke by changing in content of liquid paraffin.

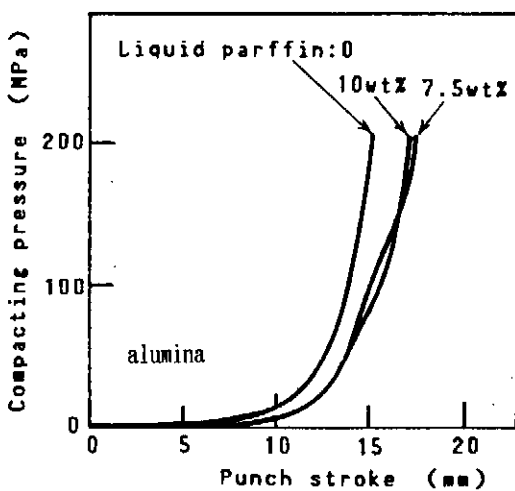


Fig. 19 Relation between partial density of green compact and thickness of cup bottom by changing in content of liquid paraffin.

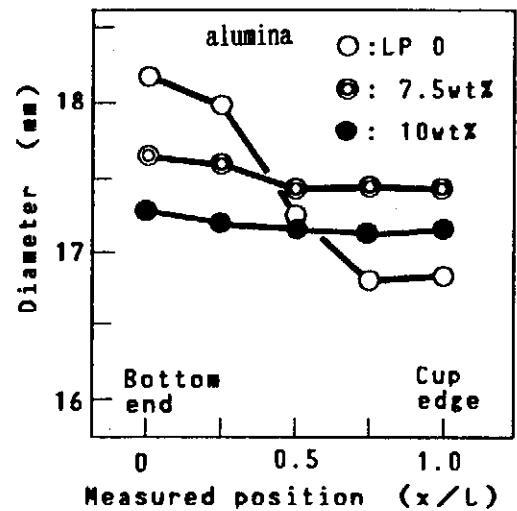
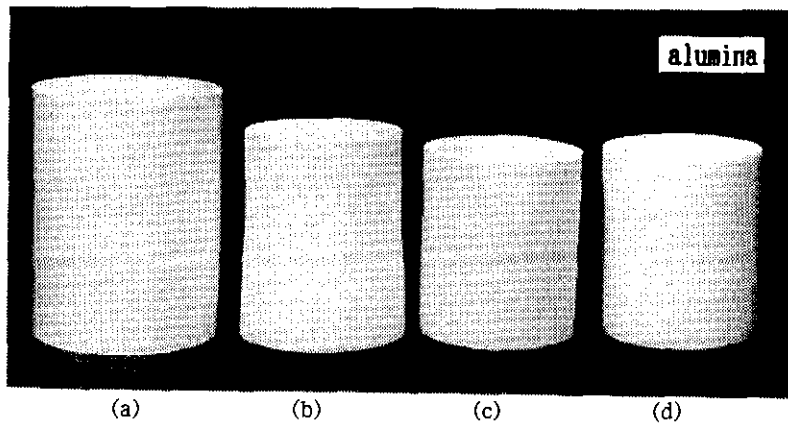


Fig. 20 Diameter of sintered compact by changing in content of liquid paraffin. ( Compacting pressure :196 MPa , Sintering :1480°C\*3h)



- (a) Green compact LP : 0
- (b) Sintered compact LP : 0
- (c) Sintered compact LP : 7.5wt %
- (d) Sintered compact LP : 10wt %

Photo. 1 External appearance of green compact and sintered compact by changing in content of liquid paraffin. (Compacting pressure : 196MPa, Sintering : 1480°C\*3h)

### 3. 本助成金による研究成果の印刷物

#### A. 論文等

- 1) 高橋清造、中川威雄：粉体および粉末冶金、39 - 11 (1992 - 11)、1005 - 1010、「ソフトフェライト顆粒粉の液状バインダを用いた加圧流動成形」
- 2) Seizo Takahashi and Takeo Nakagawa : Proceeding of 1992 Powder Metallurgy World Congress, 2 (1992 - 12), 123 - 131, 「Flow Compaction of Iron Powders」
- 3) 高橋清造、金井 浩、中川威雄：粉体および粉末冶金、投稿中、「アルミナ顆粒粉の加圧流動成形」

#### B. 口頭発表

- 1) 高橋清造、中川威雄：平成4年度塑性加工春季講演論文集、259 - 262 (1992 - 5/24)、「液状バインダを添加した鉄粉末の流動性」

- 2) 高橋清造、中川威雄：粉体粉末冶金協会平成4年度春季大会講演概要集、127 (1992 - 6/10)、「ソフトフェライト顆粒粉の液状バインダを用いた加圧流動成形 (第2報) - 成形体密度の均一化 - 」
- 3) Seizo Takahashi and Takeo Nakagawa : 1992 Powder Metallurgy World Congress, (1992 - 6/23)、「Flow Compaction of Iron Powders」.
- 4) 高橋清造、中川威雄：第43回塑性加工連合講演論文集、81 - 84 (1992 - 10/1)、「液状バインダを添加したアルミナ顆粒粉の加圧流動成形」.
- 5) 高橋清造、金井浩、中川威雄：粉体粉末冶金協会平成4年度秋季大会講演概要集、199 (1992 - 11/16)、「アルミナ顆粒粉の加圧流動成形」