

成形性に優れた高純度高圧縮性アトマイズ純鉄粉 KIP 304AS の特性*

川崎製鉄技報
24 (1992) 4, 268-272

Characteristics of High Compressibility Atomized Iron Powder with Improved Compactibility, KIP 304AS



齋藤 滋之
Shigeyuki Saito
千葉製鉄所 鉄粉部鉄
粉溶材技術室



園部 秋夫
Akio Sonobe
千葉製鉄所 鉄粉部鉄
粉課 主任部員(掛長)



小倉 邦明
Kuniaki Ogura
技術研究本部 ハイテ
ク研究所新素材研究セ
ンター 主任研究員(課
長)



前田 義昭
Yoshiaki Maeda
千葉製鉄所 管理部鉄
粉管理室長(部長補)

要旨

粉末冶金部品における高密度化と複雑形状化の要求に対応するために、高圧縮性と優れた成形性を兼ね備えたアトマイズ純鉄粉が求められている。一般的に、高圧縮性と優れた成形性は相反する特性であり、従来これらの両立は困難であった。しかし、高純度化、転位密度の低減および粒度分布の粗粒化に加え、鉄粉粒子形状を最適化することによって、高圧縮性と優れた成形性を兼ね備えたアトマイズ純鉄粉 KIP 304AS を開発した。KIP 304AS は、成形圧力 588 MPa で 7.18 Mg/m³ という高圧縮性と従来鉄粉に匹敵する圧粉体強度を両立させるとともに、従来鉄粉に比べ 15% 低い抜出力を達成した。

Synopsis:

The atomized iron powder with high compressibility and improved compactibility has been required to produce high-performance sintered parts with high density and a complex shape. Compatibility between high compressibility and improved compactibility was difficult to attain up to the present. However, the authors have solved this problem by optimizing the particle shape, and succeeded in industrial production of a new-type atomized iron powder called KIP 304AS. The green density of KIP 304AS is 7.18 Mg/m³ compacted at 588 MPa, and ejection force from the die is lower than that of the conventional powder by 15%. Furthermore, the green strength is comparable with that of the conventional powder.

1 緒 言

近年、鉄系粉末冶金部品にはその適用部品の拡大に伴い、高密度化による機械的強度の向上と複雑形状化が求められてきている¹⁾。

高密度化に対応するための方法としては、2 回成形-2 回焼結、高温焼結および焼結鍛造などが知られているが、これらの方法はその製造コストが高いために適用が限定され、通常のプレス成形において高密度化を指向するのが一般的である。プレス成形のみによって高密度化を図るためには成形圧力を増加させる必要が生じ、金型寿命が低下したりより高い成形圧力を有したプレスを必要とするといった問題があった。

一方、複雑形状化への対応としては複数の焼結部品を接合させる方法²⁾などが知られているが、コストが高く一般的ではない。焼結後の切削加工等により最終形状を得る方法が一般的であるが、粉末冶金法として本来のメリットを享受するためには、これらの機械加

工工程を極力避けることが望ましい。そこで、多段成形などの手法による、より最終形状に近い成形体の成形が指向される。しかし、成形体で複雑形状化を図ると、抜出力が増加し抜出中の成形体の破損、あるいは焼結工程までの取り扱い中における成形体の破損が発生しやすくなる。

そこでこれらの問題に対応するために原料としての鉄粉には高圧縮性、低抜出力および高圧粉体強度を兼ね備えることが求められてきている。これらの概要を Fig. 1 に示す。

しかし、高圧縮性と低抜出力および高圧粉体強度は相反する特性であり、従来これらの両立は困難であった。

本報告では、主に鉄粉粒子形状を制御することにより高圧縮性で低抜出力のみならず高圧粉体強度といった優れた成形性をも兼ね備える、新たに開発されたアトマイズ純鉄粉 KIP 304AS の特性について述べる。

* 平成 4 年 7 月 9 日原稿受付

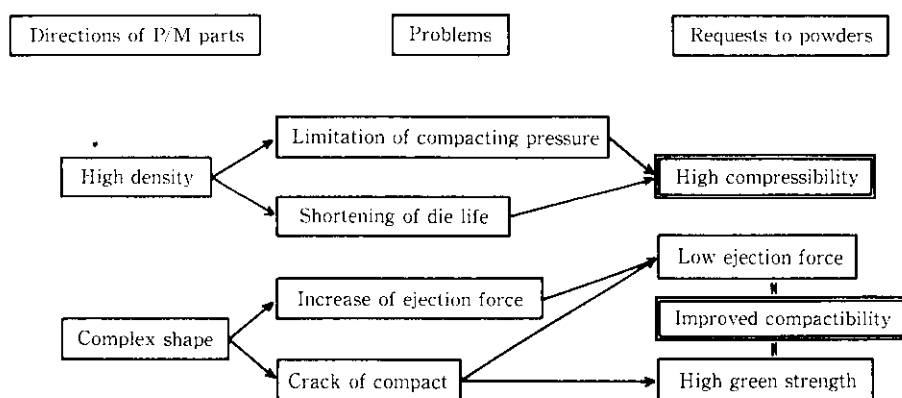


Fig. 1 Requests of high compressibility and improved compactibility to powders

2 粉末冶金用鉄粉の圧縮性および成形性

鉄粉の圧縮性は金型への充填密度，加圧成形時の粒子の再配列と塑性変形能，および粒子単体の密度に支配される。一方，鉄粉の成形性を表す圧粉体強度には，圧粉体内部の粒子同士の絡まり合いが重要である。

金型への充填密度は，粒子を球状化させ鉄粉の見掛け密度を増加させることにより向上させることが可能で，またこれにより抜出力も低減する。しかし，球状の粒子は粒子同士の絡まり合いが弱く，圧粉体強度が低下する。このため，粒子形状には過度な球状化を抑制し，適度な複雑化形状を持たせる必要がある。

成形時の粒子の再配列は粒子を球状化および粗粒化させることにより，粒子間あるいは粒子と金型間の接触点数が減少し向上する。

また，粒子の塑性変形能は不純物元素量³⁾，介在物量，および転位密度を低減させることにより向上する。

さらに粒子単体の密度は介在物および粒子内空孔の低減により増加する。

以上のことから，高圧縮性と優れた成形性を両立させるためには，鉄粉中の不純物元素量，介在物量および転位密度を低減し，粒度分布の粗粒化に加えて，粒子形状を最適にする必要がある。

3 KIP 304AS の製造方法

アトマイズ純鉄粉の製造プロセスを Fig. 2 に，また KIP 304AS の製造条件を当社の標準アトマイズ純鉄粉である KIP 300A の場合と比較して Table 1 に示す。

Table 1 Manufacturing conditions

Processes		KIP 304AS	KIP 300A
Scrap as raw material		Strictly selected	Standard
Refining at electric furnace		Rigorous	Standard
Atomizing water pressure (ratio*)		0.70	1.00
Atomizing water volume (ratio*)		0.75	1.00
1st	Annealing temperature (ratio*)	1.04	1.00
	Annealing period (ratio*)	1.50	1.00
	Crushing	Harder	Standard
	Sieve size (ratio*)	1.44	1.00
2nd	Annealing	Implementation	
	Crushing	Softer	
	Sieve size (ratio*)	1.44	

* Ratio to the value of KIP 300A

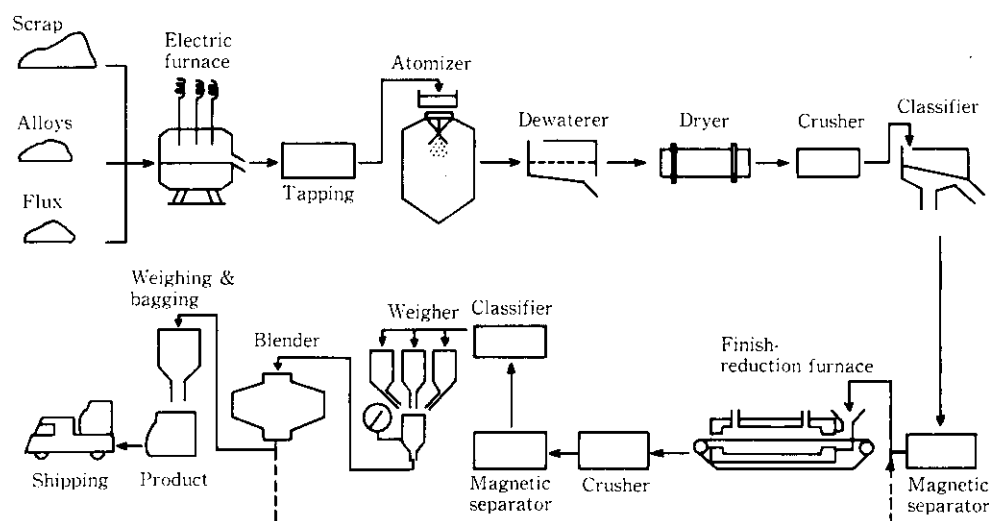


Fig. 2 Manufacturing process of atomized iron powder

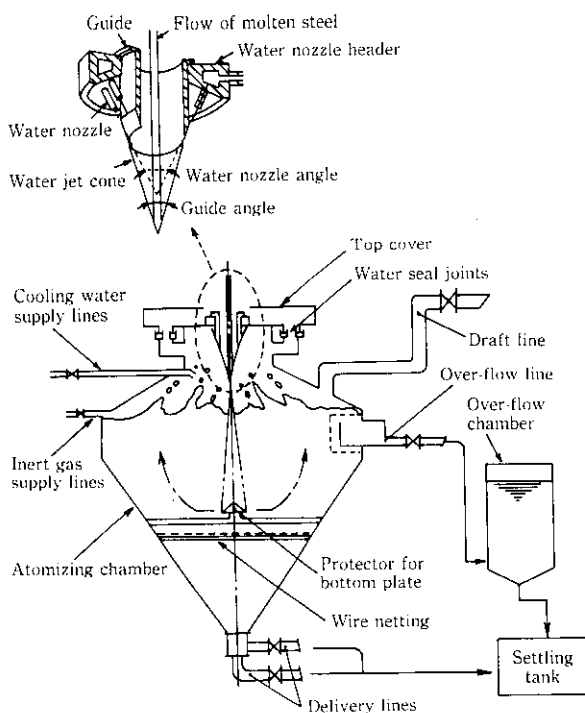


Fig. 3 Schematic drawing of atomizing chamber

より厳選したスクラップ原料を電気炉で溶解し、より強化した酸化還元精錬をおこなった。この溶鋼を 30% 低い水圧および 25% 少ない水量の高圧水で、Fig. 3 に示すようなアトマイズ装置により噴霧し乾燥させ一次鉄粉を得た。

この一次鉄粉に水素雰囲気中にて、4% 高い温度で保持時間を 50% 延長した一次焼鈍を施した。一次焼鈍後、一次解砕および一次分級をおこなうが、この一次解砕を強化しまた一次分級の分級点を 44% 大きくした。

標準鉄粉 KIP 300A の場合はここで最終製品となるが、KIP 304AS はさらに二次の焼鈍、解砕および分級を施した。二次解砕は弱解砕とし、二次分級の分級点は一次と同様に 44% 大きくした。

4 KIP 304AS の特性

4.1 圧粉体および焼結体の特性

KIP 304AS の圧粉体密度を KIP 300A, Powder A および Powder B と比較して Fig. 4 に示す。Powder A は従来の高圧縮性アトマイズ純鉄粉、また Powder B は従来のアトマイズ純鉄粉である。成形圧力 588 MPa において、KIP 304AS は圧粉体密度 7.18 Mg/m^3 と最も優れた圧縮性を示す。

また、Fig. 5 に示すように KIP 304AS は抜出力においても、最も優れており同一圧粉体密度において KIP 300A に比較し 15% 低い抜出力を示す。

次に、圧粉体密度とラトラー値の関係を Fig. 6 に示す。従来の高圧縮性鉄粉である Powder A の圧粉体強度は、KIP 300A および Powder B に比較し非常に低い圧粉体強度を示す。しかし、KIP 304AS の場合は Powder A 以上の圧縮性を有しながら圧粉体強度の低下は最少限であり、 7.18 Mg/m^3 以上の圧粉体密度においては KIP 300A および Powder B とほぼ同等の圧粉体強度を示す。

焼結体特性の一例として、Fig. 7 に引張強度を示す。引張強度は焼結体密度依存性が高く、KIP 304AS は、圧粉体密度の向上に

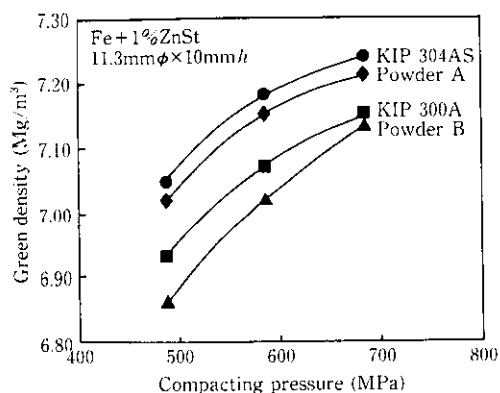


Fig. 4 Relationship between green density and compacting pressure (Powders A and B: a high compressibility atomized iron powder and a atomized iron powder, respectively, used in the market)

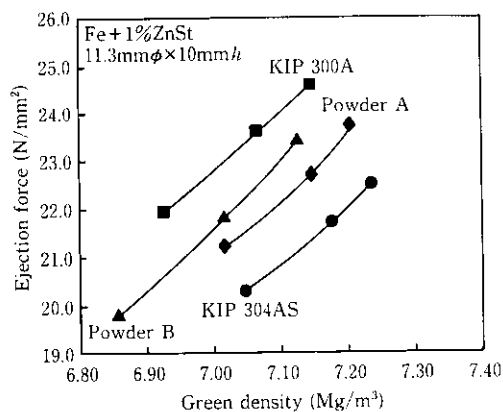


Fig. 5 Relationship between ejection force and green density

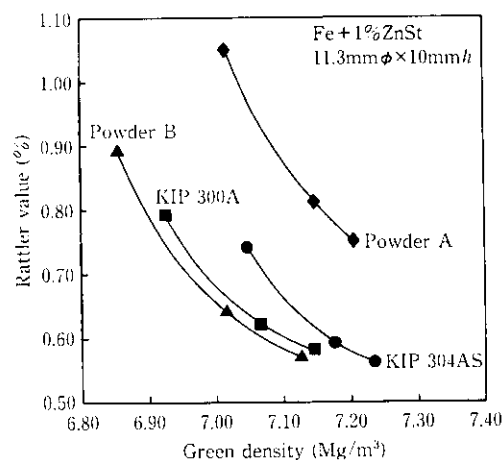


Fig. 6 Relationship between rattler value and green density

伴う焼結体密度の増加により、最も優れた焼結体強度を示す。

以上のように、KIP 304AS は、高圧縮性と低抜出力のみならず、優れた圧粉体強度をも兼ね備えている。さらに、圧縮性の向上により優れた焼結体強度も示す。

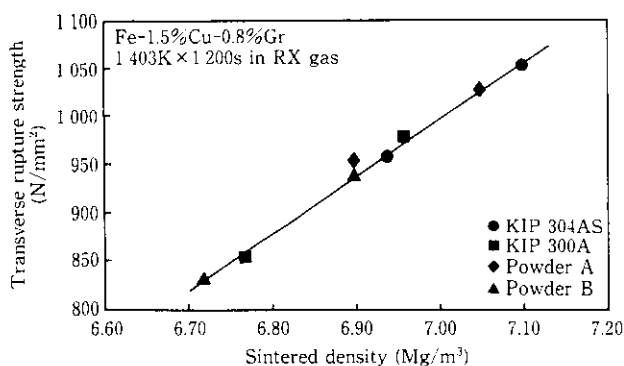


Fig. 7 Relationship between transverse rupture strength and sintered density

4.2 鉄粉の純度

KIP 304AS は、純度の高い厳選されたスクラップ原料を用い、さらに電気炉における酸化還元精錬を強化したことによる高純度な溶鋼の噴霧により、不純物元素量の少ない一次鉄粉を得た。

さらにこのような一次鉄粉に、より高温で長時間の一次焼鈍とさらに二次焼鈍をも施したことにより、焼鈍中の還元、脱炭、脱窒および脱硫が促進され、その結果、Table 2 に示すように二次鉄粉中の不純物元素量は非常に低減されている。

Table 2 Chemical composition of secondary powders

Powder	(wt %)							
	C	Si	Mn	P	S	Cr	O	N
KIP 304AS	0.001	0.01	0.01	0.003	0.003	0.01	0.080	0.0004
KIP 300A	0.002	0.02	0.11	0.014	0.009	0.01	0.133	0.0018
Powder A	0.001	0.01	0.03	0.005	0.002	0.01	0.082	0.0009
Powder B	0.003	0.02	0.21	0.016	0.011	0.01	0.191	0.0046

4.3 粒子形状と粒度分布

一次鉄粉の見掛密度を粒度別に Fig. 8 に示す。KIP 304AS は全ての粒度域で見掛密度が高く、すなわち粒子形状が球状化しており、それは粗粒域ほど顕著である。一次鉄粉の粒度分布を Fig. 9 に示す。KIP 304AS の平均粒径は KIP 300A のほぼ 2 倍まで粗粒化している。これらは、アトマイズ時の高圧水の圧力と水量の減少により、溶鋼の分散を抑制し溶滴の自由凝固を促進させたためである³⁾。

また、焼鈍後の一次および二次分級の分級点を大きくしたことにより、Table 3 に示すように一次鉄粉の粗粒化効果を二次鉄粉も維持している。

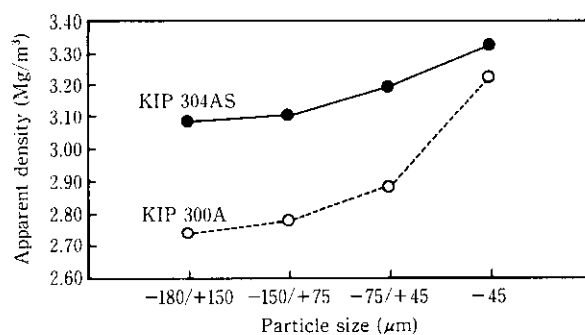


Fig. 8 Apparent density of primary powders

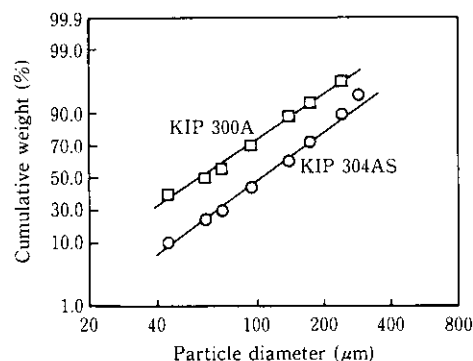


Fig. 9 Particle size distribution of primary powders

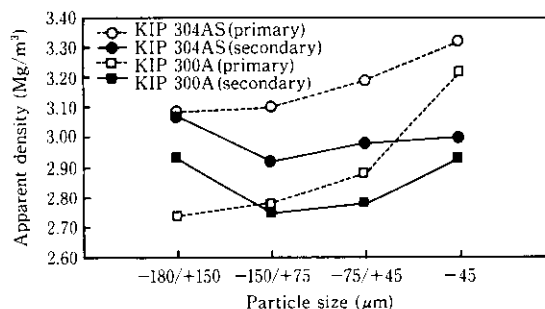


Fig. 10 Apparent density of primary and secondary powders

一次鉄粉と二次鉄粉の粒度別の見掛密度を Fig. 10 に示す。KIP 304AS は、全ての粒度域において、二次鉄粉の見掛密度の低下が大きい。ここで、この一次鉄粉と二次鉄粉の粒子形状の変化を評価するために、(1)式で示される見掛密度比を定義する。

$$AD_{ratio} = \frac{AD_{sec}}{AD_{pri}} \times 100 \quad (1)$$

AD_{ratio} : 見掛密度比 (%)

AD_{sec} : 二次鉄粉の見掛密度 (Mg/m³)

AD_{pri} : 一次鉄粉の見掛密度 (Mg/m³)

Table 3 Characteristics of secondary powders

Powder	Apparent density (Mg/m³)	Flow rate (s/50 g)	Particle size distribution (%)						
			+180 μm	+150 μm	+106 μm	+75 μm	+63 μm	+45 μm	-45 μm
KIP 304AS	2.99	23.5	5.2	14.2	24.7	24.0	8.2	13.5	10.2
KIP 300A	2.94	25.4	0.1	7.3	19.3	26.7	10.0	12.5	24.1
Powder A	3.12	21.6	1.5	8.4	19.4	26.2	9.6	16.4	18.5
Powder B	3.01	25.1	0.1	4.0	15.3	22.9	9.5	14.0	34.2

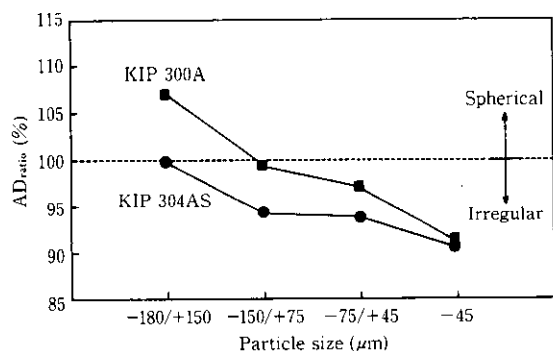


Fig. 11 Apparent density ratio

Fig. 11 に示すように、KIP 304AS の見掛け密度比は全ての粒度域で 100% 以下でありかつ KIP 304A よりも小さく、二次鉄粉は一次鉄粉よりも複雑形状化していることがわかる。これは、一次焼鈍時の熱負荷を強化した二次焼鈍を実施した結果、焼鈍中の鉄粉粒子同士の焼結が進み疑似粒子化が促進し、さらにこの疑似粒子を保持するために二次解砕を弱解砕としたためである。

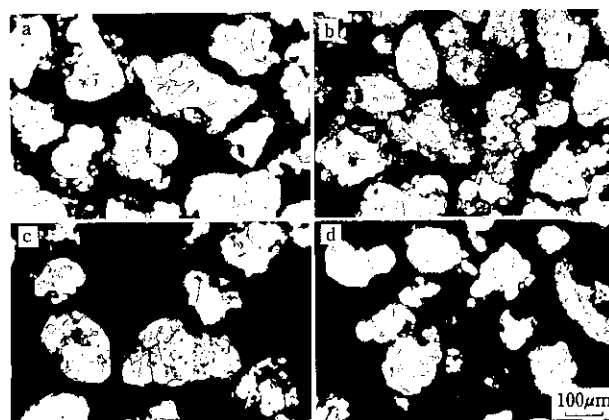
このため、一次鉄粉の見掛け密度は増加させたが、Table 3 に示したように二次鉄粉の見掛け密度の過度の増加は抑制され、最適な粒子形状が得られている。

4.4 粒子断面

二次鉄粉の +150 μm 粉の粒子断面を Photo 1 に示す。KIP 304AS は KIP 300A に比べ、基本粒子が球状化しているが、他の 3 種の鉄粉に比べ比較的多くの微細粒子が基本粒子の表面に付着凝集しており、かつ結晶粒子径が大きい。

すなわち、一次焼鈍時の熱負荷の強化と二次焼鈍の実施による粒子同士の焼結と焼鈍効果の促進、および弱解砕により解砕歪みと疑似粒子粉の解砕を抑制した効果を示している。

以上のように KIP 304AS は、高純度化、転位密度の低減、一次鉄粉の球状化、および一次と二次鉄粉の粗粒化による高圧縮性および低抜出力と、二次鉄粉の粒子形状を複雑形状化させることによる



(a) KIP 304AS (b) KIP 300A
(c) Powder A (d) Powder B

Photo 1 Cross section photographs of +150 μm particles of secondary powders

優れた圧粉体強度とを両立させている。

5 結 言

成形性に優れた高圧縮性アトマイズ純鉄粉 KIP 304AS を開発し、その特性について検証し以下の知見を得た。

- (1) 成形圧力 588 MPa において圧粉体密度 7.18 Mg/m^3 という優れた圧縮性と従来鉄粉より 15% 低い抜出力を示すとともに、従来鉄粉に匹敵する圧粉体強度を有する。
- (2) 圧縮性の向上による焼結体密度の向上により、最も優れた焼結体強度を示す。
- (3) これらの高圧縮性と優れた成形性の両立は、高純度化、転位密度の低減、鉄粉の球状化および一次と二次鉄粉の粗粒化に加え、二次鉄粉の粒子形状の最適化によってもたらされている。
- (4) 見掛け密度比を定義することによって、焼鈍時における粒子形状の変化の大きさを評価できることがわかった。

参 考 文 献

- 1) P. K. Johnson: "1989 P/M Technology Review", *Int. J. Powder Met.*, **25** (1989) 1, 55
- 2) D. Duzovic: "A Three Stage Description of Powder Compaction", *Sic. Sintering*, **22** (1990) 1, 11
- 3) M. Nitta, H. Ogawa, and S. Ito: "The Impurities Effect on the Properties of Water Atomized Powders", *Proc. Jpn Soc. Powder and Powder Met.*, November (1979), 30
- 4) 藤川允文, 前田義昭, 安田勢二, 野中 浩, 伊藤俊二, 新田 稔: 「アトマイズ鉄粉の製造設備と品質」, 川崎製鉄技報, **12** (1980) 2, 46
- 5) 齊藤滋之, 園部秋夫, 新田 稔, 駒村宏一, 香月淳一: 「水アトマイズ法における粉体特性におよぼす噴霧条件の影響」, 平成 2 年度 春季大会講演概要集, 粉体粉末冶金協会, (1990), p14