

粉末固相接合による部分強化傾斜機能金型の開発(第1報)

Development of Partially Reinforced Mold Made of Functionally Graded Materials using Solid-Phase Bonding of Composite Powder Metals (1st Report)

HIP 焼結により作製した WC-Co-Fe 系傾斜材料の硬さ分布評価

Evaluation of Hardness Distribution in WC-Co-Fe Graded Materials prepared by HIP sintering

玉井博康

Hiroyasu Tamai

機械素材研究所 無機材料科

設計自由度の高い粉末冶金的手法により、必要箇所のみを部分強化した鍛造金型の実現を目指し、機械的特性が連続的に分布する傾斜材料の製造プロセスについて検討した。メカニカルミリングにより組成を調整したタングステンカーバイド、コバルト、鉄の複合粉末を順次積層した圧粉体について、熱間等方加圧 (HIP) により固化成形を行った。本プロセスにより任意の硬さに傾斜分布する焼結体が得られることを確認した。

1. はじめに

自動車関連の部品製造では、環境問題や衝突安全性の確保等を背景に、車体軽量化と剛性向上、コスト低減に繋がる技術開発が求められ、アルミニウムやマグネシウムなど軽金属合金のプレス鍛造品の適用が拡大している。これらは難加工材であり金型負荷が増大する一方、金型製造においては高品質・低コスト・短納期への対応に迫られている。特に、プレス鍛造金型では、表面で硬度や耐摩耗性が、また内部で靱性や耐衝撃性が要求される。それらは一般にトレードオフの関係にあり、両立が模索されている。近年、機械的特性が連続的に変化する傾斜機能材料^{1,2)}が注目され、冷間プレス金型への適用が検討され、タングステンカーバイド-コバルト (WC-Co) 系の超硬合金を中心に傾斜機能金型の研究開発^{3)~5)}が取り組まれているが、実用化はこれからである。

本研究では、設計自由度の高い粉末冶金的手法により必要箇所のみを部分強化した鍛造金型の実現を目指し、組成や硬さが連続的に分布する傾斜材料の製造プロセスについて検討した。メカニカルミリングにより作製した WC-Co-Fe 系複合粉末の積層圧粉体について、熱間等方加圧 (HIP) により固化成形を行い、複合粉末の作製条件や焼結条件の及ぼす硬

さ分布の影響を調査した。

2. 実験方法

2.1 供試材料

出発原料として、WC 粉末 (高純度化学研究所製、純度 99%以上、粒径 0.7~1.2 μm)、Co 粉末 (高純度化学研究所製、純度 99%以上、粒径 4~6 μm)、Fe 粉末 (高純度化学研究所製、純度 99.9%以上、粒径 3~5 μm) を用いた。

2.2 メカニカルミリングによる複合粉末の作製

遊星型ボールミル (フリッチュ製、P-6) を使い、複合粉末を作製した。表 1 に示す配合比の原料粉末 20 g と $\phi 5$ mm のステンレス製鋼球 80 g を容量 45 mL のステンレス製容器に充填し、公転数 400 rpm、自転:公転比=-1.18:1、 N_2 ガス雰囲気中で 20 分間攪拌処理を行った。

2.3 積層焼結体の作製

ミリング処理を施した WC、Co 及び Fe 含有量の異なる複合粉末を順次積層・圧粉した焼結体を作製した。内径 $\phi 20$ mm の超硬合金製円筒金型に所定量の複合粉末を充填し、圧力 1600 MPa の一軸圧縮により、図 1 に示す積層圧粉体を作製した。表 2 に積層圧粉体の層構成および各層の重量を示す。積層圧粉体の各層の厚さは、試料 A、B では 3 mm、試料 C

では 5 mm となるように設定した。

圧粉体の焼結は、熱間等方加圧装置（神戸製鋼所製、Dr HIP）を用い、昇温速度 15°C/min で 1350°C まで加熱し 1 時間保持、炉冷後取り出した。なお、試料 A、B についてはカプセルフリー（初期圧 2 MPa、最終圧力 10MPa）により、試料 C については軟鋼カプセル封入（初期圧 2 MPa、最終圧力 100 MPa）により HIP 処理を行った。

表 1 原料粉末の配合比 (mass%)

試料	WC	Co	Fe
L1	90	10	0
L2	80	20	0
L3	70	30	0
L4	60	20	20
L5	40	30	30
L6	20	30	50

表 2 積層圧粉体の層構成、各層の重量 (g)

試料	層構成	各層の重量 (g)
A	L2/L1	L2:12.8、L1:13.7
B	L3/L2	L3:12.0、L2:12.8
C	L6/L5/L4	L6:13.6、L5:15.2、L4:18.3

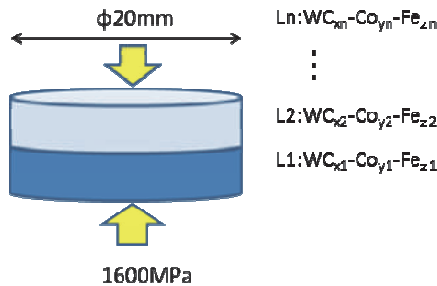


図 1 積層圧粉体の模式図

2.4 評価

粉末形状および焼結体の組織観察に金属顕微鏡（オリンパス製、BHC-311-M）と走査型電子顕微鏡（SEM：日立ハイテクノロジーズ製、S-3500）を用いた。SEM に付随するエネルギー分散型 X 線分析装置（EDX：堀場製作所製、EDX7490-H）により元素分析を行った。焼結体の乾燥および水中質量を精密天秤で測定し、アルキメデス法により見掛け密度を

算出した。得られた密度と理論密度の比から相対密度を算出した。焼結体の機械的特性について、ビッカース硬度計（ミツトヨ製、HM-220D）、ロックウェル硬度計（明石製作所製、ARK-B）を用い、硬さ分布を測定した。

3. 結果および考察

3.1 複合粉末の形成

図 2 にメカニカルミリング前後における試料粉末の外観変化の一例を示す。図中右下に示す試料 L4 は、WC、Co、Fe の原料粉末を重量比 60%、20%、20% の割合で配合し、遊星型ボールミルにより 20 分間攪拌したものである。1 μm を下回る微粉末が凝集した複合粉末の形成が認められた。粉末とボール、容器内壁間での衝突に伴う圧接と破碎が繰り返され、複合粉末が形成されたと推察される。

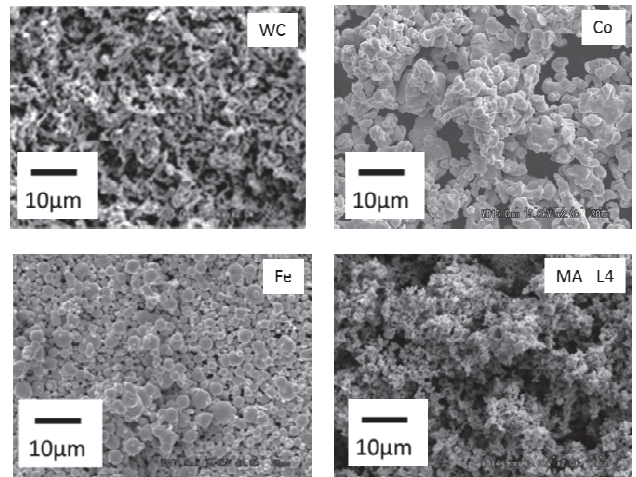


図 2 メカニカルミリング前後における試料粉末の外観

(左上・右上・左下：原料粉末、右下：処理後)

3.2 積層焼結体の組織と特性

WC、Co の複合粉末を用いてカプセルフリーHIP 処理により作製した 2 層積層焼結体の密度、体積収縮率を表 3 に示す。焼結時の収縮により体積は縮小し、厚さは焼結前に比べて約 75% となっていた。結合相となる Co 含有量の高い試料 B は試料 A に比べて相対密度が高く 0.91 であった。

表3 2層積層焼結体の密度、体積収縮率

試料	見掛け密度 (g/cm ³)	理論密度 (g/cm ³)	相対密度	体積収縮率 (%)
A L2/L1	12.3	14.1	0.87	0.454
B L3/L2	11.9	13.1	0.91	0.484

図3に2層焼結体の硬さ分布を示す。焼結体の中央部を積層面に対して垂直方向に切断した断面について、端面（底面）から0.5 mm 間隔で測定した結果である。各層両端面付近の硬さは単体試料とほぼ同等と考えられ、L1、L2、L3の硬さはそれぞれ1000 HV、750 HV、600 HVであり、いずれの試料も積層界面を挟み、硬さが傾斜分布していることが確認された。

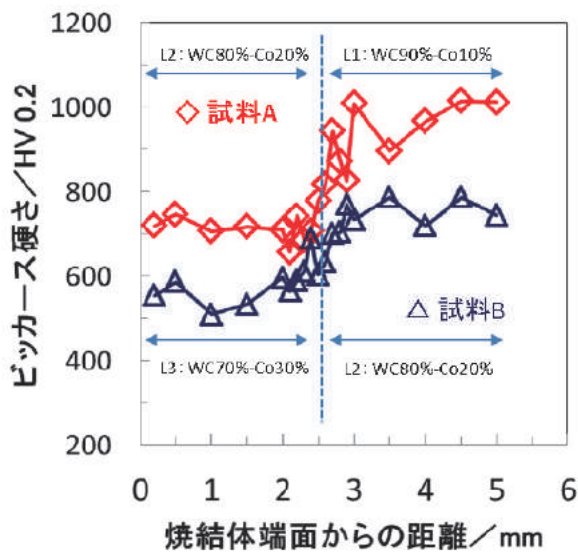


図3 2層積層焼結体の硬さ分布

図4に試料A (L2/L1)の積層界面近傍の断面SEM像とEDX分析により定量したCo濃度の結果を示す。カプセルフリーのため空孔が認められるものの、2層間の接合は良好であり、硬さ分布に対応するCo濃度の傾斜分布が認められた。W-C-Co 3元系合金の共晶温度は1300℃であり²⁾、1350℃での焼結ではCoが半熔融状態となり緻密化が進行し、Co量の高いL1層から含有量の低いL2層へのCoの拡散したも

のと推察される。試料A、試料Bの傾斜範囲はそれぞれ1.0 mm、2.0 mmであった。Coの拡散速度は焼結温度、焼結時間、Co量の増加に伴い増加するため、特性の均一化が進行し、硬さ分布が緩やかとなり傾斜範囲は拡大したと考えられる。

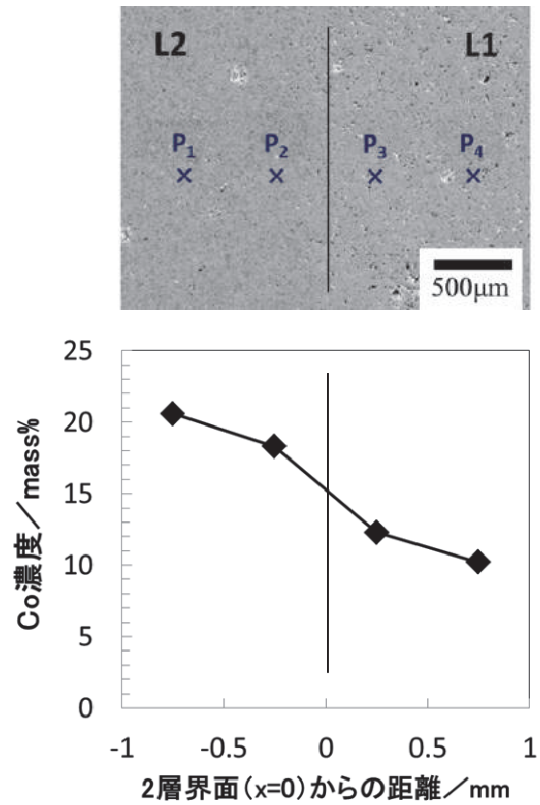


図4 積層界面近傍の断面SEM像とCo濃度の分布

図5にWC、Co、Feの複合粉末を用いた試料Cを軟鋼カプセルに封入しHIP処理を行った焼結体の外観と金属組織を示す。黒色部分がWC、白色部分がCo、Feの結合相である。相対密度は0.98であり緻密化していた。L4、L5、L6各層の中央部付近における表面硬さをロックウェル硬度計で5か所測定した。平均値は、それぞれL4 : HRC 59 (≒694 HV)、L5 : HRC 33 (≒327 HV)、L6 : HRC 12 (≒204 HV)であった。

WC-Co系超硬合金の場合、機械的性質を左右する要因の一つとして結合相であるCo量があり、Co量が増えるほど、硬さと圧縮強度は低下し靱性は向上する²⁾。また、Coの酸化開始温度が350℃程度であ

るため、工具としての利用は専ら冷間加工用に限定されてきた²⁾。作製した本焼結体は結合相の Co、Fe の拡散により機械的性質が連続的に変化しているものと推察され、傾斜機能化に伴う熱的影響の緩和により、高温域に適用範囲を広げる可能性があると考えられる。

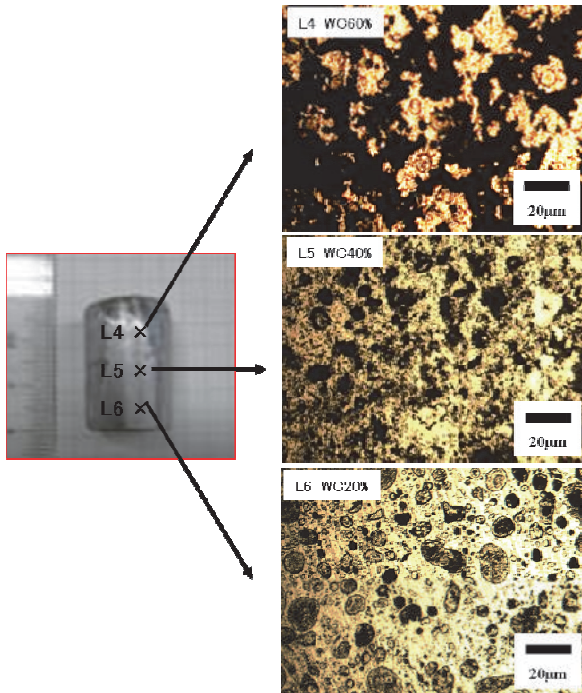


図5 試料Cの外観と金属組織

4. おわりに

メカニカルミリングによる WC-Co-Fe 系複合粉末を作製し、熱間等方加圧 (HIP) により焼結体を試作し、複合粉末の積層条件や焼結プロセスの及ぼす硬さ分布の影響を調査した。積層界面を挟み、硬さが 1~2 mm の範囲で傾斜分布する焼結体を得ることができた。この焼結体は低融点金属の熱間鍛造に使用できる可能性がある。

謝辞

本研究は、公益財団法人 JKA から競輪等の収益の一部である自転車等機械工業振興事業の補助を受けた設備を利用して行った。

文献

1) 新野正之, 木皿旦人; 粉体および粉末冶金, 51,

p.242-249 (2004)

2) 小坂田宏造; SOKEIZI, 51, p.2-6 (2011).

3) 松本 良他; 塑性と加工, 52, p.55-59 (2011).

4) 水上良明, 小坂田宏造; 精密工学会誌, 69, p.1154-1158 (2003).

5) 森 信之, 池ヶ谷明彦; 粉体および粉末冶金, 50, p.411-417(2003).