

## 技術資料

## Technical Data

# Fe-Si系粉末の圧粉成形挙動におよぼす成形温度と面圧の影響

辻 知輝\*<sup>1</sup>, 伊藤樹一\*<sup>2</sup>, 岡島琢磨\*<sup>2</sup>

## Effects of Compaction Temperature and Surface Pressure on Compaction Behavior of Fe-Si Based Metal Powder

Tomoki TSUJI, Shigekazu ITO and Takuma OKAJIMA

### Synopsis

Recently, the technology of using hard metal powder such as Fe-6.5Si for high performance electric devices and reactor cores is developing. The compaction body needs high relative density in order to satisfy requirements for high strength and magnetic properties. However, it was difficult to achieve a high-density compaction body using the conventional compaction method at room temperature. In this study, the influence of compaction temperature and surface pressure on relative density was investigated. As the result, the higher the compaction temperature was, the higher the relative density was. In addition, it was confirmed that the area of voids was reduced with plastic deformation of metal particles after progress of rearrangement of particles in the condition of high surface pressure.

## 1. 緒言

電子機器および車載向けのリアクトルには高い飽和磁束密度を有することに加え、渦電流やヒステリシス損失低減などの特性が要求されている<sup>1), 2)</sup>。従来、磁心材料として純鉄、Fe-3.0Siなどの低硬度な金属磁性粉末が使用されているが<sup>3)</sup>、近年、高周波領域での利用用途拡大に伴い、更なる損失低減のためFe-6.5Siのような高Si鉄粉やセンダスト粉、アモルファスといった高硬度な軟磁性金属粉末の使用が検討されている。これら粉末を用いた圧粉磁心では、磁気特性の向上の他、車載時の強度およびスペース確保を目的として高密度かつ小型であることが要求されている。一般的な粉末冶金製品の成形手法として室温下で行う圧粉成形が挙げられるが、高密度

かつ小型の成形体を得るため高い面圧で圧縮成形する必要があり、金型への負荷により、金型寿命の低下が懸念される。また、成形された圧縮成形品の高密度化過程の挙動を明らかにすることは、成形性の改善や磁心品質の向上に寄与すると考えられる。

一般的に、金属材料の塑性加工では加工温度を上昇させることで変形抵抗が低下し変形しやすくなる。この性質を用いて、金属粉末でも加工温度を上昇させ圧縮成形することで、変形抵抗の低下により室温成形に比べ高密度かつ強固な成形体が得られる可能性がある。そこで本研究では、高硬度粉末の高密度成形方法として、金型および粉末を加熱した状態で圧縮成形を行う温間成形に注目し、成形温度、面圧、材種が高硬度粉末の高密度化におよぼす影響を調査した。

2020年3月31日 受付

\* 1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

\* 2 大同特殊鋼(株)技術開発研究所, 工博 (Dr. Eng., Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

## 2. 実験方法

### 2. 1 供試粉末

本研究では、Table 1 に示す Fe-Si 系粉末を作製し供試体とした。以後、改良型水アトマイズ噴霧粉の水準より Fe-6.5Si 改良型水噴霧粉、ガス噴霧粉の水準より Fe-3.0Si, 5.5Si, 6.5Si ガス噴霧粉とそれぞれ表記する。Fig. 1 に樹脂埋め研磨した Fe-6.5Si 改良型水噴霧粉および Fe-3.0Si, 5.5Si, 6.5Si ガス噴霧粉の断面写真を示す。黒・グレー色は樹脂、白色は供試材となる金属粉末である。粉末の形状は主に球状であり、高密度化の進行における粉末の変形挙動を観察することに適していると考えられる。特にガス噴霧粉はより真円に近く、微小粒子（63 μm 以下の粒子径とする）と粗大粒子（106 μm 以上）を除去し粉末粒径を揃えたため、微小粒子が約 40 % を占める Fe-6.5Si 改良型水噴霧粉よりも高密度化挙動の観察が容易である。

Table 1. Materials for compaction test.

Material	Atomization	Classification
Fe-6.5Si	Modified Water	$D \leq 145 \mu\text{m}$
Fe-3.0Si	Gas	$63 \mu\text{m} \leq D \leq 106 \mu\text{m}$
Fe-5.5Si	Gas	$63 \mu\text{m} \leq D \leq 106 \mu\text{m}$
Fe-6.5Si	Gas	$63 \mu\text{m} \leq D \leq 106 \mu\text{m}$

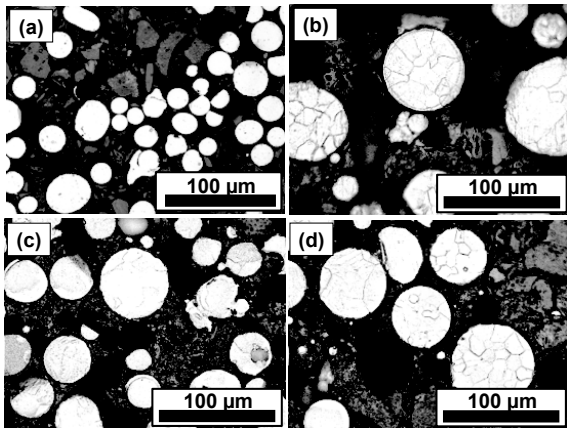


Fig. 1. Optical microscope photographs of metal powder of cross section,  
 (a) Fe-6.5Si modified water atomization powder,  
 (b) Fe-3.0Si, (c) Fe-5.5Si, (d) Fe-6.5Si gas atomization powder.

### 2. 2 温間リング成形方法

Fig. 2 に金属粉末の温間成形に使用した金型の外観写

真を示す。ダイスにはカートリッジヒーターを差し込める構造であり、金型および粉末を同時に加熱した状態での温間成形が可能である。金型はマトリックスハイス鋼 DRM2（硬さ 60 HRC）を使用した。金型は最大負荷荷重 500 tonf の油圧サーボプレス（㈱アミノ製）に組付け、室温または 500 °C, 550 °C で加熱後、プレス速度 1 mm/s, 指定の面圧で 60 秒加圧保持する温間リング成形を実施した。リング形状は、外径 39 mm, 内径 30 mm であり、厚さ  $t=5 \sim 8 \text{ mm}$  となるように粉末投入量を調整した。Table 2, Table 3 にそれぞれ Fe-6.5Si 改良型水噴霧粉, Fe-3.0Si, 5.5Si, 6.5Si ガス噴霧粉を使用した試験条件を示す。Fig. 3 に示すように、Fe-6.5Si バルク材の圧縮時の降伏応力は、室温条件と比較して加熱温度 500 °C, 550 °C では、それぞれ降伏応力が約 300 MPa, 400 MPa 低下した。ゆえに、金属粉末の温間成形において成形荷重も低下すると考えられる。本試験での金型加熱温度および成形面圧は、バルク材での降伏応力を参考基準として面圧 300 MPa, 600 MPa, 900 MPa とした。Fig. 4 に圧粉成形時のプレスモーションを示す。温間リング成形の試験は、Table 4 に示す手順で実施した。成形後のリング外観写真を Fig. 5 に示す。

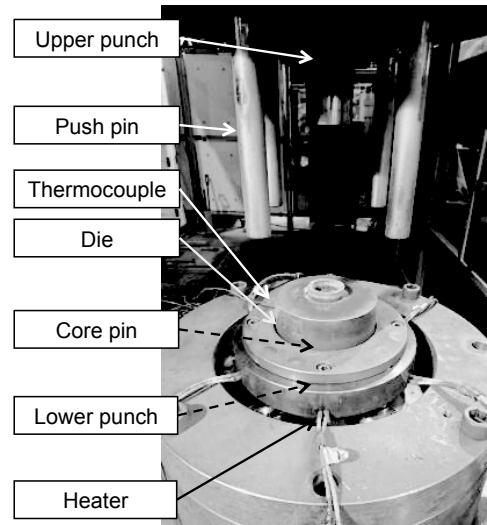


Fig. 2. Compaction die appearance photograph.

Table 2. Test conditions of Fe-6.5Si modified water atomization powder.

Material	Die temperature (°C)	Surface pressure (MPa)
Fe-6.5Si modified water atomization powder	R.T.	800, 1000, 1300
	500	300, 600, 900
	550	

Table 3. Test conditions of Fe-3.0Si, 5.5Si, 6.5Si gas atomization powder.

Material	Die temperature (°C)	Surface pressure (MPa)
Fe-3.0Si, 5.5Si, 6.5Si gas atomized powder	500	300, 600, 900
	550	

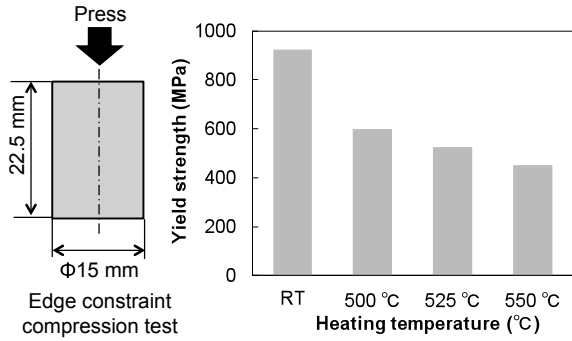


Fig. 3. Yield strength of Fe-6.5Si bulk material.

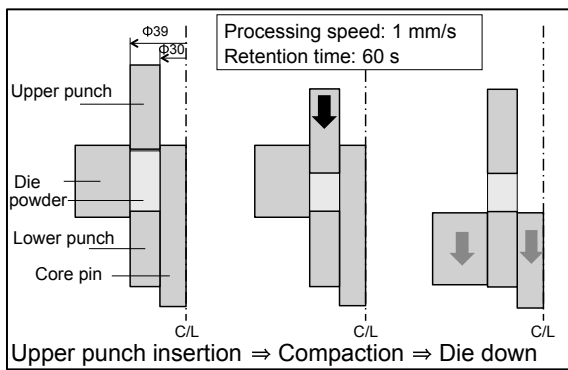


Fig. 4. Press motion of compacting test.

Table 4. Procedure of warm compaction test.

No.	Operations
1	Heating die to warm temperature.
2	Potting metal powder into die.
3	Inserting upper punch into die and heating at specified temperature (over 7 minutes).
4	Compaction while maintaining surface pressure for 60 seconds.
5	Unloading, and pushing down die with push pin, then taking out green body from die.

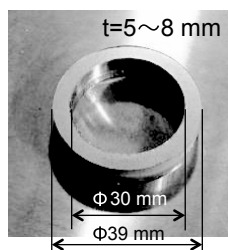


Fig. 5. Compaction metal powder ring.

## 2. 3 相対密度評価方法

本研究で求めた圧粉成形体の相対密度  $d_{re}$  は、以下の式 (1)、式 (2)、式 (3) に示すように、成形体の質量、成形体寸法および粉末の真密度から導出した。式 (3) における粉末の真密度は Table 5 に示す値を使用した。

Table 5. True density of Fe-Si powders.

Material	True density (g/cm <sup>3</sup> )
Fe3.0Si	7.69
Fe-5.5Si	7.56
Fe-6.5Si	7.49

$$S_{ring} = \frac{(D_{od}^2 - D_{id}^2)}{4} \pi \quad (1)$$

ここで、 $S_{ring}$  は成形体横断面積、 $D_{od}$  は成形リング外径、 $D_{id}$  は成形リング内径である。

$$d_{green} = \frac{m_{ring}}{S_{ring} \cdot t_{ring}} \quad (2)$$

ここで、 $d_{green}$  は成形体嵩密度、 $m_{ring}$  は成形体重量、 $S_{ring}$  は式 (1) で求めた成形体リングの横断面積、 $t_{ring}$  は成形後のリング厚さである。

$$d_{re} = \frac{d_{green}}{d_{true}} \times 100 \quad (3)$$

ここで、 $d_{re}$  は相対密度、 $d_{true}$  は粉末の真密度である。

## 2. 4 温間成形リングの断面観察方法

圧粉リング縦断面の組織を観察するためマイクロカッター（株マルトー製）で切断し、樹脂埋めを行った。埋め込み後の観察面を # 1000、# 1500 のエメリー紙で湿式研磨、1 μm のダイヤモンドペーストでのダイヤモンド研磨、コロイダルシリカでの化学研磨を行い鏡面に仕上げた後、光学顕微鏡および連続写真顕微鏡を用いて粉末形状および粉末の充填状況を観察した。

## 2. 5 充填率・アスペクト比の測定方法

圧粉成形体には圧粉体の厚さ方向および幅方向で密度分布が存在することが知られている<sup>4), 5)</sup>。成形体の相対密度は巨視的な変化を評価するには有効であるが、断面中の密度分布を把握するには不十分である。そこで、圧粉体縦断面の視野にて充填率とアスペクト比を測定し、粉末粒子の疎密と塑性変形の状態を調査した。

Fig. 6(a) に連続写真顕微鏡で撮影した温間成形リング

の切断面写真を示す。観察面を視野数20～40に分割撮影後、Fig. 6 (b)に示す通り画像解析ソフトWinROOF2013を使用し空隙部の画像抽出を行った。抽出した空隙の面積から、観察視野ごとの粉末の充填率を導出した。

金属粉末のアスペクト比はFig. 7に示すように、粉末の長辺と短辺の長さを測定し算出した。粉末粒子の測定数は350個とした。

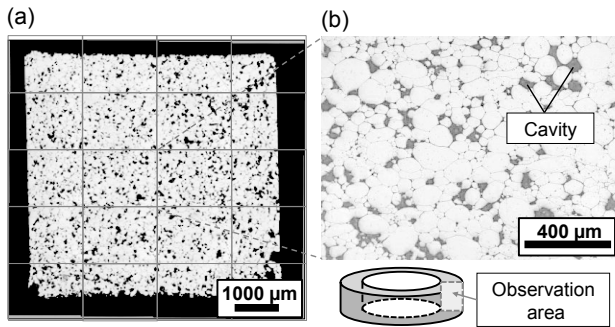


Fig. 6. Optical microscope photographs of cross section, (a) Full field, (b) Local field.

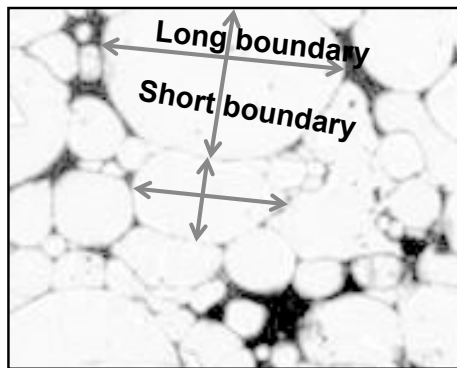


Fig. 7. Measurement of aspect ratio of particle after compaction.

### 3. 実験結果および考察

#### 3. 1 改良型水噴霧粉の高密度化挙動

Fig. 8にFe-6.5Si改良型水噴霧粉を室温成形および加工温度500℃、550℃の温度条件にて成形した場合の成形面圧と相対密度の関係を示す。この結果より、すべての加工温度で面圧上昇に伴い相対密度が上昇することを確認した。また、加工温度の上昇に伴い、同等の面圧条件において加工温度が高いほどより相対密度が上昇することを確認した。加工温度の上昇による相対密度の上昇は、バルク材と同様に金型および粉末の加熱による変形抵抗の低下で粉末が塑性変形しやすくなったためと考えられる。さらに、加工温度550℃、面圧900MPaの成

形条件では、相対密度約97%と真密度に近づく結果となり空隙がほとんどなくなったことを示唆する。また、温間成形体の相対密度は室温成形体と比べ加工温度500℃で約16%、550℃で約19%の上昇を確認した。

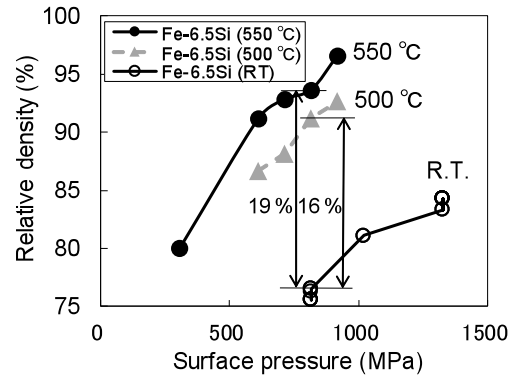


Fig. 8. Relative density of compacted Fe-6.5Si modified water atomization powder ring by warm compaction at processing temperatures of 500 °C, 550 °C and room temperature.

Fig. 9にFe-6.5Si改良型水噴霧粉を加工温度500℃、面圧300MPa、600MPa条件で成形したリング切断面写真を示す。面圧300MPa、600MPa共に観察面全体でおおむね均一な充填傾向にあり、全体的に粉末粒子間の空隙が存在していることがわかる。Fig. 10にFe-6.5Si改良型水噴霧粉を加工温度500℃、550℃、面圧300MPa、600MPa、900MPaで成形したリングの切断面厚み方向中央部の外径側から内径側5点の充填率を示す。面圧を900MPaまで上げると、圧粉後の粉末は変形量が少なく、粉末粒子が移動し充填が進行する再配列が支配的な充填状態であると考えられる。

充填率は面圧の上昇に伴い、上昇傾向となった。また、面圧上昇に伴い充填率測定値のばらつきが収束傾向にあり、加工温度が高密度化へおよぼす影響が小さくなり、均一な高密度化進行を示す結果となった。

Fig. 11にFe-6.5Si改良型水噴霧粉を加工温度500℃、550℃で成形したリング切断面厚み方向中央部の平均アスペクト比を示す。充填率と同様に、面圧上昇に伴って平均アスペクト比が上昇する結果となり、相対密度上昇による巨視的な高密度化 (Fig. 8) および充填率上昇による局所的な高密度化 (Fig. 10 充填率) に伴い、粉末粒子が塑性変形していることが確認できた。また、加工温度500℃と550℃の値を比較すると、面圧600MPa以上では550℃の方がわずかに高く、塑性変形による高密度化を促進していると考えられる。

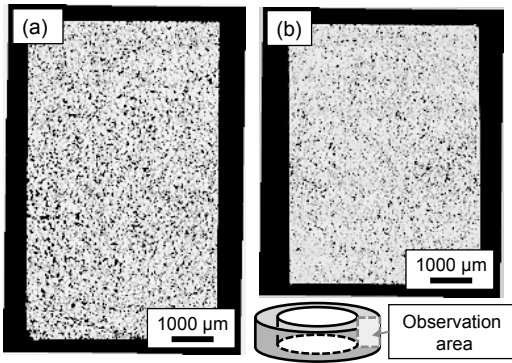


Fig. 9. Cross section of compacted Fe-6.5Si ring by warm compaction at processing temperature 500 °C,  
(a) Surface pressure 300 MPa,  
(b) Surface pressure 600 MPa.

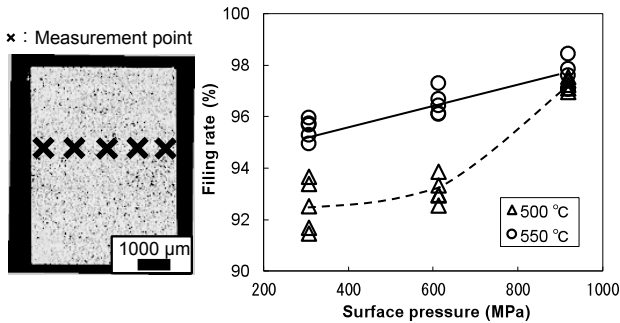


Fig. 10. Filling rate of compacted Fe-6.5Si ring by warm compaction at processing temperatures of 500 °C and 550 °C.

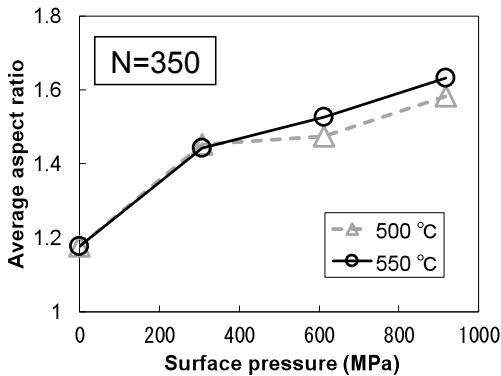


Fig. 11. Average aspect ratio of compacted Fe-6.5Si ring by warm compaction at processing temperatures of 500 °C and 550 °C.

### 3. 2 ガス噴霧粉の高密度化挙動調査

Fe-6.5Si 改良型水噴霧粉は高硬度のため、顕著な塑性変形を確認できなかった。そこで、Fe-6.5Si 改良型水噴霧粉よりも塑性変形が容易と予想される Fe-3.0Si, 5.5Si ガス噴霧粉と比較材として Fe-6.5Si ガス噴霧粉を使用し温間成形による高密度化調査を実施した。

Fig. 12 に加工温度 550 °C で温間成形した各種粉末の相対密度を示す。Fe-3.0Si ガス噴霧粉では、Fe-5.5Si, 6.5Si ガス噴霧粉に比べ高密度化が顕著であり、面圧 900 MPa では 100 % に近い相対密度となった。この結果から、Fe-6.5Si 改良型水噴霧粉、ガス噴霧粉と比べ、同成形条件では Fe-3.0Si ガス噴霧粉の塑性変形が容易に生じ、粉末粒子間の空隙が減少したと考えられる。また、Fe-6.5Si 改良型水噴霧粉と比較して、Fe-6.5Si ガス噴霧粉の相対密度は 2 % 低い値となった。この結果は、Fe-6.5Si 改良型水噴霧粉では 63 μm 以下の微小粒子を含むため、加圧時に微小粒子が粒子間に入り込み、充填時に再配列が発生したことに起因すると考えられる。

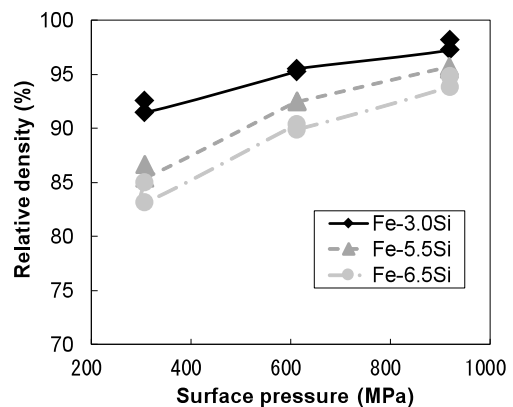


Fig. 12. Relative density of compaction various Fe-Si powder at 550 °C.

Fig. 13 に Fe-3.0Si, 5.5Si, 6.5Si ガス噴霧粉を温間成形したリングの縦断面写真を示す。Fe-3.0Si ガス噴霧粉の面圧 300 MPa 成形体では、充填が疎な領域と、高密度化したせん断領域を確認した。面圧 600 MPa ではほとんどの粉末間の空隙が消失していることを確認した。面圧 900 MPa 成形体では面圧 600 MPa と比べ充填されていないように観察されたが、これは組織観察サンプル作製時に研磨により、粉末粒子が脱落したものである。Fe-5.5Si ガス噴霧粉では、面圧 600 MPa までは Fe-6.5Si ガス噴霧粉、改良型水噴霧粉と同等の全体が疎な充填状態だが、面圧 900 MPa では、Fe-3.0Si ガス噴霧粉の面圧 300 MPa 成形体と類似した、疎な充填領域と高密度化したせん断領域が生じていることが確認された。Fe-6.5Si ガス噴霧粉の充填状態は、Fe-6.5Si 改良型水噴霧粉 (Fig. 9) と比べ顕著な差はなく、均一かつ空隙の存在する充填状態であることが確認された。この結果から、圧粉成形による高密度化は、本試験で用いた粒度分布程度の差では影響をおよぼさなかったと考えられる。

Fig. 14(a), (b), (c) に加工温度 550 °C, 面圧 300 MPa, 600 MPa で成形した Fe-3.0Si ガス噴霧粉リングの充填率測定結果を示す。この結果から、面圧 600 MPa 成形体

各測定位置で充填率が98%以上であり、全体が均一に高密度化しているといえる。よって、圧粉体内部では、バルク材の圧縮加工時に生じるようなせん断領域での高密度化に次いで、粉末充填の疎な部分で高密度化が進み全体的な相対密度が上昇すると推測される。

一般的な金属粉末の高密度化挙動として、粉末の再配列、塑性変形の順に密度上昇を伴って進行するが<sup>6)</sup>、本調査結果から、圧粉成形中の金属粉末の高密度化はFig. 15の模式図のように粉末の再配列による充填、再配列とわずかな塑性変形、せん断域に高密度化、空隙が消失し均一充填の順に進行していると考えられる。

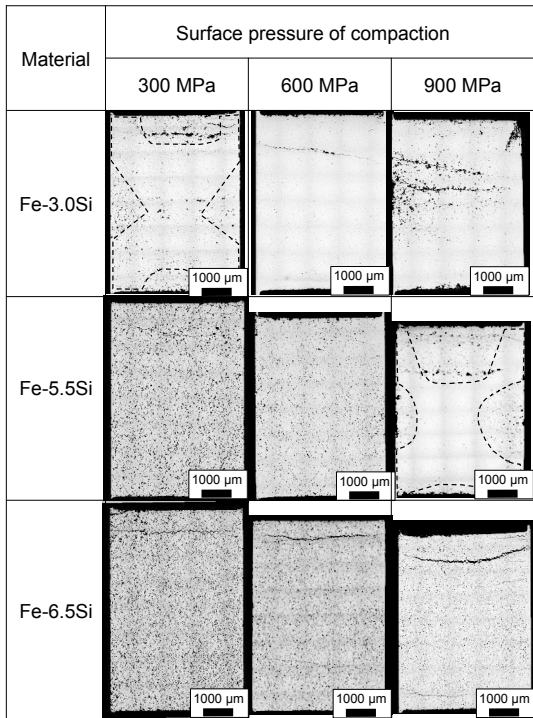


Fig. 13. Cross section of compacted Fe-Si rings.

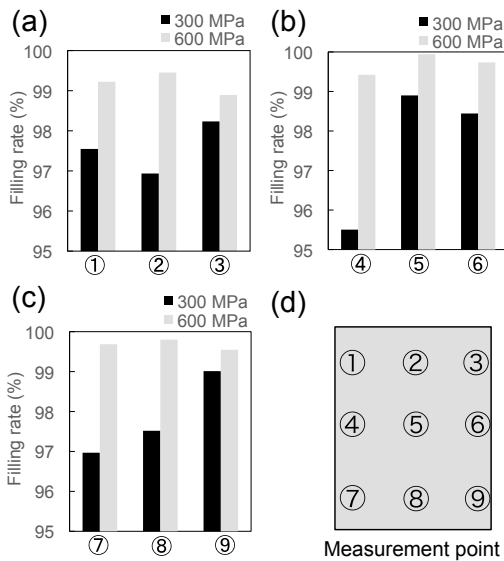


Fig. 14. Filling rate of gas atomization Fe-3.0Si ring, (a) Point of ①, ②, ③; (b) Point of ④, ⑤, ⑥, (c) Point of ⑦, ⑧, ⑨ and (d) Measurement point.

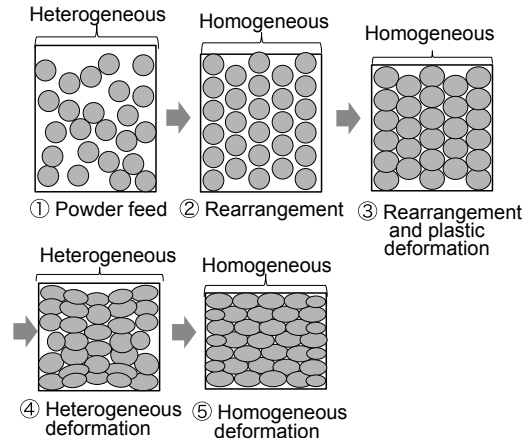


Fig. 15. Schema of metal powder densification.

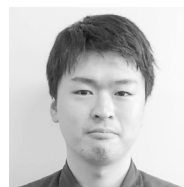
## 4. 結 言

Fe-6.5Si 改良型水アトマイズ噴霧粉およびガス噴霧粉と Fe-3.0Si, 5.5Si ガス噴霧粉の、加工温度 500 °C, 550 °C の温間成形時の高密度化進展挙動調査結果を以下に示す。

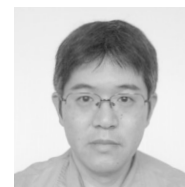
- ・ Fe-6.5Si改良型水噴霧粉を用いた温間成形では、室温成形と比べ加工温度 500 °C, 550 °C で相対密度 16 %, 19 %高い値となった。
- ・ Fe-6.5Si改良型水噴霧粉成形体の充填率およびアスペクト比から、塑性変形を伴った高密度化の進行が確認できた。
- ・ Fe-3.0Si, Fe-5.5Si, Fe-6.5Siガス噴霧粉成形リングの切断面観察および充填率測定結果より、高密度化は粉末の再配列による充填、再配列とわずかな塑性変形、せん断域に高密度化、空隙が消失した均一充填の順に進行していると考えられる。

(文 献)

- 1) 杉山昌揮, 山口登士也, 大河内智, 岸本秀史, 服部毅, 齋藤貴伸: SOKEIZAI, 51(2010), 24
- 2) 橋本裕志, 財津享司, 林 俊平, 三谷宏幸, 井上憲一: KOBE STEEL ENGINEERING REPORTS, 65(2015), 16.
- 3) 吉沢克仁: まてりあ, 56(2017), 186.
- 4) 日本塑性加工学会: 粉末の成形と加工, (1994), 185.
- 5) 石丸安彦: 粉末冶金の基礎と応用, (1993), 55.
- 6) Nurettin YAVUZ, Journal of Engineering Sciences, 2 (1996), 129



辻 知輝



伊藤樹一



岡島琢磨