

常温高密度成形用「クリーンミックス®」HDX, および低抜出力用「クリーンミックス®」LEX

“Cleanmix” HDX Providing High Green Densities, and “Cleanmix” LEX Eliminating Troubles at Compaction Process

尾野 友重 ONO Tomoshige JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部 主任研究員 (課長)
尾崎由紀子 OZAKI Yukiko JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部長・理博

要旨

焼結部品の高強度化、複雑形状化に対応する目的で常温高密度用「クリーンミックス®」HDX, および低抜出力用「クリーンミックス®」LEX を開発した。HDX は、常温、686 MPa で温間成形と同等の 7.3 Mg/m^3 の高密度を実現する。加圧成形時の圧密機構解析を行った結果、HDX は、金型充填時の粉体の充填密度が高いために最終到達密度も高いことが判明した。LEX は、成形後により低い力で圧粉体を金型から抜き出すことが可能であり、成形時の圧粉体のかじりやひび割れなどのトラブルの低減が期待される。この効果は、LEX に用いている特殊潤滑剤が成形時に金型壁面に濃化することにより、金型壁面での潤滑効果を発揮するためであることを確認した。

Abstract:

“Cleanmix” HDX providing high green densities, and “Cleanmix” LEX eliminating troubles at compaction process were developed for the purpose of corresponding to the high-strength and complicated form of sintered parts. “Cleanmix” HDX realizes high green density, 7.3 Mg/m^3 , at 686 MPa, which is equal density obtained by warm compaction processes. For HDX, a compression process was analysed and the factor controlling green density was considered with the filling die density. And it was confirmed that the green density of HDX is not affected by die temperature. It was certified that the lubricant for LEX has high lubricity at low lubricant concentration.

1. はじめに

自動車部品を中心とする焼結部品では、軽量化を目的とした部品の小型化、低コスト化を目的とした複数部品の一体化の動きが加速している。部品の小型化に関しては、高密度成形による高強度化が要求され、複数部品の一体化に関しては、部品形状が複雑になるため、易成形性が要求される。

焼結部品の高密度成形は、2回成形・2回焼結 (2P2S)、温間成形、金型潤滑成形、700 MPa 以上での高圧成形などの高密度成形工法などが採用されているが、いずれも生産性が低く、部品製造コスト増大の要因となっている。一方、部品形状の複雑化は、一般に成形を困難なものにする。粉末冶金では、金型内で金属粉末を圧縮成形するため、成形後、金型を押し下げて製品を金型から抜き出す際、圧粉体の弾性変形の緩和にともなう膨らみ (スプリングバック) が生じ、成形体と金型内壁との間に摩擦力が生じる。部品形

状の複雑化により、成形体と金型との接触面積が増加するため、上記の摩擦力が増大し、圧粉体表面に擦り傷のような欠陥を生じたり、圧粉体の破損を招き、製品の品質の悪化および歩留まりを低下させている。

このような背景の下、部品製造コストの低減、品質改善・歩留まり向上の実現を目的に特殊な高密度成形工法を用いることなく、700 MPa 以下の汎用成形で、高強度化が実現できる偏析防止処理鉄粉¹⁾、「クリーンミックス®」HDX (以下、HDX) および、成形後における圧粉体抜き出し時の摩擦力を低減する「クリーンミックス®」LEX (以下、LEX) を開発した。

本報では、これらの製品の特長を紹介すると同時に、高密度化機構、低抜出力化機構に関して検討した結果を述べる。

2. 実験

2.1 供試材

HDX の各種特性を検討する目的で、高圧縮性アトマイズ鉄粉「JIP®」304AS に、2.0mass% の電解銅粉 (福田金属箔

粉工業(株)製 CE-25), 0.8mass%の天然黒鉛粉 (Asbury Graphite Mills, Inc. 製 KGr) および HDX 用潤滑剤を 0.5mass% を添加し, 偏析防止処理を行った。さらに, 比較のために, 汎用的に用いられているステアリン酸亜鉛粉末 (以下, ZnSt) を, 0.8mass% 単純混合したものを用意した。また, 高密度化工法のひとつである温間成形と比較することを目的に温間用偏析防止処理粉²⁾ (温間成形用潤滑剤 0.6mass% 添加, 以下, WC) も調整した。

一方, LEX は, 基材鉄粉を汎用アトマイズ鉄粉「JIP[®]」301A とし, 2.0mass% の電解銅粉 (福田金属箔粉工業(株)製 CE-25), 0.8mass% の天然黒鉛粉 (Asbury Graphite Mills, Inc. 製 KGr) および LEX 用潤滑剤を 0.8mass% 添加し, 偏析防止処理を行った。HDX 同様, 比較材としては, ZnSt を 0.8mass% 添加した単純混合粉を作製した。

いずれの場合も, 単純混合では, V 型混合機を用い, 15 分間混合した。また偏析防止処理は, 専用の混合機を用いて行った。

2.2 基本特性の評価方法

供試粉の見掛密度および流動度は, それぞれ, JIS Z 2504, JIS Z 2502 に準拠して測定した。また, 供試粉を内径 11.3 mm ϕ の超硬製金型に充填し, 490, 588, 686 MPa で成形した。この際, 圧粉体を抜き出すとき金型を押し下げる力 (抜出力) を測定した。また, 得られた圧粉体の寸法・重さから, 圧粉体密度を測定した。

なお WC の成形は, 粉末および金型の温度を 130 $^{\circ}$ C とし て成形を行った。

2.3 圧粉成形時の密度 - 圧力測定

本報告で述べる HDX, LEX ともに圧縮成形時にその特徴が発揮される。特に, HDX においては, 同じ成形圧力で成形しても圧粉密度が高くなる。圧縮成形は, 粒子の再配列と変形によって緻密化が進行する。圧縮時のどの過程に特徴があるのか検討する目的で, 内径 25 mm ϕ タブレット形状の金型に供試粉を充填し, 上パンチを固定した状態で下パンチを上昇させつつ圧縮し, 圧縮時の加圧力をデータロガーで採取した。下パンチの上昇速度は, 10 mm/min とし, 最大成形圧力は 686 MPa とした。

量産成形では, 金型と圧粉体との摩擦発熱により成形個数が増すに従い, 金型温度が上昇し, 最終的には, 金型温度は, 60 ~ 100 $^{\circ}$ C 程度にまで上昇するといわれている。そこで, 今回は, 粉体の温度は, 常温のまま, 金型温度をヒーター加熱により 60 ~ 100 $^{\circ}$ C に上記測定を行い, 圧粉密度および抜出力に及ぼす金型温度の影響についても検討した。

なお, 本検討においては, 高強度化が要求される部材に用いられる合金鋼粉の一つである Fe-4mass% Ni-1.5mass% Cu-0.5mass% Mo 部分合金化鋼粉 (シグマロイ[®] 415S) および 0.5mass% 天然黒鉛粉 (福田金属箔粉工業(株)製

CE-25) に, HDX 用潤滑剤を 0.5mass% を添加し, 偏析防止処理を行った混合粉, および 0.5mass% ZnSt を単純混合した混合粉を使用して, 比較検討を行った。

2.4 LEX 用潤滑材の金型濃化量調査

LEX では, 抜出力を低減するために開発された特殊な潤滑剤を使用している。本潤滑剤の金型表面での潤滑性を明確にする目的で, 本潤滑剤を金型にあらかじめ所定量塗布し, 成形を行い, 塗布量と抜出力との関係を調べた。同時に「JIP[®]」301A に LEX 用潤滑材を 0.4mass%, 0.8mass% それぞれ単純混合した粉末を成形し, その抜出力を, 先の金型塗布成形時の抜出力と比較することで, 混合粉末中のどの程度の潤滑剤が金型壁面に濃化しているのかを推定した。

3. 結果と考察

3.1 各種粉末の基礎特性

表 1, 2 に各種混合粉末の諸特性をまとめた。

粉体特性では, HDX は, 比較材である ZnSt 単純混合粉と比較すると, 高見掛密度, 低流動度 (高流動性), LEX は, 低見掛密度, 低流動度を示す。これは, 偏析防止処理における攪拌混合処理による鉄粉粒子形状の変化, ならびに鉄粉粒子表面性状の変化によるものと考えられる。

表 1 「クリーンミックス[®]」HDX の粉体および圧粉特性
Table 1 Powder and compaction properties of "Cleanmix" HDX

	Apparent Density (Mg/m ³)	Flowability (s/50 g)	Green density* (Mg/m ³)	Ejection force* (MPa)
HDX	3.26	21.9	7.30	15
ZnSt	3.26	25.8	7.23	16
WC	3.30	21.5	7.30	26

*Compacted at 686 MPa

Mix composition: Fe-2.0mass%Cu-0.8mass%Graphite-Lubricant**

**ZnSt : 0.8 mass% Zinc stearate

WC: 0.6 mass% Heat resistant lubricant

HDX: 0.5 mass% Newly developed lubricant

表 2 「クリーンミックス[®]」LEX の粉体および圧粉特性

Table 2 Powder and compaction properties of "Cleanmix" LEX

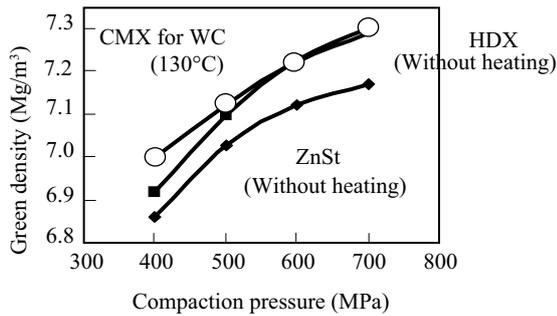
	Apparent Density (Mg/m ³)	Flowability (s/50 g)	Green density* (Mg/m ³)	Ejection force* (MPa)
LEX	3.21	24.9	7.15	10
ZnSt	3.28	31.0	7.15	13

*Compacted at 686 MPa

Mix composition: Fe-2.0mass%Cu-0.8mass%Graphite-Lubricant**

**ZnSt : 0.8 mass% Zinc stearate

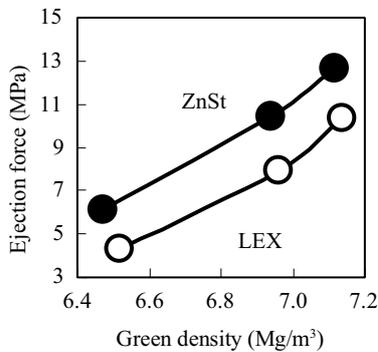
LEX: 0.8 mass% Newly developed lubricant



Mix composition: Fe-2.0mass%Cu-0.8mass%Graphite-Lubricant**
 **ZnSt: 0.8 mass% Zinc stearate
 WC: 0.6 mass% Heat resistant lubricant
 HDX: 0.5 mass% Newly developed lubricant

図1 成形圧力と圧粉密度の関係

Fig. 1 Relationship between green density and compaction pressure



Mix composition: Fe-2.0mass%Cu-0.8mass%Graphite-Lubricant**
 **ZnSt: 0.8 mass% Zinc stearate
 LEX: 0.8 mass% Newly developed lubricant

図2 圧粉密度と抜出力の関係

Fig. 2 Relationship between ejection force and green density

図1には、HDX, ZnSt 単純混合粉, WC 粉の成形圧力と圧粉密度の関係を示す。いずれも、成形圧力が高くなるに従い、圧粉密度が10%高くなるが、同一成形圧力で比較すると、HDXは、常温、686 MPaでの成形で、ZnSt 混合粉より、圧粉密度が高く、少なくとも、500 MPa以上の成形では、温間成形したWCと同等の圧粉密度を示している。

図2には、LEX および ZnSt 単純混合粉の圧粉密度と抜出力の関係を示す。いずれも、圧粉密度が大きくなるに従い、抜出力が高くなるが、同一圧粉密度で比較すると、LEXの抜出力が、20%低くなっていることが分かる。

3.2 HDXにおける高密度化機構の検討

HDXを、内径25 mmφ タブレット形状に充填し、加圧成形した際に得られた圧縮応力-ストローク線図を、(1)式に示すCooper-Eaton型の実験式³⁾で解析し、所定の成形圧力における到達圧粉密度の粒子再配列寄与率と塑性変形の寄

与率を算出した。

$$\frac{\varepsilon(0) - \varepsilon(P)}{\varepsilon(0)} = a_1 \exp\left(-\frac{b_1}{P}\right) + a_2 \exp\left(-\frac{b_2}{P}\right) \dots\dots(1)$$

P: 圧力

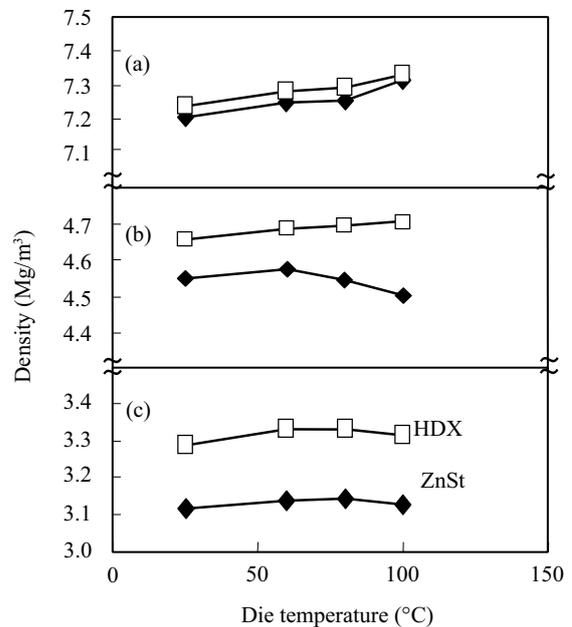
$\varepsilon(0)$: 初期空隙率

$\varepsilon(P)$: 圧力Pにおける空隙率

a_1, a_2, b_1, b_2 : 定数

(1)式左辺は、成形圧力Pにおける空隙率減少率を示し、右辺第1項は、それに対する、粒子再配列による寄与率を示し、第2項は、粒子変形による寄与率を示す。ここに、空隙率は、合金化銅粉(シグマロイ[®] 415S)、黒鉛、および潤滑剤の真密度を、それぞれ、7.93, 2.20, 1.00 Mg/m³とし、その混合比より求めた空隙が0の時の密度を7.57 Mg/m³として、その比より求めた。左辺の空隙率減少率は、成形圧力0からPまでの圧粉密度の増加に対応し、右辺により、圧粉密度の増加を粒子再配列による増分と粒子変形による増分に分離できる。一般に、右辺第1項の粒子再配列による緻密化は、およそ300 MPaで収束し、それ以降の高圧成形では、主に粒子変形によって緻密化するとされている³⁾。

図3は、金型温度25~100°Cにおける供試粉の最大成形



Mix composition: JIP[®] SIGMALOY 415S-0.5mass%Graphite-Lubricant**
 **ZnSt: 0.5 mass% Zinc stearate
 HDX: 0.5 mass% Newly developed lubricant

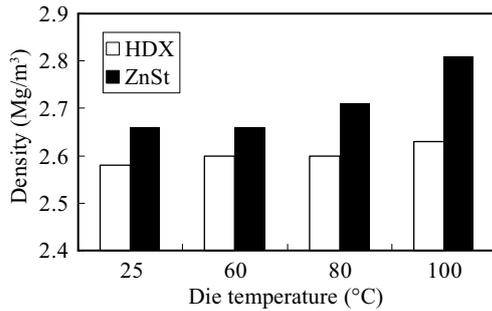
(a) Final compaction density at 686 MPa

(b) Compaction density caused by particle re-arrangement

(c) Filling density

図3 各成形工程に与える金型温度の影響

Fig. 3 Effect of die temperature on each compaction process



Mix composition: JIP[®] SIGMALOY 415S-0.5mass%Graphite-Lubricant**
 **ZnSt : 0.5 mass% Zinc stearate
 HDX: 0.5 mass% Newly developed lubricant

図4 粒子変形による密度上昇

Fig. 4 Increment of density caused by particle deformation

圧力 686 MPa での最終到達密度 (a), 粒子再配列収束時の圧粉密度 (b), および金型充填密度 (c) を示す。加圧開始時の密度は, 金型に充填された粉の充填密度に相当する。充填密度は, HDX が ZnSt より高く, いずれも金型温度によらず, ほぼ一定の値となった。なお, 表 1 では, HDX と ZnSt で同じ見掛密度を示しているが, 充填密度では, HDX の方が高くなっている。これは, HDX の方が流動性がよく, 充填性が向上しているためと考えられる。

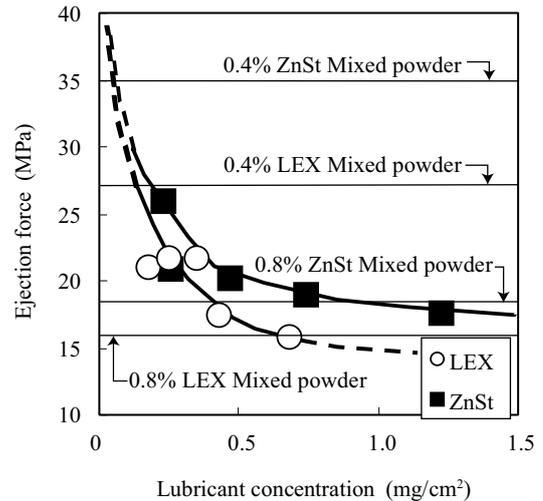
粒子再配列が収束した時点における圧粉密度は, その差は小さくなるものの, 依然, HDX の方が大きい。また, HDX では, 温度上昇とともに密度が増加傾向にあり, 温度とともに粒子再配列が促進したものと解釈できる。このことは, 潤滑剤が加熱により軟化し, 粒子移動を促進したためと推測される。一方, ZnSt では, 高温域で, 加圧開始時に比べ, 密度の上昇幅が小さくなっている。ZnSt は, 高い温度では, 粒子移動を阻害するものと思われる。

最終到達密度は, 先に示したように, いずれの潤滑剤においても金型温度が高くなるに従い, 大きくなる。図 4 に再配列収束後から最終到達密度までの密度上昇の温度依存性を示す。これは, 粒子変形に起因する密度の増分は, HDX ではほぼ一定であるのに対し, ZnSt では, 温度が高いほど増加し, HDX よりも粒子変形による密度上昇の寄与率が高いと考えられる。したがって, 圧縮性のよい材料でなければ, 圧粉密度は, 上昇しにくくなることが推定される。

以上の解析から, HDX において高密度の圧粉体が得られるのは, 初期の金型充填密度が高いこと, さらに金型温度が高い場合には, 粒子再配列が促進されることが要因であると考えられる。

3.3 LEX 低抜出力機構の検討

図 5 には, 金型潤滑成形において, ダイに付着した単位面積当たりの潤滑剤量と抜出力との関係を示す。ZnSt, LEX のいずれの潤滑剤も, 潤滑剤量が増加するに従い, 抜出力



ZnSt : Zinc stearate
 LEX : Newly developed lubricant

図5 抜出力と壁面潤滑剤量の関係

Fig. 5 Relations between ejection force and wall lubricant concentration

が低くなる。また, 潤滑剤量が増えるに従って, 抜出力の低下率は小さくなる。金型に損傷を与えるため, 実験はできないが, 逆に潤滑剤量が 0 になった場合には, 図に示した曲線は, 縦軸上のどこかで交わる。すなわち, 低潤滑剤量では, 潤滑剤量が少し増加しただけでも, 抜出力は大きく低下するが, 高潤滑剤量では, 潤滑剤量に変化しても, 抜出力はあまり変化しない。さらに, LEX と ZnSt を比較した場合, 低潤滑剤量領域では, 抜出力に大きな差異がないのに対し, 高潤滑剤量領域では, 顕著な差違が認められる。このことは, 高潤滑剤量領域では, 潤滑剤の種類の違い, すなわち, 潤滑性の差違によって, 抜出力に差が出るが, 低潤滑剤量領域では, 潤滑剤の種類によらず, その量によって抜出力が決まることを示す。

図 5 中の 4 本の直線は, LEX および ZnSt 予混合粉の抜出力を示す。各々の潤滑剤において, この直線と金型潤滑成形における潤滑性を示す曲線との交点は, 予混合粉成形体表面にある潤滑剤量を示すと考えられる。

0.8mass% ZnSt 混合粉では, その抜出力は 18 MPa であり, この値は, 金型潤滑成形における金型表面の潤滑剤量が 0.8 ~ 0.9 mg/cm²であることを示す。0.8mass% LEX 混合粉における抜出力 16 MPa は, 0.6 mg/cm²に相当する。これら潤滑剤領域では, ZnSt, LEX ともに, 潤滑剤量が変動しても, あまり抜出力に変化はなく, 金型潤滑するには, 十分な潤滑剤が金型表面を覆っていると考えられる。したがって, 0.8mass% 潤滑剤の予混合品では, 成形体中の潤滑剤量は, 潤滑性を発揮するのに十分であり, LEX の抜出力は, その潤滑性により, 金型-成形体間の摩擦係数を低減したために, ZnSt より低くなったと考えられる。

4. おわりに

高密度成形用「クリーンミックス[®]」HDXにおける高密度化機構, および低抜出力用「クリーンミックス[®]」LEXにおける低抜出力化機構を検討し, 以下の知見を得た。

- (1) HDXは, 少なくとも500 MPa以上の成形圧力で, 常温で温間成形並みの高い圧粉密度を実現する。
高密度化の機構としては, その充填密度が高いことが, 一番の支配因子と考えられる。したがって, プレアロイ合金鋼粉のように粒子が硬くて変形能の小さな鉄粉の高密度成形に対しても, HDXが有効であることを示す。
- (2) LEXで使用されている潤滑剤は, 潤滑性能が高く, 低濃度でも, 金型表面との摩擦抵抗を落とすことが可能であり, 同一添加量で添加した場合, ZnStに比べ, 約20%抜出力を低減することができる。LEXで使用されている潤滑剤は, 潤滑性能が高いことを示唆し, 複雑形状部品の成形への適用が期待される。

参考文献

- 1) 上ノ蘭聡, 高城重彰, 小倉邦明. 鉄粉研究10年の歩み. 川崎製鉄技報. 1999, vol. 31, no. 1, p. 64-67.
- 2) 尾崎由紀子, 宇波繁, 上ノ蘭聡. 温間成形用部分合金化鋼粉クリーンミックス「KIPクリーンミックスHWシリーズ」. 川崎製鉄技報. 2001, vol. 33, no. 4, p. 170-174.
- 3) Cooper, A. R. Jr.; Eaton, L. E. Journal of the American Ceramic Society. 1962, vol. 45, no. 3, p. 97-101.



尾野 友重



尾崎由紀子