

(技術資料)

新しい黒鉛偏析防止鉄粉「セグレスⅡ」

New Segregation-free Steel Powder“ SEGLESS Ⅱ ”



西田 智*

Satoshi NISHIDA



藤浦貴保**

Takayasu FUJIURA

Powder metallurgy industry demands even higher productivity of sintered parts, as well as more environmentally-conscious materials. A new segregation-free steel powder mixture, “SEGLESS Ⅱ”, has been developed which does not include polymer binding agent. The binding agent had been an essential component in our conventional SEGLESS for preventing segregation of graphite. SEGLESS Ⅱ, formulated with a new lubricant, exhibits an excellent flowability in the powder feeding process. In addition, the product can be compacted to a higher density with lower ejection force in the compression process. Moreover, SEGLESS Ⅱ requires lower temperature for decomposing organic ingredients and emits less amount of decomposed gas during sintering.

まえがき = 粉末冶金技術を利用した鉄系焼結機械部品は、主原料である鉄粉または合金鋼粉に黒鉛粉、銅粉、潤滑剤などの副原料を加えて単純混合した粉末を金型に充填して加圧成形し、焼結することによって製造される。副原料の中でとくに黒鉛粉は鉄粉と粒径・比重が大きく異なり、混合・輸送および成形する際に偏析や発塵が生じやすく、製品の品質不良や作業環境悪化の要因となっていた。このような課題を解決するために当社では、接着機能の優れた高分子バインダを用いて鉄粉表面に黒鉛粉を付着させ、発塵と偏析を防止した黒鉛偏析防止鉄粉、商品名“セグレス®”を開発した^{1),2)}。1990年の製造・販売以来多数の単純混合粉に代わってセグレスが適用され、今では月産約2,000tを生産するオンリーワン商品としての地位を築いてきた。

しかし、この従来セグレスに用いられている高分子バインダは、(1)高い付着性のために粉体としての流動性が阻害され、ホッパからの排出性を低下させる。(2)加圧成形後の脱ろう工程でバインダの分解のために加熱時間が必要になるという問題があった。さらに近年、ユーザからは、焼結部品の適用拡大や需要の伸びに対応するため、生産性向上が望まれており、また環境負荷低減の要求も強くなっている。

そこで、改善の着眼点として、有機成分であるバインダと潤滑剤を極力低減した黒鉛偏析防止鉄粉の開発に着手し、その結果、有機バインダを介さない「セグレスⅡ」の開発に成功した。本稿では、その特性を紹介する。

1. 「セグレスⅡ」の概要

図1に、単純混合粉(Premix)、従来セグレス(SEGLESS™)、およびセグレス(SEGLESS)の鉄粉と黒鉛の混合状態の概念図を示す。従来セグレスは、

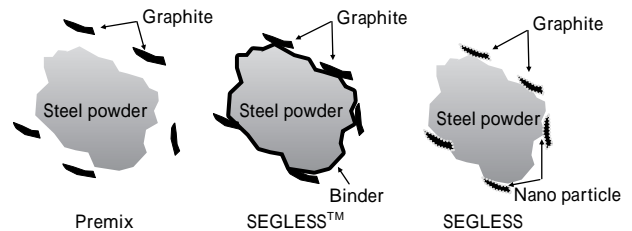


図1 単純混合粉(Premix)と黒鉛偏析防止粉(SEGLESS)の概念図
Fig. 1 Concept of Premix, SEGLESS and SEGLESS

鉄粉表面に高分子バインダをコーティングさせ、黒鉛粉を鉄粉に付着させている。一方、セグレスは高分子バインダの代替としてナノ粒子を介して黒鉛を鉄粉に付着させている。付着力は、ナノ粒子表面の分子間力を利用している。

さらにセグレスⅡでは、脱ろう工程を短縮し生産性を向上させる観点から高潤滑剤(当社開発WAX「KPA」^{3)~8)}を用い、潤滑剤添加比の低減を図った。

以上により、セグレスⅡはナノ粒子およびKPA潤滑剤を用いることにより、従来セグレスに比べて有機物比を35%低減することができた。また環境への低負荷化にも配慮した。

2. セグレスⅡの特性評価方法

2.1 供試材の作製

表1に実験に用いた粉末の配合を示す。セグレスⅡは、純鉄粉アトメル300Mに2mass%Cuおよび0.8mass% Cに0.6mass%KPA(WAX系潤滑剤)を配合した。また比較材として、CuとCの配合が同じ従来セグレスと単純混合粉を準備した。比較材の潤滑剤として、市販のWAX潤滑剤(エチレンビスアマイド)を0.75mass%配合した。

*鉄鋼部門 鉄粉本部 鉄粉営業部 **技術開発本部 機械研究所

表 1 供試材の配合
Table 1 Composition of powder mixtures

Grade	Composition	Lubricant
SEGLESS	FC0208 Fe(300M)+ 2mass%Cu + 0.8mass% C	+ 0.60mass%WAX(KPA)
SEGLESS		+ 0.75mass%WAX
Premix		+ 0.75mass%WAX

2.2 粉体特性評価

黒鉛偏析防止効果を評価として、C 付着率を当社独自の気流法システムで評価した。図 2 に示すように、ニューミリポアフィルター（網目 12μm）を取付けた漏斗状ガラス管（内径：16mm，高さ：106mm）に混合粉末（25g）を入れ，ガラス管の下方から N₂ ガスを 0.8L / min の速度で 20 分間流し，次式より C 付着率（%）を求めた。

$$C \text{ 付着率}(\%) = \frac{N_2 \text{ ガス流通後のカーボン量}(g)}{N_2 \text{ ガス流通前のカーボン量}(g)} \times 100$$

ここで、カーボン量（g）とは、混合粉末中のカーボンの質量を意味する。

供試材の見掛密度（AD）と流動度（FR）は、JIS Z2504 および JIS Z2503 規格に基づき、Hall Flow Meter で測定した。

従来の流動落下時間を測定する流動度は、実際のホッパ排出時や金型に充填される際の流れ性と相関がとれない場合がある。そこで今回、流れ性を重視したセグレスを評価するにあたり、当社独自で開発した流れ性評価^{9)~13)}の指標である「限界流出径」と「金型充填性」を用いた評価を合せて行った。以下に二つの流れ性評価技術の試験方法を簡単に述べる。

2.2.1 限界流出径評価

ホッパからの流れ性評価は、図 3 に示した試験機を用いて実施した。この試験機の円筒状容器に 2kg の粉末を充填し、底部のシャッタを開けて排出する。シャッタには様々な口径の排出口を設けており、それぞれの排出口からの排出可能な最小径を評価した。

2.2.2 金型充填性評価

シューボックス（粉末供給箱）から金型キャビティへの充填性を評価するため、金型充填性評価試験機を作製した（図 4）。評価は、金型キャビティ内に充填された粉末の重量をキャビティの断面積で割った値を充填度と定義して評価した。本試験機は、薄肉部への充填しやすさを評価することを特徴としている。

2.3 圧粉体特性評価

ここでは、フローティング方式の金型を用い、数種の成形圧力（490MPa，588MPa，686MPa）によって試供材を円柱形（20×60mm）に成形し，2.0mm/s で抜出した際のストローク量に対する抜出力によって離型性を評価した。

また、490MPa，588MPa，686MPa，784MPa，および 882MPa の成形圧力によって 11.28×10mm の成形体を作製し，そのときの成形体の欠け性を表すラトラ値を測定した。

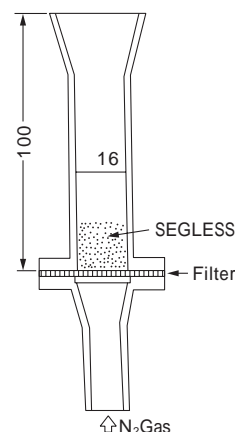


図 2 気流法による炭素付着率評価システムの概念図
Fig. 2 Gas-stream treatment apparatus for evaluating adhesive carbon

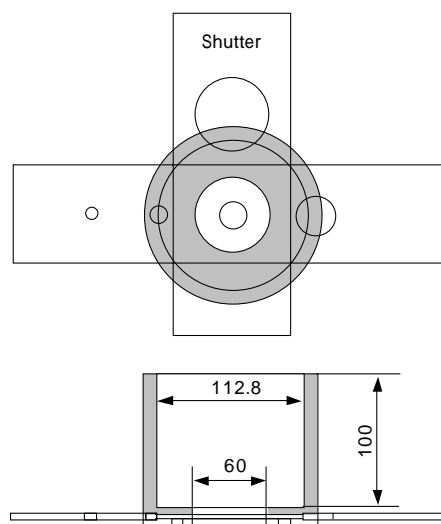


図 3 限界流出径評価装置の概略図
Fig. 3 Equipment for evaluating critical discharging diameter

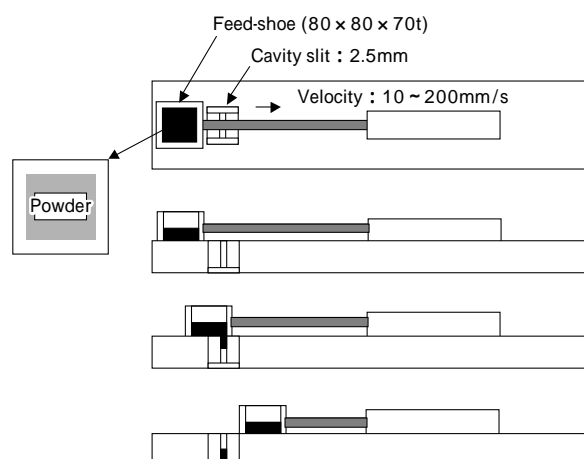


図 4 金型充填性評価装置の概略図
Fig. 4 Schematic diagram of die-filling test device

2.4 焼結体特性評価

焼結体特性を測定するために、外径30mm、内径10mm、高さ10mmの円筒形成形体を490MPa、588MPa、および686MPaの成形圧で成形し、プッシュ式焼結炉でN₂-10vol%H₂雰囲気下1,120×20minで焼結体を作製した。得られた焼結体の寸法変化率や機械特性(圧環強度、表面硬さ)、金属組織、およびC量を測定した。

また、セグレスと従来セグレスの脱ろう性を評価するために、銅粉と黒鉛を除いた配合(鉄粉+潤滑剤+バインダ)で成形体(圧粉体密度:7.20g/cm³)を作成し、熱天秤加熱による重量変化量を測定した。(加熱条件:10/min N₂)

2.5 連続成形テスト評価

実機プレスへの適合性を確認するために、500トン油圧プレスによって90×10mmのディスク状の成形体を350~400個連続して成形した。圧粉体の密度は6.85g/cm³とし、粉末は量産設備で製造したセグレスおよび従来セグレスを用いた。なお、成形時にプレスの重量フィードバック制御は行わなかった。評価項目として成形体重量、圧粉体密度、焼結体密度、焼結体寸法変化率、および焼結体C量を測定し、成形体・焼結体のばらつきを評価した。

3. セグレスIIの特性評価結果と考察

3.1 粉体特性結果

表2に各混合粉末の粉体特性を示す。セグレスは従来セグレスと同等のC付着率を示し、黒鉛偏析防止効果があることを確認した。流れ性の指標である流動度、限界流出径(ホッパ排出性)は、従来セグレスよりも良好な結果となった。セグレスの有機成分の添加が少ないことより、鉄粉同士の付着性が緩和され、流れ性に寄与したと考えられる。セグレスの金型充填性も単純混合粉より良好であり、従来セグレスと同等の特性であった。

3.2 成形体特性結果

図5に成形圧と圧粉体密度の関係を示す。成形圧686MPaにおいて、セグレスは従来セグレスよりも高い密度が得られ、単純混合粉と同等の圧縮性を得た。従来セグレスは、高压成形になるとコーティングされたバインダのために単純混合粉よりも圧縮性が低下する。セグレスは有機バインダを用いないため圧縮性の低下がない(単純混合粉と同等である)。

図6に各混合粉を金型20×60mmで成形した時の圧粉体密度と抜出力の関係を示す。従来セグレス、セグレ

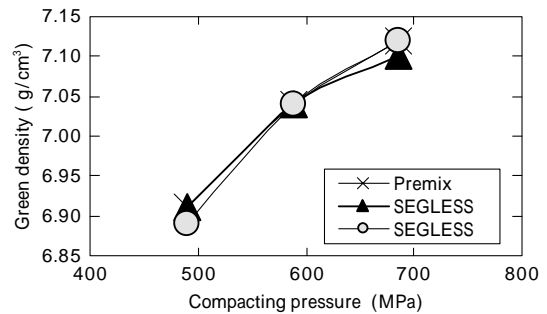


図5 成形圧力と圧粉体密度の関係

Fig. 5 Relationship between compacting pressure and green density

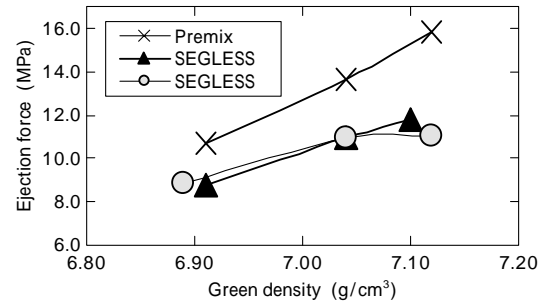


図6 圧粉体密度と抜出力の関係

Fig. 6 Relationship between green density and ejection force

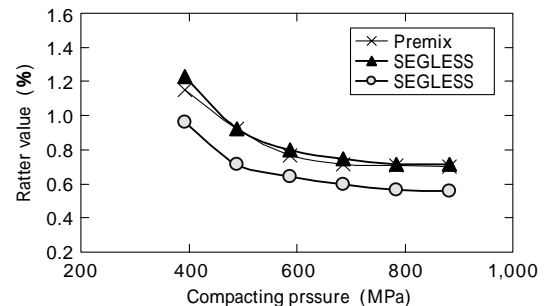


図7 圧粉体密度とラトラ値の関係

Fig. 7 Relationship between green density and ratter value

スとともに単純混合粉よりも抜出力が低く、セグレスは、686MPa成形で従来セグレスよりも低い傾向がある。これは、潤滑性の良いKPAの効果であると考えられる。

図7に490~882MPaまで成形した時のラトラ値評価を示す。従来セグレスと単純混合粉はほぼ同じ特性を示すが、セグレスはラトラ値が約20%程度低い特性がある。セグレスは、有機成分の添加が低減した分だけ鉄粉と鉄粉の接触する領域が増えることによって欠け性が向上していると考えられる。

3.3 焼結体特性結果

図8に圧粉体密度に対する焼結体の寸法変化率(金型基準)を示す。セグレスは、同一密度で従来セグレス

表2 セグレスの粉体特性
Table 2 Powder properties for SEGRESS

Grade	Premix	SEGLESS	SEGLESS
Adhesive carbon (%)	52	95	93
Apparent density (g/cm ³)	3.08	3.30	3.20
Flow rate (s/50g)	28.6	23.2	22.2
Critical discharging diameter (mm)	20.0	22.5	10.0
Die fillability* (mg/mm ² , 2mm width)	26.42	36.00	36.36

*Die fillability is defined as filled powder weight divided by slit area

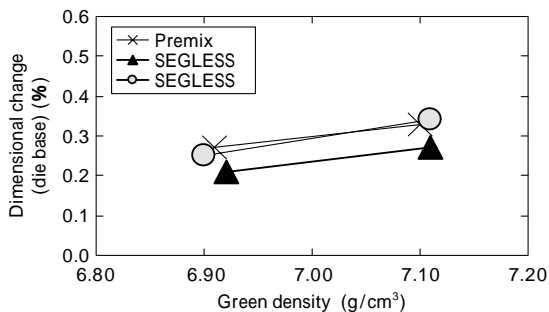


図8 圧粉体密度と金型基準の寸法変化率の関係

Fig. 8 Relationship between green density and dimensional change (die base)

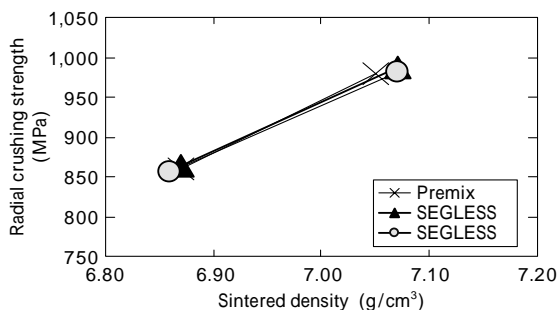


図9 焼結体密度と圧環強度の関係

Fig. 9 Relationship between sintered density and radial crushing strength

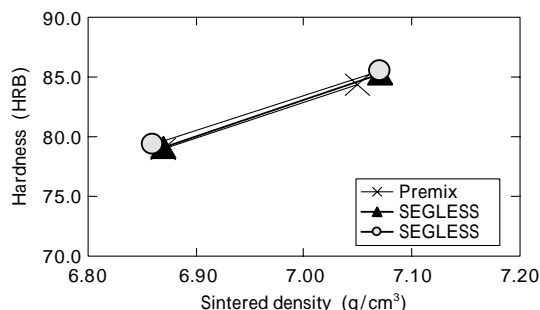


図10 焼結体密度と表面硬さの関係

Fig.10 Relationship between sintered density and hardness

よりも0.06~0.07%膨張し、単純混合粉と同様の傾向を示す。従来セグレスは鉄粉全体にバインダがコーティングされ、スプリングバックが小さいため、寸法変化率が小さくなっていると考えられる。

図9、図10にそれぞれ焼結体密度に対する圧環強度、および表面硬さを示す。セグレスは、他の混合粉と同様の機械特性であることを確認した。図11に各サンプルの焼結体の金属組織を示す。また、焼結体のC量(全C:T.C, 固溶C, 遊離C)の測定結果を表3に示した。いずれの粉末も、金属組織、焼結体C量ともに大きな違いがないことを確認した。

図12は脱ろう性評価結果を示したものである。熱天秤の加熱による混合鉄粉の重量変化量を「有機成分の重量残存量」として示した。なお「有機成分の重量残存量」は、従来セグレスに配合した単位あたりの有機成分を100とした時の相対値としている。セグレスは従来セグレスより有機成分が少なく、分解温度が低い特徴がある。

表3 焼結体のC量
Table 3 Carbon of sintered compact

Grade	Total C (mass%)	Solid solution C (mass%)	Free C (mass%)
SEGLESS	0.74	0.72	0.02
SEGLESS	0.73	0.72	0.01
Premix	0.73	0.72	0.01

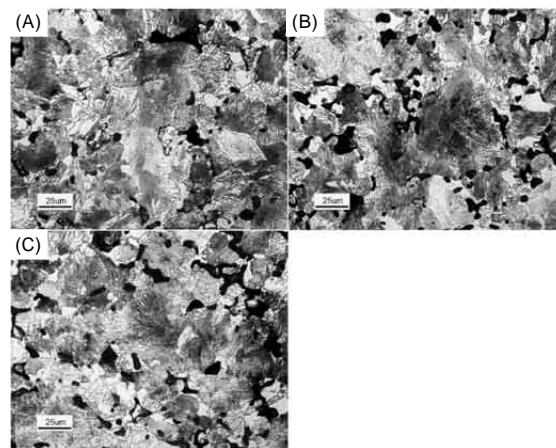


図11 焼結体の金属組織

Fig.11 Microstructures of sintered compacts (A)SEGLESS, (B)SEGLESS, (C)Premix

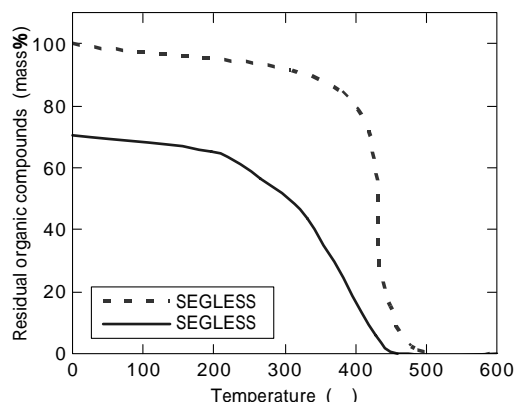


図12 温度と有機成分残存量の関係

Fig.12 Relationship between temperature and residual organic compounds

3.4 連続成形テスト結果

従来セグレスおよびセグレスの成形体の重量ばらつきをそれぞれ図13、図14に示す。従来セグレスの標準偏差は1.59gであり、最大最小の差(R)は10.9gであった。それに対し、セグレスの標準偏差は1.16g、最大最小差は5.6gとなり、従来セグレスに比べて重量ばらつきは約30%低減された。これは、従来セグレスに比べてホップ排出性が良いだけでなく、金型充填性も改善されたためと考えられる。

セグレスの成形個数に対する圧粉体密度、焼結体密度を図15に示す。また連続成形した成形体を焼結した時の寸法変化率を図16、焼結体C量を図17、表面硬さを図18に示す。データのばらつきは、密度が $\pm 0.005\text{g/cm}^3$ 標準偏差0.004、寸法変化率(金型基準)が $\pm 0.004\%$ 標準偏差0.002、焼結体C量が $\pm 0.01\%$ 標準偏差0.005、表面硬さが $\pm 0.8\text{HRB}$ 標準偏差0.6となり、セグレスの黒鉛偏析防止効果の高さを示している。

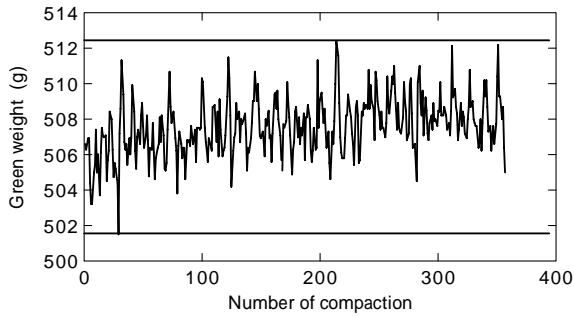


図13 成形体重量ばらつき (従来セグレス)
Fig.13 Green weight dispersion of SEGLESS

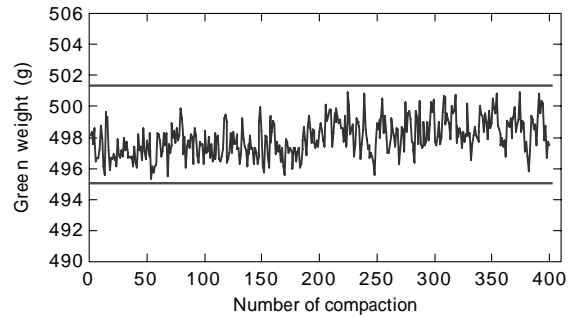


図14 成形体重量ばらつき (セグレス)
Fig.14 Green weight dispersion of SEGLESS

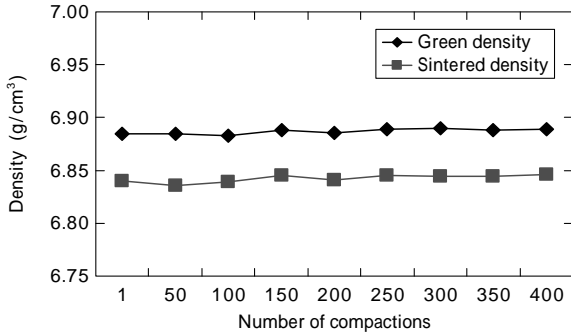


図15 圧粉体密度, 焼結体密度ばらつき (セグレス)
Fig.15 Green density and sintered density dispersion of SEGLESS

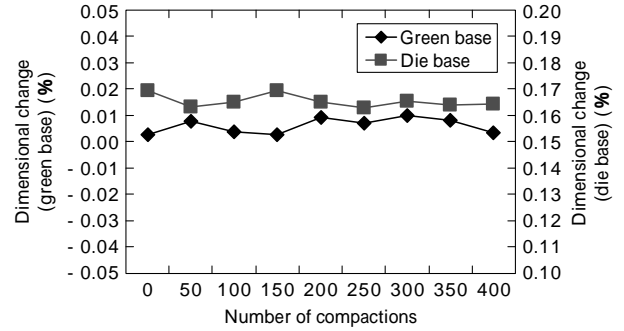


図16 焼結体寸法変化率のばらつき (セグレス)
Fig.16 Dimensional change dispersion of SEGLESS

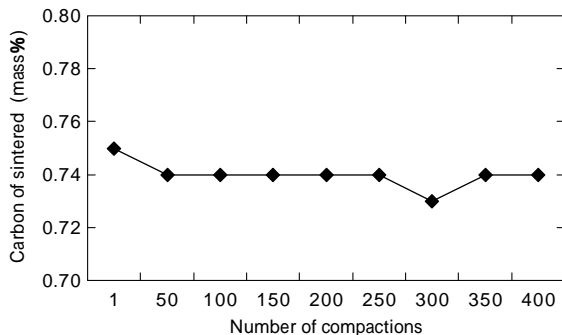


図17 焼結体C量のばらつき (セグレス)
Fig.17 Carbon dispersion of SEGLESS sintered

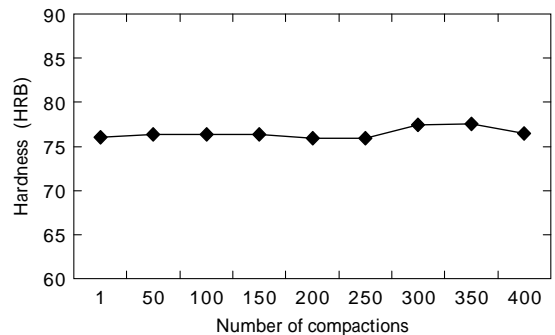


図18 表面硬さのばらつき (セグレス)
Fig.18 Hardness dispersion of SEGLESS sintered

むすび=本稿では、バインダを用いている従来からの黒鉛偏析防止鉄粉「セグレス」に対して、バインダを用いず、さらに潤滑剤を低減した「セグレス」の特性を紹介した。

セグレスは、従来品に比べ圧縮性・成形性・流れ性・脱ろう性に優れ、ハンドリング・加工性の面で取扱いやすさが向上した。また有機成分を低減しつつ黒鉛発塵を抑えていることから、環境に優しい黒鉛偏析防止鉄粉製品へと発展させた。

今後、当社ではサンプルトライを重ねながら、セグレスの適用部品の領域を広げ、ますます多様化するユーザーニーズに対応してゆく。

参考文献

- 1) H. Suzuki et al. : Proceeding of 1993 Powder Metallurgy World Congress, (1993) p.747.
- 2) 高井伝栄ほか: R&D 神戸製鋼技報, Vol.44, No.2(1994) pp.10-13.

- 3) H. Suzuki : PM Asia 2005 Conference & Exhibition, (2005) pp.73-85.
- 4) 鈴木浩則: 粉体粉末冶金協会春季講演大会概要集, (2005), p.124.
- 5) 鈴木浩則ほか: R&D 神戸製鋼技報, Vol.55, No.3(2005) p.64-67.
- 6) S. Nishida et al. : 2006 Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, pp.731-732.
- 7) H. Suzuki et al. : *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 2007, part 3, pp.11-18.
- 8) Y. Ito et al. : *Advances in Powder Metallurgy & Particle Materials- 2008*, part3, pp.41-49.
- 9) 関 義和: 粉体および粉末冶金, Vol.52, No.7.
- 10) 澤山哲也ほか: 粉体粉末冶金協会春季講演大会概要集, (1996) p.29.
- 11) 澤山哲也ほか: 粉体粉末冶金協会秋季講演大会概要集, (1997) p.103.
- 12) T. Sawayama, Y.Seki : *Advances in Powder Metallurgy & Particles Materials*, (1999) 2-61.
- 13) 関 義和: 粉体粉末冶金協会秋季講演大会概要集, (2004) p.133.