

(論文)

高密度セグレス®

High Density SEGLESS®



鈴木浩則*
Hironori SUZUKI



西田 智**
Satoshi NISHIDA



藤浦貴保***
Takayasu FUJIURA

The newly-developed KPA lubricant consists of two different functional materials. Based on this feature, an iron powder mixture with KPA lubricant has better powder flow at the powder stage and better ejection performance at the green stage. Since KPA lubricity is superior to that of conventional lubricants, it is possible to reduce lubricant content without increasing the ejection pressure. By utilizing this process, high-density P/M parts can be made at a relatively lower production cost, in comparison with conventional methods.

まえがき＝粉末冶金法による鉄系焼結部品は、鉄粉に合金用粉末や潤滑剤などを混合し、成形・焼結工程を経て製造され(図1)、複雑形状に低コストで大量生産できる特徴がある。主にエンジン部品を構成する鉄系焼結部品においては、最近の自動車軽量化やエンジン高性能化のニーズにこたえて、さまざまな高強度化の検討がなされている。なかでも焼結体に有する空孔をできるだけ減らし密度を高めて高強度化させる温間成形や型潤滑成形法などの手法は、焼結部品に広く展開でき効果的である。しかしながら、これらの高密度成形方法では、加熱装置

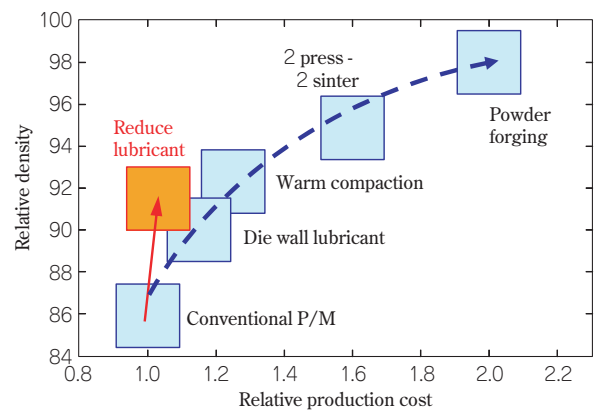


図2 粉末冶金高密度プロセスの製造コストと到達密度の関係
Fig. 2 Production cost and typical density for various high density processes

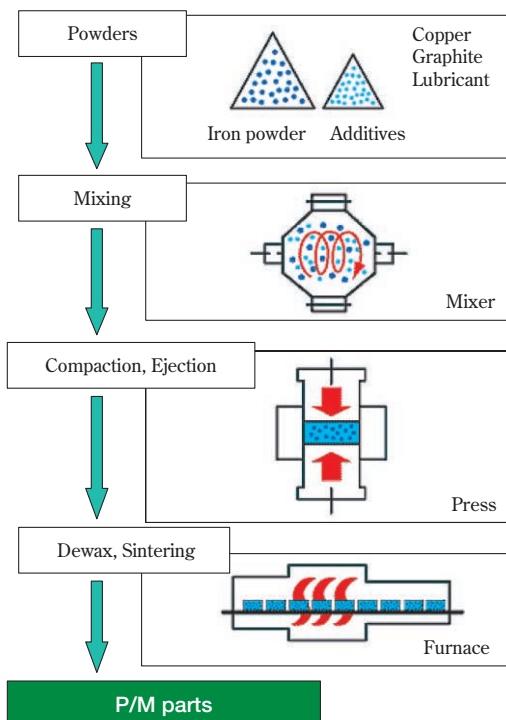


図1 粉末冶金法の製造プロセス
Fig. 1 Production process of powder metallurgy

や潤滑剤塗布装置などの特別な付帯設備を必要とするため、より簡便な高密度成形方法が望まれていた。

図2にさまざまな粉末冶金プロセスの相対的な製造コストと到達密度の関係を示す。従来技術の温間成形や型潤滑成形、粉末鍛造法などの高密度プロセスは、密度の増加に従って製造コストは上昇する傾向にあった。当社は、機能性潤滑剤を使用することで内部潤滑剤の添加量を低減し、既存設備のまま比較的 low コストで高密度化が達成できることを見いだした。本稿では、離型性に優れた機能性潤滑剤の性質、および機能性潤滑剤を添加した高密度鉄粉の特性を紹介する。

1. 粉末冶金用潤滑剤の役割

粉末冶金用潤滑剤は、主に成形・金型抜出時において、粉末同士や圧粉体と金型間の摩擦力を低減する目的で使用される。潤滑剤の添加方法は、ステアリン酸亜鉛(以下、Zn-st という)などの金属石けんや、エチレンビスステアリルアミド(以下、EBS という)などのワックス系

*鉄鋼事業部門 鉄粉本部 鉄粉工場 **鉄鋼事業部門 鉄粉本部 鉄粉営業部 ***技術開発本部 開発企画部

樹脂を粉末で混合する内部潤滑法が一般的である。鉄粉に2%銅粉と0.8%黒鉛粉を加えた一般的な配合と、鉄粉のみの配合での内部潤滑剤の添加量と到達理論密度の関係を図3に示す。潤滑剤の添加量増加に伴って密度低下が顕著であることがわかる。また、潤滑剤は成形が終わると不要のものとなり、圧粉体から取除く必要がある。このため、添加量はできるだけ少ないほうが好ましい。潤滑機能を確保するため鉄粉に対して0.75重量%程度添加するのが一般的である。

潤滑剤は、鉄粉と混合した後の粉末の流れ性（限界流出径：テスト容器から排出する最小口径のことで当社独自の評価方法）と、混合粉末を成形した後の圧粉体を金型から抜出す際の抜出力（離型性）に大きな影響を及ぼすことが知られている。また、さまざまな市販の潤滑剤で評価した結果、この流れ性と離型性とは図4のように相反する関係にあることも知られている¹⁾。

たとえば低融点の潤滑剤は、圧粉体を金型から抜出す際に潤滑剤が金型壁面に集積しやすく離型性に優れるが、混合粉末の段階では鉄粉との付着力が強く、凝集や流れ性悪化の原因となる。逆に、高融点の潤滑剤は粉末段階では固体状態を保つため流れ性に優れるが、潤滑剤の集積が充分でなく離型性はあまり良くない。このように、従来の潤滑剤では流れ性と離型性を両立させることは困難であった。

そこで当社は、図4中の矢印のように流れ性と離型性

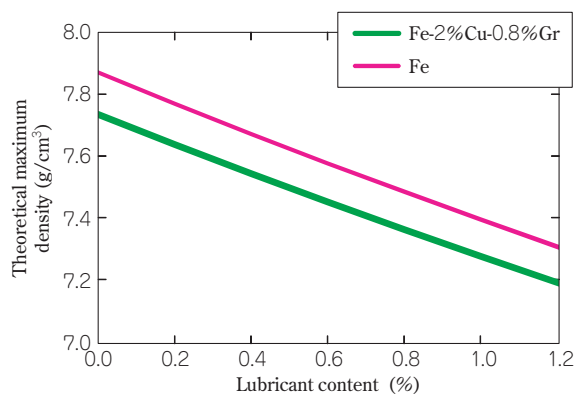


図3 内部潤滑剤の配合量と到達理論密度の関係
Fig. 3 Effect of lubricant content on theoretical maximum density

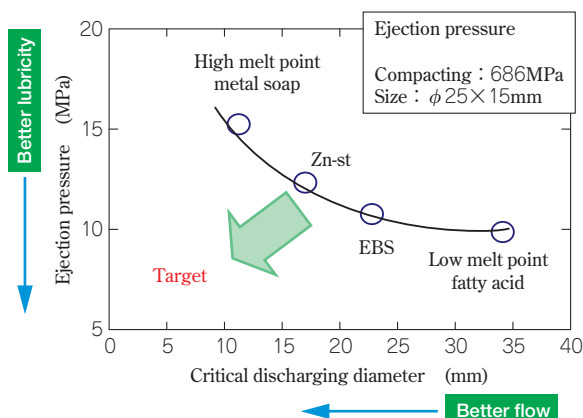


図4 各種潤滑剤混合粉の流れ性と離型性の関係¹⁾
Fig. 4 Relation between flowability and ejection pressure for various lubricant mixture¹⁾

の機能を併せ持つことを開発目標とし、混合粉末の段階では流れ性の機能が、抜出の際には離型性の機能が選択的に発揮されることを特徴とする機能性潤滑剤（Kobelco Polyhydroxyl Amide, 以下KPAという）を開発した。

2. 機能性潤滑剤 KPA のコンセプト

KPAは、融点の異なる二種類のポリヒドロキシルアミド系潤滑剤で構成される²⁾ (図5)。流れ性に寄与する高融点潤滑剤(融点150℃以上)と離型性に寄与する低融点潤滑剤(融点100℃以下)の配合比率、およびそれぞれの材質や粒径などを最適化することによって流れ性と離型性の両特性の改善を行った。また、KPAは焼結炉内への汚染が低減でき、焼結体の表面汚れも少ない完全有機のワックス系潤滑剤である。

脱ろう性を評価するため、鉄粉とKPAを混合した混合粉末の圧粉体を熱天びんで加熱し、加熱中の重量減少を測定した(図6)。温度の上昇とともに潤滑剤が分解・ガス化し、窒素雰囲気中では450℃までに完全に圧粉体から除去できることがわかる。また、脱ろう後には潤滑剤の残さはほとんどないことが確認された。

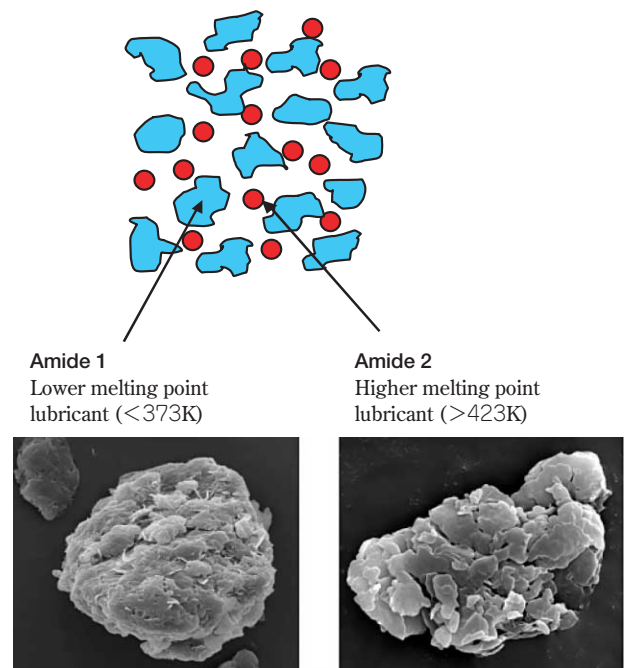


図5 機能性潤滑剤 KPA の概念図
Fig. 5 Conceptual diagram of functional lubricant KPA

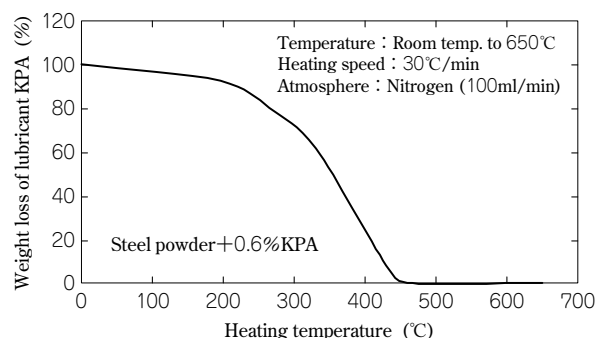


図6 KPAの脱ろう特性
Fig. 6 Weight loss of KPA lubricant during heating

3. KPA の特性

3.1 KPA を添加した混合粉末の基礎特性^{3),4)}

当社製アトマイズ鉄粉 300M (平均粒径 $70\mu\text{m}$) に 2% 銅粉 (平均粒径 $30\mu\text{m}$)、0.8% 黒鉛粉 (平均粒径 $5\mu\text{m}$) および各種潤滑剤を 0.75% 添加した黒鉛偏析防止鉄粉 (セグレス) を試作し、諸特性を比較した。潤滑剤は、開発した KPA のほかに、比較材として市販の Zn-st (平均粒径 $10\mu\text{m}$)、および EBS (平均粒径 $25\mu\text{m}$) を使用し、同じ添加量で比較した。

表 1 に三種類の混合粉の代表的な粉体特性と圧粉体特性を示す。見掛密度は JIS 2504、流動度は JIS 2502 に準じて測定し、圧粉体特性として混合粉を 490MPa の成形圧力で成形した直方体 ($31.8 \times 12.7 \times$ 高さ 6.3mm) の圧粉体密度と三点曲げによる圧粉体強度 (JIS Z2511) を測定した。また、離型性の特性として、490、588、686 MPa の三水準の成形圧力で円柱形 ($\phi 25 \times 25\text{mm}$) に成形したときの圧粉体の抜出力 (ピーク値) を図 7 に示す。KPA を添加した混合粉末は従来粉と比べて抜出力が大幅に低減し、離型性に優れることがわかる。とくに成形圧力が高いほど顕著であり、686MPa の成形圧力では従来粉に比べて約 20% 低減する。

3.2 KPA の潤滑作用メカニズム

KPA が市販の Zn-st や EBS に比べて離型性に優れるメカニズムを解明するため各種実験を行った。まず、溶解粘度測定器にて KPA と従来の EBS 潤滑剤の各温度での粘弾性を測定した。測定方法は、ディスク間に約 1mm の厚さに圧縮した潤滑剤を置き、ディスクを 62.5 rad/s (10Hz) で回転させたときに得られるトルク値から求めた。図 8 は KPA と EBS の粘弾性を比較したもので、KPA は融点以下である 60°C 付近から徐々に低下し、EBS に比べて低い値であることがわかる。これは、圧粉体を成

表 1 KPA と比較粉の粉体、圧粉体特性

Table 1 Powder and green properties of KPA and other lubricant mixture

Lubricant	KPA	Zn-st	EBS
Apparent density (g/cm^3)	3.27	3.49	3.24
Flow rate ($\text{s}/50\text{g}$)	24.1	22.1	28.3
Critical flow diameter (mm)	22.5	22.5	30.0
Green density (g/cm^3)*	6.92	6.90	6.91
Green strength (MPa)*	12.0	10.0	10.6

*Compacting pressure : 490MPa

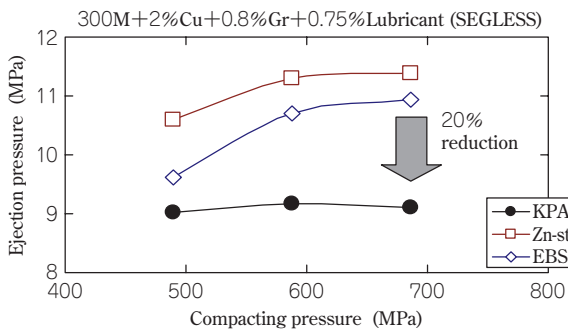


図 7 KPA を配合した混合粉末の抜出し圧力

Fig. 7 Ejection pressure of KPA and conventional mixture

形・金型から抜出す工程において、KPA は粘性が低いため圧粉体内部から金型壁面へ集積しやすく、潤滑機能が発揮されやすいことを示唆する^{5), 6)}。

つぎに、KPA および EBS の静摩擦係数を HEIDON 摺動 (しゅうどう) 試験機を用いて調べた。銅板上に潤滑剤を $10\sim 30\mu\text{m}$ の厚さで塗布し、面圧 $2\sim 3\text{MPa}$ を加えて $100\text{mm}/\text{min}$ の速度で摺動させた。このときの摺動距離に対する抵抗力のピークから静摩擦係数を求めた。図 9 に示した静摩擦係数から、EBS は雰囲気温度に依存して静摩擦係数が増加するのに対し、KPA は温度による変化はあまり見られない。とくに 60°C 付近を超えると EBS との差が顕著になることがわかる。静摩擦係数は、潤滑剤自体の機能としての潤滑性を示すが、室温成形であっても圧力による摩擦熱で局部的には 60°C を超える部位があると推察され、KPA の潤滑性が効果的に発揮するものと考えられる。

つづいて、成形および圧粉体抜出工程において実際に

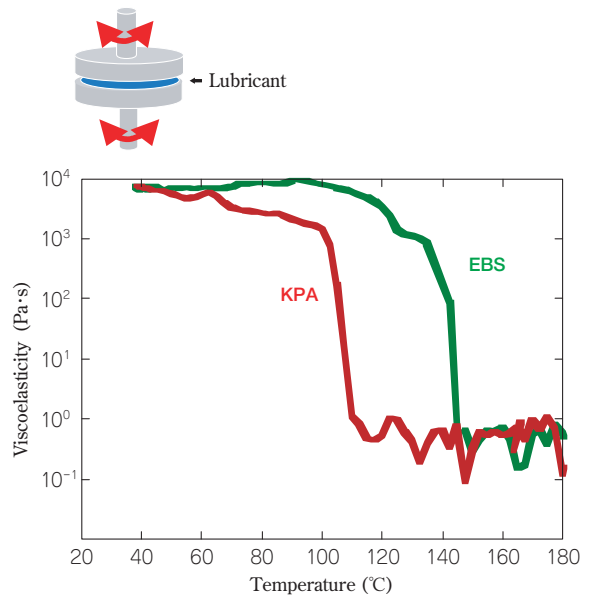


図 8 KPA と従来潤滑剤の弾粘性

Fig. 8 Viscoelasticity of KPA and conventional lubricant

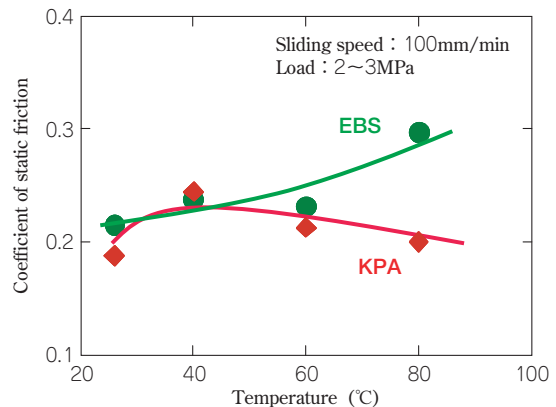
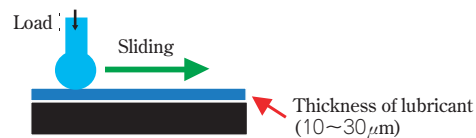


図 9 KPA と従来潤滑剤の静摩擦係数

Fig. 9 Coefficient of static friction of KPA and conventional lubricant

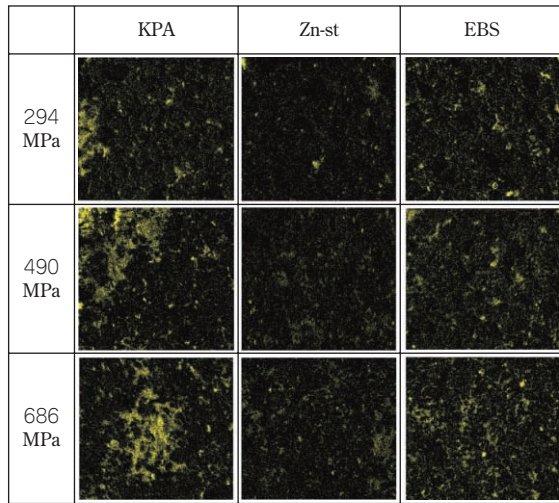
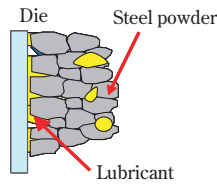


図10 EDXで観察した圧粉体表面の潤滑剤分布

Fig.10 Lubricant distribution on surface of green compact by EDX

潤滑剤が移動し、圧粉体表面に集積が起きる現象を確認した。鉄粉に三種類の潤滑剤を0.75%配合した混合粉末を三水準の成形圧力で成形し、圧粉体パンチ側の面を観察した。図10は、圧粉体の表面をエネルギー分散型X線分析装置(EDX)で観察した結果である。黄色の部分に潤滑剤に含まれる炭素を検出した結果であり、いずれの成形圧力においてもKPAは他の潤滑剤に比べて多く潤滑剤が成形体表面に集積していることがわかる。

以上の実験から、KPAは静摩擦係数が低く潤滑性に優れるだけでなく、粘性が低いことから圧粉体表面への染み出しが効果的に発揮される。これらの相乗効果により、他の潤滑剤に比べて離型性に優れていると考えられる。

3.3 KPAを添加した高密度セグレスの特性

KPAは離型性に優れているため、金型への負担低減による金型寿命の延長や複雑形状部品への適用が期待できる。また同時に、従来の潤滑剤の抜出力レベルまでKPAの添加量を低減し、高密度化をねらうことも可能である。潤滑剤添加量を低減する高密度化プロセスは、特別な付帯設備の追加が必要なく比較的容易に適用できる手法であるとともに、脱ろう時の排ガス量が少なく環境面にも優れる特徴がある。本節では、KPAを添加することで潤滑剤添加量を従来の1/2に低減することが可能な高密度セグレスの特性を紹介する。

当社製高圧縮性純鉄粉300NHに2%銅粉(平均粒径約30 μ m)と0.8%黒鉛粉(平均粒径5 μ m)ならびにKPAを0.4%添加した高密度セグレスと、従来のEBS潤滑剤(平均粒径25 μ m)を0.8%使用した従来セグレスの二種類を試作して供試粉とした。表2は高密度セグレスと従来セグレスの粉体特性を示す。見掛密度には大差は見られないが、高密度セグレスは潤滑剤添加量が少ないため、従来セグレスに比べ3 s/50g以上も流動度が良い。

図11は高密度セグレスと従来セグレスを ϕ 25 \times 25mmの円柱形に成形した際の成形圧力と圧粉体密度の関係を示す。高密度セグレスは、潤滑剤を低減した効果によって圧粉体密度が向上し、従来セグレスより約0.2g/cm³高い7.30g/cm³(686MPa成形)を達成する。また、図12にそれらの圧粉体を抜出す際の抜出力を示す。いずれも密度に依存して抜出力は増加する傾向にあるが、潤滑剤を低減した高密度セグレスは同じ密度の比較で従来セグレスの抜出力と同等となり、抜出力を悪化させずに潤滑剤添加量を低減できることがわかる。

つづいて、二種類の粉末を外径64mm、内径24mm、高さ10mmのリング形状に成形圧力を変えて成形し、5%水素を含む窒素雰囲気中で1,120 $^{\circ}$ C、30分間焼結して焼結体特性を比較した。図13は、リング形状の焼結体試

表2 高密度セグレスと従来セグレスの粉体特性
Table 2 Powder properties of high density SEGLESS and conventional SEGLESS

	High density SEGLESS	Conventional SEGLESS
Apparent density (g/cm ³)	3.49	3.46
Flow rate (s/50g)	23.1	26.5

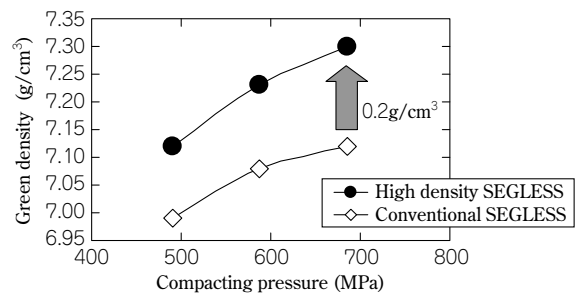


図11 高密度セグレスの圧縮性

Fig.11 Compressibility curve of high density SEGLESS

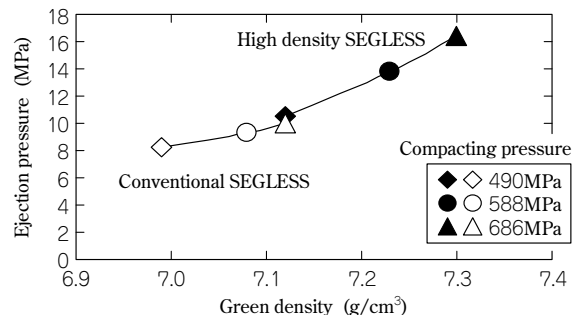


図12 高密度セグレスの抜出力

Fig.12 Ejection pressure of high density SEGLESS

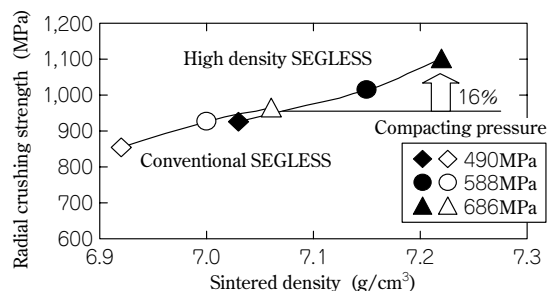


図13 高密度セグレスの焼結体圧環強度

Fig.13 Radial crushing strength of sintered high density SEGLESS

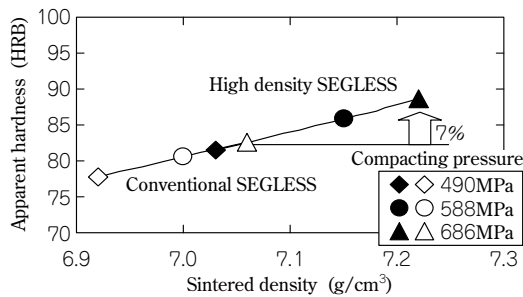


図14 高密度セグレスの焼結体見掛硬さ

Fig.14 Apparent hardness of sintered high density SEGLESS

験片を径方向にプレスで圧縮荷重を加え、壊れる力から圧環強度を求めた。高密度セグレスは密度の増加とともに焼結体強度は増加し、同じ成形圧力での比較では従来セグレスに比べて約16%向上する。また、図14に焼結体の上面と下面各3箇所をロックウェルのBスケールで測定した見掛硬さの平均値を示す。強度と同様、硬度も密度の増加とともに増加し、686MPaでの成形比較では従来セグレスに比べて約7%向上する。

むすび＝粉末冶金用に開発した機能的潤滑剤とそれを鉄粉に添加した混合粉の特性は以下のようにまとめられる。

1) 融点の異なる二種の潤滑剤で構成されたKPAは、従

来困難とされた流れ性と離型性の両立を可能とする。

- 2) KPAを添加した鉄系混合粉末はとくに離型性に優れることから、金型プレスへの負担を低減し、複雑・薄肉形状部品用に適している。
- 3) 従来レベルの抜出力までKPAの添加量を低減した高密度セグレスは、追加の付帯設備なく高密度部品の製造が可能となり、とくに近年ニーズの高い自動車用部品の高強度・軽量化にこたえられる。
- 4) 純鉄系機械部品のほか、圧縮性の悪い合金系高強度部品や高密度がさらに追及される磁性鉄粉用など、幅広い用途への適用が期待できる。

参考文献

- 1) 鈴木浩則ほか：R&D 神戸製鋼技報, Vol.55, No.3 (2005), pp.64-67.
- 2) S. Nishida et al.: Proceeding of 2006 Powder Metallurgy World Congress, (2006), Part II, pp.731-732.
- 3) 鈴木浩則ほか：粉体粉末冶金協会春季講演大会概要集, (2005), p.124.
- 4) H. Suzuki et al.: Proceeding of the 2007 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials, (2007), Part 3, pp.11-18.
- 5) 伊藤義浩ほか：粉体粉末冶金協会秋季講演大会概要集, (2007), p.81.
- 6) Y. Ito et al.: Proceeding of the 2008 World Congress on Powder Metallurgy & Particulate Materials, (2008), Part 3, pp.41-49.