

(技術資料)

連続成形での重量ばらつきを低減した黒鉛偏析防止粉KFセグレス

Segregation-free Powder, "KF-SEGLESS," with Reduced Weight Variation during Continuous Compaction



佐藤充洋*1
Mitsuhiro SATO



谷口祐司*1
Yuji TANIGUCHI



赤城宣明*1
Nobuaki AKAGI



鈴木浩則*2
Hironori SUZUKI

Conventional iron-based sintered parts that are made of mixtures of iron powder, graphite powder, copper powder and additional ingredients such as lubricant have problems, including the segregation of the mixture ingredients and insufficient fillability. To deal with such problems, Kobe Steel commercialized SEGLESS, which is treated so as to prevent the segregation of graphite. This paper introduces the properties of another segregation-free powder, KF SEGLESS, having excellent die-fillability and improved filling-weight stability during continuous compaction, which are the results of suppressing friction among powder particles while retaining the conventional segregation-prevention performance.

まえがき = 粉末冶金法を利用した焼結部品は生産性に優れ、部品形状の自由度が高いことから、近年、複雑な形状の部品に広く用いられるようになってきた。鉄系の焼結部品は、主原料である鉄粉に副原料である黒鉛や銅、有機成分を添加した混合粉を金型に充填し、プレス機で成形することで製造している。

混合粉では主に、鉄粉と比較的比重差の大きい黒鉛粉との間で、ハンドリング時に容易に偏析が生じ、ホップ排出時の副原料成分の不均一化による品質のばらつき、流動性の悪化に起因した充填重量のばらつきや生産性の低下を引き起こす。したがって、均質な焼結部品を製造するためには混合粉の成分偏析が抑制されることに加え、充填重量が安定していることが重要である。

そこで当社では、従来の黒鉛偏析防止粉セグレスよりもさらに高い流動性を有し、連続成形における充填重量の安定性に優れた「黒鉛偏析防止粉KFセグレス」を開発したので本稿でその特性を紹介する。

1. 新しい黒鉛偏析防止処理手法の検討

焼結部品に使用する混合粉の黒鉛の偏析を抑制するためにこれまで、接着性能に優れた高分子樹脂や潤滑剤など種々の有機物をバインダとして用いる方法が提案されている^{1)~3)}。

そうしたなか当社では、黒鉛の偏析防止と高充填性とを両立させることを目的として、鉄粉と黒鉛との間に作用する分子間力や静電気力、液架橋力などの付着力を増大させることによって黒鉛を鉄粉に付着させ、かつ流動性を阻害する因子である粉体間で生じる内部摩擦力⁴⁾を低減させることで金型への充填性を向上させる方法を種々検討した。

まず、黒鉛の性状が鉄粉への付着力に及ぼす影響を定量化するために、単位質量あたりの黒鉛の表面積を平均粒径の2乗で除した値をここでは「改質度」と定義し、黒鉛性状を表す指標とした。改質した各種黒鉛の改質度を算出して鉄粉への付着率を測定した結果、図1に示すように黒鉛の改質度が増加するにつれて鉄粉への付着力が大きく改善されることが分かった。

また、混合方法については、従来のV型ブレンダーを用いた対流混合から攪拌（かくはん）翼を備えた混合機を用いた高速せん断混合に変更することで、混合時の高いせん断力の付与により付着力が高まることを明らかにした。

最適な黒鉛性状（改質度）と混合方法による効果の組合せにより、バインダを使用することなく黒鉛の鉄粉への付着力を向上させることができ、従来の黒鉛の偏析防止処理と同等の効果を得ることが分かった。また、高い接着性をもつバインダを使用する従来の黒鉛偏析防止粉と比較して、粉体間の内部摩擦力が低減されることも確認された。

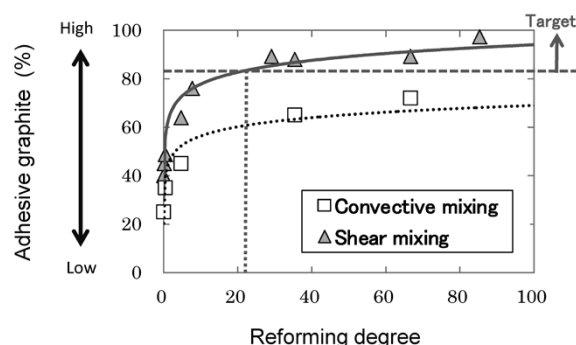


図1 改質度と黒鉛付着率の関係

Fig. 1 Relationship between reforming degree and adhesive graphite

*1 鉄鋼事業部門 鉄粉本部 鉄粉工場 *2 鉄鋼事業部門 鉄粉本部 鉄粉工場 (現 鉄粉本部 鉄粉企画室)

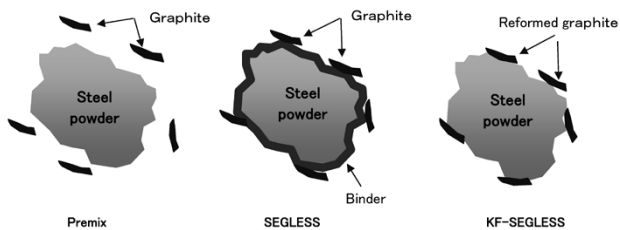


図2 単純混合粉と従来セグレスおよびKFセグレスの概略図
Fig. 2 Concept of Premix, SEGLESS, and KF-SEGLESS

このコンセプトに基づき黒鉛偏析防止粉KFセグレスを開発した。単純混合粉 (Premix), 従来セグレス (SEGLESS), およびKFセグレス (KF-SEGLESS) の鉄粉と黒鉛の混合状態の概略図を図2に示す。

2. KFセグレスの特性評価方法

2.1 供試材の作製

KFセグレスは、当社純鉄粉アトメル300Mに2.0mass% Cu, 0.8mass%改質Gr, および0.75mass%潤滑剤 (エチレンビスアマイド) を配合した。また比較材として、同配合の単純混合粉と従来セグレスを作製した。

2.2 粉体特性評価

供試材の黒鉛偏析防止効果の評価について、当社独自の黒鉛付着率評価試験機を用いて黒鉛付着率の測定を行った。また、見掛け密度と流動度は、JIS Z 2504およびJIS Z 2502に基づき、ホールフローメータで測定した。

ホールフローメータによる流動度の測定結果だけでは、実際のホッパ排出性や金型に充填される際の流動性を評価するには十分でない。そこで今回、当社独自で開発した流動性評価方法^{5)~9)}である「金型充填性」を評価した。さらに、粉体間に作用する内部摩擦力を評価した。以下にこれらの評価手法について説明する。

2.2.1 黒鉛付着性評価手法

鉄粉への黒鉛の付着性評価は、図3に示した黒鉛付着率評価試験機を用いて実施した。メンブレンフィルタ (網目10 μ m) を取り付けた漏斗状ガラス管 (内径16mm, 高さ100mm) に25gの混合粉末を入れ、ガラス管の下方よりドライエアを0.8L/minの速度で20分間通気し、次式によって黒鉛付着率 (%) を求めた。

$$\text{黒鉛付着率 (\%)} = \frac{\text{ドライエア通気後の炭素量 (g)}}{\text{ドライエア通気前の炭素量 (g)}} \times 100$$

ここで、混合粉末中の黒鉛の主成分である炭素の重量を炭素量 (g) とした。

2.2.2 金型充填性評価手法

粉末成形時のシューボックス (粉末供給箱) から金型キャビティへの充填性の評価は、図4に示した金型充填性評価試験機を用いた。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除した値を充填度と定義して評価した。

2.2.3 粉末の内部摩擦力評価手法

内部摩擦力の評価として、「JIS Z 8835」に基づき、せん断試験機 (株) ナノシーズ社製, NS-S200) を用いて内部摩擦角を測定した。

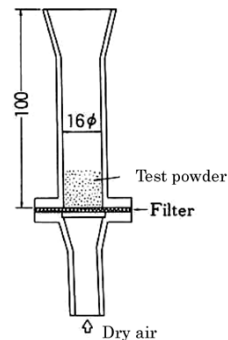


図3 黒鉛付着性評価試験機
Fig. 3 Apparatus for evaluating graphite adhesion property

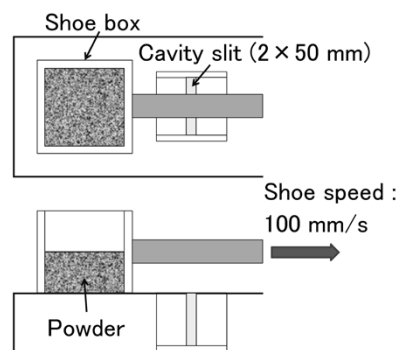


図4 金型充填性評価試験機
Fig. 4 Apparatus for evaluating die filling characteristics

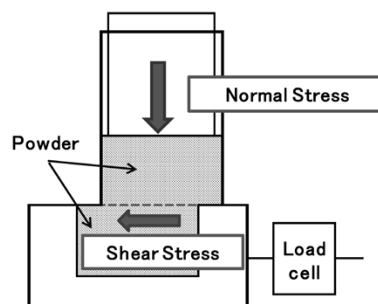


図5 せん断試験
Fig. 5 Shearing test of powder bed

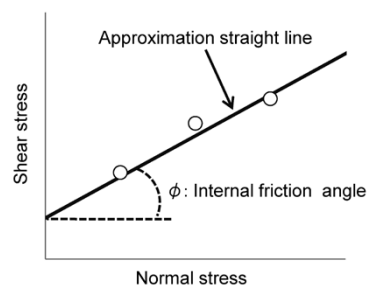


図6 内部摩擦角の測定
Fig. 6 Measurement of internal friction angle

試験は図5に示すように、上下に2分割可能な容器に粉末を充填し、上方から鉛直荷重を加えることで粉体層を形成させる。この粉体層下半部に水平方向荷重を加えて移動させたときにせん断面に生じるせん断応力と垂直応力を測定する。本試験では各試料に対して3種類の荷重によって測定し、垂直応力 (横軸) とせん断力 (縦軸) の関係で表した場合の近似直線が横軸となす角度である内部摩擦角 (図6) を算出した。

2.3 圧粉体特性評価

フローティング方式の金型を用い、成形圧力490MPa、588MPa、および686MPaによって供試材を円柱形（φ25×20mm）に成形し、粉末の圧縮性を示す圧粉体密度を測定した。

またJPMA-P11-1992（金属圧粉体のラトラ値測定方法）に基づき、上記と同様の成形圧力条件でφ11.28×10mmの圧粉体を作製し、圧粉体の成形性評価方法の一つであるラトラ値を測定した。

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の成形圧力で成形し、プッシュ式焼結炉でN₂-10vol%H₂雰囲気下1,120℃×20minで焼結処理を実施した。得られた焼結体の金属組織および機械特性（圧縮強度、表面硬さ）を測定した。

2.5 連続成形テスト評価

連続成形プレスでの重量ばらつきを確認するために、機械式100トンプレスにより圧粉体密度が6.8g/cm³、φ30×10mmの圧粉体を400個連続して成形した。なお、プレス成形の速度（shot per minute: spm）は毎分11個で重量フィードバック制御は行わなかった。得られた圧粉体の重量を測定し、圧粉体重量の安定性を評価した。

3. KFセグレスの特性評価結果と考察

3.1 粉体特性

表1に各混合粉末の粉体特性を示す。KFセグレスは従来セグレスと同等の黒鉛付着率を示した。

また流動性の指標である流動度および金型充填性が良好であり、内部摩擦角についてもKFセグレスは従来セグレスよりも小さい結果が得られた。図7に示すように内部摩擦角と金型充填性には相関が得られ、KFセグレスは内部摩擦角が小さいため、金型充填性をはじめとする流動性の改善につながったと考えられる。

3.2 圧粉体特性

図8に圧縮性評価、図9に成形性評価の結果を示す。KFセグレスの成形体密度およびラトラ値は、いずれの成形圧力においても単純混合粉や従来セグレスと同程度であることが分かった。したがって、黒鉛性状の改質による圧縮性や成形性への影響はないといえる。

3.3 焼結体特性

図10に焼結体の金属組織、図11および図12にそれぞれ焼結体密度と圧縮強度および表面硬さとの関係を示す。黒鉛の表面性状を改質したKFセグレスの金属組織は単純混合粉や従来セグレスと同等であり、強度や硬さも同等であった。

3.4 連続成形テスト

図13、図14、および図15に連続成形による重量のばらつきを示す。単純混合粉の標準偏差(σ)は1.04であり、最大値と最小値の差(R)は5.3であった。これに対して従来セグレスはσが0.40、Rが2.4であり、重量ばらつきが低減された。さらにKFセグレスはσが0.31、Rが1.8と単純混合粉のおよそ1/3まで低減が確認できた。

表1 KFセグレスの粉体特性
Table 1 Powder properties of KF-SEGLESS

Powder	Premix	SEGLESS	KF-SEGLESS
Adhesive Graphite (%)	49	98	94
Apparent Density (g/cm ³)	3.02	3.22	3.06
Flow Rate (s/50g)	29.9	26.8	25.2
Die Ffillability (mg/mm ² , 2mm Width)	27.8	36.3	38.6
Internal Friction Angle (°)	15.6	10.4	9.1

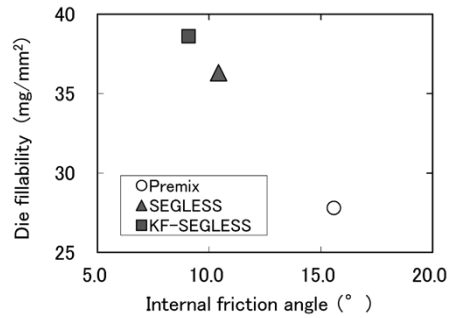


図7 内部摩擦角と金型充填性の関係

Fig. 7 Relationship between internal friction angle and die fillability

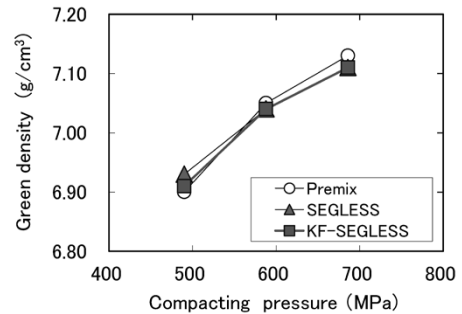


図8 成形圧力と圧粉体密度の関係

Fig. 8 Relationship between compacting pressure and green density

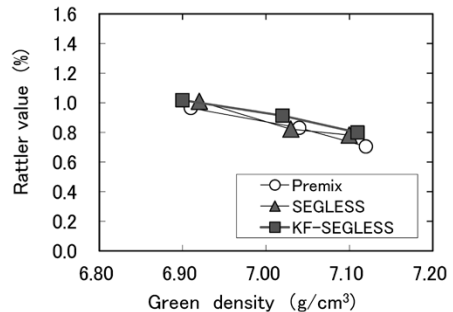


図9 圧粉体密度とラトラ値の関係

Fig. 9 Relationship between green density and rattler value

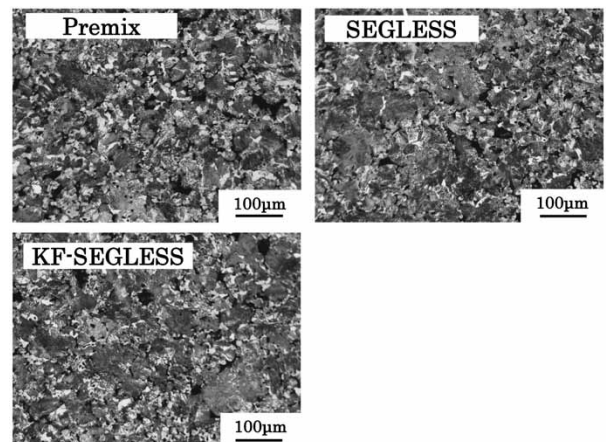


図10 焼結体の金属組織

Fig.10 Microstructures of sintered compacts

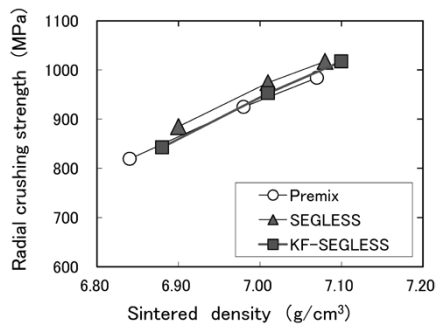


図11 焼結体密度と圧環強度の関係

Fig.11 Relationship between sintered density and radial crushing strength

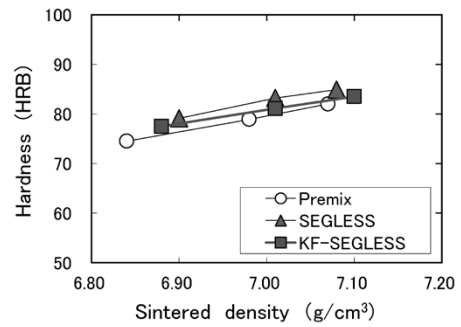


図12 焼結体密度と表面硬さの関係

Fig.12 Relationship between sintered density and hardness

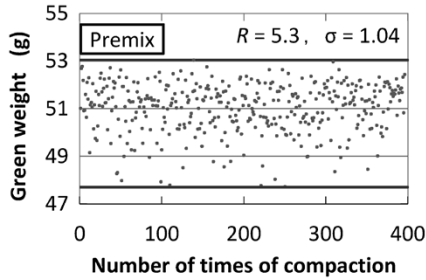


図13 単純混合粉の成形体重量ばらつき
Fig.13 Green weight variation of Premix

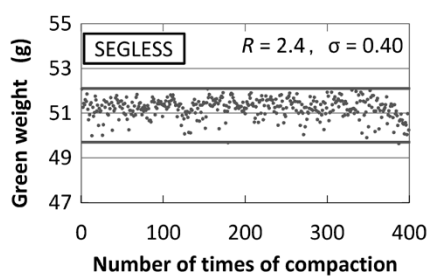


図14 従来セグレスの成形体重量ばらつき
Fig.14 Green weight variation of SEGLESS

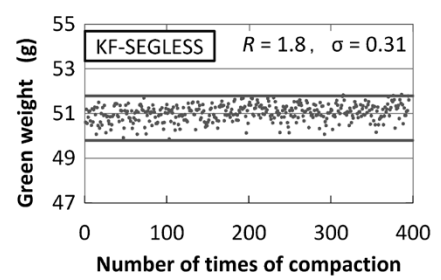


図15 KFセグレスの成形体重量ばらつき
Fig.15 Green weight variation of KF-SEGLESS

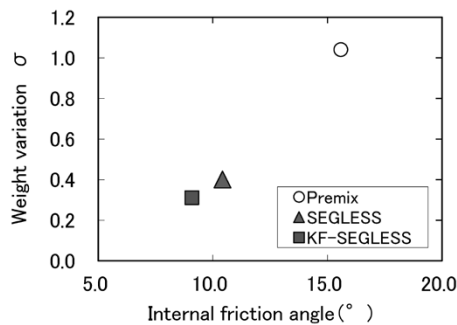


図16 内部摩擦角と重量ばらつきの関係

Fig.16 Relationship between internal friction angle and weight variation

また、重量ばらつきと内部摩擦角の関係を調べたところ、図16に示したように内部摩擦角と重量ばらつきに相関が見られた。黒鉛の偏析防止処理を施している従来セグレスやKFセグレスは単純混合粉に比べて内部摩擦角が小さく、金型への充填性が向上したことによって重量ばらつきが低減したと考えられる。また、その低減傾向は従来セグレスよりもKFセグレスの方が大きく、これは添加した黒鉛性状を改質したためと考えられる。

むすび = 本稿では、従来の黒鉛偏析防止性能に加えて、金型への充填性を高めたことにより、連続成形時の重量安定性が向上した黒鉛偏析防止粉KFセグレスの特性を紹介した。

KFセグレスは黒鉛性状を改質したことにより、従来品に比べて粉体中の内部摩擦力が小さく、金型への充填性が高まる。このため、複雑形状部品への適用が期待される一方、連続成形による重量ばらつきの抑制効果による成形品の不良品率低減が見込まれる。

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. 1994, Vol.44, No.2, p.10-13.
- 3) 小倉邦明ほか. 川崎製鉄技報. 2000, Vol.32, No.1, p.82-84.
- 4) 青木隆一. 化学工学. 1961, Vol.25, No.3, p.199-206.
- 5) 関 義和. 粉体および粉末冶金. 2005, Vol.52, No.7, p.503-510.
- 6) 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.
- 7) 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.
- 8) T. Sawayama et al. Advances in Powder Metallurgy & Particles Materials. 1999, 2-61.
- 9) 関 義和. 粉体粉末冶金協会秋季講演大会概要集. 2004, p.133.