受賞記念講演：平成 17 年度技術功績賞

高精度・高密度粉末成形技術の開発

近藤 幹夫

(株)豊田中央研究所, 〒480-1192 愛知県長久手町.

Development of High Accuracy, High Density Powder Compaction Technology

Mikio Kondoh

Toyota Central R&D., Inc., Nagakute-Cho, Aichi 480-1192, Japan.

Received April 17, 2007

SYNOPSIS

A lot of PM parts with complex and thin-walled shape have been used in automobile. Therefore, the PM parts were required to have high density and high strength. Both uniform powder filling method and high pressure powder compaction method are essential for fabrication of the PM parts with the high dimensional tolerance and high strength at low cost. At first, in order to improve the flowability of powders in a feed shoe, an aeration powder filling method has been developed by blowing a small amount of gas into the feed shoe. Next, unique warm compaction using die wall lubrication method, which was used water dispersions of lithium stearate, was developed. Net-shaping of commercial PM parts with high strength has been achieved by the application of the above methods.

KEY WORDS

gravity filling, aeration powder filling, die wall lubrication, high pressure warm compaction, ejection force

1 緒 言

自動車用の焼結部品には薄肉で複雑な形状のものが多く、高密度、高強度が要求される。このような焼結部品を精度良く、しかも低コストに製造するためには、高精度で高密度な粉末成形技術の確立が不可欠である。その究極の姿は、一回の成形と焼結だけでネットシェイプに、しかも焼結鍛造品並みの高密度にすることである。

複雑な形状の部品を高精度に成形するため、それぞれのパンチを独立して動作させることの出来るCNCプレスが開発された¹⁾。パンチ位置を正確に制御できるようになったことで、金型キャビティ内への粉末の均一な充填技術がより一層クローズアップされた。そこで、先ず粉末の金型内への充填挙動を可視化して観察した。その結果、均一な粉末充填を実現するためには、フィーダ内の粉末の流動性を良くすることが重要であることを明らかにした。そして粉末の流動性を高めるエアレート粉末充填法を開発し、量産部品の成形に適用してネットシェイプ化を実現した。

鉄系焼結材料は高密度化することにより、引張強度や疲労強度などの機械的性質をはじめ磁気特性、耐食性、耐摩耗性

など、さまざまな材料特性も向上する。高密度化の手法としては、焼結鍛造法²⁾や2回成形-2回焼結(2P-2S)法³⁾があり、すでに高強度焼結部品の製造に実用化されている。これに対して、1回の成形だけで2P-2Sに匹敵する高密度化が可能な温間成形法⁴⁾が開発され、広く普及しつつある。しかし、その密度レベルは7.4 g/cm³程度であり、これを超える新しい高密度成形技術の開発が要望されている。さらに密度を高めるには、内部潤滑剤の添加を極力減らし、より高い圧力で成形することが考えられる。しかしながら、成形圧力を高めれば金型との摩擦が増大し、カジリや焼付きが生じて実用には適さない。そこで、水分散したステアリン酸リチウムを潤滑剤とする独自の金型潤滑温間成形法により、非常に低い抜出力で、ほぼ真密度の成形体を得られる画期的な高密粉末成形技術を開発した。

本論文では、開発したエアレート粉末充填法および金型潤滑温間成形法の概要とそれらの適用事例を述べる。

2 高精度粉末成形技術

2.1 粉末充填挙動の可視化^{5,6)}

まず、粉末の充填挙動を明らかにするための可視化装置を

試作した。Fig.1に可視化装置の外観を、また代表的なキャビティ形状をFig.2に示す。この装置を用いて、落とし込み充填における粉末の充填過程および充填状態を調べた。段差を有する複雑な形状のキャビティへの充填過程においては、Fig.3に示すように、厚肉部には粉末が一気に落下し(a)、内部の空気は前方へ激しく押し出され、その後に落下する粉末は空気の流れにより飛散する(b)、薄肉部では粉末と空気との置換の遅れにより空洞が発生する(c, d)、その先の厚肉部では安息角

Fig.1 Powder filling visualization apparatus.

Fig.2 Shape of the cavity.

Fig.3 Filling behavior with conventional gravity filling.

に沿った粉末の充填が進行する(d)。その結果、Fig.4に示すように、安息角に沿った流れが発生する部位には粗粒が(a)、空洞が発生する薄肉部には微粉が(c)、粉末が一気に流れ込む段差部には粗粉と微粉が分離して境界ができる(b)。このようにして粒度偏析が生じ、それに伴い密度むらも生じる事がなど分かった。このような現象は、フィーダ内の粉末の流動性を高めることにより改善できると考えた。

2.2 エアレート粉末充填法⁷⁾

フィーダ内に少量のガスを吹き込むというシンプルな方法で、粉末の流動性を著しく高める新しい充填法を考案した。この充填法をエアレート粉末充填法と名付けた。エアレート充填用のフィーダの概略および粉末存在状態の概念図をFig.5に示す。フィーダの底部にはガスが噴き出す多数の孔を有する細いパイプが配してある。このパイプから放出されたガスはフィーダ内の粉末全体に隅なく行き渡り、しかも粉末が金

Fig.4 Photomicrographs of filled powder in complex cavity with conventional gravity filling.

Fig.5 Schematic diagram of feed shoe for aeration powder filling and conceptual diagram of powder state.

型キャビティへ流入する際にはパイプが抵抗とならないようにしてある。

エアレート充填法は、流動層のように多量のガスを吹き込みバブリングさせて粉末を流動化させる原理とは異なり、少量のガスを吹き込むことで粒子間の空気層に流れを生じさせ、粉末粒子同士の隙間を安定させるもので、粉末のマクロ的な移動は伴わない。このことにより、粉末相互の摩擦力が著しく減少して、粉末の流動性が高まる。さらに充填工程においては、フィーダがキャビティ上へ移動する動きに対して、粉末は素早く追従して金型キャビティへ流入する。

吹き込むガス量(V_g : cc/sec)は、フィーダ内の粉末の量(V_p : cc)、粉末の種類、フィーダの形状などによって最適用量が決定される。ここでは、 V_g/V_p をエアレート値(S^{-1})と定義した。また、ガスを吹き込んだ状態でのフィーダ内の粉末の流動性を評価する方法は確立されてない。それに替わる尺度として、ロードセルに取り付けた $\phi 1.5$ mmの丸棒を粉末層の上から10 mmの深さまで挿入し、フィーダを移動させた時に丸棒にかかる最大荷重を測定し、その値を抵抗力とした。

Fe-2mass%Cu-0.8mass%Gr+0.8mass%Lub. 組成の偏析防止処理したプレミックス粉(STARMIX 粉)を用いて、フィーダ内の粉末の抵抗力に及ぼすエアレート値の影響を調べた結果をFig.6に示す。エアレート値が高くなるほど、すなわちガスの流量が多くなるほど抵抗力は低下し、エアレート値が0.1以上では抵抗力は約1/3になる。この粉末の場合、エアレート値が0.25以上になると流動層で見られるようなバブリングが発生した。バブリングが生じるような条件では、安定した粉末充填は期待できない。

エアレート充填における充填過程をFig.7に示す。前述のエアレート無しに比べて、粉末の流入が非常に速く、フィーダがキャビティの中央へ来た時点ですでに前側の厚肉部にまで粉末が充填されている(b)。薄肉部には空洞が生じるもののすぐに消滅する(c)。また、前側の厚肉部に形成される安息角に相当する斜面の角度は小さい。このように、エアレート充填

することにより、高速充填が可能となると同時に、充填過程で発生する空洞の早期消滅や安息角に沿った粉の流れが抑制され、粒度偏析も低減できることを確認した。

2.3 量産部品への適用^{8,9)}

自動車用焼結部品の中で、最も高い寸法精度が要求されるトランスミッションのシンクロナイザーハブをターゲットとして選定した。この部品は、ボス部厚さ18 mmに対して ± 0.05 mmの寸法公差が要求される。従来の落とし込み充填法では、充填密度のばらつきや粒度偏析によりボス部厚さのばらつきが大きく、寸法精度は ± 0.15 mmが限界であった。そのため、焼結後に切削加工を施して寸法精度を確保していた。

そこで、高速かつ均一に粉末充填できるエアレート充填法の効果を利用して、ボス部厚さのばらつきを減少させ、切削加工を廃止してネットシェイプ化を達成すると同時に、充填時間の短縮による生産性の向上も目標とした。

粉末の成形には500トンのCNCプレスを用いた。エアレート用のガスとして乾燥空気を用い、エアレート値は0.1に設定した。エアレート充填法による充填の高速化を前提に、フィーダの作動時間を短縮した条件を設定した。これによりフィーダの作動時間を約30%短縮している。

上記条件のもとに、従来充填法とエアレート充填法の両方で部品を連続成形し、重量ばらつき、厚さばらつきおよび厚さ平行度について調べた。エアレート充填法を用いた場合には、従来法に比べて、重量ばらつきは約65%、厚さばらつきは約45%、厚さ平行度は約21%それぞれ大幅に改善された。

ここでボス部厚さのばらつきを検討してみる。ボス部の厚さ精度は次のように定義される。

厚さ精度

$$= \{(\text{厚さばらつき } 6\sigma)^2 + (\text{厚さ平行度 } X + 3\sigma)^2\}^{1/2} \quad (1)$$

そして、厚さ精度のばらつき状態を表す工程能力指数 C_p は次のように定義される。

$$C_p = \text{寸法公差幅} / \text{厚さ精度} \quad (2)$$

Table1に示すように、従来法では C_p が1より小さい0.8であり、要求寸法公差を超えてしまう。これに対して、エアレー

Fig.6 Effect of aeration value on the resistance force of powder in the feed shoe.

Fig.7 Filling behavior with aeration filling.

Table 1 Comparison of process capability index Cp.

	Conventional filling	Aeration filling
Thickness accuracy	0.123mm	0.074mm
Cp	0.8	1.4

Fig.8 Net shaped synchronizer hub.

ト充填法においてはCpが1.4と1より大きく、要求寸法公差を十分満足した。このことから、エアレート充填法を用いて成形すれば、ボス部の切削加工をなくして、量産レベルでネットシェイプ化できることが確認された。1997年よりネットシェイプ成形して量産したシンクロナイザーハブの外観をFig.8に示す。

3 金型潤滑法による高密度粉末成形

3.1 室温での金型潤滑成形

金型潤滑成形は、古くから実験室レベルにおける基本的な成形方法として広く用いられている。日本粉末冶金工業会の金属粉末の圧縮性試験方法(JPMA P09-1992)においても、「金型潤滑法の場合には、例えば1000cm³のアセトンに50～100gのステアリン酸亜鉛を添加した溶液を金型の内面に塗布し、乾燥して使用する」とある。しかし、実操業ではアセトンのような有機溶媒は使うことができないし、また潤滑剤を塗布した後に乾燥が必要になるようでは、とても量産技術としては使えない。

ここでは一般的な方法として、ステアリン酸リチウム(LiSt.)をアルコールに分散させたものを塗布した場合の例を示す。純鉄粉のみを室温で金型潤滑して588MPaで成形した場合には、30MPaの高い抜出力となり、しかも成形体にはかじりが発生した。この原因はアルコールに分散した潤滑剤の場合には、乾燥過程で塗りむらが出来やすいためである。い

Fig.9 Lubrication film on the surface of die wall.

Fig.10 Relationship between compacting pressure and green density.

ずれにしても室温の金型潤滑成形では、成形圧力を高くすることができないため、密度は7.1 g/cm³程度にしかない。

3.2 金型潤滑温間成形¹⁰⁾

前述からも、潤滑剤なしで純鉄粉を高密度に成形することは極めて困難である。しかし、2P-2Sを凌ぐ高密度な1P-1S焼結材を得るために、内部潤滑剤を添加することなく、金型潤滑のみで達成するためには、温間での高圧成形とともに優れた潤滑剤の開発が不可欠である。詳細は省略するが、種々の潤滑剤を検討した結果、423 K前後の高圧環境下においてステアリン酸リチウムが極めて優れた潤滑特性を発現することを見出した。

量産性のある金型潤滑成形技術確立するためには、加熱された金型に塗布された潤滑剤が薄く均一な膜を形成し、しかも付着力に優れたものでなければならない。また、環境負荷の観点から、有機溶媒などは使用できない。これらの点を考慮して、スプレー塗布により簡単に均一で付着力の強い潤滑膜が形成される特殊な水分散ステアリン酸リチウム潤滑剤を開発した。Fig.9に、金型面にスプレー塗布したステアリン酸リチウムの潤滑膜を示す。この膜厚は約1μmである。

Fig.10に、鉄粉のみを423 Kで金型潤滑成形したものと、Fe+

0.8mass%LiSt.混合粉末を室温で成形した場合の成形圧力と成形体密度の関係を示す。潤滑剤を添加した室温成形の場合には、1000MPaまでは成形圧力の増加に伴い密度も上昇するが、それ以上の高压で成形しても密度は飽和して 7.32 g/cm^3 までしか達しない。これに対して、金型潤滑により温間成形したものでは、成形圧力の増加と共に高密度化し、1176MPa成形では 7.74 g/cm^3 と極めて高い密度となる。

成形圧力と抜出力との関係をFig.11に示す。潤滑剤を添加した室温成形では、成形圧力の増加に伴い抜出力も高くなる。これに対して、423Kの金型潤滑温間成形では600MPa付近で抜出力はピークを示し、それ以上の成形圧力になると逆に抜出力は低下する。これは従来の常識を覆す特異な現象である。

成形圧力を588および980MPaとした時の金型潤滑成形における成形温度と抜出力との関係をFig.12に示す。なお、室温で成形した場合には、588MPaでの成形で著しいカジリが発生したために、980MPaでの成形は行わなかった。抜出力は、成形温度が高くなるほど低くなる。成形温度が378Kから423K

Fig.11 Relationship between compacting pressure and ejection force.

Fig.12 Relationship between compacting temperature and ejection force.

の間では、成形圧力が588MPaよりも980MPaの方が抜出力は低く、温度が高くなるほどその差は大きくなる。これら成形体の外観写真をFig.13に示す。588MPaでの成形の場合、室温成形では著しいカジリが発生している。378Kでも僅かにカジリの発生が認められる。しかし、423Kではカジリはまったく認められない。980MPaでの成形の場合には378Kでもカジリの発生はなく、423Kになると極めて良好な表面状態の成形体が得られている。

前述のように、ステアリン酸リチウムを金型潤滑剤として温間成形すると、600MPa付近で抜出力が最大値を示し、それ以上の圧力では逆に抜出力が低下するという従来の常識を覆す特異な現象を発現することを見出した。そこで、成形体の表面をTOF-SIMS (Time of Flight-Secondary Ion Mass Spectrometer) を用いて分析した。980MPaの高压で成形した成形体からはステアリン酸鉄が検出された。しかし、室温および490MPaの低压の成形体からはステアリン酸鉄は検出されなかった。

これらの結果から、潤滑膜の変化の模式図をFig.14に示す。室温や温間成形でも低压の場合には、鉄粉の成形体表面にはステアリン酸リチウムがただ単に物理的に付着しているだけである。これに対して、温間で600MPa以上の高压で成形した場合には、特定の温度と圧力条件において、いわゆるメカノケミカル反応が生じて、成形体の表面に化学的に結合したス

Fig.13 Appearance of green compacts pressed with die wall lubrication using dispersed lithium stearate in water.

Fig.14 Schematic illustration of the transformation in a lubricating film.

テアリン酸鉄が形成される。このステアリン酸鉄も金属石鹸の一種であり、これが優れた潤滑作用を発揮して、抜出力が著しく低減したものと考えられる。

3.3 超高压成形^{10,11)}

メカノケミカル反応により成形体の表面に化学的に結合した潤滑膜が形成されると、著しく低い抜出力で成形できる。この反応を利用すれば超高压成形も可能と考え、2000 MPaの圧力に耐える金型を用いて、423 Kでの高压成形実験を行った。

成形圧力と成形体密度および抜出力との関係を Fig.15 に示す。成形体密度は2000 MPaで成形すると7.85 g/cm³に達し、ほぼ真密度の成形体が得られた。抜出力は、588 MPaで最大値を示し、その後低下した。1200～2000 MPaまでの超高压成形においても抜出力は約5 MPaと著しく低い値であり、ステアリン酸リチウムが極めて優れた潤滑性能を発揮することを確認した。

成形体密度と成形体強度との関係を Fig.16 に示す。成形体強度は、3点曲げ抗折強度である。密度が7.6 g/cm³まではほぼ直線的に増加し、それ以上の密度になると急激に増加し、7.85

g/cm³では185 MPaとなり、従来の潤滑剤を含む成形体強度の10倍以上にも達した。

各密度における抗折試験後の破面を Fig.17 に示す。残留気孔は密度の増加と共に著しく減少している。密度が7.85 g/cm³の場合には小さなディンプル模様も観察される。このことは、機械的な絡み合いが極めて強固となって、粒子間での破壊だけでなく、粒内破壊も一部に生じていることを物語っている。そのために、真密度に近づくとき急激に成形体強度が上昇するものと考えられる。

3.4 高強度焼結部品への適用例¹²⁾

エンジンの高出力化、小型化に伴いエンジンスプロケット部品の高強度化が要求されている。この要望にこたえるため、前述の金型潤滑温間成形を適用して1P-1Sの低コストな製造方法を開発した。

Fig.18 に、密度と切欠き回転曲げ疲労強度($\alpha=1.83$)の関係を示す。7.3 g/cm³以上の密度とすることにより、メッシュベルト炉焼結で部品の要求強度がクリアできることが分かった。

Fig.15 Relationship between compacting pressure and green density, ejecting force.

Fig.16 Relationship between green density and green strength.

Fig.17 Fractures of green compacts produced from ABC100.30 iron powder. Green density: a) 7.01 g/cm³, b) 7.42 g/cm³, c) 7.72 g/cm³, and d) 7.85 g/cm³.

Fig.18 Relationship between density and rotation bend fatigue strength.

この密度を金型潤滑温間成形で得ることは難しいことではない。開発した金型潤滑法の特徴は、水分散したステアリン酸リチウムを潤滑剤とすることである。従って、狭くて複雑な金型内面に均一かつ素早く塗布することが重要である。そこで、エア気流により極微量の潤滑剤を微粒噴霧化でき、かつ間欠塗布が可能な二流体ノズルによるスプレー方式とし、塗布量を制御、管理できる自動塗布システムを開発した。これにより、Fig.19に示す高強度焼結アイドルスプロケット(左)及びクランクシャフトスプロケット(右)を開発し、2003年より量産化した。

4 ま と め

エアレート充填法を利用した高精度粉末成形は、トヨタ自動車において実用化されてすでに10年が経過し、量産技術として確立されたものとなっている。また、LiSt.を金型潤滑剤として用いた高密度粉末成形技術は、高压で成形するほど低い抜出力で成形が可能となることから、これまでは夢であった1回の成形と焼結だけで粉末鍛造材に匹敵する超高密度部品の製造が現実の世界に大きく近づいた。これにより粉末冶金製品の適用範囲が大幅に広がり、構造材料や軟質磁性材料など多くの部品の製造に本法が適用されることを期待する。

謝 辞

今回の受賞に際して、入社以来ご指導頂いた元(株)豊田中央研究所の木村尚博士、開発技術に携わったトヨタ自動車(株)、(株)ファインシンターおよび(株)豊田中央研究所の関係各位に深く感謝致します。

文 献

- 1) H.Tsuru and T.Nakagawa: "Development and Future of the Electric 6 Axle CNC Powder Forming Press", Production Research, **43**(1991)528-536.
- 2) C.Tsumuki, I.Nagare, T.Hikosaka and T.Iwama: "Development of Powder Forged Connecting Rods", Toyota Technical Review, **33**(1983)173-179.
- 3) T.Takahashi, T.Chikada, A Manabe, G.Fukuda and Y.Fujiwara: "Strengthening of Sintered Ferrous Materials without Heat Treatment", Toyota Technical Review, **38**(1988)222-229.
- 4) H.G.Rutz and F.G.Hanejco: "high Density Processing of High Performance Ferrous Materials", The Int. J. of Powder Metallurgy, **31**(1995)9-17.
- 5) M.Kondoh and S.Takemoto: "Visualization of Powder Behavior for Gravity Filling", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy,

Fig.19 Developed parts (idle sprocket and crankshaft sprocket).

- 43(1996)1339-1342.
- 6) M.Kondoh and S.Takemoto: "Powder Behavior in Feed-shoe Movement During Powder Filling", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **44**(1997)487-491.
- 7) M.Kondoh, S.Takemoto and I.Urata: "Development of Uniform Powder Filling Method -Aeration Powder Filling-", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **45**(1998)412-416.
- 8) I.Urata, S.Takemoto and M.Kondoh: "Investigating the Effect of Aeration Powder Filling on the Actual Compacting Press", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **45**(1998)417-419.
- 9) I.Urata, S.Takemoto, K.Nakatani and M.Kondoh: "Development of Aeration Powder Filling Method", Toyota Technical Review, **48**(1999)106-111.
- 10) M.Kondoh and H.Okajima: "High density powder compaction using die wall lubrication", Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, (2002)3-47-3-54.
- 11) S.Tajima, T.Hattori, S.Hotta, M.Kondoh, H.Okajima, K.Higashiyama and H.Kishimoto: "Properties of High Density Magnetic Composite (HDMC) by Warm Compaction Using Die Wall Lubrication", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **50**(2003)577-583
- 12) N.Miyagawa, T.Moriya, E.Hoshina, H.Tanino and M.Kondoh: "Development of Die Wall Lubricated Automotive Engine Sprockets", Abstracts of Autumn Meeting of Powder and Powder Metallurgy, (2004)183.