研究論文

圧粉成形における二分割金型を用いた側圧測定による拔出壁面摩擦の基礎検討

岩岡 拓^{1*}, 尾崎 由紀子², 藤木 章³¹ 東京都立産業技術研究センター, 〒135-0064 江東区青海 2-4-10.² JFE スチール株式会社スチール研究所, 〒260-0835 千葉市中央区川崎町 1.³ 芝浦工業大学システム理工学部, 〒337-8570 さいたま市見沼区深作 307.Basic Study of Die Wall Friction in Ejection by Lateral Pressure Measurement
with the Dual Partitioning Die in CompactionTaku IWAOKA^{1*}, Yukiko OZAKI² and Akira FUJIKI³¹ Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute, 2-4-10 Aomi, Koto-ku 135-0064, Japan.² Steel Research Laboratory, JFE Steel Corporation, 1 Kawasaki-cho, Chuo-ku, Chiba 260-0835, Japan.³ Machinery and Control Systems, College of Systems Engineering and Science Shibaura Institute of Technology, 307 Fukasaku Minuma-ku, Saitama 337-8570, Japan.

Received April 9, 2015; Revised June 11, 2015; Accepted June 18, 2015

ABSTRACT

In powder compaction, the ejection characteristics of green compact held in the die affect friction between the green compact side and die wall. The ejection characteristics are important factors for final formability of green compact. Therefore, this research studied factors that affect ejection friction. For ejection friction factors, we sought to measure lateral pressure that acts on the die wall, from compacting until ejection. We found that an increase in ejection friction coefficient does not necessarily increase ejection pressure. This phenomena was caused by lubricant that the compact supplies to the wall. By defining concrete material coefficient for powder, ejection characteristics have been explained. We found that powders with simpler shapes and/or lower yield strengths have superior ejection characteristics.

KEY WORDS

ejection, die wall friction, lateral pressure, die compaction

1 緒 言

実際の圧粉成形は、圧粉から拔出まで常に粉末と金型壁面との間に摩擦が生じるため、成形エネルギーの全てが圧密化に利用されるわけではない。この壁面摩擦による圧力伝達の減衰は圧粉密度の分布をもたらす¹⁾。圧密直後の金型キャビティ内の圧粉体は、成形荷重が除荷され上下パンチが外されても壁面摩擦によって膨張できずに拘束される。その結果、残留応力が壁面を押し付けることで拔出の抵抗となる壁面摩擦が生じる。拘束されながら金型から抜き出される際、露出した部分のみが膨張し、膨張部分と拘束部分の境界で変形量の不一致が生じる。ゆえに、圧粉及び拔出時の壁面摩擦は圧粉体の健全性や保形性に影響を及ぼし、最終的に焼結後の機械的性質や寸法精度が低下する恐れがある。

圧力伝達の減衰に関する Janssen の式²⁾及び、粉体の体積減少度を示す川北の式³⁾等の種々の粉体圧縮式は、表現が異なるだけで基本は指数関数で説明される^{3,4)}。ゆえに、粉体圧縮の共通の関心事は、圧粉における側圧係数（ ξ : 側圧/成形圧力⁵⁾）の実測と粉末特性（粒度、形状、硬さ）の影響である。例えば、側圧係数の密度比依存性が粉末特性に影響される⁵⁾ことや、粉末の挙動別に構成された Cooper-Eaton の式による解析⁶⁻¹⁰⁾等から、粉末特性の影響が注目されている。一方、圧粉に限らず拔出においても粉末特性の影響は確認されている。Briscoe ら¹¹⁾は、圧粉体の高さの増加とともに拔出圧力が線形ではなく非線形的に増加することを報告している。高さの増加は、拔出時の壁面摩擦係数の増加の原因となる他、圧粉時の圧力伝達の減衰による密度比の減少の証拠ともなる。すなわち、拔出圧力が密度比に依存して非線形関係となり、拔出圧力が粉末特性に影響されることを暗示してい

*Corresponding author, E-mail: iwaoka.taku@iri-tokyo.jp

る。さらに、沖本ら⁵⁾及びItohら⁸⁾の結果を総合すると、密度比の変化の主因子は粉末の形状と硬さと考えられる。

焼結機械部品の小型軽量化のための更なる高強度化の要求に対して高密度成形が要求されている。高密度化には圧粉抵抗を低減する潤滑技術が不可欠であり、単に潤滑剤量の制御だけではなく、潤滑剤の性質を含め品質と生産のバランスを考慮した高度な技術が検討されている¹²⁾。したがって、このような状況において、拔出圧力による評価だけではなく潤滑性能の差異や原料粉の影響を捕捉した拔出特性の定量的評価は困難と考えられる。

以上のことから、本研究では、圧粉から拔出までの側圧値から側圧係数と拔出時の壁面摩擦係数を求め、さらに、粉末特性(形状、硬さ)を考慮した具体的な材料係数、 θ を用いることで、圧粉体の拔出特性に及ぼす影響因子について検討を行った。

2 実験方法

2.1 圧粉成形及び側圧測定

供試粉末は、アトマイズ Sn 粉 (Sn-At 100-250, 福田金属箔粉工業 (株)), アトマイズ Al 粉 (VA-1520, 山石金属 (株)), 電解 Cu 粉 (CE-15, 福田金属箔粉工業 (株)), アトマイズ Fe 粉 (JIP®304A, JFE スチール (株)) を選択した。各粉末の粒度分布は Table 1 に示す。それぞれの純粉末に潤滑剤としてステアリン酸亜鉛 (ZNS-730, ADEKA ケミカルサプライ (株)) を 6.7 vol.% 添加した。潤滑剤を添加した各種粉末を内径 $\phi 25$ の二分割金型 (超硬合金, Ra = 0.057, 0.070) に充填し 100~700 MPa の成形圧力で圧粉した。その後、上パンチを外し、下パンチで圧粉体を押し上げることで抜き出しを行った。Fig. 1 に側圧測定装置の概略を示す。成形方式は上下パンチで圧粉するフローティングダイを採用した。成形圧力は万能試験機側のロードセル、半径方向応力(側圧)は二分割金型の背面に配置したロードセルによりそれぞれの荷重を測定して求めた。圧粉速度は荷重制御により 1000 kN/min とし、拔出速度は位置制御により 10 mm/min とした。圧粉密度はマイクロメータで測定した寸法と電子天秤で測定した重量から求めた。圧粉体の側面の観察と分析は SEM-EDS (ERA-8900FE, (株) エリオニクス) を用いた。

2.2 材料係数の定義

German¹³⁾によると成形圧力に依存する緻密化は、残存気孔率(ε)を用いて次式で示される。

$$d\varepsilon = -dP_a \theta \varepsilon \quad (1)$$

ここで、 P_a は成形圧力、 θ は材料の挙動を反映した比例定数である。(1) 式を成形圧力に関する気孔率について積分し、密度比(ρ)を用いて整理すると次式が得られる。 ε_0 は初期気孔率、 ρ_0 は初期密度比である。なお、本論文では θ を材料係数と呼ぶこととする。

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \exp(-\theta P_a) \\ \ln\{(1-\rho)/(1-\rho_0)\} = -\theta P_a \quad (2)$$

したがって、本実験で得られる各種粉末の $\rho-P_a$ プロットに対して、非線形最小二乗法を適用することで実際の材料係数(θ_{real})を求めた。一方、粉末の特性から予測する材料係数(θ)は、粉末の再配列し易さ及び粉末の変形し易さを表す係数であり、粉末の形状と硬さに依存すると仮定して以下のように表現した¹⁴⁾。

$$\theta = \alpha / (3n\sigma_y) \quad (3)$$

ここで、 α は圧粉消散率、 n は形状の複雑度を表すフラクタル次元、 σ_y は固体金属の降伏強さ¹⁵⁾である。フラクタル次元は 1 以上の値を取り、単純形状(粉末の場合、球状)の時 $n = 1$ である。圧粉消散率(α)は成形エネルギーが圧粉と壁面摩擦のエネルギーに分配されると仮定した場合における、粉末の再配列と圧縮の成分を含んだ圧粉で消費されるエネルギー比率である。すなわち、材料係数は粉末のフラクタル次元と降伏強さに反比例し、その値が大きい粉末ほどより球状に近かつ軟質であることから、 θ の大きい粉末の圧粉成形

Fig. 1 Schematic illustration of lateral pressure measuring device.

Table 1 Particle size distribution of test powders

Symbol	Powder name	Particle size distribution (μm) (%)							Particle shape
		+150	+106	+75	+63	-63	+45	-45	
Sn	Sn-At 100-250	10	50	36	3	1	—	—	near spherical
Al	VA-1520	—	43	53	4	1	—	—	near spherical
Cu	CE-15	—	—	2	9	—	25	64	dendritic
Fe	JIP®304A	8	22	27	8	—	15	20	irregular

は気孔の消滅による圧密化が達成し易いということを(3)式は意味する。

まず α は次式のエネルギー収支の考えから各応力成分の比に置換して導出した。

$$\begin{aligned} E_{press} &= W_{compaction} + W_{friction} \\ \int P dV &= \int \sigma dV + \int \tau dV \\ P_a &= \sigma_c + \tau_w \\ \alpha &= 1 - \tau_w / P_a \end{aligned} \quad (4)$$

ここで、 σ_c は粉末の再配列や圧縮に関わる正味の成形圧力で、壁面摩擦が無視できる場合は $\sigma_c = P_a$ である。 τ_w は軸方向荷重(圧粉荷重, 抜出荷重)を側面面積で除した値であり、圧粉と抜出の壁面剪断応力の和($\tau_c + \tau_e$)に変換できる。これらの応力をBriscoeら¹¹⁾は壁面剪断応力と称している。したがって、 τ_w は次式となる。

$$\tau_w = \tau_c + \tau_e = \mu_c \sigma_r + \mu_e \sigma_{rr} \quad (5)$$

ここで、 σ_r および σ_{rr} はそれぞれ最大側圧および残留側圧であり、本実験の側圧測定から得られる値である。 μ_c および μ_e はそれぞれ圧粉および抜出の壁面摩擦係数であり、(5)式を用いて求められる。 μ_c の導出には、成形圧力が減衰した時の平均圧力(平均伝達圧力、 σ_a)を求める方法があるが、実験的に得られない場合は以下の方法で近似的に求められる。すなわち、Janssenの式²⁾をマクローリン展開してさらに平均化する¹³⁾と、 σ_a は次式のように表現できる。

$$\sigma_a = P_a (1 - 2\mu_c zH/D) \quad (6)$$

ここで、 H は圧粉体の高さ、 D は圧粉体の直径である。 z は応力比(σ_r/σ_a)であり、圧粉体が均質弾性体とすると、フックの法則よりポアソン比¹⁵⁾(ν)を用いて $z = \nu/(1 - \nu)$ となる。一方、この仮定において、Longの壁面摩擦を考慮したモデル¹⁶⁾による圧粉体の簡略化された応力関係は、 $4H/D$ を考慮して以下となる。

$$\begin{aligned} \sigma_a &= P_a - 4\mu_c \sigma_r H/D \\ z &= \sigma_r / \sigma_a \text{ より,} \\ \sigma_a &= P_a (1 + 4\mu_c zH/D)^{-1} \end{aligned} \quad (7)$$

したがって、(6)および(7)式から σ_a を消去して整理すると μ_c が導出できる。

$$\mu_c = (4zH/D)^{-1} \quad (8)$$

以上のことから、圧粉消散率(α)は、(4)式に(5)式を代入することで次式となる。それぞれの実験値および計算値を代入することで圧粉消散率(α)が求められる。

$$\alpha = 1 - (\mu_c \sigma_r + \mu_e \sigma_{rr}) / P_a \quad (9)$$

次に、形状の複雑度を表すフラクタル次元(n)を求めるためにボックスカウント法を採用した。粉末の全体像が分かる画像サイズを 2560×1920 pixelとし、ボックスサイズを粉末の輪郭線の太さよりも大きく、粉末の粒径よりも小さい範囲(12~400 pixel)で固定し、対数プロットの直線性が良い部分から n を求めた。 n 値は任意の粒子3つの平均値とした。

さらに、成形圧力を無次元化する物性値として $3\sigma_y$ を用いた。 $3\sigma_y$ はビッカース硬さが降伏応力¹⁵⁾の3倍程度になるという塑性力学的解析¹⁷⁾に基づくものである。以上のように定義した材料係数(θ)と、密度比の近似曲線から求められる

Fig. 2 Relation between ejection pressure, τ_e and residual radial pressure, σ_{rr} in ejecting green compact from die.

Fig. 3 Schematic illustration of pressure balance in ejection.

θ_{real} を比較し検証した。

2.3 抜出圧力の定義と抜出壁面摩擦係数の算出

Fig. 2に抜出時の代表的な抜出圧力と残留側圧の関係を示す。抜出圧力(τ_e)は圧粉体を抜き出す直後の急激に増加する値とした。Fig. 3に抜出の概略図を示す。この圧力関係から(10)式を導き抜出摩擦係数(μ_e)を算出した。

$$\begin{aligned} F_{ejection} &= F_{friction} \\ P_e \pi D^2/4 &= \mu_e \sigma_{rr} \pi HD \\ \mu_e &= \tau_e / \sigma_{rr} \end{aligned} \quad (10)$$

ここで、 P_e は加圧面に作用する抜出圧力、 σ_{rr} は残留側圧である。また、 $\tau_e = P_e D/4H$ である。なお、 τ_e は圧粉体側面に作用する抜出圧力であり抜出荷重を側面面積で除して計算される。

3 実験結果および考察

3.1 材料係数(θ)の検証

Table 2に測定や計算で得られた粉末の材料係数および各因子をまとめて示す。Fig. 4に粉末の断面観察像とボックスサイズ100 pixelの場合のフラクタル次元の解析画像を示す。

Table 2 Material coefficient and its factors of test powders.

Symbol	P_a MPa	α —	n —	$\sigma_y^{(15)}$ MPa	θ MPa ⁻¹	θ_{real} MPa ⁻¹	HV0.01 kg/mm ²	$\theta_{correct}$ MPa ⁻¹
Sn	100	0.69	1.07	9	0.024	0.052	9	0.052
	200	0.70			0.024			0.053
	300	0.67			0.023			0.051
Al	100	0.78	1.14	12	0.020	0.017	30	0.017
	200	0.74			0.019			0.016
	300	0.72			0.018			0.015
	500	0.73			0.018			0.016
	700	0.72			0.018			0.016
Cu	300	0.60	1.36	69	0.002	0.004	116	0.003
	500	0.54			0.002			0.003
	700	0.48			0.002			0.002
Fe	300	0.77	1.17	127	0.002	0.005	127	0.004
	500	0.70			0.002			0.004
	700	0.68			0.002			0.003

Fig. 4 Cross sectional observation and fractal dimension analysis of each powder.

形状が複雑になるほどフラクタル次元の値は増加した。圧粉消散率 (α)、フラクタル次元 (n) 固体金属の降伏強さ (σ_y) を (3) 式に代入し材料係数 (θ) を求めた。Fig. 5 に実測の密度比 (ρ) と成形圧力 (P_a) のプロットから求めた近似曲線を示す。この近似曲線から得られた θ_{real} と、(3) 式から求めた θ を比較すると相関性は低かった。そこで、 $3\sigma_y$ の代わりに粉末断面のビッカース硬さ (HV : kg/mm² から MPa に換算した値) を用いて、材料係数を以下の記述に基づき次式で再定義した。

$$\theta_{correct} = \alpha / (nHV) \tag{11}$$

すなわち、粉末の再配列と変形の要素からなる圧粉し易さを表す指標を材料係数 (θ) とし、圧粉し易い粉末ほど θ は大きい値をとる。 θ はフラクタル次元 (n) に反比例し、単純

Fig. 5 Measured relative density, ρ -compaction pressure, P_a plots and fitted curves of Eq. (2).

形状 (球状) な粉末ほど n が減少し再配列し易くなる。また、 θ は粉末の硬さに反比例し、軟質な粉末ほど HV が減少し変形し易くなる。(11) 式はこれらのことを意味する。

(11) 式により修正した材料係数 ($\theta_{correct}$) と実際の材料係数 (θ_{real}) の比較結果を Fig. 6 に示す。修正前の θ も同時に示した。 $3\sigma_y$ の代わりに HV を用いることで直線関係となった。さらに、直線の傾きを 1 に近づけて、 $\theta_{correct}$ を θ_{real} に合わせるために補正係数 (k) を導入した。その式を以下に示す。

$$\theta_{correct} = \alpha / (nkHV) \tag{12}$$

この kHV の値は σ_y と同等のオーダーであるが若干異なる値を示した。 $\theta_{correct}$ と θ_{real} は強い相関性を示し、感度補正 ($k=0.137$) によって値もほぼ同等となった。これらのことから、材料係数には固体金属の降伏強さを用いるよりも実際の粉末断面のビッカース硬さを補正した kHV を用いた方が θ_{real} に適合した

Fig. 6 Plots of corrected data, $\theta_{correct}$ against real data, θ_{real} of material coefficient.

Fig. 7 Linear relation between ρ and θP_a fitted by Eq. (2).

ため、本実験では kHV を粉末の変形応力に相当する値とみなして用いた。以後、(12)式の $\theta_{correct}$ をあらためて材料係数 (θ) として採用した。Fig. 7に ρ と θP_a の関係を示す。材料係数 (θ) によって成形圧力 (P_a) を無次元化することで、Fig. 5で示された各粉末の圧粉密度比変化が直線で近似できることが分かった。 θP_a が5以上で密度の増加率が変化することが示された。

3.2 側圧係数 (ξ)

(6)あるいは(7)式に(8)式を代入し、側圧係数 (ξ) を用いると次式の関係が得られる。

$$\sigma_r/P_a = z/2 = \xi$$

$$z = 2\xi$$

ここで、圧粉体のポアソン比を ν_g とおき、圧粉体が均質弾性体と仮定すると、フックの法則から側面を拘束された状態の半径方向と軸方向の応力比 (z) はポアソン比を用いて、 $z = \nu_g/(1 - \nu_g)$ となるので、次式が得られる。

Fig. 8 Relation between Poisson ratio of green compact, ν_g and Coefficient of lateral pressure, ξ .

Fig. 9 Influence of relative density, ρ on lateral pressure coefficient, ξ of each compacted powders.

$$\nu_g = 2\xi/(2\xi + 1) \quad (13)$$

この ν_g と ξ の関係を Fig. 8 に示す。側圧係数の増加とともに圧粉体のポアソン比は非線形的に増加することが示された。また、同じ粉末であっても、各成形圧力で圧粉された圧粉体のポアソン比は異なることが示された。Fig. 9 に側圧係数 (ξ) と圧粉体の密度比 (ρ) の関係を示す。密度比の増加とともに側圧係数が増加することが示された。密度比が0.9程度からそれ以上は、側圧係数が増加して側壁にかかる圧力が増加するが、密度の上昇はほとんど認められないことが分かった。また、純Cu粉は、純Fe粉に比べてフラクタル次元が大きく形状は複雑であり、点線で示すように側圧係数が高い側にシフトすることが分かった。これらの挙動は沖本ら⁵⁾の結果と一致した。したがって、側圧係数が密度比に依存するという事は粉末特性を含む θP_a にも影響されると考えられるため、側圧係数 (ξ) と θP_a の関係について調べた。そ

Fig. 10 Relation between real lateral pressure coefficient, ζ and calculated values of θP_a .

の結果を Fig. 10 に示す。側圧係数は θP_a に依存し、 θP_a が増加するとともに側圧係数は増加した。 θP_a が約 5 以上では側圧係数の増加が鈍化し、大幅な密度増加が見込めないために側壁を押す圧力の増加率も θP_a が約 5 を境に変化することが示された。

3.3 残留側圧 (σ_{rr}) と拔出壁面摩擦係数 (μ_e)

側圧係数に対する θP_a の影響が確認されたため、成形時の側圧の変化に応じて、除荷した時に残留する側圧も変化することから、 θP_a は残留側圧にも影響を及ぼすことが予想される。Fig. 10 の直線近似により各粉末の側圧係数と θP_a の関係は以下の様に表現できる。

$$\ln(\zeta) = \ln(\sigma_r/P_a) = a\theta P_a - b \quad (a \geq 0, b \geq 0)$$

ここで、 a は側圧増加率、 b は外挿した値で初期側圧係数 (ζ_0) とみなせるため初期側圧 (σ_{r0}) を用いて $\zeta_0 = \sigma_{r0}/P_a$ とおくと次式となる。

$$\ln(\sigma_r/P_a) = a\theta P_a + \ln(\sigma_{r0}/P_a)$$

整理すると、

$$\ln(\sigma_{r0}/\sigma_r) = -a\theta P_a$$

この式から、側圧増加率 (a) が減少して 0 に近づき側圧の増加分が少なくなると $\sigma_{r0}/\sigma_r \approx 1$ となり、側圧の変化が小さくなることが示された。したがって、成形の進行とともに側圧が増加しにくくなる挙動が $a\theta P_a$ で表された。そこで今度は拔出圧力 (τ_e) と $a\theta P_a$ の関係式を求めた。最大側圧から残留側圧までの変化を $\ln(\sigma_{rr}/\sigma_r)$ とおいて、さらに $\tau_e = \mu_e \sigma_{rr}$ を用いると次式が得られる。

$$\ln(\tau_e/\sigma_r) = \ln(\mu_e) + \ln(\sigma_{rr}/\sigma_r) - a\theta P_a \quad (14)$$

ここで、側圧増加率 (a) は Fig. 10 で示される通り θP_a が約 5 を境に変化し、各種粉末の圧粉における側圧増加率を高い側と低い側の二つに集約することができるため、それら二つの値を用いることで側圧の変化点を考慮した。(14) 式の左辺と右辺の関係を Fig. 11 に示す。各実験値を (14) 式に代入することで左辺と右辺の値がほぼ同等となり、拔出圧力を拔出

Fig. 11 Comparison between ejection pressure-to-maximum radial pressure ratio, τ_e/σ_r and calculated value of $\ln(\mu_e) + \ln(\sigma_{rr}/\sigma_r) - a\theta P_a$.

摩擦係数、側圧変化、および、 $a\theta P_a$ に分解することができた。つまり、少なくとも拔出圧力 (τ_e) は $a\theta P_a$ に影響されることが (14) 式で示された。これまでに得られた各種粉末の拔出特性に関する実験値および計算値を Table 3 にまとめる。

一方、拔出圧力 (τ_e) と (5) 式から求められる拔出壁面摩擦係数 (μ_e) の関係を Fig. 12 に示す。成形圧力の増加とともに拔出圧力は増加したが、拔出摩擦係数の増加とともに拔出圧力が増加するもの (Sn, Cu) および、拔出摩擦係数の増加とともに拔出圧力が減少するもの (Al, Fe) が認められた。そこで、それらの挙動について調べるために、圧粉体の側面を観察した。

3.4 圧粉体側面の潤滑剤の挙動

Fig. 13 に 300 MPa で成形した Fe 圧粉体側面の SEM 像および EDS 結果を示す。灰色の母相 (a) と比較して濃い灰色部 (b) および白色部 (c) は炭素が多く検出された他、亜鉛も検出されたことから、濃い灰色部と白色部は潤滑剤のステアリン酸亜鉛が存在すると考えられる。濃い灰色部は潤滑剤が母相に押し付けられて凝着することによってチャージアップし難いため白色に見られなかったと考えられる。Fig. 14 に各成形圧力で作製された各種圧粉体側面の観察結果を示す。Al および Fe の場合、成形圧力の増加とともに粉末粒子間の隙間が狭くなり、潤滑剤がその隙間に充填されている様子が見られた。それにともない拔出壁面摩擦係数は減少した。一方、Sn および Cu の場合、低圧力成形時から潤滑剤の隙間充填は完了されていた。Cu においては高圧成形になると圧粉体側面が細かく破断した様子が認められた。Sn および Cu は成形圧力の増加とともに拔出壁面摩擦係数は増加した。以上のことから、Sn および Cu の場合、前者は軟質であり後者は樹枝状形状により枝部が曲がり易いとすれば、各々の条件で粉末の変形が容易であったため、潤滑剤の隙間充填は即時に抑制され、潤滑剤の分布は各々で一定となったと考えられる。加えて、Cu の場合はその形状が潤滑剤の充填を阻害すること

Table 3 Factors for ejection characteristics obtained in the experiment.

Symbol	P_a MPa	ρ —	$\nu^{(15)}$ —	ν_g —	ζ —	σ_r MPa	μ_c —	σ_{rr} MPa	τ_e MPa	μ_e —
Sn	100	0.91		0.36	0.28	27	1.13	0	0	0.00
	200	0.91	0.33	0.34	0.26	51	1.13	4	0	0.03
	300	0.91		0.36	0.29	83	1.13	21	1	0.04
Al	100	0.85		0.29	0.21	21	1.02	4	1	0.28
	200	0.90		0.31	0.23	44	1.10	7	2	0.35
	300	0.91	0.34	0.33	0.25	72	1.11	17	3	0.18
	500	0.92		0.32	0.24	117	1.11	13	3	0.25
	700	0.92		0.33	0.25	168	1.11	38	4	0.12
Cu	300	0.77		0.27	0.19	55	2.06	39	4	0.10
	500	0.85	0.34	0.28	0.20	97	2.23	41	8	0.19
	700	0.88		0.30	0.22	150	2.31	43	13	0.29
Fe	300	0.81		0.23	0.15	44	1.28	19	10	0.53
	500	0.87	0.28	0.28	0.19	93	1.38	38	17	0.45
	700	0.90		0.29	0.20	138	1.42	51	21	0.40

Fig. 12 Influence of ejection wall friction coefficient, μ_e on ejection pressure, τ_e of each green compact pressed from 100 MPa to 700 MPa.

も考えられる。その結果、SnおよびCuは拔出壁面摩擦が増加したと考えられる。対して、AlおよびFeの場合、成形圧力が低く粉末の変形量が少ないと、粉末粒子間の隙間に潤滑剤が充填されにくく遊離するため、壁面に供給されず潤滑性が悪くなり、成形圧力が高く変形量が多いと、狭くなった隙間に潤滑剤が充填されることで壁面の潤滑性が良くなり、拔出壁面摩擦係数が減少したと考えられる。Fig. 15に300 MPaで成形したSn圧粉体の側面とその近傍の断面を示す。圧粉体側面の隙間には十分に潤滑剤が充填されていた。その表面近傍の断面を観察すると、表面からSn粉末一つか二つ分の深さでは気孔は消滅していたのに対して、さらに深い箇所では気孔は残留していた。この結果から、隙間に充填されていた潤滑剤は、極表面の粉末粒子間から押し出されたものであると考えられる。

Fig. 13 SEM-EDS analysis results of lubricant in the side of ferrous green compacts formed at 300 MPa: (a) gray area, (b) dark gray area and (c) white area.

3.5 拔出特性に及ぼす材料係数 (θ) の影響

圧粉体側面の潤滑剤の挙動から、拔出時の壁面摩擦は、粉末の硬さと形状が連動する変形易さによって決定される潤滑剤の隙間充填機構に影響されることが推察された。そこで、それら二つの因子が含まれる材料係数 (θ) と拔出圧力 (τ_e) 関係について調べた。その結果をFig. 16に示す。材料係数 (θ) と拔出圧力 (τ_e) のプロットはある幅を持った直線で近似できることが分かり、本実験で用いた各粉末は材料係数 (θ) の増加に伴い拔出圧力が増加する傾向が示された。したがって、潤滑剤が内添された粉末の圧粉体を金型から抜き出す際に、圧粉体側面の粉末粒子間の隙間に潤滑剤が充填する機構において、拔出特性の変化は新たに構成した材料係数 (θ) によって説明することができた。すなわち、粉末の形状が単純かつ／または軟質であるほど材料係数 (θ) 増加し、

Fig. 14 SEM images of the side of each green compacts pressed from 100 MPa to 700 MPa, and the coefficient of ejection wall friction corresponding to the side.

Fig. 15 Observation images of (a) the side and (b) cross section of tin green compact formed at 300 MPa.

その粉末で構成された圧粉体は潤滑剤の隙間充填機構によって抜出し易くなることが明らかとなった。

4 結 言

各粉末 (Sn, Al, Cu, Fe) にステアリン酸亜鉛を添加した粉末を 100~700 MPa の成形圧力範囲で圧粉成形した。粉末特

Fig. 16 Influence of ejection pressure, τ_e on material coefficient, θ of each compacted powders.

性に関わる材料係数 (θ) を従来の定義に基づいて具体的な特性値で新たに表現し、実際の密度比曲線を用いて検証した。また、圧粉から抜出までの金型壁面に作用する側圧を測定することで抜出壁面摩擦係数 (μ_e) を求めた。さらに、材料係数 (θ) および抜出壁面摩擦係数 (μ_e) を用いて抜出特

性に及ぼす影響因子について検討した。それらの結果について以下に要約する。

- (1) 材料係数 (θ) は検証の結果, 次式の通り各特性値で構成することで, 各粉末の実際の密度比曲線を近似することができた。

$$\theta = \alpha / (nkHV), (k = 0.137, \text{const.})$$

ここで, α は圧粉消散率, n はフラクタル次元, k は感度補正係数, HV は MPa 単位のビッカース硬さである。

- (2) 本実験において, 拔出圧力/最大側圧 (τ_e/σ_r) と拔出壁面摩擦係数 (μ_e) 関係は材料係数 (θ) を含む式で示された。すなわち, 拔出特性は拔出壁面摩擦係数と材料係数に影響されることが分かった。
- (3) 圧粉体側面の観察結果から, 側面近傍の粉末粒子間隙に潤滑剤が充填する隙間充填機構によって壁面の潤滑性が決定されることが推察された。このことは, 隙間充填機構に関係する粉末の硬さと形状の因子を含んだ材料係数 (θ) と拔出圧力 (τ_e) の相関性から説明された。
- (4) 材料係数 (θ) と拔出圧力 (τ_e) の関係から, 粉末の形状が単純かつ/または, 粉末が軟質であるほど材料係数 (θ) は増加し, その粉末で構成された圧粉体は潤滑剤の隙間充填機構によって拔出し易くなることが明らかとなった。

謝 辞

本研究で用いた粉末および潤滑剤は, 福田金属箔粉工業(株) および ADEKA ケミカルサプライ (株) よりご提供頂き, 圧粉成形および側圧測定においては, JFE スチール (株) の設備を使用し高宮氏のご協力のもとで遂行されました。ここに謝意を表します。

文 献

- Editorial committee of JSPM: Funtai Funmatsuyakin Binran, Uchida Rokakuho (2010) 75-76.
- H. A. Janssen: "Experiments on Corn Pressure in Silo Cells", Zeitschr. d. Vereines deutscher Ingenieure, **39** (1895) 1045.
- K. Kawakita, Y. Tsutsumi C. Ikeda, H. Yagi: "Tablet Compression of Powder", OYOBUTURI, **34** (1965) 360-363.
- M. Takahashi, S. Suzuki, T. Kobayashi: "Study of Powder Compression Equations by the Form of Laplace Integral", J. Soc. Powder Technology, Japan, **19** (1982) 567-576.
- K. Okimoto, T. Sato, T. Yamakawa: "On the Coefficient of Lateral Pressure of Various Metal Powders", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **22** (1975) 205-212.
- A. R. Cooper, L. E. Eaton: "Compaction Behavior of Several Ceramics Powders", J. Amer. Ceram. Soc., **45** (1962) 97-101.
- M. Mizuno, G. Jinbo: "Stress-Voidage Relationship in the Uniaxial Compressive Packing Process of Ultrafine Powders and Change in the Internal Structure of a Packed Bed", J. Soc. Powder Technology, Japan, **28** (1991) 555-561.
- T. Itoh, Y. Wanibe: "Relationship between Compacting Behaviors and Morphological Characteristics for Metallic powders" J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **46** (1999) 16-21.
- K. Kondoh, Y. Takeda, R. Watanabe, H. Hashimoto: "Analysis of Compaction Behavior of Wet Granulated Aluminum Alloy Powder" J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **46** (1999) 780-786.
- Y. Ozaki, T. Ono, T. Takamiya, S. Uenosono: "Effects of Apparent Density on Compacting Behavior of Atomized Iron Powder", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **58** (2011) 83-90.
- B. J. Briscoe, S. L. Rough: "The Effects of Wall Friction on the Ejection of Pressed Ceramic Parts", Powder Technology, **99** (1998) 228-233.
- K. Adachi, A. Fujiki: "Basic Studies of Evaluation Method of Lubricants for Powder Metallurgy—First Report—", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **61** (2014) 122-130.
- R. M. German (H. Miura, K. Takagi transl.): Powder Metallurgy Science, 2nd ed., Uchida Rokakuho (1996) 247-249.
- T. Iwaoka, Y. Ozaki, A. Fujiki: "Die Wall Friction in Ejection by Lateral Pressure Measurement using the Dual Partitioning Die", Abstracts of Autumn Meeting of JSPM, 2014, Osaka (2014) 31.
- Editorial committee of JIM: Third Edition Metal Data Book, Maruzen, Tokyo (1993).
- G. Bockstiegel: Modern Developments in Powder Metallurgy, Springer US (1966) 155-187.
- D. Tabor: "The hardness and strength of metals", Journal of the Institute of Metals **79.7** (1951) 1-18.