研究論文

粉末冶金用金型潤滑に及ぼす帯電状態の影響

安達 恭史^{1*}, 藤木 章²¹ADEKA ケミカルサプライ (株) 開発研究所, 〒116-0012 荒川区東尾久 7-2-34.²芝浦工業大学システム理工学部機械制御システム学科, 〒337-8570 さいたま市見沼区深作 307.

Effect of Electrostatic Charged State on Die-Wall Lubrication for Powder Metallurgy.

Kyoushi ADACHI^{1*} and Akira FUJIKI²¹R&D Laboratory of ADEKA CHEMICAL SUPPLY CORPORATION, 7-2-34 Higashiogu, Arakawa-ku, Tokyo 116-0012, Japan.²Department of Mechanical Control Systems, Faculty of System Science and Engineering, Shibaura Institute of Technology, 307 Fukasaku, Minuma-ku, Saitama 337-8570, Japan.

Received November 13, 2015; Revised December 28, 2015; Accepted January 7, 2016

ABSTRACT

This study was made to investigate the electrostatic adhesion of powder lubricants of various types caused by friction, and the resulting green compact and sintered compact characteristics when the powder lubricant was used as a die-wall lubricant. The powder lubricant like metallic soap containing a functional group that is easily polarized (carboxyl group) in the molecular framework is suitable for use as a die-wall lubricant by electrostatic adhesion. It was shown that the powder lubricant with finer particle size containing easily polarized functional group adheres to the die wall easily. It was also shown that density and transverse rupture strength of the sintered compact increase with increase of coverage of the die surface by the powder lubricant.

KEY WORDS

electrostatic adhesion, die-wall lubricant, powder lubricant, functional group

1 緒 言

今日、自動車の軽量化や焼結機械部品の適用範囲の拡大に伴い、焼結材料の高密度化・高強度化が求められ、高密度な圧粉体成形が必要となっている^{1,2)}。また、機能材として使用される粉末冶金製品としてハイブリッド自動車や電気自動車等に搭載される軟磁性圧粉磁心が開発され、安定した磁気特性と耐久性を得るために高強度化が要求されている³⁾。このような自動車の構造が日々変遷しつつある趨勢において、高密度化のための成形加工技術の研究開発がこれまでに数多く行われており^{4,5)}、そのひとつの方法として金型潤滑法がある⁶⁻¹⁰⁾。金型潤滑法に適した新しい潤滑剤や金型潤滑剤塗布装置の開発などが行われているが^{9,10)}、静電付着による金型潤滑法に適した粉末潤滑剤の潤滑性に関する研究例はほとんどない。

本研究は、現在、工業的に粉末冶金で使用されている粉末潤滑剤を用いて金型潤滑法に適した性能に関し検討した。各種粉末潤滑剤の摩擦による静電付着性、金型潤滑法を用いた

場合の圧粉体特性及びその焼結体特性について調査したので報告する。

2 試料および実験方法

2.1 粉末冶金用潤滑剤試料

Table 1 に評価した粉末冶金用潤滑剤を示す。No. 1, 2, 4~6, 8 は ADEKA ケミカルサプライ (株) 製で、No. 3, 7 は他社剤である。No. 1~6 は、粉末冶金で一般的に使用されている市販の金属せっけん、ワックス、複合剤で、そのまま使用した。No. 7 は著者らが開発した金型潤滑剤 (DWL)¹⁰⁾を使用した。各粉末潤滑剤の粒度分布は、約 0.3~140 μm であり、メディアン径を各資料の粒度特性値として代表した。なお、各試料のメディアン径は、レーザー回折式粒度分布計 ((株) 島津製作所製, SALD-2000A) で測定した。また、粉末潤滑剤に配合されている代表的な脂肪酸誘導体の分子構造を Table 2 に示す。

2.2 粉末潤滑剤の摩擦による電荷量測定

電荷量測定装置は、既存の吸引式ファラデーケージ ((株) ユーイング製, EA02) を使用した (Fig. 1 (a))。各粉末潤滑

* Corresponding author, E-mail: kyohshi@adeka.co.jp

Table 1 Type and characteristics of powder lubricants for examination.

No.	Components	Lubricants	Type	Median Particle size (μm)
1	Zinc stearate	ZNS-730	Metal soap	9.9
2	Lithium stearate	LIS		14.3
3	N,N'-ethylenebis[stearamide]	EBS	Wax	4.9
4	EBS/Fatty amide	AFW-80		27.5
5	EBS/Fatty amide	A-lube		30.2
6	EBS/Fatty amide/Zinc stearate	COM-XZ5	Mix of Wax and Metal soap	14.3
7	EBS/Fatty amide/Zinc stearate	B-lube		24.6
8	EBS/Fattyamide/Lithium stearate	DWL		26.5

Table 2 Molecular structure of powder lubricants for examination.

Components	Molecular structure
Zinc stearate	
Lithium stearate	
EBS	
Fatty amide

Fig. 1 Appearance of the Faraday-cage in order to measure electrostatic tendency on each powder lubricant.: (a) Appearance of the equipment, (b) Fluororesin container and (c) Parts of the Faraday-cage with sample suction-nozzle.

剤への電荷のチャージ方法は、室内所定条件下において、フッ素樹脂製容器 (Fig. 1 (b)) に試料を約 1 g 投入し、フタをしてから 100 回振とうして内試料をフッ素樹脂容器の内壁面と摩擦させた。フタを開けて容器内壁面に付着した試料を

ファラデーケージの吸引ノズル (Fig. 1 (c)) で吸収すると同時に粉末潤滑剤の総電荷量を計測し、試料捕集フィルターに捕集された試料の質量を計測して単位質量あたりの電荷量 ($\mu\text{C/g}$) を測定した。この操作を各試料 3 回ずつ行い (各 $n = 3$)、ばらつきと平均値を求めた。測定は、室温 297 K、相対湿度 49 % の環境で行った。

2.3 粉末潤滑剤の金型表面への静電付着性の評価

実際の試験用金型を使用して実際に金型潤滑法を用いた圧粉体を成形する前に、各種粉末潤滑剤が金型表面に付着する傾向を把握するため、Fig. 2 に示す粉末潤滑剤を摩擦帯電させて金型表面に塗布させる装置を独自に開発して使用した。粉末潤滑剤は塗布時にノズル先端部のテフロンチューブ内壁と摩擦させて電荷を付与し、テフロンチューブの長さは、100, 200, 300 mm の 3 種類を使用した。粉末潤滑剤量は、0.01 g/回とし、噴霧圧力は、0.04 MPa とした。噴霧する直前に一般的なラテックス製手袋を着用してテフロンチューブを 5 回摩擦してから噴霧して粉末潤滑剤を帯電させる方法を用いた。測定は、室温 293 K、相対湿度 50 % の環境で各試料 3 回ずつ行った。

また、粉末潤滑剤の付着性の検討に使用した疑似的金型は、Fig. 3 に示すようなダイとパンチから成る組み合わせる形状のものを作成し使用した。ダイの材質は S45C とし、その寸法は $50 \times 50 \times 25$ mm、穴の直径を $\phi 20$ mm とした。パンチの材質も S45C とし、その寸法は $50 \times 50 \times 10$ mm、凸部の

Fig. 2 Appearance of the spray equipment for die-wall lubricants.

Fig. 3 Appearance of the pseudo-mold set.: (a) die and (b) punch.

寸法を $\phi 20 \times 10$ mm とした。

作成した粉末潤滑剤塗布装置を用いて各粉末潤滑剤を、組んだ疑似的金型の円筒状凹部の上部から吹き込んで内壁面に静電付着させたのち、ダイをはずしてパンチ凸部表面に付着していない余分な粉末潤滑剤は逆さまにして振るい落とし、一般的な一眼レフデジタルカメラで「手ぶれ」を防

Fig. 4 Digital-photo image process which calculates the area of each lubricant on surface of the punch after sprayed by the spray equipment.

止して撮影した。撮影したパンチ凸部表面の写真画像は、Photoshop[®]を用いてパンチ凸部の直径と同じ長さの辺をもつ正方形に切り抜き処理し (Fig. 4 (a))、MATLAB[®]により白と黒の2値化した (Fig. 4 (b))。2値化した画像全体の画素数は、MATLAB[®]を用いて数え、白色部分の画素の割合を算出し、これに $4/\pi$ を乗じて円形のパンチ凸部表面の割合を算出して粉末潤滑剤の被覆率とした (Fig. 4 (c))。 $4/\pi$ を乗じる理由は、MATLAB[®]が四角形しか認識できず、実験に使用した疑似的金型のパンチ凸部が円形であるためであり、仮に1辺の長さが1の正方形に内接する円の面積を計算すると $\pi/4$ になるので、正方形から円の部分だけを考えるために正方形の面積1を $\pi/4$ で割ること、すなわち $4/\pi$ を乗じることでパンチ凸部表面上の粉末潤滑剤の被覆率が算出できるからである。

なお、各種粉末潤滑剤3回ずつ測定した平均値で静電付着性を比較した。パンチとダイの表面は、毎回エタノール（試薬一級）を用いて清拭し、エタノールを十分揮発除去させてから実験した。

2.4 静電付着による金型潤滑法を用いた供試体の作成

Fig. 2に示した塗布装置（テフロンチューブ長100 mm）を用いて金型潤滑法による供試体を作成した (Fig. 5)。室温297 K、相対湿度58 %の雰囲気中で供試体を作成した。供試体の寸法は $10 \times 36 \times 6$ mm とした。粉末潤滑剤の試料は、金属せっけんのNo. 1, 2, ワックスのNo. 4及びワックス／金属せっけんのNo. 6～8の6種類を使用した。原料粉末は、団体工業規格JPMAのSMF4種に属する97.1 mass% Fe-2.0 mass% Cu-0.8 mass% Cで、鉄粉は（株）神戸製鋼所製アトメル300Mを、電解銅粉は福田金属箔粉工業（株）製CE-15を、グラファイトは日本黒鉛工業（株）製CPBを使用した。この混合粉末0.5 kgに対し、内部潤滑及び試験用金型の損傷を予防するため、金型潤滑剤として使用した各種粉末潤滑剤をそれぞれ内添加潤滑剤に0.1 mass%添加し、V型ブレンダー（筒井理化学器機（株）製、ミクロ型）を用いて回転速度20 rpmで20分間混合した。この混合粉末を万能試験機（（株）島津製作所製、UEH-50）で成形荷重700, 800, 900 MPaの3水準で圧粉成形し、各試料3個ずつ作製した。焼結処理はプッシュヤ炉を使用し、アンモニア分解ガスで1403 K、40 min. 保持した。

2.5 金型潤滑法を用いた圧粉体特性の評価

得られた圧粉体での抜出し圧、圧粉体密度及びスプリングバックを測定し、各 $n = 3$ での平均値を求めた。スプリングバックの測定は、供試体の幅（ねらい寸法10 mm）の寸法

Fig. 5 Powder compacting test by die-wall lubrication system.: (a) process spraying a lubricant and (b) appearance of the die for die-wall lubrication compacting test.

変化から求めた。拔出し圧は、拔出し速度 40 mm/min. で測定した。寸法測定は、クーラントブルーマイクロメーター（株）ミットヨ製、MDC-25MJ 及び MDC-50MJ）を使用した。

2.6 金型潤滑法を用いた供試体の焼結体抗折強度試験

Fig. 6 (a) に示した焼結体の焼結体密度と抗折強度（Transverse rupture strength, TRS）を測定した。焼結体密度はアルキメデス法を用いて測定した。焼結体抗折強度は、Fig. 6 (b) に示した治具を使用し、精密万能試験機（株）島津製作所製、AG-100kN IS）で抗折強度を測定し、各 $n = 3$ での平均値を求めた。焼結体の抗折強度測定は、JPMA M 09-1992 に準拠した。

3 実験結果および考察

3.1 粉末潤滑剤の摩擦による電荷量測定結果

室温 297 K、相対湿度 49 % における各種粉末潤滑剤の摩擦による電荷量測定結果を Fig. 7 に示す。金属せっけんの No. 1, 2 及びワックス／金属せっけん複合剤の No. 6 は、負電荷を帯びる傾向を示し、特にステアリン酸リチウムは $-0.60 \mu\text{C/g}$ と大きな値を示した。ワックス及び No. 6 以外のワックス／金属せっけん複合剤は、正電荷を帯びる傾向を示し、平均値は $0.00 \sim 0.20 \mu\text{C/g}$ であった。この相違は、脂肪酸金属塩や脂肪酸アミド化合物の分子構造中の極性基が関与しているものと考えられる。しかし、全体的な傾向として電荷量の測定ばらつきが大きく、安定した測定条件方法を検討する必要もあると考える。今後の検討課題とする。

Fig. 6 Transverse rupture strength (TRS) test: (a) sintered test-pieces and (b) apparatus of TRS test.

Fig. 7 Tendency of the quantity of electric charge on each powder lubricant.

3.2 粉末潤滑剤の金型表面への静電付着性の評価結果

100, 200, 300 mm の 3 種類の長さのテフロンチューブを用いて、各種粉末潤滑剤の静電付着性として疑似的金型のパンチ表面の被覆率を調査した。結果を Fig. 8 に示す。テフロンチューブの長さが 100, 200 mm のとき、金属せっけん No. 1, 2 の被覆率が約 50 % と高く、ワックスである No. 4, 5 は 20 ~ 30 % と低い値であった。しかし、テフロンチューブの長さが 300 mm と長くなると、金属せっけん No. 1, 2 の

Fig. 8 Tendency of the rate of punch's surface covered by each powder lubricant.

被覆率は約 35 % に低下した。固体の接触や摩擦帯電における帯電列をみるとテフロンは最も負に帯電しやすい物質として知られている¹¹⁾。負電荷に帯電しやすい金属せっけんが摩

擦帯電によりテフロンチューブ内壁面に付着して噴出量が減少した理由として、静電力以外の摩擦力の影響やテフロンチューブ内壁面の凹凸部の付着残留によるものと考えられる。また、ワックス及びワックス／金属せっけん複合剤の被覆率は、テフロンチューブの長さ金属せっけんほど影響されず、ワックス No. 3 及びワックス／金属せっけん複合剤 No. 6 の被覆率は、金属せっけんに準ずる高い値を示した。静電付着による金型潤滑剤として適している成分は、電荷量の高い金属せっけんが適しているとは必ずしも言えず、工業的利用において金属せっけん類の被覆率よりやや低いものの試料 No. 3 の EBS や試料 No. 6 のようなワックス／金属せっけん複合剤等が使用しやすいと考えられる。

粉末潤滑剤の分子構造と被覆率の関係のほか、粉末潤滑剤の粒度と被覆率の関係も調査した。結果を Fig. 9 に示す。テフロンチューブが長くなるにつれて粉末潤滑剤の粒度と被覆率の相関性は低下するが、粉末潤滑剤の粒度と被覆率は負の相関性を有することがわかった。しかし、Fig. 9 (a), (b) から粒度の最も細かいワックス (No. 3) の被覆率は、金属せっけんよりも低いことが読み取れる。

したがって、静電付着用金型潤滑剤を選択する場合、成分や粒度以外に粉末潤滑剤の比表面積及び表面吸着水量等の検討も必要と考えられる。

Fig. 9 Results of the rate of punch's surface covered by each powder lubricant. (○; metal soap, △; wax, □; mix of wax and metal soap): (a) Teflon tube length is 100 mm, (b) 200 mm and (c) 300 mm.

3.3 金型潤滑法を用いた圧粉体特性の評価結果

金型潤滑法を用いた場合の圧粉体密度と抜きし圧の関係を図10に示す。いずれの成形荷重条件でも圧粉体密度と抜きし圧は正の相関関係を示した。成形荷重が高くなるにつれて相関係数は高くなる傾向を示した。圧粉体密度を高めたい場合は、ワックス/金属せっけん複合剤及びワックス (No. 4) よりも金属せっけんが好ましいが、その反面、金属せっけんを用いると抜きし圧は高くなる傾向も認められた。

次に圧粉体密度とスプリングバックの関係を図11に示す。成形荷重が高くなると、圧粉体密度とスプリングバックは負の相関関係を示した。いずれの成形荷重条件でもスプリングバックは約0.40~0.60%であり、各種粉末潤滑剤においてそれぞれのスプリングバックは成形荷重によらず大きな変化は認められなかった。圧粉体密度の高い金属せっけんはスプリングバックも小さく、圧粉体密度は金属せっけんよりやや低いもののワックス (No. 4) も金属せっけんとはほぼ同等のスプリングバックであり約0.40%であった。ワックス/金属せっけん複合剤は圧粉体密度が低く、かつスプリングバックは高く約0.55~0.60%であった。

したがって、圧粉体密度を高めるためには、金型潤滑剤と

して金属せっけん、あるいはNo. 4の様な金属せっけんに類似した圧粉体密度が得られ、かつ抜きし圧を低減させる効果を具備するワックスを選択することや、あるいは、粒度や組成等の金型潤滑法に適合する粉末加工技術の検討も重要と考えられる。

3.4 金型潤滑法を用いた供試体の焼結体抗折強度試験結果

金型潤滑法を用いた供試体の焼結体抗折強度 (TRS) を図12に示す。各成形荷重条件において焼結体密度とTRSは正の相関性を有しており、摩擦による帯電性が高く疑似金型パンチ表面の被覆率が高かった金属せっけんの焼結体密度及びTRSが最も高かった。ワックスのNo. 4及びワックス/金属せっけん複合剤のNo. 6は、焼結体密度が低くTRSも低かったが、No. 8のようなワックス/金属せっけん複合剤は、800, 900 MPaの高荷重成形条件下では焼結体密度が最も低いにもかかわらずTRSが最も高い傾向を示した粉末潤滑剤も認められた。これについては、試験用金型の損傷を予防する目的で0.1 mass%内添加した粉末潤滑剤の内添加潤滑効果によって金属粒子間の接触や絡み合いが促進されたものと考えられるが、今後の検討が必要である。

Fig. 10 Relationship between green density and ejection pressure. (○; metal soap, △; wax, □; mix of wax and metal soap): (a) load 700 MPa, (b) load 800 MPa and (c) load 900 MPa.

Fig. 11 Relationship between green density and spring back. (○; metal soap, △; wax, □; mix of wax and metal soap): (a) load 700 MPa, (b) load 800 MPa and (c) load 900 MPa.

Fig. 12 Relationship between sintered density and TRS. (○; metal soap, △; wax, □; mix of wax and metal soap): (a) load 700 MPa, (b) load 800 MPa and (c) load 900 MPa.

4 結 言

脂肪酸誘導体の粉末潤滑剤を静電付着による金型潤滑法について実験し、以下の結論を得た。

- (1) 金属せっけんのような分極しやすい官能基（カルボキシル基）を分子骨格に有する粉末潤滑剤が適している。
- (2) 分極しやすい官能基を有するもので、かつ粒度の細かい粉末潤滑剤が成形金型内壁面に静電付着しやすい傾向がある。
- (3) 金型表面への粉末潤滑剤の被覆率が高いと焼結体密度及び抗折強度も高くなる傾向があり、静電付着特性の優劣が焼結体強度に影響を及ぼす。

謝 辞

本研究の一端を修士論文研究及び卒業論文研究として担っていただいた芝浦工業大学の因泥優一氏、田中聡氏に謝意を表します。供試体の作成及び物性試験でご指導いただいた（地）東京都立産業技術研究センターの岩岡拓先生に感謝致します。粉末潤滑剤の基礎的評価及び圧粉体試験に協力していただいた ADEKA ケミカルサプライ（株）の水野雄幸氏に御礼申し上げます。

文 献

- 1) H. Kojima, A. Fujiki, T. Hirao: "Present Status of Powder Forming Technologies", Journal of the JSTP, **41** (2000) 875-879.
- 2) T. Tsutsui: "Technology Trend and Future Outlook of Structural Materials", Hitachi Technical Report, **7** (2008) 2-6.
- 3) Toyota motor Co., Ltd., Daido Special Steel Co., Ltd., Toyota Central Laboratories Co., Ltd.: "Development of High Density Soft Magnet Core for Automotive Reactor", Abstract of Spring Meeting of the Japan society of Powder and Powder Metallurgy, (2010) 246.
- 4) S. Shima: "Behavior of Powder Compacts under Pressure", Journal of the JSTP, **15** (1974) 703-708.
- 5) J. Asami: "High Densification of Sintered Structural Parts", Journal of the JSTP, **41** (2000) 871-874.
- 6) I. Ljungberg, P. G. Arbstedt: "INFLUENCE OF LUBRICATION AND DIE SURFACE ON THE PRESSING CHARACTERISTICS OF METAL POWDERS", Proceedings of the 12th Annual General Meeting of the Metal powder Association, Cleveland, Ohio, April (1956) 78-92.
- 7) S. Tajima, T. Hattori, M. Kondoh, H. Okajima, M. Sugiyama, T. Kikko: "Magnetic Properties and Microstructure of High Density Sintered Iron by Warm Compaction Using Die Wall Lubrication", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **51** (2004) 542-547.
- 8) M. Kondoh: "development of High Accuracy, High density Powder Compaction Technology", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **54** (2007) 506-512.
- 9) H. Houjou, M. Sato, Y. Seki: "A Die Wall Lubrication System for P/M Components", KOBE STEEL ENGINEERING REPORTS, **55** (2005) 68-71.
- 10) A. Fujiki, Y. Maekawa, K. Adachi: "Quantative Analysis of Die Wall Lubrication and New Lubricant Development", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **53** (2006) 713-717.
- 11) M. Takeuchi: "Introduction to Electromagnetism and Electrostatics (3)", Journal of the Imaging Society of Japan, **45** (2006) 283-298.