研究論文

圧粉体の拔出における金型壁面摩擦の粉末特性依存性

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) 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.

Dependence of Powder Characteristics on Die Wall Friction during Ejection of Compacts from Die Cavity

Taku IWAOKA^{1*}, Yukiko OZAKI² and Akira FUJIKI³¹ Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute, 2-4-10 Aomi, Koto-ku, Tokyo 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 October 7, 2016; Revised November 14, 2016; Accepted November 24, 2016

ABSTRACT

The evaluation of ejection behavior is important to the final formability of green compact because both the ejection and the compression in the powder die compaction are affected by die wall friction. In other words, there is a hysteretic relationship between the lateral pressure and compacting pressure. In this paper, the effect of powder characteristics on the ejection die wall friction was studied using a powder model that considers the hardness and shape of the powder. The ejection behavior was classified on the basis of the powder's characteristics coefficient drawn from the model. Next, the influence of the particle size distribution, in addition to that of the hardness and shape of the powder, on the ejection behavior was shown.

KEY WORDS

ejection, die wall friction, shape, hardness, particle size distribution

1 緒 言

金属粉末の金型成形によって、所望の形状と密度を持つ圧粉体が得られ、その焼結によって機械的動作と材料特性の要件が満たされる。したがって、形状と特性を兼ね備えた焼結機械部品は、身近な製品の性能を内部から支えており、製品性能の向上とともに効率的かつ高密度な圧粉成形が常に要求される。

良質な圧粉体を円滑に成形するためには、圧粉抵抗および拔出抵抗の原因となる壁面摩擦を低減する潤滑技術が不可欠である。潤滑剤として従来使用されてきたステアリン酸亜鉛は、焼結中の焼結体表面や炉内の汚れの原因と考えられることから、亜鉛を含まない新しい潤滑剤の適用が検討されている¹⁻²⁾。一方、壁面摩擦に関しては、二分割金型を用いた側圧測定による拔出の壁面摩擦に関する検討から、粉末の種類が圧粉挙動だけではなく拔出挙動にも影響を及ぼすことが分

かっている³⁻⁴⁾。このことから、次のような潤滑剤の振舞いが考えられる。原料粉末に混合される潤滑剤は粉末表面に分布し、圧粉と拔出の際に金型キャビティの壁面に潤滑膜を形成する。しかし、圧粉密度が低く空隙率が高い場合、拔出に移行する際に多数の空隙が潤滑剤を蓄積し、壁面の潤滑剤が欠乏するため、拔出時の壁面の摩擦力は増加する。反対に、圧粉密度が高く空隙率が低い場合、潤滑剤は空隙に蓄積されずに壁面に残存し、圧粉体側面近傍の空隙内の潤滑剤も粉末粒子間の隙間を通過して壁面へ押し出されるため、圧粉体と壁面の間に良好な潤滑膜を形成する。すなわち、粉末粒子および潤滑剤の力学的要因が壁面摩擦に複合的に関与することで拔出挙動が決定される。ゆえに、圧粉成形の高度化には、様々な粉末特性や潤滑剤の諸性質をとらえた拔出挙動の評価が必要と考えられる。

そこで、本研究では、各種粉末の拔出挙動の結果⁴⁾を基に、粉末の硬さと形状を考慮したモデルを検討し、拔出挙動と粉末特性の関係を詳細に調べた。

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

Table 1 Particle size distribution of test powders.

Symbol	Powder name	Passing size, μm					
		180	150	106	75	63	45
		Cumulative frequency, mass%					
Sn	Sn-At 100-250	100	90.1	40.1	4.3	1.1	—
Al	VA-1520	—	100	57	4.2	0.6	—
Cu-i-s	Cu-Atw-100	—	—	—	100		—
Cu-d6-s	CE-6	—	—	—	100		—
Cu-i	Cu-Atw-100	100	99.8	98	92.8	88.2	77.7
Cu-d6	CE-6	100	99.9	80.4	42.1	26.6	12.9
Cu-d15	CE-15	—	—	100	98	89	63.8
Fe	JIP®304A	99.6	91.6	69.9	43.4	35.4	20

2 実験方法

供試粉末として、ガスアトマイズ Sn 粉 (Sn-At 100-250, 福田金属箔粉工業 (株)), ガスアトマイズ Al 粉 (VA-1520, 山石金属 (株)), 電解 Cu 粉, 水アトマイズ Cu 粉, ガスアトマイズ Cu 粉 (CE-6/CE-15, Cu-Atw-100, Cu-At-100, 福田金属箔粉工業 (株)), 水アトマイズ Fe 粉 (JIP®304A, JFE スチール (株)) を用意した。ただし、ガスアトマイズ Cu 粉は球状であることから粉末同士のかみ合いが弱く成形が困難であったため検討から除外した。供試粉末の粒度分布は累積通過率 (重量基準) を用いて Table 1 に示す。それぞれの純粉末に潤滑剤のステアリン酸亜鉛 (ZNS-730, ADEKA ケミカルサプライ (株)) を 6.7 vol.% 添加した。潤滑剤入りの各種粉末を内径 $\phi 25$ の二分割金型に充填し、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とした。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、抜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質量から求めた。

3 実験結果および考察

3.1 モデルの検討

圧粉体側面と壁面との間に潤滑膜を形成するためには、圧

粉時に圧粉体側面近傍の空隙が粉末の硬さと形状に依存して収縮し、空隙内の潤滑剤が壁面に押し付けられる必要があると仮定する。その場合の粉末の硬さと形状を考慮した粉末モデルを Fig. 2 に示す。粉末の表面に突起が j 個ある場合、成形荷重が粉末に負荷されたときの力のつり合いは、

$$P_a D = HV j w \quad (1)$$

ここで、 P_a は成形圧力、 D は粉末の直径、 HV は MPa 単位の粉末のビッカース硬さ、 j は粉末表面の突起数、 w はその突

Fig. 1 Schematic illustration of lateral pressure measuring device.

Fig. 2 Powder model with consideration for hardness and shape of powder: (a) with one projection, (b) with three projections.

Fig. 3 Fractal dimension by box counting method.

起幅である。なお、紙面に垂直な方向の寸法は全て1として、紙面に平行な平面のみを取扱うこととした。また、Fig. 3に示すボックスカウント法によるフラクタル次元の考えより、ボックス数およびボックスサイズの代わりに、突起数 (j) および突起サイズ比 (w/D) を用いて両者の関係を次式で表現した。

$$j = m - n(w/D) \quad (2)$$

ここで、 m は定数、 n は粉末形状の複雑度合を表すフラクタル次元である。(1)式と(2)式を整理して、

$$(w/D)^2 = m w / n D - P_a / n HV \quad (3)$$

一方、粉末の突起が変形して空隙を満たすとすれば、変形前後の突起の体積は一定であるので、本モデルの場合は面積一定となるので、

$$j w (\varepsilon_0)^{1/2} = D (\varepsilon_0 - \varepsilon)^{1/2} \quad (4)$$

ここで、 ε_0 は初期空隙率、 ε は圧粉後の空隙率である。このモデルでは両者は2次元量であるので、便宜上、平方根を用いてそれぞれ1次元量に変換した。(3)式と(4)式を用いると空隙残留度(密度の可能増加率)は、

$$\begin{aligned} (\rho_\infty - \rho) / (\rho_\infty - \rho_0) &= 1 - (\varepsilon_0 - \varepsilon) / \varepsilon_0 \\ &= 1 - \{(m j - j^2) / n HV\} P_a \\ &= 1 - K P_a \end{aligned} \quad (5)$$

両辺の対数をとる、あらためて $K = \theta$ とおくと、

$$\ln \{(\rho_\infty - \rho) / (\rho_\infty - \rho_0)\} = -\theta P_a \quad (6)$$

ここで、 ρ_∞ は理想的な圧粉体密度 (≈ 1)、 ρ は実際の圧粉密度、 θ は粉末の材料係数である。このモデルから、材料係数 (θ) は、粉末のフラクタル次元 (n) とビッカース硬さ (HV) に反比例することが確認された。ゆえに、粉末形状の複雑化によりフラクタル次元が増加し、粉末の硬さが増加するに

 Fig. 4 Linear relation between ρ and θP_a fitted by Equation (6).

 Fig. 5 Linear relation between ρ and θP_a fitted by Equation (7).

たがい、 θ は減少し、その結果、圧粉密度は増加しにくくなることを(6)式は説明している。

(6)式を用いてプロットした結果をFig. 4に示す。 θ を用いることで、圧粉成形の進行 (θP_a の増加) にともなう各種粉末の残留空隙率の変化を直線で近似できることが分かった。また、直線には $\theta P_a \approx 4$ の所に変化点が存在した。平均的な θ を代入すると $\theta P_a \approx 4 P_a / HV$ であるため、変化点では $P_a \approx HV$ となり、成形圧力と粉末の硬さがおおよそ釣り合う。したがって、この直線の傾きの変化は、圧粉成形における再配列機構から塑性変形機構への変化⁴⁾を意味すると考えられる。(6)式を変形すると次式となる。

$$\rho = \rho_\infty - (\rho_\infty - \rho_0) \exp(-\theta P_a) \quad (7)$$

この式を用いてプロットした結果をFig. 5に示す。各種粉末の圧粉密度変化は直線で近似することができた。しかし、粉末の種類による差が生じた。Fig. 6は圧粉体の相対密度に及ぼす平均粒子径比の影響を示す。各種粉末の平均粒子径比

Fig. 6 Influence of mean particle size ratio on relative density of green compact.

は、粒度分布から求めた平均粒子径を最大平均粒子径で割った値である。粒子径の増加にともない圧粉密度が増加した。この結果から、Fig. 7に示すパッキングに及ぼす粒度分布の影響⁵⁾と同様のことが、圧粉密度にも生じたと考えられる。微粉末が多く含まれる粉末種は、パッキングの考えから密度が増加しにくく、さらに、中空球体の塑性流動条件⁶⁾より、微小気孔を縮小させるために必要な成形圧力は、微小気孔径の三乗に反比例することから、微粉末で形成された微小空隙は消滅しにくい。したがって、粒子径の大きい粉末が含まれる平均粒子径の高い粉末ほど、圧粉密度が高い。今後、(7)式の精度を高めるには、粒度分布の影響を考慮した $\exp(B - \theta P_a)$ のような改良が必要と考えられる。

3.2 抜出挙動の解析

抜出圧力 (τ_e) と抜出時の残留側圧 (σ_{rr}) の関係は、抜出壁面摩擦係数 (μ_e) を用いて、次式の通りである。

$$\tau_e = \mu_e \sigma_{rr}$$

両辺を最大側圧 (σ_r) で割って対数をとると、

$$\begin{aligned} \tau_e / \sigma_r &= \mu_e \sigma_{rr} / \sigma_r \\ \ln(\tau_e / \sigma_r) &= \ln(\mu_e) + \ln(1 - \zeta' / \zeta) \end{aligned} \quad (8)$$

Fig. 7 Influence of particle size distribution on powder packing.

Fig. 8 Influence of θP_a on ejection pressure in compacting of each powders.

ここで、 ζ および ζ' はそれぞれ側圧係数 ($= \sigma_r / P_a$) および残留側圧係数 ($= (\sigma_r - \sigma_{rr}) / P_a$) である。圧粉と抜出の履歴関係から、抜出挙動も θP_a の影響を受けると考えられるため、(8)式の左辺の $\ln(\tau_e / \sigma_r)$ の項と θP_a の関係を調べた。その結果をFig. 8に示す。抜出圧力の変化は粉末種によって異なる傾向を示した。圧粉成形の進行を表す θP_a の増減のみでは説明が困難であったため、直線近似によって傾きと切片を求めて、それぞれの材料係数 (θ) の影響について調べた。なお、(8)式の左辺の $\ln(\tau_e / \sigma_r)$ と同様に右辺の各項についても解析を行うために、各項と θP_a の関係を次式で仮定した。

$$\ln(\tau_e / \sigma_r) = a \theta P_a + b \quad (9)$$

$$\ln(\mu_e) = c \theta P_a + d \quad (10)$$

$$\ln(1 - \zeta' / \zeta) = e \theta P_a + f \quad (11)$$

ここで、(9)、(10)、(11)式の a 、 b 、 c 、 d 、 e 、 f は粉末特性に関する傾きと切片である。これらの式を用いて解析した結果をFig. 9に示す。(9)、(10)、(11)式の a 、 b 、 c 、 d 、 e 、 f と θ は直線で近似でき、各直線の変化点はいずれも $\theta \approx 0.005$ であった。したがって、抜出挙動は θ かつ P_a のみの関数で記述可能である。ただし、Fig. 6の結果から、平均粒子径が圧粉密度に影響を及ぼすのであれば抜出挙動にも影響を及ぼす

Fig. 9 Analysis of ejection behavior in compacting of each powders.

可能性があり、粒度分布を考慮することでこれらの関数の精度が改善される可能性がある。また、(9), (10), (11) 式の傾き (a , c , e) は、(8) 式の各項 (拔出圧力, 拔出摩擦係数, 残留側圧) の増減を表し、切片 (b , d , f) は、圧粉成形が極限まで進行した場合の各項の大きさを示すことがわかった。ゆえに、 a , b , c , d , e , f を調べることで、各種粉末を拔出挙動別に分類することが可能である。

3.3 各種粉末の分類

Table 2 に解析結果から得られた各種粉末の拔出挙動デー

タの一覧表を示す。(9), (10), (11) 式の傾きと切片を記載し、切片の大きさから判断した拔出し易さの順位も併記しており上位4つに丸印をつけている。また、Fig. 10 に Cu-i-s (不規則状, 分級), Cu-d6-s (樹枝状, 分級), Cu-i (不規則状, 無分級), Cu-d6 (樹枝状, 無分級) の Cu 粉末を例に、拔出し易さの順位の順番に並べた壁面近傍の粉末の模式図を示す。Table 2 の順位より、分級と無分級の比較では、無分級の方が $\ln(\mu_e)$ の順位が高く潤滑が良好であることが分かる。これは、微粉末が含まれる方が空隙を充填して壁面に潤滑剤を押

Table 2 Data of ejection behavior.

Symbol	Hardness / MPa, <i>HV</i>	Shape, <i>n</i>	Final reached green density, ρ_{max}	Mean particle size ratio, d / d_{max}	Ejection pressure, $\ln(\tau_e / \sigma_r)$			Coefficient of ejection wall friction, $\ln(\mu_e)$			Residual lateral pressure, $\ln(1 - \xi' / \xi)$		
					<i>a</i>	<i>b</i>	Rank	<i>c</i>	<i>d</i>	Rank	<i>e</i>	<i>f</i>	Rank
Sn	91	1.07	0.92	0.94	0.34	-9.19	①	0.10	-4.53	①	0.24	-4.66	①
Al	298	1.14	0.94	1.00	-0.09	-2.74	④	-0.09	-1.02	6	-0.002	-1.72	③
Cu-i-s	712	1.26	0.89	0.58	0.09	-2.86	③	0.07	-1.17	5	0.02	-1.69	②
Cu-d6-s	1100	1.31	0.90	0.58	-0.11	-2.41	7	-0.04	-0.99	7	-0.07	-1.43	④
Cu-i	712	1.26	0.88	0.32	0.07	-2.97	②	0.21	-1.59	③	-0.14	-1.38	5
Cu-d6	1100	1.31	0.91	0.76	-0.10	-2.44	6	0.06	-1.25	④	-0.16	-1.19	6
Cu-d15	1138	1.33	0.89	0.34	0.10	-2.73	5	0.66	-3.03	②	-0.56	0.29	8
Fe	1247	1.17	0.91	0.79	-0.17	-1.32	8	-0.13	-0.50	8	-0.04	-0.83	7

Top four are marked with circle

Fig. 10 Illustration of various powders with lubricant in vicinity of die wall.

Table 3 Classification of each powders based on ejection behavior.

	Item			powders	Remarks
	<i>a</i>	<i>c</i>	<i>e</i>		
Classification	+	+	+	Sn Cu-i-s	All ejection factors increase with progress of compaction (+). Residual lateral stress of Sn and Cu-i-s is lowest. It is easy to eject.
			-	Cu-i Cu-d15	Mean powder particle size is smaller. Cu-i is easy to form a lubricant film by filling of gaps. Ejection friction coefficient of Cu-d15 is low due to shearing of projection.
			-		
	-	+	+		
			-	Cu-d6	Mean powder particle size is bigger. Residual lateral stress and transmitted stress are higher due to higher density. Ejection friction coefficient is slightly low due to shearing of projection.
	-	-	+		
		-	-	Al Cu-d6-s Fe	All ejection factors decrease with progress of compaction (-). It is hard to eject because ejection friction coefficient of Al and Cu-d6-s is higher and all ejection factors of Fe is highest.

し付けて潤滑膜を形成するためと考えられる。一方、不規則状と樹枝状の比較では、樹枝状の方が $\ln(\mu_e)$ と $\ln(1 - \xi' / \xi)$ の順位が低い。この原因は、樹枝状の突起が潤滑剤の移動を妨げて、潤滑膜の形成を阻害しているためと考えられる。ゆえに、抜出し易さの順位は以上の事を総合的に評価した結果である。なお、平均粒子径が圧粉密度に影響を及ぼすことから、抜出挙動にも影響を及ぼすと考えられたが、相関性は低

かった。しかし、微粉末の存在により空隙が充填され、潤滑剤が壁面に押し付けられて潤滑膜を形成するという考えから、平均粒子径ではなく微粉末量を表す別の指標を用いて検討することで、さらに精度よく圧粉密度および抜出挙動を表現することが可能と考えられる。Table 3 に本実験で用いた粉末を Table 2 の抜出挙動データを基に分類した結果を示す。8 種類の粉末を 4 つの類型に分類することができた。

4 結 言

各種粉末 (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。粉末特性 (硬さ, 形状) を考慮したモデルを用いて各種粉末の拔出挙動を詳細に解析した結果, 以下の結論を得た。

- (1) 粉末の硬さと形状を考慮したモデルから導いた粉末の材料係数 (θ) を用いて圧粉密度の変化を近似することができ, 圧粉挙動の変化点を確認することができた。
- (2) 拔出因子 (拔出圧力, 拔出壁面摩擦係数, 残留側圧) と θP_d の関係は直線で近似でき, その傾きと切片は粉末の種類に深く関係することが分かった。このことから, 拔出挙動別に粉末を分類することができた。
- (3) 粉末の硬さおよび形状の他に, 粒度分布が拔出挙動に影響を及ぼすと考えられる。

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

- 1) Å. Ahlin, A. Ahlqvist, O. Litström: Metal Powder Report, **64** (2009) 18-22.
- 2) K. Adachi, A. Fujiki: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **61** (2014) 122-130.
- 3) B. J. Briscoe, S. L. Rough: Powder Technology, **99** (1998) 228-233.
- 4) T. Iwaoka, Y. Ozaki, A. Fujiki: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **62** (2015) 422-430.
- 5) R. M. German (H. Miura and K. Takagi transl.): Powder Metallurgy Science, 2nd ed., Uchida Rokakuho (1996) 247-249.
- 6) Editorial committee of Höganäs AB and G. Bockstiegel: Höganäs Handbook 2, Production of Sintered Components”, Höganäs AB (1997) 10-11.