

プレス成形時の部品重量変動を低減する偏析防止処理鉄粉「JIP®クリーンミックス®ZERO」の開発

Development of the Segregation-Free Iron Powder JIP® Cleanmix ZERO Reducing Variation in Weight of Powder Metallurgy Green Parts in Mass Productive Pressing Line

尾野 友重 ONO Tomoshige JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部 主任研究員 (課長)
尾崎由紀子 OZAKI Yukiko JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部長・理博

要旨

焼結部品の製造プロセスにおける歩留まり向上を目的とし、成形時の部品重量変動の小さい偏析防止処理粉 JIP® クリーンミックス®ZERO を開発した。クリーンミックス ZERO は、連続成形中の不意な停止や休憩時の停止の後、成形を再開するときに、停止前の重量と再開直後の重量差を小さくできる。また、金型キャビティーへの充填性にも優れ、ブッシュ状製品用の金型を模した円筒キャビティーに均一に充填することができる。これらにより、成形時の部品重量や寸法の規格はずれによる不良を低減することができる。これらの特長は、粒子間の付着力を低減することで実現でき、粉体層せん断試験では、クリーンミックス ZERO のせん断付着力は、従来材の半分以下になっていることが確認された。

Abstract:

The segregation-free iron powder JIP® Cleanmix ZERO reducing variation in weight of green parts in powder metallurgy mass productive pressing line has been developed. It can improve the yield in the manufacturing process of the sintering part. When compaction pressing of continuous operation is restarted after the stop due to the unexpected reasons or break, Cleanmix ZERO can lower the difference between weight of parts before and after the stop. In addition, it contributes to superior filling ability to a die cavity and uniform filling in a cylinder cavity in simulated die for bush shape products. It results in the reduction of failures due to deviation from specification for part weight and dimensions at the time of the molding. These characteristics could be realized by reducing the adhesion between the particle. It was confirmed that cohesion of Cleanmix ZERO was less than half of usual Cleanmix powder in the powders layer shear examination.

1. はじめに

鉄系焼結機械部品は、金型に鉄粉末を充填し、プレス成形後、高温で焼結することで製造される。金型への原料の供給(充填)は、一般には、粉箱もしくは、フィーダーと呼ばれる供給器を用い、金型キャビティー上で往復運動させ、擦り切ることで、一定容量の粉末を供給する。重量は計量しないため、粉末の密度が変わると、得られる成形体の重量は、変化することになる。これが、すなわち部品重量の変動であり、製品規格内に入らないと不良品扱いとなる。これら成形時の充填挙動に関する研究は数多くなされてきている¹⁻⁹⁾。

図1に連続成形時の重量変動の一例を示す。重量変動の種類は、大きく分けて3つある。図中の(1)は、1個1個

の重量変動であり、小さな凹凸がこれに相当する。(2)は、長期的に重量が変化していくうねりで、先の個々の変動は、このうねりに乗った形になる。そして、(3)は、突然の急激

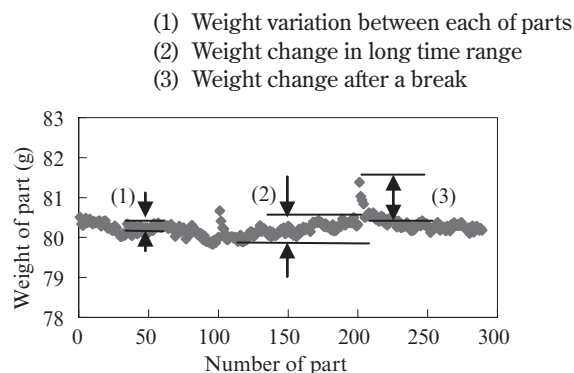


図1 成形中の重量変動

Fig. 1 Weight variation of parts during pressing

2015年3月10日受付

な重量変動である。これは連続成形していたプレスをなんらかの理由で停止し、それを再開したときに起こる現象で、通常停止前に比べ、再開後1個目の重量は大きくなる。その後連続成形していくと、徐々に停止前の平均重量に近づく¹⁰⁻¹²⁾。

プレス技術の発展により、先に(2)として示した、うねるような長周期の重量変動に関しては、1個1個の重量測定を行ない、それを成形条件にフィードバックすることで、変動を小さくできる。

しかし、プレスの停止前後の重量変動のように不連続で大きな変動に関しては、経験的な対処法によるか、もしくは、その部分の不良品を排除するしかなく、歩留の低下を招いている。今回、このような不良を低減することを目的とした、新規の偏析防止処理鉄粉 JIP[®]クリーンミックス[®]ZERO を開発した。ここでは、その製品の特長、特に粉体の充填性や排出性に関する各種実験を行なった結果と考察を報告する。

2. 実験

2.1 供試材

アトマイズ鉄粉 JIP[®]301A に合金化成分として2%の銅粉と0.9%の黒鉛粉を配合したクリーンミックス[®]ZERO と、その比較材として、同量の銅粉と黒鉛を配合した通常のクリーンミックス（以降、現行材）を用いた。

また、一般的な比較材となるステアリン酸亜鉛、もしくは、エチレンビスステアロアמיד（以降 EBS）の単純混合粉は、V型混合機で15分混合して作製した。

2.2 混合粉の評価

2.2.1 粉体特性

混合粉の見掛密度、および流動度は、それぞれ JIS Z 2504, JIS Z 2502 に準拠し、2.5 mmφのロートと25 cm³のカップを使用して測定した。それぞれ3回測定し、その平均値を求めた。

2.2.2 充填性指標

粉箱、フィーダーから金型キャビティーへの粉の流動、充填挙動を簡易的に測定するために、以下の2種類の評価を行なった。

(1) ホッパー排出試験²⁾

図2に示したような、アクリル製の容器に一定量の鉄粉を所定形状に投入した後、容器底部にある2.5 mmφの排出孔（オリフィス）を開放し、粉体を排出する。流動性・充填性に優れた粉体は、排出孔を開放するだけで排出開始し、排出が進行するに伴い粉体層内の空洞が広がり、最後には粉体層上部に到達して停止する。一方、流動性・充填性に劣る粉体は、排出孔を開放しても排出しない。このとき、容器上部に一定の力で打撃を与え排出を促す。1回の打撃では、粉体層中の空洞は広がらず、少し広がるだけで排出はとまる。この場合は、再度打撃を与え、空洞が粉体層上部に貫通するまで繰り返す。打撃数が多いほど、流動・充填性は劣っていると判断できる。また、粉体層上部の開口部の幅は、広いほど、流動性・充填性が優れていると判断できる。

(2) 粒子間付着力

粉体の流動性、充填性には、粒子間の相互作用が影響すると考えられる。ここでは、パウダーベッドテスター

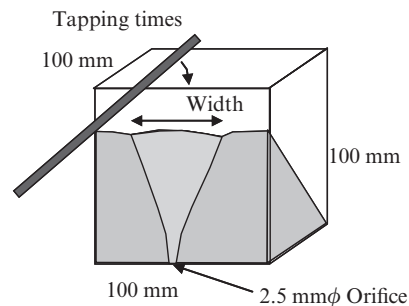


図2 ホッパー排出試験
Fig. 2 Discharge test from hopper

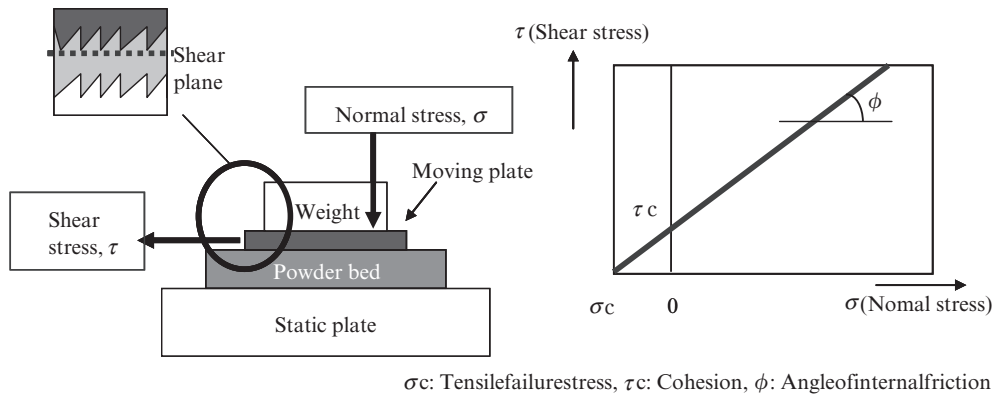


図3 粉体層せん断試験

Fig. 3 Shear test of powder bed

(三協パイオテク(株)製, PTHN-13BA)を用い, 粉体層のせん断破壊試験を行なうことで, 粒子間のせん断付着力および内部摩擦角を測定した。

図3にせん断試験の概略図を示す。測定に供する粉体は, 固定板の上に3mm厚の粉体層とした後, 6.9kPaの予備加圧を行なった。その後に, 粉体層上に所定の重さの錘をのせた可動板をのせ, 20mm/minの速度で引張り, この可動板を水平に移動させる。このときの水平方向に引く力を測定し, 動き始めの最大荷重 τ を測定する。錘と可動板の重量の合計を σ とし, σ を変えて τ を測定することで, τ と σ の関係を得ることができる。ここでは, $\sigma=0.21, 0.59$ kPaの2点とし, それぞれの τ を測定し, この2点を通る直線の縦軸切片から, せん断付着力を, その傾きから内部摩擦角を求めた。

2.3 連続成形時の重量変動

外径30mm, 内径20mm, 高さ30mmのブッシュ形状の成形体を連続成形し, 1つ1つの重量を測定することで, 現行材とクリーンミックス®ZEROの重量変動を比較した。成形体の密度は, 6.9 Mg/m^3 を目標とし, プレス開始時に10個程度成形し, 寸法, 重量を測定しながら, 充填深さを調整した。プレスは, 図4に示したような1000kN機械プレスを使用した。また金型の下パンチ側面にひずみゲージを貼り, 成形および抜き出し時に下パンチにかかる荷重を測定した。

成形速度は, 400個/時とし, 総数で300個成形した。途中100個成形した後に, 5分停止し, また200個成形した後に20分停止した。得られた成形体の重量は全数測定した。

2.4 充填試験

円筒状の部品用の金型を模したアクリル製の円筒キャビ

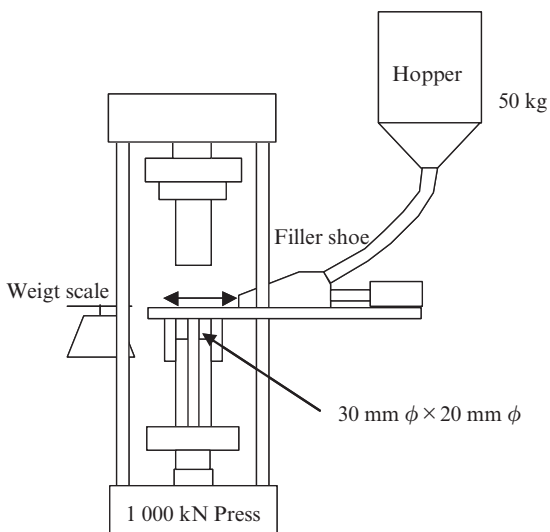


図4 連続成形用プレス

Fig. 4 Mass productive press

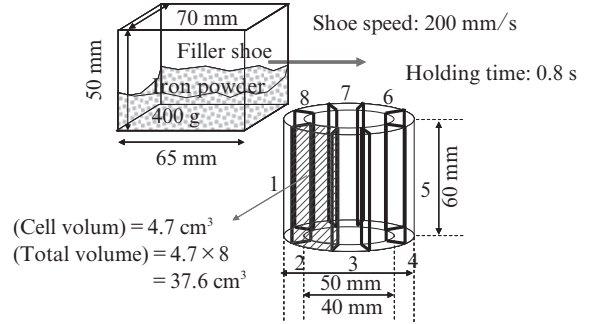


図5 円筒キャビティ充填試験

Fig. 5 Powder filling test to a bush cavity

ティーを用い, その上部を同じくアクリル製の粉箱を往復運動させて, 各種粉体の充填挙動を観測した。図5にその概要を示す。

円筒キャビティーは外形50mm, 内径40mm, 深さ60mmであり, この中に8枚の仕切り板が等間隔に入っている。また, キャビティー底部は, 仕切られた空間(以降セルと記す)ごとに底板をあけることができ, 8ヶ所のセルそれぞれに充填した粉体の重量を測定することができる。

粉箱は, 長さ65mm, 幅70mm, 高さ50mmの直方体であり, 上下面とも開放状態となっており, 上面から5mm ϕ のロートを使用して, 粉体を400g投入し, 金型を模したアクリル板およびキャビティー上を往復運動させることで, キャビティーに粉体を充填した。

今回, 粉箱の移動速度を200mm/sとし, キャビティー直上での停止時間を0.5秒として, 1往復後, キャビティー内それぞれのセルごとに充填された粉体の重量を測定した。測定終了後, キャビティーに入った重量分の新しい粉体をロートから粉箱に供給し, 粉箱内の粉体重量を再び400gとして, 次回の測定を行なった。今回10回の繰り返し測定を行なった。

ここに, セルの体積は 4.7 cm^3 である。(1)式に示したように, セルに充填した粉体の重量とこのセル体積にその粉体の見掛密度を乗じて求めた理論上の完全充填した重量との比をとり, 充填率とした。

$$\text{充填率} = \frac{\text{充填重量}}{\text{見掛密度} \times \text{セル体積}} \dots\dots\dots (1)$$

3. 結果と考察

3.1 混合粉の粉体特性

表1に今回使用した粉体の見掛密度と流動度を示す。EBSや, ステアリン酸亜鉛の単純混合粉は見掛密度が低く, また流動性も悪いことがわかる。特に, EBSの単純混合粉は,

表1 粉体特性

Table 1 Powder properties

	Apparent density (Mg/m ³)	Flowability (s/50 g)	Discharge test from hopper	
			Tapping times	Width (mm)
Zinc stearate	3.23	33.9	2	29
Ethylene-bisstearamide	2.90	No flow	24	8
Current product	3.46	23.6	2	22
JIP® Cleanmix ZERO	3.55	21.3	0	72

2.5 mm のロートでは流動しなかった。これに対し、クリーンミックス®粉は現行材、クリーンミックス ZERO いずれも見掛密度が高く、流動度も小さい。特にクリーンミックス ZERO の流動度は、21.3 s/50 g と最も小さかった。

3.2 混合粉の充填性指標

3.2.1 ホッパー排出試験¹³⁻¹⁴⁾

表1には、充填性の指標の一つであるホッパー排出の結果も示した。ここでは、EBSの単純混合粉が、打数24回、排出幅8 mmと極端に排出性が悪かった。ステアリン酸亜鉛の単純混合粉は、流動度は悪かったが、打数2回、幅29 mmと、現行材と同等以上の排出性を示した。クリーンミックス®ZEROは、打数0回、排出幅72 mmと、他の粉体では得られないような良好な排出性を示した。

3.2.2 粒子間付着力¹⁵⁾

図6に現行材とクリーンミックス®ZEROのせん断付着力および摩擦角を示す。現行材に比べ、クリーンミックス ZEROのせん断付着力は、1/2以下を示している。摩擦角もクリーンミックス ZEROの方が若干小さくなっているが、あまり大きな違いは認められなかった。クリーンミックス ZEROの一番の特長は、この付着力の小さいことであり、付着力を低減するための材料設計を行ってきた。

粉体層中の個々の粒子は、粒子間に働く相互作用、すなわち、付着力と摩擦力、それから重力（浮力）が釣り合うことで静止する（平衡状態になる）。重力に比べ、大きな付着力が働いている場合には、粒子同士凝集することで、流動性が悪化する。しかし、この粒子同士の凝集は不安定で、粒子間に働く付着力が緩和することで凝集は解け、流動性は回復する。なお、この凝集は、粉体の移動中に起こると考えられ、したがって連続成形中のホッパーから粉箱への粉の移動、粉箱の運動に伴う移動中、粉体は凝集し、流れにくい状態になっている。また、プレス停止時には粉体の移動はなく、凝集が解け、粉体の流動性は向上する。このため、停止直後の最初の成形では粉体の流動性がよく、キャビティーに粉体がよく充填し、重量が大きくなる。また、成形が繰り返されることで粉の移動は大きくなり、徐々に流動性

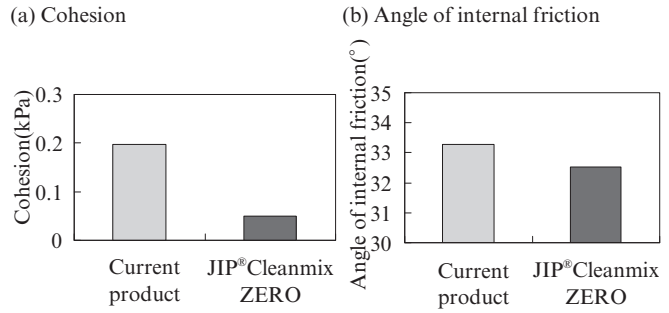


図6 粉体層せん断試験

Fig. 6 Shear test of powder bed

が悪化するに伴い重量が低下し、あるところで平衡状態となる。

付着力の大きな粉体の場合、凝集力が大きいため、連続成形中の流動性の悪化が大きく、成形が停止した場合、流動性が大きく回復し、再開直後の重量が大きくなる。一方、付着力の小さい粉体の場合には、連続成形時の流動性の悪化は小さく、したがって、成形再開後の重量増加も小さくなると考えられる。

3.3 連続成形時の重量変動

図7に現行材およびクリーンミックス®ZEROを使い、外径30 mmφ×高さ30 mmのブッシュの連続300個成形した際の重量変動を示す。いずれの場合も、大きく重量上昇しているところが2ヶ所ある。これは、100個および200個成

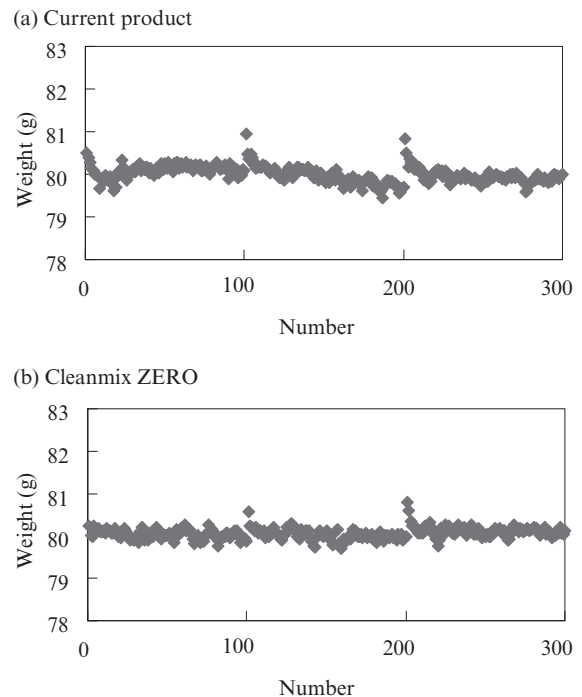


図7 成形体の重量

Fig. 7 Weight of green parts

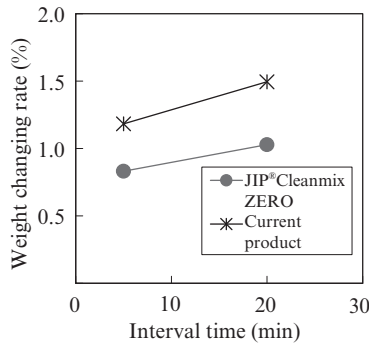


図8 停止時間と重量変化率の関係

Fig. 8 Relation of weight change rate with interval time

形後にプレスをそれぞれ5分、20分停止させ、その後再度プレス成形を開始した101個目、および201個目の重量を示している。再開後大きく重量増加するが、その後、じょじょに重量が減少し、3~5個目くらいで、全体の平均値程度の重量に戻る。現行材と比べると、クリーンミックスZEROの方が、重量の増加率が小さいことがわかる。

図8は、このプレス停止前後の重量変化率のプレス停止時間との関係を示す。現行材、クリーンミックスZEROともにプレスの停止時間が長くなるに従い、重量変化率が大きくなる。また、クリーンミックスZEROは、現行材の60%程度の重量変化率となっている。

この重量変化率が小さくなるのが、クリーンミックスZEROの最大の特長である。そして、このようになる理由は、先に述べたとおり、粒子間の付着力が低く、流動性の経時変化が小さいためと考えられる。

3.4 充填試験

3.3節の連続成形では、現行材とクリーンミックス®ZEROの個々の重量変動に大きな違いは認められなかった。ここでは、成形時の粉箱からキャビティーへの粉体の充填を模した試験を行ない、現行材とクリーンミックスZEROの充填挙動の違いを調査した。

図9に、クリーンミックスZERO、現行材およびステアリン酸亜鉛（以降ZnSt）の単純混合粉、EBS単純混合粉それぞれの8分割円筒径キャビティーのそれぞれのセルにおける充填率を示した。2種類の単純混合粉（ZnSt、EBS）は、他の混合粉と比べ、充填率が低い。また、セルの位置による充填率の違いが大きく、いずれも、1、2、8の位置の充填率が低く、3~6の位置の充填率が高い。

粉箱は、1の方向から5の方向に移動し、キャビティー上で0.5s停止後、再び、1の方向に逆行する。このため、本来は、1の位置上を粉体が通過する時間が長い。逆に5の位置は、粉体の通過時間が一番短い。したがって、粉箱から一定速度で、キャビティー内に粉体が落下するのであれば、1の位置の充填率が一番高く、5の位置の充填率が一番低く

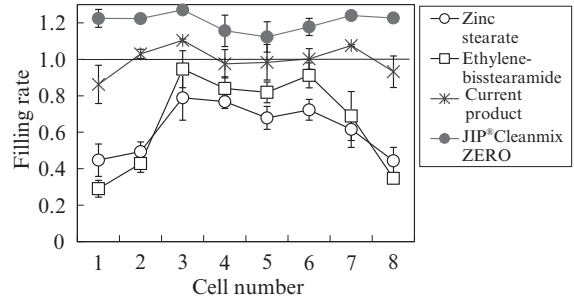


図9 円筒キャビティーにおける充填率

Fig. 9 Filling rate of mixed powders to bush cavity

なる。単純混合粉の充填率は、これとは逆傾向になっている。これは、粉体の流動性、充填性が悪く、粉箱が停止する際の衝撃で、粉体がキャビティー内に落下するためと考えられる。

これに対し、現行材の充填率は、全体的に高い。また、位置による充填率の差異が小さくなっている。これは、クリーンミックスとすることによって、粉体の見掛密度、流動性が向上したためと考えられる。

クリーンミックスZEROは、現行材よりさらに高い充填率を示し、位置による差異もさらに小さくなっている。また、その充填率は、1を超える値となっている。これは、JIS Z 2504のロートを使用し流動させながら充填した見掛密度に比べ、粉箱からキャビティーに一度に充填した充填密度の方が大きいためと考えられる。

また、図9中のエラーバーは、10回繰り返した際の各セルにおける充填率の標準偏差を示している。円筒キャビティー全体（各セルの和）の充填率の平均値と標準偏差は、現行材で、1.0, 0.03, クリーンミックスZEROで1.21, 0.01とその標準偏差は現行材に比べ小さくなっており、このことは、部品内の密度変動が小さいと同時に個々の充填（成形）での重量変動も小さいことを示している。本実験で、現行材とクリーンミックスZEROの充填性の差異が明確となった。

今回、連続成形実験では、現行材とクリーンミックスZEROの重量変動の差異を明確にできなかった。これは、粉箱とキャビティーの体積比（粉箱体積 / キャビティー体積）が連続成形では約70であったのに対し、充填試験では約6と小さく、連続成形では、先に述べた粉体の置換（移動）の影響を受けにくく、その分、重量変動の差異が顕著に現れなかったのではないかと考えている。クリーンミックスZEROは、連続成形時の個々の重量変動も現行材より、小さくできると考えられる。

4. おわりに

高密度成形用クリーンミックス®ZEROにおける粉体特性、

成形中の重量変動について、さまざまな角度からその挙動を観測し、以下の知見を得た。

- (1) 粉体特性では、クリーンミックス ZERO は、見掛密度が大きく、流動性に優れる。
- (2) 充填指標であるホッパー排出試験では、クリーンミックス ZERO は、非常に排出性に優れ、また排出後の開口部の幅も大きく、充填性に優れることが示唆される。
- (3) 粉体層のせん断試験では、付着力が小さいことが示され、これにより、クリーンミックス ZERO は、高い排出性、充填性を示すと考えられる。
- (4) 連続成形時、成形停止・再開後の重量変化率においても、クリーンミックス ZERO は、従来のクリーンミックスに比べて、その変化率が小さいことが確認できた。
- (5) 充填試験においても、クリーンミックス ZERO の高い充填性が確認でき、1 部品内部の密度分布も小さくできることが示唆された。

クリーンミックス ZERO は、成形時の部品間の重量変動を小さくできるだけでなく、部品内部における密度分布を小さくできると考えられ、従来では金型に均一に粉末が入らないために量産できなかった難成形部品への適用が期待される。

参考文献

- 1) Nakatani, K.; Takemoto, S.; Ueta, I.; Kondo, M. "A study of aeration powder filling method for high performance P/M parts." *Advanced in Powder Metallurgy and Particulate Materials*. 1999, vol. 7, p. 299-306.
- 2) Wu, C. -Y.; Dihoru, L.; Cocks, A. C. F. "The flow of powder into simple and stepped dies." *Powder Technology*. 2003, vol. 134, p. 24-39.
- 3) Wu, C. -Y.; Cocks, A. C. F.; Gillia, O. T. "Experimental and numerical investigations of die filling and powder transfer." *Advanced in Powder Metallurgy and Particulate Materials*. 2002, vol. 4, p. 258-272.
- 4) Wu, C. -Y.; Cocks, A. C. F.; Gillia, O. T.; Thompson, D. A. "Experimental and numerical investigations of powder transfer." *Powder Technology*. 2003, vol. 138, p. 216-228.
- 5) Schneider, L. C. R.; Cocks, A. C. F.; Apostolopoulos, A. "Comparison of filling behavior of metallic, ceramic, hard metal and magnetic powders."

- Powder Metallurgy*. 2005, vol. 48, p. 77-84.
- 6) Coube, O.; Cocks, A. C. F.; Wu, C. -Y. "Experimental and numerical study of die filling, powder transfer and die compaction." *Powder Metallurgy*. 2005, vol. 48, p. 68-76.
- 7) Budny, T. J. "Stick-slip friction as a method of powder flow characterization." *Powder Technology*. 1979, vol. 23, p. 197-201.
- 8) Mikami, T.; Kamiya, H.; Horio, M. "Numerical simulation of cohesive powder behavior in a fluidized bed." *Chemical Engineering Science*. 1998, vol. 53, p. 1927-1940.
- 9) Mikami, T. "Agglomerating fluidization of liquid/solid bridging particles and its control." Tokyo University of Agriculture and Technology, 1998. Doctor of Engineering Thesis.
- 10) Nakatani, K.; Katsukawa, Y.; Kobayashi, T.; Takemoto, S. "Effect of apparent density in a filler foe on the weight variation." *Abstracts of Autumn Meeting of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy 2007*. Kyoto, p. 112.
- 11) Nakatani, K. "Effect of the history of powder movement on filling density." *Abstracts of Autumn Meeting of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy 2009*. Nagoya, p. 119.
- 12) Nakatani, K. "Effect of the History of Powder Movement on Filling Density." *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*. 2011, vol. 58, p. 125-127.
- 13) Uenosono, S.; Ozaki, Y.; Sugihara, H. "Development of a high Flowable Segregation-free Iron Based Mix with Wax Lubricant." *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*. 2001, vol. 48, p. 305-310.
- 14) Ozaki, Yukiko; Unami, Shigeru; Uenosono, Satoshi. *Kawasaki Steel Giho*. 2001, vol. 33, no. 4, p. 170-174.
- 15) Uenosono, S.; Ozaki, Y.; Ogura, K.; Nakano, Y. "Factors Determining Flowability of Segregation-free Iron Powder with Lubricant Containing Was." *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*. 1998, vol. 45, p. 849-853.



尾野 友重



尾崎由紀子