

平成 26 年度 戦略的基盤技術高度化支援事業

「事業名：金属粉末成形用の金型潤滑油と塗布システムの開発」

研究開発成果等報告書

平成 27 年 3 月

委託者 関東経済産業局

委託先 公益財団法人 埼玉県産業振興公社

<成果報告書 目次>

| | |
|------------------------------|-------------------------------|
| 第1章 <u>研究開発の概要</u> | 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標 |
| | 1-1-1 研究開発の背景 |
| | 1-1-2 研究開発の目的 |
| | 1-1-3 研究の目標 |
| | 1-1-4 本助成事業で入手した評価・分析機器類 |
| 1-2 研究体制 | 1-2-1 研究組織及び管理体制 |
| | 1-2-2 管理員及び研究員 |
| | 1-2-3 経理担当者及び業務管理者 |
| | 1-2-4 他からの指導・協力者 |
| | 1-2-5 研究開発推進委員会 委員 |
| 1-3 研究成果 概要 | 1-3-1 研究開発の方向性 |
| | 1-3-2 研究スケジュール |
| | 1-3-3 研究成果のまとめ |
| | 1-4 当該研究開発の連絡窓口 |
| 第2章 <u>本論</u> | 2-1 潤滑油組成の研究 |
| | 2-1-1 溶媒の質と油膜形成能力の研究 |
| | 2-1-2 油膜形成能力と油膜強度の研究 |
| | 2-1-3 暫定組成の決定 |
| | 2-2 高密度圧縮成形の研究 |
| | 2-2-1 金属粉体と金型間の摩擦の研究 |
| | 2-2-2 成形後の圧粉体の内部構造の解析 |
| | 2-2-3 金型潤滑用の高密度成形用原料の検討及び高密度化 |
| | 2-2-4 潤滑油組成による摩耗低減の研究 |
| | 2-2-5 金型への耐摩耗性を組み込んだ潤滑油配合の選択 |
| | 2-3 潤滑油塗布方式の検討 |
| | 2-3-1 塗布用ノズル形状の検討 |
| | 2-3-2 塗布量への温度の影響把握 |
| | 2-3-3 塗布ノズルの最適設置方法の検討 |
| | 2-4 脱バインダ工程での改善 |
| | 2-4-1 脱バインダ工程での生産性向上 |
| 2-4-2 脱バインダ工程での焼結製品の性能向上 | |
| 2-4-3 脱バインダ工程での焼成ガスの質と量の把握 | |
| 最終章 <u>全体総括</u> | 1. 研究の概要 |
| | 2. 研究目標 |
| | 3. 研究成果 |
| | 4. 研究課題 |
| | 5. 事業化計画 |
| <u>参考文献</u> | |

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-1-1 研究開発の背景

自動車業界では競争力向上のための燃費向上とコスト削減が急務であり、産業機器や情報機器業界では小型化とコスト削減が求められている。特に、海外との競争力向上が不可欠であり、優れた技術を活用した空洞化の阻止が求められている。しかも、優れた技術は数年もたてば一般化されるので、より優れた技術の開発が望まれ、常に研究開発が必要な状況となっている。また、自動車業界の燃費向上による環境保護に加え、全業種に共通な環境保護として、生産工程から排出される粗悪ガスの低減も求められている。

燃費向上、コスト削減、環境保護等に関し、生産技術から見ると、長短・良否が複雑に絡み合い、現時点で最適な各種の方法で各種部品は生産されている。例えば、切削、鍛造、鋳造、プレス、粉末冶金等の方法があり、概して、切削が最も強度が高く、粉末冶金は強度が低い。しかし、コストに強く影響する量産性の点では、粉末冶金が優れ、切削が劣る。各種生産工程の欠点を補い、高機能化した部品の生産が望まれている。

1-1-2 研究開発の目的

粉末冶金法で生産される焼結合金製品は、量産が可能で、寸法精度がある程度良いので仕上げ工程が容易であり、歩留まりも良いのでコスト削減に適している。一方、欠点として、次の点が挙げられる。

1. 単軸成形プレスを使用し金属粉を圧縮するので製品形状に制約がある。
2. 空隙が残るので強度的に難点があり大型製品には不向き。
3. 焼結工程では、粉体潤滑剤を燃焼させる工程で分解ガスが発生する。

このような背景の中で、焼結製品に対し 次の様な研究が実施されている。

1. 磁性部品への用途拡大
2. 小型化のための強度向上、特に、粉体金属原料の配合を通じた製品の高密度化
3. 優れた寸法精度および高品質で高付加価値化

三年間にわたる本研究開発の目的は、前述2項の強度向上のための高密度化と3項の職場環境改善のための分解ガス低減である。具体的な目的は ①高密度化の阻害要因と見られる従来工程で使われている「粉体金属原料への粉体潤滑剤（例：ステアリン酸亜鉛 ZnSt）の混合」に換えて、「金型・粉体間を潤滑する優れた潤滑性を有する潤滑油」の開発と ② 少量の潤滑油を金型に塗布可能な塗布システムの構築である。

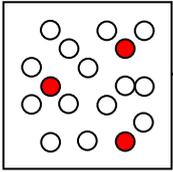
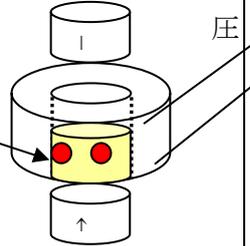
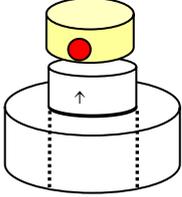
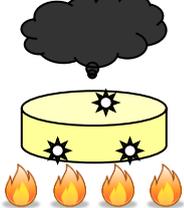
1-1-3 研究の目標

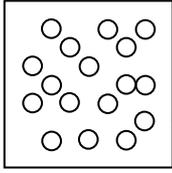
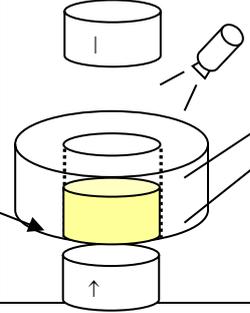
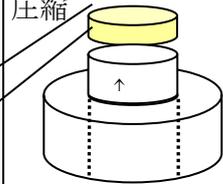
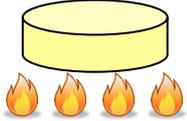
上述の目的に対し、本研究の目標は次の4項目である。

1. 製品の密度を従来の 6.8 g/cm³ から 7.5 g/cm³ へ高密度化することで、製品強度を高め、高機能化
2. 成形工程での圧粉体の抜き出し時の圧力を 20%低減し省エネルギー化
3. 圧粉体の結合力を高めるための焼結工程中の脱バインダ工程(600℃)を 30 分から 1 分へ短縮し、省エネルギー化
4. 脱バインダ工程で発生する分解ガスを 90%削減

即ち、従来生産工程を改善し、高機能化(空隙率 削減による高強度化)、焼結工程の省エネ化と職場環境の改善を目指すことである。生産工程改善の方向性を表一1にまとめ、説明を加える。また、高度化に係る具体的な研究目標、数値目標及び本事業の目標を表一2にまとめる。

表一1：生産工程の改善

| | | | | |
|-------|---|---|--|---|
| 従来の工程 |  |  |  |  |
| | 鉄金属粉末と0.8wt%の粉末潤滑剤(赤丸)を混合 | 充填⇒圧縮成形 | 抜き圧を掛け圧粉体を抜出す | 焼結工程中の脱バインダ工程 600℃ x 30分 |
| 課題 | | 高密度化出来ない | 肌にアバタあり | 分解ガスの煙が多い |

| | | | | |
|-------|--|--|---|--|
| 新たな工程 |  |  |  |  |
| | 鉄金属粉末のみ使用 粉末潤滑剤なし | 潤滑油塗布⇒充填 ⇒圧縮成形 | 圧粉体を抜出す | 焼結工程中の脱バインダ工程 600℃x 1分 |
| 効果 | | 空孔(空隙)を 50%削減 し、高密度化。 | 従来の抜き圧を 20%低減 。 肌がきれい | 燃焼ガスを 90%削減 。 製品の寸法精度も良い。 |

従来技術では金属粉末(鉄粉が主成分)に約0.8wt%の粉体潤滑剤(主にステアリン酸亜鉛石鹸、以降にZnSt石鹸と称す)を混合し、圧縮成形し、焼結工程で粉体潤滑剤を焼き飛ばしている(上図参照)。圧縮した粉体は「圧粉体」と呼ばれ、この状態では構造材料としての強度は不足しており、机の上から落とすと壊れる程度の強度しかない。しかし、この圧粉体を融点以下の温度(1000℃)の焼結工程で加熱すると、粉体粒子間で結合が起こり、粉体の強度は飛躍的に向上する。その為、次の課題が存在する。

- ① 圧縮工程で、粉体潤滑剤が圧縮を妨げるので、密度が低い
- ② 粉体潤滑剤の体積相当分、高密度化が出来ない。
- ③ 圧粉体を抜き出す際の外観は、粉体潤滑剤のためアバタが多い。
- ④ 脱バインダ工程で、粉体潤滑剤が熱分解しガス化する。
- ⑤ 焼結製品に粉体潤滑剤の分解による空隙が残り密度を高くすることが困難である。

新技術では、焼結工程で多量のガスを発生する粉末潤滑剤に代えて、少量の液体潤滑油を金型に塗布する。この新技術は次の点で従来技術の課題を解決する。その期待値は次の通り。

- ① 粉体潤滑剤を排除し、金型に少量塗布した液体潤滑油で圧縮するので圧粉体の空隙が 50%以上減り、高密度化する、
- ② 金型と原料の金属粉末間の摩擦も低減できる、
- ③ 圧粉体の抜き出時の圧力を約 20%低減できる、
- ④ 粉体潤滑剤が無いため、圧粉体の表面がスムーズになり光沢が増す、
- ⑤ 粉体潤滑剤が無いため、焼結工程中の熱分解ガスを 90%以上削減できる、
- ⑥ 焼結製品に粉体潤滑剤の燃焼した空隙がなくなり、密度が高まる。その結果、焼結製品の密度が従来の 6.8g/cm³ から 7.5g/cm³ 以上となり、強度が高まる。

新技術を実現するためには、0.1 cc 程の少量塗布が可能なシステムも開発する。過去に、潤滑油方式は検討されてはいたが、高粘度潤滑油のため油の付着が多く不均一塗布で、焼結後の空隙が多く、量産技術として普及してはいない。本研究では溶剤を活用した「揮発型で、かつ、低粘度」の潤滑油により過剰な付着を避け、薄い油膜で金型を覆うため、少量でも付着効率の高い潤滑油を開発する。加えて、微量塗布を可能とする塗布システムを開発する。

表一 2：具体的な研究目標

| 課題 | 高機能化 | 環境配慮—1 | 環境配慮—2 |
|-------|--|--|----------------------|
| 研究目標 | 高密度化 | 省エネルギー | 環境対応 |
| 方向性 | 圧縮工程で、従来の粉体潤滑剤（石鹼）に換え、金型へ潤滑油を塗布する | 圧縮工程で排除された粉体潤滑剤に代わる少量の付着潤滑油を焼成する | |
| 数値目標 | 従来の 6.8 g/cm ³ から 7.5 g/cm ³ へ高密度化。 従来の空隙率を 50%低減 | 圧粉体を抜き出す際の圧力（金型・圧粉体間の摩擦抵抗）を 20%低減。 脱バインダ工程を従来の 30 分から 1 分へ短縮。 | 焼成工程で発生する分解ガスを 90%削減 |
| 事業の目的 | ①金型に塗布する高性能潤滑油の開発 ②微量均一塗布システムの開発 | | |

なお、高密度化の目標を 7.5g/cm³ に設定した理由は、次の通り。

従来技術の密度 6.8g/cm³ では、強度が低く、焼結製品の適用範囲に制約があり、小型機器類、低荷重の機器類に限定されている。焼結製品の強度を高める手法として、高密度化が検討されており、溶解鉄から成形した純鉄の 7.78g/cm³ が到達密度の最大値である。焼結製品であれば空隙が少なからずも残存するので 7.6g/cm³ を超えることは困難と考えられている。一方、市場では 7.3g/cm³ を高密度品と歌っており、この値を超えることが望まれている。市場に無い高密度品であり、ユーザーからの要求値をに基づいた目標値ではない。高密度の製品による焼結合金の適用範囲拡大を図りたいとの望みから、7.5g/cm³ を目標値としたものである。

1-1-4: 本助成事業で入手した評価・分析機器類

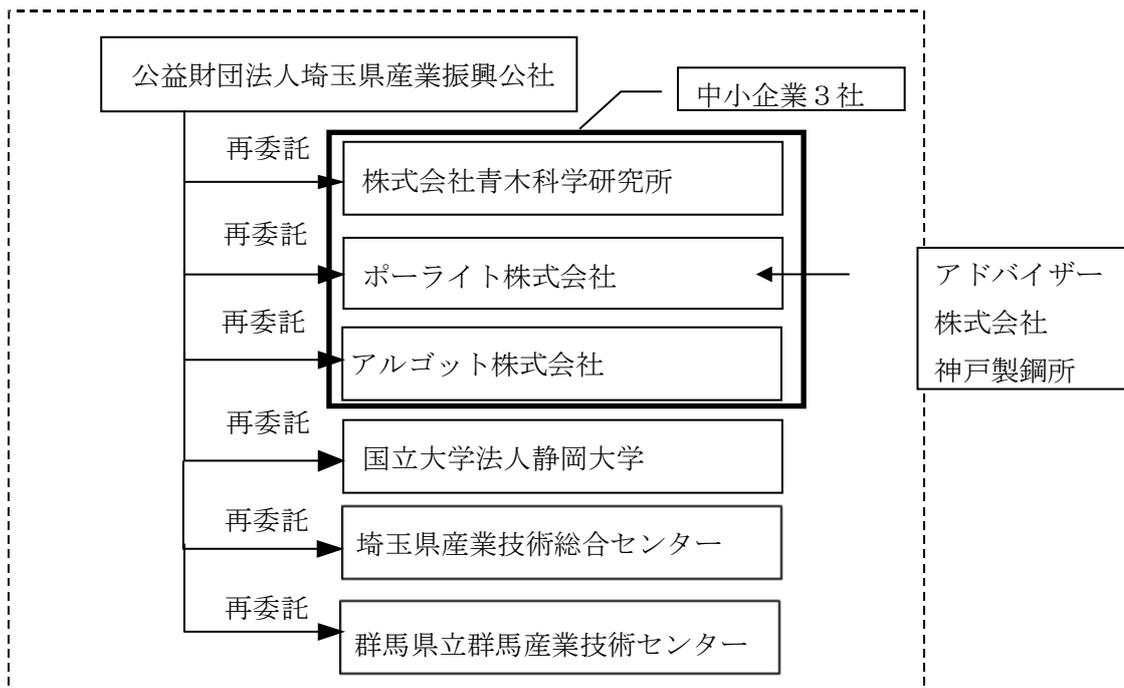
(表-3) 分析機器類

| 機器名称 | 研究項目番号 | 主な用途 | 図番号 | 設置場所 |
|----------------|--------|--------------------|-------|-------|
| 摩擦係数評価試験機 | 2-1-2 | 摩擦係数の測定 | 図-4 | 青木科学 |
| 摩擦摩耗試験機 | 2-2 | 実機相当の摩耗測定 | 図-4 5 | ポーライト |
| 微細穴開け加工システム | 2-3-1 | 0.1-1mm の穴開け加工 | 図-5 8 | アルゴット |
| ノズル液量測定観察評価機 | 2-3-2 | 潤滑油塗布量の計測 | 図-6 2 | アルゴット |
| 潤滑油ガス量評価装置 | 2-4-1 | 試料から発生するガスの量及び成分分析 | 図-7 8 | 青木科学 |
| 潤滑油ガス化温度精密評価装置 | 2-4-3 | 試料が揮発・分解する温度の計測 | 図-7 9 | 青木科学 |
| 潤滑油成分評価機 | 2-4-3 | 微量油分の分析 | 図-8 0 | 青木科学 |

1-2 研究体制

1-2-1 研究組織及び管理体制:

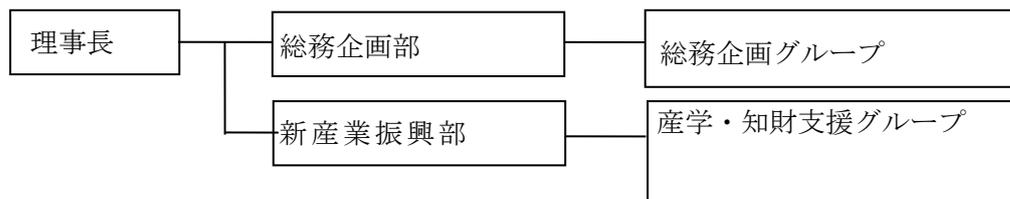
表-4: 研究組織 (全体)



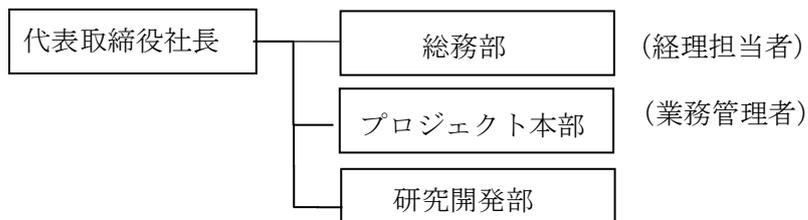
総括研究代表者 (PL)
株式会社 青木科学研究所
研究開発部 主席研究員
小松原 博昭

副総括研究代表者 (SL)
ポーライト株式会社
機械部品技術部 係長
松田 浩二

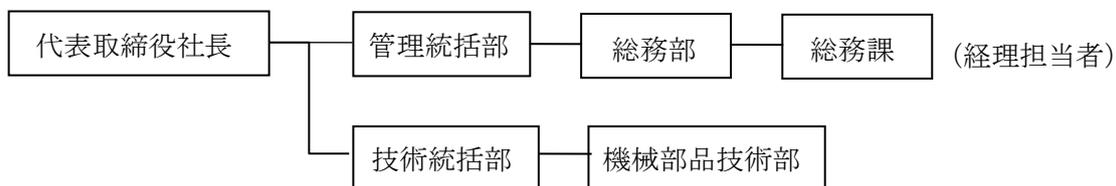
1. 事業管理機関（公益財団法人埼玉県産業振興公社）



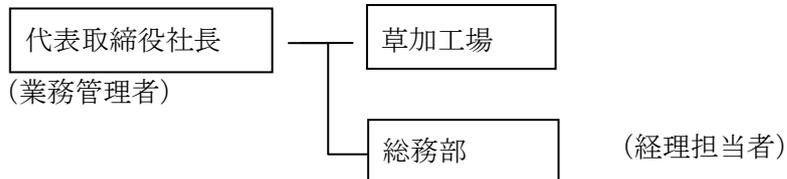
2. 株式会社 青木科学研究所



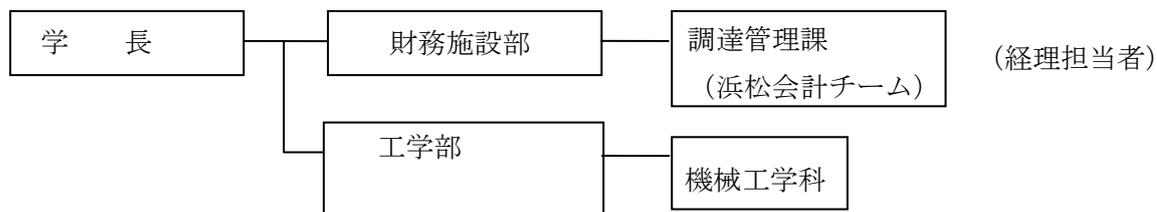
3. ポーライト株式会社



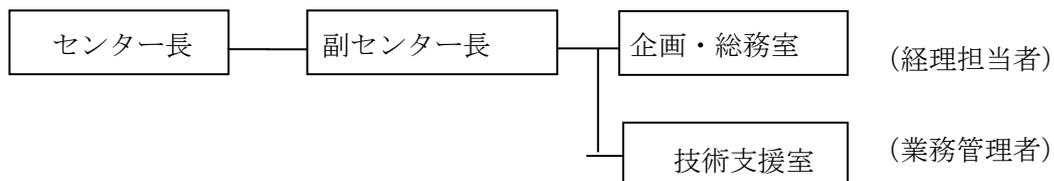
4. アルゴット株式会社



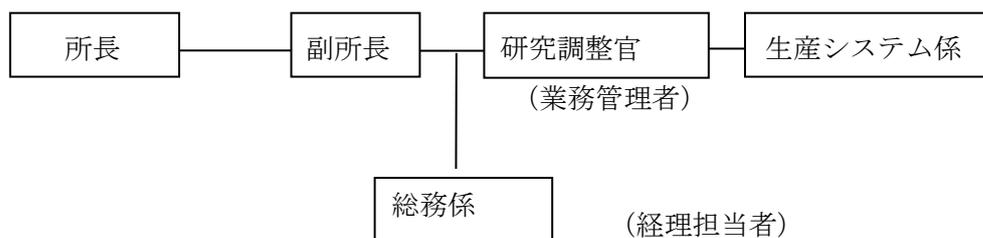
5. 国立大学法人静岡大学



6. 埼玉県産業技術総合センター



7. 群馬県立群馬産業技術センター



1-2-2 管理員及び研究員

表-5

| 区分 | 氏名 | 所属 | 役職 | 実施内容 (H26年度の 研究番号) |
|-------|--------|-----------------|--------------------------|--------------------------|
| 事業管理者 | 高橋 法幸 | 公益財団法人埼玉県産業振興公社 | 新産業振興部 産学・知財支援グループ 主任調査役 | ⑤ |
| | 神山 明 | | 総務企画部 総務企画グループ 主査 | ⑤ |
| 再委託先 | 小松原 博昭 | 株式会社 青木科学研究所 | 研究開発部 主席研究員 | ①、②、④ |
| | 小林 正尚 | | 研究開発部 主任研究員 | ①、②、④ |
| | 清水 俊明 | | 研究開発部 主任研究員 | ①、②、④ |
| | 松田 浩二 | ポーライト株式会社 | 機械部品技術部 係長 | ②、③、④ |
| | 岩崎 達也 | | 機械部品技術部 | ②、③、④ |
| | 白鳥 英睦 | | 機械部品技術部 | ②、③、④ |
| | 加藤木 幸一 | アルゴット株式会社 | 取締役工場長 | ③ |
| | 福島 浩之 | | 草加工場 技術担当 | ③ |
| | 中村 保 | 国立大学法人 静岡大学 | 工学部 機械工学科 特任教授 | ② |
| | 平松 伸康 | | 工学部 学術研究員 | ② |
| | 永野 正明 | 埼玉県産業技術総合センター | 技術支援室 材料技術担当部長 | ④ |
| | 秋山 稔 | | 技術支援室 材料技術担当 主任 | ④ |
| | 小宅 勝 | 群馬県立群馬産業技術センター | 研究調整官 | ② |
| | 高橋 勇一 | | 独立研究員 | ② |

1-2-3 経理担当者及び業務管理者：

表-6

| 区分 | 担当 | 氏名 | 所属 | 役職 |
|-------|----|-------|-----------------|---------------------|
| 事業管理者 | 経理 | 神山 明 | 公益財団法人埼玉県産業振興公社 | 総務企画部 総務企画グループ 主査 |
| | 業務 | 萩 豊 | | 新産業振興部 部長 |
| 再委託先 | 経理 | 大野 孝浩 | 株式会社青木科学研究所 | 総務部 経理課長 |
| | 業務 | 大平 博文 | | プロジェクト本部 本部長付 |
| | 経理 | 新井 邦夫 | ポーライト株式会社 | 管理統括部 総務部 総務課 課長 |
| | 業務 | 島田 登 | | 技術統括部 機械部品技術部 部長 |
| | 経理 | 角田 妙子 | アルゴット株式会社 | 総務部 |
| | 業務 | 三共 明康 | | 代表取締役社長 |
| | 経理 | 松村 祐 | 国立大学法人静岡大学 | 財務施設部 調達管理課長 |
| | 業務 | 天野 宗恒 | | 工学部 企画係長 |
| | 経理 | 山岸 善行 | 埼玉県産業技術総合センター | 企画・総務室 総務・経理担当 担当部長 |
| | 業務 | 増田 伸二 | | 技術支援室 副室長 |
| | 経理 | 森本 寛枝 | 群馬県立群馬産業技術センター | 総務係 |
| | 業務 | 上山 修 | | 研究調整官 |

1-2-4 他からの指導・協力者

アドバイザー：西田 智

株式会社神戸製鋼所 鉄粉本部 鉄粉企画室 商品技術担当 課長

1-2-5 研究開発推進委員会 委員

表-7

| 氏名 | 所属・役職 | 備考 |
|--------|---------------------------------|------|
| 小松原 博昭 | 株式会社青木科学研究所 研究開発部 主席研究員 | 委 PL |
| 小林 正尚 | 株式会社青木科学研究所 研究開発部 主任研究員 | 委 |
| 清水 俊明 | 株式会社青木科学研究所 研究開発部 主任研究員 | 委 |
| 松田 浩二 | ポーライト株式会社 機械部品技術部 係長 | 委 SL |
| 岩崎 達也 | ポーライト株式会社 機械部品技術部 | 委 |
| 白鳥 英睦 | ポーライト株式会社 機械部品技術部 | 委 |
| 加藤木 幸一 | アルゴット株式会社 取締役工場長 | 委 |
| 福島 浩之 | アルゴット株式会社 草加工場 技術担当 | 委 |
| 中村 保 | 国立大学法人静岡大学 工学部機械工学科 特任教授 | |
| 永野 正明 | 埼玉県産業技術総合センター 技術支援室 材料技術担当部長 | |
| 秋山 稔 | 埼玉県産業技術総合センター 技術支援室 | |

| | | |
|-------|--|--------|
| | 材料技術担当主任 | |
| 小宅 勝 | 群馬県立群馬産業技術センター 研究調整官 | アドバイザー |
| 西田 智 | 株式会社神戸製鋼所 鉄粉本部 鉄粉企画室 商品技術担当 課長 | |
| 石井 博之 | 公益財団法人埼玉県産業振興公社 産学連携コーディネーター | |
| 高橋 法幸 | 公益財団法人埼玉県産業振興公社 技術支援部 産学・知財支援グループ 主任調査役 | |

1-3 研究成果 概要

1-3-1 研究開発の方向性

本研究は、粉末冶金の生産工程の改善を通し、製品の高機能化 および職場での環境性向上を目標としている。具体的な目標は、1-1-3「研究の目標」に述べるように、次の通りである。

- ① 製品密度を 6.8 g/cm³ から 7.5 g/cm³ へ高密度化
- ② 圧粉体の抜き出し圧力（金型と圧粉体間の摩擦抵抗）を 20%低減
- ③ 脱バインダ工程(600℃)を 30 分から 1 分へ短縮
- ④ 脱バインダ工程での分解ガスを 90%削減である。

この目標を実現するために取り組む「生産工程の改善」は、従来工程での「粉体金属原料への粉体潤滑剤（例：ステアリン酸亜鉛）の混合」に換えて、A)優れた潤滑性を有する潤滑油で金型・粉体間を潤滑することと、B)少量の潤滑油を金型に塗布することである。

従って、本研究の実施項目は、 a)優れた潤滑油の開発 b)塗布システムの開発、c)その効果の確認である。そのため、本研究の具体的な研究テーマを次の様に設定した。

1. 潤滑油組成の研究（実施：株式会社青木科学研究所）（以下の番号は、経産省との契約番号に一致）

①-1 溶媒の質と油膜形成能力の研究

金型面上での潤滑油有効成分の付着効率を高め、少量塗布条件下でも厚い油膜を形成させるため、有効成分を固定しながら、潤滑油に配合する溶媒の質を研究する。①-2、②-1、②-5で検討した潤滑油成分を加味しながら最終配合のための溶媒の質を決定する。

①-2 油膜形成能力と油膜強度の研究

油膜形成能力の高い暫定組成の潤滑油を使い、実生産機に近い高圧潤滑条件下で、油膜形成能力と油膜強度の関係を検証する。

①-3 暫定組成の決定

以下の②、③、④項の研究で使用する潤滑油の暫定組成を決定する。

2. 高密度圧縮成形の研究（実施：国立大学法人静岡大学、ポーライト株式会社、群馬県立群馬産技術センター、株式会社青木科学研究所）

②-1 金属粉体と金型間の摩擦の研究

金型に投入した金属粉体を圧縮する際の圧縮圧を低減するための最適な潤滑油組成を検討する。

- ②-2 成形後の圧粉体の内部構造の解析
従来技術で使われている粉体潤滑剤（金属石鹸）から液体の潤滑油へ変更した場合の粉末冶金圧粉体の内部構造について、X線構造解析を行う。
 - ②-3 金型潤滑用の高密度成形用原料の検討
金型潤滑油用の原料用金属粉体の粒度径を最適分布に調整し、粉末形状変更による高密度化の試験を行う。加えて、原料用金属粉体の質的変更（例：銅成分の増加等）に対する潤滑油の適用能力及び金型寿命への影響を検証する。
 - ②-4 潤滑油組成による摩耗低減の研究
②-3の結果を踏まえ、潤滑油に耐摩耗防止剤等を混合し、添加剤の違いによる金型摩耗の研究を通し、①-3項で選んだ潤滑油の暫定組成を改良する。
 - ②-5 金型への耐摩耗性を組み込んだ潤滑油配合の選択
②-4の結果を活用し、量産条件下の圧縮工程での耐摩耗性試験を実施し、優れた耐摩耗性を示す最適な潤滑油の最終配合を見出す。
3. 潤滑油塗布方式の検討（実施：アルゴット株式会社、ポーライト株式会社）
液体の潤滑油を金型へ微量、かつ、均一に塗布する技術を開発するため、潤滑油塗布方式を検討する。
- ③-1 塗布用ノズル形状の検討
粉末冶金の生産工程にある装置サイズは幅広いが、全装置に対し2~3種類のノズルで対応することを目指し、噴射先が金型側面と上パンチの2か所のノズルを試作する等、ノズル形状・穴径と塗布油量の関係を検討する。
 - ③-2 塗布量への温度の影響把握
潤滑油の流量は温度依存性があることから、少量塗布を精度良く管理するため、塗布量に対する温度の影響を把握する。昨年度は常温での影響を把握したが、最終年度は油温10℃から50℃の範囲で影響を把握する。
 - ③-3 塗布ノズルの最適設置方式の検討
塗布ノズルの動力源として、現行の粉末冶金生産装置の可動部分を活用することで、新たにコンプレッサーを設置せずに塗布可能なシステムを構築する。また、サイクルタイムを増加させない塗布方式も検討する。
4. 脱バインダ工程での改善（実施：ポーライト株式会社、株式会社青木科学研究所、埼玉県産業技術総合センター）
- ④-1 脱バインダ工程での生産性向上の検討
焼結工程中の脱バインダ工程の加熱時間（600℃×30分）をどこまで削減できるか、圧粉体へ付着させる潤滑油を最小限に抑え、検証する。
 - ④-2 脱バインダ工程での焼結製品の性能向上
「少量潤滑油塗布」方式による熱分解生成物の低減を通じた焼結合金の製品外観および性能向上を検証する。
 - ④-3 脱バインダ工程での燃焼ガスの質と量の把握
従来技術と新技術での分解ガスの質（組成）と量を把握し、職場環境の改善効果を確認する。この分解ガスであるZnO（酸化亜鉛）も含まれる。

1-3-2 研究スケジュール；

表-8

| | H24年度 | | | | H25年度 | | | | H26年度 | | | |
|----------------------------|-------|----|----|----|-------|----|----|----|-------|----|----|----|
| | 1Q | 2Q | 3Q | 4Q | 1Q | 2Q | 3Q | 4Q | 1Q | 2Q | 3Q | 4Q |
| ①潤滑油組成の研究 | | | | | | | | | | | | |
| ①-1 溶媒の質と油膜形成能力の研究 | | ←→ | | | | | | ←→ | | | | |
| ①-2 油膜形成能力と油膜強度の研究 | | | ←→ | | | | | | ←→ | | | |
| ①-3 暫定組成の決定 | | | | | ←→ | | | | | | | ←→ |
| ②高密度圧縮成形の研究 | | | | | | | | | | | | |
| ②-1 金属粉体と金型間の摩擦の研究 | | | | ←→ | | | | | | ←→ | | |
| ②-2 成形後の圧粉体の内部構造の解析 | | | | ←→ | | | | | ←→ | | | |
| ②-3 金型潤滑用の高密度成形用原料の検討 | | | ←→ | | | | | | | | | |
| ②-4 潤滑油組成による摩耗の低減の研究 | | | | | | | | ←→ | ←→ | | | |
| ②-5 金型への耐摩耗性を組み込んだ潤滑油配合の選択 | | | | | | | | ←→ | ←→ | | | |
| ③潤滑油塗布方式の検討 | | | | | | | | | | | | |
| ③-1 塗布用ノズル形状の検討 | | ←→ | | | | | | | ←→ | | | |
| ③-2 塗布量への温度の影響把握 | | ←→ | | | | | | | ←→ | | | |
| ③-3 塗布ノズルの最適設置方式の検討 | | | | | ←→ | | | | | | | |
| ④脱バイнда工程での改善 | | | | | | | | | | | | |
| ④-1 脱バイнда工程での生産性向上 | | | ←→ | | | | | ←→ | | | | |
| ④-2 脱バイнда工程での焼結製品の性能向上 | | | | | | | ←→ | | | | | |
| ④-3 脱バイнда工程での燃焼ガスの質と量の把握 | | | | | | | ←→ | | | | | |
| ⑤プロジェクトの管理・運営 | | | | | | | | | | | | |
| 研究開発推進委員会 | | | ○ | ○ | | | ○ | ○ | | | ○ | |
| 成果報告書作成 | | | | ○ | | | | ○ | | | | ○ |

1-3-3 研究成果のまとめ

全体の研究成果、高度化目標と達成度を表-9にまとめ、主要研究項目について、下に説明する。

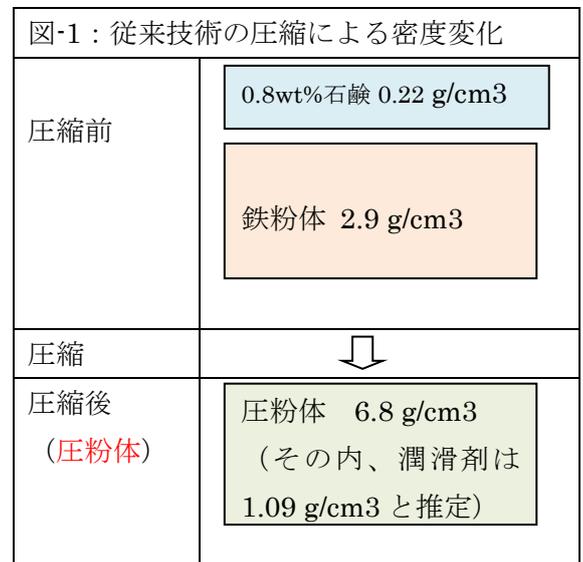
表-9 ; 成果のまとめ

| 目標 | 具体的項目 | 従来技術 | 新技術目標 | 達成度 |
|------|---------------------|-----------------------|-----------------------------|---|
| 商品開発 | 金型潤滑油 | なし | 開発する | 100%達成し、開発した |
| | 潤滑油塗布システム | なし | 開発する | 100%達成し、開発した |
| 新技術 | 新圧縮工程の確立 | なし | 確立する | 確立した。 金型に潤滑油を 0.1cc 塗布。 潤滑剤(ZnSt 石鹼)を 75%低減し鉄原料と混合、充填。50%高压で圧縮。 |
| 高度化 | 高密度化 | 6.8 g/cm ³ | 7.5 g/cm³ | 7.5g/cm³ と 100%達成 |
| | 空隙率低減 | 基準 (12.6%) | 50%低減 | 3.6%の空隙率となり、71%低減と大幅に目標を超えた |
| | 抜き圧削減 | 基準 (23MPa) | 20%低減 | 11MPa となり、52%の低減と大幅に目標を超えた |
| | 省エネルギー 焼成予熱時間 | 30 分 | 1 分 (29 分短縮) | 7.5 分 (推定) へ短縮し、目標の 75%を達成 |
| | 環境対応 焼成炉の分解ガス | 基準 (100%) | 90%削減 | 75%削減し、目標の 83%を達成と推定 (H28 年頃に実際の炉を使い補完研究で確認) |
| 焼結製品 | 圧環強度 | 基準 (800MPa) | 向上 | 1800MPa となり、2 倍強度が向上した |
| | 回転曲げ強度 | 基準 (210MPa) | 向上 | 350MPa と推定され、1.7 倍強度が向上する |
| | 外観 | 基準 | 外観の向上 | スムーズで綺麗 |
| | 硬度 | 基準 (72) | 硬度向上 | 90 ビカース硬度となり、25%向上 |
| 生産効率 | 潤滑油による連続生産性 (金型の摩耗) | 基準 | 同等 | H27 年、基準・達成度ともに同一条件下で補完研究を実施し、確認する |

1. 高密度化

従来技術の課題は 3 種類あり。

- A) 密度の低い粉体 ZnSt 石鹼 (潤滑剤) を含有する圧粉体は 6.8 g/cm³ と密度が低い (図-1)。加えて、潤滑剤が焼成工程で分解し、空隙を残し、高密度化できない。
- B) ZnSt 石鹼を低減すると、通常圧では潤滑性が不足し、粉体間の摩擦が増加し、高密度化できない (7.0 g/cm³ 以下)
- C) ZnSt 石鹼を低減し高压で圧縮すると高密度化に向かうが、到達密度は低く、潤滑性不足により金型にカジリが発生する。



解決策として、金型・鉄原料間の摩擦を低減するため金型に潤滑油を塗布する。これが新技術であり、**いわば、ZnSt 石鹼の低減による摩擦上昇を潤滑油で補うものである。**

開発初期には、「ZnSt 石鹼ゼロ」を想定したが、従来の 0.8% の 1/4 である 0.2wt% 混合と高圧圧縮で、高度化目標の 7.5 g/cm³ の高密度化を達成できた。なお、潤滑油塗布により、摩擦が低減し従来の 50% も高い 1200MPa で圧縮可能となった。

2. その他の項目

その他の項目は、上記の高密度化のため「ZnSt 石鹼を従来の 0.8wt% から 1/4 量の 0.2wt% へ低減」することに付随して得られた効果である。

A) 空隙率削減

圧粉体中の ZnSt 石鹼は焼成工程で分解し空洞を残す。ZnSt 石鹼を 1/4 に低減する新技術では、製品中の空洞が削減でき、かつ、高圧圧縮の結果、71% の空隙が削減された。

B) 抜き圧削減

「ZnSt 石鹼 0.2wt%」と「潤滑油塗布なし」の条件で 1000MPa で圧縮すると、「圧粉体と金型間の摩擦抵抗」である抜き圧が 22.5MPa となった。

新技術で「潤滑油を塗布」すると、1200MPa の高圧でも潤滑性が確保され、抜き圧が 11MPa へ低下した（低減率 52%）。

C) 焼成予熱時間の短縮

ZnSt 石鹼量の少ない新技術では、ZnSt 石鹼を分解するための脱バインダ工程中の予熱工程は短く、従来の 1/4 の時間またはそれ以下で済むと推定する。

D) 焼成炉の分解ガス

ZnSt 石鹼量の少ない新技術では、ステアリン酸亜鉛・石鹼が分解したガス（CO₂、昇華後固化した ZnO）は 1/4 へ低下する。

E) 製品強度

高密度化、空隙率の低下、硬度の向上があいまって、焼結後の製品の「圧環強度」は 2 倍へ高まり、「回転ねじり強度」は 1.7 倍へ高まると推定する。

F) 製品の外観

ZnSt 石鹼による空洞が減少し、製品の表面粗さが Rz で 1.8 から 1.55 へ細かくなり、外観が顕著に緻密になった。

G) 製品の硬さ

ZnSt 石鹼による空洞が減少し、製品の表面および内面のビカース硬さが 72 から 90 へ、25% 高まった。

H) 生産効率

大量生産で金型はピア樽形状に摩耗し、金型からの圧粉体抜き出し圧力が上昇する。最終的には金型を交換する。新技術では高圧で圧縮するので、この摩耗は加速し交換頻度が増え、生産効率が低下するものと推定する。対策として、高密度化に適した耐摩耗性を潤滑油に付与するが、従来の交換時間を維持できるのかどうか未確認である。数ヶ月に渡る作業であり、補完研究として H27 年度に実施することとした。

1-4 当該研究開発の連絡窓口 :

表-10

| 区分 | 管理法人 | 総括研究代表者 |
|--------|---|-------------------------------|
| 所属・役職 | 公益財団法人埼玉県産業振興公社 技術支援部 産学連携・新産業育成グループ 主任調査役 | 株式会社青木科学研究所 研究開発部 主席研究員 |
| 氏名 | 高橋法幸 | 小松原 博昭 |
| e-mail | noriyuki@saitama-j.or.jp | h_komastubara@lubrolene.co.jp |
| 電話 | 048-857-3901 | 0495-71-7871 |
| 住所 | 〒338-0001 埼玉県さいたま市中央区上落合 2-3-2 新都心ビジネス交流プラザ 3F | 〒367-0117 埼玉県児玉郡美里町白石 620 |

第2章 本論

本論では、契約書に示す「研究項目」別に説明するが、個々の研究項目の知見は成果に向かう基礎研究であり、成果には直接つながらない場合がある。そのため、研究項目別の説明の中に、「1-3-3 研究成果のまとめ」との関連も記載する。個々の研究の実施時期については表-8にまとめる。

2-1 潤滑油組成の研究

| 研究番号 | 項目 | 研究の再委託先 |
|-------|----------------|---------|
| 2-1-1 | 溶媒の質と油膜形成能力の研究 | 青木科学研究所 |
| 2-1-2 | 油膜形成能力と油膜強度の研究 | 青木科学研究所 |
| 2-1-3 | 暫定組成の決定 | 青木科学研究所 |

2-1-1 溶媒の質と油膜形成能力の研究

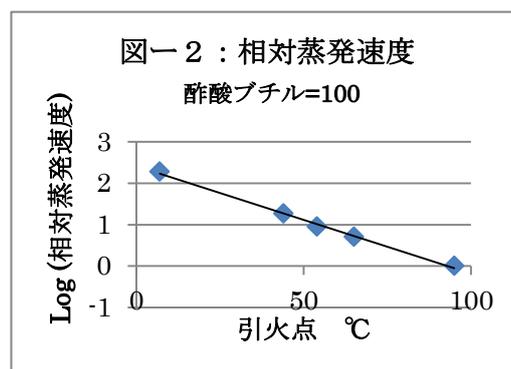
1. 目的

金型面上への潤滑油有効成分の付着効率を高め、少量塗布条件下でも潤滑性を確保できる薄い油膜を形成させるため、第一段階として、有効成分を固定しながら、潤滑油に配合する溶媒の質を研究する。速乾性のペンキのように、溶剤の乾燥性が速いと強固な油膜を形成できることが知られている。本項では、乾燥皮膜の形成に影響する溶剤の蒸発性を検討し、引火点を考慮しながら最適な溶剤を選定する。

2. 検討結果

A) 溶剤タイプの選定

低毒性の石油系のイソ・パラフィン系溶剤を選定した。しかも、イソ・パラフィン系溶剤の中で、不純物（アロマ分）が少なく、色の薄い高度に精製した溶剤群を選定対象とした。



B) 溶剤の揮発性の選定

イソ・パラフィン系溶剤の引火点と揮発性には強い相関があることが分かった（図－2）。引火点の低い溶剤を選定すれば、速乾性により、乾燥皮膜が形成されやすいと予測されるが、火災の観点から、引火点をそれほど下げられないのが現実である。本研究での検討対象として、イソ・パラフィン系の引火点が-4℃～116℃の溶剤 5 種を選定した（表－1 1）。また、個々の溶剤に 10wt%の暫定的な有効成分を混合した試作油の蒸発性を計測した（図－3）。有効成分は次の研究で最適化する。

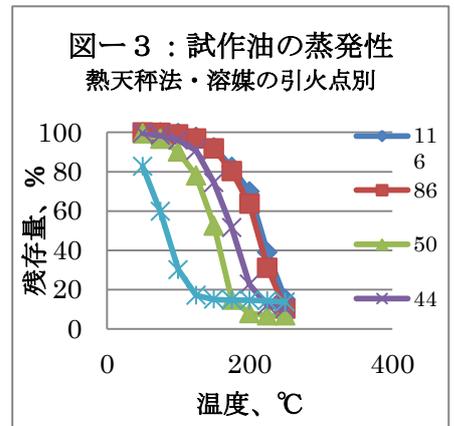
C) 溶剤の付着効率への影響

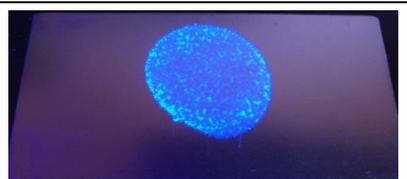
21℃の鉄板上に潤滑油を 1 滴（約 0.05cc）滴下した後、一定温度に 1 分間保持した。実生産の状況に近い 45℃と 35℃の温度を選定した。その後、鉄板を恒温槽中に入れた。潤滑油を滴下する前後の鉄板の重量差から、付着量を算出した（表－1 2、表－1 3）。

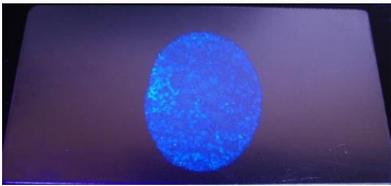
得られた知見は次のとおり。

- ① 高乾燥性溶剤の方が油膜の広がり大きい。
- ② 低乾燥性の油膜重量は多いが、溶剤が蒸発・気化しないため見かけの重量が多いと推定。
- ③ 1分間水平放置後、5秒間垂直にすると、低乾燥性の場合、油膜の「液だれ」が起こる。これは乾燥していない油膜であり、低粘度のため図－6に示すように荷重が掛かると油膜が薄くなり、潤滑に好ましくない（表 1 4）。
- ④ 35℃環境の場合、乾燥していないので「液だれ」量が多い。

| 溶剤 | 引火点℃ | コード |
|-------------|------|-----|
| n-ヘプタン | -4 | A |
| Isoper-G | 44 | B |
| Isoper-H | 50 | C |
| Shellsol TM | 86 | D |
| Solvent-H | 116 | E |



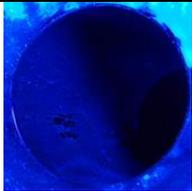
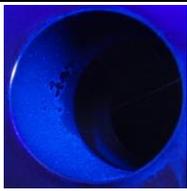
| | 低乾燥性 | 高乾燥性 |
|-----------------------|---|---|
| 試料中の溶剤 | Isoper M | Isoper G |
| 試料中の有効成分 | 変性シリコーン 10wt%（暫定的） | 変性シリコーン 10wt% |
| 引火点℃ | 92 | 44 |
| 潤滑剤滴下直後の重量,mg | 17.5 | 12.8 |
| 1分間 x 45℃ x 水平保持後直後 ※ |  |  |
| 45℃保持後、5秒間垂直に保持後の外観 |  |  |
| 1分間 x 45℃ 保持後 | 16.3 mg | 1.2 mg |
| 1分間 x 45℃の乾燥性 | $(17.5-16.3) \times 100 / 17.5 = 7\%$ | $(12.8-1.2) \times 100 / 12.8 = 91\%$ |

| 表一 1 3 : 溶剤の乾燥性と付着油膜－ 2 : 35℃環境 | | |
|---------------------------------|---|---|
| | 低乾燥性 | 高乾燥性 |
| 試料中の溶剤 | Isoper M | Isoper G |
| 試料中の有効成分 | 変性シリコーン 10wt% | 変性シリコーン 10wt% |
| 引火点℃ | 92 | 44 |
| 潤滑剤滴下直後の重量 | 13.9 mg | 12.9 mg |
| 1 分間 x 35℃ x 水平 保持後直後 |  |  |
| 35℃保持後、5 秒間垂直に 保持後の外観 |  |  |
| 1 分間 x 35℃ 保持後 | 13.3 mg | 3.0 mg |
| 1 分間 x 45℃の乾燥性 | $(13.9-13.3) \times 100 / 13.9 = 4\%$ | $(12.9-3.0) \times 100 / 12.9 = 77\%$ |

試料に蛍光剤を少量溶解し皮膜の状態をブラックライトで確認

D) 「液だれ」の影響

圧縮試験機で「液だれ」の状況を確認した。方法は、35℃に加温した圧粉体成形用の金型内側の下半分に、パンチを挿入した状態で蛍光剤を含む潤滑油を 0.3cc (観察のため 通常より 3 倍多い量) スプレー塗布し、1 分間室温で静置した。その後、パンチを抜き出し、金型の内側およびパンチの表面への潤滑油の付着状況を目視で確認した。やはり、実機装置に類似の圧縮試験機でも乾燥性が悪いと液だれを起こすことが確認された。乾燥性の良い溶剤が好ましい。

| 表一 1 4 : パンチ面での液だれ状況の確認 : 35℃環境 | | |
|---------------------------------|---|--|
| | 低乾燥性 | 高乾燥性 |
| 試料中の溶剤 | Isoper M | Isoper G |
| 引火点℃ | 92 | 44 |
| 金型内パンチへの油膜形成 |  液だれ：あり |  液だれ：ほとんど なし |
| パンチ表面への油膜形成 |  液だれ：多量 |  液だれ：少量 |

E) 油膜の乾燥度と摩擦係数

「液だれ」が起こるほど油膜が濡れている場合と乾燥膜の場合の摩擦係数を比較検討した。

評価方法は、図-4に示す摩擦係数評価機を使用し、鉄板上（SPCC 冷間圧延鋼板材）の油膜とボール間の摩擦係数を計測した。試験条件を表-15に示す。

試料は液だれを起こさない試料 G と起こす試料 M の摩擦係数を比較した（表-13に示す IsoperM 溶剤と Isoper G 溶剤をそれぞれ用い、添加剤は暫定的にポリエチレンワックスを 10wt%添加）。

表-16に摩擦測定結果を示し、図-5に図示する。

図-5に示すように、引火点の低い（乾燥性の良い）

試料 G の摩擦は明らかに低く、乾燥性の悪い試料 M の摩擦は高い。同じ添加剤を同量含有する潤滑油でも、乾燥性が異なると著しく摩擦係数が異なる。この理由は、図-6のイラストに示すように、試料 G で形成する乾燥皮膜によりボールが鉄板に接触しにくく、摩擦が低いと推定している。一方、乾燥性の悪い試料 M の油膜は溶剤の一部を含み流動性（液だれ）があり、ボールに押しつぶされ鉄板とボールの距離が近づき、摩擦が高くなると推定している。

図-4：摩擦係数評価機

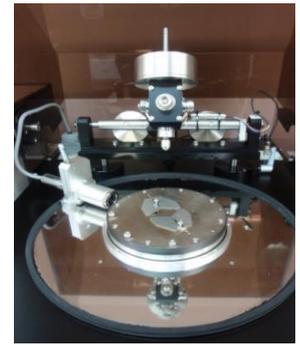


表-15：乾燥膜摩擦の試験条件

| 項目 | 内容 |
|---------|-----------|
| 測定モード | 直線往復 |
| 荷重 (g) | 3000 g |
| 温度 (°C) | 50°C |
| 圧子 | S U S 304 |
| 試験片 | S P C C |
| 測定時間 | 60 秒 |

図-5：乾燥性と摩擦係数

(上が試料 M、下が試料 G)
(横軸=秒、縦軸=摩擦係数)

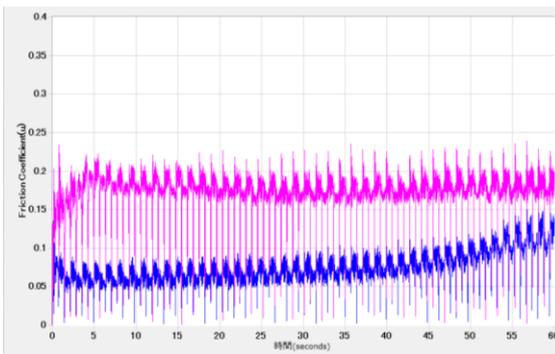
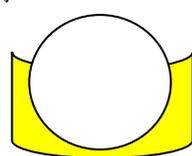
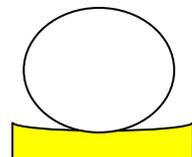


表-16：乾燥膜の平均摩擦係数

| 試料 | 引火点 | 摩擦係数 | グラフ |
|----------|------|--------|-----|
| Isoper M | 92°C | 0.1735 | 赤 |
| Isopre G | 44°C | 0.0748 | 青 |

図-6：乾燥膜の利点（イラスト）

| 試料M（低乾燥性） | 試料G（高乾燥性） |
|--|---|
| 油膜（黄色）は厚いように見えるが、流動性があり、摩擦部の油膜は薄い | 油膜は薄いように見えるが、乾燥しており、摩擦部の油膜は厚い |
|  |  |
| 鉄板 | 鉄板 |

3. 知見

上記の検討結果から、得られた知見は次の点である。

- ① 乾燥性の高い溶剤（引火点 44°C）のほうが「油膜形成」の点では 好ましいといえる。
- ② しかし、金型の実温度は摩擦熱で 45°Cほどに上昇することと火災の危険性を勘案し、溶剤の乾燥性を若干低め、引火点 50°Cの溶剤を暫定溶剤とし、2-1-2項の検討に使うことにした。

2-1-2 油膜形成能力と油膜強度の研究

1. 目的

潤滑油中の溶剤を暫定的に固定し、潤滑に最適な「添加剤」を選定する。

2. 方法

図-4の摩擦試験機を使い、油膜の強度を評価した。高荷重(3Kg)の条件で、約3cmの距離を往復動させ、油膜が破断するまでの秒数を比較した(表-17-a)項)。試料は溶剤90wt%と添加剤10wt%の単純系混合物であった。添加剤は粉体と液体タイプがあり、摩擦に影響しそうな添加剤16種類を評価した(表-18)。

| 区分 | a)項: 油膜破断 | b)項 摩擦係数 |
|-------|--------------|--------------------|
| 摩擦方向 | 往復動 (過酷) | 渦巻き動(穏やか) 図-4参照 |
| 荷重 | 3Kg | 0.5 Kg |
| 試験片温度 | 100 °C | 25 °C |
| 試験片 | 鉄板 | 圧粉体 |

表-18: 試料と油膜強度試験結果: 鉄板上

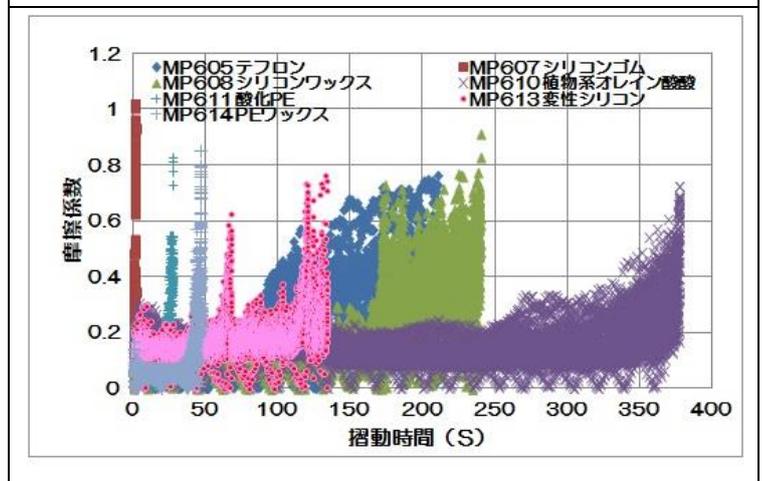
| 試料名 | 添加剤 | 添加剤タイプ | 破断秒数 | 平均摩擦係数 |
|--------|--------------|----------------|------|--------|
| MP-601 | RC2310 | 脂肪酸エステル極圧剤 | 95 | 0.21 |
| MP-602 | RC2515 | オレイン脂肪酸エステル | 362 | 0.10 |
| MP-603 | RC2519 | オレイン脂肪酸エステル | 81 | 0.20 |
| MP-604 | RC2541 | ジアルキルペンタサルファイド | 281 | 0.27 |
| MP-605 | TFW-2000 | テフロン | 209 | 0.27 |
| MP-606 | SF1632 | シリコンワックス | 102 | 0.17 |
| MP-607 | TSF6281 | シリコンゴム溶液 | 1 | 0.52 |
| MP-608 | XF42-C4696 | シリコンワックス | 239 | 0.20 |
| MP-609 | PM-400 | PEグリコール | 121 | 0.17 |
| MP-610 | MfineSG8M | 植物系オレイン酸エステル | 376 | 0.16 |
| MP-611 | LC301E | 酸化ポリエチレン | 26 | 0.12 |
| MP-612 | NAA35 | オレイン酸 | 80 | 0.16 |
| MP-613 | X22-1877 | 変性シリコン | 133 | 0.19 |
| MP-614 | Ceraflour990 | ポリエチレンワックス | 46 | 0.09 |

3. 検討結果

A) 添加剤と油膜破断強度

表-18中の代表的試料7種類の鉄板上での摩擦係数結果を図-7に示す。茶色のMP607試料は1秒程で摩擦が0.8を超えた(1秒に5点程計測するので、個々のプロット点は見えず、塗りつぶしたように見える)。一方、紫色のMP610試料(植物系オレイン酸エステル)は0.8の摩擦係数を超えるのに376秒を要した。潤滑油用添加剤のタイプで摩擦耐久性(油膜強度)が大きく異なり、シリコンゴム・酸化PE・PEワックス・変性シリコン・テフロン・シリコンワックス・植物系オレイン酸エステルの順

図-7: 油膜破断強度



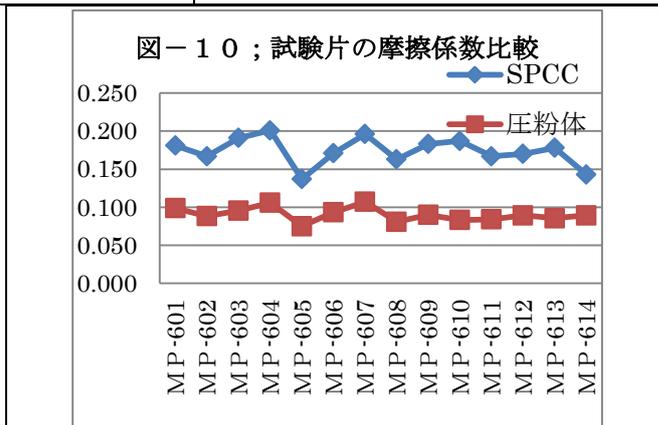
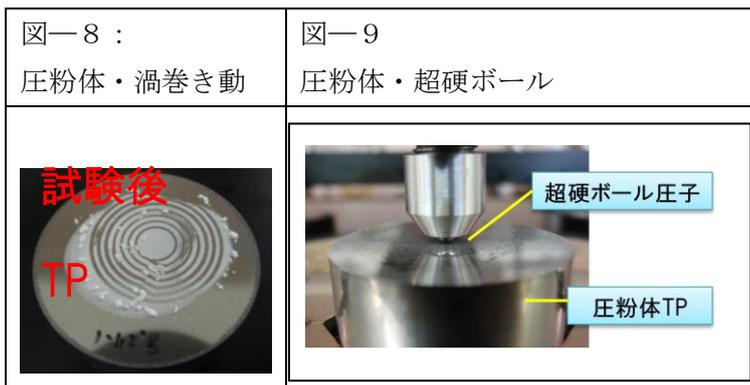
で油膜強度が強いと言える。本試験で選定した試験条件は、試験室的に油を分別する能力のある試験方法であるとも言える。

B) 圧粉体上の摩擦係数

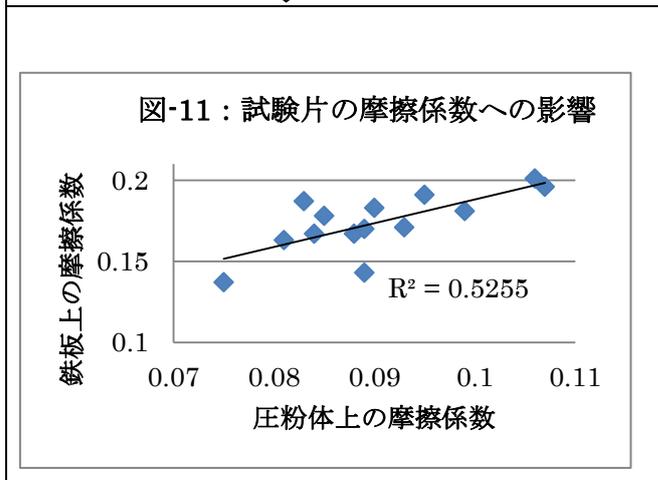
従来技術の潤滑剤量を 0.8wt%ZnSt から 0.2wt%へ低減した条件で、潤滑油塗布後、鉄粉を圧縮し、圧粉体を作った。この圧粉体を試験片とし、図-8に示すように、渦巻き状に摩擦し、常に処女面と接触させ、荷重も 0.5Kg とマイルドな条件（表-17中の b)項の条件）で摩擦係数を計測した。

比較のため、同一条件で、**鉄板上**の摩擦係数も計測した。

| 試料名 | 圧粉体上 | 鉄板上 |
|---------------|-------|-------|
| MP-601 | 0.099 | 0.181 |
| MP-602 | 0.088 | 0.167 |
| MP-603 | 0.095 | 0.191 |
| MP-604 | 0.106 | 0.201 |
| MP-605 | 0.075 | 0.137 |
| MP-606 | 0.093 | 0.171 |
| MP-607 | 0.107 | 0.196 |
| MP-608 | 0.081 | 0.163 |
| MP-609 | 0.090 | 0.183 |
| MP-610 | 0.083 | 0.187 |
| MP-611 | 0.084 | 0.167 |
| MP-612 | 0.089 | 0.170 |
| MP-613 | 0.085 | 0.178 |
| MP-614 | 0.089 | 0.143 |



↓ 相関



摩擦係数測定結果を表-19に示し、図-10に、圧粉体上と鉄板上の摩擦係数を比較する。なお、添加剤タイプについては、表-18と同じである。図-10から明らかなように、鉄板上 (SPCC 冷間圧延鋼板) の摩擦より圧粉体上の摩擦は低い。これは圧粉体に 0.2wt% の ZnSt 石鹸が含まれているためと考える。

圧粉体上で摩擦係数を測定しながら、最適な添加剤を選定すべきであるが、圧粉体を作成するには手間が掛る。図-11に示すように、圧粉体上と鉄板上の摩擦係数はある程度相関があるので、添加剤のスクリーニングは簡便な鉄板上での摩擦係数で判断できると言える。鉄板上、圧粉体上の摩擦係数から、表-19中に赤字で示す4種類の試作油 MP-605 (テフロン)、MP-610 (オレイン酸)、MP-614 (ポリエチレンワックス)、MP-613 (変性シリコーン) が良さそうであった。

4. 知見

A) 評価方法

油膜破断秒数で、油膜強度は推定できる。

B) 添加剤選定

添加剤のタイプにより、油膜強度は異なる。粉体系が最も良いが、微量塗布のノズル閉塞および粉体の沈降による保管上の問題を考慮し液体の添加剤を選定する。変性シリコーンが好ましそう。

C) 圧粉体上の摩擦

鉄板上での摩擦より低い。実機での金型との摩擦が「鉄板上」か「圧粉体上」の状況に近いのかは明確ではない。好ましくは、両方の条件で、低い摩擦であることを判断基準としたほうがよさそうである。

D) 潤滑油塗布の効果

高密度化および圧縮後の抜き圧低減に効果はあった。

試験的金型ではあるが、ZnSt 石鹼量を 0.2wt% とし、金型潤滑で補えば、7.5g/cm³ の高密度化の可能性はありそうであると推定できた。(2-2-3 項に詳細を説明する)

2-1-3 暫定組成の決定

1. 目的

スプレーの流量、鉄粉体と金型間の摩擦、金型摩耗、脱バインダ工程等の研究には、なんらかの潤滑油が必要である。最終の潤滑油配合決定前にこれらの試験を実施するので、ある程度これらの試験に耐える潤滑油配合でなければならない。そこで、今までの知見を基に、今後の研究の暫定配合を決定する。

2. 検討結果

2-1-2 項の油膜形成能力と油膜強度の研究にまとめるように、溶剤部分については IsoperH を使う。また、添加剤（低摩擦剤）部分には数種類の候補が見つかった。その中で、MP-605 のテフロンは低摩擦ではあるが、粉体のためスプレーノズルを詰まらせる可能性があるため好ましくない。一方、MP-613 の変性シリコーンも低摩擦であり、かつ、液体であるので好ましい。従って、暫定組成として、表-20 に示す MP-613 を選定した。

| 成分 | 添加剤 | Wt% |
|--------|------------------------|-----|
| 溶剤 | IsoperH | 90 |
| 添加剤 | 変性シリコーン | 10 |
| 粘度・40℃ | 2.0 mm ² /s | |
| 引火点 | 55℃ | |

2-2 高密度圧縮成形の研究

1. 背景

高密度化のため、業界では多方面の角度から見た研究が実施されている。例えば、鉄粉体原料自体の高密度化、鉄粉体の粒子径の最適化、鉄粉体間の摩擦の低減による高密度化等がある。

2. 目的

従来技術の 6.8g/cm³ の密度を、新技術で 7.5g/cm³ 以上の高密度とする。本研究の最大の高度化目標と位置付けている。

なお、高密度化の目標を 7.5g/cm³ に設定した理由は、次の通り。

従来技術の密度 6.8g/cm³ では、強度が低く、焼結製品の適用範囲に制約があり、小型機器類、低荷重の機器類に限定されている。焼結製品の強度を高める手法として、高密度化が検討されており、溶解

鉄から成形した純鉄の 7.78g/cm^3 が到達密度の最大値である。焼結製品であれば空隙が少なからずも残存するので 7.6g/cm^3 を超えることは困難と考えられている。一方、市場では 7.3g/cm^3 を高密度品と歌っており、この値を超えることが望まれている。市場に無い高密度品であり、ユーザーからの要求値に基づいた目標値ではない。高密度の製品による焼結合金の適用範囲拡大を図りたいとの望みから、 7.5g/cm^3 を目標値としたものである。

3. 研究項目・研究場所

本項での研究は高密度化そのものばかりでなく、関連する内容も含んでいる。一般的に、摩擦抵抗が低いと高密度化が可能になり、高密度化の結果、内部の空隙は減るだろう。しかし、高密度化のため高加重での圧縮となり、金型の摩耗対策が必要となり、潤滑油に耐摩耗性を加味する必要もあるだろう。本項は、これらの研究を含み、表-2 1 の共同研究者が各々の角度から研究を実施した。

表-2 1 : 研究項目・研究場所

| 研究番号 | 項目 | 研究の再委託先 |
|-------|------------------------|----------------------|
| 2-2-1 | 金属原料粉体・金型間の摩擦の研究 | 静岡大学 |
| 2-2-2 | 成形後の圧粉体の内部構造の解析 | 群馬県立群馬産業技術センター |
| 2-2-3 | 金型潤滑用の高密度成形用原料の検討 | ポーライト株式会社 |
| 2-2-4 | 潤滑油組成による摩耗の低減の研究 | ポーライト株式会社 青木科学研究所 |
| 2-2-5 | 金型への耐摩耗性を組み込んだ潤滑油配合の選択 | 青木科学研究所 |

2-2-1 金属粉体と金型間の摩擦の研究

1. 目的

金型に投入した金属粉体を圧縮する際の圧縮力を低減し圧密密度を高めるため、また圧密体を抜き出す際の摩擦抵抗を低減し金型との焼付き防止するため、金型・鉄粉体間の摩擦を研究し、適切な潤滑油組成を見出す。

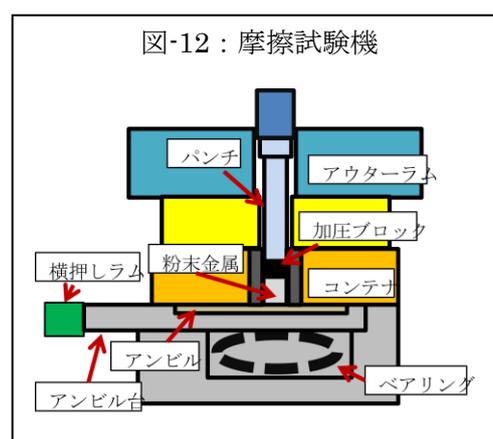
2. 研究の方向性

A) シミュレーション解析

摩擦試験における摺動面圧の範囲を検討するため、静岡大学が粉末の圧密工程と圧密体の抜き出し工程のシミュレーションを行い、圧縮時の金型の側面に掛かる圧力分布と圧粉体の抜き出し圧力の変化を調査した。

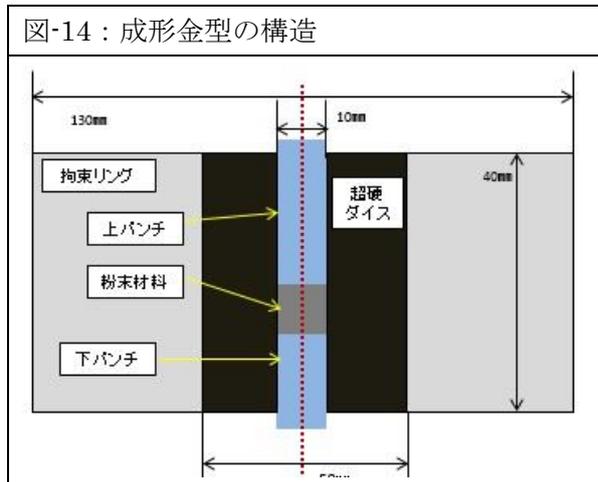
B) 摩擦試験

実際の生産状況を極力反映させるための摩擦試験機（図-1 2）を使用する。ただし、生産機での摩擦は粉体・圧粉体と金型間で垂直方向に起こるが、適当な試験機が無い。静岡大学 既存の摩擦試験機を活用し、垂直荷重を水平の試験片（アンビル）で受け、アンビルを水平方向に摺動させる時の摩擦を計測する。



3. シミュレーションの条件と知見

このシミュレーションは図-13の成型金型をイメージし、図-14の成型金型構造を想定した。シミュレーションの条件を表-22に示す。純鉄粉体原料を弾塑性体として扱い、成形品寸法は10φx3mmと比較的薄いものであり、金型・粉体間の摩擦係数を0.1と仮定した。(なお、厚さ10mmの成形品も検討したが、3mm厚さ品の結果と10mm厚さ品の結果と傾向が同じであり結果を割愛する)。今回は摩擦係数を0.1と仮定したが、0.15でも傾向はほとんど変わらないことも確認した。



シミュレーション解析結果を図-15と図-16にまとめる。

図-15は純鉄を圧縮する際のパンチ圧縮圧と圧縮の度合い(相対密度)の関係をシミュレーションしたものである。純鉄の密度は7.78 g/cm³であり、シミュレーション結果から推定されることは、相対密度を高める

には高いパンチ面圧が必要であると言える。

パンチ面圧が1000MPaで相対密度を99%(7.70g/cm³)まで圧縮できることを示しているが、2-1-2項の述べる実機相当試験機での結果である7.5g/cm³・1200MPaとは乖離がある。この乖離は、成形品の厚み、純鉄ではない、ZnSt石鹼も非含有等の理由に起因していると推測する。しかし、傾向を理解するには良いシミュレーションと言える

表-22：シミュレーションの条件

| 粉末材料 | 超硬ダイス | 摩擦条件 |
|-----------------------|--------------------|------|
| 材質 純鉄粉、材質 | 超硬 リング・材料間 | 0.1 |
| 充填量 5g、ヤング率 | 600GPa 上パンチ・材料間 | 0.1 |
| ヤング率 211GPa | 拘束リング 下パンチ・材料間 | 0.1 |
| ポアソン比 0.27、材質 | S45C リング・上下パンチ間 | 摩擦なし |
| 相対密度1における強度 220MPa | ヤング率 205GPa | |

図-15：結果-1：相対密度とパンチ面圧

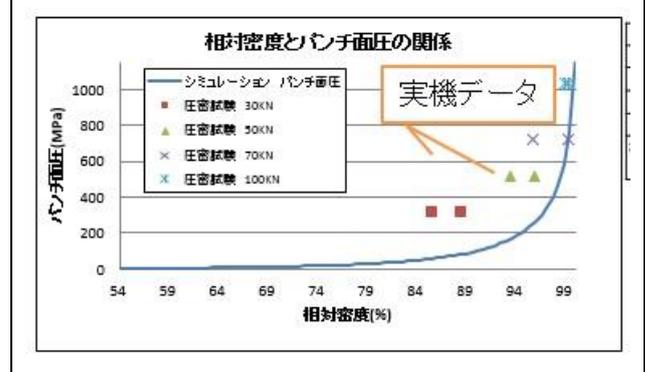


図-15中のプロット点は、図-13の成型金型で得た測定値である。相対密度が低い場合はシミュレーション結果が若干甘めであるが、相対密度が高い場合は測定値とシミュレーション結果はほぼ一致している。

図-16 は圧縮工程中に発生する金型側面の面圧をシミュレーションしたものであり、圧粉体位置と金型側面圧の関係を示している。「始点からの距離」とは、圧粉体の下端位置からの距離であり、圧粉体の部位に相当する。上下パンチにより圧縮されて、中央部の面圧が高くなっており、中央部が凸形となっている。相対密度の上昇、即ち、パンチ面圧の上昇に伴い、急激に金型側面への面圧が高まっている。相対密度が高いと摩耗の可能性が増えると推測される。

図-16：結果-2：部位による金型面圧

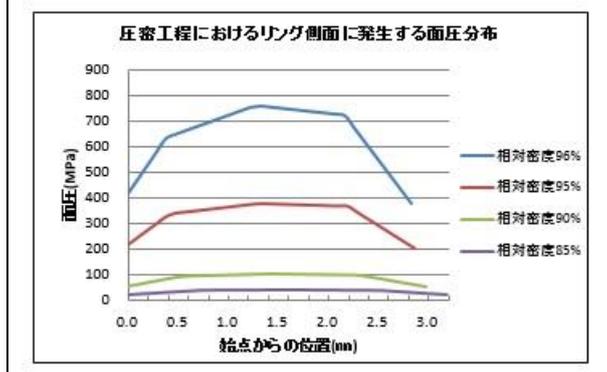
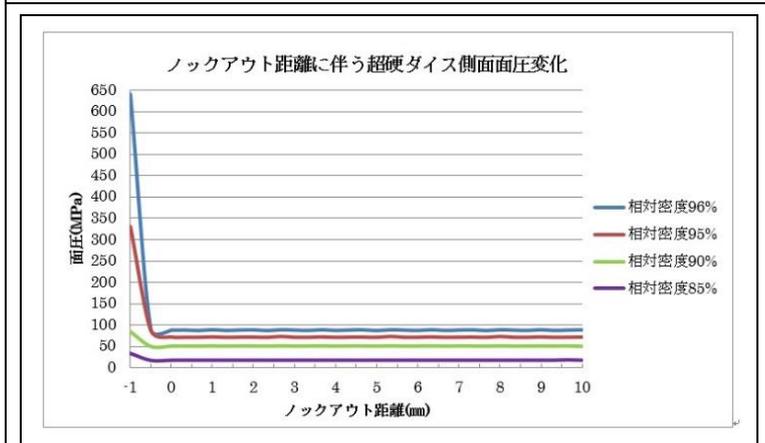


図-17 は、上パンチの荷重を開放し、圧粉体が抜き出されるまでの位置（距離）の側面圧値のシミュレーションである。圧縮時面圧に比べ、遥かに低いレベルであり、かつ、ロックアウト後は一定の側面圧である。この面圧に打ち勝って、圧粉体が抜き出される（詳細は抜き出し圧の項で説明）。

図-17：抜き出し圧のシミュレーション



本シミュレーションから得られた知見の中で摩擦試験の荷重条件に関しては次の通り。

- ① 「相対密度 96%（密度 7.47g/cm³）を目指すには、500MPa の摺動面圧で十分であろう。
- ② 厳しい純鉄のシミュレーションであり、実際の生産品にはカーボンを含む混合原料のため、500MPa より低めの 300MPa でも、潤滑剤・潤滑油の摩擦評価は出来そうである。

4 摩擦試験

A) 方法

図-12の摩擦試験機を使い、粉体と底部の「アンビル（試験片）」部分に潤滑剤または潤滑油を塗布し、鉄粉体を投入する。パンチで粉体を上から押しつぶしながら、アンビルを右にずらし、摩擦を計測する。即ち、上からの荷重に対し、水平の移動が行われている際の摩擦を計測する。

B) 試験条件

a) 純鉄粉 2g を投入、b)50mm の摺動ストローク、c) 6.7mm/s の摺動速度、d) 成形後の圧粉体は底面積 100mm² x 高さ 2mm の条件であり、他の条件を表-23に示す。摺動面圧はシミュレーションの結果を参照し、500, 300, 100 MPa の3水準とした。

| | | | |
|----------|-----------------------------------|------|------|
| 多軸動油圧プレス | インナー200kN, アウター100kN, 横押しラム 100kN | | |
| 摺動面圧 | 500, 300, 100MPa の3水準 | | |
| アンビル摺動速度 | 6.7mm/s | 摺動距離 | 50mm |

| | | | | |
|---------|----------|------------------|---------|---------|
| 粉末金属 | 純鉄粉 2.0g | | | |
| 工具 | 材質 | 寸法 | 表面粗さ Rz | Ra |
| アンビル | 超硬合金 RG2 | 20mm, 100mm | 0.15μm | 0.018μm |
| コンテナ中央部 | 超硬合金 | コンテナ孔 10mm, 10mm | | |

C 検討結果

摩擦係数の試験結果を表—24にまとめる。(試料油の内容・タイプについては、表—18参照)

| 圧密面圧 | 500MPa | | 300MPa | | 100MPa | |
|-----------|----------------|------------|----------------|------------|----------------|------------|
| 試験数 | 2～5 | | 2 | | 2 | |
| 試料名 | 焼付き発生 距離 mm | 焼付き面積 % | 焼付き発生 距離 mm | 焼付き面積 % | 焼付き発生 距離 mm | 焼付き面積 % |
| ZnSt 0.2% | 11.31 | 58.98 | 25.4 | 42.9 | 50.0 | 0 |
| ZnSt 0.5% | 21.48 | 23.85 | 42.9 | 40.2 | 50.0 | 0 |
| ZnSt 0.8% | 47.64 | 8.99 | 50.0 | 29.6 | 50.0 | 0 |
| ZnSt 1.0% | 50.00 | 0.07 | 50.0 | 19.1 | 50.0 | 0 |
| ZnSt 塗布 | 50.00 | 0.00 | 50.0 | 0 | 50.0 | 0 |
| MP-601 | 20.53 | 39.77 | 50.0 | 0 | 50.0 | 0 |
| MP-602 | 16.05 | 36.10 | 45.1 | 9.2 | 50.0 | 0 |
| MP-603 | 17.46 | 55.23 | 45.1 | 9.2 | 50.0 | 0 |
| MP-604 | 18.10 | 31.54 | 50.0 | 0 | 50.0 | 0 |
| MP-605 | 39.91 | 14.99 | 50.0 | 0 | 50.0 | 0 |
| MP-606 | 24.76 | 53.35 | 34.9 | 19.8 | 50.0 | 0 |
| MP-607 | 6.30 | 89.92 | 42.5 | 19.8 | 50.0 | 0 |
| MP-608 | 45.48 | 9.03 | 50.0 | 0 | 50.0 | 0 |
| MP-609 | 17.11 | 45.71 | 45.1 | 22.6 | 50.0 | 0 |
| MP-610 | 43.03 | 17.81 | 50.0 | 0 | 50.0 | 0 |
| MP-611 | 17.83 | 32.69 | 38.5 | 15.6 | 50.0 | 0 |
| MP-612 | 14.66 | 53.89 | 43.6 | 9.8 | 50.0 | 0 |
| MP-613 | 15.25 | 36.11 | 50.0 | 0 | 50.0 | 0 |
| MP-614 | 50.00 | 0.47 | 50.0 | 0 | 50.0 | 0 |

この結果から、次のことが言える。

① 純鉄+ZnSt 混合

純鉄に石鹼 (ZnSt) を混合し、潤滑油の「塗布なし」、圧密面圧 500MPa の場合を図—18に示す。ZnSt 1%の場合、焼付き無く、50mm の試験片に対し 50mm も焼付きなしで摩擦でき、もっとも良好であった。ZnSt を低減すると、焼付きを起こし始める距離が短くなり、焼付き面積は増加した。この傾向は、実機での傾向と一致し、ZnSt が約 0.6wt%以上必要との従来技術とはば一致している。

ただし、実機では、ZnSt 0.6 wt%でも生産できる場合があるが、本摩擦試験機では 0.6 wt%で焼付きが増加し始めた。本試験機では「純鉄」を使った過酷な条件が、ZnSt 潤滑剤を多く必要としているのであろう。

② 焼付き開始距離・焼付き面積

図一 1 9 に圧密面圧 500MPa と 300MPa の場合の焼付き開始距離を示す。焼付き開始距離は長いほうがよい。

図一 2 0 に圧密面圧 500MPa と 300MPa の場合の焼付面積を示す。焼付面積は小さいほうが良い。潤滑油の塗布「無し」条件では、ZnSt 石鹼 1.0wt%混合試料が最も優れている（①項参照）。

一方、潤滑油塗布「あり」で ZnSt 石鹼混合無しの場合、荷重及び添加剤のタイプで、焼付き開始距離と焼付き面積が大きく異なる。圧密面圧が 100MPa の場合、全てが良好となり、潤滑剤の差を判別できない。

③ 潤滑剤の差

圧密面圧が 300MPa より圧密面圧が 500MPa の方が、差が大きく出ており、最右の MP-614(ポリエチレンワックス粉体)が最も良く、焼付き開始距離は長く、焼付き面積はゼロである。これは、左から 4 個目の「ZnSt 1.0%混合」と同等の性能である。一方、MP-607 試料(シリコーンゴム溶液)が最も悪い。他の添加剤試料はこの中間の性能を示している。

圧密面圧が 500MPa に比べ、圧密面圧が 300MPa の場合(図一 1 9 及び図一 2 0 の下の図)、全ての試料が良い方向の測定値を示した。しかも、300MPa の焼付き面積の場合、従来技術の ZnSt0.8wt% (潤滑油なし=左から 3 番目)より、潤滑油塗布のほうが良い結果となっている。実機での塗布を考慮すると、粉体系はノズル詰まりの懸念があり、好ましくない。可能なら、液体系の添加剤を選定したい。

④ 暫定試作油：MP-613

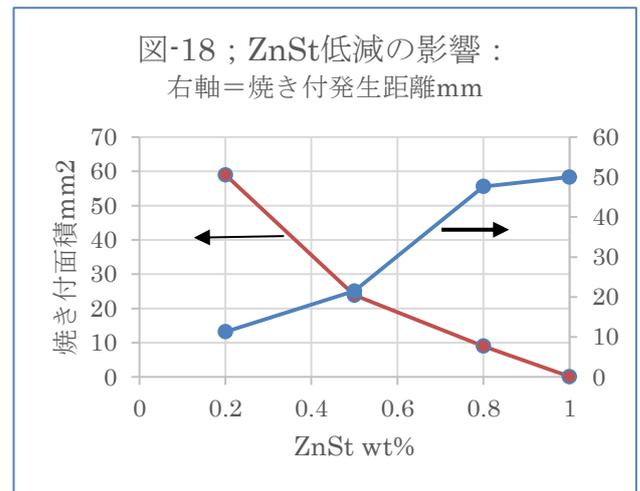
2-1-3 項で選定した暫定配合の MP-613 (右から 2 番目)は、500MPa では中庸の位置であるが、300MPa では良好な摩擦挙動を示している。

a) 焼付き開始距離については、500MPa の場合に 50mm の摩擦距離に対し約 15mm で焼付きを示しているが、300MPa の場合に 50mm でも焼付きを起こしていない。

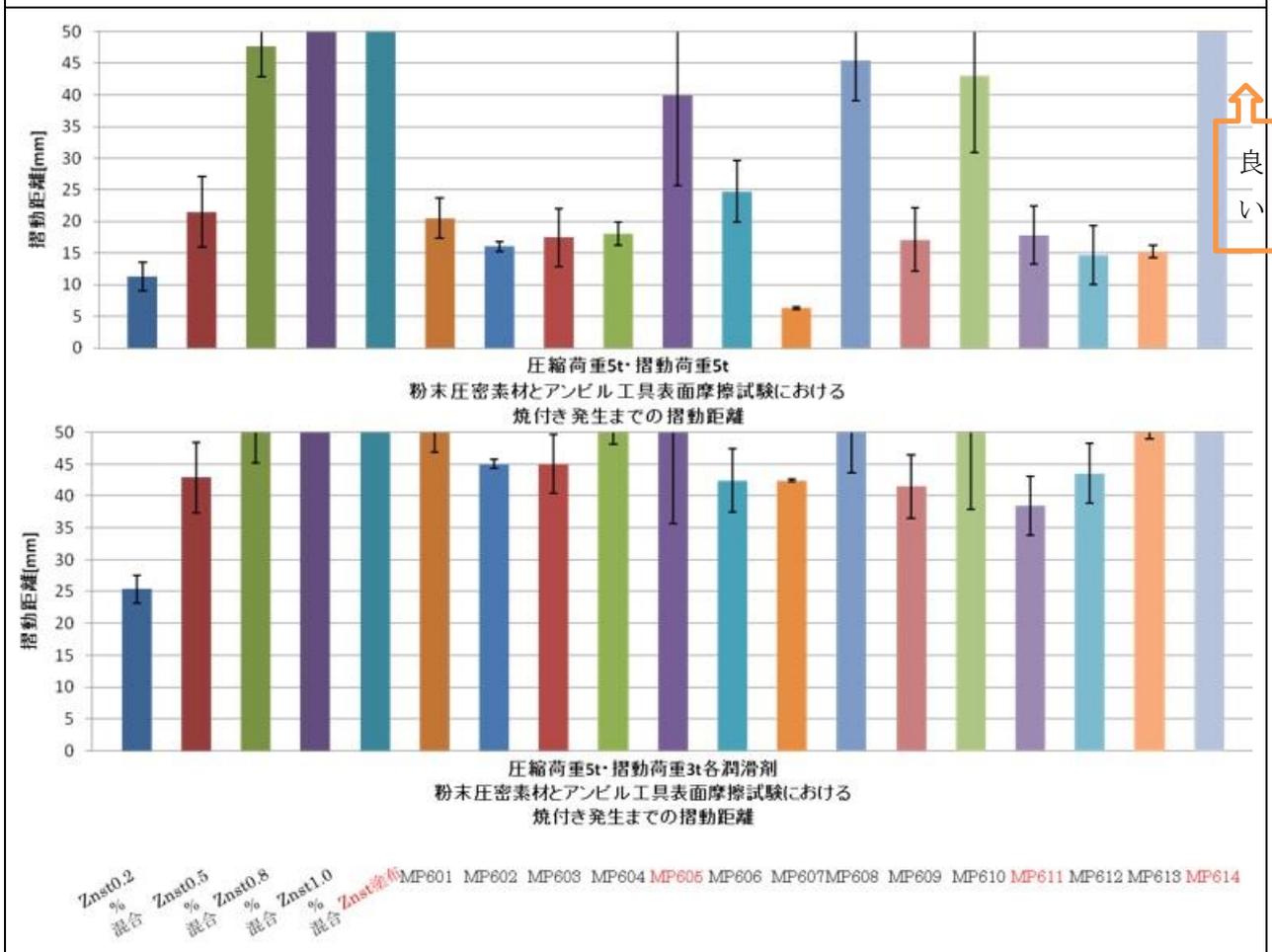
b) 焼付き面積で見ると、500MPa の場合は 35%であり、300MPa の場合はゼロ%である。

後述するように、ZnSt 0.2 wt% と MP-613 の併用で実機生産に使用した。このことから、500MPa 条件より 300MPa の条件が実機に近い試験条件であると考えられる。

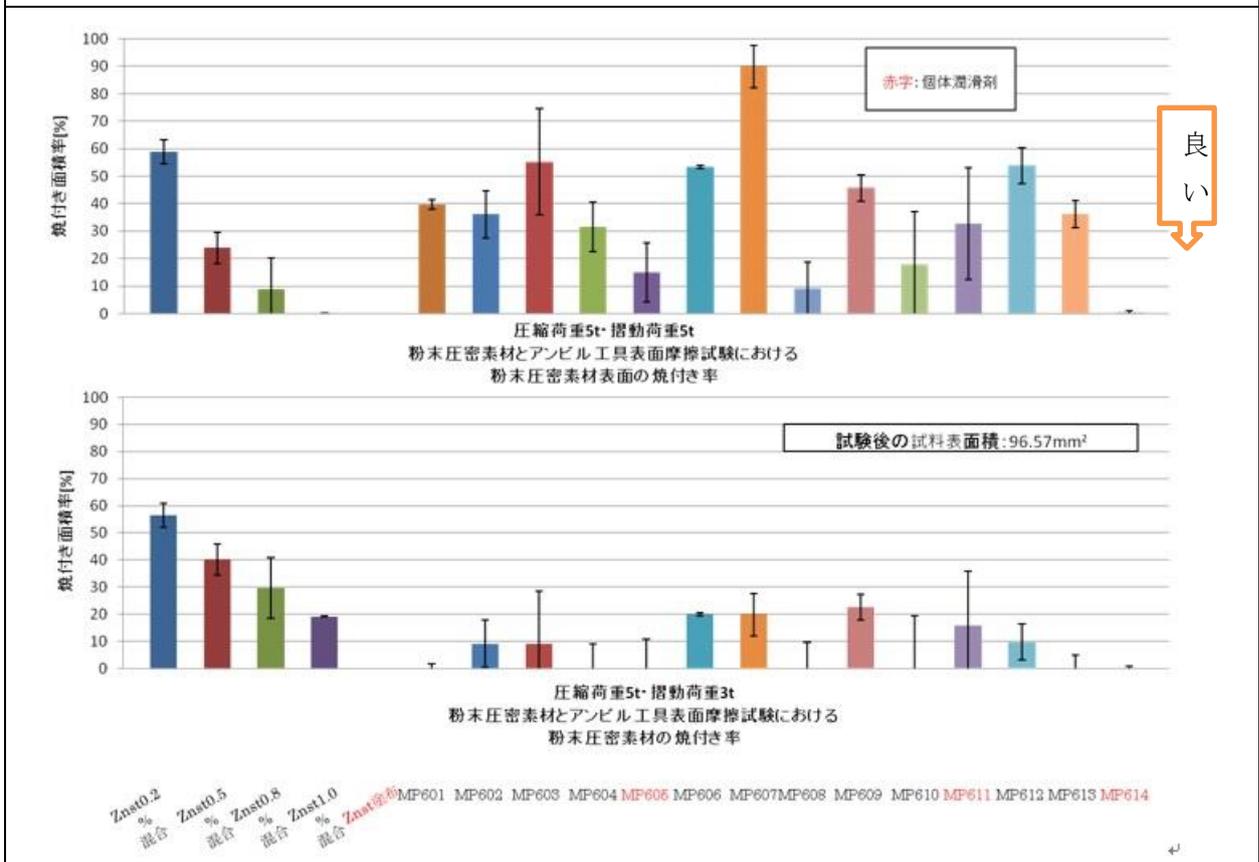
加えて、300MPa 条件で「潤滑油無し」の条件の左 4 個の測定値に比べ、MP-613 (右 2 番目)は、よりよい性能であるともいえる。かつ、液体添加剤であり、実機の塗布には好ましい。



図一 19 : 試料別の焼付き開始距離 : 上図 = 摺動時の圧縮荷重 5t、下図 = 摺動時の圧縮荷重 3t



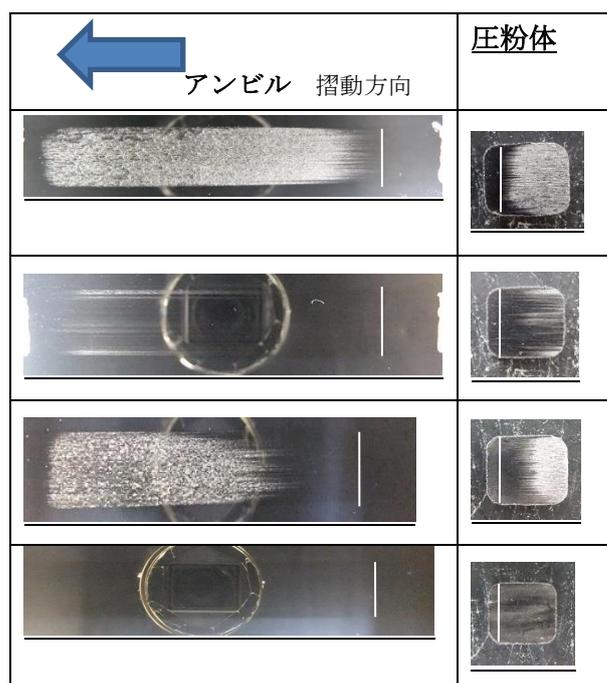
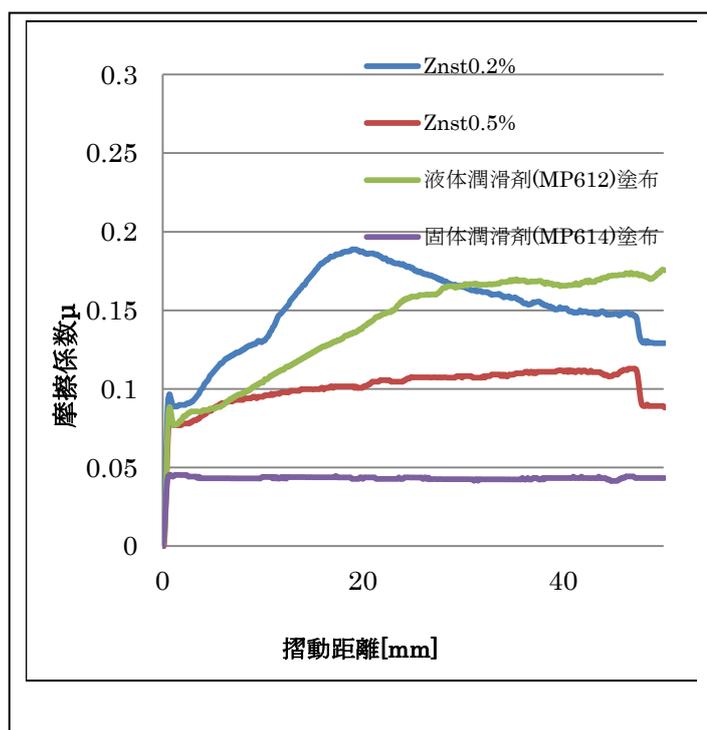
図一 20 : 試料別の焼付き面積 : 上図 = 摺動時の圧縮荷重 5t、下図 = 摺動時の圧縮荷重 3t



- ⑤ 主な潤滑剤（潤滑油）に関し、試験片上の摺動位置と摩擦係数の関係を図-21に、摩擦試験後の試験片の外観を図-22に示す。MP-614 試料（ポリエチレンワックス）の場合、試験片のどの位置でも摩擦係数は 0.04 と低く、試験片表面はカメラが反射しているほどに鏡面であり、綺麗である（図-22の一番下の写真）。加えて、圧粉体の表面でも焼付きはほとんど見られない。一方、ZnSt 0.2%（潤滑油塗布なし）の摩擦係数は山形（図-21）で 0.18 まで達し、図-22の一番上の写真のように焼付きが大部分で起こっており、試験後の圧粉体の表面はギザギザで粗れている。後述するように、**ZnSt 0.2wt%の場合、潤滑性を補う必要がある**といえる。

図-21：摩擦試験の主な結果

図-22 摩擦後の試験片の外観：左線と同じ順序



4. 知見

- 潤滑油塗布がない条件で、ZnSt 石鹼の鉄粉体への混合濃度が低下すると、焼付き発生距離が短くなり、焼付き面積が増える。
- 従来技術の ZnSt 0.8% は実生産で使用可能である。一方、本試験機で 300MPa の場合は 潤滑油のほうが耐焼付き性に関し よりよい添加剤もある。
- 潤滑油なし条件で **ZnSt を 0.2wt% とすると、焼付きは増え、かなり悪い。潤滑性の補強が必要である。**
- ZnSt 混合の無い条件では、粉体系の添加剤が比較的良く、特にポリエチレンワックスは優れていた。しかし、粉体状の添加剤は実生産ではノズル閉塞を起こすので塗布しにくく、使いにくい。
- 摺動時面圧 300MPa の条件では、液体の変性シリコーン系の「暫定配合である MP-613」は従来技術（ZnSt 0.8wt%）より耐焼付き性が良好であり、実機に使えるようである。
- 本試験の結果は、2-1-2 項・図-7 の試験結果とほぼ一致していた。大がかりな試験機に替えて、卓上の簡便な摩擦試験機でも添加剤のスクリーニングは可能な模様。

2-2-2 成形後の圧粉体の内部構造の解析

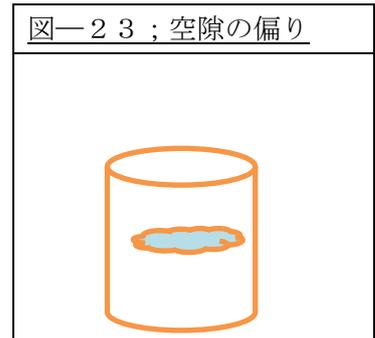
従来技術で使われている粉体潤滑剤（金属石鹸）から液体潤滑油へ変更した場合の粉末冶金圧粉体の内部構造の緻密さへの影響について、X線構造解析で検証する。

1. 課題と目的

焼結部品の製造では、粉末の圧縮密度がもっとも低くなる部分（上下のパンチ間の中央部分、いわゆるニュートラルゾーン；図-23）が生じ、品質の低下を招くおそれがある。これまでの焼結部品全体の体積を質量で割った平均密度測定方法では、ニュートラルゾーンの範囲や密度差を評価することは難かしい。そのため、本事業では、X線CTによる各断面画像から、上下方向の密度の変化を求めることとした。

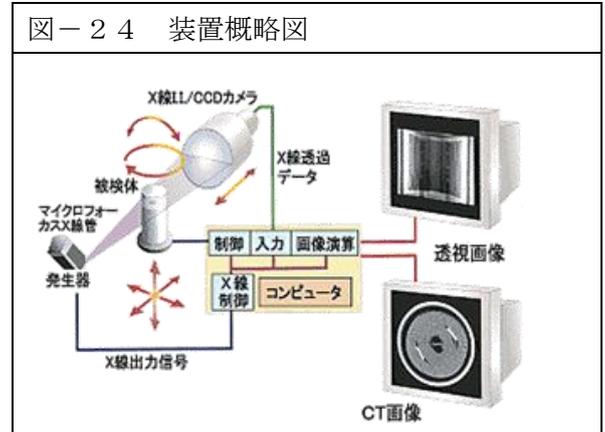
2. 経緯

実験で使用するX線CTは、マイクロフォーカスX線CT検査装置（SMX-225CT；島津製作所）である。管電圧と管電流から見積もられる装置の透過厚は、鉄：～20mm、アルミ：～70mmと見積もられる。X線CTによる断面画像の輝度値による密度測定を行う際、①実体と空隙との二値化的閾値の設定における遷移領域、②線質硬化によるカップリング現象が誤差要因と言われている。



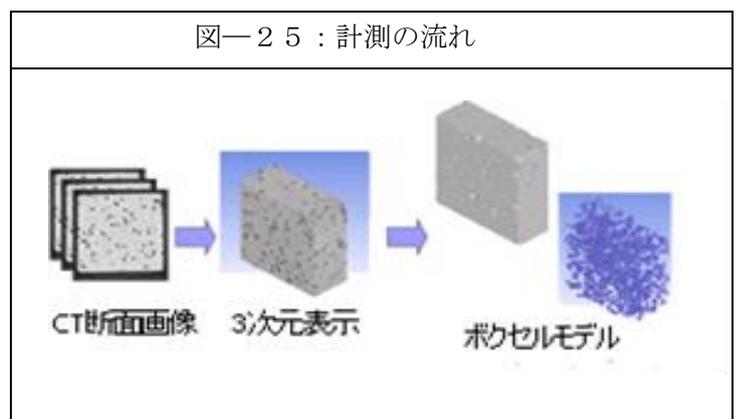
H25年度までの研究では、鉄系焼結部品では線質硬化によるカップリング現象が認められた。この影響を排除する目的で、軽金属であるアルミニウム焼結部品により、実体と空隙との二値化的閾値の設定における遷移領域の取り扱い方法について、「輝度値と密度の紐付け」の補正を行った結果、体積と重さから求めた密度とが一致することを確認した。

H26年度は、鉄系焼結部品に対して、線質硬化によるカップリング現象を解消した上で、昨年度効果を確認し、実体と空隙との二値化的閾値の設定における遷移領域の取り扱い方法を用いて、X線CTによる断面画像から空隙を測定した。



3. 方法

まず、マイクロフォーカスX線CTによる断面画像を図-24の方式で取得した。その画像を図-25の方法でボクセル化した。ワーク（試料）のサイズは、外径φ10、内径φ5、高さ20mmであり、低密度ワーク 6.67 g/cm³、高密度ワーク 7.2 g/cm³、7.2 g/cm³ の3種類について評価を行った。密度計測を行う鉄系焼結部品をターンテーブル上で回転させ、さまざまな角度からの透過したX線の分布からコンピュータが材料内部の断面形状を取得する。断面の方向はX線透過画像に直交しX



線ビームに対し平行である。X線透過画像は材料内部の状態が重なってしまう場合があるが、X線CTでは材料内部の状態が重ならず任意の断面のみを表示可能である。

4. 結果

鉄系焼結部品のような高密度なワークでは、X線CTでは線質硬化が発生する。本来均一な密度分布を有する試料について、線質硬化により、図-26に示すようにCT値が低下するカップリング現象が発生する。これは、X線CTが白色X線を用いているにも関わらず、簡便化を目的で、単色X線として再構成計算を行っているための不具合である。本事業では、密度測定に影響をおよぼすカップリング効果の軽減として、図-27に示すように、鉄系焼結部品とほぼ同一な密度を有する素材により作製した厚みの違う補正用試料の投影データの輝度値から、白色X線の減衰を近似曲線により求め、補正を行った。

図-26 カッピング効果

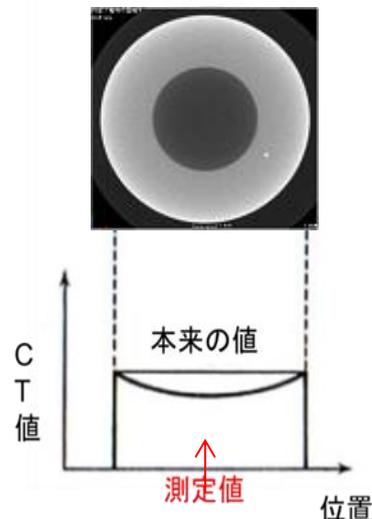
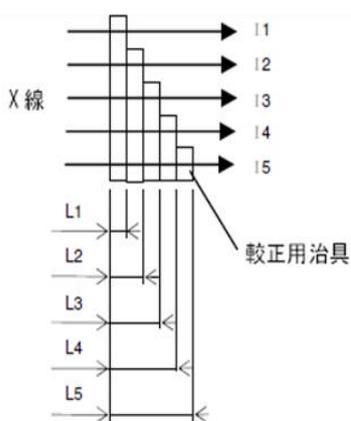
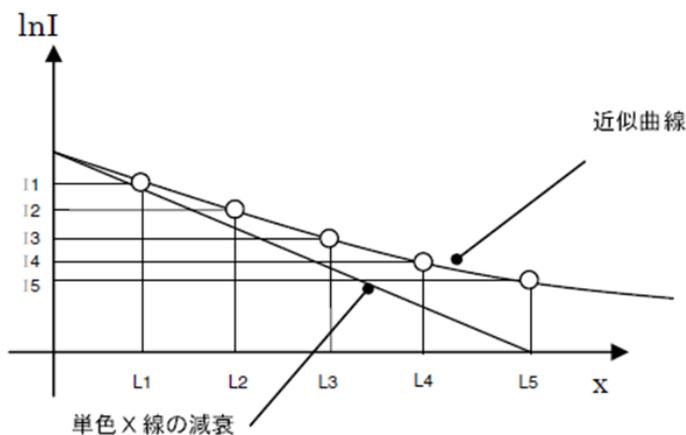


図-27 カッピング効果の補正方



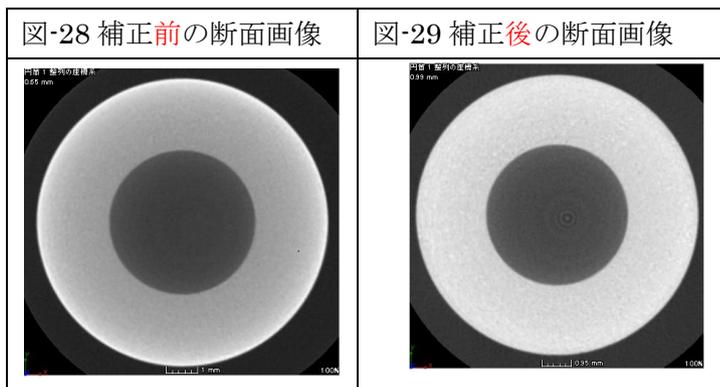
較正用データの収集



較正データを用いて近似曲線の作成

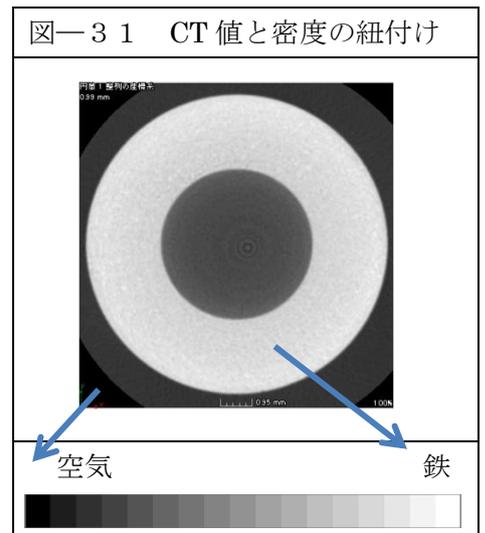
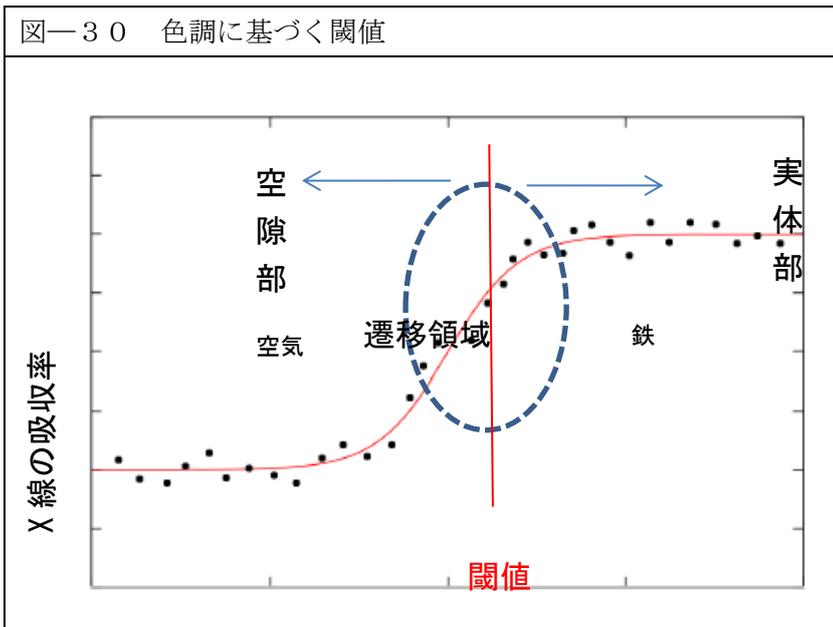
図-28にカップリングの補正前の断面画像の一例、図-29にカップリングの補正後の断面画像の一例を示す。カップリング効果が軽減され、CT値の低下が抑えられていることが分かる。

密度測定断面画像は、色調を持った画像データにすぎない。500枚の画像処理から実



体と空隙との境界を見分ける必要がある。図一30に示すように、二値化的閾値の遷移領域を考慮したこの色調を基に実体と空隙との閾値を定めるが、この閾値の設定により密度測定の結果も大きく異なってしまう。

本事業では、閾値から実体と空隙を定義し密度を求める従来の手法から、断面画像の色調と密度との紐付け（図一31）を行い、遷移領域を考慮した密度測定を行った。空気（ 0g/cm^3 ）、鉄（ 7.78g/cm^3 ）をリファレンスと、同一断面内に撮像し、CT値と密度との関連付けを行った。補正前の断面画像と補正後の断面画像のCT値と密度の紐付けによるX線計測を、低密度ワーク、高密度ワークそれぞれで行った。



計測方向は図一32に示す方向であり、断面画像は500枚ほど収集可能であるが、ワークの上下は端面効果やコーンビームアーチファクトと呼ばれるノイズが発生するため、0~100枚、400~500枚は削除した。結果を図一33、34にそれぞれ示す。横軸は鉄系焼結部品の高さ方向（枚数）、縦軸は密度(g/cm^3)である。

図-32 測定方向

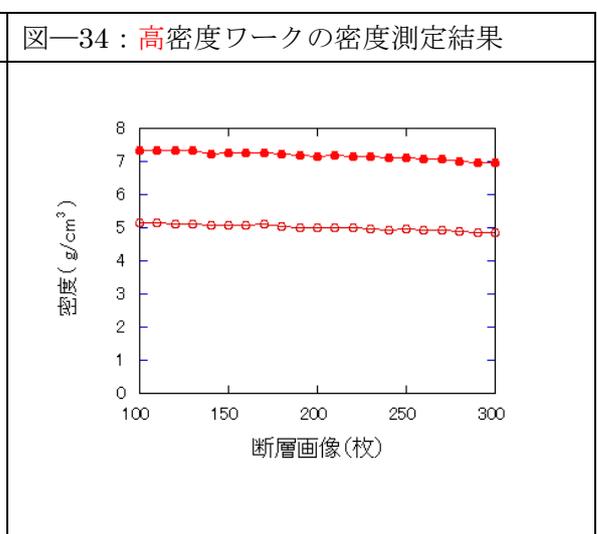
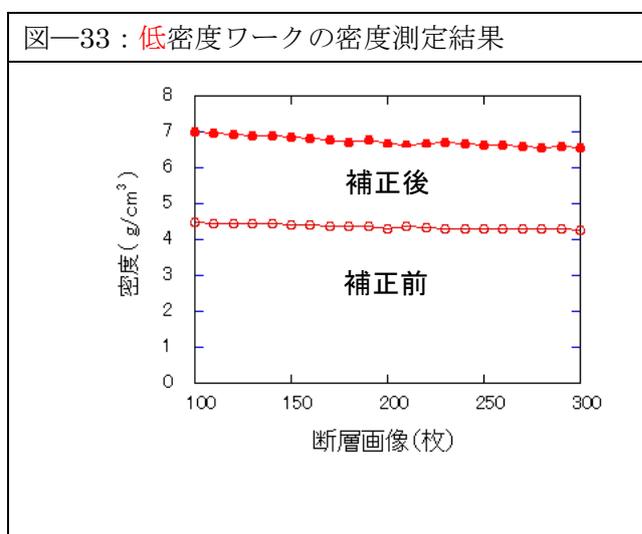


図-33の図から求められる密度は、補正前は4.78 g/cm³であるが、補正後は6.69 g/cm³と体積と質量から求めた密度6.67 g/cm³とほぼ一致する結果が得られた。

同様に、図-34から求められる密度は、補正前5.22 g/cm³であるが、補正後は7.19g/cm³であり、体積と質量から求めた密度7.2g/cm³ほぼ一致する値が得られたことから、

カップリング現象の軽減および色調と密度の紐つけ補正が鉄系焼結部品に有効あることを確認出来た。また、図-33, 34で、ワークの中心を示す断面画像200枚目付近で、低密度ワークでは200μm、高密度ワークでは160μmの範囲で、その前後と比較し密度が低下していることから、ニュートラルゾーンの範囲が示唆される結果が得られた。

表-25に実密度（質量と体積から算出）、X線CTによる密度、空隙率（推定）、空隙率削減効果を示す。純鉄の密度7.78g/cm³を本焼結部品の真密度としたとき、X線CT方式は、6.67及び7.2g/cm³の実密度に対し、精度よく空隙率を推定できた。しかし、7.5g/cm³の場合、X線CTからの得た密度は8以上であり、誤差が大きかった。

表-25 X線CTから求めた空隙率、空隙軽減率

| 実密度 | X線・密度 | X線・空隙率（推定） | 空隙率削減% |
|------------------------|------------------------|------------|--------|
| 6.67 g/cm ³ | 6.69 g/cm ³ | 14vol% | 基準 |
| 7.2g/cm ³ | 7.19g/cm ³ | 7.5 vol% | 53.6% |
| 7.5g/cm ³ | 8 以上 | 不正確 | — |

5. 考察

従来品及び高密度品（7.2g/cm³）の密度はX線方式で計測できた。また、圧粉体の中央部に密度の薄い領域を垣間見た。しかし、更に密度の高い7.5g/cm³品に関しては、純鉄の7.78g/cm³以上の値を出し、X線方式では、装置自体の低透過度の問題で計測が困難であった。

対策として、高度化目標の空隙率は「体積と質量」で得られた平均密度から算出することとした。

2-2-3: 金型潤滑用の高密度成形用原料の検討及び高密度化:

1. 背景

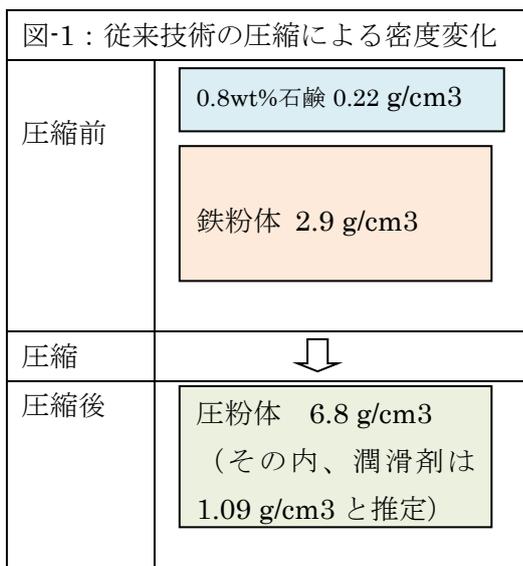
1-1-3 項の図-1に示すように、従来工程では、嵩密度が約2.9g/cm³の金属粉末に、嵩密度が約0.22g/cm³（真密度1.095g/cm³）の粉体潤滑剤（ZnSt 石鹸）を0.8wt%（約10vol%）混合し、圧縮して、密度6.8g/cm³程度の圧粉体を成形している。

2. 課題

鉄粉中の粉体潤滑剤は1/5程の体積に圧縮されるが、それでも1g/cm³程度と推定され、鉄の7.78g/cm³とはほど遠く、粉体潤滑剤が高密度化を阻害している。

3. 目的

この課題を解決するため、高密度化の阻害要因である粉体潤滑剤の混合量を抑え、金型での摩擦上昇を補完するため「金型を潤滑油で潤滑する」ことを研究する。即ち、金型用の「優れた潤滑油」及び「その



塗布方法」を開発することが本研究の最終目的である。

この中で、高密度化に寄与する因子を検討し、7.5g/cm³ の高密度を達成できる実用的方法を見出すのが、具体的な目的である。

4. 研究の方向性

- A) 滑油塗布+高圧圧縮による高密度化
- B) 粉体原料の粒度の最適化：大小粒子の混合
- C) 高密度な鉄粉体原料による高密度化

5. 検討結果-①：滑油塗布+高圧圧縮による高密度化

A) 検討の方向性

金型に潤滑油を塗布する方式は、過去に研究されていた。粘度が高いため、金型に形成した油膜が厚く、かつ、均一塗布が困難であり、付着した油の分解により空隙率がむしろ悪化した模様であり、実用化に至っていない。本研究では、ダイカスト分野で培った潤滑油配合技術である「少量・均一塗布」技術を粉末冶金分野に活用する。具体的な研究の方向性は次の点である。

- ① 少量・均一塗布を可能とするため、粘度を下げる目的で潤滑の有効油分を溶剤で希釈し、速乾性のある潤滑膜を金型に形成させる。塗布後、溶剤は気化し、少量付着、均一油膜を金型に残す。
- ② 潤滑の有効成分である添加剤の中から、金型への付着効率の高い添加剤を選定し、塗布量を低減する。付着効率が高まると金型単位面積当たりの油膜強度が強化される。
- ③ これらの結果を踏まえ、以降の摩耗・摩擦・ノズル設計等の研究に使う「暫定的な潤滑油組成」を選定する。

B) 潤滑油の開発

2-1項参照

C) 塗布システムの開発

2-3項参照

D) 高密度化の検討

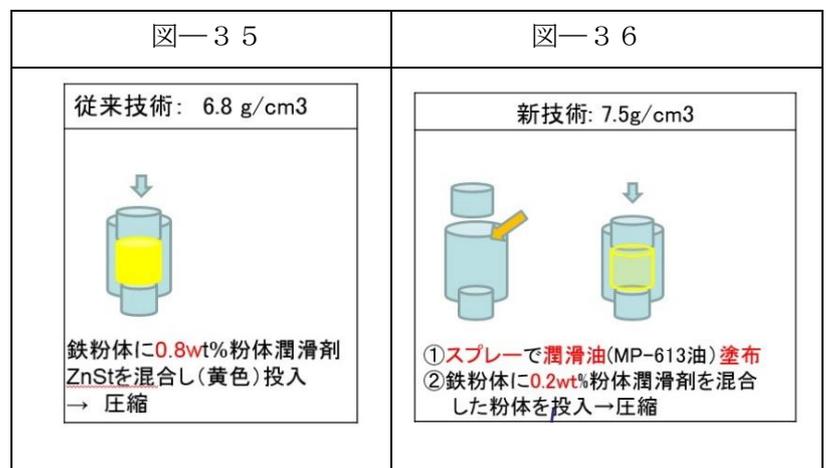
①. 新工程：

下に述べる「高密度化の阻害要因」の検討結果から、図-35

に示す従来工程に対し、図-36に示す新工程を選択した。

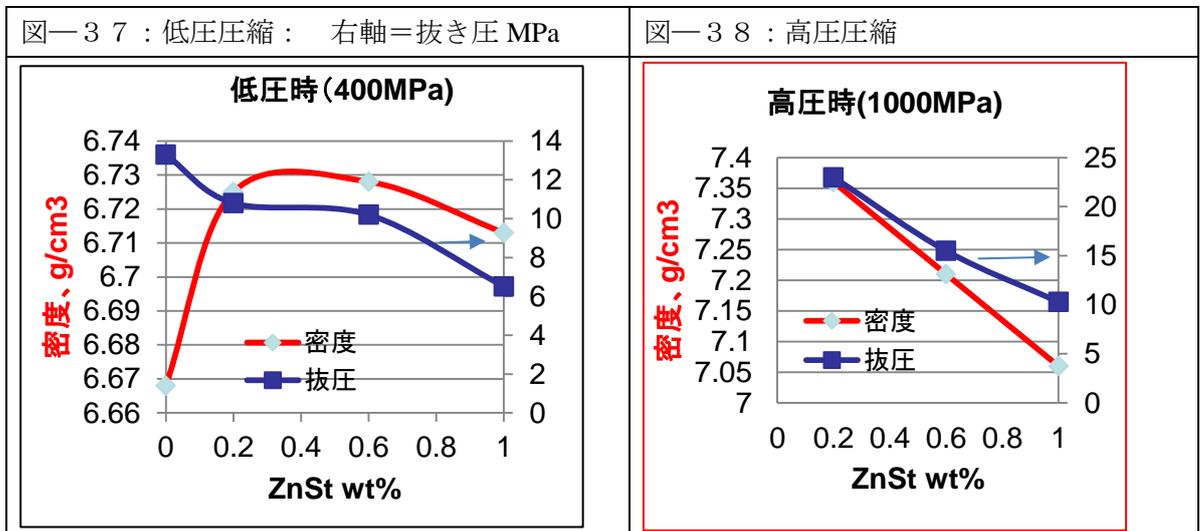
②. 高密度化の阻害要因を把握

潤滑油「塗布なし」の条件で、通常の 600-800MPa より低圧の 400MPa 条件で、ZnSt 石鹼の低減を試みた (図-37)。ZnSt 石鹼を従来レベルの 0.8wt% から 0.4wt% へ下げると、密度は若干上昇したが、高々 6.73g/cm³ が最高であり、高密度化には至らなかった。しかも、さらに石鹼量を低下させると、逆に密度は低下した。石鹼量の更なる低下により、粉体間及び金型・粉体間の摩擦が上昇し、低圧では押せなくなることが理由と考えられる。圧粉体取り出し時の抜き圧で見ると、ZnSt



石鹼が 0.2wt%以下で急激に抜き圧が上昇した。

一方、通常より若干高压の 1000MPa で圧縮すると、図-38のように、低压とは異なる傾向を示した。即ち、ZnSt 石鹼の低下とともに密度は上昇し、抜き圧も上昇した。到達した密度は、7.35g/cm³ であるが、抜き圧も通常の 11MPa レベルから 2 倍の 23MPa へ悪化した。ただし、ZnSt 石鹼が 0.2wt%以下では金型にカジリが発生し、0.2wt%以下の計測ができなかった。



これらの検討から、高压化の阻害要因を次のように考えた。

- a) ZnSt 石鹼量の低下による圧縮時の摩擦上昇
- b) 高压圧縮によるカジリの発生 (ZnSt 石鹼量が 0.2wt%以下の場合)
- c) 抜き圧の上昇 (ZnSt 石鹼量低下と高压圧縮の結果)

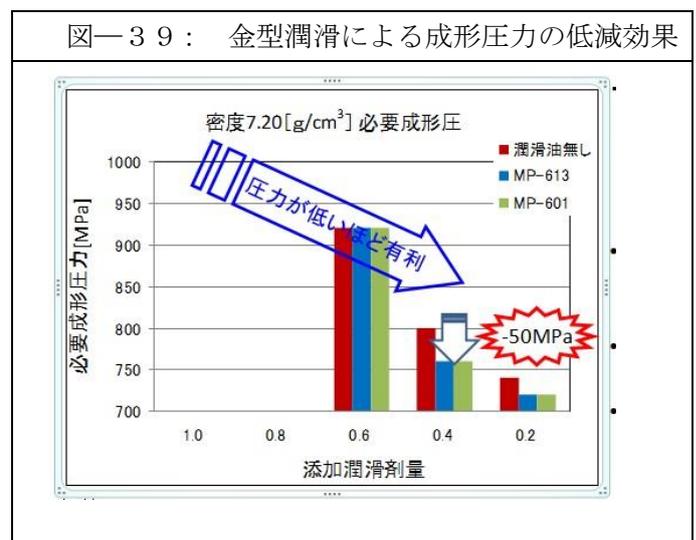
③ 阻害要因の克服⇒成形法の **新技術-1**：潤滑油塗布による **圧縮圧の低減**

高密度化の第一段階として、潤滑油塗布による「圧縮圧の低減」を検証した。

従来の 6.8g/cm³ に比べ 7.2g/cm³ の高密度品を成形する際の「粉体潤滑剤量と必要な成形圧」の関係を検討した。図-39に示すように、「潤滑油なし」条件では、

「ZnSt 石鹼を 0.6wt%から 0.2 wt%まで低減」させると、圧縮圧を 920MPa から 740MPa へ低減できる。しかし、粉体潤滑剤 0.2 wt%ではカジリ気味である。一方、「潤滑油塗布」条件では、0.4wt%ZnSt 石鹼の場合、圧縮圧は 50MPa も低圧であった。即ち、潤滑油の効果は、必要圧縮圧の低減に現れている。0.2wt%の際も「潤滑油塗布あり」のほうが低圧であった。加えて、カジリが発生していなかった。低い圧縮圧で成形できることは、必要エネルギーの低減およびカジリの低減につながる。

このことから次のことが言える。



- a) 「潤滑油なし」の条件で、ZnSt 石鹸の体積を減らしことで高密度化となる。
- b) ZnSt 石鹸を減らし金型に潤滑油を塗布すると、金型・粉体間の摩擦が低減し、必要圧縮圧が低下する。
- c) 低圧圧縮と潤滑油塗布でカジリが減少する。

④ 阻害要因の克服⇒**新技術－2**：潤滑油塗布を通じた低摩擦による**高密度化**

高密度化技術の第二段階として、圧縮成形工程で、潤滑油を塗布した際の潤滑油の低摩擦化の効果を検討した。使用した金型は予備試験的なもので、得られた密度の値は、正確ではなく、傾向を表すものである。

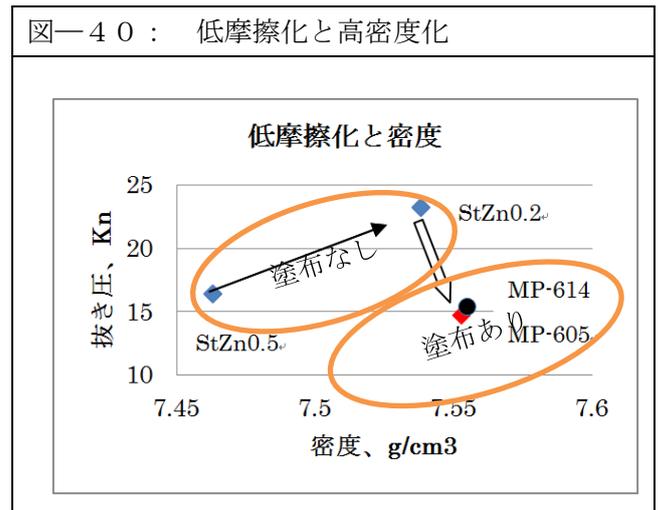
鉄粉に ZnSt 石鹸 0.5wt%を混合し、潤滑油なしの条件を基準に、抜き圧と密度を計測した。表－26 に結果を示すと共に、図－40 にまとめる。なお、抜き圧は上パンチの荷重を解放後、圧粉体を下パンチで押し上げるための抜き力(油圧力)を計測し、圧粉体の断面積で除した値である。

「金型潤滑なし」の条件で ZnSt を 0.5%から 0.2%へ低減すると、潤滑性の悪化で「圧粉体と金型間の摩擦抵抗」である抜き圧は高まるが、ZnSt 体積の低下で圧粉体の密度は高まる。

潤滑性を補うため MP-614 を金型に「塗布」すると、抜き圧が低下し、かつ、密度が若干高まった。金型と圧粉体間の摩擦が低下し、圧縮能力が高まった証拠である。MP-605 でも同様の傾向が表れた。しかも、密度のレベルは、高度化目標の 7.5g/cm³ を超えており、高密度化目標の達成が可能な模様。

| 潤滑剤・油 | 抜き圧 Kn | 密度 g/cm ³ |
|-----------|-----------|-------------------------|
| ZnSt 0.5% | 16.5 | 7.46 |
| ZnSt 0.2% | 23.3 | 7.53 |
| MP-605 | 14.7 | 7.55 |
| MP-614 | 15.4 | 7.55 |

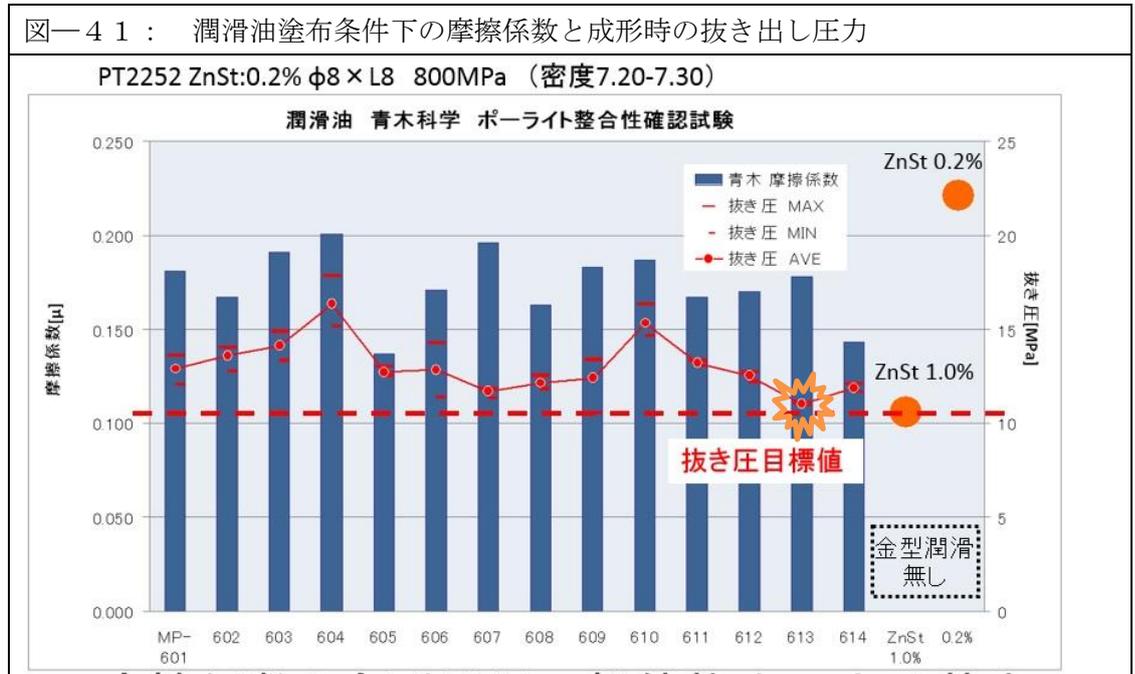
図－40： 低摩擦化と高密度化



⑤ 阻害要因の克服⇒**新技術－3**：潤滑油塗布による**抜き出し圧低減**

高密度化の第三段階として、金型への潤滑油塗布による「抜き出し圧の低減」を更に検証した。一般に、圧縮工程で潤滑不足が発生すると、金型・圧粉体間で溶着・焼付き・カジリが発生する。この状態で上パンチの圧力を開放しても圧粉体を抜き出すためには余分な力が必要となり、抜き出し圧力が上昇する。また、カジリが無くとも圧縮成形圧力が高くなればなるほど、金型内の圧粉体の内部応力が増加し、金型・圧粉体間の摩擦力が大きくなり、高い抜き出し力が必要となる。本検討は、2種類の試験で評価した。①ラボ金型を使った抜き圧試験と②図－4に示す摩擦係数評価である。①の抜き圧試験は、ZnSt 石鹸量を 0.2wt%に固定し、圧粉体成形後の「抜き出し圧」を計測した。試験条件は、800MPa 圧縮、8φ xL8 成形であった。また、②の摩擦試験では、ZnSt 石鹸量を 0.2wt%に固定し潤滑油（14 種類）の摩擦係数を図－4の摩擦係数測定器で測定した。図－41に、①の「潤滑油あり」条件での金型成形時の抜き圧の結果を折れ線で示し、②の摩擦係数は棒グラフで示した。図中の右側赤丸で示す2試料は、「潤滑油なし」の条件での ZnSt 石鹸 1.0wt%と 0.2wt%の成形試験による抜き圧の結果である。

図一 4 1 : 潤滑油塗布条件下の摩擦係数と成形時の抜き出し圧力



「金型潤滑なし」の条件で、1.0wt%石鹼(ZnSt)の抜き圧 11MPa に対し、0.2wt%石鹼の抜き圧 23MPa が従来技術の現状であった (図中、右側の赤○)。この 11MPa が新技術での抜き圧目標値である。この場合の圧粉体側面積は、 $7.978 \phi \times 8.123\text{mm} = 203.6\text{mm}^2$ であり、抜き出し力は 4.82kN、抜き出し圧力は 23.67 MPa であった。一方、「潤滑油あり」の場合の圧粉体側面積は、 $7.978 \phi \times 8.427\text{mm} = 211.2\text{mm}^2$ であり、抜き出し力は 2.25kN、抜き出し圧力は 10.63 MPa であった。圧粉体の側面積はほとんど同じであるので、抜き出し力の比が側面の摩擦係数の比であり、「潤滑油あり」では、摩擦係数は半減したといえる。

一方、ラボ試験で計測した摩擦係数は若干高めだが、実機相当試験で試料 MP-613 の抜き圧がもっとも低く、約 11MPa であった。高度目標で見ると、潤滑油塗布の効果は 0.2wt%石鹼の 23MPa から 11MPa の抜き圧低減 (52%低減) であったと言える。

「潤滑油なし+石鹼 0.2wt%」の条件では、カジリが発生する場合もあった。金型の全面に ZnSt 石鹼が付着するわけではなく、部分的なカジリが発生したと推定する。一方、「潤滑油あり+石鹼 0.2wt%」の条件では、カジリは発生せず、潤滑油の均一塗布の効果が現れた模様。新技術の効果が期待でき、実機相当評価機での高密度化に MP-613 潤滑油を供することにした。

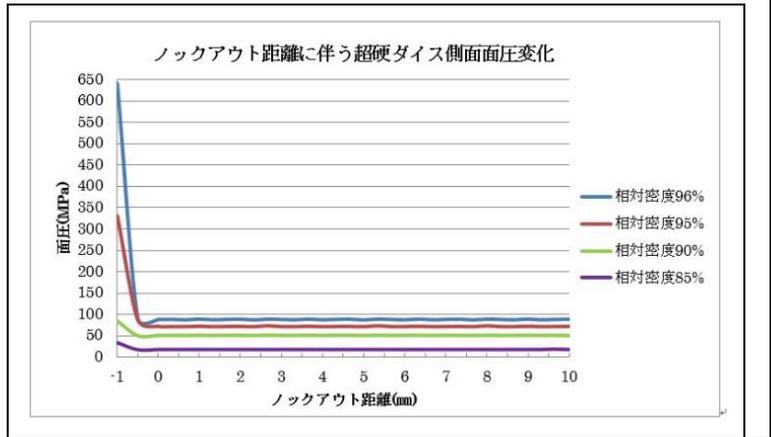
前に説明するように、抜き圧に関し、静岡大学がシミュレーション解析を実施した。内容は、金型の側面に掛かる面圧であり、圧縮時 (上パンチに荷重あり) と抜き出し時 (上パンチに荷重無し) の状況を解析している。ここでは、上パンチを開放した場合の抜き圧に関わる「抜き出し時の側面圧」について説明する。

図一 4 2 中、ロックアウト距離「-1mm」に圧縮中の最後の段階での「金型側面に掛かる圧」を、距離「-0.5mm」の位置に、上パンチの荷重を開放した状況の側面圧を、「0mm~10mm」位置に、下パンチで押し出される圧粉体の上側への移動時における金型側面圧を示す (3 点を同じ 0mm に書くと図が分かり難くなるので、便宜上位置をずらした)。

図-42：抜き圧のシミュレーション解析

この図から、金型側面に掛かる圧について、次が推測できる。

a) 「-1mm」に示される圧縮時の面圧は、圧粉体の相対密度が90%（圧粉体密度で7.00g/cm³）から96%へ高まると側面圧は急激に上昇する。相対密度95%（圧粉体密度で7.39g/cm³）では側面圧は330MPa。



- b) 「-0.5mm」位置で示される上パンチ解放直後の面圧は、急激に低下する。
- c) 「0mm」位置で示す上パンチ開放・下パンチの上方移動開始時（圧粉体の抜き出し開始時）の側面圧は、b)項とほとんど変わらないで、かつ、圧粉体が上に移動してもほとんど一定の面圧である。ただし、相対密度が高いと、側面圧も若干高いレベルになる。成形された圧粉体が高圧下で強く圧縮され、若干半径方向に太り、金型側面圧が高くなっていると考えられる。この面圧が摩擦抵抗となり、下パンチによる抜き圧が必要となる。ただし、実機相当試験機での抜き圧レベル11~23MPa（図-41）に比べ、同シミュレーションでは抜き圧が50MPaレベル（相対密度90%の場合）であり、若干高めであった。しかし、傾向を理解するのに役に立つシミュレーション解析である。

⑥ 阻害要因の克服⇒**新技術-4**：粉体原料と高密度化

高密度化の第四段階として、第一段階から第三段階かまでに得られた知見を踏まえ、実機相当試験機で粉体原料を変えて高密度製品（図-43のギヤ形状、7.5φx3.0xL4.5）を試作した。成形条件を表-27に示す。

図-43：ギア

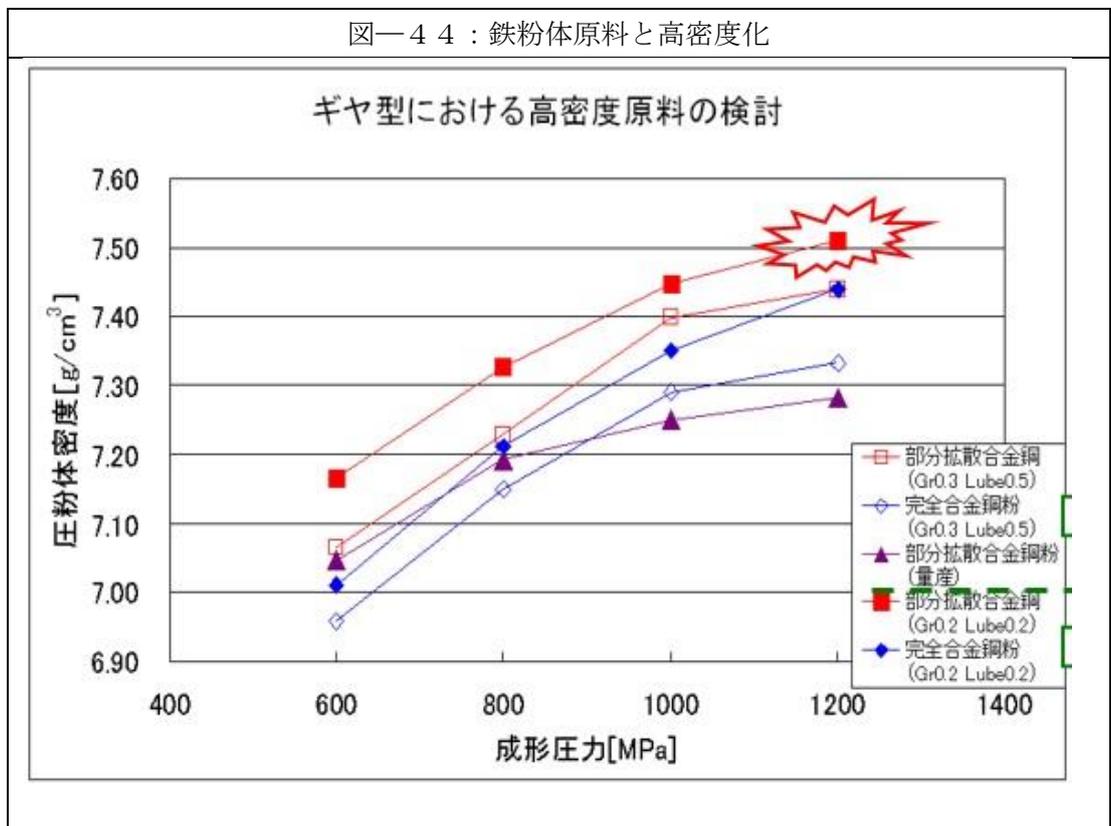


| 図中の記号 | 鉄粉体原料の名称 | 鉄原料の成分 | グラファイト wt% | ZnSt 石鹼 wt% | 潤滑油塗布 |
|-------|----------|---------------|------------|-------------|-------|
| □ | 部分拡散合金鋼 | Fe-Cu-Ni-Mo-C | 0.3 | 0.5 | 無し |
| ◇ | 完全合金鋼 | Fe-Ni-Mo | 0.3 | 0.5 | 無し |
| ▲ | 部分拡散合金鋼 | Fe-Cu-Ni-Mo-C | 現行量産品 | 0.6 | 無し |
| ■ | 部分拡散合金鋼 | Fe-Cu-Ni-Mo-C | 0.2 | 0.2 | 有り |
| ◆ | 完全合金鋼 | Fe-Ni-Mo | 0.2 | 0.2 | 有り |

図-44に示すように、成形圧を高めると、密度も高くなる。現行量産品（青△）の圧粉体に見られるように、高圧圧縮で密度は高まるが、1200MPaで密度は7.3を超えない。唯一7.5g/cm³を達成できたのは、図中の赤マークで囲った「部分拡散合金原料+石鹼（lube）0.2wt%」+潤滑油塗布」+「1200MPaの圧縮」の場合である。

なお、この条件の中の石鹼・潤滑油・1200MPa 圧縮については、新技術—1から3に説明したので、ここでは原料について説明する。 高強度焼結機械部品用として開発されたNi、MoあるいはCr、Mn等を合金化した完全合金鋼粉は圧縮性が悪い。それに比べ、高強度部品に多く用いられている部分拡散合金は、圧縮性の良い純鉄粉の表面にNi、Cu、Moの微粉を熱処理により部分的に拡散させた粉末である。圧縮性は純鉄粉とほぼ変わりなく、高密度が得られ、焼結後の特性も安定する。

部分拡散合金は各成分を物理的に混合した粉体原料であり、空隙が多い。一方、**完全**合金原料は、各成分を溶解した熱い液から粉体を作ったものであり、それ自体の密度は高いはずである。しかし、本検討結果から、完全合金粉体同士は溶け合い、圧縮での最密化できず、部分合金より低い密度(0.15g/cm³程度)となった。部分合金の場合、各成分の粉体粒子径が異なり、圧縮により小さな径の成分粒子が大きな径の隙間に入り込んで最密化が起こったと推定している。このことは、後述する「6項 検討結果②」で確認されている。



⑦ 阻害要因の克服⇒**新技術—5：高密度品の連続生産**

上記の新技術—5で得られた知見・条件で、本助成事業で入手した実機相当評価機(40t カムプレス：図一45)により7.5g/cm³の高密度成形品を**連続生産**できた。条件は次の通り。

- a) 部分拡散合金原料
- b) ZnSt 石鹼 (lube) 0.2wt%混合
- c) 潤滑油 MP-613 を 0.1cc 塗布
- d) 1200MPa の圧縮圧

一個約6秒で生産した成形品は16x14xL10の大きさであった(図-46)。

100個までの成形品の密度計測値結果を図-47に示す。表-28にまとめるように、
平均密度は7.50g/cm³であり、高度目標を達成できた。

図-45：粉末成形・摩擦摩耗試験機

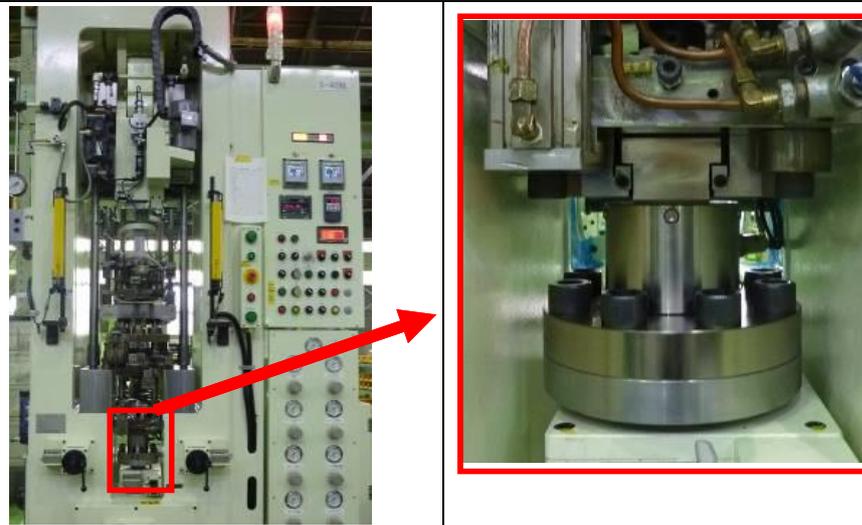


図-46：成形品



表-28
 高密度品の分布
 (N=100)

| | |
|------|-------------|
| 最大密度 | 7.52 |
| 最小密度 | 7.47 |
| 平均密度 | 7.50 |

料
 混
 粉
 最

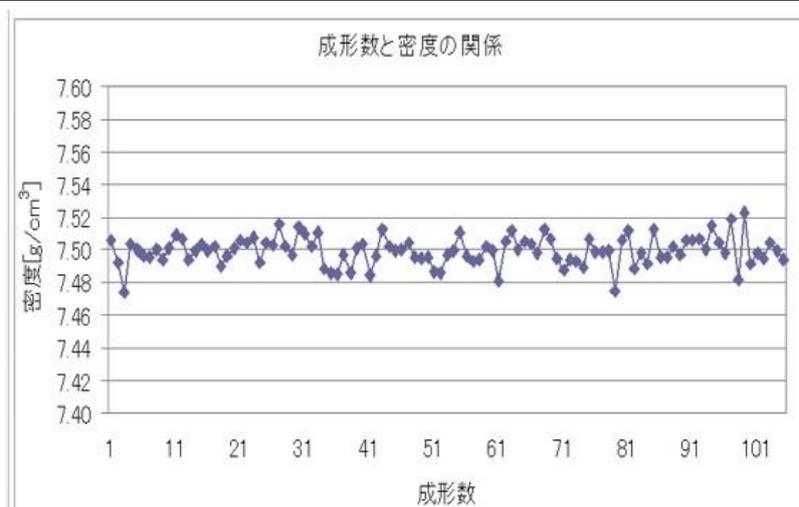


図-47 連続成形品の密度

6. 検討結果-②： 粉体原料の粒度の最適化：大小粒子の合の試み
 高密度化の要因の一つとして、体原料の粒度の影響を検討し、密充填の可能性を模索した。粉体原料の準備は、通常生産用原料を篩で①45μm以下②150~125μmと③「それ以上」の3種類に分け、①を60%、

②を40%で混合し、③の粒子を除外した。

「潤滑油なし」で石鹼0.8wt%の条件で圧縮した結果、通常原料(①、②、③混合品)に比べ、①+②の原料は密度が0.05g/cm³ほど高かった。②の大きな主体原料の中に①の細かな原料が入り込み、高密度になったと推定している。

この手法は、篩い分け工程の追加と粗大粒子の処理の問題で、実用化は難しいものがある。上に述べるように、高度目標を達成できたので、この手法を実生産には組み込まないこととした。

7. 検討結果-③： 高密度化による空隙率低減

A) 目的：高度目標の「空隙率50%以上」を達成する。

B) 方法：X線解析により空隙率の偏りを観察しながら平均空隙率を算出する計画であった。しかし、高密度品のX線透過率が悪く、補正を組み込んでも空隙率に誤差が多かった。そこで、空隙率を「体積と質量から求めた密度」から算出することとした。

C) 結果：表一29に、体積・質量で測定した密度から求めた空隙率の推定結果を示す。従来技術の空隙率に比べ、**新技術の空隙率は71%も低下した**。これは高度化目標の50%を遥かに超えている。

| | 密度 g/cm ³ | 鉄分 wt% | 空隙率% | 空隙率低減% | | 高度化目標% |
|------|----------------------|--------|------|-----------|----------|-----------|
| 従来技術 | 6.8 | 87.4 | 12.6 | 基準 | | 基準 |
| 新技術 | 7.5 | 96.4 | 3.6 | 71 | ↔ | 50 |
| 鉄真密度 | 7.78 | 100 | 0 | — | | — |

8. 検討結果-④：その他の高密度化因子

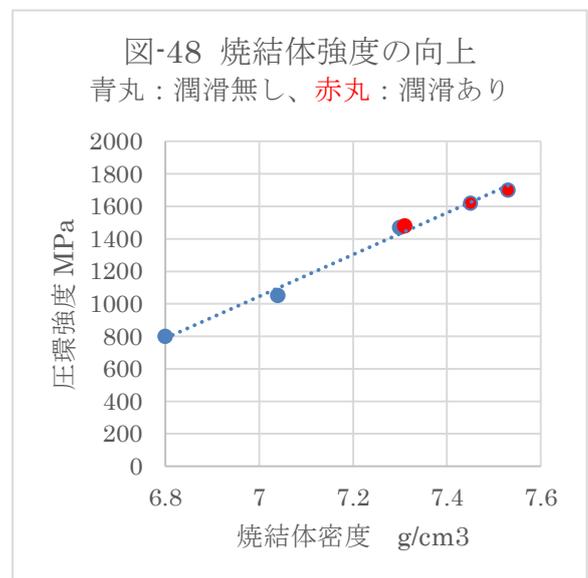
次の因子も検討したが、実用性に乏しく、実生産には組み込まないこととした。

A) 純鉄原料

1200MPa+0.2wt%ZnSt 石鹼+潤滑油塗布条件で、純鉄の密度を7.6g/cm³まで高めた。この値は、粉末冶金工法の到達可能な最高密度と考えられる。

B) 特殊潤滑油

オレイン酸含有潤滑油で上記①項の高密度化が達成できた。オレイン酸は優れた潤滑性を発揮するが、腐食性があり、実用化は困難である。



9. 高密度化による強度向上-1：圧環強度

A) 背景・目的

高密度化による強度向上は期待できる。本助成事業の高度目標には掲げてはいないが、強度として「圧環強度」の向上度合いを検討する。

B) 検討結果

中空円筒形の焼結部品の圧環強さを計測した。試料は「潤滑油なし」と「潤滑油あり」の2種類である。

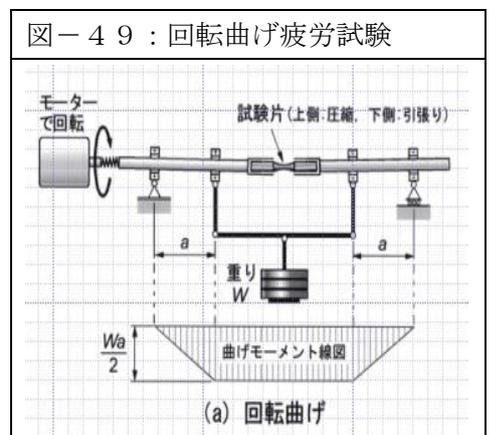
図一48に示すように、密度が高まると強度も高まる。従来技術の6.8 g/cm³では強度は800MPa、新技術の7.52g/cm³の強度は1700MPaと**2倍への強度向上**であった。

10. 高密度化による強度向上-2：回転曲げ疲労強度

A) 背景

金属製品にとって、回転曲げ強度も重要な強度の指標であり、自動車部品のクランク・シャフトのような回転体には不可欠な指標である。特に、空隙のある焼結合金で回転する部分に使われる場合、回転曲げ疲労強度は重要な指標である。材料の疲労に関する特性の基準となるデータは疲労試験によって得られる。もっとも基本的な疲労試験は規則的に変化する応力を試験片に負荷して破断するまでの

応力の繰り返し数を測定する試験である。代表的な疲労試験機は、丸棒に曲げモーメントを作用させ回転させる「回転曲げ疲労試験機」である

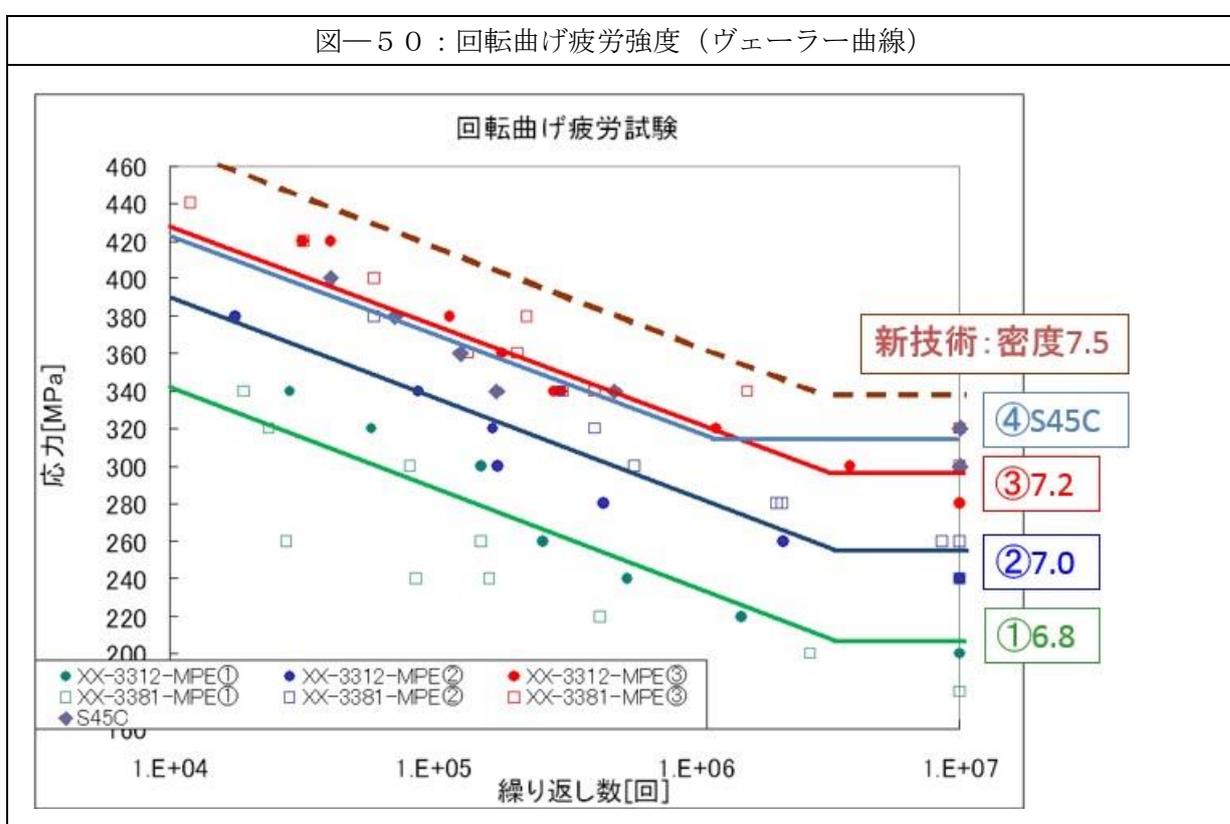


(図一49)。本項では、密度をパラメータとして従来技術で生産した試験片の回転曲げ疲労強度を計測し、新技術での強度を推測する。

B) 検討結果

各試料に 3000rpm で回転負荷を掛け、合計で 1000 万回の負荷を 52 時間ほど掛けた。試料は、従来技術で生産した密度 6.8, 7.0, 7.2 の 3 種類であった。その結果、図一50 の片対数に示すように、回転負荷を増やすと、製品の応力が低下してきたが、約 500 万回で「折れ点 (Knee Point)」が現れ、それ以降は応力が低下しない。この値は疲労限度 (耐久限度) と呼ばれている。密度が高い製品の場合、疲労限度の応力レベルは高いことが分かった。

この図に、新技術の密度 7.5 g の応力推定値をプロットした。1000 万回後、従来技 (6.8g/cm³ の応力 200MPa に比べ、新技術(7.5g/cm³)の応力 350MPa と推定され、**回転曲げ強度が約 1.7 倍へと向上**と見込める。



2-2-4: 潤滑油組成による摩耗低減の研究

1. 背景・課題

連続生産は生産に不可欠な事項であるが、摩耗により金型を交換するため、時折 連続生産を中断しているのが現状である。生産する製品の形状、材料硬度、金型材料により交換頻度は異なるが、一般に、数十万から数百万個生産に一回の交換サイクルである。

新技術を採用すると、高密度化のため高圧圧縮となり、金型摩耗の増加が懸念される。

2. 目的

本事業では、高度化目標としての連続生産の目標値を設定していないが、「従来技術」と同程度の摩耗になることが期待される。「高圧縮による摩耗の増加」の解決策として、潤滑油の耐摩耗性の向上を検討する。

3. 経緯・観察

2-1項、2-2項の研究中に摩耗が観察された。

- A) 従来技術の ZnSt 石鹼 0.8wt% 混合を 0.2 wt%へ低減すると、潤滑効果の低減、摩擦力の増加により金型の磨耗、あるいは、カジリ・焼付きが発生し、金型を交換する必要があった。
- B) ZnSt 0.2wt%の条件で、潤滑性の悪い「シリコーン・ゴム」を金型に塗布した場合、圧粉体の表面がギザギザであった。
- C) 静岡大学での過酷な条件の摩擦試験でも、ZnSt 0.2wt%の条件ではアンビル（試験片）に溶着が見られた。
- D) 「潤滑剤濃度 対 高密度化」を評価する際、カジリで圧縮できず、ZnSt 0.1wt%の評価ができなかった。

4. 検討の方向性

まず、従来技術の摩耗レベルを把握する。その後、耐摩耗性を組み込んだ新潤滑油で潤滑油塗布条件下での摩耗レベルを把握する。摩耗量を把握するには数十万個の生産が必要であり、本研究期間中には完了できないので、補完研究とし、H27年夏までには完了させる計画である。補完研究の試験機は本助成事業で新たに入手した 40t プレス機（図-4 5）を活用する。

5. 従来技術での摩耗の把握

A) 方法

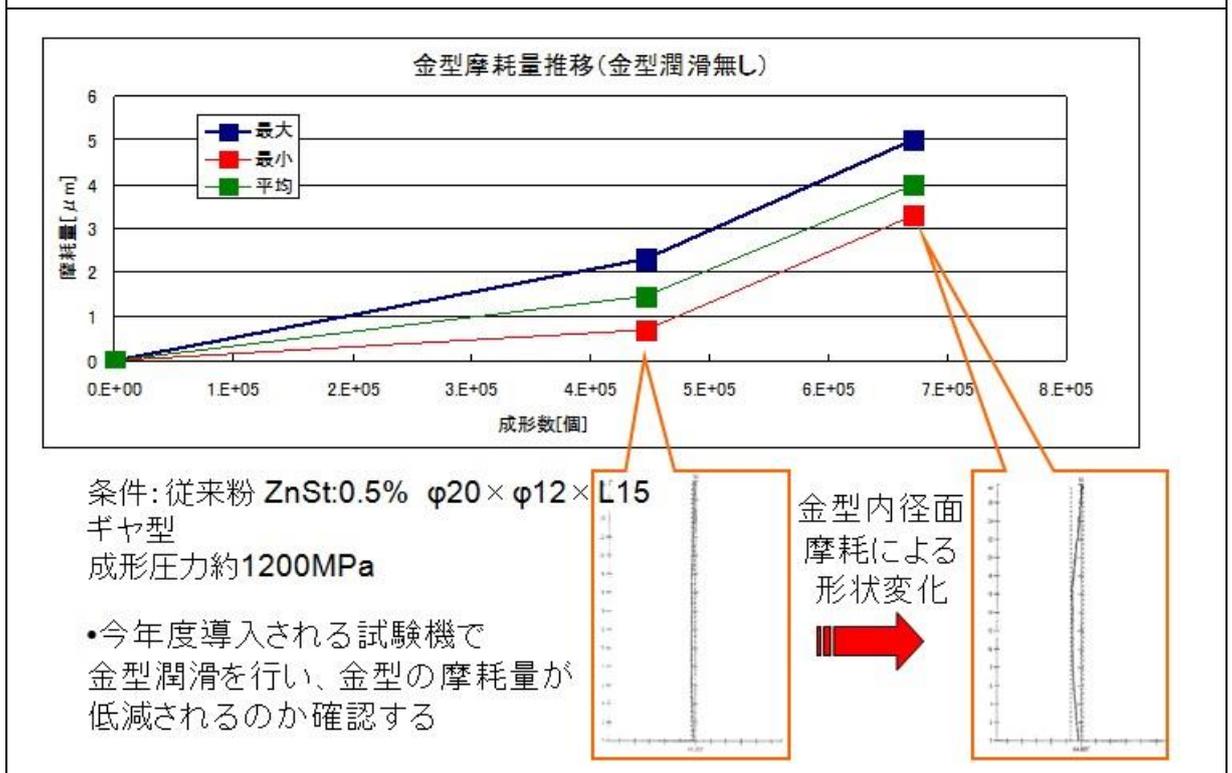
実際に量産している製品の生産個数対摩耗量を計測した。試料はギヤ形状で（図-4 6）、外径 20mmx 内径 12mmx 高さ 15mm である。ZnSt は 0.5wt%と低濃度であり、潤滑油の塗布なく、成形圧力は 1200MPa とかなり過酷な条件であった。摩耗測定は 40 万個生産時との 70 万個生産時の 2 点であった。40 万個生産時の金型摩耗量は生産を中断し、金型内部の摩耗量を計測し、再度組み付け生産を継続した。70 万個生産の場合、生産を中止して金型摩耗を計測した。金型の摩耗量は表面粗さ計を使い、円筒内面の粗さを上から下へスキャンした。

B) 検討結果

図-5 1 に測定結果の平均値、最大値、最小値を示す。摩耗量の振れ幅（最大-最少）は約 1.8 μ m であり、40 万回、70 万回共にほぼ同じレベルであった。平均値で見ると、40 万回で約 1.5 μ m、70 万回で 4.0 μ m の摩耗であり、生産数の増加と共に摩耗が増加していた。

図-5 1 の中の吹き出しに、内面の高さ方向に計測した摩耗量を示す。40 万回の時点では、半径方向での摩耗量に大きな変化は無いが、70 万回の時点では**樽型の摩耗**となり、中心部分が多く摩耗していることが分かった。この摩耗形状のため、圧縮された圧粉体の中央部が太い樽型となる。抜き出し時に、細い出口で太った樽部分が引っ掛かり、抜き出し抵抗が増加し、取り出し難い現象が起きている。即ち、抜き圧の増加が生産の中止、金型交換に繋がっている。

図-5 1 : 金型の摩耗量 : 従来技術

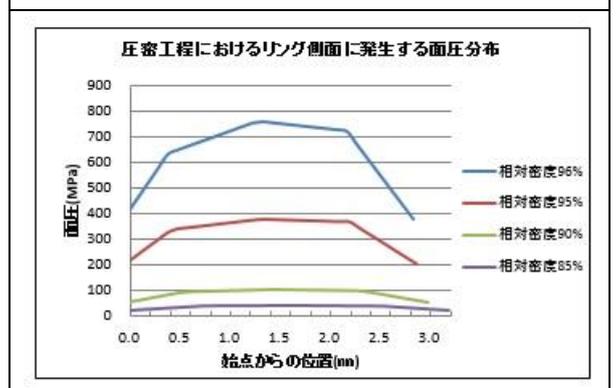


C) 金型面圧のシミュレーション解析

静岡大学が金型に掛かる圧力分布と抜き圧に関し、シミュレーション解析を行った(2-2-1項)。その中の「圧縮時に金型側面に発生する面圧」を図-5 2に示す。

金型の始点(下面)から成形品の高さである3.0mmまでの面圧分布である。相対密度を高めると、急激に面圧は高くなる。即ち、高密度品の成形で金型摩耗が増加することを示唆している。また、図-5 2を左へ90度回転させると、中央が高い圧力の形状は、図-5 1中の吹き出し(右)の実機の摩耗形状に良く一致している。即ち面圧の高い部位は摩耗しや易いことを示唆している。

図-5 2 : 結果-2 : 部位による金型面圧



6. 新技術での摩耗の低減: 予備試験

A) 背景

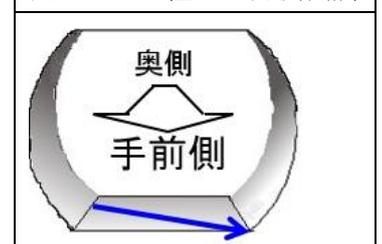
摩耗の検討は長期にわたるので、予備試験として、今年度に導入した抜き出し圧力を測定できる「粉末成形・摩擦試験機」を用いて金型の摩耗を検討した。本格試験は(7)項に述べるように補完研究とする。

B) 目的

潤滑油塗布の有無による「粗さ」への影響を短時間で計測し、今後の補完研究の摩耗に関する予備データを取得する。

C) 方法

図-5 3 : 粗さの計測箇所



加速試験法として、金型材質を「超鋼材」から「SKH51材」と軟らかくした。鉄粉体には0.2wt%のZnStを混合し、700MPaで圧縮した。成形品はダイス状であり、3000個生産した。成形品の密度は6.75-6.85g/cm³と従来技術である。図-53の矢印で示す方向に表面粗さを測定する。

D) 結果

図-54及び図-55に示すように、開始1回目の成形品と3000回生産後の成形品の面粗さを計測した。

「潤滑油なし」に比べ、「潤滑油あり：MP-613油」の条件では、Rz及びRaともに、粗さのレベルは顕著に低く、かつ変化量も小さい(表-30)。明らかに、潤滑油は金型の摩耗を制御する効果があることがわかった。

7. 新技術での摩耗の低減：本格試験⇒補完研究

前述の「予備試験」では、潤滑油MP-613は摩耗を制御する効果がある模様との知見を得た。しかし、数万個・数十万個の生産ではなく、3000個の生産での検討結果であり、成形品の表面粗さの差は観察されたが、金型の摩耗は観察されなかった。摩耗を観察するための本格試験は長期間にわたるので、本助成事業

終了後も補完研究とし、H27年夏ごろ終了の予定である。長期試験では、圧粉体の表面粗さを6項と同じ方法で観察し、最終的には連続生産試験を中止し、金型の摩耗量も検討する。

図-54：面粗さ：Rz=最大高さ粗さ

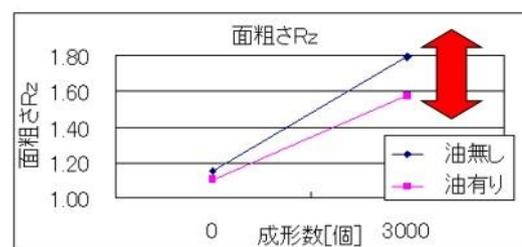


図-55：面粗さ：Ra=算術面粗さ

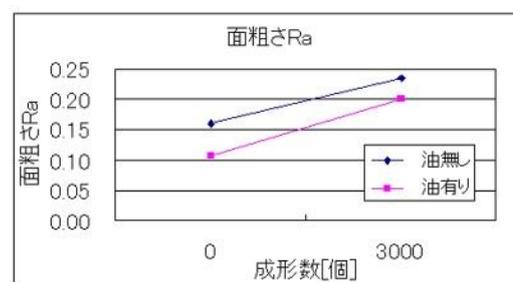


表-30：面粗さ測定値

| | 潤滑油 塗布なし | 潤滑油 塗布あり |
|----|----------|----------|
| 粗さ | 1 個目 | 3000 個目 |
| Ra | 0.16 | 0.201 |
| Rz | 1.15 | 1.573 |

2-2-5 金型への耐摩耗性を組み込んだ潤滑油配合の選択

1. 背景

2-2-3項の高密度化は達成されたが、使用した潤滑油には耐摩耗性が組み込まれていない。一方、2-2-4項に述べるように、長期使用した場合の金型摩耗の懸念はある。しかも、塗布量は一回当たり0.1cc程であり、溶剤を除いた有効油分量は0.01cc(約8mg)と極微量であり、摩耗防止能力の懸念がある。

2. 目的

この懸念を払拭し、従来技術と同程度の金型交換を新技術で再現するため、「潤滑油による摩耗の低減」の可能性を模索する。8mgと微量の潤滑油で金型摩耗を防止することが期待されている。

3. 研究の方向性

高価な実機評価に先立ち、試験室レベルで簡易に潤滑油成分の摩耗に対する影響を確認できるスクリーニング試験法を確立し、試作油を作成する。その後、2-2-4-(7)項の実機相当試験機による補完研究に同試作油を供する。

4. 検討方法

図-4に示す摩擦係数試験機を使い、平均摩擦係数および油膜破断時間を計測した。測定条件を表-31に示す。図-7に示すように、往復動条件で摩擦開始後、しばらくは油膜があるので摩擦係数は低い、その後油膜が薄くなり摩擦係数は上昇する。摩擦係数が0.8以上になる秒数を油膜破断時間とした。平均摩擦係数の測定条件は同条件下で開始から20秒までの摩擦係数を表している。評価した試料は、高密度品を連続生産したMP-613油（溶剤+変性シリコン10wt%）を基準に、3種類の摩耗防止添加剤を濃度2wt%と5wt%の2水準で添加した合計7試料であった（表-32）。

| 項目 | 内容 |
|-------------------------|-----------|
| 測定モード | 直線往復 |
| 荷重 (g) | 3000 g |
| 線速度(mm ² /s) | 50 |
| 往復幅(mm) | 35 |
| 温度(°C) | 50°C |
| 圧子 | S U S 304 |
| 試験片 | S P C C |
| 塗り方 | 綿棒 0.03g |
| 放置間隔 | 乾燥後 |

| 試料 | 成分：追加添加剤 | 油膜破断秒 | 平均摩擦係数 |
|--------|-------------|-------|--------|
| MP-613 | 基準 | 68 | 0.152 |
| MP-701 | 硫化エステル 2wt% | 64 | 0.124 |
| MP-702 | 硫化エステル 2wt% | 99 | 0.116 |
| MP-703 | 亜リン酸 2wt% | 129 | 0.118 |
| MP-704 | 亜リン酸 5wt% | 201 | 0.115 |
| MP-705 | 可塑剤 2wt% | 146 | 0.113 |
| MP-706 | 可塑剤 5wt% | 156 | 0.138 |

5. 検討結果

A) 平均摩擦係数

表-32に示すように、MP-613の基準試料と比較し、摩耗防止剤を配合した他油の平均摩擦係数は低い。圧縮工程での抜き出し圧の低下および摩耗も少なくなる可能性がある。

B) 油膜破断時間

表-32及び図-56に示すように、試料油で油膜破断秒数に差が認められた。MP-613に比べMP-702~MP-706の試料は油膜破断時間が長く、特にMP-704（亜リン酸5wt%含有）の油膜破断はMP-613に比べ3倍も長時間であった。金型の摩耗低減の効果が期待できる。

C) 潤滑油の耐摩耗性向上

前述の補完研究ではMP-613と「油膜破断が起こり難い耐摩耗性加味した試料油」を実機相当の試験機で検討する。

D) 耐摩耗性潤滑油の腐食低減

通常、耐摩耗性のある添加剤は極性が強く、金属腐食の可能性はある。鉄への腐食性を確認するため、鉄片を試料油に浸漬させ、常温で放置している

(図-57)。三週間後でも目視で腐食が無いことを確認した。補完研究開始まで観察を継続する。

図-56: 耐摩耗性向上用候補油の油膜強度

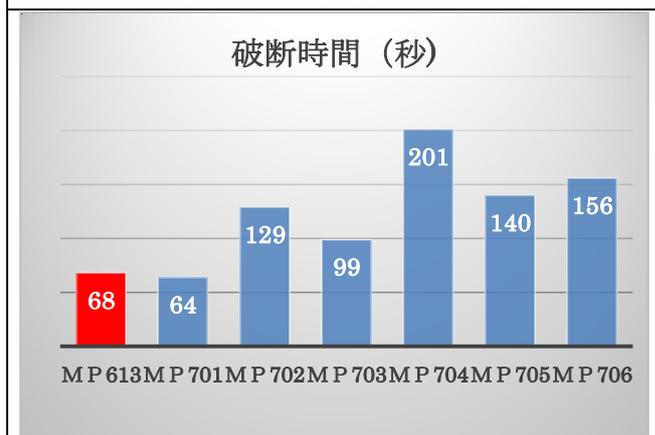


表-33 耐摩耗性を加味した試料の組成

| 試料 | MP613 | MP703 | MP704 | MP705 | MP706 |
|----|------------------------|------------|------------|-----------|-----------|
| 基本 | 溶剤 90wt%+変性シリコーン 10wt% | | | | |
| 追加 | なし | 亜リン酸 2% | 亜リン酸 5% | 可塑剤 2% | 可塑剤 5% |

2-3 潤滑油塗布方式の検討

実機の金型は10-20mmφ程度の直径であり、50-100mm高さの円筒形金型である。その金型の内面に数秒に1回、潤滑油を微量塗布(0.5cc以下)する。そのための塗布システムを構築するが本項の目的である。

2-3-1 塗布用ノズル形状の検討

1. 目的

流体の数、ノズルの形状に加え、塗布条件が微量塗布に大きく影響すると言われている。本項目では、流体の数とノズルの形状について検討する。

2. 経緯

まず、「二流体(空気と液体)」スプレー方式を検討した。次いで、ノズル部の実機への搭載のため、小型ノズルの「一流体(液体)」スプレー方式を検討した。しかしながら、電磁弁で流体を区切る方式は「液垂れ」の問題が解決できず、二流体方式へ戻し検討した。本項では「二流体方式」の検討をまとめる。

3. 検討の概要

A) 市場調査・ノズル設計用の設計基準

現在、焼結合金分野では潤滑油を塗布するノズルは使われていない。そこで、主にダイキャスト分野で使われている市販のノズルについて調査し、付着効率を検討した。その結果から焼結合金で使うノズルの「設計用の暫定設計基準」を設定した。

図-57: 腐食試験の一例



B) 加工能力の予備検討

微細穴開け加工装置（図一58）を使い、10,000～20,000回転の条件下で直径1mm～0.1mmまでの微細ノズル加工方法を検討し、0.2mmまでは穴をあけられることが分かった。なお、0.1mmの場合はドリルが折れ、穴は開けられなかった。

図一58：微細穴開け加工機

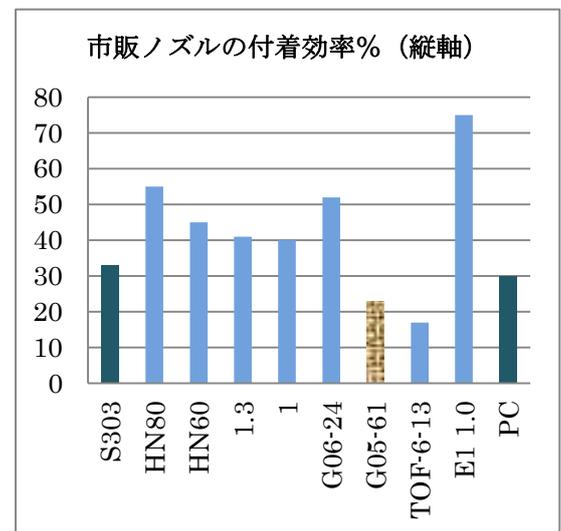


4. 検討結果

A) 市販スプレーガンの検討

ダイカスト用の10種類の市販スプレーガンを集めた。そのガンを使い、付着試験機で、ダイカスト用離型剤（青木科学研究所のWFR-3R商品）を塗布し、付着効率を測定した。評価条件は、鉄板250℃、0.3cc塗布、塗布距離150mmとした。図一59に示すように、付着効率は18～75%と幅広かったが、約30%が平均であった。（最も高い75%を示したスプレーガンは、通常品の3倍高価で、大きく、重い。ダイカストには使えるが、小型部品を生産する粉末冶金には不向きである）

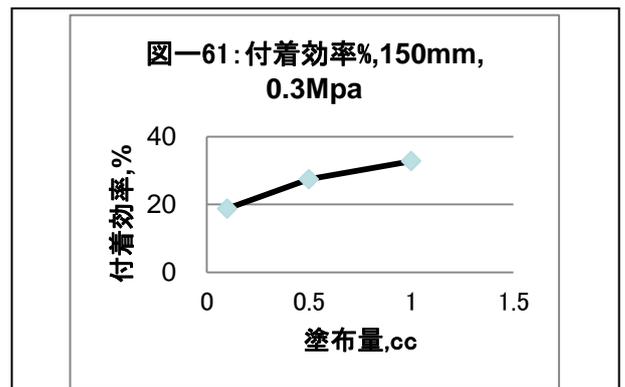
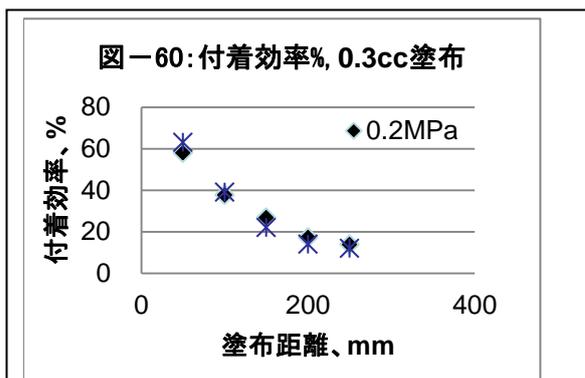
図一59 市販ノズルの付着効率



B) 設計基準に影響する因子の把握

図一59中のG05-61スプレーガンを使い、付着効率に影響しそうな「塗布距離」と「塗布量」の因子を検討した。図一60に示すように、塗布距離は大きな因子であった。実機生産機の構造から考え、最大で50mmの塗布距離しか取れない。G05-61のスプレーガンで塗布距離150mmの場合、23%の付着効率であるが、塗布距離を50mmとすれば付着効率は50%台となる。ダイカスト

の経験から、50%の付着効率は十分であり、もっと低めでも許容できるレベルであると考えた。図一61に示すように塗布量の付着効率への効果はそれほど小さくなく、図一60中の「X印」の点（0.3MPaの空気圧）で示すように空気圧の影響もほとんど少ないことを確認した。



C) スプレーガンの設計基準

粉末冶金製品の実生産装置の構造及び上記の A) 項、B) 項を勘案し、スプレーガンの暫定的設計基準を設定した(表一34)。

| | |
|--------|------------|
| 塗布量 | 0.01~0.2cc |
| タイプ | 非静電塗布型 |
| 塗布方式 | 二流体(油・空気) |
| サイズ、長さ | 10cm 以下 |
| 重さ | 200g 以下 |
| 塗布距離 | 50mm |
| 付着効率 | 30%以上 |

2-3-2 塗布量への温度の影響把握

1. 目的

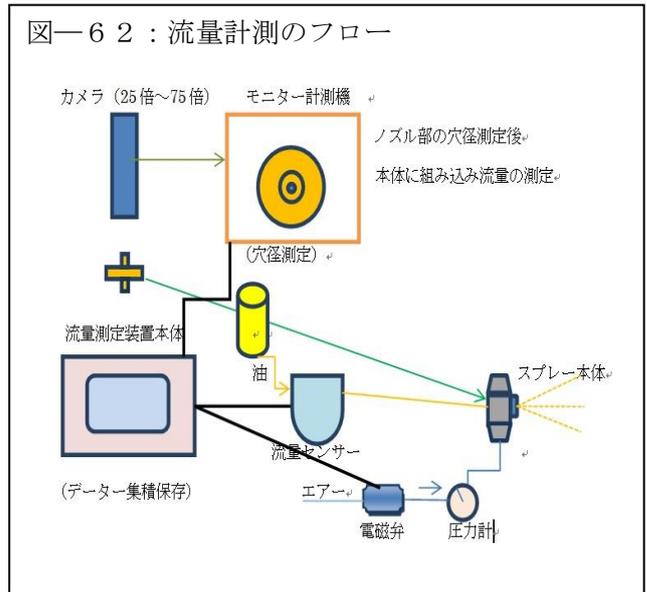
潤滑油の流量は温度依存性があるので塗布量への温度の影響を把握する。少量塗布を精度良く管理するため、温度の影響も検討する。加えて、流量への影響因子として、穴径、潤滑油粘度、空気圧も検討する。

2. 方法

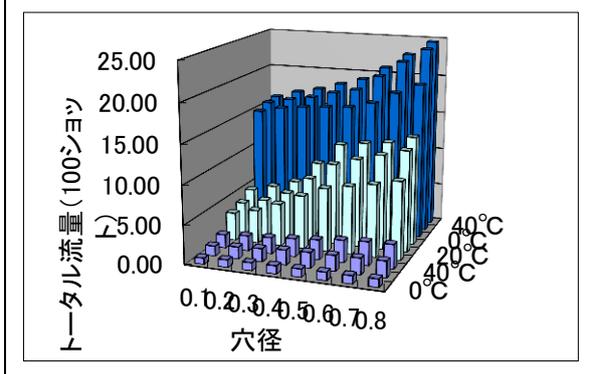
図一62のフローに沿って、2流体用スプレーノズルの流量特性を検討した

3. 検討結果

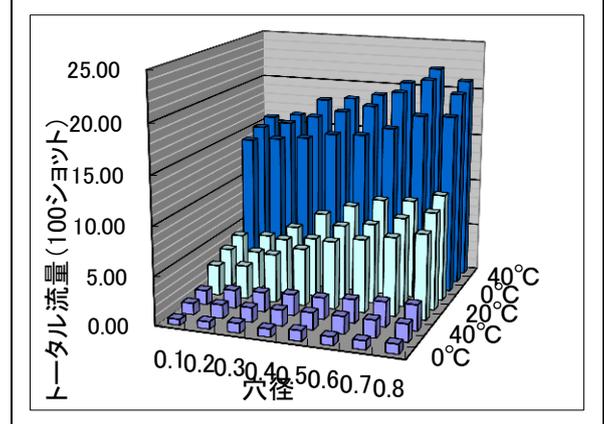
空気圧が2水準の条件下で、塗布量への温度の影響を図一63と図一64にまとめる。最も流量の多いのが低粘度油、最も流量の少ないのが高粘度油である。温度が高くなると、若干塗布量が増える。温度が上がると、粘度が低下し、塗布量が増えた模様。



図一63；流量への影響因子 0.3 MPa 空気圧



図一64；流量への影響因子 0.2 MPa 空気圧



4. 知見

- ① 流量への影響因子は、潤滑油の粘度>ノズル穴径>温度>空気圧の順で小さくなる。
- ② 温度の影響は、さほど大きくはないので、20°Cで流量を設定すれば、夏冬をほぼカバーできるものと思われる。
- ③ 低粘度油のスプレーの角度は広い事が観察できた。なお、暫定試作油 (MP-613) の粘度は 2.0 mm/s² であり、低粘度油に属する。

2-3-3 塗布ノズルの最適設置方法の検討

1. 目的

既存の粉末冶金生産装置に後付けでスプレーノズを搭載し、金型への潤滑油塗布を可能とさせるため、最適な搭載方法を検討する。装置側の課題は、①搭載スペースに限りがある、②生産サイクルが2-6秒である、③塗布用動力源を取り出し難い事である。

従って、生産装置を良く調べ、生産継続の邪魔にならない場所を見出す必要がある。また、ノズルの固定位置も検討する。なお、課題①の搭載スペースに関し、小型化へのアプローチとして、一流体ノズルを試作したが、電磁弁閉鎖後の「液ダレ」のため、一流体方式を断念した。

2. 検討結果

このノズルを実機相当試験機の金型の上に搭載した。図-65にイラストを、図-66に焼結合金圧縮に供した実機相当試験機への搭載例を示す。また、「新技術での摩擦の低減」の項の検討をした際、3000個の連続生産に耐えた。このノズルの構造を図-67にイラストする。ノズルの位置は粉体原料投入部の先端部であり、サイクル毎に移動する。金型の真上（下パンチの真上）に来た時、潤滑油が塗布されミストとして金型に供給される（図-66の右下写真の赤丸部にスプレーしたミストを示す）。

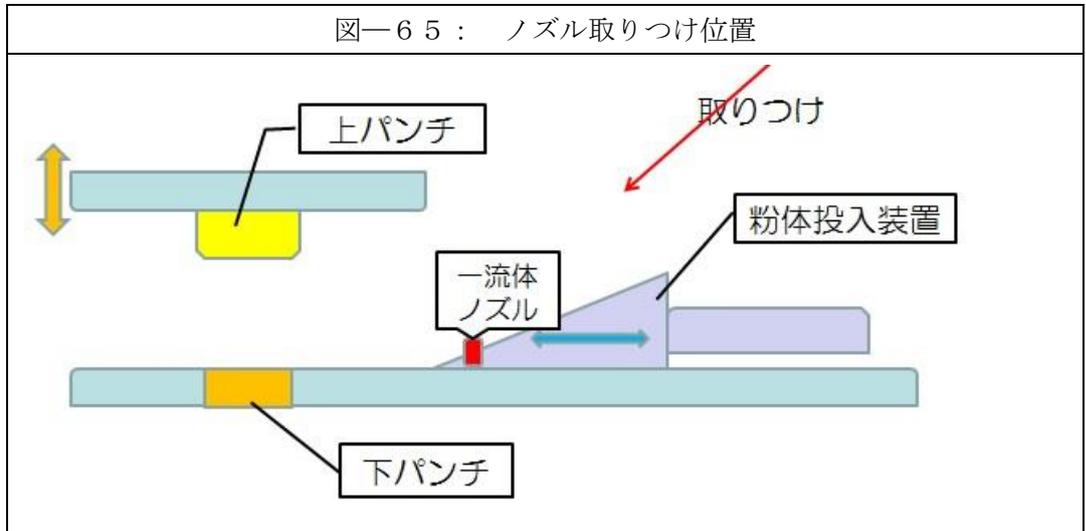


図-66： 摩擦・摩耗試験機（実機相当試験機）へノズル搭載

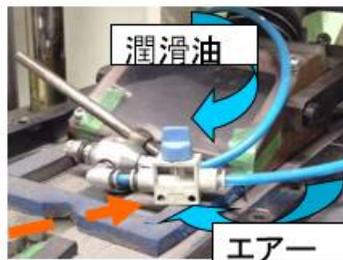
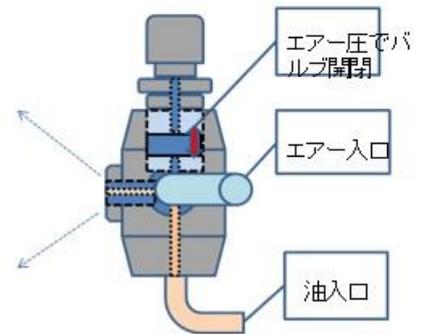


図-67： ノズルの構造



2-4 脱バインダ工程での改善

背景と目的

焼結合金生産時の圧縮工程に続き、「脱バインダ工程」がある。主体は圧粉体を焼結ための約 1000℃の工程であるが、その工程の入り口に 600℃の予熱工程があり、金属石鹼を焼き飛ばしている。従来技術では、ZnSt 石鹼を焼いているので、熱分解し CO₂ と「昇華した ZnO」が生成し、一部 煤も発生する。新技術では ZnSt 量は 1/4 の量であり、微量の潤滑油が焼き飛ばされる。

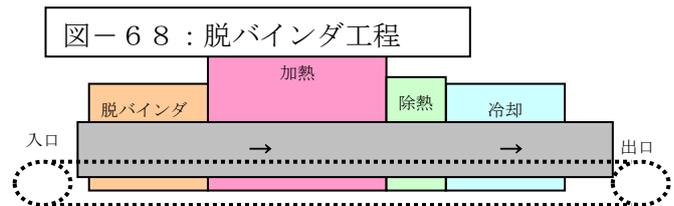
この工程で、新技術は生産性向上、性能向上、排出ガス量低減に貢献するものと期待されている。この貢献度合いを本項で検証する。

| 研究番号 | 項目 | 研究再委託先 |
|-------|----------------------|-----------------------|
| 2-4-1 | 脱バインダ工程での生産性向上 | ポーライト |
| 2-4-2 | 脱バインダ工程での焼結製品の性能向上 | ポーライト、 埼玉県産業技術センター |
| 2-4-3 | 脱バインダ工程での燃焼ガスの質と量の把握 | 青木科学 |

2-4-1 脱バインダ工程での焼結製品の生産性向上

1. 背景

従来の脱バインダ工程（図-68）では、圧粉体に含まれる ZnSt 石鹼を除去するため、600℃で 30 分間 加熱し、蒸発・熱分解している。その後、約 1000℃の焼結工程（2～5 時間）に移し、鉄粉を部分的に熔融結合し、強度を高めている。いわば、脱バインダ工程は焼結工程の予熱工程とも言える。



前述のように、従来技術では 0.8wt%の ZnSt 石鹼、新技術では①0.2wt%の ZnSt 石鹼と②0.1cc の潤滑油との混合潤滑である。同予熱工程には、圧粉体が載ったトレイが順次搬送され、常時、圧粉体が連続的に焼結されている。

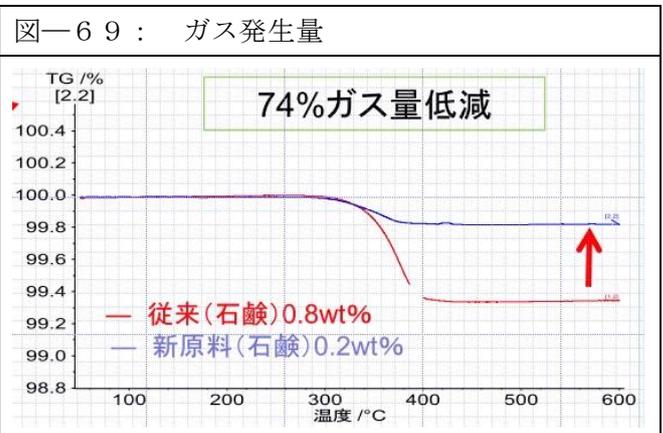
2. 高度目標

従来技術の予熱工程（600℃で 30 分間）を新技術で 1 分に短縮し、生産性を向上する事を高度化目標とした。

A) 検討結果

① 実機確認

本研究期間内に、一度に数万個の圧粉体を作ることができず、実機の確認は補完研究とする。前述の摩耗対策にかかわる補完研究以降に、本件の検討も進める。



② 試算・考察

a) 熱分解時間・温度

粉碎していない圧粉体試料 0.7 g をガス化温度測定器（後述の図—7 9）に採取し、20°C/分
 の昇温速度で加熱し、試料から発生するガス量を計測したのが図—6 9 である。下の赤線が従来技術(0.8wt%石鹼)で、上の青線が新技術 (0.2 wt%ZnSt 石鹼) のガス発生量を計測したものである。両試料とも 340°C からガス発生を開始しているが、従来技術は 400°C まで石鹼の分解を継続し、新技術は 385°C で分解を完了している。昇温速度を勘案し、従来技術は分解に 3 分、新技術は 2.5 分で分解したことになる。即ち、「新技術は短時間分解に貢献」していると言える。ただし、昇温速度が 20°C/min の条件の測定結果であり、実機での効果は 3 分対 2.5 分の比例計算とはならないと考える。

b) ZnSt 量からの分解時間の推定

600°C の雰囲気中に圧粉体を置くと、従来技術、新技術共に同じ温度傾向で加温される。340°C ~ 400°C の分解温度は、短時間で通過するであろう。「最長でも、従来技術の 30 分 $\times 0.2/0.8 = 7.5$ 分が新技術の分解秒数と思われる」。むしろ、600°C は 1 分で 1000°C 雰囲気に飛び込ませても石鹼は分解するものと思われる。

c) 新技術での潤滑油の影響

潤滑油の塗布量は 0.1cc=0.08g であり、その中の 10%(8mg) が有効油分である。しかも、金型壁にも残存し抜き圧を低下させているので、圧粉体への付着量は半分の 4mg 程度と推定する。圧粉体の重量 30 g とすると従来技術の ZnSt 石鹼は 240mg、一方、新技術の石鹼量は 60mg であり、潤滑油に由来する付着油分は約 4 mg と極微量である。しかも、付着油分は 300°C で容易に分解するので、予熱工程の時間を増やす要因にはならない。

d) 新技術によるエネルギー低減の試算

600°C の予熱工程だけを見ると、エネルギー低減率は「30 分から 7.5 分への時間短縮」または 75%削減されると予測できる。

ここでは脱バインダ工程全体（図—6 8 中、入り口から出口まで）で見たときのエネルギー低減を表—3 5 の前提に基づき試算する・

b) 項で、予熱工程では「30 分から 7.5 分へ短縮」と推定した。この短縮による脱バインダ工程全体でのエネルギー低減率を試算し、12.5%のエネルギーと推定できた。

処理時間の短縮： 180 分が $(30-7.5)=22.5$ 分短縮し、157.5 分
 炉の電力消費量/従来： $235 \times 180 / 60 = 705$ KVA : 3 時間当たり
 炉の電力消費量/新技術： $235 \times 157.5 / 60 = 616.8$ KVA
 電力削減効率： $(705-616.8) \times 100 / 705 = 12.5\%$

| | |
|-----------|---------------------------|
| 焼結時間 | 180 分 |
| 脱バインダ工程時間 | 30 分 |
| 消費電力 | 235 KVA |
| 処理速度 | 4600 個/時 |
| 製品 サイズ | 22 φ (外径) x 11 φ (内径) のギヤ |

2-4-2 脱バインダ工程での焼結製品の性能向上

1. 目的

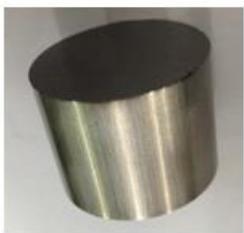
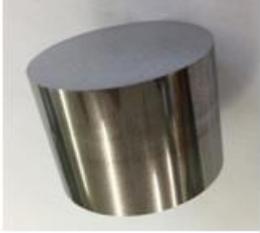
脱バインダ工程での焼結製品の性能向上を検証するため、「少量潤滑油塗布」方式による ZnSt 石鹼

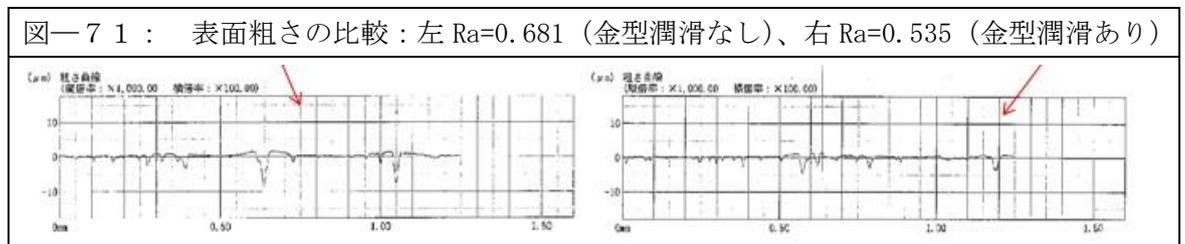
の熱分解生成物低減を通じた焼結合金の製品の性能向上度合を解析する。

具体的には、①製品表面の外観と粗さ、②製品内面の緻密さ、③製品内部の硬さ、④圧環強度、⑤回転曲げ疲労強度について検討する。

2. 検討結果—1：外観と粗さ

図—70の試料は両方とも ZnSt 石鹼 0.6wt%を含有し、左の写真は「金型潤滑なし」、右は「MP-613の潤滑油塗布あり」で成形したものであった。右の「潤滑油あり」で圧縮した製品の外観は綺麗であった。算術平均粗さの Ra で見ても、「金型塗布潤滑油あり」のほうが、細やかであり緻密であった（図—71）。明らかに、潤滑油による潤滑が圧粉体の外観に寄与したと言える。

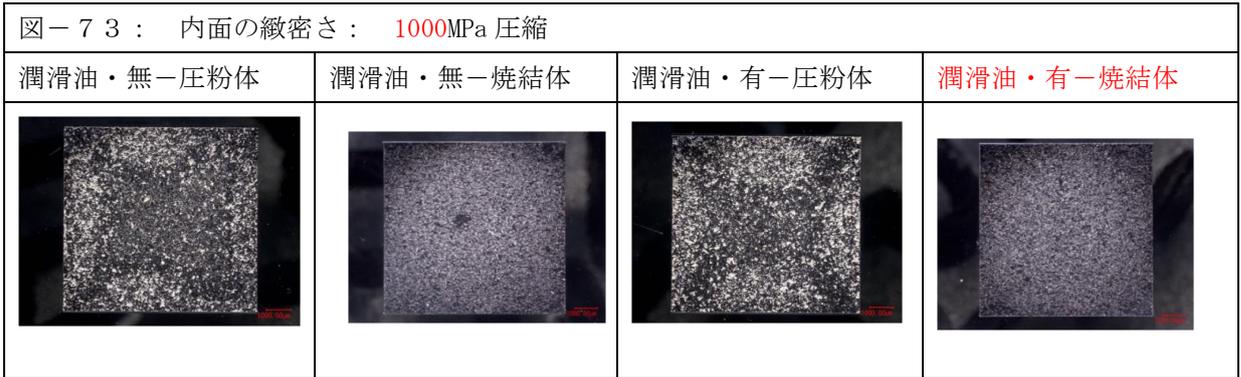
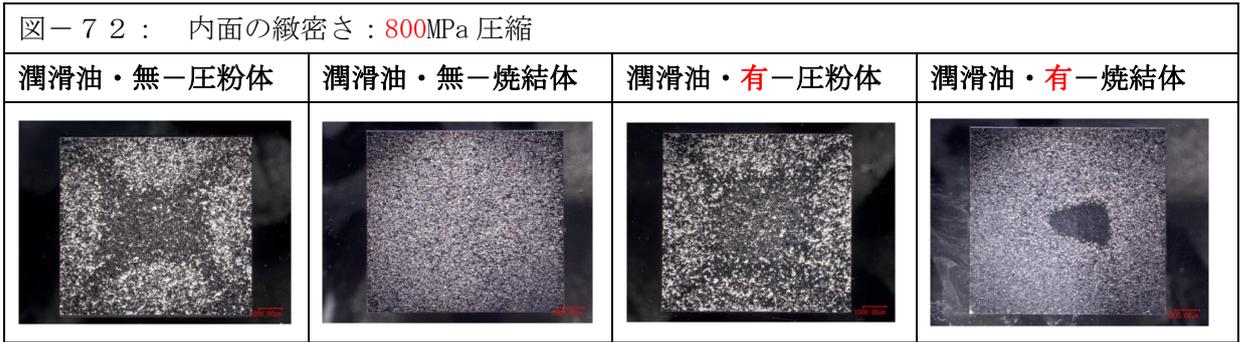
| 図—70： 外観の比較 | | |
|--|--|--|
| 金型潤滑なし | 実機成形機での塗布状況 | 金型潤滑あり |
|  |  |  |
| 粗さ Ra=0.681 | | 粗さ Ra=0.535 |



3. 検討結果—2：製品内面の緻密さ

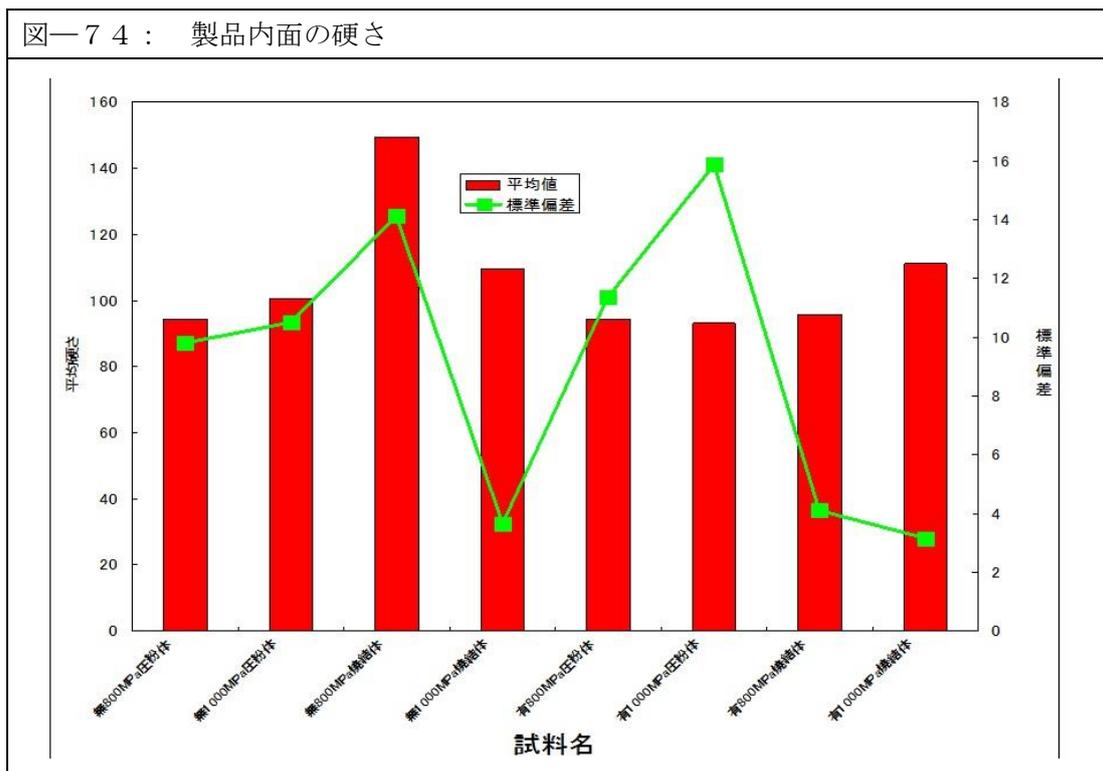
ZnSt 0.2wt%含有の圧粉体（8φ x L8）を縦方向にカットし、内面の緻密さを顕微鏡で調べた。観察結果を図—72の成形圧力 800MPa と図—73の成形圧力 1000MPa に示す。これらの結果から次のことが分かる。

- ① 潤滑油・無の場合、焼結後は、ZnSt の大きな白色が無くなっていることも分かった。（焼結後でも白っぽく見える部分は空洞の反射光と思われる）
- ② 焼結前の圧粉体と比較すると、潤滑油有無で大きな差は見つからない。焼結後の製品で比較すると、潤滑油有無にかかわらず、焼結前より緻密になっている。
- ③ 圧縮圧を 800 から 1000MPa へ高めると、緻密さが増す。図中でも最も緻密なのは、高圧の 1000MPa、潤滑油・有、焼結後であった。

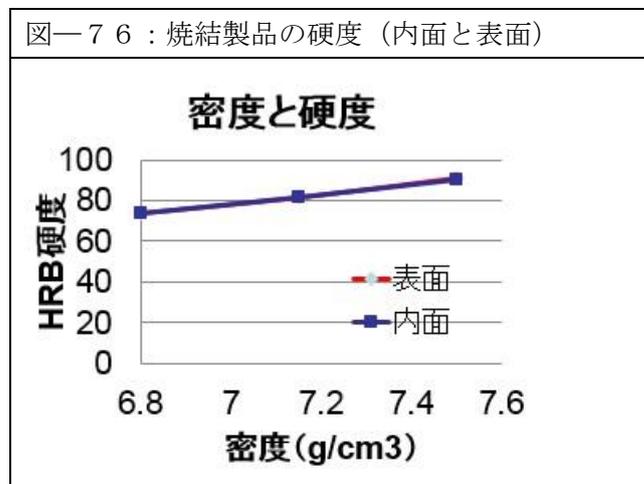
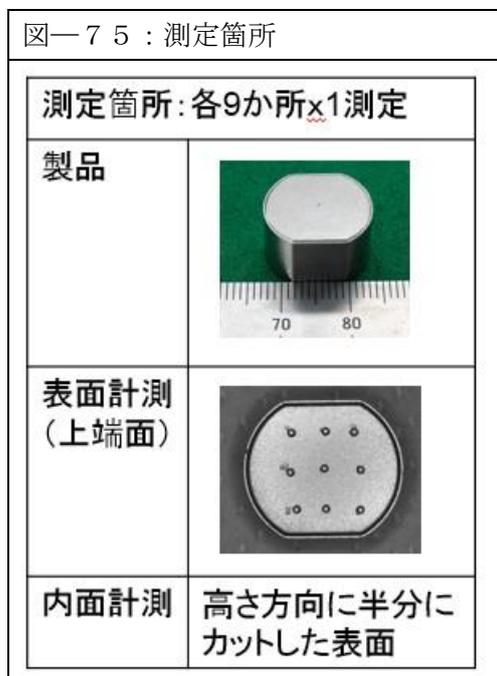


4. 検討結果-3: 製品の硬さ

① 前項で使った試験片内面の 25 箇所のビッカース硬さを計測した。実際に使用する焼結体と比較すると「潤滑油・無」よりも「潤滑油・有」の方が硬さのばらつきが少なくなった (図-74 中、折れ線の標準偏差参照)。また、「潤滑油・有」の条件の中では圧力が高い 1000MPa の時が一番良い結果を得た。



- ② 別の条件で成形した試料で、焼結製品の**内面と外面**のビッカース硬さを計測した。測定箇所を図一75に示す。また、内面と表面の測定結果を図一76に示す。内面と表面の硬度はほとんど同じ値であり、図中の線は一本と見えるが二本である。硬度は密度に比例して高まり、**新技術は従来技術より25%も硬度が高い。**



高圧成形により密度の不均一が金型潤滑により改善され、密度バランスが均一化された。外形的なバラツキが減り、製品形状が安定化し、寸法精度がよくなっているとも考える。

2-4-3：脱バインダ工程での燃焼ガスの質と量の把握

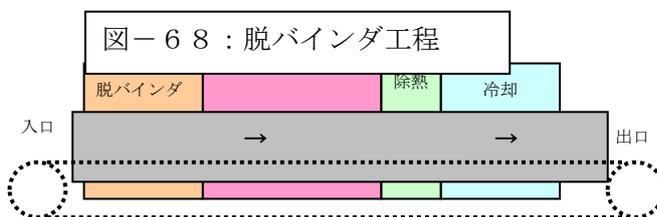
(1) 目的

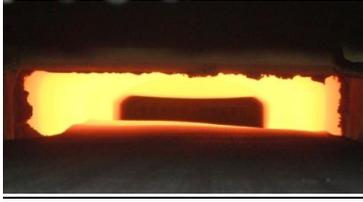
従来技術と新技術での分解ガスの質と量を調べ、職場環境への改善効果を確認する。分解ガス成分に加え、従来技術で生成する酸化亜鉛 (ZnO) 粉体の排出量についても把握する。

(2) 脱バインダ工程での問題点の把握

工程は、圧粉体をトレイに乗せ、入り口 (左端) から焼成を開始する。コンベアで順次右側に移動し、次々とトレイが挿入される。「焼結炉」の細部は、2-4-1の1項の図一68に示すように4段階の工程からなり、圧粉体中の ZnSt

を焼き飛ばす「脱バインダ工程、約 600°C」、「鉄材料の部分的熔融を進める約 1000°Cの加熱炉」、「除熱部分」及び「冷却部分」から成っている。本研究で対象としているのは、脱バインダ工程であり、課題は石鹼の燃焼分の CO₂ と昇華する ZnO (産業廃棄物) の制御である (図一77)。



| 図一 7 7 : 脱バインダ工程での問題点 | | |
|---|---|--|
| 焼成炉 | ZnO, ススの発生 上面に こびり付いている | 産業廃棄物の発生 下面に無機酸化物が堆積 |
|  |  |  |

A) 脱バインダ工程での生成物の質

圧粉体の成分（鉄+ZnSt 石鹼）から化学的に考え、生成物を推定する。石鹼中のステアリン酸部分は炭化水素であり、その部分は 600℃で燃焼物の CO₂ と H₂O となる。少量の不完全燃焼部分の煤と CO も発生する可能性もある。Zn 部分は酸化亜鉛となり、昇華しガス化するが、炉外へ飛散すると低温部で固体化する。

図一 7 8 に示すガス量測定装置で、酸素を加えずに分析した。いわば、600℃x45 分間 圧粉体を蒸し焼きにした際のガスを計測した。CO₂ が 3 割、炭化水素が 2 割、水が 2 割、CO が 2 割、他に水素等も生成した。実機では、酸素雰囲気中での燃焼であり、本試験機の結果とは異り、CO₂、水、酸化亜鉛が主体で排出されると考える。現場での排出物については、D 項に説明する。

図一 7 8 : ガス量評価装置



B) 分解物の量：一個の圧粉体から発生するガス量

図一 7 8 のガス量評価装置を使い、3g の圧粉体から生成されるガス量を検討した。圧粉体試料は従来技術の 0.7wt% の ZnSt 石鹼と「新技術の 0.2wt%」を使い、600℃x45 分間 過熱した。その結果を表一 3 6 に示す。新技術で発生するガス量は圧粉体 100g 換算で 27cc（常圧、零度換算）であり、従来技術の 26%（約 1/4）と石鹼の混合量にほぼ一致している。石鹼量を低減する新技術は排ガス削減に貢献している。

表-36 : 圧粉体から出るガス

| 試料 | ガス量 cc/100g-圧粉体 |
|----------------|--------------------|
| 従来技術の石鹼 0.7wt% | 103 |
| 新技術の石鹼 0.2wt% | 27 |

C) ガス発生温度・分解ガス生成量

圧粉体がガスを放出する温度を図一 7 9 のガス化温度評価器で検討した。試料として、小型の金型を作成し、圧粉体を潰さずに 0.7g 採取した。その結果を前述の図一 6 9 に示す。横軸は温度であるが、20℃/分で昇温しているので時間とも読める。縦軸は加熱による圧粉体の重量低減比率である。雰囲気ガスはアルゴンであり、燃焼は起こっていない。（まず、窒素気流中で評価したが、鉄分が窒化し、重量が増加したので、誤差を除くため、アルゴン気流中の分析とした。）従来技術で成形した圧粉体と新技術の圧粉体を比べると、分解開始温度（時間）はほぼ同じで、340℃であるが、ガス放出終了温度（時間）は異なり、新技術のほうが短時間で分解を完了する。

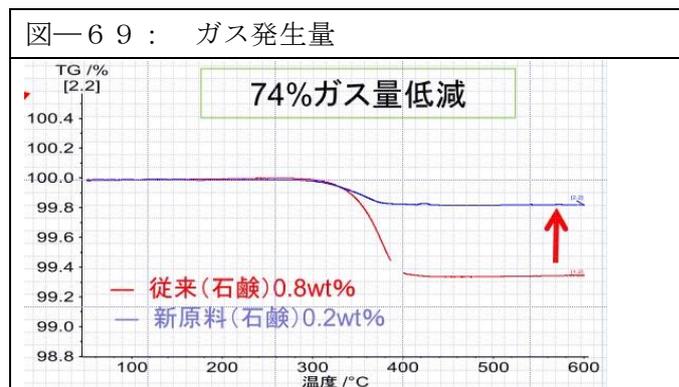
図-7 9 ガス化温度評価器



同時に、この分析では、発生ガス量も計測でき、新技術のほうが74%もガス量が少なかった（B項の測定と一致）。

これらの計測結果から次の知見が得られた。

- ① 現行の脱バインダ予熱炉の600℃設定は、ZnSt 石鹼を分解するためには十分な温度である。
- ② 新技術で排ガス放出量を74%削減できる。
- ③ 新技術の圧粉体は短時間で排ガスを放出できる。



高度化目標と対比すると次のことが言える。

- ① 排ガス削減の目標は74%と大幅に削減でき、職場環境の改善に貢献するが、目標の90%削減には至っていない。目標達成率は83%であった。100%達成ではない理由は、新技術の生産工程で「0.2wt%のZnSt 石鹼を混合」するためである。
- ② エネルギー削減の点で、予熱工程の600℃X30分の従来技術に対し、新技術では分解時間を短縮できると考える。短縮時間の推定値は、ZnSt 石鹼量を1/4に削減したので時間も1/4と推定した。すなわち、従来技術の30分に対し、7.5分とできると推定した。目標達成率は78%と言える。新技術は少量のZnSt 石鹼残存であり、現実的には予熱工程をゼロとし、1000℃の焼成工程へ圧粉体を投入することも可能であろう。この件は、ほとんどの生産機が新技術に置き換わった時、確認する予定である。

D) 現場での分解物の生成量の現状

H26年11月、焼成炉の出口付近で計測したデータと毎月排出している廃棄物量を従来技術の現状として表—37にまとめる。ただし、CO₂濃度は炉に投入する圧粉体の個数と投入タイミングで変動するものと思われる。今後 実施される補完研究の比較のデータとして、今回は、現状を確認した。

なお、廃棄物中のZn量を測定した。Znは54wt%、Feは230ppmであったので、ZnOは69wt%と推定される。残りの31wt%に関し、赤外分析では「有機物無し」との分析結果を得た。粉塵（泥・砂）に起因するSiO₂が主成分と推定する。

E) 圧粉体に付着する油分

潤滑油塗布量は30gの圧粉体でも0.1ccであり微量である。潤滑性を発揮する有効油分の付着量は金型全体で約または8mg程である。この内、50%が圧粉体に付着したと仮定し、4mgの油分である。

この微量の油分はどの成分が圧粉体に付着しているのかを確認するため、図—80に示す成分分析装置で検討を試みた。

表—37：排ガスの現状：従来技術

| 排出物 | 炉 No-5 | 炉 No-7 |
|--------------------|----------|----------|
| CO ₂ 濃度 | 0.6 Vol% | 1.0 Vol% |
| SO ₂ 濃度 | 1 ppm | 0 ppm |
| 廃棄物量 | 10 Kg/月 | 4 Kg/月 |

図—80 成分分析装置

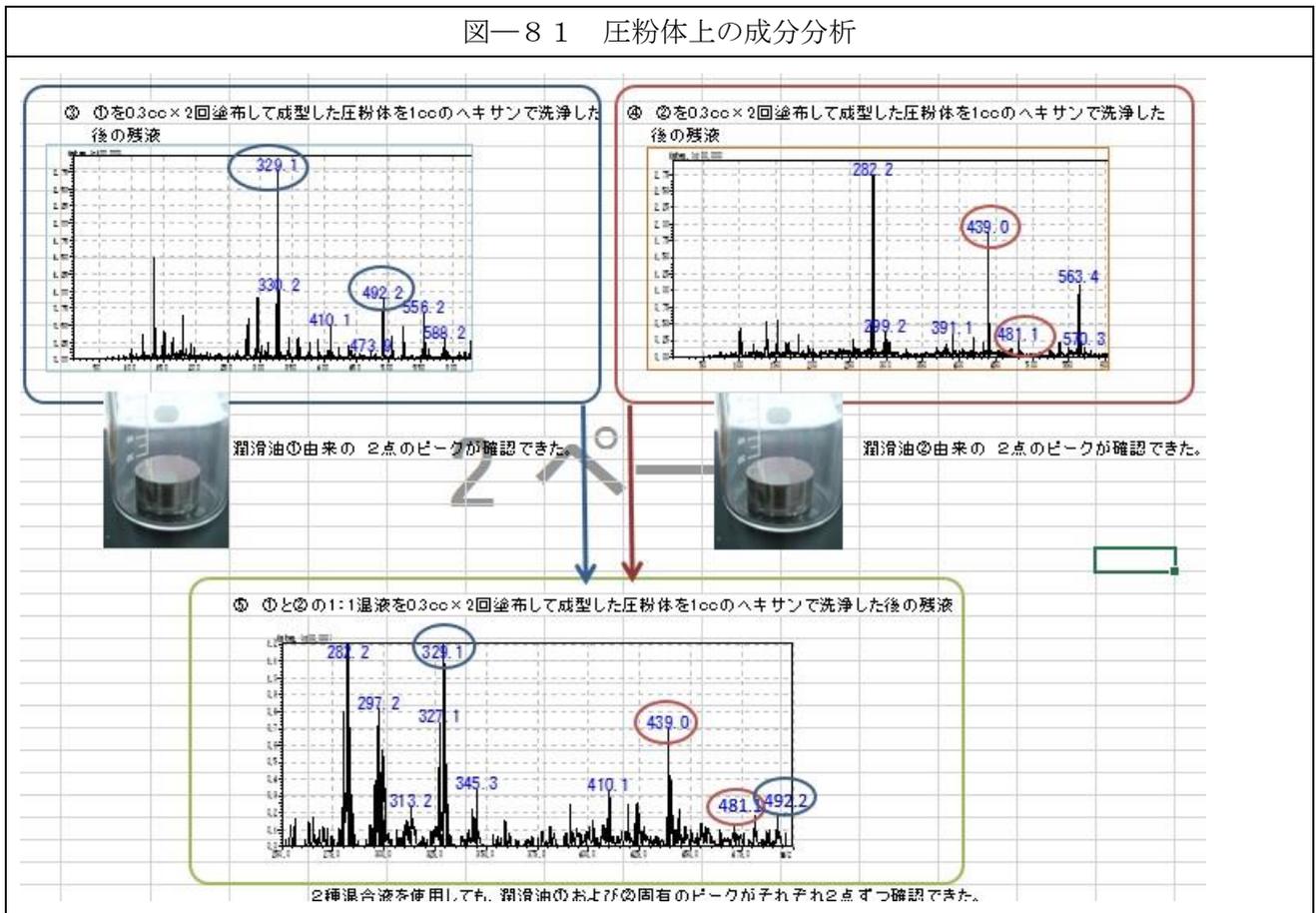


付着油分が 4mg では分析し難いので、金型に 0.3cc を 2 回塗布し、試料の量を 6 倍に増やした。圧粉体に付着した油分をヘキサン（1cc）で抽出したヘキサン液を作成し、分析した。図—8 1 の上の段に示す 2 種類の潤滑油（MP-603 左、MP-604 右）を個別に成分分析し、2 種潤滑油を 50%ずつ混合した試料（下の図）も分析した。

その結果、混合した潤滑油でも元の成分が判定できた。

この方法を活用し、補完研究で実施する「耐摩耗性向上」時に効果的な成分の確認を検討する予定である。

図—8 1 圧粉体上の成分分析



最終章 全体総括

1 研究の概要：

| 表一 38：研究の概要 | |
|-------------|---|
| 項目 | 内容 |
| 研究テーマ名 | 金型粉末成形用の金型潤滑油と塗布システムの開発 |
| 研究目的 | ①金型に塗布する高性能潤滑油の開発 ②潤滑油の微量・均一塗布システムの開発 |
| 高度化目標等 | 表一 39 参照 |
| 研究機関 | ① 事業管理： 埼玉県産業振興公社 ② 中小企業： ポーライト、青木科学研究所、アルゴット ③ 大学： 静岡大学 ④ 公的機関： 埼玉県産業技術総合センター 群馬県立群馬産業技術センター ⑤ アドバイザー： 神戸製鋼所 |
| 研究期間 | H24/9～H27/3 の 3 年間 |
| 研究の進捗 | 予定通り進捗した。事業化のため計画には含めなかった項目の実機相当試験機での連続生産性の確認が必要となり、本助成事業期間に一部を検討した。残りを本助成事業完了後の補完研究として実施の予定である。 幸いにも、商品開発者（青木科学・アルゴット）と潜在顧客（ポーラート）が、本助成事業を実施しているので、研究の継続が容易である。 ① 実機相当試験機を使い、金型摩耗低減に関する必要性の把握と対策； H27 完了予定 ② 工場内の全生産機が新技術に置き換わったとき、焼成炉での排ガス低減の度合いを確認： H29 年頃 |
| 予算の消化 | 予定通り使っている。 |

2 研究目標

表一 39：具体的な研究目標

| 課題 | 高機能化 | 環境配慮—1 | 環境配慮—2 |
|------|---|--|----------------------|
| 研究目標 | 高密度化 | 省エネルギー | 環境対応 |
| 方向性 | 圧縮工程で、従来の粉体潤滑剤（石鹼）に替え、金型へ潤滑油を塗布する | 圧縮工程で排除された粉体潤滑剤に代る少量の付着した潤滑油を焼成する | |
| 数値目標 | 従来の 6.8 g/cm ³ から 7.5 g/cm ³ へ高密度化。 従来の空隙率を 50%低減。 | 圧粉体を抜き出す際の圧力を 20%低減。 脱バインダ工程を従来の 30 分から 1 分へ短縮。 | 焼成工程で発生する分解ガスを 90%削減 |

3 研究成果

高度化目標を掲げた研究成果、及び高度化目標を掲げていないが有用な成果を表—40にまとめる。

表—40：研究成果

| 目標区分 | 区分 | 従来技術 | 目標値 | 新技術成果・達成度 |
|---------|------------------|--|-----------------------|--|
| 高度化目標 | 高密度化 | 6.8 g/cm ³ | 7.5 g/cm ³ | 達成し、7.5 g/cm³を連続生産 (他社は、7.3g/cm ³ が高機能と宣伝しており、本技術は優位性あり) |
| | 空隙率低減 | 基準 (12.6%) | 50%削減 | 3.6%の空隙となり、目標を超えて、71%削減 |
| | 省エネルギー ①抜き圧低減 | 「0.2wt%石鹼」+「潤滑油塗布なし」の条件下での抜き圧が基準 (23MPa) | 20%低減 | 11MPaへ低減し、目標を超えて、52%低減 (潤滑油塗布による効果) |
| | ②予熱工程短縮 | 30分 | 1分 | 7.5分 目標に対し75%の達成度。(注記-1) |
| | 環境対応 分解ガスの低減 | 基準 (100%低減) CO ₂ 、ZnO 排出 | 90%低減 | 75%低減し、目標に対し83%の達成度 (注記-1) |
| 商品開発 | 潤滑油 | なし | 開発する | 開発した |
| | 塗布システム | なし | 開発する | 開発した |
| 焼結製品の性能 | 圧環強度 | 基準 (800MPa) | 向上 | 1800MPaへ2倍向上 |
| | 回転曲げ疲労強度 | 基準 (210MPa) | 向上 | 350MPaへ1.7倍向上 (推定) |
| | 硬度 | 基準 (72 ビカース) | 向上 | 90 ビカースへ25%向上 |
| | 外観 | 基準 | 向上 | 光沢が増した。 粗さが細くなった (Ra,Rz共に15%低下) |
| 生産工程 | 新生産工程 | 基準 | 確立する | 確立した。 ① 金型へ潤滑油塗布 ② 鉄原料に石鹼を従来の1/4の0.2wt%混合した原料粉体を投入 ③ 従来の50%増1200MPaで圧縮 |
| | 金型摩耗の現状維持 | 基準 | 同レベル | 評価法を統一し、基準・達成度共にH27に補完研究として検討する。(注記-2) |

注記—1：「0.2wt%ZnSt 石鹼の混合と潤滑油塗布」の新技術で高密度化が達成された。そのため、更なる石鹼の低減を計らず、排ガス低減レベルが目標より低かった。

注記—2：実生産機での摩耗レベルを計測するには数十万～数百万個の生産が必要。補完研究とする。

4 研究課題

1. 粉体潤滑剤 (ZnSt) の更なる低減

「粉体潤滑剤 0.2wt%混合と金型潤滑油塗布」で高密度化の目標を達成したが、生産工程上、粉体潤滑剤ゼロが最も好ましい状況である。課題は、①少量塗布の条件下で、カジリを克服する潤滑油の開発、及び②ギザギザ形状の鉄原料粉体を金型へ充填する際の粉体の流れ（流動性）の向上がある。短時間での解決は困難な模様であり、別の研究で検討する。

2. 金型摩耗対策

高圧圧縮の新技術では、金型摩耗が従来技術より増えると予測している。潤滑油の組成を変更し、摩耗量の低減を計る。可能なら、従来レベルの金型摩耗程度に抑えたい。その点を確認するため、数ヶ月間に渡る補完研究を実施する。H27年に実施予定。

3. 脱バインダ工程での環境性の改善効果

同工程で焼成する圧粉体のほとんどが新技術に置き換わったとき、実機での改善効果を確認する。

全ての生産機が新技術に置き換わる時期は早くとも2-3年先と思われるので、実機での検討も数年先に実施する予定である。

5 事業化計画

事業化計画は本助成事業完了後 早急に策定する。商品は2種類であり、計画の概要を表一41にまとめる。

| 区分 | 粉末冶金用の金型潤滑油 | 潤滑油塗布システム |
|--------|--|--|
| 商品 | 販売者：青木科学研究所 商品名：MP-613(仮称) | 販売者：アルゴット 商品名：MPS-1 (仮称) |
| 商品の特徴 | 7.5g/cm ³ の高密度化を可能にする潤滑油 | 微量塗布用 軽量・小型 |
| スケジュール | H27 年前半：耐摩耗性付与の研究 H27 年後半に発売 | — H27 年後半に発売 |
| 販売単価 | 未定 | 未定 |
| 生産 | 青木科学研究所 1週間で生産準備可能 生産能力：10トン/月（需要量の数倍） | アルゴット 材料調達に約1ヶ月。 生産能力：20個/月（増産は可能） |
| 潜在顧客 | 最優先顧客：本助成事業の共同研究社＝ポーライト社 優先顧客：本助成事業の新聞記事を読み、電話をくれた会社： 住友電工・トヨタ・日立化成等 潜在顧客：粉末冶金協会のメンバー | |
| 販売方式 | Case-1: 青木科学研究所の鑄造代理店経由（約10社） Case-2: ポーライト社と相談（特に東南アジア） | |
| 拡販活動 | 技術専門誌へ投稿、web page で宣伝、展示会出展等 | |
| 技術保護 | 特許出願を予定（H27年5月頃） | |

参照文献

1. Fe-Si 系粉末成形における潤滑剤の影響、電気製鋼・82 巻 2 号・2011・P174、伊藤樹一、廣中智久。
2. 「高密度セグレス」、素形材誌、神戸製鋼技報・Vol-160/No-2/2010 鈴木、西田、藤浦、
3. プレス粉体成形、日刊工業新聞社、浅見淳一
4. 金型粉末成形における固体潤滑剤の潤滑性能、MHF 卒業論文概要 III-14(1993)、田中、西沢
5. 車載リアクトルコア用高密度低損失圧粉磁心の開発、日本粉末冶金協会誌、2010、工業会大賞、トヨタ・大同特殊鋼・豊田中央研究所
6. 溶剤の物性、ExxonMobile 社の製品カタログ
7. ステアリン酸亜鉛の嵩密度、Junsei 社、MSDS, web page
8. 新しい焼結部品用高機能性プレミックス粉、素形材 2015 Vol-56
9. 「初心者のための疲労強度設計法」、日本材料学会、疲労部門委員会
10. 金型粉末成形における金型塗布潤滑剤の性能評価、塑性加工学会、H26 年度春季大会会議資料、静岡大学、平松伸康・中村保



この印刷物は、印刷用の紙へ
リサイクルできます。