

## 技術資料

## Technical Data

## Fe-Si 系粉末成形における潤滑剤の影響

伊藤樹一<sup>\*1</sup>, 廣中智久<sup>\*2</sup>

## Influence of Lubricants on Fe-Si Powder Forming

Shigekazu Ito and Tomohisa Hironaka

## Synopsis

Powder forming is suitable for production of complex shape parts. In general, density in powder forming does not reach true density even after sintering. Because powder forming itself is difficult to make the density fully increase. In order to increase it, improvement of powder formability and die lubrication are ones of the most effective methods. The typical soft magnetic Fe-Si powder is used widely for various electric devices. Especially, insulation coated Fe-Si powder shows superior properties in core loss and so on. However, it is difficult to get high density of Fe-Si powder cores because of the poor formability. To increase density of Fe-Si powder cores, die lubrication improvement is the only effective method. In this paper, we carried out investigation of various lubricants.

The obtained results are as follows.

- 1) The ejection load of water-soluble wax was the lowest in comparison with that of other typical lubricants. It was able to reduce a risk of galling.
- 2) Radial crushing strength and core loss of a Fe-Si powder core using water-soluble wax were on the same level as those using stearic acid zinc or lithium stearate. The water-soluble wax can be used as a lubricant for dies of powder magnetic core forming.

## 1. 緒 言

鋼製部品の大量生産では、鋼材に鍛造、切削や研削などの加工を行うことが一般的である。これらの加工方法に比べ、粉末成形は、複雑な形状を得ることができ、材料歩留りの向上、加工費低減などのメリットがある一方で、密度が低いことに起因する強度的に低い欠点がある<sup>1)~3)</sup>。それゆえ、粉末成形品の強度向上のため、高密度化が強く求められている<sup>4)</sup>。

粉末成形時における圧粉過程は以下のとおりである<sup>5)</sup>。まず、初期の粉末充填後に圧力を加えると、粒子間摩擦によって生じているブリッジ部分が消滅し、粒子は空隙を埋めるように移動・再配列する。次に、新しい粒子接触の形成に伴って空隙が徐々に減少してゆく段階となる。この段階までは、加圧による密度向上の主要因は粒子の流動に伴う空隙の減少である。

加圧が進むと粉末粒子接触部が弾性変形し、接触点

で弾性エネルギーが増加する<sup>6)</sup>。さらに加圧され、接触点に加わる圧力が粉末材料の塑性流動応力に達すると、接触面積の増大を生じ、空隙はさらに減少する。塑性流動部が粒子接点に局在する状態から圧力が増大するにつれて粒子内での均一な塑性流動が広がり、最終的には粒子全体が変形する。密度増加の最終段階において、密度は粉末の塑性変形能に支配されることになる。最終的に、粉末粒子間の摩擦や粒子の加工硬化、および粉末と金型壁面との摩擦によって、鉛などの非常に軟らかい材料の場合を除き、密度は飽和する。この点に至っては成形圧力を高めても圧粉密度は真密度に達しない。

金型壁面と粉末間に生じる摩擦抵抗があるため、圧粉体の密度は不均一となる。密度分布が大きくなると、焼結した場合の寸法変化や機械的な強度が不均一となる。また、圧粉体を金型から取り出す際の摩擦が大きい場合は、圧粉体にキズや割れが発生する場合がある。

2011年12月20日受付

\* 1 大同特殊鋼(株)研究開発本部, 工博 (Dr., Eng., Daido Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

\* 2 大同特殊鋼(株)知多工場 (Chita plant, Daido Steel Co., Ltd.)

さらに、金型表面は摩擦力によって摩耗する。このように、成形時の壁面摩擦は、圧粉体の品質、および、金型寿命に大きな影響を与えるため、圧粉成形時の潤滑は重要である。

圧粉成形時の潤滑剤には、一般的に、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウムが多く用いられているが、成形が困難な粉末や、大型複雑形状の場合には、さらに優れた潤滑性が求められる。

成形が困難な粉末である Fe-Si 系粉末は、粉末の表面に電気的な絶縁処理を行い、圧粉成形磁心に用いられている。リアクトルなど大電力用途の磁心には、従来から高 Si 珪素鋼板が用いられてきたが、スイッチング周波数が 10 ~ 20 kHz と高周波化の進展に伴い、珪素鋼板よりも、粉末粒径が小さいことから渦電流損の少ない圧粉磁心の検討が広がっている<sup>7)~10)</sup>。

しかし、Fe-Si 系粉末は、Si 量が増加するにつれて、粉末が硬くなり高密度化が困難で成形しにくくなる<sup>11)</sup>。また、粉末形状が丸いほど、圧粉成形時に固まりにくい。以上の理由のため、高密度化が可能で、金型からの取り出し易い、高性能な金型潤滑剤が求められている。

本報告では、成形が困難な Fe-Si 系粉末の圧粉成形時に、各種の金型用潤滑剤を用いて、その潤滑性および成形した磁心の圧環強度とコアロス特性を調査し、粉末成形に最適な金型潤滑剤を選定するための評価を実施した。

## 2. 評価方法

### 2. 1 供試粉末

全ての評価において Fe-3mass%Si 粉を用いた。粉末は、改良型水アトマイズ法により製造されたものを用いた。粉末は、ふるいによって 150  $\mu$  m 以上の粉末を除去した。

粉末を走査型電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) により観察した写真を Fig.1 に示す。粉末の形状は、角がとれており、球体を細長く伸ばした形状である。このような、角の無い形状は、粉末同士が引っ掛かりあわないため、粉末の固化がより困難である。なお、平均粉末粒径は 90  $\mu$  m 程度である。

評価に用いた粉末は、電気的な絶縁処理を行うため、溶媒に溶かしたシリコン樹脂と十分に混合した。その後、溶媒を揮発させるため乾燥させた。

### 2. 2 潤滑剤

成形評価した潤滑剤は、粉末成形や冷間鍛造に用い

られる代表的な 8 種類を用意した。その主成分を Table 1 に示す。Lub.A はステアリン酸亜鉛、Lub.B はステアリン酸リチウムをエタノールに加えた液を金型にハケ塗りをして乾燥付着させた。

Lub.C は、冷間鍛造時に多く用いられるリン酸系の水溶性潤滑剤であり、金型にハケ塗りをして乾燥させた。また、Lub.D はホウ酸、Lub.E は有機硫黄化合物、Lub.F はワックスが主成分である水溶性の潤滑剤で、金型にハケ塗りをして乾燥させた。

Lub.G は 314 K における動粘度が 64 mm<sup>2</sup>/s 合成油脂のオイル、Lub.H は 314 K における動粘度が 1500 mm<sup>2</sup>/s リン系のオイルで、金型にハケ塗りをした。



Fig.1. SEM Photograph of Fe-3mass%Si powder.

Table 1. Lubricants used for test.

No.	Type	Principal ingredient
Lub. A	Adhesion	Zinc stearate
Lub. B	Adhesion	Lithium stearate
Lub. C	Aqueous	Phosphoric acid
Lub. D	Aqueous	Boric acid
Lub. E	Aqueous	Organosulfur compound
Lub. F	Aqueous	Wax
Lub. G	Oily	Synthetic fat
Lub. H	Oily	Phosphorous

## 2. 3 成形評価方法

成形評価には最大荷重 5000 kN の油圧プレスを使用した。成形評価に使用した金型組図を Fig.2 に示す。ダイスはカートリッジヒーターにより 338 K、および 378 K に加熱して評価を実施した。粉末と接するダイス、上パンチや下パンチなどの金型は超硬を使用した。ダイスの外観写真を Fig.3 に示す。

評価手順は、Table 1 に示す潤滑剤を金型にハケで塗布し、供試粉末を投入した。そして、Fig.2(a) に示すように、上パンチを下降させた。無負荷時の上ラム下降速度は 1 mm/s でテストを実施した。なお、圧粉の成形荷重は 384 kN (面圧 1270 MPa) に統一した。

成形後の取り出し時の模式図を Fig.2(b) に示す。下ラム側にロードセルを設置することにより、取り出し荷重

を測定可能とした。得られる成形品の外観写真を Fig.4 に示す。成形品は、外径 28 mm、内径 20 mm、高さ 4 mm のリング形状である。

以後の測定を実施する前に、ひずみ除去を目的として、成形品を Ar 雰囲気の中において、1023 K で 1 時間の熱処理を実施した。

また、成形品の密度を測定するため、外径、内径、高さ、および、重量を測定して、計算により密度を導出した。

## 2. 4 圧環強度測定方法

成形品の強度を評価するために、JIS Z2507 に基づいて圧環強度を測定した。圧環強度は Fig.5 に示すように、圧縮装置のプレート間に試験片を置き、その軸がプレートの水平面と並行となるようにする。衝撃を与えずに荷重を増加させて、破壊したときの最大荷重 F を読み

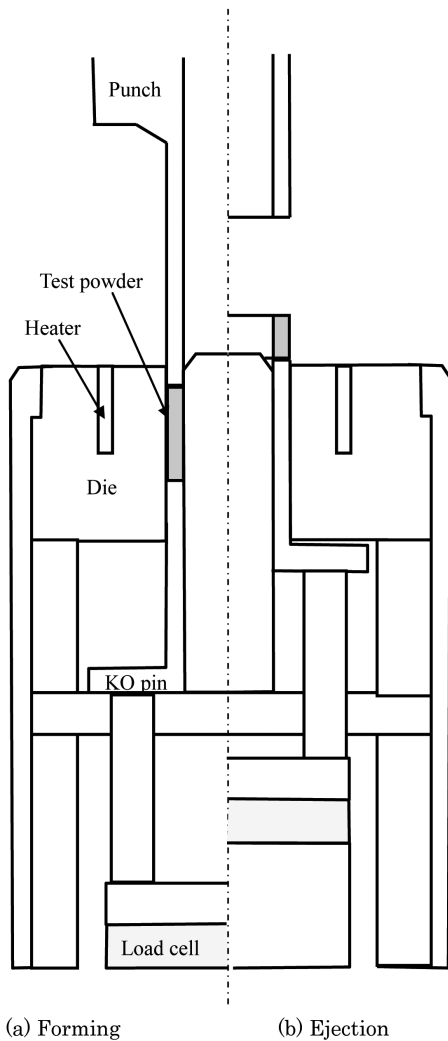
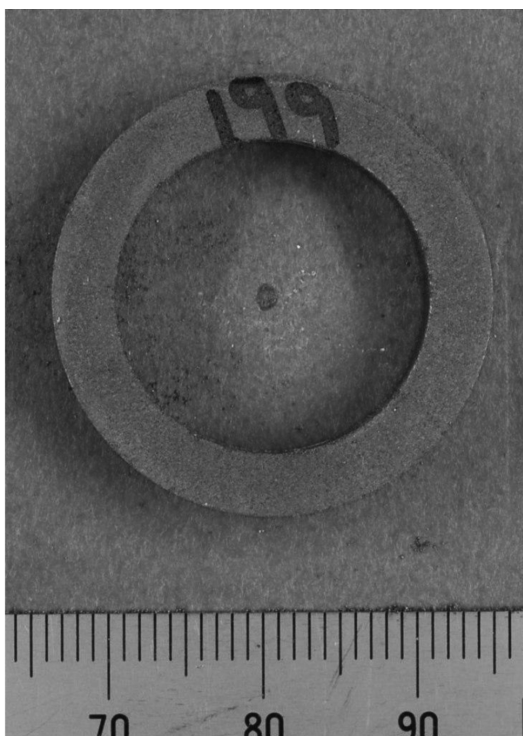


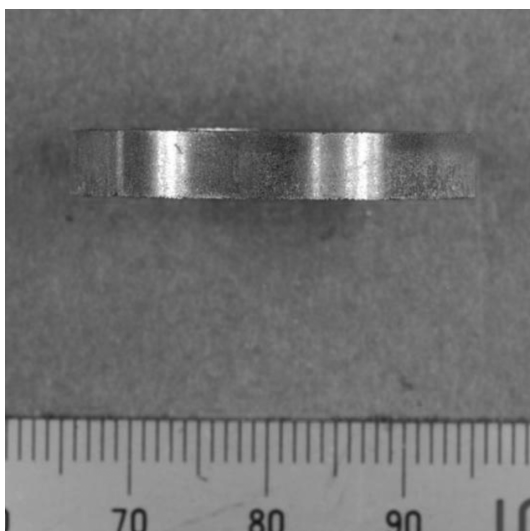
Fig.2. Schematic illustration of ring forming test.



Fig.3. Photograph of dies in ring forming test.



(a) Top view



(b) Side view

Fig.4. Photograph of a test piece in ring forming test.

取る。前項で測定したリング形状の外径  $D$ 、高さ  $L$ 、および厚み  $e$  (内外径差の半分) から、圧環強度  $K$  を下式から算出した。

$$K = \frac{F (D - e)}{L e^2}$$

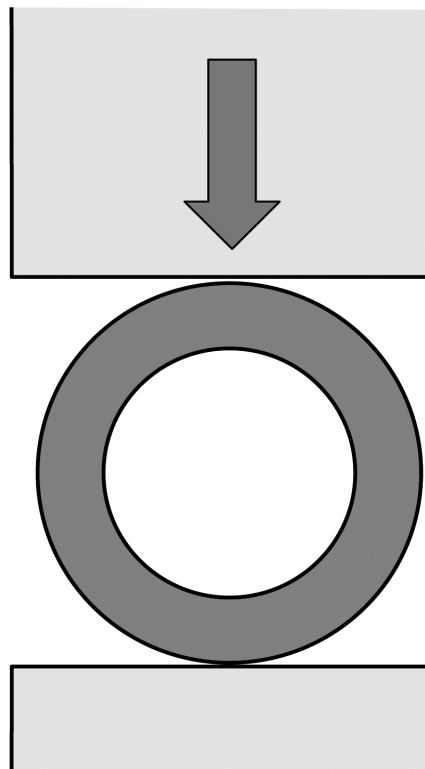


Fig.5. Schematic illustration of radial crushing strength test.

## 2. 5 コアロス測定方法

成形品に巻線 (1次が  $\phi$  0.45 mm を 80 ターンで 2次が  $\phi$  0.26 mm を 20 ターン) をして、コアロスを測定した。装置は、交流 BH アナライザー (岩通計測 SY-8232) を用いた。最大励磁磁束密度を 0.2 T 一定として、周波数を 10 kHz として測定した。

## 3. 評価結果

### 3. 1 潤滑性評価

Fig.6 は、各種潤滑剤を金型温度 338 K でリング成形した場合の成形品の密度である。全ての潤滑剤において同一面圧 (1270 MPa) で圧粉成形したため、密度が高いほど、金型面と粉末の摩擦抵抗が低い良好な潤滑剤であるといえる。Lub.A, Lub.B, Lub.F, Lub.G は、密度が  $7.25 \text{ g/cm}^3$  より高く、良好な潤滑剤である。

また、同一の金型温度 338 K において、成形後に圧粉されたリングを金型から取り出す時の荷重を、ロードセルによって測定した結果を Fig.7 に示す。取り出し荷重は、取り出し中の最大荷重とした。取り出し荷重が低いほど、金型から取り出す抵抗が低いため、圧粉体にき裂や、かじりが入りにくく、良好な潤滑剤である。なお、今回の成形体は小さく (高さが 4 mm)、かじりやき裂などの不良は発生していない。しかし、大型の圧粉成形や複雑形状の場合には、き裂などの不良の発生が懸念される。取り出し荷重が低い潤滑剤は、Lub.F (ワックス) と Lub.G (合成油脂オイル) である。この 2 つの潤滑剤に共通して含有する成分としては、油脂であった (ワックスも油脂類)。また、一般的に粉末成形に使用されている、Lub.A (ステアリン酸亜鉛) や Lub.B (ステアリン酸リチウム) よりも、Lub.D (ホウ酸) や Lub.H (リン系オイル) も取り出し荷重が低く良好な潤滑剤である。

金型温度 338 K において、密度が高く、しかも、取り出し荷重が低い、良好な潤滑剤としては、Lub.F と Lub.G となり、従来使用されている Lub.A や Lub.B よりも良好な潤滑剤があることがわかった。なお、リン (Lub.C と Lub.H) や硫黄 (Lub.E) が添加された潤滑剤は、油脂 (Lub.F と Lub.G) と比較して、潤滑効果を発揮する温度に達していないため、悪化したと考えられる。リンや硫黄は極圧添加剤として用いられ、金属の二面間の摩擦、摩耗の減少や、焼付防止のために潤滑剤に加えられる添加剤である。さらに、金型温度が 338 K と低いため、リン (Lub.C と Lub.H) よりも、極圧添加剤の効果を発揮する温度が高い硫黄系の Lub.E が最も悪い結果となったと考えられる。

水溶性潤滑剤は、金型へ付着後に、乾燥を速くする

ため、水の沸点以上で成形することがある。そこで、金型温度 378 K でリング成形した成形品の密度を Fig.8 に示す。金型温度 338 K (Fig.6) に対して、378 K (Fig.8) は全ての潤滑剤で密度が低下した。この理由は、潤滑剤の高温化による劣化ではなく、粉末同士を電氣的に絶縁するためにコーティングしたシリコーン樹脂が、悪影響を及ぼし、密度が低下したと考えられる。つまり、コーティング時の乾燥温度よりも高い金型温度のため、樹脂が溶け出して、粘度が増加し、粉末の摩擦係数が上がり、密度が低下したと考えられる。このような状況下でも、Lub.F での密度がもっとも高く良好な潤滑剤であるといえる。

また、成形後に圧粉されたリングを取り出す時の荷重を金型温度 378 K でロードセルで測定した結果を Fig.9 に示す。取り出し荷重は、Lub.F が最も低く、次に Lub.A, Lub.B, Lub.C の順番であった。なお、金型温度が 338 K から 378 K へと高くなると、極圧添加剤の効果を発揮し始めたため、リン (Lub.C) や、硫黄系 (Lub.E) の取り出し荷重が低下したと考えられる。

以上、潤滑性評価をまとめると、従来、粉末成形に多く用いられていた、ステアリン酸亜鉛 (Lub.A) や、ステアリン酸リチウム (Lub.B) よりも、水溶性のワックス (Lub.F) は潤滑剤として良好であることがわかった。

### 3. 2 圧環強度評価

リアクトルはコイルを巻きつけて使用するが、その時にはある程度の強度が無ければ、割れが発生して製品として使用できない。強度の指標としては、圧環強度が用いられている。各種金型潤滑剤で製作した成形品の圧環強度を Fig.10 に示す。圧環強度が 30 MPa 以上であれば、問題無く使用できるレベルであり、Lub.D は 30 MPa であるが、全ての潤滑剤が 30 MPa 以上であるため、圧環強度は問題ない。特に、Lub.A, Lub.B, Lub.C, Lub.F は、圧環強度が 50 MPa を超えており、圧環強度に優れている。

### 3. 3 コアロス評価

実際にリアクトルとして利用する場合に、電氣的損失が少ないことが求められる。そこで、各種金型潤滑剤を用いた成形品について、コアロスを測定した。Fig.11 に励磁磁束密度 0.2 T、周波数 10kHz のコア

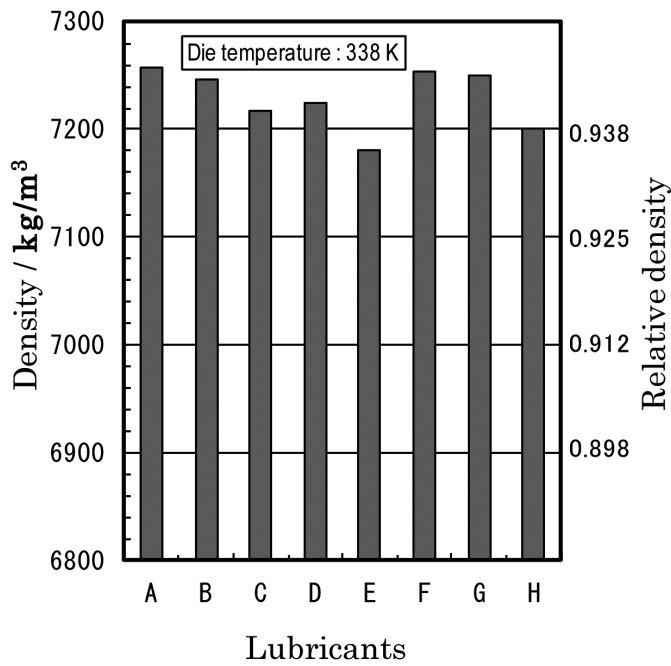


Fig.6. Influence of lubricants on density and relative density at die temperature 338 K.

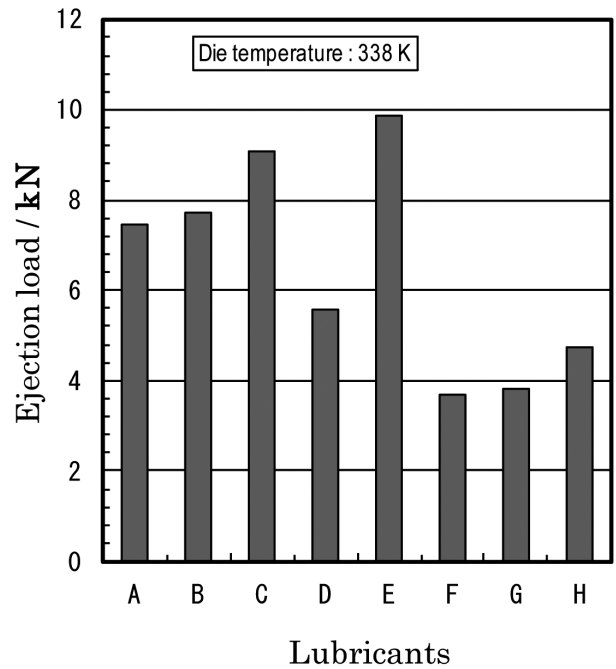


Fig.7. Influence of lubricants on ejection load at die temperature 338 K.

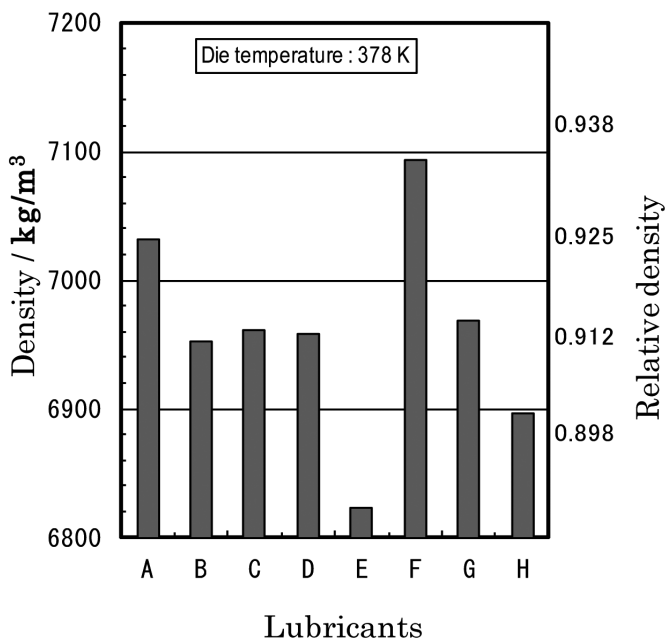


Fig.8. Influence of lubricants on density and relative density at die temperature 378 K.

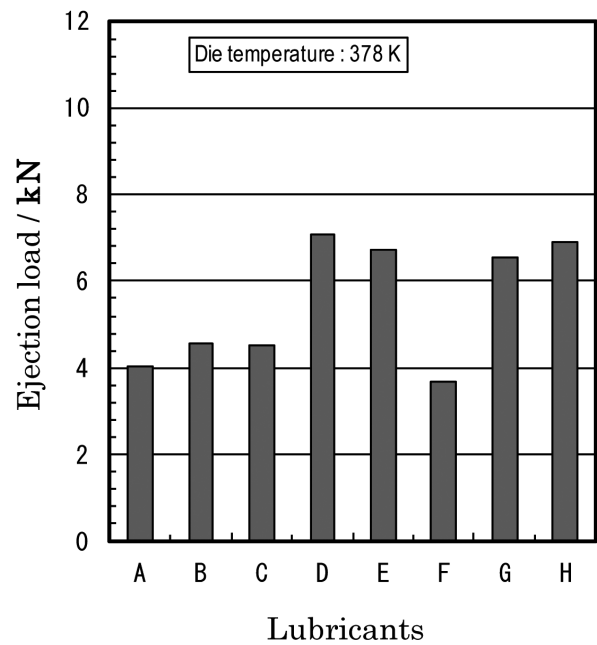


Fig.9. Influence of lubricants on ejection load at die temperature 378 K.

ロスを示す。コアロスは低いほど良好といえる。Lub.A, Lub.B と Lub.F が 400 kW/m<sup>3</sup> 程度と良好であった。つまり、従来から粉末成形で使用されたステアリン酸をベースにした潤滑剤 (Lub.A と Lub.B) とワックス系 (Lub.F) の潤滑剤は、同等なコアロスであることがわかった。

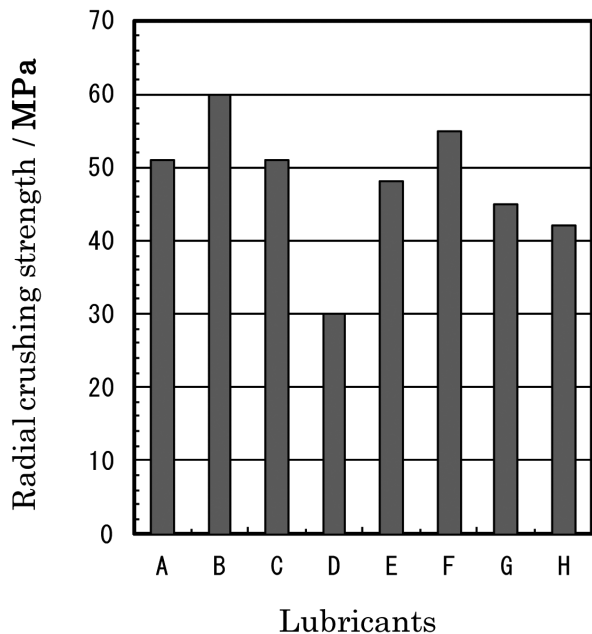


Fig.10. Influence of lubricants on radial crushing strength.

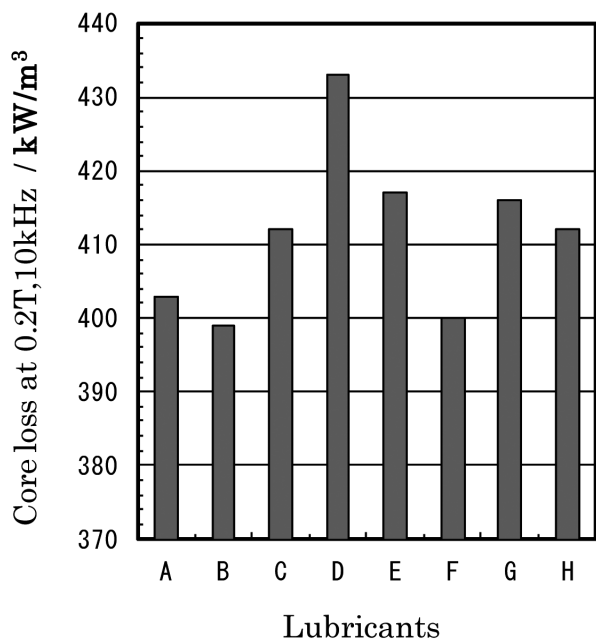


Fig.11. Influence of lubricants on core loss properties at 10 kHz.

## 4. まとめ

成形が困難な Fe-Si 系粉末の圧粉成形時に、各種金型用潤滑剤を用いて、潤滑性、圧環強度とコアロスを評価し、より粉末成形に最適な金型潤滑剤を選定するための評価を実施した。その結果、以下のことが明らかとなった。

1) 水溶性ワックスは、一般的に粉末成形で使用されているステアリン酸亜鉛やステアリン酸リチウムよりも、金型から取り出すときの荷重が低く、潤滑性が良好であることがわかった。

2) 水溶性ワックスは、圧環強度や、コアロスについても、ステアリン酸亜鉛やステアリン酸リチウムと変わらず、圧粉リアクトル磁心成形の金型用潤滑剤として問題無く使用が可能であることが明らかとなった。

従って、成形が困難な Fe-Si 系粉末の金型潤滑剤を評価することによって、従来の金型潤滑剤よりも、良好な潤滑性の金型潤滑剤を選定できた。

### (文 献)

- 1) 水沼晋：塑性と加工, 42-481 (2001), 111.
- 2) 友清寿雅, 水沼晋, 阿高松男：第 43 回塑性加工連合講演会, (1992), 57.
- 3) 日本塑性加工学会編：粉末の成形と加工, コロナ社 (1994), 110.
- 4) 水沼晋, 友清寿雅, 阿高松男：第 42 回塑性加工連合講演会, (1991), 53.
- 5) 島進：塑性と加工, 42-483 (2001), 316.
- 6) 相澤龍彦, 木原諄二：平成 3 年度塑性加工春季合講演会, (1991), 665.
- 7) S. Takemoto and T. Saito : Proceedings of the 2004 WORLD CONGRESS OF POWDER METALLURGY & PARTICULATE MATERIALS, (2004).
- 8) 武本聡, 齊藤貴伸：電気製鋼, 81 (2010), 118.
- 9) S. Takemoto and T. Saito : Materials Science Forum, (2007), 534.
- 10) 齊藤貴伸, 武本聡：電気製鋼, 77 (2006), 285.
- 11) 武本聡：電気製鋼, 82 (2011), 57.