

金型摺動界面の直接観察による熱間鍛造用潤滑剤の挙動解析

岐阜大学 複合材料研究センター
特任教授 土屋能成
(平成24年度 重点研究開発助成 AF-2012002)

キーワード：その場観察, 摩擦特性, 熱分析

1. 研究の背景と目的

経済産業省による鍛工品生産量の調査¹⁾によると, 金属鍛工品における熱間鍛造の重量割合は 95%を占めている. また省エネルギーの観点から, 軽量化を目的として自動車業界をはじめとした産業界においてアルミニウム鍛造品の使用が増大しているが, アルミニウム系鍛工品の 66%を熱間鍛造が占めている.

このように熱間鍛造部品の生産が多いにもかかわらず金型の寿命個数は数百個から数千個であり, 冷間鍛造金型の寿命個数が数万から数十万個であるのと比べて非常に短い. 金型の寿命向上には一般的にいて工程設計の変更や金型への表面処理, 潤滑剤の改良などの手段がとられるが, 熱間鍛造の場合には冷却機能も担う潤滑剤の活用が最も効果的である. 熱間鍛造用潤滑剤として潤滑性能や離型性能に優れ, さらに安価であることから黒鉛系潤滑剤が幅広く使用され²⁾, 特にアルミニウム系材料の鍛造環境においては主流となっている. しかし, 主成分が黒鉛であることから作業環境の悪化や電食などの問題がある³⁾. これを改善するためにいわゆる白色系の潤滑剤が開発され, 適用範囲が広がってきている. ただ黒鉛系に比べて白色系潤滑剤は実用性能が不十分で適用範囲が狭いという課題が存在する. しかもその潤滑機構は未解明であり, 現象解明に要する高温試験法も確立されていないため, これらの課題に的確に応えられない状況にある.

本研究の第1の目的は, 熱間鍛造の環境改善, 金型の寿命向上に貢献するための新たな潤滑剤評価装置の開発である. そのためにその場観察による熱間加工摺動界面における潤滑剤の挙動観察装置を開発した. 冷間成形における摺動界面のその場観察や研究に関しては, 池らの真実接触面積に関するもの⁴⁾や小豆島らによるマイクロ塑性流体潤滑の直接検証⁵⁾などがある. ここでは, これらを参考にしつつ熱間における成形を行う点を工夫し, 高速度カメラによる短時間挙動観察を可能にして上記の目的を実現する.

第2の目的は, 摺動界面における潤滑剤のその場観察結果と摩擦試験結果や潤滑剤そのものの高温特性との関連を把握することである. そのため昇温に伴う変化挙動を観察するとともに熱分析を実施した.

本研究において用いた潤滑剤はカルボン酸の金属塩を主成分とする白色系潤滑剤である. メーカーの仕様において潤滑性能や金型への付着性によって水準の異なる3種類を選択した. 実用上の性能差をその場観察による界面の

挙動とリング圧縮試験によるトライボ特性評価, 熱分析結果などから検証し, 最終的に既存潤滑剤の評価や新規高性能潤滑剤の提案に活用することを研究の狙いとする.

2. 実験方法

2.1 その場観察装置の概要と観察条件

図1に考案, 試作したその場観察装置とその加圧部の概略を示す. 熱間据込み加工時の潤滑剤の挙動をその場観察

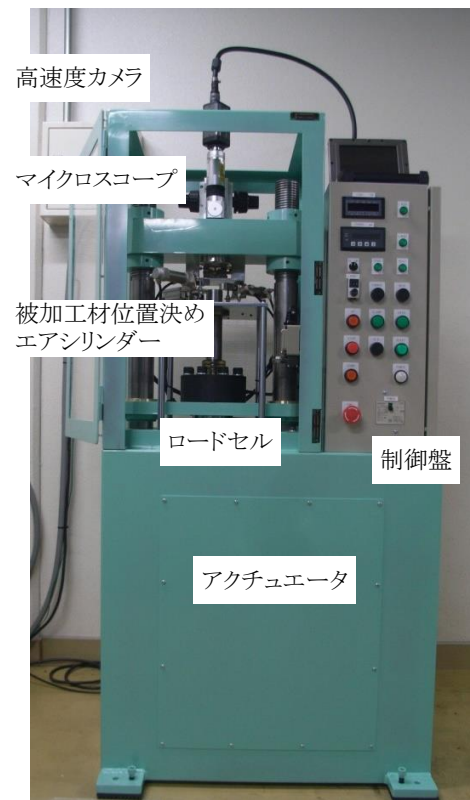
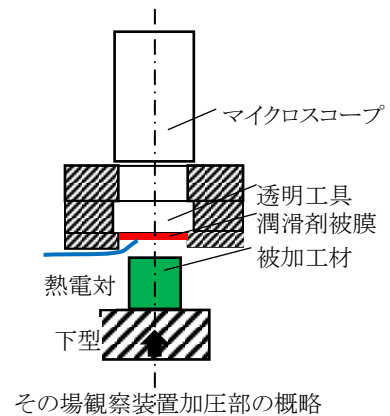


図1 その場観察装置の全体像

するために、上下の圧縮工具の一方を耐熱ガラス製とし、材料が接触する側にあらかじめ潤滑剤を塗布しておき、その反対側から観察する構成とした。観察にはマイクロスコープに高速度カメラを接続して短時間の据込み加工中の微細な潤滑剤の挙動を捉えられるようにした。加工時の温度、荷重、変位の記録が可能である。加工速度が変更でき、透明工具と下型の間には被加工材料の位置決めのためにエアシリンダーを設けた。表1に装置の主な仕様を、表2に観察条件を示す。

表1 その場観察装置の主な仕様

加圧部	最大荷重	100kN
	クロスヘッドストローク	0-100mm
	クロスヘッドスピード	50-1,000mm/min
撮影部	シャッタースピード	1/50-1/100,000 秒
	撮影スピード	最大 100,000fps
	マイクロスコープ倍率 (観察倍率)	0.83-10 倍 (51.6-500 倍)

表2 その場観察条件

透明工具	耐熱性ホウケイ酸ガラス、 $\phi 40 \times 10\text{mm}$
被加工材料	工業用純アルミニウム、A1070、 $\phi 10 \times 10\text{mm}$
潤滑剤	白色系潤滑剤、A、B、C
塗布量	20g/m^2
加熱温度	600°C
加工速度	13mm/s
加工度	30%
撮影速度	1000fps

2.2 リング圧縮試験

潤滑剤の界面挙動と摩擦挙動の対応関係を把握するために、加工中の平均摩擦係数が計測できるリング圧縮試験を行った。被加工材料にはその場観察で用いた工業用純アルミニウム A1070 を用いた。リングの寸法は外径 30mm、内径 15mm、高さ 10mm（寸法比 6:3:2）である。摩擦状態の比較には小坂田の換算曲線⁶⁾を使用した。

2.3 昇温に伴う潤滑剤の挙動観察

潤滑剤の挙動観察のために急速加熱が可能な市販の高温観察装置と冷却装置、真空ポンプなどを組み合わせたシステムを組み上げた。高速度カメラが接続されたマイクロスコープの試料台に高温観察装置を設置して、観察装置のガラス越しに潤滑剤被膜を観察した。熱間工具鋼 SKD 61 で作った加熱試験片（ $20\text{mm} \times 20\text{mm} \times 1\text{mm}$ ）の上に約 10 mg の乾燥被膜を形成し、熱電対を試験片に溶着後高温加熱装置の内部に置き、温度制御装置にプログラムした昇温条

件で加熱しながら撮影した。加熱速度は 3 水準採った。撮影速度は昇温速度に応じて 3 水準設定した。大気と窒素の雰囲気の影響についての観察も行った。

2.4 熱分析

熱重量・示差熱同時測定装置 (TG/DTA) を用い昇温に伴う重量変化と示差熱を測定した。昇温速度を通常用いる $10^\circ\text{C}/\text{min}$ のほか $100^\circ\text{C}/\text{min}$ とし、その違いを把握した。さらに窒素雰囲気での測定を行って無酸化雰囲気の影響を見た。

3. 実験結果

3.1 摺動界面の潤滑剤挙動観察

図2に据込み加工時の潤滑剤被膜の高速度カメラによる観察例を示す。図2は高温のアルミニウムを据込み加工した時の例で、(a)は潤滑剤A、(b)は潤滑剤B、(c)は潤滑剤Cの場合である。1フレームの比較なので動きがなくわかりにくい、いずれの加工においても潤滑剤被膜の一部が流動化して移動する様子が観察された。流動物質が液体なのか気体なのかは観察だけでは明確でないが、初期状態が固体被膜である潤滑剤が高温の被加工材が接触し、変形する過程において流体として移動することが分かった。

図3には、高温のアルミニウムを据込み加工した時の温度、荷重変化と観察に基づく潤滑剤被膜の流動時間範囲とを示す。潤滑剤Aでは接触とともに温度が急激に上昇し、 410°C 付近から流動し始める。このとき加工荷重は600Nほどで、加工荷重の最大値3,000Nの20%である。その後加工の進行とともに温度はほとんど変化せず、 415°C から 400°C の範囲で加工が終了する。この間、 410°C から 415°C の温度範囲で流動が観察された。加工全体の67%の時間範囲で流動が生じたことになる。潤滑剤Bについてもほぼ同様の温度、荷重、流動範囲の関係が認められた。一方、潤滑剤Cに関しては、流動範囲が極めて狭く、加工時間にして20ms、全体の6.3%であった。温度範囲で見ると 415°C から 430°C で潤滑剤A、Bと大きな違いはないが、加工荷重で見ると250Nから500Nで低荷重かつ狭い範囲で流動が終了した。加工のほとんどは潤滑剤被膜が流動しない範囲で行われたことになる。

3.2 摩擦試験結果との関連

図4にリング圧縮試験の結果を示す。各圧縮率に対してリング試験片の内径縮小率を比較すると、ばらつきが大きいの、潤滑剤Cの縮小率が潤滑剤A、Bに比べて小さくなった。潤滑剤Cの摩擦が小さく潤滑性に優れていることを示している。このことはそれぞれの潤滑剤の推奨加工形態による性能レベルにも合致している。

一方、挙動観察結果と照合すると、リング圧縮試験で潤滑性能の良かった潤滑剤Cは図3に示したように、流動範囲が極めて狭く、温度的には大きな違いがないものの加工荷重範囲で見るとごく加工の初期で流動化が起きなくなっていた。このことは流動化しない方が摩擦が小さくなる

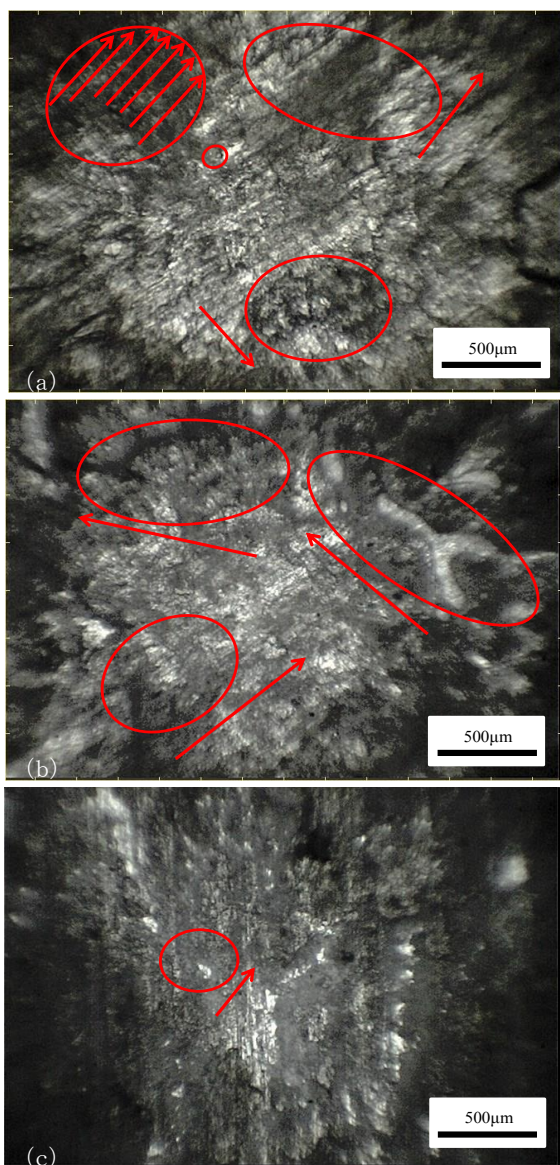


図2 据込み加工中に発生した潤滑剤被膜中の流動
(a)潤滑剤A, (b)潤滑剤B, (c)潤滑剤C

ことを示唆している。リング圧縮試験で現れる摩擦の大小は加工途中の平均化された摩擦状態が反映されることを考慮すると潤滑剤Cでは流動化しない、固化した状態での摩擦特性が低い摩擦状態をもたらしたといえる。一方、潤滑剤AやBのように加工中の大部分で流動している状態では摩擦が高くなったことから、今回用いたカルボン酸の金属塩を主成分とした潤滑剤においては流動しにくい潤滑剤ほど潤滑特性が優れるといえる。

3.3 潤滑剤の昇温に伴う挙動変化

図5に潤滑剤被膜を昇温速度 $20^{\circ}\text{C}/\text{s}$ で加熱した時の状態変化の様子を示す。帯グラフが示すように、いずれの潤滑剤も昇温に伴って被膜から液化し、固化、流動化、固化、流動化を繰り返すことが分かった。被膜から液化を開始する温度はおよそ 450°C から 650°C で、液化から

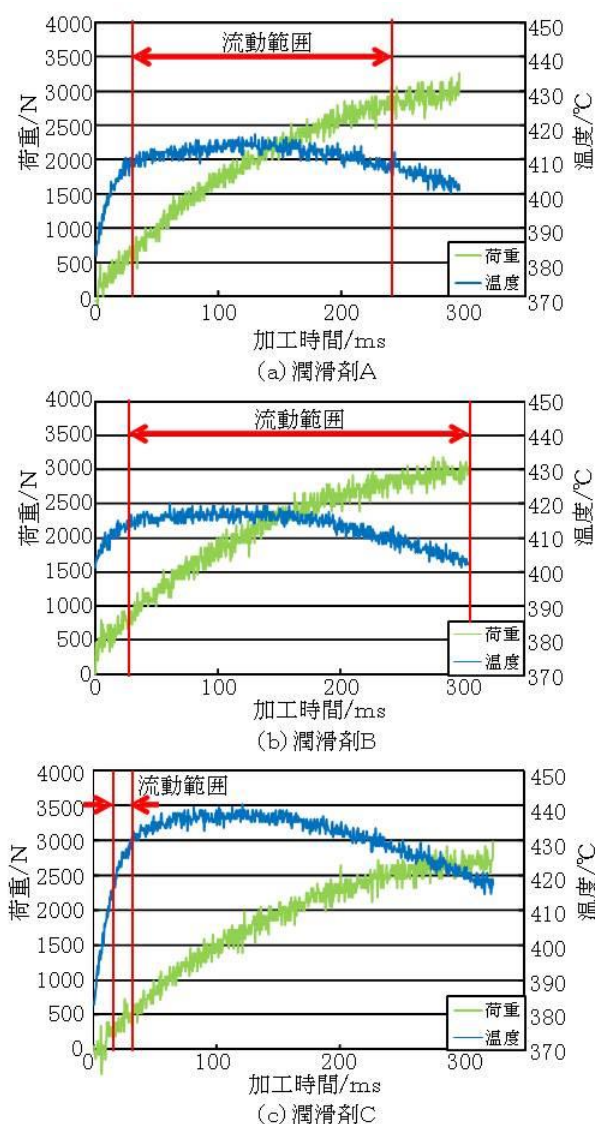


図3 据込み加工に伴う荷重、温度変化と流動範囲の関係

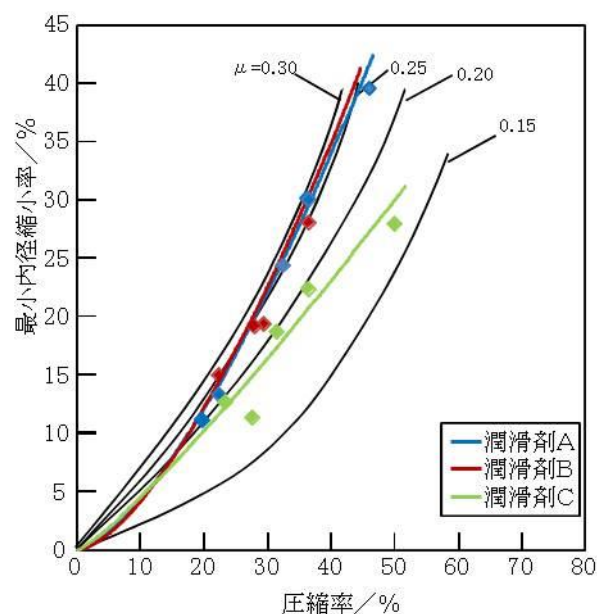


図4 リング圧縮試験結果

固化を開始する温度は650℃から800℃である。それぞれの変化開始温度は潤滑剤Aが最も低温で、B、Cの順に高くなった。また変化の開始と終了の遷移状態である固液共存域を除く、完全に液化状態の温度範囲は潤滑剤Aが最も広く、潤滑剤B、潤滑剤Cの順に狭くなった。800℃付近の固化状態、900℃付近の流動化状態を経て1,000℃付近では再度固化した。潤滑剤Aでは1,050℃付近から再度流動化した。この間液化状態や流動化状態では沸騰やガスの発生が認められ、900℃以上の固化状態ではガスの発生や黒い被膜となる炭化状態が観察された。このように各潤滑剤は、中心温度で600℃から650℃の液化状態、800℃の固化状態、870℃の流動化状態、1,000℃の固化状態を経て炭化した。なお潤滑剤Aに見られる1,100℃以上の流動化についてはほかの潤滑剤について今後確認したい。

図6には潤滑剤の昇温に伴う変化に及ぼす昇温速度の影響を示す。昇温速度の低下に伴いそれぞれの潤滑剤の液化や流動化の変化開始温度と終了温度が低下した。変化の終了温度の低下が大きいためそれぞれの領域が狭くなっている。また潤滑剤B、Cでは液化の範囲が消滅して800℃付近まで被膜状態が維持された。ただ20℃/sで液化した温度範囲では被膜状態であってもガスが発生していることから昇温に伴う変化が少しずつ生じて液化状態が観察できなかったと思われる。一方、実際の加工では例えば図3に示したように、400℃付近まで20ms程度で昇温している。この場合の昇温速度は20,000℃/sとなってきわめて大きな昇温速度になる。図6の観察に基づく速度の影響をそのまま適用してよいか疑問ではあるが、実加工においては液相が大きく出現する可能性が高い。

実際の加工においては被加工材と金型に挟まれ大気から遮断されるため潤滑剤は無酸化雰囲気状態の環境になると思われる。図7に、窒素雰囲気中で観察した昇温変化を示す。大気中における観察と比較して液化温度及び流動化温度が高温側に移動した。またその状態の温度範囲が狭くなった。昇温速度の影響とともに雰囲気の影響についても実際の加工時にどう作用するのかをより詳細に検討する必要がある。

3.4 熱分析結果

図8に供試潤滑剤の原液について熱重量変化と示差熱分析を行った結果を示す。ここではこの分析の通常の昇温速度である10℃/minすなわち0.17℃/sと、より高速の100℃/minすなわち1.7℃/sを比較した。

通常の昇温速度である10℃/minで潤滑剤の違いを見ると、潤滑剤Aでは400℃から600℃にかけて2つの発熱ピークと850℃付近に吸熱ピークが存在する。この結果は潤滑剤Bにも当てはまるが潤滑剤Bでは400℃から600℃の2つのピーク温度が離れている点と850℃付近の吸熱ピークの低温側に発熱ピークが存在

する点異なる。潤滑剤Cでは500℃付近の1つの発熱ピークのみ存在した。重量変化については各発熱ピークに対応して重量減少が起こっており、400℃から600℃の変化は燃焼反応が生じたものと思われる。850℃付近の吸熱ピークに対しては重量の変化は認められず、転移または融解が生じたものと思われる。100℃/minの高速分析では全体に各ピークが高温側に移行した。

この熱分析結果を図5、6の観察結果と比較すると、中心温度で600℃から650℃の液化状態及び870℃の流動化状態とは若干温度が異なっているもののほぼそれぞれの反応による変化といっていよう。観察時の昇温速度が20℃/sであり、高速熱分析よりさらに一桁速い変化であるため一層変化が高温側に移行したことも考えられる。ただし400℃から600℃における反応が燃焼であるならば液化は起こらないはずである。そこで窒素雰囲気における熱分析を実施した。

窒素雰囲気における熱分析の結果を図9に示す。大気中の分析で400℃から600℃で認められた発熱ピークが窒素雰囲気中の分析では消滅し、同じ温度範囲に吸熱反応のピークが現れた。このピークは大気中分析の発熱反応のピークの谷に相当する温度に存在するため大気中においても生じていたものと思われる。また吸熱反応と同時に重量減少を生じているのでこの反応は分解もしくは還元反応と推定される。液化と観察された潤滑剤被膜の挙動は主成分カルボン酸の分解反応によるものと推定できる。供試潤滑剤の主成分については明らかではないが、490℃におけるトリメチル酢酸の熱分解生成物は液体が69%、気体が31%という報告⁷⁾がある。図9の重量変化の割合から見ても400℃から600℃における減少割合は、大気中の場合のほうが大きいものの、窒素中における減少割合とほとんど変わらない。重量減少をもたらす燃焼で生成される気体の量のごくわずかで、熱分解で生成される液体量の割合が大きいことを示唆している。したがって昇温に伴う潤滑剤の観察で400℃から600℃の間に観察された液化は潤滑剤の熱分解生成物と考えられる。

図3に示したようにアルミニウムの据込み加工における潤滑剤の流動範囲は、温度でいうと潤滑剤Aが410℃から415℃、潤滑剤Bが400℃から420℃、潤滑剤Cが415℃から430℃であった。加工中の最高温度に注目すると、潤滑剤A、Bでは流動温度範囲に最高温度に到達しているが、潤滑剤Cでは流動範囲外で440℃まで上昇している。これらの温度を図9の熱分析結果と対応してみると、潤滑剤Aでは吸熱反応のピーク温度、潤滑剤Bでは発熱反応の立ち上がりで吸熱ピークの低温側、潤滑剤Cでは発熱反応の立ち上がりで緩くなって吸熱反応の小さなピークが生じている温度に対応する。いずれも吸熱反応が生じた温度範囲と対応するといっていよう。最高温度440℃で実施したアルミニウムの据込み加工における流動化はこの温度までに生じる熱分解反応に伴う液体が関与したと考えられる。今後より詳細に機器分析を行って

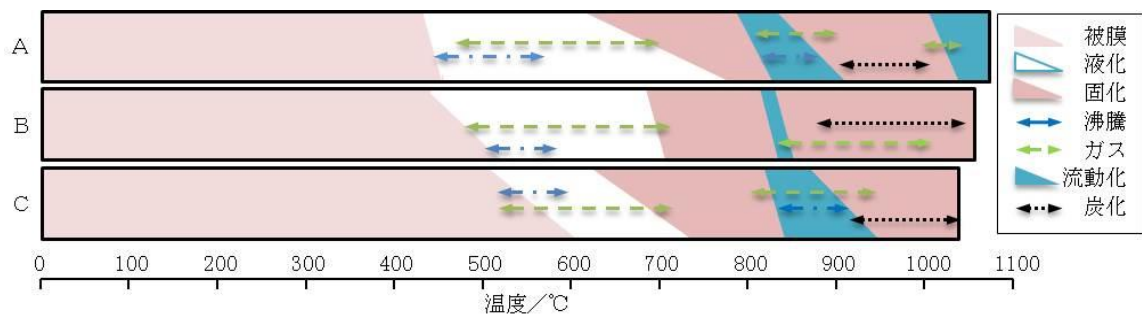


図5 昇温に伴う潤滑剤の挙動観察結果(昇温速度: 20°C/s, 雰囲気: 大気)

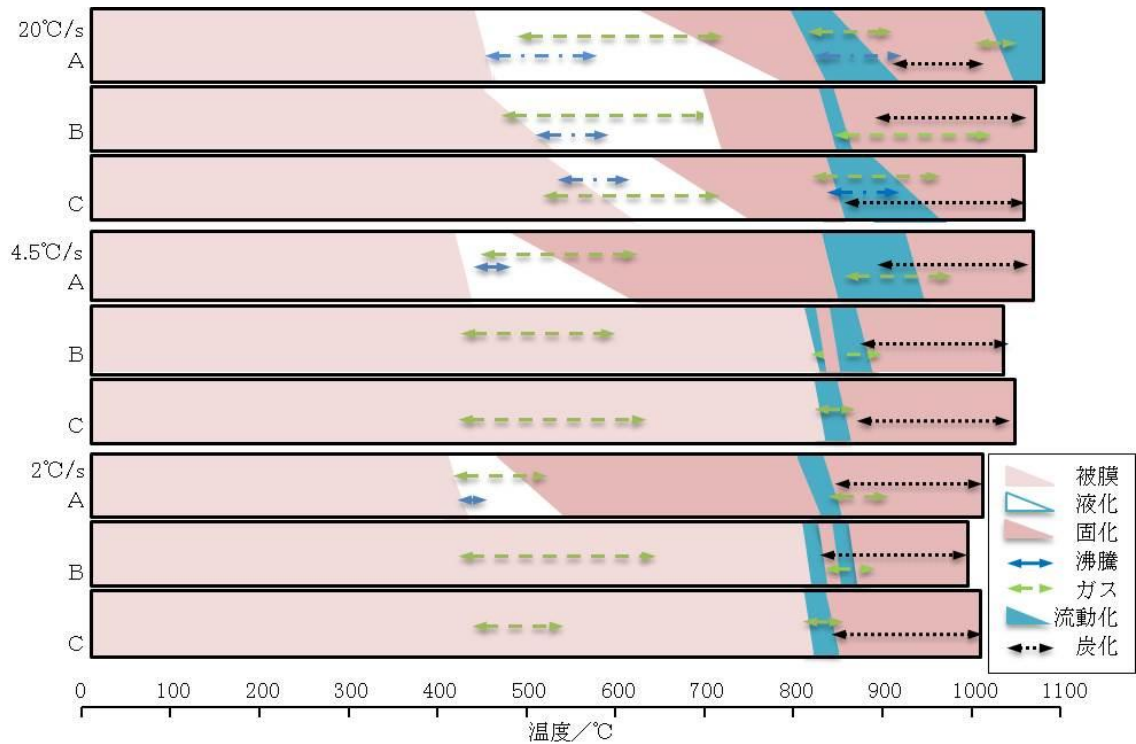


図6 昇温に伴う潤滑剤の挙動変化に及ぼす昇温速度の影響(初期状態: 乾燥被膜, 雰囲気: 大気)

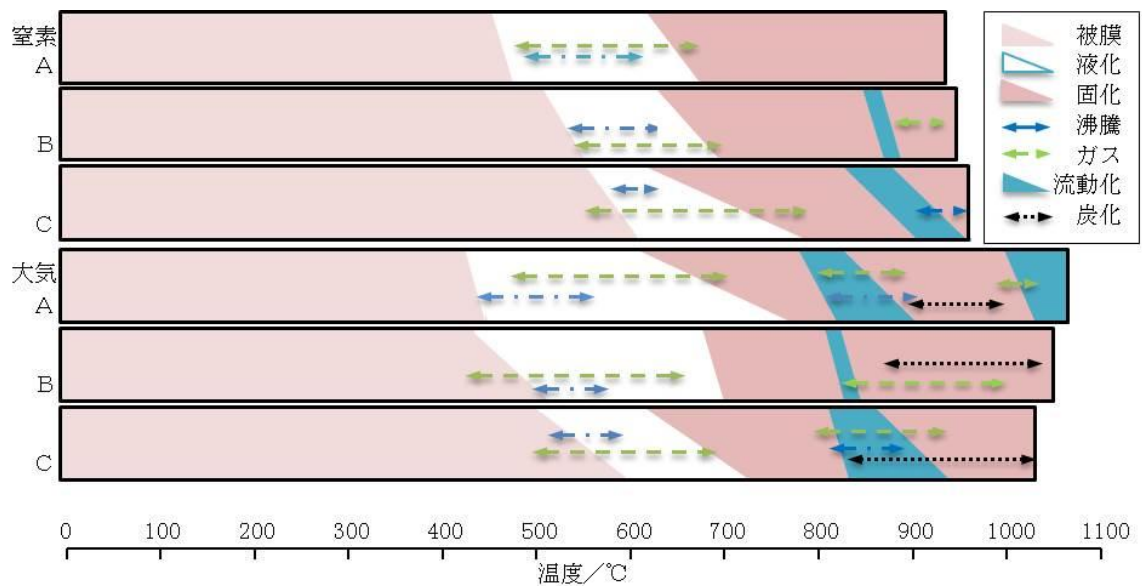


図7 昇温に伴う潤滑剤の挙動変化に及ぼす雰囲気の影響(初期状態: 乾燥被膜, 昇温速度: 20°C/s)

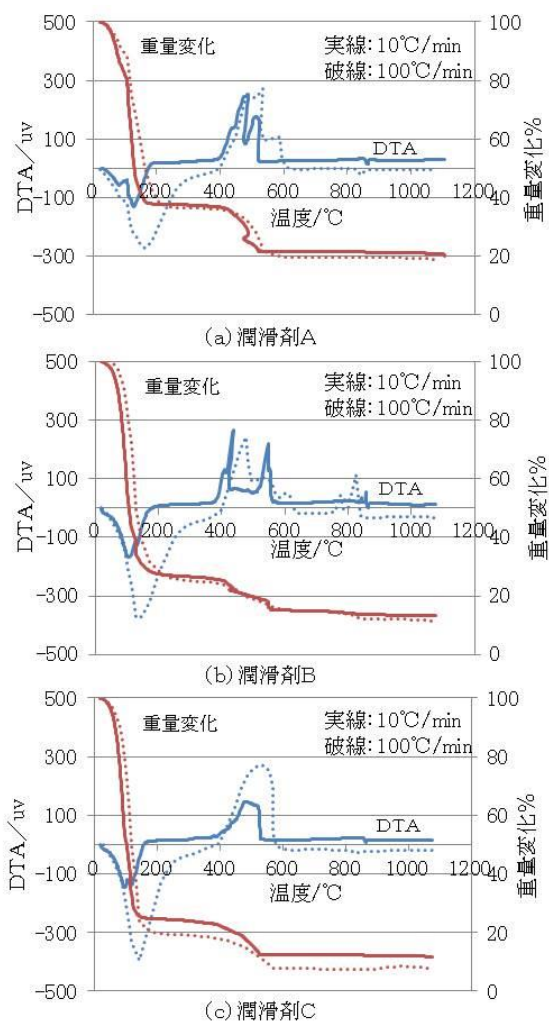


図8 熱分析結果に及ぼす昇温速度の影響
(雰囲気: 大気中, 初期状態: 液滴)

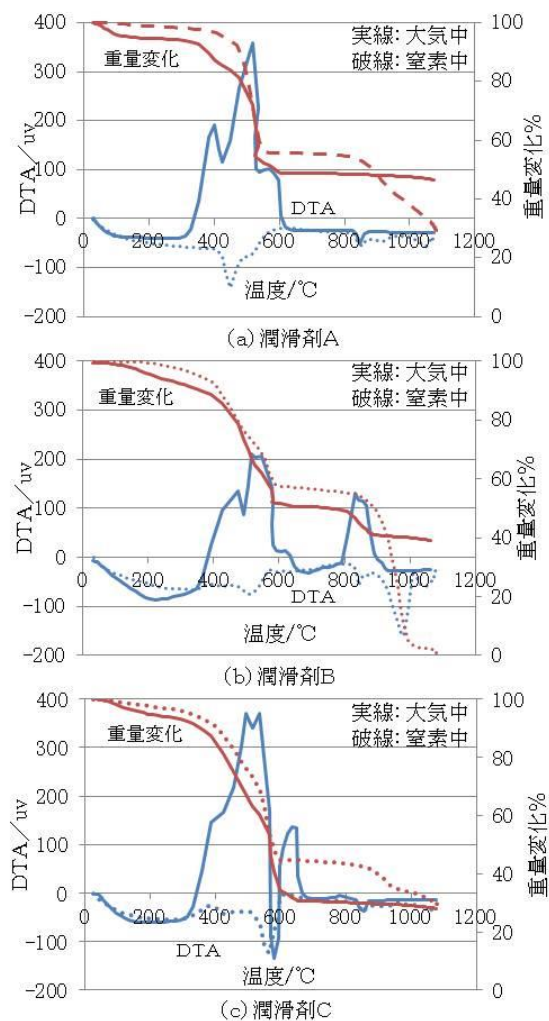


図9 熱分析結果に及ぼす雰囲気の影響
(初期状態: 被膜, 昇温速度: 100°C/min)

流動現象と潤滑特性との関連を把握する予定にしている。

一方, 今回はアルミニウムの熱間加工を対象にしたために温度範囲が450°C以下の検討にとどまった。今後昇温観察や熱分析結果で得られた1,000°C以上の挙動についても解明を進めるつもりである。さらにその場観察に関しては摩擦試験機にその機能を付与した装置に改造して実加工に近い状況の試験を可能にしていく。

4. 結論

熱間鍛造用白色潤滑剤の潤滑機構を解明する目的で摺動界面のその場観察を行い, 摩擦試験や潤滑剤の昇温変化, 熱分析結果と対応させて以下の結論を得た。

1. 据込み加工時の被加工材と潤滑剤界面をその場観察できる装置を開発し, 加熱した被加工材が熱間鍛造用潤滑剤被膜に接触し圧縮される際の潤滑剤被膜の挙動を把握できるようにした。
2. 純アルミニウムを据込み加工した時に潤滑剤被膜が流動化する様子が捉えられた。流動化の温度範囲は潤滑剤によって異なり, 加工圧力の影響は小さかった。
3. 流動化の発生量と摩擦特性に関連があることを見出した。流動化が少ないほど摩擦特性が良好であった。

4. 潤滑剤被膜の昇温に伴う変化を観察したところ, 液化や固化, 流動化, 再固化を繰り返すことが分かった。熱分析結果との対応から液化や流動化は潤滑剤の発熱反応や吸熱反応と関連し, 昇温速度によって挙動の発生温度が異なることが判明した。さらに一部の流動化が潤滑剤の熱分解生成物によるものであると推定した。

謝 辞

本研究の遂行にあたり, 公益財団法人天田財団の平成24年度重点研究開発助成をいただいた。ここに記して感謝の意を表します。また潤滑剤をご提供いただいた(株)MORESCOに御礼申し上げます。実験に協力いただいた岐阜大学大学院 堤亮介, 張波鋒氏に感謝します。

参考文献

- 1) 経済産業省大臣官房調査統計グループ: 政府統計平成24年 鉄鋼・非鉄金属・金属製品統計年報
- 2) 五本上 敬司: 鍛造技法, 18-53(1993), 30-33.
- 3) 田村 清: トライボロジスト, 37-5(1992), 368-374.
- 4) 池: 塑性と加工, 29-328 (1988), 471-477.
- 5) 小豆島ほか: 塑性と加工, 30-347(1989), 1631-1638.
- 6) 小坂田宏造, 村木重節: 昭59 春塑加講論(1984), 445.
- 7) 橋本静信, 小池和太郎: 有機化学, 21-12(1963), 917-927.