研究ノート

フローティングダイ法によるカップ形状アルミナ焼結体の密度と寸法精度の向上

高橋 清造^{1*}, 早乙女 貴哉²¹ 日本大学生産工学部, 〒275-8575 習志野市泉町 1-2-1.² 日本大学, [現: ジオスター (株)], 〒112-0002 文京区小石川 1-28-1].

Improvement in Sintered Density and Dimensional Accuracy of Cup Shaped Sintered Compact by Floating Die Tooling

Seizo TAKAHASHI^{1*} and Takaya SAOTOME²¹ Col. Ind. Tech. Nihon University, 1-2-1 Izumi-cho, Narashino 275-8575, Japan.² Nihon University, [GEOSTR Co., 1-28-1 Koishikawa, Bunkyo-ku 112-0002, Japan].

Received March 24, 2016; Revised May 9, 2016; Accepted May 20, 2016

ABSTRACT

Alumina granule admixed with liquid paraffin was formed to cup shape by single-action tooling and floating die tooling combined with flow compaction. Green density increases on effect of flow compaction by liquid paraffin content and double-action effect by floating die tooling, and difference of density in green compact decreases in green compact. As a result of sintering, the height of sintered compact was shrunk from green compact to 17.9 % and the diameter of sintered compact was shrunk from green compact to 17.5 %. The maximum sintered density was 99.0 % on relative density on addition of liquid paraffin 12.5 mass%, compacting pressure of 177 MPa and spring constant of 267 N/mm 4pieses by floating die tooling. Cup tip on diameter of sintered compact was thin and cup bottom was thick. The minimum difference on diameter of sintered compact was 0.32 mm. Sintered density became higher and difference on diameter of sintered compact could be reduced by floating die tooling combined with flow compaction.

KEY WORDS

alumina cup, liquid paraffin, floating die tooling, flow compaction, dimensional accuracy

1 緒 言

粉末から作製された焼結機械部品は、高い密度と高い寸法精度が求められる。高密度な焼結機械部品は強度が高く、高寸法精度な焼結機械部品は後加工量が少ない。特にセラミックスの焼結機械部品は高硬度であるため、後加工の費用が大きい。そこで、セラミックス焼結機械部品の作製では、円柱形状や円筒形状のような単純な形状成形体を機械加工し、焼結によって複雑な形状の焼結機械部品を作製する場合が多い。著者らは焼結体の高密度化と高寸法精度化を求め、単軸油圧プレス機を使用した乾式金型成形による流動成形を開発してきた^{1,2)}。アルミナの焼結体の作製では、顆粒に流動パラフィンを混合後に成形、焼結を行い、寸法精度の高い焼結体を作製できる^{3,4)}。流動パラフィンを添加する目的は、乾式金型成形では避けられない成形過程における金型と粉末および

粉末間の摩擦を低減させ、成形圧を成形体全体に伝達させ、成形の後半には成形体内部の高密度部から低密度部に粉末を流動させることにあり、結果として成形体内部の低密度部は密度が高まり、成形体内部の密度差は減少し、成形体の平均密度は高くなる。さらに、流動パラフィンは脱バインダ後に残滓が残らない利点がある。成形体密度の向上には、ダイの下部にバネを入れるフローティングダイ法⁵⁾により、成形過程に両押し成形の効果⁶⁾、圧粉体の密度分布がより均一となる⁷⁾ことが期待されている。

本報は、アルミナ顆粒に潤滑剤として流動パラフィンを添加・混合した流動成形の効果に加えて、成形時にダイの下部にバネを入れたフローティングダイ法によりカップ形状の成形した。成形は流動パラフィン添加量、成形圧およびバネ定数を変化させて行った。フローティングダイ法の特長は、成形過程において下パンチの進入があり、成形体内部で低密度になり易いカップ壁部先端を下パンチが加圧することによ

* Corresponding author, E-mail: Takahashi.seizou@nihon-u.ac.jp

り, カップ壁部先端の密度が高くなることが期待できる. 成形体を脱バイнда後に焼結し, 焼結体は全体密度および外径寸法の測定を評価し, 高密度かつ寸法精度の高いアルミナ焼結体を作成することを目的とした.

2 実験方法

成形に使用したアルミナ顆粒 (市販品・マルス釉薬, AES-11, 素粒径: $0.6\ \mu\text{m}$) は 3 mass%PVA によって平均粒径 $72\ \mu\text{m}$ に造粒されている. 試験粉末は顆粒の流動性を向上させるために流動パラフィン (Liquid Paraffin: LP) を 0~13.0 mass% 添加, 混合した. Fig. 1 はフローティングダイ法で使用する金型セットを示す. ダイの下部にバネを 4 本入れてあり, バネは市販品であり, 高さ: 90 mm, バネ定数 k はカタログ値⁸⁾で 267 N/mm と 348 N/mm の 2 種類とした. また, バネなし成形の場合は片押し成形法となり, 片押し成形法では LP 添加による流動成形の効果を確認することができる.

Fig. 2 は成形体の形状・寸法を示す. 高さ: 70 mm, 外径: 60 mm, 内径: 50 mm, カップの内側には 1/5 のテーパを付けてある. 成形体の質量は約 275 g である. 左側の数字は成形体の部分密度を測定した部位の番号を示す. 成形圧はプレスの荷重が安定する最大荷重である 177 MPa と 142 MPa とした. 脱バイндаは大気中にて電気炉で行い, 350 °C で 4 時間保持する加熱分解法とし, 焼結は大気中にて電気炉で行い, 1650 °C にて 10 時間保持した.

3 実験結果及び考察

Table 1 は成形圧 177 MPa と 142 MPa における片押し法とフローティングダイ法による成形体の外観評価を示す. 片押し法で成形ができなかった流動パラフィン LP 添加量 10.5~12.0 mass% においてもフローティングダイ法により成形することができた. また, LP 添加量が多い範囲で外観良好な成形体を得ることができたが, 10.5 mass% 以下の場合には壁面の端部は密度が低い剥離が発生し, 13 mass% では LP の染み出しが発生した.

Fig. 3 はフローティングダイ法による成形圧 (CP): 177 MPa と 142 MPa, バネ定数 (SC) k : 267 N/mm $\times$ 4 本と 348 N/mm $\times$ 4 本使用した成形過程に凸パンチがダイの中に進入した量と LP 添加量の関係を示す. LP 添加量を増やすほど下パン

Fig. 1 Apparatus of die set by floating die tooling.

Fig. 2 Shape and dimension of green compact.

チの進入量が大きくなり, フローティングダイ法の効果により凸パンチから成形体に成形圧を加えられると考えられる. CP: 177 MPa で SC: 267 N/mm の場合, LP 添加量が 12.0 mass% と 12.5 mass% でパンチの進入量に大きな変化が認められず, CP: 177 MPa では凸パンチの進入量には限界が認められた.

Fig. 4 はフローティングダイ法と片押し法による CP: 177 MPa での成形体密度と LP 添加量の関係を示す. 参考値として, バネ定数 k : 353 N/mm と 221 N/mm の成形体密度も示した. 成形体密度はフローティングダイ法の値が片押し法の値よりも高い.

Fig. 5 は片押し法による CP: 177 MPa での成形体密度と LP 添加量の関係を示す. 成形体密度は理論密度, 底部の密度, 成形体全体密度, 壁部の密度を示す. 理論密度はアルミ

Table 1 Evaluation to appearance of green compact formed by single-action tooling and floating die tooling.

Method	Compacting pressure	Spring constant	Liquid Paraffin (mass%)								
			0.0	5.0	10.0	10.5	11.0	11.5	12.0	12.5	13.0
Single-action tooling	177 MPa		×	×	×	×	△	△	△	●	#
	142 MPa		×	×	×	△	△	△	△	□	#
Floating die tooling	177 MPa	$k = 348$ N/mm:4	△	△	●	●	●	●	△	△	#
	142 MPa		△	△	△	△	●	●	●	△	#
	177 MPa	$k = 267$ N/mm:4	△	△	△	●	●	●	●	●	#
	142 MPa		△	△	△	●	●	●	●	●	#

× : Green compact unformed △ : Peeling from cup wall tip at ejection # : Exuding Liquid Paraffin
□ : Cracking at bottom between cup wall ● : Good appearance

Fig. 3 Relation between amount of progress of convex punch and Liquid Paraffin content formed by floating die tooling on changing compacting pressure (CP) and spring constant (SC).

Fig. 4 Relation between green density and Liquid Paraffin content formed by single-action tooling and floating die tooling on compacting pressure of 177 MPa.

ナ : 3.95 g/cm³, PVA : 1.30 g/cm³, LP : 0.88 g/cc から成形体には気孔なしとして計算した。底部密度、壁部密度は成形体を切断後して測定した。LP 添加量が増加すると理論密度と底部密度は低下し、壁部密度が高くなり、成形体全体密度が高くなった。密度の変化は流動成形の特徴であり、LP 添加量の増加に従い高密度な底部から低密度な壁部に粉末が流動し、壁部密度は高くなり、成形体内部の密度差は減少する。

Fig. 6 はフローティングダイ法による CP : 177 MPa, SC : 267 N/mm での成形体密度と LP 添加量の関係を示す。LP 添加量による流動成形の効果とフローティングダイ法との効果が組み合わせられ、フローティングダイ法による成形体の壁部密度は LP 添加量が少ない成形体においても片押し法より高い。LP 添加量が少ない成形体における壁部密度の上昇は成形圧が伝達しにくい壁部先端まで成形圧が伝わったためと考えられる。

Fig. 5 Relation between green density and Liquid Paraffin content formed by single-action tooling on compacting pressure of 177 MPa.

Fig. 6 Relation between green density and Liquid Paraffin content formed by floating die tooling on compacting pressure of 177 MPa and spring constant of 267 N/mm × 4.

Fig. 7 は外観良好な成形体を得られたフローティングダイ法における成形圧 CP : 177 MPa と 142 MPa, SC : 348 N/mm と 267 N/mm での成形体内部の密度分布を示す。成形体を壁部先端から 10 mm 間隔で 7 分割し、部分密度を測定した。測定方法は 6 分割されたリングと底部円盤の計 7 部位とした。成形体内部の密度分布は壁部先端より底部側に寄った中央部近傍の部位で最小値を示し、底部密度は各部位の中で最高値を示した。壁部先端での密度が高いのはフローティングダイ法における凸パンチのダイ内への進入による両押しの加圧効果と考えられる。

Fig. 8 は外観良好な成形体を得られた LP 添加量 : 12.5 mass% での部分密度を SC : 267 N/mm を使用したフローティングダイ法と片押し法との比較を示す。CP : 177 MPa と 142 MPa の結果である。片押し法ではカップ先端ほど密度が低くなっているが、成形圧 CP : 177 MPa, SC : 267 N/mm を使用した成形体内部の密度差が少ないことが分かる。

Fig. 9 は焼結体密度と LP 添加量の関係を示す。フローティングダイ法と片押し法の結果を比較してある。焼結体密度は

Fig. 7 Local density of green compact to measurement part formed by floating die tooling on changing of Liquid Paraffin content, compacting pressure (CP) and spring constant (SC).

Fig. 8 Local density of green compact to measurement part formed by floating die tooling and single-action tooling on Liquid Paraffin content of 12.5 mass%.

Fig. 9 Relation between sintered density and Liquid Paraffin content formed by floating die tooling and single-action tooling.

フローティングダイ法の密度が高く、片押し法ではLP添加量：12.5 mass%において流動成形の効果によりフローティングダイ法の密度とほぼ同等の密度になった。LP添加量：12.5 mass%，CP：177 MPa，SC：267 N/mmを使用したフローティングダイ法による焼結体密度は 3.91 g/cm^3 となり、アルミナの真密度 3.95 g/cm^3 に対して相対密度が99.0%と高い値を得た。焼結体密度を決定する要因は、焼結温度と保持時間が一定であるなら、脱バインダ後の脱バインダ体の密度、すなわち脱バインダ体内部のアルミナ粉末の充足率の大きさが重要と考えており、成形体密度が高い成形体からの焼結体はアルミナ粉末の充足率が大きく、焼結後の焼結体密度は高くなったと考えられる。

Fig. 10はフローティングダイ法による焼結体の外径寸法を示す。測定位置は焼結体高さ：約60 mm (57.5 mm)を6分割してある。外径は壁部が細く、底部は太い。外径が最大となるのは底部であり、最小は中央部近傍となった。LP添加量を比較すると、添加量が増加するに従い外径の寸法差は

少なくなった。

Fig. 11はLP添加量：12.5 mass%における焼結体の外径を、CP：177 MPaと142 MPa，SC：267 N/mmでのフローティングダイ法との結果とCP：177 MPaでの片押し法の結果と比較して示す。CP：177 MPa，SC：267 N/mmでのフローティングダイ法による外径の寸法差は他の条件と比較して少ないことが分かる。

Fig. 12は焼結体の外径寸法差とLP添加量との関係を示す。フローティングダイ法と片押し法の結果を比較してある。外径寸法差はLP添加量が増加するに従い減少し、フローティングダイ法によってさらに減少する。我々は先に質量：100 g～120 gのマス形を成形し、フローティングダイ法によるばね定数 (SC) 1種類での焼結体寸法精度の向上について報告している⁹⁾。本報は質量が約275 gと大形のカップ形状におけるフローティングダイ法のばね定数 (SC) を変化した効果を中心に検討している。成形体は焼結によって、LP添加量：12.5 mass%，CP：177 MPa，SC：267 N/mm

(a) CP:177 MPa, SC:k = 348 N/mm $\times$ 4.

(b) CP:177 MPa, SC:k = 267 N/mm $\times$ 4.

(c) CP:142 MPa, SC:k = 348 N/mm $\times$ 4.

(d) CP:142 MPa, SC:k = 267 N/mm $\times$ 4.

Fig. 10 Diameter of sintered compact to measurement point by floating die tooling on changing Liquid Paraffin content, compacting pressure (CP) and spring constant (SC).

Fig. 11 Diameter of sintered compact to measurement point by floating die tooling and single-action tooling on Liquid Paraffin content of 12.5 mass%.

Fig. 12 Relation between difference on diameter of sintered compact and Liquid Paraffin content formed by floating die tooling and single-action tooling.

の条件で、質量は273 gから223 gに18.3 %減少し、高さは70 mmから57.5 mmに17.9 %収縮し、外径は60 mmから49.5 mmに17.5 %収縮した。外径寸法差が最少になったのは、CP : 177 MPa, SC : $k = 267 \text{ N/mm} \times 4$ 本を使用したフローティングダイ法であり、外径寸法差は0.32 mm (焼結体の外形49.5 mmに対して0.65 %)であった。焼結体の外径寸法差を決定する要因は成形体内部の密度差と考えており、焼結に伴う寸法収縮は高密度部が少なく、低密度部が大きい。故に、成形体内部の密度差が小さい成形体から得られた焼結体はより均一な寸法収縮となり、外径寸法差が少なくなる。

LP添加による流動成形の効果のみが現れる片押し法と比較して、流動成形の効果とフローティングダイ法による両押し効果を組み合わせたカップ形状の成形では、成形体は高密度かつ成形体内部の密度差の少なく、焼結体は高密度かつ高寸法精度が得られた。

4 結 言

アルミナ顆粒から片押し法と比較して、流動成形とフローティングダイ法を組み合わせたカップ形状の成形を行い、焼結体密度と焼結体の外径寸法差を検討した結果、以下の結果を得た。

- 1) 流動成形の効果のみ現れる片押し法と比較して、流動成形の効果とフローティングダイ法の効果とを組み合わせることで外観良好な成形体の得られる条件の範囲は拡大した。
- 2) 成形体密度はフローティングダイ法を組み合わせること高くなり、成形体内部の密度差は減少した。
- 3) 焼結体密度はLP添加量 : 12.5 mass%, 成形圧 (CP) : 177 MPa, バネ定数 (SC) : $k = 267 \text{ N/mm} \times 4$ 本を使用したフローティングダイ法において 3.91 g/cm^3 となりアルミナの真密度 3.95 g/cm^3 に対して相対密度が99.0 %と高い値を得た。
- 4) 焼結体の外径寸法差が最少になったのは、LP添加量 : 12.5 mass%, 成形圧 (CP) : 177 MPa, バネ定数 (SC) : $k = 267 \text{ N/mm} \times 4$ 本を使用したフローティングダイ法であり、外径寸法差は0.32 mmであった。
- 5) 流動成形とフローティングダイ法を組み合わせた成形により、焼結体密度が高く、焼結体外径差は減少できた。

文 献

- 1) S. Takahashi, T. Nakagawa: "Press Powder Flow Compaction of Soft Ferrite Granule by Using Liquid Binder", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **39** (1992) 1005-1010.
- 2) S. Takahashi, T. Nakagawa: "Improvement in Dimensional Precision of Long Thin Cylinder Shaped Sintered Compact by Flow Compaction from MgO Granule", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **47** (2000) 282-286.
- 3) S. Takahashi, T. Nakagawa: "Deep cup Forming and Improvement in Dimensional Precision of Sintered Compact from Alumina Granule", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **41** (1994) 297-300.
- 4) S. Takahashi, T. Nakagawa: "Influence of Flowability of Alumina Granule on Flow Compaction", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **42** (1995) 277-282.
- 5) ASM Handbook, Powder Metallurgy, **7** (1993) 333.
- 6) J. Asami: "Compacting Characteristics on Two-step Pressing of Al Powder", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **41** (1994) 131-135.
- 7) T. Iwaoka, M. Nakamura: "Effects of Warm Compaction on Compressibility and Sinterability of Pure Magnesium Powder", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **58** (2011) 327-333.
- 8) Misumi Co.: Press die standard components (1991), 627-628.
- 9) Y. Takahashi, S. Takahashi, T. Yamada: "Square Shaped Cup from Alumina Granule by Flow Compaction and Dimensional Accuracy of Sintered Compact", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **60** (2013) 41-48.