アルミナ顆粒粉の段付カップへの加圧流動成形

高橋 清造^{☆1}, 金井 浩^{☆1}, 中川 威雄^{☆2}^{☆1} 日本大学生産工学部, 〒275 習志野市泉町1-2-1.^{☆2} 東京大学生産技術研究所, 〒106 港区六本木7-22-1.

Stepped Cup Forming from Alumina Granula by Press Powder Flow Compaction

Seizo Takahashi^{☆1}, Hiroshi Kanai^{☆1} and Takeo Nakagawa^{☆2}^{☆1} Col. Ind. Tech., Nihon University, 1-2-1 Izumi-cho, Narashino 275.^{☆2} Inst. Ind. Sci., University of Tokyo, 7-22-1 Roppongi Minato-ku, Tokyo 106.

Received June 16, 1993

Stepped cup compact were formed by a uniaxial hydraulic press from alumina granule with 3wt% PVA (Polyvinyl Alcohol) after admixing liquid paraffin, and density distribution in green compact was measured. The difference in local density of green compact could be reduced by press flow compaction, in spite of that the decreasing was impossible by dry compaction. It was confirmed that when green compact was formed from the granule with the sufficient flowability by admixed liquid paraffin, the densified powder flowed from the bottom to the cup wall during compaction.

The relative density of sintered compact was 92%, and diameter shrank by 15% in average. In dry compaction, the difference in diameter of the sintered compact is large, but in pressurized flow compaction with 10wt% liquid paraffin the shrinkage was almost uniform along the cup wall.

1 はじめに

セラミックス粉末から粉末冶金法で機械部品を製造する際、粉末の焼結性が良好である場合には、焼結に支障のないある程度以上の成形体密度と内部の密度分布が少ないことが要求される。成形時に生ずる成形体内部の密度分布は成形体へのクラック発生の原因となり易く、また焼結時の寸法収縮にともなうクラック発生や寸法精度の悪化をもたらす。加圧流動成形法は粉

末に液状バインダを添加して成形時の粉末に流動性を付加することから、成形体の高密度化と成形体各部の密度差を減少できる。本成形法の特長を活かし、これまでセラミックス粉末についてはソフトフェライト顆粒粉¹⁾およびアルミナ顆粒粉²⁾を成形し、良好な結果が得られている。

本報はアルミナ顆粒粉に流動パラフィンを添加後、カップの肉厚が変化する段付カップに成形し、成形体内部の密度分布の変化を中心に本成形法の特長を検討

した。また焼結体の直径を測定し、焼結にともなう直径の収縮から、本成形法の特長を確かめた。

2 実験方法

成形に使用したアルミナ顆粒粉（高木産業製）は 3 wt%PVAを含み、スプレードライで造粒されており、平均粒径が約100 μ mである²⁾。顆粒粉へは流動パラフィン（を最大10wt%まで添加し、Fig.1に示す段付カップを成形した。成形は16gの粉末を単軸油圧プレスで圧粉し、成形圧は98MPaから294MPa、成形方式はフローティングダイ法とした。成形体の評価は外観の観察、成形体密度の測定を行い、さらに成形体をカップ底、壁-1、壁-2に3分割後、各部の密度を測定し、成形体内部の密度分布を求めた。350 $^{\circ}$ C $\cdot$ 2hrの脱バインダ後、1550 $^{\circ}$ C $\cdot$ 3hrの焼結を行い、焼結体の密度、直径を測定し、焼結にともなう寸法の収縮について考察した。

3 実験結果および考察

Table 1は成形体の外観を観察した結果を示す。成

Fig.1 Dimension of formed green compact. (mm)

Table 1 Evaluation of formability and defect of green compact by changing in compacting pressure and content of liquid paraffin.

Compacting pressure (MPa)	Content of liquid paraffin (wt%)				
	0	2.5	5.0	7.5	10.0
98	◎	◎	◎	◎	◎*
147	◎	◎	◎	◎	◎#
196	◎	◎	○	△	△#
294	◎	◎	○	△*	△#

◎: Good green compact formed

○: Cracking at cup wall

△: Cracking at cup wall and bottom

*: Blistering at bottom end

#: Exuding liquid paraffin from green compact

形圧が高い場合、成形体にはクラックが発生し、流動パラフィンの添加量が多いと成形体から流動パラフィンのしみ出す等の欠陥が起こる。

Fig.2は成形体密度と流動パラフィンの添加量の関係を示す。流動パラフィンの添加にともない成形体密度は上昇し、成形圧によって成形体密度が最高値となる流動パラフィンの添加量は変化するが、それ以上の添加量では密度は低下する。多量の流動パラフィンを添加した場合に成形体密度が低下する原因は、圧粉の過程で減少した成形体内の気孔に流動パラフィンが充満し、流動パラフィンのしみ出しが発生し、成形体内は流動パラフィンの静水圧状態にあり、成形体密度の上昇を抑制するためと考えられる。

成形体を3分割して測定した成形体内部の密度分布をFig.3からFig.7に示す。Fig.3は流動パラフィンを添加しない乾式成形の結果を示し、乾式成形では高密度なカップ底の密度と、低密度なカップ壁の密度との密度差は成形圧を上昇させても容易に解消されない。Fig.4からFig.7は各成形圧における成形体各部の密度と流動パラフィンの添加量との関係を示す。成形圧が98MPaの場合（Fig.4）、流動パラフィンの添加量10wt%で内部の密度差は減少した。成形圧が147MPaでは（Fig.5）、流動パラフィンの添加量が5wt%以下において、成形体内の各部の密度は流動パラフィンの添加量に比例して上昇するが、成形体内部での密度差は解消されない。流動パラフィンの添加量が7.5wt%では、カップ底の密度は添加量5wt%から低下し、壁-1の密度は急上昇する。その結果、成形体内部の密度差は著

Fig.2 Relation between green density and liquid paraffin content by changing in compacting pressure.

しく減少した。成形圧が 294MPa の場合 (Fig.7), 流動パラフィンの添加量が少ない 2.5wt% でカップ底の密度は最高値となり, それ以上の流動パラフィン添加ではカップ底の密度は低下する。一方, 壁-1 の密度は流動パラフィンの添加によりゆるやかに上昇し, 流動パラフィンの添加量 7.5wt% 以上では, 成形体内部の密度差は少ない。

つぎに, 粉末の圧粉過程を推定するために, オートグラフによって成形圧とパンチストロークの線図を測定し, Fig.8 に示す。圧粉速度は 2mm/min とした。流動パラフィンの添加の有無で比較すると, 成形圧が上昇し始めるまでのパンチストロークが異なっている。成形圧の値で圧粉工程の終りが決められているため, パンチストロークの長い場合, カップ底の厚さは薄くなる。流動パラフィンの添加によって所定の成形圧まで

Fig.3 Relation between partial density and compacting pressure. (Liquid paraffin : 0)

Fig.4 Relation between partial density and liquid paraffin content. (Compacting pressure : 98MPa)

Fig.5 Relation between partial density and liquid paraffin content. (Compacting pressure : 147MPa)

Fig.6 Relation between partial density and liquid paraffin content. (Compacting pressure : 196MPa)

Fig.7 Relation between partial density and liquid paraffin content. (Compacting pressure : 294MPa)

Fig.8 Diagram of compacting pressure-punch stroke by changing in content of liquid paraffin.

Photo.1 External appearance of green compact and sintered compact by changing in content of liquid paraffin (LP). (Compacting pressure: 147MPa, Sintering: 1550°C*3hr)

のパンチストロークは長く、カップ底の厚さは薄くなった。粉末の成形過程においてカップ底に存在した粉末はカップ壁に流動し、カップ底の厚さは減少し、成形体は高密度かつ均一密度になると考えられる。

つぎに焼結体の外観をPhoto.1，焼結体の直径を測定した結果はFig.9に示す。成形圧が147MPaの例であり、焼結体の直径は成形体の直径20mmから約17mmまで収縮し、収縮率は長さで約15%となった。焼結体の直径はカップ底が大きく、カップの上縁が小さい。それは成形体においてカップ底が高密度であり、カップ上縁が低密度であったことによる。流動パラフィンの添加量で比較すると、添加なしでは直径の差は大きい、とくに流動パラフィンの添加量が10wt%では直径の差は著しく小さい。すなわち、焼結体の寸法精度は高くなった。また焼結体の密度は相対密度で92%であった。

Fig.9 Influence of admixed liquid paraffin content on diameter of sintered compact. (Compacting pressure:147MPa,Sintering:1550°C*3hr)

4 おわりに

アルミナ顆粒粉から段付カップを加圧流動成形法によって成形し、本成形法の特長と得られた焼結体の寸法精度を検討した結果をまとめると以下になった。

- 1) 流動パラフィンの添加により、成形体密度は上昇し、流動パラフィンの適量添加において最高値を示した。
- 2) 乾式成形法と比較して、本成形法によって成形体各部の密度差は減少した。流動パラフィンの添加によって生じた成形過程での粉末流動は薄肉な壁の密度を上昇させ、結果として成形体内部の密度差は減少する。
- 3) 焼結体の寸法精度は成形体内部の密度分布に関係し、密度差の少ない成形体からの焼結体は高精度となった。

謝 辞

本研究を行うにあたり、東大生研中川研究室の安斎正博博士(現理化学研究所)および野口裕之技官から適宜助言を戴いたことに深謝致します。またアルミナ顆粒粉の提供を戴いた高木産業㈱の関係各位に感謝致します。

文 献

- 1) 高橋清造, 中川威雄: 粉体および粉末冶金, 39 (1992) 1005.
- 2) 高橋清造, 中川威雄: 粉体および粉末冶金, 40 (1993) 426.