

アルミナ顆粒粉から成形した偏心球面をもつ焼結体の作成

日大生産工（院）
日大生産工

高橋 卓
高橋 清造，勝田 基嗣，山田 正

1. 緒言

アルミナ焼結体は，その優れた耐熱性および電気絶縁性により様々な機械部品に用いられている．しかし，プレスにより乾式金型成形される焼結体は大型，複雑形状の高密度，高寸法精度化が困難であるため，現在では薄肉で単純な形状の部品にのみ利用されている．焼結体の密度は，成形体の密度や使用した素粉の焼結性によって決められる．

本報は，加熱分解法によってポリビニールアルコール（PVA）含有量を減少させ，そこに潤滑剤として少量の流動パラフィン（LP：Liquid Paraffin）を添加・混合した顆粒粉を用いて金型プレス成形および焼結を行っている．

PVA 含有量を減少させることにより，高密度な焼結体となることを期待している．一般的な乾式金型成形では，粉末と金型壁間および，粉末相互間の摩擦に起因する粉末の流動不足により成形体内部に密度差が発生する．成形体内部の密度差は焼結時のクラック発生の原因の一つと考えられる．そこで顆粒粉に LP を添加・混合し成形時の粉末に流動性を与えることにより，乾式成形の欠点である成形体内部の密度差が減少し，クラックの無い焼結体を得ることを期待している．実験の評価は，クラックの発

生防止と焼結体密度を中心に行っている．

2. 実験方法

実験では 3mass%PVA によって造粒されたアルミナ顆粒粉（平均粒径：120 μm ，丸ス釉薬，素粉 AES -11E，0.6 μm ，住友化学工業）を購入し使用した．成形体は図 1 に示す一辺 60mm の正方形の角に R10 の丸み

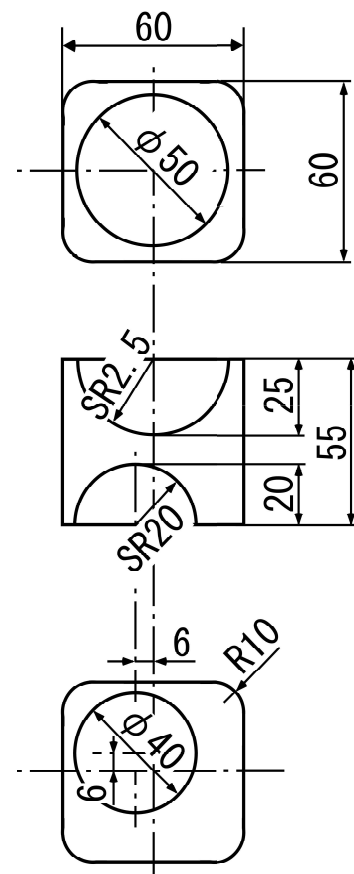


図 1 成形体の形状と寸法

Production on Sintered Compact with Eccentric Spherical Surface
Formed from Alumina Granule.

Suguru TAKAHASHI , Seizo TAKAHASHI , Mototsugu KATSUTA and Tadashi YAMADA

を与えた高さ 55mm の角柱に、直径 50mm の半球の凹面を与えた同心球面と、直径 40mm の半球を 6mm ずつ偏心させた凹面を与えた偏心球面をもつ形状とした。

図 2 に成形に使用した金型セットの概略図を示す。固定された下パンチとダイ内部に充填されたアルミナ顆粒粉に上パンチ側から加圧する、単軸片押し型の金型プレス成形となっている。

図 3 に実験工程を示す。購入したアルミナ顆粒粉と、加熱分解法 (350℃ 2 時間保持) により PVA を揮散させた PVA なし顆粒粉を PVA1.6, 1.8, 2.0, 2.2, 2.4, 3.0 mass% となるように混合する。この混合粉に流動パラフィン (LP) を 0, 2.5, 5.0, 7.5 mass% 添加・混合し、実験粉とした。成形圧は 98 MPa, 147MPa とした。成形圧 98 MPa は PVA1.6, 1.8, 2.0, 2.2, 2.4, 3.0 mass% の混合粉を用いて成形した。成形圧 147MPa では PVA2.0, 2.2, 2.4, 3.0 mass% の混合粉を成形した。成形体の脱バインダは加熱分解法 (350℃ 4 時間保持) にて行った。焼結は 1650℃ 10 時間保持とした。脱バインダ、焼結ともに大気中にて行った。

3. 実験結果および考察

表 1 に各 PVA 含有量, LP 添加量における成形体の外観評価を示す。成形圧 98, 147MPa 共に各 PVA 含有量において LP0 mass% では、離型時に偏心球面にはく離が発生した。これは、加圧に伴う粉末の流動性が不足していたために、粉末と金型 (下パンチ) 間に発生する摩擦力により粉末が下パンチ球面に付着したと考えられる。このはく離は、LP を添加することによって解消することができた。成形圧 98 MPa では PVA 1.6, 1.8, 2.0, 2.2 mass% の混合粉において、成形圧 147 MPa では PVA 2.0, 2.2, 2.4 mass% の混合粉において各 LP 添加量で同

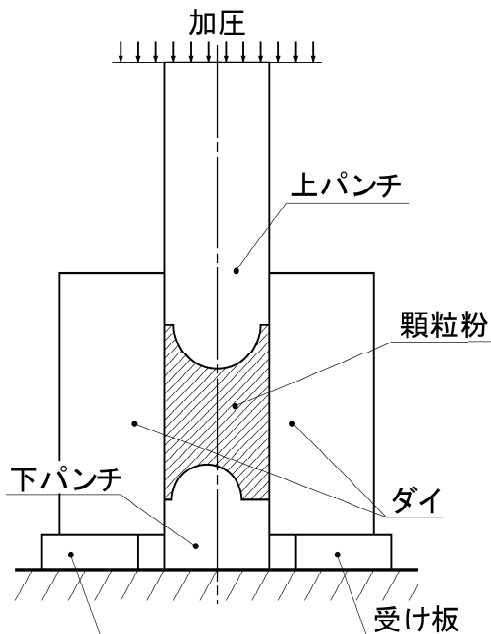


図 2 成形に使用した金型セットの概略図

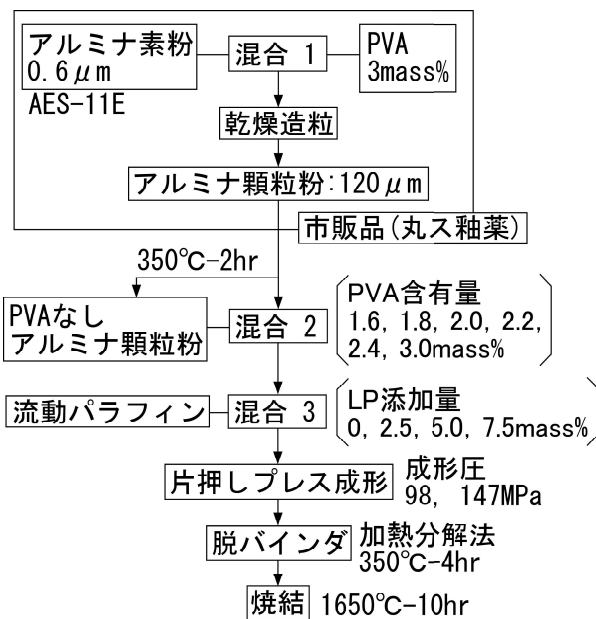


図 3 成形、脱バインダ、焼結の工程

心球面にクラックが発生した。要因としては、成形圧を除荷し、パンチをはずした時点で発生するスプリングバックの影響や、成形時の流動性の不足による部分密度の不均一などが考えられる。

図 4 に クラックの無い成形体(はく離は

除く)である成形圧 98 MPa・PVA 2.4, 3.0 mass%, 成形圧 147MPa・PVA 3.0 mass%における成形体密度と LP 添加量の関係を示す。各成形圧・PVA 含有量で LP 0 mass%から 7.5mass% では LP 添加量の増加に比例して成形体密度は高くなった。これは、LP 添加量の増加に伴い、加圧時の粉末の流動性が向上したと同時に、成形体内部の空孔に LP が入り込んだために成形体密度が高くなったと考えられる。成形条件で比較すると、各 LP 添加量において成形圧 147 MPa・PVA 3.0 mass%が最も高密度となり、次に成形圧 98 MPa・PVA 3.0 mass%, 成形圧 98 MPa・PVA 2.4 mass% が最も低密度となった。

表 2 に PVA 3.0 mass% における成形体、脱バインダ体、焼結体の外観評価を示す。成形圧 98, 147 MPa 共に LP 7.5 mass% で脱バインダ時にクラックが発生した。これは、LP 7.5 mass% では、脱バインダ時に LP が揮散して発生するガスの圧力が高くなったと考えられる。焼結体は、成形圧 98 MPa の LP 2.5, 5.0 mass% でクラックのない焼結体を得ることができたが、その他はクラックが発生した。成形圧 147 MPa では成形圧が高かったことにより成形体内部に高密度部と低密度部が生じ、焼結に伴う寸法収縮が高密度部では小さく、低密度部では大きくなり、この収縮量の差により焼結時にクラックが発生したと考えられる。成形圧 98 MPa・LP 0 mass%では圧粉時の流動性不足により成形体内部に密度差が生じ、焼結時の収縮量の差となりクラックが発生したと考えられる。

図 5 に PVA 3.0 mass% ,成形圧 98 ,147 MPa での脱バインダ体密度と LP 添加量の関係を示す。成形圧 98 , 147 MPa 共に LP 添加量の増加に伴い脱バインダ体密度は高くなった。これは圧粉時の潤滑剤として LP が有

表 1 成形圧 98, 147 MPa での各 PVA 含有量における成形体の外観評価

成形圧 (MPa)	LP添加量 (mass%)	PVA含有量 (mass%)					
		1.6	1.8	2.0	2.2	2.4	3.0
98	0	×	×	×	×		
	2.5	×	×	×	×		
	5.0	×	×	×	×		
	7.5	×	×	×	×		
147	0			×	×	×	
	2.5			×	×	×	
	5.0			×	×	×	
	7.5			×	×	×	

○ : 外観良好
 △ : 偏心球面がはく離
 × : 同心球面にクラックが発生

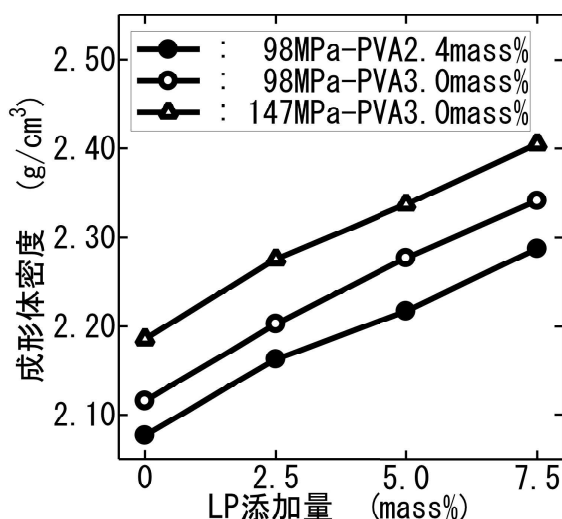


図 4 成形圧 98, 147 MPa における成形体密度と LP 添加量の関係

表 2 PVA 含有量 3.0 mass%における成形体、脱バインダ体、焼結体の外観評価

成形圧 (MPa)	LP添加量 (mass%)	成形体	脱バインダ体	焼結体
98	0			×
	2.5			
	5.0			
	7.5		×	×
147	0			×
	2.5			×
	5.0			×
	7.5		×	×

○ : 外観良好
 △ : 偏心球面にはく離
 × : クラックが発生

効に働き，粉末と金型，粉末相互間の摩擦を低減させたためであると考えられる．

図 6 に PVA 3.0mass% , 成形圧 98 , 147 MPa での LP 添加量と焼結体密度の関係を示す . 成形圧の比較では各 LP 添加量において成形圧 98 MPa に比べ成形圧 147 MPa の焼結体が高密度となった . 成形圧 147 MPa では , LP 0 mass% が最も低密度となり , LP 2.5 , 5.0 , 7.5 mass% で焼結体密度は約 3.86 g/cm³ となった . 成形圧 98 MPa では , LP 2.5 mass% が比較的高密度となり LP 7.5 mass% が最も低密度となった .

4 . 結言

本研究は偏心球面をもつ角柱形状焼結体の作成を行い , 以下の結言を得た .

1) 成形圧 98 MPa では PVA 2.4 , 3.0 mass% で , 成形圧 147 MPa では PVA 3.0 mass% でクラックのない成形体を得ることができた . また , 流動パラフィン (LP) 0 mass% では偏心球面にはく離が発生した .

2) 成形体密度は成形圧 147 MPa が最も高く , 次いで成形圧 98 MPa ・ PVA 3.0 mass% , 成形圧 98 MPa ・ PVA 2.4 mass% という結果になった . これらの条件においては , LP 添加量の増加に伴い成形体密度は高くなった .

3) 脱バインダ体密度は成形圧 98 , 147 MPa において LP 添加量の増加に伴い高くなる結果となった . これは圧粉時に LP が潤滑剤としての効果を発揮したものであると考えられる .

4) 成形圧 147 MPa ・ PVA 3.0 mass% では各 LP 添加量において焼結体にクラックが発生した . 成形圧 98 MPa ・ PVA 3.0 mass% ・ LP 2.5 , 5.0 mass% でクラックのない焼結体を得ることができた . LP 0 , 7.5 mass% ではクラックが発生した .

5) 焼結体密度は , クラックのない焼結体を作成することができた成形圧 98 MPa ・ LP

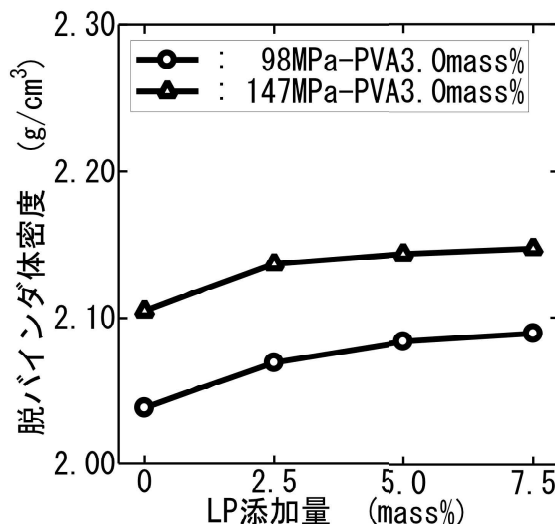


図 5 PVA 含有量 3.0 mass% , 成形圧 98 , 147 MPa での脱バインダ体密度と LP 添加量の関係

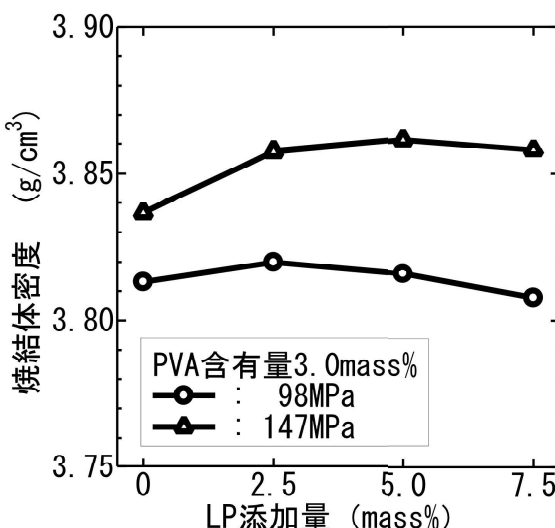


図 6 PVA 含有量 3.0 mass% , 成形圧 98 , 147 MPa での焼結体密度と LP 添加量の関係

2.5 mass% と 5.0 mass% において 3.82 g/cm³ (アルミナの理論密度 3.95 g/cm³ に対する相対密度 , 約 96.7%) となった . しかしながら , クラックのない焼結体の高密度化を達成することはできなかった .

6) 今後 , クラックのない焼結体を得られる条件を増やすとともに , 焼結体の高密度化についても検討していく必要がある .