アルミナ顆粒からマス形形状の成形体の密度分布と焼結体の寸法精度

1. 緒言

本研究では、アルミナ顆粒から高密度、高 寸法精度なマス形形状のアルミナ焼結体を作 製することを目的とする. アルミナ焼結体は 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おり, セラミックス顆 粒から成形する場合, 生産性の高さから乾式 金型プレス成形法が広く用いられている. し かし, 乾式成形は成形過程において粉末相互 間及び粉末と金型間で摩擦が生じることで, 成形圧が金型キャビティ内の粉末に十分伝達 されない場合がある. そのため, 成形体内部 には低密度域が残存し,必要な強度が達成で きないため成形できる形状には制限がある. 特に薄肉な形状の成形体の場合には、摩擦の 影響が大きくなり成形が困難になる.また、 成形体が作成できても成形体に密度差が生じ ることで, 焼結後に高密度な焼結体ができず, 部分的な収縮率の違いから変形やゆがみ、ク ラックなどの欠陥が発生する. そこで, 粉末 に潤滑剤として流動パラフィン(LP:Liquid paraffin) を添加・混合し、成形過程において 粉末の流動を促す流動成形法を行っている¹⁾.

本成形法では,混合した潤滑剤による保形 力の低下と脱バインダ時に発生するクラック, そして焼結体の上部と下部に寸法差が生じる ことが問題となる.実験ではマス形の成形体 を作製し,本成形法の特徴を確認している.

日大生産工(院)	○高橋	佑典
日大生産工	高橋	清造

2. 実験方法

実験では 3mass%ポリビニルアルコール (PVA)によって造粒されたアルミナ顆粒粉 (平均粒径:74µm,丸ス釉薬:AES-11,スプ レードライ法.素粉:AES-11E,粒径:0.6µm, 住友化学工業)を使用した.アルミナ顆粒は 流動パラフィン(LP)を0,2.5,5.0,7.5, 10.0,12.5mass%を添加・混合し,単軸油圧プ レス機を使用した片押し成形により,成形圧 を 50,100,150MPaで金型プレス成形し加圧 面をマス形の底面(平パンチ側)とした.成 形に用いる金型セットの概略図を Fig.1 に示 した.





Density Distribution in Green Compact and Dimensional Accuracy on Sintered Compact of Square Shape from Alumina Granule

Yusuke TAKAHASHI, Seizou TAKAHASHI.



Fig.2 Shape and dimension of green compact

成形体の形状は□40mmで1/20テーパー のついた壁部の厚さは上部5mm,下部6mm であり,底の厚さが20mmで成形体高さ40mm と,底の厚さが5mmで成形体高さ25mmと 高さが異なる2種類のマス形形状になるよう に充填する粉末量を調整し成形を行った. Fig.2に例として成形体高さが40mmの成形体 の形状と寸法を示す.また,脱バインダは, 加熱分解法を用い350℃にて4時間保持,焼 結は,大気中1650℃にて10時間保持とし, 脱バインダ,焼結ともに大気中にて行った. Fig.3に成形から焼結までの実験工程を示す.

実験の評価方法は,成形体高さが25,40mm 全てにおいて外観評価,成形体平均密度の測 定を行ない,さらに,壁部を上下に二分割と 底部で3つに分割し,それぞれの部分密度を 測定した.成形体の分割方法をFig.4に示す. また焼結体は,成形体と同様に外観評価,焼 結体平均密度に加え,焼結体の側面4面の上 部と下部の幅の寸法を測りその平均を求め, 焼結体の寸法精度について調べた.また,焼 結体密度はアルキメデス法により測定した.



Fig.4 Method to divide green compact

3. 実験結果および考察

Table1(a)に成形体高さが 25mm, Table1(b) に成形体高さが 40mm の成形体および焼結体 の各 LP 添加量,成形圧における外観評価を 示す.成形体外観評価において×の成形不可 がついたものに関しては脱バインダ,焼結の 工程は行わなかった.

成形体高さが25,40mmともに、成形圧が

50MPaのときすべてのLP添加量において離 型時に下パンチから壁部が取り出せず保形力 を失い、壁部と底部の境目から割れ、完全に 分離した.これは、粉末と金型(下パンチ) の間に発生する摩擦力の影響により、壁部が 下パンチに付着したことが考えられる.また, 唯一成形体高さ 25mm の LP10.0%,成形圧 150MPa の条件において成形体および焼結体 上部にはく離があるという結果が得られたが, これは加圧に伴い粉末の流動が不足したため に、粉末が金型に付着したと考えられる.し かし,同じ成形圧で,LP添加量を12.5%に増 加することで良好な焼結体が得られたことか ら,粉末の流動不足を解消することができた と考えられる. そして, 成形体高さ 40mm, 成形E 100, 150MPa で LP0, 2.5mass%の条件 において,外観が良好な成形体を作製するこ とができたが、脱バインダ後に各壁面の中央 に縦にクラックが発生し, 焼結後に壁部のク ラックが広がり,底部にまで達した.これは, 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、この収縮率の差によ り焼結時クラックが発生したと考えられる. また,成形圧 100, 150MPa で LP5.0~10.0mass% の条件において成形体、焼結体ともにクラッ クが各壁面の中央に縦に発生した. このクラ ックは脱バインダ, 焼結と実験工程が進むに つれて拡大した.

成形体および焼結体が良好な結果が得られた条件は、成形体高さ25mm、40mmともに成形圧 100、150MPa で LP 添加量が 12.5%であった.

Fig. 5 は外観写真として,外観や焼結体の寸 法精度が良好な成形体(A)と焼結体(B)の写真 を示す. 成形条件は成形体高さ 40mm,成形 圧 150MPa, LP12.5mass%とした.

Fig.6に成形体高さ 40mm で LP 添加量を変 化させたときの成形体密度を示す. 各 LP 添

Table1(a) Evaluation to appearance of green
compact and sintered compact
(green compact of height 25mm)

			Liquid Paraffin [mass%]						
				0.0	2.5	5.0	7.5	10.0	12.5
Compacting Pressure [MPa]		50	Green	X	Х	Х	Х	×	×
			Sintered	/	\nearrow	\nearrow	\nearrow	/	\square
	Pa]	100	Green	X	Х	Х	Х	×	0
	[M		Sintered			$\overline{\ }$	\geq	\backslash	0
		150	Green	X	Х	Х	Х		0
			Sintered		$\overline{}$	$\overline{\ }$	$\overline{\ }$		0

Table1(b) Evaluation to appearance of green compact and sintered compact (green compact of height 40mm)

			Liquid Paraffin [mass%]					
			0.0	2.5	5.0	7.5	10.0	12.5
Compacting Pressure [MPa]	50	Green	\times	\times	Х	X	\times	\times
		Sintered	\angle	\geq		\geq	\backslash	\backslash
	100	Green	0	0	Δ	Δ	Δ	0
		Sintered	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ	0
	150	Green	0	0	Δ	Δ	Δ	0
		Sintered	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ	0

⊖:Good appearance

●:Peeling from green or sintered compact △:Cracking on green or sintered compact ×:Failure of wall



(A) Green compact
 (B) Sintered compact
 150MPa
 150MPa
 LP:12.5mass%
 LP:12.5mass%

Fig. 5 Photograph of green compact and sintered compact(green compact of height 40mm)

加量において,成形E 150MPa の成形体が高 密度であり,LP 添加量が増加するにつれ2種 類の成形圧による成形体の密度差が減少して いることが分かる.これは,LP 添加量が少な いと粉末同士および粉末と金型間の摩擦によ り成形圧の差が成形体の密度差に表れ,LP 添加量が増加すると粉末同士および粉末と金型間にLP が入り粉末が流動し、密度差が減少するためLP が有効に働いていると考えられる.

Fig.7 に成形体高さ 40mm,成形圧 150MPa のときの各 LP 添加量における成形体の部分 密度を示す.LP 添加量が増加するにつれて部 分密度の差が小さくなり,特に LP 添加量 10.0mass%から 12.5mass%において壁上部の 部分密度が他と比べ密度差が急激に減少して おり,LP が粉末の流動に有効に働いていると 考えられる.

Fig.8 に焼結体密度を示す. 成形圧 150MPa, LP 添加量 12.5mass%の条件で焼結体密度が最 高値となり, アルミナの真密度 3.95g/cm³ に対 し,相対密度 96.2%が得られた.

また, 焼結により成形E 150MPa の成形体 は幅40mmから約33mmまで18%程度収縮し, 焼結体上部と下部の差が0.08mm, 成形E 100MPa では0.39mm であり, 成形体高さ 40mm の焼結体では成形E 150MPa が高寸法 精度であった.

4. 結言

本研究では,高密度,高寸法精度なマス形 形状のアルミナ焼結体の作製を目的に LP を 添加した顆粒から成形し,密度と寸法精度の 向上について実験を行い以下の結果を得た.

- (1) 成形圧 100, 150MPa ともに LP 添加量
 12.5mass%で高密度な成形体が得られ,部
 分密度における密度差も大きく減少した.
- (2) 焼結体密度は成形E 150MPa, LP 添加量
 12.5mass%の条件で相対密度 96.2%と最も
 高密度であり,焼結体上部と下部の差が
 0.08mm となり,高寸法精度であった.

「参考文献」

 高橋清造,中川威雄,乾式粉末の圧縮 流動性を応用した成形法,塑性と加工, 41巻,469号(2000-2),pp100-103

