

新しい粉末加圧成形法の開発

Development of New Powder Pressing Method

垣辻 篤* 呉 長桓** 津守 不二夫***
Atsushi Kakitsuji Janghan Oh Fujio Tsumori

(2006年6月1日 受理)

キーワード：粉末成形，加圧成形，等方加圧，ビンガム流体，BIP法，寸法精度

1. はじめに

粉末冶金やセラミックス製品は、粉末を原料として所望の形状に成形し、これを焼結して作製するのが基本的なプロセスである。この内、成形技術は基幹となる技術であり、乾式プレス成形、鋳込み成形、押し出し成形、ドクターブレード成形、ならびに射出成形などが開発され、製品形状や大きさならびに生産数に応じて最適な成形法が適用されている。乾式プレス成形はモールド中に粉末を充填し、圧力を付与することで成形体を得る最も汎用的な方法である。とりわけ、ゴムなどの弾性体を用いると静水圧加圧が可能となり、高密度で密度むらの少ない成形体を作製することが出来る。しかしながら、凹凸の多い複雑な形状を有するものを作製しようとすると、成形体にクラックの発生や割れが生じるなど良好な成形体を得ることが難しい。これは、成形圧力を除荷する際に、モールドが元の形状に戻ろうとする弾性回復に起因するものであり、モールドとして弾性回復が生じない材料を使用すれば、成形が可能となることを示唆している。このような新たな粉末加圧成形方法として、BIP (Bingham solid/fluid Isostatic Pressing) 法を提案した¹⁻³⁾。この方法はモールド材としてビンガム流体的な特性を示す材料を使用することが特徴で、粉末充填時には固体的性質を示すため保形性を有し、引き続き行われる加圧に際しては、流体的挙動に変化することによって粉末に静水圧的な

圧力を伝達でき、さらには除荷時には弾性回復しないために複雑形状品でも割れることなく成形体を得ることが出来る画期的な方法といえる。

本報告ではBIP法の開発に至った経緯、概要ならびに寸法精度向上に及ぼす各種パラメータの影響について調査した結果^{4,5)}を述べる。

2. ゴムモールドの使用による成形体の割れ

RIP (Rubber Isostatic Pressing) 法と称されている成形法は金型内に装填したゴム型を一軸圧縮することによって、粉末に疑似等方圧力を付与して成形体を得る方法である(図1)。RIP法は、希土類永久磁石の成形法として開発され⁶⁾、現在では実生産で使用されている。当研究所でも本装置を導入し、ステンレス鋼⁷⁾、超硬合金⁸⁾ならびにアルミナセラミックス⁹⁾などの成形への適用を検討してきた。RIP法は型費用が安価で、し

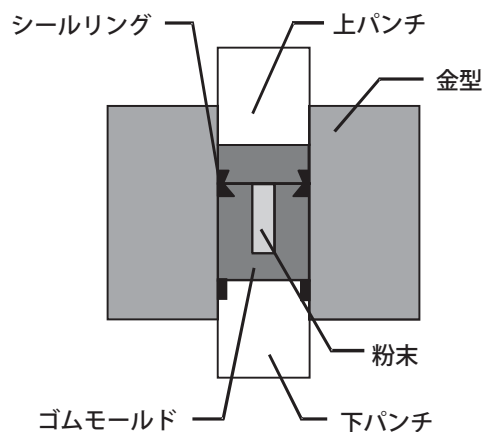


図1 RIP法の概略

* 化学環境部 化学材料系

** 元 化学環境部 化学材料系

*** 元 材料技術部 ファインセラミックスグループ
 (現 京都大学)

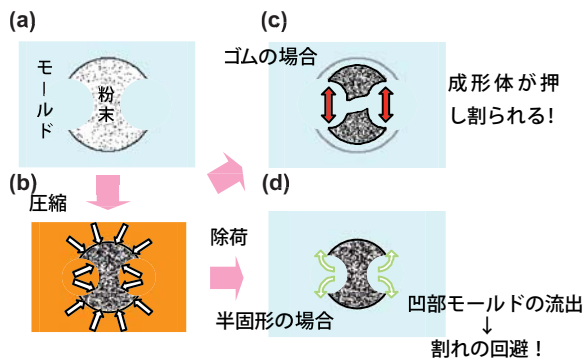


図2 等方加圧成形の模式図

かも容易に作製が可能，金型プレス成形と比較して，成形体の形状やサイズの自由度が高い，ダイヤモンドやチタン粉末など金型とのかじり，焼き付きを起こしやすい粉末でも均一に成形が可能，さらには，金型プレス成形と同様に連続運転が可能などの特徴がある。また，CIP (Cold Isostatic Pressing) 成形や射出成形と比較して生産性が高いなど多くの利点を有している。しかしながら，モールドにゴム型を使用しているため除荷時の弾性回復は避け難く，ドリルや歯車などの複雑形状部品の作製への適用に当たりクラックや割れなどの問題が発生する。

図2は，モールドが成形体を引き裂く様子を模式的に示したものである。同図(a)に示すようにドリル歯や歯車の様なくぼみ形状を有する製品を成形する場合，加圧時には粉末と同時にモールドも圧縮され，粉末は固化する(同図(b))。この後除荷すると，ゴムモールドの場合には，弾性的性質のため元の寸法に戻ろうとする。この際(c)に示すように製品凹部に位置する収縮されていたゴムも膨張するために，固化した粉末(成形体)を引き裂いてしまう。この体積膨張は加圧時のエネルギーと同等分開放されるため非常に強力である。従って，割れを回避するためには，(d)に示すように，凹部のモールドが除荷時に流出するような流動性のある材料を使用すれば，除荷時のモールド材料の膨張分は流出によって緩和されるため，ゴムを用いた際のような大きな力は発生せず，割れを回避することが可能となる。

種々検討の結果，成形体の割れを回避することが可能なモールド材料としては，いわゆるビンガム流体が最適であることがわかった。これは，図3に示すように，降伏応力以下の応力では固体的性質を示すため，流動がほとんど起こらないのに対して，その降伏応力を超えると流体的な性質を示す材料である。圧力が付加されていない状態では，固体的性質を示すために，モールドとして作用する。すなわち，粉末を装填するため

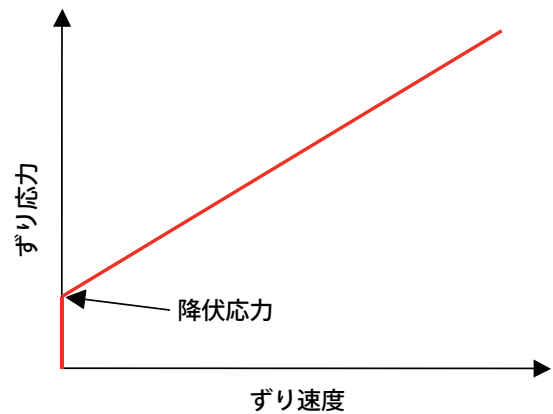


図3 ビンガム流体の応力-歪み速度曲線

のキャビティを形成出来，そこに粉末を充填しても保形性を有することを意味している。その後，成形圧力が付加され，降伏応力を超えると流動性を有するようになり，圧力媒体として作用する。一般にビンガム流体の降伏応力は粉末の成形圧力と比較してはるかに小さく，成形プロセス時には十分に液体的な挙動を示し，しかもCIP法などとは違い，ゴムなどの圧力媒体を介することなく粉末と直接接しているために静水圧性が高くなると予想される。このような特性を示す物質には，ペトロラタムやワセリンなどに代表される石油ワックス，グリース，油脂類あるいは粘土などがあるが，次章で述べるように，モールドの作製の容易さから主としてペトロラタムを使用している。

3. BIP法のプロセス

BIP法の製造プロセスを順を追って説明する。まず，モールドの作製であるが，所望の形状と相似形状を有する母型から型取りを行う。ペトロラタムなどのモールドの原料となる材料は加熱することによって容易に溶融させることが可能である。母型を型枠内に固定し，そこへ溶融したモールド材を流し込み，冷却固化させる。その後，母型を抜き取ると，母型の形状が転写されたキャビティが作製出来，モールドの完成となる。形状によっては母型を抜き取ることは不可能なこともあるが，その場合には，割型を作製して組み上げることで作製が可能となる。さらには，型抜きのような機械加工の手法，あるいは水溶性の物質で母型を作製し，モールド完成後に母型を水で溶解する，いわゆる消失型などの方法も考えられる。

その後，このキャビティに粉末を充填し，圧縮を行うが，その際には，加圧用装置を新たに開発する必要がないことが本方法の特徴としてあげられる。すなわ

ち、既存のプレス機やCIP装置を利用することができる。このため、既存の加圧成形装置を保有しておれば、新たに設備投資を行う必要がない。これら装置を用いて、粉末を充填したモールドごと加圧すれば、内部の粉末には等方的圧力が付与されることになる。したがって、金型用プレス機を用いての一軸圧縮でもCIPによる静水圧力でも結果は同等となる。

除荷後、成形体はモールドが付着した状態で取り出すことになる。モールドの作製でも述べたように、ペトロラタムなどのワックス系材料では、加熱すると溶解するため、粉末成形体と分離することができる。他の加圧成形法とは違い、モールドは一度加圧プロセスを経ると形状が崩れてしまい、再び使用することは出来ない。しかし、モールドに使用する材料は加熱溶解が可能であるため、これを回収、再利用することが出来、繰り返し使用できることからモールド材のコストを安価に抑えることが可能となる。

本プロセスで成形した例を示す。図4は、BIP法によって成形した超硬合金(WC-11 mass%Co)粉末製の歯車ならびにドリル、および Al_2O_3 粉末による歯車の焼結体である。このような塑性変形能に乏しい粉末を用いて、先に述べたような凹凸形状を有する製品をRIP法で作製することは非常に困難であった。その上、ここに示す Al_2O_3 は成形用バイндаを添加することなく成形が可能であった。また、この製品のように中空体を形成するには従来の方法では中子なしでは成形不可能であった。BIP法においては、このような中空部位にあたるモールドの弾性回復を全く気にする必要なく成形可能である。また、図5は人差し指を型取りして指の模型を作製した例を示す。指紋等のしわが忠実に再現できていることがわかる。図6は鎖を模して作製した Al_2O_3 成形体である。元型として消失型を利用して一体成形することに成功している。図5、図6の二つの成形例が示すように、BIP法を用いると、元型を工夫することにより複雑形状品を作製することが可能である。

4. 圧力媒体の含浸

BIP法では粉末と流体的性質を示すペトロラタムなどのワックス系材料の圧力媒体が直接接することとなり、モールド材料が粉末間空隙部に含浸することが危惧される。粉末が成形固化する以前にモールドが含浸すると、圧力媒体として作用しないため成形が不可能となる。この影響を考慮するために(1)式に示すポアズイユの式を参照した。これは圧力勾配を有する流体

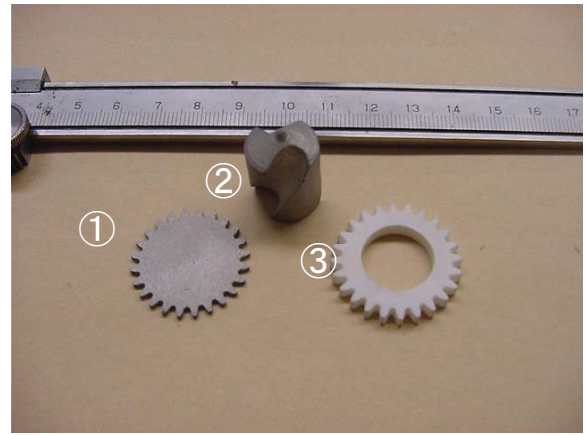


図4 超硬合金製歯車(①)、超硬合金製ドリル(②)、 Al_2O_3 製中空歯車(③)のBIP法による成形例



図5 Al_2O_3 製の指の模型

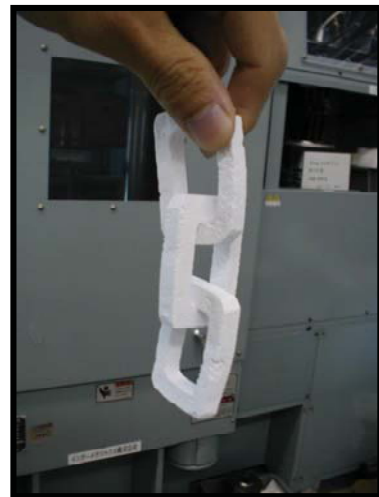


図6 BIP法による Al_2O_3 成形体

が細管内をどれだけ流動するかを示したものであり、粉末粒子間の空隙を細管径に見立てることによって、含浸量を見積もることが出来る。

$$Q = \frac{-\pi a^4}{8\mu'} \left(\frac{\partial p}{\partial x} \right) \quad (1)$$

ここで Q は体積流入速度、 a は管径、 μ' は粘性、微分

項は圧力勾配を示す。本式により、モールド材の含浸量は、粉末の粒子間隔の4乗に比例し、モールド材の粘性に反比例することが予想される。すなわち、粉末の粒径が小さくなるほど粒子間隔は小さくなるため、含浸量は粒径が小さくなるほど急激に減少することが考えられる。図7は、原料粉末 (Al_2O_3) の粒径を種々変化させた際の、成形体を観察したものである。含浸は原料粉末の粒径に依存し、粒径が小さくなるに従って成形体への含浸深さが減少していることがわかる。この含浸深さを光学顕微鏡を用いて観察すると、粒径の大きい順にそれぞれ、5 mm, 1 mm, 0.05 mm であり、(1)式にて導出される値より小さい値であった。これは、粉末の粒子間で生成される空隙の形状が、(1)式で仮定される直管と比較して非常に複雑であるためと推測される。この様に、含浸の抑制には粒径の小さな原料粉末を使用することが有効であることを示したが、粒径の大きな粉末の場合には、粉末の空隙を粒子径の小さな粉末で充填するなどの工夫により含浸を抑制できる。その例を示したのが図8で、成形に用いた原料粉末は粒径 10-15 μm と粗大な Al_2O_3 粉末で、モールド材中に平均粒径 0.2 μm の ZrO_2 粉末を混合し、 ZrO_2 添加量が成形体への含浸深さに及ぼす影響を調査したものである。微粉末を添加しない場合には、含浸量が 400 μm に達していたものが 65% の添加で 20 μm にまで抑制できることを示している。

5. 成形体の寸法精度に及ぼす BIP 法の各種パラメータの影響

粉末成形においては成形体をいかに精度よく作製できるかが重要な事項の一つである。前章で述べたように BIP 法において粉末と流体的性質を示す圧力媒体が直接接することによる含浸現象が発生する。この含浸現象は、圧力伝達の障害、成形体表面の低密度化など、成形体の寸法精度を悪化させる要因と考えられる。そこで、含浸を抑制することを目的に、モールド材の性質、形状、成形圧力ならびに原料粉末の性状など、成形体の寸法精度に及ぼすパラメータについて調査した。これらの実験は、20 mm \times 20 mm \times 40 mm の直方体形状のキャビティを有する成形型を作製し、所定の条件にて作製した成形体の短辺 5 カ所の寸法を測定し、そのばらつきで評価した。用いた粉末は粒径 0.2 μm の Al_2O_3 粉末である。

なお、キャビティの形状が直方体の場合、モールドの外形は円筒形よりも直方体、すなわちキャビティと相似形状の方が成形体の寸法ばらつきが小さくなるこ

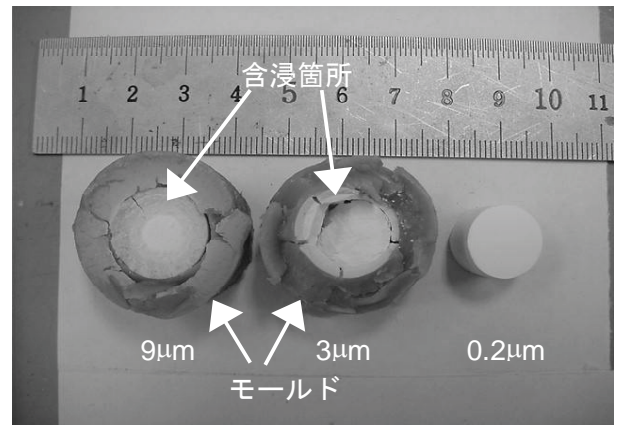


図7 モールド材の成形体への含浸

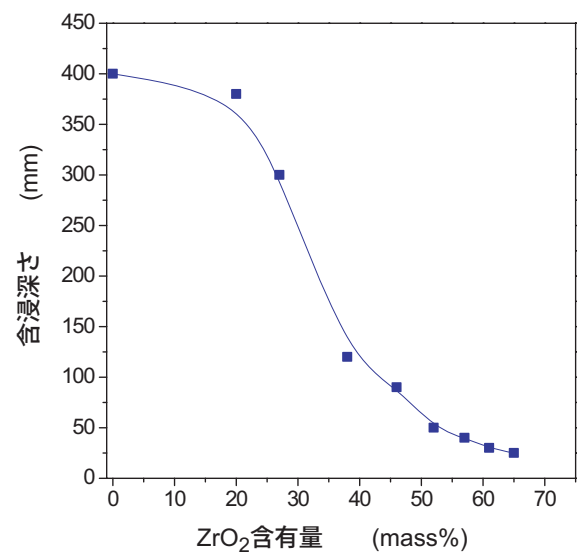


図8 Al_2O_3 (10-15 μm) 粉末に対する ZrO_2 粉末 (0.2 μm) の添加による含浸量抑制の効果

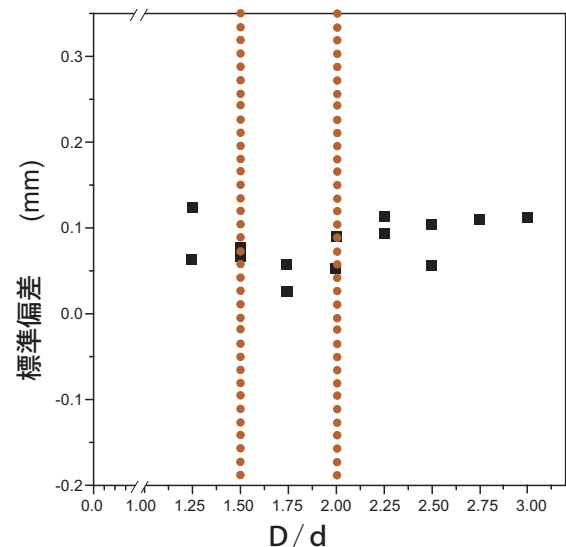


図9 モールドの厚さが精度に及ぼす影響

とがわかっている⁴⁾。そこでモールド壁の厚みの影響について調べるため、モールドの外寸(D)とキャビティ幅(d)の比を変化させ、成形体の寸法ばらつきを測定したところ、図9に示すように、キャビティ寸法に対してD/dが1.5から2倍で最適値を示した。図10は、モールド材の硬さの影響を調査した結果である。ここではモールド材の硬さを表す物性値としてちょう度を採用しており、この値が大きいほどモールド材は柔らかくなる。図からわかるように、ちょう度が大きくなるに従い、寸法のばらつきは小さくなる傾向がある。しかしながら、今回使用した物より柔らかいモールド材を用いると、モールドとしての保形性が悪くなるため、適度なちょう度の材料を使用する必要がある。次に成形圧力の影響について説明する。図11は、成形にCIPを使用した際、成形圧力を10 MPaから400 MPaまで変化させた時の成形体へのモールド材の含浸量を測定した結果である。成形圧力が増加するに従ってモールドの含浸量が増加していることがわかる。従って、BIP法においては可能な限り低い圧力での成形が含浸の抑制に有効である。

粉末冶金やセラミックスの加圧成形では、粉末を均一に高密度に充填することが重要であり、このために原料粉末を造粒することが行われている。既に述べたように、BIP法では原料粉末の粒径がモールド材の含浸量に影響を及ぼす。そこで、造粒粉末の粒径を変化させることによって、成形体の寸法精度ならびに含浸量に及ぼす影響について調査した。その結果を図12に示す。図中には未造粒(raw)粉末の結果も合わせて示している。成形体の寸法のばらつきは、造粒(SD)することにより格段に抑制され、造粒粉末の粒径が大きくなるほどその効果は大きい。もっとも粒径の大きい造粒粉末を用いた場合には寸法のばらつきを0.08 mmに抑制することが出来た。一方、モールド材の含浸は、粒径が大きくなるに従い増大した。これらの結果より、粒径の小さい粉末と大きな造粒粉末を混合すると、更なる成形体の寸法精度の向上が期待できる。そこで、10 μmと50 μmの2カ所に粒径分布を有する粉末を用意したところ、成形体の寸法ばらつきが0.03 mmまで抑制することが可能となった。

以上の結果から、BIP法は多品種小中量生産に適した製造方法であると考えられる。そこで、繰り返し作製時の寸法精度向上に及ぼすパラメータについて検討した。その一例として、粒径20-60 μmに造粒したAl₂O₃粉末13gを断面が20 mm × 20 mmのキャビティに充填し、CIP装置を用いて、200 MPaの圧力で成形した時の成形体の寸法ばらつきを測定した結果

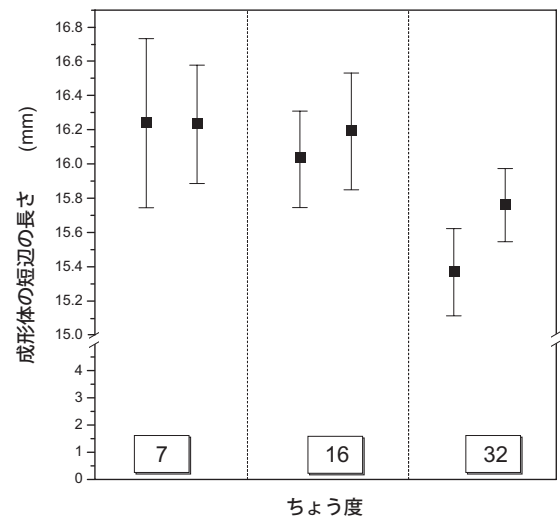


図10 モールドのちょう度が含浸量に及ぼす影響

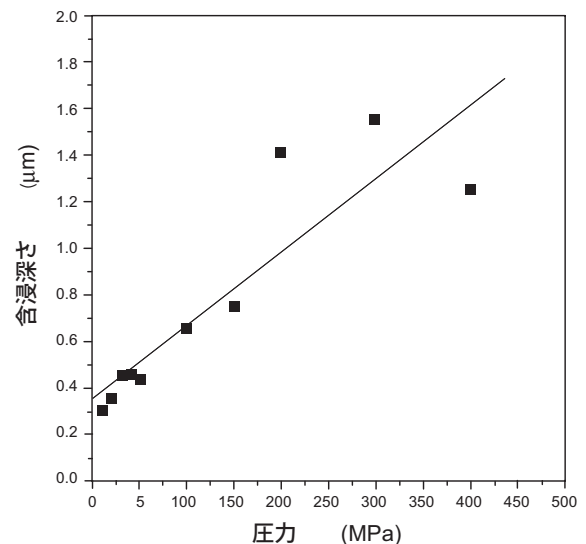


図11 成形圧力が含浸深さに及ぼす影響

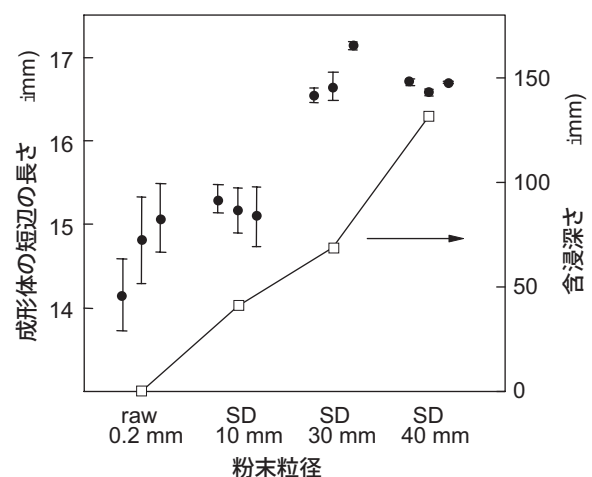


図12 Al₂O₃の造粒による効果

を図 13 に示す。図中 (a) はこの実験を 50 回繰り返した際の結果である。成形体の寸法にかなりのばらつきがあることがわかる。実験プロセスを精査することにより、このばらつきの原因の一つがモールドのちょう度変化であることが判明した。すなわち、ペトロラタムなどのワックス類は温度変化に敏感で、雰囲気温度が変わることによってちょう度が変化し、その結果図 10 で示したように含浸量が増減し、これが寸法精度のばらつきをもたらしたものと推察される。そこで、ちょう度を一定にするために成形前にモールドを 298 K で 1 時間保持の温度管理を実施したところ、図 13(c) に示すように温度管理を行わない場合と比較してばらつきを抑制することができた。また、本プロセス研究中にモールドのキャビティの寸法が上下で異なることが認められた。これは、モールドから母型を離型する瞬間にキャビティ内が減圧から大気解放されるのに伴って、モールドに応力が負荷され、モールドキャビティ下部が変形することが原因であると考えられる。そこで、離型の際にキャビティ内が大気圧となる様に母型の形状を工夫したところ、キャビティ内の上下寸法を母型と同一にすることが出来た。この改良した母型を用いたところ、図 13(b) に示す様に、さらに寸法精度のば

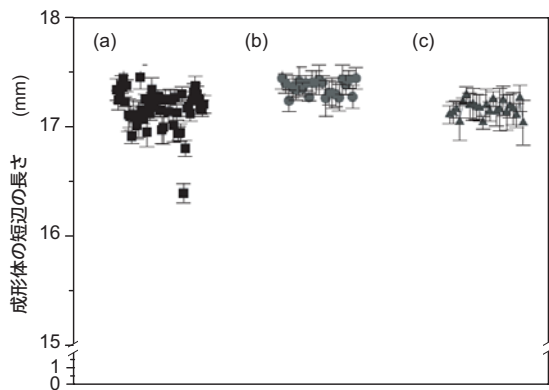


図 13 繰り返し作製時における成形体の分布
(a) 制御なし
(b) モールドの温度管理と母型改良を実施
(c) モールドの温度管理を実施

らつきの改善を図ることが可能となった。この際の成形体単身のばらつきは 0.10 mm で、成形体 20 個全体では 0.23 mm であった。さらに、これら成形体を 1623 K で 1 時間焼結を行った際の焼結体ではそれぞれ、0.09 mm, 0.22 mm となり、成形体と比較して減少する傾向が見られた。なお、これら焼結体の相対密度は一定の 98.5% であった。

6. まとめ

新たな粉末加圧成形法として BIP (Bingham solid/fluid Isostatic Pressing) 法を提案した。この方法は、

- ・複雑形状の成形が可能
- ・等方加圧成形が可能
- ・短いサイクルタイムでの成形が可能
- ・低コストでの製造が可能

などの優れた特徴を有しており、多品種小中量生産向きの製造方法である。寸法精度については、粉末粒径、モールド材の性状などを厳密に管理することによって顕著に向上させることができる。

参考文献

- 1) F. Tsumori, H. Kume, A. Kakitsuji, H. Miyamoto and S. Shima: *Adv. Tech. Plasticity*, **2** (2002) p.1237
- 2) F. Tsumori, H. Kume, A. Kakitsuji, H. Miyamoto and S. Shima: *Int. J. Powder Metall.*, **39** (2003) p.46
- 3) 津守不二夫, 久米秀樹, 垣辻 篤, 宮本大樹, 島 進: *Material Integration*, **16**, 8 (2003) p.60
- 4) J. Oh, A. Kakitsuji, H. Kume, S. Lee and F. Tsumori: *Powder Metall.in review*
- 5) J. Oh and A. Kakitsuji: 粉体および粉末冶金, **52** (2005) p.446
- 6) M. Sagawa, H. Nagata, T. Watanabe and O. Itatani: *Mater. Desing*, **21** (2000) p.243
- 7) 津守不二夫, 久米秀樹, 垣辻 篤, 宮本大樹: 日本金属学会 2001 年春期大会講演概要集, (2001) p.434
- 8) 垣辻 篤, 津守不二夫, 久米秀樹, 宮本大樹: 平成 13 年度大阪府立産業技術総合研究所研究発表会要旨集, (2002) p.14
- 9) H. Kume, F. Tsumori, A. Kakitsuji, S. Inamura, H. Miyamoto and T. Watanabe: *Proceedings of 2000 Powder Metallurgy World Congress*, (2000) p.586