

半固形静水圧成形法を利用した 複雑形状部品の作製

Fabrication of Complicated Powder Compact by "Bingham semi-solid / fluid Isostatic Pressing" method

津守 不二夫

Fujio TSUMORI

京都大学大学院工学研究科 機械工学専攻

久米 秀樹

Hideki KUME

大阪府立産業技術総合研究所 材料技術部 無機新素材グループ

垣辻 篤

Atsushi KAKITUJI

大阪府立産業技術総合研究所 材料技術部 無機新素材グループ

宮本 大樹

Hiroki MIYAMOTO

ニュー・エコ・マテリアル株式会社 代表取締役

島 進

Susumu SHIMA

京都大学大学院工学研究科 機械工学専攻

問合せ/ツモリ フジオ 〒606-8501 京都市左京区吉田本町 TEL 075-753-5231 FAX 075-753-5231

E-mail / tsumori@mech.kyoto-u.ac.jp

キーワード：粉体成形，等方加圧，ビンガム流体

概要

セラミックスおよび金属粉末を固化するための，新たな粉体成形技術を開発し，“Bingham Semi-solid/fluid Isostatic Pressing” (BIP) 法と命名した．この方法はほぼ等方的に粉末に圧力を加えることができ，加えてセラミックス等の脆弱な成形体を複雑な形状に成形することが可能である．本論文では，このプロセスに使用する半固形材料の役割および力学的な特性について述べる．また，複雑形状部品にこのプロセスを適用した場合，三次元スキャナによる焼結体形状を測定することにより，そのプロセス中の変形特性について調査する．

1 緒言

セラミックスや金属の製品の作製には従来より粉末冶金法が利用されている．粉末冶金法は粉末材料を圧縮等により固化し，電気炉等の加熱により焼結を行い焼き固めるプロセスである．このプロセスは複雑形状部品を作製できるニアネットシェイプ成形プロセスである．つまり，粉末材料を複雑形状に固化することにより，そのまま複雑な形状の製品を得ることができる．本研究ではこのような複雑な形状を後加工なしで一度に成形するための新たな圧縮成形法を提案する．この方法は半固

形状材料を型と同時に圧力媒体として利用することによるものであり，“Bingham Semi-solid/fluid Isostatic Pressing” (BIP) 法と命名した^{1)~3)}．まず，粉体を圧縮固化する従来法について述べる．

1.1 圧粉体成形法

粉末を固化するためには金型による一軸加圧法が広く利用されている．これは，粉末を金型内に充填し，上下から金属製のダイにより加圧する方法であり，高い生産性から最も多く使われている手法である．しかし，金型を利用した一軸加圧法にはいくつかの問題点がある．まず，一つは金型壁面との摩擦により成形体内部に不均一な密度分布が発生するという点である．密度むらのある成形体を焼結すると製品内部での収縮率の違いにより，ゆがみや割れといった問題が発生する．さらに，利用できる粉末が限られるという問題もある．セラミックス等，脆性材料においては割れなく固化すること自体が困難な上に，硬度の高い材料は摩擦により金型壁面を磨耗させる．磨耗は製品へのコンタミネーションとなるうえ，高価な金型が消耗することは工業的に好ましくない．

一方，成形体密度を均質化するために静水圧的な成形

法も古くから用いられている．最も一般的なプロセスは CIP (Cold Isostatic Pressing) である．これは液体を圧力媒体として全方向から等方的な圧力で粉末を加圧するプロセスである．粉末はゴム型内に充填され，圧媒中でこのゴムモールドを通して加圧が行われる．このような等方圧を加えることにより，金型一軸加圧では成形の難しい材料も成形することが可能である．また，複雑形状製品の場合，金型を利用したプロセスではコストが非常に高くなる．ゴム型は複雑形状キャピティを安価・容易に準備することができるため，この点において大きなメリットとなる．

しかし，CIP 成形はパッチ処理による生産性の低さが指摘されている．この問題に対処するために近年 RIP (Rubber Isostatic Pressing) 法が提案され磁石材料の生産に適用されている^{4),5)}．この方法は粉末を充填したゴムモールドを密閉金型内で直接一軸加圧する方法であり，擬似等方的な圧縮を高速に行うことが可能である．ただし，ゴム型を利用する CIP や RIP を利用して複雑形状製品を作製する際にはひとつ大きな問題がある．それは，除荷時におけるゴムの巨大なスプリングバックによる割れである．特にセラミックス等の脆弱な成形体は，モールドの弾性変形によって容易に破壊される．

以上のような問題からドリル等の複雑な形状を作製するためには多段階のプロセスを経て作製されてきた．以下では例として超硬工具作製に由来から利用されているプロセスを示す．

1.2 従来の超硬工具作製プロセス

プロセスの流れは以下の通りである．

1. 金型や乾式 CIP による丸棒の成形
2. 丸棒の仮焼結
3. 機械加工による溝や先端部の加工
4. 焼結
5. 仕上げ加工

このように，大まかな形状の成形と焼結前の加工から成り立っている．成形体の強度によっては 2. の仮焼結は省略されることもあるが，仮焼結の有無に関わらず 3. の機械加工においては高価なダイヤモンド工具の磨耗が発生する．工具や材料のロス，また工程数が増えることに起因する時間や作業量の無駄が問題として指摘されて

いる．

2 BIP プロセス

BIP プロセスでは，モールド材料としてワセリンやグリースのような半固形状の物質を型として利用する．最初にこのような半固形材料について説明する．

2.1 半固形物質

まず，本研究において半固形状の物質の力学的な特徴について考える．半固形物質の具体的な例としては石油ワックスの一種であるペトロラタムやグリース，油脂等が挙げられる．このような半固形材料はビンガム流体であり，図 1 に示されるような挙動を示す．

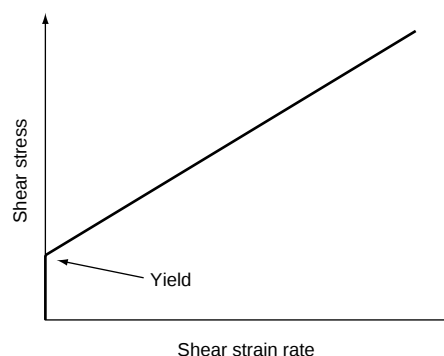


図 1 Bingham 流体の力学的挙動

この応力-ひずみ速度関係をみると，ある応力値まではほとんど流動はおこらず固体としての挙動を示すが，その降伏応力を超えると流体的な挙動を示すことが分かる．このような物体をモールド材料として利用することにより以下の 2 点の効果が得られる．

- ・ 加圧前段階における型としての保形性
- ・ 加圧および除荷プロセスにおける流体的な流れ

まず，最初の保形性である．加圧前，所望形状のキャピティを持つ半固形モールドに粉末が充填される．この段階では粉末自体の重量に耐えることさえできれば型としての機能に問題はない．一方，一般に粉末成形に用いられる圧力と比較するとこれらモールド材料の降伏応力ははるかに小さく，加圧プロセスにおいては半固形材料は十分に液体と言える挙動を示す．

解説

しかし、液体的な挙動を示すということは同時に粉体内部へのモールド材料の含浸の問題があることでもある。この含浸量は粉末の粒径に大きく依存し、粒子がサブミクロンのオーダーであればほぼ無視できることを確認している²⁾。

2.2 プロセスの流れ

実際のプロセスは図2の手順に沿って行われる。

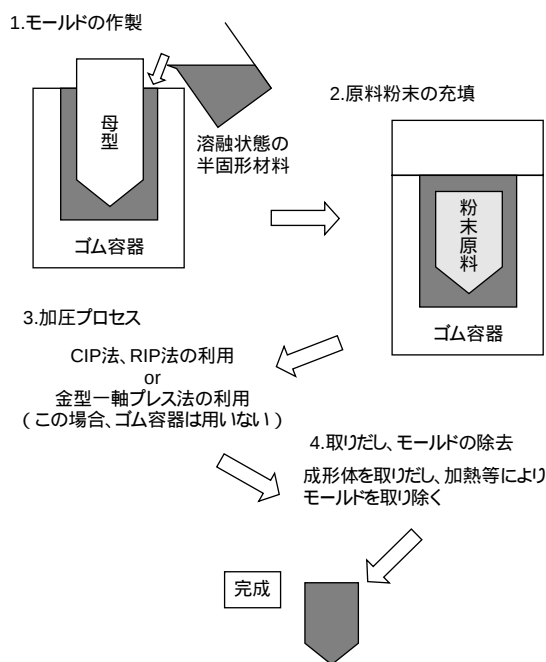


図2 BIP プロセスの流れ

工程を大きく分割すると、モールドの作製、粉末の充填、圧縮プロセス、モールドの除去である。以下順に説明する。

2.2.1 モールド内部へのキャビティ形状の作製

半固形モールドを型として利用することの利点をこれまで述べてきたが、ひとつの問題として型を作製することが困難であるということがある。今回の実験では半固形状の石油ワックス（ペトロラタム）を用いたが、低い降伏応力の材料であるため、作製中に形状がゆがんでしまうことがある。ペトロラタムの場合、母型を吊した容器内に溶かしたワックスを流し込む、いわゆる鑄込みによりキャビティを作製できる。ここで重要なことは母

型とする材料を選ぶ際に半固形性物質と離型性の良いものを選ぶということである。目的とする母型を抜き取る際に型に付着するようではモールド内に形状を作るのは不可能である。また、この方法は目標形状によっては利用できないこともあるが、ドリル状のもののように特殊な形状であっても、回転しながら引き抜き操作を行うことにより取り出しが可能な場合もある。また、引き抜くことのできない形状であるならば、割り型を作製し、それらを後に組み上げることもできる。さらには型抜きのような機械加工的手法や射出成形といった方法、水溶性の物質で母型を作製しこの母型を後に水で溶解する方法も考えられる。

2.2.2 粉末の充填

静水圧成形の場合は内部の密度分布と成形時の形状変化が直接結びつくためできるだけ均質な粉末の初期充填が必要である。しかし、変形しやすい半固形材料の特徴を考慮し、充填する粉末材料の重さにもよるが極端な振動等を加えることは避ける方が好ましい。

2.2.3 モールドの圧縮

粉末の圧縮は粉末を充填した半固形モールドを圧縮することによって行われる。モールドの圧縮には金型一軸プレスやCIP法といった既存の技術が利用できる。半固形物質は加圧プロセス時には流動性を持つため、一般的なプレス装置を利用しモールドごと加圧すれば内部に充填された粉末には静水圧が自動的に負荷される。そのため、金型プレスを利用してモールドに一軸加圧を加えても、CIP装置内でモールドごと静水圧成形してもよい。このように装置および設備の点において既存のものを利用できることは設備投資等においても安価なため有利である。

2.2.4 モールドの除去

プレス後は成形体からモールド材料を除去する。ワックス系材料の場合は加熱、溶融により成形体を取り出すことができる。成形体表面部に付着、含浸したモールド材料は電気炉を利用すれば低温で容易に除去が可能である。ゴムのような弾性モールド材料や金型と違い半固形物質によるモールドは一度加圧プロセスが施されるとそ

ここで形状は崩れ、再び使用することはできない。しかし、半固形材料としてどのようなものを利用するかによって違いはあるものの、多くの材料は加熱溶融可能であるためこれを回収後、リサイクルすることが可能である。

3 実験方法

複雑形状部品として、エンドミル刃先形状の焼結体を作製した。母型として直径は 25mm、高さは 40mm、溝部の幅は 12mm で螺旋状に 2 本の溝が刻まれているドリル形状を用意した。材料粉末として、WC-Co および Al_2O_3 の造粒粉末を用いた。モールドの成形体内部への含浸を回避するため、それぞれの粉末の 1 次粒径はサブミクロンのものである。稠度 50 の半固形状のペトロラタムワックスを加熱溶融し、エンドミル形状の母型を吊るしたゴム容器内に流し込み、冷却後、母型を引き抜くことにより所望形状のキャビティを持つモールドを作製した。このキャビティに粉末材料を充填し、CIP 装置を利用して 150MPa の静水圧加圧を行った。CIP 後、成形体を取り出しモールドを除去し、それぞれの成形体を焼結した。焼結体および母型は、三次元スキャナによりその表面形状を測定した。

4 結果および考察

図 3 に作製した焼結体およびマスターパターンの写真を示す。



図 3 焼結体およびマスターパターン（左から Al_2O_3 ，WC-Co，マスターパターン）

ここに示されるように BIP 法による成形体および焼結体ともに割れ等の欠陥は発生しなかった。

さらに、図 4 に三次元スキャナによって取り込まれた焼結体表面形状データを示す。

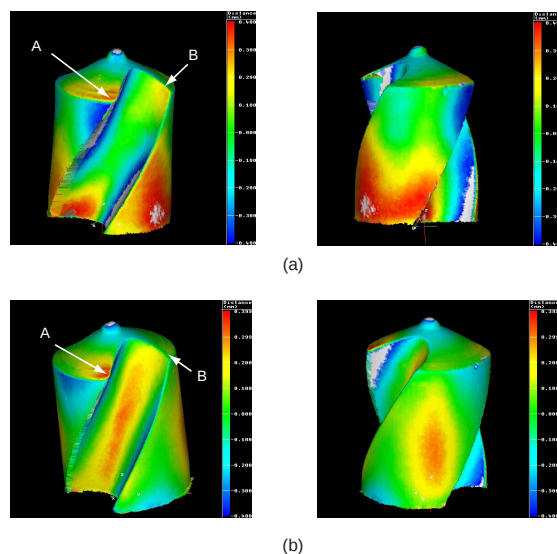


図 4 三次元計測測定結果：(a) WC-Co，(b) Al_2O_3

超硬合金，アルミナ，それぞれの焼結体はマスターパターンと比較して，線収縮比でそれぞれ 0.64 および 0.74 となっていた。図では，さらに形状の変化について詳しく調査するため，マスターパターンを相似的に収縮させたデータと，それぞれの焼結体データと重ね合わせ，焼結体形状と比較してある。図の赤い部分が相似収縮に比べて凸な部分，青い部分が凹な部分として分布が示されている。すなわち，赤が収縮が少ない部分，青が収縮の多い部分とみることができる。

凸側と凹側でそれぞれ $\pm 0.4\text{mm}$ ，すなわち $\pm 1.7\%$ の収縮率の分布があることが分かる。超硬合金は下部に赤い部分が多く下膨れとなっていることが見てとれる。超硬合金は焼結中 Co 層の溶解する液相焼結であるため，重力による下部のふくらみが現れているものと思われる。超硬合金，アルミナと共通の収縮傾向としては溝の底部と淵部の収縮の違いに見られる。溝の底にくらべて淵の部分がより収縮している様子が確認される（底部が赤く淵が青い）。また溝の上端部の左右（図の A，B）は A で軸方向に収縮が少なく B で多いことが見てとれる。このように，収縮の分布には成形体自体の形状が影響することが分かる。特に，粉末が自由に变形できる成形初期時の変形は最終形状に大きく影響すると考えられるが，どのような流動がおこるか予測するのは困難である。そのため，計算機シミュレーションの利用によるモールドおよび粉末の変形・流動解析が重要になると考えられる。

解説

5 結言

新たな粉体成形手法として、半固形静水圧成形法 (“Bingham Semi-solid/fluid Isostatic Pressing”法) を提案し、複雑形状部品へと適用できることを示した。この方法により従来の多段階プロセスと比較して、材料等のロス、生産効率等の大きな向上が可能であると考えられる。また、三次元スキャナを利用することによりドリル形状において局所ごとの特徴的な変形が起きることを確認した。所望形状の製品を得るためには、このような変形特性を理解する必要がある。今後、解析的手法としてなシミュレーション等を応用することにより、製品を高精度化することが望まれる。

謝辞

超硬粉末材料の提供および成形体の焼結に協力していただいたダイジェット工業株式会社に感謝します。また、三次元形状測定に協力下さった株式会社 JMP に深く感謝します。

[参考文献]

- 1) 津守不二夫：第 1 回新粉末成形セミナーテキスト，粉体粉末冶金協会，2002，54-63.
- 2) F. Tsumori, K. Kume, A. Kakitsuji, H. Miyamoto, S. Shima : Development of Semi-solid Isostatic Pressing Method for Powder Compaction, Advanced Technology of Plasticity (Proceedings of ICTP7th), 2002, vol.2, p1237-1242.
- 3) F. Tsumori, K. Kume, A. Kakitsuji, H. Miyamoto, S. Shima : Fabrication of Ceramic Hip Joint by Bingham Semi-solid/fluid Isostatic Pressing Method, Proceedings of IPMM, 2003.
- 4) M. Sagawa, H. Nagata : Novel Processing Technology for Permanent-magnets, *IEEE Trans. Magnet.*, 1993, **vol. 29**, p2747-2751.
- 5) M. Sagawa, H. Nagata, T. Watanabe, O. Itatani : “Rubber isostatic pressing (RIP) of powders for magnets and other materials”, *Materials and Design*, 2000, **vol. 21**, p243-249.