

## 粉末の加圧流動成形法

Press Flow Compaction of Powders

高橋 清造\*・中川 威雄\*\*

Seizo TAKAHASHI and Takeo NAKAGAWA

粉末冶金法による機械部品の製造は原材料の歩留りが高く、多量生産の製造分野で広く応用されている。従来から最も広く適用されている乾式プレス成形法は圧粉時の粉末間および粉末と金型内側との摩擦により成形体内部に生じる密度分布、クラックの発生により成形体の形状が制限される。加圧流動成形法は成形体の高密度化および内部の密度分布の減少を目的に開発し、良好な成形体を得られる形状の範囲を拡大した。ここでは本成形法の特長について解説する。

## 1. はじめに

粉末冶金 (P/M) 法による機械部品の製造は、Near Net Shape な成形であり、原材料の歩留りが高く、多量生産の自動車や電気機器部品の製造分野で中小機械部品の製造に広く応用されている。また、(P/M) 法は高融点金属やファインセラミックス粉末から製品を得るためには唯一の成形方法である。粉末を成形する方法には、乾式成形、射出成形、スリップキャスト法等があり、それぞれ特徴をもっている。

粉末の成形法のうち、従来から最も広く各種の粉末の成形に適用されている乾式プレス成形法は、成形工程が容易であり、成形 1 サイクルの時間が短く量産性に優れている。しかし乾式プレス成形法は、圧粉時の粉末間および粉末と金型内面の摩擦により、成形内には密度の分布が発生することが避けられない。成形体内部の密度分布は焼結時のクラック発生の原因となりやすく、そのため薄肉部の成形や長尺物の成形では成形できる成形体の形状が制限される場合があり、所定の密度および強度をもつ成形体を作製することが困難な場合がある。また焼結性の良好な粉末を成形した場合、成形体内部の密度分布は焼結時の寸法収縮の不均一をもたらし、焼結体にクラックが発生しやすく、焼結体の後加工にともなう製品コストの上昇となる。

最近注目されている粉末の射出成形法は、バインダとしてのプラスチックと粉末を混合し、金型にプラスチックの可塑性を利用して射出する方法である。その長所は従来の粉末成形法では成形の不可能な 3 次元の複雑な形状の成形体が成形でき、成形の量産性は高い、得られた

成形体は保形性があり、成形体内部の密度は均一である。さらに、焼結体は相対密度が95%以上と高密度である。しかしながら、射出成形は焼結性が良好で高価な微粉末を使用する必要がある。また、脱バインダ工程は長時間を要し、脱バインダはバインダの蒸発、分解、移動等の現象と関係し<sup>1)</sup>、脱バインダの可能な厚さは制限されるため、成形体は小物に限定される等の短所がある。

加圧流動成形法は著者の一人である中川を中心として開発してきた Wet な粉末の流動圧縮成形法<sup>2), 3)</sup>を発展させた成形法である<sup>4), 5)</sup>。本成形法の特徴は加圧成形時の粉末に流動性を付与する目的で成形粉末には液状バインダが添加されていることにある。成形粉は自動給粉が可能で乾式プレス法にて単軸金型成形される。加圧成形時に液状バインダは粉末間および粉末と金型間の潤滑剤として作用し、金型内での粉末の流動を容易にする。その結果、従来の乾式プレス成形法では製品として必要な高密度が得られないような、成形体に薄肉部または突出し部が存在しても、本成形法では成形体内の密度分布が少なく、高密度な成形体を得ることが出来る。

本稿では主として微粉末の添加を含めて、粒度分布を調整した焼結時の寸法収縮の少ない純鉄粉末の加圧流動成形法と、焼結時に大きな寸法の収縮があるファインセラミックス粉末の成形結果について解説し、各粉末の成形における本成形法の特長を詳解する。

## 2. 粒度分布を調整した鉄粉末の加圧流動成形法

## 2.1 これまでの研究と本成形法の目的

東大生研中川研究室ではこれまでファインセラミックスの Wet な粉末について流動圧縮成形を行い、水バインダを用いた凍結圧縮成形<sup>6)</sup>、押出し成形<sup>7)</sup>、極細線<sup>8)</sup>および二重線材の押出し成形<sup>9)</sup>の研究結果を発表してい

\*東京大学生産技術研究所 第2部

\*\*東京大学生産技術研究所 付属先端素材開発センター

る。得られた Wet な粉末の成形についての研究成果を基に、加圧流動成形法を開発してきた。

ここでは粒度分布を調整した鉄粉末の成形への本成形法の適用について解説する。鉄粉末、ファインセラミックスともに粉末を成形するに際し、単一粒径の粉末を成形するよりは、粒度の異なる粒子を混合して成形した場合に、成形体の密度は上昇すること<sup>10)</sup>がよく知られており、混合する粒子径の比率、各粒子の混合重量比について最適なモデルを検討した研究が数多く行われ、2成分粒子<sup>10)~12)</sup>、3成分粒子<sup>13)</sup>、1成分粒子から4成分粒子の混合<sup>14)</sup>が報告されている。また、MIMにおけるバイнда量の減少を目的とした研究も行われている<sup>15), 16)</sup>。そこで粒度分布を調整する場合、多成分の粒子を混合して充填する場合のモデルは球形粒子を理想的な状態に近く充填することとし<sup>17)</sup>、調整した粒度分布は、3成分粒子に微粉末の混合を加えた4成分粒子の混合とし、その粒子径の比は、最大の球形粒子が理想的に最密な充填した場合、粒子間に残る空隙に入ることができる最大の粒子径を第2、第3の粒子とした。第4の粒子径は市販の球形の純鉄粉末から選択した。その重量比は空隙の数、体積によって決められる値を目標に予備成形によって決定した。このようにして決定した粒度分布をもつ鉄粉末を本成形法によって成形した。得られた成形体は成形体の密度、成形体内部の密度分布および焼結体の強度について検討した。

2.2 本成形法の工程とその特長

図1は粒度分布を調整した鉄粉末の成形工程の概略を示す。供試粉末は水アトマイズ純鉄粉 (0.001wt% C, 平均粒径: 100 $\mu$ m, 川崎製鉄製 KIP304AS) である。供試粉末を分級し、分級された各粉末は所定の粒度分布となる配合率に調整し、通常の粉末間の潤滑剤であるステアリン酸亜鉛 (ZnSt) を0.7wt%とカーボニル純鉄粉末 (0.023wt% C, 平均粒径: 6 $\mu$ m, BASF・CF) を0~20wt%添加して再混合した。さらに液状バイндаの流動パラフィンをもつ粉末を成形した。供試粉末の粒度分布と分級後の各粉末の平均粒径を表1に示す。粒径の異なる3種類の球体を理論的な粒径比、重量比で配置した場合、球体間には19%の空隙率が存在する (表2)<sup>17)</sup>。この19%の空隙率を減少させる目的で微粉末のカーボニル純鉄粉末を添加した。配合率の一例を表3に示し、0.7wt%のステアリン酸亜鉛を含めて混合後に測定した粉末の粒度分布を表4に示す。成形体の形状・寸法は図2に示す。成形体は、肉厚3mmの壁をもつカップである。この成形体は粉末の充填高さ40mmで、図2からカップ壁の圧縮比が1.7、カップ底の圧縮比が5.0であり、成形時に粉末の流動がなければ、成形体には大きな密度差が生じることになる。成形は30gの粉末を成形圧を196MPaから588MPaまで

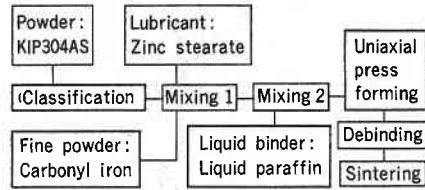


Fig. 1 Process diagram of Press Powder Flow Compaction from iron powder with controlled particle size distribution.

Table 1 Particle size distribution of raw powder and classified particle size.

	Particle size distribution ( $\mu$ m/wt%)							
	300/212	212/150	150/106	106/75	75/53	53/38	38/22	-22
Raw	1.4	19.4	22.2	20.6	12.8	18.6	4.6	0.4
Classified	150 ( $\mu$ m)			90	60	45	30	20

Table 2 Theoretical maximum packing condition and porosity.<sup>17)</sup>

Size (diameter ratio/wt%)			Porosity (%)
1	0.414	0.225	
91.5	6.5	1.85	

Table 3 Mixing ratio of classified powders.

Particle size ( $\mu$ m)	150	60	30	6
Mixing ratio (wt%)	75	10	2	13

Table 4 Particle size distribution of compacting powder Model 2 (150 $\mu$ m: 87%, 60 $\mu$ m: 11%, 30 $\mu$ m: 2%) admixing with 13wt% carbonyl iron powder and 0.7wt% zinc stearate.

	Particle size distribution ( $\mu$ m/wt%)							
	300/212	212/150	150/106	106/75	75/53	53/38	38/22	-22
150 $\mu$ m	1.3	28.8	30.9	11.4	12.7	11.4	0.4	3.1

変化し、10sec間保持するフローティングダイ法とし、単軸油圧プレスにて成形した。

成形体の評価は、成形体の外観観察、成形体全体の密度測定、および成形体をカップ底とカップ壁に切断分割した後、おのおの密度を測定した。成形体内の密度分布と成形圧との関係から、成形途中の粉末の流動性について検討した。成形体は350 $^{\circ}$ Cで2時間保持し加熱分解脱バイнда後に、アンモニア分解ガス雰囲気中で1150 $^{\circ}$ C・30minの焼結を行った。焼結体の強度は得られた焼結体のカップ壁から試料を採取し、圧環強さを測定した。

2.3 粉末の配合率と成形体の評価

粉末の配合率を変化させ、成形圧: 588MPaで成形した成形体の外観を観察した結果を表5に示す。本成形法

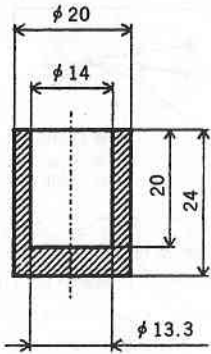


Fig. 2 Dimension of formed green compact. (mm)

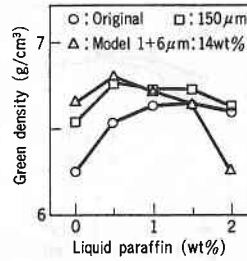


Fig. 3 Relation between green density and content of liquid paraffin. (Compacting pressure: 588MPa)

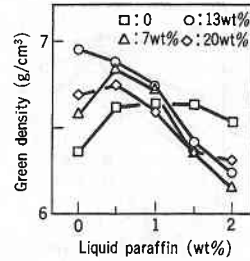


Fig. 4 Relation between green density and content of liquid paraffin by changing in addition of carbonyl iron powder. (Model 2; 150μm: 87%, 60μm: 11%, 30μm: 2%)

Table 5 Evaluation of green compact formed from powder admixed various content of liquid paraffin and 0.7wt% zinc stearate by compacting pressure 588MPa.

	Content of liquid paraffin / wt%				
	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Original	◎RW	◎	◎	△#	△#
150μm: 100%	◎RW	◎	◎#	△#	△#
Model 1+6μm: 14%	◎RW	◎RW	◎RW·#	◎RW·#	◎RW·#
Model 2	◎RW	◎RW	◎RW·#	◎RW·#	◎#
Model 2+6μm: 7%	◎RW	◎	◎RW·#	▲RW·#	▲RW·#
Model 2+6μm: 13%	◎	◎	◎#	▲RW·#	▲RW·#
Model 2+6μm: 20%	◎RW	◎	▲RW	▲RW·#	▲RW·#

Model 1; 150μm: 91.5%, 60μm: 6.5%, 30μm: 1.85%  
 Model 2; 150μm: 87%, 60μm: 11%, 30μm: 2%  
 ◎: Good, ○: Small crack at cup wall, △: Crack at bottom, ▲: Lamination crack at cup wall  
 RW: Roughness at wall, #: Exuding liquid paraffin

では流動パラフィンの添加量が増加すると、成形体から流動パラフィンのしみ出しが起り、クラックが発生しやすくなる。流動パラフィンのしみ出しは次回以降の粉末の給粉に支障をきたすと予想され、成形における欠陥の1つと考えている。流動パラフィンの添加がない場合には、この成形体ではカップ壁は見掛上で荒れた状態となることが多く、流動パラフィンの添加量が0.5wt%の場合には、外観の良好な成形体が多く得られた。しかしながら、成形体の外観が良好であっても、成形体の密度を考えた場合、成形体として良好とはならない。

そこで、流動パラフィンの添加量に対する成形体の密度を図3、図4に示す。成形体の密度は、流動パラフィンの添加量が適切な場合に、最高値となる。しかしその

値以上の添加では、密度は低下する。成形体の密度が低下し始める流動パラフィンの添加量は、表5で示した成形体から流動パラフィンのしみ出しが起り始める、流動パラフィンの添加量と一致する。この結果は、成形体内部の気孔を流動パラフィンが埋めつくし、流動パラフィンがしみ出すほど多量に成形体内に存在する場合には、流動パラフィンは静水圧状態となり、圧粉時の粉末の変形にともなう成形体内の気孔の押しつぶしを阻止するために、成形体の密度上昇を抑制することを示している。図4はModel2を基準粉末とし、カーボニル鉄粉の添加量を変化させて、成形体の密度を測定した結果を示す。成形体の密度は、カーボニル鉄粉添加量が13wt%を除いて、流動パラフィンの添加量が0.5wt%において高い値となる。カーボニル鉄粉の添加量が13wt%の場合、成形体の密度は流動パラフィンの添加量が0、0.5wt%において高い。

図4に示したModel2を基準粉末とした成形体をカップ底とカップ壁に分離後測定したおのの密度とカーボニル鉄粉の添加量との関係は、図5～図7に示す。流動パラフィンの添加なしの場合(図5)、カップ底の密度はカーボニル鉄粉の添加量にともないわずかに低下する。成形体全体およびカップ壁の密度は、カーボニル鉄粉の添加量なしから添加量が13wt%までは急激に上昇し、添加量が20wt%では低下している。カップ底とカップ壁の密度差は、カーボニル鉄粉の添加量なしから添加量が13wt%までは減少し、添加量が13wt%において密度差は最小になる。流動パラフィンの添加量を0.5wt%とした場合は(図6)、流動パラフィンの添加なしと比較して、カーボニル鉄粉の添加量が13wt%、20wt%において成形体のカップ底とカップ壁の密度差は少ない。1wt%の流動パラフィンを添加した結果(図7)は、流動パラフィンの添加量が0.5wt%の結果(図6)と同様に、カーボニル鉄粉の添加量が13wt%でカップ底とカップ壁の密度差は少ないが、成形体全体の密度は低い。

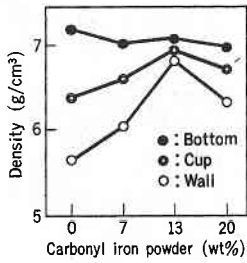


Fig. 5 Relation between partial density of green compact and addition of carbonyl iron powder. (Liquid paraffin: 0)

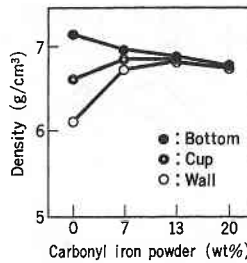


Fig. 6 Relation between partial density of green compact and addition of carbonyl iron powder. (Liquid paraffin: 0.5wt%)

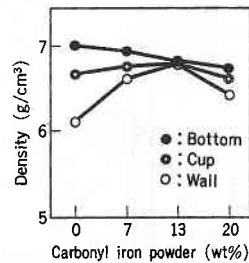


Fig. 7 Relation between partial density of green compact and addition of carbonyl iron powder. (Liquid paraffin: 1.0wt%)

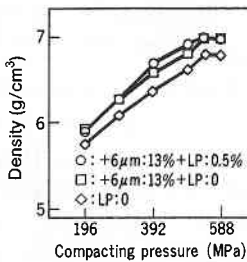


Fig. 8 Relation between green density and compacting pressure. (Model 2)

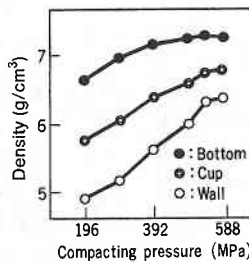


Fig. 9 Relation between partial density of green compact and compacting pressure. (Model 2 + Liquid paraffin: 0)

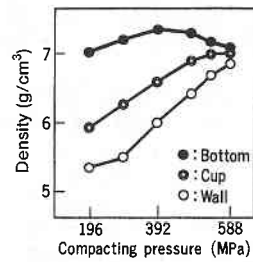


Fig. 10 Relation between partial density of green compact and compacting pressure. (Model 2 + 6μm: 13wt% + LP: 0)

実験結果からカーボニル鉄粉の添加の影響は、カーボニル鉄粉の添加量が13wt%で成形体の密度は高く、成形体のカップ底とカップ壁の密度差は少ないことがわかる。さらに流動パラフィンの添加は、成形体のカップ底とカップ壁の密度差の減少に寄与し、流動パラフィンの添加量が0.5wt%において密度差は減少することがわかる。流動パラフィンの添加によって成形時の粉末は成形体の高密度部から低密度部に流動して、成形体の低密度部の密度を向上させ、成形体は高密度で各部の密度差の少ない成形体が得られることが本加圧流動成形法の特徴であり、カーボニル鉄粉の適量添加によっても流動パラフィンの添加と同様に粉末の流動性が促進することを実験結果は示している。

2.4 流動パラフィンの添加と粉末の流動性

成形途中の粉末の流動性を検証するために Model 2 を基準粉末とし、カーボニル鉄粉末の添加なしを含めて、流動パラフィンの添加量と成形圧を変化させて成形を行った。得られた成形体の外観は、成形圧が低いときカップ壁が肌荒れとなり、流動パラフィンの添加量が0、0.5wt%において、成形圧が490~588MPaの場合に、外観の良好な成形体を得られている。成形体の密度と成形圧との関係を図8に示す。成形体の密度は成形圧の上昇とともに高くなり、カーボニル鉄粉末の添加なしの場合には比較的密度が低い。

つぎに成形体の密度およびカップ底とカップ壁の密度を図9~図12に示す。図9に示したカーボニル鉄粉末および流動パラフィンの添加なしの場合には、成形圧が588MPaにおいてもカップ底とカップ壁の密度差は大きい。流動パラフィンおよびカーボニル鉄粉を含まない粉末の乾式プレス成形では、図2のようなカップを成形する場合、図9に示する程度の大きさの密度分布が生ずることは避けられない。そこで成形時に粉末の流動性が期待できる加圧流動成形法による成形体内の密度分布の減少が望まれる。図10に示したカーボニル鉄粉末の添加量が13wt%、流動パラフィンの添加なしの場合、カップ底の密度は成形圧が392MPaで明らかな最高値を示し、成形圧がさらに上昇すると、カップ底の密度は低下している。これは成形圧が392MPa以上において、粉末の流動量が多くなることを示している。図11に示す流動パラフィンを0.5wt%添加した効果は、カップ底とカップ壁との密度差が各成形圧において少ないことにある。流動パラフィンの添加量が多い(1.0wt%)図12では、成形体内部の密度差は、低い成形圧において解消する。このような密度の変化から、成形圧の上昇にともなう成形体の密度上昇は、カップ底からカップ壁に粉末が流動したことによるカップ壁の密度上昇が主たる原因であると考えられる。

つぎに Model 2 に13wt%のカーボニル鉄粉を添加し

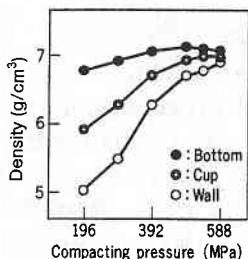


Fig. 11 Relation between partial density of green compact and compacting pressure. (Model 2 + 6μm: 13wt% + LP: 0.5wt%)

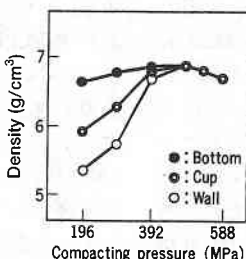


Fig. 12 Relation between partial density of green compact and compacting pressure. (Model 2 + 6μm: 13wt% + LP: 1.0wt%)

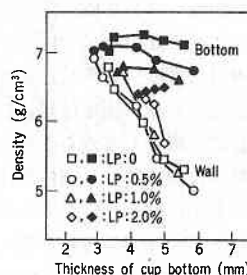


Fig. 13 Relation between partial density of green compact and thickness of cup bottom by changing in content of liquid paraffin. (Model 2 + 6μm: 13wt%)

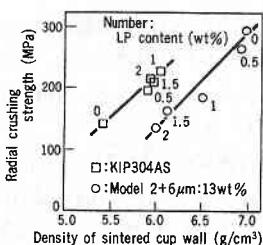


Fig. 14 Relation between radial crushing strength and density of sintered cup wall.

た粉末から得られた、成形体のカップ底およびカップ壁の密度とカップ底の厚さとの関係を図13に示す。成形に使用した粉末は30g一定であり、成形圧が高いほどカップ底の厚さは薄く、成形体の体積は減少し、成形体の密度は上昇する。それにともないカップ底とカップ壁の密度はおおの上昇し、その密度差は減少することを図13は表している。ステアリン酸亜鉛、流動パラフィンの添加を含めた成形粉末の組成によってカップ底の密度には限界値の存在することがわかる。はじめに、成形途中の粉末は圧縮比の大きい成形体のカップ底で密度が限界値に達し、さらに高い成形圧を受けた場合、カップ底にある粉末の一部はカップ底の密度上昇なしにカップ壁に流動したと考えられる。その段階で、成形体のカップ壁の密度は上昇し、結果として、カップ壁の密度はカップ底の密度に接近し、内部の密度差の少ない成形体を得られたと考えられる。ここでは Model 2 を基準とした粉末にカーボニル鉄粉末：13wt%，流動パラフィン：0.5wt%を添加した場合に、高密度でカップ底とカップ壁の密度差の最も少ない成形体を得られている。成形体の相対密度は90%，カップ底とカップ壁の密度差は2%以内であった。また、成形体に含まれる添加物の体積率は流動パラフィンを0.5wt%添加した場合に約10vol%である。

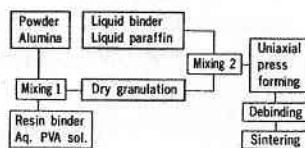


Fig. 15 Process diagram of Press Powder Flow Compaction from alumina powder.

### 2.5 焼結体の評価

焼結体の強度は焼結体のカップ壁から採取した試験片からの圧環強さを測定し、焼結体のカップ壁の密度との関係で図14に示す。供試粉末の圧環強さは比較のために示してある。圧環強さは焼結体の密度に比例して高くなり、流動パラフィンの添加なしが最高値を示し、焼結体密度は7.0g/cm³、圧環強さは300MPaとなった。この値は純鉄粉末の焼結体の圧環強さとしては実用的に十分な値であると考えている。

### 3. アルミナ顆粒粉の均一な密度の成形

#### 3.1 成形の課題と目的

ファインセラミックスの優れた耐熱性、電気絶縁性、高硬度、高強度を活用した機械部品としての用途は増加しつつある。ファインセラミックス粉末から部品への製造方法は粉末冶金法が唯一の成形方法であり、粉末射出成形を含めて、成形体の保形性向上を目的に15vol%から45vol%程度の樹脂バイндаを用いた各種の成形方法が行われている。ファインセラミックス粉末の焼結体は高硬度であるため2次加工は研削加工となり、2次加工のコストが製品コストに占める割合は大きい。そこでファインセラミックスの焼結体は高精度が要求される。ファインセラミックス粉末の成形法のうち乾式プレス成形法は従来から広く行われており、樹脂バイндаによって造粒されたファインセラミックス粉末の顆粒粉を金型プレス成形している。成形体および焼結体に発生する欠

陥は、上述した乾式プレス成形法の短所による。実際の成形では、顆粒粉の流動不足や成形圧の伝達不良にともなう成形体内部の密度分布を見越して、金型の形状を変更している。この金型の変更は現場における職人技術であり、試行錯誤を繰り返しながら金型の形状を変更している。もし成形中に顆粒粉が金型内で流動性をもち、さらに粉末への成形圧の伝達が充分であるならば、成形体内部の密度分布は減少する。焼結に際し、焼結性の良好なファインセラミックス粉末の成形体は寸法が10%から20%程度収縮し、相対密度で95%以上まで高密度化する。焼結体に発生する欠陥にはクラック、寸法精度の不良等があり、これらの欠陥は成形体内部の密度分布に起因して発生するが多い。

ここではアルミナ顆粒粉を加圧流動成形した結果から、従来の乾式プレス成形法では解決できない成形体内部の密度分布の減少について、成形時の粉末の流動から解説

Table 6 Particle size distributions of alumina granule with 3wt% PVA.

Size distribution ( $\mu\text{m}/\text{wt}\%$ , Mean: 100 $\mu\text{m}$ )					
+212	202/150	150/106	106/75	75/53	-53
0	10.8	32.0	32.8	12.5	11.9

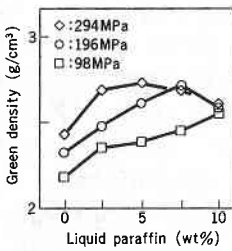


Fig. 16 Relation between green density and content of liquid paraffin.

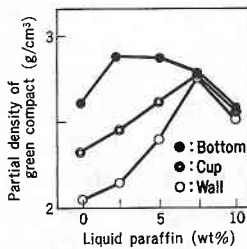


Fig. 17 Relation between partial density of green compact and content of liquid paraffin. (Compacting pressure: 196MPa)

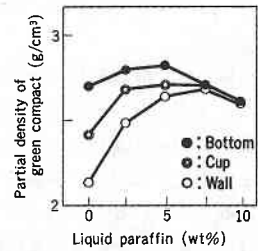


Fig. 18 Relation between partial density of green compact and content of liquid paraffin. (Compacting pressure: 294MPa)

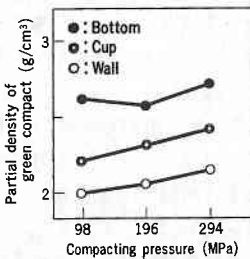


Fig. 19 Relation between partial density of green compact and compaction pressure. (Liquid paraffin: 0)

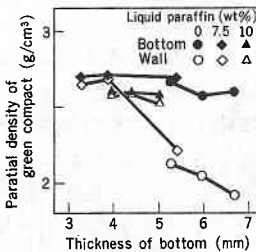


Fig. 20 Relation between partial density of green compact and thickness of cup bottom by changing in content of liquid paraffin.

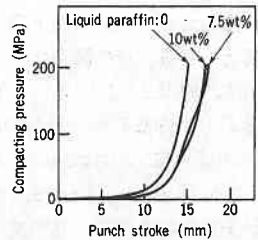


Fig. 21 Diagram of compaction pressure—punch stroke by changing in content of liquid paraffin.

する。

### 3.2 成形工程と焼結条件

ファインセラミックス粉末を本成形法にて成形する工程の一例として、アルミナ粉末の成形工程の概略を図15に示す。成形に使用した顆粒粉(高木産業製)はPVA(ポリビニルアルコール)によって造粒されており、平均粒径は約100 $\mu\text{m}$ (表6)である。顆粒粉は流動パラフィン(最大10wt%まで)を添加し、12gを成形圧:98MPa~294MPaで成形した。成形体は先に図2で示した薄肉カップである。脱バインダは350 $^{\circ}\text{C}$ で2hr保持する加熱分解法であり、焼結は1480 $^{\circ}\text{C}$ の3hr保持とした。焼結体は寸法の収縮について評価した。

### 3.3 成形体内の密度分布

図16は成形体の密度と流動パラフィン添加量との関係を示す。各成形圧について流動パラフィンの添加にともなう成形体密度の上昇が認められ、成形圧が196MPaでは流動パラフィンの添加量が7.5wt%の場合に最高密度の成形体を得られた。

成形体内の密度分布は図17、図18に示す。成形圧が196MPa、294MPaの場合(図17、図18)、流動パラフィンの添加量が7.5wt%、10wt%で、成形体内の密度差は減少することがわかった。

3.4 成形途中における粉末の流動性

乾式プレス成形途中の粉末の流動性を検討するために成形体内の密度分布と成形圧との関係を示すと図19になった。この結果は乾式プレス成形法の短所を示し、成形圧が高い294MPaにおいてもカップ底とカップ壁との密度差は減少しない。

そこで縦座標は成形体の部分密度とし、横座標は成形体のカップ底の厚さとした図20から粉末の流動性を考察した。流動パラフィンの添加量が7.5wt%の場合、カップ底の厚さは成形圧：98MPaの5.4mmから、成形圧が196MPaに上昇すると、3.8mmとなり、カップ底の密度変化は無視できるほど小さいことから、カップ底の粉末の約30wt%はカップ壁に流動したことがわかった。また成形中における粉末の流動性を調査することを目的に、成形実験に使用した金型で顆粒粉の圧粉試験を行った。流動パラフィンの添加量を変えてオートグラフによって測定したパンチストローク（圧粉速度：1mm/min）と圧粉圧力の線図を図21に示す。流動パラフィンの添加なしと比較して添加量が7.5wt%、10wt%の線図は圧粉の途中において変曲点が認められ、パンチストロークに対する圧粉圧力の上昇が一時的に停滞する。変曲点での圧粉圧力は流動パラフィンの添加量が7.5wt%では110MPa、10wt%では70MPaとなり、圧粉途中のこの変曲点で粉末の流動が始まったと考えられる。

3.3 焼結体の寸法精度

成形体と焼結体の外観写真を写真1に示す。成形体は焼結によって寸法が大きく収縮し、焼結体の形状は流動パラフィンの添加の有無によって特徴を持っている。流動パラフィンの添加なしではカップの高さは大きく、カップの上縁部は他の部分と比較して寸法の収縮が大きい。流動パラフィンの添加量が7.5wt%、10wt%では焼結にともなう寸法の収縮がほぼ一様に見える。焼結体の密度は図22に示し、粉末の真密度3.98に対し、相対密度は約90%となった。

つぎに、高さ方向に焼結体の直径を測定した結果は図

23に示す。流動パラフィンの添加量を変化させた場合、写真1で示したように流動パラフィンの添加量が7.5wt%、10wt%では、直径の相違は少ない。しかし流動パラフィンの添加がない焼結体ではカップ底の直径が太く、カップ上縁は細い。また流動パラフィンの添加量が7.5wt%の場合と10wt%の場合を比較すると、流動パラフィンの添加量が10wt%において直径は細い。これは焼結体の密度が流動パラフィンの添加量に関係しないこと（図22）、成形体の密度が流動パラフィンの添加量7.5wt%で大きい結果（図16）による。本成形法の特徴である成形体内の密度分布が少ないことは、結果として焼結体各部の寸法収縮が等しくし、焼結体の寸法精度を向上させた。

4. お わ り に

粉末の加圧流動成形法について、鉄粉末、アルミナ顆粒粉を成形した結果からその特長を解説した。通常の鉄粉末と焼結性の良好な微粉末の成形の場合では、成形体に要求される特性が多少異なるため、ここでは両粉末の成形結果を区分してまとめる。

通常の鉄粉末では成形体の密度がほぼ焼結体の密度となる。この場合、成形体が高密度であることが要求される。成形体の高密度化、高精度化を目的に、粉末が充填時に最高充填となるように粒度分布を調整した純鉄粉末を加圧流動成形し、成形時の粉末の流動性および焼結体の強度について本成形法の特長をまとめると、以下のようになる。

- (1) 適切な粒度分布をもつ純鉄粉末の成形体は高密度となり、とくに Model 2 粉末 (150 $\mu$ ：87wt%，60 $\mu$ ：11wt%，30 $\mu$ ：2 wt%) にカーボニル鉄粉末を13wt%，流動パラフィンを0、0.5wt%添加した場合が高密度であった。
- (2) カーボニル鉄粉末および流動パラフィンを添加した効果は、成形圧の上昇にともなうカップ壁の密度上昇に現れ、カップ底とカップ壁の密度差は減少した。

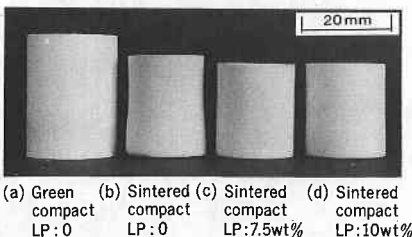


Photo. 1 External appearance of green compact and sintered compact by changing in content of liquid paraffin. (Compacting pressure: 196MPa, Sintering: 1480°C \* 3hr)

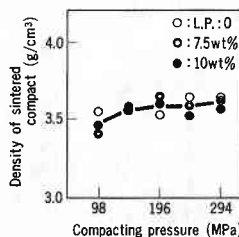


Fig. 22 Relation between density of sintered compact and compacting pressure by changing in content of liquid paraffin. (Sintering: 1480°C \* 3hr)

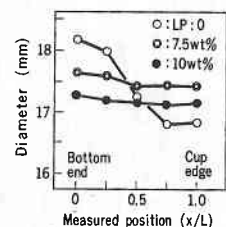


Fig. 23 Diameter of sintered compact by changing in content of liquid paraffin. (Compacting pressure: 196MPa, Sintering: 1480°C \* 3hr)

得られた成形体の相対密度は90%、カップ底とカップ壁の密度差は2%以内であった。

- (3) 成形時の粉末の流動は、カーボニル鉄粉末および流動パラフィンの添加によって促進され、成形の初期にカップ底の密度上昇は停止し、その後はカップ底の密度上昇なしにカップ底の粉末はカップ壁に流動する。
- (4) 得られた焼結体の密度は $7.0\text{g}/\text{cm}^3$ 、圧強さは $300\text{MPa}$ となり、実用的に十分な値となった。

焼結性の良好な微粉末の成形体には、焼結にともなう焼結体の高密度化が期待できることから、成形体の高密度化よりは、焼結にともなう寸法の収縮による割れ、焼結体の寸法精度が問題となるため、成形体内部の均一密度化が求められる。アルミナ顆粒粉から成形体内部の密度の均一化を目的に、加圧流動成形法によって薄肉カップを成形し、成形体内の密度分布から成形中の粉末流動を検討した。さらに成形体内の密度分布と焼結体の寸法収縮を考慮して以下の結果を得た。

- (1) 流動パラフィンを添加したアルミナ顆粒粉の成形体は加圧流動成形によって密度が上昇する。成形体のカップ壁密度は成形圧の上昇および流動パラフィンの適量添加によって急上昇し、密度上昇の少ないカップ底の密度との差は減少した。
- (2) 流動パラフィンの添加量が7.5wt%、成形圧を $196\text{MPa}$ とした成形体は流動パラフィンのしみ出しなしで成形体内の密度差が著しく少ない。この密度分布の少ない成形体を焼結した結果、焼結体は寸法収縮が均一となり、寸法精度が向上した。

新たに開発した粉末の加圧流動成形法の特長と得られた成形体、焼結体の特性について解説した。本成形法は未だ発展途中にあり、流動パラフィンを添加したことによる、金型に充填する際の粉末の流動性、さらに成形体を離型するときの成形体の強度測定等については未知の

領域があり、今後の研究が必要と考えている。また、本解説が粉末の成形に携わっている技術者および研究者の抱えている課題の解決に対して幾分かの手助けとなれば幸いですと考えている。  
(1993年3月15日受理)

#### 参考文献

- 1) Randall M. German, Int. J. Powder Metallurgy, 23, 4 (1987), 237.
- 2) 中川威雄, 張 黎紅, 野口裕之: 窯業協会昭和62年度会講演予稿集, (1987), 911.
- 3) 中川威雄, 張 黎紅, 野口裕之, 鈴木 清: 粉体粉末冶金協会昭和62年度秋季大会概要集, (1987), 80.
- 4) 酒造 豊, 中川威雄, 野口裕之: 粉体粉末冶金協会平成2年度春季大会概要集, (1990), 52.
- 5) 高橋清造, 中川威雄: 粉体粉末冶金協会平成2年度秋季大会概要集, (1990), 176.
- 6) 中川威雄, 高橋信之, 野口裕之, 張 黎紅: 粉体および粉末冶金, 34, (1987), 17.
- 7) 張 黎紅, 鈴木 清, 中川威雄: 生産研究, 40, 10 (1988), 32.
- 8) 張 黎紅, 中川威雄: 日本セラミックス協会平成2年度年会予稿集, (1990), 326.
- 9) 張 黎紅, 中川威雄, 岡 徹雄, 伊藤佳孝: 粉体粉末冶金協会平成3年度秋季大会概要集, (1991), 68.
- 10) 橋田誠一, 岡田 清, 大津賀望: 日本セラミックス協会学術論文誌, 98, 1133 (1990), 29.
- 11) Yoshihiro HIRATA, Ilhan A. AKSAY and Ryoichi KIKUCHI, 日本セラミックス協会学術論文誌, 98, 1134 (1990), 126.
- 12) Randall M. German and M. Bulger, Int. J. Powder Metallurgy, 28, 3 (1992), 301.
- 13) 鈴木道隆, 八木 章, 渡辺球夫, 大島敏男: 化学工学論文集, 10, 6 (1984), 721.
- 14) R. K. McGERY, J. Amer. Cer. Soc. 44, 10 (1961), 513.
- 15) 武川淳二郎: 粉体および粉末冶金, 35, 7 (1988), 641.
- 16) 瀬山喜彦, 堀越英二, 飯川 勤, 橋本 薫, 佐藤武彦: 粉体および粉末冶金, 36, 2 (1989), 188.
- 17) 久保輝一郎, 神保元二, 水渡英二, 高橋 浩, 早川宗八郎: 粉体—理論と応用—, 丸善 (1986), 338.