

セラミックスの新ニヤネットシェイブ成形法の開発

徳島大学 工学部 機械工学科

教授 佐藤 悌介

(平成8年度研究開発助成 AF-96006)

キーワード: セラミック, ニヤネットシェイブ

1. 研究の背景と目的

セラミックスはその優れた特性から多方面での実用化が期待されているが、現状では製造・加工コストが高く、経済的観点からその利用は限られたものとなっている。また、セラミック系高温超伝導体の応用が検討されているが、要求形状に成形する技術が実用化のネックとなっている。

このような現状をふまえ、セラミック、金属粉等非可塑性粉体のフレキシビリティに富んだニヤネットシェイブ成形を目的とし、粉体と低融点ワックス混合融体を用いた成形法と繊維吸収体による吸収脱脂を用いた脱脂法とを組み合わせた成形・加工法の確立とこれらの複合材の創製と加工への応用について検討する。

本加工法の特徴は特殊な装置を必要とせず非可塑性粉体のニヤネットシェイブ成形が可能で、製造コストを大幅に低減することができる。また、吸収体として古紙等の廃材を利用でき、環境問題に配慮した加工方法であると考えられる。

2. グリーン体の機械加工とその脱脂

セラミックスの焼結体の成形にはダイヤモンド砥石を用いた研削加工しか加工法がなく加工コストが非常に高くなる。そこで複雑形状を成形するため、グリーン体での機械加工を用いるのが一つの有効な方法と考えられる。しかし、グリーン体では一般に強度が十分でなく、セラミックスのグリーン体の機械加工を扱ったものは多くない。X.L.K.Wu ら [1] はアクリルバインダを用いる事によりグリーン体の機械加工が可能なることを示した。ここではワックス系スラリーを用いた成形法の一環として機械加工を用いた成形法について検討する。

2. 1 セラミック粉体

アルミナ粉体は、市販の AES23 (住友化学) を用いた。AES23 は $0.28\mu\text{m}$ および $3.4\mu\text{m}$ にピークを持つバイモーダルな粒度分布を持つ粉体である。

2. 2 ワックス

切削加工では加工中に欠けなどで形が崩れないことが必要である。そこでパラフィンワックス 75wt% とマイクログラインワックス 25wt% を混合した混合ワックス 95wt% にオレインオリゴマー 5wt% およびステアリン酸

を微量添加した混合ワックスをベースワックスとし、これにポリエチレンを添加したワックスを用いた。ここで用いたワックスの組成を表1に示す。なお、表1においてNo.1はベースワックスを示す。

表1 ワックス組成

Symbol	
PE 0	No.1 wax 100wt%
PE 5	No.1 wax 95wt% polyethylene 5wt%
PE 10	No.1 wax 90wt% polyethylene 10wt%

2. 3 せん断試験

X.L.K.Wu ら [1] はグリーン体の強度を円板の圧縮試験から求めている。しかし今回用いたグリーン体は脆性的な破壊をせず、塑性変形を起こすので円板の圧縮試

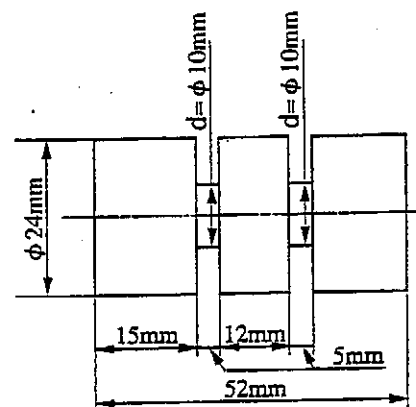


図1 せん断試験片

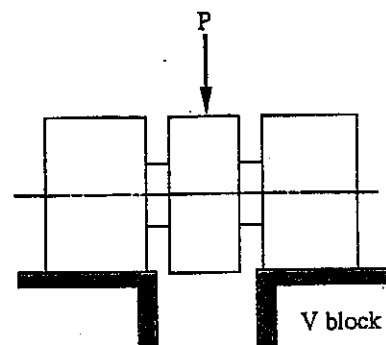


図2 せん断試験法

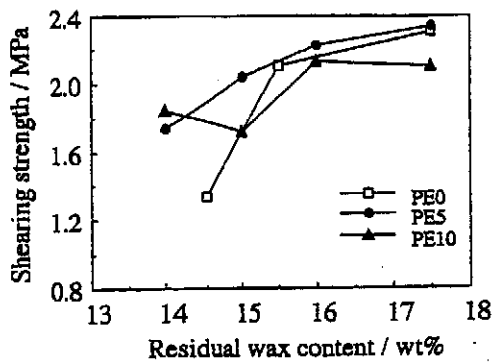


図3 せん断試験結果

験から強度を求めることができない。そこでせん断試験によりグリーン体の強度を求めた。せん断試験片およびせん断試験法をそれぞれ図1および図2に示す。また、せん断試験結果を図3に示す。ポリエチレン添加による強度増加の効果は大きくないが、残留ワックス量が少なくなるときの強度低下が少なくなることがわかる。

2. 4 機械加工性試験

一般に被加工性試験として工具摩耗試験が多く用いられる。しかし、ここでは切削によりグリーン体がどの程度正確に形状が形崩れせず加工できるかを試験する必要がある。そこでここでは溝切り試験によりグリーン体の被加工性を試験した。図4に溝切り試験法の概略を示す。

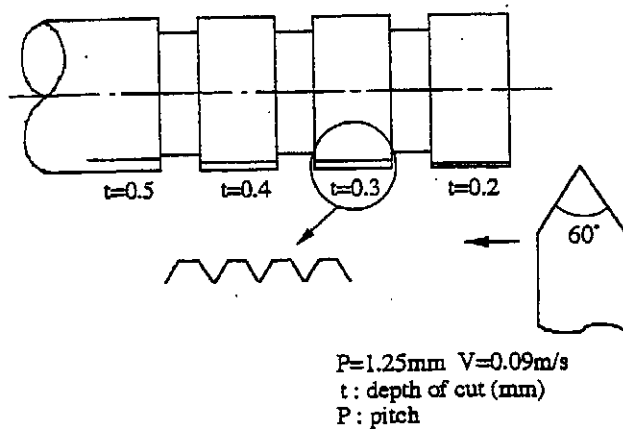


図4 溝切り試験法

図に示すように頂角 60° の直刃バイトで被削材を一定ピッチで、切込みを段階的に増加させながらねじ切り切削を行う。このとき切削でできたねじ形状が崩れはじめるときの切込み量で被削性を評価する。図5に加工限界をまとめて示す。限界曲線の下が加工可能領域である。ワックス PE10 を用いたとき加工限界が PEO (ベースワックス) に比べかなり広がっており、せん断試験で見る以上にポリエチレン添加の効果が見られた。

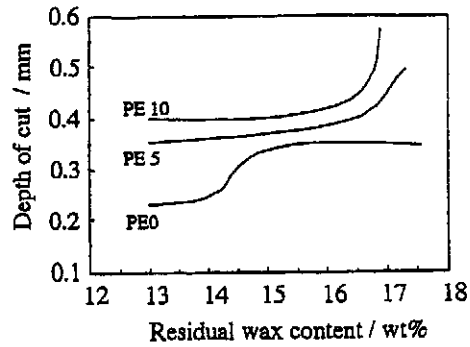


図5 加工限界

2. 5 廃材を利用した脱脂法の開発

脱脂にはこれまで主に紙をグリーン成形体にラップするラップタイプの脱脂法を用いた [2]。しかし複雑形状の成形体の場合、乾いた紙を成形体に隙間なくラップすることは容易でない。そこでフレキシビリティに富んだ脱脂法として以下の方法を検討した。

廃材の利用という観点から、新聞紙と水を混合し、ミキサーで細かく砕き、水を除き、水分を含んだままの状

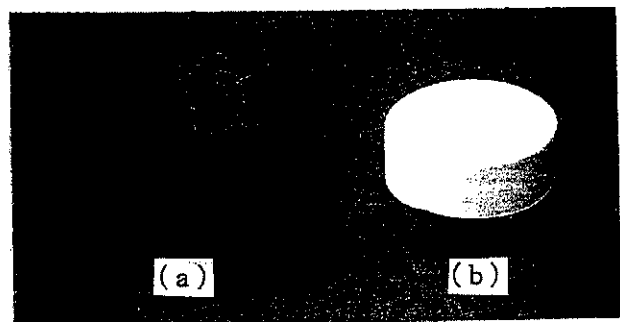


図6 ウエットタイプ脱脂法

- (a) 水分を含んだ脱脂材を巻き付けたグリーン体
- (b) グリーン体

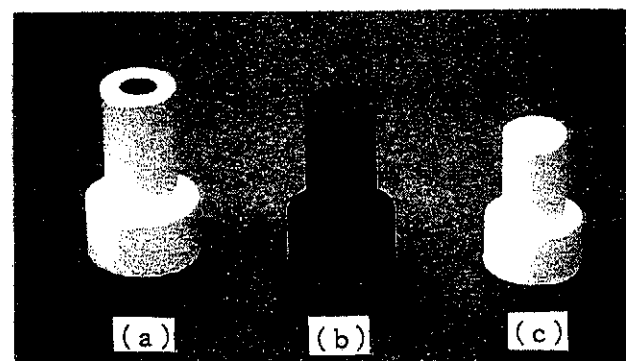


図7 旋削加工した製品の例

- (a) グリーン体
- (b) 脱脂体
- (c) 焼結体

態で成形体に張り付ける。ウェットな状態の吸収体を巻き付けたまま成形体を乾燥炉に入れ脱脂する。この脱脂法をウェットタイプと呼ぶことにする。図6にウェットタイプの例を示す。

2. 6 切削加工製品の例

PE10 ワックスを用いたグリーン体の機械加工の例を図7に示す。

3 積層ビレットによるグリーン体の押し加工

コロイドプロセスではグリーン体の密度が焼結体の緻密化に影響するので非常に重要である。このため Pressure filtration 法が提案され [3,4], 粒径の適当な混合がグリーン体の密度を上げるのに有効である事が示された [5,6]。

ここではなるべく均一なワックス分布状態で押し加工を行うため、積層ビレットを用いた押し加工を検討した。

3. 1 セラミック粉体

アルミナ粉体は、市販の AES23 (住友化学) を用いた。

3. 2 ワックス

パラフィンワックス 75wt%とマイクロクラインワックス 25wt%を混合した混合ワックスをメインワックスとし、ワックス組成はオレインオリゴマー 5wt%, ステアリン酸 0.2wt%, 残りをメインワックスとした。このワックス組成は2. のベースワックス (No.1 ワックス) と同じである。

3. 3 積層ビレットによる押し加工

厚さ 10mm の試料を適当な残留ワックス量まで第1ステージの脱脂を行う [2]。脱脂した試料を3枚重ねビレットとし直径 8mm に押し加工 (押し比: 39) を温水中で行う。押し後、第2ステージの脱脂 [2] を行い、その後 1923K, 2h の条件で焼結を行った。焼結体の相対密度を図8に示す。なお、密度測定にはアルキ

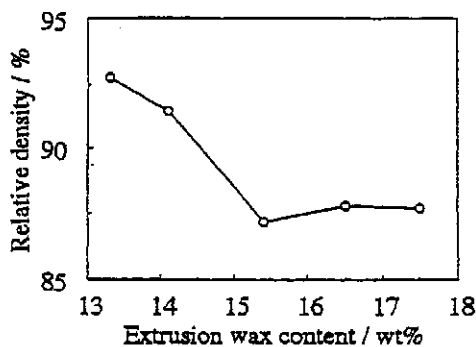


図8 押しビレットの残留ワックス量による焼結体の相対密度の変化

メドス法を用いた。焼結体の相対密度は押し時のビレットの残留ワックス量が少ないほど高くなる。一方、焼結体の強度を3点曲げ試験を用い求めた。試験には Instron4057 を用い、スパン 30mm, クロスヘッド速度 1mm/min で試験した。なお、試験に際し焼結体の表面加工は行わず、焼結のまま行った。試験結果を図9に示す。

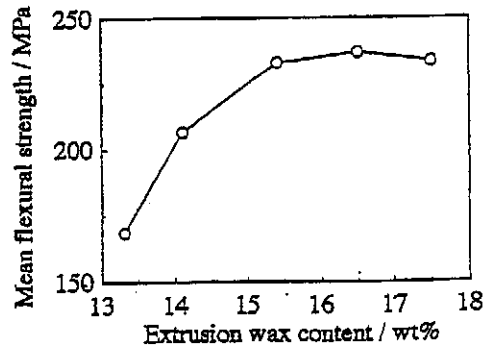


図9 押しビレットの残留ワックス量による焼結体の曲げ強度の変化

相対密度と逆に押し時のワックス量が少なくなると曲げ強度が急に低くなる。これはビレットのワックス量が少なくなると、押し材の表面に微細な割れが発生するためと思われる。

3. 4 積層ビレットを用いた押し加工の改良

時沢ら [7] は加工性の悪いアルミ合金の押し加工に潤滑層を兼ねた易押し性のアルミをビレットの最下層

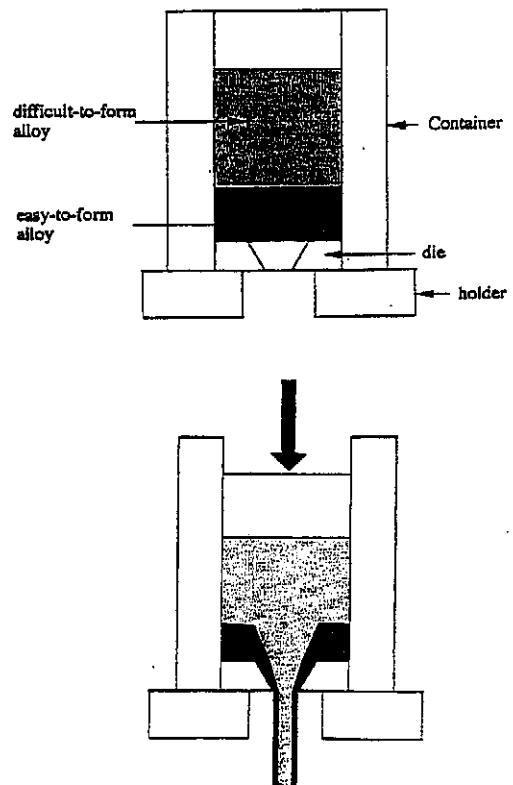
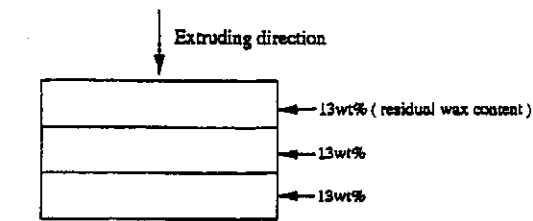
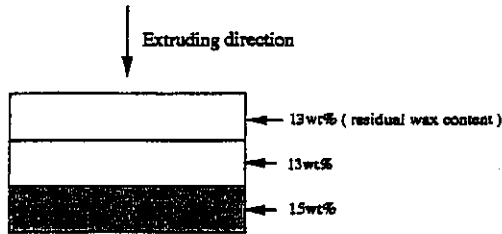


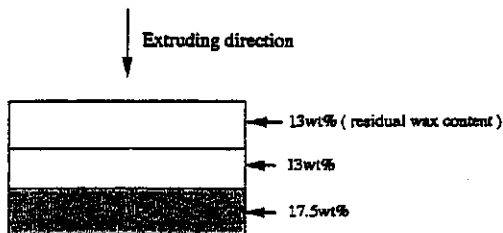
図10 被覆押し法の概略図



Billet 1: laminated billet of residual wax content 13wt%



Billet 2: compound laminated billet of residual wax content 15wt% and 13wt%



Billet 3: compound laminated billet of residual wax content 17.5wt% and 13wt%

図 11 複合積層ビレット

Billet 1: laminated billet of residual wax content 13wt%
 Billet 2: compound laminated billet of residual wax content 15wt% and 13wt%
 Billet 3: compound laminated billet of residual wax content 17.5wt% and 13wt%

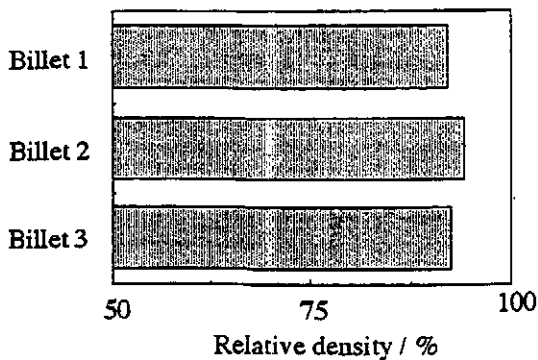


図 12 相対密度の比較

に置き、これで押し出し材の表面被覆を行い押し出しをする方法を提案している。図 10 に被覆押し出し法の概略図を示す。

ここで、被覆押し出し法を用いるため、最下層を残留ワックス量の多いビレットとした複合積層ビレットの断面図を図 11 に示す。複合積層ビレットを用い押し出し加

工後、脱脂、焼結を行った。焼結体の相対密度および曲げ強度をそれぞれ図 12 および図 13 に示す。相対密度は最下層にワックス量の多い層を置いた影響は少ない。一方、曲げ強度は最下層にワックス量の多い層を置き表面被覆することにより、表面割れが抑えられ、高い強度が得られた。

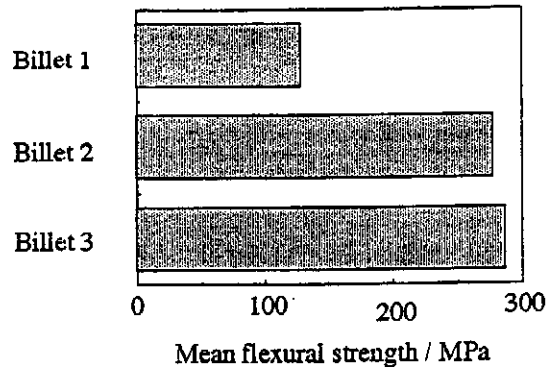


図 13 曲げ強度の比較

4. 強化材を分散したグリーン体の成形と脱脂挙動

セラミックスの最大の欠点である靱性の低さを改善するために各種の複合化が試みられている。

ウイスカ等の繊維を含む複合セラミックスを作るためには、1) 強化材をいかに均一に分散させ成形するか、2) 強化材を含んだ成形体をいかに緻密に焼結するか、という二つの問題がある。

ここでは、強化材を分散したグリーン体の成形に着目し、成形体の脱脂挙動および成形体の強度などについて検討を行った。

4. 1 セラミック粉体

3. と同じ AES23 を用いた。

4. 2 ワックス

3. と同じワックス組成を用いた。

4. 3 強化材

繊維強化材として 2mm にカットしたニカロン (日本カーボン) ($d=14 \mu\text{m}$, $l=2\text{mm}$), SiC ウイスカ (東海カーボン) ($d=0.5 \mu\text{m}$, $l=25 \mu\text{m}$) および SiC 粒子 (昭和電工) ($d=2.1 \mu\text{m}$) を用いた。

4. 4 脱脂挙動

20wt%のワックスを用い作成したアルミナスラリーに対し重量割合で 2wt%の強化材を混合した複合スラリーを作成した。第 1 ステージの脱脂により残留ワックス量を 17wt%とした後、温水中で $\phi 8\text{mm}$ に押し出した。その後第 2 ステージの脱脂を行った。脱脂時間と残留ワック

ス量との関係を図 14 に示す。脱脂時間に対する残留ワックス量との関係は強化材の種類および添加の有無によりほとんど変わらない。

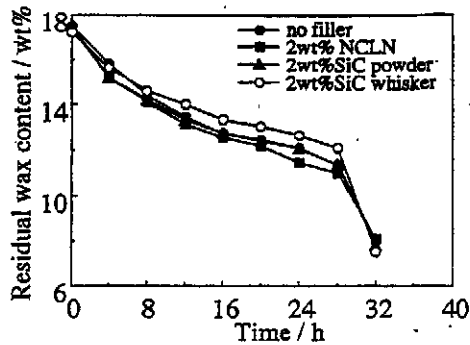


図 14 脱脂時間と残留ワックス量との関係

4. 5 脱脂時の線収縮

繊維強化材ニカロンを添加した押し出し材とアルミナ単体の残留ワックス量と線収縮量との関係を図 15 および図 16 に示す。アルミナ単体では押し出し方向に平行な

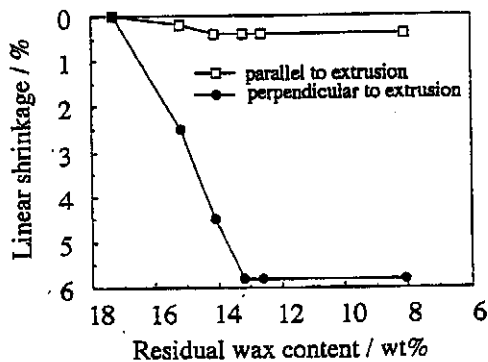


図 15 残留ワックス量と線収縮との関係
ニカロン添加材

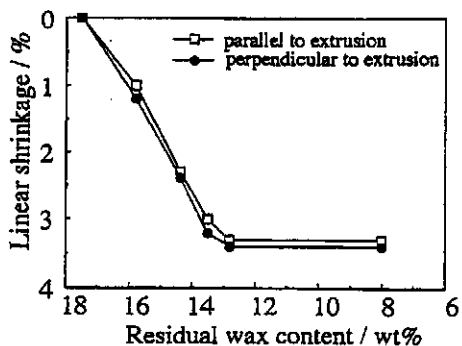


図 16 残留ワックス量と線収縮との関係
アルミナ単体

方向と垂直な方向ともほぼ同じ線収縮を示す。一方繊維強化材ニカロンを添加した場合には、押し出し方向と平行な方向にはほとんど収縮が見られず、押し出し方向に垂直な方向で収縮が非常に大きくなる。これは押し出し方向に繊維強化材が配向した結果と思われる。

4. 6 グリーン体の曲げ強度

押し出し材を第 2 ステージの脱脂後、873K で仮焼しワックスを無くした状態で曲げ試験を行った。曲げ試験より得られた変位-応力線図を図 17 に示す。繊維強化材以外ではほぼ同じ傾向を示す。しかし繊維強化材ニカロンを添加した試験片は他の物に比べ二倍ほどの強度を示し、また最大応力値を示した後、試験片が破断することなく緩やかに応力値が低下した。

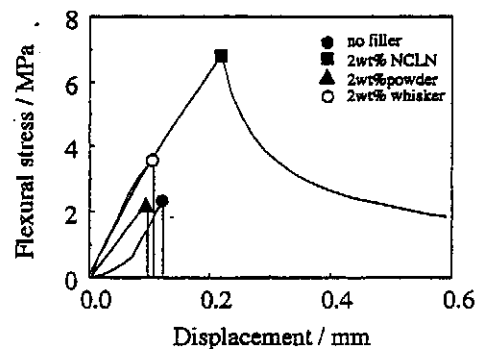


図 17 グリーン体の曲げ応力-変位曲線

5. まとめ

グリーン体の機械加工、積層ビレットを用いたグリーン体の押し出しおよび強化材を分散したグリーン体の成形と脱脂試験を行った結果、次の結果を得た。

- 1) ポリエチレンを添加したワックスを用いることにより、グリーン体の機械加工が容易になった。
- 2) 溝切り試験によりグリーン体の被削性が評価できた。
- 3) ウェットタイプの脱脂法を用いることにより複雑な形状の製品の吸収脱脂が可能となった。また、この方法により廃材である新聞紙の有効利用ができた。
- 4) 被覆押し出し法を利用することにより、押し出しビレットの残留ワックス量を少なくでき、強度の高い焼結体を得ることができた。
- 5) 繊維強化材ニカロンを添加した押し出し材では脱脂時の線収縮量は押し出し方向に平行と垂直方向では非常に異なる。

参考文献

- 1) X.L.K.Wu et al., Am.Ceram.Soc.Bull. 74 - 5 (1995) 61-64.
- 2) T.Sato et al., J.Mater.Process.Technol. (in press).
- 3) F.F.Lange, J.Am.Ceram.Soc., 72 - 1 (1989) 3-15.
- 4) F.F.Lange, J.Am.Ceram.Soc.Bull., 66 - 10 (1987)

1498-1504.

5) B.V.Velamakanni et al., J.Am.Ceram.Soc., 74 - 1
(1991) 166-172.

6) S.Taruta et al., J.Ceram.Soc.Japan, 104 - 5 (1996)
447-450.

7) 時沢ら, 特開 昭 60-64724.