
高密度粉末成形による複合材料の 高精度・高強度化に関する研究

6 3 4 6 0 0 8 2

平成元年度科学研究費補助金
(一般研究 B) 研究成果報告書

平成2年3月

静岡大学附属図書館



030850167 5

研究代表者 中 村 保
(静岡大学工学部教授)

は し が き

静岡
大学
図書

研究組織

研究代表者： 中 村 保 （静岡大学工学部教授）
研究分担者： 平 岩 正 至 （静岡大学工学部助手）
研究分担者： 今 泉 晴 樹 （静岡大学工学部教務員）

研究費

昭和63年度	6400	千円
平成元年度	1000	千円
計	7400	千円

研究発表

- (1) T.Nakamura, M.Hiraiwa and T.Katoch: Tribo-Forming of Metallic Composite Materials, Proceedings of 1st Japan International SAMPE Symposium and Exhibition, 1989.11.28.
- (2) T.Nakamura and M.Hiraiwa: Developments of Tribo-Forming Processes Proceedings of 3rd ICTP, 1990.7.
- (3) 中村, 平岩, 今泉, 富沢: アルミウム粉末の摩擦押出しによる薄板の製造法の開発, 第21回塑性加工春季講演会講演論文集, 1990.5.
- (4) 中村, 加藤: アルミウム粉末複合材料の押出しによる薄肉缶の成形, 第21回塑性加工春季講演会講演論文集, 1990.5.

研究成果

I. 異種金属重ね板および粉末材料の摩擦押出しによる薄肉缶の成形

当研究代表者が開発した摩擦押出しによる薄肉缶の成形法に基づき、異種の金属重ね板を用いて断面減少率90%の薄肉缶の成形実験を試みた。その結果、摩擦せん断力により大きなせん断変形が生じ、慣用の後方押出しでは不可能な変形抵抗の大きな異種金属複合薄肉缶の成形を実現できた。異種金属界面の接合が確認され、複合化による製品強度増加の可能性が示唆された。

II. アルミニウム粉末の摩擦押出しによる薄板の成形

本研究費の主要設備として購入した多軸動油圧プレスに、当研究代表者らが開発した摩擦押出しによる薄板の成形装置を組込み、アルミニウム粉末をモデル材料として、粉末から冷間で直接薄板を成形する方法について検討した。その結果、厚さ約5.0 μm までの金属箔の成形を実現できた。また、引張強さ、硬さ等の強度と全伸び等の延性、および寸法精度と表面粗さなどの値は、同じ成分のアルミニウム塊から成形した薄板と同程度以上となることが明らかになった。

III. アルミニウム基複合材料薄肉缶の粉末押出し成形

複合粉末材料としてアルミニウムとアルミナの混合粉末を用いて、摩擦押出しおよび後方押出しにより、アルミニウム基複合材料薄肉缶の成形を試みた。混合粉末の圧密素材を直接冷間で成形し、その後熱処理により焼結する場合と、圧密素材を焼結後冷間成形する場合について比較検討した。その結果、アルミナ粉末を30%まで混合した粉末の圧密素材を直接冷間成形する方が、焼結後成形するよりも成形条件範囲が広がることがわかった。成形による密度と硬さの増加および焼結による硬さと寸法精度の変化等について調べた結果、アルミナ混合率が大きくなるほど、冷間成形による硬さの増加は顕著であるが、焼結後の硬さはアルミナ混合率によってほとんど変化しないことがわかった。これは粉末を単純に混合しただけでは、アルミナの微小粉末が十分分散しないためであり、メカニカルアロイイングのような混合法を採用する必要があることが明らかになった。

I . 異種金属重ね板および 粉末材料の摩擦押出し による薄肉缶の成形

1 緒言

工業製品には、寸法精度、強度、その他の物理的性質が要求され、最適の材質の選択がせまられる。しかし工業の著しい進歩と社会の複雑化に伴い材料に対する要求も多様化、複雑化してきている。機械的及び金属学的方法による材質改善は単一の材料では限界があり、この局面で強度、韌性、経済性等種々の特性の向上のため、複数の材料を組合わせて一体とした複合材料への要求が高まっている。複合材料の製造法には、溶融を伴った鑄造に近い方法と塑性加工を利用した方法があるが、後者は、生産性、経済性が良好で、加工中の材質の向上が望める等の利点がある。

本研究では、当研究室で開発した摩擦押出し成形法を用いて、異種金属の重ね板を素材として断面減少率 $Re = 90\%$ の2層及び3層の底付き薄肉缶を成形することを試みた。摩擦押出し成形は高面圧下でダイス壁面の摩擦を利用することにより高断面減少率の製品を、低加工力、比較的良好的な表面性状及び精度で加工を可能としたものである。この摩擦せん断力により素材はきわめて大きなせん断変形を生ずるため、冷間でも異種金属の圧接が生

じる可能性が期待できる。

粉末成形法は粉末の流動性を利用して、少ない工程、低加工力で製品を加工することができるという利点を有する。圧密成形に続いて焼結を行うが、この工程で拡散接合が生じ、製品の強度が発現する。しかし、圧密工程だけでは、真密度まで高めることは困難で、焼結中にもその高密度化は望めないのが通常である。従って焼結部品中には多くの空孔が残存し、機械的性質、特に衝撃値が著しく低く高強度部品として使用できないという欠点がある。焼結品の諸特性、中でも靱性を高めるためには、空孔をなくすこと、すなわち真密度にいかに近づけるかが重要な課題である。焼結鍛造は、圧密焼結プリフォームを温熱間状態で鍛造し、高密度化を図り製品強度を高めようとする加工法であり、最近実用化が進んでいる。しかし、温熱間状態で鍛造するため、表面酸化、寸法精度の低下等の問題が残る。

製品の高密度化を図り靱性を増すための方法として、圧密素材をそのままあるいは焼結後、塑性加工することにより高密度化を図ることが有効であると考えられる。この高密度化が可能となれば、従来の粉末冶金技術が持つ高材料歩留り、高寸法精度という特長を維持して高強度部品が製造できる可能性が期待できる。さらに、粉末素材として金属粉末以外にセラミックス等の粉末を混合して、成形及び焼結することが可能になれば、従来にな

い高強度の粉末複合材料を製造する可能性が期待できる。

そこで本研究では、その予備的研究として、各種金属粉末の圧密及び成形によりどの程度の高密度化が達成されるかを検討する。

2 摩擦押し出し成形の原理

図1に摩擦押し出し成形による薄肉缶の加工原理を示す。コンテナ内に挿入した中実素材を、ポンチとアンビルポンチとの間で加圧してコンテナ内壁に高面圧で押し付けた、いわゆる固着摩擦の状態ではポンチとアンビルポンチを同時に押し下げ、コンテナ内面に働く摩擦せん断力 F_c を利用してポンチ頭部とコンテナの間隙より素材を流出させ、底付き薄肉缶を成形する。素材とコンテナの相対すべりが無く円缶側壁部が形成されるため、理想的には成形高さ h は、ポンチ行程 S に一致することになる。摩擦力を最大限に活用するため、摩擦せん断応力を素材のせん断降伏応力と同程度まで高め、固着摩擦の状態ではコンテナ駆動速度とほぼ同じ速度で素材を流出させることが重要である。

この成形法での、コンテナ壁部近傍での大きなせん断変形により、重ね板界面同士の圧着、圧接あるいは粉末成形の高密度化が生ずる可能性が期待できる。

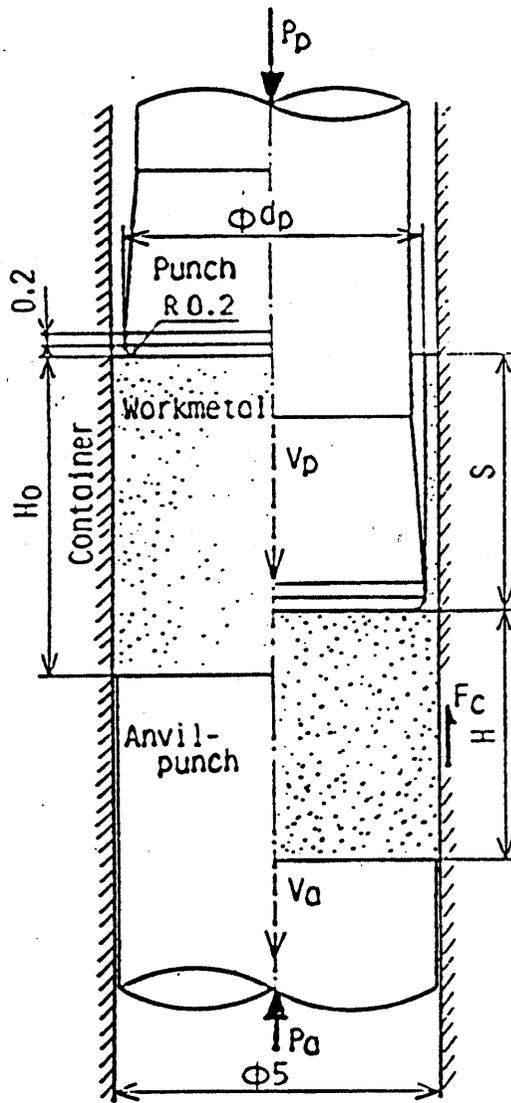


図 1 摩擦押し出し成形の加工原理

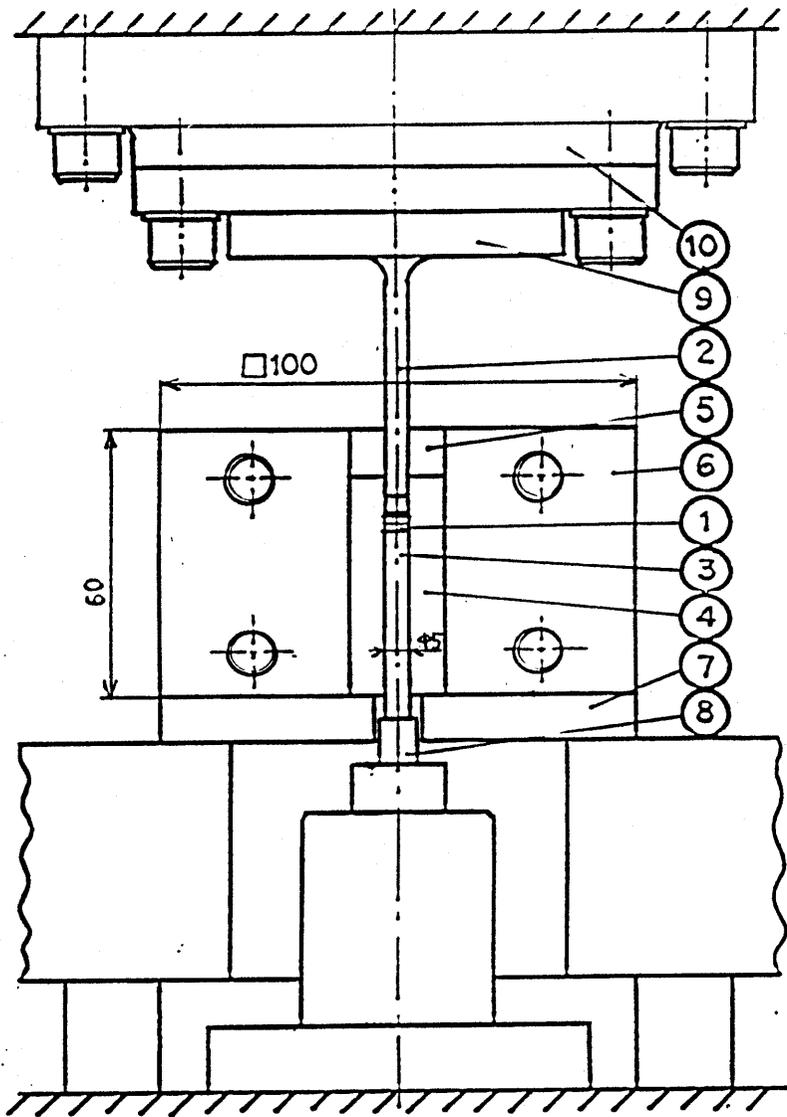
3 重ね板の摩擦押し出し成形の実験方法

3-1 実験装置

図2に摩擦押し出し成形の実験装置を示す。コンテナ内径 $d_c = 5 \text{ mm}$ 、ポンチ径 $d_p = 4.735 \text{ mm}$ で、断面減少率は $Re = 90\%$ で一定とした。装置はダイセットに組み込まれ、油圧プレス（最大荷重約 10^2 kN ）によって負荷される。アンビルポンチの対向荷重は手動油圧ラム（最大荷重約 50 kN ）によって負荷されるが、その荷重 P はその油圧回路のリリーフバルブによって調整される。

ポンチ及びコンテナは超硬合金製（JISV4トーカロイG6）を用いた。ポンチ頭部における焼付き発生を抑制するため素材の相対すべりをできるだけ少なくする必要がある。そのため、平頭ポンチを用いポンチ頭部の丸味 $R = 0.2 \text{ mm}$ と小さくした。また、その表面粗さ $R_{\max} \approx 0.6 \mu\text{m}$ 以下にラップしたものをを用いた。

油圧プレス及び手動油圧ラムの圧力は、機械に付属した圧力計に表示され、ポンチの移動距離は、ダイセットに取り付けたダイヤルゲージにより測定される。実験に用いた油圧プレス、手動油圧ラムの油圧計の表示と荷重の校正線図を図3に示した。



- ① 試料 ② パンチ ③ アンビルパンチ ④ コンテナ
 ⑤ パンチガイド ⑥ コンテナ締めわく ⑦ 基板
 ⑧ アンビルパンチ支え ⑨ パンチホルダ ⑩ 圧力板

図 2 実験装置組立図

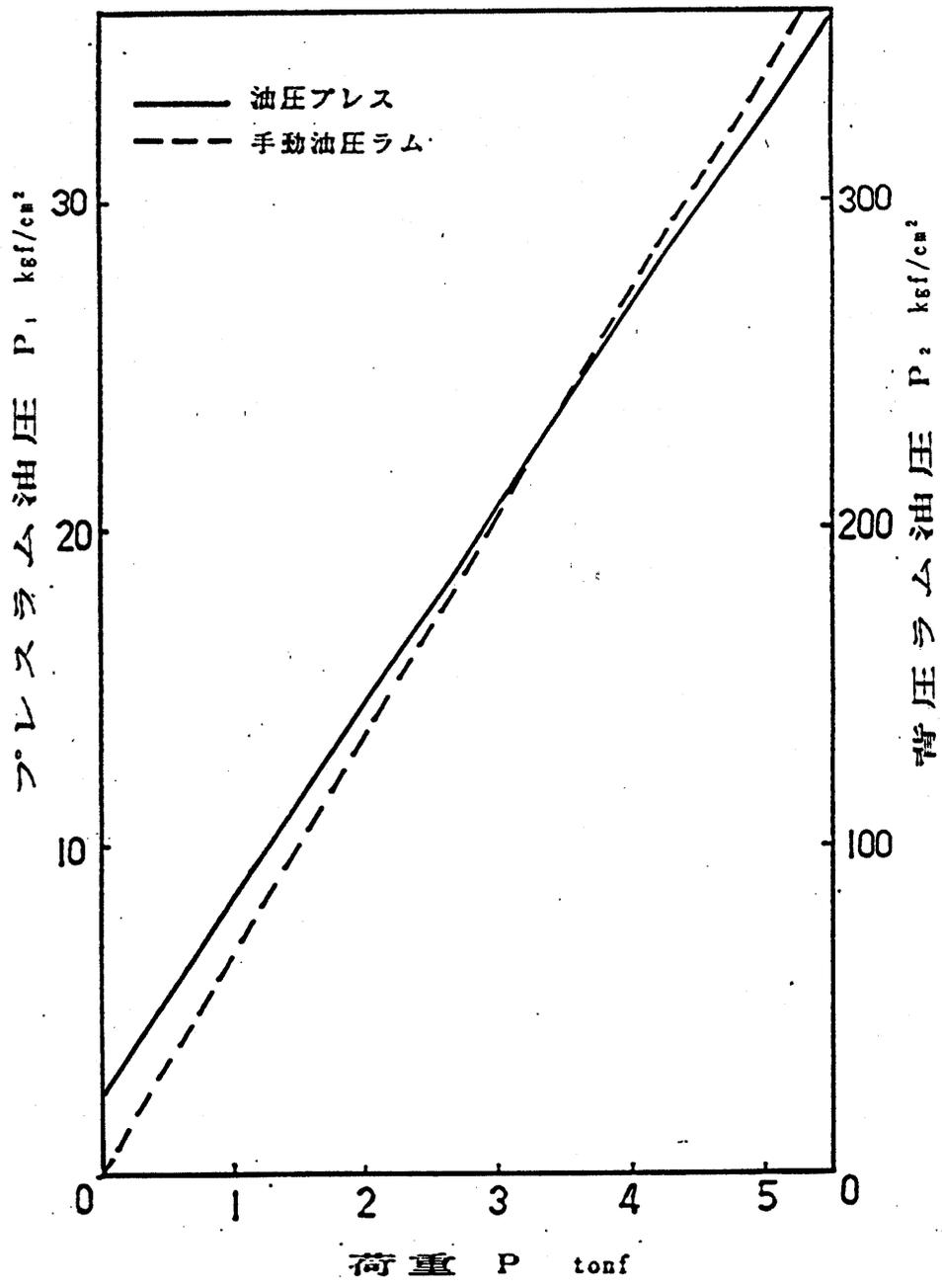


図 3 油圧プレスおよび手動油圧ラムと荷重の関係

3 - 2 供試素材及び実験条件

供試素材には表 1 に示す 4 種類の金属板（厚さ 1 mm）を用いた。試験片は素材から直径 5 mm に旋削した。

摩擦押出し成形は、コンテナ内面と素材側面間が固着摩擦状態での加工が有効であるため、コンテナ内面と素材をトルエンにて脱脂洗浄した無潤滑状態とした。但し、ポンチ面のみ二硫化モリブデン潤滑剤を塗布した。

成形時のポンチ速度は、ごく低速（約 0.1 mm/s）とした。

表 1 供試素材

供試素材	F 値	n 値
工業用純アルミニウム A1050	152 MPa	0.28
工業用純銅 C1100	407	0.21
軟鋼 SPCC	575	0.21
チタン TP35C	569	0.15

3 - 3 摩擦押出し成形の実験手順

摩擦押出し成形の実験は、以下の手順で行った。

- 1 試験片を用いず、ポンチとアンビルポンチを軽く接触させ、図 2 に示すように装置を組む。その後手動油圧ラムのリリーフバルブを閉じ、アンビルポンチを固定

する。

- 2 保護板を取り付け、ポンチを下げる。油圧プレスのリリーフバルブにより、所定の圧力に調整する。
- 3 油圧プレスを停止させ装置を分解した後に、試験片、コンテナ内面をトルエンにて脱脂洗浄し、ポンチ面にステアリン酸亜鉛を塗布する。
- 4 ポンチと試験片上面が軽く接触するように、隙間なく重ねた試験片を装填し装置を組む。
- 5 保護板とダイヤルゲージを取付け、ダイヤルゲージの値を読み取る。ポンチを下げ、手動油圧ラムによりポンチ速度を調節する。
- 6 ポンチを下げ終えた後、停止させポンチ行程 S を読み取る。装置を分解して製品を取出す。
- 7 製品の、内側素材深さ h_i 及び外側素材深さ h_o を測定する。

4 金属粉末の圧密及び成形の実験方法

4-1 実験装置

粉末圧密及び後方押し出し成形の場合、図 2 に示す摩擦押し出し装置において基板⑦のかわりに、焼入れ圧板を挿入しアンビルポンチを固定した。圧密は、図 4 に示すようにポンチ径を $d_p = 5 \text{ mm}$ とし、密閉型内で行った。圧密後の成形は、摩擦押し出し及び後方押し出しにより、ポンチ径を $d_p = 4.735 \text{ mm}$ で、断面減少率 $Re = 90\%$ として行った。

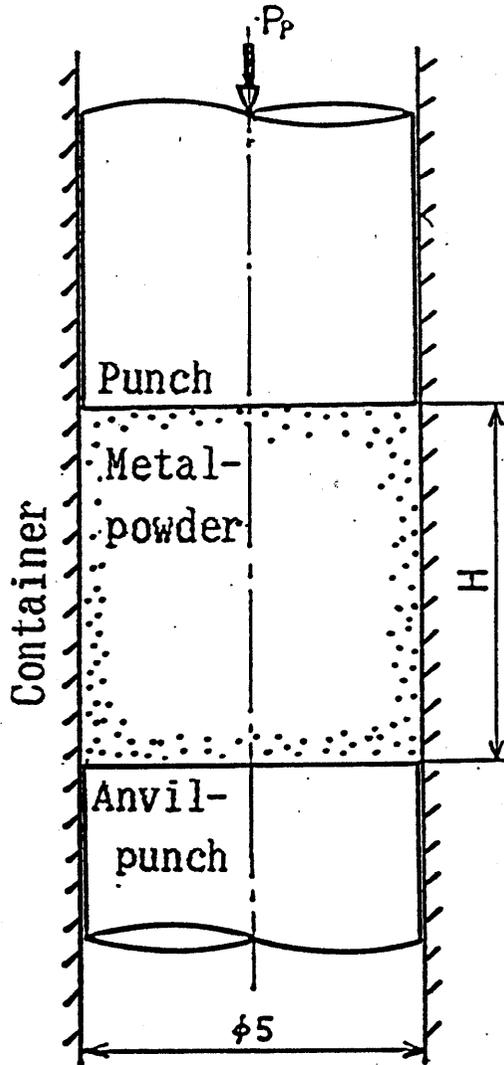


図 4 圧密の加工主要部

4 - 2 供試素材及び実験条件

供試素材に表 2 に示す 5 種類の金属粉末を用いた。いずれも粉末の粒径は 100~150 メッシュである。金属粉末は、圧密後の密度を真密度と仮定した場合の成形高さが $h \approx 5 \text{ mm}$ となるように、電子天秤により重さを測定して、圧密を行った。

圧密工程では、金属粉末の型面摩擦を小さくし材料流れを良好にするため、コンテナ内面とポンチ面にステアリン酸亜鉛を塗布した潤滑状態とした。但し、摩擦押出しに用いた圧密素材は、固着摩擦を利用するため、コンテナ内面とポンチ面をトルエンにて脱脂洗浄した無潤滑状態で作製した。

圧密後の成形は、断面減少率 $Re = 90\%$ で、後方押出し及び摩擦押出しを行った。この場合の成形面圧は後方押出し場合には 1000 MPa 、摩擦押出しの場合には 700 MPa とした。

表 2 供試金属粉末

供試金属粉末	Mesh数
アルミニウム粉末	150
銅粉末	100
電解鉄粉	100
アトマイズ鉄粉	100
チタン粉末	100
ステンレス粉末	100

4 - 3 粉末圧密の実験手順

粉末圧密は以下の手順で行った。

- 1 摩擦押出し成形の実験に同じ。
- 2 //
- 3 油圧プレスを停止させ装置を分解した後、コンテナ内面とポンチ面にステアリン酸亜鉛を塗布し、ポンチとアンビルポンチとの間に金属粉末試料を充填する。
- 4 保護板とダイヤルゲージを取り付けた後、ダイヤルゲージの値を読み取り、ポンチを下げる。
- 5 ポンチを下げ終えた後、停止させポンチ行程 S を読み取る。装置を分解して製品を取出す。
- 6 マイクロメーターにより、圧密素材の直径と成形高さ

を測定し、電子天秤により、重さを測定して密度を算出する。

一方、圧密の摩擦押し出し成形の実験手順は、重ね板の摩擦押し出し成形に順じ、後方押し出しの場合はアンビルポンチを固定して行った。

5 各種金属重ね板の摩擦押し出し成形

図5に、成形品のスケッチをしめす。成形高さは内材を h_i 、外材を h_o とし、成形高さ比を $H_i = h_i/S$ 、または $H_o = h_o/S$ と定義する。但し、 S はポンチ行程である。

5-1 アルミニウム-銅の組合せの場合

図6は、摩擦押し出し成形によりアルミニウムと銅の重ね板を成形した場合のポンチ面圧と成形高さ比の関係を示したものである。(a)に示すように内側素材を、銅にした場合にはポンチ面圧 $P_m \approx 1.5 \text{ GPa}$ 以上で成形高さ比 $H_i \approx 1$ 、 $H_o \approx 0.7$ となり、ほぼ適正に成形されることがわかる。これに対して、(b)に示すようにアルミニウムを内材にした場合には $P_m \approx 1.5 \text{ GPa}$ 以上で銅により側壁部の形成が生ずる時には既にアルミニウムでは $H_i \approx 1.2$ 以上となっている。これは内材のアルミニウムの変形抵抗が小さいため、銅が成形される前に後方押し出し変形により側壁部が形成されたためと考えられる。一方、ポン

チ面圧が低い場合には、相対すべりが生じ高摩擦せん断力が得られず、金属界面間に圧接が生じない未完成品となった。

図7は、アルミニウムと銅の3層の重ね板を用いた場合の結果を示す。(a)に示すように、アルミニウム-銅-アルミニウムの重ね合わせの場合には、ポンチ側にある変形抵抗の小さなアルミニウムでは後方押出しが生じ、ポンチ面圧 $P_m \approx 2.0 \text{ GPa}$ で成形高さ比は内材で $H_i \approx 1.4$ 、中材で $H_m \approx 1.0$ 、外材で $H_o \approx 0.6$ となり一応3層の側壁が形成されているが、十分な成形高さを得られるとは言えない。一方、(b)に示すように銅-アルミニウム-銅の場合には、ポンチ面圧 $P_m \approx 2.0 \text{ GPa}$ で成形高さ比 $H_i \approx 1.0$ 、 $H_m \approx 0.8$ 、 $H_o \approx 0$ となり外材の銅は全く成形されないことがわかる。

以上のように、2枚の重ね板の摩擦押出し成形の場合には内側に外側よりも大きな変形抵抗を持った素材を使用することが有効であることがわかる。そこで、以下の実験では、このような素材選択に従って2枚重ね板の摩擦押出し成形を行った。

5 - 2 軟鋼 - 銅の組合せの場合

図8は内材を軟鋼、外材を銅とした場合の結果を示す。ポンチ面圧の増加に伴い成形高さ比は顕著に増加し、ポンチ面圧 $P_m \approx 2.4 \text{ GPa}$ で $H_i \approx 0.7$ が得られる。ただしこれ

以上のポンチ面圧 $P_m \approx 2.5 \text{ GPa}$ 以上では、軟鋼の側壁部が破断したものが成形された。これは、軟鋼と銅の変形抵抗の差異により両者の界面の高摩擦力により軟鋼が引張り破壊を生じたためと考えられる。

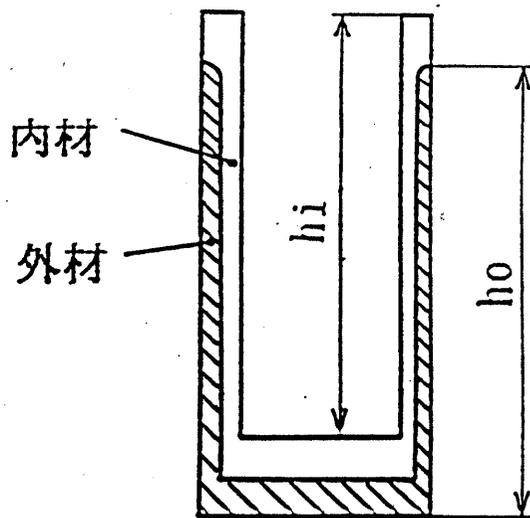
既報で示したように、軟鋼単材でも摩擦押出し成形によってのみ、断面減少率 $Re = 90\%$ の缶の成形が可能となったもので、その面圧は、 $P_m \approx 2.3 \text{ GPa}$ であり、図 8 の場合とほぼ同程度となっている。

5 - 3 チタン - 銅の組合せの場合

図 9 は外材を銅、内材をチタンとした場合の結果を示す。軟鋼 - 銅の時と同様に面圧増加に伴い成形高さ比が増加し、 $P_m \approx 2.4 \text{ GPa}$ で、 $H_i \approx 0.7$, $H_o \approx 0.5$ が得られる。本実験に用いたチタンと軟鋼の変形抵抗がほぼ等しいため、同様の成形条件で成形が可能になったものと考えられる。

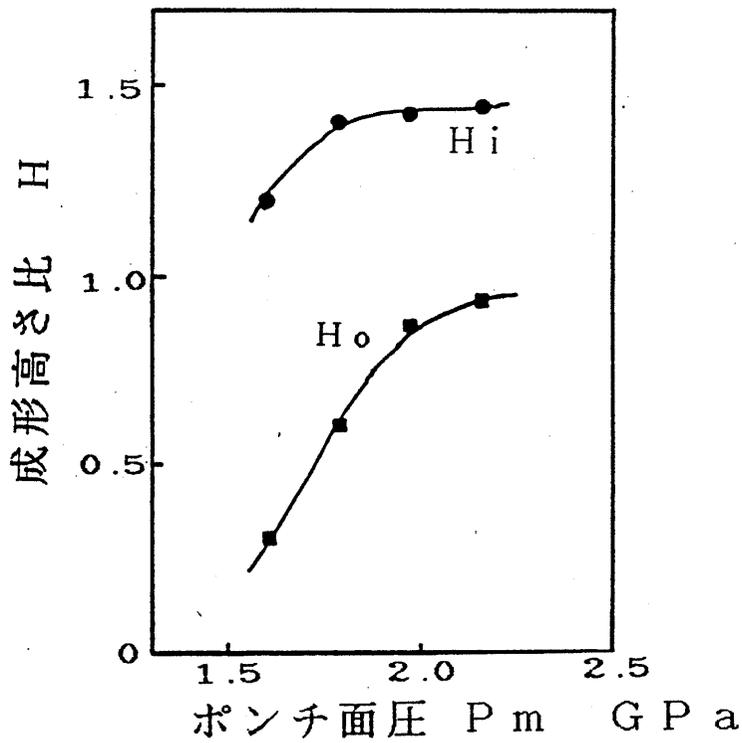
5 - 4 軟鋼 - チタンの組合せの場合

図 10 は外材をチタン、内材を軟鋼とした場合の結果である。ポンチ面圧 $P_m \approx 2.0 \text{ GPa}$ で軟鋼は、 $H_i \approx 0.7$ に達しているものの、チタンでは $H_o \approx 0.35$ と比較的低い値を示している。軟鋼とチタンの変形抵抗がほぼ等しいにもかかわらず、チタンの成形高さが低くなる理由は不明で、今後検討したい。

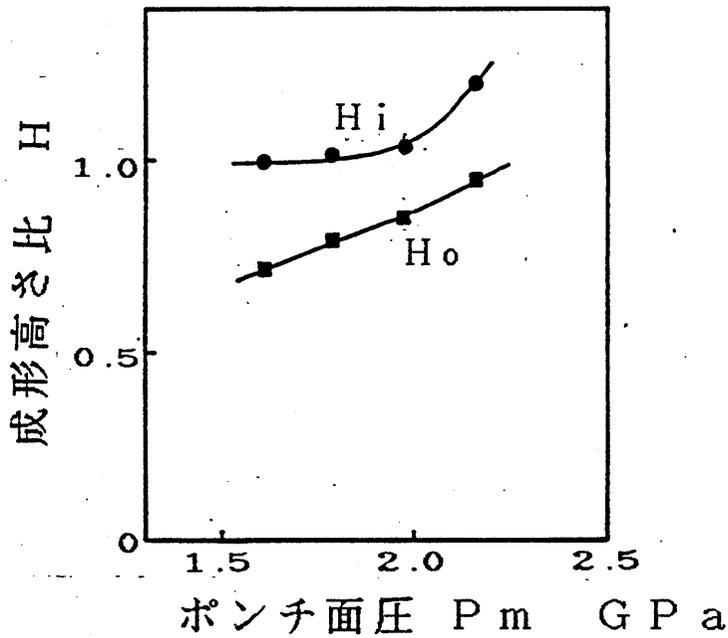


成形高さ比 内材 $H_i = h_i / s$
 外材 $H_o = h_o / s$
 S : 成形高さ

図 5 製品の成形高さ

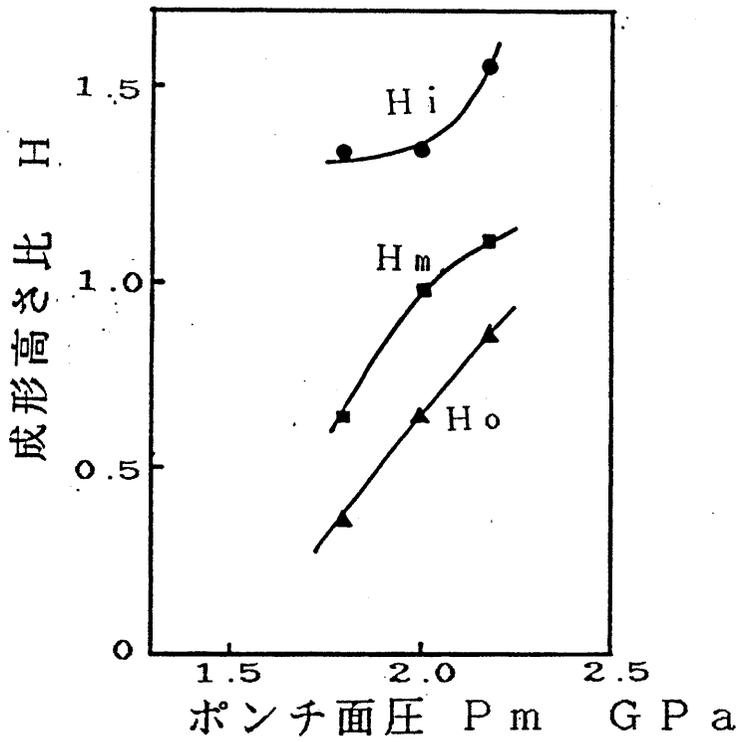


(a) 内材アルミニウム-外材銅の場合

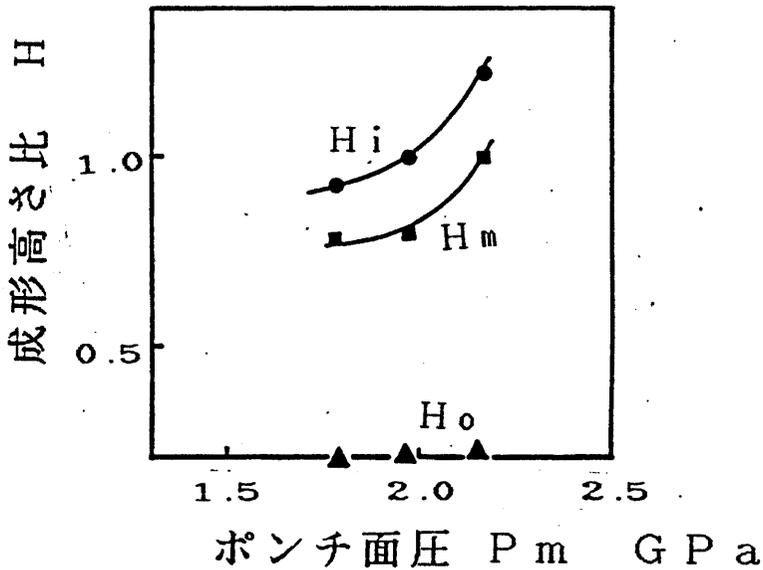


(b) 内材銅-外材アルミニウムの場合

図6 ポンチ面圧に対する成形高さ比



(a) 内材アルミニウム－中材銅
－外材アルミニウムの場合



(b) 内材銅－中材アルミニウム
－外材銅の場合
図7 ポンチ面圧に対する成形高さ比

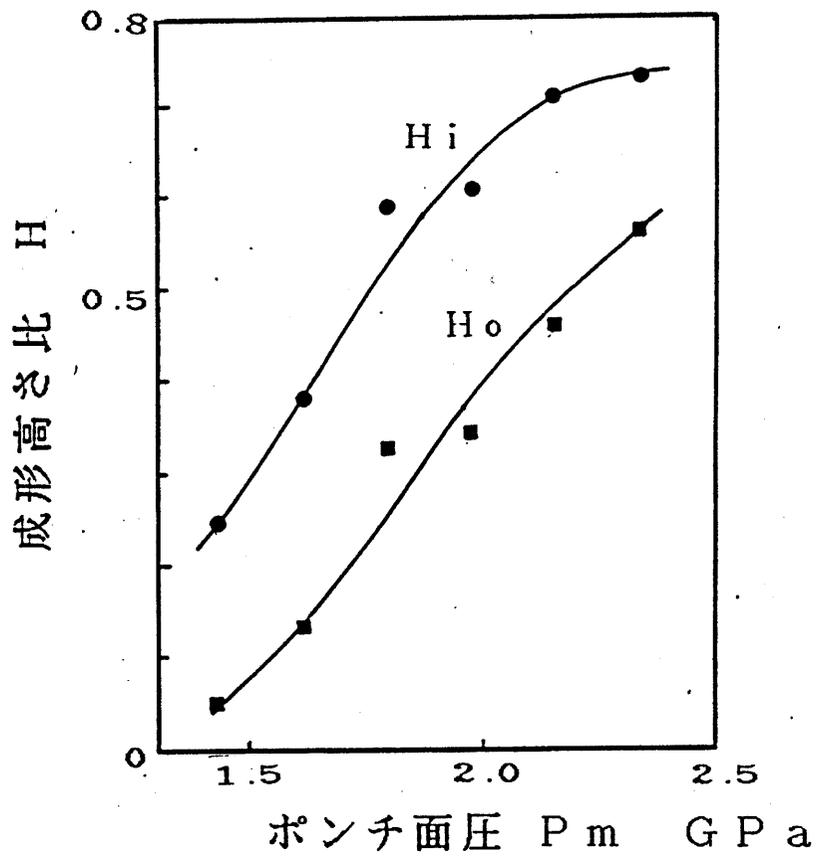


図8 内材軟鋼－外材銅における
ポンチ面圧に対する成形高さ比

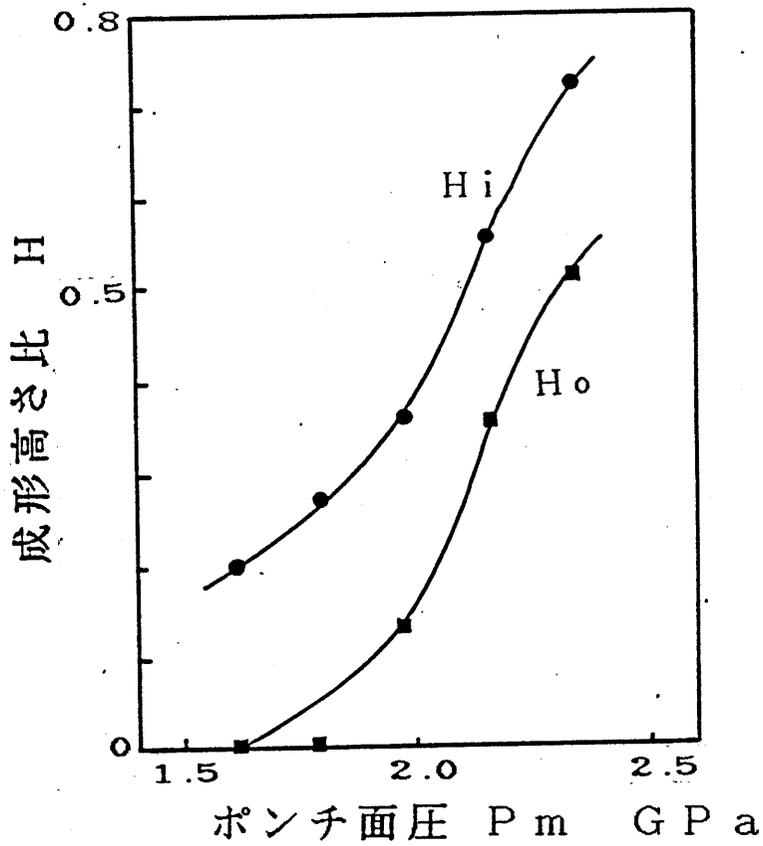


図9 内材チタン-外材銅における
 ポンチ面圧に対する成形高さ比

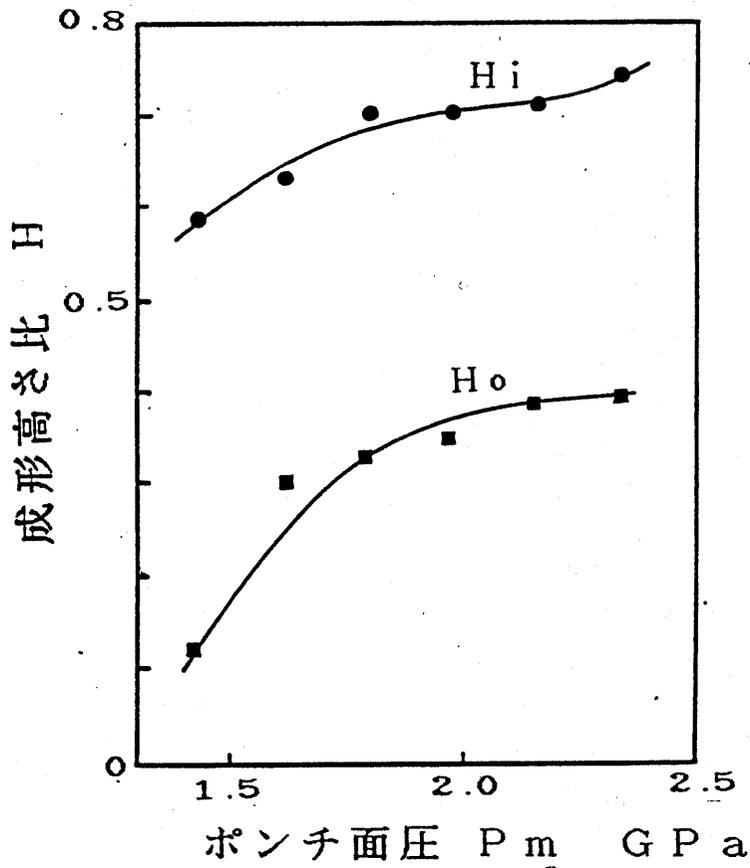


図10 内材軟鋼-外材チタンにおける
 ポンチ面圧に対する成形高さ比

6 各種金属粉末の圧密及び成形

粉末素材から製品を製造する方法には図11に示すような方法が考えられる。(1)粉末冶金は、圧密成形によりほぼ製品に近い形状に成形した後、焼結により製品強度を発現させる方法である。この方法は高材料歩留まり、高寸法精度、少ない加工工程という特長を持っているが、一般に粉末焼結材ではその内部にある程度の空孔が残留しており、その機械的諸性質に対して材料密度が大きく関与してくる。なかでも靱性に対する空孔の影響が大きく、高靱性な焼結品を得るためには、圧密密度を真密度近くまでに高めると同時に、密度分布を均一にするような工夫が必要である。

(2)焼結鍛造は、プリフォームといわれる製品の形状に近い圧密成形を行い、このプリフォームを温間または熱間鍛造することにより、圧密成形時の空孔を圧縮し閉塞するとともに拡散接合を生じさせる方法である。鍛造によりかなりの高密度化が達成されるが、温熱間状態の加工であるため、表面酸化や寸法精度の低下等の問題が残る。(3)の方法は、円柱や板のような圧密素材を焼結した後、塑性加工により高密度化と高強度化を達成しようとするものである。冷間塑性加工でも、大きな塑性変形を与えることにより、焼結品中の空孔の閉塞と冷間圧接の効果が期待できる。(4)の方法は、円柱や板のような圧密素材を冷間で塑性加工した後、焼結する方法である。

冷間での大きな塑性変形により高密度化が得られ、焼結時の拡散接合による高強度化が達成される。また高密度成形品を焼結するため、焼結による収縮が少なく、高精度の製品が得られることが期待できる。また異種材料の混合粉末の圧密および塑性加工が可能になれば、高強度複合材料の製品が得られる可能性が期待できる。

本研究では、高寸法精度で高密度品を得るためには、密度を高めながら成形するという(4)の方法が有効であると考え、各種金属粉末の圧密及び成形について予備的検討を行う。

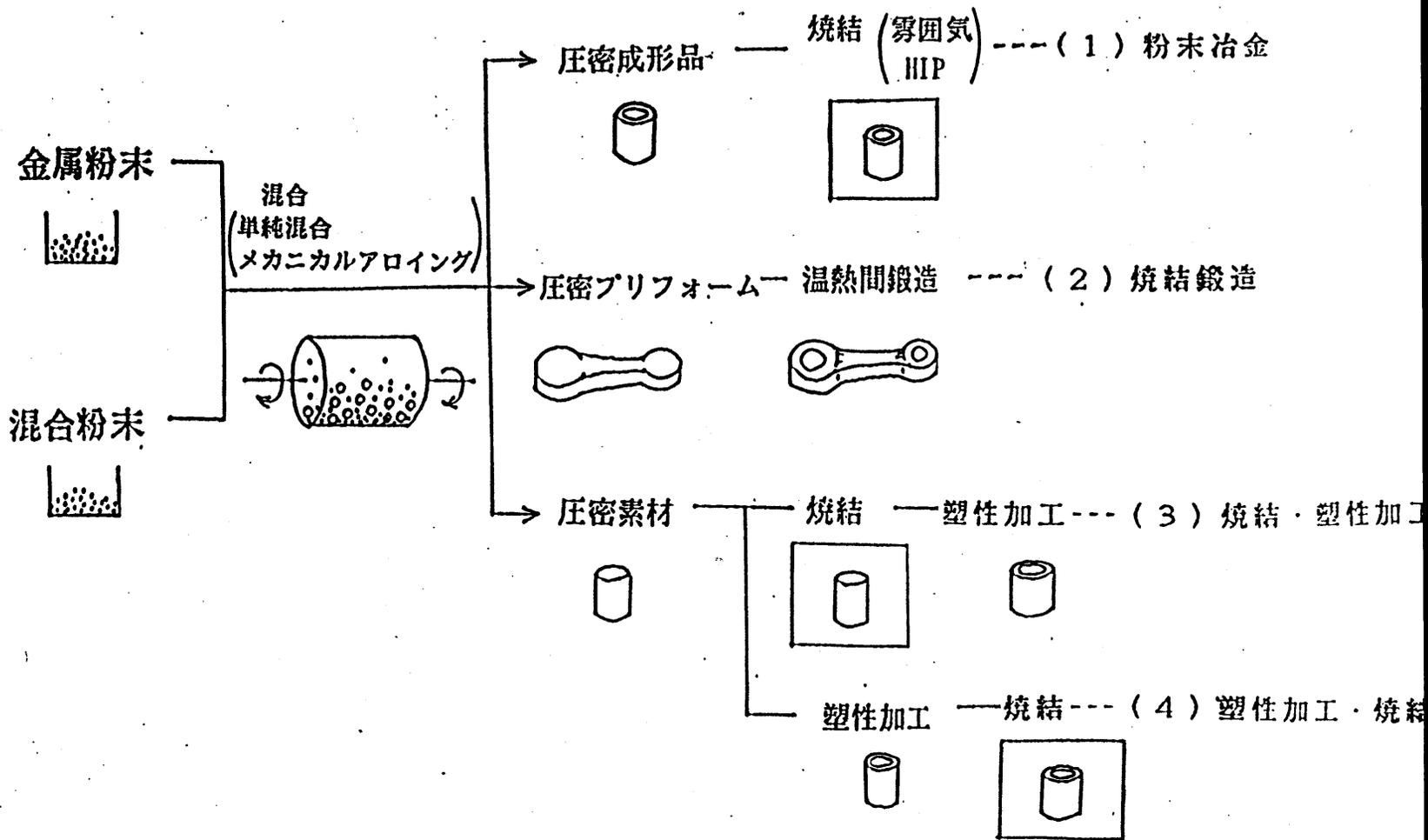


図 11 粉末成形による金属基複合材料の成形法の分類

6 - 1 円柱素材の圧密

粉末圧密は、以下の5種類の金属粉末について行った。

6 - 1 - 1 アルミニウム粉末

図12はアルミニウム粉末を圧密した場合のポンチ面圧と相対密度の関係を示したものである。型面はステアリン酸亜鉛で潤滑した。ポンチ面圧 $P_m \approx 400\text{MPa}$ で相対密度約95%となり、かなり高密度まで圧密されることが分かる。これは、アルミニウム粉末は粉末粒子が軟質で、容易に粉末粒子間の圧着が生じるためと考えられる。

6 - 1 - 2 銅粉末

図13は、銅粉末を圧密した場合の、(a)潤滑条件下及び(b)無潤滑条件下での結果を示す。潤滑状態ではポンチ面圧とともに圧密密度が上昇し $P_m \approx 1000\text{MPa}$ で相対密度約95%に達しているが、無潤滑の状態では相対密度は約84%と低くなっている。壁面の潤滑により密度が上昇し、さらに圧密密度のばらつきが小さくなっていることが確認された。

6 - 1 - 3 電解鉄粉

図14に、電解鉄粉を潤滑条件下で圧密した場合の結果を示す。アルミニウムおよび銅粉末の場合と同様に、ポンチ面圧の増加に伴い密度は増加している。ポンチ面圧 $P_m \approx 1050\text{MPa}$ で相対密度約93%の圧密が得られることがわかる。

6 - 1 - 4 アトマイズ鉄粉

図 15 に、アトマイズ鉄粉を圧密した場合の結果を示す。電解鉄粉の場合と同様の結果が得られ、ポンチ面圧 $P_m \approx 1050 \text{MPa}$ で相対密度約 93% となる。

6 - 1 - 5 チタン粉末

図 16 に、チタン粉末を圧密した場合の結果を示す。ポンチ面圧 $P_m \approx 1000 \text{MPa}$ で相対密度約 94% となり、電解鉄粉、アトマイズ鉄粉と同様の結果が得られた。さらに面圧を高めれば $P_m \approx 1800 \text{MPa}$ で密度 96% が得られることがわかる。

6 - 1 - 6 ステンレス粉末

図 17 に、ステンレス粉末を圧密した場合の結果を示す。ポンチ面圧 $P_m \approx 1500 \text{MPa}$ で相対密度約 90% となり、鉄粉の場合より圧密が困難となることがわかる。これは、ステンレス自身の変形抵抗が本来鉄粉より高く、より大きな面圧を加えないと粉末の塑性変形が生じないためと考えられる。

以上の結果からわかるように、金属粉末の圧密では、真密度に近づくにつれ面圧を高めても密度上昇は困難になる。また加圧面圧を一定にすると金属粉末の種類によって到達密度に大きな差が生じている。これは、各金属粉末の変形抵抗の差によるもので、アルミニウムのような軟質金属粉末では低面圧でも高密度の圧密が得られ、ステンレスのような硬質金属粉末では、高密度を達成す

るのは困難であるという結果になる。

圧密密度を高めるには加工面圧を上昇させれば良いが、密度が飽和段階にあるような過大な加圧力での圧密は、加工硬化とスプリングバック量の増加による圧密素材自身の割れを生じたり、型の破壊をもたらすことになる。さらに、加工面圧の増大によりコンテナへの凝着、型の摩耗等、できるだけ加工面圧を低く抑えたい要因が多く、そのため、少ない加工面圧で高密度が得られる圧縮性の良好な粉末が期待される。

潤滑剤については、コンテナ内面にステアリン酸亜鉛を塗布した結果、粉末とコンテナ内面との摩擦力が低減され、ばらつきの少ない、より高密度の圧密が成形でき、さらに圧密内の密度の均一化が促進されていることがわかった。密度の不均一は、強度の不均一を生むだけでなく、焼結時の収縮の不均一を生み寸法精度を落とすことにもなる、さらに密度差の大きい場合には、不均等なスプリングバックを生じ脆弱な圧密は割れを生じてしまうため、圧密にとって潤滑は重要な要素と考えられる。しかし、通常の粉末冶金のように、金属粉末中に固体潤滑材を混合して成形すると潤滑剤は後の焼結工程で焼失し、焼結部品中に多くの空孔を残すことになり最終的な密度を下げることになる。そこで、型面のみ潤滑して圧密成形することが望ましい。

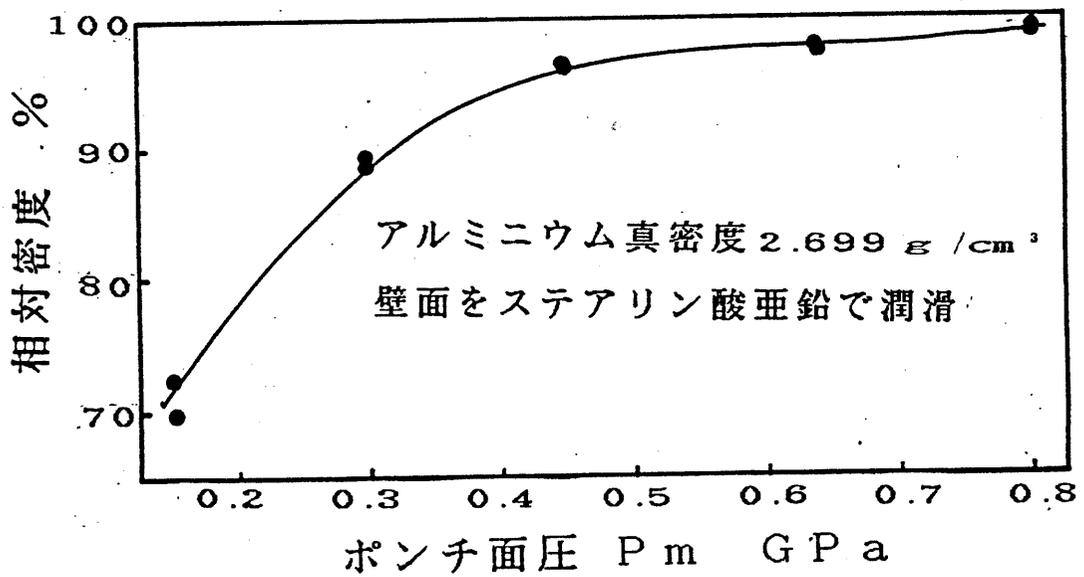
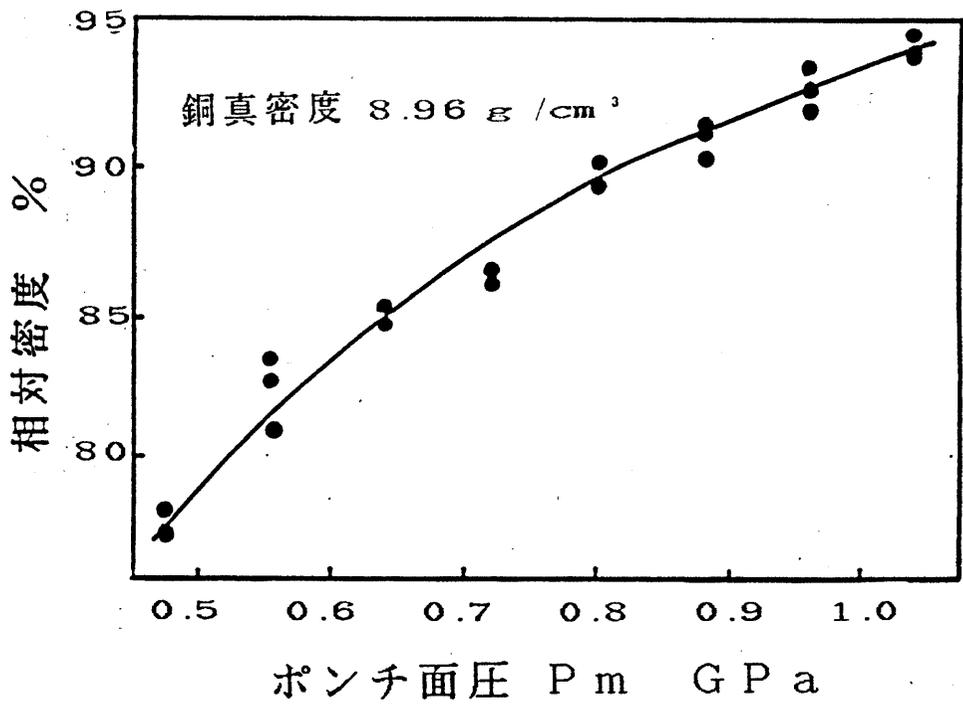
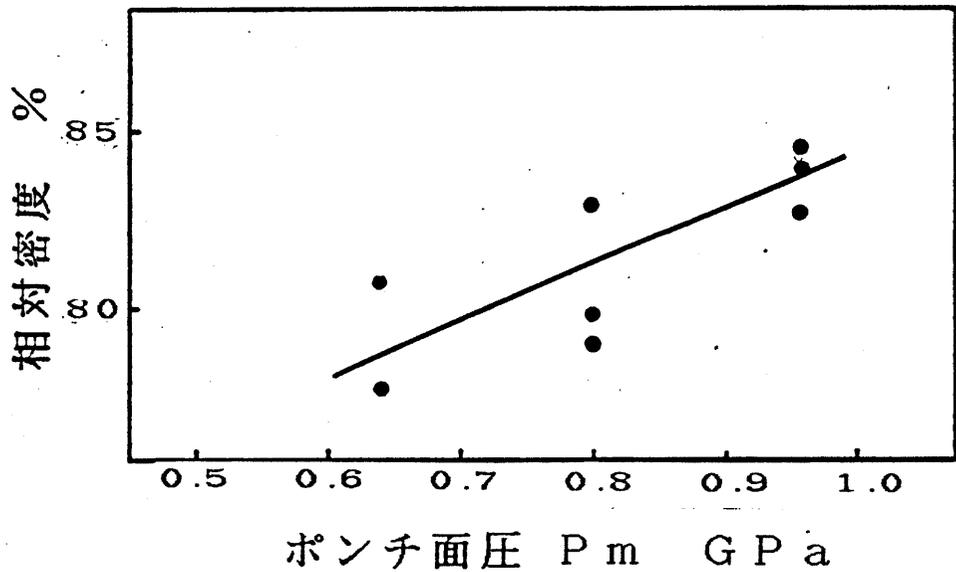


図12 アルミニウム粉末のポンチ面圧
 に対する圧密密度



(a) 壁面をステアリン酸亜鉛で潤滑した場合



(b) 壁面が無潤滑の場合

図13 銅粉末のポンチ面圧に対する圧密密度

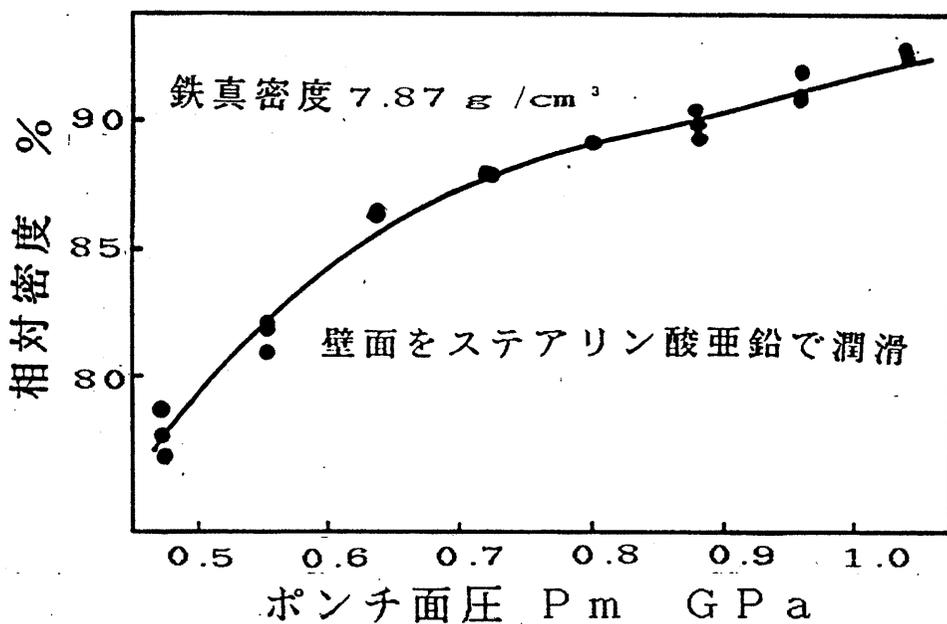


図14 電解鉄粉のポンチ面圧に対する圧密密度

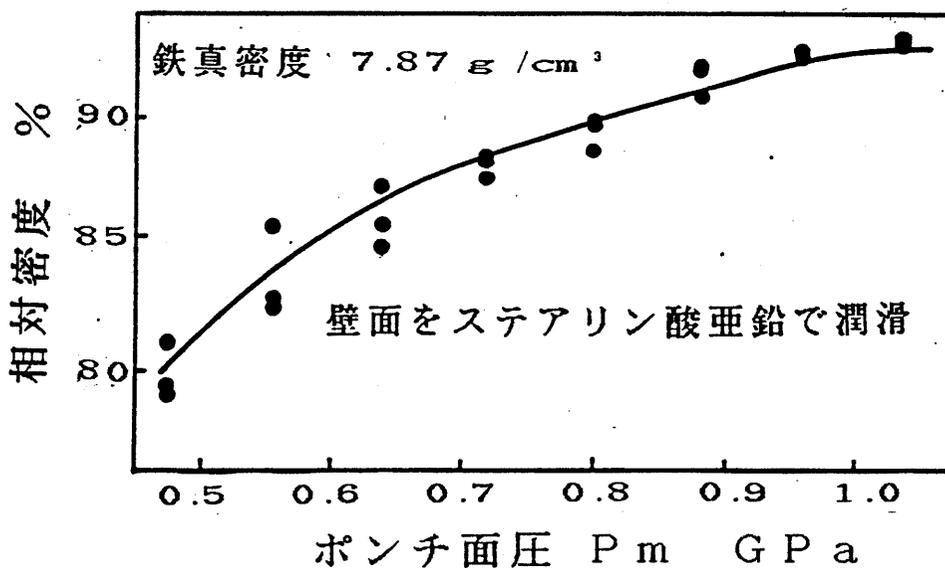


図15 アトマイズ鉄粉のポンチ面圧
に対する圧密密度

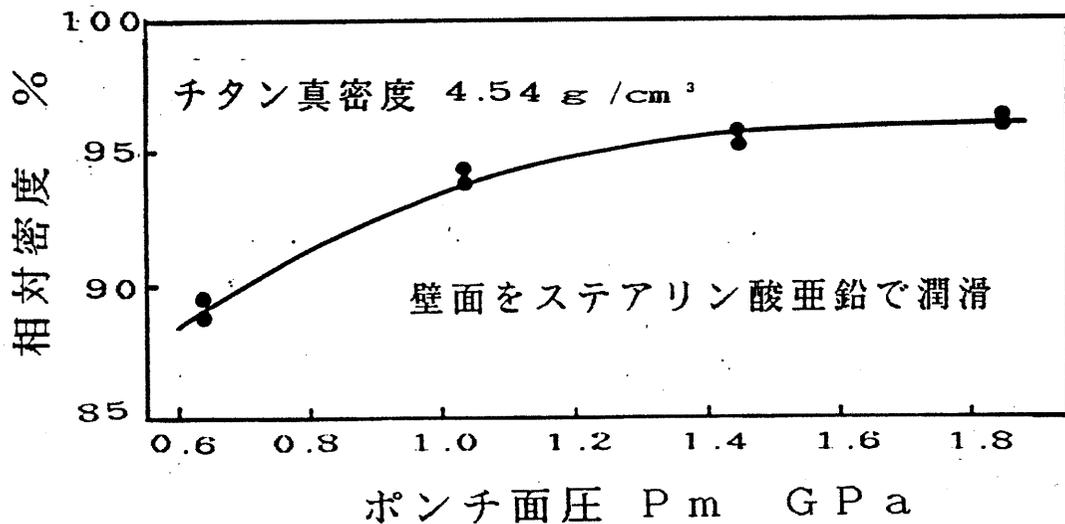


図16 チタン粉末のポンチ面圧
に対する圧密密度

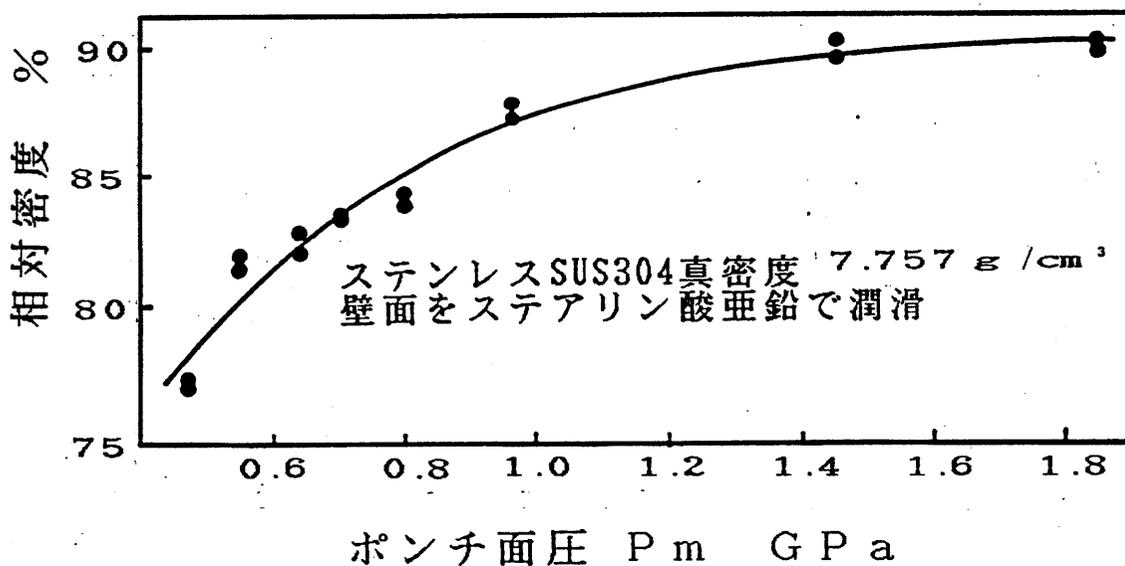


図17 ステンレス粉末のポンチ面圧
に対する圧密密度

6 - 2 缶の成形

6 - 2 - 1 後方押し出し成形

図18は、アルミニウム粉末の円柱圧密素材を断面減少率 $Re = 90\%$ 、ポンチ面圧 $P_m = 1000\text{MPa}$ で、後方押し出しによって成形した場合の成形前と成形後の相対密度の関係を示したものである。いずれの場合も、ポンチ行程 $S \approx 3\text{mm}$ とした。成形前の相対密度 $80 \sim 98\%$ いずれの場合にも、成形後の密度が 95% 以上になり十分な密度上昇が達成されることがわかる。しかし、成形前の相対密度 70% 以下では圧密中の粒子間の圧着が不足しているため、成形時に圧密素材が崩れてしまい成形不可能であった。

6 - 2 - 2 摩擦押し出し成形

図19は、ポンチ面圧 $P_m = 700\text{MPa}$ で摩擦押し出し成形をした場合である。使用したアルミニウム圧密は、固着摩擦を利用するため無潤滑条件下で圧密されたものである。圧密密度約 80% 以下では圧密下端部が圧着不足により崩れてしまったため、圧密密度がほぼ均一と考えられる高密度約 98% の圧密を使用した。成形後の相対密度も約 98% となっている。ただし、ポンチ行程は $S \approx 7\text{mm}$ で、この時の成形高さ比は $H \approx 1.0$ であった。このことから、無潤滑条件下で、 90% 程度以上の密度で均一な圧密素材を作ることができれば、後方押し出しより低いポンチ面圧で摩擦押し出し成形が可能になることがわかる。

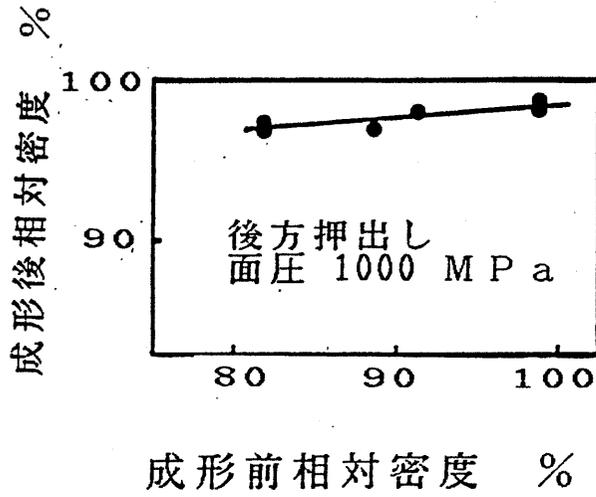


図18 アルミニウム圧密素材の成形における相対密度の変化

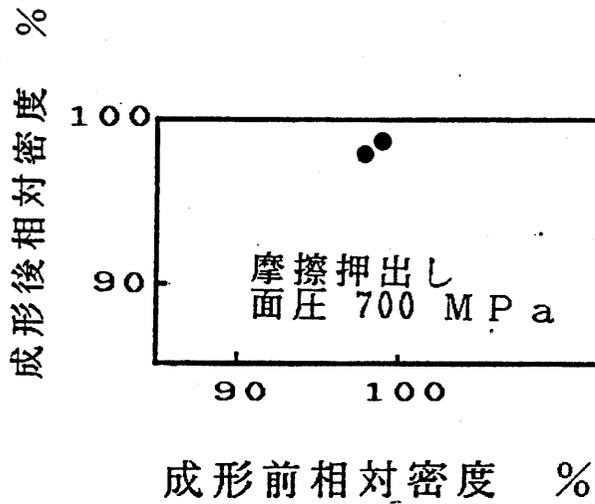


図19 アルミニウム圧密素材の成形における相対密度の変化

6 結言

本研究室で開発した摩擦押出しの成形原理に基づき、異種の重ね合わせ金属板を用いて断面減少率 $Re = 90\%$ の底付き薄肉缶の成形実験を行った。その結果異種金属重ね板の摩擦押出し成形の場合

- (1) 摩擦せん断力により大きなせん断変形がおこり、後方押出しでは不可能な、変形抵抗の大きな金属の薄肉缶成形ができた。
- (2) ポンチ面圧の増加に伴い成形高さ比は増加した。但し、ポンチ側の内側素材を外側素材に比べ、より大きな変形抵抗を示す素材とした場合に摩擦押出しに有利であることが確認された。

金属粉末の圧密成形の場合

- (1) 型面のみ潤滑により、粉末とコンテナ内面との摩擦力が低減され、ばらつきの少ない、より高密度の圧密が成形でき、さらに圧密内の密度の均一化が促進されていることが確認された。
- (2) 相対密度 80% 以上の円柱圧密素材を用いれば、冷間塑性加工により薄肉缶の成形が実現できた。

という結論が得られ、摩擦押出し成形は複合材料の成形に有効に活用できる可能性が示唆された。

参考文献

- (1) 中村. 機論. 53-486. (1987). 482
- (2) 中村. 機論. 53-486. (1987). 488
- (3) 中村. 塑性と加工. 28-319. (1987). 783
- (4) 中川. 粉末成形技術の進歩. 日本鉄鋼協会
(1982). 148
- (5) 粉末冶金用鉄粉 K I P 技術資料.
川崎製鉄株式会社. (1970)

II . アルミニウム粉末の摩擦 押出しによる薄板の成形

1. 緒言

押出しによる塑性加工では素材に対し一度に大きな塑性加工を与えることが可能であり、所定の形状、断面をもった製品を能率良く生産することができる。しかし、工具および機械の剛性や強度の問題から冷間押出しにおいて鋼などの変形抵抗の大きな材料では、押出し比が大きくなると加工面圧が顕著に高まるため、そのような製品を作ることは容易ではない。本研究室では摩擦力を活用した摩擦押出し加工法の提案を行った。(1)(2)(3)(4) 材料と工具の間の摩擦力は加工力を増大させる方向に作用するため、通常、潤滑などによって摩擦力の低減をはかっている。これに対し、摩擦押出しでは、摩擦力を加工力の一部として有効に活用するため、慣用の押出しに比べて、きわめて低い面圧で成形可能になる。したがって変形抵抗の大きな材料でもきわめて大きな押出し比の変形を与えることが可能になる。

最近、粉末素材から種々の方式で製品を製造する方法が見直されている。図1において、粉末冶金は、最近実用化されている方式で圧密成形によりほぼ製品に近い形状まで成形した後、焼結により製品強度を発現させる方法である。この方法は材料歩留まりが高く、素材から少

ない加工行程で成形できるという特徴をもっている。しかし、一般に粉末焼結材ではその内部にある程度の空孔の影響が大きく、高靱性な焼結品を得るためには圧密密度を真密度近くまでに高めると同時に、密度分布を均一にするような工夫が必要である。(2) 焼結鍛造は、プリフォームといわれる製品の形状に近い圧密成形を行い、このプリフォームを温間または熱間鍛造することにより、圧密成形時の空孔を圧縮し閉塞するとともに拡散接合を生じさせる方法である。鍛造によりかなりの高密度化が達成されるが、温熱間状態の加工であるため、表面酸化や寸法精度の低下等の問題が残る。(3) および(4)の方法は、ブロック状の圧密素材を直接、塑性加工することにより、高密度化と高強度化を達成しようとするものである。冷間塑性加工でも、大きな塑性変形を与えることにより、圧密素材中の空孔の閉塞と冷間圧接の効果が期待できる。(3)の方法では成形前に焼結するのに対し(4)の方法では成形、必要に応じて焼結する方法である。冷間での大きな塑性変形により高密度化が得られるため、焼結時の拡散接合によるより一層の高強度化が達成されるものと考えられる。さらに、高密度成形品を焼結するため、焼結による収縮が少なく、高精度の製品が得られることが期待できる。

本研究では、高寸法精度、高密度および高強度の製品を得る方法として、(4)の密度を高めながら成形する

という方法が最も有効であると考え、アルミニウム粉末を用いて本研究室で開発した摩擦押出しにより直接、冷間でする方法について検討する。

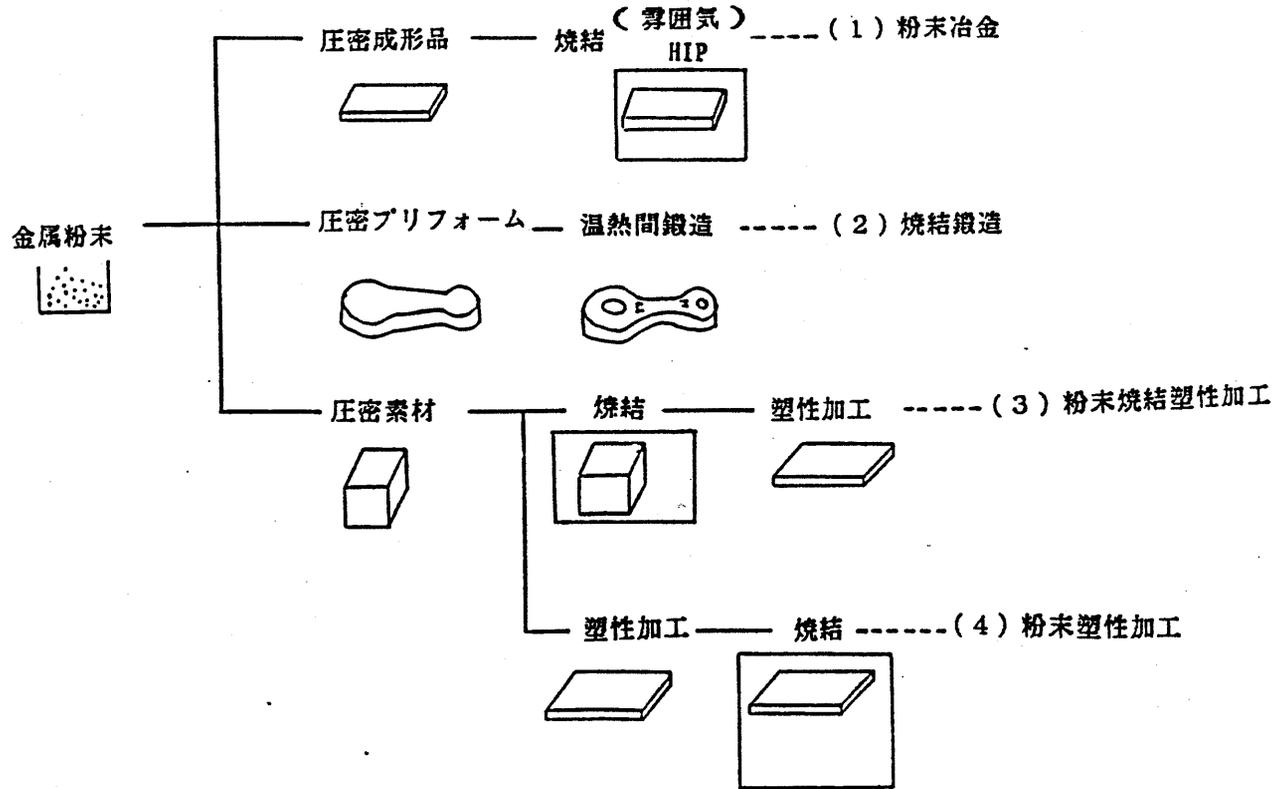


図 1 粉末成形による金属材料の成形法の分類

2. 摩擦押出しによる粉末素材から薄の成形原理

2-1. 摩擦押出しによる薄板の成形原理

図2-aに摩擦押出しによる薄板の成形原理を示す。

粉末素材1をコンテナ中に充填し、加圧ブロック7を介してパンチ面圧を負荷する。粉末素材1はコンテナ5中でパンチ4の下面とアンビル2の上面の間で圧密される。所定のパンチ面圧を負荷したままアンビルを横押しラムによって水平に駆動すると、アンビル工具面の摩擦力によって素材はダイス孔とアンビルの間隙から流出し、薄板1aが形成される。図2-bに示したように圧密しただけの素材には完全な真密度まで達しないため空隙が存在するが、アンビル面近傍における高面圧下での厳しいせん断変形を受けると空隙が冷間圧接され真密度に近い密度が達成される。そのため成形された製品強度は冷間成形によって顕著に高まると考えられる。

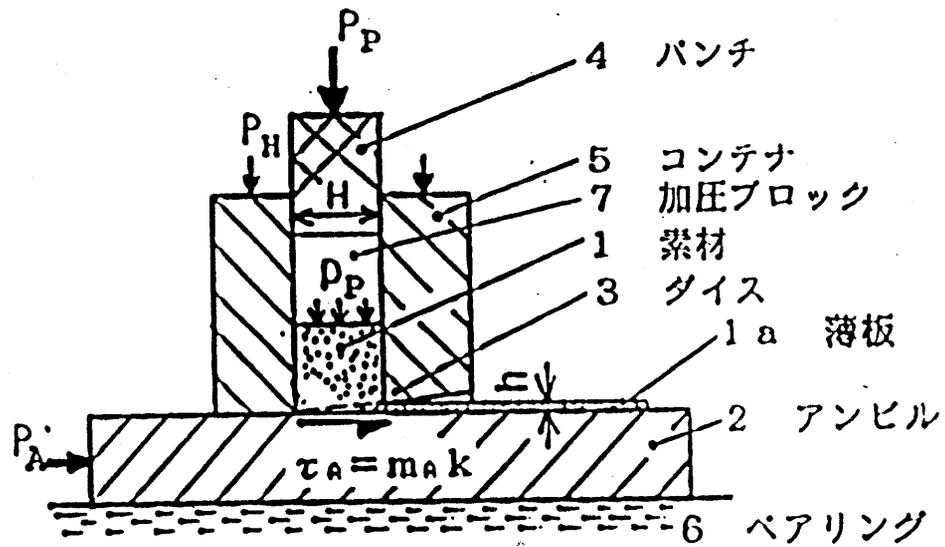


図 2 - a 粉末素材の摩擦押出しによる薄板の成形原理

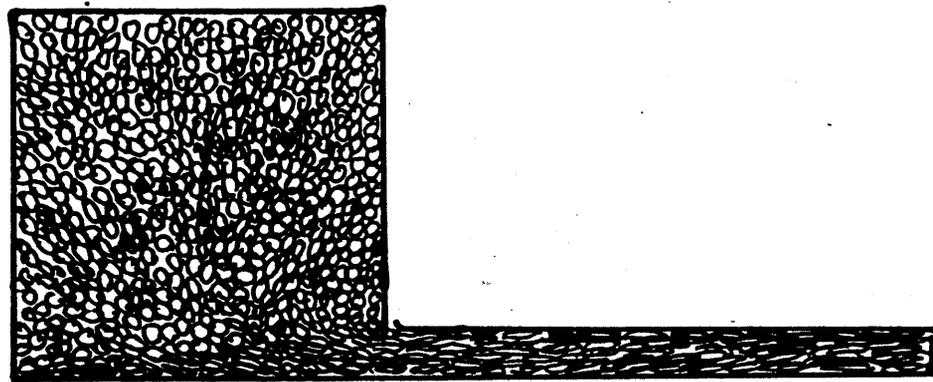


図 2 - b 粉末素材摩擦押出しにおける薄板の組織モデル図

2-2 上界法による加工面圧の推定

摩擦押出しでは図3(a)に示すように、パンチ面 \overline{AD} によって圧下された素材は、アンビル上面 \overline{EC} の摩擦せん断応力 $\tau = m_A k$ (m_A はアンビル面の摩擦せん断係数、 k は素材のせん断降伏応力)によって、速度不連続線 \overline{BC} におけるせん断変形を受け、アンビルと同じ速度 $V_A = V_F$ で流出すると仮定する。この場合の hodograph は (b) のように示される。個々で、 V_S は速度不連続線を表す。

素材のエネルギー消費率 \dot{W}_i は、領域 $ABCD$ 内の速度不連続線 BC のせん断変形仕事率及び \overline{AB} 、 \overline{CD} 面の摩擦仕事率 \dot{W}_c (ただし摩擦せん断応力は $\tau_c = m_c k$ で表されると仮定する)の和である。すなわち、

$$\dot{W}_i = k \sqrt{H^2 + h^2} V_S + 2 m_c k L_c V_P \quad (1)$$

一方、外部仕事率 \dot{W}_e はパンチ面圧 P_P による仕事率 \dot{W}_P とアンビル上面 \overline{EC} の摩擦せん断応力 $\tau_A = m_A k$ による仕事率 \dot{W}_A の和である。すなわち、

$$\dot{W}_e = P_P H V_P + m_A k H V_F \quad (2)$$

内部仕事率 \dot{W}_i が外部仕事率 \dot{W}_e に等しいとして、

$$\dot{W}_i = \dot{W}_e \quad (3)$$

式(1)(2)を式(3)に代入すると、相対パンチ面圧 $P_P / 2k$ の上界値は次式のように得られる。

$$k\sqrt{H^2+h^2}V_S+2m_CkL_CV_P=P_PHV_P+m_AkHV_F \quad (4)$$

$$\begin{aligned} \frac{P_P}{2k} &= \frac{H^2+h^2}{2H} \frac{V_S}{V_P} + \frac{m_C L_C}{H} - \frac{m_A}{2} \frac{V_F}{h} \\ &= \frac{H^2+h^2}{2H} \frac{H^2+h^2}{h} + \frac{m_C L_C}{H} - \frac{m_A}{2} \frac{H}{h} \\ &= \frac{\left(\frac{H}{h}\right)^2+1}{2\left(\frac{H}{h}\right)} - \frac{m_A}{2} \left(\frac{H}{h}\right) + m_C \left(\frac{L_C}{H}\right) \end{aligned} \quad (5)$$

ここで、押し出し比は $R = H / h = V_F / V_P$ と表されるから、式(5)は次のようになる。

$$\frac{P_P}{2k} = \frac{R^2+1}{2R} - \left(\frac{H}{h}\right) + m_C \left(\frac{L_C}{H}\right) \quad (6)$$

ここで、 $m = 1$ 、 $L / H = 1$ と仮定すれば、

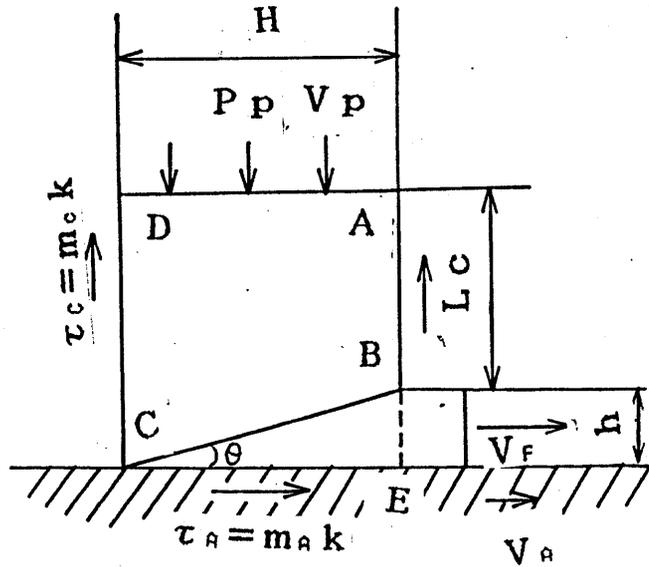
$$\frac{P_P}{2k} = \frac{R^2+1}{2R} - \frac{m_A}{2} R+1 \quad (7)$$

が得られる。

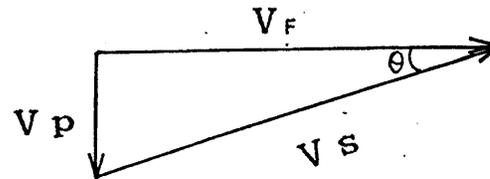
一方、慣用の側方押し出しの加工面圧は、次式で与えられる。

$$\frac{P_P}{2k} = 0.8+1.5\ln R \quad (8)$$

図4に式(7)及び式(8)の値を片対数グラフに実線及び破線で示す。摩擦押し出しの場合は、 $m_A = 1$ の時押し出し比 R の増加につれて $P_P / 2k = 1$ に漸減し、その他は、急増している。慣用の側方押し出しの場合は、ほぼ直線的に増加している。⁽⁵⁾



(a) 可変速度場

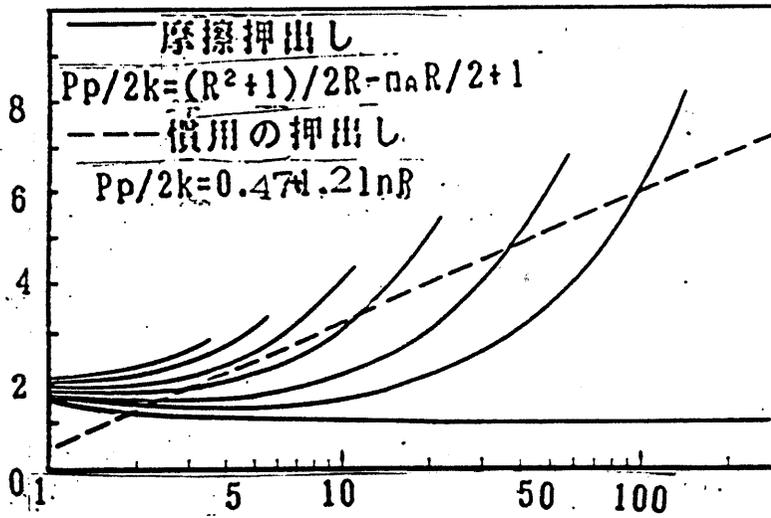


(b) ホドグラフ

$$R = H/h = V_F/V_p = \cot \theta$$

図3 摩擦押出しの可変速度場

相対パンチ面圧 $P_p / 2k$



押出し比 R

図 4 摩擦押出しにおける押出し比と相対パンチ面圧の関係

3. 実験方法

3-1. 実験装置

実験には図5(a)に示した多軸動油圧プレス(インナーラム最大荷重20トン、アウターラム15トン、横押しラム10トン)を用いた。図5(b)に組立図を示す。このプレスに図2の成形装置をセットした。パンチ荷重は、パンチ押し棒9を介して、インナーラムにより負荷した。成形中のコンテナは、アウターラムによって下部ダイホルダー12に押し付け固定される。アンビル荷重は、横押し棒を介して横押しラムにより負荷した。

コンテナは、超硬合金(V4)製のT字形と凸型の2組の組合せによって10mm*10mmの空間を作る割型構造にして、角隅部への応力集中を防いでいる。凸型の片方にはダイス出口間隙を設け、押出し比 $R = 5 \quad 10$
 $20 \quad 40 \quad 100 \quad 200$ と変更できるようにした。ダイス出口のベアリング部10の表面粗さ
 $R_{max} \cong 0.2 \mu\text{m}$ である。アンビルは超硬合金(V4)製でその表面粗さは $R_{max} \cong 0.37 \mu\text{m}$ である。

実験に用いた油圧プレスの、ひずみゲージを使って行った荷重検定の結果を図6に示した。

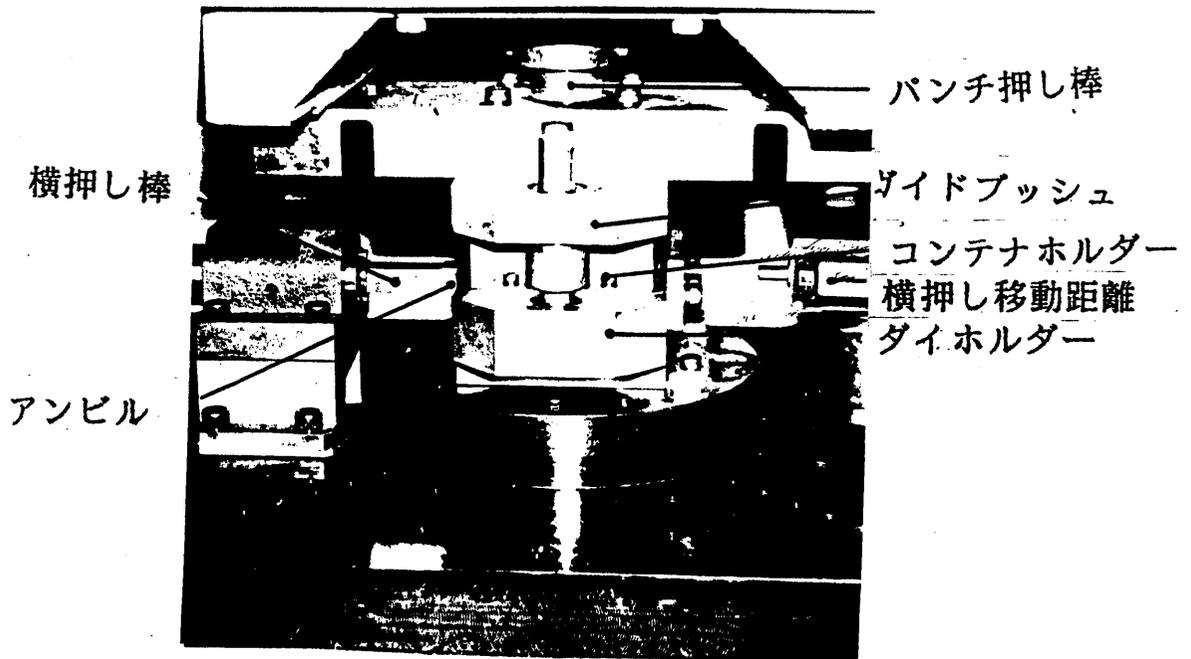
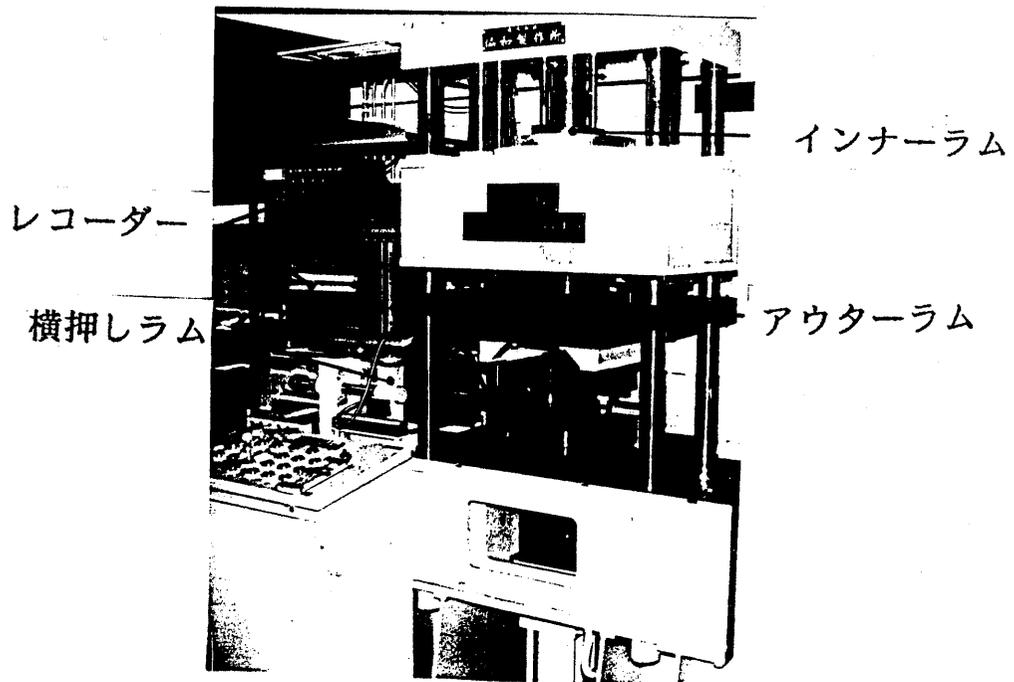


図5 (a) 多軸動油圧プレス的主要外観写真

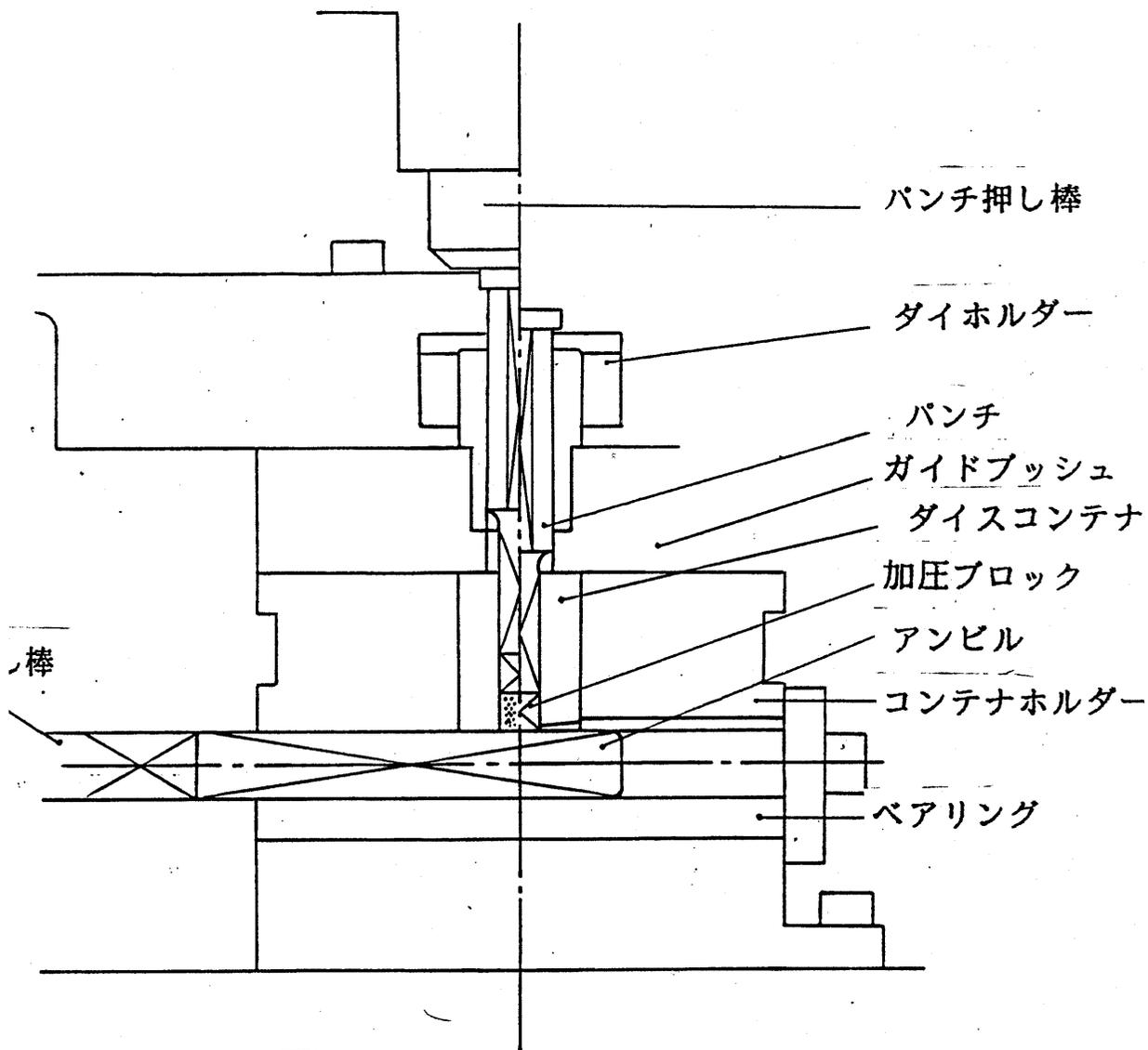
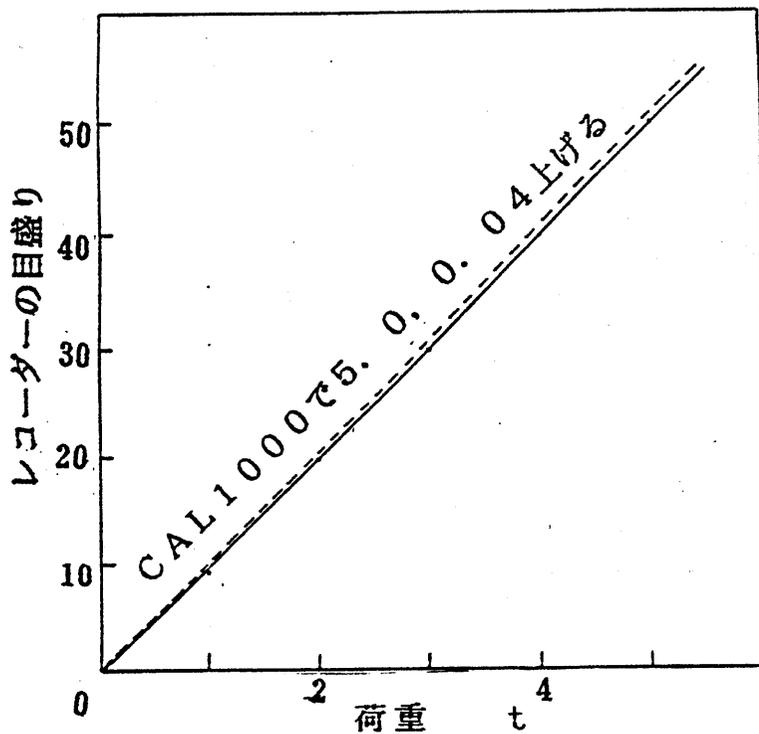
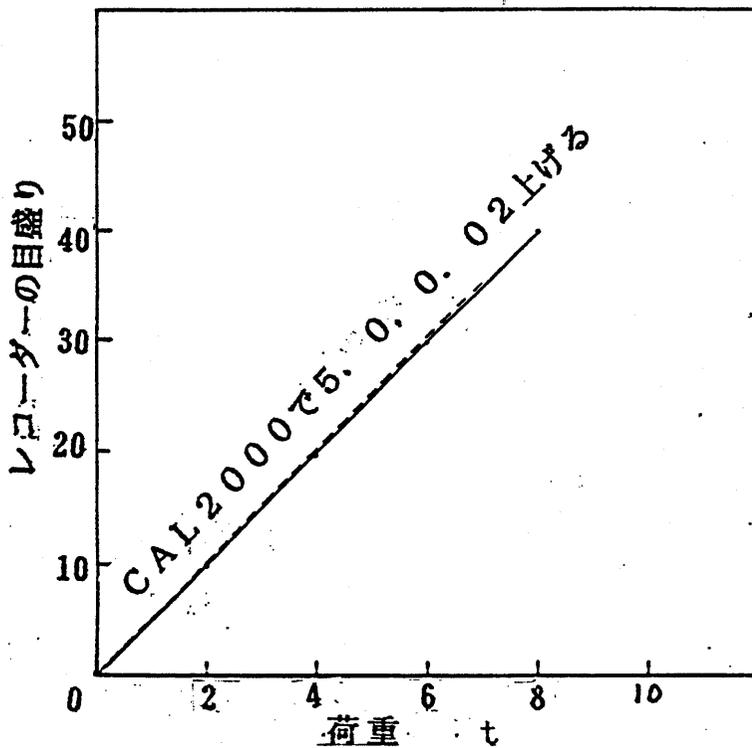


図 5 (b) 多軸動油圧プレス組立図



(a) インナー10t



(b) インナー20t

図6 多軸動油圧プレスの荷重検定

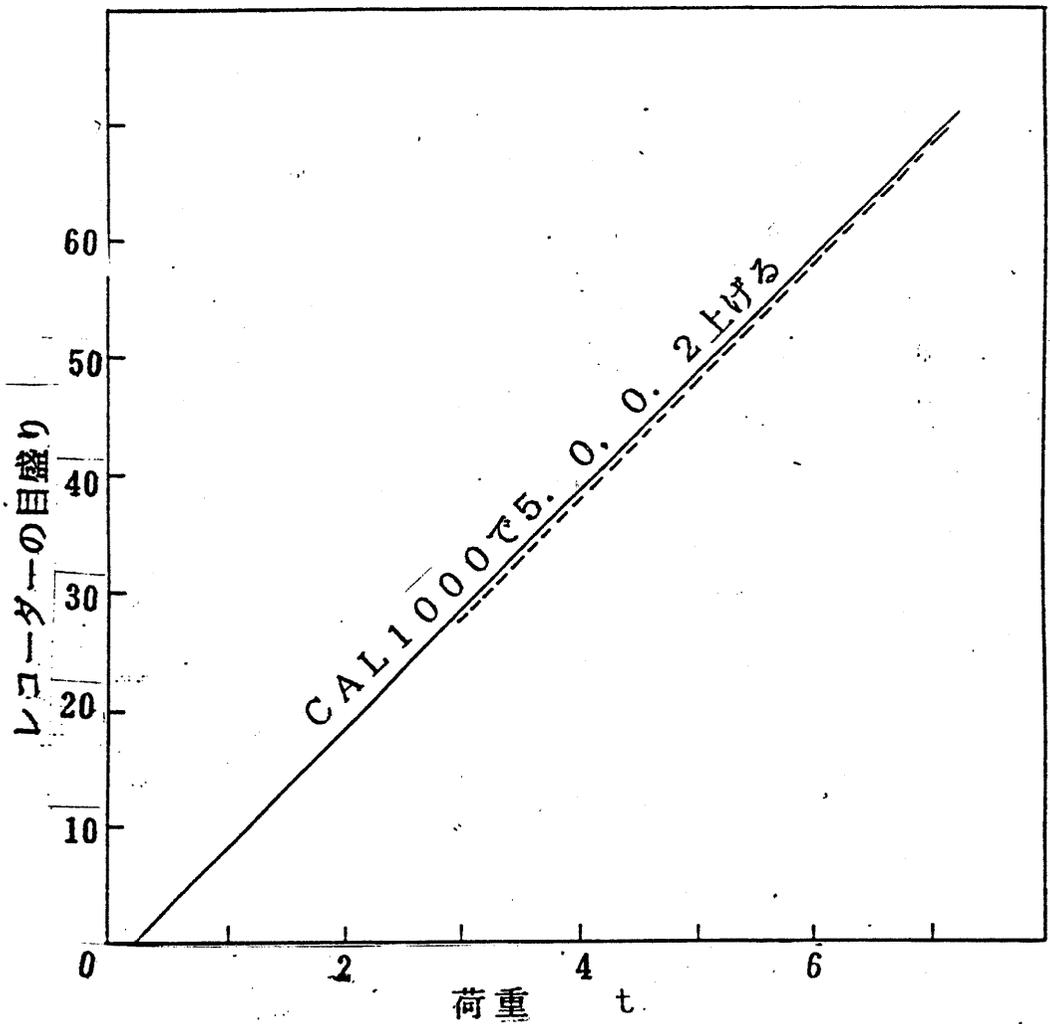
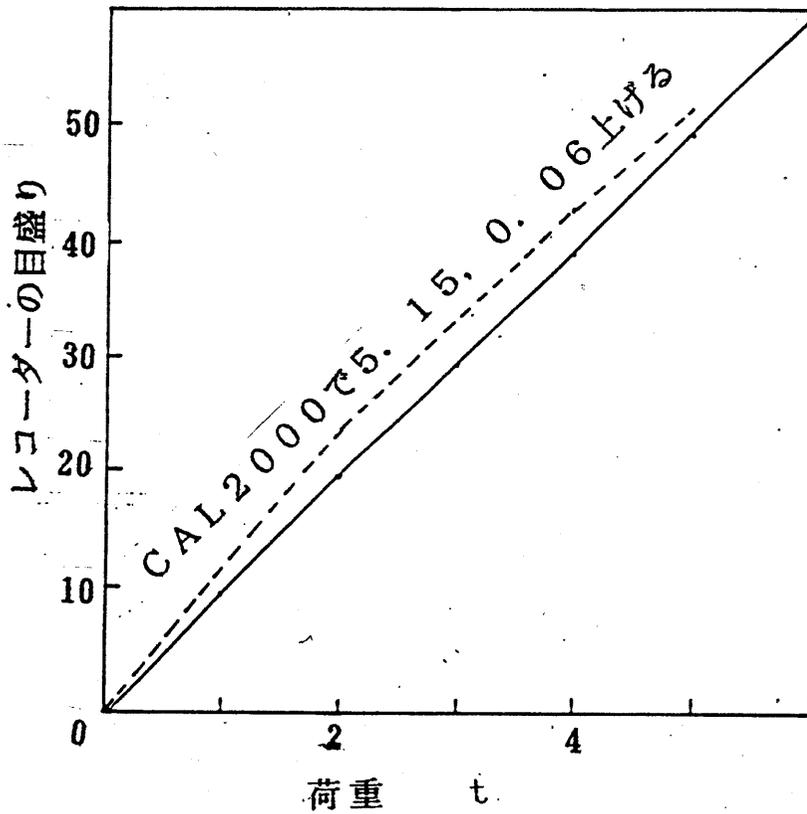


図6 多軸動油圧プレスの荷重検定



(d) 横押し10t

図6 多軸動油圧プレス荷重検定

3-2 供試素材及び実験条件

供試素材として表1に示す純アトマイズ法によって製造されたアルミニウム粉末A1 (At) 100を用いた。粒度は100メッシュである。金属粉末は圧密後の密度を真密度と仮定した場合に、表面10mm*10mm、成形高さが $h \approx 5$ mmのブロックが得られるように、電子天秤によって1.3499g測量しつねに一定の量の粉末を圧密成形した。

圧密行程では、金属粉末の型壁の面摩擦をできるだけ小さくし、圧密が生じるようにするため、コンテナ内面とパンチ面をステアリン酸亜鉛粉末で潤滑した。但し、摩擦押出しではアンビル面の固着摩擦を実現することが有利となる。アンビル工具面はトルエンにて脱脂洗浄した無潤滑状態とした。一方、アンビル下面の摺動面には二粒化モリブデンあるいはマシン油による潤滑とした。アンビル工具面の表面粗さは $R_{max} = 0.37 \mu\text{m}$ ($R_a = 0.044 \mu\text{m}$) である。

圧密後の摩擦押出し成形、押出し比 $R = 5, 10, 20, 40, 100, 200$ に変更して行った。アンビルの横押し速度は 0.26 mm/s である。表2に実験条件を示す。

表 1 粉末成分表

成分

成分	A l	S i	F e	C u
分析值	99.75	0.09	0.16	tr.
	M n	T i + V	OtherMtl	
	tr.	tr.	tr.	

2. 粒度

Lot No. Mesh (Wt)	+100	100 ~ 200
8922341	0.1	84.4
	200 ~ 350	-350
	12.6	2.9

表2 実験条件

(a) 工具

	材質	寸法	機械的性質	表面粗さRmax μm
割型ダイス	V4	10*30*40mm	HRA≒85	0.2
アンビル	V4	18*105*18mm	HRA≒85	0.2 (Ra≒0.044)

(b) 加工条件

素材	工業用純アルミニウム粉末Al (At) - 100 100メッシュ (100~150μm)	
押し比	5, 10, 20, 40, 100, 200,	
製品厚さ	2, 1, 0.5, 0.25, 0.1, 0.05mm	
面圧	0.1~1.0 GPa	
パンチ速度	0.02mm/s	
アンビル速度	0.26mm/s	
アンビル 移動距離	R = 5...10mm, R = 10...25mm, R = 20, 40, 100, 200.....40mm	
潤滑条件	コンテナ内面	ステアリン酸亜鉛
	アンビル摺動面	マシン油, 二硫化モリブデン

3-3 摩擦押出しの実験は以下の手順で行った。

(1) ダイスホルダーにT字型と凸型のダイスを組み合わせてセットし、ダイス内面にステアリン酸亜鉛を塗布する。アンビルを摺動面にはめ込み、その上にダイスセットを置き、アルミニウム粉末試料を充填する。その上から加圧ブロックを入れ、油圧プレスのアウターラムによりダイスセットに荷重6tをかけ固定する。

(2) パンチ押し棒を油圧プレスのインナーラムにセットし、パンチを必要な位置まで移動させる。

(3) パンチ速度を流量調整弁で調整したのち、所定のパンチ荷重を圧力調整弁でセットし、圧密する。

(4) その圧密荷重を促進したままの状態、横押しラムによりアンビルを駆動し摩擦押出しを行う。その際、アンビル駆動速度を流量調整弁で約0.26mm/sに調整する。パンチ荷重とアンビル荷重及びアンビルの移動距離はペンレコーダーにより記録される。

3-4 試験方法

(1) 密度測定法

薄板の単重量 W_1 を測定し、薄板を含油する。その後含油重量 W_2 、含油重量 W_3 を測定すると密度 ρ は次式から求められる。

$$\rho = \frac{W_1}{W_2 - W_3}$$

(2) 引張り試験法

引張り試験機はコンピュータ計測制御式精密万能試験機 (AGS-100A) を用いた。引張り試験片は規格通りにはつくられていない。

(3) 硬さ試験法

硬さ試験機はマイクロビッカース硬さ試験機を用いた。測定は薄板のアンビル面側の先端、中間、末端についてそれぞれ5回以上測定し、平均をとった。

(4) 表面粗さ測定法

表面粗さ測定機は触針式表面粗さ測定機を用いた。測定は薄板のダイス川とアンビル側の先端、中間、末端について中心線平均粗さ R_a と断面形状曲線の測定を行った。ここで R_{max} は薄板表面にキズがあるため測定できなかった。

3-5 焼結条件

粉末素材を圧密し引続き摩擦押出しによって成形した薄板を炉で 400°C 、2時間の焼結を行った。

4 成形条件の検討

4-1 粉末の圧密特性

図7はアルミニウム粉末を圧密した場合のパンチ面圧 P_p と相対密度 ρ/ρ_0 の関係を示したものである。型面はステアリン酸亜鉛で潤滑した。パンチ面圧 $P_p \approx 0.4\text{GPa}$ 以

上で相対密度約 $\rho / \rho_0 = 97\%$ 以上となり、かなり高密度まで圧密されることが分かる。これは、アルミニウム粉末は軟質で、容易に粉末粒子が変形し易いためと考えられる。しかし真密度に近づくとつれ面圧を高めても密度上昇は困難で $P_p = 1 \text{ GPa}$ でも $\rho / \rho_0 = 98 \sim 97\%$ 程度となっている。4-4で述べる組織の写真を見ると押し出し比 $R = 20 \sim 200$ とともに圧密における相対密度 $\rho / \rho_0 = 95 \sim 97\%$ と 100% まで達していないため空隙が存在している。

4-2 アンビル摺動面の潤滑と摩擦特性

加工面圧の低減、すなわちアンビル面への凝着、型の摩耗防止のため、できるだけ低い面圧が必要となる。図8はアルミニウム粉末摩擦押し出しにおけるアンビル横押面圧に及ぼすパンチ面圧とアンビル摺動面の潤滑の影響を調べたもので押し出し比は $R = 40$ である。アンビル摺動面を、マシン油と二硫化モリブデンで潤滑した場合と比較すると、明らかに二硫化モリブデンの方がどのパンチ面圧に対しても低いアンビル面圧で加工できることがわかる。

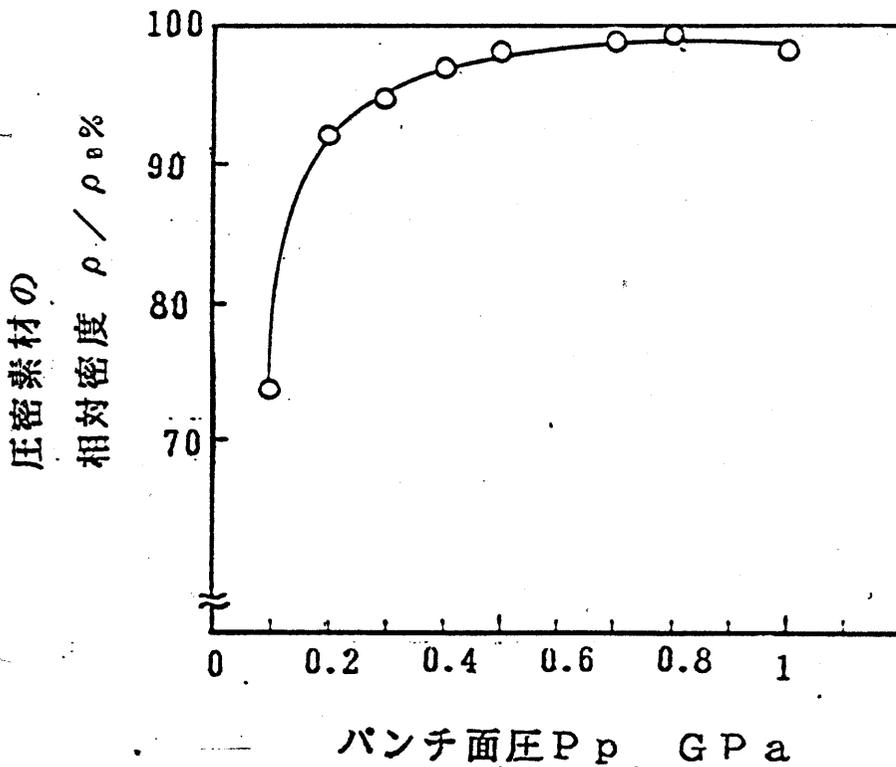


図 7 粉末圧密成形におけるパンチ面圧と相対密度の関係

図 8 においていずれの潤滑剤でもパンチ面圧 $P_p = 0$ にしたときのアンビル荷重はほぼ一致し $P = 10.04 \text{ kN}$ となる。従って、アンビル工具面と材料界面の摩擦せん断応力 τ はこの値 $P = 10.04 \text{ kN}$ を圧密素材断面積 $A = 100 \text{ mm}^2$ で割った値 $\tau_f = 100.4 \text{ MPa}$ となる。他の押出し比については図 9 から同様に求め図 10 に示した。押出し比 R の増加にともない $\tau_f = 82 \sim 105 \text{ MPa}$ まで動いている。後出の図 26, 27 の硬さ及び図 28 の引張り強さから推定されるせん断降伏応力 $k = 156 \sim 199 \text{ MPa}$ より低い値となっている。

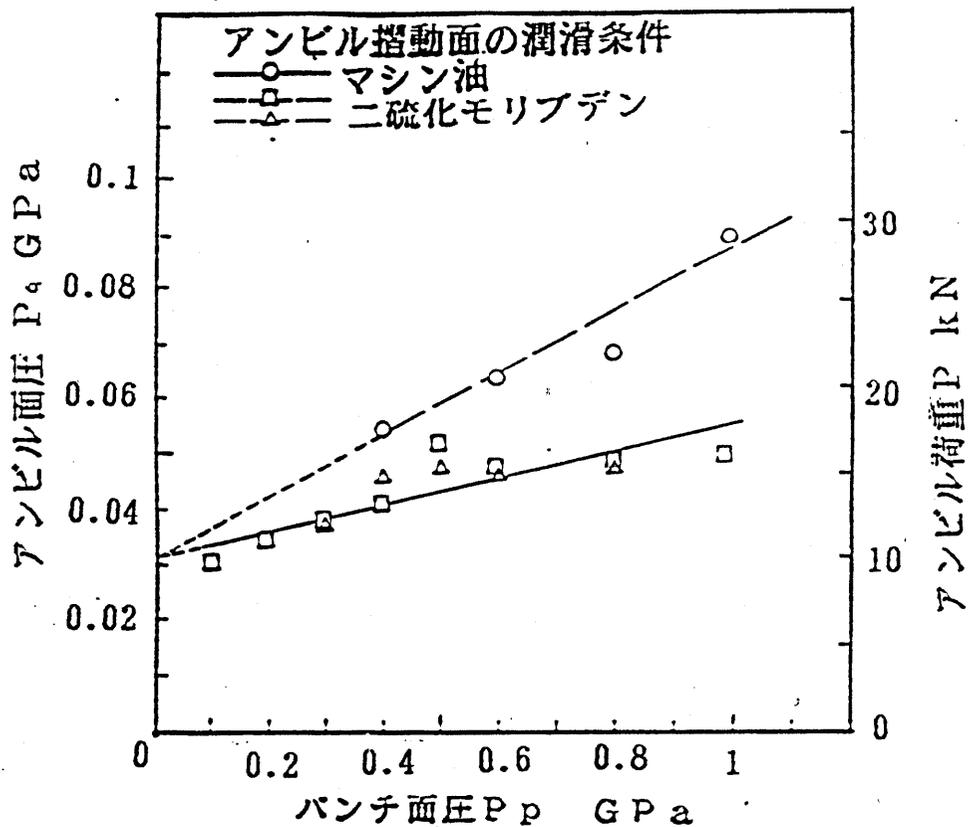
図 2 から分かるようにアンビル荷重 F は次式のように表される。

$$F = \tau_f \cdot A + \mu P_p \quad (1)$$

ここで F は横押し荷重、 μ はアンビル摺動面の摩擦係数とする。図 8 及び図 9 に式 (1) を適用し摩擦係数 μ を求め、押出し比について示すと図 11 のようになる。押出し比が大きくなるにつれて摩擦係数 $\mu = 0.02 \sim 0.14$ 程度まで増大する。

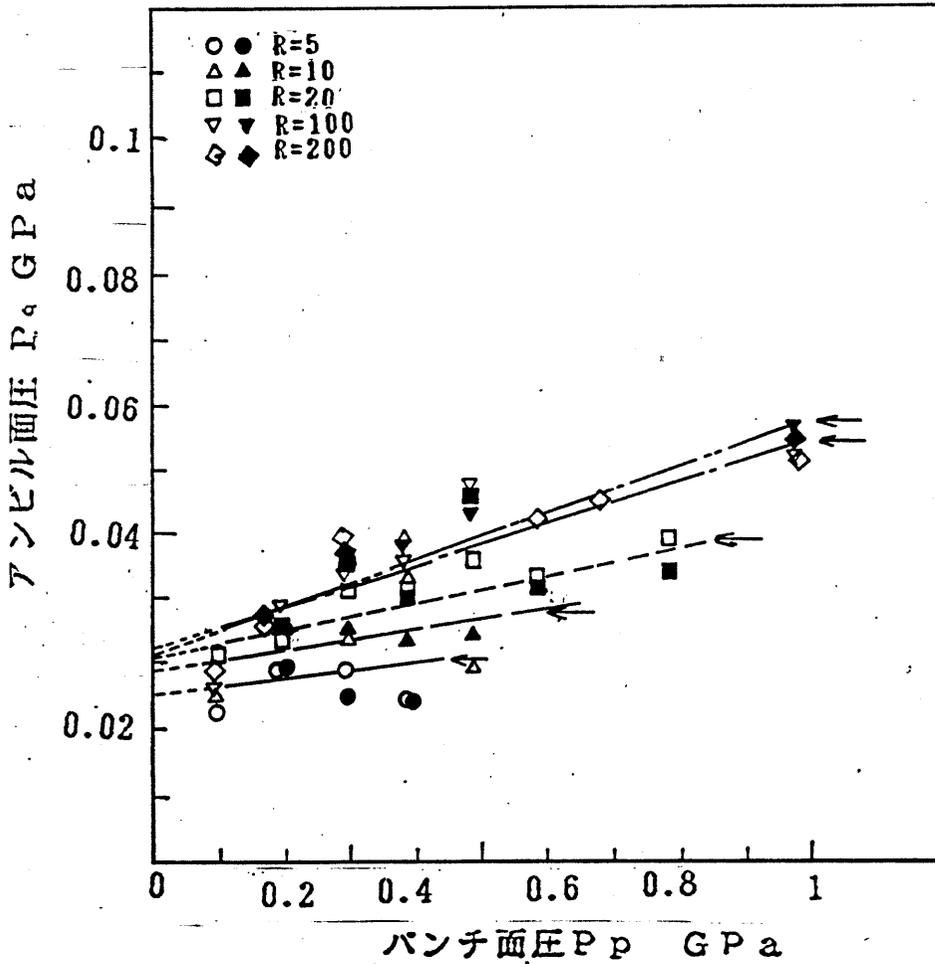
4 - 3 成形面圧に関する検討

図 12 ~ 17 は摩擦押出しにおけるパンチ面圧と相対製品長さの関係をそれぞれの押出し比について示している。ここで、アンビルの移動距離を L_A 、またアンビルの移動距離は押出し比 $R = 5$ は 10 mm 、 $R = 10$ は 25 mm



潤滑条件 コンテナ ステアリン酸亜鉛

図 8 摩擦押出しにおけるアンビル面圧に及ぼすパンチ面圧と潤滑の影響 (押出し比 40)



潤滑条件 コンテナ ステアリン酸亜鉛

図9 摩擦押し出しにおけるパンチ面圧と横押し面圧の関係

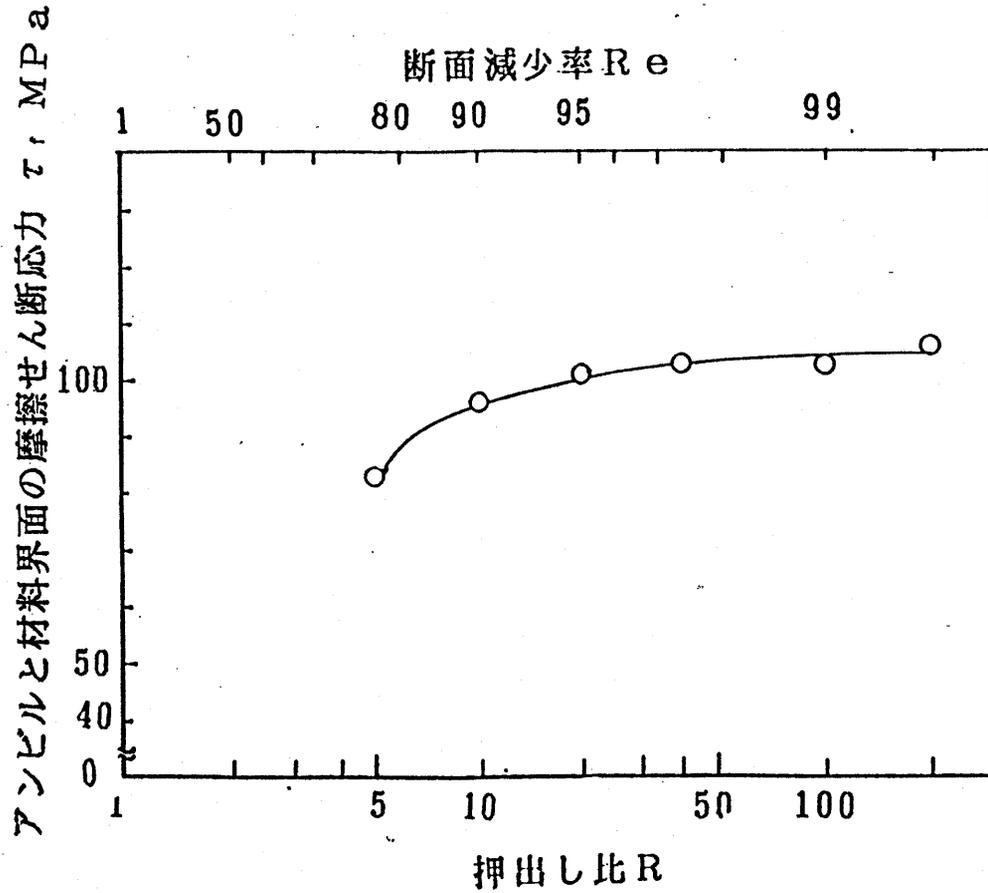


図10 摩擦押出しにおける押出し比と摩擦せん断応力の関係

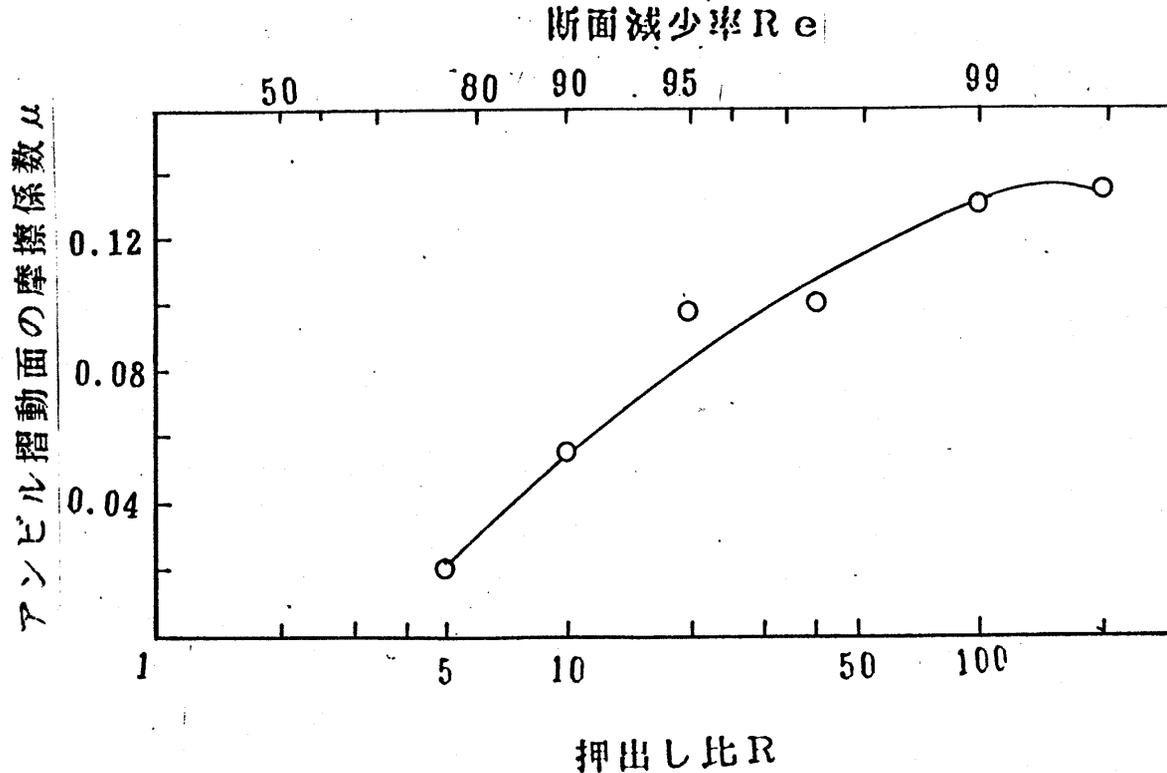


図 1 1 摩擦押出しにおける押出し比と摩擦係数の関係
アンビル摺動面の摩擦係数 μ

とした。

図 1 2 ではアルミニウム粉末の粒径が $100\ \mu\text{m}$ 程度のものと $1\sim 10\ \mu\text{m}$ 程度のものの比較を $R = 10$ について行っている。粒径が $100\ \mu\text{m}$ ではパンチ面圧 $P_p = 0.3\sim 0.4\ \text{GPa}$, $1\sim 10\ \mu\text{m}$ では $P_p = 0.4\sim 0.5\ \text{GPa}$ でほぼ適正に成形される。この値以下では成形不十分、この値以上では慣用の押し出しが含まれてしまう。このように粒径が $100\ \mu\text{m}$ 程度の方がパンチ面圧が低く抑えられるため、残りの押し出し比については粒径を $100\ \mu\text{m}$ とした。

図 1 3、1 4 はアンビル摺動面の潤滑条件をマシン油戸に硫化モリブデンの二種類について比較している。どちらの潤滑剤においても押し出し比 $R = 20$ では $0.3\sim 0.4\ \text{GPa}$, $R = 40$ では $0.4\sim 0.5\ \text{GPa}$ でほぼ適正に成形され、その後マシン油の方が変化が大きいことが分かる。この範囲以外では上述したことが起きてしまう。

図 1 5 ~ 1 7 に残りの押し出し比について示す。これらの図から $R = 5$ では $P_p = 0.3\ \text{GPa}$, $R = 100$ では $P_p = 0.4\sim 0.6\ \text{GPa}$, $R = 200$ では $P_p = 0.4\sim 0.7\ \text{GPa}$ でほぼ適正に成形されることが分かる。しかし $R = 5$ では $P_p = 0.2\ \text{GPa}$ 以上で押し出し製品長さ L_p/L は 1 以上になるが $P_p = 0.2\ \text{GPa}$ では成形が不十分であるため、やむを得ず $P_p = 0.3\ \text{GPa}$ とした。

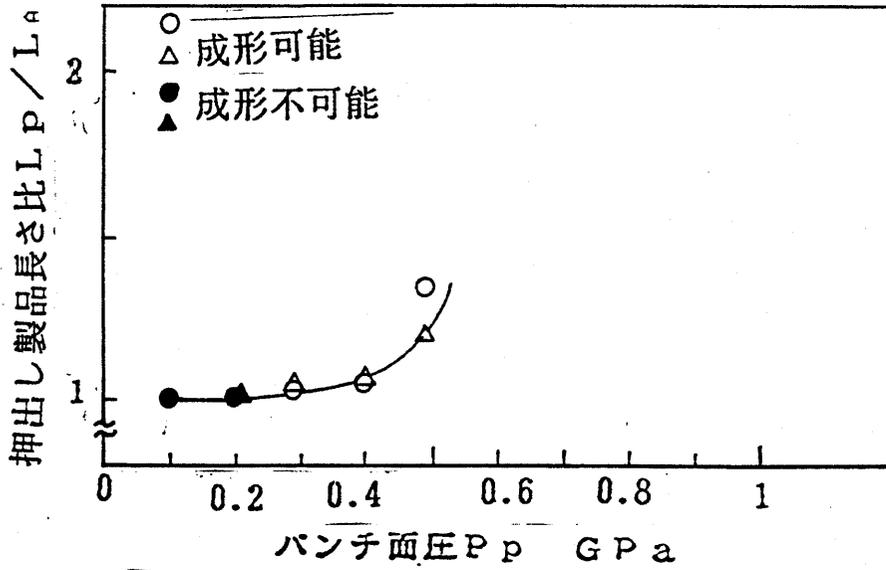
図 1 2 ~ 1 7 から共通していえることは、製品が適正

に成形されるパンチ面圧以上をかけるとパンチ面圧が大きくなるにつれて押し出し製品長さは漸増する。また適正に成形されるパンチ面圧以下では、相対すべりが生じ高摩擦せん断応力が得られないため金属界面間に圧接が生じない未完成品となった。

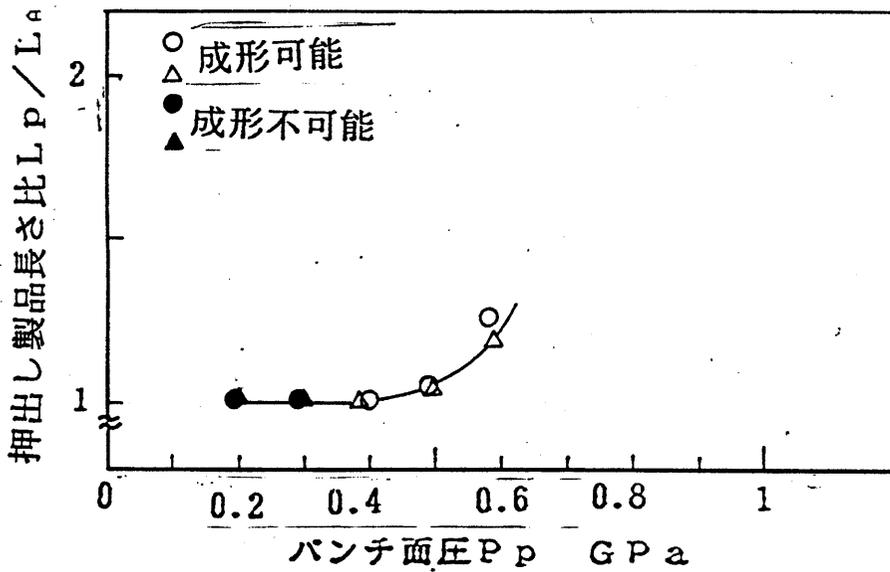
図12～17については再現性の実験も行い、ほぼ同じ値が得られたため再現性が得られたといえる。

図18は図3のグラフに摩擦押し出しの可能な相対面圧 $P_p/2k$ の上限と下限をプロットしたものである。素材のせん断降伏応力 k は、後出の硬さ H_v の先端を除く部分の平均値をとると、 $H_v=76.7$ となるため $k=167$ MPa となる。これより $2k=335$ MPa となった。白抜きの記号で示すように摩擦押し出しにおける上限の場合は、ほぼ直線で増加する。これに対し摩擦押し出しにおける下限の場合は、少し押し出し比が大きくなると相対面圧 $P_p/2k$ は大きくなり、摩擦押し出しの $m=1.0$ の理論曲線とほぼ一致した。慣用の押し出しと比較すると、摩擦押し出しは押し出し比が大きくなればなるほど加工面圧の差が大きくなることが分かる。

図19にはアルミニウム溶製材から摩擦押し出しによって薄板を成形したとき摩擦押し出しの可能な相対面圧 $P_p/2k$ の下限をプロットしたものである。図18と比較すると同じ傾向が見られる。



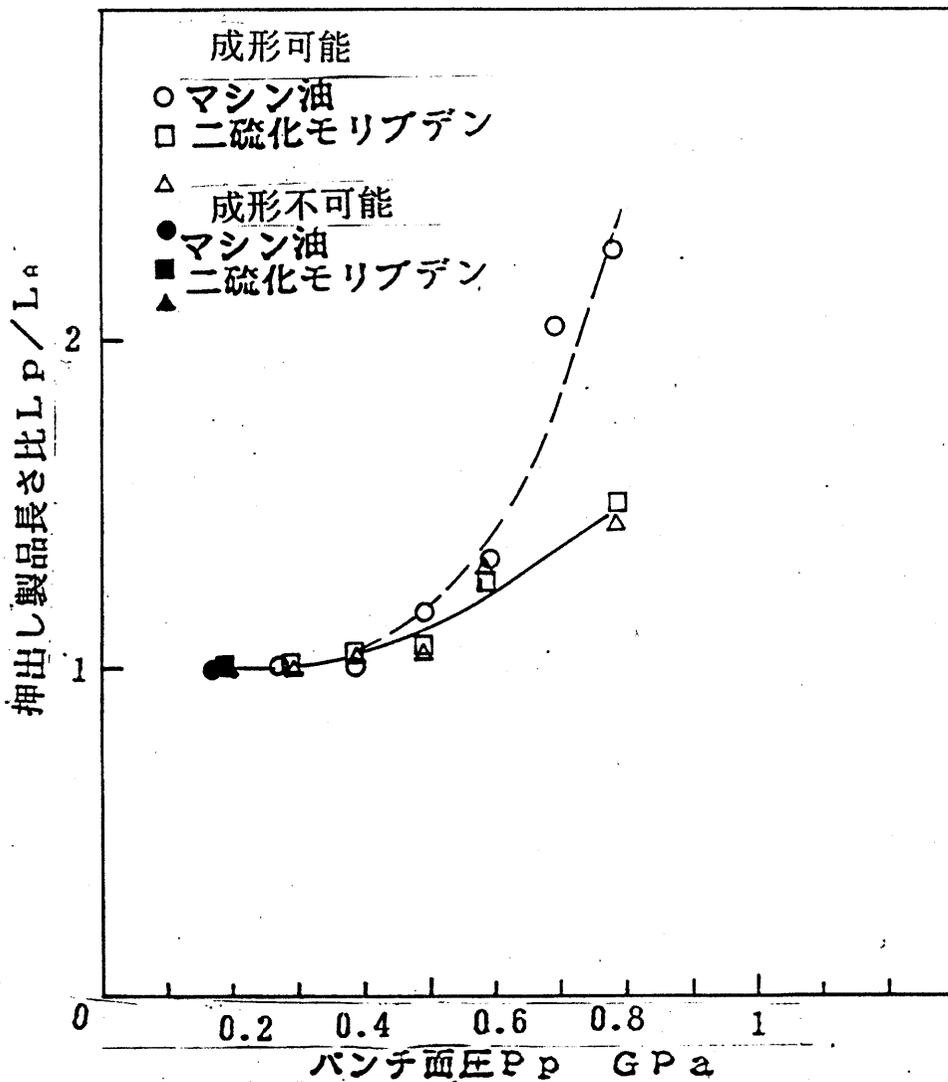
(a) アルミニウム粉末 Al (At) 100 100メッシュ



潤滑条件 コンテナ ステアリン酸亜鉛

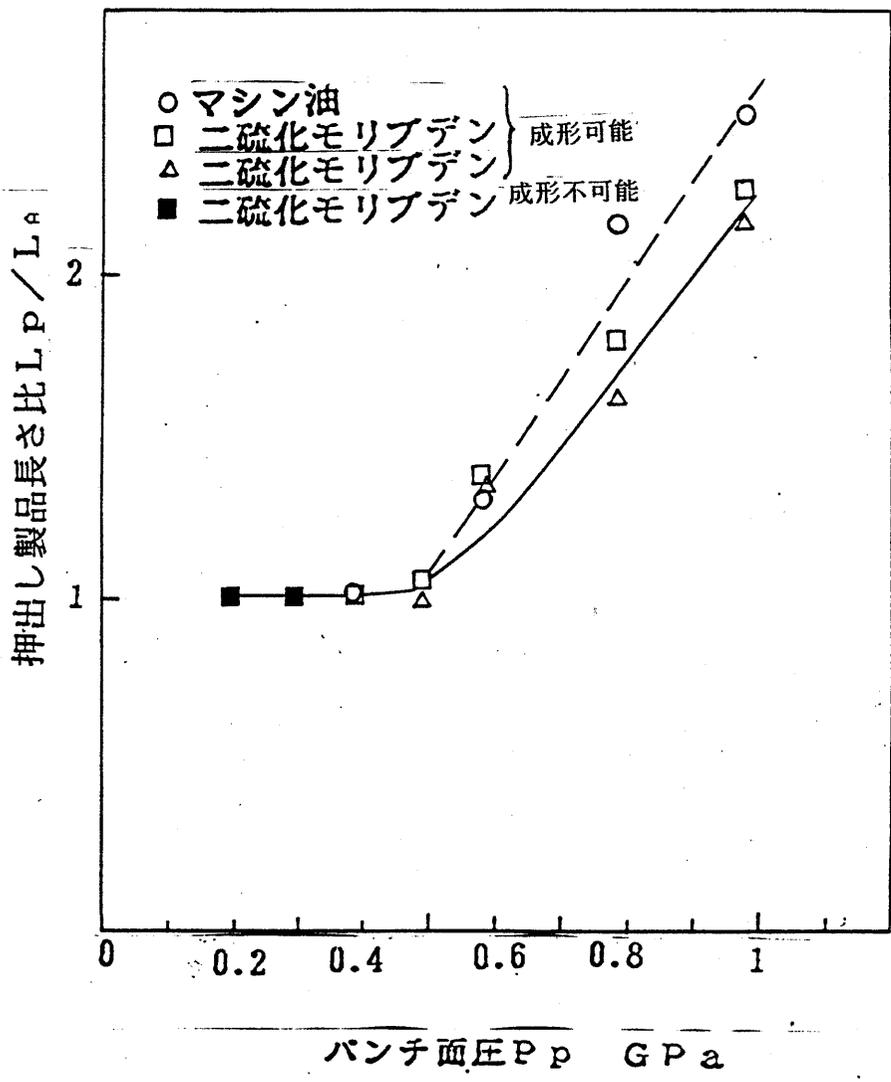
(b) アルミニウム粉末 1~10 μm

図12 摩擦押し出しにおけるパンチ面圧と押し出し製品長さ比の関係 (押し出し比10)

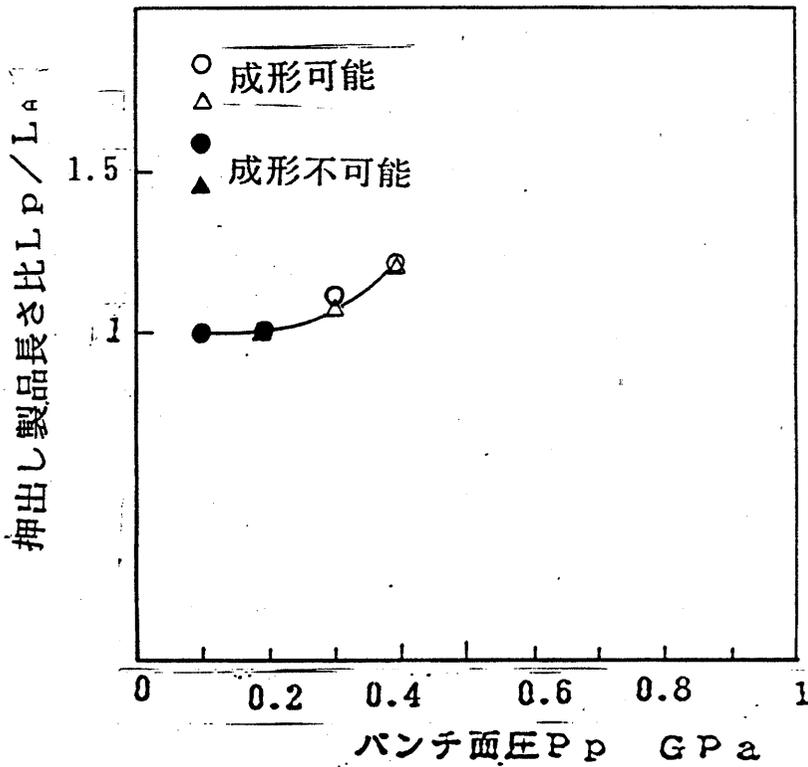


潤滑条件 コンテナ ステアリン酸亜鉛

図 13 摩擦押し出しにおけるパンチ面圧と
押し出し製品長さの関係 (押し出し比 2.0)

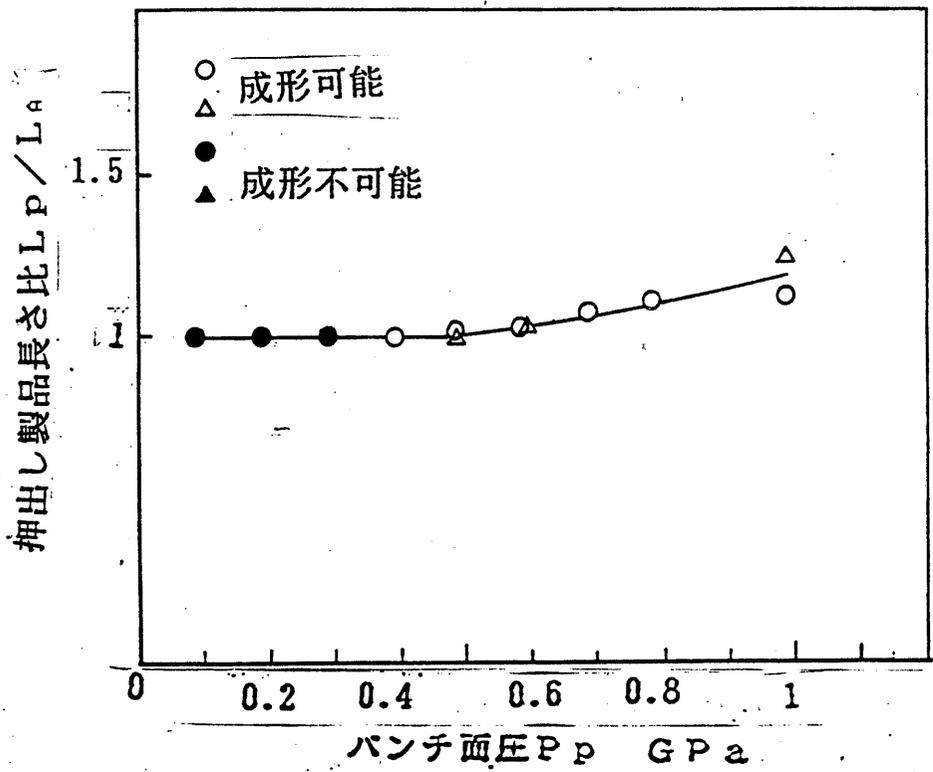


パンチ面圧 P_p GPa
 潤滑条件 コンテナ ステアリン酸亜鉛
 図14 摩擦押出しにおけるパンチ面圧と
 押出し製品長さ比の関係 (押出し比40)



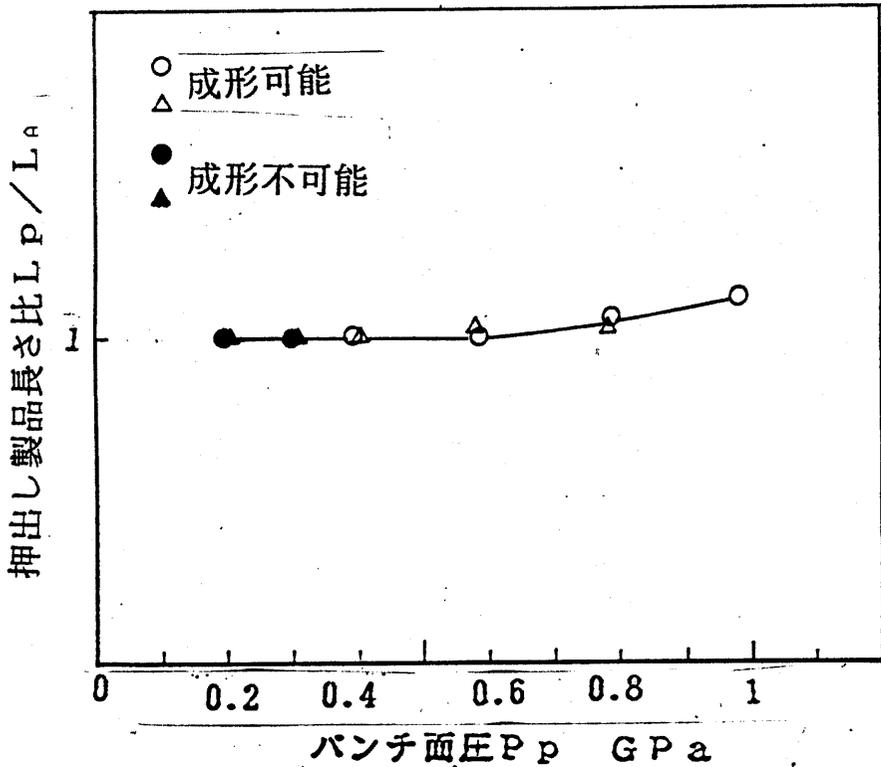
潤滑条件 コンテナ ステアリン酸亜鉛

図15 摩擦押出しにおけるパンチ面圧と
押出し製品長さ比の関係 (押出し比 5 : 1)



潤滑条件 コンテナ ステアリン酸亜鉛

図 16 摩擦押し出しにおけるパンチ面圧と押し出し製品長さ比の関係 (押し出し比 100)



潤滑条件 コンテナ ステアリン酸亜鉛

図 17 摩擦押出しにおけるパンチ面圧と
 押出し製品長さ比の関係 (押出し比 200)

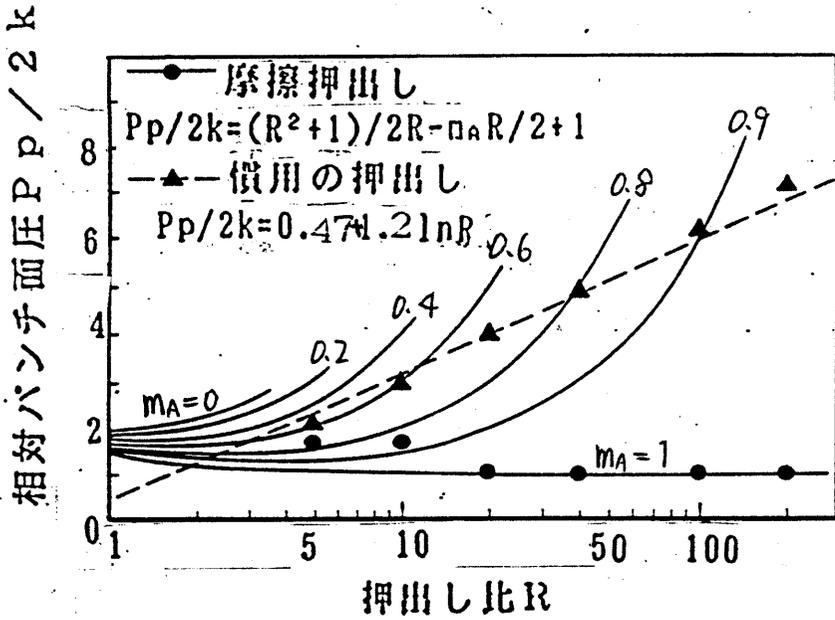


図 18 摩擦押し出しにおける押し出し比と相対パンチ面圧の関係

相対パンチ面圧 $P_p / 2k$

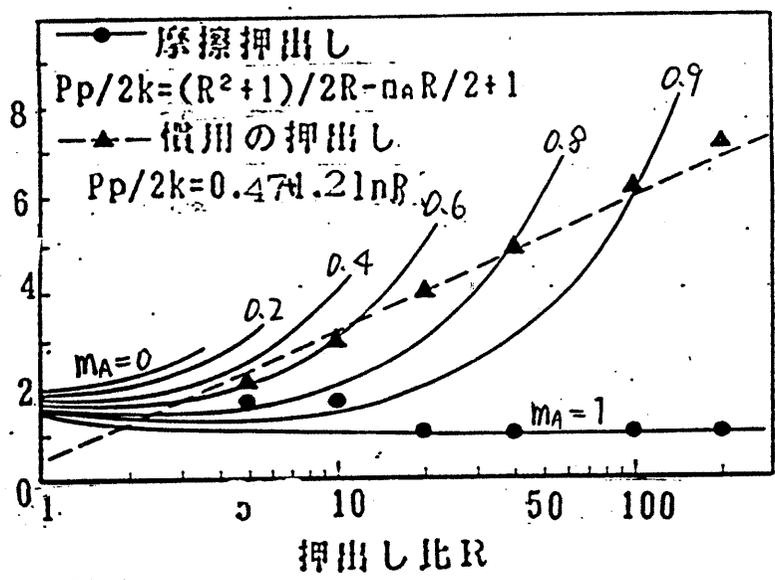
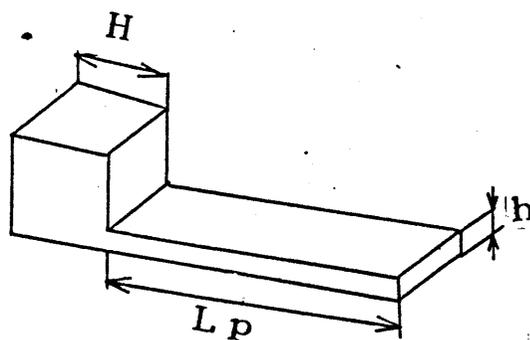


図19 摩擦押出しにおける押出し比と相対パンチ面圧の関係

4 - 4 成形品の組織

図 20 に成形品のスケッチを示す。 L_p は製品の長さで、 h は製品の厚さを表している。 図 21 ~ 24 は製品の縦断面組織を表している。 図 21, 22 は押し出し比 20 でそれぞれ焼結なしと 400℃, 2 時間焼結を行った場合であり、同様に図 23, 24 は押し出し比 200 について行った。 材料の流れを見ると、アンビル工具面近傍の材料の材料がダイス出口に向かって流出しているのが分かる。 すなわち図 3 で仮定した速度不連続線とほぼ一致し、ダイス出口角と左下隅を結ぶ狭い領域で厳しいせん断変形が生じているのが分かる。 焼結後の組織は図 21, 23 からも分かるように空孔が一面に残存しているのが分かる。



押し出し比 $R = H / h$
 h , 製品の厚さ
 L_p , 製品の長さ

図 20 製品のスケッチ



図 2.1 図 2.1 アルミニウム粉末摩擦押出しにおける
冷間成形組織断面図 (押出し比 20)

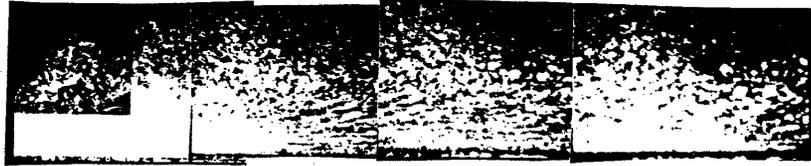


図 2.2 アルミニウム粉末摩擦押出しにおける
400℃2時間熱処理を施した組織断面図
(押出し比 20)

スケール $\overbrace{\hspace{1cm}}^{1\text{mm}}$

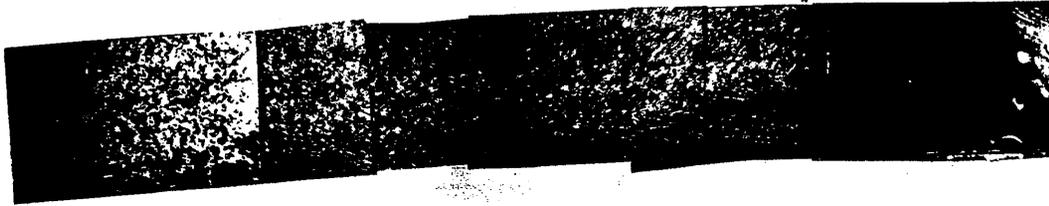


図 2 3 アルミニウム粉末摩擦押出しにおける
冷間成形組織断面図 (押出し比 2 0 0)



図 2 4 アルミニウム粉末摩擦押出しにおける
4 0 0 ℃ 2 時間熱処理を施した組織断面図
(押出し比 2 0 0)

スケール $\overline{\hspace{1cm}}$ 1 mm

5 製品強度に関する検討

5-1 密度に関する検討

図25はアルミニウム粉末の摩擦押出し成形後の相対密度 ρ / ρ_0 と押出し比の関係を示したものである。成形面圧に関する検討で述べたように押出し比 $R = 5, 10, 20$ ではパンチ面圧 $P_p = 0.3 \text{ GPa}$ 、 $R = 40, 100, 200$ では $P_p = 0.4 \text{ GPa}$ で適正に形成される。この時の圧密素材の相対密度は図7から $P_p = 0.3 \text{ GPa}$ では95%、 $P_p = 0.4 \text{ GPa}$ では97%を示している。この結果と図25中に併示して比較すると、薄板素材の相対密度は圧密素材の相対密度以上の値がでていたため高密度化が達成されたことが分かる。

5-2 硬さに関する検討

図26は摩擦押出しにおける製品の先端からの位置とビッカース硬さの関係を示したものである。焼結を行っていないときは先端付近の硬さが他の位置の硬さより、15~20、400℃ 2時間の焼結を行ったときは5~15程度下がっている。これは試験片の底面の粒子がせん断変形の影響をあまり受けずに流出し、十分に加工硬化してないためと考えられる。図27は硬さの平均値と押出し比の関係を表している。押出し比 R の増加と共に全体的に硬さが増加している。図26(a)(b)を比較して焼結による硬さの変化をみると、どの押出し比

においても55～60%程度まで低下している。しかし工業用純アルミニウム溶製材を十分に焼なました場合には $H_v = 20 \sim 25$ 程度になるのに対し、図26(b)では、 $H_v = 30 \sim 40$ までしか下がっていない。

これは400℃2時間の焼結ではまだ不十分であるか、あるいは粉末焼結品の特徴が現れていないかである。

図28は溶製材の摩擦押出しにおける硬さの分布を示しているが図26と比較すると溶製材の場合は $H_v = 43.9 \sim 76.7$ であるのに対し、粉末の場合には $H_v = 59 \sim 92$ とかなり高くなっている。

5-3 引張り試験に関する検討

図29はアルミニウム粉末の摩擦押出し成形品における押出し比 R と引張り強さ S_T の関係を示したものである。焼結前後いずれの場合でも、押出し比の増加に伴い引張り強さが20～80MPa程度増加していることが分かる。これは図17の摩擦せん断応力 τ_f の増加と対応し加工硬化していくためと考えられる。焼結による引張り強さの変化は硬さの変化よりも大きく約半分以下となる。しかしその引張り強さは98～140MPaとかなり大きいことが分かる。

図30は溶製材の摩擦押出し成形品における押出し比 R と引張り強さ S_T の関係を示している。これも硬さのときと同じように粉末の場合の方が30～50MPa大

きい値となっている。

図 3 1 はアルミニウム粉末の摩擦押出し成形品の引張り試験における押出し比 R と全伸び e_T の関係を示している。400℃ 2時間の焼結を行ったときは、全伸びが1～3%上昇しているが、熱処理温度が低いのか全伸びが低くなっている。この図はかなりばらつきが大きい。硬さや引張り強さとは異なり、押出し比が大きくなるにつれて全伸びは極大値を示した後減少していることがわかる。

図 3 2 は溶製材の摩擦押出し成形品の引張り試験における押出し比 R と全伸び e_T の関係を示している。溶製材の場合には押出し比 $R = 5, 10$ では粉末の場合よりかなり大きな値となっている。しかし、 $R = 200$ にちかづくにつれ逆に粉末の方が大きくなる。

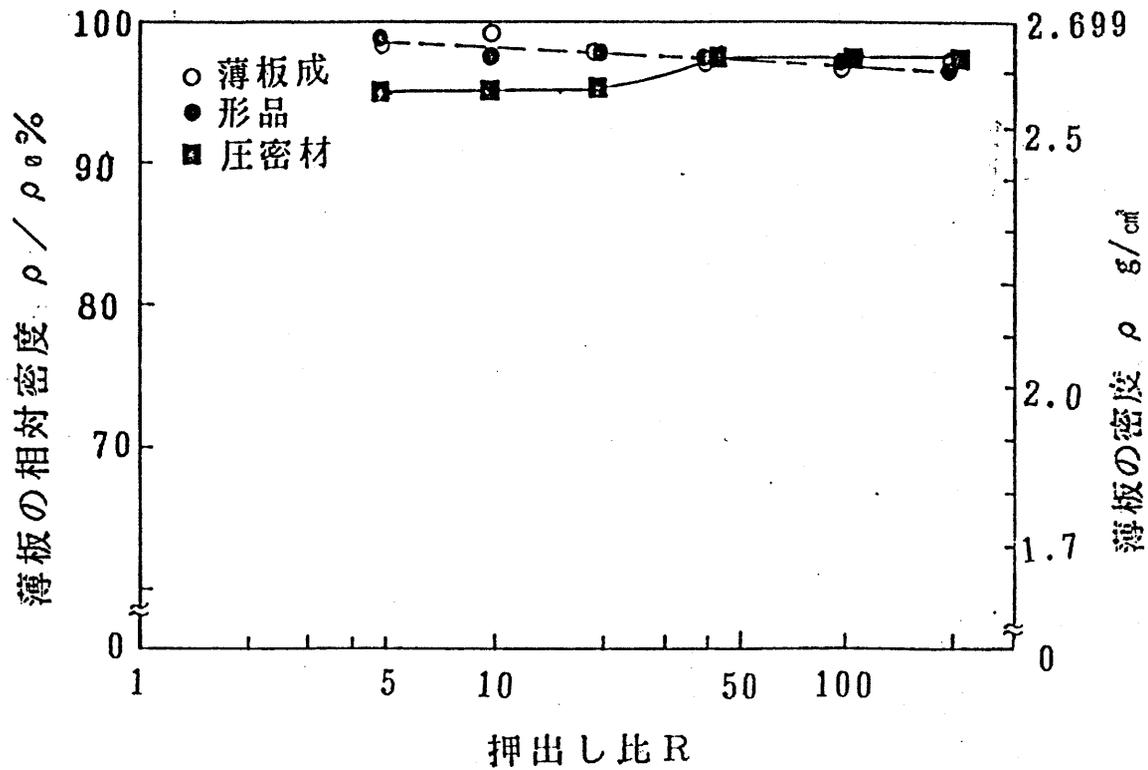
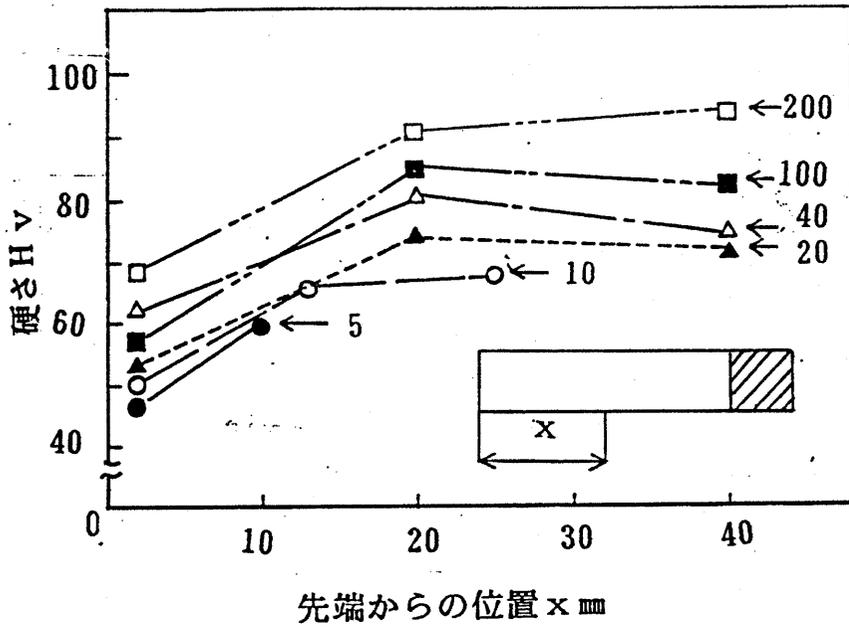
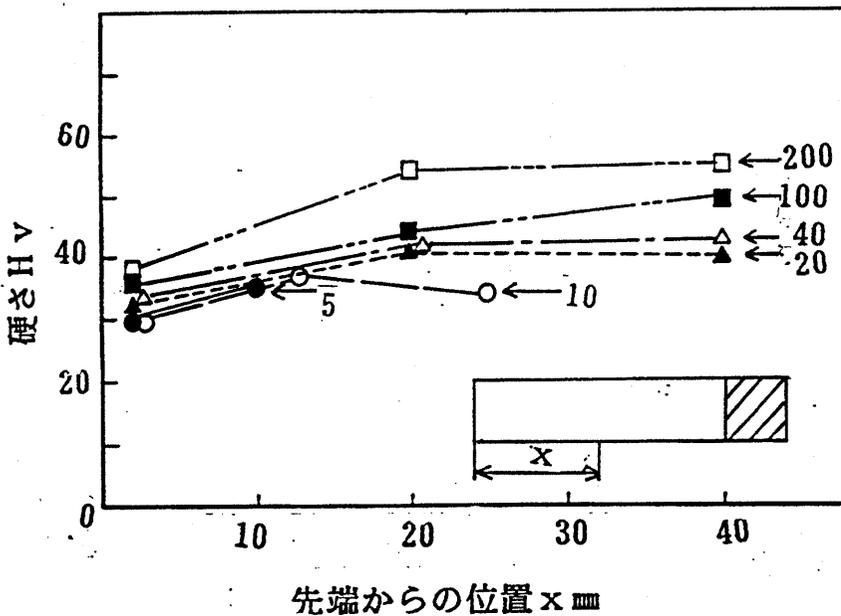


図 25 摩擦押出しにおける押出し比と相対密度の関係



(a) 冷間成形



(b) 400°C 2時間熱処理

図 26 アルミニウム摩擦押出しにおける
先端からの位置と硬さの関係

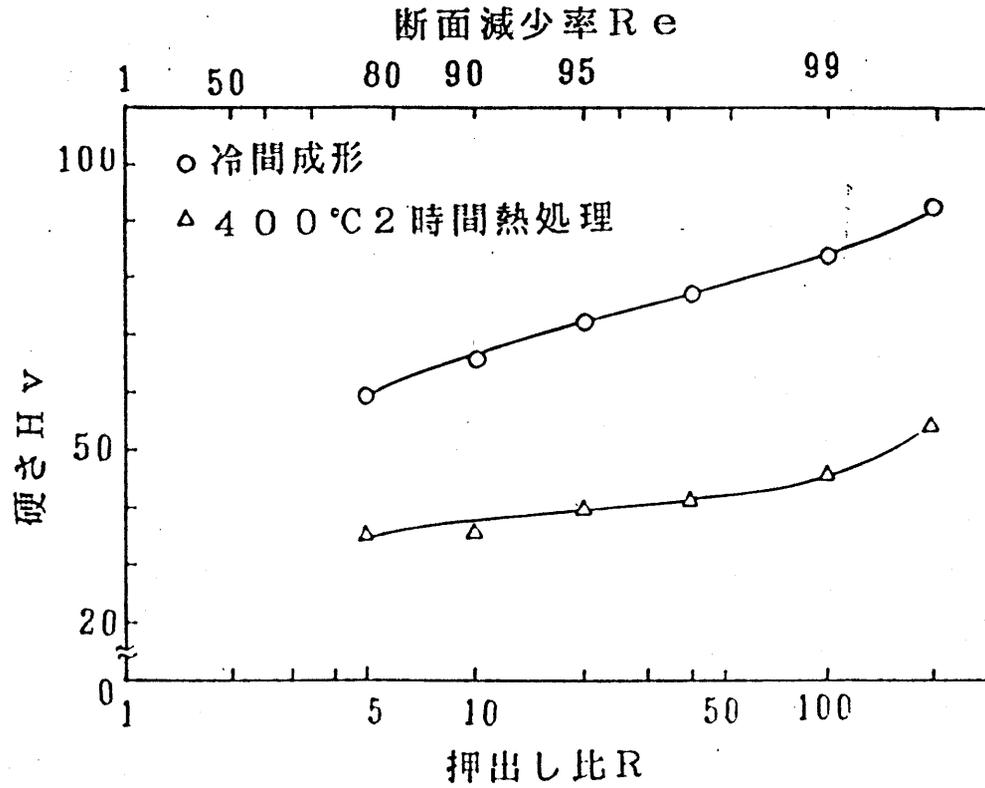


図27 摩擦押出しにおける押出し比と
ビッカース硬さの関係

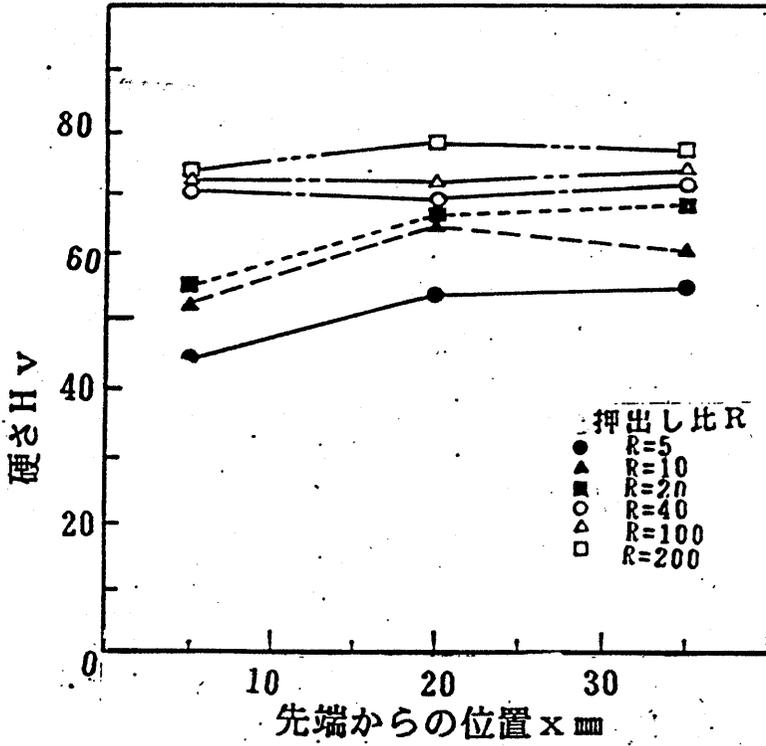


図 28 摩擦押出しにおける先端からの位置と硬さの関係

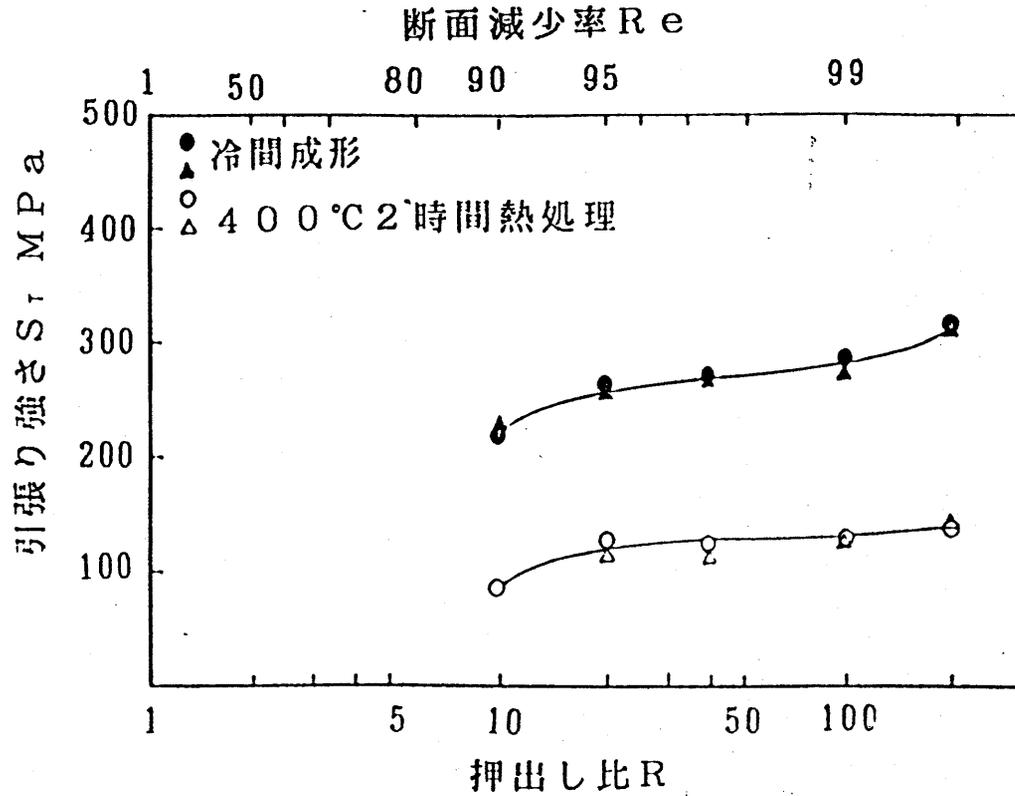


図29 摩擦押出しにおける押出し比と引張り強さの関係

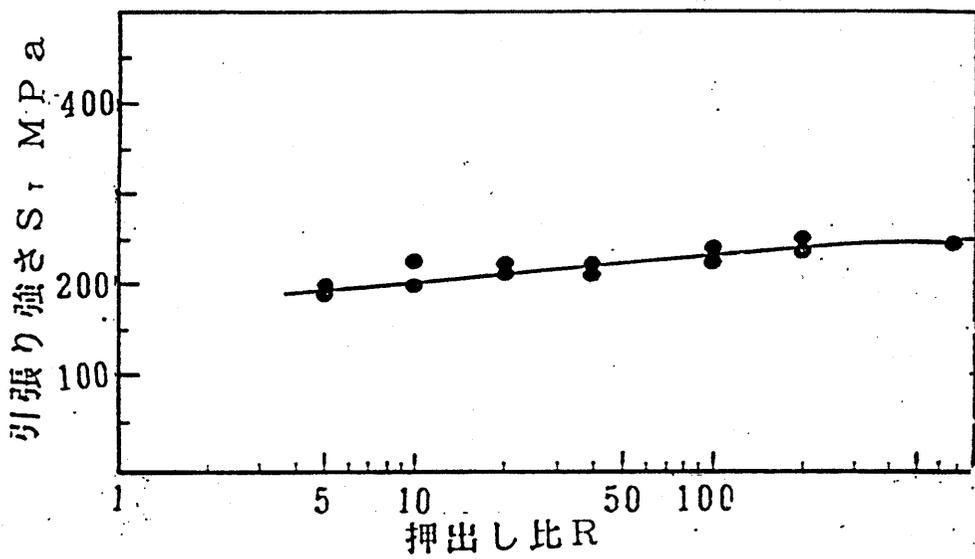


図30 摩擦押出しにおける押出し比と引張り強さの関係

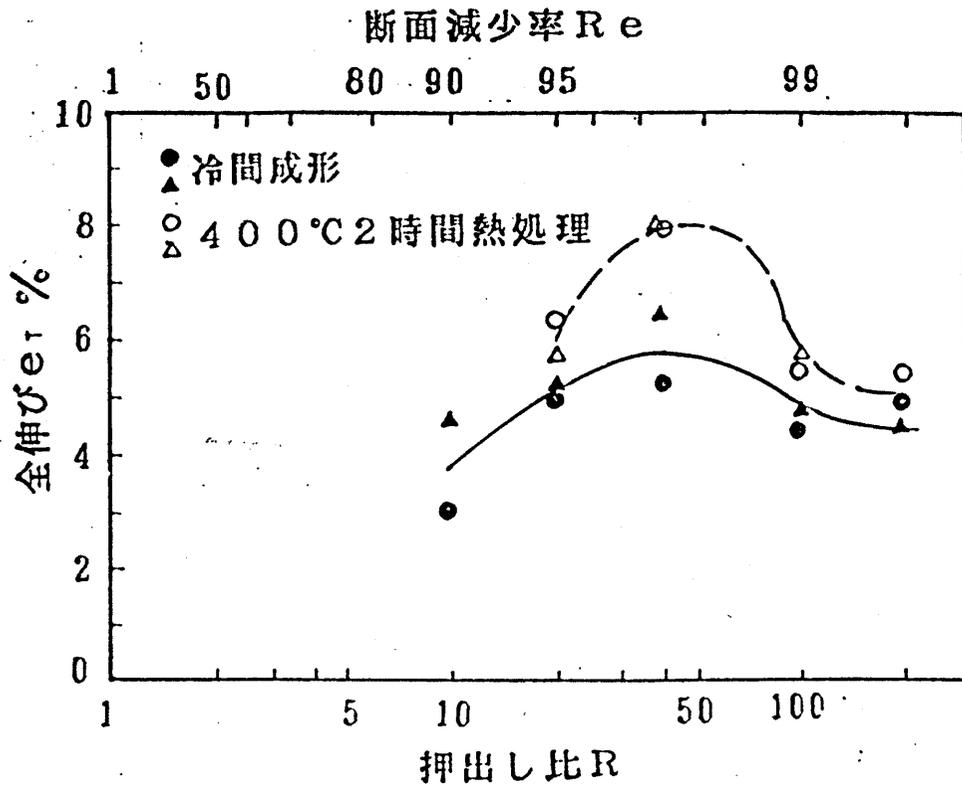


図3 1 摩擦押出しにおける押出し比と全伸びの関係

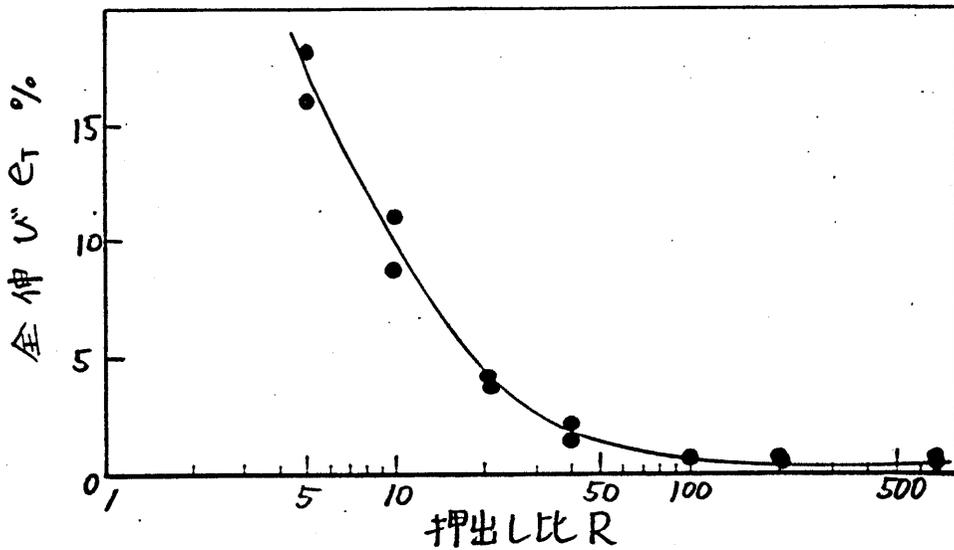


図3 2 摩擦押出しにおける押出し比と全伸びの関係

6 製品寸法精度及び表面仕上げに関する検討

今回の実験では焼結を行った際、圧密行程で空孔が残存していたため、薄板はひぶくれ状になり、製品の厚さや表面粗さの測定は出来なかった。従ってまず圧密行程での空孔をなくすことが重要な課題となる。この方法の一つとして真空引きして粉末を充填し、圧密すれば、空孔をなくすことが考えられる。

図 3 3 ~ 3 5 はアルミニウム粉末の摩擦押し成形品における厚さ分布を示したものである。測定は薄板の先端、中心、末端の 3 か所について幅方向に 3 か所行った。いずれの場合もばらつきが $5 \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲に納まっているため、比較的良好な精度が得られている。設定の隙間より $0 \sim 40 \mu\text{m}$ 板厚が大きくなっているのはダイスセットが持ち上げられるためと考えられる。そのためダイスセットにかける荷重を $6 \text{ t} \sim 9 \text{ t}$ まで変化させたが、板厚の変化はみられなかった。

図 3 6、3 7 はアルミニウム粉末摩擦押しにおける平均中心線粗さの分布をそれぞれダイス側とアンビル側について示したものである。測定は薄板の先端、中心、末端の 3 か所について幅方向で行った。ダイス側では押し出し比 $R = 40$ 以外は同じような傾向を示したが、ダイス出口の工具面粗さがやや大きいためか、平均中心線粗さ R_a は $1 \sim 3 \mu\text{m}$ とかなり粗くなっている。これに対しアンビル側は押し出し比 $R = 10$ の先端で高い値を示してい

る以外は、どの押出し比についても

$Ra = 0.1 \sim 0.25 \mu\text{m}$ の範囲に納まっている。また溶製材の摩擦押出しにおける平均中心線粗さ $Ra = 0.3 \mu\text{m}$ に納まっているため、ほぼ同じ傾向を示している。ところでアンビル工具面の平均中心線粗さ $Ra = 0.044 \mu\text{m}$ である。従って、まだ Ra の値はかなり大きいため、改善の余地がある。

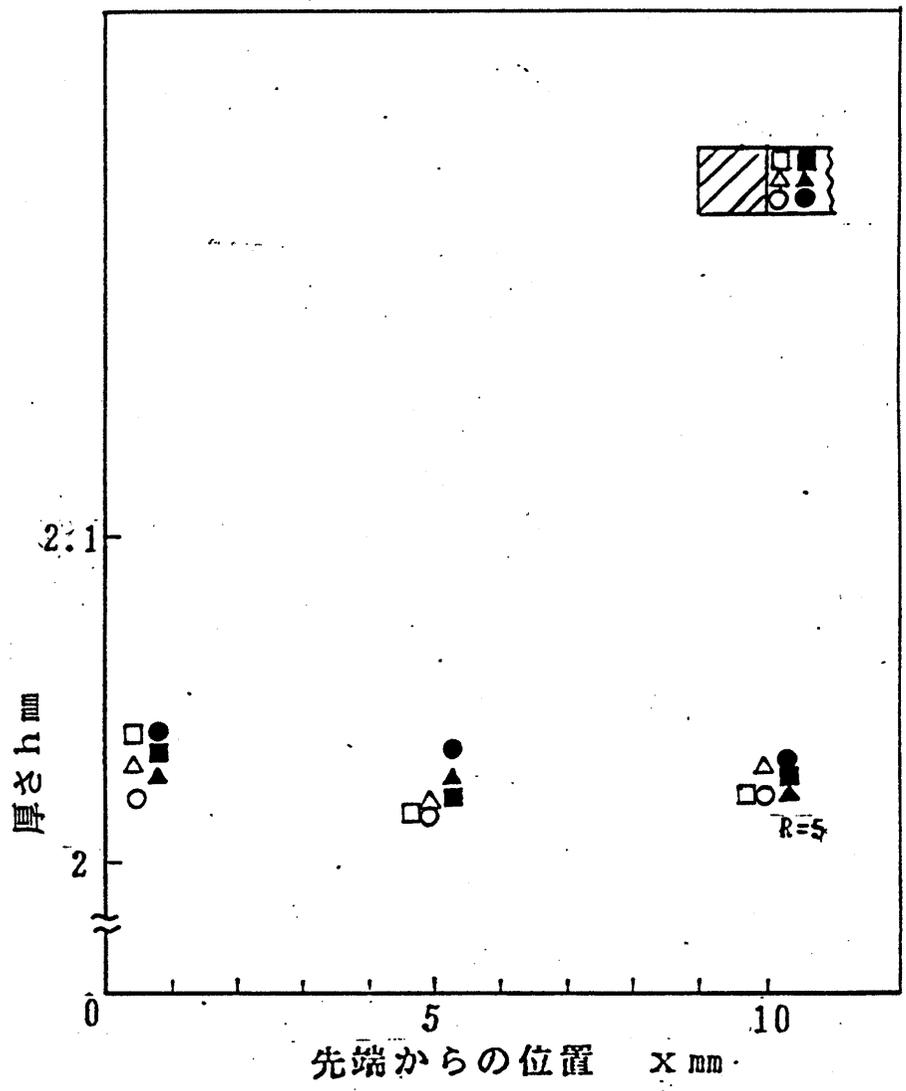


図33 摩擦押出しにおける先端からの位置と厚さの関係

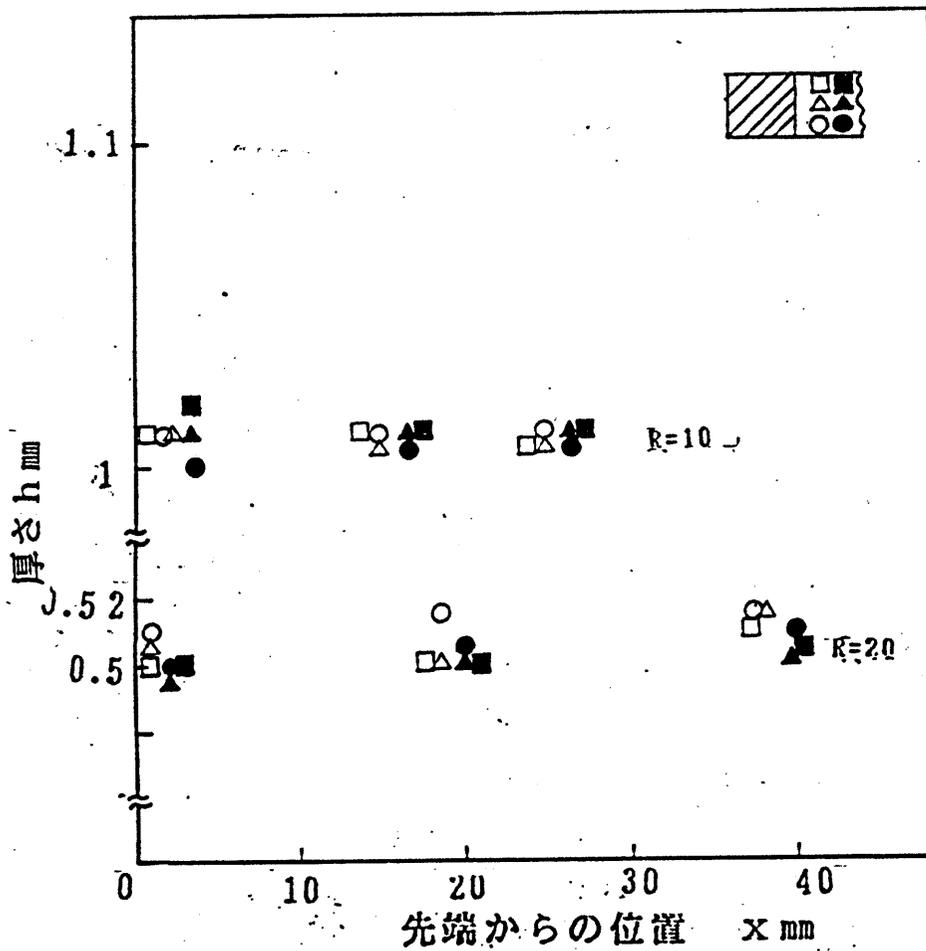


図3 4 摩擦押出しにおける先端からの位置と厚さの関係

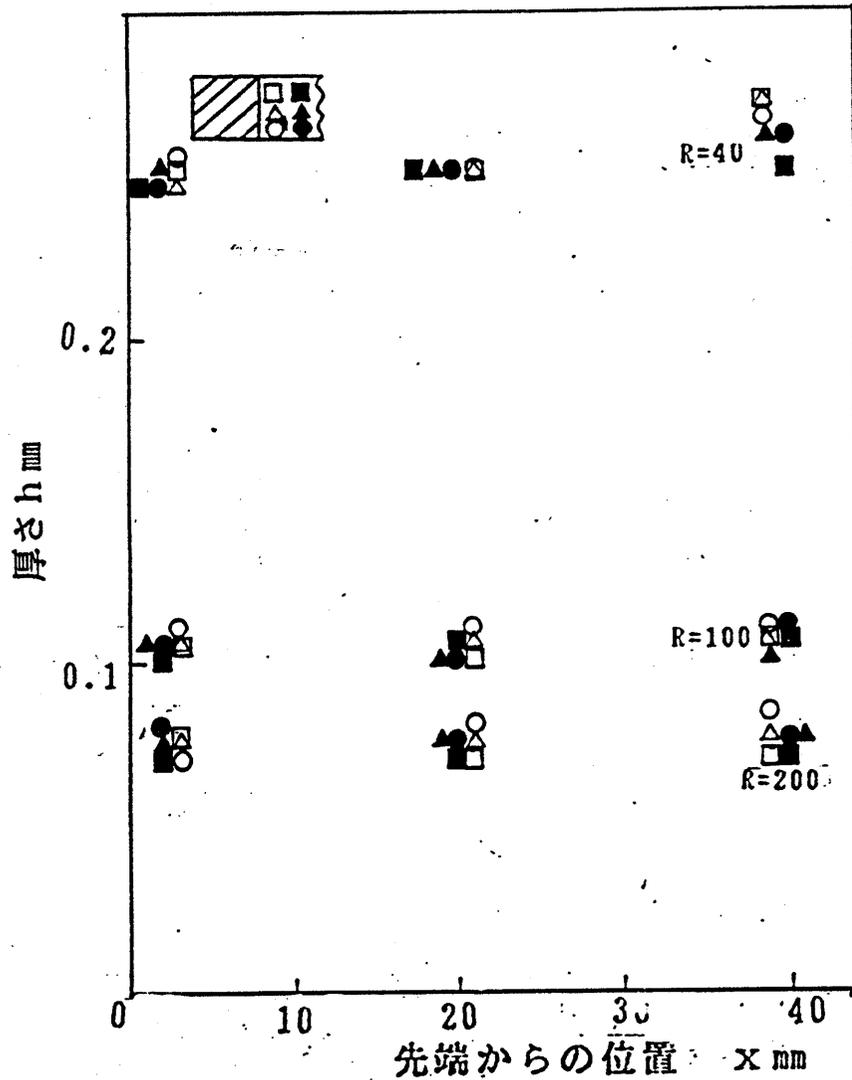


図 35 摩擦押し出しにおける先端からの位置と厚さの関係

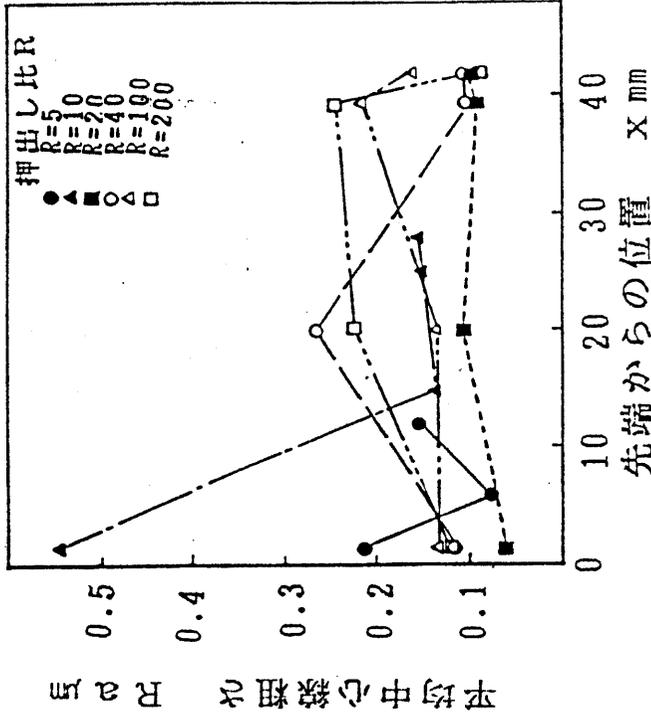


図36 摩擦押しにおけるアンビル側表面の
平均中心線粗さ分布

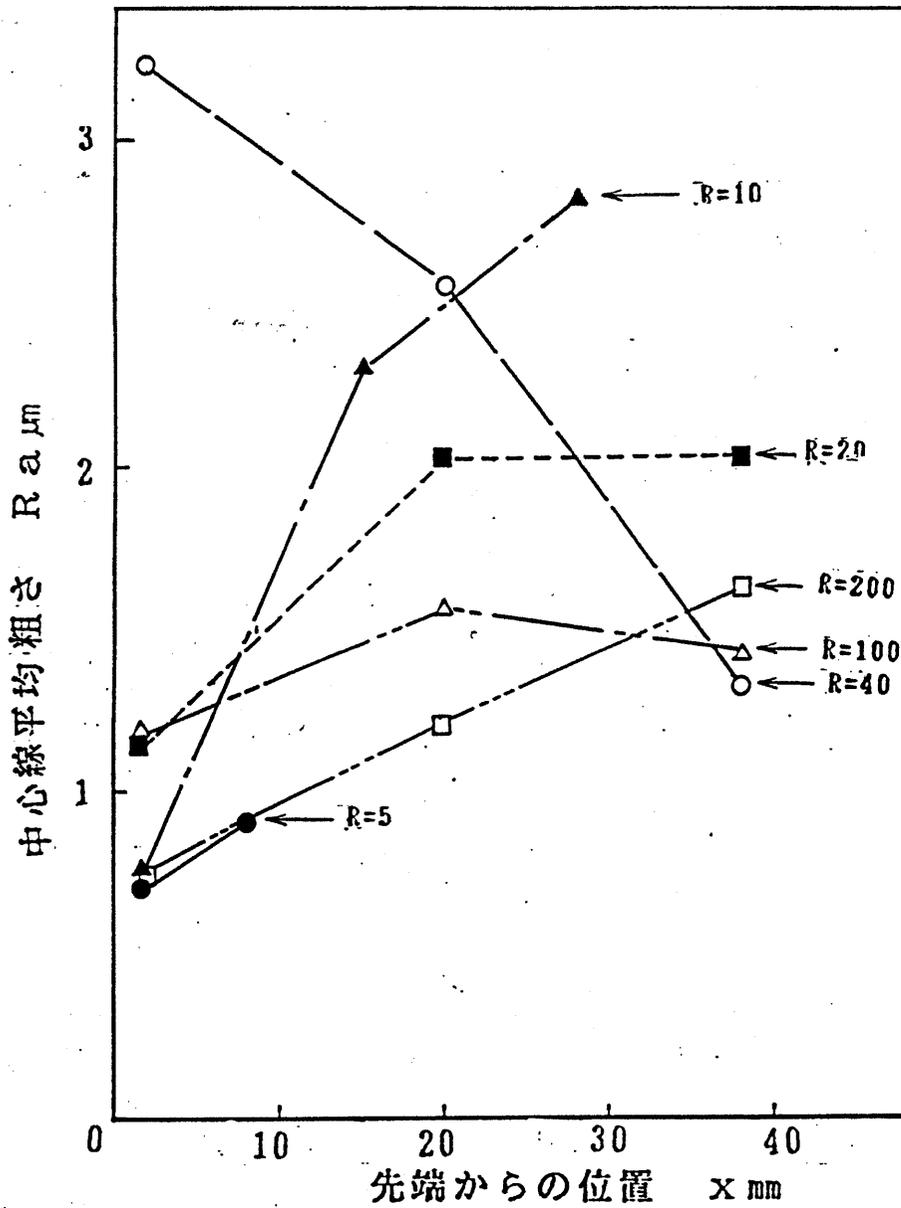


図37 摩擦押出しにおけるダイス側表面の中心線平均粗さ分布

7 結言

アルミニウム粉末から摩擦力を活用して薄板を直接成形する方法について提案し検討した。その結果次のような結論が得られた。

(1) 上界法による加工面圧の解析の結果、慣用の側方押し出しの相対パンチ面圧 $P_p/2k$ は押し出し比 R とともに顕著に増加し、 $R = 1$ では $P_p/2k = 0.8$ であるが $R = 200$ では $P_p/2k = 8.7$ にも達する。これに対し摩擦押し出しにおいてアンビル面の固着摩擦状態、すなわち摩擦せん断係数 $m_A = 1.0$ では $P_p/2k$ は押し出し比とともに減少する傾向を示し、 $R = 10 \sim 200$ では $P_p/2k = 1.2$ まで減少する。ただし、 $m_A = 0.9$ 以下では $R = 5$ 以上で $P_p/2k$ が急増する傾向に変わることから、摩擦押し出しではアンビル摺動面の固着摩擦状態 ($m_A = 1$) を保つことの重要性が指摘された。

(2) アルミニウム粉末の摩擦押し出しにより薄板を適正に成形し得る相対パンチ面圧 $P_p/2k = 0.9 \sim 1.2$ 程度となり、上界法による $m = 1$ の場合の理論値に比較的近い値で成形できることが分かった。

(3) 薄板の密度は $96 \sim 99\%$ となっている。これに対し圧密の密度は薄板成形時のパンチ面圧 $P_p = 0.3, 0.4 \text{ GPa}$ では $95 \sim 97\%$ となっているため、高密度化が達成されたといえる。しかし焼結後薄板は空孔が残存し測定不可能であった。

(4.) 摩擦押出しによる成形品について、硬さ試験、引張り試験を行った結果、押出し比 R の増加にともない硬さ及び引張り強さともに漸増し、 $H_v = 59 \sim 93$ 、 $S_T = 220 \sim 340 \text{ MPa}$ 程度まで得られ、この値は溶製材から成形した時の値 $H_v = 44 \sim 77$ 、 $S_T = 200 \sim 250 \text{ MPa}$ より大きくなった。さらにこの成形品を焼結すると、 $H_v = 35 \sim 55$ 、 $S_T = 98 \sim 140 \text{ MPa}$ まで低下した。さらに全伸びは $e_T = 3 \sim 6.5\%$ 、一方溶製材は $e = 18 \sim 0\%$ であるが、粉末の場合には押出し比 $R = 40$ で極大値を示し $R = 100$ 以上はほぼ一定となっているのに対し、溶製材の場合には押出し比の増加とともに $e = 0$ に急激に近くなり全く異なった傾向を示した。

(5.) 製品精度は、アンビル面側の平均中心線粗さ $R_a = 0.1 \sim 0.25 \mu\text{m}$ である。溶製材から成形した値も $R_a = 0.3 \mu\text{m}$ と同じ傾向を示した。この値ではまだ改善の余地があるといえる。

参考文献

- (1) 中村, 加藤ら, 日本機械学会講演論文集
(1985), 853-1
- (2) 中村, 機論 53-486, C(1987-2), 482
- (3) 中村, 機論 53-486, C(1987-2), 488
- (4) 中村, 機論, 54-501, C(1988-5), 1150
- (5) Alexander, J. M, Brewer, R. C: Manufacturing
Properties of Materials

III. アルミニウム基複合材料 薄肉缶の粉末押出し成形

1 緒言

工業製品には、寸法精度、強度、その他の物理的性質が要求され、最適の材質の選択がせまられる。しかし工業の著しい進歩に伴い材料に対する要求も多様化、複雑化してきている。機械的及び金属学的方法による材質改善は単一の材料では限界があり、この局面で強度、靱性、経済性等種々の特性の向上のため、複数の材料を組合わせて一体とした複合材料への要求が高まっている。複合材料の製造法には、溶融を伴った鑄造に近い方法と塑性加工を利用した方法があるが、後者は、生産性、経済性が良好で、加工中の材質の向上が望める等の利点がある。

本研究では、当研究室で開発した薄肉缶の摩擦押出し成形法を用い、圧密したアルミニウム-アルミナ粉末を素材として底付き薄肉缶を成形することを試みた。摩擦押出し成形は高面圧下でダイス壁面の摩擦を利用することにより高断面減少率の製品を、低加工力、比較的良好な表面性状及び精度で加工を可能としたものである。また後方押出しによる成形も行い、両者を比較することを試みた。

粉末成形法は粉末の流動性を利用して、少ない工程、低加工力で製品を加工することができるという利点を有

する。圧密成形に続いて焼結を行うが、この工程で拡散接合が生じ、製品の強度が発現する。しかし、圧密工程だけでは、真密度まで高めることは困難で、焼結中にもその高密度化は望めないのが通常である。従って焼結部品中には多くの空孔が残存し、機械的性質、特に衝撃値が著しく低く高強度部品として使用できないという欠点がある。

製品の高密度化を図り靱性を増すための方法として、圧密素材をそのままあるいは焼結後、塑性加工することにより高密度化を図ることが有効であると考えられる。この高密度化が可能となれば、従来の粉末冶金技術が持つ高材料歩留り、高寸法精度という特徴を維持して高強度部品を製造できる可能性が期待できる。さらに、粉末素材として金属粉末以外にセラミックス等の粉末を混合して、成形及び焼結することが可能になれば、従来にない高密度の粉末複合材料を製造する可能性が期待できる。

そこで本研究では、その予備的研究として、アルミニウム-アルミナ粉末の圧密及び摩擦押出し、後方押出しによりどの程度の高密度化が達成されるかを比較検討する。

2 粉末材料からの薄肉缶の成形原理

2-1 金属粉末の圧密及び成形

粉末素材から製品を製造する方法には図1に示すよう

な方法が考えられる。

(1) 粉末冶金は、圧密成形によりほぼ製品に近い形状に成形した後、焼結により、製品強度を発現させる方法である。この方法は材料歩留りが高く、加工工程が少ないという特徴を持っているが、一般に粉末焼結材ではその内部にある程度の空孔が残留しており、その機械的諸性質に対して材料密度が大きく関与してくる。なかでも靱性に対する空孔の影響が大きく、高靱性な焼結品を得るためには、圧密密度を真密度近くまでに高めると同時に、密度分布を均一にするような工夫が必要である。

(2) 焼結鍛造は、プリフォームといわれる製品の形状に近い圧密成形を行い、このプリフォームを温間または熱間鍛造することにより、圧密成形時の空孔を圧縮し閉塞するとともに拡散接合を生じさせる方法である。鍛造によりかなりの高密度化が達成されるが、温・熱間状態の加工であるため、表面酸化や寸法精度の低下等の問題が残る。

(3) 焼結－塑性加工の方法は、円柱や板のような圧密素材を焼結した後、冷間で塑性加工することにより高密度化と高強度化を達成しようとするものである。冷間塑性加工でも、大きな塑性変形を与えることにより、焼結品中の空孔の閉塞と冷間圧接の効果が期待できる。

(4) 塑性加工－焼結の方法は、円柱や板のような圧密素材を冷間で塑性加工しそのまま用いるか、その後焼結す

る方法である。冷間での大きな塑性変形により高密度化が得られ、焼結時の拡散接合による高強度化が達成される。また高密度成形品を焼結するため、焼結による収縮が少なく、高精度の製品が得られることが期待できる。また異種材料の混合粉末の圧密および塑性加工が可能になれば、高強度複合材料の製品が得られる可能性が期待できる。

本研究では、高寸法精度で高密度部品を得るためには、密度を高めながら成形するという(3)及び(4)の方法が有効であると考え、アルミニウム-アルミナ粉末の圧密及び成形について検討を行う。

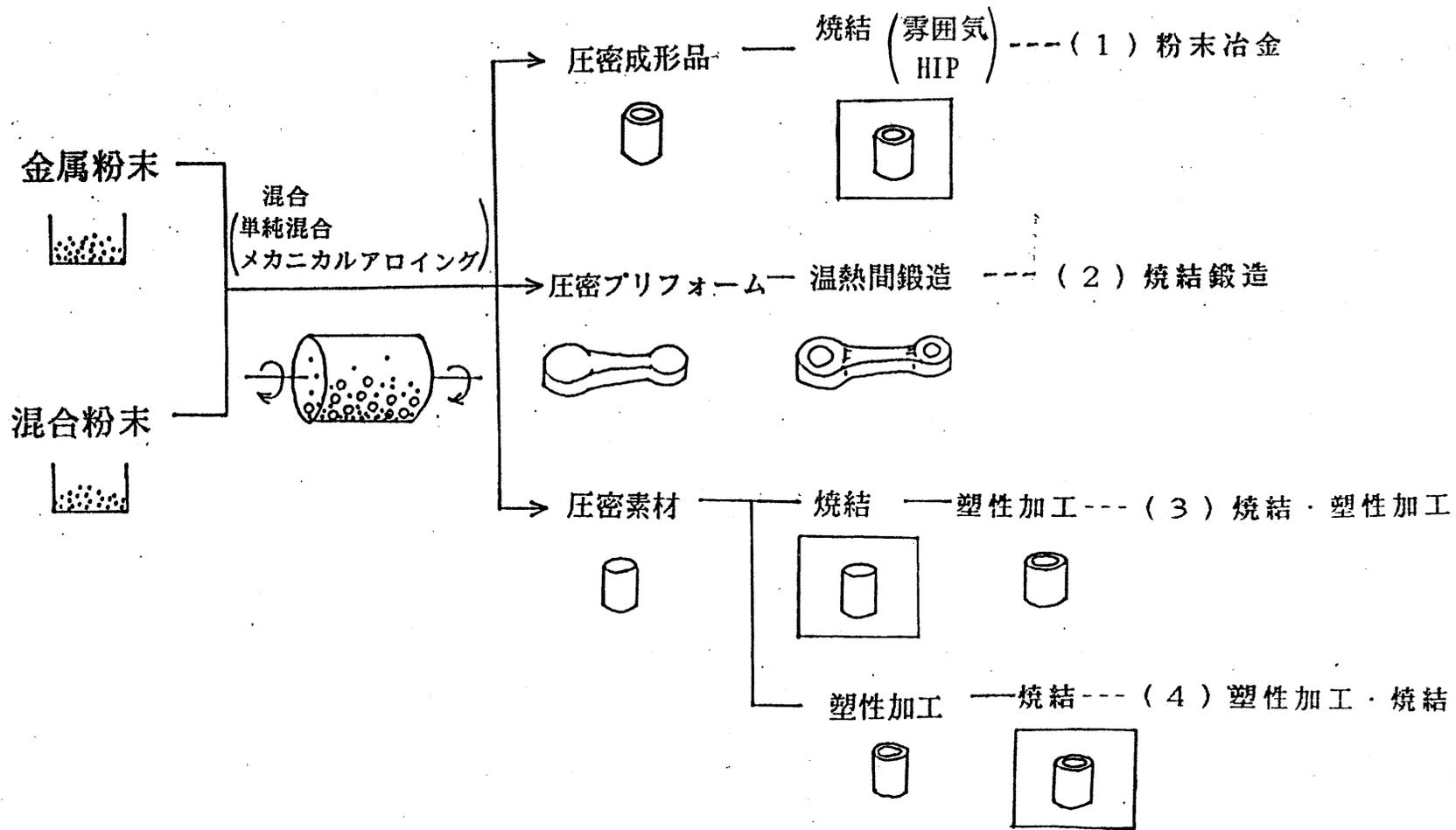


図1 粉末成形による金属基複合材料の成形法の分類

2 - 2 摩擦押し出し成形の原理

図 2 に摩擦押し出し成形による薄肉缶の加工原理を示す。コンテナ内に挿入した中実素材を、パンチとアンビルパンチとの間で加圧してコンテナ内壁に高面圧で押し付けた、いわゆる固着摩擦の状態では、パンチとアンビルパンチを同時に押し下げ、コンテナ内面に働く摩擦せん断力 F_c を利用してパンチ頭部とコンテナの間隙より素材を流出させ、底付き薄肉缶を成形する。素材とコンテナの相対すべりが無く円缶側壁部が形成されるため、理想的には成形高さ h は、パンチ行程 S に一致することになる。摩擦力を最大限に活用するため、摩擦せん断応力を素材のせん断降伏応力と同程度まで高め、固着摩擦の状態ではコンテナ駆動速度とほぼ同じ速度で素材を流出させることが重要である。

この成形法での、コンテナ壁部近傍での大きなせん断変形により、粉末成形の高密度化が生ずる可能性が期待できる。

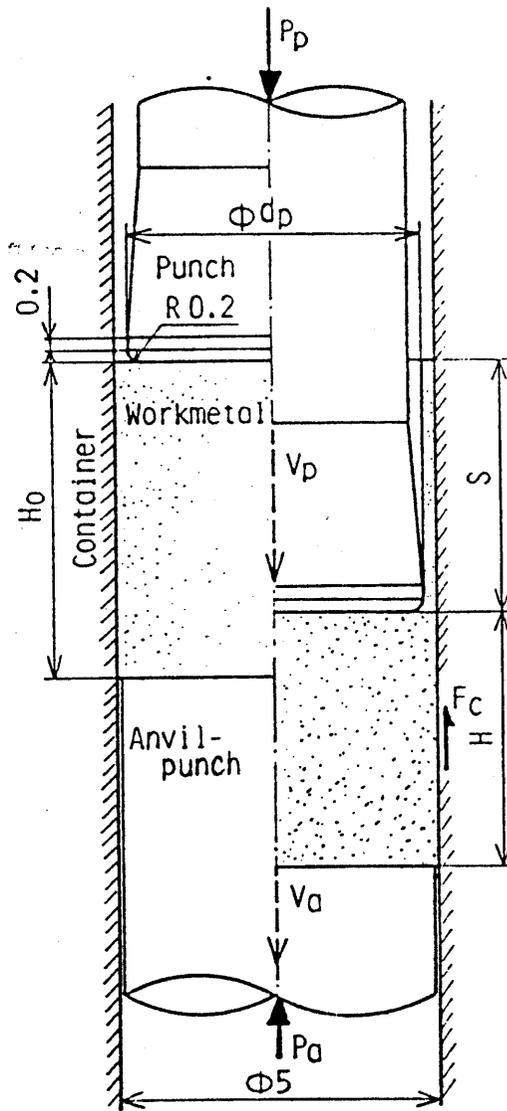


図2 摩擦押し出し成形の加工原理

2 - 3 後方押し出し成形の原理

図3に後方押し出し成形による薄肉缶の加工原理を示す。コンテナ内に挿入した中実素材を、パンチとアンビルパンチとの間で加圧する。アンビルパンチは固定させるため、パンチを下降させていくと、素材は密度がさらに高められ、ある程度の密度に達すると材料はパンチ頭部とコンテナの間隙から流出を始め、底付き薄肉缶を成形する。この時生ずる素材とコンテナ間に働く摩擦力は、加工を妨げる方向に働くため、摩擦押し出しより高い加工力が必要となる。

押し出し部分は、コンテナ内面と接触状態で滑っていくため、表面性状は良好なものとはなりにくい。上述の加工力上昇、表面性状の悪化を防ぐため、後方押し出しでは潤滑剤を用いる。

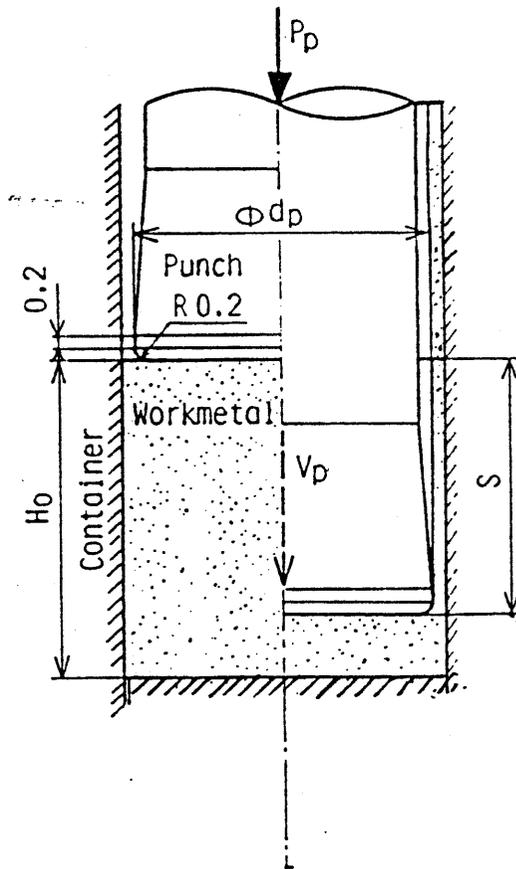


図3 後方押し出し成形の加工原理

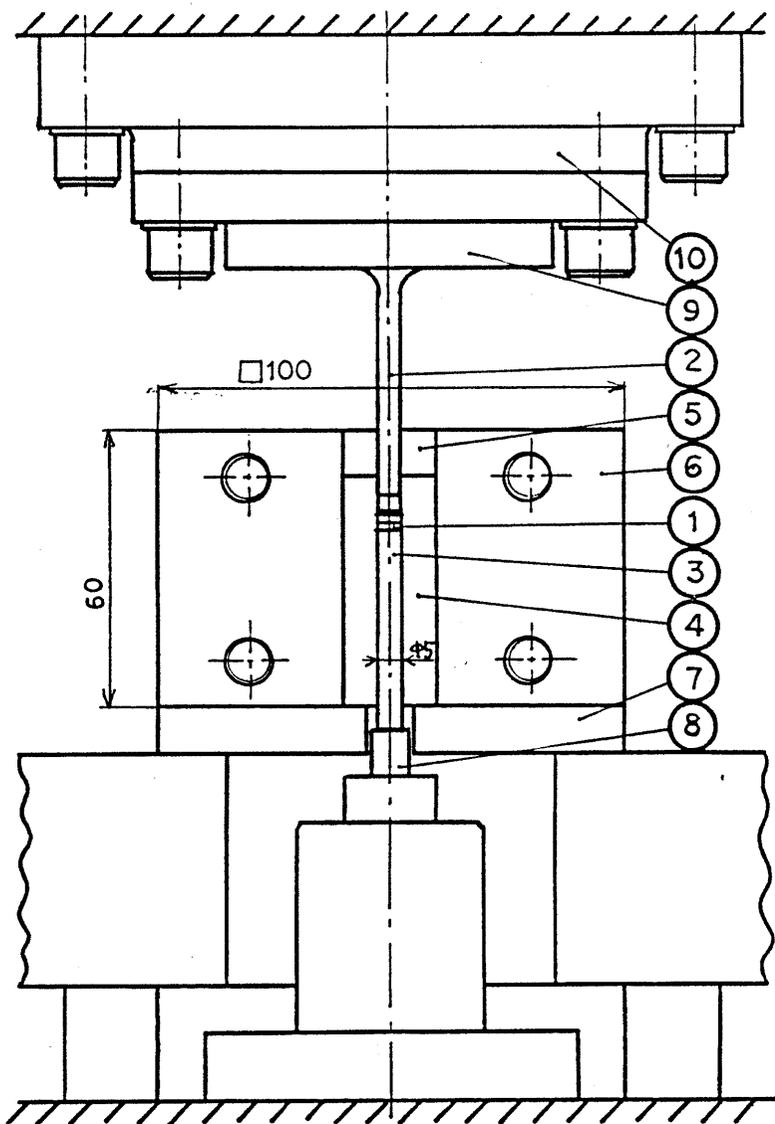
3 実験方法

3-1 実験装置

図4に実験装置の概要を示す。装置はダイセットに組み込まれ、油圧プレス（最大荷重約 10^2 kN）によって負荷される。アンビルパンチの対向荷重は手動油圧ラム（最大荷重約50kN）によって負荷されるが、その荷重Pはその油圧回路のリリーフバルブによって調整される。

パンチ及びコンテナは超硬合金製（JISV4 トーカロイG6）を用いた。パンチ頭部における焼付き発生を抑制するため素材の相対すべりをできるだけ少なくする必要がある。そのため、平頭パンチを用いパンチ頭部の丸み $R = 0.2\text{mm}$ と小さくした。また、その表面粗さ $R_{\text{max}} \approx 0.6\mu\text{m}$ 以下にラッピングしたものをを用いた。

油圧プレス及び手動油圧ラムの圧力は、機械に付属した圧力計に表示され、パンチの移動距離は、ダイセットに取り付けたダイヤルゲージにより測定される。実験に用いた油圧プレス、手動油圧ラムの油圧計の表示と荷重の校正線図を図5に示した。



- ① 試料 ② パンチ ③ アンビルパンチ ④ コンテナ
 ⑤ パンチガイド ⑥ コンテナ締めわく ⑦ 基板
 ⑧ アンビルパンチ支え ⑨ パンチホルダ ⑩ 圧力板

図4 実験装置組立図

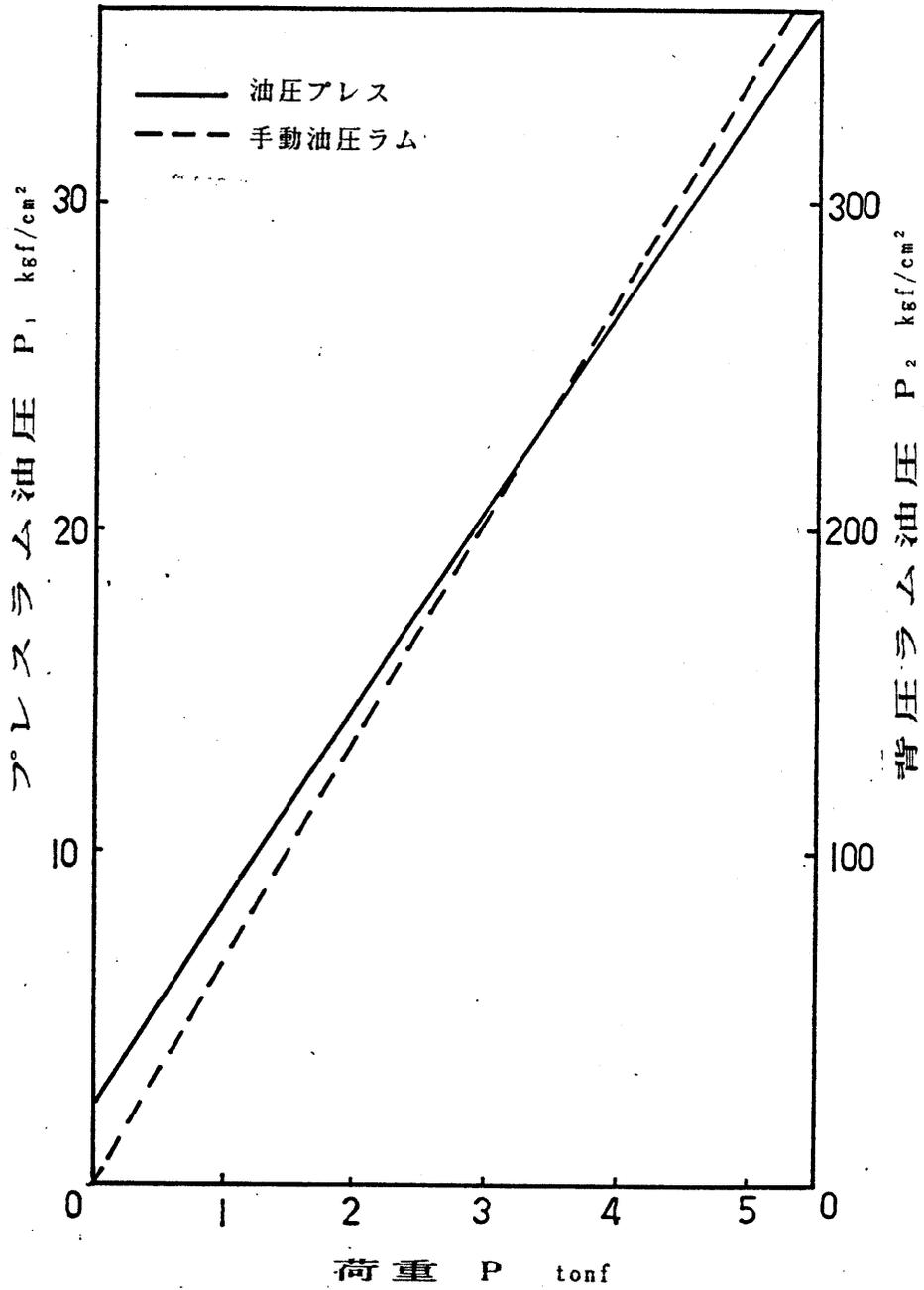


図5 油圧プレスおよび手動油圧ラムと荷重の関係

3-2 実験条件

3-2-1 供試粉末素材

図6に供試粉末素材の顕微鏡写真を示す。供試素材は、アルミニウム粉末とアルミナ粉末を用いた。表1にアルミニウム粉末の成分表を示す。アルミニウム粉末の粒径は約 $150\mu\text{m}$ 、アルミナ粉末の粒径は約 $1\mu\text{m}$ である。各金属粉末は、圧密後の密度を真密度と仮定した場合の成形高さが $h=5\text{mm}$ となるように、電子天秤により重さを測定した。

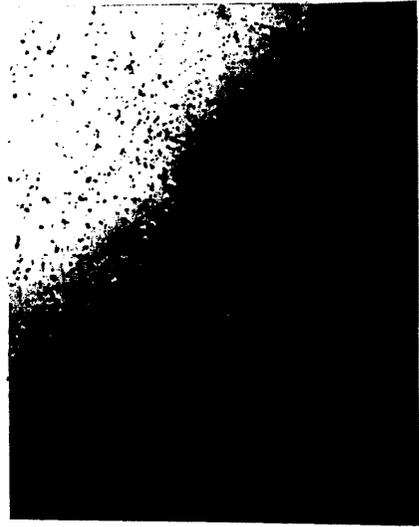
表1 供試アルミニウム粉末の成分表

成分	A l	S i	F e	C u	M n
分析値	99.75	0.09	0.16	tr.	tr.

T i + V	OtherMtl
tr.	tr.



アルミニウム



アルミナ



0.1 μ m

図 6 供試金属粉末の顕微鏡写真

3 - 2 - 2 金属粉末圧密の実験方法

粉末圧密の場合、図4に示す実験装置において基板⑦のかわりに、焼入れ圧板を挿入しアンビルパンチを固定した。圧密は、図7に示すようにパンチ径を $d_p = 5 \text{ mm}$ とし、密閉型内で行った。

金属粉末は、圧密後の密度を真密度と仮定した場合の成形高さが $h = 5 \text{ mm}$ となるように、電子天秤により重さを測定して、圧密を行った。

圧密工程では、コンテナ内面とパンチ面をトルエンにて脱脂洗浄した無潤滑状態で作製した。

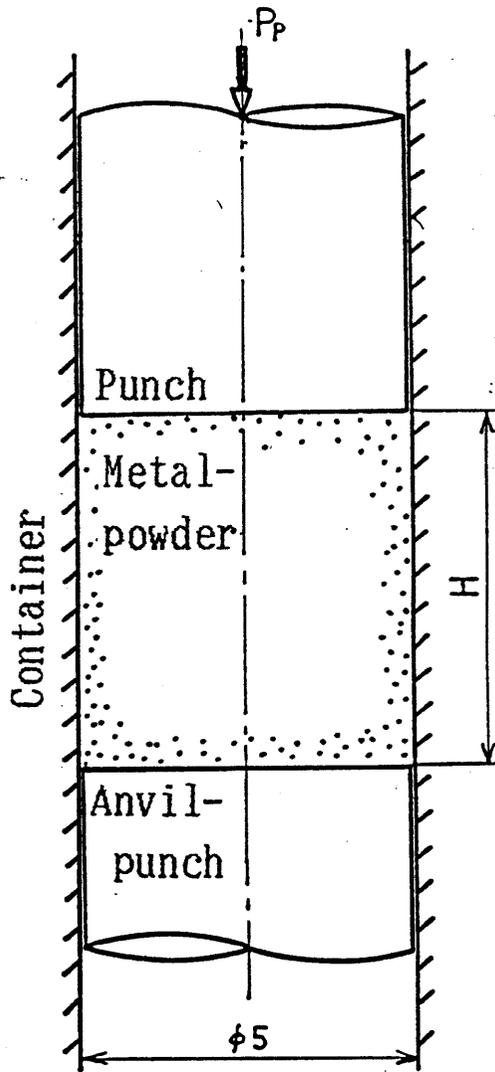


図7 圧密の加工主要部

粉末圧密は以下の手順で行った。

- 1 試験片を用いず、パンチとアンビルパンチを軽く接触させ、図4に示すように装置を組む。
- 2 保護板を取り付け、パンチを下降させる。油圧プレスを所定の圧力に調整する。
- 3 油圧プレスを停止させ装置を分解した後、コンテナ内面とパンチ面をトルエンにて脱脂洗浄し、パンチとアンビルパンチとの間に金属粉末試料を充填する。
- 4 保護板を取り付けた後、パンチを下降させ成形を行う。
- 5 パンチを下げ終えた後、装置を分解して製品を取り出す。
- 6 マイクロメーターにより、圧密素材の直径と成形高さを測定し、電子天秤により、重量を測定して密度を算出する。

3 - 2 - 3 密度、硬さ、組織観察の測定方法

密度は、単重量 W_1 、含油重量 W_2 、含油水中重量 W_3 を電子天秤を用いて測定し以下に示す式で算出する含浸法と、製品の成形高さ、深さ、肉厚、外径、重量を測定した寸法密度の二つの方法を用いた。前者は成形した製品の缶壁部と缶底部を切断し、それぞれの密度を比較するために測定した。後者は焼結による継続的な密度変化を測定する必要があるものについて行った。

$$\text{密度 } d_0 = \frac{W_1}{W_2 - W_3}$$

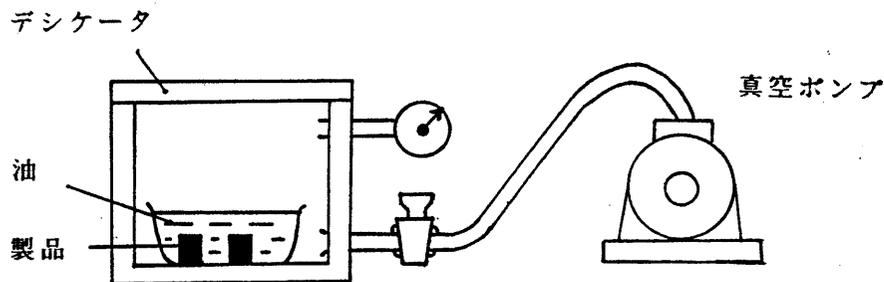


図 8 含浸法の略図

硬さはマイクロビッカース硬さ試験機を使用して測定を行った。各製品の缶壁上部、缶壁中央部、缶底部の三ヶ所でそれぞれ数点ずつ硬さを測定しその平均値を強度の対象とした。

圧密素材及び製品の組織観察方法は、製品をエポキシ樹脂で固め、二つに切断し、切断面をバフ研磨した後、製品の材料流れ、結合の様子等を観察する。

3 - 2 - 4 押出し成形の実験条件

摩擦押出し、後方押出し成形では、コンテナ内径は $d_c = 5\text{mm}$ 一定で、パンチ径を $d_p = 4.735, 4.180$ 及び 3.870mm の3種類使用してそれぞれの場合の断面減少率は $R_e = 90, 70$ 及び 60% とした。

摩擦押出し成形は、コンテナ内面と素材側面間が固着摩擦状態での加工が有効であるため、コンテナ内面と素材をトルエンにて脱脂洗浄した無潤滑状態とした。但し、パンチ面のみ二硫化モリブデン潤滑剤を塗布した。

後方押出し成形は、コンテナ内面と素材側面間の摩擦力は加工を妨げるため、二硫化モリブデンを塗布し、パンチ面も同様に行った。

成形時のパンチ下降速度は、極めて低速（約 0.1mm/s ）とした。

3 - 3 実験手順

図9に本研究の実験手順を示す。

3 - 3 - 1 常温押出し成形の場合

アルミニウム粉末にアルミナ粉末を $0, 10, 20, 30\%$ 混合し圧密した円柱素材（直径 $5 \sim 5.1\text{mm}$ 、高さ $5 \sim 5.3\text{mm}$ ）を摩擦押出し及び後方押出しにより成形する。成形された製品の諸寸法、硬さを測定し、缶壁部と缶底部に切断して密度を算出する。又、成形した製品を電気炉中で 400°C （ $1 \sim 10$ 時間程度）焼結し、焼結時間に対する密度、

硬さの変化を測定する。

3 - 3 - 2 素材焼結後の押出し成形の場合

圧密した円柱素材を、電気炉で400℃及び600℃の温度で時間を（1～5時間）変えて焼結を行う。それらの圧密焼結円柱素材を摩擦押出し及び後方押出し成形を行い、製品の諸寸法、硬さを測定し、比較、検討する。

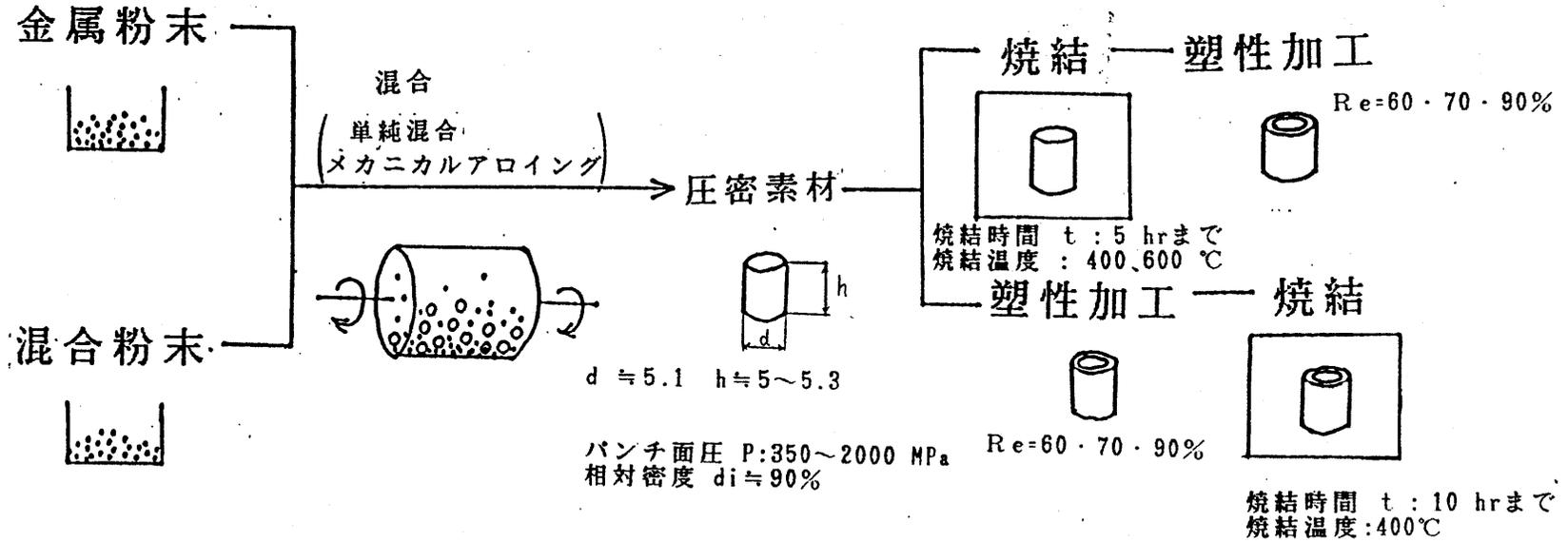


図9 粉末成形による金属基複合材料の成形法の分類

3 - 3 - 3 摩擦押出し成形の実験手順

摩擦押出し成形の実験手順は、以下の手順で行った。

- 1 試験片を用いず、パンチとアンビルパンチを軽く接触させ、図4に示すように装置を組む。その後手動油圧ラムのリリーフバルブを閉じ、アンビルパンチを固定する。
- 2 保護板を取り付け、パンチを下げる。油圧プレスのリリーフバルブにより、所定の圧力に調整する。
- 3 油圧プレスを停止させ装置を分解した後に、試験片、コンテナ内面をトルエンにて脱脂洗浄し、パンチ面に二硫化モリブデンを塗布する。
- 4 パンチと試験片上面が軽く接触するように、隙間なく試験片を装填し装置を組む。
- 5 保護板とダイヤルゲージを取り付け、ダイヤルゲージの値を読み取る。パンチを下げ、手動油圧ラムによりパンチ速度を調節する。
- 6 パンチを下げ終えた後、停止させパンチ工程Sを読み取る。装置を分解して製品を取り出す。
- 7 製品の高さ、深さ、外径、肉厚、重量を測定する。

3 - 3 - 4 後方押出し成形の実験手順

後方押出し成形の実験は、以下の手順で行った。

- 1 試験片、コンテナ内面、パンチ面に二硫化モリブデンを塗布する。

- 2 パンチと試験片上面が軽く接触するように、隙間なく試験片を装填し装置を組む。
- 3 手動油圧ラムのリリーフバルブを閉じ、アンビルパンチを固定する。
- 4 保護板とダイヤルゲージを取り付け、ダイヤルゲージの値を読み取る。パンチを下げ、油圧プレスによりパンチ速度を調節する。
- 5 パンチを下げ終えた後、停止させパンチ工程Sを読み取る。装置を分解して製品を取り出す。
- 6 製品の高さ、深さ、外径、肉厚、重量を測定する。

4 混合粉末材料の圧密及び熱処理による特性変化

図10はアルミニウム粉末にアルミナ粉末をそれぞれ0, 10, 20, 30%混合し、圧密した場合のパンチ面圧と相対密度の関係を示したものである。型面はトルエンにて脱脂洗浄した。パンチ面圧 $P_m \approx 440 \text{ MPa}$ で純アルミニウム粉末は相対密度約95%となり、かなりの高密度まで圧密されることが分かる。これは、アルミニウム粉末は粉末粒子が軟質で容易に粉末粒子の変形と粒子間の圧着が生じるためと考えられる。相対密度約90%の圧密素材を得るためには、純Alでは約320MPa、Al-10%Al₂O₃では約660MPa、Al-20%Al₂O₃, Al-30%Al₂O₃では、2000MPa以上のパンチ面圧を必要とする。これは、アルミナ粉末はアルミニウム粉末に比べ硬質であるため、アルミニ

ウム粒子の変形と圧着を妨げ、圧密を困難とするような作用をするためと考えられる。

以上のように、アルミナの混合率が高まるにつれて、所定の相対密度を得るために必要な面圧が増大することがわかる。

図 1 1 は相対密度約 90% の圧密素材のアルミニウム-アルミナの混合率に対するピッカース硬さの関係を示す。

アルミナの混合率の増加に伴い、純アルミニウムのピッカース硬さ $H_v \approx 45$ から $Al-30\%Al_2O_3$ の $H_v \approx 55$ となるまでほぼ直線的に増加する。これは、軟質のアルミニウム粒子が硬質アルミナ塊によって加工が妨げられ、加工硬化を起こすためと考えられる。

図 1 2 に相対密度約 90% の圧密素材の顕微鏡写真を示す。純アルミニウムの圧密素材では、アルミニウム粒子が十分に変形し、粒子間の接合がかなり生じているようであるが、これに対しアルミナ混合率の増加に伴って点状の空孔が増加し、その空孔にアルミナ粒子が塊状に介在しているようである。そのためアルミニウム粒子間の自身の変形が十分に生ぜず結合が弱められているものと考えられる。このため、硬さは増加するが素材はかなり脆性的である。

図 1 3 は相対密度約 90% の圧密素材を $400^\circ C$ で 1~5 時間焼結した場合の寸法変化の様子を示したものである。

直径、試料高さともアルミナの混合率が低いほど焼結

により膨張が大きくなる傾向にある。しかし、その寸法の増加は、すべて1%程度以下のわずかな値となっている。一方、図14は、600℃で焼結した場合の寸法変化を示したもので、アルミナ混合率の差異による変化傾向は明確でないが、寸法の膨張はいずれも1%以下である。

図15及び図16は相対密度約90%の圧密素材の焼結によるビッカース硬さの変化を示す。どの圧密素材においても焼結を1時間行った時点で硬さは急激に減少（ビッカース硬さで約25の減少）し、その後の硬さは、 $H_v = 30 \sim 35$ 程度で、ほぼ一定となっている。これは、アルミニウムが焼結によって焼きなまされ本来の硬さに近づいたと考えられる。また、焼結温度については、400℃と600℃では、大きな違いはみられなく、図17、18に示す組織写真からも違いはみられなかった。

以上のように、アルミナの混合率を変化させても、圧密素材の熱処理（焼結）により硬さはほとんど同程度となり、アルミナによる強度向上はほとんど出現していないことがわかる。

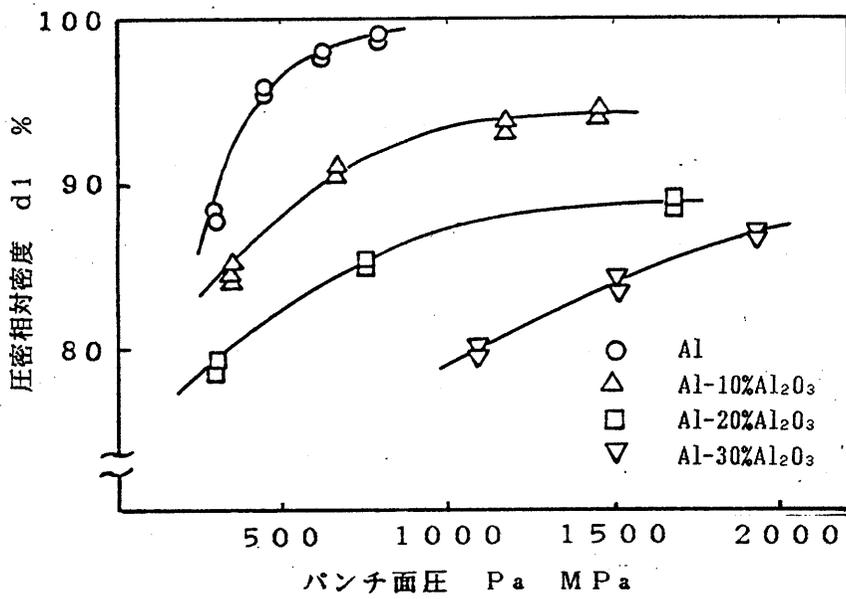


図10 圧密相対密度曲線

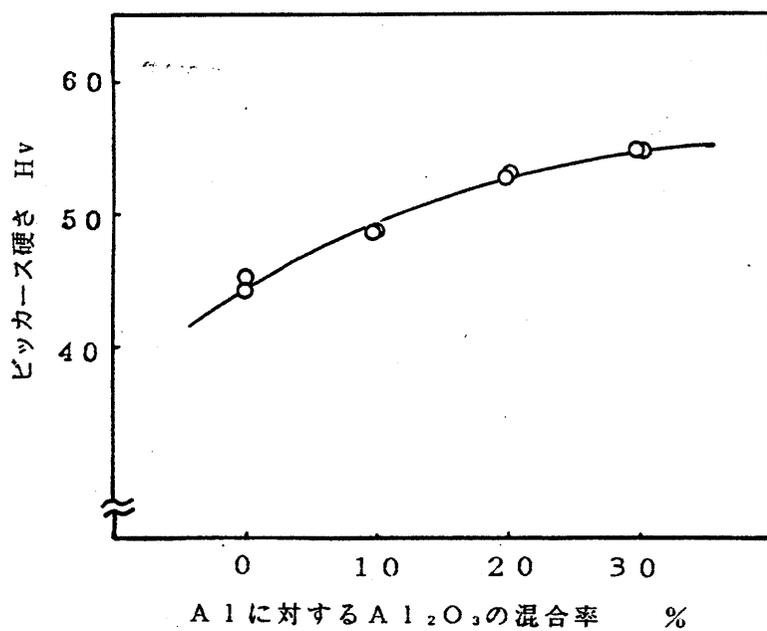
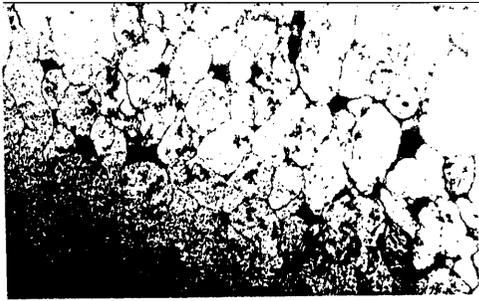
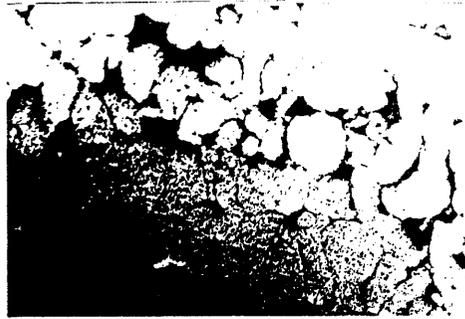


図 11 Al-Al₂O₃の混合率に対するビッカース硬さの関係



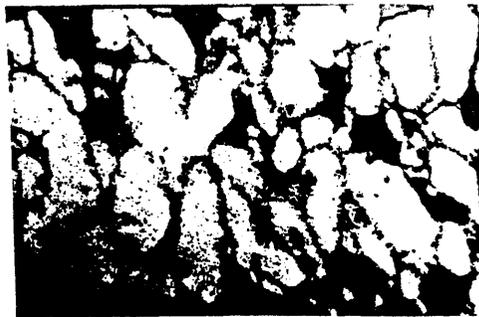
Al



Al-10%Al₂O₃



Al-20%Al₂O₃

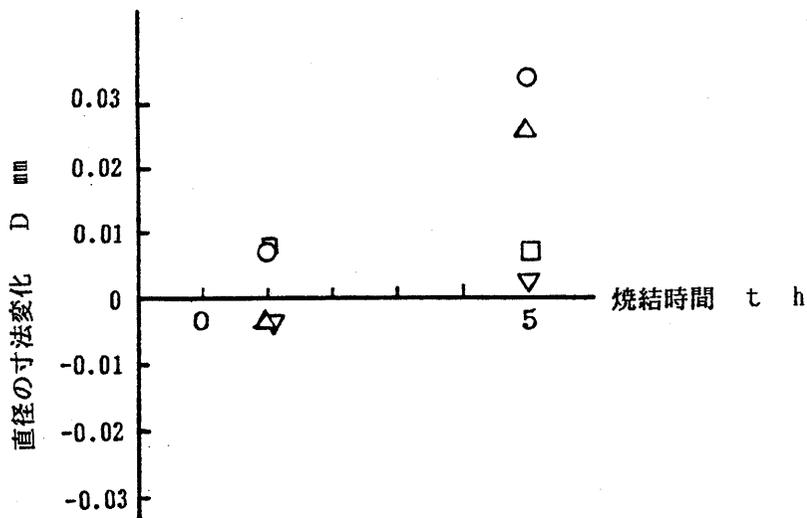
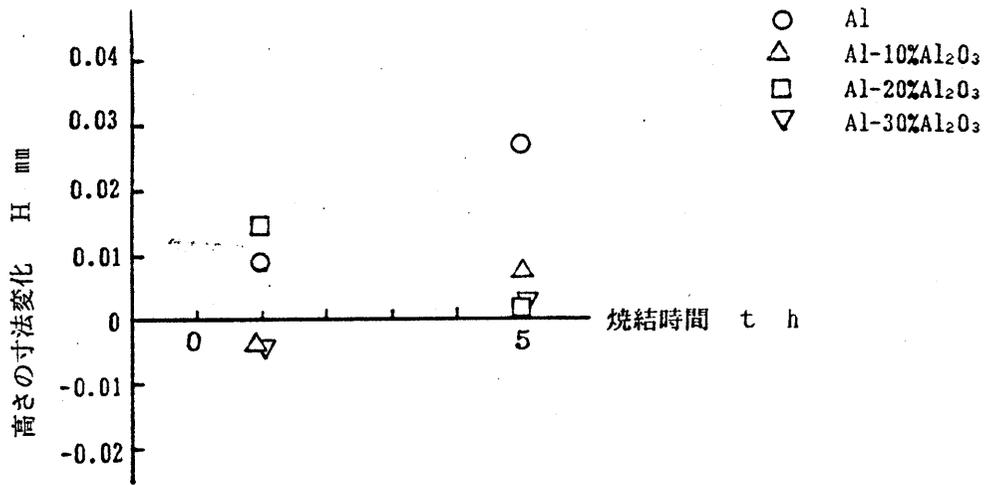


Al-30%Al₂O₃

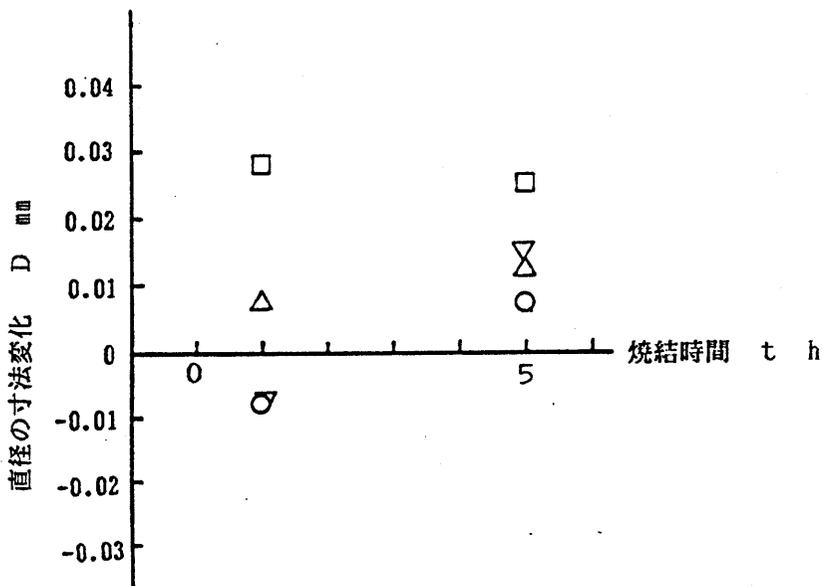
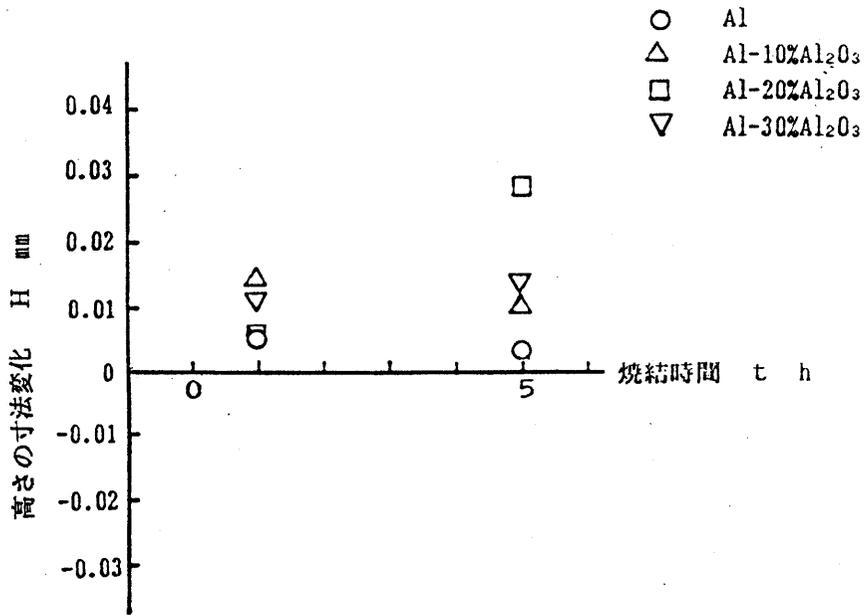
0.1 mm

相对密度 $d_0 \approx 90\%$

図12 圧密素材の顕微鏡写真

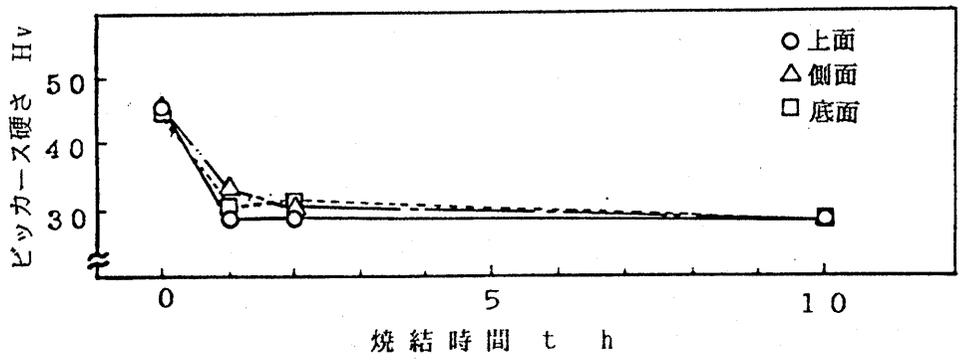


焼結温度 400 °C
 図13 焼結時間に対する圧密素材の寸法変化

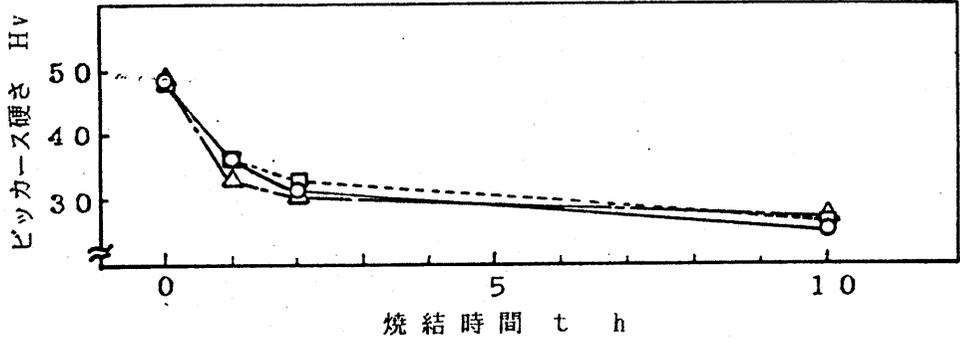


焼結温度 600°C

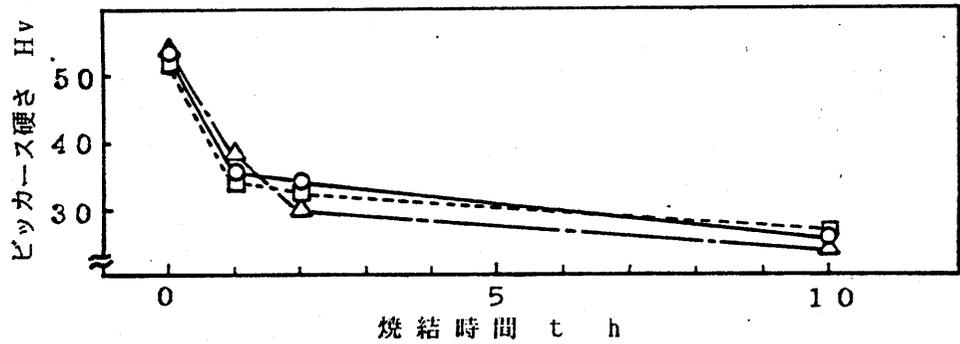
図14 焼結時間に対する圧密素材の寸法変化



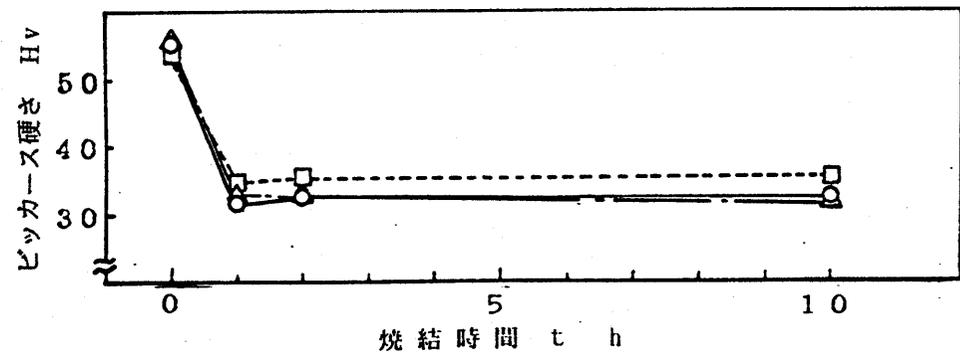
(a) 純アルミニウム



(b) Al-10%Al₂O₃



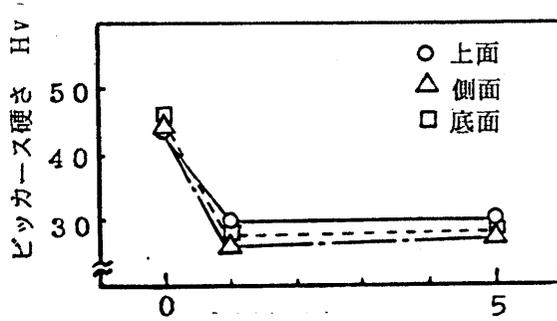
(c) Al-20%Al₂O₃



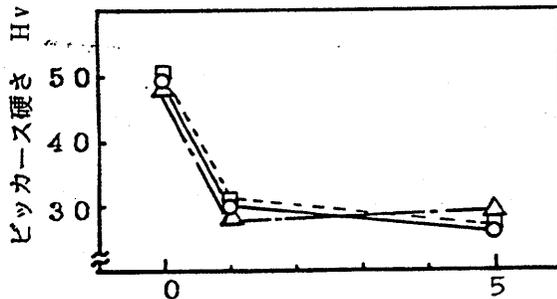
(d) Al-30%Al₂O₃

焼結温度 400°C

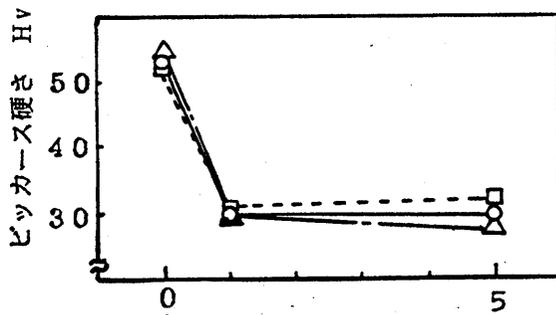
図15 圧密素材の焼結時間に対するピッカース硬さの関係



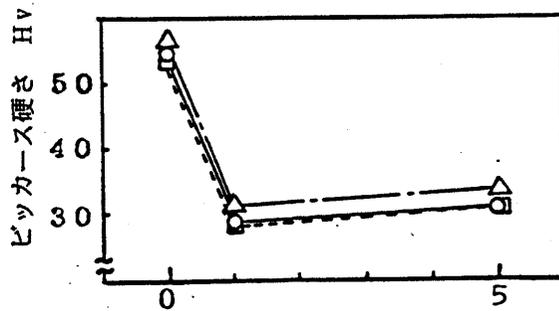
焼結時間 t h
(a) 純アルミニウム



焼結時間 t h
(b) Al-10%Al₂O₃



焼結時間 t h
(c) Al-20%Al₂O₃



焼結時間 t h
(d) Al-30%Al₂O₃

焼結温度 600 °C

図16 圧密素材の焼結時間に対するビッカース硬さの関係



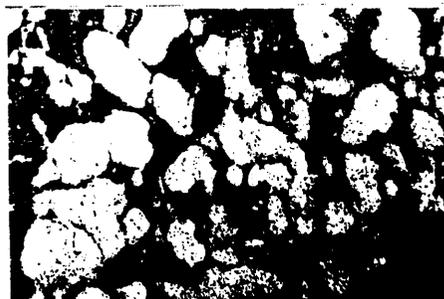
Al



Al-10%Al₂O₃



Al-20%Al₂O₃



Al-30%Al₂O₃

0.1 mm

相对密度 $d_0 = 90\%$

図17

圧密焼結素材の顕微鏡写真
(400°C 1hr) - 130 -



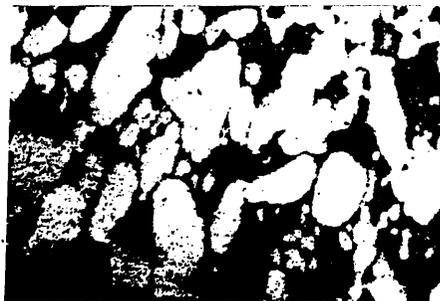
Al



Al-10%Al₂O₃



Al-20%Al₂O₃



Al-30%Al₂O₃

0.1 mm

相对密度 $d_0 \approx 90\%$

図18

圧密焼結素材の顕微鏡写真
(600°C 1hr)

5 常温押し出し成形及び製品焼結による特性変化

5-1 常温押し出し成形

表2に成形可能条件を示す。摩擦押し出し成形ではA1-10%A1₂O₃まで、後方押し出し成形では、A1-20%A1₂O₃まで断面減少率 $R_e = 60 \sim 90\%$ において全て成形可能となった。摩擦押し出し成形ではA1-20%A1₂O₃の断面減少率 $R_e = 90\%$ 、A1-30%A1₂O₃の断面減少率 $R_e = 70, 90\%$ での加工は、成形自体は可能であるが、壁面への凝着及び粒子間結合の不足により、コンテナから製品の取り出し時に破壊してしまった。そのため凝着防止及び製品の取り出し方を工夫する必要がある。後方押し出し成形では、A1-30%A1₂O₃の製品はかなりもろくなっている。又、断面減少率 $R_e = 90\%$ の製品全てにおいて缶底部分が直径方向に膨張した製品となった。

図19から図22まで相対密度が異なるアルミニウム-アルミナ粉末の円柱圧密素材を用いて断面減少率 $R_e = 90, 70, 60\%$ で摩擦押し出し及び後方押し出し成形した場合について成形前と成形後の缶壁部及び缶底部の相対密度の関係を示したものである。

純アルミニウムの場合、缶壁部、缶底部とも成形前の相対密度82~99%いずれの場合にも、成形後の密度が95%以上になり十分な密度上昇が達成されることが分かる。アルミナの混合率が20%以上になると、摩擦押し出し、後方押し出しともに、成形前後の相対密度の変化はあまりみ

られない。これは、アルミナ粒子が硬質であるため純アルミニウム粉末粒子間の圧着を妨げているためと考えられる。

図 2 3 は、相対密度約 90% の円柱圧密素材を摩擦押出し及び後方押出し成形した製品のアルミニウムに対するアルミナの混合率と、ビッカース硬さの関係を示したものである。ビッカース硬さの変化はアルミナの混合率に対し一定の傾向がみられない。

図 2 4 に製品の組織写真を示す。素材の押出し成形において、摩擦押出しではコンテナ壁面に沿ってせん断変形が起こっているが、後方押出しではパンチ面近傍に集中して変形が起こっていることが確認される。

供試素材 Re %	Al	Al- 10%Al ₂ O ₃	Al- 20%Al ₂ O ₃	Al- 30%Al ₂ O ₃
60	○	○	○	○
70	○	○	○	△
90	○	○	△	△

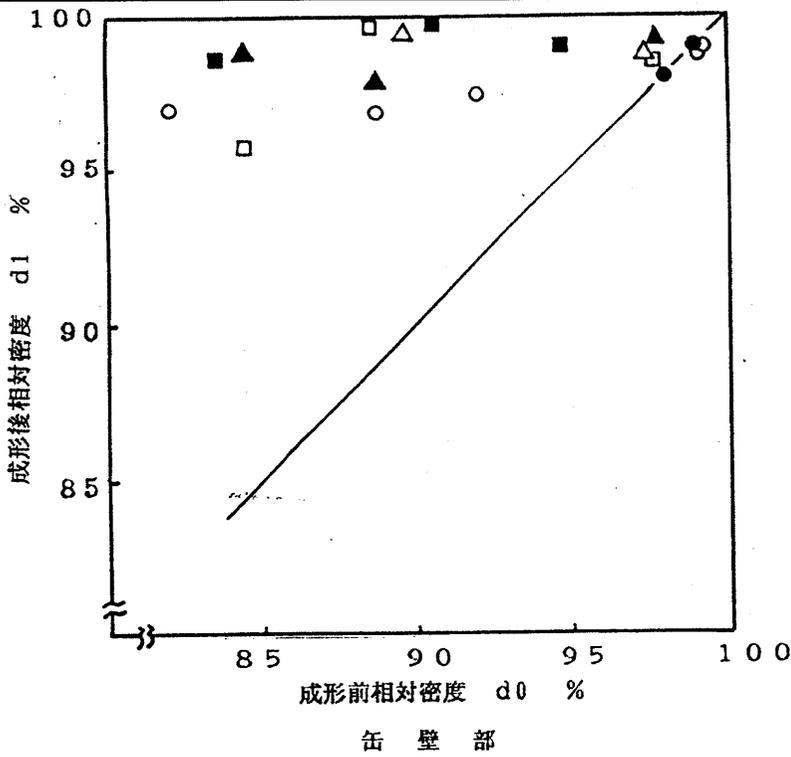
摩 擦 押 出 し

供試素材 Re %	Al	Al- 10%Al ₂ O ₃	Al- 20%Al ₂ O ₃	Al- 30%Al ₂ O ₃
60	○	○	○	○
70	○	○	○	○
90	○	○	○	×

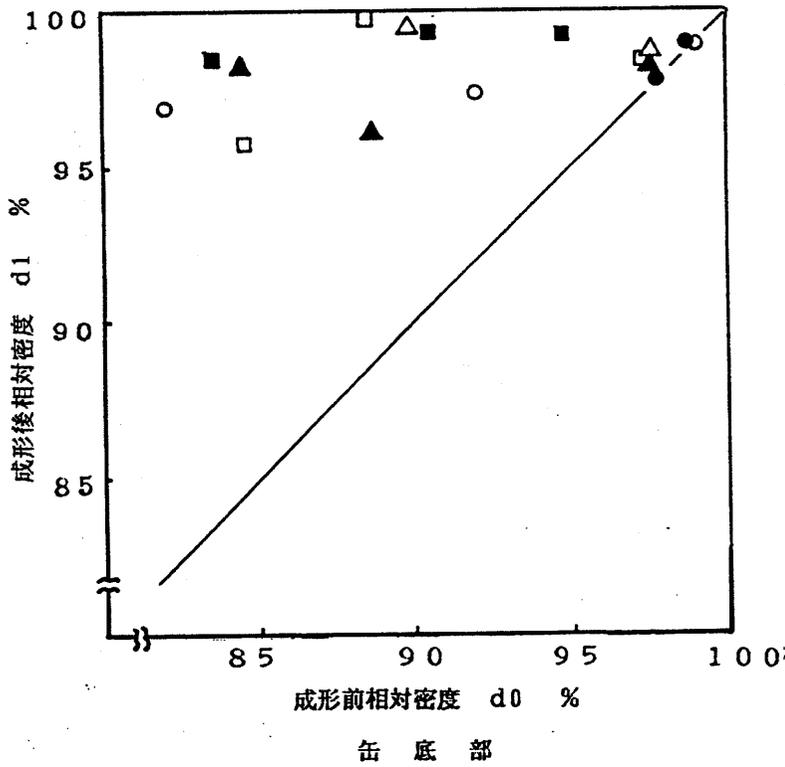
後 方 押 出 し

- 製品
- 缶底部の膨張した製品
- △ 凝着破壊
- × 成形不可能

表 2 常温圧密後常温押出しの成形可能条件

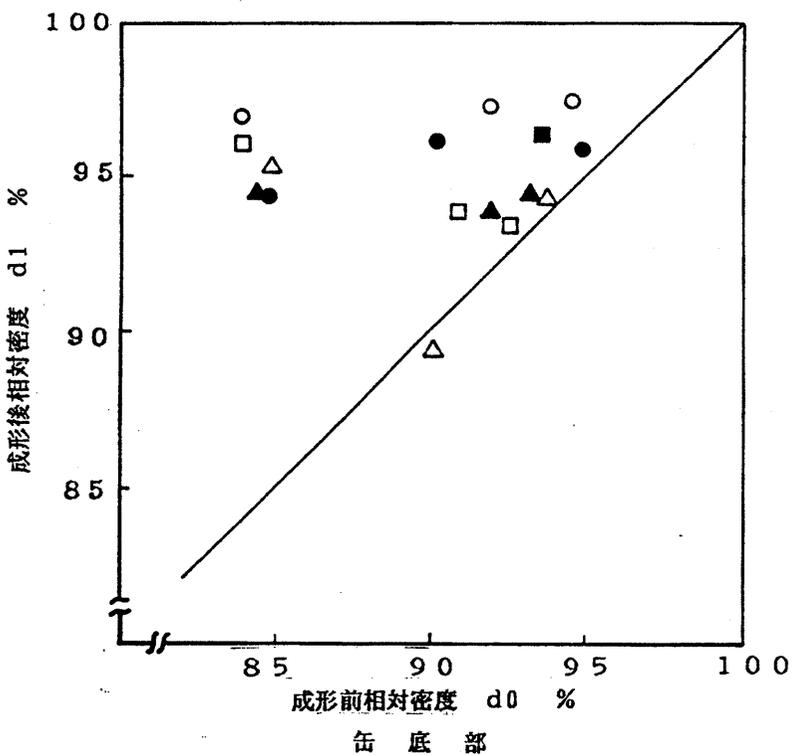
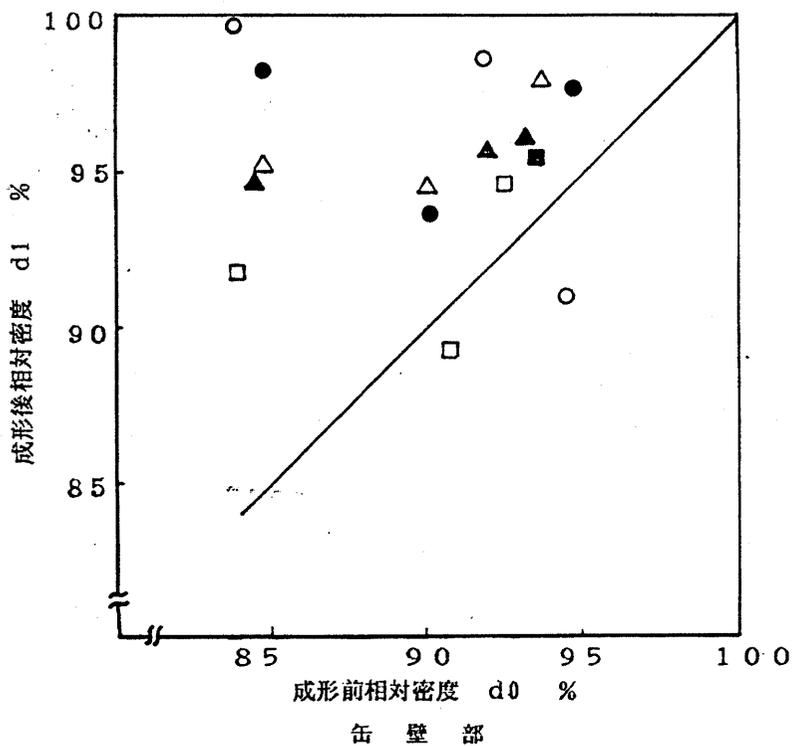


- Re=90% 摩擦押出し
- Re=70% //
- ▲ Re=60% //
- Re=90% 後方押出し
- Re=70% //
- △ Re=60% //



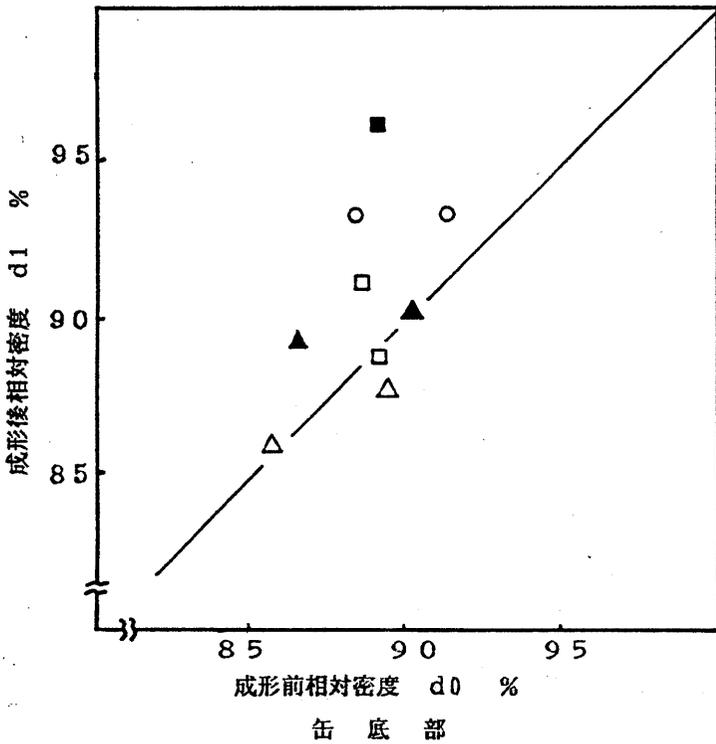
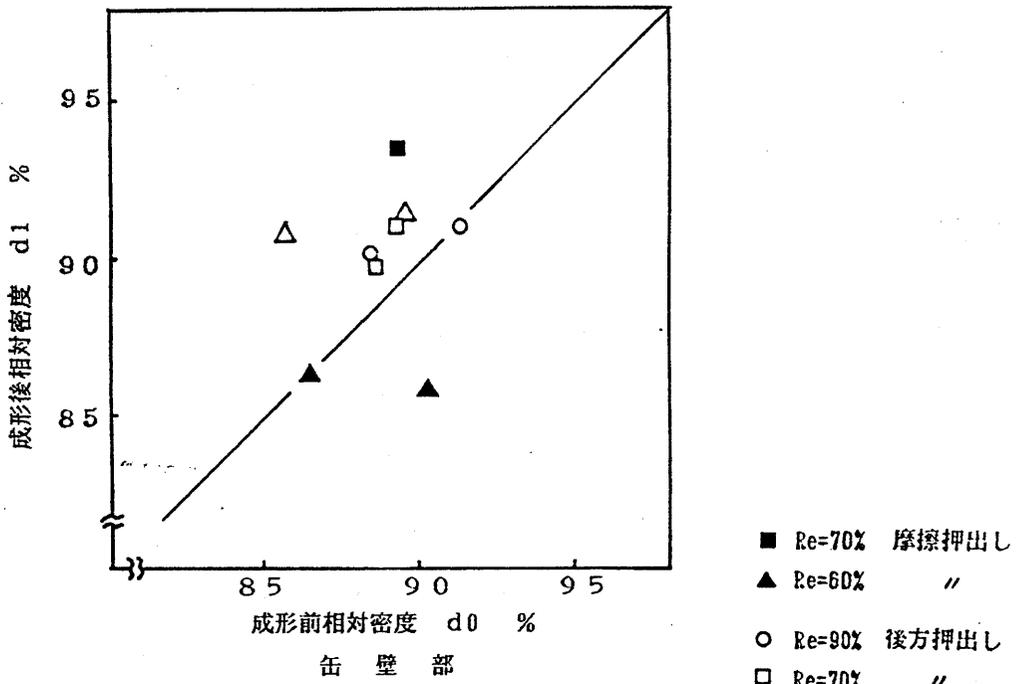
(a) 純アルミニウム

図19 素材相対密度に対する成形後の相対密度



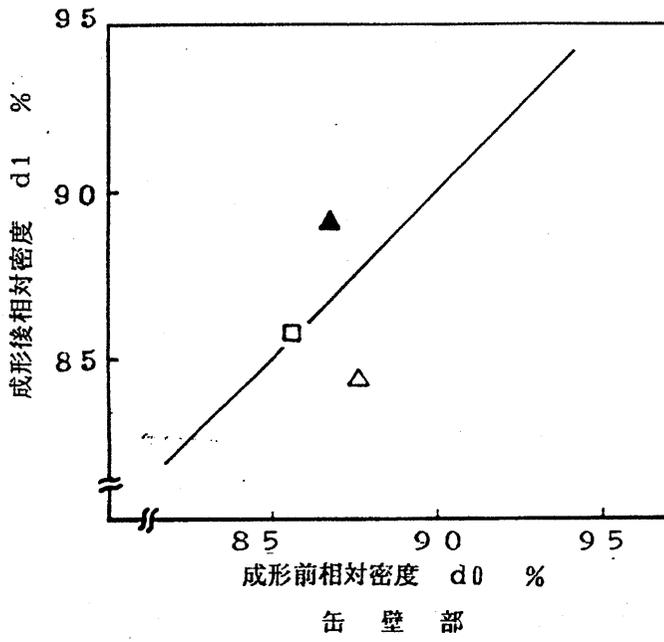
(b) Al-10%Al₂O₃

☒ 20 素材相対密度に対する成形後の相対密度

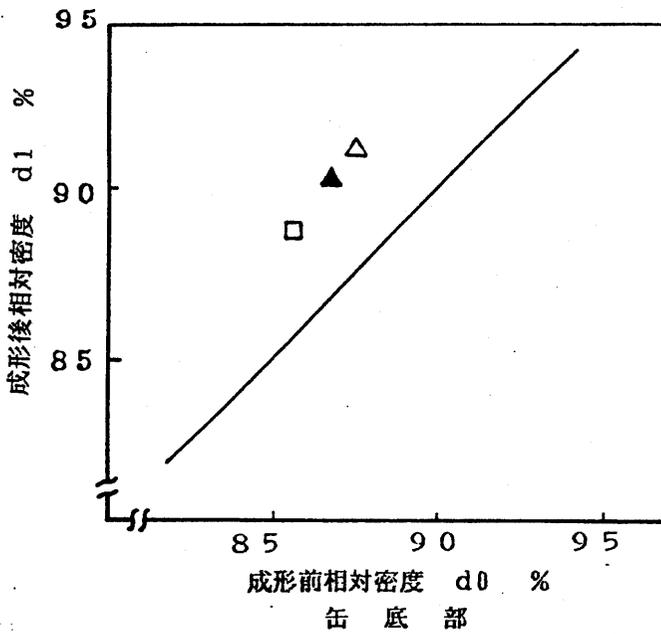


(c) Al-20%Al₂O₃

図 21 素材相対密度に対する成形後の相対密度



- ▲ Re=60% 摩擦押し出し
- Re=70% 後方押し出し
- △ Re=60% //



(d) Al-30%Al₂O₃

☒22 素材相対密度に対する成形後の相対密度

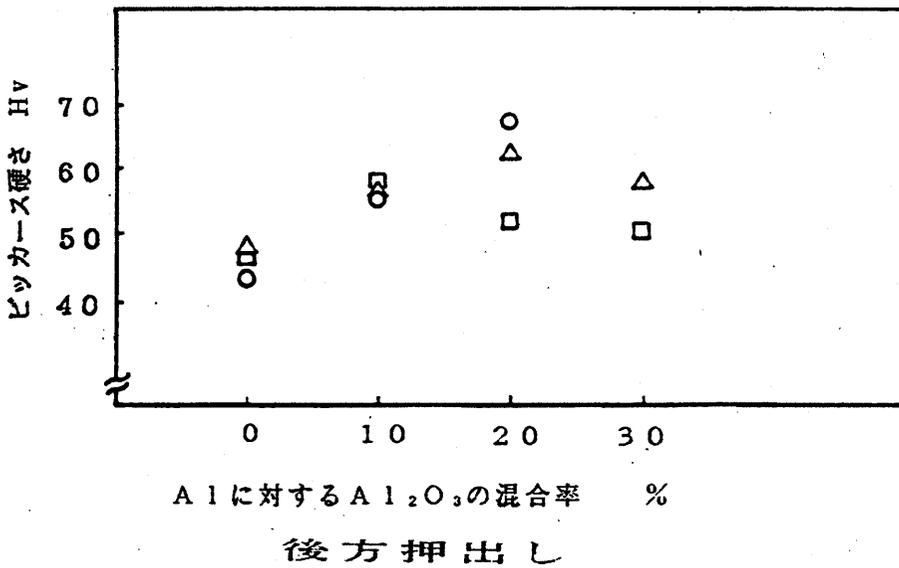
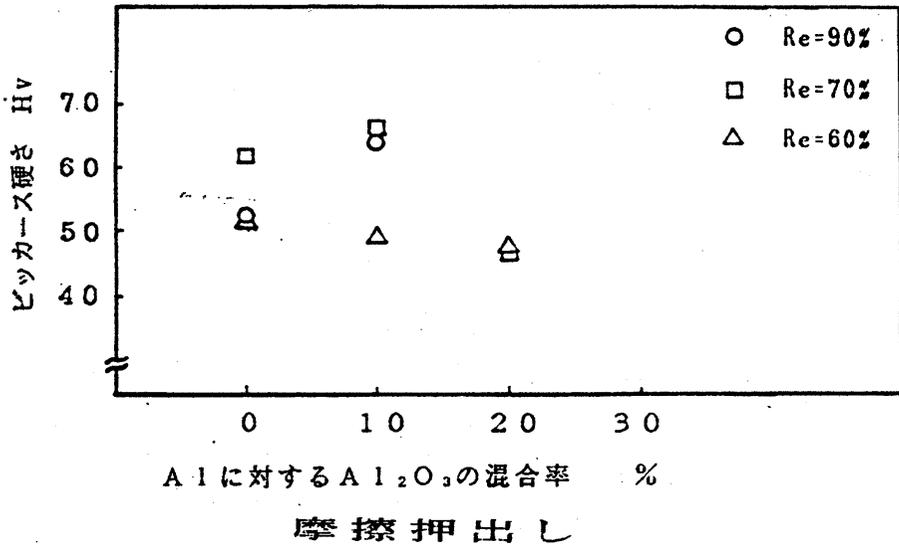


図23 アルミニウムに対するアルミナの混合率%とピッカース硬さHVの関係

摩擦押出し



Al

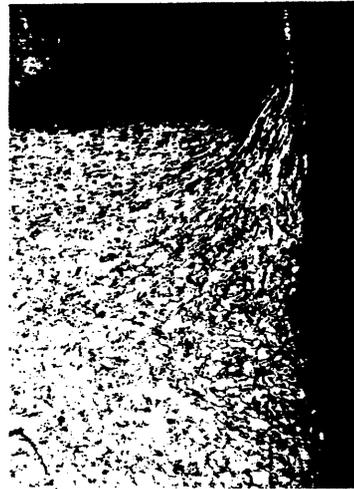


Al-10%Al₂O₃

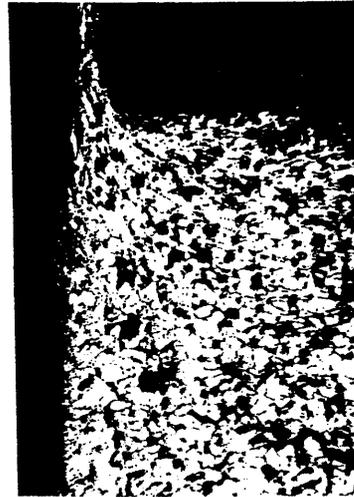
H
0.1mm

Re = 90%

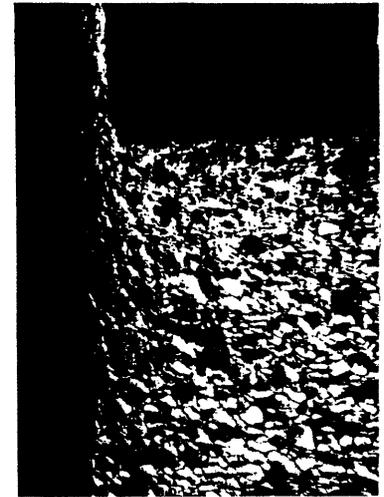
後方押出し



Al



Al-10%Al₂O₃



Al-20%Al₂O₃

図24 常温押出し成形の顕微鏡写真

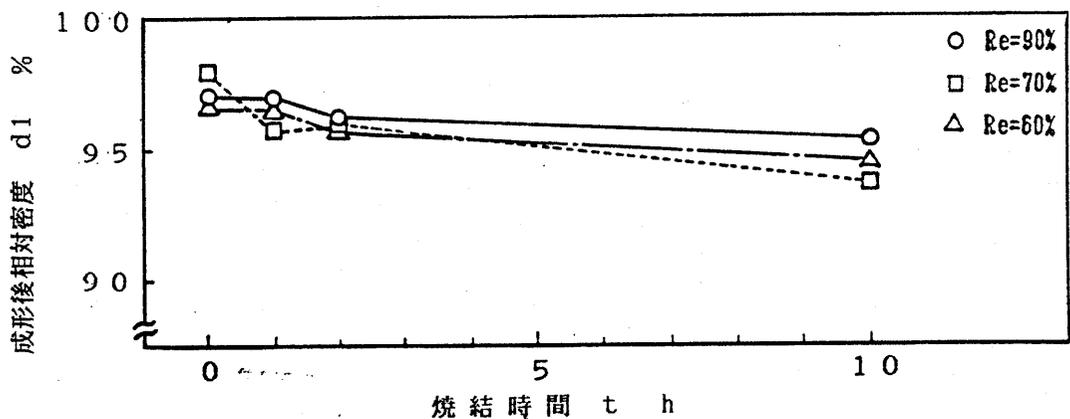
5 - 2 焼結による製品の特性変化

図 2 5 及び図 2 6 は、アルミニウム - アルミナの各種混合粉末の円柱圧密素材（相対密度約 90%）を断面減少率 $R_e = 90, 70, 60\%$ で、摩擦押出し及び後方押出しによって成形した薄肉缶について焼結時間に対する相対密度の関係を示したものである。焼結温度はいずれも 400°C である。摩擦押出し、後方押出しともに、焼結による相対密度の変化は数%以内で一定の傾向は認められない。なお、一部の製品に焼結後製品表面に空気が入って膨張した跡がみられた。これは圧密時に抜けなかった空気の膨張によるものと考えられ、圧密時には脱気の工夫が必要であると考えられる。

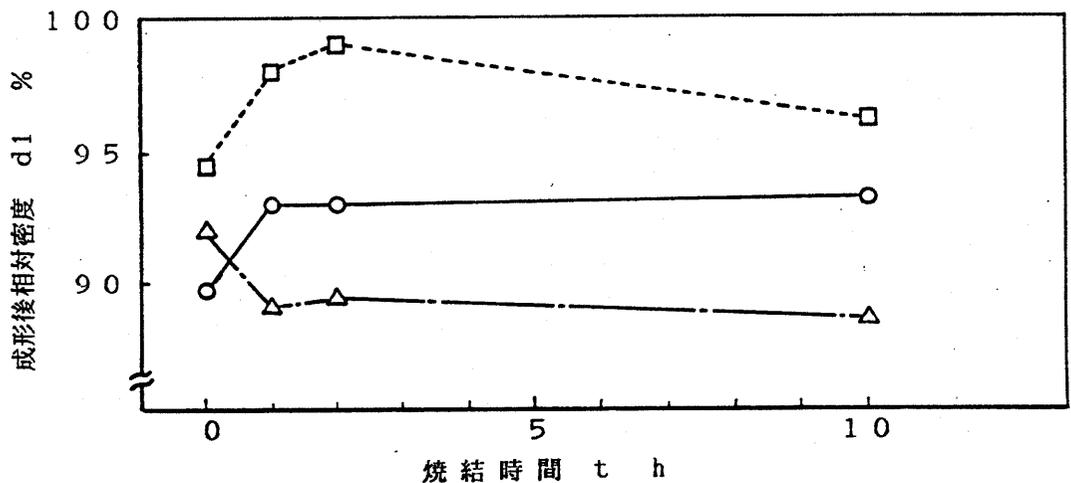
図 2 7 及び図 2 8 は、同様の成形をした場合について焼結時間に対するビッカース硬さの関係を示したものである。焼結温度はいずれも 400°C である。摩擦押出し、後方押出しともに焼結時間 1 ~ 2 時間程度で急激に硬さが低下し、ほぼ一定の値 $H_v \approx 40$ に達する。この値は、図 1 5 及び図 1 6 に示した圧密素材の場合と比べ高い値となった。これは、焼結を行うことによって焼きなましされアルミニウム本来の硬さに近づいていくが、加工硬化による硬さが残っているものと考えられる。

図 2 9 は押出し成形後焼結した製品の組織写真を示したものである。焼結を行うことによりアルミニウム同士が接着しているようである。この相違は焼結の長短によ

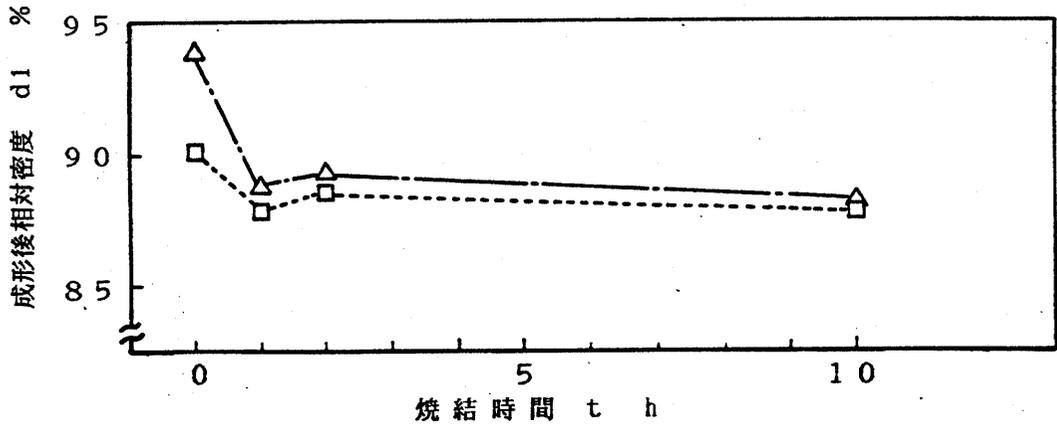
るものと考えられる。



(a) 純アルミニウム



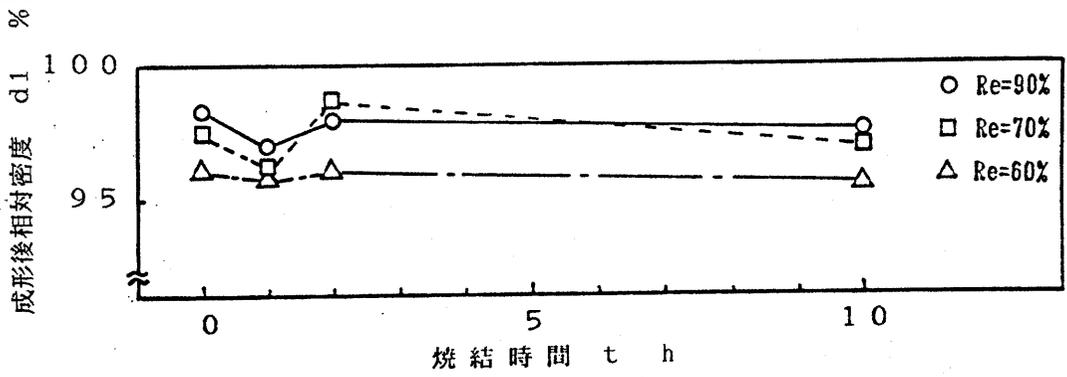
(b) Al-10%Al₂O₃



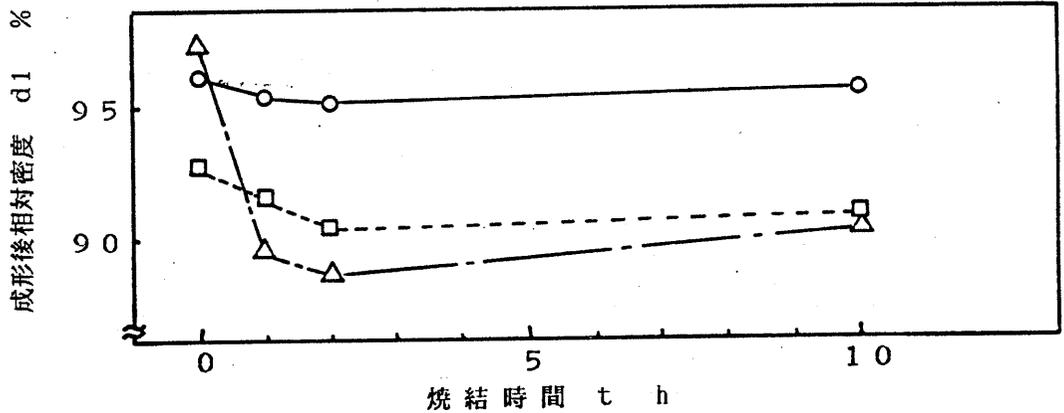
(c) Al-20%Al₂O₃

摩擦押出し 焼結温度 400℃

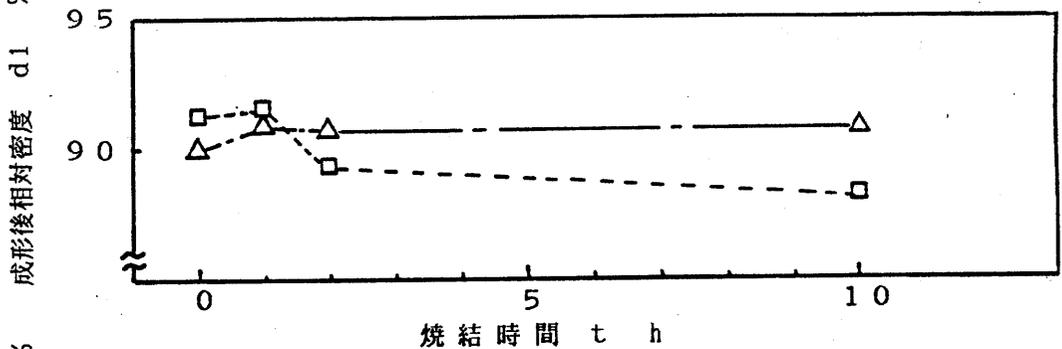
図25 焼結時間に対する相対密度の関係



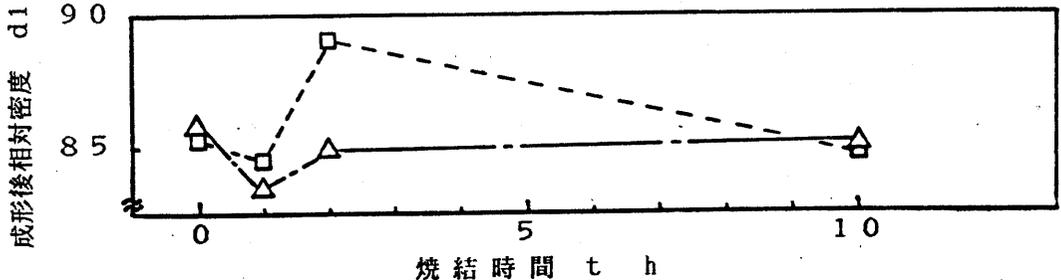
(a) 純アルミニウム



(b) Al-10%Al₂O₃

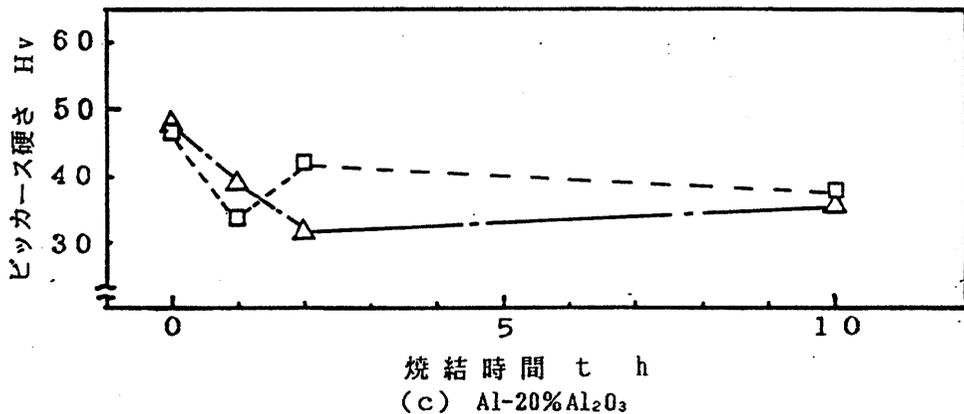
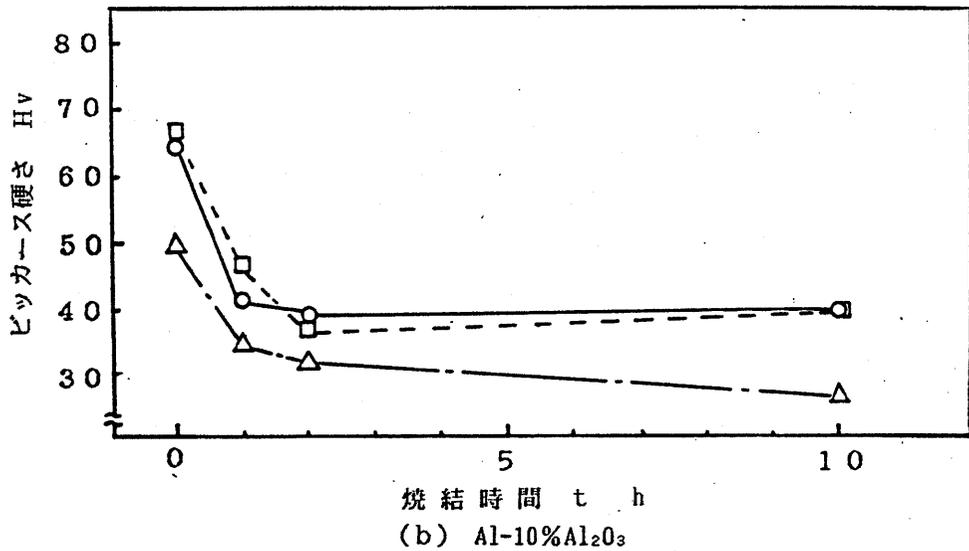
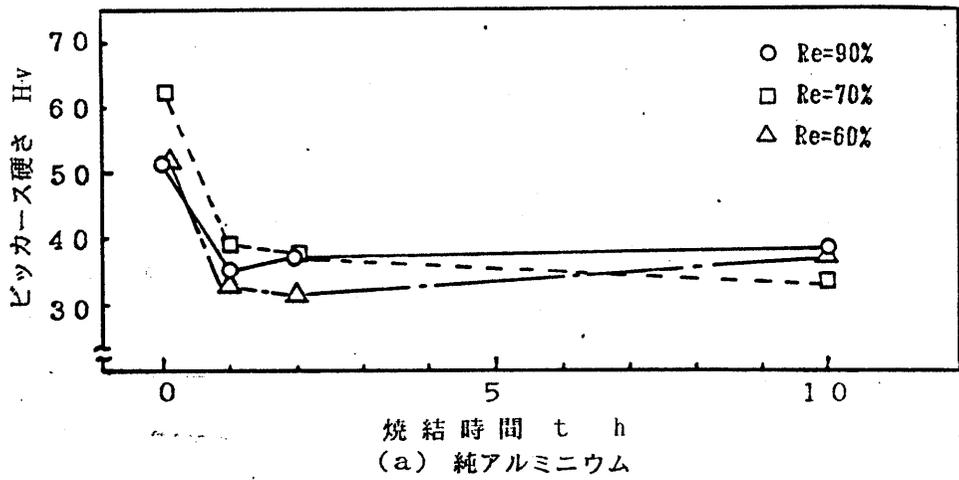


(c) Al-20%Al₂O₃



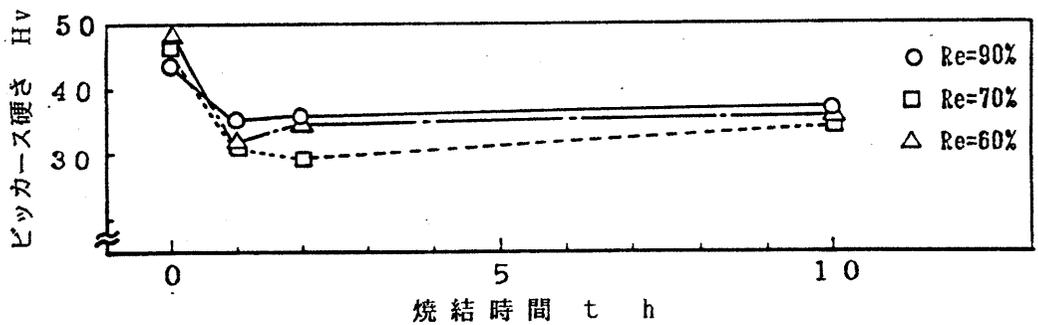
(d) Al-30%Al₂O₃

後方押出し 焼結温度 400℃
 図26 焼結時間に対する相対密度の関係

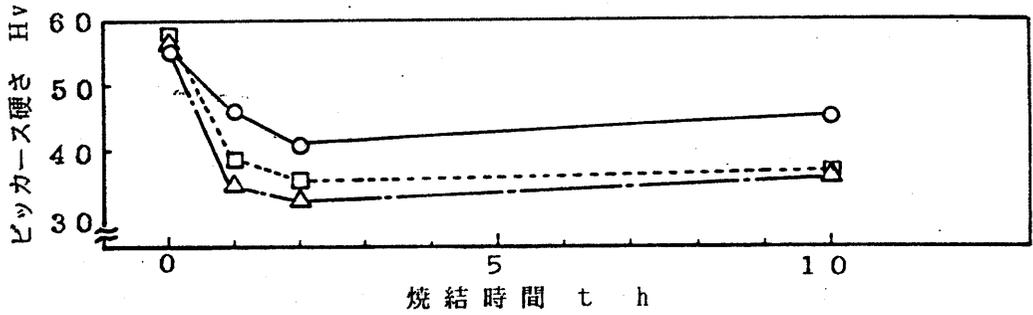


摩擦押出し 焼結温度 400℃

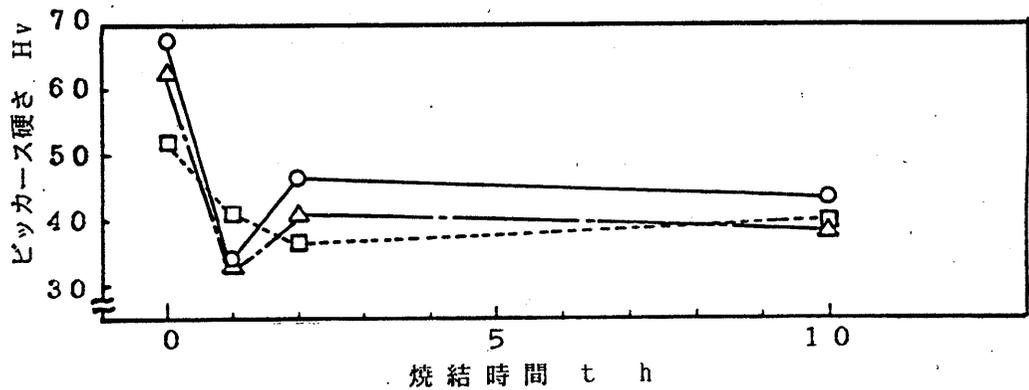
図27 焼結時間に対するビッカース硬さの関係



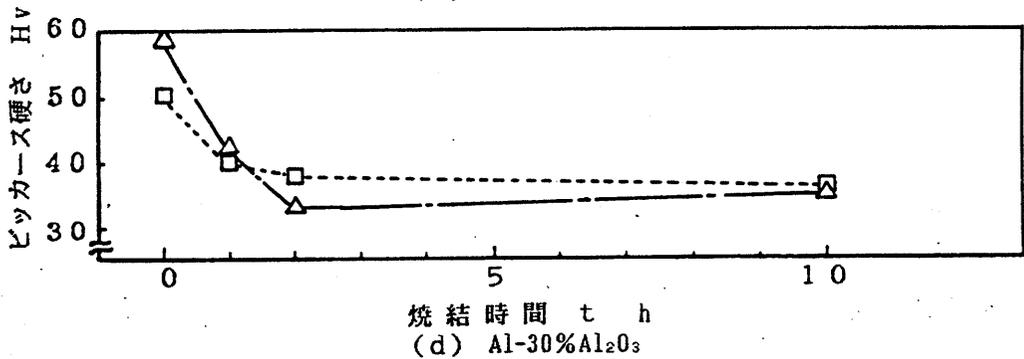
(a) 純アルミニウム



(b) Al-10%Al₂O₃



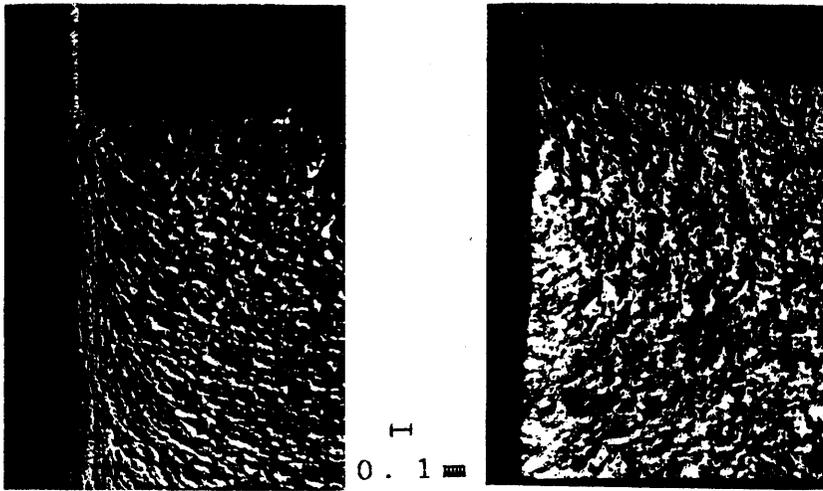
(c) Al-20%Al₂O₃



(d) Al-30%Al₂O₃

後方押出し 焼結温度 400℃

図28 焼結時間に対するビッカース硬さの関係



摩擦押出し

後方押出し

Al - 10% Al₂O₃

Re = 90%

図29 押出し成形後焼結した製品の顕微鏡写真 (400°C 10hr)

6 圧密素材焼結後の成形可能条件と特性変化

表 3 に焼結温度 400 °C の場合の成形可能条件を示す。摩擦押出し成形では純アルミニウムまで、後方押出し成形では Al-10%Al₂O₃ まで断面減少率 $R_e = 60 \sim 90\%$ において全て成形可能となった。摩擦押出し成形では、Al-10%Al₂O₃ の断面減少率 $R_e = 70, 90\%$, Al-20%Al₂O₃ , Al-30%Al₂O₃ になるとコンテナ壁面に製品が凝着し、成形不可能となった。後方押出し成形では、常温押出し成形に比べ製品はかなりもろくなっている。また、断面減少率 $R_e = 90\%$ の全ての製品において缶底部分が直径方向に膨張した製品となった。

表 4 に焼結温度 600 °C の場合の成形可能条件を示す。摩擦押出し成形では Al-10%Al₂O₃ まで、後方押出し成形では Al-30%Al₂O₃ まで断面減少率 $R_e = 60 \sim 90\%$ において全て成形可能となった。摩擦押出し成形では、Al-20%Al₂O₃ の断面減少率 $R_e = 70, 90\%$, Al-30%Al₂O₃ になるとコンテナ壁面に製品が凝着し、成形不可能となった。後方押出し成形では、Al-30%Al₂O₃ になると製品はかなりもろくなっている。また、断面減少率 $R_e = 90\%$ の全ての製品において缶底部分が直径方向に膨張した製品となった。

成形可能条件は常温押出し成形と圧密素材焼結 (600 °C) 後常温成形とあまり変わらない。しかし、圧密素材焼結 (400 °C) 後常温成形になると成形可能条件は悪く

なる。これは400℃で焼結を行うとアルミニウム粉末粒子の結合状態が悪くなるためと考えられる。

図30は、アルミニウム-アルミナ粉末の円柱圧密素材を600℃で焼結後断面減少率 $R_e = 90\%$ で摩擦押出し成形及び後方押出し成形を行った場合の成形前と成形後の相対密度の関係を示したものである。摩擦押出し成形では、純アルミニウムの場合成形後の密度が100%に近いものが得られ、又 $Al-10\%Al_2O_3$ の場合も94%以上となり、十分な密度上昇が達成されることがわかる。一方、後方押出し成形では純アルミニウムの場合、成形後の密度が97%以上のものが得られ、十分な密度上昇が達成されることがわかる。又、アルミナの混合率の増加にともない、成形前後の密度の上昇の割合が小さくなっていることもわかる。

摩擦押出し、後方押出しとも焼結時間を変えて加工を行っても、成形後の密度に大きな違いはみられなかった。

図31は、アルミニウム-アルミナ粉末の円柱圧密素材の相対密度約90%を焼結を変えて焼結した後、断面減少率 $R_e = 90\%$ で、摩擦押出し及び後方押出し成形した製品のビッカース硬さについて示したものである。

焼結時間が長くなるにつれ、後方押出しでは硬さの増加はほとんどないのに対し、摩擦押出しでは $H_v = 80$ 程度まで顕著に上昇する傾向にある。その理由は不明で今後検討したい。

図 3 2 は 圧密焼結素材の組織写真を示す。熱処理を行わない素材と焼結を行った素材を成形した場合、両者の組織に大きな違いはみられなかった。これは焼結を行わない圧密素材と焼結を行った圧密素材に違いがみられないためと考えられる。

供試素材 Re %	Al	Al- 10%Al ₂ O ₃	Al- 20%Al ₂ O ₃	Al- 30%Al ₂ O ₃
60	○	○	△	△
70	○	△	△	△
90	○	△	△	△

摩擦押出し

供試素材 Re %	Al	Al- 10%Al ₂ O ₃	Al- 20%Al ₂ O ₃	Al- 30%Al ₂ O ₃
60	○	○	○	×
70	○	○	○	×
90	○	○	×	×

後方押出し

- 製品
- 缶底部の膨張した製品
- △ 凝着破壊
- × 成形不可能

表 3 圧密素材焼結 (400℃) 後常温押出しの成形可能条件

供試素材 Re %	Al	Al- 10%Al ₂ O ₃	Al- 20%Al ₂ O ₃	Al- 30%Al ₂ O ₃
60	○	○	○	△
70	○	○	△	△
90	○	○	△	△

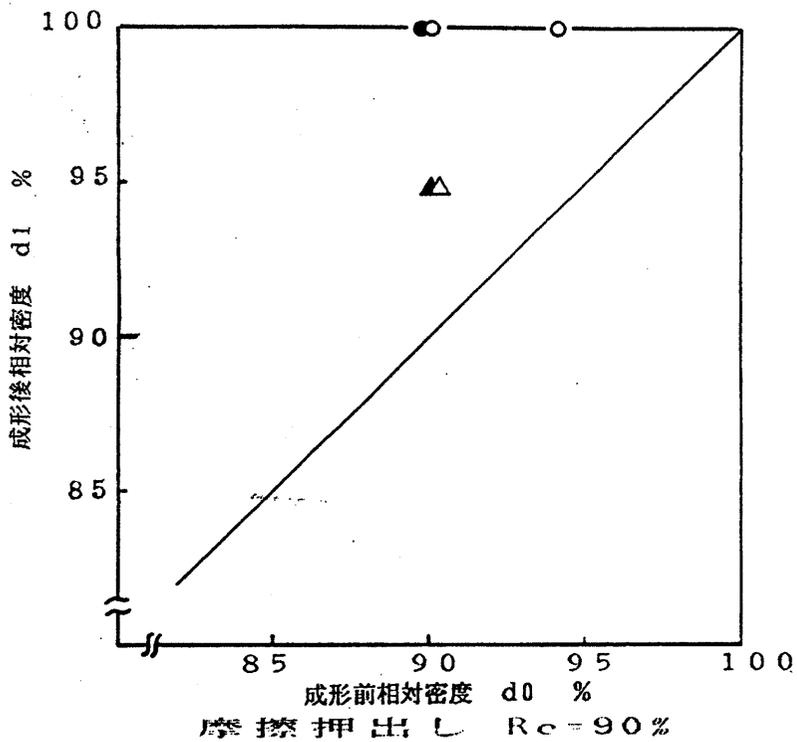
摩擦押出し

供試素材 Re %	Al	Al- 10%Al ₂ O ₃	Al- 20%Al ₂ O ₃	Al- 30%Al ₂ O ₃
60	○	○	○	○
70	○	○	○	○
90	○	○	○	○

後方押出し

- 製品
- 缶底部の膨張した製品
- △ 凝着破壊
- × 成形不可能

表 4 圧密素材焼結 (600℃) 後常温押出しの成形可能条件



- Al 1hr.
- Al 5hr.
- △ Al-10%Al₂O₃ 1hr.
- ▲ Al-10%Al₂O₃ 5hr.
- Al-20%Al₂O₃ 1hr.
- Al-20%Al₂O₃ 5hr.
- ▽ Al-30%Al₂O₃ 1hr.
- ▼ Al-30%Al₂O₃ 5hr.

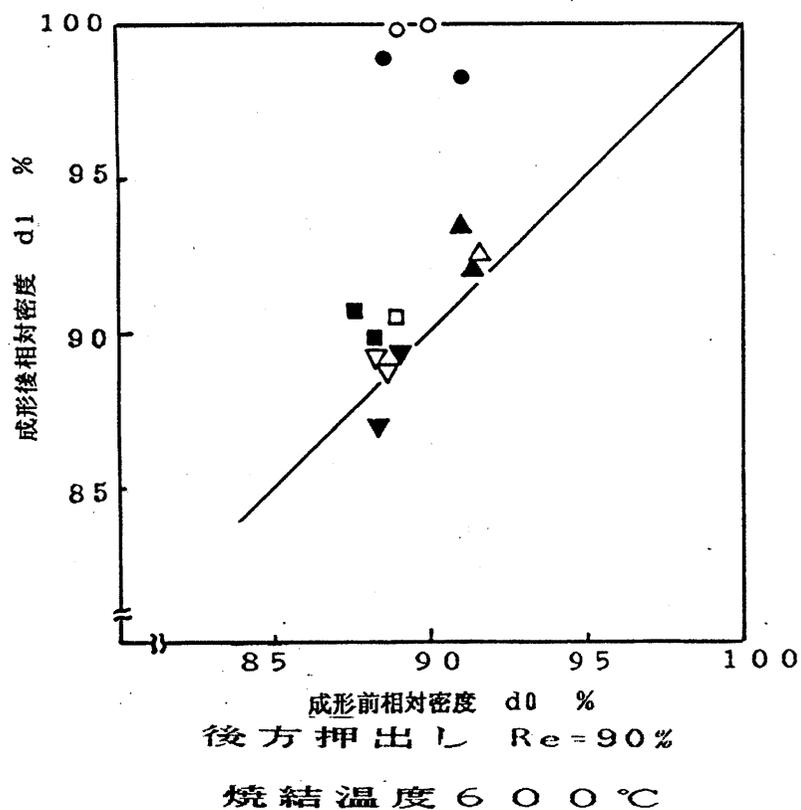
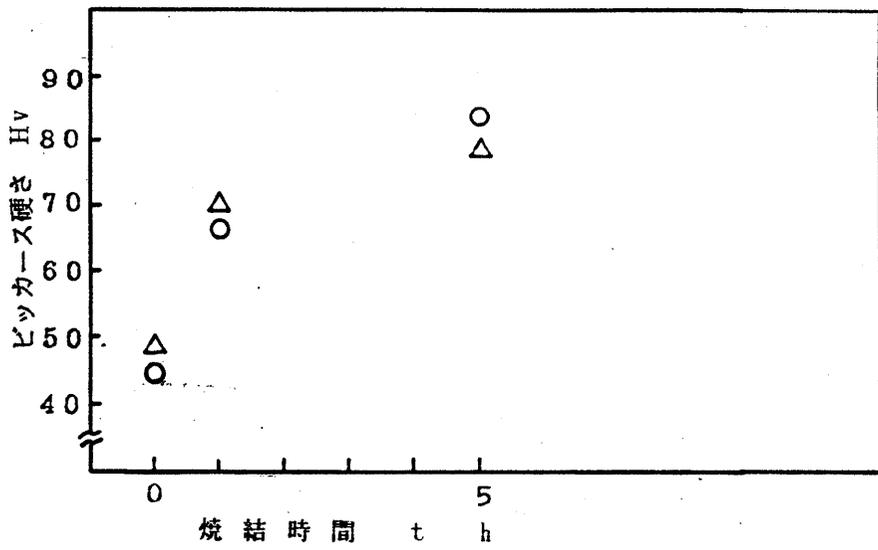
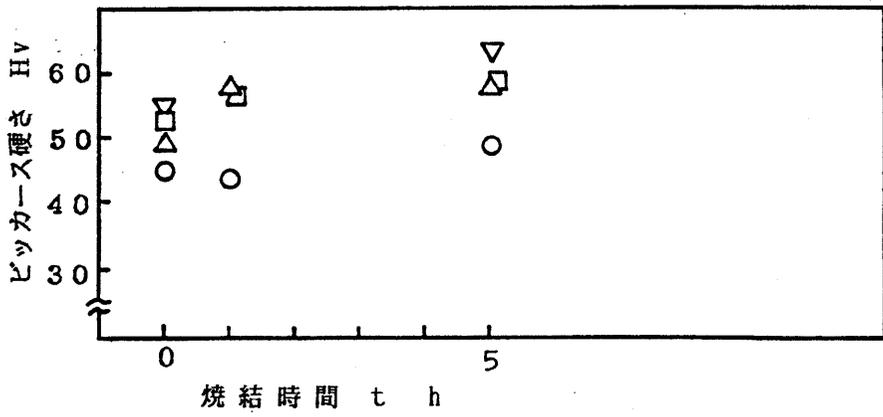


図30 焼結圧密素材相対密度に対する成形後の相対密度



摩擦押出し Re=90%

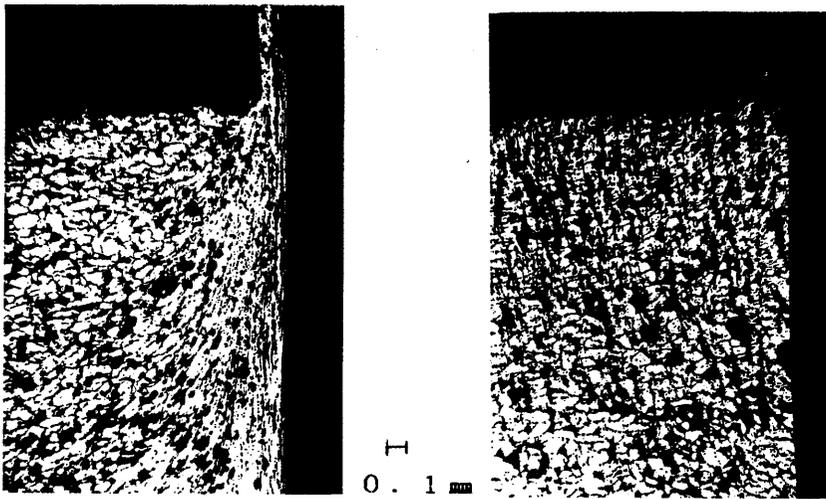
- Al
- △ Al-10%Al₂O₃
- Al-20%Al₂O₃
- ▽ Al-30%Al₂O₃



後方押出し Re=90%

焼結温度 600℃

図31 焼結時間に対するビッカース硬さの関係



摩擦押出し

後方押出し

Al-10%Al₂O₃

Re = 90%

図32 圧密焼結素材成形の顕微鏡写真 (600°C 1hr)

7 結言

本研究室で開発した摩擦押出しの成形原理に基づき、アルミニウム-アルミナ粉末を用いて、圧密及び底付き薄肉缶の粉末成形実験を行った。その結果

- (1) 相対密度約90%の圧密素材を得るためには、アルミナ粉末の混合率が高い試料ほど、より高い面圧が必要となり、より高いビッカース硬さを示す。
- (2) 400℃及び600℃で焼結した場合、圧密素材は焼結時間1時間でビッカース硬さが $Hv \approx 30$ で一定となった。
- (3) 常温押出し成形では、 $Re = 90, 70, 60\%$ において、摩擦押出し成形では $Al-10\%Al_2O_3$ まで、後方押出し成形では $Al-20\%Al_2O_3$ まで成形可能となった。
- (4) 圧密素材焼結(400℃)後常温押出し成形では、 $Re = 90, 70, 60\%$ において、摩擦押出し成形では純アルミニウムまで、後方押出し成形では $Al-10\%-Al_2O_3$ まで成形可能となった。
- (5) 圧密素材焼結(600℃)後常温押出し成形では、 $Re = 90, 70, 60\%$ において、摩擦押出し成形では $Al-10\%Al_2O_3$ まで、後方押出し成形では $Al-30\%Al_2O_3$ まで成形可能となった。
- (6) 押出し成形後焼結を行った製品のビッカース硬さは、 $Hv \approx 40$ の値となり圧密素材焼結後の硬さより高い値となった。

(7) 圧密焼結素材を摩擦押出しするとビッカース硬さは高い値となった。この理由は不明である。

という結果が得られた。

参考文献

- (1) 中村. 機論. 53-486. (1987). 482
- (2) 中村. 機論. 53-486. (1987). 488
- (3) 中村. 塑性と加工. 28-319. (1987). 783
- (4) 粉末冶金用鉄粉 K I P 技術資料.

川崎製鉄株式会社.(1970)