

平成24年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「厚板・板鍛造のネットシェイプ成形を可能とするセラミックダイスによる
ドライ加工技術の確立」

研究開発成果等報告書概要版

平成25年 3月

委託者 中部経済産業局

委託先 公益財団法人岐阜県産業経済振興センター

目 次

第1章	研究開発の概要	
(1)	研究開発の背景・研究目的及び目標	1
(2)	研究体制(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)	2
(3)	成果概要	5
(4)	当該プロジェクト連絡窓口	8
第2章	本論	
(1)	セラミックダイス材料の機能検証及び合目的材料の選定	9
(6)	実験用試作金型による無潤滑加工の評価	30
(7)	セラミックダイスの内部欠陥等の非破壊検査方法の確立	34
(8)	実証実験用金型の製作と評価	46
(9)	焼付きのオンライン検査	63
(10)	事業化に向けた検討	64
第3章	全体総括	
(1)	総括	64
(2)	工業所有権等の取得状況、对外発表等の状況	65
(3)	今後の事業化に向けた取り組み	65

第1章 研究開発の概要

(1) 研究開発の背景・研究目的及び目標

自動車産業界では歴史的円高、地震や洪水といった自然災害などの苦難の中で、厳しい国際競争に直面しており、短納期化・低コスト化のため、加工精度を維持しつつ複雑形状化・一体成形化が求められている。このような環境に対応するため、従来は機械加工や鍛造で行われていた切削工程や、鍛造工程をプレス加工に置き換えるといった部品設計の見直しが行われている。

プレス加工時には、塑性加工時のすべり性を良くするため、固体潤滑皮膜や極圧添加オイルを使用しているが、金型内に「溜まり」が生じて、金型の転写性を低下させ、高精度化の妨げになっている。また、板鍛造による金型及び製品の発熱を防止するため、冷却を目的とした油の塗布も行っているが、こういったプレス加工油への依存度の高さは大きなコストアップ要因となっており、加工精度維持、及び、低コスト化のため、金型を構成する各部品の精度向上及び、潤滑剤不要でのネットシェイプ成形が志向されている。

そのため、本研究開発では、「表面凹凸構造(テクスチャリング)を付与したセラミックダイスによるドライ加工技術」及び「板鍛造の工程分割による板厚製品のネットシェイプ成形技術」を確立して、プレス加工における環境負荷低減も進め、川下製造業者の主要ニーズである低コスト化や高度化ニーズの一体成形化等への対応を図るものである。

技術的目標および主要な技術目標値は以下の通りである。

区 分	現 状	目 標 値
加工精度 (偏差値)	30 μ m	10 μ m以下
仕上げ工数(現状を100とする)	100	60
潤滑油使用量	100	0
金型コスト	100	60

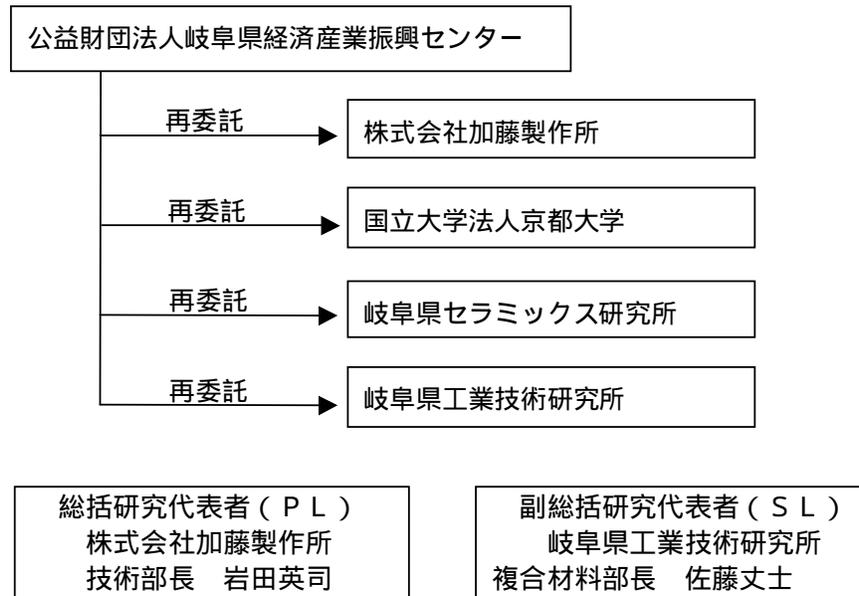
加工寸法 30 に対する加工精度

実施した研究項目は以下のとおり。

- (1) セラミックダイス材料の機能検証及び合目的材料の選定
- (2) 分割補強リングの構造設計システム(手法)の構築
- (3) 分割補強リングの精密加工の検討
- (4) セラミックダイスの潤滑機能付与
- (5) 多段成形セラミックダイス組立て金型の試作開発
- (6) 実験用試作金型による無潤滑加工の評価
- (7) セラミックダイスの内部欠陥等の非破壊検査方法の確立
- (8) 実証実験用金型の製作と評価
- (9) 焼付きのオンライン検査
- (10) 事業化に向けた検討

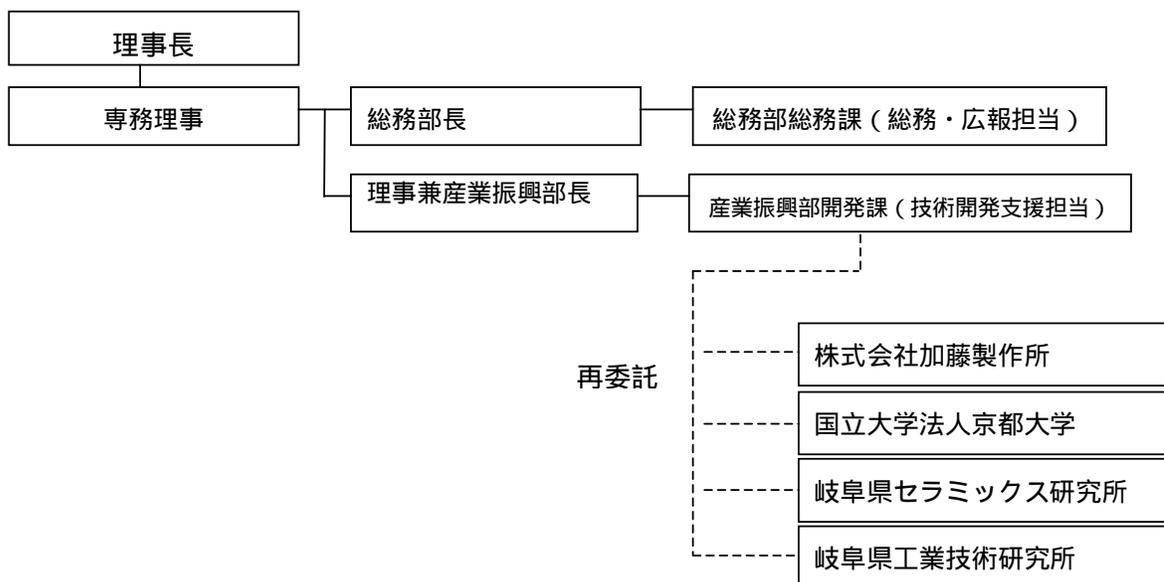
(2) 研究体制(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)

(1) 研究組織(全体)



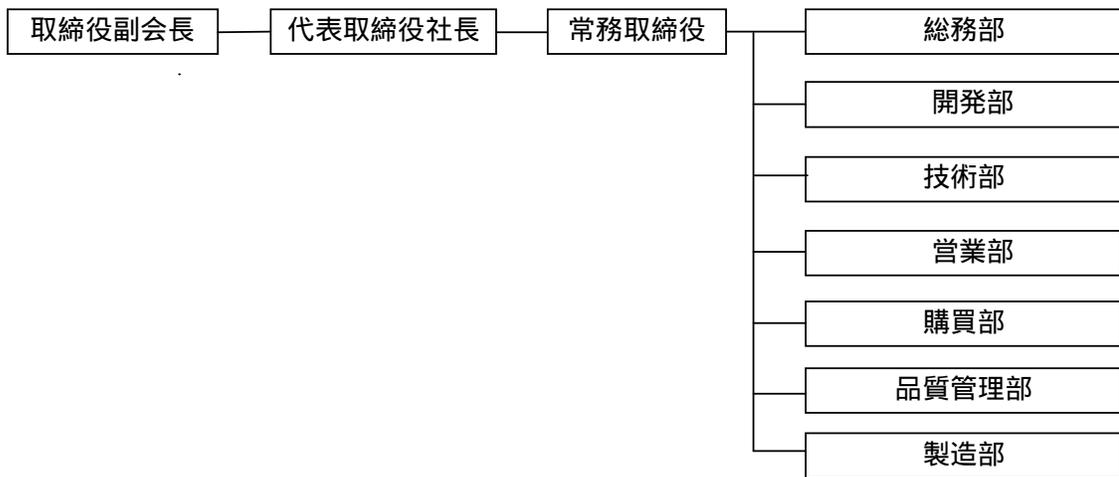
(2) 管理体制

事業管理者 [公益財団法人岐阜県産業経済振興センター]

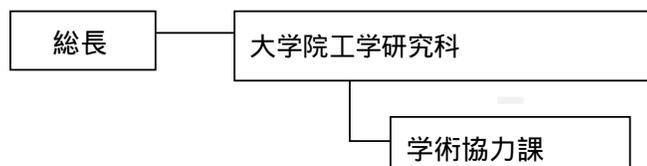


再委託先

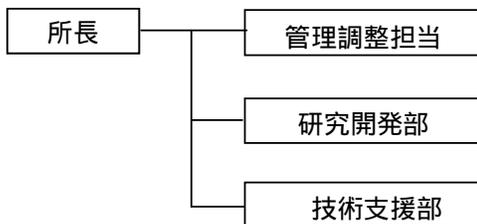
[株式会社加藤製作所]



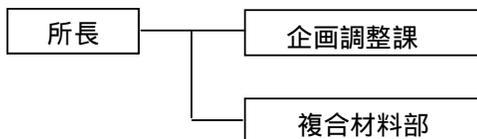
[国立大学法人京都大学]



[岐阜県セラミックス研究所]



[岐阜県工業技術研究所]



(3) 管理員及び研究員

【事業管理者】

管理員

公益財団法人岐阜県産業経済振興センター

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
石橋 芳直	産業振興部長	プロジェクトの管理・運営
堀 邦裕	産業振興部 開発課 課長	
山田 博義	産業振興部 開発課 統括主査	
小川 誠	産業振興部 開発課 主査	
日比野 修	産業振興部 開発課 主任調査役	
竹腰 久仁雄	産業振興部 開発課 管理員	
加納 剛	産業振興部 開発課 管理員	
瀧瀬まゆみ	総務部 総務課 主任	

【再委託先】

研究員

株式会社加藤製作所

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
加藤 博保	取締役副会長	
加藤 安行	常務取締役	
竹腰 秀男	開発部長	
岩田 英司	技術部長	
奥田 智裕	技術部係長	
幅 章好	技術部係長	

国立大学法人京都大学

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
西脇 眞二	大学院工学研究科教授	
泉井 一浩	大学院工学研究科准教授	

岐阜県セラミックス研究所

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
横山 久範	研究開発部長	
尾畑 成造	研究開発部・専門研究員	
倉知 一正	研究開発部長	
横山 貴広	研究開発部・主任研究員	
平井 敏夫	セラミックス技術指導員	

岐阜県工業技術研究所

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
佐藤 丈士	複合材料部長	
坂東 直行	機械研究部・主任研究員	
加賀 忠士	複合材料部・専門研究員	
小川 大介	複合材料部・研究員	

実施内容番号は第1章(1)記載の研究項目番号による

(3) 成果概要

(1) セラミックダイス材料の機能検証及び合目的材料の選定

韌性に優れた材料であるジルコニアと摺動材料に利用される窒化珪素を選択し、強度を曲げ試験、耐焼付性をステンレス鋼製ボールを用いたボールオンディスク摩擦試験により評価し、プレス金型に適したセラミック素材の特定を行った。曲げ強度においては乾式成形・加圧焼結により作製されたものが最も大きな強度を示し、ワイブル分布も狭くて信頼性の高い材料であることがわかった。製法が同じもの同士の比較では、ジルコニアと窒化珪素では曲げ強度に大きな差は認められなかった。摩擦試験では摩擦係数が、試験開始直後から急激に大きくなるものと、摩擦係数の急激な立ち上がり変化がなく摩擦係数が試験時間の経過と共に直線状に大きくなるものの2種類の特性が得られた。ここで用意したほとんどのセラミック素材が前者に属し焼付きが発生しやすいことを示しているが、1社のみであるがジルコニアでは後者の特性をしめすものがあり焼付きが発生しにくいものがあることがわかった。従って総合的に判断してこのジルコニアを選定し、金型への適用を考えていくことにした。

(2) 分割補強リングの構造設計システム(手法)の構築

セラミックは引張負荷に対して破壊しやすい。従ってまさに引張負荷を受けるプレス金型へ適用するためには何らかの補強が必要となり、セラミックダイスの外側に金属製リングを焼ばめすることを考えた。ここでは主に焼ばめ実験により焼ばめの補強効果を検証した。焼ばめ実験の結果から、アルミナ製リングには圧縮ひずみ、S45C製リングには引張ひずみが生じることが確認できた。アルミナ製リングとS45C製リングの両方とも、焼ばめによって生じるひずみ(絶対値)は、焼ばめ代に比例して大きくなるが、アルミナ製リングに生じるひずみ(絶対値)は、S45C製リングに生じるひずみの約半分であることがわかった。このことからS45C製リングでは生じる応力が降伏応力に達しやすく、セラミックリングを十分に締付けることができないことがわかった。このことは、S45Cを補強リングに適用することが適切でないことを暗示しており、補強リングの効果を十分に発揮させるためにはヤング率の大きい材料が必要で、超硬合金(ヤング率約500GPa)などの利用を考えなければならないことがわかった。

(3) 分割補強リングの精密加工の検討

セラミックダイスとこれを補強する金属製リングの加工精度は、切削加工条件を最適化することによりセラミックダイスおよび補強リングのいずれも社内目標値を達成できた。一例を挙げると円筒度については、ダイスの目標値が $2\mu\text{m}$ 以下であるのに対し $1.87\mu\text{m}$ 、また補強リングの目標値が $3\mu\text{m}$ 以下であるのに対し $0.899\mu\text{m}$ であった。ただし、加工時に用いる切削チップおよび研削砥石の選定はもちろんのこと、ワークの素材ばらつきへの対応等については常に注意すべきであることがわかった。

(4) セラミックダイスの潤滑機能付与

セラミック製ダイスの表面にディンプル加工を行い、ダイスと被成形材の間の摩擦を低減する研究を行った。この加工には内外研削盤を用い、深さ 0.002mm の窪みをたくさん配置した。また同様の効果を狙った別の方法として、ショットブラスト加工機を用いてセラミック製ダイスの表面にテクスチャリングを施すことを試した。ショットには、 $50\mu\text{m}$ のアルミナメディアにテフロンを付着させたものを使用し、ジルコニア表面に凹部をつくりさらに滑り性を良くするテフロンも付着できることがわかった。

上述の(a)で行った実験結果からジルコニアの摩擦係数が他のセラミックより小さいことはわかっているが、表面状態などとの相関を評価するため、改めてボールオンディスク試験によるセラミック表面の摺動摩擦特性の評価を実施した。その結果、ディスク表面の平滑性が高いほど摺動時間に対する摩擦係数の増加が低く抑えられることがわかった。このこと

は、実成形においてダイスの表面を滑らかに加工しておくほど、焼付きが発生しにくいことを意味していると考えられる。

(5) 多段成形セラミックダイス組立て金型の試作開発

セラミックは低周波振動により破壊しやすい。今回の多段セラミック金型は2段構造で1段目ダイスと2段目ダイスは面で接触している。この接触状態に不均一があると、セラミックダイスに作用する成形荷重が、接触面で不均一となり破壊の直接的原因になると考えられる。対策として多段セラミック金型の接触面の表面粗さを小さくする必要があり、成形平面研削盤を用いて表面を仕上げつつセラミックダイスの高さを揃える加工法を確立した。

セラミック製ダイスの設計においては、できる限り成形荷重を分散できるように多段ダイス化を図ると共に、セラミックダイスを補強するため金属製リングを用いて焼きばめを行うことを考えている。ここでは、セラミックダイスおよびブランク材をモデル化しシミュレーションにより、摩擦係数および焼きばめ圧力と金型にかかる応力との関係を調べ、セラミック金型およびブランク材の破壊を事前に回避する方法を構築した。結果の一例として、焼きばめを行うことで、ダイス内部の最大主応力を20%程度緩和できることが確認できた。また最適な焼きばめ代を見積もることも可能となった。

板厚3.2mmの熱間圧延鋼板(SPHC)を成形する工程の設計を行った。設計した工程は、フープ材を打抜く第1工程、深絞りを行う第2工程、しごきを行う第3工程、形状を確定するリストライク成形を行う第4工程の計4工程に集約した。この内、深絞りとしごきは、セラミックを重なせた多段ダイスでその周囲を金属製リングで補強する構造とした。

(6) 実験用試作金型による無潤滑加工の評価

作製した実験用試作金型(せん断、深絞り、しごき、リストライクの4工程からなる)による板厚3.2mmの熱間圧延鋼板(SPHC)の無潤滑加工実験では、深絞り工程に用いたジルコニア製のダイスについて、成形回数に対する焼付きの発生状況を追跡観察した。用意したジルコニアは、C社製、N社製、T社製の3種類とした。表面の状態はラッピングおよびテクスチャリングとした。成形回数は初めての試みのため慎重を期して30ショットを目標とした。この実験から、金型表面がラッピングの場合、C社製ダイスでは焼付きが生じなかったのに対し、N社製ダイスでは初回ショットでまたT製ダイスでは5ショットで成形品側壁等に焼付きの発生を確認した。テクスチャリングについては、よい結果は得られなかった。

ラッピングおよびテクスチャリングによる焼付き回避の効果を確認するため、ラッピングとテクスチャリングを付与したダイスによる成形品の外径等の寸法測定と焼付き等の表面観察を実施した。その結果、ラッピング状態のダイスでは、メーカー間でダイスの内径寸法に多少ばらつきがあり、焼付きの発生に影響を与えた可能性があるが、一方でわずかな寸法差が焼付きの発生に大きな影響を与えることが確認できた。

ラッピング金型で得た成形品の側壁等を観察した結果では、焼付きの発生と成形品側壁のキズの有無は対応しており、焼付きが成形品の商品価値を大きく損なうことを改めて認識することができた。また、側壁の3次元真円度測定結果から焼付きが生じると、ダイスの周方向での絞りに伴う変形が不均一になり、側壁全体の形状がゆがむこともわかった。

(7) セラミックダイスの内部欠陥等の非破壊検査方法の確立

セラミックダイスに生じる破壊と焼付きをライン上で検知するシステムを開発するための研究を行った。プレス成形のサイクルタイムは短いので、破壊あるいは焼付きが発生した場合にはできる限り早く検出しなければならない。これに失敗すると、短時間に多量の不良品

ができてしまうことになる。またプレス加工に使用するダイスはリング状で成形部分はその内側となり内面を直接センシングすることは物理的に困難であるので、ダイス内面で生じる現象を内面から離れた場所で検知できる方法を開発しなければならない。このような観点から、金型の破壊と焼付きの検出方法として、アコースティックエミッション（以下AE）を利用することを考えた。

まず、雑音等の影響が無い状況下でダイスが破壊する時および焼付きが生じた時のAE波形を把握し、ベンチマーク（比較用の標準値）として確立しておく必要がある。セラミックダイスの破壊のAE波形は、短冊状セラミック試験片を慣用の三点曲げで折り試験を行い取得した。さらに、実際のセラミックリングを用い、穴拡げ破壊試験によるAE波形も測定した。セラミックダイスに生じる焼付きは、セラミックディスクにプレス成形における被成形材料に相当する金属片（ステンレス鋼）を押しつけることで模擬的に生じさせ、この時のAE波形を取得した。これらの実験により、セラミックの破壊および焼付きに伴って発生するベンチマークとしての各AE波形を取得することができた。

（8）実証実験用金型の製作と評価

実際の製品を想定し、セラミックダイスを使用したトランスファー金型を設計製作した。そして、成形を繰返して成形品や金型に生じる焼付きなどを追跡調査した。

プレス金型は塑性加工を担う主要な部分で、強度を必要とすることはもちろん、製造コスト低減のため寸法的にもできるかぎりコンパクトに設計しなければならない。従って、そのままではAEセンサなどの検出器を取り付けるスペースはない。金型の設計においては、AEセンサを金型に組込んでも、金型強度を落とすことなくまた隣接する他ステージの金型等と干渉することなくさらに最も重要なことはAE信号をSN比が大きい状態で取得できるよう、取り付けスペース、取り付け方法に工夫を凝らした。

設計製作したトランスファー金型による試成形では、1000ショットまで成形を行った。その間の成形品側壁等を観察したが、焼付きの発生は確認できなかった。

シミュレーションにより、特に焼きばめによるセラミック金型の補強効果等について研究を行った。摩擦係数に依存するが、焼きばめ圧力を大きくすると金型に生じる応力が小さくなることがわかった。また、純粹深絞りの初等解法を行い、焼付きが起こっていない摩擦係数0.2程度ではセラミック金型に生じる応力がセラミックの破壊強度よりかなり小さいことを確認した。ただし、焼付きが起こるような摩擦係数1.0の状況では、金型に生じる応力も大きくなりセラミックの破壊強度へ近づき安全性の余裕が少なくなるため、次項のオンライン焼付き検出システムにより焼付き発生を早期で成形を止めなければならないことの重要性を再認識できた。

（9）焼付きのオンライン検査

前述のセラミックダイスの内部欠陥等の非破壊検査方法の確立から得られた結果から、プレス成形を模した実験室レベルの状況下では、セラミックに破壊や焼付きが生じるとAEが発生しこれを検出できることがわかった。

曲げによる破壊試験では、試験速度が比較的低速な時ではあるが、破壊に至る前にはパルス状のAE波形が検出されている。このAEの破壊前パルス波をオンライン上でも検出することができれば、セラミック金型に破壊の兆候が起こった時点で成形を中断することも不可能ではない。同様に焼付きでは、スティックスリップが起こってAE波形が大きな凹凸変化を示す前には、AE波形が徐々に大きくなる過渡的な変化があることがわかっており、これを検出することにより焼付きが起こる前に

成形ラインを止めることも可能であると考えられる。

さて、実際のプレス成形ライン上でも、これらと同様のA E波形が得られることを検証し、特に焼付きをオンラインで検出する技術を確立することについて研究を行った。ここで問題となることは、実験室と異なり実際の生産ラインでは、周囲で多くのプレス機械が稼動していることである。プレス成形ラインにはせん断工程など破壊的な加工もあり、当然A Eを発生していると考えられる。プレス成形ライン上でノイズがどれほどあるかを測定すると共に、それらを検出せず焼付きのA Eのみを検出するフィルタリング技術の確立が必要になる。

以上のような観点から開発を行い、現場でのドライプレス加工において焼付き発生時のA E波形を検出するに成功した。ただし、製造現場において機械を止めることについては、現状では非常にリスクが高く、焼付き発生時のA E波形を検出できたからといって即プレス機を止めるところまでは到達できていない。このことに関しては、焼付きが確実にA E波形として検出できているか、機械が止まった時の対処法のマニュアル化などに課題を残しているおり、さらなる研究が必要である。

(10) 事業化に向けた検討

金型をセラミック製とした時の破壊については、焼付きが生じていない状況では金型に生じる応力がセラミックの破壊強度に対してかなり小さいので、ワイブル係数を考慮する必要がなくほぼ起きないことがわかった。焼付きについては、これが起こると摩擦係数が大きくなり、金型に作用する応力も大きくなるため、セラミックの破壊強度に対する余裕が少なくなる。焼付きが起こればセラミック金型は使用でき、焼付きが起こればこれを検出して止めるという考えは正しいことがわかった。

事業化に向けては、焼付きの検出とプレス機械の停止に課題を残してはいるが、技術開発の方向性は正しいことが確認でき、開発を続けると共にまずは焼付きが起これない範囲を見極め順次実用化していく方針である。

(4) 当該プロジェクト連絡窓口

公益財団法人岐阜県産業経済振興センター

(最寄り駅：JR東海道旅客鉄道「西岐阜駅」)

〒500-8505 岐阜県岐阜市藪田南5丁目14番53号

担当：産業振興部 開発課 山田 博義

TEL: 058-277-1093 FAX 058-273-5961 E-mail: gifu-sapoin@gpc-gifu.or.jp

第2章 本論

ここでは実施した10項目の研究内容のうち、特に重要な課題である以下の6項目について述べる。

- (1) セラミックダイス材料の機能検証及び合目的材料の選定
- (6) 実験用試作金型による無潤滑加工の評価
- (7) セラミックダイスの内部欠陥等の非破壊検査方法の確立
- (8) 実証実験用金型の製作と評価
- (9) 焼付きのオンライン検査
- (10) 事業化に向けた検討

(1) セラミックダイス材料の機能検証及び合目的材種の選定

1-1 セラミック素材の強度・靱性・硬度・組織の評価

(目的)

一般に、セラミックスは金属に比べて硬くて脆い素材である。セラミックスは微細な粉末を成形し、焼成することにより製造されるため、多数の結晶の集合体から構成される素材(多結晶構造)である。このようにして作製されたセラミックス焼結体には結晶と結晶の界面(粒界層)や製造時における気孔・粗大粒子などの欠陥が存在し、これらの存在がセラミックス特性に大きな影響を及ぼす。特に、本研究も目的であるセラミックダイスに使用するためには、強度・靱性・硬度・耐摩耗性などの機械的特性が重要な要因であり、本年度はその基礎的特性を把握した。

本研究では金属板材をプレス加工するためのセラミックダイスに用いる素材であるため、靱性や耐摩耗性に優れた素材を選定する必要がある。セラミックスにおいて比較的靱性が大きな素材はジルコニア(酸化ジルコニウム)である。そこで、製法の異なる3社のジルコニアを選定し、その特性を把握した。また、耐摩耗性に優れ、ベアリングなどに応用されている窒化珪素についても同様に検討を行った。

(試験方法)

1. 試験試料

今回、製造方法の異なる3種類のジルコニアと2種類の窒化珪素を選定し、その機械的特性を検討した。測定した試験試料は以下のとおりである。

ジルコニア	製造：T社	成形方法：乾式成形	焼成方法：常圧
ジルコニア	製造：N社	成形方法：乾式成形	焼成方法：加圧
ジルコニア	製造：F社	成形方法：湿式成形	焼成方法：常圧
窒化珪素	製造：T社	成形方法：乾式成形	焼成方法：常圧
窒化珪素	製造：N社	成形方法：乾式成形	焼成方法：加圧

2. 試験項目

3種類のジルコニアと2種類の窒化珪素は、入所した試料をダイヤモンド砥石により切断し、平面研削盤(：ナガセインテグレックス製)により粗研削・仕上げ研削を行い、約3×4×40mmの試験片に加工した。この時、試験片のりょうを面取りした。

加工した試験片を用いて、以下の項目について機械的特性を測定した。

- ・曲げ強さ JIS R1601 3点曲げ試験
- ・破壊靱性 JIS R1607 SEP法
- ・弾性率 JIS R1602 超音波パルス法
- ・硬度 JIS R1610 ビッカース硬度

試験後の試料については下記方法により破壊源や組織の観察を行った。

- 電子顕微鏡観察 走査型電子顕微鏡 S2400(日立製作所製)
- 光学顕微鏡観察 光学顕微鏡 ECLIPSE E600 POL(ニコン製)

3. 方法

(a) 曲げ試験

セラミックスは理論的には金属よりも高強度な素材であるが、実際には金属に比べて低い場合が多い。その原因はセラミックスを構成している結晶構造やガラス相などの無定形相、気孔、結晶粒子の大きさや分布などの組織によるものである。つまり、使用する原料や配合、成形や焼成などの製造方法によってこうした微構造は変化し、材料の機械的特性が左右される。こうした材料の特性を把握するため、バラツキを評価することが必要である。これは破壊が材料中に存在する欠陥を起点として発生し、強度値が材料の平均的な性質ではなく材料に含まれる最大欠陥により支配されるためである。そのため、強度は平均値ばかりでなく、統計的な量として定義される必要があり、そうした統計的方法として一般にワイブル係数が用いられる。ここで、図1-1に示すワイブル分布による傾き(ワイブル係数 m)が小さいほど試料のバラツキが少なく、材料の信頼性が高いことを示している。

今回、各試験片を20本加工し、3点曲げ試験を行って、平均値及びワイブル分布を測定した。測定装置等の写真を図1-2に示す。曲げ試験の条件も付記のとおりである。

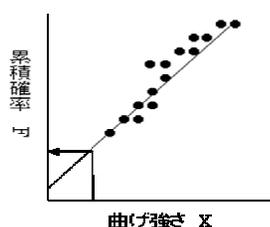


図1-1 ワイブル分布

試験装置：UTC-5T (オリエンティック製)

支点間距離 L ：30mm

クロスヘッドスピード：



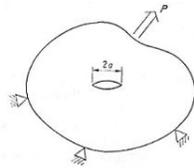
図1-2 曲げ試験装置

(b) 破壊靱性

セラミックスは耐熱性、耐食性、硬さといった化学的安定性には優れている反面、破壊エネルギーに象徴される靱性の欠如が大きな欠点である。一般のセラミックスは破壊エネルギーの少ない「脆性材料」であり、そうした脆さの克服の試みが古くから多くの研究者によって行われてきた。ここでは、成分、製造者の異なる複数のセラミック素材について、破壊靱

性値を求め、プレス金型に適用可能と考えられるセラミック素材特定のための基礎データとした。

測定原理について概説する。図1-3に示す任意の形状のセラミックスに外力(P)が作用している場合を想定すると、 P の増大に伴いセラミックスが破断する時の外力(臨界荷重)を P_c とすると、 P_c は破壊の起点となった欠陥(表面加工傷、粒界欠陥、内部亀裂等)の寸法(a)とその欠陥から亀裂が進展を開始する時の破壊抵抗値(K_{1c})により式(1)により決定される。ここで、欠陥の寸法 a と関連する形状係数がわかれば破壊荷重(P_c)または破壊応力(σ_c)から破壊靱性値 K_{1c} を実験的に求めることができる。



$$P_c = f(a, K_{1c}) \quad \dots (1)$$

図1-3 外力 P が作用しているセラミックス材

破壊靱性を実験的に求めるためには欠陥寸法(a)と破壊荷重(P_c)または破壊応力(σ_c)を定量的に評価することが必要である。欠陥寸法を定量的に評価するため、人為的に導入したノッチ、傷、亀裂の寸法に着目することにより、セラミックスの破壊靱性測定は次の2種類に分類される。

- (1) 巨視的ノッチ、亀裂を有する破壊力学試験片を用いた評価法
 - (2) 微視的ノッチ、亀裂を有する破壊力学試験片を用いた評価法
- (1)の評価法として代表的なのが予亀裂を導入するSEPB法であり、(2)の評価法として代表的なのがピッカース圧子により圧痕や亀裂を導入するSEPB法である。今回は、SEPB法により破壊靱性を評価した。測定装置は曲げ強度試験と同じ装置を用いた。

(c) 弾性率

固体材料の機械的性質を代表する物性値として、弾性係数は最も基本的な特性である。セラミックスは脆性材料であるため、金属やプラスチックのように荷重により変形することが少ない。そのため、曲げ試験装置により静的荷重を不可してたわみ角とたわみ変位を測定することが難しい。一般に、セラミックスの弾性率は動的弾性を測定することが多く、その測定方法には(1)曲げ共振法と(2)超音波パルス法がある。曲げ共振法は試験片を拘束されないように2本の糸により吊り下げ、電気振動を機械振動に変換して試料を駆動させてその1次共鳴振動数を測定する方法である。一方、超音波パルス法は試験片に高い周波数の縦波振動と横波振動を励起し、超音波パルスが試験片中を伝播するときの音速を測定する方法である。本方法は試料の平行度が重要であるが、比較的簡便に測定が可能であり、今回の測定は本方式を用いた。使用した装置の外観と測定状態を図1-4に示す。

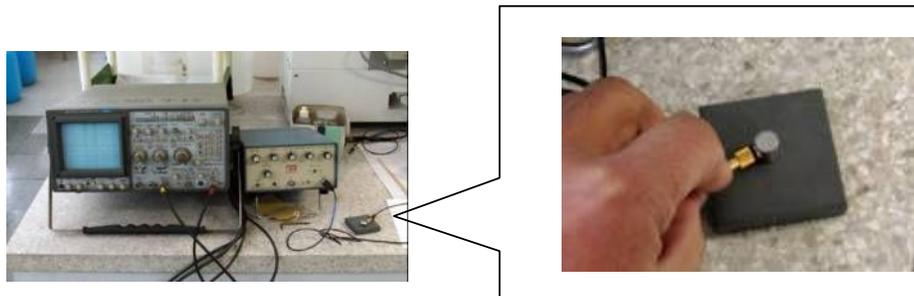


図1-4 超音波パルス法の測定装置

本方式での弾性率を次の計算式に従って計算した。

$$E_p = \frac{3 V_t^2 \cdot V_l^2 - 4 V_t^4}{V_t^2 - V_l^2} \times$$

E_p : 超音波パルス法による弾性率 (N/m²)
: かさ密度 (g/cm³)
 V_t : 縦波の速度 (m/s)
 V_l : 横波の速度 (m/s)

試料には摩耗特性を測定する 50mm×10mmを用い、かさ密度はアルキメデス法により測定した。

(d) 硬度

超鋼金型の代わりにセラミックスタイスを使用するには、ダイスの硬度が重要である。一般にセラミックスは硬度が高い材料であり、ヤング率が高いほど硬度が高くなる傾向があるが、強度や局所的に生成する亀裂の配向性、双晶生成の有無、塑性変形の程度や雰囲気等によっても影響を受ける。

セラミックスは金属に比べ硬度が高いことから、硬度の測定方法には、(1) ビッカース硬度、(2) ヌーブ硬度が用いられる。このうちビッカース硬度はダイヤモンド製のビッカース圧子(正方形)を用いて試験面にくぼみをつけたときの試験力と、くぼみの対角線長から求めたくぼみの表面積から算出する。一方、ヌーブ硬度はヌーブ圧子(ひし形)を用いて試験面にくぼみをつけたときの試験力と、くぼみの長い方の対角線長求めたくぼみの投影面積から算出する。今回は、ビッカース硬度により硬度測定を行った。

図1-5に測定に用いたマイクロビッカース硬度計と実際に圧子を押しつけた部分の光学顕微鏡観察像を示す。ここで正方形の対角線の長さをそれぞれ測定し、ビッカース硬度を算出した。10点の測定を行い、平均値を求めた。測定装置及び測定条件は次のとおりである。

測定装置 : (明石製作所製)
荷重 : 2 kg f
試料サイズ : 厚さ 3 mm
試料表面 : 金蒸着を行った。

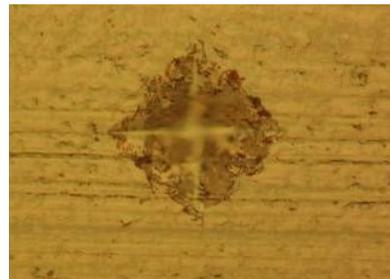


図1-5 硬度測定装置及び圧子を押しつけた部分

(結果)

曲げ強度の平均値等を表1-1に示す。組織観察結果を図7、図8に示す。また破壊靱性値を表2に、弾性率(ヤング率)等を表3に、ビッカース硬度を表4に示す。

(考察)

(a) 曲げ強さ

表1-1に各種材料の曲げ試験の平均値及びワイブル係数mを示す。ジルコニアの平均曲げ強度はN社製が最も高くF社製、T社製の順になった。しかし、ワイブル係数においてはT社製が最も高く、F社製は非常に低い値であった。窒化珪素での平均曲げ強度、ワイブル係数はともにN社製が大きくT社製は低い値であり、ワイブル分布からも試料間のバラツキが大きかった。

部分安定化ジルコニアセラミックスの曲げ強度は500～630MPaであり、いずれの試験片も高い値を示した。特に、N社製のジルコニアは1000MPa以上でワイブル分布も狭く、高強度で高信頼性のセラミックスであることがわかった。一方、窒化珪素の曲げ強度は反応焼結の場合300～500MPa、加圧焼結(ホットプレス)の場合1000～1300MPaであり、2社の試料は同程度の値となった。ジルコニアセラミックスと同様加圧焼結であるN社製では強度もワイブル係数も高くなり、T社製に比べ高強度な窒化珪素であることがわかった。一般に内部の気孔が少なくなるほど曲げ強度が大きくなることが報告されており、加圧焼結したN社製の試料には気孔が少ないことから、気孔の減少が高強度になったと考えられる。

図1-6、図1-7に曲げ試験後の試験片の写真、試験後破面のSEM観察及び研削表面の光学顕微鏡観察を示す。T社製やF社製の試験片がほぼ2等分となっているのに対し、N社製では曲げ強度が高いため試験片が多数に破壊された。SEMにより破壊源の観察を行った結果、T社製やF社製は表面及び表面に近い部分の気孔などから破壊されているのに対し、N社製では試料内部から破壊が始まっていることが確認できた。また、光学顕微鏡観察からもT社製やF社製は小さな気孔が多く観察されるが、N社製ではそうした気孔が少ないことがわかる。これらの観察からN社製は加圧焼結による焼結法であるため、気孔が非常に少なくなったと考えられる。一方、F社製のジルコニアでは強度の低くなった破面の破壊源を観察すると大きな亀裂が観察されており、こうした欠陥によりワイブル分布が広がったと思われる。

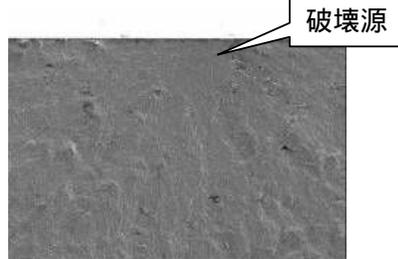
表1-1 曲げ試験結果

		平均曲げ強度 /MPa	標準偏差	ワイブル係数 m
ジルコニア	T社	698.5	52	14.8
	N社	1117.5	94	12.8
	F社	760.4	147	4.6
窒化珪素	T社	549.4	70	7.6
	N社	1152.0	85	14.3

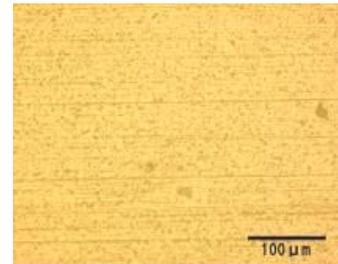
T社製 ジルコニア



曲げ試験後の試験

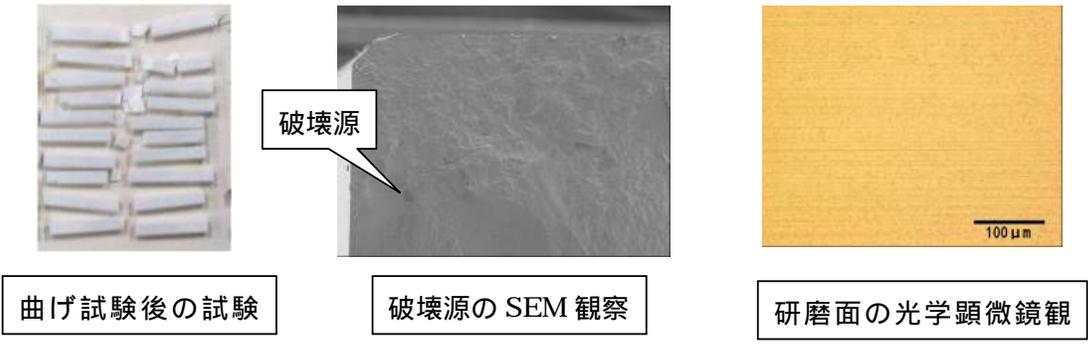


破壊源のSEM観察



研磨面の光学顕微鏡観

N社製 ジルコニア



F社製 ジルコニア

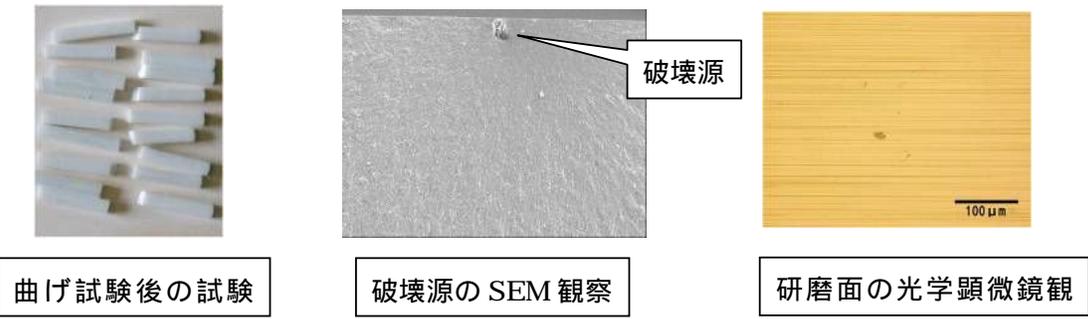
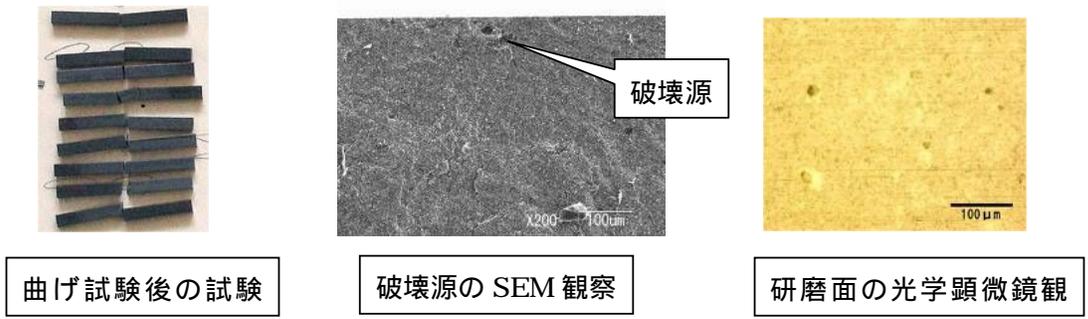


図1 - 6 各材料の試験後の試料片、破壊源観察及び研削表面観察（ジルコニア）

T社製 窒化珪素



N社製 窒化珪素

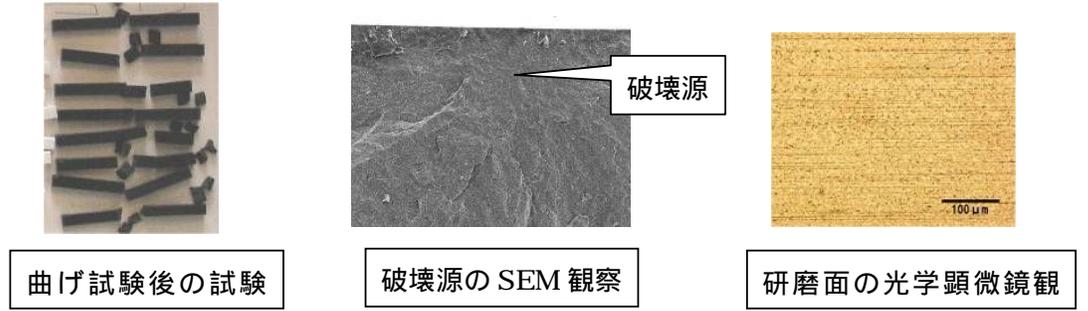


図1 - 7 各材料の試験後の試料片、破壊源観察及び研削表面観察（窒化珪素）

(b) 破壊靱性

表1-2示すようにジルコニアと窒化珪素の比較では、ジルコニアの破壊靱性値が格段に大きいことがわかる。ジルコニアではN社製の靱性値が低くなったが、T社及びF社製はほぼ同じであった。また、窒化珪素はどちらも同程度の靱性値であった。

部分安定化ジルコニア(PSZ)はマルテンサイト変態による高靱性セラミックスとして広く普及するに至っている。部分安定化ジルコニアは、助剤として酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化イットリウムなどを添加することにより作製される。これらの部分安定化ジルコニアの破壊靱性 K_{Ic} は8~9 MPa \cdot m^{0.5}であり、鋳鉄の約20MPa \cdot m^{0.5}に比べては低いものの、セラミックスとしては高いことが知られている。今回の結果においても、このことが確認できた。

表1-2 各材料の破壊靱性値

		破壊靱性 /MPa \cdot m ^{0.5}
ジルコニア	T社	8.0
	N社	6.4
	F社	8.0
窒化珪素	T社	6.9
	N社	6.4

(c) 弾性率

表1-3に測定したかさ密度及び弾性率(ヤング率)を示す。ジルコニアのかさ密度はN社製が小さくなったが、ヤング率はいずれの試料もほぼ同じであった。一方、窒化珪素ではN社製の方が、かさ密度ヤング率ともわずかに大きな値となった。

表3に測定した、かさ密度及び弾性率(ヤング率)を示す。ジルコニアのかさ密度はN社製が小さくなったが、ヤング率はいずれの試料もほぼ同じであった。一方、窒化珪素ではN社製の方が、かさ密度ヤング率ともわずかに大きな値となった。

表1-3 各材料のかさ密度及び弾性率(ヤング率)

		かさ密度 /g/cm ³	ヤング率 /GPa	体積弾性率 /GPa
ジルコニア	T社	6.06	205	203
	N社	5.98	206	220
	F社	6.01	198	204
窒化珪素	T社	3.17	291	298
	N社	3.29	315	320

(d) 硬度

表1-4に測定した10点のビッカース硬度及び平均値を示す。ジルコニアと窒化珪素を比較すると窒化珪素の方が硬度が高くなった。製造メーカーではどちらの材料もN社製の方がわずかに高くなり、曲げ強度と同じ傾向が認められた。また、F社製のジルコニアは硬度でもバラツキが大きくなった。ジルコニアのビッカース硬度は900~1200であり、いずれの試料も高い値となった。

表 1 - 4 各材料のビッカース硬度

単位：HV

												平均
ジルコニア	T社	1199	1195	1216	1209	1204	1234	1233	1218	1269	1241	1221.8
	N社	1290	1300	1327	1309	1303	1326	1280	1347	1267	1274	1302.3
	F社	1195	1194	1300	1324	1302	1249	1241	1246	1324	1297	1267.2
窒化珪素	T社	1416	1368	1407	1321	1335	1365	1405	1368	1438	1390	1381.3
	N社	1414	1491	1440	1428	1482	1522	1432	1479	1527	1485	1470.0

1 - 2 セラミック素材の耐焼付性の評価

(目的)

プレス金型に適用できるセラミック素材を特定するため、複数の種類のセラミック素材について、耐焼付性を評価した。耐焼付性の評価試験法には種々の方法があるが、ここではボールオンディスク摩擦試験を実施した。

(試験方法)

この試験はディスクにボールを押しつけ、両者間に相対的な回転運動を与えて摩擦を行わせる方法である。試験機外観を図 1 - 9 に、試験方法のイメージを図 1 - 10 に示す。図中の F は押付荷重を、また μ はボールとディスクの間の摩擦係数を示す。従って μF は摩擦力となり、この摩擦力を直接計測すれば F は一定であるので、摩擦状況の変化は μ の変化から把握することができる。この試験には試験片として、ディスクとボールの 2 つが必要となるが、プレス成形における金型材料と被成形材の摩擦状況を実験的に再現するため、ディスクは金型とみなして各種セラミックで作製し、ピンは被成形材とみなしてオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304) とした。得られる測定値は摩擦係数である。また、ディスクの表面を表面粗さ測定機などでスキャンし、焼付きの発生状況などを評価することも行った。

試験条件を表 1 - 5 に示す。金型をセラミックで作製することによるプレス成形の無潤滑化が研究目標の一つであるので、ボールオンディスク摩擦試験でも潤滑剤は使用せず、試験前にピンとディスクをエタノールで脱脂した状態で行った。使用したセラミック素材はジルコニアと窒化珪素の 2 種類で、製造者としてジルコニアについては 3 者 (N社、T社、F社) 窒化珪素については 2 者 (N社、T社) を用意した。各ディスクの表面は研削加工により仕上げた後試験に供した。

ディスクが窒化珪素の場合の試験状況を図 1 - 11 に示す。試験は具体的には、ボールに一定の負荷を与えてディスクに押しつけ、ディスクを一定の回転数で回わすことにより行われる。



図 1 - 9

ボールオンディスク摩擦試験機

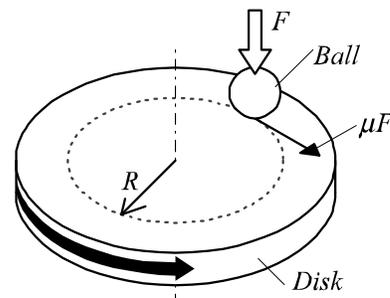


図 1 - 10

ボールオンディスク摩擦試験法

表 1 - 5 ボールオンディスク摩擦試験条件

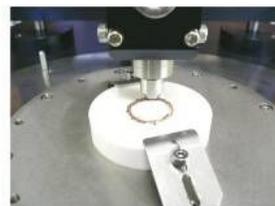
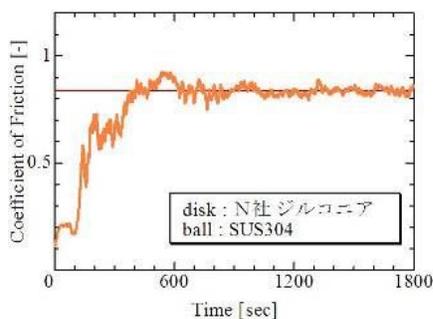
項 目	条 件
回転速度 (rpm)	100
回転半径 (mm)	9.6
線速度 (mm/sec)	100
ボール素材	SUS304
ボール径 (mm)	4.75
ボール押付荷重 (N) (g)	4.9 (500)
試験時間 (sec)	1800
潤滑剤	なし



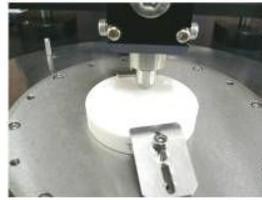
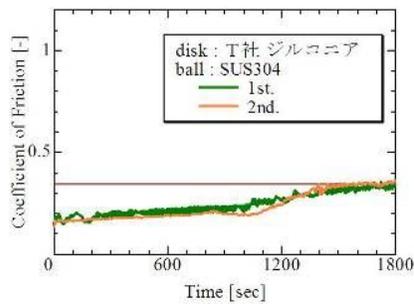
図 1 - 1 1 ボールオンディスク摩擦試験状況

(結果)

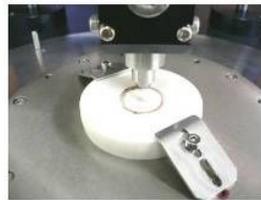
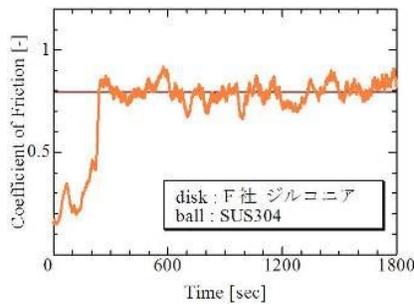
試験結果をセラミック素材ごとにまとめて図 1 - 1 2 と図 1 - 1 3 に示す。図 1 - 1 2 はディスクがジルコニアの場合、図 1 - 1 3 は窒化珪素の場合である。図中の各グラフは、ディスク回転開始を経過時間の起点として、摩擦係数の時間変化を連続的にプロットしたものである。グラフの全体的傾向として摩擦係数は、ディスク回転開始後ボールとディスクの接触状態がなじむまでは増加するが、それ以降はほぼ一定値を示すような曲線となる。ただし、この曲線の凹凸変化は、焼付きなどの発生により摩擦状態が変化していることを示しており、凹凸の無い滑らかな曲線ほど焼付きが発生していないことになる。



(a) N社製ジルコニアの摩擦係数変化

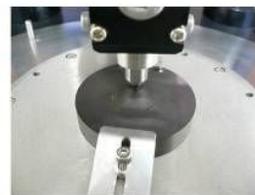
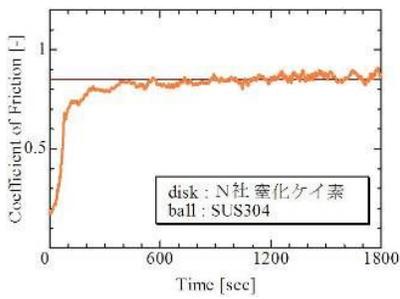


(b) T社製ジルコニアの摩擦係数変化

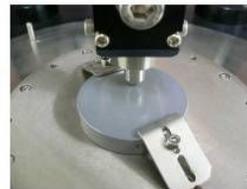
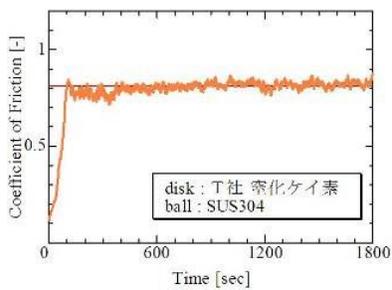


(c) F社製ジルコニアの摩擦係数変化

図 1 - 1 2 ジルコニアの摩擦係数変化



(a) N社製窒化珪素の摩擦係数変化



(b) T社製窒化珪素の摩擦係数変化

図 1 - 1 3 窒化珪素の摩擦係数変化

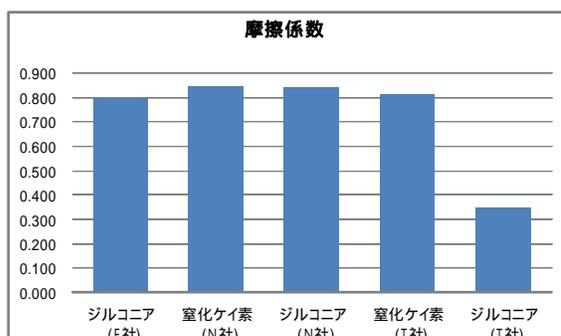


図 1 - 1 4 摩擦試験による磨耗係数

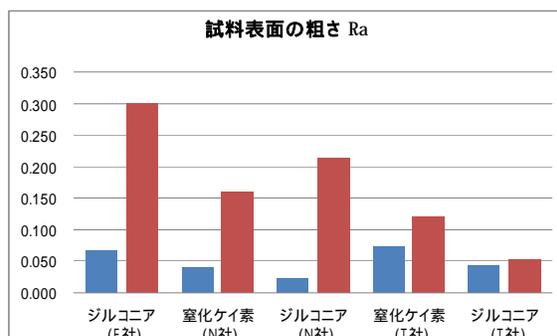


図 1 - 1 5 摩擦試験によるディスク表面粗さ

試料	試験前	試験後(焼付痕)	焼付状態
ジルコニア (F社)			顕著
窒化ケイ素 (N社)			顕著
ジルコニア (N社)			顕著
窒化ケイ素 (T社)			所々に見られる
ジルコニア (T社)			ほとんど見られない

図 1 - 1 6 ボールオンディスク摩擦試験前後におけるディスクの表面状態

(考察)

まず図1-12に示す各ジルコニアについて摩擦係数の変化を比較する。N社の場合、摩擦係数はディスク回転開始直後から急激に大きくなる。この段階で曲線は既に大きな凹凸変化を示しており、焼付きが発生していることを示している。摩擦係数はその後ほぼ一定値となり、この状況では凹凸変化は少なくなっている。F社の場合は、これとはほぼ正反対の傾向を示す。試験開始直後の摩擦係数の上昇は垂直変化に近く、この段階で凹凸変化は小さい。摩擦係数がほぼ一定値となってからの凹凸変化は大きめである。

これら2者に対しT社の場合は、ディスク回転開始後の摩擦係数の急激な立ち上がり変化がなく、摩擦係数はほぼ傾きの小さい直線状に大きくなる。全体的に凹凸変化も少ないことがわかる。このような変化は、他の2者に対し明らかに異なっている。T社については、データの信頼性を確認するため、同じ測定を複数回行っている。結果は、2回とも同様の傾向となり、摩擦係数の変化が極めて小さいことが確認できた。

各図に添付した試験終了時の写真において、N社とF社では、ディスク上にボールが転がった痕跡が明確に観察できる。この痕跡は、ボールがディスクに移行したいわゆる焼付痕と考えられ、摩擦係数の大きな変化は焼付きが生じたことに起因することを裏付けている。これに対し、T社では、目視上そのような痕跡は観察できず、焼付きの発生が少ないことが摩擦係数が小さいことに対応していることがわかる。

図1-13に示す窒化珪素についてはどちらも、摩擦係数がディスク回転開始直後にほぼ垂直に立ち上がり、摩擦係数がほぼ一定となった後の凹凸変化も比較的小さいという共通の傾向を示すことがわかる。図1-12に示すN社、F社のジルコニアと較べても、曲線上にある凹凸は少なく、これらジルコニアよりは、焼付きの発生が少ないと考えられる。

以上のグラフから得られる定常状態の摩擦係数をまとめ図1-15に示す。この試験で得られた摩擦係数のほとんどが0.8前後の値となるのに対し、T社のジルコニアのみはその半分以下の値となり唯一小さい摩擦係数となっていることが確認できる。

プレス成形における金型と被成形材の摩擦現象は、金型のフランジ部で起こる摩擦と金型のダイス穴肩部で起こる摩擦の2つがメインであるが、いずれも比較的小さい面圧、比較的遅い滑り速度での摩擦となる。ボールオンディスク摩擦試験におけるボールとディスクの摩擦現象は、点接触となるので比較的高い面圧、ディスクの回転数によるが比較的早い滑り速度での摩擦となる。すなわちボールオンディスク摩擦試験が、必ずしもプレス成形をシミュレーションしているとは考えにくい。しかし、今回の結果が示すT社のジルコニアで摩擦係数が他より極めて小さいことは、一定の判断基準にはなると考えられる。従ってここでは、T社のジルコニアを選定し、金型への適用を考えていく。

各セラミックディスクのボールオンディスク摩擦試験前後の表面粗さ変化を、粗さパラメータの中心線平均粗さ(Ra)で表示し図1-15に示す。F社のジルコニア、N社のジルコニアと窒化珪素、T社の窒化珪素では、試験の前後で粗さは大きく変化するが、唯一T社のジルコニアにおいては試験の前後で変化がないことがわかる。表面粗さにこのような変化が現れる原因を探るため、表面状態の写真撮影を行った。これを図1-16に示す。F社のジルコニア、N社のジルコニアと窒化珪素、T社の窒化珪素では、ボールオンディスク摩擦試験によってセラミックディスクの表面に焼付きが発生し、表面の凹凸が大きくなったことがわかる。またT社のジルコニアでは、焼付きはほとんど発生していないことが明らかである。

1 - 3 A社製ジルコニアの特性評価

(目的)

昨年度は3社(T社、N社、F社)ジルコニアと2社(T社、N社)の窒化珪素セラミックスについてその特性を評価した。その中で、ジルコニアの特性が良好であることがわかったため、本年度はさらに1社(A社)のジルコニアを入手し、その特性を一部評価した。

(試験方法)

評価は、曲げ強度、組成分析、構造観察を行った。曲げ強度については昨年度と同様な方法により10本の試験片を3点曲げにより評価した。組成分析は蛍光X線分析装置ZSX100e(リガク製)により定性分析を行い、その結果から半定量分析を行った。構造観察は、曲げ試験片の加工表面を走査型電子顕微鏡JSM-7001GC(日本電子製)により観察した。

(結果および考察)

曲げ強度を測定した結果、平均曲げ強度は1462MPaであった。昨年度のT社ジルコニアの平均曲げ強度は698MPa、N社ジルコニアの平均曲げ強度は1117MPaであり、A社ジルコニアは非常に高い強度を示した。特に、T社に比べ約2倍の強度となり、A社のジルコニアが高い機械的特性を有していることがわかった。

組成を分析した結果、主成分としてはZr、Y、Hfが検出され、微量成分としてSi、Al、Clなどが検出された。半定量による定量ではZrO₂が90.9wt%、Y₂O₃が5.6wt%、HfO₂が2.0wt%であった。そこで、市販のジルコニア原料TZ-3Yを同様に分析した結果、ZrO₂が92.5wt%、Y₂O₃が4.9wt%、HfO₂が2.2wt%であり、Y₂O₃成分がわずかに少なかった。また、微量成分であるSiO₂を比較するとA社ジルコニアでは0.6wt%であったのに対し、ジルコニア原料では0.1wt%と少ない量であった。また、A社ジルコニアからはわずかではなるがCa分(0.05wt%)が検出されている。このことからSiやCaなどの微量成分が検出されるものの、A社ジルコニアが特別な焼結助剤を多く含むものではないことがわかった。

図1-17に加工表面のSEM観察像を示す。表面には加工による研削痕や黒い斑点が認められるが、拡大像からこの斑点は気孔でないことがわかる。大きな気孔や粗大粒子は機械強度に大きな影響を与えることが知られており、A社のジルコニアではそうした欠陥が少ないことが強度の向上に寄与したと考えられる。

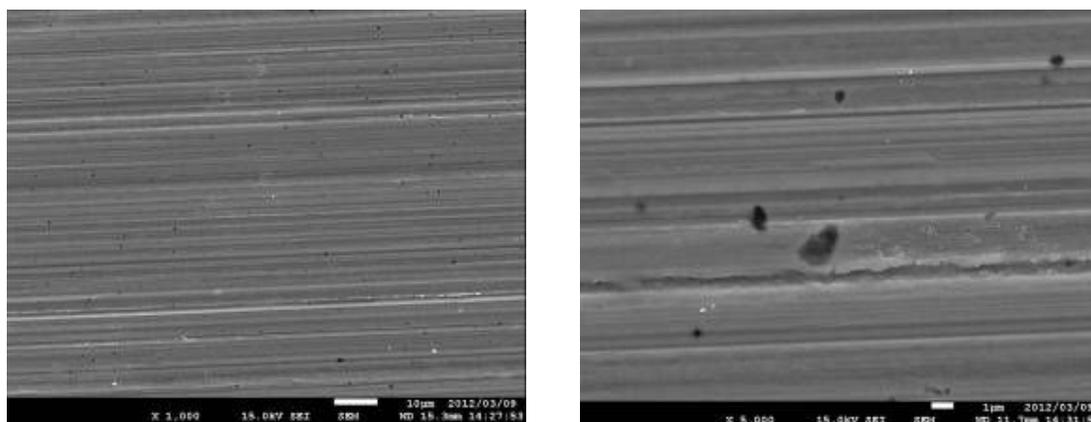


図1 - 17 A社ジルコニアの加工表面のSEM像

1 - 4 補足

1 - 4 - 1 A社製のジルコニアのワイブル分布評価

(目的)

4種のジルコニアの内、最も高い強度が得られたA社のジルコニアのワイブル分布が未評価であったので、本年度で実施した。

(試験方法)

厚さ4 mmのジルコニアの板から、厚さ0.6 mmの160番ダイヤモンド刃で矩形試料を切り出し、試料の4面を800番のダイヤモンド砥石を使用し、切り込み量2 μmで研削後、4角を面取りして曲げ試験片を30本作製した。曲げ強度はファインセラミックスの曲げ試験方法JIS R 1601で評価した。

(試験結果および考察)

ワイブル分布を図1 - 18に、ワイブル係数と曲げ強度について、昨年度までの結果と合わせて表1 - 6に示した。曲げ強度は4種の中で最も高い値であったが、ワイブル係数が一桁の6.5、標準偏差も254.1と悪かった。この原因は曲げ試験片作製方法よりもHIP成形に課題があると思われる。

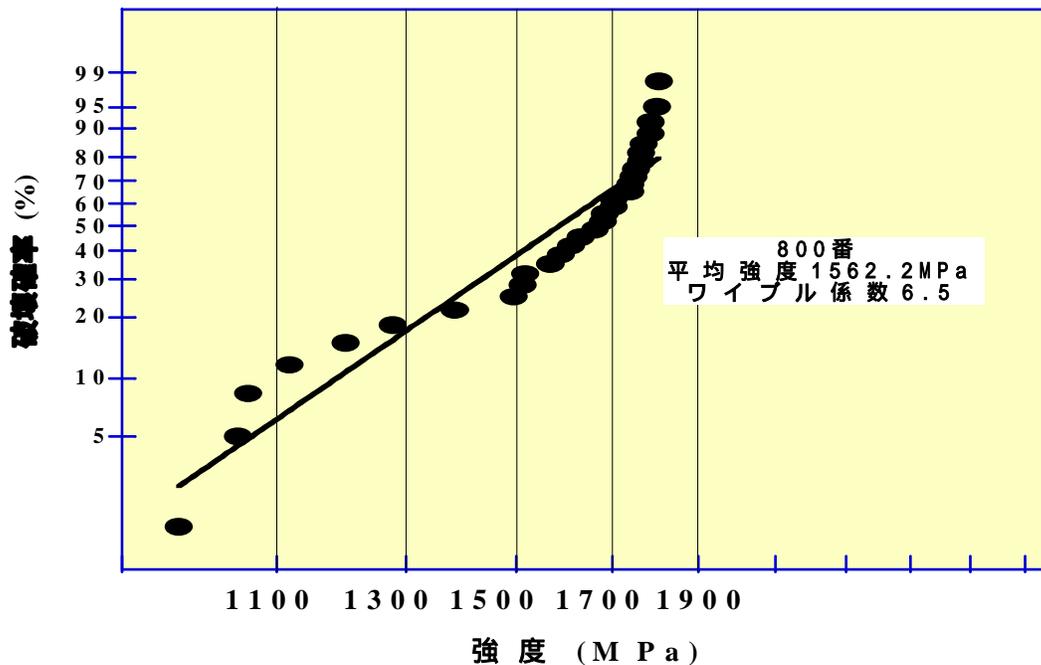


図1 - 18 A社のワイブル分布

表 1 - 6 4種のジルコニアの曲げ強度とワイブル係数

製造メーカー	平均曲げ強度/MPa	標準偏差	ワイブル係数/m
A社	1562.2	254.1	6.5
T社	689.5	52.0	14.8
N社	1117.5	94.0	12.8
F社	760.4	147.0	4.6

1 - 4 - 2 ジルコニアセラミックスの製造方法と曲げ強度との関係

(目的)

平成22年度～23年度の研究では、4種のイットリア安定化ジルコニアセラミックス(以下ジルコニア)の物性値を測定したところ、表1-7に示すように、かさ密度やヤング率等はほぼ同じであったが、曲げ強度は698.5 MPa～1462.0 MPaと、最低と最高で2倍の開きが見られた。かさ密度等は平均値であるのでバラツキは小さいが、曲げ強度は内部に存在する欠陥の大きさや分布等に大きく左右されるためバラツキは大きい。

セラミックスの強度は、原料粉体の組成・粒度、成形方法、焼成温度などに大きく依存する。主な要因を表1-8に記載したが、これらについてセラミックス購入先の4社に問い合わせをしたが、製造技術の根幹にかかわる企業秘密とすることで公開してもらえなかった。本年度は4種のジルコニアについて走査電子顕微鏡(SEM)観察を行い、乱暴ではあるが、同一の粉体を使用したと仮定して、焼成体の気孔と結晶子径から成形方法と焼成温度を推定し、A社製がなぜ高い強度を発現したかを検討した。

表 1 - 7 4種のジルコニアの物性

製造メーカー	成形法	焼成方法	破壊靱性 MPa·m ^{1/2}	曲げ強度 MPa	標準偏差	ワイブル係数	ビッカース硬度	かさ密度 g/cm ³	ヤング率 GPa	体積弾性率 GPa
T	乾式	常圧	8.0	698.5	52.0	14.8	1221.8	6.06	205	203
N	乾式	加圧	6.4	1117.5	94.0	12.8	1302.3	5.98	206	220
F	湿式	常圧	8.0	760.4	147.0	4.6	1267.2	6.01	198	204
A	-	-	-	1462.0	-	-	-	-	-	-

表 1 - 8 セラミックスの強度とその要

要因	備考
成形方法	乾式プレス 鋳込み成形 CIP HP HIP の順に強度は増加。
焼成温度	強度は結晶子径に依存するので最適の焼成温度がある。
原料粒度	低い温度で焼結させるために、小さな粒子径で狭い粒度分布。
原料組成	Y ₂ O ₃ の量や不純物(SiO ₂ , CaO, Cl等)の影響。

(試験方法)

試料を鏡面研磨しただけでは粒界が不明瞭であるので、焼成温度よりも50 位低い温度で加熱処理（サーマルエッチ）すると、粒界が明瞭になり、結晶の大きさや気孔が観察しやすくなる。前年度までに実施した曲げ試験片4種を用い、図1-19に従ってSEM観察試料を作製した。試料を焼成温度より高い温度で熱処理をすると、粒成長により結晶子径が大きくなったり、焼結が進んで気孔径が小さくなる恐れがある。通常はジルコニアの焼成温度は1400 °C以上であるが、HIPではそれ以下の温度で加熱される可能性があるので、サーマルエッチを、1100 °C、1200 °C、1300 °C、1400 °Cの4水準で行った。なお試料作製に使用した切断機を図1-20に、研磨機を図1-21に、微構造観察のSEM装置を図1-22に示した。

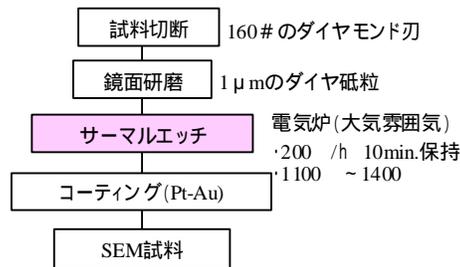


図1-19 SEM 観察試料の作製



図1-20 切断機
東京精機工作所製
型式：TS-5020



図1-21 研磨機
ムサシノ電子製
型式：MA-300



図1-22 SEM装置
日本電子製
型式：JSM-7001GC

(結果及び考察)

気孔の大きさや形状を観察するために、1200 °Cで熱処理した試料の1000倍画像を図1-23 ~ 図1-26に示した。T社には10 μm位の大きな気孔が見られたが、他の3試料には大きな気孔はなかった。T社が最も弱い原因はここに有ると思われ、乾式プレスで成形されたと推定される。N社には小さな気孔が多く見られるが、均質な組織である。F社は黒い色をした異物（Zrよりも原子番号が小さい元素）やN社よりも少し大きな気孔がある。S社は気孔が殆んどなく良好な微構造である。気孔は T社(698.5 MPa)→ F社(760.4 MPa)→ N社(1117.5 MPa)→ A社(1462.0 MPa)の順に小さくなり、偶然かもしれないが、逆に曲げ強度は高くなっている。

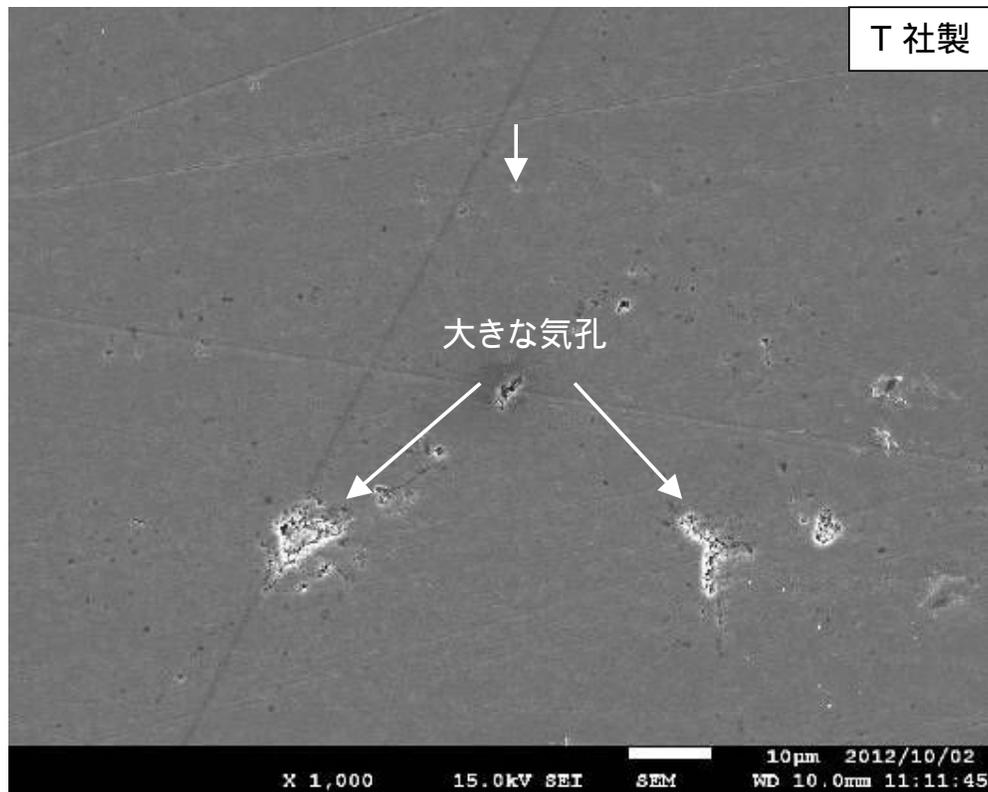


図 1 - 2 3 1200°C で加熱処理した T 社製のジルコニア

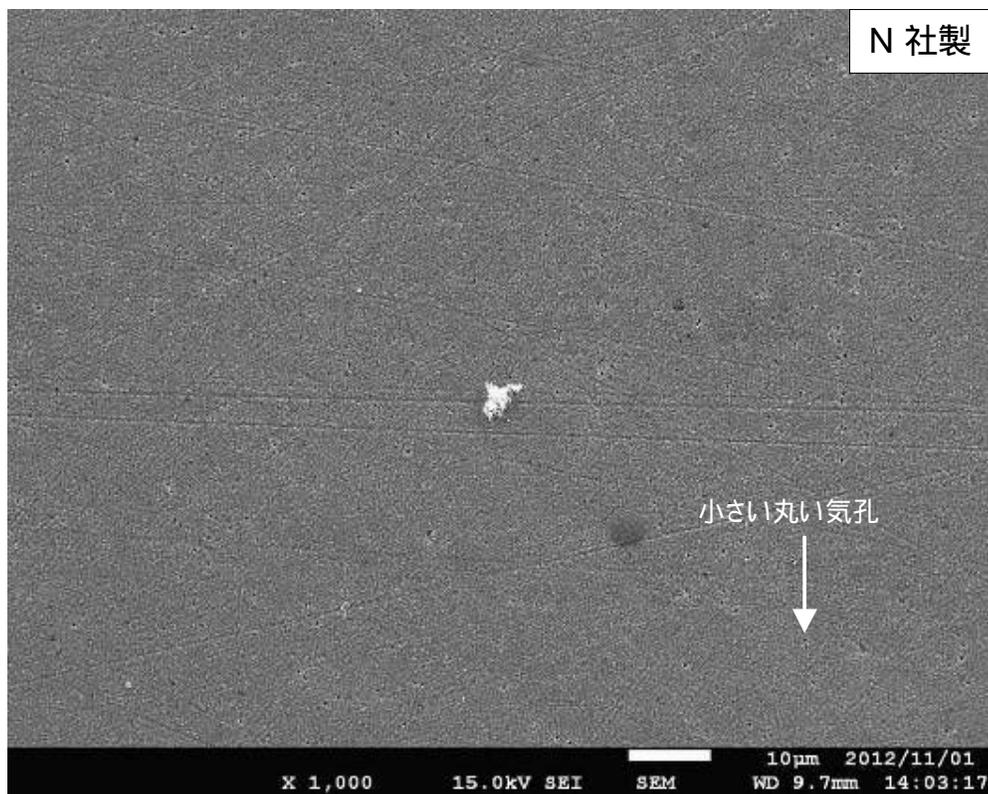


図 1 - 2 4 1200°C で加熱処理した N 社製のジルコニア

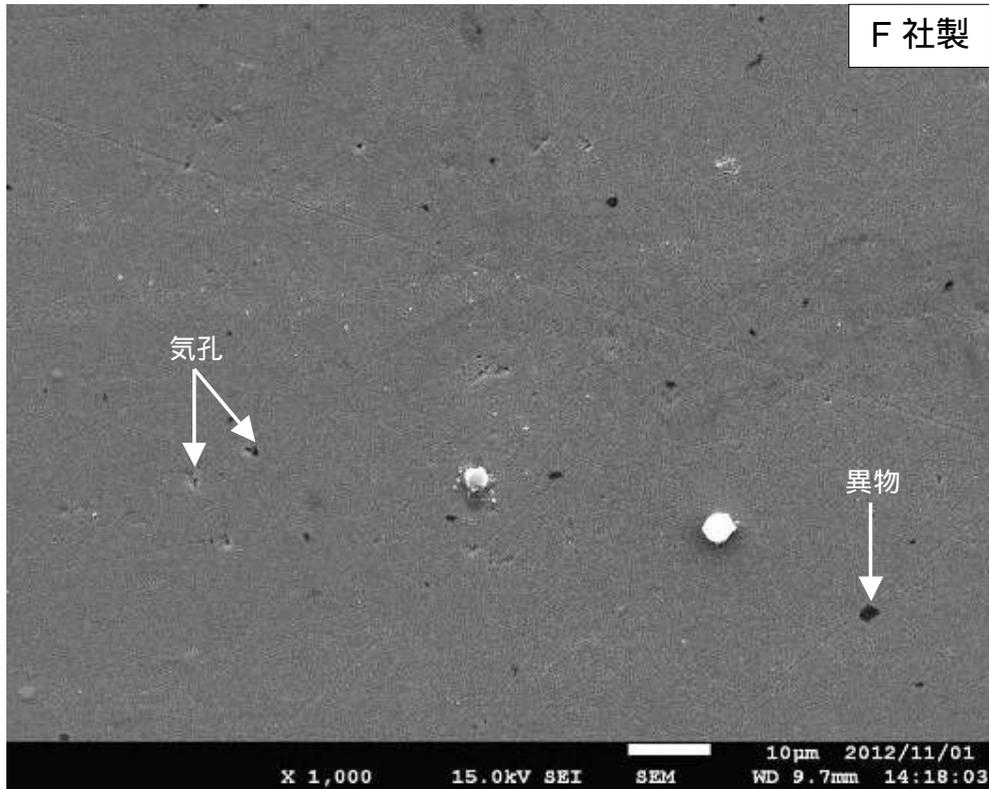


図 1 - 2 5 1200°C で加熱処理した F 社製のジルコニア

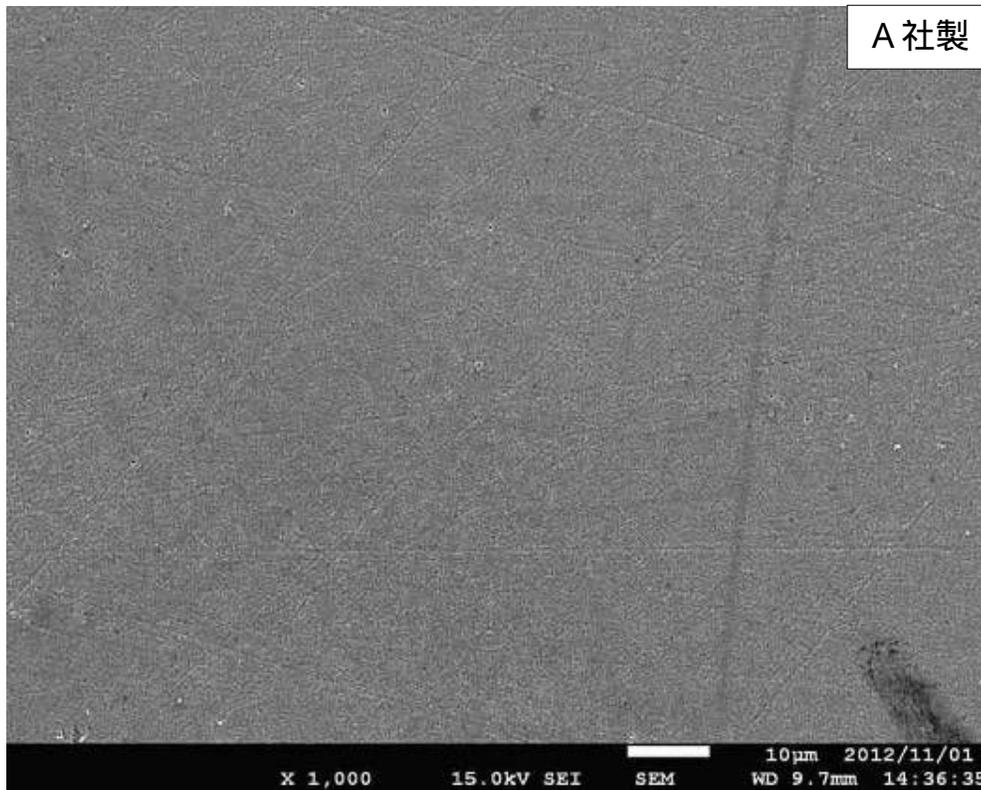


図 1 - 2 6 1200°C で加熱処理した A 社製のジルコニア

1100 °C では粒界が明瞭ではなかったが、1200 °C では図 1 - 2 7 に示すように明瞭になり結晶子径の大きさが分かる。N 社と F 社は粒界の盛り上がり小さいが、T 社と S 社は盛り上がり大きいので結晶子径がより分かりやすい。1400 °C (図 1 - 2 8 参照) では 4 試料とも粒界の盛り上がりが顕著になった。1200 °C とほぼ同じ結晶子径であることから、これら 4 種のジルコニアは 1400 °C 以上で焼成されていると推定される。

焼成体の結晶子径から何度で焼成されたかを推定する場合、使用した粉体特性 (特に粒子径) が分からないと推論しにくい。粉体メーカー A 社に、成形方法 - 強度、及び焼成温度 - と結晶子径との関係を問い合わせたところ、一例として易焼結性のジルコニア粉体について、表 1 - 9 と表 1 - 1 0 の回答が得られた。表 6 からジルコニアは易焼結性アルミナと比較して焼成温度が上がっても粒成長しにくい材料であることが分かる。4 種ともこのメーカーの易焼結性の粉体を使用して製造されたと仮定して、焼成温度と成形方法について推論した。焼成温度についてみると、SEM 画像から平均と思われる粒子 1 個を選び出して結晶子径を計算すると、小さい順に N 社は 0.30 μm、F 社は 0.42 μm、T 社は 0.55 μm、A 社は 0.58 μm である。表 1 - 1 1 を参照すると、N 社は 1400 °C、F 社は 1450 °C、T 社と A 社は 1500 °C と推定される。

成形方法についてみると、T 社は 10 μm 位の大きな気孔が有り強度も 698.5 MPa と小さいので乾式プレス成形、N 社は結晶子径が小さくて強度もあるので HP と思われる。F 社は N 社よりも少し大きな気孔が存在するが均質な微構造をしているので鑄込み成形、又はと思われる。佐野¹⁾らは鑄込み成形で 1200 MPa を報告しているが、泥漿の調整が不十分であると高強度が得られない。F 社の強度があまり高くないので、泥漿の調整が十分でないようである。A 社は気孔が殆んど無くて高強度であることから HIP と思われる。以上の結果を表 1 - 1 1 にまとめた。

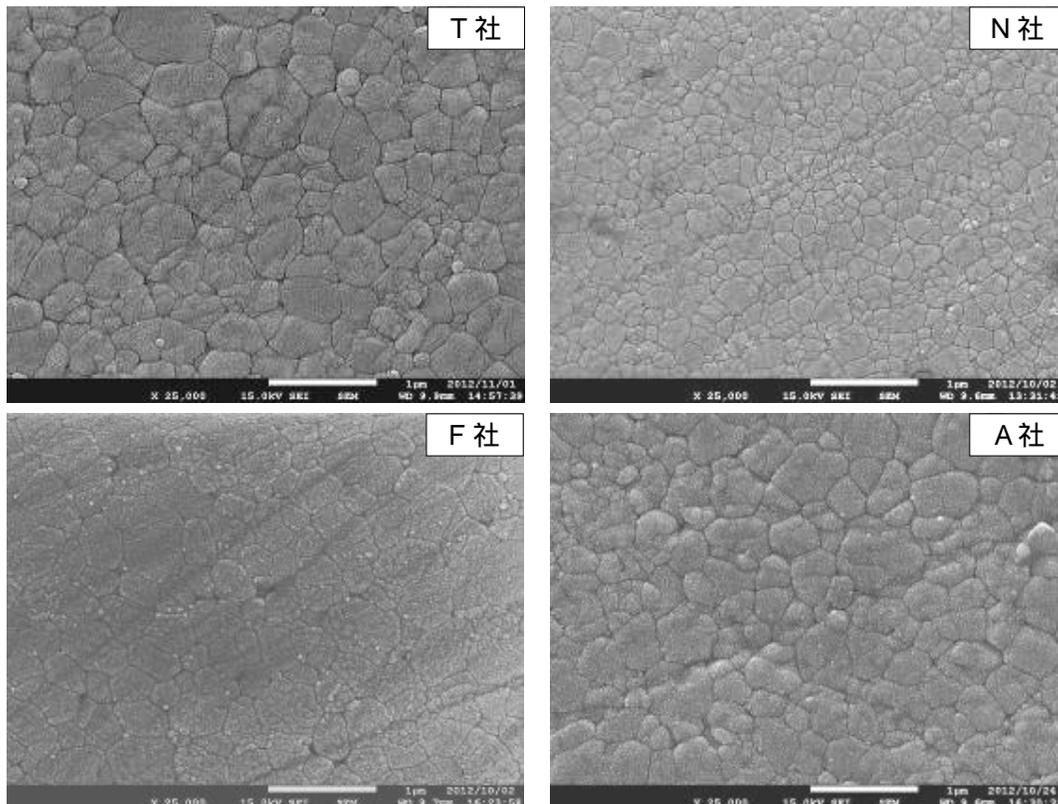


図 1 - 2 7 1200 °C で熱処理したジルコニア 倍率 : × 25000

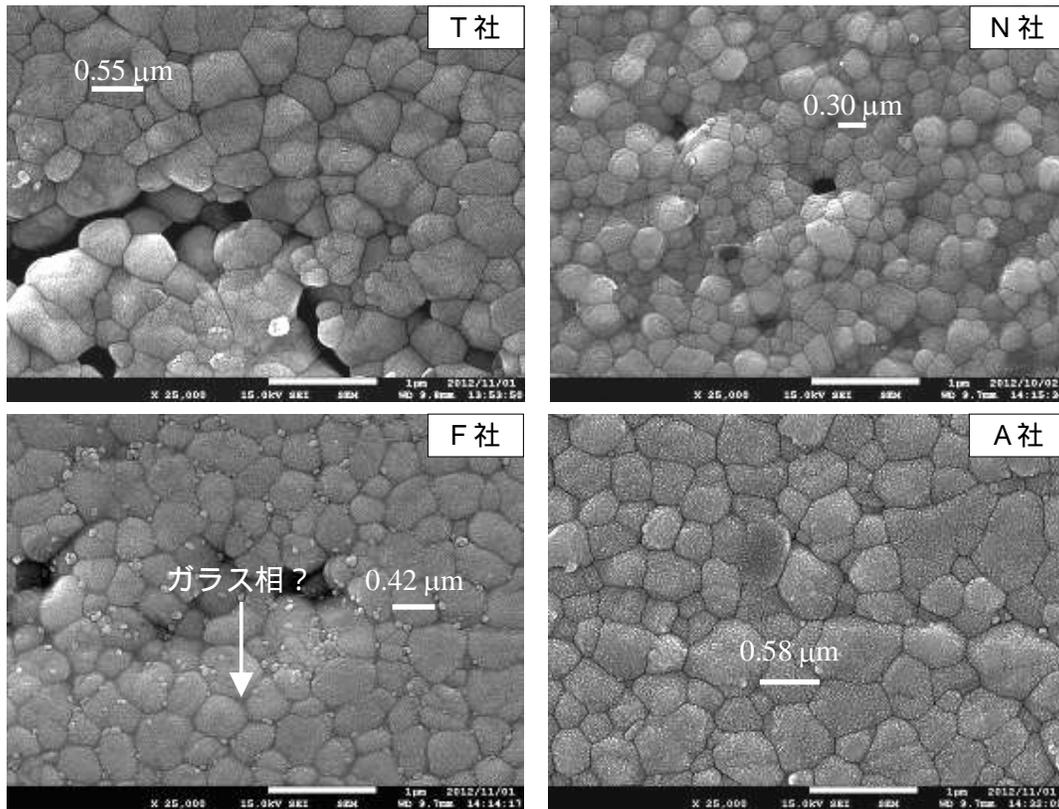


図1 - 2 8 1400 °C で熱処理したジルコニア 倍率：×25000

表1 - 9 成形方法と強度との関係

成形方法	成形圧 (MPa)	成形密度 (g/cm ³)	焼結体の強度 (MPa)
乾式プレス	70	2.79 (46.11%)	1000
CIP	200	3.1 (51.23%)	1200
HIP	200 MPaでCIP成形し1500 °Cで焼成後、1400 ~ 1450 °C-1500気圧アルゴンガスで加圧		1800

表1 - 1 0 焼成温度と結晶子径との関係

焼成温度	結晶子径(μm)
1400 °C	0.3 ~ 0.4
1450 °C	0.4 ~ 0.5
1500 °C	0.5 ~ 0.6

表 1 - 1 1 推定される成形方法及び焼成

物性	T社	N社	F社	A社
曲げ強度 (MPa)	698.5	1117.5	760.4	1462.0
気孔	10 μmの大きな 空孔あり	1 μm以下	・異物が存在 ・やや気孔が多 い	1 μm以下
ガラス相	なし	なし	微量あり	なし
結晶子径 (μm)	0.55	0.30	0.42	0.58
成形方法 (推定)	プレス成形	HP	鑄込み成形、CIP	HIP
焼成温度 (推定)	1500	1400	1450	1500

(6) 実験用試作金型による無潤滑加工の評価

6 - 1 実験用試作金型を作製し、トライによる無潤滑加工実験（ディンプル、テクスチャリングなど）を行う

(目的)

深絞り成形などの実際のプレス加工を簡易的、代替的、総合的にシミュレーションできる試験方法はなく、焼付きの発生状況、成形品の出来具合、その他付随して起こる現象を総合的に評価するにはどうしても実際にプレス成形を行ってみる必要がある。ここでは、ジルコニア製ダイスのメーカ、ラッピングのみ、テクスチャリング付与という表面状態を変えて無潤滑成形実験を行い、成形の状況を把握した。

(試験方法)

実験用試作金型を作製し、メーカの異なる3種類のジルコニア製ダイスを用意し、ラッピングのみ、テクスチャリング付与の2種類の表面状態に対して実成形を行った。被成形材は熱間圧延鋼板（SPHC）の板厚3.2mmを用いた。

(結果)

実際に製作した実験用試作金型を図6 - 1に示す。図中の左から右へ工程が流れ、第1工程がせん断、第2工程が多段構造のセラミック製金型による深絞り、第3工程がしごき成形、第4工程がリストライク成形となっている。せん断によるブランクが工程を追うごとにどのように変形していくかを図6 - 2に示す。なお、この図では第4工程は省略している。



図6 - 1 実験用試作金型

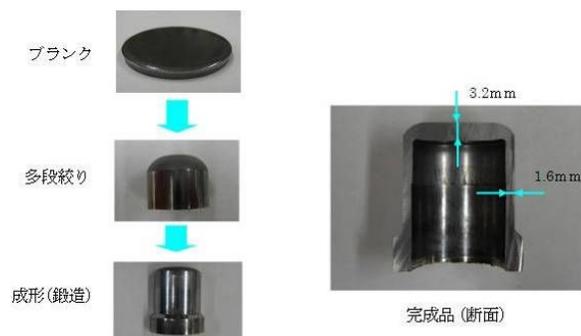


図6 - 2 ドライ加工を行った工程レイアウト

上述の実験用試作金型を使用して、無潤滑加工実験を行った。その成形状況は以下のようであった。なお、主に評価したのは第2工程の深絞り金型による成形で、この深絞りで焼付き等の不具合が生じなかった場合について、第3工程であるしごき成形を試みた。成形に使用したプレス機および第2工程の深絞り金型による成形状況を図6-3に示す。



図6-3 トライプレスと多段成形金型

A社製ダイスでは、成形を30ショットまで実施できた。外観による焼付きの発生状態に関しては、全く焼付きは発生せず良好な結果であった。

N社製ダイスでは、成形回数が30個のドライプレス加工を予定したが、初回成形で、製品外径に薄い焼付きが発生した。成形3回までトライしたが、焼付きが酷くなる一方で、トライを中止した。

T社製ダイスでは、成形回数30個のドライプレス加工を予定したが、成形5回で焼付きが酷くなり、トライを中止した。

(考察)

・ラッピングダイスによる成形

3社のジルコニア系セラミックダイスをドライにて加工したが、A社製以外は、数回のドライ加工で焼付きが発生した。ボールオンディスク試験などの摩擦摩耗試験では、3社の差異は殆ど見られなかったが、A社製のセラミックダイスのみ、焼付きが発生しなかった。原因は未だわかっていないが、ダイス内径仕上げ径差の可能性が考えられる。

焼付きの発生しなかったA社製の金型については、多段成形後の製品を最終工程となる、成形工程でドライ成形を行った。その結果、成形5回で、2枚重ねの上のダイスが割れてしまった。割れた状況を図6-4に示す。成形工程のダイス割れの対策は、シミュレーションによる応力分布状態の解析結果を踏まえ、適正な締め代の補強リングを製作し、再トライを行う予定である。



図6-4 破損したセラミックダイス

・テクスチャリングダイスによる成形

3社のセラミックダイスによるドライ加工を行った結果、A社製のみに、焼付きが発生しなかったことから、A社製のダイスにのみ、ショットブラストを行った。方法は前述の1-3

の通りである。その結果、1個目より絞り外径にキズが入る結果となった。しかし、テクスチャリングなしのN社製のセラミックダイスやT社製とは焼付き方が異なり、n数を10まで増やしても変化がなかった。推測では、4-3で解説したテフロンが剥離しているだけで、テフロンが完全に剥離すれば、キズは納まると考える。

ショットによるテクスチャリングを付与したダイスでのトライ結果に対しては、更に成形回数を増して、テクスチャリングの効果を確認することを課題とする。

6 - 2 無潤滑加工実験を行ったワークの寸法測定

(目的)

無潤滑成形では金型と被成形材の間に焼付きが起こりやすい。焼付きは、被成形材が金型上を相対的に動いていくダイスと被成形材間で生じ、相対的な動きのほとんどない被成形材とパンチでは生じないと考えられる。焼付きが起こると、被成形品の外周面は内周面に較べてのより大きな変形抵抗を受けることになり、成形品側壁の板厚方向の残留応力の変化、成形時のスティックスリップの発生などの現象により、成形品の外径寸法などにその影響が現れると考えられる。また、成形品の外径寸法は、最も重要な品質管理項目である。ここでは無潤滑加工時に焼付きが起こっていないことを確かめ観点から、成形品の外径寸法を計ることを実施した。

(試験方法)

成形品側壁の外径寸法を、外径マイクロメータにより測定した。併せて、側壁の粗さを接触式の表面粗さ測定機を用いて測定した。

(結果)

成形品の外観と、側壁の外径寸法、表面粗さを表6-1にまとめて示す。

メーカー 項目	A社	N社	T社			
絞り外観						
焼付き	なし	あり	あり			
面粗度	1.758 μm	2.584 μm	0.718 μm			
パンチ径	16.000					
ダイス1	22.425	22.416	22.411			
ダイス2	22.054	22.008	22.025			
外径寸法	No.1	22.056	No.1	22.012	No.1	22.043
	No.2	22.058	No.2	22.027	No.2	22.044
	No.3	22.058	No.3	22.025	No.3	22.040
	No.4	22.058	No.4	-	No.4	22.044
	No.5	22.056	No.5	-	No.5	22.040

表6-1 ドライ加工を行った製品の寸法等の測定結果

(考察)

多段成形セラミック金型による絞り加工を、3社のメーカーのセラミック(ジルコニア)ダイスを準備して、実際にドライプレス加工を行い、各メーカーによる焼付き発生の違いなどを評価した。

今回用いた多段ダイスは2段であり、その内径寸法は実測値としてそれぞれ表15中に示してある。成形品は最初にダイス1を次にダイス2を通過して変形することになるので、成形品の外径寸法はスプリングバック等の影響を除けばダイス2の内径寸法になるはずである。この観点から表15を見ると、焼付きが生じていないA社製ダイスによる成形品では、ダイスの内径寸法(表中のダイス2の数値)と得られた成形品の外径とが0.001mmのオーダーで一致していることがわかる。これに対して、N社製ダイスとその成形品およびT社製ダイスとその成形品で同様の比較を行うと、0.01mmのオーダーでずれがあることがわかる。このずれをダイス寸法に対する成形品寸法として見ると、N社製ダイスでは成形品が小さくなり、T社製ダイスでは成形品が大きくなっており、差の方向性はN社とT社で一致していないが、いずれにせよ焼付きが発生する成形では、ダイス寸法と成形品寸法に0.01mmのオーダーの差が生じることがわかる。

成形品の寸法測定は簡単に行うことができるが、プレス成形ではこの数値をモニタリングすることにより、焼付き等の発生を検出することができることを示唆しており、重要な管理項目であることが改めて理解できた。

A社製のダイスでのみ焼付きが発生しなかったが、この原因は現在のところ不明ではあるが、次年度に実証実験用金型を製作し、A社製のセラミックダイスの耐焼付き性の評価を行う。

(7) セラミックダイスの内部欠陥等の非破壊検査方法の確立

7-1 セラミックダイスの破壊および焼付きのAE測定用試験片の作製

(目的)

セラミックダイスの破壊および焼付きのAE波形を取得する試験を実施する。セラミックダイスの破壊はセラミックリングの圧縮破壊試験で模擬し、セラミックダイスに生じる焼付きはセラミックディスクに金属の棒やボールを押しつける時にできる焼付きで模擬するが、それらに必要な試験片を作製した。

(試験方法)

本事業で取得した加工機を活用して、セラミックリングなどの試験片の作製を行った。

(結果および考察)

セラミックの破壊時や焼付き発生時に生じるAEを測定するための試験片を作製できた。

7-2 セラミックダイスの破壊を検出するための基礎データとなるセラミック素材破壊時のAE波形取得について

(目的)

一般に、セラミックスは金属に比べて硬くて脆い素材である。セラミックスは微細な粉末を成形し、焼成することにより製造されるため、多数の結晶の集合体から構成される素材(多結晶構造)である。このようにして作製されたセラミックス焼結体には結晶と結晶の界面(粒界層)や製造時における気孔・粗大粒子などの欠陥が存在し、これらの存在がセラミックス特性に大きな影響を及ぼす。セラミックダイスに使用する材料は、強度・靱性・硬度・耐摩耗性などの機械的特性が重要な要因になる。

このような背景から、昨年度はセラミックダイスの材料(ジルコニア、窒素珪素)の耐摩耗性を検証した。本年度は昨年度までの知見を基に、自動車部品を工場で量産することを想定して、セラミックダイスの破壊をオンラインで検知するシステムの開発に焦点をあてた。セラミックダイスの材料内部のクラックをオンラインで把握するために、雑音等の影響の無い状況下で、材料の破壊時に生じる音(AE波形)を測定してその特徴を把握し、試作したリング状のセラミックダイスの圧縮破壊試験を行い、その時のAE波形を観察した。このように、オンライン検知に必要な知見を得ることを目的として、上記の2種類の試験を実施した。

(試験方法)

セラミックダイスの焼き付きに良好な特性を有するSR社製のジルコニア(ZrO_2)を選定し、この材料の破壊時のAE波形を測定するために、以下の要領で試験片を作製した。

(A)試験材料

・ジルコニア(ZrO_2) 製造:SR社 形状:縦80mm×横40mm×厚み3mmの板

(B)試験片作製方法 (3点曲げ試験機による材料の破壊特性試験)

1. 切断 : 樹脂ボンド160番のダイヤモンド刃 切断速度:10mm/min 切断幅:4.2mm
2. 研削 : 800番の樹脂ボンドダイヤモンド砥石 研削量 200 μ m
3. R取り: 800番の樹脂ボンドダイヤモンド砥石 研削量 200 μ m
4. 最終の試験片: 縦4mm×横40mm×厚み3mm(棒状)

1. 3点曲げ試験機による材料の破壊特性試験

3点曲げ試験機による材料の破壊特性試験とは、陶磁器やセラミックの曲げ試験で用いる3点曲げ試験機で、作製したセラミックダイスの試験片（縦4mm×横40mm×厚み3mm（棒状））を破壊し、破壊時に生じる音をAE装置で測定することである。この試験装置全体の概観を図7-1に示す。まず、図7-1のようにAEセンサーを試験材料の手前に設置して3点曲げ試験を実施する。その後、AEセンサーで得られた破壊時の音をPCで演算処理することによって、リアルタイムで試験材料の破壊時の音の強度（電圧で出力される。以下、破壊力(V)と記述）を測定することができる。なお、破壊特性試験の条件は下記のとおりである。

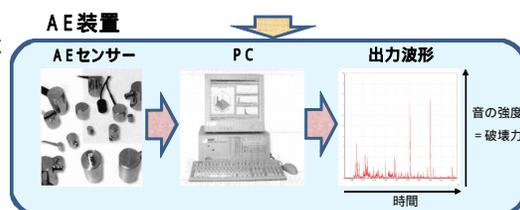


図7-1 材料の破壊特性試験の概観

- ・ 3点曲げ試験機 試験装置：UTC - 5T（オリエンティック製）
支点間距離：30mm 試験回数：各クロスヘッド速度で10回ずつ
クロスヘッド速度：500mm/min、100mm/min、10mm/min、0.5mm/min
- ・ AE装置：AEセンサーとPC一式は西進商事株式会社提供 試験時の使用ゲイン：12

2. セラミックダイスの圧縮破壊試験

上記(A)の材料の破壊特性試験はセラミックダイスと同じ材料を棒状に加工してAE波形を取得しているため、ダイスの破壊を模擬的に再現している。しかし、ダイスそのものは円柱リング状であり、3点曲げ試験機とプレスとは大きく応力分布が大きく異なるため、あくまでも特性の大枠を把握するための模擬的な再現方法でしかない。よって、より実際のプレス加工に近づいた環境でセラミックダイス破壊時のAE波形の特性を把握するため、試作したセラミックダイスにサーボプレスをを用いて金属棒材を押しつけてAE波形を取得する試験（圧縮破壊試験）を実施した。



図7-2 圧縮破壊試験の概観

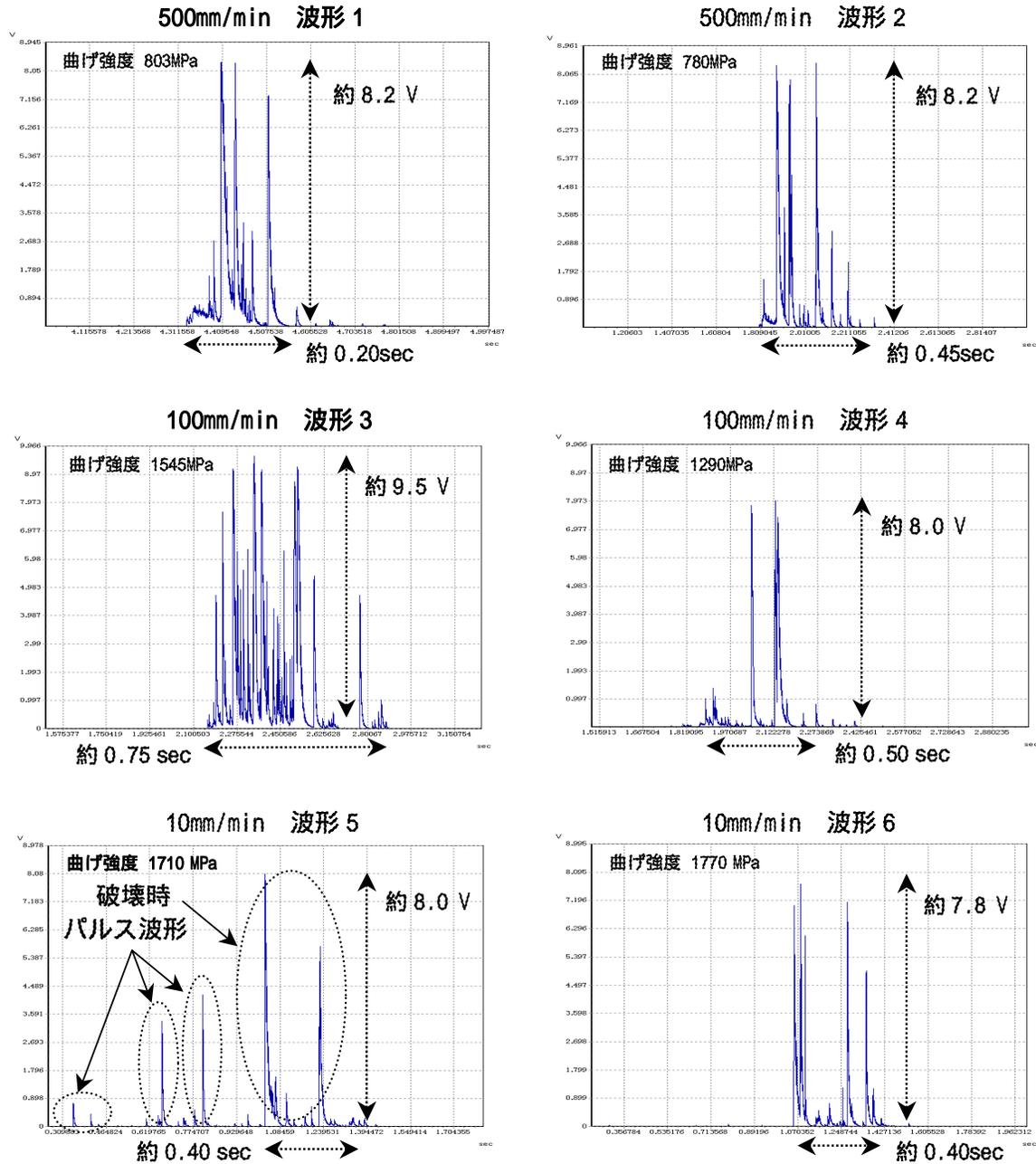
- 図7-2サーボプレスにセラミックダイスを取付けた時の圧縮破壊試験の様子である。
なお、圧縮破壊試験の条件は下記のとおりである。
- ・ サーボプレス 試験装置：ZEN Former MPS675DS（放電精密加工研究所製）
下降速度：1mm/sec
 - ・ AE装置：AEセンサーとPC一式は西進商事株式会社提供 試験時の使用ゲイン：6
計測条件 サンプリング：0.5msec データ収集時間：70sec

(結果および考察)

1. 3点曲げ試験機による材料の破壊特性試験

最初に、3点曲げ試験機で材料を破壊した時のAE波形について検討する。図7-3は4種類のクロスヘッド速度における材料破壊時のAE波形である。

まず、クロスヘッド速度が500 mm/minの場合と100 mm/minの場合を比較する。それぞれの条件で試験をトータル10回ずつ実施したが、100 mm/minは破壊時間が長い傾向にあることが分かった。なぜなら、500 mm/minの場合はクロスヘッド速度が非常に速いため、クロスヘッ



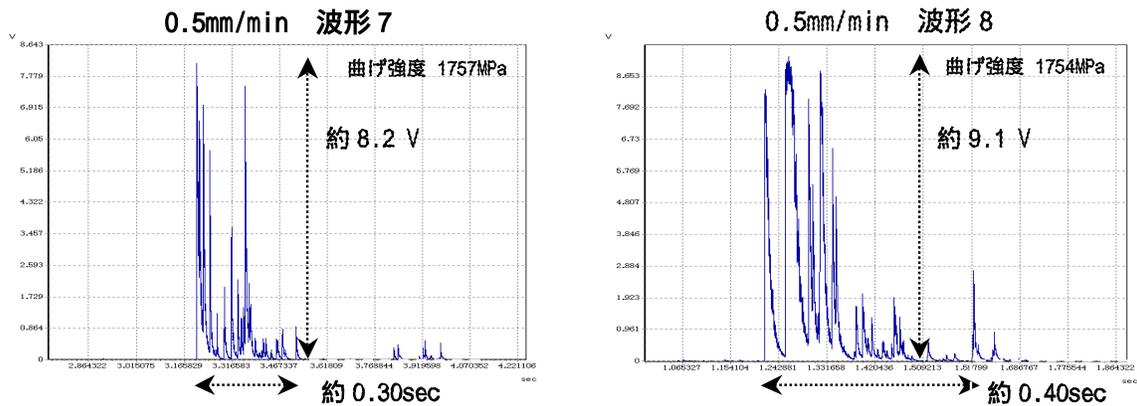


図7 - 3 各クロスヘッド速度による材料破壊時の AE 波

ドと試験材料が接触するとほぼ同時に材料が破壊されるが、100 mm/minの場合は速度が遅い分、材料の破壊までに時間がかかるからである。この時間を荷重 - 変位カーブから計算すると500 mm/minでは接触から破壊まで約80 msec程度、100 mm/minでは約400 msecであることが確認された（変位が0.7 mmで破壊するとして計算）。よって、接触から破壊までの時間の長さの影響がAE波形の破壊時間の長さに現れていると考えられる。

次にAE波形の形状を観察すると、500 mm/minは波形の形状（図7 - 3の波形1・2を参照）が比較的ばらつく傾向にあったが、100 mm/minはそのほとんどの波形が図3の波形3のような形状となった。唯一、波形4のように、破壊時のAE波形が極端に小さくなるものも観察された。この場合、両者を比較すると、曲げ強度に約300MPaの差があることから材料そのもののばらつきの影響が現れたと推測できる。

2つ目に、クロスヘッド速度が高速（500・100 mm/min：波形1～4）の場合と低速（10・0.5 mm/min：波形5～8）の場合を比較する。速度が高速の場合、破壊前にパルス波形は全く観測されなかったが、低速の場合には破壊前に多数のパルス波形が観測された。クロスヘッド速度が低速時の全体のAE波形の様子を図7 - 4に示す。図7 - 4のように、低速時にはクロスヘッドと材料が接触してからパルス波形が多数発生し、最後に材料破壊時の波形が観測された。すなわち、これはクロスヘッドと材料の接触後は材料の微小クラック（材料内部のきしむ音が発生）が進み、最後に材料が荷重によって破壊させることを意味している。なお、パルス発生時間Tは速度が10 mm/minで約5～8秒程度、0.5 mm/minで約60～80秒であった。

パルス波形のエネルギー（エネルギーは、破壊力×破壊時間＝波形の面積で示す。以後、材料の破壊に起因した前後の数十msecの波形の面積を破壊時エネルギーと定義する。）を測定すると、通常のパルス（図7 - 3の波形5を参照）は材料の破壊時エネルギーの約1/10～1/100程度であったが、ごく稀に破壊力が約9.0（V）程度で材料破壊時のエネルギーに匹敵する程度のパルス波形も観察された。以上のように、速度が高速の場合は材料のクラックの進行過程をAE波形で捉えることができないが、低速の場合には進行過程をAE波形で確認できる。

3つ目に、AEセンサーで測定した、クロスヘッド速度毎における破壊時間（sec）、破壊力の最大値・最小値（V）、破壊時エネルギーの相対値をまとめたものを表7 - 1に示す。なお、破壊時エネルギーの相対値とはクロスヘッド速度毎の破壊時エネルギーの平均値を算出し、

最もエネルギーが大きかった100 mm/minの値を1とした場合の相対値を示す。

まず、破壊時間は100 mm/minが最も長く、0.5 mm/minが最も短い値となった。特に0.5 mm/minはクロスヘッドが材料に長時間接触し、破壊前に多数のパルス波形が観測されることから、材料の破壊時にはクラックが進んでいると推測され、この影響が現れているのではないかと考えられる。

次に、異なるクロスヘッド速度による破壊力の最大値と最小値を比較すると、大きな特徴は見られなかった。ただし、全体的に100 mm/minには破壊力の最大値・最小値ともに大きい傾向が確認された。また、破壊時エネルギーの相対値を比較すると100 mm/minの場合のみ、

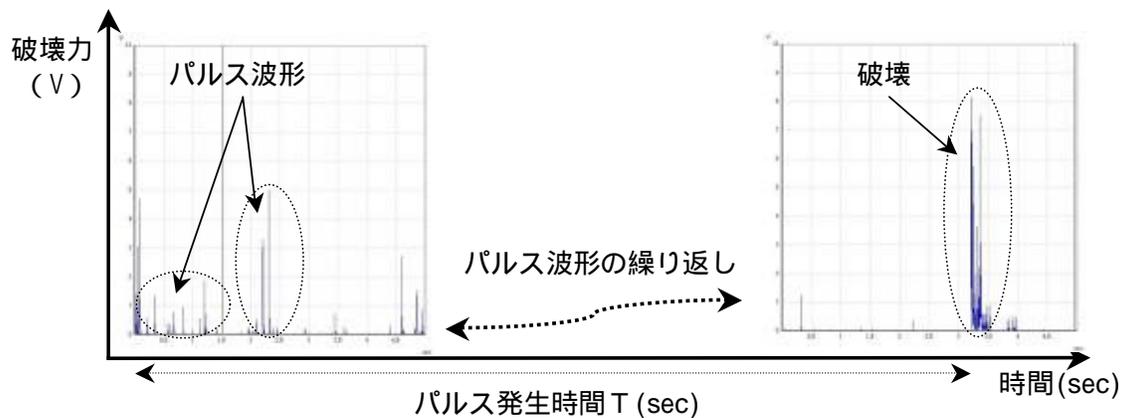


図7 - 4 クロスヘッド速度が低速時における全体の AE 波

他と比較して約2倍程度のエネルギーを発生しているが、他の速度間で大きな差異は見られなかった。500 mm/minの場合はクロスヘッドと材料が接触する時間が極端に短く（破断時間が短い）また10と0.5 mm/minの場合は材料が接触する時間が長いから、破壊前にはある程度材料のクラックが進行している。よってこのような背景から、100 mm/minは最も破壊時エネルギーが大きいのではないかと推測できる。

最後に、曲げ強度と破壊時エネルギーの関係について検討する。図7 - 5は各クロスヘッド速度における曲げ強度と破壊時エネルギーの相対値との関係図である。

一般的に材料の曲げ強度が高いと破壊する際に大きなエネルギーが必要であるようにも思えるため、両者には一定の関連性があることが予想される。この関連性を調べるために、クロスヘッド速度毎に両者の相関係数を算出したところ、500 mm/minが0.139、100 mm/minが0.527、10 mm/minが0.164、0.5 mm/minが0.248となった。したがって100 mm/minを除くと、両者の関連性は弱いように感じられる。さらに、材料に大きなばらつきがあることを考慮して、曲げ強度若しくは破壊時エネルギーが通常より大きく外れた値（図7 - 5のグラフの丸い破線）を1つずつ除いて相関係数を求めたところ、500 mm/minが-0.08、100 mm/minが0.281、10 mm/minが0.06、0.5 mm/minが0.131となった。このように、全体を概観すると曲げ強度と破壊時エネルギーの関連性は非常に小さいといえる。しかし、今回はサンプル数が各クロスヘッ

表7 - 1 クロスヘッド速度における破壊特

クロスヘッド速度 (mm/min)	破壊時間 (sec)	破壊力最大値 (V)	破壊力最小値 (V)	破壊時エネルギー (相対値)
0.5	0.05 ~ 0.40	約 9.1	約 6.5	0.53
10	0.20 ~ 0.60	約 9.4	約 7.0	0.41
100	0.50 ~ 0.70	約 9.6	約 7.9	1
500	0.20 ~ 0.55	約 9.2	約 8.0	0.46

ド速度で10個ずつと非常に少なかった。よって、今後この関係をより詳しく調べるためには試験のサンプル数を増やす必要があると思われる。

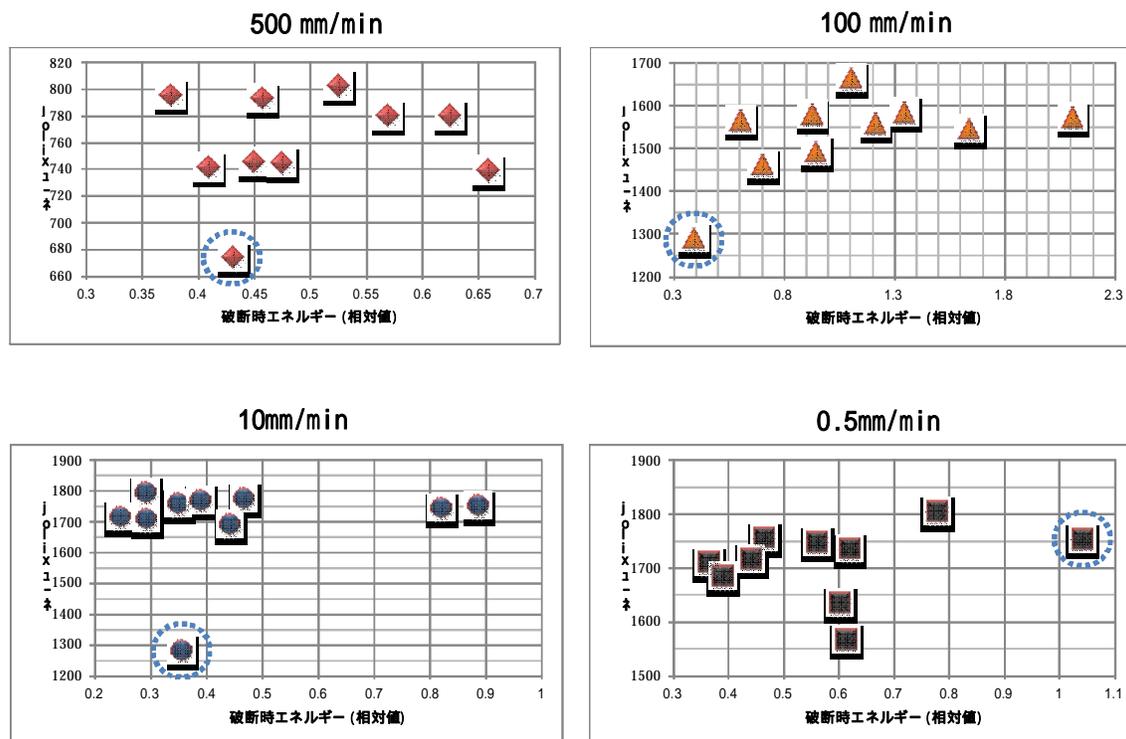


図7 - 5 各クロスヘッド速度による曲げ強度と破壊時エネルギーの関係図

2. セラミックダイスの圧縮破壊試験

実際のプレス加工に近づいた環境でセラミックダイス破壊時のAE波形の特性を把握するために圧縮破壊試験を実施した。図7 - 6は実際にダイスをサーボプレスで圧縮破壊を実施した時のAE波形の全体である。

まず、パンチがダイスに接触した際、微小の小さなパルスが発生した。さらに圧縮力が加わるとダイスに微小なクラックが発生し、AE波形にはその発生現象と思われる小さなパルスが観察された。次に人間にも聞き取ることができる音が発生するとともに、破壊力が8(V)を超えるパルスが発生していることから、微小クラックが大きな亀裂に進行したことが分かる。その後、パンチの圧力とともにダイスの破壊が進行したため、大きいパルス波形が重なり合っている様子が図から分かる。さらにパンチの下降停止後にも、大小様々なパルスが多数観察されることから、ダイスの亀裂が進展していることが推測できる。

このように、圧縮破壊試験全体を通じて、ダイスは3点曲げ破壊試験のクロスヘッド速度が低速時の場合と同様、破壊前に微小クラックが発生し、AE波形には大小様々なパルスが現れる。よって、実際にこのAEシステムをオンラインで運用する際には、このパルスの大きさやエネルギーを精確に検出して材料内部のクラックの程度を予測し、材料の寿命や耐久時間などが把握できれば、AEが有効なオンラインシステムとして運用することが可能になるのではないかと考えられる。

圧縮破壊試験終了後にダイスを固定する金属枠の影響によりダイスの外的な損傷は目立た

なかったが、パンチを引き抜いた時にはダイスが粉々に粉碎され、全体的な損傷が目立った。この圧縮破壊試験後にパンチを引抜いた後のダイスの様子を図7 - 7 に示す。

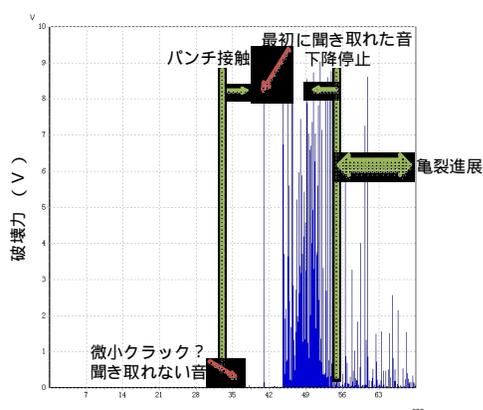


図7 - 6 セラミックダイス破壊時のAE波形



図7 - 7 圧縮破壊試験後のセラミックダイス

7 - 3 セラミックダイスに生じる焼付きを検出するための基礎データとなるセラミック素材焼付き時のAE波形取得について

(目的)

無潤滑成形では金型と被成形材料の間に焼付きが起こる。焼付きは成形時に被成形材料が金型上を滑っていく時の速度や圧力の条件により、金型より硬度の低い被成形材料のごく一部が金型に移行し付着する現象である。発生した焼付きは成長していくが、ある程度大きくなると被成形材料から受ける負荷により脱落する。この繰り返しにより被成形材料と金型の間の相対運動は、しばしばスティックスリップと呼ばれる間欠的で非円滑なものとなる。スティックスリップは被成形材料が焼付く成長と剥離の過程を反映しており、特に剥離の際には焼付いた材料がため込んでいた歪みエネルギーが開放されると考えられ、これが音となって検出される。ここでは、逆にこの音を捕らえることで焼付きの発生を検出することを考え、模擬的な焼付き状態を作り、焼付き検出に向けた基礎的なAE波形の取得と解析を行った。

(試験方法)

プレス成形で生じる焼付きを、実験的に再現するため摩擦摩耗試験機を使用した。この試験機は一般的にはボールオンディスク試験機と呼ばれるもので、その名のとおりディスクにボールを押しつけ両者に相対的な回転運動を与えて摩擦を行わせるものである。ここでは図7 - 8 に示すように、ディスクは金型とみなしてジルコニアセラミック製のものとし、ボールは被成形材料とみなしてオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304) 製のものを使用した。

まず、ベンチマークとして潤滑剤を塗布した状況下でのAE波形を把握した。次に、無潤滑状態で焼付きが生じる時のAE波形を取得し、ベンチマークである焼付きが生じない時のAE波形と比較した。これにより焼付き時に生じるAE波形がどのようなものか把握することができる。また、潤滑剤を用いていれば焼付き生じずAE波形も検出されないが、無潤滑にすると焼付きが生じAE波形が検出されるようになることを確認できれば、焼付き発生 = AE波形検出であると考えてよいことになり、焼付きをAEで検出できることになる。

計測に用いたAE測定器を図7-9に示す。またAEセンサーはアンプ内蔵型で図7-10に示す。AE測定条件は表7-2のとおりである。

摩擦摩耗試験条件を表7-3に示す。摩擦摩耗試験のスタート（回転開始）は、AE測定開始から10秒経過後とした。これは回転開始に伴う摩擦摩耗試験機駆動部からの雑音が入るのを避けるためである。

摩擦摩耗試験後には、セラミックディスクとSUS304ボールの表面をマイクロスコープとレーザー顕微鏡を用いて観察し、焼付きにより被成形材料がセラミックディスクに溶着している状況の確認を行った。さらに蛍光X線分析も行い、ディスク上の付着物の元素同定からも焼付きの発生を再確認した。

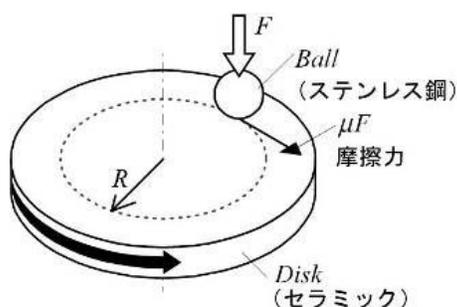


図7-8 摩擦摩耗試験の状況

図7-9 AEセンサー装置外観

表7-2 AEセンサー測定条件

項目	条件
AEセンサー	アンプ内蔵型 (R15I-AST)
サンプリング周波数	20kHz
計測時間	360sec
ゲイン	9
AEエネルギー (単位時間あたりの積分値)	V・s

表7-3 摩擦摩耗試験条件

項目	条件
回転速度	100rpm
線速度	100mm/sec
回転半径	9.6mm
ボール素材	SUS304
ボール径	4.75mm
ボール押付荷重	500g
試験時間	300sec
サンプリング時間	0.1sec
潤滑剤	試験a:あり, b:なし
ディスク素材	ジルコニアセラミックス

(結果および考察)

1. 潤滑剤使用時の摩擦摩耗試験状況とA E 波形

潤滑剤を使用した時に検出したA E 波形を図7 - 1 3 に示す。図中の横軸の時間10秒から310秒の間が摩擦摩耗試験の実施時間帯である。図から明らかなように、A E 波形は検出されなかった。

摩擦係数とA E エネルギーの変化を図7 - 1 4 に示す。摩擦係数は0.1で一定値を保ち、焼付きに伴うスティックスリップ現象の発生を確信させる摩擦状態の変化は観察されない。摩擦係数の0.1は一般的な知見では、境界摩擦(潤滑成分が物体の表面に吸着し表面同士がほぼ接触していない状態)下にあるものと考えることができ、潤滑剤がその効果を発揮し焼付きの発生を回避しているものと推察できる。以上のことにより、潤滑剤を用いれば焼付きは生ずることが無く、A E 波形も検出されないことが確認できた。

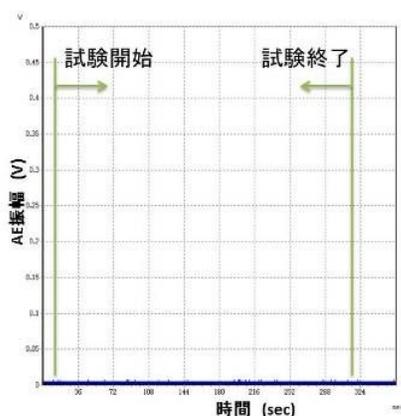


図7 - 1 3 潤滑剤付与によるA E 波形

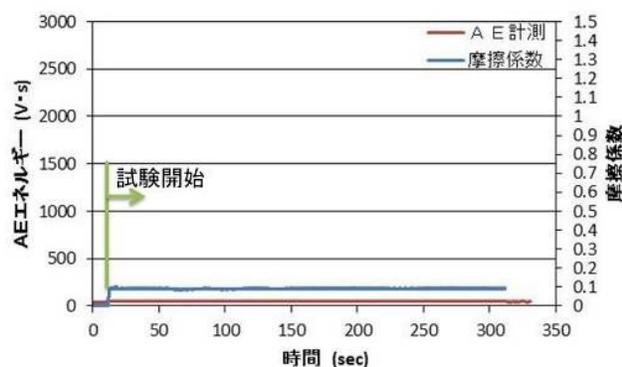


図7 - 1 4 摩擦係数とA E エネルギー

2. 無潤滑状態の摩擦摩耗試験状況とA E 波形

無潤滑状態の摩擦摩耗試験により得られたA E 波形を図7 - 1 5 に示す。潤滑剤を付与したA E 波形と較べ、摩擦摩耗試験開始(図横軸の10秒経過時)と同時にA E 振幅が徐々に増大していることがわかる。しかも120秒経過後は、大きなA E 波形が出現し次には消滅するというように繰返えされる激しい波形変化が起こり、まさに焼付き発生に伴うスティックスリップ現象を思わせる状況となっている。

得られたA E 波形を図7 - 1 5 に示すa、b、cの3カ所により詳しく分析すると、図7 - 1 6 のような波形になっている。(a)の開始直後のA E 波形に較べ、(b)の10秒後さらに(c)の60秒後の波形は振幅の変化が大きくなっていることがわかる。これは前述の120秒経過後の本格的なスティックスリップ現象の前にも、微小なスティックスリップ現象が起きていることを暗示している。このことは、摩擦係数とA E エネルギーの時間変化を示した図7 - 1 7 から理解することができる。摩擦係数は試験開始直後から急上昇いきなり1.0に近い数値になっている。摩擦係数の1.0とはクーロンの摩擦にしたがえば垂直荷重と摩擦力が同じとなる大きな摩擦状態であるので、試験開始直後から微小な焼付きが生じていると考えるのが自然である。A E 波形またはA E エネルギーが激しく上下するほどの焼付き(スティックスリップ)は起きていないが微小な焼付きは起きているためと考えれば、摩擦係数が試験当初から1.0に近い値を取ることも説明ができる。この微小なスティックスリップの検出を活用することにより、比較的早い段階で焼付きを検出できる可能性があることがわかった。

プレス成形は一工程に要する時間が極めて短く、金型に焼付き等の不具合が起こりこれを見過ごせば短時間で大量の不良品を作ってしまうことになる。従って、金型の不具合を早期に検出する技術開発は非常に重要である。ここでは、このことに対処可能な基礎的現象を解明できた。

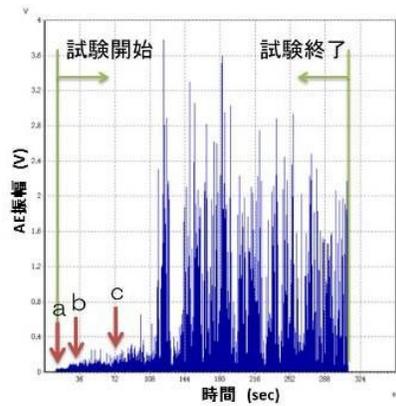
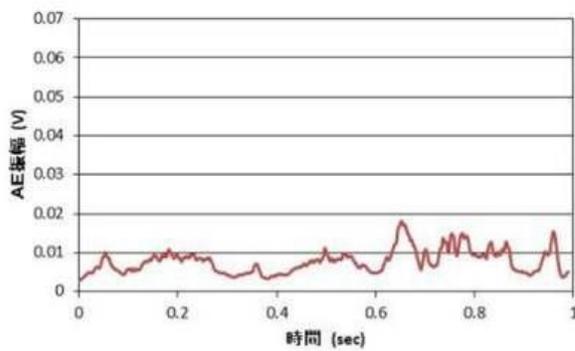
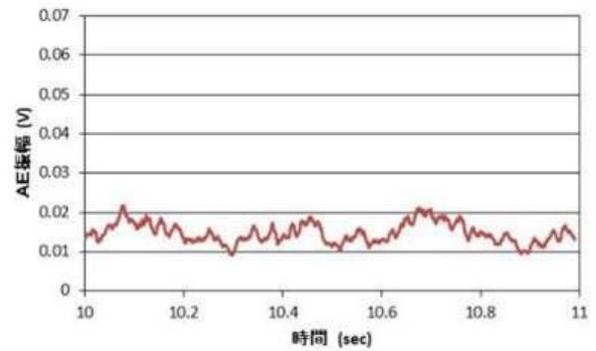


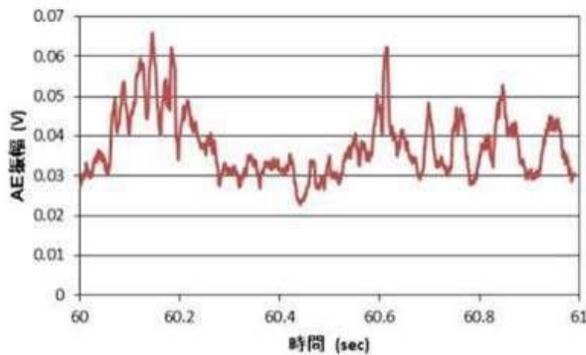
図7 - 15 潤滑剤なしによる摩擦摩耗 AE 波形



(a) 開始直後



(b) 10秒後



(c) 60秒後

図7 - 16 微小時間における AE 波形

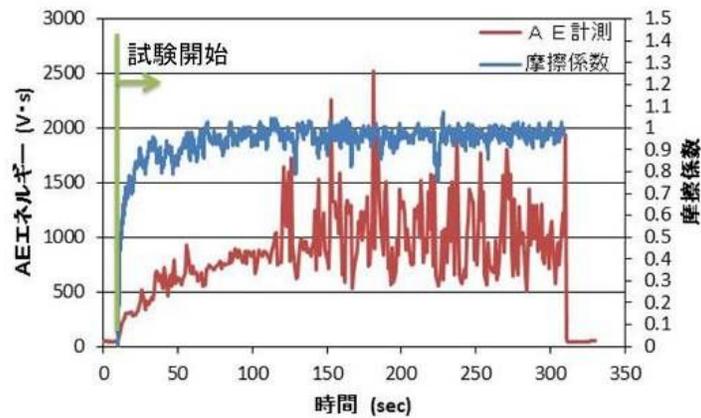


図 7 - 1 7 摩擦係数と AE エネルギー

摩擦摩耗試験後のセラミックディスクの外観を図 7 - 1 8 に、また SUS 3 0 4 ボールの外観を図 7 - 1 9 に示す。SUS 3 0 4 ボールの表面は焼付きによって削り取られ、セラミックディスク上には SUS 3 0 4 の溶着痕が確認できる。図 7 - 1 9 から、SUS 3 0 4 ボールの削取られた部分の直径は 940 μm であった。これは、図 7 - 1 8 のセラミックディスク上の溶着痕の幅とほぼ同じ数値であり、セラミックディスク上の溶着痕は、SUS ボールとの摩擦によってできたことが確認できた。

セラミックディスク上の溶着痕を、顕微鏡およびレーザー顕微鏡での表面観察結果を図 7 - 2 0 に示す。焼付きは全面というよりは、微細な表面凹凸の凹部でまだら状に生じていることがわかる。

最後に、セラミックディスク上の溶着痕を蛍光 X 線装置を用いて元素分析を行った結果を図 7 - 2 1 に示す。ここでは、SUS 3 0 4 に含まれる鉄 (Fe) の分布をマッピングしている。

使用したセラミックディスクの主成分であるジルコニア (Zr) が背景として緑で示される中に、溶着痕の形状をなぞるように赤色で示された鉄が分布していることがわかり、溶着痕が SUS 3 0 4 の焼付きであることは疑う余地がない。

以上の測定結果から、AE 測定器を用いることで、セラミックディスクに生じる焼付きを非破壊かつオンラインで検知することが可能なことを確認できた。

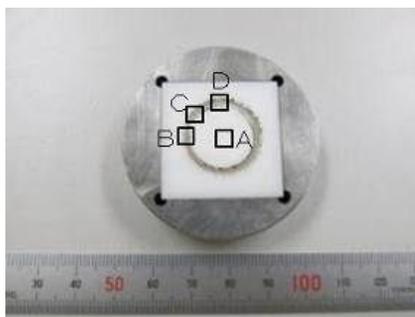


図 7 - 1 8 試験後のセラミックディスク

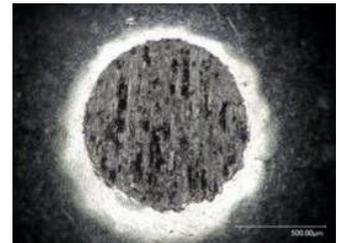


図 7 - 1 9 SUS 3 0 4 ボール

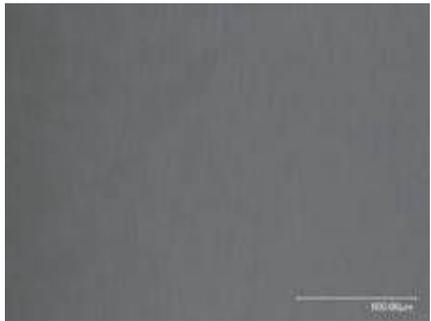
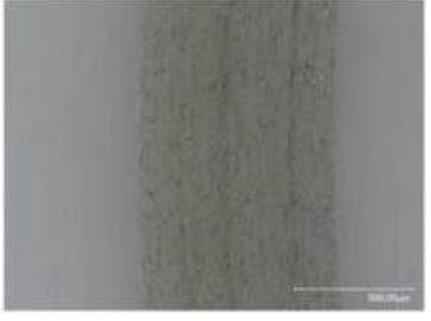
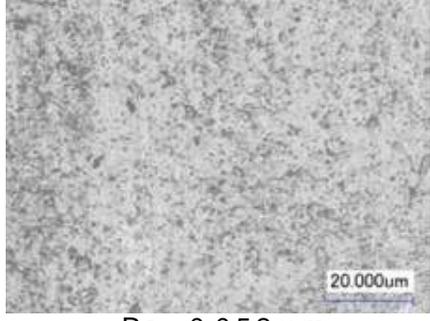
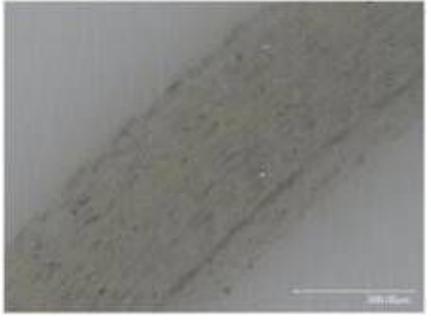
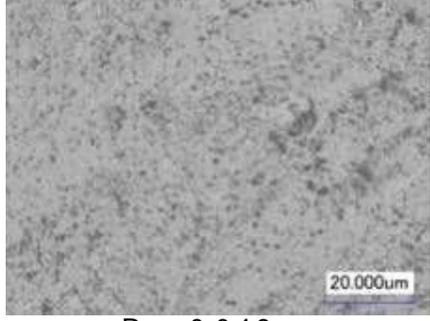
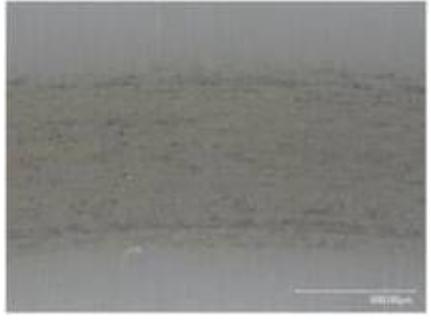
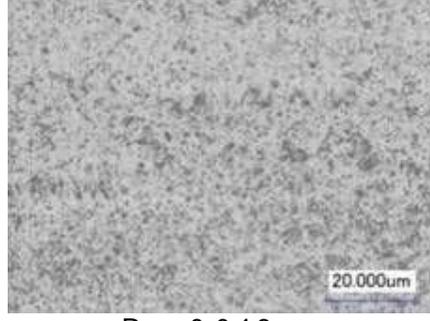
測定箇所	マイクロスコープ	表面粗さ
A		 Ra 0.01 μm
B		 Ra 0.052 μm
C		 Ra 0.049 μm
D		 Ra 0.046 μm

図 7 - 2 0 セラミックディスクの表面観察結果

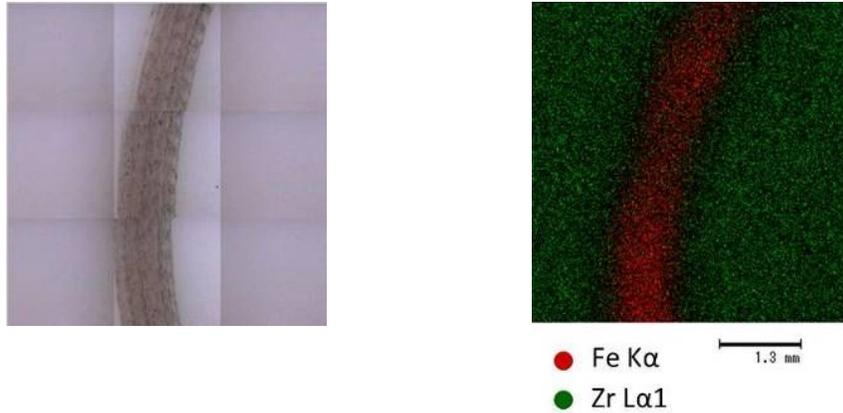


図 7 - 2 1 蛍光 X 線による元素分析

(8) 実証実験用金型の製作と評価

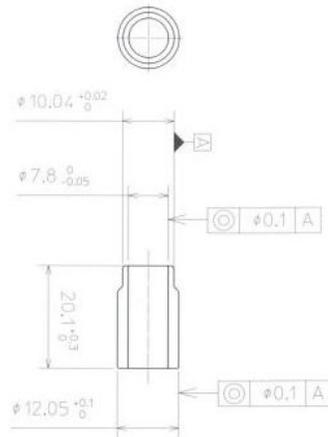
2 - 1 実証実験用金型の製作

(目的)

昨年度製作した実験用試作金型を用いた実験結果を基に、セラミックダイスによるドライ加工を可能とする実証実験用金型の製作を行う。

(試験方法)

ここでは金型の工程設計を行った。250 t のトランスファー成形を想定して、実証実験用金型を設計・製作した。その金型を用いて製作するプレス品 (図 8 - 1) は、現在、鍛造切削バリ取工程洗浄の各工程を経て製造されている。今回の研究ではこの工程を、セラミック金型を用いた厚板・板鍛造のドライプレス加工に置換える。その金型は全 18 工程として設計した。金型サイズは 2817 × 500 × 550、金型重量 2.5 t になった。

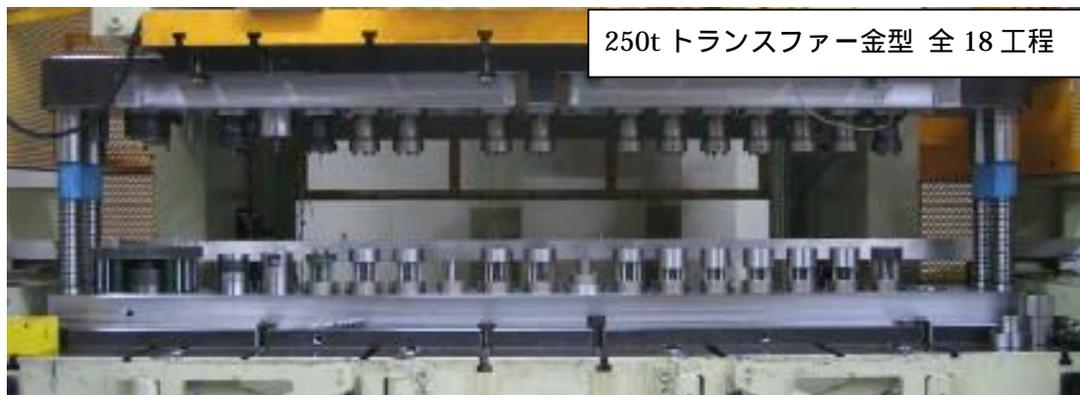


材質	板厚
純鉄系電磁軟鉄鋼	2.3mm

図 8 - 1 セラミック金型を用いたドライプレス加工でプレス化する製品図面

(ドライプレス加工結果および考察)

完成した実証実験用金型は図8-6のとおりである。



実証実験用金型 (中央部)



実証実験用金型 (ガイドポスト部)



図8-6 実証実験用金型

2 - 2 ドライブレス加工

(目的)

2 - 1 で製作した実証実験用金型を使用して、厚板 $t = 2.6$ mm の純鉄系電磁軟鉄鋼板のセラミックダイスを用いたドライブレス加工を行う。

(試験方法)

図 8 - 1 の製品図面を満足するよう、金型の寸法調整を行った。調整を行うたびに、焼付きの発生状況の確認を行った。

(結果および考察)

得られた完成した製品を図 8 - 7 に示す。焼付きは全く認められなかった。製品寸法確認を行い、良好であったことから $n = 1000$ 個の生産を行った。

製品図面に基づいて、寸法測定評価を行った結果を、表 8 - 1 に示す。結果、図面要求を満足する結果を得られた。

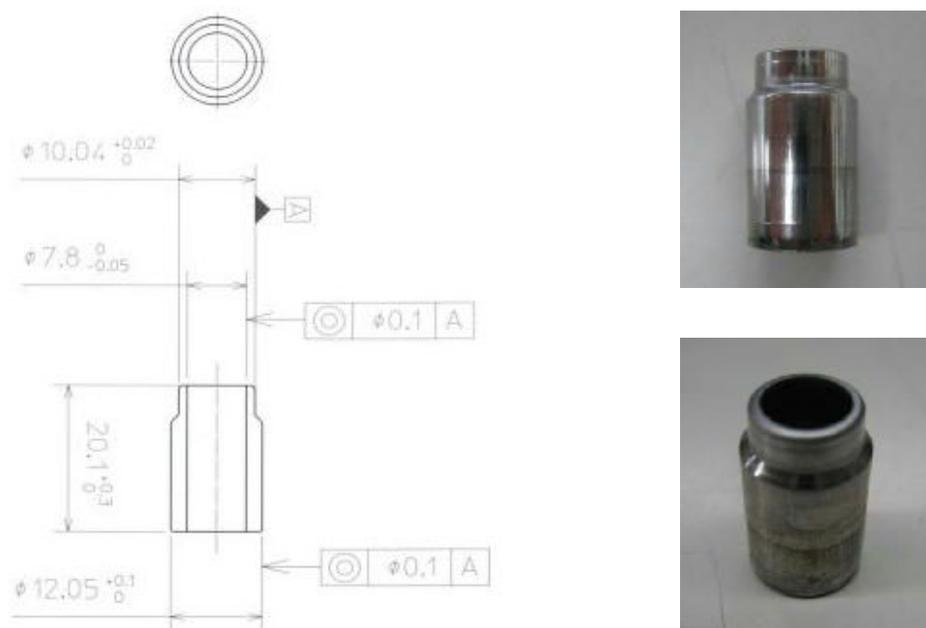


図 8 - 7 完成品

表 8 - 1 寸法測定結果

項目No.	検査項目			実測値				
	規格値	上限値	下限値	1	2	3	4	5
1	10.04	0.02	0	10.052	10.051	10.048	10.051	10.055
2	7.8	0	-0.05	7.76	7.76	7.76	7.76	7.76
3	20.1	0.3	0	20.35	20.33	20.37	20.3	20.31
4	12.05	0.1	0	12.13	12.12	12.12	12.13	12.13
5	0.1	0.1	0	0.055	0.066	0.043	0.051	0.059
6	0.1	0.1	0	0.051	0.055	0.073	0.064	0.077

完成品の側壁の表面粗さ測定を行った。製品の測定場所と使用測定機を図8 - 8に示す。
 $n = 1$ 、 $n = 500$ 、 $n = 1000$ のときの表面状態と面粗さ測定結果を図8 - 9、8 - 10、8 - 11に示す。 $n = 1 \sim 1000$ までの間に、面粗さの悪化は認められるが、製品品質上は全く問題ないレベル(図面規格上は $12.5 \mu\text{m}$ 以下)である。また、 $n = 1000$ までの絞り回数と、表面粗さの推移を図8 - 12に示す。

その結果、 $n = 1 \sim 1000$ までの間に、絞り回数に比例して面粗度が悪化していることがわかる。



図8 - 8 製品の表面粗さ測定箇所と使用した表面粗さ測定機

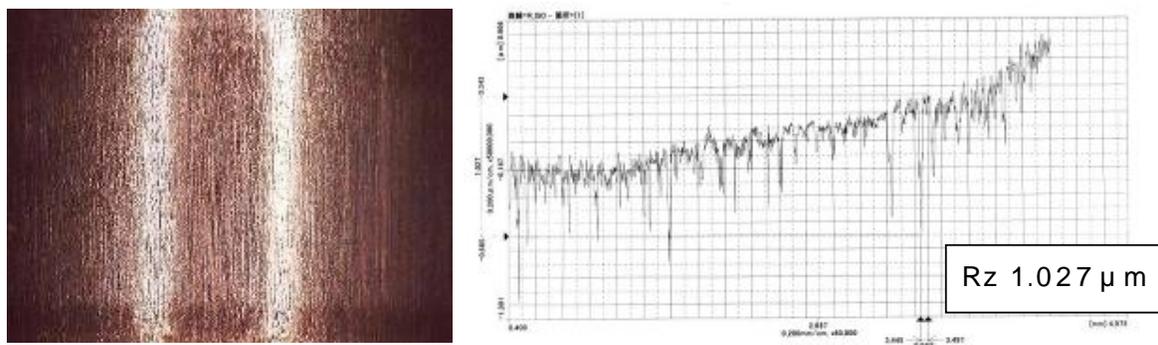


図8 - 9 製品表面状態と表面粗度 $n = 1$

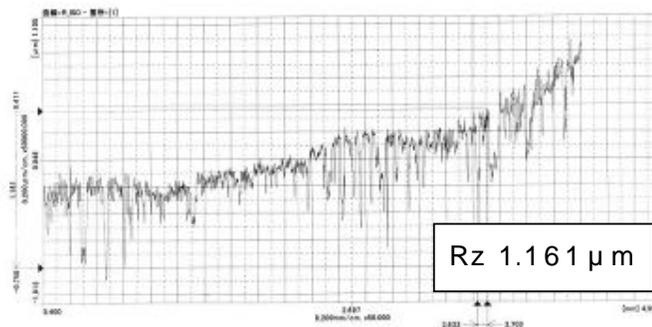


図 8 - 1 0 製品表面状態と表面粗度 n=5 0 0

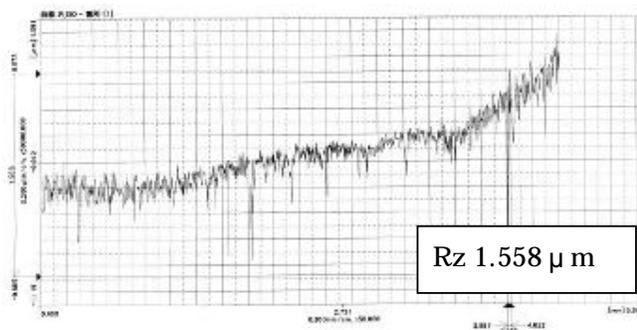


図 8 - 1 1 製品表面状態と表面粗度 n=1 0 0 0

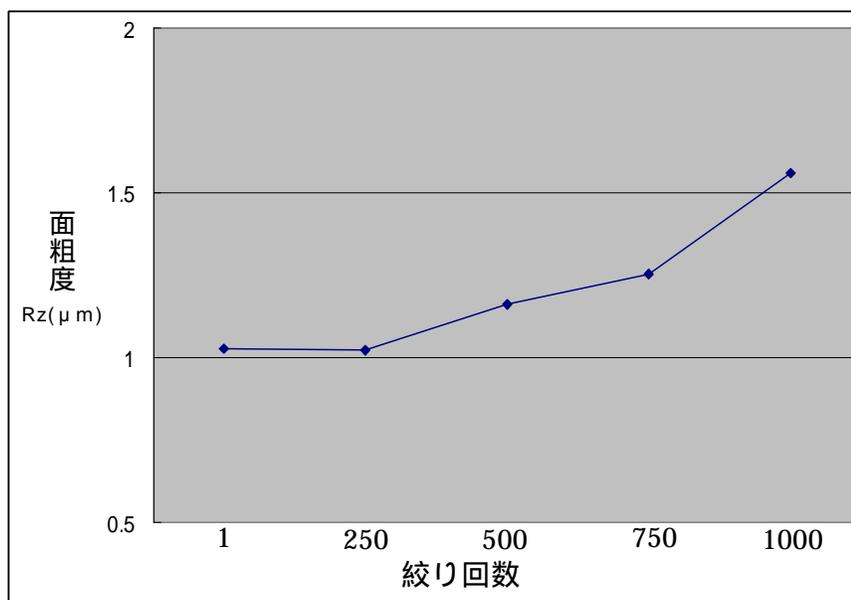


図 8 - 1 2 紋り回数と表面粗さの推移

2 - 3 金型の評価

(目的)

ドライプレス加工開始から1000個生産後の金型表面状態の確認を行う。製品と同じくセラミックダイス表面外観状態と表面粗度の評価を行う。

(試験方法)

セラミックダイス表面外観状態(図8-13)は、ハイロックス製デジタルマイクロスコープを用いて評価した。表面粗度は、ミットヨ製の表面粗さ測定機を使用して評価(表8-2)した。

(結果および考察)

図13に示すとおり、セラミックダイス表面には焼付きは確認されず、良好な結果であった。ただし、表面には非加工材に塗布されていた防錆材と、被加工材表面の剥離したものが、セラミックダイス表面に含浸しているように思われる。この表面状態が、繰返し生産することでどのように変化し、製品の表面粗度に影響がないかどうか、継続して調査する必要がある。表面粗度の測定結果では、加工前後の変化量が10~120 μm 程悪化していることがわかる。

以上のことから、成形回数を増やした時の評価は焼付き等がないかどうか、慎重にドライプレス加工を行う必要がある。

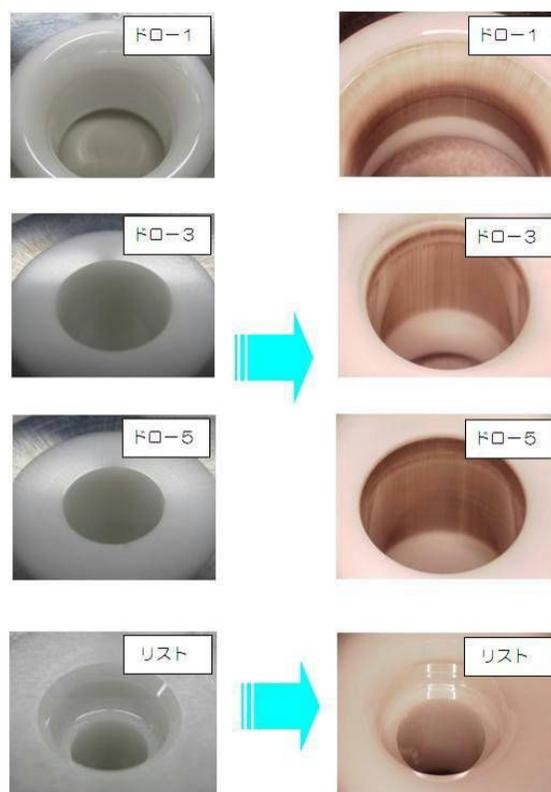
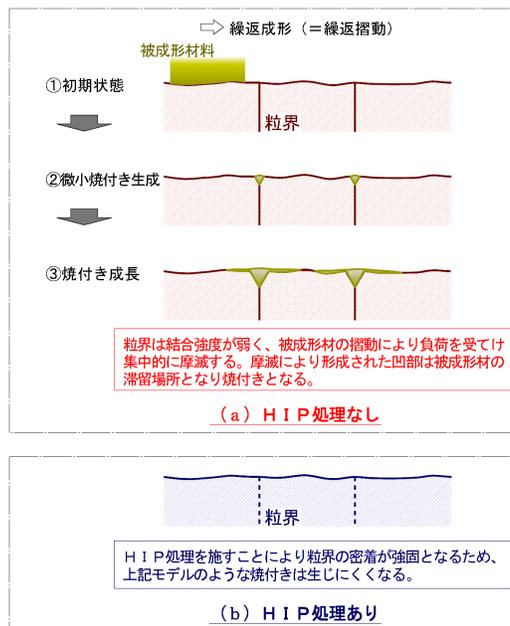


図8-13 セラミックダイス表面状態の変化

表 8 - 2 セラミックダイス表面粗度の変化

工程	方向	面粗さ R_z (μm)		面粗さの変化量
		加工前	n=1000加工後	
ドロ-1	軸	0.149	0.211	0.062
	径	0.155	0.278	0.123
ドロ-3	軸	0.177	0.167	-0.01
	径	0.293	0.344	0.051
ドロ-5	軸	0.176	0.187	0.011
	径	0.293	0.344	0.051
リスト	軸	0.257	0.291	0.034
	径	0.288	0.299	0.011

ここで使用したセラミックダイスはHIP処理をおこなったジルコニアセラミックである。このセラミックにおいて焼付きが発生しなかった理由となるモデルを図8-14に示す。図中上段のHIP未処理では粒界の密着が甘いため、粒界の表面露出部分が摺動抵抗に対する弱点となる。被成形材料の摺動により摩耗が進むと、凹部ができるため被成形材料が堆積するようになり大きな焼付痕へと成長していく。大きな焼付痕は、被成形材料の摺動の邪魔になるので脱落するが、再び成長しこのサイクルを繰り返すことになる。この過程がいわゆるスティックスリップであると考えられる。図の下段のHIP処理を行ったものでは、粒界の密着が強固であるため、上述の生成プロセスに基づく焼付きは生じにくいと考えら



セラミック金型をプレス成形に使用した時の焼付き発生モデル

図 8 - 1 4 セラミックダイスのHIP処理の有無による焼付き発生について

2-2 CAE解析システムを用いた、実証実験金型の応力状態の確認

(目的)

本研究では、厚板・板鍛造のネットシェイプ成形による絞り加工において、その金型にセラミック材料を用いることを考えている。一般のセラミック材料は、常温において硬度が高い材料であり、また、圧縮に強く引っ張りに弱い性質を持つ。本研究で扱う厚板・板鍛造のプレス加工においては、各工具に非常に大きな応力がかかることが考えられ、その応力をセラミック材料のみで耐えることは困難である。そこで、セラミック金型に金属材料のリングを用いて焼きばめを行うことで、金型を補強する。本研究項目では、金型の強度を最大とするような補強用焼きばめリングの形状最適化方法を考える。

今回の報告書では、セラミックダイスおよびブランク材にかかる応力の状態をそれぞれ最大主応力およびミーゼス応力を用いて評価することで、最適化問題を解く上で必要となる摩擦係数および焼きばめ圧力と金型にかかる応力との関係を考え、セラミック金型およびブランク材の破壊を評価する方法を構築し、その妥当性をLS-DYNAを用いた数値解析により確認する。

(試験方法)

本試験で用いるダイスおよびブランクには、それぞれ脆性材料であるジルコニアと弾塑性材料であるS20Cを用いる。ここで、これらの材料ごとの応力状態の評価方法を示す。

脆性材料であるセラミックダイスの応力状態を評価する方法として、三つの主応力 1、 2、 3 ($1 > 2 > 3$) のうち、最大の主応力が材料固有の一定値に達した時に破損が起これるとする最大主応力基準を採用する。ここで、本件で取り扱うセラミックは脆性材料であることから、破損として破壊を考えるのが妥当であり、また、引張強さに対して圧縮強さが大きいことから、破壊の基準は引張強さ σ_{BT} を用いて式(2)のように書ける。

$$\sigma_1 = \sigma_{BT} \quad \text{式(1)}$$

ここで、最大主応力はダイスの各点で値をもつ、つまり、ダイスの点によって異なる値をもつ。また、本試験は動的な加工であるので、同じ点でも加工段階（もしくは加工開始からの時刻）によって最大主応力の値は異なる。そのため、単に「最大主応力の最大値」というのも、空間方向と時間方向の両方の意味があることに注意が必要である。しかし、加工中に一度でも、一か所でも最大主応力が引っ張り強さを上回ると破壊が起きるので、破壊の基準としては、空間方向、時間方向の両方の意味での最大値、つまり「すべての点、すべての時刻を考えた場合での、最大主応力の最大値」を考えるべきである。そこで、この資料では、以降、特に断りがなく「最大主応力の最大値」と記述した場合は空間方向、時間方向両方の意味での最大値を指すものとする。加工途中のある時刻だけを考えた場合の最大主応力の最大値や、ダイスのある点だけ考えた場合の最大主応力について述べる場合はそのように断るものとする。

以上の方法を用いることで、焼きばめ圧力に対するセラミックダイスの強度を評価することができる。

本研究では、ジルコニア-S20C板間の摩擦係数 μ 、焼きばめ圧力 P を変化させた場合の 1 および F の変化をLS-DYNAを用いた有限要素解析により確認する。

数値解析1では、ダイスのブランク材-ダイス間の摩擦係数 μ 及び、焼きばめ圧力 P の変化が、ダイスの最大主応力に与える影響について検討を行った。数値解析2では、焼きばめ圧

力の分布を変えることにより、より効果的に最大主応力の最大値を低減させることについて考えた。

数値解析1

(結果)

ダイスのブランク材-ダイス間の摩擦係数 μ 及び、焼きばめ圧力 P の変化が、ダイスの最大主応力に与える影響について数値解析を行った。

図8 - 15 に解析モデルの図と寸法を示す。また、ダイスの断面形状を図8 - 16 に示す。この解析における設定条件を表8 - 3 に、用いた材料物性値を表8 - 4 に示す。

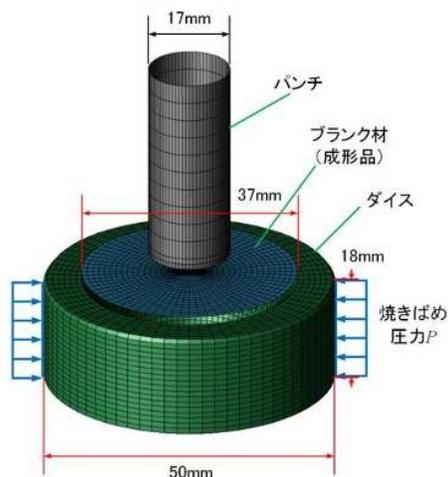


図8 - 15 解析モデル

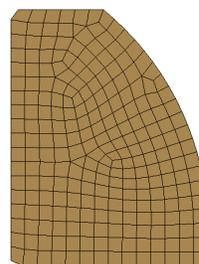


図8 - 16 ダイス断面

表8 - 3 設定条件

部材	材質	境界条件
パンチ	剛体	下方に強制速度 50000mm/s
ブランク	S20C(3mm厚)	なし
ダイス	ジルコニア	底面で剛壁と摩擦係数 0.2 で接触 側面に焼きばめ圧力 P を負荷

表8 - 4 材料物性

材質	S20C	ジルコニア
ヤング率 E (GPa)	206	205
密度 ρ (kg/m ²)	8.0	5.9
ポアソン比 ν	0.30	0.31
降伏応力 σ_y (GPa)	300	

(考察)

以上の数値解析の結果より考察を行う。

図8 - 16に加工途中の最大主応力の様子の一例として、 $\mu = 0.1$, $P = 60\text{MPa}$ での最大主応力コンター図を示す。図8 - 16から、青色の部分(Aの部分)では最大主応力が負の値を取っており、ダイスとブランク材が接触してダイスが圧縮力を受けていることが分かる。Aの部分の上下の赤色の部分(図中のB, Cの部分)では最大主応力の値が大きくなること分かる。B, Cの部分の最大主応力が高くなるのは、ブランク材がダイスに押し込まれることでその周辺のダイスの内側が押し広げられ、周方向の引っ張り応力が高くなっているためである。Aの部分でもダイス内部は押し広げられているが、ブランク材との接触によりダイスが圧縮の力を受けるため、B, Cの部分と比べ最大主応力は小さな値となっている。

B, Cの部分の最大主応力は、加工が進み成形品が穴の下端に近づくにつれて大きくなる。焼きばめ圧力を60MPaとし、ダイス ブランク材間の摩擦係数を $\mu = 0.1$, $\mu = 0.2$ とした場合に最大主応力が最大値をとっているときの様子を、それぞれ図8 - 17, 8 - 18に示す。この2つの図より、図8 - 17の条件ではCの部分がダイスの穴の下端に達したとき(図中C')に最大主応力を取り、図8 - 18の条件ではBの部分がダイスの穴の下端に達したとき(図中B'')に最大主応力が最大値をとることがわかる。

焼きばめ圧力、ダイスとブランク材の間の摩擦係数の条件を変えた場合でも、最大主応力が最大値をとるのは、図8 - 17のC'、図8 - 18のB''のどちらかの加工段階であった。焼きばめ圧力とダイスとブランク材の間の摩擦係数の条件による最大主応力が最大値をとる場所の変化をまとめたものを表8 - 4に示す。表8 - 4より、焼きばめ圧力や摩擦係数の値が大きくなると、最大主応力の最大値はB''の位置でとるようになることがわかる。

最大主応力が最大となるタイミングが条件により変化する理由について考察する。

前述のとおり、ダイス内部にはブランク材によって内径が押し広げられることにより周方向の引っ張りの応力がかかるが、それに加えて、ダイス内部にはブランク材との摩擦により、穴が下方方向に引きずられる力を受ける。この力により、図8 - 16のBの部分には上下方向の引っ張りの力が、Cの部分には上下方向の圧縮の力がかかる。この力は、Bの部分の最大主応力を大きくするようにはたらき、Cの部分の最大主応力を小さくするようにはたらく。ダイス ブランク材間の摩擦係数が大きいほど、この力は大きくなる。そのため、摩擦係数が小さい場合はBの部分で最大主応力の最大値をとるが、摩擦係数がある程度大きい場合はAの部分で最大主応力の最大値をとる。

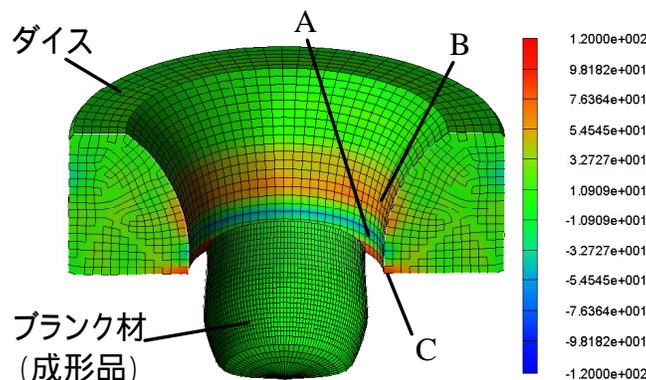


図8 - 16 ある加工段階での最大主応力コンター図 ($\mu = 0.1$, $P = 60\text{MPa}$)

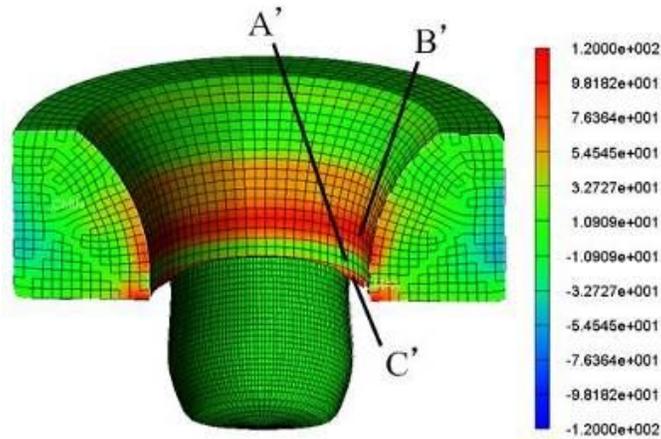


図 8 - 1 7 最大主応力が最大値をとる段階での最大主応力コンター図
($\mu = 0.1$, $P = 60\text{MPa}$)

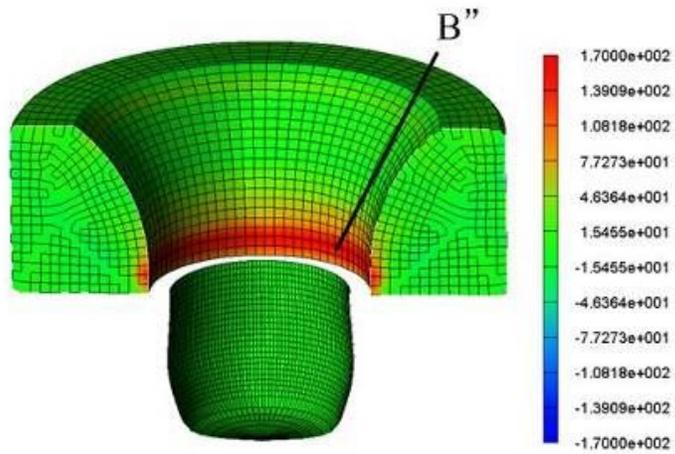


図 8 - 1 8 最大主応力が最大値をとる段階での最大主応力コンター図
($\mu = 0.2$, $P = 60\text{MPa}$)

表 8 - 4 最大主応力が最大となる場所

焼きばめ圧力 P (MPa)	最大主応力が 最大値をとる場所 ($\mu=0.1$ の場合)	最大主応力が 最大値をとる場所 ($\mu=0.2$ の場合)
0	C'	C'
20	C'	B''
40	C'	B''
60	C'	B''
80	C'	B''
100	C'	B''
120	B''	B''

次に、表 8 - 4 と同じ計算条件での最大主応力の最大値を表 8 - 5 に、その結果をグラフにしたものを図 8 - 1 8 に示す。

解析を行ったダイスでは、摩擦係数 $\mu = 0.1$ の場合では $P = 80\text{MPa}$ 程度、 $\mu = 0.2$ の場合では $P = 20\text{MPa}$ 程度の焼きばめ圧力を負荷することで、ダイス内部の最大主応力を緩和できることがわかる。また、摩擦係数の値に関わらず、最大主応力の最大値は、ある焼きばめ圧力までは減少するが、それ以上焼きばめ圧力を大きくしても減少せず、緩やかに増加していくという傾向があった。

表 8 - 5 解析結果

焼きばめ圧力 P (MPa)	最大主応力 σ_1 (MPa) ($\mu=0.1$ の場合)	最大主応力 σ_1 (MPa) ($\mu=0.2$ の場合)
0	228	198
20	189	175
40	172	177
60	121	171
80	96	179
100	98	172
120	113	174

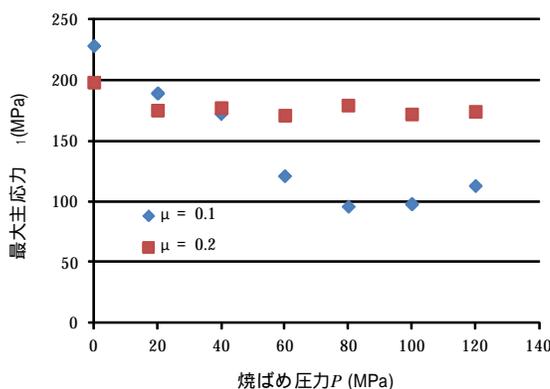


図 8 - 18 焼きばめ圧力-ダイス内部の最大主応力

ある焼きばめ圧力までは焼きばめ圧力を増加させるにつれて最大主応力の最大値が減少するが、それ以上は焼きばめ圧力を大きくしても最大主応力の最大値が減少しない理由は以下のとおりである。

図 8 - 19 に、図 8 - 16 の B, C の部分の最大主応力方向を矢印で表した図を示す。図 8 - 19 より、最大主応力方向は、B の部分ではダイスの穴の上下方向の引っ張り、C の部分では周方向の引っ張りであることが分かる。このことは、前述の摩擦係数に関する考察とも定性的に一致しており、B の部分は摩擦により引っ張られる方向に最大主応力が出ており、C の部分は穴が広げられる方向に最大主応力が出ている。

焼きばめは通常、ダイスの内径が広がるのと逆方向に残留応力をかけて穴が広がることを防ぐことで最大主応力を緩和している。そのため、最大主応力の方向を考えると、図 8 - 18 の状態では、C の部分がダイスの下端を通る際に生じる最大主応力は焼きばめにより緩和できるが、B の部分がダイスの下端を通る際に生じる最大主応力を焼きばめで緩和することには限界があると考えられる。

そのため、焼きばめにより C の部分の最大主応力は十分に緩和されても、ダイスとブランク材の摩擦が大きい場合、B の部分の最大主応力は十分に緩和できないと考えられる。

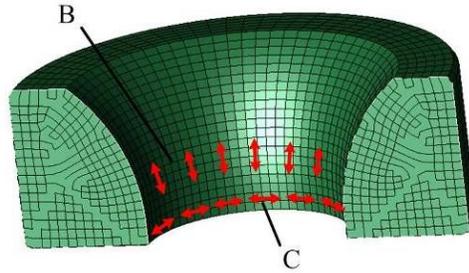


図8 - 19 最大主応力方向 ($\mu = 0.1$, $P = 60\text{MPa}$)

数値解析2

(結果)

次に、焼きばめ圧力の分布を変えることにより、より効果的に最大主応力の最大値を低減させることを考える。

図8 - 20に解析モデルの図と寸法を示す。解析の設定条件や材料物性値などは数値解析1と同じであるが、焼きばめ圧力を与える範囲を変更する。ダイスとブランク材の間の摩擦係数は $\mu=0.1$ とした。

焼きばめ圧力を与える範囲は、次の4つの条件で行った。

側面の上部3分の2に焼きばめ圧力かける。

側面の上部3分の1に焼きばめ圧力かける。

側面の下部3分の2に焼きばめ圧力かける。

側面の下部3分の1に焼きばめ圧力かける。

この結果、最大主応力の最大値を発生する下部に焼きばめ圧力をかけていない 及び 条件では最大主応力の最大値は緩和されなかった。例えば、条件 1 の範囲に40MPaの焼きばめ圧力かけた場合の最大主応力の最大値は244MPaであった。

条件 2 の場合と、側面全体に焼きばめ圧力かけた場合の、焼きばめ圧力 最大主応力の最大値の関係を表8 - 6、図8 - 21に示す。

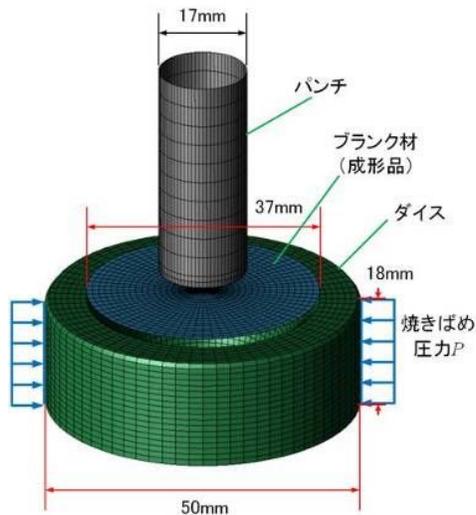


図8 - 20 解析モデル

表 8 - 6 解析結果

焼きばめ圧力 P (MPa)	最大主応力 σ_I (MPa) (条件)	最大主応力 σ_I (MPa) (側面全体)
20	165	189
40	143	172
60	104	121
80	89	96
100	109	98
120	122	113

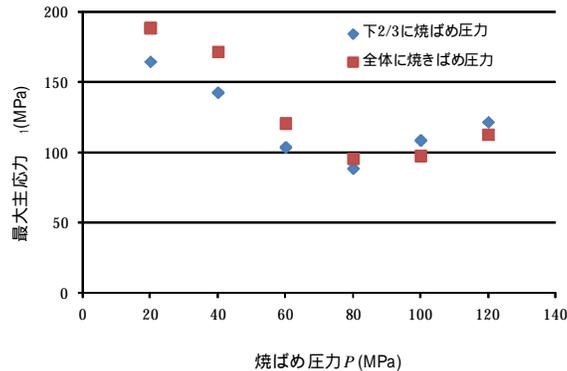


図 8 - 2 1 焼きばめ圧力 ダイス内部の最大主応力

(考察)

図 8 - 2 1 の結果から、側面全体に焼きばめ圧力を与えるよりも、側面の下部を中心に焼きばめ圧力を与えた方が、小さい焼きばめ圧力で最大主応力の最大値を緩和できると予想される。この理由を考える。

焼きばめを与えている箇所では、焼きばめ圧力を与えていない場合と比較してダイスの穴の内径が小さくなる。一方、ブランク材が通るときにはダイスの穴の内径は大きくなる。そのため、ブランク材が通っている箇所ではダイス内径が大きくなり、その他の箇所では内径は小さくなり、この内径差によりダイス内部が引っ張られていると考えられる。

焼きばめを側面の全体に与える場合、ブランク材がダイスの下部を通り、穴を押し広げているときに、ダイス上部は内径が小さくなっており、内径差が生まれていると考えられる。焼きばめを側面下部のみに与える場合この現象は起こりにくくなるため、少ない焼きばめ圧力で最大主応力の最大値を緩和できているものと考えられる。

ただし、焼きばめ圧力が与えられていない部分と与えられている部分の境界では、ダイス内径の変化が大きくなる影響で最大主応力の値が大きくなる可能性があるため、焼きばめ圧力の分布は連続的に変化させることが望ましい。

数値解析3

(結果)

次に、ダイス ブランク材の間の摩擦係数の値による最大主応力の最大値の変化について数値計算を行った結果を示す。実験結果との比較も行い考察する。

ダイス ブランク材の間の摩擦係数を変化させて数値解析 1 と同じ計算条件で数値解析を行った。その際の最大主応力の最大値を表 8 - 7 および図 8 - 2 2 に示す。成形が成功する範囲では最大主応力の最大値は200 ~ 300MPaの範囲であった。

(考察)

実験では、測定より求められた摩擦係数は $\mu = 1$ という結果であったが、加工は問題なく成功した。このことについて以下で考察する。

数値解析1より、焼きばめ圧力を与えることで最大主応力の最大値を緩和できるのは、摩擦係数の値が小さい場合のみに限られるという知見が得られた。そして、数値解析では $\mu = 0.2$ でも焼きばめ圧力による効果は小さく、焼きばめによる効果が大いなのは摩擦係数が0.2よりもさらに小さい場合であるという結果が得られた。実験では、焼きばめ圧力を与えることで最大主応力の最大値を緩和する効果が確認されているため、実験時にダイスで実際に起きている現象は数値解析での摩擦係数が $\mu = 0.1$ の場合に近いと考えられる。つまり、実験での摩擦係数の計測値は、数値解析での $\mu = 0.1$ 程度の値と対応している可能性がある。

このことを考慮すると、適正な焼きばめ圧力を与えることで、ダイスの最大主応力の最大値はダイスの破壊強度に比べて十分に小さい範囲に抑えることができると考えられる。

表 8 - 7 摩擦係数と最大主応力の最大値の関係

摩擦係数	最大主応力(MPa)
0.05	239
0.10	228
0.15	203
0.20	198

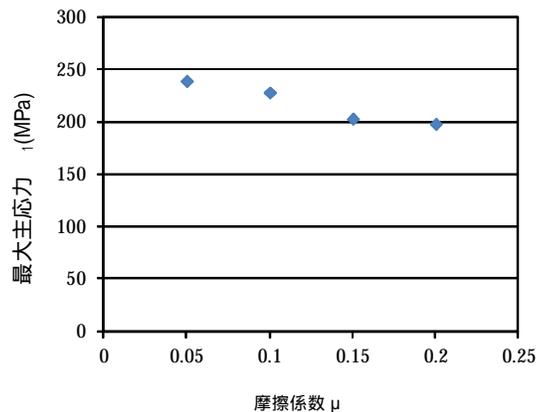


図 8 - 2 2 摩擦係数による最大主応力の変化

2 - 3 深絞り成形時の摩擦係数と金型応力、およびセラミックの破壊強度の金型応力について

(目的)

ここで使用したジルコニアセラミックは、前述のように破壊靱性値が特に大きいとはいえない。従って、セラミックの破壊強度に対し金型に作用する応力が小さく、破壊靱性値を気にすることがないことを確認する必要が生じた。金型に作用する応力は摩擦係数に依存し、摩擦係数が大きくなると応力も大きくなると考えられるが、例えば前述のボールオンディスク試験で得られたような大きな摩擦係数(=1.0)の状態はシミュレーションできないため、深絞り成形の初等解法により金型に作用する応力を求めた。そして、これをセラミックの破壊強度と比較し、セラミック金型の破壊に対する安全性を確認した。

(試験方法)

深絞り成形の初等解法により、被成形材料と金型間の摩擦係数を考慮に入れたパンチ荷重は、後藤の解析²⁾によれば以下ようになる。

$$P = 2 \pi r_c t_0 \sigma_\phi \sin \phi_c$$

および各記号の意味は次のようになる。

$$\sigma_\phi = \left(m Y \ln \frac{r_0}{r_c} + \frac{\mu H}{\pi r_0 t_0} + \frac{t_0}{4 \rho d} Y \right) \exp(\mu \phi_c) + \frac{t_0}{4 \rho d} Y$$

- m : トレスカの降伏条件の係数 (= 1.1)
- Y : 被成形材料の降伏応力
- r₀ : 被成形材料のフランジ外半径
- r_c : ダイス穴半径
- μ : 摩擦係数
- H : しわ押さえ力
- t₀ : 被成形材料の板厚
- d : ダイス肩半径
- c : ダイス肩部の板接触角度 (= 90°)

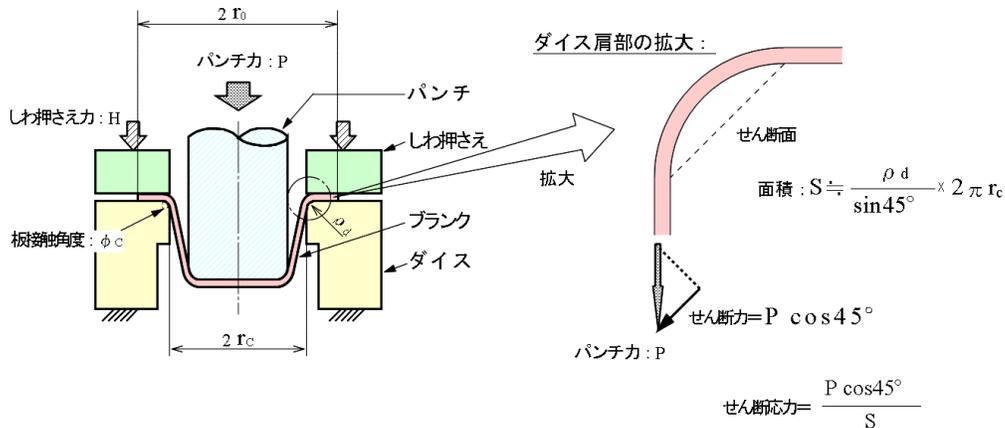


図 8 - 2 3 ダイス肩部の 4 5 度方向せん断応力

上で求めたパンチ荷重Pにより、ダイス肩部には45度方向のせん断応力が作用し金型が破壊に至ると仮定する。このせん断応力は図 8 - 2 3 に示すように、パンチ力の分力とダイス肩部の45度方向断面の面積から計算した。

(結果および考察)

エクセルを用いたせん断応力の計算結果を、摩擦係数1.0の場合について図 8 - 2 4 に示す。計算に用いたその他の各変数の値は、実際の成形品の緒元から引用し図中に示してある。求まったせん断応力は図中の最下段に表示している。

第1項	228.7396	m	1.1		
		Y	300 N/mm ²	降伏応力(SUS304想定)	
第2項	31.83099	r0	10 mm	プランクフランジ外半径(成形途中のフランジ外半径)	
		rc	5 mm	ダイス穴半径	
第3、4項	37.5	μ	1	摩擦係数	
		H	1000 N	しわ押さえ力	
		t0	1 mm	板厚	
		rd	2 mm	ダイス肩半径	
		ϕ	1.57	ダイス肩部接触角度(90度想定)	
$\sigma \phi$	1470.216				
P	46188.17 N				
剪断力	32658.97 N				
剪断面積	88.85766 mm ²				
剪断応力	368 N/mm ²	(Mpa)		:ダイス肩部を45度方向に剪断する応力	

図 8 - 2 4 せん断応力の計算例(摩擦係数1.0の場合)

摩擦係数を0.1、0.4、0.7、1.0の4水準とり、他の変数は同じにしてせん断形応力を求めた。このせん断応力と摩擦係数の関係を図 8 - 2 5 に示す。

ここで使用したジルコニアセラミックの平均曲げ強度は1562MPaである。一般に曲げ強度は単純引張強度より大きくなり、ここでは曲げ強度の60%を引張強度とした。さらにトレスカの降伏条件により、せん断応力は引張強度の半分となる。以上により、使用したジルコニアセラミックのせん断強度は460MPaと見積もることができ、図中にはこのラインを赤色の破線で示した。

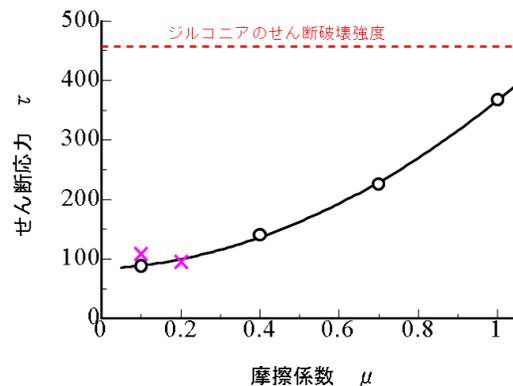


図 8 - 2 5 摩擦係数とダイス肩部のせん断応力(黒:初等解法、朱:シミュレーション)

前述のピンオンディスク試験の結果からも、焼付きが起こる前の摩擦係数は0.2程度であり、この時に金型に生じるせん断応力は図 5 9 より100MPa程度であるので、焼付きが起こっていない状況では金型がせん断で破壊に至ることはないと考えられる。

深絞り成形時に被成形材料と金型間の摩擦係数が1.0であると、金型に作用するせん断応力は368MPaとなる。この場合でも金型に生じるせん断応力は、せん断強度の460MPaに対して小さく即破壊が起こることはないと考えられる。現実にはこの摩擦係数は、完全に焼付きが生じている状態と考えられる。言い方を変えれば、焼付きが起これば破壊が起こる可能性は上昇するので、後述のセンシングによりできる限る早期に成形を止めた方がよいということになる。

図中にはシミュレーションで得られた最大主応力を基に、トレスカの降伏条件を適用して求めたせん断応力もペケ印で表示した。シミュレーション結果と初等解析の結果がほぼ一致した。初等解析では金型の焼きばめ効果などは計算することはできないが、純粹深絞りについては初等解法でも十分使用できる結果が得られることがわかった。

(9) 焼付きのオンライン検査・

(目的)

前述の(1)にて、他のプレス機械の振動等の雑音の影響がない状況下で、セラミックダイスに破損および焼付きが生じた時の A E 波形は把握できたが、量産品をプレス加工している種々の雑音が発せられている工場内ではどのような A E 波形が得られるか確認できていない。このことについて検証する。

(試験方法)

実際に量産を行っているプレス工場の中でも、最も雑音が大きい環境下において、(1)で取得したセラミックダイスの破損および焼付きの A E 波形をベンチマークとして、実際にドライプレス加工を図 9 - 1 のように行い、A E 波形の測定・評価を行った。焼付きを意図的に生じさせ A E を発生させるために、初年度に研究で使用して焼付きが発生しやすかった N 社製のセラミックダイスを金型にセットして実験を行った。A E 波形の測定には、今年度導入した A E 装置 (図 9 - 2) を使用した。

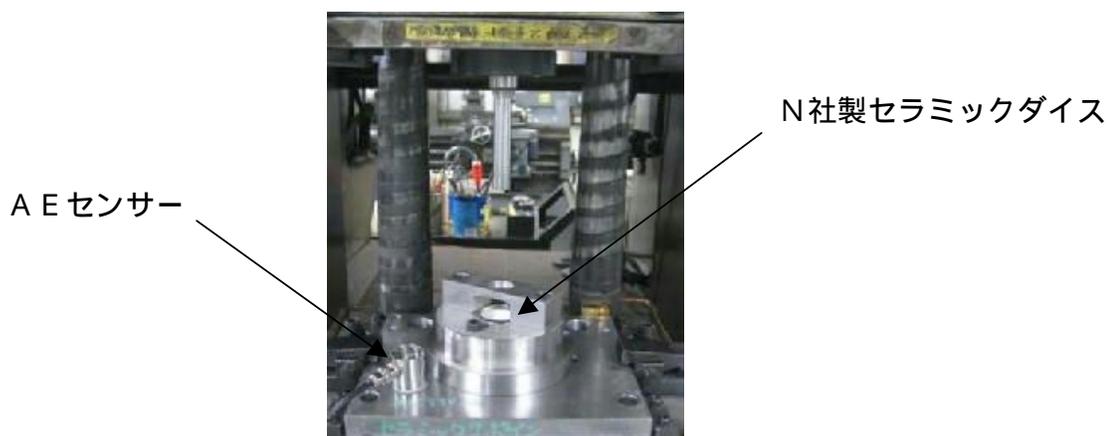


図 9 - 1 ドライプレス加工



図 9 - 2 A E 装置

(結果および考察)

実際にセラミックダイスに焼付きが発生した時のA Eを得ることができた。よって、このA E信号が実際に量産時に発生したときに、プレスを停止できるか確認を行う必要を残している。

(4) 事業化に向けた検討

金型をセラミック製とした時の破壊については、焼付きが生じていない状況では金型に生じる応力がセラミックの破壊強度に対してかなり小さいので、ワイプル係数を考慮する必要がなくほぼ起きないことがわかった。焼付きについては、これが起こると摩擦係数が大きくなり金型に作用する応力も大きくなるため、セラミックの破壊強度に対する余裕が少なくなる。焼付きが起こればこれを検出して止めるという今回の技術開発のコンセプトは正しいことがわかった。

事業化に向けては、焼付きの検出とプレス機械の停止に課題を残してはいるが、技術開発の方向性は正しいことが確認でき、さらに開発を続けると共にまずは焼付きが起こればこれを検出して止めるという今回の技術開発のコンセプトは正しいことがわかった。

[文献]

- 1) 佐野三郎、小泉憲一、伴野 巧、芝崎靖雄、小田喜一 “Y-PSZの泥しょう鑄込み成形と焼結(第2報) - 泥しょう鑄込み成形と焼結 - ”、粉体および粉末冶金第46号第10号
- 2) 後藤 學、塑性学、コロナ社、1995、p.10

第3章 全体総括

(1) 総括

22年度は主にプレス金型に適用可能なセラミックを特定するための研究を行った。セラミックにおいて韌性に優れた材料であるジルコニアと摺動材料に利用される窒化珪素を選択し、製法の異なるメーカーの数種類について曲げ試験、ボールオンディスク試験を行い特性を評価した。その結果、ジルコニアの特性が総合的にプレス金型に適していると判断した。

セラミックを金型に使用する際に問題となることは、セラミックの強度が引張荷重に対して低いことである。この対策としては、セラミック金型の外側に金属リングを焼ばめし補強する方法を考え、シミュレーションによりその効果を確認すると共に焼きばめ代を考慮した補強リングの切削および研削による加工条件を確立した。

23年度は主に金型の多段化などについて研究を行い実験用試作金型を作製した。この金型は、せん断、深絞り、しごき、リストライクの4工程からなり、無潤滑加工の評価に供した。無潤滑加工実験では、ジルコニア製のダイスについて、板厚3.2mmの熱間圧延鋼板(SPHC)の深絞り成形を中心に成形実験を行い、成形回数に対する焼付きの発生状況を観察した。その結果、ジルコニアの製造メーカーによっては、焼付きが生じないことを確認できた。

24年度は、上述の平成22年度、平成23年度の研究成果を踏まえ、加工損傷等の早期診断技術の構築をメインテーマに、破壊および焼付きのA E波形の検出、A Eセンサを組込んだA E波形取得用の金型の製作、ドライプレス加工を可能とする実証実験用金型の製作・評価、さらに量産を想定したセラミックダイスの破損や焼付きのオンライン検査の確立について研究を行った。

破壊および焼付きのA E波形の検出については、焼付きが生じればA Eが発生し検出できることがわかった。A Eセンサーを組込んだ実証実験用金型の製作を作製し、工場内でドライプレス加工を繰返し行って、成形品の肌荒れなどの状況、セラミックダイスの焼付きのA

E 検出について検討した。このドライプレス加工では、 $n=1000$ 個の加工を行ったが焼付きの発生はなかった。ただし、実際の量産では、数十万個から数百万個を連続生産することから、引続きドライプレス加工の成形回数を増加するテストが必要であることを認識した。

セラミックダイスの焼付きのオンライン検査については、上述のA E センサーを組み込んだ実証実験用金型による成形実験の中で、工場の中でも焼付きが起こればA E 波形を取得できることを確認した。今後は、量産時に万が一、焼付き等が発生した場合に焼付きのA E 信号をキャッチして、量産プレス機械を停止することができるかどうかの確認を行う必要がある。

(2) 工業所有権等の取得状況、対外発表等の状況

無し

(3) 今後の事業化に向けた取り組み

本研究において計画していた研究テーマに対して、一通りの実験は完了した。前述どおり、量産と同じ条件でセラミックダイスを用い、ドライプレス加工で成形回数を増した時の評価を行い、耐焼付き性の評価を継続して行う。同時に、A E 装置によるオンライン検査の評価も継続する。

さらに、アドバイザーの川下製造業者にも評価を依頼するなどの事業化に向けた取り組みを進めていく。