研究

銅圧粉体の破壊について*

沖本 邦郎**, 大矢根守哉***, 島 進***

Kunio Okimoto, Moriya Oyane and Susumu Shima: On the Fracture of Copper Powder Compacts.

Fracture behaviour of green compacts is investigated under an axis-symmetrical stress condition such that $\sigma_2 = \sigma_3$ in three principal stresses σ_1 , σ_2 and σ_3 , that is, a uniaxial compression and a compression under hydrostatic pressure.

Relations between σ_1 and σ_2 at fracture point, and between σ_2 and fracture strain ϵ_1 are investigated. The former relation is represented in Rendulic stress plane, where $\sigma_2 = \sigma_3$, by using a parameter γ of relative density. The curves show a fracture condition for green compacts. (Received June 3, 1974)

I ま え が き

粉体の成形条件が適正でない場合には、成形中あるいは成形後に圧粉体を型から押し抜く過程で、圧粉体が破壊することがある。そこで著者らは、銅の圧粉体を試料として用いて単軸圧縮試験、および液圧下圧縮試験を行うことにより、金属圧粉体の破壊について検討した。そして前報において報告した金属粉末の圧縮成形と対応させることにより、成形（変形）条件および破壊条件の図式表示を得た。ただし、本研究においては、3主応力 σ_1 , σ_2 , σ_3 のうち $\sigma_2 = \sigma_3$ の場合を対象とし、かつ圧縮域だけを対象とする。また圧縮応力を正とする。

II 実 験

II-1 粉 末

実験に用いた粉末は電解銅粉であり、その性質を Table 1 に示し、粉末粒子の形状を Photo. 1 に示す。

Table 1 Characteristics of copper powder

Apparent density (g/cm ³)	1.9
Tap density (g/cm ³)	2.8

Particle size distribution

Mesh	+80	+100	+150	+200	+250	+325	-325
%	0	0	0	0.1	0.7	12.5	86.7

II-2 圧粉体の成形

フローティング・ダイ方式を用いた密閉型成形法により、直径 12mm の圧粉体を成形し、これを単軸圧縮試験および液圧下圧縮試験のための試料として用いた。密閉型成形においては、ダイス壁面にステアリン酸亜鉛を塗布した。成形した圧粉体の密度分布を、圧粉体のままで直接測定することは困難であるので、焼結した状態における密度分布を調べた。密度の測定は、試料を旋削して試料の一部を除去し、除去された部分の重量と体積を測定する方法により求めた。試料の軸方向の密度分布の一例を Fig. 1 に示す。密度は軸方向の中心部（端面から $Ho/2$ の距離）においてやや小さい傾向にある。軸方向の密度分布が直線的に変化するものと仮定して、実験デ

Photo. 1 Microphotograph of copper powders.

* 昭和49年6月3日受理

** 九州工業技術試験所機械金属部 〒841 鳥栖市宿町

*** 京都大学工学部機械工学科 京都市左京区吉田本町

Table 2 Density distribution of test pieces

Compacting condition		Axial density distribution of sintered compacts			
Compacting pressure (kg/mm ²)	Ho/D	Mean density $\bar{\gamma}$	Max. density $\gamma_{\max}$	Min. density $\gamma_{\min}$	$(\gamma_{\max} - \gamma_{\min})/\bar{\gamma}$
8.59	1.38	0.589	0.598	0.580	0.031
30.1	1.02	0.793	0.796	0.790	0.007
47.3	0.91	0.871	0.875	0.868	0.009
64.5	0.87	0.916	0.922	0.907	0.013

Sintering conditions: (Temperature: 900°C
Atmosphere: Vacuum
Time: 1 hour)

Fig. 1 Axial density distribution of test piece.

ータから平均相対密度 $\bar{\gamma}$, 最大相対密度 $\gamma_{\max}$, および最小相対密度 $\gamma_{\min}$ を求めると Table 2 のようである. 全般的に試料の軸方向の密度差は小さいことがわかる.

II-3 実験方法

圧粉体の単軸圧縮試験は, 油圧式加圧試験機またはオートグラフを用いて行った. 圧粉体と工具間の摩擦を少なくするため, この間にテフロン・シートを敷いた.

液圧下圧縮試験とは, 圧粉体にまず液圧 $\sigma_3(=\sigma_3)$ を作用させ, 次に軸方向の応力 σ_z を加えて圧縮し, 破壊させる方法である.

$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ を主応力とし, $\epsilon_1, \epsilon_2, \epsilon_3$ を主ひずみとすれば, 単軸圧縮試験および液圧下圧縮試験の応力状態とひずみ状態は, 次のようである.

$$\left. \begin{array}{l} \text{単軸圧縮の場合: } \sigma_1, \sigma_2 = \sigma_3 = 0, \epsilon_1, \epsilon_2 = \epsilon_3 \\ \text{液圧下圧縮の場合: } \sigma_1(=\sigma_2 + \sigma_z), \sigma_3 = \sigma_3, \\ \epsilon_1, \epsilon_2 = \epsilon_3 \end{array} \right\} (1)$$

* 相対密度(γ)とは, 圧粉体あるいは焼結体の密度を, 実質部材料の密度で除した値のことである. 本研究においては, 密度は相対密度で表示する.

液圧下圧縮試験の具体的方法は, 次のようである.

Fig. 2 において, 油圧式加圧試験機のテーブル面にフレーム①を載せる. 次にフレーム①の間に高圧装置を組み込む. 手動式油圧ジャッキ②を用いて, 上下ピストン③, ④を高圧シリンダー⑦に押し込むと, 圧力媒体⑤が圧縮されて静水圧が発生する. 次に加圧試験機を用いて押し棒⑥を加圧すると, 上下ピストン③, ④は移動しないが, 高圧シリンダー⑦, スリーブ⑧, 耐圧盤⑨, およびナット⑩が同時に下降する. そして耐圧盤⑨がブロック⑪に接触すると, 圧粉体⑫が下ピストン④とブロック⑪によって圧縮され, 試験が開始される. 本法においては, 原理的には圧力媒体が充満している部分の容積変化がないので, 圧粉体の密度変化や圧力媒体の漏れなどがなければ, 試験中液圧 σ_3 を一定に保つことができる. なお, 圧粉体は薄いゴム膜によっておおわれており, スリーブ内径は 22 mm である.

II-4 破壊点

単軸圧縮試験および液圧下圧縮試験のいずれにおいて

Fig. 2 Apparatus for compression test of green compacts under hydrostatic pressure.

も、最大荷重点が明りょうに現れる。圧粉体の巨視的な破壊は、最大荷重点の近傍で生ずるので、最大荷重点を破壊点とした。

Ⅲ 実験結果

Ⅲ-1 荷重線図

Fig. 3 は、圧粉体の単軸圧縮における荷重線図の一例を示したものである。図中のAは、荷重の増加の割合がこの前後で大幅に変化する点であるが、この状態を降伏点と呼ぶことにする。Aの状態において、圧粉体の軸方向中心部に Photo. 2 に示すような円周方向の模様が生ずる。

Fig. 3 Load-deformation curve in uniaxial compression test.

Photo. 2 Surface state of green compact observed at the yield point in uniaxial compression test.

Photo. 3 External appearance of fractured green compact in uniaxial compression test.

められることがある。この模様が生ずる場合、模様の発生個所は、圧粉体の軸方向の密度が最も小さい個所と一致している。片押し成形法による圧粉体を用いて単軸圧縮を行うと、このような模様は現れないので、この模様は両押し成形法による圧粉体の特長である。なお、この模様は高密度の圧粉体よりも低密度の圧粉体において明りょうに認められる。

Fig. 3 において、最大荷重点Bの近傍で圧粉体は Photo. 3 のような巨視的な破壊を生ずる。圧粉体の表面には縦割れが発生しているが、内部においては、せん断破壊のように円すい台型の破断面を呈していることがある。

Fig. 3 の関係を、応力-ひずみ線図に表した場合には Fig. 4 のようになり、降伏後応力はほとんど一定であ

Fig. 4 Stress-strain curves of green compacts in uniaxial compression tests.

Fig. 5 Density change of green compacts in uniaxial compression tests.

Fig. 6 Load-deformation curve in compression test under hydrostatic pressure.

る¹⁾。また単軸圧縮における圧粉体の密度変化は、Fig. 5 のようである¹⁾。圧粉体の密度は試験中徐々に低下し、巨視的な破壊が生じた段階においては、圧縮初期の密度に比較して3～4%程度低下している。

Fig. 6 は、液圧下での圧縮試験における荷重線図、および液圧 σ_2 の変化の一例を示したものである。図中において変位 s で圧粉体の圧縮が開始される。これ以前の位置においては、Fig. 2 の耐圧盤⑩とブロック⑪がまだ接触していない。圧縮試験が開始されると、液圧 σ_2 は次第に低下する。この原因は、試験中圧粉体の体積が減少し、そのため圧力媒体の容積が増大するためである。液圧 σ_2 を表示するには、試験開始時の液圧と破壊時の液圧の平均値をもって代表させることにした。荷重線図は曲線 (T) であり、この荷重は液圧 σ_2 に重畳される軸方向の荷重を表す。なお s の状態以前に、すでに一定値 F の荷重が発生している。これは、Fig. 2 において高压シリンダー⑦が下降する際のスリーブとピストン間の摩擦力である。この摩擦力 F を差し引いたものが、正味の軸方向荷重 $P (= T - F)$ である。液圧下圧縮試験においても、最大荷重点を破壊点とした。

軸方向応力 σ_z は、正味の軸方向の荷重 P を、破壊時の断面積 S で除した値 (P/S) である。なお軸方向の公称応力は、正味の軸方向荷重 P を圧粉体の原断面積 S_0 で除した値であり、これを $\bar{\sigma}_z (= P/S_0)$ で表すことにする。

Fig. 7 Relations between true fracture stress σ_1 , nominal fracture stress σ_c and initial relative density of green compacts γ_0 in uniaxial compression tests.

III-2 破壊時における応力

Fig. 7 は、単軸圧縮における破壊応力 σ_1 と初期相対密度 γ_0 の関係を示したものである。参考のため、破壊荷重を圧粉体の原断面積で除することにより求めた公称破壊応力 σ_c も示す。相対密度が $\gamma_0 = 0.6$ 程度以上になると、圧粉体はいくらか永久変形するため、 σ_c の方が σ_1 よりもいくぶん大きくなる。

Fig. 8 (a) は、液圧下での圧縮試験において、初期相対密度 γ_0 をパラメーターとして、軸方向応力 $\sigma_1 (= \sigma_2 + \sigma_z)$ と液圧 σ_2 の関係を示したものである。横軸の値は $\sqrt{2} \times \sigma_2$ で表示する¹⁾。圧粉体の密度は $\gamma_0 = 0.6, 0.7, 0.8$ および 0.9 の4種類について実験を行った。図からわかるとおり、破壊応力 σ_1 に及ぼす液圧 σ_2 の影響は、相当顕著であることがわかる。また液圧 $\sqrt{2} \times \sigma_2$ が 10 kg/mm^2 程度以上になると、初期相対密度 γ_0 によらず破壊応力 σ_1 はほぼ同一となる。参考のため、軸方向応力 σ_1 を公称応力で表示した場合を Fig. 8 (b) に示す。ただし、これから後に示す σ_1 は、すべて真応力である。

液圧下圧縮試験において、初期相対密度 γ_0 をパラメーターとして、液圧 σ_2 と破壊時の相対密度 γ の関係を示すと Fig. 9 のようである。図中において AB よりも下側の領域においては、液圧 σ_2 を作用させても圧粉体は密度増加せずに破壊するが、AB よりも上側の領域においては密度増加を伴ってから破壊する。このように液圧 σ_2 がごく小さい場合を除き、一般に圧粉体の密度は増大し、破壊時の密度は初期密度よりも大きくなる*。一方、単軸圧縮においては、Fig. 5 に示したように試験中密度は徐々に低下し、液圧下圧縮の場合とは逆である。

* まず液圧 σ_2 のみを作用させた状態においては、圧粉体密度の増大がなくとも、ついで σ_2 の静水圧の状態に σ_z の軸方向応力を重畳する過程において、密度が増大することがある。

Fig. 8 Relation between axial stress σ_1 and hydrostatic pressure σ_2 . Fig. 9 Relation between hydrostatic pressure σ_2 and relative density γ at fracture. Fig. 10 Relation between equivalent stress σ_0 and relative density γ .

単軸圧縮試験および液圧下圧縮試験において、圧粉体の破壊時の相対密度 γ と相当応力 σ_0 の関係を示すと Fig. 10 のようである。ここで相当応力 σ_0 は、便宜上バルク材に関する値

$$\sigma_0 = \sqrt{\frac{1}{2} \cdot \{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2\}} \quad (2)$$

を用いる。すると単軸圧縮の場合には、 $\sigma_2 = \sigma_3 = 0$ であるので、 σ_0 は破壊応力 σ_1 に等しく、液圧下圧縮試験の場合には、 $\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3$ であるので、 $\sigma_0 = \sigma_2$ である。図中実験データを示す記号のうち、大多数の記号に比較して少し大きめに記してある 5 個の記号は、単軸圧縮試験の結果を表す。圧粉体の初期密度 γ_0 および単軸圧縮、液圧下圧縮の試験法の違いによらず、破壊時の相対密度 γ と相当応力 σ_0 の関係は、ほぼ 1 つの曲線上にあり、次の実験式で近似することができる。

$$\begin{aligned} \sigma_0 &= \sqrt{\frac{1}{2} \cdot \{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2\}} \\ &= 48 \times \gamma^{4.1} = G(\gamma). \end{aligned} \quad (3)$$

大矢根らが確立した多孔質体の塑性基礎式^{2,3)}は、 σ_m を平均応力、 f を密度の関数、 n を正の定数、 σ_{eq} を実質部材料のうける相当応力、 F を密度の関数とすれば、式(4)のようである。

$$\begin{aligned} &\sqrt{\frac{1}{2} \{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2\}} + \left(\frac{\sigma_m}{f}\right)^2 \\ &= \gamma^n \cdot \sigma_{eq} = \sqrt{F(\gamma)} \end{aligned} \quad (4)$$

本実験の場合、式(4)の左辺の第 2 項 $(\sigma_m/f)^2$ は、第 1 項に比べて値が小さいので、式(3)が実験的に成立したものと判断される。なお、式(3)の σ_0 は式(4)における $\gamma^n \cdot \sigma_{eq}$ に相当するものであり、粉末の加工硬化や内部摩擦などの影響が累積されたものである。

III-3 破壊ひずみ

Fig. 11 は、単軸圧縮における破壊ひずみ $|\epsilon_1|$ と圧粉体の初期相対密度 γ_0 の関係を示したものである。圧粉体の密度が大きくなると、破壊ひずみ $|\epsilon_1|$ は次第に増大し、相対密度が 1 に近づくと破壊ひずみは急増することがわかる。

Fig. 12 は、液圧下圧縮試験において、液圧 σ_2 と破壊ひずみ $|\epsilon_1|$ の関係を、圧粉体の初期相対密度 γ_0 をパラメーターとして表示したものである。図からわかるとおり、初期相対密度 γ_0 が大きい圧粉体よりも、 γ_0 の小さい圧粉体の方が、破壊ひずみ $|\epsilon_1|$ が大きくなっている。この原因は次のようである。すなわち、前に述べたよ

Fig. 11 Relation between fracture strain $|\epsilon_f|$ and initial relative density γ_0 of green compacts in uniaxial compression tests.

うに、液圧下圧縮試験においては、圧縮を開始してから破壊するまで一般に圧粉体の圧密過程がある。そのため、破壊ひずみは、圧密の際に生じた体積変化のひずみを含んでいる。初期相対密度 γ_0 が小さい圧粉体においては、圧密の際に生じたひずみが大きく、したがって破壊ひずみも大きくなる。

IV 成形・破壊条件の統一的表示

著者らは、前報において金属粉末の成形（変形）条件を、本報において破壊条件を明らかにしたので、これらを統一的に表示する。

Fig. 13 に示す Rendulic 応力面*において、 σ_1 軸と曲線 OA との間の破線群は、Fig. 8 (a) に示す破壊条件であり、パラメーターは初期密度 γ_0 である。曲線 OA より上の領域を破壊域と呼ぶ。また $\sqrt{2} \cdot \sigma_2$ 軸と曲線 OA の間の領域は破壊を生ずることなく成形できる成形域であって、曲線 OB と OC の間にある 4 本の曲線^{2,3)}は前報の Fig. 10 に示す成形条件であり、パラメーターは成形中の密度 γ である。

破壊域における密度 γ (初期密度 γ_0 ではない) と応力の関係も Fig. 10 から明らかであるので、成形域の等密度曲線と実線でもって結ぶ。ただし曲線 OA と OB の間では実験値がないので、近似的に直線で結んである。

Fig. 13 より、ある初期密度の圧粉体が応力を受けたとき、さらに成形が進むか、あるいは破壊するかが簡単にわかる。

* Rendulic 応力面とは、3次元応力空間において、1つの主応力 σ_1 と静水圧軸 σ_m を含む平面のことである。

Fig. 12 Relation between hydrostatic pressure σ_2 and fracture strain $|\epsilon_f|$.

Fig. 13 Fracture condition and consolidation condition for green compacts represented in Rendulic stress plane.

例えば、初期密度 $\gamma_0 = 0.80$ の圧粉体を $\sqrt{2} \cdot \sigma_2 = 10 \text{ kg/mm}^2$ の液圧の下で軸圧力を加えると、 σ_1 が 26 kg/mm^2 に達するまでは $\gamma = 0.80$ であるが、その値を越えると圧密がはじまり、 37 kg/mm^2 になれば $\gamma = 0.90$ となり、その直後に破壊することがわかる。

V む す び

銅の圧粉体を用いて単軸圧縮試験および液圧下圧縮試験を行った。そして、前報において検討した圧粉体の成形（変形）条件と組み合わせることにより、銅圧粉体の成

形条件および破壊条件の図式表示を得た。

本実験で行った液圧下圧縮試験においては、液圧がごく小さい場合を除き、破壊時の密度は初期密度よりも大きくなった。そこで今後の問題として、液圧を相当小さくして圧粉体が圧密の過程がなくて破壊する状態について詳細に検討することや、破壊条件式を応力とひずみを用いて定量化することが残されている。

本研究は、著者のうちの一人が、昭和48年度科学技術庁国内留学制度を利用して、京都大学工学部大矢根研究室に派遣された際に行ったものである。本研究をすすめ

るにあたりご協力いただいた同研究室大学院博士課程鴻野雄一郎氏（現住友電工勤務）、および高圧実験装置を使用させていただいた奈良工業高等専門学校関口秀夫助教授に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 沖本, 大矢根, 島: 粉体および粉末冶金, **22** (1975), 177.
- 2) 大矢根, 島, 鴻野: 日本機械学会論文集, **39** (昭48-1), 86.
- 3) 大矢根, 川上, 島: 粉体 および 粉末冶金, **20** (1973), 142.

テキスト頒布のご案内

第7回粉末冶金入門講座（昭和50年9月22日～23日）
テキストおよび第6回フェライト夏季ゼミナー（昭和50年8月19日～20日）講演概要集をそれぞれ下記の価格にて頒布することになりましたので、ご希望の方は、代金を添えて事務局へお申し込み下さい。

第7回粉末冶金入門講座テキスト

B 5 判 100頁 頒価 2,000円（〒共）

目 次

1. 粉末冶金とは (東北大工) 増田 良道
2. 粉末冶金用金属粉について (金材研) 武田 徹
3. 金属粉の成形法について (東京焼結金属) 田端 孝章
4. 金属粉の焼結法について (都立工業技術センター) 谷内 剛
5. 超硬合金の現状と将来 (東大工) 鈴木 寿
6. 焼結含油材料の現状と将来 (早大鋳物研) 葉山 房夫
7. 焼結機械部品の現状と将来 (三菱金属) 的場 敏夫
8. 新しい焼結材料について (日大文理) 土方 俊三

第6回フェライト夏季ゼミナー講演概要集

B 5 判 59頁 頒価 1,500円（〒共）

目 次

1. 海外工場建設の経験 (DTK) 山崎 貞一

2. GEと日本の工場との比較(日立金属) 小野 健二
3. Hard Ferrites に関するヨーロッパ・シンポジウム報告 (住友特金) 神谷 晶志
4. フェライト膜の製法とその問題点 (東工大) 直江 正彦
5. 酸化物磁性薄膜 (茨城通研) 稲垣 伸夫
6. 蒸着法によるフェライト薄膜 (京大化研) 坂東 尚周
7. SA磁気ヘッドについて (日本ビクター) 宮田 孝
8. 磁性流体の製法と分散性 (東北大工) 下飯坂潤三
9. 応用上問題となる磁性流体の性質 (東北金属) 若生 敏夫
10. 磁性流体の理論について (東大理) 飯田 修一
11. フェライト沈殿法による重金属の除去 (京大化研) 木山 雅雄
12. フェライトを用いた磁気分離 (日立・横浜研) 村守 清
13. 酸化鉄による脱窒素 (三菱化工機) 黒沢 慶三
14. 乾式排煙脱硝法一特にアンモニアを還元剤とする選択性について (グリーンケミカル) 稲葉 栄也
15. α -Fe₂O₃ 製造過程におけるSO₂ガス除去 (利根産業) 腰塚 勝男