研 究

焼結体の引張り強さと気孔率の関係(Ⅲ)*

小 原 嗣 朗**, 立 沢 清 彦**

Shiro Kohara and Kiyohiko Tatsuzawa: Effect of Porosity on the Tensile Strength of Sintered Compacts(Ⅲ)

The relationship between tensile strength and porosity in sintered compacts of low density was investigated. Porosity dependence of tensile strength in the low density range was shown in a modified form of the exponential type equation for the middle porosity range. Thus, the relationship between tensile strength and porosity can be represented by the following equations. For the low density range,

$$S = (m - nP) \exp(-bP) \quad (P_1 < P \leq P_0),$$

for the middle density range,

$$S = S_0 \exp(-bP) \quad (P_2 < P \leq P_1),$$

and for the high density range,

$$S = (S_s + kP^a) \exp(-bP) \quad (P \leq P_2),$$

where S is the tensile strength, P , the porosity, and S_0 , S_s , a , b , k , m , n , P_0 , P_1 and P_2 , empirical constants.

The empirical constants were experimentally determined. The obtained equations for the low density range were as follows;

$$S = (62.3 - 197P) \exp(-5.6P) \quad [\text{kg/mm}^2] \quad (0.14 < P \leq 0.23)$$

for sintered copper compacts, and

$$S = (281 - 1000P) \exp(-3.7P) \quad [\text{kg/mm}^2] \quad (0.24 < P \leq 0.28)$$

for sintered iron compacts.

(Received August 23, 1978)

I ま え が き

焼結体の強さと気孔率の関係については、これまでに幾つかの式が提案されている¹⁾が、気孔率の広い範囲にわたって両者の関係を単一の式で説明することは難しい。そこで、気孔率の大きさに対応して低密度領域、中密度領域、高密度領域の3つの領域に分けて考えると、実験結果をよく説明できることをすでに報告した^{2,3)}。Knudsen は、理論的な計算によって、焼結体の強さと気孔率の関係は、高、中密度領域では指数関数型の式とよく一致するが、低密度領域では焼結体の強さが急激に減少して、指数関数型の式と一致しなくなることを示した⁴⁾。しかし、このことは、まだ実験的に確かめられていない。この研究は、特に低密度領域における焼結体の強さと気孔率の関係を明らかにすることを目的として行ったものである。

II 実 験 方 法

低密度領域は、圧粉体の密度を一定とすれば焼結初期の段階に相当するので、この過程における焼結の進行と強度の変化の対応を、理論的な取扱いに近い状態にする

ということから、粉体はできるだけ球形に近いものを選んだ。実験に用いた粉末は、福田金属製の噴霧銅粉と、BASF 社の CN カーボニル鉄粉で、それぞれ-325メッシュに篩分けたものである。これらの粉末を水素気流中で還元処理を行った後、銅粉は 2 t/cm²、カーボニル鉄粉は 4 t/cm² の圧力で 28×10×4 mm の直方体に圧縮成形した。焼結は、水素雰囲気中で温度と時間を広範囲に変化させて行い、各種の気孔率をもつ焼結体を得るようにした。

焼結後表面の研削加工によって正確な形状の直方体の試験片とし、その重量と寸法から気孔率を求めた。その後さらに、切削加工によって所定の引張り試験片⁵⁾を作製し、島津オートグラフ IS-500 を用いて、引張り試験を行った。

III 実 験 結 果

銅粉末の場合の焼結体の引張り強さと気孔率の関係を、Fig. 1 に示す。この図のように片対数グラフで表示する

* 昭和52年11月本協会秋季(大阪)大会にて発表、昭和53年8月23日受理

** 東京大学宇宙航空研究所、〒153 東京都目黒区駒場4-6-1

Fig. 1 Variation of tensile strength with porosity for sintered copper compacts. $\odot$ represents the strength of green compact.

と、このデータは1つの直線で示される部分と、直線からはずれる部分に分れることが明らかである。この直線で示される部分は、焼結体の引張り強さと気孔率の関係の一般的な形としてすでに報告した^{2,3)}ように、

$$S = S_0 \exp(-bP) \quad (1)$$

S : 焼結体の引張り強さ

P : 気孔率

S_0, b : 定数

という指数関数の式^{6,4)}で表される。実験結果から、 S_0, b などの定数を求めると、

$$S = 34.6 \exp(-5.6P) \quad [\text{kg/mm}^2] \quad (2)$$

となる。

いま、Fig. 1の各測定点を、(2)式によって得られる計算値に対する比で示す。すなわち、測定引張り強さを $S_{\text{meas.}}$ 、同じ気孔率 P に対応する計算値を $S_{\text{calc.}}$ としてその比を気孔率に対して示すと、Fig. 2が得られる。この図は、気孔率が大きくなると、焼結体の引張り強さは(2)式の指数関数の関係からはずれてくるが、その変化は直線的であり、

$$\frac{S_{\text{meas.}}}{S_{\text{calc.}}} = m' - n'P \quad (3)$$

m', n' : 定数

という式で表せる。したがって、焼結体の引張り強さは、

Fig. 2 Variation of the ratio of measured to calculated strength with porosity for sintered copper compacts.

$$S = (m' - n'P) S_0 \exp(-bP) \quad (4')$$

$$= (m - nP) \exp(-bP) \quad (4)$$

S : 焼結体の引張り強さ

P : 気孔率

S_0, b, m', n', m, n : 定数

という式で表せる。これが低密度領域の焼結体の引張り強さと気孔率の関係を表す式となる。実験結果から m', n', m, n などの定数を求めると、

$$S = (1.8 - 5.7P) 34.6 \exp(-5.6P)$$

$$= (62.3 - 197P) \exp(-5.6P) \quad [\text{kg/mm}^2] \quad (5)$$

となる。Fig. 1の破線は(5)式の計算値を示す。

つぎに、カーボニル鉄粉の場合の実験結果は、Fig. 3のようになる。上と同様な方法によって、低密度領域の焼結体の引張り強さと気孔率の関係を求めると、

$$S = (7 - 25P) 40.1 \exp(-3.7P)$$

$$= (281 - 1000P) \exp(-3.7P) \quad [\text{kg/mm}^2] \quad (6)$$

となる。この式による計算値と、実験データおよび中密度領域との関係をFig. 4に示す。

IV 考 察

焼結体の低密度領域、すなわち、焼結初期に相当する焼結体の引張り強さと気孔率の関係については、これまでほとんど報告されていない。これは、この領域の実

Fig. 3 Variation of the ratio of measured to calculated strength with porosity for sintered iron compacts.

Fig. 4 Variation of tensile strength with porosity for sintered iron compacts.

Photo. 1 A real contact between particles in a green compact. Compacting pressure; (a) 2 t/cm², (b) 3 t/cm².

Fig. 5 Schematic drawing of the process of bond strengthening and simultaneous neck growth between particles.

験データを得ることが難しいことや、この領域が実用的にはそれほど重要視されていないこと、などによるのであろう。焼結体の強さと気孔率の関係を論じる場合、一般に密度の増加、あるいは気孔率の減少と有効断面積の増加の関係が取り上げられている^{4,7)}。ここで、圧粉体を出発点と考えると、圧粉体を構成する各粒子は圧縮によってたがいに面接触を生じた状態にあることを考慮すべきである。Photo. 1 は、原料の銅粉末を、2および3 t/cm² の圧力で圧縮成形した圧粉体中の個々の粒子の形状を示す。この写真から明らかなように、この程度の成形圧力でも圧粉体を構成する各粒子は、たがいに広い接触面積をもった状態にある。したがって、焼結が開始されると、最初にこの接触面を通じて拡散が起こる。圧粉体では、各粒子間には機械的結合が生じているに過ぎないが、焼結が進行すると結合ははだいに拡散結合に変化してゆく。この場合、粒子間の結合の変化と同時に気孔の縮小も起こる。この過程を Fig. 5 に模型的に示す。

(a) 最初は粒子間の界面は機械的結合であって、微細な気孔や原子空孔も多数存在している。(b) 焼結の進行に伴って、それらははだいに消滅し、同時にネック部の成長が起こる。(c) 界面は一般の粒界と同様な構造となり、ネック部の両端の形状は鋭角から曲率半径の大きいなだらかな曲面に変化する。このような過程によって、強さと気孔率の変化が同時に進行する。

いま、完全な拡散結合を生じた状態の焼結体の強さと気孔率の関係が(1)式で表されるとすると、焼結初期の焼結体の強さは、粒子間の結合が不完全であるほど、すなわち、機械的結合

に近いほど、この関係式より低くずれる。この粒子間の結合の変化に対応する補正項が、(4')式の第1項である。そして、この補正項は一次式で近似できることを、実験的に明らかにした。

著者らは、先にカーボニル鉄粉の焼結体について、低密度領域の引張り強さと気孔率の関係が一次式で表されることを報告した^{3,8)}が、カーボニル鉄粉のように焼結性のよい粉末の場合は、この領域は非常にせまくなり、引張り強さが気孔率のせまい範囲で急激に変化するので、(4')式の指数関数の項の変化は小さい。この例では気孔率の範囲0.24~0.28に対して、指数関数項は0.41~0.36と約12%変化する。このために、指数関数の項を定数とみなして、近似的に一次式で表しても大きい差はないといえる。これに対して、銅粉末の場合のように、この領域が広く、データが気孔率の広い範囲にわたって分布していると、指数関数の項の変化が大きいのので、全体を一次関数の形で表すと誤差が大きくなる。この場合気孔率の範囲0.14~0.23に対して、指数関数項は0.46~0.28と約39%変化する。したがって、一般的にはこの領域の関係式は、指数関数の式に対して補正項を加えた(4')式の形が正しいであろう。

低密度領域の焼結体の強さと気孔率の関係を論ずる場合は、最初の状態について考慮する必要がある。圧粉体を出発点とした場合、圧粉体の気孔率は成形圧力によって異なるから、同一の粉末でも成形圧力によって最初の状態は異なり、低密度領域の引張り強さと気孔率の関係式のなかの実験定数が変化する³⁾。また、圧粉体の強さは0ではなく、ある強さをもっているが、Fig. 1において圧粉体に対する点は曲線上にのっていない。これは、圧粉体の引張り強さを測定することが困難であったため、曲げ試験によって求めたということも一つの原因であるが、粒子間の機械的結合のみによる圧粉体の強さと、多少でも拡散が起った後の焼結体の強さの間には本質的に大きい差があること、さらに圧粉体から焼結体へ移行する初期ほどネック部の曲率半径の変化が大きいのので、焼結の初期に相当する低密度焼結体では、外部荷重に對す

Fig. 6 Relation between tensile strength and porosity in the wide range of porosity.

る気孔周辺の応力集中効果が大いこと、なども原因と考えられる。したがって、圧粉体の強さは、この曲線よりかなり下まわる値となると考えられる。カーボニル鉄粉の場合は、圧粉体の値は曲線上にある (Fig. 4) が、これはすでに述べたように、カーボニル鉄粉の場合はデータが気孔率のせまい範囲に分布しているので、曲線とのずれが小さいためである。一般的には、圧粉体の値は必ずしも曲線上にのるとは限らない。

以上の結果から、焼結体の低密度領域における引張り強さと気孔率の関係を表す式を明らかにしたが、全領域についてみると、中密度領域は本来の指数関数の式^{6,4)}で表される領域であり、高密度領域はこれに結晶粒成長に関する補正³⁾を、また低密度領域は粒子間の結合の変化に関する補正を考慮した領域である。この各領域は、気孔率を変数として、つぎの各式で表される。

$$\text{低密度領域 } S = (m - nP) \exp(-bP) \quad (P_1 < P \leq P_0) \quad (7)$$

$$\text{中密度領域 } S = S_0 \exp(-bP) \quad (P_2 < P \leq P_1) \quad (8)$$

$$\text{高密度領域 } S = (S_s + kP^a) \exp(-bP) \quad (P \leq P_2) \quad (9)$$

S : 焼結体の引張り強さ

P : 気孔率

$S_0, S_s, a, b, m, n, k, P_0, P_1, P_2$: 定数

これらの各関係式の関連を図示すると、Fig. 6 のようになる。

このような3領域にわたる実験データが得られたカーボニル鉄粉について、成形圧力 4 t/cm^2 の場合の実験結果を、Fig. 4 に示す。この例の各領域を表す実験式は、つぎのようであった。

$$\text{低密度領域 } S = (281 - 1000P) \exp(-3.7P) \quad [\text{kg/mm}^2] \quad (0.24 < P \leq 0.28) \quad (10)$$

$$\text{中密度領域 } S = 40.1 \exp(-3.7P) \quad [\text{kg/mm}^2] \quad (0.11 < P \leq 0.24) \quad (11)$$

$$\text{高密度領域 } S = (22.6 + 94.7P^{0.8}) \exp(-3.7P) \quad [\text{kg/mm}^2] \quad (P \leq 0.11) \quad (12)$$

V ま と め

1) 低密度領域における焼結体の引張り強さと気孔率の関係について、噴霧銅粉の場合、

$$S = (62.3 - 197P) \exp(-5.6P) \quad [\text{kg/mm}^2]$$

カーボニル鉄粉の場合、

$$S = (281 - 1000P) \exp(-3.7P) \quad [\text{kg/mm}^2]$$

という実験式が得られた。

2) これらの関係式は、中密度領域に対する関係式に、粉末粒子間の結合の変化に対応する補正を考慮することによって導かれた。

3) これによって、焼結体の引張り強さと気孔率の関係は、指数関数型の関係式を基にして、3つの段階に分けて表すことができた。

(i) 低密度領域

$$S = (m - nP) \exp(-bP) \quad (P_1 < P \leq P_0)$$

(ii) 中密度領域

$$S = S_0 \exp(-bP) \quad (P_2 < P \leq P_1)$$

(iii) 高密度領域

$$S = (S_s + kP^a) \exp(-bP) \quad (P \leq P_2)$$

文 献

- 1) 徳永: 日本金属学会会報, **11** (1972), 353.
- 2) 小原, 立沢: 粉体および粉末冶金, **22** (1975), 141.
- 3) 小原, 立沢: 粉体および粉末冶金, **23** (1976), 196.
- 4) F. P. Knudsen: J. Am. Ceram. Soc., **42** (1959), 376.
- 5) 小原, 立沢: 粉体および粉末冶金, **21** (1974), 91.
- 6) W. Duckworth: J. Am. Ceram. Soc., **36** (1953), 68.
- 7) P. R. Basford and S. B. Twiss: Trans. Met. Soc. AIME, **212** (1958), 124.