研 究

セラミック粉末のCIPにおける成形挙動

京都大学工学部 島 進, 近藤隆幸, M.A.E. Saleh

Susumu Shima, Takayuki Kondou and Mohamed A. E. Seleh: Compaction Behaviour of Ceramic Powder in CIP.

An alumina (Al_2O_3) powder is isostatically compacted at room temperature and the density ratio achieved is measured. The mean density is compared in terms of the size of the compact, however, there is no significant size effect. The characteristics of compaction behaviour of ceramic powder is quite different from that of metallic powders. Taking account of the difference into the constitutive equations for the powder, the rigid-plastic finite element analysis of CIP is carried out and the results are compared and discussed.

(Received August 17, 1988)

1. まえがき

粉末圧縮成形では一般に圧粉体内部で密度の不均一が生じる。その原因として従来から ① 壁面摩擦, ② 粒子相互間の摩擦, ③ 型, またはカプセルに粉末を充填する際に生じる密度の不均一, などがあげられている⁽¹⁾。静水圧成形においては, 内部にマンドレル等を用いない場合上記①は問題にならないと考えられるので, 成形前の粉末の充填密度が均一であり, カプセルの強さが問題とならない場合は, 密度が均一で初期カプセル形状と相似形の成形体が得られることになる。またカプセルの強さが無視できない場合には圧粉体内部に密度の不均一が生じることになり, また成形体の形状もカプセルの形状と相似形とはならない。一方, 実際にセラミック粉末を静水圧成形する場合, 特に大型の製品を成形する場合に小さい成形体の場合と比較して製品の内部は外部に比較して粉末の密度が上がりにくい, すなわち成形体の内部において密度が均一でないとい一般に言われている。しかしながら, セラミック粉末を静水圧成形した圧粉体の内部における密度の不均一について実際に測定した報告, また形状変動の寸法効果についての報告はほとんどなされていない。そこで本研究では, アルミナの粉末を供試材として静水圧成形し, カプセルの寸法の違いによる平均密度の変化, 試料中の密度の分布, 圧力, 粉末の違いによる形状の変化について調べた。

2. 実験

本研究で用いた粉末は高純度アルミナ粉末 (AKP-20: 中心粒径 $0.4\text{--}0.6\ \mu\text{m}$, 純度 99.99% 以上), 易焼結性低ソーダアルミナ粉末 (AES-11: 中心粒径 $0.4\ \mu\text{m}$, 不純物として Fe_2O_3 0.01%, SiO_2 0.04%, Na_2O 0.03%, MgO 0.1%) である。また比較のために電解銅粉末 (福田金属 (株) 製 CE-5) も使用した。初期の充填密度比は, それぞれ 0.32 (AES-11), 0.28 (AKP-20), 0.32 (CE-5) であった。

カプセルとしては, 試作したアルミニウムの型にシリコンゴムを流し込んで製作した円筒形のものをを用いた。大小 2 つのカプセルを用意したが 2 つのカプセルは寸法比にして 3.5:1 である。試料の密度の測定はアルキメデス法によりおこなった。

3. 実験結果

3 種の粉末の密度比と圧力との関係を Fig. 1 に示す。寸法効果については, 2 種のアルミナ粉末どち

らについても本実験では寸法の変化による圧密挙動の相違を見いだすことはできなかった。寸法効果について調べるためには更に大きな寸法のカプセルを用いて実験をする必要がある。

圧粉体の各圧力における形状を調べるために圧粉体の高さ中心から測った各位置における半径を万能投影機により測定した。AES-11について圧粉体の形状を半径方向に3.5倍に拡大して図に表したものがFig.2である。AES-11については、まず本考察で用いたデータの再現性について調べるために、3回成形をおこなったが、再現性は良好であった。AES-11の場合 Fig.2より、圧力 p の増加と共に、10MPa 付近までは中央がくびれて行き、その後に圧粉体の角の部分が成形されて、20MPa で一旦中央のくびれが減少した後、再び中央がくびれて行くように見える(圧力 $p=150\text{MPa}$ において $\Delta r = (\text{最大直径} - \text{最小直径}) / \text{最小直径} = 0.024$)。すなわち成形初期の段階ではカプセル強度の影響が大きいためこのような変形過程になると思われる。

次に電解銅粉の圧粉体の形状変化はここに示していないが、この圧粉体はセラミック粉末の圧粉体と形状は異なり、もとのカプセルの形状と相似形に近い形で変形していた(150MPa: $\Delta r = 0.013$)。これは圧力による密度比の変化の仕方およびカプセルの強さに関係がある。

4. 剛塑性有限要素法による解析

粉末に対する構成式⁽²⁻⁴⁾を用いて静水圧成形の剛塑性有限要素解析が可能である。定式化については既に発表されている⁽⁴⁻⁵⁾。すなわち、次に示す関数 Φ を停留させる解を見出すものである。

$$\Phi = \int_V \{\sigma\}^T \{\dot{\epsilon}\} dV - \int_S \{T\}^T \{u\} dS \quad \Phi \rightarrow \text{停留} \quad (1)$$

ここに、 V : 体積, $\{T\}$: 単位面積当りの表面力, $\{u\}$: 速度, S : 表面力の作用する面(静水圧成形の場合には全表面), $\{\sigma\}^T = \{\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z, \tau_{xy}, \tau_{yz}, \tau_{zx}\}$, $\{\dot{\epsilon}\}^T = \{\dot{\epsilon}_x, \dot{\epsilon}_y, \dot{\epsilon}_z, \dot{\gamma}_{xy}, \dot{\gamma}_{yz}, \dot{\gamma}_{zx}\}$ 。

本構成式の場合式次のように $\{\sigma\}$ を $\{\dot{\epsilon}\}$ で表すことができる。

$$\{\sigma\} = [D] \{\dot{\epsilon}\} \quad (2)$$

ここに、

$$[D] = \begin{pmatrix} g & h & h & 0 & 0 & 0 \\ h & g & h & 0 & 0 & 0 \\ h & h & g & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1/3 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1/3 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1/3 \end{pmatrix} \quad (3)$$

ただし $g = f^2 + 4/9$, $h = f^2 - 2/9$ である。

式(2)を式(1)に代入すると次式を得る。

$$\Phi = \int_V \{\dot{\epsilon}\}^T [D] \{\dot{\epsilon}\} dV - \int_S \{T\}^T \{u\} dS \quad (4)$$

$\{u\}$ を節点速度とし、有限要素法における一般的な手順を用いて Φ を離散化すると次のようになる。

$$\Phi = \sum \{u\}^T [B]^T [D] [B] \{u\} V_i - \sum \{T\}^T [N]^T \{u\} S_j \quad (5)$$

Fig. 1 Relationship between density ratio and pressure

Fig. 2 Shape of Compact

ここに, $[B]$: ひずみ-変位マトリックス, $[N]$: 形状関数, V_i : 要素 i の体積, S_j : 分割された S のうちの j 番目の面積である. 範囲関数 Φ が停留するためには

$$\{\partial \Phi / \partial u\} = 0 \quad (6)$$

である. $[D]$ が $\{u\}$ の関数であることを考慮して $\{\partial \Phi / \partial u\}$ を計算すると次式のようになる.

$$\{\partial \Phi / \partial u\} = [\Sigma [B]^T [D] [B] V_i] \{u\} - \Sigma \{T\}^T [N]^T S_j \quad (7)$$

したがって, 物体全体に対する剛性方程式は次式のように表される.

$$[K] \{d\} = \{c\} \quad (8)$$

ここで, $[K]$: 全体の剛性マトリックス, $\{c\}$: 定数項 (静水圧 p の一次関数) である.

ここで用いた構成式は, いわゆる法線則を仮定した連合流れ則である. この式を用いる限り材料定数 a_1, m_1, n に相違があっても静水圧成形解析において, カプセルの強度がそれほど大きくない場合には大きな密度の不均一は起こらない. しかしながらセラミック粉末の場合には, 金属粉末の場合と異なり, 密度不均一が生じ易いなどと言われている. そこで試みに従来の構成式とは異なる非連合流れ則を考える. 応力に関する条件 (成形条件) は,

$$F = \frac{3}{2} \sigma'_{ij} \sigma'_{ij} + \left(\frac{\sigma_m}{f_2} \right)^2 - (\rho^n \bar{\sigma})^2$$

の $F = 0$ を満たすとし, 応力-ひずみ速度関係式は F とは別の関数

$$G = \frac{3}{2} \sigma'_{ij} \sigma'_{ij} + \left(\frac{\sigma_m}{f_2} \right)^2 - (\rho^n \bar{\sigma})^2 \quad (9)$$

ただし, $f_1 \neq f_2 = 1/a_2 (1-\rho)^{n^2}$; a_2, m_2 : パラメータ (10)

を用いて

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \lambda \frac{\partial G}{\partial \sigma_{ij}} \quad (12)$$

とすることにより求める. パラメータ f_2 の値と f_1 の値の差が大きいほど, 法線則からのずれが大きいことになる.

5. 新たな構成式による剛塑性有限要素解析

以上のように新しく定義した構成式を用いて剛塑性有限要素法によって静水圧成形の解析を行った. 法線則が成り立たない場合には式(1)のような変分原理が厳密には成り立たない. しかし, 仮想仕事の原理は構成式に無関係に成り立つから, これから出発して考えると, 結局変分原理を用いた場合と同じ定式化を得る. f_1 と f_2 にあまり大きな相違がなければ, 近似的に式(1)が成り立つと考えられる. このようにして有限要素解析を行った. 本構成式の場合も式(2)のように $\{\sigma\}$ を $\{\epsilon\}$ で表すことができる.

$$\{\sigma\} = [D^*] \{\epsilon\} \quad (13)$$

これを用いて, 仮想仕事の原理から有限要素表示を行うと, 次のようになる.

$$[\Sigma [B]^T [D^*] [B] V_i] \{u\} - \Sigma \{T\}^T [N]^T S_j = \{0\} \quad (14)$$

式(5)における $[D]$ は, 式(2)の $[D]$ と等しいが, 式(14)の $[D^*]$ は式(13)の $[D^*]$ とは等しくないことに注意する必要がある. 式(14)をもとにして, 前節の手順と同様にして, 物体全体に対する剛性方程式が得られる.

6. 計算例および検討

粉末の初期密度比は 0.400 とした. カプセルの初期形状は高さ 200, 直径 200, 厚さ 5 の円柱 (対称性から 1/4 領域で要素数 8×8 四角形要素), および高さ 200, 直径 100, 厚さ 5 の円柱 (要素数 4×8 四角形要素)

素)とし、カプセル材はその応力-ひずみ曲線が $\bar{\sigma} = 80 (\bar{\epsilon} + 0.011)^{0.245}$ (MPa) で表される密度比 0.999 の圧縮性材料とした。なお本解析ではプログラムの複雑さを避けるため、 $[D^*]$ マトリックスの代わりに近似的に $[D]$ を用いた。なお、静水圧 p 、粉末及びカプセルの相当ひずみ速度 $\dot{\epsilon}^p$ 、 $\dot{\epsilon}^c$ の初期値として従来と同様に $p_0 = 30$ (MPa)、 $\dot{\epsilon}^p_0 = 0.00002$ 、 $\dot{\epsilon}^c_0 = 0.005$ を与えたが、収束は良好であった。

Fig.3(a)は粉末Aの場合の平均密度比 $\rho_0 = 0.5$ の場合の成形体の形状と密度比の分布を示す。ただし、ここでパラメータ a_2 および m_2 は $a_2 = 0.5$ 、 $m_2 = 0.4$ ($f_1 > f_2$)としている。比較のため従来の理論 ($f_1 = f_2$) による解析結果をFig.3(b)に示す。Fig.3(a)から、 $f_1 > f_2$ の場合、密度分布は従来どおりほぼ均一に近いが、 $f_1 = f_2$ の場合に比べカプセル中央部のへこみが大きくなっている。これらのことが起こる理由は明らかではないが、粉末の特性(材料定数)、カプセルの材質、厚さ、粉末の初期充填密度などが関係しているであろう。さらにセラミック粉末の変形挙動が法線則からどの程度ずれているのかなど、今後実験を行って、その結果と比較しながら検討していく必要がある。

Fig.3 Comparison of results with conventional(a) and unassociated(b) flow rules

7. 結言

アルミナの粉末を供試材として静水圧成形し、圧力、粉末の違いによる形状の変化について調べた。さらに成形を解析するための構成式として、法線則からのずれを考慮するパラメータを含む新しい構成式を導入しこれについて考察した。また、それを用いて剛塑性有限要素法によって静水圧成形の解析を行い、パラメータの相違による成形体の形状、密度比の分布の変化を調べた。法線則を破ることによって従来の構成式による解析結果とは異なる結果が見いだされたので、今後はさらに厳密な定式化を行って、検討していく必要がある。現在のところ、セラミック粉末などの力学的特性が十分把握されているとはいえない。構成式の確立のためにはこの方面の研究が望まれる。またカプセルの特性や摩擦の問題は系統的に取り扱われていない。今後の研究が待たれる。

参考文献 1) 山口, 柳田: セラミックプロセッシング (1985), 102. 2) 島 進, 井上隆雄, 沖本邦郎, 大矢根守哉: 粉体および粉末冶金, 22-8(1976), 247. 3) S.Shima and K.Mimura: Int.J.Mech.Sci, 18, 285 (1976). 4) 島 進, 中西利介: 材料, 37-412(1988), 70. 5) 島 進, 中西利介: 塑性と加工, 29-325(1988), 139. 終わりに臨み、アルミナ粉末を提供戴いた住友化学工業株式会社、またシリコンゴムを提供戴いたトーレシリコン株式会社に厚く御礼申し上げます。また、本研究は昭和63年度文部省科学研究費補助金(試験研究(1))により行われたものである。