Si₃N₄ 粉末の成形特性とその静水圧成形解析への応用[†]

島 進* 中西利介**

Compaction Characteristics of Si₃N₄ Powder and its Application to Analysis of Isostatic Compaction

by

Susumu SHIMA* and Toshisuke NAKANISHI**

Si₃N₄ powder with sintering additives was compacted on a three-dimensional compaction device and the characteristics of this powder during compaction were investigated. It appeared that, to obtain a compact having the same density ratio, much lower pressure was required compared with the same powder without sintering additives. Material constants in the constitutive equations for the powders were determined from the experiments. These equations were then applied to the analysis of isostatic compaction by using the rigid-plastic finite element method. The shape of compacts and the distributions of density ratio and stress were calculated. They show that the difference in material constants used in constitutive equations affects the calculated results considerably.

Key words : Ceramic powder, Isostatic compaction, CIP, Rigid-plastic finite element analysis, Constitutive equations

1 ま え が き

セラミック粉末の成形には、現在のところ金型成形が主流であるが、冷間静水圧成形（CIP）あるいは熱間静水圧成形（HIP）も利用されている。静水圧成形においては、成形体の形状がカプセルの初期の形状（充てん形状）に大きく影響される。また、セラミック粉末の場合は冷間成形で得られる密度比 ρ はせいぜい 50～60 % 程度であり、その後の焼結によって 100 % に近づく。したがって、成形時の密度比の分布も製品の形状に大きく影響する。セラミックスの成形においては材料の歩留が非常に重要であり、したがって成形・焼結によってできるだけ net shape に近いものにする必要がある。

静水圧成形において、カプセルの強度が問題にならない場合には、初期の充てん密度が均一ならば、密度が均一で充てん形状と相似形の成形体得られるはずである。しかしながら、そうでない場合には密度分布は均一にはならず、複雑な形状になればなるほど、near net shape を得るためのカプセル形状を決めることは難しくなる。シミュレーションによって成形体の形状を予測する必要がある。

成形体の形状あるいは密度分布を予測するには、有限要素法が有力である。Abouaf²⁾らは HIP を対象とした粘弾塑性有限要素解析を行っている。また最近 CIP を対象とした剛塑性有限要素解析の定式化も示され、簡単な形状の場合の解析例が示された。ところ

で、上述のような解析をするためには、対象とする粉末の成形における力学的な構成式が確立されていなければならない。構成式については、金属粉末およびセラミック（Si₃N₄）粉末⁶⁾に対して求められている程度で、それほど多くはない。後者については、焼結助剤を含まない粉末の比較的高い応力範囲（～300 MPa）を対象としたものであった。しかし、セラミック粉末は比較的低い圧力のもとで成形されるのが一般的であり、また Si₃N₄ 粉末は成形に際して通常焼結助剤が添加されている。さらにセラミック粉末は成形の初期において圧密の機構が変化するということも示唆されている。したがって圧力が低い範囲での力学的特性を把握することが、セラミック粉末成形の解析には重要となる。

本研究では、まず圧力が 100 MPa 程度までを対象として焼結助剤を添加した Si₃N₄ 粉末を、三次元圧縮しその特性を求めた。さらにそれを用いて静水圧成形の解析を行い検討を加えた。その結果について報告する。なお、以下では圧縮応力を正として取り扱う。

2 実 験

2・1 実験方法

実験に用いた三次元圧縮装置は別報⁶⁾で説明されているので、詳細は省略する。これは原理的には、直角三方向から任意のひずみ比、または応力比で圧縮することのできる装置である。測圧ピンは基本的には別報⁶⁾に示したものと同じであるが、低い応力の範囲を対象と

† 原稿受理 昭和62年4月1日 Received Apr. 1, 1987

* 正 会 員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町, Faculty of Engineering, Kyoto University, Yoshida-hommachi, Sakyo-ku, Kyoto

** 京都大学大学院（現在、マツダ(株)）京都市左京区吉田本町, Graduate Student, Kyoto University, Yoshida-hommachi, Sakyo-ku, Kyoto

するため、圧力検出部を中空円筒状とし、外側面に4枚のゲージをはったものを使用した。100 MPaの範囲まで検定を行ったが、直線性、再現性は良好であった。粉末に接するブロックの表面には、ステアリン酸亜鉛を塗布したので、その粉末-ブロック間の摩擦は無視でき、したがって測定される応力は主応力であるとする。

使用した粉末は宇部興産(株)製のSi₃N₄粉末SN-Eに焼結助剤を添加したものである。粉末の特性および焼結助剤の成分と配合比をTable Iに示す。Si₃N₄および焼結助剤の各々の成分の真密度とその割合から、使用した粉末(これを以後粉末Aと称する)の真密度を3.30 g/cm³とした。以下ではこの真密度に対する成形体の見掛けの密度との比をもって密度比 ρ として表すことにする。

実際の実験は三つの主応力 $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ のうち小さい方の二つ σ_2 と σ_3 とがほぼ等しくなるような条件で行った。

Table I. Characteristics of Si₃N₄ powder.

Composition		Beta/(Alpha + Beta)	Sintering additive (wt %)	
N	38.0 wt %	2.5 %	Y ₂ O ₃	5.0
O	1.5 wt %		Al ₂ O ₃	3.76
Cl	100 ppm	Mean particle size	AlN	1.51
Ca, Al	50 ppm	0.2 μ m		

2・2 実験結果

粉末は種々のひずみ比で圧縮されたが、そのとき応力 σ_1 と σ_2 とは別報に示したと同様にほぼ直線関係にあり、応力比 σ_2/σ_1 が0.55からほぼ1.0すなわち静水圧成形に近いところまでの実験条件であった。ひずみ比は成形の進行にともなう変化するがそれほど大きくは変化しない。

荒川⁷⁾は種々のセラミック粉末を圧縮し、Cooperの式⁸⁾を用いて整理した。その結果加圧力が10~100 MPaの間に体積変化率と加圧力との関係に屈曲点が現れ、その点を二次粒子の充てんから三次粒子の破壊

Fig. 1. Relationship between volume reduction ratio and σ_1 .

への遷移点であるとした。このようなことが本三次元圧縮においても見られるならば、構成式に対しても影響が現れる可能性がある。そこでまずここでも体積変化率 $(v_0 - v)/(v_0 - v_s)$ を最大主応力 σ_1 に対してプロットしてみた。その結果をFig. 1に示す。このようにいづれのひずみ比においても実験した範囲では屈曲点は現れない。荒川の使用した粉末とは種類が違いました圧縮方法も異なるので、直接的な比較はできないが、二次粒子の充てんと破壊の遷移の明りょうな区別がなく、ほぼ同時に進行したものと考えられる。

3 成形曲面による表示

3・1 構成式における材料定数の決定

別報の場合と同様に前節で得られた結果を主応力空間において $\sigma_2 = \sigma_3$ の面(Rendulic面)に表示する。それがFig. 2(a)である。図のように密度比をパラメータとしてあるが、個々の密度比について見ると、少しばらつきはあるが、曲線の形状は σ_m 軸($\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ 軸と等角をなす)を対称軸とするだ円の一部と見てよい。したがって、成形曲面は σ_m 軸を軸とする回転だ円体となり、これを式で表すと、

$$(3/2)\sigma_{ij}'\sigma_{ij}' + (\sigma_m/f)^2 - (\bar{\sigma}\rho^n)^2 = 0 \quad (1)$$

あるいは、

$$(9/2)\tau_{oct}^2 + (\sigma_m/f)^2 - (\bar{\sigma}\rho^n)^2 = 0 \quad (1)$$

となる。ここに σ_{ij}' は偏差応力、 σ_m は平均応力 $((\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)/3)$ 、 τ_{oct} は八面体せん断応力である。 f

(a) Shown on Rendulic plane.

(b) Shown on $\tau_{oct} - \sigma_m$ plane.

Fig. 2. Compaction surface for Si₃N₄ powder.

は別報と同様に

$$f = 1/a(1-\rho)^m \quad (2)$$

を用いることにする。\$n\$, \$a\$ および \$m\$ は実験的に決められる材料定数である。ここで \$\bar{\sigma}\$ の意味について述べておく。延性のある焼結体のように、その変形が実質部の変形のみによって支配される場合には、\$\bar{\sigma}\$ はその実質部が受ける相当応力、すなわち実質部の変形抵抗 (flow stress) と定義できる。⁹⁾ 一方粉末の場合には粒子の変形、破壊、粒子相互のすべりが成形に寄与するので同様には考えにくい。むしろ \$(\bar{\sigma}\rho^n)\$ をこれらを含んだ成形に対する抵抗と考える方が自然であろう。このようなことからわれわれは \$(\bar{\sigma}\rho^n)\$ を成形抵抗と呼んでいる。しかし、焼結体の場合の式(1)の取り扱いとの統一性から \$\bar{\sigma}\$ を相当応力として扱うことにする (付録参照)。また、材料特性としての \$\bar{\sigma}\$ および他の定数 \$n\$, \$a\$ および \$m\$ は Fig. 2(a) に示された実験結果から Table II のようになり、式(1)を Rendulic 面に描いたものが Fig. 2(a) 中の曲線である。また、\$\tau_{oct} - \sigma_m\$ 面上に表したのが Fig. 2(b) である。このように応力レベルの低い範囲内でも式(1)が Table II に示したような一組の定数で実験結果をよく表示していることが分る。

Table II. Material constants in constitutive equations for power A and B.

	\$\bar{\sigma}\$ (MPa)	\$n\$	\$a\$	\$m\$
A	84330	9.22	1.188	0.4
B	230000	9.34	0.699	-0.8

3・2 焼結助剤を含まない粉末との比較

焼結助剤を含んでいない粉末 (これを粉末 B とする) の場合の定数も Table II に示してある。A, B 両粉末の成形特性を比較すると、同一の密度比 \$\rho\$ を得るには、粉末 A の方が粉末 B より応力が明らかに低い。また関数 \$f\$ の指数 \$m\$ は前者の場合は正、後者の場合は負になっている。一方 \$\bar{\sigma}\$ については、後者のものの方がはるかに大きく、\$n\$ は同じような値になっている。材料定数の個々の値の比較はあまり意味が無いので、式(2)で表される関数 \$f\$ の値、および成形抵抗 \$(\bar{\sigma}\rho^n)\$ の値について検討してみる。

まず \$(\bar{\sigma}\rho^n)\$ については、これは通常の金属材料の応力-ひずみ曲線においてひずみを密度比 \$\rho\$ に置換えたものに相当する。これは密度の増加に伴って、粉末全体としていかに強くなっているかを表すものである。したがって、\$(\bar{\sigma}\rho^n)\$ が大きいほど成形に要する応力が高くなることを表す。Fig. 2 の曲線で言うならば、\$(\bar{\sigma}\rho^n)\$ が高いほど同一の密度比の曲線が全体に応力が高い方にあることを表す。粉末 A および B の成形抵抗 \$(\bar{\sigma}\rho^n)\$ の変化を \$\rho\$ に対して示したのが Fig. 3 の

Fig. 3. Relationship between \$(\bar{\sigma}\rho^n)\$ and density ratio for powders A and B.

実線である。明らかに粉末 A の方が B の場合より低くなり、成形が容易になっていることが分る。

つぎに関数 \$f\$ の値の大きさについて見てみる。Table II の定数を用いた場合の \$f\$ の変化を Fig. 3 の破線で示す。この図から \$f\$ の値は粉末 A の方が粉末 B より大きい。また前者では \$m > 0\$ なので、\$\rho\$ とともに \$f\$ は大きくなり、後者では、\$m < 0\$ なので、\$f\$ は \$\rho\$ とともに逆に小さくなる。このように \$f\$ の変化が \$\rho\$ に対して互いに逆になっている理由は明らかではない。しかし、実験の範囲では図に見られるように個々の \$f\$ にそれ程大きい変化は無い。

式(1)から分るように、関数 \$f\$ は成形曲面に対する \$\sigma_m\$ の寄与の程度を表している。すなわち \$f\$ が大きいほど成形に対する \$\sigma_m\$ の寄与は小さく、回転だ円の形状は \$\sigma_m\$ 軸の方向に伸びた形となる。成形曲面に対するひずみ速度ベクトルの法線則を仮定すると、体積ひずみ速度は

$$\dot{\epsilon}_v = \frac{1}{\rho^{2m-1}} \frac{\dot{\epsilon}}{\bar{\sigma}} \frac{\sigma_m}{f^2}$$

となる (付録参照)。この式から同一の \$\dot{\epsilon}\$ に対して \$\sigma_m/\bar{\sigma}\rho^{2m-1}\$ が同じならば、\$f\$ の大きい方が密度増加が起りにくいことが分る。

4 剛塑性有限要素法による解析

以上の実験結果および構成式の材料定数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。定式化についてはすでに発表されているので簡単に説明することにする。粉末あるいは焼結材料のような圧縮性材料に対する剛塑性有限要素法は次に示す範囲関数 \$\Phi\$ を停留させる解を見出すものである。

$$\Phi = \int_V \rho \bar{\sigma} \dot{\epsilon} dV - \int_{S_0} |T|^T u dS \quad (3)$$

ここに、\$V\$ は体積、\$|T|^T = |T_x, T_y, T_z|\$ は表面力 (単位面積当り)、\$|u|^T = |u_x, u_y, u_z|\$ は速度である。\$S_0\$ は表面力が与えられている面を表す。ここでは物体力は省略してある。式(3)の右辺第 1 項の \$(\rho \bar{\sigma} \dot{\epsilon})\$ は単位体積当りの塑性ひずみエネルギー消散率を表すが、これはもちろん \$|\sigma|^T \dot{\epsilon}\$ とも書ける。ここで \$|\sigma|\$ は応力 \$|\sigma|^T\$

$=\{\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z, \tau_{xy}, \tau_{yz}, \tau_{zx}\}$, $\{\dot{\epsilon}\}$ はひずみ速度 $\{\dot{\epsilon}\}^T = \{\dot{\epsilon}_x, \dot{\epsilon}_y, \dot{\epsilon}_z, \dot{\gamma}_{xy}, \dot{\gamma}_{yz}, \dot{\gamma}_{zx}\}$ である。粉末のような圧縮性材料の塑性変形に対する応力-ひずみ関係式は、Lévy-Mises の式の場合と異なり、 $\{\sigma\}$ を $\{\dot{\epsilon}\}$ で次のように表すことができる。

$$\{\sigma\} = [D]\{\dot{\epsilon}\} \quad (4)$$

ここに

$$[D] = \rho^{2n-1} \frac{\bar{\sigma}}{\dot{\epsilon}} \begin{pmatrix} f^2 + \frac{4}{9} & f^2 - \frac{2}{9} & f^2 - \frac{2}{9} & 0 & 0 & 0 \\ f^2 - \frac{2}{9} & f^2 + \frac{4}{9} & f^2 - \frac{2}{9} & 0 & 0 & 0 \\ f^2 - \frac{2}{9} & f^2 - \frac{2}{9} & f^2 + \frac{4}{9} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1/3 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1/3 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1/3 \end{pmatrix} \quad (5)$$

である。したがって式(3)は次のように書きかえられる。

$$\Phi = \int_V \{\sigma\}^T \{\dot{\epsilon}\} dV - \int_{S_\sigma} \{T\}^T \{u\} dS \quad (6)$$

式(4)を用いてあらためて $\{u\}$ を節点速度とし、通常の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。

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

ここに、 $[B]$ はひずみ-変位マトリックス、 $[N]$ は形状関数、 V_i は要素 i の体積、 S_j は分割された S_σ のうちの j 番目の面積を表す。ここに $[D]$ は弾性解析における応力-ひずみマトリックスに対応するが、式(5)から分るように一定ではなく、相当ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ を含んでいる。

さて、Fig. 4 に示すように物体を静水圧成形する場合の境界条件は、

$$\{T\}^T \{n\} = p : S_\sigma \text{ 上で} \quad (8)$$

のみであり、速度に関する境界条件は無い。ここに、 $\{n\}^T = \{n_x, n_y, n_z\}$ は面の方向余弦を表す。静水圧成形の場合 S_σ は物体 V の周囲全体である。式(7)の Φ

Fig. 4. Boundary condition for isostatic compaction.

を節点速度で偏微分し要素全体に関して重ね合わせると、物体全体における未知節点速度に対する剛性方程式が次式のように表される。

$$[k]\{u\} = \{c\} \quad (9)$$

ここで $[k]$: 全体の剛性マトリックス

$\{c\}$: 定数項 (静水圧 p の 1 次関数)

である。

静水圧成形の場合に解を求める手順は、まず適当に $\dot{\epsilon}$ および p の初期値を与え、それに対する $[k]_1$, $\{c\}_1$ を求め式を解く。そして、第 $(n-1)$ 次解 $\{u\}_{n-1}$ より $\Phi=0$ が成立するように p を修正し、第 $(n-1)$ 次剛性マトリックス $[k]_{n-1}$ と $\{c\}_{n-1}$ を求め、式より第 n 次解を求める。収束の判定としては、第 $(n-1)$ 次と第 n 次の相当ひずみ速度の差、 $\Delta \dot{\epsilon} = |\dot{\epsilon}_n - \dot{\epsilon}_{n-1}|$ がある値以下になった段階で収束したと判断した。静水圧成形においては得られる解 $\{u\}$ すなわち $\{\dot{\epsilon}\}$ の絶対値は問題ではなく、それらの比が重要なので、計算される体積ひずみ、すなわち密度比の増加割合が 0.01~0.02 となるように変形のステップの大きさを決めた。

5 計算例および検討

以下ではセラミック粉末 (Si₃N₄) A および B について計算を行った。粉末の初期密度比は 0.400 とした。カプセル材の構成式は圧縮性材料のそれを用いることとし、またその密度比は 0.999 とした。カプセルの材質としてはアルミニウムのような軟金属を想定して次式を用いた。

$$\bar{\sigma} = 80(\bar{\epsilon} + 0.011)^{0.25} \text{ (MPa)}$$

なお以下の計算では、A, B いずれの粉末に対しても密度比が 0.5 付近までは前節に示した構成式が成立するものと仮定した。

初期形状としては (高さ/直径) = 1 (対称性から 1/4 領域で要素数 8×8, 四角形要素) および 2.5 (同要素数 13×5, 四角形要素) の円柱形と $r_1 : r_2 : r_3 : h_1 : h_2 = 1 : 2 : 4 : 2 : 1$ の中空状のディスク (Fig. 5) を例にとった。円柱の場合には断面の形状の対称性が

Fig. 5. Finite element mesh for hollow disc.

ら 1/4 部分のみを解析した。この場合には速度の境界条件として,

$$\left. \begin{aligned} u_r &= 0: & r=0 \text{ 上で,} \\ u_z &= 0: & z=0 \text{ 上で} \end{aligned} \right\} \quad (10)$$

を用いている。ここに添字 r, z は座標軸を表す。一方、中空状ディスクの場合には速度の境界条件は全く無い。

5・1 初期値による収束への影響

これらを用いて静水圧成形を解析した場合の結果を以下に示すが、その前に解の収束について検討しておく。本論文に示した剛塑性有限要素法では、初期節点速度のかわりに静水圧 p と各要素に対して初期の相当ひずみ速度を与えることによって計算が開始される。そこでこの初期の相当ひずみ速度の相違が解析結果に及ぼす影響を検討しておく必要がある。(高さ/直径) = 1 の円柱の場合を例にとり検討した結果を述べる。

まず、静水圧の初期値 p_0 の影響を調べるために、 p_0 として 10, 30, 50(MPa) を与えた場合の、5 ステップ目での収束時における静水圧 p と相当ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ の値を比較した。初期相当ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0^p$ は、粉末に対して $\dot{\epsilon}_0^p = 0.00002$ 、カプセルに対しては、 $\dot{\epsilon}_0^c = 0.005$ とした。その結果を Table III (a) に示す。また、相当ひずみ速度の初期値 $\dot{\epsilon}_0^p, \dot{\epsilon}_0^c$ の影響を調べるために、それらを Table III (b) のように変えて計算を行い、

Table III. Effect of initial values on calculated results.

(a) Results with various initial values of pressure.

p_0 (MPa)	10.0	30.0	50.0
$\dot{\epsilon}_0^p$	0.00002		
$\dot{\epsilon}_0^c$	0.005		
p (MPa)	51.8	51.8	51.8
$ER(\dot{\epsilon})$ (%)	1.37	0.0	1.38

(b) Results with various initial values of equivalent strain rate.

p_0 (MPa)	30		
$\dot{\epsilon}_0^p$	0.00002	0.0005	0.005
$\dot{\epsilon}_0^c$	0.005		
p (MPa)	51.8	51.8	51.8
$ER(\dot{\epsilon})$ (%)	0.0	0.73	0.51

5 ステップ目での収束時における静水圧 p と相当ひずみ速度の値を比較した。静水圧の初期値 p_0 はいずれの場合も 30(MPa) とした。表中で、 $ER(\dot{\epsilon})$ は初期値として $p=30$ (MPa), $\dot{\epsilon}_0^p=0.00002$, $\dot{\epsilon}_0^c=0.005$ を与えた場合との収束値との差を表す値として次式で定義したものである。

$$ER(\dot{\epsilon}) = (1/N) \sum (|\dot{\epsilon}_i - \dot{\epsilon}_{0i}| / \dot{\epsilon}_{0i}) \times 100$$

ここに、 $\dot{\epsilon}_{0i}$ は $p=30$ (MPa), $\dot{\epsilon}_0^p=0.00002$, $\dot{\epsilon}_0^c=0.005$ を与えた場合の要素 i の相当ひずみ速度の収束値、 $\dot{\epsilon}_i$ は Table III に示すその他の初期値を与えた場合の要素 i の相当ひずみ速度の収束値、 N はモデル全体の

要素数である。これより、静水圧 p 、相当ひずみ速度はその初期値の大きさに拘わらず、ほぼ一定の値に収束していることが分る。以下では、初期値として $p_0=30$ MPa, $\dot{\epsilon}_0^p=0.0002$, $\dot{\epsilon}_0^c=0.005$ として計算を行った結果を示す。

5・2 計算結果

Fig. 6 は初期の高さ/半径=1 の場合である。粉末 A の場合の平均密度比 $\rho_m \approx 0.50$ の場合の成形体の形状と密度比の分布を示す。成形体の形状は、初期形状に近く密度比の分布もほぼ均一に近い。ここには示していないが、粉末 B に対してもほぼ同様の結果であった。粉末の体積に比べて、カプセルのそれが小さく、カプセルが成形にあまり影響を与えないものと思われる。

Fig. 6. Calculated distribution of density ratio for a mean density ratio of about 0.50 for powder A.

以下の結果では比較が容易なように、粉末 A の結果を図の(a)に、B のそれを(b)に示す。平均密度比 ρ_m がほぼ同一の場合について示してある。Fig. 7 は初期の高さ/半径=2.5 の場合 ($\rho_m \approx 0.5$) である。密度比 $\rho(i)$ と $\sigma_m(ii)$ の分布を示す。 ρ の分布は σ_m の分布と非常に類似していることがよくわかる。図から粉末 B の方が成形抵抗が大きいの、カプセルの強さの影響が小さく、したがって、成形体の形状は初期充てん形状に近い。しかし、密度比の分布については粉末 B の方が均一に近いとは言えない。成形体(平均密度比 $\rho_m \approx 0.50$) の中での最大密度比 ρ_{max} と最小密度比 ρ_{min} の差をとると粉末 A では 0.004, 粉末 B では 0.008 であり、粉末 B の方が密度分布は均一と言える。ここには示していないが、 $\rho_m < 0.5$ でも同じ傾向になっている。

中空ディスクの場合の形状を Fig. 8 に示す。最外層はカプセルである。平均密度比 ρ_m が ~ 0.48 の場合について、静水圧成形後の形状を太線で、初期の形状を細線で示してある。上に述べたように、中空の形状の

Fig. 7. Calculated distributions of density ratio (i) and mean stress σ_m (ii) for a mean density ratio of about 0.50.

場合には、速度または変位の境界条件が無いので、便宜的に下面の内半径の角の点の z 座標を固定して示している。中空形状の物体が均一に圧縮されると、内外径ともに小さくなり、初期の形状と相似形を保つ。Fig. 8 から、粉末 A では内径がほとんど変化せず、ディスク部において z の正方向に反りが大きくなり、一方粉末 B では内径が小さくなり、 z 方向の反りが小さくなっている。密度比の分布はここには示していないが、平均密度比 $\rho_m = 0.465$ における $(\rho_{\max} - \rho_{\min})$ の値は粉末 A では 0.016、粉末 B では 0.009 となっている。このように、この例の場合には形状、密度比の分布のいずれからも明らかに粉末 B の方が均一に変形していると言える。

以上の結果から、同一のカプセル材を用いた場合に、

Fig. 8. Calculated shapes of disc for a mean density ratio of about 0.48.

成形体の形状については、成形抵抗の大きい粉末 B の方が初期の充てん形状に近いが、密度分布については粉末 B の方が均一に近いとは必ずしも言えない。この理由は明らかではないが、粉末の特性（材料定数 $\bar{\sigma}$, n , a , m ）、カプセルの材質、厚さ、カプセルが全体に占める割合などが関係しているであろう。これらについては、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。

6 あとがき

Si₃N₄ 粉末に焼結助剤を含んだ粉末の成形特性、すなわち、成形における構成式を、特に 10~100 MPa という低い応力範囲において実験的に検討した。その結果、成形曲面は σ_m 軸を回転軸とする回転だ円体の一部となり、成形条件式は一組の材料定数で実験結果を良く表し得ることが分った。

これを用いて剛塑性有限要素法によって粉末の静水圧成形の解析を行い、成形体の形状、密度比、応力比の分布を求めた。構成式は実験的に求めているが、解析によって求められた密度比などの分布、成形体の形状については実験的に確かめてはいない。また CIP においては、カプセル材として通常ゴム（弾性体）が使われるが、ここでは例としてアルミニウム（剛塑性体）を用いた。カプセルに弾性体を用いる場合には、有限要素法の新たな定式化を考えなければならず、それによる結果もまた違ったものになるだろう。このように、CIP を対象としても、今後に残された問題が幾つかある。さらに温度の解析を付加した HIP の解析も必要である。これらについては今後の検討課題で

ある。

終りに Si_3N_4 粉末を供給して頂いた宇部興産(株) 橘輝夫氏に感謝いたします。また実験に協力頂いた卒業生松本壮一郎君に感謝します。なお本研究の一部は昭和 61 年度文部省科学研究費(一般研究 C)の補助を受けて行われたものである。

(昭和62年 2月10日 第34回セラミック材料部門委員会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 斉藤勝義, 日本接着協会誌, **22**, 652 (1986).
- 2) M. Abouaf, Proc. NUMIFORM '86 Conf./Gothenburg, p. 79 (1986).
- 3) 島 進, 中西利介, 塑性と加工, 投稿中.
- 4) 島 進, 大矢根守哉, 井上隆雄, 沖本邦郎, 粉体および粉末冶金, **22**, 247 (1976).
- 5) M. Oyane, S. Shima, T. Matsukawa and K. Okimoto, Proc. Int. Powder Metall. Conf., 15-1 (1977).
- 6) S. Shima and K. Mimura, Int. J. Mech. Sci., **28**, 53 (1986).
- 7) 荒川正文, 材料, **34**, 1245 (1985).
- 8) A. R. Cooper, J. Am. Ceram. Soc., **45**, 97 (1962).
- 9) S. Shima and M. Oyane, Int. J. Mech. Sci., **18**, 285 (1976).

付 録

法線則を仮定し, 焼結体の場合と同様に $\bar{\sigma}$ を相当応力と考え, 対応する相当ひずみ速度を $\dot{\bar{\epsilon}}$ とする。このとき単位体積当りの内部仕事率は

$$\sigma_{ij} \dot{\epsilon}_{ij} = \rho \bar{\sigma} \dot{\bar{\epsilon}} \quad (\text{A})$$

と表される。そして

$$\dot{\epsilon}_{ij} = (3/2 \rho^{2m-1}) (\dot{\bar{\epsilon}} / \bar{\sigma}) \{ \sigma_{ij} - \delta_{ij} (1 - 2/9 f^2) \sigma_m \} \quad (\text{B})$$

$$\dot{\bar{\epsilon}} = \rho^{n-1} \{ (2/3) \dot{\epsilon}'_{ij} \dot{\epsilon}'_{ij} + (f \dot{\epsilon}_v)^2 \}^{1/2} \quad (\text{C})$$

となる。ここに δ_{ij} はクロネッカーデルタ, $\dot{\epsilon}'_{ij}$ は偏差ひずみ速度である。本文にあるように $(\bar{\sigma} \rho^n)$ を成形抵抗と考えるならば $(\bar{\sigma} \rho^n)$ を粉末体が受ける相当応力 $\bar{\sigma}_p$ と考え, それに対応する相当ひずみ速度を $\dot{\bar{\epsilon}}_p$ とすると, 式(A)の代りに

$$\sigma_{ij} \dot{\epsilon}_{ij} = \bar{\sigma}_p \dot{\bar{\epsilon}}_p \quad (\text{A}')$$

となり, それに伴って式(B), (C)も

$$\dot{\epsilon}_{ij} = (3/2) (\dot{\bar{\epsilon}}_p / \bar{\sigma}_p) \{ \sigma_{ij} - \delta_{ij} (1 - 2/9 f^2) \sigma_m \} \quad (\text{B}')$$

$$\dot{\bar{\epsilon}} = [2/3 \dot{\epsilon}'_{ij} \dot{\epsilon}'_{ij} + (f \dot{\epsilon}_v)^2]^{1/2} \quad (\text{C}')$$

となる。しかし, (A), (A') および(B), (B') はそれぞれ全く同じ式である。 $\bar{\sigma}$, $\dot{\bar{\epsilon}}$ の大きさについて物理的意味を問題にしない限り, 内部仕事率, ひずみ速度および応力の計算には, いずれの式を用いても構わない。そこで焼結体の場合との統一のため, 式(A), (B), (C)を用いている。