セラミック顆粒 CIP 成形時の力学的挙動に関する研究*
(第1報, セラミック顆粒圧密体の成形条件および構成則)浜 中 順 一*¹, 杉 山 茂 勝*²
杉 田 孝 志*², 古 賀 新*²Mechanical Behavior of the Ceramic Granule Compact
in Cold Isostatic Pressing
(1st Report, Yield Criterion and Constitutive Equations)Jyunichi HAMANAKA, Sigekatsu SUGIYAMA,
Takashi SUGITA and shin KOGA

A new yield criterion and constitutive equations are proposed for the ceramic granule compact. Compressible behavior and dilatancy phenomena of the ceramic granule compact can be expressed by these basic equations. Experimental methods are also proposed to determine material constants which are necessary for the above-mentioned equations. These material constants of Al_2O_3 granule compact are actually obtained by the uniaxial compression test and compression test under uniform hydraulic pressure.

Key Words: Ceramics, Cold Isostatic Pressing, Yield Criterion, Constitutive Equation, Dilatancy

1. 緒 言

セラミックスの有効な成形法に CIP (Cold Isostatic Pressing) 成形法がある。これはセラミックスの顆粒をゴム型に入れ、その外側から液圧による等方圧を加えて圧密する成形法である。この成形法によれば均一かつ成形密度の高い圧密体を得られるが、ゴム型の設計によっては密度の不均一な成形品ができて焼結時、割れが発生することがある。したがってもし成形品の密度分布や最終形状・寸法をあらかじめ予測することができれば、上記ゴム型の設計も含めて成形条件の決定が非常に容易になる。従来粉末冶金の分野では HIP (Hot Isostatic Press) 成形時のシミュレーション手法の開発等が行われているが、セラミック顆粒成形時の力学的挙動のシミュレーションはまだ十分研究がなされていないのが現状である。本報ではシミュレーションに必要なセラミック顆粒の新しい成形条件、構成則の提案と材料定数の決定法について述べる。

2. セラミック顆粒の成形条件

CIP 成形時に成形が進み、密度増加が起きる条件が成形条件である。粉末冶金に用いる多孔質金属については Kuhn⁽¹⁾, 大矢根⁽²⁾らによって連続体力学としての研究がなされている。また連続体近似とは異なった個別要素法を用いた方法⁽³⁾⁽⁴⁾も検討されている。大矢根らは成形条件式として

$$(\rho^n \sigma_0)^2 = \frac{1}{2} \{ (\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 \} + \left(\frac{\sigma_m}{f} \right)^2 \dots\dots\dots (1)$$

を提案している。ここで ρ は相対密度, σ_m は平均応力, f は

$$f = \frac{1}{a(1-\rho)^m}; a > 0, m > 0$$

である。また σ_0 は実質部金属の降伏点である。式(1)は実質部の金属としての塑性変形と多孔質であることを考慮した平均応力による項とからなっている。一方セラミック顆粒の圧密過程が塑性的に進行する場合は式(1)の σ_m に起因する変形以外にせん断応力により体積変化が生じる dilatancy を考慮する必要がある。これはせん断応力により顆粒が他の粒に乗りあげた

* 原稿受付 平成2年1月23日。

*¹ 正員, 石川島播磨重工業(株) (〒135 東京都江東区豊洲 3-1-5)。*² 石川島播磨重工業(株)。

り、粒または圧壊した粒片が空孔を埋めたりすることが予想されるからである。そこで以下に dilatancy を表現できるより一般的なセラミック顆粒の成形条件式を導く。

まず素材は等方性であると仮定する。すると成形条件式は座標変換によらないことから応力または偏差応力の不変量の関数となる。いま応力の1次の不変量を I_1 、偏差応力の2次の不変量を J_2 とし、成形条件式を

$$F(\rho) = \alpha(\rho) \cdot I_1^2 + \beta(\rho) \cdot J_2 + \gamma(\rho) \left(\frac{J_2}{I_1} \right)^2$$

とおく。さらに $F(\rho)/\beta(\rho)$ 、 $\alpha(\rho)/\beta(\rho)$ 、 $\gamma(\rho)/\beta(\rho)$ を各々 $F^*(\rho)$ 、 $\alpha^*(\rho)$ 、 $\beta^*(\rho)$ とおくと上式は

$$F^*(\rho) = J_2 + \alpha^*(\rho) \cdot I_1^2 + \gamma^*(\rho) \cdot \left(\frac{J_2}{I_1} \right)^2 \quad \dots\dots (2)$$

となる。式(2)右辺の第1項、第2項は各々応力の偏差成分および静水圧成分、また3項めは dilatancy の効果を表す項である。また上式の $F^*(\rho)$ が圧縮成形に対する抵抗を表す。

3. 圧密過程における構成則

セラミック顆粒圧密体の成形時の全ひずみ増分 $\Delta \varepsilon_{ij}$ を弾性ひずみ増分 $\Delta \varepsilon_{ij}^e$ と塑性ひずみ増分 $\Delta \varepsilon_{ij}^p$ との和で表す。すなわち

$$\Delta \varepsilon_{ij} = \Delta \varepsilon_{ij}^e + \Delta \varepsilon_{ij}^p \quad \dots\dots (3)$$

である。 $\Delta \varepsilon_{ij}^e$ は顆粒の圧縮性を考慮して

$$\Delta \varepsilon_{ij}^e = 2C_1 \Delta I_1 \cdot \delta_{ij} + C_2 \Delta S_{ij} \quad \dots\dots (4)$$

とする。 δ_{ij} はクロネッカのデルタであり、 ΔS_{ij} は偏差応力の増分である。

3・1 塑性域での構成則 塑性ポテンシャルとして成形条件式(2)を用いるとセラミック顆粒圧密過程における塑性構成則を導くことができる。すなわち塑性ポテンシャル $g(\sigma_{ij}, \rho)$ は

$$g(\sigma_{ij}, \rho) = J_2 + \alpha^*(\rho) \cdot I_1^2 + \gamma^*(\rho) \left(\frac{J_2}{I_1} \right)^2 - F^*(\rho) \quad \dots\dots (5)$$

となるから塑性ひずみ増分 $\Delta \varepsilon_{ij}^p$ は

$$\begin{aligned} \Delta \varepsilon_{ij}^p &= \lambda \frac{\partial g}{\partial \sigma_{ij}} \\ &= \lambda \left\{ (1 + \gamma^*(\rho) \cdot \frac{J_2}{I_1^2}) \cdot S_{ij} \right. \\ &\quad \left. + 2 \left(\alpha^*(\rho) \cdot I_1 - \gamma^*(\rho) \cdot \frac{J_2}{I_1} \right) \delta_{ij} \right\} \quad \dots\dots (6) \end{aligned}$$

となる。また体積ひずみ増分 $\Delta \varepsilon_v^p$ は

$$\begin{aligned} \Delta \varepsilon_v^p &= \Delta \varepsilon_{kk}^p \\ &= 6 \cdot \lambda \cdot \left(\alpha^*(\rho) \cdot I_1 - \gamma^*(\rho) \cdot \frac{J_2}{I_1} \right) \quad \dots\dots (7) \end{aligned}$$

と求めることができる。ここで $\Delta \varepsilon_{kk}$ は総和規約に従った表示である。塑性変形が継続的に起こる場合、

$$\begin{aligned} \Delta g &= \frac{\partial g}{\partial \sigma_{ij}} \cdot \Delta \sigma_{ij} + \frac{\partial g}{\partial \rho} \cdot \Delta \rho \\ &= 0 \quad \dots\dots (8) \end{aligned}$$

が成立している。一方塑性ひずみ増分の体積成分 $\Delta \varepsilon_{kk}^p$ は $-\Delta \rho/\rho$ に等しいから式(7)より

$$\Delta \rho = -6 \cdot \lambda \cdot \rho \left(\alpha^*(\rho) \cdot I_1 - \gamma^*(\rho) \cdot \frac{J_2}{I_1} \right)$$

となる。これを式(8)に代入すると式(6)中の定数 λ は

$$\lambda = \frac{\partial g / \partial \sigma_{ij}}{K^*(\rho) \cdot \partial g / \partial \rho} \cdot \Delta \sigma_{ij} \quad \dots\dots (9)$$

と求まる。ここで $K^*(\rho)$ は

$$K^*(\rho) = 6 \cdot \rho \left(\alpha^*(\rho) \cdot I_1 - \gamma^*(\rho) \cdot \frac{J_2}{I_1} \right)$$

である。

次に式(4)、式(6)より全ひずみ増分 $\Delta \varepsilon_{ij}$ と応力増分 $\Delta \sigma_{ij}$ の関係式を求める。まず式(4)より次の関係式が求まる。

$$\Delta \sigma_{ij} = D_{ijkl} \cdot \Delta \varepsilon_{kl}^e \quad \dots\dots (10)$$

ここで弾性係数テンソル D_{ijkl} は

$$D_{ijkl} = \lambda \cdot \delta_{ij} \delta_{kl} + \mu (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk})$$

$$\lambda = \frac{C_2 - 6C_1}{18C_1C_2}, \quad \mu = \frac{1}{2C_2}$$

である。次に式(6)、式(9)より $\Delta \varepsilon_{ij}^p$ を

$$\Delta \varepsilon_{ij}^p = k^* \cdot \eta_{ij} \cdot \eta_{kl} \cdot \Delta \sigma_{kl} \quad \dots\dots (11)$$

と表す。ここで k^* 、 η_{ij} は各々

$$\begin{aligned} k^* &= \frac{1}{K^*(\rho) \cdot \partial g / \partial \rho} \\ \eta_{ij} &= \left(1 + \gamma^*(\rho) \cdot \frac{J_2}{I_1^2} \right) \cdot S_{ij} \\ &\quad + 2 \left(\alpha^*(\rho) \cdot I_1 - \gamma^*(\rho) \cdot \frac{J_2}{I_1} \right) \cdot \delta_{ij} \end{aligned}$$

である。いま式(3)すなわち

$$\Delta \varepsilon_{kl} = \Delta \varepsilon_{kl}^e + k^* \eta_{kl} \eta_{mn} \cdot \Delta \sigma_{mn}$$

の両辺に D_{ijkl} を乗ずると式(10)を考慮して

$$D_{ijkl} \cdot \Delta \varepsilon_{kl} = \Delta \sigma_{ij} + k^* D_{ijkl} \eta_{kl} \eta_{mn} \cdot \Delta \sigma_{mn} \quad \dots\dots (12)$$

となる。さらにこの両辺に η_{ij} を乗ずるとスカラー量 $\eta_{ij} \cdot \Delta \sigma_{ij}$ が

$$\eta_{ij} \cdot \Delta \sigma_{ij} = \frac{\eta_{pq} \cdot D_{pqkl}}{1 + k^* \eta_{rs} \cdot D_{rsuv} \cdot \eta_{uv}} \cdot \Delta \varepsilon_{kl}$$

と求まる。この式を式(12)の右辺第2項めに代入すると全ひずみ増分と応力増分の関係式が

$$\Delta \sigma_{ij} = (D_{ijkl} - D^*_{ijkl}) \cdot \Delta \varepsilon_{kl} \quad \dots\dots (13)$$

と求まる。ここで D^*_{ijkl} は

$$D^*_{ijkl} = \frac{k^* \cdot D_{ijmn} \eta_{mn} \eta_{pq} \cdot D_{pqkl}}{1 + k^* \eta_{rs} \cdot D_{rsuv} \cdot \eta_{uv}}$$

である。

3・2 材料定数の決定 以上の議論によりセラミ

ック圧密体の構成則を定めるには弾性定数 C_1, C_2 および塑性定数 $F^*(\rho), \alpha^*(\rho), \gamma^*(\rho)$ を決定すればよいことがわかる。

弾性定数 C_1, C_2 はセラミック圧密体の単軸圧縮試験より決定する。ここではアルミナ顆粒に CIP をかけ公称直径 13 mm, 公称高さ 21 mm の円柱試験体を作製した。単軸圧縮試験結果の一例を模式的に図 1 に示す。

図 1 よりセラミック顆粒圧密体の変形は下記の過程にわけて考えることができる。

- (1) 粒間の摩擦力に打ちかち、粒が空げきを充てんしたり、再配列を起こしたりする過程
  - (2) 個々の粒が弾性的に変形する過程
  - (3) 個々の粒が圧壊して再充てんされる過程
- 図 1 のひずみ AD は (1) の過程、ひずみ DG は (2) の過程で生じるひずみ、また E 点以降は塑性状態であり上記 (3) の過程および

(4) 微視的なマイクロクラックが発生する過程に基づく変形が主になるものと考えられる。式 (4) 中の弾性定数 C_1, C_2 は図 1 の BD の部分から決定することができる。

次に塑性構成式 (6) の定数 $\alpha^*(\rho), \gamma^*(\rho)$ は単軸圧縮試験および液圧下圧縮試験の結果から決定する。液圧下圧縮試験は単軸圧縮試験と同じ圧密体円柱試験体に一定の油圧を負荷し、後に軸圧縮荷重を重畳させることで行った。この実験では直接径方向の変位または周方向ひずみを計測することができない。そこで、設定した荷重レベルで除荷し、試験体を取り出し寸法計測を行った後再度油圧および軸圧縮荷重を負荷した。この操作を一体の試験体について数回実施した。初期相対密度 $\rho_0 = 0.58$, 液圧 $p = 700 \text{ kgf/cm}^2$ の実験結果を図 2 に示す。

いま式 (6) に液圧下軸圧縮試験の試験条件を代入すると、 $\alpha^*(\rho), \gamma^*(\rho)$ を α^*, γ^* と略記するものとして

図 1 単軸圧縮試験結果

$$\frac{d\epsilon_z^{p*}}{d\epsilon_v^{p*}} = \frac{(3+9\alpha^*)(S+3p)^3 + \gamma^* \cdot S^2 \cdot (S+6p)}{27\alpha^*(S+3p)^3 - 3\gamma^* \cdot S^3}$$

となる。ここで S は軸圧縮応力であり、 $d\epsilon_z^{p*}, d\epsilon_v^{p*}$ は各々 $S=0$ を基準にとった軸方向塑性ひずみ増分、体積ひずみ増分である。上式で $S=0$ とおくと

$$\frac{d\epsilon_z^{p*}}{d\epsilon_v^{p*}} = \frac{1+3\alpha^*}{9\alpha^*} \quad (14)$$

となる。この左辺を今後 $N_t(\rho)$ と記す。次に式 (6) に単軸圧縮試験条件を代入すると

$$\frac{d\epsilon_z^p - d\epsilon_z^e}{d\epsilon_v^p} = \frac{1 + \frac{2}{3}\gamma^*}{6\left(\alpha^* - \frac{\gamma^*}{9}\right)} \quad (5)$$

となる。この $d\epsilon_z^p$ 等により α^* がついていないのは単軸圧縮試験時の塑性ひずみ増分であることを示す。式 (15) の左辺を $M_u(\rho)$ とおくと、式 (14), 式 (15) より $\alpha^*(\rho), \gamma^*(\rho)$ は

$$\begin{aligned} \alpha^*(\rho) &= \frac{1}{3} \cdot \frac{1}{3N_t(\rho) - 1} \\ \gamma^*(\rho) &= \frac{3}{2} \cdot \frac{6M_u(\rho) \cdot \alpha^*(\rho) - 1}{1 + M_u(\rho)} \end{aligned} \quad (16)$$

となる。すなわち $N_t(\rho), M_u(\rho)$ を相対密度 ρ の関数として決定できれば式 (16) より $\alpha^*(\rho), \gamma^*(\rho)$ を求めることができる。図 3 に $d\epsilon_z^{p*}/d\epsilon_v^{p*}$ すなわち $N_t(\rho)$ と $1-\rho$ の関係を示す。

この図より $N_t(\rho)$ は

$$N_t(\rho) = A \cdot (1-\rho)^m \quad (17)$$

となる。ここで $m = -21.1, A = 1.95 \times 10^{-9}$ である。式 (17) によれば $\rho \rightarrow 1$ で $d\epsilon_z^{p*}/d\epsilon_v^{p*} \rightarrow 0$ となり $N_t(\rho) \rightarrow \infty$ となる。一方 $\rho \rightarrow 0$ では $d\epsilon_z^{p*}/d\epsilon_v^{p*} \rightarrow 1$ すなわち $N_t(\rho)$ は 1 近傍の値となる。これが合理的と考えられるが式 (17) では $N_t(\rho) \rightarrow A$ になってしまう。これは ρ が小さい領域で計測の信頼性が少ないためと考えられる。以上を考慮して最終的にアルミナ顆粒圧密体の $N_t(\rho)$ を

$$N_t(\rho) = A(1-\rho)^m + (1-\rho)^{m*} \quad (18)$$

図 2 液圧下軸圧縮試験結果

図3 $d\varepsilon_z^p/d\varepsilon_v^p$ と $(1-\rho)$ の関係 図4 $(d\varepsilon_z^p - d\varepsilon_x^p)/d\varepsilon_v^p$ と $(1-\rho)$ の関係

とした。次に $(d\varepsilon_z^p - d\varepsilon_x^p)/d\varepsilon_v^p$ すなわち $M_u(\rho)$ を単軸圧縮試験より決定する必要がある。しかし単軸圧縮試験では図1より明かなように塑性変形量が少なくすぐ圧壊してしまうため $M_u(\rho)$ を精度よく決定することができない。そこで液圧下圧縮試験でデータを整理し、 $p=0$ の場合を外挿して求めた。液圧 p をパラメータにして $(d\varepsilon_z^p - d\varepsilon_x^p)/d\varepsilon_v^p$ を $1-\rho$ に対してプロットしたものを図4に示す。

この結果

$$\frac{d\varepsilon_z^p - d\varepsilon_x^p}{d\varepsilon_v^p} = B^*(1-\rho)^q$$

となることがわかる。 B^* は p の関数になるが、この B^* を p に対してプロットし $p=0$ の値を求めると、最終的に $(d\varepsilon_z^p - d\varepsilon_x^p)/d\varepsilon_v^p$ すなわち $M_u(\rho)$ は

$$M_u(\rho) = B(1-\rho)^q \quad \dots\dots\dots (19)$$

となる。ここで $q = -30.4$, $B = 1.3 \times 10^{-11}$ となる。

式(18)の場合と同様に $\rho \rightarrow 0$ で $M_u(\rho)$ は1近傍の値となるように式(19)を修正すると

$$M_u(\rho) = B(1-\rho)^q + (1-\rho)^{q*} \quad \dots\dots\dots (20)$$

となる。一方式(2)を単軸圧縮応力状態にあてはめると

$$\sqrt{F^*(\rho)} = \frac{1}{3} \cdot \sqrt{3 + 9\alpha^* + \gamma^*} \cdot \sigma_z \quad \dots\dots\dots (21)$$

となる。 σ_z として図1のE点を用い、式(16)を考慮すると $\sqrt{F^*(\rho)}$ は図5のごとくなる。図5より圧縮成形に対する抵抗 $\sqrt{F^*(\rho)}$ は

$$\sqrt{F^*(\rho)} = \rho^n \cdot \sigma_0 \quad \dots\dots\dots (22)$$

と表示できることがわかった。ここで $n = 4.7$, $\sigma_0 = 25$ MPa となる。

図5 $\sqrt{F^*(\rho)}$ と ρ の関係

4. 結 言

セラミック顆粒圧密体の新しい成形条件、構成則を提案した。これらは圧縮性と dilatancy を考慮した圧密体の塑性変形を表現できる。また成形条件式、構成式に必要な材料定数を単軸圧縮試験および液圧下圧縮試験により決定する方法を示した。さらにアルミナ顆粒圧密体を用いて具体的に材料定数を決定した。なお次報ではこれら構成則に基づき CIP 成形時の圧密体の挙動をシミュレートする手法について報告する。

文 献

- (1) Kuhn, H. A. and Downey, C. L., *Int. J. Powder Met.*, 7-5(1971), 15.
- (2) Shima, S. and Oyane, M., *Int. J. Mech. Sci.*, 18(1976).
- (3) 相原・木原, 構造工学における数値解析シンポジウム論文集, 12(1988-7), 521.
- (4) Cundall, P. A., *Geotechnique*, 29(1979), 47-65.