

金属粉体の静水圧成形*

——密度と強度におよぼす粒度の影響——

服部 一郎** 岸上 守孝***

Hydrostatic Pressing of metal powder

—Influence of particle size on green density and strength
of green mold—

Ichiro HATTORI, Moritaka KISHIGAMI

Commercial atomized iron powder was graded by sieving, each particle size and mixtures of different sizes in various ratios were pressed hydrostatically, and the densities and strengths of the pressed materials measured.

The density of the pressed material increased with forming pressure, the relation having three stages. The first stage occurred up to approximately 1.1 times the apparent initial density, ρ_0 , of the powder, the "green mold initial density" (ρ_{a0}). Above this, in the middle stage, the relation between pressure and density corresponded well to the modified Kawakita¹⁾²⁾ powder compression equation. This empirical equation contains two materials-dependent constants, which were found to change slightly with particle size and the ratio of coarse to fine particles in the mixtures. These changes followed the same trend in the present work on iron particle mixtures as was previously found³⁾ in work on mixtures of coarse (iron) and fine (tungsten, molybdenum) particle mixtures of different metals.

In the third and final stage, the rate of increase of density with forming pressure decreased.

The strength of the pressed material, measured according to JIS A-113, "Testing Method for the Tensile Strength of Concrete", increased with forming pressure. The increase in strength with pressure was linear in the middle pressure stage, but deviated from linearity in the final stage.

From these results, it is concluded that the behaviour of coarse and fine particle size mixtures of the same metal is the same as that of coarse and fine particle mixtures of different metals, described previously³⁾.

市販の噴霧鉄粉をフルイで選別し、各粒度別および粗粒と細粒を混合したものを静水圧成形し、その強度をJIS-A-1113 "コンクリートの引張試験方法" に準じた方法で測定した。

成形体密度と成形圧力関係には3段階があり、その中期では改良"川北粉体圧縮式"¹⁾²⁾によく適合した。また上式中の物質定数は粗微粒混合比により、前報³⁾異種金属の粗微粒混合体の場合と同様な傾向で変化した。

成形体強度は圧縮過程中期ではほぼ成形圧力に比例し、それを越すと強度増加の割合が減少した。

これらのことから、前報で論じた異種金属粗微粒混合体の静水圧圧縮過程が、本報のような単独金属の粗微粒混合体の圧縮にも同様に成立していると推論した。

1. 緒 言

前報³⁾では鉄粉と他の金属粉との混合粉体を静水圧圧縮したとき圧縮過程が、前・中および後期の3段階に区別され、中期段階では圧縮式として

$$P \cdot \left(\frac{V - V_{\infty}}{V_{a0} - V_{\infty}} \right) = \frac{1}{b} \left(\frac{V_{a0} - V}{V_{a0} - V_{\infty}} \right) \quad (1)$$

が成立することを示した。式中の V_{a0} は成形圧力の極く低いところ (≈ 0) で到達される成形体容積であって前報図2のような実験結果から計算により求めた。 V_{∞} は圧力無限大のときの成形体容積で粉体の真密度 V_t に等しいと仮定している。(以下本報では常に $V_{\infty} = V_t$ として扱っている。) また b は圧縮の難易度を示す定数であって、粉体混合比の関数である。このことから異種金属の粗微粒混合粉体の圧縮過程をモデル的に推定した。

* 原稿受付 昭和55年3月31日

** 長岡技術科学大学 (長岡市上富岡町字長峰1603-1)

*** 石川島播磨重工業(株)技術研究所

(東京都江東区豊洲3-1-15)

本研究の目的は, 同種金属の粗微粒混合粉体を圧縮したときでも前報と同様な圧縮過程が認められるかどうかを知ることにある。

(1)式で

$$\beta = (V - V_{\infty}) / (V_{a0} - V_{\infty}) \quad (2)$$

$$1/b = q \quad (3)$$

とおくと(1)式は

$$P\beta = q(1 - \beta) \quad (4)$$

または

$$P = q(1 - \beta) / \beta \quad (5)$$

となる。 β は成形体の空隙残存度を示す変数であって通常用いられる空隙率 $N = (V - V_i) / V$ とは

$$(1 - \beta) / \beta = \left(\frac{V_{a0}}{V} N_{a0} - N \right) / N \quad (6)$$

の関係にある。

使用記号

P : 成形圧力	
V : 成形体の比容積	
V_{∞} : $P \rightarrow \infty$ のときの V	
V_0 : 加圧前の粉体の見掛け比容積*	[cm ³ /g]
V_{a0} : 成形体の初期比容積*	
V_i : 粉体の真比容積	
ρ : 成形体の密度	
ρ_0 : 粉体の見掛け密度* (V_0 の逆数)	
ρ_{a0} : 成形体の初期密度* (V_{a0} の逆数)	[g/cm ³]
ρ_i : 粉体の粒子密度 (V_i の逆数)	
a : 粉体の粒径 (フルイの目開き値)	[μ m]

$$N = (V - V_i) / V : \text{空隙率}$$

$$N_0 = (V_0 - V_i) / V_0 : \text{粉体初期空隙率}$$

$$N_{a0} = (V_{a0} - V_i) / V_{a0} : \text{成形体初期空隙率}$$

$$\beta = (V - V_{\infty}) / (V_{a0} - V_{\infty}) : \text{空隙残存度}$$

$$y = \frac{N_{a0, A}}{\rho_{i, B}} / \left(\frac{V_{a0, A}}{\rho_{i, A}} + \frac{V_{a0, B}}{\rho_{i, B}} \right)$$

: A, B 混合粉体中の B 粉体濃度 [vol. %]

Fe AHC : 噴霧鉄粉 (atomized iron powder)

* 実測によれば V_0 と V_{a0} は多少異なる。 ρ_0 と ρ_{a0} は上記に各々対応する密度である。前報³⁾ p. 51 L. 7~14および表 3 参照。

2. 実験方法

2.1 試料と成形

前報³⁾ で用いた噴霧鉄粉 (Fe AHC) を, 目の粗い順に 100, 150, 200, 270, 325 Mesh のフルイで振動機にかけ, 40 分間振動して表 1 に示すような粒度に選別した。初期密度は粒度によらずほぼ一定となった。

また 100/150 mesh 粉体を粗粒, -325 mesh 粉体を微粒と定義し, 表 1 (b) のような粗微粒混合粉体を調製した。このときの混合割合は容積%で示してある。容積の基準としたのは, 後述する静水圧成形実験から求めた粗粒および微粒の“成形体の初期比容積 V_{a0} ”である。

成形法および成形体密度の測定法は前報³⁾ と同様である。

2.2 引張強度試験

前項の密度測定に供した試料を直径 (D) 12 mm, 長さ (L) 10 mm の円柱形に加工した後沸騰水中で脱パラフィ

表 1 実験用試料

種類: 噴霧鉄粉 (atomized iron powder), $\rho_i = 7.83 \text{ g/cm}^3$

(a) 粒度別初期見掛け密度

粒 径* (mesh)	100	150	200	270	325
粒 径* (μ m)	147	104	74	53	43
見 掛 け 密 度 ρ_0 (g/cm ³)	3.66	3.58	3.66	3.66	3.74

* フルイの目開き値を粒径と定義した。

(b) 粗微粒混合体の初期見掛け密度

微粉 (Vol. %)	0	25	33	42	50	62	25	100
見 掛 け 密 度 ρ_0 (g/cm ³)	3.58	3.74	3.98	4.06	3.98	4.06	4.06	3.74

粗 粒: 100/150 Mesh, 成形体の初期密度 $\rho_{a0} = 3.97 \text{ g/cm}^3$

微 粒: -325 Mesh, " $\rho_{a0} = 4.16 \text{ g/cm}^3$

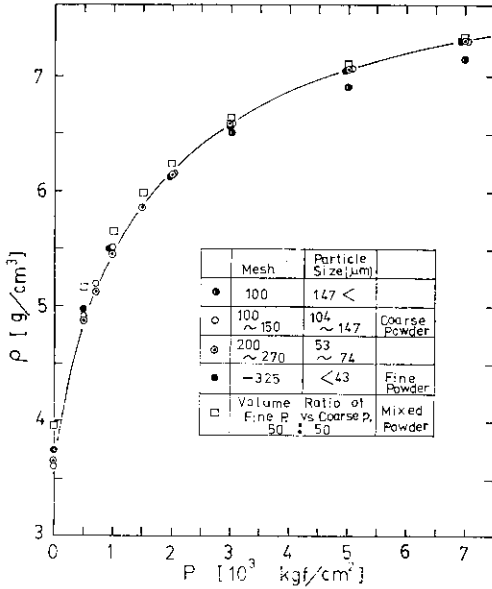


図1 成形圧力と成形体密度

Fig. 1 Effect of hydrostatic compaction Pressure on green density of atomized iron (Fe AHC) Powder.

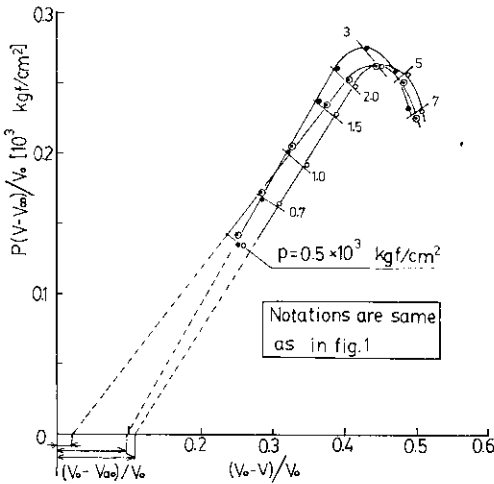


図2 $(V_0 - V)/V_0$ と $P(V - V_\infty)/V_0$ の関係

Fig. 2 Relationship between $(V_0 - V)/V_0$ and $P(V - V_\infty)/V_0$

ンしたものを試験片とした。

JIS-A-1113 コンクリートの引張試験方法に準じて、インストロン万能試験機により試験片を径方向に圧縮し、その圧裂荷重 W を求めた。試験機のカロスヘッド・スピードは 0.1 mm/min である。引張強度 σ_b は

$$\sigma_b = 2W/\pi LD \quad (7)$$

より求められる。

3. 実験結果

3.1 成形圧力と成形体密度

圧縮によって密度は図1のように変化した。測定値は試験片3ケから得た値の平均である。簡単のため図には代表的な5つの試料について示してある。特に粒度の大きいとき (100メッシュ以上) を除いて、分別された粉体の成形体密度は成形圧 3000 kgf/cm² 以上の同一成形圧力では粒度によらずほぼ一定となった。混合粉体の成形体密度はやゝ大きい。

式(1)の両辺にある変数 $P(V - V_\infty)$ および $(V_0 - V)$ に対し、 $V_\infty = 1/\rho_t$, $V_0 = 1/\rho_0$ とおき、 P , $V (=1/\rho)$ に図1の測定値をいれてプロットすると図2のようになった。この図では $(V - V_\infty)$ および $(V_0 - V)$ を V_0 で Normalize してある。

P が 3000 kgf/cm² より小さな範囲では直線関係を保っているがこれを過ぎると著しく湾曲している。また直線部を外挿して横軸と交わる点を求めると、図に示したような関係で“成形体初期比容積” V_{a0} が得られる。

他の試料でも同様であるので $P \leq 3000$ kgf/cm² の測定値を

$$\begin{aligned} y &= q(x - x_0) \\ x &= (V_0 - V)/V_0 \\ y &= P(V - V_\infty)/V_0 \\ x_0 &= (V_0 - V_{a0})/V_0 \end{aligned}$$

とにおいて単相関分析を行い、得られた q および x_0 の最確値から V_{a0} を計算した。

この V_{a0} の値を (2)~(4) 式にいてプロットすると、図3のようになった。横軸が $1 - \beta = 0.7$ あたりから曲線の湾曲が始まる。これは他の金属粉体について著者ら³⁾⁵⁾が得た結果と同じである。

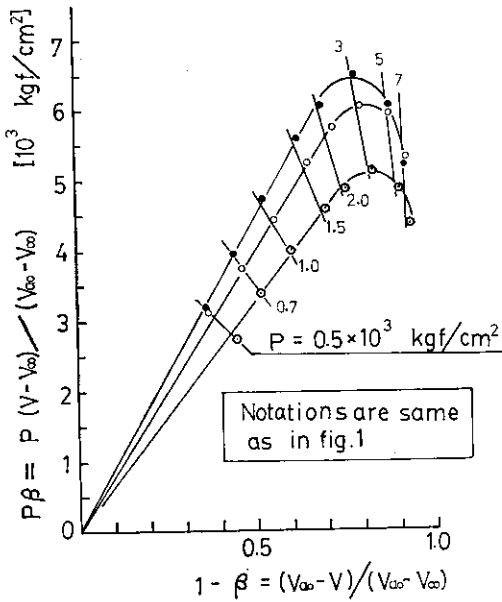
また

$$\rho_{a0} = 1/V_{a0}, \quad N_{a0} = (V_{a0} - V_\infty)/V_{a0}$$

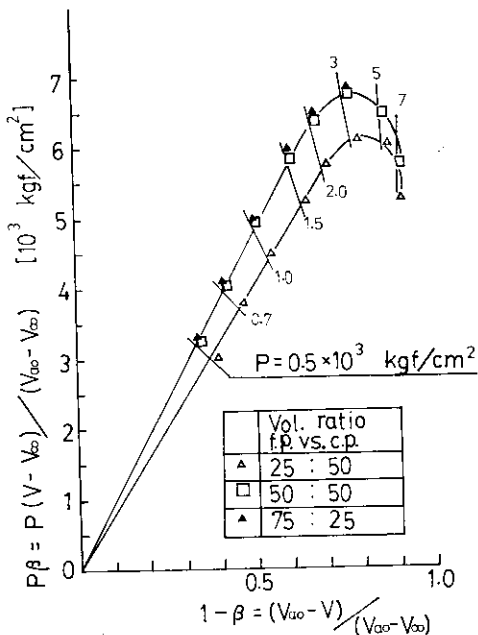
として q , N_{a0} を粒度 a に対してプロットすると図4が、 ρ_{a0} , q および N_{a0} を混合粉体濃度に対しプロットすると図5が得られた。

3.2 圧力と強度

成形体の引張強度 σ_b は成形圧力によって図6(a)(b)のように増加する。プロットしたのは試験片3ケの平均値であるが、個々のデータのバラツキはかなり大きい。代表的な試料について標準偏差を示してある。図7は成形体の密度と強度の関係である。



(a) Classified Powder



(b) mixed Powder

図3 (1-β) と Pβ の関係
Fig. 3 Relationship between (1-β) and Pβ

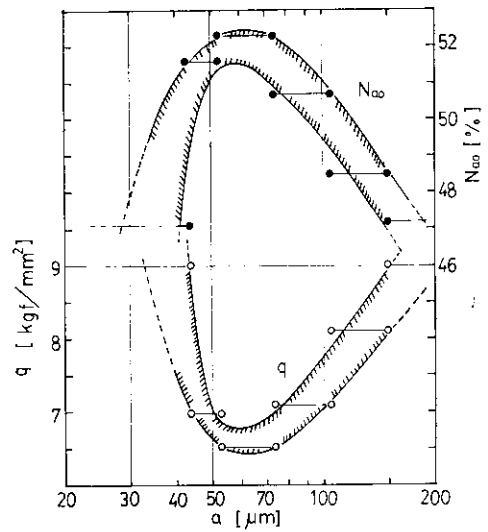


図4 分別された粉体の N_{a0} および q
Fig. 4 N_{a0} and q as a function of Particle size for hydrostatic compression of classified Fe AHC Powder

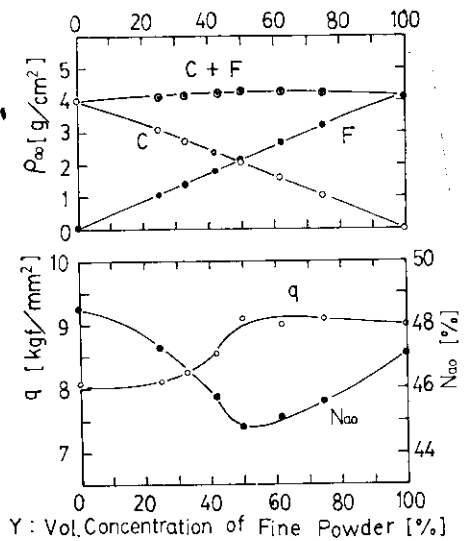
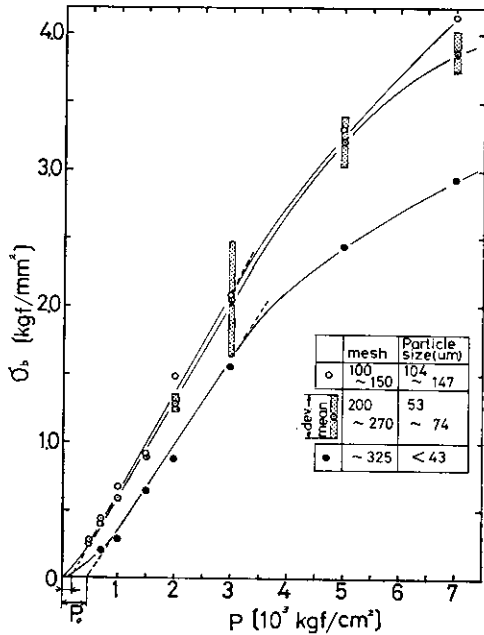


図5 混合粉体の ρ_{a0} , N_{a0} および q
Fig. 5 ρ_{a0} , N_{a0} and q for hydrostatic Compression of mixed Fe AHC Powder



(a) Classified powder

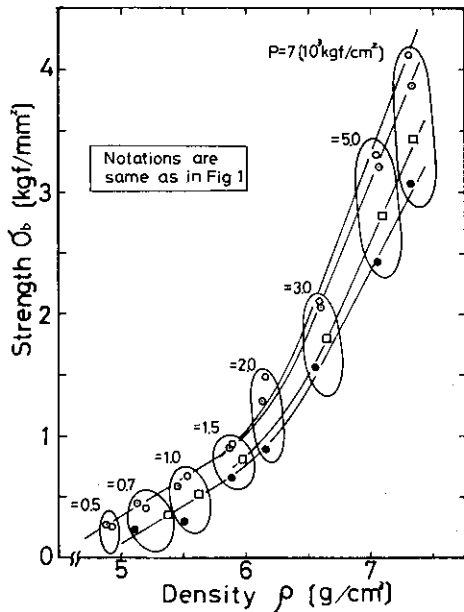
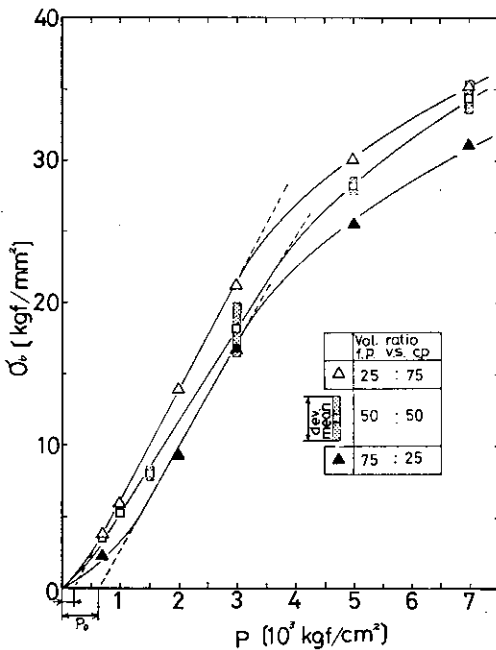


図7 成形体の強度と密度の関係

Fig. 7 Relationship between density and strength of Fe AHC green mold



(b) mixed powder

図6 成形圧力と成形体の引張強度

Fig. 6 Effect of hydrostatic compacting pressure on tensile strength of Fe AHC green mold

4. 考 察

4.1 圧縮性

図3(a), (b)によれば横軸 $1-\beta=0.8$ あたりに曲線の極大が現れる。これは著者らの実験したすべての金属粉体¹⁾²⁾³⁾に共通の現象であって、この前後を圧縮過程の中期と後期として区別しようという著者らの主張の根拠となるものである。

圧縮中期における圧縮性の難易度を示す係数 q は粒度により異なる(図4)。 q に対する従来の測定値¹⁾²⁾³⁾⁴⁾は表2のようであって、 q の値は金属により異なり同種金属ではほぼ等しい。またその大小関係は金属の降伏強度の順にほぼ一致していた。一方電顕観察によれば圧縮中期では粉体自体の変形はまだ始まらず主として粒間の隙間が減少している時期であるので⁵⁾、 q に直接関係する要因は粉体表面の微小な凹凸をつぶす過程に対する抵抗力すなわち表面強度であらうと推測した¹⁾。表面強度の実体は必ずしも明らかではないが、粉体の強度が大きく影響していることは確かであるから三段論法ではあるが、 q を支配する主たる要因は降伏強度であらうと考えて来た。

図4および図5によれば q は粒度あるいは粒度分布に

表2 各種粉体の q の実測値⁽¹⁾⁽²⁾⁽⁵⁾

	アルミニウム Al	電解銅粉 Cu	電解鉄粉 FePM	還元鉄粉 FeNC	噴霧鉄粉 FeAHC	モリブデン Mo	ニッケル Ni	タングステン W
重量粒度分布								
メディアン径 (μm)	—	58	—	—	90	平均粒径	—	平均粒径
最大粒径 (μm)	—	147	147	147	147	約4.2 μm	—	約2.9 μm
粒径43 μm 以下の量(Wt%)	—	28	19	27	14	—	—	—
$q(\text{kgf/mm}^2)$	2.6 ~3.4*	5.8 (5.4)	(5.8)	(6.1)	7.5 (6.8)	13.5 (11.9)	14.5 ~18.1*	29.0 (28.0)
純金属の強度 (1000 psi)**								
降伏強度 σ_y	1.7~15.4	30	10~25	10~25	<90	8.5	—	—
引張強度 σ_b	6.8~16.3	50(RA50%)	25~35	25~35	90	46	50~200 (Rod)	—

(注) () 内は前報³⁾ 表3の再掲

* 未公表データ

** ASM Metal Handbook, Vol.1 8th Ed. (1961)

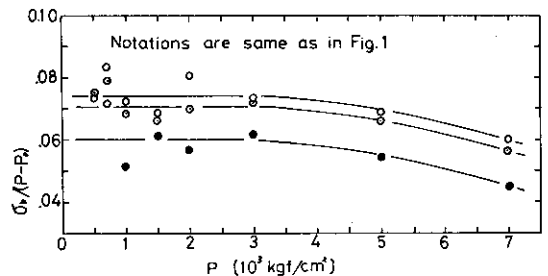
より変るが、その変化の程度は表2に示した粉体の材質間による差の範囲内にある。即ち(噴霧)鉄粉では q の値は粒度により6.5~9 kgf/mm²の間に分布しているが、アルミニウム(約3 kgf/mm²)、モリブデン(約13 kgf/mm²)の値の間にある。

従って従来の主張を訂正して“ q に影響する要因には少なくとも金属強度と粒度および粒度分布があるが、金属強度の影響が最も大きい。”と考え度い。この主張を裏すけるには、各種粉の q を粒度別に測定することと、粉体強度についての正確な情報*が必要であるが、本報ではこの程度の議論にとどめておく。

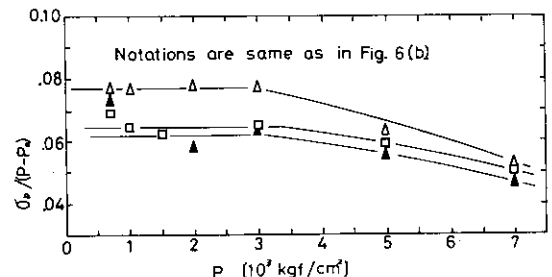
図5によれば粗微粒の混合比に対する q および N_{a0} の関係は前報³⁾ 図4、5と類似している。即ち一定の混合比で N_{a0} が極小値を示し、これより微粒の量が増えると q の値は微粒単独のときに殆ど等しくなる。しかし N_{a0} の極小値が、前報では微粒30vol.%付近に現れたに対し、本報では50 vol.%付近に移動している。また前報で観察されたような、粗粒単独から N_{a0} 極小となる混合比の間では単位体積中の成分が、粗粒の量は殆ど変わらず微粒の量のみが増加しているという傾向も、図5では認められない。これらの差異が粗微粒が同種金属粉であることによるのか或は粗微粒の寸法比が前報 Fe-W では約30:1、Me-Mo では約20:1であったに対し、本報では粗微粒寸法比が約3:1であって、寸法差の割合ははるかに小さいことによるものかは明らかでない。

* 材料の降伏強度の大体の値は金属便覧等で推測できるが、材料強度はその履歴、加工の程度、微量成分、粒体のときにはその表面の酸化の程度等により大きく変化するので、本実験に使った粉体の材料降伏強度の正確な値は判らない。

図5を前報³⁾ 図6と比較するのも興味がある。このときにはFe粉と粒度では殆んど差異のないCu粉の混合体を圧縮したのであるが、見掛け初期空隙率 N_{a0} の極小値は現れなかったに対し、圧縮の難易度 q はCu 50 vol.%以上ではCu粉単独のときと全く同じであった。これはCu粉がFe粉より柔らかいので圧縮は主としてCu粉の変形により進行するためと考えた。本報の場合

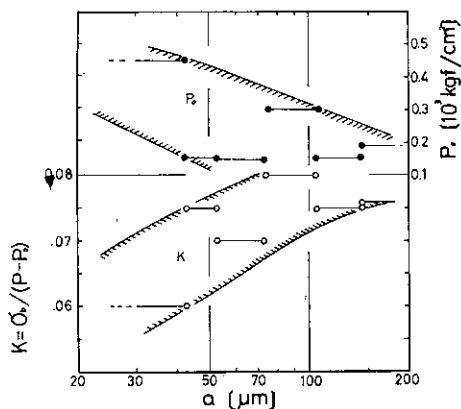


(a) classified powder

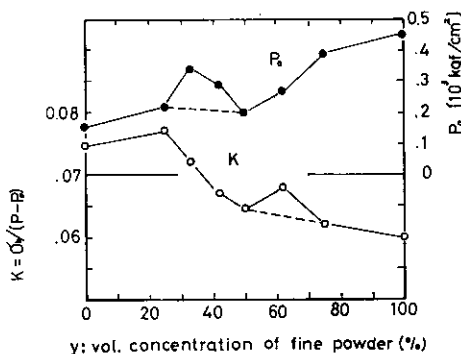


(b) mixed powder

図8 $\delta_i/(P-P_0)$ と成形圧力Fig. 8 $\delta_i/(P-P_0)$ as a function of compacting pressure



(a) classified powder



(b) mixed powder

図9 成形体強度に関する特性値, KとP₀

Fig. 9 K and P₀ for tensile strength of Fe AHC green mold

微粒は粗粒より圧縮性が悪い (q の値が大きい) が混合体の微粒成分が 50 vol. % を過ぎると微粒だけの場合と同じく圧縮性が悪くなっている。即ち粗微粒混合体では, N_{ao} 極小点で粗粒の間隙が微粒によって埋めつくされ, それ以上の濃度では微粒のなかに粗粒が分散された状態となるので, 圧縮は主として微粒の部分で進行する。と考えた前報³⁾での推論が, 本報の場合でも同様に成立する。と考えてよいであらう。

4.2 成形体の強度

図6によれば成形圧力 3000 kgf/cm² 以下では, 圧力と強度の関係はほぼ直線的である。しかし直線部の延長は原点を通らないで, 小さな圧力 $P_0 (>0)$ で P 軸と交わる。従って P_0 が圧縮過程中期の始まる圧力であると

考えることもできる。しかし, 強度が成形体密度のみの関数でないことは図7より明らかである。直線部では

$$\sigma_0 = K(P - P_0) \quad (5)$$

の関係が成立するものと仮定して, $P \leq 3000$ kgf/cm² 以下の測定値から K と P_0 の最確値を求めた。

$\sigma_0/(P - P_0)$ と P の関係は図8, (a), (b) のようになる。点のバラツキは大きい。が $\sigma_0/(P - P_0)$ は $P \leq 3000$ kgf/cm² では 0.6~0.8 の一定値となり, それ以上の成形圧では減少する。

図9に K および P_0 と粒度および微粒体濃度の関係を示した。図4, 図5の q および N_{ao} のときほど傾向が明瞭ではないが, P_0 が大きいとき程 K が小さいように見える。 P_0 は圧縮過程の前期に対応する圧力であるから, 前期期間の長いものほど成形体強度が小さいとも解釈出来る。

5. 結 語

- (1) 噴霧鉄粉に静水圧を加えたときの圧縮性を, 主として粒度に注目して調べた。圧縮過程は前報³⁾と同様に3段階に区別出来た。

圧縮中期では(4)~(6)式のような圧縮式が成立し, 式中の物質定数 q および N_{ao} は粉体粒度および粒度分布により変化する。

従来の研究結果を参照すると, q の値を支配する主要因は粉体強度であるが, 粒度あるいは粒度分布も副次的要因と認められる。

- (2) 成形体の引張強度は, 圧縮過程前期では ≈ 0 であって中期では $\sigma_0 = K(P - P_0)$ となる。 P_0 は強度0に対応する圧力であって, 圧縮前期の終わり或は中期の始まりに相当する。 K は強度と圧力の増加分との比例常数である。本研究の範囲内では P_0 は 100~500 kgf/cm², K は 0.06~0.08 の値となった。

圧縮後期では圧力による強度増加の割合が減少する。

- (3) P_0 と K は粒度および粒度分布により変化する。 P_0 が大きいと K が小さく, その逆も成立する。
- (4) 成形体強度と密度の間に一義的な関係はない。
- (5) 以上の結果を総括すると本研究に用いた噴霧鉄粉では, 成形圧力 $0 \sim P_0 (< 500$ kgf/cm²) が圧縮前期であって成形体強度は ≈ 0 , 空隙率50%程度にまで圧縮される。 $P_0 \sim 3000$ kgf/cm² が圧縮中期であって $(1 - \beta)/\beta$ が P に比例する。 3000 kgf/cm² $\leq P$ の成形後期ではこれらの比例関係は成立しない。

文 献

- 1) 川北公夫, 服部一郎, 岸上守孝, "川北粉体圧縮式の特
性定数", 粉体工学研究会誌, 11, 8 (1974) 453~460
- 2) K. Kawakita, I. Hattori and M. Kishigami; "cha-
racteristic Constants in Kawakita's Powder Com-
pression Equation", J. powder & Bulk Solid Tech.
1, 2 (1977) 2~7
- 3) 服部一郎, 岸上守孝; "混合金属粉体の静水圧圧縮" 長
岡技術科学大学技術報告, 第1号 (1979) 49~56
- 4) 同上, p. 53, (6)式参照
- 5) 岸上, 江上, 松本, 服部; "金属粉の静水圧静形機構",
材料, 20, 215 (1971) 924~930