

# 焼結応力を考慮した焼結過程の有限要素解析

阿南工業高等専門学校 機械工学科

助教授 品川一成

(平成5年度奨励研究助成 AF-93041)

## 1. 研究の背景

金属またはセラミックスの粉末成形体の焼結では、表面張力による成形体の収縮とともに緻密化が行われる。それにともない成形体の形状変化が起こるため、ニヤネット形状の焼結体を得ることは焼結中の収縮変形挙動を予測することが重要である。予測方法として有限要素法による粉末成形体の変形シミュレーションが考えられるが、それには焼結収縮を表す構成式が必要となる。その際、構成式は焼結変形の重要な因子となる表面張力や粉末粒子径等の影響を考慮できることが望ましい。

従来、焼結に関する研究では、蒸発-凝集、拡散(体積拡散、粒界拡散、表面拡散)、粘性あるいは塑性流動などの焼結機構の解明と関連して、多くの焼結速度式(収縮率-時間の関係式)が提案されてきたが、それらのほとんどが粒子間にネックが生じる焼結初期段階のものである。焼結収縮が最も顕著になる焼結中期段階の収縮挙動を調べた例は少ない。また、古典的解析モデルでは粉末粒子は球、多面体などで近似されており、気孔形状の変化が考慮できない。

本研究は粉末成形体の微視的モデルを通して焼結収縮挙動を表す構成式を作成し、有限要素法により焼結体の形状を予測する方法を確立することを目的とする。

## 2. 研究方法

焼結収縮変形は多孔質体である粉末成形体が、表面張力による内部で作用する凝集力によって変形する過程と考えられる。焼結収縮変形を表すために、表面張力による凝集力を等価な静水圧応力である‘焼結応力’へ換算し、それにより焼結が進行するとする。

- (1) 厚肉中空球モデルを用いた粉末成形体の解析により焼結応力を導出する。多孔質体の構成式に焼結応力を導入し、焼結収縮を表す構成式を作成する。
- (2) 粉末成形体のマイクロモデルにより、粘塑性有限要素法による気孔の収縮過程のシミュレーションを行う。これにより気孔形状が収縮挙動に及ぼす影響を検討し、焼結応力に修正を加える。
- (3) 作成した構成式の応用として、粉末粒子の大きさが異なる場合の粉末成形体の形状変化の相違を、自重の影響を考慮して有限要素法により予測する。

- (4) 計算結果の妥当性を検討するために、モデル材料としてソーダ石灰ガラス(696℃、表面張力 $\gamma = 0.334\text{N/m}$ 、粘性係数 $\eta = 8.06 \times 10^7\text{Pa}\cdot\text{s}$ )を用いて焼結実験を行う。

## 3. 研究成果

### 3.1 焼結収縮の構成式

内部に半径 $r$ の球状の気孔を持つ厚肉中空球の粉末成形体のモデルを用いて表面張力による凝集力と等価な静水圧応力への換算を考える。焼結中の粉末成形体は粘塑性体と考え、変形抵抗式として次式を仮定する。

$$\bar{\sigma} = 3\eta \dot{\epsilon} \quad (1)$$

ここで、 $\eta$ は粘性係数である。表面張力 $\gamma$ が気孔表面に作用している場合の気孔内面垂直方向にかかる凝集力は、実質部における応力のつりあい、ひずみ速度の適合、応力とひずみ速度の関係および境界条件から、

$$\sigma_n = \frac{2\gamma}{r} \quad (2)$$

となる。ここで、凝集力分だけ粉末成形体の外部と内部(気孔)から仮想的な圧力(実質部にとって静水圧)を加えても、実質部の粘塑性変形挙動は静水圧成分に影響されないため、収縮挙動は同一となる。そこで、式(2)で表される見かけの静水圧を焼結応力とする。この場合の収縮速度は、

$$\dot{\epsilon}_v = \frac{3}{4} \frac{1}{\eta} \frac{1-\rho}{\rho} \sigma_n \quad (3)$$

となる。

焼結応力 $\sigma_n$ を多孔質体の構成式中の各応力成分に加えると次のようになる。

$$f = 1 / \sqrt{1.5\sqrt{1-\rho}}, \quad n=1.0 \quad (4)$$

ここで、 $\epsilon_i$ はひずみ速度、 $\sigma'$ は偏差応力、 $\sigma_m$ は静水圧応力である。ここで、 $\sigma'_i = 0$ を式(4)に代入し、

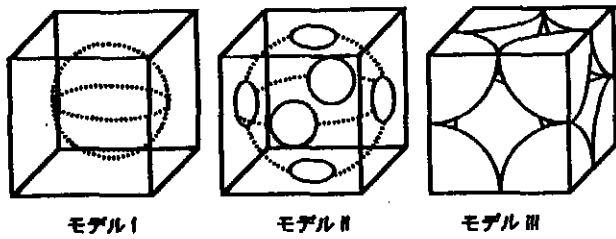


図 1 ミクロモデル

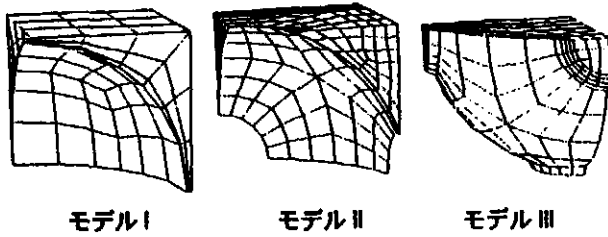


図 2 要素分割

$$\dot{\epsilon}_1 = \frac{1}{2\eta} \frac{1}{\rho^{2n-1}} \left\{ \sigma_1' + \frac{2}{9f^2} (\sigma_m + \sigma_n) \right\} \quad (5)$$

を用いると、式 (4) による体積ひずみ速度は式 (3) と一致し、矛盾は生じない。

### 3.2 構成式の検討

#### 3.2.1 粉末成形体のミクロモデル

粉末成形体のミクロモデルを用いて粘塑性有限要素法によって実際の形状に近い気孔の収縮変形挙動を計算し、焼結応力に修正を加える。実際の粉末成形体では複雑な形状の気孔が不規則に存在するが、本モデルでは同一の気孔が規則正しく配列するとし、図1に示すような幾何学的な繰り

返しの単位セル一つを解析対象とする。用いた気孔モデルは、

I : 孤立した球状の閉塞気孔

II : 球状であるが、隣と連続している開気孔

III : 粒子が6方向に配位して形成される開気孔

である。モデルI、IIは基本モデルであり、モデルIIIは粒子間にネック部の生成する焼結初期段階が完了した時点での粉末成形体に相当する。

計算は対称性から1/8の領域についてのみ行う。図2に要素分割を示す。計算は収縮量の大きい、開気孔が閉塞気孔になるまでの焼結中期段階 (相対密度  $\rho = \sim 0.93$ ) を対象とする。

#### 3.2.2 計算結果および焼結応力の修正

単位セルの (200) 断面での各モデルの気孔形状の変化を図3に示す。閉塞気孔であるモデルIでは気孔形状は球形のまま収縮するが、開気孔では通路の部分の収縮が遅れるため、気孔形状は最終的に星型になっている。

気孔形状の収縮速度への影響を見るため、厚肉中空球モデルの収縮速度式 (3) で規格化した体積ひずみ速度と相対密度の関係の計算結果を図4に示す。モデルIIIはモデルIと比較して焼結初期に収縮速度が小さいが、緻密化とともに増加していくことがわかる。

図5にモデルIIIにおける焼結応力の値を、式 (2) で除して規格化して示す。焼結が進行し、焼結初期に凸であった気孔表面形状が次第に凹面になるにつれ焼結応力が増大している。焼結収縮速度が小さくなるのは、モデルIIIの気孔形状の焼結応力が球状気孔を仮定して求めた式 (2) より小さいためと解釈できる。

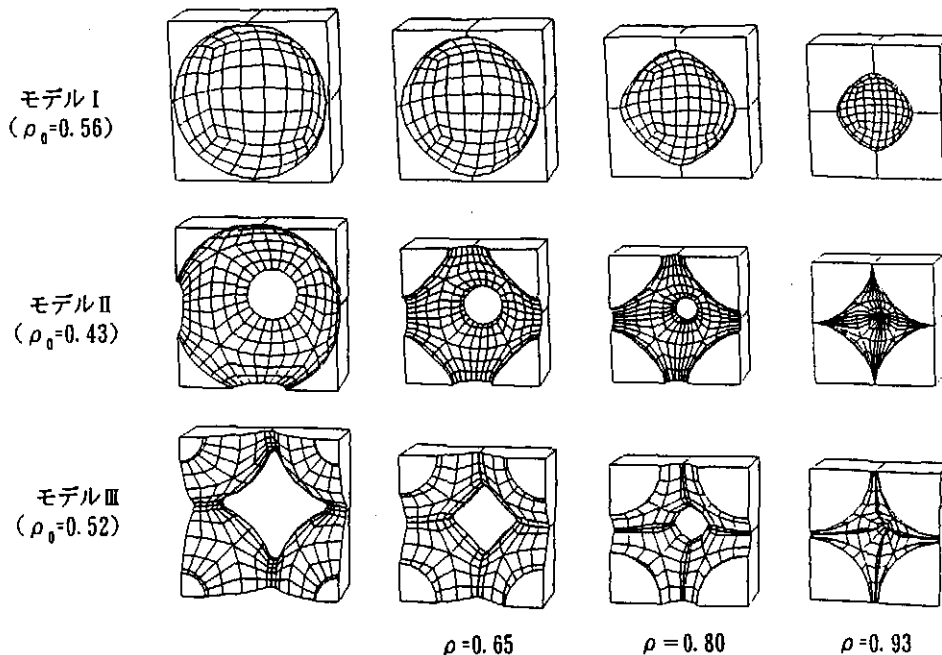


図 3 気孔形状の変化

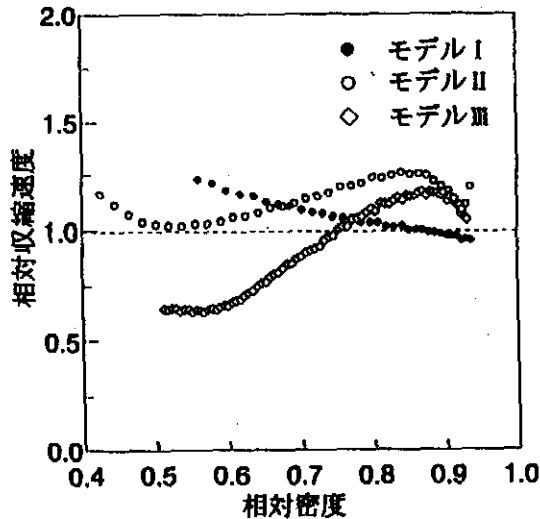


図4 収縮速度の比較

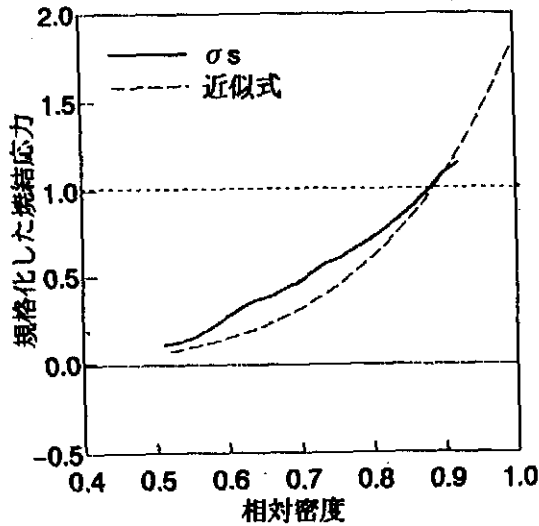


図5 モデルIIIにおける焼結応力の変化

焼結応力は次式で修正されるとする。

$$\sigma_s = \rho^n \frac{2\gamma}{r} \quad (6)$$

平均気孔半径 $\bar{r}$ は初期気孔半径が粉末粒子半径 $R$ の0.5倍であるとして

$$\bar{r} = kR \left\{ \frac{\rho_0 (1-\rho)}{\rho (1-\rho_0)} \right\}^{1/3}, \quad k=0.5 \quad (7)$$

で表されるとする。ここで、 $\rho_0$ は初期相対密度である。 $N=5$ とすると図5に示すようにモデルIIIにおける焼結応力を近似できた。

### 3.2.3 焼結実験との比較

図6に有限要素シミュレーション、実験および構成式で計算して得られた収縮率-時間曲線を示す。構成式はシミュレーション結果をよく表すことができた。

一方、実験における収縮速度はシミュレーション結果よ

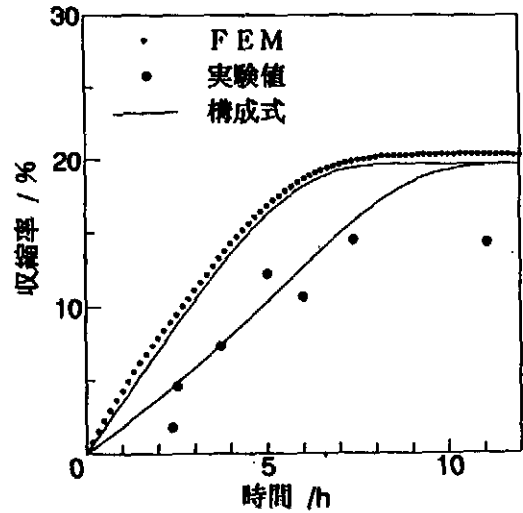


図6 ガラスビーズの収縮率-時間曲線

り小さいが、実際は粉末粒子が不規則に配位するため実質の気孔径が大きいなどの理由が考えられる。実際の気孔の大きさを参考に式(7)において $k=1.5$ とする。式(4)における $f$ 、 $n$ は実際による修正後の値

$$f = 1/2.5\sqrt{1-\rho}, \quad n=2.5 \quad (8)$$

を用い、 $N=6$ とすると実験結果もよく表すことができた。

### 3.3 焼結体形状予測への適用

#### 3.3.1 焼結応力を考慮した粘塑性有限要素法

作成した構成式の応用として、粘塑性有限要素法により焼結体の形状予測を行う。焼結応力、重力を考慮して、仮想仕事の原理より体積 $v$ の要素に対して節点力は次のようになる。

$$\begin{aligned} \{P\} &= \int_V [B]^T \{\sigma\} dV + \int_V [B]^T \{\sigma_s\} dV + \int_V [N]^T \{G\} dV \\ \{\sigma\} &= \{\sigma_x \ \sigma_y \ \sigma_z \ \tau_{xy} \ \tau_{yz} \ \tau_{zx}\}^T \\ \{\sigma_s\} &= \{\sigma_s \ \sigma_s \ \sigma_s \ 0 \ 0 \ 0\}^T \\ \{G\} &= \{0 \ 0 \ -\rho_A g\}^T \end{aligned} \quad (9)$$

ここで、 $[B]$ はBマトリックス、 $[N]$ は形状関数、 $\rho_A$ は真密度、 $g$ は重力加速度 ( $9.8\text{m/s}^2$ ) である。各節点ごとにその節点を含む要素の節点力を加え合わせるにより連立線形方程式が得られる。

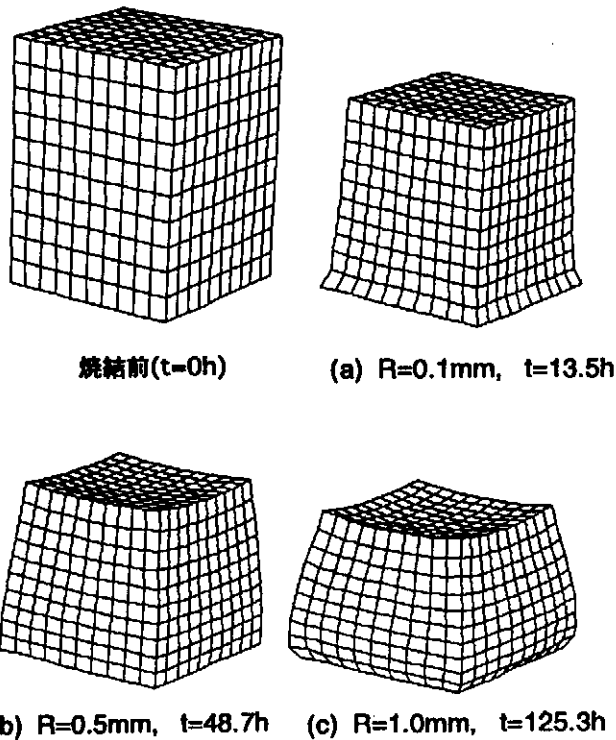
#### 3.3.2 実験および計算結果

ガラスビーズを型枠の中で仮焼結させ、高さ20mm、幅15mmの直方体を作成し、その後、所定の時間本焼結した。

底面は固着とした。

ガラスブロック全体の相対密度が1になり、完全に緻密化が終了するときの最終形状と焼結時間の予測を図7に示す。粉末粒子径によって形状が異なることが予測された。

図8に焼結時間に対するブロック縦断面形状の変化を計



焼結前(t=0h)

(a) R=0.1mm, t=13.5h

(b) R=0.5mm, t=48.7h

(c) R=1.0mm, t=125.3h

図7 焼結後の形状と焼結終了時間の計算結果

算と実験で比較したものを示す。ビーズ半径  $R = 0.1\text{mm}$  のブロックでは表面張力による凝集力が強いいため、焼結時間がたつにつれ全体的にガラスブロックは小さくなってゆく。 $R = 0.5\text{mm}$  では焼結時間とともに高さ方向の収縮は著しいが表面張力による凝集力が弱いいため横方向の変化は小さい。 $R = 1.0\text{mm}$  ではさらに凝集力が弱いいため、ブロックの下部は自重の影響で逆に膨らんだ状態になっている。

#### 4. 結 言

本研究では、焼結過程における粉末成形体の変形挙動を表す構成式を作成した。

- 1) 表面張力による凝集力を厚肉中空球モデルを用いた解析によって、それに等価な焼結応力に換算した。
- 2) ミクロな焼結過程の有限要素シミュレーションにより、気孔形状によるひずみ速度に対する影響を調べた。これをもとに焼結応力を修正した。
- 3) 焼結応力を導入した焼結変形を表す構成式を有限要素法に組み入れ、自重の影響を考慮して焼結のシミュレーションを行った。計算結果はガラスビーズの焼結実験とよい一致が得られた。

本研究は天田金属加工機械技術振興財団からの研究助成を受けてなされたものであり、財団に対し深く感謝いたします。

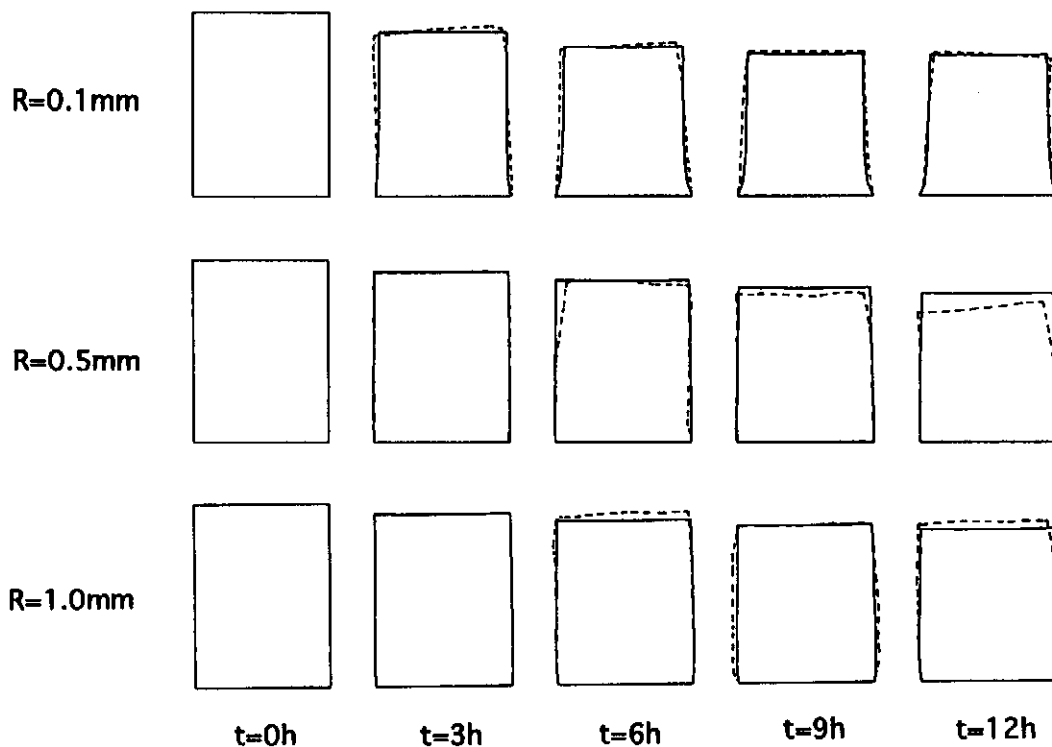


図8 焼結時間に対する形状変化 ( — : FEM, - - - : 実験 )

## 参考文献

- 1) 品川一成、小坂田宏造、森謙一郎：平4 塑加春講論、(1992), 689.
- 2) 品川一成、小坂田宏造、森謙一郎：43 塑加連講論、(1992), 115.
- 3) 品川一成、小坂田宏造、森謙一郎：平5 塑加春講論、(1993), 245.
- 4) 品川一成：平6 塑加春講論、(1994), 541.
- 5) 品川一成：45 回塑加連講論、(1994), 179.