

# タングステン粉末の粒度分布の研究 (第3報)

— 粒度分布とパッキング (充填性) —

伊 地 山 昇\*

## Studies on the Particle Size Distribution of Tungsten Powder (Part 3)

(Particle Size Distribution and Packing)

By Noboru Ichiyama  
Mobara Works, Hitachi, Ltd.

### Abstract

To know the relation between the size distribution and the packing of particles, the writer calculated the increment of apparent density which was obtained by filling the smaller spheres in the void space of the five fundamental arrangements of large spheres of equal size. Next, using the steel balls of equal size, two different sizes and three different sizes, the tapping density in several cases, where the mixing ratio of weight was different was measured. Some interesting general laws were found in these results. Basing on them the writer proposes a new coordinate system which serves better to indicate the nature of the packing than conventional coordinates systems.

By way of an industrial application the relation between the characteristics of the particle size grading distribution of the tungsten powder and the density of its sintered ingot was studied. And it was found that the relation between them and tendency of variation were very similar to those which were shown by the above general laws existing between the mixture of steel balls and the packing.

### [I] 緒 言

前報<sup>(1)</sup>に於いては自然的に生長したタングステン粉末の粒度分布の特性について論じた。我々が分布曲線から受ける感じは平面的であるが粉末粒子の立体的構成を直接的に表現するのが所謂パッキング(充填性)である。しかもこのパッキングは粉末の最も重要な物理特性の一つとして見做されて来ている。それは粉末のパッキングが粉末の種々な物理的及び化学的性質に重大な影響を及ぼしているからである。一般にパッキングの測定には一定量の粉末の占める体積、或いは一定体積中の質量、即ち見掛密度を用うることが多い。微細なタングステン粉末の粒度分布の測定はかなりの困難を伴うのに反しパッキングの測定は極めて容易であるため工業的にはパッキ

ングの測定から逆に粒度を推定する傾向があつて、打敲振盪後の最終比容積を測定する所謂タップ試験が専ら行われて来ている。しかしながらタングステン粉末の如き微細粒子の多くは多数の基本粒子の結集した多孔性の凝集粒子から成つている。その上粒子が微細な程粒子間の摩擦力が大であり橋渡し現象も著しいからタップ試験値の解釈は極めて困難なものとなつて来る。従つてタップ試験の意味は本来の粒子の充填度を測定するというよりもむしろ二次的の前記現象等の程度を測定して間接的に粉末の細粗を推察するものと云うべきであらう。この様な理由から従来粉末粒子の粒度分布とパッキングの関係は必しも明確にされてはおらず一般粒子に共通する基本的法則は勿論それらの持つ真の役割も十分に理解されてはいない様である。従つて粉末冶金の理論を整備し作業改善の指針を求める意味から云つても両者の関係の解明

\* 日立製作所茂原工場



は大いに要望される場所である。

本報に於いては上記の観点から理論的に、或いは実験的に出来るだけ微細粉末の持つ前記の如き特殊の障碍を避け比較的について理想に近い粒子の集合について粒度分布とパッキングの基本的性質や関連を明らかにし、次いでこれ等の原則が粉末冶金の作業にどの様に应用され得るかを考察してゆきたいと思う。

〔II〕 球の配列とパッキング

(A) 同大球の配列とパッキング

粒子が総て同大の球であつてもその配列の仕方によつてパッキングは異なる。球の配列の仕方は第 1 図に示す如く基本的の 5 つの型式が可能である。これに従つて空隙率が増加するから粉末のパッキングに関しては大きさの分布のみならず配置が重要であることが明らかである。しかし同大球の場合は如何なる配列を試みても空隙率は一定値 (0.2595) 以下に下ることはない。更に密度の高い配列を得ようとするにはこの隙間に更に小さい球を挿入しなければならない。

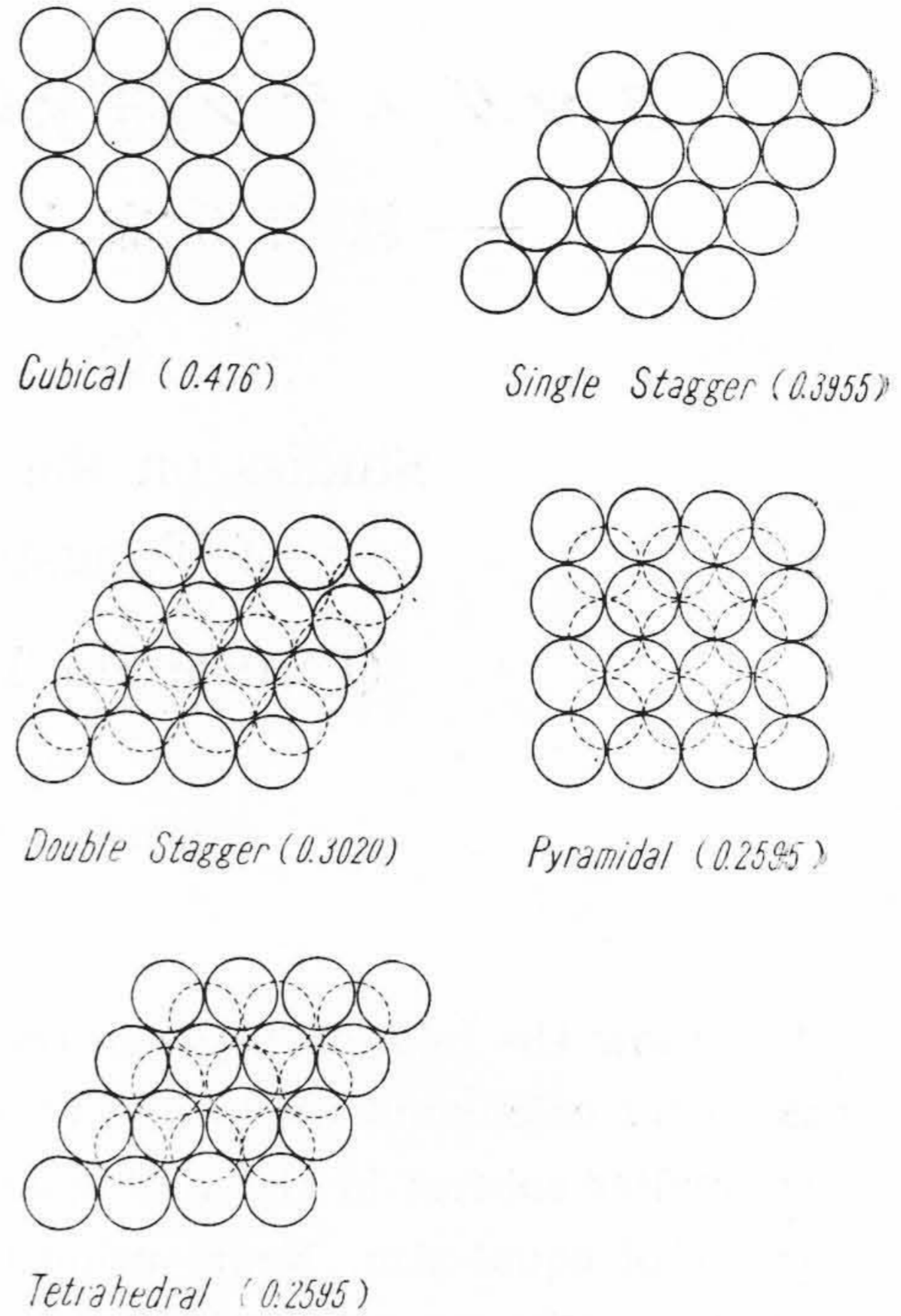
(B) 異種球のパッキング、逐次挿入法

大球の隙間に小球を挿入する仕方に二つの方式が考えられるがその一つは大球間 (第 1 次球) の隙間に挿入し得る最大径の球 (第 2 次球) を考え更にその後に来た新しい隙間に挿入し得る最大球 (第 3 次球) を求める。かくの如く順次小さな球で空隙を埋めてゆく。これを仮りに逐次挿入法と名付ける。この方法に従来は H. E. White 及び S. F. Walton<sup>(2)</sup> によつて研究せられた。ここでは各種の配列について第 2 次、第 3 次、第 4 次、第 5 次の球径を求め、これに伴う空隙率の減少或いは密度の増加を計算した。第 1 表、第 2 表、第 3 表及び第 4 表はこれ等の結果を示す。但し Pyramidal は Tetrahedral の場合と全く同一である。

(C) 異種球のパッキング、同時挿入法

これは第 1 次の同大球の隙間に更に小さい多数の第 2 次同大球を挿入する方法である。之は主として D. R. Hudson<sup>(3)</sup> によつて詳細に取扱われた。同氏の Tetrahedral 系に於ける結果を要約して第 2 図に再録した。同様に Single Stagger 系に於ける筆者の計算を第 3 図に示した。前者に於ては隙間に 2 種類の空間、即ち相隣れる 6 つの球によつて囲まれるものと相隣れる 3 つの球に囲まれるものがあるのに対し、後者では 6 つの球で囲まれる空間 1 種類である。又同時挿入の場合では挿入球が隙間内に於て固定されず或程度移動し得る場合がある。

以上の結果によつて判る如く異種球のパッキングに於てはそれが逐次挿入であつても又同時挿入であつても元



第 1 図 球の基本的配列 (括弧内は空隙率)  
Fig. 1. The Fundamented Arrangement of Spheres of Equal Diameter (Parenthesized Number is the Fraction of Void Space)

第 1 表 Tetrahedral System の逐次挿入法 (H. E. White の計算)

Table 1. Successive Inserting Method of Small Spheres in Tetrahedral System (By H. E. White)

	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次
球の直径	$d$	$0.414d$	$0.225d$	$0.177d$	$0.110d$
球の相対的筒数	1	1	2	8	8
空隙率	0.2595	0.207	0.190	0.158	0.149

第 2 表 Double Stagger System の逐次挿入法 (H. E. White の計算)

Table 2. Successive Inserting Method of Small Spheres in Double Stagger System (By H. E. White)

	第 1 次	第 2 次	第 3 次	第 4 次	第 5 次
球の直径	$d$	$0.285d$	$0.155d$	$0.123d$	$0.068d$
球の相対的筒数	1	2	4	2	4
空隙率	0.302	0.268	0.259	0.256	0.255



第3表 Single Stagger System の逐次挿入法  
(伊地山の計算)

Table 3. Successive Inserting Method of Small Spheres in Single Stagger System (By Ichiyama)

	第1次	第2次	第3次	第4次	第5次
球の直径	$d$	$0.528d$	$0.159d$	$0.154d$	$0.120d$
球の相対的箇数	1	2	4	2	2
空隙率	0.3955	0.218	0.208	0.204	0.202

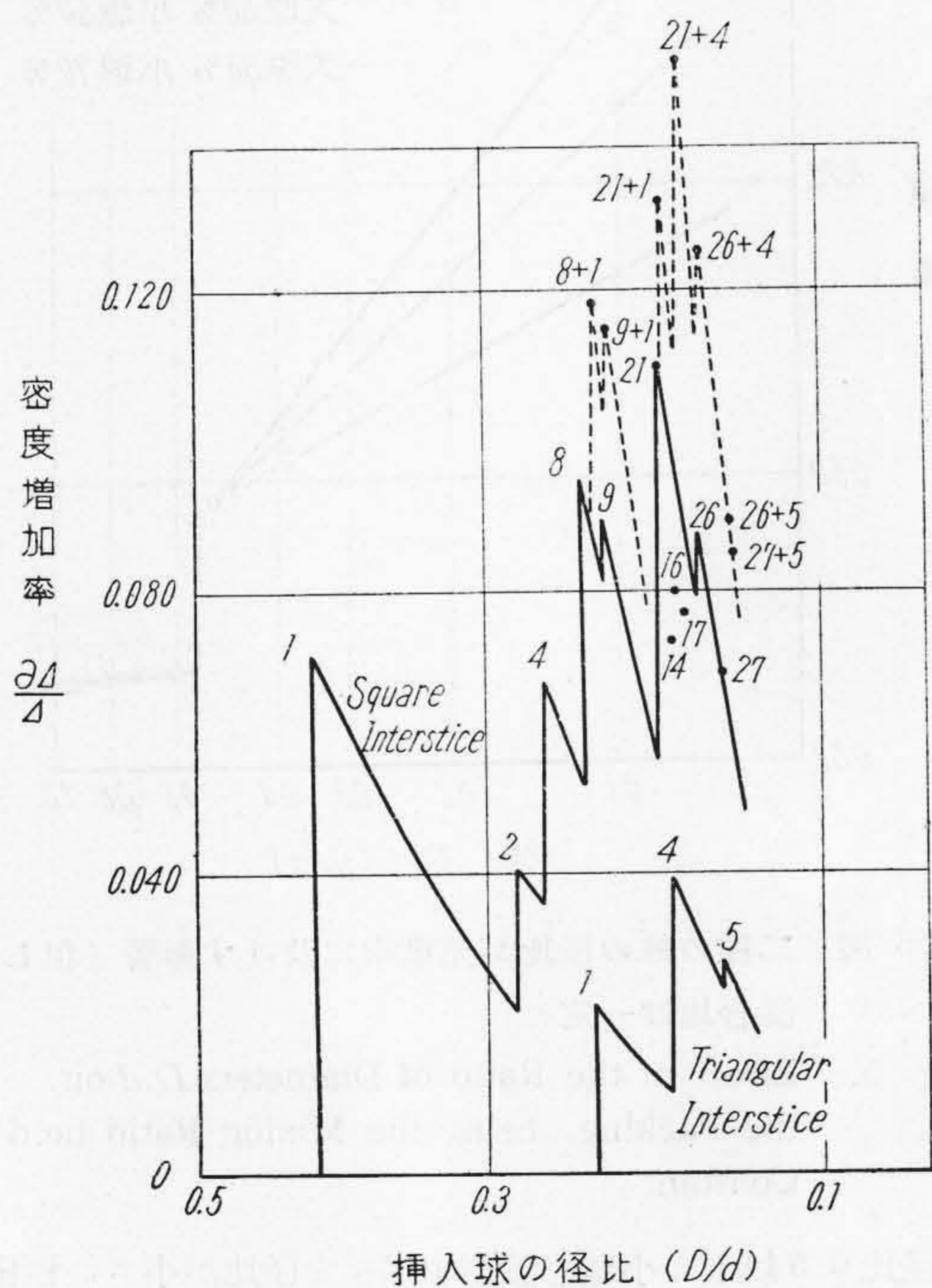
第4表 Cubical System の逐次挿入法(伊地山の計算)  
Table 4. Successive Inserting Method of Small Spheres in Cubical System (By Ichiyama)

	第1次	第2次	第3次	第4次	第5次
球の直径	$d$	$0.732d$	$0.268d$	$0.170d$	$0.138d$
球の相対的箇数	1	1	4	8	4
空隙率	0.4764	0.270	0.230	0.209	0.204

の第1次の大球の配列の充填度が貧弱なるもの程挿入球の密度増加に対する効果大きい。そして又充填度の小なる配列程挿入球は大なるものが可能になる傾向がある。しかしながら最小の充填度の配列 Cubical に於ても  $0.732d$  以上の挿入球は元の大球の配列を破ることなしに挿入し得ないことを示し、Single stagger 系に於ては  $0.528d$  以上 Double stagger に於ては既に  $0.286d$  以上の球は添加の効果がないことが明らかである。

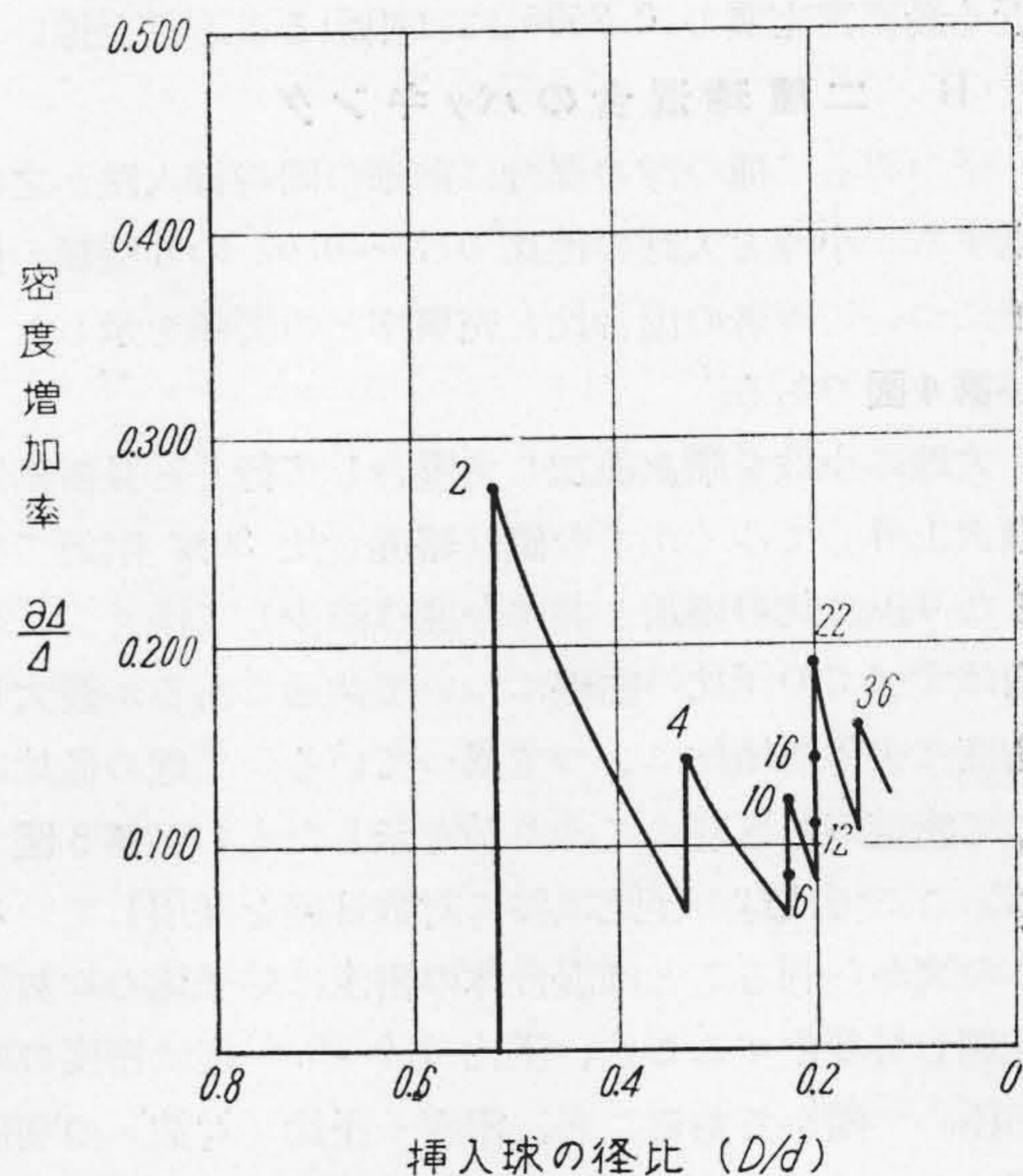
〔Ⅲ〕 鋼球によるパッキングの実験

前節に於ける球の配列とパッキングの関係は全く幾何学的球の理想的配置に於ける議論であつてその結果は球径の絶対値には無関係である。しかし現実に於ける粒子の集合に於ては常にかくの如き均一な規則的配列が得られるとは限らない。むしろ各種の配列が混合したり或いは中には橋渡しの現象さえ交えパッキングは之等の統計的総和として観測にかかるのが普通である。1種或いは2種の鉛のショット、砂等を用いたパッキングの実験は部分的には既に Westman<sup>(4)</sup> 等によつて行われているが筆者は殆んど幾何学的真球と見られる各種のボールベアリング用鋼球を用い直径 50 mm の硝子円筒中で挿入直



第2図 直径  $d$  の稠密充填に於ける同時挿入球(直径  $D$ ) のための密度増加率(数字は挿入球の数)

Fig. 2. Rate of Density Increment in the Tetrahedral Packing of Spheres of Diameter  $d$  by Inserting Smaller Spheres of Diameter  $D$  in the Void Space



第3図 直径  $d$  の球の Single Stagger System に於ける同時挿入球(直径  $D$ ) のための密度増加率(数字は挿入球の数)

Fig. 3. Rate of Density Increment in the Single Stagger System of Spheres of Diameter  $d$  by Inserting Smaller Spheres of Diameter  $D$  in the Void Space



後の見掛比容及び十分振盪後の最小比容即ちタップ値を測定し理論と実験との比較を行つた。

(A) 同大球のパッキング

第 5 表 円筒 (50 mmφ) 中の鋼球のパッキング

Table 5. Packing of Steel Ball in the Cylinder (50 mm φ)

鋼球の直径 (吋)	8/16	6/16	3/16	2/16	0.8/16
充填率	0.523	0.530	0.544	0.570	0.572
空隙率	0.477	0.470	0.456	0.430	0.428

直径 8/16", 6/16", 3/16", 2/16" 及び 0.8/16" の鋼球を用いて行つた実験結果を第 5 表に示す。

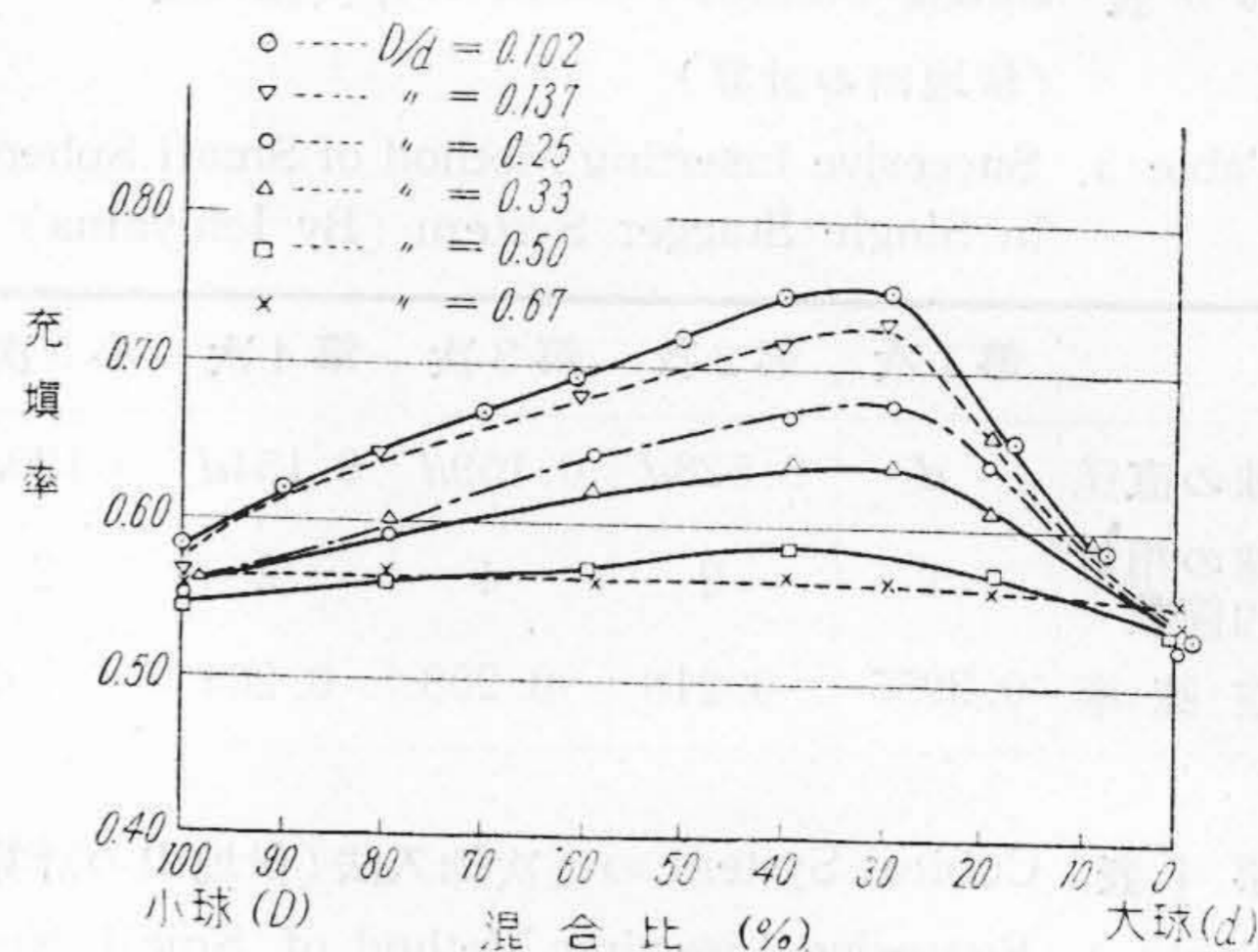
鋼球の大きさによつて比容が変ることゝは容器の大きさが球の大きさに対して無視出来ないで器壁が球の自由な配列を妨害するためであらう。しかし容器の影響の比較的少いと見られる 2/16", 0.8/16" の球に於ても空隙率が未だ 43% に近いことは寧ろ意外とする程である。前記 Westman<sup>(4)</sup> も鉛のショットでは 36.9% の低い空隙率を得ているが、まるい洗滌した砂を用いては 37.7~42.5% の値を出している。これらの空隙率は前節の理論から云うと未だ Single Stagger の空隙率 (0.3955) に近く最稠密充填の 0.2595 には相距ること甚だ遠い。

(B) 二種球混合のパッキング

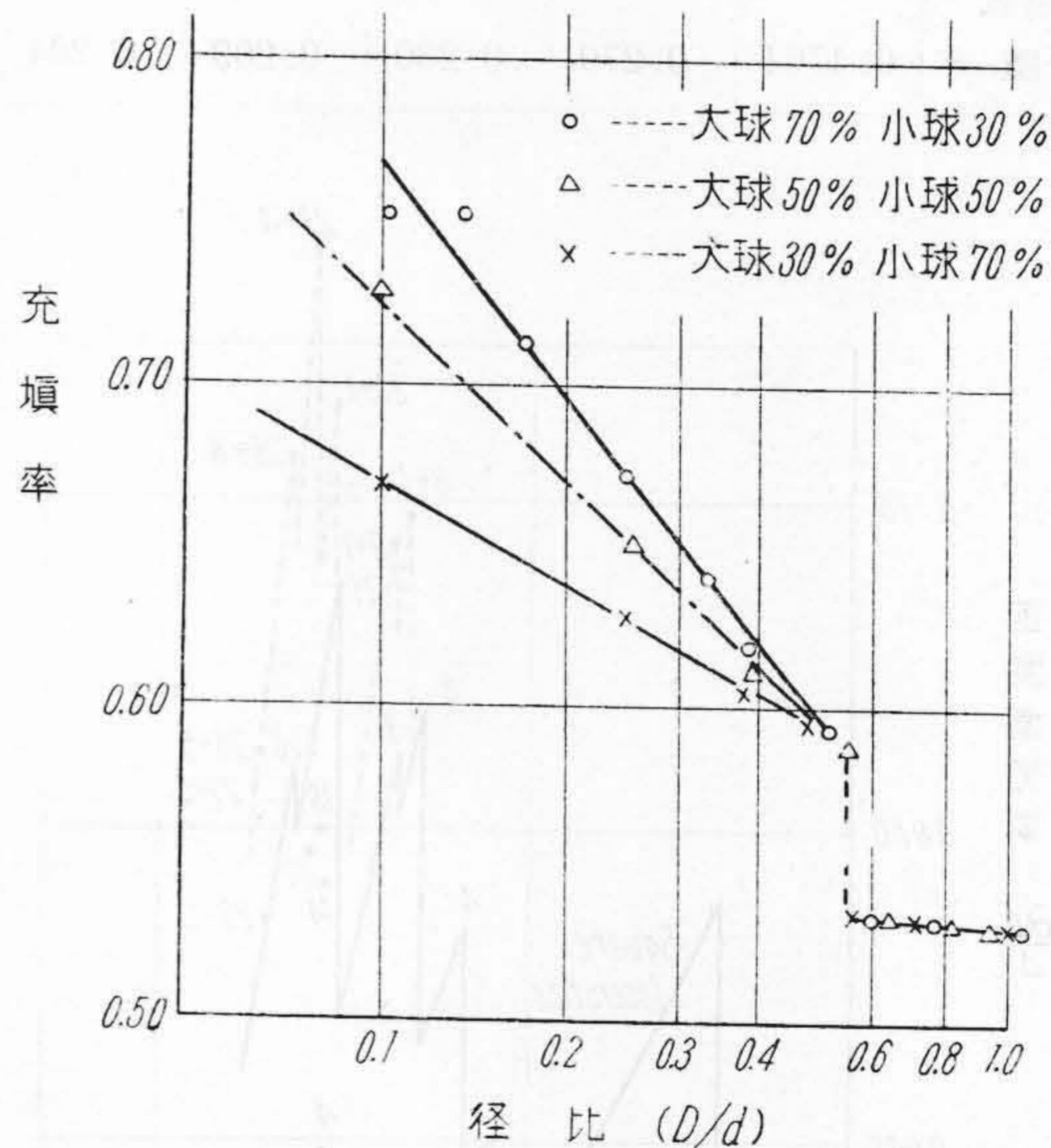
径の異なる二種の球の混合は前節の同時挿入法が之に相当する。小球と大球の径比 0.10~0.67 の 6 種類の組合せについて両者の混合比と充填率との関係を示したものが第 4 図である。

大球に小球を順次添加して混合して行くと見掛密度は漸次上昇してゆくがこの値は略混合比 30% 附近で極大となり混合比の増加と共に今度は減少してゆく。この傾向はすべての径比の曲線について共通であるが最大見掛密度は夫々の径比によつて異つてゐる。二球の径比によつて密度がどう変つてゆくかを示したものが第 5 図である。ここでは球の径比は特に対数目盛を採用している。この図から判ることは混合体の密度は略径比の対数に逆比例して変化すること、径比 1.0~0.6 迄は密度の変化が極めて僅かであること、密度-径比 (対数) の関係を表わす直線は径比 0.5~0.6 の中間で不連続的に接続すること等である。ここで注意すべきは第 5 表に示した如く Single Stagger に於ては第 2 次の挿入球の径は 0.528d であることである。恐らく前記の不連続点は 0.528d に関係があるものと推察せられる。

要するに球の混合に際しては少くとも大球に対し径比 0.6 以上の球を添加しても何等密度の増加に効果がないことが明らかになつた。そして密度を増加させるために



第 4 図 二種の球の混合比と充填率の関係  
Fig. 4. Relation between the Mixing Ratio and Rate of Packing when Two Groups of Spheres of Different Sizes are Mixed



第 5 図 二種の球の径比が充填率に及ぼす影響 (但し混合比は一定)

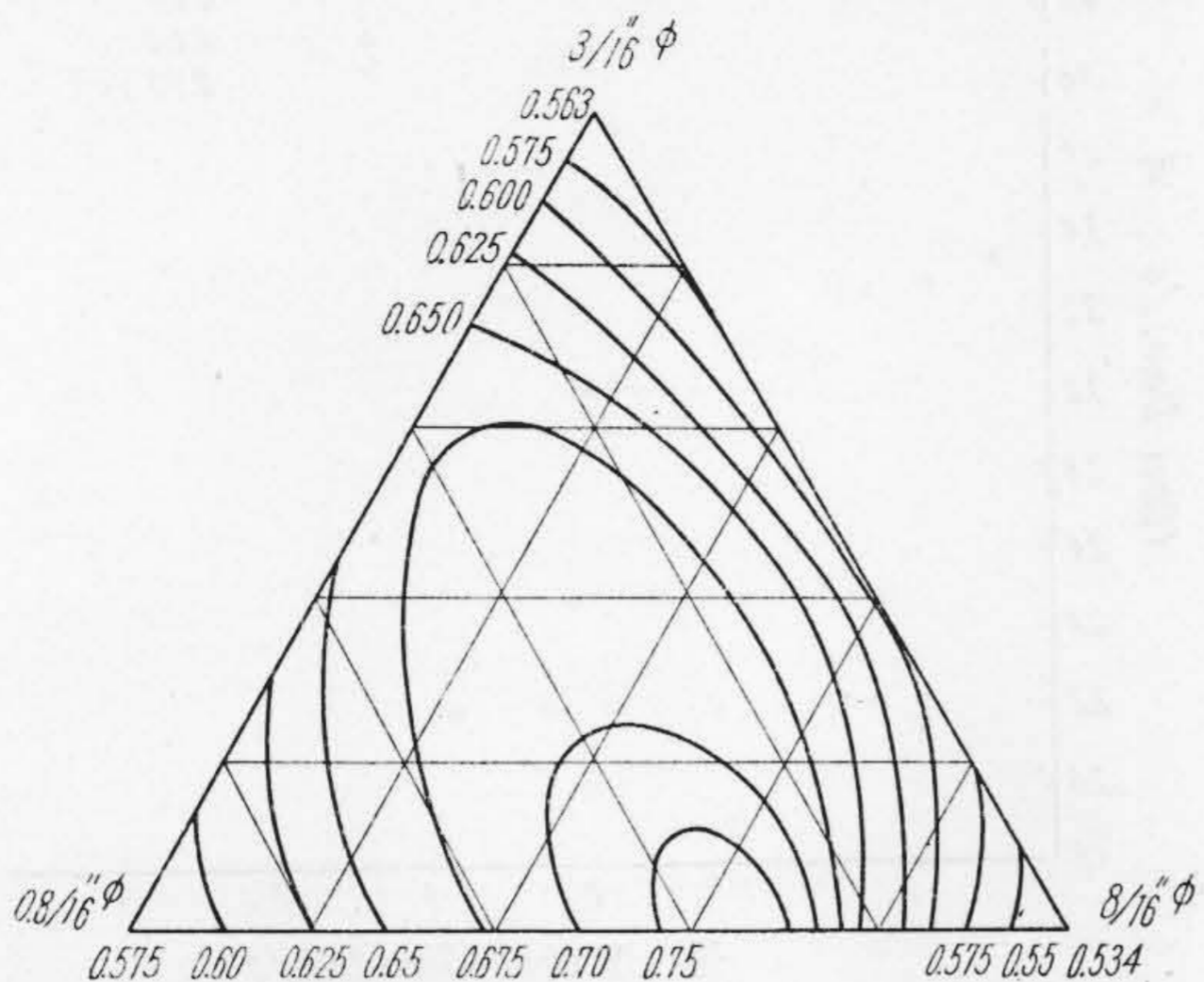
Fig. 5. Effect of the Ratio of Diameters  $D/d$  on the Packing, being the Mixing Ratio held Constant

は径比 0.5 以下の小球を添加すべきで径比が小さい程密度増加が著しい。径比 0.153 以下になると小球は容易にあらゆる配列の大球の間を通過することが出来る。小球が十分小なときは理論上大球の間隙空間の最高 74% まで充填することが出来る訳である。以上の事実は粉末の粒度分布に於て構成粒子の量的関係のみならず各粒子の大きさの比率も甚だ重要な意義を有していることを示すものである。



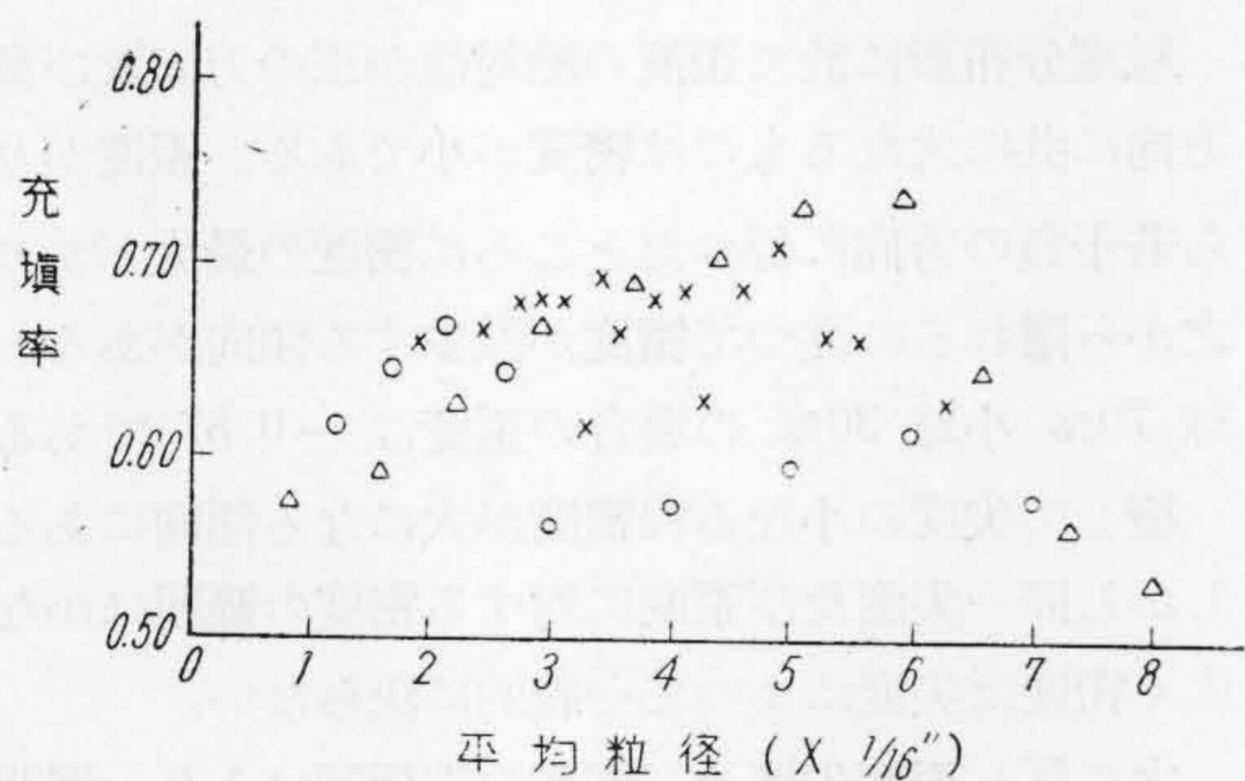
(C) 三種の球の混合に於けるパッキング

我々が実生活に於て扱う粉末の多くは或範囲に亘り連

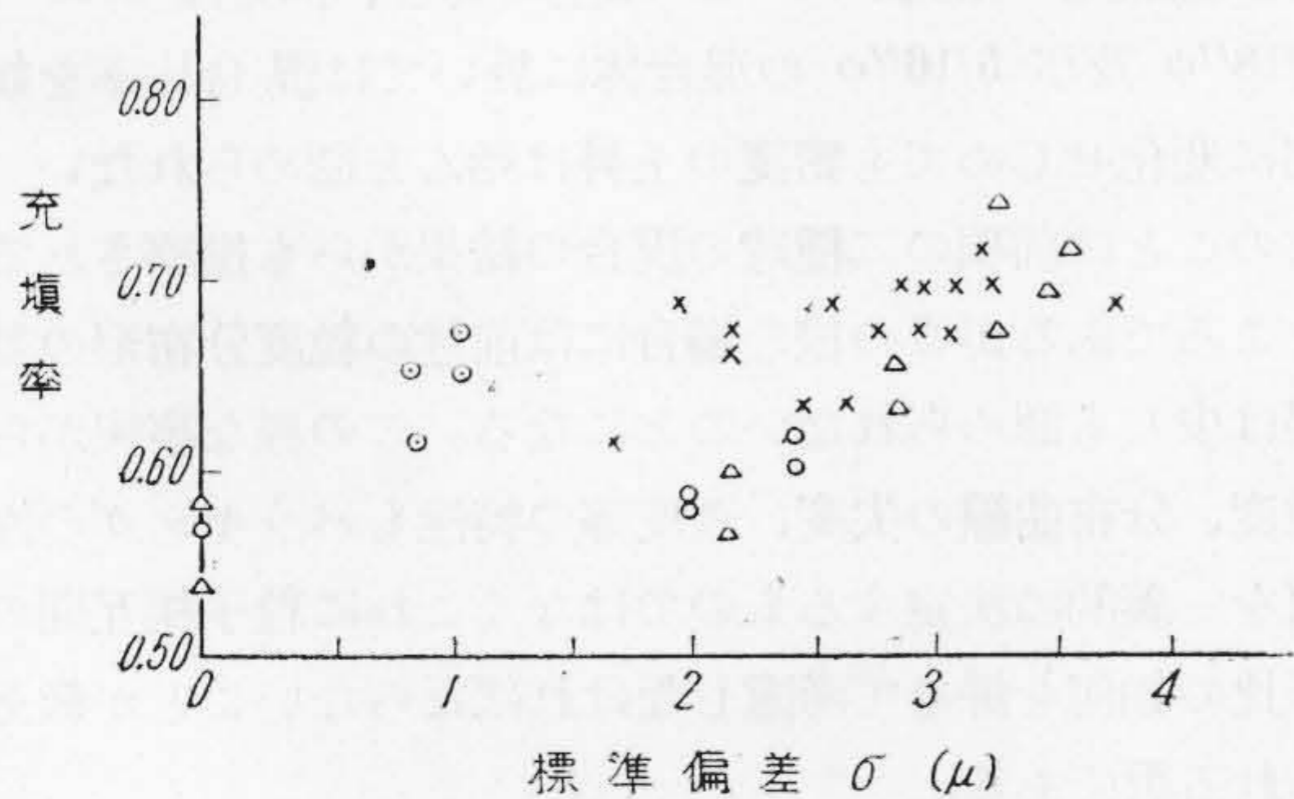


第6図 三種の鋼球(0.8/16'', 3/16'', 8/16'')の混合成分図に於ける等充填率曲線

Fig. 6. Equi-Packing Curves on the Mixing Component Diagram of Steel Balls of 3 Different Sizes (0.8/16''  $\phi$ , 3/16''  $\phi$  and 8/16''  $\phi$ )

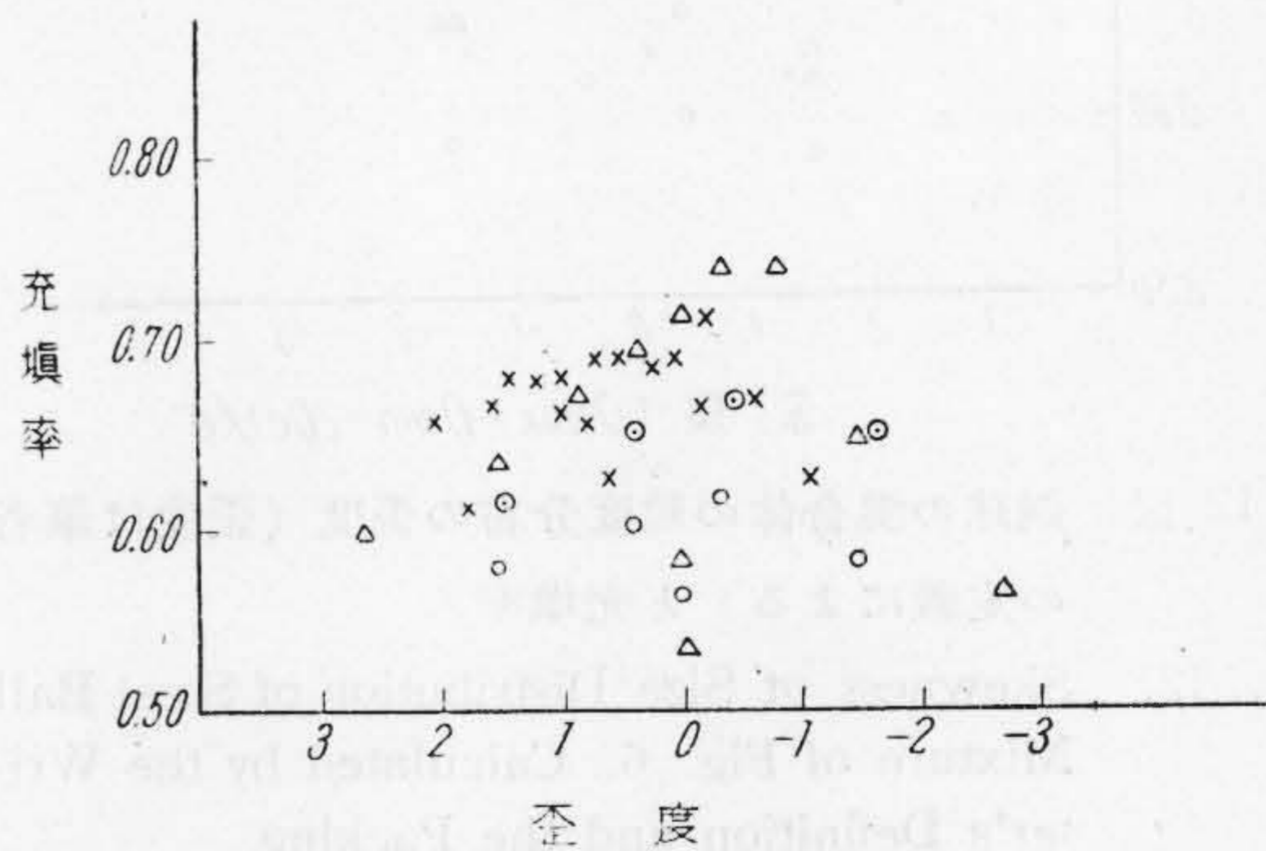


第7図 球の混合体の平均粒径と充填率  
Fig. 7. The Mean Diameter of the Mixture of Spheres in the Diagram of Fig. 6 and the Packing

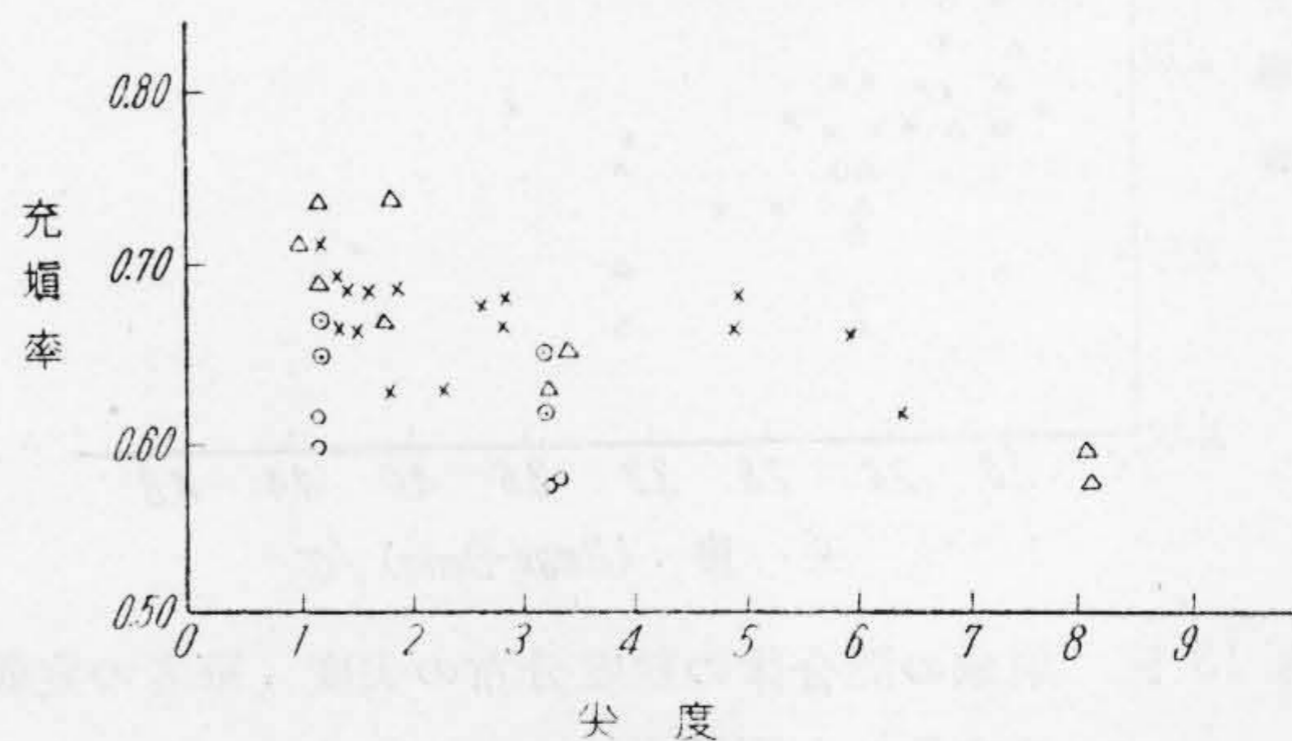


第8図 鋼球の混合体の粒度分布の標準偏差  
Fig. 8. Standard Deviation of Size Distribution of Steel Ball Mixture of Fig. 6. and the Packing

続的に大きさが変化する粒子の集合体である。そのうち最も一般的である対数正規分布、或いは Pearson の第 5 型の分布等に於いては最大の重量を有する粒子群を中心に之より大きい方及び小さい方に夫々重量が減少してゆく。このような分布を有する球のパッキングを単に大小二種の球の混合の場合の結果から推察するのは聊か危険があるのでより一般の粉末の特性に近い三種の球の混合の場合について更に密度変化を調べて見た。三種の球の組合せとしては最初に各径比が夫々 0.5 以下の混合効果のあるものを択んだ。第 6 図は鋼球 8/16''  $\phi$ , 3/16''  $\phi$  及び 0.8/16''  $\phi$  の混合比と等充填率曲線を示したものである。又混合比率が判れば統計論に於けるモーメントの計算から平均粒径、標準偏差、歪度及び尖度が求められる。第 7 図、第 8 図、第 9 図、第 10 図及び第 11 図はこれ等の計算値と充填率の関係を表わした。但し図中  $\times$  印は三種の球他は二種及び一種の球の混合を示すものである。偏差、歪度及び尖度に関する筆者の定義<sup>(5)</sup>に従つて同一のものを表示したものを第 12 図、第 13 図及び第 14 図にて示したがこの場合歪度尖度の計算中に於ける四分偏差のみはここでは求められないのでモーメント計算による標準偏差  $\sigma$  を借用した。

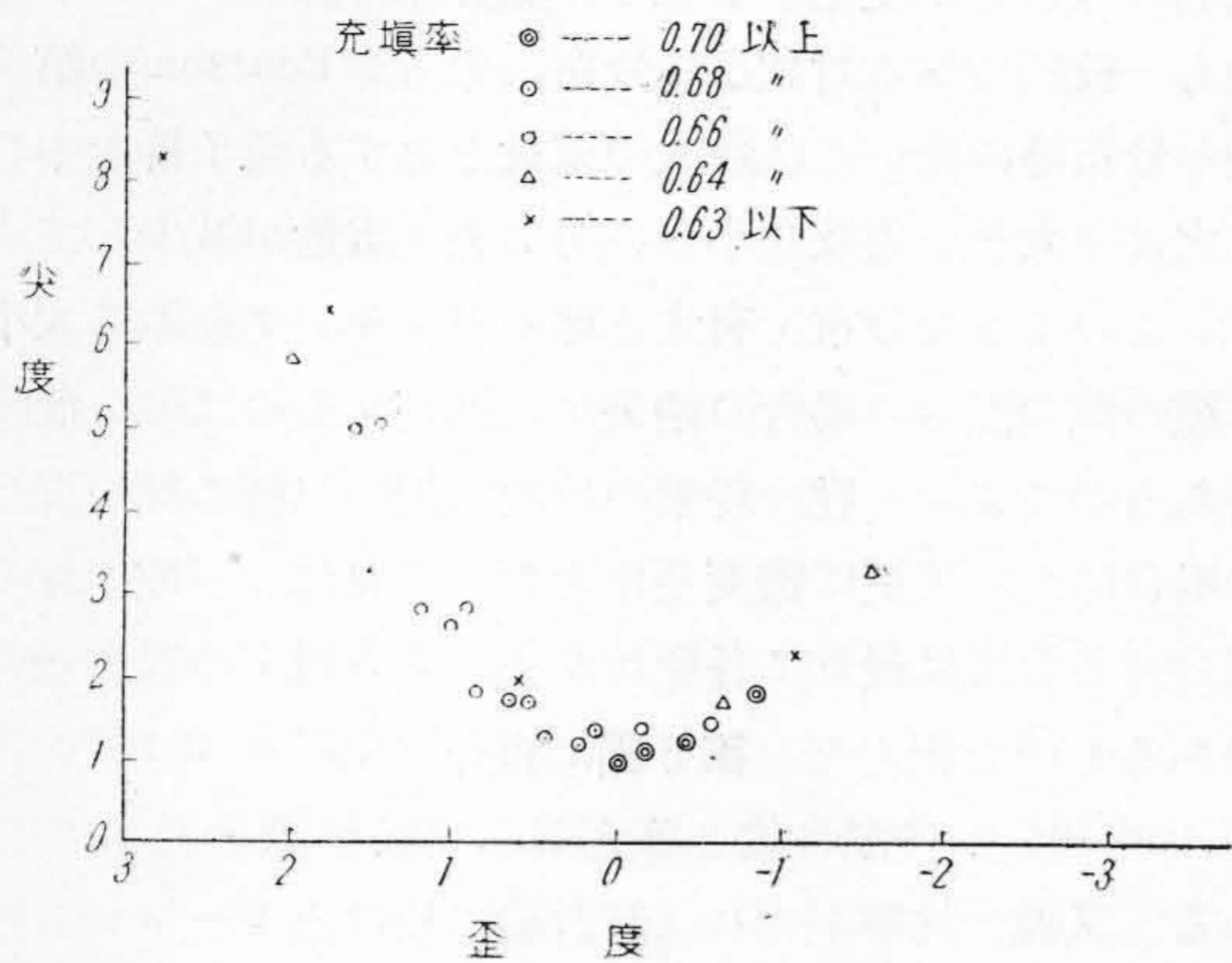


第9図 鋼球の混合体の粒度分布の歪度と充填率  
Fig. 9. Skewness of Size Distribution of the Steel Ball Mixture of Fig. 6 and the Packing



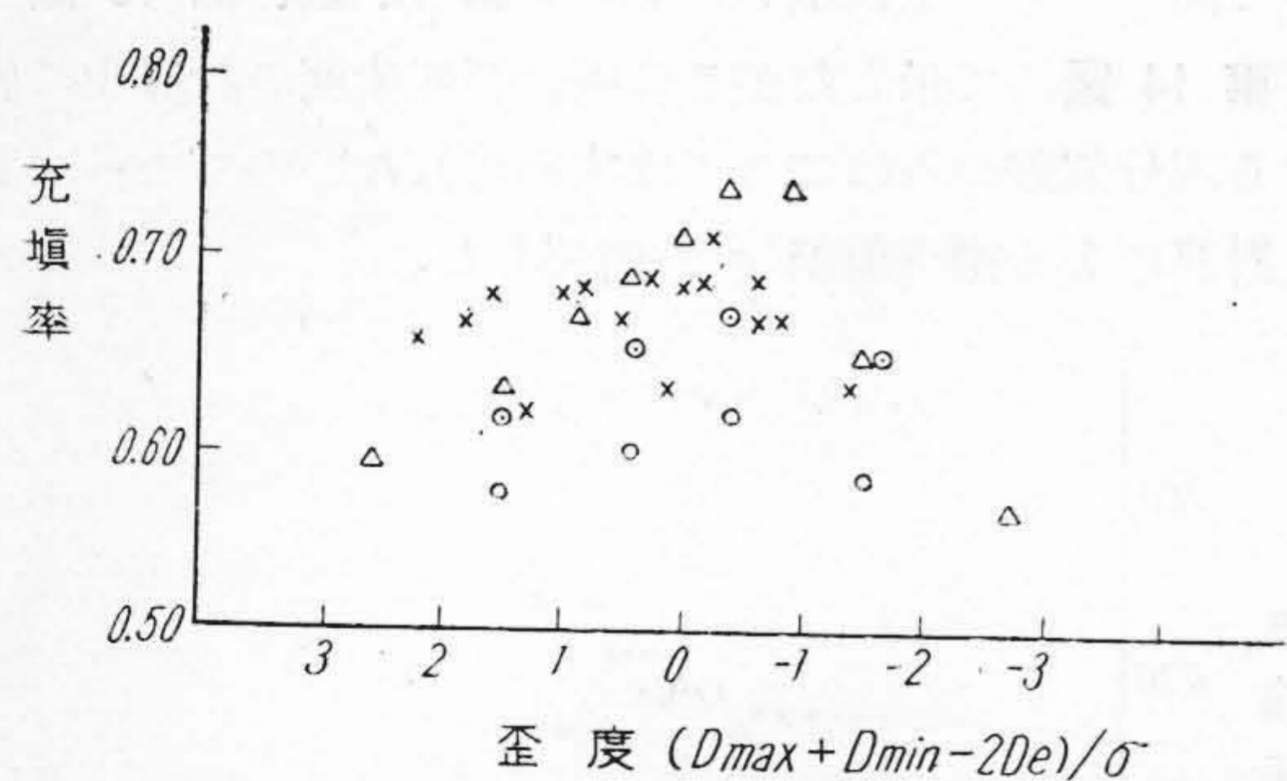
第10図 鋼球の混合体の粒度分布の尖度とパッキング  
Fig. 10. Kurtosis of Size Distribution of Steel Ball Mixture of Fig. 6 and the Packing





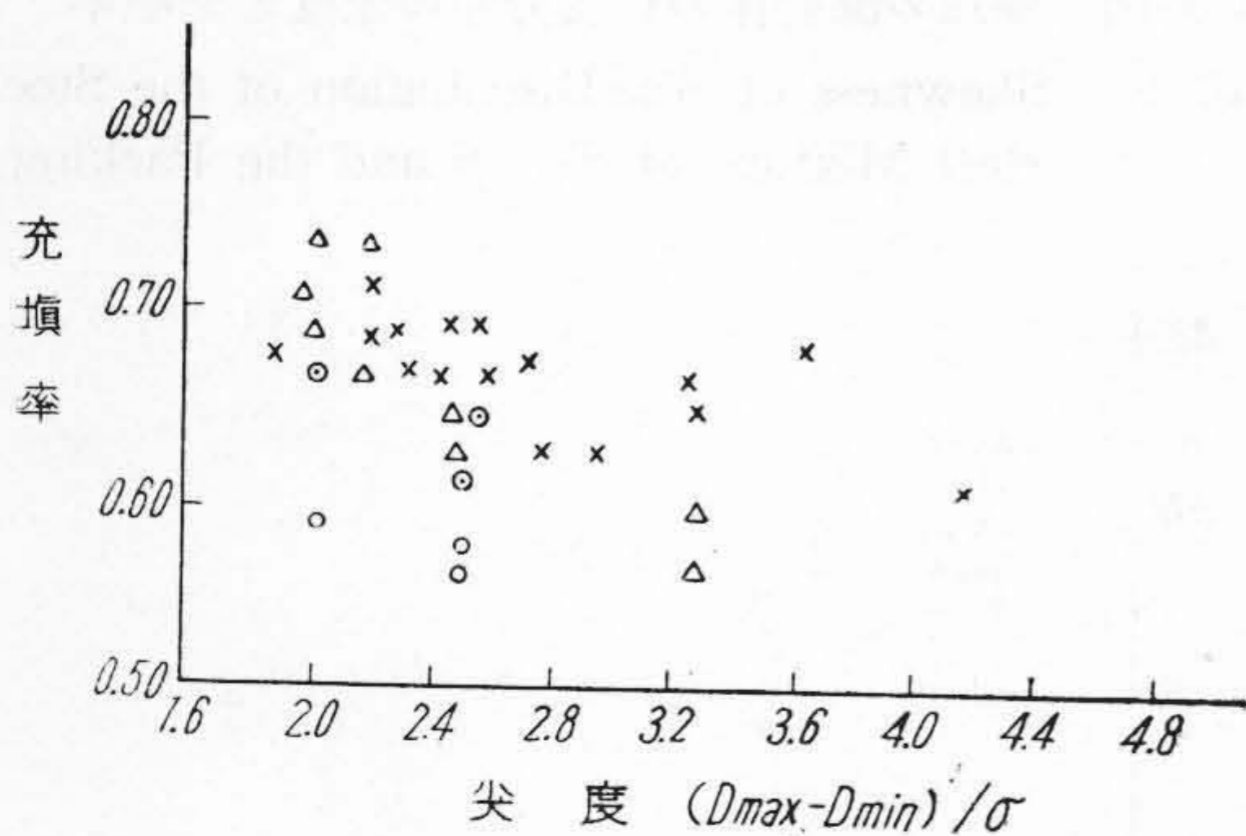
第 11 図 鋼球の混合体の粒度分布の歪度及び尖度と充填率

Fig. 11. Relation between the Skewness and Kurtosis of Size Distribution of Steel Ball Mixture and the Packing



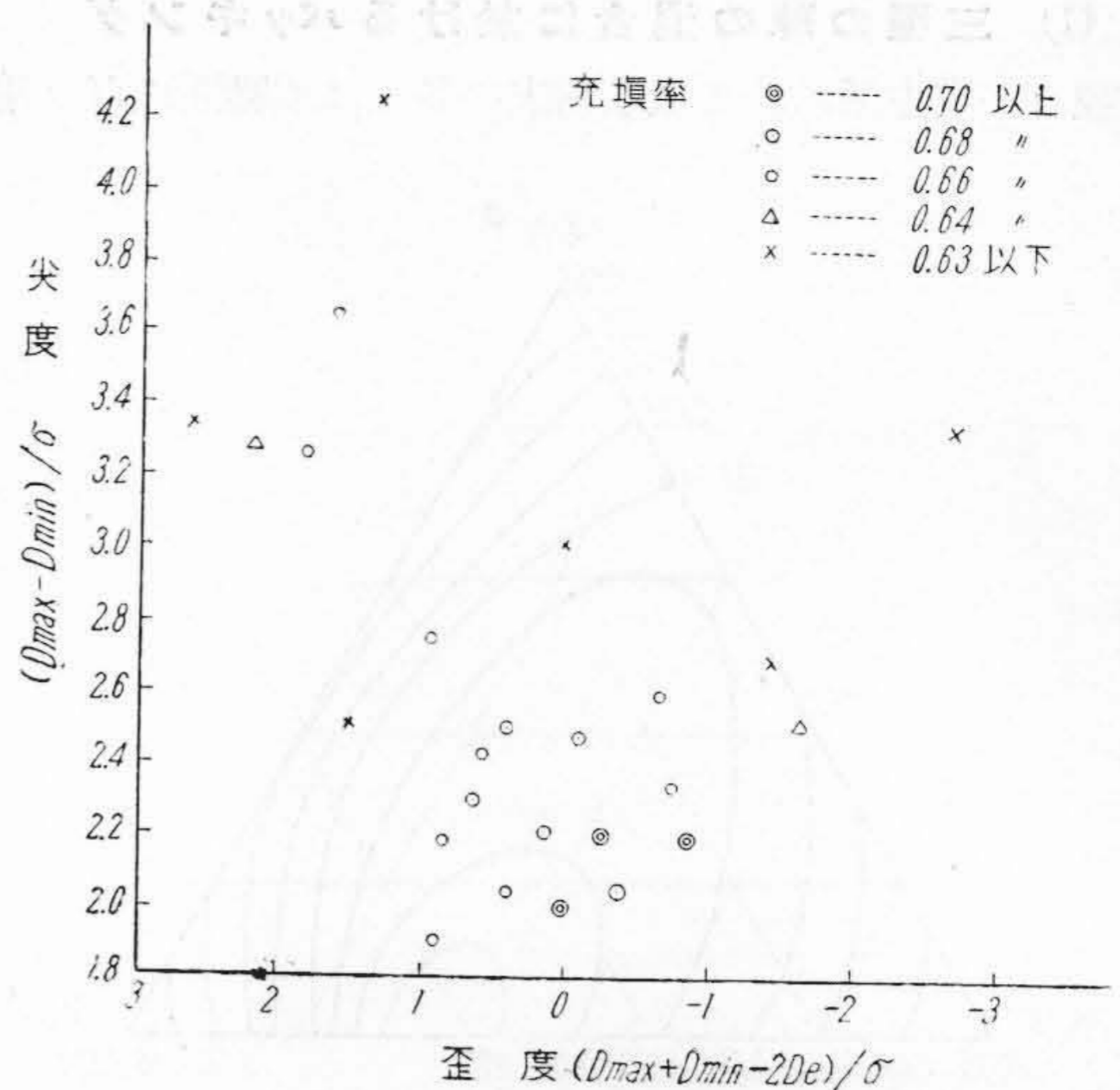
第 12 図 鋼球の混合体の粒度分布の歪度 (歪度は筆者の定義による) と充填率

Fig. 12. Skewness of Size Distribution of Steel Ball Mixture of Fig. 6. Calculated by the Writer's Definition and the Packing



第 13 図 鋼球の混合体の粒度分布の尖度 (筆者の定義による) と充填率

Fig. 13. Kurtosis of Size Distribution of the Steel Ball Mixture, Calculated by the Writer's Definition and the Packing



第 14 図 鋼球の混合体の粒度分布の歪度及び尖度と充填率の関係(歪度及尖度は筆者の定義による)

Fig. 14. Relation between Skewness and Kurtosis of Size Distribution of Steel Ball Mixture of Fig. 6. and the Packing

以上の各図から略次の事柄が結論される。

1. 粒度分布形に於て歪度の絶対値が正の方向及び負の方向に共に大なるものは密度が小である。歪度が 0 から若干負の方向に偏つたところに密度の最大があり、之から離れるに従つて密度が減少する傾向がある。大球 70% 小球 30% の場合の歪度は  $-0.87$  である。
2. 概して尖度の小なる程密度が大になる傾向にある。しかし同一尖度及び歪度に対する密度の範囲はかなり広く密度は尖度によつて一義的に決らない。
3. 之に反し歪度尖度及び密度の重相関はより一層明瞭である。歪度、尖度の座標に於ける位置で密度は略決定する。

以上は添加球が大球に対して径比  $0.528$  以下の場合であるが添加球の径比が  $0.528$  以上の場合、例えば  $8/16''\phi$   $6/18''\phi$  及び  $5/16''\phi$  の混合体に於いては混合比率を如何に変化せしめても密度の上昇は殆んど認められない。このことは前項の二種球の混合の結果からも推察されるところであるがこの様な場合には前述の粒度分布形の効果は少しも認められないことになる。この様な事実から粒度、分布曲線の尖度、歪度等の特性もパッキングの性質を一義的に決定するものではなくこれに粒子相互間の径比の如何を併せて考慮しなければならないことが教えられる訳である。

#### [IV] 異種球の粒度分布とパッキング

同大球の集合に於いてもその配列によつて密度が異なることは第 1 表に示した通りであるがこの場合は所謂一般



にいう粒度分布は存在しない。2種の球の混合に於いて初めて粒度分布の観念が生成する。粒度分布が同一でも大球の配列如何でパッキングは種々変化することは第2節(C)に於いて述べた。従つて粒度分布から直にパッキングが決る訳ではない。しかしながらよく振盪後の最終密度は毎回常に略一定であることは甚だ興味深い。同大球の場合に於いても現実の球の配列は4種の基本的配列(PyramidalとTetrahedralは実は同一である)の統計的混合と若干の橋渡しとを含むものと考えられるが第5表の結果ではパッキングはCubicalとSingle Staggerの中間に位置している。2種球の混合に於いては常に略大球70小球30の附近に密度最大となるがこの理由に関しては逐次挿入法及び同時挿入法の何れの理論からも説明され難い。ただ小球が小さい場合大球の配列の43%の空隙に小球が43%の空隙率を以つて充填した場合には大球対小球の比は略70:30になる。小球が漸次大きくなるときはかかる簡単な計算は出来ないが、一般の充填の場合には寧ろ挿入球によつて逆に大球の配列が変化してゆくことが考えられる。大球が規則的の配列をする場合逐次挿入法によつても径比0.1以上の小球を用いて最大密度を得たとき大球と添加球の重量比はCubicalでは66:34、Single Staggerでは75:25、Double Stagger 93:7及びTetrahedral 87:13となつている。

第3節(C)の三種の球の混合体の粒度分布形と密度との関係、特に歪度尖度、密度の重相関関係は粒度分布とパッキングの基本的関係を示すものと考えられたが、実は之に更に径比の要素を附加しないと完全にならない。この考え方に従うと粒度分布の表示には単にその形状のみならず粒子相互間の大きさの比率を示す表現を含めることが望ましいことになる。

[V] 粒度分布曲線の新表示法

前節の考察によつて粒子のパッキングを主体にした粒度分布表示法が要望されて来た。

従来の真数目盛で表わした座標系に於ける粒度分布曲線の形状は粒径の大小によつてかなり変つて来る。元来球のパッキングの特性は粒子間の径比によつて定まり粒径の大小には関係しないのが特質である。従つて従来の粒度分布表示法はパッキング表示の点から云うと適當であるとは云い難い。

今第5図に於いて球の混合体の密度の増減は径比の対数に対して直線的關係にあることに着目して新座標の横軸には対数目盛を採用する。従来の縦軸は質量を表わし分布曲線と横軸とに挟まれる面積はその粒径に対する質量的相對關係を示していると見られている。横軸のみ対数目盛に改めると分布曲線と横軸との間に挟まれた面積

は既に正しい質量關係を示さないから面積が正しい比例關係を表わすためには縦軸の数値に或る修正を加える必要がある。粒径 $x$ の粒子群の質量を $\Psi(x)$ とし新座標に於ける修正された縦軸方向の質量に関する値を $K(x)$ 、 $\Psi(x)$ とする。ここで $K(x)$ は修正函数である。全体の質量を $M$ とすると次の關係が成立する。

$$M = \int_{x_{\min}}^{x_{\max}} \Psi(x) dx$$

新座標について

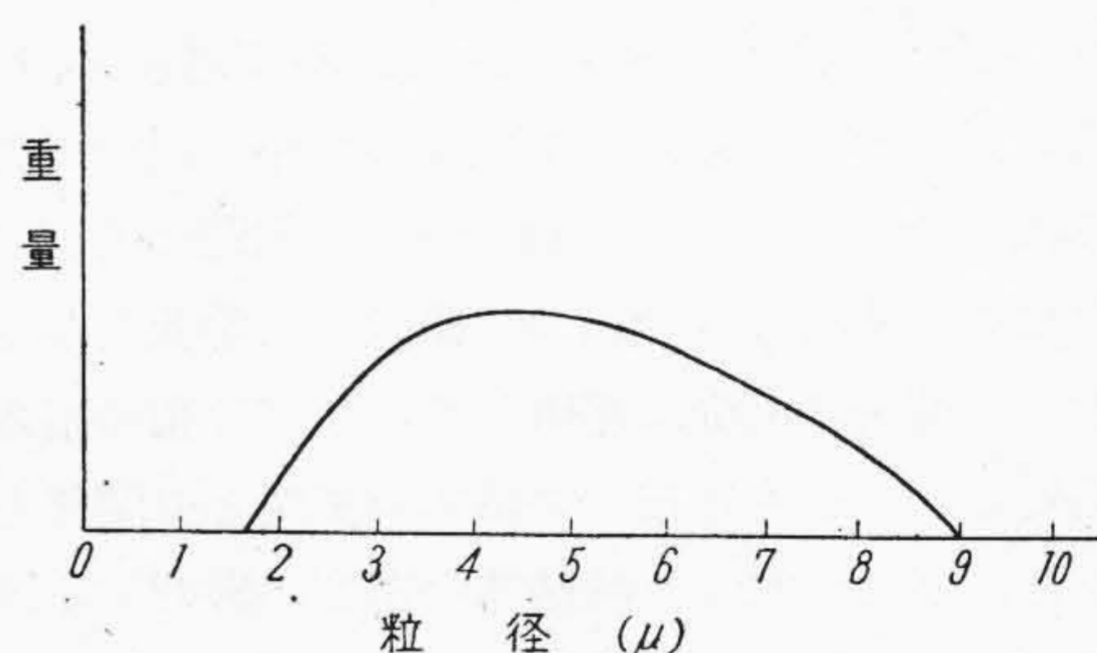
$$M = \int_{x_{\min}}^{x_{\max}} K(x) \Psi(x) d(\log x)$$

$$= \int_{x_{\min}}^{x_{\max}} \frac{K(x)}{x} \Psi(x) dx$$

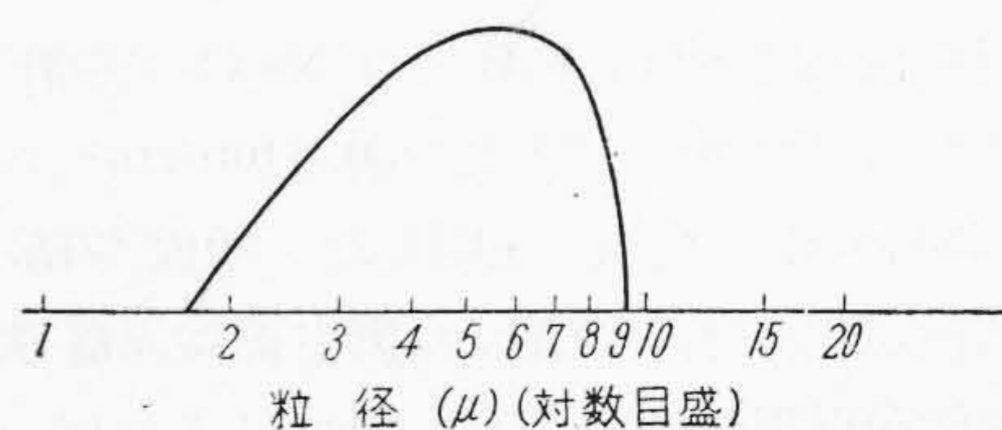
両式が等しい為には

$$\frac{K(x)}{x} = 1 \quad \therefore K(x) = x$$

即ち新座標に於て横座標は粒径 $x$ の対数を取り縦座標にはその粒径の粒子群の質量 $\Psi(x)$ と粒径 $x$ との相乗積をとると今度は分布曲線と横軸との間の面積が正しい質量關係を表わすことになる。この様な新分布図形に於いてはパッキングの状態は粒径の大小に無關係に示されることになる。尙横座標には粒径又は径比のいずれを用いても差支えないが粒径 $x$ と粒径 $0.528x$ の間の粒子は大体に於いてパッキングを向上しないことになる。尙一般の粒度測定法によると先ず粒子径一質量曲線が得られ之から縦座標の修正が行われるが筆者の光電的粒度測定法<sup>(6)</sup>

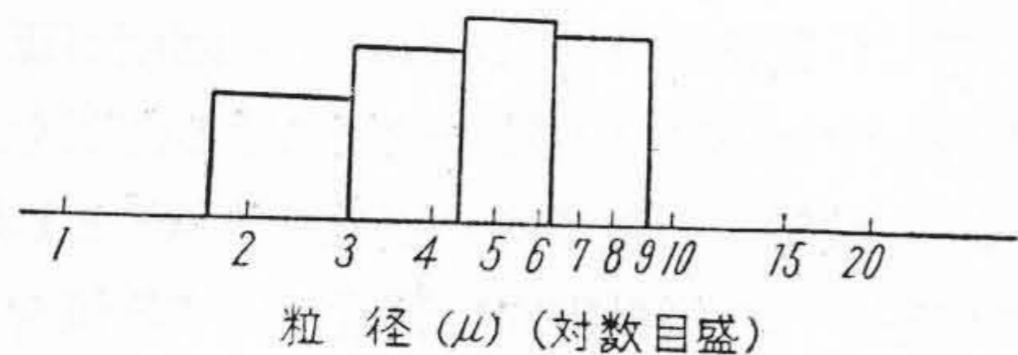


第15図 重量分布曲線  
Fig. 15. Weight Distribution Curve



第16図 新座標による分布曲線  
Fig. 16. Distribution Curve Represented by the Writer's New Coordinate





第 17 図 新座標による四分分割柱状分布

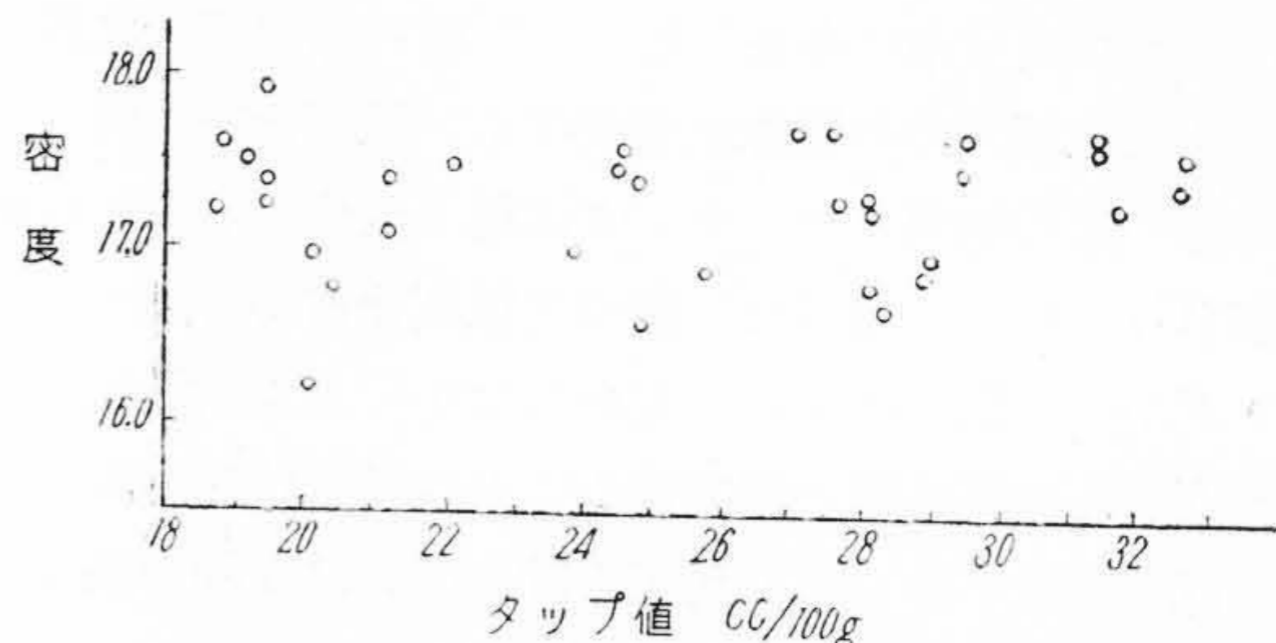
Fig. 17. Histogram of Four Division by the Writer's Definition

に於いては解析によつて最初に粒径—(粒径×質量)曲線が得られるから直に之を利用することが出来る。又筆者の仮想的の I 分布の四分分割法に対しては更に簡単に適用出来てパッキングの概略を推察することが出来る。第 15 図、第 16 図及び第 17 図は新旧座標系の関係を示したものである。

### [VI] タングステン粉末の粒度分布と焼結体の密度

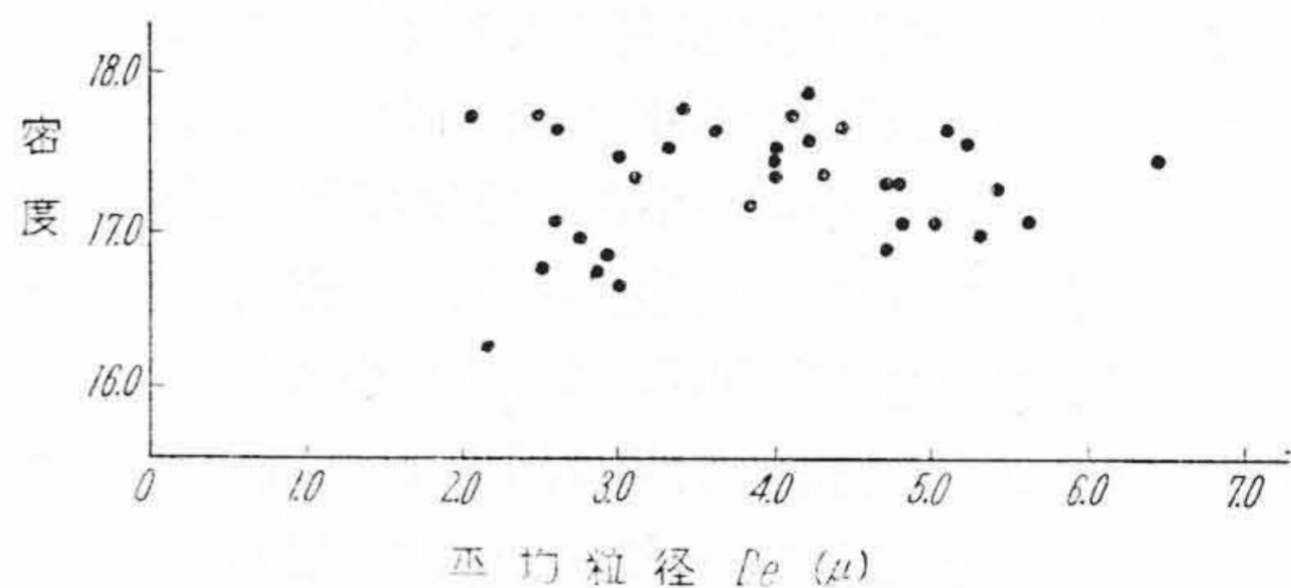
既に第 2 報に於て自然に還元したタングステン粉末の粒度分布は一定の法則に従う分布形を有することを述べた。しかし工業上に於て取扱う粉末は用途に応じて故意に分布形を変化せしめて実用する場合が多い。タングステン粉末の粒度分布が粉末の圧縮性、焼結体の種々の物理的及び化学的性質ひいては加工後の製品品質に迄著しい影響を与えることは明白な事実である。従つて粒度の問題は従来多数の人々の重大な関心の対照となつて主として実験的及び経験的研究が行われて来た。単に粒度分布と焼結体の密度の関連についても唯僅か Kieffer and Hotop 両氏<sup>(7)</sup>の模型的説明が示されるに過ぎず、粒度分布を扱う人々の大部分は平均粒径の大小を以つて処理している状況である。かくの如く粒度の問題は内容の複雑性と取扱いの難渋の為今以つて組織的な解釈が与えられていない。筆者は前節に迄得られた粒度分布の基本的性質を基礎として粒度分布と焼結体の密度との関係を検討することにした。元より焼結体の密度に影響する因子は前記粒度の外に幾つか存在している。例えば粉末の純度、ドーパ量及び種類、焼結方式、圧縮圧力、インゴット寸法等が之である。従つて実験中之等の諸条件は出来るだけ一定に保つ様に努めた。

素材の粉末は  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{K}_2\text{C}$  及び  $\text{Na}_2\text{C}$  で総計 0.9% ドープしたものをを用い 220 瓦を  $0.8 \text{ ton/cm}^2$  の圧力で  $9 \times 9 \times 280 \text{ mm}^3$  の角棒に圧縮した。予備焼結は  $1100^\circ\text{C}$  20 分間水素中で行い焼結は水素中直接通電法により停留点を熔融電流の 80% 及び 90% とした同一スケジュールによつた。この操作によつて焼結体は 14~20% 収縮し密度は焼結前の 10 前後から 16~18 程度に上昇した。



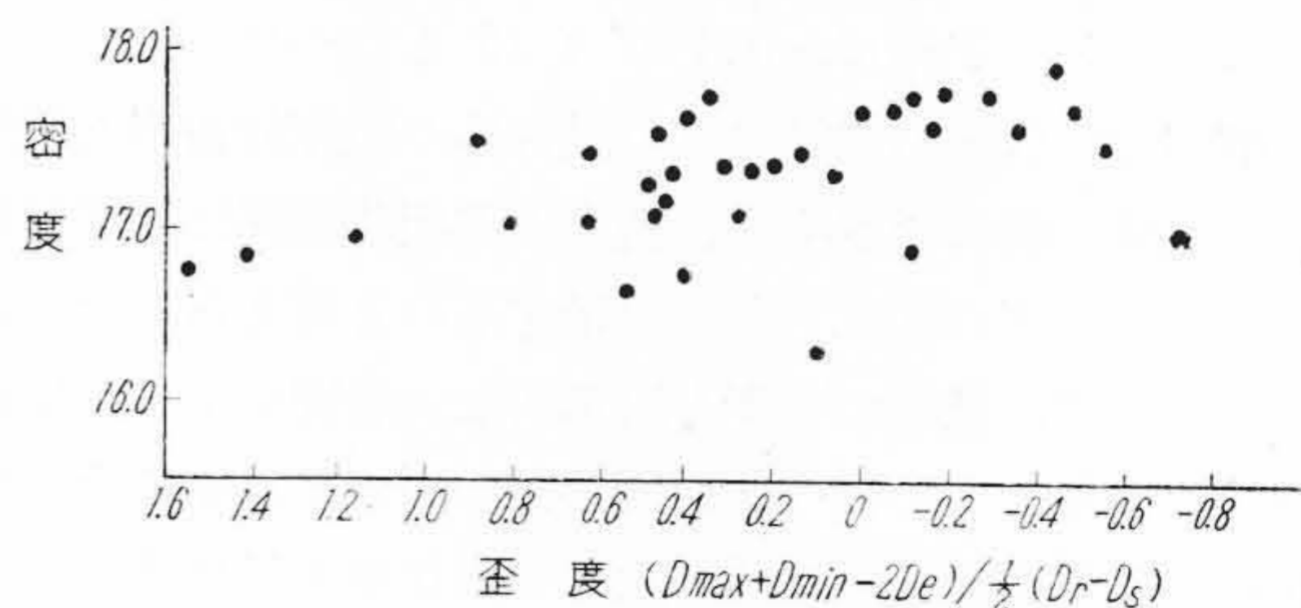
第 18 図 タングステン粉末のタップ値が焼結体の密度に及ぼす影響

Fig. 18. Effect of Tap Value of Tungsten Powder on the Density of Sintered Ingot



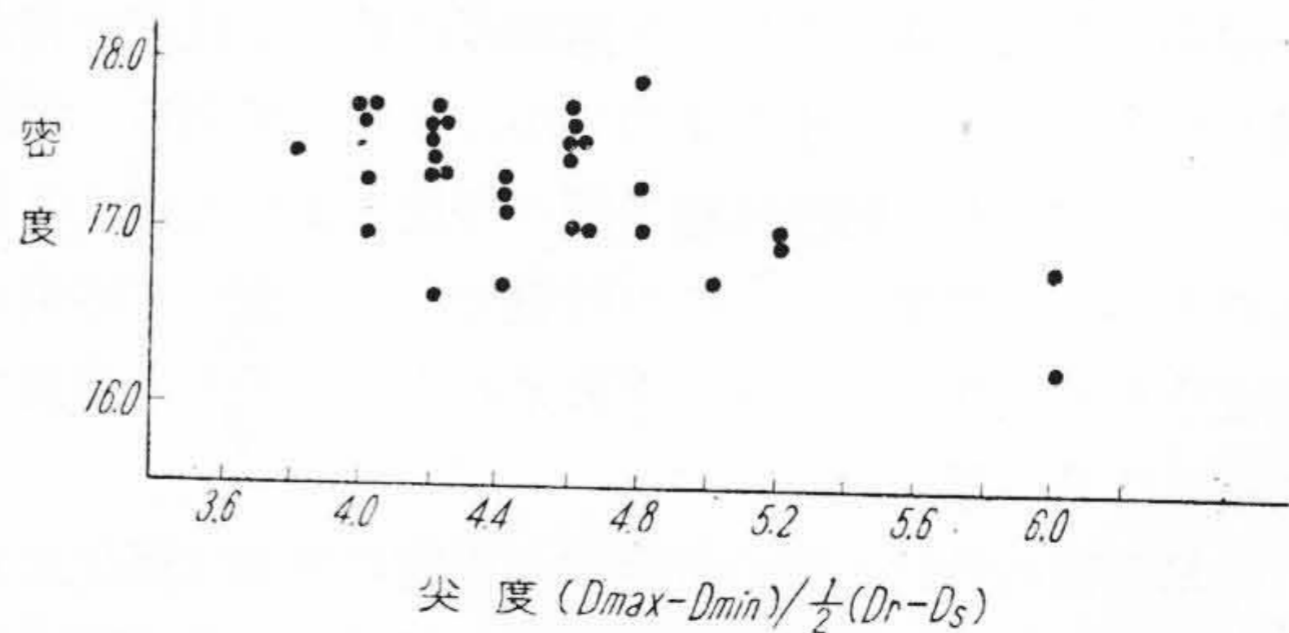
第 19 図 タングステン粉末の平均粒径が焼結体の密度に及ぼす影響

Fig. 19. Effect of Mean Diameter of Tungsten Powder on the Density of Sintered Ingot



第 20 図 タングステン粉末の粒度分布の歪度が焼結体の密度に及ぼす影響

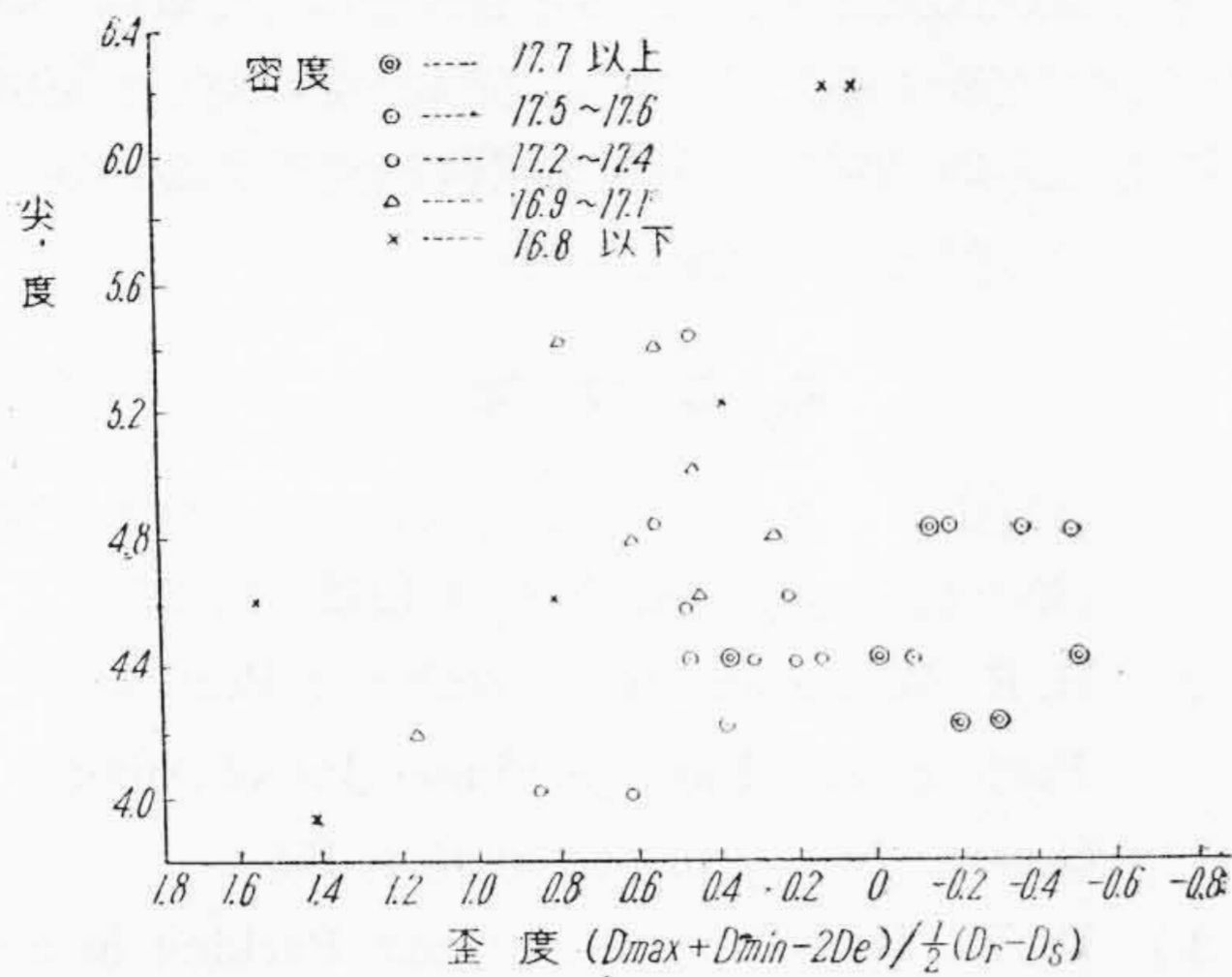
Fig. 20. Effect of Skewness of Size Distribution of Tungsten Powder on the Density of Sintered Ingot



第 21 図 タングステン粉末の粒度分布の尖度の焼結体の密度に及ぼす影響

Fig. 21. Effect of Kurtosis of Size Distribution of Tungsten Powder on the Density of Sintered Ingot





第 22 図 タングステン粉末の粒度分布の歪度及び尖度の焼結体の密度に及ぼす影響

Fig. 22. Effect of Skewness and Kurtosis of Size Distribution of Tungsten Powder on the Density of Sintered Ingot

焼結体の密度は空气中及び水銀中で秤量し、計算によつて求めた。

粉末の粒度分布は第 1 報に於て詳述した光電的粒度測定器を用い乳鉢でよく摺潰して分離させた基本粒子について測定した。第 18 図は従来粒度測定に用いられるタップ値と焼結体の密度との関係を示し第 19 図は平均粒径と密度、第 20 図は歪度と密度、第 21 図は尖度と密度、第 22 図は歪度、尖度及び密度との重相関を表わした。又第 23 図は前節で提案した粒度分布の新表示法で表わした分布形と密度の関係の一例である。

以上の各種の図形からタングステン粉末の粒度分布と焼結体との関係に次の事柄が結論される。

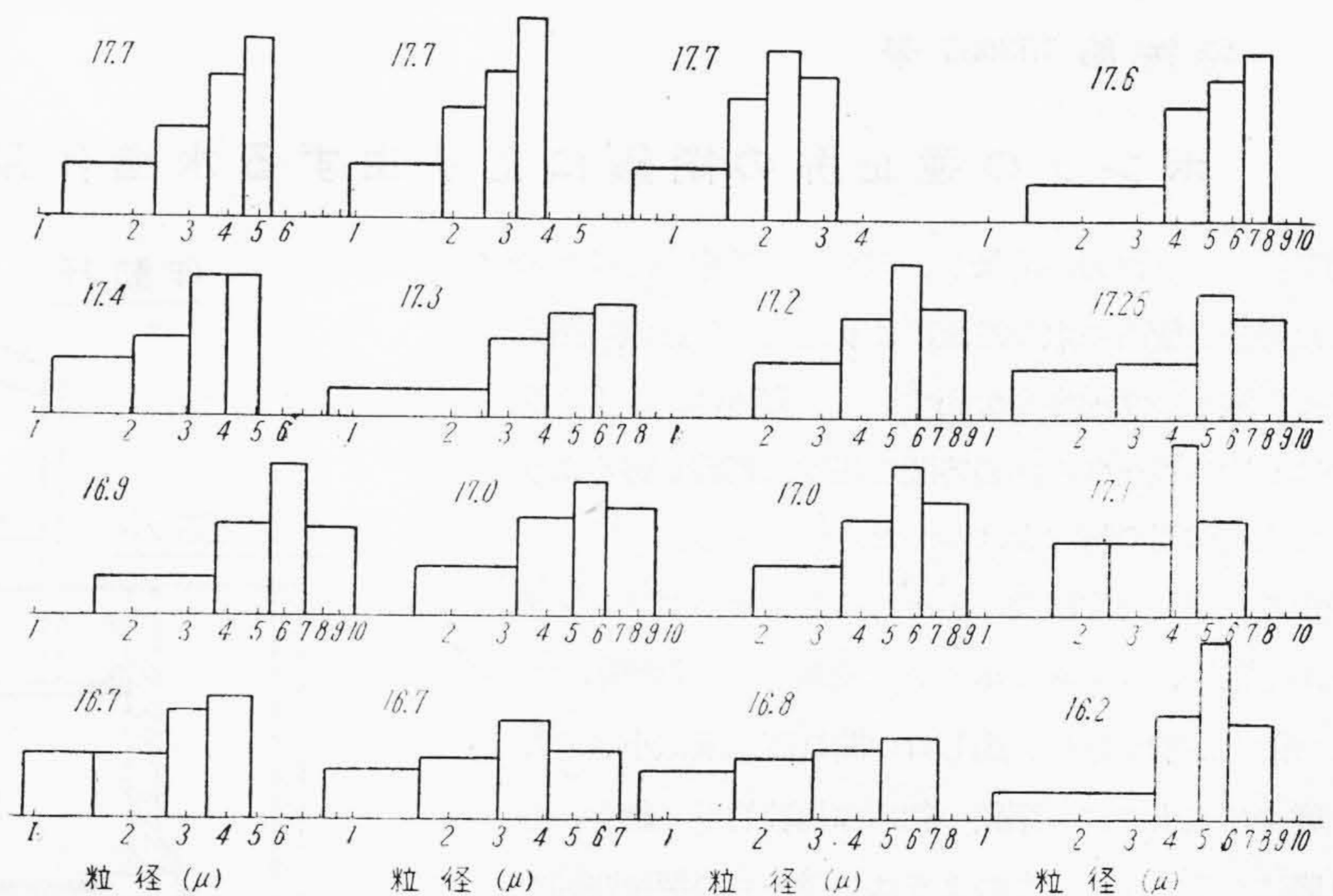
1. 粉末のタップ値と焼結体の密度との間には判然とした関係が見られない。
2. 平均粒径と密度の間にも相関が認められない。
3. 粒度分布の歪度と焼結体の密度との間には比較的明らかな相関がある。歪度の負の方に密度の最大があり歪度増加と共に密度が減少する。
4. 尖度と密度の間には微弱的な相関が見られる。概して尖度が小さい程密度が大き

くなる傾向がある。

5. 歪度尖度及び密度の重相関は最もはつきりしている。密度の高いもの歪度尖度の領域は略定つている。この実験では歪度負尖度小の部分に最高の密度がある。
  6. 粒度分布形と密度の関係は新座標による粒度の表示によつて一層明瞭である。
- 上記の関係を仔細に検討するとこれらは第 3 節 (C) に於て得た三種の鋼球の粒度分布と混合体の密度との関係とその傾向に於て極めてよく一致することが知れる。粉末の圧縮体から焼結体に移る際の焼結機構が粒子のパッキングの状況によつてどの様に影響されるかということは次の問題であろうがとにかく粉末の粒度分布の差違によつて従来その原因が明らかでなかつた焼結体の密度の変動が説明され得る見通しを得たことは甚だ興味がある事柄であろう。

[VII] 結 言

粉末の基本的性質の一つである粒度分布とパッキングの問題は従来の粉末冶金に於いて取扱われることが稀であつたが本研究によつて略明らかになつた。粒子の理想的な最稠密配列は現実には却々行われ難いことを知つたがよく混合振盪後のタップ密度は統計的平均として常に略一定値に止つている。従つて粒子の粒度分布とパッキングの関係は大体の傾向を察知することが出来、分布の特性と密度に関する幾つかの原則を見出すことが



第 23 図 新座標系にて表わしたタングステン粉末の粒度分布と焼結体の密度  
Fig. 23. The Size Distribution of Tungsten Powder Represented by the Writer's New Coordinate System and the Density of Sintered Ingot



出来た。パッキングを表示するに都合のよい新座標系の提案もこれらの原則に基いて導かれたものである。

既に言及した如く粉末のパッキングに関する問題は極めて多方面に亘り、作業の難易、製品の良否に影響するところも多大である。本報に於いては単に焼結後の密度との関係について論じたのみであるが、ここに於いても従来未解決に残されていた現象を分布形の観点から説明を与えることが出来た。又本研究の大部は主としてタンゲステン粉末を対照として論じているが、その論旨は他の一般粉末に対しても共通するところが多いと思われる。要するに粉末の粒度分布を考慮することによつて粉末冶金の諸現象は一層精緻な解析が可能になることを示し、作業上に於いては品質の管理が更に容易となる筈である。

本研究は前後三報に亘つたが先ず粒度測定法の開発に始まりタンゲステン粉末の一般的性質と生長現象そして粒度分布とパッキングの関係に迄至つた。元より分布の問題に関してもその一部を述べたに止まり、尙々新しく開拓してゆくべき領域を多分に残している。又今回は学術的に興味のある粒子の生長機構や焼結機構の説明も割愛した。何れ他に発表の機会があると思う。

終りに臨み本研究を行うに当り終始懇切な御指導を賜

つた村上武次郎先生並びに宮城精吉博士に対し重ねて深甚なる謝意を表する次第である。尙本研究に対して昭和 25 年度及び 26 年度文部省科学試験 研究補助金が与えられている。附記して謝辞としたい。

#### 参 考 文 献

- (1) 伊地山：タンゲステン粉末の粒度分布の研究 (第 2 報) 日評、34, No. 4 1952 (昭 27)
- (2) H. E. White and S. F. Walton: Particle Packing and Particle Shape Jnl of Amer. Ceram. Soc. Vol. 20 1937 p. 155
- (3) D. R. Hudson: Density and Packing in an Aggregate of Mixed Spheres Jnl of Appl. Phys. Vol. 20 Feb. 1949 p. 154
- (4) A. E. K. Westman and H. R. Hugill: Packing of Particles Jnl. Amer. Ceram. Soc. Vol. 13 [10] 1930 p. 169
- (5) 伊地山：(1) に同じ
- (6) 伊地山：タンゲステン粉末の粒度分布の研究 (第 1 報) 日評、33, No. 7 1951 (昭 26—8)
- (7) R. Kieffer and W. Hotop: Goetzl, Treatise on Powder Metallurgy Vol. 1 p. 538.

## 特 許 紹 介

特 許 第 193057 号

堀 田 正 雄

### ポンプの逆止弁の閉鎖により生ずる水槌作用の軽減装置

停電等により動力が消失し、ポンプの揚水が急にとめられた時吐出管内の水の逆流により逆止弁が急激に閉鎖されると激しい水槌作用を起す。この発明は、こういう場合における逆止弁の閉鎖時間を任意に調整し得るようにして水槌作用の軽減をはかつたものである。

逆止弁が閉鎖方向に動くときそれにともないダツシュポットが作動し、ダツシュポットに関連せる連動機構をかいて針弁が動かされ、逃し口の開口度が漸次小さくなる。従つて逆止弁は、閉鎖の初めは比較的早く動き、しまり際はおそくなる。このように、逆止弁の閉鎖時間を調節することにより、逆止弁及び吐出管に生ずる圧力上昇を軽減し水槌作用を緩和することができる。

(富 田)

