

機関番号：13601

研究種目：若手研究（A）

研究期間：2008年度～2010年度

課題番号：20686009

研究課題名（和文）

高融点金属粉末の常温固化成形法の開発と強度向上に関する研究

研究課題名（英文）

Development of solidification forming refractory metal powders at room temperature

研究代表者

中山 昇 (NAKAYAMA NOBORU)

信州大学・工学部・准教授

研究者番号：80336445

研究成果の概要（和文）：

金属が再結晶せず、圧縮負荷とせん断荷重と塑性流動により強固な酸化膜を破壊して、金属粉末を固化成形できる新しい成形プロセス「常温圧縮回転せん断法（CROSM-RT）」を開発した。この成形プロセスを開発することで、高融点材料である Ti 粉末等を室温で成形が可能であり、粉末冶金を利用した成形加工なのでニアネットシェイプ化できる。本成形プロセスは材料の強度向上とニアネットシェイプを同時に行う成形プロセスであると考えられる。

研究成果の概要（英文）：

A new concept for preparing composite materials using a Compression Rotation Shearing Method under Room Temperature (CROSM-RT), with a Compression Rotation Shearing System under Room Temperature (CROSS-RT), has been developed. This method can be used for shaping metal powders, wherein the metal powders are solidified by occurring enforcement plastic flow, without the need for external heating. This method allows for easy solidification of high melting point materials. In this study, the possibility of compacted powder of pure titanium powder by using metal tool with CROSM-RT.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	9,900,000	2,970,000	12,870,000
2009年度	5,900,000	1,770,000	7,670,000
2010年度	3,800,000	1,140,000	4,940,000
総計	19,600,000	5,880,000	25,480,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：材料設計、粉末冶金、金属粉末、Ti、強ひずみ加工

## 1. 研究開始当初の背景

## (1) 金属の強度向上と結晶粒微細化

金属は産業の基盤となる材料であり、産業技術の発展に伴い金属材料に要求される機械的特性並びに機能的特性は年々高くなってきている。従来は、熱処理、合金元素添加等の技術によって金属の材料特性を向上させてきたが、これらの技術のみによる特性向上だけでは、現在の先進工業材料の要求に十分に答えることが困難になっている。

Hall-Petch の経験則で知られるように、材料の強度と結晶粒径とは関係がある。従って、微細粒化は材料強度を向上させるために有効な手段である。

## (2) 強ひずみ加工：バルク材

これまでは元々結晶粒径の大きなバルク材を対象とした強ひずみ加工を行い、結晶粒径を微細化させて強度向上させる研究・開発が行われてきた。強ひずみ加工の代表例とし

て ARB 法と ECAP 法について特徴と欠点を次に示す。

「特徴」

対象材料：バルク材 (Al 材)

ARB 法： 加工温度 500℃、7 サイクルで結晶粒超微細化

ECAP 法： 繰返し加工により強度が 2~3 倍向上、8 サイクルで結晶粒径 1μm の純 Al を得る

「欠点」

- ・ 複数回の工程であるので成形が複雑である
- ・ 成形時に加熱するため温度コントロールが必要

### (3) 強ひずみ加工：粉末材料

アトマイズ法で作製された粉末は微細な結晶粒を有していることから、粉末冶金法を利用した強ひずみ加工を室温で行うことができ、微細結晶化された材料を容易に製造することができるのではないと思われる。申請者は、新しい成形方法「常温圧縮せん断法」を研究・開発した。本成形方法は、金属粉末を金属板の間に充填し、圧縮荷重を負荷したまま、せん断荷重を負荷させることで、圧縮とせん断の荷重を同時に負荷させることができる。

「特徴」

対象材料：金属粉末 (純 Al 材)

- ・ 室温で成形 (焼結は行わない)
- ・ ナノオーダー (100nm) の微細結晶粒 (ECAP 法の 1/10 の結晶粒径)
- ・ 2 倍の引張強度 (5000 系のアルミニウム合金と同等の強度)
- ・ 1 サイクルの成形工程

「欠点」

- ・ 薄板 (厚さ約 0.2mm) の試料しか成形できない

構造部材を開発するためには、3 次元的な形状を作製する必要がある。しかし、薄板のみ成形可能な常温圧縮せん断法では、立体的な部品を成形することは困難である。また、ARB 法や ECAP 法も素材の強度向上を目的としており、最終形状のことを考慮した成形方法ではない。

### (4) Ti 材料を対象としたニアネットシェイプの現状

ニアネットシェイプの代表例として金属粉末射出成形法 (MIM)、レーザを用いた粉末積層法、熱間鍛造法がある。それぞれの特徴を次に示す。

MIM： Ti を対象とした焼結温度は 1473~1573K と高温である。粗大な針状組織が形成され強度が低下する。相対密度は低い (バインダを使用するため)。

レーザ粉末積層法：レーザを用いて金属粉末を積層造形する金属ラピッドプロトタイプング。(一層ずつの粉末シートをレーザで焼結する方法)。加工速度は遅い (生産性は悪い)。相対密度は低い。粗大な針状組織が形成され強度が低下。

熱間鍛造法：加工品の硬度は向上。微細な形状 (複雑形状) の製造には不向き。

### (5) これらの問題を解決すると考えられる新しい成形方法

新しい成形プロセス「常温圧縮回転せん断法」を考案した。この成形プロセスを開発することで、低温成形が可能であり、金属が再結晶せず、圧縮荷重とせん断荷重と塑性流動により強固な酸化膜を破壊して、金属粉末を固化成形できるのではないかと考えられる。また、粉末冶金を利用した成形加工なのでニアネットシェイプ化が望まれる。材料の強度向上とニアネットシェイプを同時に行う成形プロセスであると考えられる。

### 2. 研究の目的

本研究では、室温で金属粉末を固化成形する新しい成形方法「常温圧縮回転せん断法」を開発することを目的とする。

- ① 材料の強度向上 (強ひずみ加工) とニアネットシェイプが同時にできる新しい成形法の開発
- ② 室温で金属粉末が固化成形するメカニズムの解明
- ③ 純 Ti 粉末を室温で固化成形 (融点が高い難加工金属を対象)
- ④ 高強度材料の開発 (微細結晶粒化：ナノサイズ)
- ⑤ ニアネットシェイプ化 (精度寸法精度：±10μm)

### 3. 研究の方法

「Ti 粉末の室温固化成形技術の確立 (微細結晶粒化)」、「ニアネットシェイプ化に関する研究」に大別することができる。具体的な研究計画・方法は次の通りである。

I 「Ti 粉末の室温固化成形技術の確立および高強度材料の開発 (微細結晶粒化)」  
高融点材料である Ti 粉末を加熱せず室温の環境下で固化成形するシステムおよび装置を構築する。

I-① 成形プロセスにおける粉末の変形挙動解析

十分な強度を有する試料を作製するためには、固化成形プロセスにおける金属粉末 (Ti 粉末等) の動的な変形挙動解析 (FEM 解析：CATIA を使用) を行い、製造プロセスの最適化を図る必要がある。FEM 解析には、ツールの形状、金型形状、ツールの回転数などの諸

条件を入力し、その製造プロセスのシミュレーションを行う。

I-② 常温圧縮回転せん断法を用いた装置の開発

FEM 解析によって得られた製造プロセスの最適条件を十分発揮できる装置を開発する。モーター、金型、ツール、制御装置等を組み合わせることで装置を開発する。

□-□常温圧縮回転せん断法による成形

FEM 解析によって得られた製造プロセス最適化データによって製造された常温圧縮回転せん断装置を用いて、ツールの回転速度および荷重等の加工条件を変化させ試料を作製する。

I-④評価・解析

作製した試料の材料強度評価、組織評価を行う。材料強度評価には、ビッカース硬さ試験機（現有設備）を用いたビッカース硬さ試験、密度測定機を用いた相対密度測定を行う。組織評価には、光学顕微鏡（現有設備）、走査型電子顕微鏡（現有設備）、X線解析装置（現有設備）、デジタルマイクロスコープを用いた表面・内部組織・集合組織観察を行う。

II 「ニアネットシェイプ化に関する研究」  
ニアネットシェイプ化した加工方法を開発し、寸法精度 $\pm 10\mu\text{m}$ の構造部品を作製する。

II-① ニアネットシェイプ化における粉末の変形挙動の解析

ニアネットシェイプ化するためには、固化成形プロセスにおける金属粉末（Ti 粉末等）の動的な変形挙動解析（FEM 解析：CATIA を使用）を行い、製造プロセスの最適化を図る必要がある。FEM 解析には、ツールの形状、金型形状、ツールの回転数などの諸条件を入力し、その製造プロセスのシミュレーションを行う。

II-② ニアネットシェイプ用製造装置の開発

任意形状に成形するニアネットシェイプ化できる製造技術を開発する。

II-③ 常温圧縮回転せん断法による成形体の製造

FEM 解析によって得られた製造プロセス最適化データによって製造されたインプラント製造装置を用いて、ツールの回転速度および荷重等の加工条件を変化させ試料を作製する。

II-④ 寸法精度評価

成形したインプラントの寸法精度を評価する。寸法精度評価の測定には、デジタルマイクロスコープを用いた 3 次元形状測定・評価を行う。

II-⑤ 実機試験

実用化に向けて、構造部品のプロトタイプを作製しその評価を行う。

#### 4. 研究成果

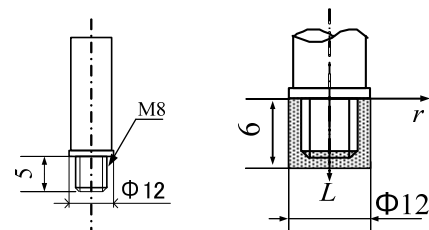
代表例として、ガスアトマイズ法により製造された球状の純度 99.7%、平均粒度  $25\mu\text{m}$  の Ti 粉末の結果を示す。

図 1(a)にツールを示す。ツールの材質は SKD7 である。ツールの先端のネジ形状によって成形性が異なるため、ネジ形状を  $M=M4\sim M11$  と変化させた。図 1(b)に成形後の試料の模式図を示す。点でハッチングされた箇所は Ti 粉末が固化成形した部分である。試料の大きさが  $\phi 12 \times 6\text{mm}$  の円筒形状になるよう固化する。また、機械的性質を測定する際に場所を整理しやすいように、座標軸をツール先端の根元を原点としツールの半径方向に  $r$ 、長手方向を  $L$  とした。また本研究では、ツールの大きさが異なるため実寸で表記すると比較できない。従って式(1)を用いて半径方向座標の相対位置  $r'$  を求め比較・検討した。

$$r' = \frac{(r - M/2)}{(6 - M/2)} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

本研究で開発した固化装置の概略図を図 2 に示す。コンテナに Ti 粉末を充填しツールを挿入する。その後、上から圧縮荷重  $P$  を負荷しながらツールを回転させ、Ti 粉末を攪拌し粉末を流動させることでせん断力を負荷した。アンダーパンチに貼り付けたひずみゲージより圧縮荷重  $P$  を測定した。圧縮荷重  $P$  を  $P=5\text{kN}$ 、回転数  $R$  を  $R=1800\text{r/min}$ 、成形時間  $t$  を  $t=20\text{s}$  と一定とした。本研究では常温、大気雰囲気中で固化成形を行なった。成形後の焼結は行っていない。コンテナに設けた穴に温度計を挿入し成形時の温度を測定した。温度計により測定した成形時の温度は  $345\sim 544\text{K}$  であり Ti の融点  $1932\text{K}$  に達していなかった。この温度はコンテナの温度であり、Ti 粉末自体の温度とは異なるので、局所的に考えると高温である可能性がある。

図 3 に本成形プロセスで成形した試料の外観写真を示す。コンテナの形状を転写しており、円筒形状になっていることがわかる。



(a) ツール (b) 試験後の試料

図 1 ツールと試料の概略図

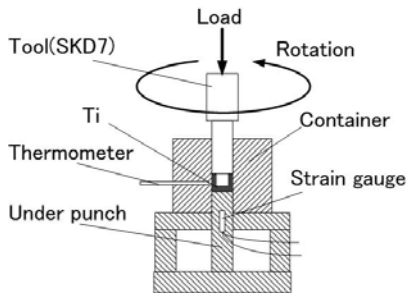


図2 圧縮回転せん断装置の概略図

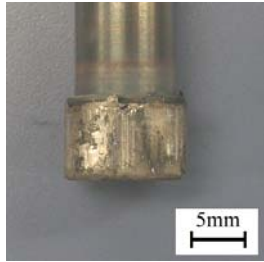
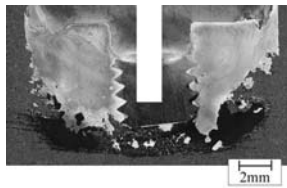
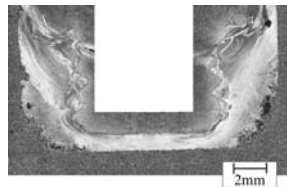


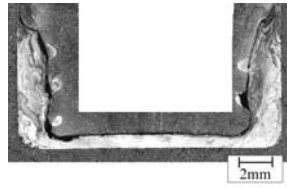
図3 作製した試料の外観写真 (M9)



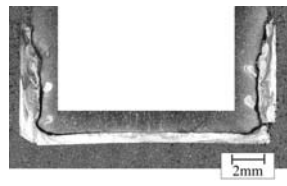
(a) M=M4



(b) M=M7



(c) M=M9



(d) M=M11

図4 腐食後の試料の長手方向断面写真 (R=1800rpm, t=20s, P=5kN)

作製した試料の組織を調べるため、試料の長手方向の断面を研磨し、フッ酸水溶液による腐食を行った。図4(a)~(d)にそれぞれ(a)M=M4、(b)M=M7、(c)M=M9、(d)M=M11のツールを用いて作製した試料の断面写真(腐食後)を示す。断面には材料が流動した模様が見られる。図5に腐食面の組織の模式図を示す。この模様は摩擦攪拌接合における攪拌部(SZ: Stir Zone)、加工熱影響部(TMAZ: Thermo-Mechanically Affected Zone)、熱影響部(HAZ: Heat Affected Zone)であると考えられる。

ツールのサイズによらず、ツール付近で腐食による変色が濃いSZがあり、SZの外側に腐食による変色が薄いTMAZ、さらに外側に腐食による変色が濃いHAZが存在する。ツールのサイズが大きくなるにしたがい、TMAZが試料の下部や外側に広がり、M=M11では端まで粉末が固化されている。またツールサイズが大きくなるにつれ、試料の下部にまでSZが存在する。これはツールと試料の端との距離が短くなるため、試料の下部にて攪拌の影響やツールの底面による圧縮ねじりの影響を受けたためであると考えられる。

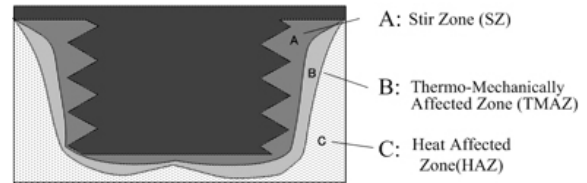
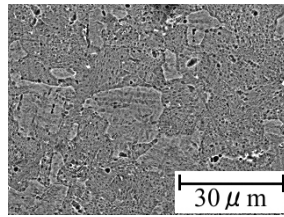


図5 組織の模式図

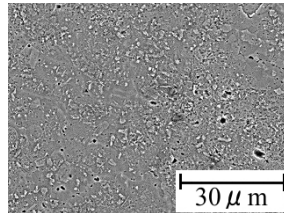
作製した試料の内部の微細組織を調べるために、腐食した試料の観察を行った。図6(a)~(d)にそれぞれ(a)M=M4、(b)M=M7、(c)M=M9、(d)M=M11で作製した試料のネジから外側までの半分の距離  $r'=50\%$ 、ツール根元からの距離  $L=3\text{mm}$  での走査型電子顕微鏡による微細組織写真を示す。

図6(a)よりM=M4では組織が不規則に配列している。また図6(b)よりM=M7でも同様である。図6(c)よりM=M9では組織内に等軸晶が見られた。図6(d)よりM=M11では針状の組織が見られた。

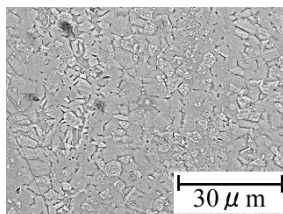
図4(a)~(d)より針状の組織が存在するのははSZ、等軸晶や不規則な組織が存在するのはTMAZであった。針状の組織は、温度が変体温度(1155K)まで達し、急冷した際に発生する。SZでは回転によって粉末が接触することで摩擦熱が発生し、局所的に温度が上昇したと考えられる。またTMAZで等軸晶や不規則な組織が存在したのは攪拌の影響や熱の影響が減少し、粉末内部の組織が変質していないことが考えられる。



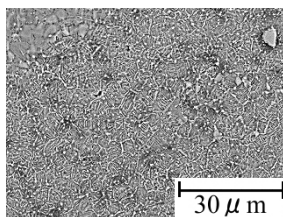
(a) M=M4



(b) M=M7



(c) M=M9



(d) M=M11

図6 腐食後の内部組織の SEM 観察 (R=1800rpm, t=20s, P=5kN, r'=50%, L=3mm)

図7 にツールのサイズ M=M4、M=M7、M=M9、M=M11 で作製した試料の r'=50%一定で L=0~6mm でのビッカース硬さ試験の結果を示す。図中の一点鎖線は本研究と同様の Ti 粉末で作製した SPS 試料(232HV)、破線は Ti を材料とした圧延材(173HV)のビッカース硬さである。

本研究の範囲内では M=M11、L=1mm でもっとも高い値である 437HV を得た。この値は Ti 圧延材の 2 倍近い値であった。針状の組織が観察された SZ では 400HV 程度の値であった。TMAZ では 200~400HV と SPS 試料と同程度からそれ以上の値であり SZ 付近であるほど硬さが向上している。HAZ では圧延材以下の硬さであった。SZ や、SZ 近くでの TMAZ で硬さが向上しているのは、針状の組織が存在し、針状の組織が他の組織に比べ硬いため

であると考えられる。また L=5mm での硬さは M=M11 が他のツールのサイズに比べ高い値であった。これは、ツールのサイズが大きいため攪拌の影響が試料下部でも強く、L=5mm で針状の組織が存在したためであると考えられる。M=M11、L=5mm で微細組織を観察したところ、針状の組織が存在した。

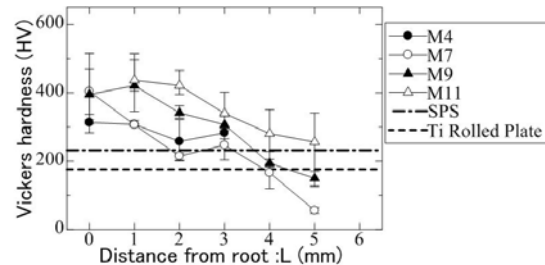


図7 ツールのサイズによるビッカース硬さの影響(R=1800rpm, t=20s, P=5kN)

研究の代表例として常温圧縮回転せん断法を用いた Ti 粉末の固化におけるツールのサイズの影響を調べた結果、以下のことがわかった。

1. ツールのサイズを大きくするにしたがい、試料の下部、外側での固化が進む。
2. SZ では針状の組織が存在し、TMAZ では等軸晶や不規則な組織が存在した。
3. 針状の組織での硬さの値が高かった。
4. ツールのサイズが大きい M=M11 は、SZ が試料下部まで存在し、試料下部でも硬さの値が高かった。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表] (計7件)

1. 花岡直紀, 土屋善裕, 中山昇, 加藤聡, 武石洋征, 三木寛之: 常温圧縮回転せん断法を用いたチタン粉末の固化成形に及ぼす回転数の影響, 日本非破壊検査協会, 第42回応力・ひずみ測定と強度評価シンポジウム講演論文集, pp. 85-88, (2011-1), 東京
2. S. Kato, N. Nakayama, H. Miki and H. Takeishi: Consolidation of Ti powder by a Compression Rotation Shearing Method under Room Temperature, Proceedings of The Tenth International Symposium on Advanced Fluid Information and Transdisciplinary Fluid Integration, pp. 116-117, (2010-11), sendai JAPAN.
3. 加藤聡, 中山昇, 武石洋征, 三木寛之: 圧縮回転せん断法を用いた医療用部材の開発への検討, 平成22年度日本非破壊検査協会秋季講演大会 講演概要集,

- pp. 79-80, (2010), 沖縄
4. 増田優二, 中山昇, 三木寛之, 武石洋征: 常温回転せん断法のツール形状が及ぼす Ti 粉末成形体の組織変化, 日本機械学会 北陸信越学生会 第 47 期総会・講演会講演論文集, pp.95-96, (2010-3), 新潟
  5. 加藤聡, 中山昇: 圧縮回転せん断法を用いたチタンコーティング法の開発, 日本機械学会 北陸信越学生会 第 39 回学生卒業研究発表会講演会講演論文集, pp.11-12, (2010-3), 新潟
  6. N. Nakayama, H. Miki and H. Takeishi: Fabrication of Composite Material by Compression Shearing Method under Room Temperature, Proceedings of The Ninth International Symposium on Advanced Fluid Information and Transdisciplinary Fluid Integration, pp. 86-87, (2009-11), sendai JAPAN.
  7. 増田優二, 中山昇, 三木寛之, 武石洋征: 常温圧縮回転せん断法による Ti 粉末の固化成形に及ぼす成形条件の影響, 日本塑性加工学会, 第 59 回塑性加工連合講演会講演論文集, pp.445-446, (2008-11), 広島

6. 研究組織

(1) 研究代表者

中山 昇 (NAKAYAMA NOBORU)

信州大学・工学部・准教授

研究者番号: 80336445

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし

(4) 研究協力者

なし