

令和 6 年 6 月 20 日現在

機関番号：31308

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2019～2023

課題番号：19K22042

研究課題名（和文）せん断塑性変形による三次元粉末造形技術の確立

研究課題名（英文）Establishment of the technique to consolidate powder into three-dimensional shape by the shearing plastic deformation

研究代表者

三木 寛之（Miki, Hiroyuki）

石巻専修大学・理工学部・教授

研究者番号：80325943

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 4,800,000円

研究成果の概要（和文）：従来の鍛造や鋳造といった材料の溶融を出発点とするバルク材作製手法とは異なる，常温から300℃程度の温間領域での粉末固化成形の技術について，成形材の厚み制御に関する手法を開発し，研究開始時の約5倍の板厚材の成形に成功した．本研究によって，圧縮力とせん断力の“同時作用”による準静的な粉末接合プロセスが，成型材の機械的強度を向上するとともに結晶配向性を付与する機序を示し，加熱あるいは通電することなく微粒子を立体的に固化する基礎技術を取得した．

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究によって，金属や金属を含む異種固体材料の混合粉に一軸圧縮を与え，その垂直方向にせん断力を与えるプロセスによって，粉体が融点以下の温度で固化する技術を高度化することに成功した．粉末からの材料成型手法の利点として，二次加工を必要としないニアネットシェイプ化による生産コストの抑制が知られているが，さらに焼結や溶融といった高温プロセスを必要としないバルク材の固化の可能性を示し，実用的なコスト低減を含む粉末冶金手法の新たな方向性を見出した．

研究成果の概要（英文）：A powder consolidation technique has been developed that differs from conventional bulk material manufacturing methods such as forging and casting, which start with melting the material. In this research, a method for controlling the thickness of the molded material was established using a powder consolidation process in the warm range from room temperature to around 300°C, and plate thicknesses about five times thicker than at the start of the research were successfully molded. This research demonstrated the mechanism by which a quasi-static powder bonding process using the "simultaneous action" of compressive and shear forces improves the mechanical strength of the molded material and preferred crystal orientation, and the basic technology was acquired to solidify fine particles three-dimensionally without heating or passing electricity.

研究分野：材料工学

キーワード：構造・機能材料 機械材料・材料力学 粉末プロセス 表面・界面物性 材料設計

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

## 様式 C - 19 , F - 19 - 1 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

研究代表者は2016-2019年度科研費基盤研究(B)[粒動接合プロセスによる集合構造制御複合材料の創製]において、材料の粒動接合プロセスを利用した金属粉末の合金化および複合材料化プロセスに関する課題に取り組み、金属粉末の強加工プロセスにおける原料金属種およびその組み合わせと成形条件が合金化・複合化に及ぼす影響を評価することによって、金属粉末の固化過程と成形体に形成される微細結晶粒組織との関係を明らかにしている。具体的には、純金属粉末あるいはそれらの混合粉末に固化成形に適した温度範囲で粒動接合プロセスを行い、成形体の結晶化あるいは合金化・複合化の程度を評価することによって、粒子間の接合に適した固化成形パラメータとプロセス温度の相関を見出し、研究で得られた現象論的パラメータをもとに粉末の動的固化モデルと制御された層状組織を有する複合材料作製の指針を示した。

この一連の先行研究によって粒動接合プロセスによる金属粉末成形の技術的な有効性は示されていたが、金属種の違いによって固化材の成形性が検証されていたため、プロセスによって接合する粒子の影響範囲に関する研究はほとんど行われていない状況であった。

一方で、3D積層造形と呼ばれる金属の三次元造形技術が高い造形自由度と簡便さから注目を集めていたが、この手法はレーザー等で金属粉末を融点以下の温度まで加熱し、界面に形成される液相で粉末の接合を行っているために、熱変性や酸化物の形成を避ける低温化の要望が非常に大きかった。また、粒動接合プロセスと同様に、せん断力による粉末の変形や粉末間の摩擦過程を利用し、積極的な加熱を行わない低温プロセスにより課題解決を試みたコールドスプレー法に代表される強ひずみ加工による新しい手法が提案され、融点以下温度領域で加工による粉末の造形を実現していた。しかし、粒子間の接合メカニズムは非常に複雑であり、単純な応力の作用だけで議論することは困難であることから、低温かつ単純なプロセスによる粉末の三次元造形技術の確立が必要な状況であった。

### 2. 研究の目的

主に金属粉末を原料とした固化成形技術において、それらの実用性を考えた場合、バルク材成形や立体形状への技術展開は必須であり、粒動接合プロセスによる粉末原料の三次元造形技術への適用を目的とした、「せん断塑性変形による三次元粉末造形技術の確立」を提案した。本研究は、金属粉あるいは金属と金属などの固体材料の混合粉に一軸圧縮を与え、その垂直方向にせん断力を与える圧縮せん断プロセスによって、粉末を融点よりも十分に低い温度で固化し、成型材に機械的強度の向上、結晶配向性の付与、摺動安定性の向上をもたらす強ひずみ粉末固化技術の高度化に関する研究である。ここでは、圧縮力とせん断力の“同時作用”により、加熱あるいは通電することなく微粒子が固化するプロセスについて、準静的な粉末接合現象の積層構造あるいはバルク材造形への適用性を検証し、せん断塑性変形による粉末の三次元造形に関する基礎技術の確立を目指した。

### 3. 研究の方法

本研究では、金属粉の圧縮せん断法による固化とその機械的・材料特性評価、結晶粒微細化の条件の定量評価し、接触面に形成される粒子接合層の固化過程を解明する。

圧縮せん断法による薄板の成型パラメータの確立及び微細構造分析：動的せん断プロセスによる固化成形体を作成し、単元素金属粉における成型パラメータを抽出する。また、成型された金属膜の機械的特性および微細構造分析を実施する。

摺動プロセスを用いた粉末固化および微細構造分析： の知見を反映した現象論パラメータをもとに一方向摺動負荷試験を行い、固化現象を定量的に評価する。

粒子間接合のモデルの構築：微細組織観察にもとづき、せん断力による粒子間接合と原子の拡散状態をモデル化する。難成形材では温度を付与(最高300程度)し、温度が成形材の結晶組織および材料特性に与える影響を評価し、熱が接合プロセスへ与える影響を明らかにする。

三次元造形プロセスの確立： の知見を反映した現象論パラメータをもとに、多層成形を行い、三次元造形プロセス確立する。

## 4. 研究成果

### 【温間圧縮せん断法を用いた Ti/Al 混合粉末の合金成形】

常温および温間の圧縮せん断法により Ti/Al 混合粉末を原料とした成形体を作製し、圧縮せん断法および成形後の熱処理による合金相の形成あるいは合金化の有無を検証するとともに圧縮せん断法が材料プロセスに与える影響について検討した。

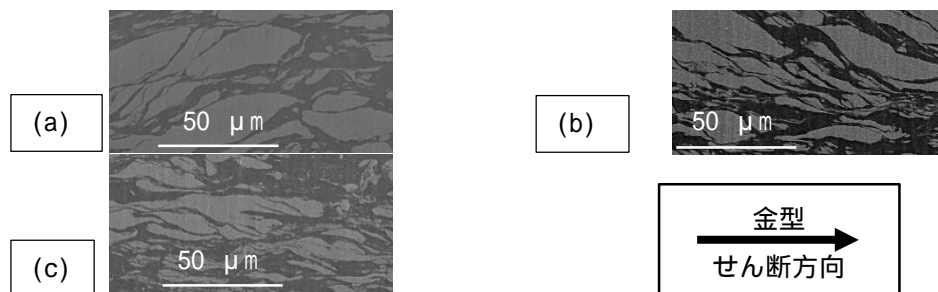


図1 Ti/Al 成形材の断面電子顕微鏡像 (a)RT 成形 (b)2 段階成形 (c)300 温間成形

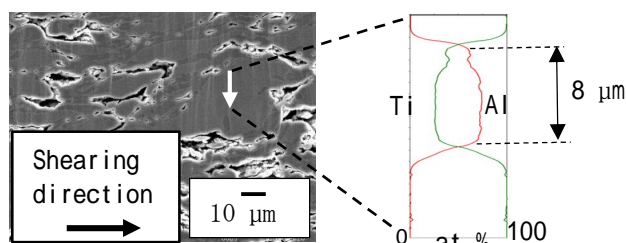


図2 断面電子顕微鏡像と元素割合((b)2 段階成形 600 , 1 h 熱処理材)

図1に常温・温間圧縮せん断法により成形した3種類の成形体の断面写真を示す。それぞれの成形体に対して成形性の評価や組織観察、合金化の可否の検証を行った結果、密度測定より相対密度の値にばらつきが見られたが、断面観察では空孔が確認されなかったことから緻密な成形体が得られていることが明らかになった。断面観察において、成形体にはAl中に扁平化したTi粒子が分散し、層状組織を形成している様子が観察された。硬さ試験において、いずれの成形体についても平均押し込み硬さは1500 MPa程度となり、純Tiと同等の値であることが明らかとなった。構造解析の結果から、純Alと純Tiに対応するピークのみが確認され、Ti/Alの合金相に対応するピークは見られなかった。

次に、原子拡散について検証するために成形材に熱処理を行った結果、600 熱処理体では  $Al_3Ti$  相が形成されていることが確認された。TiとAlの融点はそれぞれ1668と667であり、熱処理温度600はいずれの融点よりも低温であるが、保持温度がAlの融点近傍の温度域であったためTiとの合金化が促進されたことが推察された。この仮説に対し、図2に示す成形断面の元素分析を行った結果、以下の結論を得た。圧縮せん断法による強ひずみ加工により、Ti粒子が扁平化し、単に粉末を充填した状態に比べてTiとAlの新生面間の接触面積が著しく増加することで拡散経路が増加し、さらに層状組織を形成することによって拡散に要する相対的な距離が減少したことで、粒界の原子拡散が進行しやすくなったことが明らかになった。また、塑性加工によって結晶粒が微細化した材料では、転位や格子欠陥が内部に蓄積されており、原子拡散が十分に起こる温度では、回復・再結晶・粒成長とともに化合物相形成も促進されると考えられることから、前処理として圧縮せん断法による加工を施すことで、熱処理時における原子拡散を促進し、化合物相形成に要する時間を短縮あるいは簡略化できることを示すことが出来た。

### 【純アルミニウム圧粉体の室温押し出し成形】

先行研究によれば、従来の粉末を平板で挟み込む単純な成形工程では成形体の形状は薄板に限定され、さらに成形材の板厚も300  $\mu m$ 程度が上限であることから、実用的には用途が限られることが課題とされてきた。一方で、成形体形状の自由度の高い粉末成形法については、半溶融押し出し加工やせん断付押し出し加工に代表される粉末押し出し加工が知られているが、これらの

加工法においては原料粉末や金型を焼結温度付近かそれ以上に加熱する必要がある。そこで、粉末押し出し加工における成形体形状の自由度の高さと圧縮せん断法の両立を目指し、押し出しとせん断を同一工程で行う新たな手法を提案し、融点以下の加工温度での Al 粉末の 1 mm 厚成形を試みた。

図 3 に作製した室温成形体の外観写真を示す。成形体は台形状突起付き移動金型と固定金型の間より押し出され、厚さ約 1 mm の板状に成形することが出来た。また、押し出された板状部分は温間で作製した成形体と同等の長さとなったことから、圧粉用の台形状突起付き移動金型を用いることで室温でも板材を成形可能であることが明らかとなった。一方で、図 3 の右赤枠に示すように成形時に粉末が固化したものが粉末充填金型と台形状突起付き移動金型の間からせん断方向にはみ出していたことから、金型を加熱して成形した場合と比較して金型にかかる応力が大きくなっていることが示された。

次に、成形性を評価するために断面電子顕微鏡観察を行った。図 4 (a),(b) にそれぞれ成形体の台形状突起水平面通過後と水平面通過前の成形体断面中央付近の電子顕微鏡像を示す。図 4 (b) の台形状突起の水平面通過前の成形体の断面にはサブミクロン単位の空孔がみられ、相対密度が低いことが明らかになった。これは、室温成形では温間成形に比べて粉末が変形し難く、粉末間の空隙が成形時に潰れずに残ることが要因として考えられるが、図 4 (a) の水平面通過後では空孔が小さくなり、数も減少していることが確認された。これは、提案した室温押し出し成形においても、一般的な粉末押し出し成形と同様に成形初期の材料には空孔が残るが、成形が進むにつれて図 4(a)のように空孔が押しつぶされて消滅し、均一な組織の材料を成形できる段階に移行することが分かった。

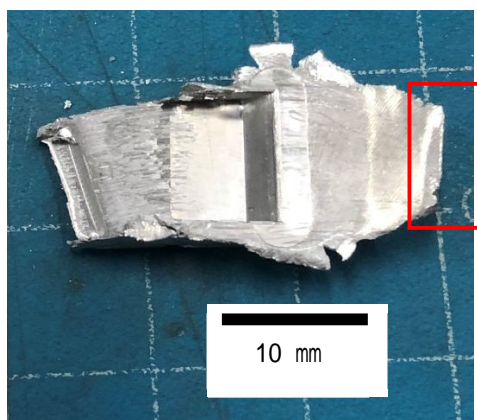
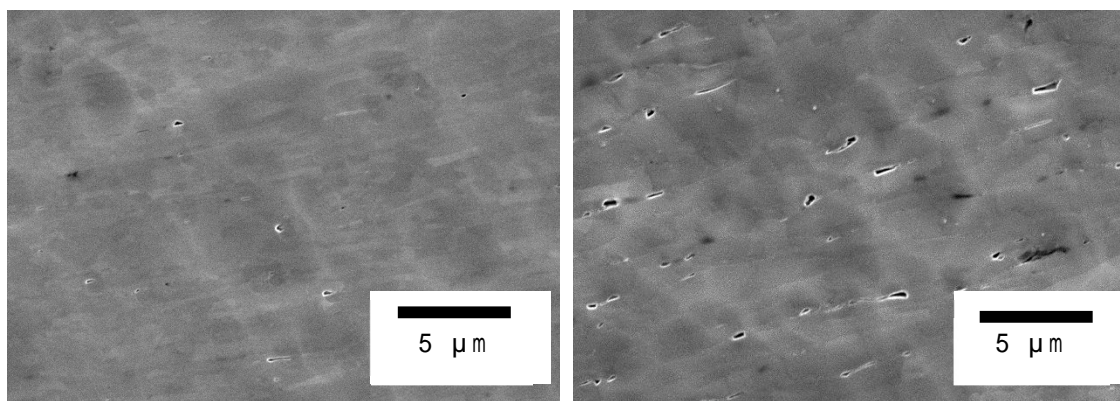


図 3 室温で加工された成形体の外観



(a) 水平面加工後成形材断面

(b) 水平面加工前成形体断面

図 4 圧粉体と成形体の断面電子顕微鏡像

室温での板材成形を目指して粉末充填金型の材質変更を行うとともに、圧粉用移動金型を用いて粉末を緻密な圧粉体とした後に台形状突起付き移動金型を用いるプロセスで成形を行った。作製した成形体は密度測定、断面組織の観察、結晶方位解析の各評価を行い、以下の結果を得た。

圧粉用移動金型を用いて室温で Al 粉末を板状に固化成形した結果、室温で作製した成形体は

断面組織にサブミクロン単位の空孔が確認され、それにより密度も温間で作製した成形体よりも低くなった。しかし、結晶方位解析の結果から室温で作製した成形体は温間で作製した成形体と比較して結晶組織がより微細化されており、また台形状突起から離れた組織においても微細化が進んでいることから厚さ方向でより均質な結晶組織が形成されていることが分かった。このことから、室温での成形は温間での成形と比べてより微細で均質な組織を有する板材を省エネルギー・省工程で作製できることが示唆された。

以上のことから、圧縮せん断法と粉末押出し成形を組み合わせた新たな金型を用いることによって、微細結晶組織を有する厚さ 1 mm の板材を粉末から溶融せずに固化成形できること、ならびに成形体の板厚を制御可能であることを明らかにし、圧縮せん断法の実用化に向けた有益な知見を得ることができた。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件/うち国際共著 2件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Lallart Mickael, Yan Linjuan, Miki Hiroyuki, Sebald Gael, Digué Gildas, Ohtsuka Makoto, Kohl Manfred	4. 巻 288
2. 論文標題 Heusler alloy-based heat engine using pyroelectric conversion for small-scale thermal energy harvesting	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Applied Energy	6. 最初と最後の頁 116617 ~ 116617
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.apenergy.2021.116617	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Miki Hiroyuki, Abe Eijiro, Takeda Sho, Ohtsuka Makoto, Kohl Manfred	4. 巻 32
2. 論文標題 Metamagnetic Shape Memory Alloy Thin Plates Consolidated by Compression Shearing Method at Room Temperature for Thermal Energy Harvesting Device	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Sensors and Materials	6. 最初と最後の頁 2867 ~ 2867
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.18494/SAM.2020.2938	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 該当する

〔学会発表〕 計27件（うち招待講演 0件/うち国際学会 14件）

1. 発表者名 Minoru Goto, Sho Takeda, Hiroyuki Miki, Kosuke Ito, Tetsuya Uchimoto
2. 発表標題 Research on the Antibacterial Effect of Ag- and Cu-containing Carbon Films using the Self-exudation Effect of Contained Metal Components
3. 学会等名 The Twenty-third International Symposium on Advanced Fluid Information (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 三木 寛之, 渡邊 諒, 武田 翔, 宮崎 孝道, 中山 昇
2. 発表標題 押出し成形された純アルミニウム圧粉体の結晶粒微細化と機械的特性の評価
3. 学会等名 第74回塑性加工連合講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Sho Takeda, Hiroyuki Miki and Tetsuya Uchimoto
2. 発表標題 Investigation of interparticle bonding of pure Cu powder under unidirectional friction experiment by using acoustic emission sensor
3. 学会等名 48th Leeds-Lyon Symposium on TribologyUchimoto (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Minoru Goto, Shinya Senba, Sho Takeda, Hiroyuki Miki, Yoshinori Takeichi
2. 発表標題 Quantitative study on correlation between wear behavior and frictional energy of soft-metal/DLC nanocomposite coatings by transmission electron microscopy
3. 学会等名 WTC 2022: 7th World Tribology Congress (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Minoru Goto, Sho Takeda, Kosuke Ito, Tetsuya Uchimoto, Hiroyuki Miki
2. 発表標題 Study on the Function of Au-DLC Nano-Composite Coatings Acting as Thermo-Sensor in The Sliding Interface Under Severe Corrosive Conditions
3. 学会等名 The 22nd International Symposium on Advanced Fluid Information (AFI-2022) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Mickael Lallart, Gael Sebald, Hiroyuki Miki
2. 発表標題 Ferromagnetic-based Actuation for Electrical Protection
3. 学会等名 Nineteenth International Conference on Flow Dynamics (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Joel JOSEPH, Mickael LALLART, Hiroyuki MIKI, Manfred KOHL
2. 発表標題 Thermal processes in thermomagnetic energy generators
3. 学会等名 ELyT workshop 2022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Mickael LALLART, Gael SEBALD, Hiroyuki MIKI
2. 発表標題 Ferromagnetic Alloys for Integrated Electrical Protection Circuits
3. 学会等名 ELyT workshop 2022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 三木 寛之、小柴 悠輔、武田 翔、中山 昇
2. 発表標題 温間せん断塑性変形による純銅粉末の固化成形
3. 学会等名 日本塑性加工学会 第73回塑性加工連合講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 三木 寛之、田中 洸大、小柴 悠輔、高橋 拓馬、渡辺 諒、中山 昇
2. 発表標題 温間圧縮せん断法によるTiAl金属間化合物の成形
3. 学会等名 2021年度塑性加工春季講演会
4. 発表年 2021年



1. 発表者名 Mickael LALLART, Hiroyuki MIKI, Linjuan YAN, Gildas DIGUET, Gael SEBALD, Makoto OHTSUKA, Manfred KOHL
2. 発表標題 Heat engine based on MultiPhysic Memory Alloys and pyroelectric conversion for thermal energy harvesting
3. 学会等名 ELyT & LyonSE&N Workshop 2021 (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大木 弘樹, 三浦 永理, 三木 寛之
2. 発表標題 圧縮せん断法によるTi/Mg複合材料の創製と組織観察
3. 学会等名 日本金属学会2021年秋期(第169回)講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Mickael LALLART, Hiroyuki MIKI, Linjuan YAN, Gael SEBALD, Gildas DIGUET, Makoto OHTSUKA, Manfred KOHL
2. 発表標題 Heusler Alloy Based Heat Engine with Pyroelectric Energy Conversion
3. 学会等名 The 18th International Conference on Flow Dynamics (ICFD2021) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Ryo Watanabe, Hiroyuki Miki, Sho Takeda, Noboru Nakayama
2. 発表標題 Consolidation of Bulk Material Made of Aluminum Powder by Severe Plastic Deformation Process
3. 学会等名 The 18th International Conference on Flow Dynamics (ICFD2021) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 渡邊 諒, 三木 寛之, 武田 翔, 中山 昇
2. 発表標題 強ひずみ加工によるAI粉末のバルク化手法の開発
3. 学会等名 第72回塑性加工連合講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 渡邊 諒, 三木 寛之, 武田 翔, 宮崎 孝道, 中山 昇
2. 発表標題 圧粉体押出しプロセスにおけるせん断負荷が材料成形性と成形体の機械的特性に与える影響の評価
3. 学会等名 日本機械学会東北支部第57期総会・講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 武田 翔, 三木 寛之, 内一 哲哉, 中山 昇, 武石 洋征
2. 発表標題 圧縮せん断法によるアルミニウムドーパ酸化亜鉛粉末の薄板材への固化成形
3. 学会等名 日本機械学会 2020年度 年次大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Takuma Takahashi, Hiroyuki Miki, Sho Takeda, Noboru Nakayama, Hiroyuku Takeishi
2. 発表標題 Effects of Shear Deformation on Mechanical Properties of Cu-Zn Alloy Thin Plate Formed by Compression Shearing Method
3. 学会等名 Seventeenth International Conference on Flow Dynamics (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Yusuke Koshiba, Hiroyuki Miki, Sho Takeda, Noboru Nakayama
2. 発表標題 Effect of Warming Process on Mechanical Strength and Microstructure in Consolidated Copper Powder by Compression Shearing Method
3. 学会等名 Seventeenth International Conference on Flow Dynamics (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 小柴 悠輔, 三木 寛之, 武田 翔, 中山 昇, 武石 洋征
2. 発表標題 温間圧縮せん断法を用いた純銅粉末成形材における機械的特性評価
3. 学会等名 第71回 塑性加工連合講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 高橋 拓馬, 三木 寛之, 武田 翔, 中山 昇
2. 発表標題 素粉末混合法を用いた圧縮せん断法によるCu-Zn合金薄板の成形
3. 学会等名 第71回 塑性加工連合講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 田中 洸大, 三木 寛之, 小柴 悠輔, 高橋 拓馬, 渡辺 諒
2. 発表標題 温間圧縮せん断法を用いた 温間圧縮せん断法を用いた 温間圧縮せん断法を用いた Ti/Al混合粉末の金化に関する研究 混合粉末の金化に関する研究 混
3. 学会等名 日本機械学会東北学生会 第51回 卒業研究発表講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 小柴 悠輔, 三木 寛之, 武田 翔, 中山 昇, 武石 洋征
2. 発表標題 圧縮せん断法による純銅粉末の固化成形における温間成形の有効性の検討
3. 学会等名 日本機械学会東北支部 第56期 講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 高橋 拓馬, 三木 寛之, 武田 翔, 中山 昇, 武石 洋征
2. 発表標題 圧縮せん断法により作製したCu-Zn 合金薄板の機械特性に与えるせん断ひずみの影響
3. 学会等名 日本機械学会東北支部 第56期 講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Yusuke Koshiba, Shun Nagai, Hiroyuki Miki, Sho Takeda, Takamichi Miyazaki, Hiroyuki Kosukegawa, Toshiyuki Takagi
2. 発表標題 Mechanical Properties of Al and Cu Thin Plates Fabricated by Warming Process with Compression Shearing Method
3. 学会等名 Sixteenth International Conference on Flow Dynamics (ICFD2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Takuma Takahashi, Hiroyuki Miki, Sho Takeda, Hiroyuki Kosukegawa, Toshiyuki Takagi
2. 発表標題 Consolidation and Metal Alloying of Cu/Zn Mixed Powders by Warming Compression Shearing Method
3. 学会等名 Sixteenth International Conference on Flow Dynamics (ICFD2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 渡辺 諒, 三木 寛之, 高橋 拓馬, 小柴 悠輔, 小助川 博之, 高木 敏行
2. 発表標題 アルミワイヤを原料とした圧縮せん断成形体における加工組織観察機械的特性の評価
3. 学会等名 日本機械学会 東北学生会 第50回卒業研究発表講演会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

東北大学 (旧)流体科学研究所システムエネルギー保全研究分野 高木・小助川研究室 三木研究室 <a href="http://www.ifs.tohoku.ac.jp/asel/">http://www.ifs.tohoku.ac.jp/asel/</a>  石巻専修大学 機械工学科 <a href="https://www.senshu-u.ac.jp/ishinomaki/education/department/science/mechanical-engineering/lab.html">https://www.senshu-u.ac.jp/ishinomaki/education/department/science/mechanical-engineering/lab.html</a>
--

6. 研究組織		
氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------