

粉末冶金の概要と 常温圧縮せん断法について

信州大学工学部
機械システム工学科 准教授

航空宇宙システム研究拠点
宇宙システム部門 副部門長

SUWA小型ロケットプロジェクト
プロジェクトマネージャ

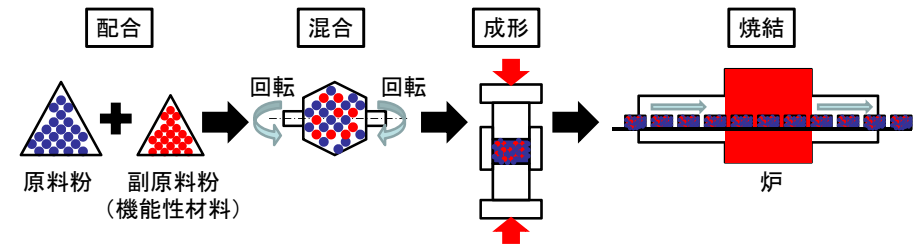
ウエルビーイング工学研究センター
見守りセンシング研究部会 部会長

車いすラグビー アドバイザー

中山 昇

粉末冶金とは

金属製の部品を製作する方法として、製品形状の金型内に粉末を充てん・プレスにより加圧して成形体を得て、その後に焼結する粉末冶金という方法があり、高精度の量産方法として多くの金属部品の製造に利用されている。

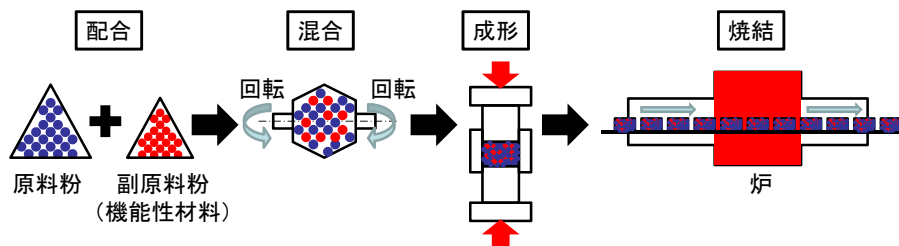


「粉末冶金」とは

• 金属の粉末を圧縮成形し、焼結して製品を作る加工法

◆ **複合材料** を容易に作製しやすい

◆ **ニアネットシェイプ**



粉末冶金の製品例(1)

エンジン

可変バルブタイミング機構部品

バルブシート

オイルポンプ

駆動

クラッチ・ハブ

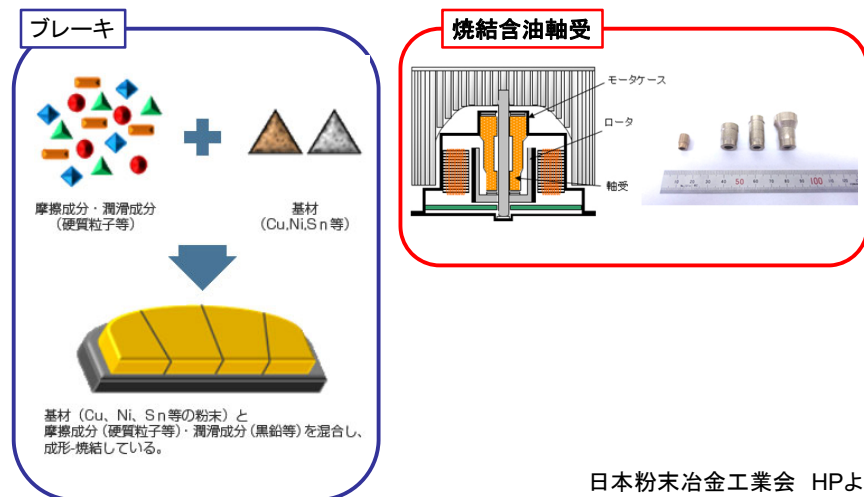
センサーローター

パワーステアリング部品

レバーシフト部品

エンジン内部に使用されるため、高い耐熱性と耐摩耗性が要求される。異種粉末を混合して作る粉末冶金ならではの方法で、材料は耐熱性のある基材に種々な硬質粒子を分散させる特殊組織により、耐摩耗性を向上。

粉末冶金の製品例(2)



5

料理で考えると・・・

讃岐うどん

「材料名」	「分量」
小麦粉	400g
塩	小さじ2
打ち粉 (薄力粉)	少々
水	180-200cc

「水」や「塩」, 「打ち粉」の分量でおいしさ(特徴), 歯ごたえ(硬さ)が違う



小麦粉(母材)に何かを入れて別の食べ物にする



ホットケーキ



お好み焼き



蒸しパン



ピッツァ

「今日の料理」より

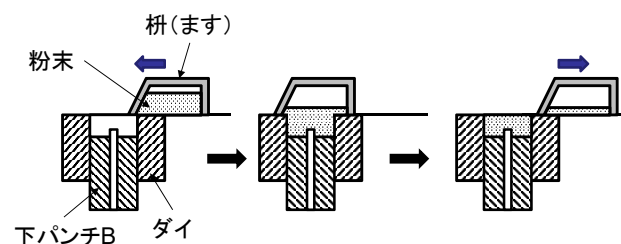
レシピは無数にある・・・

粉末冶金を用いるといろいろな材料を作ることができる

6

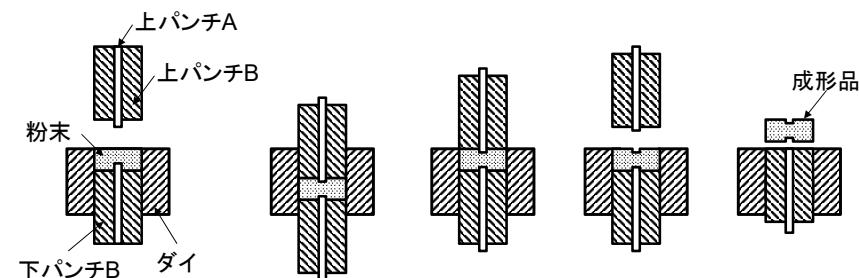
粉末冶金の行程を示す。

一般的に粉末を金型に充てんするには、枙(マス)切り法で粉末量を計量する。



粉末冶金の工程

個々の成形用パンチを移動させて粉末を圧縮するが、最終圧縮した後にパンチを移動させることはできないため、個々のパンチの移動は粉末の密度が一定となるように複雑な動作が求められ、カムや油圧機構により、移動が制御されている。



(1)粉末充填

(2) 圧粉 (均一密度)

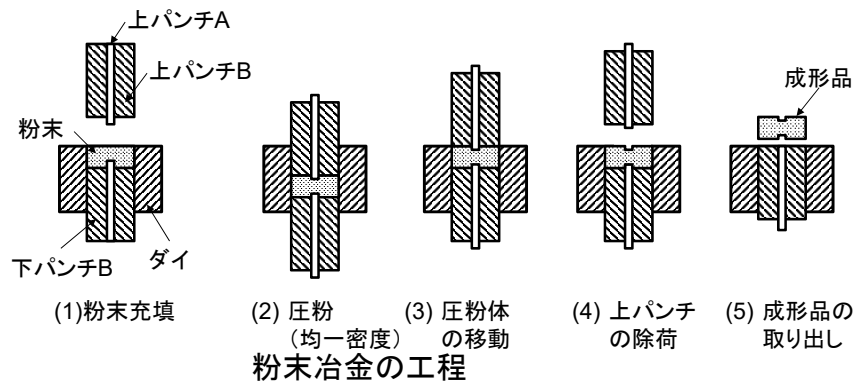
(3) 圧粉体の移動

(4) 上パンチの除荷

(5) 成形品の取り出し

粉末冶金の工程

金属の粉末の場合，成形圧力は200～600MPa (2～6 t/cm²) 程度で成形されるが，成形品の焼結前強度は非常に脆く，このため成形後のパンチ荷重の除荷時にも成形体にクラックが生じないように，パンチの複雑な動きが求められている。



静水圧成形

静水圧成形とは，変形可能な容器内に金属粉末などを密閉し，水や油，ガスなどの流体に入れて圧力をかけることで粉体を圧縮して成形を行う方法である。

複雑な形状でも，相似的に圧縮されるため高密度の成形が可能になる。

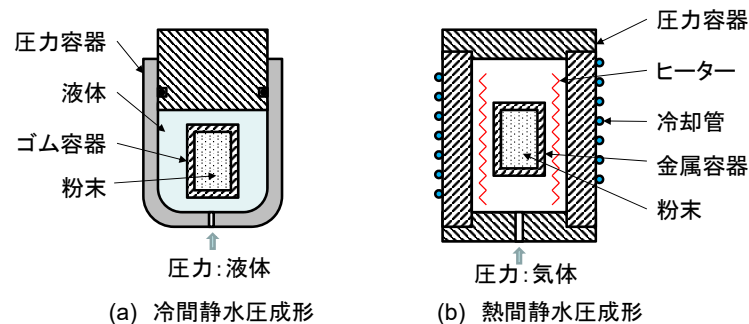
この静水圧成形は「流体中の圧力はどこも同じである」というパスカルの原理を応用した成形法である。

静水圧成形法を示す。

静水圧成形には次の2種類がある。

冷間静水圧成形 (CIP: Cold Isostatic Press)

熱間静水圧成形 (HIP: Hot Isostatic Press)

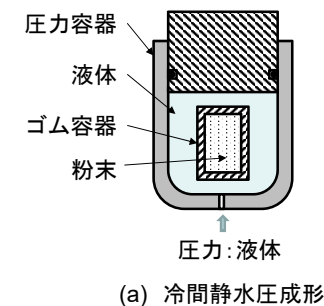


静水圧成形法

1) 冷間静水圧成形

粉末をゴムなどの弾性体容器に封入したものに，水や油などを入れた容器内で高圧を付加して粉末を圧縮成形する方法である。

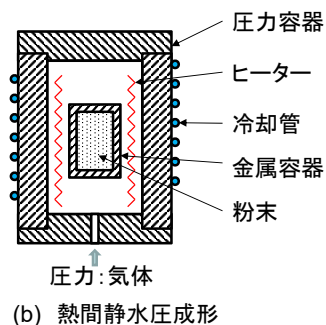
密度は均一 になるが成形体の寸法精度はプレス成形体よりも悪いため，後加工が必要な場合が多い。



2) 熱間静水圧成形

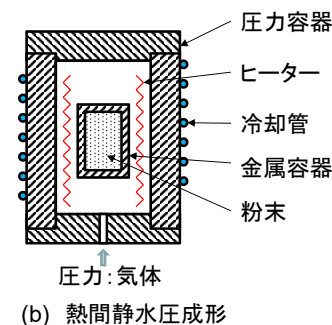
粉末焼結成形技術の一つで、圧縮の方法にプレスを使わず、ガス圧で圧縮するタイプ。

HIPには、「粉末を焼結する方法」と、「ある程度焼結されたものをさらに圧縮して緻密化する方法」の二つの方法がある。



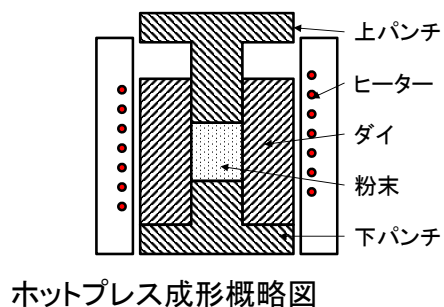
一般的には、ある程度焼結された成形品を理論密度近くまで向上させて、欠陥となる空孔をゼロに近付けるためにHIP処理を行うことが多い。

この処理により機械的強度が大幅に改善される。



ホットプレス

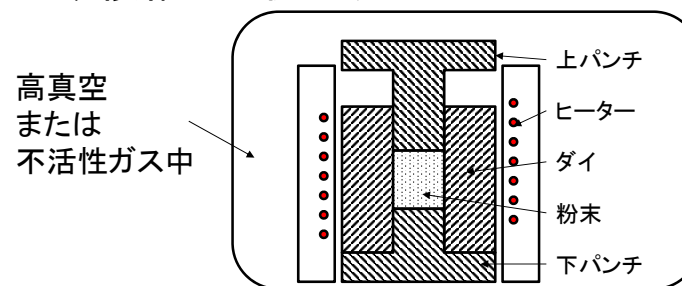
ホットプレス(hot-press)とは、円筒容器の型に粉末などを入れ、上一対のパンチにより圧縮しながら加熱し、材料を成形・焼結する方法である。



円筒容器の型には、**黒鉛** や **セラミック** の耐熱性が高いものが用いられる。

金属製の型の場合には、酸化による劣化を防止するため **高真空** や **不活性ガス中** での加熱が必要となる。

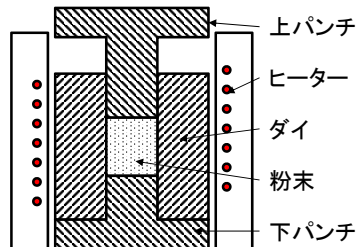
加熱しながら1軸圧縮するため、通常の部品焼結体よりも密度が高い焼結が行える特徴があるが、複雑な形状は成形できない。



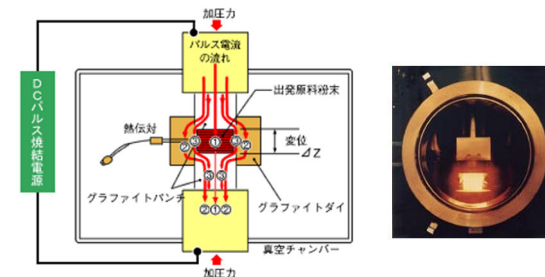
比較的大きな面積をプレスすることが可能なため、シート積層品のホットプレスにより複合材料などが製作されている。

焼結を目的としない加熱圧縮を目的としたホットプレス装置も多々あり、生ゴムの加硫などの場合は、加熱温度が低いため空気中で大面積のホットプレスを行う装置もある。

ホットプレス装置の熱源には、高周波誘導、電熱、高温ガス、加熱蒸気、熱水、熱オイルなどさまざまなものがあり、加熱方法やコストを考慮して用いられている。



放電プラズマ焼結法 (SPS: Spark Plasma Sintering method)は、ホットプレスとプラズマ発生機を組み合わせた装置で、黒鉛型を用い数ボルト程度電圧を負荷し、数百アンペアの電流を流して黒鉛を発熱させて焼結させるため、均質高品位の焼結体が得られる。



放電プラズマ焼結装置

富士電波工機HPより

ここからは常温圧縮せん断法の話

材料開発・塑性加工は料理(?)

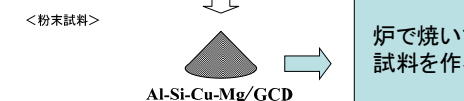
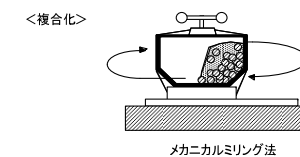
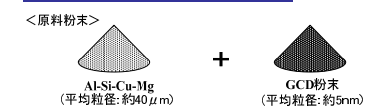
讃岐うどん

「材料名」	「分量」
小麦粉	400g
塩	小さじ2
打ち粉(薄力粉)	少々
水	180-200cc

「水」や「塩」、「打ち粉」の分量でおいしさ(特徴)、歯ごたえ(硬さ)が違う



新しい固体潤滑材料

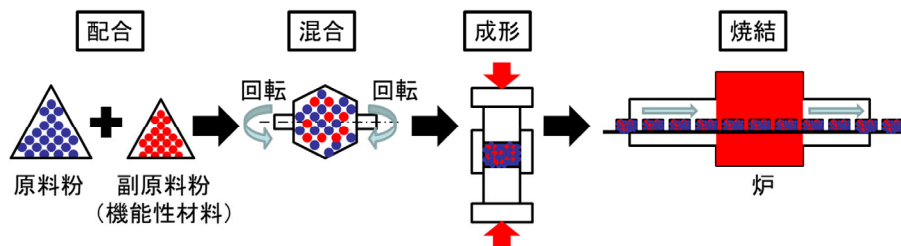


・ CD (GCD) 含有率 : 0, 1, 2, 5, 10vol%

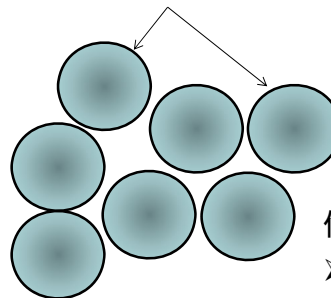
「CD」や「GCD」の分量で 摩擦特性、強度(硬さ)が違う

「粉末冶金」とは

- 金属の粉末を圧縮成形し、焼結して製品を作る加工法
 - 複合材料を容易に作製しやすい
 - ニアネットシェイプ



表面には強固な「酸化膜」

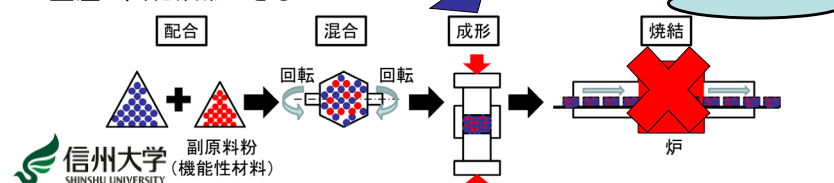


- 酸化膜があるので金属同士が結合できない
- 「きなこ餅」の「きなこ」と「餅」の関係に似ている

何故、加熱(焼結)するの？

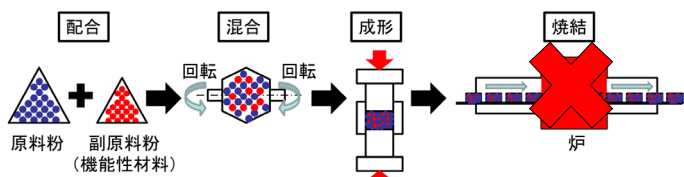
- 表面だけを溶かして、粉末同士を結合させる
- 材料は変質(または合金化)する

圧縮だけではなく、せん断変形させれば室温で固化成形できる？



新しい塑性加工「常温圧縮せん断法」とは？

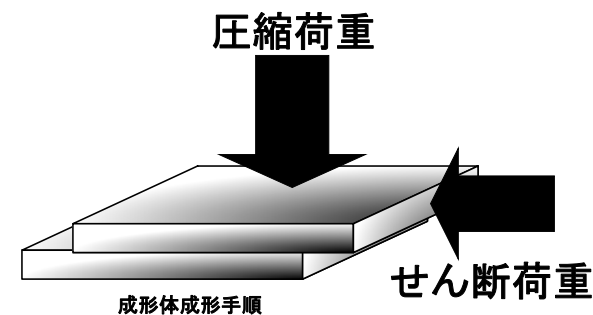
- 金属の粉を焼結せず(焼かず)に固める新しい加工法.
- 焼かないので、機能材料が変質しない.
- 世の中にない新しい材料を開発できる.



常温圧縮せん断法

Compression Shearing Method under Room Temperature: **COSME-RT**

常温および大気雰囲気中において、金属粉末に圧縮荷重とせん断荷重を同時に負荷し金属粉末を固化成形する成形法



ここでの内容

- これまで、「粉末冶金法」を用いて、いろいろな機能性材料(医療・福祉用材料など)を開発してきました。
- ここでは「航空・宇宙材料」に特化して説明させていただきます。

25

軽くて強度の高い材料開発

- 航空・宇宙用材料に求められている特徴
 - 軽量で、かつ高強度であること。

⇒ ロケットで打ち上げる場合、重量が小さい方が良い



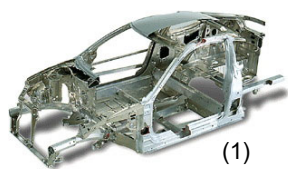
JAXA HP より

例えば
ShindaiSAT
400mm × 400mm × 400mm
60kg 以内

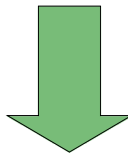
研究背景

アルミニウムの利点

加工性・耐食性・溶接性・導電性・熱伝導性



(1)



(2)

合金元素添加・熱処理等の技術で特性を向上

しかし、従来の技術だけでは
先端工業材料の要求に応えることが困難

(1) : 本田技研工業株式会社HP
(2) : BOEING JAPAN HP

27

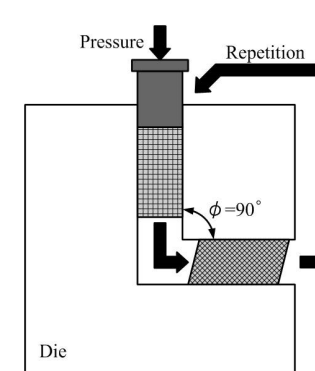
背景: 強ひずみ加工

材料の高強度化

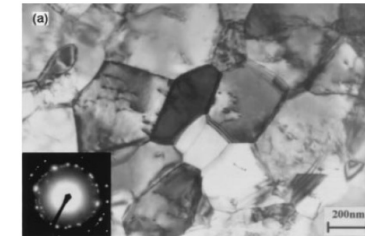


結晶粒の微細化に基づくHall-Petchの経験則が知られる。

・強ひずみ加工 : ECAP法(Equal Channel Angular Pressing)



Schematic diagram of ECAP .



The selected area diffraction (SAD) patterns and the microstructures of the titanium after the ECAP processing at 500–450 °C.²⁾

入熱による結晶粒への影響が考えられる。



熱を必要としない強ひずみ加工が必要

2) V.V. Stolyarov et., al. NanoStructured Materials, 11,7, (1999) pp. 947–954

28

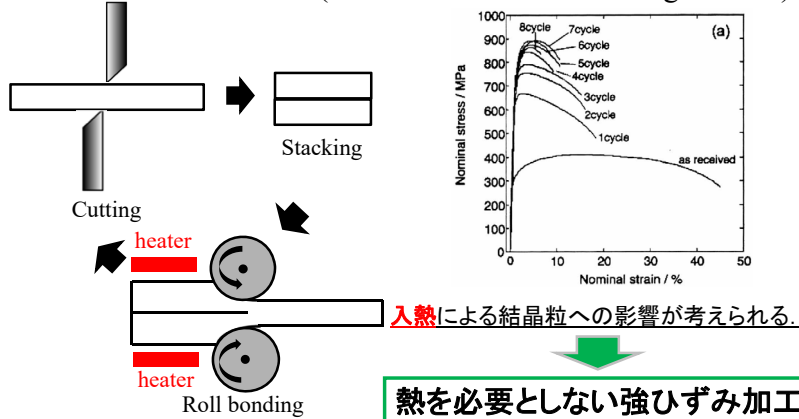
背景:強ひずみ加工

材料の高強度化



結晶粒の微細化に基づくHall-Petchの経験則が知られる。

・強ひずみ加工 : ARB法(Accumulative Roll-Bonding Process)



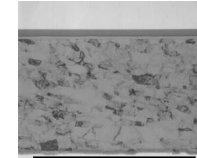
Schematic diagram of ARB process.

辻伸泰ほか, チタン協会誌Vol.58 No.2, p.140-144(2010)

常温圧縮せん断法②

特徴

- ◆ 常温(室温)で成形可能 (※焼結は行わない)
- ◆ 微細結晶粒を有する



せん断方向 1μm

AI成形体長手方向断面のTEM像

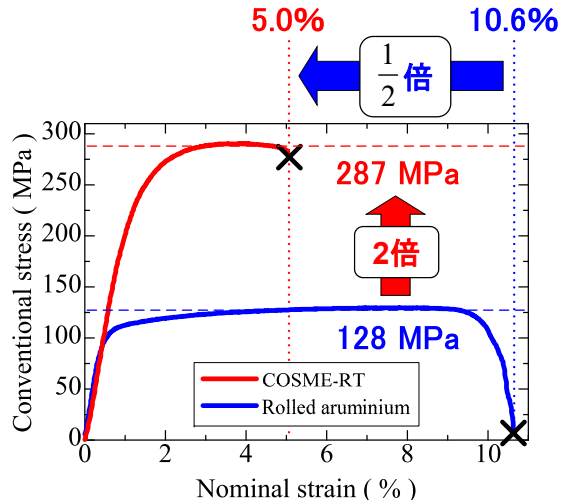
焼結を行わないため
金属粉末が有している微細結晶粒が
粗大化せずに、固化成形可能

Hall-Petchの経験則



高強度な金属材料が開発可能

常温圧縮せん断法③

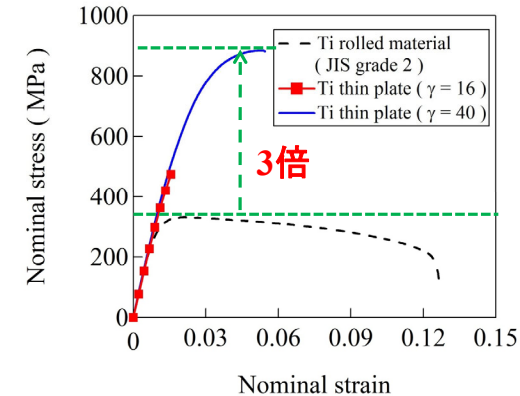


COSME-RT成形体と圧延材の応力ひずみ線図 (純アルミニウム)

常温圧縮せん断法により作製したTi成形体の引張強さ

引張試験条件	形状	: JIS Z2201 7号試験片
	引張速度	: 0.5 mm/min

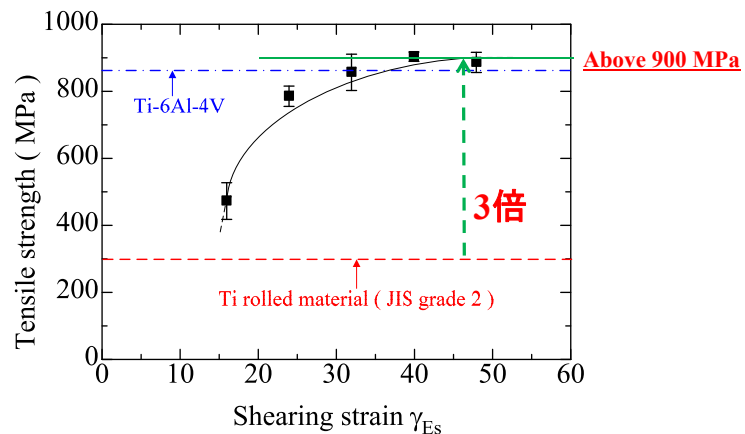
試験装置 株式会社島津製作所EZ-L-5kN



Nominal stress- strain curve of Ti thin plate by COSME-RT and Ti rolled material.



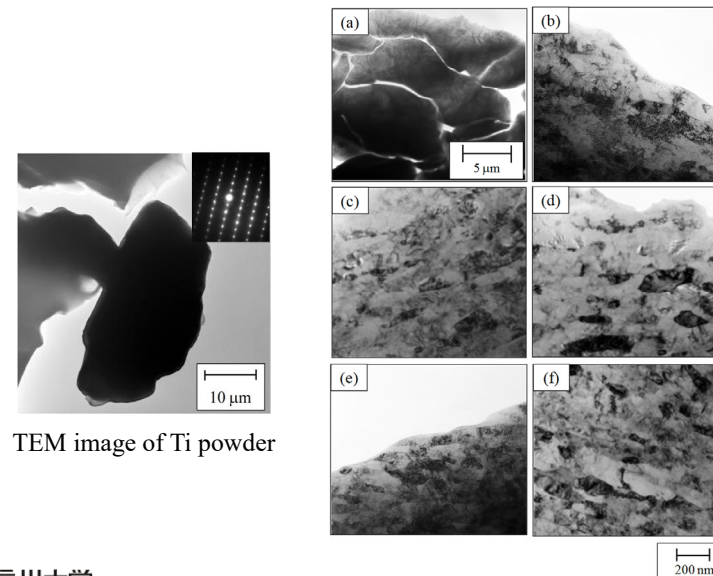
常温圧縮せん断法により作製したTi成形体の引張強さ



Relationship between Tensile strength and Shearing strain γ .

33

結晶粒観察(TEM)



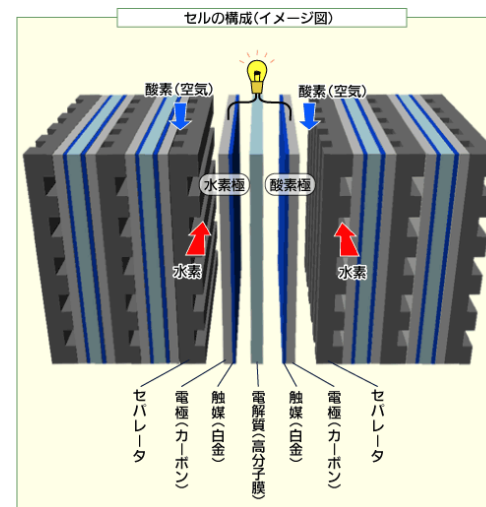
TEM image of Ti powder

TEM images of samples produced using various shearing strains: (a) $\gamma = 0$, (b) $\gamma = 16$, (c) $\gamma = 24$, (d) $\gamma = 32$, (e) $\gamma = 40$, and (f) $\gamma = 48$.

34

常温圧縮せん断法を用いた 燃料電池用セパレータ材料の開発

背景



CO₂等を排出しないクリーンなエネルギー源として**燃料電池**が大きな注目を浴びている。

- 水素と酸素の化学反応によって発電する電池。
- **セパレータの役割**
 - 水素と酸素の遮断。
 - 設けられた流路により、燃料ガスを供給する。

35

36

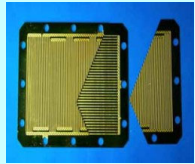
セパレータに要求される性能

- 高い導電性
- ガス不透過性
- 酸化還元に対する化学的安定性(耐食性)
- ガス流路を成形するための高い成形性

現在実用化されているセパレータ材料

金属セパレータ (ステンレス等)

- 厚さ: **0.1~0.3mm**程度
- 接触抵抗: 数十 $m\Omega \cdot cm^2$ 程度

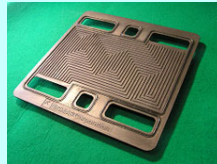


ステンレスセパレータ

出展: マグネクス株式会社HP

カーボン系セパレータ (カーボン樹脂等)

- 厚さ: 2~5mm程度
- 接触抵抗: 約**5~7 $m\Omega \cdot cm^2$** 程度



カーボン樹脂セパレータ

出展: ニチアス株式会社HP

金属系セパレータのように薄肉であり、かつカーボン系セパレータのように低い接触抵抗を実現するセパレータ材料が望まれる

37

従来から検討されている材料

	導電性	ガス遮断性	耐食性	加工性	省スペース	軽さ
カーボン系	◎	△	△	×	△	○
ステンレス系	△	○	○	○	◎	△
チタン系	◎	○	◎	○	◎	○

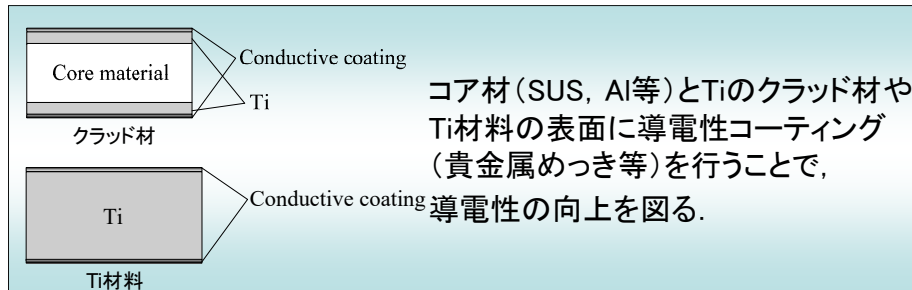
チタン系セパレータの利点

- プレス成形により流路の成形が可能
- 薄肉化が可能
- 軽量
- 耐食性に優れる (不動態皮膜の影響)

不動態皮膜の存在により、導電性が低い

38

Ti系セパレータに対して行われている対策



導電性に優れるカーボンナノファイバー (VGCF) を用い、**Ti/VGCF複合材料**を開発することで、より容易に優れた導電性を有するセパレータ材料を作製できる。

39

しかし、Tiの融点は非常に高い (1932K)。

複合材料を作るためには**高温**で行う必要がある。

CNFが高温によって破壊され、TiCを生成する。
⇒ **延性等の低下**

低い温度で作ることが可能ならば、容易に複合材料を開発することができる。

40

本研究の目的

高導電性セパレータ用材料の開発

・ **常温圧縮せん断法を用いたTi/VGCF
複合材料の開発**

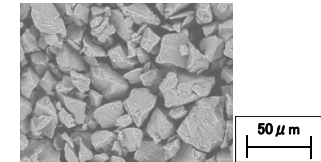


- ・ Ti/VGCF薄板の成形
- ・ 成形体の評価
 - ビッカース硬さ測定
 - 体積抵抗率測定
 - 接触抵抗測定

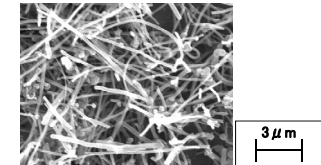
作製条件① 混合粉末

- 使用粉末**
- ・ Ti粉末：純度99%，粒径45 μm以下，**非球形**
水素化脱水素法
(トーホーテック株式会社)
 - ・ VGCF®：繊維径150nm，繊維長10~20 μm
(昭和電工株式会社)

- 混合条件**
- ・ VGCF添加量：**0, 1, 2, 3, 4, 5** [vol.%]
 - ・ 容器：SKD製
 - ・ ボール：SUJ2，直径5mm，350個
 - ・ 封入ガス：Ar
 - ・ 混合装置：三軸方向加振型ボールミル
(TKMAC-1200 (株)トロボジックシステムズ)
 - ・ 回転数：300 [r/min]
 - ・ 混合時間：8 [hour]



(a) Ti粉末

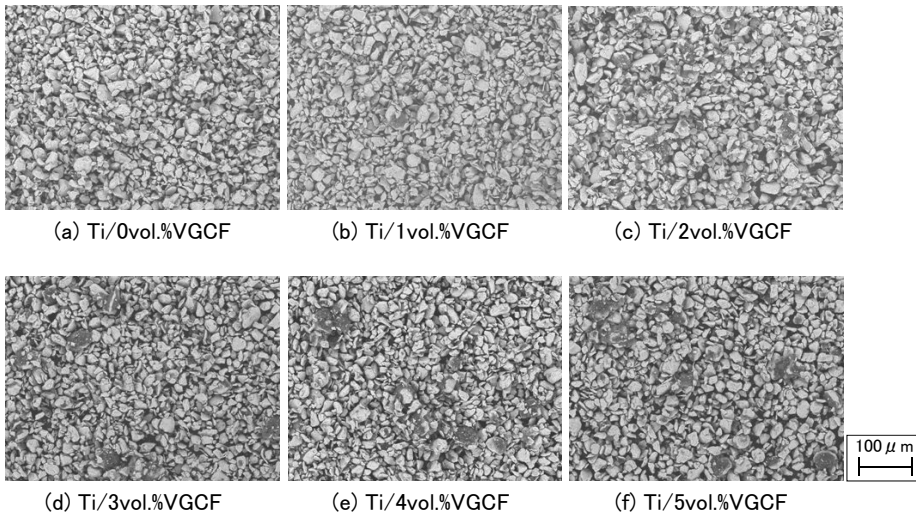


(b) VGCF®



容器の動き

作製条件① 混合粉末



(d) Ti/3vol.%VGCF

(e) Ti/4vol.%VGCF

(f) Ti/5vol.%VGCF

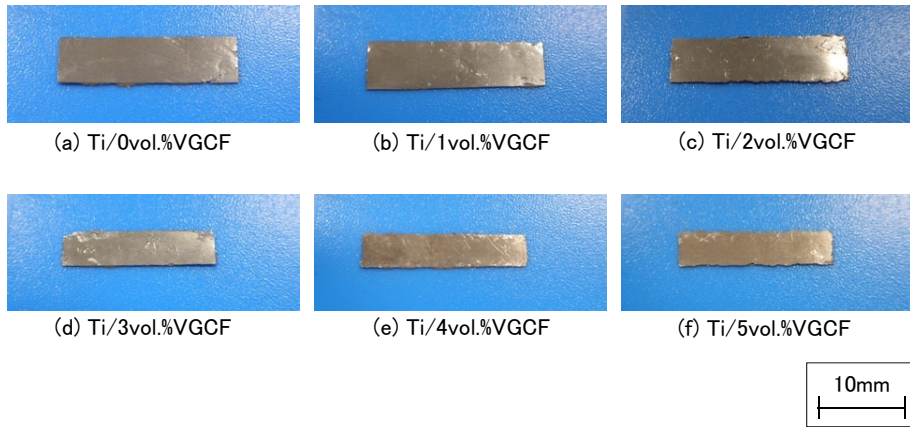
作製条件② 実験条件

- ・ 目標形状：40×10×0.3mm
- ・ 圧縮応力 σ : 1250MPa (500kN)
- ・ 使用装置：AG-IS 250kN
(株式会社島津製作所)
- ・ せん断速度：10mm/min
- ・ せん断ひずみ： $\gamma=46$
(せん断距離 L=11.5mm)

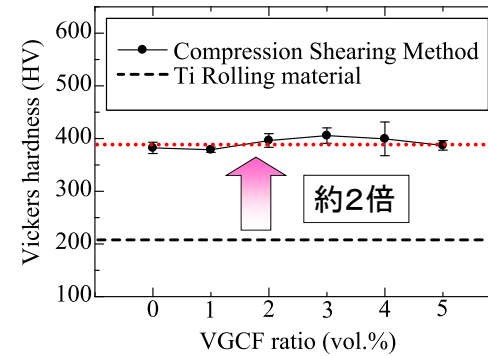
$$\gamma = L / t$$

γ : せん断ひずみ
L: せん断距離
t: 試料厚さ(約0.25mm)

成形体概観図



ビッカース硬さ試験

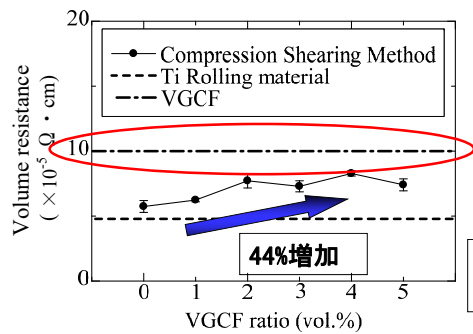


使用装置: ダイナミック超微小硬度計
DUH-W201 (株式会社島津製作所)
試験力: 1000mN
保持時間: 30sec

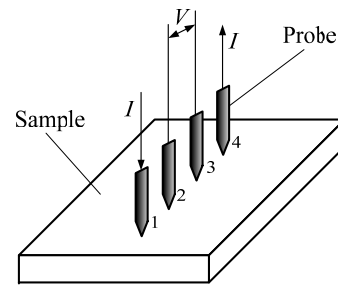
VGCF添加量とビッカース硬さの関係

- ・VGCFの添加量による影響は少ない(HV390程度)
- ⇒ 粉末同士が強固に結合
- ・Ti圧延材と比較して硬さが約2倍
- ⇒ 加熱しないため、微細な結晶粒を有する。Hall Petchの関係式

体積抵抗率測定



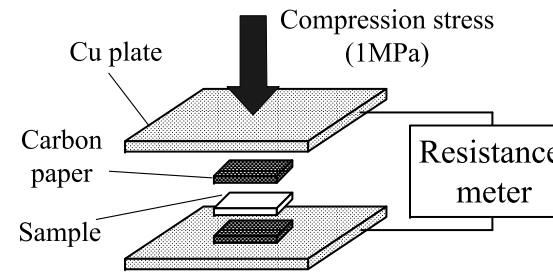
VGCF添加量と体積抵抗率の関係



低抵抗計: MCP-T610 (株式会社三菱化学アナリテック)
測定方法: 四端子四探針法

- ・VGCFの添加により、体積抵抗率が増加
- ⇒ 値が非常に小さい。

接触抵抗測定 ①



低抵抗計: Model 3569
(鶴賀電機株式会社)
加圧装置: EZ-L
(株式会社島津製作所)
カーボンペーパー: TGP-H-120
(東レ株式会社)

$$R = \frac{(R_1 + R_2 - 2R_3)}{2} \times S$$

S: 試料面積

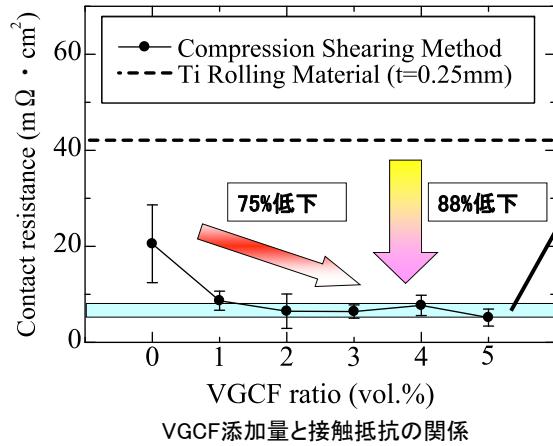
$R_1 = 2R(\text{Cu} - \text{CP}) + 2R(\text{Sample} - \text{CP})$: (Cu - CP - Sample - CP - Cu) の回路についての抵抗

$R_2 = 2R(\text{Cu} - \text{CP}) + 2R(\text{CP} - \text{CP})$: (Cu - CP - CP - CP - Cu) の回路についての抵抗

$R_3 = 2R(\text{Cu} - \text{CP}) + R(\text{CP} - \text{CP})$: (Cu - CP - CP - Cu) の回路についての抵抗

(-)は接触状態

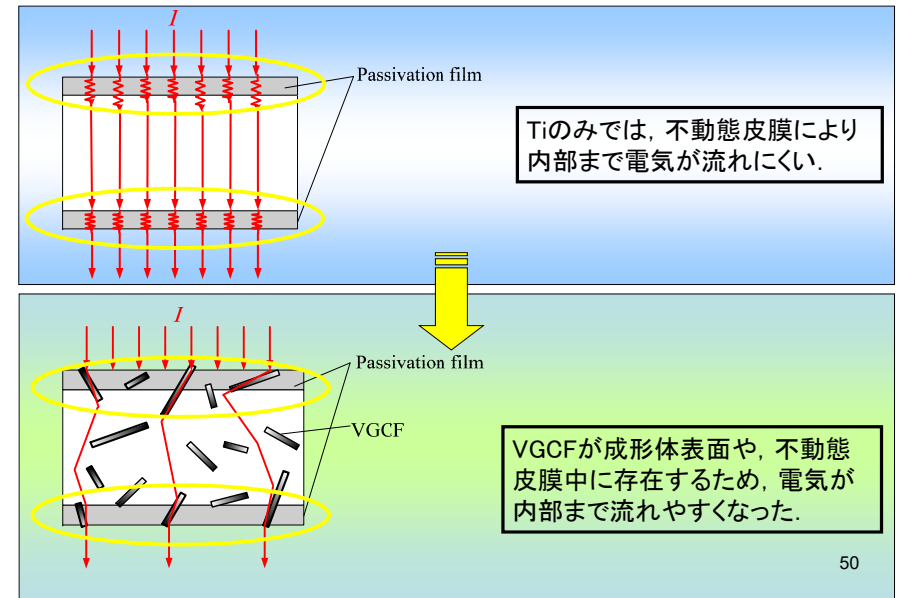
接触抵抗測定 ②



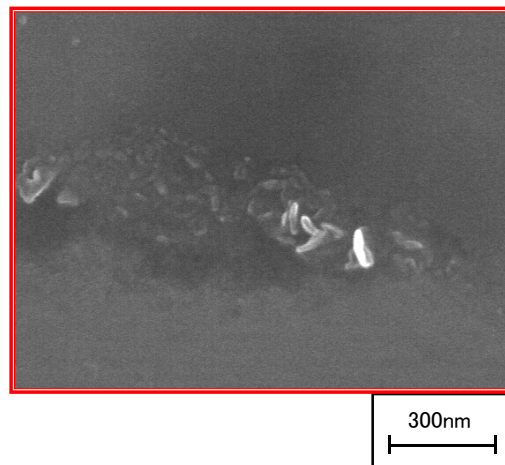
目標値 : $5 \sim 7 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}^2$
 カーボン樹脂系 : $5 \sim 9 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}^2$
 Ti系クラッド材(導電処理) : $7 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}^2$

- ・0vol.%と比較し, 5vol.%で75%低下.
- ・Ti圧延材と比較し, 最大で88%低下.

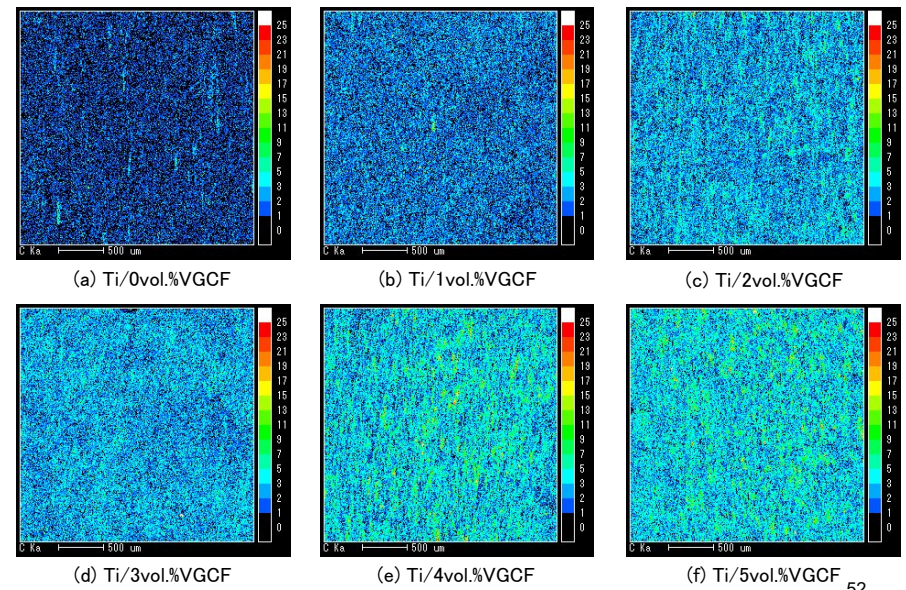
考察



VGCFの存在 (Ti/5vol.%VGCF)



EPMA [Cの分布]



まとめ

- ◆ TiとVGCFの混合粉末を対象として、常温圧縮せん断法を用いることで薄板状に固化成形することができた。
- ◆ VGCF添加量が増加するにつれて固化成形される面積が減少するが、VGCF添加量が最も少ないTi/1vol.VGCFの場合では、良好な成形体を得られる。
- ◆ 成形体のビッカース硬さは、VGCFの添加量による影響は少なく、ほぼ一定の値となり、Ti圧延材と比較して約2倍の硬さが得られた。
- ◆ VGCFを添加したことにより、体積抵抗率は、Ti/0vol.VGCFの場合と比較してTi/4vol.%VGCFの場合、44%増加した。
- ◆ VGCFを添加したことにより、接触抵抗は、Ti/0vol.VGCFの場合と比較してTi/5vol.%VGCFの場合75%減少した。また、成形体と同サイズのTi圧延材と比較して最大で88%減少した。
- ◆ VGCF添加量が最も少ないTi/1vol.VGCFの場合においても、接触抵抗が減少した。

・TiにVGCFを添加したことにより、接触抵抗が5~7mΩ・cm²程度と目標値と同等の材料を開発することができた。
 ・常温圧縮せん断法を用いることで、Ti圧延材の2倍の硬さを有する材料を開発することができた。

⇒ 測定結果や、良好な成形体を得られること等を考慮した場合、Ti/1vol.%VGCFの場合が最もセパレータ用材料として有望であると考えられる。

53

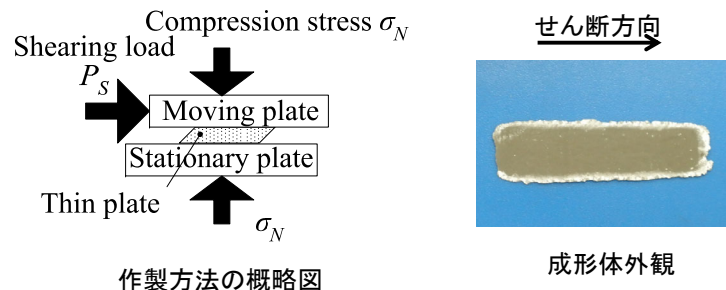
常温圧縮せん断法ではどこまで微細加工できるのか？

- セパレータのような溝ができるのか？
- ナノサイズやミリサイズの加工は容易(切削や塑性加工, 半導体技術)であるが、マイクロサイズの加工はできるのか？
- 価格はどうか？
 ヒカリ素材工業株式会社(東御市)
 『 Al 24~30μm 500g 5,250円(税込み) 』

54

成形条件

目標形状 : 40 × 10 × 0.25mm
 質量 : 0.27g
 圧縮荷重 : 1250MPa
 せん断速度 : 5mm/min
 せん断距離 L_S : 0, 5mm



9/18

成形体SEM像

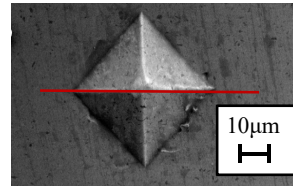
	$L_S = 5\text{mm}$		$L_S = 0\text{mm}$	
	$d = 50\mu\text{m}$	$d = 11\mu\text{m}$	$d = 50\mu\text{m}$	$d = 11\mu\text{m}$
$D = 9.8\mu\text{m}$				
$D = 27\mu\text{m}$				
Rolled Al				
	10μm	2μm	10μm	2μm

10/18

レーザー顕微鏡

測定機器

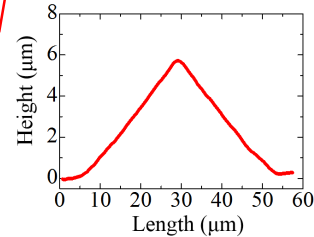
KEYENCE
超深度形状測定顕微鏡
VK-8500



転写体SEM像

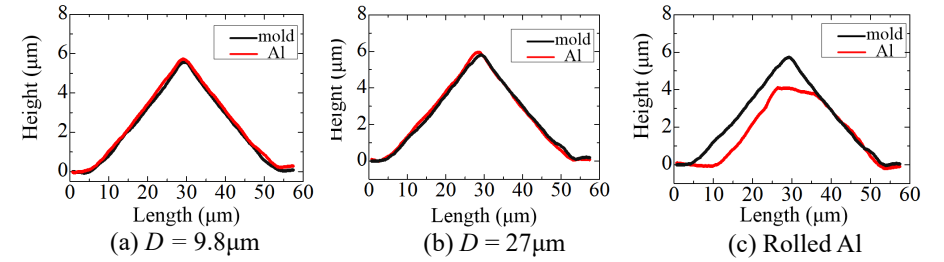
測定条件

測定ピッチ: 高さ 0.01 μm
幅 0.15 μm

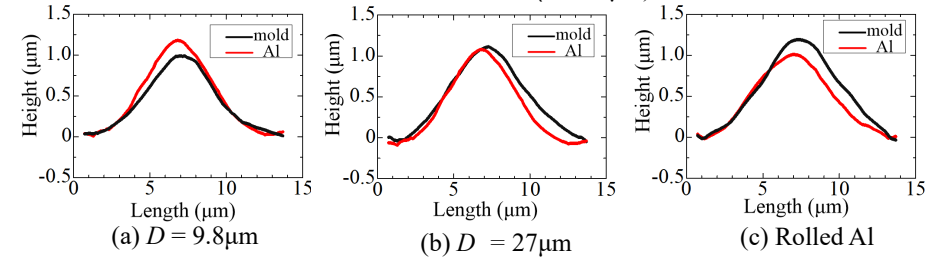


転写体の高さとの長さの関係

転写体の高さとの長さの関係($L_S = 0\text{mm}$)

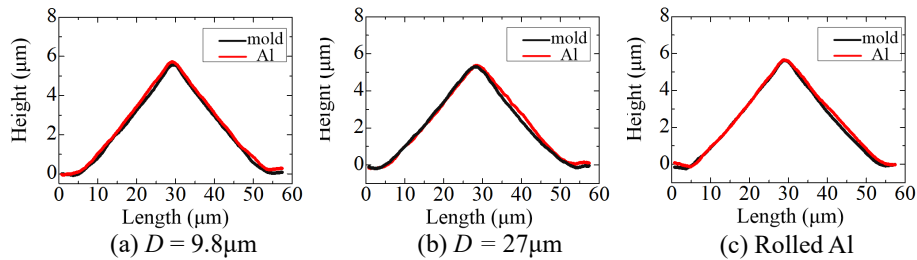


転写体の高さとの長さの関係($d = 50\mu\text{m}$)

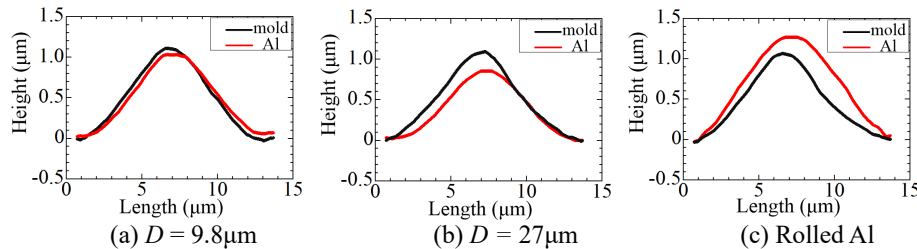


転写体の高さとの長さの関係($d = 11\mu\text{m}$)

転写体の高さとの長さの関係($L_S = 5\text{mm}$)



転写体の高さとの長さの関係($d = 50\mu\text{m}$)



転写体の高さとの長さの関係($d = 11\mu\text{m}$)

常温圧縮せん断法により作製された
生体材料

背景(1/3)

高齢化現象に伴う**生体材料**の需要の増加¹⁾

↳ 歯科インプラントや人工関節, 頭蓋骨プレートなど

生体材料に用いられる原料

→ セラミックス, 高分子材料, チタン, ステンレス鋼²⁾

チタン: 軽量かつ優れた耐食性と生体親和性を有する



Fig. Skull plate¹⁾

チタンの弾性率 (100GPa) は
生体骨 (10~30GPa) よりも高く
患部周辺の骨を傷つけるおそれがある
(ストレスシールド)

チタンを多孔質化させることで弾性率を下げる
チタン製多孔質材料の研究

1) Biomaterials Market by Type of Materials (Metallic, Ceramic, Polymers, Natural), Application (Cardiovascular, Orthopedic, Dental, Plastic Surgery, Wound Healing, Neurological disorders, Tissue Engineering, Ophthalmology) - Global Market Insights, Inc. 2) Porous titanium fiber mesh with tailored elasticity and its effect on stromal cells, J Biomed Mater Res B Appl Biomater, Vol.108, No.5, 2020, p.2180-2191

背景(2/3)

常温圧縮せん断法によるチタンファイバープレート(TFP)の開発

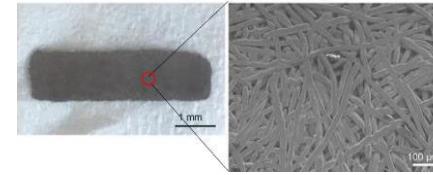
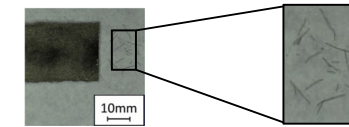


Fig. Titanium Fiber Plate³⁾

- ・短繊維状のTiに圧縮荷重とせん断荷重を負荷することで成形
- ・生体骨に近い曲げ弾性率 (10~30[GPa])
- ・骨芽細胞が定着しやすい足場材

課題

チタンファイバープレートを疲労試験した際、ほつれや繊維の脱落が生じておりコンタミの原因となるため実用には適していない



3) T. Takizawa et al, "Titanium Fiber Plate for Bone Tissue Repair", ADVANCED MATERIALS, Volume.30(4), (2018)

背景(3/3)

改善策

- ・1本のチタン繊維からチタンファイバープレートを作製
- ・せん断距離を制御することでチタンファイバープレートの繊維のほつれやコンタミの発生を防げる可能性

1本のチタン繊維からチタンファイバープレートを作製した場合
機械的性質が変化する可能性がある

短繊維製TFP

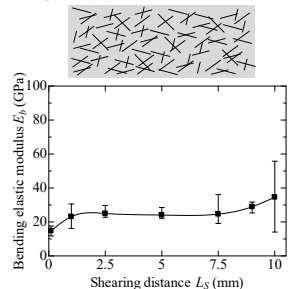


Fig. Bending elastic modulus of

長繊維製TFP

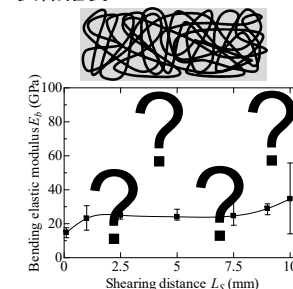


Fig. Bending elastic modulus of

目的

生体内でコンタミが発生しない, 骨と同程度の弾性率(10~30GPa)の
チタンファイバープレートの開発を目的とする

常温圧縮せん断法により作製された1本のTi繊維からなる
チタンファイバープレートの機械的性質に及ぼす
せん断距離の影響を明らかにする

評価項目

- | | |
|--|------------------------------|
| ① 外観観察
平均厚さ | ③ SEM観察
空孔率
空孔径 |
| ② 三点曲げ試験
曲げ弾性率
曲げ強さ
0.2%耐力 | ④ コンタミ観察 |

成形条件

成形条件

原料:チタン(第一種)
 製法:引抜加工
 直径:80[μm]
 長さ
 { 短繊維:10.0[mm]
 { 長繊維:110.28[m]
 目標寸法:50×20×0.6[mm]
 繊維量:2.50[g]
 圧縮応力:500[MPa]
 せん断速度 V :1.0[mm/min]
 せん断距離 L_s :0.1, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0[mm]

1本のチタン繊維から作製した
チタンファイバープレート

長繊維製TFP



短繊維状のチタンから作製した
チタンファイバープレート

短繊維製TFP



65

成形方法

・チタン繊維をアクリル製の型に充填し、25kNの荷重でプリフォームを行う

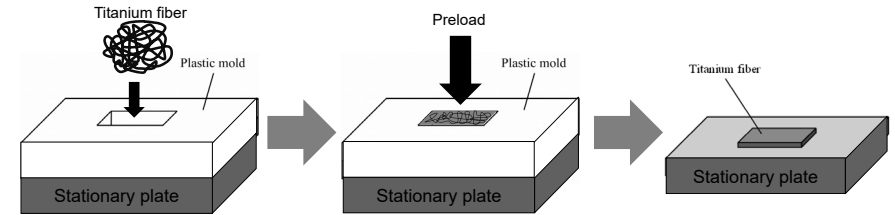


Fig. Schematic of Preform of TFP

・プリフォームしたチタン繊維を常温圧縮せん断法⁴⁾によって成形する

→圧縮荷重:500kN

→せん断速度:1.0mm/min

→せん断距離:0.1, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0mm

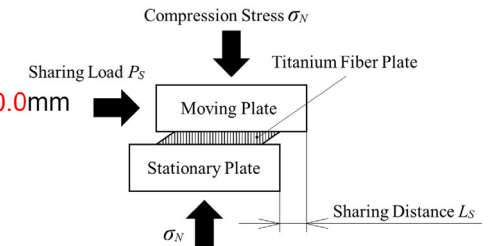


Fig. Compression Shearing Method at Room Temperature⁵⁾

4) Noboru Nakayama, Effect of Sintering Temperature on Mechanical Properties of Titanium Fiber Plate Formed by Compression Shearing Method at Room Temperature, Journal of JSEM, Vol. 14, Special Issue, 2014, s226-s231

66

実験方法

①外観観察

・光学顕微鏡(MVX10, オリンパス)を用いて撮影
 →金属光沢の有無, 厚さ測定

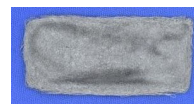


Fig. Appearance of TFP

②三点曲げ試験

・万能試験機(オートグラフAGS-J, 島津製作所)を用いて試験
 →荷重変位曲線から応力-ひずみ線図を取得
 →曲げ弾性率 E_b , 曲げ強さ σ_b , 0.2%耐力 $\sigma_{0.2}$ を求めた
 ひずみ(0.0001~0.005)

試験条件

支点間距離:25.0[mm]
(JIS Z 2248より決定)

③SEM観察

・走査型電子顕微鏡 (Flex SEM 1000, 日立製作所)を用いて撮影
 →BSE像を画像処理ソフトImage Jを用いて二値化処理
 →TFPの空孔率 v を求めた

67

実験方法

④コンタミ観察

・疲労試験による, チタン繊維の脱落の評価
 →成形体(50×20mm)を40×10mmにカット, 超音波洗浄

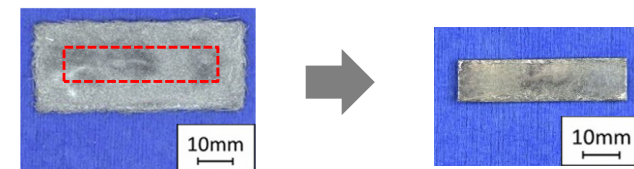


Fig. Schematic of Contamination evaluation of TFP

→JIS Z 2273に準じて試験を実施

支点間距離:20[mm]
 変位:1.0[mm]
 試験速度:2.0[mm/s]
 繰返し数: 1×10^4

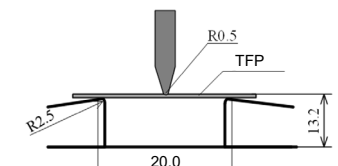


Fig. Schematic diagram of Fatigue test

68

結果:外観観察

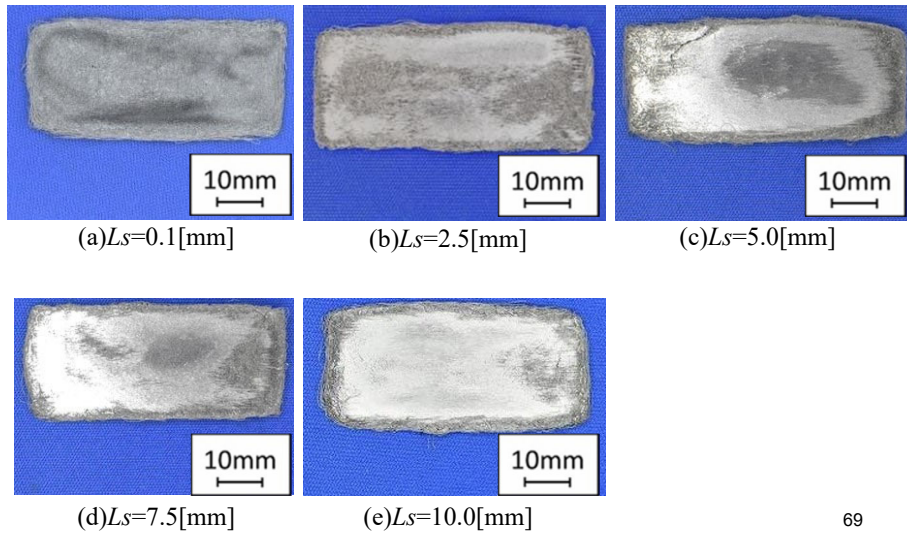


Fig. Appearance of TFP composed of Long Fiber

69

結果:外観観察

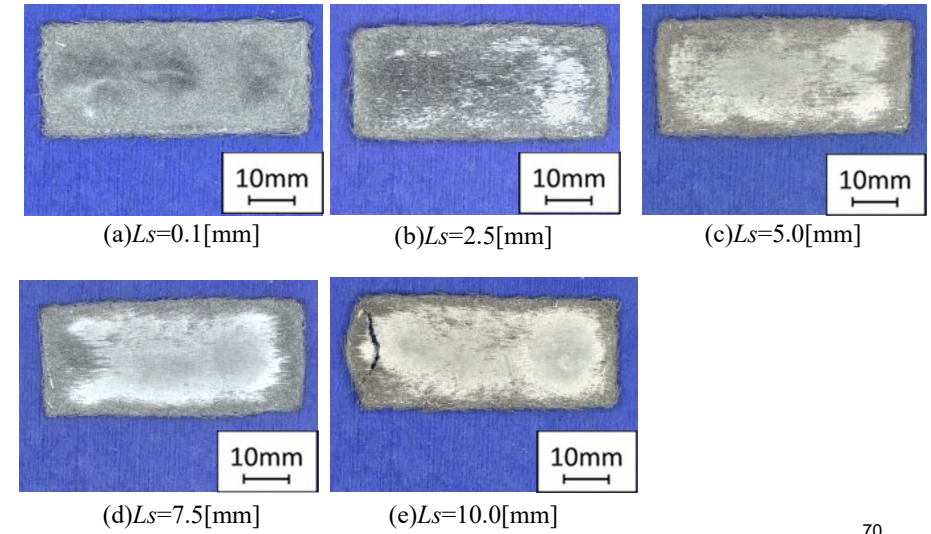


Fig. Appearance of TFP composed of Short Fiber

70

結果:三点曲げ試験

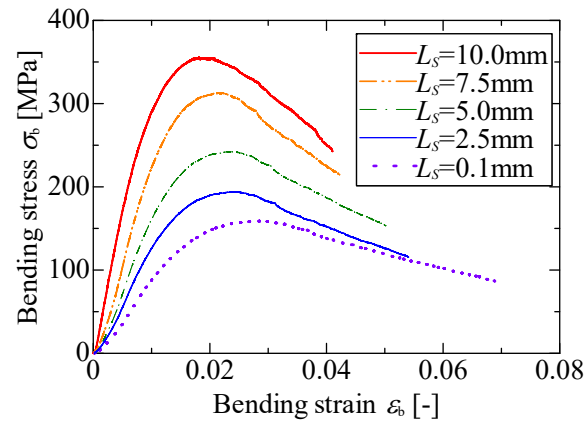


Fig. Stress-strain diagram of TFP composed of Long fiber

71

結果:三点曲げ試験

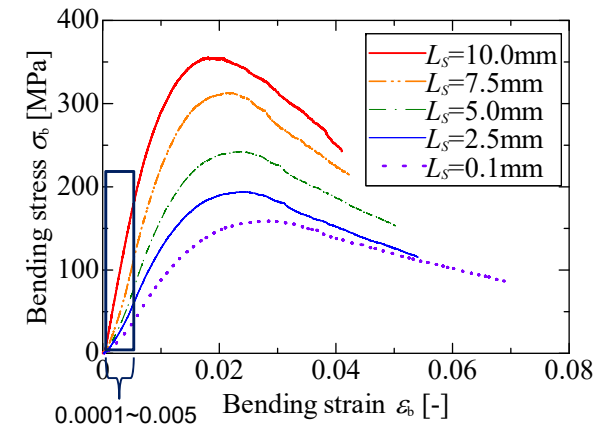


Fig. Stress-strain diagram of TFP composed of Long fiber

72

結果: 三点曲げ試験

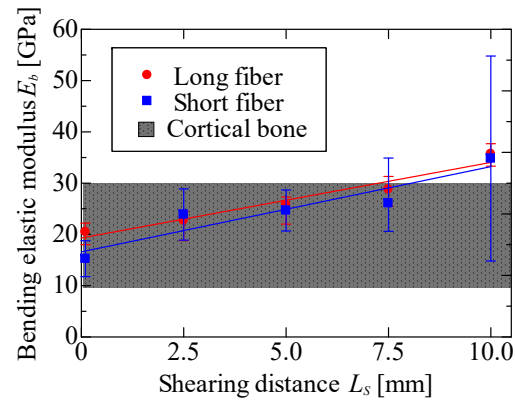


Fig. Bending elastic modulus of TFP composed of Long fiber and TFP composed Short fiber



長繊維製TFPと短繊維製TFPは生体骨に近い曲げ弾性率(10~30GPa)である 73

結果: 三点曲げ試験

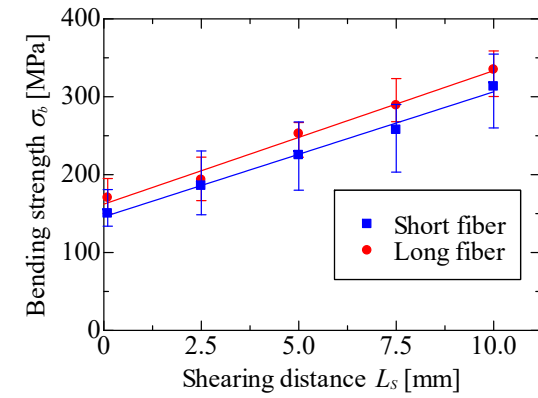


Fig. Bending strength of TFP composed of Long fiber and TFP composed Short fiber

結果: 三点曲げ試験

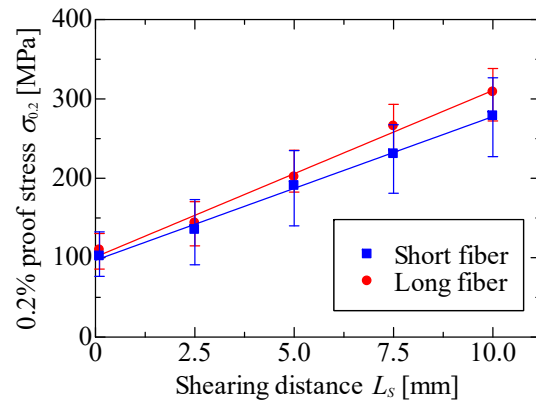


Fig. 0.2% proof stress of TFP composed of Long Fiber and TFP composed Short Fiber



多孔質材料であるのか, 空孔率を評価

結果: SEM観察

→成形体の $y=0$ [mm]での長手方向断面について空孔率を求めた

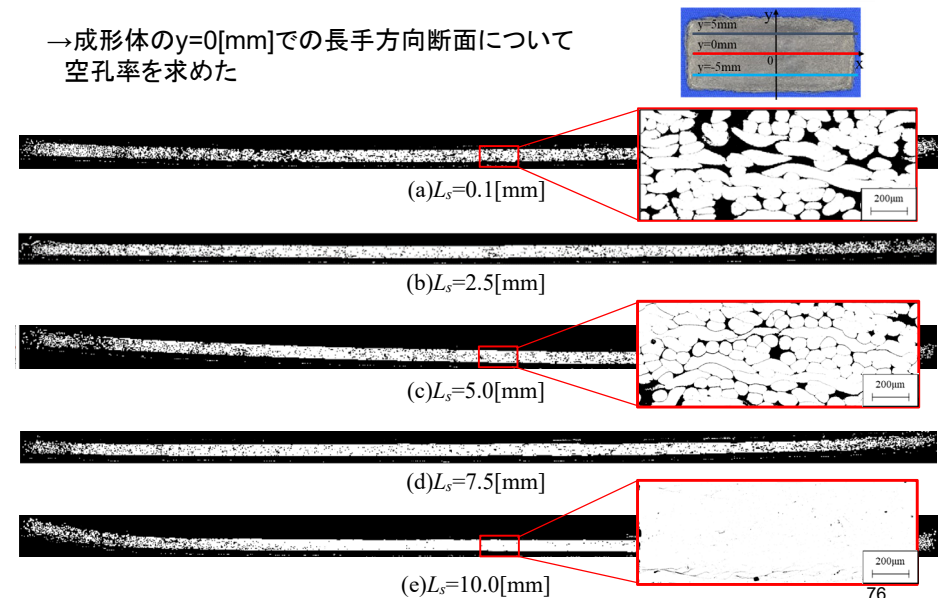


Fig. Binarized Image of Longitudinal section of TFP composed of Long Fiber

結果: SEM観察

→成形体の $y=0$ [mm]での長手方向断面について
空孔率を求めた

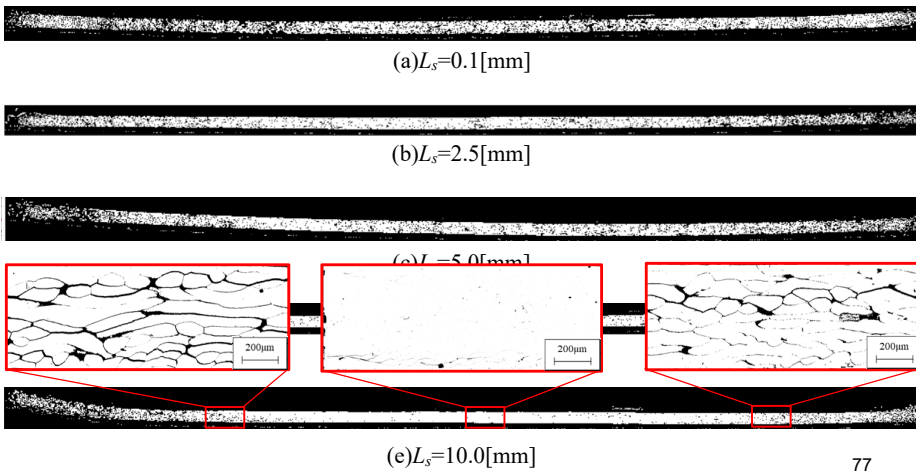
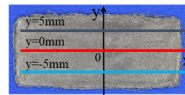
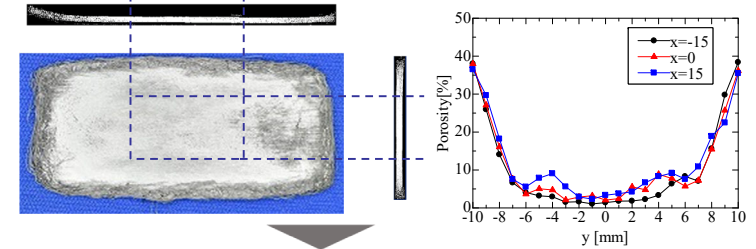
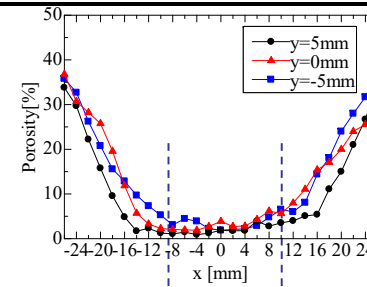


Fig. Binarized Image of Longitudinal section of TFP composed of Long Fiber

77

結果: SEM観察



端を除いた中心部分からTFPの空孔率を測定

結果: SEM観察

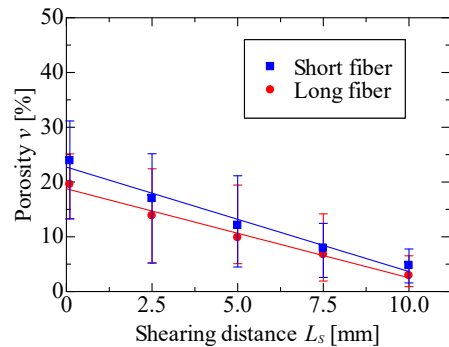


Fig. Porosity of TFP composed of Long fiber and TFP composed Short fiber

せん断距離に応じて空孔率が5~25%に変化

79

結果

TFPの曲げ弾性率と空孔率の関係

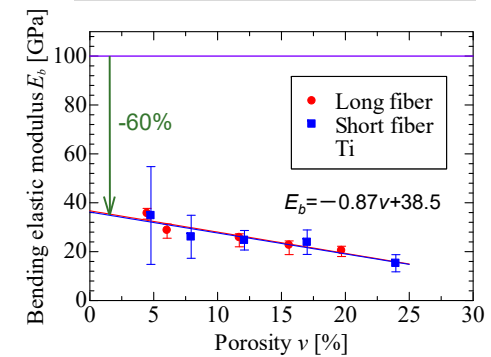


Fig. Relationship between Bending elastic modulus and Porosity of TFP composed of Long fiber and TFP composed of Short fiber

・曲げ弾性率には空孔率以外にも結合率も影響している?

80

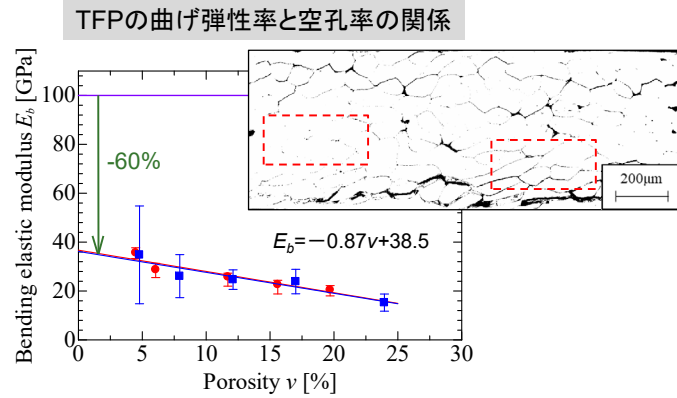
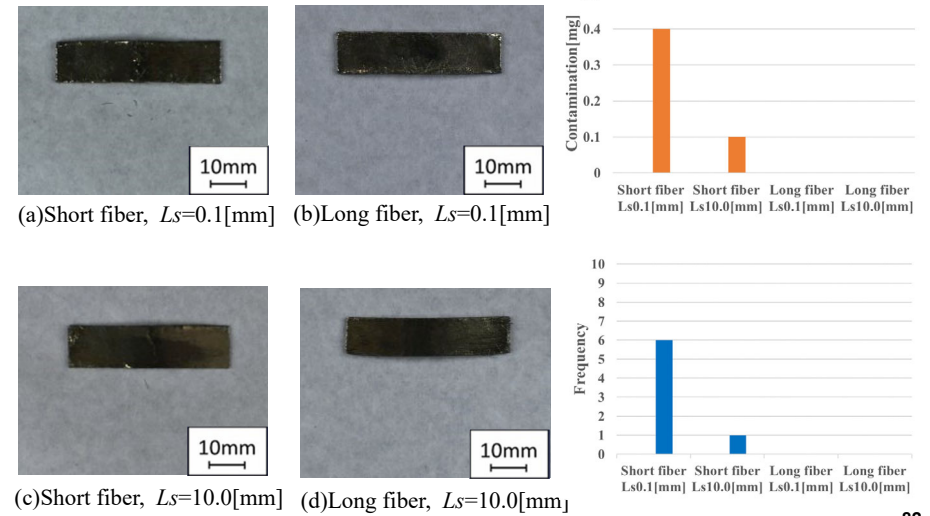


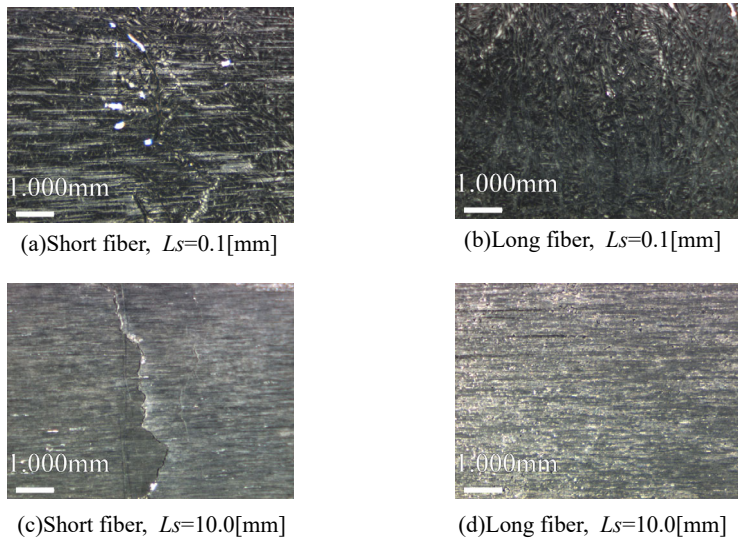
Fig. Relationship between Bending elastic modulus and Porosity of TFP composed of Long fiber and TFP composed of Short fiber

・曲げ弾性率には空孔率以外にも結合率も影響している？

疲労試験によるコンタミの発生について



～なぜ疲労試験において長繊維製TFPから繊維が脱落しなかったのか～



まとめ

粉末冶金の概要を説明した。
粉末冶金および常温圧縮せん断法は新材料の開発に適していると考えられる。

今後も新材料を開発して世の中を変えていきたいと考えている。