

## 改良形一面せん断試験法による圧粉体のせん断特性\*

谷口幸典\*<sup>1</sup>, 堂田邦明\*<sup>2</sup>, 王志剛\*<sup>2</sup>Shear Characteristics of Powder Compact  
by Using Improved Single Shear TestYukinori TANIGUCHI, Kuniaki DOHDA and Zhrgang WANG\*<sup>3</sup>\*<sup>3</sup> Department of Mechanical Systems Engineering, Gifu University,  
1-1 Yanagido, Gifu-shi, Gifu, 501-1193 Japan

An improved single shear test is carried out to investigate shear characteristics of metal powder compact. By this experimental procedure, relation between the normal stress and shear stress at shear plane can be measured directly by shearing the powder compact at single plane with various normal stresses. Iron powder and stainless powder are tested and their shear fractures are investigated. Shear characteristics are evaluated by approximating relation between critical nominal friction coefficient and relative normal stress, where the relative normal stress is derived as the ratio with forming pressure and normal stress. As the result, the critical nominal friction coefficient at shear failure plane increases with increasing compact density, but it can be expressed without density dependence as a function of relative normal stress. Therefore the shear characteristics of powder compact with various compact densities can be expressed by this approximation.

**Key Words:** Powder Metallurgy, Material Testing, Fracture Criterion, Single Shear, Powder Compact, Nominal Friction Coefficient, Relative Normal Stress

## 1. 緒 言

コンピュータ・シミュレーション技術を用いて金属粉末の圧密挙動や圧粉成形中の破壊を予測することができれば、最も一般的で汎用性の高い金型成形法におけるネットシェイプ成形の実現や、さらに高密度・高品質な製品を得ることができる成形プロセスの開発などが可能となる<sup>①</sup>。粒状材料のせん断挙動は拘束圧と粒子間摩擦に依存すると考えられており、Mohr-CoulombモデルやDrucker-Pragerモデルに代表されるような、せん断破壊条件を考慮した圧粉成形シミュレーションに関する研究が活発に行われている<sup>②③</sup>。せん断破壊条件の決定や、スリップクラック<sup>④</sup>のような圧粉成形中におけるせん断破壊現象を精度よく予測するためにも、高圧力下における金属粉末のせん断破壊特性を詳細に調べることは重要である。

島らは鉄粉末圧粉体の直接せん断試験を行い、そのせん断破壊特性を調べている<sup>⑤</sup>。しかし、圧粉体に

生ずるせん断き裂の方向はせん断力を負荷する方向と必ずしも一致せず、その結果、せん断強度の計測値にばらつきが生ずる。このような実験計測の難しさもあって、圧粉体のせん断破壊特性については未だ体系だった研究がなされていないのが現状である<sup>⑥</sup>。そこで著者らは、圧粉体のせん断強度をより簡易かつ正確に求めることを目的とし、圧粉体の改良形一面せん断試験法を提案している<sup>⑦</sup>。この試験法は、特殊な手法で成形した圧粉体の一面せん断を行うもので、高圧力下における粉末のせん断破壊をシミュレートすることが可能であり、せん断強度を直接計測することができるという利点がある。

既報<sup>⑧</sup>では、鉄粉末についてせん断に伴う圧粉体の膨張・収縮挙動を調べ、破壊を生じずに圧密が進行するための限界応力状態を計測できることを示した。本報では、鉄粉およびステンレス粉についてせん断破壊包絡線の定式化を行い、高圧力下における金属粉末のせん断破壊特性に及ぼす粉末材質および潤滑剤添加量の影響を検討する。

\* 原稿受付 2003年9月22日。

\*<sup>1</sup> 正員, 岐阜大学大学院工学研究科(〒501-1193 岐阜市柳戸1-1)。\*<sup>2</sup> 正員, 岐阜大学工学部。

E-mail: zgwang@cc.gifu-u.ac.jp

## 2. 実験装置

図1に改良形一面せん断試験機<sup>6)</sup>の原理図を示す。下部ワークホルダ、下部パンチ、スライドプレートおよびスペーサからなる下部ダイは、スライドプレートと摺動面の間に組み込まれたフラットローラーの上に配置されており、せん断方向に滑らかに摺動できるようになっている。圧粉体のせん断は、あらかじめ作製しておいた供試圧粉体を上下ワークホルダのキャビティ内に挿入し、上パンチによって所定の垂直荷重を負荷した後に、サイドパンチを用いて下部ダイセットにせん断力を負荷することによって行われる。上下ワークホルダの位置を調節することによって、せん断力を負荷する位置を設定することが可能である。せん断ストロークに対する垂直荷重、せん断力および垂直変位の変化は、データ収集システムによって計測される。

## 3. 実験方法および実験条件

**3・1 供試圧粉体** 供試体の作製にあたって、図2に示すような特殊な手法（分離成形法）を用いた。まず、一次粉末をダイスのキャビティに充填し、これを密度比（粉末の真密度で無次元化した密度） $\rho$ が0.55~0.57の範囲となるように予備成形する。次に上パンチをダイスから抜き、新たな二次粉末を充填する。

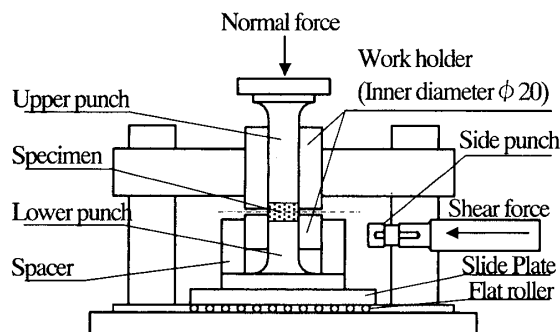


Fig.1 Single shear test device

最後に、上パンチに所定の密度が得られる成形圧力  $P$  を負荷して圧粉体を得る。このような手法で作製した圧粉体は、外部からある負荷が与えられた場合、一次粉末と二次粉末の界面に沿って優先的にき裂を生じて分離する特徴を有している。一方、粒子間の圧密状況に関して、分離界面と内部との相違がほとんど認められない<sup>6)</sup>。さらに、予備成形時において密度比  $\rho$  が0.55以下の場合、このような界面は形成されないことから、分離界面における粉末粒子の特性は内部と同等であると考えられ、分離界面の形成によるせん断強度の低下は無視できると仮定した。したがって分離成形法を用いて成形した圧粉体を供試体とすることで、その分離界面において一面せん断を行うことが可能となり、圧粉体のせん断面における垂直応力とせん断応力の関係をより精確に得ることができるようになっている。

### 3・2 実験条件

原料粉末として、アトマイズ鉄粉 300M、還元鉄粉 KIP255M、およびアトマイズステンレス粉 DAP430L を使用した。それぞれの粉末の電子顕微鏡写真を図3に示す。粒子形状はいずれの粉末も不規則であるが、KIP255M は粒子内部に空隙を有する海綿状粉末である。各粉末に潤滑剤としてステアリン酸亜鉛 (StZn) を0.2 wt.%添加混合した。

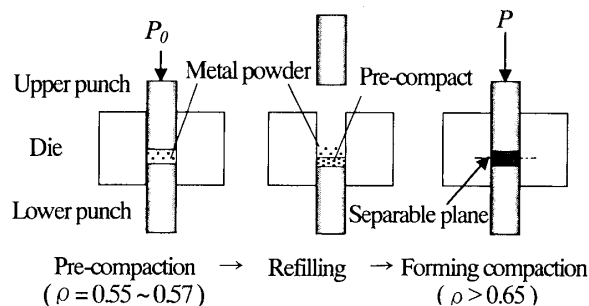
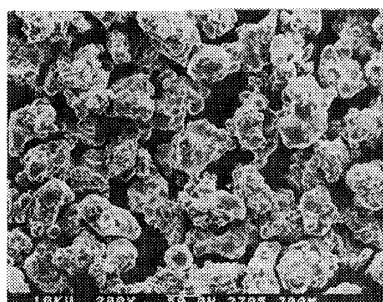
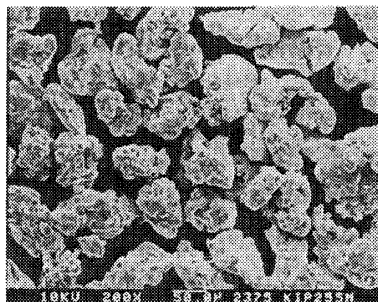


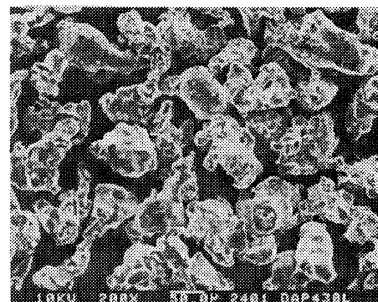
Fig.2 Production method for separable specimen



(a) Atomized iron, 300M



(b) Reduced iron, KIP255M



(c) Atomized stainless, DAP430L

Fig.3 SEM photograph of metal powders

0.2 mm

Table 1 Specimen for single shear test

Name	Material	StZn wt.%	$\rho_0$	$k$	$m$	Density ratio $\rho$
300M	Iron (Atomized)	0.2	0.46	300	1.40	0.70~0.90
		1.0	0.43	270	1.65	
KIP255M	Iron (Reduced)	0.2	0.40	290	1.55	
DAP430L	Stainless (Atomized)	0.2	0.45	620	1.50	

また、潤滑剤添加量の影響を調べるために、鉄粉 300M においてステアリン酸亜鉛を 1.0 wt.% 添加混合したものを供試粉末とした。

供試圧粉体は、密度比  $\rho = 0.70 \sim 0.90$  となるように種々の成形圧力で成形した。成形に用いたダイス内径は 20 mm で、成形時のダイス壁面との摩擦の影響を少なくするために、ステアリン酸亜鉛をアセトンで懸濁させた溶液をキャビティ内面に塗布し、乾燥させた。供試粉末の圧縮特性を図 4 に示す。ステンレス粉は鉄粉に比べて強度が高く圧密されにくいことがわかる。この圧縮成形では、ある密度比  $\rho$  を得るために必要な成形圧力は、次式を用いて近似的に求めることが可能である。

$$P = k \left[ \ln \left( \frac{1 - \rho_0}{1 - \rho} \right) \right]^m \quad (1)$$

ここで、 $P$  は成形圧力 (MPa)、 $\rho_0$  は初期充填密度比、 $k$ 、 $m$  は粉末の材料定数である。図 4 の実線は式 (1) によるものである。用いた粉末の  $\rho_0$ 、 $k$  および  $m$  の値と作製した供試圧粉体を表 1 にまとめて示す。

せん断力を圧粉体の界面に正確に負荷するために、上下ワークホルダ間の隙間は 0.5 mm 以下となるように調節した。垂直荷重は、各密度比の圧粉体についてその成形荷重の 5%~90% となるように適宜設定した。

#### 4. 実験結果および考察

**4・1 せん断挙動** 図 5 に荷重-せん断ストローク線図を示す。垂直荷重に対するせん断力の比として得られる見かけ上の摩擦係数  $\mu_n$  も合わせて記した。せん断力はせん断の進行に伴って増加し、最大値に達した後に減少する。垂直荷重は本来一定に保ってせん断することが望ましいが、試験機の能力上せん断に伴い増減する。これはせん断に伴う試料の膨張あるいは収縮が生ずるためで、膨張の場合垂直荷重は増加し、収縮の場合減少する<sup>6)</sup>。この特性はせん断時に与える初期垂直荷重の大きさで決定される。図中の A 点と B 点でせん断を中止し、試料を軸方向に切断して界面の状況を電子顕微鏡により観察した。その結果を図 6 に示す。A 点ではせん断の痕跡がまだ認められ

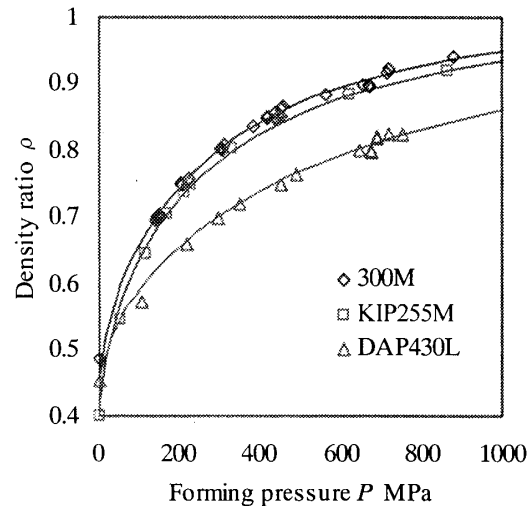


Fig.4 Compaction characteristics of metal powders (0.2wt.%StZn)

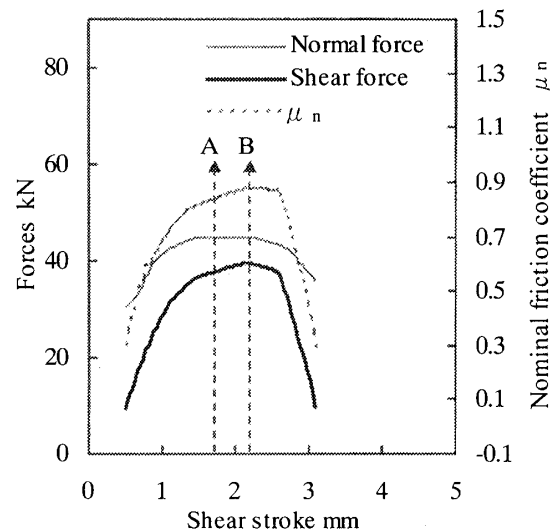
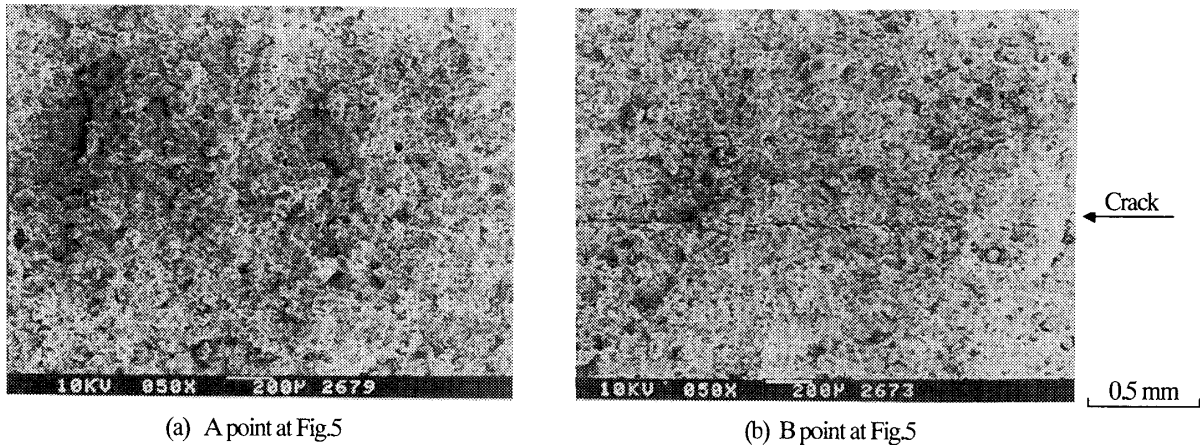


Fig.5 Variation in normal force and shear force with shear stroke (300M, 0.2wt.%StZn,  $\rho=0.85$ )

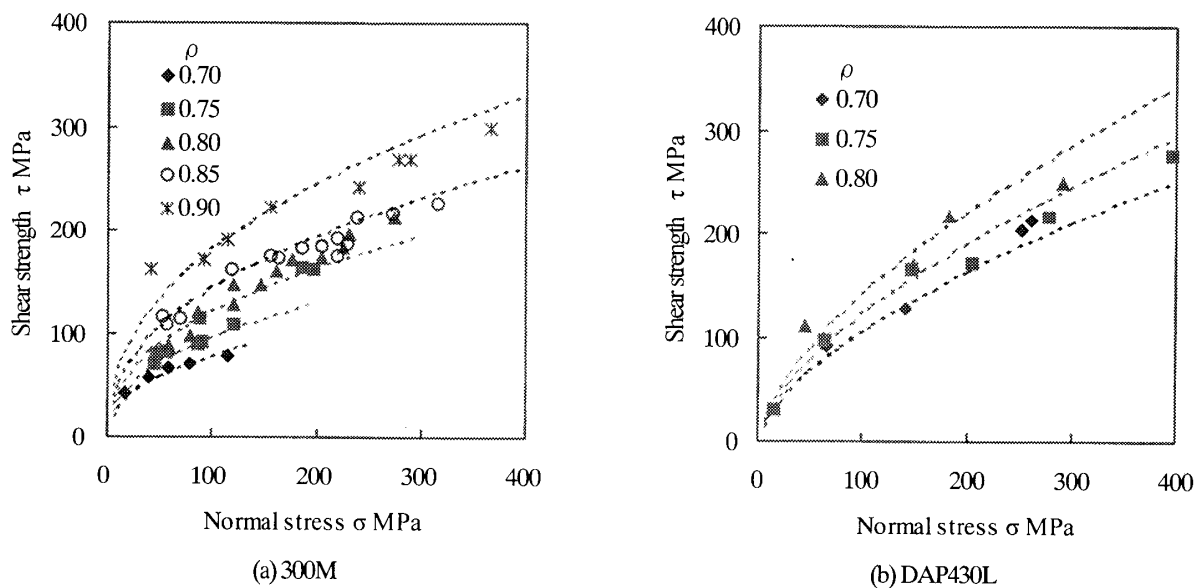
ないのに対して、B 点までせん断した場合は分離界面に沿うせん断き裂が明らかに認められる。したがって、見かけ上の摩擦係数  $\mu_n$  が限界値  $\mu_c$  に達する時に分離界面がせん断されると考え、この時の垂直荷重およびせん断力を一面せん断試験の結果整理に用いることにする。



(a) A point at Fig.5

(b) B point at Fig.5

Fig.6 SEM photograph of sheared specimen



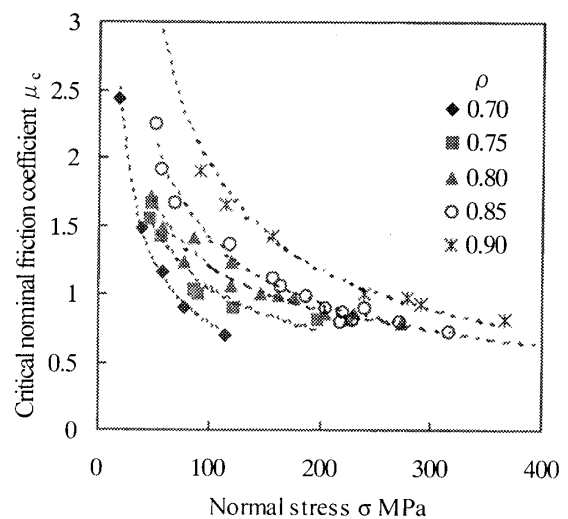
(a) 300M

(b) DAP430L

Fig.7 Relation between normal stress and shear strength (0.2wt.%StZn)

4・2 密度変化に伴うせん断特性の変化 図7に鉄粉 300M およびステンレス粉 DAP430L の各密度比の試料における垂直応力 $\sigma$ とせん断強度 $\tau$ の関係を示す。いずれの場合も、 $\sigma$ の増加に伴い $\tau$ は増加し、密度比 $\rho$ によって異なる曲線群となることがわかる。すなわち、密度比が増加すると $\tau$ も増加する。また、図4に示した圧縮特性と同様、ステンレス粉の場合、鉄粉よりも高いせん断強度を示すことがわかる。

この関係は、圧粉体の破壊条件を与える破壊包絡線を形成する<sup>(4)</sup>。すなわち、応力状態がこの曲線に達した時に圧粉体は破壊することから、圧粉体の強度は、内部の粒子の機械的かみ合わせと粒子間の摩擦抵抗力によって規定されると考えられる。摩擦抵抗力は、圧密によって粒子表面の微細突起が塑性変形し、表面を

Fig.8 Relation between normal stress and critical nominal friction coefficient  $\mu_c$  (300M, 0.2wt.%StZn)

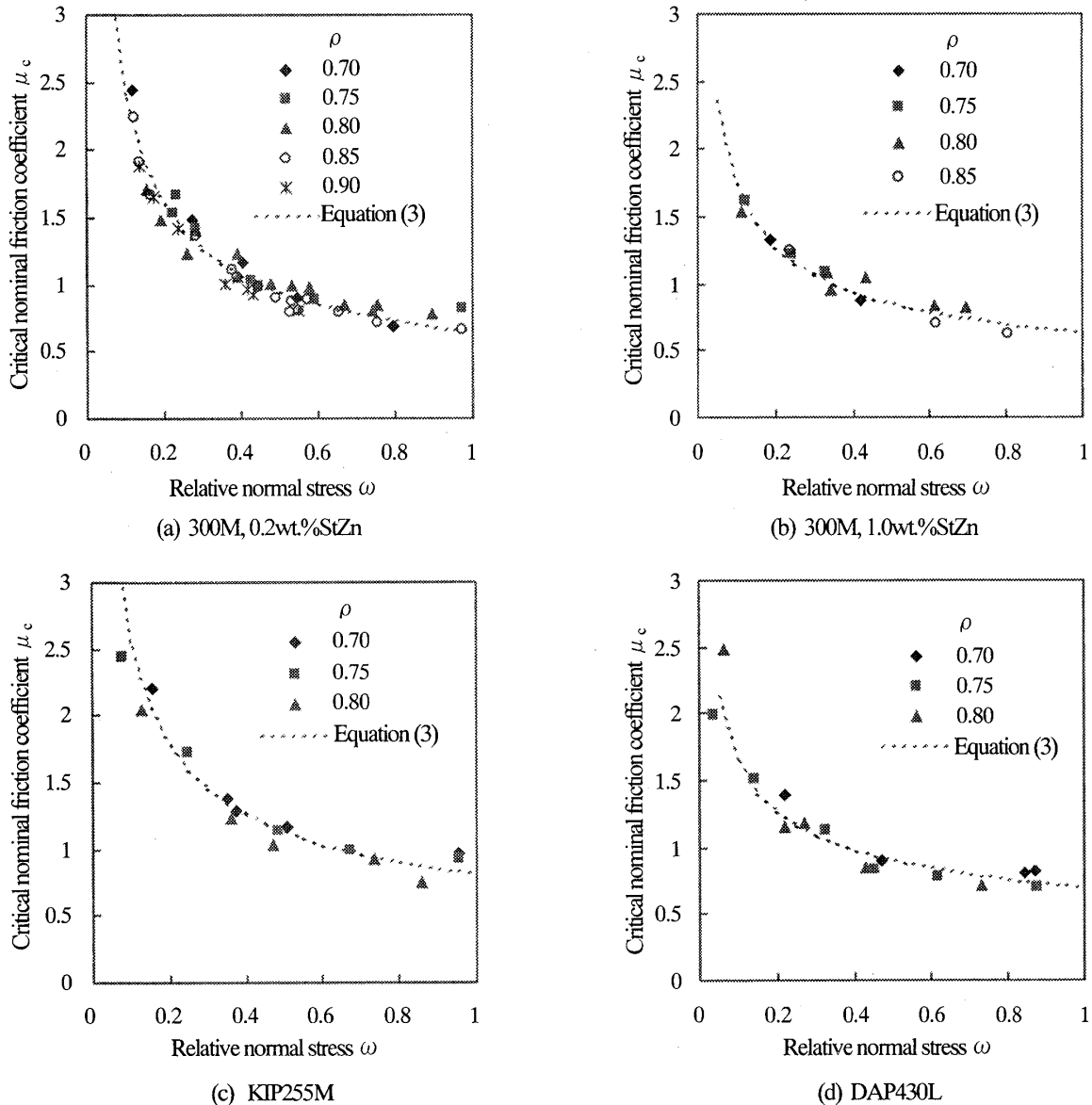


Fig.9 Relation between relative normal stress  $\omega$  and critical nominal friction coefficient  $\mu_c$ .

覆う酸化膜が破壊することで形成される粒子接点の固着部において生ずる。外部からの負荷によりこの摩擦抵抗力を上回るせん断力がかわると、接点においてすべりが生じ、巨視的なき裂が発達することにより圧粉体は破壊すると考えられる。摩擦抵抗力は接触点における法線方向の応力に比例して高くなることから、破壊包絡線は右肩上がりとなる。また、密度比が高いものほど粒子接点数は多くなるため摩擦抵抗力も高くなると考えられることから、密度比が異なると破壊包絡線も異なる曲線群となることが理解できる。

4・3 無次元化垂直応力 $\omega$ の導入による定式化  
図8に、 $\sigma$ の増加に伴う見かけ上の摩擦係数の限界値 $\mu_c$ の変化を、鉄粉 300M の場合について示す。 $\mu_c$ は始め非常に高い値を示すが、 $\sigma$ の増加に伴い減少し

てゆく。また、 $\tau$ と同様に密度比によって異なる曲線群となり、密度比の増加に伴い増加する。この関係から、密度比の相違によってせん断界面における粒子の接触状況が異なり、同一の垂直応力の元でもその摩擦状態が等価ではなくなっていると考えられる。そこで、式(2)で定義される無次元化垂直応力 $\omega$ を導入して実験結果の整理を試みる。

$$\omega = \frac{\sigma}{P} \quad (2)$$

$\sigma$ は界面におけるせん断時の垂直応力、 $P$ は圧粉体を成形する際に要した成形圧力である。図9に各粉末における $\omega$ と $\mu_c$ の関係を示す。ややばらつきはあるものの、 $\mu_c$ は密度比に依存せず一本の曲線で表され

る結果が得られることから、界面における粒子の接触状況は $\omega$ によって定まると推測できる。この関係は粉末の種類によらず成り立ち、次式による近似が可能である。

$$\mu_c = \frac{\tau}{\sigma} = A \omega^{-n} \quad (3)$$

$A$ ,  $n$  はそれぞれ粉末の特性によって決まる材料定数である。式(3)に式(2)を代入して整理すると、

$$\tau = AP^n \sigma^{(1-n)} \quad (4)$$

が成り立つ。図7における点線は式(4)による $\tau$ の計算値を示しており、実験結果をよく近似していることがわかる。さらに、式(1)で示される成形圧力と密度比の関係を代入すると、

$$\tau = Ak \left[ \ln \left( \frac{1-\rho_0}{1-\rho} \right) \right]^{mn} \sigma^{(1-n)} \quad (5)$$

が成り立つ。粉末特性を反映する4つの材料定数の値と初期充填密度比が得られれば、任意の密度比における圧粉体のせん断破壊包絡線が求められることになる。

**4・4 せん断特性に及ぼす粉末特性の影響**  
式(3)で実験結果を近似し得られた材料定数  $A$ ,  $n$  を表2にまとめて示す。 $\omega$ の低い領域において示される高い $\mu_c$ の値は  $n$  値が大きいほど顕著となることから、 $n$  値は粉末粒子の固着部の摩擦抵抗を反映していると考えられ、粉末粒子の表面における塑性変形、酸化膜の破壊、材料のせん断強度によって規定されるものと推測できる。鉄粉 300M は比較的塑性変形しやすいと考えられることから、せん断時における垂直応力が低い領域において固着部の摩擦抵抗の効果はより顕著となり、高い  $n$  値を示したものと考察できる。潤滑剤添加量が 1.0wt.% の場合、 $A$  値がほとんど変化していないのに対して、 $n$  値は 0.44 と小さくなっており、 $n$  値が粒子接点に生ずる摩擦抵抗を表していることを裏付ける。ステンレス粉の場合、 $n = 0.37$  と低い値を示すのは、鉄粉に比べて粒子の強度が高いため、固着部の形成が比較的少ないことによるものと思われる。

$A$  値は $\omega=1$ に対応する $\mu_c$ であり、 $\mu_c$ の下限値を示す。また、 $\tau$ に対する比例定数であるため、 $A$  値が大きくなると図9に示される曲線は上方に移動し、結果破壊包絡線の傾きが増加する。このことから、 $A$  の値は粉末粒子の形状や粒径、圧密による機械的かみ合わせによって変化するものと考えられる。同じ鉄粉

Table 2 Value of  $A$  and  $n$ 

Name	StZn wt.%	$A$	$n$
300M	0.2	0.64	0.57
	1.0	0.63	0.44
KIP255M	0.2	0.81	0.49
DAP430L	0.2	0.70	0.37

でも KIP255M の場合は高い  $A$  値を示すが、これは 300M が中実粒子であるのに対し、KIP255M は海綿状粒子であるために、粒子の形状がより不規則で比表面積も高いことから機械的かみ合わせが良く、その結果より高い摩擦抵抗を示したものと考察できよう。しかし、これらの材料定数に関しては、今後材質、形状および粒度分布の異なる粉末について調べることで、その意味合いをさらに明らかにする必要がある。

## 5. 結 言

改良形一面せん断試験法により、鉄粉末およびステンレス粉末の圧粉体のせん断特性を調べた。得られた結果は以下のとおりである。

- (1) 圧粉体の破壊包絡線は密度比によって異なる曲線群となる。
- (2) 見かけ上の摩擦係数の限界値 $\mu_c$ はせん断時の垂直応力の増加に伴い減少してゆく。
- (3) 見かけ上の摩擦係数の限界値 $\mu_c$ は、一面せん断試験時の垂直応力と圧粉体の成形圧力との比で定義される無次元化垂直応力 $\omega$ の関数で、その関係は密度比に依存しない $\mu_c = A\omega^{-n}$ で近似される。
- (4)  $A$ ,  $n$  値は粉末特性を反映する材料定数である。

## 参 考 文 献

- (1) 島進, 粉体成形の力学, 塑性と加工, 42-483 (2001), 316-320
- (2) Amir R. Khoel, Numerical simulation of powder compaction processes using an inelastic finite element analysis, *Materials & Design*, 23 (2002), 523-529.
- (3) O. Coube and H. Riedel, Numerical simulation of metal powder die compaction with special consideration of cracking, *Powder Metallurgy*, 43-2 (2000), 123-131.
- (4) S. Shima, H. Koreta, and K. Nishimura, A study of fracture behaviour of powder compacts, *Adv. Tech. of plasticity*, vol.2 (1999), 1333-1338.
- (5) K. Dohda, Z. Wang and Y. Taniguchi, A newly devised single shear test for metal powder compact, *Materials Science Forum*, 437 (2003), 109-112.