

- ◆ 第 21 回通電焼結研究会 (旧称: SPS 研究会)
 - ・平成 28 年 (2016) 12 月 1-2 日
 - ・宮城県仙台市 東北大学金属材料研究所 講堂於

放電プラズマ焼結 (SPS) 法により製造した材料の実用化と共同研究

○安藤 秀夫、彦野 太樹夫、嶋田 正雄
(株式会社エヌジェーエス 北海道 SPS センター)

1. はじめに

1989 年に住友石炭鉱業 (現、住石ホールディングス) 株式会社から第三世代方式の「放電プラズマ焼結 (SPS) 法」が発表¹⁾され、当社 NJS はその住石基礎技術・ノウハウ・設備等の全てを継承し新材料開発・SPS 応用技術・実用化技術の推進を行っている。NJS 北海道 SPS センターではトンネル型 SPS 生産システムおよびシングルヘッド型 SPS 装置を保有し、様々な焼結材料の研究開発と製造販売展開を行ってきた。例えば、超硬材料 (WC-低含有量 Co) や各種セラミックス系硬質材料の粉末調合作製から SPS 焼結・ワイヤ EDM 加工・研削研磨加工まで一貫した受託生産・試作開発・材料組織検査業務および民間企業・大学・国公立研機関との共同研究開発業務などを担ってきている²⁾。

本講演では、SPS 法による実用材料の開発例や最近の北海道内産学官連携事業における共同研究内容等について紹介する。

2. SPS 法による実用材料の開発および製造販売の展開

2.1 製缶用超硬金型への応用

SPS 法には、難焼結材料でも緻密体の合成が可能という大きな利点がある。この特長を生かす素材として、一般の従来超硬市場には無い低金属バインダ (Co, Ni) 含有の WC 系超硬材料の独自開発を行い、これまで商品名 TC シリーズとして商品化に成功し耐摩耗性要求度の高い金型市場向けに製造販売を行ってきた。この新超硬材料で実用された主な具体的応用例には、飲料用スチール缶やビール飲



図 1 低バインダ超硬材の製缶金型

料のアルミ缶等を成形する製缶用金型が挙げられる。

図 1 は SKD 材に低バインダ超硬材を焼嵌めで固定したアルミ缶絞り成形用金型である。金型の内側面部全面がこの TC 超硬材になっており、従来超硬材料と比べより高硬度で高い強度の材料で硬さ Hv2150、抗折力 2640MPa を有している。また金属バインダが極めて少ないにも拘わらず緻密度が高く均質であるため、成形機能面である内径形状 (絞り面) の研磨面精度が極めて良好で成形性向上に寄与している。その結果、缶材料の金属成分と金型機能面とのすべり摩耗に強く、金型寿命は 5 倍以上になる効果が認められている。

2.2 非球面ガラスレンズ金型への応用

SPS 法は従来焼結法に比べ“固相焼結”を容易に行うことができる大きな特長がある。

また SPS は反応性焼結法の一つでもある。これらの特徴から軟質のバインダを一切含まなくても適正に SPS 焼結条件を選択することにより炭化タングステンのみでフルデンスに緻密化させることが可能である。この実用 SPS 焼結体のひとつが「バインダレス超硬」で長年商用に供している。原料粒子径 80~200nm のナノ炭化タングステン粉末を粒成長抑制し微細組織構造かつ比較的低温・短時間で高密度焼結体が得られていることは SPS 法の大きなメリットである。



図2 ガラスレンズ金型例
(φ55mm デジタル一眼レフカメラ用)

図2に実用例とし非球面ガラスレンズ成形金型の例を示す。これは、デジタル一眼レフカメラのレンズ成形用金型であるが、硬さ Hv2600、線熱膨張率 3.70 (10⁻⁶/°C) を有し、型材料に低融点の軟質金属成分を含まないため 700°C以上でのガラスレンズ成形環境下に対し耐酸化性が高く高精度・長寿命で好評を得ている。金型のレンズ成形面がナノオーダーの Ra 4~8nm の超鏡面仕上げが可能であり超微細結晶組織構造素地は研磨精度が極めて高いため、レンズの後加工工程が低減できるメリットが認められている。市販の既存バインダレス超硬と比べ高い耐酸化性、Hv2600 の高硬度、低熱膨張率を特長に多くの光学レンズメーカー、カメラメーカーで受け入れられ現在納入している。

2.3 SPS 焼結用 NJS バインダレス超硬金型の開発と応用

図3は NJS バインダレス超硬材料を SPS 焼結用の型へ応用した金型(ダイス)の一例である。高温硬さ試験において低融点金属を含む一般超硬の場合 800°C以上で硬さが低下するが、NJS バインダレス超硬では、その硬さ低下は 900°C域でも少ない。実際に



図3 SPS 焼結用バインダレス超硬型(ダイス)例

SPS 焼結温度 900°C、加圧力 1 GPa の超高压 SPS 焼結条件下(真空雰囲気下)で使用し、ダイスの変形は無く、パンチも繰り返し使用できている実績がある。但し、適正な使用方法は肝要である。NJS バインダレス超硬材料は耐熱衝撃性が低いため、急速昇温および急冷条件下での使用には注意が必要である。また炭化タングステンは数種の金属成分と容易に反応するため、焼結材料の固着に十分注意を払う必要がある。

2.4 押出成形機スクリー部品への応用

SPS 法の一つの特徴である温度傾斜場焼結法を利用した各種傾斜機能材料(FGMs)の開発を長年行っている。代表例として、溶接可能なウェルダブル FGM 超硬(商品名)が北海道工業試験場(現:北海道立総合研究機構)、株式会社札幌研削工業との共同開発により、長寿命・高耐摩耗押出成



図4 押出成形機のスクリー部
(矢印部、右曲りと左曲りの2本)

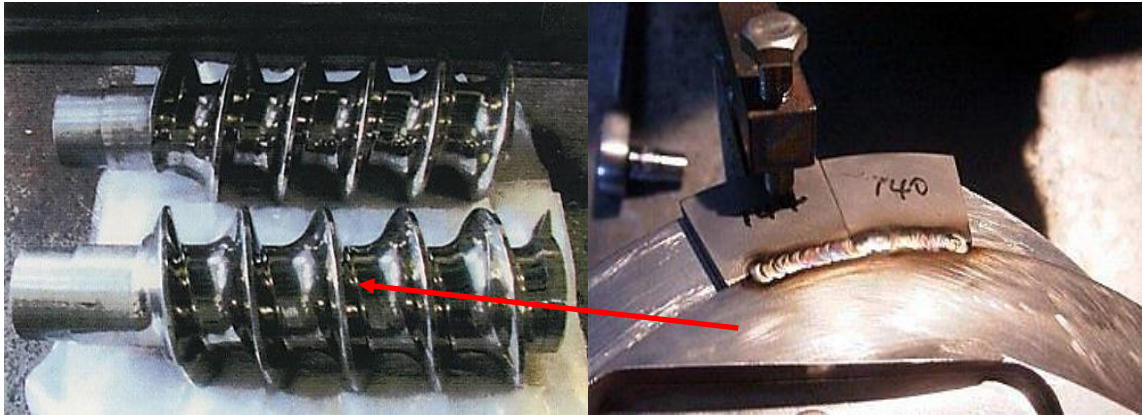


図5 押出成形機のスクリー部品

図6 傾斜機能材料のTIG溶接

形機用スクリーとし実用化に成功した。図4に示す押出成形機の内蔵スクリー部分(図5)にタイル状FGMs超硬材料が応用されている。このスクリー先端部・螺旋部は、混練物等との摩擦量が多く非常に摩耗しやすい状態になるため耐摩耗性に優れた材料であることが望ましい。当該部分にウェルダブル超硬(溶接可能超硬)のFGM超硬タイルをTIG溶接(図6)で貼り付けており、溶接可能と硬さ傾斜の二つの新機能を付与し、スクリー部品全体の耐久性向上長寿命化を目的としている。

一般的な耐摩耗性に優れたバインダ含有量の単一超硬材料は炭素鋼材との溶接加工が困難であるため、このスクリー部品基材(鋼材等)との接合固定ができない。そこで、SPSを用いてバインダ量を傾斜させたWC/Ni系FGM超硬を開発した。この新機能性超硬は、表面層硬さHv1400~1500の高硬度、一方の裏面層はHv800程度とし溶接可能な機能を発現できるNiバインダ量を傾斜組成とするFGMsでWC90%/Ni10wt%、WC80%/Ni20wt%、WC70%/Ni30wt%の3層構造傾斜プロファイルを持ち、硬さ・内部組織が異なる焼結体物性を有している。現在このFGM超硬タイル付スクリー部品を装着した押出成形機は、北海道電力苫東厚真火力発電所にて石炭灰(フライアッシュ)と石灰を混練し脱硫材ペレットをリサイクル製造する用途で稼働中である。なお、当該スクリー寿命は、従来の超硬溶射コーティング材の3倍以上(従来品800~1000時間/FGMs超硬3000時間以上)、耐摩耗工具鋼(ステライト鋼)の8倍に伸びたとの報告を受けている。押出成形機メンテナンス工数削減は押出成形機の稼働率向上につながることは謂うまでもない。

3. 北海SPSセンターの共同研究活動

3.1 IGZOの高性能スパッタリング用ターゲット材の開発

室蘭工業大学工学系研究科 世利教授提案の腐食合成法で製造したIGZO(InGaZnO_4)粉末をSPS法で焼結する共同研究を展開している。この腐食合成法では高純度かつ $1\mu\text{m}$ 以下の微細なIGZO粉末(図7)が得られており、この微細粉末をSPS法で焼結することにより、従来のIGZO作製技術では得られない高密度で微細組織のIGZO用スパッタリングターゲット材の開発を目指している。腐食合成法では、合成時に従来の焼成温度(1500°C)

を経ずに IGZO 粉末を合成できるため、結晶粒の粗大化が生じない。図 8 に得られた IGZO 粉末の XRD スペクトルを示す。

この微細な粉末を SPS 法で焼結することにより、従来焼結法より低い低温焼結、かつ短時間に焼結することが可能となり、焼結時に結晶粒の粗大化を抑制できることが期待されている。さらにこの研究では、超高压を印可して当該粉末を SPS 焼結する計画があり、前述の NJS バインダレス超硬型を使用し IGZO 粉末を焼結する予定である。

なお、本研究は北海道立総合研究機構（道総研）が主管し、国立研究開発法人科学技術振興機構「研究成果展開事業 マatchingプランナープログラム」事業にて採択

（MP28116808661）されたもので NJS は共同研究者として参画している。また、腐食合成法は室蘭工業大学が特許出願を行っている。

（特願 2015-51882）

別課題であるが、道総研においては、この腐食合成法で作製したスピネル（ $MgAl_2O_4$ ）粉末を SPS 焼結する研究を昨年度展開しており、厚さ 3 mm の焼結体に関し波長 550 nm の可視光を用い透過率 9.7 % という結果を得ている³⁾。

3.2 微細加工プラットフォームを利用した超硬合金のナノ・マイクロ精密金型作製

これまで主にレンズ金型向けとして用いられていた NJS バインダレス超硬材の実用分野を広げるために北海道大学電子科学研究所ナノテク連携推進室の松尾保孝博士がもつ微細加工技術を利用して、金属・ガラスへのインプリント用精密金型の開発を行い、作製に成功した。具体的には、この開発によって WC 原料粉末平均粒径 80nm を用いた NJS バインダレス超硬（商品名：WC100）の 2 インチ基板（図 9）上に、直径約 3 μ m、先端約 2 μ m の周期的凸型構造（図 10）

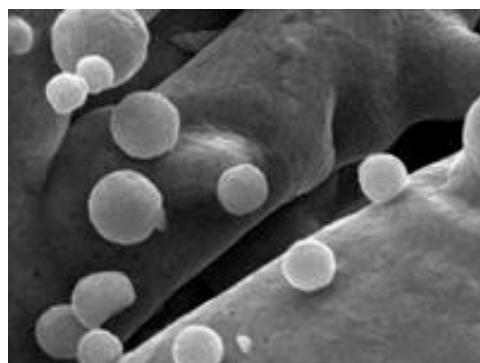


図 7 腐食合成法で作製した IGZO 微粉末の SEM 像

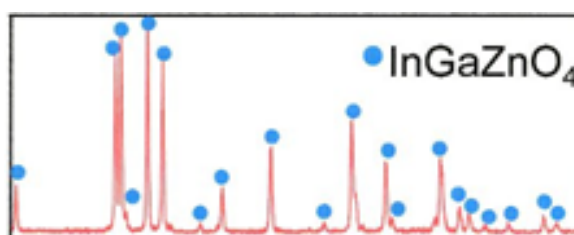


図 8 IGZO 微粉末の XRD スペクトル

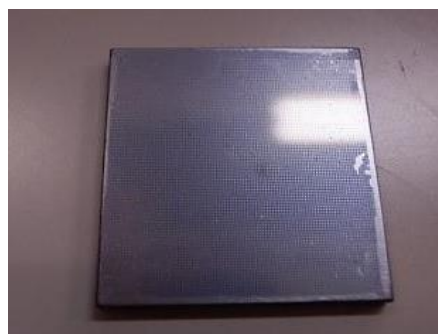


図 9 25x25mm のナノ・マイクロ精密金型

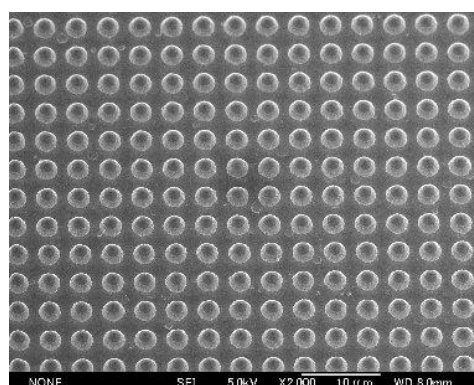


図 10 超硬材料に加工した周期的な円柱凸形状

の作製が可能となり、ガラスへのインプリントについても実現に至っている。

ナノ粒径のセラミックス材料や超硬材料のように粒界が多数存在する材料では、このような微細加工は困難であると考えられていたが、凸形状の稜角がやや不揃いであるという材料上の課題はあるものの、SPS法で作製した材料は、このような形状であれば、十分に対応できることが明らかとなった。

なおこの共同研究は、国立研究開発法人科学技術振興機構（JST）の微細加工プラットフォームのコンソーシアムである北海道大学と共同で取り組んだものであり、2015年度のJSTフェアで北海道大学と共同出展で成果報告を行っている。

3.3 サウンディングロケット燃焼エンジンノズルへのSPS焼結材料の応用

北海道大学大学院 永田晴紀教授と、北海道赤平市の株式会社植松電機とが共同研究開発を行っているCAMUI型ハイブリッドロケットの燃焼エンジンノズル（図11）に、当社がSPS法で開発したノズル材料を応用する研究を進めている。このロケットは、打ち上げコストの削減をはかるべく火薬や液体燃料を使わず固形燃料で飛ばすのが大きな特徴⁴⁾である。しかしながら、この固形燃料の成分が燃焼中にノズル部品を著しく損耗させ燃焼室内の圧力低下が生じるという課題がある。そこで点火・燃焼後、耐損耗性能が高く圧力を大きく低下させない新しいノズル材料の開発が望まれている。

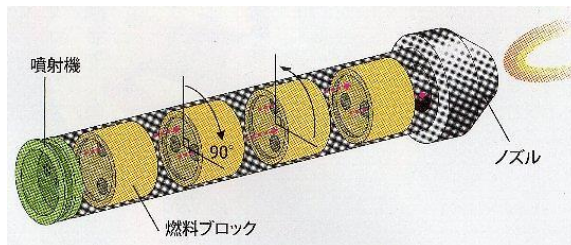


図11 CAMUI型ハイブリッドロケット燃焼エンジン

現在当社はSPS技術を用いた新ノズル部品の開発および製作を担当し燃焼試験（図12）での実証参加を行っている。

今後SPS製新ノズル部品でロケット打ち上げ課題をクリアすることが期待されている。



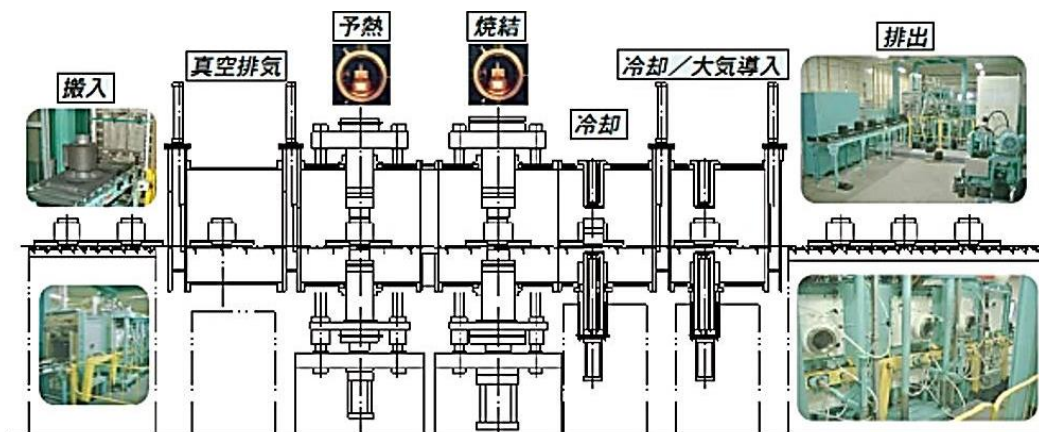
図12 ロケット燃焼試験の様子

4. まとめ—北海道SPSセンターの将来展開—

北海道SPSセンターでは、図13,14に示すトンネル型（5-stage/chamber連続炉型）SPS生産システムによる“ものづくり”の実証とSPS焼結生産技術の最適化および新材料開発を行ってきた。実用化と量産技術の確立を行うためには、実際に自動機を連続フル稼働させ操作技術・加工ノウハウ・



図13 北海道SPSセンターの生産用焼結設備外観



黒鉛型の移動方向：搬入→大気から真空へ→予熱通電→焼結→冷却→冷却兼真空から大気へ→排出

図 14 北海道 SPS センターのトンネル型(連続炉)生産用 SPS 焼結機の基本構造

メンテナンス技術などについて習熟することが極めて重要である。長年の経験値から SPS 設備の 1 次電源、循環冷却水の適正管理および Gr 型アッセンブリーの設計製作は生産技術のキー・ファクターと言える。今後、北海道発の放電プラズマ焼結応用技術の開発、粉末製造の腐食合成法など北海道独自技術との一貫融合を図り、新材料開発・用途開発・市場開拓に努め、SPS 技術の市場普及と新産業創出に貢献できるようにしたいと考えている。また、28 年間に及ぶ長年蓄積した焼結ノウハウを基盤技術とし、産業界向け生産用 SPS システム装置開発への技術フィードバックを行い信頼性の高い「第五世代の未来型 SPS」へ発展させることに寄与していきたい。

【謝辞】

北海道立総合研究機構ものづくり支援センター中嶋快雄氏、室蘭工業大学 世利修美教授、北海道大学電子科学研究所 松尾保孝博士、北海道大学大学院機械宇宙工学部門 永田晴紀教授、株式会社植松電機 植松 努専務、国立高等専門学校機構 産学官連携コーディネータ（北海道地区担当）鴨田秀一博士、株式会社札幌研削工業他多大なご協力をいただいた関係者の皆様へ心よりここに感謝の意を表します。

【参考文献】

- 1) 鴫田正雄, 第 20 回通電焼結研究会講演要旨集, (2015) 4.
- 2) 安藤秀夫, 茶木広明, 田口章弘, 第 10 回 SPS 研究会講演要旨集, (2005) 87-88.
- 3) 中嶋快雄 他, 地方独立行政法人 北海道立総合研究機構 工場試験場 技術成果事例集 2016, (2016) 14.
- 4) 永田晴紀, アルミライフ・イノベーター (エコムス) vol.41, (2015) 43-46.