

微粒子による新機能性材料の開発

小石川 勝男*

1. 緒言

近年、材料部品の高耐久性、信頼性、コスト削減が厳しく求められて久しいが、それらを達成するために新しい材料が求められている。そのような中、新機能性を有する材料を作製する方法の一つとして放電プラズマ焼結法(Spark Plasma Sintering : SPS)が注目を集めている。

SPSは、

- ・傾斜材料の焼結が可能
- ・焼結時間が短い
- ・硬度等の機械的特性が向上する
- ・焼結体の微細組織の制御が行いやすい
- ・焼結できる材料範囲が広い

等の特徴を有するため、幅広い分野での応用が可能である。現在、国内外の各研究機関等で使われ始めている。

茨城県北地域は、自動車、家電等の部品加工業が多く、プレス加工の工程が多くを占めている。プレス金型の技術的課題として上げられるのは、摩耗、キズ等により製品の寸法精度が低下する問題、製品寸法の高精度化による歩留まりの向上である。

そこで、本研究開発では高性能の材料を作製するために欠かせない微粒子粉末を用い、SPSによる新機能性材料の作製について検討した。

具体的にはプレス金型に用いられる金型材料について、緻密化や傾斜機能特性の付加等を行うことにより、金型の長寿命化(従来からの2倍程度)を目指す。

金型材料である炭化タングステン(WC)を基準材料として選び、SPSで作製したWCについて、焼結体の組織や機械的特性を評価したので報告する。

2. 実験方法

まず、焼結粉末を作製するために図1に示す遊星ボールミル(フィリッチュ社製)で混合した。焼結粉末は、炭化タングステン(混合比80%~95%)とコバルト(混合比20%~5%)で、ほぼ粒径 $0.5\mu\text{m}$ 以下にした。その混合粉末を図2に示す。



図1 遊星ボールミル

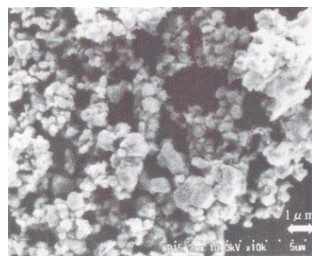


図2 混合後の粉末

焼結方法は、図3に示す放電プラズマ焼結装置(イズミテック製)により行った。このSPSは、概略図に示すように従来法と異なる方法で加熱している。従来法がヒーターなどにより外部から加熱するのに対し、SPSでは、図4に示すように粉末にパルス状の数千アンペア

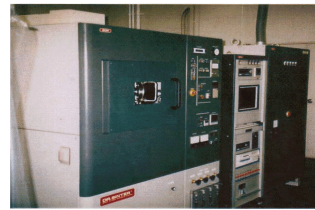


図3 放電プラズマ焼結装置

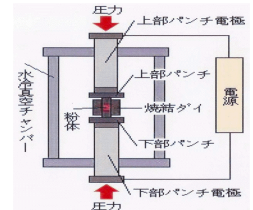
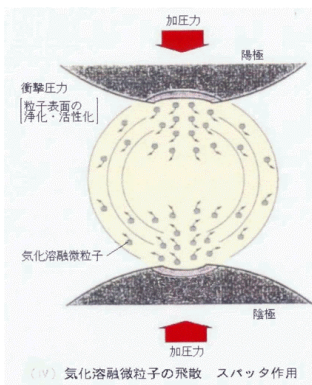
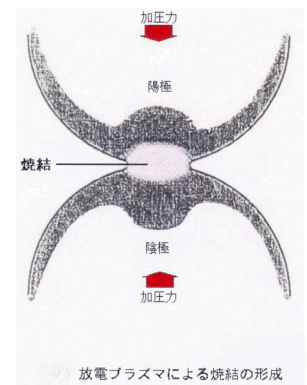


図4 焼結方法

という大電流を流し、粉末粒子同士のわずかな空隙の部分で放電を起こさせ、その際発生する熱を利用して加熱、焼結を行う。そのため、迅速かつ均一な加熱、焼結が行われる。図5には焼結メカニズムを示す。



(a) 放電現象



(b) 結合

図5 焼結メカニズム

実験に使用した焼結型は、グラファイト材料を用いた。メス型は内径 20.4mm 、外形 50mm 、高さ 50mm 、パンチは外形 20mm 、長さ 20mm とした。また、焼結粉末を型へ充填する場合の模式図を図6に示す。焼結形状は図7に示す形状を目標とした。

今回、炭化タングステン使用粉末量は 15g とした。

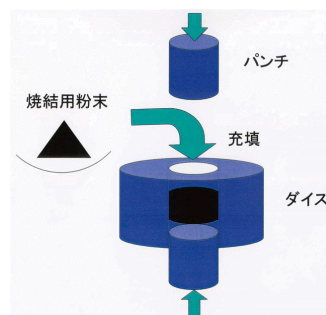


図6 焼結型と充填方法

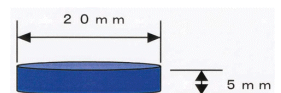


図7 焼結形状

焼結条件は、室温状態から 1100 まで15分で上昇させ 1100 を5分間保持し、その後電流はOFFした。また、パルス通電は図8に示すように12個のパルス状の波形と2回パルス休止で行った。

* 材料応用部

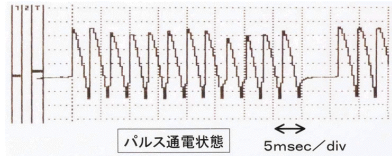


図8 焼結電流のパルス波形

3. 結果・考察

図9は、WC - Co 5%混合材料を使用して焼結したときのの変化（縮み量）と変化率の状況を示す。特に変化率が大きくなっている箇所では焼結が進んでいると推定される。図10は焼結写真を示す。WC - Co粉末では、850℃付近では焼結が開始したが、まだまだ粉末状態である。1000℃付近ではかなり焼結が進んだ状態であるが、焼結が未完了である。1100℃の温度で5分保持することにより緻密な焼結材が得られた。今回作製した焼結材は、図10で示す従来の焼結材と比較して優れた緻密な組織となっていることが分かった。

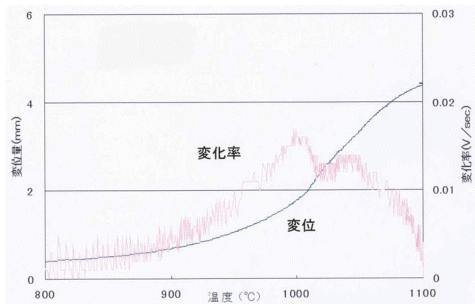
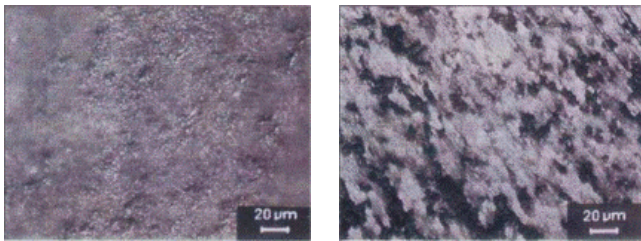
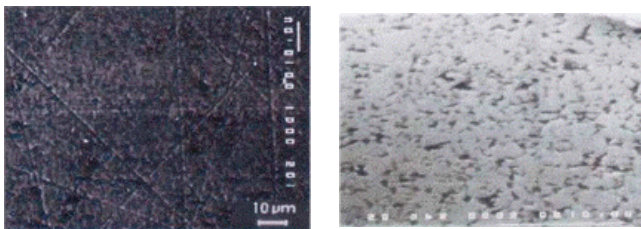


図9 WC - Co 5%混合材料の焼結状況



850℃の時の焼結

1000℃の時の焼結



1100℃の時の焼結
ピッカース硬さHV2500

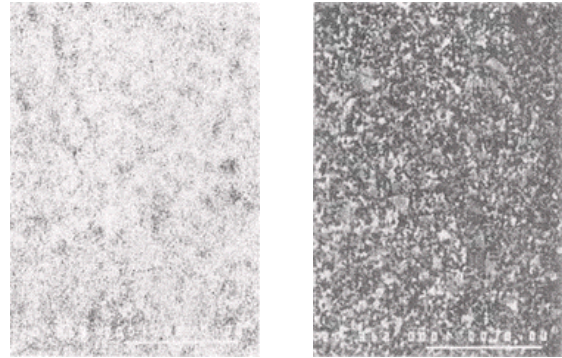
従来技術の焼結
ピッカース硬さHV1400

図10 WC - Co 5%混合材料の焼結写真

焼結体の微細構造観察と元素分析には電子プローブマイクロアナライザー (E PMA) を用いた。硬さの評価法としてピッカース硬さ試験機を用いて硬さの測定を行った。図11にE PMAによる微細構造観察の結果を示す。

この分析結果、結合材のCoが均一に分散し、WC材料と結合されていることが分かる。また、従来法により

作製された材料に比べ、放電プラズマ法で作製された材料は気孔が少なく、また気孔の大きさも小さいことからより緻密であると考えられる。



Coの分布状態

焼結材

図11 EPMAによる微細構造観察

硬さについては、放電プラズマ法の材料のピッカース硬さHV2500が従来法のピッカース硬さHV1400を大きく上回った。従来法の材料は開気孔が多いため、摩耗等に弱いことが予想される。

次に、金型材料として使用する場合、表面は硬く、内部は靱性が高い材料が必要と考えられるため、重量比としてWCを80~95%、Coを5~20%に変化させ、4層に積層させ焼結した。その焼結材料を図12に示す。この写真からわかるように各層間がしっかり結合していることが解った。

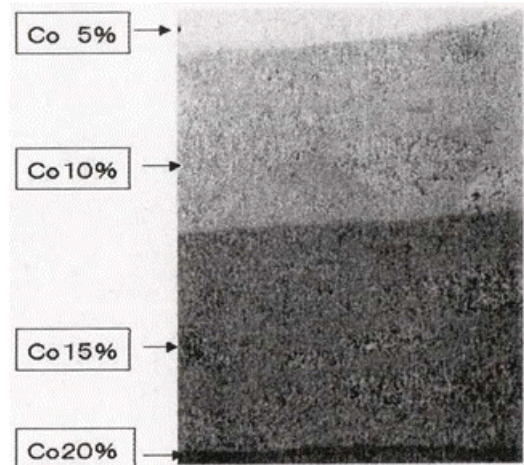


図12 4層の焼結材料

4. 結 言

今回の研究開発で用いた材料では、放電プラズマ法によって次のような結果が得られた。

焼結温度1100℃でほぼ安定な焼結ができた。

焼結材の硬さはHV2500である。この硬さは従来焼結材の2倍である。

WC - Coの混合比を変えて焼結した結果、良く結合できていることが確認できた。

今後は焼結材料をプレス金型に適用する。