

# 微粒子による新機能性材料の開発

小石川 勝男\*

小松崎 和久\*

## 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法)が注目を集めている。

SPS法は、

- ・傾斜機能材料の焼結が可能
- ・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。

昨年度の焼結超硬合金の研究結果<sup>1)</sup>として 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が得られた。この硬さは従来焼結材の2倍である。

そこで、本年度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、金型部品へ適用するため、SPS法による小径の超硬合金の作製及び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遊星ボールミル(フリリッチュ社製)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、粒径0.5μm以下にした。

次に焼結温度を決定する一つの方法として調整した粉末を示差熱分析(セイコーインスツルメンツ製)により熱分析を行った。

焼結方法は、放電プラズマ焼結法により行った。焼結手順は次の(1)(2)(3)とした。さらに焼結した材料の摩耗試験(4)を行い摩耗状況を確認した。

(1) 焼結型は、一つの焼結内径5.4mmで4個の穴とし、放電プラズマ焼結装置の機械的性能の制約(下限圧力3KN)からグラファイトの圧縮破壊強度(180MPa)に耐えられるように圧力を分散した構造の型を製作した。

(2) 使用粉末量は1.5gとした。

(3) 焼結方法は、放電プラズマ焼結装置(イズミテック製)を使用した。焼結粉末は調整した炭化タングステンとコバルトの材料を使用した。焼結条件設定は焼結温度1200を5分間保持し、トータルの焼結時間は25分で焼結した。

(4) 往復動摩耗試験により焼結合金とステンレス合金の組み合わせで摩耗状況を収集した。

## 3. 結果・考察

昨年度の研究の結果、電子プローブマイクロアナライザー(EPMA)を用いて焼結体の微細構造観察の分析結果、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った。また、従来法により作製された材料に比べ、放電プラズマ焼結法で作製された材料は気孔が少なく、緻密であることが実証された。

本年度は昨年度の実績をさらに高める方法として焼結温度を最適化を図る必要がある。そこで焼結温度を決定する方法とするために調整した粉末を示差熱分析装置を使用して熱分析を行った。図1はWC-Co5%の粉末の分析結果を示す。ここで焼結温度の参考になるのが右側のピーク曲線の重量変化率である。WC-Co5%の粉末では1100~1200の範囲が大きな変化がみられる。

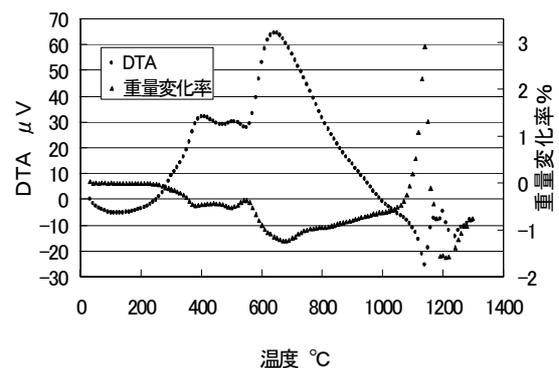


図1 WC-Co5%の熱分析

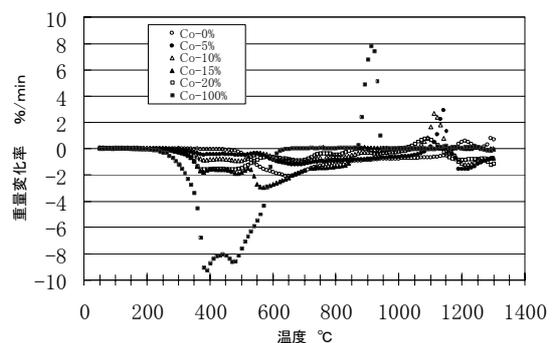


図2 WC-Co粉末の熱分析

図2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、粒径0.5μm以下で5種類の混合材料を熱分析した図を示す。混合粉末の場合、重量変化率が大きくみられたのは1050~1200の範囲にあった。この温度範囲はいままでに行ってきた焼結温度にほぼ一致している。

コバルト100%の場合、重量変化率が高くみられたのは850～950℃、WC100%では重量変化率が高くみられたのは1150～1200℃であった。この熱分析結果から熱分析データを基に焼結温度を設定することが可能であると思われる。

今回は小径の超硬合金を焼結するために図3に示すような型概要を考え、製作した。図4は実際に製作した焼結型を示す。

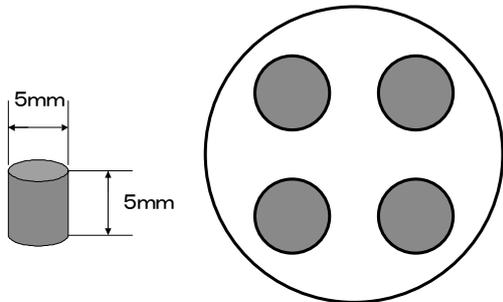


図3 焼結形状及び型概略(上面)



図4 5焼結用型

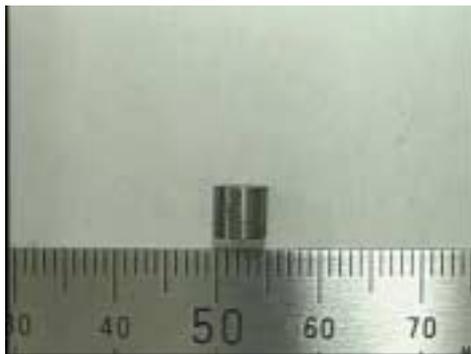


図5 5焼結品

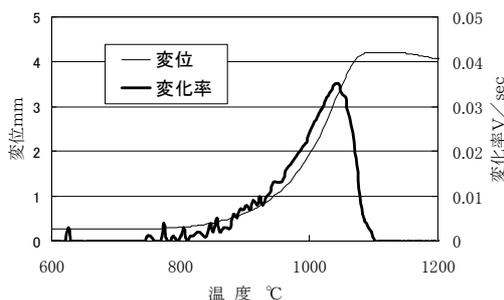


図6 焼結変化状況

図5は、超硬粉末WC-C05%を焼結したものである。硬さは、ビッカース硬さHV2500である。図6は、そのときの焼結時の変位と変化率を示す。このような曲線はよく焼結されている状態である。また、焼結変位は1100μm位で終了し、変化率が一番大きい温度は1050℃付近であった。この超硬粉末WC-C05%の焼結データの焼結変化率のピーク時の温度と熱分析データの重量変化率のピーク時の温度がほぼ一致している。

この結果から焼結粉末の焼結温度を決定する方法として示差熱分析による熱分析が有効な手段となりうると考えられる。

次に、実用化するために焼結後の超硬合金とステンレス合金を組み合わせる往復動摩耗試験方法を図7に示す。圧力荷重100Nで5000回摩耗させた。

加圧:100N  
 摩擦速度:40mm/sec

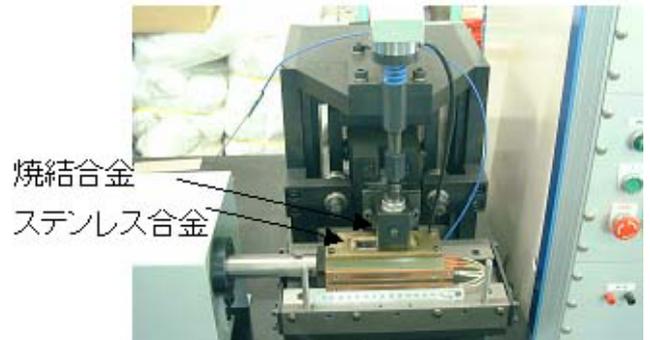


図7 往復動摩耗試験

耐摩耗性は従来の超硬合金と比較した結果、約2倍向上することがわかった。

#### 4. まとめ・成果

示差熱分析により焼結粉末の焼結温度1050℃～1200℃の最適な設定が可能となった。

小径用の焼結型を製作し、直径5mmの超硬合金を焼結できた。

焼結合金とステンレス合金における摩耗試験の結果、耐摩耗性は従来の焼結材料の約2倍を得た。

#### 5. 今後の方向・実用化について

小径用の焼結型を製作し超硬合金の接合技術を確立する。

超硬焼結合金を金型に適用する。

#### [参考文献]

- 1)小石川勝男：茨城県工業技術センター研究報告，第28号，P1～2(2000)