

微粒子による新機能性材料の開発（まとめ）

小石川 勝男* 佐藤賢* 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ひと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、

- ・焼結することが難しい材料の焼結が可能
- ・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などが求められている。

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行った。

具体的には焼結や冶金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(従来の2倍程度)を目指した。

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。さらにプレス機械により製作した金型用ピンを製作し、塑性加工を行ったので報告する。

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0.5μm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

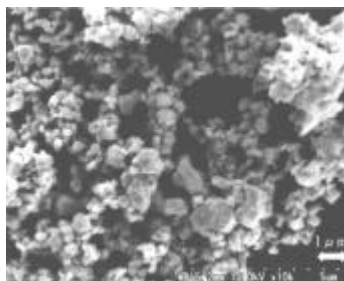


図2 混合後の粉末

まず、焼結粉末を作製するために遊星ボールミル(フィリッチ社製)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。

* 材料応用部

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、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

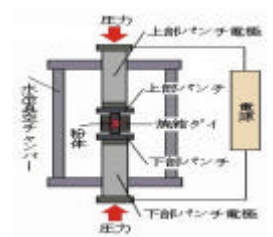
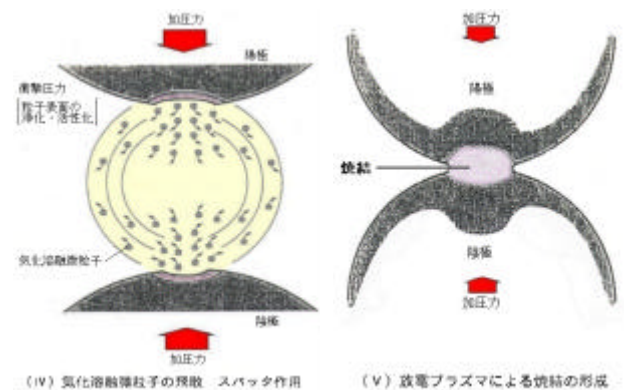


図4 焼結方法

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。焼結粉末を型へ充填する場合の模式図を図6に示す。初

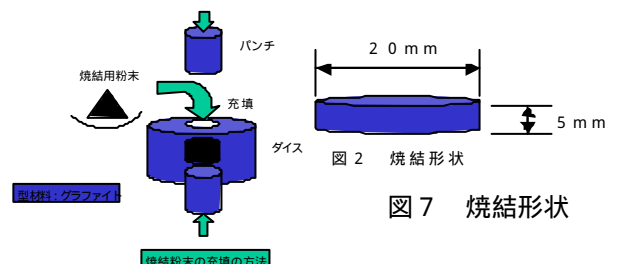


図6 焼結型と充填方法

年度は焼結形状は図7に示す形状を目標とした。炭化タングステン使用粉末量は15gとした。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。

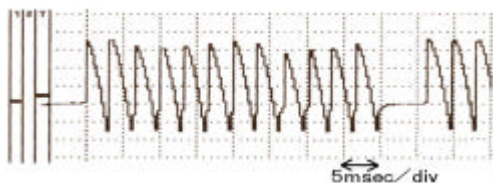


図9 焼結電流のパルス波形

3-1 基本的検討¹⁾

焼結品質を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10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。

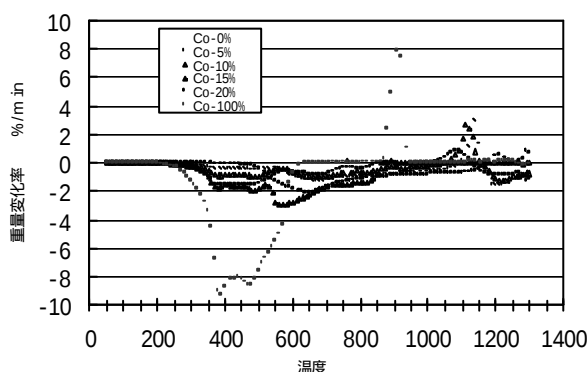


図10 WC-CO粉末の熱分析

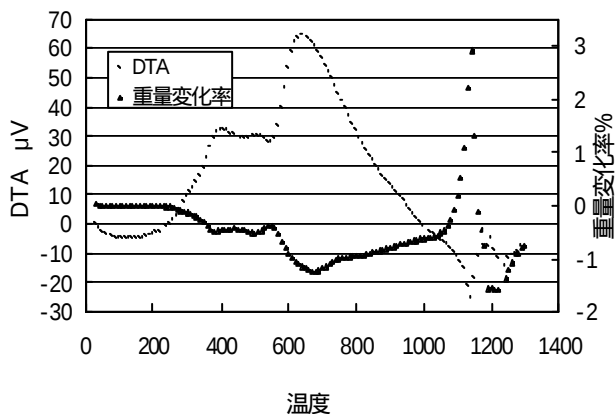


図11 WC-CO5%の熱分析

図11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、重量変化率が高くみられたのは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。図12は、WC-CO5%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焼結が進んでいるを示すと推定される。図13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、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。

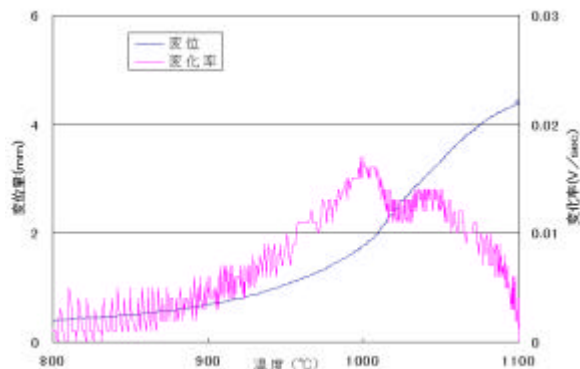
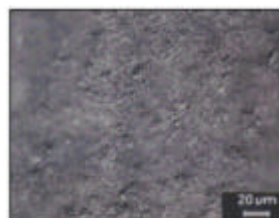
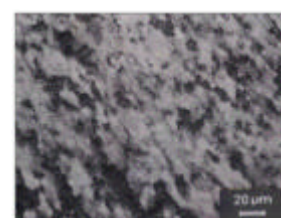


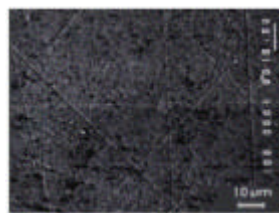
図12 WC-CO5%混合材料の焼結状況



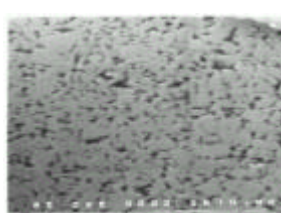
850℃の時の焼結



1000℃の時の焼結



1100℃の時の焼結
ビッカース硬さ HV2500



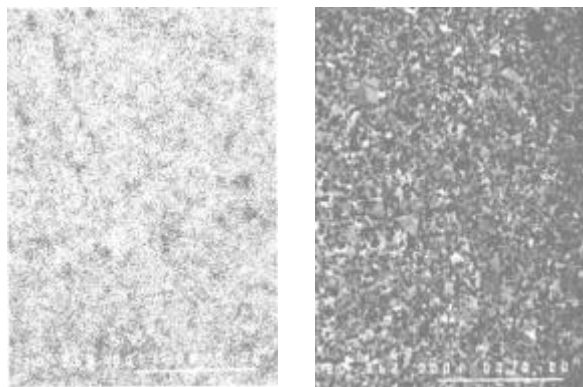
従来技術の焼結
ビッカース硬さ HV1400

図13 WC-CO5%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(EPMA)を用いた。硬度の評価法としてビッカース硬さ試験機を用いて硬度の測定を行った。図14にEPMA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が均一の分散し、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緻密であると考えられる。



Coの分布状態

焼結材

図14にEPMAによる微細構造観察

ビッカース硬度については、放電プラズマ法の材料のビッカース硬さHV2500が従来法のビッカース硬さ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。

3-2 小径の焼結方法の検討と摩耗試験²⁾

(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) 焼結粉末は調整した炭化タングステン95%-コバルト5%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) 焼結した材料の摩耗試験を行い摩耗状況を確認した。

小径の超硬合金を焼結するために図15に示すような型概要を考え、製作した。図16は実際に製作した焼結型を示す。

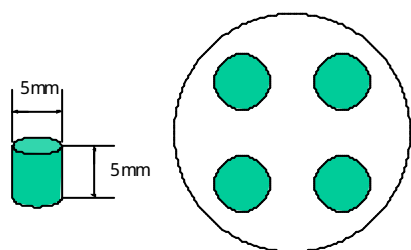


図15 焼結形状及び型概略(上面)

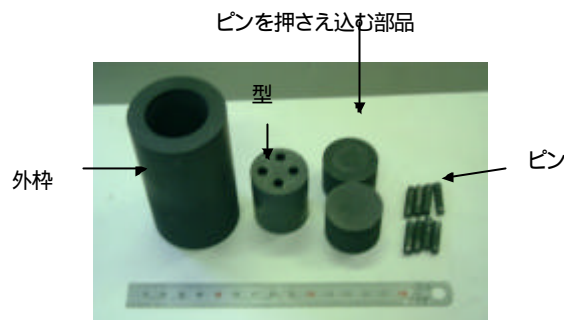


図16 φ5 焼結用型

図17は、超硬粉末WC-Co5%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18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1100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-Co5%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。

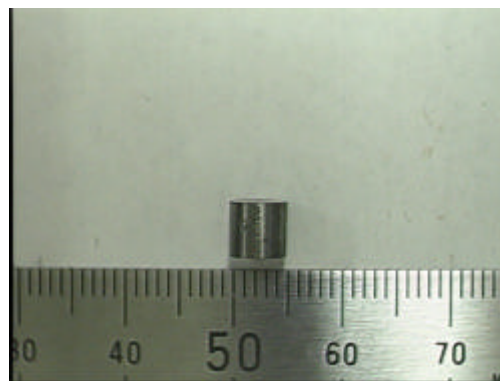


図17 φ5 焼結品

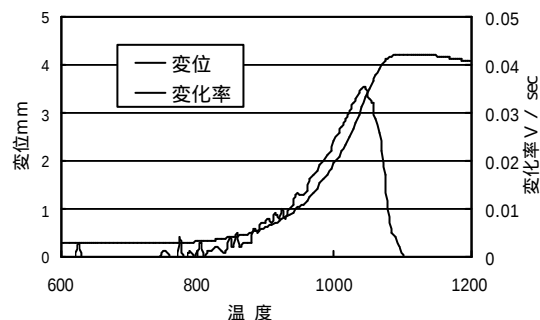


図18 焼結変化状況

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19に示す。圧力荷重100Nで5000回摩擦させた。

加圧：100N
摩擦速度：40mm / sec

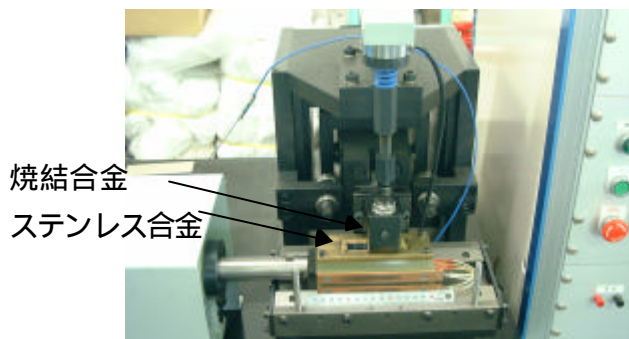


図19 往復動摩耗試験

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。

3-3 焼結合金の金型用材への適用化

焼結手順は次の(1)(2)(3)(4)とした。
(1) 焼結に使用する粉末は、ボールミルにより炭化タングステン95%とコバルト5%の粒径0.5μmに調整した。
(2) まず焼結内径5.4mmで4個で構成されている型でΦ5×5mmを焼結した。つぎに焼結したものと従来の焼結方法で焼結したものの焼結接合する。
(3) 焼結接合は、焼結条件設定は焼結温度1100を5分間保持し、トータルの焼結時間は25分で焼結する。
(4) 実際に製作した金型用部品をプレス加工に適用し、試作加工を行う。

3-3-1 結果・考察

本最終年度は実用化に向けて、実際使用されている小径パンチに今回作製した超硬合金の焼結接合を行った。そこで放電プラズマ法により予め焼結内径5.4mmで

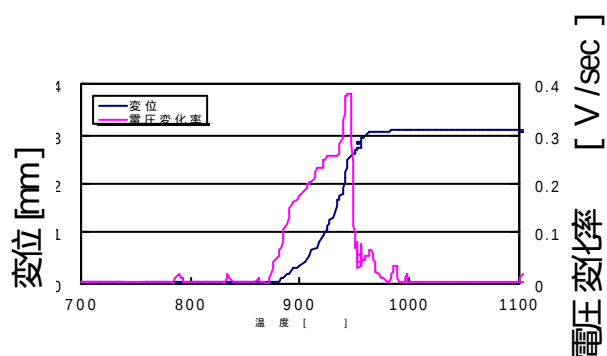


図20 焼結接合時の変化

4個で構成されている型でΦ5×5mmを焼結した。つぎに実際に焼結したものを使用するために放電プラズマ

焼結したものと従来の焼結方法で焼結したものの焼結接合した。そのときの接合剤は炭化タングステン85%、コバルト15%の混合のものを使用し、そのときの焼結の変化の結果を図20に示す。



図21 焼結完成品



図22 焼結接合部分

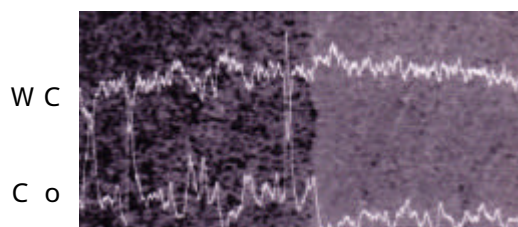


図23 焼結接合部のEPM分析

図21に示すものは完成した焼結品である。図23は焼結接合部の状況を示す。図24は焼結接合部のEPM分析結果を示す。写真からわかるように接合状況はしっかりした状態がみられる。写真上部の曲線はWC、下の曲線はCoを示す。



図25 研削加工後のピン

図25は、焼結接合したものを研削加工により、成形した。その焼結接合した先端部を拡大した写真を図26に示す。



図26 ピン先端部



図27 塑性加工後の断面写真

図27は、実用化に向けて焼結接合したピンにより、実際使用されているステンレス鋼を30トのプレス加工機械で塑性加工した部品の断面写真を示す。今回の塑性加工の結果、高圧力のプレス加工に使用するピンは、さらに高品質に高める必要であることがわかった。

4. 結言

今回の放電プラズマ法を用いた研究開発では、次のような結果が得られた。

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。

炭化タングステン80%~95%とコバルト5%~20%の焼結温度1050 ~ 1200 でほぼ安定な焼結ができた。

焼結材の硬さはHV2300~2500である。この硬さは従来のほぼ2倍である。

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。

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。

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。

焼結した試作品と従来品との焼結接合を行い、金型用ピンを製作した。

実際にプレス加工機械によりステンレス鋼の塑性加工に適用した。

今後、製作するピンの焼結接合時の圧力、焼結温度などについて検討が必要である。

5. 今後の方向・実用化について

高品質の焼結合金を製作する。

高圧力のプレス加工に耐える炭化タングステン-コバルトの焼結接合技術を確立する。

中小企業への普及を行う。

[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)
- 1) 小石川勝男，小松崎和久：茨城県工業技術センター研究報告，第29号，P1~2 (2001)