

SPS 法による複雑形状焼結体の製作

函館工業高等専門学校 ○長谷川 景子 山田 誠

要 旨

放電プラズマ焼結 (SPS) 法で、これまで作製されてきた焼結体は小型、薄型の円型のもが主流であった。本研究では、SPS 法による複雑形状焼結体の製作の可能性を調べるための基礎実験として (1) 型、パンチの製作 (2) 材料の焼結 (3) 製作された焼結体の観察を行った。

1. 緒 言

固体の集合物は、その融点以下の高温度で原子の移動により粒子の変形と接合の結果、次第に緻密化し強固になる。これが焼結である。この焼結技術は金属、合金及びセラミックス材料の合成、製造。また、新しい材料の創出、改良に優れた貢献ができ、急速に発展している材料加工技術である。SPS 法とは、直流の ON, OFF パルス通電効果により、従来の焼結法と比較すると、低温、短時間焼結で緻密化が可能であること、融点異なる材料同士の焼結、接合が可能であることや、高い再現性があることなど、優れた特徴を持ち多方面で注目を浴びているユニークな材料加工技術である。

これまで SPS 法により作製されてきた材料は、小型、薄肉の円型の材料が主流であった。¹⁾ 本研究は、複雑形状を有した焼結体を SPS 法により製作が可能かを調べることを目的としたものである。

2. 焼結用型の製作

SPS 法による焼結では、その形状を形作る型と加圧するためのパンチとが必要である。その焼結用型を製作する手順を図 2 に示し、その詳細を以下に述べる。

2.1 型・パンチ材料の選定

型、パンチは、高温強度が必要であるという判断から、熱間プレスやダイキャスト型用で析出硬化型の熱間金型鋼である SKD61 (32mm 厚) を使用することとした。

表 1. SKD61 化学成分

化学成分						
C	Cr	Mo	W	V	その他	
0.38	5.0	1.25	1.25	0.4	Si	1.0

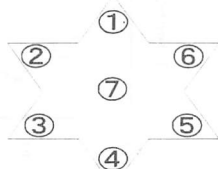
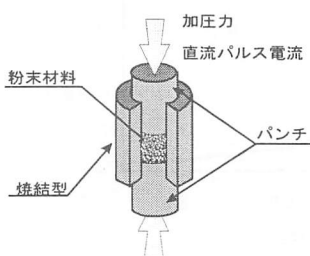


図 1 SPS 焼結法の概要

図 2 焼結材料の目的形状

2.2 形状データの作成

複雑形状の焼結体を対象としているので、形状の中に凹凸面の存在が必要である。その為に、図 5 に示すような六稜形を対象形状とする。型とパンチとはスムーズに滑る必要がある、かつ、型内で粉体を保持しなければならない。従って、型とパンチの間には適正な隙間が必要となる。今回の研究では、その隙間を 0.02mm とするよう加工データを作成した。また、焼結体が抜け易いように角部には R 処理を施した。

2.3 型、及びパンチの加工

型の加工は、下穴を開けてからそこにワイヤーを通しを行い、パンチ加工は、図 3 のように材料をセットして端面から行った。ワイヤーの送り速度を約 0.8mm/sec の条件で加工し、950℃ から水焼入れを行った。製作された型、パンチの形状は、図 3 b) に示す。

3. 材料の焼結と評価

3.1 使用装置

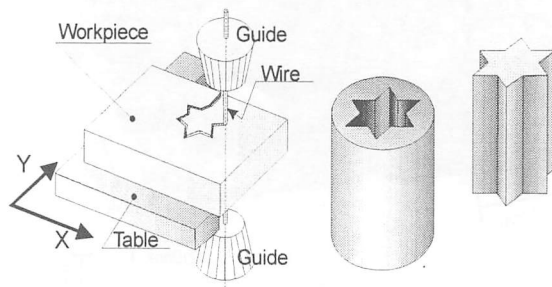
焼結装置：住友石炭鋳業製放電プラズマ焼結装置
DR. SINTER. LAB SPS-510L (最大加圧力
5ton, 最大電流 1, 200A)

硬度計：島津製作所製微小硬度計 HMV-2000

電子顕微鏡：日本電子製 JSM-25S 走査電子顕微鏡

3.2 焼結材料と焼結方法

試験材料は、平均粒径 17 μm の Cu 粉末を用いた。その材料について焼結温度を 500℃・350 設定して、それぞれを 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000MPa で図 4 ように取付け焼結を行った。



a) 機械への取り付け

b) 型、パンチの形状

図 3 ワイヤ放電加工機による型、パンチの加工

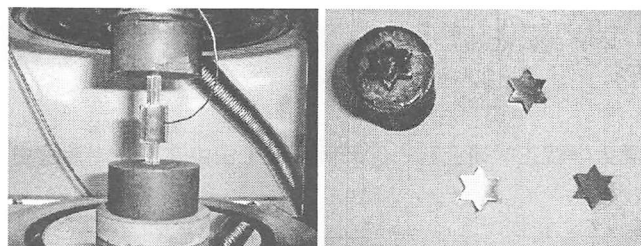


図4 焼結装置へのセッティング 図5 焼結用型と焼結体(Cu)

3.3 密度、硬度の測定

焼結体を洗浄し十分乾燥させて質量、体積を測定し密度を算出した。その後、バフ研磨、洗浄、乾燥した後試験荷重 200g、保持時間 30s、(島津製作所製微小硬度計 HMV-2000 微小硬度計)で、図2の①から⑦の箇所をそれぞれ測定した。測定した密度、硬度と加圧力の関係を図6に示す。

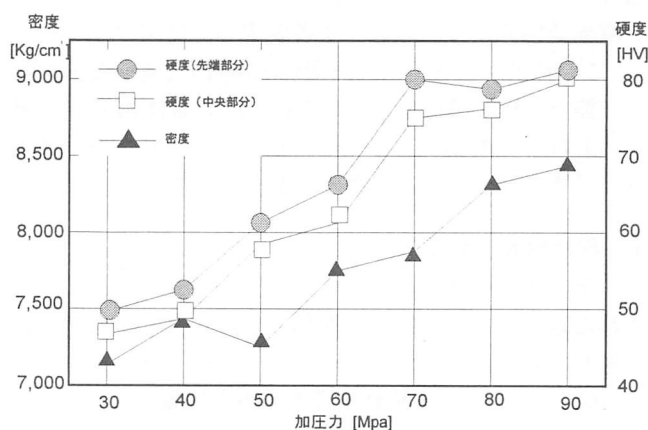


図6 加圧力と密度・硬度の関係 (Cu 焼結体)

3.4 組織の観察

製作された焼結体の表面をバフ研磨機により研磨し、十分に洗浄、乾燥させ、電子顕微鏡により六稜形のエッジ、先端、中央の各部分の観察を行った。図7に(1)焼結温度350℃加圧力50MPa(2)焼結温度500℃加圧力30MPa(3)焼結温度500℃加圧力90MPaの顕鏡写真を示す。

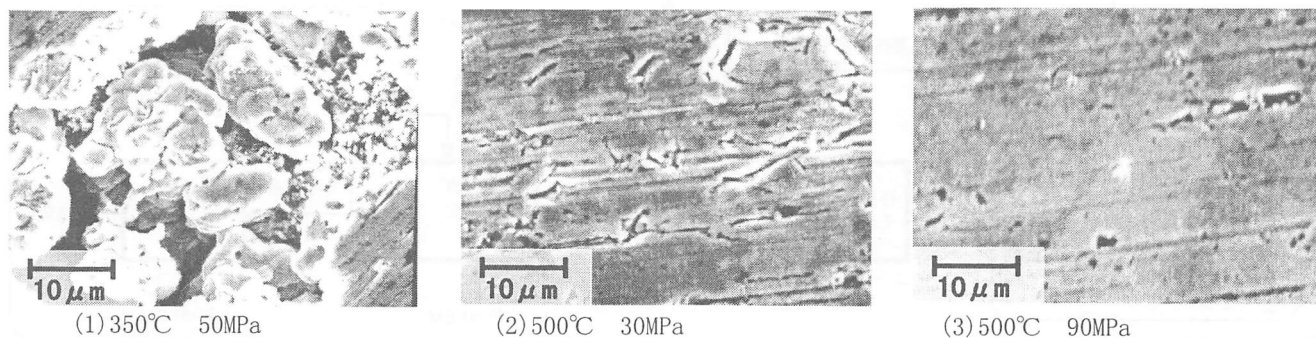


図7. Cu 焼結体組織写真

4. 実験結果と考察

図7は、Cuの星形の焼結体を焼結温度を一定にし、加圧力を増加させたとき製作された焼結体組織の顕微鏡写真である。図7(1)焼結温度350℃では、大きな粒が全体に残っている。これは、未焼結であることをあらわしている。図7(2)、図7(3)は、焼結温度500℃にしたものである。これは、多少粒が残っているが、ほぼ完全焼結に近い状態になっている。図7(2)図7(3)を比較してみると加圧力の大きい方が、密になっていることが分かる。

図6にこの加圧力と密度、硬度の関係を示す。この図6から多少のばらつきは見られるが密度は加圧力が上がるに従い高くなり徐々に稠密になっていることが分かる。900MPaまでの加圧を行っているが1000MPaの焼結を行った際に焼結体が型から抜けなくなったため型、パンチの使用が困難になり、この後の実験を行うことができなくなった。そのため1000MPaとCuの理論密度8930kg/m³に達する加圧力は測定できなかった。しかし図9からこの後、加圧力を上げていくと、理論密度に達して完全焼結状態になることが予測される。

硬度は先端部分(図2, ①から⑥の平均)、中央部分(⑦)を比較してみると中央部分より先端部分のほうが、多少高い硬度を持つ傾向があることが分かる。中央部分先端部分ともに加圧力の増加にともない硬度も上昇することが分かる。

5. まとめ

熱間金型鋼を用いて今回作製した型、パンチでは、焼結温度、加圧力によって焼結体と型との分離の容易さが異なっている状態であった。作製された焼結体から材料を完全焼結させるためには、温度、加圧力共にある程度高くなければならないということが分かる。以上のことから焼結体と型との分離を容易にするために割型にするなどの工夫、温度加圧力が変化しても耐えられる材料の工夫などによって、さらに複雑な形状で、完全焼結させることも可能であると考えられる。

参考文献

- 1) 斎藤雅浩, 放電プラズマ焼結法による大型・複雑形状焼結体の作成について, 平成8年度金研共同利用ワークショップ講演要旨集
- 2) 石田恒雄, 森北出版株式会社, 焼結材料工学