

平成22～24年度 戦略的基盤技術高度化支援事業

「高機能難焼結性粉末を低温・短時間で  
ニアネット成形する動的加圧機構を搭載した  
次世代パルス通電焼結技術の実用化開発」

研究開発成果等報告書

平成25年 3月

委託者 中国経済産業局

委託先 東広島商工会議所

## 目 次

第1章 研究開発の概要	
1-1 研究開発の背景・研究目的および目標	1
1-2 研究体制	3
1-3 成果概要	10
1-4 当該研究開発の連絡窓口	11
第2章 耐熱性・高電熱変換型の開発	
2-1 型の材料設計	12
2-2 型加工技術の開発	13
2-3 表面処理技術の開発	14
第3章 高サイクル・パルス通電加圧焼結装置の開発	
3-1 電源・制御回路設計	15
3-2 高効率通電加圧成形装置の開発	16
第4章 高サイクル・パルス通電焼結装置により製作された焼結体の評価	
4-1 熱解析	17
4-2 応力解析	18
4-3 焼結体の材料評価	19
第5章 全体総括	
5-1 研究開発成果	20
5-2 残された課題と今後の事業展開	20

## 第1章 研究開発の概要

### 1-1 研究開発の背景・研究目的および目標

#### (1) 研究開発の背景

粉末冶金技術は、金属粉末や複合材料粉末を焼き固めて成形する技術であり、我が国の小型・高機能性部品の製造には不可欠な技術となっている。そのため、本技術は自動車産業や情報機器産業、家電分野など、我が国の先端産業を下支えする技術となっている。特に、粉末冶金では鋳造などの他の成形プロセスと異なり、微細で均一な組織を有する材料を作製できるため、比較的容易に部材の高度化を実現することができる。一般に粉末冶金技術は大別すると、粉末を作製する技術、その粉末を目的の形状に成形する技術、成形品を最終的に仕上げする技術より構成されている。

粉末の作製方法としては、溶解して噴霧することによって粉末を作製するアトマイズ法や粉砕によって微粉末を作製する技術が開発され、実用的に利用されている。また、粉末の成形技術としては、有機性のバインダーを添加してプレス成形や射出成形し、加熱時にバインダーを除去しながら焼結する技術が広く利用されている。一部の難焼結性の粉末については耐熱性の型に粉末を充填し、加圧しながら焼結するホットプレスや放電プラズマ焼結、パルス通電焼結といった技術が利用されている。さらに、得られた焼結体を最終的な部品形状に加工するため、切削や研削などの機械加工が施されている。

しかし、近年の省資源への取り組みや製造プロセスにおける低CO<sub>2</sub>化の要求から、成形体を最終形状にニアネット成形する必要性が高まり、さらにBRIC's諸国を中心とする新たな製造拠点の台頭から、我が国の粉末冶金技術へはさらなる高機能化が要求されている。これを実現するためには、難焼結性の粉末でも低温で焼結することができる加圧焼結技術をさらに高度化する必要がある。しかし、従来の加圧焼結技術では1個の焼結体を1回の処理で作製するため、製造技術としての効率に問題があった。また、電気炉を利用して加熱する方式では、空間を加熱するのに時間を要するため、組織制御による高機能化には限界があった。

このような背景のもと、本研究開発ではパルス通電焼結技術をさらに高度化し、難焼結性材料の緻密化を促進するため動的加圧機構を組み込んだ新しい装置を開発するとともに、短時間で高い成形加圧が実現できる新しい型材料を開発することにより、プロセスにおける省資源化と低CO<sub>2</sub>化を同時に実現できる粉末のニアネット成形技術の開発を行った。

#### (2) 研究の目的

粉末冶金技術により製造される小型・高機能部品を使用している自動車産業、情報機器・家電分野の川下産業では、さらなる部材の高性能化、小型化、軽量化が要求されており、高機能を有する難焼結性粉末を焼結する技術が求められている。これに対して、加圧と加熱を同時に行うパルス通電焼結などの新しい焼結技術が開発されているが、川下ユーザーが満足する生産性が実現されていない。

また、高性能部材を構成する希少金属は価格の変動が大きく、資源の効率的な活用による低コスト化が求められている。さらに、社会的には低CO<sub>2</sub>社会の実現が求め

られており、製造プロセスにおける省エネルギー化も一層必要となっている。

本研究開発では、このような川下ユーザーの要求（生産性と部材の高機能化）と社会的な要請（省資源と低CO<sub>2</sub>）にこたえるため、パルス通電焼結技術にニアネット成形を実現するための金型技術を組み込み、さらに成形時の加圧メカニズムに動的加圧機構を採用した次世代のパルス通電焼結技術を開発することを目的とする。すなわち、パルス通電焼結装置の開発では、高サイクル・パルス通電加圧焼結を実現できる装置を開発し、生産性に優れた短時間での加熱・冷却が実現できるシステムを提供する。さらに、この装置に利用する金型材料として、耐熱性と、高効率で電気を熱に変換できる特性を付与した新しい金属基複合材料を開発し、パルス通電焼結に適した型の提供を実現する研究に取り組んだ。

また、高サイクル・パルス通電加圧焼結と金属基複合材料の型を組み合わせて、高機能難焼結性粉末の低温・短時間焼結を実証するとともに、本プロセスで得られた焼結材料の特性を明らかにすることを目的とした。

### (3) 研究の実施内容と目標値

上記研究の目的を実現するためには、各要素技術に対して高い技術を有する企業、大学、研究機関が有機的に連携した体制で、下記課題に取り組む必要がある。特に、パルス通電焼結装置の開発については、これまでに実績があるエス・エス・アロイを中心とする連携体制を構築し、実用化に向けたフォーメーションとした。また、全体の連携を強化し、進捗状況を相互確認するため、実施者による技術委員会と、アドバイザー及びオブザーバを含めた研究開発推進委員会を設置し開催した。

#### 【課題および研究分担者、最終目標値】

##### ①耐熱性・高電熱変換型の開発

###### ①-1 型の材料設計（(独)産業技術総合研究所、エス・エス・アロイ(株)）

- (1) 700°Cの真空中で100MPaの加圧力を付与できる金属基複合材料の開発
- (2) 超硬合金(WC-10mass%Co)を上回る高電気抵抗の金型材料の開発
- (3) 硬度が室温で75HRA以上の金型材料の開発

###### ①-2 型加工技術の開発（榊橋川製作所、(独)産業技術総合研究所）

- (1) 表面粗さが20μm以下の金型加工技術の開発
- (2) 従来の超硬金型の加工コスト以下での型加工技術の開発

###### ①-3 表面処理技術の開発（(独)産業技術総合研究所中部センター、広島県立総合技術研究所、エス・エス・アロイ(株)）

- (1) 金型との密着性の高いコーティング技術の開発（10回以上使用可能）
- (2) 焼結体の離型性を改善するコーティング材料の開発

##### ②高サイクル・パルス通電加圧焼結装置の開発

###### ②-1 電源・制御回路設計（榊サンエスシステム、エス・エス・アロイ(株)）

- (1) 電源効率 70%以上の回路設計
- (2) 稼働率 60%を保障できる高信頼性回路の設計
- ②-2 高効率通電加圧成形装置の開発 (エス・エス・アロイ(株)、(株)サンエスシステム)
  - (1) 1000℃へ5分で昇温できる高速焼結機構の開発
  - (2) 省エネルギー焼結機構の開発
  - (3) 10トンの加圧力を100kg単位で制御できる加圧機構の開発
  - (4) チャンバー内を30秒以内に真空置換できる排気機構の開発
  - (5) 高速冷却機構の開発
  - (6) 試作品の作製および検証

### ③高サイクル・パルス通電加圧焼結装置により製作された焼結体の評価

- ③-1 熱解析 ((独)産業技術総合研究所)
  - (1) 通電焼結時の型内部における温度分布の把握
- ③-2 応力解析 (近畿大学、エス・エス・アロイ(株))
  - (1) 型に発生する応力分布の把握
  - (2) 焼結体に発生する残留応力の把握
- ③-3 焼結体の材料評価 (広島県立総合技術研究所、(独)産業技術総合研究所、近畿大学、エス・エス・アロイ(株))
  - (1) 新焼結システムで作製した焼結体の強度測定
  - (2) 新焼結システムで作製した焼結体の硬度測定
  - (3) 新焼結システムで作製した焼結体の物性データベースの構築

## 1-2 研究体制

### (1) 事業管理者

東広島商工会議所 (最寄り駅: JR 西条駅)  
〒739-0025 広島県東広島市西条中央7丁目23番35号

### (2) 研究実施場所

エス・エス・アロイ株式会社 (最寄り駅: JR 西条駅)  
〒739-0046 広島県東広島市鏡山3丁目13-26-180

株式会社サンエスシステム (最寄り駅: JR 矢野駅)  
〒736-0087 広島県広島市安芸区矢野町752-161

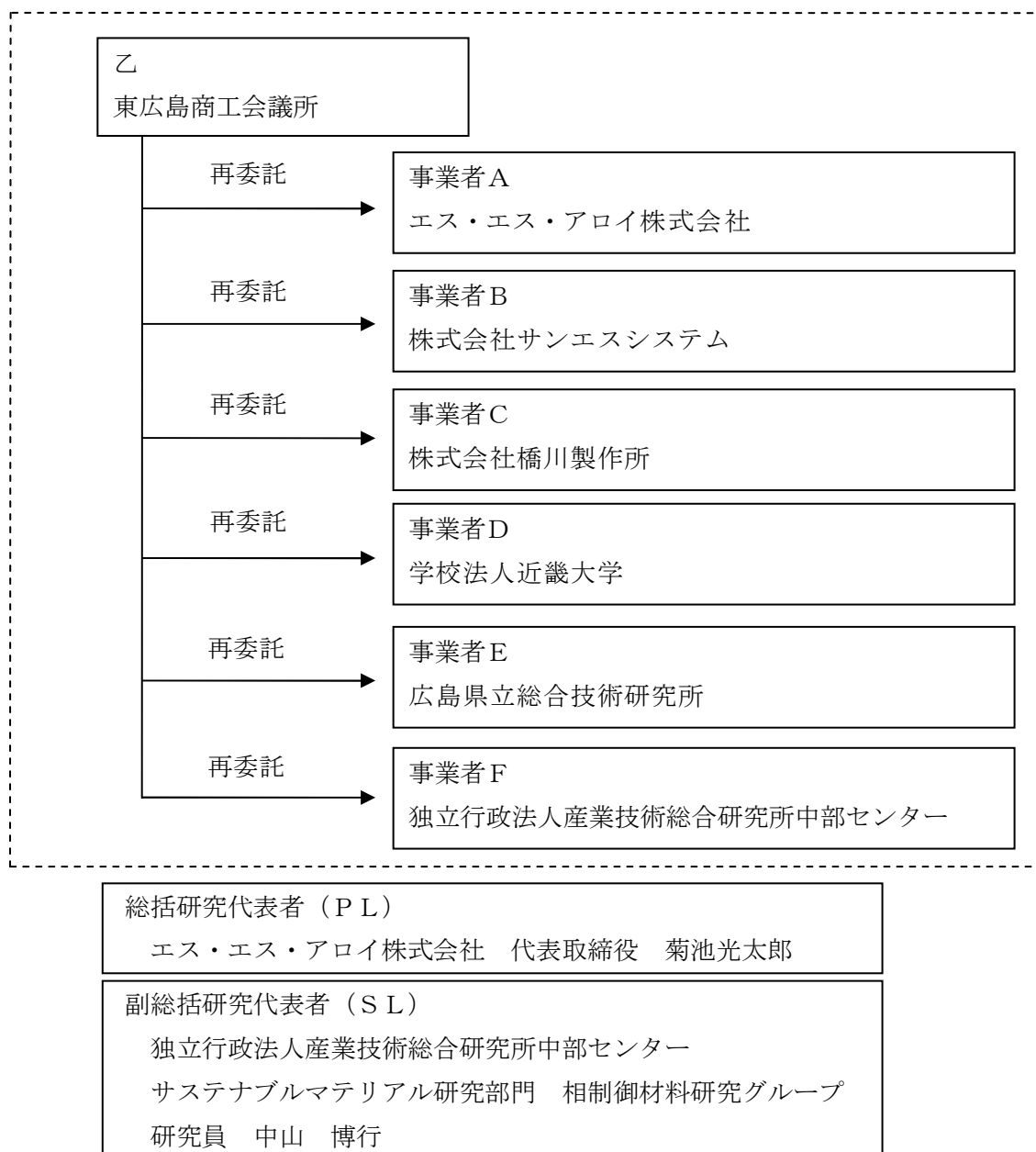
株式会社橋川製作所 (最寄り駅: JR 向洋駅)  
〒734-0053 広島県広島市南区青崎1-4-12

近畿大学工学部（最寄り駅：JR 西高屋駅）  
〒739-2116 広島県東広島市高屋うめの辺 1 番

広島県立総合技術研究所西部工業技術センター（最寄り駅：JR 安芸阿賀駅）  
〒737-0004 広島県呉市阿賀南 2 丁目 10 番 1 号

独立行政法人産業技術総合研究所中部センター（最寄り駅：ゆとりーとライン志段味サイエンスパーク）  
〒463-8560 愛知県名古屋市守山区下志段味穴ヶ洞 2266-98

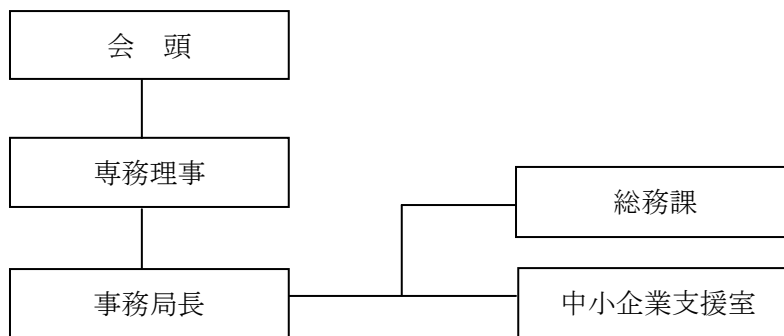
### (3) 研究組織



(4) 管理体制

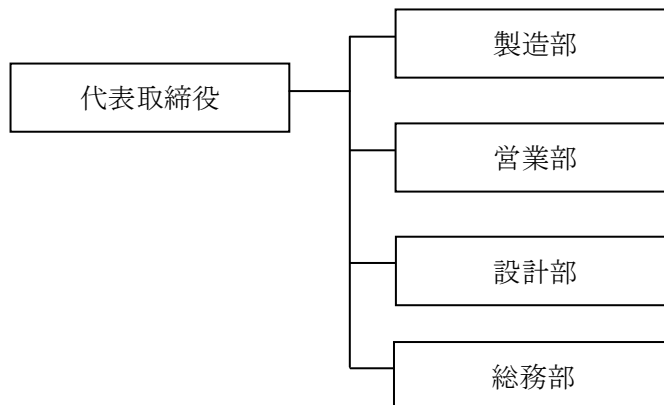
(事業管理者)

東広島商工会議所



(再委託先)

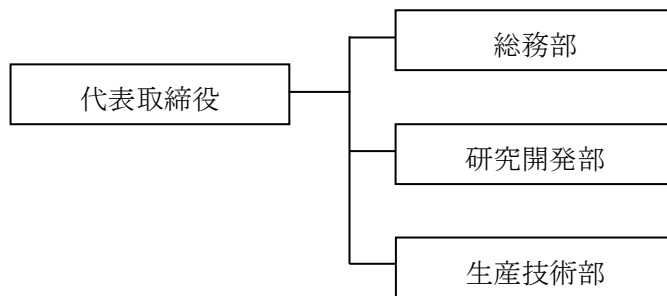
エス・エス・アロイ株式会社



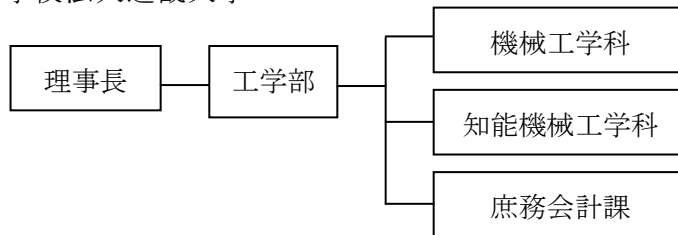
株式会社サンエスシステム



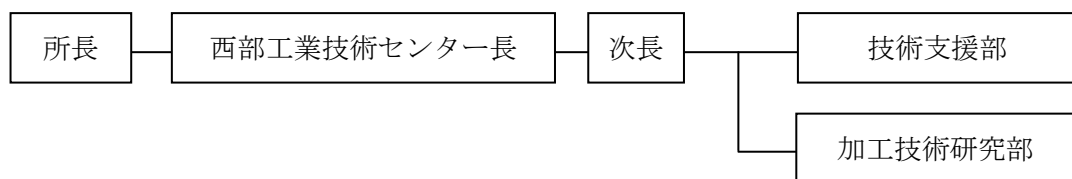
株式会社橋川製作所



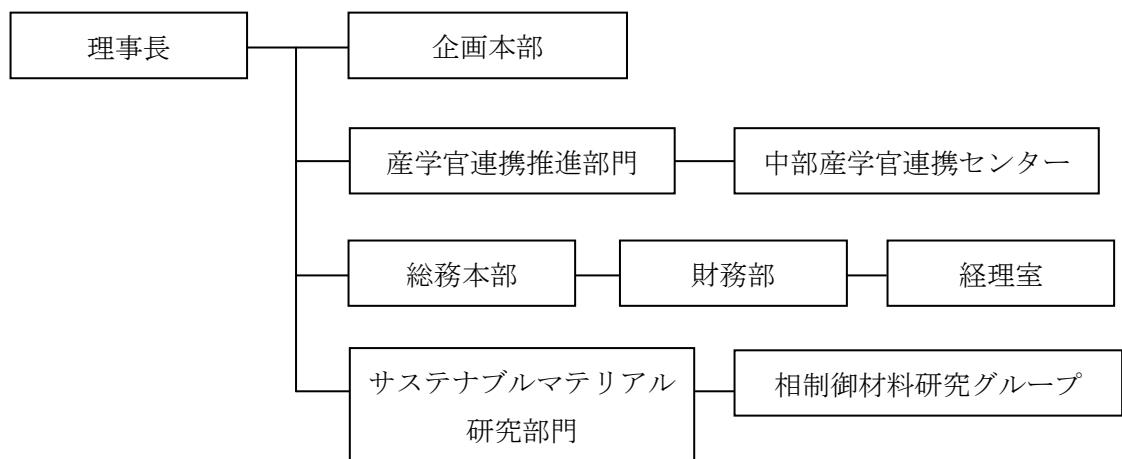
学校法人近畿大学



広島県立総合技術研究所



独立行政法人産業技術総合研究所





(5) 管理員および研究員

【事業管理者】 東広島商工会議所  
管理員

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
末國博文	専務理事	④
宗藤厚生	中小企業支援室・コーディネーター	④
大原一也	中小企業支援室・室長	④
井上輝明	総務課・課長	④
重光良二	総務課・総務係長兼経理係長	④
浜井征夫	中小企業支援室・係長	④

【再委託先】

エス・エス・アロイ株式会社

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
菊池光太郎	代表取締役	①-1、②、③-3
野崎繭花	取締役製造部長	①-3、②-1
森田善則	設計部	①-1、②-2、③-2
才念正憲	製造部	①-1、②-2
佐藤克正	営業部	②-2、③-3

株式会社サンエスシステム

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
佐々木 健	代表取締役	②-1
惣城義隆	システム技術部・課長	②-1、②-2
小笠原 徹	システム技術部・係長	②-2
植田晃弘	システム技術部	②-2

株式会社橋川製作所

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
橋川栄二	代表取締役	①-2
佐々木英一	生産技術部・部長	①-2
木下ゆかり	生産技術部・技師補	①-2
渡辺悠介	研究開発部・技師見習工	①-2

学校法人近畿大学

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
京極秀樹	工学部知能機械工学科・学部長・教授	③-3
上森 武	工学部機械工学科・准教授	③-2

広島県立総合技術研究所

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
仲田治三	西部工業技術センター 加工技術研究部・部長	①-3、③-3
縄雅典生	西部工業技術センター 加工技術研究部・副主任研究員	①-3、③-3
府山伸行	西部工業技術センター 加工技術研究部・副主任研究員	①-3、③-3
寺山 朗	西部工業技術センター 加工技術研究部・研究員	①-3、③-3

独立行政法人産業技術総合研究所中部センター

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
中山博行	サステナブルマテリアル研究部門相制 御材料研究グループ・研究員	①-1、③-1、③-3
小林慶三	サステナブルマテリアル研究部門・副部 門長	①-1、③-1
尾崎公洋	サステナブルマテリアル研究部門相制 御材料研究グループ・研究グループ長	①-1、①-3、③-1
西尾敏幸	サステナブルマテリアル研究部門相制 御材料研究グループ・主任研究員	①-2、③-3
溝尻瑞枝	サステナブルマテリアル研究部門相制 御材料研究グループ・研究員	①-3

(6) 経理担当者および業務管理者の所属・氏名

（事業管理機関）

東広島商工会議所

（経理担当者） 中小企業支援室 係長 浜井征夫

（業務管理者） 中小企業支援室 コーディネーター 宗藤厚生

（再委託先）

エス・エス・アロイ株式会社

（経理担当者） 総務部 菊池 都

(業務管理者) 代表取締役 菊池光太郎

株式会社サンエスシステム

(経理担当者) 総務部 佐々木知子

(業務管理者) 代表取締役 佐々木 健

株式会社橋川製作所

(経理担当者) 総務部 橋川和代

(業務管理者) 代表取締役 橋川栄二

学校法人近畿大学

(経理担当者) 工学部庶務会計課 課長 小久保孝志

(業務管理者) 工学部 学部長 京極秀樹

広島県立総合技術研究所 西部工業技術センター

(経理担当者) 事務次長 藤尾利正

(業務管理者) 技術次長 田尾博幸

独立行政法人産業技術総合研究所中部センター

(経理担当者) 総務本部 財務部 経理室 室長 山口洋二

(業務管理者) サステナブルマテリアル研究部門 部門長 中村 守

#### (7)他からの指導・協力者

氏名	所属・役職	備考
山本幸男	マツダ株式会社 技術研究所・副所長	研究開発推進委員会 アドバイザー
杉本幸弘	マツダ株式会社 技術研究所・主幹	研究開発推進委員会 アドバイザー
山本俊哉	田中貴金属工業株式会社 取締役 HDターゲット事業部長兼筑波事業所長	研究開発推進委員会 アドバイザー
水石洋平	田中貴金属工業株式会社 筑波工場・技術セクション 製造技術セクション・リーダー	研究開発推進委員会 アドバイザー

#### (8)知的財産権の帰属

知的財産権は全てコンソーシアム内の再委託先に帰属することを希望

### 1-3 成果概要

資源として豊富な鉄とアルミニウムからなる合金をバインダーとして、硬質な WC 粒子を複合化した耐熱性超硬合金に、通電焼結方に適した高電気抵抗率を付与するため黒鉛粒子を均一に分散した耐熱性金属基複合金型を開発することを目的とした。開発した金型材を加工する技術開発と、金型と焼結体の反応や摩耗を抑制するための表面処理技術を開発した。さらに、この開発した金型を用いて小型部材を高速に成形する高サイクル・パルス通電加圧焼結装置を開発し、川下産業である自動車産業や情報家電産業で生産できる次世代パルス通電焼結装置の実用化に関する基盤技術を確立するため、以下のサブテーマについて、研究開発を行った。

#### ①耐熱性・高電熱変換型の開発

耐熱性を有する超硬合金 (WC-FeAl) に、発熱源となる高電気抵抗粉末である球状黒鉛を合金内に均質に分散する技術開発を行った。合成した原料粉末を焼結し金属基複合金型に加工するための母材を作製した。作製した母材の諸特性を調査し、通電焼結法に適した高発熱特性、高温度域での強度、離型性を兼ね備えた合金設計を行った。作製した金型母材を放電加工等の従来技術を用いて加工し、表面粗さや加工コスト等、従来の超硬合金に比べて優れた加工特性を示すことを明らかにした。さらにニアネット成形用金型の加工にも成功した。産業界で使用できる技術に昇華するためには金型の耐急性能も要求されることから、金型に対する高硬度・低反応性膜のコーティング技術を開発した。

#### ②高サイクル・パルス通電加圧焼結装置の開発

パルス通電焼結における短時間での加熱を実現するための電源回路を設計し、パルス電源を試作した。従来の電源に比べて過酷な条件で使用することから、その安全性や安定性を検討した。その結果稼働率 60%以上においても安定的な動作を行うことができた。高効率通電加圧成形装置では従来の通電焼結技術ではなかった動的荷重を搭載した加圧技術を確立した。最大 10 トンの荷重を印加でき、かつ最小 100 kg 単位での制御技術を開発した。静的な荷重と動的な荷重を印加した際の焼結実験を行い、動的加圧の優位性を見出すことが出来た。最終的には事業化を見据えた焼結工程の自動化システムを完成させた。

#### ③高サイクル・パルス通電加圧焼結装置により製作された焼結体の評価

従来のパルス通電焼結に黒鉛型、超硬合金型および今回開発した金型を組み込み型内部の温度を実測し、その温度分布を明らかにした。また、②にて開発した焼結機を用いて動的加圧を付加した際の金型や試料の温度変化についても明らかにした。

応力解析では室温から高温までの金属基複合材料の降伏応力や縦弾性係数などの機械物性値を調査し、今回開発した応力解析プログラムを用いて焼結条件下での金型の最適形状を得ることに成功した。

#### 1-4 当該研究開発の連絡窓口

##### 事業管理者

〒739-0025 広島県東広島市西条中央7丁目23番35号  
東広島商工会議所 中小企業支援室・係長  
浜井征夫

TEL: 082-420-0303 FAX: 082-420-0309

E-mail: hamai@hhcci.or.jp

##### プロジェクト・リーダー

〒739-0046 広島県東広島市鏡山3丁目13番26号 テクノプラザ180号室  
エス・エス・アロイ株式会社 代表取締役  
菊池 光太郎

TEL: 082-420-0512 FAX: 082-420-0541

E-mail: info@plasman.co.jp

##### サブ・リーダー

〒463-8560 愛知県名古屋市守山区下志段味穴ヶ洞 2266-98  
独立行政法人 産業技術総合研究所 中部センター  
サステナブルマテリアル研究部門 相制御材料研究グループ 研究員  
中山 博行

TEL: 052-736-7423 FAX: 052-736-7406

E-mail: hiro-nakayama@aist.go.jp

## 第2章 耐熱性・高電熱変換型の開発

### 2-1 型の材料設計

WC-FeAl 合金は耐熱性・耐酸化性に優れた超硬合金である。しかし、電気抵抗率が約  $5.6 \times 10^{-5} \Omega \text{ cm}$  と従来の超硬合金と同程度である。このため、型のジュール熱を利用する通電焼結法では、電気から熱への変換効率が悪い。そのため、高速加熱を実現するためには、高電気抵抗率化を図る必要がある。そこで、高電気抵抗率を有する炭素粉末と WC-FeAl 超硬合金との複合化を実施した。WC-FeAl 超硬合金中に球形の炭素粒子を均質に分散できる技術を開発し、WC-FeAl+Carbon 複合材料の作製に成功した。図 2-1 にカーボン粒子を添加した WC-FeAl 合金の SEM 像を示す。得られた焼結体は従来の超硬合金より一桁大きな電気抵抗を示し、高速加熱を実現する金型として有望であることがわかった。そこで、WC-FeAl+Carbon 複合材料について特性を明らかにし、用途に応じた材料の選定ができるように基礎データを収集した。図 2-2 にカーボン分散量を変化させた場合の合金の強度および電気抵抗率を示す。この結果を基に金型の最適組成 (WC-10%FeAl+3%C) を決定した。この組成の場合、800°C、100MPa の条件でも塑性変形せず、電気抵抗率も従来超硬に比べ高いことから、この組成を中心に様々な形状の金型を製作して種々の実験・開発を行った。表 2-1 に開発した金属基複合金型の諸特性を示す。

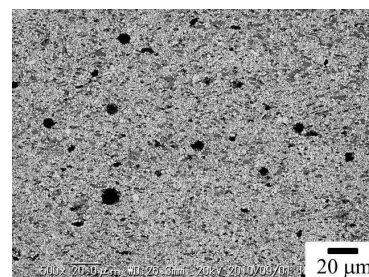


図 2-1 カーボン粒子を添加した WC-FeAl 合金の SEM 像

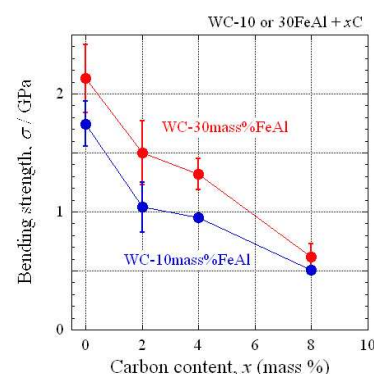


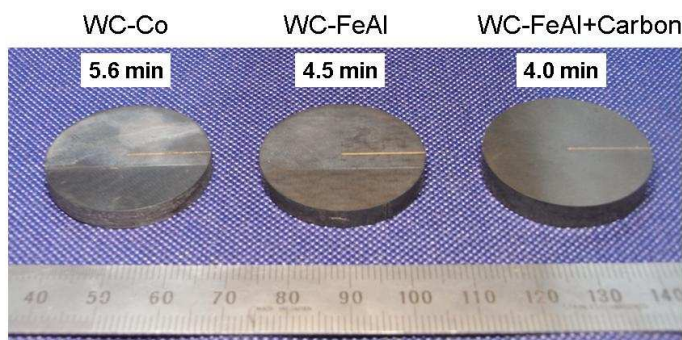
図 2-2 カーボン分散量を変化させた場合の WC-FeAl 合金の曲げ強度変化

表 2-1 金型材料の特性値。

抗折強度 / GPa	電気抵抗率 / $\Omega \text{ cm}$	硬度 / HRA (Hv)	ヤング率 / GPa	熱伝導率 / $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	熱膨張係数 / $\text{K}^{-1}$
1 GPa	$5.6 \times 10^{-5}$	88 (~1200)	≒210	60	≒ $5.1 \times 10^{-6}$

## 2-2 型加工技術の開発

従来の超硬合金(WC-Co)と WC-FeAl および①-1 で作製した金属基複合材料について、これまでの超硬合金の加工技術である放電加工等に対する加工性を評価した。WC-Co 超硬合金としては WC-5mass%Co と市販されている超硬合金に比べて低 Co 含有の合金を作製して実験に供した。図 2-3 に各種超硬合金のワイヤー放電加工後の外観と加工条件および加工時間を示す。WC-FeAl+Carbon 超硬合金は従来の WC-Co 超硬合金に比べ、短時間でワイヤーカットを行えることを確認した。



ワイヤ径 (mm)	On / Off (μs)	電圧 (V)	ピーク電流 (A)	実投入電流 (A)	平均加工電圧(V)	平均加工電流(A)
0.25	0.7 / 14	270	5000	420	58	3.0

図 2-3 ワイヤー放電加工後の外観と加工条件

図 2-4 に放電加工後の加工溝の SEM 写真を示す。この図より、ワイヤー径に対する加工部の寸法は WC-FeAl や WC-FeAl+Carbon の方が少なく、高精度加工を実現できることを確認した。また、加工した際に発生する表面の反応層について分析を行ったが、どちらの超硬合金においても成分的な変化はなく、ワイヤーカット時の熱的影響および、酸素や炭素などの軽元素の移動による反応層の生成と考えられる。

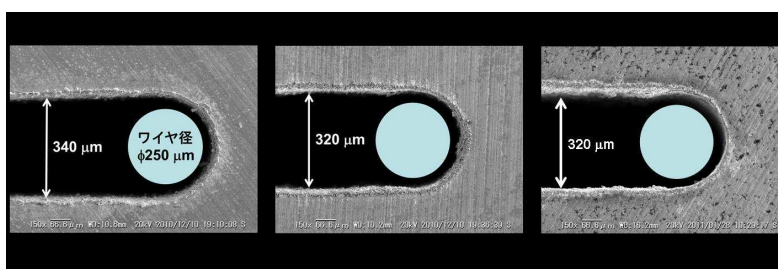


図 2-4 ワイヤー放電加工後の加工溝の SEM 写真

以上のように WC-FeAl+C 合金を放電加工技術を用いて従来の超硬合金より低コストで加工する技術を確立した。また、加工条件を最適化することで加工速度、精度を保ったまま表面粗さ  $Ra = 20 \mu\text{m}$  以下を達成した。

これらの条件を用いて複雑な形状を有する金型の作製を行った。図 2-5 にその一例として、鏝付パンチを加工した際の工程写真を示す。

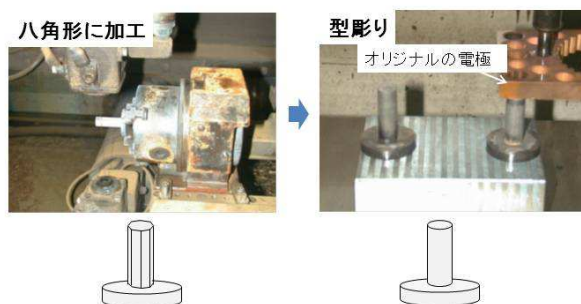


図 2-5 鏝付パンチの作製工程。下図は加工後の模式図。



### 2-3 表面処理技術の開発

従来の超硬合金および開発した金属基複合材料に対して種々のコーティングを施し、最適なコーティング材料を探索した。産業界で最も多く利用されている鉄系材料は窒化チタンとの反応性が低いことが知られている。窒化チタンは一般に反応性スパッタにより成膜されるが、本材料に対しては成膜することが難しいことがわかった。そこで、種々のスパッタ法について検討し、さらにターゲットの作製技術もあわせて開発することで、DC スパッタにて成膜できることを明らかにした。図 2-6 に TiN コーティングを施した従来の超硬合金と開発した超硬合金の外観写真を示す。このように製膜した材料を用いて焼結を行ったところ、膜の密着力が低く膜が金型から剥離した。そこで、TiN 膜と金型材料との密着力を向上させるために、両者の間にバッファ層を導入した。図 2-7 に Ti バッファ層の有無による TiN 膜の密着力の比較を示す。バッファ層を導入することで、膜の密着力がバッファ層無しの場合に比べ約 2.5 倍に向上することが明らかとなった。また、金型内面へのコーティングを試み、型加工技術で開発した割型を用いることで内面へのコーティングに成功した。

TiN 膜に加えて、化学的に安定で安価ではあるが製膜が困難な  $Al_2O_3$  膜の作製を試みた。図 2-8 に示すようなアークイオンプレーティング法を用いることで  $Al_2O_3$  の製膜が可能であることを明らかにした。

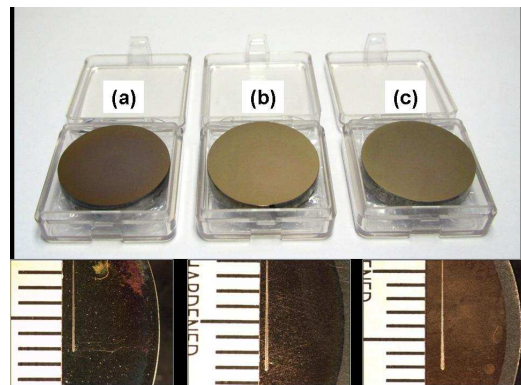


図 2-6 作製したコーティング膜の外観。(a) WC-5%Co、(b) WC-10%FeAl、(c) WC-10%FeAl+2%Carbon。下段はコーティング膜のスクラッチテスト後。

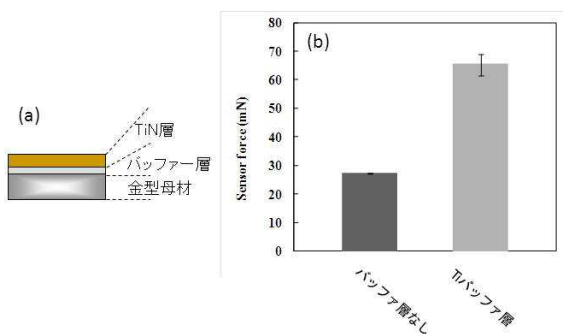


図 2-7 TiN コーティング膜の密着力の WC-10 mass%FeAl+3 mass%C 合金への密着力。(a) バッファ層の模式図。(b) バッファ層の有無による密着力の違い。

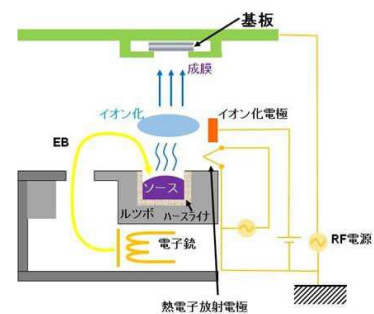


図 2-8 アークイオンプレーティング法の模式図。



### 第3章 高サイクル・パルス通電加圧焼結装置の開発

#### 3-1 電源・制御回路設計

パルス通電焼結における短時間での加熱を実現するための電源回路を設計し、その安定性、安全性について検討した。特に、目標とする焼結体の作製を可能とする電源スペック（電流 3000 A、電圧 8 V）を明らかにした。さらに、電源単体での動作確認を行い、目的のパルス波形が得られることを確認した。目標とする電源効率 70 %以上を達成した後、高効率通電加圧成形装置との接続を行った。図 3-1 に開発したパルス電源・制御回路構成部の外観写真を示す。



図 3-1 パルス電源・制御回路構成部。

動的プレスを行う際に発生した加圧力のオーバーシュートを無くすための制御プログラムを開発するとともに、温度コントロールプログラムも同時開発した。さらに、動的加圧のための加圧モードを複数作製した。図 3-2 に動的加圧の 3 種類の概念図を示す。作製したプログラムは①加圧時はトルク制御、除荷時は位置制御、②加圧・除荷時ともトルク制御、③加圧・除荷時とも位置制御 3 種類であり、焼結の目的により任意に使い分けができるようにした。さらに焼結工程の自動化のためのシステムフローとタッチパネル操作プログラムを開発し、高効率通電加圧成形装置と統合した。

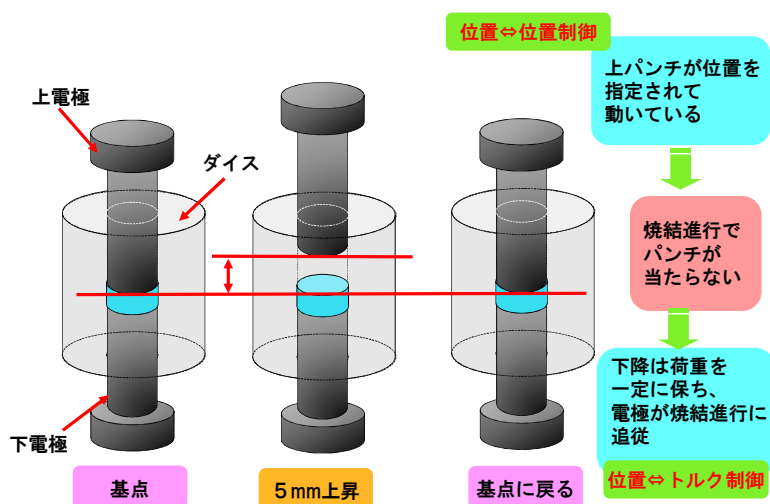


図 3-2 動的動作モードの概念図（位置⇔位置制御、位置⇔トルク制御）

### 3-2 高効率通電加圧成形装置の開発

難焼結性粉末を低温で焼結するため、これまでの静的な加圧機構を動的加圧機構に変更するための設計を行った。図3-3に示すような小型のシミュレータを試作し、動的加圧機構の制御について検討した。これらの設計、シミュレータの結果をもとに、動的加圧機構を組み込んだ通電加圧成形装置を試作した。また、成形圧力を最大 10 トンとし、制御を 100kg 単位で行うため、プレス機構をギヤを介した間接式からモータと加圧軸（電極）を直結する加圧機構に組み替え、

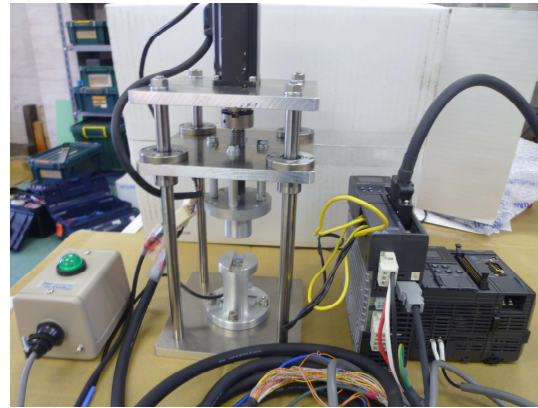


図 3-3 動作検証したシステムの外観

動作確認を行った。装置の剛性を高め、圧力の検出方法を最適化することで目的の精度を実現することができた。さらに、真空チャンバーの大きさや真空ポンプの排気量を計算し、チャンバー内を 30 秒以内で目的の真空度にできる構造とした。これらの技術を融合することで通電加圧成形装置本体の試作を行い、開発したパルス電源との接続テストを実施した。

通電加圧成形装置を開発した電源に実装させ、アドバイザー企業が要求する材料による焼結テストを行った。また、装置に高速昇温・冷却機構を増設し、加工サイクルの短縮に必要な高速昇温・冷却の実現に目途をつけた。さらに、開発した金型をダイセットを用いて焼結機に組み組み込み、高効率・高サイクル焼結機構の基盤技術を完成させた。図 3-4 に実際に開発した金型のダイセットを用いたセットアップ外観写真を示す。この焼結機を用いて、Fe、ステンレス系材料、Co 合金による動的焼結実験を行った。さらに将来の事業化を見据えて焼結工程の自動化を行った。

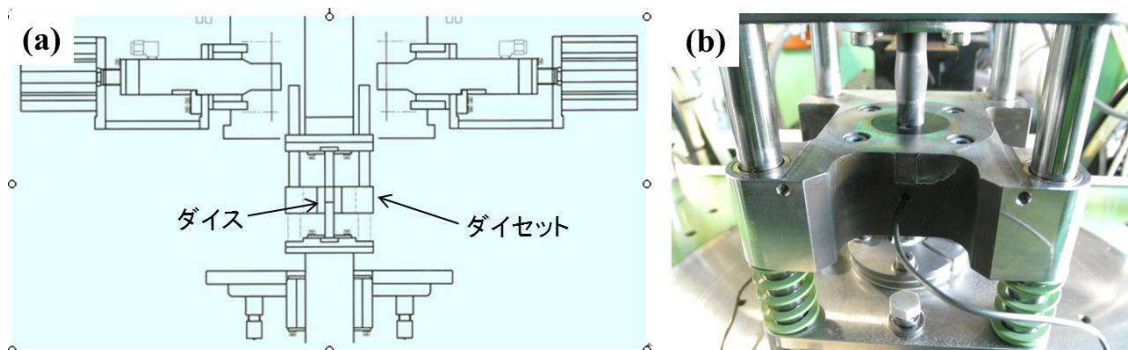


図 3-4 金型セットアップ外観写真。(a) 模式図と (b) ダイセットを用いて取り付けられた金型。

## 第4章 高サイクル・パルス通電加圧焼結装置により製作された焼結体の評価

### 4-1 熱解析

従来のパルス通電焼結装置に黒鉛型および超硬合金型を組み込み、パルス通電焼結時の型内温度を実測する技術を開発した。超硬合金型および黒鉛型について、熱電対や放射温度計を複数設定することで、パンチ部およびダイス部の温度を測定することができた。また、通電初期の温度分布については、サーモビジョンによる直接観察を行い、面における温度分布を把握した。動的プレスを有する通電焼結機に実際に組み込む金型を用いて、焼結時の型内部の温度分布を熱電対にて測定した。金型には測温用に位置や深さの異なる複数個の穴を設けており、これらの穴に熱電対を差し込むことで測温を行った。その結果、焼結材料を純鉄、焼結圧力を 20 MPa とし、500 A の直流電流を 300 s 通電したところ、型の縦方向には大きな温度分布が生じないことがわかった。

次に動的荷重を付与した際の型の温度変化について詳細に調べた。図 4-1 に直径 30 mm の金型を用いて Fe 粉末を動的焼結により固化成型した際のダイスおよびパンチの表面温度変化をサーモカメラで測定した結果を示す。この際の焼結は、温度 700°C 一定とし、荷重を

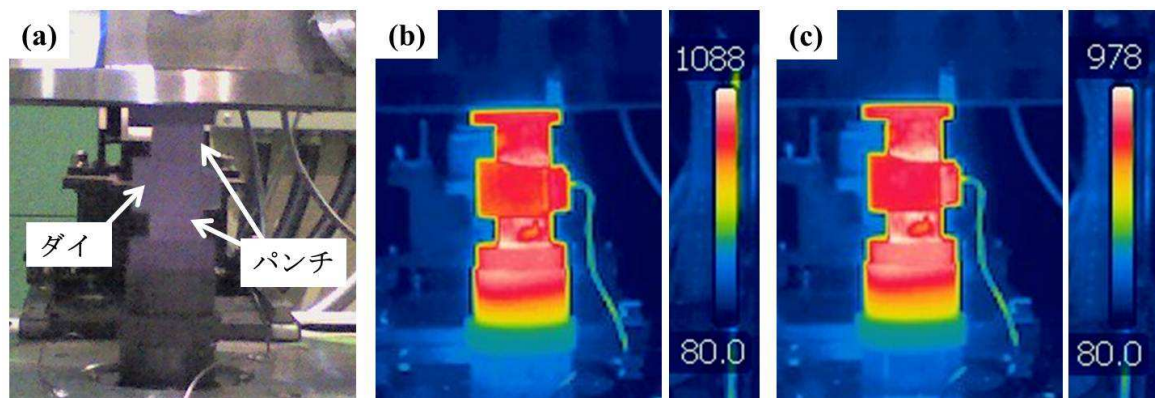


図 4-1 動的加圧中における金型表面の温度変化。(a)外観 (b)動的加圧開始前および(c)開始後。

0 MPa~100 MPa の間で変化させ、動的荷重を付加した。また、動的荷重を付加している間は荷重 0 MPa の際に断線状態となるため通電がストップしている。この図より、型温度は設定値の 700°C を大幅に上回っているように見えるが、これは金型材料の正確な放射率が不明であるため、実際の温度よりも見かけ上、高い温度が表示されている。しかし、本実験の目的は動的荷重付加時の金型温度変化を定性的に調べることであり、放射率の調整を行わずに実験を行った。その結果、動的付加開始前に比べて動的付加開始後、30 秒以内に型温度が急激に低下していることがわかる。また、中でも試料と最も大きな面積で接しているパンチ部分の温度低下が顕著であることがわかる。このように、一時的に断線状態となり通電が遮断されると、ごく短時間でも金型温度が大幅に低下することが分かった。そこで、断線状態が現れないように動的荷重負荷時であっても常に荷重がかかった状態にすることで、このような温度低下を防ぐことができ、動的加圧時においても安定な温度制御を行うことに成功した。



## 4-2 応力解析

パルス通電焼結における型の応力分布について数値解析を行うための基礎データを収集した。特に、表 4-1 に開発した超硬合金の材料定数を示す。得られた数値をもとに有限要素法による応力解析を行

表 4-1 WC-10FeAl+C の材料定数

	ヤング率 / GPa	熱伝導率 / W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>	降伏応力 at 800°C / MPa	熱膨張係数 / K <sup>-1</sup>
物性値	210	60	<100	5.1 × 10 <sup>-6</sup>

った。解析には多孔質変形体の変形挙動を高精度に再現可能とする弾性マトリクス、ならびに多孔質金属材料の非弾性挙動を再現する島一大矢根構成方程式を用いた。特に、パンチ部とダイス部の接触部についての2次元解析を行い、型内の応力分布を計算することができた。この構成方程式を用いて三角形状を有するパンチを用いて型内部の応力解析も行った。この結果、複雑形状を有する型内部の応力分布を求めることに成功した。

解析技術をもとに焼結条件から金型形状の探索（金型の外形を決定する）を行った。数値解析を行った条件は、焼結体をチタン、焼結体サイズは直径 10 mm、高さ 10 mm の円柱形、焼結温度 800 °C、焼結圧力 100 MPa に行っている。図 4-2 に今回用いた応力解析金型メッシュを示す解析は、汎用静的陰解法有限要素法コード Marc2012 を使用した。解析は、熱電対用の穴を設けない焼結用金型と設けた焼結金型の 2 種類と内部に存在する焼結金属を四面体完全積分テトラ要素で近似して

おり、3次元解析を行っている。最適型外径を模索するために、探索範囲を最小半径を 14 mm から最大外径を 76 mm とし、その中で最適半径を求めた。最適外径探索には、有限要素内の相当応力分布をもとに円形型表面の相当応力が 100 MPa 以内であることをその条件としている。

最適化計算の結果、円形型外径の最適値は 38 mm [半径 19 mm] という結果が得られた。

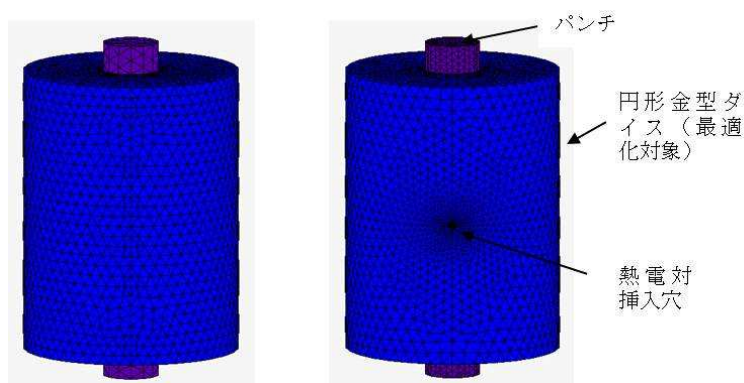


図 4-2 穴無し金型メッシュ (左) と熱電対挿入用穴有り金型メッシュ (右)

### 4-3 焼結体の材料評価

パルス通電焼結システムで作製した鉄系材料について、機械的特性（硬度等）および焼結時の収縮特性を検討した。評価対象として鉄粉末を用いてパルス通電焼結を行った。図 4-3 に加圧を変化させて Fe 粉末を焼結した際の試料の収縮挙動を示す。この図よりパルス通電焼結では焼結温度や保持時間に加えて焼結時に付与される加圧力が焼結体の高密度化に大きく影響することがわかった。特に加圧力は低温焼結にとって有効な因子であった。

開発した装置および開発した金型を用いて難焼結性粉末（Fe 系、Ti 系、Co 系など）を焼結し、その焼結体の焼結挙動を明らかにした。図 4-4 に Co 合金の動的加圧と静的加圧を行った際の相対密度比較を示す。動的プレスを行うことで、動的プレスを行わずに同温度、同荷重で焼結した材料に比べ密度が向上することがわかった。この理由として組織観察や焼結時の変位曲線から、焼結初期に動的プレスを行った方の緻密化が進行し、この差がそのまま焼結体の相対密度差となっていた。これは、動的プレスを行うことで加圧時による粉末の拘束が解かれる（ブリッジングの解消）ことによるものとわかった。しかし、高温での焼結ではブリッジングの解消による緻密化よりも、粉末の軟化、塑性流動による緻密化が大きく寄与するため、焼結温度を高温まで上げると静的荷重を用いて焼結した材料と大きな密度差がないことがわかった。このことより、本手法は低温において焼結体の相対密度を向上させるには非常に有効な手法であることがわかった。図 4-5 に動的加圧で作製した Co 合金焼結体の外観を示す。作製した焼結体は金属光沢があり、黒鉛型で作製した場合と異なり低温での焼結のため、型との反応がなくニアネット成形に適した手法であることが伺える。

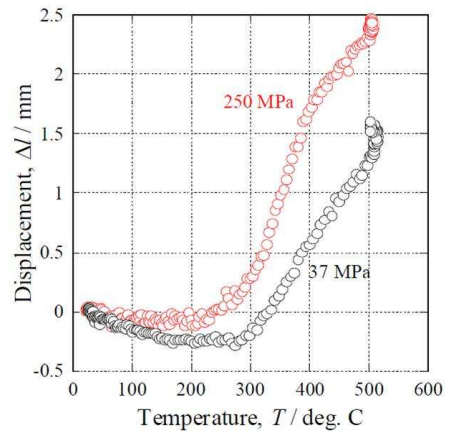


図 4-3 Fe 焼結体の収縮挙動

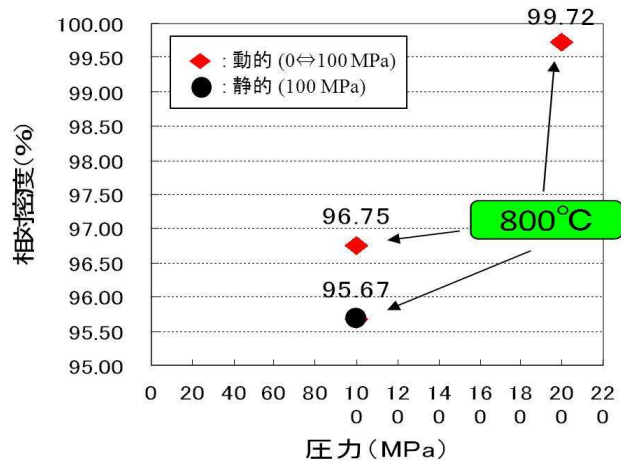


図 4-4 Co 系合金の相対密度比較



図 4-5 動的荷重を印加して焼結した Co 合金

## 第5章 全体総括

### 5-1 研究開発成果

パルス通電焼結技術は、近年、新しい焼結技術として注目されており、本技術が有する高い省エネルギー性を最大限に発揮することが、今後の日本のものづくりに求められている。

そこで本事業では、難焼結性粉末を低温・短時間でニアネット成形する動的加圧機構を搭載した次世代パルス通電焼結技術の実用化を目的として研究開発を行った。その結果を以下にまとめる。

#### ①耐熱性・高電熱変換型の開発

耐熱性・高電熱変換型の開発においては、型の材料設計部分では 700°C の真空中で 100MPa の加圧力を付与できる、金属基複合金型材料の開発に成功した。またこの材料は、通電焼結に適した従来の超硬合金を上回る高電気抵抗率を併せ持ち、硬度は室温で焼結に必要な 75 HRA 以上の硬度を有していた。型材料から金型へ加工するための型加工技術の開発をおこなった。粉末焼結用金型に求められる表面粗さ、20  $\mu$  m 以下を実現する加工技術を開発した。さらに、事業化を検討するうえで加工コストを従来の超硬合金より低減できた。このような開発した金型に TiN や Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> のような高硬度・低反応性膜を製膜する技術を開発した。

#### ②高サイクル・パルス通電加圧焼結装置の開発

高サイクル・パルス通電加圧焼結装置の開発においては、電源効率 70% 以上の電源回路設計に成功し、稼働率 60% 以上でも安定的に装置が稼働する電源を開発した。また、加圧機構には最大荷重 10 トンを 100 kg 単位で制御できる直動式サーボモータプレス of 制御プログラムを開発した。これら電源と加圧機構を組み合わせ、動的加圧機構を有する新規パルス通電焼結機を開発した。今回開発した動的加圧を付与する印加方法を用いることで、従来の手法に比べてより低温で緻密な焼結体を得ることが出来た。さらに、焼結工程の前後の粉末充填や焼結体の抜き出し機構の自動化にもトライし、金型への粉末充填から焼結体の取出しまでの 1 サイクルを 10 分以内（例えば 300°C での低温・動的加圧焼結では 190 秒の短時間で終了するプロセスが可能）で終了する高速プロセスを開発した。

#### ③高サイクル・パルス通電加圧焼結装置により製作された焼結体の評価

装置に組み込む金型の最適形状を計算する応力解析手法も開発し、最終的には焼結温度や圧力に合わせた最適な金型形状の提案が可能となった。

### 5-2 残された課題と今後の事業展開

上記の成果は、研究開発推進委員会や技術委員会のみならず、メンバー同士が個別に議論・検討を行うことにより達成することが出来た。更に、研究開発推進委員会で川下ユーザーからの意見を取り入れながら技術開発を行えたことは、市場へ製品を投入する際の足がかりになると考えている。

このような活発な研究開発の結果、当初に掲げた数値目標をほぼ達成することができた。しかし、この研究開発において新たに浮上してきた課題も存在する。今後は補完研究においてこれらの課題を解決に導き、市場動向調査を行いながらユーザーニーズに合わせた製品改

良をしていくことにより、市場への投入が可能となると考える。最後に図 5-1 に今回の研究開発で試作した装置および金型の外観写真を示す。

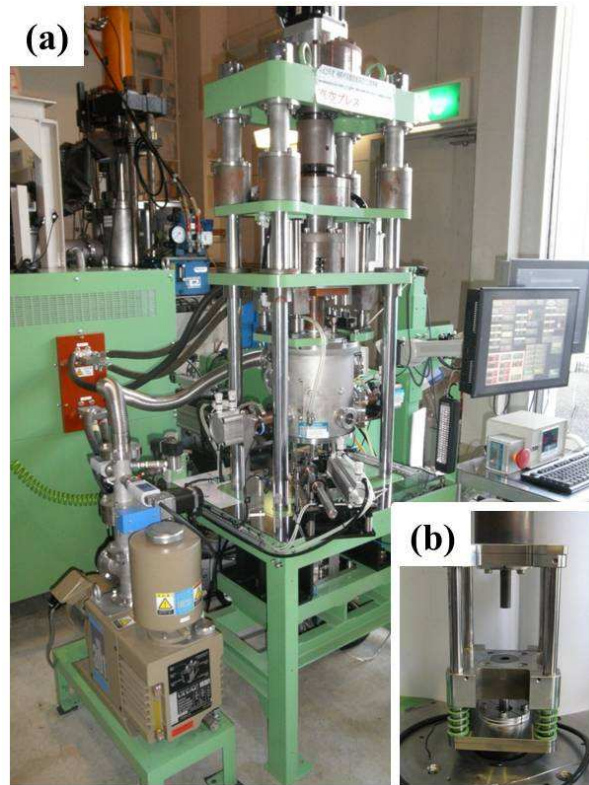


図 5-1 (a)開発した焼結機と(b)ダイセットに取り付けた状態の金型。