

平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「高機能材料を用いたセラミックスー金属ハイブリッド金型の開発」

研究開発成果等報告書概要版

平成23年 9月

委託者 中部経済産業局
委託先 財団法人中部科学技術センター

目次	
第1章 研究開発の概要	4
1-1. 研究開発の背景・研究目的及び目標	4
1-1-1. 研究開発の背景	4
1-1-2. 研究開発の目的	5
1-1-3. 研究開発の目標	5
1-2. 研究体制	10
1-2-1. 研究組織及び管理体制	10
1-2-2. 研究者氏名	12
1-2-3. 協力者	14
1-3. 成果概要	16
1-3-1. 炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導化への対応	16
1-3-2. 炭化ホウ素セラミックスと金属の接合への対応	16
1-3-3. セラミックスと金属の接合体での加工への対応	16
1-3-4. 窒化ケイ素セラミックスの熔融アルミとの反応性への対応	16
1-3-5. 窒化ケイ素セラミックスと金属の嵌合への対応	17
1-3-6. 窒化ケイ素セラミックスと金属のハイブリッド金型の加工への対応	17
1-4. 当該研究開発の連絡窓口	18
第2章 炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導化への対応	19
2-1. 炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率に及ぼす添加物の関係の研究 (セラミックスの電気伝導率の評価)	19
2-2. 高電気伝導炭化ホウ素セラミックスの造形技術の研究開発	23
第3章 炭化ホウ素セラミックスと金属の接合への対応	26
3-1. 炭化ホウ素セラミックスと金属材料の接合技術の研究開発	26
3-2. 接合体の特性評価	30
第4章 セラミックスと金属の接合体での加工への対応	33
4-1. 炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工の研究開発	33
4-2. ハイブリッド金型の仕上げ加工に関する研究開発 (仕上げ加工と加工表面の評価)	37

第5章 窒化ケイ素セラミックスの溶融アルミとの反応性への対応	42
5-1. 窒化ケイ素と溶融アルミとの反応性の関係の研究 (反応界面での分析・評価)	42
5-2. 異なった添加物を内在する窒化ケイ素の反応性の研究	46
第6章 窒化ケイ素セラミックスと金属の嵌合への対応	47
6-1. 引っ張り応力の発生しにくいダイキャスト金型の設計開発	47
6-2. 最適形状設計の研究開発 (ニアネット形状付与技術の研究開発)	49
第7章 窒化ケイ素セラミックスと金属のハイブリッド金型の加工への対応	53
7-1. 複雑形状での最適加工技術の研究開発	53
7-2. ハイブリッド金型の応力的評価	55
第8章 全体総括	58
8-1. 炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導化への対応	58
8-2. 炭化ホウ素セラミックスと金属の接合への対応	58
8-3. セラミックスと金属の接合体での加工への対応	58
8-4. 窒化ケイ素セラミックスの溶融アルミとの反応性への対応	59
8-5. 窒化ケイ素セラミックスと金属の嵌合への対応	59
8-6. 窒化ケイ素セラミックスと金属のハイブリッド金型の加工への対応	59
8-7. 研究開発後の課題	60

第1章 研究開発の概要

1-1. 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-1-1. 研究開発の背景

(二)金型に係る技術

- ・金型に係る技術において達成すべき高度化目標→(5)その他
 - ・川下製造業者の抱える課題及び要請→ア. 高精度・微細化 力. 低コスト化
 - ・上記を踏まえた高度化目標→サ. 金型製造技術の向上
-
- ・金型に係る技術において達成すべき高度化目標→(1)自動車に関する事項
 - ・川下製造業者の抱える課題及び要請→ア. 低コスト化
 - ・上記を踏まえた高度化目標→カ. 工程短縮等を可能とする金型技術の開発

環境や自動車産業では金型の高精度化、低コスト化のニーズが、国際競争の激化により求められている。これらのニーズに対応するためには、金型の長寿命化が不可欠である。また、レアメタルの輸入制限により、超硬合金は高騰の傾向を示している。これらの課題を解決するために、優れた特性を示すセラミックスを金型の一部に用い、長寿命で、超硬合金を使用しないセラミックス-金属ハイブリッド金型が求められてきた。

現在の水処理や排気ガス処理用のフィルターの製造法においては、数百ミクロンから数ミリのアルミナや炭化ケイ素等のセラミックス粉末に、バインダーや結合材を添加して押し出し成形を行うのが主流である。しかし、成形時に用いる金型がアルミナや炭化ケイ素等セラミックス粉末に比較して柔らかいことから、金型の摩耗により高精度な成形体を作製するには金型を頻繁に交換し、かつ金型の修正が必要である。また、金型の寿命を延ばすためにレアメタルであるタングステンを含有する超硬合金を使用する必要があり、昨今のレアメタルの高騰により、低コスト化を妨げている。

一方、自動車部品の工程短縮等を可能とするアルミダイキャストでは、製品中の欠陥をなくして複雑な形状を実現するために、アルミをダイキャストする時の加圧力を上げる必要があり、ダイキャストに用いる金型の局所的な損耗が顕著になって、目的とする部材の精度を得るためには、金型交換や金型の修正を頻繁に行わなければなら

ない。

そこで、レアメタルを含有する超硬合金を使用することなく、耐摩耗性に優れており、低コスト化が図れる金型が求められている。

1-1-2. 研究開発の目的

本研究開発は、耐摩耗性・浸食抵抗性に優れているセラミックスに係る金属や異種材料との接合や嵌合技術に着目し、この技術を応用したセラミックス-金属ハイブリッド金型の製造法を確立することにより、従来水処理や排気ガス処理用のフィルターの成形や、自動車部品の工程短縮等を可能とするアルミダイキャスト過程で実施されていた、精度を維持するための頻繁な型交換や型の修正加工を不要にする。また成形やダイキャスト時に、損耗が著しい箇所に用いられている超硬合金の使用量を削減することで、レアメタルの消費の低減という国際的な要請に応えるとともに、成形やダイキャスト工程の効率化を図り、金型の高精度化と低コスト化を確保することを目的とする。

1-1-3. 研究開発の目標

(1) 炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導化への対応

高機能材料であるセラミックスを応用したセラミックス-金属ハイブリッド金型に対して、水処理や排気ガス処理用のフィルター用の金型として期待される炭化ホウ素セラミックスの放電加工を容易にするための高電気伝導化を図る。

具体的には、炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率と微量の添加物の関係を研究し、炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導率化に関するデータ収集及び金型材料としての材料特性評価を実施する。炭化ホウ素セラミックスは、極めて硬く脆い材料であるため、通常の機械加工による複雑形状部品への加工は困難である。一方、炭化ホウ素セラミックスは、若干ではあるが電気伝導性を有しているため、金型製造において多用されている電氣的な加工方法の応用が期待できる。これまでの知見では、ワイヤー放電加工は一部成功しているが、型彫り放電加工においては電気伝導率が不十分なため成功していない。そこで、炭化ホウ素セラミックス (B_4C) は、ホウ素 (B) と炭素 (C) の化合比に幅があり、これにより電気伝導率が変化する特性を利用し、高導電性炭化ホウ素セラミックスの試作を試みる。

また、良好な電気伝導性を有する他の物質を複合化することで電気伝導率の向上を

図ることで、型彫り放電加工が可能な電気伝導率を付与する材料開発を行う。また、高電気伝導率化することによる機械的特性の変化にも注目し、型材としての特性を有し、型彫り放電加工が可能な型材の開発を行う。具体的には、炭化ホウ素セラミックスのホウ素と炭素の比を変化させた材料と、高電気伝導性を有する物質を複合化した材料を作製し、電気伝導率と機械的特性を調べる。

さらに、炭化ホウ素セラミックスに高電気伝導率を示す添加物である炭化物やホウ化物を微量添加し、微視的に高い均一性を得るために、高導電性粉末調整装置を用いて原料粉末を作製し、添加物量の炭化ホウ素セラミックス電気伝導率への影響を調べ、セラミックスー金属ハイブリッド金型としての最適材料を選定する。

あわせて、炭化ホウ素セラミックスの造形技術の検討を行い、一軸金型成形、目的とする金型形状に近い形状での成形が可能である静水圧加圧成形、さらに、焼成前の状態での加工(成形体加工)等に必要な各種条件の確立を図る。

(2) 炭化ホウ素セラミックスと金属の接合への対応

炭化ホウ素セラミックスはセラミックスー金属ハイブリッド金型用材料としては極めて硬いことから有効な材料である。しかし、金型として組み立てを行う場合、セラミックスへのネジ加工が極めて困難であること、さらに、セラミックスが脆性材料であることから締め込み時の発生応力に対する耐力が小さい。そのため、第一段階として、炭化ホウ素セラミックスと金属の接合を行い、セラミックスー金属ハイブリッド金型用の材料開発に取り組む。

具体的には、炭化ホウ素セラミックスは、極めて硬い材料ではあるが、金属材料より遙かに脆い材料である。これを踏まえ、セラミックスの脆さが金型に悪影響のない構造を設計するとともに、セラミックスと金属との接合方法を検討する。

炭化ホウ素セラミックスと金属の界面における反応を調べ、最適な組合せ構造を確立するとともに、最適な組合せにおける発生応力を調べ、セラミックスー金属ハイブリッド金型の素材を選定する。

さらに、その結果をもとに、構造面での有限要素法等のシミュレーションを行うことで、セラミックスー金属ハイブリッド金型としてその素材を評価する。

セラミックスと金属材料とのハイブリッド化を図り、機械的特性、接合面での反応、さらに、信頼性評価を実施する。

炭化ホウ素セラミックスは、極めて硬く脆い材料であり、また、金属系金型材料に比べて高価である。さらに、セラミックスは大型化には限界がある。このため、大きな金型全体を一体のセラミックスで作製することは現実的ではない。そこで、小型の炭化ホウ素セラミックス製部品を作製し、セラミックス同士の接合やセラミックスと金属材料を接合することで、市場性のあるコストでの大型部材の開発が可能となる。一方、接合することで欠陥の発生や信頼性の低下が懸念されるため、炭化ホウ素セラミックスと金属材料の接合体の機械的特性を調べる。

(3) セラミックスと金属の接合体での加工への対応

セラミックスー金属ハイブリッド金型は、第一段階として目的とする金型形状に加工する工程と、第二段階として求められている寸法精度に仕上げる加工工程を必要とする。それぞれの段階における課題に対して、以下の研究開発に取り組む。

具体的には、炭化ホウ素セラミックスは、局所的な領域の加工であるワイヤー放電加工は可能であるのに対して、材料に高い導電性が必要とされる面加工である型彫り放電加工には適していない。また電気的な特性の異なる接合体では、接合面での加工抵抗が大きく異なることが予想される。そこで、接合体での加工条件の模索を行うとともに、異なる電気特性を示す炭化ホウ素セラミックスに対して、難削材用電気加工装置を用いて型彫り放電加工速度の関係を研究する。

ハイブリッド金型は、通常の金属製の金型の中で最も摩耗や溶損が激しい部分に、硬く金属との反応性の低いセラミックスを用いることで、長寿命で高精度な金型とする。一方、ハイブリッド金型であっても、ユーザーは一体の金型として使用するため、従来の金型と比較して違和感がないように型を仕上げる必要がある。ハイブリッド金型では、金属材料とセラミックスが複合された面を同時に研削加工で仕上げるのが求められるが、両者は硬さや比研削性などが大幅に異なり、研削加工時の砥石損耗や加工表面の面粗さ・残留歪み等が局所的に異なる可能性がある。このため、金型の研削条件・砥石の種類と加工表面の関係、ハイブリッド材の加工方法を検討する。

また、型彫り放電加工により加工して作製した目的形状に近いセラミックスー金属ハイブリッド金型材料の仕上げ加工について、検討を行うとともに、仕上げ加工した金型部材の加工表面の評価を行い、炭化ホウ素セラミックスを用いた水処理や排気ガス処理用のフィルター用のセラミックスー金属ハイブリッド金型の製造技術の向上を

図る。

(4) 窒化ケイ素セラミックスの溶融アルミとの反応性への対応

自動車部品の工程短縮等を可能とするアルミダイキャスト用金型に対して、アルミと難ぬれ性を示し、溶損性が低いと期待される窒化ケイ素セラミックスについて、セラミックスー金属ハイブリッド金型への適用が可能となる技術の確立を図る。

具体的には、窒化ケイ素は難焼結性材料であることから、焼結助剤として様々な添加物を加える必要がある。窒化ケイ素は溶融アルミに対して反応性が少なく、セラミックスー金属ハイブリッド金型として最適材料ではあるが、共存する添加物により特性が著しく異なる。そのため、窒化ケイ素に異なる添加物を添加し、セラミックスを試作し、溶融アルミとの反応性の関係を研究する。

(5) 窒化ケイ素セラミックスと金属の嵌合への対応

自動車部品の工程短縮等を可能とするアルミダイキャスト用セラミックスー金属ハイブリッド金型において、有力な材料である窒化ケイ素セラミックスは使用時に発生する熱膨張や摩耗等の応力に対して、引っ張り応力として負荷された場合、その抵抗性は著しく低い。そこで、第 1 段階として、金属部品中に組み込まれた窒化ケイ素への引っ張り応力の発生しにくいダイキャスト金型の設計を行い、第二段階として最適形状での窒化ケイ素セラミックスの嵌合のための最適形状設計を行い、目的とする金型材料としてのニアネット形状付与技術の確立を図る。

窒化ケイ素セラミックスはセラミックスとしては高強度で優れた特性を示す材料ではある。しかしながら、窒化ケイ素セラミックスは、引っ張り応力下では極めて低い強度を示す材料であるため、これを踏まえ、ダイキャスト金型における、引っ張り応力が負荷されないダイキャスト金型の構造設計を研究する。

さらに、窒化ケイ素セラミックスとダイキャスト金型に用いる熱間ダイス鋼は膨張係数が大きく異なるため、セラミックスー金属ハイブリッド金型としての窒化ケイ素セラミックス部材の最適形状について調べ、窒化ケイ素セラミックスがセラミックスー金属ハイブリッド金型に嵌合される形状としてニアネット形状を想定し、その付与技術について研究開発を実施する。

(6) 窒化ケイ素セラミックスと金属のハイブリッド金型への対応

自動車部品の工程短縮等を可能とするアルミダイキャスト用金型としてのセラミッ

クスー金属ハイブリッド金型に嵌合される窒化ケイ素セラミックスは炭化ホウ素セラミックスと異なり、電気加工ができないため、ダイヤモンド工具等による研削加工が必要である。そのため、第一段階として、複雑形状での最適加工技術を確立し、セラミックスー金属ハイブリッド金型が弾性特性(範囲)の異なる材料を組み合わせられていることから、第二段階として金型適用時の応力評価を行い、最適な加工条件を確立する。

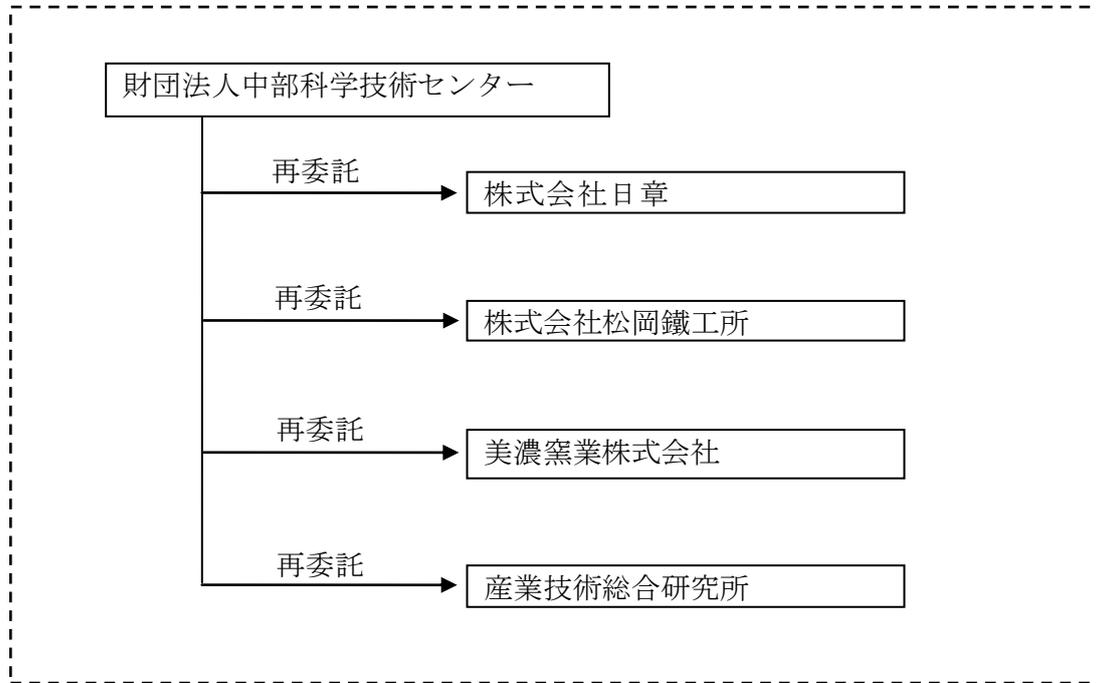
また、窒化ケイ素セラミックスは極めて硬く、一般的にダイヤモンド工具等により研削加工され、金型部品化される。ダイヤモンド工具は使用時に研削性能が経時的に劣化するため、これを踏まえ、複雑形状での最適加工技術の確立を目指し、高精度複雑形状加工装置を用いて、工具、研削速度等加工条件の関係を調査検討し、低コストで複雑形状化に最適な加工技術を開発する。

さらに、アルミダイキャスト用のハイブリッド金型は、割型を高圧力で締め付けて、溶湯が漏れ出さないように組み付けて使用する。熱間ダイス鋼とセラミックスの弾性率の違いから、両者を同時に平滑に仕上げた場合には、弾性率の大きなセラミックスに過大な応力が発生することが予想される。また、ダイキャスト型では、使用時に一部のみが 800℃程度の高温の溶湯にさらされ、熱間ダイス鋼とセラミックスの熱膨張差に起因する応力の発生も考えられる。一方、セラミックスを熱間ダイス鋼に接合する場合、脆いセラミックスに応力集中することが無いような形状、接合方法を考慮する必要がある。加えて、研削加工を行った窒化ケイ素セラミックスー金属ハイブリッド金型の表面は残留応力等局所的な歪みが残存することが多い。そこで、最適な加工条件により作製されたハイブリッド金型の残存応力や表面損傷に関するデータの収集、及び分析を実施する。

1-2. 研究体制

1-2-1. 研究組織及び管理体制

(1) 研究組織(全体)

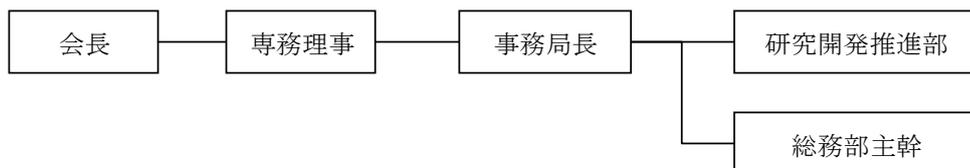


総括研究代表者（PL） 美濃窯業株式会社 技術研究所 所長補佐 熊澤 猛	副総括研究代表者（SL） 株式会社日章 社長 山田 徹志
--	------------------------------------

(2) 管理体制

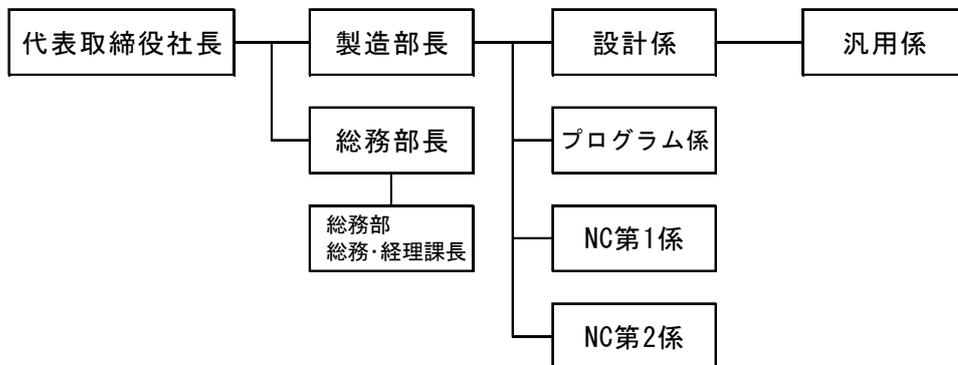
①事業管理者

財団法人中部科学技術センター

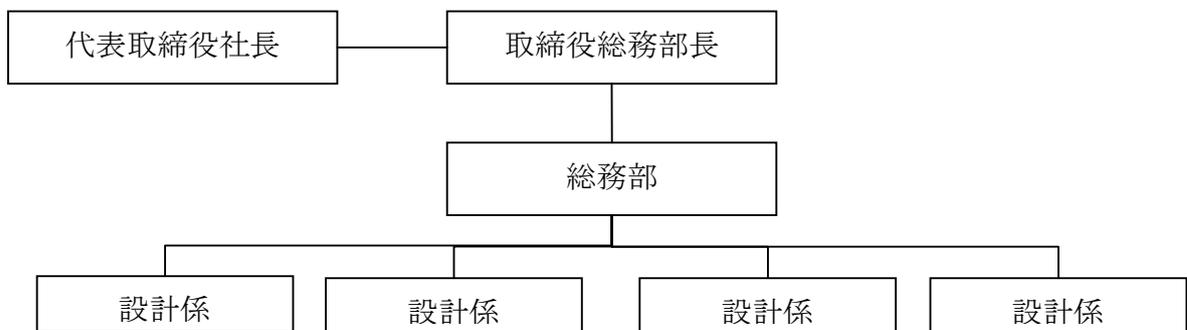


②（再委託先）

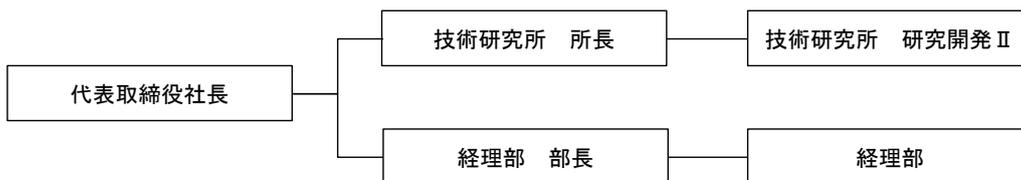
株式会社日章



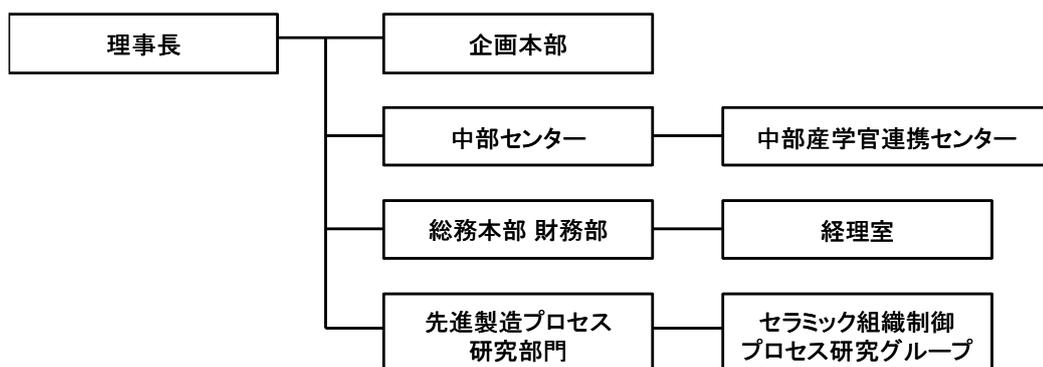
株式会社松岡鐵工所



美濃窯業株式会社



産業技術総合研究所



1-2-2. 研究者及び管理員氏名

【事業管理者】財団法人中部科学技術センター

① 管理員

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
永田 達也	研究開発推進部長	⑦
福嶋 昭	研究開発推進部 担当部長	⑦
大澤 秀敏	研究開発推進部 担当部長	⑦
平澤 進	研究開発推進部 主幹	⑦
宮島 和恵	研究開発推進部 主任	⑦
高須 容功	研究開発推進部 主任	⑦

② 研究員

【再委託先】

株式会社日章

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
岩井勝正	仕上・係長	③⑤
大塚俊雄	設計・係長	③⑤
坂井昭典	NC 第1・係長	③⑤
濱口 勝	NC 第2・係長	③⑤
小島福俊	プログラム・主任	③⑤
梅田和裕	NC 第2・一般職	③⑤
大藪卓也	NC 第2・一般職	③⑤
富田ショフワン	汎用・一般職	③⑤

株式会社松岡鐵工所

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
伊藤 泰弘	設計係・係長	③⑤⑥
川崎 達弘	プログラム係・リーダー	③⑤⑥
安谷屋 修一	生産管理係・係長	③⑤⑥
松下 久利	生産管理係・一般職	③⑤⑥

美濃窯業株式会社

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
熊澤 猛	技術研究所 所長補佐	①②④⑤
田中 洋介	一般職	①②④⑤
牧 裕司	一般職	①②④⑤
辻野 鮎美	一般職	①②④⑤

産業技術総合研究所

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
吉澤 友一	研究グループ長	①②③④⑥
周 游	主任研究員	①②③④⑥
宮崎 広行	主任研究員	①②③④⑥
日向 秀樹	研究員	①②③④⑥

実施内容

- ①炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導化への対応
- ②炭化ホウ素セラミックスと金属の接合への対応
- ③セラミックスと金属の接合体での加工への対応
- ④窒化ケイ素セラミックスの溶融アルミとの反応性への対応
- ⑤窒化ケイ素セラミックスと金属の嵌合への対応
- ⑥窒化ケイ素セラミックスと金属のハイブリッド金型の加工への対応
- ⑦プロジェクトの管理・運営

経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

（事業管理者）

財団法人中部科学技術センター

（経理担当者） 総務部 主幹 田村 幸司

（業務管理者） 研究開発部長 永田 達也

（再委託先）

株式会社日章

（経理担当者） 総務部 総務・経理課長 加納 知典

（業務管理者） 代表取締役社長 山田 徹志

株式会社松岡鐵工所

（経理担当者） 総務部 新海 公博

（業務管理者） 総務部長 松岡 和隆

美濃窯業株式会社

(経理担当者) 経理部 田中 淳

(業務管理者) 技術研究所 所長補佐 熊澤 猛

産業技術総合研究所

(経理担当者) 総務本部 財務部 経理室 井佐 好雄

(業務管理者) 先進製造プロセス研究部門 部門長 村山 宣光

1-2-3. 協力者

実用化を目指した開発を遅延なく進め、プロジェクトの円滑な運営が行える様に努め、開発目標の早期達成に向けて研究開発の迅速化を図っていくとともに、その資料の作成及び、参画企業を訪問し、問題点・意見の調整を行った。また、「研究開発委員会」を設置して、川下企業や大学関係者等のアドバイザーから意見を求めながら、進捗管理、研究課題の検討を進め、本研究開発に関連した調査や成果のとりまとめ等を進めた。研究開発委員会の委員は表 1-2-3 とし、期間中委員会を4回開催した。

【事務局：財団法人中部科学技術センター】

第1回研究開発委員会 開催日 平成23年3月14日 14:00~16:00

開催場所 美濃窯業株式会社 本社事務所

第2回研究開発委員会 開催日 平成23年5月17日 14:00~16:00

開催場所 株式会社日章 本社

第3回研究開発委員会 開催日 平成23年7月12日 14:00~16:00

開催場所 株式会社松岡鐵工所 本社

第4回研究開発委員会 開催日 平成23年9月7日 14:00~16:00

開催場所 美濃窯業株式会社 技術研究所

表 1-2-4 研究開発委員会委員

氏名	所属・役職	備考
熊澤 猛	美濃窯業株式会社 技術研究所 所長補佐	PL [委員]
山田 徹志	株式会社日章 代表取締役社長	SL
岩井 勝正	株式会社日章 仕上 係長	[委員]
大塚 俊雄	株式会社日章 設計 係長	[委員]
坂井 昭典	株式会社日章 NC第1 係長	[委員]
濱口 勝	株式会社日章 NC第2 係長	[委員]
小島 福俊	株式会社日章 プラント主任	[委員]
梅田 和裕	株式会社日章 NC第2	[委員]
大藪 卓也	株式会社日章 NC第2	[委員]
富田 ヨリヲ	株式会社日章 汎用	[委員]
松岡 秀範	株式会社 松岡鐵工所 代表取締役社長	委員
松岡 和隆	株式会社 松岡鐵工所 取締役	委員
伊藤 泰弘	株式会社 松岡鐵工所 設計係 係長	[委員]
川崎 達弘	株式会社 松岡鐵工所 プラント係 リーダー	[委員]
安谷屋 修一	株式会社 松岡鐵工所 生産管理係 係長	[委員]
松下 久利	株式会社 松岡鐵工所 生産管理係	[委員]
田中 洋介	美濃窯業株式会社	[委員]
牧 祐司	美濃窯業株式会社	[委員]
辻野 鮎美	美濃窯業株式会社	[委員]
吉澤 友一	独立行政法人産業技術総合研究所 研究グループ長	委員
周 游	独立行政法人産業技術総合研究所 主任研究員	委員
宮崎 広行	独立行政法人産業技術総合研究所 主任研究員	委員
日向 秀樹	独立行政法人産業技術総合研究所 研究員	委員
大島 信夫	株式会社明電舎 水・環境事業部	アドバイザー
鬼頭 秀仁	株式会社デンソー 生産技術開発部 室長	アドバイザー
植松 美彦	国立大学法人 岐阜大学 工学部機械システム工学科 教授	アドバイザー
岩田 則子	中部経済産業局 産業部 製造産業課長	オブザーバー
松永 亮	中部経済産業局 産業部 製造産業課	オブザーバー
永田 達也	財団法人中部科学技術センター 研究開発推進部長	事務局
高須 容功	財団法人中部科学技術センター 研究開発推進部 主任	事務局
宮島 和恵	財団法人中部科学技術センター 研究開発推進部 主任	事務局

上記委員会委員の [] は、労務費発生対象者を示す。

1-3. 成果概要

1-3-1. 炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導化への対応

(1) 炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率に及ぼす添加物の関係の研究

(セラミックスの電気伝導率の評価)

炭化ホウ素セラミックスに炭化チタンを添加することで、炭化ホウ素セラミックスの摺動特性を損なうことなく、型彫り放電加工が可能と言われている電気伝導率500S/m以上の炭化ホウ素セラミックスを得ることに成功した。

(2) 高電気伝導炭化ホウ素セラミックスの造形技術の研究開発

炭化ホウ素成形体を切削加工により容易に加工する条件を見出した。

1-3-2. 炭化ホウ素セラミックスと金属の接合への対応

(1) 炭化ホウ素セラミックスと金属材料の接合技術の研究開発

炭化ホウ素セラミックスと金属の直接接合はできなかったが、有限要素法による接合界面での発生応力を算出したことで、それぞれの熱膨張係数の中間的な材料を中間層として組み入れることで、接合体の作製が可能となった。

(2) 接合体の特性評価

得られた接合体の特性評価を行い、炭化ホウ素セラミックス単体の強度値の約1/3の80MPa程度の抗折強度を示すことがわかった。

1-3-3. セラミックスと金属の接合体での加工への対応

(1) 炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工の研究開発

炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工に用いる電極は条件を選択することにより、レアメタルを含有しない銅電極で加工が可能であることを見出した。

(2) ハイブリッド金型の仕上げ加工に関する研究開発

(仕上げ加工と加工表面の評価)

研削条件等を厳密に制御して加工することで、金型に求められている面粗度Rz6.5以下に加工することが可能であった。さらに、セラミックス押し出し用金型を炭化ホウ素セラミックス-金属のハイブリッド構造で試作し、開発した技術の検証を行った。結果はこれまで問題になっていた金型の摩耗も少なく、組み込み等によるセラミックスの破損もなく、極めて高い特性を示すことがわかった。

1-3-4. 窒化ケイ素セラミックスの溶融アルミとの反応性への対応

(1) 窒化ケイ素と溶融アルミとの反応性の関係の研究

(反応界面での分析評価)

窒化ケイ素セラミックスはダイス鋼と比較して溶融アルミとの反応性が低く、アルミダイキャスト用ハイブリッド金型として高い特性を示すことを明らかにした。

(2) 異なった添加物を内在する窒化ケイ素の反応性の研究

アルミダイキャスト用ハイブリッド金型用窒化ケイ素セラミックスは標準的なアルミナとイットリアを添加した系で使用可能であることが明らかになった。

1-3-5. 窒化ケイ素セラミックスと金属の嵌合への対応

(1) 引っ張り応力の発生しにくいダイキャスト金型の設計開発

これまでの知見をもとに様々な課題を有している製品をモデル形状として設定した。モデル形状を作るためのハイブリッド金型への窒化ケイ素セラミックスの嵌合方法、細部の形状について有限要素法による応力解析等による形状の検討を行い、最適な金型設計を行うことができた。

(2) 最適形状設計の研究開発

(ニアネット形状付与技術の研究開発)

設計した嵌合方法について窒化ケイ素セラミックスと金属部品を用いて検証を行い、設計の妥当性を確認した。さらに、窒化ケイ素成形体での加工条件の確立に成功し、プロセスの低コスト化の可能性を見出した。

1-3-6. 窒化ケイ素セラミックスと金属のハイブリッド金型の加工への対応

(1) 複雑形状での最適加工技術の研究開発

切込み量と工具の寿命を考慮した条件や荒取加工と仕上げ加工を組み合わせることで、時間の短縮等に直結する加工が可能であり、加工が困難である窒化ケイ素セラミックスを複雑形状に加工できる最適加工技術の確立できた。

(2) ハイブリッド金型の応力的評価

アルミダイキャスト用窒化ケイ素セラミックス-金属ハイブリッド金型を試作し、アルミのダイキャストを行い、応力的評価を行った。結果として、熱応力による破損もなく、これまで課題であった薄肉のリブの欠損(欠肉)もなく、さらに型と铸造されたアルミの固着(ガジリ)のない、優れた特性が期待できるアルミダイキャスト用金型であることがわかった。

1-4. 当該研究開発の連絡窓口

事業管理者、連絡担当者、総括研究代表者等及びそれぞれの連絡先を表 1-4-1、表 1-4-2 に示す。

表 1-4-1 事業管理者

住所：〒460-0011 愛知県名古屋市中区大須一丁目 35 番 18 号 名称：財団法人中部科学技術センター 代表者役職・氏名：会長 野嶋 孝 印 連絡先： Tel:052-231-3043 Fax:052-204-1469
連絡担当者所属役職・氏名：研究開発推進部長 永田 達也 Tel:052-231-3549 Fax:052-204-1469 E-mail：t.nagata@cstc.or.jp

表 1-4-2 総括研究代表者、副総括研究代表者

(フリガナ)：クマザワ タケシ 氏名：熊澤 猛 所属組織名：美濃窯業株式会社 所属役職：所長補佐 Tel：0569-28-2019 Fax：0569-28-2988 E-mail：kumazawa@mino-ceramic.co.jp	(フリガナ)：ヤマダ テツシ 氏名：山田 徹志 所属組織名：株式会社日章 所属役職：代表取締役社長 Tel：0587-95-6600 Fax：0587-95-4838 E-mail：tetsusi@mua.biglobe.ne.jp
--	---

第2章 炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導化への対応

本研究開発では、高性能材料であるセラミックスを応用したセラミック-金属ハイブリッド金型に対して、水処理や排気ガス処理用のフィルター用の金型として期待される炭化ホウ素セラミックスを金型の代表的な加工方法である放電加工を容易にするために高電気伝導化を図る。

2-1. 炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率に及ぼす添加物の関係の研究

(セラミックスの電気伝導率の評価)

本研究開発では炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率と微量の添加物の関係を研究し、炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導率化に関するデータ収集、及び金型材料としての材料特性評価を実施した。

実験に用いた炭化ホウ素粉末は市販の高純度炭化ホウ素微粉末(平均粒径 $0.8\mu\text{m}$)を、高電気伝導化を図るために、炭素源としてポリビニルアルコールを主成分とした有機物を用い、さらに市販の高純度炭化物微粉末(TiC、ZrC、Mo₂C)を添加物として採用した。

混合はエタノール中ボールミルにて行い、先行実験ではエバポレーター(小型蒸留器)を用いて乾燥を行い、原料粉末を作製した。高電気伝導化が期待できる材料を組合せにより、高導電性粉末調整装置を用いて、原料粉末を作製した。

成形は先行実験では直径 25mm の金型を用いて予備成形($100\text{kg}/\text{cm}^2$)を行い、静水圧加圧装置(CIP)により成形($1000\text{kg}/\text{cm}^2$)を行った。焼成はアルゴン雰囲気中、 $2250\sim 2370^\circ\text{C}$ で行った。得られた焼結体の密度は水置換によるアルキメデス法で測定し、相対密度は添加物の理論密度と添加量より算出した。得られた焼結体の電気伝導率の測定は焼結体の表面をダイヤモンド砥石により研削加工し、室温



図 2-1-(1) 高導電性粉末調整装置 外観

にて4探針法により行った。結晶相の同定は X 線回折装置を用い、得られた焼結体の研削面を用いて行った。一方、金型材料として重要なパラメーターである摺動特性の評価はボールオンディスク法にて室温下で行った。

先行実験によりスクリーニングを行った最適な組合せにより、図 2-1-(1)に示す高導電性粉末調整装置を用いて原料粉末を作製した。高導電性粉末調整装置は密閉された容器内において、加熱された窒素ガスを用い、目的とする組成のセラミック粉末とエタノールの混合溶液を容器内に向けて噴霧し、瞬時に乾燥することが可能である装置である。本装置により試作された粉末の特徴は先行実験で用いたエバポレーターと異なり、エタノール中で炭化ホウ素粉末と添加物粉末を混合した状態で瞬時に乾燥することから、添加物の分離が少なく、均一なセラミックスの製造が期待できる。また、球状で粉末の状態での流動性に富む粉末を作ることが可能である。

炭化ホウ素粉末に対して、炭素源を 0~10 重量%の範囲で添加し、2350℃で焼成した直径25mm のペレットの添加量に対する相対密度、電気伝導率の変化を図 2-1-(2)に示す。相対密度の変化は

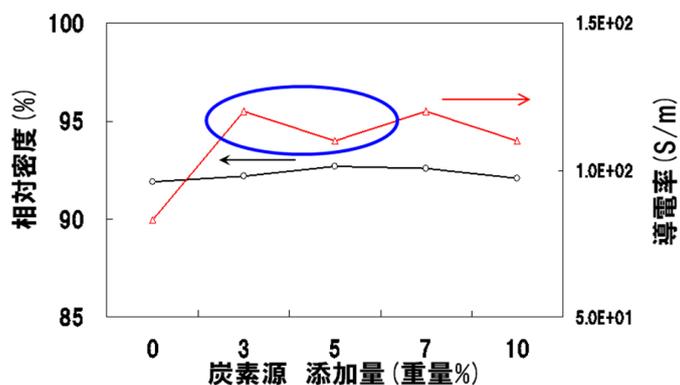


図 2-1-(2) 炭化ホウ素セラミックスの特性に及ぼす炭素源の効果

炭素源を5%までは添加量の増加とともに、わずかに上昇するのに対して、7%以上の添加では顕著な差は見られなかった。一方、電気伝導率に及ぼす炭素源の効果は、3%の添加で無添加と比較して約 1.4 倍の 120 S/m の値を示した。しかし、炭素源を増加させても、さらなる伝導率の向上は見られなかった。

焼成温度 2250℃における各添加物における添加量と相対密度の関係を図 2-1-(3)に示す。炭化ホウ素の焼結性を阻害する影響は、炭化チタン(TiC)が今回の実験範囲では最も小さく、以後の実験は炭化チタンを添加物に用いて作製した炭化ホウ素セラミックスについて行った。

図 2-1-(4)に炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率に及ぼす炭化チタンの添加量の

影響を示す。5 重量%までの炭化チタン添加はわずかに電気伝導率を向上させるのに対して、10 重量%の炭化チタン添加は急激に電気伝導率を向上させ、放電加工が容易に可能であると言われている 500 S/m を超える 660 S/m を示した。

次に、金型としての重要な機能である摺動特性について調べた。図 2-1-(5)に摺動特性評価方法の概略を示す。本方法では試料がボール(高炭素クロム軸受け鋼：SUJ)と一定間隔で接触しながら回転し、荷重の変化を観察することで摺動特性を評価する方法で、摩耗により接触面積が増加する摺動特性の劣る材料では荷重が大きく変化する。

代表的な例として、図 2-1-(6)に炭化ホウ素セラミックス、炭化チタンを 10%添加した炭化ホウ素セラミックス、比較用に冷間ダイス鋼(SKD11-焼き入れを Rc=60)、超硬合金(WC)の経過時間における荷重の変化を示す。いずれの材料においても、今回の実験範囲ではほぼ

同じ傾向を示した。図 2-1-(7)に摺動特性評価後の炭化チタン 10 重量%添加炭化ホウ素セラミックスと SKD 材の表面の SEM 写真を示す。炭化ホウ素セラミックス表

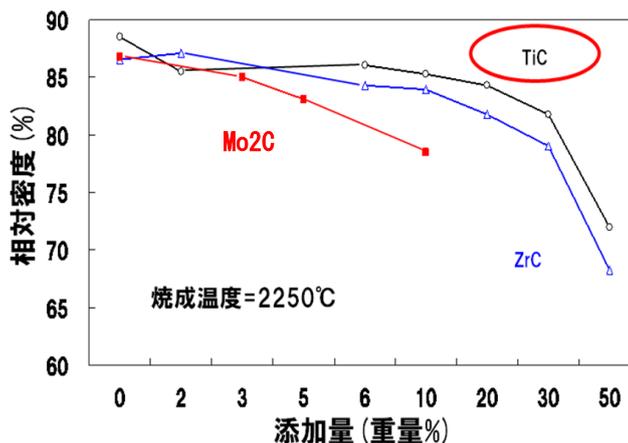


図 2-1-(3) 炭化ホウ素セラミックスの焼結性に及ぼす添加物の比較

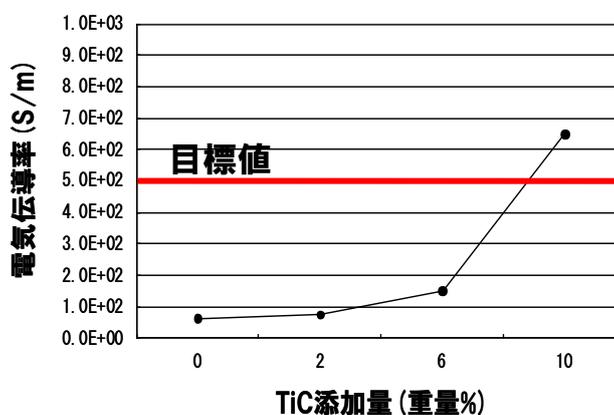


図 2-1-(4) 炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率に及ぼす TiC の影響

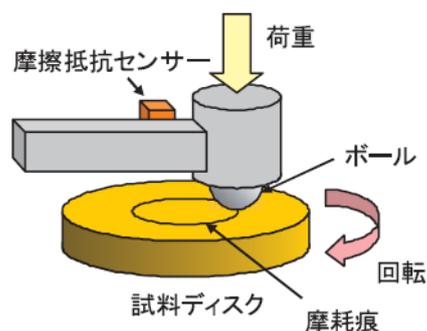


図 2-1-(5) 摺動特性評価方法の概略図

面の摩耗痕は SKD 材と比較し、幅で 75%程度であり、摩耗痕の量は少なかった。これらの結果から、炭化チタンの添加は炭化ホウ素セラミックスの摺動特性を阻害することがないことがわかった。

次に、図 2-1-(8)に高導電性粉末調整装置を用いて試作した炭化ホウ素セラミック粉末と先行実験において作製した炭化ホウ素セラミックス粉末の外観写真を示す。高導電性粉末調整装置により試作した粉末は数十ミクロンの直径を有する球状の粒子であった。一方、先行実験粉末はサブミクロンオーダーの粉末が不揃いに凝集した粉末であった。

これらの粉末を 2350℃にて焼成後、切断・鏡面加工後の微構造写真を図 2-1-(9)に示す。先行実験ではチタン化合物である白く観察される粒子が不均一に分布しているのに対して、高導電性粉末調整装置を用いた試料ではチタン化合物が炭化ホウ素中に均一に分布していた。

図 2-1-(10)に高導電性粉末調整装置と先行実験で試作した炭化ホウ素セラミックの炭化チタン添加量と電気伝導率の関係を示す。いずれの試料も添加量の増加とと

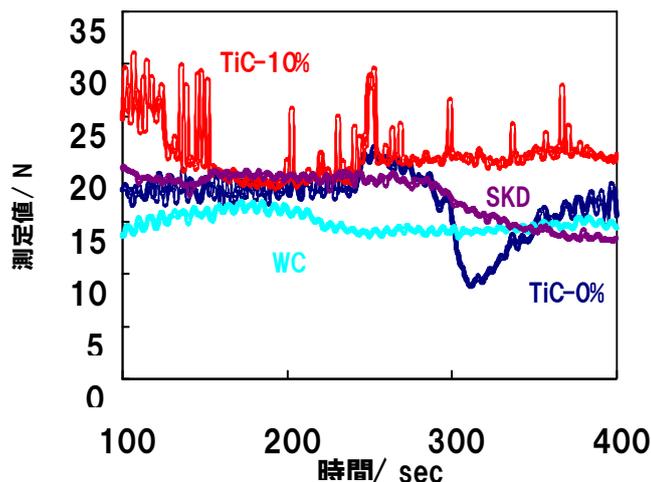


図 2-1-(6) 炭化ホウ素セラミックスの摺動特性比較

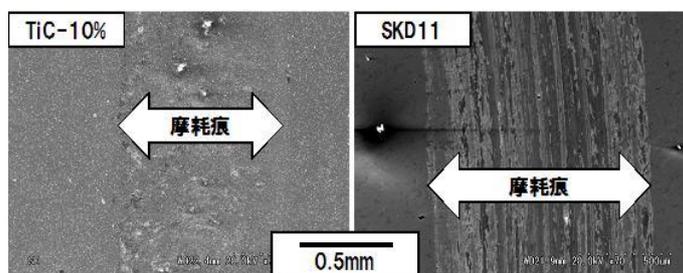


図 2-1-(7) 摺動評価後の炭化ホウ素セラミックスと比較材の表面写真

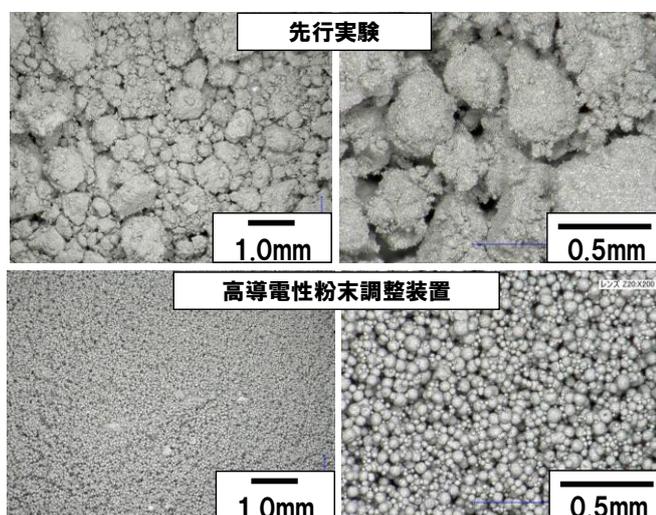


図 2-1-(8) 高導電性粉末調整装置を用いた粉末の外観

もに電気伝導率は高くなる傾向を示し、値はほぼ同じであり、10重量%前後で約 500 S/m を示した。

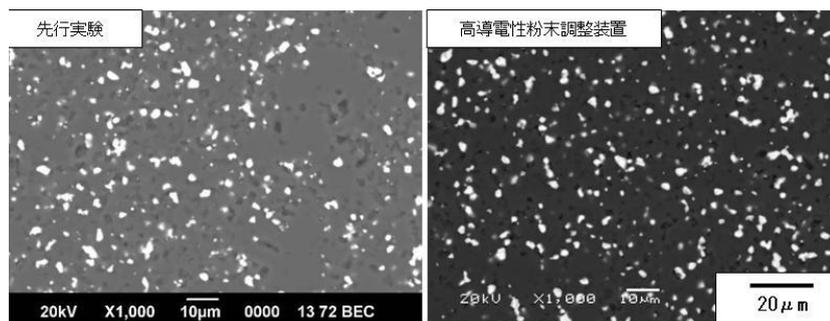


図 2-1-(9) 炭化チタン添加炭化ホウ素セラミックスの微構造写真(反射電子像)

以上のことから、炭素源を添加することで、炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率をわずかに向上することが可能であった。また、高い導電性を示す炭化物を添加することは、炭化ホウ素セラミックスの焼結性を阻害し、本研究開発で検討した範囲では炭化チタンが最も影響が小さいことがわかった。炭化チタンの添加は炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率を向上させ、10 重量%添加

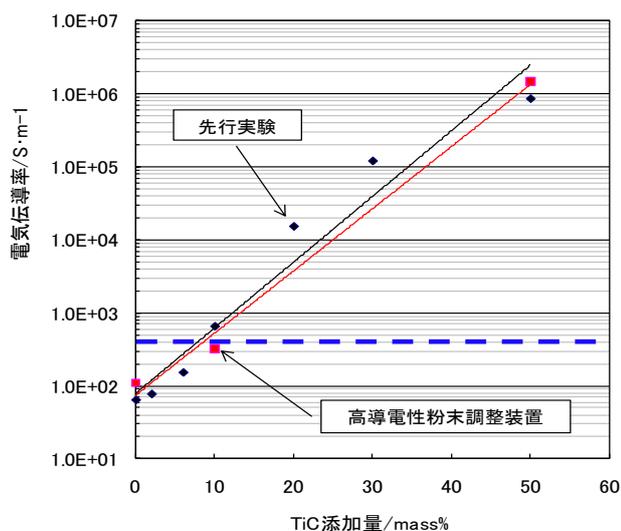


図 2-1-(10) 高導電性粉末調整装置により試作した炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率

した炭化ホウ素セラミックスは放電加工が容易に可能であると言われている 500 S/m を示すことが明らかになった。さらに、金型として重要な特性である摺動特性において、炭化チタンを 10 重量%添加した炭化ホウ素セラミックは高純度炭化ホウ素セラミックや金型材料として工業的に使用されている SKD や超硬合金と同程度であった。

2-2. 高電気伝導炭化ホウ素セラミックスの造形技術の研究開発

本研究開発では、炭化ホウ素セラミックスの造形技術の検討を行い、ハイブリッド金型に最適な炭化ホウ素セラミック部材の試作を実施する。素材に単純形状である柱状の炭化ホウ素セラミック成形体を用いて、焼成前の状態での加工(成形体加工)等に必要な各種条件の確立を図った。

実験に用いた炭化ホウ素成形体は出発原料と高導電性粉末調整装置により作製した

粉末を直径 60mm の金型を圧力 $100\text{kg}/\text{cm}^2$ で一軸加圧成形後、静水圧加圧成形装置(CIP)により $1000\text{kg}/\text{cm}^2$ で成形を行った。成形体加工は汎用旋盤を用い、回転数 155~1,020 回転にて超硬工具、特殊工具をそれぞれ用いて行った。

これらの成形体を一般的なセラミックスの成形体加工で用いられている超硬工具を用いて加工を行った代表的な結果を図 2-2-(1)に示す。加工後の成形体表面は今回行った加工条件(回転数)の範囲ではいずれも同様にエッジが顕著に破損し、切削表面は凸凹状で目的とする形状に加工はできなかった。

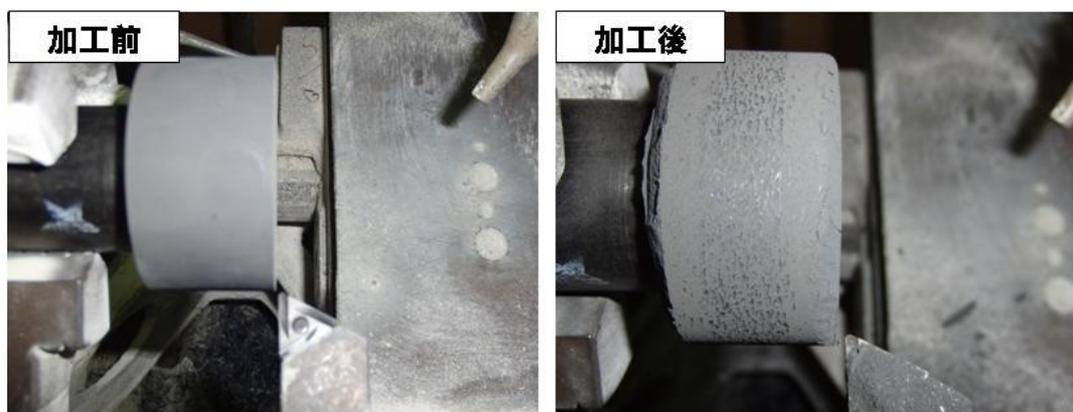


図 2-2-(1) 超硬工具による炭化ホウ素成形体の切削加工

そこで、超硬工具より硬度が高く、かつ適度な空隙を有する特殊工具を用い、同一条件で加工を行った結果を図 2-2-(2)に示す。特殊工具による加工は切削片も均一にかつ安定した状態で排出され、ほぼ目的の加工形状に加工することが可能であった。

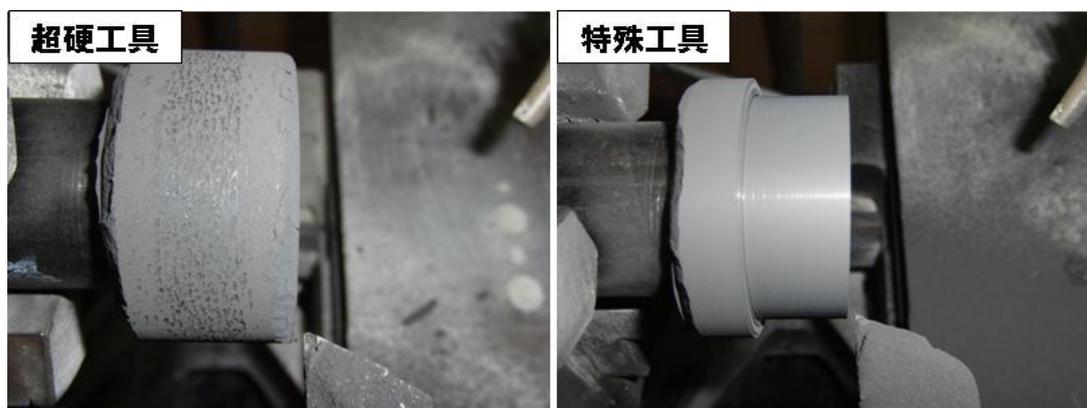


図 2-2-(2) 特殊工具による炭化ホウ素成形体の切削加工

以上のことから、工具を厳選し、加工条件の最適化を図ることで、ハイブリッド金

型用の素材である炭化ホウ素セラミックスを低コストで目的の形状に造形する技術確立を図ることができた。

第 2 章では、炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導化への対応において、炭化ホウ素セラミックスを型彫り放電加工が可能な電気伝導率を有するセラミックスとなる様に対応した。2-1.炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率に及ぼす添加物の関係の研究(セラミックスの電気伝導率の評価)では、炭化ホウ素セラミックスに炭化チタンを添加することで、炭化ホウ素セラミックスの摺動特性を損なうことなく、型彫り放電加工が可能と言われている電気伝導率 500 S/m 以上の炭化ホウ素セラミックスを得ることに成功した。また、2-2.高電気伝導炭化ホウ素セラミックスの造形技術の研究開発では、炭化ホウ素成形体を切削加工により容易に加工する条件を見出した。しかし、炭化ホウ素セラミックスに炭化チタンを添加することにより、摺動評価では炭化ホウ素セラミックスと同等ではあったが、評価後の炭化チタンを添加した炭化ホウ素セラミックスにはキズが見られた。おそらく、炭化チタン粒子の脱落等により炭化ホウ素セラミックスにキズが導入された可能性が予想される。今後、実用化を進めるにあたり、金型の寿命に直結するため、炭化ホウ素セラミックスの摺動特性に及ぼす添加物の影響について詳細に検討を進める予定。

第3章 炭化ホウ素セラミックスと金属の接合への対応

炭化ホウ素セラミックスは極めて硬いことから、セラミックス-金属ハイブリッド金型用材料としては有効な材料である。しかし、金型として組み立てを行う場合、セラミックスへのネジ加工が極めて困難であること、さらに、セラミックスが脆性材料であることから締め込み時の発生応力に対する耐力が小さいことが課題となる。そのため、本研究開発では、炭化ホウ素セラミックスと金属の接合を行い、セラミックス-金属ハイブリッド金型用の材料開発に取り組む。

3-1.炭化ホウ素セラミックスと金属材料の接合技術の研究開発

本研究開発では、炭化ホウ素セラミックスは、極めて硬い材料ではあるが、金属材料より遙かに脆い材料である。これを踏まえ、セラミックスの脆さが金型に悪影響のない構造を設計するとともに、セラミックスと金属との接合方法を検討する。そこで、炭化ホウ素セラミックスと金属の界面における反応を調べ、最適な組合せ構造を確立するとともに、最適な組合せにおける発生応力を調べ、セラミックス-金属ハイブリッド金型の素材を選定する。

接合実験は、炭化ホウ素セラミックスと金属(冷間ダイス鋼：SKD11)の試験片(5×20×40mm)を用い、間に接合材として金属箔を挟み込み、カーボン治具を用いて固定し、真空中で加熱して行った。表面の化学分析は走査型電子顕微鏡-エネルギー分散型微少領域分析装置(SEM-EDS)を用いて測定した。

可能性が高いと期待された銀(Ag)とアルミニウム(Al)は 800℃で、錫(Sn)と亜鉛(Zn)は 300℃で各 2 時間保持して接合を行った。また、銅(Cu)を用い、800～1000℃の温度範囲で接合を行った。いずれも接合しておらず、Ag では箔状の形骸が観察された。一方、Al では炭化ホウ素セラミックス面に Al 箔と考えられる層が固着していた。また、Sn や Zn では金属(SKD)側に一部形骸が認められた。Cu では接合実験後の表面に 800℃では箔状の形骸が残存していたのに対して、1000℃では金属(SKD)側に Cu が固着していることが確認された。

上記結果から、接合材として金属箔を使用しても、炭化ホウ素セラミックスと金属の接合はできなかった。そこで、炭化ホウ素や金属(SKD)と接合に用いた金属箔の反応を調べ、それぞれの母材との反応性を検討した。図 3-1-(1)に Ag と Al、図 3-1-(2)に Sn と Zn、図 3-1-(3)に Cu を用いたそれぞれの接合実験後の試料表面の代表

的な化学分析結果を示す。

Ag は炭化ホウ素と金属 (SKD) の接合実験後のいずれの表面からもほとんど検出されなかった。Al と Sn は炭化ホウ素表面に多く検出された。

一方、Zn と Cu は金属 (SKD) 表面に多く認められた。この結果は今回の限られた実験条件の範囲であっても、接合材に用いた金属箔の炭化ホウ素と金属 (SKD) に対する反応性が大きく異なることから、それぞれに適した接

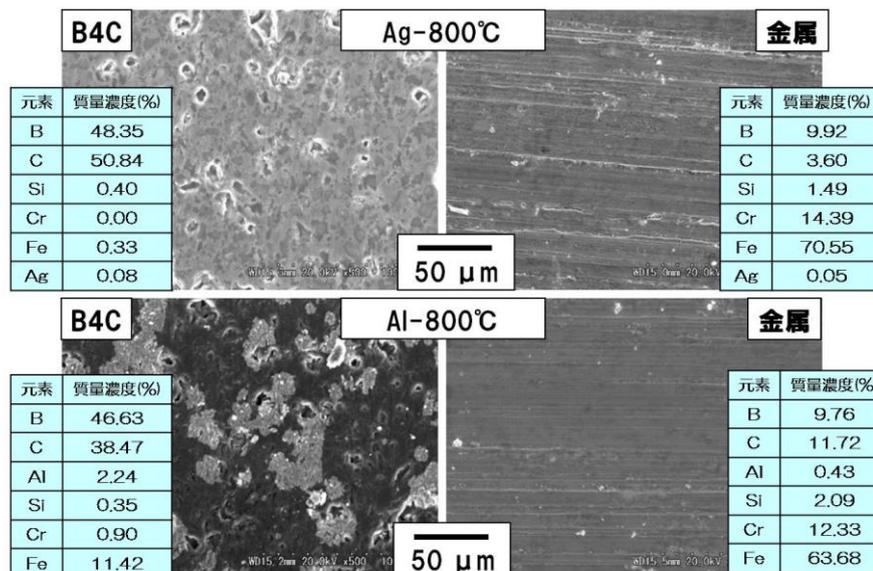


図 3-1-(1) 800°Cにおける Ag と Al を用いた接合面の分析結果

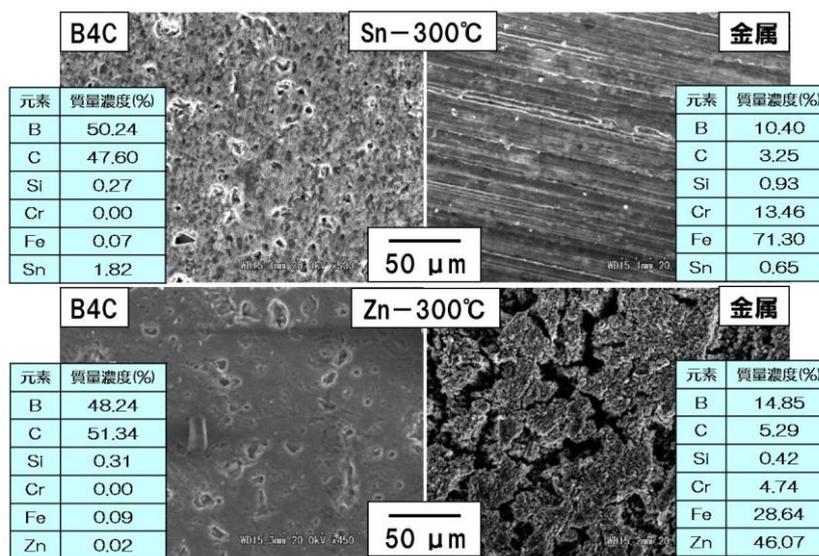


図 3-1-(2) 300°Cにおける Sn と Zn を用いた接合面の分析結果

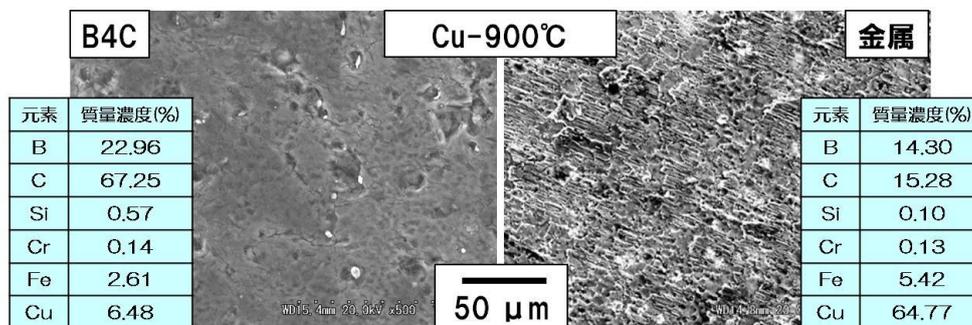


図 3-1-(3) 900°Cにおける Cu を用いた接合面の分析結果

合材(金属箔)を組み合わせて使用する必要があることがわかった。

そこで、炭化ホウ素と金属(SKD)とそれぞれ反応が認められた金属箔を組み合わせて接合実験を行い、代表例として図 3-1-(4) に炭化ホウ素/Al/Cu/Ag/金属(SKD)の接合実験後の外観を示す。接合界面の一部は強固に固着していたが、炭化ホウ素セラミックス内部に亀裂が進展し、破断していた。

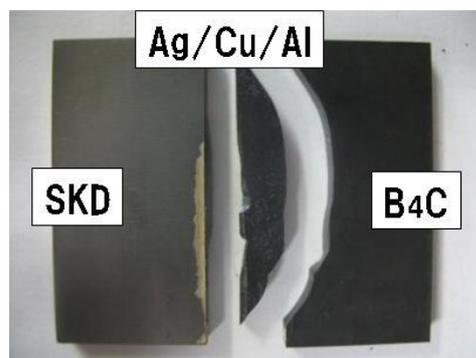


図 3-1-(4) B4C/Al/Cu/Ag/金属 接合後の外観写真(800°C)

図 3-1-(5)に上記試料において母材が確認できた面の化学分析結果を示す。炭化ホウ素セラミックス側に接合材に用いた金属箔成分である Cu や Ag が認められ、特に Ag が多量に検出された。一方、金属(SKD)側では Cu が多く観察された。これらのことから、それぞれの母材と接合材は強固に結合しているが、分析の結果から炭化ホウ素セラミックス側の接合材がより強く接合していたと言える。また、その結合力が強いため、冷却時に炭化ホウ素と金属(SKD)の熱膨張係数のミスマッチによる熱応力により炭化ホウ素が破断した可能性が高いと予想された。

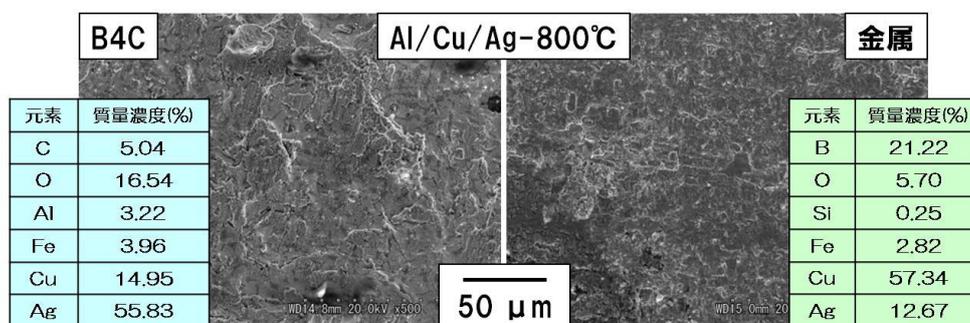


図 3-1-(5) 800°Cにおける Al/Cu/Ag を用いた接合面の分析結果

そこで、有限要素法を用いて、炭化ホウ素セラミックスと金属(SKD)の接合における金属箔を用いた場合の界面に発生する冷却時の応力を、図 3-1-(6)に示した様なモデルを想定して算出した。様々なパラメーターを設定して算出した結果を図 3-1-(7)に示す。接合面では最大で炭化ホウ素側に 400MPa に相当する応力が発生するという結果が得られた。この結果より、炭化ホウ素セラミックスと金属(SKD)のそれぞれの熱膨張係数が $4 \times 10^{-6}/K$ 、 $2 \times 10^{-5}/K$ であることから、炭化ホウ素セラミックス

に対して母材の抗折強度 250MPa を上回る引っ張り応力が発生し、図 3-1-(4)に示す様な炭化ホウ素セラミックスの破断が生じたと考えられる。

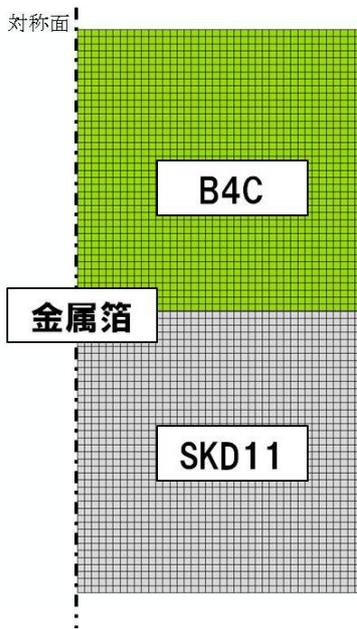


図 3-1-(6) 接合界面におけるシミュレーションモデル

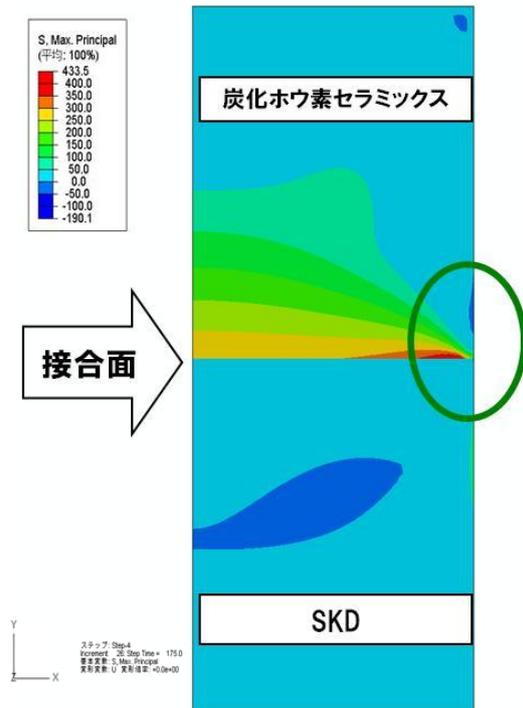


図 3-1-(7) 冷却時の発生応力

これらのことから、冷却時の熱膨張係数のミスマッチによる応力発生を緩和するため、炭化ホウ素セラミックスと金属 (SKD) の間に熱膨張係数の中間程度の材料が必要であると判断し、熱膨張係数が中間程度であるアルミナ ($9 \times 10^{-6}/K$) を中間材として挟み込み、これまでの実験でそれぞれの母材に最適な接合材を用いて接合実験を行った。図 3-1-(8)に接合体の外観写真を示す。特性評価として接合体を切断、研削加工を行った範囲では接合していることがわかった。

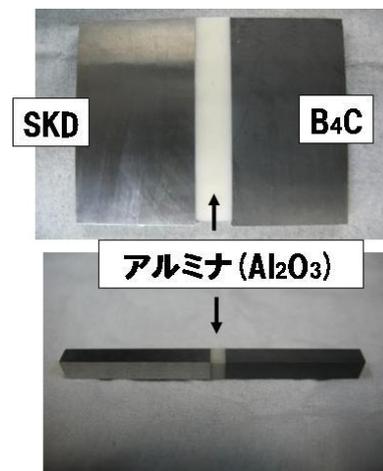


図 3-1-(8) 炭化ホウ素-アルミナ-金属の接合体外観

次に、炭化ホウ素セラミックスと金属 (SKD) の熱膨張係数の差が大きい特性を利用し、焼き嵌め法により接合体の試作を行った。接合の方法は図 3-1-(9)に示す様に、

金属(SKD)製のリングを 200~250℃に加熱し、リングが熱膨張した状態でセラミックスを挿入し、冷却時のリングの収縮力によりセラミックスに圧縮応力を発生させて接合した。得られた接合体のセラミックスと金属の界面は図 3-1-(10)の様に、すき間の少ない接合体であることがわかった。

以上のことから、接合材に金属箔を用いた炭化ホウ素セラミックスと金属(SKD)の接合は熱膨張係数の中間的な層を炭化ホウ素セラミックスと金属(SKD)の間に設けることで、接合が可能であった。また、大きく異なる熱膨張係数を利用した焼き嵌め法により金型部材として応用が可能であると期待できる接合体の試作に成功した。



図 3-1-(9) 炭化ホウ素セラミックス-金属の接合(焼き嵌め)

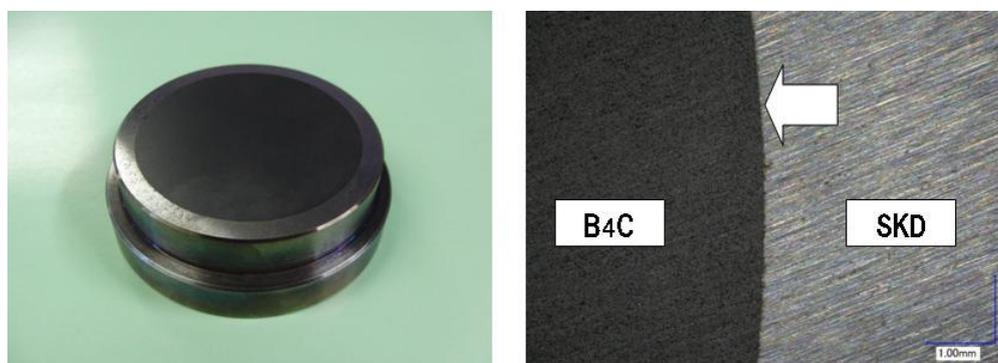


図 3-1-(10) 焼き嵌めによるセラミックス-金属接合体の外観

3-2. 接合体の特性評価

本研究開発では、炭化ホウ素セラミックスと金属とのハイブリッド金型を作製するために 3-1.で開発された接合体の機械的特性、接合面での反応、さらに、信頼性評価を実施した。

図 3-2-(1)と図 3-2-(2)に、炭化ホウ素/アルミナ/金属(SKD)接合体の炭化ホウ素とアルミナ近傍、及びアルミナと金属(SKD)近傍の顕微鏡写真を示す。炭化ホウ素と

アルミナは観察の範囲ではすき間もなく、強固に結合していることがわかった。一方、アルミナと金属(SKD)の近傍では接合界面では大きなすき間もなく結合しているが、アルミナ近傍側に接合面と平行な亀裂と思われるすき間が観察された。

次に、接合体の機械的特性を評価するために切断、研削、研磨加工を行った時の試料の高さの変化を図 3-2-(3)に示す。研削時(#400)の試料高さは材質による差は認められず、表面粗さは金属(SKD)が低い値を示した。一方、遊離砥粒による研磨では金属(SKD)が低く、セラミックス部が若干高い傾向を示した。また、表面粗さにおいても金属は 3

ミクロンの砥粒を使用した段階でほぼ鏡面(およそ $Ra < 0.2$)になったのに対して、セラミックスはさ

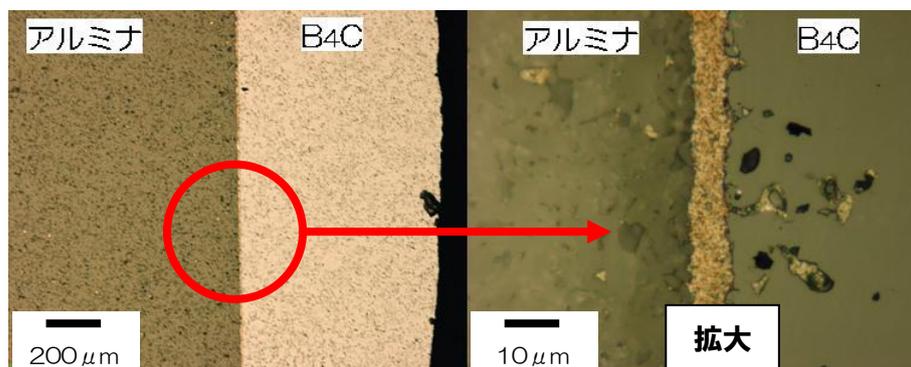


図 3-2-(1) 炭化ホウ素/アルミナ/金属(SKD)接合体の炭化ホウ素/アルミナ近傍の界面写真

らに細かい 0.5 ミクロンの砥粒が必要であることがわかった。

接合体表面を鏡面まで仕上げた後、4 点曲げ法により抗折強度を測定した時の荷重-変位曲線を図 3-2-(4)に示す。接合体の破壊はほぼ脆性状態で破断し、強度

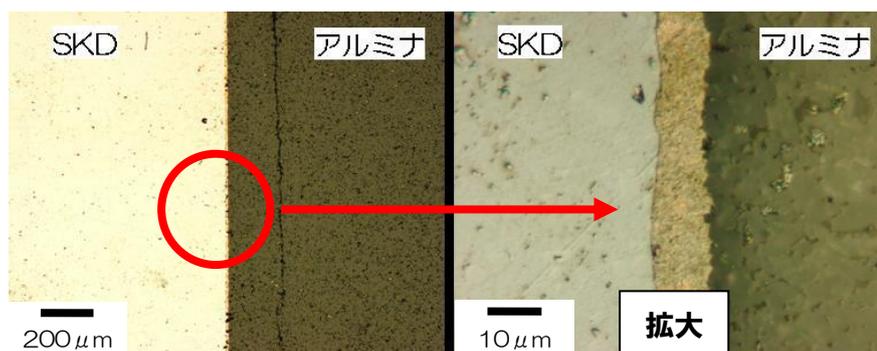


図 3-2-(2) 炭化ホウ素/アルミナ/金属(SKD)接合体のアルミナ/金属近傍の界面写真

は最大 80MPa であった。破壊後の試験片の観察から、破断箇所は接合界面近傍であった。この結果は図 3-2-(2)で示した様に接合界面近傍付近でセラミックス内部の亀裂や、剥離した接合体の表面観察の結果から接合材が均一に母材と結合していな

かったことによると考えている。

以上のことから、接合体の特性評価を行った結果、接合体の試作に成功したが、強度は目標とした炭化ホウ素セラミックスの強度値を達成することができなかった。しかし、接合界面の観察結果から、接合条件の最適化を図ること、接合材の組合せを厳選することにより、炭化ホウ素セラミックス-金属ハイブリッド金型に資する接合体を試作する技術になり得ると期待される。

第3章では炭化ホウ素セラミックスの金属のハイブリッド金型の開発において、炭化ホウ素セラミックスと金属の接合への対応を行った。3-1.では炭化ホウ素セラミックスと金属材料の接合技術の研究開発を行い、

炭化ホウ素セラミックスと金属の直接接合はできなかったが、有限要素法による接合界面での発生応力を算出したことで、それぞれの熱膨張係数の中間的な材料を中間層にすることで、接合体の作製が可能となった。また、3-2.では得られた接合体の特性評価をおこない、炭化ホウ素セラミックスの強度値の約1/3の80MPa程度の抗折強度を示すことがわかった。しかし、接合体強度が炭化ホウ素セラミックスより低い値であったため、さらなる高強度化を目指し、実用化のための技術確立を目指す。

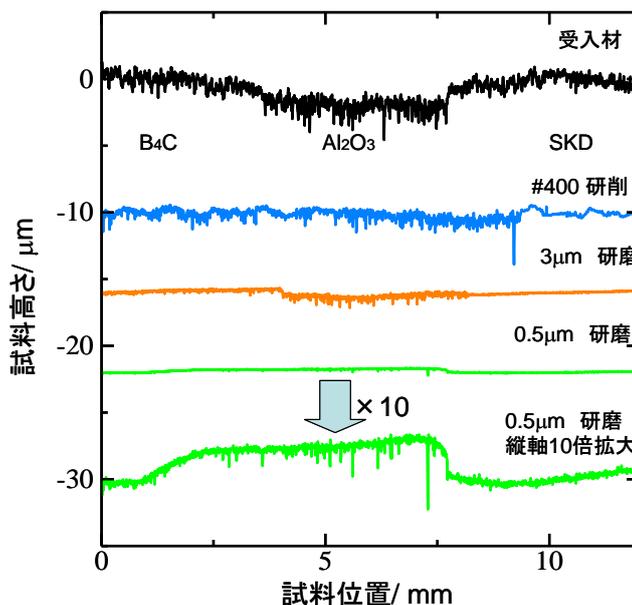


図3-2-(3) 接合体加工時における試料高さの変化

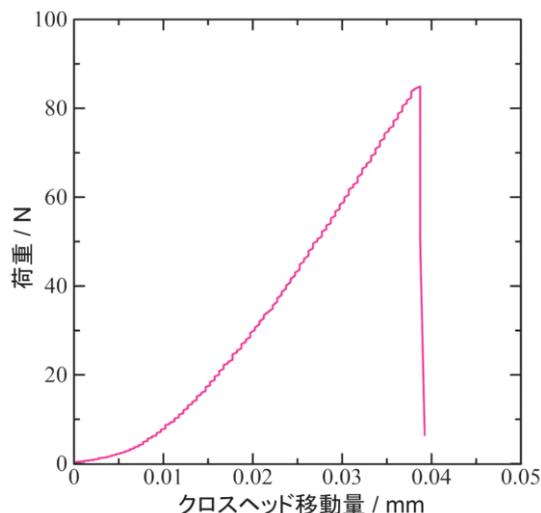


図3-2-(4) 炭化ホウ素/アルミナ/金属接合体の荷重-変位曲線

第4章 セラミックスと金属の接合体での加工への対応

4-1.炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工の研究開発

炭化ホウ素セラミックスは、わずかに電気伝導性を有するため、切断や局所的な領域の加工であるワイヤーを用いた放電加工(以後ワイヤー放電加工)が可能である。しかし、炭化ホウ素セラミックスは金型製造工程で最も多用される型彫り放電加工には伝導性が低いことから加工が困難であった。また、電気的な特性の異なる接合体では、接合面での加工抵抗が大きく異なることが予想される。このため本研究開発では、接合体での加工条件の模索を行い、異なる電気特性を示す炭化ホウ素セラミックスに対して、難削材料用電気加工装置(図 4-1-(1))を用いて型彫り放電加工速度の関係を研究した。

型彫り放電加工は加工物を加工するために切削加工の刃物に相当する電極が使用され、電極の代表的な材質は銅、銅-タングステン(以後銅タン)、グラファイトが用いられている。これらの中で炭化ホウ素セラミックスに適した材質の電極を模索するために、炭素源を添加し、電気伝導率を変化させた炭化ホウ素セラミックスを用い、直径 5mm の銅、銅タン、グラファイトの電極を使用して加工実験を行った。実験条件は放電加工で最も重要なパラメーターであるエネルギー出力(以後 IP 値)を 1.1、2.1、3.1 とし、加工深さ設定値(Z 値)を 5mm に設定して加工を行った。加工後のそれぞれの内径実測値、電極消耗率((加工前電極長さ-加工後電極長さ)÷Z 値)、面粗度の状態を表 4-1-(1)に示す。いずれの電極材質においても、IP 値を高くする(エネルギー出力を増加させる)ことにより電極消耗率は低下した。ただし、グラファイトの消耗率の低下の程度は、他の 2 電極よりも小さかった。また、仕上げ加工に影響する放電加工後の面粗度は銅、銅タンに比較して、グラファイトは著しく荒れた状態であった。

次に、炭化チタン(TiC)含有率が 6、8、10 重量%の炭化ホウ素セラミックスを用い、直径 5mm の銅、銅タン、グラファイトの電極



図 4-1-(1) 難削材料用電気加工装置外観

を使用し、IP 値を 2.1、Z 値を「貫通するまで」と設定し、貫通するまでの加工時間を測定した結果を表 4-1-(2)に示す。グラファイト電極を用いた加工では、銅や銅タン電極と比較して短時間で加工が可能であった。一方、銅と銅タンでは顕著な差異は認められなかった。

表 4-1-(1) 電極材質の電極消耗率と面粗度の関係

これらのことから、異なった材質の電極を用いて、炭素や炭化チタンを添加した炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工実験を行ったところ、

電極種類	IP値	内径寸法 (φ)	電極消耗率 (%)	面粗度
銅	1.1	5.05	23.0	細か目
	2.1	5.05	28.0	細か目
	3.1	5.20	5.0	粗い
銅タン	1.1	5.06	25.0	細か目
	2.1	5.08	25.0	細か目
	3.1	5.26	5.0	粗い
グラファイト	1.1	5.02	75.0	粗い
	2.1	5.02	65.0	粗い
	3.1	5.05	58.0	粗い

加工時間ではグラファイト電極が優れていることがわかった。しかし、グラファイト電極は仕上げ加工に影響を及ぼす面粗度が著しく悪いこと、形状精度に係わる電極消耗率が高いことから、炭化ホウ素セラミックスの加工には銅もしくは銅タン電極が好ましいことがわかった。さらに、銅タン電極はレアメタルであるタングステンを相当量含有していることから、以後の実験では銅電極を用いて行った。

表 4-1-(2) TiC 含有量の異なる炭化ホウ素セラミックスの最適電極の関係

TiC保有率	電極種類	加工時間(分)	備考
6%	銅	32	テストピース破損
	銅タン	88	
	グラファイト	29	テストピース破損
8%	銅	131	
	銅タン	137	
	グラファイト	46	異常放電のため一部貫通せず
10%	銅	107	
	銅タン	116	深さ2.2mm時点にて異常放電のため貫通せず
	グラファイト	86	

まず、IP 値の最適化を図るために、直径 4~8mm の電極を用い、電極に 100/s の回転を与え、Z 値(加工停止深さ)を 10mm とし、IP 値を 1.1、3.1、4.1、5.1、6.1 の範囲での加工実験を行った。結果は表 4-1-(3)に示すように IP 値 1.1 と 6.1 は途中で中止したが、IP 値 3.1~5.1 の間では、IP 値を高くすることで、加工時間の短縮が可能であることが分かった。一方、加工精度は内径、面粗度のいずれにおいても IP 値 3.1、4.1、5.1 では大きな差は認められなかった。これらの結果より、型彫り放電加工による炭化ホウ素セラミックスの加工条件である IP 値は 3.1~5.1 の範囲が最適であることが判

明した。
上記実験により得られた知見をもとに、精度の高い部

表 4-1-(3) エネルギー出力(IP)と加工時間の関係

IP値	実測深さ (mm)	実測径 (mm)	RZ面粗度 (μ)	加工時間(分)	備考
1.1	4.95	6.00	22.6	780	時間が掛り過ぎのため780分で中断
3.1	9.40	6.30	53.0	246	
4.1	9.80	6.25	57.3	226	
5.1	9.70	6.30	31.8	218	
6.1	6.35	6.15	25.8	540	加工スラッチ排出不良のため540分で中断

材の試作を行い、型彫り放電加工の最適条件の検証を行った。行った加工は図 4-1-(2)に示す様に、研削加工後、ワイヤー放電加工による切断、型彫り放電加工によるザグリ穴を含む穴加工の順に行った。結果は研削加工においてエッジが欠け、また、図 4-1-(3)に示すように、

型彫り放電加工においてザグリ部の同一面上における面粗度の違いが観察された。しかし、本研究開発により得られた知見による加工条件が検証用形状部材の試作により、ほぼ適用可能であることが明らかになった。



図 4-1-(2) 検証用形状の加工工程

炭化ホウ素セラミックスと金属の同時加工条件の検討を重点的に行う予定である。

4-2. ハイブリッド金型の仕上げ加工に関する研究開発

(仕上げ加工と加工表面の評価)

本研究開発では型彫り放電加工後の金型部品の仕上げ加工に関する研究開発を行い、押し出し用の金型として、製品が金型から抜けやすくし、加工の凹凸跡をなくして製品の外観をさらに良くし、金型寿命を延ばすことのできる仕上げ加工条件の確立を図った。さらに、本研究開発により確立した諸条件をもとに、炭化ホウ素セラミックス-金属のハイブリッド金型を試作、本研究開発で得られた知見の検証を行った。

加工は約 40×40×20mm の炭化ホウ素セラミックスを粒度#60 の軸状工具を用い、図 4-2-(1) に示す 2 通りのパターンで加工を行った。

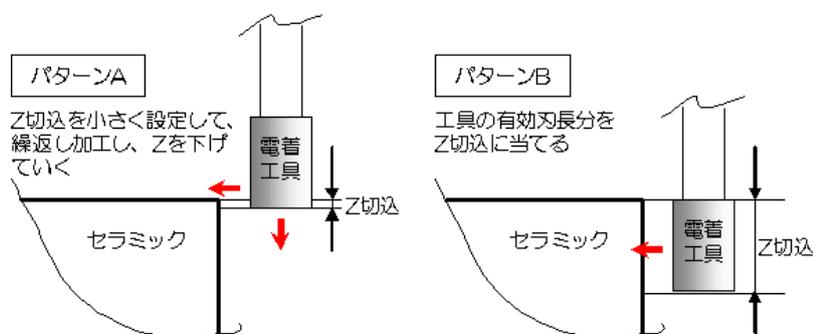


図 4-2-(1) 加工方法

炭化ホウ素セラミックスの機械への組み込みは図 4-2-(2) に示す様にバイスで固定して行った。本実験では砥石の周速は 602mm/min とした。それぞれの加工パターンの特徴は表 4-2-(1) に示す様に、切込み深さ(以後 Z 切込み)を小さく設定したパターン A と Z 切込みを工具刃長とほぼ同程度に設定したパターン B で行い、結果としてはパターン B では短時間に目的量の加工が可能であったが、加工表面は目視でも明らかに面粗度が悪く、またエッジ部のカケが多く発生した。一方、パターン A の加工時



図 4-2-(2) 加工実験の外観

間はパターン B に比較して長時間必要であったが、加工表面は目視の範囲では良好であり、エッジの欠けも見られなかった。この結果より、以後の実験はパターン A で行った。

表 4-2-(1) 加工方法の特徴

	パターンA	パターンB
メリット	細かい面粗度を出すことができるので、仕上加工に最適。	工具刃長をすべて使用するので、加工時間が短い。
デメリット	繰返し加工が必要なので、加工時間を要する。	加工時の負荷が高い為、ワークが欠けやすく、面粗度が荒れる。

次に、Z 切込み量を変更した場合の炭化ホウ素セラミックス加工表面と表面粗さの関係性を調べた。図 4-2-(3) に Z 切込み量を 0.005~0.100mm の範囲で加工した試料表面の面粗度を示す。切込み量 0.005~0.020mm の範囲では炭化ホウ素セラミックスの欠けや割れもなく、また押し出し用金型に求められる面粗度 6.5 以下の範囲であった。さらに切込み量を大きくしていくと欠けや割れが発生し、Z 切込み量を 0.100mm とした場合、図 4-2-(4) に示す様に炭化ホウ素セラミックスはコーナー部から大きく破損した。これらの結果から、Z 切込み量 0.020mm として炭化ホウ素セラミックス試料の側面の加工を行ったところ、ほぼ目的形状に加工可能であった。

しかし、継続して加工を行ったところ、工具表面が大きく損傷し、加工ができなく

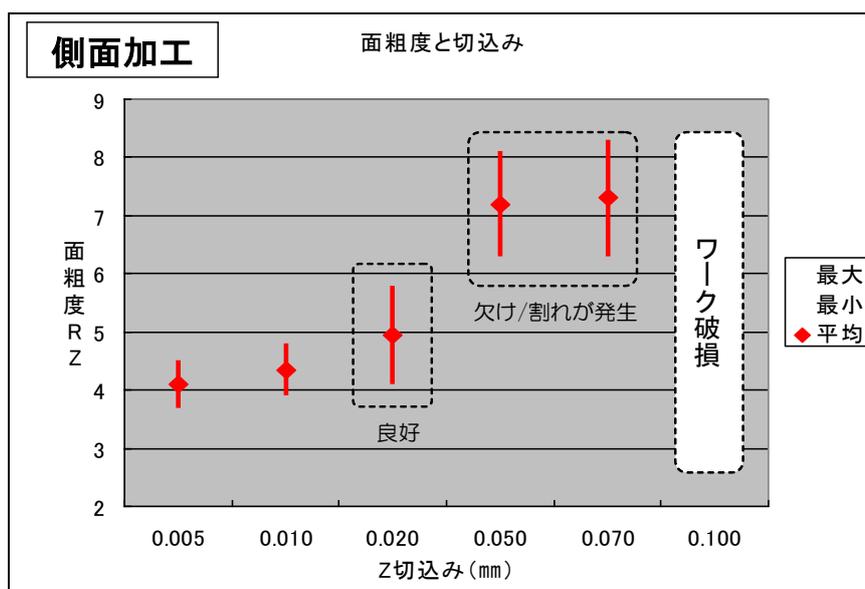


図 4-2-(3) Z 切込み量に対する炭化ホウ素セラミックスの面粗度

なる事例が見られたことから、工具の寿命について検討を行った。実験は Z 切込み量の設定を 0.020mm とし、0.1mm 加工毎に試料の加工量を測定し、工具 5 本における加工量における設定と実測値の差を求め、工具の寿命を見積もった。得られた結果は図 4-2-(5) に示す様に、設定加工量 1.2~1.5mm の範囲まで実測した加工実績値はほぼ設定値通りであったのに対して、それ以上では加工量の増加は見られなかった。また、加工量の増加が見られなかった工具を観察すると、工具の欠



図 4-2-(4) 破損した試験片

損等が見られた。また、加工後の試料表面の面粗度を測定すると、安定して加工可能であった領域では、いずれも表面粗さ Rz は 3.8~4.6 であるのに対して、砥粒の欠損が見られた領域では Rz20 と大きくダメージを受けた表面であった。これらの結果から、今回の実験に用いた工具であれば、加工可能時間は 3.1~4 時間であり、安全率を勘案すると 2.5 時間までは安定して加工が可能あることがわかった。

以上のことから、型彫り放電加工により加工された炭化ホウ素セラミックスの仕上げ加工は上記条件で Rz6.5 以下に仕上げ加工が可能であることがわかった。しかし、工具の寿命が短いことや加工時間が長時

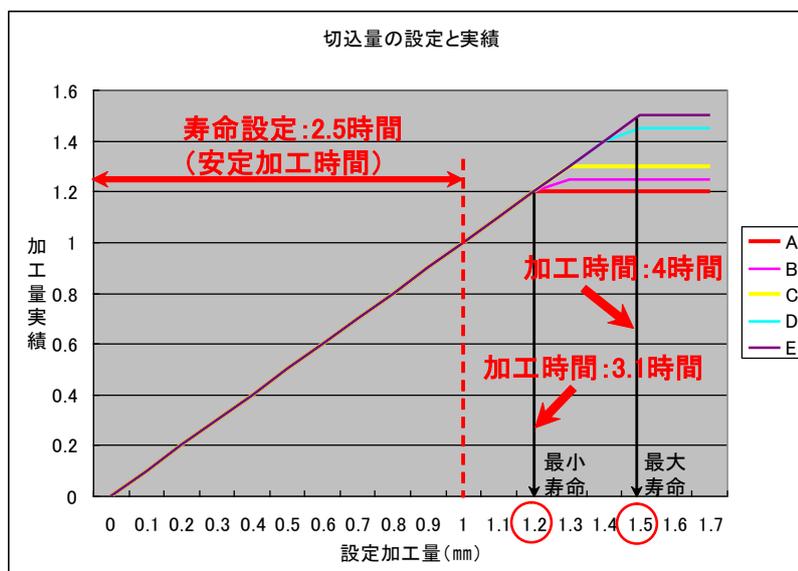


図 4-2-(5) 設定加工量に対する炭化ホウ素セラミックスの加工量実績

間必要であることから、加工手順や工程の詳細に検討することで仕上げ加工を短縮化する必要がある。

次に、上記研究開発で得られた知見をもとに、押し出し用の炭化ホウ素-金属ハイブリッド金型を試作し、技術の検証を行った。押し出し成形用の原料が通過する箇所を炭化ホウ素セラミックスとし、装置に取り付ける箇所を金属とした。加工工程は 4-1 で確立した炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工技術、及び仕上げ加工の条件を適用して行い、最も複雑な箇所は図 4-2-(6)に示す様に、難削材料用電気加工装置を用いて加工した。作製した部品、及び押し出し成形用装置に組み込むために金型として組み付けた状態の外観を、図 4-2-(7)に示す。組み付けた状態より、金型として十分な加工精度、仕上げ精度は確保されていた。

これらの部品を押し出し成形装置に組み込み、さらに押し出し実験を行った(図 4-2-(8))。得られた成形体は図 4-2-(9)に示す様に、ほぼ目的の形状に成形可能であり、成形体の表面は凹凸面の少ない良好な面を示していた。また、成形用原料は研削砥石の材質の一つである炭化ケイ素(GC)を用いたことから、ハイブリッド金型の摩耗が危惧されたが、本研究開発で使用した炭化ホウ素セラミックスの特性通りの結果を示し、成形体表面への摩耗による不純物は見られなかった。

以上のことから、炭化ホウ素セラミックス-金属ハイブリッド金型は、硬く、粒度の粗い原料を用いた押し出し成形用の金型として極めて高い特性が期待され、本研究開発で検討した炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工技術、及び仕上げ加工技術は有効な技術であることが検証された。第 4 章では炭化ホウ素セラミックスと金属のハイブリッド金型の開発において、セラミックスと金属の接合体での加工への対応を行った。4-1.では炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工の研究開発を行い、炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工に用いる電極は条件を選択することにより、レアメタルを含有しない銅電極で加工が可能であることを見出した。また、4-2.ではハイブリッド金型の仕上げ加工に関する研究開発(仕上げ加工と加工表面の評価)を行い、研削条件等を厳密に制御して加工することで、金型に求められている面粗度 Rz6.5 以下に加工することが可能であった。さらに、押し出し用金型を炭化ホウ素セラミックス-金属のハイブリッド金型を試作し、開発した技術の検証を行った。結果はこれまで問題になっていた金型の摩耗も少なく、組み込み等によるセラミックスの破損もなく、

極めて高い特性を示すことがわかった。しかし、実用化を目指すにあたり、型彫り放電加工や仕上げ加工の時間



が金属材料と比較して、 図 4-2-(6) ハイブリッド金型の難削材料用電気加工装置による加工

長時間必要であることから、今後、さらなる検討を加え、短時間での加工技術の確立を目指す。



図 4-2-(7) ハイブリッド金型 形状外観



図 4-2-(8) ハイブリッド金型による押し出し成形

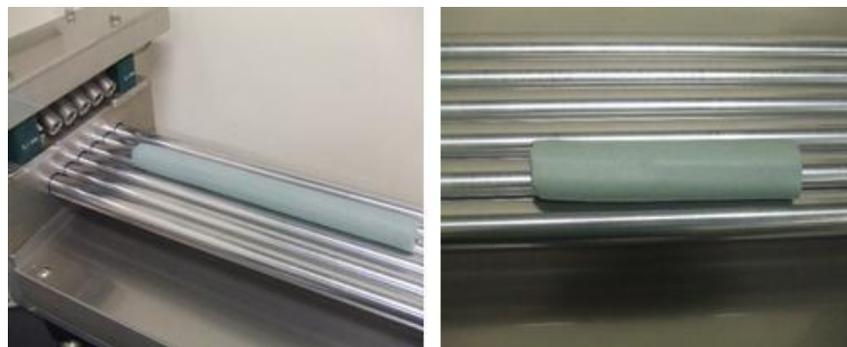


図 4-2-(9) ハイブリッド金型により得られたセラミック成形体

第5章 窒化ケイ素セラミックスの溶融アルミとの反応性への対応

本研究開発では、自動車部品の工程短縮等を可能とするアルミダイキャスト用金型に対して、アルミニウム合金と難濡れ性を示し、溶損性が低いと期待される窒化ケイ素セラミックスについて、セラミック-金属ハイブリッド金型への適用が可能となる技術の確立を図る。

5-1. 窒化ケイ素と溶融アルミとの反応性の関係の研究

(反応界面での分析・評価)

アルミニウム合金ダイキャスト用金型では、溶融アルミニウム合金との濡れ性が悪く、湯流れが良好な材料が望まれる。窒化ケイ素は溶融アルミに対して反応性が少なく、セラミック-金属ハイブリッド金型として最適材料ではあるが、共存する添加物により特性が著しく異なる可能性がある。ここでは、窒化ケイ素に代表的な焼結助剤であるアルミナ系化合物(混合物)を添加し、緻密なセラミックを試作し、溶融アルミニウム合金との濡れ性を調べた。

濡れ性試験は、以下の方法で行った。焼結した窒化ケイ素セラミック、対比材であるダイス鋼を鏡面研磨し、図 5-1-(1)に示すようにダイキャスト用アルミニウム合金試料を乗せ、管状炉で所定の温度に昇温し、所定の時間経過後に炉冷した。

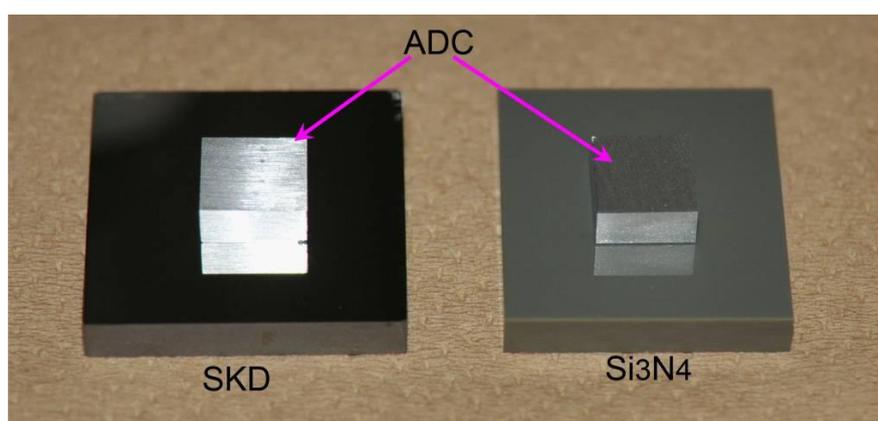


図 5-1-(1) 濡れ性試験の試料

表 5-1-(1)に焼結助剤のアルミナとイットリアの割合を変えて焼結した窒化ケイ素セラミックの特性を示す。表中の数字は、焼結助剤であるアルミナとイットリアの添加質量%である。助剤が少ない試料や窒化ホウ素を添加した試料は、常圧焼結が困難であり、ホットプレス焼結が必要であった。また、代表的な助剤系である 5Y2A は、

焼結温度が高いため、窒化ケイ素の分解を防ぐために 1MPa 程度のガス圧中での焼結が必要である。5Y5A は、ガラス成分が多いため、低温で常圧下の窒素雰囲気での焼結が可能であるが、高温でのクリープ特性に劣る。なお、アルミニウム合金ダイキャスト用金型で想定される使用温度である 600~800℃では、5Y5A でもクリープは全く問題にならない。

表 5-1-(1) 助剤割合を変えて焼結した窒化ケイ素セラミックス

記号	5Y2A	5Y5A	1Y4A	4Y1A	10BN
室温曲げ強度	1050	1100	730	1015	780
破壊靱性	8.0	7.8			
クリープ強度	○	△	△	◎	
焼きやすさ	○(ガス圧)	◎(常圧)	×(HP)	△(ガス圧)	×(HP)

Y : 内掛け mass%Y₂O₃

A : 内掛け mass%Al₂O₃

10BN : 5Y2A+10vol%BN

図 5-1-(2)に加速試験として実使用より厳しい条件である 800℃で 10h 加熱したダイス鋼と窒化ケイ素濡れ性試験片写真を示す。ダイス鋼上では、アルミニウム合金が大きく広がり、両者の濡れ性が非常に良いことが解る。また、結晶状の突起が多数観察される。一方、窒化ケイ素板上では、熔融アルミニウム合金が丸くなり、ダイス鋼に比較して濡れ性が悪いことが明確である。

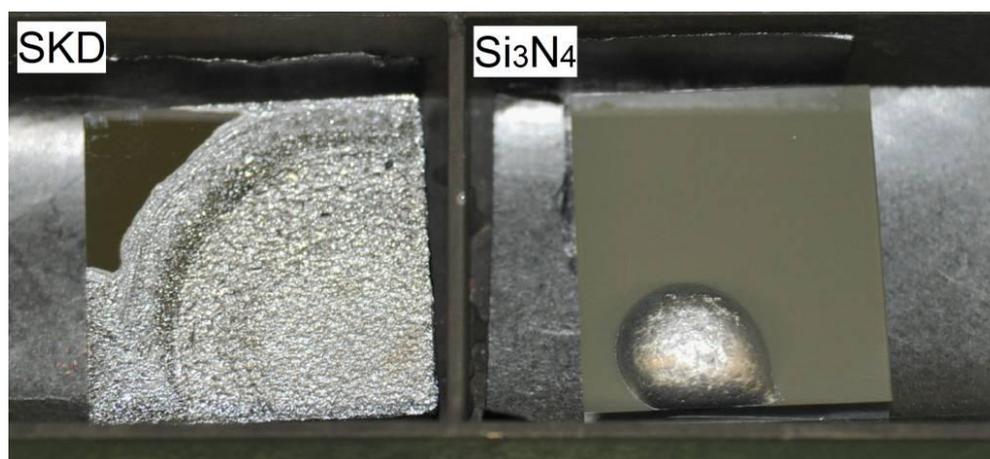


図 5-1-(2) 800℃で 10h 加熱したダイス鋼と窒化ケイ素濡れ性試験片

予備的に行った加速試験で予想以上の濡れ性の差が見られたため、試験温度を通常の注湯温度と考えられる 660℃にし、保持時間を 1h にして行った濡れ性試験の試験後の試験片の写真を図 5-1-(3)に示す。本条件では、ダイス鋼上においてもアルミニ

ウム合金が丸くなっている。接触角は、ダイス鋼が約 90° 、窒化ケイ素が 110° 程度であり、本温度でも窒化ケイ素が有利であることが判明した。いずれの試料においても基材とアルミニウム合金は溶着していた。また、助剤組成を変更した種々の窒化ケイ素でも試験を行ったが優位な差は見られなかった。

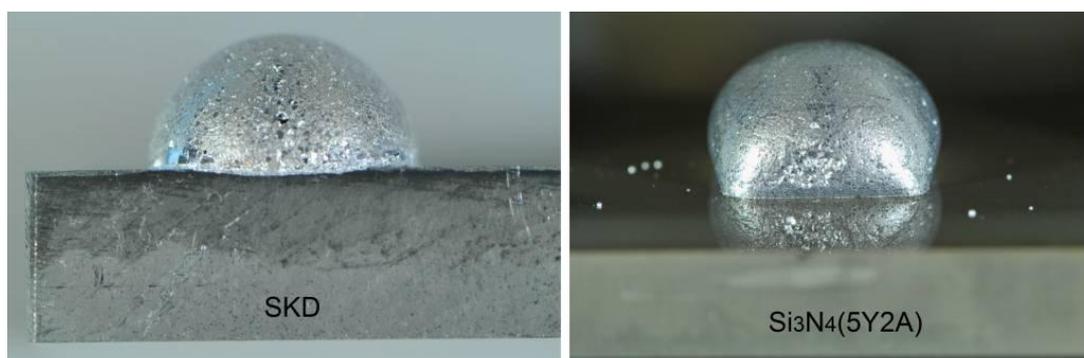


図 5-1-(3) 660°Cで 1h 加熱したダイス鋼と窒化ケイ素濡れ性試験

アルミニウム合金ダイキャスト用金型では、熔融アルミニウム合金との濡れ性が悪いとともに、反応性が低い材料が望まれる。そこで、上記で使用した試料を用いて窒化ケイ素セラミックスと熔融アルミニウム合金との反応性を調べた。

実験方法は濡れ性試験を行った試料のアルミニウム合金を除去し、アルミニウム合金と基材の界面が現れるように切断後、鏡面研磨を行い、光学顕微鏡で界面部分を観察した。また、触針式の表面粗さ計を使用して、表面形状を測定した。

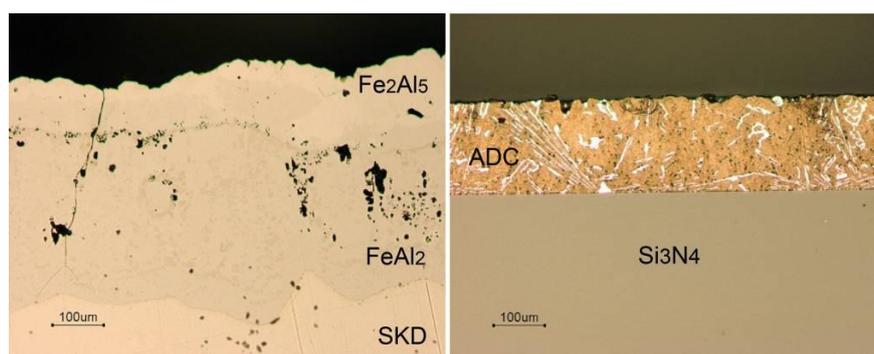


図 5-1-(4) 800°Cで 10h 加熱したダイス鋼と窒化ケイ素濡れ性試験片の断面

図 5-1-(4)は、800°Cで 10h 加熱したダイス鋼と窒化ケイ素濡れ性試験片の界面部分の光学顕微鏡写真である。ダイス鋼基材の場合、元のアルミニウム合金が全く残っておらず、基材上に二層からなる金属間化合物と考えられる相が観察される。そ

の厚さは、約 200 μm 程度と厚く、ポイド(気孔)や割れを多く含む。これが、金型の溶損の主原因であると考えられる。一方、窒化ケイ素基材では、基材上部のアルミニウム合金層に典型的な鑄造組織で観察されるデンドライト(樹枝状結晶)が観察され、基材とアルミニウム合金以外の相は観察されなかった。

図 5-1-(5)は、実用的な条件である 660°Cで 1h 加熱したダイス鋼の表面に溶着し

たアルミニウム合金を砥石による研磨加工で除去中に剥離した試料の表面プロファイルである。およそ 40 μm の深さで基材がえぐり取られていることが解る。

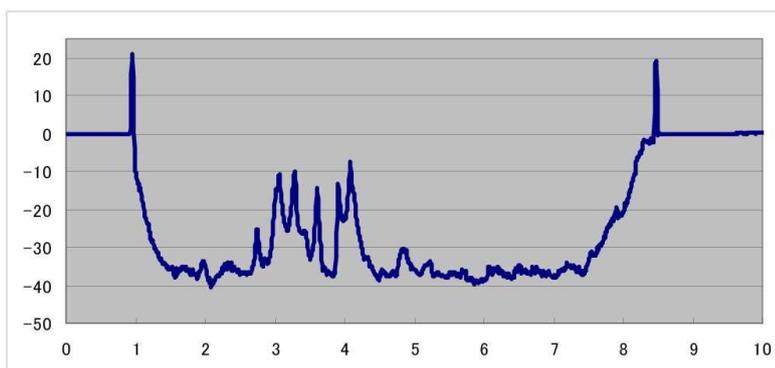


図 5-1-(5) 660°Cで 1h 加熱したダイス鋼からアルミニウム合金を剥がした状態の表面プロファイル

660°Cは、ADC12 合金の典型的な注湯温度であり、実用温度域でもダイス鋼とアルミニウム合金の反応は極めて大きいことが確認された。

一方、窒化ケイ素上で熔融させたアルミニウム合金は、横から軽く叩くことで剥離した。しかし、基材上に若干のアルミニウム合金が残存したため、濃塩酸で残留アルミニウム合金を除去して測定した表面プロファイルを図 5-1-(6)に示す。基材よりも上部に盛り上がっている部分がほとんどであるが、一部、基材の内部が浸食されていることが確認された。浸食深さは、最大で約 0.5 μm であり、ダイス鋼に比較して 1/100 程度の浸

食深さである。浸食深さで金型寿命が決まるのであれば、窒化ケイ素は、ダイス鋼に比較して 100 倍以上の寿命が期待できる。

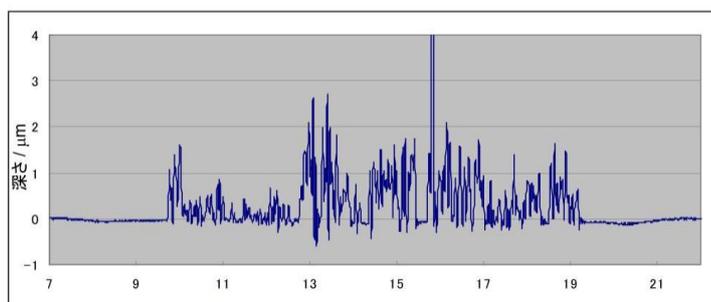


図 5-1-(6) 加熱後アルミニウム合金を剥がした状態の表面プロファイル

5-2. 異なった添加物を内在する窒化ケイ素の反応性の研究

熔融アルミニウムに接する部材として窒化ホウ素 (BN) を複合化することが試みられている。ここでは、窒化ホウ素を複合化した窒化ケイ素セラミックスを作製し、熔融アルミニウムとの濡れ性、反応性を調べた。試料は、5Y2A に 10vol%の窒化ホウ素粉末を混合し、ホットプレスで焼結した。濡れ性試験片の作製は、前節と同様である。図 5-2-(1)は、660℃で 1h 加熱した窒化ケイ素と 10%窒化ホウ素添加窒化ケイ素の濡れ性試験片の外観写真である。両者に有意な差は見られない。また、濡れ角も両者で大きな差は見られなかった。

以上の結果より、熔融アルミニウム合金と接する用途において、窒化ケイ素がダイス鋼に対して優れた特性を示すこと、窒化ケイ素の助剤や添加物による影響は、極めて少ないことが確認された。この



図 5-2-(1) 10%窒化ホウ素を添加した窒化ケイ素濡れ性試験片

ことより、本開発研究におけるダイキャスト用金型代替材料には、焼結性を考慮し、5Y5A 組成の窒化ケイ素を選択した。

第 5 章ではアルミダイキャスト用金型として期待される窒化ケイ素セラミックスの熔融アルミとの反応性への対応について行った。5-1.では窒化ケイ素と熔融アルミとの反応性の関係の研究(反応界面での分析・評価)により、窒化ケイ素セラミックスはダイス鋼と比較して熔融アルミとの反応性が低く、アルミダイキャスト用ハイブリッド金型として高い特性を示すことを明らかにした。また、5-2.では異なった添加物を内在する窒化ケイ素と熔融アルミとの反応性の研究を行い、アルミダイキャスト用窒化ケイ素セラミックス-金属ハイブリッド金型用窒化ケイ素セラミックスとしては標準的なアルミナとイットリアを添加した系で使用可能であることが明らかになった。しかし、窒化ケイ素セラミックスは焼成工程においてガス圧をかけていることから、金型材料としてはコスト面でさらなる検討が必要である。今後は、アルミダイキャスト用窒化ケイ素セラミックスにおいて、さらに安価で製造可能であるプロセスや原料等の検討を進める。

第6章 窒化ケイ素セラミックスと金属の嵌合への対応

自動車部品の工程短縮等を可能とするアルミダイキャスト用セラミック-金属ハイブリッド金型において、有力な材料である窒化ケイ素セラミックスは使用時に発生する熱膨張や摩耗等の応力が引っ張り応力として負荷された場合、その抵抗性は著しく低い。そこで、第1段階として、金属部品中に組み込まれた窒化ケイ素への引っ張り応力の発生しにくいダイキャスト金型の設計を行い、第二段階として最適形状での窒化ケイ素セラミックスの嵌合のための最適形状設計を行い、目的とする金型材料としてのニアネット形状付与技術の確立を図る。

6-1.引っ張り応力の発生しにくいダイキャスト金型の設計開発

窒化ケイ素セラミックスはセラミックスとしては高強度で優れた特性を示す材料である。しかしながら、窒化ケイ素セラミックスは、引っ張り応力下では極めて低い強度を示す材料であるため、これを踏まえ、ダイキャスト金型における、引っ張り応力が負荷されないダイキャスト金型の構造設計を研究した。

ダイキャスト金型は、アルミ溶湯(casting temperature: 690°C)が高压で投入されることにより、表面は瞬間的に高温にさらされ、その後急冷し、製品であるアルミ部品が取り出され、繰り返し使用される。そのため、ダイキャスト金型のアルミ溶湯に接触する面では熱応力、浸食が繰り返し発生する。第5章において、アルミダイキャスト金型として、浸食を抑制するには窒化ケイ素が極めて高い可能性が明らかになったことから、本章では熱応力を抑制するための金型の設計開発を行った。

図6-1-(1)に代表的なダイキャスト金型の模式図を示すが、これまでの経験では図中の矢印部に高い応力が発生することがわかっている。そこで、モデル形状(図6-1-(2))を設定し、その形状を作るためのダイキャスト金型を設計し、発生が予想される応力を緩和する詳細設計を行った。モデル形状ではアルミ溶湯が入りにくいことにより問題になっているリブを設定し、最も困難と言われているリブ先端形状が0.5mmの肉厚とし、

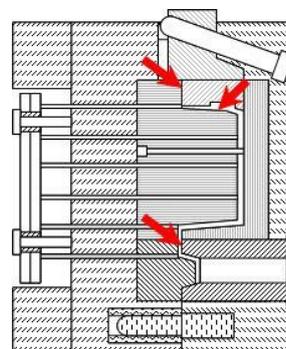


図6-1-(1) 引張・圧縮応力が掛かりやすい部位

さらに、通常は加圧時にアルミ溶湯の流れを良くし、容易に脱型させるために抜き勾配を数度設定するが、今回は理想的な形状として抜き勾配をゼロとした。

以上のモデル形状設定のため、ダイキャスト金型に嵌合されるセラミックス部品は高精度に組み込まれる必要があり、表 6-1-(1)に示す様な 3 通りの嵌合方法が考えられる。ボルト固定式はネジで固定するため、様々な場所や向きに嵌合できる。しかし、窒化ケイ素にネジ加工が必要であるため、精度、コストの両面で困難が予想される。インロー焼き嵌め方式は容易に嵌合することができるが、加熱冷却を繰り返して使用されるダイキャスト金型ではセラミックスの脱落が危惧される。一方、ツバ止め方式は金

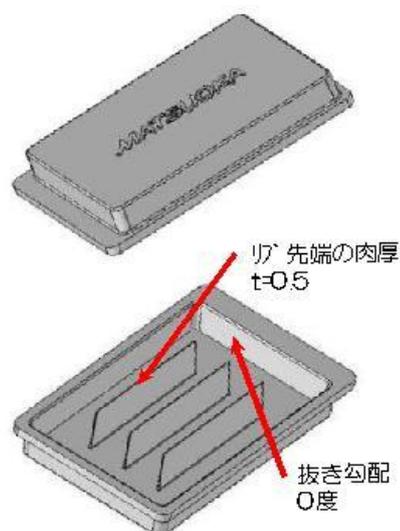


図 6-1-(2) モデル形状

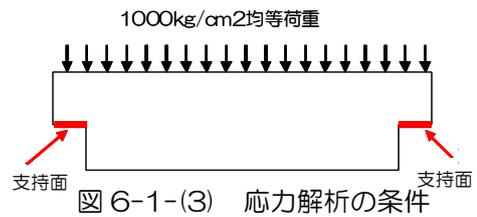
属部品の形状を工夫することで容易に嵌合することができるが、ツバの破損が危惧される。これらの検討より、精度、コストの両面で最も期待できるツバ止め方式で窒化ケイ素セラミックスの嵌合を想定し、破損が危惧されるツバの形状について、詳細に検討した。

モデル的にツバ状の部材(図 6-1-(3))を想定し、支持面に対するコーナー部に発生する応力を R0.5 と R1.0 の 2 形状にて、有限要素法により応力計算を行った結果を図 6-1-(4)に示す。

表 6-1-(1) 窒化ケイ素部品の嵌合方法

ボルト固定方式	インロー焼きばめ方式	ツバ止め方式
【メリット】 ・挿入子が加工しやすい ・中入子の材料が少ない	【メリット】 ・隙間が発生しにくい	【メリット】 ・ボルト等、固定する為の部品が不要。
【デメリット】 ・セラミックのボルト孔加工が困難 ・ボルト締付時の割れ懸念	【デメリット】 ・インロー形状に制約がある ・焼きばめ工程が増える	【デメリット】 ・ツバが割れたら抜ける可能性がある。
△	△	○

R0.5 のコーナー部にはダイキャスト金型として使用される条件下では、約 344MPa の引っ張り応力が発生する。一方、R1.0 のコーナー部には約 214MPa の引っ張り応力が発生する。窒化ケ



イ素セラミックスの引っ張り強度はおおよそ 400MPa 程度であることから、R1.0 以上でコーナーを設計する必要があることがわかった。

これらの計算結果を基に、ダイキャスト金型の窒化ケイ素部品の嵌合は R1.0 のコーナー部を有するツバ止め方式で行い、図 6-1-(5)に示す構造とすることで、アルミダイキャスト金型として使用が可能である構造に設計することができた。

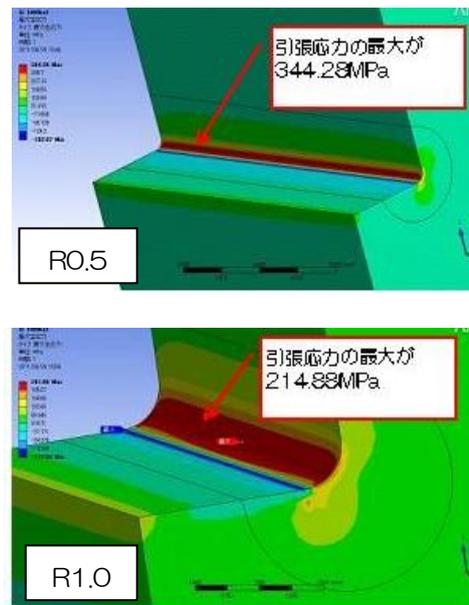


図 6-1-(4) 応力分布解析の結果

6-2.最適形状設計の研究開発

(ニアネット形状付与技術の研究開発)

金属とセラミックスのハイブリッド金型では、金属とセラミックスの各々の特性以外に組み合わせや接合の検討が必要である。接合のひとつの手法として両者の嵌合によるハイブリッド化が考えられる。さらに、アルミニウム合金ダイキャスト金型の候補材料である窒化ケイ素セラミックスと熱間ダイス鋼の熱膨張係数は、 $3.4 \times 10^{-6}/K$ と $11.6 \times 10^{-6}/K$ と大きく異なる。本節では、嵌合により作製したセラミックス-金属ハイブリッド金型が製品成形

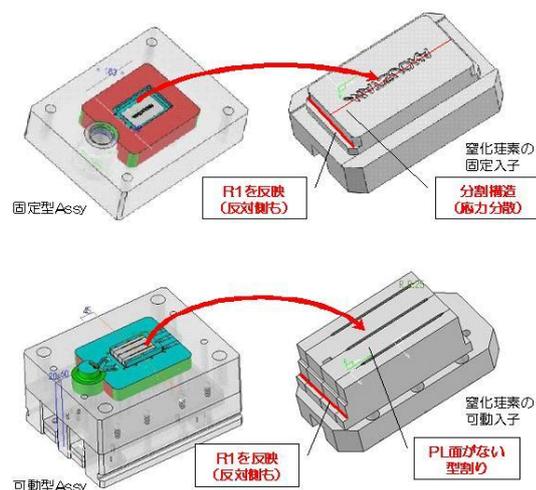


図 6-1-(5) 窒化ケイ素部品の詳細設計

時の金型温度である 200~250℃での安定性について検討した。

試験片は中心に四角い穴が開いた試料が熱間ダイス鋼、穴に入る形状の部品が窒化

ケイ素である。設計方法としては熱間ダイス鋼と窒化ケイ素セラミックスの熱膨張率から、焼き嵌め代を超合金と一般鋼材との数値を引用し双方の寸法を決定した。

焼き嵌めは熱間ダイス鋼を加熱し、熱膨張で中央部の開口部が大きくなった時点で窒化ケイ素の部品を挿入して行った。作製した焼き嵌めた試料をダイキャスト型として使用時に予想される温度に昇温し、中央の窒化ケイ素を引き抜いたところ、容易に引き抜けることが判明した。

ボルトによる締め付け工法による嵌合は、熱間ダイス鋼の熱膨張係数 ($11.6 \times 10^{-6}/K$) よりも大きな $17.3 \times 10^{-6}/K$ の熱膨張係数を有する SUS304 をダイス鋼と窒化ケイ素の間にインサー

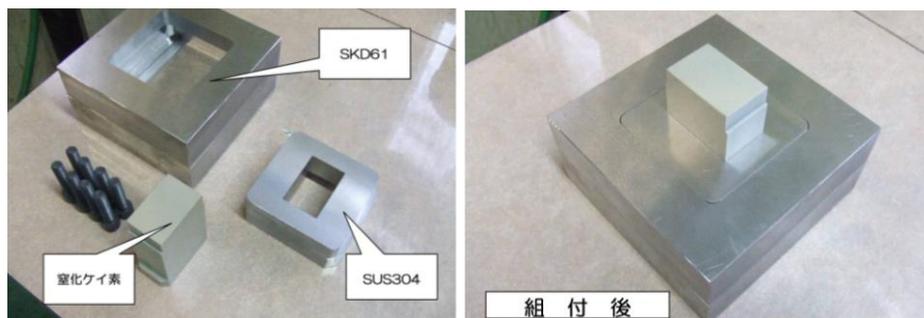


図 6-2-(1) テストピース部品と組付

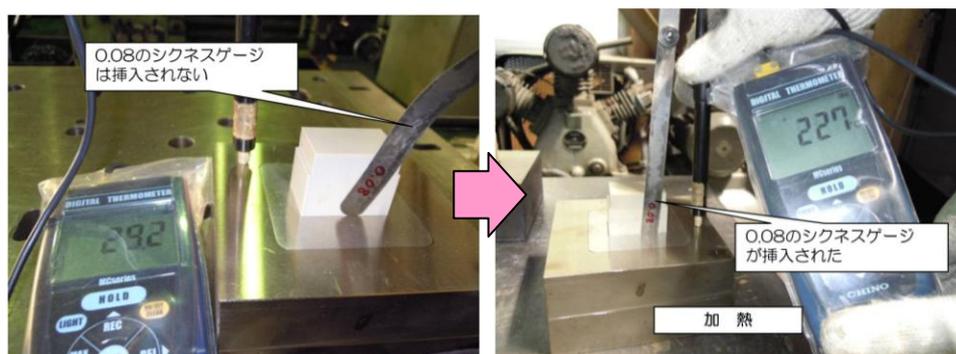


図 6-2-(2) 加熱実験の様子

ト材として挿入する。本構造とすることで、製品成形時の高温でインサート材が内側に向けて熱膨張し、インサート材と窒化ケイ素の隙間が狭くなると予測し、寸法を決定した。

図 6-2-(1)に製作した部品と組み立て時の外観写真を示す。図 6-2-(2)に組み立てた試料の加熱実験の様子を示す。室温では、窒化ケイ素セラミックスと金属の隙間に 0.08mm のシクネスゲージは入らなかったが、ダイキャスト金型における製品成形時の金型温度である 200~250°Cに加熱するとゲージは隙間に入り、0.08mm 以上の隙間が開いたことが確認された。

以上の実験から、以下のことが明らかとなった。焼き嵌め工法では、製品成形時の温

度において窒化ケイ素セラミックス部材を抜けなくするためには焼き嵌め代を倍にする必要がある。そのためには焼き嵌め時のダイス鋼の加熱温度を 600℃に上昇させる必要があり、熱による歪みが発生し金型の精度低下を招くことになり実用的ではないと考えられる。ボルトによる締め付け工法では、SUS304 のインサート材を使用することにより、製品成形時の温度で膨張が内側に働き、隙間が狭くなることを予測したがその効果が十分には表れなかった。この効果を十分に発揮し、実使用温度で熱間ダイス鋼とセラミックスの隙間を実用範囲である 0.05mm 以内に収めるためには、インサート材の設計と材質をさらに検討する必要がある。また、ボルトによる締め付け工法では、金型の構造が複雑になることと、それによる金型全体の強度低下を招くことも考えられるため、他の嵌合方法も考慮に入れ、さらなる検討が必要である。

次に、窒化ケイ素セラミックスがセラミックス-金属ハイブリッド金型に嵌合される形状としてニアネット形状を想定し、その形状付与技術について研究開発を実施した。

窒化ケイ素セラミックスは第 5 章で示した様に、焼結助剤としてアルミナ、イットリアを混合し、原料粉末とする。原料粉末を成形し、ニアネット形状を付与するための成形体加工は、超硬工具を用いた切削加工したところ、図 6-2-(3)に示す様に、エッジでの欠けが見られた。これは焼結助剤を添加された窒化ケイ素粉末の強度が低く、成形圧力にのみ固着しているため脆く、欠けが発生したと推察される。そこで、

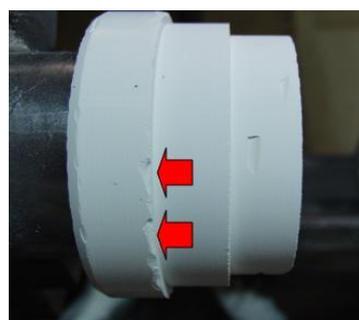


図 6-2-(3) 窒化ケイ素成形体の切削加工例(矢印部:欠け)

窒化ケイ素の混合工程において有機系の添加剤を微量添加し、原料粉末を調整した。これらの粉末を用いて成形体を作製し、切削加工を行ったところ、図 6-2-(4)に示す様に、エッジ部に欠けのない成形体加工が可能であった。

以上のことから、自動車部品の工程短縮等を可

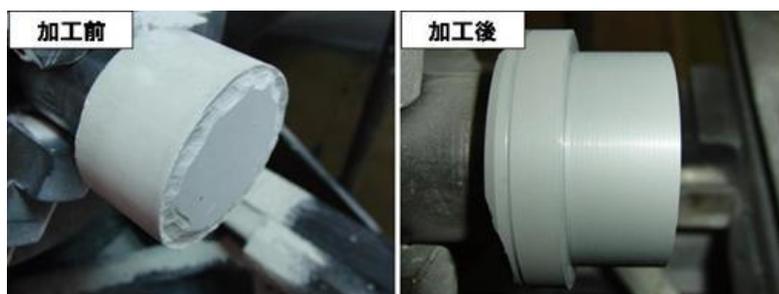


図 6-2-(4) 有機物を添加した窒化ケイ素成形体の加工

能とするアルミダイキャスト用セラミックスー金属ハイブリッド金型において、嵌合される窒化ケイ素セラミックスに引っ張り応力の発生しにくいダイキャスト金型の形状設計を行い、使用可能である構造が明らかになった。また、窒化ケイ素セラミックスを嵌合するための形状を成形体加工によりニアネット形状付与技術の確立に成功した。

第 6 章では、アルミダイキャスト用ハイブリッド金型の開発において、窒化ケイ素セラミックスと金属の嵌合への対応を行った。6-1.引っ張り応力の発生しにくいダイキャスト金型の設計開発では、これまでの知見をもとに様々な課題を有している製品をモデル形状として設定した。モデル形状を作るためのハイブリッド金型への窒化ケイ素セラミックスの嵌合方法、細部の形状について有限要素法による応力解析等による形状の検討を行い、最適な金型設計を行うことができた。また、6-2.最適形状設計の研究開発(ニアネット形状付与技術の研究開発)では、設計した嵌合方法について窒化ケイ素セラミックスと金属部品を用いて検証を行い、設計の妥当性を確認した。さらに、窒化ケイ素成形体での加工条件の確立に成功し、プロセスの低コスト化の可能性を見出した。しかし、窒化ケイ素セラミックスと金属を嵌合で金型として組み込むことから、各部品の精度面の不十分さなど、いくつか問題がみられた。今後、最適な部品の寸法公差の設定等の検討を進める。

第7章 窒化ケイ素セラミックスと金属のハイブリッド金型の加工への対応

自動車部品の工程短縮等を可能とするアルミダイキャスト用金型としてのセラミックス-金属ハイブリッド金型に嵌合される窒化ケイ素セラミックスは炭化ホウ素セラミックスと異なり、電気加工ができないため、ダイヤモンド工具等による研削加工が必要である。そのため、複雑形状での最適加工技術を確立し、セラミックス-金属ハイブリッド金型が弾性特性(範囲)の異なる材料を組み合わされていることから、ダイキャスト金型を試作しアルミ溶湯鑄造実験を行い、使用時の加熱冷却時に発生する応力による型への影響を調査することで、最適な加工条件の検証を行った。

7-1. 複雑形状での最適加工技術の研究開発

窒化ケイ素セラミックスは極めて硬く、一般的にダイヤモンド工具等により研削加工され、金型部品化される。ダイヤモンド工具は使用時に研削性能が経時的に劣化するため、工具の劣化により加工速度、面粗度や寸法等の加工精度に著しく影響を及ぼす。また、使用する工具の粒度や形状により加工速度が大きく異なり、粗い粒度を用いた工具では加工速度を大きくすることが可能である反面、工具の軸部に大きな負荷が発生し、工具の破損等につながることもある。本研究開発では高精度複雑形状加工装置(図 7-1-(1))を用い、アルミダイキャスト用金型としての窒化ケイ素セラミックスと金属のハイブリッド金型の最適な加工条件を探索した。



図 7-1-(1) 高精度複雑形状加工装置

図 7-1-(2)に今回の実験で採用した工具と被削材である窒化ケイ素セラミックスの

加工方法のイメージ図を示す。4-2 で明らかにした様に、切込み(Z)量を小さくすることは、加工時の急激な工具の損傷を抑制することが出来る。しかし、図 7-1-(3)に示す様に、荒取加工において工具の軸部分が小径の場合はダイヤモンド部の局所的な損傷や軸の変形等が発生する。

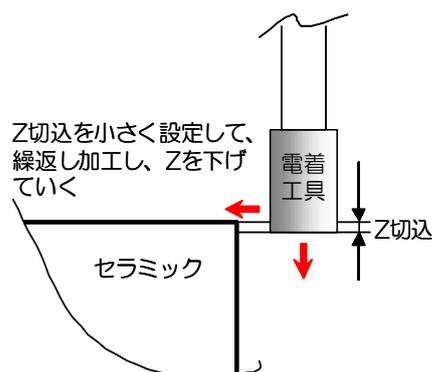


図 7-1-(2) 加工方法のイメージ図

さらに、工具の軸が変形すると、図 7-1-(4)に示す様に、セラミックス部の局所的な剥離や破損が発生することがわかった。



図 7-1-(3) 粗加工時における工具の損傷

次に、様々な形状への加工を行うため、工具の形状や粒度について調べた結果、加工目的と最適な工具を選択することが可能であった。これらの知見を



図 7-1-(4) 荒取り加工時に発生したセラミックスの破損

もとに、荒取加工・高速加工用最適工具とその加工方法の概略を図 7-1-(5)に示す。本加工条件により、窒化ケイ素セラミックスは容易に荒取加工できることが明らかになった。

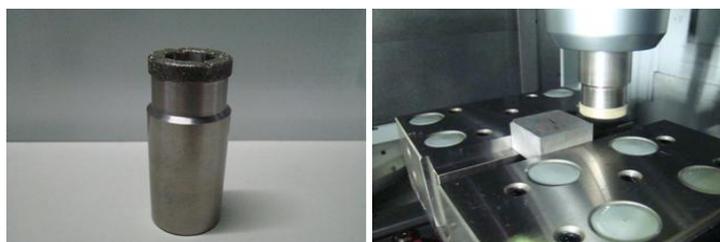


図 7-1-(5) 荒取加工・高速加工用最適工具と加工方法

さらに、高精度・仕上げ加工では、図 7-1-(6)に示す窒化ケイ素セラミックスの形状加工や、図 7-1-(7)に直径 1.5mm の工具による微細加工のいずれにおいても目的とする形状や状態に加工することが可能であった。

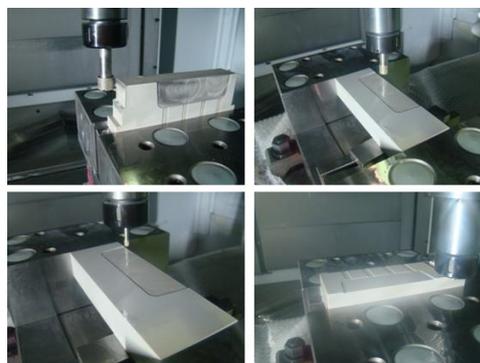


図 7-1-(6) 窒化ケイ素セラミックスの高精度・仕上げ加工時の外観

つまり、それぞれの目的とする形状への加工は、工具の形状や粒度を最適化することで、アルミダイキャスト用金型として必要とされている精度や面粗度で加工が可能である技術確立に成功した。

これらの結果をまとめてみると、
 図 7-1-(8)に示す様に、切込み量と面粗度に相関があり、高速に荒取り加工を行うことでコスト低減に直結する加工時間の短縮が可能であり、高精度な仕上げ加工を組み合わせることで、複雑形状を有する窒化ケイ素セラミック-金属のアルミダイキャスト用ハイブリッド金型の最適な加工が可能であることがわかった。



図 7-1-(7) 高精度・仕上げ加工(微細)時の工具と加工外観

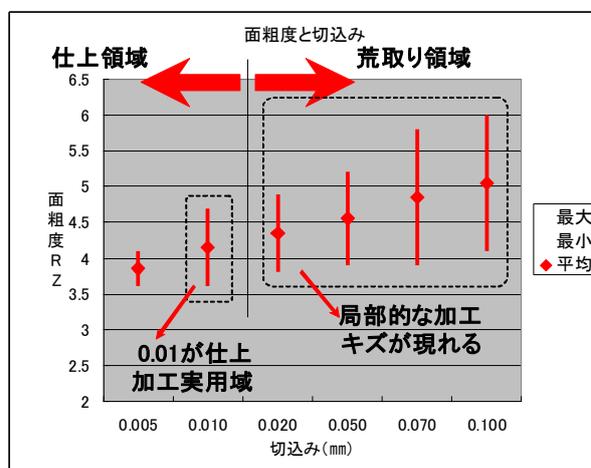


図 7-1-(8) 切込み量と面粗度

7-2.ハイブリッド金型の応力的評価

本研究開発では第 6 章で検討した引っ張り応力の発生しにくいダイキャスト金型の設計開発において、代表的な課題である薄肉のリブ形状と抜き勾配ゼロの形状(図 7-2-(1))をモデル形状として設計した金型を用いて、アルミ溶湯鑄造実験を行った。

用いた金型は図 7-2-(2)に示す様に固定型と可動型の 2 分割で構成されている。固定型にはアルミの溶湯に接触し、最も圧力が負荷される部分に前章で技術確立した条件を用いて加工した窒化ケイ素部品を嵌合して固定した。可動型は薄肉のリブに該当するすき間を 4 分割した窒化ケイ素部品を精密に嵌合して組み込んだ。オール金属で作製した同一形状の金型を比較用型として用いて、ハイブリッド金型の評価を行った。

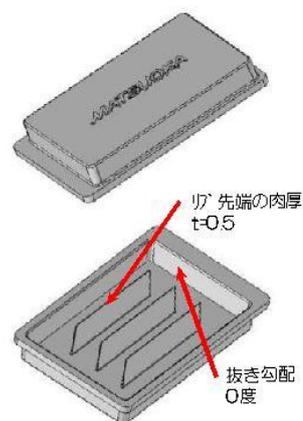


図 7-2-(1) モデル形状

アルミの鋳造(ダイキャスト)工程は図 7-2-(3)に示す様に、鋳造機に金型を取り付け、溶融したアルミを高圧で鋳造機から金型に圧送して成形する。その後、強制的に冷却し、型開きすることで鋳造機から製品を取り出す。さらに、割れや欠損等の外観をチェックし、鋳造品が作られる。

ハイブリッド金型を用いて鋳造されたモデル形状の外観を図 7-2-(4)に示す。従来のオール金属製のダイキャスト金型ではアルミ溶湯の流れた跡(湯流れ模様)が製品表面

に多く見られたのに対して、ハイブリッド金型ではアルミ溶湯の流れが良い場合に見られる表面の艶が観察された。

さらに、図 7-2-(5)に示す様に、薄肉のリブ形状(先端肉厚 0.5mm)はオール金属型では欠損(欠肉)部が多く存在したのに対して、ハイブリッド金型で

はすべての箇所で見られず、良好な鋳造面を示していた。さらに、鋳造を繰り返して行ったが、加熱冷却による応力による破壊等は見られず、リブ形状は繰り返し良好

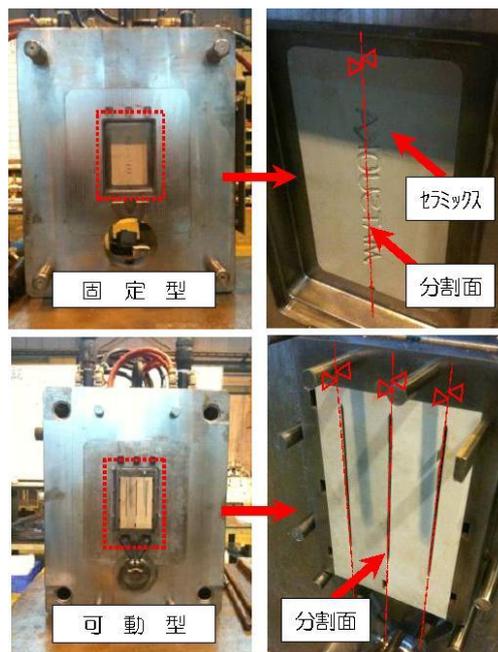


図 7-2-(2) セラミックス-金属ハイブリッド金型の外観



図 7-2-(3) ダイキャスト金型を用いた鋳造工程



図 7-2-(4) ハイブリッド金型により作製したモデル形状の外観

であり、ガジリ等は発生しなかった。

以上のことから、アルミ溶湯を用いた鋳造実験により、窒化ケイ素セラミックスを嵌合したハイブリッド金型は極めて良好な金型である可能性が明らかになり、実用化が期待される。

第 7 章では窒化ケイ素セラミックスと金属のハイブリッド金型の開発において、窒化ケイ素セラミックスの加工への対応を行った。7-1.では切込み量と工具の寿命を考慮した条件や荒取加工と仕上げ加工を組み合わせる加工することで、時間の短縮等に直結する加工が可能であり、加工が困難である窒化ケイ素セラミックスを複雑形状に加工できる最適加工技術の確立できた。また、7-2.

では第 6 章で設計したアルミダイキャスト用窒化ケイ素セラミックス-金属ハイブリッド金型を試作し、アルミ溶湯の鋳造実験を行い、応力的評価を行った。得られた結果は鋳造実験では熱応力による破損もなく、これまで課題であった薄肉のリブの欠損(欠肉)もなく、さらに型と鋳造されたアルミの固着(ガジリ)のない、優れた特性が期待できるアルミダイキャスト用金型であることがわかった。しかし、窒化ケイ素セラミックスの複雑形状への加工は工具の寿命が短いことから、実用化を目指すために加工条件を含めた総合的な検討が必要であり、今後進めていく予定。



図 7-2-(5) ハイブリッド金型により作製したモデル形状 (薄肉部)

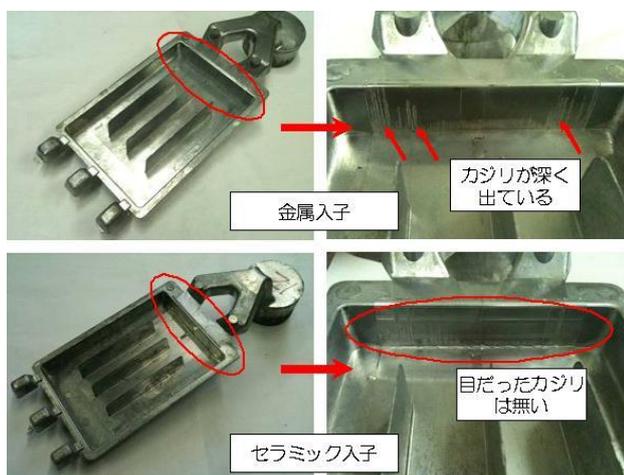


図 7-2-(6) ハイブリッド金型により作製したモデル形状 (抜き勾配 0 度)

第8章 総括

8-1. 炭化ホウ素セラミックスの高電気伝導化への対応

(1) 炭化ホウ素セラミックスの電気伝導率に及ぼす添加物の関係の研究

(セラミックスの電気伝導率の評価)

炭化ホウ素セラミックスに炭化チタンを添加することで、炭化ホウ素セラミックスの摺動特性を損なうことなく、型彫り放電加工が可能とされている電気伝導率 500 S/m 以上の炭化ホウ素セラミックスを得ることに成功した。

(2) 高電気伝導炭化ホウ素セラミックスの造形技術の研究開発

炭化ホウ素成形体を切削加工により容易に加工する条件を見出した。

8-2. 炭化ホウ素セラミックスと金属の接合への対応

(1) 炭化ホウ素セラミックスと金属材料の接合技術の研究開発

炭化ホウ素セラミックスと金属の直接接合はできなかったが、有限要素法による接合界面での発生応力を算出したことで、それぞれの熱膨張係数の中間的な材料を中間層に組み入れることで、接合体の作製が可能となった。

(2) 接合体の特性評価

得られた接合体の特性評価を行い、炭化ホウ素セラミックス単体の強度値の約 1 / 3 の 80MPa 程度の抗折強度を示すことがわかった。

8-3. セラミックスと金属の接合体での加工への対応

(1) 炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工の研究開発

炭化ホウ素セラミックスの型彫り放電加工に用いる電極は、条件を選択することにより、レアメタルを含有しない銅電極で加工が可能であることを見出した。

(2) ハイブリッド金型の仕上げ加工に関する研究開発

(仕上げ加工と加工表面の評価)

研削条件等を厳密に制御して加工することで、金型に求められている面粗度 Rz6.5 以下に加工することが可能であった。さらにセラミックス押し出し用金型を炭化ホウ素セラミックス-金属のハイブリッド構造で試作し、開発した技術の検証を行った。結果は、これまで問題になっていた金型の摩耗も少なく、組み込み等によるセラミックスの破損もなく、極めて高い特性を示すことがわかった。

8-4. 窒化ケイ素セラミックスの溶融アルミとの反応性への対応

(1) 窒化ケイ素と溶融アルミとの反応性の関係の研究

(反応界面での分析・評価)

窒化ケイ素セラミックスはダイス鋼と比較して溶融アルミとの反応性が低く、アルミダイキャスト用ハイブリッド金型として高い特性を示すことを明らかにした。

(2) 異なった添加物を内在する窒化ケイ素の反応性の研究

アルミダイキャスト用ハイブリッド金型用窒化ケイ素セラミックスは標準的なアルミナとイットリアを添加した系で使用可能であることが明らかになった。

8-5. 窒化ケイ素セラミックスと金属の嵌合への対応

(1) 引っ張り応力の発生しにくいダイキャスト金型の設計開発

これまでの知見をもとに様々な課題を有している製品をモデル形状として設定した。モデル形状を作るためのハイブリッド金型への窒化ケイ素セラミックスの嵌合方法、細部の形状について有限要素法による応力解析等による形状の検討を行い、最適な金型設計を行うことができた。

(2) 最適形状設計の研究開発

(ニアネット形状付与技術の研究開発)

設計した嵌合方法について窒化ケイ素セラミックスと金属部品を用いて検証を行い、設計の妥当性を確認した。さらに、窒化ケイ素成形体での加工条件の確立に成功し、プロセスの低コスト化の可能性を見出した。

8-6. 窒化ケイ素セラミックスと金属のハイブリッド金型の加工への対応

(1) 複雑形状での最適加工技術の研究開発

切込み量と工具の寿命を考慮した条件や荒取加工と仕上げ加工を組み合わせることで、時間の短縮等に直結する加工が可能であり、加工が困難である窒化ケイ素セラミックスを複雑形状に加工できる最適加工技術の確立できた。

(2) ハイブリッド金型の応力的評価

8-5 で設計したアルミダイキャスト用窒化ケイ素セラミックス-金属ハイブリッド金型を試作し、アルミのダイキャストを行い、応力的評価を行った。結果として、熱応力による破損もなく、これまで課題であった薄肉のリブの欠損(欠肉)もなく、さらに型と鑄造されたアルミの固着(ガジリ)のない、優れた特性が期待できるアルミダイ

キャスト用金型であることがわかった。

8-7. 研究開発後の課題

本研究開発において、セラミックス-金属ハイブリッド金型の試作を行い、試作型を使用したダイキャスト、押し出し成形において、従来のダイス鋼を用いた金型を凌駕する特性を示すことが検証された。日本経済はリーマンショック以降の不況に加え、東日本大震災による経済の停滞、さらに昨今の円高による国際競争力の低迷により、金型の使用していただいている環境や自動車産業のお客様は金型の高精度化とともに、さらなる低コスト化の要求が強まっている。また、金型工場などの海外移転に伴う国内産業の空洞化、技術の海外流出なども大いに懸念される。本研究開発による高機能材料を用いたセラミックス-金属ハイブリッド金型は、海外製品との差別化により、金型の高精度化と、さらなる低コスト化、国内産業の活性化などに対応できる技術である。本事業では、時間の関係もあり、試作型の製作と検証に止まったが、実用化のためにさらなる研究開発を継続し、2~3年後には事業化につなげたい。