# 平成27年度戦略的基盤技術高度化支援事業

# 「SUS304 超塑性効果を利用したナノ精度マイクロ部品の加工技術開発」

# 成果報告書

平成28年 3月

委託者 関東経済産業局

委託先 公益財団法人 長野県テクノ財団

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・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
1-2 研究体制・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・
1-3 成果概要・・・・・・・・・・・・・・・・・・・9
1-4 工業所有権等の取得状況・・・・・・・・・・・・・・・・12
1-5 該当プロジェクトの連絡窓口・・・・・・・・・・・・・・・12
第2章 本論
2-1【目標1】ナノ精度金型の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・13 2-1-1 ピコ秒レーザー加工機による突出し加工用パンチの切り出し 2-1-2 ナノメートル精度突出し金型の製作 2-1-3 ナノメートル精度部品の開発結果 2-1-4 【目標1】まとめ
2-2【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発・・・212-2-1 SUS304-99%圧延材の接合機構解明 2-2-2 メタルマイクロポンプの試作と接合組織の観察による最適接合条件の抽出 2-2-3 有機酸塩皮膜条件の抽出 2-2-4 【目標2】まとめ
2-3【目標3】超塑性を発現するSUS304材の製造技術開発・・・・・・・・・・44 2-3-1 SUS304-99%圧延フルマルテンサイト材の低温拡散接合に適した圧延条件 の抽出 2-3-2 SUS316L-99%圧延材の低温拡散接合に適した圧延条件の抽出 2-3-3 【目標3】まとめ
2-4【目標4】ポンプ吐出圧力 120 k Pa を実現する高性能ポンプの開発・・・・・5 0

2 - 4 - 1	SUS304 フルマルテンサイト材プレス化シートを使用した低温拡散接合ポンプ の開発
	高圧化対応メタルマイクロポンプの開発 【目標4】まとめ
2-5 ま	とめ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・57
一 専門用	語の解説 ―・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・58

### 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 背景

特定ものづくり基盤技術高度化指針のうち、以下の項目に対応 (十二)金属プレス加工に係る技術

- 1 金属プレス加工に係る技術において達成すべき高度化目標
- (3) 川下分野横断的な共通の事項
- ①川下製造業者等の共通の課題及びニーズ
- ア. 高機能化

 $100 \, \mu \, \text{m} \sim 10 \, \mu \, \text{m}$  程度の加工領域を持つ微小マイクロ部品へのプレス加工ニーズでは、ガソリンインジェクタ用オリフィスプレート、微小鉗子、光スキャナやマイクロギヤなどが実用化され(図 1-1)、近年では、戦略的基盤技術高度化支援事業で採択された、「情報家電・医療機器分野に使用する金属材料を主体とするマイクロポンプ・マイクロバルブ開発」(平成 19~21 年度)があり、㈱菊池製作所からステンレス製メタルマイクロポンプ(以下「メタルマイクロポンプ」という。)が試験販売され(図 1-2)、実用化が進んでいる。

このメタルマイクロポンプは、SUS304-cspH 材を用いて、板厚 0.01mm、0.02mm、0.05mm、0.40mm からなる 8 枚のシートから構成されている(図 1-3)。各シートにはマイクロメートル精度の複雑な形状の微小穴が、エッチング加工により作成され、1,000℃以上の温度で固相拡散接合してポンプが完成する。

川下企業の㈱菊池製作所では、現在の月産 1,000 個レベルから月産 100,000 個以上の量産化では、エッチング加工は時間が長く、寸法精度 の安定性や、結晶サイズが大きく材料強度が充分でないなどの課題が あると捉えている。そこで、プレス加工への工法転換により、ポンプの寸法精度を高精度化し、材料の組織を微細化して強化し、競業他社に対して高性能で低価格なポンプの実現が望まれている。

#### 1-1-2 研究開発目的

図1-3 積層構造

メタルマイクロポンプは、耐薬品性に優れ、強度が高く破損事故の 可能性が低いことから医療機器等でのニーズが高く、安価な量産化を実現するため一層の 生産性向上が求められている。しかし、エッチングで加工した8枚の金属箔を1,000℃以上 の高温と10時間以上の時間を要して拡散接合しているため、安価な量産化には至っていな い。また、長時間の接合は材料の再結晶化を進め、組織が肥大化しており、現状以上のポ ンプ吐出圧力の向上には、板厚の変更などの設計変更を要する。さらにシート材をエッチ ングで加工する現在の工法は、部品の寸法精度がばらつき、ポンプ性能のばらつく原因の 1つになっており、改善が望まれている。

そこで本研究開発では、高性能で安価なメタルマイクロポンプの提供を実現するために、 金属箔のプレス加工への工法転換を行うこととし、ナノ精度マイクロ部品の加工技術の開

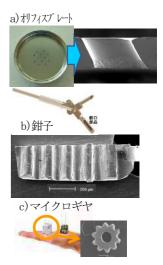
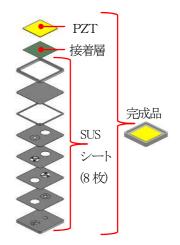


図 1-1 マイクロ部品



図1-2 メタルマイ クロポンプ



発によって金属プレス加工技術の高度化を図る。併せて、低温拡散接合に用いる専用材の 開発及びメタルマイクロポンプの高性能化といった前後工程の最適化に向けた技術開発を 行い、吐出圧力が現状の 90kPa から 120kPa と、従来比 33%向上した高性能メタルマイクロ ポンプを開発する(図 1-4)。

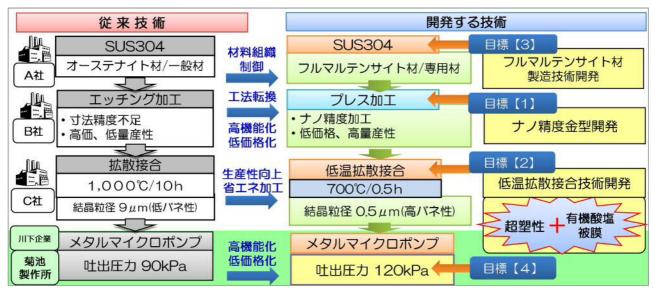


図1-4 従来技術と開発する技術

#### 1-1-3 研究の概要

 $10\sim100\,\mu\text{m}$  程度の大きさを持つマイクロ部品の穴あけ加工では、雄型のパンチと雌型のダイの間に材料を挟み、パンチが材料を打抜くことで穴あけ加工を行っている。現在の金型部品の精度は $\pm 1\,\mu\text{m}$  (=0.001mm) が最少で、これを組み合せた金型の位置合わせ精度も $\pm 1\,\mu\text{m}$  が最少である。板厚  $10\,\mu\text{m}$  の材料を、板厚に対するクリアランス 5%に設定して金型を製作しようとした場合に、パンチとダイの隙間は片側当り  $0.5\,\mu\text{m}$  しか許されない。金型の位置合わせ精度を下回るクリアランス設定は、実現不可能であり、金型部品と金型位置合わせ精度を、ナノメートル精度で制御することが望まれている。そこで、ピコ秒レーザー加工機の導入から金型部品をナノ精度化する加工技術を開発し、ナノ位置合わせ機構を持った金型に組み入れることにより、金属箔のナノメートル精度でのプレス加工が可能な加工システムの開発を行う。加えて、現在  $1,000^\circ$ C以上で行う拡散接合を、超塑性効果や有機酸塩皮膜の生成・分解反応を利用し約  $700^\circ$ Cに低下させた低温拡散接合技術を確立するための接合条件の最適化と、そのための SUS304 材の試作開発を行う。また、エッチングからプレスへの工法転換に伴う、新たなメタルマイクロポンプの設計を行い、高性能で低価格なメタルマイクロポンプの実用化技術を開発する。

#### 1-1-4 目標

研究開発は4つの目標を設定し、下図 1-5 のように各工程を横断して技術開発を進め、メタルマイクロポンプの高性能化を目指す。

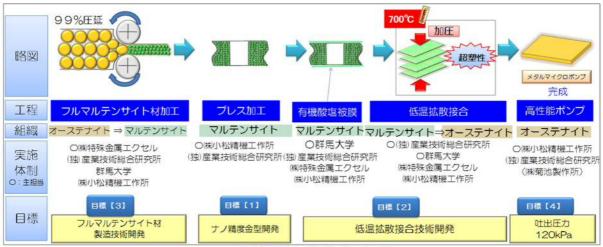


図 1-5 研究開発目標と加工工程

# ①【目標1】ナノ精度金型の開発

(実施:株式会社小松精機工作所、国立研究開発法人産業技術総合研究所)

ピコ秒レーザー加工技術の開発に取り組み、プレス金型用ダイ及びパンチについてもナノ精度化を実現する。昨年度までに開発に成功した丸穴での微細レーザー穴加工技術開発に加えて、これまでに取り組めていなかった異形状穴の加工技術開発を目指す。レーザーで製作した異形状のダイやパンチを、ナノ精度で位置制御可能なナノ精度金型に組み込み、メタルマイクロポンプの異形状プレス加工に向けたメタルマイクロポンプ用ナノ精度部品の加工技術を確立し、併せてプレス試作を実施する。具体的な取り組みは下記のとおり。

- ・ ピコ秒レーザー加工機を用い、異形状金型用パンチをナノ精度で安定加工するための 加工条件を抽出する。
- ・ ナノ制御ステージを金型のダイ側に組み込んだナノ精度金型に、レーザーで加工した ナノ精度部品を組み込み、メタルマイクロポンプ用部品を試作する。

#### ②【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発

(実施:国立大学法人群馬大学、国立研究開発法人産業技術総合研究所、株式会社特殊金属エクセル、株式会社小松精機工作所)

これまでの2年間の技術開発により、SUS304 フルマルテンサイト材および SUS316L 強加工微細材では、一般的な材料に対して接合温度が 100℃~150℃低下し、約 700℃で接合が可能となることを確かめた。加えて、一般的な SUS304 や SUS316L でも有機酸塩である、ギ酸やクエン酸を用いた場合に、800℃での接合強度が未処理材に対して約 3 倍の引き剥がし強度を示す効果を確認した。本年度は低温拡散接合に適した材料結晶状態、有機酸塩皮膜の効果の確認及び接合条件の最適化を目指すため、これまでに最適条件を抽出できていない下記の研究を進め低温拡散接合プロセスを確立し、接合強度を確保する。

- ・ SUS304 フルマルテンサイト材に、有機酸塩皮膜を施し拡散接合を行った場合の最適皮 膜条件を調査する。
- ・ SUS316L 材を強加工した超微細材に、有機酸塩皮膜を施し拡散接合を行った場合の最 適皮膜条件を調査する。
- SUS304 フルマルテンサイト材の拡散接合機構解明に向け、組織観察を実施する。

## ③【目標3】超塑性を発現するSUS304材の製造技術開発

(実施:株式会社特殊金属エクセル、国立研究開発法人産業技術総合研究所、国立大学法 人群馬大学、株式会社小松精機工作所)

これまでの2年間の開発から、超塑性を発現するSUS304 材およびSUS316L 強加工微細材 の基礎的な加工条件を抽出した。板厚に関しては当初最小板厚をユーザー企業である㈱菊 池製作所の同意を得た上で 0.015mm としたが、材料結晶状態と圧延条件を再考し 0.010mm 材の製作に取り組む。メタルマイクロポンプの低温拡散接合に適した超塑性を発現する SUS304 材と、SUS316L 材を強加工した超微細材について、安定化した量産加工条件の抽出 に向けて板材の試作開発を行う。具体的には下記の通りである。

- SUS304 材に 99%圧延を施し、フルマルテンサイト状態で板厚 0.010mm、0.015mm、 0.02mm、0.05mm、0.2mmの材料を製作し、安定した圧延条件を抽出する。
- SUS316L 材を強加工した超微細材で板厚 0.010mm、0.015mm、0.02mm、0.05mm、0.2mm 材を製作し、安定した圧延条件を抽出する。

# ④【目標4】ポンプ叶出圧力 120kPa を実現する高性能ポンプの開発

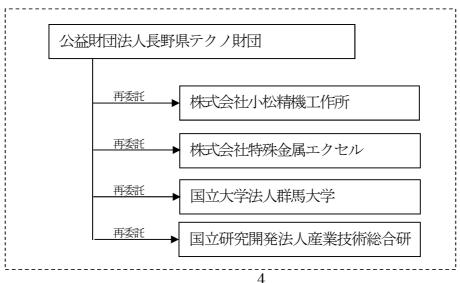
(実施:株式会社小松精機工作所、国立研究開発法人産業技術総合研究所)

これまでの2年間の開発から、開発を進めた SUS304 材および SUS316L に、ナノ精度のプ レス加工を施し、約 700℃の低温で拡散接合を行ったメタルマイクロポンプのサンプルを製 作し、ユーザー企業の評価を始めるまでに至った。開発したポンプには一部にゆがみがあり 充分なポンプの叶出流量や圧力を確保できなかった。今年度は金属箔のエッチング加工から プレス加工への工法転換と接合条件の最適化を進め、下記の試作開発からポンプの性能向上 を目指す。

- SUS304 フルマルテンサイト材および SUS316L 強加工超微細材を使用し、プレス化を 図ったシートを低温拡散接合し、吐出圧力が現状の 90kPa から 120kPa と、従来比 33%向上した高性能メタルマイクロポンプを開発する。
- SUS304 の一般材に有機酸塩皮膜を施し拡散接合を行ったポンプを製作し、現行品に対 するポンプ性能を評価する。

# 1-2研究体制

### 1-2-1 研究組織(全体)



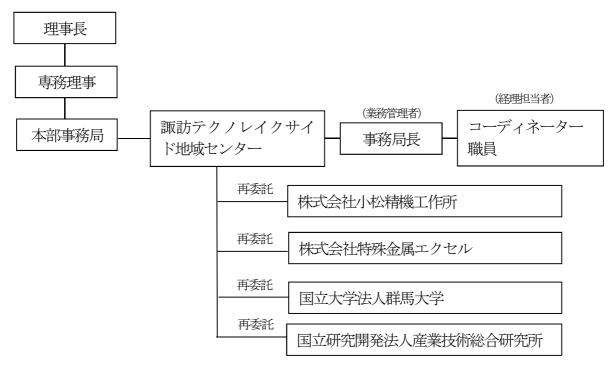
総括研究代表者 (PL) 株式会社小松精機工作所研究開発部 研究開発課課長代理 白鳥 智美

副総括研究代表者(SL) 国立研究開発法人産業技術総合研究所 先進製造プロセス研究部門 機能造形研究グループ 主任研究員 加藤 正仁

# 1-2-2 管理体制

## ①事業管理機関

[公益財団法人長野県テクノ財団]



#### ②再委託先

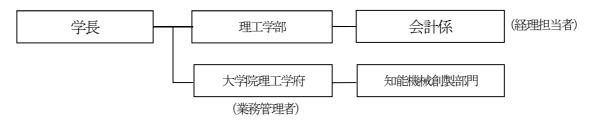
[株式会社小松精機工作所]



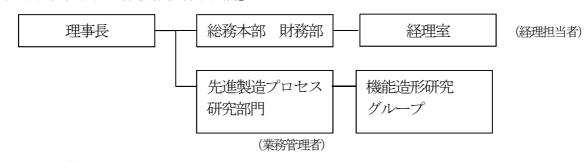
新機能材料研究開発本部

(業務管理者)

# [国立大学法人群馬大学]



# [国立研究開発法人産業技術総合研究所]



# 1-2-3 管理員及び研究員

# ①事業管理機関

[公益財団法人長野県テクノ財団]

氏名	所属・役職
小林 高弘	諏訪テクノレイクサイド地域センター 事務局長
西川 光貴	諏訪テクノレイクサイド地域センター コーディネーター

# ②再委託先

# [株式会社小松精機工作所]

氏名	所属・役職	実施内容	
白鳥 智美	研究開発部 研究開発課 課長代理	【目標1】ナノ精度金型の開発 【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用し た低温拡散接合技術の開発	
鈴木 洋平	研究開発部 研究開発課	【目標3】超塑性を発現する SUS304 材の製造 技術開発	
大澤 康暁	研究開発部	【目標4】ポンプ吐出圧力 120kPa を実現する 高性能ポンプの開発	
吉野 友章	研究開発部 研究開発課	【目標1】ナノ精度金型の開発 【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用 した低温拡散接合技術の開発	
小松 隆史	常務取締役 研究開発部 部長	【日悔1】→ / 集席公刑の問案	
小澤 裕一	生産技術部 生産技術課 副主任	【目標1】ナノ精度金型の開発 【目標4】ポンプ吐出圧力 120kPa を実現する 高性能ポンプの開発	
清水 哲也	生産技術部 生産技術課		
栗飯原 拓也	研究開発部 研究開発課		
三澤 網樹	研究開発部 研究開発課	【目標1】ナノ精度金型の開発	

# [株式会社特殊金属エクセル]

氏名	所属・役職	実施内容
細谷 佳弘	執行役員 新機能材料研 究開発本部	【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発
永山 真一	新機能材料研究開発本部	【目標3】超塑性を発現する SUS304 材の製造
小川 恭平	新機能材料研究開発本部	技術開発

# [国立大学法人群馬大学]

氏名	所属・役職	実施内容
小山 真司	大学院理工学府 知能機械創製部門 助教	【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発 【目標3】超塑性を発現する SUS304 材の製造技術開発

# [国立研究開発法人産業技術総合研究所]

氏名	所属・役職	実施内容
加藤 正仁	先進製造プロセス研究部門 機能造形グループ 主任研究員	【目標1】ナノ精度金型の開発 【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用
中野禅	先進製造プロセス研究部門 機能造形グループ 上級主任研究員	した低温拡散接合技術の開発 【目標3】超塑性を発現する SUS304 材の製造 技術開発
佐藤 直子	先進製造プロセス研究部門 機能造形グループ 研究員	【目標4】ポンプ吐出圧力 120kPa を実現する 高性能ポンプの開発

# 1-2-4 指導協力者

# 1) アドバイザー

氏名	所属・役職	
楊明	公立大学法人首都大学東京 大学院 システムデザイン研究科 教授	
小野 治夫	株式会社菊池製作所 デバイス開発グループ 課長	

# 2) 研究開発委員会 委員

氏名	所属・役職	備考
白鳥 智美	株式会社小松精機工作所 研究開発部 研究開発課 課長代理	委員、PL
加藤 正仁	国立研究開発法人産業技術総合研究所 先進製造プロセス研究部門 機能造形研究グループ 主任研究員	委員、S L
鈴木 洋平	株式会社小松精機工作所 研究開発部 研究開発課	委員

大澤 康暁	株式会社小松精機工作所 研究開発部	委員
細谷 佳弘	株式会社特殊金属エクセル 執行役員 新機能材料研究開発本部	
永山 真一	株式会社特殊金属エクセル         新機能材料研究開発本部	
小川 恭平	株式会社特殊金属エクセル 新機能材料研究開発本部	委員
小山 真司	国立大学法人 群馬大学 理工学研究院 知能機械創製部門 助教	委員
中野一禅	国立研究開発法人産業技術総合研究所 先進製造プロセス研究部門 機能造形研究グループ グループ長	委員
佐藤 直子	国立研究開発法人産業技術総合研究所 先進製造プロセス研究部門 機能造形研究グループ 研究員	委員
楊明	公立大学法人首都大学東京 大学院 システムデザイン研究科 教授	アドバイザー
小野 治夫	株式会社菊池製作所 デバイス開発グループ 課長	アドバイザー
小林 高弘	公益財団法人長野県テクノ財団 諏訪テクノレイクサイド地域センター 事務局長	委員
西川 光貴	公益財団法人長野県テクノ財団 諏訪テクノレイクサイド地域センター コーディネーター	委員

# 1-2-5 研究実施場所

# 1) 事業管理機関

公益財団法人長野県テクノ財団 諏訪テクノレイクサイド地域センター

(最寄り駅: JR 中央本線 上諏訪駅)

〒392-0021 長野県諏訪市上川1-1644-10

# 2) 再委託先

株式会社小松精機工作所 本社(最寄り駅: JR 中央本線 茅野駅)

〒392-0012 長野県諏訪市四賀桑原942-2

#### 研究内容

【目標1】ナノ精度金型の開発

【目標2】 超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発

【目標3】超塑性を発現する SUS304 材の製造技術開発

【目標4】 ポンプ叶出圧力 120kPa を実現する高性能ポンプの開発

株式会社特殊金属エクセル 埼玉事業所(最寄り駅:東武東上線 森林公園駅) 〒355-0342 埼玉県比企郡ときがわ町玉川56

## 研究内容

【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発

【目標 3 】 超塑性を発現する SUS304 材の製造技術開発

国立大学法人群馬大学 桐生キャンパス (最寄り駅: JR 両毛線 桐生駅) 〒376-8515 群馬県桐生市天神町1-5-1

#### 研究内容

【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発

【目標3】 超塑性を発現する SUS304 材の製造技術開発

国立研究開発法人産業技術総合研究所のくば東事業所

(最寄り駅:つくばエクスプレス線 つくば駅)

〒305-8568 茨城県つくば市並木1-2-1

#### 研究内容

【目標1】ナノ精度金型の開発

【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発

【目標3】超塑性を発現する SUS304 材の製造技術開発

【目標4】ポンプ吐出圧力 120kPa を実現する高性能ポンプの開発

### 1-3 成果概要

【目標1】ナノ精度金型の開発では、ピコ秒レーザー加工機を用いて、複数の異形形状を持ったパンチを切り出し、これを予めワイヤー放電加工で製作した雌型であるダイに挿入し、突出し加工を行うことでゼロクリアランス金型を製作した。この突出し加工を行ったナノメートル精度のゼロクリアランスナノ精度金型を用いて、板厚 0.010mm、0.015mm、0.020mm、0.050mm の金属箔に対して異形穴加工を行い、複数異形状の一括穴抜き加工に成功した。従来技術では実現し得なかった板厚 0.05mm 以下の金属箔穴抜きにおける、複数異形状穴の一括せん断加工技術を開発した。

【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発では、【目標4】に定めたメタルマイクロポンプの性能向上に向けて、低温短時間低応力な拡散接合条件の抽出を図った。接合条件の最適化過程で接合組織の観察を行いポンプ性能と接合状態の関連性を確認し開発を進めた。メタルマイクロポンプの拡散接合条件として最適化を図った接合条

件は、第1接合: 700°C-30 分-20MPa、第 2 接合: 760°C-10 分-10MPa であり、従来技術の 1,000°C-10 時間を大きく下回る低温短時間拡散接合条件の抽出に成功した。有機酸塩皮膜処理については、ギ酸、クエン酸、酢酸の3種類皮膜について、それぞれの界面活性効果を定量化した。この結果をメタルマイクロポンプの拡散接合強度強化に応用し、第 2 接合を 800°C-10 分-10MPa とした条件で拡散接合部が皮膜によって強化したポンプの開発に成功した。

【目標3】超塑性を発現する SUS304 材の製造技術開発では、板厚 0.010mm~0.20mm までの 圧延製造条件を抽出した。特に板厚 0.010mm 材は、当初 SUS304 材のフルマルテンサイト状態確保には板厚 0.015mm が圧延機への負荷等から限界と考えていたが、低温接合効果の発揮が目的と捉えて圧下条件を再考し、SUS304 材および SUS316L で強加工を加えた超微細結晶材として 0.010mm 材の圧延条件を抽出した。0.015mm~0.20mm までの材料は量産実機による製造条件の抽出を完了した。試作した材料は【目標1】のプレス加工や、一部エッチング加工を行った上でメタルマイクロポンプとして【目標2】の低温短時間低応力拡散接合を行い、【目標4】で目標としたポンプ性能の向上に使用した。

【目標4】ポンプ吐出圧力 120kPa を実現する高性能ポンプの開発では、川下企業の株式会社菊池製作所の協力を得て、試作したメタルマイクロポンプを 20 回に渡り評価を受けた。この評価から各製造条件を最適化し、メタルマイクロポンプ吐出圧力 100kPa (現行比+11%)、吐出流量 4,990 μ 1/min(現行比+48%)の高性能なポンプを開発した。この高性能ポンプの接合温度は第 1 接合時に 700℃、第 2 接合時に 760℃または 800℃(クエン酸皮膜処理時)であり、従来の約 1,000℃の接合温度を 300℃~200℃低温化した。また接合時間は第 1 接合で加温時間が 30 分、第 2 接合で 10 分、合計 40 分と従来の約 10 時間のプロセスを 1/10 未満の短時間化に成功した。さらに接合応力の最適化やクエン酸皮膜による接合面強化、材料選択、ダイヤフラム部平面度凸化等の条件を抽出することで実用的なポンプ接合条件の抽出に成功した。目標とした吐出圧力 120kPa のポンプ開発には至らなかったが、現行品を上回る吐出圧力性能を持ったポンプの開発と、低温短時間な拡散接合による三次元構造部品の製造技術開発に成功した。

	ナノ精度金型の開発	
	目標	成果
	メタルマイクロポンプ用異形状金型部品	ピコ秒レーザー加工機を用いて、複数の
	の製作とプレス試作の推進	異形形状を持ったパンチを切り出し、こ
		れを予めワイヤー放電加工で製作した雌
		型であるダイに挿入し、突出し加工を行
		うことでゼロクリアランス金型を製作し
目標		た。この突出し加工を行ったナノメート
1		ル精度のゼロクリアランスナノ精度金型
		を用いて、板厚 0.010mm、0.015mm、
		0.020mm、0.050mm の金属箔に対して異形
		穴加工を行い、複数異形状の一括穴抜き
		加工技術を開発した。

	超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発		
		成果	
【目標2】	メタルマイクロポンプの試作と接合組織の観察による最適接合条件の抽出 SUS304 フルマルテンサイト材および SUS316L 強加工超微細材の有機酸塩皮膜 条件抽出	低温短時間低応力な拡散接合条件の抽出を図った。メタルマイクロポンプの拡散接合条件として最適化を図った接合条件は、第1接合:700℃-30分-20MPa、第2接合:760℃-10分-10MPaであり、従来技術の1,000℃-10時間を大きく下回る低温短時間拡散接合条件の抽出に成功した。 ギ酸、クエン酸、酢酸の3種類皮膜について、それぞれの界面活性効果を定量化した。この結果をメタルマイクロポンプ	
		の拡散接合強度強化に応用し、第 2 接合を 800℃-10分-10MPa とした条件で拡散接合部が皮膜によって強化したポンプの開発に成功した。	
	超塑性を発現する SUS304 材の製造技術開	発	
	目標	成果	
【目標3】	SUS304 フルマルテンサイト材および SUS316L 強加工超微細材の安定加工技術 開発	SUS304 フルマルテンサイト材および SUS316L 強加工超微細材について板厚 0.010mm~0.20mm までの圧延製造条件を抽 出した。	
	ポンプ吐出圧力 120kPa を実現する高性能	ポンプの開発	
	目標	成果	
【目標4】	メタルマイクロポンプ製造条件の最適化による、吐出圧力 120kPa を実現するメタルマイクロポンプの開発	メタルマイクロポンプ吐出圧力 100kPa(現行比+11%)、吐出流量 4,990 μ 1/min (現行比+48%) の高性能なポンプを開発した。この高性能ポンプの接合温度は第 1 接合時に 700℃、第 2 接合時に 760℃または800℃ (クエン酸皮膜処理時)であり、従来の約 1,000℃の接合温度を300℃~200℃低温化した。また接合時間は第 1 接合で加温時間が30分、第2接合で10分、合計40分と従来の約10時間のプロセスを1/10未満の短時間化に成功した。さらに接合応力の最適化やクエン酸皮膜による接合面強化、材料選択、ダイヤフラム部平面度凸化等の条件を抽出することで実用的なポンプ接合条件の抽出に成功した。	

### 1-4 工業所有権等の取得状況

特許出願 1件

発明の名称 「複数形状一括せん断加工法」

出願人 株式会社小松精機工作所 白鳥 智美

国立研究開発法人產業技術総合研究所 中野 禅

株式会社小松精機工作所 鈴木 洋平

出願日 2015年 4月 (予定)

### 1-5 該当プロジェクトの連絡窓口

事業管理者 公益財団法人長野県テクノ財団

代表者 理事長 市川 浩一郎

所在地 〒386-8567 長野県長野市若里 1-18-1

長野県工業技術総合センター内 3階

担当者 諏訪テクノレイクサイド地域センター

事務局長 小林 高広 (E-mail: ta-kobayashi@tech.or.jp)

所在地 〒392-0021 長野県諏訪市上川 1-1644-10

諏訪地方事務所商工観光課内

連絡先 TEL: 0266-53-6000

FAX: 0266-57-0281

### 第2章 本論

# 2-1 【目標1】ナノ精度金型の開発

## 1) 目的

- ・プレス加工工具のナノメートル精度化に向けて、ピコ秒レーザー加工技術を開発する。
- ・プレス位置合わせ技術のナノメートル精度化を実現し、メタルマイクロポンプ部品 をナノメートル精度でプレス化可能な金型技術を開発する。

# 2) 目標

# 【目標1】ナノ精度金型の開発

メタルマイクロポンプ用異形状金型部品の製作とプレス試作の推進

2-1-1ピコ秒レーザー加工機による突出し加工用パンチの切り出し

# 1) 方法

平成25年度に導入を図ったピコ秒レーザー加工機を用いて、プリハードン鋼に異形状な 形状を切り出す。ピコ秒レーザー加工機の装置写真を図2-1-1、主仕様を表2-1-1に示す。



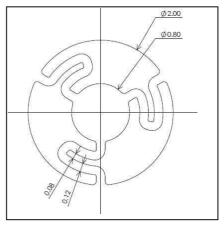
図 2-1-1 ピコ秒レーザー加工機

表 2-1-1 ピコ秒レーザー加工機主仕様

レーザー	一発振条件	ステージ精度					
中心波長	1,053nm	X軸ストローク	260mm	Z軸ストローク	60mm		
出力	MAX5.OW	X軸繰り返し精度	$\pm 1\mu\mathrm{m}$	Z軸繰り返し精度	$\pm 1\mu\mathrm{m}$		
パルス幅 15~25ps		Y 軸ストローク	200mm	回転軸繰り返し精度	±4 arc sec		
		Y軸繰り返し精度	$\pm 1\mu\mathrm{m}$	回転ステージ X 軸 繰り返し精度	$\pm 0.2\mu\mathrm{m}$		

#### 2) 研究開発結果

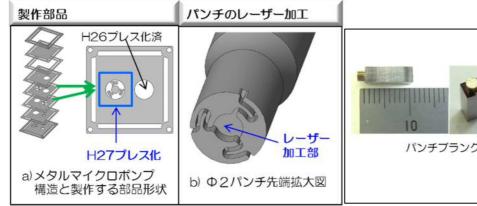
開発例としてメタルマイクロポンプ用弁の形状切り出し加工結果を報告する。図 2-1-2 はメタルマイクロポンプ用弁の平面図である。弁の形状は外径 φ 2mm、内径 φ 0.8mm を基本とし、S 字形状部は板幅 0.12mm、S 字内側の隙間はわずか 0.08mm となっている。本開発ではS 字形状 3 箇所を含む異形形状を1回のプレス加工で一括して同時に穴抜き加工が可能なナノ精度金型の開発を目指す。この複数異形穴一括穴抜き用のパンチを、ピコ秒レーザー加工機によって切り出し、次項 2-1-2 に示した突出し加工を採用するナノ精度金型に組み入れることでナノ精度金型用部品とした。



具体的には図 2-1-3 に示したように、まずプリハードン鋼を大まかに研削加工したパンチ材を準備する。 この後にピコ秒レーザー加工によって複数異形形状を

図 2-1-2 メタルマイクロポンプ用 弁平面図

NC 制御したステージとレーザーパワー制御とによって切り出し加工を進めた。レーザー加工 前後のパンチ外観写真を図 2-1-4 示す。外径 φ 2mm の加工前の形状がレーザー加工によって S 字状の形状が 3 箇所切り出されていることがわかる。



IO パンチブランク レーザ加工後

図 2-1-3 ピコ秒レーザー加工による異形複数形状の切り出し

図 2-1-4 ピコ秒レーザー加工前後 パンチ外観写真

レーザー加工を行ったパンチの加工精度調査結果を図2-1-5に示す。レーザーでの切り出し精度をパンチ用に加工したレーザー加工品と、雌型であるダイをワイヤーカット放電加工機で加工した形状とで比較した。比較方法はCADデータとOGP社Smart Scope Zip250Eによる画像寸法測定結果を2次元平面上にプロットし、加工狙い値と加工結果を対比した。この結果、

パンチ形状測定結果 加工方法:レーザ加工 約10μmの設差

レーザー加工しパンチでは、最大で約 $10\mu$  図2-1-5 パンチとダイの加工精度調査結果

mの誤差を含むことが判明した。この  $10 \, \mu \, \text{m}$  の形状誤差については、次項 2-1-2 で突出し加工時に吸収が可能な範囲であり、ダイ形状に対するレーザー加工形状のオフセット量を最適化することで突出し加工用パンチとしての加工精度を確保した。

# 1) 方法

2-1-1 項で製作したレーザー加工による複数異形形状を有したパンチを、新たに製作を行う突出し金型に組み入れナノメートル精度を実現した、ゼロクリアランス金属箔穴抜き用金型を製作する。

### 2) 研究開発推進結果

2-1-1 項で製作したレーザー加工による複数異形形状を有したパンチを突出し加工し、ナノメートル精度を実現した、ゼロクリアランスナノ精度金型を製作する。

突出し加工とは、古くは時計用金属箔のゼロクリアランス穴抜き技術として技術構築が図られてきた(山崎雄二:塑性と加工, **21**-234(1980), 581-586.). この工法では、上型に荒取りされたパンチを差し込み、下型のダイ形状に突き当てて徐々にパンチ形状を成形する。本開発では従来技術がパンチ材の荒取りを、例えば研削加工などに頼っていたため1つの形状しか切り出せなかった制限を、レーザー加工を行うことで制限を無くしたことに工法開発の特徴がある。

突出し加工のステップを図 2-1-6 に示す。レーザー加工で切り出したパンチはプリハードン鋼で硬さは Hv430 レベルである。ダイは超硬材で Hv1500 相当である。このパンチとダイは、直径を断面図で示すとパンチの直径がダイの内径よりも大きい。ダイは超硬製でパンチ材よりも硬いため、ダイにパンチを挿入し突出し加工を行うとパンチはダイの形状に倣って成形されると共にかえりが発生する。このかえりを再度、ピコ秒レーザー加工によって除去する。以上の突出し加工とカエリ除去を所定の回数繰り返し、パンチの刃丈長さを確保する。完成したパンチに被加工材を挿入して穴抜き加工を行えば、パンチとダイのクリアランスをゼロとしたゼロクリアランスの穴抜き加工を行うことが可能となる。一般的に板厚 0.01mm の材料を板厚に対するクリアランスを5%として精密せん断を考えた場合には、許されるクリアランスはわずか 0.0005mm ( $0.5 \mu m=500nm$ ) である。本開発によるゼロクリアランス加工を用いることで、クリアランス 0.0005mm レベル未満のナノメートル精度を確保したゼロクリアランス穴抜き加工が可能となる。

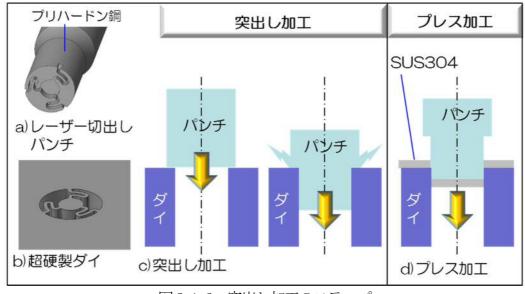


図 2-1-6 突出し加工のステップ

レーザー加工後に突出し加工を行ったパンチを組込んだ、ナノメートル精度を実現した金型の構造を図 2-1-7 に示す。この金型では、レーザーで荒加工したパンチを確実にダイ内に挿入し突出し加工を行うため、プレート間の位置決めはダイプレートとパンチプレートとで行う形とした。アガトン社製のローラーガイド式位置決めユニットを採用することでゼロクリアランスでの位置決めを実現した。ダイプレートとダイは位置決めピンによって固定され、超硬製ダイの形状加工をワイヤー放電加工および型放電加工によって成形した。ストリッパープレートは市販の焼入れ材にワイヤー放電加工で形状を切り出した。ガイドピンを組み

合わせてバネ力を加えることで、穴抜き加工時に被加工材とパンチを引き剥がす役割と、板押え効果を発揮する機構とした。金型の位置決めを2枚のプレートで行うシンプルな構造としたため、パンチ、ダイ、ストリッパーを組み替えれば他の形状にも切り換えが可能な構造とした。従来の金型に対して加工精度をナノメートル精度まで向上していることに加えて、金型製作時間や工期短縮も可能な金型構造とした。

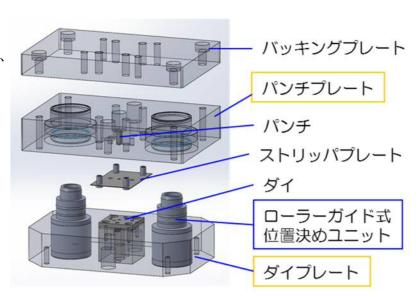


図 2-1-7 ナノ精度金型の構造

製作した金型の写真とプレス機への設置写真を図 2-1-8 に示す。金型サイズは外寸で 100mm ×80mm で高さは 70mm である。ダイは 25mm 角サイズとコンパクトにまとめた。プレス機は平成 25 年度に導入を図ったナノ精度 XY ステージユニット用に開発した小型スクリューサーボプレス装置である。アルミフレームで製作した加圧能力 10kN の装置であり、金型の剛性をプレス機の剛性が上回らないことで、金型が持つ位置合わせ精度をプレス機が阻害しないことを思想としている。以上のナノ精度金型とプレス機を用いて金属箔の穴抜き加工を行った。

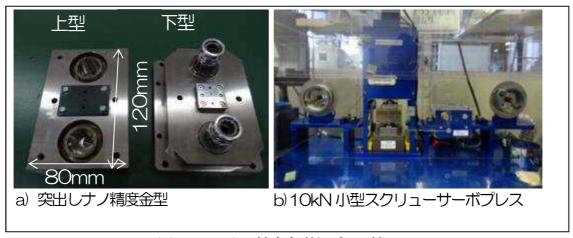


図 2-1-8 ナノ精度金型とプレス機

## 1)研究開発推進結果

メタルマイクロポンプに用いる全8枚6種類のシート材加工の内、既存工法で穴抜き可能な2枚2種類を除いた6枚4種類のシート材穴抜き加工のプレス化に成功した(図2-1-9)。板厚の構成は0.010mm、0.020mm、0.050mmであり、金属箔の穴抜き加工に分類される。ランス形状と言われる形状抜き加工や、四角形状抜き加工についてもレーザー加工と突出し加工によるゼロクリアランス異形形状複数一括穴抜き加工を行った。

最も加工が難しいS字形状部を有するメタルマイクロポンプ弁材の穴抜き加工結果を図 2-1-10 に示す。被加工材は板厚 0.010mm の SUS304 に強加工を加えた超微細結晶材であり、概ね 80%以上がマルテンサイト化した材料である。パンチ

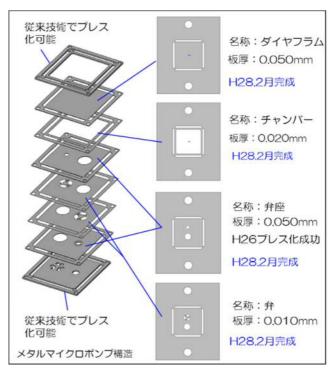


図 2-1-9 プレス化したメタルマイクロポンプ 用シート材

が挿入するだれ側と、かえりが発生するダイ側のかえり側とで、どちらの面にも反りやかえりが発生しておらず、極めて平滑に穴抜き加工が行えている。開発を進めたレーザー加工による複数異形穴形状の切り出しと、突出し加工によるゼロクリアランスでのパンチ成形が、確実に位置合わせが行える金型機構とプレスシステムによって、確実に板厚 0.010mm の金属箔を穴抜き可能であることを実証した。これまで困難であった複数異形形状の一括穴抜きを、板厚 0.010mm の金属箔で実現できたことは、例えばエッチング加工のようにメタルマスクを必要とするプロセスをプレス加工に代替することが可能となったことを意味する。ナノメートル精度の金型開発により金属箔加工においてプレス加工の可能性を拡げることができたと考えられる。

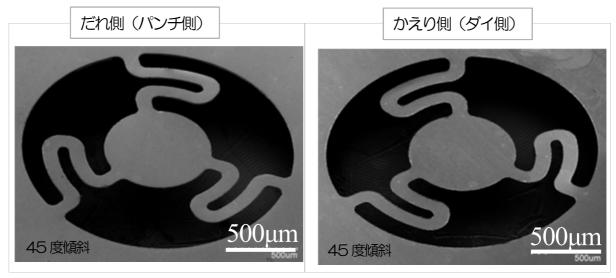


図2-1-10 メタルマイクロポンプ弁材の穴抜き加工結果

S 字形状で穴抜きした弁を含むシート材全体の穴抜き結果を図 2-1-11 に示す。  $\phi$ 2.0 流路 は平成 26 年度までに開発を進めたナノ精度 XY ステージユニットによって、クリアランスを ピエゾ式 XY ステージによって  $0.1 \mu$ m 単位でセンターに調整した穴である。ランス抜きは突 出し工法で穴抜きを行った。 R 形状を含む複雑な異形状をだれ量がばらつくことなく一定に、且つかえりが発生せず良好にせん断が行われている。基準穴  $\phi$ 2 もプレス加工を行っている。

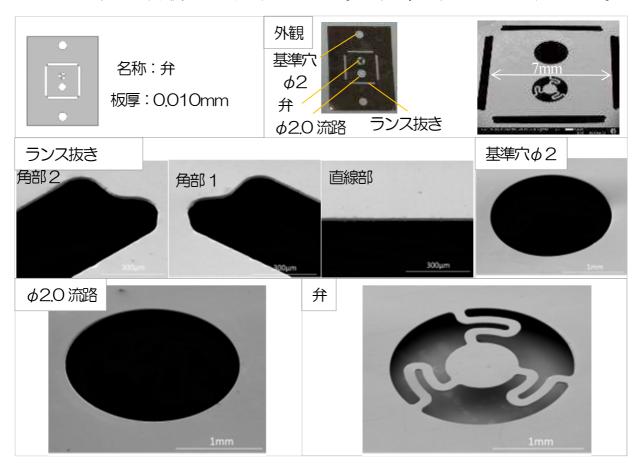


図 2-1-11 メタルマイクロポンプ用弁プレス加工結果

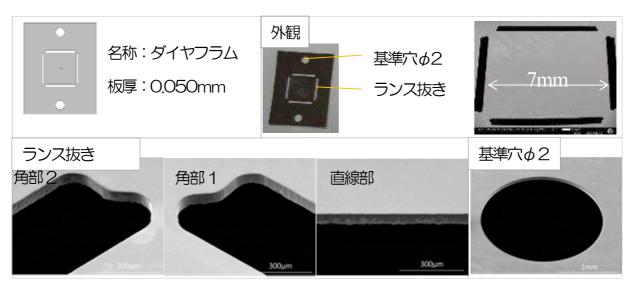


図 2-1-12 メタルマイクロポンプ用ダイヤフラムプレス加工結果

続いて板厚 0.050mm のダイヤフラム加工結果を図 2-1-12 に示す。ランス抜きは板厚 0.010mm 材と同様に突出し加工した金型によりゼロクリアランス加工を行った。R 形状部の

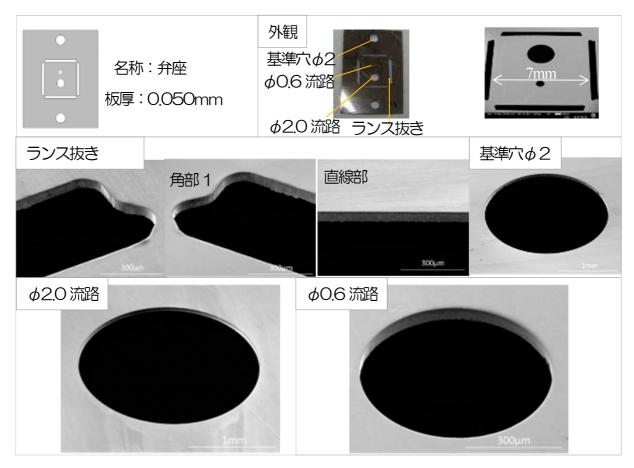


図 2-1-13 メタルマイクロポンプ用弁座プレス加工結果

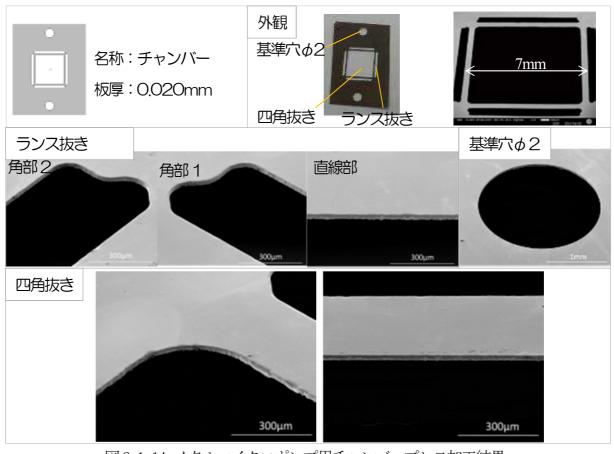


図 2-1-14 メタルマイクロポンプ用チャンバープレス加工結果

だれが均一で、破断量が R 部でも変化していない様子がわかる。同じく板厚  $0.050 \, \mathrm{mm}$  の弁座 の加工結果を図 2-1-13 に示す。ランス抜き加工は R 形状のだれと破断量が均一に加工され、 $\phi 2.0$  流路および  $\phi 0.6$  流路もナノ精度 XY ステージによってクリアランスをセンターに調整し、穴の切り口のだれと破断が一定にコントロールされている。板厚  $0.020 \, \mathrm{mm}$  のチャンバー加工結果を図 2-1-14 に示す。中央部の四角形状は、今年度に開発を進めた突出し加工によるゼロクリアランス加工を行った。R 部の切り口はだれと破断の量を一定に穴抜き加工が行えている。四角抜き部分についても切り口の状態は良好である。

これまでの加工結果から、板厚 0.010mm レベルの金属箔であっても開発を進めたナノ精度 XY ステージユニットや、レーザー加工したパンチを突き出したナノ精度金型によってクリアランスや形状精度をナノメートル精度で管理可能な穴抜き技術を開発できたと考察する。

# 2-1-4 【目標1】 まとめ

- ・ピコ秒レーザー加工により突出し加工用のパンチを削り出す加工条件を抽出した。突出し 工法によりパンチをナノメートル精度でゼロクリアランスを確保し、ナノメートル精度を 達成したナノ精度金型を製作した。
- ・板厚 0.01mm~0.05mm までの金属箔を開発した突出し方式を採用したナノ精度金型によって 穴抜き加工を行い、複数異形形状を一括に穴抜きが可能な新たな工法を開発した。
- ・突出し方式を採用したナノ精度金型によって穴抜きを行った SUS304 材の切り口は、だれ量や破断量が均一で、かえりは電子顕微鏡観察で視認できないレベルを確保した。従来エッチング加工等で加工を行ってきた金属箔加工を、プレス加工に工法転換が可能であることを示した。
- ・目標とした、メタルマイクロポンプ用異形状金型部品の製作とプレス試作の推進を達成した。

2-2 【目標2】 超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発

2-2-1 SUS304-99%圧延材の接合機構解明

#### 1)目的

メタルマイクロポンプ拡散接合条件の最適化に向けて、低温接合機構の解明を目指す。

### 2) 目標

# 【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発

SUS304 材を99%圧延し、約700℃での拡散接合試験から接合組織観察と強度試験を行い、 最適な接合条件を抽出する。

## 3) 実験方法

## ① 試料母材

市販の SUS304 材を板厚 40mm×40mm×10mm のサイズで入手した。 化学成分を表 2-2-1 に示す。

表 2-2-1 化学組成「mass%]

	С	Si	Mn	Р	S	Mo	Со	Ni	Cr	Fe
SUS304	0.05	0.48	0.97	0.035	0.004	_	0. 19	8.02	18.09	Bal.

#### ②試料の前処理

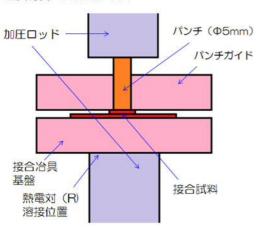
SUS304 材は 10mm の母材を温間多方向圧下により 90%相当のひずみを加えた。この後に冷間圧延によって 90%相当のひずみを加え、99%相当の圧延を行った板厚 1mm のフルマルテンサイト材 ( $WC(\alpha')$ ) とした。この WC フルマルテンサイト材が超塑性発現材料である。

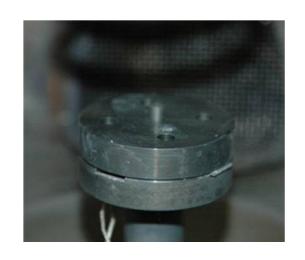
拡散接合組織の観察と接合強度の定量化に向けて、試料は十字状に引張試験が可能な様に直径 4mm の穴を 4 か所設け、試料と引張試験治具を固定できる形状とした。穴あけを行った 試料は片面をエメリー紙およびバフで鏡面研磨を行った。

### ③ 十字引張試験片の接合

接合強度の定量化のため、島津製作所製油圧サーボ試験機に専用の治具を製作しセットした。接合用治具は十字状にセットした 10mm 幅の試料を直径 5mm のパンチで加圧可能な仕様とし、治具の材料はインコネル-HX 材を用いた。接合は 2--0の試料の鏡面側を合わせて十字状にセットし、この後に真空チャンバーの蓋を締め、真空引きを行い 50MPa の荷重で加圧した。高周波誘導加熱によって所定の温度まで加熱し、30 分間保持後に除荷した上で  $300^{\circ}$  になるまで放冷し、空気を導入して試料を取り出した。なお接合治具基盤の下面に熱電対を取り付け、接合温度を測定した。接合温度は  $650^{\circ}$  (923K) から  $900^{\circ}$  (1,173k) の範囲で各試料を接合した。接合用治具の概略図を図 2-2-2 に示し、試験装置及び接合時の加温状況の写真を図 2-2-3 に示す。

#### 治具材質:Inconel-HX





a)接合治具概略図

b) 試料セット写真

図 2-2-2 十字引張試験用試料接合治具



a)装置全景

b)加熱部拡大

c)接合時写真

d)接合後試料

図 2-2-3 十字接合時写真

### ⑤ 十字引張試験

接合時に使用した島津製作所製油圧サーボ試験機に、接合を行った十字形状の試料を、十 字引張試験用に製作した治具と共に取り付け、引張試験速度 0.01mm/s の条件で試料が破断す るまで引張り、接合強度を測定した。なお、本試験は JIS Z3137 に定める十字引張試験に準 じたが、試料の長さが 150mm と長く接合装置に入らないため、試料長さを 1/3 の 50mm とした、 縮小十字引張試験とした。十字引張試験時の写真を図2-2-4に示す。



a) 十字引張試験治具に試料 をセット



b) 試験治具を引張 試験器にセット



c) 引張試験を行い引き剥がされた 試料 図 2-2-4 十字引張試験写真

#### ⑤ 拡散接合組織観察

拡散接合機構の解明に向けて接合過程の観察を行う。引張試験片作成と同様な試料を片面エメリー紙で研磨後に速やかに真空チャンバーの蓋を締め、真空引きを行い 50MPa の荷重で加圧した。高周波誘導加熱によって 700 度まで加熱した。接合過程の解明のため、0s、30s、60s、900s、1.8ks、3.6ks、7.2ks の条件で加圧時間を定め、接合過程観察用試料とした。

# 4) 実験結果

拡散接合条件を700度で50MPaの応力を掛けた条件を基本とし、接合時間を0s~7.2ksまで変化させた時の接合部付近の断面組織写真を図2-2-1に示す。

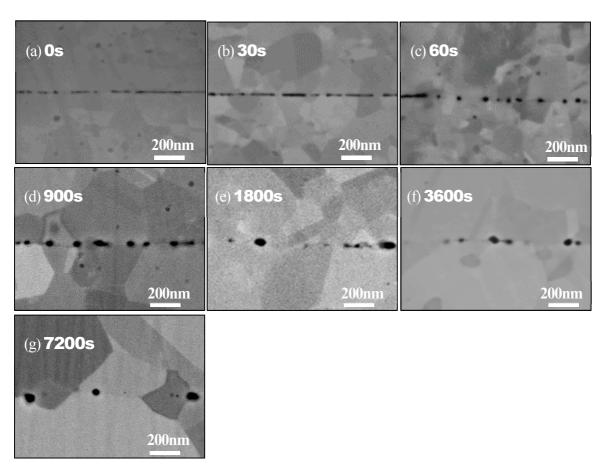


図 2-2-1 接合部付近の断面組織観察結果

図 2-2-1 からは接合時間の増加に伴い、接合境界における接合長さが増加し接合が進んでいくことがわかる。接合過程では接合長さの増加と共に再結晶化が進行し、結晶組織が肥大化している。0s で既に再結晶粒が一様に形成されており、片面を研磨後に直ちに真空引きを行ったことで、不動態皮膜の生成が抑制されたことが 700°C-0s で再結晶粒が形成され接合が開始した要因の 1 つであると考えられる。

60s後の接合境界では空隙が点在しており、50MPaの応力下で再結晶化が進み空隙が集合している過程を捉えている。この部分をより広範囲に観察した結果を図2-2-2に示す。図からは接合境界を跨いだ結晶粒を容易に観察することができ、700度-50MPaの条件ではわずか60秒でも拡散接合が進むことを確かめた。

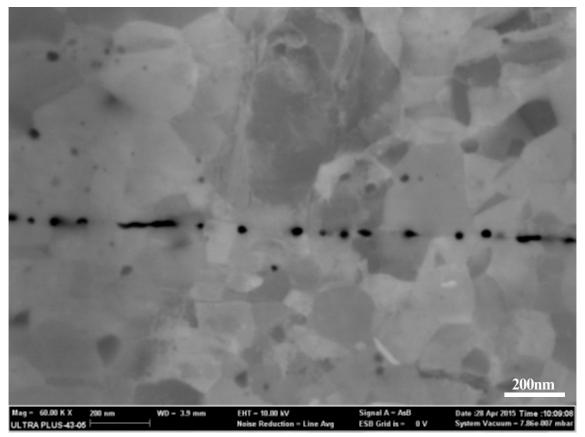


図 2-2-2 SUS304-99%圧延材 700 度-50MPa-60 秒拡散接合品断面組織写真

続いて十字引張試験を行った結果と、試験後に破断した試料の外観写真を図 2-2-3 に示す。0s、30sの試料については引張試験開始前試料が破断したため、引張試験を行えなかった。接合強度は極めて弱く、接合が開始した極初期段階であったと推察した。引張試験結果から接合時間が増加すると、引き剥がし強度が上がることがわかり、これに伴い破断の形態が界面剥離から母材破断へと破断形態が移行していくことがも)破断後の引張試験片外観写真からもわかる。

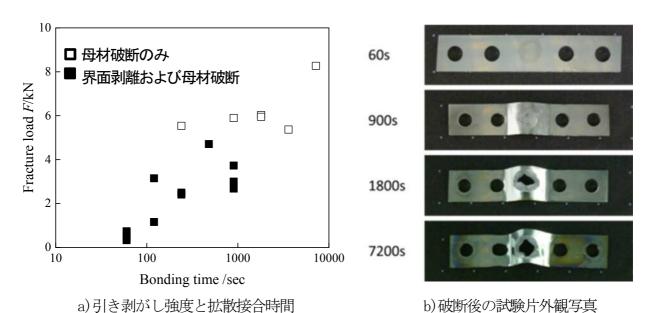


図 2-2-3 十字引張試験結果

引張試験後の試料で破断部分の観察を行った結果を図 2-2-4 に示す。60s 以降の試料の破断 形態はいずれも介在物起点のディンプルとなってなり延性破壊を起こしている。900s の試料 ではディンプルが大きく、且つ深くなっており接合が進み破断強度が増したことが破断組織 から類推できる。ここまでの結果から今回の接合条件では、低温で短時間な拡散接合のため には少なくとも加温時間を60 秒以上確保する必要があると考えた。

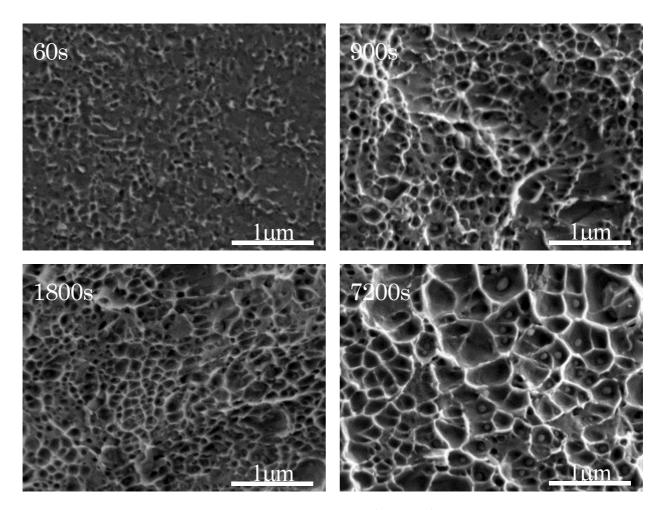


図 2-2-4 引張試験後の破断部観察結果

2-2-2 メタルマイクロポンプの試作と接合組織の観察による最適接合条件の抽出

### 1)目的

メタルマイクロポンプの低温拡散接合に向けて、最適な接合条件を抽出する。

### 2) 目標

# 【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発

SUS304 材を99%圧延し、約700℃での拡散接合試験から接合組織観察と強度試験を行い、 最適な接合条件を抽出する。

## 3) 実験方法

メタルマイクロポンプ部品を接合し、断面組織状態、板厚減少、各部ゆがみを計測する。 測定を終えた試料は川下企業である㈱菊地製作所に送付し、リークテストを受けて接合条件 の妥当性を検証する。

## 4) 実験結果

平成26年度のメタルマイクロポンプの接合評価およびリークテスト結果では、接合条件の 最適化に向けて4点の課題を残した。今年度は4点の課題の発生原因推定し対策を立て、都 度形状やリークを確認しながら課題解決を進め最適条件を抽出した。平成26年度の課題と今 年度始めの対策と結果を表2-2-1に示す。

	77								
	平成26年度課題		平成27年度推進						
No.	実験回数	原因推定	実験回数第6回						
	第1~5回		対 策	結 果					
1	板厚減少	加圧応力過多	加圧応力低下	0					
2	流路部ゆがみ	加圧応力過多	加圧応力低下	Δ					
3	接合部剥がれ	インコネルパンチ先端の酸	アルミナパンチの	$\triangle$					
		化膜が接合材への付着	採用						
4	ダイヤフラム	加圧応力過多	加圧応力低下	×					
	ゆがみ								

表 2-2-1 平成 26 年度の課題と平成 27 年度始めの対策と結果

平成 27 年度第6回の整合条件は、第1接合で 760℃-30分-10MPa、第2接合を 760℃-30分-15MPa とした。接合用治具は昨年度までのインコネル材では酸化膜が接合材に付着する課題があったため、今年度は図 2-2-5 に示すアルミナ製パンチを使用した。治具は予め加圧の均一化を目的としてアルミナ球を用いて加圧を行う機構とした。平成 26 年度の応力が 50~30MP a であったことに対して 10MPa まで低応力下を図り板厚減少については解消ができた。流路部は  $10~\mu$ m 程度のゆがみが残り、IN側のリークテストから接合部の剥がれが疑われた。ダイヤフラムは流路側にくぼむ、下凹で  $33~\mu$ m と平面度が確保できない結果であった。



図 2-2-5 接合用治具外観写真

ここで、メタルマイクロポンプ (MMP) の断面図と各部の名称と板厚を図 2-2-6 に示す。 MMP は一番下の流路から上側のフレームまで 10 枚のシート材を積層する構造を取る。下側の流路から上側の弁座までが第 1 接合部で、始めに対象となる 5 枚を全面加圧して接合する。 続いてチャンバーからフレームまでのシート材を、第 1 接合を行ったシート材の上に重ねてフレーム部分のみを加圧し接合を行う。 2 回の接合で加圧面積が異なり、チャンバーを有してダイヤフラムが中空形状を成形する役割を持つ。第 2 接合においてダイヤフラムは外側のフレーム部分しか加圧されないため変形しやすい特徴がある。

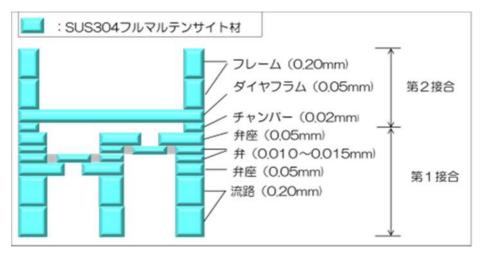


図 2-2-6 MMP 断面における各部名称と板厚

第6回までの接合において課題となったダイヤフラムのゆがみ原因を探るため、材料をこれまでのSUS304-99%圧延材(材料の結晶相のほぼ全体がマルテンサイト化しているため、フルマルテンサイ材と称すこととする)から、SUS316L を結晶微細化した SUS316L 強加工超微細材および SUS316L 一般材に切り換えた上で、低温化と低応力下を図る実験から傾向を探った。図 2-2-7 に実験条件と拡散接合後のダイヤフラムの平面度を示す。ダイヤフラムのゆがみが最小となった組み合わせは、SUS316L 一般材を使用し低応力下を図った条件で、ゆがみが約 $11\,\mu\mathrm{m}$ まで抑えられた。この傾向を詳細に調査するため、加工結果を応力と加圧時間を横軸に取ったグラフ(図 2-2-8)から傾向を探った。ダイヤフラムのゆがみ解消には低応力下と短時間

SUS304 フルマル	テンサイト材	SUS316L 強加	工超微細材	SUS316L 一般材		
ゆがみ [µm]	第二接合条件	ゆがみ [µm]	第二接合条件	ゆがみ [μm]	第二接合条件	
	760°C		800°C		800°C	
18.1	15 min	13.4	0 min	10.7	10 min	
	3 MPa	-	10 MPa	السبا	3 MPa	
	760°C	THE RESERVE OF	760°C		800°C	
27.5	30 min	32.0	30 min	19.7	10 min	
	10 MPa		10 MPa	※クエン酸被膜処理有り	5 MPa	
	760°C	100	760°C	i i	800°C	
32.5	30 min		30 min	27.8	30 min	
	10 MPa		15 MPa	※クエン酸被膜処理有り	5 MPa	

図2-2-7 ダイヤフラムゆがみの解消実験結果

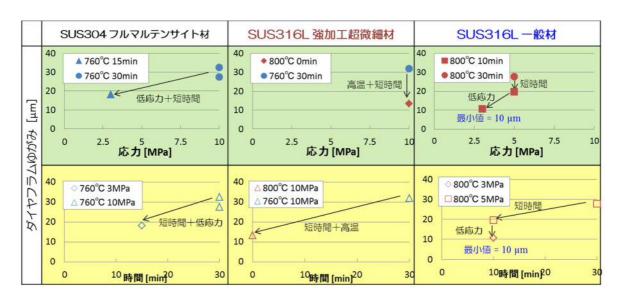


図 2-2-8 接合条件とダイヤフラムゆがみの関連性考察

化が有効に働く傾向を確認した。ここまでの結果から、ダイヤフラムの材料をSUSU304 フルマルテンサイト材からSUS316L 一般材に変更し、低温且つ低応力下を目指すこととした。合わせて、SUS316L 一般材による変形抑制効果を期待し、流路材についてもSUS316L 化を図ることとした。弁座材はこれまでのレーザーカット品から平成26 年度に開発を進めたナノ精度XYステージユニットによるクリアランスをセンターに調整したナノメートル精度で穴抜きを行ったプレス品に切り替えた。弁材も2-1-3 項で開発を進めた突出し工法を採用したナノメートル精度のプレス部品に切り換えると同時に、板厚をこれまでの0.015mm フルマルテンサイト材から0.010mm 材に切り換えた。板厚0.010mm 材は一部にオーステナイト組織が残るマルテンサイト化材であり、SUS304 強加工微細材と称すこととした。

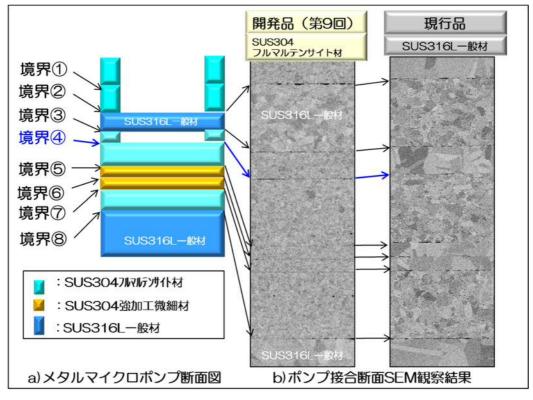


図 2-2-9 第9回接合実験品の断面組織と現行ポンプの断面組織

ここまでの材料や加工工法の変更を行った第9回接合実験品で、拡散接合後の積層組織を現行品のメタルマイクロポンプと接合組織を比較した結果を図2-2-9に示す。第9回品の接合条件は第1接合760℃-30分-5MPa、第2接合800℃-5分-5MPaである。第9回実験品の接合組織はSUS304フルマルテンサイト材部分で境界部分が視認しにくく、接合が進んでいると考えられる。対して現行品では境界部分に空隙や境界線が視認でき、接合度合としては第9回品よりも弱いと考えられる。第9回SUS316L材とSUS304フルマルテンサイト材の接合境界は、一般材と比較して差異は認められず、境界線が視認できることから接合度合は弱いと考えた。第9回品の各部ゆがみ測定の結果を図2-2-10に示す。ダイヤフラムと流路材をSUS304フルマルテンサイト材からSUS316Lに切り換えたことでゆがみが解消または減少することが確かめられた。このことはSUS304フルマルテンサイト材が超塑性発現材であり、700℃以上の温度で超塑性を発現するため応力に対する変形能が高く、ゆがみを生じやすくしていたと考えられる。一方、SUS316L一般材は超塑性を発現しないため、800℃となっても応力に対する変形能は低いため、各部にゆがみは生じにくいと考えられる。SUS304フルマルテンサイト材の接合では、一部にSUS316L材等の一般材を挟みこむことで変形を抑制しながら接合を行う加工ノウハウを構築できた。

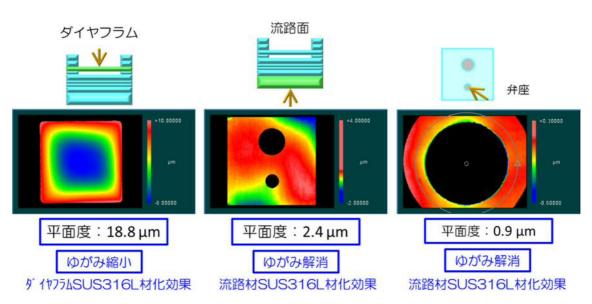


図 2-2-10 第9回接合品のゆがみ測定結果

第9回接合品をMMPにアッセンブリー後にリークテストを受けたところ、吸い込み側からの加圧時に一部に漏れが生じた。このことは流路内部で接合が不十分な箇所があることが考えられた。原因としては突出し工法を採用した弁の一部にゆがみが発生しており、これを突出し金型の構造を見直して解消した。加えて、弁に用いた SUS304 強加工微細材がフルマルテンサイト材と比較しオーステナイト相が一部に残ることで接合性能を下げることを懸念し、弁と弁の層間に SUS304 フルマルテンサイト材を挟み込み、低温接合効果の最大化を図った。さらに、ダイヤフラムのゆがみ抑制を目的として、フレーム材を SUS316L 一般材とした。フレーム材とダイヤフラム材を SUS316L 化すると一般材同士の接合となるため低温接合ができなくなる。そこで、フレーム材とダイヤフラム材にも SUS304 フルマルテンサイト材を挟みこみ、接合境界の一方が SUS304 フルマルテンサイト材であれば低温接合効果を発揮するという、平成26 年度の研究成果を MMP の接合に応用することとした。したがって MMP の材料構成は図2-2-11 に示す形とした。この条件で接合を行った第12回接合品のゆがみ測定結果を図2-2-12に示す。

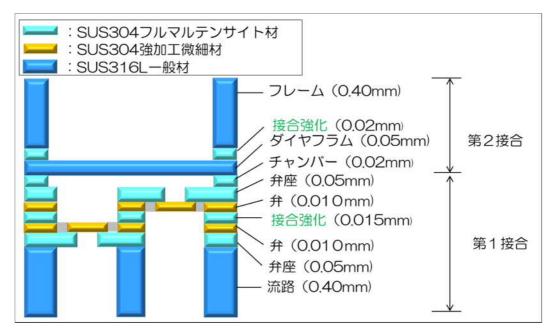


図 2-2-11 第 12 回接合品の材料構成

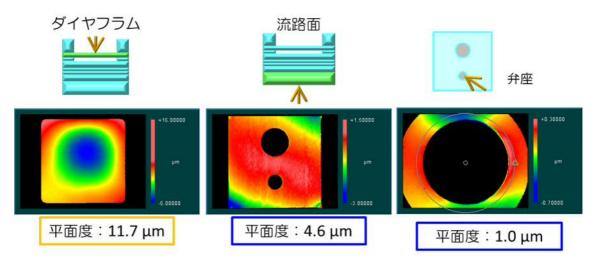


図 2-2-12 第 12 回接合品のゆがみ測定結果

第 12 回のゆがみは、ダイヤフラム平面度は中心部が低く下凹方向に 11.7 $\mu$ m であった。フレーム材の SUS316L への変更から第 9 回品の 18.8 $\mu$ m からは改善が進んだが上凸形状の確保には至っていない。ポンプアッセンブリー後のリーク評価では、現行ポンプと同等以上の密閉性を確保した。弁材ゆがみの解消や、弁と弁の層間に SUS304 フルマルテンサイト材を挟む対策と、拡散接合温度及び加圧条件、保持時間設定の妥当性が検証できた。

ここまで第12回の接合条件の検討から、ポンプのリークテストに合格するまでの接合性と 弁と弁座の密着性を確保する変形抑制条件の抽出に成功した。しかしながら、ダイヤフラム は中心部が凹み、ポンプアッセンブリー時にピエゾ素子との接着の際、不用意に接着材が残 留してしまい、ダイヤフラムの動きが損なわれポンプの流量や吐出圧力を確保できなかった。 これまでは接合時の応力や加圧時間、材料構成を変更してきたがダイヤフラムの凹形状を解 決できなかったため、真因は別になると考えた。そこでこれまで着目をしてこなかった加圧 方法について考えてみた。 アルミナパンチと SUS 材とでは熱膨張率に差がある。これまでの工程は加熱前に加圧を開始していた。当然ながら加温および加熱後には図 2-2-13 のように接合材である SUS 材は高さ方向の中心部外径が最も膨らむ形状を取ると考えられる。この時、ダイヤフラムは図中に示すように上側に凸(ポンプアッセンブリー時はフレームが上側に反転するため、凹となる)となっていると推察される。この形状のままで加温を中止し、除荷後冷却を進めるため加温時の形状が凍結されるのではないかと考えた。そこで、加圧開始のタイミングを、加温完了後に開始すれば熱膨脹率差の影響を最小化できると考えた。さらに、除荷後冷却としていた従前のプロセス



図 2-2-13 加熱時変形状態 (予測)

を、形状凍結性を高めるために工程を逆転させ冷却後除荷とする工程を考えた(図 2-2-14)。



図 2-2-14 加圧順序と冷却・除荷のタイミング

第 17 回評価品のゆがみ測定結果を図 2-2-15 に示す。ダイヤフラムの平面度は中心部が高い上凸形状を確保し、24.9  $\mu$ m とこれまでの凹方向に  $10 \mu$ m の状態から反り方向を逆転させることに成功した。図 2-2-14 で推定したパンチ材と SUS 材の熱膨張率差に起因した変形を、図 2-2-14 で示した加圧開始タイミングの変更と除荷・冷却タイミングの変更により最適化を目指した予測を実証する形で改善を図った。ポンプの性能評価でもリークは確認されず、流量は現行品ポンプを上回る  $4,882 \mu 1/min$  (現行比+44%) を達成した。

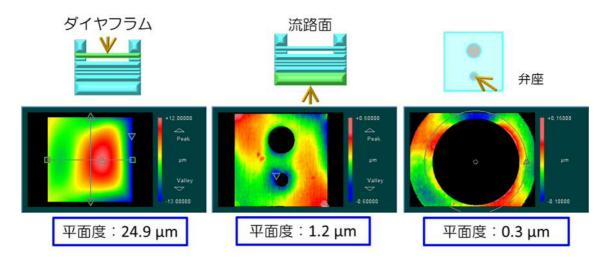


図 2-2-15 第 17 回評価品のゆがみ測定結果

ここまで第 17 回の接合評価により接合条件は最適化できたと判断した。抽出した接合条件は第 1 接合 700  $\mathbb{C}$  -30 分-20  $\mathbb{W}$  -20  $\mathbb{W}$  -20  $\mathbb{W}$  -20  $\mathbb{W}$  -20  $\mathbb{W}$  -20  $\mathbb{W}$  -20  $\mathbb{W}$  -20 -2

### 2-2-3 有機酸塩皮膜条件の抽出

#### 1)目的

SUS304 および SUS316L 材への有機酸塩皮膜条件を引き剥がし試験から接合強度を定量化し 最適化する。

### 2) 目標

# 【目標2】超塑性効果と有機酸塩皮膜を利用した低温拡散接合技術の開発

SUS304 材を99%圧延し、約700℃での拡散接合試験から接合組織観察と強度試験を行い、 最適な接合条件を抽出する。

## 3) 実験方法

## ①実験方針

実験は始めに SUS304 の一般材を用いて、有機酸塩皮膜処理品の処理時間を引き剥がし試験の結果から最適化する。その上で接合温度を変えた試料を引き剥がし試験を行い接合強度の定量化、破面観察による破壊モードの確認を行う。被膜品の持続性評価、皮膜表面の生成物解析、EDX 分析から金属塩の生成状態を確かめる。続いて、SUS316L、SUS304 フルマルテンサイト材の調査、雰囲気による強度差を把握する。これらの結果から有機酸塩皮膜条件の最適化と接合面強化機構を解明する。

## ②実験材料

SUS304 一般材の母材成分を表 2-2-2 に示す。試料は板厚 5mm の基材と引き剥がし試験時に 試料を引っ張るための板厚 0.178mm 材の 2 種類を準備した。

SUS304 フルマルテンサイト材の母材成分は表 2-2-1 と同一材を用いた。

	С	Si	Mn	Р	S	Mo	Со	Ni	Cr	Fe
SUS304 (t5mm)	0.05	0. 41	1. 10	0. 27	0.02	_	_	8. 03	18. 05	Bal.
SUS304 (t0.178mm)	0.05	0.39	1. 10	0.03	0.004	_	_	8. 03	18. 01	Bal.

表 2-2-2 SUS304 一般材化学組成 [mass%]

# ③試料の前処理

SUS304 一般材の基材である 5mm 材と、SUS304 の WC 材表面は、片面をエメリー紙およびバフで鏡面研磨を行い、接合用試料とした。板厚 0.178mm 材は圧延状態のままで試料とした。

#### 4)有機酸塩皮膜処理

試験に使用する有機酸塩は昨年度から使用しているギ酸クエン酸に加えて酢酸の検討も進める。ギ酸は水溶液中100℃ (373K) で煮沸し、クエン酸は175℃ (448K)、酢酸は水溶液中100℃ (373K) で煮沸する。有機酸塩皮膜処理とは、試料表面に有機酸塩皮膜を施すことで自然酸化皮膜を還元除去し、拡散接合時の加熱によって接合面の金属塩が分解することで、金属面が露出し、拡散接合強度の向上を狙う技術である(図 2-2-16)。



図 2-2-16 有機酸塩皮膜の接合強度向上概念図

#### ⑤拡散接合と引き剥がし試験

有機酸塩皮膜処理を行った試料は、荷重制御器にセットし拡散接合用試料とした。拡散接合用の試料形状は、板厚 5mm の基材と板厚 0.178mm の材料を 100mm×5mm の形状に切り出した材料を用いた。0.178mm 材の中央部を外径 5mm 長さ 5mm のインコネルパンチを 147N、294N の荷重で押し付け、窒素中で 1023K~1123K(750°C~850°C)、1800s の条件で接合を行った。接合した試料を取り出した後に引き剥がし試験(ピール試験)を行い、引き剥がし強度を求めた。拡散接合とピール試験の概要を図 2-2-17 に示す。

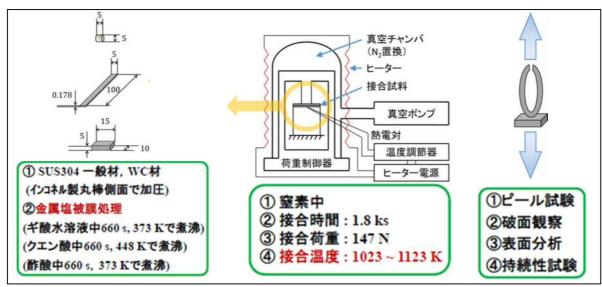


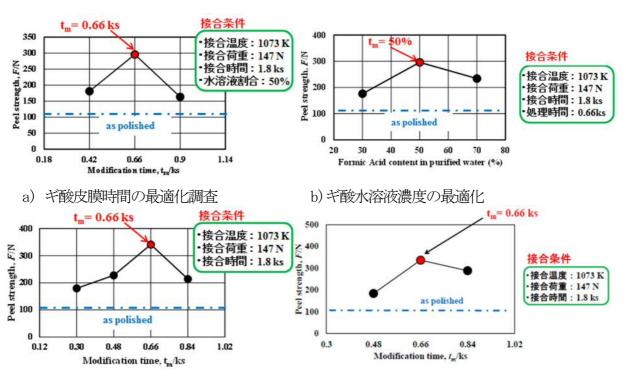
図 2-2-17 拡散接合とピール試験の概要

#### 4) 実験結果

#### 4-1) SUS304 一般材

#### ①有機酸塩皮膜処理の最適化

SUS304 一般材を用いてギ酸およびクエン酸、酢酸の皮膜処理時間を調査した。ギ酸については水容液濃度の最適化調査を行った。調査結果を図 2-2-18 に示す。3 種の酸は共に 660s (11 分)で引き剥がし強度が最大化する結果を得た。ギ酸水溶液は 50%で引き剥がし強度が最大化した。



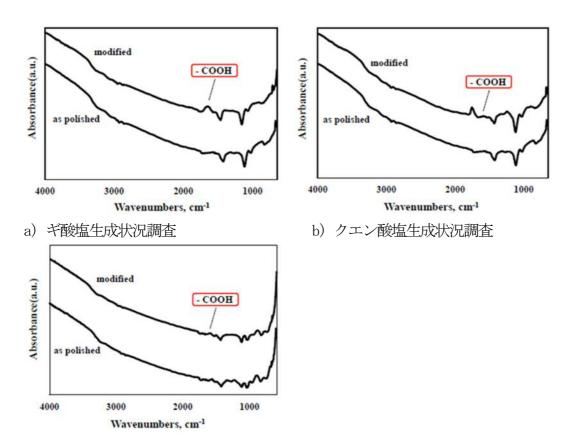
c) クエン酸処理時間の最適化調査 d) 酢酸処理時間の最適化調査 図 2-2-18 ギ酸およびクエン酸、酢酸皮膜時間とギ酸水溶液濃度最適化調査

ここまでの試験結果からギ酸:660s-50%水溶液、クエン酸:660s-原液(100%) にて以降の 試験を推進した。

#### ② 表面分析結果

各皮膜処理品の金属塩生成状態を解明するため、FT-IR によって金属塩の確認を行った。結果を図 2-2-19 に示す。この結果から各皮膜処理品は共通して 1600cm<sup>-1</sup>にピークが認められ、金属塩が生成していることを確かめた。

続いて、皮膜処理品表面の性状変化を皮膜前後の SEM 観察から調査を行った。図 2-2-20 に 調査結果を示す。SEM 写真から皮膜処理後の表面において、ギ酸(formic acid)および暫酸(acetic acid)の表面の一部が白濁しており、表面の性状が変化していることが確認できた。この白濁を起こした 2 種類の皮膜では、金属塩生成に加えて酸洗いの効果が多少含まれる可能性があると考えられた。



c) 酢酸塩生成状況調査

図 2-2-19 ギ酸およびクエン酸、酢酸の FT-IR による金属塩生成状況調査

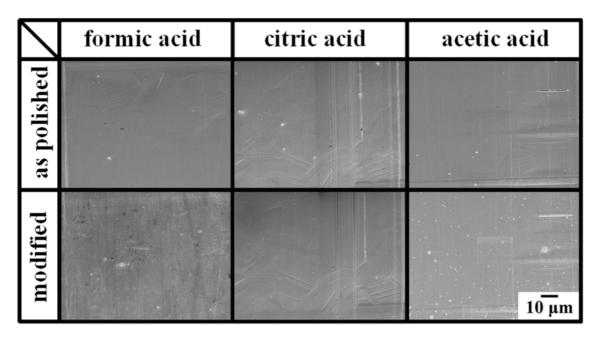


図 2-2-20 皮膜処理後の表面性状変化調査結果

#### ③引き剥がし試験結果

SUS304 一般材を用いて、ギ酸およびクエン酸皮膜、ギ酸による拡散接合を押圧荷重 147N で実施し、引き剥がし強度を調査した。調査結果を図 2-2-21 に示す。皮膜処理を行わない(as polished)材料に対して、ギ酸(Formic Acid)の引き剥がし強度は 1073K( $800^{\circ}$ C)で約 3 倍、

1123K(850°C)で約 4.0 倍の引き剥がし強度を得た。クエン酸 (Citric Acid)、酢酸(Acetic acid)についても同様に、1073K (800°C)で約 3 倍、900°Cで約 4.0 倍の引き剥がし強度を得た。続いて、拡散接合時の押圧荷重を 294N とした場合との引き剥がし強度の比較結果を図 2-2-22 に示す。押圧荷重が 146N から 294N に増加したことで未処理材と各皮膜品の引き剥がし強度が増加することを確かめた。

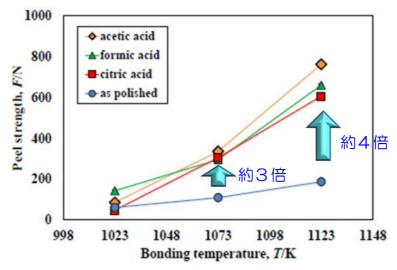
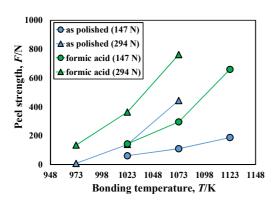
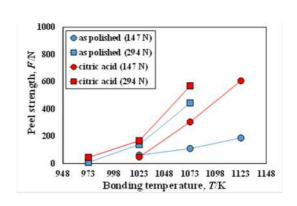
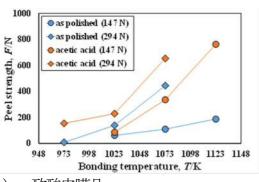


図 2-2-21 SUS304 一般材有機酸塩皮膜品の引き剥がし強度





#### a) ギ酸皮膜品



b) クエン酸皮膜品

#### c) 酢酸皮膜品

図 2-2-22 SUS304 一般材拡散接合荷 147N および 294N 時引き剥がし強度比較

#### ④ 表面観察結果

SUS304 一般材について拡散接合時の押圧荷重を 147N と 294N の 2 種類として、ギ酸 (Formi

c Acid)、クエン酸 (Citric Acid)、酢酸(Acetic acid) 皮膜処理品を拡散接合した。押圧荷重 147 N品は 1023K (750°C)、1073K (800°C)、1123K (850°C)、294 N品は 973K (700°C)、1073K (800°C)、1123K (850°C) で拡散接合した。接合後の試料をピール試験し、引き剥がされた試料の表面を電子顕微鏡で観察した。図 2-2-23 に観察結果を示す。比較として皮膜処理を行わなかった試料(as polished)の結果を示す。図中にはピール試験から得られた引き剥がし強度を付記した。

各皮膜処理は共通して、接合温度が上がると試料の表面の凹凸が大きくなり、押圧荷重が延性的に破断している様子が確認できた。延性的な破断の様子と引き剥がし強度の増加が対応をしていることがわかり、試料界面が活性化して接合状態が強固になることが確かめられた。

$\setminus$	as polished	formic acid	citric acid	acetic acid
T = 1023  K	F = 62 N	F=144N	F = 48 N	F = 86 N
T = 1073  K	F=110 N	F = 296 N	F = 306 N	F = 337 N
T = 1123  K	F=188 N	F = 660 N	F = 606 N	F = 762  N

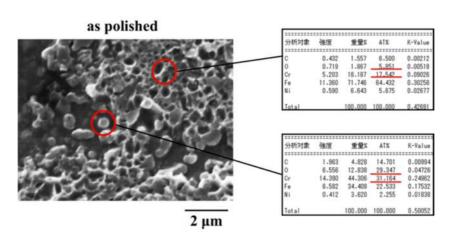
a)押圧荷重 147N 品の引き剥がし面 SEM 観察結果

	as polished	formic acid	citric acid	acetic acid
T = 973  K	F = 9 N	F = 135 N	F = 45 N	F = 155 N
T = 1023  K	F = 140 N	F = 365  N	F = 167 N	F = 230 N
$T = 1073~\mathrm{K}$	F = 444 N	$F = 763 \mathrm{N}$	F = 569 N	F = 653 N 10 μm

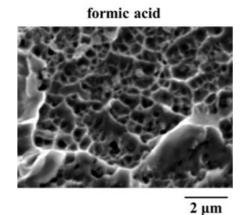
b) 押圧荷重 294N 品の引き剥がし面 SEM 観察結果 図 2-2-23 各皮膜品と未処理品のピール試験後表面 SEM 観察結果

続いて、ピール試験後の引き剥がし面を EDX により酸化膜を調査した結果を図 2-2-24 に示す。試料は  $1123K(850^\circ\text{C})-147N-30$  分で拡散接合品である。未処理材にはクロームを主体とす

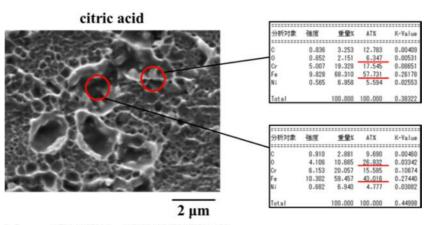
る酸化物が多く存在しており、引き剥がし強度が低く、拡散接合強度が弱い原因の1つにクローム酸化膜の存在があると考えられた。ギ酸(Formic Acid)で皮膜した資料の引き剥がし面には酸化物は確認できず、金属塩皮膜による酸化物還元反応から酸化物が減少したと考えられた。クエン酸(citric acid)皮膜品と酢酸(acetic acid)皮膜品では微量の酸化鉄を検出した。この酸化鉄は金属塩皮膜の熱分解の際に生成したものであると考えられ、酸化還元反応が行われたと考えることができる。ここまでの調査から、各皮膜品では未処理品と比較して酸化還元反応が起きることで接合面が強化され、引き剥がした面が延性破断を起こす過程を確認できた。



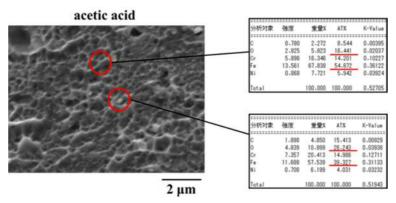
#### a) 未処理材の酸化膜調査結果



b) ギ酸皮膜品の酸化膜調査結果



c) クエン酸皮膜品の酸化膜調査結果



d) 酢酸皮膜品の酸化膜調査結果

図 2-2-24 ピール試験後の引き剥がし面の酸化膜調査結果

#### ⑤ 皮膜持続性調査結果

有機酸塩皮膜処理を行ってから接合を行うまでに時間が経過すると、接合強度がどの程度変化するかを調査した。各試料は1123K(850°C)-147N-30分の条件で接合を行った後に、放置温度323K(50°C)で0s、360s、720s、1080s、1440s 放置後に接合を開始した。接合後の試料は引き剥がし試験を行い引き剥がし強度を調べ、放置時間経過に伴う引き剥がし強度の変化を把握した。調査結果を図2-2-25に示す。a)ギ酸処理では、装置開始から360minでピール強度が上昇し、その後減少した。360min までの領域では未反応の領域が残留したギ酸により金属塩に変化したと推察した。360min 以降では接合表面の再酸化が進行し、ピール強度が減少したと推察した。クエン酸処理品は1440minまで引き剥がし強度の減少は少ない。酢酸処理品は360minで引き剥がし強度が減少し、その後の変化は小さい。放置開始直後から接合表面のCrおよびNiが再酸化したため、ピール強度が減少したと推察される。

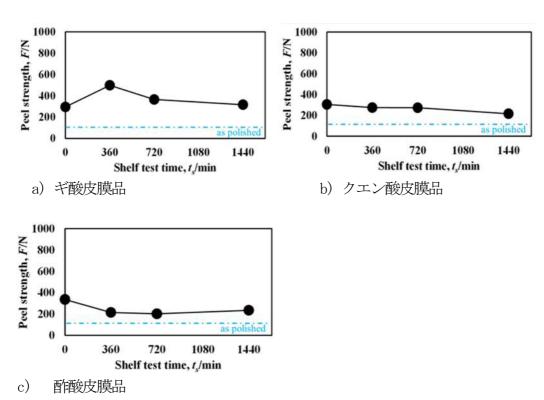


図 2-2-25 各皮膜処理品の持続性調査結果

#### 4-2) SUS304 フルマルテンサイト材

#### ①有機酸塩皮膜処理の最適化

SUS304 材を99%相当の圧延を行い、材料の結晶状態を全てマルテンサイト化したフルマルテンサイト材を用いてクエン酸処理時間の最低化を図った。調査結果を図2-2-26に示す。引き剥がし強度は660s(11分)で最大化した。SUS304一般材の最適化結果も660sであり、SUS 304 材は結晶状態に依らず共通の処理条件を適用できることがわかった。

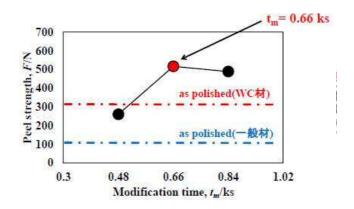


図 2-2-26 SUS304 フルマルテンサイト材のクエン酸時間最適化結果

#### ②引き剥がし試験結果

SUS304 フルマルテンサイト材(WC 材)のクエン酸皮膜処理品の接合温度による引き剥がし強度を未処理材と比較した。また、SUS304 の未処理材およびクエン酸処理材の結果を合わせて表示し、材料結晶状態の違いによる引き剥がし強度差を把握する。調査結果を図 12-2-27に示す。測定結果からフルマルテンサイト材と一般材が共通して、クエン酸皮膜品の引き剥がし強度が 1073K(800℃)以上の温度で上昇することがわかった。SUS304 フルマルテンサイト材は一般材と比較して未処理材でも接合強度が高く、皮膜処理を行うことで一般材の皮膜品を上回る引き剥がし強度を発揮することが確かめられた。

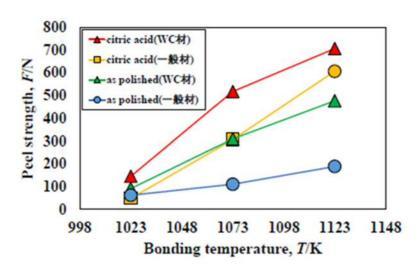


図 2-2-27 SUS304 フルマルテンサイト材 (WC 材) の引き剥がし強度調査結果

#### ③雰囲気と接合強度

ここまでの有機酸塩皮膜の調査は窒素雰囲気中での皮膜効果を調査した。接合環境としてはその他に大気中や真空中( $5\times10^{\circ}$ Pa)での接合環境が考えられる。そこで、これら3種の接合環境における引き剥がし強度をSUS304フルマルテンサイト材のクエン酸皮膜品で比較した。接合条件は $1073K(800^{\circ}C)-147N-1.8ks$ である。図2-2-28に接合後の試験片の外観写真を示す。大気中で接合を行った試料は黒く酸化膜が付着している。窒素雰囲気で接合を行った試料は若干色むらが発生している。真空中で接合を行った試料の表面には酸化物は確認されず光沢があり、外観性能に優れる結果となった。







a)大気中

b) 窒素置換中(5 L/min)

c)真空中(5.0 x 10<sup>-3</sup> Pa)

図 2-2-28 接合雰囲気の違いによる接合後試験片の外観写真

接合雰囲気別の引き剥がし強度試験結果を図2-2-9に示す。接合強度は真空中が最大であり、クエン酸皮膜品と未処理品の強度差が大きくなるのは窒素置換を行った条件であった。クエン酸皮膜処理品の引き剥がし強度は窒素置換中と真空中で大きくは変わらない結果となった。このことはクエン酸皮膜を行えば、酸素が残る窒素置換中でも接合強度を上げられることを示している。

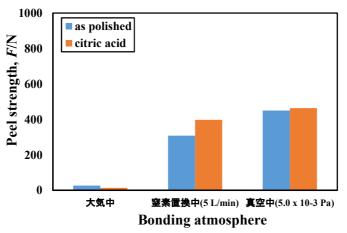


図 2-2-29 接合雰囲気滅の引き剥がし強度

SUS304 フルマルテンサイト材とクエン酸皮膜処理品の接合強化条件をさらに探るため、真空環境において、2 枚の試料接合時に、材料を SUS304 一般材と SUS304 フルマルテンサイト材、皮膜処理条件を未処理品とクエン酸皮膜品として、温度と加圧応力をパラメーターとりして接合断面組織の観察をおこなった。温度は  $700^{\circ}$ C、 $750^{\circ}$ C、 $800^{\circ}$ Cの 3 種類、接合応力は 2.5MPa、5MPa、10MPa の 3 条件とし、接合時間は 30 分、真空度は  $3\times\times10^{\circ}$ Pa で拡散接合を行った。観察結果を図 2-2-30 に示す。SUS304 一般材同士で未処理貧の組み合わせでは、どの条件でも接合は満足にできていない。最も温度が高い  $800^{\circ}$ Cでは 2 枚の試料の内、どちらか一方にクエン酸皮膜処理が施されていれば、接合面の隙間は  $2\mu$ m 以下に抑えられ接合が良好に進むことが

わかった。750℃では応力を10MPa まで高め、2 枚の試料の内、どちらか一方がSUS304 フルマルテンサイト材を使用し、且つ、両方の材料にクエン酸皮膜を処理すると接合が進むことがわかった。

使用材料:SUS304	接合時間:30min								
: クエン酸処理有	800	)°C		750°C	700°C		°C		
黒: クエン酸処理無	5MPa	2.5MPa	10MPa	5MPa	2.5MPa	10MPa	5MPa		
-般材/一般材	O 2um	O Zum	O 2.um_	O	△ Jum	△ Žim	×		
一般材/一般材	O Jum	△ 2 um		△ 2 um_	△ - <u>2 µm</u>				
-般材/一般材	×	×	△ 2 um	×	×	×	×		
-般材 フルマルテン材	O 2.um	O	O 2µm	O 2,um_	O	△	×		
一般材ブルマルテン材	O: 21m	О — · · · — <u>2 µт</u>		<u>∆</u>					
-般材 ブルマルテン材	O	0 - 200			<u> </u>				
-般材 ブルマルテン材	<u>2 µт</u>	∆ 2um		×	×				
フルマルテン材 フルマルテン材			O			×			

図 2-2-30 真空環境におけるクエン酸皮膜処理品の接合断面組織観察結果

#### 4-2) SUS316L 一般材

#### ①有機酸塩皮膜処理の最適化

SUS316L 一般材材料材を用いてクエン酸処理時間の最低化を図った。接合条件は、1073K (800°C)-147N-1. 8ks である。調査結果を図 2-2-31 に示す。引き剥がし強度は 660s (11分) で最大化した。SUS304 一般材の最適化結果も 660s であり、両材料は鋼種の違いに依らず共通の処理条件を適用できることがわかった。

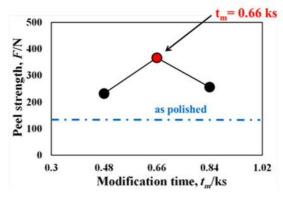


図 2-2-31 SUS316L 一般材のクエン酸時間最適化結果

#### ②引き剥がし試験結果

SUS316L 一般材のクエン酸皮膜処理品の接合温度による引き剥がし強度を未処理材と比較した。接合条件は、1073K  $(800^\circ\text{C})$  -147N-1. 8ks である。調査結果を図 2-2-32 に示す。測定結果からクエン酸皮膜品の引き剥がし強度が 1073K  $(800^\circ\text{C})$  以上の温度で上昇することがわかった。

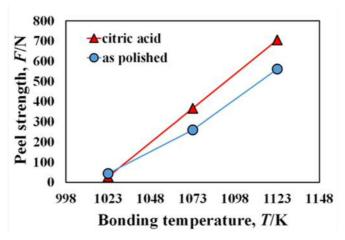


図 2-2-32 SUS316L 一般材クエン酸処理品の引き剥がし強度調査結果

#### 2-2-4【目標2】まとめ

- ・SUS304 材を99%圧延したフルマルテンサイト材の低温短時間機構の解明を図り、700 度-50MPa-60 秒の低温短時間な条件で拡散接合が可能であることを接合組織観察と引き剥がし試験結果から実証した。
- ・メタルマイクロポンプの試作を行い、低温短時間な拡散接合条件の抽出を図った。ポンプ の変形抑制のために SUS316L 一般材を用いることを見出し、加圧開始のタイミングを最適 化し、ダイヤフラム部平面を凸化し、ポンプ性能を確保する加工条件を抽出した
- ・有機酸塩皮膜による接合面強化効果を定量化し、接合機構の解明を進めた。実用的な加工 条件として、800℃の拡散接合では、接合面の一方に皮膜処理を施せば、SUS304 一般材と SUS304 フルマルテンサイト材、何れの組み合わせでも接合面を強化できることを見出した。
- ・SUS304 材を 99%圧延したフルマルテンサイト材を、約 700℃で拡散接合して接合組織観察 と強度試験を行い、最適な接合条件を抽出するとした目標を達成した。

#### 2-3 【目標3】 超塑性を発現する SUS304 材の製造技術開発

#### 1)目的

低温拡散接合に適した SUS304 フルマルテンサイト材と SUS316L 材の製造技術を開発する。

#### 2) 目標

#### 【目標3】超塑性を発現する SUS304 材の製造技術開発

SUS304 材に99%圧延を施し、フルマルテンサイト状態で板厚0.010mm、0.015mm、0.02mm、0.05mm、0.2mmの材料を製作し、安定した圧延条件を抽出する。

SUS316L 材を強加工した超微細材で板厚 0.010mm、0.015mm、0.02mm、0.05mm、0.2mm 材を製作し、安定した圧延条件を抽出する。

#### 3) 開発方法

#### ①SUS304 フルマルテンサイト材の製造技術開発

平成25年度に導入を図ったロールユニットを実験用多機能圧延機に取り付け、圧下率や速度、加熱条件等を制御し圧延条件を抽出した。実験用圧延機で抽出した条件を量産機に展開し、量産機を用いて安定加工技術の開発を目指す。装置外観と試作開発のステップを図2-3-1に示す。製作を行った試料はEBSDによる結晶方位解析と結晶相解析を行った。



<u>Step 1</u> 実験用多機能圧延機 (MVM-1) ラボ試作による加工条件の検証

Step 2 量産機を用いた材料の試作製造 安定加工技術の確立

図 2-3-1 圧延機の外観と試作開発ステップ

#### ②SUS316L 材の製造技術開発

SUS304 フルマルテンサイト材の製造技術開発と同様に、図 2-3-1 に示す試作機と量産機を用いて試作開発を行った。製作を行った試料はEBSD による結晶相解析を行った。

## 2-3-1 SUS304-99%圧延フルマルテンサイト材の低温拡散接合に適した圧延条件 の抽出

試作圧延機を用いて繰り返し逆変態プロセスの採用を図り、図 2-3-2 に示す圧延率と焼きなまし工程からフルマルテンサイト材を製作する加工条件を抽出した。

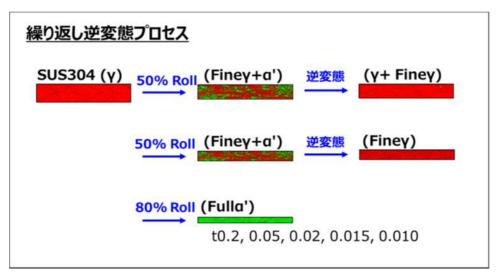


図 2-3-2 SUS304 フルマルテンサイト材製造プロセス

板厚 0.2mm から板厚 0.015mm までの材料については、1回目の量産実機の加工でフルマル テンサイト状態を確保した材料の製造に成功した。量産実機での試作写真を図 2-3-2 に示す。



図 2-3-2 量産実機での試作写真

板厚 0.015 mm 材の EBSD 測定結果を図 2-3-3 に示す。Phase マップから結晶相がほぼ全量が緑色の $\alpha$ '相であり、加工誘起マルテンサイト相となっている様子が確かめられた。板厚 0.010 mm 材については、板厚 0.05 mm 材からの加工をトライしたが機械の加工能力不足により製作を断念した。この原因としては圧延率の設定が最適化できていないと考えた。対策として量産実機で加工に成功した板厚 0.02 mm 材を焼鈍した上で 50 % の圧延を行い、板厚 0.010 mm 材を試作することとした(図 2-3-3)。板厚 0.02 mm から 0.01 mm への圧延は試作圧延機で実施した。加工を行った板厚 0.01 mm 材の EBSD 測定結果を図 2-3-4 に示す。

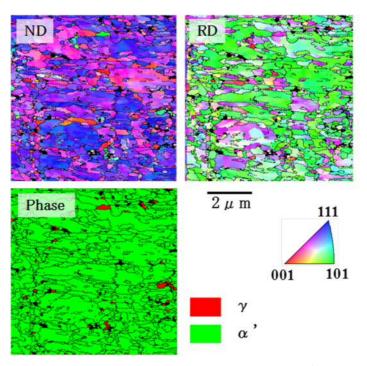


図 2-3-2 板厚 0.015mm SUS304 フルマルテンサイト材 (量産実機製造品)の EBSD 測定結果

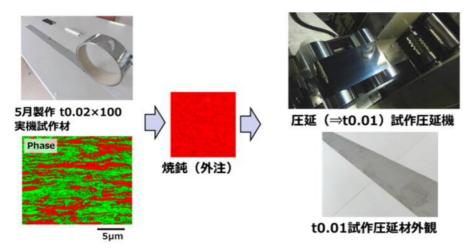


図 2-3-3 板厚 0.01mm 材試作加工のステップ

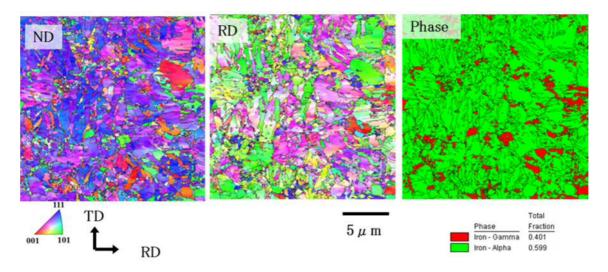


図 2-3-4 板厚 0.010mm SUS304 フルマルテンサイト材 (試作圧延機製造品) の EBSD 測定結果

ここまでの圧延条件の抽出結果より、板厚 0.2mm から 0.01 までの SUS304 フルマルテンサイト材について、量産実機での安定加工条件を抽出できた。最適化を図った材料の圧延条件を図 2-3-5 に示す。生産性加味した製造条件での製品圧延率は 75~80%となった。板厚 0.01mm 材は 66%の圧延率である。

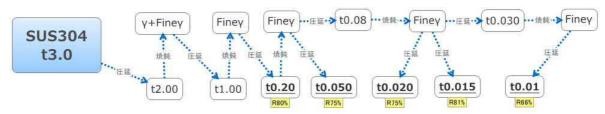


図 2-3-5 SUS304 フルマルテンサイト材の製造条件

以上の開発によって目標とした、SUS304 材に99%圧延を施し、フルマルテンサイト状態で板厚0.010mm、0.015mm、0.02mm、0.05mm、0.2mmの材料を製作し、安定した圧延条件の抽出は、材料の結晶状態をほぼマルテンサイト化した安定製造条件を抽出する形で目標を達した。

#### 2-3-2 SUS316L-99%圧延材の低温拡散接合に適した圧延条件の抽出

試作圧延機を用いて図 2-3-6 に示す圧延率と焼きなまし工程から SUS316L 強加工超微細材を製作する加工条件を抽出した。

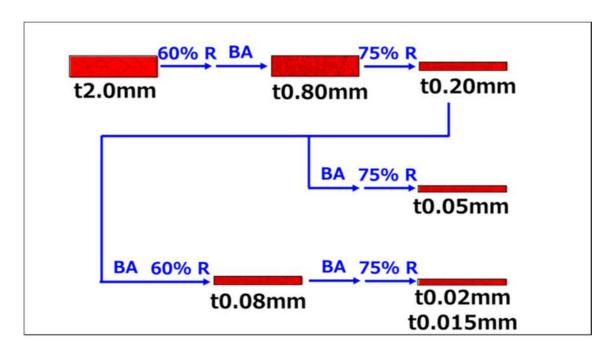


図 2-3-6 SUS316L 強加工超微細材製造プロセス

板厚 0.01mm 材については、SUS304 フルマルテンサイト 0.01mm 材の板厚 0.02mm から 0.01mm かの試作圧延機での製造実績から圧延率の最適化を検討し、図 2-3-7 に示す工程を設定し、図 2-3-8 に示すように量産実機での製造から圧延加工に成功した。製作した板厚 0.01mm 材の EBSD 測定結果を図 2-3-8 に示す。

# 試作工程 $t0.25mm \to t0.08mm \to BA \to t0.08mm \to BA \to t0.03mm$ $\to BA \to t0.01mm \times BA : 光輝焼鈍$

図 2-3-7 SUS316L 強加工超微細 0.01mm 材の製造工程

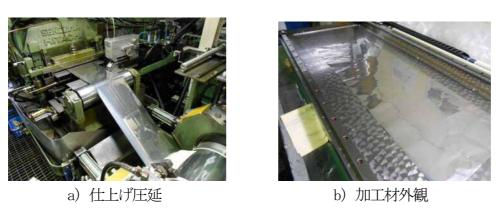


図 2-3-8 SUS316L 強加工超微細 0.01mm 材の量産実機試作写真

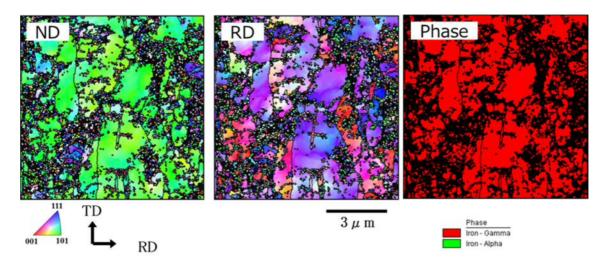


図 2-3-9 板厚 0.010mm SUS316L 強加工超微細材(量産実機製造品)の EBSD 測定結果

ここまでの圧延条件の抽出結果より、板厚 0.2mm から 0.01 までの SUS316L 強加工超微細材について、量産実機での安定加工条件を抽出できた。最適化を図った材料の圧延条件を図 2-3-10 に示す。生産性加味した製造条件での製品圧延率は 75~80%となった。板厚 0.01mm 材は 6%の圧延率である。



図 2-3-10 SUS316L 強加工超微細材の製造条件

以上の開発によって目標とした、SUS316L 材を強加工した超微細材で板厚 0.010mm、0.015mm、0.02mm、0.05mm、0.2mm 材の製作と安定した圧延条件の抽出は、材料の結晶サイズを微細化した安定製造条件を抽出する形で目標を達した。

#### 2-3-3 【目標3】まとめ

#### 1) まとめ

- ・SUS304 で板厚 0.010mm、0.015mm、0.02mm、0.05mm、0.2mmの材料を製作し、材料の結晶状態をほぼマルテンサイト化した安定製造条件の抽出に成功した。
- ・SUS316L 材を強加工した超微細材で板厚 0.010mm、0.015mm、0.02mm、0.05mm、0.2mm 材を製作し、安定製造条件の抽出に成功した。
- ・SUS304 材を 99%圧延したフルマルテンサイト材と、SUS316L 強加工超微細材について、板厚 0.01mm から 0.2mm7 までの安定圧延条件を抽出するとした目標を達成した。

2-4 【目標4】ポンプ吐出圧力 120kPa を実現する高性能ポンプの開発

#### 1)目的

メタルマイクロポンプを試作し、高性能ポンプの製造技術を確立する。

#### 2) 目標

#### 【目標4】

SUS304 フルマルテンサイト材および SUS316L 強加工超微細材を使用し、プレス化を図ったシートを低温拡散接合し、吐出圧力が現状の 90kPa から 120kPa と、従来比 33%向上した高性能メタルマイクロポンプを開発する。

SUS304 の一般材に有機酸塩皮膜を施し拡散接合を行ったポンプを製作し、現行品に対するポンプ性能を評価する。

2-4-1 SUS304 フルマルテンサイト材プレス化シートを使用した低温拡散接合ポンプ の開発

#### 1) 方法

【目標3】で㈱特殊金属エクセルが開発した材料を、【目標1】の㈱小松精機工作所が穴抜き加工を行う。プレス化したシートを産業技術総合研究所が【目標2】で取り組んだ低温短時間な拡散接合によってメタルマイクロポンプを試作する。また、拡散接合境界の一部には【目標2】で群馬大学が取り組んだ有機酸塩皮膜による接合面の強化技術を採用する。試作したメタルマイクロポンプは、川下企業である㈱菊池製作所にピエゾ素子のアッセンブリーとポンプ性能の評価を依頼する。

#### 2) 開発結果

図2-4-1に示すように、今年度は第6回から19回まで合計14回のメタルマイクロポンプの試作を行った。2-2-2項で開発を進めた、SUS316L一般材によるポンプの接合時変形防止策を第7回から採用し、これを第9回から流路部材にも採用を図った。第10回からは弁材と弁座材のプレス化を完了した。第12回で上枠(フレーム)材にSUS316L一般材を採用することで、ポンプの拡散接合時の変形を最小化した。課題であったダイヤフラムのゆがみは、第16回以降で目標とした中心部が高く凸化した上凸形状を確保した。その後19回までのポンプ試作からポンプ性能の向上を図った。

図 2-4-2 に主なメタルマイクロポンプの試作条件と、ポンプ性能評価の結果を示す。ポンプの性能評価はまず、IN 側および OUT 側のリーク評価を受け、ポンプが漏れや変形を生じることなく拡散接合ができているかの評価を受けた。この後に吐出流量を評価し性能を確認した。リークテストは IN 側および OUT 側で第 11 回試作以降、リークがない接合条件の抽出が行えた。流量は第 12 回接合品で 2, 189  $\mu$  1/min を計測したが、現行品ポンプの 3, 381  $\mu$  1/min には及ばなかった。第 14 回および第 15 回ではリーク性能が下がった。これは流量性能向上に向けて弁の動きをスムーズにするために、弁座の表面に小さなくぼみを複数プレス成形し

た結果である。液体搬送時に弁座と弁の間の表面張力を下げる効果を見込んだが、成形した 弁座がゆがんだために漏れが発生したと考えた。第 17 回品では弁座のくぼみ成形を無くした、 通常のプレス品に戻した。ダイヤフラムゆがみが上凸方向に  $24\,\mu$ m レベルで接合できたこと が起因し、流量は現行品を上回る  $4,852\,\mu$   $1/\min$  を確保した。第 19 回品では、【目標 2】で最 適化を進めたクエン酸皮膜処理を変形防止用の SUS316L 材に施し、拡散接合面の強化を図っ た。ポンプ流量は  $4,990\,\mu$   $1/\min$  の最大流量を記録し、現行品の流量に対して+48%増となる 高性能ポンプの開発に成功した。

/ <del>*</del>	<b>□</b> ₩h	第6回	第7回	第8回	第9回	第10回	第11回	第12回
依頼[	回数	(2015.07.03)	(2015.10.21)	(2015.11.10)	(2015.11.18)	(2015.11.24)	(2015.12.02)	(2015.12.07)
材	料	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材
ダイヤ ム		SUS304 フルマルテン材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材
流路部材		SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材
		0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	O.4mm×1枚	0.4mm×1枚	O.4mm×1枚	O.4mm×1枚
上枠	部材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS316L一般材
		0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	O.4mm×1枚
接合	第1	760℃、30 分、10MPa	760℃、30分、 10MPa	760℃、30分、 5MPa	760℃、30分、 5MPa	740°C、30分、 5MPa	720°C、30分、 5MPa	700℃、30分、 20MPa
応力	第2	760℃、30 分、15MPa	800℃、10分、 5MPa	800℃、10分、 5MPa	800℃、5分、 5MPa	780℃、5分、 5MPa	760℃、10分、 5MPa	760℃、10分、 5MPa
弁座	≅材	レーザーカット 品	レーザーカット品	プレス品	プレス品	プレス品	プレス品	プレス品
S字/ (弁		0.010mm (レーザーハー フカット)	0.015mm 電磁プレス品	0.015mm 電磁プレス品	0.010mm 突出しブレス品 (最適化前)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)
ダ イヤフ がる		∐28μm ∐33μm	<u></u> □31μm	凹19μm	凹19μm	19.7μm, 120.9μm	Ш24.8 μm <b>.</b> Ш22.7 μm	凹11.7μm

a)第6回から第12回までのポンプ試作条件

(L+T)		第13回	第14回	第15回	第16回	第17回	第18回	第19回
依頼I	回数	(2015.12.14	(2015.12.24)	(2016.01.08)	(2016.01.26)	(2016.02.05)	(2016.02.16)	(2016.02.16)
材	料	SUS304 フルマルテン材						
ダイヤ ム		SUS316L一般 材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材
流路		SUS316L一般材						
		0.4mm×1枚	0.4mm×1枚	O.4mm×1枚	0.4mm×1枚	0.4mm×1枚	O.4mm×1枚	O.4mm×1枚
上枠	部材	SUS316L一般材						
		O.4mm×1枚	0.4mm×1枚	O.4mm×1枚	0.4mm×1枚	0.4mm×1枚	O.4mm×1枚	0.4mm×1枚
接合	第1	700℃、30 分、20MPa	700°C、30分、 20MPa	700°C、30分、 20MPa	700°C、30分、 20MPa	700°C、30分、 20MPa	700°C、30分、 20MPa	700℃、30分 <b>、</b> 20MPa
応力	第2	760℃、10 分、5MPa	760℃、10分、 4MPa	760℃、10分、 4MPa	760℃、10分、 20MPa	760℃、10分、 10MPa	760℃、10分、 20MPa	800℃、10分、 10MPa
弁座	≅材	プレス品						
S字/		0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.011mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.012mm 突出しプレス品 (最適化後)
ダ イヤフ がる		凹16.3 <i>μ</i> m	<u></u> 11.6μm	凸8.5 μm 凸13.9 μm	∆7.5 μm ∆9.5 μm	凸24.9μm 凸24.0μm	凸8.6μm 凸4.4μm	凸27.9μm

b) 第 13 回から第 19 回までのポンプ試作条件 図 2-4-1 メタルマイクロポンプの試作条件

依賴	回数	第6回 (2015.07.03)	第7回 (2015.10.21)	第8回 (2015.11.10)	第9回 (2015.11.18)	第10回 (2015.11.24)	第11回 (2015.12.02)	第12回 (2015.12.07)
ダイヤフラム 材		SUS304 フルマルテン材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材
上枠部材		SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS304 フルマルテン材	SUS316L一般材
		0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	0.2mm×2枚	0.4mm×1枚
接合	第1	760°C、30分、 10MPa	760℃、30分、 10MPa	760℃、30分、5MPa	760℃、30分、5MPa	740°C、30分、5MPa	720°C、30分、5MPa	700℃、30分、 20MPa
応力	第2	760℃、30分、 15MPa	800℃、10分、5MPa	800℃、10分、5MPa	800℃、5分、5MPa	780°C、5分、5MPa	760°C、10分、5MPa	760℃、10分、5MPa
弁』	座材	レーザーカット品	レーザーカット品	プレス品	プレス品	プレス品	プレス品	プレス品
	『バネ 弁)	0.010mm (レーザーハーフカッ ト)	0.015mm 電磁プレス品	O.O15mm 電磁プレス品	0.010mm 突出レプレス品 (最適化前)	0,010mm 突出レブレス品 (最適化後)	0,010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)
	2弁の 関対応	無	無	無	無	有 (フルマルテン材挿 入)	有 (フルマルテン材挿 入)	有 (フルマルテン材挿 入)
	ヷ み	Ш28μm Ш33μm	<b>⊡</b> 31μm	<b>∐</b> 19μm	<b>∐</b> 19μm	∐19,7μm, ∐20.9μm	∐24.8μm、 ∐22.7μm	<u></u> 111.7μm
	ーク <b>√</b> 側)	Δ	0	0	Δ	0	0	<b>©</b>
	ーク <b>丌側</b> )	×	Δ	Δ	×	0	0	<b>©</b>
	范量 (OkPa)	2,165 <i>µ</i> 1/min	1,863 μ1/min	1,643 μ1/min	1,225 μl/min	1,190 µ l/min	516 μ1/min	2,189 µ1/min
現行	地殿 品流量 (OkPa)	2,922 <i>µ</i> √min	3,381 µ1/min	3,381 μl/min	3,381 μ1/min	3,381 μ1/min	3,381 µ1/min	3,381 μl/min
備	諸				弁の貼り付き発生 弁にゆがみ有り	積層間違い ダイヤフラム動作不良	ダイヤフラム動作不良	

a) 第6回から第12回までの試作ポンプ評価結果

備	*	第12回リビート	弁座面荒らし加工	弁座面荒らし701工	チャンパーレス化 高吐出圧対応		チャンパーレス化 高吐出圧対応	クエン酸皮積処理
現行	也般 品流量 OkPa	3.381 μ1/min	3.381 ul/min	3.381 ±1/min	3.381 <i>ul/min</i>	3.381 µ1/min	3.381 <i>u</i> 1/min	3.381 µl/min
	OkPa)	2342#1/min	1.883 µ1/min	3.272 µV min	691 µ1/min	4.882 u1/min	1.211 ul/min	4.990 μl/min
	-ク IT側)	0	Δ	Δ	0	0	0	0
(IN	14 (50)(3	0	Δ	Δ	0	0	0	0
	うかゆか み	≌16.3.μm	∰11.6.μm	∆8.5µm ∆13.9µm	∆7.5 um ∆9.5 um	∆24,9 µm ∆24,0 µm	∆8.6µm △4.4µm	∆27.9 µm
弁と層間		有 (フルマルテン材挿 入)	有 (フルマルテン材揮 入)	有 (フルマルテン村挿 入)	有 (フルマルテン材類 入)	有 (フルマルテン材類 入)	有 (フルマルテン材類 入)	有 (フルマルテン材制 入)
	バネ 弁)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しブレス品 (最適化能)	0.010mm 突出しプレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しブレス品 (最適化後)	0.010mm 突出しブレス品 (最適化級)	0.010mm 突出しブレス品 (最適化後)
弁目	奎材	プレス品	プレス品	プレス品	ブレス器	プレス器	プレス器	プレス器
むカ	第2	760°C、10分、5MPa	760°C, 1055, 4MPa	760°C、10%、4MPa	760°C, 1053. 20MPa	760°C, 10%, 10MPa	760℃、10分、 20MPa	800°C、10%、 10MPa
衰合	第1	700°C, 30%, 20MPa	700℃、30分。 20MPa	700°C、30±3、 20MPa	700°C, 30%. 20MPa	700°C, 30%, 20MPa	700°C, 30%, 20MPa	700°C, 30%, 20MPa
T1+0014		0.4mm×1枚	0.4mm×1枚	0.4mm×1 校	0.4mm×1枚	0.4mm×1权	0.4mm×1 权	0.4mm×1枚
上枠部材		SUS316L-股村	SUS316L-19H	SUS316L-股村	SUS316L-股村	SUS316L—₩M	SUS316L-設材	SUS316L一般材
	フラム オ	SUS316L一般材	SUS316L-19H	SUS316L-18H	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材	SUS316L一般材
依賴	回数	第13回 (2015.12.14)	第14回 (2015.1224)	第15回 (2016.01.08)	第16回 (2016.01.26)	第17回 (2016.02.05)	第18回 (2016.02.16)	第19回 (2016.02.16)

b) 第 13 回から第 19 回までの試作ポンプ評価結果 図 2-4-2 メタルマイクロポンプの試作条件と性能評価結果

第 19 回評価品の積層構成材料を断面図で図 2-4-3 に示す。第 2 接合部で使用するダイヤフラム材とフレーム材は変形防止用に SUS316L 材を使用している。この 2 つの SUS316L 一般材を使用した材料に、2-2-3 項で開発を進めたクエン酸塩皮膜を施し、第 1 接合 760  $\mathbb{C}$  -30 min-2 0 MPa、第 2 接合 800  $\mathbb{C}$  -10 min-10 MPa の条件で拡散接合を行った。第 2 接合後のメタルマイクロポンプの接合組織を図 2 -4 -4 に示す。各層の接合界面に空隙はほとんど見られず、拡散接

合が適格に行われていると考えられる。境界①と境界⑩はSUS316L 材で境界1はクエン酸皮膜処理を行い、境界⑩はクエン酸皮膜処理を行っていない条件である。そこで、この2つの境界を拡大して観察した。

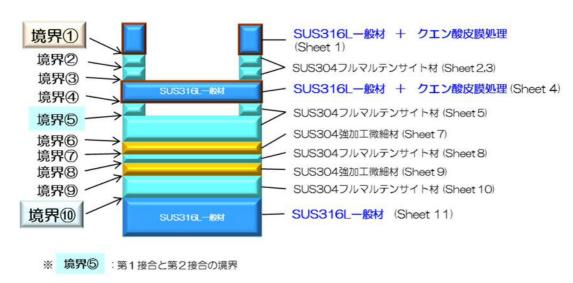


図 2-4-3 第19回評価品の積層構成材料

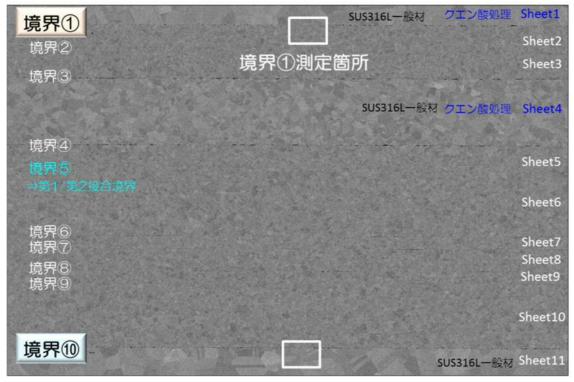


図 2-4-4 第 19 回評価品のメタルマイクロポンプ断面接合組織観察結果

図 2-4-5 にクエン酸皮膜処理の有無による接合状態差の観察結果を示す。図で左側の境界 ①がクエン酸皮膜有りの条件で、右側境界⑩がクエン酸皮膜無しの条件で拡散接合を行っている。境界①のクエン酸皮膜有りの条件では、接合境界面の空隙が断続で、接合境界が消えつつある。特に、SUS304 フルマルテンサイト材側から SUS316L 材に向かって接合組織に色むらが確認でき、この箇所で拡散が進み再結晶粒を形成しつつあるのではないかと推察した。境界⑩では空隙の数が増加し、接合境界が明瞭に視認できる。ステンレス材の拡散接合過程として、金属塩による界面活性効果がしっかりと境界①で発揮され、わずか10分の接合で接

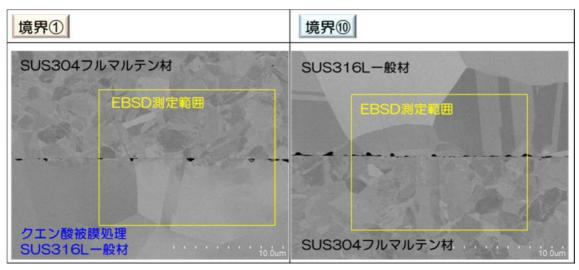


図 2-4-5 クエン酸皮膜有無による第 19 回評価依頼品の接合組織比較結果

続いて、図2-4-5で確認した組織のEBSD (Electro Back Scatter Diffraction) 観察結果 を図 2-4-6 に示す。境界①では、接合境界面をまたぐ形で微細な結晶粒が測定できた。一方、 境界⑩では接合面をまたいだ微細結晶粒は観察できなかった。ここまでの結果から SUS316L 一般材にクエン酸皮膜処理を行うことで、800℃-10 分-10MPa の接合条件時に素材表面が酸化 還元され、再結晶粒が生成されるまで接合が進むことが明らかとなった。目標とした「SUS30 4の一般材に有機酸塩皮膜を施し拡散接合を行ったポンプを製作し、現行品に対するポンプ性 能を評価する。」とした内容は、SUS316L一般材とSUS304フルマルテンサイト材の境界面の接 合組織を強化し、現行品を上回る流量性能を確保したことで、目標を達成した。

第19回評価品の川下企業での評価結果を図2-4-6に示す。

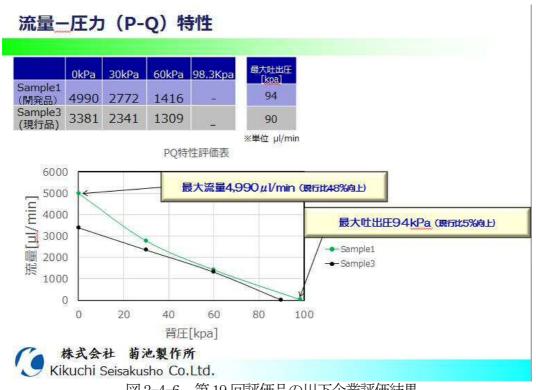


図 2-4-6 第 19 回評価品の川下企業評価結果

この結果から、開発品の流量は背圧が 0kPa から 94kPa までの全ての段階で、現行品に対して同等以上の性能を示している。最大吐出圧力は開発品が 94kPa で、現行品の 90kPa に対して 5%上回った性能を確保した。当初目標としていた 120kPa の吐出圧力には至らなかった。

#### 2-4-2 高圧化対応メタルマイクロポンプの開発

#### 1) 方法

2-4-1 項で開発を進めた現行品の最大吐出圧は現行品の 90kPa 程度であったため、アドバイザーにアドバイスを求め、ダイヤフラムのチャンバーを無くし、ダイヤフラムの動きと搬送液体の追従性を上げることで吐出圧力の増加が期待できることがわかった。そこで、チャンバーレスポンプを試作し、ポンプ性能の評価を行った。

#### 2) 開発結果

図 2-4-1 b)、図 2-4-2 b)に示した実験結果の内、第 18 回評価品がチャンバーレスメタルマイクロポンプの評価結果である。接合条件は、第 1 接合  $700^{\circ}$ C-30min-20MPa、第 2 接合  $760^{\circ}$ C-10min-20MPa である。接合の結果は、ダイヤフラムゆがみは上凸形状を確保し、ポンプの性能評価はリークテストに合格した。流量は  $1,211 \mu 1/min$  とチャンバーが有る通常のポンプよりも減少した。流量の減少はチャンバーレス化によりダイヤフラムの振幅が下凹方向に取れなくなったことが主因である。

第 18 回品では、流量確保、吐出圧力上昇を目的として、構成材料の最適化やレーザー加工を一部に施した。図 2-4-7 にチャンバーレスメタルマイクロポンプの構成材料を示す。図中、第 2 接合面との境界には、チャンバーが無く SUS304 フルマルテンサイト材のダイヤフラムが配置されている。これまでの変形防止を目的とした SUS316L 一般材から、接合強度確保を優先して材料を変更した。SUS304 フルマルテンサイトのダイヤフラムと、第 1 接合側の弁座が第 2 接合時に接触すると接合してしまい、ダイヤフラムが動かなくなる可能性があった。

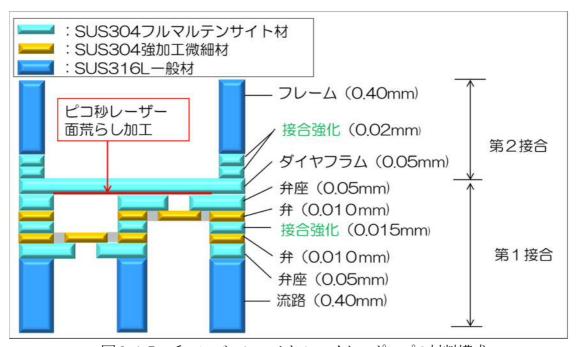


図 2-4-7 チャンバーレスメタルマイクロポンプの材料構成

そこで、この部分を図中赤線で示す範囲でピコ秒レーザー加工による面荒らしおよび酸化処理を行った。

図 2-4-8 に川下企業での第 18 回品評価結果を示す。開発品の最大吐出圧力は 98.3kPa 以上の結果を示し、100kPa の最大吐出圧力を発揮できるとの見解を得た。チャンバーレス化によりメタルマイクロポンプの吐出性能は向上し、現行品の 90kPa に対して 11%増加した 100kPa を確保した。しかしながら目標とした 120kPa を達成することはできなかった。次年度以降で目標の再設定を含めた検討を進め、ポンプ性能の向上を目指していく。

### 高圧化メタルマイクロポンプ P-Q特性

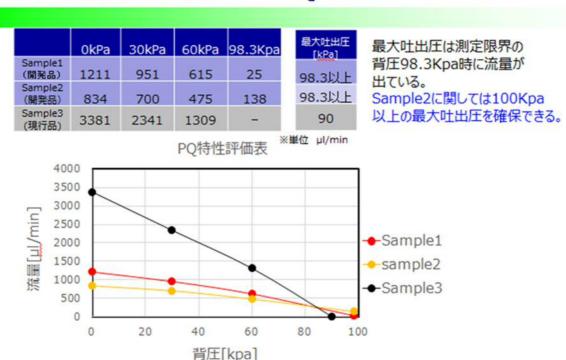




図 2-4-8 高圧化対応メタルマイクロポンプの評価結果

#### 2-4-4【目標4】まとめ

#### 1) まとめ

- ・メタルマイクロポンプ吐出圧力 100kPa (現行比+11%)、吐出流量 4,990  $\mu$  1/min (現行比+48%) の高性能なポンプを開発した。
- ・拡散接合条件を最適化し、材料の選択やクエン酸皮膜による接合面強化、約700℃での低温接合と、合計40分での短時間接合、10~20MPaの低応力接合による変形防止から、ポンプの性能向上を図った。
- ・ポンプ性能は目標とした 120kPa の吐出圧力確保には至らず、現行比 5%増の 100kPa までの達成であった。次年度以降で目標の再設定を含めた検討を行い、高性能ポンプの開発を継

続していく。

#### 2) 次年度への課題

- ・メタルマイクロポンプ高性能化に向けた、吐出圧力目標の再設定の検討と、高性能ポンプ の継続開発
- ・事業化に向けた試作開発の推進と、量産安定加工条件の抽出

#### 2-5 まとめ

- ・これまでの3年間の研究開発によりSUS304超塑性効果を利用した、ナノメートル精度のマイクロ部品開発に成功した。
- ・開発目標を全て達成した。一部ポンプの吐出圧確保には至らなかったが、現行品ポンプを 上回る性能を確保した。
- ・材料から加工までを一貫して最適化し、メタルマイクロポンプの製造技術をこれまでのエッチング加工によるシート材加工からプレス化への切り替えを可能とし、接合条件はこれまでの1000℃-10時間を要したプロセスを、約700℃-0.7時間にまで短縮を図った。
- ・本研究開発は金属 MEMS 製造におけて基本要素となる、大きく4つの加工技術を開発した。 具体的には、①微細結晶材の製造技術開発、②ナノメートル精度のプレスシート材穴抜き 技術開発、③低温・短時間・低応力拡散接合技術開発、④有機酸塩皮膜による接合面強化 技術である。
- ・開発した技術の展開先はポンプに留まらず、インダストリー4.0 や IOT 時代を支えるセンサーなど、今後広く採用が広がることが期待できる。関係開発機関との連携をさらに深め、事業化に向けた安定加工技術の開発を継続していく。

#### 謝辞

推進委員および研究員各位、ならびに関東経済産業局の皆さん、長野県テクノ財団西川様、小林様、アドバイスを頂きました㈱菊地製作所小野様、首都大学東京楊教授、ご協力を頂いた産業技術総合研究所村越様、㈱菊地製作所三田様、その他関係する皆様に御礼を申し上げます。

皆様の適格な指導やアドバイス、討議、献身的な働きによって、ここにナノ精度マイクロ 部品の開発は、高性能ポンプの創出という結果で閉じることができました。

今後も継続して開発を進めるだけでなく、安定した量産加工技術の開発や、詳細条件の開発、事業化準備等、精力的に進めて参ります。

3年間のご協力、ありがとうございました。ここに感謝の意を表します。

#### - 専門用語の解説 -

【超塑性】 金属材料を高温で引張った時に数 100%の伸びが得られる現象。多結晶 材料では結晶の微細化によって発現し、変形に要する力は通常の 1/4 レ ベルまで下がる。

【ナノ】 ナノメートルの略。

【ナノメートル】  $1 \mu \text{ m}$  の 0.001 の単位。 1 mm の 1/1,000,000 の単位

【マイクロメートル】 1mm の 0.001 の単位。

【メタルマイクロポンプ】

金属製の小型ポンプの名称。樹脂製と比較し、体積当たりの吐出流量および吐出圧力が高くできる点で優れる。

#### 【拡散接合】

2つ以上の金属を固体の状態で密着させて加熱することで、接触面で金属原子が相互に拡散して強固に接合される方法。

【エッチング加工】 溶剤を用いて金属を溶かし、所定の形状を製作する技術。

#### 【クリアランス】

雄型のパンチと雌型のダイの隙間のこと。通常のダイ直径から パンチの直径を引いた値の半分の値で表す。

#### 【有機酸塩皮膜】

蟻酸、クエン酸、酢酸などによる金属塩を金属表面に付加すること。 拡散接合では接合時に熱分解し、金属表面を活性化することで、接合 をしやすくする効果がある

#### 【フルマルテンサイト】

材料内の組織が、全てマルテンサイトになっている状態のこと。

#### 【マルテンサイト】

面心立方構造のオーステナイト相が、冷却または加工によって変態し、 体心正方構造に変態した状態。結晶状態を表す記号はα'である。

#### 【オーステナイト】

面心立方晶構造を持った材料鋼の結晶状態のこと。 結晶状態を表す記号は y である。

#### 【ピコ秒レーザー加工】

ピコは一兆分の一の単位。ピコ秒だけレーザーを照射し材料表面を溶かす技術。非常に小さなエネルギーで加工を行うため、高精度な加工が可能。

#### 【ナノステージ】

ナノメートル単位でテーブルを動かす装置。半導体ウエハーの位置決め等に採用されている技術。

【99%圧延】 加工前の板厚に対して 90%圧延を 2 回繰り返し、加工前の板厚に対して 99%板厚を薄くした状態で加工すること。

【ギ酸】カルボン酸の一つ。英名:Formic acid。化学式はHCOOH。

【クエン酸】ヒドロキシ酸の一つ。弱酸性。食品添加物として多用。英名:Citric acid。 化学式: C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>7</sub>

【酢酸】カルボン酸の一種。英名: acetic acid。化学式は示性式 CH3COOH。

