平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「大型放電プラズマ焼結装置による高熱伝導性材料の製造技術」

研究開発成果等報告書

H22年7月

- 委託者 関東経産局
- 委託先 住友精密工業株式会社

目次

第1	章	Ī	研究	3開発の概要	4
1	- 1	砏	F究開	掲発の背景・研究目的及び目標	4
1	-2	2 矽	F究体	\$制および管理体制	5
1	-3	3 反	以果 根	既要	8
1	-4	ιÈ	当該石	研究開発の連絡窓口	8
第2	章	5	本謠	â	9
2	- 1		目的	5	9
2	-2	2	原料	- 斗および製作手順	9
	2	2-2	-1	原料	9
	2	2-2	-2	複合材製作手順	10
2	-3	3	焼繑	吉試験方法	
	2	2-3	-1	焼結装置	
	2	2-3	-2	焼結型	
	2	2-3	-3	焼結条件	
	2	2-3	-4	試験内容	
	2	2-3	-5	充填方法	12
2	-4	ŀ	マト	リックスの焼結試験結果	13
	2	2-4	-1	試験概要	13
	2	2-4	-2	離型性	13
	2	2-4	-3	焼結型の温度分布	13
	2	2-4	-4	多段焼結時の分離性および形状	13
2	-5	5	複合	合材の焼結試験	15
	2	2-5	-1	試験概要	15
	2	2-5	-2	单段焼結	15
	2	2-5	-3	多段焼結	15
2	-6	5	焼繑		16
	2	2-6	-1	試験概要	16
	2	2-6	-2	マトリックスの単段焼結試験	16
	2	2-6	-3	マトリックスおよび複合材の多段焼結試験	16
2	-7	,	X 絼	。 【検査	
2	-8	3	加工		19
	2	2-8	-1	加工条件	19
	2	2-8	-2	ーー・··· 加工後サンプル	19
2	-9)	強度		21
2	-1	0	熱特		21
2	-1	1	伝索	丸試験	
_	2	2-1	1-1	目的	
	2	2-1	1-2	実験方法	24
	2	2-1	1-3		24
第3	章	5	全体	▲総括	24

図一覧

Fig. 1	複合材の製作手順	9
Fig. 2	焼結装置外観	10
Fig. 3	焼結型外観	10
Fig. 4	型およびスペーサの構成	11
Fig. 5	焼結型の温度分布	14
Fig. 6	サーモグラフィーでの焼結型温度測定状況	14
Fig. 7	焼結中の焼結型の温度分布(通常条件の場合)	14
Fig. 8	焼結中の焼結型の温度分布(急速昇温の場合)	15
Fig. 9	アルミニウム焼結品の板厚	16
Fig.10	複合材焼結品の板厚	17
Fig.11	装置 B による焼結品の板厚(1)	17
Fig.12	装置 B による焼結品の板厚(2)	17
Fig.13	X 線検査	18
Fig.14	加工試験	19
Fig.15	サンプル加工後外観	20
Fig.16	引張試験片切出位置および試験片形状	20
Fig.17	熱伝導率測定試験片の切出位置および形状	21
Fig.18	熱伝導率測定結果	21
Fig.19	複合材料とアルミニウム板の伝熱性能比較	22
Fig.20	複合材料2枚の伝熱性能比較	23

表一覧

Table 1	使用装置概要	10
Table 2	試験一覧	12
Table 3	加工条件概略	19
Table 4	引張試験結果(#2-6 上段)	20
Table 5	引張試験結果(#2-6 中段)	20

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標
 - (1) 研究背景および目的

ハイブリッド自動車の制御機器、ネットワーク社会を支えるサーバーに代表されるように、パワー半導体(IGBT)が搭載された高性能な半導体機器の需要が増えている。しかし、チップ上のトランジスタの数が増え、かつ、微細化が進展するとともに、発熱量や発熱密度が上昇し、効率的な排熱処理が大きな課題となっている。解決の糸口は、放熱フィンや基板の材料を高熱伝導化し、発熱体の熱を少しでも広い範囲に拡散して、発熱体温度を下げることであり、大阪府立産業技術総合研究所、北海道大学、住友精密工業株式会社は、共同で、熱伝導率が高いカーボンナノチューブ(Carbon Nanotube、CNT)と気層成長炭素繊維(Vapor Grown Carbon Fiber, VGCF)をアルミニウムと複合化した高熱伝導性材料を開発した。本開発では、その高熱伝導性材料を試作品サイズから大型化した素材を製作し、更にそれらを多数個同時に焼結する技術を確立することを目的としている。

(2) 研究内容および目標

これまでの研究により、熱伝導性が非常に高いCNT/VGCF(熱伝導率;約2000W/mK)とアルミニウム(熱伝導率;約2000W/mK)を複合化し、銅の約2倍以上の熱伝導率850W/mK(最高値)となる高熱伝導性材料が得られている。その高熱伝導性材料の製作方法は、原料のCNT/VGCFとアルミニウム粉を、放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering, SPS)による粉末冶金により複合化する。

現在、その高熱伝導性材料を安定的に製作できる形状は、 60×10mm 以内の試作品レベルであり、 実製品への適用は形状的に困難である。そこで本開発で対象とする素材形状は、ハイブリッド/電気自 動車の放熱基盤などの実製品に適用できる大型形状とする。その製作に使用する焼結装置は、素材 形状に合わせた大型放電プラズマ焼結装置を使用する。本開発では、大型放電プラズマ焼結装置を用 いて高熱伝導性材料の大型素材を製作する技術を検討し、更にその素材を多数個同時に焼結する技 術(多段焼結)の検討を行う。

大型放電プラズマ焼結装置による焼結試験では、まず原料としてアルミニウム粉末、アルミニウム板 を用い、単一素材(単段焼結)の焼結試験にて基本的な条件を把握し、更に多数個同時焼結(多段焼結) 試験にて素材が複数個になった場合の焼結条件の把握と、各素材の離型性の検討を行う。それら基本 となる試験を行った後に、CNT/VGCF とアルミニウムからなる高熱伝導性材料の焼結試験を行う。高熱 伝導性材料の焼結は、アルミニウム粉末、アルミニウム板による試験を元に、単段および多段での焼 結試験を行い、焼結条件の最適化を図る。

焼結試験により得られた複合材料は、外観、寸法、X線検査などの非破壊検査と、熱伝導率測定、強 度試験、伝熱試験などの破壊検査により、品質を確認する。なお、破壊検査前には、複合材料の加工 条件を確認するために、真空チャックを用いた加工試験を行う。

1-2 研究体制および管理体制

(1) 研究組織(全体)



(2) 管理体制

事業管理者

[住友精密工業株式会社] (業務管理者:管理部長)



再委託先



[大阪府立産業技術総合研究所]



(3) 研究員

【事業管理者】

住友精密工業株式会社

氏名	所属·役職	備考
今西 輝光	創事業研究部 複合材料実用化チーム アシスタントマネシャー	ΡL
八木 良蔵	技師長	
高橋 教雄	創事業研究部 複合材料実用化チーム チーム長	
佐藤 豊弘	創事業研究部 複合材料実用化チーム マネシャー	
永井 明夫	創事業研究部 複合材料実用化チーム	
佐藤 安彦	創事業研究部 複合材料実用化チーム	
清水 昭之	創事業研究部 複合材料実用化チーム	

【再委託先】

株式会社シンターランド

氏名	所属·役職	備考
竹井 進一	技術部 マネージャー	SL
清水 友和	技術部	
堀口 国博	技術部	

大阪府立産業技術総合研究所

氏名	所属·役職	備考
垣辻 篤	化学環境部化学材料系 主任研究員	
藤原 久一	機械金属部加工成形系 主任研究員	
安木 誠一	機械金属部加工成形系	

国立大学法人北海道大学

氏名	所属·役職	備考
佐々木 克彦	大学院工学研究科 人間機械システムデザイン専攻 マイクロエネルギーシステム研究室 教授	

高熱伝導複合材料の量産化技術開発を目的とし、放電プラズマ焼結装置の大型品の多段焼結技 術開発および後加工などの周辺技術の開発試験を行った。大型品として、350 × 10t の多段焼結に 対する基本特性を調査した。

多段焼結試験では、離型材や各段の離型方法の工夫により、焼結型からの離型性および各段の 離型性を良好にすることが可能となった。焼結条件は基本となる条件を設定することができたが、焼 結装置や焼結段数により最適焼結条件の見直しを行うと更に良好な焼結が実現可能になると思われ る。

多段焼結では、各段で板厚のばらつきが大きくなり、また強度や熱伝導率も同一面内で若干のばら つきが生じることが分かったが、これらは原料セッティング時の厚さ制御を高精度化することにより解 決が可能であると考えられる。

後加工では、真空チャックを用いて加工試験を行った。その結果、設定した加工条件で問題無いことを確認できた。また焼結品から伝熱板を切出して伝熱試験を行ったところ、アルミニウム材に比べ、 優れた伝熱性能を発揮することが確認でき、焼結および後加工が問題無くできていることを確認できた。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

住友精密工業株式会社 創事業研究部 複合材実用化開発チーム アシスタントマネジャー 今西 輝光 電話:06-6489-5885 FAX:06-6489-5910 E-mail:imanishi@spp.co.jp 2-1 目的

高熱伝導複合材大型製品の生産性向上のために、複合材製作に用いる放電プラズマ焼結の多段焼 結技術の確立を目的として本研究開発を行う。

焼結工程では、焼結時の型の温度分布などを定量的に把握して基本となる焼結条件を設定するとと もに、多段焼結での離型性・各段の分離性などを最適にすることを目標として検討を行う。

後加工では、加工条件を把握し、製品品質に悪影響が無いことを確認する。焼結後のサンプルは外 観検査、X 線検査により焼結状況を確認すると共に、熱特性・機械特性調査により、大型製品の品質ば らつきを評価する。

2-2 原料および製作手順

2-2-1 原料

(1) フィラー

複合材の高熱伝導層に使用した高熱伝導フィラーは、気相成長炭素繊維(Vapor Grown Carbon Fiber、以下 VGCF)およびカーボンナノチューブ(Carbon Nanotube、以下 CNT)を用い、 VGCFを主フィラーとし、補助フィラーとして CNT をハイプリッドさせたシートを用いた。

(2) マトリックス

複合材の高熱伝導層に使用したマトリックスは、平均粒径 35µm の純アルミニウム相当の粉 末を用いた。

(3) スキン層

本試験では高熱伝導層の板厚両側にアルミニウム層(以下スキン層)を設けた。スキン層には、 アルミニウム粉末もしくはアルミニウム板を用いた。すなわち、VGCF/CNT-AIの高熱伝導層を 板厚中央とし、板厚上下層をアルミニウム粉末もしくはアルミニウム板とした3層構造にて製作 を行った。スキン層に使用したアルミニウム粉末は、高熱伝導層と同じものを用い、アルミニウ ム板は1000系アルミニウムを用いた。



Fig. 1 複合材の製作手順

2-2-2 複合材製作手順

複合材の製作手順を Fig. 1 に示す。まず高熱伝導層の原料の製作を行い、その高熱伝導層とスキン層の原料を焼結して複合材を製作した。

高熱伝導層の原料製作については、主フィラーである VGCF を湿式法にて分散・配向させ、次に補助フィラーである CNT を VGCF に塗布し、ハイブリッドフィラーを製作した。更にフィラー含有量が 60vol%となるようにアルミニウム粉末とフィラーの配合比を設定し、バインダーを用いて一体のシート 状原料を製作した。

次に高熱伝導層とスキン層の原料を所定の位置にセットし、焼結することで複合材を製作した。

	A	В
メーカー	SPS シンテックス	SPS シンテックス
型番	SPS-9.40 MK-	SPS-9.40 MK-
最大電流	20,000A	30,000A
最大加圧力	300ton	300ton
電極ボア径	250mm	300mm
備考	シンターランド所有設備	Test B で使用

Table 1 使用装置概要



Fig. 2 烷結装置外観



Fig. 3 焼結型外観



Fig. 4 型およびスペーサの構成

2-3 焼結試験方法

2-3-1 焼結装置

焼結装置は、放電プラズマ焼結装置(以下 SPS)を使用した。使用装置の概要は Table 1、装置外観 は Fig. 2 参照。本試験では主として装置 A を用い、装置 B は焼結装置による焼結性の比較調査と、 出力が大きいため焼結段数を多くした試験に用いた。

2-3-2 焼結型

焼結型の外観を Fig.3 に示す。試料に影響を与えず、熱容量が小さい等の点からいずれもグラファ イト製の焼結型を用いた。焼結型は内径 350mm ダイと、外径 350mm のパンチ2 個を組み合わせ て使用した。

焼結装置への焼結型のセッティングは Fig. 4 に示すように、装置の電極板と焼結試験片の間にス ペーサを設けて急激な面積変化により電流の局所集中が無い様にした。また、上下対象とすることで 温度のばらつきを少なくなるようにした。

2-3-3 焼結条件

焼結中の温度モニターは、Fig.3に示すようにパンチ上面に孔加工を行った5箇所孔と、ダイ側面1 箇所の合計6箇所を熱電対により行い、焼結中の温度バラツキを確認した。

焼結条件は、比較的緩やかな昇温条件(条件)と設備能力を最大限発揮させた急速昇温条件 (条件)の2条件にて評価を行った。いずれも時間に対して電流をコントロールすることにより制御を 行った。焼結時の雰囲気は真空とし、加圧力は30MPaとした。昇温後所定の温度域となるよう1時間 保持を行った。冷却は真空雰囲気下での自然冷却とし、保持終了後に電流をオフにした。

2-3-4 試験内容

試験内容一覧を Table 2 に示す。 焼結試験は、 直径 350mm 、 厚さが 11mm もしくは 10mm の形 状を1段のサンプル形状とした。

試験項目 として、スキン層に用いるアルミニウム粉末およびアルミニウム板を用いた単段焼結 により、基本条件の把握と、焼結型の部位による温度分布、離型性調査を行った。次にアルミニウム 板およびアルミニウム粉末を用いて3段焼結を行い、焼結性の確認と各段の分離性を確認した。試 験に使用する設備は、Table1の装置Aを用いた。

試験項目 として、VGCF/CNT-アルミニウムからなる高熱伝導層とアルミニウムスキン層の複合 材原料を使用した場合の焼結性の確認を行った。複合材内の高熱伝導層の配置は、板厚中央の断 面全域に配置するものを"全面"配置とし、板厚中央の一部分(直径 350mm の内の 120 × 220)に配 置させたものを"部分"配置とする。試験に使用する設備は、Table 1 の装置 A を用いた。

試験項目 として、前項までの試験装置に比べて出力の大きい放電プラズマ焼結装置(Table 1 の 装置 B)にて焼結試験を行い、装置による焼結性の差と設備能力による影響を調査した。また、設備 能力を試すために 5 段焼結を行い、焼結性の確認を行った。

Tost No	旃结妆罢	厚さ方向配置			rites 4th ED.米b	ヒートルターン
Test NU	流和衣且	下層(5t)	中間層(1t)	上層(5t)	がポロチ又女父	L-1779-7
1-1	А	AI板	(AI \\ °ウ⁄9 [°] −)	AI板	単段	
1-2-1	А		AI / ን ታ –		単段	
1-2-2	А		AI ሊ°ゥኇ –		単段	
1-2-3	А		AIN゚ウダー		単段	
1-3	А	AI板	-	AI 儿 ሳቃ –	単段	
1-4	А	AI板	(AI ハ ゚ウダー)	AI板	3段	
1-5	А	AI板	-	AI 儿 ፞ ウ タ ፞ –	3段	
1-2-4	А		AI 八°ウダー		単段	
1-2-5	А		AI / [°]ウダ -		単段	
2-1	А	AI板	高熱伝導層 板厚中央全	AI板	単段	
2-2	А	AI 八 ບໍ່ ウ ໑ -	高熱伝導層 板厚中央全	AI ሊ ፞ ウ ቓ ፞ –	単段	
2-3	А	AI板	高熱伝導層 板厚中央全	A I / የ ' ወ -	単段	
2-4	А	AI板	高熱伝導層 板厚中央一	AI板	単段	
2-5	А	AI板	高熱伝導層 板厚中央一	AI 儿 ፞ ウ タ ፞ –	単段	
2-6	А	AI板	高熱伝導層 板厚中央全	AI\(' ウቓ' –	3段	
2-7	А	AI板	高熱伝導層 板厚中央一	AI 儿 ' ウ タ' –	3段	
B-1	В		AIハウダー		単段	
B-2	В		AI ハ[°]ウダー		単段	
B-3	В	AI板	-	AI / ' ሳ ዎ' –	3段	
B-4	В	AI板	-	A Iሊ 'ታቃ' –	5段	
B-5	В	AI板	高熱伝導層 板厚中央一	AI / የ ሳ ዎ –	5段	
B-6	В	AI ' ໂ ບ໋໋໋ -	-	AI ' ሲያን –	3段	

Table 2 試験一覧

2-3-5 充填方法

焼結型への原料の充填は、下部スキン層、中間層(アルミニウムまたは高熱伝導層)、上部スキン 層の順序で行った。充填作業は、グラファイト製のダイと下部パンチを組み合わせた状態で行った。

下部スキン層がアルミニウム粉末の場合には、粉末を型に入れ、可能なかぎり全面が均一な量に なるように均した。更に粉末間のエアーを可能な限り除き、専用冶具により圧粉を行った。アルミニウ ム板の場合には、型の中央になるようにセットした。

中間層が高熱伝導層の場合は、高熱伝導層の原料をダイ内径面全面にセットする全面配置と、板 厚中央の一部分(直径350mmの内の120×220)にセットする部分配置の2種類を設定した。部分配 置の場合には、所定箇所に高熱伝導層の原料をセットし、その周囲にはアルミニウム粉末を入れた。 高熱伝導材層の原料をセットした後、専用冶具により形状を安定させた。

上部スキン層は、下部スキン層と同様に、アルミニウム板もしくはアルミニウム粉末をセットした。ア ルミニウム板の場合には内径中央になるようにセットした。アルミニウム粉末の場合には、粉末を型 に入れ、可能なかぎり全面が均一な量になるように均した。下部スキン層と同様、専用冶具により圧 粉を行った。

原料の充填が完了後、上部のグラファイト製パンチをダイに入れ、それをハンドプレスにて荷重を かけて型の状態を安定させ、その後に焼結作業を行った。

なお、複合材原料と上下パンチの間および多段焼結時の各素材間には、カーボンペーパを挿入した。

2-4 マトリックスの焼結試験結果

2-4-1 試験概要

試験 1-1、1-2-1、1-2-3、1-2-3、1-3 では、アルミニウム粉末、アルミニウム粉末とアルミニウム板 を焼結した場合の焼結性の確認と、離型材塗布による離型性を確認した。また焼結中の焼結型の温 度分布を確認した。

2-4-2 離型性

まず離型性を評価するため、離型材をダイ、パンチ、カーボンペーパに付着させ、離型性の確認を 行った。試験1-1、1-2-1、1-2-3では離型材を塗布せずに試験を行ったが、離型材を塗布しない場合 には、カーボンペーパがアルミニウム焼結体にへばりついてしまい、カーボンペーパの除去作業負荷 が大きくなることが分かった。試験 1-2-2 では、離型材を塗布して試験を行ったが、塗布状態が不適 当であったため、カーボンペーパとパンチがへばりついてしまうことが分かった。試験 1-3 では、離型 材の塗布方法を最適化したところ、離型性が良好になることが分かった。以降の試験では、試験 1-3 と同手法による離型材塗布方法を採用することとした。

2-4-3 焼結型の温度分布

次に焼結型の温度分布について、ダイ側面とパンチ上部5箇所の合計6箇所で温度測定を行った。 代表データとして試験1-2-1温度測定データをFig.5に示す。昇温過程において、パンチ内のA~D 点を比較した場合、開始からある温度までは焼結型外側の温度が高く、それ以上の温度になるとパ ンチ内側の温度が高くなる傾向があることが分かる。キープ時には、パンチ中央で温度が一番高く、 その次にパンチ外側で、ダイ側面が測定ポイントの中で最も低い温度であることが分かる。パンチ中 央とダイ側面ではキープ時に30の温度差があることが分かった。この温度差が製品に及ぼす影響 については、更に考察が必要であるが、現状ではこの温度差があるものとして焼結試験を進めること にする。なお、AI 粉末が溶融しないように、焼結温度のコントロールは、全ての測定ポイントが、焼結 に適する温度範囲内にはいるよう調整を行うこととした。

サーモグラフィーにて、焼結中の型の温度分布を測定した。測定状況は、Fig. 6 参照。試験 1-2-5 では、通常条件での測定を、試験 1-2-4 では急速に昇温した場合の温度分布を調べた。試験はチャ ンバーを大気雰開放させて行い、少し離れた箇所からサーモグラフィーで型の温度測定を行った。通 常の条件での測定結果を Fig. 7、急速に昇温した場合の測定結果を Fig. 8 に示す。通常の条件では、 昇温初期にはパンチとダイ、あるいはダイ内で 80 の温度差が見られるものの、焼結温度付近では 30 程度と温度差が小さいことがわかった。急速昇温の場合には、通常条件と比べ、大きな差異は 見られなかった。ただ、急速昇温の条件では昇温初期の立ち上がりが早いものの、到達温度は通常 条件よりも低くかった。本試験結果から型の温度分布を現状と同等としながら昇温速度を早くすること が出来ることが判った。

2-4-4 多段焼結時の分離性および形状

試験 1-4、1-5 においてそれぞれアルミニウム板の間にアルミニウム粉末を入れた場合、アルミニ ウム板とアルミニウム粉末の組み合わせについて、3段の焼結を行った。各段の間には、離型材を両 面に塗布したカーボンペーパを入れた。焼結後の各段の分離性については、端部のバリを除去して、 スクレイパーを差し込むと、各段問題な〈分離することが分かった。

分離後の各段の形状について、試験1-4、1-5共に外周端部に下段から上段方向に湾曲が確認された。これは、原料が均一な密度でセットされていないことなどが原因として考えられる。また焼結時に板厚方向の温度差のために、焼結進行が場所により異なることなどが推定される。焼結条件は、単段焼結での設定であるが、段数に応じた最適条件の設定も必要と考えられる。

板厚について、面内24箇所で測定を行い、その平均と、最大値、最小値の値を算出した。測定結果をFig.9に示す。図ら分かるように、単段焼結のサンプルでは、板厚のばらつきは0.34~0.89のバラッキがある。多段焼結のサンプルではばらつきが更に大きくなり、殆どが1mmmを超えている。これは粉末充填の不均一性に依存するものと推定され、均一な粉末充填方法の検討が今後必要と考える。



Fig. 5 焼結型の温度分布



(a) サーモーグラフィーでのダイ温度測定
(b) 焼結型のセッティング状態
Fig. 6 サーモグラフィーでの焼結型温度測定状況



Fig.7 焼結中の焼結型の温度分布(通常条件の場合)



Fig. 8 焼結中の焼結型の温度分布(急速昇温の場合)

- 2-5 複合材の焼結試験
 - 2-5-1 試験概要

複合材層の厚さはいずれも1mmとし、試験2-1、2-2、2-3では、複合材を全面配置させ、スキン層 両側をアルミニウム板とアルミニウム粉末の組み合わせで試験を行い、焼結性の評価を行った。2-4、 2-5では複合材を部分配置として、焼結性の確認を行った。2-6 および2-7では、複合材を全面配置、 部分配置として、3 段焼結を行い、焼結性の確認と各段の形状についての評価を行った。

2-5-2 単段焼結

試験2-1、2-2、2-3、2-4、2-5の5条件について、複合材配置を全面もしくは部分配置とし、スキン 層両側をアルミニウム板とアルミニウム粉末の組み合わせにて、試験を行った。昇温状況は、2-4 項 のマトリックスの焼結試験とは若干異なる傾向があったが、高熱伝導材層を全面配置および部分配 置させた複合材とも問題なく焼結を完了した。

焼結後サンプルの板厚測定結果は、Fig.10 参照。スキン層両側がアルミニウム板の 2-1 では、板厚のばらつきが0.36mm程度だが、それ以外では0.6~1.49とかなりばらつきが大きい結果となった。 マトリックスのみの単段焼結と比べ、複合材を入れることで板厚のばらつきが更に大きくなったことが 推定される。

2-5-3 多段焼結

試験 2-6、2-7 にて、複合材を全面もしくは部分配置とし、板厚両側をアルミニウム板とアルミニウム粉末として、焼結試験を行った。多段の場合には、単段に比べ、昇温条件が若干異なることが確認された。2-6 では若干バリが大きく、研削工具にて若干外周部を削ったところ各段が分離できた。 2-7 では同じ電流制御を行ったにも関わらず、昇温時間が他に比べ短くなった。また下部のスペーサが割れてしまった。これは焼結時間が短いために、収縮速度がはやくなり、パンチが片押しになったためと推定される。マトリックスのみの場合と同様に、焼結サンプルの形状は型上方にそるような形となっており、全般的に上方からの片押しになっていることが推定される。焼結条件は、単段焼結での設定であるが、段数に応じた最適条件の設定も必要かと考えられる。

焼結後サンプルの板厚測定結果は、Fig.10参照。板厚の平均値は11程度とターゲットに近い値で あるが、各段の面内板厚のばらつきは0.5~1.14と、単段と同様に大きい結果となった。板厚のばら つきが大きいと後加工工程での寸法設定が困難になるため、量産化に向けては板厚制御の高精度 化も重要課題であると考える。

- 2-6 焼結装置による比較
 - 2-6-1 試験概要

これまでの焼結は Table 1 装置"A"の最大電流が 20000A の装置で試験を行ったが、電流出力が 30000A と 1.5 倍の装置"B"にて焼結試験を行い、比較調査を行った。試験 B-1、B-2 では、アルミニ ウムパウダーを原料とし、これまでと同条件で焼結を行った場合と、更に設備能力を最大限発揮させ た急速昇温試験を行った。試験 B-3、B-6 ではアルミニウム粉末およびアルミニウム板を用い、3 段 焼結を行い、更に試験 B-4 では5段焼結を行った。試験 B-5では、複合材を入れて5段焼結を行い、 その焼結性の評価を行った。

2-6-2 マトリックスの単段焼結試験

B-1 で基本条件の焼結を行ったところ、若干昇温が早いが、傾向は同じであった。パンチ内の温差は14 程度だった。B-2 では、急速昇温を行ったところ、基本条件の1/3の時間で保持温度に達し、パンチ内の温度分布は昇温時に52 最大、保持時には26 の差があった。

2-6-3 マトリックスおよび複合材の多段焼結試験

5 段焼結の B-4、 B-5 では、焼結中に下部スペーサが破損した。焼結中、変位がかなり大きく、ハ ンドプレスによる圧粉では、不十分であった可能性が考えられる。また焼結後、型からサンプルを抜 き取る際、多段焼結試験のサンプル全てでパンチおよびダイの割れ、破損が発生した。サンプル外 観を観察すると、装置 A に比べ、バリが大きい傾向が確認された。板厚内での温度分布が大きくなり、 内部では温度が高くなった可能性が考えられる。3 段焼結、5 段焼結用の焼結条件の設定が必要か と考えられる。電極のボア径に関して、Table 1 に示すように装置 A の 250mm に比べ、装置 B では 300mm と大きく、また焼結中の電圧は装置 B の方が高い傾向がある。装置の仕様による微妙な差 が焼結品性質に影響している可能性も考えられる。

パンチの損傷に対する対策としては、焼結条件の再設定、もしくは焼結型の工夫などが考えられる。



Fig. 9 アルミニウム焼結品の板厚







Fig.12 装置 B による焼結品の板厚(2)



Fig.13 X 線検査

2-7 X 線検査

Fig.13 に代表的なサンプルのX線検査結果を示す。単段焼結のサンプルでは、複合材が板厚中央に 全面入ったものは、一様であり特に欠陥等は無いことが分かる。単段焼結で複合材が板厚中央に部分 的に入ったものでは、複合材が入った部分が明確に分かる。また複合材部とその他アルミニウム部分 のそれぞれについて一様であり、欠陥等は無いことが分かる。多段焼結のサンプルでは、上段、中段、 下段でそれぞれ色調の違いが確認されるが、これは寸法検査の結果からも分かるように、段数を増加 させたことにより、板厚のバラツキが大きくなったためと推定される。これらは、焼結前処理でのアルミニ ウムおよび複合材層の板厚精度を向上させることにより、焼結後の板厚のばらつきを少なくすることが 可能であると考えている。

2-8 加工試験

2-8-1 加工条件

事前評価試験として、大阪府立産業技術総合研究所にて加工試験を行い、その条件を基に、実際の量産設備にて加工を行った。加工条件を Table 3 に示す。加工は、11t の厚さを 3t まで加工を行うこととした。但し引張試験片を行うサンプルの 2-6 上段と中段については、2t まで加工を行った。加工には、真空チャックを用い、サンプル全面を安定して保持し加工を行った。加工試験状況を、Fig.14 に示す。

2-8-2 加工後サンプル

加工後の代表的な状況を Fig.15 示す。スキン層にアルミニウム板を用いた場合には、複合材の板 厚方向の位置制御が良好であり、最終寸法まで加工できた。スキン層にアルミニウム粉末を用いた サンプルでは、高熱伝導層が露出するサンプルが確認された。これは板厚制御が不十分であるため 発生したことが考えられ、今後の課題である。また加工後に色調の鈍い箇所を有するサンプルも確認 されたが、これも板厚制御が不十分のために部分的に焼結不良が発生したものと推定される。

NO	,参考	. 今回	
場所	大阪府立産業技術総合研究所	(株)シンターランド	
装置	東芝機械 ASV650T	MAKINO ASNC-74	
素材形状	350 × 8t	350 × 11t	
最終形状	350 × 5t	350 ×3t(または2t)	
	80 、4 刃、タンガロイ製	80 、4 刃、タンガロイ製	
一一日	カッター ∶EAW13R080M32 0-04	カッター : EAW13R080M32 0-04	
上共	チップ:SWGT13T3AFFR-AJ	チップ : SWGT13T3AFFR-AJ	
	DS1100	DS1100	
回転数	S=2000rpm	S=1750rpm	
送り	1000mm/min	500 ~ 900mm/min	
切込	軸方向:0.2、径方向:70	軸方向:0.2、径方向:60	
切削油	ウェット	ドライ、セミドライ	

Table 3 加工条件概略



Fig.14 加工試験



Fig.15 サンプル加工後外観





(a) 試験片切出位置

Fig.16 引張試験片切出位置および試験片形状

	Young 率, GPa	引張り強さ, MPa	全伸び,%	
2-6up-1	33.7	50.8	0.97	
2-6up-2	46.9	55.8	5.85	
2-6up-3	38.6	30.5	0.66	
2-6up-4	39.9	45.7	0.90	
2-6up-5	34.5	38.5	2.03	
平均	38.7	44.3	2.08	

Table 4 引張試験結果(#2-6 上段)

Table 5 引張試験結果(#2-6 中段)

	Young 率, GPa	引張り強さ, MPa	全伸び、%
2-6md-1	56.4	78.4	1.30
2-6md-2	59.5	87.9	1.52
2-6md-3	33.9	43.4	0.69
2-6md-4	67.9	98.7	2.36
2-6md-5	47.8	59.6	1.16
平均	53.1	73.6	1.41





2-9 強度試験

2-6 の3段焼結の内、上段と中段から引張試験片を切出して評価を行った。引張試験片の切出位置お よび試験片形状はFig.16 参照。上段の試験結果はTable 4、中段の試験結果はTable 5 参照。引張強さ を比較すると、図表から分かるように、上段、中段共に中央から切出した NO.3 の値が、面内で最も低く、 NO.5 が次に低いことが分かる。面内で複合材の焼結性に差が生じている可能性が考えられる。上段と中 段を比較した場合には、中段の方が高い値を示す傾向があった。

2-10 熱特性試験

2-6 の3 段焼結試験片の内、上段の試験片から熱伝導率試験片を切出して、面内の熱伝導率の分布 を調査した。試験片を切出、熱特性の評価を行った。試験片の切出位置および試験片形状は、Fig.17 参 照。測定結果は Fig.18 参照。X 方向では、サンプル中央に近い No-3 および No-4 の試験片で、熱伝導率 が低い傾向があることが分かった。Y 方向でも、同じ〈中央に近い No-3 で最も低い値が確認された。引張 強さも中央で最も低い値が確認されたが、外周部と中央部では焼結状態が異なる可能性が考えられる。



(a) 開始時のサーモグラフィー画像







アルミ板と複合材料の伝熱温度差 アルミ板と複合材料の伝熱温度 8.0 45.0 7.0 40.0 6.0 35.0 5.0 30.0 $\overline{}$ 25.0 4.0 温度(3.0 2.0 15.0 ・アルミ板ヒーター側 ・アルミ板端部 1.0 10.0 TP-2と-ター側 TP-2端部 アルミ板 温度差 5.0 0.0 TP-2 温度差 0.0 -10 60° 61° 62° 62° 66° 61° 66° 62° 42° 42° 43° 45° 45° 45° 45° 40° 42° 42° 45° 40° 45° 40° 時間(分) 時間(分) (e) 各ポイントの温度変化 (f) TP 内温度差の変化





(a) 開始時のサーモグラフィー画像





(b) 5 分後のサーモグラフィー画像





Fig.20 複合材料2枚の伝熱性能比較

2-11 伝熱試験

2-11-1 目的

複合材料の高熱伝導性が有効に作用していることを確認する為に、サーモグラフィー装置を用い伝 熱状態の比較検討を行った。

2-11-2 実験方法

実験は試験片にヒーターを取り付け、10Wの負荷にて加熱し、その際の温度分布状況をサーモグ ラフィー装置にて観察した。試験片は3段焼結した#2-6の内、上段の素材から200×100×2tの板状 試験片を2枚切り出した。また同サイズに合わせたアルミニウム板(3003材)を用意し、複合材料との 比較検討を行った。

2-11-3 実験結果

Fig.19およびFig.20に実験結果を示す。Fig.19は、複合材料とアルミニウム板の伝熱性能の比較結果である。サーモグラフィの画像から分かるように、複合材はアルミニウムに比べ、熱の伝わりと均熱が早いことが分かる。(e)(f)は、サーモグラフィー装置から読み取ったヒーター側と端部の温度であるが、複合材はアルミニウム板に比べ端部の温度上昇が早く、また一定時間経過後はヒーター側の温度が低く、伝熱特性が高いことが分かる。

Fig.20は、複合材料2枚の伝熱性能の比較結果である。図から分かるように、2枚の伝熱特性はほぼ同等であり、複合材の品質ばらつきは小さいことが分かる。

第3章 全体総括

高熱伝導複合材料の量産化技術開発を目的とし、放電プラズマ焼結装置の大型品の多段焼結技術開発および周辺技術の開発試験を行った。

焼結試験では、マトリックスの焼結試験により、基本となる焼結条件を把握することができた。焼結型の温度 分布はあるものの、30 程度と製品品質には問題ない程度と推定された。更に温度差を小さくするためには、 断熱方法や焼結型の改善や、昇温速度の見直しなどにより更に小さく出来ると考えられる。多段焼結試験では、 離型材や各段の離型方法の工夫により、焼結型からの離型性および各段の離型性を良好にすることが可能と なったが、焼結条件は、焼結装置や焼結段数によりチューニングを行うと更に良好な焼結が可能になると思わ れる。

後加工では、真空チャックを用いて加工試験を行った結果、設定した加工条件には問題無いことを確認できた。また焼結品から板材を切出して、伝熱試験を行ったところ、アルミニウム材に比べ、優れた伝熱性能を発揮 することが確認でき、焼結および後加工が問題無くできていることを確認できた。チャックから試験片が脱落す る不具合も発生したが、真空チャックの安定した使用方法を検討することで解決できると思われる。

多段焼結では、各段で板厚のばらつきが大きくなり、また強度や熱伝導率も同一面内で若干のばらつきが 生じることが分かったが、これらは原料セッティング時の厚さ制御を高精度化することにより解決が可能である と考えられる。

以上により、放電プラズマ焼結装置による高熱伝導複合材料の多段焼結は可能であることが分かり、板厚 制御の高精度化や焼結条件を更に最適化し、前工程および後工程に改良を加えることで、高熱伝導複合材料 の生産性が向上すると考えられる。