

平成 21 年度戦略的基盤技術高度化支援事業

液晶製造装置への WC サーメット溶射の研究開発」

研究開発成果等報告書

平成 22 年 3 月

委託者 近畿経済産業局

委託先 財団法人滋賀県産業支援プラザ

目次

第1章	研究開発の概要	… 1
1-1	研究開発の背景 研究目的及び目標	… 2
1-1-1	研究開発の背景	… 2
1-1-2	研究目的及び目標	… 6
1-2	研究開発体制	… 8
1-2-1	研究組織及び管理体制	… 8
1-3	成果概要	… 11
1-4	当該研究開発の連絡窓口	… 13
第2章	コールドスプレー法におけるテストピースへのWC サーメット溶射皮膜の開発	… 14
2-1	作動ガス温度の高温化	… 15
2-2	WC サーメット溶射材料の開発	… 16
2-3	コールドスプレーの施工条件の開発	… 17
第3章	コールドスプレー法におけるフィルムロールへのWC サーメット溶射皮膜の開発	… 25
3-1	最適なフィルムロールへの施工条件の開発	… 26
第4章	全体総括	… 27

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

半導体・液晶製造装置に関する分野は、技術革新が常に要求され、本件の主たる技術である『溶射』は、本分野において、非常に多岐に渡る用途での採用が進んでいる。

しかし、液晶ディスプレイの分野では、独創技術により日本が世界をリードした実績は、既に過去の話で大型化・高性能化・低コスト化の一途をたどる近年では、韓国・台湾等のアジア諸国の台頭により、我が国は劣勢を強いられており、シェアも大きく奪われている。この分野での国際競争力の回復と市場の奪還は、急務である。

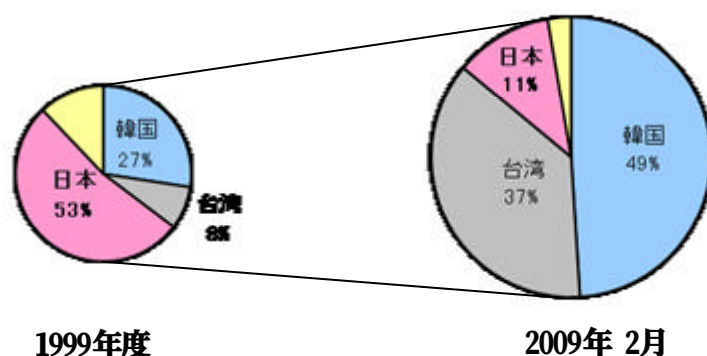


図1. 大型液晶ディスプレイ世界売上高シェア

本件は、その中でも、液晶製造分野の延伸フィルム製造装置におけるフィルムロールへの新たな溶射技術を提案し、他国にない性能を持つ薄膜フィルム及び低コスト化の実現に必須の要素技術に関する研究開発を行うものである。

上記のフィルムロールは、延伸フィルム製造装置の性能(生産性・品質)に関わる重要なパーツであり、今後も需要の拡大が期待される。近年、低コスト化及びフィルムの仕様用途の多様化により非常に薄膜なフィルムが求められる傾向にあり、川下製造業者からのフィルムロールへのニーズは高まるばかりである。市場ニーズとしてフィルムロールへは、表面平滑性向上が要求される。また、フィルム製造のコストダウンに直結するフィルムロールの長寿命化を目的とした耐摩耗性の向上(高硬度化)も要求される。

【従来技術】

本件のフィルムロールへのニーズに応える表面改質技術として、これまでメッキ法によるハードクロムメッキまたは高速フレイム溶射法による WC サーメット溶射が用いられ、後加工である円筒鏡面研削加工により鏡面を施した仕様が採用されてきた。しかし、両者ともに製品性能(表面平滑性)及び長寿命化(耐摩耗性)に各々課題があり、この課題を克服することが川下製造業者の強いニーズとなっている。特に、ハードクロムメッキは環境問題の点で、発展技術として期待することが難しい。

表 1.従来技術の課題に対する川下製造業者の要求値

川下製造業者のニーズ		従来技術のスペック		川下製造業者の要求値
		メッキ法 (ハードクロムメッキ)	高速フレイム溶射法 (WC サーメット溶射)	
製品性能	表面平滑性 (鏡面仕上げ面)	○	△	◎
長寿命化	耐摩耗性 (皮膜断面硬度)	△	○	◎

上記の理由により、川下製造業者から、新たな表面改質技術の研究開発が急務となっている。

そこで本件の研究開発では、一般的なアプリケーションの普及には至っていないものの溶射関連の学会等にて多くの研究報告がなされ、実用化への機運が高まるコールドスプレー法に着目する。

【コールドスプレー法の特徴】

コールドスプレー法は、(図 3.)のように溶射材料の融点または軟化温度よりも低い常温から、ヒーターにて昇温した作動ガスを先細末広形のノズルより超音速流にして、溶射材料を投入し、固相状態のまま基材へ高速度で衝突させ皮膜を形成する技術である。

この点が溶射材料を溶融あるいは半溶融状態で投入し形成する従来の溶射法と大きく異なる点である。

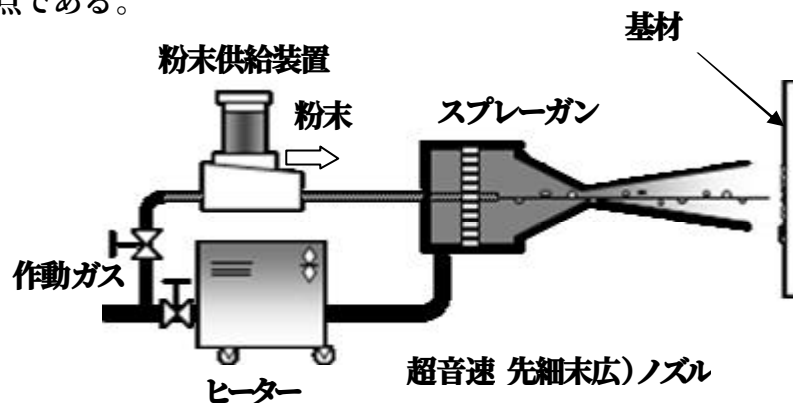


図2.コールドスプレーの概念図

このコールドスプレー法は、最新の溶射法として非常に注目をされ、既に溶射関連の学会等にて数多く、報告されている。しかし、今までの研究開発・技術論文は、コールドスプレー法の原理(メカニズム)の解明や装置(ノズル・ヒータ)の改良等の報告が多く、コールドスプレー装置及び溶射材料のハード面においては整いつつあるものの、それを活かせる溶射施工ノウハウは、未だ確立されておらず、事業化に至っていないのが現状である。

更に、コールドスプレー法では、対象となる溶射材料は、低温での変形が容易である Cu、Al 等の低融点・軟質金属材料が主である。

本件の対象である高融点で硬く脆い WC サーメット溶射材料は、コールドスプレーでの成膜は困難であるものの、後述のように成膜可能であることは実証されている。しかしながら、基礎研究(シーズ段階)の範疇を出ない。

このことから、コールドスプレー法にて WC サーメット溶射材料を成膜し、実用ニーズにそれを適用させることに着目している本件は、これまでの常識を覆すという意味でも非常に革新的な技術開発と言える。

コールドスプレー法にて形成された皮膜は、以下の特徴を有する。

- ・熱影響による特性変化が生じない。
- ・緻密な皮膜を形成し、仕上げ後の表面平滑性に優れる。
- ・成膜効率に優れる。

【これまでの基礎研究】

これまで弊社は、本件のフィルムロールへの表面改質技術として従来溶射(高速フレイム溶射)法による WC サーメット溶射の施工及び円筒鏡面研削加工を施し川下製造業者へ数多くのフィルムロールを施工した実績がある。また、この活動を通じて基礎技術の蓄積を行なってきたおり、更なる品質向上の具体的要求も把握している。

コールドスプレー法についても、これまで WC サーメット溶射皮膜の形成と機械的特性について研究された実績データがあり、それを基に、コールドスプレー技術により従来溶射(高速フレイム溶射)技術よりもち密な硬度・耐摩耗性の優れた皮膜の形成を行なうものである。

1-1-2 研究目的及び目標

本件の目的は、前述のコールドスプレー法にて、WC サーメット溶射の研究開発を行ないフィルムロールへ形成した溶射皮膜に円筒鏡面研削加工を施すことにより、従来技術よりも製品性能(表面平滑性)、長寿命化(耐摩耗性)を向上させ、更に成膜効率の向上による低コスト化及び省資源化を実現するものである。

本研究開発での高度化目標は、以下の3点である。

- ・製品性能の向上【仕上げ面の表面平滑性の向上】

⇒本件のコールドスプレー法は、従来までのどの溶射法と比較しても、非常にち密な皮膜を形成することが可能であり、気孔を有していた従来までの溶射法では決して得られなかった皮膜の平滑性の向上によりフィルムへの凹凸の転写防止となる製品性能に寄与する。

- ・長寿命化【高硬度による耐摩耗性の向上】

⇒従来仕様と比較し、形成する皮膜が高硬度なため、耐摩耗性の向上によるフィルムロールの長寿命化に寄与する。

- ・低コスト化及び省資源化【皮膜形成時の成膜効率の向上】

⇒これまで、コールドスプレー法が事業化に至らなかった課題として、WC サーメット溶射時の成膜効率の低さが挙げられる。成膜効率の向上が低コスト化及び省資源化に直結する。

表 2.本件の高度化目標値

川下製造業者のニーズ		従来技術のスペック		本件の高度化目標値 (川下製造業者の要求値)
		メッキ法 (ハードクロムメッキ)	高速フレイム溶射法 (WC サーメット溶射)	『高温高圧型』 コールドスプレー法
製品性能	表面平滑性 (鏡面仕上げ面)	○	△	◎
長寿命化	耐摩耗性 (皮膜断面硬度)	△	○	◎
成膜効率			△	◎

これらの高度化目標を達成するために、コールドスプレー法による WC サーメット溶射皮膜の研究開発を実施し、従来よりも皮膜表面の平滑性向上による製品性能の向上、高硬度皮膜によるフィルムロールの長寿命化、成膜効率向上による低コスト化及び省資源化を行うものである。

達成実現のためには、作動ガス温度の高温化と WC サーメット材料の最適化、更に両者を組み合わせた施工条件の最適化の 3 点がポイントであり、以下の研究開発を行なう必要がある。更に、それにより形成された溶射皮膜を鏡面仕上げし、フィルムロールへの製品実現を行う。

本件は、以下の 2 つのサブテーマにて、研究開発を進める。各々の概要を記す。

①コールドスプレー法におけるテストピースへの WC サーメット溶射皮膜の開発

上記の高度化目標の実現の為に、作動ガス温度の高温化を実現する『高温高圧型』コールドスプレー装置を導入し、装置に適合する WC サーメット溶射材料の開発を行なう。更に、それらを用いた施工条件を開発するために、テストピースへ施工し、形成された溶射皮膜の検証をすることにより、最適な施工条件を導き出す。

②コールドスプレー法におけるフィルムロールへの WC サーメット溶射皮膜の開発

サブテーマ①で得られたテストピースでの施工条件を基に、製品であるフィルムロールへ施工し、形成された WC サーメット溶射皮膜が本件の高度化目標値を満たすことを目的とする。

高度化目標を実現させるため、上記の①、②の研究開発を実施する。

1-2 研究開発体制

1-2-1 研究組織及び管理体制

本プロジェクト事業の管理・運営は、財団法人滋賀県産業支援プラザが実施する。

本プロジェクト事業が適切かつ効果的に運営され、所期の目的が達成されると共に大きな成果が得られるよう、また、適切な経費の執行がなされるようプロジェクトの運営・管理を行う。

事業管理者の所在地及び研究実施場所は、以下の通りとする。

事業管理者

【財団法人滋賀県産業支援プラザ】

（最寄り駅：西日本旅客鉄道東海道本線膳所駅）

〒520-0806 滋賀県大津市打出浜 2 番 1 号 コラボしが 2 1

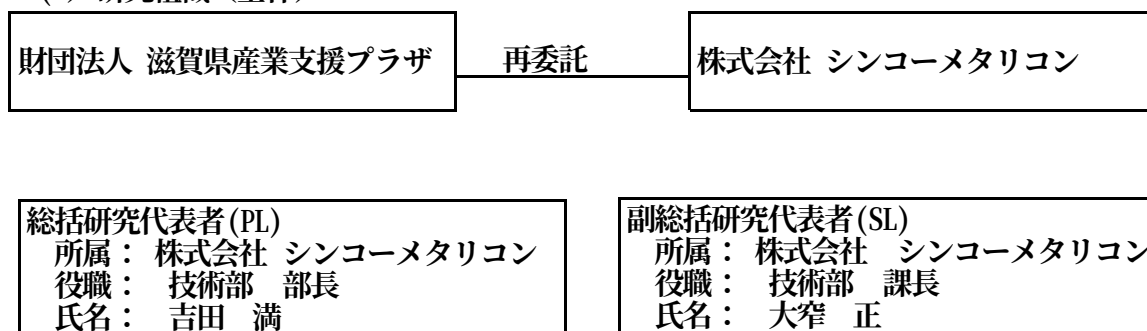
研究実施場所

【株式会社シンコーメタリコン】

（最寄り駅：西日本旅客鉄道東海道本線草津線三雲駅）

〒520-3222 滋賀県湖南市吉永 405

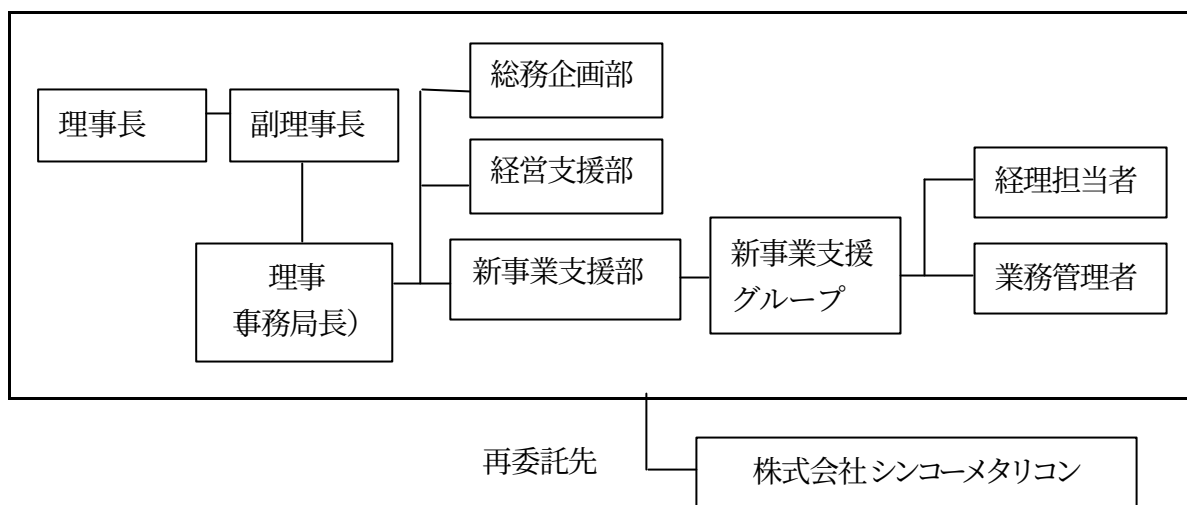
(1) 研究組織（全体）



(2)管理体制

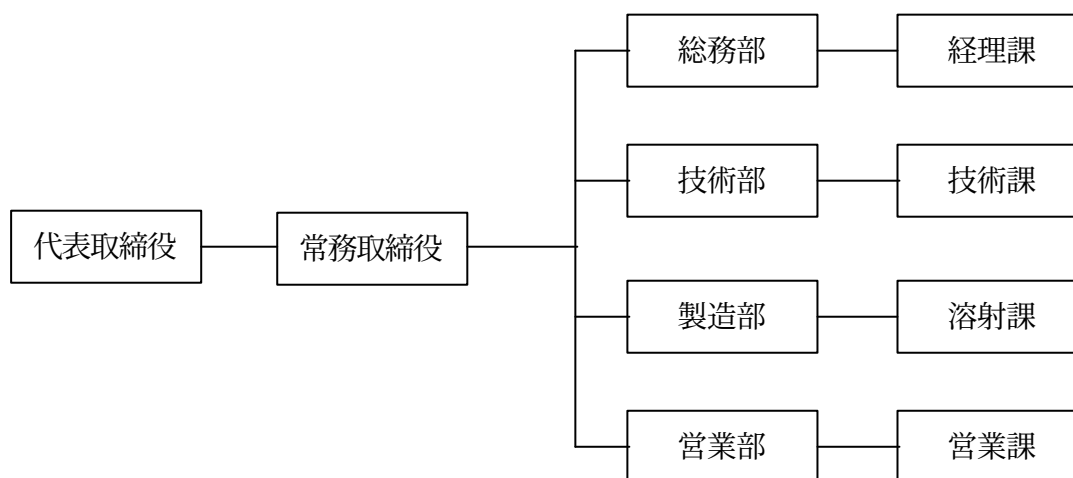
事業管理者

【財団法人滋賀県産業支援プラザ】



再委託先

【株式会社シンコーメタリコン】



(3)プロジェクト管理員及び研究員

事業管理者

【財団法人滋賀県産業支援プラザ】

氏 名	所属・役職
西尾 隆臣	新事業支援部新事業支援グループ 主幹
菊地 秀一	新事業支援部新事業支援グループ 研究開発コーディネータ

再委託先

【株式会社シンコーメタリコン】

氏 名	所属・役職
立石 豊	代表取締役社長
吉田 満	技術部 部長
筒井 利明	製造部 部長
大窄 正	技術部 技術課 課長
近藤 元幸	技術部 技術課 課員
小本 隆	製造部 溶射課 課長
飯田 哲朗	製造部 溶射課 係長

(4)経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

事業管理者

【財団法人滋賀県産業支援プラザ】

(経理担当者)	新事業支援グループ	主幹	西尾 隆臣
(業務管理者)	新事業支援部	部長	神本 正

再委託先

【株式会社シンコーメタリコン】

(経理担当者)	経理部 経理課	常務取締役部長	稲津 征久
(業務管理者)	技術部 部長	吉田 満	

1-3 成果概要

本研究開発では、コールドスプレー法による WC サーメット溶射皮膜の形成及び機械的特性を研究開発し、それにより形成された溶射皮膜の円筒鏡面研削加工を行ない、フィルムロールへの製品実現を目的としている。

本研究開発では、このような目的を達成するため、2つのサブテーマを挙げており、それぞれの研究開発により得られた成果は次の通りである。

サブテーマ①.コールドスプレー法におけるテストピースへの WC サーメット溶射皮膜の開発

①-1.作動ガス温度の高温化

作動ガス温度を高温化が可能な『高温高圧型』コールドスプレーを導入し、作動ガス温度の高温化を実現した。

①-2.WC サーメット溶射材料の開発

『高温高圧型』コールドスプレー装置に適合させるために、コールドスプレー用の WC サーメット溶射材料の開発を行なった。

開発材料の仕様以下の通りである。

ただし『WC/20CrC/7Ni -D仕様』の WC サーメット溶射材料は、従来までの高速フレイム溶射用の材料であり、今回の開発材料との比較のため購入した。

✦WC/20CrC/7Ni -A仕様

(一次粒子径：従来よりも小さい、顆粒径：従来よりも小さい)

✦WC/20CrC/7Ni -B仕様

(一次粒子径：従来と同等、顆粒径：従来よりも小さい)

✦WC/20CrC/7Ni -C仕様

(一次粒子径：従来よりも小さい、顆粒径：従来と同等)

✦WC/20CrC/7Ni -D仕様 高速フレイム溶射用材料)

(一次粒子径：従来と同じ、顆粒径：従来と同じ)

①-3.コールドスプレーの施工条件の開発

前述の①-1の『高温高圧型』コールドスプレー装置及び①-2にて開発を行なった WC サーメット溶射材料の特性に適合する施工条件を導き出した。前述の WC サーメット溶射材料の中で『WC/20CrC/7Ni -A仕様』にて、皮膜硬度、気孔率及び成膜効率において本件に掲げた目標値を達成した。

サブテーマ②.コールドスプレー法におけるフィルムロールへの WC サーメット溶射皮膜の開発

②-1.最適なフィルムロールへの施工条件の開発

前述の①-3のテストピースでのテスト施工結果から、『WC/20CrC/7Ni -A仕様』の WC サーメット溶射材料を用い、更に①-3にて導き出した施工パラメータにてフィルムロールへ溶射施工を行なった。評価結果として、基材の形状が平板状から円筒状となった場合についても、皮膜硬度、気孔率及び成膜効率に大きな変化は見られず、本件に掲げた高度化目標値の達成を確認した。

その後、形成した WC サーメット溶射皮膜の鏡面仕上げ面の表面平滑性を検証した。鏡面仕上げ面の表面平滑性についても、本件の高度化目標値を達成していることを確認した。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

名称 : 財団法人 滋賀県産業支援プラザ 新事業支援部
住所 : 〒520-0806 滋賀県大津市打出浜 2 番 1 号 コラボしが 21
TEL : 077-511-1414
FAX : 077-511-1418

第 2 章

コールドスプレー法における テストピースへの WC サーメット溶射皮膜の開発

2-1.作動ガス温度の高温化

これまでの多くの基礎研究に用いられていたコールドスプレー装置は、いわゆる『低温高圧型』であり、作動圧力は高圧力での設定が可能なものの作動ガス温度を高温にすることができなかった。そこで、本研究開発では、作動ガスの高温化が可能な『高温高圧型』コールドスプレー装置の導入により、これまでの作動ガス温度(装置面)での課題要素を克服し、更に後に述べる WC サーメット溶射材料と施工条件の最適化を行なうことにより、フィルムロールへの実用化が可能になると考える。

更に、これまでの基礎研究では、溶射材料の粒子速度を確保するために、大量の He ガスが必要であったが、本件では、『高温高圧型』コールドスプレー装置にて、安価な N₂ガスでの施工が可能と考える。

【作動ガスの高温化により期待される効果】

- ・ガス効率の向上 … 温度上昇で膨張するので、効率良くガスを使用できる。
- ・成膜効率の向上 … 溶射材料が軟化するので、原理的に堆積しやすくなる。
- ・N₂ガスへの代替 … これまでの基礎研究では、『低温高圧型』コールドスプレー装置を用いていたゆえに、He ガスが必要であったが、高温になることで溶射材料が軟化するので、加速能力は He ガスよりも低いコスト 1/10 で経済的な N₂ガスに代替できる。

本研究開発では、『高温高圧型』コールドスプレー装置により、作動ガスを He よりも安価な N₂を用いて、更に高温化することで、作動ガス温度(装置面)での課題要素を克服した。

【高圧ガス保安法への適用】

本件にて、『高温高圧型』コールドスプレー溶射装置の導入にあたり、新たな申請が必要となったものに日本国内の高圧ガス保安法への適用がある。

これまで、この装置が、日本国内には納入実績がなかった背景には、この高圧ガス保安法への適用の手段(どのような手順を踏めば良いのか)が不明確であったことも要因の一つとして挙げられる。しかし、弊社は、の高圧ガス保安法への適用の手順を一つずつ確実に進め、実現に至った。

2-2.WC サーメット溶射材料の開発

『高温高圧型』コールドスプレー装置に適合した WC サーメット溶射材料の開発を行なうために、本件にて開発する WC サーメット溶射材料の方向性を以下の様に設定した。

(④WC/20CrC/7Ni -D 仕様』は従来溶射法にて使用されている既存材料である。)

表 4.WC サーメット溶射材料の設定

設計項目	従来までの一般的な 溶射材料 (高速フレイム溶射用)	本件開発溶射材料 (コールドスプレー専用)
一次粒子径	1.80～2.00 μm	従来よりも小さい径寸法
顆粒径	—53+20 μm	従来よりも小さい径寸法

表 5.本研究開発にて開発した WC サーメット溶射材料の仕様

No.	品名	一次粒子径	顆粒径
①	WC/20CrC/7Ni - A 仕様	従来よりも小さい	従来よりも小さい
②	WC/20CrC/7Ni - B 仕様	従来と同等	従来よりも小さい
③	WC/20CrC/7Ni - C 仕様	従来よりも小さい	従来と同等
④	WC/20CrC/7Ni - D 仕様 (従来までの溶射材料)	従来と同じ	従来と同じ

最後に ④WC/20CrC/7Ni -D 仕様』は、前述の通り、従来までの一般的な高速フレイム溶射用の溶射材料を用いた。

2-3. コールドスプレーの施工条件の開発

前述に挙げた皮膜硬度及び成膜効率に加え、気孔率の検証を行なった。気孔率の測定は、テストピースへは、円筒鏡面研削加工を行わないため、テストピースでの平滑性の評価を皮膜断面のち密性から判断するためである。

更に、前述の溶射材料とは別に、従来の溶射法となる高速フレイム溶射により、WC サーメット溶射皮膜を形成し、コールドスプレー法との比較のためのテスト施工を行なった。



写真 1. 皮膜断面の鏡面研磨時の様子
(皮膜硬度及び気孔率の測定時)



写真 2. 成膜効率測定の様子
(粉末供給量の測定時)

【テスト施工条件】

テスト施工を実施するにあたり、以下の各種パラメータからの条件出しを行なった。

表 6. 施工条件に関する各種パラメータ

施工条件パラメータ		
装置起因	溶射ガン関連	ガンタイプ
		ノズル
	作動ガス関連	ガス種
		温度
		圧力
	材料供給関連	キャリアガス種
		キャリアガス圧力
		溶射材料供給量
施工者起因	その他	基材温度（予熱時）
		基材温度（施工中）
		ガンの移動速度
		ガンの移動ピッチ
		溶射距離

上記の施工条件のパラメータの設定値は、これまでのコールドスプレー法での基礎研究結果及び従来溶射法の実績等により、選定を行なった。

- ・ 作動ガス関連 …ガス種は、事業化を見据え He ガスよりもコストが 1/10 と経済的である N₂ ガスを用いた。
- ・ 材料供給関連 …キャリアガス種についても、上記の作動ガスと同様の理由により N₂ ガスを用いた。
- ・ その他 …基材温度(予熱時・施工中)も、これまでの基礎研究及び従来の溶射法での実績値より、設定した。
ガンの移動速度、ピッチ及び溶射距離についても、基礎研究の結果を反映し、設定した。

【テスト施工手順】

テスト施工を実施するにあたり、前述の溶射材料を用いて、以下の施工手順でテスト施工を行なった。

最後に、本件のコールドスプレー法との比較のために、従来までの溶射法となる高速フレイム溶射法での WC/20CrC/7Ni 溶射皮膜のテスト施工も同様の手順で行なった。（溶射材料は、**④WC/20CrC/7Ni -D 仕様**を用いた。）

手順 1. : テストピース基材へテスト施工し、WC サーメット溶射皮膜が成膜するか否か検証を行なった。

手順 2 .: 前述のテスト施工にて、成膜が確認された溶射皮膜の皮膜断面硬度、気孔率の評価を行なった。

手順 3. : 前述と同様に再度、テストピース基材へテスト施工を行ない、成膜効率の評価を行なった。

【テスト施工結果】

本研究開発に用いた溶射材料での施工結果について、以下に示す。
まず、 ①WC/20CrC/7Ni -A仕様』溶射材料にて施工を行なった。

手順 1.(溶射材料①)

テストピースへの成膜を確認した。

手順 2.(溶射材料①)

皮膜硬度及び気孔率は、ともに目標値に達成した。

手順 3 .(溶射材料①)

成膜効率は、目標値に達成した。

①WC/20CrC/7Ni -A仕様』溶射材料において、目標値の達成を確認した。

次に ②WC/20CrC/7Ni -B仕様』溶射材料にて施工を行なった。

手順 1.(溶射材料②)

テストピースへの成膜を確認したところ、溶射皮膜の成膜は確認できたが、ある一定の皮膜厚み以上の厚膜にすることができなかった。

これは、供給した粉末溶射材料が固相状態のままテストピース基材へ衝突する際、基材界面へは WC 粒子が塑性変形し、ある一定の皮膜厚みまでは積層することが可能であったが、それ以上の厚膜となると既に積層した溶射皮膜を新たに供給した粉末溶射材料がブラストし削り落してしまう現象が生じていると推測する。

成膜した溶射皮膜厚みが非常に薄いため、皮膜硬度及び気孔率の測定を行なうことができなかった。また、成膜効率についても上記の理由により測定することができないため、 ②WC/20CrC/7Ni -B仕様』溶射材料の検証については、手順 1.にて終了とした。

次に ③WC/20CrC/7Ni -C仕様溶射材料にて施工を行なった。

手順 1.(溶射材料③)

テストピースへの成膜を確認した。

手順 2.(溶射材料③)

皮膜硬度及び気孔率は、ともに目標値に達成しなかった。

手順 3 .(溶射材料③)

成膜効率についても目標値に達成しなかった。

③WC/20CrC/7Ni -C仕様溶射材料においては、溶射皮膜の成膜は確認できたものの、前述の ①WC/20CrC/7Ni -A仕様溶射材料と比較すると、皮膜硬度、気孔率及び成膜効率ともに劣る結果となり、目標値の達成には至らなかった。本件の『高温高圧型』コールドスプレー装置を用いて、作動ガス温度を従来よりも上昇させた場合においても改善することが困難である結果となった。

次に ④WC/20CrC/7Ni -D仕様溶射材料にて施工を行なった。

この溶射材料は、既に従来までの高速フレイム溶射法に用いられる既存材料であり、本件にて開発した溶射材料ではないが、今回、他の仕様の溶射材料との比較を目的にテスト施工を行なった。

手順 1.(溶射材料④)

テストピースへの成膜を確認したが、全く成膜しなかった。

供給した溶射材料の一次粒子径及び顆粒径がともに大きいため、テストピース基材へ溶射材料が衝突した際に、WC粒子が塑性変形することなく、テストピース基材をブラストして削り落す現象が起きていると推測する。

最後に高速フレイム溶射法にて、④WC/20CrC/7Ni -D仕様溶射材料を用いて、コールドスプレー法との比較のため、同様のテスト施工を行なった。
溶射装置は、TAFE社 JP-5000 (HVOF SYSTEM) を用いた。
弊社にて実施している一般的な溶射施工条件にて施工を行なった。

表 7. 高速フレイム溶射施工条件に関する各種パラメータ

施工パラメータ		
	溶射ガン関連	ノズル
	装置関連	酸素 圧力
		燃料 圧力
		燃焼室 圧力
	材料供給関連	キャリアガス種
		キャリアガス圧力
		粉末供給量
施工者起因	その他	基材温度 (予熱)
		基材温度 (施工中)
		ガンの移動速度
		ガンの移動ピッチ
		溶射距離

手順 1.(高速フレイム溶射)

従来技術であるため、当然であるが、テストピースへの成膜を確認した。

手順 2.(高速フレイム溶射)

皮膜硬度及び気孔率は、以下の通りであった。

皮膜硬度(マイクロビッカース)	
測定箇所	測定結果(HV)
1	1105.2
2	998.2
3	1005.2
4	1089.0
5	1048.9
6	1024.4
7	1120.8
8	1160.1
9	1039.5
10	1112.7
平均	1070.4

気孔率	
測定箇所	測定結果(%)
1	2.7
2	2.2
3	2.5
平均	2.47

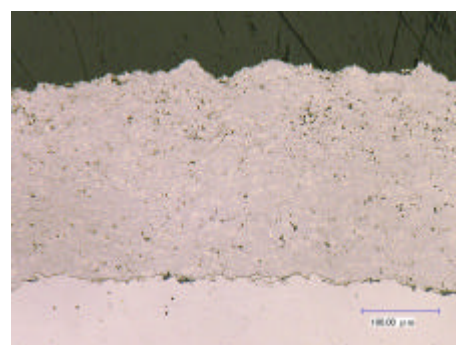


写真 3. 皮膜断面写真
(高速フレイム溶射)

手順 3 . (高速フレイム溶射)

成膜効率は、以下の通りであった。

成膜効率
22%

コールドスプレー法での溶射皮膜と比較すると、従来技術である高速フレイム溶射法の溶射皮膜は、皮膜硬度及び気孔率、成膜効率ともに劣っている結果となった。

これらのテスト施工結果から、本件の形成皮膜の目標値を満たした ①WC/20CrC/7Ni -A仕様』溶射材料を用い、設定した施工パラメータにて、フィルムロールへ溶射施工を行ない、形成された WC サーメット溶射皮膜の鏡面仕上げを行ない、本件の高度化目標値に挙げた鏡面仕上げ後の平滑性及び皮膜硬度・成膜効率の再現性を検証することとした。

第 2 章のまとめ

2-1. 作動ガス温度の高温化

『高温高圧型』コールドスプレー装置により、作動ガスを He よりも安価な N_2 を用いて、更に高温化することで、作動ガス温度(装置面)での課題要素を克服した。

2-2. WC サーメット溶射材料の開発

『高温高圧型』コールドスプレー装置に適合した WC サーメット溶射材料の開発のために、以下のコールドスプレーテスト用の WC サーメット溶射材料の試作を行なった。④は、従来溶射法にて使用されている既存材料である。

No.	品名	一次粒子径	顆粒径
①	WC/20CrC/7Ni - A 仕様	従来よりも小さい	従来よりも小さい
②	WC/20CrC/7Ni - B 仕様	従来と同等	従来よりも小さい
③	WC/20CrC/7Ni - C 仕様	従来よりも小さい	従来と同等
④	WC/20CrC/7Ni - D 仕様 (従来までの溶射材料)	従来と同じ	従来と同じ

2-3. コールドスプレーの施工条件の開発

2-2.にて開発した WC サーメット溶射材料を用いて、施工条件の開発を行ない、各々の WC サーメット溶射材料での皮膜硬度・気孔率及び成膜効率の検証を行なった。これらのテスト施工結果から、本件の高度化目標値を満たした『①WC/20CrC/7Ni-A 仕様』の WC サーメット溶射材料を用い、2-3.にて設定した施工パラメータを用いて、3-1.でのフィルムロールへの開発を進めることとした。

第 3 章

コールドスプレー法におけるフィルムロールへの WC サーメット溶射皮膜の開発

3-1.最適なフィルムロールへの施工条件の開発

第2章でのテストピースでの実施データ(2-2.にて開発した『①WC/20CrC/7Ni -A仕様』溶射材料を用い、2-3.での施工条件)を基に、フィルムロールヘコールドスプレー施工及び鏡面仕上げを行い、本件の高度化目標に挙げた鏡面仕上げ後の皮膜の平滑性、皮膜硬度及び成膜効率の再現性を検証した。

また、皮膜硬度を検証する際に、気孔率の測定も可能であるため、今回、気孔率の測定も併せて実施した。

【ロール施工検証結果】

皮膜硬度及び気孔率は、ともに目標値に達成した。

成膜効率は、目標値に達成した。

表面平滑性は、目標値に達成した。

第3章のまとめ

3-1. 最適なフィルムロールへの施工条件の開発

2-2.にて開発した『①WC/20CrC/7Ni -A仕様』溶射材料を用いて、2-3.での施工条件を基に、フィルムロールヘコールドスプレー施工及び鏡面仕上げ加工を行い検証した結果、皮膜硬度、気孔率、成膜効率及び鏡面仕上げ後の皮膜の平滑性について、本件に掲げた高度化目標値の達成することができた。

施工する基材の形状が平板状から円筒状となった場合についても、皮膜硬度、気孔率及び成膜効率に大きな変化は見られなかった。なお、今回の施工結果から成膜効率の測定では、パイプ基材自身の重量がテストピース基材の板材に比べると非常に重いため、今後、成膜効率の測定を行なう場合には、本件の結果を踏まえ、平板形状のテストピースでの測定で差し支えないと考える。

第 4 章

全体総括

先に掲げた高度化目標を達成するために、本研究開発では、サブテーマ①(第2章)にて、コールドスプレー法によるテストピースへのWCサーメット溶射皮膜の開発を行なった後、サブテーマ②(第3章)にてフィルムロールへ施工を行なった。

【サブテーマ①】

これまでの『低温高圧型』コールドスプレー装置においては、達成することができなかった作動ガス温度の高温化を今回、導入した『高温高圧型』コールドスプレー装置にて可能となった。また、本研究開発においては、工業的な見地から使用するガスを窒素ガスとした。コスト度外視であれば、速度に勝るヘリウムガスの方が有利であるが、高温化されたガスにより溶射材料が軟化することでコストメリットのある窒素ガスでの実用化が可能である。

次に、この『高温高圧型』コールドスプレー装置に適合するWCサーメット溶射材料の開発を行なった。今回、一次粒子径及び顆粒径の異なるWCサーメット溶射材料にて、検証を行なったが、検証の結果、一次粒子径及び顆粒径がともに従来溶射法(高速フレイム溶射法)の仕様よりも小さい方が、今回の『高温高圧型』コールドスプレー装置に適合していることが明らかとなった。一方で、一次粒子径及び顆粒径が大きいと基材衝突時に基材及び既に形成している溶射皮膜を削り落としてしまう現象が確認された。本件よりも、より細かい一次粒子径及び顆粒径のWCサーメット溶射材料を開発し検証することで、更に成膜効率が向上する可能性も考えられる。

本件は、これまでの研究結果及び弊社での様々な溶射施工ファクターを参考にし、このポイントに絞り込んだことが、今回の高度化目標の実現に至ったと考える。

【サブテーマ②】

上記のサブテーマ①の結果を基にフィルムロールへ施工を行ない、テストピース基材(平板形状)との再現性の確認を行なった。皮膜硬度、気孔率及び成膜効率に大きな差異は見られなかった。また、鏡面仕上げ後の溶射皮膜の平滑性についても、本件に掲げた高度化目標値の達成を確認した。

今後は、川下製造業者とともに、事業化に向けて顧客による実証試験の実施・評価を経て展開していく。

本件では、コールドスプレー溶射法の開発を重点として進めてきたが、引き続き今後は、コールドスプレー法により形成したWCサーメット溶射皮膜の特性を配慮した鏡面仕上げ加工の条件・仕様の抽出する側面からもアプローチし研究開発を進めることを検討している。

また、これまで溶射業界全体から非常に注目されているにも関わらず、未だ日本国内での実績が無かった海外の『高温高圧型』コールドスプレー装置を高圧ガス保安法に適用する仕様へ改造し、認可された本件の経緯は非常に意義があるものと言える。これにより『高温高圧型』コールドスプレー溶射装置が日本国内へ波及的に拡販され、耐摩耗性用途で実用化されている高速フレイム溶射法からの代替及びコールドスプレー溶射(装置)技術の進化し、市場が拡大する可能性を大いに秘めていると考える。

以上