

平成21年度 戦略的基盤技術高度化支援事業

「金属・セラミックス粉末射出成形と微細加工に係る金型技術」

研究開発成果等報告書

平成22年 3月

委託者 中国経済産業局

委託先 財団法人 岡山県産業振興財団

目 次

	ページ
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	1
1-2 研究体制 （研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）	3
1-3 成果概要	5
1-4 当該プロジェクト連絡窓口	7
第2章 本論	8
2-1 金属粉末射出成形用素材開発	8
2-1-（1）-1 耐熱性向上	8
2-1-（1）-2 微細化適正	24
2-1-（1）-3 焼結時収縮率の安定性	25
2-1-（1）-4 軽く高強度で人体に無害な素材の開発	25
2-2 金属粉末射出成形用金型開発	26
2-2-（2）-1 ホットランナー利用による省資源化	26
2-2-（2）-2 微細化金型開発	26
2-2-（2）-3 複雑三次元形状製作の開発	26
2-2-（2）-4 置き中子法の確立	28
2-3 真空焼結工程削減法の開発	29
2-3-（3）-1 製品と素材ごとの焼結プログラム開発	29
2-3-（3）-2 真空度の維持管理方法の開発	29
追加実施分	30
最終章 全体総括	36
添付資料	38～47

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) 研究開発の背景

現代社会では、コンピュータ・半導体の高機能化が進み、小型・高速・高性能化が急激に進展しており、高密度配線による発熱(ジュール熱)が無視できなくなっている。

現在の自動車においても、搭載機器の電子化・高機能化が進み、情報機器と異なる自動車特有の過酷な環境下で同様の放熱問題が発生しており、川下企業より小型な放熱対策として非金属放熱部品への要請が高まっている。

窒化アルミは「絶縁体でありながら熱をよく通す」きわめて特殊で有用なニューセラミックスとして着目されてきた。(熱伝導率が高い・熱膨張率が低い・固有抵抗が高い等の特徴がある) この窒化アルミは、高密度化が進む集積回路や半導体、小型高機能化により高密度実装が必要となった通信情報機器にとって必要な材料として研究開発が進められてきた。

しかし、一方では、窒化アルミは難焼結材料(1,900 度以上が必要)であり、そのバルク(塊)は非常に高硬度で、焼結後の加工が困難で扱い難い材料であった。

また、バルク材を得るには人工的に合成した粉末を焼結するしか方法がなく、焼結に適した微細で均一な粉末製造が難しいこともあり「高コストで使いづらい材料」の認識が広がり、素材としての検討対象から除外されてきた。

当該研究開発では株式会社藤岡製作所の持つ金型技術と粉末射出成形技術を駆使して高熱伝導・低熱膨張・小型複雑形状放熱部品である窒化アルミを作り上げ、機器の高出力・安定化を確立し、軽量化効果の次世代自動車への適用を目指す。

具体的には、配合調整が困難な窒化アルミを特殊スラリー配合調整し、均一性と流動性を高め、特殊専用金型に注入して射出成形する事で複雑形状な成形体を作り上げるものである。

(2) 研究目的及び目標

本研究開発では、セラミックス粉末等を用い自動車部品などを射出成形・焼結して、製作することにより、高機能化と共に自動車の軽量化を実現する。

株式会社藤岡製作所は、独自配合スラリーによって、他社では困難な「複雑形状窒化アルミ(AIN)成形体」の試作に成功しており、この技術を元に、有用な窒化アルミ焼結固化体を工業材料として提供し、自動車、特に次世代自動車として期待されるハイブリッド車、電気自動車の高機能化の達成、総合的な軽量化と省資源化を同時に実現することを目的とする。

〈目標値〉

本研究開発期間で得られる最終目標は次のとおりとする。

1. 焼結体特性

- ・熱伝導率 180w/mk 以上
- ・熱膨張係数 $5.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下
- ・絶縁性 $10^{14} \Omega \text{cm}$

2. 軽量化

- ・不要部分の薄肉化 目標20%重量削減
- ・複数部品の統合一部品化

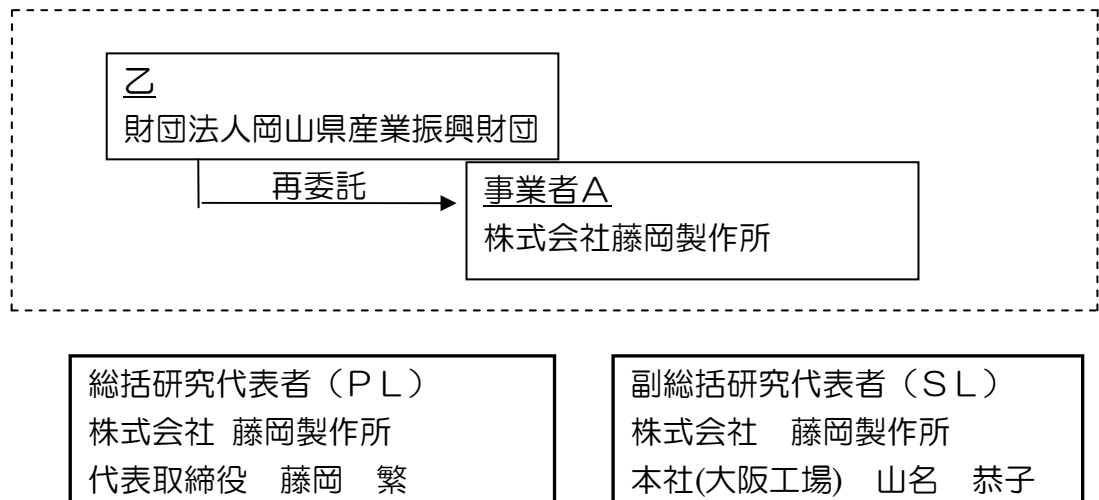
3. 省資源化

- ・スプルーランナー再利用による省資源化 削減率40%以上

1-2 研究体制

(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)

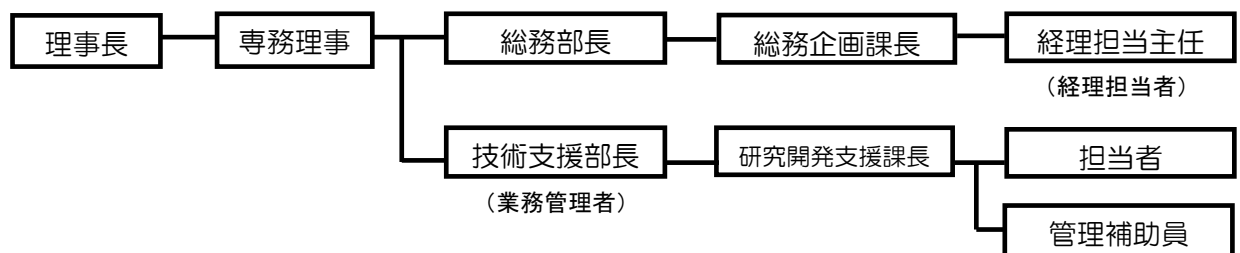
(1) 研究組織



(2) 管理体制

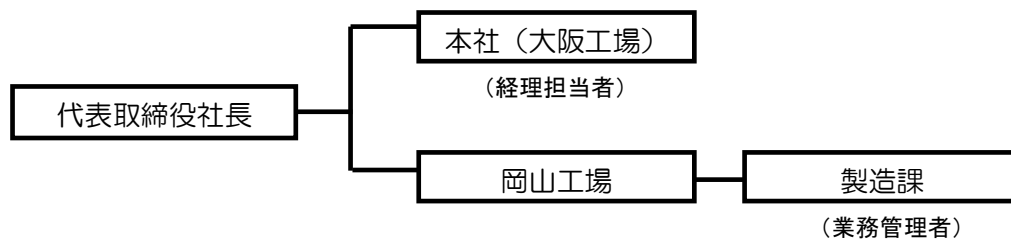
①事業管理者

【財団法人岡山県産業振興財団】



②再委託先

【株式会社藤岡製作所】



(3)研究者氏名

【事業管理者】財団法人岡山県産業振興財団

①管理員氏名

氏 名	所 属・役 職
三島 佳洋	技術支援部部長
横田 尚之	技術支援部研究開発支援課長
宮内 隼	技術支援部研究開発支援課主事
今井 靖典	技術支援部研究開発支援課コーディネータ
猪口 陽平	技術支援部研究開発支援課主事
三竿 真紀	技術支援部研究開発支援課主事

【再委託先】※研究員のみ

②研究者氏名

株式会社藤岡製作所

氏名	所属・役職
山名 恭子	本社(大阪工場)
山野 文靖	岡山工場 製造課
小室 清彦	岡山工場 製造課
定行 英樹	岡山工場 製造課

③協力者（アドバイザー）

氏 名	所属・役職
横内 正洋	神奈川県産業技術センター 材料技術部 工学博士
日野 実	岡山県工業技術センター 研究開発部 専門研究員

1-3 成果概要

(1) 機器（装置）の必要性

現状では高密度で複雑形状の成形体の試作に成功しており、最終焼結実験の直前までは達している。しかし、自社に真空脱脂焼結炉が無いため、最終焼結実験までには至っていない。焼結時に高温での保持が必要になる事、焼結時の酸素量の影響を受けやすい事などから、本研究開発では専用焼結設備により最終焼結実験が必要となる。また、窒化アルミを真空脱脂焼結するためには、汎用の焼結炉の機能では対応出来ず、専用の真空脱脂焼結炉が必要である。

したがって、プロジェクトの目標達成に必要な不可欠なものである。

又、窒化アルミの粉末に含有される酸素成分のみならず、成形のためのバインダーは $C+H+O$ の化合物であるため脱脂工程における O_2 成分の残留は良品を造るためには大きな障害となる。また、導電性を上げるために必要な C (カーボン)成分は粉末の製造過程での適正な配合が重要であるにもかかわらずバインダー成分としての C (カーボン)成分の残留は導電性に悪影響を及ぼすこととなる。そのため専用焼結炉には真空還元力を利用し、次のようなプロセスをとることが不可欠である。

- (ア) $RP+MB$ より還元力の強い高真空に到達する DP を採用し、昇温前の初期真空排気時において極限まで炉内を高真空状態とする。
- (イ) 脱脂工程においては別の脱脂炉を使用して焼結炉に移動させる時に一旦、大気に触れさせてしまうことによる、(水分を含めた)酸素成分の再吸着→酸素成分の増加を避けるために同一炉で脱脂から焼結まで連続して処理できる機能を持った炉であることが重要となってくる。このため今回の専用炉ではバインダーを炉外へ排出させるための脱脂のための不活性ガスを導入しつつも一定の真空を維持・管理させる必要がある。
- (ウ) 焼結温度に至るまでの間に材料自体から出てくるアウトガスの除去も良品製造に効果があると思われるため昇温途中で再度ガスを止め、一旦真空引きを行ないアウトガスを除去する。
- (エ) 焼結温度に至る昇温途中、あるいは焼結温度に到達し、温度を保持する工程では逆に真空や圧力コントロールといった真空下での圧力維持ではなく、大気圧での制御が必要となってくる。これらの一連の真空・圧力コントロール・大気圧制御を精密に行なうことが良品開発に不可欠である。したがって、本研究を遂行する上での仕様を満足する機種は、島津メクテム株式会社製 VHSgr30/30/60M の1機種認められた。

- (2) 焼結体特性—専用焼結炉による焼結実験を行い、焼結体特性の目標値をクリアして焼結ノウハウの確立を目指す。
- (3) 軽量化—様々な厚みや複数部品を統合一部品化したグリーン成形体を試作し、専用焼結炉で焼結実験を行い、薄肉化の限界を見極める。
- (4) 省資源化—射出成形時のスプール・ランナーを焼結前に回収し、粉砕機で粉末状に粉砕して再利用する事で素材のコストを抑える。

1) 金属粉末射出成形用素材開発

1) - 1 耐熱性向上

株式会社藤岡製作所開発の特殊バインダーで3パターンを試作し、そのうち使用出来る2種類で成形し外部2か所へ脱脂と焼結を依頼、また社内炉においても脱脂と焼結を行い寸法とデータ採りを行い、密度、硬さ、熱伝導率は次の結果が得られた。

社内炉で脱脂と焼結をおこなった試験体の結果

(50×50×5mm の資料よりΦ10×4mm の試験片にして測定)

・密度	3.384(g/cm ³)	アルキメデス法
・硬さ	ビッカース硬さ(加重98N) HV985, HV1009, HV997 3回の平均= HV997	
・熱伝導率	174.6 (W/(m・K))	レーザーフラッシュ法

1) - 2 微細化適性

グリーン体で、1/100mm の精度で管理出来るか射出成形機で実験を行ったが、現状 1/100mm 以上のばらつきがあった。今後は、焼結体での精度±0.5%以下を目標とする。

1) - 3 焼結時収縮率の安定性

結果約15%の収縮率が確認された。収縮率20%で安定できうる素材の開発・選定については補完研究で実施する。

1) - 4 軽く高強度で人体に無害な素材の開発

インプラントの金型を製作し(製作中)医療用特性として、生体親和性・高い破壊靱性・強い曲げ強度・高強度・耐久性など医療用特性を有しているかを目標としての分析測定については補完研究で実施する。

2) 金属粉末射出成形用金型開発

2) - 1 ホットランナー利用による省資源化

射出成形時のスプール・ランナーを焼結前に回収し粉砕機で粉末状に粉砕し、ペレット状に戻した。省資源化を目標としてのホットランナー用金型製作について、さらに研究を実施する必要がある。

2) - 2 微細化金型開発

コンパクト・軽量化を求められる複合製品にも射出成形で対応出来、しかも難焼結素材である窒化アルミにも適合する特殊専用金型を継続して開発する。

2) - 3 複雑三次元形状製品の開発

穴開きケース状の製品は射出成形を実施した。
追加工無しで、しかもニアネットシェイプで仕上げられる複雑三次元形状の製品の金型製作については補完研究で実施する。

2) - 4 置き中子法の確立

試作金型は製作済み、またグリーン体まで製作した。置き中子が脱脂時抜けきる条件出しと焼結を行う必要がある。

3) 真空焼結工程削減法の開発

3) - 1 製品と素材ごとの焼結プログラム開発

1 パターンの脱脂と焼結を行った。製品の形状や肉厚の違い、異なるバインダー等による焼結温度分布・脱脂焼結時間等の違いの分布、それぞれの製品に合った焼結プログラム（収縮率・歩留り等）のパソコンでのデータベース化・規格としての管理については検討が必要である。

3) - 2 真空度の維持管理方法の開発

1 パターンの脱脂と焼結を行った。脱脂焼結時の真空雰囲気焼結体に及ぼす影響、さらに歩留りの良い焼結方法の開発、バインダーの処理方法（温度・時間等のヒートパターン、セッターへの配置等）のデータベース化・管理については検討が必要である。

1 - 4 当該プロジェクト連絡窓口

管理法人：財団法人岡山県産業振興財団

〒701-1221 岡山市北区芳賀 5301 テクノサポート岡山3F

連絡担当者名・所属役職：技術支援部 研究開発支援課 課長 横田 尚之

TEL: 086-286-9651 FAX: 086-286-9676

E-mail: nyokota@optic.or.jp

第2章 本論

平成21年度補正予算事業において行う内容は以下のとおり。

本研究では、高熱伝導性セラミックスである、窒化アルミに CIM 法を適用して成形体を形成、さらにこれを真空焼結炉によって緻密化して、高機能な小型複雑形状の高熱伝導性部品を安価にかつ効率よく提供する技術の確立を目指す。

目標値1.

焼結体特性については、平成20年度の試験研究開発の高密度・複雑形状のグリーン成形体試作成功時に他社の焼結炉で焼結実験を行い、理論上は目標値をクリアしていると思われるが、専用焼結炉でも再度焼結実験を行い、焼結体特性の目標値を確実にクリアして焼結ノウハウの確立を目指す。

目標値2.

軽量化についても、様々な厚みや複数部品を統合一部品化したグリーン成形体を試作し、専用焼結炉で焼結実験を行い、薄肉化の限界を見極める。

目標値3.

省資源化については、射出成形時のスプルー・ランナーを焼結前に回収し、粉砕機で粉末状に粉砕して再利用する事で素材のコストを抑える。

2-1 金属粉末射出成形用素材開発

(1)-1 耐熱性向上

- ・タイプの違うバインダーの作成を行い脱脂焼結実験を外部へ依頼する。
- ・脱脂焼結炉を入手後社内で実験を行う。

チップとダンベル



チップサイズ 20×20×6

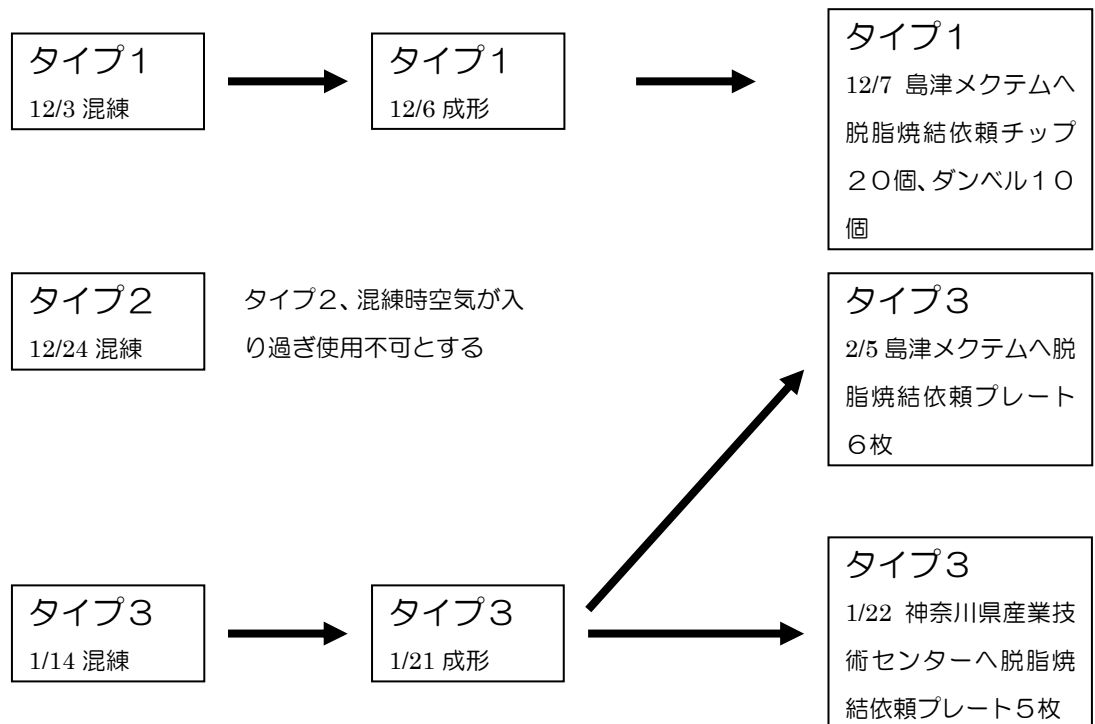
ダンベルサイズ 100×12×2

プレート



プレートサイズ 58×58×6

- ・ タイプ別試験体の流れ
タイプ1とタイプ2の違いは、7種類あるバインダー材料の混ぜるタイミングと時間の違いである。



- ・ 社内炉では、タイプ1のチップ14個、ダンベル7個、タイプ2のプレート2枚を脱脂し、セッター（治具）の関係でチップ4個、ダンベル1個、プレート1枚の焼結実験を2/22から2/26に行う。
- ・ 社外炉実験結果
島津メクテムでの実施スケジュール

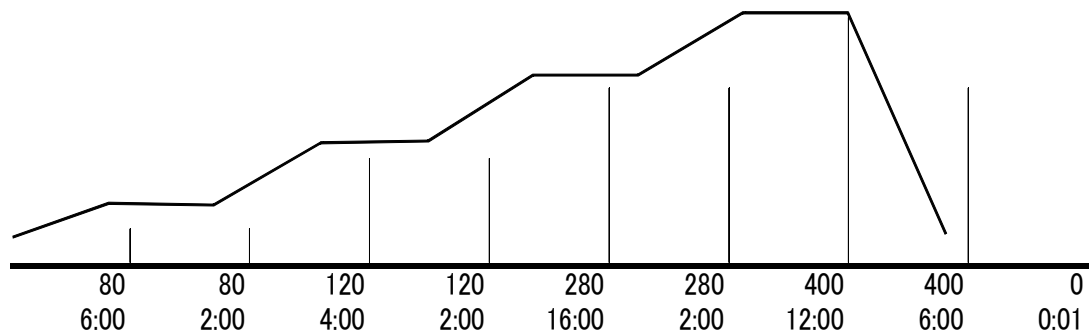
	日付	処理内容	実験体
①	12月11日	脱脂	チップ×2、ダンベル×1
②	12月19日	脱脂、焼結	チップ×8、ダンベル×3
③	2010年1月21日	脱脂	チップ×12、ダンベル×7
④	1月25日	焼結	ダンベル×2
⑤	1月27日	脱脂、焼結	チップ×12、ダンベル×5
⑥	2月6日	脱脂	プレート×1
⑦	2月8日	脱脂、焼結	プレート×1
⑧	2月10日	脱脂	プレート×5
⑨	2月16日	脱脂、焼結	プレート×5

①12月11日実験結果

試験体： チップ×2、ダンベル×1

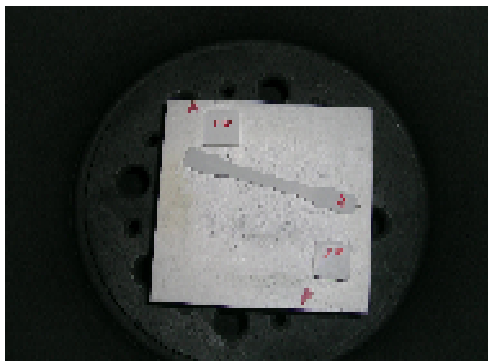
実験条件：試験体をポロンナイトライドの板の上に置き、最高温度
400℃で脱脂を行う

脱脂パターン：

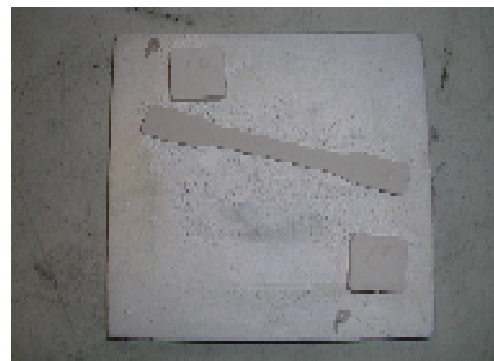


結果：外見上膨れクラックはなかった

グリーン体



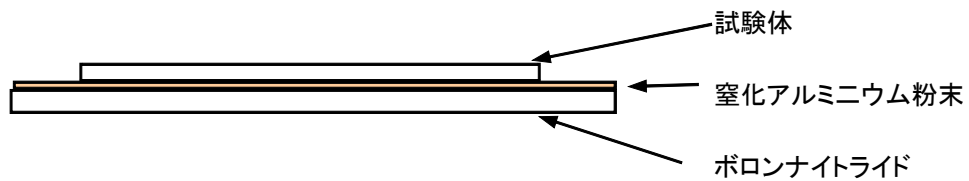
脱脂後



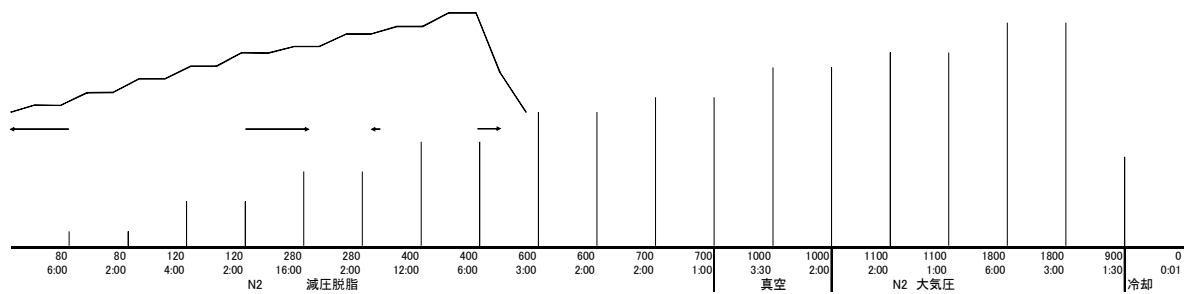
②12月19日実験結果

試験体： チップ×8、ダンベル×3（12月11日の脱脂分含む）

実験条件： ボロンナイトライドの上に窒化アルミ粉末の敷き粉をまき、その上に試験体を置き、囲いと蓋をしないで最高温度1800℃で脱脂焼結を行う。



脱脂焼結パターン：



結果：窒化アルミ粉末の敷き粉の上に試験体を並べたが、囲いと蓋をしなかったために茶色に変色したのと反りが発生した。

焼結後



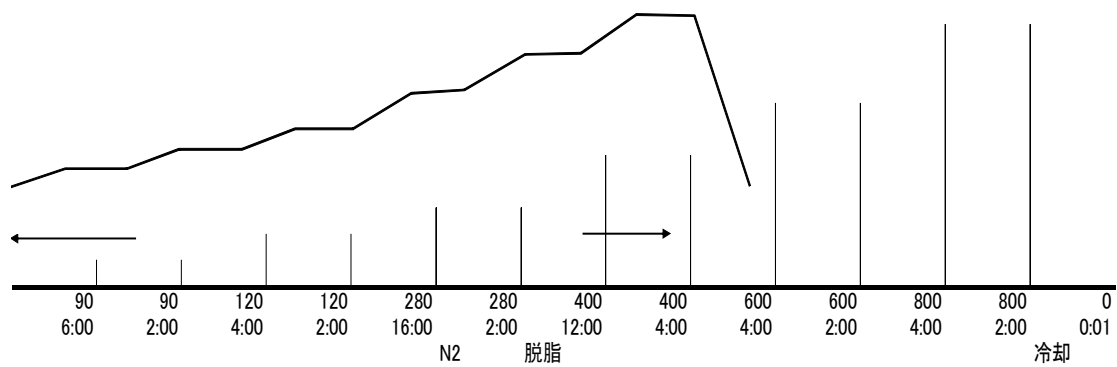
別紙写真—1

③ 1月21日実験結果

試験体： チップ×12、ダンベル×7

実験条件：試験体をポロンナイトライドの板の上に置いて温度
800℃で脱脂を行う

脱脂パターン：



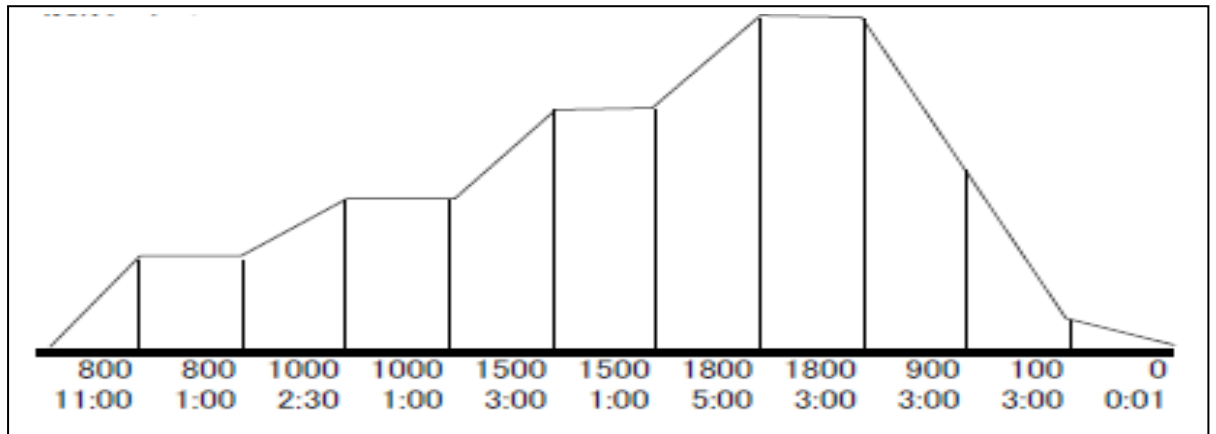
・ 結果：外見上膨れクラックはなかった

④1月25日実験結果

試験体： ダンベル×2

実験条件：試験体をボロンナイトライドの上に置き（窒化アルミ粉末の敷き粉無し）囲いを使用し最高温度1800℃で焼結を行う。

焼結パターン：



結果：反りが無い状態に仕上がった

窒化アルミ粉末の敷き粉が必要無い事も確認出来た。

ただし表面が茶色に変色した。

焼結後



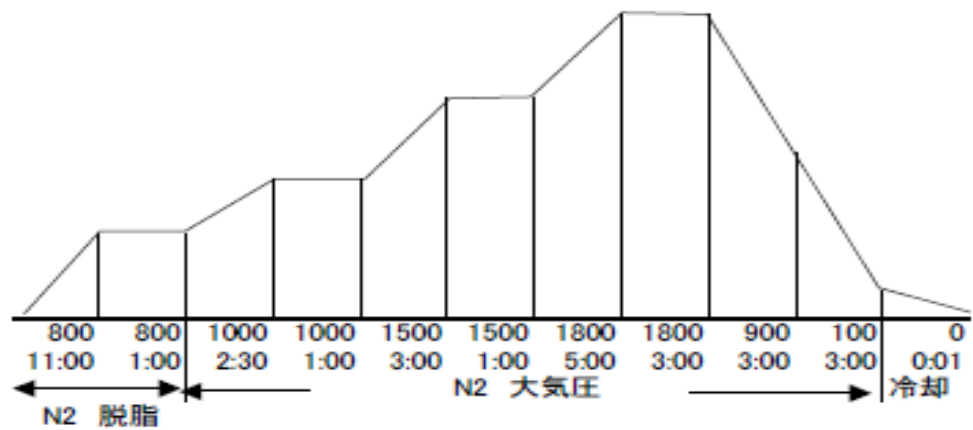
別紙写真一2

⑤ 1月27日実験結果（1月21日の脱脂分含む）

試験体： チップ×12、ダンベル×5

実験条件：試験体をボロンナイトライドの上に置き、囲い有り（上側）と囲い無し（下側）の両方を最高温度1800℃で脱脂と焼結を連続で行う。

焼結パターン：



結果：反りが無い状態に仕上がった。

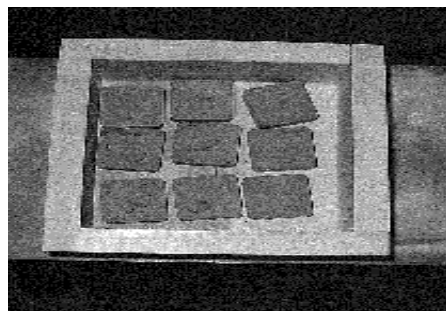
グリーン体囲い有り



グリーン体囲い有り（上側）と無し（下側）



グリーン体囲い有り



脱脂後

囲い無し（1個のみ）



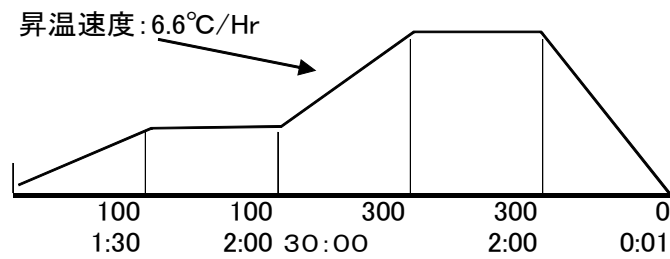
別紙写真一3

⑥2月6日実験結果

試験体： プレート×1

実験条件：試験体をボロンナイトライドの上に置き、300℃で脱脂を行う。

焼結パターン：



結果：外見上膨れ、クラックはなかった。

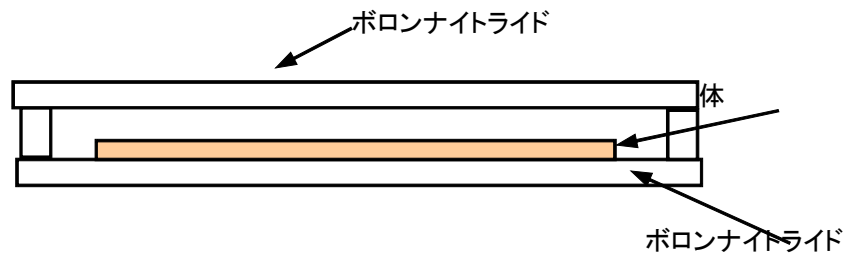
脱脂後



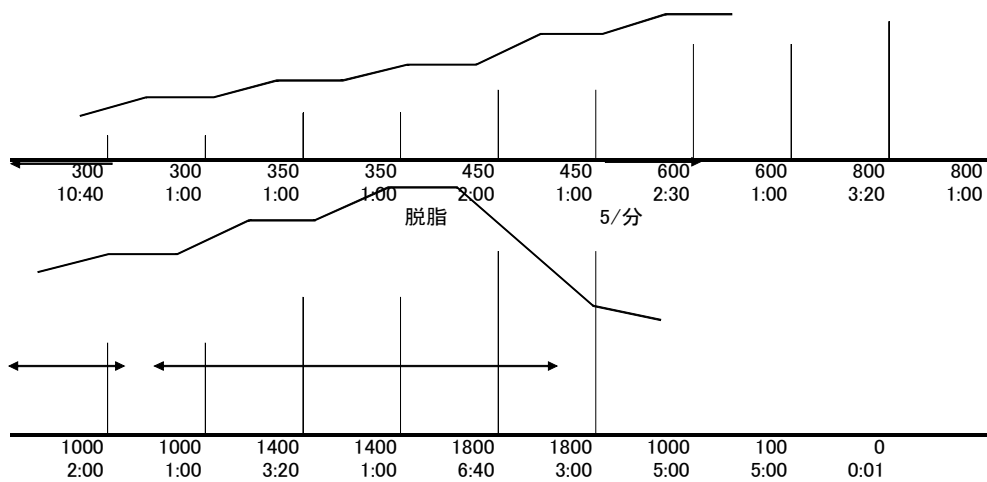
⑦2月8日実験結果

試験体： プレート×1

実験条件：試験体をボロンナイトライドで囲み、最高温度1800℃で焼結を行う。

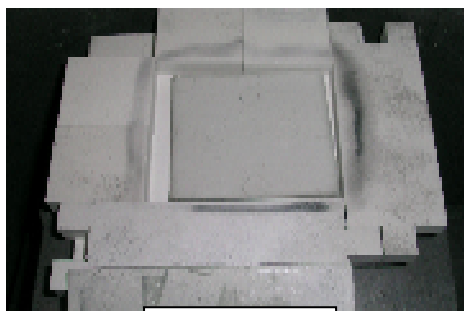


処理パターン：



結果：300℃での脱脂では膨れクラックは無かったがその後の脱脂、焼結において側面クラックが発生した。

焼結後、変色は無い



別紙写真—4

焼結後、側面にクラック有り



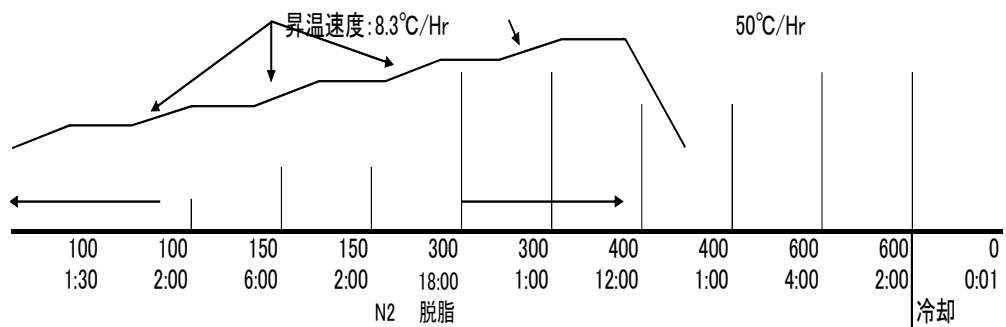
別紙写真—5

⑧2月10日実験結果

試験体： プレート×5

実験条件：試験体をボロンナイトライドの上に置き、温度600℃で脱脂を行う。

脱脂パターン：



結果：外見上膨れ、クラックが発生した。

脱脂後膨れ有り



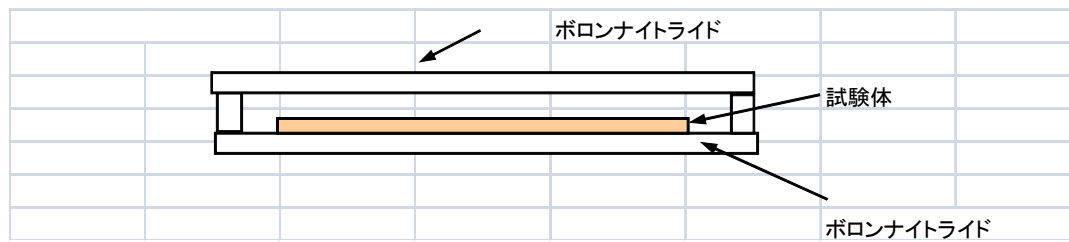
脱脂後膨れ有り



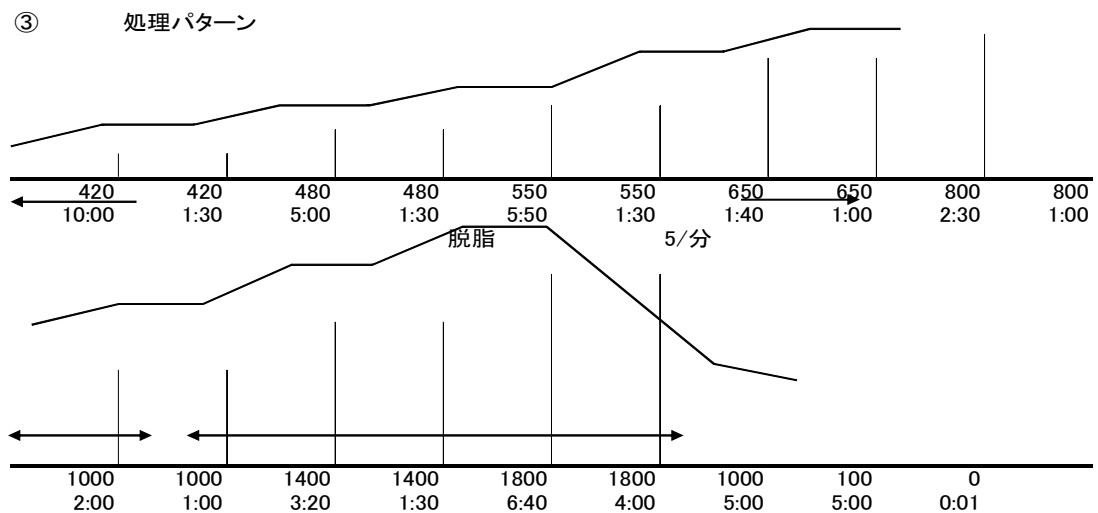
⑨2月16日実験結果

試験体： プレート×1

実験条件：試験体をボロンナイトライドで囲み、温度1800℃で焼結を行う。



焼結パターン：



結果：囲いに少し隙間があった為少し茶色の変色が確認された。しかし脱脂時にあった膨れやクラックの進行は焼結では無かった。

焼結後



別紙写真一6

島津メクテム実験結果のまとめ

- ・ 窒化アルミ粉末の敷き粉の使用は試験体に反りの影響が出ることがわかった。
- ・ ボロンナイトライドの囲いを使用して焼結した方が出来上がりが安定することがわかった。
- ・ 脱脂時の昇温速度が速いと、膨れ・クラックの原因となることがわかった。
- ・ 次回脱脂温度は600℃までで、昇温速度6.6℃/hr以下となるように処理パターンを作成する。(移し替えの無い場合)
- ・ 試験体の状態から、膨れ・クラックは混練と成形条件が起因する要素が大きいと考えられる。
- ・ 1度脱脂処理した試験体を再度脱脂と焼結を行っても、1度目の状態から変化しないことがわかった。

・ 社外炉実験結果

神奈川県産業技術センターでの実施スケジュール

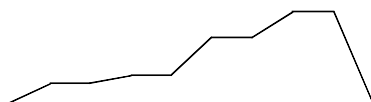
	日付	処理内容	実験体
①	1月27日	脱脂	プレート×5
②	2月4日	焼結	プレート×5

① 1月27日実験結果

試験体： プレート×5

実験条件： ポーラスなアルミナの板(150mm×150mm)にアルミナ粒子(0.5mm)を敷きつめその上に試験体を置き 400℃で脱脂を行う。

脱脂パターン：



80℃	80℃	120℃	120℃	280℃	280℃	400℃	400℃	0℃
8:00	2:00	4:00	2:00	16:00	2:00	12:00	6:00	0:01

② 2月4日実験結果

試験体： プレート×5

実験条件：カーボン製坩堝（Φ85mm×H35mm）に窒化アルミ粉末を敷きつめ、その上に試験体を置き、さらに窒化アルミ粉末を敷き最高温度 1800℃で焼結を行う。

焼結パターン：



400℃	400℃	700℃	700℃	980℃	980℃	1100℃	1100℃	1800℃	1800℃	0℃
0:40	0:30	0:30	0:30	0:28	2:00	0:12	0:30	3:30	3:30	0:14

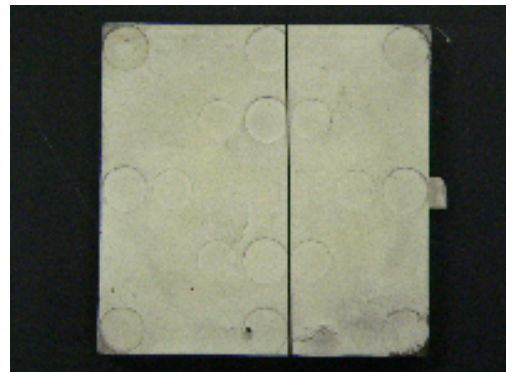
結果：断面に層状の気泡が全面にあり、予定していた密度、硬さ、熱伝導、電気抵抗の測定は不可能であった。

焼結後断面



別紙写真一七

焼結後裏面



別紙写真一八

焼結後表面



別紙写真一九

・社内炉実験結果

株式会社藤岡製作所での実施スケジュール

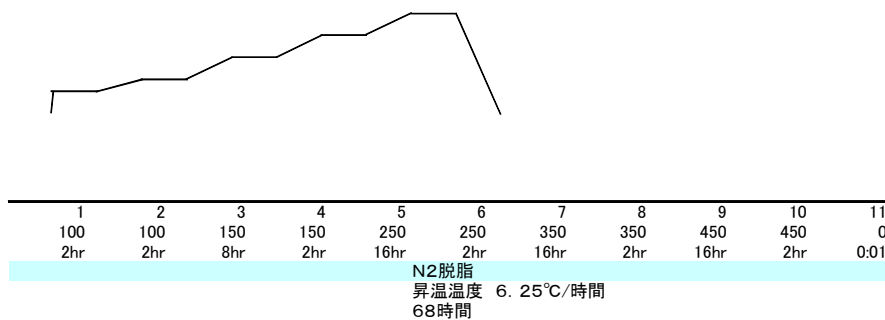
	日付	処理内容	実験体
①	2月22日	脱脂	チップ×14、ダンベル×7、プレート×2
②	2月25日	焼結	チップ×4、ダンベル×5、プレート×1

①2月22日実験結果

試験体： チップ×14、ダンベル×7、プレート×2

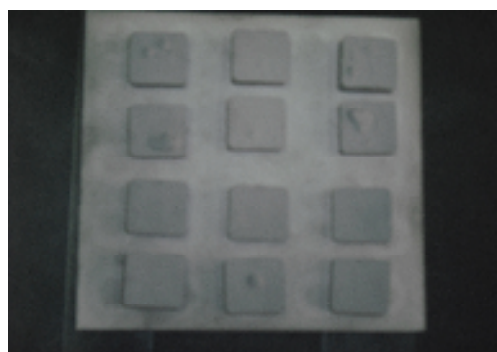
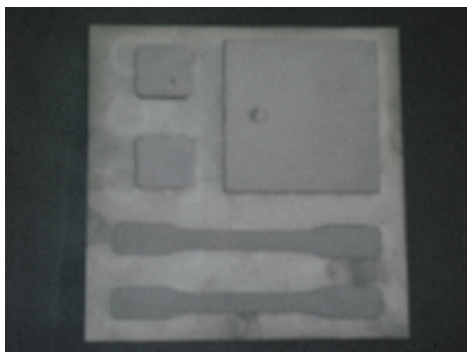
実験条件：4枚のアルミナの板の上に試験体を分散して4か所に置き、温度450℃で脱脂を行う。今回は脱脂後の状態を確認する為、脱脂焼結を連続ではなく脱脂のみとした。
又島津メクテムの実験結果で得られた昇温速度6.6℃/hr以下での6.25℃/hrとし、温度は600℃では脱脂後、手に持ったの確認が難しいと予測されたので450℃とした。

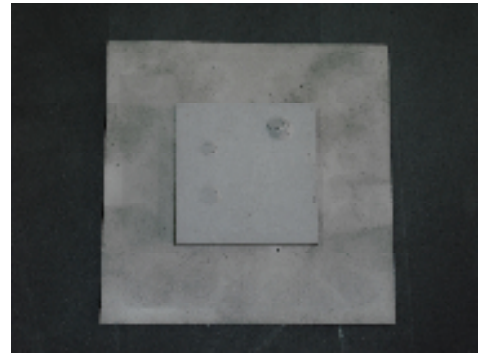
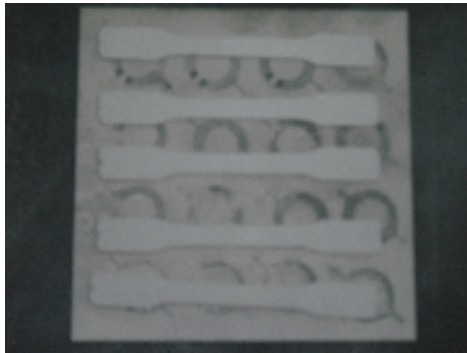
脱脂パターン：



結果：チップとプレートにはほぼ全数膨れとクラックが確認された。ダンベルは綺麗な状態で仕上がっていたが手に持ったと折れてしまい、バインダー成分がかなり抜けていることがわかった。

社内炉脱脂後のチップ、ダンベル、プレート



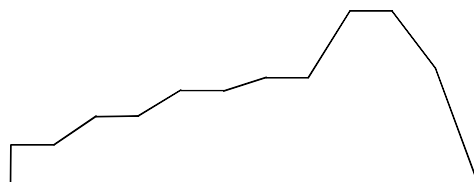


②2月25日実験結果

試験体： チップ×4、ダンベル×1、プレート×1

実験条件：試験体をアルミナの板からボロンナイトライドの板の上に移し替え、島津メクテムの実験で得た結果から、囲いと蓋をして最高温度1800℃で焼結を行う。
(今回の実験では、ボロンナイトライドの板が間に合わなかった為、脱脂にはアルミナの板を使用した)

焼結パターン：



1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
400	400	700	700	980	980	1100	1100	1800	1800	1200	0
40	30	30	30	28	2:00	12	30	3:30	3:00	0:01	0:01

N2大気圧焼結
11時間50分+冷却時間

結果：ほぼ脱脂で確認した同じ様な状態の結果となった。

島津メクテムで得た実験結果が活かされた。焼結後のプレートは、神奈川県産業技術センターに特性検査を依頼する。

膨れ、クラックが入る原因として、混練の不均一が要因と考えられ、他のバインダーで再確認が必要である。

焼結前セッター上に並べた試験体



焼結後



別紙写真一〇

(1)ー2 微細化適正

1/100mm 精度のグリーン体の製造が可能かつ、焼結体での精度 $\pm 0.5\%$ 以下を目標として、焼結体の測定を行い判断する。

・グリーン体（1/100mm 精度）長さ、幅、厚み測定でのばらつきの大きいところは、チップが 0.015mm、プレートが 0.14mm、ダンベルが 0.07mm となり、長いもの、大きいものほどばらつきが大きいという結果となった。

・焼結体での精度 $\pm 0.5\%$ 以下は、試験体を囲うようにするセッター（治具）の必要数の入手が間に合わず、今後の課題となった。

ポロンナイトライド製セッター（治具）



(1) -3 焼結時収縮率の安定性

収縮率炉別比較

同一方向にて比較

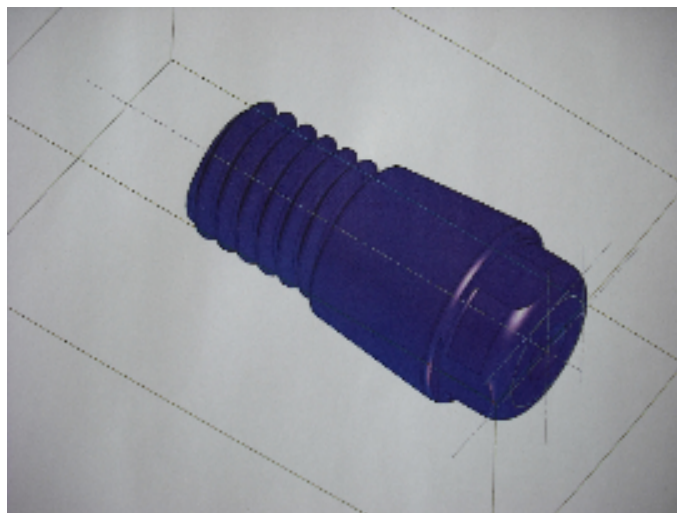
		グリーン体(mm)	脱脂後(mm)	焼結後(mm)	収縮率(%)	
島津メクテム	ダンベル	99.84	データなし	83.84	16.02	12/7渡し分
	チップ	19.85	データなし	16.83	15.21	12/7渡し分
	プレート	58.31	データなし	51.16	12.26	2/5渡し分
神奈川県産業 技術センター	ダンベル	99.84	データなし	データなし	データなし	
	チップ	19.85	データなし	データなし	データなし	
	プレート	58.31	データなし	50.58	13.25	1/22渡し分
藤岡製作所	ダンベル	99.84	測定不能	84.26	15.60	2/26結果
	チップ	19.85	19.92	16.73	15.71	2/26結果
	プレート	58.40	58.34	49.20	15.75	2/26結果

・炉により収縮率が違う結果となった。今後の課題として温度、時間、処理条件（大気圧、真空、減圧、窒素ガス量）の条件出しが収縮率の安定に重要と予測される。

(1) -4 軽く高強度で人体に無害な素材の開発

インプラントの金型を製作中、金型完成後射出成形、脱脂、焼結実験予定

インプラントイメージ図



医療用特性として、生体親和性・高い破壊靱性・強い曲げ強度・高強度・耐久性など医療用特性を有しているかの分析測定は今後の課題。

2-2 金属粉末射出成形用金型開発

(2)－1 ホットランナー利用による省資源化
粉砕機にてランナー粉砕出来ることは確認済み



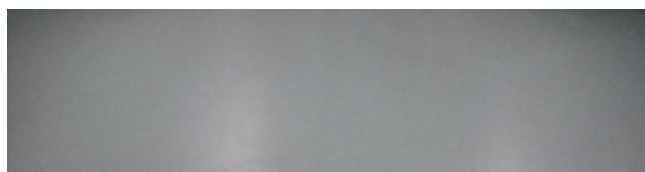
ホットランナー用金型は今後の課題

(2)－2 微細化金型開発

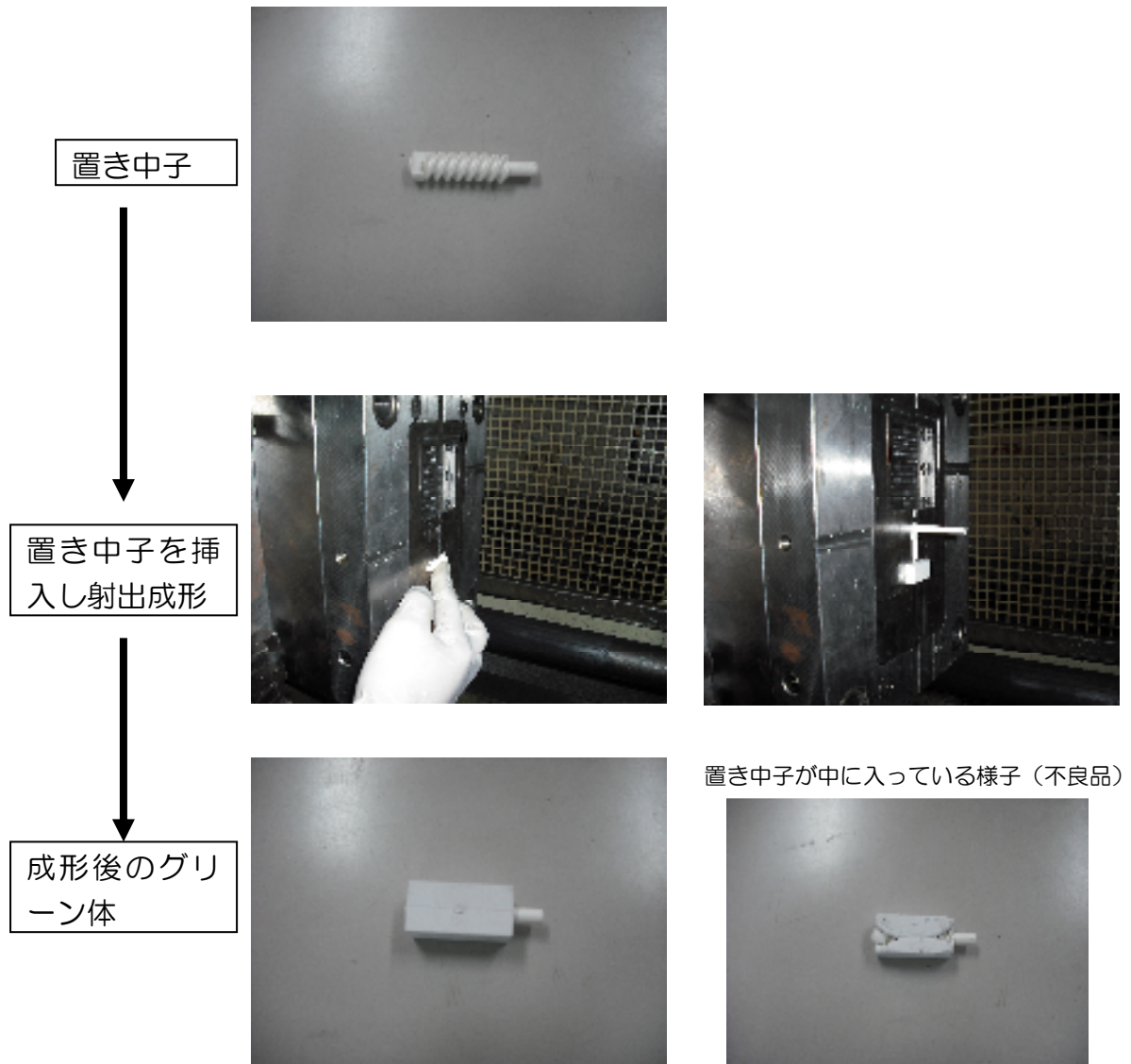
難燃焼素材の窒化アルミを主原料として射出成形出来る金型を継続して製作する。

(2)－3 複雑三次元形状製作の開発

グリーン体で穴開きケースの射出成形は出来た。より複雑三次元形状の製品の金型製作は今後の課題。



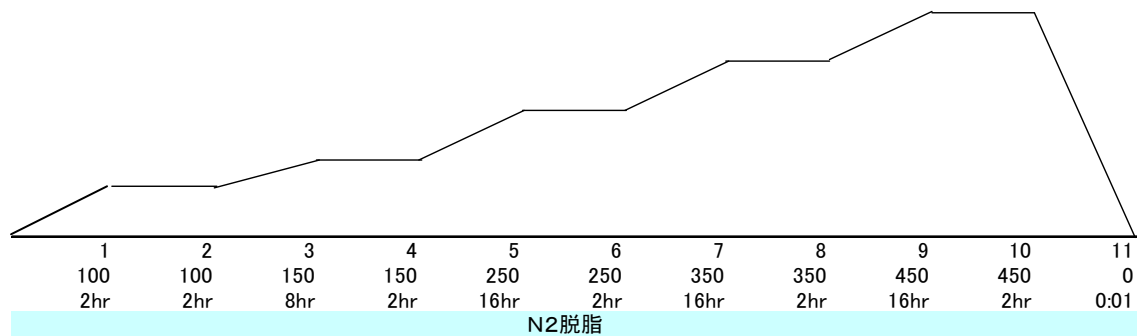
試作金型にて、グリーン体まで出来ていて脱脂、焼結実験は今後の課題となる。成形順序は下記の通り。



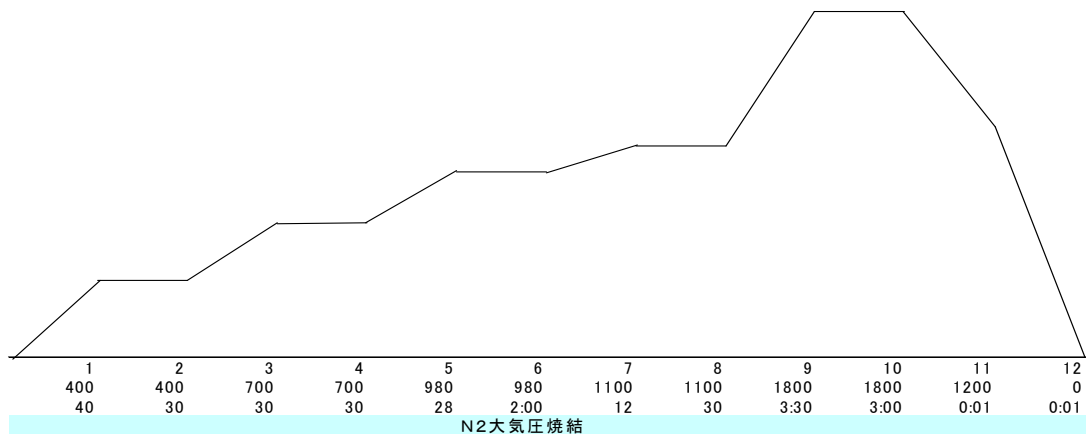
(3)ー1 製品と素材ごとの焼結プログラム開発

それぞれの製品に合った焼結プログラム（収縮率、歩留まり率）をデータベース化し管理を行う。今回の脱脂と焼結のパターンは、実験履歴として管理する。

社内炉焼結パターン 2/22 から 2/25 まで 68 時間＋冷却時間



社内炉脱脂パターン 2/25 から 2/26 まで 11 時間 50 分と冷却時間



・社内炉で脱脂と焼結を行い、社外に依頼したのとほぼ同じレベルの結果が得られた。

(3)ー2 真空度の維持管理方法の開発

脱脂焼結実験毎、設備データを記録、また特性値測定を行いデータを分析する事により諸条件をパターン管理が出来るようにする。

追加分

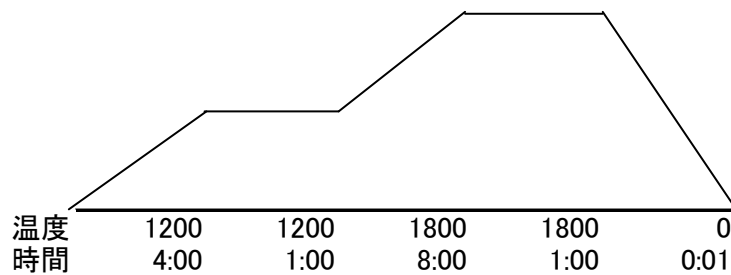
- 実験炉使用内訳 ① 治具の空焼き
② 2種類のバインダーによる脱脂と焼結の実験

①治具の空焼き（ボロンナイトライド）

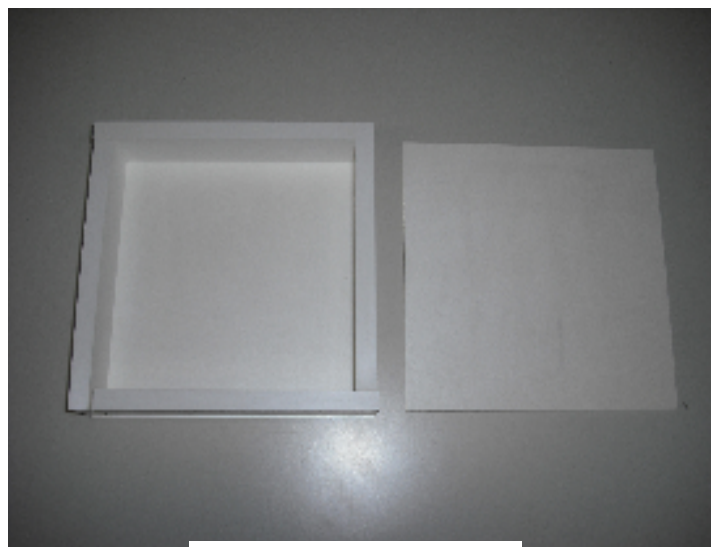
目的：試験体を焼結した際、治具から発生するアウトガスが試験体に影響を及ぼすため、アウトガスを低減させる目的でボロンナイトライド2セット分の空焼きを行う。

実施日：3月4日

空焼きパターン：



ボロンナイトライド製治具



炉の中にセットした状態



②2種類のバインダーによる脱脂と焼結

目的：2種類のタイプの違うバインダーで、穴あきチップと薄いプレート
をそれぞれ成形し、前回の実験より時間を短縮（成分の融解温度が
違う為）した脱脂を行った後焼結し、収縮率などの状態確認を行う。

試験体：薄いプレート×2枚（58×58×2.5）

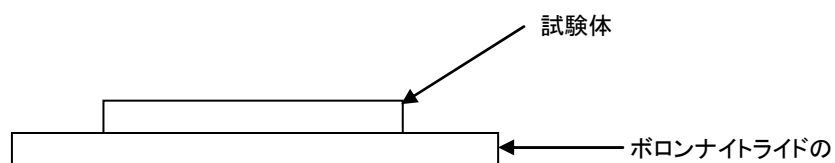
穴あきチップ×2個（15×15×5.8）

脱脂実施日：3月15日

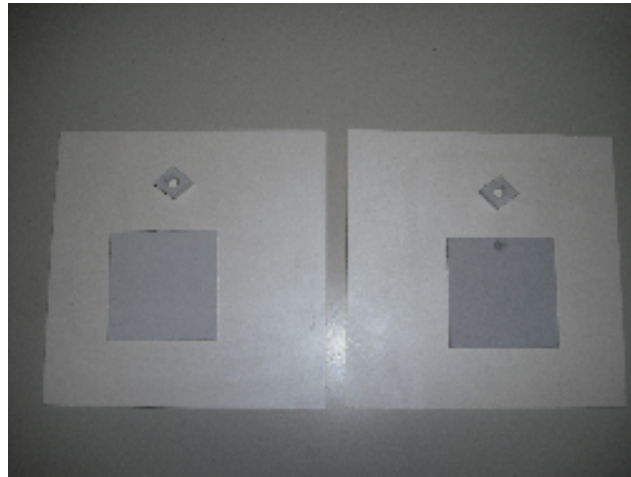
焼結実施日：3月17日

1、脱脂

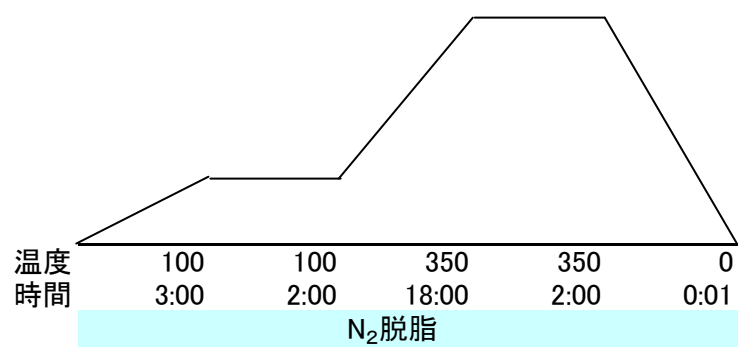
実験条件：2種類のタイプの違うバインダーで成形したグリーン体を、ボロ
ンナイトライドの板の上に置き、温度350℃で脱脂を行う。



脱脂前



脱脂パターン：

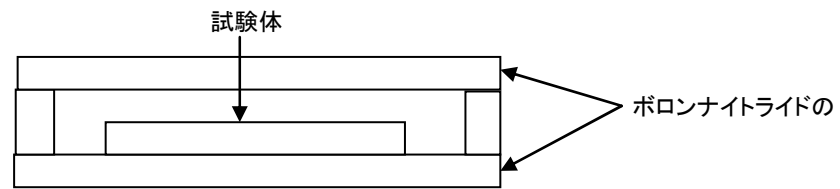


脱脂結果：穴あきチップの穴内側にヒビがあり、外周には反りが見られた。
薄いプレートには、軽い反りが見られた。

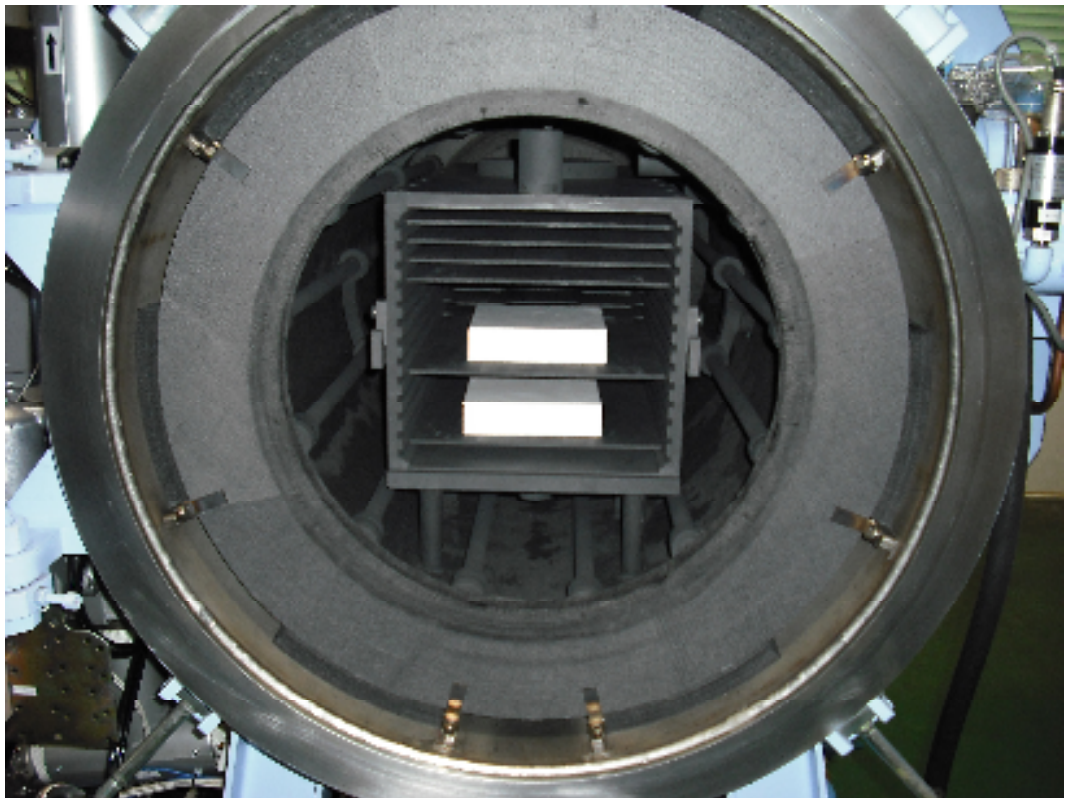
2、焼結

実験条件：脱脂後の試験体の周りをボロンナイトライドの側板で囲い、さら

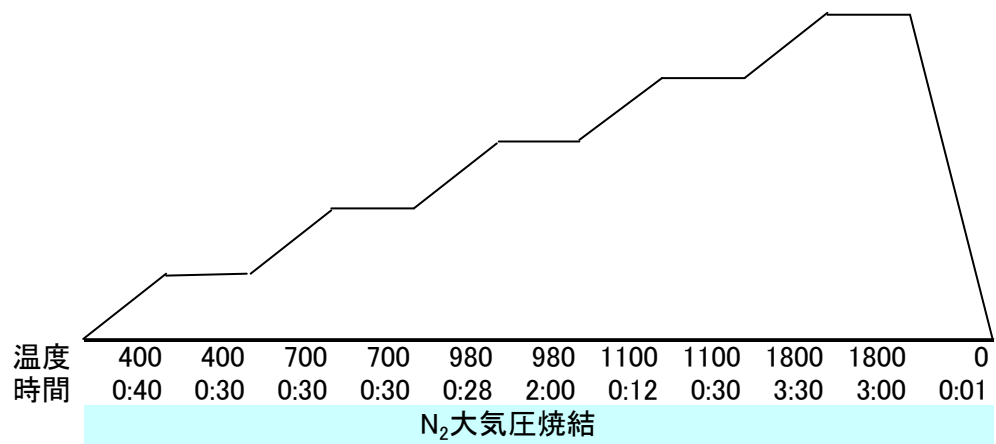
にボロンナイトライドの板で蓋をして最高温度1800℃で焼結を行う。



焼結前、炉内へセットした状態

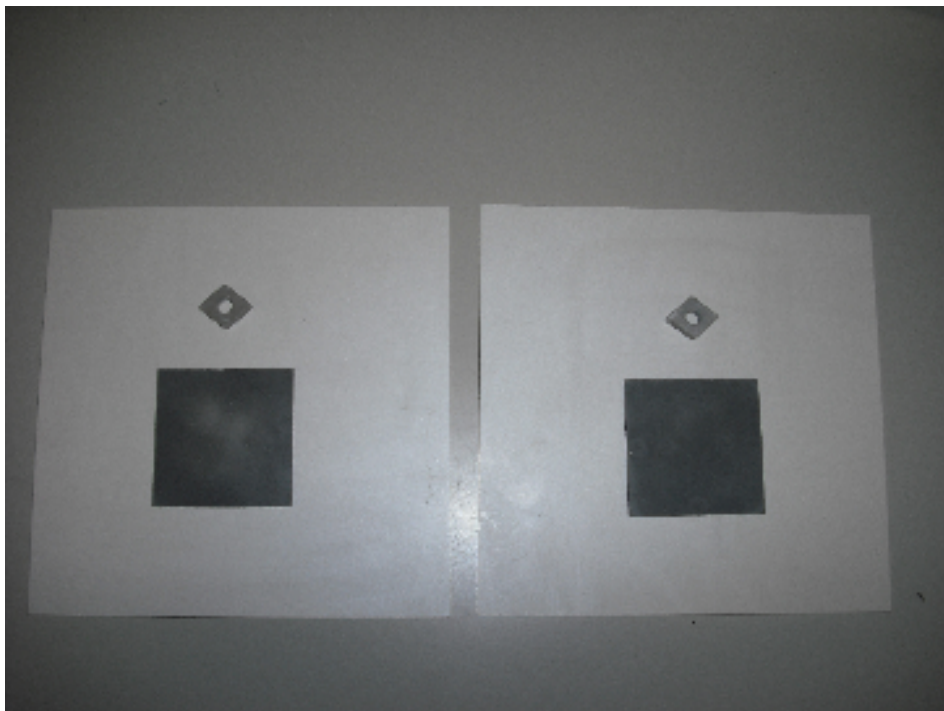


焼結パターン：



焼結結果：穴あきチップは、ほぼ脱脂と同じ状況であった。
 薄いプレートは、大きな反りと白っぽい色むらがあった。

焼結後



収縮率確認：

	グリーン体(mm)	焼結後(mm)	収縮率(%)
薄いプレート(長さ)	58.23	49.41	15.15
薄いプレート(厚み)	2.39	2.09	12.55
穴あきチップ(長さ)	14.78	12.84	13.13
穴あきチップ(厚み)	5.62	4.72	16.01

今後の取り組み：今回の2種類のバインダーでは、まだ熱膨張係数と絶縁性の特性デー

タを採るレベルまで行かないので、バインダーの種類を変えて特性データが採れるレベルに達するよう実験を行う。

収縮率が長さ方向と厚みで違いがあり、バインダー成分、処理条件、温度、時間の条件出しを継続して行う。

・研究開発後の課題

今回の研究では、すべてが測定出来る試験体が得られなかった。

今後も最終目標数値が得られるよう、継続実施を行う。

1、焼結体特性

- ・熱伝導率 180w/mk 以上→176.6w/mk
- ・熱膨張係数 $5.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下→次回測定予定
- ・絶縁性 $10^{14}\Omega\text{cm}$ →次回測定予定

次の2点は測定できた

- ・密度 $3.384(\text{g}/\text{cm}^3)$
- ・硬さ HV997 (ビッカース硬さ 98N)

熱膨張係数と絶縁性の特性データを取るためバインダーの種類を替えて特性を取る事が出来るレベルにする。

2、軽量化

社内炉で実験出来たのが2月22日から3月19日までで、その間に何度かバインダーの種類を変えて実験を行ったが、満足の行く結果が出ず、薄肉化の限界を見極める実験は次回の課題となった。軽量化は、再度バインダーの種類を変えて、次回からの脱脂焼結実験時に実施とする。

3、省資源化

射出成形時のスプールランナーを粉砕機にかけて粉砕し再度射出成形機で成形出来ることは確認出来た。スプールランナーが出ないホットランナー用金型製作は今後の課題とする。

成形後のグリーン体の 1/100mm での管理、焼結後の収縮率の安定など条件管理がポイントであり、データ採りとデータ管理が重要となる。インプラント（置き中子含む）では金型の製作後、射出成形後に脱脂焼結を行い、医療用特性として生体親和性、高い破壊靱性、強い曲げ強度、高強度、耐久性など医療用特性を有しているか分析測定を行う。

・事業化展開

目標となる特性データが得られた後、技術的性能データを充実させ、PR活動を実施し市場とユーザーの基本的把握を行い、具体的な商品ターゲットを絞り込んで商品展開を図る。

開発終了後、生産体制を整備しつつ、販売体制構築、品質確保、販路開拓に注力する。

次のステップでは、製品ラインアップの拡充と顧客確保を行い販路を拡大し、さらに電子情報機器、照明素子などへの水平展開を図る。

くわえて「絶縁、高熱伝導」放熱対策品は、CPUを含むあらゆる分野の製品、燃料電池周辺装置への水平展開も図る。

藤岡製作所
小原様

神奈川県産業技術センター 横内

お預かりした 50×50×5mm の試料から比較的気孔が少ない部分を選定し、熱伝導率用の試験片(φ10×4mm)に加工しました。
密度、硬さ、熱伝導率、SEM による観察写真を以下に示します。

1. 密度 3.384(g/cm³) アルキメデス法
2. 硬さ ビッカース硬さ(加重 98N)
HV985, HV1009, HV997 3回の平均=HV997
3. 熱伝導率 174.6 (W/(m・K)) レーザフラッシュ法

4. 破面の SEM 写真

焼結体をハンマで粉砕し、破面を観察した。

バインダの固まりがあったと思われる 50～数百 μm 程度の気孔が存在することが明らかになった(図1, 図2参照)。その他、健全な部分の結晶粒の大きさは数 μm であること、結晶粒は比較的良好な界面を呈していることなどが明らかになった(図3, 図4参照)。

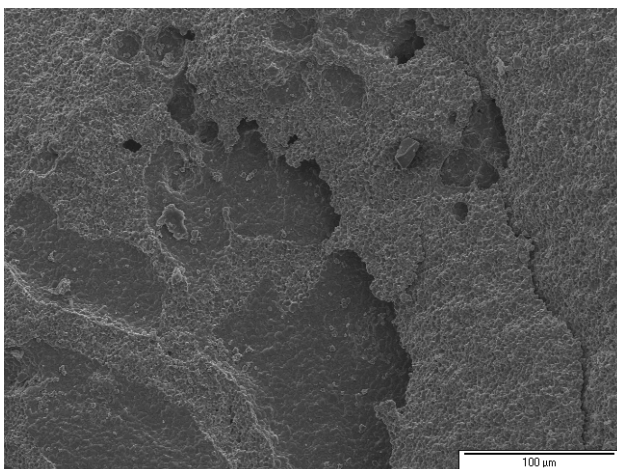


図1 欠陥の様子(その1)

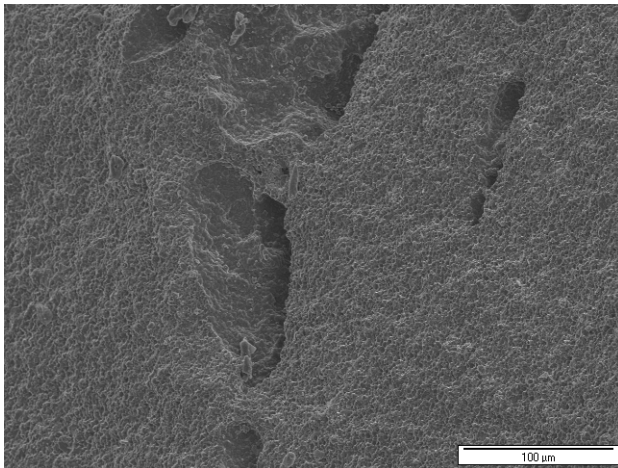


図2 欠陥の様子（その2）

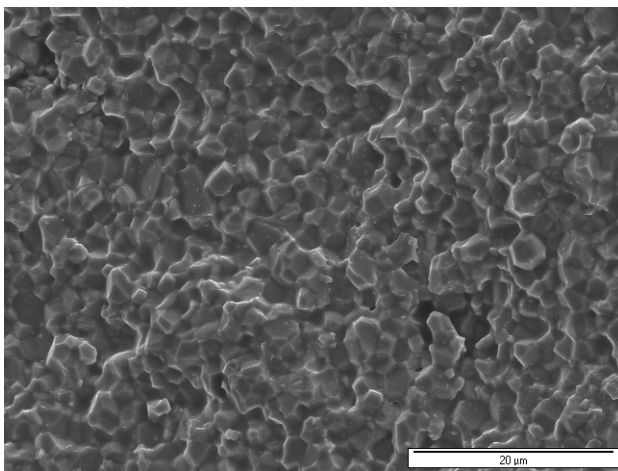


図3 健全な部分の拡大（その1）

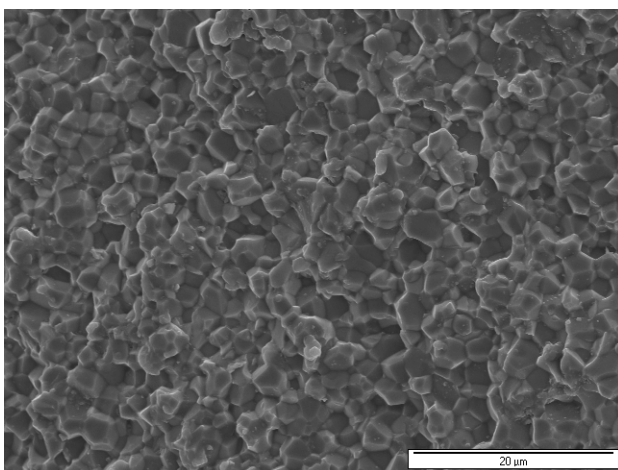
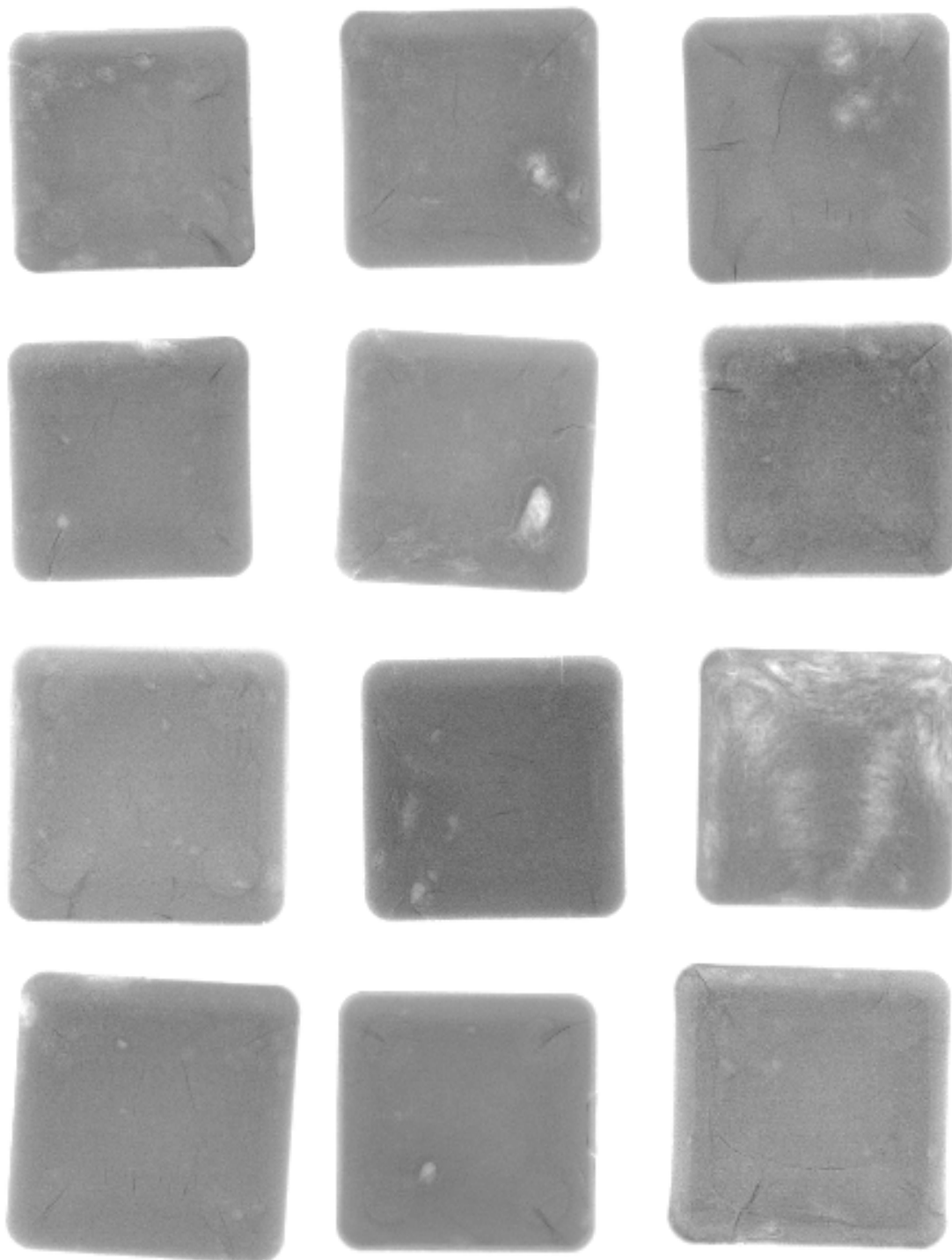
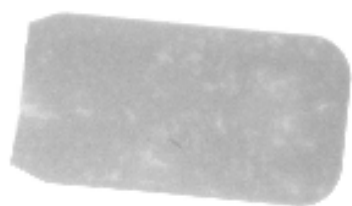
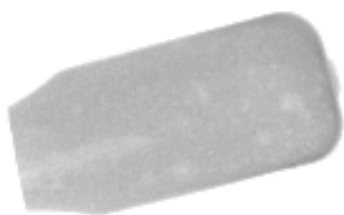
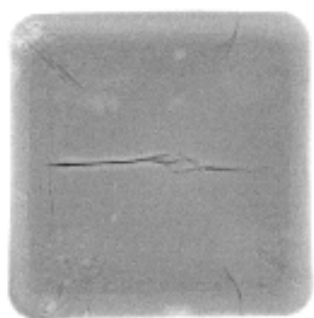
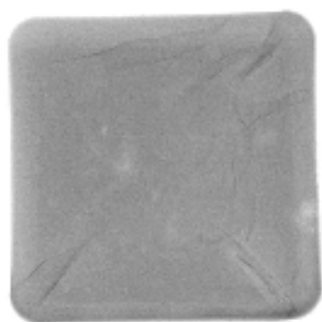
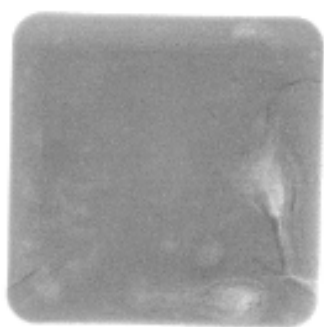
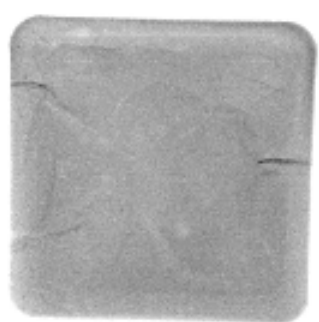


図4 健全な部分の拡大（その2）

X線写真 チップとダンベル
気孔と亀裂がみられる

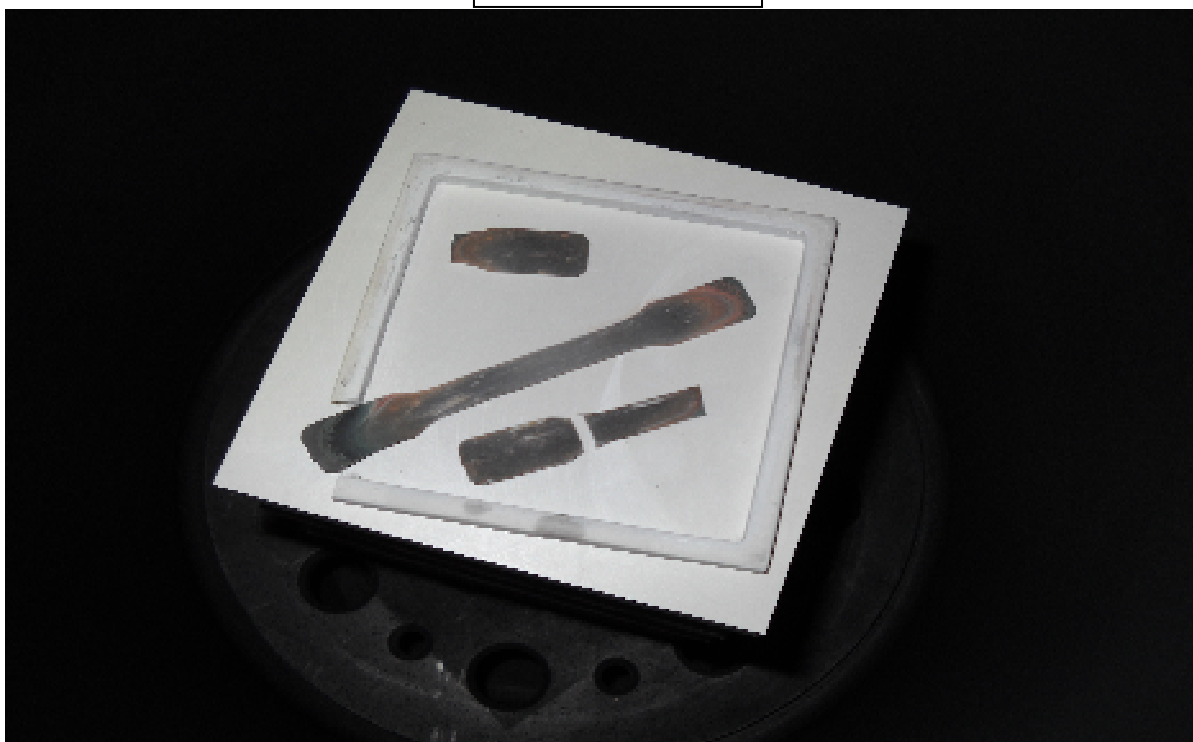




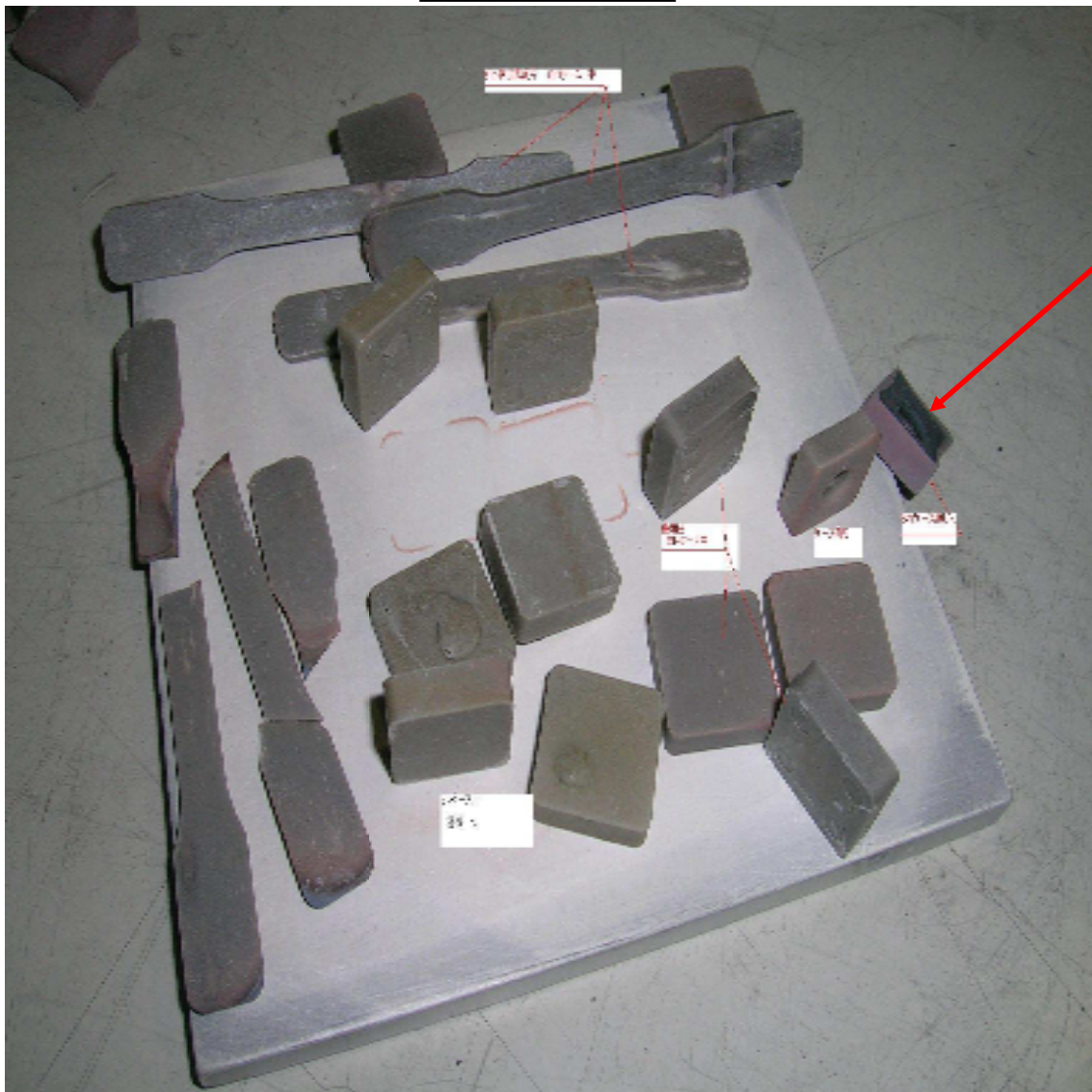
島津焼結後写真－1



島津焼結後写真－2

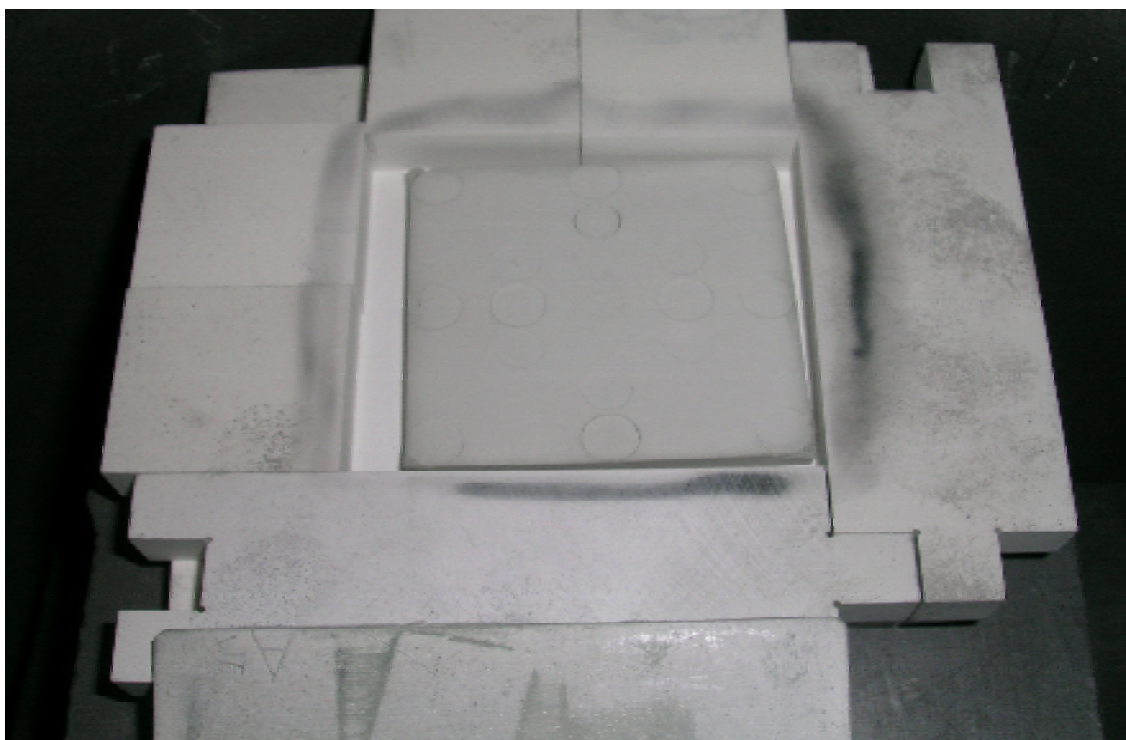


島津焼結後写真-3



囲い無し
1個

島津焼結後写真－4



島津焼結後写真－5



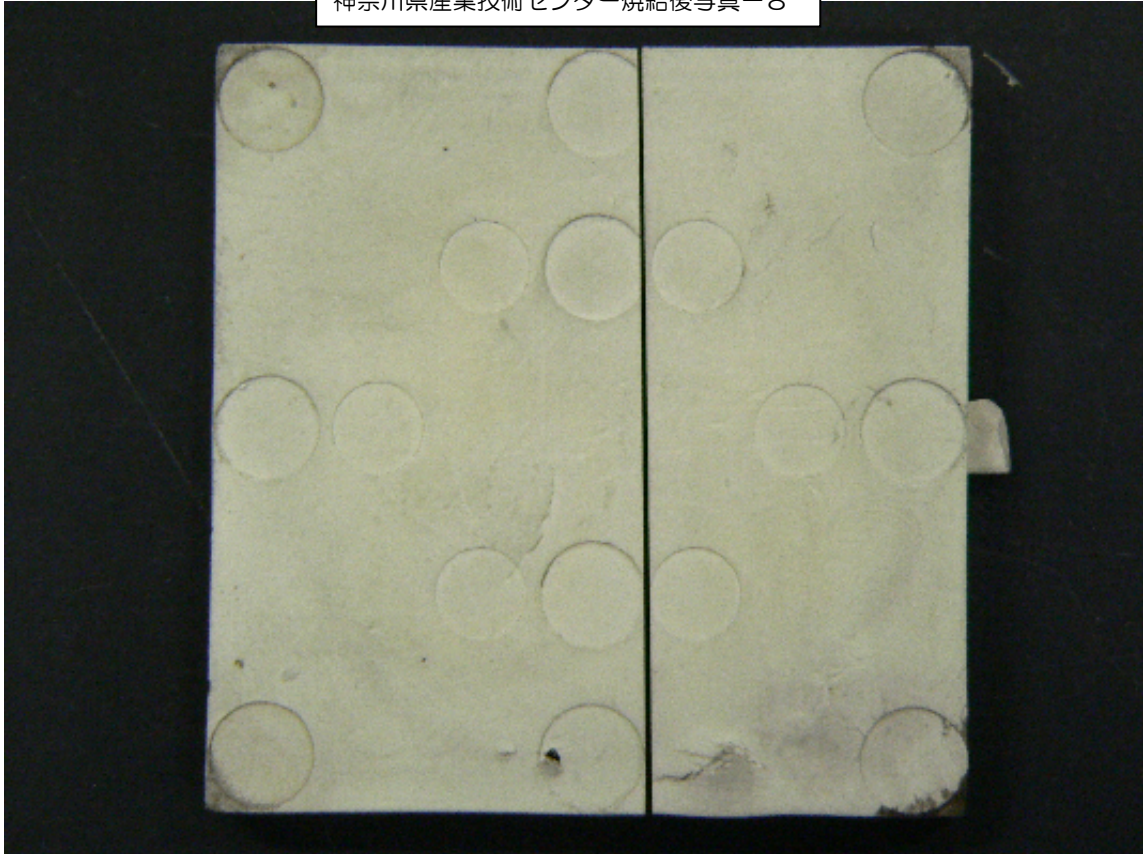
島津焼結後写真－6



神奈川県産業技術センター焼結後写真－7



神奈川県産業技術センター焼結後写真－8



神奈川県産業技術センター焼結後写真－9



