

技術調査(放電プラズマ焼結)

1. はじめに

私は、放電プラズマ焼結装置の管理を担当してまして、今回 総合点検に立ち会いました。メーカーの方と話すことがあり、装置のことを学ぶ機会ができました。どの装置でも同じですが、それなりに、興味を持つところが増え、なにより、新材料を、短時間で作製することができる夢のある装置で、少し、この装置を調べてみようと思いました。

内容は、「粉末成形」の文献、と WEBから入手した技術試料で、新規性のある内容ではありません。放電プラズマ焼結装置を、初見で対面する方を想定して、自分なりに、技術的なことを話せる資料にしたいと考えて作成しました。

放電プラズマ焼結の呼称ですが、通電初期に粉末間に、スパークプラズマが発生され浄化・活性化されるとありますが、材料により、スパークプラズマが確認できなかったという事もあり、違う呼称もあるようです。短時間加熱・冷却の効果、結果として緻密化することは、公知ですので、呼び方だけの問題でしょうね。（新技術の名前付けも大変ですね）

引用・参考 文献

- ・日本塑性加工学会 編 「粉末成形 —粉末加工による機能と形状のつくり込み—」 コロナ社
- ・Masao Tokita 'Progress of Spark Plasma Sintering (SPS) Method, Systems, Ceramics Applications and Industrialization' ceramics MDPI
- ・吉田英弘 「焼結の基礎—理論的背景から実際まで— I . ささまざまな焼結手法」
まてりあ 第 58 巻第 10 号
- ・吉田英弘 「焼結の基礎—理論的背景から実際まで—IV.通電支援焼結の展開」
まてりあ 第 59 巻第 10 号

2. 放電プラズマ焼結とは、

2.1 概略

焼結とは、「金属やセラミック原料粉末の成形体を、主に熱エネルギーによって緻密化せしめ、相対密度および微細組織が制御された多結晶体制品を製造するプロセスである」とあります。

焼結を大別すると以下の3手法になります。

- ① 粉末を金型プレスにより加圧成形し、炉に入れて、焼結する。
- ② 加圧成形と焼結を、一つの装置で行う。
- ③ 上記②に加えて、加熱を、型と粉末にパルス電流を流して行う。

放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering)は、③の焼結手法です。

よりプロセスを表現したとされる パルス通電加圧焼結 (Pulse Electric Current Sintering) と呼ばれることもありますが、ここでは、放電プラズマ焼結 または、SPS と呼びます。

また、新規技術として、フラッシュ焼結 (Flash Sintering) という秒単位で焼結が完了する手法があり、手法として、電場支援焼結 (Electric Field-assisted Sintering Technique ; FAST) と呼ばれています。

放電プラズマ焼結の利点を説明します。右図は概念図です。

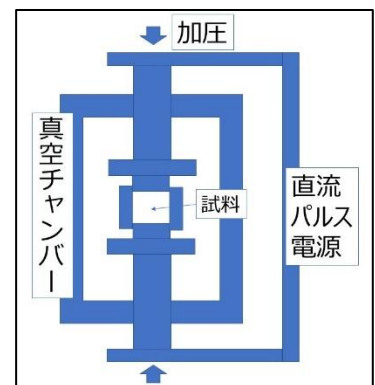
通電により、ダイス・パンチ及び試料のみ加熱するので、

高速加熱、高速冷却 (通常 50℃~100℃/min) を実現し、

均質で、緻密化の進んだ材料の焼結が可能となります。

また、消費電力においても従来と比較して、1/5~1/3 に低減できます。

高速加熱は、数百度/min も可能ですが、最適な上昇温度があり、高温にしすぎても、相対密度は、逆に減じるとのことです。



2.2 放電プラズマ焼結の推移

2020年時点で、日本では、大学、高専、国立機関、民間企業で600台以上のSPS装置が稼働していて、世界では、1100~1300台が稼働しているようです。

歴史的背景を、簡単に説明します。

- ☆第一世代 放電焼結（1962年～）日本に生まれて、特許取得した。金属材料が主
- ☆第二世代 プラズマ活性化焼結（1986年～）低加圧で小電流パルス電源
- ☆第三世代 放電プラズマ焼結（1990年～）高&低加圧併用と大電流パルス電源
- ☆第四世代 SPS プロセス（2001年～）

「焼結」「接合」「表面改質」「合成」の4プロセスに分化して、展開、確立

- ☆第五世代 カスタム SPS（2010年～）実用的な製造アプリケーションの提供

世代の進展により、ステージ寸法は大きくなり、形状効果/機能性・再現性・生産性も向上しています。

2.3 所有装置との比較

技術部で管理している放電プラズマ装置は製造が1995年であり、第三世代に相当します。

現在、メーカー（シンターランド社）が提供している装置とハード面での比較をします。

ステージ寸法の近いモデルとの比較表を作成しました。

（ステージ径はΦ70 mmからΦ230 mmの範囲で6モデル用意されてます）

	所有装置（第三世代）	新製品（第四、五世代）
最大加圧力	10.0tonf	15.3tonf
Z軸加圧ストローク	150mm	150mm
加圧制御	油圧	ACサーボモーター
ステージ寸法	Φ120 mm	Φ150 mm
最高使用温度	2000℃（常用 1700℃）	2500℃（常用 2000℃）
到達真空度	1.3Pa	6Pa
最大パルス電流出力	5000A	10000A

使用温度は高温になってます。

加圧力については、金型の破壊強度が関係するので、ステージ径に依存するはずです。

多分 プロセスの管理は、進歩していると思います。（使用していないで、わからない）

3. 放電プラズマ焼結の実用技術について、簡単ですが紹介します。

3.1 非球面ガラスレンズ成形の金型作成

多種多用に使用されてるカメラレンズですが、非球面であり、1 万分の 1 mmの精度が必要とされています。故に、成形の金型の仕上がりも同等の精度が要求されています。

80~200nm 平均粒径のバインダーレス・タングステンカーバイトを用いて、放電プラズマ焼結で作成し、緻密化された金型を提供しています。

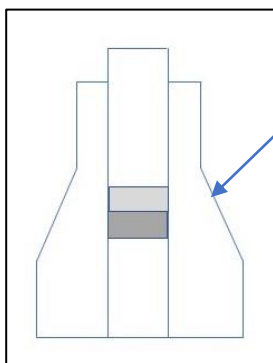
3.2 「夢の新素材」 傾斜機能材料 FGMs(Functionally Graded Materials)

FGMs は、1984 年に日本で提唱されたコンセプトで、一体化が難しい相反する特性を両立するという目的で、「材料の組成や組織、物性などを連続的あるいは段階的に厚さ方向または広がり方向に一体化させたもの」と定義されています。

放電プラズマ焼結の FGMs の概念図を以下にしめします。(5 層構造で簡略化しています)



材料 A と材料 B の特性を持った材料を作製します。明確な接合界面が存在しないので、特性の連続的変化が期待され、また、接合界面に起因する熱応力の発生も減じられます。



温度傾斜焼結法の説明です。(左図参照)

ダイの傾斜部

ダイに、傾斜をつけて、小径の部位の温度抵抗を大きくして温度勾配をつけます。材料 A と B で焼結温度は同じではないので有効な手法となります。

実用例を紹介します。

① ウエルダブル FGM 超硬（商品名）

文字通り、溶接が可能な超硬材料です。（超硬は溶接加工が困難）

WC/Ni 系の材料で、WC と Ni の構成比を変えて、3 層構造にしているようです。

溶接可能と硬さの 2 機能を提供したとされています。

② 超音波ホモナイザー装置用ホーン先端チップ工具

摩擦が少なく損耗が小さい、と 強度があり破損しにくいを両立させた材料です。

ZrO₂と Ti 合金の FGM で、構成比を変えて、5 層構造にしています。

従来品と比較して、長寿命、高い靱性を提供したとされています。

③ インプラント、人口骨（これは未だ、開発段階のよう）

インプラントには、靱性、強度、硬さ、耐摩耗性等が、要求されます。

靱性、強度、硬さ、を金属で、耐摩耗性をセラミックで両立する考えです。

Al₂O₃と Ti 合金の FGM で、構成比を変えて、10 層構造にしています。

焼結体には、クラック、気孔、剥離は無かったとされています。

以上の内容で、構成割合が傾斜して変化するというより、積層構造ではないかと思われそうです。

私もそうです。詳細までは調査不足ですが、遠心力で無段階に割合を変化させる手法もあるようです。

4. 今後の取組

放電プラズマ焼結機の使用時には、必ず、立ち会うようにして、

電流値、温度、圧力、時間のコントロール等について、見極めたいと考えています。