

放電プラズマ焼結法によるクローズドセル 構造金属材料の作製

NIMS (物材機構) ○岸本 哲 新谷紀雄

1 緒言

構造物にセンサーを取り付け、 piezo素子や形状記憶合金を用いてアクチュエート機能を付加するスマートストラクチャーの研究は米国等において盛んに行われている。しかし、材料そのものにより多様な機能を持たせようとする研究は少ないのが現状である。著者らは、金属をコーティングした粒子を焼結してセル内にセル壁とは異なる物質が密閉されて存在し、多様な機能を有すると考えられるクローズドセル構造を有する金属材料作製技術を開発した¹⁾。しかしこの方法は圧力を生じさせる装置や圧力負荷部全体の温度を金属の融点近くまで上げる装置を必要とした。さらに昇温・降温のため、長時間も高温にさらされるため、内包物質が変質する可能性があった。

短時間で焼結を行う手法としては、試料に圧力をかけながらパルス状に電流を引加して高温に発熱させる放電プラズマ焼結法 (SPS 法)²⁾ がある。しかしこの手法は、電極の存在する方向の一方からしか圧力がかけられず焼結方向に不均一を生じ、粒子が楕円形に変形するという欠点があった。

そこで本研究では、この短時間で焼結できる放電プラズマ焼結法を用い、焼結時に等方的に圧力を負荷して、等方向に粒子を圧縮し焼結する方法を開発し、さらに従来の放電プラズマ焼結法、および本方法を用い、金属コーティング樹脂粒子を供試材としてクローズドセル構造金属材料を作製し、その形態の違いを観察しまた、機械的性質を調査した。

2 実験方法

2.1 クローズドセル構造金属材料の作製

本報告で用いた放電プラズマ焼結装置の模式図を Fig. 1 に示す。通常の SPS 法は粉末粒子をグラファイト製の容器 (ダイ) 内に充填し、上下よりグラファイト製のパンチを用いて押し固めながら電流をパルス状に通電し、通電加熱や放電による溶発・蒸着により焼結材を成形する手法である。

これに対して焼結時に擬似的に静水圧を負荷する方法では、一度、静水圧加压により粉末を成型してグリーン体を作製し、このグリーン体をグラファイト製のダイの中に設置、その側面を耐熱性のある微小なセラミックスの粒子で充填して上下よりグラファイト製のパンチを用いて押し固めながら電流をパルス状に

通電する。側面側のセラミックスの粒子には流動性があり、横方向からの圧縮を受け擬似的に静水圧を受け、通電加熱や放電による溶発・蒸着によりバルク材を成形する手法である。

2.2 供試材

焼結中に金属粉末に作用する荷重の状態を確認するために、本報告の供試材としては剛性の低い金属コーティングフェノール樹脂粒子を用いた。この粒子の平均粒径は約 $60\mu\text{m}$ である。これらの粒子に無電解メッキにより約 $3.5\mu\text{m}$ の厚さで Ni-2.5%P 合金をコーティングしたものを用いた。

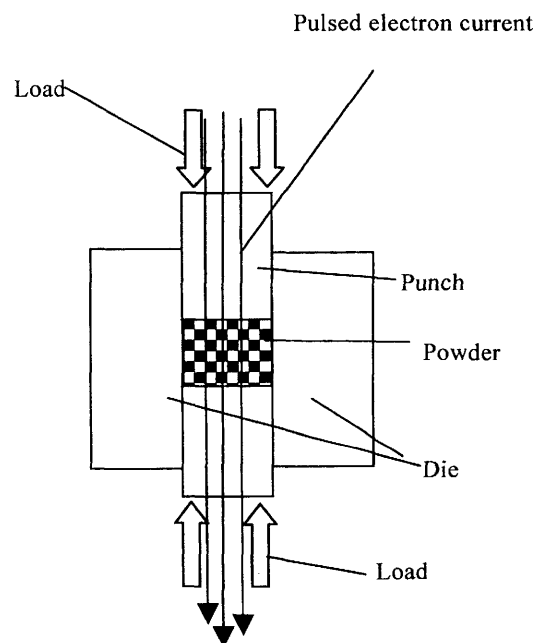


Fig.1 Schematic of a spark plasma sintering method.

2.3 処理条件

この粒子を、フッ素系ゴム成形容器に充填し、 90°C において等方静水圧加压を行い、グリーン体を作製し、疑似静水圧下での放電プラズマ焼結処理を行った。通常の SPS 法においては粉末のまま焼結した。焼結時に擬似的に静水圧を負荷する方法においては、グリーン体の側面を高温でも安定な直径 0.1mm のジルコニア粒子で充填し、疑似静水圧下での放電プラズマ焼結処理を行った。焼結条件は上下方向からの圧力を 7.0MPa 、温度 (ダイの温度) 720°C 、保持時間 15分 で行った。また比較のため高温静水圧加压処理 (圧力: 20MPa 、温

度：850℃、1時間保持）を行った。

2.4 組織観察

焼結後の内部構造を把握するために、焼結後の試料の断面を走査型電子顕微鏡（SEM）により観察した。断面はエメリー紙（#600）で研磨後に、 $0.05\mu\text{m}$ のアルミナ粉末を用いてバフ研磨した。

2.5 圧縮試験

機械的性質を調査するために圧縮試験を行った。試料は放電プラズマ焼結の時間を変化させた試料を用い、焼結時間と応力-ひずみ関係の違いを調査した。

3. 結果および考察

上記手法により作製した焼結材の断面をSEM観察した結果の一例をFig.2に示す。これは通常の放電プラズマ焼結法により焼結したものである。通常のSPS法においては上下方向からの圧力により粒が変形し、横方向に長い楕円状に偏平している。

疑似静水圧下での放電プラズマ焼結法により焼結したクローズドセル構造金属材料の断面のSEM写真をFig. 3に示す。疑似静水圧下での放電プラズマ焼結によるものは、楕円形に変形することなく、また、コーティングした金属同士も良く接合している。

通常のHIP処理において作製されたクローズドセル構造金属材料においてはコーティング金属同士の接合が不完全であることが観察された。それに対してSPSを用いた焼結では、コーティング金属同士の接合がよく、焼結時に擬似的に静水圧を負荷する方法によるものは粒子の形状も偏平せず接合されていた。これは、金属コーティング粒子の接点では直接的に電流を流すことにより、ダイの温度以上に温度が上昇し、また、放電により金属の溶発・蒸着が起き、HIP法に比べてしっかりと接合できたものと考えられる。

Fig. 4にはSPS法により、焼結時間を変化させて作製したクローズドセル構造金属材料の圧縮試験の結果を示す。焼結時間が短い試料では低い応力、ひずみの段階で破壊してしまい、焼結が不十分と考えられる。360

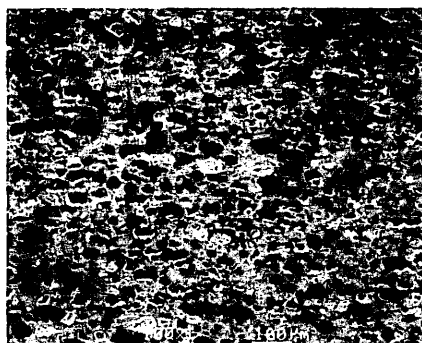


Fig.2 SEM image of the metallic closed cellular materials fabricated by SPS method.

秒焼結したものは、セル構造特有のプラトウな領域が現れ、セル壁の接合にはある程度の通電時間が必要と考えられた。

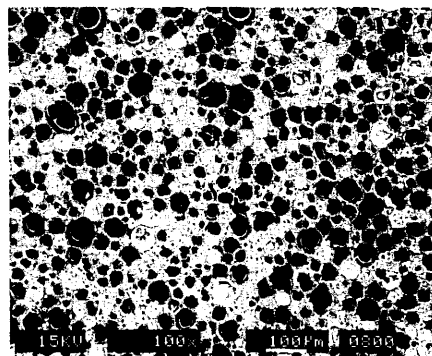


Fig.3. SEM image of the metallic closed cellular materials fabricated by a isostatic pressing SPS method.

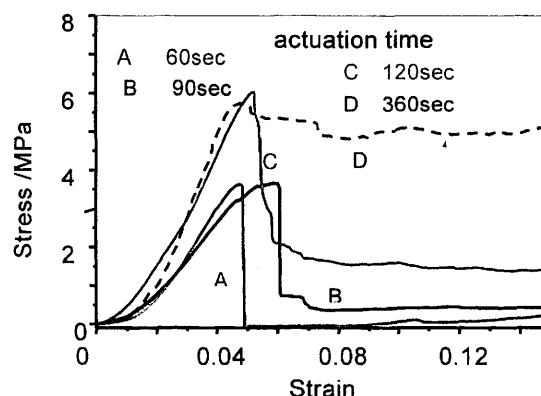


Fig.4. Stress-Strain curves of the closed cellular materials.

4 結 言

短時間で焼結できる放電プラズマ焼結法を用い、焼結時に静水圧を負荷して、等方向に粉末を圧縮し焼結する方法、従来の高温静水圧法およびプラズマ焼結法を用い、金属コーティング樹脂粒子を供試材としてセル構造金属材料を作製し、その形態の違いを観察した。この静水圧下での放電プラズマ焼結によるものは、楕円形に変形することなく、また、コーティングした金属同士も良く接合していることがわかった。また、焼結時間が長くなるほど接合状態が良くなることも明らかにした。

参考文献

- 1) S. Kishimoto and N.Shinya, Materials and Design, 22, (2001), 535.
- 2) 鍋田正雄, 粉体工学会誌, 30, 790 (1993).
- 3) Z.L.Song, S. Kishimoto and N.Shinya, Trans. MRS-J, 28, (2003), 739.