

- 一般社団法人塑性加工学会/接合・複合分科会・講演配布資料
- 開催日：2017年6月19日
- 開催場所：東京都町田市・玉川大学工学部2階第2会議室於

## 放電プラズマ焼結(SPS)法の最近の技術動向 および接合・表面改質技術への応用

株式会社 エヌジェーエス  
鴫田 正雄

### 1. はじめに

放電プラズマ焼結 (SPS : Spark Plasma Sintering) 法に代表される「SPS プロセス」は、SPS 接合法 (Spark Plasma Bonding & Joining) 、SPS 表面処理(改質)法 (Spark Plasma Surface treatment) 、SPS 合成法 (Spark Plasma Synthesis) の4プロセス分野に亘り、大電流パルス通電を応用した日本で生まれ育った新しい材料プロセス技術である。SPS 法はパルス通電加圧焼結法(PECS: Pulse Electric Current Sintering) 、ECAS 法 (Electric Current Activated/Assisted Sintering) などとも呼ばれており現在は「第五世代」に当たる<sup>1-6)</sup>。産・学・官の集まりである SPS 研究会 (現・通電焼結研究会へ改称) が1996年東北大学金属材料研究所を中心に発足し、毎年1回定例会が開催され昨年2016年12月には第21回講演会が盛況裡に実施された。今日 SPS プロセスは日本を始め欧米・中国・ロシア・韓国アジア諸国等世界各国でナノ材料ファインセラミックス材料、傾斜機能材料 (FGMs)、熱電変換材料など各種先進新材料の研究開発に数多く利用されている。また、産業用としてスパッタリングターゲット、薄刃切断ブレード、非球面レンズ超硬金型・各種耐摩耗工具、絞り・プレス金型など実用に供している。図1に SPS 技術の歴史と発展経緯を示した。

本稿では SPS 法の最近の技術動向および SPS 接合法 SPS 表面改質法について応用例を交え紹介する。



図1 「第五世代の SPS へ」 SPS 技術発展過程の概念図

## 2. SPS 法の加工原理と装置

“SPS 焼結”では被加工原料は粉末であり、通常円筒状グラファイト(黒鉛)製焼結型に粉末を充填し、およそ 20~100MPa 程度の縦 1 軸加圧下で焼結加工を行う。自己発熱方式「型焼結技術」を基本としている。

図 2 に SPS 焼結加工装置の基本構成図を示す。図 3 は最新の「第五世代型」ワンボックス・AC サーボモータ駆動式新材料研究開発用中型 SPS 焼結装置の外観写真である。生産用に最大推力 6MN(600 ト)の大型装置なども実用されている。縦 1 軸加圧以外に特殊仕様のものでは上下・左右多軸通電加圧型やグローブボックス付ナノ精密焼結装置型、トンネル式連続炉型 SPS 全自動生産システム型などがある。用途・加工目的により焼結型材種はダイス鋼型、WC/Co 系超硬型、セラミックス型を使う場合もある。また、加圧力は無加圧、あるいは 100MPa 以上~10GPa 程度まで高圧力を負荷する場合もある。SPS 法は直接その圧粉体粒子間隙に 4~20 ボルト程度の低電圧で平均出力電流 500~40,000 アンペアのパルス状 ON-OFF 直流大電流を連続的に印加し熱的、機械的、電磁的エネルギーを焼結駆動力として利用している点に大きな特徴がある。一般的には毎分 20°C~100°C 程度の昇温速度で利用されているが 500~1000°C/分の超急速昇温が可能であることも特徴のひとつである。この急速昇温により新材料開発(試料片が小さいφ20mm 以下)では数分~20 分程度の昇温・保持時間で材料合成加工が行える。直径 100mm を超える大きなものでも 1 時間乃至 2 時間以内程度の短いサイクルで高品位な焼結体が得られる。SPS 法は ON-OFF パルス通電効果による物質粒子間の表面拡散現象が支配的なプロセスであり、この反応性急速昇温焼結効果や電界拡散効果(Electro-migration)により緻密化速度が促進され粒成長を抑制しながらナノ材料をナノサイズのままバルク化できる卓越した利点がある。最近の研究では非平衡材料の合成効果、電磁的作用により結晶配向性が変わる効果が判明し、また SiC,CoSb,MgB<sub>2</sub> 系材料で粉末から単結晶合成が可能なことなど報告されている。”Flash Sintering”も新しい研究課題である。対象材種は金属・セラミックス・ポリマー・複合系材料と種類を問わず各種新素材の合成に優れ、工業用途は極めて幅広く、家電・自動車・電子・金型・切削工具・バイオ・エネルギー・航空宇宙産業などへの応用展開が進められている。

“SPS 接合”では粉体を一切使用せず固体と固体を直接接合する「固相拡散接合」が代表的である。粉体を使った「焼結接合」や薄体を使った「薄体接合」、傾斜組成構造を利用した「傾斜接合」など SPS を用いた各種接合法が考案されている<sup>7-10)</sup>。“SPS 表面処理(改質)”ではプラズマ溶射皮膜を SPS 処理することにより緻密化促進、ポア潰し、膜表面の平滑化など改質処理が行える。“SPS 合成”では反応合成や粉末から熔融すること無しに単結晶合成や共晶体合成が可能である。ポリマー粉末の固化成形、ポリマーの可溶化など特異な材料合成が行える。

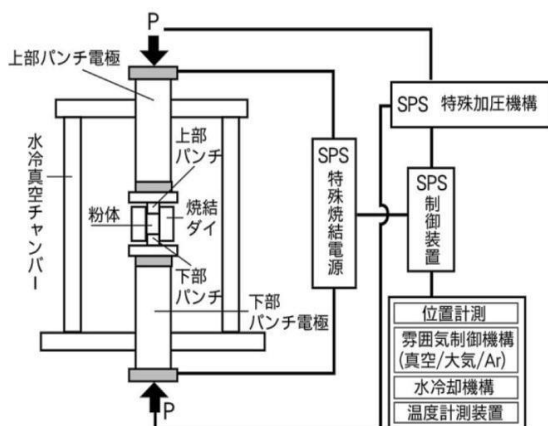


図 2 放電プラズマ焼結装置の基本構成図



図 3 研究用中型 SPS 装置(日本/ シンターランド社製)  
(最大加圧力 150kN/最大パルス電流出力 7500A 仕様)

前述のようにSPSパルス通電場プロセスの加工プロセスは『焼結』、『接合』、『表面処理(改質)』、『合成』の4分野に拘わる加工技術である。図4にパルス通電場プロセス (SPS プロセス) の分類を示す。

SPS法は基本的にはON-OFF大電流パルス通電法を用いた固体圧縮焼結技術であり、既存の類似焼結技術に直熱式通電ホットプレス(HP)法がある。SPS法は加圧焼結法のホットプレス、HIP法等の従来法と比べ電力消費量は約1/3~1/5という省エネ・環境低負荷型材料プロセスの新しい焼結法である。表1にSPS法の適用材種一覧表を示す。図5はナノSiC焼結体サンプルおよび各種従来焼結法によるAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>セラミックス焼結体の硬さ分布比較例である。図5からSPS法の代表的特徴である粒成長抑制効果や同一原料での機械的性質に優れ、焼結体バラツキが少ないことが分かる。

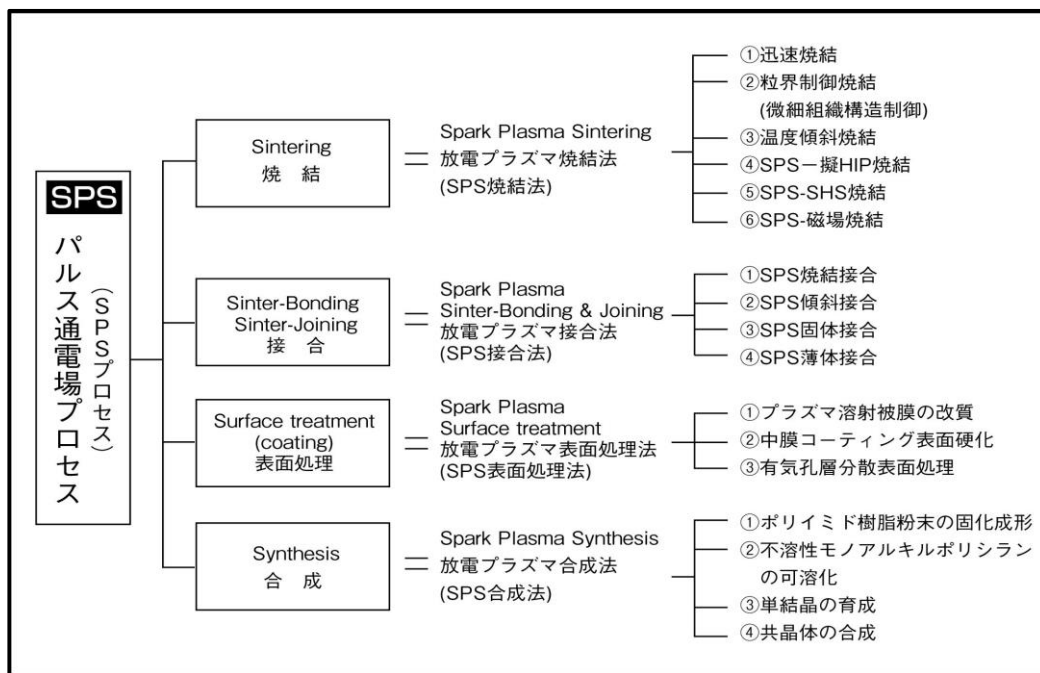
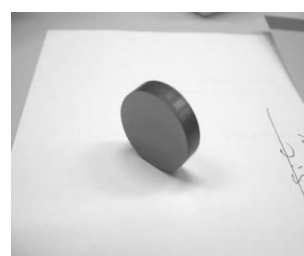


図4 パルス通電場プロセス(SPS プロセス)の加工プロセス分類

表1 SPS法対象材料の代表例

分類	対象材料の代表例	
金属系	Fe, Cu, Al, Au, Ag, Ni } ほとんどの Cr, Mo, Sn, Ti, W, Be } 金属が可能	
セラミック系	酸化物	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , ムライト, ZrO <sub>2</sub> , MgO, SiO <sub>2</sub> , TiO <sub>2</sub> , HfO <sub>2</sub>
	炭化物	SiC, B <sub>4</sub> C, TaC, TiC, WC, ZrC, VC
	窒化物	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , TaN, TiN, AlN, ZrN, VN
	硼化物	TiB <sub>2</sub> , HfB <sub>2</sub> , LaB <sub>6</sub> , ZrB <sub>2</sub> , VB <sub>2</sub>
	ふっ化物	LiF, CaF <sub>2</sub> , MgF <sub>2</sub>
サーメット系	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> +Ni, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +Ni, ZrO <sub>2</sub> +Ni Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +TiC, SUS+ZrO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +SUS SUS+WC/Co, BN+Fe, WC+Co+Fe	
金属間化合物系	TiAl, MoSi <sub>2</sub> , Si <sub>3</sub> Zr <sub>5</sub> , NiAl, NbCo, NbAl, LaBaCuO <sub>4</sub> , Sm <sub>2</sub> Co <sub>17</sub>	
その他	有機系材料(ポリイミド等), CNT/CNF複合材	



Pure nano-SiC:原料粉末粒径 30nm  
SPS 焼結体:RD.99.4% φ20mm

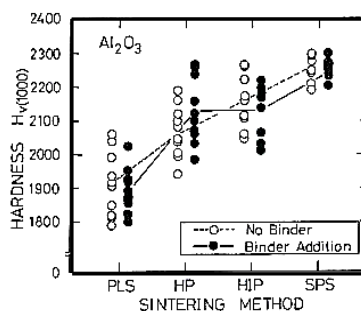


図5 SPS法によるnano-SiC焼結体(上)と各種焼結法によるAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>硬さ分布比較

### 3. SPS 焼結法による製品実用化例

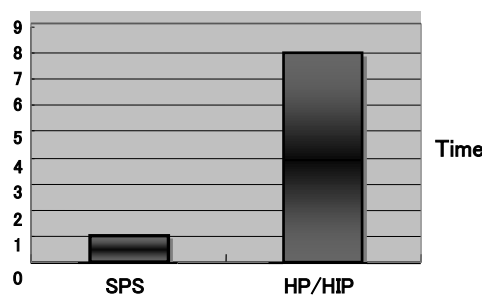
#### 3.1 スパッタリングターゲット材料製造への応用

SPS法は半導体製造、液晶ディスプレイ (LCD)、透明導電膜、磁気・光ディスク等の記録メディアなどIT・エレクトロニクス産業の各分野で必須の成膜技術である各種スパッタリングターゲット材料の量産製造に成功している。スパッタリングターゲット材料は、例えば液晶用ITO (Indium Tin Oxide), BaTiO<sub>3</sub>誘電体, 配線用アルミニウム合金, TiN, Ru系電極材料などのエレクトロニクス分野、またTi-Ta, TiN, TiAl合金系およびその他材種による切削工具、耐食耐摩耗材料分野などにも幅広く利用されている。高純度と高密度な緻密体が必要とされ、従来はホットプレス法、HIP法、常圧焼結法など各種粉末焼結プロセスにより製造されてきた。近年開発されたターゲット材製造用大型SPSシステムでは最大径300~350mmの大径サイズまでのターゲット材料の製造が可能で、従来法に比べ短時間に均質・緻密なターゲット材料を得ることができる。図6はSPSにより作製された相対密度ほぼ100%の直径350mm大形ターゲット材料の外観である。SPS法では、その加工原理と効果により、従来合成しにくい新組成の多元系ターゲット材料も容易に製造できるため、各種元素をドーピングし性能向上を図りたい新ターゲット材料の試作開発期間が大幅に短縮できる。微細組織構造のまま高品位の緻密体が得られるため、ターゲット材として従来から問題点とされていた焼結体粒子の「低パーティクル化(微細組織化)」を解決した。これによりスパッター時のスプラッシュ現象の発生が少ない、ターゲット材欠陥部分が無く異常放電しないなど、使い易く安定性の高い高機能ターゲット材料が容易に作製できる。従来のホットプレス法と比較し、およそ7~8倍の生産能力がありコストダウン、短納期化を達成した。殆どの金属系材料・セラミックス系材料の製造に適応でき、また、SPS接合法によりバックングプレートターゲット材本体とロー付不要の固相拡散接合するボンディング技術としても利用できる。



SPS 焼結温度 : 1373-1473K  
相対密度: 99-100%

SPS 法と HP/HIP 法の製造時間比較



材料種例: CrB<sub>2</sub>, CrB, SiC, SiO<sub>2</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, ITO, BaTiO<sub>3</sub>, PbTiO<sub>3</sub>, TiN, TiAl, Ti-Al-Si, TiTa, Mg<sub>2</sub>Si, Ru, RuCo, NiCr, others

図6 SPS法により作製されたφ350mm金属系大形ターゲット材料

#### 3.2 WC/Co系ダイヤモンド精密切断ブレード製造への応用

図7は切断工具・耐摩材料業界で実用販売されている代表的なSPS量産製品例である。2シフト/20時間、3シフト/24時間のフル稼働状態で3台の大型SPS装置で生産を行っている。直径100~150mm, 厚さ0.35/0.4mmWC/Co系薄刃の切断ブレード(ダイシングソー)を15~20枚積層同時焼結によりひとつの焼結型の中でバッチ焼結処理される。メタルボンダダイヤモンド工具の台金であるが厚さ0.5mm以下の薄板焼結を平坦度±20μm以内に残留歪を低減し相対密度99~100%,ヤング率500~580GPaの健全緻密体がSPS法で得られている。SPS焼結温度1200~1250℃で様々な利点とコスト優位性が実用製品で立証されている。平坦度を得る為に従来製造工程では3~4mm厚さに焼結し、研削加工で削りラップ工程で仕上げる。ラップ仕上げだけで最終製品となるため省資源かつ大幅な工程・コスト削減に成功した。

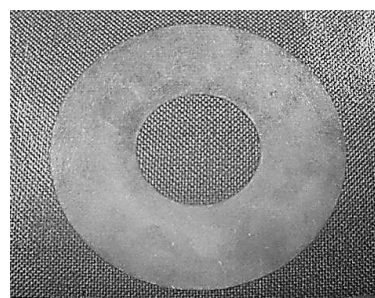


図7 WC/Co系ダイシング薄刃ブレード切断工具への応用

## 4. SPS 接合法

### 4.1 概要

SPS 接合法は固相拡散接合が容易にでき同材種接合では母材同等の接合強度を得られる特徴がある。

図 8 に SPS 接合法通電基本形のクローズド方式とオープン方式を示す。従来の接合法に属さない新しい接合方法で①粉体と粉体、②粉体と固体、③固体と固体、④薄体と薄体、⑤薄体と固体、⑥薄体と粉体などの組み合わせ自由に同時焼結接合、傾斜接合および固体接合が可能である。表 2 にその種類と特徴をまとめた。従来接合法である[I]機械接合法、 [II]接着剤法および[III]化学的接合法では、異種材料接合問題の要因に材料物性差(熱膨張係数、弾性係数、材料強度、原子結合様式、高温物性)および接合面現象(濡れ、拡散、生成物強度、界面構造)などが挙げられてきた。良質の接合材を作製するには、強固な接合界面をいかに形成するか、熱膨張差、弾性差に起因する残留応力をいかに緩和するかが重要である。パルス通電の SPS 接合法は異種材料接合・傾斜接合が容易なのでこれら諸問題の解決策を見出すことができる。以下 SPS 固体接合について紹介する。ここでは拡散用インサート材の有無 (SPS では使用しない) に拘わらず固体と固体の直接固体接合(ダイレクトボンディング)を固相拡散接合法として述べる。

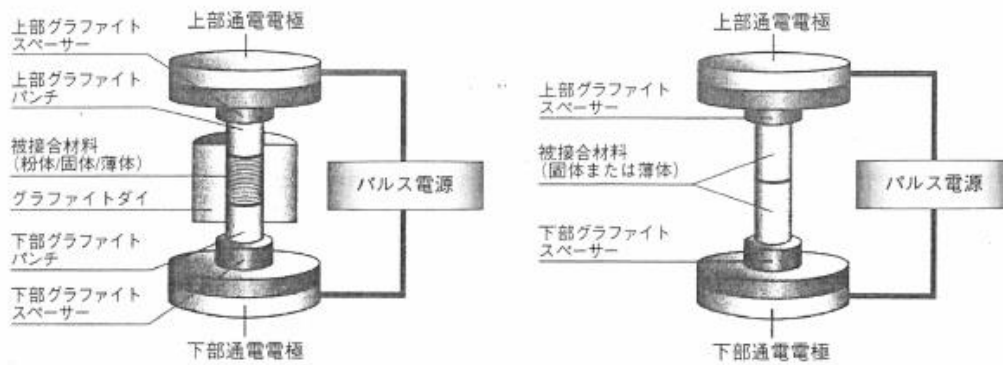


図 8 SPS 接合法の基本通電経路 (左:クローズド方式 右:オープン方式)

表 2 SPS 接合法の種類と特徴

SPS 接合法の種類	被接合材料		接合または傾斜層の内容と特徴
	材質	接合組合せ	
SPS 焼結接合	金属・セラミックス・サーメット・ポリマー	粉体-粉体 粉体-固体 固体/粉体/固体	<ul style="list-style-type: none"> <li>●焼結温度、融点の異なる 2 種類以上の単一組成材料をその粉体粒子の中で、それぞれの材料に適した焼結温度条件(温度傾斜場)を発生させ同時に粉体から焼結で接合する方法。</li> <li>●異種金属の同時焼結接合、金属-セラミックス、金属-サーメット、セラミックス-セラミックスなどの同時焼結接合が可能。</li> </ul>
SPS 傾斜接合		粉体-粉体 粉体-固体 粉体-薄体 (固体-固体)	<ul style="list-style-type: none"> <li>●両端の材料が、異なる材質・熱膨張係数を持ち、中間層に両端と同一材質の混合組成を 1 層以上挟み熱応力緩和型などの傾斜接合をする方法。</li> <li>●全体が同一材質で中間層に両端と異なる粒度配合した傾斜組成を 1 層以上挟み傾斜接合する。</li> <li>●全体が同一材質または異なる材質で表から裏まで傾斜構造の気孔率を持つ多孔質体を作製する。</li> <li>●耐摩耗性、耐食性、電気特性などの傾斜をつくる焼結接合方法。</li> </ul>
SPS 固体接合		固体-固体	<ul style="list-style-type: none"> <li>●固体と固体を重ね合せ、直接固相接合する方法。仮接合後、雰囲気炉中にて短時間の相互拡散処理を行うことで容易に母材強度と同等の機械的性質を得ることができる。(2 段階理法 特許 No.3548509)。</li> <li>●接合加工時に温度傾斜を持たせない場合が多い。</li> <li>●多段階ブロック接合や大面積の場合も可能。</li> </ul>
SPS 薄体接合		薄体-薄体 薄体-固体 固体/薄体/固体	<ul style="list-style-type: none"> <li>●数十～数百ミクロン程度の薄体を複数積層重合し一体化する接合方法。</li> <li>●中間層に薄体を挟んで固体と固体を接合する場合を含める。</li> </ul>

## 4.2 SPS 接合法の応用例

図 9 は SPS 固体接合（固相拡散接合）法の特徴的な応用例である。炭素鋼、ステンレス鋼、ダイス鋼など鉄系同士、アルミニウム、銅などの非鉄系同士の接合のみならず、アルミ/銅、アルミ/鉄、鉄/銅、超硬/鉄、炭化タングステン/タングステンなど様々な異種材料接合ができる。インサート材は一切用いない。近年の重要な技術進歩は健全な大形状接合体が確実に得られるようになったことである。以下いくつかの代表事例を紹介する。

### 4.2.1 Al-Al の固体接合

図 10 の大形アルミブロック接合体は外形寸法 300×300mm 厚さ 25mm 上中下 3 枚の大形アルミ材料が SPS 接合法により一体化された例である。通常  $Al_2O_3$  の酸化被膜を持つアルミ材料同士の直接接合は困難と言われている。SPS 法ではパルス通電効果により接合過程で酸化膜を破壊・除去するため短時間で容易に一体化ができる。写真上面のラインはフライス加工によって生じた機械切削痕跡で接合時のパーティング合せ面では無い。接合界面の全面積がムラなく健全に拡散接合されている。

### 4.2.2 ステンレス鋼の固体接合

図 11 は曲がり穴流路構造を内蔵した  $\phi 230 \times 45\text{mm}$  t 大形水冷盤(SUS ステンレス鋼)の例である。接合体ブロック上面の白色線蛇行形状部分に、予め SUS 本体内面部の上下半割面を機械切削で加工した曲がり溝部があり、この溝を SPS 接合により連続曲がり孔の密閉流路が形成できる。黒色チューブは IN/OUT 配管口取り付け部で接合後 He ガスによる漏れ検査でリークは皆無であった。

### 4.2.3 長尺パイプ状純銅接合体の作製

接合体寸法は外径  $\phi 60\sim 100\text{mm}$  内径  $20\sim 30\text{mm} \times 600\text{mL}$  の純銅である。図 12 は厚さ 10mm のリング状 Cu 板材を 60 枚積層接合法により長尺一体化したものである。切断し光学顕微鏡にて接合界面の境界ラインを観察したが見分けられない。本用途は加速管のため接合時の変形防止策を施しミクロンオーダの真円度を得た。

### 4.2.4 その他の実用接合体例

図 13 は実用化された冷却水路付プラスチック金型の例である。プラ型用冷却構造付スプルーも実用に供している。また金型補修技術としても応用が進められている。アルミ-アルミ接合構造体は電気自動車搭載用パワーデバイス冷却盤、その他各種モータや電子機器の高効率冷却ユニットとして実用が期待されている。

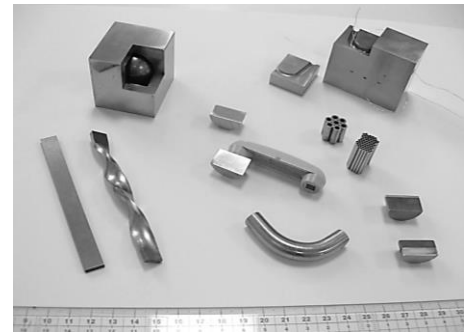


図 9 代表的な各種 SPS 接合体例



図 10 大形アルミブロックの固相拡散接合体

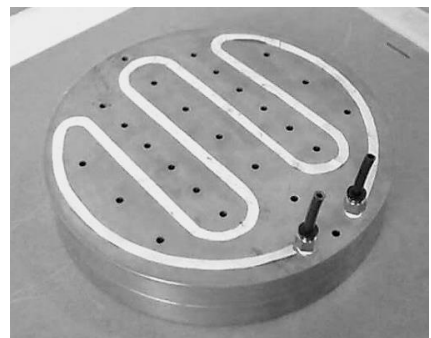


図 11 大形ステンレス鋼の固相拡散接合体



図 12 長尺純銅パイプの固相拡散接合体

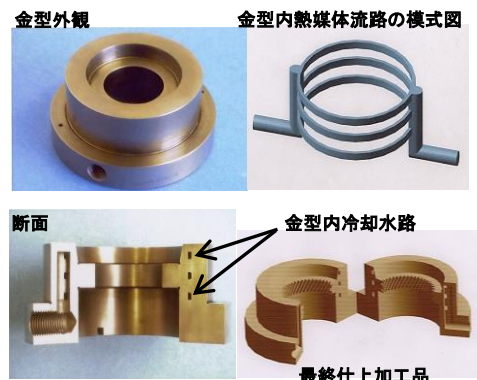


図 13 冷却水路内蔵精密ギヤ用プラスチック金型

## 5. SPS 表面処理（改質）法

### 5.1 概要

SPS 法によれば溶射法、PVD/CVD 法などのコーティング法あるいはショットピーニングや焼き入れ法による硬化法と異なる方法で表面層の耐食性・耐熱性・耐摩耗性・電気伝導性などを向上させることが可能である。例えば、鋼材料を基材(母材)とし表面層に WC-Co 系超硬粉末で 50~500  $\mu\text{m}$  程度の中膜層を焼結接合することで表面層に基材とは機械的性質の異なる高硬度・高耐摩耗性を付与することができる。2 層間に熱膨張率差がある場合には中間混合層を挟み熱応力緩和させた表面層の形成が可能で傾斜接合の応用と言える。セラミックス-金属のように熱膨張係数が大きく異なる材料組み合わせではより効果的である。また、ロー付け法とは異なり拡散層を有する薄体接合の応用で表面改質が行える。その他パルス通電加圧の熱的効果・イオン電界拡散効果によりプラズマ溶射被膜の緻密化改質などが行える。

SPS 表面改質法には下記のような応用がある。

- (1) 表面を硬化する。
- (2) 表面に電気伝導率を付与する。
- (3) 表面の熱伝導率を変える。
- (4) 表面に多孔質層（表面積を変える）を付与する。
- (5) ポリマーと金属母材との傾斜一体化を図る。
- (6) 溶射被膜の改質を行う。

### 5.2 SPS 法による溶射皮膜の改質

溶射法は、加熱によって分解・蒸発する物質以外の殆どの物質に対し、目的とする母材表面に、その形状、面積を問わず、短時間で自由な厚さの皮膜形成(主として中膜)し表面改質ができるという特長を持っている。しかしながらその反面、溶射によって形成された皮膜には溶射積層粒子間に未結合部や残留気孔、微小亀裂が存在するため、形成膜内粒子間の結合力が弱く構成材料の機械的性質を十分に発揮できない場合があり、溶射皮膜の用途・目的により良否や適用が左右されている。また、通常の溶射表面は粗く平滑面を得ることは困難である。SPS 法を用いて WC-Co 系の溶射材料 2 種類を高速フレーム溶射した材料と、 $\text{ZrO}_2$  系溶射材料をプラズマ溶射した材料について SPS 処理を行った。溶射基材は厚さ 5mm 直径 30mm の炭素鋼材で  $\text{ZrO}_2$  系は溶射材料  $\text{ZrO}_2$ -8% $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、下地溶射材料に Ni-20%Cr を用いプラズマ溶射を行い、WC-Co 系は WC-12%Co, WC-17%Co 原料を高速フレーム溶射装置で酸素-アセチレンを燃料として行った。図 14 に  $\text{ZrO}_2$  被膜に SPS 処理条件を変え耐摩耗試験を行った結果を示す。■-Z・ZS は溶射のみの試料である。 $\text{ZrO}_2$  系、WC-Co 系のいずれも噴射摩耗試験、往復運動摩耗試験、微小硬さ試験、X線耐摩耗性等の機械的性質が明らかに向上していることが分かった<sup>11)</sup>。表面は固体圧縮により平滑面となっている。

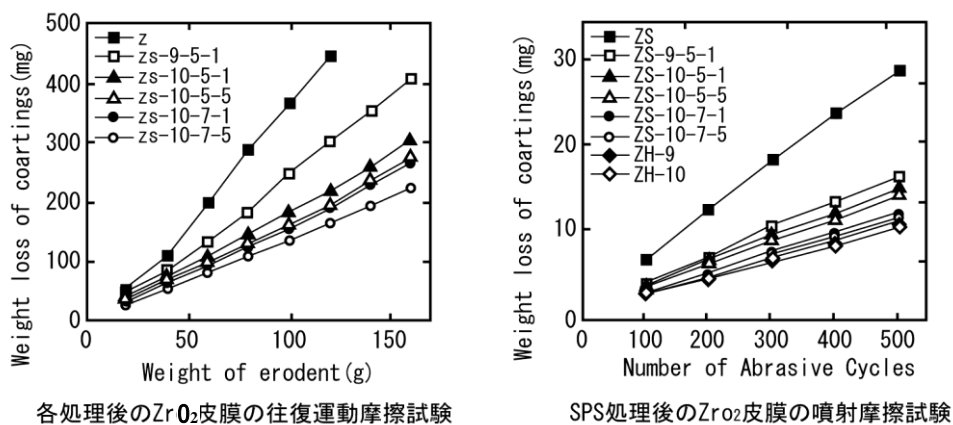
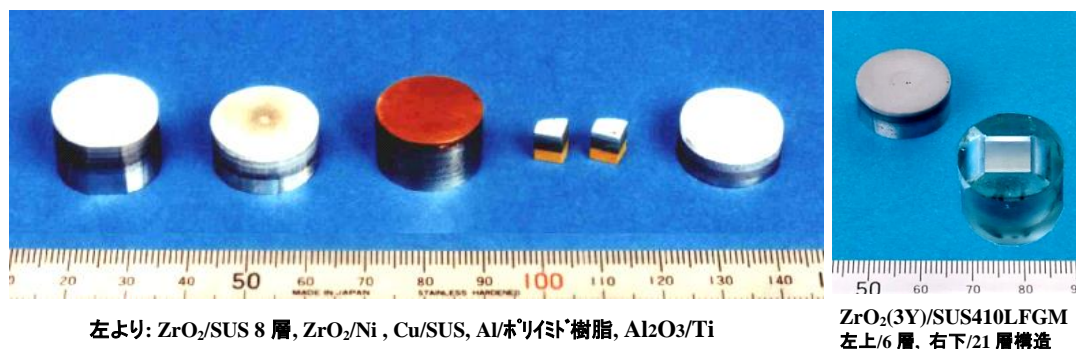


図 14 SPS 表面改質 ( $\text{ZrO}_2$  プラズマ溶射被膜の緻密化)

### 5.3 SPS傾斜構造による表面層の改質

SPS法は傾斜機能材料(FGMs : Functionally Graded Materials)を合成する上で極めて有効な手段であることが広くFGMs研究者の間で認知されている<sup>12-14)</sup>。今日までにSPS法を用い多様・多彩な材種組み合わせのFGMs作製報告がなされている。文部省・科学技術庁支援によるFGMs研究の国プロジェクトが実施された<sup>15)</sup>。また経産省(NEDO)プロジェクトでセラミックス-金属系熱応力緩和型FGMsが推進され、SPS法によるZrO<sub>2</sub>/SUS系FGMsの実用化開発が行われた<sup>16)</sup>。表面はセラミックス100%、裏面金属100%で中間層にセラミックス・金属の混合組成濃度が段階的に変化した超耐熱材料である。SPS法ではZrO<sub>2</sub>/TiAl系、ZrO<sub>2</sub>/Ni系、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SUS系、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ti系、TiB<sub>2</sub>/Ti系、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ti-6Al-4V、WC/Co系、WC/SUS系、WC/Ni系、Cu/SUS系、SiO<sub>2</sub>ガラス/SUS、W系、アパタイト/Ti系、ポリイミド樹脂/Al系、ポリイミド樹脂/Cu、フェノール樹脂/Cu系他、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>複合材の相変態無段階傾斜など各種バルク状傾斜機能材料の創製に成功している。図15にSPS法で作製した小片(φ 20mm以下)FGMsサンプル例を示す。基材部の表面層に100~800 μ m程度所望物性の中膜層を設けると様々な表面物性の異なる材料を作製し表面改質することができる。



左より: ZrO<sub>2</sub>/SUS 8層, ZrO<sub>2</sub>/Ni, Cu/SUS, Al/ポリイミド樹脂, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ti

ZrO<sub>2</sub>(3Y)/SUS410 LFGM  
左上/6層, 右下/21層構造

図15 SPS法で作製された代表的なバルク状傾斜機能材料

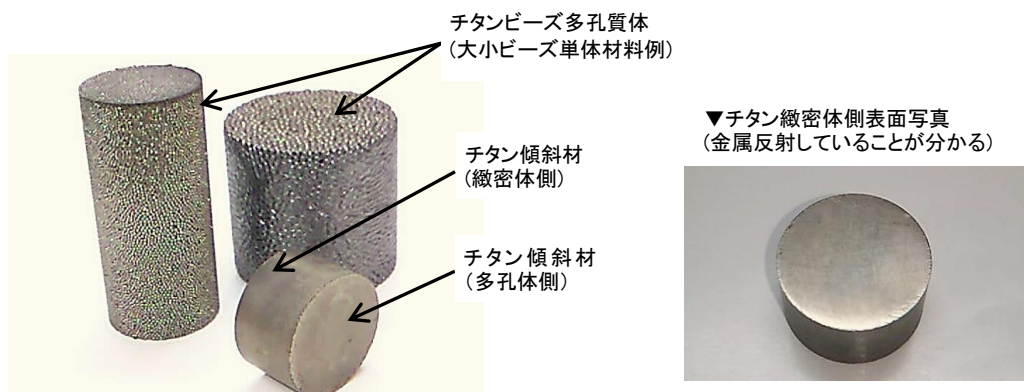


図16 SPS法でチタン気孔率傾斜機能材料

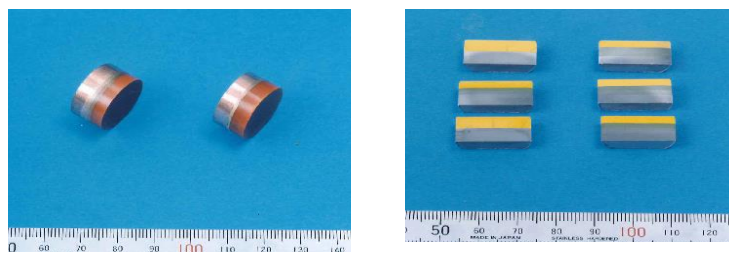


図17 φ 20mm Cu 銅/熱硬化性ポリイミド樹脂系と Al アルミ/熱硬化性ポリイミド樹脂系 FGMs



図18 表面層の中膜硬化処理例  
SK 材上面に WC-Co 超硬粉末 200~800μm  
直接焼結接合サンプル



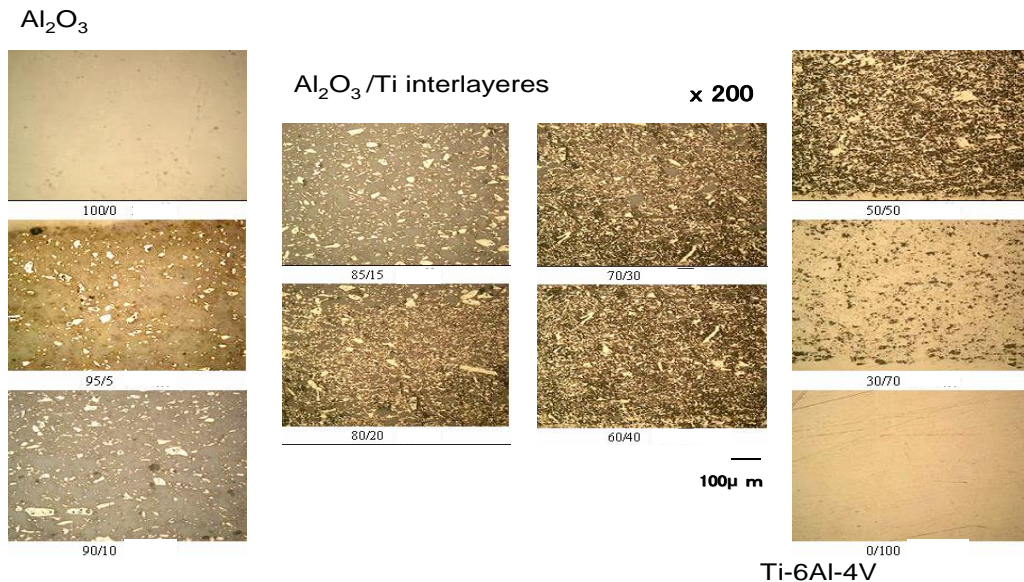


図 19  $\phi 20\text{mm}$  10 層構造  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}/\text{Ti-6Al-4V}$  系 FGMs 各層の光学顕微鏡組織

図 16 にチタンビーズ多孔質体(大小ビーズ単体材料)例とチタン気孔率傾斜機能材料の例を示す。表面に連続通気孔を有し裏面は緻密体(金属光沢あり)という複合材料をチタン粉末から創製することができる。図 17 は  $\phi 20\text{mm}$  Cu 銅/熱硬化性ポリイミド樹脂系と Al アルミ/熱硬化性ポリイミド樹脂系 FGMs で基材の銅あるいはアルミニウムの高電気伝導度材料に樹脂の絶縁性を付与している。図 18 は SPS による表面層の中膜硬化処理例で SK 材上面に WC-Co 超硬粉末を 200~800 $\mu\text{m}$  直接焼結接合したサンプルである。図 19 にセラミック/金属系 FGMs の例として 10 層構造  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}/\text{Ti-6Al-4V}$  系 FGMs 各層の光学顕微鏡組織を示す。表面層は 100%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、中間層に  $\text{Al}_2\text{O}_3$  アルミナセラミック/Ti チタン /Ti-6Al-4V チタン合金系金属を体積分率 95/5,90/10,85/15,80/20,70/30,60/40,50/50,40/60,30/70vol%にて配合し、裏面は Ti-6Al-4V 系チタン合金 100%層である。残留ポアやマイクロクラック・層間剥離も無く健全緻密体に傾斜焼結されている。焼結体の全厚さは 10.5mm, $\text{Al}_2\text{O}_3$ 100%層 1.5mm,中間各層 0.5mm,Ti 合金 100%層 5mm の厚さで作製した。表面はアルミナセラミックの高硬度・耐摩耗性、裏面はチタン合金の高耐食性・人体親和性の両機能を併せ持つ材料で人工骨や人工関節などへの応用が検討されている。また、用途目的により複合層のいずれの部分でも利用でき異なる表面物性の機能性を利用できる。

## 6. まとめ

SPS 技術の「焼結」を概説し「接合」「表面改質」について新しい材料プロセスとして紹介した。

2017年5月21日~26日米国ハワイにて“PACRIM-12 Pacific Rim Conference on Ceramic and Glass Technology”第12回 PACRIM 国際会議が総勢 1000 名を超える参加者により盛大に開催され”Symposium-6(SPS セッション)/ Synthesis and Processing of Materials using Electric Currents and Pressures”ではフラッシュ・シンタリング、超高圧 SPS、現象解析など興味ある多彩な発表があった。別セッションの SPS 使用の講演を含め日本・米国・中国・ドイツ・フランス・イタリアー・スペイン・ポーランド他など SPS 技術は確実に世界的な広がりを見せている。

“第三世代の SPS”の登場により学术界で各プロセス分野における有効な新しい加工手段であることが実証され、次に“第四世代の SPS”では、産業界向けに有効レベルで生産手段・基盤技術になり得ることが実証された。この技術を汎用レベルへ引き上げることが“第五世代の SPS”以降の展開方向である<sup>17,18)</sup>。

図 20 は世界最大仕様のトンネル型 SPS 生産システム(連続炉)で最大焼結プレス推力 600 トン、最大 DC パルス電流出力 40,000A 大容量インバータ式 DC パルス電源搭載の第五世代先進のシステム例である。

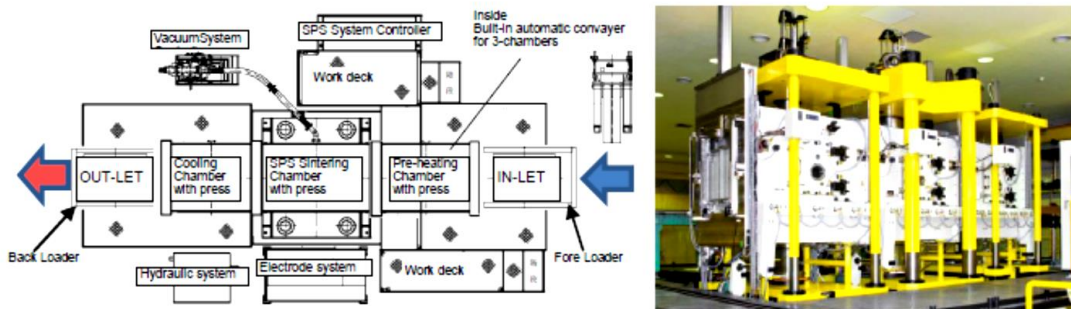


図 20 世界最大のトンネル型 SPS 生産システム(3チャンバー式連続炉)  
(基本構成: 予熱炉・SPS 焼結炉・冷却炉+自動搬送装置) / 日本・シンターランド社製

SPS 技術は SPS 装置システム (ハードウェア) と加工技術 (ソフトウェア) と粉体技術を三位一体に考え夫々最適化を図るべく研究開発を進める技術といえる。今後は用途開発が重要であり、既存技術や前後処理・生産技術・ノウハウなどを併せ理解し融合させることで真の製造技術へ発展していくであろう。SPS 接合法、SPS 表面処理 (改質) 法についても今日の市場デマンドと量産コストに見合った新システムが近い将来登場してくることが期待されている。

#### 【参考文献】

- 1) K. Inoue: U.S. Patent No.3241956 (1966 registered /1962 filed)
- 2) 鴫田正雄: 粉体工学会誌 Vol.30 [11] 790-804(1993)
- 3) 鴫田正雄: 高温学会誌Vol.31 No.4, 215-224(2005)
- 4) M. Tokita: Am. Ceram. Soc., Ceramic Transaction Vol.194, Wiley-Interscience, 51-60 (2006)
- 5) Z.A. Munir, U. Anselmi-Tamburini, M. Ohyanagi: Journal of Materials Science, 41,763-777(2006)
- 6) M.Tokita: Advanced Ceramics Handbook 2<sup>nd</sup> Edition, Academic Press Elsevier Inc., 1149-77(2013)
- 7) Y.Miyasaka, M.Tokita, H.Karasawa, F.Nishiyama: U.S.Patent No.US6,515,250B2 (2003)
- 8) 宮坂好人, 鴫田正雄, 唐沢均, 西山文毅, 日本国特許第3548509号(2004)
- 9) 大橋 修: 第7回SPS研究会講演要旨集 40-43(2002)
- 10) 鴫田正雄: 溶接学会誌 第 73 卷 第 4 号, 40-47(2004)
- 11) 大森 明, 長谷川雅人, 鴫田正雄, 園田雅之, 松田福久: 溶射 Vol.33 [1], 1-8 (1996)
- 12) M. Tokita: Advances in Science and Technology, Vol.63, 322-331(2010)
- 13) 鴫田正雄: アグネ技術センター, 金属「傾斜機能材料特集」 Vol.83 No.6,529-536(2013)
- 14) 鴫田正雄: コロナ社, 「図解・傾斜機能材料の基礎と応用」 36-75(2014)
- 15) 平井敏雄:「傾斜機能材料の物理・化学」平成 8・9・10 年度文部省科学研究費補助金重点領域研究成果報告書 (1996/97/98)
- 16) 新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO): 「産業基盤技術共同研究開発/傾斜機能材料の開発」平成 8・9・10・11 年度国際研究協力事業成果報告書 (1997/98/99/2000)
- 17) S. Grasso, Y. Sakka, G. Maizza: Science and Technology of Advanced Materials, 10(2009) 053001
- 18) 鴫田正雄: 第19回通電焼結研究会(SPS研究会)講演要旨集 1-4(2014)