

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2016-33247

(P2016-33247A)

(43) 公開日 平成28年3月10日(2016.3.10)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
B 2 2 F 3/105 (2006.01)	B 2 2 F 3/105	4 K 0 1 8
C 0 4 B 35/64 (2006.01)	C 0 4 B 35/64	D
B 2 2 F 1/00 (2006.01)	B 2 2 F 1/00	U

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2014-156798 (P2014-156798)
 (22) 出願日 平成26年7月31日 (2014.7.31)

(71) 出願人 504136568
 国立大学法人広島大学
 広島県東広島市鏡山1丁目3番2号
 (74) 代理人 110001427
 特許業務法人前田特許事務所
 (72) 発明者 西野 信博
 広島県東広島市鏡山一丁目4番1号 国立
 大学法人広島大学大学院工学研究院内
 Fターム(参考) 4K018 AA24 BA14 CA02 CA11 DA23
 DA33

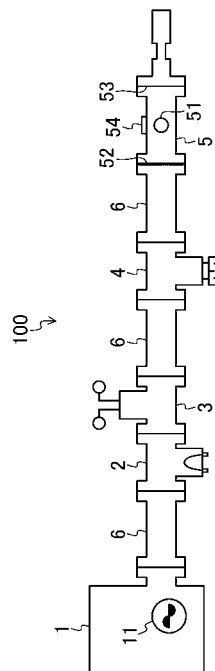
(54) 【発明の名称】 成形体の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 焼結される試料の形状及び材料の自由度を高める、成形体の製造方法の提供。

【解決手段】 成形体の製造方法は、試料が配置された空間の雰囲気をプラズマ化するプラズマ化工程と、プラズマ化した雰囲気により試料を加熱して焼結させる焼結工程とを含む成形体の製造方法。焼結工程の雰囲気圧力は、10kPa以上に設定され、雰囲気は不活性ガス、又は水素である、金属、金属酸化物、又は、金属、若しくは金属酸化物を含む複合材料の成形体の製造方法。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

試料が配置された空間の雰囲気をプラズマ化するプラズマ化工程と、プラズマ化した雰囲気により試料を加熱して焼結させる焼結工程とを含む成形体の製造方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の成形体の製造方法において、試料は、金属、金属酸化物、又は、金属若しくは金属酸化物を含む複合材料である成形体の製造方法。

【請求項 3】

請求項 1 又は 2 に記載の成形体の製造方法において、前記焼結工程では、試料をマイクロ波により加熱しない成形体の製造方法。

【請求項 4】

請求項 1 乃至 3 の何れか 1 つに記載の成形体の製造方法において、前記焼結工程では、雰囲気圧力を 10 kPa 以上に設定する成形体の製造方法。

【請求項 5】

請求項 1 乃至 4 の何れか 1 つに記載の成形体の製造方法において、雰囲気は、不活性ガス又は水素である成形体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

ここに開示された技術は、成形体の製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来より、金属又はセラミックス等の試料を焼結させて成形体を製造する技術として、様々なものが知られている。例えば、パルス状大電流を材料に流すことによって粉末材料内部に発生する放電を利用して加熱するパルス放電焼結や、材料の誘電体吸収を利用して加熱するマイクロ波焼結が知られている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】特開平 6 - 345540 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、従来の焼結では、成形できる部品の形状及び材料が制限されるという問題がある。

【0005】

ここに開示された技術は、かかる点に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、焼結される試料の形状及び材料の自由度を高めることにある。

【課題を解決するための手段】

【0006】

ここに開示された技術は、成形体の製造方法であって、試料が配置された空間の雰囲気をプラズマ化するプラズマ化工程と、プラズマ化した雰囲気により試料を加熱して焼結させる焼結工程とを含むものとする。

【発明の効果】

【0007】

前記製造方法によれば、焼結される試料の形状及び材料の自由度の高めることができる。

【図面の簡単な説明】

10

20

30

40

50

【 0 0 0 8 】

【 図 1 】 プラズマ発生装置の構成図である。

【 図 2 】 磁場、ヘリウムガス、500Wのときの加熱時間に対する温度変化のグラフである。

【 図 3 】 磁場、ヘリウムガス、500Wのときのガス圧力に対する到達温度のグラフである。

【 図 4 】 磁場、ヘリウムガス、1000Wのときの加熱時間に対する温度変化のグラフである。

【 図 5 】 磁場、ヘリウムガス、1000Wのときのガス圧力に対する到達温度のグラフである。

【 図 6 】 磁場、アルゴンガス、500Wのときの加熱時間に対する温度変化のグラフである。

【 図 7 】 磁場、アルゴンガス、500Wのときのガス圧力に対する到達温度のグラフである。

【 図 8 】 磁場、アルゴンガス、1000Wのときの加熱時間に対する温度変化のグラフである。

【 図 9 】 磁場、アルゴンガス、1000Wのときのガス圧力に対する到達温度のグラフである。

【 図 10 】 電場、ヘリウムガス、500Wのときの加熱時間に対する温度変化のグラフである。

【 図 11 】 電場、ヘリウムガス、500Wのときのガス圧力に対する到達温度のグラフである。

【 図 12 】 電場、ヘリウムガス、1000Wのときの加熱時間に対する温度変化のグラフである。

【 図 13 】 電場、ヘリウムガス、1000Wのときのガス圧力に対する到達温度のグラフである。

【 図 14 】 電場、アルゴンガス、500Wのときの加熱時間に対する温度変化のグラフである。

【 図 15 】 電場、アルゴンガス、500Wのときのガス圧力に対する到達温度のグラフである。

【 図 16 】 電場、アルゴンガス、1000Wのときの加熱時間に対する温度変化のグラフである。

【 図 17 】 電場、アルゴンガス、1000Wのときのガス圧力に対する到達温度のグラフである。

【 図 18 】 電場、ヘリウムガス、800W、ガス圧100kPa、加熱時間30分のときの加熱時間に対する温度変化のグラフである。

【 図 19 】 加熱時間30分の試料の断面のSEM写真であり、(A)は試料の上部の断面図を、(B)は試料の中央部の断面図を、(C)は試料の下部の断面図を示す。

【 図 20 】 加熱時間60分の試料の断面のSEM写真であり、(A)は試料の上部の断面図を、(B)は試料の中央部の断面図を、(C)は試料の下部の断面図を示す。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 0 9 】

以下、例示的な実施形態を図面に基づいて詳細に説明する。

【 0 0 1 0 】

図1に、プラズマ発生装置100の構成図を示す。プラズマ発生装置100は、発振器1と、アイソレータ2と、パワーモニタ3と、チューナ4と、キャビティ5と、導波管6とを備えるシングルモードマイクロ波装置である。導波管6は、発振器1とアイソレータ2との間、パワーモニタ3とチューナ4との間、チューナ4とキャビティ5との間を連結し、マイクロ波を伝達する。

【 0 0 1 1 】

10

20

30

40

50

発振器 1 は、マグネトロン 1 1 を有し、マイクロ波を発生させる。マグネトロン 1 1 は、所定周波数（例えば、2 4 5 0 MHz）のマイクロ波を出力する。アイソレータ 2 は、キャビティ 5 からの反射電力を吸収して、マグネトロン 1 1 を保護する。パワーモニタ 3 は、マイクロ波電力をモニタする。チューナ 4 は、負荷インピーダンスを整合させ、反射電力を低減する。

【 0 0 1 2 】

キャビティ 5 内には、金属製の台が設けられている。試料が入った石英管 5 1 が、台の上に水平に配置される。石英管 5 1 には、図示は省略するが、ガス置換器具が取り付けられている。ガス置換器具は、タンク、タンクと石英管とを繋ぐベローズホース、石英管用の栓、ポンプ弁、ガス弁、大気開放弁、ピラニゲージ、ターボ分子ポンプ及びロータリポンプを有している。ポンプ弁には、ターボ分子ポンプ及びロータリポンプがこの順に連結されている。ロータリポンプは、ターボ分子ポンプの補助ポンプとして機能する。キャビティ 5 には、観測ポート 5 4 が設けられており、観測ポート 5 4 を介して試料を観察することができる。また、キャビティ 5 には、石英管 5 1 内の試料の温度を観測ポート 5 4 を介して測定する放射温度計が設けられている。また、キャビティ 5 には、アイリスプレート 5 2 及びプランジャ 5 3 が設けられている。

10

【 0 0 1 3 】

試料は、金属粉末を押し固めて成形したものである。

【 0 0 1 4 】

次に、このように構成されたプラズマ発生装置 1 0 0 を用いた成形体の製造方法について説明する。

20

【 0 0 1 5 】

まず、試料をキャビティ 5 内に設置された石英管 5 1 内に配置する。石英管 5 1 の両端に栓を取り付け、ガス置換器具を装着する。

【 0 0 1 6 】

次に、ターボ分子ポンプ及びロータリポンプを作動させ、ターボ分子ポンプが規定回転数に上昇するまで待機し、石英管 5 1 内を真空にする。

【 0 0 1 7 】

続いて、プラズマ発生装置 1 0 0 の出力を調整して予備加熱を行う。これにより、試料表面の水分や不純物を取り除かれる。

30

【 0 0 1 8 】

予備加熱を終え、試料温度が所定温度以下になった後、ポンプ弁を締め、ピラニゲージの検出結果を監視しながらガス弁を操作してガス圧を調整する。石英管 5 1 内には、ヘリウム若しくはアルゴン等の不活性ガス又は水素が充填される。また、石英管 5 1 内の雰囲気圧力は、1 0 k P a 以上に設定される。

【 0 0 1 9 】

プラズマ発生装置 1 0 0 の出力を所定値に調整し、プラズマを発生させて所定時間だけ加熱を行う。このとき、試料温度は放射温度計により計測される。

【 0 0 2 0 】

この方法によれば、雰囲気をプラズマ化することによって試料を高温まで容易に加熱することができる。試料を焼結させることができる。

40

【 0 0 2 1 】

以上のように、プラズマ発生装置 1 0 0 による成形体の製造方法は、試料が配置された空間の雰囲気をプラズマ化するプラズマ化工程と、プラズマ化した雰囲気により試料を加熱して焼結させる焼結工程とを含んでいる。

【 0 0 2 2 】

この構成によれば、試料が金属であっても焼結させることができる。つまり、金属製の試料は、その表面に酸化膜が形成されている場合には、マイクロ波によって加熱することもできるが、その加熱は、試料の表面に留まる。そのため、試料内部まで焼結させることが難しい。それに対し、雰囲気ガスをプラズマ化し、プラズマの熱を利用して焼結するこ

50

とによって、金属製の試料であっても焼結させることができる。

【0023】

また、試料は、金属製以外であってもよく、金属酸化物、又は、金属若しくは金属酸化物を含む複合材料からなる試料であっても焼結し得る。

【0024】

また、前記焼結工程では、試料をマイクロ波により加熱しない。

【0025】

つまり、この製造方法は、試料をプラズマにより加熱するものである。マイクロ波はプラズマを発生させるために用いられているのであって、マイクロ波が試料を直接加熱するものではない。こうして、マイクロ波ではなく、プラズマで加熱することによって、試料内部まで加熱することができる。

10

【0026】

さらに、前記焼結工程では、雰囲気圧力を10kPa以上に設定する。

【0027】

これにより、試料を十分に加熱することができる。

【0028】

また、雰囲気は、不活性ガス又は水素である。

【0029】

《その他の実施形態》

以上のように、本出願において開示する技術の例示として、前記実施形態を説明した。しかしながら、本開示における技術は、これに限定されず、適宜、変更、置き換え、付加、省略などを行った実施の形態にも適用可能である。また、上記実施形態で説明した各構成要素を組み合わせ、新たな実施の形態とすることも可能である。また、添付図面および詳細な説明に記載された構成要素の中には、課題解決のために必須な構成要素だけでなく、上記技術を例示するために、課題解決のためには必須でない構成要素も含まれ得る。そのため、それらの必須ではない構成要素が添付図面や詳細な説明に記載されていることをもって、直ちに、それらの必須ではない構成要素が必須であるとの認定をするべきではない。

20

【0030】

前記実施形態について、以下のような構成としてもよい。

30

【0031】

前記実施形態によれば、マイクロ波を用いてプラズマを発生させているが、プラズマを発生させる原理はこれに限られるものではない。

【0032】

プラズマ発生装置100についても、前記の構成に限られるものではなく、試料が配置された空間の雰囲気をプラズマ化して、プラズマ化した雰囲気で試料を加熱して焼結させる限りは、任意の構成を採用することができる。

【0033】

試料は、金属、金属酸化物、又は、金属若しくは金属酸化物を含む複合材料に限られるものではなく、セラミックス等の誘電体等であってもよい。

40

【0034】

また、焼結工程での雰囲気圧力は10kPa以上が好ましいが、これに限られるものではない。同様に、雰囲気ガスは、不活性ガス又は水素以外のガスであってもよい。このように雰囲気圧力及び雰囲気ガス等の条件は、試料に応じて適時変更することができる。

【実施例】

【0035】

次に、プラズマ発生装置100を用いた成形体の製造方法の実施例について説明する。

【0036】

実施例に係る試料は、鉄粉末を治具に詰めて5tプレス機を用いて、単軸圧縮法で400MPaで押し固めて成型した。試料は、直径8mm、高さ4~5mmの円柱状であった

50

。試料の化学的成分と粒度分布を表 1 に示す。

【 0 0 3 7 】

【表 1】

化学的成分(%)					
T.Fe	C	S	Insol.	H2Loss	
99.26	0.01	0.014	0.2	0.15	
粒度分布(%)					
+150 μm	$\sim 106 \mu\text{m}$	$\sim 75 \mu\text{m}$	$\sim 63 \mu\text{m}$	$\sim 45 \mu\text{m}$	$-45 \mu\text{m}$
1.8	21	33.7	15.7	14.3	13.5

10

【 0 0 3 8 】

プラズマ発生装置 100 には、マイクロ電子株式会社製のシングルモードマイクロ波装置を用いた。その仕様を表 2 に示す。ターボ分子ポンプには、株式会社大阪真空機器製作所製 TH350 を用いた。このポンプの到達圧力は、実効排気速度 350 L / sec で 1×10^{-5} Pa である。ロータリポンプには、ALCATEL 製のポンプを用いた。このポンプの到達圧力は、実効排気速度 90 L / min で、 1×10^{-5} Pa である。ピラニゲージには、大垂真空株式会社製ピラニゲージ PT-9P を用いた。その測定範囲は、 $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^5$ Pa である。放射温度計には、レック製 IGA-C-E-1 を用いた。その測定範囲は、250 ~ 2000 であり、測定精度が $\pm 1.0\%$ であり、測定波長が 1.6 μm であり、測定温度間隔が 1 sec である。

20

【 0 0 3 9 】

【表 2】

形式	UM-1500EC-B
マイクロ波出力	最大出力 1.5(kW) $\pm 10\%$ (VSWR ≤ 1.1 の時)
出力可変範囲	0.1(kW) ~ 1.5 (kW)
出力設定信号入力	0 $\sim +5$ VDC 入力インピーダンス 100(k Ω)以上
発振周波数	2455(MHz) ± 15 (MHz)

30

【 0 0 4 0 】

磁場位置・電場位置、置換ガスの種類、マイクロ波出力、ガス圧力について条件を変えて試料の温度を測定した。アイリスプレート 52 の枚数を変えることによって、試料の位置での磁場及び電場の大きさを調整した。尚、試料の温度は、石英管 51 を介して放射温度計により測定しているため、多少の誤差が含まれ得る。

【 0 0 4 1 】

まず、試料の位置で磁場が最大となるように調整した測定結果を以下に示す。置換ガスにヘリウムガスを用い、マイクロ波出力を 500 W としたときの加熱時間に対する温度変化を図 2 に示す。そのときのガス圧力に対する到達温度（最高温度）の関係を図 3 に示す。

40

【 0 0 4 2 】

また、置換ガスにヘリウムガスを用い、マイクロ波出力を 1000 W としたときの加熱時間に対する温度変化を図 4 に示す。そのときのガス圧力に対する到達温度（最高温度）の関係を図 5 に示す。つまり、図 4, 5 の測定は、図 2, 3 の測定と比べてマイクロ波出力が異なっている。

【 0 0 4 3 】

さらに、置換ガスにアルゴンガスを用い、マイクロ波出力を 500 W としたときの加熱

50

時間に対する温度変化を図 6 に示す。そのときのガス圧力に対する到達温度（最高温度）の関係を図 7 に示す。つまり、図 6 , 7 の測定は、図 2 , 3 の測定と比べて置換ガスの種類が異なっている。

【 0 0 4 4 】

また、置換ガスにアルゴンガスを用い、マイクロ波出力を 1 0 0 0 W としたときの加熱時間に対する温度変化を図 8 に示す。そのときのガス圧力に対する到達温度（最高温度）の関係を図 9 に示す。つまり、図 8 , 9 の測定は、図 6 , 7 の測定と比べてマイクロ波出力が異なっている。

【 0 0 4 5 】

図 2 , 4 によれば、何れのマイクロ波出力及び圧力下であっても、加熱時間の経過と共に試料の温度が定常になっていることがわかる。また、マイクロ波出力が 1 0 0 0 W の方が 5 0 0 W よりも試料の温度が高くなることがわかる。図 3 , 5 によれば、ガス圧力を真空から高めていくと、1 0 0 0 P a あたりまでは試料の到達温度が低下し、1 0 0 k P a に向けて再び上昇している。

10

【 0 0 4 6 】

図 6 , 8 によれば、置換ガスをヘリウムガスからアルゴンガスに変えても、試料の温度は、加熱時間の経過と共に定常となることがわかる。また、1 k P a 以下の圧力については、マイクロ波出力が 1 0 0 0 W の方が 5 0 0 W よりも試料の温度が高くなったが、それ以上の圧力では、5 0 0 W の方が試料の温度が高くなった。

【 0 0 4 7 】

20

続いて、試料が電場に配置されるようにして、同様の測定を行った。

【 0 0 4 8 】

置換ガスにヘリウムガスを用い、マイクロ波出力を 5 0 0 W としたときの加熱時間に対する温度変化を図 1 0 に示す。そのときのガス圧力に対する到達温度（最高温度）の関係を図 1 1 に示す。つまり、図 1 0 , 1 1 の測定は、図 2 , 3 の測定と比べて磁場位置・電場位置が異なっている。

【 0 0 4 9 】

また、置換ガスにヘリウムガスを用い、マイクロ波出力を 1 0 0 0 W としたときの加熱時間に対する温度変化を図 1 2 に示す。そのときのガス圧力に対する到達温度（最高温度）の関係を図 1 3 に示す。つまり、図 1 2 , 1 3 の測定は、図 1 0 , 1 1 の測定と比べてマイクロ波出力が異なっている。

30

【 0 0 5 0 】

さらに、置換ガスにアルゴンガスを用い、マイクロ波出力を 5 0 0 W としたときの加熱時間に対する温度変化を図 1 4 に示す。そのときのガス圧力に対する到達温度（最高温度）の関係を図 1 5 に示す。つまり、図 1 4 , 1 5 の測定は、図 1 0 , 1 1 の測定と比べて置換ガスの種類が異なっている。

【 0 0 5 1 】

また、置換ガスにアルゴンガスを用い、マイクロ波出力を 1 0 0 0 W としたときの加熱時間に対する温度変化を図 1 6 に示す。そのときのガス圧力に対する到達温度（最高温度）の関係を図 1 7 に示す。つまり、図 1 6 , 1 7 の測定は、図 1 4 , 1 5 の測定と比べてマイクロ波出力が異なっている。

40

【 0 0 5 2 】

図 1 0 , 1 2 によれば、マイクロ波出力 1 0 0 0 W の方が 5 0 0 W よりも試料の温度が高くなる場合もあるが、マイクロ波出力 1 0 0 0 W では、試料の温度がなかなか定常状態にならないことがわかる。図 1 1 , 1 3 によれば、試料の到達温度は、真空から 5 0 k P a にかけて概ね上昇し、それ以降は低下している。試料の到達温度は、1 0 0 0 を超えるものもあった。

【 0 0 5 3 】

図 1 4 , 1 6 によれば、アルゴンガスの場合には、試料の温度は、加熱時間の経過と共に定常となることがわかる。また、図 1 5 , 1 7 によれば、マイクロ波出力が 1 0 0 0 W

50

の方が500Wよりも試料の温度が高くなったことがわかる。

【0054】

試料を磁場に配置した場合(図2~9)と試料を電場に配置した場合(図10~17)とを比較すると、電場に配置した方が試料の温度が高くなることがわかる。

【0055】

以上の結果によれば、試料の位置を磁場とするか電場とするか、置換ガスの種類、マイクロ波出力、ガス圧力を調整することによって、試料の温度を変化させることができる。試料の種類、形状等に応じて、これらの因子を調整することによって、試料を焼結可能な温度に加熱し、試料を焼結させることができる。

【0056】

具体例として、表1に示した化学的成分と粒度分布の鉄粉末を5tプレス機を用いて、単軸圧縮法で400MPaで押し固めて成型し、直径8mm、高さ4~5mm程度にした試料の焼結を行った。試料の位置で電場が最大になるように調整し、置換ガスにヘリウムガスを用い、マイクロ波出力を800Wとし、ガス圧力を100kPaとし、30分加熱したときの加熱時間に対する温度変化を図18に示す。加熱後の試料の密度を測定すると、パルク鉄の83.9%であった。

【0057】

また、この条件で加熱した試料の断面のSEM写真を図19に示す。さらに、前記条件で加熱時間を60分に変更した試料の断面のSEM写真を図20に示す。各図において、(A)は試料の上部の断面図を、(B)は試料の中央部の断面図を、(C)は試料の下部の断面図を示す。ここで、上部、中央部及び下部はそれぞれ、円柱状の試料を円柱の軸が上下方向を向くように配置した場合の上部、中央部、下部である。何れのSEM写真においても粒の界面は観測されておらず、試料は焼結している。このように、金属材料であっても、プラズマ化した雰囲気による加熱を用いれば焼結させることができる。

【産業上の利用可能性】

【0058】

以上説明したように、ここに開示された技術は、成形体の製造方法について有用である。

【符号の説明】

【0059】

- | | |
|-----|----------|
| 100 | プラズマ発生装置 |
| 1 | 発振器 |
| 11 | マグネトロン |
| 2 | アイソレータ |
| 3 | パワーモニタ |
| 4 | チューナ |
| 5 | キャビティ |
| 51 | 石英管 |
| 52 | アイリスプレート |
| 53 | プランジャ |
| 6 | 導波管 |

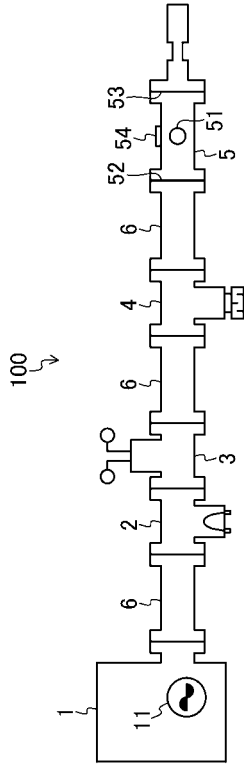
10

20

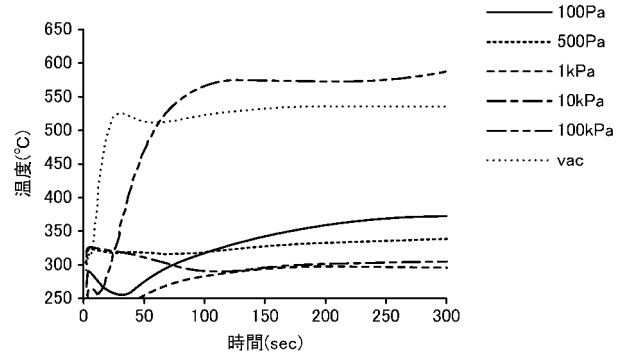
30

40

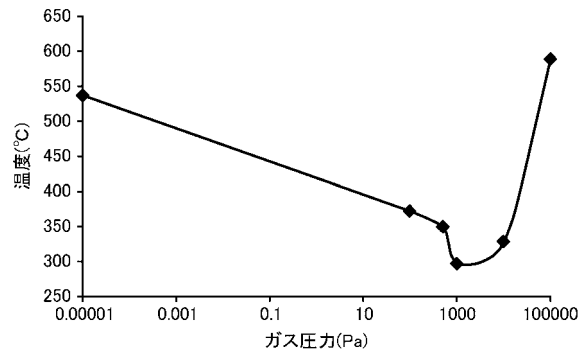
【 図 1 】



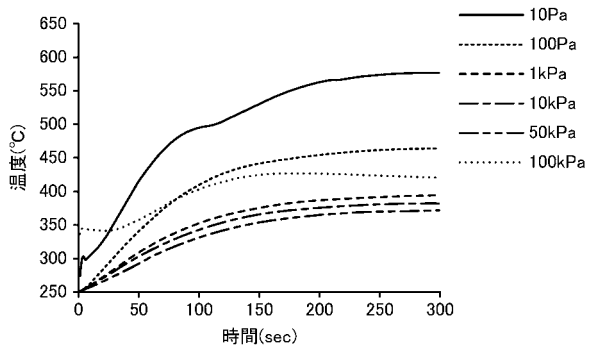
【 図 2 】



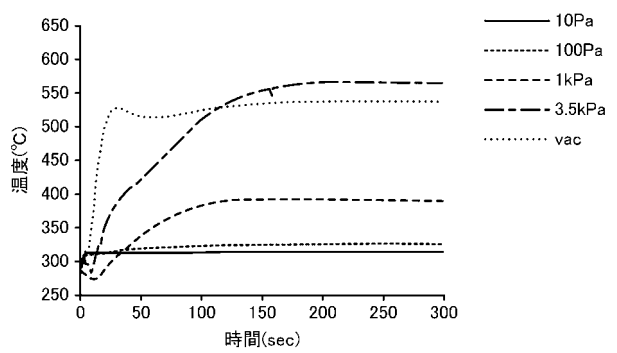
【 図 3 】



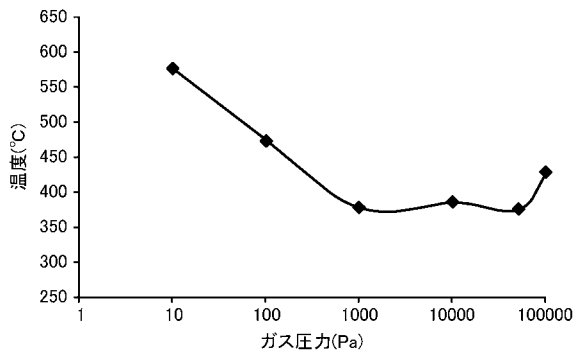
【 図 4 】



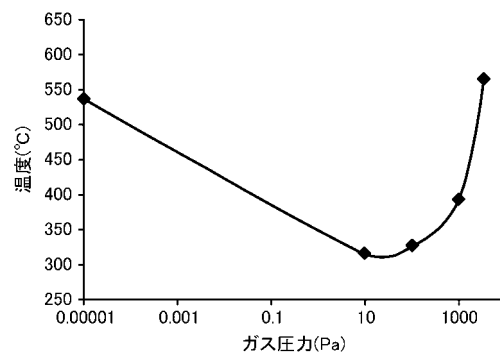
【 図 6 】



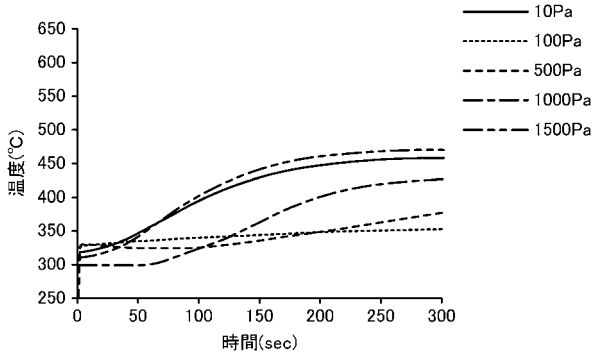
【 図 5 】



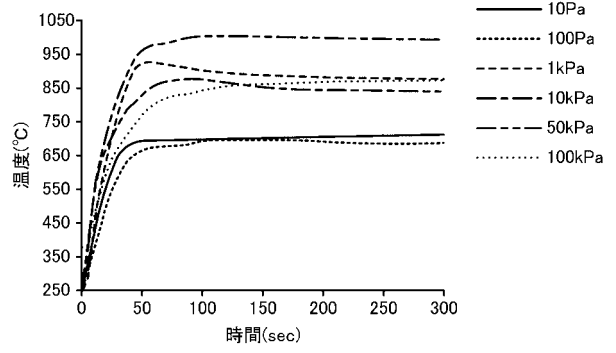
【 図 7 】



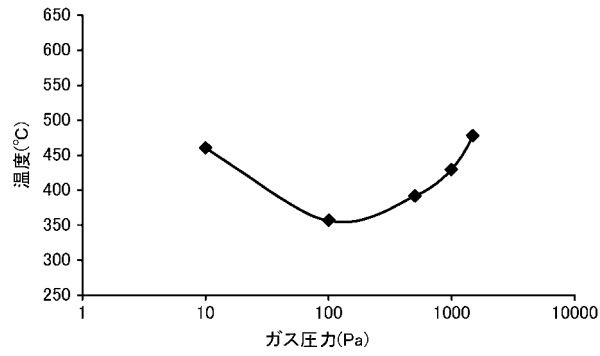
【 図 8 】



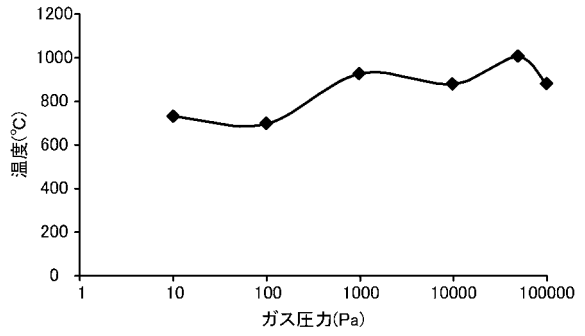
【 図 10 】



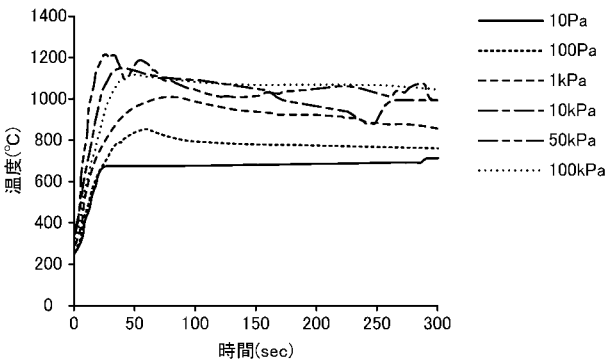
【 図 9 】



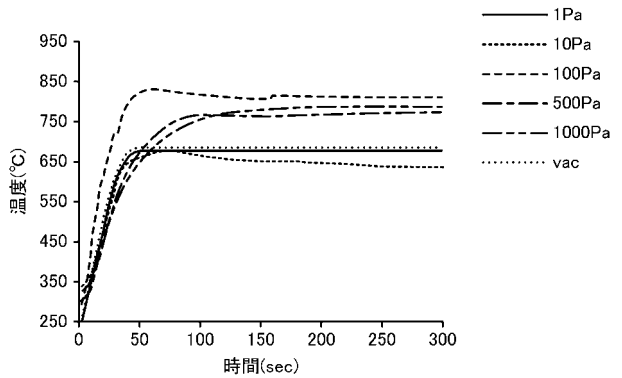
【 図 11 】



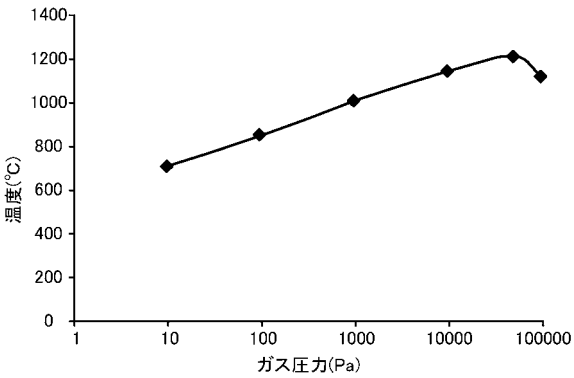
【 図 12 】



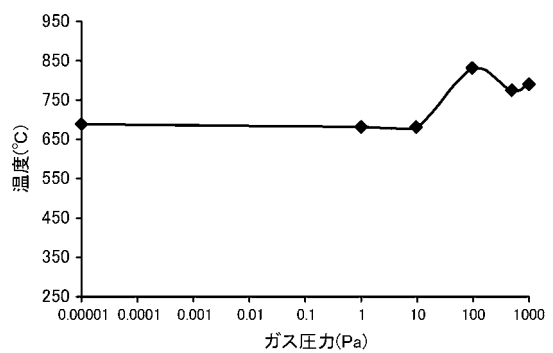
【 図 14 】



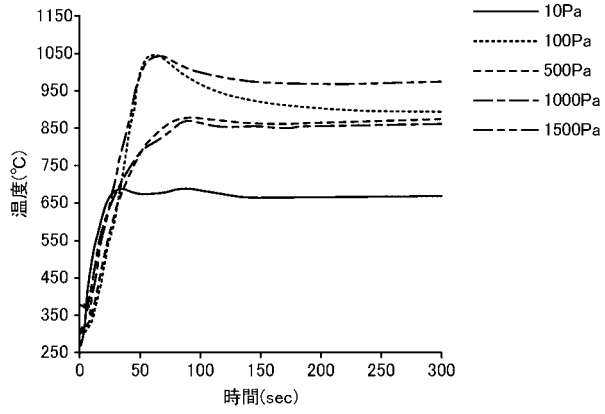
【 図 13 】



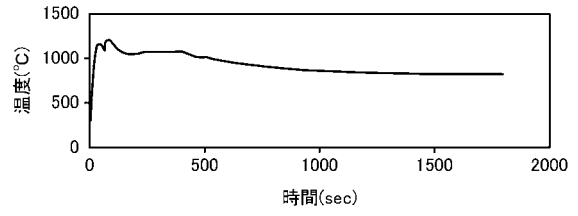
【 図 15 】



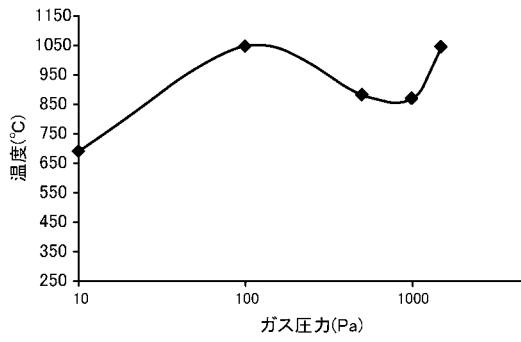
【 図 1 6 】



【 図 1 8 】

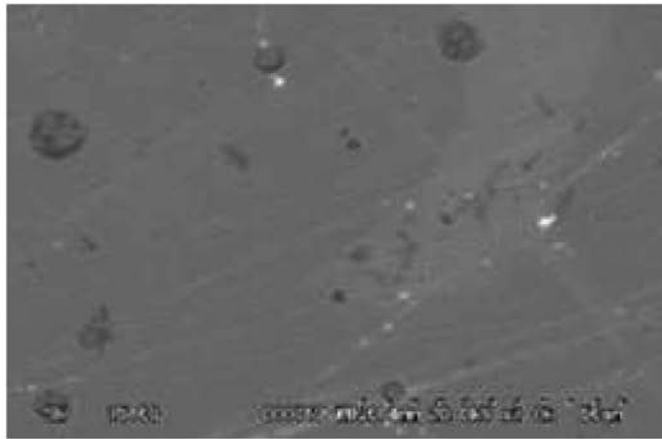


【 図 1 7 】

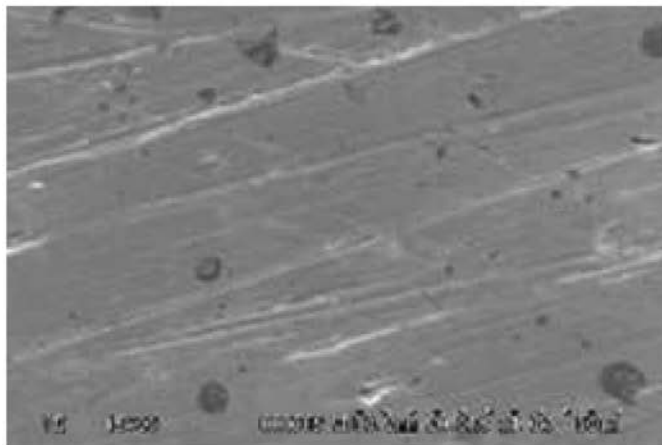


【 図 19 】

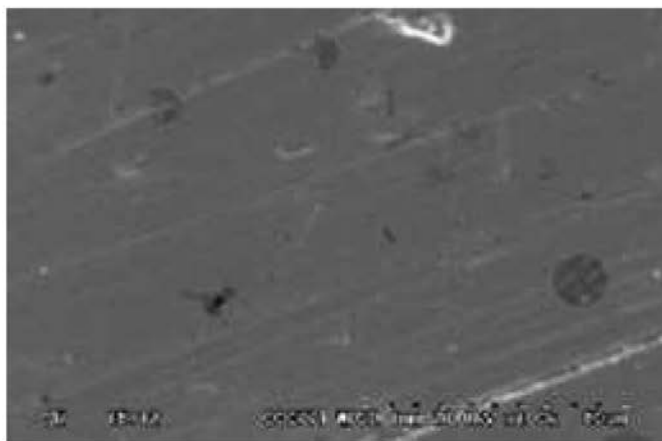
(A)



(B)

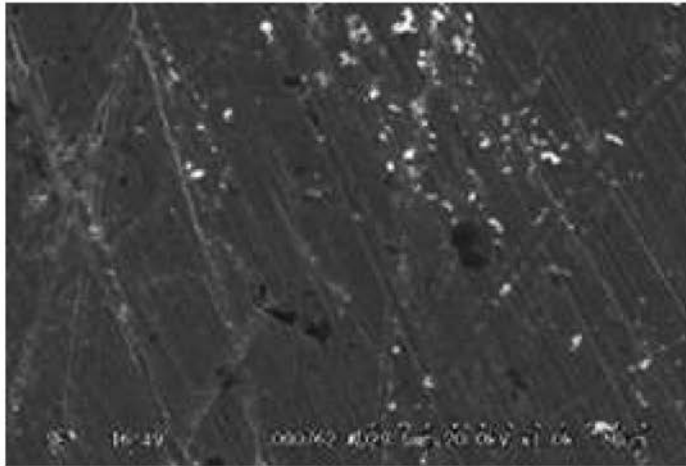


(C)

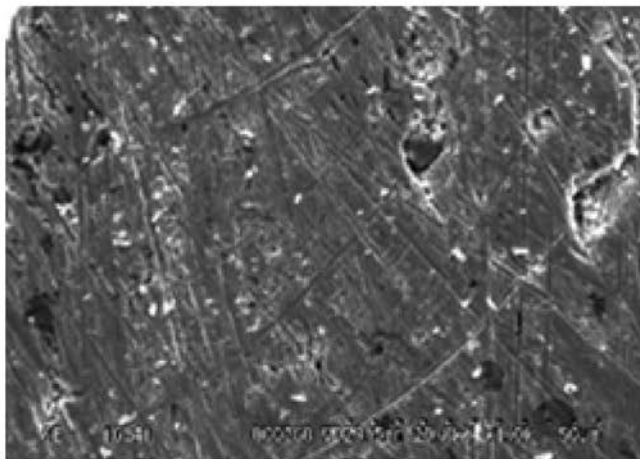


【 図 2 0 】

(A)



(B)



(C)

