

スパークプラズマ焼結装置のトラブルについて

前田 義和

鹿児島大学大学院理工学研究科 技術部

1. はじめに

鹿児島大学工学部に、平成22年3月、スパークプラズマ焼結装置（SPSシンテック株式会社（現富士電波工機株式会社）SPS-515S）が導入された、同年9月に、鹿児島大学工学部共同利用実験装置運営委員会規則が制定されたと同時に、鹿児島大学工学部共同利用実験装置として技術部での管理運営を任せられている。今回この装置の導入から現在まで起こったトラブルと、その対処についての報告を行う。

2. スパークプラズマ焼結装置について

導入されたスパークプラズマ焼結装置は、最大成形圧力50kN最大DCパルス電流出力1500Aで、ファイナセラミックスなどニューマテリアルのハイスピード焼結が可能な新材料開発装置として開発されたもので、その焼結の加工原理は、名前の通り放電プラズマ焼結法（Spark Plasma Sintering）によって圧粉体粒子間に直接パルス電流を流し、その通電初期に火花放電現象により瞬時に発生する高温プラズマ（瞬間的に数千℃から一万℃の高温場が粒子間に発生する。）を生じる高エネルギーを熱拡散・電界拡散などへ効果的に応用して固体圧縮焼結させるものである。得られる焼結体の形状はダイ（圧粉体を入れ込む型）の内径寸法をした円柱形の物が主体であり、管理している装置においては現在まではコイン状のものしか作られていない。

3. 装置の導入について

装置の選定においては、仕様条件として、成形加圧範囲、加圧ストローク、最高使用温度、温度指示調節が可能なこと、最大出力電流値等がありそれらを満たしている事と、メーカーの過去の実績などが加味され決定された。しかし、設置場所については、スペース面での検討はされていたが、装置重量や、電源、冷却については考慮されておらず設置に先だっの耐荷重調査や、電源の手配を行った。が、納入直前に使用予定の建物使用法変更が行われた。ために急遽設置場所についても変更対象となり急ぎ対応をしたが、納品時には、電源は仮配線で、冷却水については水道の敷設ができずに急遽チラーのみでの運用形態となった。

4. 管理の問題

導入初期は、装置の所属が何処になるかも決まっていなかった為に、暫定的に私が使用時の申込み受付をすることになり、その半年後に工学部共同利用実験装置運営委員会規則制定され正式な管理者になった。なお、導入時説明会以降の約半年間は、他機関でスパークプラズマ焼結装置を使用していた教授と相談の上、規則私案を作り運用を始めた。しかし、この規則は使用者目線のものであった。また、現在の運用においても徴収した使用料の使途等についても明文化されていない。

5. 結露の発生

年度末までは順調に運用されていた装置であったが、約2ヶ月間ほど使用しない期間があり、翌年度（平成23年度）5月になって使用者から「装置内部で水漏れがある。」との連絡を受けた。確認に行くとチャンパー内のラム部・電極部に錆が認められた。また、実際に水滴も確認できた。通常チャンパー内は真空に引

いた状態でシャットダウンしているのに、微量の真空漏れが発生しても水分が大量に進入するとは考えられず、状況確認のために真空引きした状況で冷却水を流し真空計の振れ具合を見てみたが特に変化もなく水漏れがあるとは思えなかった。実際その後は錆の発生は見られず、現在でもはっきりした原因は特定できていない。が、チャンバー内部が冷却されていたところに大気圧開放で湿った空気が導入され結露したのではと考えるが錆びの状態を見ると疑問は残る。

現在では、真空引き或いは不活性ガス中で、なおかつ加熱開始直前に冷却水を流し始めるようにしてもらい運用している。

6. アナリシスユニットの不調

使用者からアナリシスユニットが機能しない旨の連絡があった。聞けばプログラム・操作法なども前回使用時と変えていない（焼結開始と同時に記録開始）との事で原因がつかめなかった。対応策として、アナリシスユニットを起動後に焼結を開始するようにした。

7. 真空度が上がらない

真空中で焼結を行う事がほとんどであるが、急に真空度が上がらなくなったとの連絡が入った。まずは、リークを疑いシール箇所点検と真空オイルの状況を確認。そして、真空を保ったままシャットダウンして翌日真空状況の確認をするも特に怪しい所見つからなかった。結果メーカーの方から真空測定子の汚染ではないかとの指摘で、新しい測定子に変えたところ解決できた。

8. チラーの停止

装置の導入の際にチラーのみでの運用になったことは前述した。今年になりチラーが停止して焦げ臭いとの連絡があった。あわてて装置を見に行くと幸い焼結作業は終了して冷却の行程もほぼ終了する時であったため、装置の温度は低く装置本体への影響はなかったもののチラーは回路部が焦げて使用できない状態であった。このような電源が失われると同時に冷却が停止する事態を想定して、緊急用に水道水での冷却系を必要としていたのだが、これを導入できなかった時に感じていた不安が的中した格好になってしまった。

その後、チラーについては修理見積もりを取ったものの故障の根本原因が分からない状態で、また、委員会においても、運用開始時から修理案件が発生した場合の予算については議論がなされておらず、どこからも修理費が出せない状況であった。

そのような状態でも装置が使えないとなると、利用者の実験（実績）に関わることだけに何とかしなければと、会計係に相談してなんとか水道を引いて貰い運用ができるようになった。

9. 設定温度に達しない

プログラムで設定した温度（1650℃）まで上がらない旨の連絡があり、確認に行くと約1400℃付近で留まっていたが、計器を見ると既に装置の最大出力で運転中でありこれ以上の温度は望めないことと、使用者が高温使用時に装着するよう指示していた「カーボンブランケット」を使っていなかったためそこを指摘し装着させたところ設定温度まで上がった。

10. 今後の課題

チラーの故障時に見るように、機械装置は必ず壊れ、修理が必要になるものであるのを前提にして利用規則の見直しを行い、運用して行くことが必要と思われる。