

# 難焼結性セラミックスの焼結技術

## 1. 目的

セラミックス材料は熱、電気及び機械的特性に優れるため電子部品や機械部品として多く用いられている。例えば窒化アルミニウム (AlN) は高い熱伝導率と電気絶縁性により、放熱基板やヒートシンク部材として用いられている。一般にセラミックス材料は原料粉末を焼き固める (焼結) 工程を経て製品となるが融点が高く高温強度も高いため難焼結である場合が多い。特に AlN など窒化物系は原料粉末表面に存在する酸素により焼結が阻害され、対策として低融点酸化物の形成を促す助剤添加が行われているが、酸化物の残存による特性低下が課題となっている。

本研究では放電プラズマ焼結 (Spark Plasma Sintering: SPS) 装置を用いて助剤フリーによる焼結技術の開発を試みた。

## 2. 方法

供試材料として用いた AlN 粉末 ((株)トクヤマ製 E グレード) の特性値を表 1 に示した。なお一次粒径は約  $0.6\mu\text{m}$  である。焼結には SPS 装置 (富士電波工機(株)製 SPS-1050) を用いた。AlN 粉末を 5g 秤量し、図 1 に示すように中空黒鉛ダイス ( $\phi 50/20.5 \times 40\text{mm}$ ) とパンチ ( $\phi 20 \times 20\text{mm}$ ) 内に充填した。なお黒鉛ダイス及びパンチと AlN 粉末の間には離型のためにカーボンペーパー (0.2mm 厚) を用いた。AlN 粉末を充填した黒鉛型を装置電極間に配置し加圧力を 50MPa とした。その後、チャンバー内を 10Pa 以下に排気し、加熱速度  $100^\circ\text{C}/\text{min}$  で所定の温度まで加熱、10 分間保持し炉冷した。なお温度は黒鉛型に  $\phi 1\text{mm}$  の測定穴を放射温度計で測定した。測定穴の深さは内壁から 1mm とした。

作製した焼結体は切断し、断面に対して樹脂埋め研磨を行いビッカース硬さ(松沢精機(株)製 MXT70) を測定した。

表 1. AlN 粉末の特性

不純物					比表面積	平均粒径
O	C	Ca	Si	Fe		
wt%	ppm	Ppm	ppm	ppm	$\text{m}^2/\text{g}$	$\mu\text{m}$
0.8	200	10	10	6	3.4	1.0

## 3. 実験結果及び考察

SPS 中に加圧方向の変位挙動を測定したところ、 $1550^\circ\text{C}$  付近まで緩やかに収縮が見られその後変化がなくなったことから、焼結は  $1550^\circ\text{C}$  で完了していると考えられた。ただし SPS での測定温度は他の焼結

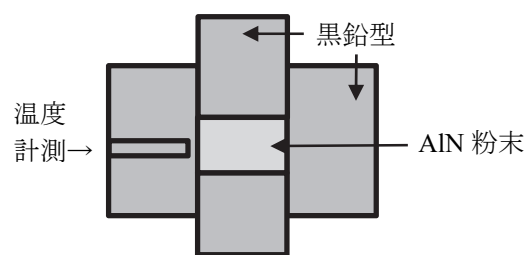


図 1. SPS 模式図

方法、例えば雰囲気炉を使用したものとは異なっていることに注意する必要がある<sup>1)</sup>。なお  $1800^\circ\text{C}$  以上では黒鉛パンチの変形に伴う収縮が見られた。

図 2 に各処理温度におけるビッカース硬度測定結果を示した。これより収縮と同様に  $1550^\circ\text{C}$  付近において硬度は飽和したが、マイクロポアに起因する割れが見られた。処理時間を長くすることにより緻密化を図ることも可能であるが、SPS では黒鉛型や離型材との接触が避けられず炭素等の試料内への拡散が懸念されることから今後 HIP や雰囲気炉を用いたさらなる緻密化について検討する。

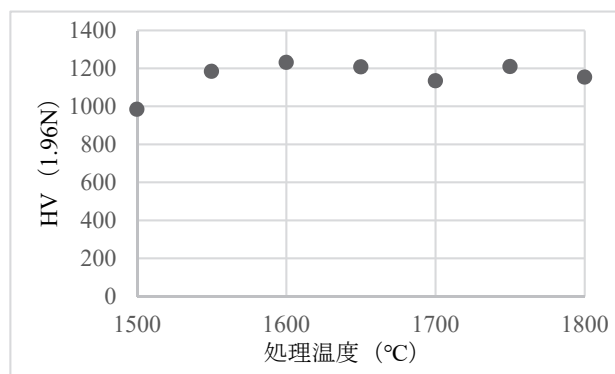


図 2. ビッカース硬度測定結果

## 4. まとめ

難焼結材料である AlN について SPS 法による焼結を実施した。その結果、 $1550^\circ\text{C}$  の低温でビッカース硬度 HV1200 の緻密体を作製することが出来た。今後は、HIP を用いたさらなる高密度化について検討する。

## 参考文献

- 1) T. Matsubara, T. Shibutani, K. Uenishi and K.F.Kobayashi, "Fabrication of a thick surface layer of Al3Ti on Ti substrate by reactive-pulsed electric current sintering", Intermetallics, vol.8(2000), 815.