

難焼結性セラミックスの焼結技術

1. 目的

窒化アルミニウム(AIN)は高い熱伝導率と電気絶縁製から LED 基板などに用いられている。昨年度の研究において、放電プラズマ焼結 (Spark Plasma Sintering: SPS) 装置による 1550°C 処理でビッカース硬度 HV1200 の緻密体を作製した。一方、焼結ムラに起因する硬度のバラツキが見られたが、黒鉛型からの炭素拡散のため SPS による高温・長時間処理は困難であった。

熱間等方圧加圧 (Hot Isostatic Press: HIP) 装置は高いガス圧を高温で負荷することにより、閉気孔を除去することが可能であることから、焼結や鋳造プロセスにより発生した欠陥除去技術として用いられている。

本研究では SPS 法で作製した予備焼結体について HIP 処理を用いた高密度化を検討した。

2. 方法

供試材料として AIN 粉末 ((株)トクヤマ製 E グレード)を用いた。昨年度の研究において SPS 装置 (富士電波工機(株)製 SPS-1050) を用いて作製した予備焼結体 (約 $\phi 20\text{mm} \times 2\text{mm}$) について、HIP 処理 ((株)神戸製鋼所製 O2-Dr.HIP) を実施した。図 1 に実験フロー図を示した。予備焼結体を BN ルツボに入れ、真空置換後窒素ガスを充填・圧縮し、黒鉛ヒーターを用いて昇温速度 600°C/h で所定の温度まで加熱し 1 時間保持した後、炉冷した。

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度 (松沢精機製 MXT70) を測定した。また、破面組織を走査型電子顕微鏡 (SEM: 日本電子(株)製 JSM-6010LA) により観察した。

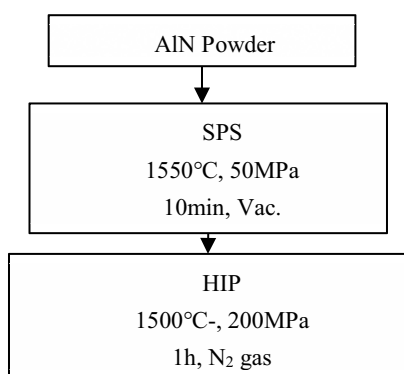


図 1. 実験フロー

3. 結果及び考察

表 1 に HIP 処理後のビッカース硬度測定結果を示

した。HIP 処理により硬さのバラツキを示す標準偏差が小さくなっており、緻密化の進行が確認できた。また平均値は処理温度の上昇によりやや小さくなった。Hall-Petch の式より、一般に多結晶材料は結晶粒径が大きくなると降伏強度 (≒硬度) が小さくなることから、本研究においても高温での HIP 処理によって結晶粒の成長が生じていると考えられた。

次に図 2 に HIP 処理後の熱伝導率測定結果を示した。これより HIP 処理によって緻密化が進行し熱伝導率が改善していることがわかった。ただし、市販の AIN 基板 (150-200W/m・K) と比較すると半分程度の値となっていた。市販 AIN 作製には Y₂O₃ など焼結助剤を添加することにより、AIN 表面に存在する Al₂O₃ を除去して高い熱伝導率を達成している。助剤を用いない焼結では緻密体の作製は可能であっても、高い熱伝導率を得るためには酸化物除去の微細組織制御が必要となる。

表 1. ビッカース硬さ測定結果 (HV, 1.96N)

サンプル	平均値	標準偏差
As SPS	1198.6	23.4
HIP(1500)	1195.5	6.6
HIP(1600)	1191.5	6.5
HIP(1700)	1182.5	5.0
HIP(1800)	1171.5	4.5

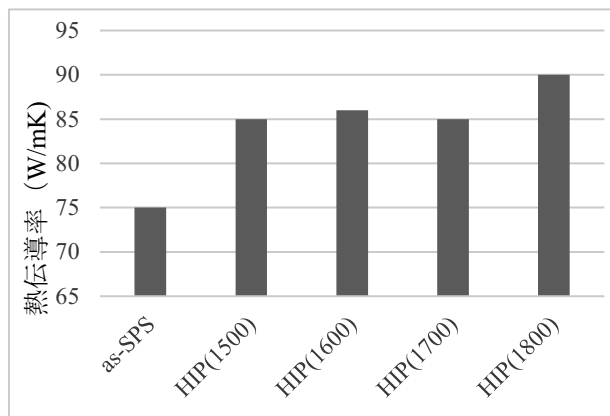


図 2. 熱伝導率測定結果

4. まとめ

難焼結材料である AIN 粉末について SPS による迅速焼結と HIP により緻密体の作製が可能であった。一方、熱伝導率については特性を阻害する酸化物など粒界相のために市販品に比べ劣る結果となった。

参考文献

- 1) 松原敏夫, 平成 30 年度徳島県立工業技術センター業務報告, p. 71.