

## 放電プラズマによるホウ素焼結体の作製 No.98062

キーワード：放電プラズマ焼結，パルス通電焼結，ホウ素，焼結，密度

### 概要

最近、粉末冶金の分野において、放電プラズマ焼結（Spark Plasma Sintering、以下SPS法；パルス通電焼結と呼ばれることもある）が注目され、盛んに研究が行われている。この方法の原理ならびに当所にて行った事例を紹介する。

### 放電プラズマ焼結

SPS法の原理を図1に示す。原料粉末を装填した導電性のダイを上下の電極間に挟み、荷重を付加しながら直流のパルス電流を流すことによって粉末の焼結を行うものである。このパルスの効果により、粉末粒子の間で火花放電が発生し、粉末表面の活性化、局所的な温度上昇、イオンの高速移動、エネルギーの高密度供給や粒間結合部の急冷などが生じると言われている<sup>1)</sup>。これらの効果により、通常の焼結法よりも低温、短時間で焼結が完了するといった特徴がある。また、適用できる材料も金属からセラミックス（焼結温度で考えると、数百～2000以上）と広範囲に利用できる。

さらに、異種材料の接合や数百度の温度差のある材料の同時焼結や傾斜機能材料の焼結といった分野への展開も図られている。(図2)ただ、上記の放電の効果において、学会では、賛否両方のデータが示されており、今後の解明が待たれるところである。しかしながら、短時間焼結が可能であるということは事実であり、この特徴を生かすことによって、例えば短時間で未知材料の最適焼結条件を探索することが可能となる。

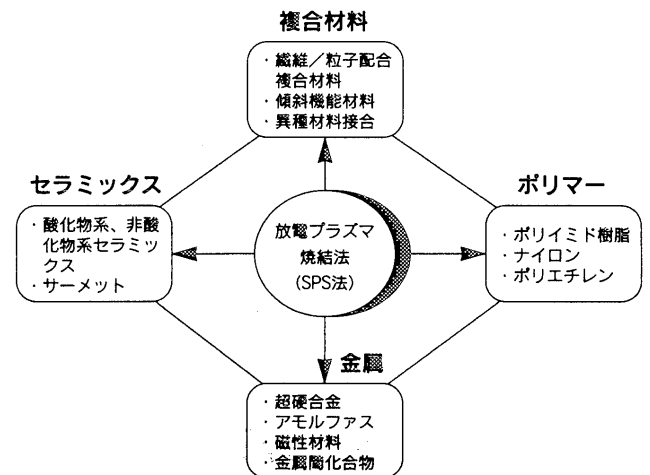


図2 SPS法が適用できる材料系

当所においても平成7年度に中小企業庁補助事業「ナノ制御材料の開発による高機能部品産業の育成と環境保全・浄化産業への応用」によって住友石炭鉱業(株)製の放電プラズマ焼結機(SPS-1020、主な仕様を表1に示す)を導入し、アルミナセラミックス多孔体の試作を行った。

この他にも、金属、金属間化合物、サーメットなどの複合材料、ならびに他のセラミックスの焼成など多くの材料系で適用を検討している。これらの中から今回は、高融点材料の焼結に適用した例を紹介する。

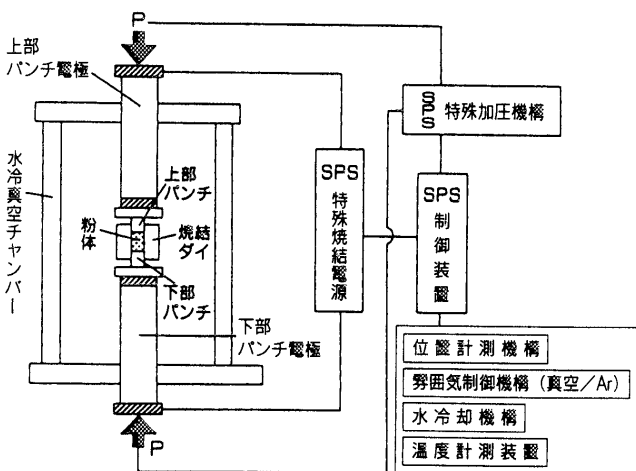


図1 SPS法の加工原理

表1 SPS-1020の主な仕様

項目	仕様
加圧機構	油圧シリンダーによる一軸加圧
成形加圧範囲	500~10000kgf
加圧ストローク	150mm オープンハイト250mm
試料台寸法	φ120mm
Z軸位置表示	0.01mm (最小値)
パルス電流出力	2000A
温度制御	PIDプログラム自動制御
常用使用温度	1700℃
最高使用温度	2000℃
到達真空度	$1 \times 10^{-2}$ Torr
チャンパー寸法	φ450mm

### ホウ素の放電プラズマ焼結

ホウ素は融点が約2300 と高いことから焼結助剤なしに成形体を得るためには2000 以上の焼結温度が必要になると考えられる。そのため、少しでも低温での焼結が可能となるSPS法の適用を試みた。焼結にはグラファイト製のダイを用い、真空中、 $400\text{kgf/cm}^2$ の荷重下で行った。用いた原料粉末は、純度99.06%、粒径38mm以下の市販の試薬粉末である。この粉末の焼結特性を調べるために、保持温度1700 ~ 2000 で5分間のSPS焼結を行った。その際、各保持温度までの昇温は5分に固定した。図3は、この時の保持温度と得られた成形体のアルキメデス法により求めたかさ密度との関係を示す。温度の上昇と共に成形体のかさ密度は上昇し、1900 以上で緻密化が完了していることがわかる。図4は2000 で焼結した試料の組織写真であるが、これからわかるように気孔はほとんど観察されず、良好な焼結体が得られたことがわかる。今回、温度が非常に高温なことなどにより、焼結体の表面にダイのグラファイトとの反応によって炭化物が生成したが、ダイ表面、あるいは試料に反応防止層を作製することによって炭化を防止できることがわかった<sup>2)</sup>。

### 文献

- 1) 鶴田正雄：第36回等方加圧加工研究会 講演要旨集(1995)
- 2) 垣辻 篤：第3回SPS研究会 講演要旨集(1998)、48

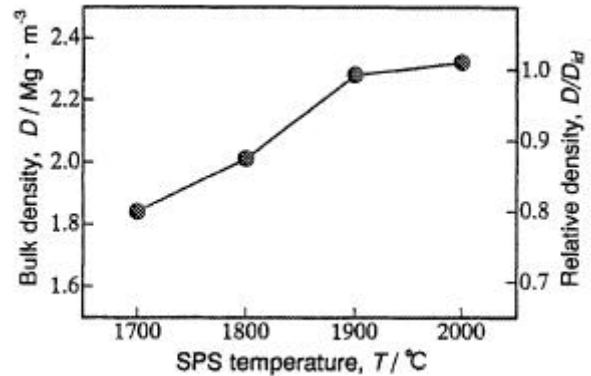


図3 SPS温度と密度との関係

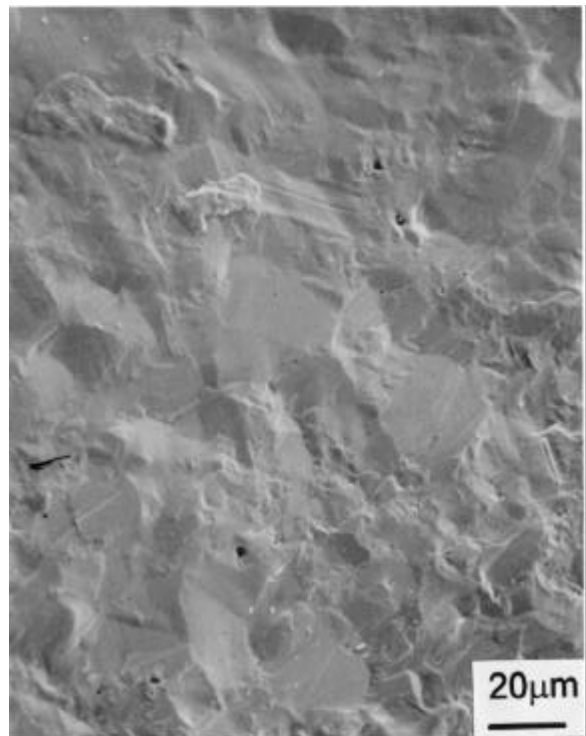


図4 2000 でSPS焼結したホウ素焼結体の破面のSEM写真