

## パルス通電焼結法による窒化ケイ素の焼結

窒化ケイ素は難焼結性セラミックスの一つで、緻密な焼結体を得るためには焼結助剤の添加と加圧下での高温、長時間加熱が要求されるため、通常はホットプレス法（以下 HP）などが用いられます。一方、パルス通電焼結法（以下 PECS）は、HP のような外部加熱方式とは異なり、大電流パルスを直に粉末試料あるいは焼結ダイに加えて焼結を行います。このため、短時間焼結が可能、導電性粉末の場合には通電による直接加熱ができるなどの特長があります。当研究所では、これまで立方晶窒化ホウ素-窒化ケイ素複合材料や高融点炭化物など典型的な難焼結材料について、PECS による焼結を行い焼結条件と物性との関係について調べてきました。ここでは、窒化ケイ素の焼結例<sup>1)</sup>を紹介します。

$\alpha$  型窒化ケイ素粉末に焼結助剤としてイットリアとアルミナを添加した後、エタノール中で 24 時間ボールミルを行い、乾燥・粉碎して出発原料としました。PECS は住友石炭鉱業製の SPS-1020 を用い、カーボン製のダイに粉末を詰込み、30 MPa の圧力を加えながら真空中あるいは 0.1 MPa の窒素ガス中で焼結しました。焼結に伴い  $\alpha$  型から  $\beta$  型への相転移が生じるので、焼結体の相対密度  $d$  や残存  $\alpha$  相率  $C_\alpha$  の測定、微構造などを調べました。

図 1 は種々の焼結条件で得られた  $d$  と  $C_\alpha$  の関係で、比較のため HP の結果も合わせて示してあります。HP では緻密化（相対密度  $d$  の増加）と  $\alpha$  から  $\beta$  への相転移（ $C_\alpha$  の減少）が同時に進行しているのに対して、PECS では緻密化が先行し、それが終了した後相転移が開始されます。このような振舞いは雰囲気や昇温速度を変えても変わりません。相転移開始直前の焼結体は微細な結晶粒で構成されており、結晶粒の粗大化は認められません。しかし、相転移の開始とともに急激な粒成長が始まります。図 2 は粒成長後の粒度分布を PECS と HP で比較した結果で

す（等価粒径 =  $2(\text{長軸} \times \text{短軸}/\pi)^{1/2}$ ）。PECS では一部の結晶粒が異常成長するため、粗大粒子と微細粒子の混在した粒度分布が極めて短時間のうちに形成されることがわかります。このように、PECS では焼結条件により微構造が大幅に変わるので条件の選択が重要となります。なお、図 1 にはマイクロ波焼結の結果<sup>2)</sup>も示してありますが、PECS と同様の関係が見られることから、両者の焼結機構は類似していることが示唆されます。

### 文献

- 1) M. Suganuma *et al.*, *J. Am. Ceram. Soc.*, **86**[3], 387 (2003).
- 2) M. I. Jones *et al.*, *J. Am. Ceram. Soc.*, **84**[10], 2424 (2001).

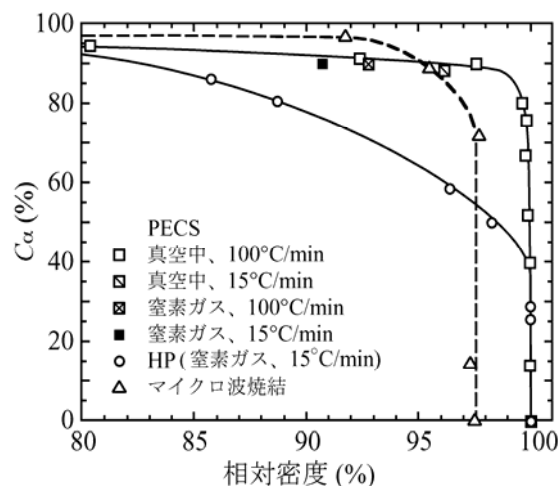


図 1 焼結体の相対密度と残存  $\alpha$  相率  $C_\alpha$  の関係

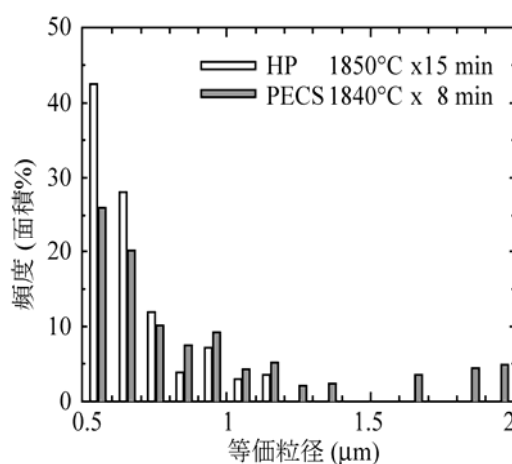


図 2 粒成長後の粒度分布の比較



工業技術部 材料技術室 菅沼幹裕 (motohiro\_suganuma@pref.aichi.lg.jp)

研究テーマ：ナノインデンテーション法による材料の評価技術

指導分野：セラミックスの焼結と評価