

放電プラズマ焼結法による炭化タングスタルの焼結

1. はじめに

炭化タングスタル (TaC) は存在する化合物の中で最も高い融点 (約 4000 °C) をもち、金属と同程度の電気伝導性を示すことから、アーク電極あるいは電子線源などの耐熱性が要求される電子材料としての応用が期待されている。しかし、高融点材料であるために焼結が極めて困難で、ホットプレス法など従来の方法では高純度で緻密な焼結体を作製することはできなかった。一方、放電プラズマ焼結 (SPS) 法は加圧しながら数千 A のパルス電流を導電性の型に流して加熱することにより粉末を焼結する方法である。このためホットプレス法などに比べ、短時間 (数分~数十分) かつ高温 (約 2500 °C) で焼結できる。また導電性材料の場合、パルス通電による直接加熱効果も期待できる。

ここでは、SPS 法を用いた TaC の焼結について報告する。

2. 実験方法

実験には純度の異なる二種類の TaC 粉末を用いた。一種類は低純度 (95%) TaC 粉末であり、コバルト (Co) やクロム (Cr) などの不純物が数%含まれていた。もう一種類は高純度 (99%) TaC 粉末で、不純物としては極微量の Co などが検出された。これらの粉末の焼結には放電プラズマ焼結装置を用いた。装置の構成を図 1 に示す。カーボン製の型 (内径 20mm) に、約 20g の TaC 粉末を詰め込み、焼結装置の上下の電極を通して 36MPa の圧力を加えた。装置内を真空 (約 1Pa) に

粉末の焼結を行った。装置外側に設けた放射温度計によりカーボン型側面の温度を読み取り、焼結プロセスの温度制御に用いた。また、焼結進行にともなう試料の収縮を調べるため、上下電極の距離の変化を測定した。得られた焼結体の密度をアルキメデス法により測定し、X 線回折により結晶構造を調べた。

3. 実験結果と考察

図 2 は、純度の異なる TaC 粉末を SPS 法で焼結する際に得られた収縮曲線である。低純度の粉末では、1400 ~ 1450 °C で急激な収縮が起こっており、この温度で焼結が生じたことを示している。一般に、典型的な液相焼結の場合、液相の生成時に粒子の再配列による急激な収縮が観察される。低純度粉末には不純物として数%の Co が含まれており、収縮が始まる温度 (この場合には約 1400 °C) で、Co が溶融したために焼結が一気に進行したものと推測される。この結果、1900 °C という比較的低い焼結温度にもかかわらず 98% の相対密度をもつ焼結体が得られた。

一方、高純度粉末の場合には 2000 °C 以上によっても顕著な収縮は観察されず、2000 °C の加熱で 94%、2500 °C でも 96% の相対密度しか得られなかった。

X 線回折においては、焼結体は純度にかかわらず粉末と同じ立方晶構造を示し、焼結に伴う構造変化はみられなかった。また、低純度粉末及びその焼結体中の Co は X 線回折では検出されなかった。

(加工技術室 来川保紀)

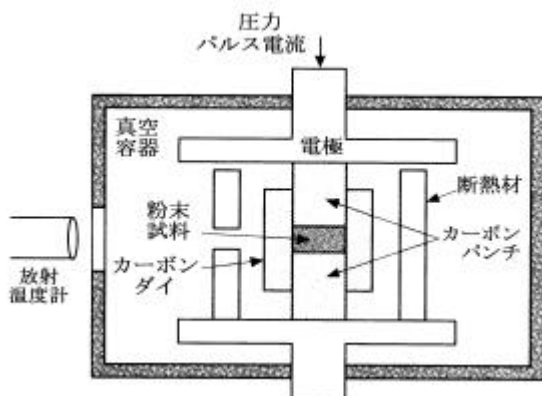


図 1 放電プラズマ焼結装置の構成図

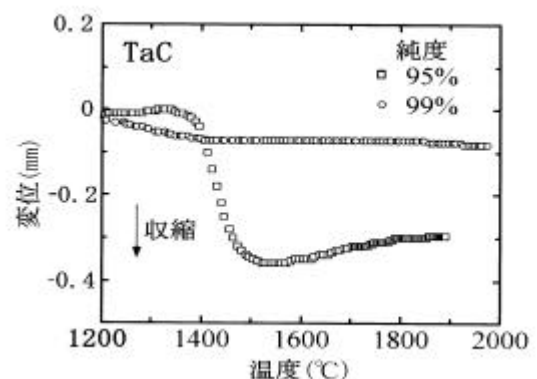


図 2 炭化タングスタル粉末で得られた収縮曲線