Ni 添加 SiC 焼結体の電気伝導度

岡野 一雄・桜井 悟・加藤 恭正

(小山職業訓練短期大学校電子技術科, 323 栃木県小山市横倉三竹 612-1)

Electrical Conductivity of Sintered SiC Containing Ni

Kazuo OKANO, Satoru SAKURAI and Yasumasa KATOU

(Department of Electronic Devices Technology, Oyama Vocational Training College,)
(612-1, Yokokura Mitake, Oyama-shi, Tochigi 323

The effects of Ni addition on the microstructure and the electrical conductivity of silicon carbide (SiC) ceramics were investigated. The SiC ceramics containing more than 1.0 wt% Ni were porous regardless of the sintering temperature, while the specimens containing less than 0.5 wt% Ni and sintered at above 2050°C showed high densities (>98% of theoretical). The electrical conductivity at 300 K of these dense SiC ceramics increased from 5×10^{-5} to 1×10^{-3} S/m with Ni addition from 0 wt% to 0.5 wt%.

[Received May 25, 1989; Accepted July 14, 1989]

Key-words : Electrical conductivity, Sintered SiC, Ni addition, SEM observation, Microstructure

1. 緒 言

非酸化物系セラミックスとして代表的な SiC 焼結体は、高温安定性に優れたセラミックス半導体であり、高温用サーミスタ等の電子素子への応用が期待されている^{1),2)}。SiC 焼結体の電気物性はその製造条件、特に半導体であるために焼結体に含まれる不純物の種類、濃度に大きく依存する³⁾。そこで、SiC 焼結体の製造条件として焼成温度及び Ni (ニッケル) の添加量を選び、Ni の添加量により SiC 焼結体の電気伝導度を制御することを試みた。

2. 実 験

平均粒径 $0.42 \mu\text{m}$ の昭和電工製 α -SiC に、焼結助剤として炭素と炭化ホウ素をそれぞれ 2.0 wt%, 0.625 wt% 添加し、更に Ni を 0~3.0 wt% 添加した。この混合粉体をボールミルで 24 時間湿式混合した。混合後、乾燥して得られた粉体を 300 MPa で一軸加圧成形を行い、ペレット状の成形体とした。この成形体を黒鉛抵抗炉を用いて焼成温度 1950°C ~ 2100°C 、30 分、真空中で焼成した。焼成後、得られた試料の表面を研削し、電極としてアルミニウムを真空蒸着したものを電気伝導度測定用の試料とした。これらの試料に直流バイアスを印加し、四端子法により真空中にて 300 K で測定を行った。

3. 結果と考察

焼成温度と電気伝導度の関係を図 1 に示す。この図において、 1950°C で焼成した試料の電気伝導度は Ni の添加量に無関係に 1 S/m 程度である。一方、 2000°C 以上で焼成した試料の電気伝導度は、Ni の添加量が増加す

るに従って高くなっている。Ni の添加量が 0 及び 0.1 wt% の試料は、焼成温度が 1950°C ~ 2000°C の範囲において著しい電気伝導度の減少を示し、焼成温度 2050°C 以上においては電気伝導度が若干増加する傾向を示している。Ni の添加量が 0.2 wt%, 0.5 wt% の試料の電気伝導度は、焼成温度 1950°C ~ 2000°C において著しく減少し、 2000°C 以上の焼成温度において飽和する傾向を示

Fig. 1. Electrical conductivity at 300 K of sintered SiC as a function of sintering temperature and Ni content.

Fig. 2. Relative density of sintered SiC as a function of Ni content.

している。Ni の添加量が 1.0 wt% の試料の電気伝導度は、焼成温度 1950°~2000°C の範囲において著しく減少し、2000°C 以上においては焼成温度の上昇に従って徐々に減少している。更に Ni の添加量が 2.0 wt% 以上の試料の電気伝導度は 1950°~2100°C の温度範囲にわたって徐々に減少している。Ni を添加しない試料の電気伝導度は Ni を添加した試料に比べて焼成温度に敏感であり、1950°~2000°C の範囲において 4 桁程度減少している。このような電気伝導度の焼成温度依存性は、Ni の添加量が増加するに従って小さくなっている。

図 2 に焼成温度と相対密度の関係を示す。この図において Ni の添加量を 0~0.5 wt% とした試料の密度は、焼成温度 1950°~2050°C の範囲で増加し、焼成温度 2050°C 以上で 98% 程度の値に飽和する傾向を示している。Ni の添加量を 2.0 wt% 以上とした試料は、焼成温度 1950°~2100°C の範囲において徐々に増加するが、これらの試料の密度は焼成温度 2100°C においても 93% 以下と低い値を示している。各焼成温度における試料の密度は、Ni の添加量が 0~0.5 wt% の範囲では添加量

Fig. 3. SEM photographs of etched surface of sintered SiC.

に無関係であるが、0.5 wt% 以上においては Ni の添加量が大きいほど低くなっている。

図 3 に Ni の添加量を 0, 0.5, 3.0 wt% として 1950°, 2050°, 2100°C で焼成した試料の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真を示す。この図より、焼成温度が上昇するに従って粒成長していることが確認できる。また、Ni の添加量が増加するに従って気孔の占める割合が大きくなることがわかる。1950°C で焼成した試料は Ni の添加量に関係なく気孔の占める割合が大きく、いずれの試料も粒径は 2 μm 程度である。2050°C で焼成した試料の微構造は、Ni の添加量が 0, 0.5 wt% の場合、気孔の占める割合が小さく、ち密化していることが確認でき、いずれの試料でも粒径は 5 μm 程度である。Ni の添加量が 3.0 wt% の試料は気孔の占める割合が大きく、粒径が小さいことが確認できる。Ni を添加しないで 2100°C で焼成した試料では異常粒成長が認められるが、Ni を添加した試料では異常粒成長が認められなかった。また、Ni の添加量が 3.0 wt% の試料においては粒径が小さく、気孔の占める割合が大きかった。このように、Ni を添加することにより SiC 焼結体の粒成長は制御さ

れることが明らかになった。

4. 総 括

以上の実験結果より、SiC 焼結体の電気伝導度に及ぼす Ni の効果は次のようにまとめられる。

(1) SiC に添加した Ni は焼成過程において、粒成長を阻害し、Ni の添加量が 1.0 wt% 以上の場合にはこの効果が顕著であった。しかし、Ni の添加量が 0.5 wt% 以下の場合には、焼成温度 2050°C 以上において相対密度は 98% 程度であった。

(2) SiC 焼結体の電気伝導度は Ni の添加量を増加すると大きくなる傾向を示した。また、試料の密度が 98% 程度にち密化した試料、すなわち、Ni の添加量を 0~0.5 wt% として 2050°C 以上で焼成した試料の電気伝導度は、 $5 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-3} \text{ S/m}$ の範囲で制御できた。

文 献

- 1) C. van Opdorp and J. Vrakking, *J. Appl. Phys.*, **40**, 2320-22 (1964).
- 2) 岡野一雄, 窯協, **94**, 219-25 (1986).
- 3) 岡野一雄, 飯田治久, 表面科学, **9**, 362-67 (1988).