308 放電プラズマ焼結法による金属とセラミックスの焼結

Sintering of metal and ceramics by Spark Plasma Sintering

正 樫村 幸辰(東電大) ○ 学 我妻 篤(東電大院)

Yukitatsu KASHIMURA, Tokyo Denki University
Atsushi WAGATSUMA, Tokyo Denki University

Key Words: functionally graded material, spark plasma sintering, metal-ceramics

1. 緒言

工業材料の多様化および機能化に対する要求が高まり、使用環境に対応した機能材料として傾斜機能材料が注目を集めている。

本研究では、放電プラズマ焼結法¹⁾(以下 SPS 法)によって結晶構造および融点の異なる金属材料とセラミックスの同時焼結を行い、打抜き金型への適用を検討する。

SPS 法は、新しい焼結方法であるため、焼結プロセスについての議論が活発に行われている。その中でも、プラズマ発生の有無や焼結時の温度分布について注目されているが、SPS 法においてこれらの現象に対する研究が十分になされていないのが現状である。本報告では、材料の製造プロセスに適用する SPS 法での焼結中の温度分布解析を行うとともに、金属材料とセラミックスの機能材料として $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 傾斜機能材料の試作を行った。

2. 放電プラズマ焼結

SPS 法は、真空の雰囲気中でダイスに充填した材料粉末をパンチで加圧し、圧粉体に on time: 36 μsec , off time: 3 μsec の直流パルス電流を通电して焼結する。図 1 に SPS 装置を示す。この方法は、圧粉体に電流を通电することによって粉体内部に発生する自己発熱を利用するため、従来のホットプレス法や熱間等方圧縮法に比べ低い温度領域で焼結が可能である。また、急速昇温が可能であり、短時間で緻密な焼結体を得ることができる。

3. 焼結時の温度分布の解析²⁾

3-1. 温度傾斜焼結と均一温度焼結

本研究で目的とする機能材料の製作では、融点の異なる金属材料とセラミックスを同時に焼結する必要がある。そこで、融点の異なる材料の同時焼結には、温度傾斜法を適用した焼結が有効であることが報告³⁾されている。図 2 に温度傾斜焼結法を示す。温度傾斜法は、高融点材料側のパンチのダイスからの突出し量 l_1 を低融点材料側のパンチ突出し量 l_2 よりも長くすることによってダイス内部の電気抵抗に差を生じさせ、温度傾斜を与える方法である。また、均一温度焼結はダイスからのパンチ突出し量を均等にする方法である。

3-2. 赤外放射温度計による測定

SPS 法は、密閉容器中の加圧焼結であり、直接的に現象をとらえることが困難であるため、焼結時の温度分布が未解明である。そこで、Ni 粉末を表 1 に示す条件で焼結し、赤外

Fig. 1 Spark plasma sintering

Fig. 2 Temperature gradient sintering

Table 1 Sintering condition

Highest sintering temperature	873 K
Temperature rising time	10 min
Holding time	10 min

Fig. 3 Temperature distribution by thermo tracer

放射温度計によって焼結中のパンチおよびダイスの温度分布を測定した。測定対象は、パンチのダイスからの突出し量を同じにした均一温度焼結を適用した場合と上下パンチの突出し量を変化させた温度傾斜法を適用した場合について検討した。図 3 に測定した温度分布を示す。

均一温度焼結では、ダイスとパンチの接合部が最も高温となった。また、温度分布はダイス中央部を中心として上下対称になっている。材料充填部は 873K で一定である。一方、温度傾斜焼結では、パンチ中央部が最も高温となり、パンチ部とダイス部に温度差がつき、焼結材料に温度傾斜が与えられている。

3-3. 有限要素解析

有限要素解析によって焼結時の温度分布を明確にするため、Ni 粉末を表 1 に示す条件で焼結し、焼結中のダイスの表面温度、電流および電圧を測定した。また、ダイス、パンチおよびスペーサーをエリアで分割し、各部を抵抗と仮定して発熱量を求めた。図 4 に解析モデルおよび発熱量を示す。各部の発熱量を用いて FEM で各部の温度分布を解析した。図 5 に温度傾斜法を適用した場合の温度分布を示す。赤外放射温度計で得られた測定結果と同様にパンチ部が最も高温になっている。また、パンチ部とダイス部に温度差が生じ、焼結材料に温度傾斜が与えられている。この温度分布解析は、焼結条件を決定する上での指針となる。

4. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 傾斜機能材料⁴⁾

本報告では、構成材料として金属部分に Ni 粉末を、セラミックス部分に Al_2O_3 粉末を用いた傾斜機能材料の試作を行った。焼結時に構成材料の融点が問題となる。そこで、Ni 粉末を単独で焼結し、最高焼結温度 1473K が最適であることを得た。この結果から、焼結条件を焼結温度 1473K、昇温時間 20min、保持時間 10min、冷却時間 873K/20min とし、温度傾斜焼結法を適用した。

Al_2O_3 と Ni の 2 層構成で焼結を行った場合には、 Al_2O_3 部分にクラックが生じた。これは、材料の線膨張係数の違いおよび熱応力の影響が考えられる。そこで、材料に生じたクラックを防ぐために Al_2O_3 100%層と Ni100%層の間に中間層として $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ の混合層を構成した。混合層は、体積比で 90/10, 80/20, 70/30, 60/40, 50/50 および 30/70 の 6 層で構成した。図 6 にクラックの発生していない $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 材の断面を示す。界面部 A および B とともに空孔がなく、材料が混合された状態となっている。

図 7 に $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 材の硬度分布を示す。硬度が Ni 層から Al_2O_3 層にかけて各層で傾斜している。

試作した $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 傾斜機能材料を EPMA によって成分分析を行った。図 8 に EPMA による Ni の含有量を示す。Ni/30 および 30/50 境界層で Ni の含有率が変化している。

このことから、Ni 粉末と Al_2O_3 粉末の同時焼結が可能であることが明らかになった。また、断面写真、硬度分布および EPMA の結果から、試作材料の傾斜組成が維持できていると考えられる。

5. 結言

本報告では以下のような成果を得た。

- (1) 均一温度焼結と温度傾斜焼結における温度分布を明らかにした。
- (2) Al_2O_3 粉末と Ni 粉末の同時焼結が可能な焼結条件を明らかにした。
- (3) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 傾斜機能材料の製作を行い、硬度を各層で傾斜させることができた。

Fig. 4 Analytical model

Fig. 5 Temperature distribution by FEM

Fig. 6 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ functionally graded materials

Fig. 7 Micro vickers hardness

Fig. 8 EPMA of composite material

参考文献

- (1) 鍋田政雄：放電プラズマ焼結(SPS)システムの現状と将来性，住友炭鉱株式会社，1996，1-11。
- (2) 我妻篤，櫻村幸辰：放電プラズマ焼結による金属とセラミックスの焼結，第 5 回 SPS 研究会 講演要旨集，(2000)54。
- (3) 大森守，川原正和，酒井広隆，大久保昭，平井敏雄：温度差プラズマ焼結法による $\text{ZrO}_2(3Y)/\text{SUS}(410)$ 傾斜機能材料の合成，粉末および粉末冶金，41，6，(1994)649。
- (4) 我妻篤，櫻村幸辰：放電プラズマ焼結による金属とセラミックスの焼結，日本機学会九州支部講演論文集，008，2，(2000)95。