

SPS 装置を用いた技術支援

原田 晃一

東北大学 金属材料研究所

1. 概要

SPS (Spark Plasma Sintering) 装置はパルス通電加熱と機械的加圧の同時加工技術を搭載しており、試料粉末を直接加熱する手法を用いているために、電気炉を用いた従来の焼結法に比べて容易に固相焼結を行うことができる。本稿では透光性セラミックスとして知られている Al_2O_3 を SPS 焼結した試料の結果について報告する。

2. 緒言

近年、高融点材料のセラミックスに関する研究が活発に行われており、適切な焼結条件を見つけることで透明セラミックスを作れることが知られている^{[1][2]}。ここで今回使用する SPS 装置は昇温から降温して、サンプルを取り出すまで合わせて数時間以内という短時間でも緻密化することができる。

まず、SPS の原理および特徴についてだが、一軸加圧型焼結法の一種であり、大電流 ON-OFF パルス通電を行うことにより被加工物の焼結、接合、合成することができる。ここで装置の構成を図 1 に示す。SPS では一般的な焼結に用いられる熱的、機械的エネルギーに加えて、パルス通電に電磁的エネルギーや被加工物の自己発熱および粒子間に発生する放電プラズマエネルギーなどを複合的に焼結の駆動力とする特徴を有している^[3]。

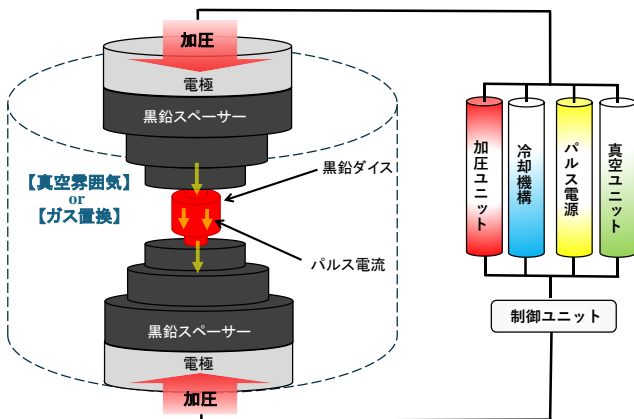


図 1 SPS 装置の構成

また、少量の原材料で実験可能、緻密化および高密度化が容易、密度および組成に偏りのない均一な試料作製が可能、粒界制御、粒成長の抑制が容易など多くの長所を有している。そこで本稿では透光性セラミックスとして知られている Al_2O_3 を各条件で SPS 焼結した試料の結果を報告する。

3. 実験方法

Al_2O_3 焼結体を作製するために、 Al_2O_3 (99.99%、大明化学工業株式会社製) 粉末試料を内径 10 mm の黒鉛ダイス (東洋炭素株式会社) に充填し、図 2 の SPS 焼結機 (Dr.SINTER-1050) で焼結した。焼結条件は 1100~1300 °C、保持時間 0 分、印加圧力 100 MPa、真空中で行った。次にその結果を踏まえて 1200 °C、保持時間 0~30 分、印加圧力 100 MPa、真空中の条件で行った。また試料の形態観察には FE-SEM (日本電子、JSM-7500F) を用いて行った。



図 2 SPS 装置写真

4. 実験結果および考察

図 3 に 1100 °C、1200 °C、1300 °C の各温度条件下で保持時間 0 分、印加圧力 100 MPa、真空中で焼結した試料の写真を示す。1100 °C で焼結した試料は白色でまだ未焼結体であったが、1200 °C では完全に緻密化し、透光性のある焼結体を得ることができた。1300 °C まで温度を上げると緻密化しているが、焼結体全体が白濁している様子が見られた。

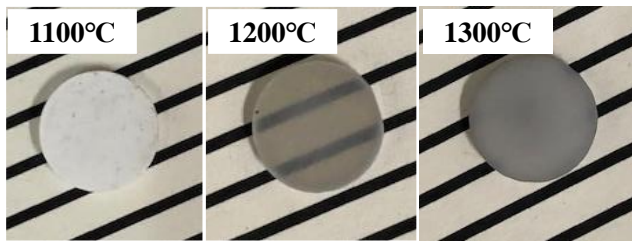


図3 各温度条件、保持時間無し焼結体の写真

次に温度条件を 1200 °C に固定し、保持時間を 0 分、5 分、30 分の各条件下で、印加圧力を 100 MPa、真空中で焼結した試料の写真を図 4 に示す。保持時間が 0 分では全体が透光性のある試料を得ることができたが、5 分保持した試料では中心部分が白濁しており、外側は透光性を有していた。30 分保持した試料ではさらに白濁部分が広がっており、ほぼ試料全体が白濁している様子が見られた。

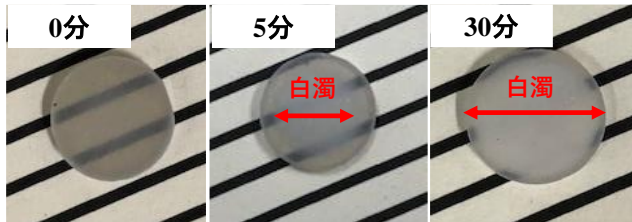


図4 1200 °C、各保持時間で作製した焼結体の写真

次に 1200 °C、保持時間 5 分、印加圧力を 100 MPa、真空中で焼結した試料の SEM 像を図 5 に示す。白濁していた焼結体の内側では粒成長が進み、赤の矢印で示したポアがいくつも見られたが、透光性を有していた外側では粒子が小さいままでポアもほとんど見られなかった。このことから、SPS では保持時間が長くなると中心部分から外側に向かって粒成長していくということが分かった。また、粒成長する際にポアが多数生成されていくために内側は白濁して見えたと考えられる。

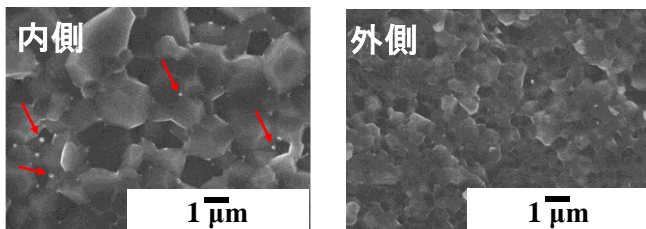


図5 1200 °C、保持時間 5 分の焼結体の SEM 像

5. 結言

Al₂O₃ 粉末は 1200 °C、保持時間 0 分、印加圧力 100 MPa、真空の条件下で SPS 焼結することによって透光性を有する焼結体を作製することができた。また、保持時間を 0 分から 5 分、30 分と伸ばすにつれて試料中心部から外側へ向かって白濁していく傾向が見られた。SEM 像から、白濁していた試料内側では粒成長が起こりポアが多く見られたことから、Al₂O₃ の SPS 焼結では、保持時間を長くすると試料の内側から外側に向かって粒成長が進むことが分かった。本技術研究で得られた SPS 焼結に関する知見を用いて、今後の技術支援に活かしていきたい。また、今後も透光性セラミックスの技術研究を継続する予定のため、進展については次回以降の技術研究会にて報告させていただく予定である。

参考文献

- [1] S. Kurosawa, J. Pejchal, S. Wakahara, Y. Yokota, A. Yoshikawa, Radiat Meas., 56(2013)155
- [2] 原田晃一, 黒澤俊介, 東北大学金属材料研究所テクニカルセンター技術研究報告 27(2016)41
- [3] 株式会社エヌジェーエス, “放電プラズマ焼結とは”. <https://www.njs-japan.co.jp/whatssps.html>, (参照 2025-02-25)

謝辞

本技術研究を行う上でご協力をいただいた本所の成田一生氏に感謝申し上げます。