

研 究 課 題 名

外部場励起粉体粉末冶金プロセスによる材料開発の基礎と応用

研究代表者名

東北大学・金属材料研究所・後藤 孝

研究分担者名

東北大学・金属材料研究所・塗 溶

東北大学・金属材料研究所・伊藤 暁彦

1. はじめに

粉体粉末冶金プロセスにおける研究の最先端は急速に拡がりつつあり、旧来の粉体粉末冶金プロセスが持っているイメージを超えた、新たな領域に入りつつある。特に、外部場励起、すなわち大電流の直流パルス通電と高圧力印加を併用した放電プラズマ焼結法 (SPS) は、粉末試料の急速加熱により、焼結体を短時間で緻密化できることから、近年世界中の研究者に注目されている。

放電プラズマ焼結法を用いて微細構造を精緻に制御したセラミックス材料は、卓越した機械的、化学的特性を示す。それらセラミックス材料の持つ、高硬度、高強度、耐熱、耐食および耐摩擦性は、他の焼結法で合成したセラミックス材料には見られない優れた特性である。放電プラズマ焼結法は、いまや粉体粉末冶金プロセスにおける重要な位置を占めており、構造用材料、機能性材料、熱電材料、生体材料、透明光学材料、金属ガラス材料など、幅広い分野の材料へ応用されている。一方で、所望の特性を持ったセラミックス材料を開発するためには、放電プラズマ焼結法における焼結メカニズムの解明と、最新の粉体粉末冶金プロセスに基づく材料開発プロセス学の構築が急務である。

本ワークショップでは、外部場励起粉体粉末冶金プロセスにおける材料開発法を確立するためにふさわしい討論の場を、国内外の粉体粉末冶金研究者に提供することを目的とする。

2. 研究経過

本研究代表者らは、外部場励起粉体粉末冶金プロセスのうち、特に放電プラズマ焼結について、装置・プロセス開発の黎明期より研究に取り組み、材料開発研究を行ってきた。特に、構造用セラミックス、熱電セラミックス、透明セラミックスなどの機能性セラミックスの研究において、放電プラズマ焼結法を用いて数多くの成果を挙げてきた。以下にその代表的な研究成果を示す。

- 立方晶 BN は、通常の焼結法では緻密化が困難であるが、放電プラズマ焼結を用いて、 β -SiAlON や α -Al₂O₃ などのセラミックスと複合化することにより、緻密な焼結体を得ることに成功し、立方晶 BN 複合化セラミックスの高い硬度および靱性を世界に先駆けて報告した。
- アルカリ土類ルテニウム酸化物は高導電性で熱電材料として期待されるが、緻密化しないのが課題であったが、放電プラズマ焼結を用いて緻密化に成功し、熱電材料として有望であることを見出した。
- Lu や Y を含む希土類酸化物セラミックスは、高効率発光材料として期待されているが、融点が高く単結晶成長が難しい。一方、透明セラミックスの作製には、一般的に超高温真空焼結法が用いられるが、焼結温度が高く、透過率が上がらない問題があった。放電プラズマ焼結を用いて焼結温度が低下され、透過率が向上された。

本ワークショップは、2011 年 11 月 21 日～22 日の日程で、金属材料研究所 2 号館講堂にて開催した。発表件数は 23 件であり、内 1 件は特別講演である。参加者は 60 名であった。図 1 に、本ワークショップので作成した講演要旨集と当日の金研正門に掲げた開催案内板の写真を示す。



図 1 本ワークショップ講演予稿集と金研正門における開催案内板。

本ワークショップにおける主な話題について、下記にまとめた (敬称略, 題目一部簡略化)。当日の会場の様子も併せて示す (図 2 および 3)。

特別講演

新しい外部場励起焼結法の提案–Flash sintering
(Rishi Raji, Univ. Colorad at Boulder, USA)

プロセスメカニズム

導電性粉末の SPS 焼結における通電の効果
(井藤幹夫, 大阪大学)

銅-炭素複合材料の界面熱抵抗
(上野敏之, (島根県産業技術センター)

焼結挙動に対する電源周波数の影響
(三沢達也, 佐賀大学)

複雑形状体の焼結
(久保田義弘, 静岡大学)

常圧焼結と SPS における反応速度の違い
(掛川一幸, 千葉大学)

難焼結性セラミックス

窒化アルミニウム系ナノセラミックス
(西村聡之, 物質・材料研究機構)

TiB₂-Ti(C, N) 系複合体の作製とその機械的性質
(杉山重彰, 秋田県産業技術センター)

難焼結粉末の放電焼結プロセス挙動と解析
(松木一弘, 広島大学)

高強度・強靱性ジルコニア基セラミックス
(廣田 健, 同志社大学)



図 2 ワークショップ会場における発表・討論の様子。

機能性セラミックス

非鉛圧電材料の合成と評価

(一ノ瀬 昇, 早稲田大学)

FeS₂-Li₂S 複合体の作製とその電池特性

(竹内友成, 産業技術総合研究所)

パルス通電による低温焼結

(尾崎公洋, 産業技術総合研究所)

Al/SiC 複合材料の熱伝導率

(水内 潔, 大阪市立工業研究所)

Mg₂Si 素子の π 型熱電変換モジュールの作製

(西尾圭史, 東京理科大学)

鉄—高炭素合金の機械的性質

(川森重弘, 玉川大学)

透明セラミックス

透光性アルミナ焼結体の作製

(川原正和, 富士電波工機)

アルミナの微細構造解析

(安野拓也, いわき明星大学)

大型アルミナセラミックスの透光性発現

(浦 啓祐, 宮城県産業技術総合センター)

ナノ構造を持つ透光性アルミナ

(大柳満之, 龍谷大学)

医療用ハイドロキシアパタイト焼結体

(Yong-H. Han, Yeungnam Univ., Korea)

種々のドーパントを添加した Al₂O₃ パルス通電焼結

(南口 誠, 長岡技術科学大学)

SPS 法による透明セラミックスの作製

(後藤 孝, 東北大学金属材料研究所)



図 3 ワークショップ会場における発表・討論の様子。

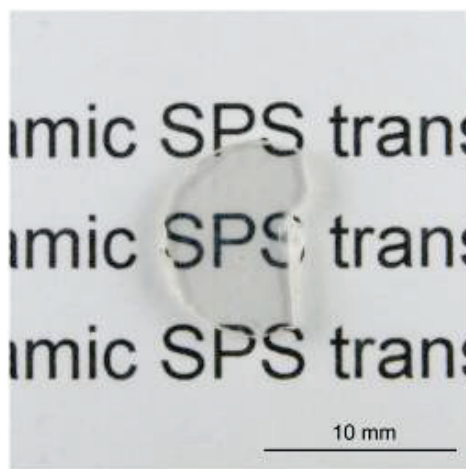


図 4 本研究グループで合成した Lu 系透明セラミックスの写真。

特別講演では、高温構造用セラミックスを専門とする Raji 博士より、焼結プロセスに及ぼす電場効果に関する総説を中心に、これまでの外部場励起粉体粉末冶金プロセスに関する総論があった。さらに、極めて短時間で焼結を完了させる Flash sintering の概念が提唱され、日本の焼結コミュニティで本概念が紹介されるはじめての機会となった。プロセスメカニズムに関する発表が 5 件あり、外部場が焼結プロセスに及ぼす影響について発表があったが、さらなる議論や実験的検証が必要であり、新しい研究課題の提案などがあった。

材料開発の観点からは、大別して難焼結性セラミックス、機能性セラミックス、透明セラミックスに関する研究成果発表があった。特に、透明セラミックスは、多結晶であっても単結晶と同等の透光性を示すことから、近年注目を集めている研究トピックスである。当研究代表者らのグループは、放電プラズマ焼結法を用いた透明セラミックスの分野においても先導的立場にあることから、最新の研究成果をいち早く公開することで、研究コミュニティに対して新たな研究課題を提供することが出来た (図 4)。

3. 特筆すべき研究成果

- 外部場励起粉体粉末冶金プロセスについて、総論を振り返り、今後の課題（通電・電界効果など）を再認識した。さらに新しい手法（Flash sintering）の提案があり、討論の幅が広がった。
- 透明セラミックスは微構造制御による機能発現に関する最近の代表的な話題であり、最新の研究成果を基に活発な議論ができた。
- 当研究代表者らの直近の研究成果をコミュニティにいち早く公開し、新たな研究トピックとして話題を提供することができた。
- 参加した研究者たちが、討論を通じて親睦を深めることで、より強固な協力関係を構築すできた（図 5）。



図 5 本ワークショップ参加者の集合写真。

4. ま と め

本ワークショップでは、国内外の研究者が一同に会し、それぞれの分野における最新の研究成果報告を元に闊達な討論を交わした。粉体粉末冶金プロセスによる材料開発法を確立していく場として、本ワークショップ以上にふさわしい場はない。外部場励起粉体粉末冶金プロセスに関しては、基礎と応用の両方の側面から活発に議論する場が必要とされており、本ワークショップの果たす役割は大きいものであった。参加者からは、このような自由闊達な議論の場が継続的に設けられることへの要望が多く発せられ、次年度以降の継続開催を望む声が多かった。

代表的な研究発表論文

- [1] L.Q. An, A. Ito, T. Goto, Highly transparent lutetium titanium oxide produced by spark plasma sintering, J. Eur. Ceram. Soc. 31 (2011) 237–240.
- [2] L.Q. An, A. Ito, T. Goto, Fabrication of Transparent Lutetium Oxide by Spark Plasma Sintering, J. Am. Ceram. Soc. 94 (2011) 695–698.
- [3] L.Q. An, A. Ito, T. Goto, Two-step pressure sintering of transparent lutetium oxide by spark plasma sintering, J. Eur. Ceram. Soc. 31 (2011) 1597–1602.
- [4] L.Q. An, A. Ito, T. Goto, Effects of ball milling and post-annealing on the transparency of spark plasma sintered Lu_2O_3 , Ceram. Int. 37 (2011) 2263–2267.
- [5] L.Q. An, A. Ito, T. Goto, Fabrication of Transparent $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ by Reactive Spark Plasma Sintering, Key Eng. Mater. 484 (2011) 135–138.
- [6] L.Q. An, A. Ito, T. Goto, Fabrication of transparent Lu_3NbO_7 by spark plasma sintering, Mater. Lett. 65 (2011) 3167–3169.
- [7] L.Q. An, A. Ito, T. Goto, Effects of Sintering and Annealing Temperature on Fabrication of Transparent $\text{Lu}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ by Spark Plasma Sintering, J. Am. Ceram. Soc. 94 (2011) 3851–3855.
- [8] L. Q. An, A. Ito, T. Goto, Transparent yttria produced by spark plasma sintering at moderate temperature and pressure profiles, J. Eur. Ceram. Soc. 32 (2012) 1035–1040.