

## 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・伊藤 暁彦

東北大学・金属材料研究所・且井 宏和

## 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を超えた、新たな領域に入りつつある。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通電焼結法は、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。

通電焼結法を用いて微細構造を精緻に制御した材料は、卓越した機械的、化学的特性を示す。これらの材料が持つ、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材料には見られない優れた特性である。通電焼結法は、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材料を開発するためには、通電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

平成23年度および平成24年度に開催したワークショップではおよそ60名強の研究者が参加した。これまで、構造材料、機能性材料（熱電材料、イオン伝導体、磁性材料）、透明焼結体などの合成に関する最新の研究成果をはじめ、外部場励起下における焼結機構に関する基礎的な討論や、外部場励起粉体粉末冶金プロセスに関する装置技術について、活発な討論が行われてきた。参加者からは、大変有意義な研究会であり、継続開催を望む声が多かった。

当部門の直近の研究成果として、透明焼結体や難焼結性粉末の表面修飾技術と通電焼結を組み合わせた新たな材料開発手法について、話題を提供してきた。代表背的な研究成果の内容を下記に記す。

- ホウ化物は、従来の焼結法では緻密化が困難である。当部門では、TiN-TiB<sub>2</sub>やSiO<sub>2</sub>/BNなど複合系において、緻密な焼結体を合成することに成功し、高い硬度および靱性を世界に先駆けて報告した。特に、難焼結性粉末の表面を化学気相析出法により修飾し、通電焼結と組み合わせることにより、焼結性だけでなく機械的特性を飛躍的に向上できることを示した。
- 希土類酸化物は、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、多結晶透明体の作製には、ナノサイズの粉末を準備する必要があるが、高い透過率を示す焼結体を合成するのが難しかった。当部門では、通電焼結技術を用いることで、市販のLu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末から極めて高い透過率を有する透明Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>焼結体の合成に成功し、シンチレータやレーザー媒質への応用が期待される。

本ワークショップは、2013年12月5日～6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22件である。参加者はのべ107名であった(初日58名、二日目49名)。図1に、本ワークショップで作成した講演要旨集と当日の研究会の様子の写真を示す。



図1 本ワークショップ講演予稿集と当日の研究会の様子。

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, 発表順)。研究会中の、発表および討議の様子も併せて示す(図2)。

#### 技術開発

最近のSPS情報およびSPS接合技術  
鵜田正雄(株式会社エヌジェーエス)

SPS技術の用途開発  
竹井進一(株式会社シンターランド)

多軸通電焼結法とその応用事例  
砂本健市(株式会社アカネ)

パルス通電による短時間接合技術の開発  
尾崎公洋(産業技術総合研究所)



#### 機能性材料

SPS成形したAl/ダイヤモンド複合材料の  
熱物性に及ぼすダイヤモンドのバイモーダルな  
粒度分布の影響  
巻野勇喜雄(有限会社MSP)

SPSを活用した熱電変換材料の開発  
森孝雄(物質・材料研究機構)

周期的一軸圧力下でのパルス通電焼結による  
 $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ 系熱電材料の作製  
北川裕之(島根大学)

通電焼結法を用いた $\text{Li}_2\text{S}-\text{FeS}_x-\text{C}$ 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)

SPS法を用いた熱発電チューブの作製  
菅野勉(パナソニック株式会社)



図2 発表および討議の様子。

パルス通電焼結法を用いた複合磁石材料の合成  
井藤幹夫 (大阪大学)

SPS 法を利用した亜共晶 Cu-Zr 合金線材の開発 (第二報)  
村松尚国 (日本ガイシ株式会社)

CNT 分散 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> セラミックスの放電プラズマ焼結  
多々見純一 (横浜国立大学)

#### 透明セラミックス

アルミナの放電プラズマ焼結中に起きる動的粒成長  
金 炳男 (物質・材料研究機構)

放電プラズマ焼結 (SPS) 法で得られた透光性アルミナ焼結体の微細組織の比較  
川原正和 (富士電波工機株式会社)

PECS における不純物炭素の挙動  
南口 誠 (長岡技術科学大学)

#### 難焼結性セラミックス

高温・高強度 (1600°C/800MPa) B<sub>4</sub>C/CNF セラミックスのパルス通電加圧焼結による作製  
廣田 健 (同志社大学)

通電加圧焼結による TiC-SiC 複合セラミックスの合成とその機械的性質  
杉山重彰 (秋田県産業技術センター)

Perspective for fabrication of TiB<sub>2</sub>-B<sub>13</sub>C<sub>2</sub> composites by means of SPS  
Marta Ziemnicka-Sylwester (北海道大学)

ナノ粉末 WC の SPS 焼結挙動  
黒川一哉 (北海道大学)

高圧 SPS による緻密な α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> の焼結  
森 正和 (龍谷大学)

非晶質窒化ケイ素ナノ粉末の SPS 焼結  
堀田幹則 (産業技術総合研究所)

通電焼結法による高密度 cBN 基コンポジットの作製  
後藤 孝 (東北大学金属材料研究所)

### 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関して、現在の研究動向や装置技術開発、材料開発の展望を議論できた
- 当研究部門の直近の研究成果として、CVD 法と SPS 法を組み合わせた難焼結性 cBN 粉末の焼結技術に関する新たな材料開発手法について、コミュニティに話題提供した。
- 参加者同士が討論を通じて互いの見識を深め、親睦を図ることで、より強固な研究ネットワークを形成することができた (図 4)。



図4 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、外部場励起粉体粉末冶金プロセスに関連した分野で活躍する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。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。研究会後のアンケートでは、通電焼結技術を用いた材料開発および実用化に特化したワークショップの開催を望む声が強かった。

#### 代表的な研究発表論文

- [1] M. Kitiwan, A. Ito, T. Goto, B deficiency in  $TiB_2$  and B solid solution in TiN in TiN- $TiB_2$  composites prepared by spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society* 32(16) (2012) 4021-4024.
- [2] Z. He, R. Tu, H. Katsui, T. Goto, Synthesis of SiC/SiO<sub>2</sub> core-shell powder by rotary chemical vapor deposition and its consolidation by spark plasma sintering. *Ceramics International* 39(3) (2013) 2605-2610.
- [3] J.F. Zhang, R. Tu, T. Goto, Precipitation of Ni and NiO nanoparticle catalysts on zeolite and mesoporous silica by rotary chemical vapor deposition. *Journal of The Ceramic Society of Japan* 121 (2013) 891-894.
- [4] L.Q. An, A. Ito, T. Goto, Transparent  $Lu_3NbO_7$  bodies prepared by reactive spark plasma sintering and their optical and mechanical properties. *Ceramics International* 39(1) (2013) 383-387.
- [5] L.Q. An, A. Ito, T. Goto, Fabrication of transparent  $Lu_2Hf_2O_7$  by reactive spark plasma sintering. *Optical Materials* 35(4) (2013) 817-819.
- [6] M. Kitiwan, A. Ito, T. Goto, Spark plasma sintering of TiN- $TiB_2$  composites. *Journal of the European Ceramic Society* 34 (2014) 197-203.
- [7] Z. He, H. Katsui, R. Tu, T. Goto, High-hardness and ductile mosaic SiC/SiO<sub>2</sub> composite by spark plasma sintering. *Journal of the American Ceramic Society* 97 (2014) 681-683.
- [8] E. Cheng, H. Katsui, R. Tu, T. Goto, Rod-like eutectic structure of arc-melted  $TiB_2$ - $TiC_xN_{1-x}$  composites, *Journal of the European Ceramic Society* (accepted).
- [9] L.Q. An, A. Ito, T. Goto, Effect of LiF addition on spark plasma sintering of transparent Nd-doped  $Lu_2O_3$  bodies. *Journal of Asian Ceramic Societies* (accepted).