

研究課題名 通電焼結技術による新材料開発と実用化

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

通電焼結技術は、大電流の直流パルス通電と高圧力印加を併用したプロセスであり、微細組織の制御、難焼結性粉末の焼結、異種材料の接合に応用できる技術として、国内外の研究者から注目されている。通電焼結技術では、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。本手法で作製した金属、セラミックス、およびこれらの複合材料は、高強度、高耐熱性、優れた電気的特性を示し、これらの卓越した機械的・化学的特性は、他の焼結法で作製した材料には見られないことから、新材料開発のプロセスとしても注目されている。

通電焼結技術は、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、超硬合金材料や熱電合金材料などは、実用化に向けた研究が進んでいる。一方で、所望の特性を持った材料開発を実現するためには、通電焼結技術における焼結メカニズムの解明に基づく新しい粉体粉末冶金学の構築が急務である。本ワークショップでは、通電焼結技術による新材料開発と実用化に関する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 23～25 年度にかけて、外部場励起焼結プロセスを用いた材料開発の基礎と応用に関するワークショップを開催し、毎年 60 名強の研究者が集まった。研究会後のアンケートでは、特に通電焼結技術に特化したワークショップの企画・開催を望む声が多く、今回のワークショップ開催を申請するに至った。

さらに、今回のワークショップでは、ロシア・ノボシビルスク地区の研究機関から、通電焼結技術に携わる 10 名の研究者を招へいし、11 件の発表があった。ノボシビルスク地区を統括するロシア科学アカデミー・シベリア支部 (SB RUS) と東北大学の間には、学術交流協定に基づく継続的な交流関係があり、本ワークショップは、この国際的な学術交流事業の活発化に資するものである。

当部門の直近の研究成果としては、下記の通り、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関する話題を提供した。

- SiC や BN、ダイヤモンドなどの非酸化物系のセラミックス材料は、従来の焼結法では緻密化が困難である。当部門では、粉体表面上に CVD 法を用いて SiO₂ を被覆した粉末を焼結することで、緻密な焼結体を合成することに成功した。また得られた焼結体は、モザイク構造を呈し、高い硬度および靱性を示すことを報告した。このように、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。
- Lu₂O₃ 系の透明セラミックスを合成し、通電焼結法を用いて合成した透明セラミックスとしては、世界で初めてレーザー発振に成功した。

本ワークショップは、2014 年 12 月 4 日～5 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 33 件である。参加者は 89 名であった。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を写真で示す。



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話題について、下記にまとめた (敬称略, 順不同)。研究会中の、発表および討議の様子も併せて示す (図2)。

最近の SPS 情報および SPS 法による量産技術

- 鍋田正雄 (株式会社エヌジェーエス)

SPS 焼結温度について

- 延田勝彦 (富士電波工機株式会社)

SPS 成形した cBN 粒子分散型 Al 基複合材料の熱物性

- 水内 潔 (大阪市立工業研究所)

窒化アルミニウムセラミックスの通電活性化焼結

- 西村聡之 (物質・材料研究機構)

PECS で作製したアルミナ中のマクロ欠陥

- 南口 誠 (長岡技術科学大学)

金属粉体中に於ける放電波形と焼結量の関係

- 石山正明 (株式会社エレクトロニクス)

通電焼結機による溶浸複合材

- 砂本健市 (株式会社アカネ)

シンターランドにおける最新の放電プラズマ焼結技術の展開

- ジャブリ・カレド (株式会社シンターランド)

酸化物ナノ粒子の表面焼結—粒成長のない緻密化

- 杵鞭義明 (産業技術総合研究所)

通電加圧焼結による(W, Mo)C 系セラミックスの合成と機械的性質

- 杉山重彰 (秋田県産業技術センター)

高熱伝導率を有する黒鉛-金属複合材の SPS 合成

- 上野敏之 (島根県産業技術センター)

周期的一軸圧力下でのパルス通電焼結による Bi₂Te₃ 系熱電材料の組織制御

- 北川裕之 (島根大学)

SPS とセラミックス研究の一つの方向

- 大森 守 (東北大学)

パルス通電加圧焼結による高密度 Al₂O₃/CNF/TiN 系コンポジットの作製

- 廣田 健 (同志社大学)

Flash 焼結 BaTiO₃ 多結晶体の粒界構造解析

- 山本剛久 (名古屋大学)



図2 発表および討議の様子。

SiC ダイを用いた SPS

- 掛川一幸 (千葉大学)

通電焼結法を用いた全固体電池 (黒鉛／固体電解質／Li₂S) の作製

- 竹内友成 (産業技術総合研究所)

直接通電焼結法による Mg₂Si 系熱電材料の合成

- 井藤幹夫 (大阪大学)

SPS 焼結プロセスにおける焼結電流の周波数の影響

- 三沢達也 (佐賀大学)

放電プラズマ焼結 (SPS) 法を用いた透明スピネル創製における焼結条件の影響

- 森田孝治 (物質・材料研究機構)

ラマン分光法による高熱伝導性ダイヤモンド／金属複合体の界面状態解析

- 巻野勇喜雄 (有限会社 MSP)

ダイヤモンド基コンポジットの SPS 焼結

- 後藤 孝 (東北大学金属材料研究所)

The origin of microstructural non-uniformities of Spark Plasma Sintered materials

- Vyacheslav Mali (Lavrentyev Institute of Hydrodynamics SB RAS)

Application of SPS Technique for Sintering Different Kinds of Ceramics Using Nanostructured Powders

- Oleg Khasanov (National Research Tomsk Polytechnic University)

Electron Beam Technology for Production of Nanopowders and their Possible Use for Spark Plasma Sintering

- Sergey Bardakhanov (Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS)

Comparison of the conditions of pulsed electric current sintering (PECS) of powders using single discharges and spark plasma sintering (SPS)

- Alexander Anisimov (Lavrentyev Institute of Hydrodynamics SB RAS)

Synthesis and design of composite materials by reactive Spark Plasma Sintering

- Dina Dudina (Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry SB RAS)

Fabrication of porous materials by Spark Plasma Sintering using the phase separation approach

- Dina Dudina (Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry SB RAS)

Using spark plasma sintering technology for fabrication of Ti–Al composites with intermetallic reinforcement

- Daria Lazurenko (Novosibirsk State Technical University)

Graphitization in nickel–amorphous carbon mixtures during Spark Plasma Sintering

- Arina Ukhina (Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry SB RAS)

Spark plasma sintering of nickel–nickel aluminide laminated composites

- Tatyana Sameyshcheva (Novosibirsk State Technical University)

Behavior of B₄C Ceramics Surface under Local Loading

- Aleksei Khasanov (National Research Tomsk Polytechnic University)

Influence of the powder on the mechanical properties of the sintered material during the hot pressing

- Artem Filippov (Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics SB RAS)

3. 特筆すべき研究成果

- 通電焼結技術による新材料開発と実用化に関して、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ダイヤモンド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。
- 参加者が、討論を通じて互いに認識を深め、親睦を図ることで、より強固な協力関係を構築することができた。本研究分野における国際交流の活性化に資した (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、国内外の研究者が一同に会し、最新の研究成果報告を元に闊達な討論を交わした。通電焼結技術に関しては、基礎研究と実用化アプローチの両側面から活発に議論する場が必要とされており、本手法を用いた新材料開発と実用化手法を議論する場として、本ワークショップ以上にふさわしい場はない。次年度は、金研で初めてのワークショップを開催してから20年の節目となる。これまでの研究動向や将来展望を小括するワークショップの開催を望む声が多く聞かれた。

代表的な研究発表論文

- [1] M. Kitiwan, A. Ito, T. Goto, Densification and mechanical properties of cBN-TiN-TiB₂ composites prepared by spark plasma sintering of SiO₂-coated cBN powder, *Journal of the European Ceramic Society* 34 (2014) 3619-3626.
- [2] M. Kitiwan, A. Ito, T. Goto, Spark plasma sintering of TiN-TiB₂-hBN composites and their properties, *Ceramics International* 41 (2015) 4498-4503.
- [3] Y. Li, H. Katsui, T. Goto, Spark plasma sintering of TiC-ZrC composites, *Ceramics International* 41 (2015) 7103-7108.
- [4] L.Q. An, A. Ito, J. Zhang, D. Tang, T. Goto, Highly transparent Nd³⁺:Lu₂O₃ produced by spark plasma sintering and its laser oscillation, *Optical Materials Express* 4 (2014) 1420-1426.
- [5] G. Toci, M. Vannini, M. Ciofini, A. Lapucci, A. Pirri, A. Ito, T. Goto, A. Yoshikawa, A. Ikesue, G. Alombert-Goget, Y. Guyot, G. Boulon, Nd³⁺-doped Lu₂O₃ transparent sesquioxide ceramics elaborated by the Spark Plasma Sintering (SPS) method. Part 2: First laser output results and comparison with Nd³⁺-doped Lu₂O₃ and Nd³⁺-Y₂O₃ ceramics elaborated by a conventional method, *Optical Materials* 41 12–16 (2015).
- [6] J. Zhang, H. Katsui, Z. He, T. Goto, Spark plasma sintering of cBN(core)/SiO₂(shell) powder prepared by rotary chemical vapor deposition, *Journal of Asian Ceramic Societies* 2 (2014) 201-209.
- [7] Z. He, H. Katsui, R. Tu, T. Goto, High-hardness and ductile mosaic SiC/SiO₂ composite by spark plasma sintering. *Journal of the American Ceramic Society* 97 (2014) 681-683.
- [8] M. Kitiwan, A. Ito, T. Goto, Spark plasma sintering of TiN-TiB₂ composites. *Journal of the European Ceramic Society* 34 (2014) 197-203.
- [9] Z. He, R. Tu, H. Katsui, T. Goto, Synthesis of SiC/SiO₂ core-shell powder by rotary chemical vapor deposition and its consolidation by spark plasma sintering. *Ceramics International* 39 (2013) 2605-2610.
- [10] M. Kitiwan, A. Ito, T. Goto, B deficiency in TiB₂ and B solid solution in TiN in TiN-TiB₂ composites prepared by spark plasma sintering. *Journal of the European Ceramic Society* 32 (2012) 4021-4024.