

(3) 「成膜技術を応用した焼結用黒鉛型の導電性制御に関する研究」

(令和4年度～令和6年度)

1. 研究のねらい

これまでの研究で粉末冶金法を用いた焼結技術について検討し、函館地域への展開や地域産業にとって大きく貢献できる可能性があることを報告してきた。地域企業では、新しい機構を搭載した焼結機を開発するなど、素形材開発への関心が徐々に根付いてきていると共に、当センター開所より展開してきた真空装置関連技術であるCVD(化学蒸着法)やALD(原子堆積法)のような成膜技術の向上も認められる。

粉末焼結には粉末作製と焼結という大きく2つのプロセスがある。より高機能化を目指し微細で多くの元素を含んだ粉末を用いた場合、均質性や高緻密化といった焼結性は低下する。特に通電加熱焼結法では、充填する粉末の導電性により、黒鉛型や粉末に流れる電流密度に不均衡な差が生じることで、焼結体組成に不均質を生じるなど、十分な特性を持つ緻密な焼結体が得られない。

本研究では、CVDやALDを用いて黒鉛型内部に導体/不導体膜を形成することで黒鉛型の導電性を制御し、緻密で均質な高機能焼結体作製技術の開発を目的とする。

2. 研究の方法

研究計画に基づき、成膜材料の選定とその成膜方法を検討し、成膜による表面改質を行ったダイやパンチのような黒鉛型について導電性や加熱温度に及ぼす成膜材料および膜厚の影響、成膜を施した黒鉛型を用いた放電プラズマ焼結によって得られた焼結体特性を評価する。

3. 研究成果の概要

通電加熱焼結法では、充填する粉末の導電性により黒鉛型や粉末に流れる電流密度に不均衡な差が生じやすく焼結体組成が不均質となるため、十分な特性を持つ緻密な焼結体が得られにくい。そこで、黒鉛型内部に導体/不導体膜を形成することにより、導電性制御が可能で、かつ緻密で均質な高機能焼結体を実現できないか、検討を行った。

不導体膜の材質には、窒化ホウ素(BN)およびアルミナ(Al_2O_3)を使用した。成膜方法には、成膜したい元素を含む気体を利用するCVD、ALD法に加えて、箔状の板を筒型に成形して用いるスリーブ法やナノ粒子エアロゾルなどを吹き付けるスプレー法などがある。本研究ではこれらのうち、不導体膜については、BNおよびアルミナ双方とも、最も汎用性が高く、膜厚も比較的制御しやすいスプレー法を採用し、黒鉛型内部への成膜も検討する意味でCVD法やALD法についても調査した。導体膜の材質では、低温側はCu(銅)膜、高温側はTiB(ホウ化チタン)またはTiB₂膜を使用した。なお、導体膜では、成膜方法としてALD法の適用が困難なことから、主としてナノ金属粒子を用いたスプレー法にて検討を行った。

導電率測定用試験片は、 $\phi 20\text{mm} \times 25\text{mm}$ のパンチ黒鉛型を二個使用し、これらの間に不導体相が形成されるよう厚さの異なるBN膜を成膜配置した黒鉛丸棒を試料として、電気抵抗とBN膜厚を測定した。試料片の厚さは見掛け上 $\phi 20\text{mm} \times 50\text{mm} + \text{膜厚 } \mu\text{m}$ とした。このときの印加電圧は、焼結に用いるプラズマ放電焼結機の最大電圧である15Vとした。

導電率測定を行った結果、電気抵抗値は、BN膜厚の増加とともに大きく上昇し、膜厚18 μm で絶縁破壊が起こらず電流は不通となることがわかった。このことから、焼結に用いる黒鉛型の通電経路をBN膜で制御するためには、電流を流さない部分においては18 μm 以上、通電を制御する部分においては2 μm 以上、黒鉛抵抗によるジュール加熱を利用する部分には2 μm 以下の膜厚が必要であることが明らかとなった。

担当者 高橋志郎、菅原智明、小林孝紀