

(4) 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5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ことから黒鉛型内部に導体/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行った。不動体膜の材質には、窒化ホウ素(BN)およびアルミナ(Al_2O_3)について検討することとした。成膜方法には、CVD、ALDなどいくつかの方法があり、箔状の板を筒型に成形して用いるスリーブ、ナノ粒子エアロゾルなどを用いて吹き付けるスプレー法などがある。

前年度は、スプレー法により成膜したBNおよびアルミナについて、当センター保有のSPSにおいて絶縁には $18\mu\text{m}$ 以上、通電を制御する部分においては $2\mu\text{m}$ 以上、黒鉛の抵抗によるジュール加熱を利用する部分には $2\mu\text{m}$ 以下の膜厚が必要であった。黒鉛型内部への成膜をALD法で行う場合その成膜速度が重要となることから、成膜速度($\text{\AA}/\text{cycle}$)について調査結果を示す(X Meng et al. *Materials* 9, 1007 (2016))。最も成膜速度が速い熱ALDの場合でも1サイクル当りの成膜厚さは $3\text{\AA}$ 程度であり、絶縁膜となる $18\mu\text{m}$ の成膜を行うには6000サイクルの成膜が必要となる。1サイクル当りの所要時間を1minとした場合でも数時間を要する。

そこで、黒鉛型内部の $30^\circ \sim 90^\circ$ の範囲に成膜を行い、SPS焼結試験を行った。BN、アルミナいずれの不導体膜においても、各測定点($0^\circ \sim 90^\circ$ まで 15° 間隔および 180°)での焼結温度に大きな違いはなく(成膜していない測定点の $\pm 1\%$ 以下)不導体による焼結温度の制御は困難であることがわかった。

この結果を受けて、本実験系では、成膜技術を応用した焼結用黒鉛型の導電性制御が不可能であったことから、予定していた②焼結体の評価は行わずに本研究を終了することとした。

導電性制御や焼結時の黒鉛型の温度制御については、黒鉛型自体の導電性や形状により抵抗値を制御することで行うことができるため、今後のにはこれらによる焼結の制御を検討していく必要がある。

担当者 高橋志郎、小林孝紀