

ガス圧焼結法による窒化珪素焼結体の製造技術

研究者	三友護氏	科学技術庁無機材質研究所 主任研究官
開発企業代表者	鈴木亭一氏	日本特殊陶業株式会社 代表取締役社長
(推薦者)	瀬高信雄氏	科学技術庁無機材質研究所長



三友護氏



鈴木亭一氏

1. 技術の背景

高温での特性に優れたセラミック焼結体は、耐熱合金より軽く、熱機関の高効率化、装置の小型・軽量化など多くの波及効果が期待されることから、技術進歩を支える材料として研究開発が活発に行われてきた。なかでも、非酸化物系の窒化珪素焼結体は、強度、靱性などに優れた特性を示すため有望な材料として注目されていたが、焼結しにくい性質があった。そのため、①金属ケイ素と窒素ガスを反応させる反応焼結法、②多量の焼結助剤を添加して熱分解温度以下で焼結を行う常圧焼結法、③機械的な一軸方向で加圧するホットプレス焼結法、などが検討されていたが、それぞれ気孔率が大きいこと、性能が劣ること、複雑形状品には不適であることなどの欠点があった(表1参照)。

研究者は、いち早く窒化珪素の高温焼結についての研究に着手し、昭和50年にはガス圧焼結法が問題の解決に役立つことを見出したが、実用化に際して未解明の部分も多く、引続き研究を継続し、原料粒子径とその分布、焼結前の成形体密度の均一化など焼結挙動に影響を与える因子の制御に努め、昭和58年には焼結体の性能向上に見通しを得た。

2. 技術の概要

本技術は、窒化珪素の熱分解反応($\text{Si}_3\text{N}_4 \rightarrow 3\text{Si} + 2\text{N}_2$)が、窒素圧力の高いほど抑制されることに着目した窒化珪素焼結体の製造に関するものである。

窒化珪素の難焼結性は、自己拡散が非常に遅いこと、拡散の比較的速くなる高温で窒化珪素の分解が進むこと、などに起因している。図1から明らかなように、分解の度合いは焼成時の窒素ガス圧力に大きく依存し、1気圧の窒素圧力下では約1800℃以上で顕著となるが、高窒素圧力下では分解が抑制される。

表 1 窒化珪素の焼結方法の比較

項 目 \ 方 法		ガス圧焼結 (本技術)	反 応 焼 結	常 圧 焼 結	ホットプレス 焼 結
原 理		窒素雰囲気下で Si_3N_4 の分解を 抑制して焼結	Si 粉末成形体 を N_2 ガス中で 加熱し, Si を 窒化しながら焼 結	焼結助剤を多量 に添加して常圧 の N_2 ガス中で Si_3N_4 の分解 温度以下で焼結	焼結助剤添加の 原料粉末をカー ボン型に充填し, 温度, 圧力を同 時にかけ焼結
焼 結 条 件	温 度 ($^{\circ}\text{C}$)	1800~2100	1300~1450	1600~1800	1600~1800
	圧力 (kg/cm^2)	2~100	1	1	100~400
	助剤添加量 (%)	4~10	0	10~20	1~10
主 な 物 性	気 孔 率 (%)	0.1 以下	15~30	0.5~5	0.1 以下
	曲げ強度 室温 (kg/mm^2)	90~120	30~40	60~100	80~120
	1200 $^{\circ}\text{C}$	45~70	30~40	30~60	60~90
備 考		複雑形状品に適 し, 緻密質とな る	複雑形状に適す るが, 多孔質の ため強度が小さ い	複雑形状に適す るが, 助剤添加 量が多いため Si_3N_4 本来の 性質が現れにく い	単純かつ小型形 状品に限定され るが, 物性はよ い

本技術は, このような関係をふまえて焼成炉内を窒素ガスの加圧雰囲気とし, 窒化珪素の分解を抑えつつ高温焼結を可能とした「ガス圧焼結法」に特徴がある。

この場合, 特に肉厚品や複雑形状品を均質に焼結させるためには, 焼結前期ではガス圧を低くし, 焼結途中から昇圧する２段階ガス圧焼結法を用いている。すなわち, 低ガス圧下 ($2 \sim 20 \text{ kg}/\text{cm}^2$) では, ガス抜きにより均質焼結を助長させ, 焼結後期の高圧下 ($50 \sim 100 \text{ kg}/\text{cm}^2$) では, 焼結体の緻密化を図るもので, この効果は肉厚になるほど顕著となる。

製造工程は次のようになる。窒化珪素の微粉末にアルミナ, イッ

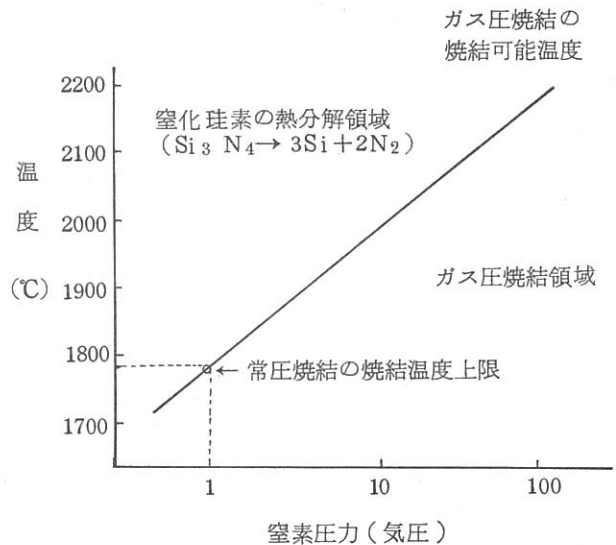


図 1 雰囲気窒素圧力と焼結可能温度

トリアなどの焼結助剤を添加後、有機溶剤と共に均一に混合し、得られた泥漿をスプレードライヤで乾燥・造粒する。次いで所望の形に成形し、有機バインダーを除去してガス圧焼結し、緻密な焼結体を得た後、研削加工や金属との接合を行って製品とする。

3. 効 果

本技術による製品を従来品と比べると、①常圧焼結体に見られる窒化珪素の分解に基づく残留気孔がほとんどなく、高温特性を左右する焼結助剤の含量が少ない高密度焼結体を得られる、②ホットプレス焼結体のような一軸加圧でなく、均一なガス圧力下で焼結しているため複雑形状の製品が可能、といった特徴がある。

具体的な用途としては、従来セラミック焼結体の使用が困難とされていた自動車部品の中でも、苛酷な条件が要求される「動部品」の1つであるターボチャージャーロータとして、世界で初めて採用されることとなった。このロータは900℃、10数万回転/分という高温、高速回転の状態にさらされ、熱応力と遠心力による機械的応力が同時にかかるため、これまでは高ニッケル合金（比重8.5）が広く使用されていたが、軽量の窒化珪素焼結体（比重3.2）への変更により、車の加速性能の改善とともに低速から高速までの広域にわたり高出力化が可能となった。この自動車の動部品として使用され、高い信頼性が実証されたことから、高温での耐摩耗性を生かした切削工具、耐食性・摺動性に優れたベアリングとしての使用が着実に伸びているほか、今後、表2のような利用分野に広く受け入れられ、産業の発展に貢献するものと期待される。

表2 窒化珪素焼結体の構造材料としての用途

利 用 分 野	用 途
① 静的耐熱材料	耐熱壁，熱交換壁，高温流体流路，バルブ，断熱材，レール
② 静的耐食性材料	化学工業用および金属工業用ライニング，流路，ノズル，バルブ，ポンプ，ろつぼ
③ 動的耐熱材料	高温流体用小形ターボファン，ポンプ，高温物体輸送機器部品，ローラ，コロ，ベアリング，ギア，チェーン
④ 耐摩耗性材料	スラリ用流路，ポンプ，バルブ，機械器具部品，精密機械用部品，メカニカルシール，テープなどのガイド