

窒化ケイ素成形体のSinter/HIP処理と焼結体の特性

日本鋼管(株) 中央研 ○鳥塚 史郎 萩田 和哉
西尾 浩明

1. 緒言

粉末成形体の焼結と高密度化をHIP装置内で行なうSinter/HIP¹⁾は、高強度あるいは強度のばらつきの少ない焼結体の効率的製造方法として注目されるが、 Si_3N_4 の基本的Sinter/HIP要件は確立されていない。そこで Si_3N_4 中の微量酸素を除去することを目的とする高温真空脱気を加えた、真空加熱脱気 / ガス圧焼結 / HIPのサイクルをNKK-ASEA HIP装置(QIH-15)で実施し、さらにSinter/HIPと同じ温度パターンでガス圧焼結を行ない両者を比較、Sinter/HIPのもつ加圧の効果を明らかにすることを試みた。

2. 実験方法

(1) 混合、造粒、成形 92wt% Si_3N_4 、6wt% Y_2O_3 、2wt% Al_2O_3 の原料粉を湿式混合、造粒を行ない顆粒とした後、プレス成形(30MPa)、CIP(300MPa)、脱脂を経て、密度 $1.74\text{g}/\text{cm}^3$ のグリーンボディを得た。

(2) 焼結 A; Sinter/HIP, B; ガス圧焼結を実施。(Fig. 1)

A Sinter/HIP 真空加熱脱気; 1400°C , 0.5torr / ガス圧焼結; 1800°C , 1MPa , N_2 / HIP; 1750°C , 190MPa , $\text{Ar} + 0.5\text{vol}\% \text{N}_2$

B ガス圧焼結 温度パターンはAと同一、加圧は 1MPa

(3) 評価 ① 嵩密度(アルキメデス法)およびその画像解析

② 三点曲げ強さ ③ XRDによる相同定 ④ 破面観察

3. 結果

Fig. 2にA, B両パターンで作製した焼結体の嵩密度と曲げ強さの変化を示す。嵩密度はA, Bともに同様な変化を示し、最終的に $3.25\text{g}/\text{cm}^3$ まで緻密化した。密度に差が認められないにもかかわらず曲げ強さの方はAの場合 $106\text{kg}/\text{mm}^2$ 、Bの場合 $83\text{kg}/\text{mm}^2$ となり、Sinter/HIPの方が $20\text{kg}/\text{mm}^2$ 以上大きくなった。この原因を検討するため、画像解析により両焼結体中のボアの分布を測定した。(NIRECO製ルーベックスII使用) 結果をFig. 3に示すが、B(ガス圧焼結)に比べA(Sinter/HIP)では、

(1) $3\mu\text{m}$ 以上のボアがほとんど消滅、

(2) 気孔率が著しく低下($0.98 \rightarrow 0.15\%$)している。

このようにボアの分布に関しては両者に明確な差が認められる。これがSinter/HIPのもつ加圧の直接の効果であり、密度測定では検出できなかった微量のボアの減少が強度上昇をもたらしたと考えられる。

Fig. 4に高温真空脱気の効果を示す。 Si_3N_4 中の酸素量は 3.48% から 2.81% に減少しており、高温真空脱気が有効であることがわかる。

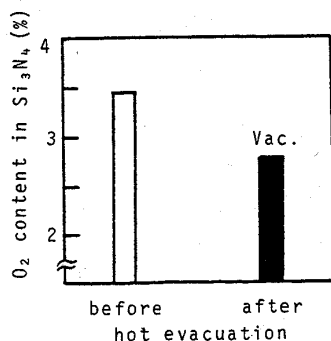
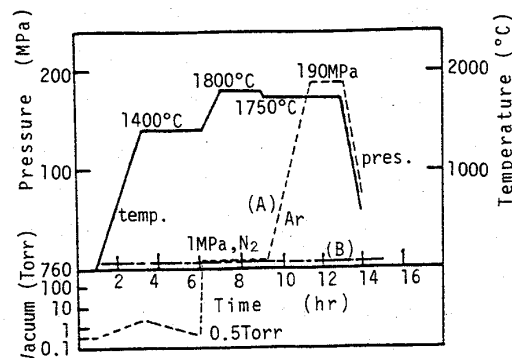
Fig. 4 Change in O_2 content in Si_3N_4 

Fig. 1 Time-temperature-pressure profile of Sinter/HIP; A and Gas pressure sintering; B

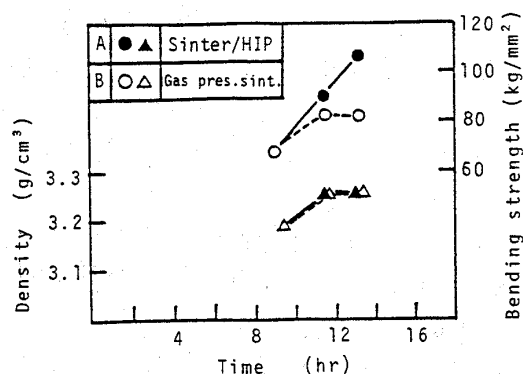
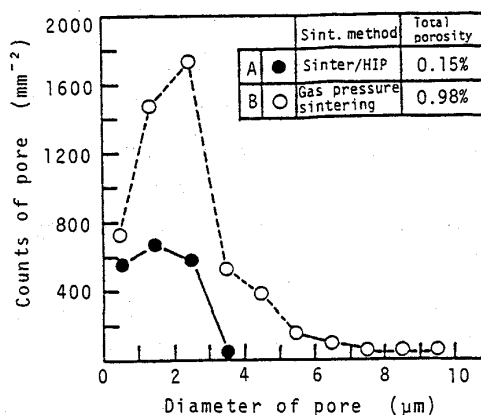


Fig. 2 Density and strength of Sinter/HIP'ed and Gas pressure sintered sample

Fig. 3 Distribution of pore in Si_3N_4 fabricated by Sinter/HIP and Gas pressure sintering

1) 鳥塚、萩田、西尾：窯業協会，61年年会，(1986)，P.125

Sinter/HIP：焼結と熱間等方加圧処理とを同一の容器で行なう方法