

課題番号 : F-18-NU-0030  
利用形態 : 機器利用  
利用課題名(日本語) : イットリア安定化ジルコニアセラミックのフラッシュ焼結挙動に及ぼす  
交流電場周波数依存性  
Program Title (English) : Frequency Dependence of AC Electric Field on Flash Sintering of Yttria  
Stabilized Zirconia Ceramics  
利用者名(日本語) : 山下雄大, 徳永智春, 山本剛久  
Username (English) : Y. Yamashita, T. Tokunaga, T. Yamamoto  
所属名(日本語) : 名古屋大学大学院工学研究科  
Affiliation (English) : Graduate School of Engineering, Nagoya University  
キーワード/Keyword : セラミクス, 焼結, 周波数依存, 形状・形態観察, 分析

## 1. 概要(Summary)

セラミック圧粉体に電圧を印加しながら昇温させると、ある温度において圧粉体を流れる電流値が急激に増加する現象が現れる。この電流値の急激な増加と同時に、圧粉体の緻密化が生じ、焼結工程が速やかに完了する。この現象はフラッシュ現象と呼ばれており、この現象を用いることで無加圧下にも関わらず、極短時間で焼結を完了させることが可能となる。従来、このフラッシュ焼結法には直流電場が用いられてきた。しかしながら、直流電場の場合には、緻密化や結晶粒径などの微細組織が電場印加方向に不均一になることが指摘されている。そこで、本研究では、3mol%のイットリアを添加したジルコニアをモデル材として用い、交流電場を用いたフラッシュ焼結を行い、その周波数依存性や微細組織形成について検討を行った。

## 2. 実験(Experimental)

【利用した主な装置】 走査型電子顕微鏡

【実験方法】

イットリア安定化ジルコニア粉末を一軸および静水圧成形し、3.5x3.5x15mm<sup>3</sup>の直方体形状の圧粉成形体を作製した。電極として用いる白金箔を、成形体の長手方向両端面に白金ペーストを用いて固定した。調整を行った試料を、電場を印加しながら焼結が行えるように改造を施した熱膨張計 (EVO2 TMA8310 ((株)リガク製)) に設置し、昇温速度 300°C/h の条件のもとフラッシュ焼結を行った。交流電場印加に関しては、周波数を 1~100Hz に変化させている。試料電流が制限電流値に到達後、昇温を停止し、その後、その温度において 30 秒間保持を行った後に、電場を除去し、自然冷却を行った。フラッシュ焼結後、SEM(日立社製 S-4300)及び STEM による微細

構造観察、EDS による元素分析などを行った。

## 3. 結果と考察(Results and Discussion)

直流電場印加では、フラッシュ焼結後の緻密体形状に不均一性が確認された。特にフラッシュ状態を維持するとその不均一性が顕著となり、負極側において緻密体内部が黒色化することが明らかとなった (Fig.1)。これに対して、交流電場印加では、直流電場で認められたような緻密体内部の黒色化は認められず、不均一な緻密化による試料形状変化も認められなかった。この結果から、フラッシュ焼結時には交流電場を用いることが有効であると判断できる。交流電界の場合には、周波数が高くなるほど電極近傍での組織の不均一性が減少する傾向が認められた。この試料の微細組織を確認したところ、結晶粒径が均一であり、かつ、添加したイットリウム組成分布も認められなかった。更に STEM-EELS による電子状態計測を行ったところ、交流電界を印加した試料においても結晶粒界が僅かに還元されていることが見出された。

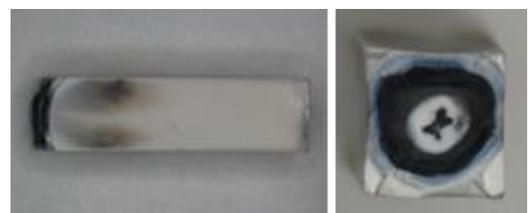


Fig.1 A whole and a cross sectional views of a flashed compact by DC electric field.

## 4. その他・特記事項(Others)

なし。

## 5. 論文・学会発表(Publication/Presentation)

なし。

## 6. 関連特許(Patent)

なし。