

傾斜機能材料の作製と応用

Fabrication of Functionally Gradient Materials
and its Application

九州大学大学院工学研究院
材料工学部門
教授

工学博士 中島 邦彦
Kunihiko Nakashima



1. はじめに

従来の材料科学では“均質性”と“界面”が重視され、材料内部で組成や組織が変化し、それによって性質が変わっていくような物性が定義できないものは取り扱われなかった。しかし、これまでの材料では達成できない革新的な性質や機能を実現するための新しい概念として、傾斜機能材料 (Functionally Gradient Material; FGMs) が提唱され、1987年に最初の報告が行われて以来、熱応力緩和型傾斜機能材料を中心に研究が展開され、数多くの研究開発が行われるようになった^{1,2)}。これまでの材料、例えば、表面窒化した鋼、イオン打ち込みによる表面改質材料にも単純な、あるいは自然な傾斜層は見ることができ。また、自然界における植物の竹、動物の骨や歯、貝殻などは単純で自然な傾斜構造を形成しており、様々な機能を得て複雑な環境に適応している。しかし、傾斜機能材料であるためには、1) 要望される機能を発現するように組成や物性の分布を予め定量的に予測し、それに基づいて意図的に組成や組織の傾斜を組み上げていること、2) 再現性のある最新の傾斜構造の作製プロセスを用いて、設計通りの組成・組織分布が正確に創製されること、の二点が少なくとも満たされていなければならない¹⁾。

2. 放電灯

高輝度放電灯 (High Intensity Discharge Lamp; HID)³⁾は、発光内圧が20~200気圧の高輝度光源であり、この製造難易度は高く、特に「完全な密閉構造に高い信頼性が必要とされる一方で、電気を通すための通電部が必要」という課題を抱えて

いる。図1に従来のHIDランプの構造、およびSiO₂とMoの熱膨張率^{4,5)}を示す。密閉構造を実現するため、現状では約30μmのMo箔を、放電管であるSiO₂ガラスで挟み込んだ構造が用いられている。しかし、物理的な界面を有する本構造では、温度上昇によるMo箔の酸化により、SiO₂ガラスとMo箔との密着が破壊されてリークが発生し、発光部の真空度が低下し易い。そのため、Mo箔を長くしたり、使用温度を制限したり、強制冷却することによって対応している。また、図1からわかるように、金属MoとSiO₂ガラスで熱膨張率が違うことから、高温での溶着加工時に変形や歪みが大きいという問題を抱えている。これらの問題点を克服するために、「電気は通すが外部とは完全に隔離された放電空間を作り出す」ための放電灯の新しいシール構造の開発が強く望まれている。

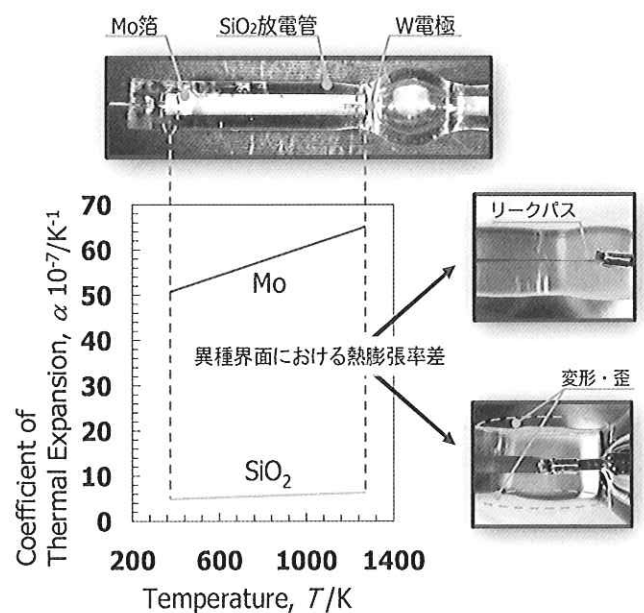


図1 従来の放電灯の構造と課題

そこで、ガラスから金属へと連続的に材料組成が変化する高純度傾斜機能材料を開発し、これを放電灯のシール構造に用いることで電気は通すが外部とは完全に隔離された放電空間を作り出すことが可能になる。図2に $\text{SiO}_2\text{-Mo}$ 傾斜機能材料(以後、 $\text{SiO}_2\text{-Mo FGM}$ と記す)を用いた超高压放電灯構造の概念図⁹⁾を示す。 $\text{SiO}_2\text{-Mo FGM}$ の一端はW電極と接合させるために、良電気伝導体でなければならない。もう一端は SiO_2 ガラスで構成されており、ガラス発光管と溶着することにより、完全な密封系が実現できる。また、 SiO_2 ガラスから Mo へと傾斜組成が連続的に変化することにより、傾斜組成部での導電が可能となり、さらに熱による変形・膨張を最低限に抑えることが可能となる。

本稿では、バルク体であり、かつ連続傾斜組成を有する $\text{SiO}_2\text{-Mo}$ 傾斜機能材料の作製と、 $\text{SiO}_2\text{-Mo}$ 傾斜機能材料を用いた「放電灯」の開発について紹介する。

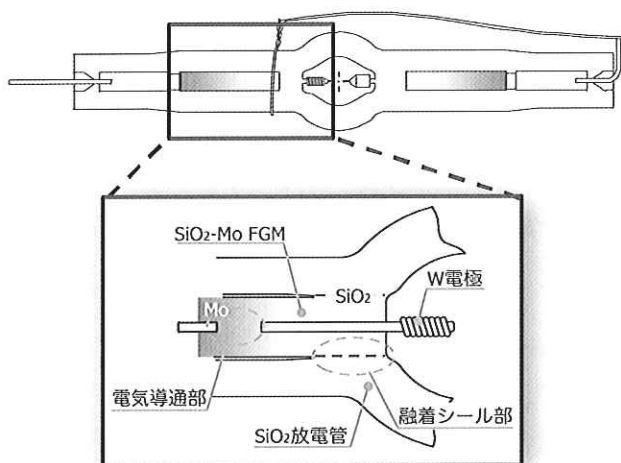


図2 FGMを用いた放電灯のコンセプト

3. $\text{SiO}_2\text{-Mo FGM}$ の作製と評価

現在、バルクの傾斜機能材料は少しずつ組成の異なる層を積み重ねる積層法を用いて作製されており、マクロ的には組成傾斜しているが、ミクロ的には界面が存在しているのが現状で、完全な連続傾斜組成をもつバルクの傾斜機能材料は作製されていない。本研究では、シリカ粉末と金属粉末の凝集挙動(沈降速度)を制御した加圧スリップキャスト法を用いることにより、高純度の SiO_2 ガラスから Mo 金属へと組成が連続的に傾斜する成形

体を作製した。スリップキャスト法は、古くから陶磁器や衛生陶器の製造に用いられてきたが、傾斜機能材料の作製に応用された例はない。

図3にスリップキャスト法を用いた $\text{SiO}_2\text{-Mo FGM}$ の作製方法を示す。前処理を施した Mo 粉末および SiO_2 粉末に所定量の超純水を加え、 SiO_2/Mo 混合スラリーを作製した。スリップキャスト法(図3参照)では、加圧の際に溶媒のみを排出させるために、 Al_2O_3 多孔質体を底としたアクリル製の鋳型を用いた。 SiO_2/Mo 混合スラリーを鋳型に充填後、所定の温度・圧力条件にてスリップキャストを行うことにより、 $\text{SiO}_2\text{-Mo FGM}$ の成形体(図3参照)を作製した。

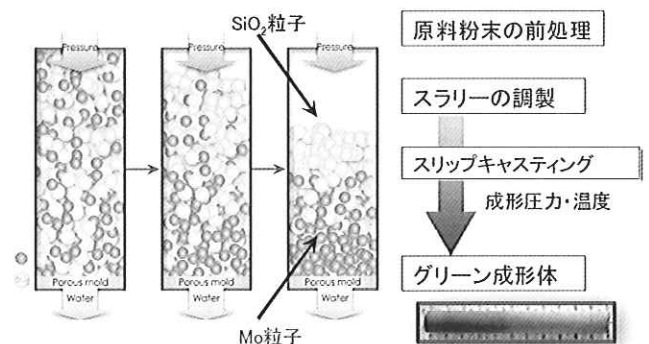


図3 スリップキャスト法を用いた FGM の作製

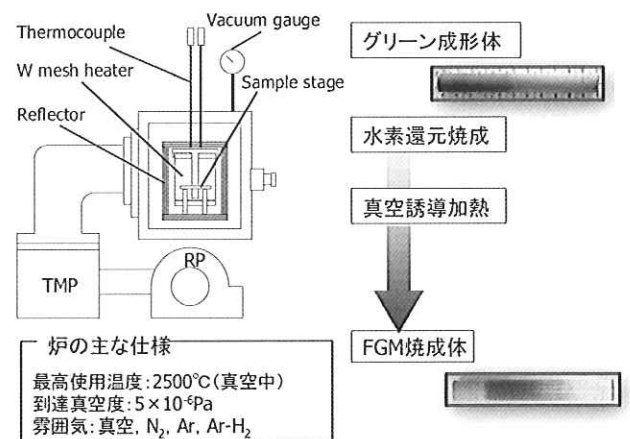


図4 超高温雰囲気調整炉を用いた FGM の焼成

図4に $\text{SiO}_2\text{-Mo FGM}$ の焼成に用いた超高温雰囲気調整炉、および焼成条件を示す。 $\text{SiO}_2\text{-Mo FGM}$ の焼結過程では、 SiO_2 は軟化・結合して透明なガラスとなり、金属 Mo は焼結体となるが、 SiO_2 と金属 Mo の混在部では SiO_2 の軟化・結合と金属 Mo の焼

結とが混在して進行する。一般に金属の粉末焼結は、金属粉末の酸化防止と結晶粒成長の防止のため、できるだけ低温の強還元雰囲気で行われる。本研究では、Mo 粉末の焼結のための低温での水素還元焼成と SiO₂ の軟化・結合のための高温での真空焼成を組み合わせた二段階焼成法によって SiO₂-Mo FGM の焼成体を作製した。

図 5 に Mo-SiO₂ FGM 焼成体の写真、SEM 写真および面積分率による傾斜組成分布をそれぞれ示す。SEM 写真の白い部分が Mo で、黒い部分が SiO₂ である。図より、連続的に組成が Mo-rich (約 50%Mo) 側から SiO₂ (100% SiO₂) へと傾斜変化するバルク体を作製することができた。

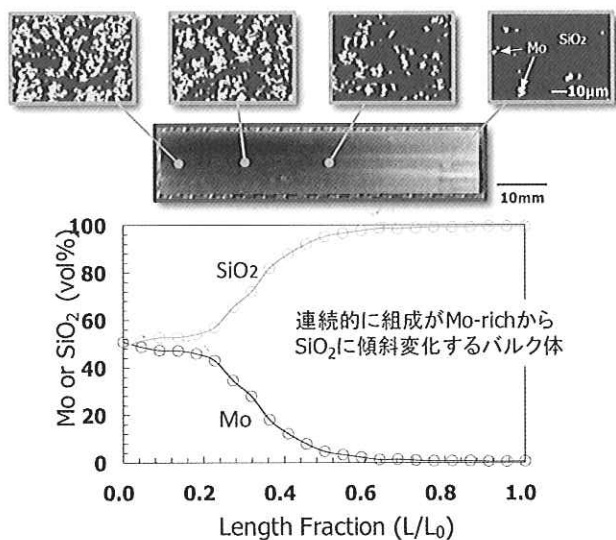


図 5 Mo-SiO₂ FGM の組織写真と傾斜組成

4. SiO₂-Mo FGM を用いた放電灯の作製と評価

図 6 に Mo-SiO₂ FGM を用いた放電灯およびシール構成部の拡大写真を示す。作製した放電灯の構造は、SiO₂-Mo FGM の SiO₂ 部が発光管と一体となり、完全に同材質のガラスシール部を形成していることがわかる。また、従来構造が厚み 30μm の金属 Mo 箔を SiO₂ ガラスで熔融圧着させる必要性を有しているため、歪みや変形 (図 1 参照) が大きいものに対して、本研究での放電灯シール部は形状が整然としている。この結果、本研究の放電灯構造は、図の右端に存在する発光空間が安定で性能が均質になる。また、ガラスの加熱による加工は、その形状変形度が大きいほど製造工程で発生した歪を除去

するアニーリングの難易度が高くなるが、蒸気化する発光物質を内封した放電灯の場合はアニーリング温度が充分に取れないため、歪除去の観点からも、本研究のような加工変形が少ない製品構造の方が好ましい。

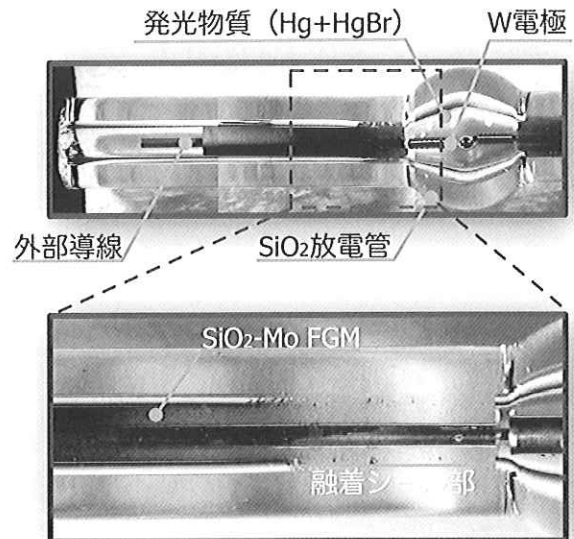


図 6 FGM 放電灯の構造

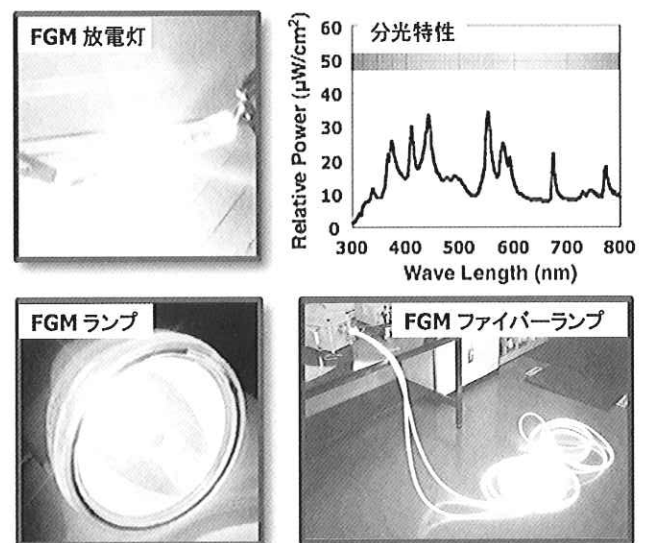


図 7 FGM 放電灯、発光スペクトルおよび応用例

図 7 に FGM 放電灯、分光特性および FGM 放電灯の応用例を示す。人の目が感知できる光の範囲はおおよそ 300~800nm の波長領域であり、波長が短いほど青色の発光、波長が長いほど赤色の発光となり、500~550nm 近傍に緑色の発光特性域が存在する。放電灯製品の発光色はこれらの発光強度のバランスで決まり、このバランスで製品の色温度や演

色性が決まる。分光特性からわかるように、本研究の FGM 放電灯は、すべての波長域がバランスよく発光していることを特徴とし、太陽光を基準とした演色性指数 Ra が 85 と極めて太陽光に近い光である。また、FGM ランプは、①自然光に近い演色性を示し、従来のハロゲンランプの約 3 倍の発光効率を有していること、②冷却の必要なく、10 万回の ON-OFF ヒートサイクルによっても発光管のシール密閉構造が壊れないこと、③冷却フリーで 4000 時間以上の長寿命であること、④60mm キューブに納まる小型放電灯であること、等の特徴を有している^{7,8)}。一例として、FGM ファイバーランプ (図 7 参照) を示したが、FGM ランプは、60W という非常に少ない電力で、ハロゲンランプの 3 倍という高いエネルギー効率で動作する発光体であり、ファイバーを用いて必要な場所に光を搬送することができるため、省電力・高効率照明として利用が期待される。さらに、初期不良・突発不良が極めて少ない高い信頼性の光源として、内視鏡やマイクロスコプ用光源、半導体の傷など微細な傷の高速検査用の光源などへの応用^{7,8)}も期待される。

5. おわりに

本稿では、古くから陶磁器や衛生陶器の製造に用いられてきたスリップキャスト技術をナノテクノロジーへと高度化することにより、バルク体であり、かつ完全な連続傾斜組成をもつ高純度 SiO₂-Mo FGM の製造、および SiO₂-Mo FGM を用いた高圧放電灯の作製について紹介した。傾斜機能材料はその概念からもわかるように、単一材料では実現できない幅広い機能発現の可能性を秘めており、機械的機能を主とした構造材料、エネルギー関連材料、エレクトロニクス材料、光通信材料、生体材料などの幅広い分野¹⁾の材料への応用展開が期待される。

参考文献

- 1) 幅広い分野に展開する“傾斜機能材料の作り方と応用”, ティー・アイ・シー, (2000) 1-3
- 2) M. Koizumi, Proc. 1st Int. Symp. FGM, Ed. M. Yamanouchi, *et.al.*, (Functionally Graded Materials Forum), (1990) 3
- 3) 特許庁, 平成 16 年度特許出願技術動向調査報告書“放電灯点灯回路”, (2005) 1-3
- 4) H. Choe, T. Hsieh and J. Wolfenstine, *Mater. Sci. and Eng.*, A237, (1997) 250-55
- 5) L.R. Pinckney, *J. Non-Crystal. Sol.* 255, (1999) 171-177
- 6) H. Ishibashi, H. Tobimatsu, T. Matsumoto, K. Hayashi, A.P. Tomsia and E. Saiz, *Metallurgical & Materials Transactions A*, 31A, (2000) 299-308
- 7) A. Umamoto, K. Hayashi, K. Nakashima, N. Saito, K. Kaneko, and K. Ogi, *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol.89, No.3, (2006) 1133-1135
- 8) 梅本歩, “九州大学学位論文”, (2008)