

# ボールミルにおける溶媒条件が $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> のプラズマ焼結に与える影響

## Influence of solvents of ball-milling in the formation of $\beta$ -FeSi<sub>2</sub>

### by electric discharge plasma activated sintering

明大理工<sup>1</sup>, (株)エレニックス<sup>2</sup>

○松本 逸暉<sup>1</sup>, 勝俣 裕<sup>1</sup>, 高橋 隆<sup>2</sup>, 相馬 宏史<sup>2</sup>, 東谷 泉<sup>2</sup>, 石山 正明<sup>2</sup>

Meiji Univ<sup>1</sup> Elenix, Inc.<sup>2</sup>

○I. Matsumoto<sup>1</sup>, H. Katsumata<sup>1</sup>, T. Takahashi<sup>2</sup>, H. Souma<sup>2</sup>, I. Azumaya<sup>2</sup>, M. Ishiyama<sup>2</sup>

E-mail: katumata@meiji.ac.jp

**【はじめに】**  $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> 半導体は、資源が豊富で人体に無害である点から、環境に低負荷な熱電変換材料として注目されている。 $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> の熱電変換効率  $ZT$  は最大 0.3 と低く向上が必要である。本研究では、 $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> 粉末を微細化し、それら焼結体の熱伝導率を減少させることによって  $ZT$  の向上を目指す。これまでに約 400nm まで微粉碎した  $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> 粉末をプラズマ焼結することによりバルク体を形成してきたが、粉末の微細化により、バルク体の相対密度が約 10% 以上低下してしまうことが分かった[1]。本研究では、相対密度 90% 以上の  $\beta$ -FeSi<sub>2</sub> バルクの作製を目標に、上述の相対密度低下の要因調査とその対策を検討した。

**【実験方法】** ジルコニア容器に、ジルコニアボール 120 g (5 $\phi$ :2 $\phi$ =5:1(重量比))、FeSi<sub>2</sub> 粉末 20 g (福田金属箔粉工業(株), 3N) および溶媒 20ml (エタノールあるいはヘキサン) を入れて、遊星ボールミリング装置 ((株) ナガオシステム, Planet M 2-3F) を用いて、計 5 時間のミリングを行った。その際、ミリング雰囲気+溶媒を、①大気+エタノール、②Ar+ヘキサンと変えた。その後、プラズマ高速放電焼結装置 ((株) エレニックス, Ed-Pas V) を用いてバルク体を形成し、粉末の組成・粒径およびバルクの相対密度、組成、ホール効果等の評価を行った。

**【実験結果】** 表 1 にミリングおよびバルクの作製条件、SEM・EDS による粉末粒径・酸素量の評価結果およびバルクの相対密度を示す。表 1 から、①大気+エタノール中で微細化することで、酸素検出量が増大し、相対密度が低下することが分かった。これに対し、②Ar+ヘキサン中で微細化することで、①と比べて酸素検出量が激減し、相対密度が 10% 以上向上し 90% 以上に達した。これらの結果は、①条件でのミリングの際に酸化被膜が形成され、焼結性を阻害していることを示し、酸素を含まない雰囲気+溶媒中でミリングを行うことで、相対密度 90% 以上のバルク体が得られることがわかった。

表 1 FeSi<sub>2</sub> バルクの形状評価

熱処理	ミリング		粉末粒径	EDS による酸素検出量(atm%)		相対密度 (%)
	雰囲気	溶液		粉末	バルク	
900°C, 5h	-	-	7.2 $\mu$ m	15.5	8.0	95
900°C, 5h	大気	エタノール	400nm~1 $\mu$ m	16.7	11.9	81
-	アルゴン	ヘキサン	400nm~1 $\mu$ m	2.5	0	96
900°C, 5h	アルゴン	ヘキサン	400nm~1 $\mu$ m	4.4	4.7	91

[1] Ikki Matsumoto, et al., APAC-SILICIDE 2013, 27-P1\_S19 (2013).