

*in situ* 観察とフェーズフィールド法による固相焼結過程の比較研究

## A Comparative Study of Microstructural Evolution during Solid-State Sintering

by Combined *in situ* SEM Observation and Phase-Field Modeling農工大<sup>1</sup>, 九大総理工<sup>2</sup>, JST-CREST<sup>3</sup> ○(M2) 岡田 雄輝<sup>1</sup>, 山中 晃徳<sup>1,3</sup>, 石井 秋光<sup>1,3</sup>,山本 明保<sup>1,3</sup>, 斉藤 光<sup>2,3</sup>, 波多 聡<sup>2,3</sup>Tokyo Univ. of Agri. & Tech.<sup>1</sup>, Kyushu Univ.<sup>2</sup>, JST-CREST<sup>3</sup>○Yuki Okada<sup>1</sup>, Akinori Yamanaka<sup>1,3</sup>, Akimitsu Ishii<sup>1,3</sup>, Akiyasu Yamamoto<sup>1,3</sup>,Hikaru Saito<sup>2,3</sup>, Satoshi Hata<sup>2,3</sup>

E-mail: s191214s@st.go.tuat.ac.jp

多結晶超伝導材料の製法の一つとして、超伝導化合物粉末を焼結する *ex situ* 法があり、鉄ニクタイド系や  $\text{MgB}_2$  等の作製に広く用いられている。焼結により生じる粒界の特性や分布が、多結晶超伝導材料の特性に強く影響するため、焼結中の 3 次元組織形成機構を理解することは重要であり、焼結過程を数理モデル化し数値シミュレーションを行うことは有効なアプローチである。特に、焼結のフェーズフィールド(PF)モデル[1]は、3 次元の多結晶組織変化を計算できる強力な手法である。著者らは前報で、PF モデルにおいて拡散機構によるネック形成過程の違いを示した[2]。超伝導材料の多結晶組織形成の予測に向けて、PF モデルによる焼結シミュレーションの結果と焼結体の実験観察結果を比較し、PF モデルの妥当性を検討する必要がある。

本研究では、その場加熱ステージを SEM 内に設置し、焼結過程の Ag 多結晶ペレットの同一視野の SEM 観察を行った。観察結果を図 1 に示す。焼結中の組織変化として一般的にみられるネック成長(図中、青矢印)や空隙の消滅(緑矢印)が観測された。一方、白矢印で示したネックは青矢印で示したネックとは異なり、ネックが次第に細くなり最終的に 2 つの結晶粒に分離する挙動がみられた。このようなネック分離現象に関する報告はあまりない。これらの組織変化、特にネック分離に着目して、図 1(a)を模した初期結晶粒配置(図 2(a))に対し、Ag の物性値を用いて PF シミュレーションを行った。図 2 に結晶組織変化のシミュレーション結果を示す。ネック成長(青矢印)と空隙の消滅(緑矢印)だけではなく、ネックの分離(白矢印)も再現できることが示唆された。本研究は、JST-CREST(JPMJCR18J4)、九州大学微細構造解析プラットフォーム(JPMXP09-A-19-KU-1003)の支援を受けて実施されました。

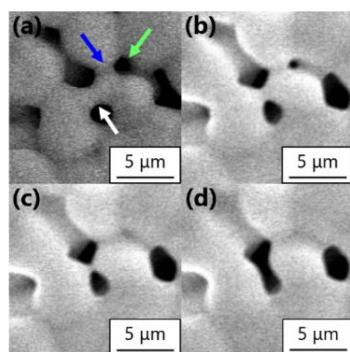


Fig. 1 Microstructural evolution of Ag polycrystalline sample observed by *in situ* SEM ((a)→(b)→(c)→(d))

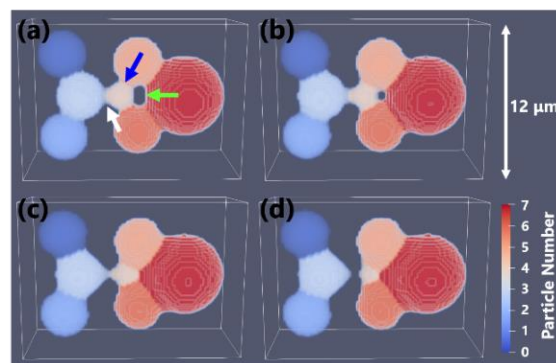


Fig. 2 Particle shape evolution simulated by PF model ((a)→(b)→(c)→(d))

[1] Y. U. Wang, *Acta Materialia* **54**, 953-961 (2006)

[2] 岡田雄輝ら, 第 80 回応用物理学会秋季学術講演会, 19p-C213-1 (2019)