

雰囲気制御炉

キーワード：真空加熱処理、雰囲気加熱（N₂、Ar）、ホットプレス、粉末冶金、窒化

はじめに

近年、セラミックスや金属などの製造プロセスでは大気中での加熱処理のみならず、不活性雰囲気での加熱処理を必要とする場面が増えていきます。雰囲気制御炉は、真空中あるいは不活性ガス雰囲気中での熱処理が可能であるため、大気中での熱処理が困難な非酸化セラミックスや金属の熱処理に利用できます。本シートでは、当研究所保有装置の概要と雰囲気制御炉を活用した熱処理について紹介します。

保有装置の特徴

雰囲気制御炉の外観写真を図1に示します。本装置は耐圧容器内に黒鉛製の断熱材および発熱体が配置された電気炉であり、装置付属の油圧ユニットと専用のダイスを用いることでホットプレス処理も可能です。プログラム制御によって、熱処理温度だけでなく雰囲気ガスのオン/オフやホットプレスの終了工程も自動制御できます。また、本装置の耐圧容器は、真空から0.92 MPaまでのガス圧に対応しており、高真空雰囲気から不活性ガスへの置換にも対応可能です。とくに炉材が主に黒鉛で構成されており、



図1 雰囲気制御炉の外観写真

高温時には雰囲気中の酸素が炉材の黒鉛と反応し、その結果、CO・CO₂として炉外に排出されるため、炉内は低酸素分圧となり、還元雰囲気での熱処理となります。そのため、雰囲気制御炉は、炭化物や窒化物などの非酸化物系セラミックスや酸化しやすい金属材料などの熱処理に適しています。表1に保有装置の仕様を示します。

表1 雰囲気制御炉の仕様

メーカー	富士電波工業（株）
型番	FVPS - R - 110/120、 FRET-18
用途	真空、不活性ガス中の熱処理、 ホットプレス、窒化処理
熱処理温度	～2200 °C（不活性ガス中） ～2000 °C（真空中）
発熱体	黒鉛製
炉内有効寸法	φ100×100H (mm) ※1 φ60×110H (mm) ※2
到達真空度	1.0×10 ⁻² Pa 以下
雰囲気ガス	N ₂ 、 Ar 0.010～0.920 MPa
ホットプレス荷重	4.9×10 ³ ～4.9×10 ⁴ N

※1 黒鉛試料ケース使用時

※2 ホットプレス用ダイス使用時

雰囲気制御炉を用いた熱処理例

本装置は前述のように、不活性雰囲気下での熱処理を特徴としています。雰囲気制御炉を活用した熱処理の例として、不活性ガス雰囲気での金属の熱処理（銅圧粉体の焼結）と還元雰囲気を利用した還元窒化法による窒化物（AlN）の合成について紹介します。

(1) 銅圧粉体の焼結

本装置は高真空およびアルゴンガス等の不活性雰囲気での熱処理が可能であり、表面に酸化被膜を形成しやすい金属材料の熱処理にも活用できます。粉末冶金での活用例として、銅粉末圧粉体の焼結を実施しました。

銅圧粉体試料は炉外の油圧プレスで電解銅粉末を一軸加压成形することで調製しました。次に、得られた銅圧粉体を黒鉛試料ケースに配置し、900℃で焼結しました。耐圧容器内の雰囲気は、900℃まで真空下で昇温し、その後にアルゴンガスに置換しました。その結果、酸素濃度が低く抑制された還元雰囲気を作り出され、銅表面の酸化被膜は取り除かれます。図2は銅焼結体の電気炉からの取り出し直後の写真です。図2から銅焼結体は鮮やかな赤橙色を呈しており、酸化被膜の薄い焼結体を得られていることが分かります。

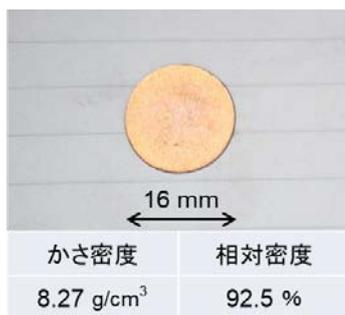


図2 雰囲気制御炉で作製した銅焼結体

(2) 窒化還元法によるAlNの合成

本装置の高温状態は不活性雰囲気ではあるが、酸素分圧が低くなるため、酸化物試料については還元に注意する必要があります。一方で、一部の元素は窒素ガスと反応し、窒化物を生成するため、本装置は窒化物の合成にも応用可能です。本装置の特徴を活用し、原料酸化物の還元後に窒素ガスと反応させて窒化物を得る還元窒化法により、窒化アルミニウム (AlN) を合成しました。

ここで、AlNの合成には、(a)工業用アルミナ (Al₂O₃) 粉末および(b)Al₂O₃ 粉末と還元剤として作用する黒鉛 (C) の混合物を用いました。それぞれの粉末試料は1600℃の窒素ガス雰囲気下で4時間熱処理することで窒化処理しました。図3に熱処理後の各粉末試料のX線回折プロフ

ァイルを示します。

図3のプロファイルから、熱処理後の試料にはどちらもAlNの生成が確認できます。そのため、以下の化学反応で窒化が進行していると考えられます。

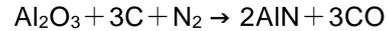


図3から黒鉛を添加しない試料(a)では、Al₂O₃のピーク(x)が確認されるため、完全な窒化には長時間の熱処理を要すると考えられます。一方、黒鉛を添加した試料(b)では、Al₂O₃のピークがほとんど見られないため、黒鉛の添加によりAl₂O₃の還元が促進され、AlNへの変換が効率よく進行していることが分かります。しかし、(b)ではグラファイト(Δ)のピークが認められるため、高純度AlNを得るためには残留黒鉛を除去するプロセスが必要となります。

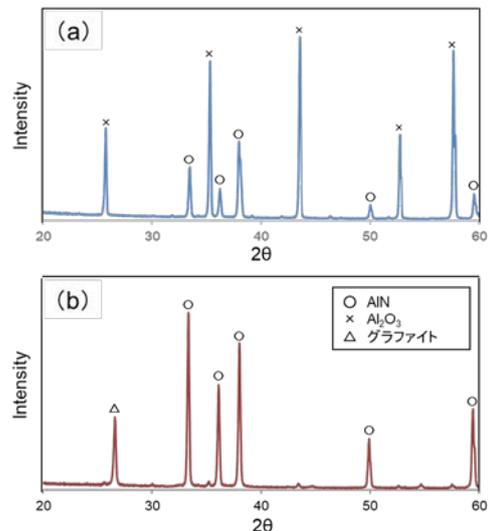


図3 熱処理後の各粉末のX線回折プロファイル (a)黒鉛添加無し、(b)黒鉛添加

おわりに

本装置は、本シートで述べた例以外にも、ホットプレスでの利用やナノカーボン複合材の熱処理など、幅広い用途に活用できます。しかし、熱処理条件により内部の雰囲気が大きく異なるため、対応できる試料や炉内で使用するセッター等の制約も条件により異なります。

本装置は、装置使用と簡易受託研究での利用に対応しています。利用を検討される方は、まずはお気軽にご相談ください。