

FeSi₂ 積層素子の焼結条件の検討Examination of Sintering Conditions of FeSi₂ Laminating DevicesEE56 湯山 明宏
指導教員 加藤 雅彦

1. はじめに

近年、地球規模の環境問題や化石燃料など資源の枯渇が懸念され、エネルギーの有効活用の意識が高まっており熱電材料などへ関心がもたれている。熱電半導体は熱エネルギーを直接電気エネルギーに変換できる事から盛んに研究が行われている。熱電材料のなかでも鉄ケイ化物である FeSi₂ 系の材料は鉄とケイ素からなる半導体で、これらは地球上に豊富にあることから経済性に優れている。FeSi₂ には p 形と n 形があり、2 つを接合したものを p-n 接合素子と言い、p-n-p-n と素子を直列になるように接続し p 形層と n 形層の間に絶縁層を入れ、積層化させたものを積層デバイスと呼ぶ。この素子は小型で任意に高い起電力を得ることができる。前年度までの研究において積層素子は一層の厚さが薄いこともあり、焼結密度を上げるために焼結温度を高くすると歪みやひびが入ってしまうことが問題であった。

そこで本研究では、焼結条件を見直すことによって歪みやひびのない積層素子を作製することを目的とした。

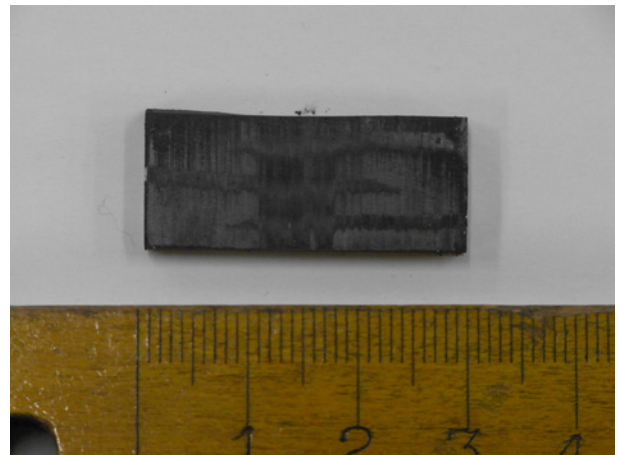
2. 実験方法

p 形は Fe_{0.92}Mn_{0.08}Si_{2.1}、n 形は Fe_{0.96}Co_{0.04}Si_{2.1} の組成で、どちらも 0.5wt% の銅を添加しアーク溶解によりインゴットを作製した。作製したインゴットを自動乳鉢で 3μm 以下にして粉末の結合剤として PVA をそれぞれ 1wt% 加えて試料を円形ダイスに入れ 50MPa で仮プレスした。圧粉体を砕いてふるいを用いて 180~355μm となるように粒径をそろえた。次に方形ダイスを用いて p 形と n 形の粉末を p-n-p-n と直列接続になるように充填して積層化した。p 形層と n 形層の間には接合部を除いて 180~90μm のアルミナ粉末を絶縁層として充填し、370MPa の冷間プレスによって積層素子の圧粉体を成型し、焼結を行った。添加した PVA を酸化除去するため水槽用ポンプを用いて空気送風しながら、炉内の温度を昇温速度 80°C/h で 400°C まで上昇させた。PVA を酸化除去することを焙焼といい、焙焼後は空気送風を止めロータリーポンプにより炉内を真空にして昇温速度 200°C/h で 1140°C まで上昇させ 12 時間焼結した。焙焼条件までの昇温速度を 80°C/h としたのは、圧粉体に含まれる水分が沸騰して、圧粉体を内側から破壊させないためである。焼結温度までの昇温速度を 200°C/h にし

たのは、昇温速度が速すぎると電気炉の発熱ユニットの寿命が短くなる為である。焼結後は 800°C まで 200°C/h で降温し、25 時間の熱処理を施した。

3. 結果

図1は焼結前の積層素子の圧粉体である。p 形層、n 形層ともに一層の厚さは約 2mm で、絶縁層は約 1mm であった。図 2 は焼結後の積層素子である。FeSi₂ の 2 層一体型積層素子を作製することが出来たが一番上の層にひびが入ってしまった。原因としては絶縁層として使用されているアルミナ粉末と FeSi₂ 粉末試料との硬さの違いにより冷間プレスした時に加わる圧力が均一にならない上、焼結時の熱膨張の違いによるものと思われる。現在、焼結条件を変えた積層素子を作製し、負荷特性測定による素子の評価を行っているところである。

図1 短冊型 FeSi₂ 積層デバイスの圧粉体図2 短冊型 FeSi₂ 積層デバイスの焼結体