

Title	非酸化物系セラミックスの高圧焼結
Author(s)	鷹取, 一雅
Citation	大阪大学, 1981, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/1451
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

氏名	鷹 取 一 雅
学位の種類	工 学 博 士
学位記番号	第 5 2 9 8 号
学位授与の日付	昭 和 5 6 年 3 月 2 5 日
学位授与の要件	工学研究科 プロセス工学専攻 学位規則第5条第1項該当
学位論文題目	非酸化物系セラミックスの高压焼結
論文審査委員	(主査) 教授 小泉 光恵 (副査) 教授 櫻井 洸 教授 三川 禮 教授 舩林 成和 教授 庄野 利之 教授 佐野 忠雄

論 文 内 容 の 要 旨

本論文は、高温高強度材料として注目を集めている非酸化物系セラミックスに関して高压焼結法を利用することにより、1000℃以上の高温領域においても機械的強度劣化の少ない高純度高密度焼結体を作製するとともに、共有結合性の強い非酸化物系セラミックスの加圧下における焼結機構を明らかにした結果をまとめたものであり、緒言と本文5章および要約からなっている。

緒言では、本研究の目的と意義および内容の概略が述べられている。

第1章では、高压焼結実験の方法および本研究で用いた種々の加圧装置、測定装置について記述している。

第2章では、焼結体のち密化に影響をおよぼす様々な因子、すなわち、出発原料粉末の平均粒径および温度、作用圧力、加熱時間等の条件を系統的に変化させて高压焼結実験を行ない、得られた焼結体の密度、微細構造を調べることにより明らかになった高压焼結におけるち密化機構について述べている。出発原料としてシリコン粉末、炭化チタン粉末を用いて高压焼結実験を行なって、焼結物質がぜい性および延性を示す温度領域によりち密化機構が特徴的に分類されること、粒子の破碎・再配列および塑性流動がち密化の支配的な機構であることを明らかにしている。

第3章では、加圧による急激なち密化に引続いて起こる、物質の拡散がち密化および粒子間結合に支配的となる段階における焼結機構について記述している。高压焼結におけるこの段階での拡散は、閉気孔が形成されるまでは、方向性のある応力分布により促進された拡散が支配的であり、閉気孔形成後は、均一な応力分布により抑制された拡散が主体となることを見出している。この結果を第2章の結果とあわせて考えることにより、共有結合性の強い物質の高压焼結における焼結機構を総括的に

論じている。

第4章では、焼結時に相転移をともなう物質における焼結機構について検討した結果を述べている。出発原料には窒化ケイ素粉末を用い、様々な条件で高圧焼結実験を行なった結果、窒化ケイ素の相転移はち密化には寄与しないが、得られた焼結体の機械的性質に強く影響することを見出している。

第5章では、本研究で作製した、添加物を加えない焼結体の機械的、熱的性質の特性評価を行ない、他の方法で作製されたものの文献値と比較した結果を記述している。炭化チタンおよび窒化ケイ素の単味の高圧焼結体は、高温領域においてもほぼ単結晶に近いピッカース微小硬度および熱拡散率を示した。その結果、高圧焼結法により作製された非酸化物系セラミックス単味の焼結体が、高温においても高強度を維持する優れた材料であることを明らかにしている。

要約では、本研究の総括として以上の結果をまとめて述べている。

論文の審査結果の要旨

窒化ケイ素に代表される非酸化物系セラミック材料は、近年金属材料では、使用不可能な1200℃以上の高温領域で高応力に耐える新しい高温高強度材料として注目を集めている。しかしながら非酸化物は、一般に共有結合性が強く、物質を構成する元素の自己拡散が、たいへん起こりにくく、単味の焼結体を作成することが困難なために従来は、マグネシアやイットリアなどの酸化物を焼結助剤として添加した系での焼結体作製の研究が行なわれており、得られた焼結体は、粒界に第2相が存在し、1000℃以上の高温領域において、著しい強度劣化をおこすために、高温での機械的強度劣化の少ない非酸化物系セラミックスの作成プロセスを確立することが非常に重要な課題となっている。

この種の研究は今迄皆無であるが、著者は高圧焼結法という新しい焼結技術を非酸化物単味の焼結に応用して、共有結合性の強い物質の圧力下における焼結機構を明らかにするとともに、無添加で理論密度を有する高純度高密度非酸化物焼結体を作成することに成功した。高圧焼結法で得られた焼結体は、高温での強度劣化がほとんどなく、従来の添加物を加えた焼結体にくらべて機械的性質がたいへん優れたものであることを見出し、非酸化物高温高強度セラミックスの新しい作成プロセスの指針を与えている。本論文で明らかにした主要な成果は次の通りである。

- (1) 出発原料粉末の粒子径には最適の大きさが存在する。焼結性向上のために一般に微粉末が良いと言われるが、超微粉末では成形密度が小さくなり、異常粒成長をともなった粒成長が著しく、到達密度も小さい値にとどまることを明らかにしている。
- (2) シリコンおよび炭化チタンの場合には、緻密化は昇温過程のごく短時間に完了し、焼結時間には依存しないが、窒化ケイ素のように高温強度の大きな物質では、焼結温度の上昇とともに緻密化が進行し、焼結時間の影響も認められる。到達密度は物質の強度・焼結温度・圧力の相互関係に依存し、物質のぜい性から延性への性質変化にともなって急速に緻密化の進行することを明らかにしている。

- (3) 高圧力下での炭化チタン中の炭素の拡散については、1200℃～1500℃では常圧より約一桁小さい拡散係数が得られ、活性化エネルギーは常圧での値の約1.5倍となる。この現象を活性化体積の増加を考慮して説明し、緻密化と粒子間結合への加圧下拡散機構の寄与を明らかにしている。
- (4) 窒化ケイ素の α 相から β 相への転移は、温度、作用圧力の増加とともに、促進されることを見出し、この相転移は窒化ケイ素の緻密化には関与せず、焼結体の粒子間結合に寄与することを明らかにしている。
- (5) 高圧焼結法で作成した高純度高密度窒化ケイ素焼結体は、高温劣化がほとんどなく、従来の添加剤を加えた焼結体にくらべて、優れた高温高強度材料であることを明らかにしている。

以上のように本研究は高圧焼結法という新しい焼結技術の応用により、従来の方法では作成不可能であった高温での機械的性質に優れた焼結体を作成する新しい製造プロセスを可能にしたものであって、高温高強度材料科学の分野に寄与するところが多大である。よって本論文は、博士論文として価値あるものと認める。