

Title	アルミナの活性化加圧焼結
Author(s)	石飛, 裕
Citation	大阪大学, 1978, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/32101">https://hdl.handle.net/11094/32101</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉</a> 大阪大学の博士論文について <a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">〈/a〉</a> をご参照ください。

***Osaka University Knowledge Archive : OUKA***

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

Osaka University

氏名・(本籍)	石 飛 裕
学位の種類	理 学 博 士
学位記番号	第 4 2 0 4 号
学位授与の日付	昭 和 53 年 3 月 25 日
学位授与の要件	理学研究科 無機及び物理化学専攻 学位規則第 5 条第 1 項該当
学位論文題目	アルミナの活性化加圧焼結
論文審査委員	(主査) 教授 小泉 光恵 (副査) 教授 池田 重良 教授 森本 信男

### 論 文 内 容 の 要 旨

反応過程におきる相転移，分解等によって焼結を促進させる活性化加圧焼結法は，高温焼結法，高圧焼結法と共に，諸物性に秀れた高密度焼結体を作成する為の有効な方法である。しかしながら，従来の活性化加圧焼結の研究は，高密度焼結体作成の立場からなされており，焼結機構解明の立場からはなされていない。本研究は，代表的な窯業原料であるアルミナを対象物とし，その活性化加圧焼結の機構を明らかにすることを目的としている。

数多いアルミナの多形のうちで，活性化加圧焼結の原料として普通用いられている $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ は，常圧下では加熱によって $\theta$ -相を経て， $\alpha$ -相（コランダム）に相転移することが知られている。しかしながら高圧力下での相転移の研究は行われておらず，ピストンシリンダー型およびキュービックアンビル型の高圧力発生装置を用いた本研究により，(1)15kbars以下では， $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ は常圧下と同様 $\eta \rightarrow \theta \rightarrow \alpha$ と相転移するが，15kbars以上では $\eta \rightarrow \alpha$ と直接相転移する，(2) $\eta \rightarrow \theta$ ， $\theta \rightarrow \alpha$ ， $\eta \rightarrow \alpha$ の各々の転移速度は，加圧により促進される，ということが明らかにされた。更に， $\eta \rightarrow \alpha$ および $\theta \rightarrow \alpha$ の転移速度の温度圧力依存性を，synchro-shear processモデルに基いて説明した。

高圧力下でのアルミナの相転移の研究により，15kbars以上の加圧下において $\eta \rightarrow \alpha$ の直接相転移が見出された。従って，15kbars以上の高圧下で焼結を行うことにより，従来の $\eta \rightarrow \theta \rightarrow \alpha$ の相転移によって活性化された複雑な焼結機構は， $\eta \rightarrow \alpha$ の相転移によって活性化された焼結機構と $\theta \rightarrow \alpha$ の相転移によるものと分離して取扱われることができるようになった。

20kbarsの圧力下，様々な温度，時間の条件下で処理された $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ， $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ を出発物質とする焼結体の密度，粒径および粒子の結晶学的配向の測定，ならびに走査型電顕，超高電圧電顕によ

る焼結体の微細構造の観察を行った。これより、(1) $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ を出発物質としたとき、昇温過程でまず相転移によって $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ができ、それに続く粒成長によって均一緻密な $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 焼結体ができるのに対して、(2) $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ を出発物質としたとき、昇温過程で $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ の粒成長がおき、その後 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ に相転移し、その結果、残留空孔を持ち且つ異常成長粒を含む $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 焼結体となる、ということが明らかにされた。

上記の実験事実に基き、 $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ および $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ の活性化加圧焼結過程をモデル化し、それによって、 $\eta$ -、 $\theta$ -、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ の焼結に見られる緻密化過程、粒成長、透明化を説明した。

## 論文の審査要旨の結果

近年、相転移を伴う加圧焼結法によって理論密度を有し、材料としての特性に秀れた高密度焼結体を得るという、いわゆる活性化加圧焼結法が行なわれるようになり、その焼結機構を解明することが、固体反応の分野での重要な研究課題の1つとなってきた。しかしながら、これまでの研究は、高密度焼結体作成という実用的な立場からのみ取り扱われており、焼結体のもつ微構造を制御する上で欠くことの出来ない焼結機構の解明にまで立入ったものは全くない。

このような観点から、石飛裕君は、多結晶体の研究分野で普遍的な物質である $\text{Al}_2\text{O}_3$ を対象とし、まず第1に $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ および $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ の高温高压下における相転移を明らかにし、その結果を基にして、 $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ から $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ および $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ から $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ への相転移を伴う加圧焼結機構の解明を行なった。

その結果、 $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ は、10~80kbarの加圧下では加熱により $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ に相転移する。一方 $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ は15kbar以下の圧力条件下では常圧の相転移と同様、まず $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 相が現われ、ついで、 $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 相になるが、15kbar以上の圧力下では $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 相に直接相転移することが判明した。

以上の高压下での $\text{Al}_2\text{O}_3$ 相転移の結果を基にして、従来分離が不可能とされていた $\eta$ 相から $\alpha$ 相、および $\theta$ 相から $\alpha$ 相への独立した2つの $\text{Al}_2\text{O}_3$ の相転移をともなう加圧焼結を、20kbarの一定圧力条件下で800°~1100°Cにおいて0.5分から60分と温度と時間を変化させて行なった。 $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ および $\theta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ を出発物質とする夫々の焼結過程の詳細な観察を行ない、夫々の相転移を伴う焼結過程をモデル化することに成功した。

これらの成果は、固体反応の分野において、相転移を伴う加圧焼結機構について貴重な知見を与えたものであって、理学博士の学位論文として充分価値あるものと認める。