

Title	高強度ジルコニアの製造と生成物の物性向上のための組成・密度及び粒度相互関係の研究
Author(s)	正木, 孝樹
Citation	大阪大学, 1986, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/35617">https://hdl.handle.net/11094/35617</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)	まさ	き	たか	き
	正	木	孝	樹
学位の種類	工	学	博	士
学位記番号	第	7515	号	
学位授与の日付	昭和61年1月16日			
学位授与の要件	学位規則第5条第2項該当			
学位論文題目	高強度ジルコニアの製造と生成物の物性向上のための組成・密度及び粒度相互関係の研究			
論文審査委員	(主査)			
	教授	久米	昭一	
	(副査)			
	教授	藤田	英一	教授 望月 和子 助教授 小野寺昭史

### 論文内容の要旨

本論文は、高強度ジルコニアセラミックスの製造とそのセラミックスの強度及び靱性を向上するために粉末組成、焼結体の密度、結晶構造及び粒径との関連についての研究成果をまとめたもので本文7章と謝辞から成っている。

高強度ジルコニアセラミックスを作成するために原料粉末の純度、イットリア ( $Y_2O_3$ ) 組成及び添加物に加え、常圧成形法、熱間加圧成形法及び熱間静水圧成形法によって焼結条件を検討した。この結果、2.5モル%  $Y_2O_3$  を含む組成において破壊靱性 ( $K_{Ic}$ ) が  $7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  で曲げ強度 ( $\sigma_f$ ) が  $1750 \text{ MPa}$  の極大値を示す焼結体を得た。更に2.0モル%  $Y_2O_3$  において  $K_{Ic}$  が  $18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  及び  $\sigma_f$  が  $1500 \text{ MPa}$  の双方が優れた特性を有するこれまでのファイナ・セラミックスの中で最高の強靱性ジルコニアセラミックスを初めて作成した。

上記の強靱性ジルコニアセラミックスについて評価、解析した結果、2.5モル%から2.0モル%に  $Y_2O_3$  が減少すると  $K_{Ic}$  が非直線的に増加する事を見出した。さらに  $K_{Ic}$  が  $6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  以下では  $\sigma_f$  は  $K_{Ic}$  と亀裂のサイズに依存するが  $K_{Ic}$  が  $7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  以上では  $\sigma_f$  が  $1600 \text{ MPa}$  以下に制限される領域が存在する事を明らかにした。又靱性化機構を解析するために破壊面における正方晶から単斜晶への相変態したる領域の大きさ、ゾーン・サイズをX線回折法及びラマン分光法によって測定し、それぞれの最高値が4.2及び  $15 \mu\text{m}$  である事を見出した。又  $K_{Ic}$  の増加には0.25重量%以上のアルミナの添加が有効である事及び緻密な焼結体では  $K_{Ic}$  が結晶粒径の大きさに依存せず一定である事を実験的に示した。

さらに高強度ジルコニアセラミックスを200から300°Cの温度下でエージングすると強度が大きく低下する事を見出した。この低下原因は準安定な正方晶が単斜晶への結晶相変態によって亀裂が発生するた

めである事を確認した。この欠点を改良するために $Y_2O_3$ 組成を2.5から3.0モル%に、粒直を $0.5\mu m$ 以下に、密度を $6.07 g/cm^3$ 以上に制御した材料につき実験を行った結果、上記温度で2000時間エージング後においてもほとんど強度低下しない焼結体を得られる事を明らかにした。

以上本研究においてジルコニアの原料、組成、焼結過程、緻密化の相互関係を検討した結果、焼結体の強度、靱性ならびに劣化寿命の向上に見るべき進展を認めた。

## 論文の審査結果の要旨

ジルコニア ( $ZrO_2$ ) は強度・靱性にすぐれたセラミックスとして注目される材料である。この物質には高温多形が存在し、高温からの冷却により、立方・正方・単斜晶の順に相転移する。実用材料ではこれを避けるために添加剤を加えて高温相を低温領域に凍結する方法がとられている。

本論文は組成と合成手段の違いおよび構造の経時変化がこの物質の強度・靱性に及ぼす影響を調べ、特性の評価を通してより高い性能を持つ素材の開発を目的とする研究をまとめたものである。実験ではまず安定化剤として1~5 mol%の $Y_2O_3$ を含み、更に微量の $Al_2O_3$ を添加した出発原料を調整した。これを三種類の異なった処理法により焼結させ、正方晶相を含む試料を合成した。

生成物の破壊靱性 ( $K_{Ic}$ ) 及び曲げ強度 ( $\sigma_f$ ) の測定を行った結果、2.5mol%  $Y_2O_3$  で  $K_{Ic} = 7$ ,  $\sigma_f = 1750$ , 2.0mol% で  $K_{Ic} = 18MPa\sqrt{m}$ ,  $\sigma_f = 1500MPa$  を得ているが、これらは既存のものを大幅に上回る高性能値である。次に破壊の機構を知るため、破壊面のX線回折及びラマンスペクトルを観測して、破壊による正方晶から単斜晶への転移の発生を認め、同時に熱間静水圧成形による試料の焼成が高い $K_{Ic}$ 値を得るのに有効であることを立証した。経時変化に関する実験においても、加熱による特性劣化が正方晶から単斜晶への相転移により進行することを確認し、これを防止するためには粒成長を伴わない緻密な焼結体を作成することが必要であることを見出し、具体的焼結法として熱間静水圧処理がもっとも有効な手段であるとの結論を得た。

本研究によりジルコニアの組成・粒度・緻密化・相転移が相互に関係づけられた。得られた結果はこの物質の物性の解明と特性向上に貢献するところが大きく、博士論文として価値あるものと認める。