



Title	Fabrication and Mechanical Properties of Silicon Nitride and Silicon Nitride / Silicon Carbide Composites by Pressureless Sintering
Author(s)	楊, 建鋒
Citation	大阪大学, 1999, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/41362">https://hdl.handle.net/11094/41362</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">大阪大学の博士論文について</a>をご参照ください。

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

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

The University of Osaka

氏 名	楊 建 鋒
博士の専攻分野の名称	博 士 (工 学)
学 位 記 番 号	第 1 4 6 0 0 号
学 位 授 与 年 月 日	平成11年3月25日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第4条第1項該当 工学研究科物質化学専攻
学 位 論 文 名	Fabrication and Mechanical Properties of Silicon Nitride and Silicon Nitride/Silicon Carbide Composites by Pressureless Sintering (常圧法による窒化ケイ素及び窒化ケイ素/炭化ケイ素複合材料の作製と機械的特性)
論 文 審 査 委 員	(主査) 教 授 新 原 皓 一
	(副査) 教 授 米 山 宏      教 授 足 立 吟 也      教 授 城 田 靖 彦 教 授 甲 斐 泰      教 授 田 川 精 一      教 授 野 島 正 朋 教 授 小 松 満 男      教 授 平 尾 俊 一      教 授 大 島 巧

### 論 文 内 容 の 要 旨

本論文では、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ と $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ ナノ複合材料の実用化の促進を目的として、コストパフォーマンスに優れる常圧焼結法及び常圧焼結/HIPing法で、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 及び $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ ナノ複合材料を作製する研究を行っている。その結果、Si直接窒化法による安価な $\text{Si}_3\text{N}_4$ 粉末の場合でも、常圧焼結法で高性能の $\text{Si}_3\text{N}_4$ 及び $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ ナノ複合材料が作製可能であることを明らかにしている。本論文は以下の6章から構成されている。

第1章では、本研究の背景、目的および論文の構成について記している。

第2章では、2種類の焼結助剤を用いて常圧焼結により $\text{Si}_3\text{N}_4$ セラミックスを作製し、焼結助剤を多量に添加すると、緻密化は促進されるが、 $\alpha-\beta$ 相転移は遅くなることを明らかにしている。また、粒界のガラス相は粒界での拡散を抑制するため、少量の助剤の場合には $\beta-\text{Si}_3\text{N}_4$ 粒子の成長が促進されることを明らかにしている。

第3章では、第2章で得られた $\text{Si}_3\text{N}_4$ セラミックスの機械的特性を測定し、焼結助剤を少量添加した試料では強度と靱性の同時改善の可能性があることを明らかにしている。また、SEPB法はIF法より大きい靱性値を与え、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 粒子が発達すると、その差が大きくなることを見出している。さらに、少量の焼結助剤を添加した場合には、より強いR曲線挙動を示すことを見出し、機械的信頼性の向上のためには、焼結助剤を少量添加した方が有効であることを明らかにしている。

第4章では、 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ ナノ複合材料を常圧焼結法及び常圧焼結/HIPing法により作製する研究を行い、常圧焼結ではSiC量が多いほど緻密化が困難になるが、焼結/HIPing法では全ての試料で緻密化の達成が可能であることを見出している。また、SiCの添加により $\text{Si}_3\text{N}_4$ マトリックスが微細化するために、強度は大幅に改善するが、破壊靱性は低下する傾向を示すこと、しかし、SiCの添加は短亀裂での靱性の改善に非常に有効であることを明らかにし、その機構を説明している。

第5章では、Siの直接窒化法で作製された安価な粉末を用いて、低温での常圧焼結法で緻密な $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ ナノ複合材料を作製する研究を行い、焼結助剤量を制御することでSiCの添加により強度は増加し、20vol% SiC添加の場合に最大1050MPaの高強度を達成している。

第6章では、本研究を総括し、主な成果をまとめている。

## 論文審査の結果の要旨

本論文は、優れた機械的特性を有する窒化ケイ素 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) およびナノサイズの炭化ケイ素 ( $\text{SiC}$ ) を分散させた窒化ケイ素／炭化ケイ素 ( $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ ) ナノ複合材料を、常圧焼結法及び常圧焼結／HIPing 法で作製する研究を行い、それぞれの焼結特性、相転移、微細組織ならびに機械的特性に及ぼす原料粉末、焼結助剤、焼結条件、 $\text{SiC}$  ナノ粒子の影響を明らかにしたものであり、主な結果を要約すると以下のとおりである。

- (1) 焼結助剤として  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{--Al}_2\text{O}_3$  と  $\text{MgAl}_2\text{O}_4\text{--ZrO}_2$  を選択し、その添加量と焼結条件（温度、時間、圧力）が  $\text{Si}_3\text{N}_4$  セラミックスの緻密化、相転移、微細組織に及ぼす影響を明らかにしている。
- (2) 強度や靱性等の機械的特性の評価を通して、何れの焼結助剤の場合でも、焼結助剤を少量添加した場合に強度と靱性が同時に改善される可能性があることを明らかにし、その理由を解明している。
- (3) SEPB 法はIF法より大きい靱性値を与え、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  粒子が発達すると、その差が大きくなることを見出している。また、少量の助剤添加の場合には  $\text{Si}_3\text{N}_4$  の棒状粒子の成長が促進されるために、より強い R 曲線挙動を示すことを明らかにしている。
- (4)  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  ナノ複合材料が常圧焼結法及び常圧焼結／HIPing 法により作製することが可能であることを明らかにしている。また、常圧焼結／HIPing 法の方が緻密化には有利であることを見出すと共に、 $\text{SiC}$  の添加により  $\text{Si}_3\text{N}_4$  マトリックスが微細化することを明らかにし、その機構を解明している。
- (5) 焼結方法に関係なく、 $\text{SiC}$  粒子の分散により強度は改善するが、常圧焼結／HIPing 法の方が、強度の向上には有効であることを見出している。また、 $\text{SiC}$  の添加により、破壊靱性は低下するが、その添加はセラミックスの信頼性に強く関連する短亀裂での靱性の改善に非常に有効であることを明らかにしている。
- (6)  $\text{Si}$  の直接窒化で作製した安価な粉末を用いて、焼結助剤の添加量等を制御することにより、低温での常圧焼結法で緻密な  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  ナノ複合材料を作製することに成功し、20vol%  $\text{SiC}$  分散で1000MPa 以上の高強度を達成している。

以上のように、本論文は、優れた機械的特性を有する  $\text{Si}_3\text{N}_4$  及び  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  ナノ複合材料を、複雑形状の部品を大量に安価に製造するのに適した、常圧焼結法及び常圧焼結／HIPing 法で作製することに成功しており、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  系セラミックス、特に  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  ナノ複合材料の実用化に多大の貢献をするものである。また、本研究で得られた多くの知見は、物質化学、材料工学、複合材料工学の分野に寄与するところが多い。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。