

研究紹介

高温加圧状態での酸化物(MgO, Al₂O₃)とAl₄SiC₄の粒子界面の反応層解析

1 緒言

Al₄SiC₄ (Aluminum silicon carbide)は炭素含有耐火物(MgO-CやAl₂O₃-C)の添加剤として組織の緻密化や炭素質の酸化防止効果をもつ機能性添加剤である。炭素含有耐火物は酸化物や炭素の粒度構成によって密な組織が形成されている。Al₄SiC₄粒子が添加された耐火物の組織は、Al₄SiC₄が雰囲気ガスと反応することによってさらに緻密化が進行する。一方で、耐火物の使用環境である高温高荷重(高圧)下において、Al₄SiC₄粒子が酸化物粒子と接した組織内でAl₄SiC₄が起こす固-固反応を解析することは、雰囲気ガスによって起こるAl₄SiC₄の反応やその素過程を考えるうえで興味深い。高温高圧下で酸化物と炭化物(Al₄SiC₄)の固-固反応が起こる可能性について検討した。

放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering : SPS)は一軸加圧下でパルス電流を通電することによって高温高圧下で金属や酸化物を焼結させる有用な方法である。このメリットを活かして耐火物の使用環境である高温高荷重下を模擬し、主要成分であるMgOあるいはAl₂O₃の各粒子によるAl₄SiC₄の粒子表面に形成される反応層を解析した。

2 実験方法

Al₄SiC₄ (平均粒径10 μm)は自家合成したものをもちいた。Al₄SiC₄をMgO(99.9%, 約0.2 μm)あるいはAl₂O₃(99.99%, 約0.2 μm)と体積比1:1でそれぞれ混合した。混合物をφ20mmのカーボン治具に装填し、1773K(昇温速度30Kmin⁻¹)で昇温開始から30MPaを印加しながらアルゴン(99.9999%)気流中でSPSした。得られた焼結体の表面を研削、研磨してX線回折(RINT2200, Rigaku)をスキャンスピード2° min⁻¹で2θ=5-70°の範囲を測定した。焼結体の切断面を鏡面研磨してMgO/Al₄SiC₄の粒子界面近傍の観察および反応層の解析は電界放出型電子プローブマイクロアナライザ(JXA-8530F, JEOL)で行った。

3 結果と考察

Fig.1はMgO/Al₄SiC₄の粒子界面近傍の元素マッピングを示した。MgO/Al₄SiC₄境界に反応層の生成が見られた。

Fig.2は反射電子像に示す赤線に対応する線分析を示す。分析距離に応じて、反応層(Fig.3に青で表示)に相当する領域からAl, Si, Cの検出量が減衰し、逆にMg, Oの検出量が増加した。反応層に検出される元素はすべて共存しており、XRDで検出されたスピネル(MgAl₂O₄)はこの一部と考えられ、Al₄SiC₄の酸化が起こったことを示唆する。Al₄SiC₄の酸化過程を加味すると、反応層にSiとCも検出されており、XRDでは検出されなかったSiCが生成していると予測される。反応層の厚みは約400nmであった。反応層の形成はMgO側およびAl₄SiC₄

側からの拡散しやすさ、スピネル生成による相互拡散のアシストなどが考えられる。Al₂O₃/Al₄SiC₄界面も同様に400nm厚みの反応層が形成され、これは互いの粒子からの拡散によると考えている。

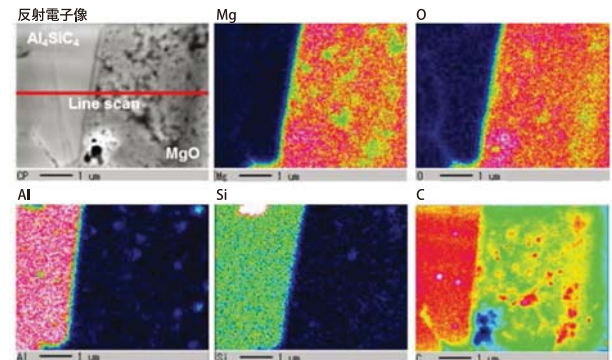


Fig.1 Element mappings around an interfacial area between MgO and Al₄SiC₄ particles.

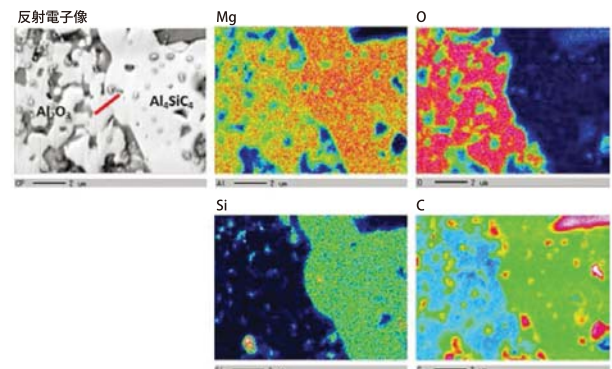


Fig.2 Element mappings around an interfacial area between Al₂O₃ and Al₄SiC₄ particles.

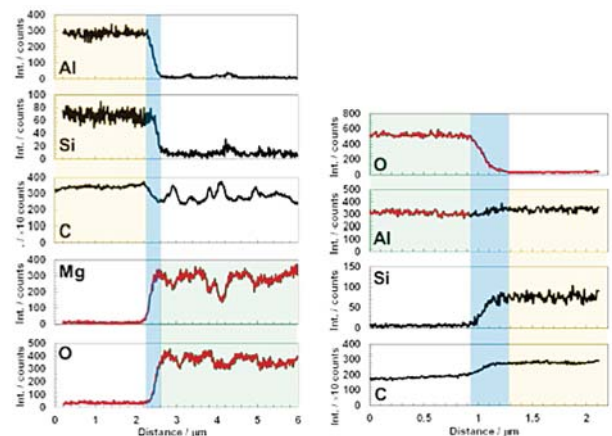


Fig.3 Line analyses of a vicinity of grain boundary of MgO/Al₄SiC₄ (left) and Al₂O₃/Al₄SiC₄ (right).

本研究は日本セラミックス協会第29回秋季シンポジウム(平成28年9月8日)で発表したものである。

(主任研究員 西川 智洋)