

## Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>-C系材質の高温内部反応による緻密組織の形成

### 1 はじめに

炭素含有耐火物にはMgO-C質やAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC-C質、SiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-C質、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-SiC-C質、ZrO<sub>2</sub>-C質、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>-C質など、多種多様な材質がある。1500℃を超える高温で使用されるこれらの材質は、高温下で緻密な組織を形成させることによって、性能をより一層向上させることが可能と考えられる。本研究では、高温域で緻密化効果を発揮する複合炭化物Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>を多量に配合したAl<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>-C系材質について、高温域で形成される緻密組織の調査解析を行った。

### 2 実験

骨材にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (60mass%)、微粉部にAl<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub> (25mass%)とC (15mass%)を合わせたAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>-C質試料を作製した。原料には電融アルミナ (99%)と鱗状黒鉛 (98%)を使用し、Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>は20 μm以下の合成粉末を使用した。配合物に結合材としてフェノール樹脂を加え混練した後に、150MPaの一軸加圧で成形し200℃の熱処理を行って供試試料とした。作製した試料は、実炉使用時の雰囲気条件を想定して炭素粉末中で還元焼成した。焼成温度は800~1500℃とし、長期間使用した場合の反応を推測するために、保持時間を最大20時間まで延長した。

### 3 結果と考察

図1に各温度で還元焼成した後の見掛気孔率を示す。1000℃以上の温度域で、温度の上昇とともに気孔率が直線的に低下している。それに伴って重量および密度の増大も認められることから、明らかに組織の緻密化が進行している。長時間の焼成によってその傾向はより顕著になり、1500℃-20h焼成後の見掛気孔率は4%弱にまで達している。

1500℃-20h焼成後の微構造を図2に示す。アルミナと黒鉛の粒子間に数μm以下の粒子からなる反応生成物がくまなく充填されており、ナノサイズの鱗片状粒子が折り重なった組織も多く観察される。これらの微細な反応生成物について元素分析(点分析)を行った結果、図3に示す組成が得られ、SiC、CおよびAl-O-C-N系の粒子から成っていることが確認された。Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>の緻密化反応によって、雰囲気中の窒素をも固定化した新規な微細組織が形成されることが明らかとなった。

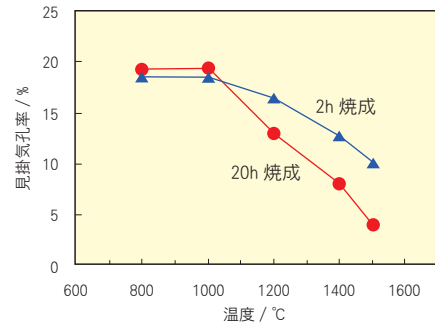


図1 還元焼成後の見掛気孔率

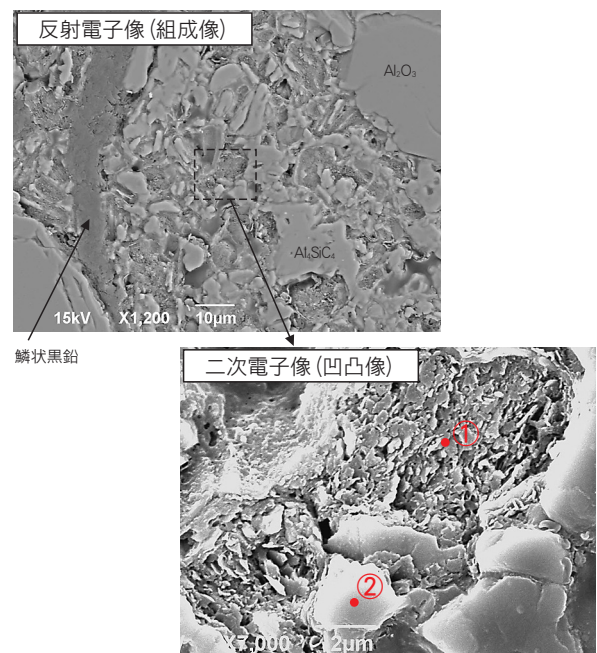


図2 1500℃-20h焼成後の電子顕微鏡写真

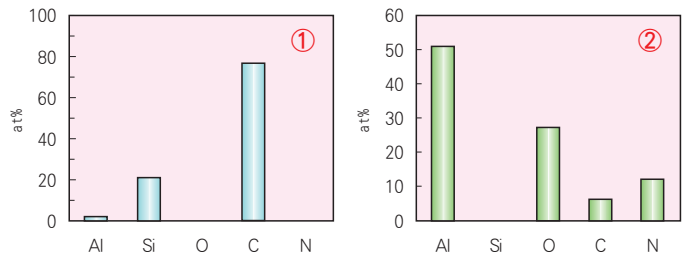


図3 SEM-EDSによる点分析結果

### 4 まとめ

Al<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>を多量配合したAl<sub>4</sub>SiC<sub>4</sub>-C系材質は高温下で緻密化反応が進行することでC、SiC、Al-O-C-N系からなる微粒子が隙間を密に充填した新規な微細組織が形成されることが明らかとなった。

(主席研究員 星山 泰宏)