研究紹介

超高速加熱で熱処理されたAl₂O₃磁器の解析

1 はじめに

セラミック材料を始めとする高温構造材は温度差 が生じる環境下で使用される場合が多々ある。更に は、材料作製工程における焼成では、研究レベルで 5-100℃/min、工業製品で1-5℃/min、使用環境下では高 温物質と直接接する(急昇温)と加熱速度も異なる。そ れにもかかわらず、これまでに報告されている物質移動 の検討では、ある固定された温度下でなされていること が多い。これは、物質移動が環境条件に敏感であり、複 雑に変化することで解析が困難になるからである。しか し、実使用環境下における物質特性や物質移動をより正 確に把握するためには、その環境を再現する必要があ る。そこで、本研究では、Al₂O₃磁器と溶融金属を急加 熱させ、その界面における現象を調査することとした。

2 実験方法

図1にAl₂O₃磁器のSEM-EDS像および化学組成を示 す。このAl₂O₃磁器を \square 10×t2mmに加工した。加工した Al₂O₃磁器上へ ϕ 3×t3mmに切断・加工した釘(以降は SS400と記す)をセットした。この試料を昇温速度約 2000℃/minで急加熱した。熱処理後の試料は樹脂に埋 め込みを行ったあと、中心部分を切断・鏡面加工した。 切断面はSEM-EDSにより観察を行った。



図1 加熱前のAl₂O₃磁器のSEM-EDS像および化学成分

図1および図2のEDSスペクトルより、本実験で用いたAl₂O₃磁器は約10µmの気孔が全体的に観察され、緻密質な材料であることがうかがえる。また、全体的に輝度の高い部分が所々に観察され、焼結助剤が添加されていることがわかった。EDSスペクトラムでは、AlおよびOの他にNa、Mg、Si、Au(/P/Zr)、Unknowが検出され、Al以外の成分が添加剤であると推測される。なかでも、Mgのみは偏析しており、その他の元素は一様に均一分散していた。蛍光X線による分析値と比較しても、EDS分析はよい一致を示した。

図3にAl₂O₃磁器/SS400の加熱過程の外観写真を示 す。加熱開始40秒後(図3-a))のSS400はAl₂O₃磁器よ りも温度が低く(明るみが低い)、形状も維持されてい た。加熱後50秒後(図3-b))になるとSS400は、Al₂O₃ 磁器との接触箇所で溶融・変形が確認され始め、温度が 1500℃に達したと思われる。加熱後60秒後になると、 SS400は1700℃まで加熱され、球状へと変形した。いず れの加熱過程であってもAl₂O₃磁器はSS400よりも温度 が高かった。また、図3では溶融SS400が球状になって おりAl₂O₃磁器とSS400との濡れ性が悪いことがわかっ た。

一般的に金属は酸化物セラミックスに対して濡れ性が 悪いと言われている。測定温度と外観観察の関係およ び一般濡れ性の知見から、本実験では正しくRT-1700℃

-RTの加熱冷却が行われたものと思われる。 図4に加熱後試料の断面観察結果を示す。 断面観察から、Al₂O₃磁器/SS400/気相の3層 界面において、Al₂O₃磁器に凸部分が見受け られた(図4-a))。この部分を拡大すると (図4-b))、その凸部分付近にはSS400と同 程度の輝度の高い領域が取り込まれている のが観察された。



図2 加熱前のAl₂O₃磁器のEDSスペクトル

なっており、わずかではあるが膨張しているように見 受けられた。この現象は、左右において確認され(図 **4-c)**,**d)**)、加熱時間が1分と短いながらにもSS400 とAl₂O₃磁器とで反応が起きたことを示唆している。詳 細に検討するためにこの部分(図4-c))について、元 素マッピング観察を行った。

図5に元素マッピング結果を示す。図5の分析結果 から、Al₂O₃磁器とSS400の接触界面では、SS400層/Al-Mg-Mn-O層/Al₂O₃磁器層の3層構造を取っているのが わかった。中間層はAlとMgとMnが主体であることか ら、1700℃以上に加熱されたAl₂O₃磁器からのMgOの拡 散と1700℃に加熱されたSS400からのMnOの拡散によっ てこの中間層は形成されたと推測される。また、この中 間層にはFe(高輝度領域)が確認されていることから、 この凸部は中間層およびSS400が共に液相状態である高 温状態で形成されたと思われる。

4 まとめ

Al₂O₃磁器/SS400を約2000℃/minという超高速加熱を 行った結果、1700℃以上のAl₂O₃磁器からのMgOおよび 1700℃のSS400からのMnOの拡散が起こり、接触界面で Al-Mg-Mn-O系反応層を形成した。

謝辞

10 ur

急速加熱試験に関して㈱日進機械および㈱東洋炭素 に、また、本研究を進めるにあたり各研究員および技師 に多方面に亘る協力をいただきました。ここに感謝の意 を表します。

3 CERAMICS OKAYAMA

図5 急速加熱後のAl₂O₃磁器/SS400界面における元素分布



c)Al2O3磁器/SS400 d)Al2O3磁器/SS400

急速加熱後のAl₂O₃磁器/SS400界面における微構造

100

b)Al₂O₃磁器/SS400



a)Al₂O3磁器/SS400

図4



