

アルミナーシリカ系高温材料の焼結

1 はじめに

超微粉のアルミナとシリカより、アルミナシリカ焼結体の作製を試みたところ、シリカを微量添加した場合にアルミナの緻密化が抑制される現象が確認された。本研究ではシリカによるアルミナの緻密化抑制のメカニズムを追究するとともに、この現象を用いた技術的利用方法を模索した。

2 実験

アルミナ超微粉 (99.99%, $0.17\mu\text{m}$)、シリカ超微粉 (99.9%, $0.1\mu\text{m}$) を任意の割合で秤量し、ボールミルにてエタノール中で20h混練後、乾燥、粉碎することで原料粉末とした。これを98MPaで一軸加圧成形し、電気炉にて各目標温度で1h焼成することで焼結体を得た。これらの試料について物性の測定、XRDを用いた結晶相同定、気孔系分布の測定、走査型電子顕微鏡を用いた微構造の観察などを行うことで評価した。

3 結果と考察

アルミナシリカ系の代表的な粘土鉱物であるカオリンの焼成では約 1000°C よりムライトの生成が確認された。一方、超微粉のアルミナとシリカをムライトの理論組成で配合した試料では約 1450°C まで昇温して初めてムライトが生成し、高純度超微粉の原料を用いてもムライトの生成には比較的高温を要することが明らかとなった。

$1200\sim 1500^{\circ}\text{C}$ 焼成後試料に関して物性測定を行ったところ、シリカ添加によって焼結体の緻密化が抑制される現象が確認された。緻密化抑制現象が最も顕著に現れた 1400°C 焼成後の見掛け気孔率および線変化率とシリカ添加量の関係を図1に示す。見掛け気孔率、線変化率ともに同様の傾向を示し、極大を示した2 mass%では、見掛け気孔率が約40%となっていた。本実験で用いたアルミナ超微粉単味では、 1300°C 焼成ではほぼ理論密度まで緻密化することを考慮すると、シリカの緻密化抑制効果が大いことが分かる。

図2にアルミナ単味と、アルミナにシリカを2 mass%添加した焼成後試料の電子顕微鏡像を示す。アルミナ単味の試料では焼成温度が 1200°C から 1400°C に上昇するとアルミナ粒が大きく成長した。それに対し、シリカを2 mass%添加した試料では焼成温度が上昇しても粒成長が抑えられていた。

シリカを2 mass%添加し 1400°C -1h焼成した試料の気孔系分布および熱伝導性の測定を行ったところ、試料中の気孔サイズは 100nm 以下であり、アルミナに比べ熱伝導性が大きく低下していることが分かった。

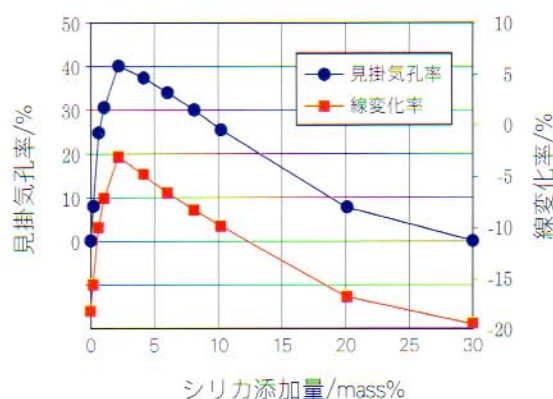
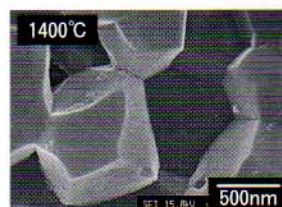
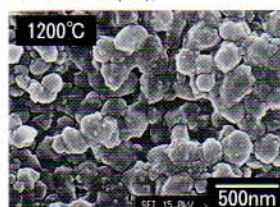


図1 シリカ添加量と見掛け気孔率、線変化率の関係

アルミナ単味



シリカ 2 mass%添加

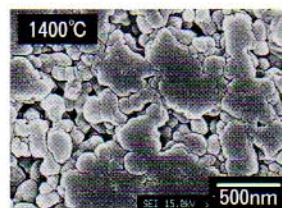
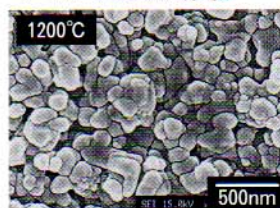


図2 焼結体表面の電子顕微鏡像

4 まとめ

本研究では以下の知見が得られた。

- アルミナへのシリカの添加効果において焼結体の緻密化抑制と粒成長抑制の関連性が示唆された。
- アルミナへのシリカ添加効果を応用して耐スポーリング性の向上、また、断熱材、吸着体、透光性セラミックスなどを作製できる可能性がある。

(研究員 河本 忠之)