

酸化ランタン添加チタン酸アルミニウムセラミックスの 液相焼結と熱膨張

(岐阜大・工) ○水野貴允, 伴隆幸, 大矢豊

【緒言】チタン酸アルミニウム(Al_2TiO_5 以下 AT と示す)セラミックスは、結晶の熱膨張異方性により焼結後、冷却中に粒界亀裂が発生する。この焼成体を加熱すると熱膨張の大きい方向は亀裂を埋めるように膨張するため、全体として低い熱膨張性を持つ。しかしながら粒界亀裂により強度が低いという欠点がある。我々はこれまでに、AT に Mg^{2+} と La^{3+} を共添加し液相焼結させると柱状粒子が生成し、亀裂進展抵抗と強度が向上することを明らかにした。しかしこれらの助剤やアルミナとチタニアの組成により、柱状粒子が生成する条件や AT の低熱膨張にどのような影響を与えるのかは十分に調べられていない。そこで本研究では、前述の元素を共添加しアルミナとチタニアの組成を変化させた試料を液相焼結させ、AT の微構造と熱膨張特性を検討した。更に柱状粒子が AT の低熱膨張にどの様に影響しているかを検討した。

【実験方法】アルミナ (AKP-20, 住友化学) とチタニア (TP-3, 富士チタン) の粉末を $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{TiO}_2 = 1.06:1, 1.01:1, 1:1, 1:1.01, 1:1.06$ の割合で秤量し、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ と La_2O_3 の各 1 mol% を硝酸に溶解してボールミルで混合した。これを 600°C で仮焼後、さらにボールミルで粉碎して混合試料を得た。これを約 98 MPa で直径 10 mm, 長さ 10 mm に CIP 成形し、電気炉を用いて $10^\circ\text{C}/\text{min}$ で昇温し、 1500°C で 2 h 保持して焼成した。結晶相を XRD で、焼成体の微構造を SEM で観察した。熱膨張については $10^\circ\text{C}/\text{min}$ で 1000°C まで昇温し、10 分間保持した後 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ で 25°C まで冷却した過程を測定し、 1000°C での熱膨張率について比較した。

【結果と考察】いずれの試料も焼結を終えており、相対密度は 92~95% であり差は見られなかった。等モル及びチタニア過剰試料の表面を反射顕微鏡で観察した結果を Fig. 1 に示す。アルミナ過剰の組成では柱状粒子が観察されず均一な組織であったが、等モル及びチタニア過剰の組成では $100\sim 1000\ \mu\text{m}$ の長さの柱状粒子が観察され、これらの組成で液相焼結による粒子成長が起こっていることが分かった。Fig. 1 よりチタニアの比率が多い試料程、柱状粒子の生成量が増え、長径が大きくなることが分かった。これは生成した液相の量が多くなったためであると考えられる。XRD 測定より、アルミナ過剰の条件では副生成物として corundum と $\text{LaTi}_2\text{Al}_9\text{O}_{19}$ が各々生成していた。等モル及びチタニア過剰の条件では副生成物として corundum と rutile と $\text{LaTi}_2\text{Al}_9\text{O}_{19}$ が認められ、チタニア過剰の条件のみに $\text{La}_4\text{Ti}_9\text{O}_{24}$ が生成していた。

各 AT 試料の 1000°C での熱膨張率について測定すると、柱状粒子が存在する試料は熱膨張率が小さいという結果になった。これは柱状粒子が大きくなるに従って粒界亀裂が大きくなったためであると考えられ、粒界亀裂を埋めるように粒子が熱膨張することによる。

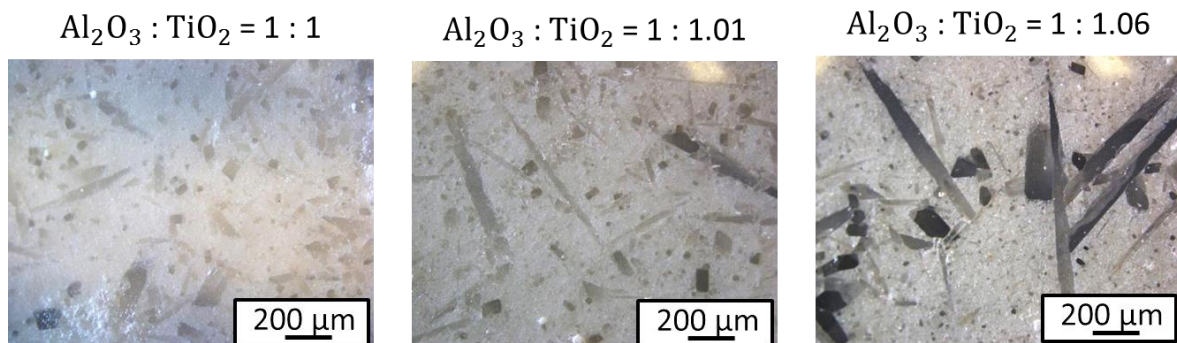


Fig.1 柱状粒子が観察できた試料表面の反射顕微鏡像