

キーワード：高信頼性、セラミックス、アルミナ、鋳込み成形、造粒粉、ミクロ制御

### 概要

セラミックスは、耐熱性、耐食性、耐薬品性に優れ、プラスチック・金属材料に代わる工業材料として利用されている。しかし、セラミックスは内部に亀裂、気泡等の欠陥を有し、この欠陥に応力が加わると脆性破壊を引き起こすため、強度のバラツキが大きく信頼性に欠けるといふ欠点がある。

高度な製造技術や特別な施設・装置を必要とせず、一般的、簡便な製造方法により高強度で、しかも高い信頼性を有するセラミックスを製造する方法を開発した。

### 実験方法

易焼結性低ソーダアルミナ(Al160SG-3、昭和電工製、平均粒径：0.64 μm)を用い、剥栓成形法で試料を作製し試験を行った。

調整したアルミナ泥漿(泥漿濃度 70wt%)をスプレードライヤー装置を用いて造粒し顆粒を作製した。これを 1000、1100、1200、1300 で仮焼処理し、53 μm 以下の顆粒を泥漿濃度

80wt%のアルミナ泥漿に 10 ~ 50wt% 混合し、成形体(40x75x12mm)を剥栓成形により作製した。この成形体を 1570、4h 焼成後、JIS R 1601 に準じて試料を作製し、3点曲げ強度を測定後、ワイブル係数を算出した。得られた焼結体の密度はアルキメデス法にて測定し、また SEM による破断面の観察および X 線による歪みの解析を試みた。図 1 に実験のプロセスを示す。

### 実験結果

上記条件で得られた全ての焼結体の密度は相対密度 98.5% 以上の緻密な焼結体であることがわかった。1200 で仮焼処理された顆粒が 30wt% 混合されたアルミナ焼結体は平均曲げ強度が 548.8MPa (通常のアルミナの 1.4 倍)、ワイブル係数が 30 (通常のアルミナの 2.1 倍) の最高値を示した。この曲げ強度のワイブルプロットを図 2 に示す。また比較のために通常のアルミナ焼結体(顆粒なし、平均曲げ強度：389.8MPa、ワイブル係数：14.8)についても示す。この高強度・高ワイブル係数を有する成形体および焼結体の破断面の SEM 写真を図 3 に示す。破壊は仮焼された顆粒の組織に強く影響をうけているのが観察された。

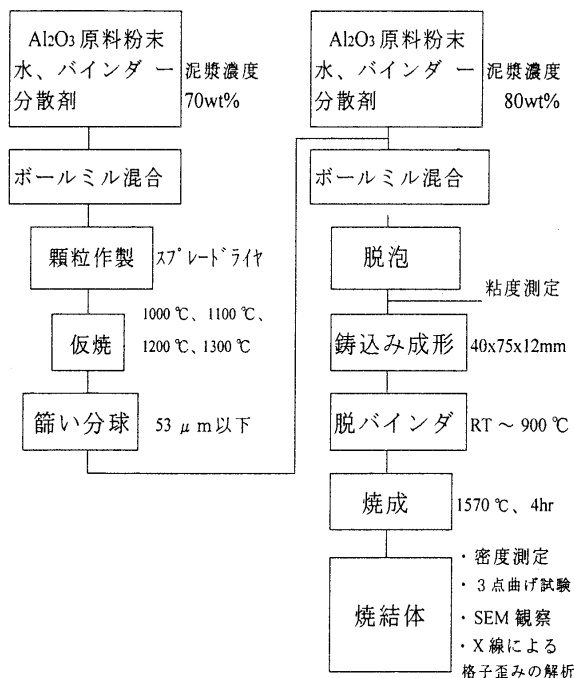


図 1 実験のプロセス

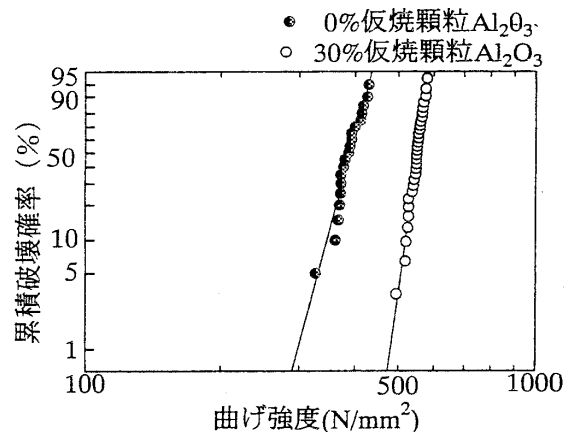


図 2 アルミナ焼結体の曲げ強度のワイブルプロット

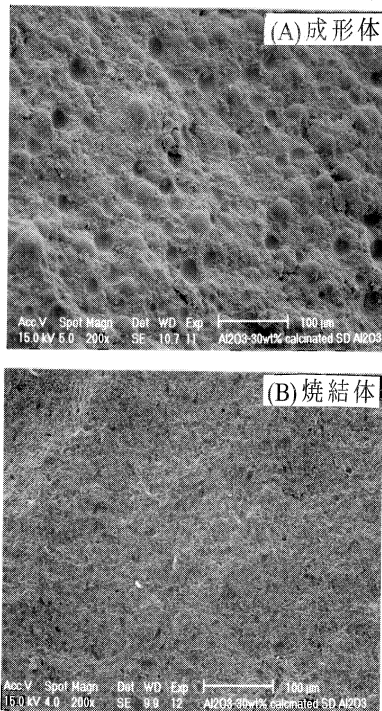


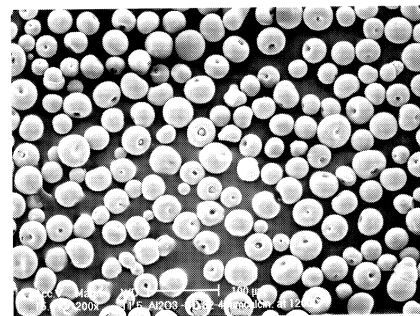
Photo1 30wt% 仮焼顆粒混合アルミナの破断面のSEM写真  
(A)成形体 (B)焼結体

### 図3 30 wt% 仮焼顆粒混合アルミナの破断面のSEM写真

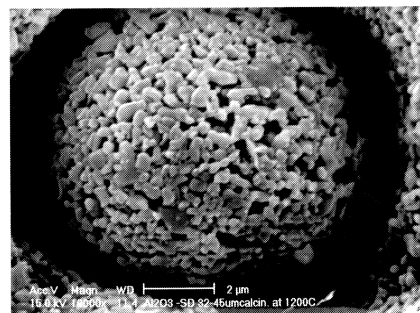
この焼結体を作製するのに用いた1200 で仮焼された顆粒のSEM写真(図4)をみると顆粒の中央にスラリーが乾燥する際に形成された凹の孔があり、ポロシメータによる細孔分布の測定結果、約10 μmの細孔に相当する。また、およそ0.18 μmの細孔径が累積細孔容積として約80%もあり、1次粒子はまだ粒成長を始めているが、1次粒子同士の距離が縮まり、ネックの形成がはじまり、少し密度の上がった仮焼顆粒であることがわかる。

これらの少し密度の高い53 μm以下の顆粒を均一にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>スラリー中に分散させた結果、内部に圧縮および引っ張り応力をもった3次元構造の焼結体を作製され、この構造が高強度・高信頼性実現の原因であると思われる。

X線による歪みの解析をWilson法で試みた。その結果、仮焼顆粒のないアルミナ焼結体では格子歪みが0%であるのに比べ、1200 仮焼顆粒が30wt%混合されたアルミナ焼結体(平均曲げ強度が548.8MPa、ワイブル係数が30の最高値を示した)は、0.0091%の歪みが観察された。ヤ



(A) x200 100 μm



(B) x10000 2 μm

### 図4 1200 で仮焼された顆粒のSEM写真

ング率を $4 \times 10^3$  MPaとすると、最大応力20MPaが界面の仮焼粒子側には引っ張りの応力、また、マトリックス側には圧縮応力として残留していることが明らかとなった。

図5に示すように、クラックは仮焼粒子の界面あるいは内部に進展しやすく、また、ここからマトリックス側に進展する時は圧縮応力のため進展が抑制される。それ故、破壊源となる欠陥サイズの上限がこの構造によって制限された結果、高強度・高信頼性が実現された。

本研究は、地域産官学共同研究(H7~H9)の中で大トー(株)と共同研究した成果の1つである。

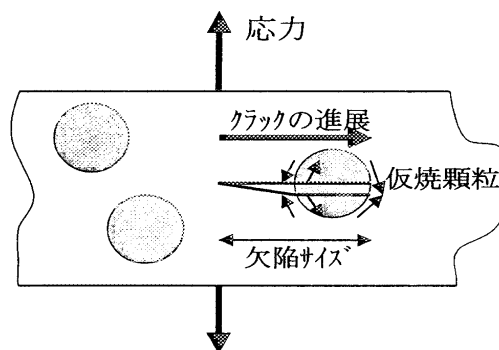


図5 仮焼顆粒混合アルミナの破壊源となる欠陥サイズ