

イットリア添加アルミナセラミックスの特性

伊藤賢次 川浦祐史 不二門義仁

Properties of Y_2O_3 -Doped Alumina Ceramics

Kenji ITO, Yushi KAWAURA and Yoshihito FUJITO

高純度、微細粒の形態制御アルミナに希土類元素酸化物のイットリアを微量添加して、焼結体の微構造や機械的性質に及ぼす影響について調べ、高強度、高靱性アルミナセラミックスの製造条件を検討した。形態制御アルミナにイットリアを1~5mol%添加し、1500~1650℃、大気雰囲気中の条件で焼成し、焼結特性、曲げ強度、破壊靱性、微構造に及ぼすイットリア添加の効果を調べた結果、高純度、形態制御アルミナへイットリアを1mol%添加することにより、アルミナ焼結体の曲げ強さ、硬さ、破壊靱性を向上できることを確認した。SEM像からこれらの機械的特性の向上はイットリアのアルミナ粒成長の抑制効果によるものと推測され、アルミナセラミックスの耐摩耗性、耐衝撃性など高機能化に有効であることが判明した。

1. 緒 言

アルミナセラミックスは機械的強度、耐食性、耐酸化性、耐摩耗性に優れ、ジルコニアセラミックスや窒化珪素セラミックスと比較して安価であることから、電気絶縁体、切削工具、粉砕メディアなどに広く使用されている。

近年、気相合成法、アンモニウムドーソナイト熱分解法など、従来に比べて高純度、微細粒なアルミナ粉末が合成され、これらの粉末から作成したアルミナセラミックスは従来品と比較して、曲げ強さが大きい、透光性が高い、低温で焼結可能といった特長を有している。しかし、これらのアルミナセラミックスにおいても破壊靱性の向上などの課題があり、形態制御、粒子分散強化、ジルコニア強化などの研究¹⁻⁴⁾が行われている。

本研究では市販の高純度、微細粒の形態制御アルミナ原料に微量のイットリアを添加して焼結体を作成し、微構造や機械的性質に与える影響について調査し、高強度、高靱性アルミナセラミックスの製造条件に関して検討を行った。

2. 実験方法

2.1 使用原料

アルミナ原料は、気相法により合成された市販の高純度、微細粒の形態制御アルミナ（住友化学工業製、AA-04）を使用した。図1にアルミナの粒度分布を示す。平均粒子径が約0.4 μm と微細粒であり、粒度幅がせまいことが特徴として挙げられる。

イットリアは平均粒子径が約1 μm の市販高純度試薬（高純度化学製、純度99.9%）を使用した。

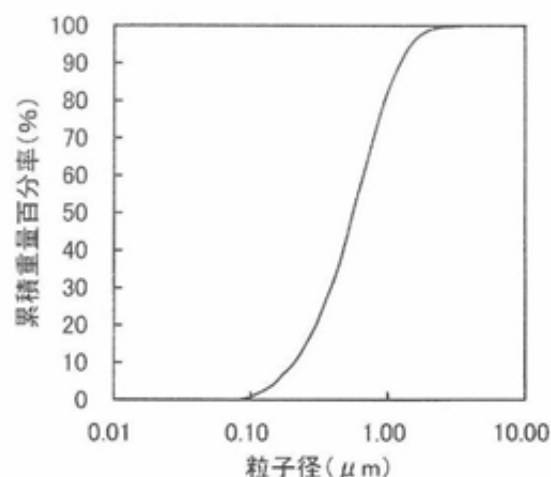


図1 粒度分布

2.2 試験体の作製

アルミナ及びイットリアを表1に示す調合比で合計50g量り取り、容量200mlのアルミナ製ポットミル中にアルミナ製ボールをかさ容量で約100ml入れた後、エタノール100mlを加えて、8時間混合した。混合したスラリーはロータリーエバポレータでエタノールを分離し、固形物を真空乾燥器中、100℃で3時間乾燥した。

表1 調合表 (mol%)

	Al_2O_3	Y_2O_3	Total
a	100	0	100
aY1	99	1	100
aY3	97	3	100
aY5	95	5	100

乾燥試料を乳鉢で解砕し、 $300\mu\text{m}$ の目開きの篩を全通するよう造粒した後、 $60\times 6\text{mm}$ の金型を使用して 80MPa の圧力で一軸加圧成形を行い、さらに均質な成形体を得るため圧力 200MPa で冷間等方圧成形を行った。

焼成は、大気雰囲気中、毎時 200°C の昇温速度で 1500°C 及び 1550°C 、 1600°C 、 1650°C の各温度で1時間保持の条件で行い、焼結体を得た。焼成後、平面研削盤を使用して焼結体表面を $\#400$ のダイヤモンドホイールで研削加工して、 $4\times 2\times 50\text{mm}$ の大きさの評価用試料を作成した。

2.3 評価試験

焼結体の開気孔率、かさ密度、曲げ強さ、破壊靱性、硬さを測定し、イットリアの添加が焼結体の物理的、機械的性質に及ぼす影響について検討し、またXRD、SEM観察により焼結体の鉱物組織、微構造との関連について考察を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 焼成性状、開気孔率及びかさ密度

イットリアの添加量が多いほど、焼成温度が高いほど焼結体はクリーム色を呈する。

図2にかさ密度の測定結果を示す。焼結体の開気孔率は全て0%であった。しかし、かさ密度が焼成温度の上昇に伴い、増加していることから、結晶相の変化が推測される。

なお、イットリアの添加により、かさ密度がアルミナの真密度である $3.98\text{g}/\text{cm}^3$ を超えるのは、イットリアの密度が $4.8\text{g}/\text{cm}^3$ と大きいためである。

3.2 曲げ強さ

図3にイットリア添加アルミナセラミックスの曲げ強さ測定結果を示す。イットリア無添加のアルミナセラミックスaは 1550°C 焼成時に最大の曲げ強さ $472\text{N}/\text{mm}^2$ を示した。一方、イットリアを $1\text{mol}\%$ 添加したアルミナセラミックスaY1は 1500°C 焼成時に最大の曲げ強さ $533\text{N}/\text{mm}^2$ を示し、イットリアの添加がアルミナセラミックスの高強度化に寄与することが確認できた。

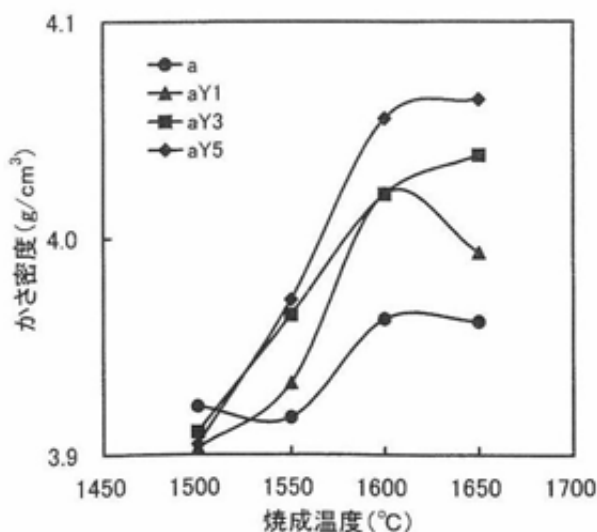


図2 かさ密度

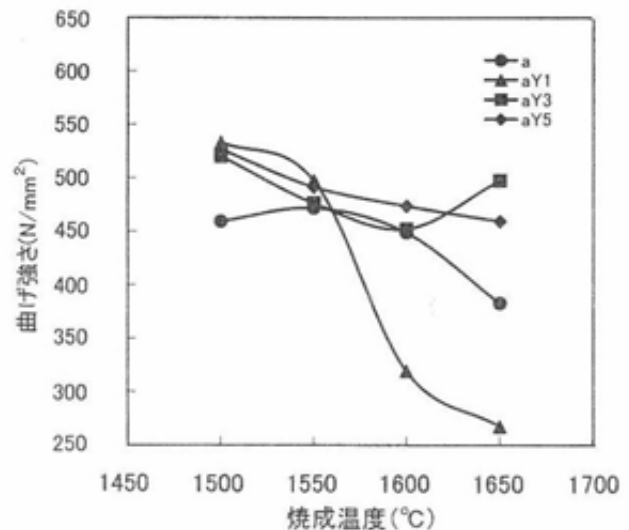


図3 曲げ強さ

3.3 硬さ

曲げ強さが大きい値を示した 1550°C 焼成時のアルミナセラミックスa、及び 1500°C 焼成のイットリア添加アルミナセラミックスaY1の試料についてビッカース硬さを測定した結果、aが 1720HV1 、aY1が 1760HV1 であり、イットリアの添加により僅かながら硬さが向上した。

3.4 破壊靱性

硬さ試験と同様に、曲げ強さが大きい値を示した 1550°C 焼成のアルミナセラミックスa、及び 1500°C 焼成のイットリア添加アルミナセラミックスaY1の試料についてIF法により破壊靱性を求めた結果、aが $3.9\text{Pa}/\text{m}^{1/2}$ 、aY1が $4.9\text{Pa}/\text{m}^{1/2}$ であり、イットリアの添加が破壊靱性の向上に寄与しているものと考えられる。

3.3 XRD及びSEM観察像

図4に 1550°C 焼成イットリア添加アルミナセラミックスaY1のXRDパターンを示す。 α -アルミナ相中にアルミナ、イットリア間の反応によりアルミニウム・イットリウム・ガーネット(YAG)が生成している。

また、図5及び図6にそれぞれ 1550°C 焼成のアルミナセラミックスa、 1500°C 焼成のaY1のSEM像を示す。

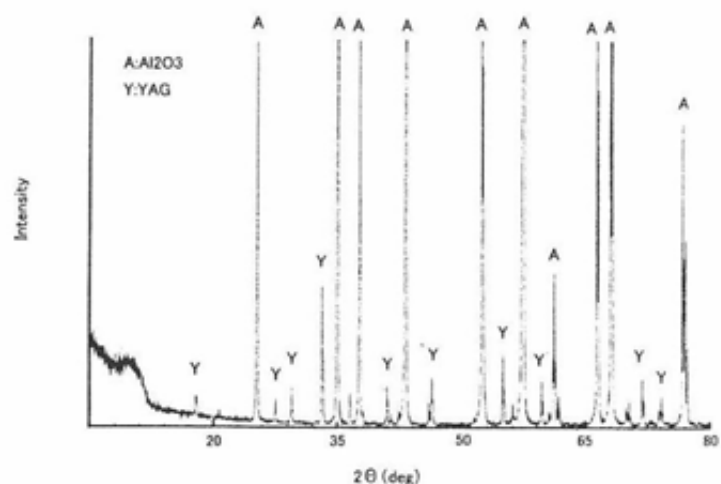


図4 イットリア添加アルミナセラミックスのXRDパターン

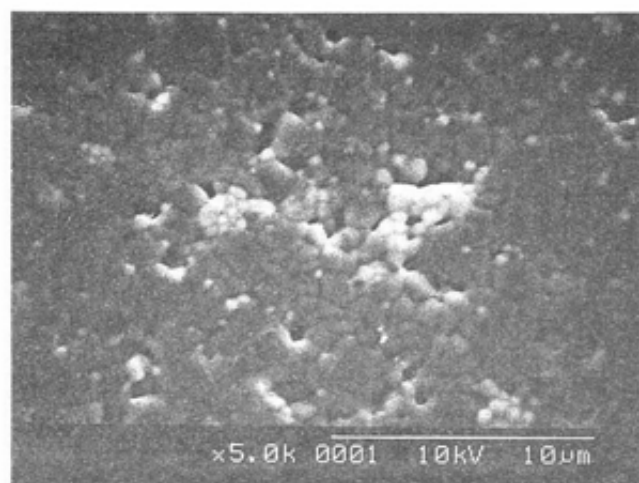


図5 SEM像 (a, 1550°C)

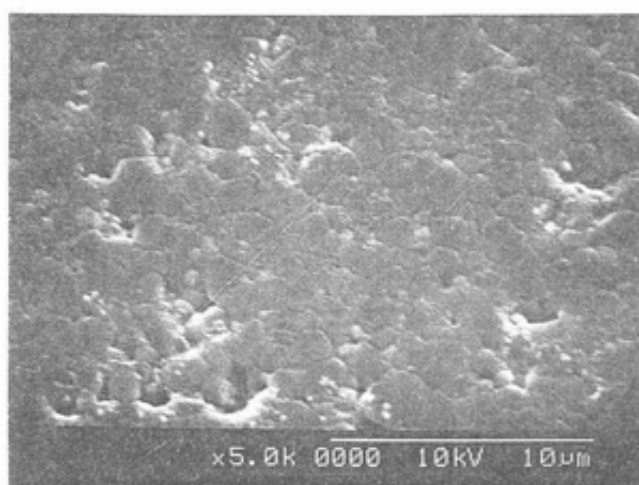


図6 SEM像 (aY1, 1500°C)

SEM像から、イットリアの添加により、僅かながらアルミナ結晶の粒成長抑制が認められることから、イットリア添加による機械的特性の向上はイットリアの粒成長抑制効果によるものと考えられる。一方、XRDの結果から母相である α -アルミナと弾性定数の異なるYAG粒子が粒内あるいは粒界に生成することから、破壊の際のクラックを析出相で曲折させる粒子分散効果も考えられる。

4. 結 論

高純度、微細粒、形態制御アルミナにイットリアを添加し、1500～1650°C、大気雰囲気中で焼成し、焼結特性、曲げ強度、破壊靱性に及ぼすイットリア添加の効果を調べた結果、以下の結論を得た。

- (1) 高純度、微細粒、形態制御アルミナにイットリアを1 mol%添加することによって、アルミナセラミックスの曲げ強さ、硬さ、破壊靱性を向上できることが判明した。
- (2) アルミナ、イットリア間の反応によりアルミニウム・イットリウム・ガーネット (YAG) が生成していることがXRDから判明した。また、SEM像からイットリア添加によるアルミナの粒成長抑制効果が認められ、機械的性質の向上に寄与しているものと考えられる。
- (3) イットリア添加アルミナセラミックスは曲げ強さ、破壊靱性値が優れているため、構造用アルミナセラミックスへの応用が期待できる。

文 献

- 1) 例えば、ニューセラミックス誌編集部、ニューセラミックス、2,33-37 (1997)。
- 2) 飯尾聡、材料、47,984-85 (1998)。
- 3) 和久芳春、マテリアルインテグレーション、12,9-14 (1999)。
- 4) 安岡正喜、Manuel E. Brito、平尾喜代司、神崎修三、セラ協誌、101,889-94 (1993)。