

氏 名	西 田 俊 彦 にし だ とし ひこ
学位の種類	工 学 博 士
学位記番号	論 工 博 第 1050 号
学位授与の日付	昭 和 53 年 3 月 23 日
学位授与の要件	学 位 規 則 第 5 条 第 2 項 該 当
学位論文題目	酸化物焼結体の高温変形に関する研究

論文調査委員 (主査) 教授 功刀雅長 教授 神野 博 教授 田代 仁

### 論 文 内 容 の 要 旨

この論文は酸化物焼結体の高温変形及び配向性酸化物焼結体の作成に関する基礎的研究であって、緒言、本文2編5章及び結言からなっている。

緒言では本研究の目的、意義及び概要を述べている。

第1編では、数種の酸化物焼結体についてその高温変形の機構について究明した結果を述べている。

第1章では、フェライト焼結体の塑性変形の機構について検討している。すなわち、構成結晶粒子の粒径が1~20 $\mu$ のNi<sub>0.5</sub>Zn<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>組成のフェライト焼結体について温度1,000°~1,350°C、応力10~500kg/cm<sup>2</sup>の範囲で曲げクリープ試験を行い、粒径が10 $\mu$ 以下で温度が1,200°以下の場合にはその変形は陽イオンの格子拡散機構によって進行するが、粒径が10 $\mu$ 以上で温度が1,200°C以上になると変形は酸素イオンの粒界拡散機構によることを明らかにしている。また変形をうけた焼結体の顕微鏡観察を行い、1,300°C以上の温度で個々の結晶粒子内に転位の移動が起ったことを示すすべり帯の存在が認められる。次にフェライト焼結体の圧縮クリープ試験及び変形後の焼結体の組織の観察を行い、それらの結果から、1,300°Cでは焼結体は塑性変形をした後破壊すること及び1,400°C以上になると焼結体表面の結晶粒子内に種々のすべり線が観察されることなどを明らかにしている。

第2章では、六方晶系に属する $\alpha$ アルミナ、 $\beta$ アルミナ、Baフェライト及び立方晶系に属するNi-Znフェライトなどを試料として、一軸方向からの高温加圧変形の試験及び変形後の焼結体の組織の顕微鏡観察などを行い、 $\alpha$ アルミナ焼結体では1,850°C以上で容易に塑性変形し、20分程度の保持で割れを含まない変形量30%のものがえられること、変形の過程で結晶粒子が加圧軸に垂直な方向へ伸長すること及び変形の進行とともに結晶粒子の配向度が増加することなどを見出している。 $\beta$ アルミナ焼結体では1,500°~1,600°Cで粒界破壊が観察され、一部には塑性変形が始まっていること、また1,800°C以上では粒界での割れを起すことなく塑性変形が起ることを認めている。Baフェライト焼結体は1,100°~1,300°Cで $\alpha$ アルミナ及び $\beta$ アルミナよりも容易に変形し、50%以上の変形量を示す焼結体の作成が可

能であることを認めている。窒化アルミニウム焼結体では酸化物焼結体に比較して変形しにくく、20～30%の変形量をうるには2,000°C以上の温度及び500kg/cm<sup>2</sup>以上の圧力で60分間保持することが必要なことを見出している。その破断面の観察では結晶粒子の伸長や転位の運動を示す証拠は認められない。立方晶系のNi-Znフェライト焼結体は六方晶系のフェライト焼結体に較べて変形しにくいだが、1,400°C以上では大きな割れを発生することなく50%の変形量を示すことを明らかにしている。

第2編では、配向性酸化物焼結体の作成について述べている。

第1章では、高温加圧変形の操作によって配向させることが難しい立方晶系フェライト焼結体について、原料粉末のトポタクテック (topotactic) に反応し易い性質を利用して配向性の良い焼結体を作成する方法について究明した結果を述べている。すなわち、六角板状の酸化鉄粉末を酸化ニッケル、酸化亜鉛粉末に混合して滲過成形後、ホットプレスして配向性の良い立方晶系フェライト焼結体を作成し、滲過成形時における原料酸化鉄の酸素最密面の方向がフェライトの生成反応の進行の際にも失われず、反応生成物のフェライトの酸素最密面の方向として残ることを明らかにしている。

第2章では、Naイオンの伝導性の良いβアルミナ焼結体の作成について述べている。まず、ホットプレスで作成した種々のβアルミナ焼結体について150°～400°Cの温度範囲でNaイオンの伝導率を測定し、Naイオンの伝導機構について250°Cより高温では粉子内伝導が律速であるが、250°C以下の低温域では粒界伝導が律速であると結論している。次にβアルミナ焼結体については、1,900°Cで大きな割れを発生することなく変形量60%の焼結体がえられ、変形量が増すにつれて粒子配向は進行すること、また変形した焼結体を再加熱処理すると配向度はさらに良くなることを確かめている。この高温加圧変形と熱処理とを組合せて作成した配向性βアルミナ焼結体では、結晶粒子のNaイオンの伝導し易い面が一方向に配列している。さらに、αアルミナの単結晶を原料として気相反応で作成したβアルミナ多結晶体は3μ程度の微細な結晶粒子より構成され、配向性の良いことを見出している。

第3章では、βアルミナ単結晶を原料として熱分解によって配向性の良いαアルミナ多結晶体を作成するための諸条件、分解生成物のαアルミナとよとのβアルミナとの結晶学的関係などを明らかにしている。

結言では、以上の結果をまとめて記述して結論を述べている。

## 論文審査の結果の要旨

この論文は酸化物の高温加圧処理過程で起る諸現象及び機構を明らかにし、構成結晶粒子の配向性の良い焼結体の作成について究明した結果をまとめたものであって、えられた主な成果は次の通りである。

(1)  $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  のフェライト焼結体について曲げクリープ試験を行い、その結果、構成結晶の粒径が10μ以下で温度が1,200°C以下では、その変形は陽イオンの格子拡散機構によって進行するが、1,200°C以上、粒径10μ以上では変形は酸素イオンの粒界拡散機構によることを明らかにし、また1,300°C以上の温度では結晶粒子内に転位の移動を示すすべり帯を認めている。次に圧縮クリープ試験などの結果から、1,300°Cでは焼結体とは塑性変形した後破壊すること及び1,400°C以上では焼結体表面の結晶粒子内に種々のすべり線がみられることを明らかにしている。

(2) 高温で一軸方向からの加圧変形試験を行い、 $\alpha$ アルミナ焼結体では1,850°C以上で塑性変形を起し、20分程度で割れを含まない変形量30%のものがえられること、変形の過程で結晶粒子が加圧軸に垂直な方向へ伸長し、粒子配向が増加することを認めている。 $\beta$ アルミナ焼結体では1,800°C以上の温度で粒界の割れを起すことなく塑性変形が起ることを明らかにしている。またBaフェライト焼結体は $\alpha$ アルミナよりも容易に変形するが、窒化アルミニウム焼結体はこれらの酸化物焼結体に較べて変形しにくいことなどを確めている。

(3) 立方晶系フェライト焼結体について、酸化鉄の原料として六角板状の粉末を用い、そのトポタクテックに反応し易い性質を利用し、汎過成形とホットプレスの操作を組合せることによって配向性の良い焼結体をえている。

(4) ホットプレスで作成した種々の $\beta$ アルミナ焼結体について150°~400°Cの範囲でNaイオンの伝導率を測定し、Naイオンの伝導機構について250°Cより高温では粒子内伝導が律速であるが、250°C以下の低温域では粒界伝導が律速であることを結論している。

(5)  $\beta$ アルミナ焼結体では1,900°Cで大きな割れを発生することなく変形量60%の焼結体がえられ変形量が増すにつれて粒子配向は進行すること、また変形した焼結体を再加熱処理すると配向度はさらに良くなることを確め、Naイオンの伝導性の良い配向性 $\beta$ アルミナ焼結体をえている。

(6)  $\beta$ アルミナ単結晶を原料として熱分解によって粒子配向性の良い $\alpha$ アルミナ多結晶体を作成する条件などを明らかにしている。

以上要するに本論文はNi-Znフェライト、 $\alpha$ アルミナ、 $\beta$ アルミナなどの焼結体の高温変形の機構及び配向性の良い酸化物焼結体の作成条件などを明らかにし、この分野の研究に多くの新しい知見を加えたものであって、学術上並びに實際上寄与するところが少なくない。

よって、本論文は工学博士の学位論文として価値あるものと認める。