

透光性多結晶アルミナの光学特性の焼結条件による影響

防衛大学校 本科 60 期 応用物理学科 岩本 大作

1. 研究目的

多結晶体であるセラミックスは、結晶粒間や粒内に残る気孔によって光が散乱されるため、一般に透光性はない。アルミナは六方晶系であるため、結晶粒間で屈折率が異なり、粒界での反射もおきる。近年、微細な粉体を材料に使い、結晶粒径の成長を抑制し、気孔数を減少させることによって、透光性アルミナが作られるようになった[1]。焼結における荷重条件、昇温速度、保持温度及び保持時間等の条件は、気孔の減少や結晶粒径の成長に関係し、透光性に影響を与える重要な因子である[2]。本研究の目的は透光性アルミナを放電プラズマ焼結法により作成することである。この方法で、薄型のセラミックシンチレータの作成が可能になれば、中性子検出器への使用が期待される。

2. 焼結

材料として粒径 $0.1 \mu\text{m}$ のアルミナを用いた。これを通電可能な内径 10 mm のグラファイト製の成形用型にパッキングし、真空状態で、放電プラズマ焼結炉で焼結した。焼結中、型の温度及び焼結体の厚みをモニターした。

圧力 80 MPa 、昇温速度 5 K/min 、保持温度 $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ 及び保持時間 20 分 で焼結した。これより $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ 程度で緻密化することが分かったので、保持温度を若干高い $1180 \text{ }^\circ\text{C}$ に設定した。次に、昇温速度 5 K/min 、保持温度 $1180 \text{ }^\circ\text{C}$ 、保持時間 20 分 で圧力を $40, 60, 80 \text{ MPa}$ と変えて焼結を行った。この結果より圧力が高いほど緻密化する温度が低くなることが分かった。低い温度で焼結するほど結晶粒径が小さくなることが知られているので、 80 MPa に設定した。圧力及び保持温度を決めて、透過率に最も重要な焼結条件である昇温速度を $5, 20, 50 \text{ K/min}$ と変えて焼結した。結晶粒界を走査電子顕微鏡で観察できるように、焼結体の片面を研磨機で鏡面になるまで研磨し、裏面は手で研磨した。研磨後、接着剤の除去のために、真空ガス置換炉を用い大気雰囲気中で $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ で熱処理した。

焼結体を図 1 に示す。「防」の字の上に焼結体を乗せた。左の 5 K/min の焼結体は「防」の字を確認でき、透光性を示すが、中央の 20 K/min のものはぼんやりと確認できるのみで、右の 50 K/min はほとんど何も確認できない。

3. 焼結体の特性

作成した焼結体の透過率を分光光度計で測定した。波長 $0.64 \mu\text{m}$ 及び $1.1 \mu\text{m}$ での透過率の昇温速度依存性を図 2 示す。走査電子顕微鏡の画像

を用いて、粒径を測定した。平均粒径の昇温速度依存性を図 3 に示す。平均粒径は $0.4\text{-}0.5 \mu\text{m}$ で、若干の昇温速度依存が見られた。

4. まとめ

焼結条件を最適化し、圧力 80 MPa 、昇温速度 5 K/min 、保持温度 $1180 \text{ }^\circ\text{C}$ の条件で、透光性のあるアルミナを焼結することができた。昇温速度を下げることにより、結晶粒径が小さくなる傾向があった。



図 1 作成したアルミナ焼結体 (厚さ 1.7 mm)
左から昇温速度 $5, 20, 50 \text{ K/min}$

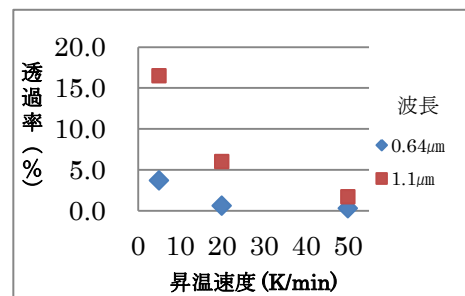


図 2 透過率の昇温速度依存

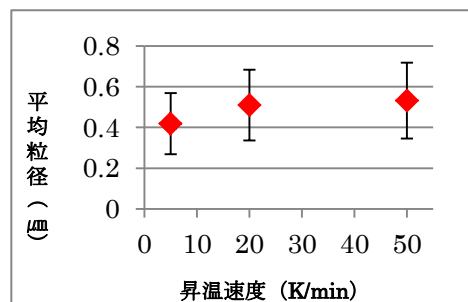


図 3 平均粒径の昇温速度依存

参考文献

[1] B.-N. Kim, K. Hiraga, K. Morita and H. Yoshida, "Spark Plasma Sintering of Transparent Alumina", Scripta Mater., 57, 607-610 (2007)

[2] 森田孝治, 「放電プラズマ焼結 (SPS) 装置を用いた透光性セラミックスの創製」、まてりあ、第 53 巻, 1, 3-10 (2014).

研究指導教官 教授 新川 孝男 講師 松村 徹