

Al_2TiO_5 の合成方法と焼結性の関係

(日大院・総合基* 日本大学文理学部** 大阪大院・理***)

○山縣 諭* 横田 大典* 名越 篤史*** 杉本 隆之** 藤森 裕基**

Synthetic method and sinterability of Al_2TiO_5

(Graduate School of integrated Basic Sciences, Nihon University*, College of humanities and sciences, Nihon University**, Graduate School of Sciences, Oosaka University***)

○Satoshi Yamagata*, Daisuke Yokota*, Atsushi Nagoe***, Takayuki Sugimoto**, Hiroki Fujimori*

【序】

チタン酸アルミニウム(Al_2TiO_5)は高い熱衝撃耐性や低熱膨張、高融点などの特性を持つ物質である。その高温特性を活かして、主に燃焼機関内部の熱保護材、炉の部品などに用いられる。しかし、 a 軸の負の熱膨張の影響により粒子表面にマイクロクラッキングと呼ばれる瑕が存在しており機械強度が低くなるため、単独での実用が困難である^[1]。また、 Al_2TiO_5 とガラスとの複合材料にすることで強度が改善されたという報告がある。酸化アルミニウム(Al_2O_3)と酸化チタン(TiO_2)とガラスを混合し焼結した複合材料の機械強度より、合成した Al_2TiO_5 とガラスを混合した複合材料の方の機械強度が低いという結果も得られている。この原因は複合材料の焼結回数の違いによるものであると考えられている。さらに、この物性変化の原因は焼結前の試料の粒度の違いによるものではないかと予想できる。そこで本研究ではガラスを添加していない Al_2TiO_5 の焼結回数による焼結性の変化を調査するとともに、二回焼結試料の粒度を変化させることによる密度を改善することを目的とした。

【実験】

焼結回数による物性変化を調べるため、 Al_2TiO_5 は Al_2O_3 と TiO_2 をエタノール中で湿式混合し、得られた粉末を加圧成形し直径 20 mm、厚さ 1.5 mm 程度のペレット状にし、1500℃ で 5 時間焼結し合成した(試料: AT1)。また、合成した Al_2TiO_5 をエタノール中で粉砕し、加圧成形後、1500℃ で 5 時間焼結し二回焼結の試料とした。(試料: AT2)。試料の同定を X 線回折測定 (MiniFlex II, Rigaku Co., Ltd.) で行い、得られた情報から見かけ密度を算出した。窒素吸着法による比表面積の測定 (BELSORP-mini, BEL Co., Ltd.)、および、ビッカース硬さ試験による機械強度の測定 (AVK-A Hardness Tester, AKASHI, Co., Ltd) を行ない、物性評価を行なった。

また、粒度による変化を調べるため、合成した Al_2TiO_5 (AT1) をエタノール中で粉砕した。この粉砕時間を 10 分の試料(試料: AT2-10m)と 60 分の試料(試料: AT2-60m)を調製し、粒度分布を測定 (SALAD3000S, SIMADZU Co., Ltd.) した。この試料粉末を加圧形成し直径 20 mm、厚さ 2.0 mm 程度のペレット状にし 1500℃ で 5 時間焼結した。この試料の同定を X 線回折測定 (MiniFlex II, Rigaku Co., Ltd.) で行い、得られた情報から見かけ密度を算出した。

【結果・考察】

合成した試料の焼結密度は AT1 が 59.6% で AT2 は 51.7% であり、合成回数を二回にすることで密度は減少した。Fig. 1 は AT1、AT2 の窒素吸着測定 of 吸着等温線を、Fig. 2 は AT1、AT2 の BET プロットを示す。吸着等温線の結果から本物質は 50 nm 以上の細孔を持つことがわかる。また、

Fig. 2 の BET 法による解析から AT1 は $10.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 、AT2 は $13.6 \text{ m}^2/\text{g}$ の比表面積であることが分かった。この比表面積の変化は二回焼結による焼結性の低下と符合している。Fig. 3 は機械強度とガラスの添加量の関係を示す。AT1 が 0.121 GPa であったのに対して AT2 は強度が足りずビッカース硬さ試験では強度が測定できなかった。これは AT2 の強度が GPa オーダー以下であることを示している。つまり、焼結回数を増やすと Al_2TiO_5 の焼結性は低下することが見出された。

Fig. 4 は AT2-10m と AT2-60m の焼結前の粒度分布を示す。Fig. 4 から AT2-10m より AT2-60m の方が粒度が細かいことがわかる。また、焼結密度は AT2-10m が 53.5% で AT2-60m が 61.1% であり、粒度を細かくすることで二回焼結の試料でも強度を改善できることが見出せた。また、焼結回数による焼結性の変化の原因の一つが粒度の差であると考えられる。これらの結果より、焼結回数による焼結性の変化の原因説明、機械強度の改善には更なる検討が必要である。

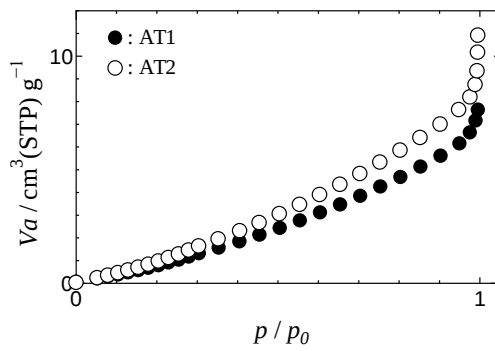


Fig. 1. Adsorption isotherm of AT1(●) and AT2(○).

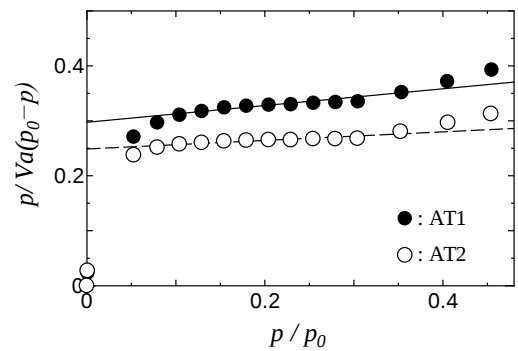


Fig. 2. BET plot of AT1(●) and AT2(○).

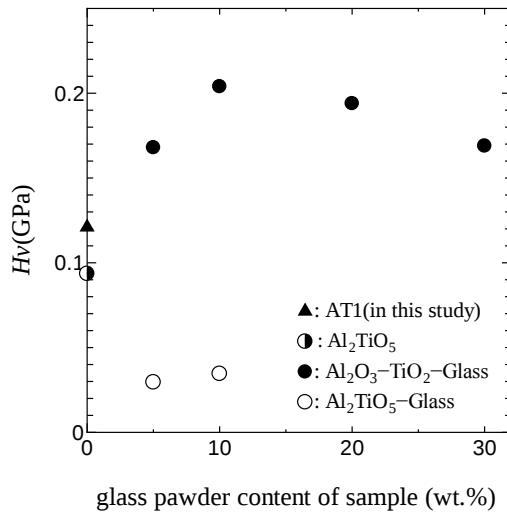


Fig. 3. Relationship between a Vickers hardness and a glass powder content of samples.

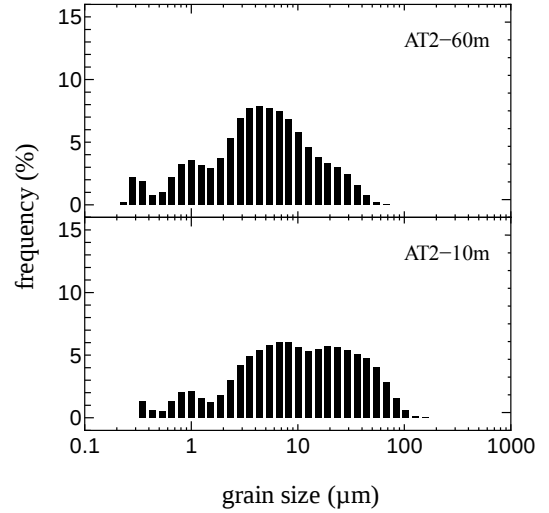


Fig. 4. Grain size distribution of AT2-10m and AT2-60m.