が、 $1.5\mu\text{ AlN}$ に 15% のパラフィンを添加した場合、焼結前密度 62.7%，焼結前強度 0.2 kg/mm^2 のものが、10 分間焼結で密度 71.2%，抗折強度 7 kg/mm^2 に、240 分焼結ではさらに密度 78.7%，抗折強度 13 kg/mm^2 に達する。

(3) AlN の焼結では原料粒径の影響が著しい。 2μ 以下でしかもより微粒子ほど、高い焼結性が認められる。 2μ 以上の粗粒 AlN ではあまり焼結は進まず、強度的にも低い値にとどまっている。

(4) AlN の焼結は粒成長を伴いながら進行する。この粒成長速度は原料粒径が小さいほど、また高温焼結ほど大きい。

(5) 高温、長時間焼結ほど緻密な焼結体をうるが、同時に粒成長も著しくなり、結晶粒も粗大化するので機

械強度を低減する効果も大きくなり、焼結時間の長いほど機械強度の低下する場合もある。なお微粒 AlN の方がこの影響をうけ易い。

文 献

- 1) Von Th. Renner, *Z. anorg. u. allgem. Chem.* **298**, 22 (1959).
- 2) G. Long and L.M. Foster, *Am. Ceram. Soc. Bull.* **40** [7] 423 (1961).
- 3) K.M. Taylor and C. Leine, *J. Electrochem. Soc.*, **107**, 308 (1960).
- 4) 松尾重友, 米屋勝利, 松木義明, 窯協 **73** [2] 82 (1965).
- 5) F.P. Knudsen, *J. Am. Ceram. Soc.* **42** [8] 376 (1959).
- 6) S.R. Billington, J. Chown and A.E.S. White, *Special Ceramics*, p. 19 (1964).

(11/20/1968 受付)

研究速報・Short Communication

Short Communication・研究速報

Lely 炉内に生成した 2H 形 SiC Whisker

猪股吉三・井上善三郎・三友 護・末野重穂*

(科学技術庁 無機材質研究所)

Wurtzite (2H-) Type SiC Whiskers Obtained in a Lely Furnace

By

Yoshizō INOMATA, Zenzaburō INOUE, Mamoru MITOMO and Sigeo SUENO

(National Institute for Researches in Inorganic materials, Tokyo)

黒鉛炉を用いて Si_3N_4 を合成する過程で、炉内の低温部に 2H 形 SiC が生成したという Sokhor および Glukhov の報告¹⁾ にヒントを得て、SiC 単結晶の合成を行なっている Lely 炉²⁾ 内の析出物を調べ、低温部に 2H 形 whisker が生成している事実を認めたので報告する。

Fig. 1 は、実験に用いた黒鉛抵抗炉で、炉心部は通常 2500°C 附近に保持され、高純度アルゴン雰囲気中で使用されている³⁾。2H 形 SiC whisker が見出されたのは、黒鉛製の上部断熱ブロックと、これに対向する黒鉛質炉心管の表面である。

Fig. 2 は、この断熱ブロックの側面の様子を示したもので、この図には、高温側に $\beta\text{-SiC}$ が、低温側に 2H 形 whisker が生成しているのが良く示されている。 β と 2H との境界の温度は、非常に粗い推定で 1300°C

附近と予想される。断熱ブロックに付着した SiC 結晶は、炉心部の坩堝内から飛散し、炉内を熱対流する雰囲気アルゴンによって運ばれた SiC の昇華蒸気から析出したものとみなすことが出来、高温側に析出する $\beta\text{-SiC}$ は、いずれも樹枝状の様相を呈していたことから、これらの 2H 形 whisker も高過飽和の蒸気相との接触下で成長したものであろうと考えている。

whisker は、顕微鏡下で透明で、若干青味を帯びており、光学性は正、 c 軸伸長で径は一般に 1μ 以下、長さ数 $10\sim 100\mu$ 程度のものであった。Fig. 3 にその電子顕微鏡写真を示す。

これら 2H 形 whisker の粒末法による X 線回折図形は、Adamsky および Merz³⁾ の結果と良い一致を示していたが、001 および h00 以外の反射には、いずれも著しい Broadening が認められた。従ってここに得られた 2H 形 whisker は、相当な量の c 軸方向の積層欠

* 東京大学理学部鉱物学教室 無機材質研究所客員研究官

陥⁴⁾を有するものであるとすることが出来、Fig. 4 の 10 l および 20 l 反射に見られる散漫散乱から、その様子を定性的に知ることが出来る。

(1) graphite cylinder	(4) heater
(2) insulation block	(5) crucible
(3) graphite rod	(6) sight pass for pyrometer
(7) sight pass of radiation pyrometer for furnace control	

Fig. 1. Graphite furnace.

Fig. 2. Feature of the upper insulation block. In the upper parts 2H-type SiC crystallized out.

Fig. 3. Electron micrograph of 2H-type whiskers.

Fig. 4. Electron diffraction pattern of the whisker shown in Fig. 3.

2H および β に関し、気相熱分解法^{3), 5)}を用いた詳細な検討が最近瀬高によって行なわれ、低温側で 2H が、高温側で β が生成する事実が確認されている⁶⁾が、2H は従来、気相分解法あるいは第三成分の存在する類似の方法^{1), 7)}によってのみ得られることから、ともするとこの構造の熱的な安定性に疑念が抱かれがちであったが、ここに述べた事実は、低温で 2H が β に比して熱的により安定となるとする考え方⁷⁾を強く支持するものである。

References

- 1) M.I. Sokhor and V.P. Glukhov, *Soviet Physics-Crystallography* **10** [3] 341-43 (1965).
- 2) 猪股吉三, 三友 護, 井上善三郎, 田中広吉, 窯協 **76** [10] 355-62 (1968).
- 3) R.F. Adamsky and K.M. Merz, *Z. Krist.* **111**, 350-61 (1959).
- 4) 末野重徳, 鉱物学雑誌 **8** [1] 38-39 (1967).
- 5) 瀬高信雄, 河嶋千尋, 窯協 **76** [5] 154-59 (1968).
- 6) 瀬高信雄, 私信
- 7) W.F. Knippenberg, *Philips Res. Rept.* **18**, 161-274 (1963).

(1/6/1969 受付)