ノート・Note

SiC 常圧焼結体における板状粒子の多形

長谷貞三・江頭哲郎・井関孝善・鈴木弘茂

(東京工業大学 原子炉工学研究所)

(1979 年 6 月 11 日受付)

Polytypes of Plate-like Grains in Pressureless-sintered SiC

Teizo HASE, Tetsuro EGASHIRA, Takayoshi ISEKI and Hiroshige SUZUKI
(Research Laboratory for Nuclear Reactors, Tokyo Institute of Technology, Meguro-ku 152)

[Received June 11, 1979]

Key-words : Silicon carbide, Sintering, Anisotropic grain growth, Polytype, Electron diffraction

1. 緒 言

サブミクロン粒度の β -SiC を出発粉末としてホットプレスや常圧焼結で作製した SiC 焼結体中には、異方的に著しく成長した板状形の粒子がしばしば観察されている¹⁻⁶⁾。従来、板状粒子の多形は α -SiC^{3), 4)} のうちの 6H 多形^{1), 2)} であるとされ、その成長方向は $\langle hk \cdot 0 \rangle$ と同定されていた¹⁾。一方、Heuer ら⁵⁾ は、成長初期の板状粒子は 6H と 3C (β -SiC) 多形から成る複合粒子であることを見だし、成長がすすむと 6H 多形のみとなることを報告した。

著者ら⁷⁾ は、SiO とカーボンブラックの反応から調製した β -SiC 微粉末の焼結体では α -SiC の生成量が比較的少ないことを報告した。この焼結体中に出現した板状粒子のうちに、 β -SiC のみから成り、6H 多形のような α -SiC を全く含まない粒子が見いだされたので、ここに報告する。

2. 実 験

SiO とカーボンブラックを 1440°C 及び 1570°C で反応⁸⁾させて得た 2 種類の β -SiC 微粉末 (以後それぞれ SO-B 及び SO-C 粉末と称する) を出発原料として、次のように A と B 2 種類の焼結体を作製した。すなわち、焼結助剤としてホウ素と炭素を 1 wt% ずつ加えた SO-B 圧粉体を、純ヘリウム中で毎分 5.5°C で昇温し、1900°C に 8 時間保持した。その後炉内放冷して A 試料を作製した。同様に、ホウ素と炭素を含む SO-C 圧粉体を 2200°C まで加熱後、直ちに炉内放冷して B 試料を作製した。

焼結体試料をダイヤモンドカッターで切断し、次いで

切片をダイヤモンド砥石で削り、最終的に表面の粗い傷を除いて厚さ 100 μm 以下の薄片とした。この薄片を銅製単孔メッシュで補強した後、イオンビームによる薄化装置 (エドワーズ社製, IBT-200 型) で透過電子顕微鏡 (TEM) 観察可能な厚さの試料とした。TEM は日立製作所製 H-700 型を用い、加速電圧 200 kV で観察した。

3. 実験結果及び考察

A 試料の大部分は等軸形状の細粒から成っていたが、

Fig. 1. Bright-field transmission electron micrograph of sample sintered at 1900°C for 8 h in pure helium, with 1 wt% of boron and of carbon as densification aids. The [001] electron diffraction pattern of β -SiC obtained from marked circle (bar = 1 μm).

異方的に著しく成長した粒子 (3 次元的には板状粒子⁶⁾) も観察された。細粒はすべて β -SiC であった。板状粒子の観察結果の一部は Heuer らの結果⁶⁾と一致したが、このような板状粒子とは別に 3C 多形のみから成る板状粒子も観察された。この結果を図 1 に示す。この図で、板状粒子の中央部より得られた制限視野回折図形は 3C 多形の [001] 入射図形のみを示している。回折図形から、この粒子の 2 次元的に見た成長方向は [110] であることが分る。

B 試料は等軸形状の細粒を全く含まない、板状粒子の

Fig. 2. Bright-field transmission electron micrograph of sample heated up to 2200°C in pure helium, with 1 wt% of boron and of carbon as densification aids. Selected area diffraction shows 6H and 3C diffraction patterns from the left circle, and shows pattern of 3C only from the right circle (bar=1 μ m).

みから成る焼結体である。したがって、これらの粒子は互いに衝突し合い、間けきは気孔となっている⁶⁾。このように十分成長後の板状粒子においても、図 2 に示すように、3C 多形のみから成る粒子が観察された。図中、右側の粒子の中央部からの回折図形は 3C 多形の [110] 入射図形のみを示している。左側の粒子の周辺部から得た回折図形を図 2 の左下に併記した。この図形は Heuer らの結果と一致しており、更に B 試料からは 6H 多形のみから成る板状粒子も観察された。

結局十分に発達した板状粒子においても、6H と 3C から成る複合粒子、6H 多形のみ、あるいは 3C 多形のみ 3 種類の粒子が共存しており、粒子の形態観察だけではこれらの多形構成は判別できないことになる。

謝 辞 本研究の遂行に当たり、電子顕微鏡使用に関し、本学大学院総合理工学研究科 森 勉教授と同研究室博士課程学生江藤武比古氏に御指導いただいた。また、本研究の一部は昭和 53 年度科学研究費補助金一般 (A) 課題番号 343030 の助成を得た。誌上を借りて感謝の意を表します。

文 献

- 1) S. Prochazka, "Silicon Carbide-1973". University of South Carolina Press (1974) p. 394-402.
- 2) J.M. Bind and J.V. Biggers, *J. Am. Ceram. Soc.*, **58**, 304-06 (1975).
- 3) C. Greskovich and J. H. Rosolowski, *J. Am. Ceram. Soc.*, **59**, 336-43 (1976).
- 4) W. Böcker and H. Hausner, *Powder Met. Inter.*, **10**, 87-89 (1978).
- 5) A.H. Heuer, G.A. Fryburg, L.U. Ogbuji, T.E. Michell and S. Shinozaki, *J. Am. Ceram. Soc.*, **61**, 406-12 (1978).
- 6) 長谷貞三, 鈴木弘茂, 窯協, **87**, 522-28 (1979).
- 7) 長谷貞三, 鈴木弘茂, 窯協, **86**, 606-11 (1978).
- 8) 長谷貞三, 鈴木弘茂, 窯協, **86**, 541-46 (1978).