速 報

PbO と PZT の焼結に関する研究 (第4報)

— B_2O_3 添加の影響 —

山 口 修*・春 海 藤 夫*

Osamu Yamaguchi and Fujio Harumi: Studies on the Sintering between PbO and PZT (Part 4) —Effect of B_2O_3 Addition on Product of PZT—

In this paper a small amount of B_2O_3 was added to PbO-PZT ceramics which were prepared in the molar ratio of $PbO:TiO_2:ZrO_2=1.1:0.48:0.52$.

By the addition of B_2O_3 the temperature for product of PZT was produced by firing at about $500^\circ C$ and also the sintering was remarkably promoted under such conditions.

(Received November 2, 1970)

I 緒 言

著者の一人は PbO と PZT の焼結について一連の研究を行なっているが、先に報告¹⁾したように焼結は $900^\circ C$ 以下で完了する、しかし PZT の生成は従来の化学量論的な PZT とほぼ同一温度で生成反応が開始した²⁾。

そこで PZT の生成と焼結の促進をもたらす添加物について検討した結果 B_2O_3 を添加することにより $500^\circ C$ 付近から PZT の生成反応が開始することおよび焼結も顕著に促進することが実験的に確認されたので報告する。

II 実験方法と結果

生成物 (PZT) の確認は自記 X 線分析装置 (島津製作所製) を用いて同定した。測定条件は対陰極 Cu, 加速電圧 35KV, 管球電流 15mA, フィルター Ni, 発散および制限スリット 1° , 時定数 1sec, 記録紙移動速度 1cm/min である。また焼結の尺度として常温より $900^\circ C$ まで熱膨張収縮測定装置 (雅慶電機製作所製) を用いて各温度での線収縮率を検討した。昇温速度は $50^\circ C/hr$ である。

Fig. 1 は熱膨張収縮曲線である。①は化学量論的な PZT の組成比すなわち $1.0PbO \cdot 0.48TiO_2 \cdot 0.52ZrO_2$ (モル比) であり、②は先に報告した $1.2PbO \cdot 0.48TiO_2 \cdot 0.52ZrO_2$ (モル比) の測定曲線である。また③と④は②の組成比に対してそれぞれ 1wt%, 1.5wt% B_2O_3 を添加した曲線である。 B_2O_3 を添加した曲線は $650^\circ C$ 付近から

Fig. 1 Thermal expansion-shrinkage curves of stoichiometric composition ①, non-stoichiometric composition with a excess of PbO ② and non-stoichiometric composition added with 1, 1.5wt% of B_2O_3 . ③④

(A) Fired at $850^\circ C$ for 1.5 hour
(B) Fired at $900^\circ C$ for 1.5 hour

Photo. 1 Electron micrographs of PbO-PZT ceramics sintered with addition of B_2O_3 . ($\times 1000$)

* 同志社大学工学部 京都市上京区烏丸今出川

Fig. 2 X-ray diffraction patterns fired at various temperatures.

収縮領域に入り 800°C で飽和に達し温度の上昇とともに曲線がゆるやかになる。そして収縮率は 800°C で約 11%であった。Photo. 1 は 850°C, 900°C で焼成した

焼結体 (1.5wt% の B_2O_3 添加) の電子顕微鏡写真であるが PbO (液相)-PZT (固相) 焼結状態を明瞭に示している。

また B_2O_3 の添加量によって若干異なるが約 470°C および 575°C 付近に二つの膨張の山がみられる。そこで曲線 ① を基準にして各 neck になる温度で昇温を止め生成物の確認を行なった。(Fig. 2) ただし a 点 300°C, b 点 410°C, c 点 450°C, d 点 510°C, e 点 560°C, f 点 650°C である。X線回折から 510°C ですでに PZT の最強回折線 (101) のピークが表われており、また 560°C では (101) と (110) のピークが分離して存在する状態が観察できる。650°C 焼成においては PZT の回折線のみであった。(0.1 モル PbO を過剰に加えているが PbO の回折ピークは認められなかった)

以上の結果から B_2O_3 を添加することにより PZT は最初の膨張が終了した温度すなわち約 475~510°C で生成することが確認されると同時に PbO (液相)-PZT (固相) 焼結より低温で焼結させることができた。

文 献

- 1) 山口修：粉体および粉末冶金, 17 (1970) 116
- 2) 山口修：粉体および粉末冶金, 印刷中

寄 贈 図 書

本会へ下記の新刊図書が寄贈されました。ご覧になりたい方は事務局へおいで下さい。

1. 理化学研究所報告 Vol. 47 No. 1, 2
2. Scientific Papers Vol. 65 No. 1
3. 研究実用化報告 Vol. 20 No. 3, 4, 5, 6, 7 (電気通信研究所)
4. 通研月報 Vol. 24 No. 3, 4, 5, 6, 7 (電気通信研究所)
5. 生産研究 Vol. 23 No. 4, 5, 6, 7 (東大生研)
6. 名古屋工業技術試験所報告 Vol. 19 No. 8, 9, 10, 11, 12,
Vol. 20 No. 1 (名古屋工業技術試験所)
7. 東大宇宙航空研究所報告 Vol. 7 No. 1, 1(B), 1(C), 2(A) (東大宇宙航空研究所)
8. 金属材料技術研究所研究報告 Vol. 14 No. 1, 2 (金属材料技術研究所)
9. 粉末冶金の新技术<全邦訳版>1968年 (日・ソ通信社)