研究

Si₃N₄-Y₂O₃-Al₂O₃ 常圧焼結体の組織と諸性質に 及ぼす焼結時間の影響*

林 宏 爾**, 楊 宝 全***
中 野 敦 之**, 小坂井 守**

Koji Hayashi, Bao-quan Yang, Atsuyuki Nakano and Mamoru Kosakai: Effect of Sintering Time on Microstructure and Properties of Si₃N₄-Y₂O₃-Al₂O₃ Pressureless-Sintered Compact.

The Si₃N₄-(4~12)mol% Y₂O₃-6 mol% Al₂O₃ compacts were sintered under 0.1 MPa of nitrogen at 2023 K for 0.9~36 ks. The microstructure and some properties of the sintered compact were investigated.

The results obtained were as follows; (1) The weight loss of the compact due to the sintering, the relative density and the thickness of the microstructural heterogeneous layer near the surface of the compact increased with increasing sintering time (t_s). (2) The crystalline grain boundary phases were found to be Y₁₀(SiO₄)₆N₂ or Y₄Si₂O₇N₂ at short t_s and YSiO₂N or Y₂Si₃O₃N₄ at long t_s . The crystalline grain boundary phases except for YSiO₂N were observed as large white domains in the optical micrographs. (3) The room temperature transverse-rupture strength and hardness increased in general with increasing t_s . The maximum strength was generally obtained in 8~10 mol% Y₂O₃ compact at any t_s . The strength, even for the compact with Y₂O₃ content as small as 4 mol%, attained to 0.85 GPa at long t_s . These results were discussed in relation to the relative density, the microstructural defects which acted as fracture source, the grain boundary phase and the grain size of Si₃N₄ particles.

(Received April 3, 1986)

1 緒 言

焼結助剤として Y₂O₃ と Al₂O₃ を添加^{1~4)}した Si₃N₄ 常圧焼結体の室温強度は、著者らの結果⁵⁾によると、焼結時間が 3.6 ks (焼結温度は約 2020 K) で Al₂O₃ 量が 6 mol% の場合、Y₂O₃ 量が 8~10 mol% において最大となった。これは、そのような条件下で焼結体の相対密度が最大となることと、破壊の起源となる粗大ポアが生じにくくなることに主として起因すると考えられ、この外、粒界相として YSiO₂N が生じ Y₂Si₃O₃N₄ などが生じないことも関係しているのではないかと思われた。しかしこれらの相対密度、粗大ポアの寸法や粒界相の種類、さらには Si₃N₄ 粒度などは焼結時間によって変化し、従って強度が最大となる組成や強度水準は焼結時間に依存すると考えられる。しかし、関連研究は見当らないようであるので、本研究ではこの点について、Al₂O₃ 量を 6 mol% と一定にし、Y₂O₃ 量を 4~12 mol% と種々変化した Si₃N₄-Y₂O₃-Al₂O₃ 常圧焼結体について基礎的に検討した。

II 試料調製および実験方法

原料粉として市販の α -Si₃N₄ (α -率 91%, 酸素量

1.8 mass%, 粒度 1.2 μ m), Y₂O₃ (0.5 μ m) および Al₂O₃ (0.5 μ m) を用いた。これらを Si₃N₄-(4~12)mol% Y₂O₃-6mol% Al₂O₃ {Si₃N₄-(6.4~18.3)mass% Y₂O₃-(4.3~4.1)mass% Al₂O₃ または Si₃N₄-(4.3~13.0)vol% Y₂O₃-3.6 vol% Al₂O₃} の組成に配合し、ボールミル (分散剤はエチルアルコール。ポットとボールはいずれも Al₂O₃ 製。上記の配合組成は、ミル中の Al₂O₃ 混入量を含めている), 乾燥の後、金型成形法によって成形体 (寸法約 7×13×30 mm³) を作った。これを黒鉛ルツボに入れて Si₃N₄+BN 粉末で覆った後、0.1 MPa の N₂ 雰囲気中、2023 K の温度で焼結を行った。ここで、昇温、降温速度はそれぞれ約 0.17, 0.35 K s⁻¹ 一定とし、焼結時間は 0.9~36 ks (15分から10時間) の範囲で種々変化した。

得られた焼結体について、焼結による重量減少率の測定、光学顕微鏡と SEM による断面組織の観察を行った。次に焼結体表面部の組織的不均質層^{6~7)}を研削除去した後、相対密度の測定、X線回折による出現相の同定、

* 昭和60年11月本協会秋季大会にて発表、昭和61年4月3日受理。

** 東京大学生産技術研究所, 〒106 港区六本木7-22-1.

*** 中国東北工学院, 中国瀋陽。

室温抗折力(試片寸法 $4 \times 8 \times 25 \text{ mm}^3$, スパン長 20 mm の3点曲げ, 試片数6本)とビッカース硬さの測定などを行った。抗折破壊後の各試片について, 破壊の起源となった欠陥を SEM により調べた。

Ⅲ 実験結果

Fig. 1 には, 各焼結体の重量減少率に及ぼす焼結時間(t_s)の影響を示す。重量減少率はいずれの Y₂O₃ 量でも t_s が大となる程増大するが, 同一 t_s の下では高 Y₂O₃ となる程一般に重量減少率が小となった。

Fig. 2 は, 焼結体の相対密度に及ぼす t_s の影響を示す。4~6 mol% と低 Y₂O₃ の試料については相対密度は短時間側では85~90%と小さいが, 長時間となる程増大し, 36 ks になると, 例えば 6 mol% Y₂O₃ 試料は高 Y₂O₃ 試料と同様の相対密度(約97%)となる。このことは, 液相量の少ない低 Y₂O₃ の場合も, 溶解・析出の機構に基づく緻密化⁸⁾が, 時間と共にかなり進行することを示

Fig. 1 Effect of sintering time on weight loss of Si₃N₄-(4~12)mol% Y₂O₃-6 mol% Al₂O₃ compacts, due to sintering. Sintering was conducted at 2023 K under 0.1 MPa of nitrogen.

Fig. 2 Effect of sintering time on relative density of the compact.

す。Y₂O₃ 量が 8 mol% 以上の試料の相対密度は, t_s が 0.9 ks でもすでに約95%の値を示し, 3.6 ks 以上では 96~98%の範囲にあって, かなり高い値となっている。なお, 上記の重量減少率は, 相対密度が小さくなるほど大となる傾向にある。これは, 重量減少を惹き起こす焼結時の脱N, 脱Si⁹⁾が, 空隙率の大きい低密度焼結体ほど一般に起こり易いとするれば理解できる。但し, 8~12 mol% Y₂O₃ 試料では 7.2 ks 以上で相対密度は約98%でありほとんど変化しないが, 重量減少率は増加している。このことは, 脱N, 脱Siはほぼ緻密化が完了した後も焼結体表面から起こることを示す。

焼結体断面の組織観察によると, 焼結体表面部の組織的不均質層^{5~7)}は, 組成によらず一般に t_s の増加と共に厚くなり, 例えば, 10 mol% Y₂O₃ 試料では 0.9, 3.6, 36 ks でそれぞれ, 約 0.13, 0.17, 0.30 mm となった。そして組織的不均質層の厚さは, 即述の重量減少率が小さい高 Y₂O₃ 試料ほど一般に小となった。これは, 組織的不

Photo. 1 Effect of sintering time on optical micrographs of the compact.

Photo. 2 Effect of sintering time on SEM micrographs of the compact.

均質層の生成と重量減少のいずれも焼結時における焼結体表面部からの脱 N, 脱 Si に基づいて起こる^{5~7)}ことから, 当然のことといえる。

Photo. 1 には, 例として 4, 8, 12 mol% Y_2O_3 試料について焼結体内部の光顕組織 ($\times 100$) に及ぼす t_s の影響の例を示す。いずれの Y_2O_3 量でも, 0.9 ks と短時間の焼結の場合はマイクロポア (黒い点) が残留しているが, 3.6~7.2 ks 以上ではほぼ消失した。そして 6~10 mol% Y_2O_3 では 0.9~3.6 ks において, また 12 mol% Y_2O_3 では 3.6~18 ks において粗大な白色ドメイン (粒界相の組成または結晶方位が同一の領域^{5~7)}) が生じた。

Photo. 2 には研磨面の SEM 組織 ($\times 2700$) を示すが, いずれの Y_2O_3 量でも長時間焼結ほど, また同一 t_s の下では低 Y_2O_3 ほど Si_3N_4 粒は粗大化することが分かる。ここで Si_3N_4 粒は微細なものと粗いものとの混粒組織となっているが, 例えば粗い Si_3N_4 の粒径は 3.6 ks 焼結体比べて 36 ks 焼結体では 1.2~1.5 倍となった。他方, 12 mol% Y_2O_3 で生じる白色相 ($Y_2Si_3O_3N_4$)⁵⁾ は, Si_3N_4 粒を一部置換するように生じる⁵⁾ が, この相は t_s が大または Si_3N_4 の粗粒化に伴って粗大化することが分かる。X 線回折の結果によると, Si_3N_4 相の晶形 (原料粉は α 型) は 0.9 ks と短時間焼結の場合もほとんど β 型となっており, 3.6 ks 以上ではすべて β 型となっていた。従って上記の Si_3N_4 相の粒成長の駆動力は $\alpha \rightarrow \beta$ 変態の

エネルギーではなく, 界面エネルギーであるといえる。すなわち, Si_3N_4 はかなりオストワルド成長⁵⁾ することが分かる。なお低 Y_2O_3 ほど粒成長しやすかったのは, 液相の組成が異なるためか, あるいは液相中における Si_3N_4 成分 (Si, N) の拡散の距離が減少したためか良く分らなかった。

一方, 粒界相に関する X 線回折の結果は Fig. 3 に示す通りである。結晶質の粒界相の種類は, t_s が大となると共に Y_2O_3 量が 6~10 mol% の場合は一般に $Y_{10}(SiO_4)_6N_2 \rightarrow Y_4Si_2O_7N_2 \rightarrow YSiO_2N$ の順に変化し, Y_2O_3 量が 12 mol% の場合は $Y_{10}(SiO_4)_6N_2 \rightarrow Y_2Si_3O_3N_4$ の順に変化する傾向にあった。また, 従って粒界相の種類に及ぼす Y_2O_3 量の影響は t_s によって大きく異なった。すなわち, 0.9 ks と短時間の場合は Y_2O_3 量が 6 mol% 以上ではすべて $Y_{10}(SiO_4)_6N_2$ であった。3.6 ks では高 Y_2O_3 となる程 $Y_{10}(SiO_4)_6N_2 \rightarrow Y_4Si_2O_7N_2 \rightarrow Y_2Si_3O_3N_4$ の順に変化した。この結果は, 3.6 ks 焼結体について調べた既報⁵⁾ の結果 (10 mol% 以下の低 Y_2O_3 側では $YSiO_2N$, 高 Y_2O_3 側では $Y_2Si_3O_3N_4$) と異なった (後述)。7.2 ks 以上の長時間側では高 Y_2O_3 となるほど $YSiO_2N \rightarrow Y_2Si_3O_3N_4$ の順に変化した。これらの X 線回折の結果を考慮すると, 上記の光顕組織上で観察された白色相は 6~10 mol% Y_2O_3 試料では $Y_{10}(SiO_4)_6N_2$ または $Y_4Si_2O_7N_2$ であり, 12 mol% Y_2O_3 試料では, $Y_2Si_3O_3N_4$

Fig. 3 Effect of sintering time on kind of grain boundary phase in the compact. ○, not detected; ●, Y₁₀(SiO₄)₆N₂; ◐, Y₄Si₂O₇N₂; ◐, YSiO₃N; ⊗, Y₂Si₃O₅N₄. The numerals near each symbol denote the relative X-ray intensity of crystalline grain boundary phase to that of β-Si₃N₄ (210). The index or spacing of diffractive lattice planes used for the above crystalline grain boundary phases are (211), (131), 0.2788 nm and (121), respectively. Cu Kα X-ray is used.

であると考えられた。

Fig. 4 は抗折力に及ぼす t_s の影響を示す。いずれの Y₂O₃ 量でも、0.9 ks と短時間焼結の場合は抗折力は 0.5 ~ 0.7 GPa とかなり低いが、 t_s が長くなるほど抗折力は上昇する。但し、36 ks と極めて長時間となると、6 ~ 10 mol% Y₂O₃ では抗折力は減少する傾向にある。Y₂O₃ 量の影響については、3.6 ks の場合には Y₂O₃ 量 8 ~ 10 mol% において抗折力は最大となり、他の Y₂O₃ 量での強度はこれらよりもかなり低い値を示す⁵⁾ が、長時間となると、特に 8 ~ 10 mol% Y₂O₃ 以外の試料で抗折力が増大する。そして、36 ks と長時間焼結の場合は 4 ~ 6 mol% と低 Y₂O₃ の試料でも 0.85 ~ 0.9 GPa とかなり高い値を示すようになることが注目される。但し、長時間焼結の場合も最大値はやはり 8 ~ 10 mol% Y₂O₃ で得られる。

Photo. 3(a~d) には、破壊の起源となった欠陥の例を示す。短時間の焼結では破壊の起源となった欠陥は、い

Fig. 4 Effect of sintering time on transverse-rupture strength of the compact.

ずれの組成でも 40 ~ 70 μm と粗大なポア⁵⁾ または (a) に示すような周辺にポアの在る凝集粒子であった。そして t_s が大となるほど粗大ポアや凝集粒子周辺のポアの径は減少し、長時間焼結試料では、一般に (b), (c) に示すようなマイクロポアが密集した領域 (領域の寸法は 20 ~ 30 μm) となった。ここで、(b), (c) は前者が低倍率写真、後者が (b) の一部の高倍率写真である。但し、12 mol% Y₂O₃ では (d) に示すような、粗い Si₃N₄ 粒子 (一般に複数個集った領域) が破壊の起源となった。粗大ポアから破壊しなくなる t_s は、8 ~ 10 mol% Y₂O₃ 試料では約 3.6 ks であるのに対し、6 mol% では 7.2 ~ 18 ks, 4, 12 mol% Y₂O₃ の試料では 36 ks と大であった。これらの結果と、既述の相対密度 (Fig. 2) などを考慮すると、抗折力に及ぼす t_s の影響に関する主な結果は、一応次のように理解された。すなわち、いずれの Y₂O₃ 量でも、短時間焼結体の方が、長時間焼結体に比べて抗折力が低かったのは、相対密度が小であると共に欠陥寸法が大であったからであり、長時間となるほど一般に高抗折力となったのは、密度が上昇すると共に、欠陥の種類が粗大ポアなどからマイクロポアの密集体または粗い Si₃N₄ 粒子へと変化し、欠陥寸法が小となったからといえる。

Fig. 5 には、焼結体の硬さに及ぼす t_s の影響を示す。短時間側ではいずれの Y₂O₃ 量でも硬さは 1300 以下であってかなり低く、特に低 Y₂O₃ 試料ほど低い。これは、

Photo. 3(a~d) Examples of microstructural defects which acted as fracture source. (a), aggregate of particles, along the periphery of which pores exist; (b) and (c), region containing micropores; (d), coarse Si₃N₄ particles.

Fig. 5 Effect of sintering time on hardness of the compact.

焼結体が全体的に低密度であり (Fig. 2), とくに低 Y_2O_3 試料ほど密度が低いことによる。しかし, t_s の増大と共にいずれの Y_2O_3 量でも硬さは上昇し, とくに低 Y_2O_3 試料では上昇量が著しく, 36 ks 焼結体では低 Y_2O_3 試料ほど高硬度となる。8~10 mol% Y_2O_3 試料では 3.6~36 ks の範囲では相対密度と粒界相の種類 (Fig. 3) が変わらず Si_3N_4 粒径が長時間となるほど著しく大となった (Photo. 2) が, 硬さは, ほとんど変化していない。従って本系焼結体の硬さに対して Si_3N_4 粒径はほとんど影響しないとして良い。またこのことを考慮し, 36 ks 焼結体の硬さをみると, 硬さに対しては粒界相の種類 (Fig. 3; $YSiO_2N$ と $Y_2Si_3O_5N_4$) もほとんど影響せず, もっぱら粒界相の量が影響しているとして良い。

IV 考 察

まず, 粒界相の種類が t_s によって変化したことは次のように考えられた。 Al_2O_3 は大部分が Si_3N_4 中へ固溶する^{3,5)} と共に粒界相として Al を含むもの ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ など)⁹⁾ が生じなかったの, この問題を便宜上 Fig. 6 の Gauckler¹⁰⁾ らの Si_3N_4 -YN- Y_2O_3 - SiO_2 擬 4

Fig. 6 Si_3N_4 -YN- Y_2O_3 - SiO_2 isothermal section at 1550°C (1823K) after Gauckler et al. (Ref. 10). The mark "x" indicates approximate composition of the green compact.

元系等温断面図を用いて考えることにする。本試料で生じた粒界相 (Fig. 3) は 6~10 mol% Y_2O_3 試料では, 短時間焼結の場合は一般に状態図上の高 SiO_2 , 高 Y_2O_3 側で生じる相すなわち $Y_{10}(SiO_4)_6N_2$, $Y_4Si_2O_7N_2$ となっており, 長時間焼結となると, 状態図上の低 SiO_2 または低 Y_2O_3 側で生じる相すなわち $YSiO_2N$, $Y_2Si_3O_5N_4$ となっていることが分かる。配合粉末の成分のうち, Si_3N_4 , Y_2O_3 および Si_3N_4 中の不純物 SiO_2 (不純物酸素の大部分が SiO_2 を形成しているとする 5.5 mol%)⁹⁾ の 3 成分の組成を同状態図上に×印で示したが, これによると, 短時間および長時間焼結で生じた相のいずれも, 必ずしも平衡状態の相となっていない。とくに, $Y_4Si_2O_7N_2$ と $Y_2Si_3O_5N_4$ は生じないことになる。そこで, 短時間焼結で生じた相が状態図上で高 SiO_2 , 高 Y_2O_3 側で生じる相となったのは, 焼結の初期には Si_3N_4 粒子表面の SiO_2 がその近傍の Y_2O_3 と, さらに Al_2O_3 と反応して液相を形成するため, 液相の組成は見掛け上高 SiO_2 , 高 Y_2O_3 となるためであろう。そして, 長時間焼結となると低 SiO_2 側の相が生じたのは, t_s の増加と共に SiO_2 が多分 SiO の形で逃げる ($Si_3N_4 + 3SiO_2 \rightarrow 6SiO + 2N_2$)⁹⁾ と共に, 相平衡に近づくことによるものと考えられた。ところで, 3.6 ks 焼結体の粒界相が, 既報⁹⁾ と異なったが, 7.2 ks 以上の焼結では前回の 3.6 ks 焼結の場合と同じ粒界相を生じている。これは, 今回の実験で用いた焼結用の黒鉛ルツボを, 既報⁹⁾ のものよりも緻密なものにしており, これによって SiO_2 の揮散が抑制されたためであると考えられた。

抗折力に対しては, 既述のように, 相対密度と破壊の起源となった欠陥の寸法が大きく影響していると考えられた。後者の欠陥については, 0.9 ks と短時間側で生じたものは粗大ポアまたは周辺にポアが在る凝集粒子 (Photo. 3(a)) であった。これらの欠陥のうち凝集粒子は, その形態から判断して, 湿式ミル後の粉末の乾燥時に粉末が凝集・固化して生じたものと思われた。そして, 粉末成形の時に凝集粒子と他領域とは粉末の流動性が異なるため, 両境界部に亀裂が生じ, それが焼結後も残留して, 周辺にポアが在る凝集粒子として破面上に観察されたものと考えられた。そして, 特に亀裂が大きい場合, または凝集粒子周辺の一部分のみに亀裂を生じた場合には粗大ポアとして観察されたものと思われた。次に, この粗大ポアまたは凝集粒子は, t_s が大となると共に消失し, この消失時間は 10 mol% までは高 Y_2O_3 となるほど短くなったが, この結果は, 高 Y_2O_3 ほど焼結時の液相量が多くなる^{5,11)} ためと思われた。12 mol% Y_2O_3 試料については粗大ポアが消失する時間が 8~10 mol% 試料に比べ長時間となったのは, 既報⁹⁾ でも述べたように 10 mol% に比べて液相量が減少すると共に粒界相の種類が $YSiO_2N$ ではなく $Y_2Si_3O_5N_4$ である (既述の SiO , N_2

ガスの生成反応に与る SiO₂ は, YSiO₂N の生成によって消費されるのに対し, 後者では消費されないため粗大ポア内の圧力がおそらく高くなる) ことと関係していると考えられた。そして長時間焼結体の破壊の起源は, 粗大ポアなどに代って, ミクロポアが密集した領域となったが, このミクロポアは, 上記の粗大ポアなどが消失しきれずに一部残留したものかあるいは焼結後の液相の凝固収縮によって生じたものかのいずれかと思われた。しかし, この点はここでは明らかでなかった。破壊の起源となった各種欠陥の生成については今後改めて検討したい。いずれにしても, 粗大ポアは, t_s の増大と共に, 成長することではなく, 収縮するとして良い。

一方, 抗折力に及ぼす因子としては上記の密度と欠陥寸法の外に, Si₃N₄ 粒径と粒界相の種類の2つが考えられるが, これら各因子の影響を評価することは, もとより, 他の3因子の値がほぼ一定の下で行わなければならないことから, 必ずしも容易でない。相対密度 (Fig. 2), 破壊の起源となった欠陥の種類・寸法 (Photo. 3) および粒界相の種類 (Fig. 3) のいずれも, 8~10 mol% Y₂O₃ の 7.2~36 ks 焼結体ではほぼ同じであり, Si₃N₄ 粒径はかなり異なった (Photo. 2) が, 抗折力ははじめにやや上昇して最大となった後, 若干低下した (Fig. 4)。従って, Si₃N₄ 粒径のある程度の粗粒化は, 抗折力の上昇にはやや有効であり, 著しい粗粒化は強度低下を若干惹き起こすことが分かる。ここで, 抗折力の最大値を与える平均 Si₃N₄ 粒径については, 組織が微細なため, 本実験では明らかにすることが出来なかった。一方, 粒界相の影響については, 例えば, 36 ks 焼結の場合, 8~10 mol% Y₂O₃ 試料では YSiO₂N であり, 12 mol% Y₂O₃ 試料では Y₂Si₃O₅N₄ であった。これら両試料は, 相対密度と破壊の起源となった欠陥の寸法はほぼ同一であったが, Si₃N₄ 粒径はやや異なり 12 mol% の方が小さかった。そこで粒径のみの点からいっても, 上記の両試料の抗折力は異なっても良いことになる。しかし, Y₂Si₃O₅N₄ は YSiO₂N と異なり粗大に生じ, 焼結体の靱性を低下させる⁹⁾ ので, 8~10 mol% Y₂O₃ 試料に比べて 12 mol% Y₂O₃ 試料の方が低強度となったことに対しては粒界相の差が主として寄与しているものと考えられた。長時間焼結の 6~10 mol% Y₂O₃ 試料では, 粒界相の種類, 相対密度は同じであるが, 高 Y₂O₃ 量となるほど抗折力は大きくなっている。これは, 粒界相 (YSiO₂N) の量が多くなることによると考えられた。従って, 抗折力に対するこれら因子の影響の仕方は硬さの場合とは多少異なると言える。これは, 抗折力が引張力下での破壊強度であるのに対し, 硬さは圧縮力下における耐変形強度であることに起因するのであろう。

V 総 括

0.1 MPa (1 気圧) の窒素中, 2023 K で焼結した Si₃N₄-(4~12)mol% Y₂O₃-6 mol% Al₂O₃ セラミックスの組織と諸性質に及ぼす焼結時間 (t_s) の影響を調べ, 以下の諸結果を得た。

(1) 焼結による重量減少率, 相対密度および表面不均質層の厚さは, いずれの Y₂O₃ 量でも t_s の増加と共に増大した。所定の t_s の下では高 Y₂O₃ となるほどの重量減少率と不均質層の厚さは減少し, 相対密度は増大した。但し, 4~6 mol% と低 Y₂O₃ 試料でも, 長時間焼結後には相対密度は96~98%に達した。

(2) 結晶質の粒界相は, 短時間焼結の場合 Y₂O₃ 量によらず一般に Y₁₀(SiO₄)₆N₂ または Y₄Si₂O₇N₂ であり, 長時間焼結の場合, 4~10 mol% Y₂O₃ では YSiO₂N, 12 mol% Y₂O₃ では Y₂Si₃O₅N₄ であった。YSiO₂N 以外の結晶質粒界相は光学顕微鏡組織では白色のドメインとして観察された。Si₃N₄ 粒径は, 長時間焼結, 低 Y₂O₃ 量ほど大となった。

(3) 室温抗折力は, t_s の増加と共に一般に上昇した。但し, 極めて長時間となると, 6~10 mol% Y₂O₃ では, やや低下する傾向がみられた。いずれの t_s でも 8~10 mol% Y₂O₃ で抗折力は最大となり, 最高 1.05 GPa の値がえられた。4 mol% と低 Y₂O₃ の試料でも長時間焼結後には 0.85 GPa と高い値を示した。破壊の起源となった欠陥は短時間側では一般に粗大ポアまたは周辺にポアの在る凝集粒子であった。そして, これらは, 長時間となるほど消滅する傾向にあり, 長時間側での破壊の起源はミクロポアの密集領域または粗 Si₃N₄ 粒となった。抗折力に対する Si₃N₄ 粒径の影響は比較的小さく, 相対密度, 破壊の起源の寸法や粒界相の種類 (YSiO₂N と Y₂Si₃O₅N₄) と量が大きく影響するとみさせた。

(4) 硬さは, t_s の増加と共に大となり, 長時間焼結体では低 Y₂O₃ ほど大となった。硬さに対しては, 相対密度の他に粒界相の量がかなり影響し, 粒界相の種類や Si₃N₄ 粒径はほとんど影響しないと考えられた。

なお本研究の一部は, 河上記念財団の研究助成金によるものであり, ここに謝意を表する。

文 献

- 1) G. E. Gazza: Am. Ceram. Soc. Bull., **54** (1975), 778.
- 2) Tsuge, Nishida and Komatsu: J. Am. Ceram. Soc., **58** (1975), 323.
- 3) Tsuge and Nishida: Am. Ceram. Soc. Bull., **57** (1978), 424.
- 4) F. F. Lange, S. C. Singhal and R. C. Kuznicki: J. Am. Ceram. Soc., **60** (1977), 249.
- 5) 林, 小坂井: 粉体および粉末冶金, **33** (1986), 210.
- 6) 林, 小野村: 粉体および粉末冶金, **31** (1984), 272.
- 7) 林, 小野村: 粉体および粉末冶金, **32** (1985), 200.

- 8) J. Weiss and W. A. Kayser: Progress in Nitrogen Ceramics, edited by F. L. Riley, (1983), 169.
 9) L. J. Gauckler, H. L. Lukas and G. Petzow: J. Am. Ceram. Soc., **58** (1975), 346.

- 10) L. J. Gauckler, H. Hohnke and T. Y. Tien: J. Am. Ceram. Soc., **63** (1980), 35.
 11) I. A. Bondar and F. Ya. Calakhov: Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Khim., **7** (1963), 1325.

会 告

第2回 コロイドおよび 界面化学特別討論会

主 題: 微粒子研究の新しい展開

—超微粒子の特性, 粒子間相互作用, 分散系の
新しい応用—

主 催: 日本化学会コロイドおよび界面化学部会

協 賛: 粉体粉末冶金協会他

日 時: 昭和62年6月26日(金), 27日(土) 9時~18時

場 所: 日本化学会講堂

趣 旨: 古い歴史を持つコロイド分散系の研究が, 超微粒子の出現によって新しい局面を迎えている。また, 粒子間相互作用力の研究は, 測定技術の革新によって最近めざましい進歩が見られる。一方, 産業界からは先端技術の開発に伴い, 微粒子の機能化や機能の複合化を含めた新しい用途の開発が期待されている。

本討論会では, 微粒子研究の中から最近発展の目ざましい三分野(1. 超微粒子の特性, 2. 粒子間相互作用, 3. 微粒子の新しい応用)に範囲を限定して, 自由で活発な討論を行い本研究分野の高揚をはかることを目的としております。従って, 内容はかならずしも総て未発表を必要としませんが, 将来への大きな展開が期待され且つ十分に討論に足り得る問題を含む研究を募集致します。

特別講演:

主題に関連する特別講演として下記の講演を予定しております。

1. 金属微粒子の電子的性質
久保 亮五(慶応大学理工)
2. 粒子間の近距離相互作用(予定)
J. Israelachvili (Univ. of California)
3. Double layer Interaction of Unlike spheres(予定)
E. Barouch (Clarkson Univ. U.S.A.)

研究発表形式と募集の要領

発表はすべて口頭発表(講演15分, 討論15分)とし, OHPまたはスライドが使用できます。なお, 発表は日程の都合で20件程度を予定しておりますので, 申し

込み件数が多い場合は次の機会におまわりいただくことがありますので予め御了承をお願いします。

講演希望者は下記により申し込みをして下さい。

1. 申込締切日 3月14日(土) 必着
A 4判の紙に題名, 研究の行われた場所, 発表者氏名(講演者に○印) 300~400字の講演概要, 連絡先(住所, 電話番号)を明記して下記宛お申し込み下さい。
2. 要旨締切 5月2日(土) 必着
採択された発表申し込み者には4月中旬, 所定の原稿用紙を送付しますので, 用紙(図, 表を含め4枚)に概要をお書きのうえ締切日までに下記宛ご送付下さい。
3. 登録予約及び送金締切 5月16日(土)
先着 150名のみ
下記参加登録費, 送金方法をご参照のうえ「第2回コロイドおよび界面化学特別討論会参加申し込み書」と標記し, ①氏名, ②勤務先, ③会員別, ④連絡先(郵便番号, 所在地, 電話番号), ⑤参加費, ⑥送金方法を明記のうえ, 下記宛お申し込み下さい。登録者には「参加登録証」および「講演要旨集」を6月19日頃迄にお送りします。
4. 参加登録費:(予定)
主催, 協賛学協会会員: 予約 3,000円
当日 5,000円
非 会 員: 予約 4,000円
当日 6,000円
学 生: 以上のすべてに関し
1,000円引
5. 送金方法:
現金書留あるいは郵便振替(東京7-6058)により下記宛ご送金下さい。
6. 懇親会: 6月26日(金) 18時~20時
日本化学会2階会議室にて
会費 2,000円
(参加登録費と共に申し込み下さい。)
7. 申込・送金先
〒101 千代田区神田駿河台1-5
社団法人 日本化学会
コロイドおよび界面化学部会

Tel 03(292)6162