—ノ—ト—

(日本化学会誌, 1985, (4), p.790~791)
© 1985 The Chemical Society of Japan

気相法マグネシア粉体の焼結性におよぼす粒子径の影響

(1984 年 11 月 24 日 受理)

渡 孝 則・中 吉 和 己**・加 藤 昭 夫*

1 緒 言

粉体の焼結性は粒度や製造履歴に大きく影響される。酸化マグネシウムの場合、一般に粉体はマグネシウム化合物の熱分解によりつくられるが、その焼結性は化合物の種類および分解条件により大きく異なることが報告されている¹⁾。

著者らは、気相反応により粒径 $0.1\ \mu\text{m}$ 以下の酸化マグネシウム超微粉体が合成できることを報告した²⁾。気相法酸化マグネシウム粉体は高純度で粒子の凝集がほとんどなく、焼結性と粒径との関係を調べるのに適しているが、その焼結性に関する報告はない。本研究では、気相法酸化マグネシウム粉体の焼結性に対する粒径の効果を調べた。

2 実 験

本実験で用いた酸化マグネシウム粉体は、マグネシウム蒸気と酸素との 1100°C での気相反応により合成した²⁾。粒子形状は立方体状で、粒子の凝集は少ない。焼結には、平均粒子径 $0.015\ \mu\text{m}$ (以後 MgO(A) と表わす) および $0.096\ \mu\text{m}$ (以後 MgO(B) と表わす) の 2 種類の粉体を用いた。両試料の格子定数はともに文献値と一致し、 $a_0=0.4211\sim0.4213\ \text{nm}$ であった。

酸化マグネシウム粉体を $1\ \text{t}/\text{cm}^2$ で一軸加圧し、直径 $10\ \text{mm}$ 、厚さ約 $1\ \text{mm}$ の錠剤に成型したのち、 $3.7\ \text{t}/\text{cm}^2$ で等方加圧した。これをアルミナポートに入れ、まわりを酸化マグネシウム粉体でおい、空气中、 1400°C にたまった電気炉に挿入し、焼成した。

焼結ペレットの相対密度は水を浸漬液として Archimedes 法により求めた。粉体の焼結に対する温度の効果は熱膨張計(TMA)、加熱による重量減少は熱てんびん(TG)を用いて調べた。焼結体の組織は走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した。

3 結果および考察

本研究で使用したような超微粉体は表面積が大きく活性で、酸化マグネシウム粒子表面はかなりの量の水および二酸化炭素を吸着している可能性がある。図 1 に MgO(A) および MgO(B) の TG 曲線を示す。重量減少は 50°C 付近から始まり、 350°C 付近で終了した。この重量減少は、水および二酸化炭素の脱離によるものと考えられる。

粉体の焼結挙動を調べるため MgO(A) および MgO(B) の成型体(直径 $5\ \text{mm}$ 、高さ $10\sim11\ \text{mm}$ 、相対密度 $12\sim15\%$) の

Fig. 1 TG analysis of MgO powder
Heating rate: $10^\circ\text{C}/\text{min}$, in air

Fig. 2 TMA analysis of MgO powder compacts
Heating rate; $10^\circ\text{C}/\text{min}$, in air

Fig. 3 Relative density of sintered body vs. sintering time

Sintering temperature; 1400°C , in air

九州大学工学部応用化学科, 812 福岡市東区箱崎

** 現在 トーレ・シリコン株式会社千葉工場, 299-01 市原市千種海岸

1) 浜野健也, セラミクス, 7, 231(1972).

2) 渡 孝則, 中吉和己, 加藤昭夫, 日化, 1984, 1075.

Fig. 4 Fracture surface of sintered body fired at 1400°C
 d_r ; Relative density

TMA 分析を行なった。結果を図2に示す。両試料とも収縮は100°C から起こり、400~500°C で一時停止したのち、550~600°C 以上でふたたび顕著になった。100~400°C の収縮曲線はTG 曲線とよく対応しており、この収縮は粒子表面からの水や二酸化炭素の脱離によるものと考えられる。600°C 以上の収縮が粉体の焼結によるものと考えられる。収縮速度は微粒な MgO(A) の方がかなり大きい。

図3に焼結体の相対密度の焼成時間による変化を示す。MgO(A) を原料に用いた場合、焼成時間5分で相対密度は95% まで増加したが、MgO(B) の場合はち密化速度が小さく90% の相対密度をうるには2時間以上を要し、ち密化に対して粒子径の効果が大きい。

図4に焼結体破断面の SEM 写真を示す。焼成時間5分では両

Fig.5 Crystallite size of MgO powder vs. relative density of sintered body

Sintering temperature; 1400°C, in air

Original powder { ○ : CVD MgO (sintering time : 1 ; 45 min, 2 ; 145 min) (this work)
● : thermal decomposition of magnesium compounds (sintering time ; 180 min)¹⁾

試料とも粒子は小さいが、45 分では MgO(A) の試料では粒子が2~10 μm に成長した。

気相法酸化マグネシウム粉体とマグネシウム化合物の固相熱分解による酸化マグネシウム粉体との焼結性の比較を図5に示す。熱分解法酸化マグネシウム粉体の焼結データは浜野らの値¹⁾を用いた。気相法および熱分解法の酸化マグネシウムとも結晶子径の減少とともに焼結性が向上するが、気相法酸化マグネシウム粉体は、熱分解法酸化マグネシウム粉体にくらべ短時間で高密度までち密化しており焼結性が高いことがわかる。

本研究は文部省科学研究費特定研究(58108006)の成果の一部である。

Effect of Particle Size of CVD-MgO Powders on Its Sinterability

Takanori WATARI, Kazumi NAKAYOSHI** and Akio KATO*

Department of Applied Chemistry, Faculty of Engineering, Kyushu University ;
Hakozaki, Higashi-ku, Fukuoka-shi 812 Japan

** Present address : Chiba Factory, Toray Silicone Company Ltd. ; Chikusakaigan,
Ichihara-shi 299-01 Japan

The effect of particle size on the sinterability was investigated using CVD-MgO powders with the average particle size of 0.015 μm(MgO(A)) and 0.096 μm(MgO(B)).

Sintering at 1400°C for 45 min in air gave the relative density of 97%(MgO(A)) and 76%(MgO(B)), indicating a remarkable effect of particle size of sintering powders. The sinterability of CVD-MgO powders were higher than those of MgO powders prepared by thermal decomposition of magnesium compounds.