

透光性アルミナの製造

新技術応用部 広瀬 克美

1. 緒言

種々の透光性セラミックスが、近年開発され、赤外透過窓、画像記憶素子などの多方面にわたる応用がなされつつある。ここでは、透光性セラミックスのうち、最も早く透光性がなされ、開発の歴史も古い透光性アルミナについて、試作し、使用する原料粉体、添加物の添加量の違いによる透光性の違いなどを検討した。また、焼成条件の違いによる透光性への影響についても検討を行った。

金属イオンを添加し、いく種類かの着色透光性アルミナを得て、色調なども調べた。

2. 実験方法

図1に透光性アルミナの製造工程の概略を示す。

まず、原料調整については、高純度アルミナ(99.99%以上の純度)粉末を蒸留水に良く分散させホットマグネットスターラーで加熱撹拌する。その中に蒸留水に溶解した塩化マグネシウムを入れる。着色アルミナについては、その際に、金属塩も一緒に溶解して入れる。これを2時間程度加熱撹拌し、充分分散混合させ、そして蒸発乾固させる。その場合、エタノールを適量入れることにより、アルミナ粉がピーカーに焼き付くのを防ぐことができる。塊状になったアルミナ粉をアルミナ乳鉢で良くほぐして、これを試験試料とする。

次に、成形については、調整された試料を2.4gずつ測り取って、20mmφの金型に入れ、これを手で押して予備成形した。こうして予備成形されたものをラバープレスで本成形した。(2ton/cm², 2分間)

焼成については、まず最初に、ラバープレスで成形された試料を仮焼(1000)し、塩化マグ

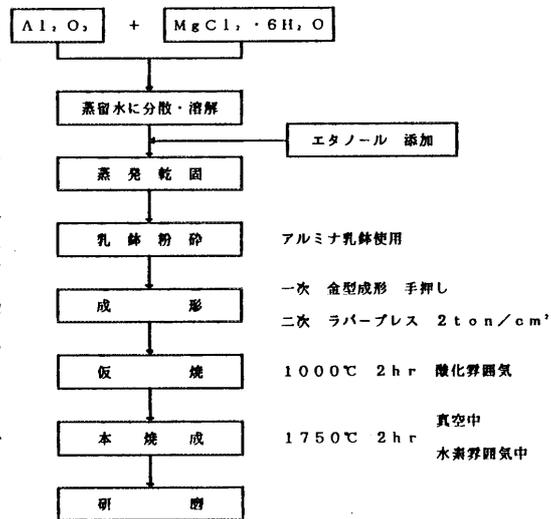


図1 透光性アルミナの製造工程

比表面積 (BET m ² /g)	10.2	Na (ppm)	12
真 重 (g/cm ³)	3.88	K	5
粒度分布 (%)		Mg	1
- 3 μm	100	Ca	1
- 1 μm	83	Fe	3
- 0.5 μm	56	Si	6
		Ga	1

図2 使用した1原料の分析表

ネシウム形で添加させたものを酸化マグネシウムに変化させ、次に本焼成を行った。本焼成は、真空中(5×10^{-6} torr)と水素雰囲気中でそれぞれ行い、1750 で2時間保持した。

焼成した試料について、研磨装置(ムサシノ電子, MA300型)にかけて研磨し、透光性、ピッコース硬度、密度等を測定し、また、研磨した試料にサーマルエッチング(真空中, 1400 で2時間保持)を行った後に、顕微鏡により表面組織の様子などを観察した。

3. 実験結果と考察

製造元の異なる2つの原料(純度としては、どちらも99.99%)に対して、酸化マグネシウムを0.1~0.5mol%(0.1mol%毎)添加した試料について、1750 で真空中、水素雰囲気中で焼成を行った。その結果としては、原料によってかなり透光性が異なり、一つの原料については比較的良い透光性が得られたが、もう一つの原料については余り良い透光性は得られなかった。添加量としては0.2mol%以下のものが良好に感じられた。また、真空中と水素雰囲気中で焼成したものとを比較すると、水素雰囲気中で焼成したもののほうがやや透光性が良いように感じられた。

着色透光性アルミナについては、0.2mol%の酸化マグネシウムを添加した原料に、クロム($\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)を0.4mol%、コバルト($\text{CoCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)を0.2mol%、マンガン($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)を0.5mol%添加し、1750 で真空焼成することにより、それぞれ赤色、青色、桃色の着色透光性アルミナを得ることができた。

なお、これら試料のピッコース硬度は、約2000程度(荷重50g, 30秒保持)であり、密度は 3.98g/cm_3 であった。

写真1は、透光性アルミナの研磨表面における組織の様子を示す。

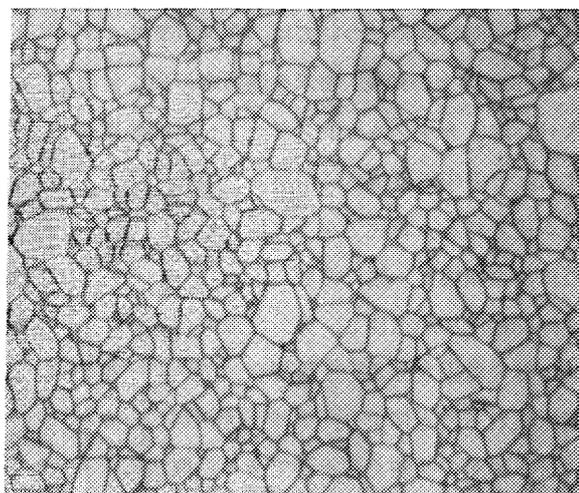


写真1 焼結体の研磨面 ×400

4. 結言

高純度アルミナに酸化マグネシウムを添加し、真空中又は水素雰囲気中で焼成することにより透光性アルミナを得ることができた。今回の焼成条件としては、1750 で2時間保持ということで行っているが、今後は、焼成温度、焼成時間、仮焼条件等の透光性への影響について検討していきたい。