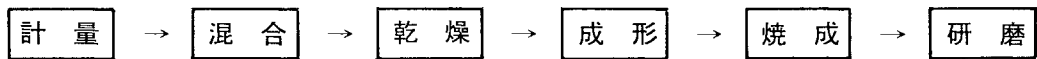


実 技 編

## 実習課題（１） SiCセラミックスの製造

ファインセラミックスであるSiCセラミックスは、熱的、化学的に極めて安定なIV-IV化合物半導体であるため、機械、電気、原子力など多くの分野へ応用が期待されている。

このようなSiCセラミックスの作成方法を理解するために、ここでは次のようなSiCセラミックスの製造過程を学習する。



## 1. 作業準備

### (1) 計量と混合

- 原料 (SiC パウダ, B<sub>4</sub>C, フェノール, バインダ)
- テフロン製葉さじ
- テフロン製ビーカ
- ガラス製ビーカ
- 薬包紙
- ガーゼ
- 超音波洗浄器
- テフロン製球
- ポリエチレン製広口ビン
- ベンゼン (混合用)
- 洗浄用溶剤 (ベンゼン, アセトン, メタノール)
- 蒸留水
- ユニバーサルボールミル
- 乾燥器
- 電子天秤

### (2) 乾 燥

- 液体窒素
- ビニルテープ
- ホットプレート
- 油式ロータリーポンプ
- 密閉容器
- デシケータ
- シリカゲル

### (3) 成 形

- 金 型
- オートグラフ
- 潤滑油

### (4) 焼 成

- 電気炉
- X-Yレコーダ
- アルゴンガス
- 流量計

### (5) 研 磨

- ダイヤディスク式岩石研磨機

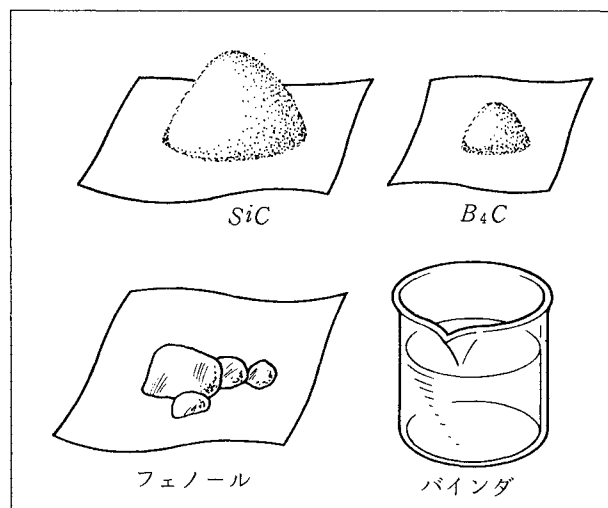


図1-1 主な原料

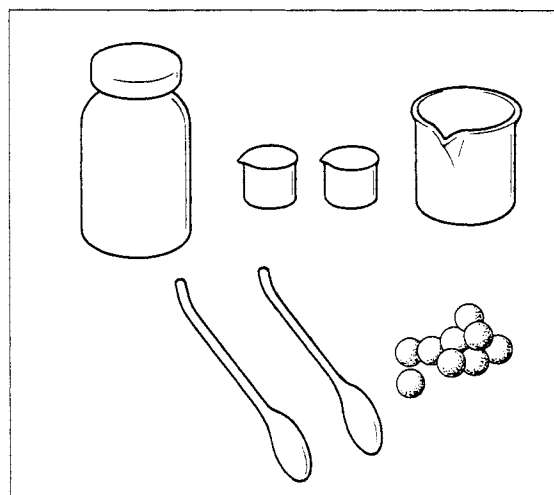


図1-2 計量のための器具

## 2. 計量と混合

### (1) 洗 浄

- ① 乾燥器の電源スイッチを入れ内部温度が80℃程度になるように調整ツマミを調節する。
- ② テフロン製薬さじ，テフロン製ピーカ，ガラス製ピーカ，テフロン製球，ポリエチレン製広口ビンを用意する。
- ③ 用意した器具をアセトン，メタノール，蒸留水で洗浄する。
- ④ 洗浄した器具を乾燥器に入れ乾燥を行う。
  - ・テフロン製球はガラス製ピーカにうつし，水をきりピーカごと乾燥を行う。

### (2) 計量と混合

- ① 電子天秤の電源を入れ30分置く。
- ② 洗浄した器具が乾燥したことを確認し，乾燥器から取り出す。
- ③ 原料として  $\text{SiC}$ ， $\text{B}_4\text{C}$ ，フェノール，バイнда，ベンゼンを用意する。
- ④ あらかじめポリエチレン製広口ビンにテフロン製球を大きな球70個，小さな球30個，合計100個となるように入れ，この中に計量した原料を入れるようにする。
  - ・混合は  $\text{SiC}$  パウダを基準に，B（ほう素）が1wt%，C（炭素）が2wt%，バイндаが3wt%となるように配合する。したがって， $\text{SiC}$  パウダ50g， $\text{B}_4\text{C}$  0.625g，フェノール2g，バイнда1.5gを混合する。
  - ・計量を行う際それぞれの原料が混ざらないように，薬さじは原料の種類別に別なものを使用する。
  - ・ $\text{SiC}$  パウダ， $\text{B}_4\text{C}$ ，フェノールの計量は電子天秤の上に薬包紙をのせて行う。
- ⑤ 計量後， $\text{SiC}$  パウダおよび $\text{B}_4\text{C}$ は，テフロン製球がはいったポリエチレン製広口

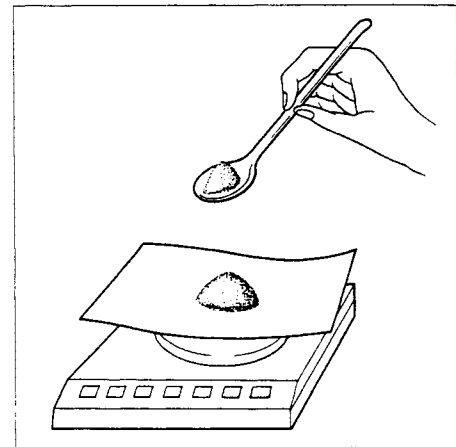


図1-3 パウダの計量

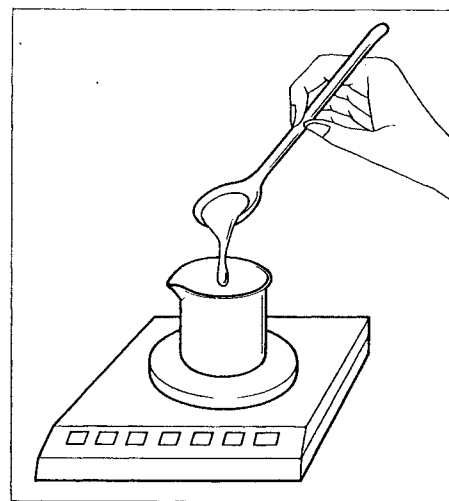


図1-4 バインダの計量

ビンの中に直接入れる。

- ・バイндаの計量は電子天秤の上にテフロン製ビーカーをのせ、その中にバイндаを入れ行う。

- ⑥ バイндаの入ったテフロン製ビーカーに計量したフェノールベンゼン50mlを入れる。
- ⑦ バイндаとフェノールをベンゼンに完全に溶かすため、このビーカーを超音波洗浄器にかける。
- ⑧ フェノールとバイндаが完全にベンゼンに溶けたことを確認し、その溶液をSiCパウダと $B_4C$ が入った広口ビンに流し込む。
  - ・このときビーカーのまわりについた水が広口ビン内に入らないように注意する。
- ⑨ ベンゼン 150 mlでこのテフロン製ビーカーをすすぐようにしながらベンゼンを広口ビンの中に注ぎ込む。
- ⑩ 広口ビンの中にSiCパウダと、 $B_4C$ 、フェノール、バイнда、ベンゼンが入ったことを確認し、しっかり蓋を閉める。
- ⑪ 広口ビンユニバーサルボールミルにのせ、混合を行う。
  - ・混合は24時間行う。

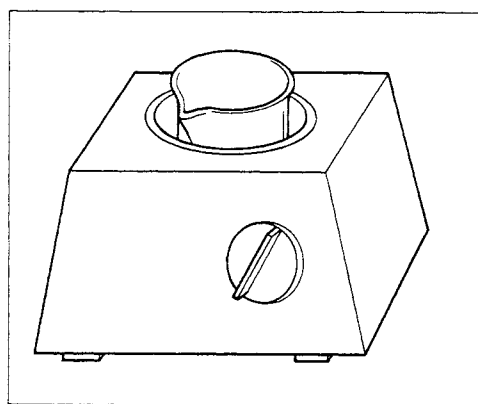


図1-5 超音波洗浄器によるベンゼンの溶解

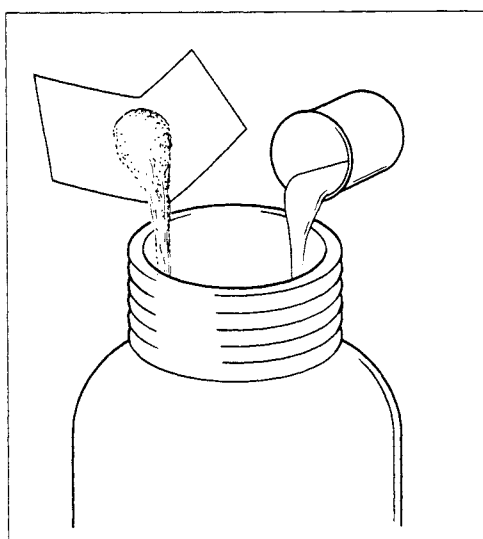


図1-6 パウダと溶液の混合

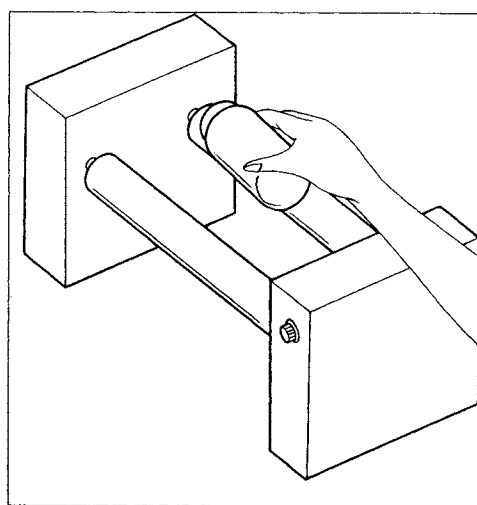


図1-7 ボールミルによる混合

### (3) 計量に使用した器具の洗浄

- ① SiCパウダ、 $B_4C$ 、フェノールの計量に用いた薬さじは、アセトン、メタノール、蒸留水で洗浄する。
- ② バインダの計量に用いた薬さじ、およびフェノールとバインダをベンゼンに溶かすため使用したテフロン製ビーカは、ベンゼンで洗浄を行い、次にアセトン、メタノール、蒸留水で洗浄を行う。

## 3. 乾 燥

- ・ボールミルで24時間混合を行った溶液の乾燥は凍結乾燥法で行う。

### (1) 乾 燥

- ① 24時間混合した後、ユニバーサルボールミルを停止し広口ビンを取る。
- ② ガーゼをテーブルの上に敷き、その上に200 mlのガラス製ビーカをのせる。
  - ・ビーカとテーブルの間に敷かれたガーゼは、ビーカと机が直接凍りつくことを防ぐ。
- ③ このビーカに液体窒素を注ぐ。
  - ・この時液体窒素が沸騰するため、窒素が体にかからないよう注意する。
- ④ 液体窒素の沸騰が静まったことを確認して、再びビーカに液体窒素を注ぐ。
- ⑤ 広口ビンの蓋をはずし、中のボールが落ちないように内蓋でボールを押えながら混合した溶液50 mlを100 mlのガラス製ビーカに注ぐ。
- ⑥ この溶液を液体窒素で満たしたビーカにゆっくりと円を描くように流し込む。
  - ・流し込む間にビーカ内の液体窒素が沸騰し、液体窒素の量が減るので、ビーカ内で凍った溶液が液体窒素表面から現われる前に液体窒素を補給し、凍結を進める。



図1-8 溶液の凍結

- ⑦ 溶液50mlの凍結終了後、始めに溶液を入れたビーカーに再び溶液を50ml注ぎ、溶液50mlの凍結が完了している容器に、溶液を流し込み凍結を行う。
- ⑧ 200 mlビーカーに溶液 100 mlの凍結が完了したら、このビーカーに葉包紙かトレーシングペーパーで蓋をし、ビニルテープで蓋を固定する。
- ⑨ 同様な方法で残りの溶液を凍結させる。
- ・凍結した溶液は、200 mlビーカー 2 個にそれぞれ 100 mlずつになる。
- ⑩ この 200 mlのビーカーを内部が真空に保てる密閉容器の中に入れ、油式ロータリーポンプで容器内部を真空に引く。
- ・同時にホットプレートの電源を入れ、設定温度を 60 °Cにする。
- ⑪ 真空ポンプを始動させ30分後ビーカーの入った密閉容器をホットプレートにのせ、24時間、油式ロータリーポンプで真空引きを行う。

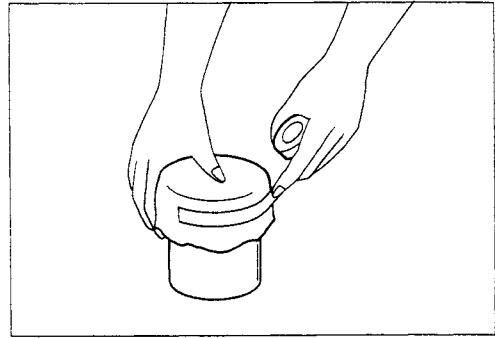


図 1 - 9 テープによるふたの固定

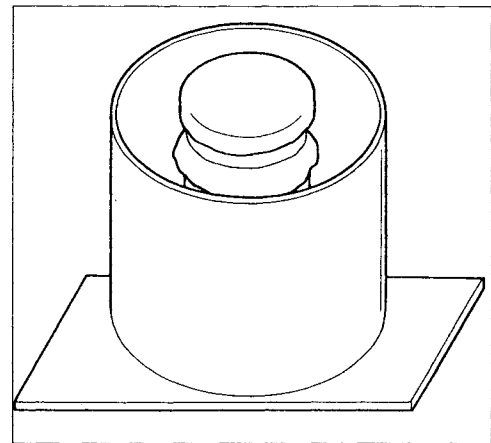


図 1 - 10 密閉容器へのセット

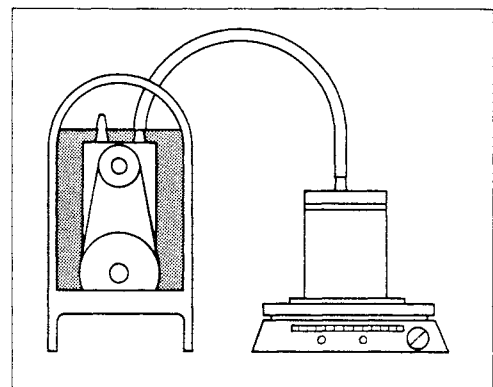


図 1 - 11 油式ロータリーポンプによる真空引き

## (2) 混合に使用した器具の洗浄

- ① ビーカはアセトン，メタノール，蒸留水で洗浄を行う。
- ② 広口ビン内部にほとんど溶液が残っていないことを確認し，テフロン製球を入れていた状態で広口ビンの蓋を閉めユニバーサルボールミルにのせ始動させる。
  - ・広口ビン内に溶液が残っているときは，テフロン製球が落ちないように残りの溶液を流し出す。
  - ・広口ビン内のベンゼンが蒸発して，ビンの内側とテフロン製球の表面についた溶液が固まりそれがはがれ落ちる。
- ③ 溶液がはがれ落ちたことを確認し，ユニバーサルボールミルから広口ビンを取り去る。
- ④ 広口ビンの蓋を開けテフロン製球を取り出し，ビンの内部にたまっている粉末を捨てる。
- ⑤ 取り出したテフロン製球はガーゼとアセトンできれいに汚れを落とす。
- ⑥ 洗浄した広口ビンとテフロン製球は，メタノールと蒸留水で洗浄を行い，テフロン球はビーカに移してから乾燥器の中に入れる。

## (3) パウダの保管

- ・凍結乾燥で得られたパウダはシリカゲルを入れたデシケータで保管する。

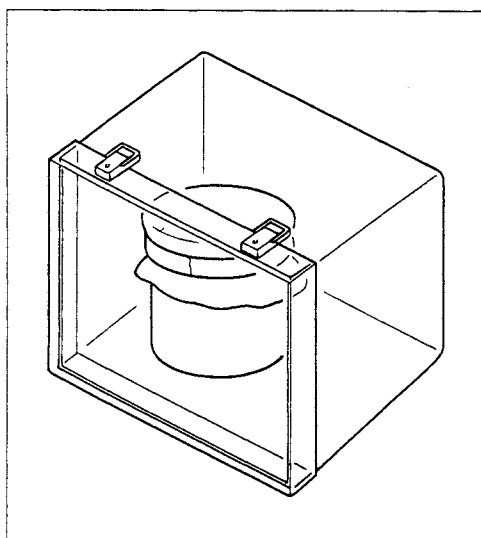


図1-12 デジケータでのパウダの保管



#### 4. 成 形

- (1) 得られたパウダを 300 Mpaで一軸加圧成形を行い、ペレット状の成形体を作成する。
- 今回は  $\phi = 17\text{mm}$ の金型を使用し、300 Mpaで加圧するため、この金型に 7,000 kgの加重を加える。

- ① 電子天秤の電源を入れ30分間置く。
- ② オートグラフの電源を入れプログラムを確認する。
- ③ 金型と薬さじをアセトンで拭く。
- ④ 電子天秤の上に薬包紙をのせ、得られたパウダを薬さじですくい 0.8 g計量し、下側の金型に入れる。充填したパウダが平らになるよう金型に軽い振動を与える。
- ⑤ 平らであることを確認しゆっくりと上側の金型を差込む。
  - この時、ゆっくり上側の金型を差込む。これは穴に入っているパウダが舞上ることを防ぐためである。
  - 金型のスライドの滑りが悪い時は潤滑油を塗ると滑りがスムーズになる。
- ⑥ 金型の差込みが完了したら上から手で加重を加えしっかり金型を押える。
- ⑦ この金型をオートグラフにセットし加重をかける。
- ⑧ プレスが完了したら上側の金型を外し、下側の金型からペレット状の成形体を取り出す。
  - 続けてプレスを行う際は、穴の中に残っているパウダをはき出してから同様な手順でプレスを行う。
  - 成形体の作成が終了したらオートグラフの電源を切り、まわりを整理する。
  - 使用した金型はアセトンで汚れを落とし、スライドに潤滑油を塗って保管する。
  - またこの時、使用した薬さじはアセトン、メタノール、蒸留水で洗浄し、乾燃器で乾

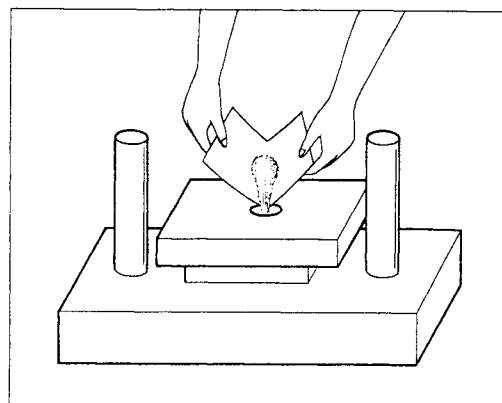


図 1 - 13 パウダの充填

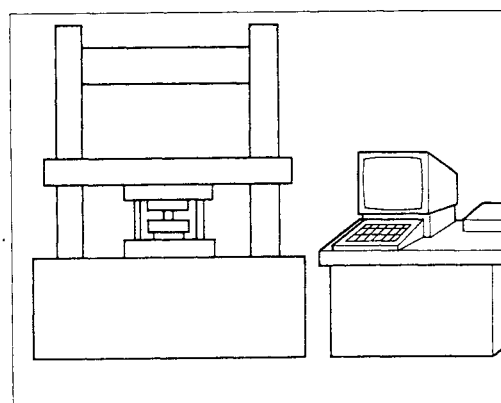


図 1 - 14 オートグラフによるプレス

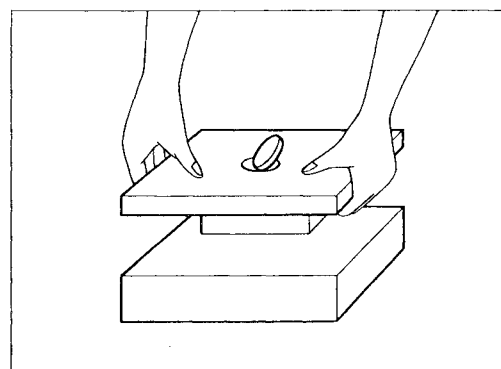


図 1 - 15 成形体の取り出し

燥を行う。

## 5. 焼 成

### (1) 黒鉛抵抗炉による焼成

・焼成温度 2,100℃, 焼成時間 0.5 時間, 雰囲気はアルゴンとする。

- ① 電気炉の蓋を開け成形体のセットを行う。
- ② 蓋の間にあるパッキンをメタノールで拭き, 蓋を閉める。メ  
・メタノールでパッキンを拭くのは, パッキンにゴミや汚れが付いていると, 真空漏れが生じ炉内と炉外で気体の移動が起こるからである。
- ③ 排気装置を始動させ真空ポンプで炉内を真空に引く。  
・排気装置とは真空のポンプで引いた炉内の気体を部屋の外に排出するファンのことである。
- ④ 約20分後炉内の真空度を確認し, 真空バルブを閉じる。
- ⑤ ガス流入バルブを開き, 流量計でアルゴンガスの流量が  $0.2 \text{ N m}^3/\text{h}$  となるように調整する。
- ⑥ 炉内が 1 気圧になったら真空バルブを再び開く。
- ⑦ 冷却水を流し, すべての箇所から水が均一に流れ出ていることを確認する。

### (2) 焼成開始

- ① 昇温速度を  $30 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  とし 1,700℃まで昇温する。
- ② 炉内が 1,700℃になった時点で水温およびアルゴンガスの流量の確認を行う。
- ③ 昇温速度を  $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  とし, 2,100℃まで昇温する。
- ④ 炉内の温度が 2,100℃となった時間を記録する。

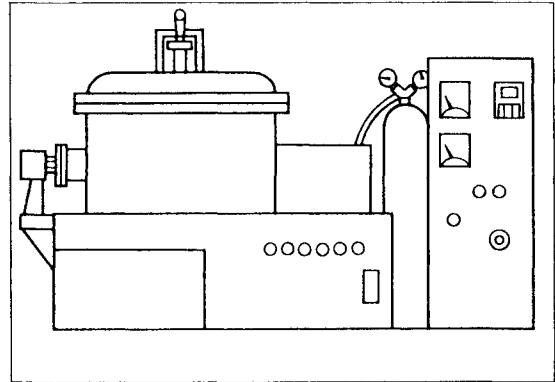


図 1 - 16 焼 成 炉

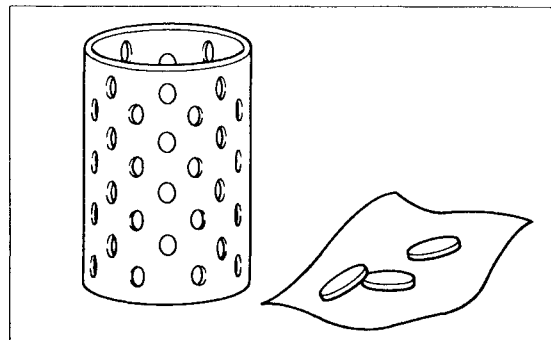


図 1 - 17 成形体固定容器と成形体

(3) 30分後

- ① 出力調整器を“0”にする。
- ② ガス流入バルブを閉じる。
- ③ 真空バルブを閉じる。
- ④ 加熱を“off”にする。
- ⑤ 真空ポンプを“off”にする。
- ⑥ 排気装置を“off”にする。
- ⑦ 水温，真空度の確認を行う。

(4) 炉内が 1,000°C 以下になったことを確認して冷却水用バルブの片側を閉じ、レコーダをoffにして真空度を確認する。

(5) 6 時間後残りの冷却用バルブを閉じる

6. 研 磨

・炉内から作成した試料を取り出し，ダイヤモンドディスク式岩石研磨機で研磨を行い，電極を付けて電気物性の測定を行う。あるいは，鏡面研磨をした試料をエッチングし，SEM観察を行う。

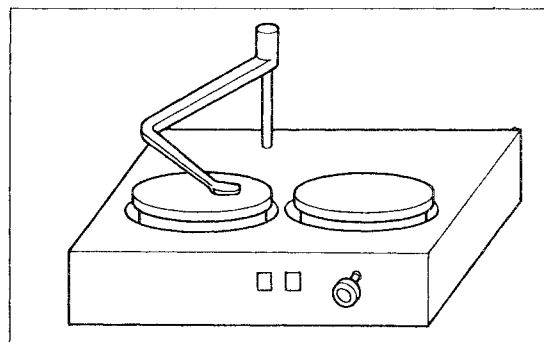


図 1 - 17 ダイヤモンドホイール

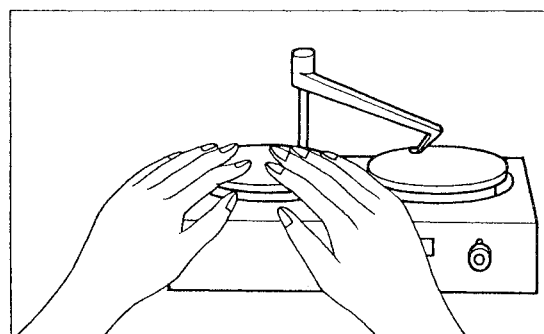
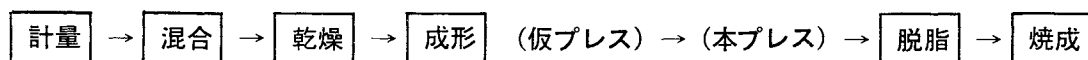


図 1 - 18 作成試料の研磨

## 実習課題（2） $\text{Al}_2\text{O}_3$ セラミックスの製造

現在、各方面でセラミックスが多用化されているが、そのなかでも $\text{Al}_2\text{O}_3$ セラミックスは、代表的なセラミックスの一つである。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ セラミックスは硬度、強度、化学的安定性に優れており、電気絶縁性、熱伝導率も比較的大きく、最も多様な形態と機能を持った材料である。

このような $\text{Al}_2\text{O}_3$ セラミックスの作成方法を理解するために、ここでは次のような $\text{Al}_2\text{O}_3$ セラミックスの製造過程を学習する。



(1) 作業準備

(1) 計量と混合

- 原料 ( $Al_2O_3$ パウダ, バインダ)
- テフロン製薬さじ
- テフロン製ピーカ
- ガラス製ピーカ
- 薬包紙
- ガーゼ
- 超音波洗浄器
- テフロン製球
- ポリエチレン製広口ビン
- エタノール (混合用)
- 洗浄用溶剤 (アセトン, エタノール)
- 蒸留水
- ユニバーサルボールミル
- 乾燥器
- 電子天秤

(2) 乾 燥

- 液体窒素
- ビニルテープ
- ホットプレート
- 油式ロータリーポンプ
- 密閉容器
- デシケータ
- シリカゲル

(3) 成 形

- 金 型
- オートグラフ
- 潤滑油
- ウェットラバープレス機
- $Al_2O_3$ 製管状炉
- $Al_2O_3$ 製ボード
- BN 粉体

(4) 焼 成

- バーナー炉

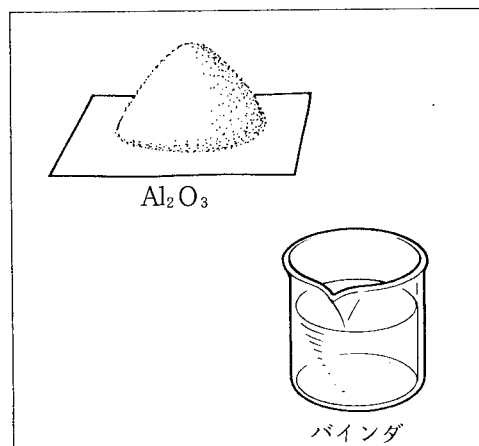


図 2 - 1 主な原料

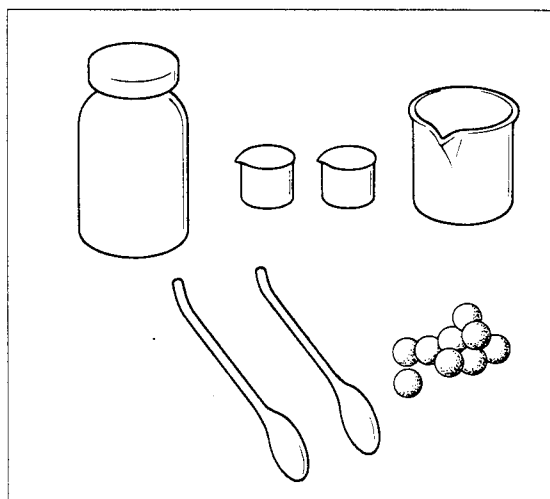


図 2 - 2 計量のための器具

## (2) 計量と混合

### (1) 洗 浄

- ① 乾燥器の電源スイッチを入れ、内部温度が80℃程度になるように調整つまみを調節する。
- ② テフロン製薬さじ、テフロン製ビーカー、ガラス製ビーカー、テフロン製球、ポリエチレン製広口ビンを用意する。
- ③ 用意した容器をアセトン、メタノール、蒸留水で洗浄を行う。
- ④ 洗浄した器具を乾燥器に入れ乾燥を行う。
  - ・テフロン製球はガラス製ビーカーにうつし、水をきり、ビーカーごと乾燥を行う。

### (2) 計量と混合

- ① 電子天秤の電源スイッチを入れ30分間置く。
- ② 洗浄した器具が乾燥したことを確認し、乾燥器から取り出す。
- ③ 原料として $\text{Al}_2\text{O}_3$ パウダ、バインダ、エタノールを用意する。
- ④ あらかじめポリエチレン製広口ビンにテフロン製球を大きな球70個、小さな球30個、合計100個となるように入れ、この中に計量した原料を入れるようにする。
  - ・混合は $\text{Al}_2\text{O}_3$ パウダを基準に、バインダが6wt%となるように配合するため、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ パウダ50g、バインダ3gを混合する。
  - ・計量を行う際、それぞれの原料が混ざらないよう薬さじは原料の種類別に違うものを使用する。
  - ・ $\text{Al}_2\text{O}_3$ パウダの計量は電子天秤の上に薬包紙をのせて行う。
- ⑤ 計量後、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ パウダはテフロン製球が入ったポリエチレン製広口ビンの中に直

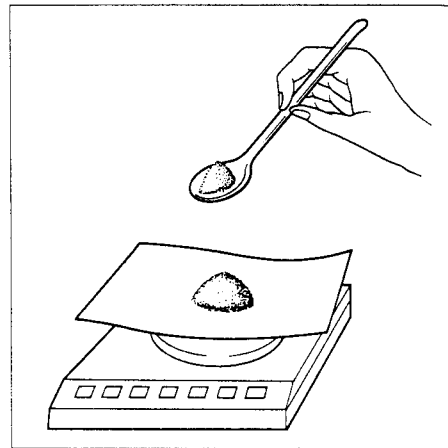


図 2 - 3 パウダの計量

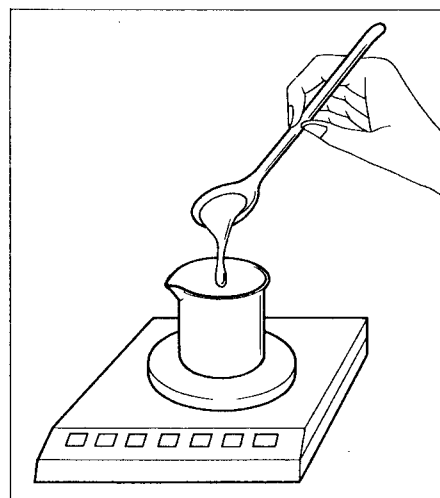


図 2 - 4 バインダの計量

接入れる。

- ・バイндаの計量は電子天秤の上にテフロン製ビーカーをのせ、その中にバイндаを入れて行う。
- ⑥ バイндаの入ったテフロン製ビーカーにエタノール50mlを入れる。
  - ⑦ バイндаをエタノールに完全に溶かすため、このビーカーを超音波洗浄器にかける。
  - ⑧ バイндаが完全にエタノールに溶けたことを確認し、その溶液を $\text{Al}_2\text{O}_3$ パウダが入った広口ビンに流し込む。
    - ・この時、ビーカーの周りについた水が、広口ビン内に入らないよう注意する。
  - ⑨ さらにエタノール 150mlで、このテフロン製ビーカーをすすぐようにしながらエタノールを広口ビンの中に注ぎ込む。
  - ⑩ 広口ビンの中に $\text{Al}_2\text{O}_3$ パウダ、バイнда、エタノールが入ったことを確認し、しっかりと蓋を閉める。
  - ⑪ 広口ビンをユニバーサルボールミルにのせ、混合を行う。
    - ・混合は24時間行う。

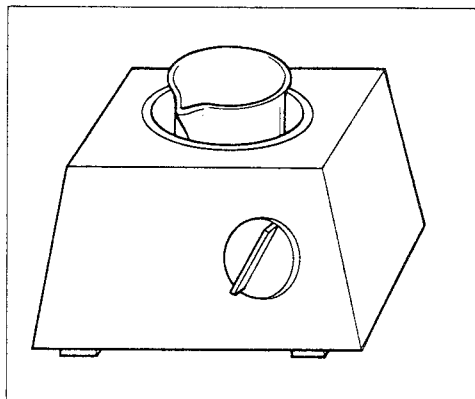


図 2-5 超音波洗浄器によるベンゼンの溶解



図 2-6 パウダと溶液の混合

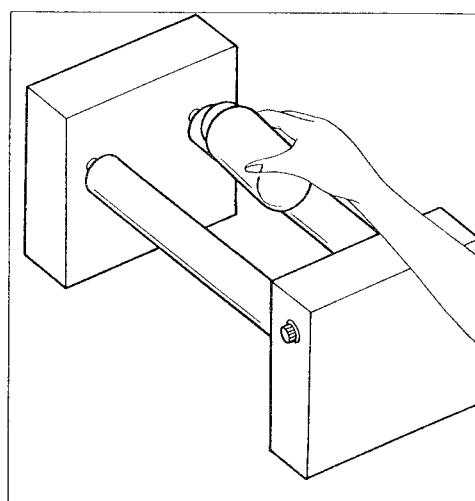


図 2-7 ボールミルによる混合

### (3) 計量に使用した器具の洗浄

- ①  $\text{Al}_2\text{O}_3$ パウダの計量に用いた薬さじは、アセトン、エタノール、蒸留水で洗浄する。
- ② バインダの計量に用いた薬さじ、およびバインダをベンゼンに溶かすために使用したテフロン製ビーカーは、エタノールで洗浄を行い、次に、アセトン、エタノール、蒸留水で洗浄する。

### (3) 乾燥

- ボールミルで24時間混合を行った溶液の乾燥は凍結乾燥法で行う。

#### (1) 乾燥

- ① 24時間混合した後、ユニバーサルボールミルを停止し広口ビンを取る。
- ② ガーゼをテーブルの上に敷き、その上に、200 mlのガラス製ビーカーをのせる。
  - ビーカーとテーブルの間に敷かれたガーゼは、ビーカーと机を断熱し、ビーカーと机が直接凍りつくことを防ぐ。
- ③ このビーカーに液体窒素を注ぐ。
  - この時液体窒素が沸騰するため、窒素が体にかからないよう注意する。
- ④ 液体窒素の沸騰が静まったことを確認して再びビーカーに液体窒素を注ぐ。
- ⑤ 広口ビンの蓋を外し、中のボールが落ちないように内ふたでボールを押えながら混合した溶液50 mlを100 mlのガラス製ビーカーに注ぐ。
- ⑥ この溶液を液体窒素で満たしたビーカーにゆっくりと円を描くように流し込む。
  - 流し込む間にビーカー内の液体窒素が沸騰し、液体窒素の量が減るので、ビーカー内で凍った溶液が液体窒素表面から現れる前に液体窒素を補給し、凍結を進める。
- ⑦ 溶液50 mlの凍結終了後、始めに溶液を

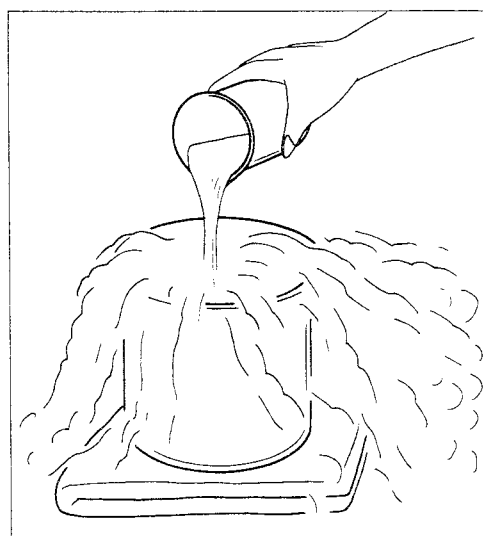


図 2 - 8 溶液の凍結



入れたビーカーに再び溶液を50ml注ぎ、溶液50mlの凍結が完了している容器に、溶液を流し込み凍結を行う。

⑧ 200 mlビーカーに溶液 100 mlの凍結が完了したら、このビーカーに薬包紙かトレーシングペーパーで蓋をし、ビニールテープで蓋を固定する。

⑨ 同様な方法で残りの溶液を凍結させる。

- 凍結した溶液は、200 mlビーカー 2 個にそれぞれ 100 mlずつになる。

⑩ この 200 mlのビーカーを内部が真空に保てる密閉容器の中に入れ、油式ロータリーポンプで容器内部を真空に引く。

- 同時にホットプレートの電源を入れ、設定温度を60℃にする。

⑪ 真空ポンプを始動させ30分後にビーカーの入った密閉容器をホットプレートにのせ、24時間、油式ロータリーポンプで真空引きを行う。



図 2 - 9 テープによるふたの固定

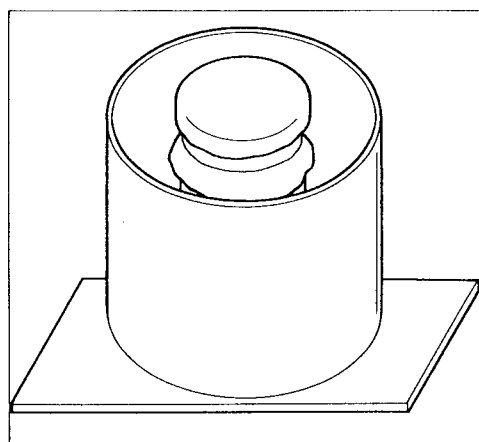


図 2 - 10 密閉容器へのセット

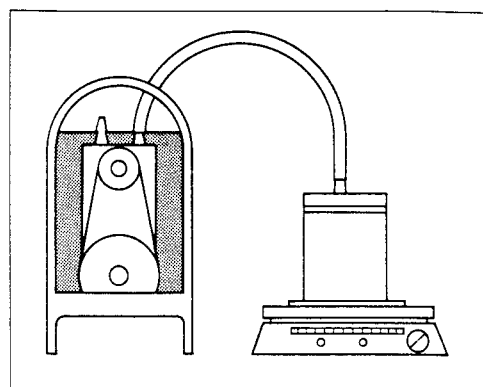


図 2 - 11 油式ロータリーポンプによる真空引き

## (2) 混合に使用した器具の洗浄

- ① ビーカーはアセトン、エタノール、蒸留水で洗浄を行う。
- ② 広口ビン内部にほとんど溶液が残っていないことを確認し、テフロン製球を入れた状態で広口ビンの蓋を閉め、ユニバーサルボールミルにのせ始動させる。
  - ・広口ビン内に溶液が残っているときは、テフロン製球が落ちないように残りの溶液を流し出す。
  - ・広口ビン内のエタノールが蒸発して、ビンの内側とテフロン製球の表面についていた溶液が固まりそれがはがれ落ちる。
- ③ 溶液がはがれ落ちたことを確認し、ユニバーサルボールミルから広口ビンを取り去る。広口ビンの蓋を開けテフロン製球を取り出し、ビン内部に溜まっている粉末を捨てる。
- ④ 取り出したテフロン製球はガーゼとアセトンできれいに汚れを落とす。
  - ・洗浄した広口ビンとテフロン製球は、エタノールと蒸留水で洗浄を行い、テフロン製球はビーカーに移してから乾燥器の中に入れる。

## (3) パウダの保管

- ・凍結乾燥で得られたパウダはシリカゲルを入れたデシケータで保管する。

## (4) 成形

### (1) 仮プレス

- ・得られたパウダを  $300\text{kg}/\text{cm}^2$  で一軸加圧成形を行う。

- ① 電子天秤の電源を入れ30分間置く。
- ② オートグラフの電源を入れプログラムを確認する。
- ③ 金型と薬さじをアセトンで拭く。

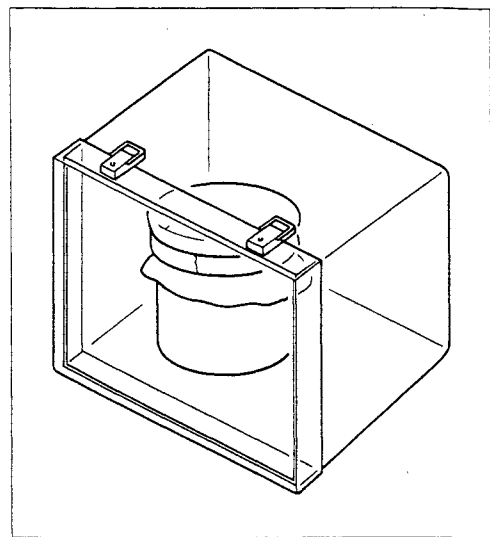


図 2 - 12 デシケータでのパウダの保管

④ 電子天秤の上に薬包紙をのせ、得られたパウダを薬さじですくって計量を行い、下側の金型に入れ、充填したパウダが平らになるよう金型に軽い振動を与える。

⑤ 平らであることを確認し、ゆっくりと上側の金型を差し込む。

- ・この時、ゆっくり上側の金型を差し込む。これは穴に入っているパウダが舞上がることを防ぐためである。

- ・金型のスライドの滑りが悪い時は潤滑油を塗ると滑りがスムーズになる。

⑥ 金型の差し込みが完了したら上から手で加重を加えしっかり金型を押える。

⑦ この金型をオートグラフにセットし加重をかける。

- ・プレスが完了したら上側の金型を外し、下側の金型からペレット状の成形体を取り出す。

- ・続けてプレスを行う際、穴の中に残っているパウダをはき出してから同様な手順でプレスを行う。

- ・成形体の作成が終了したらオートグラフの電源を切り、まわりを整理する。

- ・使用した金型はアセトンで汚れを落とし、スライドに潤滑油を塗って保管する。

- ・またこの時、使用した薬さじはアセトン、エタノール、蒸留水で洗浄し、乾燥器で乾燥を行う。

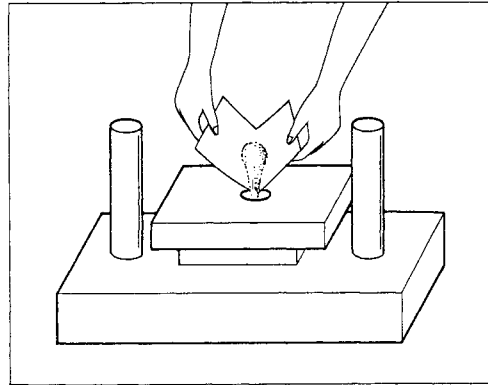


図 2 - 13 パウダの充填

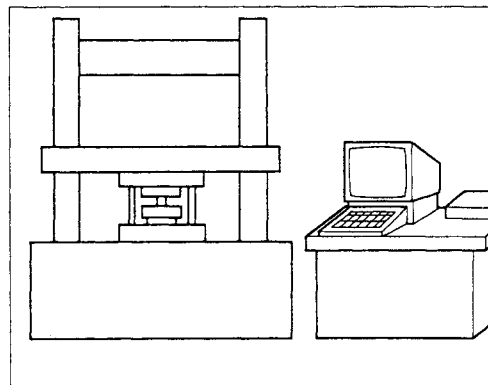


図 2 - 14 オートグラフによるプレス

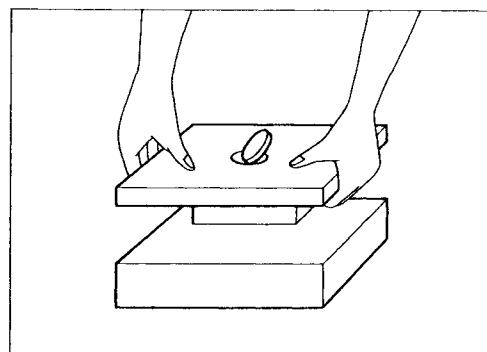


図 2 - 15 成形体の取り出し

## (2) 本プレス

・仮プレスで作成された成形体をウェットラバープレス機により水中で無限軸加圧成形を行う。この方法を用いることによりすべての方向から同じ圧力を加えて成形することが可能であり、均質な成形体を得られる。

- ① 仮プレスした成形体をゴム製容器に入れ、ゴム容器と成形体の空間を真空ポンプで脱気する。
  - ・脱気をしない状態で加圧した場合、作成された成形体はいびつになり、強固にはならない。
- ② 脱気完了後、ゴム容器を加圧室にセットする。
- ③ 加圧室を加圧用の液体で満たし、密閉する。
- ④ 密閉後プレス機を作動させ、 $3\text{ t/cm}^2$ でプレスを行う。(ラバープレスで得られた成形体は、仮プレスで得られた成形体に比べ、直径が5～7%程度収縮する。)

## 5. 脱脂

### (1) $\text{Al}_2\text{O}_3$ 管状炉による脱脂

- ①  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ポートにBN粉体を入れ、その上に成形体をのせる。
- ② このポートを $\text{Al}_2\text{O}_3$ 管の中央にセットし、ヒータの電源を入れ脱脂を行う。
  - ・昇温速度は $120^\circ\text{C}$ までが $1.5^\circ\text{C}/\text{min}$ 、 $320^\circ\text{C}$ までが $0.25^\circ\text{C}/\text{min}$ 、 $700^\circ\text{C}$ までが $1^\circ\text{C}/\text{min}$ とする。
- ③ 炉内温度が $700^\circ\text{C}$ に達したときの時間を記録し、 $700^\circ\text{C}$ 、48時間の脱脂を行う。
- ④ 脱脂終了後電源を切り、降温する。
- ⑤ 炉が完全に冷えた状態で試料を取り出す。

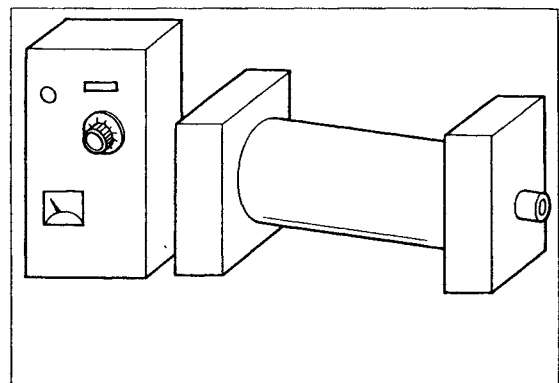


図 2 - 16  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 管状炉

## 6. 焼 成

### (1) バーナー炉による焼成

- ① 脱脂を行った $\text{Al}_2\text{O}_3$ 成形体をバーナーに炉にセットする。
- ② バーナー炉を始動させ、 $1.5^\circ\text{C}/\text{min}$ で昇温する。
- ③  $1,680^\circ\text{C}$ に達したときの時間を記録し、 $1,680^\circ\text{C}$ 、3時間の焼成を行う。
- ④ 焼成終了後、バーナー炉を停止し、降温する。
- ⑤ 炉が完全に冷えた状態で炉から $\text{Al}_2\text{O}_3$ 焼結体を取り出す。

・以上のような過程で $\text{Al}_2\text{O}_3$ 焼結体が作製される。