

## SiC 関連物質の合成と緻密化

—— 龍谷大学在学時の研究活動 ——

白井 健士郎  
Kenshiro SHIRAI

理工学部物質化学科 実験助手  
Laboratory Assistant, Department of Materials Chemistry



### 1. はじめに

2015年4月より物質化学科の実験助手として着任してきました白井健士郎です。私は2000年に龍谷大学大学院理工学研究科物質化学専攻を修了しました。その後3社の企業を経験し、そこでの主な業務内容は金属やセラミックス及び複合材料等の焼結に関する研究と実験で得られた試料等の最表面分析や材料の定性・定量等の分析業務を行っていました。

企業在籍中の2005年、「博士号を1年で取得せよ」との辞令を受け、龍谷大学大学院理工学研究科博士後期過程に入学しました。多くの人に助けられ翌年2006年3月に博士号を取得することができました。また、企業に在籍していた約11年間は龍谷大学との共同研究を積極的に行っていました。今振り返ると、本大学を修了した以降も長期にわたり龍谷大学に出入りしていました。その後、ご縁がありまして、教員として龍谷大学に戻ってまいりました。

本稿には本学大学院修士課程までの研究内容、企業在籍時の龍谷大学との共同研究及び博士課程での研究結果等について記します。なお、企業在籍時の研究結果については機密保持の都合上、一部のみの

紹介となります。ご了承下さい。

### 2. 本学での学生・研究生活

#### 2.1 研究室配属

1997年当時の物質化学科は3回生の夏休み前に研究室配属が決まっていました（現在は学外実習先の業務内容と研究室の研究内容をなるべく一致させるため6月前半に決まっています）。私はセラミックスに興味があったので無機材料系の研究室を探しました。当時の私が研究室を決める、希望するに当たって以下の条件を挙げました。

- ①低環境負荷での材料合成
- ②勢いがある、忙しく、鍛えてくれる研究室

当時はバブル崩壊した直後でしたので「低環境負荷」、「省エネ」、「グリーン」という言葉は今ほど注目を浴びていませんでしたが、環境問題に興味があったので①の条件を挙げました。また、優秀な成績では無かったにもかかわらず「将来的には研究職に就きたい」という無謀な夢を持っていたので4回生の最後に私を鍛えてくれて、十分に知識を付けてくれる研究室という理由で②の条件を掲げました。今思えば②の条件を重要視していたと思います。研究

室見学や友人から「〇〇研究室は忙しい、厳しい」という様な意見を参考にし、当時講師になられた大柳研究室を希望しました。見事第1希望で配属がまりました（当時の第1希望者はなんと2人！。配属後は想像以上に忙しく、期待以上に鍛えて頂きました。).

研究室配属が決まって大柳先生との初面談で「成績が良くないですが大丈夫でしょうか」と質問したところ、

- ・「今は無知でいい。これから勉強すればいい」
- ・「ゼロに100をかけてもゼロ。しかし、1に100をかければ100。頑張れば100になる」

と思ってもいない返答で驚きました。その言葉に勇気付けられ「この研究室でやるぞ！」と自分の「やる気スイッチ」がONになった事を今でも忘れません。私も学生実験を通じて学生さんに勇気や感動を与え、「やる気」を引き出すような指導をしたいと思っています。

## 2.2 燃焼合成法による無機材料の合成

研究室配属後は燃焼合成法を利用した AlN-SiC 固溶体の合成に関して研究を行っていました。この燃焼合成法、1967年頃旧ソ連の研究者 Merzhanov らが開発した無機化合物（セラミックス等）の合成法です<sup>2)</sup>。最近の本学学生さんは耳慣れない言葉かと思いますが、1990-2003年頃にかけて本学の大柳研究室（旧小泉研究室）にて盛んに研究されていました。

燃焼合成の概要ですが、元素同士の化学反応時に放出される大量の反応熱を利用して高融点化合物を瞬時に合成するプロセスです。混合する原料粉末の反応系が発熱反応であれば、最初に放電や抵抗発熱等のエネルギーを投入するだけで合成反応を自己伝播させることが可能です。例えば TiC を合成する場合、Ti 粉末と C 粉末を化学量論比 1:1 になる様に混合し、それらの圧粉体を作製した後、減圧容器

内に設置します。その後、圧粉体の片側よりカーボンリボンヒーターへの通電発熱により着火させることにより約 3000℃ の高温を発しながら順次発熱反応が自己伝播していきます（図 1）。正確な表現ではないですが、もっと簡単な言い方をすると、「手持ち花火の先端にライターで火をつけて、一瞬で自己伝播燃焼し、燃え残りの芯部分に新たな生成物が合成される」というイメージです。

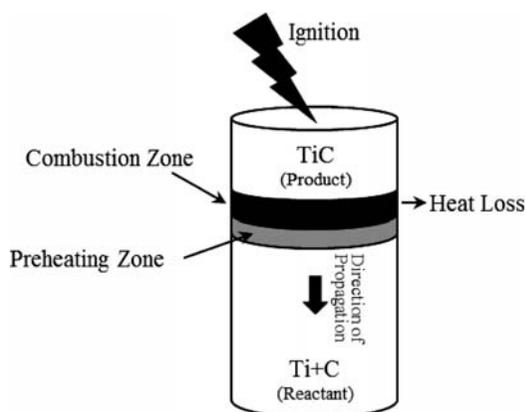


図 1 TiC の燃焼合成反応における燃焼先端の伝播過程

燃焼合成法を他の合成法と比較すると以下に示すような優れた特性及び性質を持っています。

- ① 反応装置が簡便である（減圧容器レベル）。
- ② 反応を維持するための外部エネルギーが不要でエネルギーの消費が少ない（外部熱源不要）。
- ③ 超高温発熱反応であり昇温降温速度が早い（数秒で反応が完結）。
- ④ 自己浄化作用があり高純度化合物が得られる（高温により不純物が系外に揮発）。

## 2.3 燃焼窒化法を用いた AlN-SiC 固溶体の合成<sup>3)</sup>

この燃焼窒化法は燃焼合成法の一つで、固相-気相間で発熱反応させるものである（今回の系では固相の Al と気相の N<sub>2</sub> との発熱反応であり、最高燃焼温度は 2700℃ にも達する）。SiC は高硬度、高強度を有しているが破壊靱性がやや低いという弱点がある。その弱点を克服するため、2H 構造での広い

固溶域を持つ AlN-SiC 固溶体の研究が盛んに行われている。従来の AlN-SiC 固溶体の合成法は互いが共有結合性の高融点化合物であるため、固相及び固溶拡散を促進させるには高温（ $\sim 2300^{\circ}\text{C}$ ）、高压（ $\sim 200\text{ MPa}$ ）、長時間（ $\sim 15$  時間）での高負荷プロセスによる熱処理が必要であった。そこで本研究では固相-気相間の発熱反応を利用した燃焼窒化法を利用して AlN-SiC 固溶体の短時間での合成を試みた。以下の反応式になるよう原料粉末をモル比にて秤量・混合した。

例：原料粉末 Al/Si/C = 6/4/4 の場合

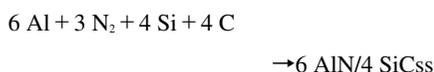


図 2 に供給窒素ガス圧 1.0 MPa における原料粉末 Al/Si/C = 6/4/4 にて燃焼窒化合成を行った温度プロファイルの代表例を示す。粉末の片側に着火後、燃焼合成の特徴である俊敏な反応（昇温速度： $1009^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ ）が進行し、最高燃焼温度は  $2430^{\circ}\text{C}$  に達した。本稿には掲載していないが、原料粉末中の Al 量増加及び供給窒素ガス圧を上昇させると最高燃焼温度は上昇する傾向を示した。これは  $\text{N}_2$  と発熱反応を引き起こす Al 含有量が増加することにより発熱反応が多くなることと、供給窒素ガス圧が高压になるに従い窒化反応が活発に起こるためと推測される。

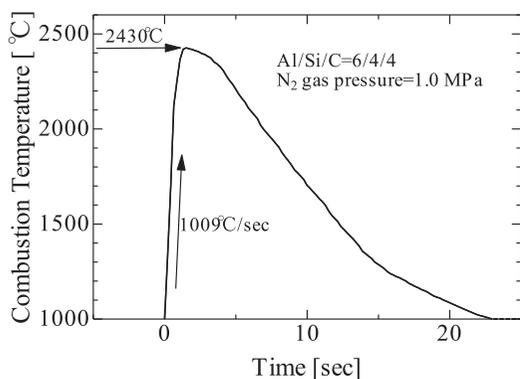


図 2 燃焼窒化時の温度プロファイル

図 3 に原料粉末 Al/Si/C = 6/4/4、供給窒素ガス圧 0.1 $\sim$ 8.0 MPa にて燃焼窒化合成を行って得られた生成物の X 線回折結果を示す。何れの結果も微量の未反応 Si（図中 $\triangle$ ）を含んだ 2H 構造の AlN-SiC 固溶体（図中 $\bullet$ 、ss は solid solution = 固溶体）の形成が確認された。また、未反応物の Si と Al は高压窒素雰囲気中で減少する傾向を示した。これは供給窒素ガス圧が高压になるに従い窒化反応が活発に起こったため、未反応物が減少したものと推測される。

次に AlN-SiC 固溶体の結晶性と固溶の状態について評価を行った。

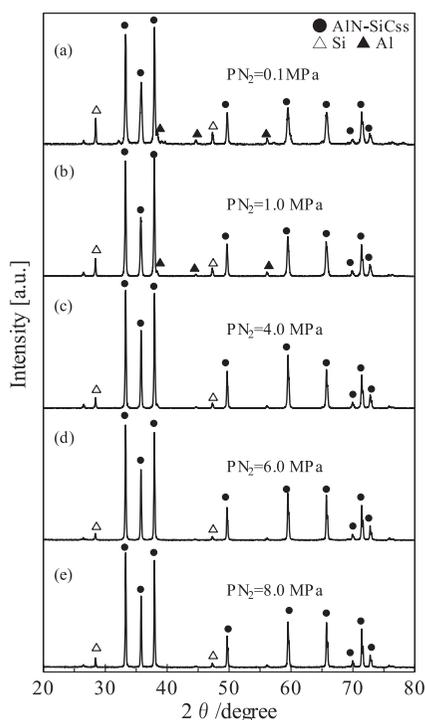


図 3 燃焼窒化法により合成された AlN-SiC 固溶体の X 線回折パターン。Al/Si/C = 6/4/4。

まず、X 線回折における 2H-AlN と 2H-SiC の六方晶構造における格子定数に大差は無くそのピーク位置は非常に近い。しかし、図 3 の  $60^{\circ}$  付近の (110) 面回折ピークの  $2\theta$  値が比較的離れていることが知られており、そのピークに注目した。図 4 に原料粉末 Al/Si/C = 6/4/4、供給窒素ガス圧 0.1 $\sim$ 8.0

MPaにて燃焼窒化合成を行って得られた生成物の60°付近のX線回折結果を示した。仮にAlNとSiCが固溶していない場合、この付近のピークはそれぞれ独立した二つのピークとして観察することができる(図4中にそれぞれの化合物のピーク位置を点線で示した)。高压窒素雰囲気側で合成した生成物にはKα1, Kα2線のX線回折ピークが確認できる(図4中の矢印付近。このKα2線は被測定試料の結晶性が良好でない場合は不明瞭。一方、良好である場合は明瞭に確認できる)。また、ピークの半価幅(ピーク高さ1/2の位置の幅)も高压窒素雰囲気になるに従い狭くなる傾向を示している。即ち供給窒素ガス圧が高くなるに従い、より均質なAlN-SiC固溶体を形成していることが示唆される。

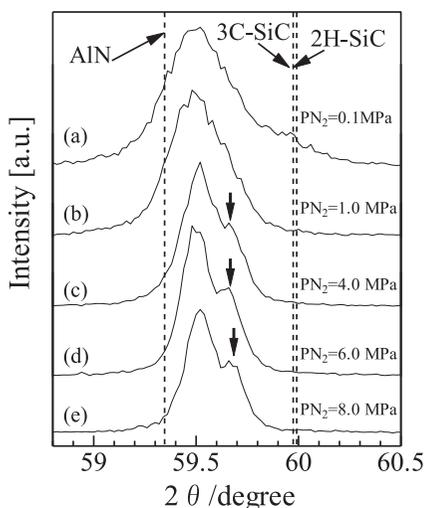


図4 燃焼窒化法により合成されたAlN-SiC固溶体の60°付近のX線回折パターン。Al/Si/C=6/4/4。

以上の結果より、供給窒素ガス圧0.1~8.0MPaの燃焼窒化にてAlN-SiC固溶体を合成することができた。また、高压窒素雰囲気にて均質なAlN-SiC固溶体を得ることができた。

上記の研究を4回生時代に行いました。当時、「高融点化合物であるセラミックスが燃焼により一瞬で合成できる!」という驚きと感動を覚え、卒業

研究に没頭しました。元々、4回生で卒業し就職する予定でしたが「燃焼合成」の虜となり、「もっと研究したい」と強く思い、修士課程に進学することを決意しました。

## 2.4 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>の熱分解を利用したAlN-SiC固溶体の常圧燃焼窒化合成<sup>4)</sup>

原料粉末Al/Si/Cを用いて高压窒素雰囲気下では比較的均質なAlN-SiC固溶体を得ることができたが、常圧窒素雰囲気下で均質な固溶体を得ることは困難であった。高压窒素雰囲気での合成は多量の窒素消費、耐压容器が必要なことからコスト高が問題である。また、高压ガスを取り扱う上での危険性も伴うため、常圧窒素雰囲気にて均質なAlN-SiC固溶体の合成が望まれた。

常圧窒素雰囲気下で均質な固溶体を得るには別のアプローチにより窒素を供給させる必要がある。そこで我々は固相からの窒素供給を検討した結果、常圧窒素雰囲気且つ高温環境下で分解するSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>に着目した。図5にSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>の熱力学的安定領域状態図を示した<sup>5)</sup>。図中左下から右上に引かれている線上で固相のSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>とその分解によって生じた液相のSiと気相のN<sub>2</sub>が存在する領域である。一方、線上の左側領域では液相のSiと気相のN<sub>2</sub>が存在し、右側では固相のSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>のみが存在する領域である。

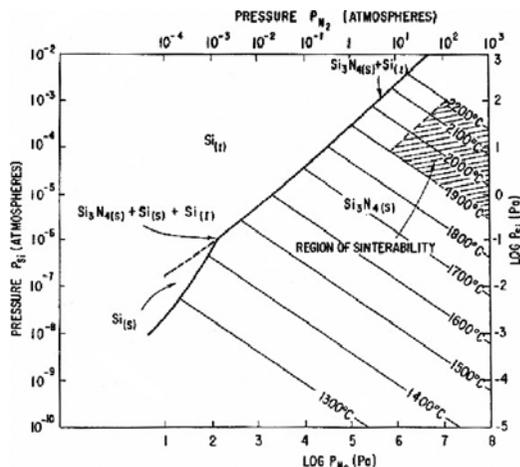


図5 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>の熱力学的安定領域状態図

本来この図は原料粉末中の  $\text{Si}_3\text{N}_4$  の分解が許されない焼結体の作製に用いるものであるが、我々はこの性質を逆手に取り  $\text{Si}_3\text{N}_4$  を故意に分解させるためにこの図を用いた。この図から  $1900^\circ\text{C}$  以上の領域で窒素雰囲気圧が  $1\text{ atm}$  であれば、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  が液相の  $\text{Si}$  に分解することが分かる。この性質を利用して低圧窒素雰囲気圧で  $\text{Al} + \text{N}_2$  の  $2000^\circ\text{C}$  以上に達する反応熱にて原料粉末中の  $\text{Si}_3\text{N}_4$  を分解させ、気相の他に固相からも窒素を供給させることにより常圧窒素雰囲気にて均質な  $\text{AlN-SiC}$  固溶体の作製を試みた。

以下の反応式になるよう原料粉末をモル比にて秤量・混合した。

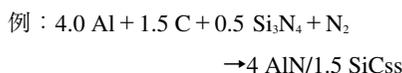


図 6 に原料粉末及び供給窒素ガス圧  $0.1\sim 6.0\text{ MPa}$  にて燃焼窒化合成を行って得られた X 線回折結果を示す (図中 (e) は混合粉末)。全ての供給窒素ガス圧下で  $2\text{ H}$  構造の  $\text{AlN-SiC}$  固溶体 (図中●) と微量の  $\text{Si}$  (図中△) が確認された。この系では原料粉末中に  $\text{Si}$  が含まれていないことから、燃焼合成反応中に  $\text{Si}_3\text{N}_4$  の分解により発生した  $\text{Si}$  であることが推測される。一方、供給窒素ガス圧が  $4.0\text{ MPa}$  以上で微量の未反応  $\text{Al}$  (図中▲) と  $\text{C}$  (図中○) 及び  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (図中□) のピークが確認できる。先述した  $\text{Al/Si/C}$  系の結果とは逆に供給窒素ガス圧の上昇に伴い未反応物が増加している。これは相図から考察すると高圧窒素雰囲気では  $\text{Si}_3\text{N}_4$  が安定領域で分解し難いので未反応物として残留し、結果として反応熱の希釈材として作用したことが原因と考えられる。また、本稿では割愛しているが、固溶の度合いや均質さの評価に使用している  $60^\circ$  付近の  $(110)$  面回折ピークであるが、供給窒素ガス圧  $0.1\text{ MPa}$  にて最も均質な  $\text{AlN-SiC}$  固溶体が得られていた。

高温且つ常圧窒素雰囲気圧で分解する性質を有する  $\text{Si}_3\text{N}_4$  を用いることにより、窒素が固相 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$  由来) と気相の 2 源から反応に供給され、未反応物の

少ない比較的均質な  $\text{AlN-SiC}$  固溶体の合成が可能となった。また、常圧窒素雰囲気での合成が可能になったことから、低コスト、低環境負荷且つ安全性に優れた合成法の確立に至った。

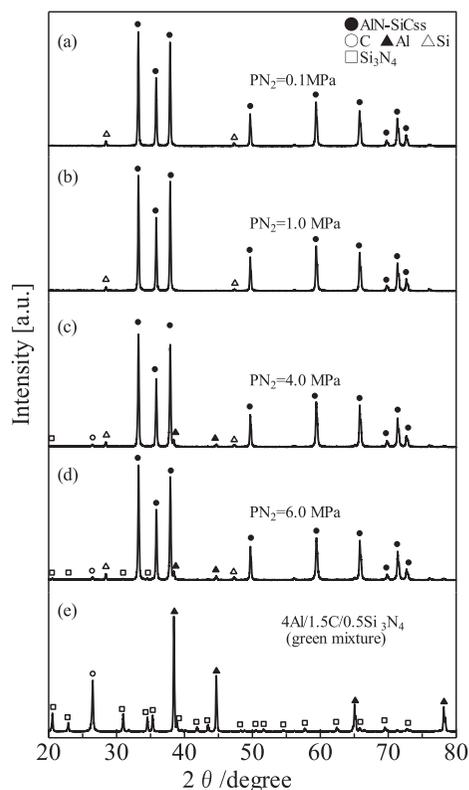


図 6 燃焼窒化法により合成された  $\text{AlN-SiC}$  固溶体の X 線回折パターン ( $4\text{ Al}/1.5\text{ C}/0.5\text{ Si}_3\text{N}_4$  供給窒素ガス圧  $= 0.1\sim 6.0\text{ MPa}$ )

以上が大学院の 2 年間で私が担当した研究内容です。大柳研究室に在籍した 3 年間、上記研究テーマを通じて、技術者・研究者としてやっていける様にしっかり鍛えて頂きました。大学院を修了してからの企業に在籍していた 15 年間はずっと研究職に就くことができました。3 回生に「将来的には研究職に就きたい」という無謀とも思えた夢を現実に叶える事ができました。

### 3. 社会人及び博士後期過程での研究生活

修士終了後、大阪の某会社にて研究開発の仕事に就きました。そこでは金属粉末を用いた焼結、即ち粉末冶金プロセスを用いて材料開発を行っていました。常圧焼結の基本や焼結品の量産方法について貴重な経験ができました。そこでの研究業務も楽しかったのですが、バブル崩壊後の業績の悪化や自分自身がセラミックスの研究がしたいという夢があったので入社2年後の2002年に転職を決意しました。

転職先は下請け加工業を営んでいましたが、新たにセラミックス関連の商品開発部署を立ち上げたということもあり、研究員を募集していました。ご縁がありその企業へ入社しました。立ち上がったばかりの部署で研究開発の実績もなく、焼結装置以外の分析評価機器が揃っていなかったこともあり、大柳先生の指導を受けて商品開発を実施していました。また、2005年には「博士号取得せよ」との辞令を受け本学の社会人ドクターとして入学しました。また、私事ですが同年に子供が生まれ、育児と研究活動で超多忙だったことが思い出されます。以下に博士課程及び共同研究の際に研究していた内容と商品化の例を記します。

#### 3.1 放電プラズマ焼結法を用いた商品開発<sup>6)</sup>

転職後の会社では放電プラズマ焼結法を用いてセラミックス材料の研究開発を行っていました。この放電プラズマ焼結法 (Spark Plasma Sintering: SPS) は「パルス通電法」、或いは「パルス通電加圧焼結法」とも言われ、難焼結セラミックスや傾斜材料、熱電変換材料等の最新材料合成分野で注目されている新しい焼結法です。SPS法の特徴を従来法と比較すると、

- ・ホットプレス焼結などと同様の一軸圧縮焼結法の一つであるが、ホットプレスは焼結容器全体を加熱する必要があるため昇温速度が遅い (通常 20℃/min, 最大 40℃/min)。一方、SPSは粉末が充填されたグラファイト型に直接通電 (パルス通

電)するので急速昇温 (通常 300℃/min, 最大 1000℃/min) が可能。急速昇温・短時間で熱処理できるのでナノ粒子の粒成長を抑制した焼結が可能。

- ・SPSは加熱範囲が限定されるため冷却速度が早く、昇温から取出しまで短時間である。例えば焼結温度 800℃の金属を焼結する場合、ホットプレス1回の焼結に8時間要するに対し、SPSは僅か40分である。短時間プロセス且つ投入エネルギーが低いことから産業界及び研究者に多く採用されている。
- ・ホットプレスは焼結材料を炉内全体にてゆっくり時間をかけて加熱しますが、SPSは特殊な ON-OFF 直流パルス通電を行うことにより導電性材料での電界拡散により物質拡散・焼結が促進される。更にこのパルス通電により粒子間隙で火花放電が発生するといわれており粒子表面のクリーニング効果により焼結プロセスが促進されている。

という様な特徴を有しており国内外で盛んに研究されている。本学においてもこの放電プラズマ焼結装置を大柳研究室に導入しており、この分野を世界でリードしている。

#### 3.2 SiC ナノ粉末の放電プラズマ焼結<sup>7)</sup>

SiC (炭化珪素) は軽量、高温での高強度、低い熱膨張係数、高い化学安定性等、優れた性質をもっていることから様々な工業分野で注目を集めている存在である (生活の中ではあまり見かけない材料ですが身近な例として、金属等を削る・磨く際に使用する研磨紙等に使用されています)。更に高温での優れた耐酸化性を有していることから化学蒸着法 (CVD) で作製した様な超緻密薄膜については、デジタルカメラレンズ等に使用されているガラスレンズの成型型に使用されている。しかしながら CVD で作製された超緻密 SiC 薄膜は高価であり、更には度重なる成型サイクルにより表面粗度が劣化してしまった場合、その膜厚が薄いため再研磨が不可能であることからコストパフォーマンスが悪い。そこ

で近年では再研磨を可能にするため超緻密体で構成された SiC 焼結体が要求されており，盛んに研究が行われている．超緻密 SiC 焼結体を得るには超高压 HIP (Hot Isostatic Pressing) 等を用いて焼結助剤を添加することにより実現可能である．しかし，この工法により作製された焼結体の粒界には焼結助剤が偏析しており研磨時に SiC と焼結助剤の研磨速度が異なるため面粗度が悪化する (焼結助剤は SiC に比べ柔らかいので先に削れ落ちる．結果マイクロオーダーの凸凹形状が発生)．よって焼結助剤を添加することができない．また，この工法ではナノサイズの粉末を用いても緻密体を得るには長時間の熱処理が必要であり，結果として粒成長を引き起こす (超高温で数時間保持するため粒子が成長する)．このような焼結体の加工時に焼結体から粒子が脱粒してしまった場合，マイクロオーダーの穴が表面に形成され，成型時にその形状がガラスレンズに転写され，結果として光学特性を失ってしまう．その脱粒による穴の大きさがナノオーダーであれば光学特性は失われまいと言われており，焼結体はナノサイズの粒径で構成されている必要がある．同様に焼結体の内外部にマイクロメートルオーダーの気孔が存在する場合も光学特性に影響を及ぼすため，焼結体は超緻密体であることが要求される (密度 99 % 以上)．即ち，光学ガラスレンズ向け金型には不純物が少ないナノ粒径を有した超緻密 SiC 焼結体が要求されていた．

本研究ではメカニカルアロイング法<sup>8)</sup> (MA 法) を用いてナノ粒子サイズの SiC 粉末を作製した．この方法は 2 種類以上の粉末を遊星ボールミル等を用いて機械的に処理すると，原子レベルに混合できる他に粉末が粉碎されてナノサイズの粒子を得ることができる．また，高エネルギーを粉末 (固体) に与えるので高濃度の積層欠陥を有した粉末を得ることが可能となる．しかし，MA 法で得られたナノ粉末を従来の焼結方法にて粒成長を抑制しつつ緻密体を得ることは非常に困難である．これらの問題を解決するには低温・短時間で完全な焼結をする必要が

ある．そこで我々は低温・短時間，更に難焼結材料の焼結で注目されている放電プラズマ焼結機 (以下 SPS 法) を用いてナノ構造を有した緻密 SiC 焼結体の作製を試みた．

図 7 に Si と C を各時間で MA 処理して得られた粉末の X 線回折結果を示した．MA 処理時間が

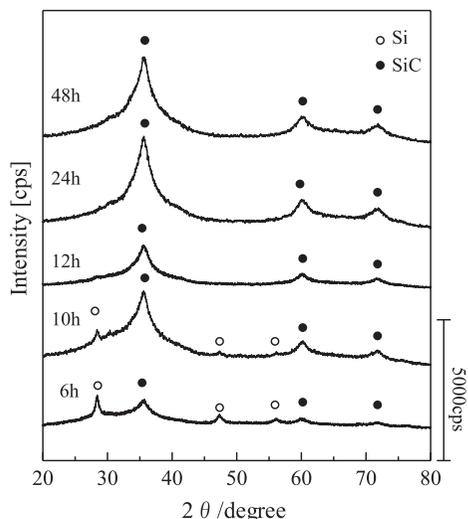


図 7 遊星ボールミルで MA 処理した粉末の X 線回折パターン．図中に処理時間を記している．

増加するに従い Si 粉末の微細化とアモルファス化に伴って Si ピーク (図中○, 28° 付近) 強度が減少した．6 時間以上 MA 処理した粉末からは Si のピーク以外にブロードした 3 C-SiC の (111) 面に相当するピークが出現した (35° 付近)．

MA 処理が 10 時間以下では 28° 付近の Si ピークを観測することができるが 12 時間ではそのピークが完全に消滅した．この粉末を不活性雰囲気中で Si の焼きなまし (800°C - 24 h) を行った結果，Si のピークが僅かに回復したので未反応のアモルファス Si の存在が確認された．従って Si 及び C 粉末を完全に反応させるためには処理時間を長くする必要がある．次に 24 時間 MA 処理した粉末では SiC のピーク強度が更に増加しそのピーク形状はブロードしていた．その後，MA 処理を 48 時間まで行ったが，

そのピーク強度は 24 時間のものと大差はなかった。この 24 時間 MA 処理した粉末を焼きなましを行った結果、未反応の Si ピークは確認できなかった。従って本研究では全ての Si と C の粉末が反応するには 24 時間の MA 処理が最適と判断した。また、これらの粉末を透過型電子顕微鏡により粒径を観察した結果、1 次粒子径は 10 nm あるいはそれ以下で構成されていた。

以上の結果から本実験で得られた粉末を考察すると、X 線回折のブロードした形状より SiC の c 軸方向の積み重なり、即ち (111) 面方向が無秩序に積層されていることを示している（積層無秩序構造）。更に粒径がナノサイズであることも影響していると考えられる。

24 時間 MA 処理して得られた SiC 粉末を放電プラズマ焼結（1900℃ - 10 min, 70 MPa）した結果、昇温中の 1560℃ 付近で焼結が開始し、保持温度の 1900℃ に達するまでに急激に焼結が進行した。また、焼結時の収縮挙動を解析した結果、1870℃ 付近で最も焼結が進行していた。以上の結果より、従来法で緻密体を得るには超高压で 2000℃ 以上の熱処理が必要であったが、本研究の工法(MA 法+SPS 法)により 100℃ 低温の 1900℃ で緻密体を得られる可能性が示唆された。

図 8 に各焼結温度で得られた SiC 焼結体の相対密度測定結果を示す。なお、相対密度の算出に用いた  $\beta$ -SiC の理論密度は 3.215 g/cm<sup>3</sup> である。保持温度 1500℃ の相対密度値は焼結前の圧粉密度と同じであることから焼結は進行していない。保持温度 1600–1700℃ 時、緩やかな密度上昇が観察できることから僅かながら焼結していることが推測される。前述に記したようにこの粉末は 1560℃ 以上で焼結が開始する現象によく一致している。次に 1700–1800℃ 時に急激な密度上昇が観察され、1800℃ での相対密度は 97% であった。更に温度を上昇させた 1900℃ での相対密度は 99.5% であり緻密な SiC 焼結体を得られた。

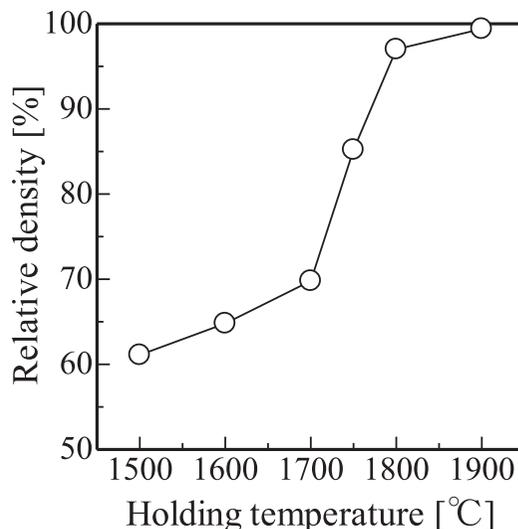


図 8 各焼結温度で得られた SiC 焼結体の相対密度。

一般に焼結助剤無添加の SiC の焼結には 2000℃ 以上の条件が必要であると言われているが、100℃ 以上低温で緻密体を得ることが可能となった。この緻密化機構は MA 処理した粉末の粒径がナノオーダーであるのに加え他に焼結を促進している要因があると考えられる。

図 9 に保持温度 1500℃ から 1900℃ にて放電プラズマ焼結して得られた SiC 焼結体の X 線回折結果を示す。なお、上図 A は  $2\theta$  が 20–80°、下図 B は詳細に検討するため  $2\theta$  を 31–43° まで拡大している。保持温度が高温になるに従いピークが鋭くなり結晶性が良好になる傾向を示している。また、SiC の低温相である 3C 構造を有していることが分かる。保持温度 1600℃ 以下ではブロードした形状のピークが得られていることから未だ積層無秩序構造を有した状態である。保持温度 1700℃ ではある程度の構造秩序化は観察できるものの、積層欠陥の指標である (200 面) の回折ピーク ( $2\theta = 42^\circ$ ) はブロードしているので構造の秩序化は完了していないことを示している。次に保持温度 1800℃ 以上の領域では (200) 面の回折ピークが鋭くなり構造の秩序化が完了している。以上の結果から本研究で作製

した SiC 粉末はナノサイズの粒子であることに加え、積層無秩序構造を有しており、それが秩序化する際に体積拡散が急激に進行することにより従来よりも低温且つ焼結助剤無しで緻密化したと考えている。

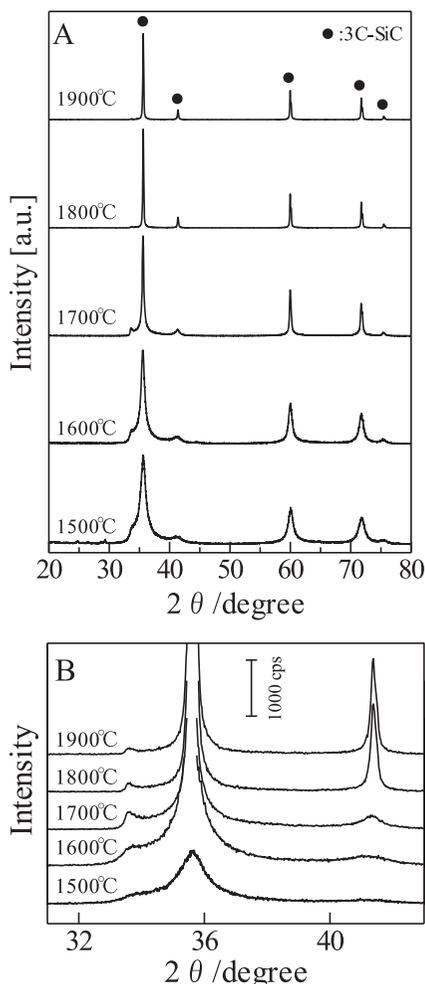


図 9 各焼結温度で得られた SiC 焼結体の X 線回折パターン。A : 20 から 80°。B : A の拡大 31 から 43°。

本研究で得られた超緻密 SiC 焼結体を用いて作製した光学ガラスレンズ向け SiC 金型の試作品を図 10 に示した。一般に市販されている SiC は絶縁体であるため、その加工にはダイヤモンド分散砥石等を用いて長時間の研削加工が必要とされていた。

一方、本研究で得られた SiC は偶然にも導電性を有していたため、放電加工を実施してみたところ、切断や穴あけが可能であった。結果、従来法の加工法に比べ加工時間が大幅に短縮され、加工費を低減することに成功した（加工速度：放電加工 > 研削。また放電加工は無人運転が可能）。

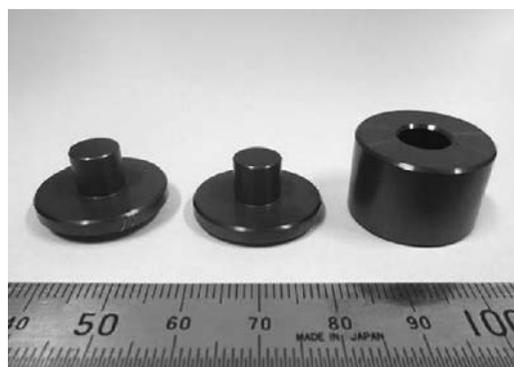


図 10 光学ガラスレンズ向け SiC 型<sup>9)</sup>（試作品）左二つは上下パンチ。右はダイス。

#### 4. おわりに

私が本学を卒業して 15 年が経過してしまいました。あっという間の 15 年間でした。私が入学した頃瀬田キャンパスには理工学部と社会学部のみで学生さんも少なかったですが、近年では国際文化学部（2015 年深草へ移設）、環境ソリューションや農学部の開設により学生数が増え大変賑やかになったものです。

さて、2015 年度から教員という立場でお世話になります。本学で学んだことや企業での研究経験を活かして、母校である本学の発展に寄与したいと思っております。また、私は物質化学科の実験を担当しているので、学生さんと至近距離で接する機会が多くあります。私からの一方的な指導や情報の伝達だけではなく、学生さんからの意見や情報にも耳を傾け意見交換できる環境を作り上げたいと思っております。最後に本稿を読んで頂いた学生さんに次の言葉を送り終わりとしたい。

「チャレンジして失敗することを恐れるよりも、  
何もしないことを恐れる」

本田 宗一郎

是非いろんなことにチャレンジして下さい.

#### 謝辞

本稿の研究成果や博士号取得は本学の大柳満之教授の懇切丁寧なご指導ご鞭撻，温かい励ましや叱咤激励があってこそ成し得たものだと思います。ここに厚く御礼申し上げます。

また，3度の転職にもかかわらず，温かく見守り，陰ながら応援してくれた妻に感謝します。

今後ともよろしく願います。

#### 註

1) 龍谷大学では2005年度より，過去に修士課程を修了し，その後社会人で研究業績を積み，博士の学位取得を希望するものを主な対象として，博士号の取得を短期でできる様に支援するという制度が確立されました。

2) A. G. Merzhanov and I. P. Borovinskaya, *Dokl. Chem.* 204, 429 (1972).

3) M. Ohyanagi, K. Shirai, N. Balandina, M. Hisa and Z. A. Munir, "Synthesis of AlN-SiC Solid Solutions by Combustion Nitridation", *J. Am. Ceram. Soc.*, 83[5] 1108-1112 (2000).

4) D. Kata, K. Shirai, M. Ohyanagi, Z. A. Munir, "Formation Mechanism of AlN-SiC Solid Solution by Combustion Nitridation in Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Si-Al-C System", *J. Am. Ceram. Soc.*, 84[4] 726-32 (2001).

5) C. Greskovich, S. Prochazka, *J. Am. Ceram. Soc.*, c.96-97, (1982).

6) 放電プラズマ焼結 (SPS) システムの現状と将来性，住友石炭鉱業株式会社。

7) M. Ohyanagi, T. Yamamoto, H. Kitaura, K. Shirai, Z. A. Munir, "Spark Plasma Sintering of SiC Nano-Powders", *CIMTEC 2002-10th International Ceramics Congress and 3rd Forum on New Materials*.

8) M. Ohyanagi, T. Yamamoto, H. Kitaura, Y. Kodera, T. Ishii, and Z. A. Munir, *Scripta Mater.*, 50 (2004) 111-114.

9) 本学理工学部大柳研究室所蔵 SiC 試作型。