

# 論文審査の結果の要旨

氏名 中井 宗紀

本論文は、6章からなる。超高温強度素材としてのコランダム基共晶体複合材料の微細組織については、形状、サイズなどにの観点からのいくつかの研究報告があるが、組織を構成する結晶の方位関係についての体系的な研究はない。また、一定の結晶方位関係が観察される要因を物理化学的に考察したものもない。本論文の価値は上記2点、組織構造と結晶方位関係の記載を詳細に行いその成因を考察することによって、高温高強度材料の観点から望まれる結晶方位関係を作製する融液成長プロセスを提案したことにある。

第1章は、現在の超高温強度素材の展望、力学強度に影響する要因、微細組織および結晶方位について概説している。

第2章は、本研究で用いた実験手法を説明している。試料合成は $\mu$ PD法を用いている。微細組織観察はSEMで、結晶方位観察はEBSD法とプレセッション・ラウエカメラ法を併用した。特にバルクの結晶方位評価では、プレセッション・ラウエカメラ法を多用するため、回折パターンを再現するソフトを自作して方位決定を効率的に行った。また、複合材料の残留応力に関しては、コランダムに含まれるCrの蛍光のピークシフトを用いて推定した。また、構成結晶相に関しては、単結晶構造解析、粉末構造解析およびEPMA法を併用している。

第3章は、コランダム基共晶体の中で最もよく研究されているコランダム/ジルコニア系共晶体とYAG/コランダム系共晶体の残留応力を比較した。後者は前者より冷却時の相転移もなく、構成両相の熱膨張率の差が小さいことから、低い残留応力が期待され、強度素材としてより望ましいことを明瞭にした。

第4章は、YAG/コランダム系共晶体の微細組織(Chinese script structure)と結晶方位関係について報告している。まず、共晶体のコランダム相のc軸は、ファイバー成長方向と直角であることを明らかとした。そして、化学組成の異なるさまざまな共晶体の組織構造を考察し、コランダムのc軸は最大温度勾配と常に直交することを突き止め、さらにファイバーの成長に伴い観察されるコランダム相の成長方位変化は引っ張り速度の上昇に伴う温度勾配の方向転換に起因すると解釈した。また本研究では、YAG/コランダム系共晶体で頻繁に観察できる $\langle 112 \rangle$ YAG //  $\langle 001 \rangle$ コランダム  $\perp$  ファイバーの結晶方位関係を、 $\mu$ -PD法で合成された単結晶の晶癖と比較検討している。そして、本研究の実験条件下では、 $\langle 112 \rangle$ YAG と $\langle 001 \rangle$ コランダムがともに各単結晶で最も成長の遅い軸のひとつと推定され、これら2つの軸が合成途中で最も温度勾配の小さい方向を向くように一致する上記方位関係が現れたと解釈している。本実験結果を総括することによって、より高強度の素材を開発するためには、コランダムc軸をファイバー方向に整列することが肝要であることを指摘している。

第5章は、共晶組成のAl成分の一部をSc, Cr およびFeの各元素で置換し、微細組織および結晶方位に関する変化を観察している。元素の置換によって、置換体の微細組織は、典型的なChinese script structureから、棒状のセルが束ねられたような不均質なコロニー状構造へと変化する。置換割合の低いサンプルでは、各セル内で基本的なYAG/コランダム系共晶体で観察された方位関係 $\langle 112 \rangle$ YAG //  $\langle 001 \rangle$ コランダム  $\perp$  成長方向が保持されていたが、置換割合が増えるに従いこの方位関係は不明瞭になることを明らかとした。特に、Sc置換サンプルに、 $\langle 100 \rangle$ YAG //  $\langle 001 \rangle$ コラン

ダム // ファイバーの新たな結晶方位関係を見だし、この全く新しい微細組織のパターンと結晶方位関係の生成原理を、単結晶構造解析、SEM-EDSによる化学分析および相図を巧みに利用し解説している。また、YAG/コランダム/cubic-ZrO<sub>2</sub> 共晶体に関する研究では、Geometric structure と呼ばれる新しい微細組織をもつサンプルが、Chinese script structure のサンプルよりはるかに高い高温機械的強度を示すことを、コランダムの結晶方位関係から明瞭に解説している。そして、高温で良好な機械的強度を示す YAG/コランダム/cubic ZrO<sub>2</sub> 三元系共晶体材料の作製には、コランダムの優先成長方位を c 軸にすること、Scなどの添加によって YAG を a 軸優先成長させること、正確な共晶組成で不均一な微細組織を避けることさらに引き下げ速度を速くし最大温度勾配をファイバー方向に一致させることなどが、成長プロセス条件として不可欠な要素であることを示している。

第 6 章は、結論である。本研究によって得られた結論(1)残留応力と組織構造の観点から、コランダム/YAG 系が最適であること、(2)<001>コランダム // <112>YAG ⊥ fiber の結晶方位関係は優先方位成長のメカニズムで説明可能なこと、(3)<001>コランダム // fiber の方位関係は強度材料として最適であることを明瞭に総括している。そして、高温酸化環境において最大強度を示す共晶体の作製に最適な結晶方位関係およびそれを実現する結晶成長プロセスを提案している。

以上のように、本論文は、融液成長した YAG/コランダム共晶体複合材料の結晶方位関係の制御機構の解明と制御技術の開発に大きな結論を与えるものであり、鉱物学および結晶学をはじめとして地球科学の研究分野の発展に貢献するところが少なくない。よって、博士(理学)の学位を授与するのにふさわしいと認められる。