

2001年粉末冶金と粉体材料に関する国際会議(PM²TEC2001)

防衛大学校 システム工学群機械工学科

教授 木村 博

(平成 12 年度国際会議等参加助成 AF-2000032)

キーワード：バルクナノ結晶セラミック、高速超塑性加工、パルス放電焼結加工

開催日時：2001年 5月13日～17日

開催地：アメリカ合衆国、ニューオーリンズ市

国際会議報告

本会議は、金属粉体工業協会(Metal Powder Industries Federation, MPIF)と米国粉末冶金協会国際部(APMI International)が、毎年米国において開催する国際会議であり、粉末冶金と粉体材料の科学技術分野における最新の研究をテーマにしている。また同時に、粉末冶金関係の企業の展覧会も開催された。申請者は、5月14日午後、ナノ結晶材料のセッションにて、30分間の口読発表と質疑応答を行い、好評を博した。論文内容は、抜粋を次に記している。

研究目的

著者は、先にアモルファス粉末の電界制御焼結によるバルクナノ結晶セラミックスを創製する非平衡固相プロセスを提案している。同時に、完全緻密化した $ZrO_2\text{-}20\text{mol}\%Al_2O_3$ を創製するとともに低温での高速超塑性⁽¹⁾や超靱性の新機能を発現させている。さらに最近、 $PSZ\text{-}Al_2O_3$ 系酸化物セラミックスにおいて、メカニカルアロイングによる広い組成範囲での固相アモルファス形成が可能なることを明らかにするとともに、バルクナノ結晶において高圧下率をもつ高速超塑性鍛造特性を見いだしている。

本研究の目的は、バルクナノ結晶における低温での高速超塑性鍛造を利用したネットシェイプ制御を実現するため、 $PSZ\text{-}Al_2O_3$ 系セラミックスの大型素形材化、熱間圧縮鍛造のプロセス制御やパンチ・ダイ形状の最適化を試みることである。

発表研究テーマ

PSZ- Al_2O_3 系バルクナノ結晶加圧焼結体の高速超塑性鍛造

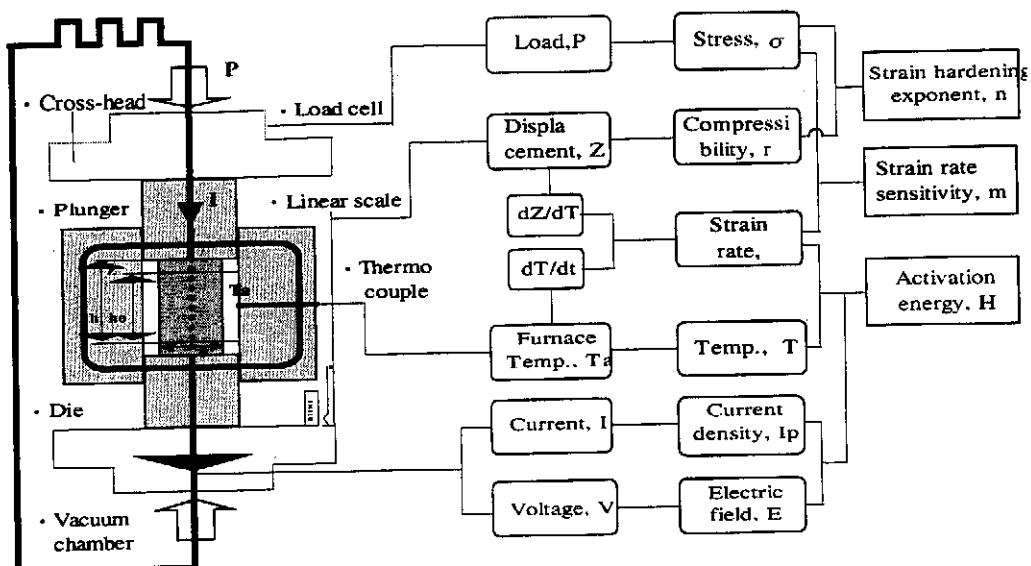


Fig. 1 Integrated high-speed nanoprocessing for the intelligent sintering and the near-net-shape forming of the bulk nanocrystalline ceramics.

2. 実験方法

2.1 統合高速ナノ加工システム

Fig.1 は、高速超塑性と圧縮鍛造の評価のために計装化したパルス通電型熱間加工システムを図示している。PSZ 製タンク仕様のメディア攪拌型反応ボールミルを使用して作製したアモルファス PSZ-20mol%Al₂O₃ 粉末を、100~150MPa の加圧力(σ)にてパルス放電焼結している。バルクナノ結晶セラミックスとしては、直径 10, 15, 20, 45mm、高さ約 5, 10mm の円柱状を創製している。据え込みによるバルクナノ結晶セラミックスの高速超塑性鍛造のために、パルス放電熱間加工プレスを用い、収縮変位(Z)や昇温速度(dT/dt)をリアルタイム計測している。昇温中におけるバルクナノ結晶の圧縮塑性ひずみ速度(ε̇)は、真ひずみ(ε)の温度勾配(dε/dT)を実験的に求め、次式を用いて導出している。

$$\dot{\epsilon} = d\epsilon/dt = (dT/dt)(d\epsilon/dT) \quad (1)$$

2.2 結晶構造評価

X 線回折法により、放電焼結体および熱間鍛造材の中央断面の構造を同定し、半価幅を用いる Scherrer 法により平均粒径(d)を算定している。

3. 実験結果および考察

3.2 完全緻密化したバルクナノセラミックスの創製

Fig. 2 は、圧粉体高さと直径の異なる PSZ-20mol%Al₂O₃ 焼結体の相対密度と保持温度との関係を示している。バルクナノ結晶 PSZ-20mol%Al₂O₃ は、特別に設計製作したダイを使用することにより、クラックの発生を伴わないで真密度の

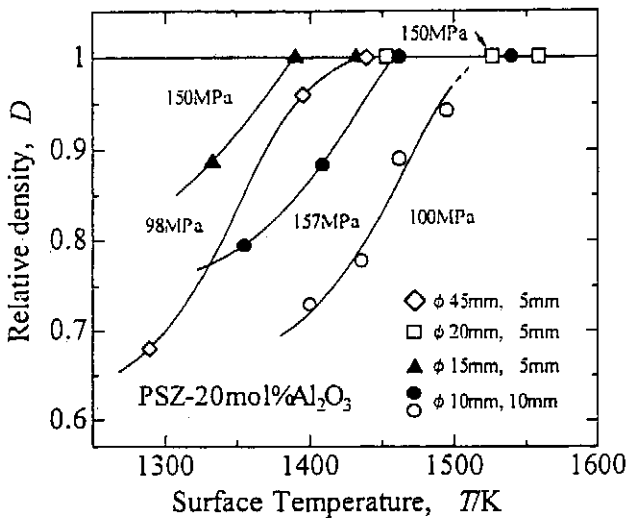


Fig. 2 The relative density versus the temperature at the surface of the consolidated PSZ-20mol%Al₂O₃ compact.

大型素形材(直径 45mm、高さ 5mm)の製造が可能である。真密度温度は、加圧力の低下および焼結体高さの減少(電界の増大)によって大きく低下する。

Fig. 3 は、157MPa の加圧力を使用して 1462K の成形体表面温度で完全緻密化した PSZ-20mol%Al₂O₃ 焼結体中央断面における X 線回折パターンを示している。

PSZ-20mol%Al₂O₃ 焼結体ナノ構造は、約 22 と 28nm の平均粒径をもつ立方晶と正方晶から構成されている。また、ナノ粒径は、約 1600K の高温においても安定している。

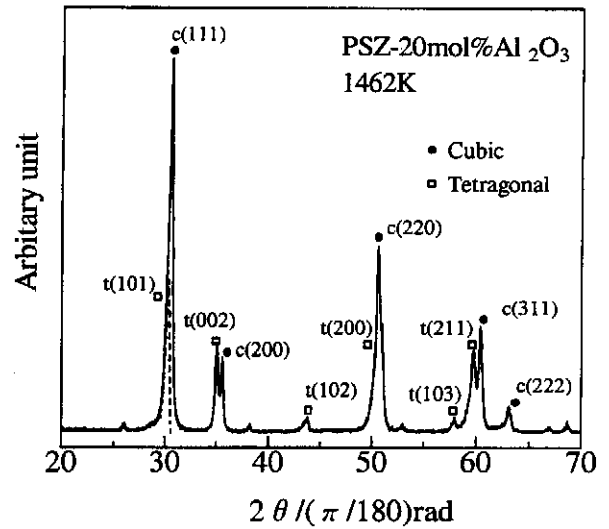


Fig.3 X-ray diffraction pattern of the mid-section of full density PSZ-20mol%Al₂O₃ product at 1462K

3.2 高速超塑性の評価と鍛造

Fig. 4 は、1466 K で完全緻密化したナノ結晶 PSZ-20mol%Al₂O₃ 試験片を 115MPa の初期応力で圧縮鍛造したときの初期段階における真ひずみ-温度曲線を示している。完全緻密化したナノ結晶 PSZ-20mol%Al₂O₃ の試験片(直径 10mm、高さ 10mm)では、初期応力 115MPa で圧下率 64%まで圧縮しても、マイクロクラックは全く発生せず健全な状態で高速超塑性鍛造されている。ナノ結晶 PSZ-20mol%Al₂O₃ の圧縮変位は、約 1300K からの温度上昇により急速に進行する。

Fig. 5 は、超塑性変形での 115MPa の初期応力におけるナノ結晶 PSZ-20mol%Al₂O₃ の円柱試験片の塑性ひずみ速度のアレニウスプロットである。図中には比較のために、マイクロサイズ粒径の 3mol%Y₂O₃ を固溶する正方晶安定化ジルコニア(3Y-TSZ)の超塑性圧縮変形(20MPa)の結果を合わせて示している。高速超塑性は、次のアレニウスタイプの構成式により整理される。

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^{1/m} (1/d)^p \exp(-Q/KT) \quad (2)$$

m はひずみ速度感受性指数、p は粒径指数、Q は活性化エネルギーである。ナノ結晶 PSZ-20mol%Al₂O₃ では、1443K において 5.5x10⁻²s⁻¹ の極めて高いひずみ速度に達しており、マイクロサイズ粒径の超塑性 3Y-TZP との間に m=0.5 を仮定したとき、粒径指数として粒径すべり機構を示唆する約 3 の値が概算される。さらに、ナノ結晶 PSZ-20mol%Al₂O₃ の超塑性変形の活性化エネルギーとして、マイクロサイズの 3Y-TZP の超塑性に比べて小さな値である 377kJmol⁻¹ が導出され、アモルファスのネットワーク境界でのすべりの容易さを示唆している。

Figure 6 は、加圧力 90MPa で高速超塑性鍛造した高密度ナノ結晶 PSZ-20mol%Al₂O₃(1360K) のネットシェイプ制御試験片とカーボンパンチの光学顕微鏡写真である。圧縮鍛造前のディスク寸法は、直径 15mm および高さ 4.5mm であり、鍛造材では 2.1mm へのディスク厚さの減少と 5.5mm へ

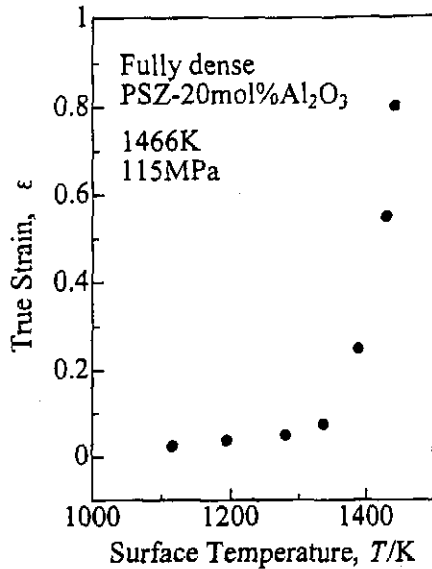


Fig. 4 Compressive true strain for the full density PSZ-20mol%Al₂O₃ specimen with the height of 10mm and the diameter of 10mm, as synthesized at 1466K under the initial applied pressure of 115 MPa.

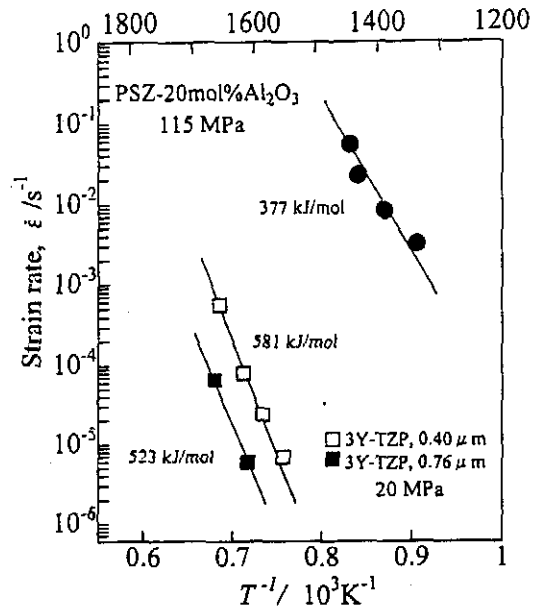


Fig. 5 The true strain rate in compression as a function of the reciprocal temperature for the forging of cylindrical nanocrystalline PSZ-20mol%Al₂O₃ specimen. This figure includes the result of sub-micron sized 3 mol%Y₂O₃-TZP.

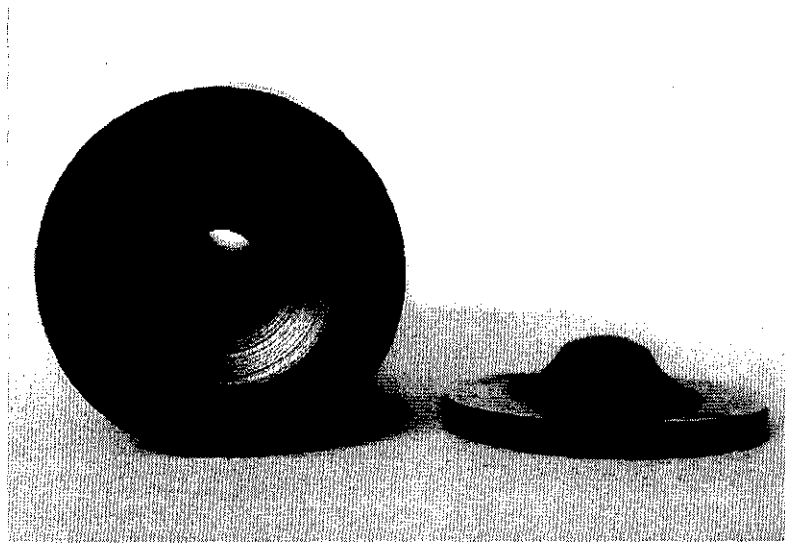


Fig. 6 Optical micrograph of the near-net-shape formed disk with boss of nanocrystalline PSZ-20mol%Al₂O₃ via high-speed superplastic forging under the initial applied pressure of 90 MPa and the specially-designed plunger used.

の中央突起部高さの増加が見られ、バルクナノ結晶 PSZ-20mol%Al₂O₃ の高速超塑性によるニアネットシェイプ加工を達成している。また、鍛造材表面では、クラックやポイドの発生は観察されない。

いる。メカニカルアロイングアモルファス粉末の放電焼結によりナノ結晶 PSZ-20mol%Al₂O₃ の円柱試験片を創製し、約 1433K において $5.5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の極めて高いひずみ速度と 64% の圧下率をもつ高速超塑性鍛造特性が発現することを明らかにしている。

4. まとめ

本研究では、バルクナノ結晶セラミックスの高速超塑性を利用したニアネットシェイプ制御の新技法を提案し

参考文献

- (1) 木村 博、藤本祐介: High-speed superplastic forging of three dimensionally nanostructured ceramics via pulse electric discharge typed hot pressing、粉体および粉末冶金、46, No.12(1999),1274