

ジルコニア系ファインセラミックス 材料の超塑性加工に関する研究

茨城大学工学部機械工学科

助教授 本橋嘉信

(昭和62年度研究開発助成 AF - 87001)

1. 研究の背景

現在用いられているセラミックス部品の製造プロセスは大略次のようである。原材料の微粉末化→粉末成形→予備焼結→機械加工→仕上焼結→研削・研磨→製品。このうちの粉末成形工程において、射出成形、鋳込成形等により相当な複雑形状を部品に付与できるが、焼結過程の収縮が通常15～20%もあるので、焼結品の寸法にはどうしても1%程度のバラツキが出る。したがって精度が必要な部品については研削・研磨工程が欠かせず、加工効率の面で不利な状況にあり、加工コストの低減のためにはnear-net shapeにより研削加工を最小限にする配慮が必要である。もし、セラミックス材料が金属のような塑性変形を示せば、仕上焼結後の塑性加工により焼結体の寸法精度および表面性状の向上が計れ、研削・研磨工程の大幅な削減あるいは代替手段ともなり得る。さらに、セラミックス材料が100%程度の伸びを示すようになれば粉末成形段階において、円柱状、板状等の単純形状素材とした後仕上焼結を行い、ついで塑性加工（型鍛造）により複雑形状の製品に仕上げることが可能で、工程の大幅な削減が期待できることになる。

2. 研究の目標

最近、平均結晶粒径がサブミクロン程度まで微細化された3mol%のイットリアを含む部分安定化ジルコニア多結晶体（Y-TZP）において、適切な温度と変形速度の条件下で数100%以上の伸びが生じる、いわゆる超塑性が発現することが見

い出された。超塑性の特徴は低い作用応力下で大変形が生じることである。したがって従来塑性加工が不可能とみられていたセラミックスを、小さい加工力で型充填性（転写性）良く塑性加工できることになり、製造コストの低減、製品形状の多様化等を実現できる見込みがでてきた。

本研究ではY-TZPを供試材として、まず単軸引張りおよび3点曲げ試験を行い、Y-TZPの超塑性に関する基礎的性質を明らかにする。そして、引張りまたは圧縮試験と比べて種々の点で有利な3点曲げ試験によって、セラミックスの超塑性並びに基本的材料特性を調べる方法を検討する。ついで、リング圧縮試験による摩擦係数の測定、円柱圧縮試験による変形抵抗の測定等を行い、塑性加工に好適と考えられる型材質の選定を行い、さらに加工力の決め方等について調査・検討する。以上のように本研究は、ファインセラミックス材料の超塑性加工技術を確立するために必要な基礎データを得ることを目的とする。

3. 研究成果の概要

3・1 セラミックスの超塑性特性の3点曲げ試験による評価方法

超塑性の構成式、 $\sigma = K \dot{\epsilon}^m$ (σ : 応力、 $\dot{\epsilon}$: ひずみ速度、 K : 定数) を基礎に、たわみ速度一定の場合の3点曲げ変形の解析を行い、超塑性の重要因子であるひずみ速度感受性指数 (m 値) および変形の活性化エネルギー (Q 値) を求める方法を明らかにした。ついで3点曲げ試験および引張試験を種々の温度において、変形速度を種々変えて行い、

両者の結果を比較検討した。その結果、次のようなことが結論として得られた。

(1) 曲げ荷重 P_c 、たわみ速度 \dot{V}_c および m' ($= \delta \ell n P_c / \delta \ell n \dot{V}_c$) の各測定値を用いて、はり中央部引張側表面層の応力 (σ_{xc}) S とひずみ速度 ($\dot{\epsilon}_{xc}$) S を計算し、それらを両対数プロットして、その曲線の勾配から求めた m 値 [$= \delta \ell n (\sigma_{xc}) S / \delta \ell n (\dot{\epsilon}_{xc}) S$] は引張試験における変形応力 σ_t のひずみ速度 $\dot{\epsilon}_t$ 変化から求めた m 値 ($= \delta \ell n \sigma_t / \delta \ell n \dot{\epsilon}_t$) と実験した範囲内で極めて良く一致するとが分かった。[図1参照]

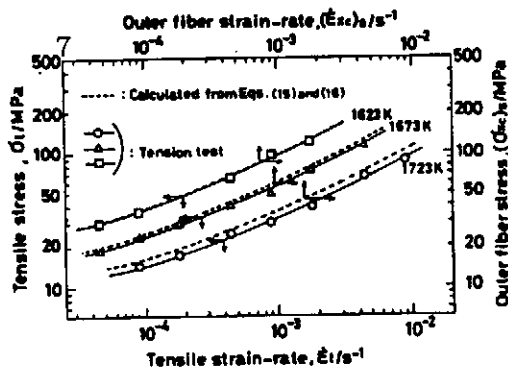


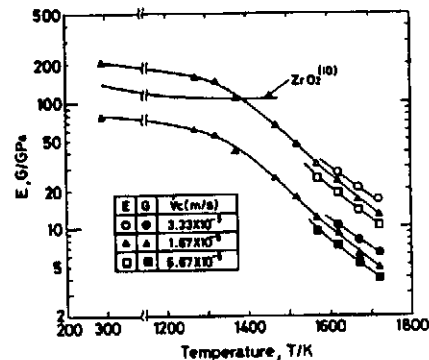
図1. 曲げ試験結果から計算した応力-ひずみ速度関係と引張試験から得た応力-ひずみ速度関係との比較⁽⁹⁾。

(2) $\ell n P_c^{1/m} - 1/T$ または $\ell n \dot{V}_c - 1/T$ 関係線図の勾配より求めた変形の活性化エネルギー (Q 値) は、引張試験から求めた Q 値と良い一致を示すことが分かった。

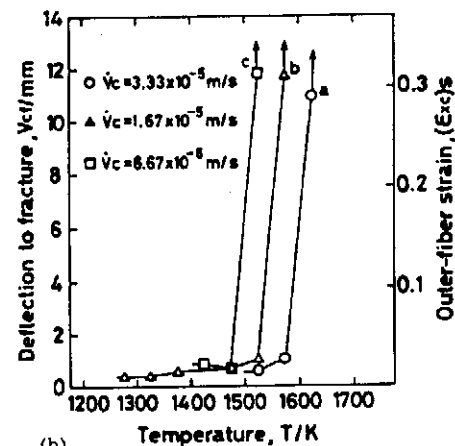
(3) 温度上昇にともなう弾性係数 (E, G) の急激な低下並びに破断たわみ (V_{cf}) の急激な増大は、超塑性現象と深く関連しており、超塑性発現の一つの目安となると考えられた [図2]。

このように3点曲げ試験方法は、セラミックスの超塑性特性を簡便に調べる試験方法として大変有用であることが分かった。

3・2リング圧縮試験による摩擦係数の測定結果
Y-TZPのリング圧縮試験を9種類の型材を用いて無潤滑及び潤滑した状態で、試料の形状、温度、変形速度及び圧縮率を変化させて行った。その結果、以下の結論が得られた。



(a)



(b)

図2. (a) ヤング率 (E) と剛性率 (G) の温度変化⁽⁹⁾。(b) 破断たわみ (V_{cf}) の温度変化⁽⁹⁾。矢印はまだ破断が生じていないことを示す。

(1) 無潤滑状態での型材と Y-TZP の適合性についてであるが、ほとんどの型材は Y-TZP と反応したり、あるいは型材の強度不足等の理由により良好な結果が得られなかった。しかし、タングステン製の型材については、無潤滑状態でも良好であった。

(2) 無潤滑状態での型材と Y-TZP の摩擦係数については、タングステン製型材が最小で、ついで黒鉛製型材であった。

(3) 潤滑材を用いた場合であるが、グラファイト・ペーパーは最小の摩擦係数を示すが、Y-TZP と反応し、Y-TZP の潤滑剤としては不適であった。一方、グラファイトをスプレーした場合は良好な潤滑が得られた。

3・3円柱圧縮試験結果

Y-TZPの単軸圧縮試験を種々の温度と変形速度の条件下で、型材としてタングステンまたはW-2ThO₂、潤滑剤としてBNまたはグラファイトの微粉末を用いて行った。その結果、以下の結論が得られた。

(1) 型材並びに潤滑剤の違いによる変形抵抗差は、ほとんど認められなかった。

(2) 圧縮変形における $\ln \sigma_c - \ln \dot{\epsilon}_c$ 曲線の形状は、引張変形における $\ln \sigma_t - \ln \dot{\epsilon}_t$ 曲線の形状と比較的によく一致する。したがって圧縮試験により求めたm値の変形速度依存性も比較的によく一致する。しかし、圧縮応力は、高温ほど引張応力より高めの値を示す傾向がある。

4. おわりに

本研究は財団法人天田金属加工機械技術振興財団の研究助成金によるものである。貴重な成果が

得られたことに深甚なる謝意を表す。

5. 発表論文

(1) 本橋・渡辺・久保木・大森・久保田：3点曲げ試験によるセラミックスの超塑性特性の評価方法、日本機械学会日立地方講演会講演論文集、(1988-9、日立)、PP.151~153。

(2) Y.Motohasi, K.Watanabe, I.Kuboki and M. Ohmori: On the Evaluation Method of Superplasticity, in Ceramics by a Three-Point Bending Test, Proc. of the MRS Int'l Mtg. on Adv. Mats., Tokyo, val.7, (1989), PP. 243~250。

(3) 本橋・渡辺・大森・久保田：セラミックスの超塑性特性の3点曲げ試験による評価法、日本機械学会論文集A編、に掲載予定。