

セラミックスの超塑性変形時の形状回復成分に関する研究

群馬大学 工学部 機械システム工学科

助手 伊東明俊

(平成4年度奨励研究助成 AF-92032)

1. 研究の背景と本研究の目的

近年、難加工性材料の代表であるセラミックスの加工手段として、超塑性加工が注目を集めている⁽¹⁻³⁾。一方、筆者らの研究により、焼結セラミックスや結晶化ガラスの多くには、形状記憶現象が発現することが明らかになった⁽⁴⁻⁹⁾。この中には、超塑性の発現が報告されているTZPジルコニアや、 β スポジューメン結晶化ガラスが含まれる。これは、これらの材料が超塑性加工された後、部品として装置に組み込まれた際に、高温にさらされたとき、形状回復により寸法精度が狂ってしまうことを意味する。そこで、本研究においては、 β スポジューメン結晶化ガラスの超塑性変形後の形状回復成分を明らかにし、加工工程の設計指標を与えることを目的とする。

2. 超塑性および形状回復実験システム

超塑性とは、一般に引張負荷における大変形挙動を示すことが第一の定義であり、次にひずみ速度感受性指数が0.3以上であることが求められる。すなわち、超塑性変形/形状回復過程を観察するには、引張負荷における実験が第一義的であり、最も適していると考えられる。しかしながら、セラミックスの形状記憶現象を観察するには、加熱-変形-冷却-再加熱-形状回復という、2回の熱サイクルを経る必要がある。この加熱・冷却に伴う熱膨張・収縮の大きさは、筆者らが先に行った小変形時の形状回復量よりも1オーダー以上大きな値であり、今までセラミックスの形状回復実験に用いてきたねじり負荷による実験方法をそのまま適用するわけにはいかない。そこで、最初に、引張負荷における形状回復実験方法を検討してみた。

今までセラミックスの形状回復実験に用いてきたねじり負荷における実験方法をまとめると、以下の手順となる。

- (1) 試験片を拘束した状態で予変形温度に加熱
- (2) 一定温度に加熱保持した状態で試験片に所定の予変形を与える。
- (3) ひずみを拘束した状態で、室温まで冷却
- (4) 応力が0になるまで除荷(残留ひずみを計測)

(5) 応力を0に保持した状態で、加熱速度一定で加熱していき、回復ひずみの発生挙動を調べる。
ここで、(1), (3), (5)の過程が温度変化を含んでおり、引張負荷の実験では試験片の破断に至るほどの熱膨張/収縮が発生するため、以下の実験方法に変更する。

- (1) 応力を0に保持した状態で予変形温度に加熱
- (2) 一定温度に加熱保持した状態で試験片に所定の予変形を与える。
- (3) 所定の予変形ひずみを与えたときの応力の値を保持して、室温まで冷却
- (4) 応力が0になるまで除荷(残留ひずみを計測)
- (5) 応力を0に保持した状態で、加熱速度一定で加熱していき、所定の加熱温度まで加熱する。
- (6) 所定の冷却速度で室温まで冷却した後、残留ひずみを計測し、形状回復率を算出

すなわち、ねじり負荷での実験のように、再加熱温度・再加熱速度と形状回復ひずみの発生挙動の関

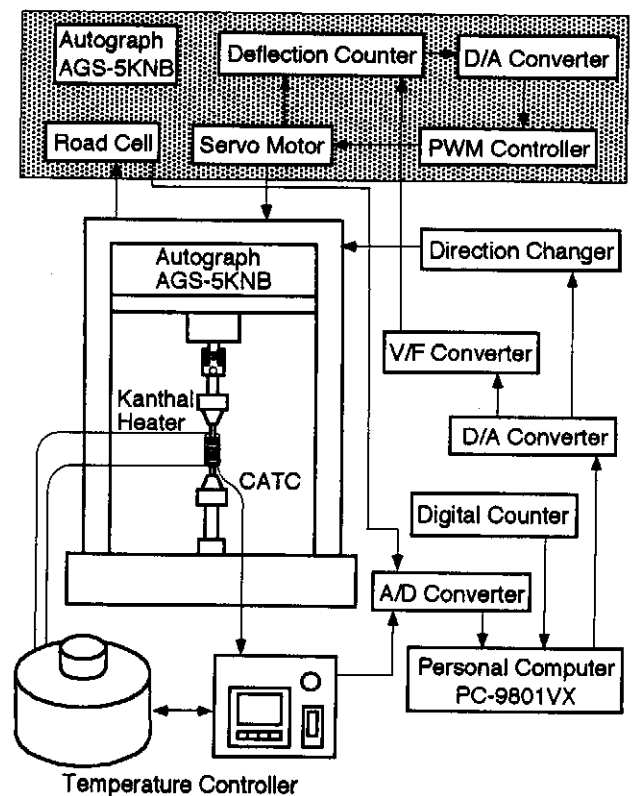


Fig.1 Schematic diagram of experimental system

係を実験から知ることはできず、完全に温度サイクルが終了した後の値で、形状回復率を調べることしかできなくなる。また、応力一定の制御を(1), (3), (5), (6)の過程で用いなければならないので、これに対応できる実験装置を試作せねばならない。

以上をもとに開発した、超塑性・形状回復実験システムの構成をFig.1に示す。試験片の加熱にはカンタル線をコイル状に巻いて用い、その制御にはPID温度制御器を中心とした温度制御システムにより行った。温度計測にはCA熱電対を用いた。これらにより、試験片を任意の温度に加熱—高温保持することが可能である。負荷は引張負荷方式で、試験片の取り付け部には、試験片の破損防止にステーを製作し取り付けした。

軸はリニアベアリングにより支持されており、軸方向の伸縮を拘束しないようになっている。荷重制御および計測はロードセルにより検出した荷重値をパーソナルコンピュータに取り込みPID制御を行いフィードバックしている。変位制御は、試作V/Fコンバータ、方向変換回路により任意のひずみ速度によるコンピュータ制御を可能にした。変位計測はデジタルカウンタを用いたエンコーダのパルス取り込みにより行い、最小5 μ mまでの計測ができる。また、以上を統合した実験プログラムを開発した。

3. 試験片および実験方法

実験に用いた試験片は日本電気硝子社製の β スボジュメン系ガラスセラミックスである。試験片はFig.2に示す形状に、研削加工により成形し、実験に用いた。

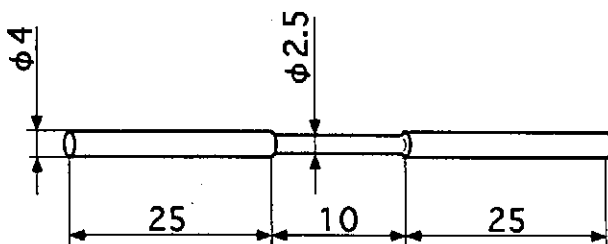


Fig.2 Specimen configuration

実験方法を、Fig.3に示す実験の温度・応力・ひずみの変化のパターン図により、従来のねじりによる形状回復実験と比較して説明する。まず、試験片を無負荷状態で一定時間高温保持する。この時引張試験では、ねじり試験とは異なり熱膨張による応力が発生するので、無負荷状態を保つために定応力制御を行う。次に、定ひずみ速度で目標変位まで引張負

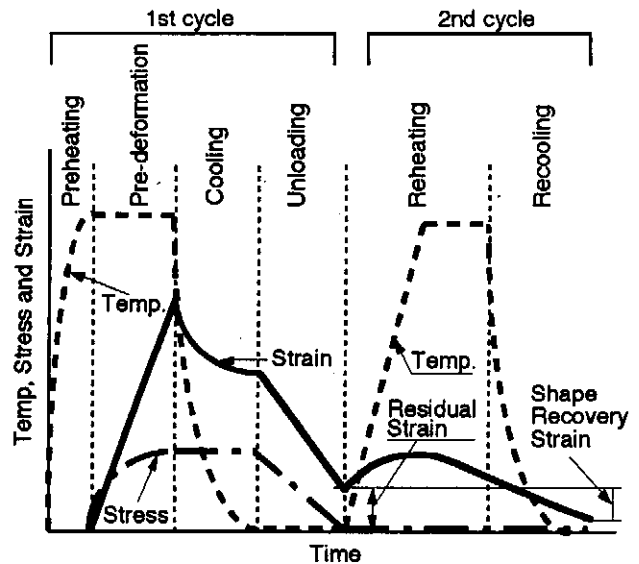


Fig.3 Schematic diagram of the experimental procedure of the tensile shape recovery property test

荷を与え、その後ひずみを拘束したまま、室温まで冷却する。この冷却による試験片収縮により応力が増加する。この応力をキャンセルするために定応力制御を行う。次にひずみ速度一定で無負荷状態まで除荷すると、残留ひずみが発生する。この残留ひずみが発生した状態で、応力を0に保持したまま加熱速度一定にて再加熱および再冷却を行い、最終的に残留ひずみよりも再冷却後の変位の方が減少していれば、形状回復が発生していることになる。この形状回復の評価方法としては、残留ひずみと再冷却後の変位の差より形状回復量を測定し、また形状回復量と残留ひずみの比により形状回復率を求めることにする。

4. 実験結果

4.1 高温引張試験

最初に、高温引張試験を行い、試験片が予変形時に破断した応力—ひずみ線図の一例をFig.4に示す。実験を行った各温度域での最大変形量は、1470 Kでは50%以上の大きな値を示し、1370 K、1270 Kでもそれぞれ約30%、20%の値を示した。これは通常とは異なり、明らかに超塑性変形が起こっていることを示すものである。

次に、50%以上の伸びが認められた後に破断した試験片の破断面を電子顕微鏡により観察・写真撮影を行った結果をFig.5に示す。図より、高温で超塑性変形して破断した試験片には、低温で脆性破壊を起こした試験片とは全く異なった破断面をしているのがわかる。

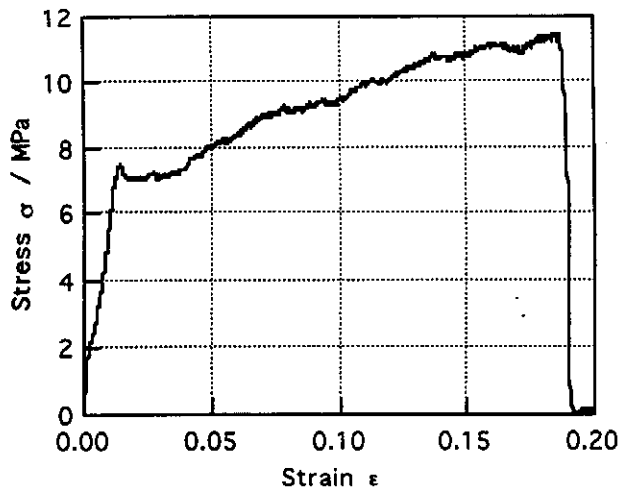


Fig.4 Stress-strain diagram of the high temperature range tensile test (β -spodumene glass-ceramics, Deformation temp.:1470K, Strain rate: $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)



Fig.5 SEM photographs of the fracture surface of the β -spodumene glass-ceramics (Deformation temp.:1470K)

4・2 形状回復実験

形状回復実験については、予変形温度1270K・1370K・1470K、再加熱温度1520K、再加熱速度1K/s、予変形量2%・5%・10%・20%、予変形速度 $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の各条件で実験を行った。

Fig.6に示すように形状回復率と予変形量との関係は、予変形量が小さいほど回復率が大きくなっており、予変形量の増加に伴い回復率が急激に減少していく傾向がみられる。また、予変形量が小さい段階では、予変形温度が高いほど形状回復率が大きくなっているが、予変形量が増加するにつれて回復率は下がり、どの温度域でもほとんど回復が起こらないことが確認できる。予変形量が小さい段階では、

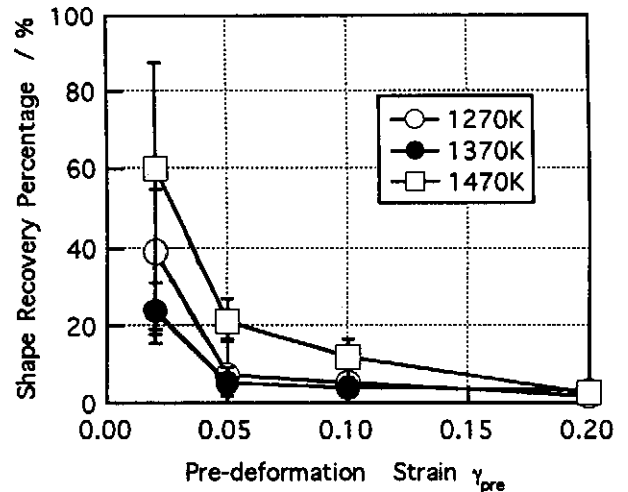


Fig.6 Relationship between pre-deformation strain and shape recovery percentage of β -spodumene glass-ceramics

データにかなりのばらつきがみられた。

Fig.7に示すように、形状回復量と予変形量との関係は、予変形量の増大とともに回復量も増えていき、予変形量10%付近で最大回復量が得られているが、その値は最大でも1.5%以内である。その後は逆に回復量は減少していく。この現象は、各予変形温度でほぼ同様の傾向を示す。

以上のように、超塑性変形により形状回復量が増加するわけではなく、最大で1.5%の形状回復成分を見積もればよいことが明らかになった。

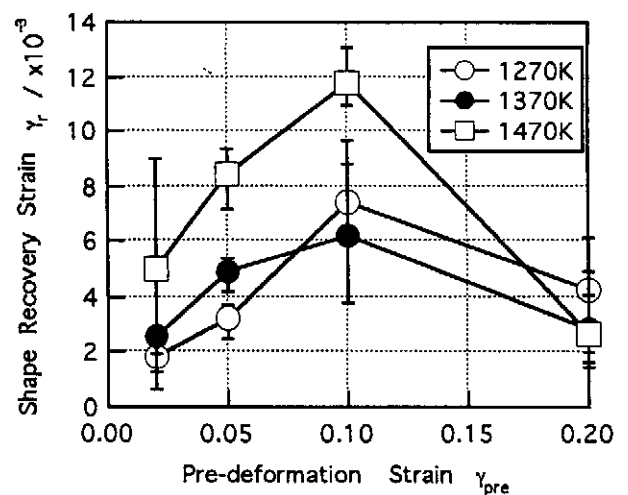


Fig.7 Relationship between pre-deformation strain and shape recovery strain of β -spodumene glass-ceramics

5. 結 言

1570Kまでの高温域での引張負荷方式におけ

る超塑性および形状回復実験システムを開発し、引張負荷における実験方法を確立した。それにより β スポジューメン系ガラスセラミックスの超塑性変形時の形状回復成分を計測し、以下の結論を得た。

- (1) 形状回復率は、予変形量の増大に対して急激に減少し評価が困難であるので、超塑性変形に対しては、形状回復率よりも形状回復量を形状回復成分の評価基準に選ぶ方がよいことが明らかになった。
- (2) 形状回復量は予変形温度に依存して変化し、予変形量10%のときに最大値を示して、それ以降は減少した。
- (3) 形状回復成分は、最大でも1.5%前後に見積もればよいことがわかった。

以上の研究を行うに当たり、有益なるご助言をいただいた、群馬大学天田重庚教授、早乙女康典助教授、松崎俊雄技官、ともに研究を行った卒論学生、園部哲也君に、深甚なる感謝の意を表する。

参考文献

- (1) 若井史博, 坂口修司, 加藤英純, 窯業協会誌, 94, (1986), 721
- (2) Wang, J. G., and Raj, R., J. Am. Ceram. Soc., 67, 6, (1984), 399
- (3) Miwa, Y., Itoh, A., Hiroki, M., Proc. 28th Japan Cong. Mat. Res., (1985), 189
- (4) 伊東明俊, 三輪敬之, 井口信洋, 熱処理, 27, 2, (1987), 59
- (5) Itoh, A., Miwa, Y., Iguchi, N., Proc. 31st Japan Cong. Mat. Res., (1988), 117
- (6) 伊東明俊, 三輪敬之, 井口信洋, 日本金属学会誌, 52, 5, (1988), 523
- (7) Itoh, A., Kobayashi, T., Miwa, Y., Iguchi, N., Proc. 32nd Japan Cong. Mat. Res., (1989), 193
- (8) 伊東明俊, 三輪敬之, 井口信洋, 日本金属学会誌, 54, 1, (1990), 117
- (9) 伊東明俊, 三輪敬之, 井口信洋, 日本金属学会誌, 56, 6, (1992), 700