

長岡技科大・工 板倉一久 内田 希○植松敬三

日本鋼管(株)・中研 宮本 明 宮下恒雄

緒言 熱間等方圧加圧法(HIP)は高性能セラミックスの製造に最適であるため、近年研究が活発であるが、応用に重点がおかれ基礎に関する研究は少ない。我々は従来、代表的な汎用セラミックスであるアルミナについて、原料やHIP条件と試料の到達密度との関係を調べ、基礎理論による解析をおこなうことにより、緻密化プロセス中に生じる材料科学的变化を明らかにしてきた。本研究では緻密化の後期に生じる粒成長を考慮することによりプロセスのより正確な評価を試みる。

実験方法 粉体原料には平均粒径や粒度分布が異なる11種類のアルミナ粉体(純度99.9%以上)を用いた。これらの粉体約3gをとり金型を用いてペレットに成形(20MPa)後、CIP処理(100MPa)を行った。成形体は窒化珪素粉体で表面をコートし、バイコール硝子製のカプセルにいれ900°Cで加熱脱気を行ったのち、カプセル入口を封じた。カプセルは黒鉛製の坩堝にいれ、HIP装置(NKK-ASEA)により、アルゴンを加圧媒体に用いて温度1100-1400°C、圧力50-200MPa、加圧時間1-4hrの条件でHIP処理を行った。なお、圧力印加は温度がバイコール硝子の軟化温度(1100°C)に達した際に温度を一定に保って行った。そして、圧力が所定の値に達したのち、所定の温度、圧力まで昇温(10°C/min)し、その温度に達した時をもってHIP処理開始時間とした。処理終了後試料は炉冷し、カプセルから取り出した。試料の密度はアルキメデス法により求め、粒径及び微構造は光学顕微鏡およびSEMにより評価した。

実験結果及び考察 HIP条件と緻密化プロセスとの関係の1例として、図1にHIP時間が試料の相対密度に及ぼす影響を示す。この図から、相対密度はHIP時間と共に増加し、また微細な粒子ほど高密度化する傾向を持つことがわかる。なお、これと同様に、HIP処理時の圧力や温度も試料の相対密度に著しい影響を及ぼすことも明らかとなった。以上の結果についてAshbyモデルによる理論的解析を行った。一例として図2では種々の温度及び時間HIP処理を行ったときに得られる相対密度の理論値と実験値とを比較した。実験的に求まる緻密化速度はモデルに比べて低く、特に緻密化プロセスの後期に於てその違いが顕著になる傾向をもった。微構造観察の結果から、この原因が粒成長にあることが明らかになったため、本発表では粒成長を考慮した解析の結果について詳しく説明する。

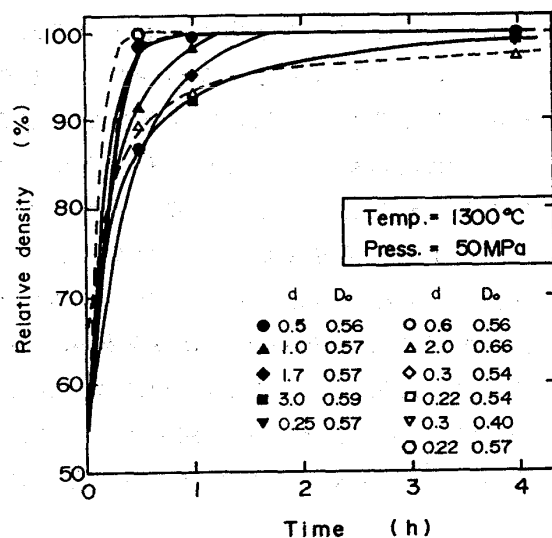


Fig. 1 Effect of HIP time on relative densities of various specimens

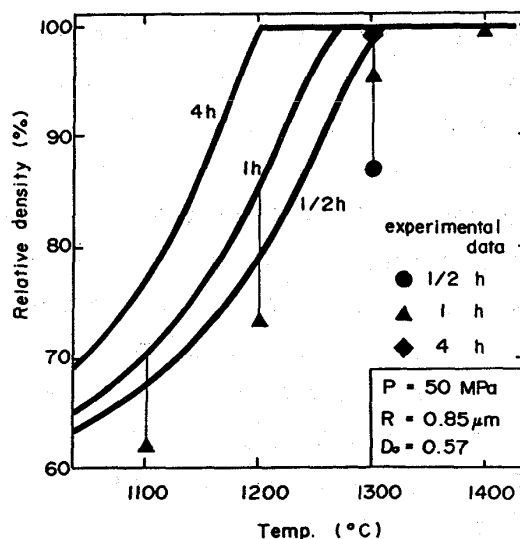


Fig. 2 Comparison of measured and calculated densities after HIPing