

(718) アルミナセラミックスの熱間静水圧加圧焼結

長岡技術科学大・工 ○板倉一久 内田希 植松敬三

緒言 熱間静水圧加圧法 (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殆ど行われていない。本研究では、代表的な汎用セラミックスであるアルミナをモデルに取り上げ、原料や予備焼結条件を変えることにより調製した種々の粒径や密度をもつ試料に付いてHIP処理を行うことにより、HIP条件および試料の粒径や密度がち密化に及ぼす影響を明らかにする。併せて、これらに結果について基礎理論による解析をおこない、HIPプロセス時に試料中で生じる材料科学的変化を明らかにする。

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。成形体は空气中 1400-1600°Cで1h予備焼結をおこない異なる粒径や密度をもつ試料を調製した。試料は窒化尿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、酸水素バーナーを用いてカプセル入口を封じた。カプセル化したこれらの試料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1100-1500°C、圧力50-200MPa、加圧時間1hr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SEMにより評価した。

実験結果及び考察 図1に種々の条件で調製した予備焼結体の焼結温度と密度との関係を示す。全ての出発原料粉体について、焼結温度の増加にしたがい予備焼結体の密度が増すことが分かる。これら試料については微構造の評価を行い、広範囲の粒径及び密度をもつ予備焼結体が得られることを確認した。

図2に1例として予備焼結体及びHIP処理後の完全ち密化試料の微構造を示す。HIP処理を行った試料では微構造中に気孔は認められず、完全なち密化の結果と一致する。また理論的解析の結果からこの条件ではこの試料が完全にち密化することが明かとなり、実験結果と一致する。本発表ではこのような実験結果を基に詳しい考察を行う。

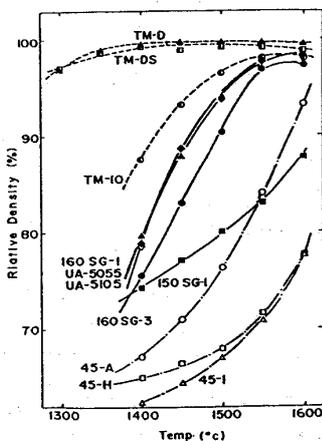


Fig.1 Effect of sintering temperature on density

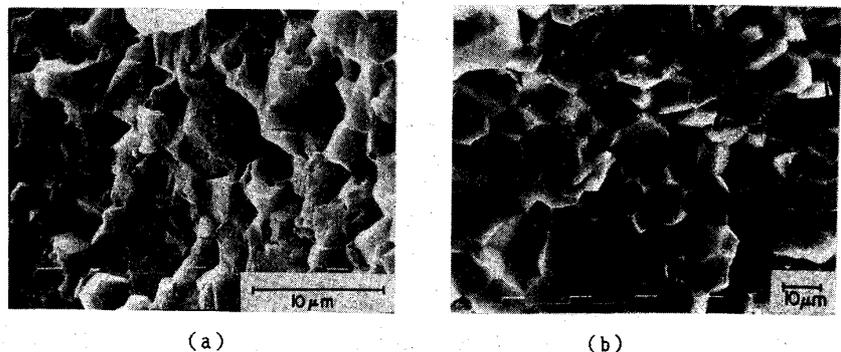


Fig.2 Microstructures of sintered and HIPed specimens.

(a) sintered at 1550°C, 1h (D=97.5%)

(b) HIPed at 1500°C, 200MPa, 1h (D=100%)