

セラミックスで金属並の高速超塑性を初めて実現

変形速度 1 s^{-1} (100% / 秒) を達成

独立行政法人 物質・材料研究機構

独立行政法人 物質・材料研究機構材料研究所力学特性研究グループの金 炳男 主任研究員、平賀啓二郎サブグループリーダー、森田孝治研究員、インテリジェント材料研究グループの目 義雄サブグループリーダーは、従来、金属材料でのみ見出されてきた 1 s^{-1} に達する高速超塑性を、セラミックス材料で実現することに初めて成功した。開発された材料では、変形中の粒成長と粒界損傷が強く抑制され、 $0.4\sim 1\text{ s}^{-1}$ の極めて高いひずみ速度で引張変形が可能である。

既存の超塑性セラミックスで重大な短所とされてきた低い変形速度と損傷発生量が金属系超塑性材料と同レベルまで押さえられたことにより、超塑性セラミックスの実用化に大きく貢献されるものと期待される。

この結果は2001年9月20日付けの英国科学誌「ネイチャー」で発表される。

1. 概要

高速超塑性とは、 10^{-2} ないし 10^{-1} s^{-1} 以上の高いひずみ速度で大きな引張伸びを示すことである。高速超塑性は従来アルミニウム合金、マグネシウム合金など金属材料でのみ実現されており、金属材料の精密塑性加工の進歩に大きな役割を果たしている。しかし、セラミックスの場合は、超塑性が現れるひずみ速度が $10^{-5}\sim 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ に留まっており、このことが超塑性セラミックスの実用化を阻む大きな原因の一つとなってきた。

物質・材料研究機構では、高加工性セラミックスの創製に関する研究を進めてきたが、この度、ジルコニア (ZrO_2)、アルミナ (Al_2O_3)、スピネル ($\text{MgO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$) で構成される複合セラミックが、 1 s^{-1} の高いひずみ速度で変形でき、さらに、ひずみ速度 0.4 s^{-1} では引張伸びが10倍以上増大することを発見した。これは、従来、金属材料でのみ現れると認識されていた高速超塑性がセラミックスでも発現することを初めて示す成果である。

2. 研究成果

セラミックスの超塑性変形は主に粒界すべり (結晶粒間の相対的なずれ) により起こると考えられており、結晶粒が小さいほど変形はしやすくなる。しかし、超塑性を示す高温域では、結晶粒が時間やひずみと共に成長する現象 (動的粒成長) が起こる。粒成長によって結晶粒が大きくなると、粒界すべり - すなわち塑性変形 - が起こりにくくなり、さらに粒界にキャビティ損傷^{注1)}が形成されて材料の破断を招く。したがって、セラミックスの超塑性特性を向上させるためには、結晶粒のサイズを小さくすることと変形中の粒成長

を抑えることが必要である。本研究では、このような組織制御によって超塑性特性を向上させる目的で、ジルコニア：アルミナ：スピネルの相比が4：3：3の複合セラミックを合成した。その結果、この材料が極めて高速の変形に耐え、しかも巨大な引張伸びを示すことが分かった。

図1は今回開発された高速超塑性セラミックの微視組織である。この材料について真空中1650で引張試験を行ったが、 1 s^{-1} の大きなひずみ速度で390%の伸びが得られた。このひずみ速度は、今までセラミック材料で報告された最高速度の100倍に達する。そして、ひずみ速度が 0.4 s^{-1} の場合は、1050%まで引張変形させても破断を生じなかった。なお、この1050%の伸び量は、今回用いた試験装置で調べられる限界である。

図2にこの材料の引張試験時の応力-ひずみ曲線を、また図3に超塑性変形前後の試験片の状態を示す。セラミックスで今までに報告された最大破断伸びは、シリカを添加したジルコニアで得られた1040%である。本材料は1050%で破断しなかったことから、従来の記録を上回ると見なされる。しかし、本研究の材料で得られた最も重要な成果は、セラミックスにおいて変形の著しい高速化が可能になったことである。既存材料の最大伸び(1040%)が得られたときのひずみ速度($1.3\times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$)に比べて、本材料で可能なひずみ速度(0.4 s^{-1})は約3000倍も高い。この速度の差は、加工時間の差として顕著に現れる。例えば、1000%の伸びを得るのに、既存材料(ひずみ速度 $1.3\times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$)では20時間を要するのに対して、本研究の材料(ひずみ速度 0.4 s^{-1})ではわずか25秒しか掛からない。

本研究の材料でこのような高速変形が可能になった原因は、組織の複合化によって結晶粒の微細化と粒成長が抑制されたことにある。このことは、変形後の結晶粒の大きさが変形前に比べて約10%しか増大していない点から裏付けられる。また、高速変形の下で巨大変形が可能になった原因は、材料中に分散するジルコニアが塑性変形し、これが変形中の微細構造に発生する応力集中の緩和に寄与したためと考えられる。従来、超塑性セラミックスにおける応力集中の緩和は拡散によって生じるとされてきた。しかし図4に示す変形組織は、拡散とは別の機構がさらに加わって応力緩和を促進したことを示している。すなわち、ジルコニア結晶の粒内には多数の転位ならびに亜粒界(subgrain boundary)^{注2)}が形成されており、これはジルコニアが塑性変形と応力集中の緩和に働いたことを示すものである。

このような応力集中緩和の促進はキャビティ損傷の抑制に大きく寄与していると考えられる。つまり、本研究の材料が高速下で1000%を超す巨大変形を示すのはキャビティの発生と成長が抑制されたためである。ひずみ速度 0.4 s^{-1} で1050%まで変形した場合、材料に蓄積されたキャビティの体積率は約6%であり、ひずみ速度が 0.1 s^{-1} の場合はその体積率は半分以下にまで減少する。従来の超塑性セラミックスを破断まで引張変形させた時のキャビティ量が20%以上であることと比較すると、本材料のキャビティ体積率は極めて小さく、実用化されている超塑性金属材料の場合と同程度である。

3. 今後の展望

本研究によって、既存の超塑性セラミックスで重大な短所とされてきた、低い変形速度と大きなキャビティ発生量が克服された。高速で巨大変形してもキャビティ損傷が金属系

超塑性材料と同じレベルにまで抑えられたことは、超塑性セラミックスの実用化に大きく貢献すると期待される。一般に、超塑性金属の塑性加工では引張伸び成分が100%程度で行われており、これを本材料に当てはめると、キャビティ損傷量は極めて小さくなる。さらに本材料では、市販のセラミック粉末を用いて既存の単純な焼結手法で合成できることが大きな特徴である。今後、金属材料で開発されている超塑性加工法の適用の可否や加工温度などの点に技術的検討が必要と考えられるが、本研究で初めて実現したセラミックスの高速超塑性はセラミックスにおける超塑性加工の実現に大きく道を拓くものである。

用語説明：

注1) キャビティ損傷：材料内に空洞ができ、それが成長する現象。

注2) 亜粒界：結晶粒と結晶粒の方位がわずかにずれて生じる粒界。

問い合わせ先

独立行政法人 物質・材料研究機構
総務部総務課広報係 TEL: 0298-59-2026
〒305-0047 茨城県つくば市千現1-2-1

(研究内容について)

独立行政法人 物質・材料研究機構 材料研究所
力学特性研究グループ 主任研究員 金 炳男 TEL: 0298-59-2539
サブグループリーダー 平賀啓二郎 TEL: 0298-59-2538
〒305-0047 茨城県つくば市千現1-2-1

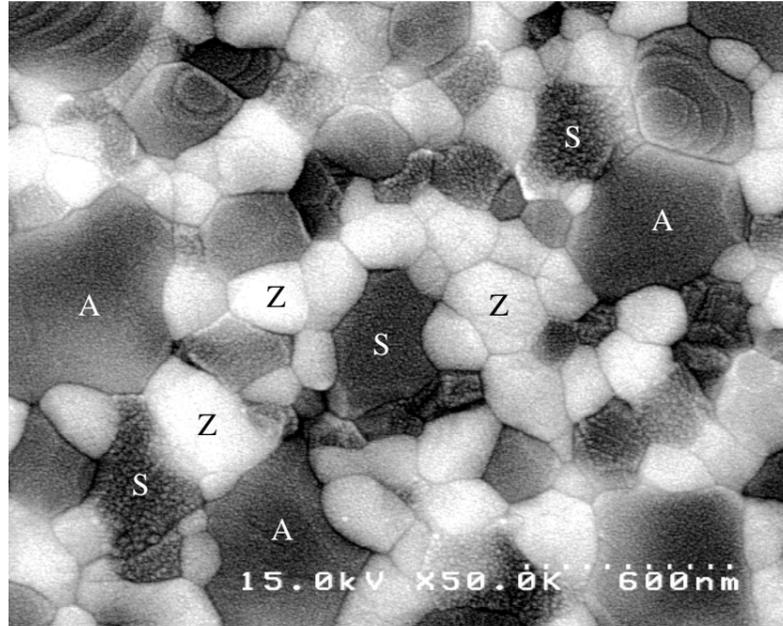


図1 本材料の微視組織。A,S,Zは各々アルミナ、スピネル、ジルコニアを表す。平均粒径は0.2 μ mである。

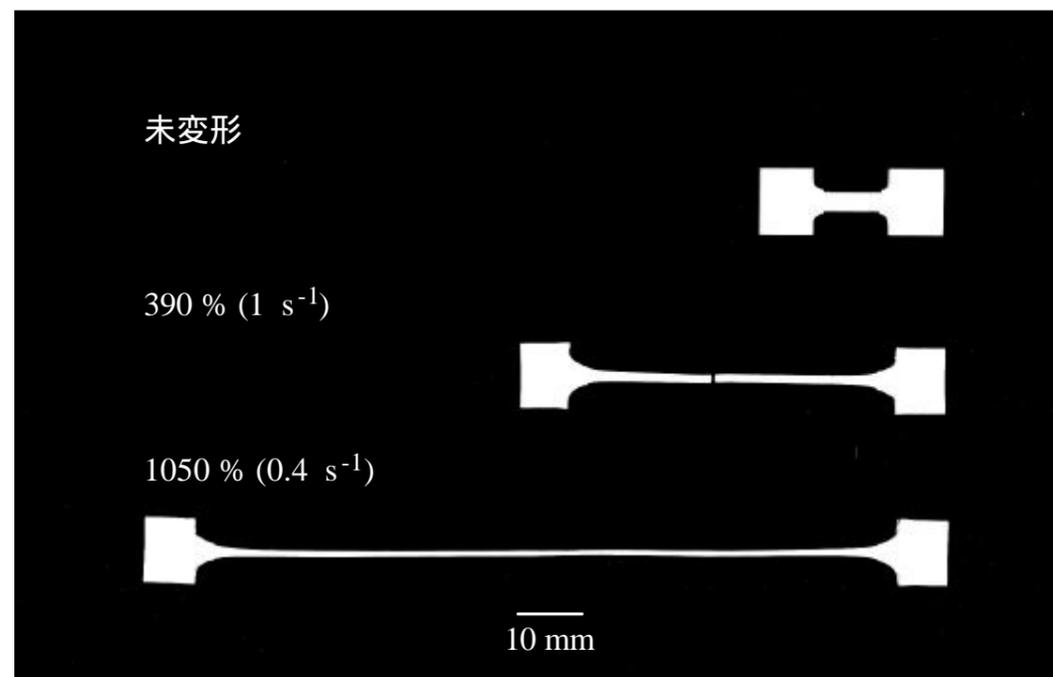


図2 変形前後の試験片。局部的なくびれは見られず、均一に変形している。

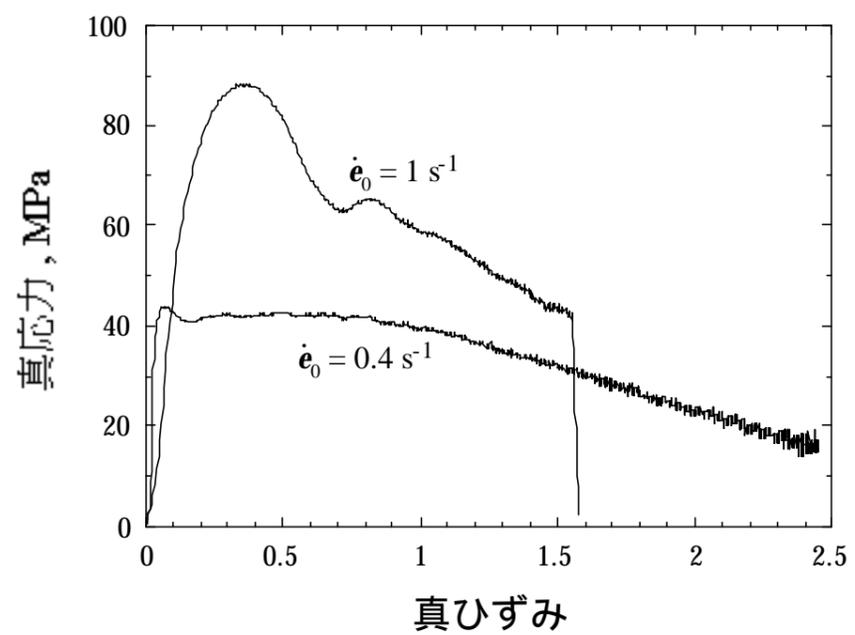


図3 1650 における応力-ひずみ曲線。 $\dot{\epsilon}_0$ はひずみ速度を表す。

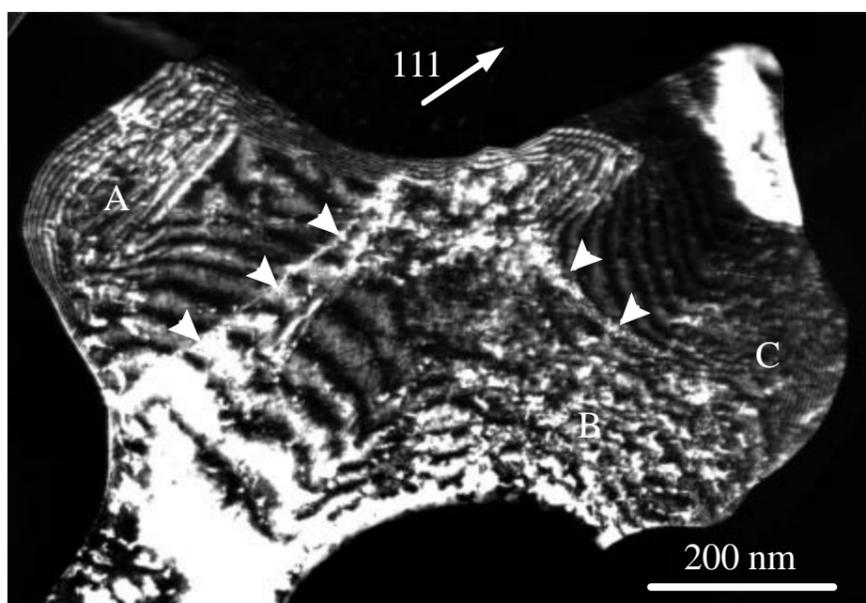


図4 1650 、ひずみ速度 1 s^{-1} で390%変形後、ジルコニア結晶粒内における転位及び亜粒界。A,B,Cの領域に転位が見られ、白い矢印は亜粒界である。これらの特徴は、未変形材では見られない。