

K6-4

ZrO₂を添加したNi基複合材料の機械的特性の評価

Evaluation of mechanical properties of Ni-based composite reinforced with ZrO₂

○永尾洋輝¹, 小宮良樹², 出井裕²*Hiroki Nagao¹, Yoshiki Komiya², Hiroshi Izui²

Abstract: Nickel(Ni) and its alloys show high strength at elevated temperature and good corrosion resistance, however, they are high density. To decrease the density and improve the mechanical properties of them, ZrO₂ was added to the Ni. The ZrO₂ reinforced Ni matrix composites were fabricated by spark plasma sintering (SPS) process. The addition of 5, 10, 15 and 20 vol.% of ZrO₂ improved the proof stresses of the composites. The composite containing 15 vol.% ZrO₂ had the highest proof stress and tensile strength of 496.0 MPa and 648.4 MPa, respectively.

1. 緒言

ニッケル(Ni)およびNi合金は、耐熱性、強度、耐食性、耐酸化性に優れており、航空宇宙分野においても幅広く使用されている。主に耐熱合金としてチタンなどでは耐えられないような航空機用エンジンの高温部の部品などを中心に多く用いられ、航空機用エンジンの進歩に大きく寄与してきた。しかし、航空機の中心的な材料であるAl合金などと比較するとNiの密度は8.90 g/cm³と高い。よって、比較的密度が低く、高い耐熱性を持つセラミックスをNiに添加し複合材とすることでNiの持つ特性を生かしつつ、従来の耐熱材料より比重が小さく、高い耐熱性を持つ複合材に繋がる可能性がある。そこで、粉末冶金法の1つである放電プラズマ焼結法(SPS)を用いて、Ni基複合材料の作製した。SPS法は金属材料やセラミックス材料を短時間・低温度で高密度に焼結できることで知られている材料作製技術である。強化材としてはセラミックスの中でも機械的強度が高く、タービンの熱遮蔽コーティングにも使用されており^[1]、耐熱性も優れているZrO₂を選択した。しかし、ZrO₂は温度上昇により結晶構造が単斜晶→正方晶→立方晶へと転移を生じ、その際に体積変化も伴うため、純ZrO₂焼結体は繰り返しの昇降温により破壊してしまうという欠点がある。そこでY₂O₃やMgO、CaOを7~10%程度固溶させ、全ての温度範囲において正方晶とすることで結晶構造を安定化している。その際にY₂O₃やMgOの添加量を抑制し、正方晶の構造を完全に安定化させないことで立方晶+正方晶の領域を室温でも実現することで逆に破壊靱性が大幅に向上することが発見されている^[2]。このZrO₂は部分安定化ジルコニア(PSZ)と呼ばれている。また、ZrO₂の密度は5.68 g/cm³であるため、Ni合金と比較すると軽量化が期待できる。

本研究では純Niに強化材としてY₂O₃を3 mol%添加したY₂O₃部分安定化ZrO₂(YSZ)(以下ZrO₂)を添加し、SPS法を用いて焼結させ、Ni基複合材料を作製し、その機械的特性の評価を行った。

2. 実験方法

2.1 供試材料

本研究では母材粉末として(株)高純度化学研究所製の純Ni(粒径10 μm以下)、強化材粉末として(株)高純度化学研究所製のY₂O₃部分安定化ZrO₂(平均粒径0.27 μm)を使用した。混合粉末の作製には、母材粉末と強化材粉末を短時間に混合させるため、遊星ボールミルを用いて回転速度200 rpmで10 minの攪拌を行った。また、強化材ZrO₂は体積含有率が0, 5, 10, 15, 20 vol.%とした。

2.2 試験片の作製

高強度グラファイト製のダイ・パンチに、NiとZrO₂の混合粉末を充填し、予備加圧(20 MPa, 15 s)を加えた後、放電プラズマ焼結機を使用し、アルゴン雰囲気下で昇温速度100 °C/min、保持時間5 min、保持温度1000 °C、焼結圧力80 MPaの焼結条件で行った。作製した焼結体は軸付砥

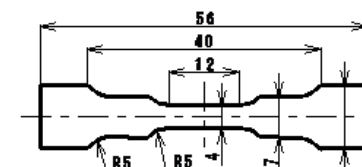


Fig. 1 Size and shape of tensile test specimen [Unit: mm]

石を用いて、Fig. 1の引張試験片の形状に加工した。加工後、試験片表面を研磨機で研磨した。

2.3 各種試験

研磨後、ビッカース硬さ測定を行い、測定条件は押込荷重9.807 N、負荷時間30 sで5回測定し、その平均値を試料のビッカース硬さとした。引張試験では、引

1 : 日大理工・院(前)・航宇、 2 : 日大理工・教員・航宇

張試験片中心の試験部に金属用瞬間接着剤でひずみゲージを取り付け、万能試験機を用いて引張速度 0.5 mm/min の室温で試験を行った。その後、破断した引張試験片の破断面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した。

3. 実験結果および考察

Fig. 2 に各体積含有率におけるビッカース硬さを示す。ZrO₂はビッカース硬度が HV 1300 程度^[2]のため、Ni に ZrO₂ 添加することでビッカース硬さが増加したと考えられる。また、添加量が 5~20 vol.%の間では ZrO₂の添加量と硬さの間には比例関係が成り立っていることがわかる。

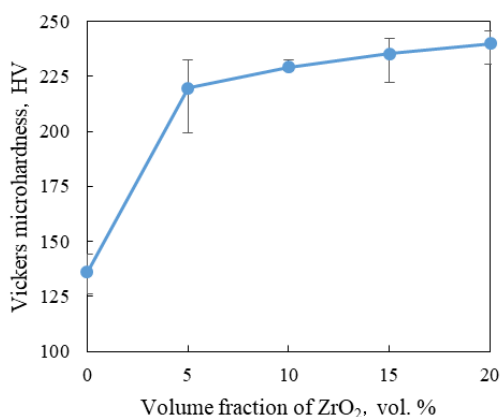


Fig. 2 Vickers microhardness of ZrO₂/Ni composite

Fig. 3 に各体積含有率における 0.2 %耐力、引張強さおよび伸び率を示す。Fig. 4 に ZrO₂を 15, 20 vol.% 添加した試験片の引張試験後の破断面の SEM (2 次電子) 像を示す。0.2 %耐力に関しては ZrO₂の添加により、同じ焼結条件の純 Ni 焼結体(0 vol.%)に比べ 0.2 %耐力が大きく向上したことが確認できる。これは ZrO₂を添加したことによる分散強化で 0.2 %耐力が向上したと考えられる。また、ZrO₂を 15 vol.% 添加した時に 0.2 %耐力は最大となった。よって、純 Ni と比較すると ZrO₂を添加することにより機械設計で求められる弾性変形の範囲が広がったと言える。引張強さに関しては 15 vol.% 添加時に最大となった。一方で 20 vol.% 添加時には引張強さが 15 vol.% と比較すると 30 % 以上低下した。Fig. 4 (a) よりわかるように、15 vol.% では試験片内部に ZrO₂の凝集は生じていないが、20 vol.% になると試験片内部に Fig. 4 (b) の赤丸で囲んだ部分のように白色の ZrO₂の凝集部分が発生した。ZrO₂は融点が 2500 °C 以上と高温であるため、本研究の焼結温度(1000 °C)ではその凝集部分が未焼結となり、結果としてその部分より破壊が始まったことで引張強度が低下

したと考えられる。伸び率に関しては ZrO₂の添加量を増加させると、伸び率は大きく減少し、材料が脆性化していることがわかる。これは、脆性材料である ZrO₂の添加が影響していると考えられる。

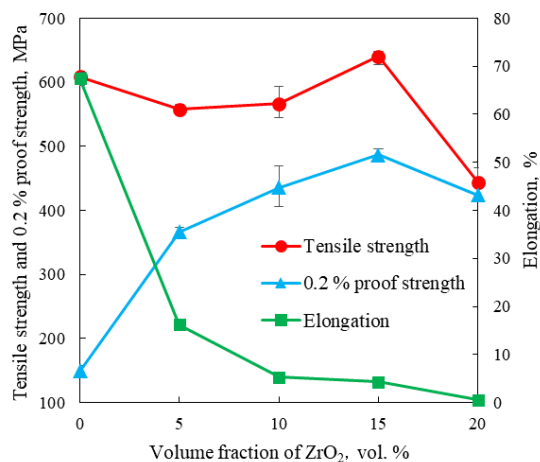


Fig. 3 Tensile strength, 0.2% proof stress and elongation of the composites with different volume fraction

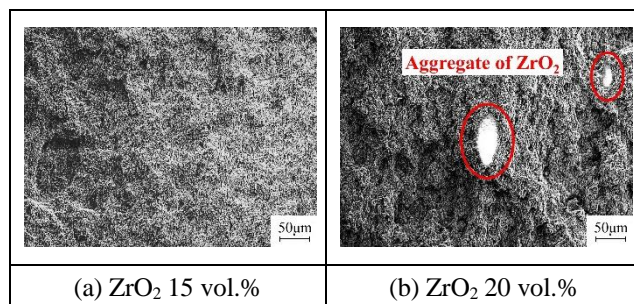


Fig. 4 SEM micrographs of ZrO₂ 15 and 20 vol.%

4. 結言

本研究より、以下の事が明らかになった。

- ビッカース硬さは ZrO₂の添加量に比例して増加する。
- 純 Ni に ZrO₂を添加すると 0.2 %耐力が大きく向上し機械設計に求められる弾性変形の範囲が広がった。
- ZrO₂を 15 vol.% 添加時、引張強さは 648.4 MPa、0.2%耐力は 496.0 MPa の最大値を得た。
- ZrO₂を 20 vol.% 添加すると試験片内部で ZrO₂の凝縮が起こり、引張強さが大きく低下する。

5. 参考文献

- [1](公財)航空機国際共同開発促進基金;「旅客機用エンジンの技術革新」, 解説概要 27-3, 2015
- [2]水田進, 河本邦仁;「セラミックス材料科学」, 東京大学出版, 1996
- [3]宮島信夫;「ニューセラミックス」, 地人図書, 1994