

— 受託研究 —

遠心成形法を用いた傾斜機能材料製造技術の開発

長崎菱電テクニカ株式会社 梁瀬好康・野口博徳
 長崎県窯業技術センター 狩野伸自
 長崎県科学技術振興課 武内浩一

1. はじめに

傾斜機能材料はセラミックスに複合的な機能を付与する方法として適しており、その中でステンレスとジルコニア（以下SUS/ZrO₂）やモリブデンとムライト（以下Mo/ムライト）の傾斜材料は、加工性と耐食性および耐熱性に優れているため構造材料への用途が期待される。しかし、金属とセラミックスの熱膨張係数差に起因した応力を緩和するためには、連続的な傾斜構造を作ることが重要である。

本研究では、緻密で連続的な傾斜組成を持つ金属-セラミックス複合材料の作製を目的として、その製造プロセスにスラリーを用いた遠心成形法と凍結乾燥法を採用した。その結果、多量の水分を含むスラリーからグリーン成形体を得て、焼成後も亀裂の無い焼結体が作製できたので、以下に報告する。

2. 実験方法

傾斜構造材料は、図1に示すようなフローで作製した。ステンレス粉末（大同特殊鋼株式会社製）と酸化ジルコニウム粉末（東ソー株式会社製：TZ-3YS）、またはモリブデン粉末（東邦金属製：平均粒子径3~5 μ m）とムライト粉末（株式会社共立マテリアル製）を、各々所定量配合し、これに蒸留水、分散剤（アロンA6114）及びポリビニルアルコール（和光純薬工業株式会社製）をそれぞれ添加し、ポットミルに移して5時間混合してスラリーを得た。このスラリーを直径30mmのポリカップに移し、遠心分離で3000rpmで25分間処理した。遠心処理で生成した固体分を液体窒素中で凍結後、凍結乾燥機内で一昼夜乾燥させた。SUS/ZrO₂成形体は1300℃で1時間、Mo/ムライト成形体は1600℃で1時間、いずれも不活性ガス雰囲気中100MPa/cm²のプレス圧でホットプレス焼結し、円板状焼結体を得た。得ら

れた焼結体の破断面を研磨し光学顕微鏡及びエックス線マイクロアナライザ（以下EPMA）により破断面を観察した。

3. 結果及び考察

3.1 分散剤添加による傾斜構造の構築

ポットミル混合により得られた各種スラリーの分散沈降試験結果を図2及び図3に示す。分散剤の添加量を調整することで、凝集したスラリーから連続的な傾斜構造を得ることが出来た。これは、有機系分散剤がセラミックスと金属粒子表面の電位を変化させることで凝集状態が変化しているためと考えられる。

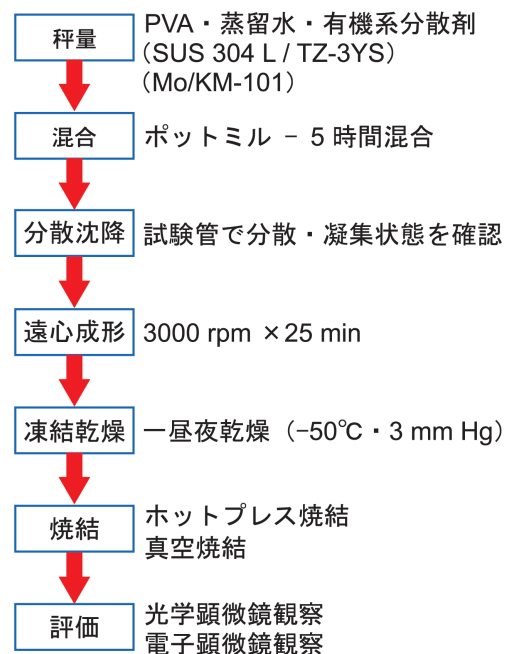


図1 傾斜構造材料の作製フロー

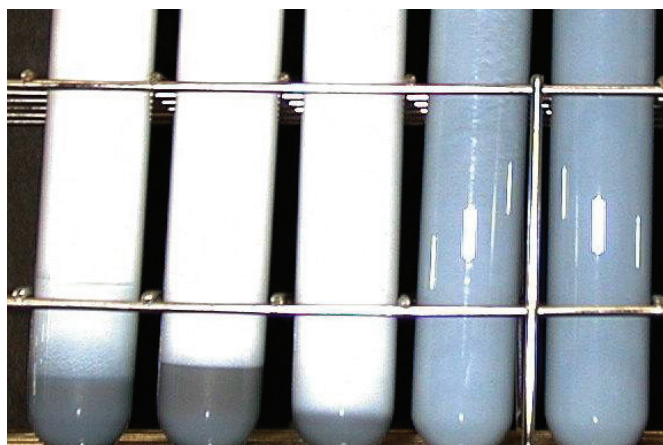
図2 分散沈降結果 (SUS304/ZrO₂)

図4 常温乾燥後の成形体

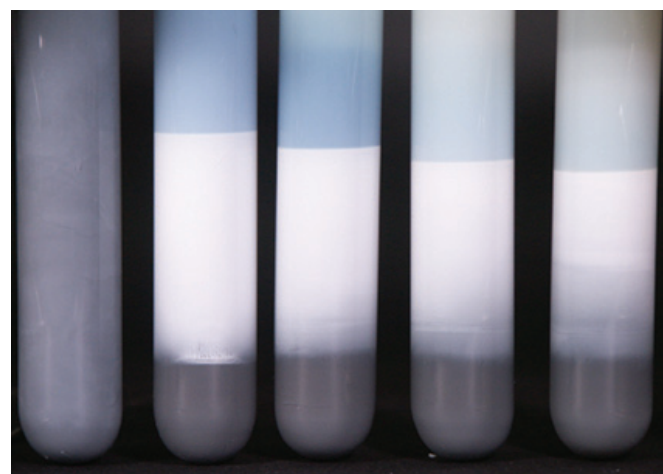


図3 分散沈降結果 (Mo/Mull)

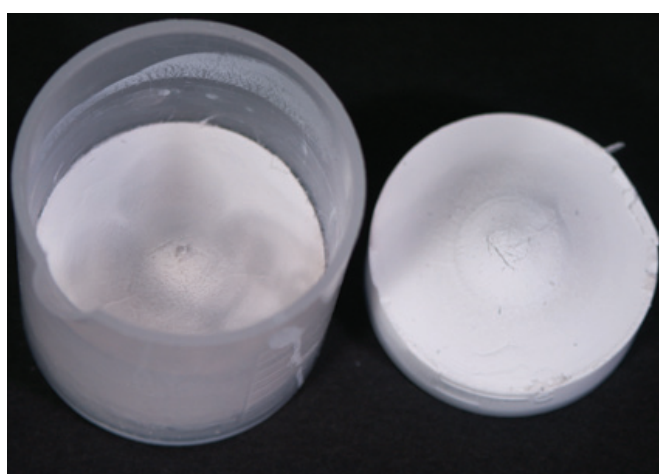


図5 凍結乾燥後の成形体

3.2 凍結乾燥法によるグリーン成形体の作製

各種スラリーは、多量の水分を含んでいる為遠心成形後に、上澄み液を排出した。その後自然乾燥と凍結乾燥を行った、乾燥した成形体の外観を図4及び図5に示す。自然乾燥した試料はペレット表面から亀裂が生じたが、凍結乾燥した試料は、乾燥収縮による亀裂を生じることなく、安定した成形体を得ることが出来た。従って、多量の水分を含んだ試料を乾燥させる方法として凍結乾燥法は有効であることが分かった。試料中の水分を凍結させ、凍結乾燥により水を昇華させると、乾燥収縮が自然乾燥に比べて小さくなる為に亀裂を防ぐことが出来たと考えられる。

3.3 ホットプレス焼結体の評価

各種スラリーの凍結乾燥法で得られた試料（分散剤は0.2%添加）をそれぞれ、1300℃と1600℃で1時間ホットプレス焼結した試料の破断面の光学顕微鏡と電子顕微鏡写真を図6～図9（次頁）に示す。SUS304/ZrO₂とMo/ムライト試料のペレット破断面は金属光沢が観察された。焼結体の吸水率は0.5%と低く、緻密な焼結体になっている。また、EPMAの反射電子像から金属とセラミックスの界面は連続した組成変化を示していることが確認できた。傾斜構造を示した理由としては、原料の比重差による遠心成形法と、有機系分散剤の添加による凝集状態が関係していると考えられる。

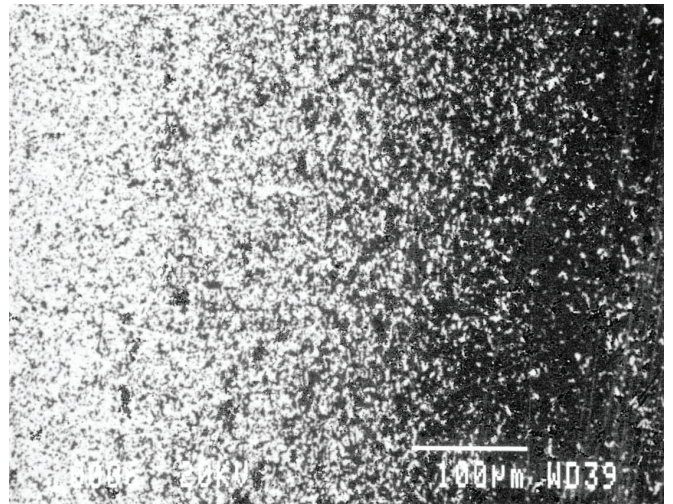
図6 SUS304/ZrO₂の光学顕微鏡写真図8 SUS304/ZrO₂の電子顕微鏡写真

図7 Mo/Mullの光学顕微鏡写真

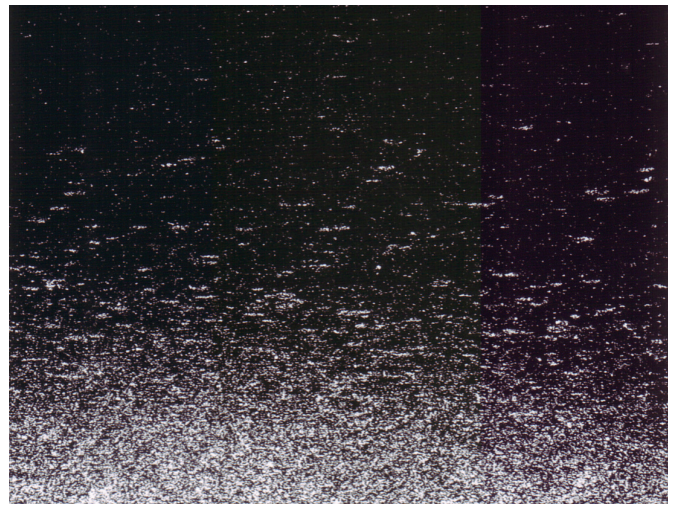


図9 Mo/Mullの電子顕微鏡写真

4. まとめ

以上、本研究の結果をまとめると次のとおりである。

(1) 分散剤の添加量を調整することで凝集したスラリーから連続的な傾斜構造を得ることができた。スラリーを凝集状態に制御することにより、原料粉体の比重差及び粒子径差に因る沈降速度差を緩和することが可能であることを示している。

(2) 凍結乾燥法の適用により、自由水分を多量に含んだ試料からも、乾燥収縮による亀裂を生じることなく、安定した成形体を得ることが出来た。

(3) SUS304/ZrO₂、Mo/ムライトの成形体をホットプレス焼結することにより、セラミックスから金属へと連続的な傾斜組成を持つ材料を作製することが出来た。

謝辞：本研究は、科学技術振興事業団の研究成果最適移転事業（独創モデル化）研究の一部として行われた。この場を借りて感謝申し上げます。