金属粒子分散強化アルミナの機械的特性

足利工業大学 渡辺 秀美
 湘南工科大学 木村 修

Hidemi Watanabe and Osamu Kimura :
 Mechanical Properties of Al_2O_3 Reinforced by
 Dispersion of Metal-Particles.

The improvement of fracture toughness of Al_2O_3 ceramics is required for the application structural materials. In this paper, for this purpose Pd (palladium) particles dispersion in Al_2O_3 is studied. Powder contents of Pd-particles in the sintered body were 0, 10, and 15 vol% respectively. The mixtures were hot-pressed at 1350°C for 45min in nitrogen atmosphere at a pressure of 30MPa. Addition of Pd-particles is found to increase the fracture toughness of Al_2O_3 from 4 to 5 MPa $m^{1/2}$ at 10vol%.

Microstructural observations indicate that the toughness increase is a result of crack deflection around the Pd-particles.

(Received August 9, 1990)

1 緒言

Al_2O_3 セラミックスは安価で、硬度・耐蝕性・耐熱性に優れている。また強度は従来約 300MPa (3点曲げ強度) 程度であったが原料粉末の高純度化・微粒化により 500~700MPa までに改善されてきた¹⁾。さらに最近では 800MPa~1GPa の値も報告されている²⁾。このように Al_2O_3 はいくつかの機械的特性は優れているものの単体では靱性の向上は見られず、原料粉末・焼結法などによらず破壊靱性値 K_{Ic} は 3~4 MPa $m^{1/2}$ 程度の値に留まっている。従って Al_2O_3 の靱性を向上させてさらに有用な構造部材とするには複合化する必要がある。セラミックス複合材料は、マトリックス中に種々のフィラーを分散させる強化手法が主流である。分散相の分類として形状により粒子・ウィスカー・繊維などに分けられ、また材質としては SiC・TiC・Si₃N₄ 等のセラミックスが用いられている。これらの複合材料については活発な研究開発が多方面で行なわれている。これに対して最近、金属粒子をセラミックス中に分散させた複合材料について研究が始められた。SUS 粒子と PSZ³⁾ および SUS 粒子と MgO⁴⁾ の組み合わせ等が報告されている。これらにより金属粒子も分散相として適用可能であることが示されている。しかしながら Al_2O_3 中に金属粒子を分散させた複合材料については報告例は少ないようである。従って、本研究では Al_2O_3 中に金属粒子を分散させた複合材料を

製作して、その機械的特性を調査する。この結果より金属粒子の適用の可能性を議論することを目的とする。ここでマトリックス用出発原料として約 1300°C で焼結する易焼結性 Al_2O_3 を用い、金属粒として Pd 微粉末を使用することとした。なお、Pd は耐酸化性であるためマトリックスの Al_2O_3 との反応は少ないものと考えられる。そこで、クラックデフレーションやクラック阻止に Pd が有効に作用することが予想され、したがってこの効果により靱性の向上が期待される。

2 実験方法

出発原料の Al_2O_3 として大明化学製 { 粒径: 0.15 μm 比表面積: 14 (m^2/g) } を用いた。また Pd 微粒子は昭栄化学製を使用した。なお Pd 微粒子の諸特性を表 1 に示す。

これらを次のプロセスによって混合粉末を調製した。 Al_2O_3 に Pd 微粒子を 10 および 15 vol% の割合で添加し分散媒としてエチルアルコールを加えてボールミル混合を 1 時間行なって充分に分散を行なう。このプロセス

Table 1. Some properties of the Pd-particle.

particle size	Density	melting point	thermal expansion
0.3 (μm)	12.03	1554 (°C)	11.7 $\times 10^{-6}/^{\circ}C$

によって得られた混合スラリーをさらに乾燥・整粒して混合粉末を得る。なお乾燥を行なう際、 Al_2O_3 とPd微粒子の比重分離を防ぐ為に急速乾燥させる。

また複合体の焼結はホットプレス法を用いた。詳細は以下のとおりである。混合粉末を黒鉛ダイスに充填し、 N_2 ガス中でホットプレス(30MPa/45min)を行なった。なお焼結温度は1350°Cに選定した。得られた複合材から試験片をホットプレス軸に対し垂直面が引張面となる様にダイヤモンドブレードにより切断し、さらに研磨・ラップ仕上げを行なった。なお試験片寸法はJIS-R1601に準じた。

この試験片について以下の各機械的特性の測定を行なった。密度はアルキメデス法によりトルエン中で測定。強度は室温3点曲げ強度(クロスヘッドスピード0.5mm/min)、ビッカース硬度および破壊靱性値 K_{Ic} の各測定を行なった。なお、破壊靱性値 K_{Ic} はIF法⁵⁾により評価を行ない、クラック発生条件はビッカース圧子荷重10kg・保持時間10secとした。また微構造は試験片の破面をSEMにより観察を行なった。

Fig.1 Relative density of Pd-particles/
 Al_2O_3 composites.

Fig.2 Vickers hardness of Pd-particles/
 Al_2O_3 composites.

3 結果と考察

密度測定の結果を図1に示す。 Al_2O_3 単味およびPdが10, 15vol%の複合体も約98%の相対密度を示している。図2に硬度測定の結果を示す。硬度は Al_2O_3 単味では16GPaの値であったがPd含有率が増加するにしたがって急速に減少している。これは含有率が低い場合は Al_2O_3 の硬度が支配的であるが含有率が増加(15vol%)するにしたがってPdの硬度が支配的になることを示している。曲げ強度の結果を図3に示す。 Al_2O_3 単味では600MPaであるがPd含有率が増加するにしたがって強度は低下している。10vol%の複合体の強度は Al_2O_3 単味と比較して約25%低下している。またそのデーターのバラツキも多くなっている。15vol%複合体ではその強度は300MPaまで低下している。この値は Al_2O_3 単味の強度の50%に該当する。これは含有したPdが曲げ強度の増加には寄与せずむしろ欠陥として作用し、複合体の破壊の原因となっているものと考えられる。

Fig.3 Flexural strength of Pd-particles/
 Al_2O_3 composites.

Fig.4 Fracture toughness of Pd-particles/
 Al_2O_3 composites.

Photo.1 Scanning electron micrograph of Pd-particles in the as-received condition showing particles size and dispersion.

(a)

(b)

Photo.2 Scanning electron micrograph of Pd observed in the fractured surface in Pd-particle/ Al_2O_3 composites. Pd-particles size (a) about $15\mu\text{m}$, (b) about $5\mu\text{m}$.

破壊靱性値の結果を図4に示す。 Al_2O_3 単体では約 $4\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ であるが $\text{Pd}-10\text{vol}\%$ 複合体の値は約 $5\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ が得られた。したがって粒子分散による高靱化が達成されたものと判定される。また $15\text{vol}\%$ の試料では評価不能となった。この原因としてマトリックスの Al_2O_3 と分散粒子 Pd との硬度の差が大きいため高硬度のセラミックス用の研磨方法ではIF法に必要な鏡面がえられない。したがって研磨法の改善か、あるいは他の破壊靱性試験法を試みる必要があることが確認された。

次に微構造の調査の為に複合体の破面のSEM観察の結果を写真に示す。写真2(a)(b)は Al_2O_3 中に分散した Pd の塊を示す。写真2(a)は $15\mu\text{m}$ 、写真2(b)は $5\mu\text{m}$ の寸法を有している。写真1には混合前の Pd を示しているが、微小粒が凝集している様子が観察される。これはエタノール中でのボールミル処理では Pd 粒の凝集塊が分散せず塊のまま残りこれがホットプレス時に一つの大きな Pd 塊に凝固したことを示している。これらの Pd 塊表面には Al_2O_3 結晶粒の痕跡が明瞭に観察される(写真2(b))。これより Al_2O_3 と Pd 間には顕著な反応は存在しないことがわかる。さらに両者の熱膨張係数の関係は $\{\text{Pd} > \text{Al}_2\text{O}_3\}$ であり、この状況では Pd に引張応力が作用することになる⁶⁾。したがってクラックはこの Pd の周囲を迂回して進展する。ゆえに、このクラックデフレクションが主な高靱化機構であると言える。

4 結論

Al_2O_3 の強化を目的として金属(Pd)粒子を分散させた複合体を焼結した。機械的特性試験の結果、クラックデフレクション効果により靱性値の向上が認められた。しかしながら Pd 凝集塊が大きすぎる場合はそれ自体がクラック発生原となり複合体の強度を下げる原因ともなる。したがって粒子径の調整や分散状況の改善等の検討が必要となった。

文 献

- 1) R. W. Rice : CHEMTECH, 4(1983), 230.
- 2) 水田、芝崎、酒井、片桐、藤本 : 粉体および粉末冶金, 35(1988), 47.
- 3) 川崎、渡辺 : 粉体および粉末冶金, 37(1990), 73.
- 4) 西田、藤岡、西川 : 粉体および粉末冶金, 37(1990), 79.
- 5) 新原 : セラミックス, 20(1985), 12.
- 6) R. W. Rice : Ceram. Eng. Sci. Proc., 2(1981), 661.