

変動磁場を利用した金属基複合材料の新しい内部応力超塑性加工法

宇宙科学研究所

助教授 佐藤英一

(平成 10 年度研究開発助成 AF-98001)

キーワード：MMC、超磁歪材料、磁場サイクル

1. 研究の目的と背景

超塑性とは、材料がある条件下で非常に大きな引張伸びを示す現象であり、難加工性の先端材料に対しても塑性加工が適用可能となつて、貴重な材料資源や加工コストの節約が図られている。この超塑性には、現在の研究や実用の主流を占めている微細粒超塑性の他に、内部応力超塑性という現象が存在する¹⁾。これはかつて変態超塑性とも呼ばれていたものであり、相変態をもつ金属や金属基複合材料に熱サイクルを附加すると、変態ひずみや熱ひずみにより材料内部に大きな内部応力が発生し、巨大な引張伸びの得られる超塑性変形が出現するという現象である。特に、微細粒超塑性加工が原理的に不可能な先進的単結晶耐熱合金 (SuperAlloy) に対しても、この内部応力超塑性であれば超塑性加工が可能となるはずであり、我々はごく最近、単結晶耐熱合金の超塑性加工に成功した²⁾。

しかしながら、これまでの内部応力超塑性は、熱サイクルに起因する変態ひずみや熱ひずみを内部応力の起源としている。大型部品に急速な熱サイクルを附加することは技術的にもコスト的にも非常に不利であり、内部応力超塑性の実用化にあたってはこれが大きな障害になる。

本研究では、内部応力の新しい起源として“磁歪 (magnetostriction)” に注目し、磁歪粒子強化複合材料を作製し、この材料における変動磁場による内部応力超塑性の出現をめざす。これは、内部応力超塑性の新しいカテゴリであり、また塑性加工に磁場を応用しようという新しい試みでもある。なお、当初は室温での試験で内部応力超塑性の出現を目指したが、残念ながらそれは主敗した。そこで、急速高温での試験を行い、内部応力超塑性が起きているらしいことの証拠を掴んだ。

2. 研究方法

2-1. 材料系の選択

TafenoI-D ($Tb_{0.27}Dy_{0.73}Fe_{1.91}$) は³⁾、Laves 相の一種で超磁歪材料として知られ、室温で 0.175%、450K でも 0.095% という大きな飽和磁歪 (飽和磁場 10kOe (真空中 1T) 弱) を示す。3kOe 程度までは磁場と磁歪はほぼ比例し、3kOe で 0.11% (室温)、0.08% (450K) の磁歪を生じる。図 1 に TafenoI-D の磁歪特性を示す³⁾。TafenoI-D の磁歪は磁場方向には伸び、垂直方向には縮みで、体積変化はない。

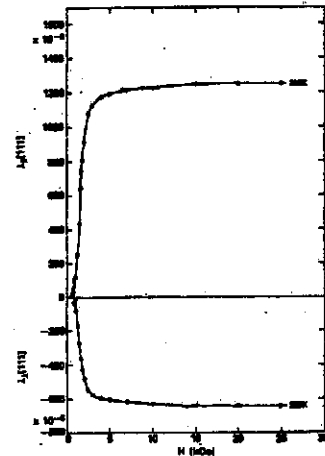


図 1 TafenoI-D の磁歪特性³⁾

Pb をマトリクスとし TD を体積分率 1~5% 含む複合材料に対し、0~3kOe、周期 20s の三角波状の変動磁場を附加すると、マトリクスと介在物間に生じるミスフィットひずみは、ひずみ振幅 0.08%、ひずみ速度 $\pm 4 \times 10^{-6} s^{-1}$ となる。我々が熱ひずみによる内部応力超塑性のモデル材料として研究してきた Be 粒子分散 Al 合金⁴⁾ の場合には、粒子の体積分率は 1.2%、典型的な条件として温度振幅 100K、周期 40s の熱サイクルを付加した場合、ミスフィットひずみ振幅 0.13%、ひずみ速度 $\pm 6 \times 10^{-6} s^{-1}$ である。したがって、Pb-TD 複合材の磁場サイクルによるミスフィットひずみは、Al-Be 複合材の熱サイクルによる比ミスフィットひずみと同程度となることが予想され、変動磁場誘起内部応力超塑性が期待される。

ただし、Pb-TD 複合材のミスフィットひずみは体積成分がないのに対し、Al-Be 複合材のミスフィットひずみには体積成分が存在する。一方、熱サイクルによる内部応力超塑性の別のタイプとして、熱膨張率に異方性のある多結晶体 (Zn 等) においても内部応力超塑性が観察されており⁵⁾、この場合のミスフィットひずみも体積成分がない。ただし、体積成分のないミスフィットひずみは、界面核酸で速やかに緩和されてしまうので、十分大きな粒子サイズが必要となる。

2-2. 材料作製

Pb-TD 複合材料は、ETREMA 社製 TafenoI-D

($Tb_{0.27}Dy_{0.73}Fe_{1.9}$)粉末をアルゴン雰囲気中で乳鉢で粉碎し、 $32\ \mu m$ 以下の粉末にふるい分けした。 $75\ \mu m$ 以下のPb粉末と共に、アルゴン雰囲気中で乾式ボールミルで2h混合した。TDの体積分率は5%と10%とした。

混合粉末を室温、950MPaで移築プレスして得られたグリーン体を、室温、押出比8.4で押し出し、 $\phi 9mm$ の丸棒材を得た。この材料に、ソルトバスにて423K、24hのアニールを加えた後、機械加工により、ゲージ部直径3mm、長さ6mmのクリープ試験片とした。

図2にPb-5vol%TDアニール材のSEM組織写真を示す。TD粒子は凝集することなくマトリクス中に分散し、界面にも特に目立つき裂等は見られない。図3にこの材料のX線回折を示す。Pb相とTD相のみ観察され、TD相が酸化されていないことが確認できる。



図2 Pb-5vol%TDアニール材の顕微鏡写真

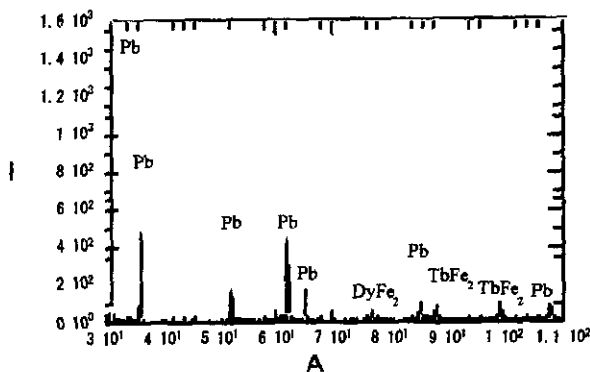


図3 Pb-5vol%TDアニール材のX線回折

2-3. 磁場サイクルクリープ

図4に示すように、水冷常伝導磁石に、中空鉄心を装着し、 $30mm\ \phi \times 80mmL$ にわたって3kOeの磁界が得られるようにした。平行部に高温用ストレインゲージを2枚貼りつけた試験片を真鍮製のジグでつるし、おもりをぶら下げて、引張クリープ試験を行った。塑性ひずみ3%以下まではストレインゲージで細かい挙動まで計測し、全体の変形挙動はおもり付近の変位をレーザー変位計で計測した。

室温での試験の結果、高温で試験を行う必要があることが判明したので、鉄心間にマイクロヒーターで加熱炉をセットし、500K程度までの加熱が行えるようにした。

ストレインゲージは高温用のものを使用し、温度は試験片平行部に溶接したR熱電対で測定した。

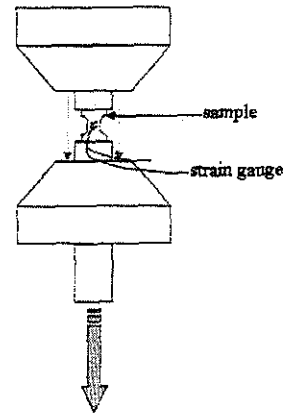


図4 磁場サイクルクリープ試験の模式図

変動磁場を付加すると、熱電対やストレインゲージには誘導電流が生じるが、ストレインゲージのひずみの計測にはほとんど影響しないことは純Alの試験片で確認した。一方、熱電対による温度計測には多大な影響が出るので、本研究では温度のフィードバック制御は行わず、炉の一定の電流を流して得られる定常温度状態で、クリープ試験を行った。

3. 研究成果

3-1. 磁場サイクルによる弾性変形挙動

図5に、Pb-5vol%TD複合材に室温で振幅0~3kOe、周期20sの変動磁場を付加したときの、複合材の(弾性)変形挙動を示す。左右の図それぞれ磁場と平行および垂直方向のひずみを、磁場変化と共に示してある。

複合材は、磁場平行方向には、磁場が付加されたとき伸び、磁場がなくなったとき元に戻るという挙動を示し、磁場垂直方向には、磁場が付加されたとき基地染み、磁場がなくなったとき元に戻るという挙動を示している。またその大きさは、磁場平行方向には 1.4×10^{-6} 、磁場垂直方向には 0.1×10^{-8} である。

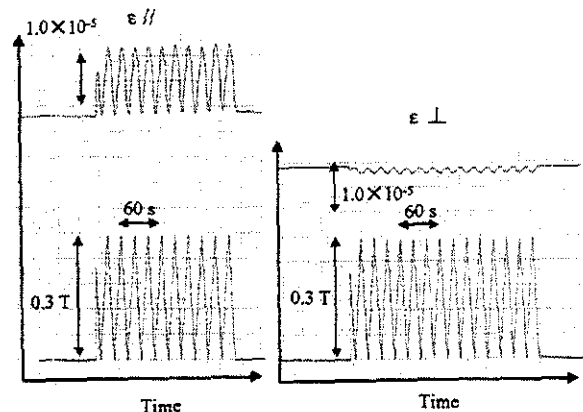


図5 磁場サイクルによる室温での弾性変形挙動

一方、連続体マイクロメカニクス解析を行うと、図6に模式的に示すように、TD粒子が0.11%の伸びひずみを生じると、複合材は平均でTDの伸び方向に 4×10^{-5} 伸び、垂直方向に 2×10^{-5} 縮むことが予想される。磁場によるひずみ測定への擾乱のある中、 10^{-5} 台の微小ひずみを測定していることを考慮すると、測定結果と理論予測は良い一致を示していると言って良からう。

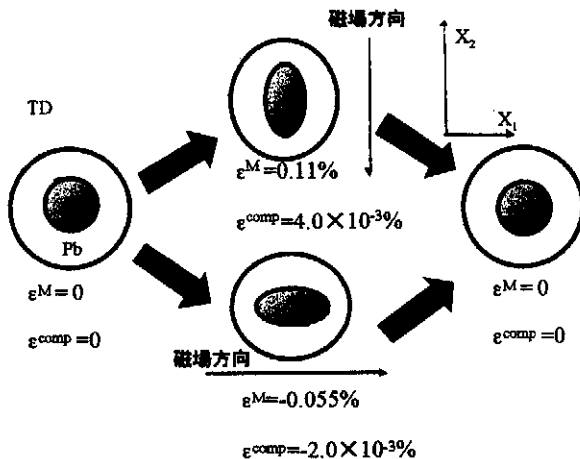


図6 磁歪による打複合材の弾性変形挙動の解析

3-2. 室温での磁場サイクルクリープ挙動

図7に、Pb-10vol%TD複合材の室温での定常クリープ速度と負荷応力の両対数プロットを示す。同様の手法で作製したPb単体のクリープ挙動も同時に示す。この図の傾きが応力指数を表す。ストレインゲージによる測定のため、 10^{-8} s⁻¹台のひずみ速度が測定されている。

磁場を付加しない場合、PbとPb-TDどちらも、応力指数9程度のべき乗則が観察される。高応力になると、応力指数はそれよりももっと小さくなっているようである。ひずみ速度そのものは、TD-PbはPbの1/4程度の小さなものである。Pbのクリープは、応力指数5程度の通常の純金属と同様のものであると報告されている。また、測定された活性化エネルギーを用いて予測した300Kのクリープ速度は、本則低結果より2~3桁大きなものである。これは本研究の供試材が粉末法で作製したため、マトリクス中に微細な酸化物等が分散しており、その分散強化が生じているからであると考えられる。

Pb-TD複合材に、振幅0~3kOe、周期20sの変動磁場を付加したときのクリープ速度も、図7に黒三角でプロットした。磁場を付加しない場合とほとんど重なっており、内部応力超塑性が生じたならば起きるはずのひずみ速度の増加、応力指数の低下が全く観察されていない。

内部応力超塑性の出現には、そもそも介在物の(熱膨張なり磁歪なりによる)eigenひずみの発生が、マトリクスの空間的に不均一なクリープひずみで緩和されることが前提となる⁶⁾。塑性緩和には、応力指数があまり大

きくない転位の回復律速クリープが必要である。Pbにとって300Kの室温とはちょうど0.5Tmであり、回復律速クリープの出現には少々温度が低すぎるおそれがある。そのため、高温での磁場サイクルクリープの追加実験を行った。

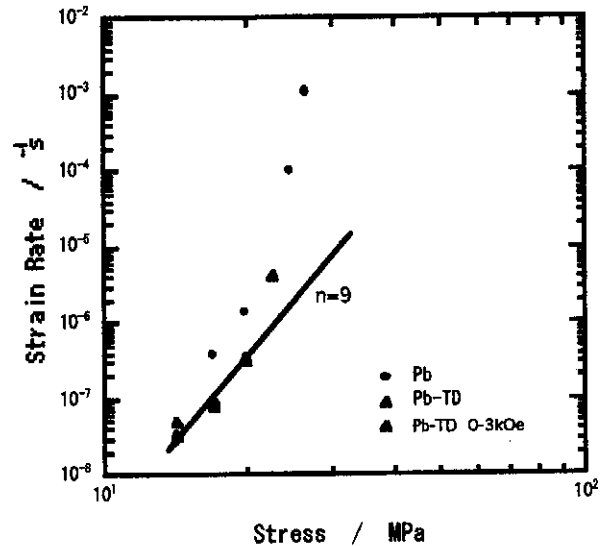


図7 Pb-10vol%TD複合材の室温におけるひずみ速度と応力の関係

3-3. 高温での磁場サイクルクリープ挙動

TafenoI-Dの磁歪率は温度の上昇と共に減少し、キュリー点(623K)以上では消失する。ある程度の磁歪が存在する温度として、Pbにとって0.75Tに相当する453Kを実験温度とした。この温度ではTafenoI-Dは3kOeで0.08%の磁歪を生じる。

図8に、Pb-10vol%TD複合材の453Kでの定常クリープ速度と負荷応力の量対数プロットを示す。応力指数は6程度に減少し、回復律速クリープの領域に入っていることが示唆される。図7と8では横軸が一桁ずれている。

図9には、同じ材料の453Kでのクリープ試験中に、振幅0~3kOe、周期100sの変動磁場を付加したときのチャートを示す。磁場付加前に比べ、明らかに傾きが増加していることが分かる。ひずみ振動の形状は、図5の室温におけるきれいな三角波形状とは異なり、底が潰れたような形状になっている。このことは、TD流新の磁歪が、マトリクスの弾性変形だけではなく、塑性変形も引き起こしていることを意味する。すなわち、この条件でようやく、ミスフィットひずみの塑性緩和と外力による塑性変形が重畳して、内部応力超塑性が出現する条件が整ったと言える。

なお、残念ながら、これはレーザー変位計による測定で、ひずみの検出精度が悪く、またジグ等の弾性変形の影響も含まれている。したがって、個々では定量的解析は控えている。今後、再現性も含めた定量製のある再測定が必須である。

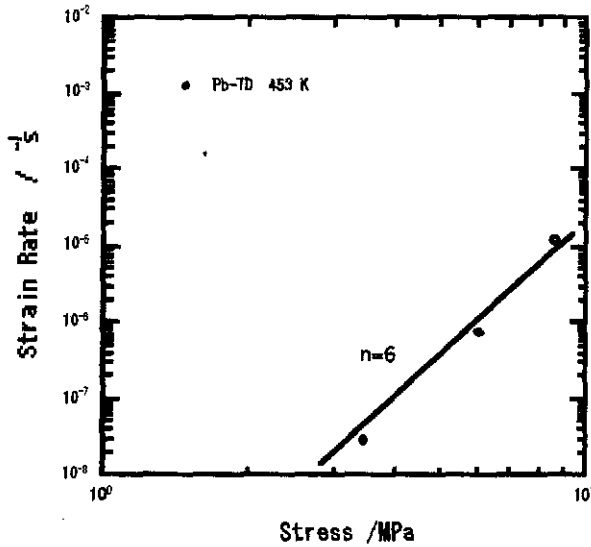


図8 Pb-10vol%TD複合材の453Kにおけるひずみ速度と応力の関係

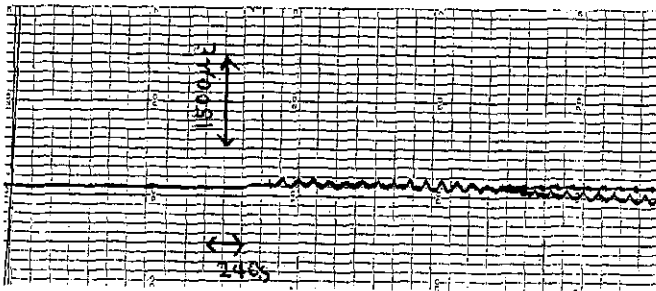


図9 Pb-10vol%TD複合材の453Kクリープ中に磁場サイクルを付加したときのチャート

3-2. 考察

変動磁場による内部応力超塑性を従来の熱サイクルによる内部応力超塑性と比較する。熱サイクル超塑性は、複合材CTE（熱膨張率）ミスマッチ超塑性と、異方性CTEミスマッチ超塑性とに焼けられ、それらと同様の呼び方をすると磁場サイクル超塑性は複合材磁歪超塑性と呼ぶことができよう。それぞれの代表的な例を表1にまとめる。

複合材磁歪超塑性は、eigenひずみを生じる相の体積分率は複合材CTEミスマッチ超塑性に、ミスマッチひずみの形態は異方性CTEミスマッチ超塑性に類似していることが分かる。ミスマッチひずみの大きさも、両者

と似たものである。したがって、複合材磁歪超塑性はまさに従来の2つの内部応力超塑性の中間のカテゴリーに入るものであろうと考えられる。

表1 各種内部応力超塑性の比較

内部応力超塑性	複合材CTEミスマッチ (Al-Bc共晶合金)	複合材磁歪 (Pb-TD)	異方性CTEミスマッチ (多結晶Zn)
体積分率	1.2%	5%	100%
実験温度	$0.62T^m \sim 0.73T^m$	$0.50T^m, 0.58T^m$	$0.75T^m \sim 0.90T^m$
ミスマッチひずみ	0.13% (100K)	0.11% (0.3T)	0.36% (100K)
ミスマッチひずみの形態	体積変化	形状変化	形状変化
予測ひずみ速度	$2.1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ (at 1MPa)	$2.6 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ (at 1MPa)	$1.4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ (at 1MPa)
実測ひずみ速度	$1.2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ (at 1MPa)		$5.1 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ (at 1MPa)

4. 結論

- ・超磁歪粒子Tafeno-Dを分散したPb基複合材料を粉末法によって作製した。
- ・複合材に室温で磁場サイクルを付加すると、粒子の磁歪による複合材全体の男性応答が観察され、これはマイクロメカニクス解析の予測とほぼ等しかった。
- ・複合材の室温でのクリープ中に磁場サイクルを付加しても、変形は加速されず、内部応力超塑性は出現しなかった。
- ・複合材の453Kでのクリープ中に磁場サイクルを付加すると、変形が加速されたことが観察され、内部応力超塑性が出現したものと期待される。ただし、今後、再現性も含めた定量製のある再測定が必須である。

参考文献

- 1) 北園幸一, 佐藤英一, までりあ, 38 (1999), 429.
- 2) K. Kitazono, E. Sato and K. Kuribayashi, Scripta Mater., 41 (1999), 263.
- 3) A.E.Clark, J.B.Restoff and M.Wun-Fogle, J. Appl. Phys., 75 (994) 15.
- 4) K. Kitazono and E. Sato, Acta Mater., 46 (1998), 207-213.
- 5) K. Kitazono, R. Hirasaka, E. Sato, K. Kuribayashi and T. Motegi: Acta Materialia, accepted and in press.
- 6) E. Sato and K. Kuribayashi, Acta Metall. Mater., 41 (1993) 1759.