

粉末液相成形法による

A l 基複合材料の製造とその評価

茨城大学 工学部 物質工学科

教授 竹内 庸

(平成元年度研究開発助成 AF - 89018)

1. 研究の背景

近年種々な金属基複合材料 (MMC) の研究開発が盛んに行われているが、実用化の面からみると Al 合金基の複合材料が特に有望と思われる。粒子あるいは短繊維セラミックス/アルミニウム合金 MMC のこれまでの製造方法は粉末法と溶湯法に大別され、それぞれ長所と短所を有している。いずれの方法も強化材の種類と体積率の選択において不十分な面があり、製造コストの高いのが難点である。最近、渡辺と斎藤⁽¹⁾ は粉末法と溶湯法の長所を合わせ持つと期待される粉末液相成形 (Powder Liquid Forming: PLF) 法を提案し、 Al_2O_3 /6061 MMC の例を報告した。この方法の研究は著者らの知る限り他にはみられず、さらに広範囲な MMC 製造への適用および基礎的な検討が望まれる。本研究では、強化材として Al_2O_3 および SiC 粉末あるいはウイスキーと 6061 あるいは AC8A の Al 合金を選び、種々な体積率の MMC を PLF 法により作製して、熱間加工性はじめ材料特性を調べた。

2. 実験方法

2.1 PLF による MMC の作製方法

作製方法の概略を図 1 に示す。原料粉末としては、マトリックスに平均粒径 $40 \mu m$ の 6061 および AC8A 合金粉末、強化材として平均粒径 $1.7 \mu m$ の $\alpha-Al_2O_3$ 粉末および同じく平均粒径 $3.0 \mu m$ の SiC 粉末およびウイスキーを使用した。合金粉末と強化材粉末をボールミルで混合し金型 (内径 $43mm$) に入れプレスで約 $50MPa$ を負荷して冷間

成形した。これを電気炉で 6061 合金の液相温度よりやや高い $933K$ に加熱した後プレスで約 $80MPa$ の圧力を加えて液相加圧成形を行った。Al 合金粉末の表面は一般に酸化膜に覆われているため通常の方法による焼結は困難なので Al 合金が液相となる温度で応力をかけて粒子表面を覆うアルミナ酸化膜を壊せば融体が流出しセラミックス粒子間に含浸して複合化が達成できる。さらに $623K$ まで負荷状態で空冷した (加圧凝固)。6061 基 MMC の場合は 30% (以下体積%で表す) まで、AC8A 基 MMC では 60% までの複合材料を作製した。

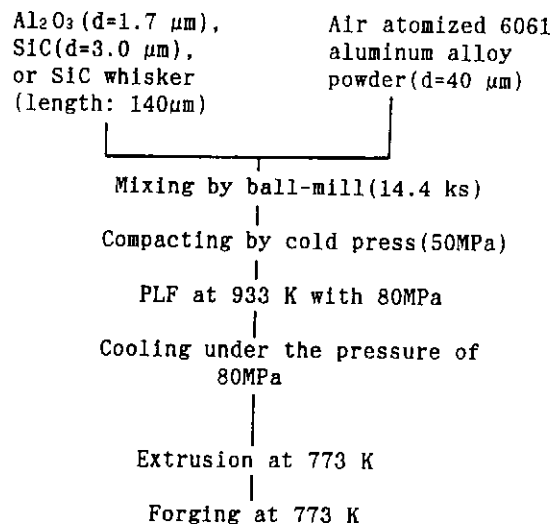


図 1 PLF プロセスの概略

2.2 熱間加工

PLF 法で作製した試料を $773K$ に加熱し $\phi 10mm$ の丸棒に押し出した。このときの押し出し比は 18.5

である。次に熱間で押し出した試料を長さ約70mmに切断し、これをステンレス板ではさみ773Kで据込み加工を行って1.5~2.5mm厚さの板材を作製した、さらに、この板の一部はステンレス薄板でパックし、加熱(773K)と圧下率数%の熱間圧延を繰り返して薄板に加工した。

2.3 材料特性の評価方法

試料をエメリー紙で#1500まで研磨後バフ研磨を行い、光学顕微鏡およびSEMによりマイクロ組織を観察した。密度はJISに従ってアルキメデス法により測定した。次にPLFままおよび押し出し材のビッカース硬さを測定した。溶体化処理(803K・3.6ks)水焼入れ後、447Kで恒温時効を施し、時効硬化挙動を調べた。ひずみゲージ法および超音波法により室温のヤング率を測定した。また、室温から700Kまでの種々な温度で引張試験を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 PLFによるMMCの製造および熱間加工性

最終的には前述の条件を用いることによりPLFままで高密度の試料が得られたが、これに先だって予備的な作製を種々な条件で試みた。PLFにおいてはマトリックスの液相温度以上とすることが必要である。また凝固が終了するまで加圧を続けることが高密度のMMCを得るためには必要である。負荷重の影響に関しては渡辺と斎藤により詳しく検討されており¹⁾、50MPa以上が望ましい。強化粒子の種類や体積率によってこの値は変化すると予想されるが、本実験では80MPaを基準としたところ、30vol%あたりまでは十分であると思われる。

PLFで作製したMMCは熱間押し出しおよび据込みが可能であり、加工による材質劣化は少ない。押し出し加工は強化材体積率が低い場合は容易に健全な丸棒が得られたが、体積率が高い場合はもみの木割れが発生した(写真1(a))。

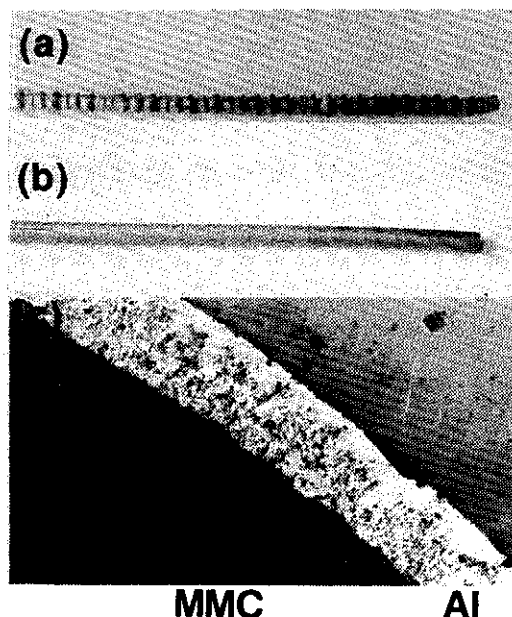


写真1 熱間押し出し材の外観：
(a) 被覆なし (b) 純Al被覆 (c) 断面組織



写真2 $Al_2O_3/6061$ MMCの光学顕微鏡組織
(a) 22.5%MMCのPLFまま (b) 30%MMCの押し出し材(押し出し方向に平行な断面)

そこで、純アルミニウム板をMMC試料の前方に挿入して被覆押し出しを試みたところ、強化材体積率30%までのMMCは健全に加工できた(写真1(b))。このときのアルミニウム被覆厚さは150~200 μm であった。一方、据込みにおいては試料温度が低下しないように工夫し、潤滑に配慮をすれば直径10mmの丸棒を1.5mm厚さの板材に一回で加工することができる。これに対して、熱間圧延では試料温度の保持が困難なこともあって、1回の圧下量を小さくして繰り返し加熱と圧延を繰り返す必要があった。

3.2 ミクロ組織および密度

PLFままの例を写真2(a)に示す。白い部分は合金粒子であり黒く見える部分がよく混合している部分である。押し出し材の例として30% Al_2O_3 /6061MMCの結果を示す。密度の測定結果では、合金単体、および各MMCのいずれについても測

定値は理論密度に近い値を示した。前述の光学顕微鏡観察の結果からも推定されるように、PLFままでほとんどボイドを含まない試料が作製できた。図2にAC8Aをマトリックスとした場合のMMC密度と強化材の体積率の関係を示す。 Al_2O_3 の方がSiCより高体積率まで密度が高いのは、後述のスピネル形成に関連した濡れ性の良さが関係していると推測される。

3.3 弾性係数および溶体化処理材の硬さ

ヤング率は図3に示すように強化材体積率の増加に伴い上昇した。

その傾向はおおよそ等価介在物法による推定値に近い値である。溶体化処理材のビッカース硬さも体積率の増加にともなって単調に増大し、 Al_2O_3 の場合とSiCの場合の差異はほとんどみられなかった。

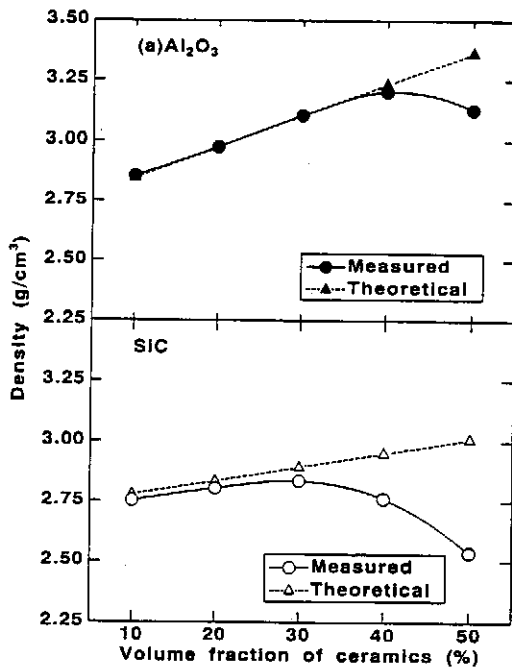


図2 SiCおよび Al_2O_3 /AC8AMMCの密度と強化材体積率の関係

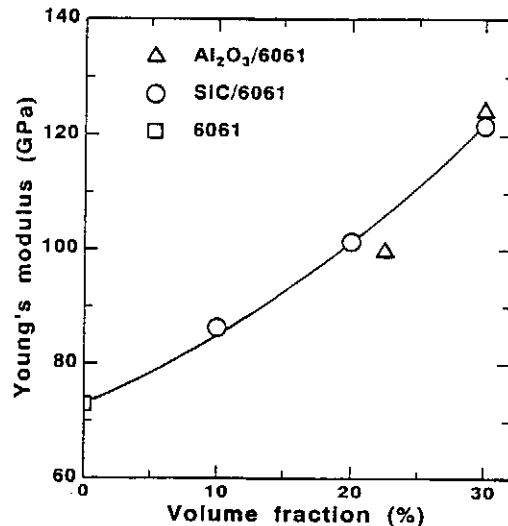


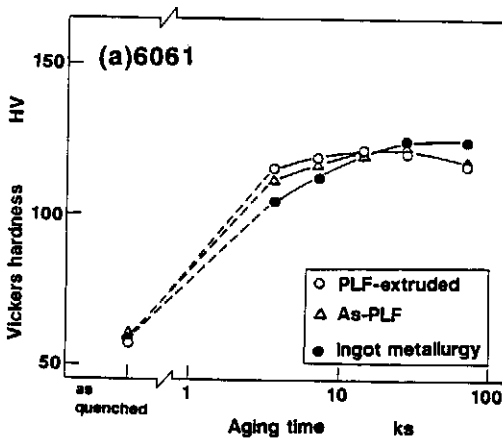
図3 ヤング率と強化材体積率の関係

3.4 時効硬化特性

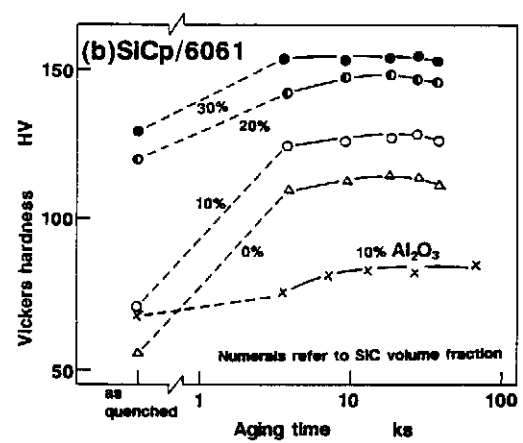
PLFで作製した6061Al合金の時効硬化は溶製法によって作製した合金に比べて時効が促進される(図4(a))。SiC/6061およびAl₂O₃/6061MMCの時効硬化曲線を図4の(b)と(c)に示す。

後者の場合には時効硬化量が小さい。そこで、

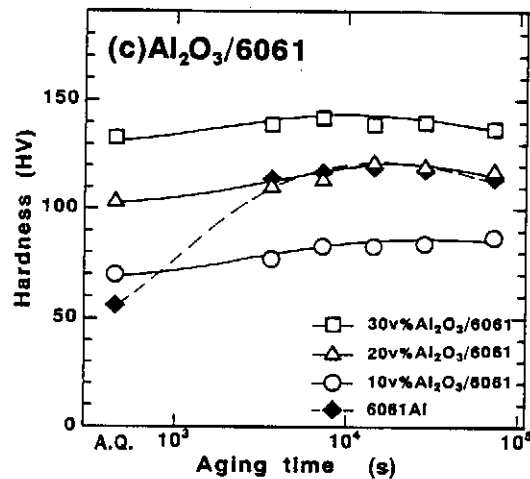
MMC中から粒子を硫酸で溶解抽出してX線回折を行った結果、Al₂O₃界面にスピネル(MgAl₂O₄)が形成されていることが判明した。これにともなって6061合金基地中のMg濃度が減少したことが時効硬化の低下した理由と考えられる。一方、SiC強化MMCの場合には界面生成物はX線回折では認められなかった。



(a) 6061 単位の場合



(b) SiC/6061MMCの場合



(c) Al₂O₃/6061MMCの場合

図4 時効硬化挙動

3.5 強度の温度依存性

据込み材について押し出し方向に平行に平板試験片を採取し引張試験を行った。

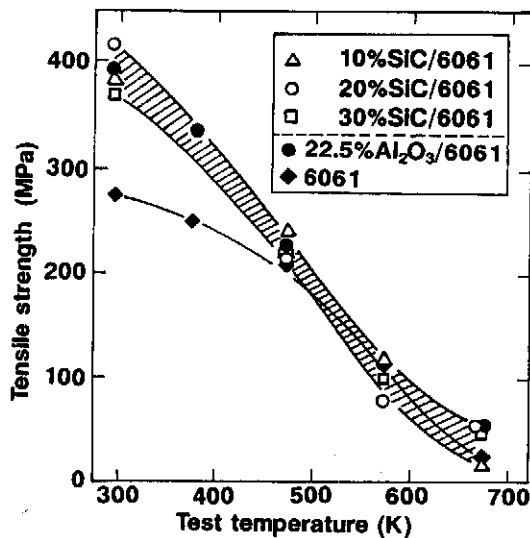


図5 引張り強度の温度依存性

図5はSiC粒子/6061MMCの強度の温度依存性である。450K程度まで強化が認められる。Al₂O₃/6061の場合も一部示したが、界面におけるスピネル形成が高温変形挙動に及ぼす影響は小さいようである。SiCウイスキーの場合は全体に少し高めの数値であったが、溶湯鍛造MMCの場合²⁾に比べるとはるかに低い値にとどまった。その理由としてウイスキーの長さが約1/5程度に減少したことがあげられ、混合方法などを今後検討する予定である。

4. 結論

PLFままでボイドをほとんど含まないMMCを容易に作製できる。PLFで作製した強化材体積率30%までのAl₂O₃/6061およびSiC/6061MMCは熱間で押し出し、据込み、および圧延が可能である。いずれのMMCでも、強化材の体積率の増加に伴って硬度およびヤング率が増加した。Al₂O₃/6061合金MMCでは界面でスピネル(MgAl₂O₄)を形成し時効硬化量が減少した。PLF法により他の方法で作製したMMCに匹敵する性質のMMCが作製できることがわかった。

参考文献

- 1) 渡辺、斎藤：軽金属、Vol.39 No.4 (1989)、p.255
- 2) 大西、友田、竹内：未発表

本研究結果の公表

- (1) 第33回日本熱処理技術協会講演大会概要集 (1991.12) pp.17 - 18.
- (2) 日本機械学会材料力学部門複合材料利用技術研究会編「複合材料の設計・製造・評価および利用技術に関するニューコンセプト」 (1992.3) pp.89 - 91.
- (3) 国際会議「Heat & Surface'92」、京都 (1992.11)にて発表予定 (受理済)
- (4) 論文投稿準備中