

金属/セラミックス複合材料の高温塑性加工

及び加工材の特性評価

茨城大学 工学部 物質工学科

教授 友田 陽

(平成2年度研究開発助成 AF-90009)

1. 研究の背景

アルミニウム合金基複合材料 (MMC) は軽量、高強度、高耐摩耗性などの特徴を有するため、その実用化がMMCの中でもっとも期待されている。しかし、成形・加工性に難点があるといわれ、最近では超塑性化の試みがなされるようになった^{1)~5)}。高温鍛造、据え込み、押出などの加工は粒子強化型MMCでは比較的容易に行えるので、本研究ではより加工の困難なウイスカ強化MMCを対象にして、高温における加工性を検討することにした。

一方、加工材がどのような特性を示すかは、MMCを実際に利用する際に特に重要である。そこで、熱間圧延板に関して、熱膨張率、弾性係数、及び引張性質における異方性を調べた。このような特性があらかじめ予測できないとMMCにおける「テイラーメイド」の特徴が生かされない。

本研究では等価介在物法を用いて弾性係数を予測し実験結果と比較した。

2. 実験方法

2.1 複合材料の作製方法

本実験では2種類の方法により作製したMMCを試料として使用した。まずSiCウイスカ (SiCw) プリフォームにAl合金溶湯を押し込む溶湯鍛造法により、25% SiCw/2014合金MMC及び25% SiCw/6061合金MMCを三菱アルミニウム(株)技術研究所にて作製してもらった。次に、20% SiCw/6061合金MMCを合金粉末 (平均粒径40 μm) を用いて本研究室にて粉末液相鍛造法 (PLF法)⁶⁾によって作製した。ここではPLFによる作製方法の詳細は省略するが、セラミックス粒子強化MMCの場合⁷⁾と同じ手順で行った。

2.2 熱間加工

溶湯鍛造法で作製したSiCw/2014合金MMCにおける加工手順を図1に示す。溶湯鍛造のSiCw/6061合金MMCの場合もほぼ同じ手順であるが、熱間圧延は行わずに、据え込みで薄板に加工し、結晶粒の成長を防ぐ目的で加工後にすみやかに水中へ急冷した。溶湯鍛造、押出し、熱間圧延は前述の研究所にて実施してもらい、熱間据え込み、試験片加工、その他の試料準備は本研究室で実施した。PLFによるSiCw/6061合金MMCは、熱間押出しの後熱間据え込みで薄板とした。

高温変形特性を調べるために、前述の種々の加工状態、すなわち、鍛造 (凝固) まま、押出材、据え込み材もしくは圧延材から、引張試験片を採取し種々な温度とひずみ速度で引張試験を行った。引張試験片は、平行部長さ30mm、幅4mm、厚さ2mm板状であり放電加工によって切り出した。熱間圧延は押出方向に垂直 (V) あるいは平行 (P) に伸ばしたので、V材及びP材の双方について元の押出方向に対して0, 22.5, 45, 67.5, 及び90° の方向に試験片を採取した。常温における引張性質を検討した後、それらの温度依存性を調べた。

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、光学顕微鏡及びSEMによりマイクロ組織を観察した。図2にSiCw/6061MMCのSEM観察例を示す。図は据え込み状

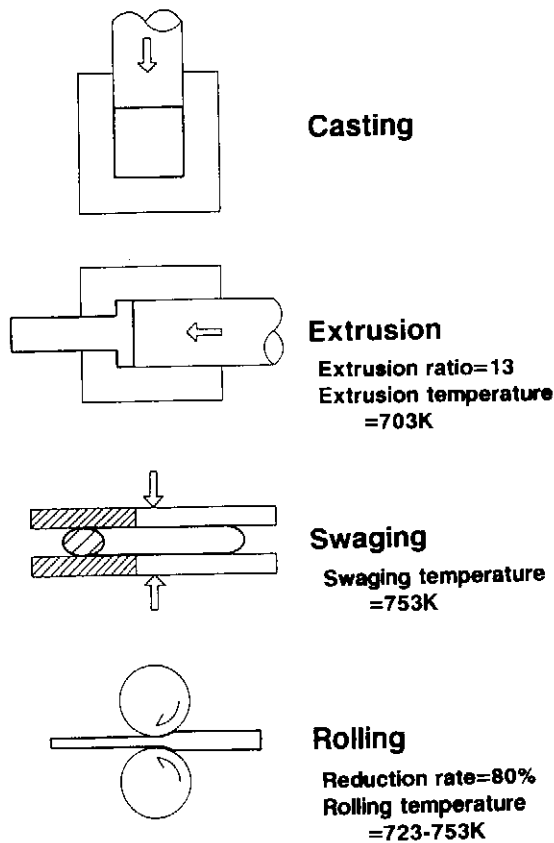


図1 溶湯鍛造法で作製したSiCw/2014合金MMCの加工手順の概略

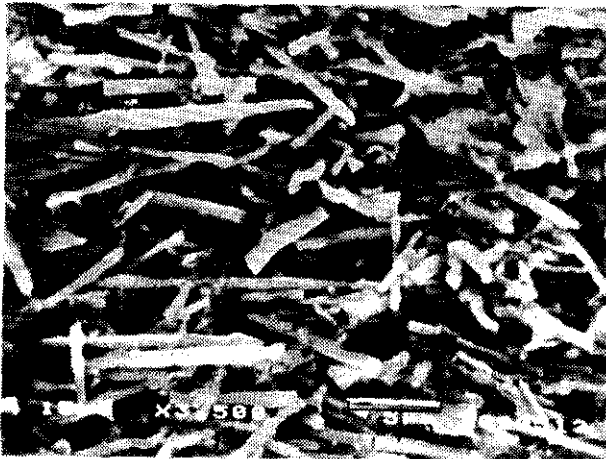


図2 MMCのSEM観察例（溶湯鍛造法によるSiCw/6061MMC）

態の組織であり、DAS液を用いて腐食してあるのでSiCwが押出方向へ一次配向している様相が見られる。MMCの密度はJISに従ってアルキメデス法により測定した。ピッカース硬さ測定により、溶態化処理後の時効硬化挙動を検討した。その他の試験はT6処理を施した試料を用いて実施した。

加工材の特性として、主として圧延P、V材を対象にして引張性質の異方性を調べた。ヤング率はひずみゲージ法によって測定した。また、常温から高温におけるMMCの変形特性解析の基礎となる内部応力や内部組織状態の変化を考察する目的で熱膨張挙動を詳しく調べた。

3. 実験結果及び考察

3.1 MMCの熱間加工性

いずれのMMCにおいても熱間での押し出し、据込み、圧延が可能であり、加工による材質劣化は少ないことがわかった。MMCの中のウイスカを塩酸で溶出させその後長さを測定したところ、押出時においてウイスカの破損が多く、アスペクト比は溶湯鍛造ままのときの17.7から10.5へと減少した。その後の2次加工ではアスペクト比はあまり減少しない。

熱間圧延では大きな板が製造できるが、保温に留意し圧下率を少なくして繰り返し圧延することが必要である。図3にP材とV材の圧延板形状を示す。押出によって配向したウイスカの長軸方向に平行に圧延したP材においては、耳割れが生じやすい。このとき各種試験片は割れない中央部分から採取した。一方、V材では圧延後の形状はきわめて良好であった。一方、塑性加工による密度変化はほとんど認められなかった。SiCw/2014合金MMCのウイスカの配向状況を図4に示す。凝固状態ではランダム配向であったものが、押し出しにより一方向に並び、次の据え込みと圧延では加工方向に依存したウイスカの回転がみられる。後述するように、このウイスカの配向が加工材の特性を大きく支配する。ウイスカの長さも材料特性を支配する大きな因子であるが、前述のように押出加工で減少した後はその変化は小さい。

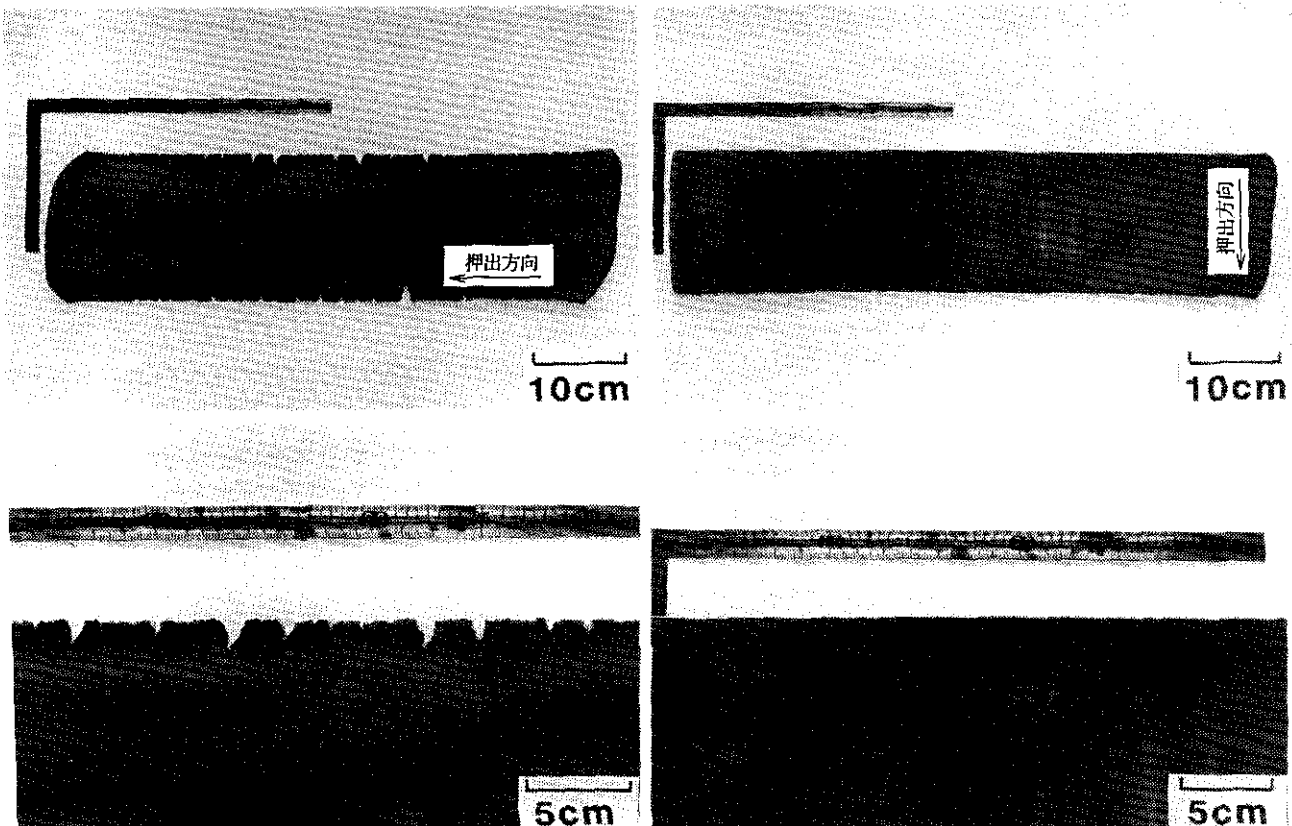


図3 熱間圧延板の概観（SiCw/2014合金MMC）

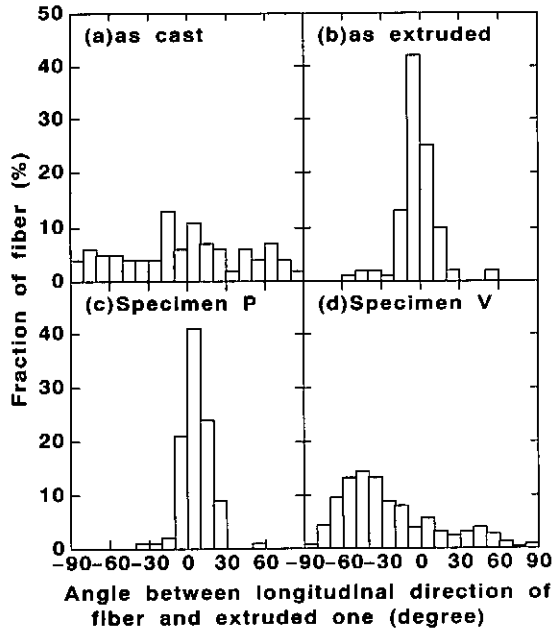


図4 熱間圧延板におけるウイスカの配向状況 (SiCw/2014合金MMC)

3.2 高温変形特性と擬超塑性

(a) 溶湯鍛造法によるSiCw/2014合金MMC

V-90°材の引張強さの試験温度依存性を図5に示す。473Kから573Kにかけて強度が温度上昇とともに大きく低下する。強度には異方性があるが、温度依存性に関しては他の方向及びP材でも類似の傾向を示した。ひずみ速度の影響を、753KにおけるP、V材と673KにおけるV材について図6にまとめた。(a)は全伸びに関する結果で、753KではP材、V材ともにピークが見られる。試験温度が低下すると、例としてそう入した673Kの結果のように伸びの向上は顕著ではない。(b)では(a)に対応した引張真応力と初期ひずみ速度の関係をプロットした。753Kではひずみ速度の大きい側で傾斜が急になっており、このあたりのひずみ速度でm値を推定してみると0.3以上となってい

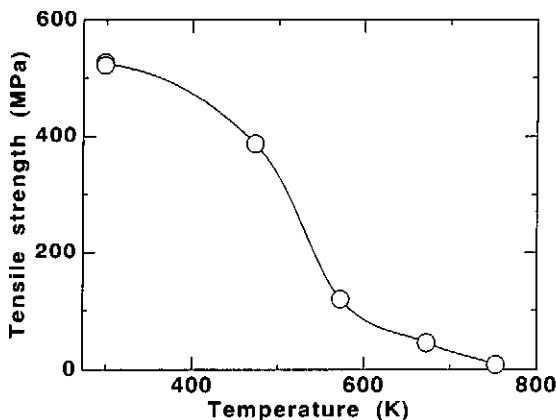


図5 溶湯鍛造法によるSiCw/2014合金MMCにおける強度の温度依存性

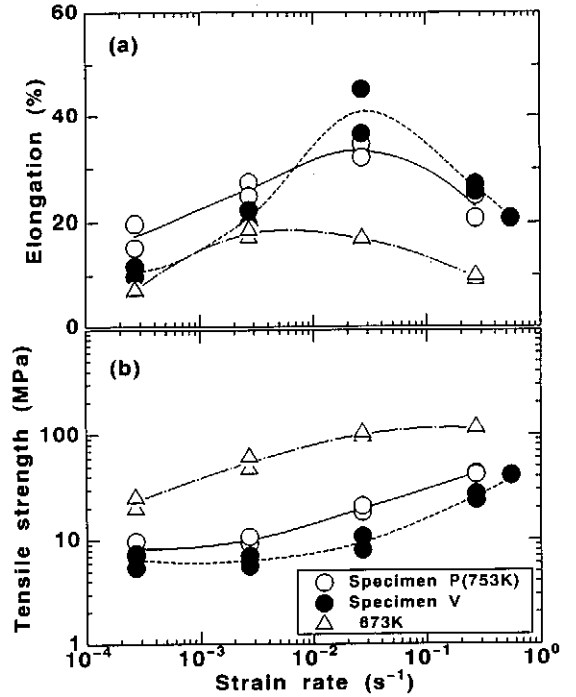


図6 溶湯鍛造法によるSiCw/2014合金MMCにおける高温での伸びと変形応力のひずみ速度依存性

る。このようにm値の大きい領域が高ひずみ速度域で現れるのが特徴である。伸びの値は試験片平行部(標点間距離)の長さによって変化するが、本結果は超塑性と呼べるほどには大きくない。変形後の試験片表面の観察、DAS液を用いた組織観察などから、本MMCの母相結晶粒径は数100 μ mくらいと推定される。したがって、大きな伸びを得るためには、マトリックスの粒径を微細化する必要がある。

(b) 溶湯鍛造法によるSiCw/6061合金MMC

上記(a)では圧延材の特徴を検討した。そこで種々な状態のMMCについて検討する目的で、SiCw/6061合金MMCについて、鍛造凝固状態、それを押出した状態、更に据え込み後急冷(水中に焼入れ)した試料の各々に同じT6

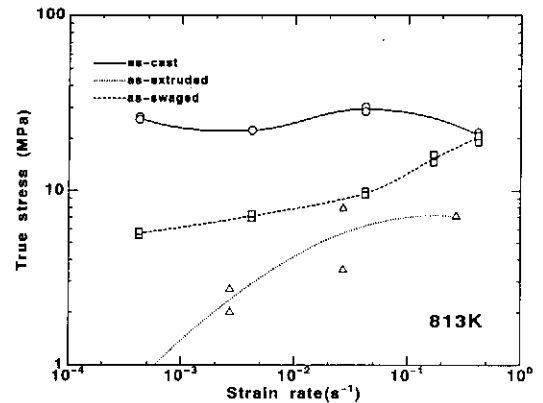


図7 溶湯鍛造法によるSiCw/6061合金MMCにおける813Kでの引張強さのひずみ速度依存性: 鍛造(凝固)まま、押出、据え込みの3条件の試料にT6処理を施した試料での比較

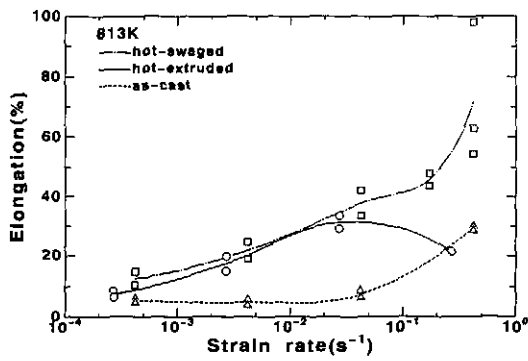


図8 溶湯鍛造法によるSiCw/6061合金MMCにおける813Kでの伸びのひずみ速度依存性(図7参照)

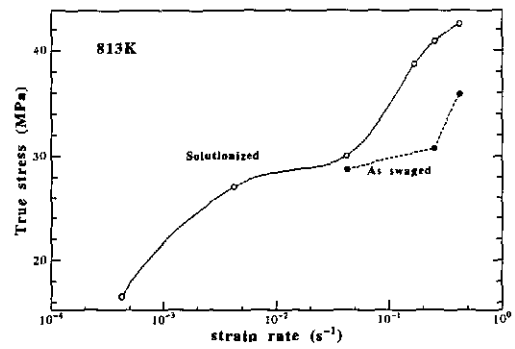


図9 PLF法により作製したSiCw/6061合金MMCにおける813Kでの引張強さのひずみ速度依存性

処理を施して、813Kで変形特性のひずみ速度依存性を調べた。

図7に引張強さと初期ひずみ速度の関係をまとめた。図8には伸びとひずみ速度の関係を示した。図7によると鍛造(凝固)状態での強度が他の試料よりも高い。これはウイスカがランダム分布しているにもかかわらずアスペクト比が大きいことが原因と思われる。一方、伸びは他の試料より低いが高ひずみ速度側では上昇している。押出材と据え込み材の強度は凝固状態に比べると低い値である。アスペクト比が押出加工により低下し、据え込みではそれ以上の低下はほとんど確認されなかった。据え込み後急冷を行った理由は上記(a)の結果より、マトリックスの粒径を高温加工後の再結晶で小さくできるのではないかと試みである。高温引張試験後の表面観察から、粒径は押出材に比べて小さくなったと推定された(MMCのマトリックスの結晶粒径は適当な腐食条件がみつからず検出が困難といわれている)。伸びは据え込み材の高ひずみ速度側で大きくなり100%近くの結果も得られている。変形応力とひずみ速度の関係から m 値を計算すると0.3以上であり、図より更に高ひずみ速度において伸びが向上する可能性がうかがわれるが、試験機の関係から本研究ではこれ以上のひずみ速度は残念ながら実験できなかった。この結果はマトリックスの結晶粒径を小さくすれば、高速超塑性が発現することを示唆しているといえよう。

(c) PLF法によるSiCw/6061合金MMC

上記(a)(b)より、マトリックスの粒径を小さくすれば、高速超塑性が6061合金基MMCで生じると示唆されたので、粉末を用いたPLF法で試料を作製して実験を行った。試料はPLF後熱間で押出した後、据え込みにより板状とした。813Kにおける変形応力とひずみ速度の関係を図9に示す。また、図10に伸びに及ぼすひずみ速度の影響を示す。全体の傾向は前述のMMCの場合と同じであり、伸びは高ひずみ速度側で大きくなっているものの値はそれほど大きくない。一部、据え込みままの状態を試験したところ、図に示すように変形応力、伸びともに小さくなった。PLF材と

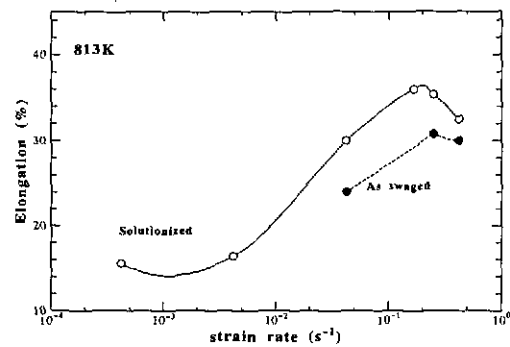


図10 PLF法により作製したSiCw/6061合金MMCにおける813Kでの伸びのひずみ速度依存性

溶湯鍛造材の常温の引張性質を比較すると後者のほうがかなり優れている。そこでPLF材では密度などには現れないものの細かい欠陥が存在するのではないと思われる。しかし、PLF材の m 値は大きく、求め方によっては0.5以上にも達する。最大伸びの値があまり大きくないのは欠陥が多いためかもしれない。

微細結晶粒マトリックスで欠陥の少ないMMCを製造できれば、超塑性の発現が期待できる。しかし、そのために、高加工度の押出加工などが必要であれば、そのようにして製造したMMCが超塑性を示してもその利用度は少ない。熱間塑性加工時に結晶粒のその場微細化を伴う超塑性の応用こそが有益と考えられ、今後の研究の方向と思われる。

3.3 溶湯鍛造によるSiCw/2014合金MMC熱間圧延板の常温特性

(a) 熱膨張挙動

MMCでは、強化材とマトリックスの熱膨張係数が異なるため、機械的性質にこれに起因した影響が現れる。図11はSiCw/2014合金MMCのP材及びV材の熱膨張挙動(浴態化処理後の結果:前処理が異なると特に高温での挙動が大きく異なってくる)である。常温近くでの熱膨張率がP材では板内方向により大きく変化する。これは図4で示したウイスカ配向状態に起因する結果である。一方、V材では変化が小さい。V材のウイスカ配向に関して詳しく調べた

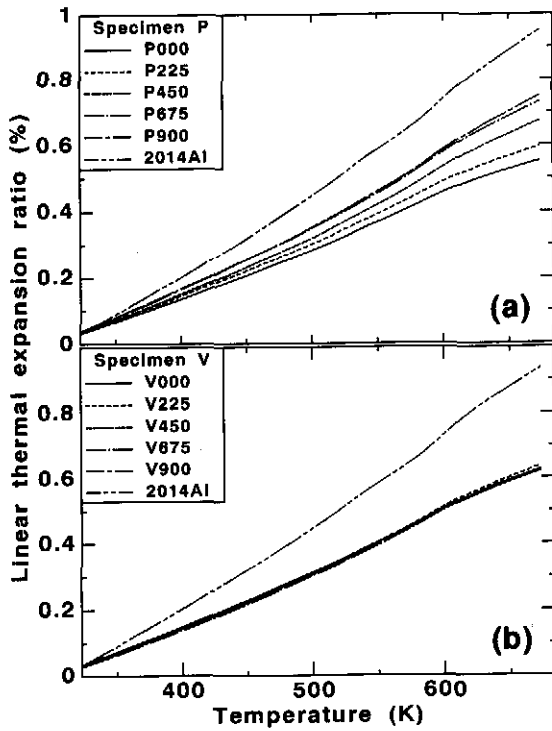


図11 SiCw/2014合金MMC熱延板の熱膨張挙動：
(a) P材の場合、(b) V材の場合

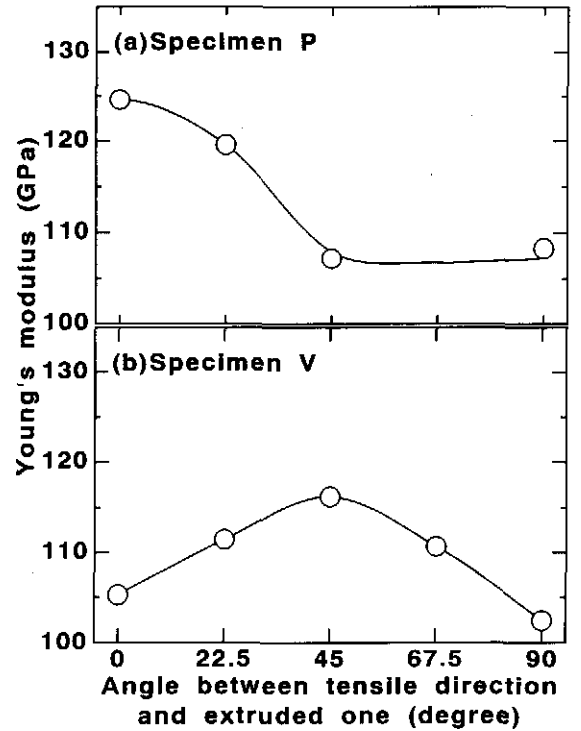


図12 SiCw/2014合金MMC熱延板のヤング率の異方性：
(a) P材の場合、(b) V材の場合

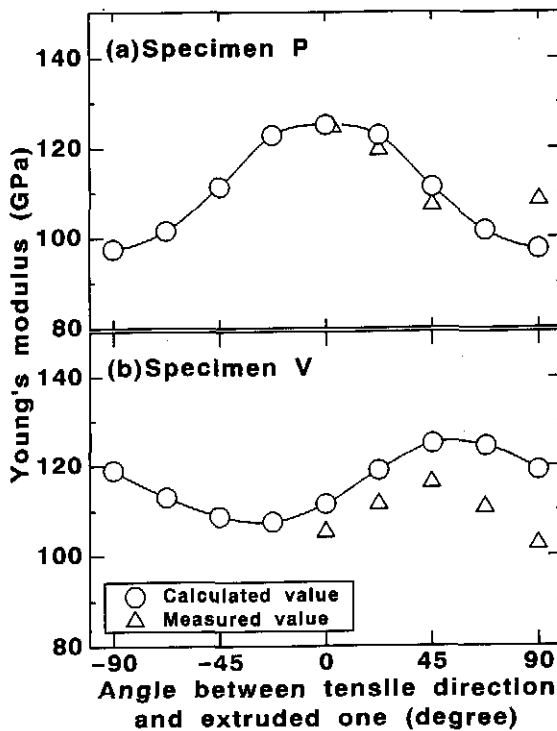


図13 等価介在物法によるヤング率の推定結果：
(a) P材の場合 (b) V材の場合

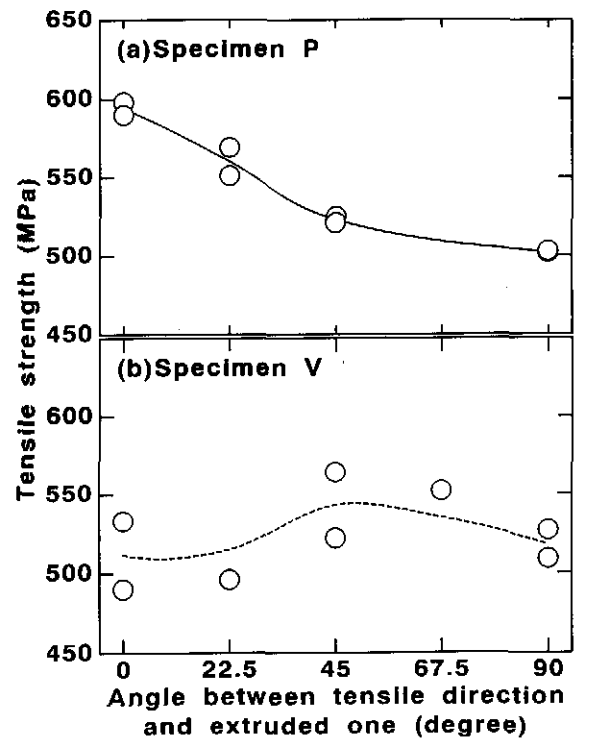


図14 SiCw/2014合金MMC熱延板の引張性質の異方性：
(a) P材の場合、(b) V材の場合

ところ、圧延板の試料採取場所によっても変化することがわかった。ここでの結果は図4の傾向とは異なり比較的ランダムに近い配向状態の場所から試料を採取したことが原因である。配向状態のみで熱膨張率が決まるか否かについては更に検討中である。図11において昇温にともない熱膨

張曲線は複雑に変化する。これには、析出に伴う体積変化及びマトリックスとウィスカの熱膨張率の差から生じる内部応力とマトリックスでの拡散によるその緩和などが原因であり、現在解析中である。いずれにしても、MMCでは製造プロセス・熱処理の熱履歴によってこのような内部応力

の発生がつきまとうことに注意する必要がある。

(b) ヤング率

2ゲージ法により測定したヤング率は、ウイスカの配向状態とよく対応している。図12がP材とV材の常温における結果である。次に等価介在物法⁸⁾を用いて、図4の配向状態を用いてヤング率の試料採取方向依存性を計算してみると、図13のようになった。ここで、計算にはウイスカのヤング率とポアソン比が必要であるが、文献値では幅が広く適当な値の判断ができない。そのため、ここでは、0°方向のヤング率を再現できるように逆算して、255GPa及び0.19とした。なお、これらの値は文献値の変動幅内の値である。これよりP材における傾向をよく予測できることがわかる。しかし、同じ値を用いてV材も計算すると、傾向自体はよく再現できるが絶対値には少し差がある。等価介在物法は弾性係数の予測に有力な方法であると思われる。

(c) 引張性質

常温におけるP材の引張強度の面内異方性を図14に示す。これは先のヤング率の場合と良く似た傾向である。P材では0°方向が強度が高く、V材では45°方向がやや高い。このような傾向は高温まで現れる。

4. 結 言

ウイスカ強化MMCは、高温塑性加工が可能で、超塑性発現の可能性がある。これらの特徴を加工プロセスの中にうまく取り込むことが大切である。加工されたMMCは、ウイスカの配向状態が加工履歴に依存して変化し、強度などの異方性の原因となる。MMCは、必要な特性が予測でき、そのための製造プロセスが制御できて、はじめて機械・構造物の機能を前提とした「材料設計と製造」ができる。この

ようなシステム全体を見通せる研究が今後必要になると考えられる。

最後に、本研究の遂行において、三菱アルミニウム(株)技術研究所、本学教授竹内庸博士に貴重なご助言をいただいたのをはじめ、同助教授太田弘道博士、大学院学生八下田健次君、学部学生吉田純君（現在、(株)日産自動車）、及び外国人研究者郭曙勤氏（現在、中国重型自動車公司）の諸氏に協力していただいた。記して謝意を表したい。

本研究結果の公表状況

- (1) 日本軽金属学会秋期講演大会（1991）にて発表
- (2) 日本金属学会秋期講演大会（1992）にて発表
- (3) 論文投稿準備中

参考文献

- 1) 馬淵、他：軽金属 41（1991）、p.108
- 2) M. Mabuchi, et al., Superplasticity in Advanced Materials, ed. by S.Hori et al.,(1991) p.367, The Japan Society for Research on Superplasticity.
- 3) G. Gonzale, et al., Comp. Sci. Tech., 35（1989）、p. 120
- 4) T. G. Nieh et al., Scripta Metall., 18（1984）、p. 1405
- 5) 今井、他：軽金属 39（1989）、p. 831
- 6) 渡辺、齊藤：軽金属, 39（1989）、p. 255
- 7) 友田、他：軽金属 投稿中
- 8) たとえば、香川・八田著「セラミックス複合材料」アグネ承風社（1990）P. 96