

研究論文

超塑性変形した SiCp/6061 アルミニウム合金複合材料の 組織と機械的性質

彦坂武夫*¹ 榊原一彦*¹

Microstructures and mechanical properties of the SiCp/6061 aluminum alloy
composite deformed superplasticity

Takeo HIKOSAKA and Kazuhiko SAKAKIBARA

本研究では、溶湯攪拌法で作製したSiCp/6061Al合金複合材料の高温変形後の組織および機械的性質を調べ、特に高速超塑性変形におけるキャビティについて系統的に検討した。その結果、ひずみ速度および予ひずみ量が変形後の材料へのキャビティ形成や引張強さおよび伸びに大きく影響していることが明らかとなった。変形後のストライエーション形態ではSiC粒子が少なく、その起点部には粒子の集積が観察され、変形部の不均一分散がキャビティ形成や、強度等に影響していると考えられた。キャビティは、予ひずみ初期にすでに形成され、ひずみ速度が速くなるほどその数および面積率が増大し、変形量の増加によってキャビティの成長や収縮が生じていると考えられた。また、材料表面部では比較的大きなキャビティが形成された塑性変形が支配的であり、内部では粒界すべりに伴うSiC粒子近傍に多くの微細なキャビティが形成された格子拡散が支配的であると考えられた。加えて、キャビティ部の元素分析の結果、粒界偏析に起因する液相の存在がキャビティ形成のもう一つの要因と考えられた。

1. はじめに

近年、金属基複合材料(MMC)に高ひずみ速度で高速超塑性を発現する方法が開発され、難加工性のMMCを超塑性加工により複雑形状部品への成形が試みられている¹⁾。しかし、従来の超塑性アルミニウム(Al)合金の超塑性成形では、成形中に生成するキャビティが問題とされている。キャビティは、粒界すべりに伴う比較的硬い第2相粒子の存在が原因とされ^{2,3)}、超塑性MMCにおいても同様にキャビティが生成し、超塑性伸びが抑制されたり、あるいは超塑性成形品の機械的性質を低下させる一因となっている⁴⁾。

筆者らは、これまで複合材料の製造において、実用的な製造プロセスである溶湯攪拌法で作製したSiC粒子強化Al合金複合材料に高速超塑性が発現することを見出した⁵⁾。しかし、超塑性変形後の材料表面および内部にはキャビティが多く存在し、機械的性質に大きな影響を及ぼすと考えられる。したがって、実用部材の成形加工品では、成形後の特性評価は非常に重要である。そのため、実用化に際しての課題は、キャビティの抑制ある

いは大きく変形する際の変形部の局化の抑制もしくはコントロールであると考えられる。

ところで、粉末冶金法で作製したAl合金複合材料の超塑性変形におけるキャビティの生成挙動は、Higashi⁶⁾や岩崎^{7),8)}らによって強化粒子とマトリックス界面に1μm以下の微細なキャビティが発生すると報告し、キャビティ成長に必要な拡散が起こるよりも変形が早く終了するため、高速超塑性ではキャビティの成長はあまり進まない⁹⁾とされている。しかし、溶湯攪拌法で作製した本複合材料では、数十μmの大きさのキャビティが生成していることから、生成機構が異なるとも考えられる。また、現在のところ超塑性変形した複合材料のひずみ量とキャビティが機械的性質に及ぼす影響については報告も少なく¹⁰⁾解明も十分でないように思われる。

本研究では、溶湯攪拌法で作製したSiCp/6061Al合金複合材料において、超塑性予ひずみと変形ひずみ、キャビティ数および面積率を調べ、さらにそれらが機械的性質に及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。また、組織観察によりキャビティ生成と液相との関係を検討した。

*1 加工技術部

2. 実験方法

2.1 複合材料の作製と加工熱処理

溶湯攪拌装置を用いて6061Al合金溶湯を1023Kで溶解し、溶湯を攪拌羽根で攪拌しながら、平均粒子径0.6μmのSiC(94%SiC、型)を20vol%添加して製造した。複合化のプロセスおよび製造方法は前報¹¹⁾と同一である。その後、複合材溶湯を100MPaで加圧鋳造し、65mm×130mmの鋳造材を作製した。これを切削加工して60mm×100mmとし、熱間押出加工を行い8mmの押出材を造った。押出比56で押出温度は673Kとした。表1に6061Al合金およびSiCp/6061Al合金複合材料の化学組成を示す。

圧延加工は、押出材を6mm×45mmに加工したものを電気炉中で573Kに加熱し、1パスの圧延ひずみを0.10とほぼ一定となるようにした。これを1パスごとに573Kに300s加熱保持した後、加工と加熱を繰り返し、試料厚さが約0.5mmになるまで行った。最終圧延ひずみ量は約94%となった。

表1 6061Al合金及びSiCp/6061Al合金複合材料の化学組成

Materials	Chemical composition (mass%)										
	Si	Cu	Fe	Zn	Mg	Mn	Cr	Ti	Ca	Sb	Al
6061Al	0.68	0.29	0.20	0.14	0.75	0.03	0.07	0.02	-	-	Bal
SiCp/6061A	8.67*	0.25	0.40	0.16	0.90	0.02	0.06	0.14	0.10	0.16	Bal

* The Si content includes the Value of SiC particle.

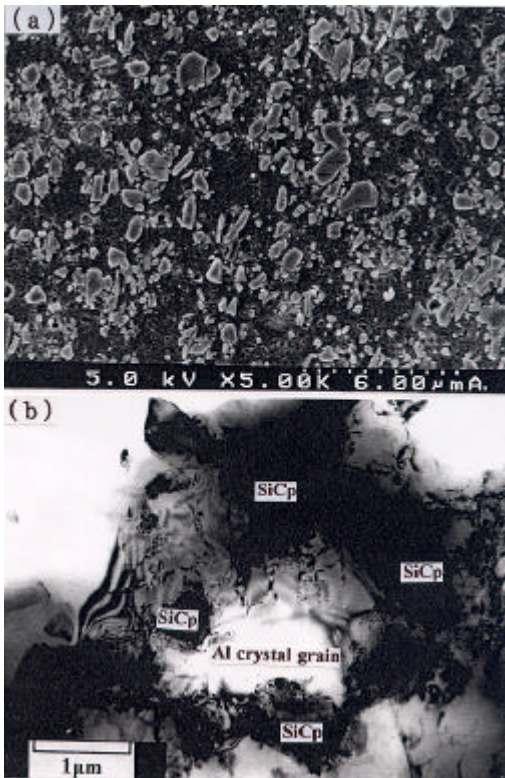


写真1 圧延加工材のSEM及びTEM写真
(a) SEM写真, (b) TEM写真

写真1は、圧延加工材のSEMおよびTEM写真を示す。SEM写真の(a)では、SiC粒子が比較的均一に分散した状態が得られた。また、TEM写真の(b)では、マトリックスの平均結晶粒径は約1.6μmと微細である。

2.2 高温引張試験と超塑性予ひずみ

引張試験片は、圧延材の圧延方向に対し引張方向が平行となる位置から長さ35mm、幅10mm、厚さ0.5mmの板材を切り出し、平行部長さ8mm、幅4mm、ゲージ長さ5mmの試験片を作製した。高温引張試験は、インストロン型高温引張試験装置を用いて、試験温度853K一定¹¹⁾、初期ひずみ速度は0.003~1.2s⁻¹で行った。超塑性予ひずみは、初期ひずみ速度0.12、0.24、0.48s⁻¹の3条件とし、破断までの種々の公称ひずみ(予ひずみ)量に引張変形した後室温冷却した。変形後の引張試験は、室温にて引張速度0.083mms⁻¹で行った。

2.3 組織の画像解析

変形部のキャピティおよびSiC粒子の定量化は、最小断面積部の長手方向の断面を研磨して、SEMによる画像解析装置により0.01μm径までのキャピティの数と面積率および粒子面積率を求めた。変形部表面と内部組織および引張試験後の破面は、SEMにより観察し、また、EPMAによるキャピティ周辺部の元素分析を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 超塑性特性

図1は、853Kで試験したSiCp/6061Al合金複合材料(Vf=0.20)の変形応力とひずみ速度との関係を示す。なお、真応力(変形応力)は、 $\sigma = P/A_i$ から求めた¹²⁾。ただし、Pは測定した荷重、A_iはくびれがない場合の時々刻々の変形部の断面積で、その最大真応力(σ_m)とした。変形応力は、ひずみ速度0.03s⁻¹以下では変化が小さくひずみ速度感受性指数m値は0.01と低く、しきい応力の存在が示唆される。これより大きなひずみ速度領域では直線的に変形応力が増大し、m値は0.40と高い。図2は、ひずみ速度と全伸びの関係を示す。ひずみ速度0.003~1.20s⁻¹と幅広い領域で200%以上の伸びを示し、最大伸び

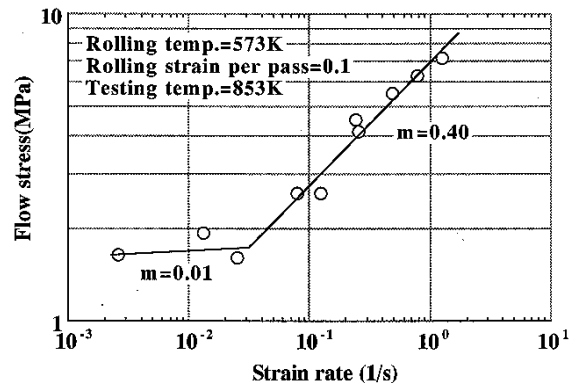


図1 SiCp/6061Al合金複合材料のひずみ速度と変形応力の関係

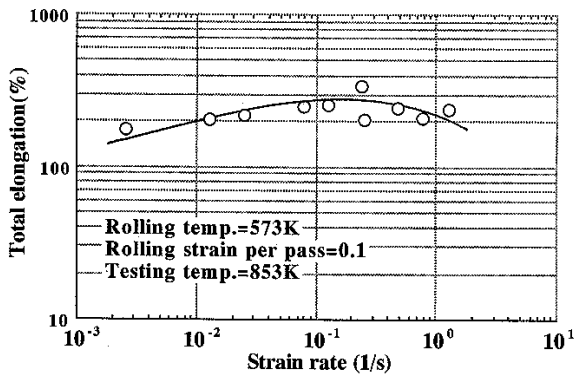


図2 SiC_p/6061Al合金複合材料のひずみ速度と全伸びの関係

が得られる最適ひずみ速度は0.24s⁻¹と推測される。試験後の変形部にはくびれもなくほぼ均一に変形していた。これらの結果から、本複合材料は高速超塑性発現していることが分かる。

以上のことから、最大伸びが得られる近傍のひずみ速度として0.12、0.24および0.48s⁻¹を選択し、各々予ひずみを30~280%と変形させた試験片を作製した。写真2は、ひずみ速度0.24s⁻¹で各予ひずみ変形させた試験片の外観を示す。いずれの予ひずみ量の場合もくびれもなく均一に変形していることが分かる。

3.2 予ひずみ量と変形ひずみの関係

図3は、予ひずみ量と変形ひずみの関係を示す。変形後の試験片平行部の最小断面積(A_z)を求め、軸方向の変形ひずみ zは、 $z = \ln(A_z/A_0)$ の関係から求めた¹²⁾。ただし、A₀は試験前の断面積である。いずれのひずみ速度でもほぼ同一の傾向を示し、予ひずみ量の増加とともに

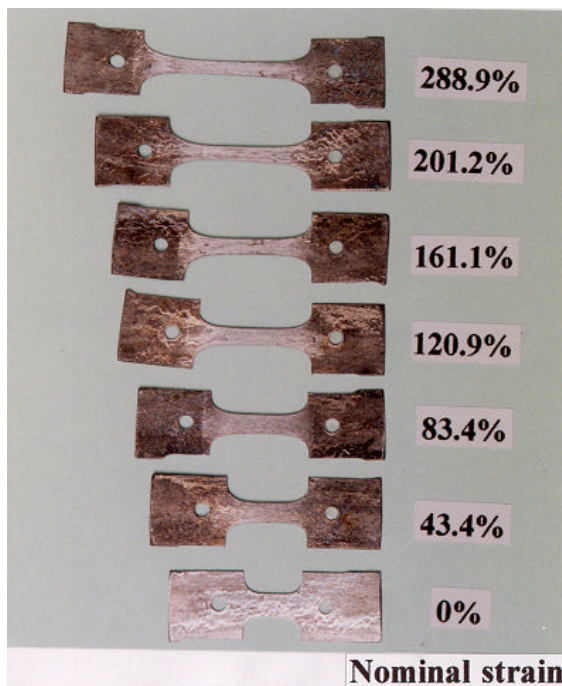


写真2 ひずみ速度0.24s⁻¹で予ひずみ変形させた試験片の外観

変形ひずみが増加しているが、150%以上ではほぼ一定である。このことは、図1の関係から分かるようにひずみ速度0.03s⁻¹以上ではm値が0.40とほぼ一定であり、この範囲内では200%程度の全伸びを生じていることから、各ひずみ速度による変形ひずみにはあまり差がないものと考えられた。

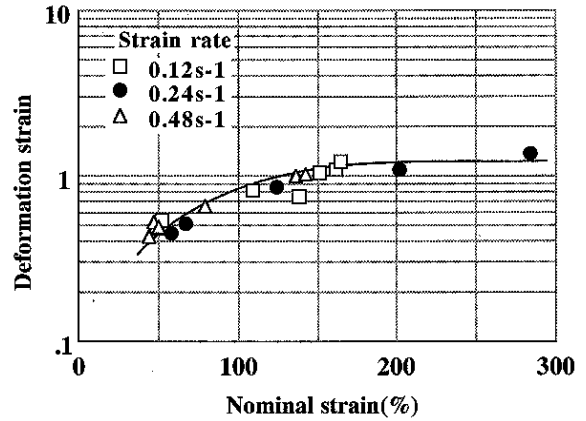


図3 各ひずみ速度での予ひずみ量と変形ひずみの関係

3.3 予ひずみ後の組織

写真3は、ひずみ速度0.12、0.24s⁻¹で約160%の予ひずみした試験片の変形部表面およびその平行断面部のSEM組織を示す。ひずみ速度0.12s⁻¹の(a)の表面部の形態は、微細なストライエーションを呈し、その境界部には微細なキャビティも多数認められ、ストライエーション中にもSiC粒子が認められた。ひずみ速度0.24s⁻¹の(b)では、ストライエーションの他に約30μm程度のキャビティが見られ、その内部には約1μm径の短いフィラメントも多数認められた。一方、断面部ではいずれのひずみ速度の場合もキャビティはSiC粒子近傍で多く見られ、ひずみ速度0.24s⁻¹では表面部のキャビティに比べて小さく、断面部ではひずみ速度0.12s⁻¹の場合に比べ大きい。すなわち、キャビティの形態は、表面部では塑性変形の影響が大きく、内部では塑性変形の他に拡散や液相¹³⁾が関わしていると考えられる。

このように内部に形成したキャビティは、変形量が同一でもひずみ速度によってキャビティの大きさや数が異なっていることから、画像解析による定量化を試みた。

3.4 予ひずみ量とキャビティ

図4は、予ひずみ量とキャビティ数の関係を示す。ここでは各予ひずみ量の均一変形した断面をSEMにより画像解析し、キャビティ数および面積率を求めた。なお、測定は5000倍でスロースキャンし、0.01μmのキャビティも検出して3測定画面の平均値とした。各ひずみ速度による差はあまり明瞭でないが、変形量の増加とともにキャビティ数が直線的に増大した。図5には予ひずみ量とキャビティ面積率の関係を示す。いずれのひずみ速度

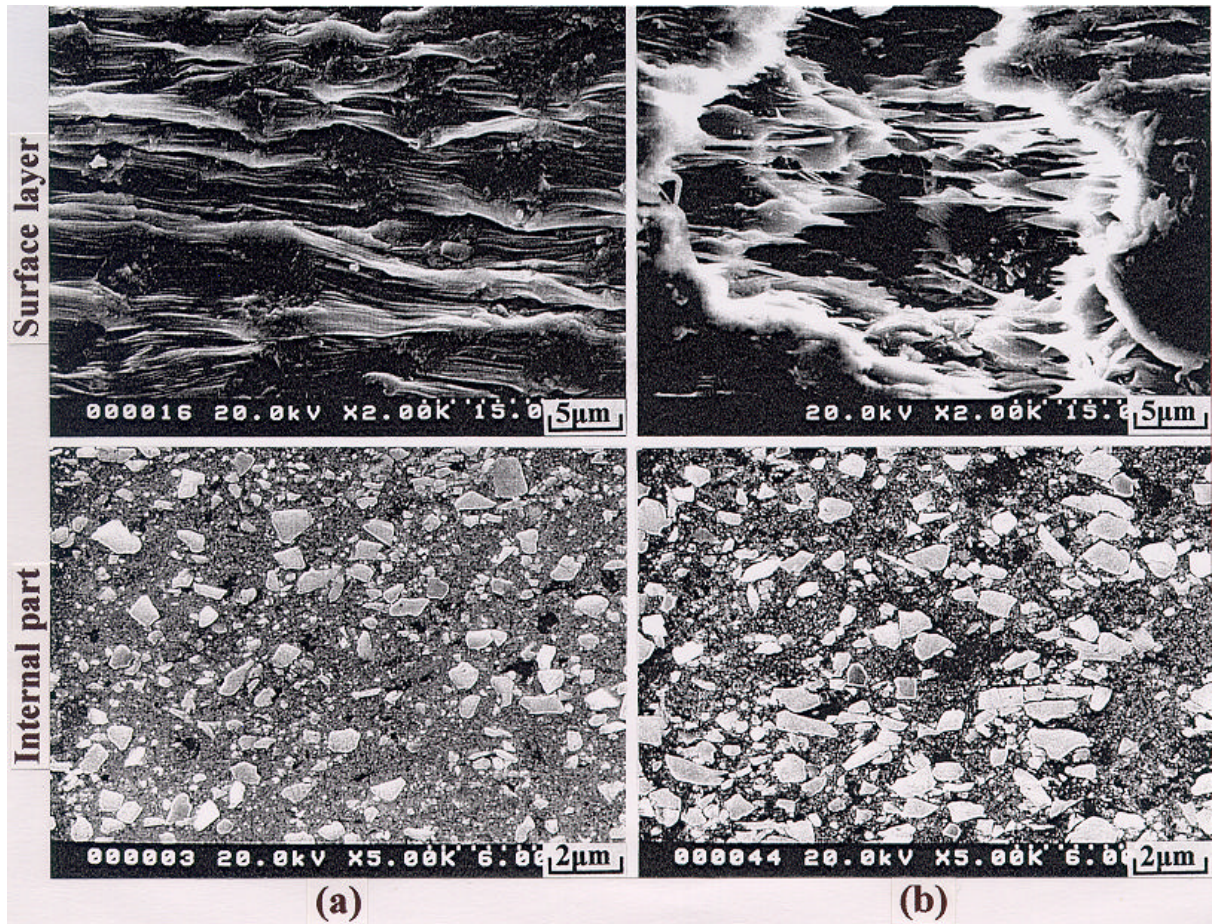


写真3 160%予ひずみした試験片の変形部表面およびその平行断面のSEM組織 (a)ひずみ速度 $0.12s^{-1}$ (b) $0.24s^{-1}$

も予ひずみ量の増加とともにキャビティ面積率は増大する傾向を示している。図2で最大伸びを示したひずみ速度 $0.24s^{-1}$ では、ひずみ速度 0.12 と $0.48s^{-1}$ に比べやや高い。キャビティ面積率は、これまで報告されている複合材料の数%以下^{8),9)}とよく一致している。

ところで図4ではキャビティ数が予ひずみ量とともに増大しているが、図5のキャビティ面積率ではその変化が小さい。すなわち、超塑性変形における粒界すべりに伴うキャビティの挙動は、試験温度および変形応力に

依存し、活性化エネルギーが大きい格子拡散に律速されて成長する¹⁵⁾と考えられる。本複合材料の超塑性変形の見掛けの活性化エネルギーは $307kJ/mol^{11)}$ であり、変形中での粒界すべりに伴う結晶の格子拡散や塑性変形を生じ、その結果、キャビティは成長あるいは互いに合体や収縮が生じていると考えられる。事実、ひずみ速度 $0.24s^{-1}$ での280%の予ひずみでの微細なストライエーションバンド中のキャビティの大きさは約 $1\mu m$ と小さく、一方、島状領域とストライエーションバンドが形成され

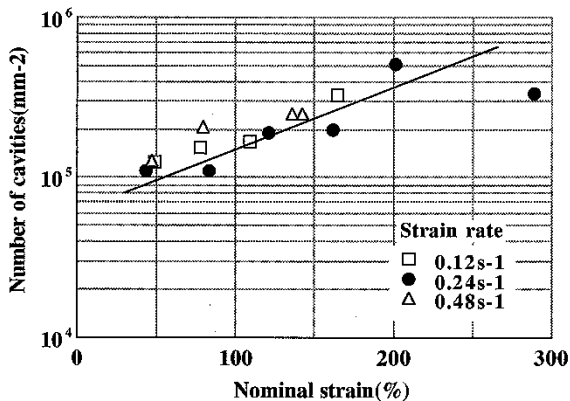


図4 各ひずみ速度での予ひずみ量とキャビティ数の関係

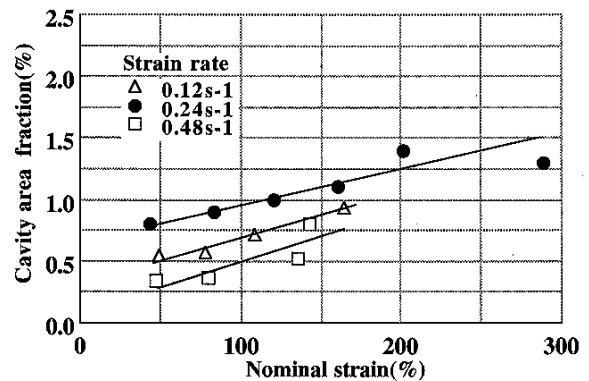


図5 各ひずみ速度での予ひずみ量とキャビティ面積率の関係

る150%程度の中間的な伸びでは約30 μmのキャビティが存在していることから推測できる。

3.5 粒子の体積率の変化

写真4は、ひずみ速度 $0.24s^{-1}$ で約160%予ひずみした試験片の変形部とチャック部のSiC粒子の分散状態のSEM写真を示す。写真4(a)無変形のチャック部での粒子の分散状態は、図1(a)と同様に均一分散しているが、写真4(b)変形部では粒子間隔も短く粒数も多い。図6は、前述と同様にして画像解析から求めたひずみ速度 $0.24s^{-1}$ での予ひずみ量とSiC粒子体積率(Vf)の関係を示す。予ひずみ量の増加によりVfが0.20から0.30と変化している。変形部では優先的にマトリクス粒界でのすべりが生じ、写真3(a)に見られるようにストライエーションを形成すると考えられる。しかし、SiC粒子界面とAl結晶粒とのすべり変形は、Al結晶粒相互のすべり変形に比べ容易でないと考えられ、ストライエーション中にSiC粒子の存在が認められるもののその数はかなり少なく一部の粒子がすべりを生じたと考えられる。そのため、マトリクスが優先的に引き延ばされ、ストライエーションの起点部には写真4(b)に見られるように粒子が集積して部分的にVfが増加したものと考えられる。この不均一な粒子の分散状態によっても変形後の強度および伸びに影響を及ぼすと考えられる。

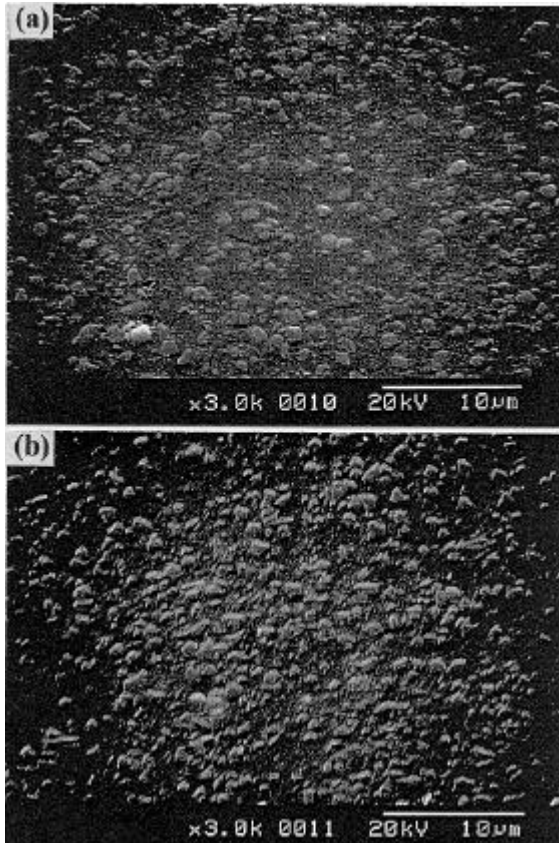


写真4 ひずみ速度 $0.24s^{-1}$ で160%予ひずみした試験片のSiC粒子の分散状態。(a)チャック部 (b)変形部

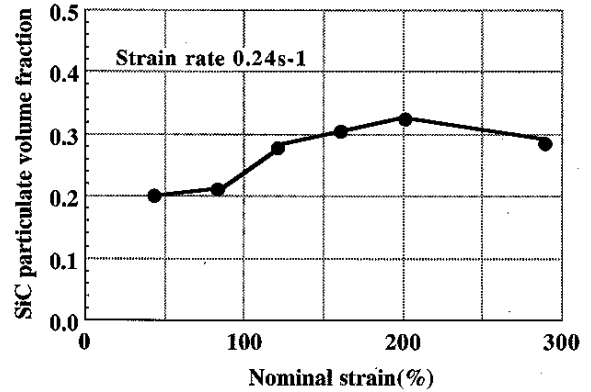


図6 予ひずみ量とSiC粒子体積率の関係

3.6 超塑性変形後の機械的性質

図7は、各ひずみ速度における予ひずみ量と引張強さの関係を示す。図8は予ひずみ量と伸びとの関係を示す。引張強さは予ひずみ量の増加とともに低下している。伸びはデータのバラツキが大きいが、予ひずみ量の増加とともにほぼ直線的に低下している。無変形材の引張強さは320MPaであり、6061Al合金母材の焼鈍材では125MPa¹⁴⁾である。実験範囲内の予ひずみ材では6061Al合金焼鈍材より高いが、無変形材の強度特性の80%の維持を考慮すると、変形ひずみの限界としては100%以下が適当と考えられる。二宮らは¹⁰⁾、3 μmSiC(Vf=0.25)/2124Al合金でひずみ速度 $0.005s^{-1}$ で変形させ、変形量120%でT6熱処理後の引張強さは素材で550MPaが450MPa、伸びは6%から4%と低下することを報告している。このように予ひずみによる強度および伸びの低下は、変形ひずみに伴う内部欠陥すなわちキャビティ数の増加やその大きさおよびSiC粒子の不均一分散も影響していると考えられた。写真5は、ひずみ速度 $0.24s^{-1}$ で約160%予変形した試験片の引張試験後の破面のSEM写真を示す。観察面は平行部に対して直角面である。破面形態は微細なデンプルパターンを示し、変形量の増加とともにキャビティが大きく成長

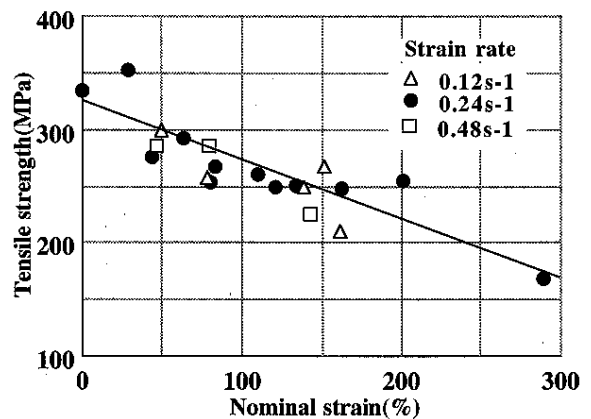


図7 各ひずみ速度における予ひずみ量と引張強さの関係

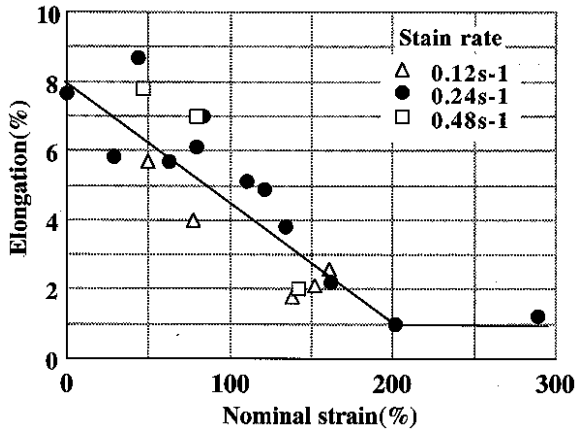


図8 各ひずみ速度における予ひずみ量と伸びの関係

し、それは強度、伸びの低下と良く対応している。また、キャビティ部は比較的粗い組織を形成している。このことは、変形量の増大とともにキャビティも変形し引張方向に対して長く引き延ばされ、それに伴い互いのキャビ

ティが合体して大きく成長することにより、小さな応力で破壊したのと考えられる。

3.7 キャビティの生成と液相の検討

複合材料の超塑性発現温度は、多くの場合液相を伴う固液共存領域の固相線より少し高い温度域で得られている。本複合材料の場合もDTAにより測定した圧延材の固相線温度836Kより17K高い温度で超塑性発現が得られ、液相が伴っていると考えられる。

液相の存在は、高温変形後の破面組織からフィラメントの生成やストライエーションの形成から推測され、また、Koikeら¹⁵⁾は、Al基複合材料のTEMによるその場観察で最適超塑性温度での液相の存在を確認し、液相の高速超塑性への寄与の可能性を示した。

本複合材料の引張試験後の破面の写真4(d)に見られるように、キャビティ内部には一部溶融凝固して先端部が丸みを帯びた形態が認められ、明らかに液相が存在した形跡と推定される。一方、キャビティの形成原因は明

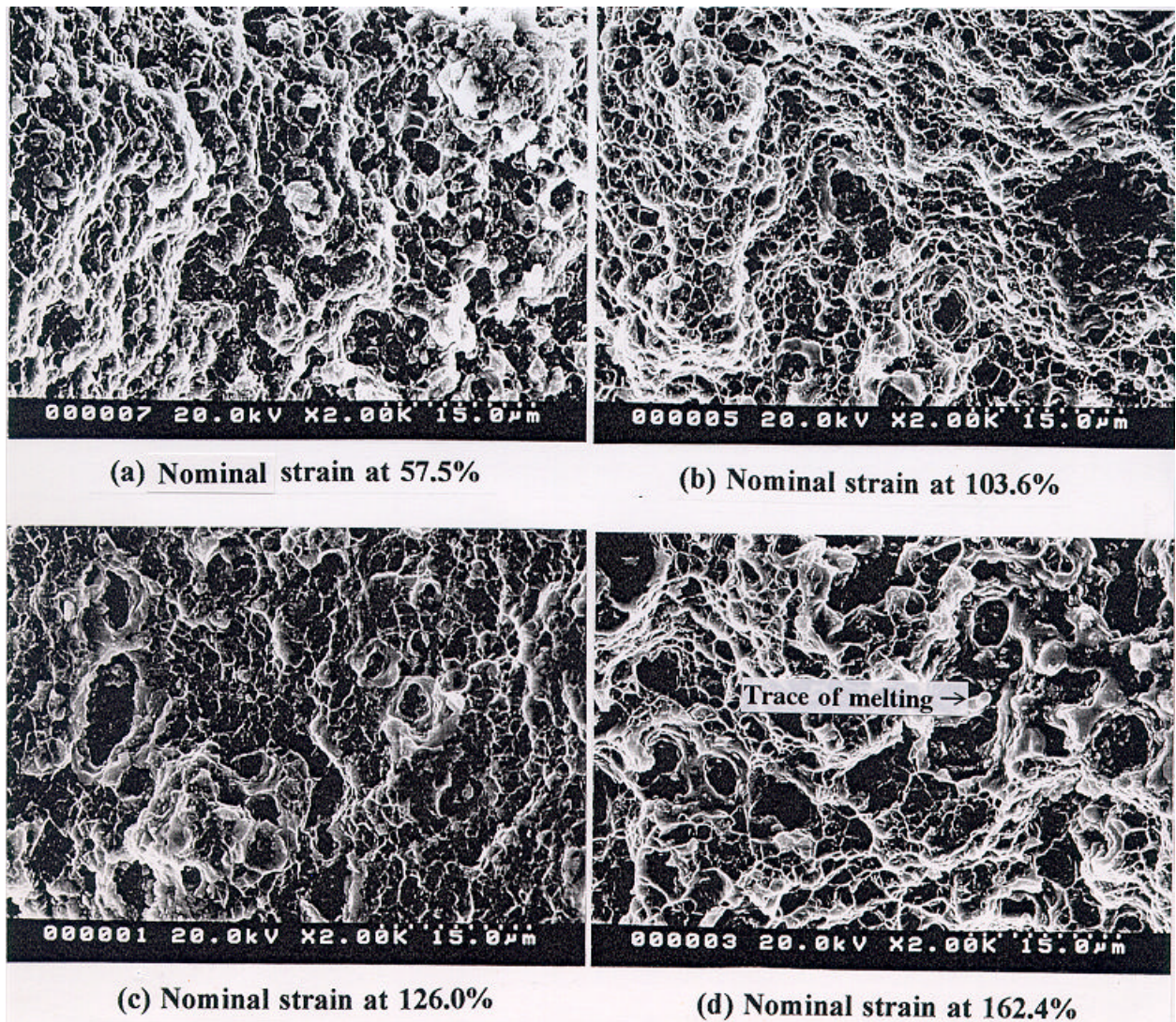


写真5 ひずみ速度0.24s⁻¹で各予ひずみした試験片の引張試験後の破面のSEM写真

らかでないが、キャビティの形成には変形応力が必要であり、粒界すべりによる応力集中¹⁶⁾により、これまで結晶の三重点のすべり変形での空隙あるいは第2相粒子との三重点で発生すると報告されている⁷⁾。写真6は、予ひずみ後の試験片表面のキャビティ部およびその断面部のEPMAによるMgの線分析結果を示す。明らかにマトリックスに比べキャビティ周辺部ではMgの濃化が認められ、一部液相化した偏析成分がすべり変形に伴う結晶の三重点やSiC粒子界面で塑性変形により支配された結果と考えられる。他成分については含有量が少ないため分析できなかったが、Mg等の偏析成分が低融点化し、容易にすべり変形を生じることと、前述したSiC粒子の集積がキャビティを形成し易くすることも一つの要因と考えられる。

4. 結び

溶湯攪拌法で作製したSiCp/6061Al合金複合材料において、超塑性予変形ひずみと変形ひずみ、キャビティ面積率および数を調べ、さらにそれらが機械的性質に及ぼす影響について明らかにすることを目的とした。また、組織観察によりキャビティ形成と液相との関係を調べ超塑性変形機構についても検討した。得られた結果は次の通りである。

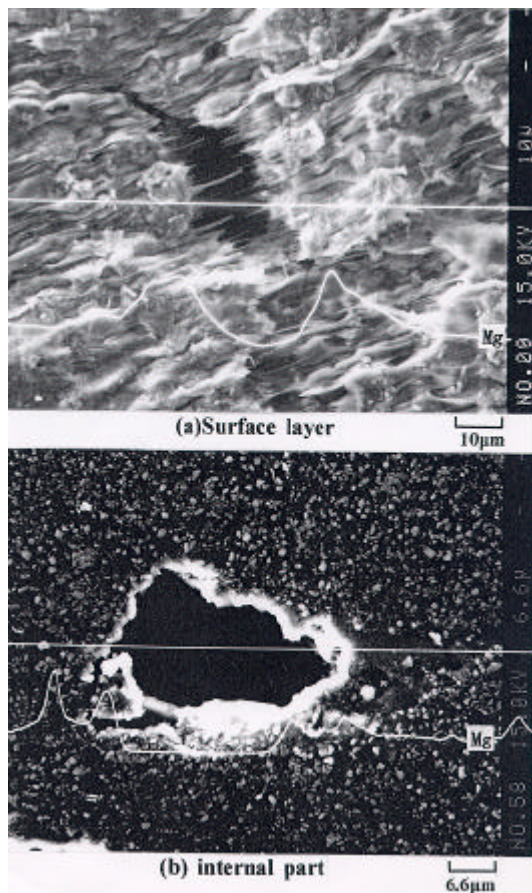


写真6 試験片表面および内部のキャビティ部のMg線分析結果

- 1) 超塑性変形ひずみは、 m 値が一定のひずみ速度範囲ではほぼ同一であった。
- 2) ひずみ速度によるキャビティの生成挙動は、変形が同一でもひずみ速度に比例してキャビティ生成量は増大した。
- 3) 予変形ひずみ量の増加とともに引張強さ伸びが低下し、キャビティ生成量の関係と対応していることが分かった。変形部のSiC粒子体積率が予ひずみ量の増加とともに増大し、不均一分散が生じていることが分かった。
- 4) キャビティ周辺部にはMgの濃化が見られ、低融点化した偏析成分の液相がキャビティを形成する一つの要因と考えられた。
- 5) キャビティは、予ひずみ量の増加とともにその数および面積率が増大し、変形過程ではキャビティの成長や収縮が生じていると考えられた。

参考文献

- 1) 二宮 崇, 平博 仁, 長隆 郎, 金武 直幸: 軽金属, 49(1999), 358.
- 2) 岩崎 源, 入江 佳洋, 速水 哲博, 東健 司: 軽金属, 39, (1989), 791.
- 3) M.J. Stowell: Superplastic Forming of Structural Alloys, The Metall. Soc. of AIME, (1982).
- 4) 平博 仁ら: 川崎重工技報, 111(1991), 18.
- 5) T. Hikosaka, T. Imai, T. G. Nieh, J. Wadsworth: Scripta Metall. Mater., 31(1994), 1181.
- 6) K. Higashi and M. Mabuchi: Advanced composites '93, International Conference on Advanced Composite Materials, edited by T. Chandra and A.K. Dhingra, The Minerals, Metals & Mater. Soc., (1993), 35.
- 7) H. Iwasaki, M. Mauchi, K. Higashi, T. G. Langdon: Mater. Sci. Eng., A208(1996), 116.
- 8) H. Iwasaki, Y. Yada, T. Mori, M. Mabuchi and K. Higashi: Scripta Mater., 34(1996), 1179.
- 9) T. G. Langdon: Towards Innovation Superplasticity, Mater. Sci. Forum 233-234, (1997), 47.
- 10) 二宮 崇: 名古屋大学博士論文, (1998), 103.
- 11) 彦坂 武夫, 今井 恒道, 小林 俊郎, 戸田 裕之: 軽金属, 49(1999), 600.
- 12) 今井 恒道, 馬淵 守, 戸澤 康壽: 軽金属, 39(1989), 831.
- 13) H. Iwasaki, M. Mabuchi and K. Higashi: Acta Mater., 45(1997), 2759.
- 14) 軽金属協会編: アルミニウムハンドブック, 34
- 15) J. Koike, M. Mabuchi and K. Higashi: Acta Metall. Mater., 43(1995), 199.
- 16) 丸山 公一, 中島 英治: 高温強度材料科学, 145