

微細SiC粒子強化AZ91Dマグネシウム合金複合材料の超塑性特性

長田貢一^{*1}、彦坂武夫^{*1}、今井恒道^{*2}

Superplastic Characteristics of Fine SiC Particulate Reinforced AZ91D-Magnesium Alloy Composites

Kohichi OSADA, Takeo HIKOSAKA and Tsunemichi IMAI

Industrial Technology Division, AITEC^{*1}

National Institute of Advanced Industrial Science and Technology^{*2}

溶湯攪拌法により作製した SiC 粒子強化 AZ91D マグネシウム合金複合材料に加工熱処理を施し、組織、機械的性質および超塑性特性を検討した。その結果、SiC 粒子径 5.5 μm の複合材料 (Vf14.8%) は、引張強さ 485MPa、0.2%耐力 449MPa、破断伸び 1% の機械的特性を示した。高温変形では、試験温度 693K において、全伸び 194%、最適ひずみ速度 0.49s^{-1} 、 m 値 0.37 の高速超塑性を発現した。

1. はじめに

実用合金中最軽量のマグネシウム合金で作製した複合材料は、その軽量性と高強度、耐摩耗性など高機能性を兼ね備えることが可能であり、構造用部材として期待されている。しかし、マグネシウム合金複合材料は、常温での延性に乏しく、構造材料での利用が進んでいない。そのため、難加工性材料の塑性加工に有効な超塑性化が重要な課題である。

本研究では、微細 SiC 粒子と AZ91D マグネシウム合金を用いて複合材料の作製を試み、同時に加工熱処理による組織制御を施し顕微鏡組織、機械的性質および超塑性特性を検討した。

この複合材料溶湯を溶湯鍛造装置にて、金型温度 573K、加圧力 100MPa で高压鋳造し、65 × 150mm の鋳造材を得た。この鋳造材を切削して 60 × 120mm のピレットを作製した。

表1 AZ91Dマグネシウム合金の化学組成 (wt%)

Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe	Be	Mg
9.22	0.71	0.21	0.03	0.0012	0.001	0.003	0.0011	Bal.

表2 SiC粒子の化学組成および物性

真比重	結晶形	平均粒径(μm)	SiC(wt%)	SiO ₂	Si	C	Fe	Al
3.18~3.21	-SiC	0.6, 5.5, 9.5	94	1.30	1.53	1.05	0.09	0.02

2. 実験方法

2.1 複合材料の作製

実験に用いた AZ91D マグネシウム合金の化学組成を表1に、SiC 粒子の組成および物性を表2に示す。

溶解は溶湯攪拌装置により、AZ91D マグネシウム合金 4kg を 973K で溶解し、組織微細化のため Sb を 0.2wt%、燃焼酸化防止のため Ca を 1wt% 添加した。SiC 粒子は平均粒子径 0.6、5.5、9.5 μm の3種類を用いた。溶解中は防燃ガス ($\text{SF}_6 : \text{CO}_2 = 1:300$ の混合ガス) を導入した。0.6 μm の SiC 粒子については、粒子体積率 (Vf) 5 ~ 20% を添加し、5.5 μm 、9.5 μm の SiC 粒子は、0.6 μm と比較するために Vf10% を狙って添加した。複合化は、溶湯温度 863K、攪拌回転数 13.3s^{-1} の条件で 3.6ks 攪拌して均一な複合材料溶湯を作製した。

2.2 加工熱処理

熱間押し加工および熱間圧延加工により複合材料の組織制御を行った。

2.2.1 熱間押し加工

予め 723K に加熱したピレットを熱間押し装置を用いてコンテナ温度 673K、押し比 56 で 8mm の丸棒に成形した。

2.2.2 熱間圧延加工

8mm の押し材を 7 × 45mm に機械加工した後、単ロール式圧延加工装置を用いて、バック圧延法により、1パスひずみ 0.15 で圧延した。毎回圧延する前にマッフル炉で 573K (Vf20.1%材のみ 623K) に 300s 加熱保持した。最終圧下厚を 0.7mm とした。

2.3 T6熱処理

引張および組織試験用の熱間押し材の T6 熱処理は、防燃ガス ($\text{SF}_6 : \text{CO}_2 = 1:300$ の混合ガス) を導入し

*1 工業技術部 加工技術室

*2 産業技術総合研究所 中部センター

たマッフル炉中で 693K に 79.2ks 保持したのち水中急冷する固溶強化処理を行い、さらに 443K に 61.2ks 保持した後炉冷する時効硬化処理をした。

2.4 組織観察

試料を耐水研磨紙で粗研磨後ダイヤモンドおよびアルミナ砥粒のパフ研磨により、鏡面研磨した。粒界を現出する熱間押し材の場合は腐食液でエッチング処理し、光学顕微鏡により組織観察した。

2.5 引張試験

T6 熱処理した熱間押し材から、平行部径 6mm 標点距離 21mm の引張試験片を作製し、250kN インストロン型万能試験機を用いて引張速度 0.05mm/s で、0.2%耐力および引張強さを測定した。

2.6 高温変形試験

2.6.1 試験片

圧延材料から **図 1** に示した形状に試験片を加工した。

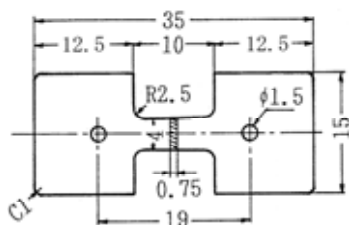


図 1 試験片の形状および寸法

2.6.2 試験条件

雰囲気温度の制御が可能な 10kN インストロン型万能試験機を用いて温度 648 K で試験した。また、0.6 μm Vf8.2%材、5.5 および 9.5 μm 材については試験温度 693K でも試験した。試験速度は $8.3 \times 10^{-3}\text{mm/s}$ ~ 16.7mm/s で、公称応力、公称ひずみで試験した後、真応力、真ひずみに再計算し解析した。

3. 実験結果および考察

3.1 熱間押し材の組織および機械的性質

図 2 に今回作製した複合材料および母材 AZ91D マグネシウム合金の組織写真を示す。平均粒子径 0.6 μm の複合材料(0.6 μm 材と略す)では、所々に写真中央部に見られるような凝集塊が認められた。それに対して、5.5 μm 材(Vf14.8%)、9.5 μm 材(Vf13.1%)では分散状態の良い組織であった。

各組織の結晶粒径の大きさは、母材以外は粒界が明確ではないが、母材が 20 μm 程度と 4 試料の中で一番大きく、ピン止め効果により 9.5 μm 材よりも 5.5 μm 材、さらに 0.6 μm 材と結晶粒が微細化した。

次に、作製した複合材料の機械的強度を調べた。**図 3** は、母材および各 SiC 粒子径材の引張強さ、0.2%耐

力および破断伸びの関係を示す。複合材料は一般に破断伸びが極端に小さいことが知られており、本材料においても 1%程度であった。複合化によりいずれの場合も引張強さ、0.2%耐力は向上しており、特に 5.5 μm 材では、引張強さで 485MPa および 0.2%耐力 449MPa が得られた。**図 2** から分かるよう 0.6 μm 材が最も結晶粒が微細化しており、従って耐力、引張強さとも 0.6 μm が最高値をとると考えられたが実際には 5.5 μm 材が最も強度が高かった。このことは、**図 2** の上段右の写真の右上部に見られるような凝集粒子塊が多く見られることから、この凝集粒子塊が組織上の欠陥となり、破壊の起点になったため強度が低下したことによるものと考えられる。

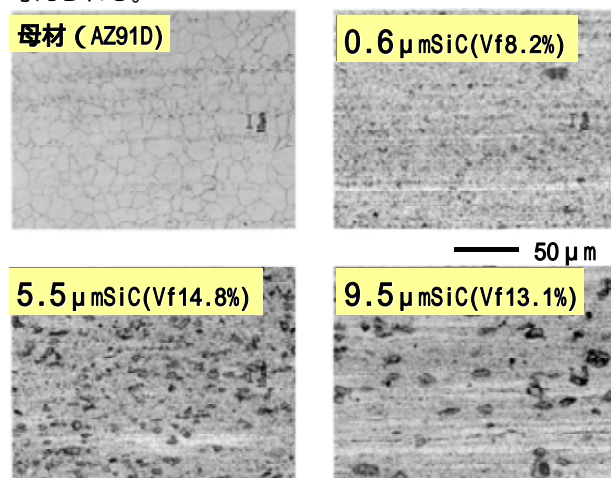


図 2 AZ91Dマグネシウム合金および各SiC粒子径の複合材料の押し材組織(T6熱処理)

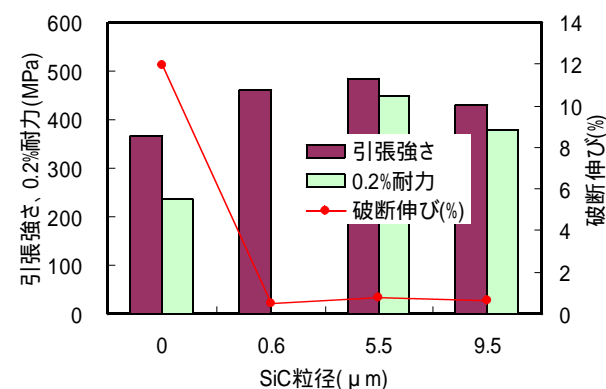


図 3 SiC粒子径と引張強さ、0.2%耐力および破断伸びの関係(0.6 μm : Vf15%、5.5 μm : Vf14.8%、9.5 μm : Vf13.1%)

3.2 圧延材組織および超塑性特性

粒子径 0.6 μm 材の Vf8.2、20.1%および 5.5 (Vf14.8%)、9.5 μm (Vf13.1%)材の熱間押し後圧延加工した組織を**図 4**に示す。0.6 μm 材は、Vfの大小にかかわらず SiC 粒子の凝集塊が認められた。特に高体積率の Vf20.1%材では 100 μm を超える凝集塊も存在した。それに対して、SiC 粒子径 5 μm 以上の複合

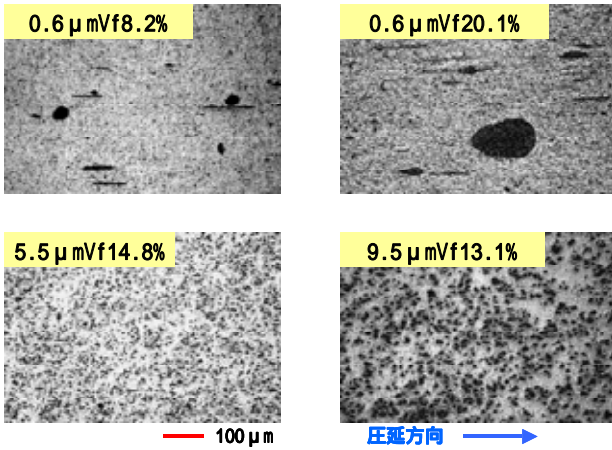


図4 SiC粒子強化AZ91Dマグネシウム合金複合材料の圧延材組織

材料は、凝集粒子塊が一切認められず、非常に分散状態のよい組織が得られた。

本複合材料は、密度 2.02 でありながら(AZ91D マグネシウム合金の密度:1.82)アルミニウム合金以上の高強度 485MPa が得られたが、伸びは 1%と非常に小さい。そのため、この難加工性材料の超塑性変形特性を検討した。

図5は、高温変形試験(試験温度 648K)における母材および 0.6、5.5、9.5 μm 材(Vf ほぼ 15%)のひずみ速

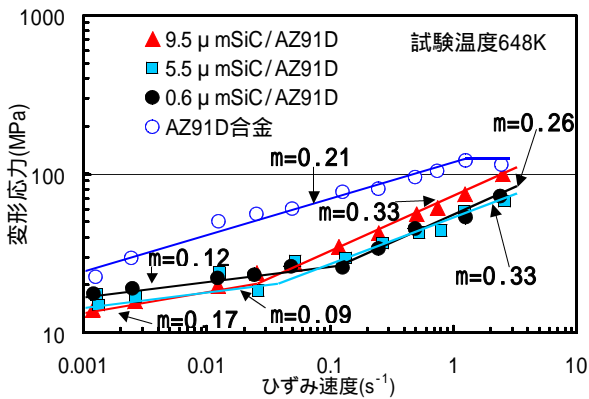


図5 AZ91D マグネシウム合金および各SiC粒子径の複合材料のひずみ速度と変形応力の関係

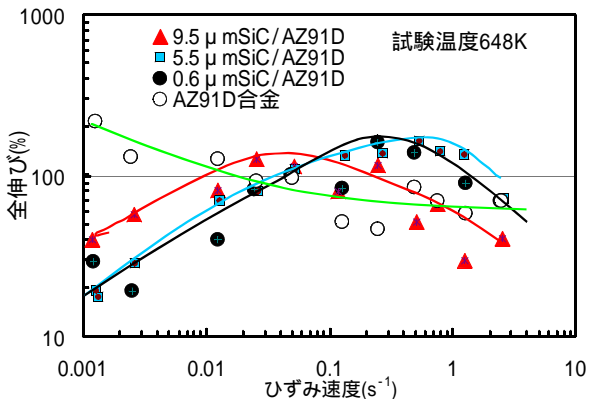


図6 AZ91D マグネシウム合金および各SiC粒子径の複合材料のひずみ速度と全伸びの関係

度と変形応力の関係を示す。いずれもひずみ速度の増加とともに変形応力が增大しているが、複合材料では母材に比べて変形応力が低いことが分かる。SiC 粒子径 9.5、5.5 μm 材は、ひずみ速度 0.025s⁻¹ 以上で m 値 0.33 が得られたが、母材および 0.6 μm 材は低い値となった。また、ひずみ速度 0.02s⁻¹ 以下では変形応力の増加がわずかであり、しきい応力の存在が示唆された。

図6に、この場合のひずみ速度と全伸びの関係を示す。母材では低ひずみ速度領域で高い伸びが得られているが、0.01s⁻¹ 以上の高速度領域では低い。複合材料では、最大伸びを示す最適ひずみ速度は 9.5 μm 材よりも 0.6 μm 材、0.6 μm 材よりも 5.5 μm 材と増加した。一般に超塑性はマトリックスの結晶粒径に大きく依存することが知られており¹⁾、0.6 μm 材では、図4の組織からも分かるように SiC 粒子凝集塊により変形時での粒界すべり妨げられ、そのため、最適ひずみ速度においても 5.5 μm 材が 0.6 μm 材よりも速いという結果が得られた。

図7は、0.6 μm 材の SiC 粒子体積率によるひずみ速度と変形応力の関係を、図8は、同じく SiC 粒子体

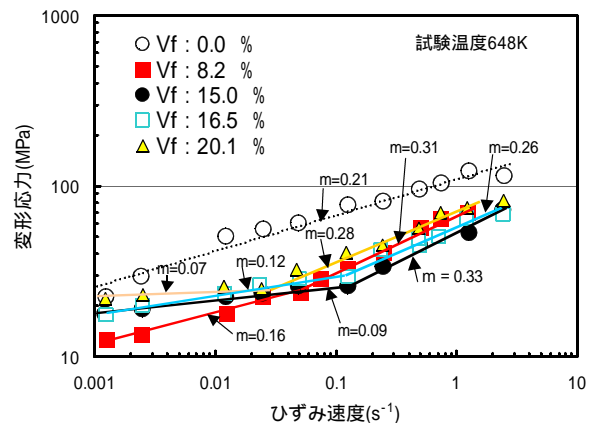


図7 0.6 μm 材のSiC粒子体積率によるひずみ速度と変形応力の関係

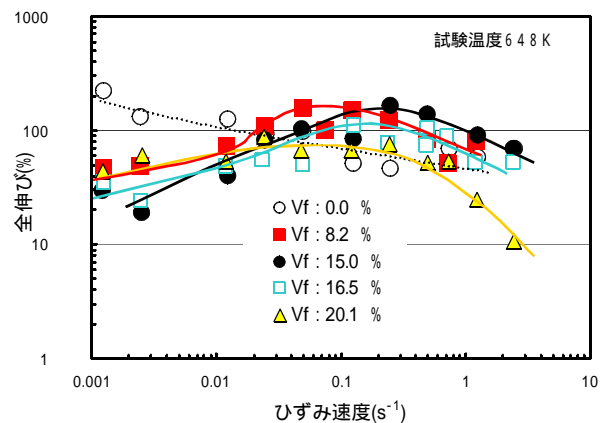
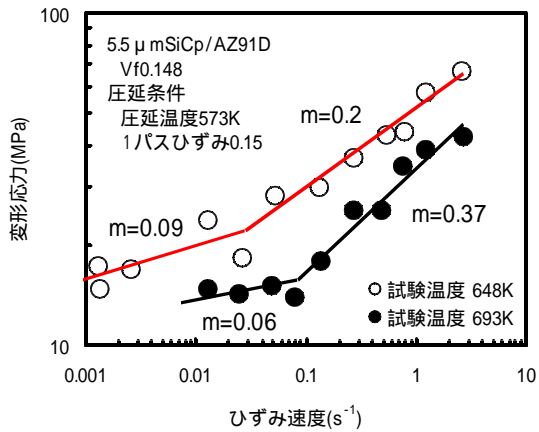
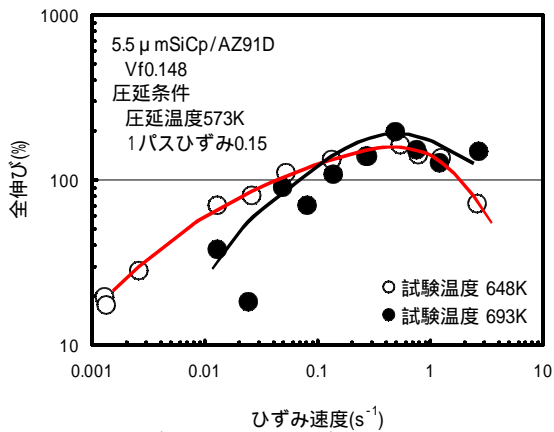


図8 0.6 μm 材のSiC粒子体積率、ひずみ速度および全伸びの関係



(a) ひずみ速度と変形応力の関係(5.5 μm)



(b) ひずみ速度と全伸びの関係(5.5 μm)

図9 高温変形に及ぼす試験温度の影響



図10 5.5 μmSiC(Vf14.8%)/AZ91Dマグネシウム合金複合材料の変形前および変形後の試験片概観

積率によるひずみ速度と全伸びの関係を示す。変形応力はいずれの SiC 粒子体積率においても母材よりも小さく、また、Vf の増加とともに若干変形応力が減少している。ひずみ速度 0.08s^{-1} 以上の領域では Vf8.2%、Vf15% で 0.3 以上の m 値が得られた。一方、全伸びに関しては、図 8 に見られるように m 値の大きい Vf8.2%、Vf15% 材で 160% 以上の伸びが得られた。最大伸びを示す最適ひずみ速度は Vf8.2% で $5.0 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$ 、Vf16.5% 材で $1.3 \times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ 、Vf15.0% 材で $2.5 \times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ と高速側に移行する傾向が見られた。この場合も Vf8.2%、15.0% 材で高速超塑性が得られた。なお、Vf20.1% 材は、試料加工時

にひび割れが生じたので圧延温度を 623K に変更して圧延した。その結果、結晶粒が粗大化したため、変形応力が高く最適ひずみ速度も低くなったと考えられる。

一般に、超塑性特性は試験温度で変化する。今回は 648K の他 $0.6 \mu\text{m}$ (Vf8.2%)、 $5.5 \mu\text{m}$ および $9.5 \mu\text{m}$ 材の 3 材料については 693K で試験を行った。図 9 は、 $5.5 \mu\text{m}$ 材で試験温度 648K、693K における (a) ひずみ速度と変形応力の関係、(b) ひずみ速度と全伸びの関係を示す。いずれの粒径の場合も、図 9 (a) に示したように試験温度が高い方が変形応力は低下し、図 9 (b) では山形のグラフ全体が高速側に移行した。図 10 に試験片の変形前および変形後の概観を示す。変形部は、くびれもなく均一に伸びていることが分かる。本材料は、図 9、10 から分かるように試験温度 693K において、最適ひずみ速度 $4.9 \times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ の高速超塑性を発現しており、国内外の文献値よりも 1 桁以上高速であった²⁾³⁾。

以上から本複合材料の高温変形特性は、圧延加工条件、強化粒子径、体積率、試験温度に大きく左右され、高速超塑性発現を得る最適条件を見いだせた。

4. 結び

今回は供試材の作製数が少なかったため、試験温度を変えての超塑性特性を十分に調べられなかった。今後、試験温度を 623K、673K、および 723K で試験を行い、試験温度と超塑性特性の関係を明らかにするとともに、変形メカニズムを解明するため、活性化エネルギーについての検討をしたい。

なお、今回用いた SiC 粒子は研磨用で角や稜線が多数ある複雑な形状を持つ。これが球形に近ければ破壊の起点にはなり難く強度や超塑性特性が向上する可能性が考えられる。

難加工性の複合材料に超塑性加工が適用されれば、用途開発が期待できる。また、本複合材料のサブミクロン粒子 $0.6 \mu\text{m}$ 材では強化粒子の均一分散が難しい面があり、複合化方法をさらに検討し、機械的性質に優れた材料開発並びに結晶粒の微細化を図り、より一層の高速超塑性発現が得られる加工技術の確立を目指すことを考えている。

文献

- 1) 日本マグネシウム協会編：マグネシウム技術便覧、P120
- 2) 日本マグネシウム協会編：マグネシウム技術便覧、P122
- 3) 長田、彦坂、木村、黒澤：愛知県産業技術研究所研究報告、2,34(2003)