ECAP – 熱間押出加工法による SiC 粒子分散 AZ31B マグネシウム合金切削チップ複合材料の作製とその機械的性質

會田 哲夫*・高辻 則夫*・松本 賢司*
佐藤 琢磨**・鎌土 重晴***

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 58, No. 3 (2008), pp. 104-110

Mechanical properties of SiC particle–AZ31B magnesium alloy machined chips composites prepared by hot extrusion after ECAP

Tetsuo AIDA*, Norio TAKATSUJI*, Kenji MATSUKI*
Takuma SATOU** and Shigeharu KAMADO***

Wear resistance and mechanical properties of hot extruded AZ31B/SiC particle composite, where the hot extrusion billets were processed by ECAP, were investigated. Uniform dispersion of SiC particles was observed after extrusion for the mean particle size of 1.2~11 μm constituting 0 to 6% volume fraction of SiC particle content, where the particles had been thinly adhered to the surface of the machined chips of ECAP-hot extrusion samples before extrusion. However, when the SiC particle size is under 3 μm , the aggregates at the triple junction of the interfaces of the machined chips could not be decomposed and dispersed. To solve this problem, hot extrusion was carried out using various cold green compacts prepared by repetitive ECAP processed up to 7 times. As a result, refinement of grain size was obtained for the ECAP extruded materials by decomposition and dispersion of the SiC particles with increase in the ECAP frequency. Consequently, it was possible to obtain the composite of AZ31 magnesium base alloy machined chip and SiC particle which contains almost uniformly dispersed SiC particles. Furthermore, the average grain diameter of the matrix was very much refined to approximately 2 μm , and σ_B , $\sigma_{0.2}$ were also improved. Frictional wear test shows that abrasion resistance was further improved for $N=7$ extruded materials than $N=4$ samples due to more homogeneous mixing of the SiC particles as well as decomposition and dispersion of the aggregates.

(Received August 30, 2007 Accepted November 6, 2007)

Keywords: Mg, AZ31 magnesium alloy, machined chips, SiC, extrusion, ECAP

1. 緒 言

マグネシウムは実用金属の中で最も密度が低いことから、自動車をはじめとする輸送用機器の軽量化対策において魅力のある材料である¹⁾。しかし、実際の使用に際しては耐摩耗性や剛性の向上が必要となることが多い^{2,3)}。

耐摩耗性、弾性率、耐熱性等を向上するためには、従来から SiC_w ^{4),5)}, SiC_p ^{6),7)}, TiC ⁸⁾, SiO_2 ^{9),10)} 等を混合した複合材料の報告例がある。その製造方法として、溶湯攪拌法、溶湯鍛造法、MA 法などが挙げられるが、これらの方法では発火の危険性、溶湯時の酸化保護ガスとして使用される六ふっ化硫黄 (SF_6) の使用規制、鉄やニッケル等の不純物元素の混入による耐食性の劣化、比重差における不均一な混合等、様々な問題点がある¹¹⁾。それに対して溶湯を使用しない塑性加工を利用した固化成形法は、高機能なアップグレードリサイクル化¹²⁾が可能であり、地球環境にとっても優れた製造技術

といえる。

著者らはこれまでに、マグネシウム製品の製造工程で生じるマグネシウム切削くず（以下、切削チップと呼称する）を出発原料として熱間押出加工することにより、均質な押出材の製造が可能であることを報告した^{13)~15)}。また AZ31B 切削チップに繰返し ECAP 加工を施すことにより、均質な引張特性を有する固化材が得られることも明らかにしている¹⁶⁾。近藤ら¹⁷⁾は、AZ31 切削チップに 5mass% Si を添加してバルクメカニカルアロイング (BMA) を行った後、押出加工を施すことで Mg_2Si の分散を図り、 $\sigma=378\text{MPa}$, $E_L=11\%$ を有する押出材が得られることを報告している。そのほかにも RCP 工法¹⁸⁾、ねじり押出加工¹⁹⁾、繰返し ECAP 加工²⁰⁾ などの微細結晶粒化に関する報告例は多数あるが、強化粒子の複合化とリサイクル化の観点から繰返し ECAP 加工後に熱間押出^{21),22)}を行い、強化粒子分散の均質化²³⁾に関する系統的な研究報告例は少ない。

* 富山大学大学院 理工学研究部 (〒930-8555 富山市五福 3190)。Graduate School of Science and Engineering for Research, University of Toyama (3190 Gofuku, Toyama-shi, Toyama 930-8555)。

** 富山大学大学院 理工学教育部 (富山市)。Graduate School of Science and Engineering for Education, University of Toyama (Toyama-shi, Toyama)。

*** 長岡技術科学大学 機械系 (長岡市)。Department of Mechanical Engineering, Nagaoka University of Technology (Nagaoka-shi, Niigata)。

本研究では、AZ31B マグネシウム合金切削チップと SiC 粒子を混合した冷間圧粉体に対して繰返し ECAP 加工を施し、強せん断加工により SiC 粒子の凝集体の分断および分散を促進し、さらにこの ECAP 固化材に対して熱間押出を加え、一層均質に分散した SiC 粒子複合押出材の創製と室温における機械的性質および耐磨耗性を検討した。

2. 実験方法

2.1 切削チップの粉碎混合と冷間圧粉体

本実験は、市販の AZ31B 鋳造ビレット材 ($\phi 155\text{mm}$) を旋盤により、回転数 560rpm、切込み量 0.7mm の条件で外周切削加工して長さ約 7mm の切削チップを採取した後、卓上ポットミル回転台により粉碎混合して長さが約 3mm、幅が 1mm、厚さが約 0.3mm の均質な切削チップを作製した。この切削チップの外観形状を Fig. 1(a) に示す。その後、昭和電工(株)製の 3 種類の SiC 粒子 (粒子径: $d_p=1.2\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ および $11\mu\text{m}$) を体積率: $V_f=0\sim 6\%$ の範囲で添加し、再度ロッドミルにて混合を行った。冷間圧粉成形体は 30ton アムスラー型万能試験機を用いて室温にて成形荷重: $\sigma_p=388\text{MPa}$, 保持時間: $t_p=360\text{s}$ とし、Fig. 1(b) に示すような $D=30\text{mm}$, $L=50\text{mm}$ の冷間圧粉体を作製した。

2.2 ECAP 加工

冷間圧粉体を溝孔の交差角: $\phi=105^\circ$, 曲面部のコーナ角: $\Psi=33^\circ$ の ECAP 金型¹⁶⁾ に投入し、ECAP 温度: $T_{\text{ECAP}}=673\text{K}$ で、まず無潤滑で $N=1$ 回の ECAP 加工を加えた。その後、 MoS_2 系潤滑剤を塗布し、 $T_{\text{ECAP}}=623\text{K}$ にて繰返し回数: $N=2\sim 7$ 回の ECAP 加工を行った。繰返し時の試験片回転角 (R) は X 軸, Y 軸方向にともに結晶粒が伸長するとされている Route B_A²⁴⁾ を採用し $R=90^\circ$ とした。その際のひずみ理論値 (ϵ_N) は、Iwahashi らが提唱した式^{25),26)} を用いて算出した結果、 $\epsilon_N=0.80N^{16)}$ であった。

2.3 ECAP-熱間押出

ECAP-熱間押出加工に用いた押出ビレットは、 $N=1$ 回、4 回および 7 回の ECAP 加工を施した後、固化材表面に付着している潤滑剤を除去してから使用した。押出装置として 400 トン縦型油圧プレス機 (不二越製: 400T 型) を用い、押出温度: $T_E=573\text{K}$, 押出比: $R=47$, 押出ラム速度: $V_R=0.5\text{mm/s}$ で板厚: $t=1.5\text{mm}$, 幅: $w=11.4\text{mm}$ の押出板材を作製した。

2.4 ミクロ組織観察

ECAP 材および押出材の縦断面ミクロ組織観察には、光学顕微鏡および走査電子顕微鏡 (日本電子(株)製: JSM-6700F) を用いた。まず SiC 粒子の分散状態は、#80~#1500 番のエメリー紙を用いて水研磨し、その後順次、 Al_2O_3 , MgO およびコロイダルシリカのけん濁液を用いたバフ研磨で鏡面仕上げを行い、腐食せずに走査電子顕微鏡により観察した。また結晶粒径の測定には、鏡面仕上げ後、ピクリン酸: 3.25g, エタノール: 54ml, 酢酸: 2.5ml, 蒸留水: 5.5ml の混合液を用いて腐食し、光学顕微鏡で行った。なお平均結晶粒径は切片法により測定した。

2.5 機械的性質

引張試験片は、押出材の先端から約 1~1.5m の箇所を押出方向に平行に採取し、標点距離: $GL=12\text{mm}$, 幅: $w=4\text{mm}$, 厚さ: $t=1.5\text{mm}$ となるように超硬エンドミルを用いて

Fig. 1 (a) machined chips, (b) compressed sample before hot extrusion. ($P=388\text{MPa}$, $T_p=R.T.$)

フライス加工を行った。室温における引張試験は、オートグラフ (島津試験機製; AG-50kNG 型) を用いて、初期ひずみ速度: $\dot{\epsilon}=7\times 10^{-4}\text{s}^{-1}$ (クロスヘッドスピード: 0.5mm/min) の条件下で行い、引張強さ: σ_B , 0.2% 耐力: $\sigma_{0.2}$, 破断伸び: E_L を求めた。破断面およびその近傍も SEM による観察を行った。

ビッカース硬さ試験は、微小硬さ計 (フューチュアテック製: FM-700) を用い、印加荷重を 1.96N, 印加時間を 15s として 10 箇所の測定を行い、その最大値および最小値を取り除いた 8 点の平均値を HV 値とした。

2.6 摩擦摩耗試験

摩擦摩耗試験は、ローラ・チップ型摩擦摩耗試験機²⁷⁾ を用い、大気中、無潤滑にて行った。摩擦摩耗試験に用いた試験片は、 $T_{\text{ECAP}}=623\text{K}$ で $N=4$ 回および $N=7$ 回の ECAP 加工を施した後 $T_E=573\text{K}$ で熱間押出した押出材から押出方向に対して平行に採取した。長さは 5mm, 幅は 11mm, 厚さは 1.5mm とした。 $N=4$ 材では $V_f=6\%$ における SiC 粒子径の影響、 $N=7$ 材では $d_p=3\mu\text{m}$ とした V_f の影響を調査した。相手材は直径 30mm, 幅 12mm の FC250 鋳鉄製の回転ローラとした。試験装置は FC250 鋳鉄製の回転ローラの外周面上に ECAP-熱間押出材を押出方向に対して垂直方向に一定荷重となるように押付けて摺動する仕組みとなっている²⁷⁾。試験条件は、試験片の押付荷重: $P_w=98\text{N}$, 摩擦速度: $V_w=0.05\text{m/s}$, 摺動距離: $L_w=37.7\text{m}$ とした。測定方法は試験前後の試験片重量を精密電子天秤により計測し、その差を摩耗量として行った。またローラの試験前後の重量も同様に計測した。

3. 実験結果および考察

3.1 冷間圧粉体のミクロ組織

Fig. 2(a) と (b) に、SiC 粒子径 $1.2\mu\text{m}$ を体積率 6% となるように添加した冷間圧粉体の縦断面における SiC 粒子の分布状態を、光学顕微鏡と SEM により観察した結果を示す。Fig. 2(a) には旋盤加工により生成した切削チップの鋸歯状界面に黒い領域が認められる。この切削チップ界面の 3 重点付近を SEM により拡大した結果を Fig. 2(b) に示しており、SiC 粒子が多く凝集している部分であることがわかる。

3.2 熱間押出材のミクロ組織

Fig. 3(a)~(c) に SiC 粒子径 $1.2\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ および $11\mu\text{m}$ の 3 種類を体積率が 6% となるように作製した冷間圧粉体に対して、押出温度: $T_E=573\text{K}$, 押出ラム速度: $V_R=0.5\text{mm/s}$ に

Fig. 2 Photographs of machined chips of AZ31B magnesium alloy after compaction at room temperature. (a) Optical micrograph and (b) SEM photograph.

Fig. 3 Optical micrographs of extruded $\text{SiC}_p/\text{AZ31B}_{\text{chip}}$ composite. SiC particle size, d_p , are (a) $1.2\mu\text{m}$, (b) $3\mu\text{m}$ and (c) $11\mu\text{m}$, respectively. ($T_E=573\text{K}$, $V_R=0.5\text{mm/s}$, $R=47$, $V_f=6\%$)

て熱間押出加工した押出材の縦断面中央部における SiC 粒子の分散状況を光学顕微鏡 (OM) により観察した結果を示す。 SiC 粒子径 $1.2\mu\text{m}$ (Fig. 3(a)) および $3\mu\text{m}$ (Fig. 3(b)) の押出材では SiC 粒子凝集体が多く観察される。しかし SiC 粒子径 $11\mu\text{m}$ では凝集体はほとんど観察されず、 SiC 粒子がほぼ均一に分散していることがわかる。

この熱間押出において、 SiC 粒子径が小さい場合の凝集体の分散挙動を調べるため、Fig. 4(a) に、 SiC 粒子径が $1.2\mu\text{m}$ で、体積率が 6% の押出材のディスク縦断面組織観察を示す。ディスクは熱間押出を中断しコンテナ内から取出した。Fig. 4(a) の①~④は、Fig. 4(b) に示した観察位置を示す。Fig. 4(a) の①は観察箇所が熱間押出材のディスクの上部であるため、あまり塑性変形を受けておらず Fig. 2(a) で示した変形前の冷間圧粉体とほぼ同様な切削チップ形状のマイクロ組織を有している。②は塑性変形領域 (III) のマイクロ組織であり、切削チップが押出方向に引伸ばされている。③はせん断領域 (II) のマイクロ組織であり、切削チップのせん断が著しく生じており、それに伴って SiC 粒子を含む凝集体の分断および SiC 粒子の分散が生じていることがわかる。しかし Fig. 4(a) の④のダイス出口付近においては、 SiC 粒子を多く含む凝集体が完全な分断までには至っていなかった。しかしその中でもせん断組織 (II) から流れ込んだ部分では、凝集体の分断が比較的進んでいるように見える。この凝集体をさらに分断するには、機械的な強せん断加工を付与することが必要といえる。そこで次に、繰返し ECAP 加工したビレットの検討を行った。

Fig. 4 Optical micrographs showing changes in the metal flow of billet during extrusion of $\text{SiC}_p/\text{AZ31B}_{\text{chip}}$ composite. Observed positions for (a) are shown in (b), schematically.

3.3 ECAP 加工材のマイクロ組織

Fig. 5(a)~(c) に SiC 粒子径が $1.2\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ および $11\mu\text{m}$ の 3 種類を $T_{\text{ECAP}}=623\text{K}$ で体積率 6% における ECAP 回数: $N=4$ 回の ECAP 方向に垂直な縦断面 OM 組織を示す。 SiC 粒子サイズの大きい $11\mu\text{m}$ 材は若干の塊が認められるものの、 $N=4$ 回で凝集体はほとんど観察されない。しかし $1.2\mu\text{m}$ 材は凝集体が帯状に薄片化されているものの凝集している箇所もあることから、 $N=4$ 回よりも、さらに繰返し ECAP 加工によるせん断加工を加え、凝集体を分断する必要があることがわかった。

3.4 ECAP-熱間押出材のマイクロ組織

Fig. 6(a)~(d) に粒子径 $3\mu\text{m}$ の SiC 粒子を体積率 6% で混合した冷間圧粉体を $T_{\text{ECAP}}=623\text{K}$ で $N=1$ 回および $N=7$ 回の ECAP 加工を施した ECAP 固化材に、 $T_E=573\text{K}$ で押出加工した縦断面マイクロ組織を示す。 $N=1$ 回の Fig. 6(a) では、 SiC 粒子の凝集体が存在しており、拡大した Fig. 6(c) の領域においても SiC 粒子は分散しておらず、 $N=4$ 回でも同様の不均一な箇所が認められた。しかし $V_f=6\%$ 添加した繰返し ECAP 回数が $N=7$ 回の Fig. 6(b) 押出材では、約 $20\mu\text{m}$ の凝集体は若干観察されるものの、Fig. 6(d) の拡大した領域では Fig. 6(c) に比べて SiC 粒子が均質に分散していることがわかる。これにより繰返し ECAP 加工による強せん断変形が SiC 粒子の分散に著しく効果的であることがわかった。

3.5 室温における機械的性質

Fig. 7(a)~(c) に、 SiC 粒子径が $3\mu\text{m}$ で体積率を 6% とした冷間圧粉体に $T_{\text{ECAP}}=623\text{K}$ で (a) $N=1$ 回と (b) $N=7$ 回施した ECAP 固化材、および (c) $N=7$ 回まで ECAP 加工を施した後、 $T_E=573\text{K}$ で押出加工した型材のマイクロ組織観察とその平均結晶粒径サイズを示す。ECAP 回数を $N=1$ から $N=7$ 回まで増加することで、Fig. 7(b) および (c) では黒く見える SiC 粒子が均一に分散していることが認められる。特

Fig. 5 Optical micrographs of ECAP samples of $\text{SiC}_p/\text{AZ31B}_{\text{chip}}$ composite ($N=4$, $V_f=6\%$). SiC particle size, d_p , are (a) $1.2\ \mu\text{m}$, (b) $3\ \mu\text{m}$ and (c) $11\ \mu\text{m}$, respectively.

Fig. 6 SEM micrographs of cross section of $\text{SiC}_p/\text{AZ31B}_{\text{chip}}$ composites extruded at 573 K ($V_R=0.5\text{ mm/s}$, $R=47$) after ECAP was carried out at 623 K ($N=1$, $N=7$, $d_p=3\ \mu\text{m}$, $V_f=6\%$). (c) and (d) are enlarged views of same sample as in (a) and (b).

Fig. 7 Optical micrographs of $\text{SiC}_p/\text{AZ31B}_{\text{chip}}$ composite ($d_p=3\ \mu\text{m}$, $V_f=6\%$). (a) as ECAP ($T_{\text{ECAP}}=623\text{ K}$, $N=1$), (b) as ECAP ($T_{\text{ECAP}}=623\text{ K}$, $N=7$), (c) as extruded at 573 K after ECAP ($T_{\text{ECAP}}=623\text{ K}$, $N=7$).

Fig. 8 Micro-Vickers hardness value of $\text{SiC}_p/\text{AZ31B}_{\text{chip}}$ composites extruded at 573 K after ECAP processing at 623 K. ($N=4$, $V_f=6\%$).

に結晶粒径は $d=4.3\ \mu\text{m}$ から $d=2.9\ \mu\text{m}$ にまで微細化し、 $N=7$ 回の ECAP 固化材をさらに熱間押出加工することにより $d=2.2\ \mu\text{m}$ と更に微細化が可能となった。

Fig. 8 に、粒子径 $1.2\ \mu\text{m}$ 、 $3\ \mu\text{m}$ および $11\ \mu\text{m}$ の SiC 粒子を体積率 6% となるように添加した 3 種類の冷間圧粉体を $T_{\text{ECAP}}=623\text{ K}$ で $N=4$ 回の ECAP 加工を施した後、 $T_E=573\text{ K}$ で押出加工した複合材のビッカース硬さ試験結果を示す。 SiC 粒子径サイズが大きくなるほど、ビッカース硬さは増大する傾向にあることがわかった。これは Fig. 3 で示したが、 SiC 粒子径の比較的大きい $11\ \mu\text{m}$ では、凝集体とはならず比較的均一な分散を生じており、 SiC 粒子の表面がマトリックスと

Fig. 9 Effect of volume fraction of SiC_p on stress-strain curves for extruded SiC_p/AZ31B_{chip} composites after ECAP ($N=7$).

Fig. 10 Room temperature mechanical properties of SiC_p/AZ31B_{chip} composites extruded at 573K after ECAP processing at 623K. ($N=1, 4$ and 7 , $d_p=3\mu\text{m}$, $V_f=6\%$)

十分に結合し、SiC 粒子周囲マトリックスの加工硬化領域も広く均一に分布していることが示唆される。

次に室温における引張試験の代表的な応力-ひずみ線図を Fig. 9 に示す。SiC 添加量に伴い、弾性域での直線の傾きが大きくなっていることから、SiC 粒子添加の複合化効果により²⁸⁾、ヤング率が増加していることが期待される。そこで SiC 粒子を含まない $N=7$ 回施した ECAP- 熱間押出材の引張試験片に直接、ストレインゲージを貼り、弾性率を測定した。その結果、 $E=57\text{GPa}$ と著しく高い値を示した。しかし降伏後の塑性変形域においては、SiC 添加量が増加する程、最大応力にまで到達する前に破断していることがわかる。

Fig. 10 に SiC 粒子径 $3\mu\text{m}$ で体積率 6% の冷間圧粉体を $T_{\text{ECAP}}=623\text{K}$ で $N=1\sim 7$ 回まで ECAP 加工を施した後に $T_E=573\text{K}$ で押出加工した ECAP- 熱間押出材の室温における引張試験結果を示す。ECAP 回数が増加すると、引張強さおよび 0.2% 耐力ともに増加し、伸び値も若干の増加傾向を示

Fig. 11 Room temperature mechanical properties of SiC_p/AZ31B_{chip} composites extruded at 573K after ECAP processing at 623K. ($d_p=3\mu\text{m}$, $N=7$)

Fig. 12 SEM micrograph of specimens of the extruded samples of SiC_p/AZ31B_{chip} composites. (a), (b) and (c) show micrographs of fracture surfaces, while (d), (e) and (f) show surface layers.

した。これは ECAP 加工によるせん断を多く加えることによって冷間圧粉体の SiC 粒子凝集体が分断、かつ分散されて大きな凝集体が減少すること、および結晶粒が微細化したことなどが要因と考えられる。

Fig. 11 に $d_p=3\mu\text{m}$ の SiC 粒子を $V_f=0\sim 6\%$ 添加した 3 種類の冷間圧粉体に対して、 $T_{\text{ECAP}}=623\text{K}$ で $N=7$ 回の ECAP 加

Fig. 13 Wear amount of roller and specimens of $\text{SiC}_p/\text{AZ31B}_{\text{chip}}$ composites extruded at 573 K after ECAP processing at 623 K. (a) $V_f=6\%$, $N=4$, (b) $d_p=3\mu\text{m}$, $N=7$.

工を施した後に $T_E=573\text{K}$ で熱間押出した押出材の室温における引張試験結果を示す。引張強さおよび伸び値は体積率の増加とともに減少する傾向を示すが、0.2% 耐力は若干の増加を示す程度であり、大きな差異は認められなかった。そこで $d_p=3\mu\text{m}$ の SiC 粒子を体積率が $V_f=0\%$, 3% および 6% となるように添加した室温引張試験片の破断面中央部と破断近傍の側面の SEM 組織観察結果を Fig. 12(a)~(f) に示す。 SiC 粒子を含まない体積率 0% の場合では Fig. 12(a), (d) 破断部の近傍において亀裂は観察されないが、 SiC 粒子を $V_f=3\%$ 添加した Fig. 12(b), (e) では、 SiC 粒子間において亀裂の発生していることがわかる。特に Fig. 12(c), (f) の $V_f=6\%$ となるように添加した破断側面部においては、 SiC 粒子間の結合状態が弱く、凝集体内部からも亀裂が発生し、剥離した破面形態が観察される。これらが Fig. 11 において引張強さや伸びを低下させた要因の一つと考えられる。そこで次に SiC 粒子の分散や分断の効果および有効性を調査するために、ECAP 後に熱間押出加工を施した ECAP-熱間押出材に対して、摩擦摩耗試験を行った。

Fig. 13(a), (b) に $d_p=1.2\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ および $11\mu\text{m}$ の SiC 粒子を $V_f=0$ から 6% の体積率になるまで添加した種々の冷間圧粉体に $T_{\text{ECAP}}=623\text{K}$ で $N=4$ 回、および 7 回まで ECAP 加工を施した後に $T_E=573\text{K}$ で熱間押出した押出材の摩擦摩耗試験結果を示す。Fig. 13(a), (b) の試験片の摩耗量は d_p および V_f の増大に伴い減少する傾向にある。しかしその反面、FC250 鋳鉄製回転ローラの相手材の摩耗量が増加している。Fig. 13(a) の $d_p=11\mu\text{m}$ では ECAP-熱間押出材の摩耗量と鋳鉄製ローラの摩耗量が約 5~6mg 程度とほぼ同程度に摩耗していることがわかった。また Fig. 13(b) の $d_p=3\mu\text{m}$ の場合では、繰返し ECAP 加工回数が $N=4$ 回よりも $N=7$ 回施した ECAP-熱間押出材の試験片の方が摩耗量は少なくなることがわかった。村田ら²⁹⁾ は時効処理により析出物を密に分散することで、AZ91 合金の耐摩耗性を向上することを報告している。原ら²⁷⁾ は TiCN 系サーメットに対して局所的に偏析がある場合よりも微細かつ均質に混合したマイクロ組織において、耐摩耗性が高く、かつ相手材への攻撃性も低いと報告しており、本実験結果からも $N=4$ よりも $N=7$ の ECAP-熱間押出材において、 SiC 粒子の均質混合と凝集体の分断や分散の有無が摩耗量に大きく影響しているといえる。

4. 結 言

AZ31B マグネシウム合金切削チップと SiC 粒子を混合した冷間圧粉体における SiC 粒子の凝集体の分断および均一分散を促進するため、熱間押出、ECAP およびその組合せによる強せん断加工の効果をマイクロ組織および機械的性質の評価により検討した結果を以下に示す。

(1) AZ31B 切削チップに平均粒子径がそれぞれ $d_p=1.2\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ および $11\mu\text{m}$ の SiC 粒子を体積率で $V_f=0\sim6\%$ まで混合した冷間圧粉体に熱間押出加工を施すことにより、切削チップの表面に薄く付着した SiC 粒子は均一な分散挙動を示す。しかし SiC 粒子径が比較的小さい $3\mu\text{m}$ 以下では、切削チップ相互の界面の 3 重点に塊状に導入された凝集体を完全に分断するまでには至らなかった。

(2) SiC 粒子が $3\mu\text{m}$ で体積率を 6% とした冷間圧粉体を Route B_A で $N=7$ 回まで繰返し ECAP 加工した後に熱間押出加工を加えた ECAP-熱間押出材は、ECAP 回数の増大とともに SiC 粒子凝集体の分断および分散することで、 SiC 粒子をほぼ均一に分散した AZ31B マグネシウム合金切削チップ-SiC 粒子複合材を得ることができた。またマトリックスの平均結晶粒径は約 $2\mu\text{m}$ と極めて微細化し、 σ_B , $\sigma_{0.2}$ も向上した。

(3) ローラ・チップ型摩擦摩耗試験機で評価した結果、ECAP 回数の大きい ECAP-熱間押出材の方が、 SiC 粒子の均質混合と凝集体の分断や分散により、耐摩耗性が向上した。

謝 辞

本研究の遂行に際してご指導を賜りました長岡技術科学大学 小島 陽 学長に心より感謝致します。また本研究の一部は文部科学省科学研究補助金・基盤研究 (C) (課題番号 16560610) の援助により行われたものである。

参 考 文 献

- 鎌土重晴：塑性と加工，**48** (2007), 358-366.
- 小島 陽，鎌土重晴：自動車技術，**56** (2002), 21-27.
- 西田義則：金属基複合材料入門，コロナ社，東京，(2001), 4-9.
- 金 峻洙，菅又 信，金子純一：日本金属学会誌，**55** (1991), 521-528.
- M. Y. Zheng, K. Wu, S. Kamado and Y. Kojima: Mater. Sci. Eng., A348 (2003), 67-75.
- 長田貢一，彦坂武夫，木村與司雄：愛知県産業技術研究所研究報告，**3** (2004), 14-17.

- 7) S. Ugandhar, M. Gupta and S. K. Sinha: Composite Structures, **72** (2006), 266–272.
- 8) Z. Xiuqing, L. Lihua, M. Naiheng, W. Haowei: Mater. Chem. Phys., **96** (2006), 9–15.
- 9) 鎌倉光利, 戸梶恵郎, 植松美彦: 材料, **55** (2006), 55–60.
- 10) 近藤勝義: 軽金属, **54** (2004), 187–191.
- 11) 鎌土重晴, 小島 陽: 塑性と加工, **44** (2003), 3–9.
- 12) 千野靖正, 馬淵 守: 軽金属, **57** (2007), 250–255.
- 13) 佐藤 寿, 會田哲夫, 高辻則夫, 松木賢司, 室谷和雄: 軽金属, **54** (2004), 14–18.
- 14) 會田哲夫, 高辻則夫, 松木賢司, 小原 卓, 鎌土重晴: 軽金属, **55** (2005), 400–404.
- 15) 會田哲夫, 高辻則夫, 松木賢司, 小原 卓, 鎌土重晴: 軽金属, **56** (2006), 166–171.
- 16) 會田哲夫, 高辻則夫, 松木賢司, 鎌土重晴, 小島 陽: 軽金属, **54** (2004), 532–537.
- 17) 近藤勝義, 都筑律子, 杜 文博, 鎌土重晴: まてりあ, **43** (2004), 275–280.
- 18) 藤井徳雄, 金子貫太郎, 塩崎修司, 近藤勝義, 護法良憲: クリモト技報, **55** (2006), 24–29.
- 19) S. Mizunuma: Mater. Sci. Forum, 503–504 (2006), 185–190.
- 20) Z. Horita, T. Fujinami and T. G. Langdon: Mater. Sci. Eng., A318 (2001), 34–41.
- 21) W. J. Kim and Y. K. Sa: Scripta Materialia, **54** (2006), 1391–1395.
- 22) 古島 剛, 清水徹英, 真鍋健一: 塑性と加工, **48** (2007), 412–416.
- 23) T. Mukai, T. G. Nieh and K. Higashi: Mat. Sci. Forum, 243–245 (1997), 321–326.
- 24) 堀田善治, 古川 稔, T. G. Langdon, 根本 實: まてりあ, **37** (1998), 767–774.
- 25) Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: **35** (1996), 143–146.
- 26) T. Aida, K. Matsuki, Z. Horita and T. G. Langdon: Scripta Materialia, **44** (2001), 575–579.
- 27) 原 恭, 松木賢司, 會田哲夫: トライボロジスト, **47** (2002), 204–214.
- 28) R. A. Saravanan and M. K. Surappa: Mat. Sci. Eng., A276 (2000), 108–116.
- 29) 村田彰宏, 谷川洋平, 松岡 敬, 坂口一彦, 渡辺博行, 向井敏司: 材料, **54** (2005), 90–96.