研究論文

ほう酸アルミニウムウィスカ強化6061アルミニウム合金の
機械的性質に及ぼす熱処理の効果

斎藤 尚文*・中西 勝*・西田 義則*

Effect of heat treatment on the mechanical properties of
aluminum-borate whisker reinforced 6061 aluminum alloy

Naobumi SAITO*, Masaru NAKANISHI* and Yoshinori NISHIDA*

Effect of heat treatment (solution treatment and aging treatment at 443 K) on the tensile strength between room temperature and 773 K was investigated of the aluminum-borate whisker reinforced ($V_f=0.16$ and 0.29) 6061 aluminum alloys. Tensile strength of the as-cast $0.29 V_f$ composite is in the measured temperature range about twice higher than that of the matrix alloy. No whiskers are observed on the fracture surfaces of the composites up to 573 K. Both tensile strengths of the matrix alloy and of the $0.29 V_f$ composite are increased by aging treatment. The degree of the increase is, however, smaller for the composite than the matrix alloy. In the heat-treated composites, whiskers are observed on the fracture surfaces. This result shows that the strength of matrix alloy/whisker interface is decreased by the heat treatment.

Keywords: metal matrix composite, aluminum-borate whisker, 6061 aluminum alloy, tensile strength, effect of heat treatment

(Received June 28, 1993)

1. 緒 言

近年、一般工業用材料として使用する目的で、金属基複合材料が広く研究されている。ことに、アルミニウム合金をマトリックスとし、セラミックス粒子や繊維、ウィスカを強化材とした複合材料の開発、製造が検討されている。このようなアルミニウム合金基複合材料は、自動車のエンジンなどの高温用構造材料の軽量化および高温化に対応する材料として期待されている。しかし、アルミニウム合金基複合材料を実用材として用いるためには、製造コストを低く抑えることが望ましい。したがって、使用される強化材の種類は限られてくるであろう。

その点において、近年開発されたほう酸アルミニウムウィスカは、実用化に最も近い金属基複合材料用の強化材として期待されている。それはこのウィスカが、①炭化けい素ウィスカと同等の強度を持つ、②密度が炭化けい素ウィスカや窒化けい素ウィスカよりも小さい、③価格も炭化けい素ウィスカや窒化けい素ウィスカに比べて

低い、といった特徴を持つからである。しかし、ほう酸アルミニウムウィスカ強化アルミニウム合金の特性や機械的性質に関しては、まだ数例の報告があるだけである^{1)~4)}。

菅沼¹⁾は AC8A アルミニウム合金とほう酸アルミニウムウィスカの複合材を作製し、強度特性と耐熱特性を調べた。その結果、この複合材は 573 K まで高い強度を維持すること、高いヤング率を持つこと、熱膨張率が小さいことがわかった。しかし、彼らはその原因については考察していない。また菅沼²⁾は、AC8A アルミニウム合金/ほう酸アルミニウムウィスカ複合材の組織を透過電子顕微鏡によって調べた。その結果、ほう酸アルミニウムウィスカと AC8A アルミニウム合金溶湯との反応は比較的激しく、ウィスカの表面に $MgAl_2O_3$ (一部 $\gamma-Al_2O_3$) が形成することがわかった。また栃木³⁾は 3 種類のアルミニウム合金マトリックス (AC4A, AC8A, ADC12) を用いてほう酸アルミニウムウィスカとの複合材を作製し、強度に及ぼすマトリックスの影響

* 名古屋工業技術研究所 (名古屋市)。National Industrial Research Institute of Nagoya (Nagoya-shi, Aichi).

Fig. 1 Schematic illustration of the specimen orientation.

を調べた。その結果、マトリックスの強度が増加すると複合材の強度も増加することがわかった。

金属基複合材料のマトリックスとして時効析出型のアルミニウム合金を用いた場合、一般には強度を上げるために溶体化・時効処理が行われる。したがって、アルミニウム合金基複合材料の機械的性質に対する溶体化・時効処理の影響を調べることは重要である。しかし、この点を調べた報告は土取ら³⁾によるものしかない。彼らは、AC8A アルミニウム合金/ほう酸アルミニウムウィスカ複合材に時効処理 (T6 処理) を施し、曲げ強度を調べた。その結果、時効処理を行わない場合は曲げ強度はマトリックス材に比べて150 MPa 増加したが、時効処理を行うと逆に強度が100 MPa 低下することがわかった。しかし、その原因についてはまだ不明なようである。このように、ほう酸アルミニウムウィスカ強化アルミニウム合金の特性を調べた研究、ことに機械的性質に対する熱処理の影響に関しては報告例が少ない。

そこで本研究では、ほう酸アルミニウムウィスカ強化アルミニウム合金を作製し、実用的に重要である機械的性質に対する溶体化・時効処理の効果を調べた。今回は機械的性質に対する溶体化・時効処理の効果が明瞭にできるように、マトリックスとして時効析出型の6061アルミニウム合金を用いた。

2. 実験方法

本研究では、ほう酸アルミニウムウィスカ (四国化成工業製) を用いた。このウィスカは、長さが10~30 μm と炭化けい素ウィスカや窒化けい素ウィスカに比べて短い。また、炭化けい素ウィスカと同程度の剛性率を持つ。このウィスカを蒸留水中またはエチルアルコール中によく分散させ、吸引法でブリフォームを作製した。そして加圧鋳造法により6061アルミニウム合金とウィスカを複合化した。加圧条件は以前に報告したとおりである⁵⁾。

複合材中のウィスカの体積含有率 (V_f) は16および29 vol%であった。マトリックス金属としては時効析出型の6061アルミニウム合金を用いた。Fig. 1 に試験片の

Fig. 2 Optical micrographs of (a) 6061 aluminum alloy, and (b) $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ whisker/6061 aluminum alloy. Specimens are under the as-cast condition.

採取方向を示す。

試験前に、試料に溶体化および時効処理を施した。溶体化は833 K に3.6 ks 保持後、273 K の氷水中に落下・急冷することで行った。溶体化後の試料は、時効処理を行う直前まで液体窒素中に保存した。時効処理は、443 K のオイルバス中に所定の時間だけ保持することで行った。なお、一部の試料は時効材との比較のために、熱処理を行わずに as-cast の状態で試験に用いた。

as-cast 材については室温から773 K までの温度で引張試験を行った。また時効材については、最初にビッカース硬度測定によって時効硬化曲線を求め、時効条件を決定した。そして、その後に所定の熱処理を施して、室温のみで引張試験を行った。as-cast 材、時効材ともに、引張試験後に破面を SEM によって観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 as-cast 材の引張試験

Fig. 2 に加圧方向に垂直な面の6061アルミニウム合金、および6061アルミニウム合金基複合材 ($V_f=0.29$) の光学顕微鏡写真を示す。6061アルミニウム合金と比較すると、複合材では析出物や晶出物が非常に微細になっている。これらの析出物や晶出物は、数 μm のオーダーの大きさでウィスカの間隙に均一に分布している。また、ブリフォームを作製するときにウィスカが沈降するので、この面 (加圧方向に垂直な面) に平行なウィスカが比較的多く観察される。

Fig. 3 に室温での as-cast 材の引張強度と複合材のウィスカ体積含有率 (V_f) の関係を示す。この図からわかるように、引張強度は V_f の増加とともに増加する。すなわち、マトリックス材 ($V_f=0$) では引張強度が183 MPa であったが、0.29 V_f 複合材では350 MPa とほぼ2倍の強度を示した。この結果より、ほう酸アルミニウム

Fig. 3 Effect of the whisker volume fraction on the tensile strength of $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ whisker/6061 aluminum alloys. Specimens are under the as-cast condition.

ウィスカはアルミニウム合金基複合材料用の強化材として有効であると考えられる。

また **Fig. 4** はマトリックス材と $0.29 V_f$ 複合材の室温から 773 K までの引張試験の結果である。この図からわかるように、複合化による強化の効果は 773 K まで維持されている。つまりほう酸アルミニウムウィスカは 773 K までの温度域で、アルミニウム合金基複合材料用の強化材として有効に作用する。

Fig. 5 は as-cast 材の室温での引張試験後の破面である。マトリックス材は延性破面を示している。また、 $0.29 V_f$ 複合材の破面上にはプルアウトしたウィスカは観察されない。この結果は、ほう酸アルミニウムウィスカとマトリックスの 6061 合金がよく濡れていることを示している。

また **Fig. 6** および **Fig. 7** はマトリックス材および $0.29 V_f$ 複合材の高温での引張試験後の破面である。試験温度は、 373 K 、 573 K および 773 K である。マトリックス材では 373 K においても室温の場合と同様に延性

Fig. 4 Effect of temperature on the tensile strength of $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ whisker/6061 aluminum alloys. Open mark (○) shows 6061 aluminum alloy, and solid mark (●) shows $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ whisker/6061 aluminum alloy ($V_f=0.29$). Specimens are under the as-cast condition.

Fig. 5 SEM micrographs of fracture surfaces of (a) 6061 aluminum alloy, and (b) $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ whisker/6061 aluminum alloy. Specimens were fractured at 300 K .

Fig. 6 SEM micrographs of fracture surfaces of 6061 aluminum alloys. Specimens were fractured at (a) 373 K , (b) 573 K and (c) 773 K .

Fig. 7 SEM micrographs of $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ whisker/6061 aluminum alloy. Specimens were fractured at (a) 373 K, (b) 573 K and (c) 773 K.

破面を示している。そして、温度が上昇しても破面の様子は大きく変化しない。それに対して、0.29 V_f 複合材では温度の上昇とともに破面の様子が変化した。573 Kまでは室温での破壊と同様に、破面上にウィスカのプルアウトは観察されない。しかし773 Kでは、矢印で示したように破面上にウィスカとマトリックスの剝離した跡が観察される。このような、室温と高温での破面の違いはNieh⁶⁾によっても報告されている。

光学顕微鏡観察および破面観察の結果から、0.29 V_f 複合材ではウィスカとマトリックスの濡れがよいこと、析出物がマトリックス単体の場合に比べて微細化していることがわかった。これらはいずれも材料の強度を高める因子である。すなわち、このようなマトリックス側の強化とウィスカによる強化の両方の効果によって、0.29 V_f 複合材の強度が向上すると考えられる。

3.2 時効材の引張試験

3.1で述べたように、as-cast 状態では、ほう酸アルミニウムウィスカは773 Kまでの温度域で、アルミニウム合金基複合材料用の強化材として有効に作用することがわかった。そこで次に、ほう酸アルミニウムウィスカ強化アルミニウム合金の強度に対する溶体化・時効処理の効果を調べた。

まず時効時間を決定するために、マトリックス材および0.29 V_f 複合材の時効硬化曲線を求めた。その結果をFig. 8に示す。マトリックス材、0.29 V_f 複合材ともに時効硬化挙動を示している。しかし硬化速度は、0.29 V_f 複合材の方がマトリックス材に比べて速くなっている。すなわち、マトリックス材では硬度が最大になるまで180 ks かかっているが、0.29 V_f 複合材では3 ks しかかかっていない。このような、複合材における硬化速度の増加は他の研究者によっても報告されている^{7),8)}。

硬度測定の結果を基に、マトリックス材と0.29 V_f 複合材に、peak-aging 状態と over-aging 状態になるように時効処理を行い室温で引張試験を行った。時効時間は次のとおりである。peak-aging 状態の場合はマトリックス材は90 ks、0.29 V_f 複合材は3 ksとした。また over-ag-

Fig. 8 Relationship between Vickers hardness and aging time. Open mark (○) shows 6061 aluminum alloy, and solid mark (●) shows $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ whisker/6061 aluminum alloy ($V_f=0.29$). Specimens were aged at 443 K.

Table 1 Relationship between specimen condition and tensile strength

	Tensile strength (MPa)		
	as-cast condition	peak-aging condition	over-aging condition
6061 aluminum alloy	182	376	366
0.29 V_f composite	350	393	356

ing 状態の場合はマトリックス材は600 ks、0.29 V_f 複合材の場合は300 ksとした。

Table 1に、時効材の引張強度と時効条件の関係を示す。この表より、マトリックス材、0.29 V_f 複合材とも peak-aging 状態では as-cast 状態よりも強度が増加することがわかる。また over-aging 状態では、いずれの試料でも強度はやや減少する。しかし peak-aging 状態での強度の増加の割合に注目すると、マトリックス材と0.29 V_f 複合材では違いがある。つまり、マトリックス材では peak-aging 状態では強度が376 MPaと as-cast 状

Fig. 9 SEM micrographs of fracture surfaces of (a) 6061 aluminum alloy, and (b), (c) $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ whisker/6061 aluminum alloy. Specimens are under the peak-aging condition.

態の強度のはば2倍を示した。しかし、0.29 V_f 複合材では強度が393 MPa とほぼ1.2倍の増加しか示さない。

Fig. 9 は peak-aging 状態の試料の引張試験後の破面である。マトリックス材では as-cast 状態と同じように粒内延性破壊を示している。それに対して、0.29 V_f 複合材では破面の様子は as-cast 状態とは大きく異なる。すなわち、as-cast 状態では存在しなかったウィスカとマトリックスの剝離した跡が多数観察された。このことは、溶体化・時効処理を行うとウィスカとマトリックスの界面の強度が低下し、その結果として試料が脆化することを示している。

これらの結果から、peak-aging 状態で0.29 V_f 複合材の方がマトリックス材に比べて強度の増加の割合が小さい原因は次のように定性的に説明される。as-cast 状態では、ウィスカとマトリックスの良好な濡れ性、析出物の微細化によって複合材の強度は増加した。しかし peak-aging 状態では、これらの材料の強度を高める因子と同時に、ウィスカとマトリックスの界面の強度の低下という材料の強度を弱める因子が生じる。このように強度を高める因子と弱める因子が生じるので、peak-aging 状態における強度の増加の割合は、0.29 V_f 複合材の方がマトリックス材に比べて小さくなる。

今回の実験では、溶体化・時効処理によってほう酸アルミニウムウィスカと6061アルミニウム合金の界面強度が低下する原因までは特定できなかった。しかし今後、ほう酸アルミニウムウィスカをアルミニウム合金基複合材料用の強化材として用いるためには、溶体化・時効処理によるウィスカとマトリックスの界面の強度の低下の原因の解明および適切なマトリックスの選択が必要であると思われる。これらの点については、現在検討中である。

4. 結 言

ほう酸アルミニウムウィスカと6061アルミニウム合金

の複合材を加圧鋳造法によって作製し、引張試験を行った。その結果、以下のことがわかった。

- (1) as-cast 状態では0.29 V_f 複合材はマトリックス材の約2倍の強度を持つ。また、ウィスカとマトリックスの濡れは良好であった。
- (2) 0.29 V_f 複合材の複合化による強度の増加は、773 K まで維持される。
- (3) 硬化速度は0.29 V_f 複合材の方がマトリックス材に比べて速い。
- (4) peak-aging 状態では、マトリックス材も0.29 V_f 複合材も as-cast 状態に比べて強度が増加した。しかし、増加の割合は0.29 V_f 複合材の方が小さかった。
- (5) 溶体化・時効処理を行うと、ウィスカとマトリックスの界面の強度が低下する。

最後に、複合材の作製に協力していただいた当所金属部主任研究官・井沢紀久氏に感謝します。また、実験に協力された愛知工業大学学生・池上純氏に感謝します。

参 考 文 献

- 1) 菅沼克昭, 藤田輝昭, 佐々木元, 鈴木信幸: 軽金属, **41** (1991), 270.
- 2) 菅沼克昭, 佐々木元, 藤田輝昭, 鈴木信幸: 軽金属, **41** (1991), 297.
- 3) 土取 功, 中村和清, 新田 明, 筒本隆博: 日本金属学会1991年度秋期講演会概要集, 421.
- 4) 栃木 勲, 愛 恭輔, 佐野明彦: 日本金属学会1991年度秋期講演会概要集, 430.
- 5) 松原弘美, 西田義則, 白柳 格, 山田 守: 軽金属, **39** (1989), 338.
- 6) T. G. Nieh, C. G. Henshall and J. Wadsworth: Scripta met., **18** (1984), 1405.
- 7) T. Christman and S. Suresh: Acta Metall., **36** (1988), 1691.
- 8) T. Christman, A. Needleman, S. Natt and S. Suresh: Mater. Sci. and Eng., A107 (1989), 49.