アルミナ粒子分散マグネシウムの機械的性質に及ぼすアルミナ含有率の影響*

川森重弘¹ 黒田 潔² 春日幸生² 横内正洋³ 藤原 弘⁴
飴山 恵⁵

¹玉川大学工学部機械情報システム学科

²玉川大学工学部マネジメントサイエンス学科

³神奈川県産業技術センター

⁴立命館大学立命館グローバル・イノベーション研究機構

⁵立命館大学理工学部機械工学科

J. Japan Inst. Metals, Vol. 75, No. 8 (2011), pp. 424-431
© 2011 The Japan Institute of Metals

Effect of Alumina Content on the Mechanical Properties of Alumina Particle Dispersion Magnesium

Shigehiro Kawamori¹, Kiyoshi Kuroda², Yukio Kasuga², Masahiro Yokouchi³,
Hiroshi Fujiwara⁴ and Kei Ameyama⁵

¹Department of Intelligent Mechanical Systems, College of Engineering, Tamagawa University, Tokyo 194-8610

²Department of Management Science, College of Engineering, Tamagawa University, Tokyo 194-8610

³Kanagawa Industrial Technology Center, Ebina 243-0435

⁴Ritsumeikan Global Innovation Research Organization, Ritsumeikan University, Kusatsu 525-8577

⁵Department of Mechanical Engineering, College of Science and Engineering, Ritsumeikan University, Kusatsu 525-8577

To enhance the mechanical properties of magnesium (Mg) alloys, powders of pure Mg ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$) dispersed with over 10 vol% alumina (Al_2O_3) particles were made by ball milling powder mixtures of pure Mg and Al_2O_3 particles with particle sizes of 0.3 and 1 μm .

The effect of the Al_2O_3 content of hot-pressed discs formed from the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ powders on the mechanical properties of the discs was investigated. The Al_2O_3 particles were found to be uniformly dispersed in the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs. The hardness of the discs increased sharply at an Al_2O_3 content of 20 vol%. This is considered to be because of the excellent interfacial bonding between Mg and Al_2O_3 when the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs contain a sufficient amount of Al_2O_3 particles and have a sufficient interparticle distance. The maximum hardness of a 20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ disc (with an Al_2O_3 particle size of 0.3 μm) was 220 HV, which is much higher than the hardness of AZ91 Mg alloys. The bending strength of the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs increased from 0 to 10 vol% Al_2O_3 and then decreased from 20 vol% Al_2O_3 . It is considered that the 0 and 10 vol% discs have similar fracture deflections and that the 10 vol% discs with Al_2O_3 particles can withstand higher compression and tension forces than the 0 vol% discs which do not contain any particles. The reason for the lower bending strength of the 20 vol% Al_2O_3 disc is thought to be because it is harder and more brittle, making it easier for voids to form in the discs, and thus making it easier for cracks to propagate on the specimen surface.

(Received March 9, 2011; Accepted April 26, 2011)

Keywords: alumina particle dispersion magnesium powder, attritor ball mill, hot pressing, microstructures, hardness, bending strength

1. 緒 言

近年、自動車の軽量化に伴い、アルミニウム (Al) 合金の代替として、より軽量なマグネシウム (Mg) 合金の需要が高まっている。しかしながら、Mg 合金は、一般的に Al 合金よりも機械的性質に劣る。

Mg 合金の機械的性質を改善する一手段として、Mg 合金とセラミックス粒子または繊維の複合化が考えられる。最

近、セラミックス粒子または繊維と純 Mg または Mg 合金との複合体が鋳造法や粉末冶金法によって作製されており、その複合体に関する研究が盛んに行われている。その中で、粉末冶金法によってアルミナ (Al_2O_3) 粒子を強化した純 Mg の複合体の作製および評価に関する研究¹⁻⁴⁾もよくみられる。

Unverricht ら⁴⁾は、純 Mg の Al_2O_3 分散強化を改善する方法として、純 Mg 中に数 vol% の Al_2O_3 ナノ粒子を混合するだけではなく、ボールミルを用いて機械的にミリング処理することで、純 Mg 中への Al_2O_3 粒子の均一分散化を図っている。

しかしながら、ボールミル処理により純 Mg 中に 10 vol%

* Mater. Trans. 51(2010) 1893-1900 に掲載

以上の Al_2O_3 粒子を均一分散させた粉末を作製・評価する研究は、あまりみられない。

数 vol% の Al_2O_3 含有率を有する Al_2O_3 分散強化 Mg 粉末と比較して、10 vol% 以上の Al_2O_3 含有率を有する Al_2O_3 粒子分散 Mg (以下 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ とする) 粉末は、硬質な Al_2O_3 粒子の量が多いことから、より高い硬度や耐摩耗性を有することが期待できる。

よって、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末をプラズマ溶射や熱間圧延⁵⁾のようなプロセスを用いて、純 Mg または Mg 合金基質に接合することにより、Mg 基質の良好な表面改質が可能となりえる。

さらに、ホットプレス、熱間等方圧プレス、放電プラズマ焼結および熱間圧延焼結⁶⁾のような様々な加圧焼結法によって作製した $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末の焼結体は、Mg 合金よりも優れた機械的性質を示す可能性が高い。

著者ら⁷⁾は、純 Mg 粉末と 0~22.7 vol% Al_2O_3 粒子 (粒子径 1 μm) の混合粉末を機械的にミリング処理することで、純 Mg 中に Al_2O_3 粒子が均一分散した $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末を作製した。その後、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末をホットプレスすることで円板状の焼結体を作製し、硬さを調査した結果、 Al_2O_3 含有率 10 vol% 以上で、実用 Mg 合金である AZ91Mg 合金の硬さをはるかにしのぐ値が得られた。

本報では、異なる Al_2O_3 粒子径を有する Al_2O_3 含有率 10 vol% 以上の $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末を作製し、得られたホットプレス体の機械的性質に及ぼす Al_2O_3 含有率の影響について調査後、その挙動について考察した。

2. 実験方法

2.1 供試粉末

純マグネシウム粉末 (Mg 粉末, 特高純度化学研究所, 純度 99.5%, 粒径 180 μm) および粒子径の異なる α -アルミナ粒子 (Al_2O_3 粒子, 特高純度化学研究所, 平均粒径 0.3 μm (純度 99.99%) および 1 μm (純度 99.9%)) を用いた。

2.2 試作プロセス

Fig. 1 に Al_2O_3 粒子分散マグネシウム ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$) 円板の試作プロセスを示す。 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末はアトライタ型ボールミルにて得られた。Mg 粉末および 0~30 vol% Al_2O_3 粒子 (10 vol% 間隔) の混合粉末 200 cm^3 を $\phi 5$ mm Al_2O_3 ボール 3

Fig. 1 Trial process for Al_2O_3 particle dispersion Mg discs.

dm^3 とともに Al_2O_3 製容器に入れた。

各混合粉末を、アルゴン (Ar) 雰囲気中、 Al_2O_3 製アジテータームの回転数を 300 rpm とし、180 ks ミリング処理した。

また、ミリング助剤として各混合粉末に対し、2 mass% ステアリン酸を添加した。

各 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末は、油圧プレス機にて加圧力 637 MPa, 保持時間 60 s で圧粉成形した。各圧粉体をカーボン製工具に入れ、Ar 雰囲気中、温度 848 K, 加圧力 40 MPa および保持時間 3.6 ks でホットプレスした。その後、炉冷することで $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板を得た。

2.3 評価

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末の平均粒径は、レーザー回折式粒子系分布測定装置 (株式会社日本レーザー製) にて測定した粒度分布から得たメジアン径とした。

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板を板厚公差 ± 0.05 mm になるように耐水研磨紙で研磨後、バフ研磨した。光学顕微鏡 (オリンパス製)、電界放出型走査電子顕微鏡 (SEM, 日本電子製)、電子プローブマイクロアナライザー (EPMA, 日本電子製) および X 線回折装置 (フィリップス製) を用いて、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末と $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の組織観察および定性分析を行った。

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の密度は、比重計を用いて測定した。相対密度は、測定密度を理論密度で除した百分率から求めた。

$$\rho_R = \frac{\rho}{\rho_0} \times 100 \quad (1)$$

ここで、 ρ_R は相対密度、 ρ は測定密度、 ρ_0 は理論密度 (例えば、Mg-10 vol% Al_2O_3 の理論密度は、 $1.96 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$) である。

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の硬さは、ビッカース硬さ試験機を用いて、試験力 49 N, 保持時間 10 s で測定した。3 個の試料 (各 5 箇所測定) から硬さを得た。

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板を 19.6 mm (長さ) $\times$ 5 mm (幅) $\times$ 1.4 mm (厚さ) の寸法に機械加工し、両面をバフ研磨後、曲げ試験に供した。曲げ強さは、はりの 3 点曲げ試験で用いられる以下の式を用いて計算した。

$$\sigma_F = \frac{3P_{\max}L}{2dt^2} \quad (2)$$

ここで σ_F は曲げ強さ、 $P_{\max}$ は最大荷重、 L は支点間距離、 d は試片幅および t は試片厚さである。

5, 6 個の試片から曲げ強さを得た。なお、すべての試片は、試片中央で破断した。

3. 結果および考察

3.1 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末および $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の組織

3.1.1 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末

Fig. 2 に粒子径 1 μm の Al_2O_3 粒子を用いた 20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末の外観および断面の SEM 写真を示す。

Fig. 2(a) から、20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末の形状はほぼ球状であることがわかる。また、レーザー回折法による粒度分布測定結果から、その粉末は、一つの山からなる正規分布に近

Fig. 2 SEM images of (a) the surface and (b) the cross-section of 20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ powder with Al_2O_3 particle size of 1 μm . (c) High-magnification image of (b).

い粒度分布を示し、平均粒径は約 20 μm であった。他の $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末においても、同様の形状、粒度分布および平均粒径を示した。

Mg 粉末よりも硬質な Al_2O_3 粒子の増加に伴い、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末はより細くなるが、その分ミリング粉末の凝着量が増加するため、 Al_2O_3 含有率が増加しても、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末の平均粒径はほぼ一定になったと考えられる。このことは、 Al_2O_3 含有率の増加に伴い、ミリング粉末の固化量やボールミル容器、アームおよびボールへの $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末の付着量が増加したため、ボールミルからの粉末回収率が減少した実験結果から推測した。

Fig. 2(c)は、Fig. 2(b)の高倍率像である。EPMA による Mg, Al および O の元素分析結果から、Fig. 2(c)の灰色の部分は Mg、細かい白色粒子は Al_2O_3 粒子であることを確認した。

よって、Fig. 2(b)および Fig. 2(c)から、 Al_2O_3 粒子が Mg 粉末中に均一分散していることがわかる。他の $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末においても、同様の傾向が観察された。

3.1.2 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板

Fig. 3 に $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の外観写真および粒子径 0.3 μm および 1 μm の Al_2O_3 粒子を用いた 10, 20, 30 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板表面の SEM 像を示す。

Fig. 3(a)に一例を示すが、得られた $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の寸法は直径 20~21 mm および厚さ 1.5~2.0 mm である。Fig. 3(b)~(g)より、すべての円板において Al_2O_3 粒子は、Mg 中に均一分散していることがわかる。また、円板断面も同様であった。10 vol% および 20 vol% 円板では特に見られないが、30 vol% 円板中にはポイドが存在している。

Fig. 4 に、100 μm^2 当たりの Al_2O_3 粒子量および Al_2O_3 粒

子間距離と Al_2O_3 含有率の関係を示す。これらの値は、Fig. 3(b)~(g)および他の SEM 像から測定した。 Al_2O_3 含有率の増加に伴い、 Al_2O_3 粒子量は増加し、 Al_2O_3 粒子間距離は減少している。また、 Al_2O_3 粒子径 0.3 μm の $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の方が、 Al_2O_3 粒子径 1 μm の円板よりも、 Al_2O_3 粒子密度は高く、 Al_2O_3 粒子間距離は小さい。

SEM 像から得られた Al_2O_3 粒子量の測定値は、計算値よりも非常に高いことがわかる。すべての Al_2O_3 含有率で、 Al_2O_3 粒子量の測定値から得られた Al_2O_3 粒子径は、 Al_2O_3 粒子径 0.3 μm および 1.0 μm で、それぞれ 0.2 μm および 0.3 μm となった。得られた Al_2O_3 粒子径は、SEM 像中の 100 個の Al_2O_3 粒子のメジアン径とほとんど同じ値となった。

供試粉末の Al_2O_3 粒子径(0.3 μm および 1.0 μm)は、レーザー回折法による粒度分布測定結果から得られたメジアン径である。 Al_2O_3 粒子の粒度分布測定法は異なるが、ミリング処理によって Mg 粉末だけでなく Al_2O_3 粒子もまた微細化することが推測できる。

3.2 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の相対密度および機械的性質

3.2.1 相対密度

Fig. 5 に $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の相対密度に及ぼす Al_2O_3 含有率の影響を示す。0~20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の相対密度は、100%を超えている。

その要因として、ミリング処理によって活性化した $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末表面の大気酸化および加熱した $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 圧粉体中のステアリン酸揮発による酸化のため、 MgO が生成することが挙げられる。加えて、ミリング処理かつ圧粉体加熱により生じる Mg と Al_2O_3 粒子の固相反応のため、 MgO 、Mg 固溶体や Mg-Al 金属間化合物が生成することによる影

Fig. 3 (a) Appearance of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ disc. SEM images of 10 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs with Al_2O_3 particle sizes of (b) $1\ \mu\text{m}$ and (c) $0.3\ \mu\text{m}$, 20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs with Al_2O_3 particle sizes of (d) $1\ \mu\text{m}$ and (e) $0.3\ \mu\text{m}$ and 30 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs with Al_2O_3 particle sizes of (f) $1\ \mu\text{m}$ and (g) $0.3\ \mu\text{m}$.

響も考えられる。

0～20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板表面 (Fig. 3(b)～(e)) および断面の SEM 観察結果から、微細な気孔はほとんどみられなかった。このことから、これらの円板は、十分に緻密であるといえる。

30 vol% 円板の相対密度は、100% 以下である。相対密度低下の要因は、硬質な Al_2O_3 粒子の含有率が増加することで、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末の加工性とそれに伴う焼結性が低下することが考えられる。

3.2.2 硬さ

Fig. 6 に $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板のビッカース硬さに及ぼす Al_2O_3 含有率の影響を示す。比較材として、実用 Mg 合金である AZ91 合金のビッカース硬さ (ブリネル硬さ⁸⁾ の換算値) も示す。

硬さの挙動をみると、 Al_2O_3 含有率 0 vol% から 10 vol% ではわずかに減少後、20 vol% で急激に増加し、30 vol% で減少している。また、 Al_2O_3 粒子径 $0.3\ \mu\text{m}$ のほうが $1.0\ \mu\text{m}$ よりも全体的に値は高く、20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板で、最高値 220 HV となり、AZ91 よりもはるかに高い値を示した。

Fig. 4 Al_2O_3 particle amount and interparticle distance as functions of Al_2O_3 content in $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs.

Fig. 5 Effect of Al_2O_3 content on the relative density of the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs.

20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板で硬さが急激に増加する主な要因は、 Al_2O_3 含有率の増加により、 Al_2O_3 粒子自体の硬さと Al_2O_3 粒子による Mg マトリックスの拘束効果からなる“複合強化”の発現であることが容易に推測できる。しかしながら、硬さの増加が顕著であることから、 Al_2O_3 粒子による“複合強化”のみではなく、付加的な強化効果も考えられる。その付加的な因子として、(a) Al_2O_3 粒子分散強化、(b)Mg 結晶粒成長の抑制、(c)Mg と Al_2O_3 粒子との固相反応、(d)Mg と Al_2O_3 粒子の界面接合性が挙げられる。よって、これら(a)～(d)の各項目について調査および考察した。

Fig. 6 Effect of Al_2O_3 content on the Vickers hardness of the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs.

(a) Al_2O_3 粒子分散強化

Al_2O_3 粒子分散強化による効果を検討するため、分散粒子間を転位が通過するのに必要な応力(オロワン応力)について調査した。

オロワン応力 τ_o は、式(3)で与えられる。

$$\tau_o = \frac{1.6T}{\bar{b}} \quad (3)$$

ここで、 T は転位の線張力、 $\bar{b}$ は平均 Al_2O_3 粒子間隔および b はバーガースベクトルである。

T/b を一定と仮定した場合、20 vol% と 10 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板のオロワン応力比は、平均 Al_2O_3 粒子間隔 $\bar{b}$ の比となる。そこで、Fig. 4 に示した Al_2O_3 粒子間隔を用いて、オロワン応力比を求めると、 Al_2O_3 粒子径 0.3 μm および 1 μm でそれぞれ 1.1 および 1.4 となった。 Al_2O_3 粒子間隔が狭くなることで、バーガースベクトル b は小さくなり、転位の線張力 T は大きくなるが、 Al_2O_3 粒子間隔比が 1 に近いことから、 T および b の影響はあまりないと考えられる。

したがって、 Al_2O_3 含有率の増加に伴うオロワン応力の増加はほとんどないと推定できる。

対照的に、20 vol% と 10 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板のビッカース硬さの比は、 Al_2O_3 粒子径 0.3 μm および 1 μm でそれぞれ 3.6 および 3.0 となり、オロワン応力比と硬さ比には相関関係があまりない。

このことから、 Al_2O_3 粒子分散強化の急激な硬さの増加に及ぼす影響は少ないと考えられる。

(b) Mg 結晶粒成長の抑制

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 圧粉体をホットプレスする時、 Al_2O_3 含有率の増加に伴い、 Al_2O_3 粒子による Mg 結晶粒成長の抑制効果(ピン止め効果)は増大することが予想できる。

Fig. 7 に 10 vol% および 20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の電解エッチング後の光学顕微鏡による組織観察結果を示す。

すべての円板において、Mg 結晶粒径にあまり違いがない

Fig. 7 Optical microstructures of 10 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs with Al_2O_3 particle sizes of (a) $1\ \mu\text{m}$ and (b) $0.3\ \mu\text{m}$ and 20 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs with Al_2O_3 particle sizes of (c) $1\ \mu\text{m}$ and (d) $0.3\ \mu\text{m}$.

ことがわかる．0 vol%および30 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板も同様の結果であり，Mg 結晶粒をハイン法にて測定したところ， $5\sim 8\ \mu\text{m}$ となった．

Fig. 3 (b)～(g)および Fig. 4 に示すように，Mg 中に Al_2O_3 粒子は均一に分散しており， Al_2O_3 粒子間隔は $0.15\sim 0.3\ \mu\text{m}$ であることから， Al_2O_3 粒子は，Mg 結晶粒界・粒内にかかわらず存在していると考えられる．

以上の結果から， Al_2O_3 含有率の増加に伴う Mg 結晶粒成長の抑制効果は考え難い．

(c) Mg と Al_2O_3 粒子の固相反応

Al_2O_3 粒子量が増加することで，Mg と Al_2O_3 粒子の固相反応によって生成する化合物も増加し，急激な硬さの増加に影響を及ぼすことが考えられる．

Fig. 8 に 0～30 vol% $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の X 線回折 (XRD) 結果を示す．すべての円板において，Mg および Al_2O_3 に加えて，MgO が同定された．また，20 vol% 円板 (Al_2O_3 粒子径 $0.3\ \mu\text{m}$ のみ) および 30 vol% 円板で，Mg, Al_2O_3 および MgO の他に，Al-Mg 金属間化合物である $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ が検出された． $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ は，Mg マトリックスと Al_2O_3 粒子の界面に生成していると考えられる⁷⁾．

MgO と Al_2O_3 の固相反応によって MgAl_2O_4 が生成する⁹⁾ ことも考えられるが，本研究の XRD 結果では特に同定されなかった． MgAl_2O_4 の (111) 面は，回折ピークが回折角 19° 付近で検出される．回折角 $10^\circ\sim 20^\circ$ でも XRD 測定を行ってみたが， 19° 付近で確認できる回折ピークは特にみられなかった．

Fig. 9 に Fig. 8 中に矢印で示した $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 円板の Mg (101) 面と Mg (220) 面の X 線相対強度を示す．

X 線相対強度は Al_2O_3 含有率の増加とともに増加していることがわかる．このことから， Al_2O_3 含有率の増加に伴い，

Fig. 8 XRD results for the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ discs with Al_2O_3 particle sizes of (a) $1\ \mu\text{m}$ and (b) $0.3\ \mu\text{m}$.

Mg と Al_2O_3 粒子の固相反応が進行し、MgO 生成量が増加していると考えられる。

Mg と Al_2O_3 粒子の固相反応は、以下の反応式で表される。

固相反応で MgO が生成することで、分解した Al は、Mg 中に固溶し、固溶限を超えると、式(4)に示すように $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ を生成する。

20 vol% 円板に対して、 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ が Al_2O_3 粒子径 $0.3 \mu\text{m}$ の円板のみ検出された。これは、 Al_2O_3 粒子径 $1 \mu\text{m}$ よりも Al_2O_3 粒子が細かいことで、 Al_2O_3 粒子と Mg の接触面積およびそれに伴う界面エネルギーが増加し、固相反応が促進したためと考えられる。

また、生成した $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ による析出硬化の円板の硬さ急増に及ぼす影響は少ないと考えられる。その理由として、20 vol% 円板の XRD 結果から、 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ が同定されても、その量が非常に少ないことおよび純 Mg (砂型铸造法, 30HB¹⁰⁾) と析出硬化型 AZ91Mg 合金 (砂型铸造法 + T6 熱処

理, 70HB⁸⁾) の硬さの差は、それほど大きくないことが挙げられる。

さらに、 Al_2O_3 粒子を含まない 0 vol% 円板と 10 vol% Al_2O_3 /Mg 円板の硬さがほとんど変わらないことから、固相反応による MgO 生成や Mg への Al による固溶硬化が硬さの急激な増加に及ぼす影響は少ないと推定できる。

(d) Mg と Al_2O_3 粒子の界面接合性

Al_2O_3 粒子量の増加により、硬さが急激に増加するための必要な因子として、Mg と Al_2O_3 粒子の良好な界面接合性が挙げられる。

その界面接合性を調査するため、ビッカース硬さ試験後、 Al_2O_3 /Mg 円板上に成形した圧痕を観察した。Fig. 10 にその結果を示す。塑性変形した圧痕部分の観察結果より、Mg と Al_2O_3 粒子の界面で特に剥離は生じておらず、界面接合性が良好であることがわかる。

20 vol% 円板で硬さが急激に増加するための Al_2O_3 粒子複合強化への付加的な強化因子として(a)~(c)の項目について調査および考察した結果、上述したとおり、いずれの項目もその因子としては考え難い。

したがって、ある Al_2O_3 粒子径を有する Al_2O_3 /Mg 円板において、Mg 中である最適な Al_2O_3 粒子量とそれに伴う Al_2O_3 粒子間隔に達するとき、 Al_2O_3 粒子による“複合強化”が大きく発現するため顕著な硬化を示したと結論づけた。また、その発現に Mg と Al_2O_3 粒子の良好な界面接合性が大きな役割を演じているといえる。

さらに、その界面接合性の向上に Mg と Al_2O_3 粒子の固相反応が寄与している可能性も高い。しかしながら、その確証を得るためには、透過型電子顕微鏡を用いた微細組織観察および構造解析が必要である。

3.2.3 曲げ強さ

Fig. 11 に Al_2O_3 /Mg 板の曲げ強さに及ぼす Al_2O_3 含有率の影響を示す。その挙動は、 Al_2O_3 含有率 0 vol% から 10 vol% で増加し、その後 20 vol% から減少していく。また、 Al_2O_3 粒子径 $1.0 \mu\text{m}$ を用いた板よりも粒子径 $0.3 \mu\text{m}$ の板の方が曲げ強さが高い値を示している。

0 vol% および 10 vol% Al_2O_3 /Mg 板は、両方とも破壊にいたるまでのたわみ量は同等であるが、 Al_2O_3 粒子により強化した 10 vol% 板のほうが 0 vol% 板よりも高い圧縮力および引張力を有するため曲げ強さが 0 vol% から 10 vol% で増

Fig. 9 Relative Mg to MgO X-ray peak intensities for the Al_2O_3 /Mg discs.

Fig. 10 (a) Image of Vickers hardness test indentation of 20 vol% Al_2O_3 /Mg disc. (b) High-magnification image of the area in the circle in (a) (Al_2O_3 particle size is $1 \mu\text{m}$).

Fig. 11 Effect of Al_2O_3 content on the bending strength of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ plates.

加したと考えられる。

また、0 vol%および10 vol%円板では、ビッカース硬さ試験による圧痕にクラックが観察されないのに対し、20 vol%および30 vol%板ではクラックが観察された。さらにFig. 3(f)およびFig. 3(g)で示すように、30 vol%円板でボイドが観察されている。

これらの結果から、 Al_2O_3 含有率が増加することで、急激な試片硬化によるぜい化の進行や焼結性低下によるボイド形成量の増加から、試片表面から伝わるクラック伝播速度が増加するため、20 vol%から曲げ強さが減少していくと考えられる。

Nobreら¹¹⁾は、AZ31展伸Mg合金(長さ160 mm×幅15 mmまたは20 mm×厚さ10 mm)の4点曲げ試験を行い、2.5%の圧縮ひずみに対して200~220 MPaの曲げ強さが生じることを報告している。試片寸法や曲げ試験方法が異なるため、一概には比較できないが、報告された値以上の曲げ強さを得ることができた。

4. 結 論

Mg合金の機械的性質向上のため、純Mg粉末と Al_2O_3 粒

子の混合粉末をボールミル処理することで Al_2O_3 含有率10 vol%以上の異なる Al_2O_3 粒子径を有する $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ 粉末を作製し、そのホットプレス体の機械的性質に及ぼす Al_2O_3 含有率の影響について調査した。以下に得られた結果を示す。

(1) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}$ ホットプレス体の硬さと曲げ強さ(機械的性質)は、 Al_2O_3 含有率の増加に伴い、いずれの Al_2O_3 粒子径も同様の挙動を示し、実用Mg合金以上の機械的性質が得られた。

(2) Al_2O_3 粒子径の小さい方が、高い機械的性質を示した。

(3) 硬さは、 Al_2O_3 含有率が10 vol%から20 vol%に増加するとき、急激に増加し、その後30 vol%で減少する挙動を示した。

(4) Al_2O_3 含有率20 vol%で硬さが急激に増加するのは、Mgと Al_2O_3 粒子の良好な界面接合性に基づく Al_2O_3 粒子による複合強化の大きな発現のためと考えられる。

(5) 曲げ強さは、 Al_2O_3 含有率が0 vol%から10 vol%で増加し、その後20 vol%から減少していく挙動を示した。

(6) Al_2O_3 含有率0 vol%から10 vol%で曲げ強度が増加するのは、両板とも破壊にいたるたわみ量は同等であるのに対し、 Al_2O_3 粒子により強化した10 vol%板のほうが0 vol%板よりも高い圧縮力および引張力を有するためと考えられる。

文 献

- 1) S. F. Hassan and M. Gupta: J. Mater. Sci. Eng. A **392**(2005) 163-168.
- 2) S. F. Hassan and M. Gupta: J. Metastable and Nanocrystalline Mater. **23**(2005) 151-154.
- 3) X. L. Zhong and M. Gupta: J. Metastable and Nanocrystalline Mater. **23**(2005) 171-174.
- 4) R. Unverricht, V. Peitz, W. Riehemann and H. Ferkel: Proc. Conf. on Magnesium Alloys and Their Applications, Deutsche (Gesellschaft für Materialkunde, 1998) pp. 327-332.
- 5) H. Oginuma and E. Yuasa: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metal. **52**(2005) 35-40.
- 6) H. Fujiwara, M. Nakatani, Y. Iwahashi and K. Ameyama: Adv. Mater. Res. **26-28**(2007) 421-424.
- 7) S. Kawamori and T. Machida: Mater. Trans. **48**(2007) 373-379.
- 8) S. Hosch, et al.: ASM Handbook Volume 2, (ASM international, 1990) p. 497.
- 9) S. Ikeno, K. Matsuda, T. Matsuki, T. Suzuki, N. Endo, T. Kawabata and Y. Uetani: J. Mater. Sci. **42**(2007) 5680-5685.
- 10) M. M. Avedesian and H. Baker: ASM Specialty Handbook, Magnesium and Magnesium Alloys, (ASM international, 1999) p. 10.
- 11) J. P. Nobre, U. Noster, M. Kornmeier, A. M. Dias and B. Schltes: Key Eng. Mater. **230**(2002) 267-270.