アルミナ短繊維強化 6061 Al 合金複合材料の クリープ特性†

本郷 和弘^{††} 赤池 淳^{††}
松田 則男 松浦 圭助

山形大学工学部機械システム工学科

J. Japan Inst. Metals, Vol. 59, No. 9 (1995), pp. 939-946

Creep Properties of Alumina Short Fiber Reinforced 6061Al Alloy Composites

Kazuhiro Hongo, Jun Akaike,
Norio Matsuda and Keisuke Matsuura

Department of Mechanical Systems Engineering, Faculty of Engineering, Yamagata University, Yonezawa

Creep tests were carried out at temperatures from 573 to 773 K on the 6061Al matrix composites reinforced with 11 vol% and 18 vol% alumina short fibers to examine the effect of short fibers reinforcement on the creep rate and the creep curve shape, and their stress and temperature dependences. Furthermore, the density change by creep deformation was measured to examine the formation of cavities during creep of the short fiber reinforced composites.

Creep curve shape changed with stress as follows: In the low stress range, the tertiary creep occurred after small extent of the primary stage, so that the creep curve was dominated by the tertiary creep without being related to the occurrence of necking in the specimen. With increasing the stress, the extent of primary and secondary stages became large and occupied a large part of the creep curve in the high stress range at low temperature.

The higher the creep temperature and the lower the creep stress, the larger was the density change by creep deformation. It showed that the tertiary creep was associated with the formation of cavities, especially at the fiber/matrix interface and at the grain boundaries at high temperature (773 K).

The θ -projection method was useful in describing the creep curve shape of the short fiber reinforced composites and its variation with stress and temperature. It was found that rate parameters θ_2 and θ_4 describing the primary and tertiary creep were about equal, at least at 573 and 673 K, as proposed by Maruyama et al.

These results were compared with the creep behaviour of Al matrix composite reinforced with the same short alumina fibers as the present composites and the effect of matrix alloy on creep was discussed.

(Received May 24, 1995)

Keywords: alumina short fiber, 6061aluminum matrix composite, creep curve, minimum creep rate, θ -projection, density change, creep cavity

I. 緒 言

Al 基短繊維強化複合材料は、耐摩耗性に優れた高温用材料として有望視されており、いくつかの研究グループによってそのクリープ挙動が調べられ、報告されてきた⁽¹⁾⁻⁽⁷⁾。

これらの研究は、主として定常クリープ速度(最小クリープ速度)に着目して、その応力依存性、温度依存性から変形機構を検討しており、クリープの曲線形状、その応力、温度依存性について報告したものは少ない。また、短繊維強化複合材料のクリープにおいては、繊維界面におけるクリープキャビティの形成等が3次クリープの原因として重要と考えられるが、これらのクリープ中の損傷の発達についても明らかにされていない。クリープ曲線の定量的表現、解析には θ -プロジェクショ

ン法が適しており、分散強化合金等のいくつかの合金系のクリープ曲線の解析に有用なことが示されてきた⁽⁸⁾⁻⁽¹²⁾。

著者らは、先に純Alを母相とするアルミナ短繊維を含むAl基複合材料に対してクリープ試験を行い、得られたクリープ曲線が θ -プロジェクション法によってよく表され、この方法がクリープ曲線の解析に適用できることを示した⁽¹³⁾。

本研究では、6061Alを母相とするアルミナ短繊維強化複合材料についてクリープ試験を行い、この方法を適用してクリープ曲線形状の定量的な解析を行い、クリープ曲線の応力、温度依存性を求め、クリープ挙動に対する母相の相違、体積分率の影響を検討した。また、クリープ変形後の密度測定および組織観察より短繊維強化複合材料のクリープ損傷の原因について検討を行った。

† 1995年4月日本金属学会春期大会において発表

†† 山形大学大学院生

II. 実験方法

1. 試料とクリープ試験

用いた複合材料は日本軽金属㈱において溶浸鋳造法により作製され、押し出し加工されたものである。直径 $2\sim 5\ \mu\text{m}$ 、長さ $3\sim 40\ \mu\text{m}$ のアルミナ繊維が 6061Al 母相中に分散し、押し出し方向にほぼ平行に配列した厚さ約 3 mm の板材で、繊維の体積分率は 11% と 18% である。繊維の配列の様子を Fig. 1 に示す。

クリープ試験片は、板材から押し出し方向が引張方向になるように切り出した後、Fig. 2 に示すように、ゲージ寸法がおおよそ幅 4 mm、厚さ 3 mm、長さ 25 mm となるように、放電加工機とやすりで成形し、表面をエメリー紙で研磨した。その後、803 K の空気炉中で 2 h 保持後、空冷の熱処理を行い、5% フッ酸の溶液中に 1~2 min 浸して表面層を除去し、電解研磨で鏡面仕上げを行った。また、熱処理後の結晶粒径はおおよそ $10\sim 20\ \mu\text{m}$ であった。

クリープ試験機は、通常のレバー式クリープ試験機を用い、定応力条件下で空気中において 573~773 K の温度範囲でクリープ試験を行った。

Fig. 1 Typical microstructure of an extruded 6061Al-11 vol% alumina composite.

Fig. 2 Dimension of creep specimen.

2. 密度変化の測定

クリープキャビティを定量的に把握するために、クリープ変形後の密度変化を測定した。密度変化の測定は、各温度でのクリープ試験後の試験片のゲージ部とチャック部(未変形部)から採取した試料について行った。また、試料は、5% フッ酸を用いて表面の酸化物等を取り除いたものを用いた。

クリープ変形による密度変化 $\Delta D/D$ の測定には、Ratcliffe らによる方法⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾を参考に行い、 $\Delta D/D$ は、次式より求めた。

$$\Delta D/D = \frac{w_a(W_a - W_1)}{W_a(w_a - w_1)} - 1 \quad (1)$$

ここで w_a および W_a は、ゲージ部およびチャック部の空気中での重量、 w_1 および W_1 は、ゲージ部およびチャック部の溶液中(フタル酸ジエチル)での重量を表す。この際、試験片のゲージ部を変形部、チャック部を未変形部とした。なお密度変化の測定精度は 10^{-5} g である。

III. 実験結果

1. クリープ曲線形状の応力依存性

11 vol% アルミナ短繊維強化複合材の 573 K における低応力、高応力のクリープ曲線の代表的な例を Fig. 3(a), (b) に示す。低応力におけるクリープ曲線は 3 次クリープの段階が大部分を占めている。高応力のクリープ曲線では、1 次クリープの段階が明確に現れ、僅かな 2 次、3 次クリープの段階を経て破壊に至る。以上より、クリープ曲線形状は低応力、中応力、高応力となるにつれて 3 次クリープ支配型から 1 次クリープ支配型へと変化していく傾向が確認できる。673 K, 773 K のクリープ曲線においても同様な傾向が確認された。

この傾向は、18 vol% アルミナ短繊維強化複合材のクリープ曲線の応力依存性においても見られた。しかし、773 K においては、Fig. 4 に示すように、低応力、高応力ともに 3 次クリープの段階がクリープ曲線の大部分を占めていた。

2. 最小クリープ速度の応力依存性

クリープ曲線から得られた最小クリープ速度と Al のヤング率 E で補正した応力との関係を両対数プロットした結果を Fig. 5 に示す。ここで、下向きの矢印をつけた点は、100 h あるいはそれ以上クリープさせても 3 次クリープに達せず、1 次クリープか 2 次クリープか不明の段階で求めたクリープ速度で、実際はこれよりもさらに小さくなる可能性のある点である。

各温度における応力指数 n は、573 K では約 9, 673 K では高応力側で約 8, 773 K では、高応力側で約 6 となり、温度および応力の低下とともに n 値は大きくなった。この結果から両複合材の 673 K, 773 K の各クリープ試験温度において、低応力側でクリープ速度が急減する傾向が見られ、クリープ変形に対するしきい応力が存在することを示唆している。

図より、11 vol% と 18 vol% のアルミナ短繊維の体積分率の相違によるクリープ強度の違いは、ほとんど見られない。Al 基複合材においても、10 vol% と 18 vol% アルミナ短繊維強化

Fig. 3 Typical creep curves and creep rate-time curve for 6061Al-11 vol% alumina composites at 573 K under stresses of (a) 27.4 MPa and (b) 73.9 MPa. Full line shows the creep curve calculated by the θ -projection method.

複合材の最小クリープ速度に大きな違いは見られなかったが、5 vol% アルミナ短繊維強化複合材では、最小クリープ速度がかなり大きくなっていた⁽¹³⁾。これより、クリープ速度(あるいはクリープ強度)は、10 vol% 以下において短繊維の体積分率に依存し、体積分率の増加とともに、クリープ速度は小さくなるものと推察される。

比較のため、本複合材と同じアルミナ短繊維(10 vol%)で強化した Al 基複合材の最小クリープ速度と Al のヤング率 E で補正した応力との関係⁽¹³⁾を破線で示してある。673 K および 773 K の結果は、本複合材の結果と大きな違いはなく、母相の

Fig. 4 Typical creep curves for 6061Al-18 vol% alumina composites at 773 K under stresses of 4.2 and 17.1 MPa. Full line shows the creep curve calculated by the θ -projection method.

Fig. 5 Variation of minimum creep rate, $\dot{\epsilon}_m$, with modulus compensated stress, σ/E , for 6061Al-11 vol% and 18 vol% alumina composites.

違いの影響は小さいが、573 K において、本複合材の最小クリープ速度は、Al 基複合材のものより約 2 桁以上小さく、クリープ強度が高くなっている。573 K のクリープ試験温度は、本複合材の母相 6061Al の固溶限度以下にあり、クリープ試験開始前の加熱中からすでに Mg_2Si の析出が生じていると考えられる。この析出物のためクリープ強度が大きくなったものと思われる。773 K では固溶限に近く、溶質原子は大部分が固溶状態にあると思われる。

3. 密度変化 $\Delta D/D$ の応力依存性

11 vol%および18 vol%アルミナ短繊維強化複合材の各温度でのクリープ試験後(および途中でクリープ停止後)の密度変化をFig. 6に示す。用いた材料のクリープひずみは大部分が20~25%であるが、Fig. 6の+印の点はクリープひずみが5~12%のものを表している。両材料ともに573, 673, 773 Kとクリープ試験温度の上昇に伴い、また低応力側ほど密度変化が大きくなる傾向が見られる。これは試験温度の上昇とクリープ試験時間の増加により、母相である6061Alの拡散が進み、クリープキャビティの形成と成長が進行したことが原因であると考えられる。また、本複合材のクリープ変形による密度変化は、通常の材料に比べて大きく⁽¹⁵⁾、特に773 Kの低応力では約4%を越える大きな密度変化を示した。

体積分率の相違による密度変化の違いは少ないが、573, 673 Kでは、18 vol%アルミナ短繊維強化複合材の密度変化が11 vol%アルミナ短繊維強化複合材の密度変化よりも大きい傾向が見られる。これは、アルミナ短繊維がクリープキャビティ形成の優先的なサイトであることを示唆している。また、両複合材とも高温の773 Kでは、他の温度に比べ、大きな密度変化を示すが、アルミナ短繊維の体積分率の相違による密度変化の違いははっきりと見られなかった。これは温度の上昇により、クリープキャビティ形成の優先的なサイトとして、アルミナ短繊維の他に結晶粒界等が働くためと考えられる。また、アルミナ短繊維の体積分率の相違が与える影響よりも、試験片によるクリープキャビティの成長および合体の違いによるばらつきの影響の方が大きいことも考えられる。

4. クリープ曲線と密度変化 $\Delta D/D$

クリープ中のキャビティ形成の定量的な把握のために、18 vol%アルミナ短繊維強化複合材のクリープを途中の各段階で停止させ、測定した密度変化の結果をFig. 7, 8に示す。

Fig. 6 The stress dependences of change in density by creep at 573, 673 and 773 K for 6061Al-11 vol% and 18 vol% alumina composites.

Fig. 7 Change in density by creep under stresses of 34.1 and 50.9 MPa at 573 K.

573 Kにおいて、34.1 MPaの3次クリープ支配の曲線、50.9 MPaの1次クリープ因子を含む曲線について測定したが、ともにクリープ曲線形状とよく似た密度変化 $\Delta D/D$ の増加傾向が見られることが特徴的である。これは、クリープ損傷の原因であるクリープキャビティの形成と成長の進行がクリープ曲線と密接な関係にあることを示している。また、50.9 MPaでは、約1800 s以上で急激に密度変化の上昇が見られた。これは、クリープ破壊の因子であると考えられている3次クリープつまりクリープキャビティの形成と成長がクリープの後半で急激に行われたことに関係していると思われる。

773 Kにおける18 vol%アルミナ短繊維強化複合材のクリープの各段階で測定した密度変化の結果をFig. 8に示す。これは、先ほどの573 K, 34.1 MPaにおけるクリープの各段階で密度変化を調べたものと、ほぼ同程度の最小クリープ速度を示す3次クリープ支配型のクリープ曲線の結果である。573 Kの場合と同様にクリープひずみの増加とともに密度変化は大きくなるが、密度変化の値は、573 Kのクリープひずみ約25%の値と比較すると、クリープひずみが7%で2倍以上の値を示しており、クリープ試験温度の上昇によりクリープキャビティの形成と成長が盛んに行われることを示している。また、密度変化の増加傾向はクリープ曲線形状とは類似せず、変形初期からやや直線的な増加傾向を示している。

5. クリープ試験片の組織観察

Fig. 9に573 K, 34.1 MPaと773 K, 6.8 MPaのそれぞれ各温度の低応力側のクリープ試験後の試験片ゲージ部の縦断面の組織の様子を示す。これはFig. 6において×印のついた点の組織を表している。共に主としてアルミナ短繊維の先端部に、また母相中にクリープキャビティが生成されている。773 Kの

Fig. 8 Change in density by creep at 573 and 773 K.

クリープキャビティは、573 K のクリープキャビティと比較すると全体的に寸法が大きく、クリープキャビティ形状も縦長、横長のものが見られる。773 K のクリープキャビティの寸法が大きく、形状が複雑なことは試験温度の上昇によるクリープキャビティの形成、成長と隣接するクリープキャビティとの合体による結果であると考えられる。また、両試験片のクリープひずみが25%であることから、ひずみによる影響よりもクリープ試験温度の相違による影響が大きいと考えられる。また、各温度の高応力側の組織を観察し比較すると573 K では僅かの相違が見られただけであるが、773 K では、クリープキャビティの寸法が小さく、形状の縦長、横長のものはほとんど見られなかった。

IV. 考 察

1. 3 次クリープの原因

本複合材のクリープ曲線は、低応力(低クリープ速度)では、変形の初期から3次クリープが始まり、3次クリープ支配型の曲線形状を示すが、応力の増加に伴い1次クリープないし2次クリープによるひずみが大きくなり、1次クリープ支配型になる傾向が見られた。

クリープ試験は、一定応力条件下で行っているので、3次クリープの原因として、(1)ゲージ部におけるネッキングの形成、(2)粒界すべりによる粒界または硬い第2相粒子界面におけるボイドの形成、(3)再結晶や析出物の粗大化等のクリープ変形中の組織変化が考えられる。本複合材の場合、破断の近傍を除いては、(1)による可能性は少なく、また、(3)による可能性も考えにくい。本複合材は多量のアルミナ短繊維を含んでおり、これらの繊維界面でクリープキャビティを生じていることが確認されている。また、クリープ変形後の密度変化測定の結果は、クリープ中にかなりのクリープキャビティの形成および成長が生じていることを示しており、本複合材の3次クリープは、ほとんどが(2)によるものと結論される。

本複合材の場合、母相のAl合金はクリープ変形するが、アルミナ短繊維は弾性変形にとどまるため、繊維/母相界面に応力集中を生じ、クリープキャビティの形成は、繊維/母相界面、特に引張応力の作用する繊維端面に生じ易いと考えられる。また、高温になると粒界すべりも生じ易く、粒界にクリープキャビティが形成するようになる。クリープキャビティ量を表す密度変化は、高温、低応力になるほど大きく、クリープ曲線にお

Fig. 9 SEM micrographs of 6061Al-18 vol% alumina composites after creep by strain of 0.25, (a) 573 K, 34.1 MPa, (b) 773 K, 6.8 MPa.

ける3次クリープ因子が高温、低応力になるほど顕著に現れることと一致している。アルミナ短繊維の体積分率の大きい18 vol%材では、高温の773 Kにおいて、低応力側だけでなく高応力側でも3次クリープが支配的であったが、このことは、アルミナ短繊維の界面が優先的なクリープキャビティの形成場所であることを示している。

2. クリープキャビティの成長

これらのクリープキャビティは、母相のクリープ変形(転位クリープ)により大きくなるか、または拡散によって、すなわち直接空孔を吸収することによって成長する。高温(773 K)のクリープにおいて、低温(573 K, 673 K)と比較すると密度変化が大きく、また、クリープひずみが同じもしくは小さいにもかかわらず、低応力側で特に大きかったことは、拡散によるクリープキャビティの形成と成長が大きく寄与していることを示している。

クリープ変形後の組織観察においても、773 Kでは573 Kの場合と比べ、アルミナ繊維端面におけるクリープキャビティ形成が、顕著に見られている。また、低応力においては、アルミナ短繊維端のほかに母相中の粒界と思われるところにもクリープキャビティが見られていることから粒界すべりも生じており、これらが密度変化を大きくしているものと推察される。

一方、低温(573 K, 673 K)のクリープにおいては、全般的に密度変化は小さく、クリープ中の密度変化は、変形後期に急速に増加する傾向が見られた。これは、低温であるために拡散による成長が抑えられ、破断近傍において転位クリープによって急速に成長したものと思われる。組織観察においても、773 Kの場合に比べて、小さいクリープキャビティがアルミナ短繊維端面等に観察されている。

3. θ -プロジェクション法によるクリープ曲線の解析

本複合材のクリープ曲線はFig. 3に見られるように一般に明瞭な2次クリープを示さず、1次クリープと3次クリープより成ると考えられる。一般に、低応力側では3次クリープ支配、高応力側では1次クリープ支配型となる。ただ、その中間のある応力において、たまたま比較的長い直線的な2次クリープを示すクリープ曲線も見られた。しかし、これは特殊なケースであり、この場合の2次クリープは定常クリープというよりも1次クリープと3次クリープの合成の結果と考えられる。 θ -プロジェクション法は、クリープ曲線を1次クリープと3次クリープの和として表すもので、上述したような本複合材のクリープ曲線の解析には適していると思われる。そこでこの方法を適用し、クリープ曲線を解析することを試みた。

Brown らによって提案されたクリープ曲線の定量的解析法(θ -projection method)は次式を用いてクリープ曲線を表し、解析を行うものである⁽⁸⁾⁽⁹⁾。

$$\varepsilon - \varepsilon_0 = \theta_1 [1 - \exp(-\theta_2 t)] + \theta_3 [\exp(\theta_4 t) - 1] \quad (2)$$

ここで、 ε はクリープひずみ、 ε_0 は瞬間ひずみを表し、右辺第1項が1次クリープ、第2項が3次クリープに相当し、その和によって全クリープ曲線を示している。式中の係数 θ_1 、 θ_3 はひずみ係数、 θ_2 、 θ_4 は速度係数と呼ばれ、クリープ曲線の特徴づけている。

この解析では、式(2)における4つの係数を実際のクリープ曲線から最小自乗法により決定し解析に用いた。また、最小自乗法を用いる際、破断したものに対しては、破断直前のネッキングによる影響を避けるために、計算に用いた時間は、破断時間の95%までとした。

(1) θ -プロジェクション法の適用性

前述のFig. 3, 4に実験より得られたクリープ曲線とともに、 θ -プロジェクション法で求めた各係数を使用して計算した曲線を比較して示してある。11 vol%および18 vol%アルミナ短繊維強化複合材のどちらのクリープ曲線においても、良い一致が得られている。よって、 θ -プロジェクション法によるクリープ曲線形状の定量的解析が適用でき、4つの係数はクリープ曲線全体の特徴を表していると考えられる。

(2) 係数 θ の応力依存性

係数 θ とAlのヤング率 E で補正した応力の対数の関係をFig. 10~12に示す。Fig. 10に示すクリープ曲線の1次クリープのひずみ係数 θ_1 、3次クリープのひずみ係数 θ_3 は、ともに温度依存性、応力依存性のどちらも小さい。両係数はばらつきの範囲内で温度、応力に関係なくほぼ一定値($\log \theta_1$, $\log \theta_3 \approx -1 \sim -1.5$)を示し、低応力側で減少する傾向を示した。Fig. 11, 12に1次クリープと3次クリープの速度係数 θ_2 と θ_4 の応力依存性を示す。これらの係数は上述のひずみ係数と異なり、はっきりとした温度依存性を示し、各温度において応力の増加とともに増加する。

これらの図で見られるように、各パラメータ θ の応力、温度依存性は、11 vol%と18 vol%アルミナ短繊維強化複合材の間ではほとんど差がなく、最小クリープ速度の場合と同様に、体積分率の相違の影響は認められなかった。

Fig. 10 The stress dependences of θ_1 and θ_3 with modulus compensated stress for 6061Al-11 vol% and 18 vol% alumina composites.

Fig. 11 The stress dependences of θ_2 with modulus compensated stress for 6061Al-11 vol% and 18 vol% alumina composites.

Fig. 12 The stress dependences of θ_4 with modulus compensated stress for 6061Al-11 vol% and 18 vol% alumina composites.

Fig. 11, 12 において、各温度における $\log \theta_2$ (または $\log \theta_4$) と $\log (\sigma/E)$ の関係は、ほぼ直線で表され、次の関係が成り立つ。

$$\theta_i = A \cdot (\sigma/E)^n \quad i=2, 4 \quad (3)$$

ここで、応力指数 n は、温度に依存し、573 K では $n=11$ 、673 K では $n=8$ 、773 K では $n=5 \sim 6$ である。

θ_2 (Fig. 11) と θ_4 (Fig. 12) の応力依存性を比較すると、Fig. 12 に見られるように、773 K の低応力側を除くと、ばらつきの範囲内で両者がほぼ一致していることが認められる。すなわち 573 K、673 K においては $\theta_2 \div \theta_4$ の関係が成立し、丸山と

及川によって提唱されている関係式⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾が適用できることが分かる。このことは、1次クリープと3次クリープを支配するメカニズムが同じであることを示すものと考えられる。なお、3次クリープが支配的な 773 K、低応力では、 $\theta_2 < \theta_4$ の傾向が見られる。

同じアルミナ短繊維で強化した Al 基複合材のクリープにおいても、ほぼ同様な係数 $\theta_1 \sim \theta_4$ の応力、温度依存性が見られている⁽¹³⁾。しかし、速度係数 θ_2 と θ_4 の温度依存性については次に述べるような相違が見られた。

(3) 係数 θ の温度依存性

速度係数 θ_2 と θ_4 においては、明瞭な応力、温度依存性が認められ、Fig. 11, Fig. 12 よりいくつかの σ/E の値での θ_2 と

Fig. 13 The stress dependences of θ_2/D with modulus compensated stress for 6061Al-11 vol% alumina composite and Al-10 vol% alumina composite. D is self diffusion coefficient of pure Al.

Fig. 14 The stress dependences of θ_4/D with modulus compensated stress for 6061Al-11 vol% alumina composite and Al-10 vol% alumina composite. D is self diffusion coefficient of pure Al.

θ_4 の温度依存性から活性化エネルギー Q を求めた。

θ_2 の活性化エネルギーは、673 K と 773 K で求めた比較的低応力側の値が 145~179 kJ/mol, 573 K と 673 K で求めた高応力側の値は 220~269 kJ/mol のかなり大きな値となり、両方ともに応力の増加とともに減少する傾向を示した。

θ_4 の活性化エネルギーも 673 K と 773 K で求めた比較的低応力側の値が 195~248 kJ/mol, また 573 K と 673 K で求めた高応力側の活性化エネルギーは 198~202 kJ/mol の値を示した。両方ともに Al の自己拡散の活性化エネルギー (142 kJ/mol)⁽¹⁶⁾ よりかなり大きな値を示した。

以上のように 6061Al を母相とする本複合材の θ_2 , θ_4 は高い活性化エネルギーを示したが、Al 基複合材の θ_2 , θ_4 においては、ほぼ Al の自己拡散の活性化エネルギーに近い値が得られ、Fig. 13, 14 に示すように、Al の拡散係数 $D^{(16)}$ によって補正した θ/D と Al のヤング率 E で補正した応力との関係は、温度に関係なくほぼ 1 つの関係で表された⁽¹³⁾。

一方、本複合材の θ_2 , θ_4 は、高い活性化エネルギーのため、 θ/D と応力との関係は、Fig. 13, 14 に示すように温度による違いが見られる。特に 573 K の値がやや大きくずれている。このような相違は、最小クリープ速度の応力依存性においても認められており、クリープ試験温度 573 K (あるいは 673 K) が母相 6061Al の固溶限以下にあるため Mg_2Si が析出しており、これがクリープ強度を高めているためと考えられる。

V. 結 論

6061Al を母相とする 11 vol% および 18 vol% アルミナ短繊維強化複合材に対して 573, 673, 773 K の各温度でクリープ試験を行い、最小クリープ速度およびクリープ曲線形状の応力、温度依存性を検討した。また、クリープ試験後、密度変化の測定および組織観察を行い、次の結果を得た。

(1) 本実験で得られたクリープ曲線の形状は、11 vol% アルミナ短繊維強化複合材では、低応力側では 3 次クリープ支配型であり、高応力になるほど 1 次クリープ因子が強くなる傾向が見られた。

18 vol% アルミナ短繊維強化複合材でも、11 vol% アルミナ短繊維強化複合材と同じ傾向が見られたが、773 K では、クリープ曲線の形状は高応力側でも 3 次クリープ支配型であった。

(2) 11 vol% アルミナ短繊維強化複合材と 18 vol% アルミナ短繊維強化複合材で得られた最小クリープ速度は、似たような応力依存性、温度依存性を示し、クリープ強度の相違は見られなかった。両複合材の 673 K, 773 K の各クリープ試験温度において、低応力側でクリープ速度が急減する傾向が見られ、クリープ変形に対するしきい応力が存在することを示唆していた。

(3) クリープ試験後の密度変化の測定では、クリープ試験温度の上昇に伴い、また応力が小さくなるほど大きな密度変化が得られた。また、アルミナ短繊維の体積分率の相違の影響として 573 K, 673 K においては 18 vol% アルミナ短繊維強化複合

材の密度変化の方が大きい傾向が見られたが、773 K においては明確な違いは見られなかった。

(4) クリープ試験後の試験片の組織観察により、クリープキャビティがアルミナ短繊維の端面および母相中に生成されることが確認され、高温、低応力ほどクリープキャビティの形成が顕著に見られた。

(5) クリープ変形中の密度変化は、クリープひずみの増加とともに大きくなる傾向が見られ、573 K では 3 次クリープ曲線形状と良く似た増加傾向を示し、773 K では変形初期からはほぼ直線的に増加し、増加量も大きかった。また、組織観察により、クリープひずみの増加とともにクリープキャビティ数が増加し、寸法が大きくなる傾向が見られた。

(6) 本複合材のクリープ曲線は θ -プロジェクション法によってよく表された。ひずみ係数 θ_1 と θ_3 は、全般的に応力、温度に依存せず、低応力側で減少する傾向を示した。速度係数 θ_2 と θ_4 は、ほぼ同じ応力、温度依存性を示し、 $\theta_2 \approx \theta_4$ の関係が認められた。これらの結果を同じアルミナ短繊維で強化した Al 基複合材の結果と比較検討し、母相 (6061Al) の影響について考察した。

終わりに、本研究の一部に協力された本学学生の伊藤大輝、高橋 淳、宮部徹也の諸氏に厚く感謝申し上げます。なお、本研究の一部は、軽金属学会研究教育資金によることを付記し、謝意を表します。

文 献

- (1) T. G. Nieh, K. Xia and T. G. Langdon: J. Eng. Mater. Technol., **110**(1988), 77.
- (2) T. Morimoto, T. Yamaoka, H. Lilholt and M. Taya: J. Eng. Mater. Technol., **110**(1988), 70.
- (3) A. B. Pandey, R. S. Mishra and Y. R. Mahajan: Acta Metall. Mater., **40**(1992), 2045.
- (4) G. Gonzalez-doncel and O. D. Sherby: Acta Metall. Mater., **41**(1993), 2797.
- (5) T. L. Dragone and W. D. Nix: Acta Metall. Mater., **40**(1992), 2781.
- (6) J. Cadek, V. Sustek and M. Pahutova: Mater. Sci. Eng., **A174**(1994), 141.
- (7) 王 経 濤, 古川 稔, 堀田善治, 根本 實, Y. Ma, T. G. Langdon: 軽金属, **44**(1994), 286.
- (8) S. G. R. Brown, R. W. Evans and B. Wilshire: Mater. Sci. Eng., **84**(1986), 147.
- (9) R. W. Evans, J. A. Preston and B. Wilshire: Mater. Sci. Eng., **A167**(1993), 65.
- (10) 丸山公一, 及川 洪: 日本金属学会誌, **55**(1991), 1189.
- (11) 丸山公一, 及川 洪: 日本金属学会誌, **50**(1986), 701.
- (12) 吉田冬樹, 松田則男, 松浦主助: 日本金属学会誌, **56**(1992), 390.
- (13) K. Matsuura and N. Matsuda: Proc. of the 8th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, Ed. by P. O. Kettunen et al., Tampere, Finland, (1988), 1409.
- (14) R. T. Rattcliffe: Brit. J. Appl. Phys., **16**(1965), 1193.
- (15) 二谷紀男, 京野純郎, 横井 信: 鉄と鋼, **70**(1984), 573.
- (16) T. S. Lundy and J. F. Murdock: J. Appl. Phys., **33**(1962), 1971.