Ti 繊維強化及び Ti 被覆耐食化 Mg 複合材

飛田 守孝^{☆1}, 榊原 精^{☆1}, 竹元 嘉利^{☆1}岡田 裕之^{☆2}, 古賀 誠二^{☆1}^{☆1} 岡山大学工学部機械, 〒700 岡山市津島中3丁目1-1.^{☆2} 松下電器産業, 〒571 門真市大字門真1006.

Ti Fiber-Reinforced and Ti Sheet-Enveloped Cast Mg Composite

Moritaka Hida^{☆1}, Akira Sakakibara^{☆1}, Yoshito Takemoto^{☆1}Hiroyuki Okada^{☆2} and Seiji Koga^{☆1}^{☆1} Dept. Mech., Fac. Eng., Okayama University, Tsushima, Okayama 700.^{☆2} Matsushita Electric Industrial Ltd., Kadoma 571.

Received February 12, 1992

Tensile property of cast Ti-fiber-reinforced Mg composite was tested and swaging effect of cast Mg covered with Al or Ti plate was examined. Strong interfacial bonding between Ti and Mg was confirmed by the pull-out test and excellent wettability was observed by the scanning electron microscope. Tensile strength of the cast Ti-fiber-reinforced Mg increased with increasing volume fraction of the fiber from 1 to 14%, while the increase of elongation was restricted within 10% of the volume fraction. Interfacial condition between Al and Mg was rather good after the swaging for the three-layer clad prepared free from intermetallic compound. Contact situation of the cast Mg to the Ti cover was once lowered by swaging but became improved by further swaging.

1 緒 言

汎用金属としては最も軽いMgはAlと比較して密度が2/3であり, 引張強度, 伸びにおいても後者を上回り大きな実用可能性を持っている. 他方Mgは化学的に活性で耐食性に劣り, またキンクバンドの形成など複雑な変形様式を示す. このような欠点を改善するため種々の元素を添加したMg合金に関する多数の報告¹⁾があるが, 複合化も有力な方法である.

MgのFRMは, C, SiC, Al₂O₃のようなセラミックス繊維強化材についていくつかの報告²⁾があり, 塑性加工性に乏しいことが知られている. 金属繊維強化複合材はこの点において優れていると推測される. 繊維と母材との濡れ性はFRMの製造において重要であり, また繊維と母材との間で脆弱な反応物が形成し

ないことが望ましい.

以上のことを考慮し著者らは繊維素材としてTi繊維を選択した. Mgの軽量性を余り損なうことなく十分な強度をもつためTi繊維強化複合材は優れた比強度が期待される. また複合材製作温度(973K)においてMgと化合物を作らず, TiにMgが1wt%溶ける程度である. さらに, その温度でMg中でTiが酸化により侵されることはない. したがって, もしTiとMgとの間の濡れ性が良好であるならば, Mgの繊維強化材としてのTiの選択は好ましいと考えられる.

本報告では, 一軸配向させた連続繊維強化複合材の機械的特性を引張試験によって調べ, TiとMgとの間の界面結合力と界面特性をMg母材からのTiロッド引き抜き試験とSEM観察により評価した. また, Mg表

面の耐食性向上のために、表面へのAl被覆とTi被覆を試みた。Al被覆材についてはスエーシング加工によりMgとAlの密着を図り、Al/Mgクラッド材を作製した。Ti被覆材についてはTi製ルツボにMgを鑄込んで作製し、さらにこれにスエーシング加工を試みた。

2 実験方法

母材として商業用純Mg(99.95%)を用い、坩堝材としてMgとの反応性が無い低炭素鋼(S25C)を使用した。MgはArガス雰囲気下の縦型電気炉内で973Kで溶解、攪はん後、Ti繊維(99.6%, ϕ 0.2mm)の束を溶解Mg中に浸し、坩堝中で凝固させた。繊維体積率Vfは繊維束の本数を変えることで変化させた。Tiロッド(99.5%, ϕ 3mm)を埋め込んだ鑄造Mgも同様に作製した。繊維強化複合材は3mm×4mm×15mmの寸法の引張試験片に加工した。断面における繊維と母材の面積比を試料のVfとし、Vfが1%から14%までの試料を作製した。Tiロッドを含んだ同軸円筒状の複合材をFig.1に示す試験片に加工した。Tiロッドの一部は半径0.5mmに細くし、埋没深さZの異なる試験片を用意した。

Al被覆Mg鑄造材はAl坩堝にMgを鑄込む方法(2層材)とAlパイプ(Al500)中のMg坩堝に鑄込む方法(3層材)により作製した。Al坩堝、Mg坩堝はそれぞれ市販のAl中実棒(A5052)、Mgインゴット(99.98%)を旋盤加工し作製した。Mg溶解用Fe坩堝には低炭素鋼(S25C)を使用し、溶解したMgをAl鑄型またはMg鑄型に鑄込んだ後、炉内で冷却した。Ti被覆Mg鑄造材はTi製坩堝中にMgを充満し前述と同じAr雰囲気電気炉内で973Kで溶解、攪はん後炉内冷却した。冷却後旋盤により坩堝の底を除去し、Ti肉厚0.5mm両端開放の試料(ϕ 31mm×85mm)を得た。

引張試験を島津オートグラフ(IS-5000)を使用し、室温、引張速度0.5mm/minで繊維方向に行った。

母材からのロッド引抜き試験を、埋没深さZ=16,

Fig.1 A schematic diagram of a cylindrical shell for pull-out test.

7,5,3mmの試料について0.5mm/minの速度で行った。

3層材(ϕ 30mm)に対し、落とし10%で外径20mmになるまでスエーシング加工を行った。Ti被覆Mg鑄造材に対しては断面減少率(Asw)34.6, 49.3, 58.6%に順次スエーシング加工し、各段階の試料の最後部を切断サンプリングした。スエーシングは毎回同じ方向を前方にして行った。

繊維強化複合材の破断面等は走査型電子顕微鏡(SEM, 日立S-450)により観察した。引張試験前のTi繊維表面は30%硝酸水溶液によりMg母材中のTi繊維を露出させて観察した。被覆鑄造材のスエーシング加工試料断面は光学顕微鏡で観察した。Al被覆材、Ti被覆材に対してそれぞれ10%, 15%硝酸水溶液を腐食液に用いた。界面生成物はEPMAによって分析した。

3 結果と考察

3.1 Ti繊維強化複合材

TiとMgの界面結合力の評価のためにMg母材からのTiロッド引抜き試験を行った。用意した全試験片に対してMg母材からのTiロッドの引抜きは起こらず母材からの露出部分で破断した。埋没深さZが最も短い3mmの試料でもTiロッドの引抜きは起こらなかったことからTiロッドとMg母材との間の界面せん断応力の下限値は10.3kgf/mm²と評価され、スチールワイヤー/エポキシ樹脂複合材料の界面せん断応力1kgf/mm²³⁾と比較してもかなり大きいことが判った。

Ti繊維強化Mg複合材料の応力-歪線図をFig.2に示す。伸びは初めはVfとともに増加したがVfが10%を超えたあたりから低下した。破断面のSEM写真をFig.3

Fig.2 Stress-strain curves of the composite and pure magnesium.
— C.P.Mg, — Vf1%, --- Vf2.9%
---- Vf4.9%, -.-.- Vf11.6%, - - - - Vf14%

に示す。繊維の分布は一様ではない。Vf14%の場合、繊維分布の偏りは部分的には繊維体積比が40%を超える程だった。このため、巣の発生が助長され応力集中による伸びの低下を招いたと考えられる。優れた伸びを示したVf=4.9%のTi/Mg複合材はVf=14%よりも延性的破面を示している。

引張強度はVfの増加に伴い向上した。一般に複合材の引張強度は複合則から計算された値より低いが、得られた値は計算値より大きい。Ti繊維のSEM写真をFig. 4に示した。複合化前のTi繊維表面はかなり粗く、表面エッジ効果がTi繊維のMg母材との大きな界面強化の一部を担ったものと思われる。Mg母材中のTi繊維表面の一部は厚さ10 μm 程の合金層（酸溶解による多孔質層）に覆われ、界面接合強化に寄与したと思われる。Ti繊維には破断面近傍表面の引張軸を横切って細かなクラックが観察された。Fig. 5に示す繊維軸に沿った断面のSEM写真においても繊維と母材が密接に固着していることが確かめられる。

3.2 TiまたはAl被覆複合材

2層材ではAl製鋳型内壁が僅かに溶かされて良好な接合性が得られると期待されたが、界面の一部に脆弱な組織が生成し、EPMAによる分析と状態図から $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ 金属間化合物と同定された。金属間化合物の生成を防ぐためにAlパイプ中のMg製鋳型へ溶湯を流し込み3層材の作製を試みた。

スエーディング加工した3層材では、加工後の試料両端の突き出し量は外側の層ほど大きかった。最も外側のAlパイプ層とその内側のMg製鋳型層との間でずれが観察された。これは、両者が化学的に接合されていなかったためと思われる。しかし冷間鍛造によるAl/Mg界面の接合状態は概ね良好であった。

TiとMgの濡れ性の良さを利用して、Ti製坩堝を用いた両端開放型のTi被覆Mg鋳造材の作製とそのスエーディング加工を試みた。Fig. 6に加工の各段階での界面近傍の光学顕微鏡写真を示す。加工前の界面結合は前述のAl/Mg材と比べるとはるかに良好であった。しかし、加工が進むと界面は徐々に分離し、断面減少率(Asw)49.3%で最も接合状態が悪くなった。スエーディングにともないTi肉厚は殆ど変化せず断面積は減少した。加工によるMgの後方突き出し量はAswが49.3%のとき最大になった。これは断面観察から49.3%のとき界面接合状態が最も悪かったことと対応しており、この程度の歪でTi/Mgの接合が一旦低下したことを示している。前方突き出し量は後方

突き出し量よりも大きく、Asw58.6%で前方突き出し部は破砕し、ビッカース硬さもスエーディングによって30から40にまで増加していた。しかし、Ti被覆部分ではAsw49.3%のときよりも鍛接されて接合性が良くなった。また、Al被覆の場合と違ってMgの方が大きく突き出したことは接合の初期条件の違いとTiの変形抵抗がMgやAlよりも大きいことなどによると考えられる。加工が進むにつれてMg結晶粒は小さくなる傾向にあったがTi組織には変化はみられなかった。両端がTi被覆されたMg鋳造材のスエーディング加工についても行う予定である。

4 結 言

- (1) Ti繊維とMg母材間の濡れ性はきわめて良好で、引抜き試験によって評価された界面結合力はスチールワイヤー/エポキシ樹脂複合材料のそれより大きい。
- (2) Ti繊維強化Mg複合材料の引張強度、伸びは繊維体積率の増加とともに向上した。しかし伸びはVfが10%を超えたあたりから低下した。引張強度は複合則から予測されるよりも高い値を示した。またSEM観察により厚さ10 μm 程の合金層の存在が認められた。
- (3) Al鋳型を用いた2層Al/Mgクラッド材は脆弱な金属間化合物の生成のためAl被覆Mg鋳造材作製法としては不相当であった。
- (4) Mg鋳型を用いた3層Al/Mgクラッド材は金属間化合物のないAl被覆Mg鋳造材が得られスエーディング加工後の状態も良好であった。
- (5) Ti製坩堝を用いたTi被覆Mg鋳造材作製法では良好な界面接合が得られた。スエーディング加工により界面接合はいったん低下したが、より大きな加工で再び良好になった。

謝 辞

スエーディング加工に協力いただきましたヨシダキネン(株)の見山昭一氏に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 例えば、大森悟郎：日本金属学会誌，39(1975)451。
- 2) D.M.Goddard: Metal Prog., 125(1984)49; 猪瀬康之，金子純一，菅又信：軽金属，40(1990)221; M.Pfeifer, J.M.Pigbee and K.K.Chawla: J. Mater.Sci., 25(1990)1563。
- 3) C.-H.Hsueh: Mater.Sci.Eng., A123(1990)1。

Fig.3 Scanning electron micrographs of fracture surface of Ti/Mg. (a) Vf 14%, (b) Vf 4.9%.

Fig.4 Scanning electron micrographs of surface of fiber. (a) as-received, (b) neighborhood of the fracture.

Fig.5 Scanning electron micrographs of the interface of Ti/Mg clad.

200 µm

Fig.6 Microscopic structure of the interface of swaged Ti/Mg clad. (a) Asw 0%, (b) Asw 34.6%, (c) Asw 49.3%, (d) Asw 58.6%.