研究速報

超塑性 Si_3N_4 /6061Al 複合材料の空洞形態に及ぼす強化材形状の影響岩崎 源^{☆1}, 大谷 卓也^{☆2}, 森 隆資^{☆1}, 馬淵 守^{☆3}, 東 健司^{☆4}

^{☆1} 姫路工業大学工学部, 〒671-22 姫路市書写2167. ^{☆2} 姫路工業大学大学院工学研究科, 〒671-22 姫路市書写2167. ^{☆3} 名古屋工業技術研究所, 〒462 名古屋市北区平手町1-1. ^{☆4} 大阪府立大学工学部, 〒593 堺市学園町1-1.

Effect of Reinforcement Shape Character on Cavitation of Superplastic Si_3N_4 /6061 Aluminum Composite

Hajime Iwasaki^{☆1}, Takuya Ohtani^{☆2}, Takasuke Mori^{☆1}
Mamoru Mabuchi^{☆3} and Kenji Higashi^{☆4}

^{☆1} Department of Materials Science and Engineering, Himeji Institute of Technology, 2167 Shosha, Himeji 671-22. ^{☆2} Graduate School, Himeji Institute of Technology, 2167 Shosha, Himeji 671-22. ^{☆3} National Industrial Research Institute of Nagoya, 1-1 Hirate-cho Kita-ku, Nagoya 462. ^{☆4} Department of Mechanical Systems Engineering, University of Osaka Prefecture, 1-1 Gakuen-cho, Sakai 593.

Received January 6, 1995

SYNOPSIS

Cavitation of superplastic metal matrix (6061Al alloy) composite reinforced by 20% volume fraction of Si_3N_4 particulate and Si_3N_4 whisker has been investigated. A constant stress tension test was carried out at temperature of 818K and stress of 8MPa for the composite containing Si_3N_4 particulate, and at 833K, 10MPa for the composite containing Si_3N_4 whisker. Volume of cavity in the Si_3N_4 /6061Al composite was larger than that in the Si_3N_4 /6061Al composite at a range of strain up to 1.5. Both composites already included the volume of cavity of 0.6~0.8% at a strain of 0.2. Cavity volume fraction exponentially increased with increasing strain. Most cavities of both composites were nucleated at the interface of matrix and reinforcements. Cavities in the Si_3N_4 /6061Al composite were almost granular and those in the Si_3N_4 /6061Al composite were either granular or flat.

KEY WORDS: Metal Matrix composite, Si_3N_4 whisker, Superplasticity, Cavitation

1 緒言

近年、炭化けい素や窒化けい素をはじめとする各種セラミックス粒子およびウィスカー強化材を用いた、実用アルミニウム合金をマトリックスとする複合材料が開発され、実用化されている。さらにこの複合材料の難点とされていた延性および成形性の向上も、高速超塑性複合材料が開発されるにいたり解決の方向に発展している¹⁻⁴⁾。しかし、超塑性複合材料において、合金超塑性材と同様に変形中に内部空洞が発生することが報告され問題となっている⁵⁾。そこで本研究は強化材の形態の相違、すなわち粒子とウィスカーによる空洞発生への影響を調べ、新しい知見を得たので報告する。

2 試料及び実験方法

2.1 試料の製造

試料はマトリックス材料に、6061Al合金粉末(東洋アルミニウム(株)製 $\sim 20\ \mu\text{m}$)を使用した。その化学成分組成をTable 1に示す。強化材に窒化けい素粒子及びウィスカー(宇部興産(株)製)の2種類を使用した。なお、強化材の寸法は窒化けい素粒子が直径 $1\ \mu\text{m}$ 以下、ウィスカーが直径 $0.1\sim 1.5\ \mu\text{m}$ 、長さ $10\sim 30\ \mu\text{m}$ である。

試料の製造工程は、以下のとおりである。まず強化材の体積含有率が20%になるように6061Al合金粉末と窒化けい素粒子あるいはウィスカーをそれぞれ計量した後、それらをアルコール溶媒中でできるだけ均一に混合した。次にアルコール溶媒を蒸発させ、その混合粉を圧力390MPa、温度873Kで加圧焼結を行なった。得られた直径40mmのピレットを熱間押し出し(押し出し比:

Table 1 Composition of 6061 aluminum alloy (wt.%)

Fe	Cu	Si	Mg	Cr	Al
0.47	0.39	0.75	1.03	0.15	Bal.

Fig.1 Microstructures of the $\text{Si}_3\text{N}_{4\text{p}}$ /6061Al composite(a) and $\text{Si}_3\text{N}_{4\text{w}}$ /6061Al composite(b), as extruded. The extrusion axis is vertical.

100)し直径4mmの棒状の素材を製造した。これより平行部長さ5mm, 平行部直径2.5mmの試験片を引張方向と押し出し方向が一致するように機械加工によって作製した。変形前の試料の状態をFig.1に示す。両材ともアルミニウムマトリックス中に強化材が均一に分散しており, 空洞が見られないことがわかる。なお, ウィスカー材では, ウィスカーの長手方向と押し出し方向がほぼ一致しており, また一部押し出し時に破断し短くなったものも見られる。

2.2 実験方法

Table 2 に定ひずみ速度引張試験で求めた最適変形条件を示す。なお, 表中の応力は真ひずみが0.1のときの値を示している。空洞形態の観察には, 両材ともこの温度と応力の条件に基づき定応力引張試験を行なったものを用いた。各試験片とも昇温のための保持時間は1.8ksでその後直ちに試験を開始した。なお定応力引張試験機は, 変形中試料にかかる荷重を伸びとともに減少させ, 試験片にかかる応力が常に一定に維持される構成となっている。

空洞体積率(%)は, 変形を受けた試料の密度 ρ_1 と同一熱履歴のみを受けた未変形試料の密度 ρ_0 から以下

Table 2 Values for optimum superplastic conditions

Items	$\text{Si}_3\text{N}_{4\text{p}}$ /6061	$\text{Si}_3\text{N}_{4\text{w}}$ /6061
Strain rate /s ⁻¹	0.1	0.1
Temperature /K	818	833
Stress /MPa	8	10
Maximum elongation /%	416	480
m value	0.3	0.5
Grain size / μm	2.97*	3.34**

* after annealing at 818K for 1.8ks

** after annealing at 838K for 1.8ks

Fig.2 The variations in cavity volume fraction as a function of true strain for $\text{Si}_3\text{N}_{4\text{p}}$ /6061Al composite at 818K at a constant stress of 8MPa and $\text{Si}_3\text{N}_{4\text{w}}$ /6061Al composite at 833K at a constant stress of 10MPa.

の式で算出した。

$$\text{空洞体積率 (\%)} = \frac{\rho_1 - \rho_0}{\rho_0} \times 100$$

内部空洞は, 押し出し方向(引張方向)と平行な面を機械研磨で鏡面とし, 高分解能走査電子顕微鏡(日立製作所(株)製 S-900型)により観察を行なった。さらにSEM観察により得られた情報をもとに, 空洞を対象として画像処理を行ない, 空洞の円相当径とアスペクト比を測定した。画像処理装置にはコンピュータと組み合わせたLUZEX-Fステレオ解析システムを用いた。

3 実験結果及び考察

Fig.2 は空洞体積率と真ひずみの関係を示している。この図より空洞体積率は両材ともに指数関数的に増加することがわかる。さらに粒子材における空洞体積率はすべてのひずみに対してウィスカー材より大きくなっていること, また両材ともひずみ0.2ですでに0.6~0.8%の空洞が存在していることがわかる。

Fig.3 (a),(b)に粒子材とウィスカー材の変形後のSEM写真を示す。(a)が粒子材, (b)がウィスカー材で, ともにひずみ1.0まで引張った試料から得た写真である。この図からわかるように, 直径が1 μm に満たない非常

Fig.3 Microstructures of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{6061Al}$ composite, deformed to a strain of 1.0 for particulate(a) and whisker(b). The tensile axis is vertical.

に小さい空洞が多く観察される。この小さい空洞は両材ともに、ひずみ0.2においてすでに観察され、破断時にも同様に観察される。このように、ひずみ0.2において、多くの空洞が発生する理由は、マトリックスと強化材の界面に局部的に液相が存在するためではないかと考えられる。本実験に用いた複合材はDSC測定により粒子材が822Kで、ウィスカー材が843Kでpartial-meltを生じることが見いだされており⁶⁾、本試験温度はこれらの温度に極めて近い。もし液相が存在するとすれば、粒界すべりに対する応力集中はきわめて容易に緩和され、その結果高速変形が可能になる。しかし液相の量、応力の状態によっては空洞の発生しやすい場所となる。

Fig.4 (a),(b)に粒子材とウィスカー材における特徴的な空洞形態を示す。両材ともに空洞はマトリックスと強化材の界面に発生し、粒子材では、ほとんどが粒状をなすのに対し、ウィスカー材では粒状のもの他にウィスカーに沿った細長い空洞も多く観察される。なお、ウィスカー材における細長い空洞は粒状の空洞よりも少なかった。Fig.5に画像処理により得た粒子材とウィスカー材の、 1mm^2 当りの空洞のアスペクト比と個数の関係を示す。空洞のアスペクト比は、その空洞の最大長さで最大長さと垂直な幅方向の長さとの比として測定した。この図から、粒子材の場合空洞のアスペクト比は最大4.5であったのに対し、ウィスカー材では6.5のものまで見られた。また、平均アスペクト比

Fig.4 Typical microstructures of deformed to a strain of 1.0 for $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{6061Al}$ composite, where particulate(a) and whisker(b). The tensile axis is vertical.

は、粒子材が1.93、ウィスカー材が2.22となりウィスカー材の方が細長い空洞が多いことがわかる。

一般に超塑性変形における空洞の核発生位置は主として粒界三重点や粒界に存在する第二相粒子周辺と言われており、またMahoneyらはアルミニウム基複合材料の場合、含有される炭化けい素粒子や炭化けい素ウィスカーの母相との界面もまた核発生位置となりうると報告している⁷⁾。彼らの報告を参考に、粒子材に多く見られる粒状の空洞は、次のような発生過程をとると思われる。すなわち、超塑性変形の主変形機構である粒界すべりが、粒界上にある強化材の抵抗をうけると、強化材のまわりに局部的応力集中が生じる。表面エネルギーの小さいマトリックスと強化材の界面で空洞の核発生が起こる。その後空洞は、引張応力に支配された空孔の拡散で成長し、マトリックス中へ発達するものと考えられる。ウィスカー材にみられる粒状の空洞は、ウィスカーの端部近傍に主に現れており、その発生過程は粒子材の場合と同様、粒界すべりに起因して核発生し、引張応力の水平成分をうけて等方的な拡散成長をしたものと思われる。しかし、ウィスカー側面に沿った細長い空洞は、核生成こそ粒界すべりに伴う応力集中に起因するものの、核生成により応力集中が緩和された後は、空洞表面には拡散の成長を引き起こす垂直応力が弱く、細長い形を維持するものと思われる。

Fig.5 The variation in number of cavity as a function of aspect ratio of cavity for $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{6061Al}$ composite deformed to a strain of 1.0 at 818K at a constant stress of 8MPa and $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{6061Al}$ composite at 833K at a constant stress of 10MPa.

また、両材において窒化けい素の体積含有率が20%と同じであるので、粒子とウィスカーひとつひとつの大きさはウィスカーの方が大きい。しかもウィスカーの長手方向と押出方向がほぼ一致しているので、粒状の空洞は明らかにウィスカー材の方が少なくなる。さらに、単位面積当りの個数から計量形態学⁸⁾を用いて計算した単位体積当りの個数は、ひずみ1.0において直径1 μm 以下の空洞の1 mm^3 当りの数は、粒子材が 9.6×10^7 個、ウィスカー材が 6.8×10^7 個であった。これらのことから、Fig.2 の様にウィスカー材の空洞体積率が粒子材よりも少なくなるとわかる。

4 結言

超塑性を示す $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{6061Al}$ 複合材料において、粒子とウィスカーの2種類の強化材をもちいて、変形後の空洞形態を観察した結果、次のことが明らかとなった。

1. 両材とも、空洞はひずみ0.2において、すでに0.6~0.8%存在する。
2. 空洞はひずみに対し指数関数的に増加する。
3. 強化材の含有率が20%と同じ場合、空洞量は粒子材の方が、ウィスカー材より多く存在する。
4. 空洞は、強化材形状にかかわらずマトリックスと強化材との界面に発生する。また、粒子材の空洞形状はほとんどが粒状なものであるのに対し、ウィスカー材の空洞は細長いものも多く観察された。

文献

- (1) T.G.Nieh, C.A.Henshall and J.Wadsworth: Scripta Metall., 18(1984), 1405.
- (2) J.Pilling: Scripta Metall., 13(1989), 1375.
- (3) M.Mabuchi and T.Imai: J. Mater. Sci. Letter, 9(1990), 761.
- (4) M.Mabuchi, K.Higashi, Y.Okada, S.Tanimura, T.Imai and K.Kubo: Scripta Metall. et Mater., 25(1991), 2003.
- (5) H.Iwasaki, M.Mabuchi and K.Higashi: Proceedings of the International Conference on Advanced Composite Materials, TMS(1993), 1093.
- (6) M.Mabuchi and K.Higashi: Materials Transactions, JIM, 35-6(1994), 399.
- (7) M.W.Mahoney and A.K.Ghosh: Metallurgical Transactions, 18A(1987), 653.
- (8) 牧島邦夫, 篠原靖史, 小森尚志: 計量形態学, 内田老鶴園, (1972), 167.