研究速報

Si₃N₄ 粒子/6061 Al 複合材料の超塑性変形中の空洞に及ぼす強化材体積含有率の影響岩崎 源^{☆1}, 宮下 順和^{☆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 Volume Fraction on Cavitation of Superplastic
Si₃N₄/Al-Mg-Si Composite**

Hajime Iwasaki^{☆1}, Yoshikazu Miyashita^{☆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

The Si₃N₄ particulate reinforced 6061Al(Al-Mg-Si) matrix composite, which included 20% or 30% volume fraction of reinforcement, denoted as the 20%Vf and the 30%Vf respectively, has been produced by powder metallurgical processing followed by hot extrusion at 773K with a reduction ratio of 100. The composites exhibited a typical superplastic behavior at a temperature of 848K for the 20%Vf and 823K for the 30%Vf, and a maximum elongation of 380% was obtained for the 20%Vf at a constant stress of 5MPa and 734% was obtained for the 30%Vf at a stress of 8MPa respectively. It has been clarified that these composites exhibited cavitation after a superplastic deformation. Cavity volume fractions exponentially increased with increasing strain in both composites. The cavity volume fraction of the 20%Vf specimen was less than that of the 30%Vf specimen at a strain up to 1.2. The maximum cavity volume fraction throughout the experiments was 2% at a strain of 1.5 for the 30%Vf specimen. SEM observation showed that cavities had always formed at interface between matrix and reinforcements, and the size of most cavities was less than 1μm. However, a few large cavities of more than 1μm in a mean diameter also appeared in both specimens in an early stage of straining. The larger cavities were grown rapidly and elongated parallel to the tensile axis with increasing strain which may cause the fracture.

KEY WORDS

Metal matrix composite, superplasticity, high strain rate, cavitation, 6061 Aluminum alloy.

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強化材が製造され、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ているが、一般にマトリックス単相材に比べ延性が低く、成形性に欠けることが難点である。しかし、この問題に対し、最近、高速超塑性を示す複合材料が開発され¹⁾、延性向上と高速変形の点から注目されている。しかし、この高速超塑性複合材料においても変形中に内部空洞の発生することが分かってきた²⁾。この内部空洞は、変形後の複合材料の強度を考えると重要な問題である。

そこで、本研究は高速超塑性を示す Si₃N₄/6061Al(Al-Mg-Si)合金複合材料の内部空洞に着目し、空洞発生状態を特に窒化けい素粒子の体積含有率の空洞問題に及ぼす影響に重点をおいて調べた。

2 実験方法

2.1 複合材料の製造方法

マトリックス用粉末に6061Al合金急冷凝固粉末(東洋アルミニウム社製、粒径20μm以下)を用い、強化材には、直径1μm以下の窒化けい素(Si₃N₄)粒子(宇都興産社製)を用いた。Fig.1に複合材料の製作過程のフローチャートを示す。強化材の体積含有率が20%、30%になるように、それぞれアルミニウム合金粉末と窒化けい素粒子を配合し、エチルアルコール中でできるだけ均一に混合した。次に、エチルアルコール溶媒を蒸発させ、その混合粉を真空雰囲気下、圧力390MPa、873Kで1.2ks間加圧焼結し、直径40mmのビレットを製作した。そして、このビレットを温度773Kのもとで押し出し比100で押し出した。

2.2 引張試験方法

押し出し材から平行部直径2.5mm、平行部長さ5mmの引張試験片を機械加工で作製した。定応力試験は応

Fig.1 Scheme of fabrication procedure for superplastic 6061Al composites reinforced with Si_3N_4 particulates.

力範囲を2MPa~12MPaとした。また試験温度は予備試験において最適温度として20% Vf材は848 K、30% Vf材は823 Kと確定し実験に用いた。いずれも引張方向は押出し方向に平行とした。

2.3 空洞体積率の測定

引張試験後の試験片平行部の空洞量を測定する方法として、液中秤量による密度測定法を用いた。変形後の試料の平行部の密度を ρ_1 、同じ熱履歴のみを受けた未変形試料の平行部の密度 ρ_0 を求めると、以下の式を用いて空洞体積率が求められる。

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

測定に用いた試料は、測定の前に試験片表面の酸化被膜を1500 #のエメリー紙で研磨除去した。試料の秤量には最小目盛り0.01 mgの精度をもつ電子天秤を用い、液体には蒸留水を用いた。

2.4 組織および空洞の観察

試料の組織観察には、光学顕微鏡および透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた。結晶粒径の測定はTEM観察により行なった。また空洞の観察には予め決めたひずみ量まで変形した試験片から引張軸を含む面を出し、鏡面研磨後、高分解能走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて行なった。同時に付属の画像処理装置により空洞サイズ分布を求めた。

3 実験結果および考察

3.1 複合材料の微細組織

Fig.2は熱間押出し後の複合材料の光学顕微鏡組織を20% Vf材及び30% Vf材について示す。どちらもマトリックス中の粒子はきわめて均一に分散していることがわかる。

Fig.3は複合材料のTEM組織を示す。Fig.3(a)が20% Vf材の場合で(b)が30% Vf材の場合である。どちらの材料とも強化材粒子は大体において結晶粒界に存在していることがわかる。これは、押出し過程で、粒子周囲が再結晶の核サイトとなり、また粒子が再結晶粒の成長の抑制場所になっていることを暗示している。多くの写真撮影を行ない求めた平均結晶粒径は2.5 μm 、2.1 μm であった。

3.2 複合材料の超塑性引張特性

Fig.4(a)は真応力とひずみ速度の関係を示す。20% Vf材は

Fig.2 Typical microstructures of the Si_3N_4 /6061Al composites (a) is the 20% volume fraction of reinforcement and (b) is the 30% volume fraction of reinforcement.

Fig.3 Transmission electron micrographs of Si_3N_4 /6061Al composites; (a) is the 20% volume fraction of reinforcement, and (b) is the 30% volume fraction of reinforcement.

Fig. 4 The variations in the stress (a) and elongation to failure (b) as a function of strain rate for the Si₃N₄/6061 Al composite (Vf=20%, 848K and Vf=30%, 823K).

848 Kについて、30 % Vf材は823 Kについて示す。Fig. 4 (a)から真応力とひずみ速度の傾き(ひずみ速度感受性指数: m 値)を求めると、両曲線ともひずみ速度が 10^{-1} s^{-1} から 1 s^{-1} の間で非常に大きく、この間の m 値はともに0.5以上となっている。またこの典型的な超塑性挙動を示す領域で伸びも大きく(Fig. 4b)、20 % Vf材では最大380 %、30 % Vf材では最大734 %がそれぞれ得られた。最大伸びの得られる応力およびそのときのひずみ速度は前者が応力5 MPa、ひずみ速度 $5.3 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 、後者が応力8 MPa、ひずみ速度 $9.2 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ であった。

以上の結果から本研究で用いた複合材料は20 % Vf材、30 % Vf材ともにひずみ速度が $0.1 \sim 1 \text{ s}^{-1}$ という高速で超塑性を示すことがわかる。さらに30 % Vf材の方が25 K低温であるにもかかわらず応力、ひずみ速度曲線は接近していることがわかる。このような高速変形を説明できる変形機構はまだ十分に解明されていないが、最近、高速超塑性材料の応力緩和機構に液相が関与しているという提案がなされている³⁾。この観点から検討すると、本研究で用いたSi₃N₄/6061 Al複合材料は、DSCの結果⁴⁾から820 K~830 Kの間に局部的に液相の出る温度があり、試験温度と比較すると両材とも液相の存在が考えられる。液相は種々の合金元素の偏析に伴う局所的融解によるものと思われるので、マトリックスと強化材粒子の界面や結晶粒界等の欠陥の多い場所に生じ易いと考えられる。それゆえに強化材含有率の増加は液相の発生場所の増加につながり、本実験のように30 % Vf材の低温で超塑性特性を示したものと推察される。

3.3 空洞体積率による空洞量の評価

空洞体積率の測定は、最も優れた超塑性変形特性を示す条件(最も大きい伸びが得られた条件)、即ち、20 % Vf材は応力5 MPa、温度848 K、30 % Vf材は応力8 MPa、温度823 Kで超塑性変形を与えた試験片平行部について行った。Fig. 5は空洞体積率と真ひずみとの関係を示す。両材とも空洞体積率は指数関数的に増加しており、

$$C_v = C_0 \exp(\eta \epsilon)$$

Fig. 5 The variation in the cavity volume fraction as a function of true strain for the 20%Vf and the 30%Vf.

Fig. 8 Distribution of cavity sizes for the Si₃N₄/6061 Al composites (Vf=20%, 5MPa, 848K, $\epsilon=0.16$ and Vf=30%, 8MPa, 823K, $\epsilon=0.2$).

の関係式で表される。ここで C_v は空洞体積率、 C_0 は定数、 η は空洞成長率、 ϵ はひずみである。Fig. 5における η は20 % Vf材、30 % Vf材で1.7および1.6で殆ど相違はない。ひずみが0.2付近での空洞体積率は両材とも約0.2 %ときわめて小さく、最大空洞体積率20 % Vf材の場合、ひずみ約1.2で約1.0 %、30 % Vf材の場合、ひずみ約1.5で約2.0 %まで増加する。しかし、この増加割合は一般の合金超塑性材料、例えば、7475 Al合金の $\eta=3.0$ ⁵⁾と比べると、著しく低い値であることがわかる。

3.4 SEMによる空洞の観察

Fig. 6およびFig. 7は、3段階のひずみにおいて観察された空洞のうち最も大きいものを20 % Vf材と30 % Vf材について示す。ひずみ約0.2では、粒子とマトリックスとの界面に形成された粒子径相当の空洞が多く見られる。これは粒子とマトリックスの界面が液相のできやすい場所であり、また同時に変形条件によっては空洞の発生しやすい場所ともなりうるためであると思われる。Fig. 8は画像処理装置により空洞サイズ分布を調べたものである。両材とも1.2 μm以下の空洞数は殆ど同じである。しかし、30 % Vf材のほうに2 μm程度の大きな空洞が存在することがわかる。この大きさの空洞は核

Fig.6 Cavity morphologies in the $\text{Si}_3\text{N}_4/6061\text{Al}$ composite for the 20% volume fraction of reinforcement pulled to strains of (a) 0.16 (b) 0.71 and (c) 1.12 at 848K.

Fig.7 Cavity morphologies in the $\text{Si}_3\text{N}_4/6061\text{Al}$ composite for the 30% volume fraction of reinforcement pulled to strains of (a) 0.2 (b) 0.78 and (c) 1.04 at 823K.

生成した空洞が合体してできたものと推察される。それゆえ、強化材粒子の多い30%Vf材の方が、空洞核サイトが多くなり、空洞の合体する確率が増すため大きい空洞の数が増えるものと思われる。さらに大きいひずみ0.7での空洞は、Fig.6およびFig.7に示すように20%Vf材では、直径15 μm 程度の丸いのに対し、30%Vf材では引張方向に伸ばされた40 μm 程度のもが見られるようになる。ひずみ1.0付近では、両材とも一段と引張方向に伸ばされた空洞を示す。引張方向長さは20%Vf材では40 μm 、30%材では70 μm であった。引張試験方向に伸ばされた10 μm 以上の大きい空洞は、マトリックスの塑性変形に伴って成長した空洞でいわゆる塑性支配による成長を示すものである。しかし、このように著しく成長した空洞の数は観察した平行部断面全体を通して20%Vf材で5個/ mm^2 、30%Vf材では7個/ mm^2 程度と少ない。しかし、今後この異常に成長する空洞の抑制が必要であり、発生条件の解明を現在行なっている。

4 結 言

1.20%Vf材、30%Vf材ともに空洞体積率はひずみの増加に伴って指数関数的に増加する。空洞体積率は20

%Vf材の方が実験範囲内で常に少し低い値を示したものの増加率は両材ともにほぼ同じ程度で、強化材含有率の空洞量に及ぼす影響は小さかった。

2.空洞は両材ともマトリックスと強化材との界面においてひずみ0.2ですでに多く発生し、発生直後のサイズは大体直径1 μm 以下であった。その後の成長は遅く、大多数の空洞は2 μm 以下であった。しかし、一部に塑性支配による10 μm をこえる大きい空洞が見られた。

文 献

- 1) T.G.Nieh, C.A.Henshal and J.Wadsworth: Scripta Metall.,18(1984)1405.
- 2) H.Iwasaki, M.Mabuchi and K.Higashi: Proc.Advanced Composites'93, ed.T.Chandra and A.D.Dhingra, TMS, (1993) 1093.
- 3) T.G.Nieh, J.Wadsworth, T.Imai: Scripta Metall. Mater., 26(1992)703.
- 4) M.Mabuchi, K.Higashi :Metall.Trans.,JIM.,35-6(1994) 399.
- 5) H.Iwasaki, M.Takeuchi, T.Mori, M.Mabuchi and K.Higashi: Scripta Metall. Mater., 31-3 (1994)255.