研究速報

粉末冶金法により作製したマグネシウム合金の機械的性質

岩崎 源^{☆1}, 柳瀬 希昭^{☆2}, 森 隆資^{☆1}, 馬淵 守^{☆3}, 東 健司^{☆4}

^{☆1} 姫路工業大学工学部材料工学科, 〒671-22 姫路市書写2167. ^{☆2} 姫路工業大学大学院,
〒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機械システム工学科, 〒593 堺市学園町1-1.

Mechanical Properties of Magnesium Alloys Produced
by Powder Metallurgy MethodHajime Iwasaki^{☆1}, Kisho Yanase^{☆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, Osaka Prefecture University, 1-1 Gakuen-cho, Sakai 593.

Received April 12, 1996

SYNOPSIS

In this work, ZK61 (Mg-6.0mass%Zn-0.7mass%Zr) and AZ91 (Mg-9.0mass%Al-0.7mass%Zn) Mg alloys were prepared by P/M method with fine alloy powders and the mechanical properties at room temperature and the superplastic properties at 573K for the P/M Mg alloys have been investigated comparing with those for ingot-metallurgy processed(I/M) ZK60 and AZ91 Mg alloys. The P/M Mg alloys exhibited higher strength and higher 0.2% proof stress at room temperature, than those for the I/M Mg alloys. The P/M Mg alloys showed superplastic behavior at 1-order higher strain rates than the I/M Mg alloys. It is likely that these excellent mechanical properties for the P/M Mg alloys are attributed to the very small grain sizes.

KEY WORDS : Rapid solidified Mg powder, Fine-grained structure, Superplasticity, Mg Alloys

1 緒言

マグネシウムは比重が約1.7と実用金属中最も小さいため、種々のマグネシウム合金が鑄造法および粉末冶金法で製造され、超軽量構造用材料として注目されている。最近資源の枯渇が問題となるなかで、マグネシウムは最も豊富に存在する資源の一つであり、次世代の構造用材料としての期待が大きい。金属材料の製造プロセスは粉末冶金法(P/M: Powder Metallurgy)と鑄造法(I/M: Ingot Metallurgy)に大別されるが、粉末冶金法により作製されたマグネシウム合金が優れた機械的性質を示すことから、粉末冶金法によるマグネシウム合金の開発が盛んに研究されている。例えば、Nussbaumら¹⁾やLahaieら²⁾は、粉末冶金マグネシウム合金が高い強度を示すことを報告している。

しかし、マグネシウムはHCP構造であるために、加工

性が悪く、さらに成形を付加することは困難である。このような難加工性材料の成形には、超塑性を利用することがひとつの有効な方法であると考えられる。粉末冶金法では微細結晶粒組織が得られ易いため、粉末冶金マグネシウム合金は優れた超塑性を示すことが期待される。特に、超塑性が発現するひずみ速度領域は、結晶粒径の低下とともに増加する傾向がある³⁾ので、粉末冶金マグネシウム合金は高速超塑性を示すことが期待できる。

このように粉末冶金法は、優れた機械的性質を示すマグネシウム合金のプロセスとして優れた製造方法であると考えられる。そこで本研究では、平均2.0μmの微細な粉末を用いてZK61およびAZ91マグネシウム合金を作製し、これら粉末冶金材の室温特性および超塑性特性を調べ、鑄造材と比較した。

2 試料および実験方法

本研究では、PSI社製のZK61(Mg-6.0mass%Zn-0.7mass%Zr)およびAZ91(Mg-9.0mass%Al-0.7mass%Zn)マグネシウム合金粉末を用いて、粉末冶金法により供試材を作製した。ZK61マグネシウム合金粉末をFig.1に示す。粉末は球状であり、そのサイズは1~10 μ m(平均2.0 μ m)と微細粒子であった。AZ91マグネシウム合金粉末も、ZK61マグネシウム合金粉末とほぼ同様の形状であった。これらの粉末をそれぞれAZ31管に入れ脱気を行った後、ホットプレス機を用いて温度523K、応力約500MPaの条件で900s間加圧焼結し、直径40mmのピレットを作成した。このピレットを、温度553K、押出し比100の条件で熱間押出しを行い、直径4mmの丸棒を得た。以後、この方法により作製した供試材をP/M ZK61およびP/M AZ91と称する。押出し後のP/M ZK61の組織写真をFig.2に示す。平均結晶粒径は0.6 μ mと微細であった。またP/M AZ91の平均結晶粒径も0.5 μ mと微細であった。本研究では、さらに鑄造法で作製したZK60(Mg-6.0mass%Zn-0.3mass%Zr)およびAZ91マグネシウム合金についても、P/M材と同じ条件で熱間押出しを行い、

Fig.1 ZK61 magnesium alloy powder prepared by gas atomization.

Fig.2 A transmission electron micrograph of the extruded P/M ZK61 magnesium alloy.

比較材として用いた。以後、この方法により作製した供試材をI/M ZK60およびI/M AZ91と呼ぶ。押出し後のI/M ZK60およびI/M AZ91の結晶粒径は、それぞれ1.2 μ mと1.4 μ mであった。

上記方法で作製されたP/MおよびI/Mマグネシウム合金の室温の機械的性質、および573Kでの超塑性特性を引張試験により調べた。室温引張試験の場合平行部長さ12mm、平行部直径2.5mmの丸棒試験片、高温引張試験の場合平行部長さ5mm、平行部直径2.5mmの丸棒試験片を用いた。高温引張試験は、温度573K一定で、ひずみ速度 10^{-5} ~ 10^{-1} s⁻¹の範囲で定ひずみ速度引張試験を行なった。流動応力とひずみ速度との関係を求めるにあたり、真ひずみ0.1における真応力を用いた。なお、いずれの試験片も引張方向は押出し方向と平行であった。

3 実験結果および考察

3.1 室温引張特性

Table.1に各マグネシウム合金の室温引張試験結果を示す。この表にはAZ91マグネシウム合金のインゴット(as-ingot)材とさらにそのT6熱処理(ingot(T6))材の室温引張特性も付記した。AZ91マグネシウム合金の場合、P/M材はI/M材、インゴット材およびインゴットT6処理材に比べ、引張強さはそれぞれ1.3倍、3.3倍、1.8倍、また0.2%耐力はそれぞれ1.5倍、5.2倍、3.5倍の高い値を示した。ZKマグネシウム合金の場合についても同様、P/M材は、I/M材より高い引張強さおよび0.2%耐力を示した。このように、P/M材はI/M材に比べいずれの合金系においても高い強度を示した。

Table 1 The mechanical properties at room temperature of P/M AZ91 and ZK61 Mg alloy compered with I/M AZ91 and ZK60 Mg alloy.

	UTS (MPa)	0.2% Proof Stress (MPa)	Elongation (%)
P/M AZ91	432	376	6.0
I/M AZ91	341	244	12.9
I/M AZ91(ingot)	131	72	1-3
I/M AZ91(ingot +T6)	235	108	3
P/M ZK61	400	383	7.3
I/M ZK60	371	288	18.3

Nussbaum ら¹⁾は、P/M AZ91マグネシウム材が高い室温強度を有することを示し、その高強度が微細な結晶粒組織に起因することを示した。降伏応力に及ぼす結晶粒微細化の効果は、次式のHall-Petchの式により表わされる。

$$\sigma_Y = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \quad (1)$$

ここで、 σ_Y は降伏応力、 σ_0 は粒内でのすべり抵抗、Kは定数、dは結晶粒径である。Fig.3にNussbaumの結果と

ともに、本研究におけるマグネシウム合金の結晶粒径と0.2%耐力の関係を示す。この図からAZ91およびZK60いずれの合金においてもI/M材からP/M材への降伏応力の増加は、Nussbaumの結果とほぼ等しい勾配を持つことがわかる。このことから、P/M材で得られたI/M材より高い強度は、種々の組織因子が異なる中で、結晶粒径に依存したものと考えられる。

Armstrongら⁴⁾は、テイラー理論を発展させ、ホールペッチの式における定数Kとテイラー定数の間には以下の関係があることを示した。

$$K \propto M^2 \quad (2)$$

ここで、Mはテイラー定数である。式(2)におけるテイラー定数Mは、材料の結晶構造に依存する⁴⁾。すなわち、アルミニウムなどのFCC金属では、すべり面の数が比較的多いためテイラー定数は2.2と比較的小さい。一方、マグネシウムなどのHCP金属では、すべり面の数が少ないのでテイラー定数は6.5と大きい。したがって、式(2)から示唆されるように、HCP金属ではホールペッチの式における定数Kが大きくなり、強度は結晶粒径に強く依存する。以上のことより、P/Mマグネシウム合金の高強度は結晶粒組織の微細化が大きく関与していると考えられる。

Fig.3 Hall-Petch relationship between 0.2% proof stress and grain size for Nussbaum's RS AZ91 and Mgnesium alloys in this work.

3.2 超塑性引張特性

Fig.4にP/M ZK61とI/M ZK60のひずみ速度と流動応力(上図)および破断伸び(下図)との関係を、Fig.5にP/MおよびI/M AZ91のひずみ速度と流動応力(上図)および破断伸び(下図)との関係を示す。一般に、高温での流動応力とひずみ速度の関係は式(3)で表すことができる。

$$\sigma = A\dot{\epsilon}^m \quad (3)$$

Fig.4 The variation in flow stress (top) and elongation to failure (bottom) as a function of strain rate at 573K for P/M ZK61 and I/M ZK60.

Fig.5 The variation in flow stress (top) and elongation to failure (bottom) as a function of strain rate at 573K for P/M and I/M AZ91.

ここで、 m はひずみ速度感受性指数、 A は組織および温度依存性を含んだ定数である。超塑性変形における m 値は、0.3以上の高い値を示すことが知られている⁵⁾。I/M ZK60マグネシウム合金の場合、 $10^{-3} \sim 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度領域で m 値は約0.5となり、 $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で730%の最大伸びが得られた。一方、P/M ZK61では、 $10^{-1} \sim 10 \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度領域で m 値は約0.4となり、 10^{-1} s^{-1}

のひずみ速度で430%の最大伸びが得られた。また、I/M AZ91では高い m 値(~ 0.5)が得られたひずみ速度領域が $1.5 \times 10^{-5} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ であったのに対し、P/M AZ91はより速いひずみ速度領域($10^{-3} \sim 10^{-1} \text{ s}^{-1}$)で高い m 値(~ 0.4)が得られた。P/M材の破断伸びはZK61およびAZ91合金ともにI/M材より僅かに低い値になる傾向にある。これにはP/M材の m 値が僅かに低いことと、P/M材中の酸化物の影響が考えられる。このうち酸化物の影響はFig.3で示したようにI/M材、P/M材ともにほぼ同じ K 値を示すことから、強度に及ぼす酸化物の影響の程度は小さいと考えられる。それゆえに、破断伸びへの影響も小さいと考えられる。P/M材がI/M材に比べ速いひずみ速度で超塑性挙動を示す理由を以下に考察する。一般に、超塑性が発現するひずみ速度と結晶粒径の関係は式(4)で与えられる³⁾。

$$\dot{\epsilon} \propto d^{-P} \quad (4)$$

式(4)から示唆されるように、結晶粒をより微細にすることにより、超塑性が発現するひずみ速度は速くなる。Fig.6は、結晶粒径の逆数と最大伸びが得られたひずみ速度の関係を示す。なお、この図に示した結晶粒径は、いずれも573Kで30分間焼鈍後、測定した値である。図中に、実用の超塑性7475アルミニウム合金⁶⁾と5083アルミニウム合金⁷⁾のデータも付記し比較した。この図から、粉末冶金法により作製されたマグネシウム合金で得られた高速超塑性は、結晶粒組織の微細化に起因することがわかる。

Fig.7に、温度573K、ひずみ速度 10^{-1} s^{-1} におけるP/M ZK61の試験片外観を示す。この図から超塑性変形特有の均一伸びが認められる。

7475アルミニウム合金⁶⁾など多くの超塑性金属材料は、本研究におけるI/M材同様、 $10^{-5} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の比較的遅いひずみ速度領域で超塑性変形を示すため、超塑性変形の工業的利用の上から改善が必要とされている。これに対し本研究で示したように、P/Mマグネシウム合金は $10^{-2} \sim 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ の速いひずみ速度領域で超塑性(大きな伸び)を示すことから工業的に実用化が期待できる。

4 まとめ

P/M法により作成したAZ91およびZK61マグネシウム合金について室温引張特性および超塑性特性を調べ、I/M法で作製したそれぞれのマグネシウム合金と比較し、次のような結果を得た。

- (1) 室温において、P/M材はI/M材よりも高い引張強さおよび0.2%耐力を示した。
- (2) P/M材はI/M材に比べて速いひずみ速度領域で超塑性挙動を示した。
- (3) P/M材におけるこのような優れた機械的性質は、微細結晶粒組織に起因すると考えられる。

Fig.6 The variation in the superplastic strain rate as a function of the inverse of the grain size for magnesium alloys and aluminium alloys.

Fig.7 Fractured specimen of the P/M ZK61 magnesium alloy deformed at 573K at a strain rate of $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.

文献

- 1) G.Nussbaum, P.Sainfort, G.Regazzoni and H.Gjestland, Scripta Metall., 23 (1989), 1079.
- 2) D.Lahaie, J.D.Embury, M.M.Chadwick and G.T.Gray, Scripta Metall mater., 27 (1992), 139.
- 3) K.Higashi, Mater.Sci.Forum, 170-172 (1994), 131.
- 4) R.Armstrong, I.Codd, R.M.Douthwaite and N.J.Petch, Philos.Mag., 7 (1962), 45.
- 5) D.H.Avery and W.A.Backofen, Trans ASM, 58 (1965), 551.
- 6) 岩崎源, 入江佳洋, 速水哲博, 東健司, 伊藤太一郎: 軽金属, 33 (1989), 798.
- 7) 岩崎源, 正木泰幸, 森隆資, 東健司, 谷村眞治, 小松原俊雄, 速水哲博: 材料, 41 (1993), 1623.
- 8) T.G.Langdon, Mater. Sci. Eng., A174 (1994), 225.