反応焼結および熱間圧延により成形した Al-Al₂O₃-TiB₂ 系複合材料の機械的性質

Mechanical Properties of Al-Al₂O₃-TiB₂ Composite Processed by Reactive Sintering and Hot-Rolling

○学 林 徹(山形大院) 正 菊地 新一(山形大)

陳 中春(東北大) 正 武田 武信(山形大)

Tohru HAYASHI: Graduate School of Yamagata university, 4-3-16 Jonan, Yonezawa, Yamagata 992-8510

Shin-ichi KIKUCHI: Yamagata University Zhongchun CHEN: Tohoku University

Takenobu TAKEDA: Yamagata University

1. 緒 言

Al 基セラミックス粒子強化複合材料は、軽量で高比強度を備え、優れた耐摩耗性も有するので、輸送機器の構造用材料として極めて有用な材料である¹⁾。

従来、Al 基セラミックス粒子強化複合材料の製造法として、粉末冶金法や鋳造法などが開発されてきた。しかし、これらの方法では、原料粉末のサイズより小さい強化粒子を作製することや、偏析を生じやすい、強化粒子の体積率を上げることが難しいなどの問題がある。近年、2 種類以上の原料粉末を混合し、化学反応と焼結を同時に進行させ、Al 内部にセラミックス強化粒子を in-situ 生成させる反応焼結法により、Al 基複合材料の作製が行われている^{2,3)}。このプロセスによって in-situ 生成されたセラミックス強化粒子は、Al マトリックス中に均一に分散し、微細であり、熱力学的にも安定であるので、複合材料の機械的性質の向上に寄与すると思われる。

そこで本研究では、反応焼結温度を 1000℃として、強化粒子の体積率が 20vol%の Al 基複合材料を成形し、熱間圧延における成形パラメータ(圧延温度、パス回数、圧下率)が、Al 基複合材料の機械的性質へ与える影響を調べた。

2. 実験方法

純アルミニウム粉末(純度 99.7%, 粒径 45μm)、二酸化チタン粉末(純度 99.9%, 粒径 0.5μm)、ホウ素粉末(純度 99.0%, 粒径 31μm)の原料粉末を反応焼結後の強化粒子の体積率が 20vol%となるように秤量し、ボールミルにより 24 時間湿式混合した。混合後のスラリー状の混合液を空気炉にて 90℃で 24 時間乾燥した。この混合粉末を 200MPa で 30 秒間圧縮して圧粉体(φ30, h=8.5mm)を作製した。作製した圧粉体を真空加熱炉(真空度 1.5×10⁻³Pa)により、450℃で 2 時間脱気した後、昇温速度 10℃/min で昇温し、1000℃で 10 分間反応焼結を行った。反応焼結における理論反応式は次式のように表される。

焼結体を旋盤で φ30mm に切削し、耐水研磨紙で上下面を平らに整え、拘束治具にセットする。真空中(真空度 2.7×10⁻¹Pa)で、560℃まで 10℃/min で昇温し 10 分間保持した後、97MPa(約 7ton)で 20 分間熱間圧縮を行った。

Fig.1 Geometry of tensile specimen

Fig.2 Relative density and Vickers hardness of sample.

圧縮体を耐水研磨紙にて厚さを 6mm に整え、2 段ロールの圧延機(ロール径 200mm, ロール幅 200mm で潤滑材 L-BN を吹きかけ、周速 10m/min で圧延)により、圧延温度 450, 420, 380, 350℃で最終圧下率 50.0%(厚さ 3mm), 66.7%(厚さ 2mm), 83.3%(厚さ 1mm)となるようにパス 1 回の圧下率を 10%前後として圧延した。圧延温度 450, 420, 380℃の圧延回数は圧下率 50.0%のときパス回数を 6 回, 66.7%のとき 9 回, 83.3%のとき 14 回とした。また、圧延温度 350℃の圧延回数は、それぞれ 8 回, 12 回, 18 回とした。圧延温度 350℃の時にパス回数を多くしたのは、他の温度と同じパス回数で行った時、割れが生じたためである。

熱間圧延した板状素形材から Fig.1 のような厚さ 1mm, 2mm, 3mm の引張試験片を作製しオートグラフを用いて引張試験を行った。

3. 実験結果および考察

以下に示す機械的性質の結果については、試験片厚さ 1mm(圧化率 83.3%)の引張試験の結果である。

3.1 相対密度および硬さ

Fig.2 より熱間圧縮、熱間圧延を行う度に硬さは増加した。相対密度は、焼結体から圧縮体で約 20%上がっている。熱間圧縮

を施すことで空隙を減らし緻密化できたことがわかる。また圧縮体から圧延体で、0.1%下がっている。これは、圧延材の相対密度は外形が複雑なためアルキメデス法から求めたが、焼結体と圧縮体の相対密度は体積と質量から求めたため測定誤差が生じたと考えられる。

3.2 機械的性質

Fig.3, Fig.4 より 0.2%耐力, 引張強さはほぼ一定であるが圧延温度の低下に伴い、やや増加する傾向が見られた。しかし、圧延温度 350℃の時では、0.2%耐力および引張強さは大きく低下した。これは、熱間圧延時に、1回のパスの圧下率を小さくしパス回数を多くしたため、加熱時間が長くなり加工軟化したものと考えられる。全試料の平均値を調べると、引張強さは約 250MPa, 0.2%耐力は約 210MPa で、降伏比(=耐力/引張強さ)は 0.84 となった。

伸びは、450℃から 380℃の間では、圧延温度の低下に伴い、減少する傾向が見られた。しかし、圧延温度 350℃では加熱時間が長く、加工軟化したため、伸びが増加したものと考えられる。また、平均の伸びは約 3.5%となり、引張靱性値を伸び×(耐力+引張強さ)/2 とし近似計算すると 8.05 Nmm/mm³ となる。本研究で作製した Al マトリックスに対応する A1070PH16(引張強さ 120MPa, 耐力 75MPa, 伸び 3%, 引張靱性値 2.93 Nmm/mm³)⁴⁾ と比較すると、引張強さは約 2 倍、0.2%耐力は約 3 倍、引張靱性値は約 2.7 倍と高い値が得られた。

ヤング率は約 81GPa で Al マトリックスより高くなった。また、圧延温度を変化してもヤング率はほぼ一定であった。

3.3 引張試験後の破面観察

Fig.5 よりすべての圧延温度での引張破断面には、延性破壊の特徴的破面である、ディンプルが多数確認できた。第 2 相粒子と母相との界面の剥離やそれら自身の割れにより、微小空洞が形成され、それが成長・合体し破壊に至ったと考えられる。

4. 結言

- (1). 熱間圧縮、熱間圧延を行う度に硬さが増加し、最終的な硬さは平均で Hv=84.3 となった。また、熱間圧縮後の相対密度が 98.5%と高く、空隙を減らし、緻密化することができた。熱間圧延では相対密度にほとんど変化はなかった。
- (2). 450℃から 380℃の間では、圧延温度の低下に伴い、0.2%耐力および引張強さはやや増加し、伸びは減少した。圧延温度 350℃では、1回のパスの圧下率を小さくし、パス回数を多くしたため、加熱時間が長くなり加工軟化し 0.2%耐力および引張強さは低下して伸びは増加した。
- (3). ヤング率は約 81GPa となり Al マトリックスより高く、圧延温度の変化に関わらずほぼ一定の値となった。
- (4). 今回作製した Al 基複合材料の 0.2%耐力は、約 210MPa, 引張強さは約 250MPa, 伸びは約 3~4%で平均の引張靱性値は 8.05Nmm/mm³ であった。

Fig.3 0.2% proof stress and tensile strength as a function of hot-rolling temperature.

Fig.4 Young's modulus and elongation as a function of hot-rolling temperature.

Fig.5 SEM micrographs of fracture surfaces of tensile specimens; (a) hot-rolling temperature 350°C, (b) 380°C, (c) 420°C, (d) 450°C

5. 参考文献

- 1) 森本 啓之, 野村 正裕, 芦田 喜郎, 日本機械学会誌, 59-4(1995), 429.
- 2) 長 隆郎, まてりあ, 35-4(1996), 365.
- 3) 渋谷 和久, まてりあ, 35-6(1996), 617.
- 4) 日本規格協会編, JIS ハンドブック 非鉄(JISH4000), (2005), 652.