

Al-Si系粉末合金の超塑性

石原知，近藤幹夫，伊東一彦

Superplasticity of Al-Si P/M Alloys

Satoru Ishihara, Mikio Kondoh, Kazuhiko Itoh

要 旨

Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg-(0 ~ 6)Fe-(0 ~ 2)Mm (Mm : ミッシュメタル) 急冷凝固粉末合金を熱間押出法で作製し，高温引張特性と変形挙動における，(i) 引張試験温度の影響，(ii) Si粒径の影響，(iii) Fe添加量の影響，および，(iv) Mm添加の影響について検討した。Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg合金は，500 °Cにおいて， 10^{-2}s^{-1} の歪速度で超塑性が発現した。520 °Cでは1桁高い 10^{-1}s^{-1} の歪速度で発現した。Si粒径が小さくなるほど，超塑性による破断伸びは向上し

たが，超塑性が発現する歪速度は変わらなかった。Fe添加量が多くなるにしたがい，マトリックスの平均結晶粒径は微細になり，超塑性発現の歪速度は高くなった。しかし，破断伸びの最大値は低下した。ミッシュメタルの添加は，微細な化合物相の均一な析出によって結晶粒の粗大化を抑制し，超塑性が 10^0s^{-1} の歪速度で得られた。Al-Si系粉末合金の超塑性伸びは，分散する粒子の大きさに影響されると一般的にまとめられる。

Abstract

Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg-(0 ~ 6)Fe-(0 ~ 2)Mm (Mm : misch metal) rapidly solidified powder metallurgy (RSP) alloys were prepared by the hot extrusion method. Effects of the testing temperature, the Si particle size, the Fe content and the misch-metal addition on the high temperature tensile property and deformation behavior of these alloys were investigated. In Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg alloys, the superplastic behavior was observed at 500 °C with an initial strain rate of 10^{-2}s^{-1} . At 520 °C, superplasticity was obtained at an initial strain rate 10^{-1}s^{-1} which is higher than the case at 500 °C. The tensile elongation by superplasticity increased with

decreasing Si particle size, but superplasticity was obtained at the same strain rate. With increasing Fe content, the average matrix grain size decreased and the superplastic strain rate increased, but the maximum tensile elongation decreased. The misch-metal addition has a significant effect of retardation coarsening of matrix grains by homogeneous precipitation particles, and superplasticity was obtained at a high strain rate of 10^0s^{-1} . It is concluded that the superplastic elongation of Al-Si RSP alloys is affected by the size of dispersing particulates.

キーワード

超塑性変形，Al-Si系粉末合金，結晶粒界すべり，歪速度依存性，結晶粒径，ミッシュメタル，液相

1. はじめに

急冷凝固アルミニウム粉末合金は、溶製材と比べて組織微細化が容易であり、合金組成の自由度が大きいなどの特長があり、多くの合金系が開発されている¹⁾。その中でも、Al-Si系粉末合金は、高強度、低熱膨張、高耐摩耗性などの特長を活かして、機械部品などに実用化されている²⁻⁵⁾。

また、アルミニウム粉末合金の特徴の一つとして、“高速超塑性”が最近話題となっている。超塑性とは、多結晶材料の引張変形において、局部収縮を生ずることなく数百%以上の巨大な伸びを示す現象であり⁶⁾、比較的低い応力で大きな延性が得られることから、材料加工技術への応用が期待されている⁷⁾。

しかしながら、従来、溶製材のアルミニウム合金において報告されている超塑性の発現する歪速度は $10^{-4} \sim 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 程度と、実用的な加工速度と比べて桁違いに低かった。これに対し、急冷凝固粉末合金やメカニカルアロイング粉末合金では、溶製材より結晶粒が微細になり、一部の合金組成で $10^{-2} \sim 10^2 \text{ s}^{-1}$ 程度と、実用的な加工速度での超塑性発現(高速超塑性)が報告されている^{8,9)}。

Al-Si系合金は、アルミニウム粉末合金の中で最も実用的な合金系であるにもかかわらず、その超塑性に関する研究は少なく¹⁰⁾、高速超塑性の報告は見当たらない。Siが多量に添加されたAl-Si系粉末合金は、基本的にマトリックス中に硬いSi相が分布した組織を持っており、塑性加工性に乏しい。したがって、Al-Si系粉末合金において高速超塑性が得られれば、工業的な意義は大きい。

一般に、超塑性の発現する歪速度は材料の結晶粒径に依存することが知られている⁶⁾。一方、破断伸びに対しては種々の要因が影響しており、系統的には必ずしも明らかにされていない。Al-Si系粉末合金は、これまでに高速超塑性が報告されている他のアルミニウム粉末合金と異なり、準単相組織ではなく、マトリックス中に硬いSi相が分布した二相組織である。したがって、Al-Si系粉末合金の超塑性に及ぼす組織的要因を解明するために

は、従来報告されている準単相組織型超塑性アルミニウム合金とは異なる組織的要因の検討が必要である。とくに、Si相の形態は超塑性に影響を及ぼす最も大きな組織的要因と予想される。

また、Al-Si系粉末合金には、機械的性質などの向上のためにFeなどの第3成分が添加される場合が多いが、超塑性挙動に及ぼす合金組成の影響はほとんど明らかにされていない。

本研究では、急冷凝固Al-Si系粉末合金において、超塑性に及ぼす金属組織学的要因を明らかにすること、および、超塑性発現歪速度を高めることを目的とし、(i) 引張試験温度の影響、(ii) Si粒径の影響、(iii) Fe添加量の影響、および、(iv) ミッシュメタル(Mm)添加の影響について検討した。

2. 実験方法

2.1 試料作製

Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg (mass%) 合金を基本組成合金とし(以下、基本組成合金と称する)、これに2%、4%、6%のFeを加えた組成、2%のMmを加えた組成、およびFeとMmをそれぞれ2%ずつ加えた組成の粉末合金を作製した。以下これらは、6Fe合金、2Fe-2Mm合金などのように略記する。

各組成の合金粉末をエアアトマイズ法で作製した。44 μm 以下にふるい分けた粉末を圧粉し、450 で熱間押出(押出比12.7)を行い、さらに400 で熱間スエージ加工を施して素材とした。

基本組成合金においては、Si粒径を変えるために、Fig. 1に示す条件で4種類の素材を作製した。基本組成以外の合金素材は、素材Aと同じ条件で作製した。

Alloy	Preparation condition
A	Atomized powder ┌ $\sim 44\mu\text{m}$ $\longrightarrow$ Hot extrusion $\longrightarrow$ Hot swaging
B	└ $44 \sim 145\mu\text{m}$ $\longrightarrow$ Hot extrusion $\longrightarrow$ Hot swaging
C	└ $\longrightarrow$ Heat treatment 753K, 3.6ks $\longrightarrow$ Hot swaging
D	└ $\longrightarrow$ Heat treatment 753K, 173ks $\longrightarrow$ Hot swaging

Fig. 1 Preparation conditions of Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg P/M alloys.

2.2 組織観察

各素材の断面を鏡面研磨し、化学腐食を施して光学顕微鏡により観察した。化学腐食には0.2%弗酸水溶液を用いた。また、各合金素材に生じた化合物相をX線回折により同定した。

透過電子顕微鏡観察用試料は、押出方向と平行に素材から切り出し、50 μ mの厚さまで機械的に研磨した後、イオンミリングにより作製した。

Si粒径およびマトリックスの結晶粒径を画像解析により求めた。Si粒径は光学顕微鏡観察に用いた試料を走査電顕で観察し、その組織写真からSi相を透明フィルムに写し取り、また、マトリックスの結晶粒径はTEM組織写真から結晶粒界を写し取り、それぞれ画像解析装置を用いて、円相当径を求め、その1.74倍の値を平均粒径として評価した^{11, 12)}。

2.3 高温引張試験

油圧制御式材料試験機を用い、種々の試験温度および歪速度で定速引張試験を行った。平行部長さ5mm、直径 ϕ 4mmの形状に機械加工した丸棒引張試験片を用いた。電気抵抗加熱炉を用いて試験温度に昇温後、900s間保持してから引張試験を開始した。

引張試験で得られた破面の形態を走査電子顕微鏡により観察した。一部の試料については、引張試験後の断面組織を透過電顕または走査電顕で観察した。

3. 結果と考察

3.1 引張試験温度の影響¹³⁾

3.1.1 組織

光学顕微鏡で観察した基本組成合金素材の断面組織をFig. 2に示す。粉末合金の組織は、丸みを帯びた形状のSiが多数、ほぼ均一に分布していた。また、透過電子顕微鏡により暗視野で観察したマトリックス部分の組織をFig. 3-a)に示す。マトリックスの結晶粒形状は、ほぼ等軸粒であった。

3.1.2 破断伸びに及ぼす温度と歪速度の影響

引張試験前後の標点間距離の変化率を破断伸びとし、破断伸びに及ぼす試験温度と初期歪速度の影響をFig. 4に示す。400～500において、破断伸びは試験温度が高いほど大きくなった。この温

度範囲では、試験温度が高くなるほど歪速度の影響が大きく、500の場合、 10^{-2}s^{-1} 付近で破断伸びは著しく大きくなった。このように限られた歪速度で破断伸びが著しく大きくなることは、超塑性変形の特徴である。

試験温度を520とした場合には、500の場合より1桁高い 10^{-1}s^{-1} で破断伸びは最大となった。さらに、540とした場合には、いずれの歪速度においても破断伸びは急激に低下した。

3.1.3 変形応力に及ぼす温度と歪速度の影響

各試料の引張試験における真応力 - 真歪曲線から求めた真歪0.1における真応力を変形応力値として試験温度および歪速度の影響をFig. 5に示す。変形応力値は試験温度が高いほど小さくなった。また、各試験温度においては、歪速度が高いほど変形応力値は高くなった。

超塑性を含め、高温における拡散支配の定常変形では、応力 σ と歪速度 $\dot{\epsilon}$ の関係は、一般に次式で記述できる¹⁶⁾。

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 K と m は定数であり、 m は歪速度感受性指数と称されている。 m 値は、式(1)から

$$m = d \log \sigma / d \log \dot{\epsilon} \quad \dots\dots\dots (2)$$

となり、Fig. 5に示された曲線における接線の傾きに相当する。

各試験温度における歪速度依存指数 m の最大値は、0.21 (400) , 0.28 (450) , 0.48 (500) ,

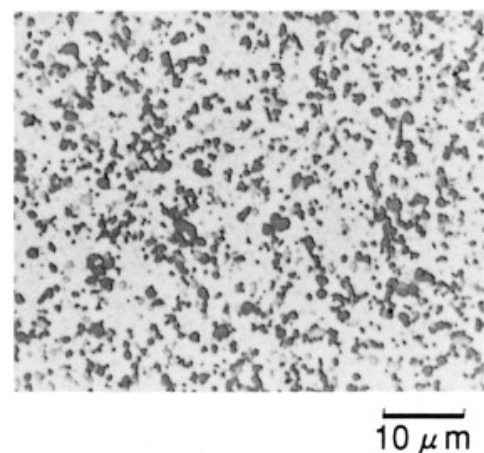


Fig. 2 Optical micrograph of Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg P/M alloy (alloy A).

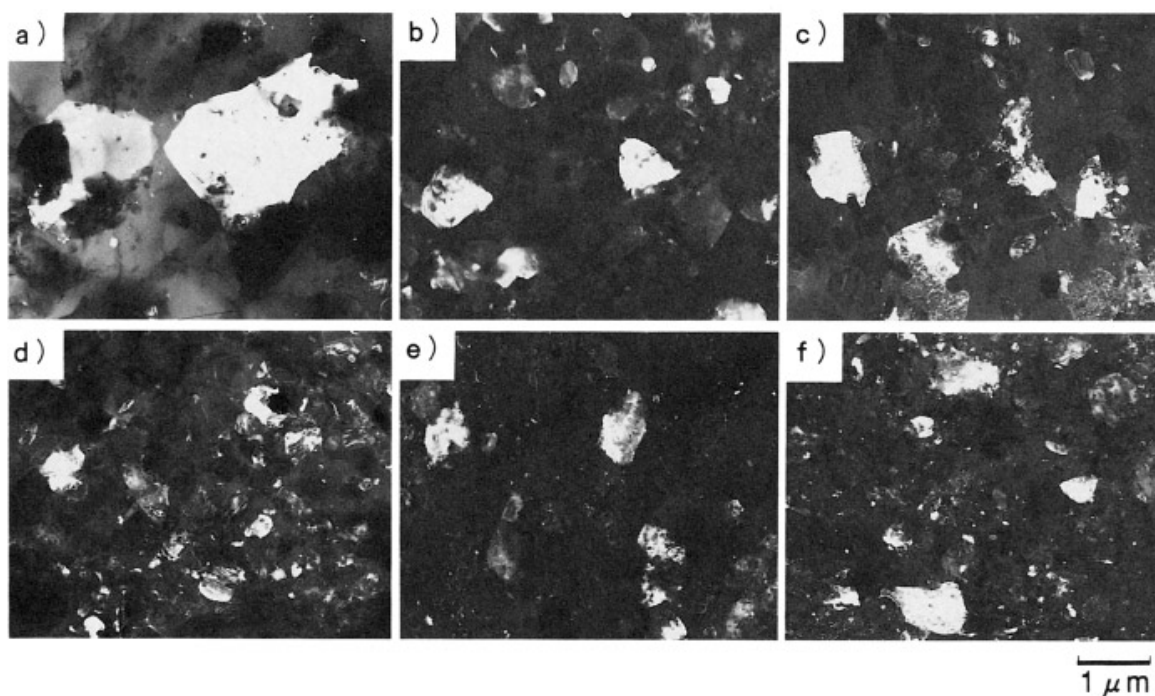


Fig. 3 TEM micrographs of P/M alloys, a) Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg, b) Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg-2Fe, c) Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg-4Fe, d) Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg-6Fe, e) Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg-2Mn, f) Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg-2Fe-2Mn.

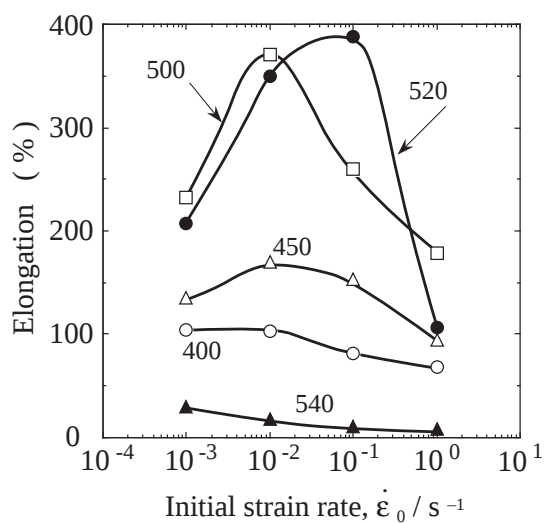


Fig. 4 Effect of the testing temperature on elongation as a function of the initial strain rate for Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg P/M alloy.

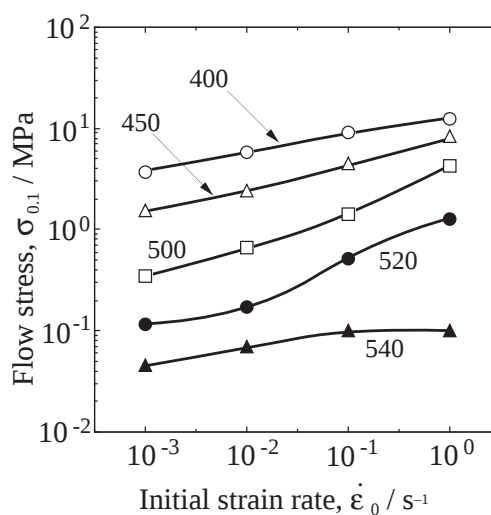


Fig. 5 Effect of the testing temperature on flow stress as a function of the initial strain rate for Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg P/M alloy.

0.48 (520)と、400～500 の温度範囲では、試験温度が高くなるほど大きくなった。

一般に、変形が超塑性による場合には、歪速度感受性指数 m 値は破断伸びの向上に対応した歪速度で大きくなり、 $0.3 < m < 1.0$ となることが経験的に知られている⁶⁾。したがって、試験温度500 および520 において著しく大きな破断伸びが得られたのは、超塑性が発現していたためと判断される。

3.1.4 高温引張試験後の破面

試験温度を500 および520 とした場合の破面を、Fig. 6に示す。これらには、明瞭な破壊の起点は認められなかった。また、大きな破断伸びが得

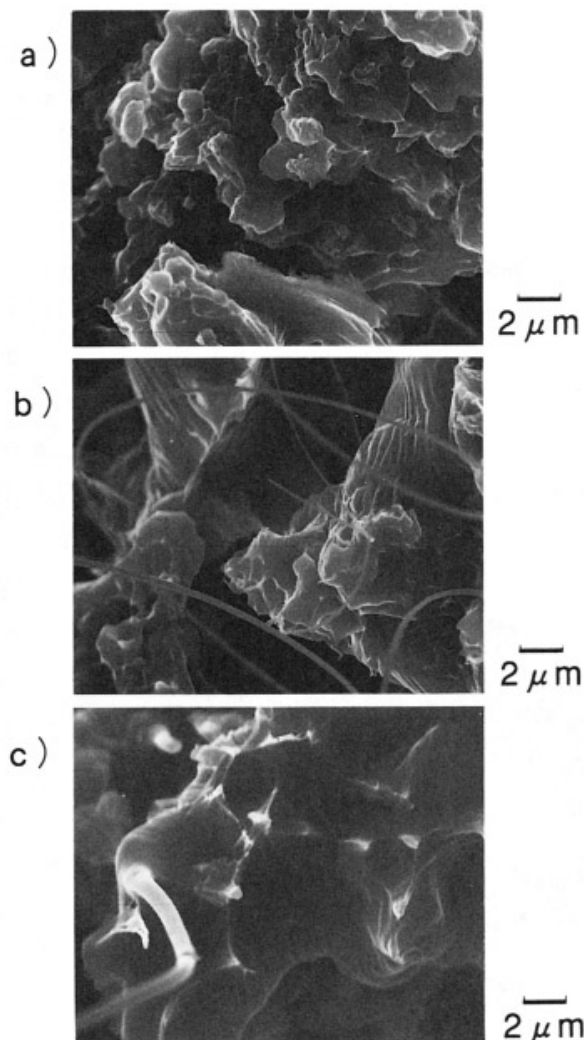


Fig. 6 SEM fractographs of Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg P/M alloy after tensile tests at a) 500 and b), c) 520 .

られているにもかかわらず、デインプルパターンはあまり認められず、細かい空隙が多く生じる、超塑性特有の粒界破断となっていた。

試験温度を520 とした場合の破面 (Fig. 6-b) では、500 の場合 (Fig. 6-a) と同様の特征に加えて、直径 $0.2\mu\text{m}$ 程度の太さのフィラメントが多数観察された。このようなフィラメントは、液相が生じる温度で試験された金属基複合材料における超塑性変形の場合にも報告されている¹⁷⁾。また、同一試料の別の視野 (Fig. 6-c) に認められるように、フィラメントは主に結晶粒界またはその三重点に相当するところから伸張していた。フィラメントおよび結晶粒内の組成をEDXにより分析した結果、フィラメントには粒内と比べてSiが5倍以上に濃化していた。状態図によれば、Cuを4.5%、Mgを0.5%含む場合、Siが多くなると固相線温度が低下し、Siの固溶限以上では520 においても液相が生じる。破面におけるフィラメントは、結晶粒界またはその三重点にSiが偏析し、固相線温度が低下することによって微量の液相が生じ、それが破断の際に瞬間的に伸張されることにより生成したものと推察される。

3.1.5 高温引張試験後の組織

高温引張試験後、破面から約5mmほど内部のマトリックス組織を透過電子顕微鏡で観察した結果をFig. 7およびFig. 8に示す。試験温度を500 , 歪速度を 10^{-2}s^{-1} とした場合 (Fig. 7), 大きな伸びの後にもかかわらず、ほぼ等軸粒形状の結晶粒が多

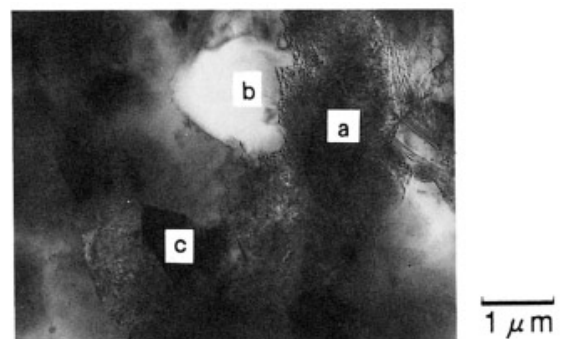


Fig. 7 TEM micrograph of alloy A, after tensile test at 500 and at initial strain rate of 10^{-2}s^{-1} (a : elongated grain, b : Si particle, c : smaller grain).

数認められた。これは、超塑性変形の一般的な現象である。それとともに、引張方向に伸張された比較的粗大な結晶粒もいくつか観察された。伸張された結晶粒を含め、多くの結晶粒において、結晶粒内に高密度の転位が含まれていた。さらに、等軸粒形状の結晶粒の中には、微細なものも多数あり、これらの結晶粒内には転位が少なかった。

試験温度を520℃、歪速度を 10^{-1}s^{-1} とした場合にも、ほぼ等軸粒形状のマトリックス結晶粒が多く、高密度の転位を含むものも認められた。加えて、Fig. 8に示すように、一部のマトリックス結晶粒界にフィルム状の粒界相が観察された。この粒界相と隣接する結晶粒内をEDXにより組成分析した結

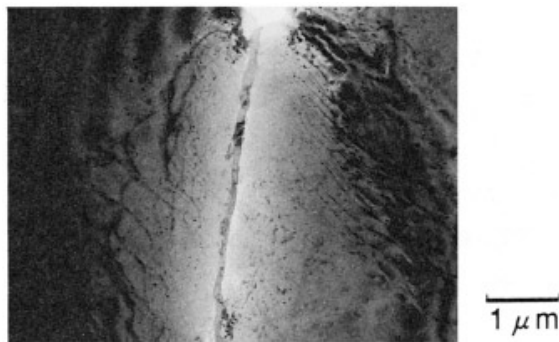


Fig. 8 TEM micrograph of alloy A, after tensile test at 520℃ and at initial strain rate of 10^{-2}s^{-1} .

果、粒界相には隣接する結晶粒内と比べて、Siが濃化していた。したがって、この粒界相は、引張試験破面のフィラメントと同様、結晶粒界にSiが偏析し、固相線温度が下がることによって生じた液相と考えられる。

この粒界相に隣接する結晶粒内には転位が存在するが、粒界相の近傍では転位密度が低くなっていた。Higashiらは、結晶粒界に微量の液相が生じると、粒界すべりによる応力集中を緩和して破断伸びが向上することを説明している¹⁸⁻²⁰⁾。Fig. 8において、液相の存在する結晶粒界に近づくほど転位が少なくなっていることから、結晶粒界の液相は粒内の転位を速やかに吸収し、結晶粒界での転位の堆積を抑制する役割を果たしていると考えられる。液相によるこのような応力集中の緩和は、拡散あるいは転位の移動と消滅による緩和と比べて速やかに行われるため、超塑性の発現する見かけの歪速度を高めることができる。

3.2 Si粒径の影響²¹⁾

3.2.1 組織

光学顕微鏡で観察した4種類の基本組成合金の断面組織をFig. 9に示す。いずれの組織とも、丸みを帯びた形状のSiが均一に分布している。しかし、その大きさは素材により異なり、素材Aが最も細かく（平均粒径 $2.3\mu\text{m}$ ）、素材B（ $2.9\mu\text{m}$ ）、素材C（ $3.4\mu\text{m}$ ）、素材D（ $4.7\mu\text{m}$ ）の順に粗大化している。

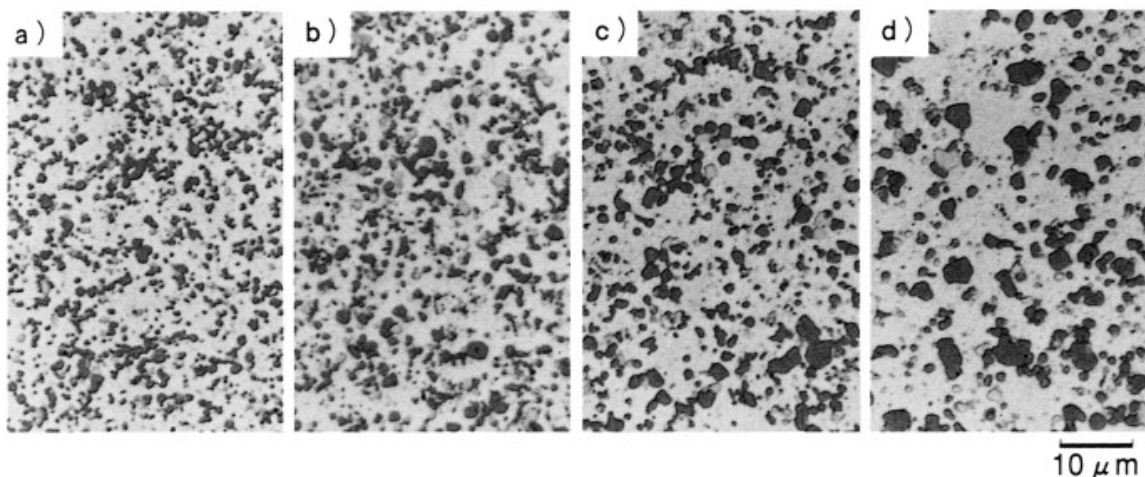


Fig. 9 Optical micrographs of Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg P/M alloy prepared under various conditions as Fig. 1. a) Alloy A, b) Alloy B, c) Alloy C, d) Alloy D.

素材Aの平均Si粒径が素材Bに比べて小さいのは、素材Aを作製するのに用いた粉末が素材Bを作製するのに用いた粉末より細かいため、エアアトマイズでの冷却速度が高く、したがって、急凝固の効果が大きかったからである。素材CおよびDの平均Si粒径が素材Bに比べて大きいのは、押出材を480 で加熱した際にSiが粗大化したためである。

最もSiの細かい素材Aと最も粗大な素材Dについて、透過電子顕微鏡により組織を観察した結果、いずれもマトリックスの結晶粒形状はほぼ等軸粒であり、画像処理により求めた平均結晶粒径はそれぞれ、 $3.3\mu\text{m}$ (素材A)、 $3.5\mu\text{m}$ (素材D)と差はなかった。各素材の平均Si粒径は異なるが、いずれの素材にも熱間スエージ加工を施しているため、再結晶が生じてほぼ同様の粒径のマトリックス組織になったと考えられる。

3.2.2 高温引張試験

作製条件の異なる4種類の基本組成合金素材の試験温度500 における破断伸びを歪速度で整理してFig. 10に示す。Si粒径が異なるにもかかわらず、破断伸びはいずれも歪速度 10^{-2}s^{-1} において最も大きくなった。超塑性変形は、粒界すべりにより変形が進行するため、超塑性の発現する歪速度は結

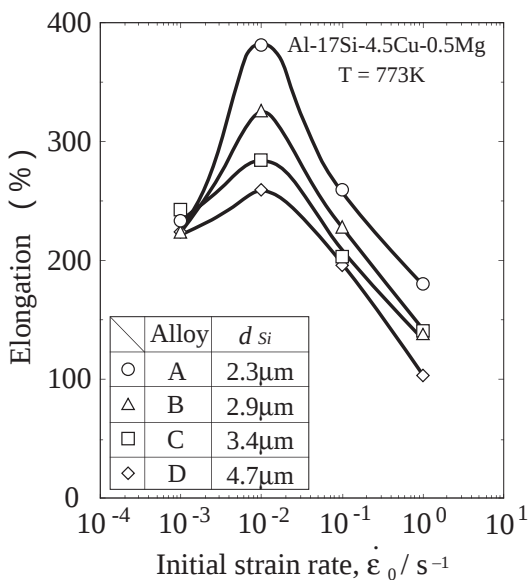


Fig. 10 Elongations at 773K as a function of initial strain rate for Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg P/M alloys with different Si particle sizes.

晶粒径に強く影響されることが知られている⁶⁾。各素材のマトリックスの結晶粒径はほぼ同じであり、4種の粉末合金素材で超塑性の発現する歪速度が同じであることから、本系合金の超塑性発現歪速度は平均Si粒径にはほとんど依存しないことを示唆している。

歪速度 10^{-2}s^{-1} における破断伸びは、Siの最も微細な素材Aが最も大きく、ついで素材B、C、Dの順に小さくなった。これら破断伸びの値を平均Si粒径で整理した結果をFig. 11に示す。破断伸びは平均Si粒径に依存し、特に $3.3\mu\text{m}$ 程度より小さくなると、破断伸びが著しく大きくなるのがわかる。この $3.3\mu\text{m}$ という数値は、基本組成合金の平均マトリックス粒径とほぼ一致する。

3.2.3 高温引張試験後の組織

素材Aと素材Dにおける歪速度 10^{-2}s^{-1} での引張試験後の断面組織を走査電顕で観察した結果をFig. 12に示す。両者ともに断面のいたるところに空隙が観察された。Siの微細な素材Aでは、空隙はほとんどマトリックスの領域内で生じていた。一方、Siの粗大な素材Dでは、空隙はマトリックス領域内だけではなく、Siとマトリックスとの境界においても生じていた。

このことから、粗大なSiは粒界すべりの障害となりやすく、Siとマトリックスとの境界において、

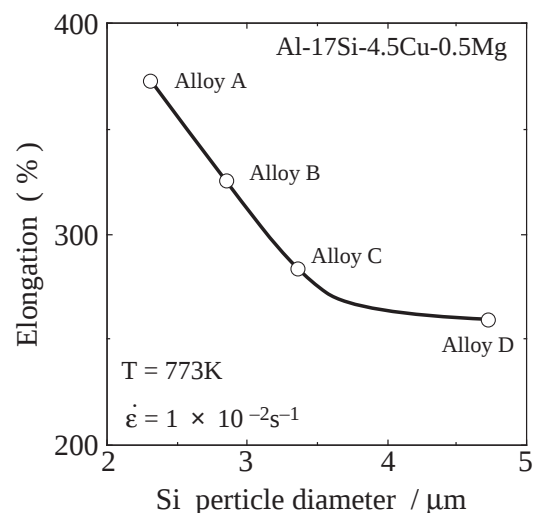


Fig. 11 Plots of elongation against Si particle size for Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg P/M alloys.

キャビティが生じやすいため、破断伸びが低下したと考えられる。

歪速度 10^{-2}s^{-1} での高温引張試験後、破面から約5mmほど内部のマトリックス組織を透過電子顕微鏡で観察した結果をFig. 13に示す。素材A (Fig. 7) の場合と同様、Siの粗大な素材D (Fig. 13) においても、ほぼ等軸粒形状の結晶粒が多数認められ、多くの結晶粒内には、高密度の転位が観察された。ただし、いくつかの結晶粒はFig. 13-a)のように、かなり粗大化していた。その一方、同一の透過電子顕微鏡試料にもかかわらず、Fig. 13-b)のように、微細な結晶粒がかたまって観察される領域もあった。結晶粒内の転位は多くの場合ほぼ均一であったが、Fig. 13-c)のように、転位の再配列が進んでいる領域も一部観察された。

結晶粒内で高密度の転位が生じるのは、マトリックス中に硬度の高いSi粒子が多数分布した組織であるため、引張変形中にSi粒子の周囲において、局所的に歪が大きくなり、500～520 という高温中にもかかわらず、高密度の転位が形成されたものと考えられる。

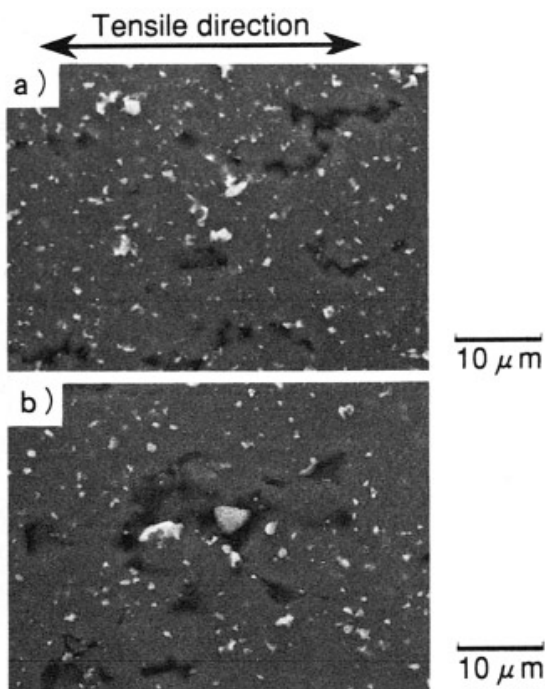


Fig. 12 SEM micrographs of Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg P/M alloys, a) alloy A and b) alloy D, after tensile test at 773K and at initial strain rate of 10^{-2}s^{-1} .

冷間または温間加工された時効硬化型Al合金のいくつかにおいて、高密度の転位組織を有したまま高温変形を加えることによって微細粒の形成と超塑性変形が得られたとの報告がある^{2,2,2,3)}。試験後の組織 (Fig. 7, 13) において観察された微細なほぼ等軸粒形状の結晶粒も、もとの結晶粒内の転位が堆積、再配列することによって形成した新しい結晶粒と考えられる。すなわち、動的再結晶が変形中に生じた可能性が高い。

このような動的再結晶が生じているならば、結晶粒界すべりによって生じた応力集中は、転位の移動および消滅で解消することができる。すなわち、動的再結晶も付随調整機構の一つとなることができる。また、動的再結晶が生じることにより、等軸粒の結晶粒組織を維持でき、超塑性変形が継

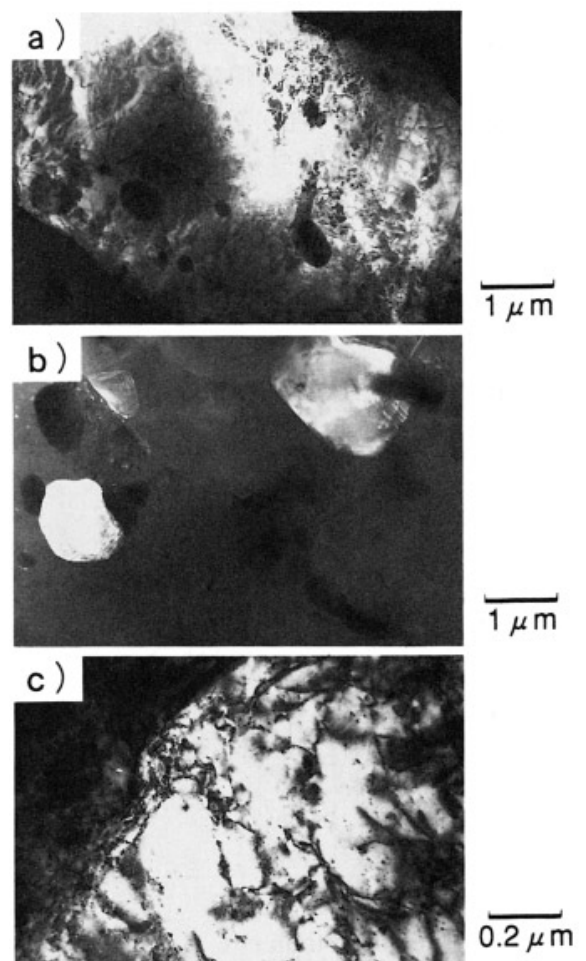


Fig. 13 TEM micrographs of alloy D, after tensile test at 773K and at initial strain rate of 10^{-2}s^{-1} .

続されやすくなる。

素材Aと素材Dの変形後の透過電顕組織を比較すると、素材Dの方がFig. 13-a)のようにより粗大化した結晶粒が観察された。このことは、Si粒径の粗大なほど、超塑性の発現する歪速度を大きく変化させるほどではないが、マトリックスの結晶粒粗大化を抑制する効果が小さいことを示唆している。

3.3 Fe添加量の影響^{2,1)}

3.3.1 組織

各合金素材のX線回折の結果をTable 1にまとめて示す。Feを含む素材では、生じる化合物相の種類は異なった。

Feを添加した合金においても、基本組成合金と同様、光学顕微鏡で観察した断面組織には丸みを帯びたSiが均一に分布していた。Feを添加した合金においてはSi以外の化合物相も多く分布しており、Fe添加量が多くなるにしたがって、化合物相の量は多くなっていた。

透過電子顕微鏡暗視野で観察したFe添加量の異なる合金の組織をFig. 3-a), b), c)およびd)に示す。Fe添加量が多くなると、多数の化合物相が観察されたが、いずれの化合物相とも、Siより著しく粗大なものはなく、形状はほぼ球状または塊状であった。また、マトリックス組織は、いずれの合金ともほぼ等軸の結晶粒形状であった。Fe添加量が多くなるほど結晶粒は微細となった。これは、Fe添加量が多くなるにしたがい、化合物相が多くなり、それらが熱間スエージ加工の際に生じた再結晶粒の粗大化を抑制したためと考えられる。

Table 1 Phases of Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg-xFe-yMm.

	0 Fe	2 Fe	4 Fe	6 Fe
0 Mm	Al Si Al ₂ Cu	Al Si Al ₇ Cu ₂ Fe Al ₅ FeSi	Al Si Al ₇ Cu ₂ Fe Al ₅ FeSi	Al Si Al ₇ Cu ₂ Fe Al ₅ FeSi
2Mm	Al Si Al ₂ Cu Al ₂ (Si,Cu) ₂ RE	Al Si Al ₇ Cu ₂ Fe Al ₅ FeSi Al ₂ (Si,Cu) ₂ RE		

RE : Lanthanoid

3.3.2 高温引張試験

試験温度500 °Cでの破断伸びと変形応力に及ぼすFe添加量の影響をFig. 14に示す。基本組成合金では、歪速度 10^{-2}s^{-1} で超塑性が発現したが、Fe添加量が多くなるにしたがって、破断伸びが最大となる歪速度は高くなり、6Fe合金では 10^0s^{-1} で発現した。しかし、各合金における破断伸びの最大値は、Fe添加量とともに低下した。

いずれの合金においても歪速度が高いほど変形応力値は高くなった。Fe添加量が多くなるほどm値の大きくなる歪速度は高くなったが、m値の最大値はいずれも約0.5とほぼ一定であった。

Fe添加量の異なる各合金のマトリックス結晶粒径の逆数と破断伸びが最大となる歪速度の関係を両対数でFig. 15に示す。これに示されたプロットは直線で近似でき、その傾き(結晶粒度指数)は約3であった。この結果は種々の組成およびプロセス

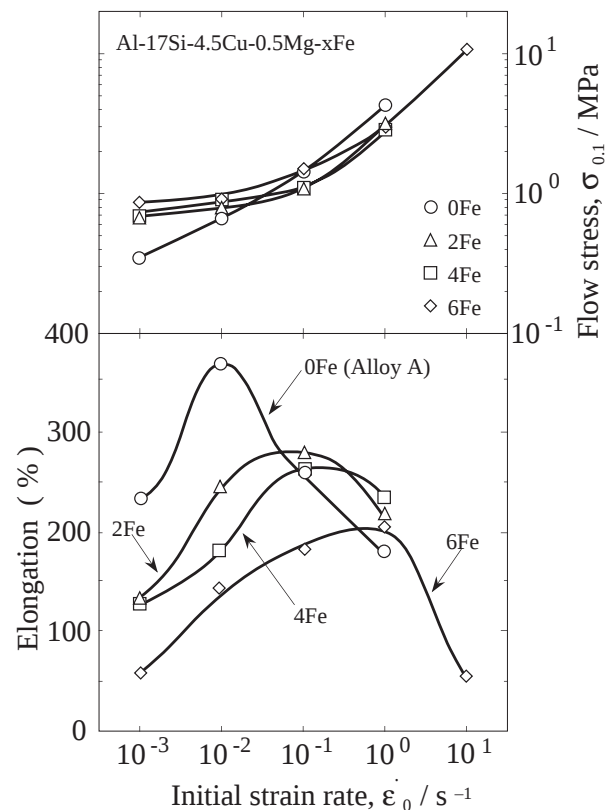


Fig. 14 Effect of the Fe content on elongations and flow stresses as a function of initial strain rate for Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg-xFe P/M alloys.

の超塑性アルミニウム合金におけるマトリックス結晶粒径の逆数と超塑性発現歪速度の関係²⁴⁾と一致している。すなわち、Al-Si系粉末合金においても、他のAl合金と同様に、超塑性の発現する歪速度はマトリックスの結晶粒径に強く依存していることを示している。

各合金の破断伸びの最大値は、Fe添加量が多くなるにしたがって低下した。この原因としては、第一に、Fe添加量が多くなるにしたがって、マトリックス中に分散する化合物相の量が増加し、超塑性の主な変形機構である結晶粒界すべりを阻害したためと考えられる。

Fe添加量が多くなるにしたがって、生じる化合物相は変化する。しかし、いずれの化合物相とも、Siより著しく粗大なものはなく、形状はほぼ球状または塊状であるので、化合物相の種類が破断伸びに対する影響は小さいと考えられる。

Fe添加量異なる4種類の合金においては、Fe添加量が多くなるほどマトリックス結晶粒径は小さくなったが、Siの大きさはほぼ同程度であった。このために、マトリックス結晶粒径に対するSiの相対的な粒径は大きくなり、結晶粒界すべりが阻害されやすくなる。このことが、Fe添加量が多くなるほど破断伸びが低下する第二の原因と考えられる。

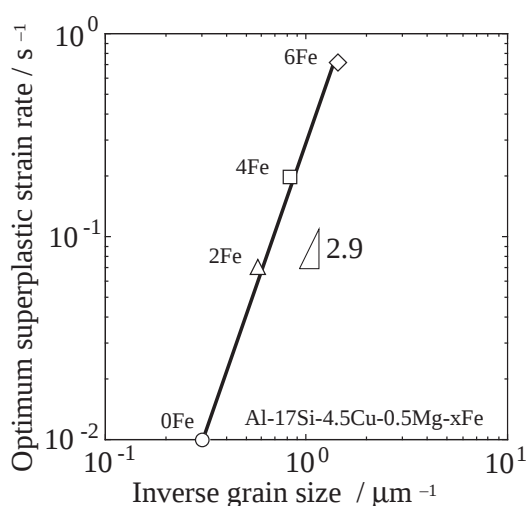


Fig. 15 Plots of optimum superplastic strain rate against inverse grain size of P/M alloys with different Fe content.

3.4 希土類元素添加の影響²¹⁾

3.4.1 組織

各合金素材のX線回折の結果 (Table 1), ミッシュメタルを添加した合金の素材では、いずれも $\text{Al}_2(\text{Si}, \text{Cu})_2\text{RE}$ 化合物相が認められた (REはランタノイドを示す)。

光学顕微鏡で観察したミッシュメタルを含む各合金素材の断面組織は、Feを添加した合金と同様、いずれの組織にも丸みを帯びたSiおよび化合物相が均一に分布していた。

透過電子顕微鏡暗視野で観察した2Mm合金および2Fe-2Mm合金の組織をFig. 3-e)とf)に示す。Mmを添加した合金のマトリックスの結晶粒もほぼ等軸粒形状であり、2Fe合金 (Fig. 3-b)) と比べてもさらに微細になっている。また、Mmを添加した合金のマトリックス内には、2Fe合金の化合物相よりも微細な化合物相が多数観察された。一般に、析出粒子が結晶粒界を固着することによる再結晶粒の粗大化抑制効果は、析出粒子径が小さいほど大きいことが知られている²⁵⁾。2Fe合金よりミッシュメタルを添加した合金のマトリックスの結晶粒径が小さいのは、Feを含む化合物相より $\text{Al}_2(\text{Si}, \text{Cu})_2\text{RE}$ 化合物相が微細であり、熱間スエージ加工の際に生じた再結晶粒の粗大化を抑制する効果が大きいためと考えられる。

3.4.2 高温引張試験

試験温度500 °Cでの破断伸びと変形応力に及ぼすMm添加の影響をFig. 16に示す。2Mm合金と2Mm-2Fe合金では、基本組成や2Fe合金より高い 10^0s^{-1} の歪速度で超塑性が発現した。2Mm合金を2Fe合金と比較すると、添加元素をFeからMmに変えることにより、同じ2%の添加で、ほぼ同じ程度の破断伸びが1桁高い歪速度で得られたことになる。

Mmと共にFeを添加 (2Mm-2Fe合金) しても、超塑性が発現する歪速度を高めることはできず、2Mm合金より破断伸びは低下した。

ミッシュメタルを添加した合金においても、歪速度が高いほど変形応力値は高くなり、m値の最大値は約0.5であった。ミッシュメタルを添加した合金では、m値が最大となる歪速度は 10^0s^{-1} から 10^1s^{-1} であり、基本組成合金や2Fe合金よりも高かった。

4. まとめ

Al-Si系粉末合金には、マトリックス中にSiおよび組成に応じて化合物相が存在する。組織観察の結果、Siおよびいずれの化合物相とも、形状はほぼ球状または塊状であり、これらの分布はほぼ均一であった。また、いずれの合金組成においてもm値の最大値が約0.5であったことから、本実験の範囲では、いずれの合金においても、ほぼ同じ変形機構で超塑性が生じていると考えられる。

本系粉末合金の超塑性破断伸びに及ぼすSiおよび各化合物相の影響をそれらの粒径で整理してFig. 17にまとめた。Si, Feを含む化合物相およびMmを含む化合物相はそれぞれFig. 17に示すオーダーの粒径で存在している。破断伸びに及ぼすSi粒径の結果に示されるように、粗大な相ほど、粒界すべりを阻害しやすいため、超塑性での破断伸びを低下させる。逆に、Mmを含む化合物相のように、

微細な相ほど粒界すべりを阻害しにくく、また、マトリックス結晶粒の粗大化を抑制する効果が大きい。また、マトリックス粒径が小さくなることは、超塑性発現の歪速度を高めることになる。

すなわち、なるべく微細な粒子が分散することは、超塑性を得るためには有利である。分散する粒子を微細になるように組織制御を行うことは、Al-Si系の超塑性粉末合金を開発するための重要な指針と言える。

最後に、本研究を行うにあたり、分析・計測部、広瀬美治氏、佐藤敏一氏（現特別研究室）に協力頂きました。

参考文献

- 1) 例えば、石原知：豊田中央研究所R&Dレビュー，30-2(1995)，13
- 2) 小谷雄介，林哲也，武田義信，明智清明，黒石農士：日本金属学会報，27(1988)，489
- 3) 山内重徳，渋谷和久，大久保喜正，佐野秀男，犬丸晋：日本金属学会報，27(1988)，492
- 4) 村松繁，福原弘之：P/Mアルミニウム合金の最近の進歩，(1992)，54，軽金属学会
- 5) 平船保宏：P/Mアルミニウム合金の最近の進歩，(1992)，42，軽金属学会
- 6) 超塑性と金属加工技術：超塑性研究会編，(1980)，日刊工業新聞社
- 7) 例えば、野々山史男，田中利秋，土屋能成：豊田中央研究所R&Dレビュー，25-1(1990)，54
- 8) 古城紀雄：塑性と加工（日本塑性加工学会誌），35(1994)，312

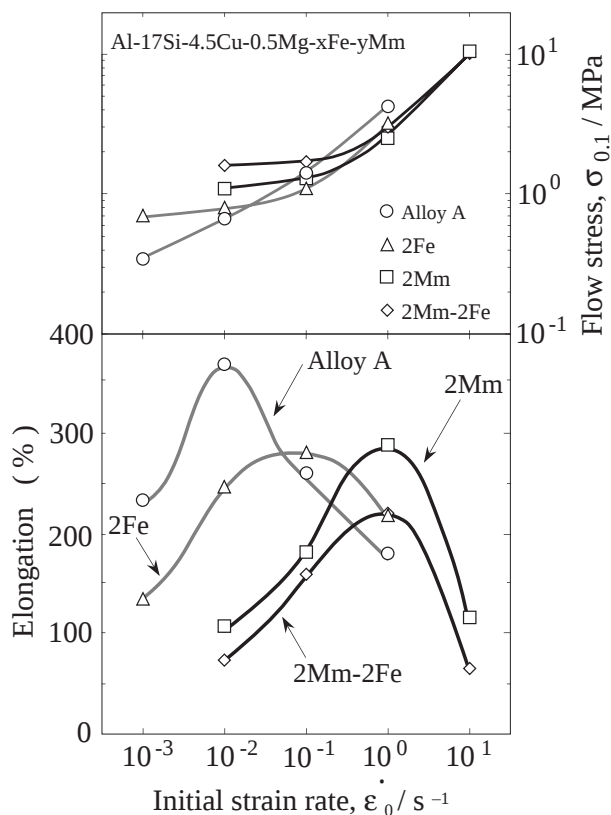


Fig. 16 Effect of the Mm addition on elongations and flow stresses as a function of initial strain rate for Al-17Si-4.5Cu-0.5Mg-xFe P/M alloys.

	0.1μm	1μm	10μm
Particulate size	←→ Compound with Mm ←→ Compound with Fe ←→ Si particle		
Retardation coarsening of matrix grain	Effective ←→ Uneffective		
Affection of grain boundary sliding	Harmless ←→ Harmful		
Elongation	Large ←→ Small		

Fig. 17 Relations between particulate size and superplastic property.

- 9) 東健司：日本金属学会報, 27(1988), 489
- 10) 佐藤富雄, 沖本邦郎, 西田新一, 松木賢司：材料, 44 (1995), 608
- 11) 馬淵守, 今井恒道, 久保勝司：軽金属, 41(1991), 108
- 12) 超塑性材料の特性標準化に関する調査報告書：(1988), 超塑性材料の特性評価法調査委員会
- 13) 石原知, 近藤幹夫：軽金属, 47-8(1997), 427
- 14) Willey, L. A. : "Metals Handbook", ASM, 8(1973), 389
- 15) Phillips, H. W. L. : J. Inst. Met., 82(1954), 9
- 16) Mukherjee, A. K., Bird, J. E., Dorn J. E. : Trans. ASM, 62 (1969), 155
- 17) 児島, 今井, 戸澤, 夫馬：軽金属学会第87回秋期大会講演概要, (1994), 121
- 18) Mabuchi, M., Higashi K., and Langdon, T. G. : Acta Metall. Mater., 42(1994), 1739
- 19) J. Koike, M. Mabuchi and K. Higashi : Acta Metall. Mater., 43(1995), 199
- 20) Higashi, K., Nieh T. G. and Wadsworth, J. : Acta Metall. Mater., 43 (1995), 3275
- 21) 石原知, 近藤幹夫, 伊東一彦：日本金属学会誌, 投稿中.
- 22) Ghosh, A. K., Raj R. : Acta Metall., 34 (1986), 447
- 23) 楊統躍, 三浦博己, 酒井拓：日本金属学会誌, 59(1995), 612
- 24) Higashi, K. : Mater. Sci. and Eng., A166(1993), 109
- 25) 例えば, 西沢泰二：鉄と鋼, 70(1984), 1984

著者紹介



石原知 Satoru Ishihara
 生年：1962年。
 所属：構造用金属材料研究室。
 (1997年7月末にて退社)
 分野：超塑性，状態図，金属材料に関する研究開発。
 学会等：日本金属学会，軽金属学会会員。



近藤幹夫 Mikio Kondoh
 生年：1951年。
 所属：生産加工研究室。
 分野：金属粉末の充填および成形に関する研究 (粉末冶金)。
 学会等：日本塑性加工学会会員。



伊東一彦 Kazuhiko Itoh
 生年：1955年。
 所属：機能性金属材料研究室。
 分野：Ni-MH電池。
 学会等：軽金属学会会員。