6.1 金属とセラミックスの複合化に関する研究

Study on Metal－Ceramics Composite

炭化けい素ウィスカ強化Al合金複合材料の作製と機械的性質

Fabrification and Mechanical Properties of SiC Whisker Reinforced Aluminium Alloy Composite

柴田周治　村川　悟　藤川貴朗　樋尾勝也

Shuji Shibata　Satoru Murakawa　Takao Fujikawa　Katsuya Hio

1　はじめに

高圧鋳造により作製される繊維強化複合材料には、(1) バルク状の中間素材として一旦作製し、さらに熱間押出しなどの塑性加工を経て強化繊維を一方向に配列し、棒状、板状に成形されるものと、(2)製品形状にほぼ等しい金型内に強化繊維を配置し、マトリックス合金と複合化することにより、特性の向上を図るものがある。後者は種々の製品形状の複合材料が得られる上に、ニアネットシェイプ化、部分複合化が可能である。また、押出しなどの過程で強化繊維の損傷を伴わないため、その特性を十分に発揮することが期待できる。一般に、マトリックスＡｌ合金としては、前者の押出しなどの塑性加工を伴うものは展伸用Ａｌ合金が、後者では鋳造用Ａｌ合金が主に採用されている。

本研究では、マトリックス合金としてＡＣ８Ａを、強化繊維として炭化けい素ウィスカを使用することとし、高圧鋳造により複合材料を作製する時、製造上重要である加圧力を変化させて複合化の状態および機械的性質を調べた。さらにウィスカの体積含有率(以下、Ｖｆとする)、また注湯温度を変化させて引張特性に及ぼす影響についても検討した。

2　実験方法

2.1 複合材料の作製

本実験に用いた原材料は、ＡＣ８Ａ合金および炭化けい素(ＳｉＣ)ウィスカで**表１**、**表２**にその化学組成および特性を示す。このウィスカを溶媒(蒸留水)に分散した後、φ３０の型枠の中に入れ、吸引ろ過と加圧によりＶｆ１３％、２０％、３０％に成形されたものをプリフォームとして使用した。

表１　アルミニウム合金（ＡＣ８Ａ）の化学組成

（単位　ｗｔ％）

成　分	Ｓｉ	Ｎｉ	Ｃｕ	Ｍｇ	Ｆｅ	Ａｌ
％	１１．８	２．２８	１．０３	１．２４	０．１９	Ｂａｌ

表２　ウィスカの特性

ウ ィ ス カ		炭化けい素
直径	μm	０.５
長さ	μm	３５
比重		３.２
ヤング率	ＭＰａ	４９０,０００
引張強さ	ＭＰａ	１４,０００
熱膨張係数	10^{-6}／Ｋ	５.０
軟化点	Ｋ	２９７３
SiO_2量	％	１.５

東海カーボン(社)データより

ＡＣ８Ａの溶解では、溶湯中のガスを除去する目的で脱ガスを、また、組織を微細にするために改良処理を表３の条件で行った。ガス量の確認には、減圧凝固試験装置(圧力1.3×10^4Ｐａ)を用いた。

表３　溶湯処理条件

溶解温度	１００３Ｋ	
溶湯処理	脱ガス	０．３％（主成分　六塩化エタン）
	改良処理	０．５％（主成分フッ化ソーダ（ＮａＦ））
		脱ガス、改良処理を順次行なった後、炉中で６００s保持、鎮静化

複合化は、高圧鋳造装置により、表４の条件で行った。なお、加圧力は、加えた荷重をプランジャーの直径（φ７０）で除いた値で表した。

表4　複合化条件

炭化けい素ウィスカ プリフォーム	形状	φ３０×１００㎜
	Ｖｆ	１３％　２０％　３０％
	予熱温度	８２３Ｋ
	保持時間	３．６ｋｓ
ＡＣ８Ａ	溶解温度	１００３Ｋ
	注湯温度	約９７３Ｋ
金型	予熱温度	５９３Ｋ
高圧鋳造装置仕様	加圧荷重	５００ｋＮ
	横型締荷重	１０００ｋＮ
複合化		
	加圧力	４０ＭＰａ　７０ＭＰａ　１００ＭＰａ
	加圧力保持時間	３００ｓ
	加圧速度	１０㎜／ｓ

また、Ｔ６処理を行ううえで必要となる時効時間を決定するために、あらかじめ硬さ測定による時効硬化曲線(図１)を作製し、時効時間をＡＣ８Ａは４４３Ｋ×３２．４ｋｓ、複合材料は４４３Ｋ×２５．２ｋｓとした。

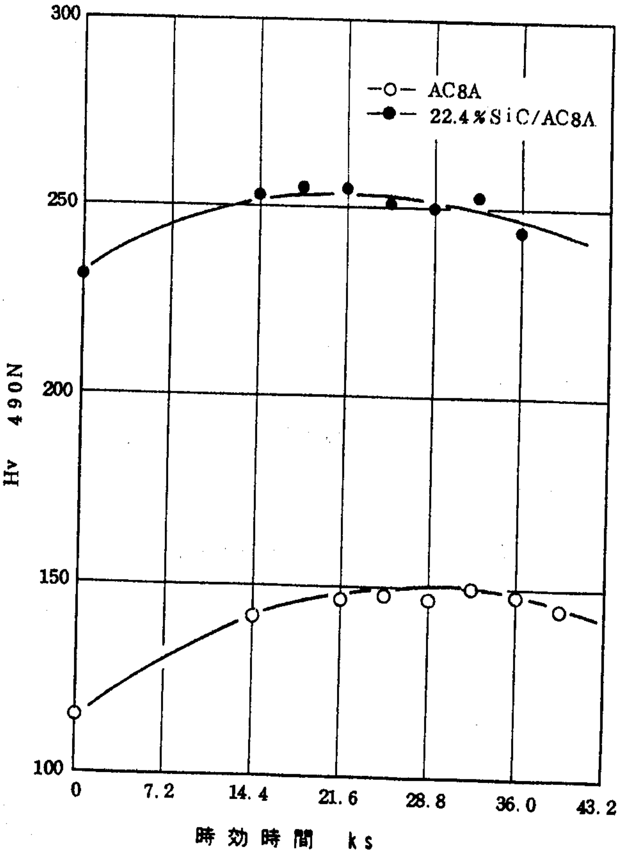


図１　時効硬化曲線（時効温度４４３Ｋ）

2.2 各種評価試験

作製した鋳造品を中心から縦方向に切断して、複合化の状態を観察により確認した。その後、図２に示す位置から、引張、組織、熱膨張、摩耗各試験片を切り出し、以下の各種評価試験を行った。なお、ウィスカは、プリフォーム成形時に加圧方向に対して垂直に、若干配向することが予測されるので、組織観察と熱膨張測定においては試験片の方向をウィスカの配向に平行な方向をＰ、垂直な方向をＴ方向と区分して試験を行った。

(1) 組織観察

各試験片から、**図2**の位置で組織試験用の試験片を切り出し、P、T各方向について光学顕微鏡とSEMで組織を観察した。

(2) 引張試験

引張試験は、直径8mm、平行部長さ12mmの丸棒試験片で、引張速度0.083mm／sで行った。なお標点間距離は10mmとした。また、ヤング率の測定は静ひずみ法(ゲージ長さ2mm、4ゲージ法)で行った。

また、注湯温度を1073K、プリフォーム予熱温度823Kに上げたときの引張試験を行い、注湯温度を973K、プリフォーム予熱温度873Kとの比較を行った。

さらに、φ30×50mmのプリフォームを用いて複合化した鋳造品を作製し、AC8Aと炭化けい素ウィスカ／AC8A複合材の界面の強度を、**図3**に示す引張試験片に加工して求めた。なお、この場合の時効時間は25.2ksと

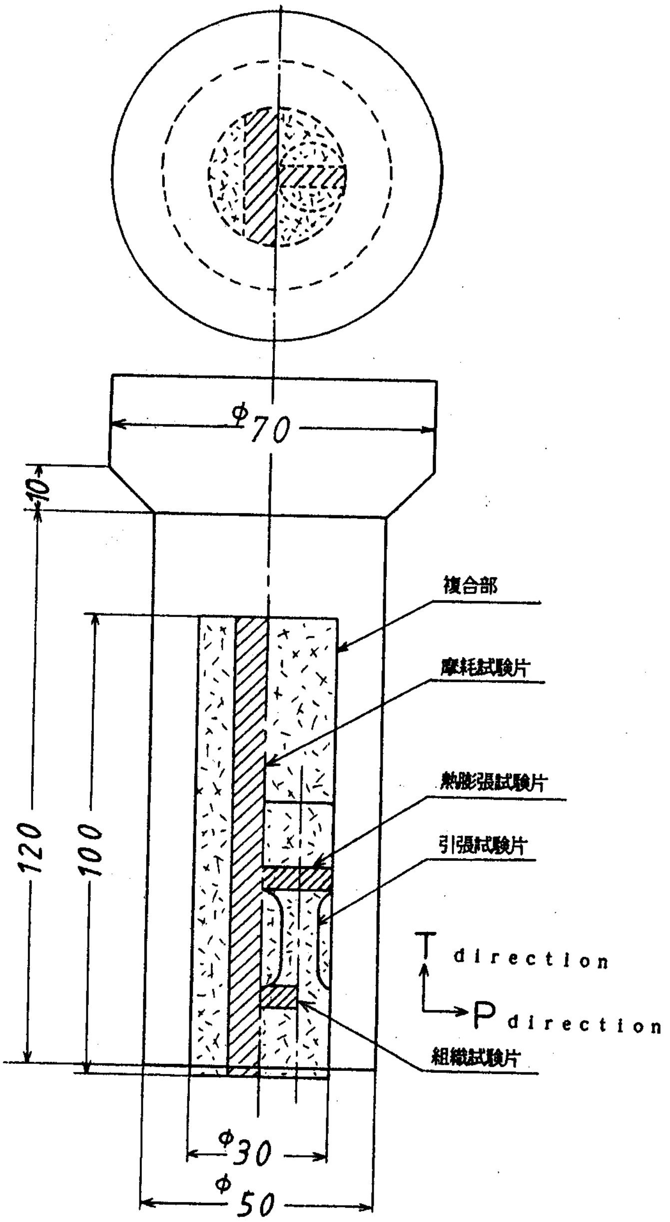


図2　試験片採取位置

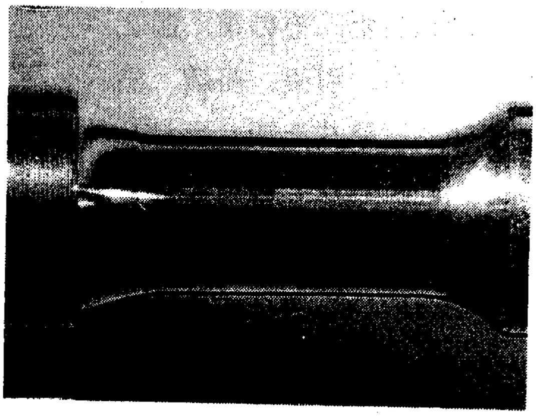


図3　引張試験片(界面強度測定用)

した。

(3) 硬さ試験

常温および高温での硬さをビッカース硬さ計により加圧荷重９．８Ｎ、保持時間１５ｓの条件で測定した。高温硬さ試験は、５×１０×５㎜の試験片を３×１０$^{-3}$Ｐａの真空中で加熱し、３７３、４２３、４７３、５２３、５７３、６２３、６７３Ｋの各温度で６００ｓ保持した後測定した。

(4) 摩耗試験

摩耗試験は大越式摩耗試験機により行った。試験片は１００×２５×８㎜の平板試験片を作製し、研磨紙＃８００まで仕上げた。相手材はＳ４５Ｃ焼入れ材(Ｈｖ７１５)、試験条件は最終荷重２１Ｎ、摩擦距離２００ｍ一定として、摩擦速度を０．６１～２．３７ｍ／sと変化させた。

(5) 熱膨張測定

熱膨張は、Ｐ方向とＴ方向についてφ５×１５㎜の試験片を作製し、大気中で２９３Ｋから６７３Ｋまで０．０１７Ｋ／ｓの昇温速度で加熱して２９３Ｋからの平均熱膨張係数を求めた。

3　実験結果および考察

3.1 複合化の状態

複合化後のＶｆは、プリフォームのＶｆに複合化により圧縮された分を補正した値とした。

加圧およびＶｆを変化させた時の複合部の断面を観察した結果を図４に示す。Ｖｆ１４．５％では、加圧力７０ＭＰａ以上で、また、Ｖｆ２２．４％、３３．６％では、加圧力１００ＭＰａで複合化が可能であった。これ以外の条件では、プリフォーム上部から中央部にかけて未複合部を生じた。

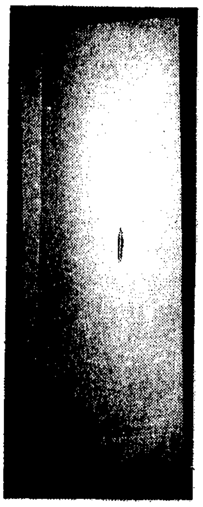
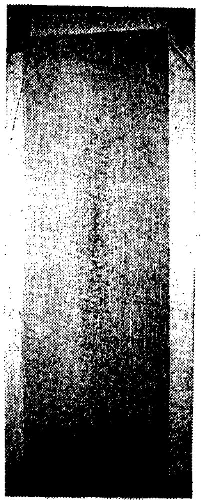
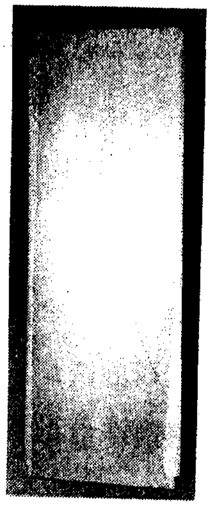
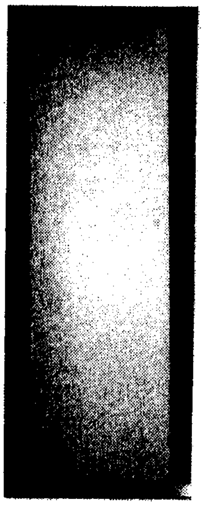
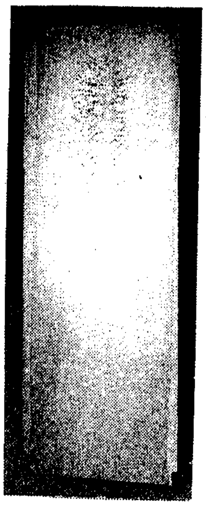
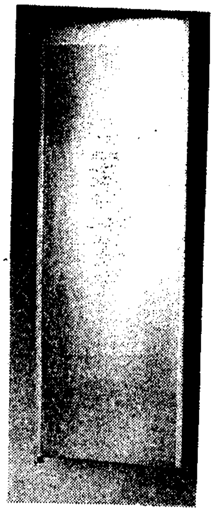
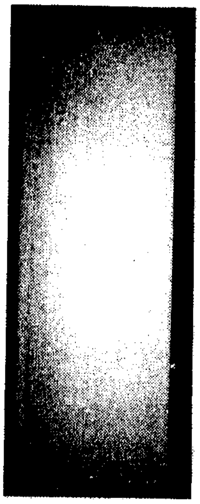
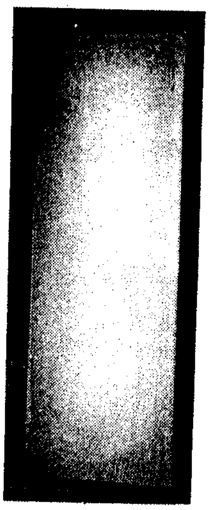
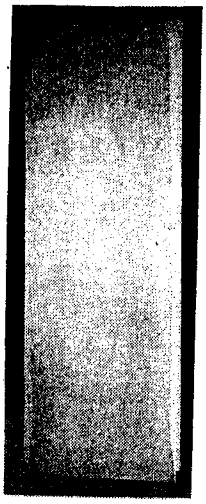
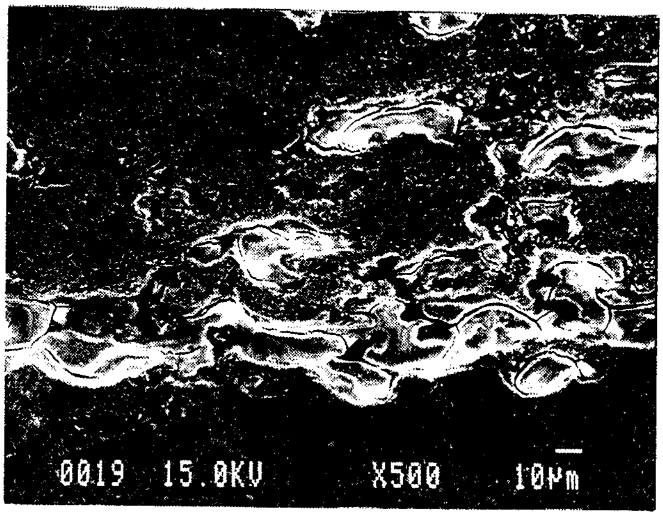
	14.5%SiC/ AC8A	22.4%SiC/ AC8A	33.6%SiC/ AC8A
40MPa			
70MPa			
100MPa			

図４　複合材料断面のマクロ組織

この未複合部のＳＥＭ像を図５に示す。その形状は凝固収縮により生じた巣とは異なる。

また、プリフォーム中への溶湯の含浸を容易にするために、加圧力７０ＭＰａ、Ｖｆ２２.４％のプリフォームで注湯温度を１０７３Ｋ、プリフォーム予熱温度を８７３Ｋに上げて複合化を行ったが未複合部をなくすことはできなかった。このことから溶湯温度の低下によってプリフォーム中央部まで含浸が行なわれなかったとも考えにくい。



ＳＥＭ像 １０μm

図５　未複合部の組織

加圧力　４０ＭＰａ

Ｖｆ　２２．４％

以上から、未複合部の生じる原因として、複合化の際、溶湯はプリフォーム上部および側面から含浸することから、プリフォーム上部から中央にかけてはプリフォーム内に含まれるガスと溶湯との置換がスムースに行なわれなかったことが考えられる。Ｖｆが低いほど溶湯が含浸しやすく、加圧力を増々（１００ＭＰａ）とプリフォーム内のガス圧に打ち勝って溶湯が含浸し複合化されたものと思われる。

このことから、プリフォーム内のガスを減圧することによって取り除き、溶湯との置換を容易にすることが有効な手段と考えられるため、今後の検討課題としたい。

3.2 組織観察結果

図６にＶｆを変化させたときの複合材料の光学顕微鏡組織を示す。

組織は、各Ｖｆとも比較的均一で、ウィスカの粗密は見られなかった。ウィスカはＰ方向についてやや配向しているように見られる。

図７に加圧力の異なる複合材料の組織を示す。加圧力の違いによって組織は変化していない。

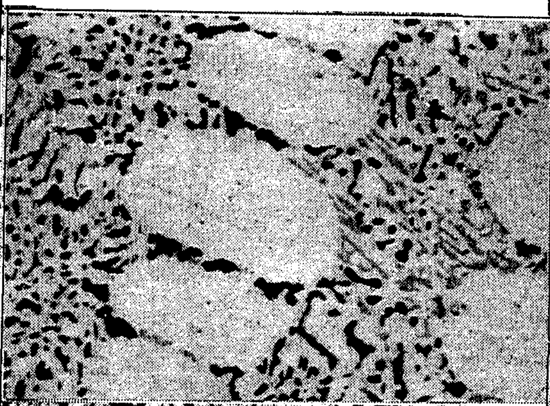
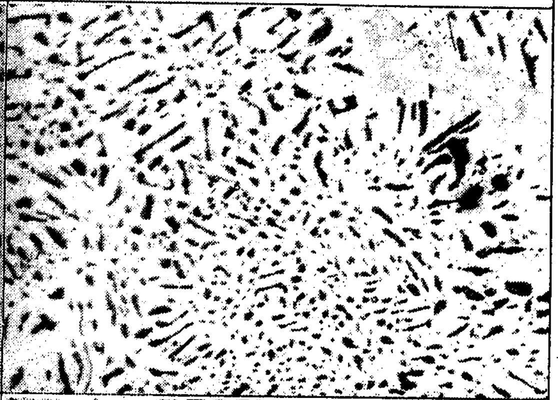
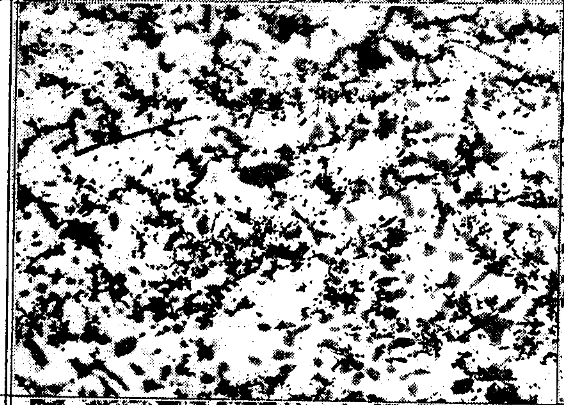
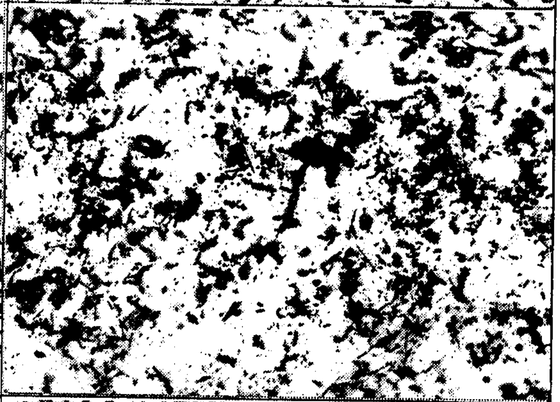
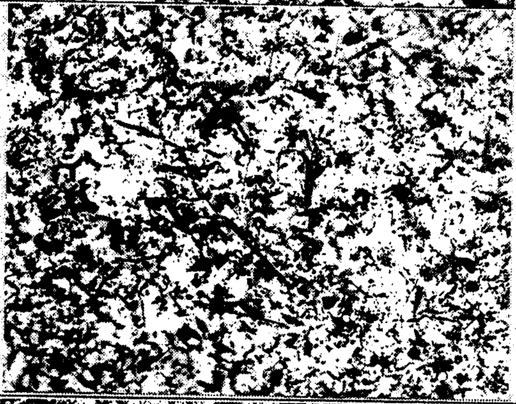
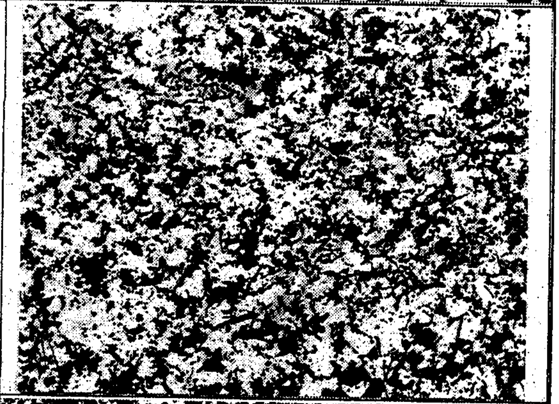
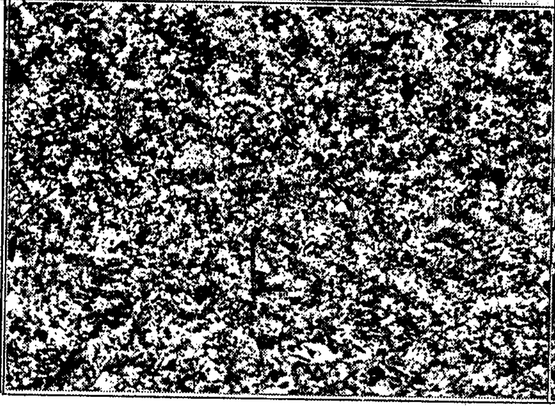
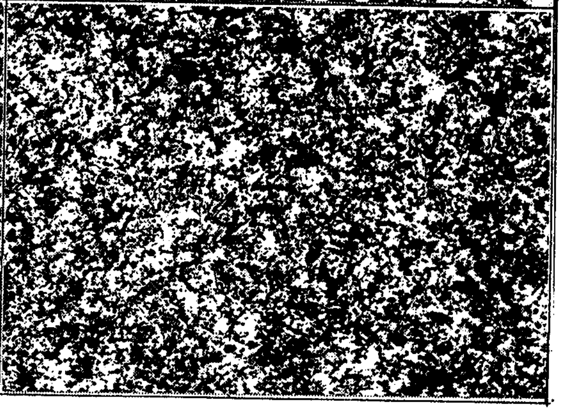
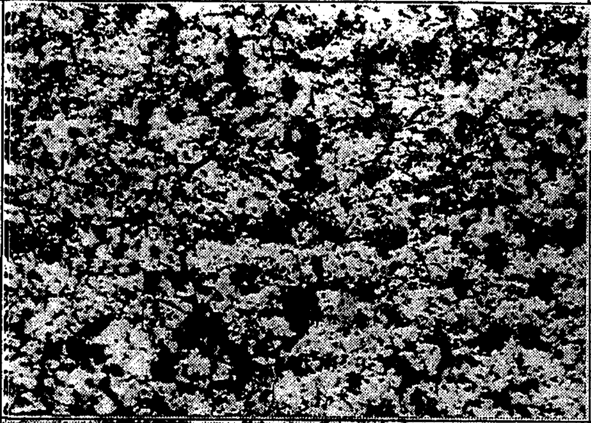
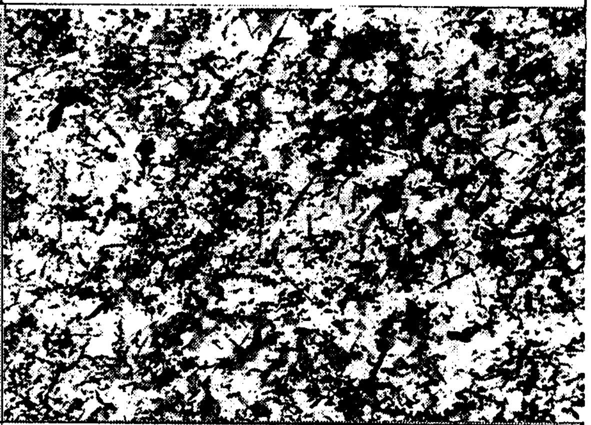
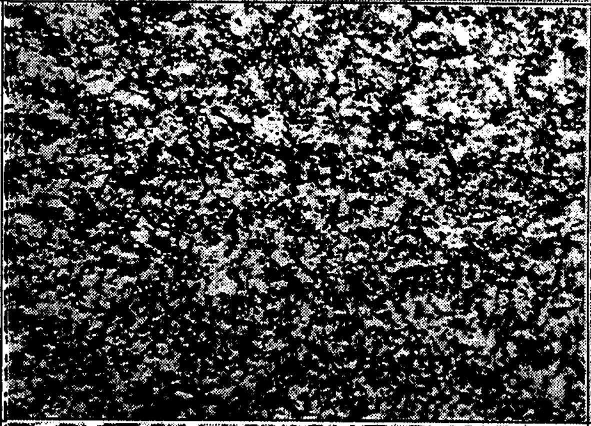
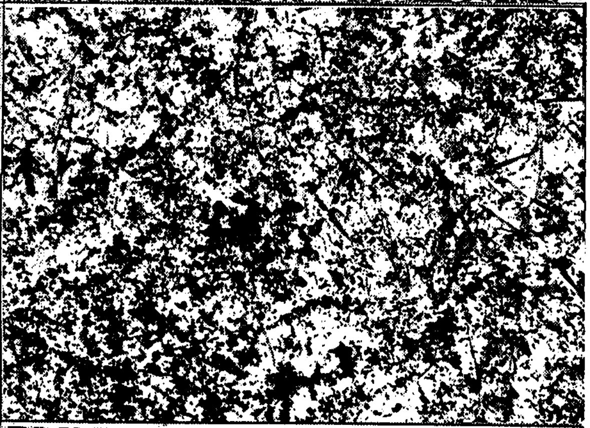
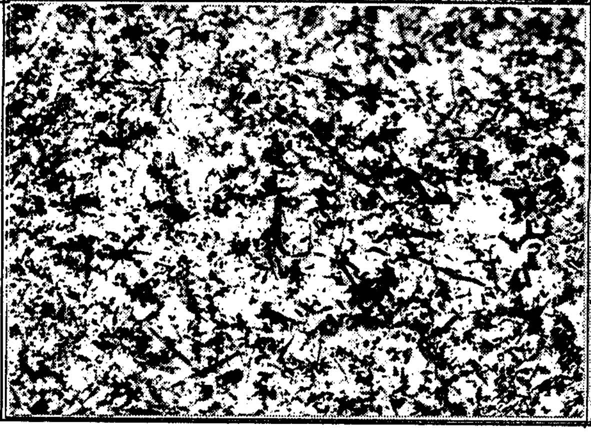
	P 方 向	T 方 向
AC8A		
14.5%SiC/ AC8A		
22.4%SiC/ AC8A		
33.6%SiC/ AC8A		

図6　Ｖｆの異なる複合材料の光学顕微鏡組織　　20μm
加圧力　７０ＭＰａ　　（腐食なし）
熱処理　Ｔ６

	P 方 向	T 方 向
40MPa		
70MPa		
100MPa		

20μm

図7　　加圧力の異なる複合材料の光学顕微鏡組織

Vf　　22.4%　　（腐食なし）

熱処理　T6

3.3 引張特性

図８にＡＣ８Ａおよび複合材料(加圧力１００ＭＰａ、Ｔ６)の機械的性質を示す。

炭化けい素ウィスカのＶｆが増すとともに引張強さ、硬さは上昇し、ヤング率も著しく改善され、繊維強化の効果が現れている。一方伸びは減少した。

図９に引張強さに及ぼす加圧力、熱処理の影響を示す。

いずれの場合もＶｆが増加するに伴って引張強さはほぼ直線的に上昇した。また、加圧力が１００ＭＰａの方が７０ＭＰａよりも、引張強さはわずかに高く、その傾向はＶｆが増加するにつれ大きくなり、加圧力１００ＭＰａ、Ｖｆ３３．６％の時、引張強さ５１６ＭＰａであった。

また、熱処理(Ｔ６)により、ＡＣ８Ａおよび複合材料の引張強さは上昇したが、これはマトリックスのＡＣ８Ａが強化されたためで、炭化けい素ウィスカ強化による強度上昇率は熱処理の有無によらず、

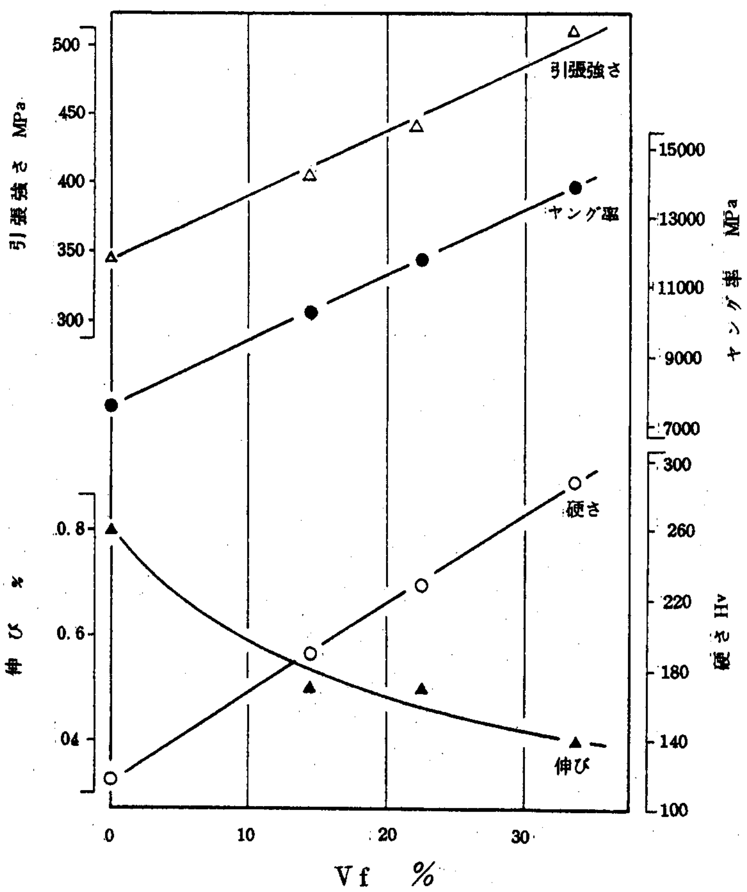


図８　複合材料の機械的性質
加圧力　１００ＭＰａ
熱処理　Ｔ６

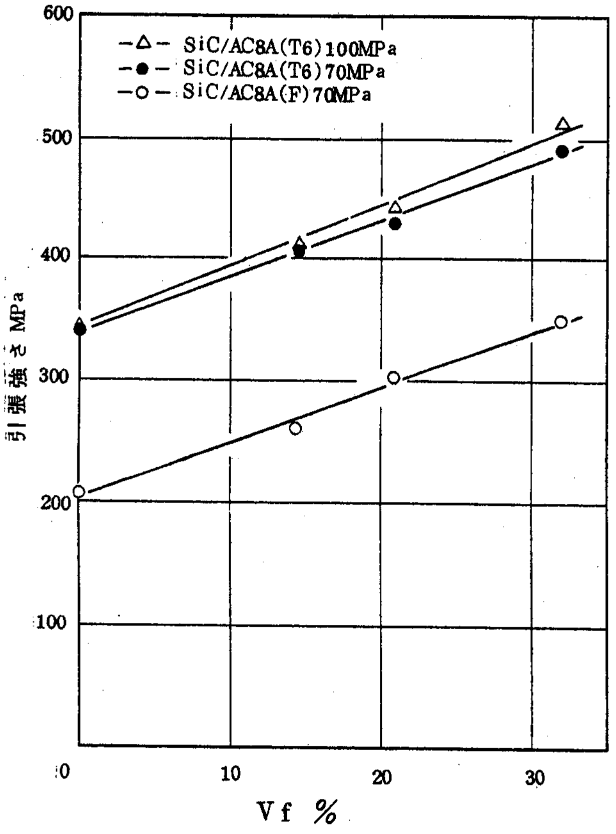


図９　引張強さに及ぼす加圧力、熱処理の影響
注湯温度９７３Ｋ

Ｖｆに比例してほぼ同じ値であった。

図１０に引張強さに及ぼす注湯温度の影響を示す。注湯温度による引張強さはほぼ同じ値であり、注湯温度による影響はこの条件では見られなかった。

図１１に、複合材料と複合化していないＡＣ８Ａの引張試験後の破面のＳＥＭ像を示す。

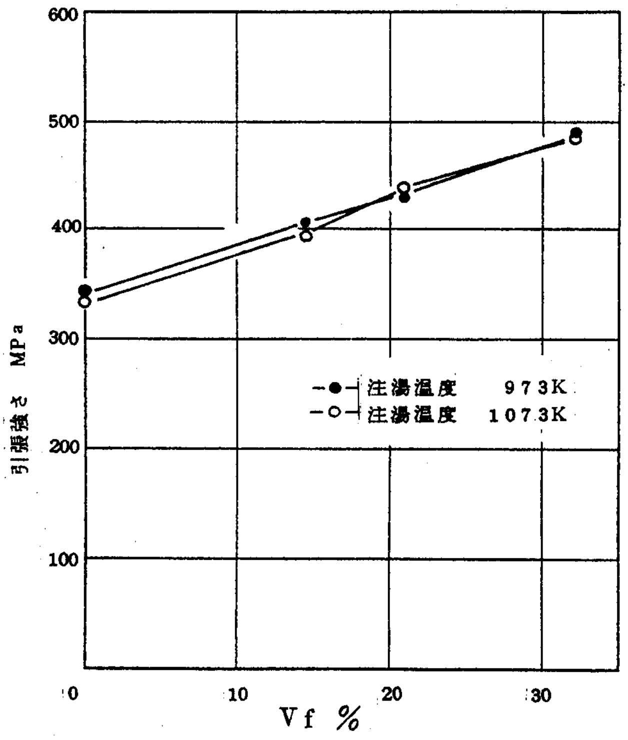


図１０　引張強さに及ぼす注湯温度の影響
加圧力　７０ＭＰａ　熱処理　Ｔ６

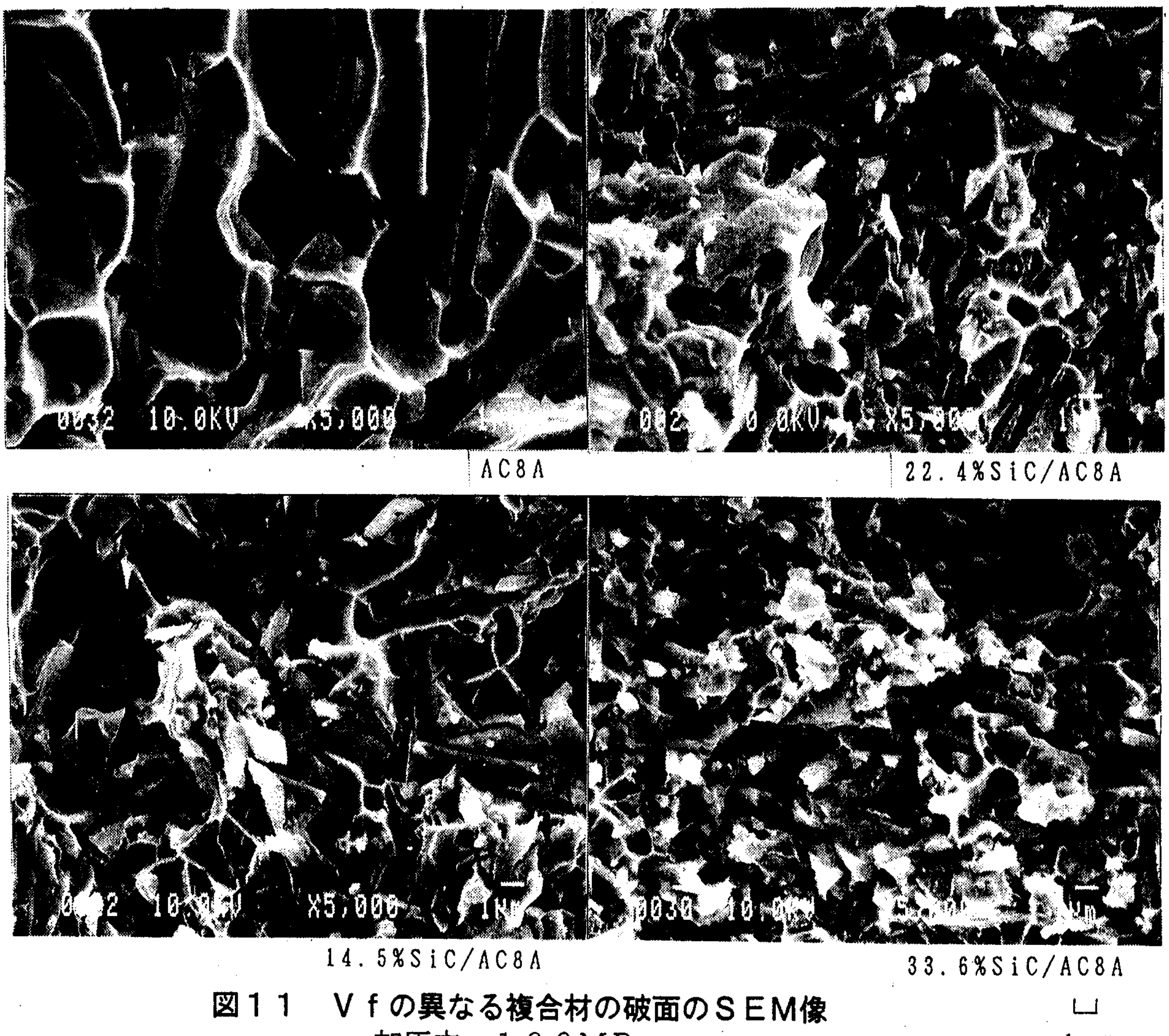


図１１　Ｖｆの異なる複合材の破面のＳＥＭ像
加圧力　１００ＭＰａ
熱処理　Ｔ６

複合化していないＡＣ８Ａおよび複合材料のマトリックスのＡＣ８Ａとも、ＡＣ８Ａの破面は晶出組織の大きさによって、その破面の粗さが決定し、ウィスカのＶｆが増すとともに細かくなる。

また、ウィスカのプルアウトは各試料とも見られたが、その数は少ない。

表５にＡＣ８Ａと複合材料の界面の強度を示す。

破面は界面でおこり**図１２**に示すように複合前のプリフォームと同じ破面を呈している。

表５　界面の強度

ＭＰａ

	引張強さ
界　　面	２３４
複　合　部	４４０
ＡＣ８Ａ	３３６

加圧力　　７０ＭＰａ
Ｖｆ　　２２.４％
熱処理　　Ｔ６

界面の引張強さは２３４ＭＰａでＡＣ８Ａの約７０％の強度であり、部分複合化するときにはプリフォームの形状などを工夫する必要がある。

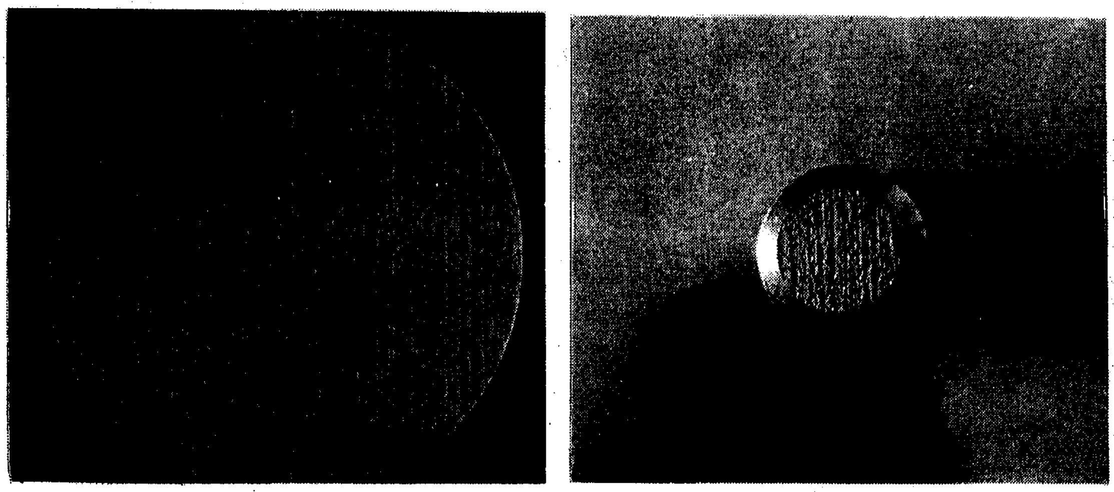


図１２　複合前のウィスカプリフォーム(左)と破面後の界面(右)の写真

3.4 硬さ特性

常温における硬さは表４に示したとおりである。硬さは、Ｖｆの増加に伴って上昇し、Ｖｆ３３．６％では、Ｈｖ２８７であった。

図１３に高温硬さ特性を示す。

５２３ＫにおけるＶｆ３３．６％の複合材料の硬さは、ＡＣ８Ａの常温での硬さにほぼ等しい。ただ、複合材においてもマトリックス金属の硬さの減少とともに硬さは低下し、特に４７３Ｋ付近から急激に低下した。なお、この傾向は高温引張試験結果(1)と同じであった。

3.5 摩耗特性

図１４に大越式迅速摩耗試験での摩耗速度と比摩耗量の関係を示す。

複合材料の比摩耗量は高速側ではＡＣ８Ａより少ないが、低速側ではＡＣ８Ａより多くなっており、ＡＣ８Ａにウィスカを複合化しても耐摩耗性は必ずしも向上しなかった。これは母材から遊離したウィスカが、複合材料を傷つけるためと考えられる。また、低速側から高速側になるにつれて複合材料の比摩耗量は少なくなる傾向にある。これは、耐熱性のあるウィスカにより高速側での融着摩擦が抑制されたためと考えられる。

3.6 熱膨張特性

表６に複合材料の平均熱膨張係数を示す。

複合材料の平均熱膨張係数はＡＣ８Ａに比べて大幅に低下し、Ｖｆが高いほど低い値を示した。

ウィスカの熱膨張係数が５.０×１０^{6}／Ｋ(表2)とＡＣ８Ａよりも熱膨張係数の小さい強化材を複合化することで、熱膨張はかなり抑えられる。

また、Ｐ方向がＴ方向よりも低い熱膨張を示す。これは光学顕微鏡組織からわかるように、Ｐ方向にウィスカが幾分配向しており、熱膨張係数の大きい

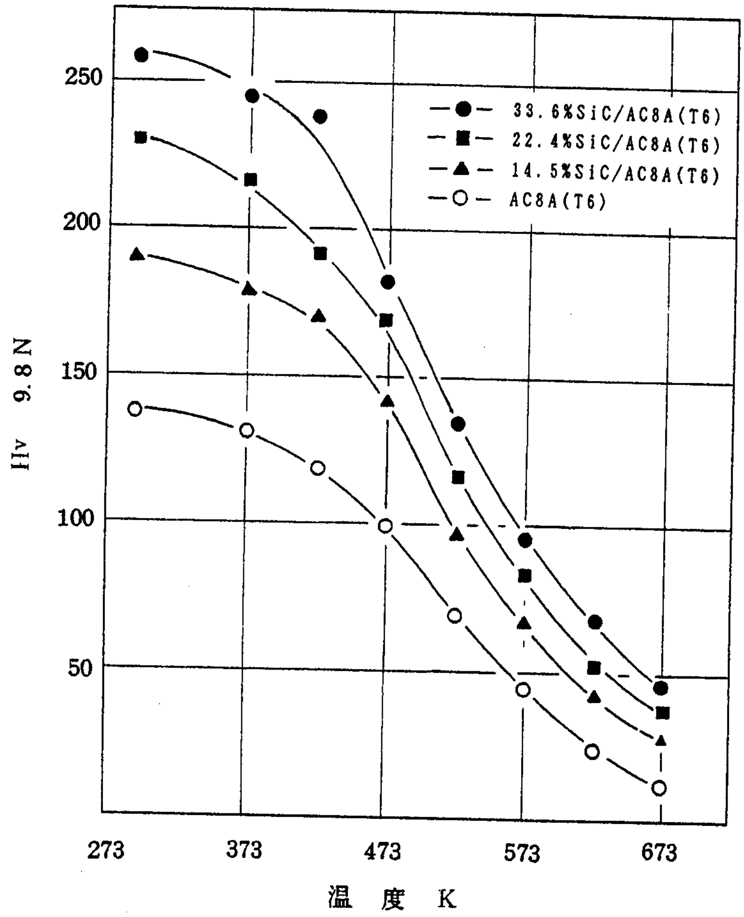


図１３　高温硬さ特性
加圧力　１００ＭＰａ

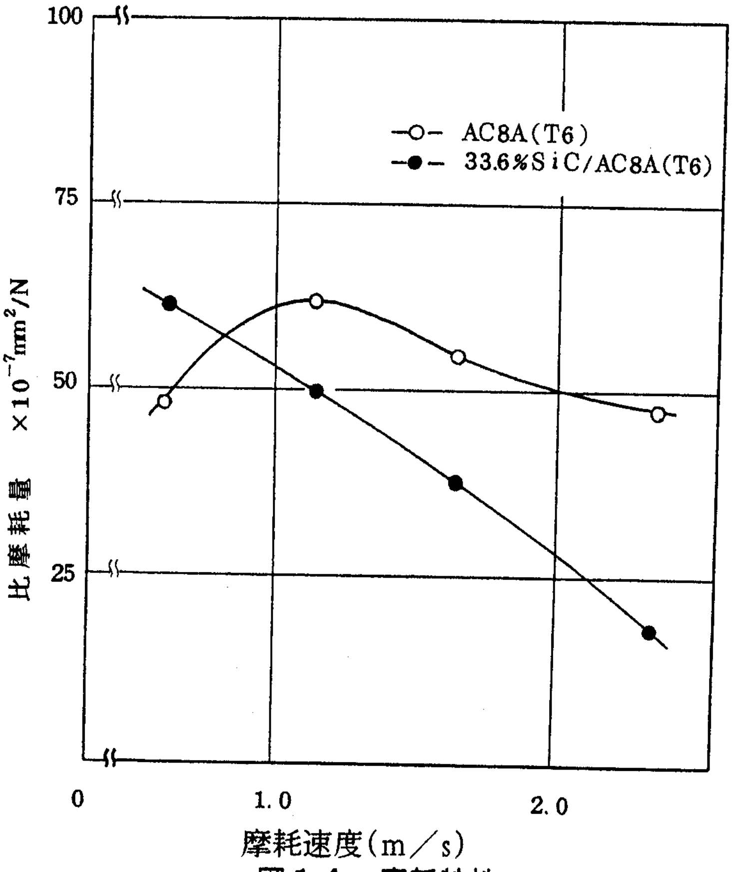


図１４　摩耗特性
加圧力　７０ＭＰａ

表6　平均熱膨張係数（×10^{-6}/K）

加圧力　１００ＭＰａ

熱処理　Ｔ６

		293～373 K	293～473 K	293～573 K	293～673 K
ＡＣ８Ａ		１９．０	２０．０	２１．０	２２．０
14.5%ＳｉＣ／ＡＣ８Ａ	Ｐ	１２．１	１５．３	１４．５	１５．０
	Ｔ	１２．８	１３．８	１４．１	１５．８
22.4%ＳｉＣ／ＡＣ８Ａ	Ｐ	１０．８	１２．５	１２．８	１３．５
	Ｔ	１１．２	１３．０	１２．９	１５．３
33.6%ＳｉＣ／ＡＣ８Ａ	Ｐ	７．８	９．７	９．３	１０．３
	Ｔ	９．４	１１．２	１１．８	１３．５

ＡＣ８Ａの膨脹をウィスカが拘束したためと思われる。逆に、Ｔ方向ではウィスカの拘束が少ないのでウィスカの配向と垂直方向が熱膨張係数が高い結果となった。この傾向はＶｆが高くなるにしたがって顕著である。

ウィスカを複合したＡｌ合金の押出し材において、押出し方向にウィスカが配向され、その方向の熱膨張係数が押出し垂直方向よりも低くなるという報告がある[2]。本実験では、プリフォームのＶｆは作製時に加圧することによって調整されているのでＶｆが高くなるほどＰ方向、すなわち加圧に対して垂直方向にウィスカの配向がより高くなったものと考えられる。

4　まとめ

ＡＣ８Ａ合金に炭化けい素ウィスカを複合するための条件および作製した複合材料の機械的性質について検討した結果、以下のことが明らかになった。

(1) 複合化は、加圧力が大きく(100MPa)、Ｖｆが低い(14.5%)ほど容易であり、加圧力が低く、Ｖｆが高い場合は、プリフォーム中のガスが溶湯の含浸を妨げて未複合部を生じた。

(2) ウィスカのＶｆが増すとともに、引張強さ、硬さ、ヤング率は直線的に上昇し、加圧力１００ＭＰａ、Ｖｆ３３．６％の時、引張強さは５１６ＭＰａであった。

(3) ウィスカ強化による強度上昇率は、熱処理の有無（Ｆ材とＴ６材）によらずＶｆに比例してほぼ同じ値であった。

(4) 高温における硬さは複合材においてもマトリックス金属の硬さの低下とともに硬さは低下し、特に４７３Ｋ付近からの低下が著しかった。

(5) ウィスカはプリフォーム成形時に加圧方向に対して垂直に配向し、複合材料の組織および熱膨張測定によりこれが確認された。

参考文献

（1）松原弘美 他３名：軽金属、３９(１９８９)５，３３８
（2）藤田米章　　　：鉄と鋼、７５(１９８９)９，１０５