

6.1 組織制御したセラミックスプリフォームの複合化条件

柴田周治 樋尾勝也 村川 悟 藤川貴朗 河合 真 寺本嘉夫

Conditions of Infiltration into Structure Controlled Ceramic Preforms

Shuji Shibata, Katsuya Hio, Satoru Murakawa, Takao Fujikawa, Makoto Kawai and Yoshio Teramoto

It has been attempted to establish the most suitable condition to infiltrate 7075 aluminium alloy into structure controlled Si-Ti-C-O ceramic preforms.

In high pressure casting, it is possible to manufacture metal matrix composites free of shrinkage cavities under conditions of pouring temperature at 1073K, pressure of 100MPa and reduced pressure of 21.3kpa.

The tensile strength is improved with increasing pressure and increasing pouring temperature.

keyword high pressure casting, reduced pressure, ceramic short fiber, structure control, preforms, volume fraction, orientation, mechanical properties.

1. 結 言

近年、種々の分野で高強度で軽い材料が求められているが、実際の実用部材では、ある特定の方向に対する特性が優れていればよい場合もある。

また、均質等方的な材料を作製し、その後の加工により形状を付与するよりも、強化材プリフォームへマトリックス材料を含浸させる高圧鋳造法の方がコスト、量産の面からは有利になる。

そこで、本研究では、複雑形状品を対象として、強化材にセラミックス短繊維を用い、その分布を制御することによって高強度の複合材料を作製することを目的とし、量産化プロセスとして、高圧鋳造法を用いた。

高圧鋳造法によって複合材料を成形⁽¹⁾する場合、セラミックス短繊維の損傷を少なくし、特定の方向に対する特性を良好にするには、プリフォーム段階での組織制御が必要となる。このため、前報⁽²⁾では、複合材料用プリフォームを組織制御するための方法として、吸引ろ過法と押し出し法について検討を行い、プリフォーム段階での組織制御を行った。

本研究では、この組織制御したプリフォームを用いて、高圧鋳造法により熔融Al合金を含浸させて複合材料を作製することを目指し、健全な複

合材料を得ることのできる複合化条件について検討した。

プリフォーム中に熔融Al合金を含浸して、健全な複合材料を作製するためには、プリフォーム中の繊維間の微小な空隙に存在するガスと熔融Al合金との置換がスムーズに行わなければならない。

そのための方法として、プリフォーム中のガスを予め減圧することにより除去し、その後、高圧鋳造により熔融Al合金を含浸する減圧複合化法について検討した。さらに、加圧力、注湯温度、減圧の有無の複合化条件を変化させて作製した複合材料について、組織、強度特性（引張、曲げ強さ）によって複合化の評価を行い、高強度な複合材料の成形技術の確立を図った。

2. 実験方法

マトリックス金属には、高力アルミニウム合金であるAl-Zn-Cu-Mg系（JIS7075）を使用した。表1に使用した7075合金地金の化学組成を示す。

強化材としてセラミックス繊維には、Si-Ti-C-O系短繊維⁽²⁾を用い、吸引ろ過法によりセラミックス短繊維が吸引方向に対して垂直な面内で2次元ランダムに分布したプリフォームを作製し、複合化用に供した。

表1 7075 合金の化学組成 (wt%)

Zn	Cu	Mg	Fe	Si	Al
5.40	1.37	2.41	0.24	0.07	Bal

マトリックス金属の溶解は電気炉を用い、大気中で黒鉛のつぼ内で溶解し、溶解量は、出湯後の温度低下を避けるため 1.0kgとした。

複合化の方法としては、図1に示す金型を用いて、プリフォーム中のガスをAl 溶湯含浸前に予め除去するため、金型下部にプリフォームをセットし金型上部より注湯後、金型下部からプリフォーム中のガスを吸引して、金型上部より加圧パンチにて加圧する方法を採用した。

吸引用フィルターは、低圧鋳造用フィルターなどを検討したが、高圧鋳造に耐える強度を満足しないため、径の異なる鋼製のリングを用意し、その隙間から吸引する構造とした。また、金型の予熱には棒状ヒーターを使用し、温度測定は、アルメルクロメル熱電対により行った。

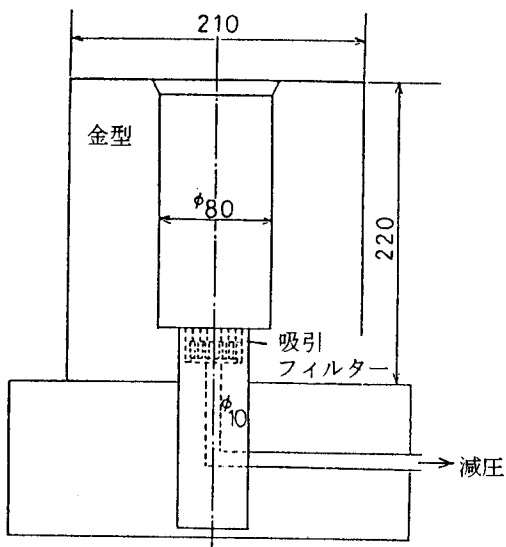


図1 減圧複合化装置用金型形状

次に、複合化条件を確立するため、表2の複合化条件を基本に以下の項目を変化させて健全な複合材料を得る成形条件について検討した。

(1) 加 圧 力

高圧鋳造時の加圧力は複合化の成否および作製された複合材料の特性に大きく影響するが、減圧との組合せにより加圧力を低く押さえ、かつ複合化が可能かどうか検討した。

このため、加圧力を7, 15, 40, 70, 100 MPaと変化させ、複合化の状況を観察した。

(2) 注 湯 温 度

注湯温度は高い方が複合化が容易であると考えられるが、あまり高い注湯温度では、Al 合金溶湯中のガス量が増大し、溶湯の健全性を損う。

そこで、注湯温度は複合化が可能な限り低い温度を設定するため、978, 1018, 1063, 1113 Kと変化させた。

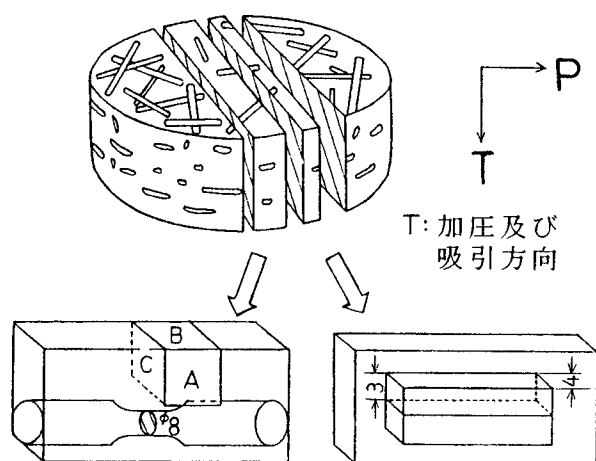
(3) 減 圧 の 効 果

溶湯Al 合金を注湯後、減圧複合化装置によりプリフォーム中のガスを除去した後に加圧する複合化方法で、Al 溶湯の含浸状況を観察することによって、減圧の効果を調査した。この時の減圧度は21.3 KPa一定とした。

表2 複 合 化 条 件

Al 合金(7075)						
溶解量	kg	1.0				
溶解温度	K	983	1023	1073	1123	
注湯温度	K	978	1018	1063	1113	
プリフォーム						
形状	mm	φ80×23h (Vf18%)				
作製方法	吸引ろ過後プレス成形					
予熱温度	K	773	923	953	953	
予熱時間	ks	7.2				
金 型						
キャビティ	φ80×120h					
予熱温度	K	553				
加 圧 条 件						
加 圧 力	MPa	100	70	40	15	7
加圧有無	減圧なし、減圧(21.3KPa)					
加圧時間	s	300				

次に、作製した複合材料は、図2に示すように直径80mm、高さ23mmの円筒状で、図に示したT方向が加圧(プリフォーム作製時の吸引)方向である。このブロックの中央部から厚さ5mmと10mmの板を切り出し、一方から組織観察用として10×10×10mmの顕微鏡試験片と直径8mm、平行部長さ12mmの引張試験片を、もう一方からは4×3×40mmの曲げ試験片を切り出した。



(a) 顕微鏡、引張試験片 (b) 曲げ試験片

図2 試験片採取位置

これらの試験片を用いて、強化繊維の配向状況を光学顕微鏡で確認するとともに、室温での引張強さおよび曲げ強さ、さらに573Kでの曲げ強さを以下に示す条件で行い、加圧力および減圧の効果についての健全性を評価した。

曲げ試験

試験方法 支店間距離30mmによる3点曲げ試験
 試験温度 室温(295K)
 573K(昇温速度0.33K/s, 573K到達後1.2ks保持)

引張試験

試験温度 室温(295K)
 試験速度 クロスヘッド速度 0.033mm/s

また、引張強さに及ぼす強化繊維の異方性の影響を調べる目的で、加圧力100MPa、注湯温度1073K、減圧(21.3kPa)ありの複合化条件で作製した複合材料について、加圧方向に垂直な方向(図2のP方向)と加圧方向(図2のT方向)の引張強さを比較した。

3. 結果及び考察

図3に注湯温度978K、プリフォーム予熱温度773Kの条件で複合化したマクロ組織の状況を、表3には目視による複合化の成否について示す。複合化は、加圧力15MPa以上で可能で、この加圧力以上では、加圧の有無による差は見られない。

加圧力7MPaでは、いずれも複合化出来ないが、減圧なしのものは、全く複合化していないのに対して、減圧したものは、わずかに複合化しており、減圧の効果が表れたものと考えられる。

表3 複合化可能な加圧力

加圧力MPa \ 減圧	あり 21.3kPa	なし
100	○	○
70	○	○
40	○	○
15	○	○
7	×(一部)	×

○複合化可能 ×未複合化

図4に曲げ強さに及ぼす加圧力、減圧の影響を示す。曲げ強さは、加圧力及び減圧の有無による影響はほとんど見られず、室温での曲げ強さはどちらも約500MPa程度であった。一方、図5に示す引張試験では、加圧力が増すとともに引張強さは上昇し、加圧力100MPaで約350MPaとなった。また、減圧した方がやや強度が高くなった。以上より、複合化条件のうち、加圧力及

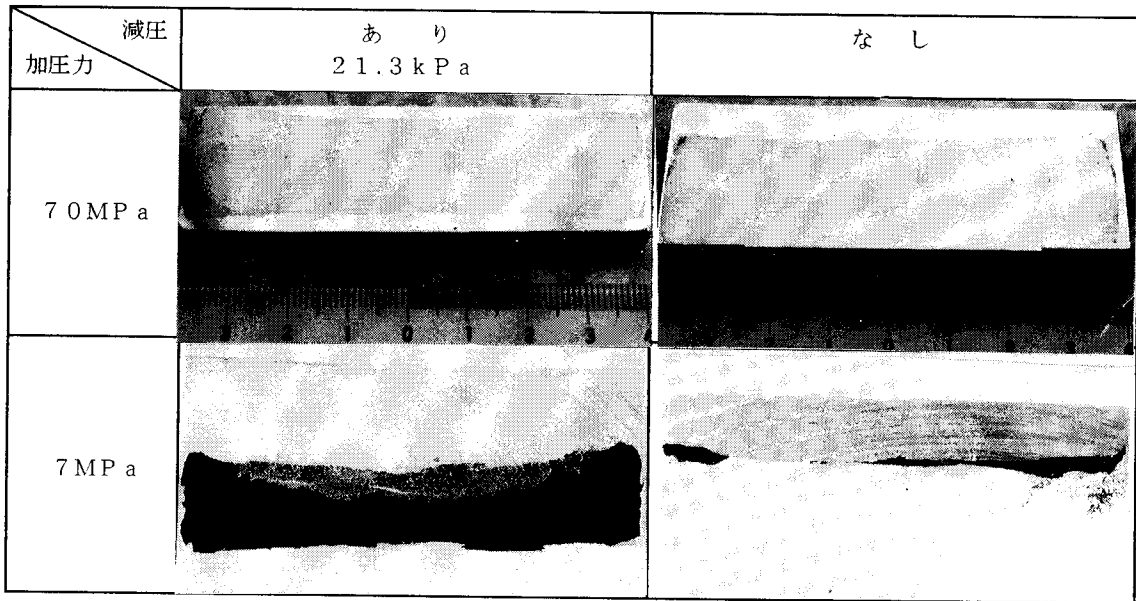


図3 マクロ組織の複合化状況

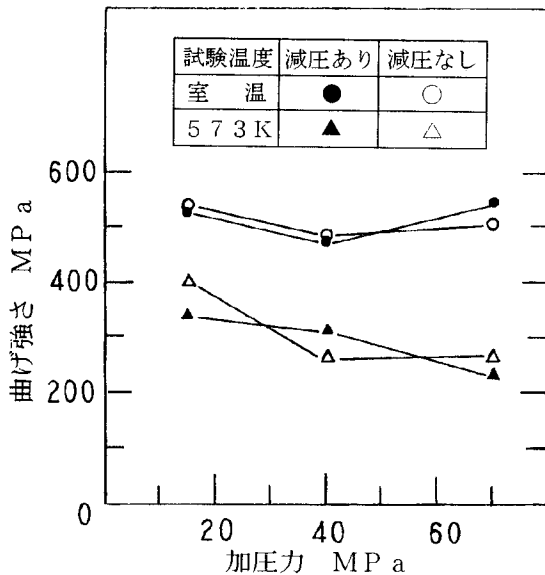


図4 曲げ強さに及ぼす加圧力、減圧の影響

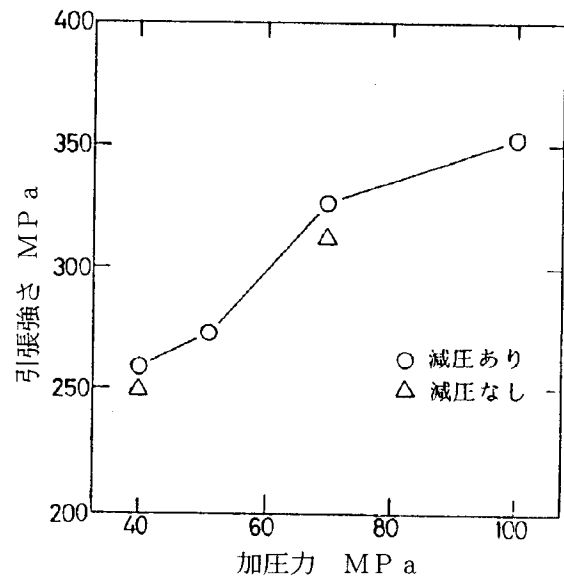


図5 加圧力と引張強さとの関係

び減圧の有無については、減圧ありで加圧力を増した方が引張強さは高くなることがわかった。

しかしながら、曲げ、引張試験結果とも、マトックスの7075合金の強度特性に比べて複合化の効果が認められない。その原因を明らかにするため、走査電子顕微鏡により複合部を観察した写真を図6に示す。このときの複合化条件は、注湯温度978K、加圧力70MPa、減圧ありである。図6から繊維と繊維が接近あるいは接触しているところに微小な未複合部、即ち、ミクロポロシティの存在が確

認された。このように、マクロ組織で複合化したように観察されたものでも、SEMによるミクロ組織の観察においては、ミクロポロシティが多く認められた。これは、熔融Al合金の流動性が十分でないために、繊維間のわずかな空隙に含浸することができなかったものと考えられる。

ミクロポロシティの形状は、加圧力が小さいと比較的丸いのに対し、加圧力が大きいと加圧によりミクロポロシティが押しつぶされた状況が観察された。ミクロポロシティの存在が強度特性に悪影響を及ぼしたものと考えられる。

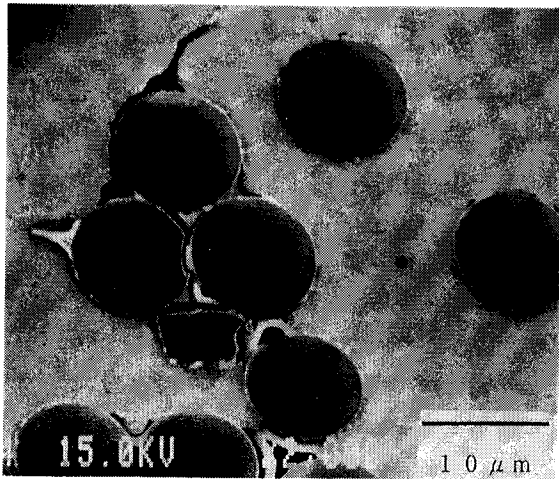


図6 複合部のマイクロポロシティ
(加圧力70MPa、減圧あり)

注湯温度を978K一定の条件では、加圧力を100MPaまで上げ、かつ、減圧の有無による影響を検討したがマイクロポロシティを消滅することはできなかった。

以上から、マイクロポロシティを消滅させるためには、注湯温度が最も影響すると考え、注湯温度を1018、1063、1113Kと上げ、減圧ありの条件で複合化し、マイクロ組織を観察した結果、1063K以上では、マイクロポロシティの消失を確認した。A1溶湯中へのガス吸収は、注湯温度とともに増大するので、注湯温度の最適条件を1063Kとした。この条件で作製した複合材料について、繊維強化の影響を確認するため、鑄放しでの複合材料とマトリックスの引張試験を行った。その結果を図7に示す。複合材料の引張強さは、注湯温度を上げるとともに上昇し、1063K以上でほぼ一定となるのに対し、マトリックスの引張強さはほぼ230MPa一定で注湯温度の影響はほとんど見られなかった。この結果、マトリックス材より複合材料の方が引張強さが高くなり複合化の効果が認められた。複合材料の強度上昇は、注湯温度を上げたことによるマイクロポロシティの消失によるものと考えられる。

本研究で作製した複合材料の代表的な顕微鏡組織を図8に示す。図8より明らかなように、加圧及び吸引方向に対し、垂直な面内では強化繊維が

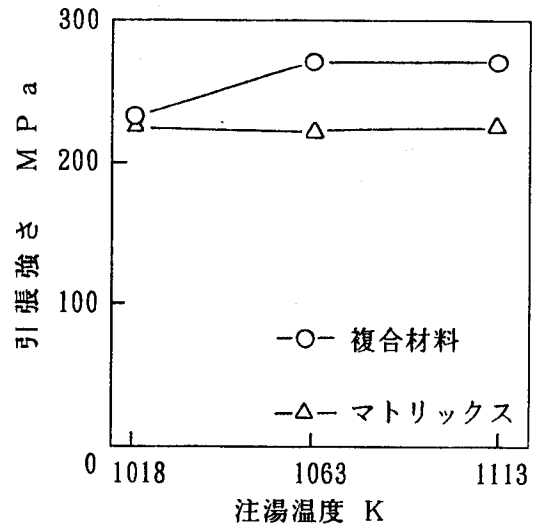


図7 引張強さに及ぼす溶湯温度の影響

2次元ランダムに分布しており、加圧及び吸引方向で切った断面では強化繊維の断面が多く認められる。

今まで述べてきた引張強度については、すべて加圧および吸引方向に垂直な方向(図8でのP方向)に荷重を加えたデータである。そこで、このP方向に垂直な方向(図8でのT方向)に引張荷重を加えて比較した。この結果を表4に示す。

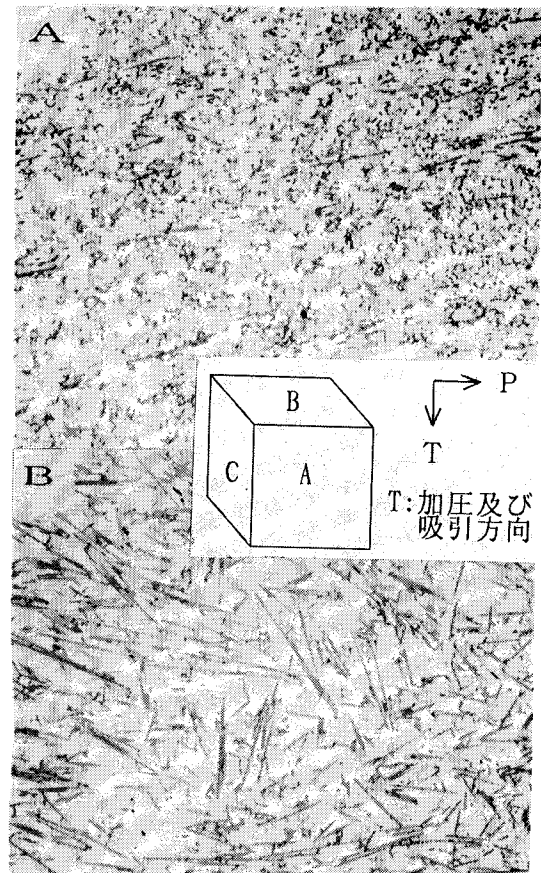


図8 複合材料の顕微鏡組織

この結果、P方向に比べて引張強さは半減し、強化繊維の配向の影響が大きいことが認められた。

表4 引張強さに及ぼす強化繊維の異方性の影響

引張強さ MPa	
強化繊維の配向と直角	強化繊維の配向方向
150	285

4. ま と め

高圧鋳造法により組織制御したプリフォームに溶融Al合金を含浸させ、健全な複合材料を作製することのできる複合化条件について検討した結果、以下のことが明らかになった。

- (1) 健全な複合材料を得るための複合化条件では、注湯温度が最も影響する。注湯温度1063 K以上でマイクロポロシティは消失する。
- (2) 複合化するための加圧力は、15MPa以上必要である。

(3) プリフォーム中のガスを除去する減圧効果が認められる。

(4) 強度特性、組織観察から、複合化条件は注湯温度1063 K以上、加圧力100MPa、減圧ありの条件が最も良好である。

本研究開発は、複合材料新成形技術の研究開発の一環として、(財)中部科学技術センターが新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)から委託を受けたものを、三重県が(財)中部科学技術センターより再委託を受けて実施したものである。

参 考 文 献

- (1) 渡辺他：軽金属、38(1988)10,633
- (2) 柴田他：平成3年度三重県金属試験場業務報告