

6.1 高圧鋳造法により作製した複合材料の機械的、熱的特性に及ぼす組織制御の影響

柴田周治 樋尾勝也 河合 真 藤川貴朗 寺本嘉夫

Mechanical and Thermal Properties of Aluminium Matrix Composites Reinforced by Two-Dimension Orientated Ceramic Short Fibers

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

In this paper, we evaluated mechanical and thermal properties of aluminium matrix composites reinforced by ceramic short fibers which was two-dimension orientation to the pressing direction. In addition, effect on composites of the condition of heat treatment and hot isostatic press was investigated.

The composites showed anisotropy at mechanical and thermal properties.

Tensile strength of 30% SiC whisker reinforced 7075 alloy composites was about 840MPa at room temperature.

Keyword high pressure casting, reduced pressure, ceramic short fiber, structure controll, two-dimension orientation, mechanical properties, thermal properties, HIP

1 はじめに

本研究は、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た。

これまでの研究では、吸引ろ過法により短繊維が2次元に配向したプリフォームを作製し、プリフォーム段階での組織制御を行った¹⁾。さらにこの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合金との置換をスムーズに行うため、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法の最適条件を決定した²⁾。

本年度は、組織制御した複合材料が強度特性、熱特性に及ぼす影響を調べるとともに、強化繊維の種類及び熱処理、HIPなど後処理条件について検討し、目標性能である比強度 $3 \times 10^5 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$ の達成に努めるとともに、超塑性現象発現の可能性についても確認することとした。

2 実験方法

(1) 複合材料の材料特性に及ぼす組織制御の影響

表1に示す条件で7075Al合金と Si-Ti-C-O短繊維(Si-Ti-C-O)との複合化を行った。

7075Al合金の溶解では、Znの減耗を考慮して少量のZn添加により成分調整を行った。こうして作製した複合材料のマトリックス部を化学分析した結果を表2に示す。

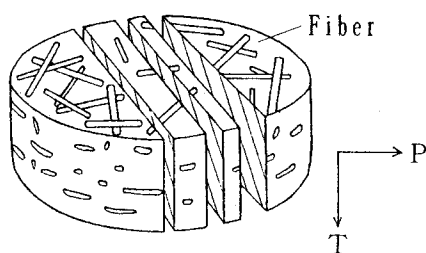
表1 複合化条件

Al合金(7075)		
溶解量	kg	1.2
溶解温度	K	1073
注湯温度	K	1063
プリフォーム		
(強化材 Si-Ti-C-O 系短繊維)		
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
予熱時間	ks	7.2
金型		
キャビティ寸法	φ80×120h	
予熱温度	K	553
条件		
加圧力	MPa	100
減圧	kPa	21.3
加圧時間	s	180

表2 複合材料作製時のマトリックス部の化学組成 wt %

Zn	Si	Mg	Cu	Al
6.77	0.044	2.02	1.11	Bal

作製した複合材料は、Si-Ti-C-O_f が加圧方向に対して垂直な面内に2次元配向した組織となっていた。繊維が配向している様子を図1の模式図に示す。高圧鑄造の加圧方向（T方向）と加圧方向に垂直な方向（P方向）の両方向から試験片を採取し、機械的、熱的性質を評価した。



T：加圧方向

図1 組織制御した複合材料組織の方向性（模式図）

機械的性質として、21.6%Si-Ti-C-O_f/7075複合材料の引張および曲げ試験を以下の条件で測定した。

引張試験

試験片形状 平行部 φ8、平行部8mm
 試験温度 室温、573K（保持時間1.2ks）
 雰囲気 大気中
 クロスヘッド速度 0.017mm/s

曲げ試験

試験片形状 4×3×40mm（JIS R1601）
 スパン 30mm
 試験温度 室温、573K（保持時間1.2ks）
 雰囲気 大気中

熱的特性として、平均熱膨張係数と熱伝導率をVfを変化させて以下の条件で測定した。

平均熱膨張係数

試験片	P方向	Vf	21.6%	28.4%
	T方向	Vf	22.0%	26.9%

試験片形状 φ6×15mm
 測定方法 押し棒式により293Kから573Kまでの平均熱膨張係数を測定

雰囲気 大気中
 昇温速度 0.017K/s

熱伝導率

試験片形状 φ10×2mm
 測定方法 レーザフラッシュ法
 試験温度 室温
 雰囲気 大気中

(2) 複合化成形した複合材料の後処理の検討

高圧鑄造法により作製した複合材料の強度上昇を目的に鑄造後の後処理について検討した。

本プロセスでは、セラミックス短繊維のプリフォーム段階での組織制御を行い、減圧を利用した高圧鑄造法により、製品形状にできるだけ近い形で成形品を得ることを目標としている。このため、本プロセスで考えられる方法として熱処理条件とHIP処理について検討した。

熱処理条件は、7075合金に施されるT6処理を行う条件設定として、硬さ測定による最適時効時間の決定と引張特性に及ぼす均質化時間の影響について検討した。

硬さ測定は、7075マトリックス部、21.6%Si-Ti-C-O_f/7075複合材料、22%SiCウイスカ/7075複合材料について、748K×7.2ksで溶体化後、高温顕微硬さ計で時効温度に保持しながら、以下の条件でピッカース硬さを測定した。

試験片形状 5×5×10mm
 時効温度 393K
 試験荷重 9.8N
 保持時間 15s
 測定数 同一時間にて3点

7075マトリックス部、Si-Ti-C-O_f/7075複合材料について、均質化時間を以下の条件で変化させ、引張強さによる評価を行った。

均質化 748K×7.2ks、748K×162ks
 均質化後水冷
 時効 393K×86.4ks

また、目標性能である高強度を得るため、強化繊維にSiCウイスカ (SiCw) を用いて複合材料を作製し引張特性向上を試みた。さらに、SiCw/7075複合材料について強度上昇の効果確認のため、高圧鋳造による複合材料作製時の100MPaよりも高い圧力で、液相が出ない温度 (750K以下) を選択し、以下の条件でHIP処理による強度上昇を試みた。

HIP

処理方式 昇温、昇圧同時方式
 加熱温度 743K
 加圧力 200MPa
 保持時間 7.2ks

(3) 超塑性発現の検討

組織制御した複合材料の超塑性現象発現の可能性を調べるため、21.6%Si-Ti-C-O_f/7075複合材料について、ひずみ速度を変化させた圧縮試験を行い、ひずみ速度と変形応力の関係からひずみ速度感受性指数 m 値を求めた。

試験片 $\phi 12 \times 12$ mm (上下面がT方向)
 試験温度 743K
 雰囲気 大気中

3 結果および考察

(1) 複合材料の材料特性に及ぼす組織制御の影響

図2に機械的性質に及ぼす組織制御並びに試験温度の影響を示す。室温での引張強さは、繊維が配向している方向 (P方向) は引張強さ285MPaを示したのに対し、これに垂直なT方向では約1/2の値となった。また、573Kでの引張強さは、P方向では室温の約1/2になったのに対し、T方向では強度は低下したもののもとと

強度が小さいためかP方向ほど温度による影響は見られなかった。曲げ強さでは、引張強さとは逆にT方向の曲げ強さが大きくなり、温度による影響は引張強さと同じ傾向でT方向の強度低下が著しかった。

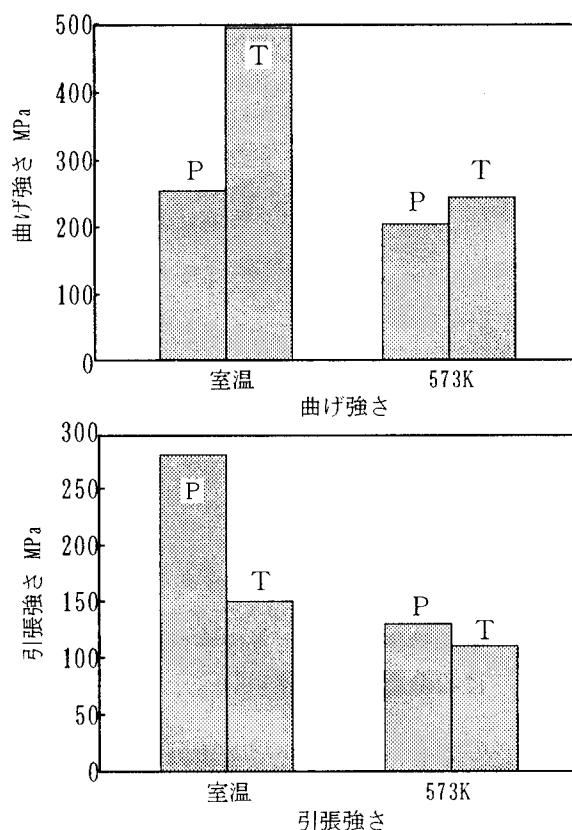


図2 室温及び573Kにおける機械的性質に及ぼす組織の方向性

以上から、引張及び曲げの強度特性においては、室温でP、T方向により約1/2に低下する結果となり、強化繊維の異方性による組織制御の影響が大きいことがわかった。

図3に組織制御した複合材料のP方向 (加圧方向に垂直な方向)、T方向 (加圧方向) の293K~573Kまでの平均熱膨張係数を測定した結果を示す。いずれの方向においても複合材料の熱膨張係数は、マトリックスよりもVfの増加とともにほぼ直線的に低下した。これは、使用したSi-Ti-C-O_fの熱膨張係数が $3.1 \times 10^{-6} 1/T$ とマトリックスである7075Al合金に比べ小さいことに

よると考えられる。また、組織制御の影響では、P方向の熱膨張は、T方向よりも低下した。これは、Si-Ti-C-O_fが加圧方向に対して垂直な面に配向していることから、昇温時にSi-Ti-C-O_fがマトリックスの膨張を拘束したためと考えられる。

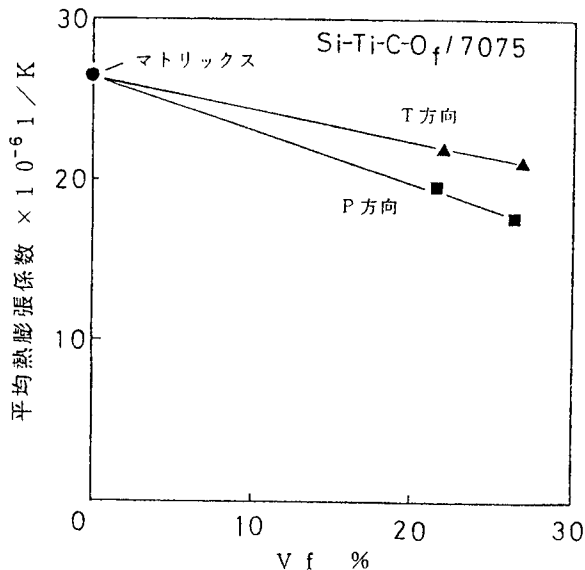


図3 平均熱膨張係数に及ぼすVfと組織の方向性の影響 (293K-573K)

次に、室温における熱伝導率の測定結果を図4に示す。複合材料の熱伝導率は、熱膨張特性と同様にVfとともに低下した。組織制御による影響では、T方向のほうがP方向よりも小さい値となり、Si-Ti-C-O_fの配向方向により熱の伝導が妨げられたものと考えられる。

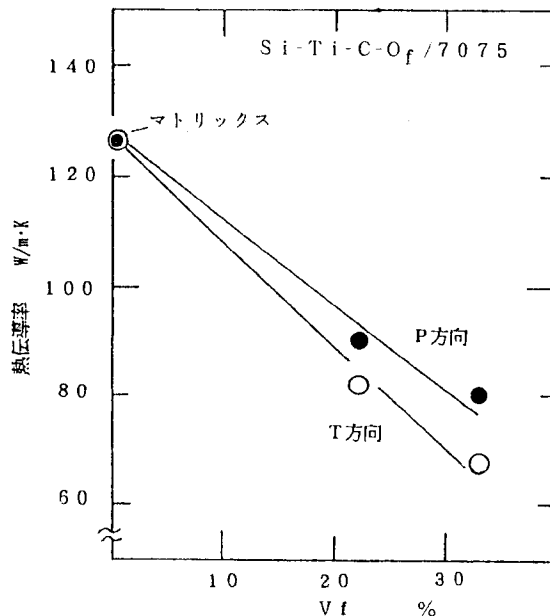


図4 熱伝導率に及ぼすVfと組織の方向性の影響 (室温)

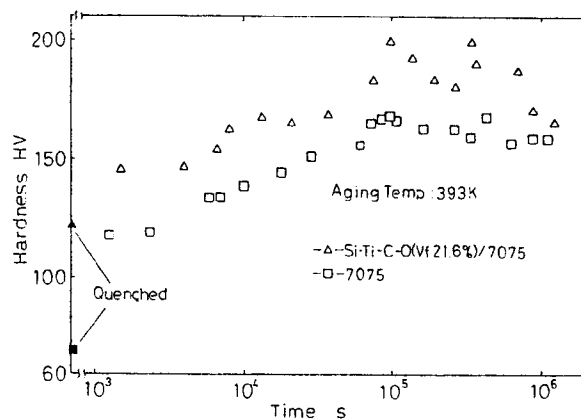


図5 7075マトリックス及びSi-Ti-C-O_f/7075複合材料の時効曲線 (溶体化748K×7.2ks)

(2) 複合化成形した複合材料の後処理の検討

748K×7.2ksで溶体化後の時効曲線について、図5に7075マトリックス部及びSi-Ti-C-O_f/7075複合材料の時効曲線を、図6にSiC_w/7075複合材料の時効曲線を示す。いずれについても時効時間の経過とともに硬さは増加し、86.4ks程度で硬さがピークに到達した。複合材料ではマトリックスに比べて硬さのピークが短時間側に移行するという報告があるが、本実験では明確な違いは現れなかった。また、硬さの上昇はマトリックスが最も大きかった。Si-Ti-C-O_f/7075

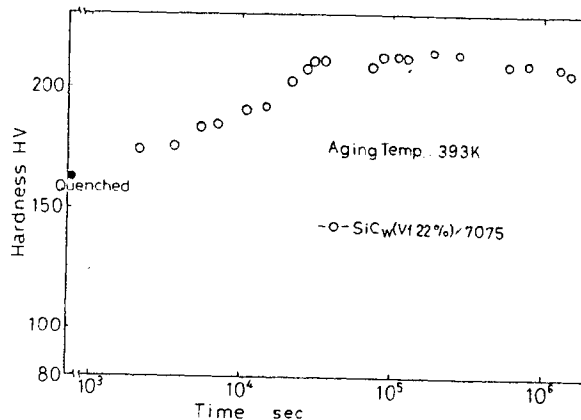


図6 SiC_w/7075複合材料の時効曲線 (溶体化748K×7.2ks)

図7に7075マトリックス、Si-Ti-C-O_f/7075複合材料の引張強さに及ぼす均質化時間の影響を示す。

マトリックスの強度は、均質化時間の増すことにより、約50MPa増加したが、複合材料の引張強さは均質化時間の延長による効果はなく、むしろやや低下する傾向となった。マトリックスの強度上昇は、粒界に晶出した化合物の分解とマトリックスへの固溶によると考えられる。複合材料について、引張試験後の繊維を塩酸：水 = 1：1 溶液で溶出し、電子顕微鏡で繊維の表面を観察したところ、均質化時間による顕著な差は見られなかった。

以上から熱処理条件としては、溶体化 748K×7.2ks+時効393K×86.4ksとした。

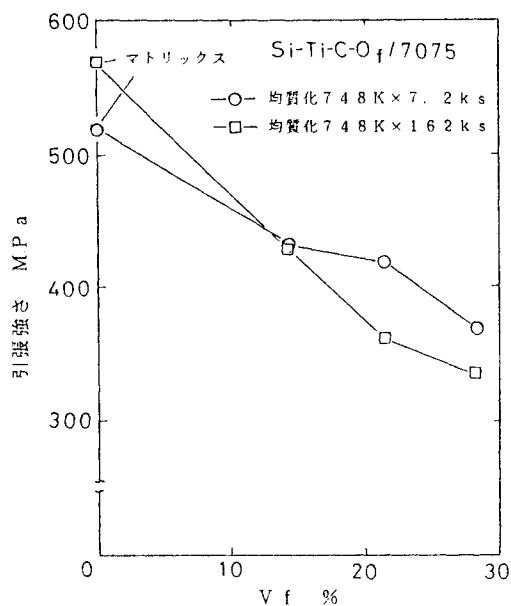


図7 Si-Ti-C-O_f/7075複合材料の引張強さに及ぼす均質化時間の影響

一方、複合材料の引張強さは、Vfの増加とともに減少し、繊維強化の効果が現れなかった。

その主な原因として強化繊維のプリフォーム作製段階での損傷が考えられる。Si-Ti-C-O_fの繊維長は、吸引ろ過時(平均0.76mm)とその後の加圧によりVfを上昇させてプリフォーム(Vf 18%)を作製した時(平均0.21mm)で大きく異なり、加圧により繊維長が損傷して短くなっていた。このため、Vfの増加とともに繊維が寸断され、十分な繊維強化を発揮できなかったも

のと考えられる。この他、マトリックスと繊維との界面反応も考慮すべきところであるが、本報告では詳細な検討を行なわなかった。

次に、高強度の複合材料を得るため、強化繊維にSiCウイスカを用いて複合材料を作製した。

図8にSiC_w/7075複合材料を深腐食してウイスカを浮きだしたものを電子顕微鏡で観察した組織を示す。ウイスカが水平方向に配向している様子が認められ、2次元配向していることを確認した。この組織を画像解析で解析した結果を図9に示す。図の0と180度の方向にIntensity(強度)が高く現れており、水平方向にウイスカが配向していることが裏付けられた。

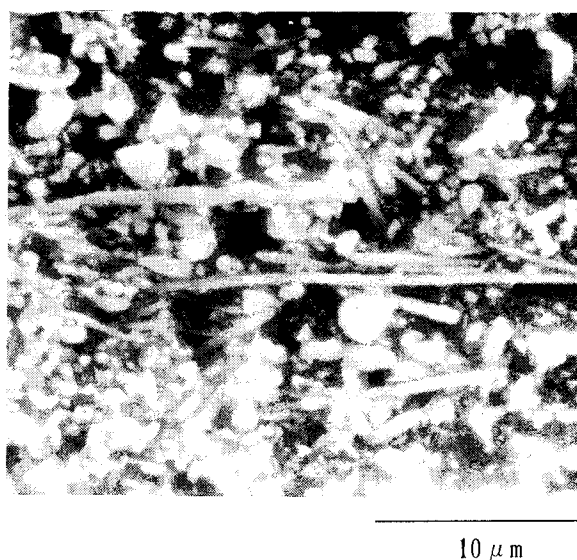


図8 SiC_w/7075複合材料のSEM組織

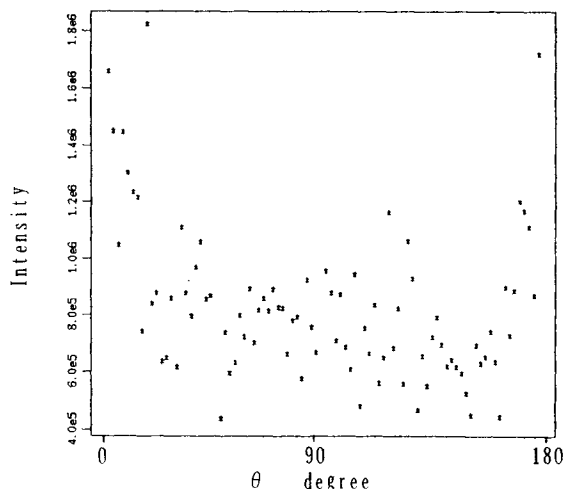


図9 画像解析によるSiC_wの配向 (30%SiC_w/7075)

SiC_w/7075複合材料に上記で定めた熱処理を施した時の引張強さを図10に示す。引張強さは、Vfが増すとともに上昇し、Vf30%で平均839MPa、比強度 $2.89 \times 10^3 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$ の値となり、SiCウイスカによる強化が顕著に現われ、かなり高強度の複合材料を得ることができた。

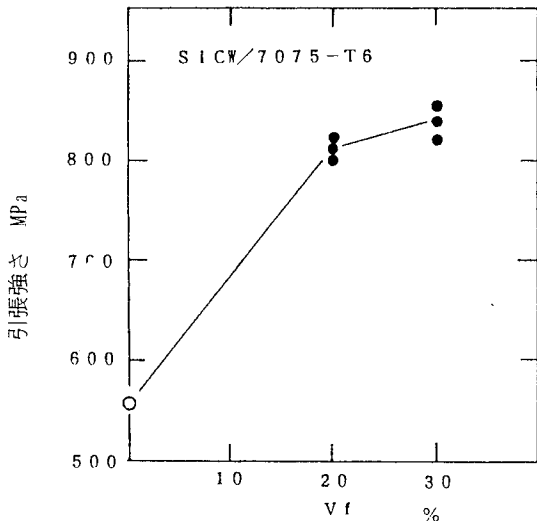


図10 熱処理(T6)したSiC_w/7075複合材料の引張強さ

SiC_w/7075複合材料にHIP処理を行い、その後T6処理を行った場合の機械的性質を図11に示す。

引張強さは、Vf=30%で最大867MPa(比強度 $2.99 \times 10^3 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$)、最小822MPa(比強度 $2.83 \times 10^3 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$)、平均843MPa(比強度 $2.90 \times 10^3 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$)となり、ほぼ目標の比強度を達成した。縦弾性率はVf30%で約110GPaまで上昇した。

一方伸びは、Vfの増加とともに急激に減少し、Vf30%で約1%まで減少した。

HIP処理の効果について図10の熱処理材と引張強さを比較すると、HIP処理をしてもVf=30%の平均値では、ほとんど引張強さの上昇は認められず、大きく強度が上昇することはなかった。これは、開発した減圧を利用した複合化成形技術で未複合化部等の欠陥がほとんどないことを示している。

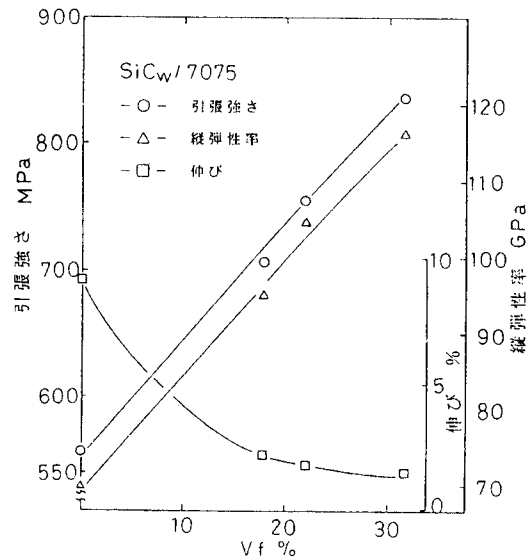


図11 HIP処理後熱処理(T6)したSiC_w/7075複合材料の引張強さ

(3) 超塑性発現の検討

図12にひずみ速度と変形応力の関係を示す。図から求めた直線の傾き、即ちm値は0.08となり、超塑性を発現するといわれる値よりも小さい。これは、ウイスカに比べると本研究で使ったSi-Ti-C-O_fの形状が大きく、塑性変形時にマトリックスを拘束するためと考えられる。

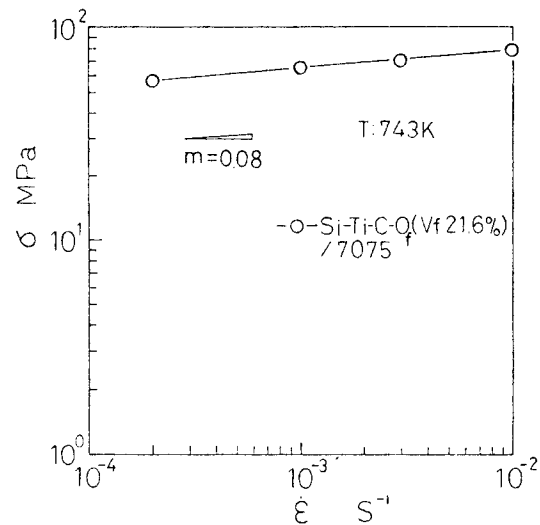


図12 ひずみ速度と変形応力の関係

4 まとめ

- (1) 複合材料の材料特性に及ぼす組織制御の影響
本プロセスによって複合化された複合材料は、強度および熱特性の面で異方性が認められ、特

徴を利用した設計が望まれる。

(2) 高圧鑄造法による複合材料の強度特性

- ① Si-Ti-C-O_rを強化材とするものは高強度は望めないが、SiCウィスカを強化材とする複合材料は高い比強度が期待できる。
- ② 高圧鑄造後のHIP処理の効果は強度面では小さい。
- ③ 目標とする比強度 $3 \times 10^5 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$ に対して $2.90 \times 10^5 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-2}$ が得られ、ほぼ目標を達成したと考えられる。

(3) 超塑性発現の可能性

Si-Ti-C-O_r強化の複合材料においては超塑性発現の可能性は認められなかった。

このように、開発された複合化技術は、鑄造と熱処理という組合せによるもので、比較的工程が簡素で低コストな複合化プロセスとして実用化の期待が大きい。今後、低コストのセラミックス強化材の開発、高圧鑄造法の改良と量産化装置の開発により、本プロセスの特徴を活用した製品化が可能である。

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、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、三重県金属試験場が中部科学技術センターから再委託を受けて実施したものである。

参 考 文 献

- 1) 柴田他：平成3年度三重県金属試験場業務報告
- 2) 柴田他：平成4年度三重県金属試験場業務報告