

Al 基および Ti 基繊維強化複合材料 (FRM) の特性評価に関する研究

日本大学 理工学部 航空宇宙工学科

助教授 出井 裕

(平成9年度研究開発助成 AF-97011)

キーワード: 金属基繊維強化複合材料, チタン合金, SiC 繊維

1. 結 言

従来から広く使われてきた複合材料は繊維強化プラスチック (FRP) で、高分子材料をガラス繊維や炭素繊維で強化した材料である。この FRP は軽量かつ高強度で、航空機構造材としても広く使用されている。しかし、FRP はマトリックスに高分子材料を使用しているため、耐熱性に乏しく、高温下での使用は不可能であった。高温下で使用することが多い航空宇宙分野から要求により、耐熱性を有する高強度複合材料の開発が始まった。Ti や Al などの軽金属をマトリックスとし、セラミックス繊維を強化繊維とした金属基繊維強化複合材料 (FRM) に関する研究が報告されている¹⁾。また金属基複合材料の接合に関する研究はほとんどない^{2), 3)}。

本研究ではマトリックスに Ti 合金 (Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn)、強化繊維に SiC 繊維で構成された Ti 基連続繊維強化複合材料 (SiC/Ti) をホットプレスで作製した。この SiC/Ti 複合材料について、機械的性質に及ぼす作製条件 (作製温度、作製圧力)、繊維含有率 Vf などの検討を行った。さらに SiC/Ti 複合材料の接合法を確立するため、パラジウムろうによるろう付で SiC/Ti を接合し、その接合特性を明らかにした。

2. 実験方法

2. 1 供試材料

本研究で使用したマトリックス材料は β -Ti 合金 (Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn) である。また SiC 繊維には SCS-6 (米国 Textron Specialty Materials 社製) を用いた。この繊維はカーボン繊維の心線に化学蒸着法 (CVD) で SiC を蒸着し、さらに繊維周囲にカーボンをコーティングして C-リッチ層を形成しているものである。SiC 繊維の機械的

性質は、引張強度が 3450MPa、ヤング率が 400GPa、密度が 3.0g/cc である。

2. 2 SiC/Ti の作製方法

厚さ 0.14mm の Ti 合金を幅 10mm、長さ 70mm に切断し、硝酸と弗酸の混合液 (硝酸 30%、弗酸 4%、蒸留水 66%) 中で酸化皮膜を除去した。次に SiC 繊維と Ti 合金をアセトン中で超音波洗浄した。図 1 に SiC/Ti の作製過程を示す。図 1 (a) および (b) に示すように Ti 合金と SiC 繊維を積層し、図 2 に示す成形治具にセッ

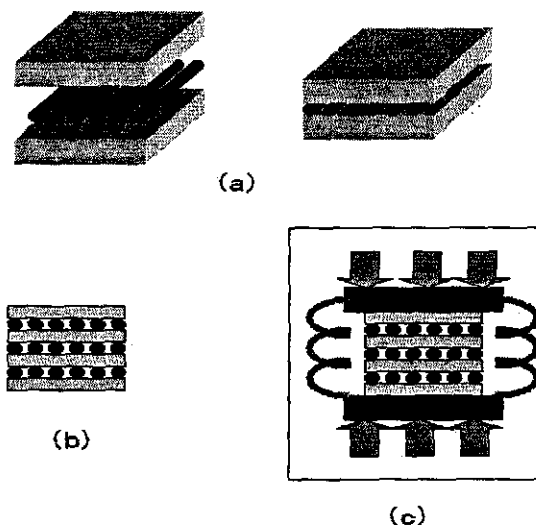


図1 SiC/Ti の作製過程

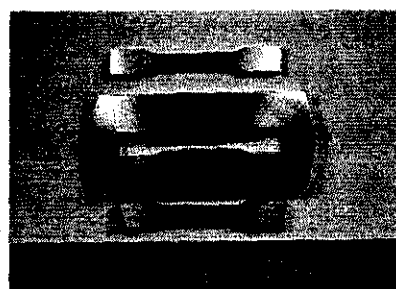


図2 SiC/Ti の成型用型

トした。この治具をホットプレスに入れ、図1(c)のように真空中で加熱・加圧してTi合金とSiC繊維を複合化した。作製温度は660℃、730℃、800℃とし、また作製圧力は20MPa、40MPa、60MPa、80MPaとした。所定の作製温度に達してから加圧を開始し、加圧時間を60分間した。繊維含有率Vfは積層するTi合金の枚数を変えることにより変化させた。

2.3 各種試験方法

作製したSiC/Tiについて、インストロン材料試験機を用いて繊維方向に対する引張試験を行った。試験温度は室温、400℃、600℃、800℃とし、試験片は大気中で赤外線

照射式加熱装置により加熱した。また引張速度は毎分1mmとした。

2.4 SiC/Tiのろう付

SiC/Tiの接合法にはろう付法を用いた。SiC/Tiの高温での使用を考慮し、ろう材には耐熱ろう材の一種であるパラジウムろう(Pdろう)を用いた。本研究で使用したPdろうは、SiC/Ti用に試作した3種類のPd-Ag-Ga系(Pd-85Ag5-Ga, Pd-82Ag-9Ga, Pd-75Ag-17Ga)である。ろう付試験片は重ね継手とし、真空炉中で赤外線照射式加熱によりろう付を行った。

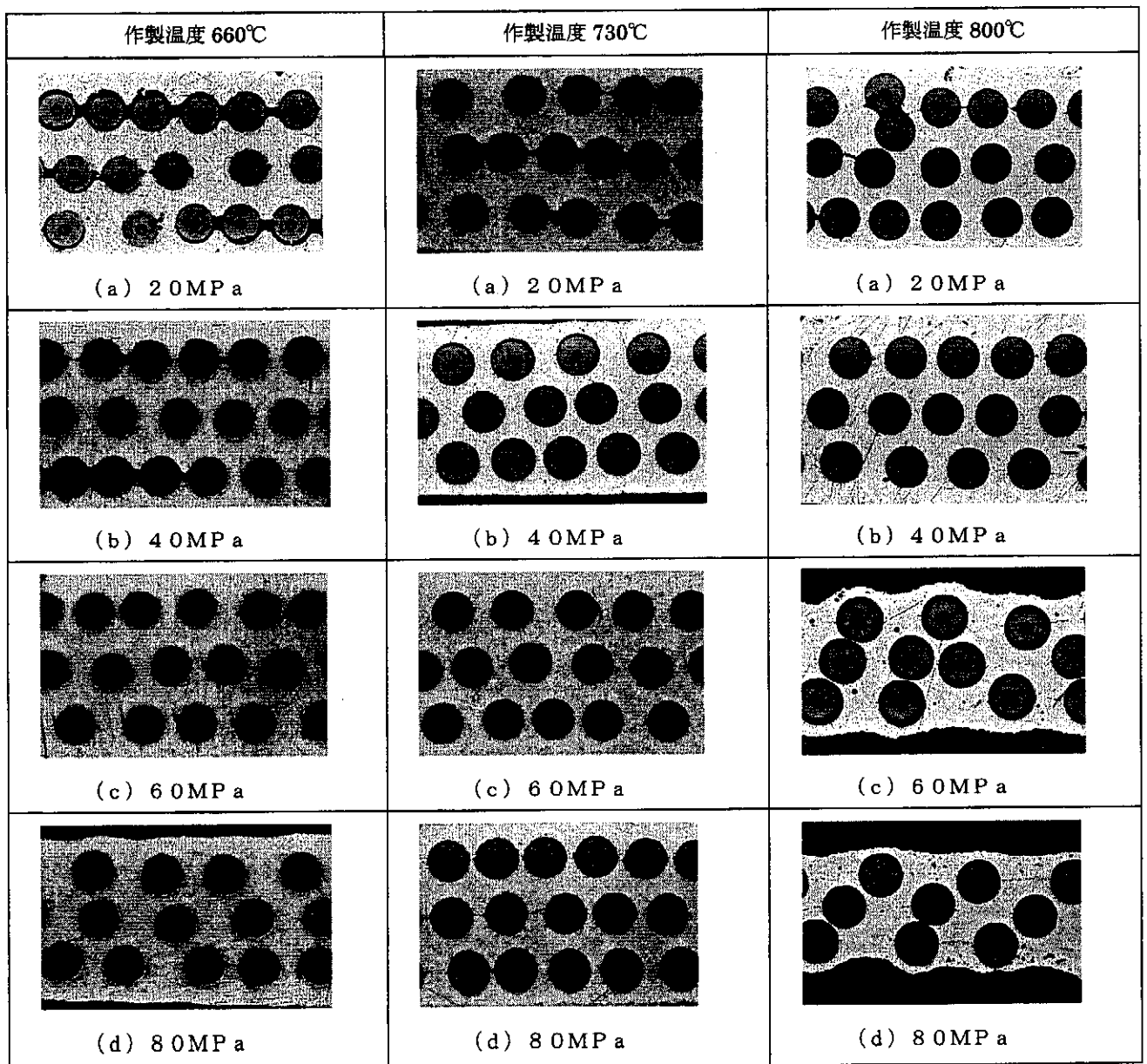


図3 作製条件における繊維-マトリックスおよびマトリックス間の接合状況

3. 実験結果および考察

3. 1 SiC/Ti の作製条件における繊維/マトリックス界面反応の検討

図3はSiC/Tiの作製温度660℃、730℃、800℃、作製圧力20MPa、40MPa、60MPa、80MPaでの作製条件における繊維とマトリックスとの接合状態を示したものである。

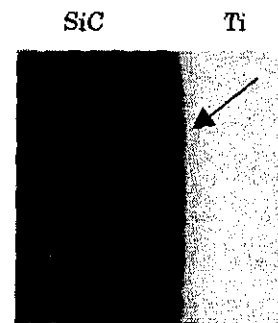
作製圧力20MPaの場合、いずれの作製温度においても、繊維とマトリックスおよびマトリックス同士が密着せず、間隙が生じている。

作製圧力40MPaの場合、作製温度730℃と800℃では、繊維とマトリックスは密着し、間隙は生じていない。またマトリックス同士の接合も良好で、接合界面は消失している。

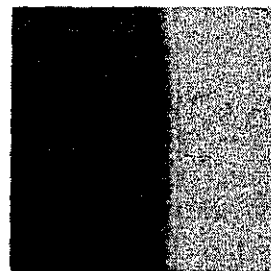
作製圧力60MPaで作製温度660℃および730℃の場合、繊維とマトリックスおよびマトリックス間ではいずれも密着し、良好な接合状態を示している。また作製圧力60MPaで作製温度800℃では繊維とマトリックスおよびマトリックス間の接合は十分行われているが、繊維の配列に乱れが生じ、繊維の間隔が一定になっていない。

作製圧力80MPaで作製温度660℃では、繊維・マトリックスおよびマトリックス間では良好な接合状態を示した。

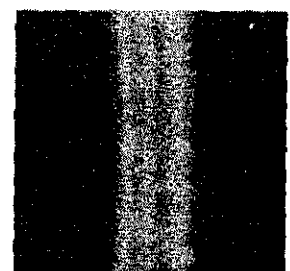
作製温度730℃ではマトリックスは十分接合されているが、繊維の周囲で一部破損している。作製温度800℃では作製圧力60MPa同様に、繊維とマトリックスおよびマトリックスの接合は十分行われているが、繊維が一定の間隔



(a) SEM 像

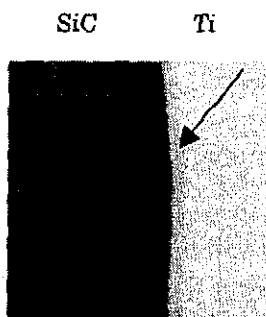


(b) Ti

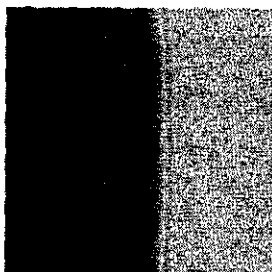


(c) C

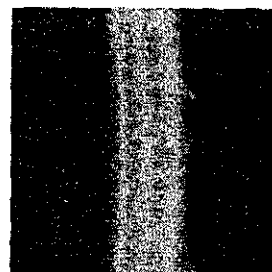
図5. 繊維/マトリックス界面の面分析
(作製温度：730℃、作製圧力：40MPa)



(a) SEM 像

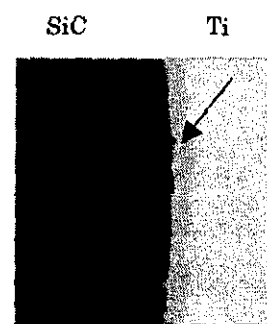


(b) Ti

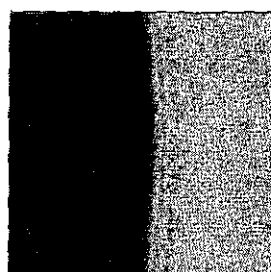


(c) C

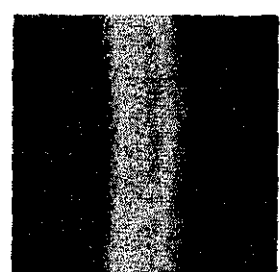
図4. 繊維/マトリックス界面の面分析
(作製温度：660℃、作製圧力：40MPa)



(a) SEM 像



(b) Ti



(c) C

図6. 繊維/マトリックス界面の面分析
(作製温度：800℃、作製圧力：40MPa)

でなく、繊維の接触も認められる。図4から図6に作製圧力40MPaで作製したSiC/Tiにおける繊維/マトリックス界面付近のSEM像と面分析(TiおよびC)結果を示す。このSiC繊維の周囲ではCリッチ層を形成している。この界面ではCがマトリックス中に、またTiがCリッチ層中に相互拡散していることが分かる。いずれの作製温度においても、SEM像中に矢印で示した灰色の個所で、繊維から拡散したCの濃度が高く、TiCを生成していることが考えられる。作製温度が高くなるにつれて、このTiC層の厚さは増加している。これは作製温度が高くなると、Cの拡散が促進したためと推測できる。

3.2 引張強さに及ぼす作製条件の影響

図7は各作製条件におけるSiC/Tiの引張強さを示している。作製温度730°Cで加圧力40MPaと60MPaで作製したSiC/Tiの引張強さはそれぞれ1346MPa、1375MPaで、高い引張強さを示した。図8は作製温度730°C、作製圧力40MPaで作製したSiC/Tiとマトリックスの荷重—伸び線図を比較したものである。SiC/Tiの場合、荷重—伸びは比例していることから、弾性域で破断していることが分かる。図9は作製温度730°C、作製圧力40MPaで作製したSiC/Ti引張試験片の破断面のSEM像である。この写真から分かるように、破断部で繊維プルアウトはほとんど認められず、繊維/マトリックスの界面では十分な強度を維持している。また作製温度660°Cの場合、各作製圧力において1200MPa以上高い引張強さを示したが、一部繊維がマトリックスから剥離して破断したものがあつた。作製温度800°Cの場合、作製圧力の増加とともに引張強さは低下した。これは作製圧力の増加に伴い繊維の間隔が狭くなり、マトリックスにおける荷重の伝達が増加したため強度が低下したものと推測できる。

3.3 引張強さに及ぼす繊維含有率Vfの影響

図10は繊維含有率Vfと引張強さの関係を示したものである。図中の点線は複合則より求めた理論的強度を示している。試験片の作製条件は作製温度730°C、作製圧力40MPaである。繊維含有率Vfが35%付近で、引張強さが最大値を示している。また繊維含有率Vfが20%付近までの範囲で、SiC/Tiの引張強度は理論値ほぼ一致している。したがって、この作製条件で作製した試験片では、繊維とマトリックスの接合が良好であると推測できる。

3.4 SiC/Tiの高温引張強度

試験温度が室温、400°C、600°Cおよび800°CにおけるSiC/Tiとマトリックスの引張強さを図9に示す。マトリックスの引張強さは400°Cから600°Cにかけて著しく低下している。SiC/Tiの各試験温度における引張強さは、室

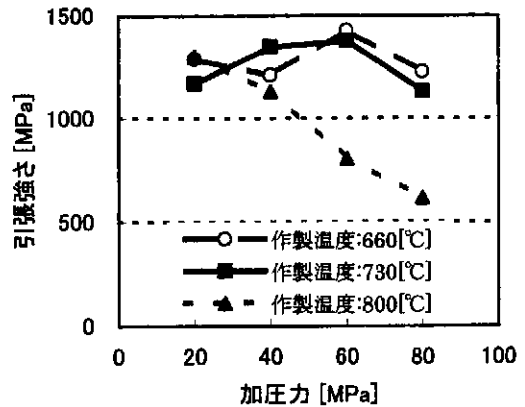


図7 引張強さに及ぼす作製条件の影響

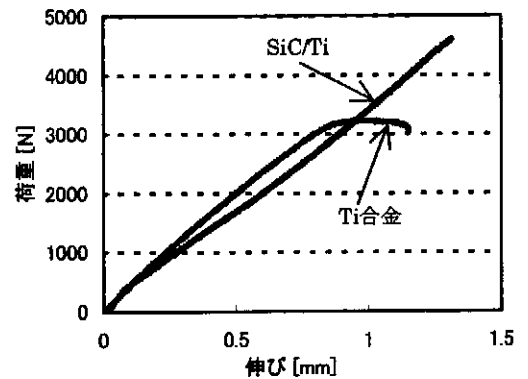


図8 SiC/Tiの荷重—伸び線図

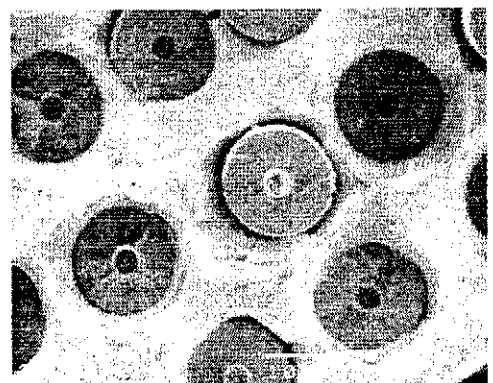


図9 SiC/Ti引張試験片の破断面
(作製温度：730°C、作製圧力：40MPa)

温で 1346MPa, 400℃で 1191MPa, 600℃で 945MPa, 800℃で 767MPa となり, 高温でも高い引張強度を維持した。図 12 には試験温度 600℃と 800℃における引張試験片の破断面の SEM 像である。試験温度 600℃以下では, 繊維プルアウトはあまり認められず, 試験温度の上昇に伴う繊維とマトリックスでの強度低下は少ない。また試験温度 800℃では, 破断面で繊維プルアウトが認められ, 繊維/マトリックスでの界面の強度が低下していると思われる。

3.5 SiC/Ti 重ね継手のせん断強度

図 12 は SiC/Ti 重ね継手における重ね代とせん断強度との関係を示したものである。いずれのろう材とも重ね代が増加するにつれ, せん断強度が低下した。これは重ね代が増加すると, 接合部での剥離が起こるやすくなるため強度が低下したと思われる。ろう材による強度差はほとんど認められないが, Ga 濃度が低い Ag-10Pd-5Ga と Ag-9Pd-9Ga による継手は Ag-8Pd-17Ga の継手より高いせん断応力を示した。

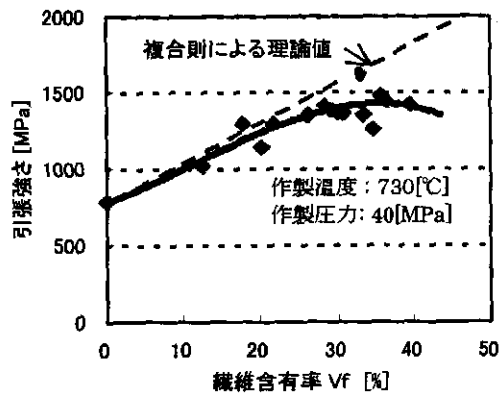


図 10 引張強さと繊維含有率との関係

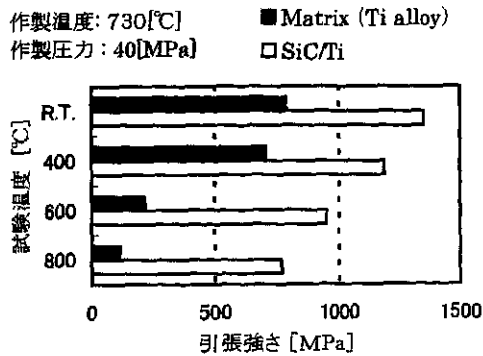
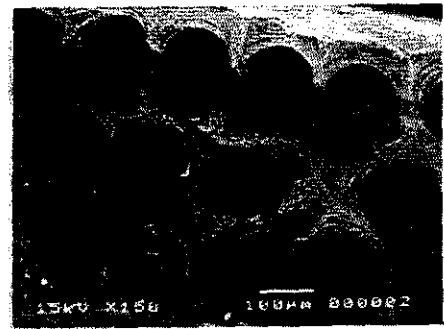
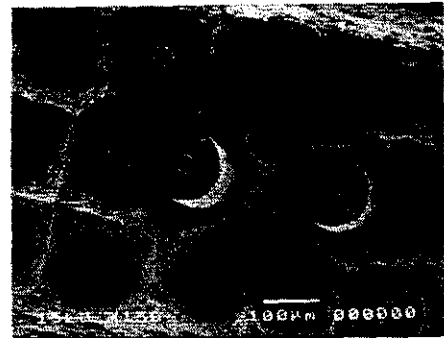


図 11 SiC/Ti の高温引張強さ



(a) 試験温度 600℃



(b) 試験温度 800℃

図 12 高温引張試験片の破断面の SEM 像

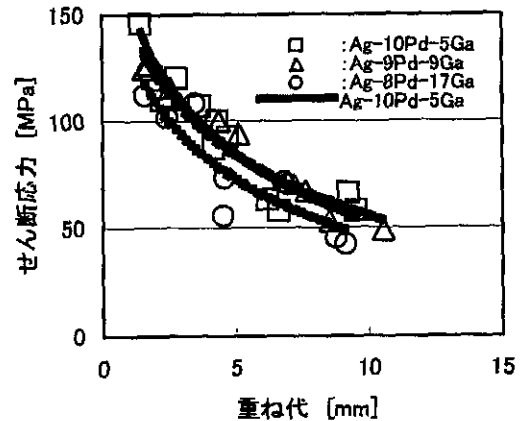


図 13 SiC/Ti 重ね継手のせん断強度

4. 結論

本研究では SiC 繊維とチタン合金 (Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn) で構成された Ti 基 SiC 繊維強化複合をホットプレスで作製し, その作製条件 (作製温度, 作製圧力) が及ぼす強度, 繊維とマトリックスの接合への影響などを明らかにした。また Pd-Ag-Ga 系ろうで SiC/Ti をろう付し, SiC/Ti 重ね継手のせん断強度を検討し, 次に示す結論を得た。

1) 繊維とマトリックスおよびマトリックス間での良好な接合状態を示す作製条件は作製温度 660℃で作製圧力

60MPa, 730℃で 40MPa および 60MPa, 800℃で 40MPa であった。

2) 高い引張強度が得られる作製条件は作製温度 730℃, 作製圧力 40MPa または 60MPa で, 引張強さはそれぞれ 1346MPa と 1375MPa を示した。破断部では繊維プルアウトは認められず, 繊維/マトリックス界面では高い接合強度を示した。

3) SiC/Ti の高温での引張強度は, 400℃で 1191MPa, 600℃で 945MPa, 800℃で 767Mpa となり, 800℃では Ti 合金の室温での引張強度に匹敵する強度を得た。

4) SiC/Ti の重ね継手では, Pd-85Ag-5Ga と Pd-82Ag-9Ga でろう付した場合, 高いせん断強度の継手が得られた。

5. 参考文献

- 1) 例えば, W.S. Johnson, S. J.Lubowinski, A.L. Highsmith, and W. D. Brewer: NASP Technical Memorandum 1014, (1988).

- 2) E. K. Hoffman, R. K. Bird and D.L. Dicus: Welding Journal, Vol. 73, August, (1994), 185-s.

- 3) E. K. Hoffman, R. K. Bird and D.L. Dicus: Welding Journal, Vol. 74, November, (1995), 378-s.

6. 謝 辞

本研究は天田金属加工機械技術振興財団の研究開発助成を頂いて実施したものであることを明記し, 深謝致します。また材料をご提供下さいました(株)神戸製鋼所に感謝致します。