

# セラミックス短繊維強化金属材料 の半熔融押出し加工技術開発

防衛大学校材料物性工学教室

助教授 菅沼 克昭

(昭和62年度研究開発助成 AF-87012)

## 1. 目的

セラミックスを短繊維またはウイスキーとして金属と複合することにより、従来の金属材料では達成できなかった高強度、耐熱性等の優れた性質が得られる。特に構造材料の分野では、セラミックス繊維によるアルミニウム合金の強化が盛んに研究されている。この材料、即ちFRMは自動車のエンジン材料への適用を主眼としているが、繊維の複合化による300℃までの強度と弾性率の向上、熱膨張率の抑制更に耐摩耗性の改善がポイントになる。強化に用いられる繊維には連続繊維と単繊維があるが、コスト的には低価格の短繊維が望ましく、アルミナ短繊維が有望である。この繊維は現在ピストンのニレジストリング受け部に耐摩耗の目的で使用されている[1]、その場合のFRMでは繊維に配向性が無く十分な強化はなされていない。言うまでもなくFRMでは繊維に1次元や2次元の配向性を持たせれば、その配向軸方向により一層の強化が可能になる。この配向性を持たせる処理として、熱間における圧延や押出し等の2次加工が施される。熱間押出し加工では、繊維は一軸方向に揃い強化率も最も高くなるが、反面、加工中の繊維の損傷によりアスペクト比が3～5程度に減少するため、マトリックスの強化が十分に達成されていない[2]。本研究では、セラミックス短繊維強化アルミニウム合金の熱間押出し加工に関し、押出しによる繊維の損傷の定量的評価と、繊維の損傷を軽減するための方法として半熔融加工法の適用について検討することを目的とした。

## 2. 実験方法

セラミックス繊維としては主にアルミナ短繊維を用いた。諸物性値は表1に示した。鋳込み材（以下as-cast材と称する）の繊維のアスペクト比は4.2である。マトリックスとしては、押出し加工の基本的なパラメータの影響を調べるために純アルミニウムを選び、半熔融加工のためには6061合金を用いた。6061合金の固相線は約580℃である。繊維含有率は15vol%を中心とし、場合によって、適宜20vol%と30vol%のものも比較のため用いた。

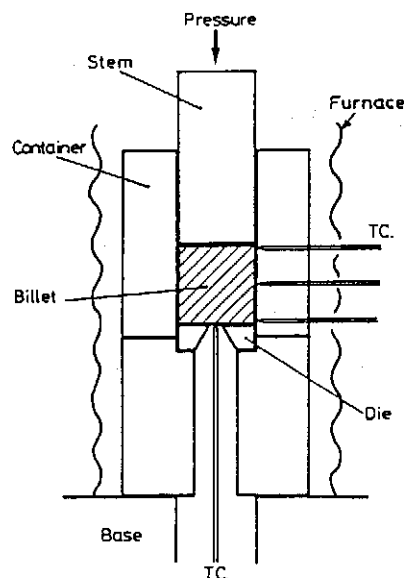


図1. 熱間押出しのセットアップ

押出し加工は、図1の模式図に示す装置を用いて100tプレスの元で行った。押し出し速度0.3mm/

表1. アルミナ短繊維の諸物性値  
(カタログより抜粋)

平均径	2.0 μm
平均長	105 μm*
引張強度	850 MPa
ヤング率	170 GPa
熱膨張率	$7.6 \times 10^{-6} / K$

\* as-cast材で測定した平均値。

sec、ダイス半角90°、押し出し比20である。温度範囲は450℃～610℃の間で変化させた。

押し出し材から、押し出し方向に平行部の厚さ1.5mm、幅1.5mm、ゲージ部長さ10mmの引張試験片を切り出した。引張試験は室温において、歪速度  $1.0 \times 10^{-4} / \text{sec}$  で行なった。また、一部 300℃までの温度範囲の測定を大気中で行なった。熱膨張率は、押し出し方向に5mmφ×15mmの円柱を切り出し、押し棒式の熱膨張測定器により測定した。温度範囲は室温から 310℃で、5℃/minの昇降温速度である。ヤング率の測定は、やはり押し出し方向に1.5mm×5mm×30mmの板材を切り出し、横振動法により室

温で測定した。繊維長の測定には、FRM試料を王水によりマトリックスを溶解し繊維を抽出してこれを写真撮影し、画像解析装置により測定した。一つのデータの平均は約 300本の繊維長から算出した。

### 3. 結果と考察

#### 3. 1 as-cast材及び押し出し材の繊維長さ

図 2 には、as-castFRM及び押し出しFRMの繊維の分布状態を示した。

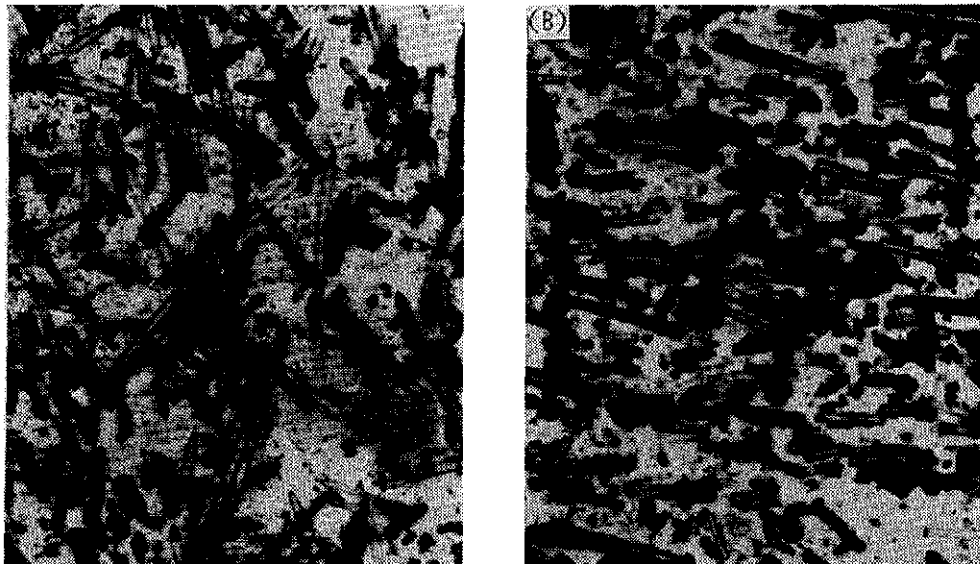


図 2. 20vol%アルミナ繊維を含んだ複合組織(OM). (A)as-castFRM、(B)400℃押し出しFRM.

繊維は押し出しにより一軸方向に配列するが、同時に長さが著しく減少することが

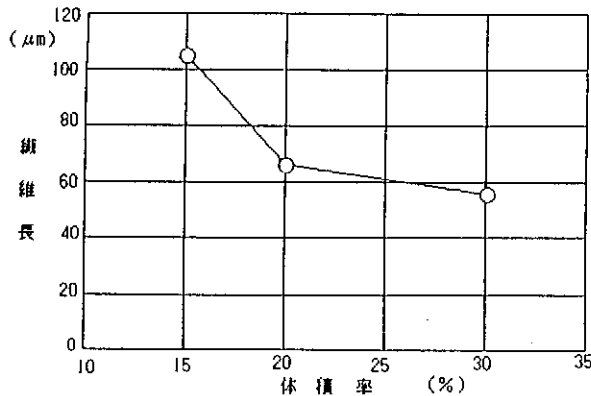


図3. as-cast材における繊維長の体積率依存性

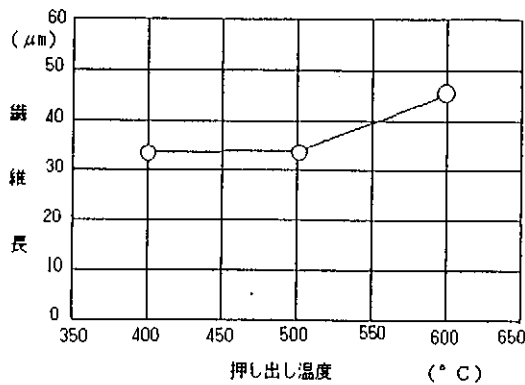


図4. 押し出し材における繊維長の押し出し温度依存性 (15vol%アルミナ繊維)

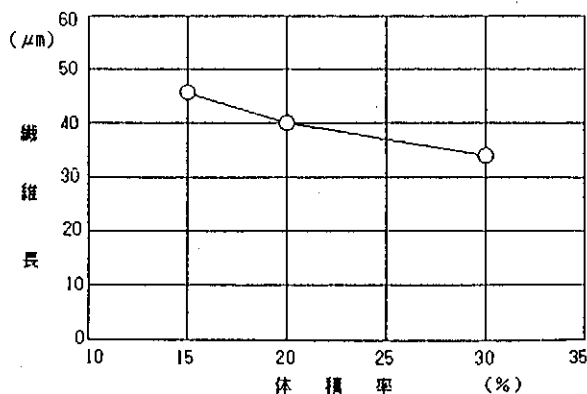


図5. 600°C押し出し材の繊維長の体積率依存性

分かる。図3にはas-cast材から抽出した繊維の長さを体積率の関数として示した。15vol%の場合には出発原料とほとんど同程度の繊維長さを有するのに対し

(表1参照)、20vol%以上の体積率になると平均繊維長が減少する。これは、プリフォーム作製時の繊維のパッキングと高圧鋳造時の損傷によるものと考えられる。図4には、15vol%繊維を含むFRMにおける繊維長さの押し出し温度による変化を示した。

as-cast FRMにおける繊維の長さが平均約100μmであることと比較すると、何れの温度でも繊維は著しく短くなっている。500°C以下の押し出しでは繊維の長さは約34μmでありほとんど変化しないが、600°Cでは多少長くなり繊維の損傷が緩和されている。図5には、600°Cにおける押し出し後の繊維長の体積率依存性を示した。押し出し材の繊維長は体積率とともに減少するが、これは図1に示されるようにas-castの状態でも認められることであり、単に押し出しによる影響とは言い切れない。

以上、繊維長に関しその変化をまとめると次のようになる。

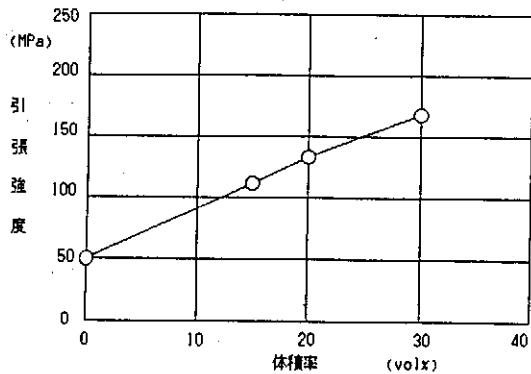


図6. as-cast材の引張強度に及ぼす繊維体積率の影響 (引張方向はビレットの半径方向)

as-cast 材、押し出し材ともに繊維体積率の増加にともない繊維長は減少する。押し出しにより繊維は一軸方向に配列するが、マトリックスの塑性変形により損傷を受け、長さが著しく減少する。押し出し温度が 500℃以下での繊維長の変化は小さいが、600℃では多少損傷が緩和される。

### 3. 2 引張強度

図6には、as-cast 材の引張強度の体積率依存性を示した。体積率の増加とともに引張強度は上昇する。図7には、各温度で押し出しされた場合の引張強度を示した。何れの体積率でも 400℃から 500℃へは強度が増加するが、600℃になると低下する。これは、図3に示したように 600℃では繊維の長さは増加するものの、配向性が多少乱れていること、更に 600℃ではマトリックスの再結晶温度を大幅に上回り押し出しによる加工組織が消失することが原因であると考えられる。

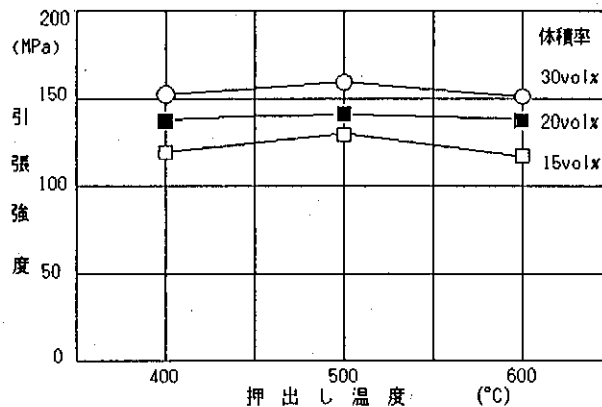


図7. 押し出し材の引張強度に及ぼす押し出し温度の影響

また、as-cast 材に比較して押し出し材の強化率が高められないのは、繊維の損傷によるものと考えられる。このように、押し出し加工による繊維の損傷は、FRM

で理想強度が得られない一つの大きな原因になる。

単繊維一方向強化複合材料の強度を与える式に次に示すKelly-Tyson らの関係式 [3] があり、

$$\sigma_c = \sigma_f(1 - \ell_c / 2 \ell) V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (\ell > \ell_c) \quad \dots(1a)$$

$$\sigma_c = (\tau_i \ell / d) V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (\ell < \ell_c) \quad \dots(1b)$$

ここで、 $\sigma$  は引張応力、 $\tau$  はせん断応力、 $\ell$  は繊維長さ、 $\ell_c$  は臨界繊維長さ ( $\ell_c = \sigma_f d / 2$ )、 $V_f$  は繊維の体積率、 $c, f, m$  の添字はそれぞれFRM、繊維、金属の値であることを示す。本研究に関するデータから繊維長さ  $\ell$  はすべて臨界繊維長さ  $\ell_c$  (~34) より大きくなり、(1a)式が採用される。計算値は図中に示すが、実測値とよく一致し、この式が本材料の強度の予測に当てはまることが分かる。

### 3. 3 ヤング率

図8に as-cast材及び 600℃ 押し出し材のヤング率の体積率依存性を示した。押し出し材の値が as-cast材の値よりもわずかに高くなる。複合材料の弾性率を予測する式として、次に示すHalpin-Tsai の関係式が知られている。

押し出し材の値が as-cast材の値よりもわずかに高くなる。複合材料の弾性率を予測する式として、次に示すHalpin-Tsai の関係式が知られている。

$$E_c = (1 + \xi \cdot \eta \cdot V_f) E / (1 - \eta \cdot V_f) \quad \dots(2)$$

但し、 $\eta = (E_f/E_m - 1) / (E_f/E_m + \xi)$ ,

$$\xi = 2 L / d$$

ここで、 $E$  はヤング率で、他は(1)式に同じである。この式を本データに適用すると、図8中に示す用に比較的押し出し材

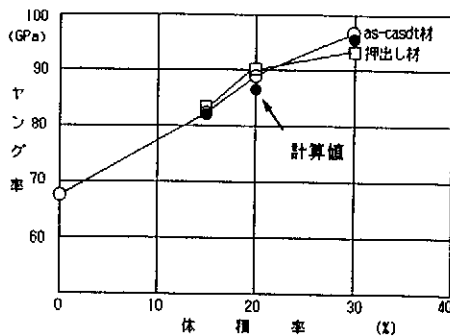


図8. FRMのヤング率に及ぼす繊維体積率の影響 (押し出しは600℃)

のヤング率を良く説明できることがわかる。

### 3. 4 熱膨張率

図9には熱膨張率の体積率依存性を示した。特異な結果であるが、as-cast材では繊維の体積率にほとんど依存せず、純アルミニウムとほぼ等しい熱膨張率を持つ。一方、押出し材では押出し温度にほとんど影響されず、体積率とともに減少する。複合材の熱膨張率を予測する式には、次に示すTurnerの関係式がある。

$$\alpha_c = \{ \alpha_m \cdot V_m \cdot E_m + \alpha_f (1 - V_f) E_f \} / \{ V_m \cdot E_m + (1 - V_m) E_f \} \quad \dots(3)$$

ここでは、 $\alpha$ は熱膨張係数を表す。この式は繊維の配向には関係しないものであるが、本実験で得られたデータは明らかに繊維の配向の影響を受けている。

(3)式による計算値を図9に併せて示した。計算値はas-cast材と押出し材の間の値を取ることが分かる。このような計算値からのずれの原因は次のように考えられる。

Turnerの式は、温度変化により生じる繊維とマトリックスの間の歪を原因とする熱応力が、弾性変形で釣り合うことを仮定している。一方、本研究で用いたマトリックスは純アルミニウムであり、その変形応力は極めて小さい。従って、発生する熱応力はマトリックスの塑性変形緩和される割合が大きくなると考えねばならない。このため、繊維が一方向に配列した場合には、軸方向には繊維の寄与

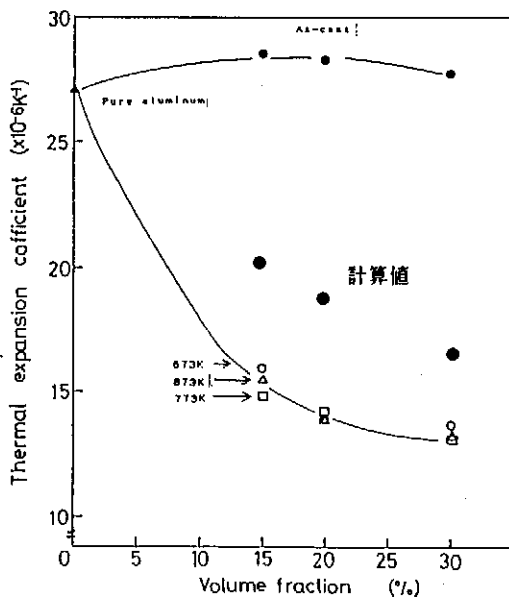


図9. FRMの熱膨張率に及ぼす繊維体積率の影響

が大きくなり、著しい熱膨張率の低下が生じたものと考えられる。一方、as-cast材の場合には、伸び測定の方に近い軸を持つ繊維と垂直方向に向く繊維との相殺

効果で熱膨張率の特異な変化をしたものと考えられる。以上のことから、マトリックスが柔らかいときには熱膨張率はHalpin-Tsaiの関係式では予測できなくなることが分かった。

### 3. 5 押し出し加工における繊維の損傷の抑制

本節では、二次加工中の繊維の損傷を防ぐためにマトリックスを半溶融状態にして押し出す方法を検討した結果について述べる。

マトリックスを半溶融状態にすることにより、塑性流動応力は小さくなり繊維の損傷も抑えられる。半溶融加工を行うためには、純アルミニウムでは固液共存領域を持たないので、合金にする必要がある。例えば6061合金ではおよそ580℃を固相線とし、これ以上でマトリックスが半溶融状態になる。ここでは、この6061合金（Al-Si-Mg系合金）をモデルマトリックスとして選んだ。

単純に半溶融加工を行うと、マトリックスの結合が弱くなるために図10に示すように押し出し材の表面には著しい亀裂が生じ、健全なFRMは得られない。半溶融

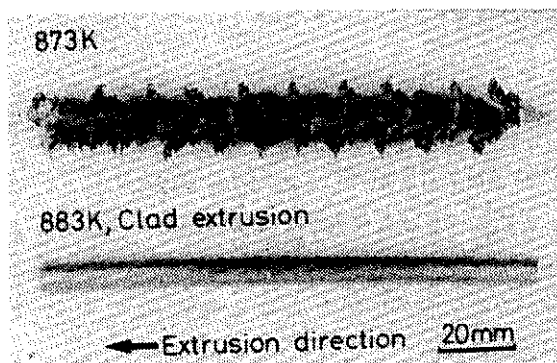


図10. 押し出しされた6061合金系FRMの表面状態

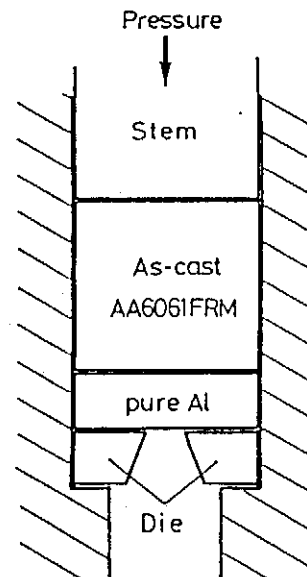


図11. クラッド押し出し法のセットアップ

加工に於いてはこの表面亀裂の発生を抑制しなければならない。本研究では、この問題を解決するために図11に示すクラッド押し出し方を採用した。この方法では、



FRMビレットの前面にマトリックスよりも固相線の高い純Alの板を置くだけの処理で、押し出し材表面には薄いAl層が形成され、表面亀裂の発生を防ぐことが可能になる。押し出し温度とFRMの強度及び平均繊維長の関係を図12、13に示した。

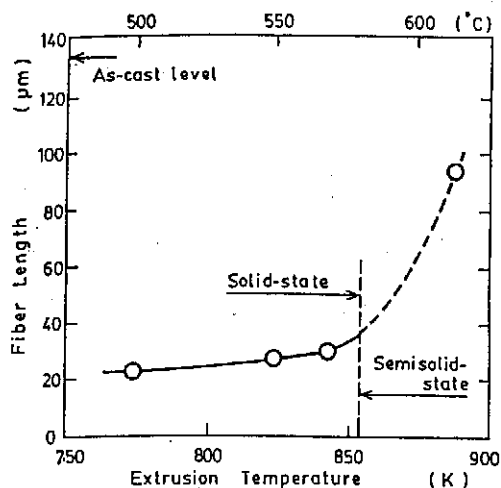


図12. 6061合金系FRMの繊維長に及ぼす押し出し温度の影響

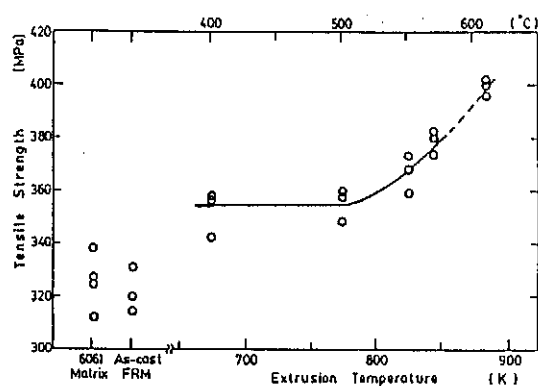


図13. 6061合金系FRMの引張強度に及ぼす押し出し温度の影響

マトリックスが固相状態でも押し出し温度が500℃を越えると強度は徐々に増加するが、半熔融の610℃で最も高い強度を達成している。この時、繊維のアスペクト比にして30以上の高い値がえられている。このような簡単なクラッド化により半熔融押し出しが可能になり、繊維の損傷が明らかに軽減できることが分かった。但し、マトリックスが半熔融状態の時には繊維とマトリックスの合金元素との間の反応の進行が早く、繊維の劣化、マトリックスの軟化を引き起こす可能性があることに注意する必要がある。

#### 4. まとめ

本研究では、 $Al_2O_3$ 短繊維による純Al系FRMを取り上げ、その熱間押し出しに於ける繊維の損傷と機械的性質について調べた。その結果次の2つの事柄が明らかになった。

(1) 純AlをマトリックスとするFRMでは、強度及びヤング率はそれぞれ与えられた予測式（強度：Kelly-Tysonの式、ヤング率：Halpin-Tsai式）に良く当てはまるが、熱膨張（Turnerの式）に関しては著しい誤差を生じた。これは、Alの熱応力による塑性変形の寄与が大きいためと考えられる。

(2) 6061合金をマトリックスとするFRMを用いて半溶融押出しを試みたところ、通常の押出しでは表面亀裂の発生が著しかったが、純Alをクラッド化することによりこれが抑制された。この方法により、繊維の損傷は軽減されアースクト比で30を達成し、FRMの強度は改善された。

#### 参考文献

1. T. Donomoto, N. Miura, K. Funatani, N. Miyake; SAE paper, 830252(1984).
2. C. A. Stanford-Beale, T. W. Clyne; Composite Science & Technology, (1988),  
印刷中.
3. A. Kelly, E. R. Tyson; J. Mech. Phys. Solids, 13(1965), 329.