

金属基複合材料の製造 ～その 1～

Manufacture of Metal Base Composite Material (1)

－ 含浸抵抗の制御 －

-Control of Impregnation Resistance-

窪 田 隆 一*

Ryuichi Kubota

中 村 武 義**

Takeyoshi Nakamura

星 野 光 男**

Teruo Hoshino

岩 野 治 雄**

Haruo Iwano

大 橋 泰 雄*

Yasuo Ohashi

要 旨

自動車の高性能化が進む中、エンジンの軽量化も重要な課題の一つとなってきた。そこで、セラミックスウスカを含有した短繊維強化金属基複合材 (Al 基複合材) を適用することによって軽量化と比強度の向上を図った。

その製造に用いた溶湯鍛造法では、欠陥の発生を防止するため濡れの均一化を図ることが必要で、溶湯の透過性向上が重要な要素となる。そこで溶湯鍛造過程では含浸抵抗を小さく抑える含浸抵抗制御技術を、さらにプリフォーム成形過程では含浸抵抗の最適化を図るためウスカの均一分散技術について検討した。その結果、機械的強度に優れ、品質の安定した複合材を得ることができた。

ABSTRACT

Because of continuing interests for development of high performance automobiles, efforts in weight reduction of engines have become one of the most important in engine design community. In this regards, the present authors intended to reduce the weight by the use of short-fiber (ceramic whiskers) reinforced metal matrix composite (Al base matrix composite) because the specific strength of the composite is much greater than that of the matrix. In the melting molten forging process adopted in this study for fabrication of the composite, it is vital to improve the infiltration characteristics of the melting molten and to allow uniform and consistent wetting between the whisker and the matrix, thus preventing defect formation. In the present study, the techniques were developed for minimizing infiltration resistance during the melting molten forging process, and for having the whiskers uniformly distributed for optimum infiltration during the preforming process. The composites thus prepared, have demonstrated a high mechanical strength with stable and consistent qualities.

1. ま え が き

自動車の軽量化を研究する際、エンジンの稼働部であるコネクティングロッドやピストンの軽量化は慣性重量の低減、振動騒音の低減に対して効果が大きく、エンジン使用領域の高回転化を可能にする。そこで、航空宇宙や自動車の各分野で実用化の研究開発⁽¹⁾⁽²⁾が進められ、かつ従来の鍛造、鍛造手法によって製造することが可能で機械的性質にも優れた、短繊維強化金属基複合材料 (WMMC) に着目して研究を実施してきた。

この複合材の実用的な製造方法として、セラミックスウスカを堆積させたプリフォームに、金属溶湯を適度な圧力で含浸させ短時間内に加圧凝

固させる溶湯鍛造法を用いた。その製造過程において、複合部の割れや溶湯の未含浸部の発生が最終的な複合部の品質を低下させることになるため、ウスカと溶湯の濡れの均一化を積極的に図って付着性を向上させ、これらの欠陥の発生を防止することが重要である。

本研究においては濡れの均一化を図るために重要な要素である溶湯の透過性向上について研究を行った。溶湯鍛造においては含浸抵抗測定による複合性の評価、別に定義する含浸抵抗値と機械的特性の相関検討を行った。一方プリフォーム成形過程については凝集体発生メカニズムの解明を行い、安定分散の手法を開発することによって、凝

* 和光基礎技術研究センター

** 和光研究所

表 1 SiC ウィスカの仕様

主成分 %	結晶系	直 径 μ m	長 さ μ m	密 度	SiO ₂ 量 %	不 純 物			
						Fe	Co	Ca	Cr
SiC>96	β 型	0.3	20	3.2±0.1	1.4	500ppm 未 満	500ppm 未 満	500ppm 未 満	200ppm 未 満
		0.7	60		2.0				

集体発生の抑制、ならびに SiC ウィスカの均質化による含浸抵抗の最小化を実現した。以上の手法により、含浸抵抗を制御することによって、安定した品質の複合材を得ることができた。このうち、本論文では含浸抵抗制御について報告する。

2. 製造方法

2.1. 製造プロセスとウィスカ、マトリクスの仕様

プリフォーム成形から溶鍛複合化、非破壊検査までのプロセスを図 1 に示す。使用した SiC ウィスカの仕様を表 1 に、マトリクスの成分仕様、機械的性質を表 2, 3 に示す。

2.2. 装置、金型

溶湯鍛造装置は上部注湯タイプで、加圧パンチの圧力と加圧速度を圧力・ストローク制御モードにてシーケンス制御している(図 2)。尚、上部パンチに装着したロードセルの出力とパンチストロークを検出して、加圧過程中的含浸抵抗を求め、含浸抵抗をモニタリングしている。

3. 透過性向上に対する技術的検討

複合化プロセスは、SiC ウィスカのプリフォーム中に溶湯を加圧含浸させて材料の複合化を行うもので、その際、個々のウィスカに対して溶融状態のアルミニウムの濡れが充分になるようにして、堅固に結合させる必要がある。そこでまずウィス

表 2 マトリクス成分仕様 (%)

Si	Cu	Mg	Ti	Fe	Mn	Ni	Zn	Sb	Al
4.7	2.7	0.35	0.10	0.12	0.09	0.04	0.09	0.05	基材
5.3	3.3	0.45	0.15	以下	以下	以下	以下	以下	

表 3 マトリクス機械的性質

耐 力	引張応力	ヤング率	比重	融点	凝固点
$\sigma_{0.2}$	σ_B	E	ρ	T_M	T_S
kg/mm ²	kg/mm ²	kg/mm ²		℃	℃
27	33	7200	2.75	620	507

カとマトリクスの界面物性を解析し、Mg 系界面生成物による濡れの阻害の無いことを確認した後、プリフォーム、ウィスカそれぞれの濡れならびに含浸性を後で定義する含浸抵抗値の測定(3.2.1 参照)によって評価した。さらに濡れの均一化を図る上で重要となる凝集体の存在、およびその発生メカニズムの解明と対策を検討し、複合材の機械的特性ならびにウィスカ体積含有率(Vf)分布について評価した。

本報では、含浸抵抗値を用いた含浸抵抗の制御



図 1 工程概要

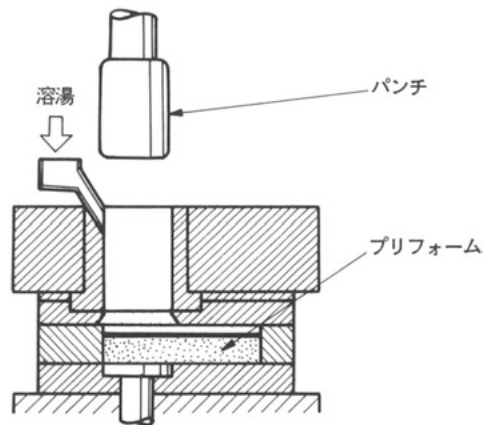


図 2 製造装置

技術による複合材の品質向上について述べる。

3.1. 界面物性

複合材の製造過程において、ウイスカとマトリクスの界面に反応生成物が析出する場合がある。特に Mg 系の界面生成物 (Mg₂Si, MgO) の場合、ウイスカとマトリクス間の密着性を阻害し、複合材の強度を低下させてしまう。そこで、まず、ウイスカとマトリクスの界面物性の解析を行った。

複合材の破面に薄いマトリクスのフィルムを残して露出したウイスカ表面を、エネルギー分散型 X 線マイクロ分析法 (EDX)、走査型オージェ電子分光分析法により深さ方向に 50 Å 毎に Ar スパッタリングを用いて分析した。

その結果、Mg 系界面生成物はほとんどなく、これは溶湯の含浸中にウイスカの濡れる時間が数秒程度であるために拡散反応が生じにくいと考えられる。従って、本研究における溶湯鍛造法を用いた複合材の製造では、界面生成物の影響を無視してもよく、むしろウイスカとマトリクス金属の濡れ性を良くして、付着強度を高めることが重要であることがわかった。

3.2. 溶湯鍛造による複合化

次に、個々のウイスカに対して溶融状態のアルミニウムの濡れの均一化を図るために、溶湯の透過性を向上させることが必要であることから、プリフォーム内への溶湯の含浸性を含浸抵抗値の測定によって評価した。

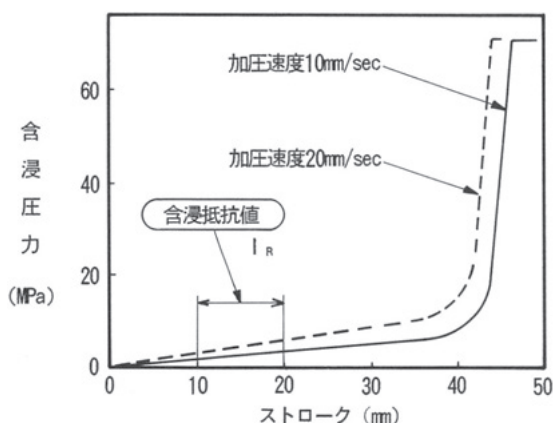


図3 含浸圧力線図

その結果、含浸抵抗値を小さくすることにより、複合材のバラツキを小さくできることを見いだした。そこで繊維形状変更による溶湯透過性の向上、さらに含浸抵抗制御による Vf 分布の均一化、複合材品質の向上を図ることが可能となった。

(1) 含浸抵抗値

プリフォーム内へ溶湯を含浸した時の代表的な含浸圧力線図を、加圧速度 10mm/sec と 20mm/sec について図3に示す。

一般に含浸過程における含浸圧力変化、つまり含浸抵抗は加圧速度に比例する。今、溶湯が繊維間を通るときは層流であると仮定し、プリフォームの Vf、繊維径は同じとして含浸過程を溶湯と非圧縮性気体との置換現象と考え、式(1)に示すダルシーの法則が成立する。

$$u = \frac{K}{\mu} \cdot \frac{a P}{a \chi} \quad (1)$$

u: プリフォーム中の含浸速度 P: 圧力
K: 透過率 (形状係数) χ : 含浸距離
 μ : 溶湯の粘性 (含浸中は一定) v: 加圧速度

ここで、初期含浸過程に着目してみると図4に示す様に、ストローク 5mm 以上では含浸圧力が加圧速度に依存しており、ダルシーの法則に支配されるが、ストローク 5mm 以内ではこの依存性は見られず、繊維形状や Vf 等のプリフォームの特性に支配される領域として考えることができる。

そこで含浸性の評価は、ダルシーの法則に支配されプリフォーム中への一様な含浸が図れる領域で行い、その領域の圧力勾配を含浸抵抗値 (I_R)

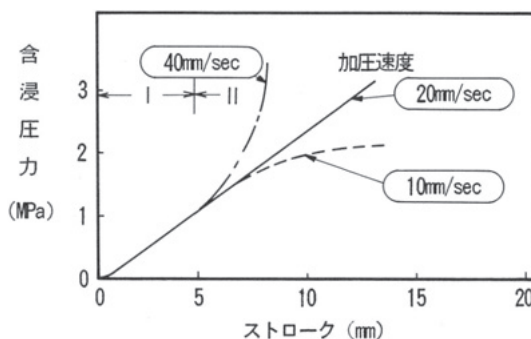


図4 含浸初期の含浸圧力

と定めて評価パラメータとした(図3)。つまり、この含浸抵抗値が小さいほど含浸性は良くなる。

また、プリフォーム中に溶湯を含浸する際、溶湯への加圧力が溶湯の慣性力を下回ると、図5に示すように、ウィスカとマトリクスの濡れは慣性力による濡れに依存し、未含浸部の発生頻度は高くなる。従って、含浸過程では慣性力以上の加圧力を進行に応じて連続的に加えていく必要がある。ここで、含浸加圧力の単位時間当たりの増加分を含浸抵抗変化率($\Delta P / \Delta St$)と定義し、加圧速度への依存性を検討した。図6に含浸圧力線図から求めた含浸抵抗変化率を示す。この変化率に変動がある場合含浸は一様でなく、欠陥の発生とそれともなう複合材品質のバラツキが大きくなる。図6では加圧速度 20mm/sec の方が、常時含浸に必要な加圧力が得られ、変動も少なく、未含浸部の発生を抑制できる。

(2) 含浸性

含浸性の改善方法としては、繊維形状を大きくすること、あるいは体積含有率(V_f)を小さくすることにより、含浸抵抗値を小さく、さらにはつぶれ量や V_f のバラツキを小さくする手法がある。しかしながら、単に V_f を小さくしたのでは複合材

の強度が不足するために、ここでは繊維形状について検討を行う。

①透過率

繊維径 d_i の繊維束の中を速度 u で溶湯が含浸していくとき、ダルシーの法則とハーゲン・ポアズイエの法則とを同値として導こうとすると、

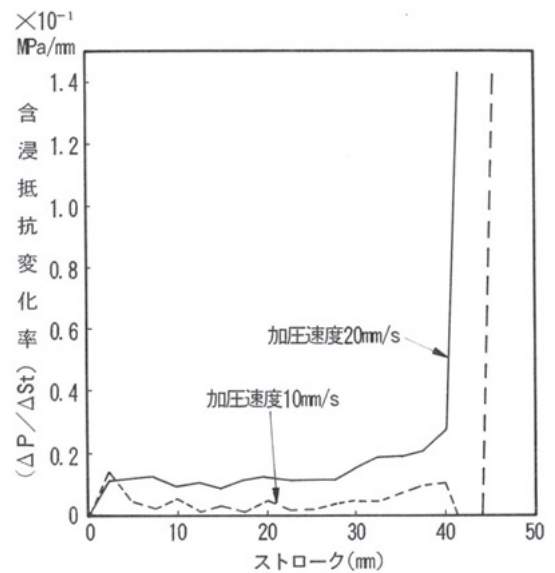


図6 加圧速度と含浸抵抗変化率

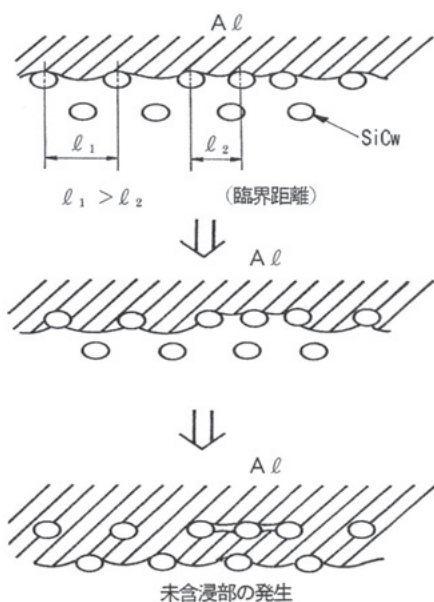


図5 慣性含浸時の未含浸発生

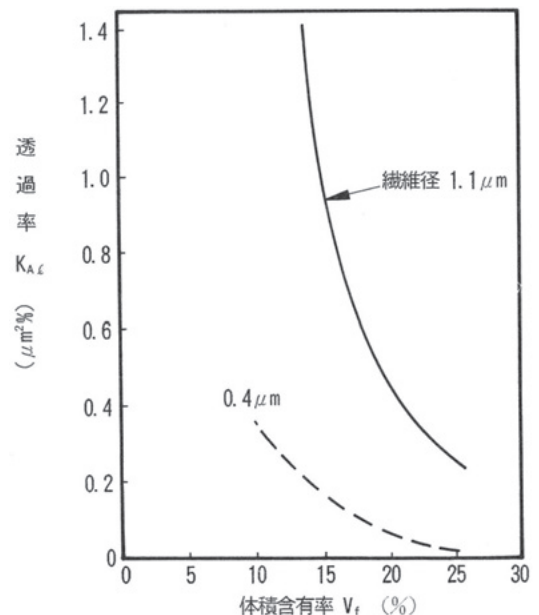


図7 繊維径、体積含有率と透過率の関係

式(2)のようになる。ここから、透過率 (K_{AI}) は式(3)のようにして定義できる。

$$u = \frac{K_{AI}}{\mu_{AI}} \cdot \frac{dP}{dx} = - \frac{D^2}{32\mu} \cdot \frac{dP}{dx} \quad \text{式(2)}$$

$$K_{AI} = \frac{(1-V_f)^3}{32V_f^2} \cdot di^2 \quad \text{式(3)}$$

②透過率と繊維形状、Vf との関係

図7に繊維径 $1.1\mu\text{m}$, $0.4\mu\text{m}$ の透過率 (K_{AI}) を示す。透過率はプリフォームの Vf20% で $1.1\mu\text{m}$ は $0.4\mu\text{m}$ の約5倍となり含浸性は大きく向上することがわかる。一方、同じ透過率の複合材を得ようとする場合、

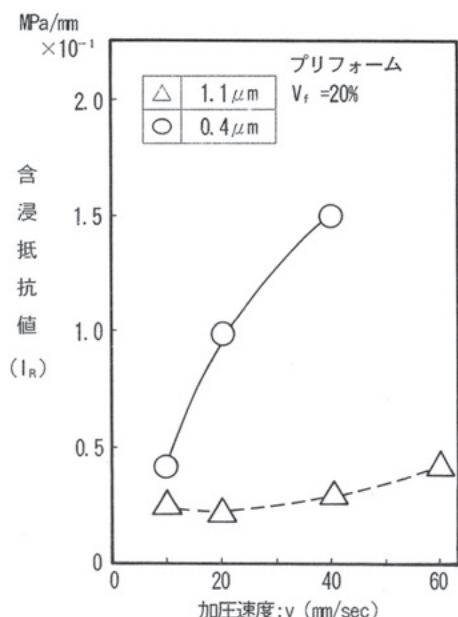


図8 ウィスカ径による加圧速度と含浸抵抗値の関係

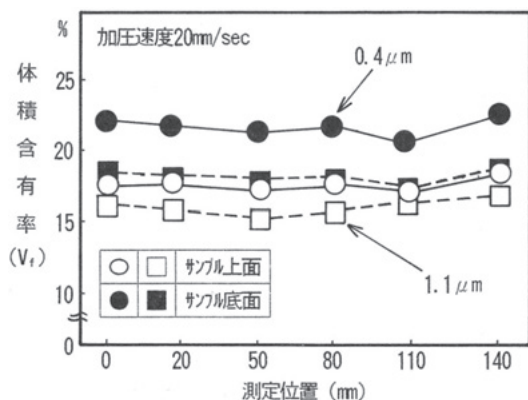


図9 繊維径測定位置による Vf 分布

$1.1\mu\text{m}$ の方がプリフォームの Vf を大きくできる。従って、透過性は繊維形状、粒子形状に依存することがわかる。

③含浸抵抗値の繊維径への依存性

ウィスカ径を上げると、溶湯の透過性が良くなり含浸抵抗も下がってくる。図8に繊維径 $1.1\mu\text{m}$, $0.4\mu\text{m}$ の含浸抵抗値と加圧速度との関係を示す。 $0.4\mu\text{m}$ の場合、含浸抵抗値は加圧速度に大きく影響されるが、 $1.1\mu\text{m}$ の場合には加圧速度 $10\sim 60\text{mm/sec}$ の範囲内ではほぼ一定となり、含浸抵抗の変化は小さく、定常状態に近い含浸が得られる。

④ Vf 分布の繊維径、加圧速度への依存性

ウィスカの繊維径、加圧速度が変わると、含浸過程で溶湯の流れの影響を受けて、複合体内の Vf にバラツキや偏りが生じる。

図9に直方体サンプルの長手方向 Vf 分布について、プリフォーム Vf を同じ条件とした時の繊維径 ($1.1\mu\text{m}$, $0.4\mu\text{m}$) による影響の検討した結果を示す。 $0.4\mu\text{m}$ の場合、サンプル上面と底面で約5%の差が発生するが、 $1.1\mu\text{m}$ の場合では約2%以内と、Vf のバラツキは小さくなっている。ウィスカ繊維径を上げると、含浸性は向上するが、含浸過程でのつぶれ量が小さくなり、Vf も小さくなる。

図10に $1.1\mu\text{m}$ を用いた複合材の Vf 分布に対する加圧速度の影響を示す。加圧速度 60mm/sec と 20mm/sec ではほとんど Vf 分布は同一である。これは図6で示したように、 $1.1\mu\text{m}$ では含浸抵

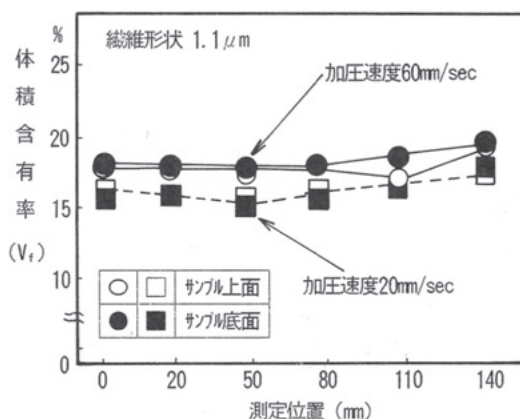


図10 加圧速度による Vf 分布

抗がほぼ一定値であることによる。

4. 含浸抵抗制御による Vf 分布の制御

複合体の強度を得るためには、ウイスカとマトリクスの濡れを良くし、欠陥の発生を防止すると共に、ウイスカの Vf を大きくして、さらに様な分布を得る必要がある。

これまでの透過性向上の解析結果から、溶湯の透過性は繊維や粒子形状に依存しており、透過性を向上させることによって含浸抵抗値が小さくなる。その結果、つぶれ量が小さく、Vf やそのバラツキも小さくなることが確認できた。しかしながら、透過性を上げるために繊維径を大きくすると体積含有率が小さくなり、複合体の強度が得られなくなる。そこで、これらの含浸抵抗の大小（透過性の良悪）を利用して、所定の複合材品質を得る技術について検討した。

この複合化技術として、透過性の異なる物質を含浸抵抗制御帯として設け、含浸初期段階では一様につぶれを進行させて Vf を大きくし、後期の含浸が進行する過程では、つぶれをコントロールしながら Vf バラツキを少なくする複合手法を試みた。

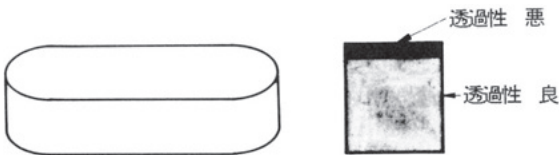


図 11 ハイブリッドタイプ

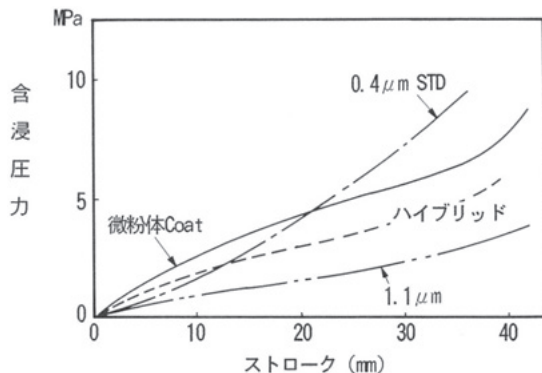


図 12 各種プリフォームの含浸圧力線図

テストは 1.1 μm ウイスカをベースにして、① 0.4 μm ウイスカを積層したハイブリッドタイプ (図 11) ならびに② 1 ~ 5 μm 微粉体 (BN) をウイスカにコーティングした 2 種類の試料について行った。

(1) 含浸圧力線図

繊維径 1.1 μm 、0.4 μm それぞれの含浸圧力線図、およびこの 2 種類の繊維をハイブリッド化した場合と、1.1 μm プリフォーム上に微粉体をコーティングした場合の含浸圧力線図を図 12 に示す。この図から微粉体コーティングタイプは、含浸初期は含浸圧力変化が大きくかなり高い含浸抵抗を示すが、その後、圧力変化は小さくなり、繊維径 1.1 μm と同等の含浸抵抗を示し、含浸終了までかなり高い含浸性を有することがわかる。また、ハイブリッドタイプに比べても初期に高い抵抗が得られている。

(2) Vf 分布

微粉体コーティングタイプ (コーティング量

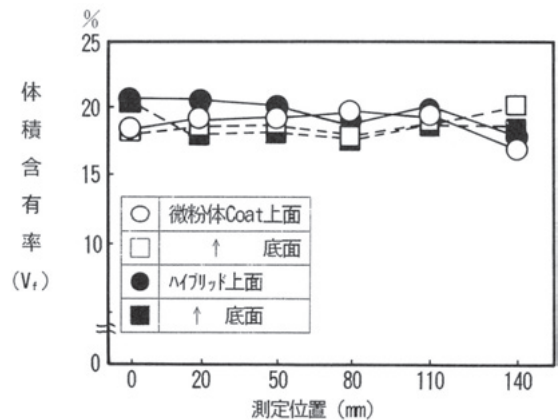


図 13 各タイプの Vf 分布

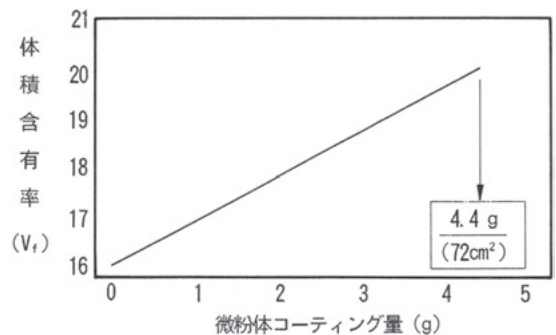


図 14 コーティング量と Vf の関係

2.8g/72cm²)とハイブリッドタイプの複合材内での Vf 分布を図 13 に示す。微粉体コーティングタイプの方が、厚さ方向の Vf のバラツキは 2% 以内と小さく品質は安定している。ハイブリッドタイプは含浸抵抗は低いにも拘わらず Vf バラツキは大きく、繊維と粒子の形状の違いによる含浸性の差の影響が表れているものと考える。

(3)コーティング量の最適化

微粉体コーティング量と複合材内の平均 Vf の関係を図 14 に示す。4.4g/72cm²の微粉体をコーティングすることによって Vf20% を得ることが可能である。

5. ま と め

短繊維金属基複合材の実用的な製造方法として、溶湯鍛造法の研究を行った。溶湯鍛造法では、プリフォーム中に溶湯を含浸させる段階で、ウイスカと溶湯の濡れの均一化を積極的に行って付着性を上げるため、溶湯の透過性を上げることが重要であり、研究の結果、以下の結論が得られた。

- (1) プリフォーム内への溶湯の透過性を含浸抵抗によって評価し、所定の複合材を得る条件が設定できた。
- (2) プリフォーム中に透過性の異なる含浸抵抗制

御帯を設けることにより、含浸初期の含浸抵抗を大きくし、プリフォームの一様なつぶれによる体積含有率 (Vf) の増加を図ると共に、含浸後期の含浸抵抗を小さくして、Vf の均一化を図り含浸抵抗の制御を実現した。

- (3) 含浸抵抗帯としては、1.1 μ m プリフォーム上に微粉体をコーティングする手法が有効であった。
- (4) これらのことから、含浸過程で含浸抵抗を検出し、それを制御することによって、複合材体積含有率を増加させ、そのバラツキを小さくすることが可能となり、複合材の品質向上が図られた。

参 考 文 献

- (1) R. M. Jordan, T. C. Willis, "The Production of Metal Matrix Composites Using Liquid Spray Deposition Technology", Proceedings of World Materials Congress 1988
- (2) S. Yamada, H. Ikuno, S. Towata, "Mechanical Properties of Aluminum Alloys Reinforced with Continuous Fibers and Dispersoids", Proceedings of World Materials Congress 1988

■ 著 者 ■



窪 田 隆 一



中 村 武 義



星 野 光 男



岩 野 治 雄



大 橋 泰 雄