

SiC 粒子強化 Al 合金の機械的性質

© 1989 ISIJ
 技術報告
 ////////////////

牛込 進*・山本君二*・副田知美*²

Mechanical Properties of SiC Particle Reinforced Aluminum Alloy
 Composite

Susumu USHIGOME, Kungi YAMAMOTO and Tomomi SOEDA

Synopsis:

Some mechanical properties of SiC particle reinforced 6061 aluminum matrix composites were investigated. The composites were fabricated by a powder metallurgical method. Cold pressed green bodies of uniformly mixed powder were consolidated by hot extrusion into 15 mm ϕ ×1 m bars.

Mechanical properties depend on SiC particle size and content.

In the case of average SiC particle diameter of 7.2 μ m, the ultimate tensile strength (σ_B) of 45 kgf/mm² was obtained at $V_f=20\%$, and Young's modulus (E) reached 13 000 kgf/mm² at $V_f=30\%$. High temperature tensile strength of composites ($V_f=20\%$) is more than 30% higher than that of conventional 6061 Al alloy over the testing temperature range.

Key words: particle size; volume fraction; Young's modulus; breaking stress; hot extrusion.

1. 緒 言

軽量な Al 合金に熱的に安定であり、高硬度のセラミックスを添加した金属基複合材料 (MMC) は、比強度や比剛性に優れており Al 合金に比べて高温特性や耐摩耗性能が向上する。MMC はアメリカにおいて航空宇宙分野に一部実用化されているという報告¹⁾がある。強化材のセラミックス材質としては酸化物 (Al₂O₃, K₂Ti₆O₁₃ 他)、窒化物 (Si₃N₄, TiN 他)、炭化物 (SiC, TiC 他) 他にほう化物、けい化物や炭素がある。またセラミックスの形態としては長繊維、短繊維、ウイスキーや粒子がある。製造方法としてはこれら強化材のみもしくは一部バインダーを用いてプリフォームを所定形状に成形して、これに Al 合金溶湯を高圧²⁾もしくは真空引きによって含浸する方法がある。一方強化材と Al 合金粉末を均一に混合した後加圧焼結する方法 (HIP, HP³⁾, 熱間押し⁴⁾など)も報告されている。現在強化材として用いられる長繊維、短繊維やウイスキーは使用量が少なく生産性を見るとコスト高となっている。より安価な強化材の製造方法は目下各方面で研究開発中である。

ところで近年のファインセラミックス材料の発展はめざましく、その原料であるセラミックス粒子も高純度で

超微粉のものが容易に入手可能となってきた。強化材として長繊維やウイスキーは SiC が多く研究されているが粒子に関してはまだ報告が少ない。その粒子強化 MMC の製造方法としては大量生産を可能ならしめる報告としては溶湯中へ粒子を添加複合させるものと、粉末冶金的に複合⁴⁾させるものがある。本研究ではセラミックス中で特に熱的に安定で高硬度であり、工業的にも現在汎用に用いられている炭化けい素 (SiC) 粒子を複合材料の強化材として取り上げることにした。SiC 粒子と Al 合金粉末とを均一に混合した後、熱間押し機にて SiC 粒子強化 Al 合金 (SiC-Al) を製作した。本研究では SiC 粒子の体積含有率 (V_f) および粒度分布の SiC-Al の引張強さ (σ_B), 伸び (ϵ), 引張弾性率 (E) 及び高温引張強さに及ぼす影響について実験及び考察を行った。

2. 実験方法

本実験に用いた Al 合金粉末は Al-Mg-Si 系合金 A6061 である。ガスアトマイズ法にて作製した後 -150 メッシュに分級したものをを用いた。合金組成を Table 1 に示す。強化材である SiC 粒子は平均粒径 (d_{av}) で、0.6 μ m, 7.2 μ m, 17 μ m の 3 種類を用いた。SiC 粒子の

平成元年1月13日受付 (Received Jan. 13, 1989)

* (株)TYK (TYK CORPORATION)

* (株)TYK 研究所 (R & D Center., TYK CORPORATION, 3-1 Oobata-cho Tajimi 507)

Table 1. Chemical compositions of Al alloy (wt%).

Si	Fe	Cu	Mg	Mn	Cr	Zn
0.76	0.51	0.28	0.96	0.04	0.21	0.10

Table 2. Characteristics of SiC particle.

Composition (wt%)	SiC	99
	Free C	0.4
	SiO ₂	0.1
Particle Density (g/cm ³)		3.2

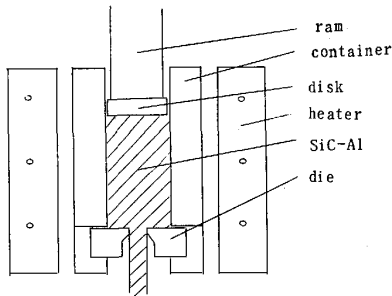
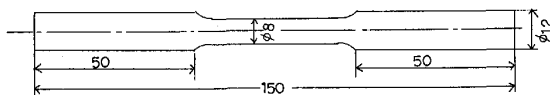
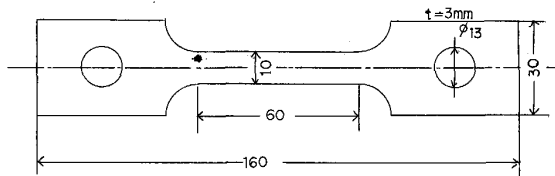


Fig. 1. Schematic diagram of extrusion machine.



(a) Test piece for room temperature tensile test.



(b) Test piece for high temperature tensile test.

Fig. 2. Test piece dimension.

特性を Table 2 に示す。混合は乾式による回転ボールミルを用いて行った。この SiC と Al の混合粉を金型にてモールド成形して $\phi 50 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ の圧粉体を作った。この時の成形圧は 1 t/cm^2 であり、圧粉体の密度比は 70~75% である。ついでこの圧粉体を熱間押し機を用いて $\phi 15 \text{ mm} \times 1 \text{ m}$ の丸棒と $40 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 1 \text{ m}$ の平板を押し出した。本実験に用いた熱間押し装置の概略を Fig. 1 に示す。得られた丸棒と平板より Fig. 2 に示すような引張試験片及び高温引張試験片を切り出した。試験片はすべて A6061 の T6 処理と同じ熱処理 ($530^\circ\text{C} \times 2 \text{ h}$ 水冷 $\rightarrow 175^\circ\text{C} \times 8 \text{ h}$ 空冷) を施した。引張強さを測定するに際して歪みゲージを試験片に貼り付けて引張弾性率及び伸びを測定した。また SiC 粒子の分布状況を評価するために光学顕微鏡による組織観察

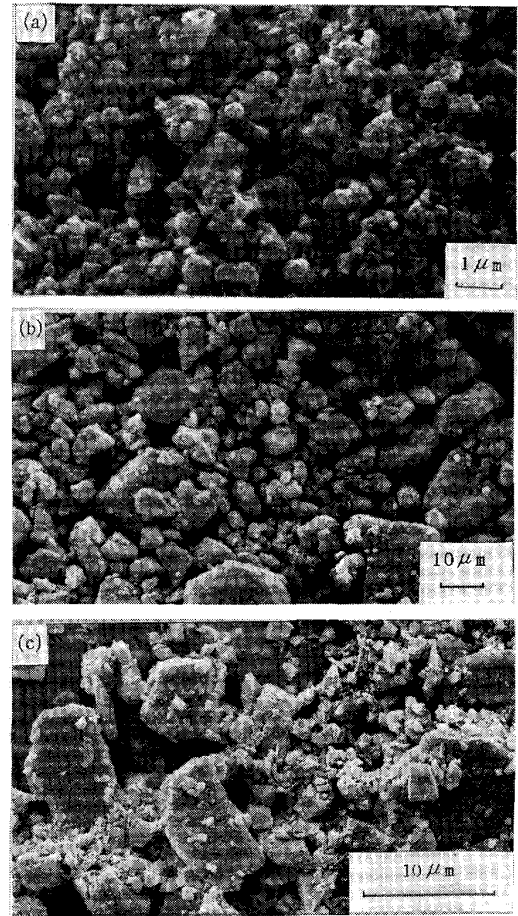
(a) $d_{av}=0.6 \mu\text{m}$ (b) $d_{av}=7.2 \mu\text{m}$ (c) $d_{av}=17 \mu\text{m}$

Photo. 1. SEM micrographs of SiC particle.

を行い、引張試験後の破断面を走査型電子顕微鏡を用いて観察した。 $V_f=0\%$ のものは市販の A6061 合金溶製材を用いており、同じく T6 処理を施した。

3. 実験結果ならびに考察

3.1 SiC 粒子の特徴

Photo. 1 に本実験で用いた SiC 粒子の SEM 観察結果を示す。またそれぞれの粒度分布を Fig. 3 に示す。結晶型はどれも α 型 (六方晶) SiC である。純度は 99% 以上で 0.4% のフリーカーボンが含まれていることがガス容量法で確認できた。

3.2 製造条件

Photo. 2 に圧粉体、押し丸棒及び平板の外観形状を示す。SiC-Al の混合粉を金型でモールド成形する際、その成形性は SiC 粒子の粒度分布や体積含有率にはほとんど影響されず、成形圧 1 t/cm^2 で良好な圧粉体を得ることができた。加圧時間は最高圧で約 2 s、潤滑剤は用いなかった。

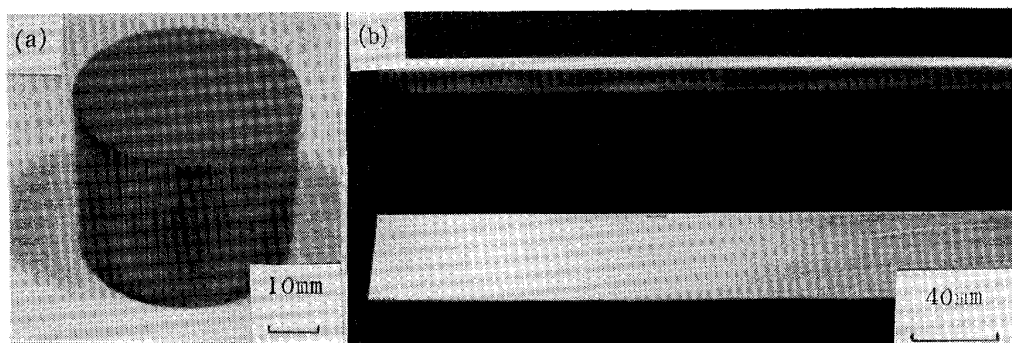


Photo. 2. Appearances cold pressed green body (a) and extruded materials (b).

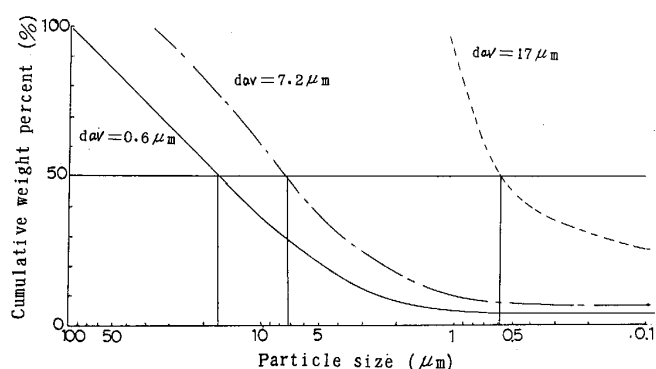


Fig. 3. Particle size distribution.

熱間押しでは、押し比を 5:1, 10:1, 15:1 で検討した。5:1 では押しの際 Al 粉末の十分な変形が得られず強度の低い SiC-Al が得られた。15:1 ではコンテナ内の加圧力を 2 t/cm^2 以上にしても押し不能であった。10:1 では加圧力約 1 t/cm^2 で良好に押しが可能であった。

押し温度としては 580°C , 600°C , 620°C を検討した。 580°C では温度が低く押し不能であった。 620°C では押し材の表層に割れを生じた。 600°C では良好な押し材が得られた。

加圧力一定の条件下では押し初期と後期でコンテナ内の押し抵抗の差が大きく、押し速度を一定に保持することは困難であった。よって加圧力を制御することにより押し速度約 10 mm/s 一定とした。

3.3 組織観察

Photo. 3 に SiC ($d_{av} = 7.2 \mu\text{m}$) を用いた SiC-Al の V_f を 10, 20, 30% にしたものの組織観察を示す。Photo. 3 の(a)(b)に比べて(c)は SiC 粒子の疎密の差が顕著であり、分散が悪い。(c)の中央部および下部に SiC の密なところが確認できる。これは SiC 粒子の粒径 ($d_{av} = 7.2 \mu\text{m}$) に比べて Al 粉末が 150 メッシュ以下 ($d_{av} = 25 \mu\text{m}$) と粗いこと、および押し時に固液共

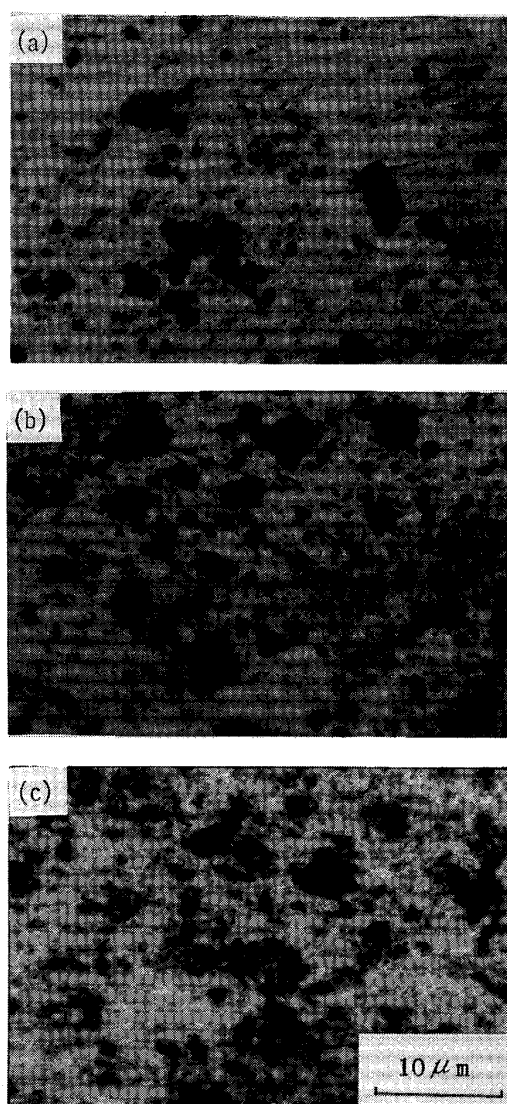
(a) $V_f = 10\%$ (b) $V_f = 20\%$ (c) $V_f = 30\%$

Photo. 3. Microstructure of SiC-Al materials.

存領域での液相の SiC 粒子間への浸透が $V_f = 10, 20\%$ に比べて $V_f = 30\%$ では更に困難であることによると考えられる。

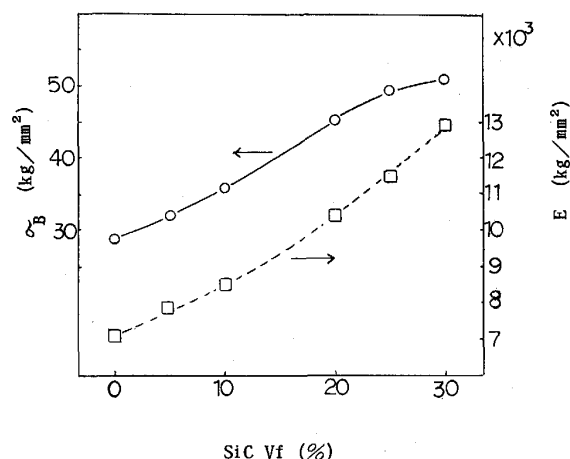


Fig. 4. SiC volume fraction (V_f) dependence of tensile strength (σ_B) and Young's modulus (E).

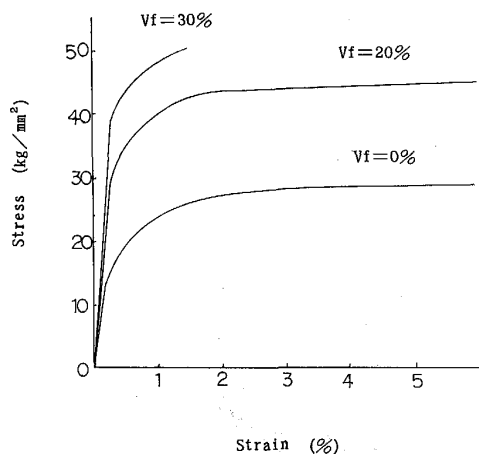
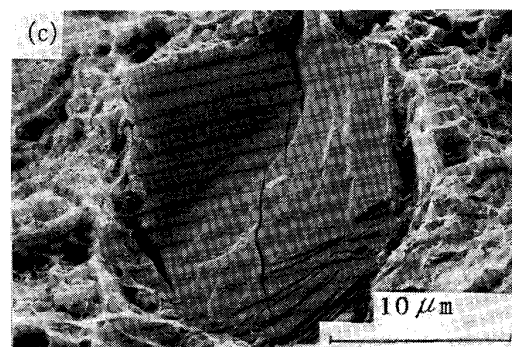
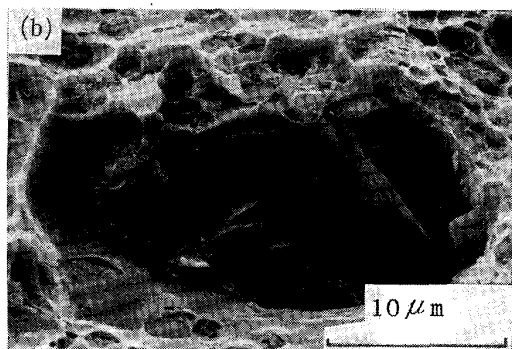
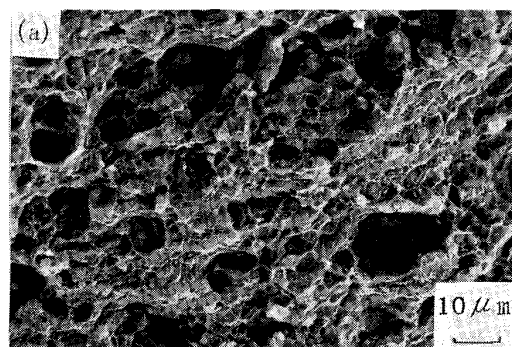


Fig. 5. Stress-Strain curve.



(a) Dimple pattern (b), (c) Fractured SiC particle
Photo. 4. Fracture surface of SiC(b)-Al.

3.4 V_f の影響

Fig. 4 に SiC ($d_{av}=7.2\mu\text{m}$)-Al の σ_B 及び E と SiC ($d_{av}=7.2\mu\text{m}$) 粒子の V_f との関係を示す。 σ_{Bt} は V_f の増加と共に上昇し $V_f=20$ から 30% にかけて上昇カーブが鈍化する傾向にある。 Fig. 5 に示す Stress-Strain 曲線から見ると、 $V_f=20\%$ までは十分な塑性変形をおこしてから破断しているにもかかわらず、 $V_f=30\%$ では塑性変形領域に入らず十分な強度上昇が得られないうちに破壊が起こっている。伸びは $V_f=30\%$ で 1.5% と極端に少なくなっている。この原因としては $V_f=30\%$ の場合、3.3 で述べたように SiC 粒子の分散が悪いと考えられる。また E は V_f とほぼ直線的に上昇しており、比例関係が成り立っている。 σ_B の上昇する原因としては添加した SiC 粒子が Al マトリックスの引張変形の際に、すべりの伝播に対する障害物と

して働いていると考えられる。そのほかに原料に用いた Al 合金粉末の表面にある Al_2O_3 の酸化物が押し出し成形によって細かく破れて粉末粒子間界面に細かく分散しており、この分散した酸化物も同様な作用をしているものと推測できる⁵⁾。しかしながら σ_B 上昇の原因を知るには、今後透過電顕による微視的構造の観察が必要である。

3.5 引張破断面の観察

Photo. 4 に SiC ($d_{av}=7.2\mu\text{m}$)-Al : $V_f=20\%$ の引張破断面の SEM 観察結果を示す。 Photo. 4(a) を見るとマトリックスの Al 合金についてはディンプルパターンが認められて延性破壊が生じていた。 SiC 粒子を観察すると、 SiC 粒子と Al との界面接合不良に伴う剥離は認められなかった。 Photo. 4(b) のように SiC 粒子が引張破壊による破断面と同じ方向にのみ破壊しているもの

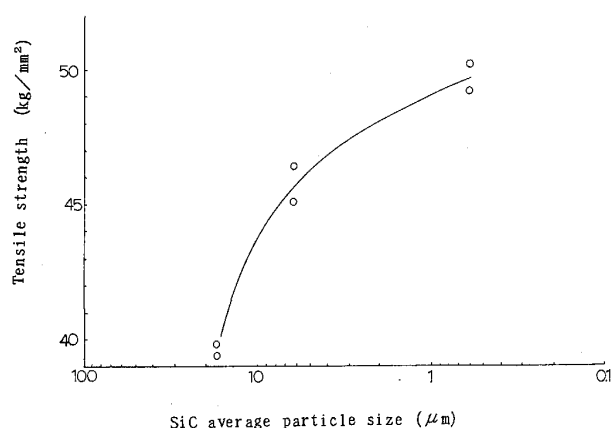


Fig. 6. Relation between tensile strength and SiC average particle size.

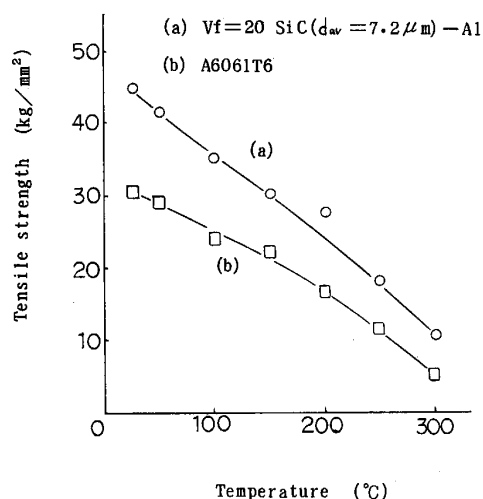
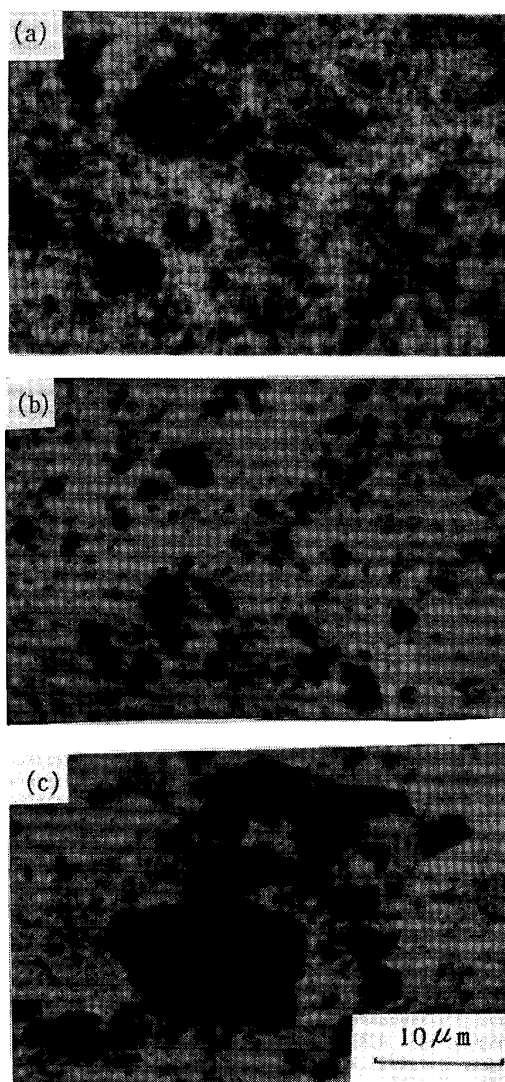


Fig. 7. Relation between tensile strength and temperature.



SiC $V_f=20\%$ (a) SiC ($d=0.6\mu\text{m}$)-Al
(b) SiC ($d=7.2\mu\text{m}$)-Al (c) SiC ($d=17\mu\text{m}$)-Al
Photo. 5. Microstructure of SiC-Al materials.

と、Photo. 4(c)のように破断面に対して異なった方向の割れを同時に生じているものがある。これは SiC 粒子が、Al マトリックスの引張変形の際に、すべりの伝播に対する障害物として働いていることによって SiC 粒子の周囲に蓄えられた歪みエネルギー⁶⁾が SiC 粒子に対して単なる一方向に加えられていないことを示唆している。引張破壊直前の SiC 粒子はマトリックスの Al と十分良好な接合性があると仮定すれば、SiC 粒子にかかる応力としては引張方向の応力とポアソン比の関係で引張応力とそれとは垂直方向に加わる圧縮応力とが同時に作用していると考えられる。両者のどちらが(c)のような SiC 粒子破壊の原因であるのか、もしくは高硬度な SiC 自身の特有な脆性破壊のものかは引張破壊途

中における SiC の微視的観察が必要である。

3.6 粒度の影響

Fig. 6 に $V_f=20\%$ 一定とした SiC-Al における SiC 粒子の平均粒径 d_{av} と σ_B の関係を示す。 d_{av} が増加すると σ_B が減少する傾向を示している。これは PRESTON ら⁶⁾の報告と一致している。Photo. 5 にそれぞれ粒度別の SiC-Al の組織観察の結果を示す。SiC ($d_{av}=0.6\mu\text{m}$)-Al においては SiC 粒子の粒度 $d_{av}=0.6\mu\text{m}$ に比べて Al 合金粉末が -150 メッシュ ($<105\mu\text{m}$) と大きいために微粉である SiC 粒子がフロックを形成してマトリックス中に散らばっているのが観察できる。SiC 粒子に限らず、金属やセラミックスは粒度が細かければ細かいほどその粒子表面に空気中より水分を吸着してお

り、フロックを形成しやすくなっている。このフロックを十分分散させられないままに複合化してしまったと考えられる。フロックを形成せず粒子を均一に分散させるには粉末の表面にある吸着水分を加熱及び真空にて除去する必要がある。また SiC 粒子の粒度に合わせて Al 合金粉末の粒度を調節すれば分布状況の改善に役立つと思われる。

3.7 高温強度

SiC ($d_{av}=7.2\ \mu\text{m}$)-Al の高温強度を評価するために高温での引張試験を行った。

Fig. 7 は $V_f=20\%$ の SiC ($d_{av}=7.2\ \mu\text{m}$)-Al において常温から 300°C までの大気中における高温引張試験の結果を示す。比較として市販の溶製材である Al 合金 (A6061) T6 を用いた。 150°C で SiC ($d_{av}=7.2\ \mu\text{m}$)-Al の σ_B は $30\ \text{kgf}/\text{mm}^2$ であり、溶製材は $23\ \text{kgf}/\text{mm}^2$ である。高温でも安定な SiC 粒子が、Al マトリックスの引張変形の際に、すべりの伝播に対する障害物として働いた結果、高温強度を溶製材に比べて上昇させているものと考えられる。

4. 結 言

SiC 粒子と Al 合金粉末を用いて熱間押出し成形によって得られた SiC-Al について、SiC 粒子の V_f と粒度の違いによる機械的性質、一部高温強度について検討した結果、以下の結論が得られた。

1) SiC 粒子の V_f を変えた場合、SiC ($d_{av}=7.2\ \mu\text{m}$)-Al の σ_B は $V_f=20\%$ まで直線的に増加するが、それ以上の V_f ではその上昇が鈍る傾向にある。 $V_f=$

20% で $\sigma_B=45\ \text{kgf}/\text{mm}^2$ である。 E と V_f とは比例関係にある。 $V_f=30\%$ で $E=13\ 000\ \text{kgf}/\text{mm}^2$ である。

2) SiC 粒子の粒度を変えた場合、粒度の一番細かい SiC ($d_{av}=0.6\ \mu\text{m}$) が最も σ_B が大きく $49\ \text{kgf}/\text{mm}^2$ であった。ただし組織観察から見れば SiC ($d_{av}=7.2\ \mu\text{m}$), ($d_{av}=17\ \mu\text{m}$) よりも分散状況が悪く、SiC 粒子がフロックを形成してマトリックス中に散らばっており、このフロックを完全に分散することができれば更に σ_B を大きくすることが可能であると考えられる。

3) $V_f=20\%$ の SiC ($d_{av}=7.2\ \mu\text{m}$)-Al は 150°C において $\sigma_B=30\ \text{kgf}/\text{mm}^2$ であり、比較の溶製材 Al 合金の $23\ \text{kgf}/\text{mm}^2$ に比べて約 30% 上昇している。

本研究を行うにあたり、SiC-Al 複合材料について多大なる御指導と御助言を賜り、去る昭和 63 年 10 月に御逝去されました元航空宇宙技術研究所 古田敏康氏に深く感謝の意を表すると同時に、ここに謹んで哀悼の意を表します。

文 献

- 1) M. F. MILLER: SAMPE, 19 (1974), p. 417
- 2) 坂本 昭, 長谷川秀人, 千田 誠: 第 12 回複合材料シンポジウム講演要旨集 (1987 年 10 月), p. 169
- 3) 小原嗣朗, 武藤範雄: 第 11 回複合材料シンポジウム講演要旨集 (1986 年 11 月), p. 57
- 4) 松島正道, 小野幸一, 林 洋一, 副田知美: 第 29 回構造強度に関する講演会講演集 (1987 年 7 月), p. 146
- 5) 高島和希, 頓田英利, 上野 学, 虎石龍雄, 宮野正晴: 鉄と鋼, 73 (1986), p. 65
- 6) O. PRESTON and N. J. GRANT: Trans. Am. Inst. Min. Eng., 221 (1961), p. 164