研究論文

不連続繊維強化アルミニウム合金
複合材料ビレットの押出し性

渡辺修一郎*・斉藤 勝義**・岡庭 茂*

Extrudability of discontinuous fiber reinforced
aluminum alloy composite billetsShuichiro WATANABE*, Katuyoshi SAITOH**
and Shigeru OKANIWA*

The extrudability of β -SiC whisker or Al_2O_3 discontinuous fiber reinforced aluminum alloy composite billets was investigated in terms of the extrusion shear stress, the whisker or fiber length in extruded bars and the extrusion speed. The extrusion shear stress of composite billets increased with the amounts of whisker or fiber and the shear stress of the matrix alloys. The extrusion shear stress of the composite billets exceeded the limit for the normal extrusion of aluminum alloy billets. The increased extrusion temperature resulted in the decreased extrusion shear stress, but this caused the defect of tearing on the extrusions. Thus, the extrusion condition for composite billets was found to be limited. The break down of whisker or fiber in extruded bars was not improved by decreasing the shearing force during extrusion using conical dies or increased extrusion temperatures. The extrusion speed for composite billets increased up to more than double of the maximum extrusion speed attained with steel dies by using Si_3N_4 ceramic die or capping thin matrix alloy layer on the leading top of composite billet. These methods were also effective to reduce the extrusion force for composite billets. Thus, these unique methods improved the extrudability of discontinuous fiber reinforced aluminum alloy composite billets.

Keywords: discontinuous fiber reinforced composites, extrudability, squeeze cast billets, shear stress, extrusion speed

(Received September 7, 1989)

1. 緒 言

構造材料の軽量化へのニーズは高く、炭化けい素ウィスカあるいはアルミナ短繊維で強化したアルミニウム合金基複合材料が注目されている^{1),2)}。この不連続繊維強化型の複合材料は、押出し、圧延、鍛造などの汎用の熱間加工技術が適用できる点に実用上の大きな利点がある³⁾。なかでも、押出し加工は、複合化時にランダムに配向した強化繊維に一方方向の配向性をもたせることができ、すぐれた力学的特性を有する材料を得る手段として広く採用されている⁴⁾。

しかしながら、複合材料の押出し加工においては、押

出し圧力が高いためダイスを傷めやすい、良好な表面性状の押出し材が得られにくいなどの問題点がある。これらの問題点のため、現状の押出し加工条件はきわめて制約されている。したがって、押出し加工を複合材料のための実用技術にするには、これらの問題点を解決する技術の開発が必要である。にもかかわらず、従来の押出し加工に関する複合材料の研究は、力学的特性を主体にしたものが多く、押出し加工技術を取り扱ったものはほとんどない^{5),6)}。

そこで、本研究では、炭化けい素ウィスカあるいはアルミナ短繊維含有のアルミニウム合金基複合材料ビレットの押出し実験によって、複合材料ビレットの押出しせ

* (株)日軽技研 (静岡県)。Nikkei Techno-Research Co., Ltd. (Ihara-gun, Shizuoka)。

** (株)日軽技研 (静岡県) [現在：日本軽金属蒲原押出工場 (静岡県)]。Nikkei Techno-Research Co., Ltd. (Ihara-gun, Shizuoka) [Present: Nippon Light Metal Co., Ltd. (Ihara-gun, Shizuoka)]。

ん断変形抵抗, 押出し性の改善策などについて検討した。

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材

実験に用いた複合材料ビレットの強化繊維の主特性とマトリックスのアルミニウム合金組成を **Table 1** に示す。強化繊維とマトリックス合金との複合化には, 加圧溶浸法を用いた。**Table 2** に, 複合化条件を示す。すなわち, 有機バインダーを用いて作製した目的とするビレットと同寸法の強化繊維のプリフォームを500°C以上に予熱した後, 加圧溶浸機の鋳型内に置き, 750°Cのアルミニウム合金溶湯を, プリフォーム内に加圧溶浸させ, 複合材料ビレットを作製した。ビレットサイズとしては, $\phi 40 \times 50$ mm と $\phi 97 \times 100$ mm の二種類作製し, 前者をせん断変形抵抗の測定に, 後者を押出し性の実験に用いた。

各ビレットは, アルミニウム合金ビレットの場合と同様に, 均質化処理が施された。すなわち, 2000系, 7000系合金マトリックスの場合には, $460^\circ\text{C} \times 8$ h, 4032合

金, 6061合金の場合には, それぞれ $500^\circ\text{C} \times 5$ h, $560^\circ\text{C} \times 4$ h の条件で均質化処理を施した。

2.2 実験方法

押出し実験には, 600トン堅型油圧式押出し機を用いた。押出しせん断変形抵抗の測定には, $\phi 40$ mm のコンテナを用いて, $\phi 40 \times 50$ mm のビレットから $\phi 10$ mm の丸棒を押出し, 押出し中の圧力変化を記録した。得られた押出し圧力から, 後述の実験式に基づいて, ビレットの押出しせん断変形抵抗を求めた。

押出し性の改善実験では, $\phi 100$ mm のコンテナを用いて, $\phi 97 \times 100$ mm のビレットから $\phi 20$ mm の丸棒を押出した。押出し材中の繊維の長さや押出し温度およびダイス形状との関係, また, 良好な表面性状が得られる押出し限界速度へのダイス材質の影響および前端面にマトリックス合金層を一体成形した複合材料ビレットの効果を検討した。

3. 実験結果および考察

3.1 押出しせん断変形抵抗

押出し加工におけるビレットの押出し荷重は, ビレ

Table 1 Component of MMC billets for the experiments

Reinforcement									
	Diameter			Length		Strength		Supplier	
β -SiC whisker	0.5 μm			0.2 mm		500 kgf/mm ²		Tokai Carbon	
Al ₂ O ₃ discontinuous fiber	3			2		100		I.C.I.	
Matrix Al alloy									
Alloy	Composition (wt%)								
	Si	Fe	Cu	Mg	Zn	Cr	Ni	Mn	Al
1050	0.1	0.3	—	—	—	—	—	—	bal.
2014	0.8	0.1	4.5	0.6	—	—	—	0.7	bal.
2618	0.2	1.0	2.3	1.5	—	—	1.0	—	bal.
4032	12.0	0.3	1.0	1.0	—	—	1.0	—	bal.
6061	0.6	0.2	0.3	1.0	—	0.2	—	—	bal.
7178	0.1	0.1	1.6	2.5	6.0	0.3	—	—	bal.

Table 2 Preparation of MMC billets

Process	Squeeze casting	
Conditions	Preheat temperature of fiber preform	500°C
	Metal temperature at pouring	750°C
	Applied pressure	500 or 1000 kgf/cm ²
Billet size	$\phi 40 \times 50$ mm for determination of shearing resistance during extrusion of MMC billet	
	$\phi 97 \times 100$ mm for improvement of extrudability of MMC billet	

トの大きさ (長さ, 径), ビレット特性 (組成, 組織) 押出し温度, 押出し速度, ダイス形状, ペアリング形状, 押出し比などによって影響され, (1) 式の関係式が, アルミニウム合金について実験的に求められている⁷⁾。

$$F = 3K \cdot A \cdot \log_e R + K \left(\frac{4LA}{D} + Rc_0 l_0 \right) \quad (1)$$

ここで, F : 押出し荷重 (kgf)

K : ビレットの押出しせん断変形抵抗 (kgf/mm²)

A : ビレット断面積 (mm²)

R : 押出し比

L : ビレット長さ (mm)

D : ビレット直径 (mm)

c_0 : ダイス孔周長 (mm)

l_0 : ダイスペアリング長さ (mm)

(1) 式に示されるように, ビレットの押出し荷重は, ビレットの変形に伴う項とコンテナおよびダイスとの摩擦に伴う項とに分けられるが, ビレットの押出しせん断変形抵抗 K に比例する。したがって, 押出し機的能力を含め押出し条件の設定にあたり, ビレットの K 値を把握しておくことは重要である。

そこで, 各種複合材料ビレットについて, 種々の条件下での押出し荷重を測定し, (1) 式に従って K 値を求めた。Fig. 1 に 6061 合金をマトリックスにしたときの, 強化繊維 (炭化けい素ウィスカ, アルミナ短繊維) の含有量と複合材料ビレットの K 値との関係を示す。Fig. 1 に示されるように, 複合材料ビレット K 値は, 強化繊維の含有量に比例して上昇する。 K 値の上昇率は, 強化繊維の種類によって異なっており, 炭化けい素単位 V_f % 当たりの K 値の上昇率は, アルミナ短繊維含有の場合より大きい。Fig. 2 に, 6061 合金基複合材料ビレットの K 値と押出し温度との関係を示す。Fig. 2 に示されるように, 複合材料ビレットの K 値は, 押出し温度の上昇につれて低下する。しかし, その低下の度合は, マトリックス合金の場合ほど大きくない。

次に, 複合材料ビレットの K 値とマトリックス合金との関係を求めた。Fig. 3 に, アルミナ短繊維を 20 V_f % 含有する各種合金マトリックスの複合材料ビレットの K 値とマトリックス合金ビレットの K 値との関係を示す。Fig. 3 に示されるように, 複合材料ビレットの K 値とそのマトリックス合金ビレットの K 値との間には, 直線関係が認められる。すなわち, K 値の大きい合金ほど, 強化繊維を複合化したときの K 値の上昇率が大きくなる。

汎用の押出し機でのアルミニウム合金の押出し加工において, ビレットの押出しせん断変形抵抗が 7~8 kgf/mm² 以上であると押出し不可能であるといわれている。

Fig. 1 K value of MMC billet vs. volume fraction of reinforcement. Extrusion condition: matrix alloy 6061, extrusion temperature 400°C, extrusion ratio 16, reinforcement SiC whisker, Al₂O₃ discontinuous fiber.

Fig. 2 K value of MMC billet vs. extrusion temperature. Extrusion condition: matrix alloy 6061, extrusion ratio 16, reinforcement SiC whisker, Al₂O₃ discontinuous fiber, volume fraction 10%.

この観点から, 複合材料ビレットの押出しせん断変形抵抗をみると, Fig. 1~Fig. 3 に示されたように, 強化繊維の含有量が高い場合あるいはマトリックスに 2000 系, 7000 系の高力合金を用いる場合には, 押出し限界値を超

Fig. 3 Relation between K value of MMC billet reinforced by 20 volume fraction of Al_2O_3 discontinuous fiber and that of matrix alloy. Extrusion condition : extrusion temperature 490°C , extrusion ratio 16.

えている。したがって、これらの押出しせん断変形抵抗の大きい複合材料ビレットの押出し条件は、押出し温度を高くしたり、押出し比を小さくしたりしなければならず、きわめて制約される。

3.2 押出し性の改善

3.2.1 押出し材中の繊維長さ

不連続繊維強化型の複合材料の力学的特性は、強化繊維の力学的特性、配向性、繊維長さ、含有量などに支配される。理論的には、繊維の配向が負荷応力方向と一致し、繊維長さが臨界値以上であれば、不連続繊維でも、複合則から予測されるすぐれた力学的特性が得られる^{8),9)}はずであるが、現実的には、繊維の配向性と長さを理想状態にした不連続繊維強化型の複合材料の製造法は、開発されていない。

押出し加工による複合材料では、繊維長さが臨界値以下になるのが、とくに問題である。Fig. 4 は、 $\phi 97$ mm のビレットから $\phi 20$ mm に押出された 15% V_f アルミナ短繊維/6061 複合材料の顕微鏡組織を示したものである。ビレット中での繊維の長さは、多くが $100\sim 300\ \mu\text{m}$ であったが、押出し材中では、Fig. 4 に示されるように、繊維は短く分断されており、 $50\ \mu\text{m}$ 前後の比較的長い繊維も散見されるが、ほとんどが $30\ \mu\text{m}$ 以下である。

また、繊維の分断の度合いは、マトリックス合金によっても異なる。Fig. 5 は、アルミナ短繊維 15% 含む押出し材において、マトリックスが 6061 合金および 4032 合金の場合で繊維のアスペクト比（長さ/径）の分布を比較したものである。マトリックスが 4032 合金の場合には、6061 合金の場合と比較して、繊維がより短くなっている。

Extrusion direction

Fig. 4 Microstructure of extruded bar. Material: 15% V_f Al_2O_3 fiber/6061, extrusion ratio: 25, extrusion temperature: 400°C .

Fig. 5 Distribution of Al_2O_3 fiber aspect ratio in extruded bar of Al_2O_3 discontinuous fiber reinforced alloy. Extrusion temperature: 400°C , extrusion ratio: 25.

そこで、押出し加工中に繊維が最も分断されやすい、4032 合金をマトリックスとしたアルミナ短繊維を 10% 含有する複合材料ビレット（サイズ $\phi 97 \times 100$ mm）を用いて、ダイス形状の変更および押出し温度上昇によ

Table 3 Aspect ratio of Al_2O_3 fibers in extruded bar

Extrusion Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Die type	
	Flat die	Conical die
450	0.8~11 Ave. 3.9	0.8~8.2 Ave. 3.8
500	0.8~10 Ave. 4.2	1.3~10.5 Ave. 4.1
550	0.8~8.5 Ave. 3.7	1~9.5 Ave. 3.7

Note: Aspect ratio=Ratio of fiber length to diameter
 Material 10% V_f Al_2O_3 fiber/4032
 Extrusion ratio 25

Fig. 6 Distribution of fiber aspect ratio in discards for conical and flat dies. Material: 10% V_f Al_2O_3 fiber/4032, billet size: $\phi 97 \times 100$ mm, extruded bar: $\phi 20$ mm, extrusion temperature: 500°C .

る、繊維長さの改善効果を検討した。その結果を Table 3 に示す。Table 3 には、繊維長をアスペクト比で示したが、コンカルダイスの採用によっても、また押出し温度をマトリックス合金の固相線温度近くまで高くしても、押出し材中の繊維長には、ほとんど変化がないことが認められた。この理由を検討するために、押出し後のディスカード中の繊維長を測定した。その結果を Fig. 6 に示す。Fig. 6 において、図中の数字 1 および 8 は非変形領域、5 および 7 はせん断領域、3、4 および 6 はダイス開口部近傍の変形領域を表している。これらの領域での繊維のアスペクト比 (A.R.) を測定し、図中に

示した。Fig. 6 に示されるように、ディスカード各位置においても、アルミナ繊維のアスペクト比は、押出し材中と同じように 3~5.5 である。このことから、複合材料ビレットの押出し加工においては、押出し加工のせん断力作用によって繊維の分断が起こるより前に、圧縮力のみが働く時点で、すでに繊維の折損が引き起こされているものと考えられる。したがって、せん断力作用の緩和によって繊維の分断が改善されると期待されたコンカルダイスの採用、高温押出しの効果がなかったものと考えられる。

3.2.2 押出し速度

複合材料ビレットは、3.1 に示されたように、せん断変形抵抗が大きいので、押出し温度を高くせざるを得ない。そのため、ピックアップやテアリングなどの表面欠陥が発生しやすく、押出し限界速度*がきわめて小さい。この複合材料ビレットの押出し限界速度は、通常 1 m/min 以下であり、押出し比 15 以上の場合には、押出し機のステムの移動速度が制御不能になるほどである。

複合材料ビレットの押出し加工において、表面欠陥が発生しやすい現象は、次のように考えられる。すなわち押出し加工において通常良好な表面性状を得るのに役立っている薄膜のベアリング面付着が、繊維との摩擦によってはぎとられ、その結果、ダイスの新生面が現れ、ダイスとメタルが凝着しやすくなる。このダイスベアリング面とメタルとの凝着によって、ベアリング出口において押出し材に引張応力が発生し、クラックが発生するものと考えられる。

Fig. 7 に、テアリングクラックの一例を示した。通常は肉眼で検出できるほどの大きいクラックが発生するが、鋼製ダイスで押出し加工した場合には、肉眼的に検出されなくても、写真に示されるような微小なクラックが押出し材表面に発生していることが多い。

そこで、ベアリング面でのメタルの凝着を防止することができれば、押出し限界速度の改善が可能ではないかと考え、ダイス材質ならびにビレット構成の両面から、改善の可能性を検討した。

20% V_f 炭化けい素ウィスカ/2014 の複合材料ビレット ($\phi 97 \times 100$ mm) から $\phi 20$ mm 丸棒を押出し温度 490°C で押出し、試作した二種類のセラミックダイスについて、複合材料ビレットの押出し限界速度への改善効果を検討した。また、複合材料ビレットの前端面にマトリックス合金層を一体成形したビレットを作製し、このビレットの押出し性改善効果を検討した。

その結果を Table 4 に示す。Table 4 には、それぞれ

* 表面欠陥が発生することなく、押出し可能な最大押出し速度。

Fig. 7 SEM photograph showing fine tearing cracks on the surface of the extruded bar surface. Material: 20% V_f SiC whisker/2014, extrusion ratio: 25.

Table 4 Extrudability of MMC billet

Die material	Extrusion speed (m/min)	Surface quality
Steel	0.6~1.0	×~△
Steel+C.P.	1.1~2.0	○
Ceramics SiC	0.6~0.8	△
Ceramics Si ₃ N ₄	2.0~2.6	◎

Note; Surface quality Good ◎>○>△>× Poor
C.P.: Billet covered with plain matrix alloy layer on its front end
Material 20% V_f SiC whisker/2014
Extrusion ratio 25

の条件下での押出し限界速度とそのときの押出し材表面性状を定性的に評価した結果を示した。通常の鋼製ダイス (SKD61) を用いた場合の複合材料ビレットの押出し限界速度は0.6~1.0 m/min で、しかも押出し材表面にはピックアップや微小なテアリングクラックが認められた。これに対して、ちっ化けい素ダイスを用いると、複合材料ビレットの押出し限界速度は、鋼製ダイス使用の場合の2倍以上となり、押出し材の表面性状も非常に良好なものが得られることが認められた。¹⁾しかし、炭化けい素ダイス使用の場合には、鋼製ダイスの場合と同様に、ダイスと金属の凝着を起し、テアリングを発生させた。テアリングの原因となるダイスと押出し金属との凝着の一つの原因が、押出し中のアルミニウム合金とダイスとの反応によるものと考え、ダイス材質の押出し限界速度への影響は、ダイス材質とアルミニウム合金との反応性から考察できる。すなわち、鋼、ちっ化

Surface region → Interior

Fig. 8 SEM photograph of surface layer of bar extruded from billet covered with plain matrix alloy layer on its front end. Material: 20% V_f SiC whisker/2014, extrusion ratio: 25.

Boundary ↑

Fig. 9 SEM photograph of the boundary region between surface layer and interior of the same bar as shown in Fig. 8.

けい素および炭化けい素を比較して、アルミニウム合金との反応性の最も小さいちっ化けい素¹⁰⁾のダイスが、金属との凝着を起し難く押出し限界速度の向上に効果があるものと考えられる。

また、Table 4 に示されるように、前端面にマトリックス合金層を一体成形した複合材料ビレットの採用によ

って、鋼製ダイスを使用しても押出し限界速度が約2倍となり、表面性状の良好な押出し材が得られた。これは押出し加工で生じるメタルフロー¹⁾を利用したもので、Fig. 8に示されるように、数100 μm の厚さのマトリックス合金で被覆され、表面欠陥のない押出し材が得られる。強化繊維とダイスが直接摩擦することがないため、ダイスの急速な磨耗も避けることができる。また、Fig. 9はマトリックス合金層と炭化けい素ウィスカ複合部との境界付近の組織を示したものであるが、ブリスター、はく離などの欠陥は認められなかった。

これらの押出し限界速度の改善に採用した対策は、押出し荷重の低減にも効果がある。3.1に示した(1)式において、ダイスとの摩擦に伴う項の K 値が、複合材料ビレットの値でなく、マトリックス合金の値になるため、マトリックス合金層を一体成形した複合材料ビレットの採用によって、押出し荷重を低減することができる。この効果は、Fig. 3の結果から示されるように2000系、7000系のように K 値の大きい合金をマトリックスとした複合材料ビレットほど大きい。

以上のように、押出しせん断変形抵抗が大きいため、高温押出しを余儀なくされる複合材料ビレットの押出し性の改善に、ちっ化けい素ダイスの採用あるいは前端面にマトリックス合金層を一体成形した複合材料ビレットの採用が有効であることが確認された。しかしながら、セラミックダイスは、使用頻度を重ねるにつれ、微小欠けが生じた。これを防止するためには、セラミックスの材質改善、ペアリング部R形状のとり方、バックアップ方法などの検討が今後必要であると思われる。

4. 結 言

炭化けい素ウィスカおよびアルミナ短繊維を用いて、各種の不連続繊維強化アルミニウム合金複合材料ビレットの押出し性を検討し、以下の知見が得られた。

(1) 複合材料ビレットの押出しせん断変形抵抗は、強化繊維の含有量に比例して上昇する。単位含有量当たりのせん断変形抵抗の上昇率は、炭化けい素ウィスカの方

がアルミナ短繊維より大きい。複合材料ビレットの押出しせん断変形抵抗は、マトリックス合金のせん断変形抵抗が大きいほど大きくなり、高力合金マトリックス複合材料ビレットではアルミニウム合金の正常押出しの限界とされている値に容易に達する。そのため、押出し温度を高くしたり、押出し比を小さくしたり、また高容量の押出し機を使用しなければならないなどの押出し条件上の制約を受ける。

(2) 押出し加工中に、繊維の折損、分断が起こるが、せん断力を緩和するコニカルダイスの採用あるいは押出し温度の上昇は、繊維の損傷防止には効果がない。

(3) テアリングなどの押出し材表面欠陥の発生によって規制される押出し限界速度の改善には、ちっ化けい素ダイスの採用または、前端面にマトリックス合金層を一体成形した複合材料ビレットの採用が有効である。また、マトリックス合金層一体成形複合材料ビレットは、ダイス磨耗防止、押出し荷重の低減にも効果があり、とくに高力合金マトリックス複合材料ビレットへの応用が効果的である。

参 考 文 献

- 1) R. B. Aronson: Machine Design, 57 (1985), Aug. 8-68.
- 2) H. J. Rack and P. W. Niskanen: Light Metal Age, 42 (1984), 9.
- 3) 渡辺英雄, 大堀紘一, 竹内 庸: 軽金属, 38 (1988), 633.
- 4) 森本啓之, 大内権一郎: 軽金属, 38 (1988), 658.
- 5) 奥宮正洋, 恒川好樹, 新美 格, 尾崎 勤: 軽金属, 37 (1987), 285.
- 6) 橋川隆至, 丹野 颯, 高橋裕男, 伊藤洋一: 塑性加工春季講演会概要集, (1988), 113.
- 7) 小林啓行, 斉藤勝義: 軽金属, 30 (1980), 353.
- 8) A. Kelly and W. R. Tyson: High Strength Material, John Wiley & Sons, New York (1965), 578.
- 9) H. Fukuda and T. W. Chou: J. Mater. Sci., 17 (1982), 1003.
- 10) L. A. レイ: セラミックスの耐食性ハンドブック, 井関孝善訳, 共立出版, (1985), 69.
- 11) 岡庭 茂: 軽金属, 36 (1986), 507.