研究論文

繊維まわりに形成させた Zn-Al 合金相の軟化を利用したステンレス鋼繊維/アルミニウム複合材料板の曲げ加工とその強化

浅沼 博*・広橋 光治*
加瀬 正彦*・菊池 隆司**

Bending of stainless steel fiber/aluminum composite plate by softening Zn-Al alloy phases formed around fibers and its strengthening

Hiroshi ASANUMA*, Mitsuji HIROHASHI*
Masahiko KASE* and Takashi KIKUCHI**

Stainless steel fiber reinforced aluminum with using zinc to form the interface layer was fabricated, and bending of the composite as secondary forming was tried. That composite was fully strengthened at 643 K which was just below eutectic temperature of Zn-Al alloy (655 K). Over the eutectic temperature, the fiber-matrix interfacial stress τ of the composite was remarkably reduced. Taking advantage of loose state of the interface layer, bending of the composite became possible without fiber breakage and buckling which was impossible in the case of the composite at lower temperatures or without the interface layer. The once remarkably reduced τ could be increased by mutual diffusion between the interface layer and the matrix caused by heat treatment, and the composite was fully strengthened even at 673 K which was beyond the eutectic temperature. Accordingly, the possibility of realizing long fiber reinforced metal which could be secondarily formed was clarified.

Keywords: long fiber reinforced metal, secondary forming, fiber-matrix interface layer, loosening, strengthening

(Received December 27, 1989)

1. 緒 言

延性の小さい高強度長繊維を複合化した繊維強化金属は、曲げ加工等の二次成形を行おうとするとその繊維は成形中に損傷を受けるため、Near Net Shape の成形を行うことが一般的である。しかし、繊維を損傷することなくそれを二次成形することが可能となれば、その汎用性は高まり、コストも低下すると考えられる。

本研究では、二次成形が期待できる長繊維強化金属として次のような方式の複合材を提案する。すなわち、まず第一段階として、繊維とマトリックスとの界面に、マトリックス金属よりもできるだけ低い温度において軟化または溶融する純金属または合金の層を設ける。次に第二段階として、マトリックス全体を著しく軟化させるこ

となく、その界面層を局部的に軟化・溶融させ、繊維-マトリックス界面せん断応力を著しく低下させた状態で繊維を損傷することなく二次成形を行う。二次成形後の第三段階には、この界面層とマトリックスとを相互に拡散させることによりルーズな繊維-マトリックス界面を強化し、複合材としての強度を高める、という方式である。

従来の研究においては、マトリックス全体を軟化させて二次成形を行った例^{1)~3)}は見受けられるが、本研究のように、二次成形のための界面層を意図的に形成させ、それを著しくルーズにすることにより非強化材の場合に近い状態で二次成形を試みた例は見当たらない。このような界面層を簡便に形成させる方法については、既報⁴⁾において界面層形成用金属として亜鉛を用いたステンレ

* 千葉大学工学部 (千葉市)。Faculty of Engineering, Chiba University (Chiba-shi, Chiba).

** 千葉大学大学院 (千葉市)。Graduate Student, Chiba University (Chiba-shi, Chiba).

ス鋼繊維強化アルミニウム複合材料を一例としてすでに検討済みである。

したがって、本研究においては、既報⁴⁾と同じ複合材を対象に、その繊維-マトリックス界面強度と曲げ加工特性との関連について基本的に検討し、上記条件を満たす二次成形可能な長繊維強化金属の実現の可能性について検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材

強化繊維として、直径 0.095 mm、引張強さ 2.8 GPa の SUS304ばね用ステンレス鋼線（日本精線(株)製）、マトリックス材として、厚さ 0.2, 0.8 および 1.6 mm の純アルミニウム板（A1050）、また界面層形成のために厚さ 0.05 mm、純度 99.997% の純亜鉛箔を使用した。なお、比較材として厚さ 2.0 mm の純アルミニウム板を試験に供した。

2.2 複合材の作製

繊維とマトリックスとの界面に界面層を有する複合材を以下述べる方法により作製した。Fig. 1 に複合後の横断面で模式的に示すように、作製した複合材には繊維引抜き試験用（同図(a)）と曲げ試験用（同図(b)）とがある。まず、マトリックス板を幅 30 mm、長さ 60 mm に切断し、623 K で 1.8 ks 真空焼鈍後、その接合面すなわち厚さ 0.2, 0.8 mm の板については片面、厚さ 1.6 mm の板については両面を #1000 のエメリー紙で研磨した。次に、厚さ 0.8 mm の板は片面、1.6 mm の板は両面に、強化繊維より径の大きい直径 0.140 mm の繊維を板の長さ方向に押し付けることにより 0.8 mm 間隔の繊維配列用 U 溝をつけ、この溝中に強化繊維を配列し、これと溝無しのアルミニウム板を亜鉛箔（30 mm × 60 mm）を間にはさんで積層した。この積層体を大気中でホットプレスすることにより、亜鉛または Zn-Al 合金を繊維とマトリックスとの隙間に回り込ませ繊維を取り囲むように界面層を形成させると同時に、マトリックス板同士の接合も行った。

これら界面層を有する複合材（ホットプレス材と略称）の一部については大気中で熱処理を施し、界面層とマトリックスとの拡散を促進させた（熱処理材と略称）。

また、比較材として、U 溝の径と繊維径とを等しくすることにより繊維の周囲に界面層を形成させない界面層無しの複合材（界面層無しホットプレス材と略称）も作製した。

2.3 繊維引抜き試験

Fig. 1(a) に示した型の試料から、Fig. 2 に示す繊維引抜き試験片を作製した。繊維を露出させるためのマトリックスの除去には、水酸化ナトリウム水溶液を用い

Fig. 1 Schematic illustrations of composite cross sections used for (a) fiber pull-out test and (b) bending test.

Fig. 2 Shape and dimensions of specimen for fiber pull-out test.

Fig. 3 Bending apparatus.

た。繊維の引抜き長さは、穴あけにより繊維を切断させることで 4 mm 一定に調整した。この穴あけは、エンドミルまたはドリルによる機械加工であると繊維端においてバリが発生し、これが引抜き荷重の増大を引き起こすため、放電加工により行った。

引抜き試験は 623~693 K の高温において 0.017 mm/s の一定速度で行い、得られた引抜き荷重-距離線図にお

ける引抜き開始直後の最大引張力をそのときに埋め込まれている繊維部分側面の表面積で除した値を、繊維-マトリックス界面せん断応力として評価した。

2.4 曲げ加工

Fig. 1(b)に示した型の試料を幅5 mm, 長さ50 mmに切断して供試材とした。先端半径5 mmのポンチおよび90°Vブロックをインストロン型試験機に装着し、試験片をFig. 3に示すように強化繊維が長手方向になるようにこのブロック上にセットし、試験温度に昇温後、ポンチを一定速度で降下させ90°V曲げ加工を行った。このとき、Fig. 1(b)から強化繊維は中立面と異なる引張りまたは圧縮ひずみ位置に配列していることになる。

3. 実験結果および考察

3.1 複合材の断面組織

ステンレス鋼線、アルミニウム板および亜鉛箔の積層体を、Zn-Al合金の共晶温度655 Kと亜鉛の融点692 Kのほぼ中央にあたる温度673 Kにおいて圧力8.2 MPaで60 s間ホットプレスすることにより、複合材（ホットプレス材）を作製した。Fig. 4には、このホットプレス材横断面の反射電子による組成像（同図(a)）およびX線像（同図(b) Zn-K α_1 , (c) Al-K α_1 , (d) Fe-K α_1 ）を示す。同図(a)~(c)より、あらかじめ形成させておいた繊維とマトリックスとの間の空隙には高亜鉛濃度のZn-Al合金が充填していることがわかる。この合金層は一部下方で欠けてはいるものの、ほぼ繊維を取り囲む形に分布しているため、繊維-マトリックス界面のせん断応力は、この層が軟化または熔融する温度において著しく低下することが期待できる。一方、Fig. 5には、このホットプレス材を温度673 Kで3.3 ks熱処理した後の複合材（熱処理材）横断面の組成像およびX線像をFig. 4の場合と同様に示す。同図(a)~(c)より熱処理材においては、Fig. 4に示したホットプレス材に比べ、界面層中の亜鉛とマトリックスのアルミニウムとの相互拡散がより進行していることがわかる。

なお、繊維とマトリックスとの反応の有無に関しては、ホットプレス材、熱処理材のいずれにおいても、それぞれFig. 4およびFig. 5に示した組成像およびX線像からは、反応層らしきものは存在しない。また、これら複合材（ホットプレス材および熱処理材）のマトリックスを水酸化ナトリウム水溶液で溶解して取り出した繊維の引張強さを室温において測定した結果、いずれの場合も引張強さは2.9 GPaで両者の差は無く、受け入れ状態のそれ（2.8 GPa）と比べてもほとんど変化がない。したがって、使用したステンレス鋼繊維はホットプレスおよび熱処理の間にマトリックスとの反応により劣化することはないといえる。

Fig. 4 Composition image (a) and X-ray images (b), (c), (d) of cross section of as hot pressed composite with fiber-matrix interface layer.

Fig. 5 Composition image (a) and X-ray images (b), (c), (d) of cross section of composite with interface layer after heat treatment at 673 K for 3.3 ks.

Fig. 6には、比較材としてホットプレス材の場合と同じホットプレス条件で作製した界面層無しホットプレス材の横断面の組成像およびX線像をFig. 4およびFig. 5の場合と同様に示す。これより、意図した通り亜鉛はアルミニウム板の接合部付近にのみ局在し、Fig. 4に示したホットプレス材の場合のように繊維のまわりを取り囲むようには存在しないことが確認できる。

3.2 繊維-マトリックス界面せん断応力

繊維を損傷することなくホットプレス材の二次成形を可能とするためには、まずその繊維-マトリックス界面せん断応力 τ が十分小さくなり、繊維とマトリックスとの相対滑りができることが必要である。Fig. 7には、ホットプレス材の τ の温度依存性を調べた結果を示す。同図より明らかなように、 τ はZn-Al合金の共晶温度

Fig. 6 Composition image (a) and X-ray images (b), (c), (d) of cross section of as hot pressed composite without interface layer fabricated for comparison.

Fig. 7 Dependence of fiber-matrix interfacial shear stress τ of as hot pressed composite with interface layer on test temperature T . τ of as hot pressed composite without interface layer at 673 K is also shown for comparison.

(655 K) の直下では約 7 MPa であったものが、その直上では界面層中に液相を生ずることにより急激に低下し、共晶温度と亜鉛の融点 (692 K) の中間であり、マトリックスの融点 (933 K) より十分低い温度 673 K においては 0.2 MPa と著しく低くなっている。この値は、比較材である界面層無しホットプレス材の同温度における τ (約 14 MPa) の約 1/70 と著しく小さい。この界面

Fig. 8 Dependence of fiber-matrix interfacial shear stress τ of as hot pressed composite with interface layer on heat treatment time t .

層の存在による τ の低下は、温度 673 K における繊維の引張強さの測定値 2.2 GPa を用いて繊維の臨界アスペクト比に計算し直すと、79 から 5500 への増加に対応する。したがって、ホットプレス材は、温度 673 K まで昇温し界面層を著しくルーズにすれば、曲げ加工等を行っても、加工が進み繊維がマトリックスの固相部分により直接拘束されるようになるまでは、繊維の破断・座屈は起こりにくくなり、成形限界は大幅に拡大されと考えられる。

次に、ホットプレス材の界面層が著しくルーズになる温度 673 K における繊維-マトリックス界面せん断応力 τ を、界面層とマトリックスとの相互拡散により高めることが可能であるか検討した。Fig. 8 に、温度 673 K におけるホットプレス材の繊維-マトリックス界面せん断応力 τ に及ぼす温度 673 K における熱処理時間 t の影響を示す。同図より、温度 673 K におけるホットプレス材の τ は t と共に増加し、時間 3.3 ks においては約 9 MPa、すなわち比較材として作製した界面層無しのホットプレス材のその約 65% まで回復することがわかる。

3.3 二次成形

各種複合材の二次成形として 90°V 曲げ加工を行った。ホットプレス材を繊維に負担をかけず有利に曲げ加工するためには、加工温度は繊維-マトリックス界面せん断応力 τ が著しく小となる 673 K とする必要がある、また Fig. 8 より明らかのように、 τ は熱処理時間の増加と共に漸次増加するため、加工はなるべく短時間で完了することが望ましい。そこでポンチ降下速度を 0.083 mm/s とし、曲げ加工は 0.2 ks 以内に完了するようにした。

各種複合材を高温で曲げ加工した際のポンチ荷重 (P)-ストローク (L) 線図を Fig. 9 に示す。同図 9(a) および (b) にはそれぞれホットプレス材を Zn-Al 合金の

Fig. 9 Punch load P -stroke L diagrams for composites and pure aluminum plate at high temperature.

共晶温度より低い643 Kおよび高い673 Kで曲げ加工したときの結果、(c)～(e)にはそれぞれ、比較材である界面層無しホットプレス材、熱処理材、アルミニウム板単体（いずれも板厚2 mm、幅5 mm）を温度673 Kで曲げ加工したときの結果を示す。また、Fig. 10(a)～(e)にはそれぞれこれら各試料縦断面の反射電子による組成像を示す。なお、アルミニウム板単体の場合を除き、曲げの外側および内側の繊維が観察されるそれぞれの断面を示した。Fig. 9(a), (c), (d)に示した P - L 線図においてみられる荷重の急激な低下は、Fig. 10(a), (c), (d)に、曲げの外側すなわち引張側の繊維は破断し、内側すなわち圧縮側の繊維は座屈して折れ曲がっている様子がみられることから、これらに対応していると考えられる。

まずホットプレス材についてみると、Zn-Al合金の共晶温度より低い643 K (Fig. 9(a)) においては、曲げ加工初期に上昇したポンチ荷重は Fig. 10(a)に示すような

Fig. 10 Composition images of longitudinal sections of specimens after bending.

繊維の破断および座屈により解放され急激に低下し、試料はポンチから離れ折れ曲がるように加工されている。このことは、ホットプレス材は643 Kにおいては、Fig. 8において示した約8 MPaという値の τ により十分繊維強化されているということを意味している。これに対し共晶温度より高い673 Kにおいて、同ホットプレス材は、Fig. 9(b)に示すようにその初期の曲げ荷重は643 Kの場合の約1/2と低く、Fig. 10(b)に示すように、繊維を破断・座屈させることなく、アルミニウム単体の場合と同じようにポンチに添ってような曲率で曲げ加工されている。このことは、ホットプレス材は673 Kにおいては、繊維が半熔融の界面層を介してマトリックスに対し容易に滑ることにより、 τ はFig. 8に示したように著しく低い0.2 MPaとなり、繊維がほとんど強化に寄与しなくなったためである。なお、曲げ加工した試験片の両端

部を観察すると、曲げ加工中に繊維がマトリックスに対して滑った結果として、曲げの外側の繊維は試料内に引き込まれ、内側の繊維は突出している様子が認められた。

一方、比較材である界面層無しホットプレス材は、温度673 Kにおいても Fig. 9(c) に示すように曲げ加工に要する荷重は温度643 Kにおけるホットプレス材の場合と同様に高く、繊維の破断はこれより早い段階で起きている。このことは、界面層無しホットプレス材においては Fig. 8 より τ が約14 MPa と高く、曲げ加工中に繊維のマトリックスに対するすべりはほとんど無かったためであると考えられる。

熱処理材においては、繊維の破断・座屈が Fig. 10(d) に示すようにみられる。これは熱処理により、Fig. 2 と Fig. 3 との比較から明らかなように、界面層中の亜鉛とマトリックスアルミニウムとの相互拡散が進行することにより τ が約8 MPa へと強化された結果であると考えられる。熱処理材における繊維の破断・座屈は、界面層無しホットプレス材のそれに比べ、やや曲げ加工が進んだ時点で起きているが、これは、 τ がやや低いため若干滑りを生じた結果と考えられる。しかし、曲げ荷重の最大値は両者ともにほぼ等しく、熱処理材は界面層無しホットプレス材とほぼ同様に繊維強化がなされているといえる。

4. 結 言

本研究では、繊維-マトリックス界面に界面層を有する長繊維強化金属複合材料の一例として、界面層形成用

金属として亜鉛を用いたステンレス鋼繊維強化アルミニウム複合材料を作製し、これについて二次成形の可能性を検討した。以下結論を示す。

(1) 本複合材料は、Zn-Al 合金の共晶温度を超えると繊維-マトリックス界面せん断応力 τ は急激に低下する。

(2) この界面層のルーズな状態を利用すると、本複合材は繊維破断・座屈のない曲げ加工（二次成形）が可能となる。

(3) 熱処理によりこの界面層とマトリックスとを相互拡散させることにより τ は高まり、複合材は十分繊維強化される。したがって、界面制御方式により二次成形可能な長繊維強化金属の実現の可能性が明らかになったといえる。

最後に、本研究はその遂行にあたり文部省科学研究費（奨励研究）ならびに服部報公会の研究助成を受けたこと、千葉大学学部学生小倉健一君（現在古河電工㈱）、斎藤宏和君（現在住友金属工業㈱）の協力を得たこと、日本精線㈱よりステンレス鋼線の提供を受けたことを付記し、感謝の意を表する。

参 考 文 献

- 1) J. L. Christian: Proc. 1st ICCM, 2 (1975), 706.
- 2) 西村 尚, 伊藤達也, 山本弘暁, 若山修一: 軽金属, 39 (1989), 836.
- 3) 西村 尚, 伊藤達也, 山本弘暁, 若山修一: 軽金属, 39 (1989), 843.
- 4) H. Asanuma, M. Hirohashi, M. Kase and T. Kikuchi: Proc. 1st Jpn. Intl. SAMPE Sympo. and Exhibi., (1989), 979.