研究論文

SiC ウィスカ/6061アルミニウム合金複合材料の 機械的特性に及ぼす粉末粒度の影響

青柳 成俊*・貝田 一浩**・小島 陽***

Effect of matrix grain size on the mechanical properties
of SiC whisker/6061 aluminum alloy composites

Naritoshi AOYAGI*, Kazuhiro KAIDA**
and Yo KOJIMA***

The effect of matrix grain size on the mechanical properties and wear properties of SiC whisker/A6061 aluminum alloys composites were investigated. The composites were fabricated by hot extrusion after hot press process. The relative density after the second work, U.T.S., 0.2%P.S., and elastic modulus are dependent on grain sizes of matrix. Due to uniformly dispersed SiC whiskers, the strength and elastic modulus of the composites with smaller grain size of matrix are superior to the composite with larger one. But the tensile property of P/M A6061 aluminum alloy is not related to the grain size. Wear properties of matrix are extremely improved by small addition of SiC whisker, while they are unchanged by the grain size of matrix.

Keywords: SiC whisker, composite, grain size, mechanical properties, 6061 alloy

(Received March 15, 1990)

1. 緒 言

短繊維あるいはウィスカを用いた複合材料は塑性加工が可能であり、二次加工の容易さや既存設備の使用が可能であるなどのメリットをもつため、工業製品として幅広い用途が期待されている。粉末冶金法ではホットプレスあるいはHIPと押出しを併用する方法¹⁾等による製造も試みられ、複合材料の信頼性とその特性の解明に多くの研究がなされている。しかし粉末冶金法を用いて作製した複合材料は高温高压下で製造した場合を除き、期待した強度特性が得られない場合が多い。その原因の一つとして焼結時の圧力不足あるいは低温度のために起きる複合体の密度の低下が考えられる。しかしこの他にもマトリックス粉末粒子の粒径が複合体の焼結密度と機械的特性に及ぼす影響は大きいものと考えられる。

本研究では、粒径の異なる粉末を用いてホットプレスと押出し法を併用した製法によってSiC ウィスカ/アルミニウム合金複合材料を作製し、機械的特性および摩擦特性に及ぼすマトリックス粒子の粒径の影響について調べた。

2. 実験方法

2.1 供試材

SiC ウィスカは市販のものを使用しており、その特性と化学組成をTable 1に示す。一方、マトリックス合金にはエアートマイズ法により製造したA6061アルミニウム合金粉末(Al-Mg-Si系、以下A6061合金粉末と略記する)を用い、平均粒径 $44\mu\text{m}$ 以下と $63\mu\text{m}$ 以下に分級した2種類を用意した。A6061合金粉末の化学組成をTable 2に示し、Fig. 1にはその外観と分級した粒

* 長岡技術科学大学大学院 (長岡市)。Graduate School, Nagaoka University of Technology (Nagaoka-shi, Niigata)。

** 長岡技術科学大学大学院 (長岡市) [現在: (株)神戸製鋼所 (下関市)]。Graduate School, Nagaoka University of Technology (Nagaoka-shi, Niigata) [Present: KOBE STEEL Co., LTD (Shimonoseki-shi, Yamaguchi)]。

*** 長岡技術科学大学 (長岡市)。Department of Mechanical Engineering, Nagaoka University of Technology (Nagaoka-shi, Niigata)。

Table 1 Chemical composition and properties of SiC whisker

Properties;		
Diameter	(μm)	0.05~0.2
Length	(μm)	10~40
Aspect ratio		20~200
Density	(kg/m^3)	3.18×10^3
Crystal structure		β -type
Melting point	(K)	2963
U.T.S.	(MPa)	20.6×10^3
Elastic modulus	(MPa)	480×10^3
Chemical composition; (mass%)		
Al		0.17
Ca		0.12
Mg		0.10
Fe		0.02

Table 2 Chemical composition of A6061 atomized powder (mass%)

Mg	Si	Fe	Cu	Zr	Cr	Mn	Al
0.90	0.50	0.26	0.20	0.10	0.04	<0.01	Bal.

Table 3 SiC whisker content of specimens (vol.%)

	Grain size of A6061 matrix ; $\leq 44 \mu\text{m}$; $\leq 63 \mu\text{m}$	
	0	0
Volume fraction of SiC whiskers	2	—
	5	5
	10	10

径の分布を示す。また **Table 3** には本研究で作製した複合材の一覧を示した。

2.2 試料の作製

まずエタノール溶媒中に SiC ウィスカを入れ、超音波により分散処理を施した。その後 A6061 合金粉末とエタノール (1 cc/g の割合) と共にミルポットにいれ、ボールミルにより回転数 92 rpm, 時間 21.6 ks の混合を行った。混合を終えた後、乾燥させた混合粉末を黒鉛ダイスにセットし、ホットプレスを使用して直径 40 mm, 高さ 60 mm のビレットを作製した。ホットプレスの条件は真空雰囲気下, 圧力 20 MPa, 温度 573 K, 保持時間 4.8 ks とした。作製したビレットは、以後の押出しを容易にするためにマトリックスと同材質の A6061 合金製の蓋付き円筒容器に装填した。その後アルゴン雰囲気中の電気炉を使用して温度 653 K, 時間 1.8 ks の均熱化処理を施した。均熱化処理の後キャニングされたままのビレットを温度 623 K, 押出し比 17, 押出し速度約 1 mm/

Fig. 1 Appearance and distribution of grain size of A6061 powders. (a) Grain size; $\leq 44 \mu\text{m}$, (b) Grain size; $\leq 63 \mu\text{m}$

s の条件下で押出して直径 12 mm, 長さ 1000 mm の試料を得た。この押出し後の試料を加工し試験片に供した。

2.3 試験方法

得られた試験片について 803 K, 1.8 ks の溶体化処理と 448 K, 43.2 ks の時効処理を施した。得られた試験片より室温および高温引張試験 (423 K, 523 K), 弾性率の測定, 破面観察, ピンードラム型摩耗試験機による摩耗試験を行った。引張試験は直径 5 mm, 標点間距離 25 mm の試験片を押出し材より切出しインストロン引張試験機を用いて行った。ひずみ速度は室温引張試験で $3.33 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, 高温引張試験で $6.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ とした。弾性率の測定には伸び計を使用し, 破面の観察は走査型電子顕微鏡を使用した。摩耗試験は, パラフィン系冷凍機油による油潤滑下で荷重 15 kgf, 摺動速度 1 m/s, 摺動距離 75 km の条件下で実施した。ピン側を複合材としドラム側の材質は FC25 とした。ピンおよびドラム摺動面の表面粗さは R_{max} 0.8~1.2 μm に仕上げた。

3. 実験結果および考察

3.1 SiC ウィスカの分散と複合材の密度

SiC ウィスカと A6061 合金粉末の混合後の状態を走査型電子顕微鏡を用いて観察した結果を **Fig. 2** に示す。平均粒径 44 μm 以下と, 63 μm 以下のマトリックス粒子が同体積ならば, 粒径の小さい方が表面積は大きく, ウィスカとの接触回数も増加する。そのため, 粒径の小さい 44 μm 以下の粒子のまわりにウィスカが多く付着している様子が観察された。一方, ウィスカのアスペクト比について測定を行った結果を **Table 4** に示す。Table 4 は混合後および押出し後の SiC ウィスカのアスペクト

Fig. 2 Scanning electron micrographs of SiC whisker and A6061 powder after ball mill mixing.

Table 4 Aspect ratio of SiC whisker

Grain size of A6061	After mixing	After extrusion
$\leq 44 \mu\text{m}$	8.0	4.6
$\leq 63 \mu\text{m}$	7.2	4.0

比を測定した結果である。測定はSEM写真上からウィスカの直径と長さを実測した。また押し後の試料についてはケラー液でアルミニウムを溶出させた後に測定した。一般には強化繊維の強度と、マトリックスと繊維のせん断応力から臨界アスペクト比が計算されるが²⁾、その数値と実際に繊維が強化に寄与する関係は不明な点が多く、ここでは製造過程における相対的なウィスカの損傷率と考えた方がよいと思われる。また、三次元的に角度を持ったウィスカを平面的に測定した可能性もあり、実際にはもう少し高い値を示すと考えられる。しかし、この結果からは損傷率がマトリックス粒子の平均粒径には関係がないこと、押し終了後のアスペクト比が約4.0となっており、受け入れ状態から考えれば³⁾かなり損傷していることがわかる。

Fig. 3にSiCウィスカ体積率と相対密度の関係を示す。ホットプレス後と押し後の試料についてアルキメデス法により測定した。この結果からはマトリックス粒子が $63 \mu\text{m}$ 以下の場合、押しを施しても理論密度を得にくく、 $44 \mu\text{m}$ 以下の場合では押しを施すことにより理論密度に近い値となった。しかし、ウィスカを含まないマトリックス粒子だけの密度は粒子の平均粒径には関係がなく、両者はほぼ同じ値となった。押しまでの製造工程においては、平均粒径の小さいマトリックス粒子を用いた方が理論密度を得やすく、平均粒径の大きいマ

Fig. 3 Variation of relative density for volume fraction.

Fig. 4 Relation between SiCw volume fraction and tensile properties.

トリックス粒子を用いた場合には強化繊維をわずかに含んだだけでもマトリックス間の焼結を妨げ、押し後もポアが残留し相対密度を低下させたと考えられる。

3.2 引張特性と弾性率に及ぼす粒径の影響

マトリックス粒子の粒径 $44 \mu\text{m}$ 以下を用いた場合と、 $63 \mu\text{m}$ 以下を用いた場合の複合材の引張特性をFig. 4に示す。ここではマトリックスだけの引張強度は粒径に依存せず、粒径の違う両者の引張強さは約400 MPaと等しいことから、マトリックスであるA6061合金粉末の焼結は粒径 $44 \mu\text{m}$ 以下と粒径 $63 \mu\text{m}$ 以下の試料でほとんど変化はないと考えられる。しかし、複合材になると粒径 $44 \mu\text{m}$ 以下のマトリックスを用いた複合材が、粒径 $63 \mu\text{m}$ 以下のマトリックスを用いた複合材よりも優れた結果となった。ウィスカのような硬質繊維を複合化した場合、粒径の大きいマトリックス粒子ではその隙間に多

Fig. 5 Appearance of fracture surface after tensile test (R.T.). (a) $V_f=0\%$, Grain size; $\leq 44\ \mu\text{m}$, (b) $V_f=5\%$, Grain size; $\leq 44\ \mu\text{m}$, (c) $V_f=5\%$, Grain size; $\leq 63\ \mu\text{m}$

くの凝集体をつくりだし、マトリックス粒子との相互結合力の低下、有効断面積の減少あるいは切欠き作用として諸性質の劣化の原因となるものと考えられる⁴⁾。

また、 $44\ \mu\text{m}$ 以下のマトリックスを用いた複合材では体積率10%の方が5%の場合よりも低下した。押出し後

の相対密度が体積率に依らず98%とほぼ同一であることや、SEM観察でウィスカ凝集体は観察されないことから、ウィスカはほぼ均一に分散しているものの一つの粒子表面に付着しているウィスカの量が多く、粒間に存在するウィスカとマトリックスとの結合力が弱いため結果的に粒子間で十分な結合を保てず低下したものと推定される。 $63\ \mu\text{m}$ 以下のマトリックスを用いた複合材では上述したようにウィスカに対してマトリックス粒子が大きいため、体積率の増加に伴いウィスカ凝集体をつくり、複合材の密度低下が主原因で早期破壊に至ったものと考えられる。

伸びはマトリックス材では粒径に関係なく約12%の値となったが、ウィスカ含有率の増加に伴いその値は低下し体積率10%の複合材では2~3%の値となった。またマトリックス粒子の粒径の小さい方で伸びは良好となった。**Fig. 5**に複合材の引張試験後の破断面写真を示す。

Fig. 6 Relation between testing temperature and tensile properties. (a) U.T.S., (b) 0.2% P.S., (c) Elongation, (d) Reduction of area

Fig. 7 Variation of elastic modulus for SiCw volume fraction.

Fig. 8 Effect of SiC whisker content on the width of wear.

体積率5%でマトリックス粒子の粒径 $44\mu\text{m}$ 以下と $63\mu\text{m}$ 以下の試料を比較すると、粒径 $63\mu\text{m}$ 以下の試料で多数のウィスカ凝集体が破面に露呈しているのが観察された。また粒径 $44\mu\text{m}$ 以下を用いた複合材の破面は、ウィスカを添加しないマトリックス材の破面に比べて小さいディンプルが多数観察され不規則な形状を呈している。

高温引張試験の結果を Fig. 6 に示す。体積率5%以下では、すべての温度域において粒径 $44\mu\text{m}$ 以下のマトリックスを用いた複合材がマトリックス材の特性よりも高い値となった。しかし、これらの複合材においても523 K付近ではマトリックスの強度とほぼ同等の200 MPaとなった。一方、マトリックス材の引張強さは粒径に依存せず523 K まではほとんど同じ値となることを確認した。

伸び、絞りにおいても $44\mu\text{m}$ 以下の粒子を用いた複合材ではウィスカ体積率5%までは極端な低下は認められず、マトリックス材と同様の傾向を示している。その他の試料では値が全体的に低下しており、これはウィスカ凝集体の存在により塑性域での充分な変形を待たずに破壊に至ったためと考えられる。

Fig. 7 は室温において伸び計により測定した弾性率の結果である。やはり $44\mu\text{m}$ 以下の粒子を用いた複合材で体積率5%までは値が上昇しており複合材の密度が機械的特性には、大きく影響すると考えられる。ここでも $44\mu\text{m}$ 以下のマトリックスを用いた複合材で体積率10%の方が5%の場合よりも低下したが、引張特性の場合と同様にウィスカの増加による粒子間の結合の低下が原因と思われる。また、 $63\mu\text{m}$ 以下のマトリックスを用いた複合材の弾性率が体積率によらず、母相の弾性率とほぼ

同じとなった原因は、複合材の低密度に関係すると思われるが弾性率は構造に鈍感なためウィスカの不均一部が存在してもマトリックス相の結合状態が良好であるためマトリックスの弾性率に近い値を示したものと思われる。

3.3 摩耗特性

摩耗試験の結果を Fig. 8 に示す。ウィスカ体積率の増加に伴い摩耗特性は向上し（摩耗痕幅の低下）ウィスカ体積率10%では、マトリックスだけの摩耗痕幅の約1/3に低減した。しかし、ウィスカ体積率が一定値以上では摩耗痕幅は変わらなくなることが認められた。粒径 $44\mu\text{m}$ 以下と粒径 $63\mu\text{m}$ 以下の粒子を用いた複合材の明らかな違いは認められず、両者の摩耗特性はいずれも良好であることから、複合材の摩耗特性は引張特性ほどマトリックス粒子の粒径に依存しないと考えられる。しかし、摩耗試験後の試料摺動面を光学顕微鏡で観察したところ、Fig. 9 に示すように粒径 $63\mu\text{m}$ 以下の粒子を用いた複合材ではウィスカの脱落によるマトリックスの引っかき削りが多く認められた。Long ら⁵⁾は、耐摩耗性を向上させるためには、短繊維あるいは粒子の脱落を防止することが重要であると指摘しており、ウィスカの場合にも当てはまるならば、脱落を招きにくい、すなわち凝集体をつくりにくい粒径の小さいマトリックスを使用することは有効であると考えられる。一方で、摩耗特性は析出粒子や分散粒子の粒径の大きい方が有効であること⁶⁾を考えると、もし、SiC ウィスカの凝集体が脱落しないならば、凝集体は疑似的に粒径の大きい粒子とみなすこともできる。したがって、体積率5%でみられるようなマトリックス粒径の大きいものが優れた摩耗特性を示すものは、短繊維や粒子のような完全な脱落が起こる

(a)

(b)

Fig. 9 Optical micrographs of wear surface. Pin side; SiCw/A6061 composites. Drum side; FC 25.
(a) Grain size; $\leq 44 \mu\text{m}$, (b) Grain size; $\leq 63 \mu\text{m}$

ものではなく、部分的に脱落があるものの凝集体として試料内にとどまっていることが推測される。また、粒径 $63 \mu\text{m}$ 以下のマトリックスを用いたウイスカ体積率 5% と 10% の複合材で、摩耗痕幅にほとんど差がみられない

のは、低密度のためかあるいはウイスカ凝集体の原因によるウイスカの脱落が同じ周期で起こっているためと思われる。

4. 結 言

以上、ホットプレス法と押出し法を併用した粉末冶金法により複合材料の作製を行い、機械的特性と摩耗特性に及ぼすマトリックス粒子の粒径の影響について調査した結果、次のことが明らかとなった。

(1) 粉末冶金法により製造した複合材の機械的特性には製造時の温度、圧力と共にマトリックス粒子の粒径が影響する。このとき、粒径の小さい粒子を用いた方がウイスカの凝集をつくりにくく、比較的均一に分散した複合材となり、2次加工（押出し）によって相対密度 98% 以上となった。

(2) 引張強さ、0.2% 耐力、弾性率は粒径の小さいマトリックス粒子を用いた複合材の方で優れた値を示した。しかし、マトリックスだけの引張強さはマトリックス粒子の粒径には関係なく約 400 MPa でほぼ同じ値となった。

(3) 摩耗特性は引張特性ほどマトリックスの粒径やウイスカの分散性には依存せず、数% のウイスカ添加によりマトリックスだけの摩耗痕幅の半分以下に低減した。

終わりに、本研究の一部は軽金属奨学会の教育研究資金により行われたものであり、軽金属奨学会に深謝致します。

参 考 文 献

- 1) たとえば森本啓之，大内権一郎：鉄と鋼，75 (1989)，1541.
- 2) A. Kelly：複合材料，147.
- 3) 新素材マニュアル：1 (1985)，51.
- 4) 広橋光治，浅沼 博，端山 理：軽金属，38 (1988)，640.
- 5) Than Trong Long，西村隆宣，逢坂達吉，合瀬路博，森田幹郎：日本金属学会誌，52 (1988)，609.
- 6) 三輪謙治，市川理衛：日本金属学会誌，458 (1987)，853.