パルス通電圧接法(PCHP)により作製したボロン繊維強化 Ti マトリックス複合材料の組織と機械的性質

水内 潔¹ 井上 漢龍² 杉岡 正美¹ 伊丹 正郎¹
川原 正和³ 山内 勇⁴

¹大阪市立工業研究所材料プロセスング研究室

²ワシントン大学材料工学科

³住友石炭鉱業株式会社

⁴大阪大学大学院工学研究科マテリアル科学専攻材料機能形態制御学講座結晶成長工学領域

J. Japan Inst. Metals, Vol. 68, No. 12 (2004), pp. 1083–1085

© 2004 The Japan Institute of Metals

Microstructure and Mechanical Properties of B Fiber Reinforced Ti Matrix Composites Produced by Pulsed Current Hot Pressing (PCHP)

Kiyoshi Mizuuchi¹, Kanryu Inoue², Masami Sugioka¹, Masao Itami¹,
Masakazu Kawahara³ and Isamu Yamauchi⁴

¹Osaka Municipal Technical Research Institute, Osaka 536–8553

²Materials Science and Engineering, University of Washington, Seattle WA 98195–2120, USA

³Sumitomo Coal Mining Co. Ltd., Tokyo 105–0004

⁴Department of Materials Science and Engineering, Graduate School of Engineering, Osaka University, Suita, Osaka 565–0871

Boron fiber reinforced Ti matrix composites were fabricated by a pulsed current hot pressing (PCHP) process at various holding temperatures between 973 K and 1273 K at pressure of 32 MPa for 600 s. Well bonding between the fiber and matrix was obtained by the PCHP at 1073 K. When fabricated at the holding temperature higher than 1173 K, a TiB₂ layer was formed along the interface between the fiber and the matrix, and the crystallization of boron in the vicinity of tungsten core in the fiber occurred. The thickness of TiB₂ layer formed and the crystallized boron increased with increasing the holding temperature. Tensile tests were carried out at room temperature for the composites fabricated by the PCHP at 1073 K. The yield stress of the composites containing 17.2 vol% boron fiber was attained at 706 MPa. This value was about 80% of the yield stress calculated by the force equilibrium equation of a composite along with the fiber axis direction.

(Received August 17, 2004; Accepted November 2, 2004)

Keywords: pulsed current hot pressing, spark plasma sintering, titanium, boron fiber, metal matrix composite, tensile strength

1. 緒 言

ボロン(B)繊維は低密度(2.57 Mg/m³)かつ高強度(3.6 GPa)であり、耐熱性にも優れ、さらに圧縮強度(6.9 GPa)が引張強度の2倍程度を有することから、Al基のみならずTi基複合材料の強化繊維として従来から注目されてきた。しかしながら、既に複合化済みの市販のB/Ti複合材料の機械的性質を調べた例^{1,2)}はいくつか報告されているものの、複合化条件と機械的性質との関係についての報告はほとんど見られない。

今回我々は、放電プラズマ焼結法(SPS)³⁾の接合原理を真空ホットプレス法に応用したパルス通電圧接法(PCHP)^{4–6)}を用いて純TiとB繊維を複合化し、複合化条件が組織や機械的性質に及ぼす影響について調べた。

2. 実 験 方 法

マトリックス金属としては、厚さ0.04 mmのTi箔(99.5

at%)を用いた。また、強化繊維としては、中心部に直径0.0125 mmのW芯線を有する、直径0.1 mmのB繊維を用いた。繊維の特性をTable 1に示す。等間隔で平行に配列したB繊維とTi箔とを交互に積層したプリフォームを汎用型グラファイトダイ中にセットし、放電プラズマ焼結装置(Dr. Sinter-1020)を用いて、昇温速度1.7 K/s、加圧力32 MPa、恒温保持温度973~1273 K、恒温保持時間600 s、真空度2 Paの条件でパルス通電圧接(PCHP)し、長さ65 mm×幅20 mm×厚さ約0.7 mmの薄板状試料を作製した。作製された複合材料について、SEM(JSM-6460LA)による組織観察、エネルギー分散型X線分光(JED-2300S)とX線回

Table 1 Properties of boron fiber as-received.

Tensile strength (GPa)	3.6
Compressive strength (GPa)	6.9
Elastic modulus (GPa)	400
Elongation (%)	0.8
Density (Mg/m ³)	2.57

折(RINT2000)による生成相の同定を行った．また，幅 5 mm，厚さ約 0.7 mm，長さ 20 mm の平行部を有する板状試験片を切削加工により作製し，これに伸び計をセットして，Instron-1125 試験機により，初期歪速度 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で長手方向に引張ることにより機械的性質の評価も行った．

3. 実験結果および考察

3.1 反応組織と生成相

複合材料の SEM による組織観察を Fig. 1 に示す．973 K で成形した場合，Ti マトリックスと B 繊維の界面において未接合部分(矢印 1)の残存が認められた．1073 K 以上で成形した場合，未接合部分の無い緻密な複合材料が得られる．但し，1173 K 以上で成形した場合，Ti/B 界面に TiB_2 (矢印 2, 3)が生成し，高温で成形するほどその厚さは増大した． TiB_2 は AlB_2 型の六方晶であり，その機械的性質はかなり脆弱であることが予想されるため，Ti/B 界面の応力伝達にはさして有効ではないと考えられる．また，1173 K 以上で成形した場合，W 芯線近傍の B 層に欠落(矢印 4, 5)が認められるようになり，高温で成形するほどその傾向が顕著にな

る．これは，組織観察のための研磨時に生じたものと思われる．特に 1273 K で成形した場合には，B 層の欠落により W 芯線の B 層による固定が不安定となり，W 芯線研磨面周辺部の一部欠損(矢印 6)も認められる．しかしながら，成形温度によらず W 芯線の太さがほぼ一定であり，分析結果からも W と B 間の反応層が認められなかったことから，1173 K 以上で成形した場合の W 芯線近傍の B 層の欠落は，結晶化による脆化に起因するものと考えられる．すなわち，パルス通電による成形時に，B よりもはるかに低い電気抵抗(293 K で $5.5 \mu\Omega\text{cm}$)を有する W 芯線に電流が集中することにより W 芯線が異常加熱され，結果として，W 芯線近傍の B の結晶化を招き，脆化したものと考えられる．以上の組織観察結果より，Ti/B 界面反応と，B の結晶化を抑制しつつ，健全な複合材料を得るための最適成形温度は，今回用いた温度範囲では 1073 K であると考えられる．

3.2 機械的性質

3.2.1 引張特性

1073 K で成形した複合材料，および，マトリックスである純 Ti 板を，室温で引張った際の応力-ひずみ曲線を Fig. 2

Fig. 1 Microstructures of composites fabricated from 0.04 mm-thick Ti foils and 0.1 mm-dia. boron fibers at various temperatures, using pulsed current hot pressing (PCHP) process. (a): low magnification; (b): high magnifications in the vicinity of tungsten core; (c): high magnification in the vicinity of the interface between Ti matrix and boron fiber.

に示す. 複合材料中の B 繊維体積分率の増大と共に強度は向上し, 繊維体積分率 17.2 vol% において 706 MPa の耐力が得られた. この耐力の値を複合側⁷⁾による計算値と比較した結果, 実測値は計算値の 80% に達することが明らかとなった.

従来報告されている例では, 拡散接合法により作製された B 繊維強化 Ti マトリックス複合材料の耐力の実測値は, 複合則による計算値の 45% 程度²⁾であり, 耐力の実測値が計算値を 80% 以上満足したという例は報告されていない. このように, 本研究において計算値に近い実測値が得られた理由については, PCHP に特有の接合機構^{3-6,8)}により接合部分のみが局所的に加熱されるため, 低温・短時間の成形が可能となり, Ti/B 界面反応と, B の結晶化を抑制できることが 1 つの要因であると考えられる.

3.2.2 破壊様式

Fig. 3 に, 1073 K で成形した Ti/B 複合材料の引張破断面を示す. Fig. 3(a) に示すように, 従来の拡散接合法で作製された Ti/B 複合材料に見られるようなボロン繊維の Ti マトリックスからの引き抜け²⁾は全く観察されなかった. これも, 前述の PCHP 特有の接合機構^{3-6,8)}により, Ti/B 界面における脆弱な TiB₂ 層の形成を避けつつ, 強固な Ti/B 界面接合が得られたためと考えられる.

Fig. 3(b) は引張破断面上の B 繊維の拡大であるが, 繊維

Fig. 2 Tensile stress-strain curves of Ti and boron fiber reinforced Ti matrix composites fabricated at various temperatures, using pulsed current hot pressing (PCHP) process.

内での W 芯線と B の剥離も認められなかった. このことは, W 芯線近傍の B の結晶化による劣化が生じていないことを示している. なお, Fig. 3(a) でボロン繊維の一部には繊維自体を貫通するクラックが認められるが, マトリックス中には進展していない. これは Fig. 3(c) に示すように Ti マトリックス上にはディンプルが多数観察され延性的に破壊していることから, B 繊維内に生じたクラックの進展を Ti マトリックス層が効果的に抑制していることを示唆している.

4. 結 論

パルス通電圧接法(PCHP)を用いてボロン(B)繊維強化 Ti 基複合材料を作製し, 組織と機械的性質を調べた.

(1) 2 Pa の真空中で, 昇温速度 1.7 K/s, 加圧力 32 MPa, 恒温保持時間 600 s の条件で複合化できる.

(2) 複合化のための最適恒温保持温度は 1073 K であった. 973 K で作製した場合, Ti 箔同志の接合がやや不十分であった. また 1173 K 以上で作製した場合, Ti/B 界面における TiB₂ の生成と, W 芯線近傍における B の結晶化が観察された.

(3) 室温での引張試験を行った結果, 複合材料中の B 繊維体積分率の増大と共に耐力は向上した. 繊維体積分率 17.2 vol% で 706 MPa の耐力が得られ, 複合則による計算値の約 80% に達した.

(4) 引張破断面の観察の結果, B 繊維の Ti マトリックスからの引き抜けは認められず, 繊維/マトリックス界面の密着性が良好であることが示唆された.

文 献

- 1) D. Mahulikar and H. L. Marcus: Metall. Trans. A **15A**(1984) 209-215.
- 2) K. S. Chan and D. L. Davidson: Metall. Trans. A **21A**(1990) 1603-1612.
- 3) N. Tamari, T. Tanaka, K. Tanaka, I. Kondo, M. Kawahara and M. Tokita: J. of Ceramic Society of Japan **103**(1995) 12-17.
- 4) K. Mizuuchi, K. Inoue, K. Hamada, M. Sugioka, M. Itami, M. Fukusumi and M. Kawahara: Mater. Sci. Eng. A **367**(2004) 343-349.
- 5) K. Mizuuchi, K. Inoue, M. Sugioka, M. Itami and M. Kawahara: J. Japan Inst. Metals **67**(2003) 472-480.
- 6) K. Mizuuchi, K. Inoue, M. Sugioka, M. Itami and M. Kawahara: J. Japan Inst. Metals **67**(2003) 481-486.
- 7) A. Kelly: *Fiber Strength Materials*, (John Wiley & Sons Co., 1979) 578.
- 8) K. Nagae, M. Yokota, M. Nose, S. Tomita, T. Kamiya and S. Saji: J. Japan Inst. Metals **65**(2001) 726-733.

Fig. 3 SEM micrographs of fracture surfaces for boron fiber reinforced Ti matrix composite fabricated at 1073 K, using pulsed current hot pressing (PCHP) process. (a): low magnification; (b): high magnification; (c): Ti matrix.