ホットプレス法による Al-セラミックス系複合強化材の作製

植田 芳信^{☆1}, 鈴木 良和^{☆1}下川 勝義^{☆1}, 村上 和幸^{☆2}^{☆1} 北海道工業技術研究所, 〒062 札幌市豊平区月寒東2条17-2-1.^{☆2} 北海道工業大学機械工学科, 〒006 札幌市手稲区前田419-2.

Fabrication of Al/Ceramic Composites by Hot Pressing

Yoshinobu Ueda^{☆1}, Yoshikazu Suzuki^{☆1}Katsuyoshi Shimokawa^{☆1} and Kazuyuki Murakami^{☆2}^{☆1} Hokkaido National Industrial Research Institute, 2-17-2-1 Tsukisamu-Higashi Toyohira-ku, Sapporo 062.^{☆2} Department of Mechanical Engineering Hokkaido Institute of Technology, 419-2 Maeda Teine-ku, Sapporo 006.

Received December 2, 1994

Ceramic powder dispersed or whisker-reinforced Al composite was produced by hot pressing at 973K and exposure to high temperature of 1523K. The mechanical properties and micro structures of each composite were examined by a three-point bending test, hardness tester, scanning electron microscopy, X-ray diffraction patterns and XMA analysis.

The present method was found more effective for obtaining the whisker reinforced Al composite than a powder dispersed Al composite. The powder dispersed Al composite following heat-treatment at high temperature maintained its mechanical strength owing to fewer pores and cracks.

1 緒 言

耐熱性, 耐摩耗性材料としてAl-セラミックス系複合材料の開発^{1, 2)}が数多く行われているが, 実用に向けては信頼性を求めて, さらに詳細な検討が必要である。

今回はAl粉末をマトリックスとしてSiC, Si₃N₄各粉末, 並びに各ウィスカーを分散させた複合強化材をホットプレス(H.P)法で比較的低温(973K)で作製した。さらに高温(～1523K)での熱処理を行い, X線回

折やXMAによる分析と三点曲げ強度, ビッカース硬度測定等から熱的变化とその影響について検討したのでその結果を報告する。

2 実験方法

マトリックスにはAl合金粉末((2024)平均粒径20 μm)を, 分散材にはSiC, Si₃N₄の粉末(P: いずれも平均粒径1.4 μm)およびウィスカー(W: SiCは粒径0.3～0.7 μm, 長さ10 μm以上, Si₃N₄は粒径0.3～1.2 μm,

Fig. 1 SEM image of Al composite samples mixed with Si₃N₄ and SiC whisker.

長さ10 μm以上)を用いた。

分散材の体積率が10, 15, 20vol%になるように秤量後, スウィングロールミルを用いて乾式で混合した。ウィスカーを分散させた混合試料のSEM像をFig. 1に示す。SiCはSi₃N₄に比べて長く, 一部凝集を起こしているのが認められた。

得られた混合原料をホットプレス装置を用いて3.5×3.5mmの成形体を作製した。10⁻³Paで真空脱ガス後, Arガス0.2MPaの雰囲気中, 973Kで300s保持した。973Kでプレス操作(31.2MPa)を行い室温まで保持した。

成形体試料を3×4mmの三点曲げ用試験片に切断した後, 表面を研磨し三点曲げ試験, ビッカース硬度測定を行った。残りの試験片について赤外線イメージ炉を用い, N₂ガス雰囲気中で予備加熱(1323K)を行った。亀裂などの発生を防ぐために昇温速度を4.8K/sで行った。この予備加熱した試料を赤外線放射炉で1423Kで熱処理を行った。一部の試料については熱処理を微小重力(μg)下でも行った。赤外線放射炉は, 微小重力を得るための落下実験用に試作した装置³⁾であり, 1523Kまで90~120sで急速昇温ができる。微小重力下での実験は北海道砂川町の地下無重力実験センターの落下施設を用いて行った。この試料についても三点曲げ試験, ビッカース硬度の測定を行った。さらに, これらの試料についてX線回折で化

Fig. 2 Optical micrographs of surface of composites (Al/Si₃N₄ and Al/SiC).

合物の同定を, SEMおよびEPMAで破面および組織の観察と分析を行った。

3 結果および考察

Al粉末にSi₃N₄およびSiCのウィスカーを15vol%分散させたホットプレス試料および1523Kでの熱処理試料の表面を光学顕微鏡で観察した結果をFig. 2に示した。ホットプレス試料(a)(d)は白っぽいところにAlが, 黒っぽいところにセラミックスが多く分散しており, 比較的孔の少ない細かく平坦な組織を示している。熱処理試料(b)(e)ではSi₃N₄やSiCがAlと反応あるいは分解して生成したAlNおよびAl₄C₃と思われる大きな組織が, また, このときに発生したと思われる亀裂や気孔が多く観察された。微小重力下の場合(c)は, (b)に比べて生成物も細かく比較的均一な組織を示している。

Fig. 3とFig. 4にウィスカーを混合した試料のX線回折結果を示した。Si₃N₄の場合, ホットプレス試料ではAlとSi₃N₄のみで分解や反応が認められないが,

Fig. 3 X-ray diffraction patterns of Al/Si₃N₄ composites.

1323Kの熱処理試料ではSiとAlNの生成が始まり、1523K試料ではSiとAlNが多く、Si₃N₄のピークが小さくなっている。1093Kと1213Kについても調べたが、Siの生成がわずかに認められ、ホットプレスだけの試料と大きな差はなかった。SiCの場合のホットプレス試料にAlとSiCが、1323Kの熱処理試料では、Si、Al₄C₃、AlNが、1523KにはSi、Al₄C₃が認められた。1093Kと1213Kについても調べたが、Si、Al₄C₃の生成が認められた。このことからSi₃N₄に比べてSiCのほうが分解または反応の始まる温度が低いことが分かった。SiCの1323KでAlNが生成したが、これは予備加熱をN₂ガス雰囲気中で行ったためと思われる。粉末を分散した場合および分散材の体積率が変わっても、生成物の傾向は変わらなかった。

つぎに、ホットプレス試料および熱処理試料について機械的強度を調べるために、ビッカース硬度測定および三点曲げ強度試験を行った。

Fig. 5とFig. 6にビッカース硬度測定結果を示した。ホットプレス試料ではSi₃N₄およびSiCのいずれ

Fig. 5 Vickers hardness of Al/Si₃N₄ composites.

Fig. 6 Vickers hardness of Al/SiC composites.

の場合も、Al粉末のみをホットプレスした試料と比較して、分散材の体積率が多くなるにしたがって硬さを増す傾向を示しており、分散材の効果が現れていると思われる。さらに熱処理した試料では、Si₃N₄を加えた微小重力下のものとSiCのウィスカーを加えた場合を除いてはいずれも、ホットプレスだけの試料と比較して向上した。Fig. 2に示したように熱処理試料では亀裂や空孔が多いにもかかわらず硬さが増すのは、X線回折の結果から分かるように微小部分に生成したAlN、Al₄C₃が硬さを増し、全体的にビッカース硬度を向上させるためと考えられる。

Fig. 7 Bending hardness of Al/Si₃N₄ composites.

Fig. 8 Bending hardness of Al/SiC composites.

三点曲げ強度測定結果をFig. 7とFig. 8に示した。Si₃N₄およびSiCを分散したいずれの場合も、Al粉末のみをホットプレスした試料と比較すると、ウィスカーの場合は高い強度を示すが、粉末の場合はあまり強度が向上していない。1523Kで熱処理後の試料はウィスカーの場合は著しく低下したが、粉末の場合

はウィスカーの場合と異なり、強度の低下はなく逆に向上した。Si₃N₄の場合微小重力下で熱処理を行った試料が、重力下のものに比較していずれも強度が向上した。しかし、ピッカース硬度のようにセラミックスの体積率と強度の関係は顕著でなかった。

つぎに、ウィスカーを分散した場合の熱処理による曲げ強度の低下が著しいので、熱処理温度による影響を調べた。

熱処理温度と曲げ強度の関係についてFig. 9に示した。Si₃N₄の場合は、1213Kまでは強度の低下は少ないが、その後急激に低下した。SiCの場合は、1093Kから急激に低下しており、1213Kで一定値を示した。また、曲げ強度の低下はFig. 3とFig. 4に示したSi, AlN, Al₄C₃の生成量と比例していた。

Fig. 9 Relation between heat treatment and bending strength.

Fig. 10にウィスカーを分散した試料の三点曲げ試験後の破面のSEM組織を示した。ホットプレス試料の場合は脈状模様が見られ粒内破壊が考えられる。1523K熱処理試料では、Si₃N₄やSiCがAlと反応または分解してSi, AlN, Al₄C₃が生成するときに発生したと思われる亀裂や気孔が多く観察され、ここが破壊の発生場所になって曲げ強度を低下させたものと考えられる。

Fig. 11とFig. 12にSi₃N₄粉末を15vol%分散したホットプレスのみの試料、およびその熱処理後の試料の曲げ試験後の破面の観察とEPMAでの分析結果をそれぞれ示した。SEM像およびSiKαの面分析から、ホットプレス試料では脈状模様の破面に沿ってSiが

Fig. 10 Fracture surface of Al/Si₃N₄ and Al/SiC composites after bending test.

分布していることから粒内破壊がおこったと考えられる。熱処理試料では破面の形状が大きくなっているが、破面は脈状模様を示しており、ホットプレス試料と同様に粒内破壊がおこっていると考えられる。また、ウィスカー分散試料の場合と異なり、亀裂や気孔の発生が少ないことから、曲げ強度を向上させたものと考えられる。

4 まとめ

ウィスカーを分散してホットプレスで作製した試料は、Al粉末のみをホットプレスした試料と比較して高強度の試料が得られ、複合化による効果が顕著であった。ホットプレス試料を熱処理することによってSi₃N₄やSiCがAlと反応または分解してSi, AlN, Al₄C₃が生成するときに気孔または亀裂が発生するため、曲げ強

度は著しく低下したが、微小部分では生成したAlNやAl₄C₃が硬さを増し、全体的にビッカース硬度を向上する傾向が認められた。

粉末で分散した場合は、熱処理時に気孔や亀裂の発生が少ないため、硬くなった結果ウィスカーを分散した場合の様な曲げ強度の低下はなく、逆に強化された。

微小重力下では、Si₃N₄粉末を分散した場合には、体積率が増しても硬度の増加を伴い曲げ強さの向上が認められ、分散性への効果が見られるが、ウィスカーの場合は、熱処理時における亀裂や空孔の発生による影響が大きいため、期待したほどの効果は見られなかった。なお、微小重力の効果についてはまだ実験回数が少ないので、今後さらに検討する必要がある。

文 献

- 1) 大蔵明光：日本金属学会会報，29(1990)，91.
- 2) 日本産業技術振興協会 新複合材料研究推進協議会：新複合材料の先端的技术開発の現状と将来機械的機能材料(無機系・金属系)分野，(1988)，79.
- 3) 下川勝義，鈴木良和，植田芳信他：北海道マイクログラビティー研究会第3回講演論文集，(1944)

Fig. 11 Fracture surface of hot pressed sample after bending test (Al+15vol% Si₃N₄ powder).

Fig. 12 Fracture surface of sample after additional heat treatment (Al+15vol% Si₃N₄ powder).