研究論文

SiC ウィスカ強化および SiC 粒子分散複合材料の
疲労強度に及ぼす含有率の影響

増田 千利*, 田中 義久**, 山本 元弘***, 深沢 稔****

(1990年7月20日受付)

Effect of Volume Fraction on Fatigue Strength of SiC Whisker
or SiC Particle Reinforced Aluminum Composites

C. MASUDA,* Y. TANAKA,** M. YAMAMOTO*** and M. FUKAZAWA****

(Received July 20, 1990)

Effect of the volume fraction on the fatigue strength was studied for three commercially fabricated aluminum matrix composites containing SiC whiskers (SiCw) and SiC particles (SiCp). The fatigue strength of SiCw/A2024 composite increased with the increase of the volume fraction of SiC whiskers, while the fatigue strength of SiCp/A356 composite showed maximum at a volume fraction of 10%. The fractography revealed that the fatigue crack would initiate at many voids situated near the specimen surface (fish eye failure) for 20%-SiCp/A356. It is suggested that the fatigue strength decreases due to the fish eye failure for 20%-SiCp/A356 composite. It is pointed out that the fish eye failure would prevent to improve the fatigue strength for SiC particulate reinforced aluminum composites.

1. 緒 言

これまでウィスカや粒子分散強化アルミ合金基複合材料の機械的性質に及ぼすウィスカや粒子の含有率の影響に関する報告は非常に少ない¹⁻³⁾。その中でも特に疲労強度に関しては1例³⁾しかなく、ウィスカや粒子の役割について不明の点が多い。

著者らは別報⁴⁾において含有率 10% の SiC ウィスカ強化および粒子分散アルミニウム基複合材料の疲労破壊機構について検討した。その結果 SiC ウィスカおよび粒

子は Mode I 型疲労き裂発生および成長に抵抗になると、その結果として特にウィスカ強化材の疲労強度の上昇が著しいことを示した。本報においては強化材の含有率の異なる同種の複合材料を用いて、回転曲げ疲労強度に及ぼす SiC ウィスカおよび粒子含有率依存性およびそれに関する Mode I 型き裂発生機構について検討する。

2. 実験方法

供試材は 10% および 20% の SiC ウィスカ (SiCw) を含む A2024 基複合材料 (SiCw/A2024) および 10% および 20% の SiC 粒子 (SiCp) を含む A356 および A357 基複合材料 (SiCp/A356, SiCp/A357) である。A356 マトリックス材料が入手できなかったため、その比較用として化学成分が類似した JISAC4CH アルミニウム casting 合金も用いた。供試材の化学成分を Table 1 に示す。参考のため A356, A357⁵⁾ の化学成分も示してある。SiCw/A2024 材は粉末法で作成し、その後押し加工したものである。一方 SiCp/A356 および SiCp/A357 は市販品で鋳造法により製造されたものである。試験片は T-6 の時効したものである。

組織は研磨後光学金属顕微鏡を使用して観察した。引

*** 金属材料技術研究所 損傷機構研究部 第4研究室 (153 東京都目黒区中目黒 2-3-12)

National Research Institute of Metals, Failure Physics Div., 4th Lab., 2-3-12, Nakameguro, Meguro-ku, Tokyo 153, Japan

* 室長 Head of Lab., ** 研究員 Researcher

**** 東海カーボン 富士研究所 (410-14 静岡県駿東郡小山町須走 394-1)

Tokai Carbon Ltd. Fuji Research Laboratory, 394-1, Subashiri, Oyama-cho, Sunto-gun, Shizuoka-ken 410-14, Japan

*** 副所長 Deputy General, **** 研究員 Researcher

Table 1 Chemical compositions (wt %).

Material	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
SiCw/A2024 (10%)	8.23	0.23	3.62	0.65	1.39	0.005	0.030	—
SiCw/A2024 (20%)	14.66	0.24	3.31	0.47	1.17	0.022	0.017	—
SiCp/A356 (10%)	13.12	0.078	0.007	0.007	0.61	—	0.004	—
SiCp/A356 (20%)	20.30	0.079	0.007	0.007	0.53	—	0.003	—
SiCp/A357 (10%)	16.60	0.085	0.016	0.003	0.88	—	0.003	—
SiCp/A357 (20%)	20.79	0.088	0.011	0.002	0.72	—	0.002	—
A2024	0.50	0.50	3.8 ~4.9	0.3 ~0.9	1.20 ~1.80	0.1	0.25	—
A356 ⁵⁾	6.5 ~7.5	0.11	0.10	0.05	0.30 ~0.40	—	0.05	0.20
A357 ⁵⁾	6.5 ~7.5	0.12	0.10	0.05	0.45 ~0.70	—	0.05	0.10 ~0.20
AC4CH	7.40	0.10	—	—	0.33	—	—	0.10

張り試験は平行部直径 10 mm の丸棒試験片を用いて室温大気中において、インストロン万能引張り試験機を用いて行った。疲労試験は平行部直径 6 mm の丸棒試験片を用いて小野式回転曲げ疲労試験機 (10 kgf・m) により室温大気中で 10^7 回の寿命を目標に行った。破面観察は走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察した。

3. 実験結果

3.1 組織観察

Fig.1 に本研究で用いた複合材料に含まれる SiC ウィスカおよび粒子の分布状態の例を示す。Fig.1 (a) は SiCw/A2024 材 (含有率 $V_f=20\%$) の場合で、押し出し方向に直角な断面における観察例である。黒味を帯びた部分はウィスカリッチな領域で、白く見える部分はウィスカが少ない領域である。この写真にみられるようにウィスカは約 $20\sim50\mu\text{m}$ 程度の塊状になった部分が多い。Fig.1 (b) の押し出し方向に平行な断面での観察結果では、ウィスカリッチゾーンが長く押し出し方向に伸びている。含有率 10% の場合は Fig.1 (a), (b) と類似の組織であるが、ウィスカリッチゾーン間の幅が大きい。

Fig.1 (c), (d) の SiCp/A356 および SiCp/A357 複合材料の場合、灰色の部分が SiC 粒子で、マトリックス全体に均一に分布している。含有率 10% の場合は粒子が局在する傾向がみられた。

3.2 複合材料の機械的性質

金属材料の動的強度特に疲労強度を検討する場合に、静的強度特に引張り特性との関係を調べるのが一般的である。ここでも引張り強度についても調べた。

3.2.1 引張り特性

各複合材料の引張り特性を Table 2 に示した。SiCw/A2024 複合材料のヤング率はマトリックス材に比べ約 10~20% 高くなっている。また含有率に対しても上昇している。0.2% 耐力、引張り強度ともマトリックス材料より向上し、さらに含有率に対しても上昇している。逆に伸びについては含有率とともに減少する。

SiCp/A356, SiCp/A357 複合材料のヤング率は、ウィスカ強化材と同様に含有率とともに上昇している。引張り強度に関しては両複合材料の場合とも $V_f=10\%$ までは上昇するが、その後はほぼ一定になる。逆に伸びは T6 材では含有率とともに減少する。

以上の結果から各複合材料ともヤング率は含有率とともに上昇していることが明らかである。しかしウィスカ強化材と粒子強化材の場合とでは各含有率に対するヤング率の値は異なり、前者の方の上昇の割合が大きい。また引張り強度に関しては SiCw/A2024 複合材料では含有率に対し上昇しているが、SiCp/A356, SiCp/A357 複合材とも引張り強度は 10, 20% でほとんど差は認められない。引張り特性に及ぼす SiC ウィスカと粒子の影響には差があるといえる。なお Fig.2 に $V_f=10\%$ の例

Fig.1 Microphotographs of composites at the volume fraction of 20%. (a) SiCw/A2024 (cross section). (b) SiCw/A2024 (parallel to the extrusion axis). (c) SiCp/A356 (cross section). (d) SiCp/A357 (cross section).

Fig.2 Stress-strain curves for composites.

Fig.3 S-N curves for composites.

を示すように、製造まま (as fabricated) あるいは鋳造まま (as cast) に比べ時効材は引張り強度 σ_B は高い。以下疲労強度の引張り特性との関係を検討するときは、 σ_B を用いた。

3.2.2 疲労特性

Fig.3 に SiCw/A2024 材, SiCp/A356 および SiCp/A357 材の疲労特性を示す。図中の曲線はデータを両対

Table 2 Tensile properties.

Material	Thermal treatment	0.2% yield stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Modulus (GPa)
SiCw/A2024	Fab.	221	407	2.6	89
(10%)	T6	408	630	4.3	92
(20%)	T6	515	720	1.6	121
SiCp/A356	Fab.	149	193	9.2	80
(10%)	T6	353	387	2.2	76
SiCp/A356	Fab.	125	190	4.5	92
(20%)	T6	370	394	0.8	96
SiCp/A357	Fab.	103	165	7.6	83
(10%)	T6	345	372	1.6	79
SiCp/A357	Fab.	124	196	5.1	100
(20%)	T6	378	402	0.95	98
A2024	T6	390	480	10.4	75
A356 ⁵⁾	T6	206	284	10.0	—
A357 ⁵⁾	T6	275	343	10.0	—
AC4CH	T6	215	275	6.9	—

数紙上で直線回帰して得た結果である。ウィスカ強化材の場合はばらつきが非常に少なく、破断寿命 10^7 回まで疲労強度は両対数紙上ではほぼ直線的に減少するが、 10^8 回までには疲労限が認められる傾向にある。SiC ウィスカの含有率が増すと同一応力に対する寿命は大きくなる。特に 10^7 回以上の長寿命側で著しい。

一方粒子分散材も同様に減少しているがばらつきが大きく 10^7 回までには疲労限は認められない。また SiCp/A356 では逆に含有率 20% の方が 10% に比べ疲労特性は低くなっている。SiCp/A357 複合材料では含有率による差は少ない。なお SiCw/A356 材のマトリックス材料に対応する AC4CH 材のみの場合にも疲労限は認められない。以下における複合材料の含有率依存性を検討する場合には、 10^7 回における疲労強度を用いた。

3.3 疲労破面観察

疲労破面の特徴は別報⁴⁾の含有率 10% の場合と特に異なる点についてのみここでは述べることとする。Fig. 4 には SiCp/A356 の含有率 20% の場合の疲労破面を示す。Fig. 4 (a)は表面から深さ約 $500\mu\text{m}$ にある矢印で示した空孔から疲労き裂が発生し、その周囲に円状に成長している。また写真上で英字で示した箇所にも空孔が

認められる。なお前報で述べたように起点となった空孔の内部には SiC 粒子が密集していることが多かった。

Fig. 4 (b)は疲労のき裂伝ば部の観察例である。このように破面上には SiC 粒子はほとんど認められず、疲労破面特有のストライエーションが認められる。なお最終破壊近傍の疲労破面には粒子を起点として形成されたディンプルが認められた。

4. 考 察

4.1 疲労強度に及ぼす強化材の含有率依存性

Fig. 3 において破断寿命 10^7 回における疲労強度を求め、各複合材料の SiC ウィスカおよび粒子の含有率によって整理した結果が Fig. 5 である。ここで縦軸には複合材料の疲労強度 σ_{wo} をそのマトリックス材料の疲労強度 σ_{wo} で規格化 (σ_{wo}/σ_{wo}) して示した。また今回得られたデータは白抜き記号で、また文献から引用したデータは別記号で示した。

SiCw/A2024 複合材料の場合にはウィスカの含有率とともに疲労強度が上昇し、 $V_f=20\%$ で約 80% である。なお σ_{wo} としては本来複合材料のマトリックス材料で、しかも複合材料と同一条件で製造されたもののデータを

Fig.4 Microfractographs of SiCp (20%)/A356 composite. (a) fatigue crack origin. (b) fatigue crack propagation region.

用いるべきだが、ここでは求めていないので A2024 アルミニウム展伸材の疲労強度を用いた。SiCp/A357 複合材料では含有率が 10, 20% でほとんど差はない。しかし SiCp/A356 複合材料の場合には含有率 10% では疲労強度がマトリックスに比べて高いが、20% でマトリックス材料の疲労強度と同等になっている。

SiCp/A356 材の $V_f=20\%$ の場合疲労強度が上昇しない原因は破面観察の項で述べたように試験片内部に存在する空孔から疲労き裂が発生するためと考えられる。このような疲労破壊は高强度鋼⁶⁾、チタン合金⁷⁾ で内部に存在する非金属介在物を起点として発生するフィッシュアイ破壊⁶⁾ と類似している。この破壊が認められる場合に

Fig.5 Variation of the fatigue strength with the volume fraction for the composites.

はたとえば高强度鋼では S-N 曲線が 2 段に折れ曲がり、短寿命側では表面破壊、長寿命側ではフィッシュアイ破壊し、特に後者の場合には寿命が非常に低下することが報告⁶⁾ されている。すなわち今回の SiCp/A356 複合材料の疲労強度を向上させるためには材料内部に含まれる空孔や欠陥を減少させることが必要と言えよう。たとえば内部を圧縮にする残留応力付与でも良いだろう。

文献データは SiCw/A6061^{1,8,9)} および SiCw/A7075¹⁾ 複合材料のみで、しかもあまりデータが多くない。これらの疲労強度はマトリックス材料に比べてかなり向上していることがわかる。特に SiCw/A7075 複合材料の場合にはその向上が著しい。これらの傾向と今回得られたデータをもとにすると、ウイスカ強化複合材料の場合にはマトリックス強度が高い方が複合材料にした場合に疲労強度の向上は顕著である傾向がある。ただしそれらについては強度のみで、き裂の起点および成長部に関する報告はされていないので、なぜそうなるかの機構については今後検討する必要がある。

4.2 疲労強度と引張り強度との関係

3.2 および 3.3 節の引張り強度と疲労強度との比を含有率に対して整理したものが Fig.6 である。縦軸にはマトリックス材料および複合材料の疲労強度 σ_{wc} と引張り強度 σ_B の比 (σ_{wc}/σ_B) を示してある。ここでも今回得られたデータは白抜き記号で、文献データは別記号で示した。またアルミニウム展伸材¹⁰⁾ および鋳造材¹⁰⁾ のデータに関しては文献のデータの平均値のみを示してある。全体にデータは σ_{wc}/σ_B は約 0.35~0.4 付近でばらついている。特にこれらと異なり SiCp/A356 複合材料の含有率 20% の場合には σ_{wc}/σ_B が約 0.26 と著しく低

Fig.8 Relationship between fatigue strength and Mode I crack size or defect size observed at crack origin.

り, Stage I 型き裂寸法に近い。これから Stage I 型き裂はウイスカブアゾーン内に形成され, ウイスカリッチゾーン (URZ) にさしかかるとその方向を変えられ考えられる。このために UPZ の幅を狭くすることにより疲労強度が向上すると推測される。このために $V_f=10\%$ より 20% の場合が疲労強度が上昇したのと考えられる。なお UPZ を狭くすると URZ の中に存在する欠陥そのものからき裂が発生する可能性がある。今後それらの破壊機構を検討する必要がある。

一方粒子分散材では Stage I 型き裂は約 40 ミクロンで粒子寸法より大きい。このために一個の粒子からき裂が発生することはない, 少なくとも Stage I 型き裂と同程度あるいはそれ以上の寸法のポイドからき裂は成長すると考えられる。これから疲労強度改善のためにはポイドの寸法を減少させるとともに粒子の凝集を防止する必要がある。

5. 結 論

含有率の異なる SiC ウイスカ強化アルミ合金および粒子分散強化アルミ合金について疲労特性を調べ, それに及ぼす含有率の影響について検討した。得られた結論をまとめると次の通りである。

1) SiC ウイスカ強化複合材料および粒子分散複合材料の場合とも $N_f=10^7$ 回までに有意味な疲労限は認められなかった。疲労強度は, 前者の場合にはマトリックスのみよりも約 65%, また後者の場合には約 40~50% 上昇しており, 疲労強度の上昇率は SiC ウイスカ強化材の方が大きかった。なお含有率 20% の SiCp/A356 複合材料の場合にはマトリックス材とはほぼ同じであった。

2) 複合材料の疲労強度に及ぼす SiC ウイスカおよび粒子の含有率依存性は SiCw/A2024 複合材料の場合には $V_f=20\%$ まで含有率とともに疲労強度は上昇する

が, SiCp/A357 では $V_f=10\%$ でほぼ飽和する傾向にあった。しかし SiCp/A356 複合材料では $V_f=10\%$ で最大となり, $V_f=20\%$ ではマトリックス材とはほぼ同じとなった。これは試験片内部に含まれる空孔から疲労き裂が発生することによる。

3) 疲労強度と引張り強度との関係の含有率依存性はその比が約 0.35~0.40 の範囲にあり, 含有率による差はほとんど認められなかった。文献データのジュラルミン, 鋳造アルミ合金の場合にもその比はそれぞれ平均で約 0.38, 0.35 であることから, アルミ合金を複合材料にすることにより上昇することはないことがわかった。なお $V_f=20\%$ の SiCp/A356 複合材料の場合には約 0.26 と著しく低かったが, これは疲労き裂が試験片内部の空孔を起点として発生するためである。

4) 破面上から測定した疲労き裂の定常成長開始および最終破壊時の表面からの深さをもとに計算した下限界応力拡大係数 $K_{max, th}$, K_{fc} の含有率依存性はまず前者はほとんど含有率により影響はないが, 後者は含有率とともに低下した。ウイスカと粒子の各力学的因子に及ぼす影響はウイスカの方が有効であることがわかった。

5) Mode I 型き裂も成長開始時のき裂深さおよびポイドの寸法と疲労強度とは両対数紙上ではほぼ直線となり, 破壊力学的に検討可能であることがわかった。その値はウイスカ強化複合材料では $4.3 \text{ MPam}^{1/2}$, 粒子分散複合材料では約 $1.3 \text{ MPam}^{1/2}$ であり, 前者の方が高かった。ウイスカ強化材ではき裂の発生位置からして, ウイスカブアゾーンの幅を減少させることにより, また粒子分散材ではポイドの寸法を 40 ミクロン以下にすることにより疲労強度の向上が期待できることを指摘した。

本原稿をまとめるに当たり, 適切な御指摘をして頂きました金属材料技術研究所損傷機構研究部長 西島 敏博士および機能性能研究部第 5 研究室長塩田一博博士に感謝します。

参 考 文 献

- 1) S.V. Nail, J.K. Tein & R.C. Bates: *Int. Metall. Rev.*, 20 (1985), 275-288.
- 2) A.P. Divecha, S.G. Fishman & S.D. Karmarker: *J. Met.*, Sept. (1981), 12-17.
- 3) D.F. Hasson, C.R. Crowe, J.S. Ahearn & D.C. Cooke: *Failure Mech. High Performance Mater.*, (1985), 147-156.
- 4) 増田千利, 田中義久: 鉄と鋼, 75 (1989), 1753-1760.
- 5) アルミニウム合金データシート, A356. 1, A

- 357.1, 軽合金通信社編 (1978).
- 6) 増田千利, 西島 敏, 田中義久: 日本機械学会論文集, 52-476 (1986), 847-852.
- 7) A. Atrens, W. Hoffelner, T.W. Duerig & J.E. Allison: *Scr. Metall.*, 17 (1983), 601-605.
- 8) 財団法人大阪科学技術センター附属ニューマテリアルセンター, 財団法人素形材センター編: 複合素形材に関する調査研究—繊維強化複合材— (1987).
- 9) 服部 武, 酒井茂男: 三菱重工技報, 25 (1988), 1-5.
- 10) 疲労データ設計資料, 日本機械学会編 (1977), 99-110.
- 11) 岡村弘之: 線形破壊力学入門, 培風館, 東京 (1977), p.21.
- 12) J.K. Shang, W. Yu & R.O. Ritchie: *Mater. Sci. Eng.*, A102 (1988), 181-192.
- 13) T. Christman & S. Suresh: *Mater. Sci. Eng.*, A102 (1988), 211-216.