技術資料

短繊維強化金属基複合材料の繊維配向度評価方法

今井 義雄*, 塩田 一路**, 篠原 嘉一***, 池野 進****

(1991 年 6 月 27 日受付)

Evaluation of Fiber Orientation in Short Fiber Reinforced Metals

Y. IMAI,* I. SHIOTA,** Y. SHINOHARA*** and S. IKENO****

(Received June 27, 1991)

Evaluation of fiber orientation in short fiber reinforced metals (SFRM) was attempted. An etched surface at transverse cross section to extruded direction was tilted to observe by SEM. Fiber angle distribution was determined by measuring the fiber angles in the photograph. The distribution was expressed by a simple form of $Y=100/(1+X^m)$, and m shows the degree of orientation. This method is easy and reliable to evaluate the fiber orientation in SFRM, and is useful to standardize the evaluation method.

1. 緒 言

現在, 短繊維強化型金属基複合材料 (SFRM) の実用化が進んできている。この材料系における力学的諸特性に関しては均一材料と異なる挙動を示すことが多い。しかし, それらの試験法については, 国内での SFRM 独自の規格はまだ作られていないため, 均一材料に関する試験法を適用することが多い。

一方, この材料系の力学的特性は, 繊維体積含有率, アスペクト比, 繊維の配向性の程度 (以下, 配向度と称する) などに強く依存する。したがって直接的な力学特性の測定と同時に, しばしばこれらの測定が必要となるが, これらに対しても定量的な評価方法がない。

短繊維強化型複合材料は, その使用箇所の応力分布に応じ, 製造工程において強化繊維の方向を三次元ランダムから一方向配向まで幅広く制御することができる。特に一方向に応力が加わる場合, 押出しなどの加工を施し, 強化繊維の配向を応力方向に揃えることが行われる。こ

のような場合, 配向度を知ることは特に重要となる。

現在, 配向度については断面の目視観察から「90%の配向度」などと感覚的な評価がなされているのみである。目的の方向に向いている繊維を 0° , 全く目的の方向と異なるものを 90° とすると, この評価では「全部の繊維のうちの 90% の本数が 0° 方向に配向している」のか, それとも「全部の繊維が目的の方向に対して 90%, すなわち 9° 方向に配向している」のか, などの区別ができない。

これらは似ているようであるが, 全く異なる。前者は応力方向と繊維方向が一致している繊維数が 90% あるのですべての繊維が 0° に配向しているときの ROM 値の 90% の強度が期待できるのに対し, 後者では繊維と母材の界面での剪断が影響し, 著しく低くなると考えられる¹⁾。この例からも明らかなように配向度について, その測定方法, 評価方法を明らかにしておくことは重要である。

配向度を測定する方法としては, 試料を切断, 研磨した表面を観察・測定する方法 (以下, 平面観察と称する), 加工方向に垂直の断面を腐食し, 突出した繊維の偏倚角を観察・測定する方法 (立体観察と称する) がある。

そして, 平面観察では以下に示す方法がある。

- (1) 配向方向に平行の面上で配向軸からの偏倚角を測定する直接観察法
- (2) ステレオロジーの理論を応用して二次元の情報から三次元の構造を解析する方法

*-**** 金属材料技術研究所機能特性研究部 (153 東京都目黒区中目黒 2-3-12)
Physical Properties Research Division,
National Research Institute for Metals,
2-3-12, Nakameguro, Meguro-ku, Tokyo
153, Japan

*-*** 第 5 研究室 5th Laboratory

*,*** 研究員 Researcher, ** 室長 Head

**** 主任研究官 Senior Researcher

さらに、(2)のステロオロジーの応用については、配向方向に平行な面について、その上に引いた平行線を回転させ、繊維との交点を測定する。そして回転角と交点数の関係を求める方法²⁾、また配向方向に平行な面と垂直の面について、それらの面上に引いた平行線と繊維の交点を測定し、配向度を解析する方法³⁾などがある。

これらの平面観察の場合、研磨・腐食時に、観察面に平行に近い繊維が重点的に脱落する可能性が大きい。また、(1)は繊維の観察可能な高倍率では1視野中の測定の対象となる繊維の本数が少なく、データ処理に必要な数十～数百本の観察可能な繊維を確保するためには多くの視野を必要とする。

一方、立体観察には、ステレオ投影法により偏倚角を測定する方法がある⁴⁾。このステレオ投影法による測定方法は、まず同一視野について異なった方向から2枚の写真を撮影する。それらの画像上で対応する1本の繊維を選び、その繊維上に存在する特徴的な2点に着目する。これら2画像・4点の座標からその繊維の偏倚角を求める。これは繊維の実際の偏倚角を測定する場合には優れた方法であるが、多数の繊維を測定するには熟練者であっても長時間を必要とする。

以上に対し、突出した繊維を傾斜させて撮影した1画像から偏倚角を測定する方法が考えられる。この場合、多くは平面に投影された繊維について実測することになる。したがって測定値は実際の偏倚角とは異なる角度となるが、撮影角度は既知であり、それを固定すれば、評価上には問題を生じないと考えられる。また試料の作製が容易であり、測定も短時間でできるなどの特長がある。

さらに、配向度を偏倚角の平均値で表した場合、そのときの偏倚角分布に関する情報は表れていない。したがって、この影響も知るためには、偏倚角の分布状態を表せることが望ましい。

ところで、規格化を目的とする場合、正確な値を得ることは重要であるが、それと同時に試料作製が容易であること、測定に特殊な機材、特殊な技術を用いずとも、信頼できる値が得られることが重要である。そこで本報告では1方向配向短繊維強化金属基複合材料について、規格化を目的とした立体観察の1画像による繊維配向度の定量的評価方法の検討を行うこととした。

2. 実験方法

供試材は SiC ウィスカー強化 6061-Al 合金を 1:16 の断面減少率で押出したものを用いた。押出し成形の場合、ダイスの壁面に接する部分ではマトリックスの塑性

Fig. 1 Schematic model of tilted sample in SEM.

Fig. 2 SEM micrograph (part) for tilted sample (40°).

流れによって繊維の配向度は高くなるが、試料中心部では、その影響が小さい⁵⁾。すなわち、試料中心部について繊維配向度を評価することにより、全体の配向度はそれ以上であることが保証される。以上より、本実験では供試材中心部から観察用の試料を採取した。

試料調製は、まず径 52 mm の供試材中心部近傍から 1 cm 立方の試料を切り出した。

この試料の押出し方向に対する垂直断面を 1 μm のダイヤモンド砥粒まで研磨した。この面を 3% NaOH 水溶液により室温で deep etching し、約 10 μm 程度ウィスカーを突出させ、観察面とした。この観察面を Fig. 1 の模式図に示すように 40° 傾斜させ、SEM により写真撮影を行った。この写真を試料寸法の 3,000 倍に引き伸ばした画面 (18×24 cm) 上の繊維について押出し方向に対する偏倚角を測定した。

測定繊維は、客観的に抽出を行うため、写真に縦 20

Fig. 3 Frequency and cumulative frequency vs. deflection angle and model curves for various m values.

本、横 10 本の等間隔のメッシュをきり、その交点にあって、方向が明らかな繊維で長さ直径の比が 2 以上のものを対象とした。すなわち極端に曲がっている繊維は方向の測定に適せず、また観察できる繊維の長さ直径の比が 2 以下の場合、測定精度に問題があるので、それらは測定の対象外とした。また 1 本の繊維が 2 交点上にまたがる場合は 1 本と数えた。このように測定した結果、対象繊維数は交点数の 50% 程度となった。

偏倚角は写真上の押出し方向を基準 (0°) として画面中の繊維の角度を 0.5° の精度で測定した。具体的には Fig. 2 における垂線に対して、各ウィスカーの方向が左右に何度偏倚しているかを測定する。また配向度が強度に与える影響は、+方向と-方向が同等と考えられるので絶対角を用いた。

3. 結果および考察

測定に用いた SEM 写真はかなり大きく、かつその画面には数百本の繊維が存在するので、Fig. 2 にはその面積の 1/4 程度のみを示す。この写真にみられるように、ほとんどの繊維は押出し方向に向いている。

同様の写真 6 視野、合計 597 本の繊維についての偏倚角を測定した結果を Fig. 3 に●で示す。偏倚角は 2° ごとに分け、各偏倚角における繊維の頻度を百分率で示した。また同図に□で累積頻度を示した。この結果にみられるように、低偏倚角の繊維の頻度は高く、偏倚角の増加と共に頻度が減少するが、 30° 以上の高偏倚角まで 0 とはならない。この実測結果は、Fig. 2 の目視の感覚よりも明らかに高偏倚角の繊維が多い。

次に配向度を適当なパラメータを用いて評価するためには、Fig. 3 の分布を数量的に表現する必要がある。分布を表すには正規分布、Poisson 分布など種々の関数があり、それぞれ物理的背景を持つ。しかし Fig. 3 の分布は実態の繊維配向の分布を示しているのではない。例えば写真上で 0° と測定された繊維は、観察方向と試料法線の作る面内で法線に対し $0^\circ \sim \pm 90^\circ$ の範囲に存在しており、物理的な意味を示していない。したがって上述のような関数に必ずしも合致しない。

そこで、あらたに Fig. 3 の●で示した分布を適当な関数で表示する必要があるが生ずる。この表示は多くのパラメータを用いれば実測値と合致させることは可能であるが、規格化を目的とする場合には可及的に簡単に表示する必要がある。

ところで偏倚角が 5° 以下の繊維に対しては、その長手方向に応力が加わるので、複合材料の強度に与える影響が少ないと考えられる。ところが 5° 以上の偏倚角になると繊維と母材の界面剪断強度が大きく影響してくる¹⁾。また Fig. 3 の累積頻度から明らかなように、偏倚角の 15° までに測定繊維数の 80% が存在している。したがってその範囲の繊維により複合材料の特性が定められるといえる。これらより偏倚角が $5^\circ \sim 15^\circ$ までの範囲で一致する関数を用いて、その材料の繊維配向度を評価して差し障りがないと考えられる。その範囲の曲線を近似する関数として次式を検討した。

$$Y = 100 / (1 + X^m) \quad (1)$$

ここで X は偏倚角を度単位で表し、 Y はその偏倚角に存在する繊維の頻度を百分率で示す数値である。また分

Fig. 4 Frequency vs. deflection angle for approx. 100 whiskers.

母と分子の定数として、完全配向している場合に頻度の最大値を 100% に合わせるために分母に 1 を加えるとともに分子を 100 とした。 m は繊維配向度を表すパラメータである。(1) 式の m 値を 0.7 から 2.0 まで変化させたときのそれぞれの曲線を Fig. 3 に破線で示す。この m の値が大きいほど、配向度が高いことを示す。すなわち m 値は配向度を表すパラメータといえる。Fig. 3 に示すように、(1) 式では測定データのすべてが全範囲で一致する m 値の曲線はない。しかし目的とする $5^\circ \sim 15^\circ$ の範囲については $m=1.2$ の曲線とはほぼ一致している。すなわち、この表示方法によると、配向度は $m=1.2$ となる。

次に、この表示方法の場合、評価が可能な繊維の測定数について検討を行った。Fig. 4 に Fig. 3 を求めるときに用いた 6 視野のうち 4 視野の頻度分布と (1) 式による曲線および m 値を示す。各視野における繊維の測定本数は 79~115 本で、それぞれ $m=1.1, 1.2, 1.2, 1.3$ である。これらの値はいずれも Fig. 4 の約 600 本の繊維についての $m=1.2$ の値に対して ± 0.1 の範囲にある。この範囲は Fig. 4 に示した m の変化に対してそれほど大きな誤差ではない。以上より配向度は、100 本の繊維の測定により必要・十分な精度で評価を行うことが

できると考えられる。

4. 結 論

繊維配向度の規格化を目的として、繊維配向性を客観的に、かつ短時間で容易に行える評価技術について検討した。その結果、

- 1) 試料作製は加工方向に垂直断面で繊維を突出させる。
- 2) 繊維の偏倚角分布は、上記試料面を傾斜撮影した一枚の写真から短時間で容易に測定できる。
- 3) パラメータが一つだけの簡単な関数、 $Y=100/(1+X^m)$ を適用し、 m 値により繊維配向度を評価しうる。
- 4) 本評価方法では測定繊維数が 100 本程度で十分の精度が得られ、1 視野でその測定数を確保できる。

この方法は繊維を配向させることを目的として作成した短繊維強化複合材料を対象として考えたものであり、実際の加工方向からの偏倚角を求めているが、配向度を評価する一つのパラメータとして簡単、かつ有用な方法と考えられる。

本研究は、(財)大阪科学技術センター附属ニューマテ

リアルセクターによる平成2年度通商産業省工業技術院
依託「石油代替電源用新素材の試験・評価方法の標準化
に関する調査研究」の一環として行った。本研究を遂行
するにあたり、多くのご示唆をいただいた工業技術院大
阪工業技術試験所沢田吉裕氏に深甚なる感謝の意を表し
ます。

参 考 文 献

- 1) P.W. Jackson & D. Cratchley : *J. Mech. Phys. Solids*, **14** (1966), 49-64.
- 2) 末永和之, ほか：第 105 回日本金属学会講演概要, (1989), p. 727.
- 3) 大沢直志：複合材料 (化学総説 No. 8, 日本化学会編), 東京大学出版会, 東京 (1975), pp. 74-88.
- 4) D. Hull 著, 宮入裕夫, ほか共訳：複合材料入門, 培風館, 東京 (1984), pp. 54-73.
- 5) 平井恒夫：現代化学 増刊 8 新しい複合材料と先端技術, 東京化学同人, 東京 (1986), pp. 187-195.