

粉末冶金法による SiC ウィスカー強化アルミニウム 合金複合材料の押出し性と機械的性質について

小林 義一*・堀内 富雄**

Extrudability and mechanical properties of SiC whisker reinforced Al-Mg-Si alloy Composites

Yoshikazu KOBAYASHI and Tomio HORIUCHI

SiC whisker reinforced Al-Mg-Si alloy composites produced by powder method were extruded at 600°C by varying angle of dying, and extrudability and mechanical properties of extruded rods were examined.

The following results were obtained.

- (1) Extrusion pressure was lower when the angle of dying was 75 degree. When SiC whisker contents increased, the extrusion pressure was higher.
- (2) The mechanical properties of the extruded rods were more improved with the increase in SiC whisker contents.
- (3) The extruded rod of this alloy showed cyclic fibrous structure, and the planes having high degree of texture were (100) [031].

1. 緒 言

金属、セラミックス、プラスチックなどをウィスカーで強化させた複合材料は、各々の材料に付加的特性をつけることができる。特にアルミニウム合金に SiC ウィスカーを複合すると比強度、高温強度、耐摩耗性、比弾性などの向上が期待されるため種々研究され^{(1)~(3)}、一部実用の段階に入っている^{(4)~(5)}。その製造方法としては、SiC ウィスカーをプリフォーム（中間素材）してアルミニウムを溶融合浸して複合化する場合が多いが、この方法はアルミニウム界面との結合性を高める点や SiC ウィスカーの破損を少なくして複合化できるなどの点で優れているが、良好なプリフォームを作る必要性や溶融合浸に高度な装置や技術が必要とされる。一方粉末冶金法によって SiC ウィスカーを複合化する方法は、SiC ウィスカーの損傷や分散性に問題は残るが、比較的複雑な形状の複合材料を作ることができる点に特徴がある。いずれの方法によっても、SiC ウィスカーをアルミニウムの中にいかに均一に分散させることができるかがこの複合材料の特性に大きく影響される。筆者らはすでに純アルミニウムの粉末に SiC ウィスカーを混合した複合材料の押出し性と機械的性質について報告

* 機械工学科 教授

** 機械工学科 技官

原稿受付 平成5年9月1日

した⁽⁶⁾ので、今回は Al-Mg-Si 合金に SiC ウィスカーを複合化した複合材料を粉末法によって製造し、押出し性や機械的性質について調べた。また比較のために SiC 粉末を混合した場合についても調べたのでその結果を報告する。

2. 試料と実験方法

市販の Al 粉末 (Si 0.06%, Fe 0.17%), Mg 粉末および Si 粉末を用いて 6063Al 合金 (Mg 0.68%, Si 0.40%) になるように電子天秤 (読取限度 0.001g) で計量してのち小型ポットミル回転台に入れ 24 時間混合して Al-Mg-Si 合金を作成した。

次にこの合金に SiC ウィスカー (Al 0.26%, Mg 0.11%, Fe 0.01%, Ca 0.08%) および Si 粉末を体積割合で各々 0, 5, 10 および 20% になるように計量して小型ポットミル回転台に入れ 24 時間混合した。このとき混合を促進させるために直径 5mm と直径 10mm の 2 種類のアルミナ球を半々ずつ、混合材料の重さと同じ重さだけ入れた。また SiC ウィスカーは直径 0.05~0.2 μ m, 長さ 10~40 μ m の針状の単結晶単繊維で繊維同士が複雑に絡み合っているため、合金内への均一分散がそのままでは困難である。そこでこの絡みをほぐして、6063Al 合金との混合を促進させるために、SiC ウィスカーをアルコール中 (試料 100g あたり 40cc の割合) で 1 時間超音波をかけてから使用した。表 1 に原料粉末の特性を示す。

混合の終了した試料は、空気中で十分乾燥したのち直径 40mm 長さ 120mm の金型に入れ、上下方向から圧力を加えて成形するいわゆる両押成形法により 400MPa の圧力を 60 秒間加えて、直径 40mm 長さ 50mm の圧粉体を作成した。次にこの圧粉体を窒素ガス雰囲気中で 600°C, 2 時間焼結して押出し用ビレットとした。また比較のために一部焼結しないビレットも作成した。表 2 に試料の作成条件を示す。

この様にして作成したビレットを押出し温度 600°C, 加工度 86% (ダイス穴径 15mm) で、潤滑材に黒鉛を使用して熱間押出しをした。ダイス角度については 45 度, 45 度 R 付き (ダイスの出口の部分にアールをつけたもの), 60 度, 75 度および 90 度の 5 種類のダイスを使用して、押出し加工性に及ぼすダイス角度の影響を調べた。

次に得られた押出し材から直径 14mm, 評点距離 50mm の引張試験片を作成して、インストロン型試験機 (島津オートグラフ DCS-10T 形) により引張試験をした。また密度測定、硬さ測定および顕微鏡による組織検査を行なった。

表 1 原料粉末の特性

試料	密度 ($\times 10^3$ kg/m ³)	粒度 (メッシュ)
Al	2.699	-250
Mg	1.74	200
Si	2.33	-350
SiC	3.17	
SiC ウィスカー	3.18	0.05~0.2 10~40 μ m

表 2 試料の作成条件

No	強化材	割合 (V/0)	焼結 (N ₂ 中)
1	無添加	0	600°C \times 2hr
2			焼結なし
3	SiC ウィスカー	5	600°C \times 2hr
4			焼結なし
5		10	600°C \times 2hr
6			焼結なし
7		20	600°C \times 2hr
8			焼結なし
9	SiC 粉末	5	600°C \times 2hr
10			焼結なし
11		10	600°C \times 2hr
12			焼結なし
13		20	600°C \times 2hr
14			焼結なし

なお硬さ測定は、押出し材を切断後その横断面をエメリーペーパーとバフで仕上げしてからマイクロビッカース硬度計（荷重200gf）で測定した。

また押出し材の集合組織を調べるために、押出し材を縦方向に切断して、その縦断面の{111}極点図をX線ディフレクトメータを使用して反射法で作成した。この時使用したX線はCu 対陰極にNi フィルターをつけ、40kv, 30mA の条件とした。

3. 実験結果とその考察

3-1 押出し性

3-1-1 ダイス角度の影響

押出し性については、押出し速度の大小や押出し材の表面状況によって調べることもできるが、ここではピレットがダイスを始めるときの最高荷重が小さいほど押出し性が良好であると考えて、押出し圧力の大小をもって押出し性とした。

図1は押出し圧力に及ぼすダイス角度の影響である。このとき使用した試料はSiC ウィスカー-10%含有で、ピレットは“焼結なし”のものである。これによると押出し圧力は、ダイス角度が45度のときに最も大きく、角度が大きくなるにつれて次第に小さくなり、75度のときに最小を示した。そして90度では再び高くなった。またダイスの出口にアールを付けたときと付けないときの影響をダイス角45度のときに調べたが、ダイスの出口にアールを付けると、材料がダイスをでるときの抵抗が小さくなり押出し圧力は小さくなっているが、ダイス角75度の値より小さくはならなかった。この様に押出し圧力は、ダイス角が75度のときに最も小さく押出し性が最良になることがわかった。

以上のように押出し性はダイス角が75度のときに最も良好であったので、これ以降の実験は全てダイス角が75度のものを使用した。

3-1-2 SiC ウィスカー及びSiC 粉末の影響

図2は押出し圧力に及ぼすSiC ウィスカーおよびSiC 粉末の影響である。これによるとSiC ウィスカー、SiC 粉末ともに“焼結なし”の場合より“焼結あり”の場合の方が押出し圧力が高くなっている。この理由を確かめるために焼結材のX線回折を行なった。その結果を図3に示す。今回のピレットは窒素雰囲気中で焼結したのでAlN化合物が生成し、

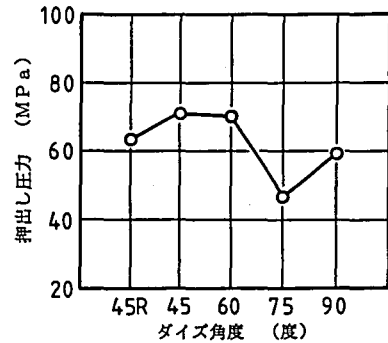


図1 押出し圧力に及ぼすダイス角度の影響

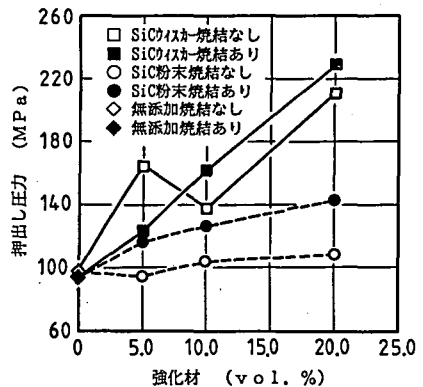


図2 押出し圧力に及ぼすSiC ウィスカーおよびSiC 粉末の影響

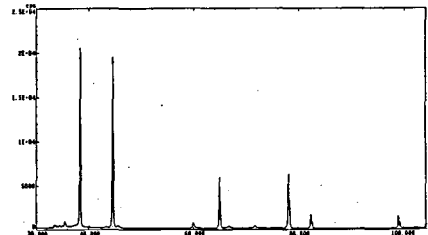


図3 焼結材のX線回折図形

押し出し圧力を高めたのではないかと予想したが、焼結温度が低かったこともあり、AIN化合物はほとんど生じていなかった。そのため焼結による加工性の悪化は、焼結による粉末粒子間の原子的結合による変形抵抗の増加が主な原因であることがわかった。またSiC粉末の場合よりSiCウィスカーの場合の方が押し出し圧力は高くなっているが、これはSiC粉末が粒状で変形に対する抵抗がそれほど大きくなりないのに対して、SiCウィスカーは針状で変形に対する抵抗が大きくなるためであると考えられる。またSiCウィスカーとSiC粉末の添加量が0, 5, 10, 20%と増えるにつれて塑性変形に対する抵抗性が高くなり、押し出し性が悪くなっている。

3-2 押し出し材の密度

押し出し材は、押し出す際に多少の曲がりを生じたり、試料によっては表面が笹くれたりしているため密度測定には注意が必要である。本実験では、押し出し材から約10cmの長さの試料を切り出し、これを0.001gまで測定できる電子天秤を使用して、空気中と水中(13°C)での重さの差から押し出し材の体積を求め、この体積で押し出し材の空気中の重さを割って押し出し材の密度とした。この様にして求めた押し出し材の密度のSiCウィスカーおよびSiC粉末による影響を図4に示す。これによるとSiCウィスカーの場合は、ウィスカー量の増加につれて密度は低下の傾向を示し、特に焼結した場合にその傾向が著しかった。このようなSiCウィスカーの増加による密度の低下は、SiCウィスカーの分散が十分でなく、SiCウィスカーが束状になって、その部分が空洞になってしまうためと考えられる。このことは写真1の押し出し材の走査電子顕微鏡組織からもわかり、SiCウィスカーの分散の困難さがわかった。一方SiC粒子の場合は、焼結の有無に関係なく粒子の量が増えるにつれて密度は上昇しており、SiC粒子とアルミニウム合金粉末の結合は良好であったと考えられる。

一方押し出しをする前のビレットのかさ密度のSiCウィスカーとSiC粉末による影響を図5に示す。これによるとSiCウィスカーおよびSiC粉末の量の増加による密度の変化は、押し出し材とほぼ同じ傾向を示しているが、密度の値そのものは、押し出し材の方が大きくなっ

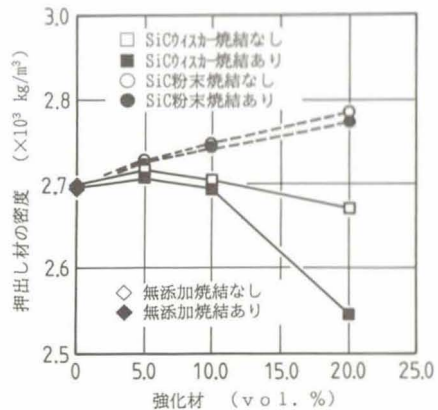


図4 押し出し材の密度と強化材の関係

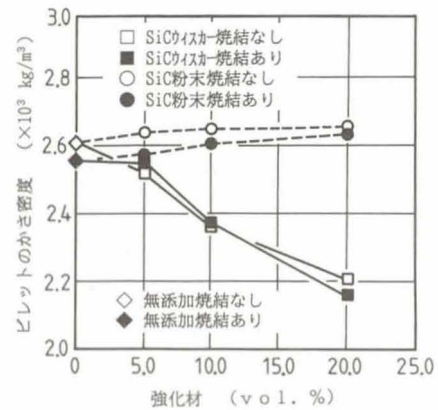


図5 ビレットのかさ密度と強化材の関係



写真1 押し出し材の走査電子顕微鏡組織 (SiCウィスカー10%)

ている。このような違いは、押出しの場合は材料がダイスを通るときに強加工を受けるために、この材料特有の粉末粒子間の空隙やSiC whiskerの存在する場所の空洞が押しつぶされ

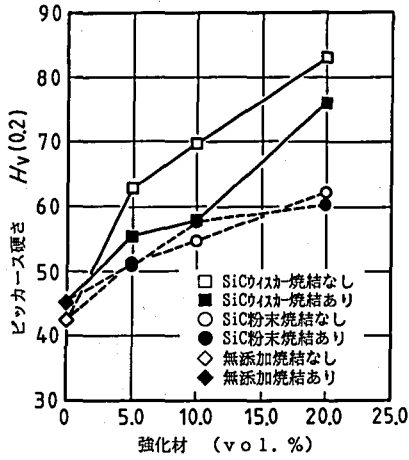


図6 硬さと強化材の関係

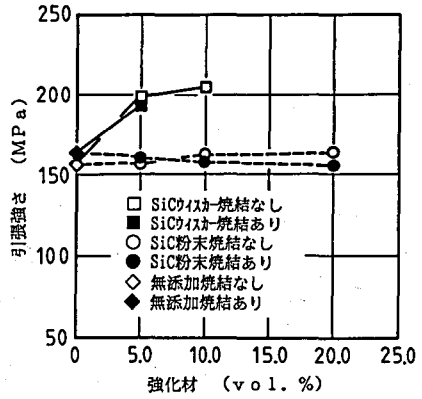


図7 引張強さと強化材の関係

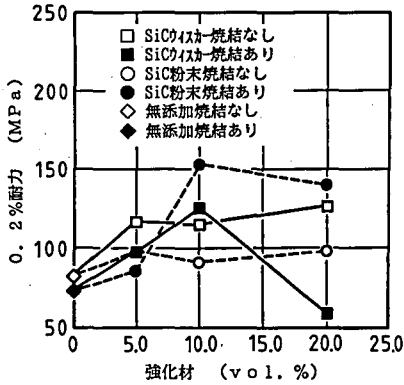


図8 0.2%耐力と強化材の関係

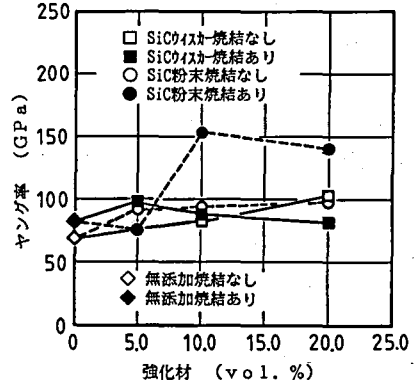


図9 ヤング率と強化材の関係

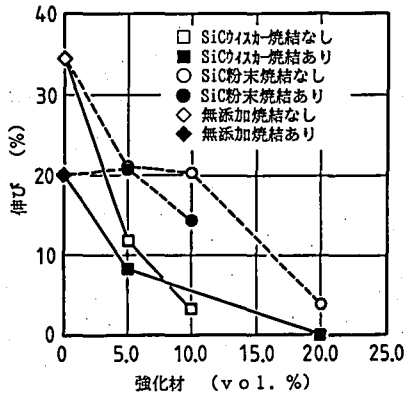


図10 伸びと強化材の関係

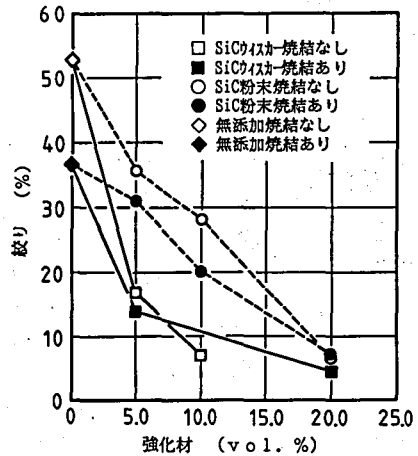


図11 絞りと強化材の関係

たことによるものと思われる。

3-3 押し出し材の機械的性質

図6はSiC ウィスカーおよびSiC粉末の含有量と硬さの関係を示す。これによるとSiC ウィスカー、SiC粉末ともにその量が増えるにつれて硬さは高くなっているが、同じ量ではSiC粉末よりSiC ウィスカーの方が硬さは高い値を示した。また焼結した場合と焼結しない場合での硬さの違いを見ると、SiC粉末のときはほとんど差がなく、SiC ウィスカーのときには“焼結なし”の場合の方が“焼結あり”の場合よりもむしろ硬さは高くなっているが、これはピレットの段階で焼結しなくても600°Cでの押し出しのための加熱により焼結がなされたためと思われる。

図7～図11は引張試験の結果で図7は引張強さと強化材の関係、図8は0.2%耐力と強化材の関係、図9はヤング率と強化材の関係、図10は伸びと強化材の関係、図11は絞りと強化材の関係である。これらによると、SiC ウィスカーが含まれた場合は、その量の増加につれて引張強さ、0.2%耐力ともに向上しているが、ヤング率の向上はそれほど認められなかった。溶湯加圧成形法によって製造したSiC ウィスカー強化アルミニウム合金複合材料は、SiC ウィスカーの体積含有量の増加とともに引張強さ、降伏強さ、弾性率は向上し、引張強さはSiC ウィスカー20%、降伏強さはSiC ウィスカー15%で飽和値に達するのに対して、弾性率はSiC ウィスカー25%まではほぼ直線的に上昇し、特に弾性率の向上が大きいことがこの材料の特徴とされている⁽⁷⁾。しかるに今回はヤング率の向上がそれほど認められなかったのは、SiC ウィスカーの分散が期待されたほど均一にならなかったからであると思われる。伸びと絞りはSiC ウィスカーの量の増加につれて低下の傾向を示した。

一方SiC粉末は0.2%耐力の向上には多少効果があったが、引張強さの向上にはほとんど効果がなかった。伸びと絞りはSiC ウィスカーの場合と同様にSiC粉末の量の増加につれて低下の傾向を示した。

写真2はSiC ウィスカー20%添加およびSiC粉末20%添加の押し出し材の顕微鏡組織を示す。これによるとSiC ウィスカーが均一に分散されていない様子が見える。またSiC粉末は微細化が十分でないものが存在し、これが引張強さの向上にほとんど効果のなかった原因であると思われる。

以上のようにSiC ウィスカーとSiC粉末を比較すると硬さ、引張強さ、0.2%耐力ともに

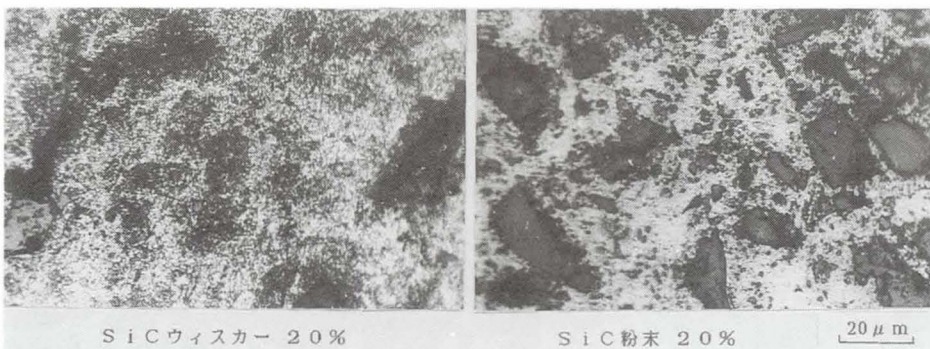
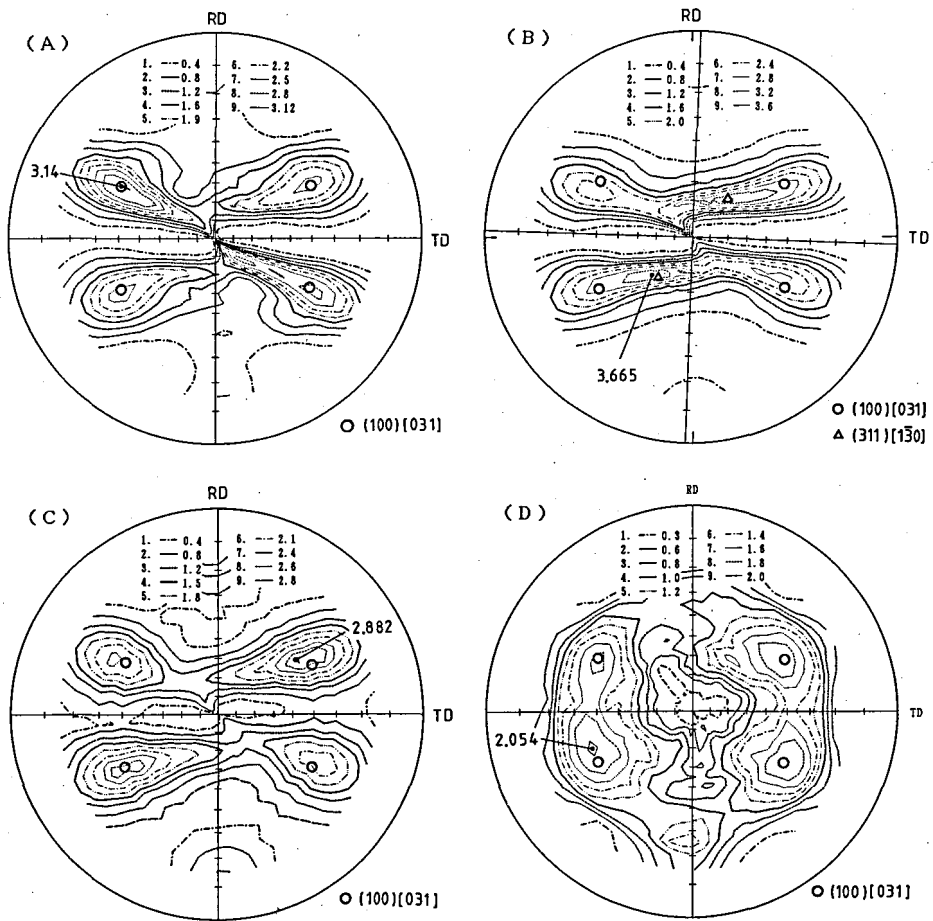


写真2 押し出し材の顕微鏡組織



SiC ウィスカー (A) 0% (B) 5% (C) 10% (D) 20%
 図12 押し出し材縦断面の {111} 極点図

SiC ウィスカーの場合の方がその値が高く、SiC ウィスカーの優位性が明らかであった。

3-4 押し出し材の集合組織

図12はSiC ウィスカーが0, 5, 10および20%含まれた押し出し材の縦断面の {111} 極点図である。これによると粉末材から押し出し加工した場合にも明らかに集合組織が認められる。SiC ウィスカーの量による集合組織の変化をみると、SiC ウィスカー0%の場合、すなわち粉末材のみからできたビレットを押し出し加工した場合の集合組織は (100) [031] であった。これは押し出し方向に<031>方向が向いており、かつ押し出し縦断面に (100) 面が揃っていることを示している。Al-Mg-Si合金の鋳造材を押し出し加工した場合は (178) [11 $\bar{1}$] と (001) [100] の二重集合組織すなわち押し出し方向に<111>と<100>の方向が揃う⁽⁸⁾のに対して、粉末材を押し出し加工した場合は<031>方向のみが押し出し方向に揃っており、大きな違いを見せていた。<111>と<031>の角度の違いは1.9度であり、粉末材の場合には鋳造材に比べて結晶の回転がこの角度分だけ悪くなるものと思われる。

SiC ウィスカーが5%の場合には(100) [031] のほかに(311) [130] 集合組織がわずかに認められたが、0%の場合と比べてそれほど大きな違いは認められなかった。SiC ウィスカー10%の場合の集合組織は(100) [031] で、SiC ウィスカーのない場合と大きな違いはなかったが、集積強度の最高値はSiC ウィスカー0%のときの3.14に比べて2.882と大分低くなっていた。またSiC ウィスカー20%の場合(100) [031] 集合組織は残っているものの、集積強度は2.054と大分低くなり、かつ集積帯も不明確になっており、SiC ウィスカーによって結晶の回転が抑えられていることがわかる。

以上のように粉末材を押し出し加工した場合は(100) [031] 集合組織が形成された。そしてSiC ウィスカーが含まれても集合組織そのものは変わらなかったが、集積度は大分低くなった。そしてSiC ウィスカーが20%含まれると集積帯が不明確になるほど集積度は低くなり、SiC ウィスカーが粉末合金の結晶の回転を抑えていることがわかった。

4. 結 論

Al-Mg-Si 合金にSiC ウィスカーおよびSiC 粉末を別々に0, 5, 10および20%混合し、400MPa で加圧成形してから窒素雰囲気中で600°C, 2時間焼結したビレットを600°C で熱間押し出し加工して、その押し出し性や得られた押し出し材の機械的性質、集合組織などを調べたところ次のことがわかった。

- (1) 押し出し性はダイス角が75度のときが最も良好であった。またSiC 粉末が含まれているときよりSiC ウィスカーが含まれているときの方が押し出し性は悪かった。
- (2) 押し出し材の密度は、SiC 粉末の量の増加につれて上昇したが、SiC ウィスカーの場合には減少の傾向を示した。
- (3) 押し出し材の硬さは、SiC ウィスカー、SiC 粉末ともその量の増加につれて高くなったが、SiC ウィスカーの場合の方が効果は大きかった。引張強さは、SiC ウィスカーの場合が高くなったが、SiC 粉末の場合はほとんど変化がなかった。ヤング率は、SiC ウィスカー、SiC 粉末とも期待されたほどの上昇は認められなかった。伸びと絞りもSiC ウィスカー、SiC 粉末ともその量の増加につれて減少した。
- (4) 粉末材を押し出し加工した場合は(100) [031] 集合組織が形成され、SiC ウィスカーの量が増えると集積度が低くなり、SiC ウィスカーが20%では集積帯も不明確になった。

参 考 文 献

- (1) K. Ohori, H. Watanabe, Y. Takeuchi: Materials Science and Technology: January 1987 Vol. 3, p.57
- (2) 武 高輝, 河野紀雄, 高橋恒夫, 渡辺久藤: 軽金属, Vol. 42(1992) No.7, p.377
- (3) 青柳成俊, 高橋昭一, 小島 陽: 軽金属, Vol. 41(1991) No.11, p.759
- (4) 大堀紘一, 渡辺英雄, 竹内 庸: 日本金属学会会報: 第25巻(1986) 第5号, p.447
- (5) NIKKEI NEW MATERIALS, 1986年7月21日号, p.71
- (6) 小林義一: 長野工業高等専門学校紀要, 第17号(1987), p.23
- (7) 日本複合材料学会編: 金属基複合材料を知る事典, p.101, アグネ(1984)
- (8) 高橋恒夫, 小林義一, 時沢 貢: 軽金属, Vol. 23(1973) No.6, p.248