

外96-4

早稲田大学大学院理工学研究科

## 博士論文概要

### 論文題目

繊維成形体への溶融アルミニウム  
の加圧含浸挙動の研究

申請者

山内 利夫

Toshio YAMAUCHI

1996年4月

近年、航空・宇宙開発や自動車・エレクトロニクス技術の進歩とともに、軽量化を目的とした高強度、高剛性材料の開発および高機能化を目的とした耐熱性、耐摩耗性材料の開発が要求されている。そして、この要求特性を満足させる材料として金属基複合材料(Metal Matrix Composites:MMC、またはFiber Reinforced Metal:FRM)の研究開発が盛んに行われている。金属基複合材料は金属にセラミックスなどの材料を添加することで、元の金属よりも優れた特性を持たせた材料である。特に、アルミニウム合金のような軽合金では、複合化の手法を探ることで比強度・比剛性を大幅に改善できるものとして、軽量化を目的とした有望な材料として期待されている。

金属基複合材料の製造方法としては粉末法、溶湯攪拌法、コンポキャスト法などがあるが、実用化した製品に最も多く採用された方法は加圧含浸法(Pressure Infiltration)である。加圧含浸法では強化が必要な部分の形状にセラミクスの短纖維およびウィスカを予備成形(プリフォーム)し、この中に溶融金属を含浸させる方法である。この方法はプリフォームをセットした部分だけが複合材になり、製品の中で必要な部分だけを強化できることが他の製造方法とは大きく異なる点である。また、製造方法も簡単で、スクイズキャスト機を用いて製造することで量産化も可能であり、製造コストが比較的安価にできることも特徴である。

しかし、加圧含浸法で金属基複合材料を製造するときの問題点として、加圧含浸時に発生するプリフォームの圧縮変形がある。纖維径が数 $\mu\text{m}$ と太い纖維では、プリフォームの表面に加わる溶融金属の圧力は低いため、プリフォームの圧縮変形はほとんど発生しない。しかし、ウィスカのように纖維径が $1\text{ }\mu\text{m}$ より小さい場合の加圧含浸後のプリフォーム断面を観察すると、プリフォームが圧縮変形しているのが認められる。この現象はウィスカの材質に関係なく起きていることから、ウィスカの直径や配向性、さらにはプリフォームの纖維体積率( $V_f$ :Volume Fraction)が直接の原因と考えられる。この他に、溶融金属の含浸速度、プリフォームの予熱温度、溶融金属の温度等の複合化条件も関係しているものと考えられる。しかし、従来の含浸理論では、ウィスカプリフォームを用いた場合の溶融金属の含浸挙動とプリフォームの圧縮変形メカニズムについての説明ができない。

そこで本研究では、プリフォームの圧縮変形は溶融金属が含浸途上で起こるものと考え、含浸途上の圧力とプリフォームの圧縮変形量の関係を調べる実験を行ない、プリフォームの変形挙動を詳しく調べることにより、含浸挙動とプリフォームの圧縮変形を説明できる新たな理論式の提案を目的とした。

本論文の構成は第Ⅰ章の序論から第Ⅸ章の総括で成っている。第Ⅰ章の序論では金属基複合材料の研究の沿革と加圧含浸法の特徴および問題点を述べている。

第Ⅱ章では溶融金属の加圧含浸挙動とプリフォーム圧縮変形の解析方法について検討した。加圧含浸挙動を解析するための前提として、運動量保存において慣性力は無視し、溶融金属は非圧縮性流体とし、その含浸は圧力差による力と粘性

抵抗で決まるものと考えて、ダルシーの法則と連続の式を適用した。そして、プリフォーム表面での圧力は、加圧開始時点でゼロから上昇し、未含浸部分のプリフォームにはプリフォーム表面圧力と同じ圧力が加わるとし、プリフォーム強度(含浸する溶融金属の圧力によりプリフォームが圧縮変形を開始する応力)に達するまで、プリフォームの圧縮変形は起こらないが、この圧力を越えると圧縮変形が開始すると仮定した理論式を提案した。この理論式はプリフォーム中で溶融金属が凝固する場合も含めて、プリフォーム表面に加わる溶融金属の圧力と含浸距離の関係を求めることが可能である。

第Ⅲ章では加圧含浸実験に用いるSiCウィスカ、 $9\text{Al}_2\text{O}_3\cdot2\text{B}_2\text{O}_3$  ウィスカ、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  短纖維のプリフォームの透過率を求める計算式の導出と測定実験を行った。加圧含浸挙動に対し重要な因子であるプリフォームの透過率は溶融金属がプリフォーム中に含浸するときの含浸抵抗に関するものであり、纖維径、 $V_f$ 、纖維の配向性等により決まる。しかし、プリフォーム中を含浸している溶融金属による透過率測定は困難である。そこで、溶融金属の代わりに加圧空気を用いて圧力と流量の関係の測定を行なった。さらに、プリフォーム中の空気の流れを近似式で表し、プリフォームの透過率を算出した。その結果、近似計算法で算出した値と実験値は良く一致し、近似計算法は有効であった。また、実験から求めた透過率と解析式で用いた透過率[Langmuirの式(流体の流れが纖維方向に平行な場合の透過率)とHappelの式(流体の流れが纖維方向に垂直の場合の透過率)の平均値]とも良く一致していた。したがって、加圧空気を用いて算出したプリフォーム透過率の値は、溶融金属をプリフォームに含浸させる場合にも適用できることが判明した。

第Ⅳ章では提案した理論式が実際の金属基複合材料を製造する時に有効であることを確認するために、油圧プレス機に圧力センサーと変位計を取り付け、溶融金属がプリフォーム中に含浸するときの圧力、変位、速度を求める実験を行った。実験では溶融金属として純アルミニウムを、プリフォームとしては加圧含浸法による強化機構の解析に最も多く研究されているSiCウィスカを用いた。ウィスカの体積率と含浸速度に関する実験と、プリフォームの予熱温度をアルミニウムの凝固点温度以下にして、加圧含浸過程で凝固相が発生する場合の実験を行ない、純アルミニウム溶湯がSiCウィスカプリフォームに含浸する挙動とプリフォームの圧縮変形について確認した。また、理論式に実験条件を代入して得られる計算値は実験結果と良く一致しており、提案した理論式は溶融金属の含浸挙動とプリフォームの圧縮変形メカニズムを解析できることを証明した。

第Ⅴ章ではマトリックスとしてピストン用合金として最も実績のあるJIS規格のAC8Aアルミニウム合金( $\text{Al}-12\text{Si}-1\text{Cu}-1\text{Mg}-1\text{Ni}$ )を用い、SiCウィスカプリフォームへの加圧含浸挙動の解析を行った。基本的な含浸挙動は純アルミニウムの場合とほぼ同じであったが、AC8Aアルミニウム合金ではプリフォームの内部で引け巣が

発生した。また、プリフォームの予熱温度が凝固点温度よりも低い時は、初晶シリコンがプリフォームの中で析出した。そのため、加圧含浸時のプリフォームの $V_f$ の変化を硬さから換算して求める手法に誤差が大きくなり、正確な変化を求めるために問題を残した。しかし、純アルミニウムに比べ凝固潜熱が大きいAC8Aアルミニウム合金は、プリフォームの予熱温度がある程度低くてもプリフォームの中で凝固が完了せず、未含浸部分（溶融金属が含浸しない領域）の発生が純アルミニウムよりも少ないことが判明した。

第VI章では、SiCウイスカ以外のプリフォームについてもこの理論式が有効であることを示すために、低コストで高強度、高弾性を持つ $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ ウイスカプリフォームと、金属基複合材料として最も多用されている $\text{Al}_2\text{O}_3$ 短纖維プリフォームを用いて、純アルミニウムとの加圧含浸挙動について解析した。その結果、 $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ ウイスカは、纖維径がSiCウイスカに比べ大きく、透過率から判断すると溶融金属が含浸し易いプリフォームではあるが、プリフォーム強度との関係で、 $9\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ ウイスカプリフォームの圧縮変形量は大きくなつた。また、さらに纖維径が大きい $\text{Al}_2\text{O}_3$ 短纖維でも圧縮変形が開始することが判明した。つまり、プリフォームの透過率だけでなく、プリフォーム強度も含浸挙動とプリフォームの圧縮変形に大きな影響を与えていたことが明かとなつた。

第VII章では纖維プリフォームに対する最適加圧含浸条件を検討した。金属溶湯がプリフォーム中に含浸する過程で、強化材の纖維径や $V_f$ 等のプリフォーム因子と溶融金属の含浸速度やプリフォームの予熱温度等の複合化条件の影響により、プリフォーム表面に加わる溶融金属の圧力が大きくなり、プリフォームの圧縮変形が起きている。このとから、理論式のパラメータの影響を調べることで、目的とする特性に合わせて各種複合材料に適した製造条件があることが明らかになつた。そして、この理論式を用いることで加圧含浸法でもプリフォームが圧縮変形しない均一な複合材料が得られる製造条件を明確に示し得ることが確認された。また、プリフォームの圧縮変形量を制御することで金属と強化纖維の割合を徐々に変化させた傾斜機能複合材料の製造も可能であると考えられる。

第VIII章では加圧含浸法を利用して製造したアルミニウム複合材料の特性と、船外機用FRMピストンの開発例について述べた。今回開発したFRMピストンは、A390合金ベースとしたマトリックスに $V_f$ が20%のSiCウイスカで強化した複合材料を採用し、高温強度を必要とするピストンのヘッド部のみに使用した。そして、このFRMピストンを採用することで、高出力化と低燃費化に対して耐久性と信頼性のある船外機エンジンを開発することができた。