

UDC 621.762.5

669.295-138.8:669.781-486

620.172

抵抗焼結法によるボロン繊維—チタン複合材の製造

— 複合材の物理的・機械的性質 —

Production of Boron Fibre-Titanium Composite Material by Resistance Sintering Process

— On the Physical and Mechanical Properties of Composite —

明智 清明*・原 善四郎*

Kiyooki AKECHI and Zenshiro HARA

はじめに

Tiおよびその合金は、比強度（単位重量当りの強度）が高く、耐熱性、耐食性もすぐれているため、Alおよびその合金よりも高度の材料性能が必要とされる航空機やガスタービンなどに実用されている。そこで、このTiないしTi合金をマトリックスとし、高強度の繊維を強化材としたFRM（繊維強化金属）^{1),2)}には、さらに高度の材料特性が期待される。しかし、Tiはきわめて活性に富んでいるため、Ti系FRMは製造過程や使用過程でマトリックスと繊維の界面で反応を生じやすく、しかも反応生成物は往々にして脆弱な化合物である。現在までのところ、Ti系FRMには、Al系FRMほど顕著な強度上昇を示すものが出現していない原因は、上述の点とTi系マトリックス自体の強度がかなり高いことにあると考えられる。事実、各種の製造方法による各種繊維（C³⁾、SiC⁴⁾、B⁵⁾、Al₂O₃³⁾、Mo⁶⁾、W³⁾など）のTi系マトリックスFRMの室温強度はTi合金よりも10%低いとか、ただだか20%上昇という程度である⁷⁾（高温強度はマトリックス自体の強度にくらべて40~60%向上という例がある）。

本研究では優れた強度特性をもつTi系FRMの製造方法の開発を目的として、強化用繊維としてTiよりも低比重でありかつ優れた高温強度をもつB繊維を用い、製造法として瞬間抵抗焼結法⁸⁾を用いて得られるTi系FRMのマトリックス—繊維界面の状態、および材料の機械的性質に及ぼすその影響について検討した。瞬間抵抗焼結法は加圧下の短時間焼結が可能であるため在来の粉末冶金法にくらべてこの種の複合材料製造法として有利になりうる可能性がある。本報では、Ti-B抵抗焼結体の機械的性質について述べる。

実験方法

原料：マトリックスの原料として用いたTi粉は、水素化チタン脱水素粉（-350メッシュ、市販）^{9),10)}である（写真

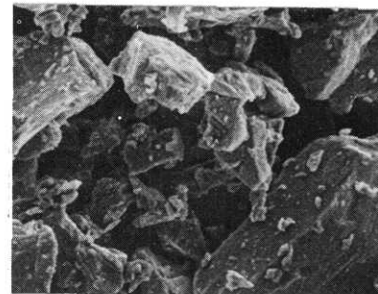


写真1 Ti粉

10 μm

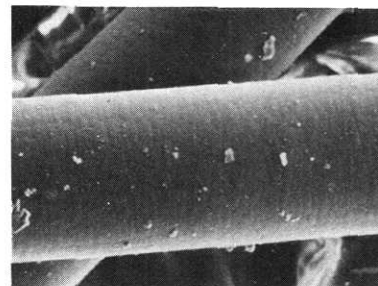


写真2 B繊維

50 μm

表1 B繊維の諸性質

	直径 140 μm (±2.5 μm)	直径 200 μm (±2.5 μm)
引張強さ	359 kg/mm ² *	324 kg/mm ²
弾性率	4.06 × 10 ⁴ kg/mm ²	4.06 × 10 ⁴ kg/mm ²
諸性質のバラツキ	{ 平均 15 % 最大 20 % }	{ 平均 15 % 最大 20 % }

* 直径 140 μm のB繊維の引張試験の追試を行なった結果引張強さ 346 kg/mm²、伸び 0.88 %であった。

1). 繊維としては、W芯材上でのハロゲン化ほう素の還元分解で得られたB繊維（無被覆、市販）¹¹⁾を用いた。その諸性質を表1に、形状を写真2に示す。繊維体積比

* 東京大学生産技術研究所 第4部

研究速報

(V_f) を 0, 10, 20 % に選び, Ti 粉および B 繊維を, 製品密度比 100 % のときの体積が 2.7 cm^3 になるように各繊維体積比に応じた重量分ずつ準備した. Ti 粉は上皿天秤で秤量し, B 繊維はあらかじめ長さ 58~60 mm に折り揃えたものから本数を数えた.

原料装入法: 抵抗焼結用金型 (鋼製, 雲母箔内張り) の型孔 (通電・加圧面積 $4 \times 60\text{ mm}^2$) へ原料を均一に装入することは容易ではないので次の方法を採用した. すなわち, 金型組立途中の, ダイスの片方および上・下パンチで囲まれた型穴相当部分へ, 繊維と粉末が均一混合になるように, かつ全繊維が加圧方向に直角になるように注意して B 繊維と Ti 粉を装入したのち, 他のダイス片を締付けて, そのまま抵抗焼結機 (容量 45 KVA, 加圧力 3 t) にかけた.

抵抗焼結条件: 圧力を 1.2 t/cm^2 一定とし, 設定電流実効値 (58~80 %), 最大電流量 (10~18 kA), 極間電圧 (2.5~6.8 V) をいろいろに変えた. 使用電流は 50 サイクル交流であるが, 通電方式として連続通電および 0.2 秒通電 - 0.2 秒切電をくりかえすサイクリック通電の 2 種類を用いた. 後者は抵抗焼結体の過度の昇温を防ぐためである. 通電時間は前者で 0.6~1.6 秒, 後者で 0.6~6 秒の範囲で変えた.

抵抗焼結体の性質測定: 同一抵抗焼結条件で各 3 個の試片を作成し, それらについて電圧降下法による電気抵抗の測定, 水浸法による見掛け密度の測定および JIS 7 号試験片の形状に研削加工した試片についての引張試験 (インストロン型試験機, 引張速度, 2.5 mm/min) を行なった. 試片破面を SEM で観察し, 断面研磨面について光学顕微鏡組織観察および EPMA によるマトリックス-繊維境界近傍の元素分布測定を行なった.

結果および考察

抵抗焼結法で作成した Ti - 20 vol % B 複合体の, 密度比および引張強さと正味通電時間の関係に及ぼす通電方式および設定電流実効値の影響を図 1 に示す. なお, 伸びはすべての試片において 1 % 内外であった.

密度比はいずれの通電条件でも通電時間とともに増大している. 正味通電時間が同じであっても連続通電のほうがサイクリック通電より高密度になる. またいずれの通電方式でも設定電流実効値の大きいほうが高密度になる.

引張強さは, 連続通電の場合はある通電時間で最大値を示し, 以後低下する. 通電時間が長過ぎると, 試片に局部的な熔融を生じそのため所定形状の試験片が得られなくなる. サイクリック通電の場合は, 通電時間とともに引張強さは増大していく. 短時間では設定電流実効値

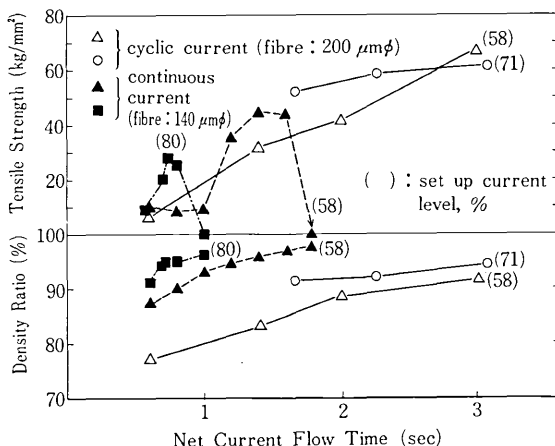


図 1 Ti - 20 vol % B 複合体の密度比および引張強さと正味通電時間の関係に及ぼす抵抗焼結条件の影響

が高いほうが引張強さが高いが, 長時間になるとその関係は逆転する.

同一正味通電時間でも連続通電のほうがサイクリック通電よりも, また設定電流実効値が高いほうが低い場合よりも, それぞれ密度比が高くなることは, それらの条件においてダイス・パンチへの熱放散が少なくそれだけ試片がより高温になることから当然である. そのように試片が高温になるとマトリックス-繊維間の結合が強固になり引張強さは上昇するけれども通電時間が長過ぎると続報で述べるように B-Ti 間に化合物層が厚く形成され, それが引張強さの低下をまねくものと考えられる. 通電時間があまりに長いと試片に局部的熔融を生じ形状を保てなくなることはすでに述べた. サイクリック通電では試片温度の上昇がゆるやかで, マトリックスが高密度になる段階でも B-Ti 間の化合物形成が少ないため, 高い引張強さが現われたものと考えられる.

この間の事情をさらに吟味するため, 各種条件で作成した試片の密度比と引張強さの関係 (図 2) を求めてみた.

図中の点線は複合則²⁾を用いて算出した. その場合のマトリックスの強度としては, 各種密度比の純 Ti 抵抗焼結体の荷重-歪曲線における伸び 0.8 % (B 繊維の破断伸び) に対応する荷重を用いた. 各通電方式のデータがほぼ同一曲線に乗っていることが注目される. つまり, 密度比と引張強さの関係には, 通電方式の影響が設定電流実効値の影響よりも支配的である. 連続通電で得られる抵抗焼結体の強度は複合則値よりも大幅に低いが, サイクリック通電は連続通電にくらべてかなりの強度上昇の効果があることがわかる.

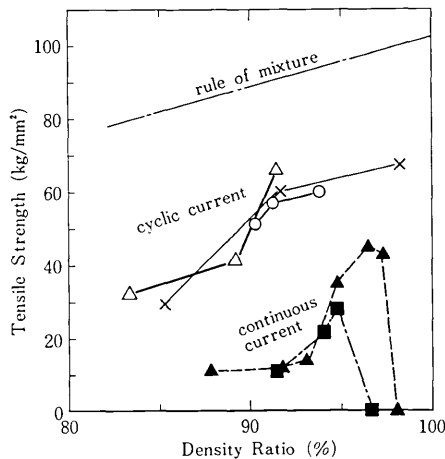


図2 引張強さと密度比の関係(使用B繊維径は $200\mu m\phi$, 記号は図1と同じ×印は純Ti, 他はTi-20 vol %B)

連続通電の場合は続報で述べるようにマトリックス-繊維界面に化合物層を形成することが強度劣化の原因と考えられる。サイクリック通電の場合に化合物層が生成しないにもかかわらず強度が複合則値に達しない原因は繊維方向の不揃いや偏在など実験方法に基因する問題のほかに、多孔質マトリックスと繊維との複合体では気孔の存在が繊維に対してノッチ効果を及ぼし理論強度そのものが複合則値より低くなることも考えられ、なお検討を要する。

最適条件の抵抗焼結法で作成したTi-B複合体の引張強さと伸びに及ぼす繊維体積比(V_f)の影響を図3に示す。伸びは V_f の増大とともに低下し、引張強さは $V_f = 10$ vol %のときに最低値を示している。 $V_f = 5, 10$ vol

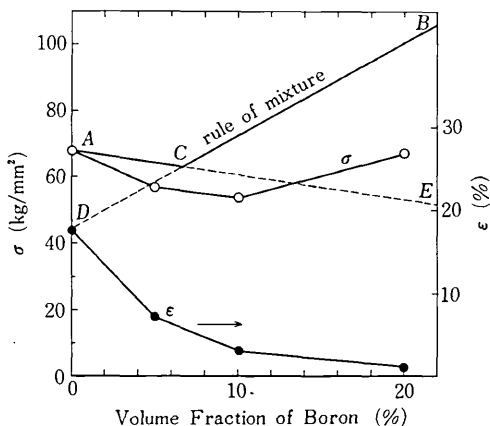


図3 最適条件で抵抗焼結されたTi-B複合材の引張強さと伸びにおよぼすB繊維体積比の影響

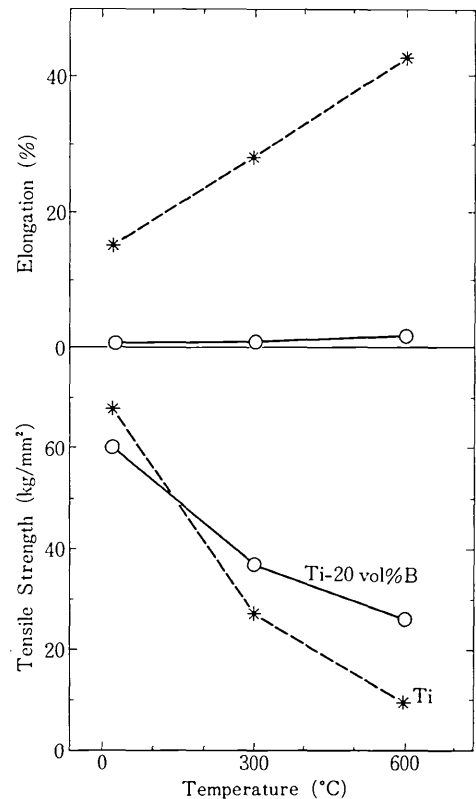


図4 高温における引張強さと伸び(使用B繊維径 $200\mu m\phi$, サイクリック加熱— 設定電流実効値71%, 全抵抗焼結時間5.6秒, 正味の通電時間2.8秒)

%での伸びがB繊維の破断時の伸び0.8%よりも大きいことは、引張荷重が基本的にはTiマトリックスのみによって担われていることを示している。 $V_f = 20$ vol %では引張強さは複合則値CBよりも低い、Tiマトリックスのみで荷重が担われる場合(直線ACE)よりも高いから、繊維強化の効果があることを確認できる。

図4にTi-20 vol %Bのサイクリック通電材の高温引張試験の結果を示す。純Tiと比較してこの材料は高温における伸びが少なく、600°Cでは純Tiより引張強さが著しく高い。

以上の結果をまとめると、得られたTi-20 vol %B抵抗焼結体の室温強度は純Tiと同程度であるが(図2, 3)(i)伸びが小さいこと(図3)および(ii)高温強度が高い(図4)という2点から、B繊維が荷重を担う繊維強化の効果があることがわかる。

おわりに本研究の実験の一部を分担した倉本明宏君(元東海大学学生)に感謝の意を表する。

(1978年8月7日受理)

研究速報

文 献

- 1) 三浦維四, 浜中人士: 軽金属, 18 (1968) 544
- 2) 中田栄一: 粉体粉末冶金協会分科会合同技術討論会, 講演概要集—複合材料としての焼結材料—: (1974, 2), 1
- 3) J. Kenedy, G. Geschwind: Proc. Intern. Conf. Titanium Sci. Technol. 2nd. Mass. Inst. Technol., 4 (1973) 2299
- 4) A. H. Freedman: S. A. E./A. S. M. Westec. (March 1970)
- 5) A. G. Metcalfe, G. K. Schmitz: Trans. of ASME, 90 series A, (1969) 297
- 6) R. W. Jech, E. P. Werber, A. D. Schwope: Reactive Metals, 2. Ed. W. R. Clough, Interscience, N. Y. (1957)
- 7) N. J. Paratt: Fibre-Reinforced Materials Technology, van Nostrand Reinhold Company, London, (1972) 158
- 8) 明智清明, 原善四郎: 生産研究 30 (1978) 342
- 9) " : " 30 (1978) 111
- 10) " : " 30 (1978) 135
- 11) F. E. Wawner: Modern Composite Materials, Ed. by L. J. Brouton, R. H. Krock, Addison-Wesley Publishing Co, Reading, Mass. (1967) 244
- 12) 文献 11), 20

次 号 予 告 (11月号)

グ ラ ビ ア

調 査 報 告

1978年宮城県沖地震の被害調査報告(速報)

1. ま え が き.....久 保 慶三郎
2. 地震の概要.....久 保 慶三郎
3. 建築物の被害
 - 3・1 鉄筋コンクリート造建物の被害.....{岡 田 恒 男
関 松 太郎
 - 3・2 鉄骨造建物の被害.....{高 梨 晃 二
宇田川 邦 明
4. 土木構造物の被害
 - 4・1 地盤液状化・土構造物被害.....龍 岡 文 夫
 - 4・2 土木構造物の被害.....田 村 重四郎
5. 産業施設・危険物施設の被害
 - 5・1 産業施設の被害.....柴 田 碧
 - 5・2 危険物施設等の被害.....藤 田 隆 史
6. 福島県における被害の概要.....{半 谷 裕 彦
後 藤 博 司
松 井 長 行
7. 都市供給施設の被害と復旧.....片 山 恒 雄

研 究 速 報

- 抵抗焼結法で製造したB繊維-Ti複合材の組織.....{明 智 清 明
原 善 四郎
- 抵抗焼結法で製造したB繊維-Ti複合体の繊維-マトリックス界面.....{明 智 清 明
原 善 四郎
- 多摩丘陵への試験流域の設置とその水文地質構造.....{虫 明 功 臣
安 藤 義 雅 久
村 上 雅 博
小 池 哲 洋
大 矢 哲 朗