

繊維強化複合材料に関する研究 —炭素繊維アルミニウム複合材料—

Studies on the Carbon Fiber Reinforced Composite Material
—Carbon Fiber Reinforced Al Alloy Composite Material—

大蔵 明光*・稲垣 淳一***・寺沢 優一**・中田 栄一**

Akimitsu OKURA, Jyunichi INAGAKI, Yuichi TERASAWA and Eiichi NAKATA

1. はじめに

繊維強化複合材料に関する研究は、当初はプラスチック系から開発され、実用化に発展した¹⁾。これは繊維・マトリックス間のぬれ性が比較的良好であり、高強度を得ることができたからである²⁾。しかしマトリックスのガラス転位点付近で急激に機械的性質が変化し³⁾、200℃以上で使用することができない欠点があった。そのため耐熱性材料への要求から、マトリックスに金属材料を使用した繊維強化金属の研究、開発が盛んになって来た。特に炭素繊維強化金属は炭素繊維が有望な特性（比強度、比弾性率、量産性）を示すために各種の金属マトリックスに対して複合化が試みられている⁴⁾

本研究は炭素繊維にAl-5056合金をイオンプレATINGし、それらを真空ホットプレスにより製作した複合材を使い、高温引張強度特性、ヤング率の温度および繊維体積率依存性に関する研究をおこなった。

2 実験方法

2・1 複合材料の作製

試料の製作は東邦ベスロン株式会社に依頼した。その方法⁵⁾は炭素繊維束を厚さ4~5繊維となるようにほぐし、図1に示すイオンプレATING装置に取り付ける。マトリックスとなるアルミニウム合金(5056Al)はタングステンボート中で抵抗加熱により蒸気化され、 2×10^{-2} Torrのアルゴン雰囲気中で蒸着される。この方法の特徴は、1) マトリックスと炭素繊維との接着性が良い、2) 炭素繊維一本一本を被覆出来るため均一性が良い、3) アルミニウム被覆量により任意の V_f が得られる、4) アルミニウムの融点以下で被覆が実施されるため Al_4C_3 の生成がまねかれるなどが挙げられる。

このようにして出来たプリプレグシートは真空ホットプレスにより成型される。ホットプレスの条件を表1に示す。なおプレス後200℃程度まで型中で徐冷する。

2・2 V_f の測定

V_f の測定には比較的簡単で精度の高い測定法である比重測定による方法を用いた。この方法はアルキメデス法とも言われる⁷⁾。 V_f は次式で表わされる。

$$V_f = (\rho - \rho_m) / (\rho_f - \rho_m) \quad (1)$$

ρ_m, ρ_f はマトリックスおよび炭素繊維の密度である。このアルミニウムマトリックス中にはMgが5%程度含まれているため、 $\rho_m = 2.65 \text{ g/cm}^3$ とし、 $\rho_f = 1.75 \text{ g/cm}^3$ ⁸⁾として計算した。

2・3 ヤング率Eの測定

以上のようにして製作した、CFR-Al試料を厚さ0.8mm、幅10mm、長さ80mmに加工した後、二本吊り振動試験をおこない、ヤング率Eを測定した。測定にはインターナルフリクション社製横振動自振式内部摩擦測定装置を用いた。この装置は駆動部および変位検出部に電磁変換器を使用しており、試験片両端にパーマロイ薄

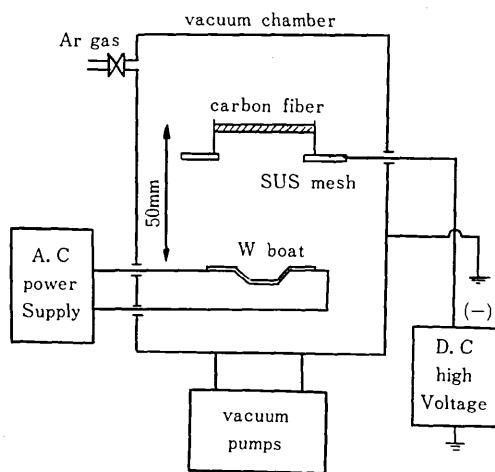


Fig.1 Schematic diagram of the ion-plating apparatus.

Table-1 Conditions of vacuum hot press

Degree of vacuum	10^{-4} Torr
Press temperature	460℃
Pressure	900 kg/cm ²

* 東京大学生産技術研究所 第4部

** 早稲田大学理工学部

*** 日本鋼管技術研究所

研究速報

片を取り付けることにより振動させた。また試料片の保持には振動エネルギーの散逸を少なくするため、約 $13\mu\text{m}$ のタングステン細線を用いた。細線の位置すなわち振動の節の位置は一次共振波形の節で試料の端部から $0.244(l)$ の位置 (l : 試料片の長さ) とした。

試料は 10^{-3} Torr程度の真空中で、約 $0.7^\circ\text{C}/\text{min}$ の速度で昇温加熱しながら共振周波数を測定した。ヤング率の計算は次式による。

$$E = 0.96535 \times 10^{-8} (l/a)^3 \rho / b (f_0)^2 \quad (2)$$

ここで E : ヤング率 (kg/mm^2)、 l : 試料片長さ (cm)、 a : 厚さ (cm)、 b : 幅 (cm)、 ρ : 質量 (g)、 f_0 : 共振周波数 (c) である。

同様に複合材料と同一条件で真空ホットプレスしたマトリックス、および市販の合金棒を 420°C で熱間圧延し、その後 200°C 、2hrの焼鈍をおこなった試料についてもヤング率を測定し比較データとした。

2・4 高温引張試験

次に試料を加工し、ユニオン光学製高温顕微鏡内引張試験装置を用いて引張試験をおこなった。なお試験片の形状は作製試料の大きさ、炉内温度分布、ロードセル容量などを考慮し決定したが、予備実験の結果、チャック部における層間せん断破壊が多いため、チャック部にニッケル電解メッキを施し補強した。試験器内を 2×10^{-4} Torr以上の真空度にした後昇温する、昇温速度は約 $7^\circ\text{C}/\text{min}$ とし所定温度まで上げる過程で $200^\circ\text{C} \sim 250^\circ\text{C}$ において約30分保持し、試料の歪取りをおこなう、そして所定温度に昇温し到達後15分間保持し、クロスヘッド速度 $1\text{mm}/\text{min}$ で試験をおこなった。

2・5 破面・マトリックスの組織観察

高温引張後の複合材料についてSEMによる破面観察および高温引張中の観察を高温顕微鏡によって観察した。またマトリックスの試験温度上昇による変化を観察するため、試験後の試料平行部を切断し、光学顕微鏡観察をおこなった。

3. 実験結果および考察

3・1 マトリックスの特性

5056合金および複合材と同一条件でホットプレスされたマトリックスのヤング率と温度の関係を図2に示す。一定温度における E の値にかなりのバラツキがみられる。その原因としては、1) 試験片両端に取り付けたパーマロイ薄板重量のバラツキ、2) 試験片形状による誤差、3) 吊り線の位置の誤差などが考えられる。特に2)、3)の誤差が大きく影響している。すなわち前述の E の導出式(2)には $(l/a)^3$ の項があり、試料長さ l および厚さ a の測定誤差が E の値に大きく影響する可能性がある。またこの方法は測定中の振動により支点が節へ自動的に

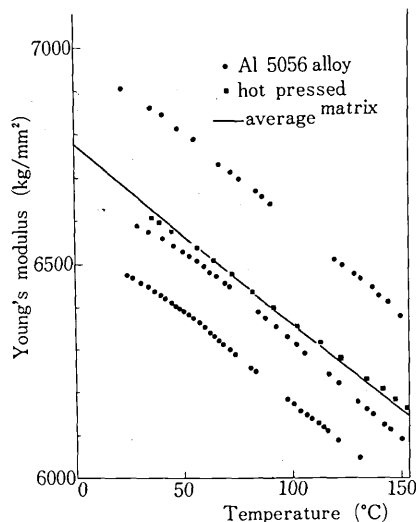


Fig. 2 Temperature dependence of Young's modulus of matrix.

移動する可能性がある指摘されているが⁹⁾、本試料の場合は吊り線が細いこと、複合体表面の露呈炭素繊維により容易に移動しないものと考えられる。

本研究で得られたマトリックスのヤング率と温度の関係式は次式で示される。

$$E_M(T) = 6776 \exp(-6.44 \times 10^{-4} T) \quad (3)$$

$(R \cdot T \leq T \leq 160^\circ\text{C})$ ($R \cdot T$: Room Temp)

これは各測定値の平均と温度との関係を最小自乗法により導出したものである。なお5056Al合金のヤング率温度依存性は竹内等によって求められている¹⁰⁾。この方法は超音波反射法によるもので、

$$E(T) = 7200 \exp(-7.78 \times 10^{-4} T) \quad (4)$$

$(0^\circ\text{C} \leq T \leq 350^\circ\text{C})$

を得ている。本実験で得た値も測定周波数の違いや測定温度範囲の違いを考慮すれば妥当なものと考えられる。

次に高温引張試験結果を図3に示した。引張強度はその構造に敏感な量であるため、試験片の製造条件により変化することが考えられる。まして複合材料中のマトリックスとマトリックス材単体の引張強度が同一である確証はないが一応の目標になる。Al-Mg合金では溶質原子と溶媒原子との間に原子半径の差があるため、転位の周囲にはコッレル雰囲気形成しうるといわれている。これに起因して 200°C 程度まで室温の強度が保たれることが説明される。なお 200°C を過ぎると徐々に強度が低下し 600°C では数 kg/mm^2 となってくる。またマトリックスのポアソン比の測定には4点曲げ試験法を用い測定し、 $\bar{\nu}_M = 0.32$ を得た。以上の結果を表2にまとめた。

3・2 複合材料の高温強度

複合材料の引張試験温度は室温、 300°C 、 450°C 、 550°C

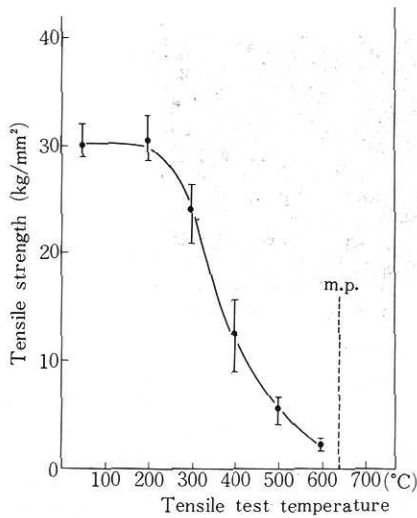


Fig. 3 Temperature dependence of tensile strength of Al-5056 alloy.

Table 2 Properties of Al-5056 alloy matrix.

Young's modulus (E_M)	(R.T. $\leq T \leq 160^\circ\text{C}$)
$E_M(T) 6776 \exp(-6.44 \times 10^{-4}T)$	kg/mm ²
Maximum stress (σ_M)	R.T. 30 kg/mm ²
	300°C 24 kg/mm ²
	450°C 9 kg/mm ²
	550°C 4 kg/mm ²
Poisson's ratio (ν_M)	

°Cとした。試験温度および V_f 依存性を図4に示した。なお比較のためマトリックスのUTSも併記した。また試料のチャック部で層間セン断破壊を起こしたのもも示した。この結果によると高 V_f の試料ほど高温において層間セン断破壊が起き易いことがわかる。しかし平行部で破壊した試料と比較して必ずしも大きくないことから、平行部で破壊した試料 (V_f の高いもの) 内部にマクロ欠陥、すなわち繊維濃度の偏析、不整部分の存在が強度に影響したものと考えられる。室温においては複合則による計算値の約78%の強度が得られたが、高温におい

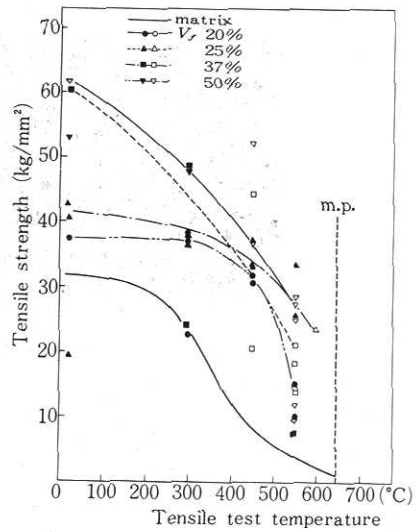
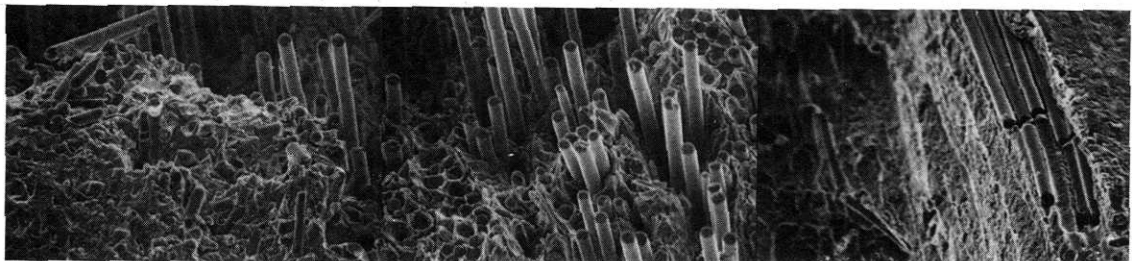


Fig. 4 Temperature dependence of tensile strength of composites.

ては明らかな結果が得られなかった。なお複合則 $\sigma_c = V_f \cdot \sigma_F + (1 - V_f) \sigma_M^{**}$ において σ_M^{**} は歪が0.01 (繊維の平均破壊歪)の時のマトリックス強度をとった。

次にSEMにより破面観察をおこない、強度低下の原因を調べた。その結果を写真1に示した。写真1aは室温の結果で全体的にプルアウトは少ないが、特徴的な点としては繊維間にマトリックス粒界が残っていることである。300°Cにおいては室温とほとんど変化がないが、550°Cになると破断面が不規則な形状を呈し、繊維とマトリックス間の結晶粒界で起こるスベリが観察された。また一本の繊維が数ヶ所で破断することが明らかになった。

以上のごとく破断面の温度による変化はマトリックスの延性増加による破面近傍のみの現象とも考えられる。そこで破面以外の部分を腐蝕し顕微鏡観察をおこなった。その結果を写真2に示した。室温試験の試料には2重の結晶粒界が明瞭に現れているが、600°Cの試料は内側の粒界はほとんど消えており一部では外側の粒界も消滅して粗大化していることがわかる。この結果から高温引張



Test. Temp. R.T. V_f 24%

Test. Temp. 300°C V_f 20%

Test. Temp. 550°C V_f 20%

Photo 1 Fracture surface of CFR Al alloy by SEM ($\times 800$)

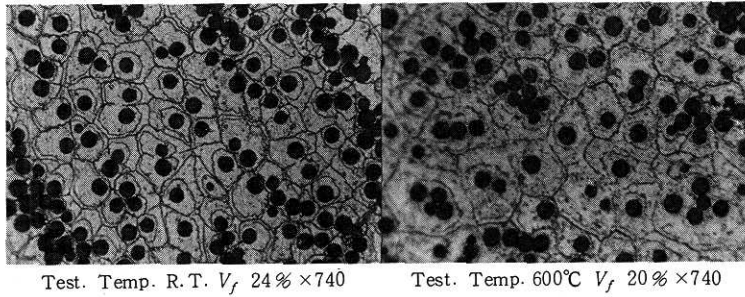


Photo 2 Optical micrograph of CFR-Al

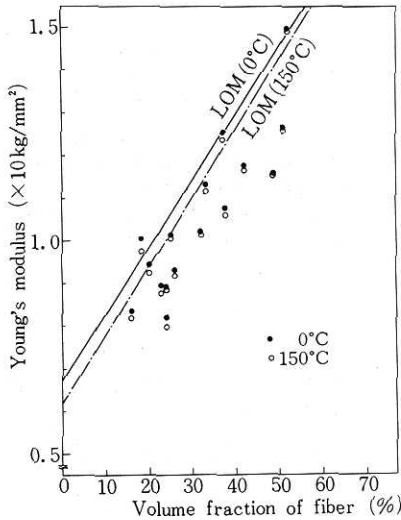


Fig. 5 Young's modulus of composites.

試験においてはマトリックスに再結晶が起こり、高温になるに従ってプルアウトする原因もこの結果から説明出来た。

3.3 複合材のヤング率の温度および V_f 依存性

得られた複合材のヤング率、温度および V_f 依存曲線を図5に示す。若干のバラツキはあるが複合則を上回る値も存在した。なお Tasai の修正係数を求めると平均 0.86 であった。複合則に比較的良く合うといわれている FRP の値が 0.9 である点からみれば、本結果も複合則に近い値であることがわかる。なお $E(T)/E_0 \times 100$ と温度依存性の関係を図6に示した。 V_f の増加に従いヤング率の温度依存性は小さくなる。

4. ま と め

(1) マトリックスの諸特性値 $E_M(T)$, $\sigma_M(T)$, ν_M を得た。

(2) 本方法による複合材の高温特性調査の結果、高温でマトリックス部の再結晶が起こることが確認された。

(3) 高温破壊の特徴としてマトリックス間の粒界でせん断破壊が起こることが認められた。

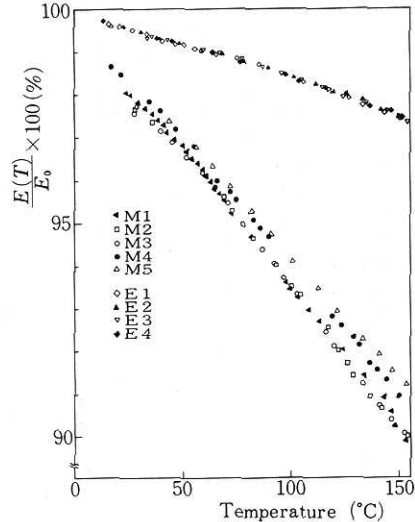


Fig. 6 The relation between temperature and $(E(T)/E_0) \times 100$ (M: Matrix, E: Composite)

(4) 室温から 160°C までの温度範囲で V_f 18 ~ 52% の複合材のヤング率 E_c を測定し、温度 - V_f - ヤング率の関係を得た。

なおこの実験遂行にあたり、ヤング率の測定等指導および協力をたまわった山田教授および山本博士に感謝いたします。(1979年6月11日受理)

参 考 文 献

- 1) 藤井太一: J. of the JSME VoL. 71 (1968) NO.593.P.2
- 2) 網島貞男他: 材料 VoL. 23 (1974) NO. 254 P. 72
- 3) 小林繁夫: 日本複合材料学会 VoL. 23 (1974) NO. 3 P. 27
- 4) 森田幹郎: 複合材料学会定例会資料
- 5) T. OSAKI: Thin Solid Films 45 (1977) 563
- 6) 池上 繁: 複合材料学会定例会資料
- 7) 落合庄治郎: 日本金属学会誌 VoL 41 (1977) NO. 6 P. 625
- 8) 5) に同じ
- 9) 山田嘉昭: 機械の研究 VoL 26 (1974) NO. 9. P. 191
- 10) 竹内洋一郎: 材料 VoL 26 (1977) NO. 282. P. 12