

## 抵抗焼結法で製造した B 繊維-Ti 複合材の 繊維-マトリックス界面

Fibre-Matrix Interface of Resistance-Sintered B Fibre-Ti Composite

明智 清明\*・原 善四郎\*  
Kiyooki AKECHI and Zenshiro HARA

### はじめに

抵抗焼結法で製造した B 繊維-Ti 複合材の機械的性質および組織について前報<sup>1)</sup>で報告したのに続いて、本報ではマトリックス-繊維界面での反応層の形成におよぼす抵抗焼結条件の影響について実験的に検討した結果とその考察について報告する。

### 実験結果

Ti-20 vol % B の抵抗焼結体について、マトリックス-繊維界面に垂直な線分に沿って、B および Ti の分布を EPMA 法で測定した結果の数値を図 1 に示す。図 1-a, は連続通電試料 (入力 101 kVAc/g, 通電時間 1.2 秒), 図 1-b, c はサイクリック通電試料 (正味通電時間 b : 0.7 秒, c : 2.6 秒) である。

繊維-マトリックス界面に形成される反応層の厚さは B 分布値 0 % から 100 % にいたるまでの線分上距離で判定した (Ti マトリックスと繊維間に空隙ができるなどの理由で Ti 分布値から反応層厚を求めると過大となる)。

このようにして求めた反応層の厚さは、連続通電試料

では 15  $\mu\text{m}$  であり、サイクリック通電試料では短時間試料で 1  $\mu\text{m}$  弱、長時間試料では 3  $\mu\text{m}$  である。

### 考察

(1) 顕微鏡組織観察と EPMA 分析の比較: 連続通電試料の破面の SEM 観察では B 繊維を囲んで厚さ数 10  $\mu\text{m}$  の柱状晶の存在が認められた。これと EPMA 分析の結果を比較すると、Ti 柱状晶の基部に 15  $\mu\text{m}$  にわたって B が侵入していることになる。連続通電で通電時間 1.6 秒の場合は、光学顕微鏡観察で B 繊維の直径の縮小も観察された。これは Ti-B 間に著しい反応を生じたことを示すものと考えられる。サイクリック通電試料において顕微鏡組織観察では B 繊維周辺の Ti マトリックスにくらび変わった組織の存在が認められなかったのに、EPMA 分析で厚さ 1~3  $\mu\text{m}$  の反応層の存在が認められたことは、後者の検出精度が良かったことによるもので矛盾ではない。

(2) 反応層の厚さと抵抗焼結条件との関係: 反応層の厚さは上述のように連続通電の場合がサイクリック通電

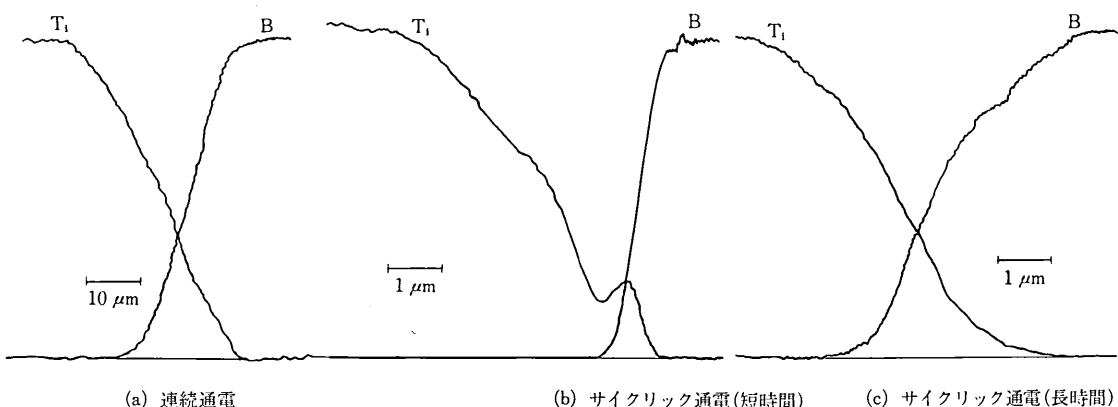


図 1 抵抗焼結された Ti-20 vol % B 繊維複合材の繊維-マトリックス界面近傍の EPMA による線分析

(1) 連続通電, 入力 101 kVAc/g (2) サイクリック通電, 正味通電時間 0.7 秒

(3) サイクリック通電, 正味通電時間 2.6 秒

\* 東京大学生産技術研究所 第 4 部

よりも、また通電方式が同じならば通電時間の長いほうが短いときよりも、それぞれ厚くなっている。これはそれらの条件で試料がより高温に到達するためであるとして定性的には説明できるが、以下にややくわしく定量的な検討をしてみよう。

Ti-B 界面での反応層形成についての研究結果<sup>2)</sup>によれば、反応層の成長は放物線則によるとされ、その成長速度定数が温度の関係として求められている、すなわち温度 TK における反応層厚  $x$  cm、と時間  $t$  秒の間に、

$$x = k\sqrt{t}, \quad k = 0.0501 \times 10^{-5} \frac{5200}{T}$$

という関係があるという。

抵抗焼結中の試料の到達温度を入力および関係物質の比熱データから算出すると(ダイス・パンチへの放熱が無いものと仮定)、本例の連続通電の場合、通電時 1.2, 1.4, 1.6 秒における到達温度はそれぞれ 1240, 1450, 1670°C となる。そこで抵抗焼結操作中の昇温、冷却過程を 0.1 秒ずつに区切り、上式を用いて生成反応層の厚さを算出すると表 1 のようになる(冷却過程は試料表面温度実測例<sup>3)</sup>から類推した)。いずれの場合も、反応層の厚さは数  $\mu\text{m}$  以下と算出され、実測値の 15~25  $\mu\text{m}$  にははるかに及ばない。

このような差が表われた原因としては試料到達温度が上述の推定温度より高かったことが考えられる。事実、顕微鏡組織における B 繊維を囲む柱状晶の存在は、B 繊維の周辺温度が Ti の融点 (1760°C) 以上に達したことを示している。このような B 繊維周辺の温度上昇の要因としては、Ti-B 間の反応熱の発生、Ti-B 間の接触抵抗発熱、生成化合物層の低電気抵抗率 (TiB<sub>2</sub>: 15.2  $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ <sup>4)</sup>, Ti: 62  $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ ) による発熱などが考えられる。TiB<sub>2</sub> の生成熱 (70 kcal/mole<sup>5)</sup>) から、Ti-20 vol % B 複合材中の B 繊維 (直径 200  $\mu\text{m}$ ) に TiB<sub>2</sub> 層が生成するときの試料 (27 g) の温度上昇を概算すると TiB<sub>2</sub> 層 1  $\mu\text{m}$  あたりに 9.38°C となる。

以上の点を考慮すると、連続通電の場合、入力のほか Ti-B 間の反応発熱などが加わって、B 繊維周辺の温

表 1 反応層厚さの実測値と反応速度式による計算値

通電時間 (sec)	入力 (kVA C/g)	推定到達温度 (°C)	EPMAで実測した反応層厚さ ( $\mu\text{m}$ )	通電停止直後の反応層厚さの計算値 ( $\mu\text{m}$ )	通電停止後の冷却過程も考慮に入れたときの反応層厚さの計算値 ( $\mu\text{m}$ )
1.2	101	1240	~ 15	0.11	0.17
1.4	120	1450	-	0.36	0.66
1.6	149	1670	~ 25	0.93	2.41

※連続通電、設定電流実効値 58%, Ti-20 vol % B の場合

度が急速に上昇し、それが反応を促進し、けっきよく、Ti-B 間の反応が加速度的に進行したものと考えられる。

(3) 反応層の厚さと機械的性質との関係: 前報<sup>1)</sup>で述べたように連続通電方式で製造した Ti-20 vol % B 複合材の引張強さは、サイクリック通電方式で製造した同密度比の複合材よりもはるかに劣っていた。そして本報で見たように前者の Ti-B 界面反応層の厚さは、後者の場合の約 10 倍程度である。このことから Ti-B 界面の反応層が厚すぎると複合材の機械的性質が劣化するということができる。

この結論は、Ti-B 系 FRM において、B 繊維が強化の役割を果たすためには反応層の厚さが臨界厚さ<sup>6)</sup> 0.4  $\mu\text{m}$  以下でなくてはならない<sup>7)</sup> という他の研究結果と類似している。

しかし繊維強化複合材における繊維-マトリックス界面の反応層と複合材の強度の関係については、ある程度の厚さをもった反応層の存在が繊維強化の効果を示す例<sup>8)</sup>も知られており、なお一層の検討を要する。

結 論

本報および前報の、抵抗焼結法による Ti-B 繊維複合材の製造に関する研究結果をまとめるのつぎのようになる。

- (1) サイクリック通電方式は連続通電方式にくらべて Ti-B 界面における反応層の成長を抑制できる。
- (2) Ti-B 繊維複合材において、Ti-B 界面の反応層の厚さが大きいときは、複合材の引張強さは低下する。
- (3) 最適条件で製造した Ti-B 繊維抵抗焼結体の高温引張強さは純 Ti 抵抗焼結体よりも高く、室温引張強さにおいても繊維強化の効果が認められた。

(1978年8月16日受理)

文 献

- 1) 明智清明, 原善四郎: 生産研究, 30 (1978) 399, 428.
- 2) R. Naslain, J. Thebault, R. Paillet: Proceedings of the 1975 International Conference on Composite Materials, 1, AIME New York (1975) 116.
- 3) 明智清明, 原善四郎, 坂井敬郎, 板橋正雄: 粉体および粉末冶金, 25 (1978) 219.
- 4) 金属データ・ブック, 日本金属学会編, 丸善 (1974) 126.
- 5) Г. В. Самсонов: Шугоплавные соединения, Москва (1963) 81.
- 6) A. G. Metcalfe: J. Composite Materials, 1 (1967) 356.
- 7) G. K. Schmitz, M. J. Klein, M. L. Reid, A. G. Metcalfe: Air Force Material Laboratory Report AFMLTR-70-237 (Sept. 1970).
- 8) J. Kennedy, G. Geschwind: Proc. Intern. Conf. Titanium, Sci. Technol. 2nd., Mass. Inst. Technol. 4 (1973) 2299.