

図4-10 製造条件とSCR材の外面性状の関係(A2017)

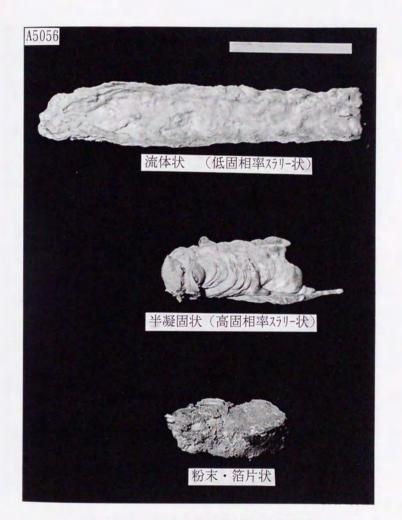


図4-11 SCR材の外面性状 (A5056)

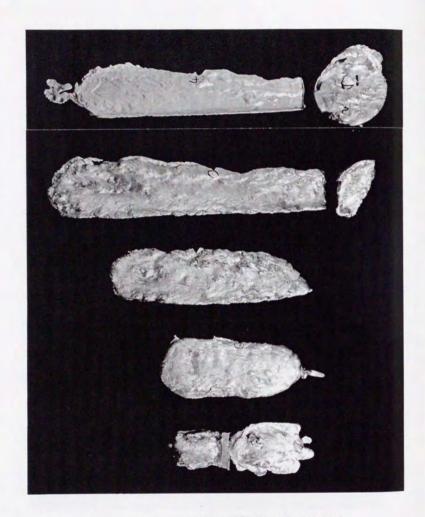


図 4-12 SCR材の外面性状 (ADC12)

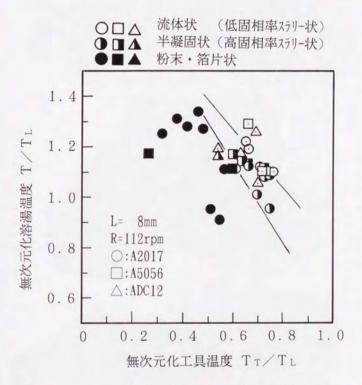
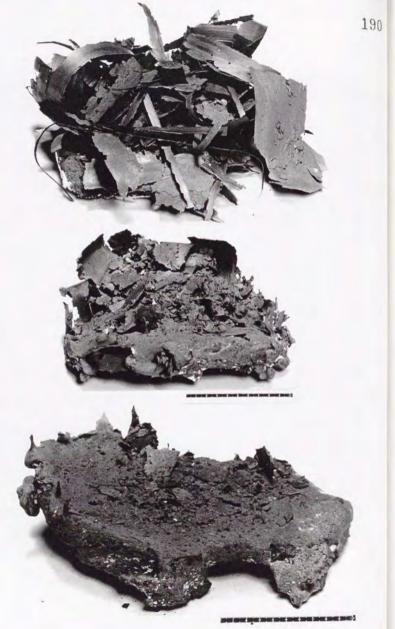


図4-13 処理条件とSCR材の外面性状の関係



(共晶黒鉛鋳鉄FC20相当) 図4-14(a) SCR材の外面性状



(球状黒鉛鋳鉄FCD40) 図4-14(b) SCR材の外面性状



(ステンレス鋼SUS304)図4-14(c) SCR材の外面性状

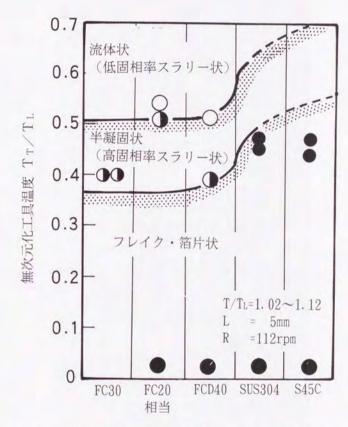


図4-15 工具温度とSCR材の外面性状の関係

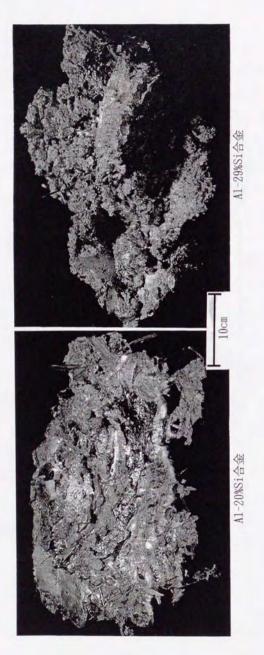


図4-16 SCR材の外面性状

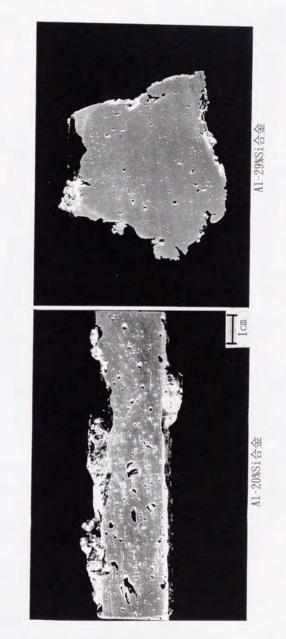


図4-17 SCR材の内面性状

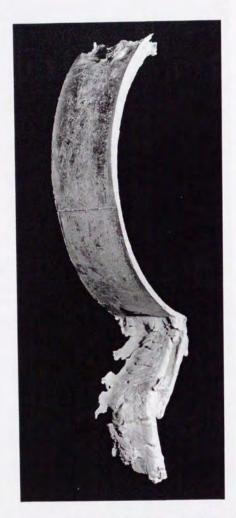


図4-18 SCR処理中の様子 (実際)

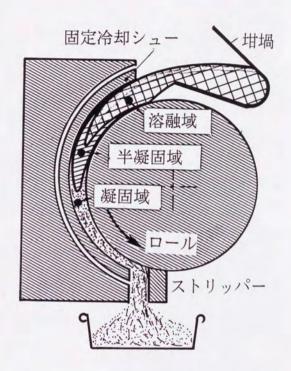
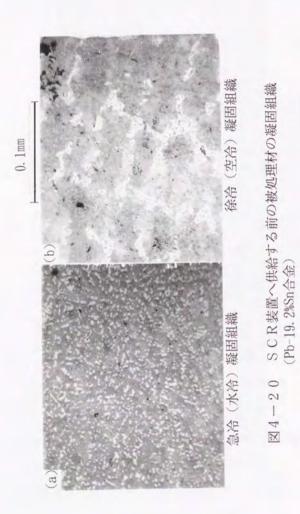


図4-19 SCR処理中の様子(模式図)



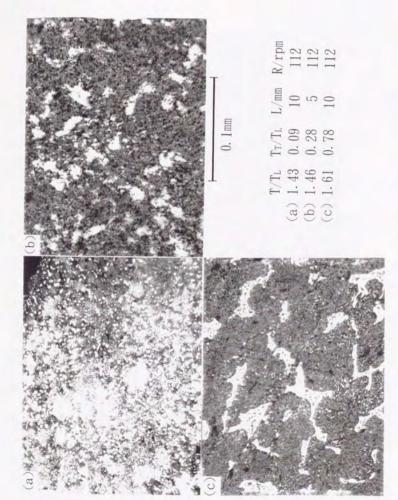
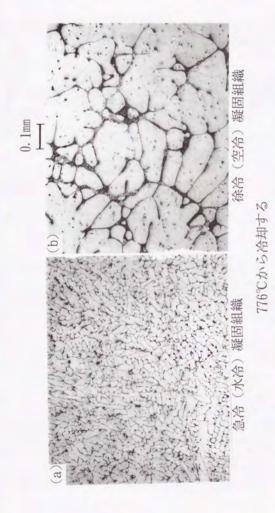


図4-21 SCR処理材の内部組織 (Pb-19.2%Sn)



図4-22 市販材の内部組織 (A2017)



SCR装置へ供給する前の被処理材の凝固組織(A2017) X4 - 23

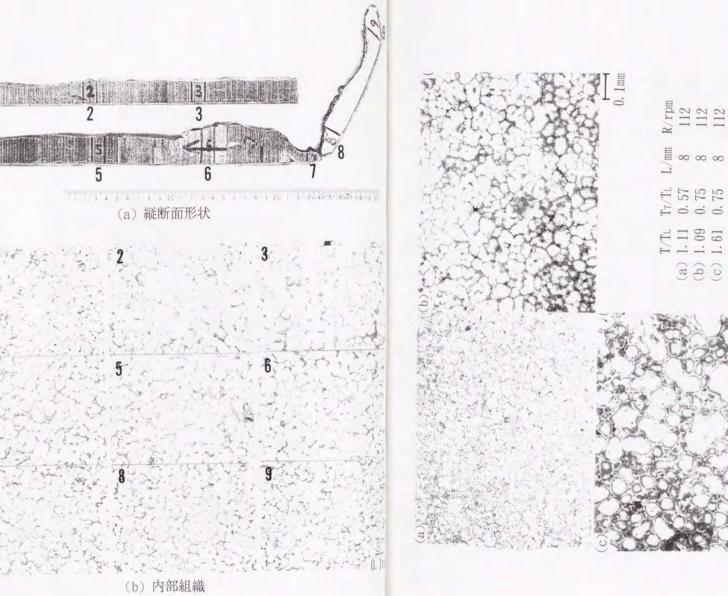
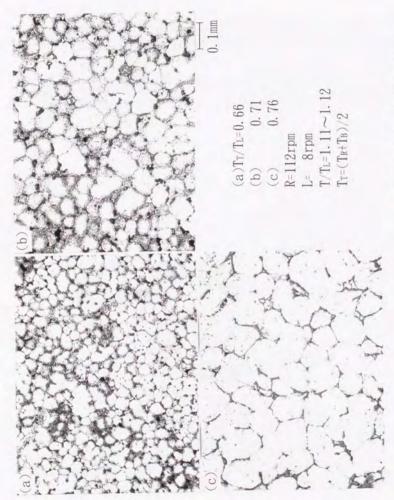


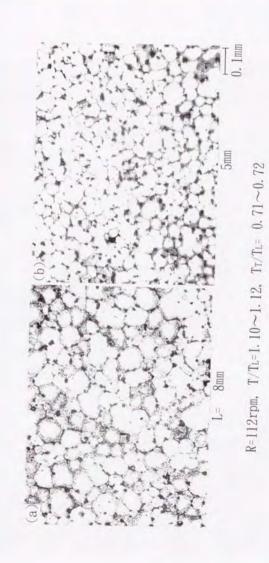
図4-24 SCR処理材の縦断面形状ならびにSCR処理材の 各位置における内部組織(A2017)

202

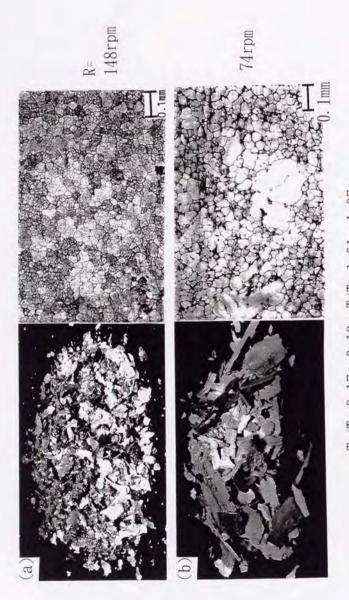
図4-25 SCR処理材の内部組織(A2017)



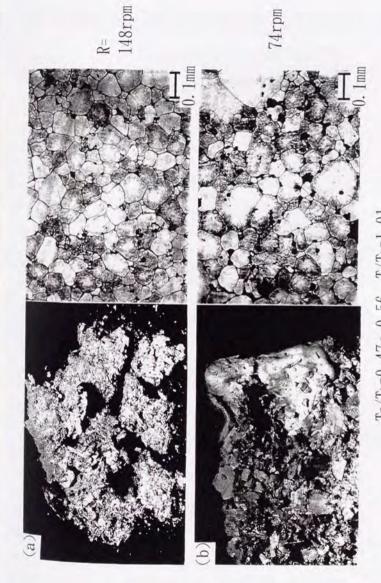
ロール・固定冷却シューの予熱温度がSCR処理材の内部組織におよぼす影響 (A2017) 9 N X 4



ロールと固定冷却シューとの間隙長さSCR処理材の 内部組織におよぼす影響 (A2017) 1 -2 X 4

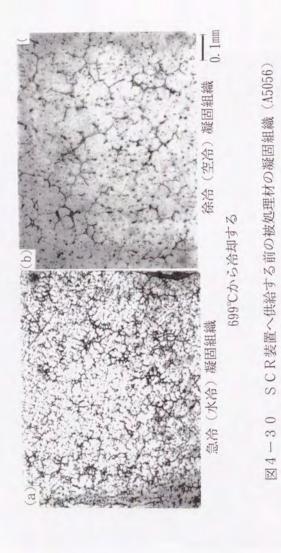


ロール回転速度がSCR処理材の外面性状ならびに内部組織におよぼす影響(A2017)  $T_T/T_L=0.17\sim0.19, T/T_L=1.01\sim1.07$  $\infty$ O X 4



 $T/T_L=1.01$  $T_T/T_L=0.47\sim0.56$ ,

ロール回転速度がSCR処理材の外面性状 ならびに内部組織におよぼす影響 (A2017) 6 CV **X** 4



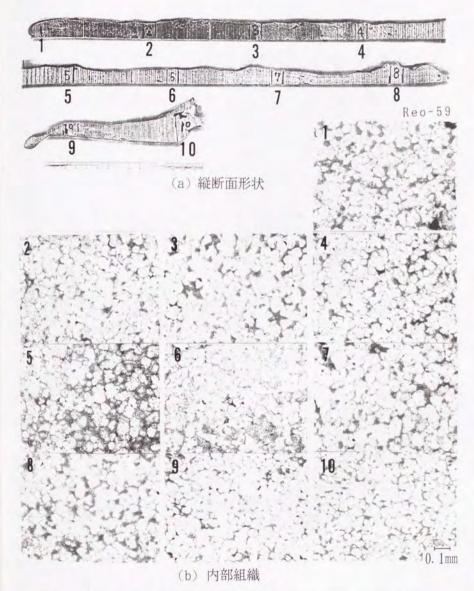
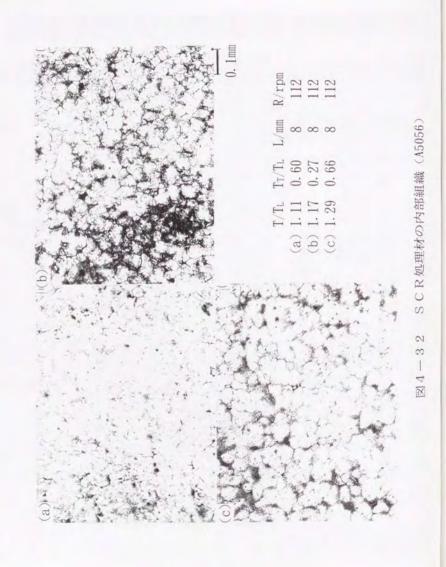


図4-31 SCR処理材の縦断面形状ならびにSCR処理材の 各位置における内部組織(A5056)





SCR装置へ供給する前の被処理材の凝固組織(ADC12) × 4-

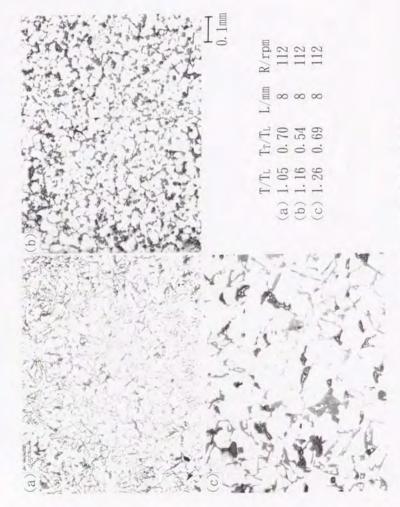
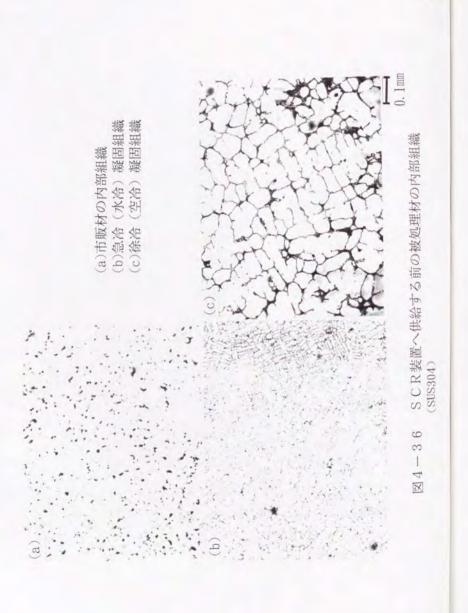
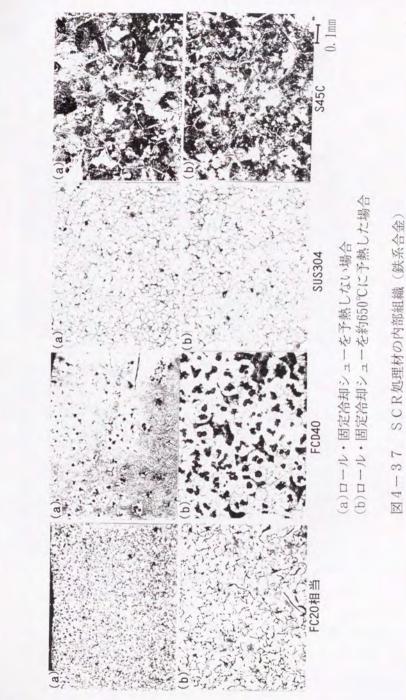


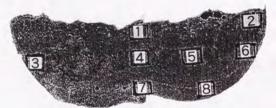
図4-34 SCR処理材の内部組織(ADC12)



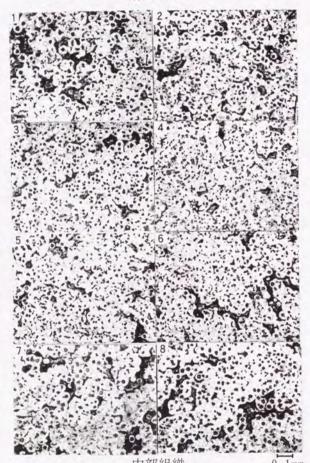
SCR装置へ供給する前の被処理材の内部組織 (FC20相当) 2 3 X 4







断面形状



球状黒鉛鋳鉄(FCD40) T/TL=1.09 TT/TL=0.51

図4-38 SCR処理材の断面形状ならびに断面各位置 における内部組織 (FCD40)

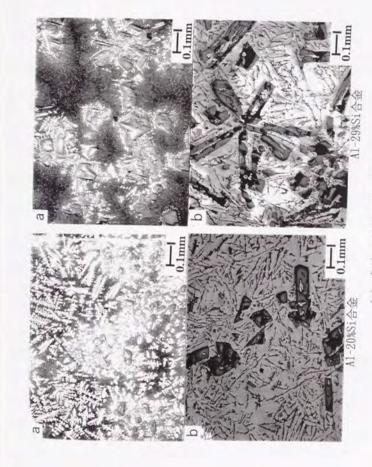
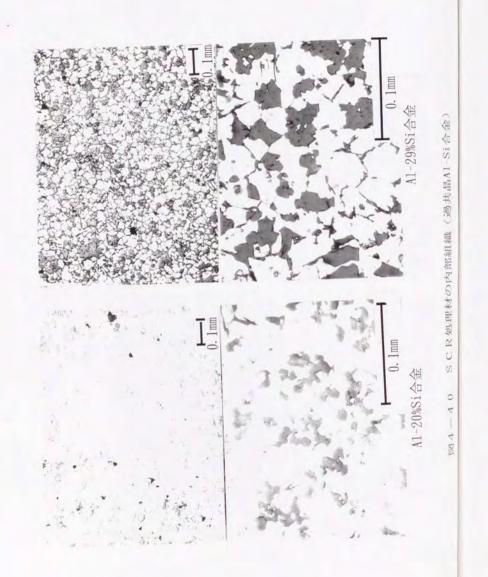


図4-39 SCR装置へ供給する前の被処理材の凝固組織 (過共晶A1-Si合金)



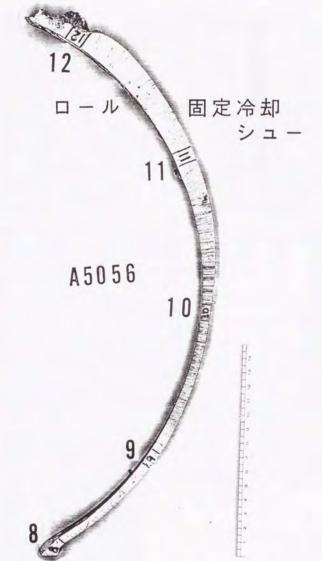


図4-41 SCR処理中にロールと固定冷却シューの間隙内で凝固 した被処理材の幅方向中心位置における縦断面形状 (A5056)

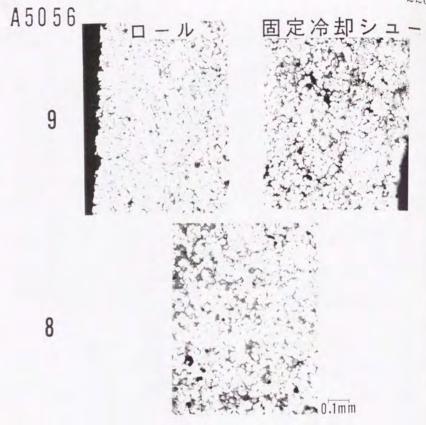
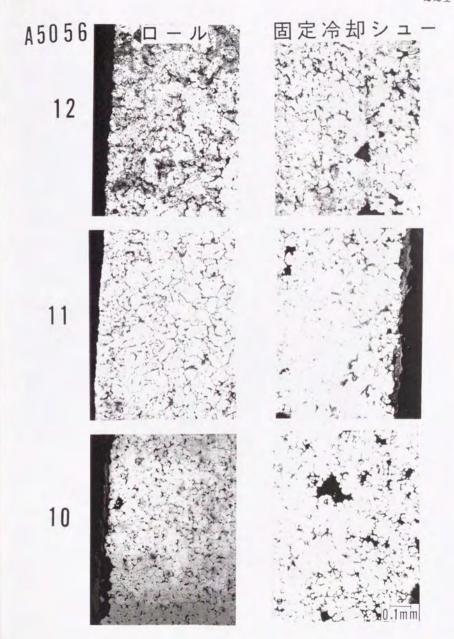
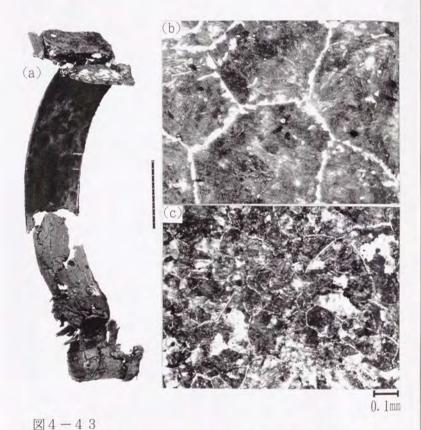


図4-42 SCR処理中にロールと固定冷却シューの間隙内で凝固した被処理材の各位置における内部組織(A5056)





ロール・固定冷却シュー間隙内での処理材の流動状況(a)、 入口付近に残留した溶湯の空冷凝固組織(b)、 ならびに排出されたSCR処理材の空冷凝固組織(c) (S45C)

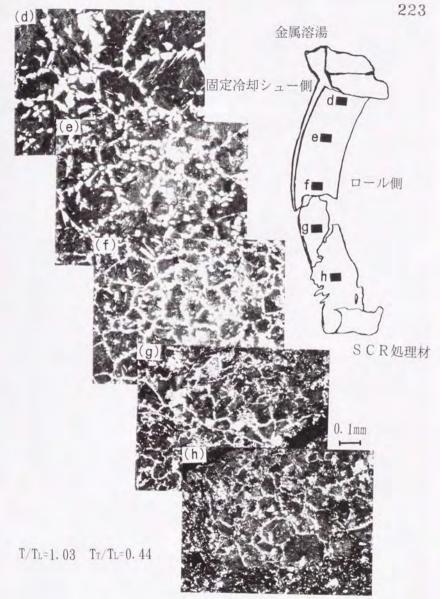
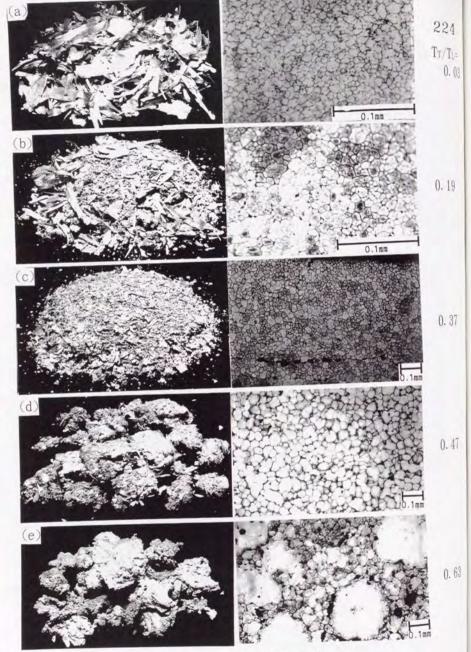
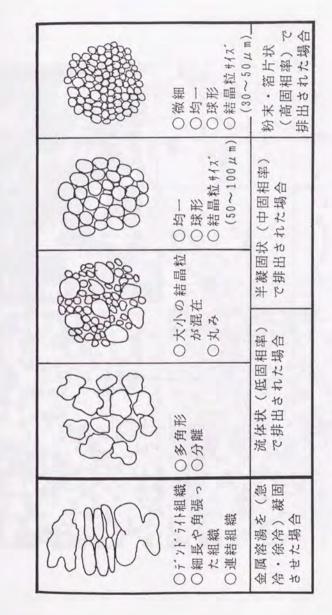


図4-44 SCR処理中にロールと固定冷却シューの間隙内で 凝固した被処理材の各位置における内部組織(S45C)

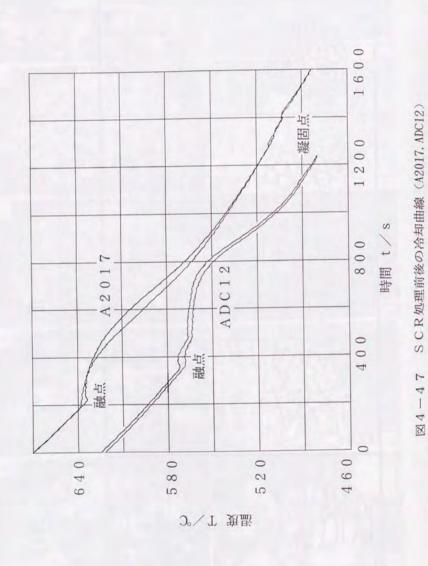


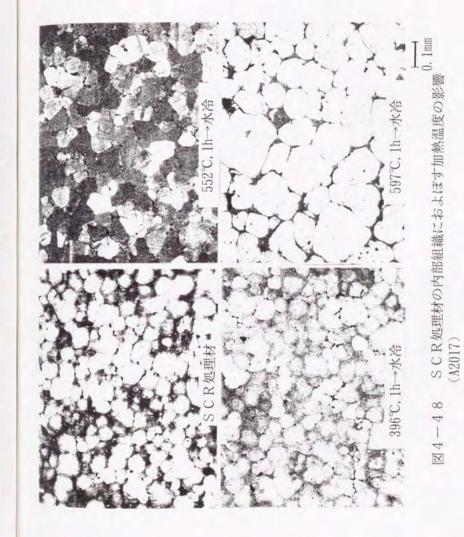
R=324rpm, T/TL=1.00 $\sim$ 1.03

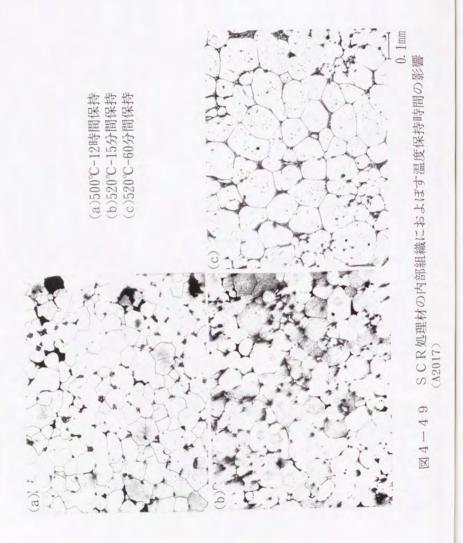
図4-45 ロール・固定冷却シューの予熱温度がSCR処理材の 外面性状ならびに内部組織におよぼす影響(A2017)



SCR処理材の外面性状と内部組織の関係のまとめ 9 X 4







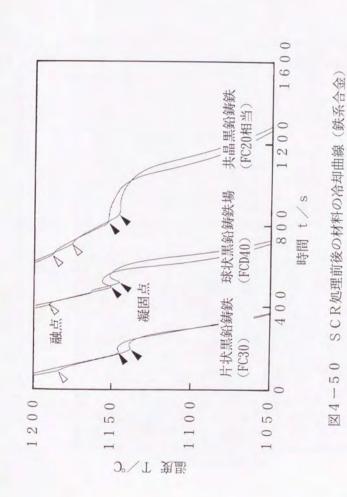
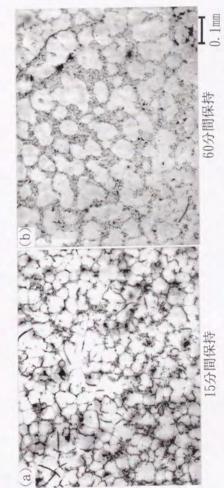




図4-51 SCR処理材の内部組織におよぼす加熱温度の影響 (FC20相当)



SCR処理材の内部組織におよぼす温度保持時間の影響 (FC20相当) 5 2 × 4

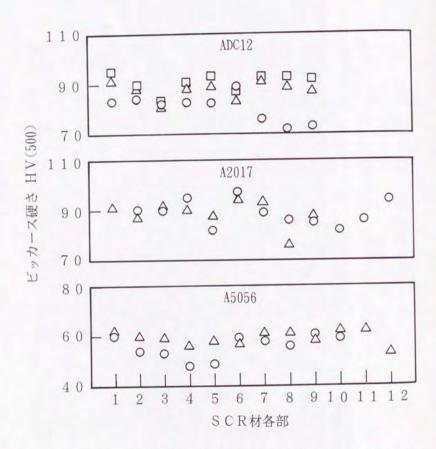
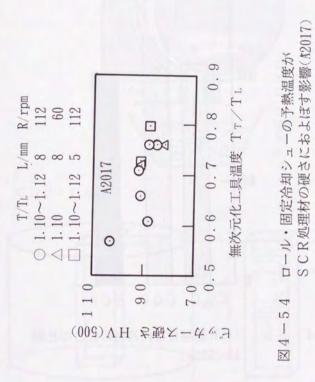


図4-53 SCR処理始めから終わりに至る処理材各部の硬さ



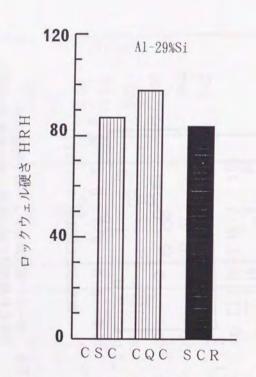
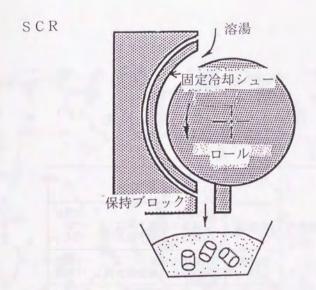


図4-55 SCR処理材と鋳造材の硬さの比較 (A1-29%Si)



 CQC・CSC

 25

 金型

 H 横方向

 V 縦方向

 Ø 120

試験片

図4-56 圧縮試験片の採取方法ならびに試験片寸法

表 4-3 圧縮条件一覧表

	材質	A2017, A1-29%Si	
試験片	作製法	①SCR法 ②鋳造1(金型予熱なし) ③鋳造2(金型予熱あり)	-SCR材 -CQC -CSC
	熱処理	①製出のまま ②溶体化処理後焼き鈍し	-F処理 -T処理
	寸法	直径10mm, 高さ15mm	
試験温度		①室温 ②450℃	
ひずみ速度		約0.5s <sup>-1</sup>	
端面潤滑		①グリース(室温) ②黒鉛(450℃)	
試 験 機		カムフ°ラストメーター	

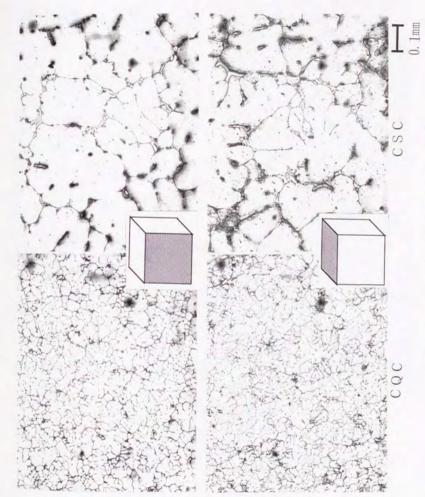
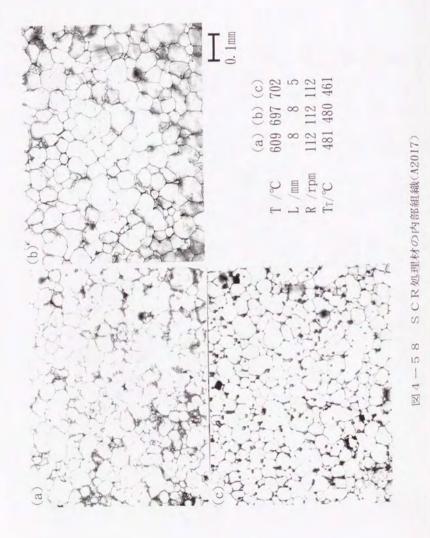
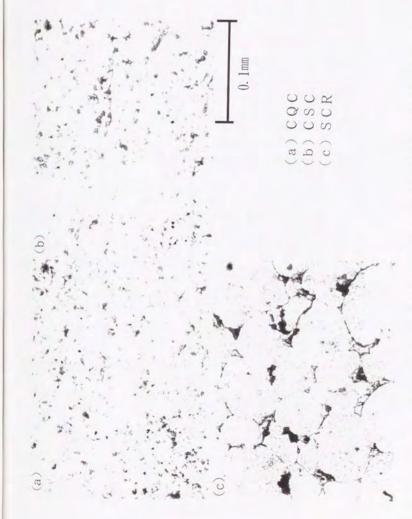
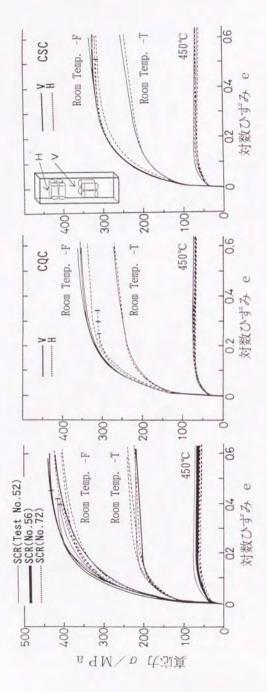


図4-57 金型鋳造材の内部組織(A2017)





溶体化処理後焼き鈍しした圧縮試験片の内部組織(A2017) 



真応力-対数ひずみ線図(A2017) 図4-60

= k ε "近似式におけるkとnの値 6 4 表4

0

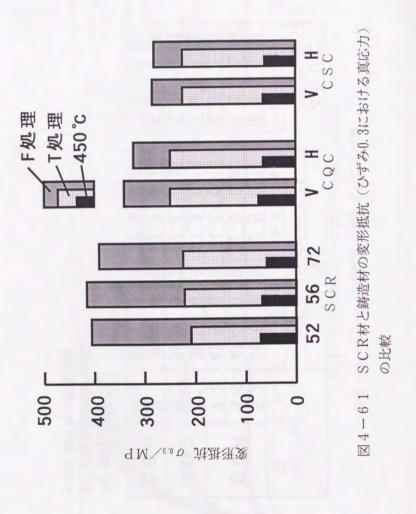
2

/		K	HAD	則		4
			*		T * 2	
	/	×	2	×	L	
					0.12	6.8
SCR						7
	72	43.9	0.18	24.8	0.15	0.9
000	*	1				7
7	* * H					7
000	>	36.3				9
2	H					7

0.04 0.05 0.05 0.05 0.05 0.05

416
116
0
田
數
-
*

\*2 溶体化処理後焼き鈍し \*3 V:縦方向 H:横方向



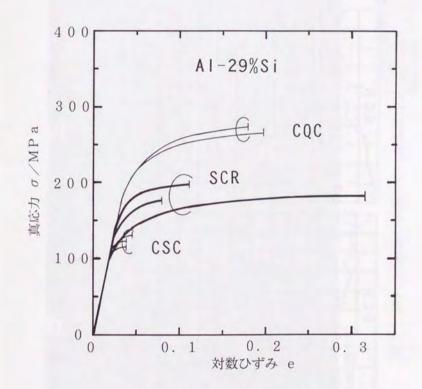
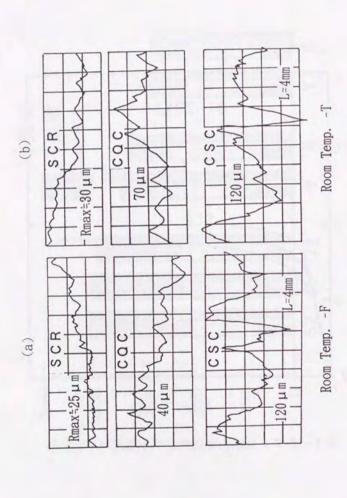


図 4-62 真応力-対数ひずみ線図(A1-29%Si)



圧縮後の試験片側面(自由面)のあらさ 図4-63

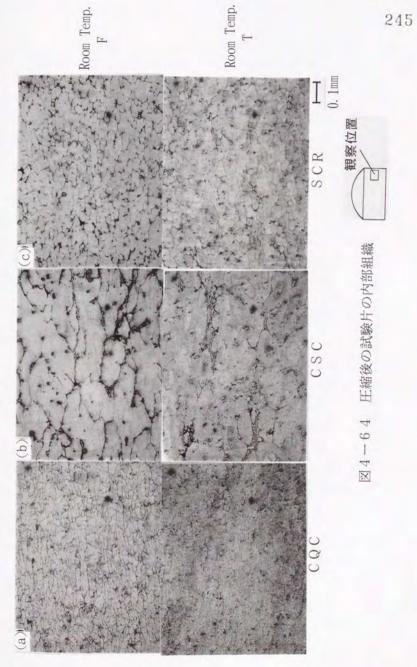
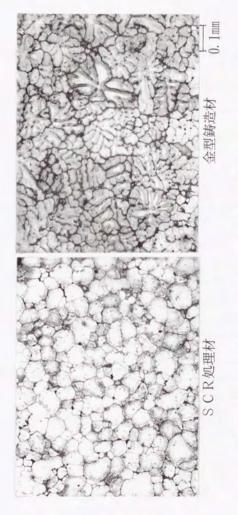


表4-5 押出し加工条件一覧表

試験片	材質	A2017
	作製法	①SCR法 ②金型鋳造法
押出し	温度	450~558°C
ラム速	度	0.6~0.7mm·s <sup>-1</sup>
押出し	比	① 16 ②100
ダイス(穴径・		① 4-8mm ②10-8mm
コンテ	ナ内径	40mm
潤	滑	無



被加工材に用いたSCR処理材と金型鋳造材の内部組織(A2017) 図4-65

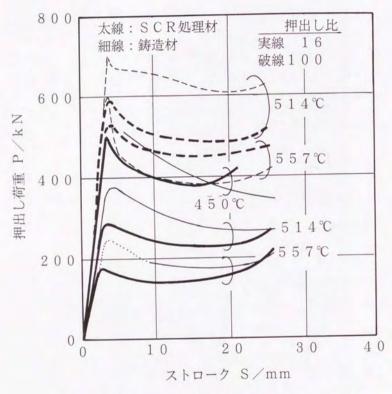


図 4 - 6 6 押出し荷重ーストローク線図 (A2017)

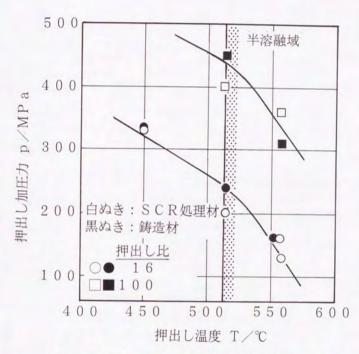
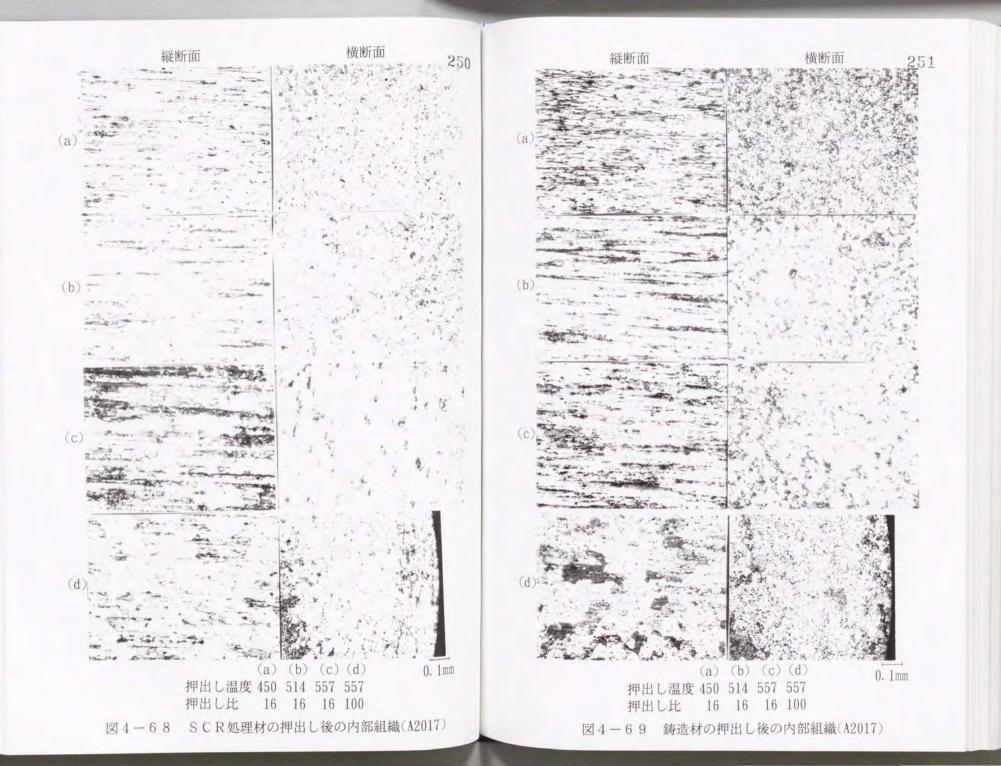


図 4 - 6 7 押出し加圧力と押出し温度の関係 (A2017)

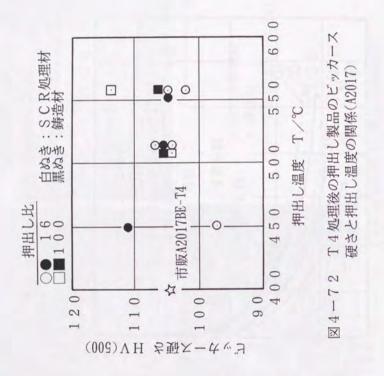




000 18 4 ①514 鋳造材 ②514 SCR処理材 ③557 鋳造材 ④557 SCR処理材 : T 4 処理材 12 e/% 0 材質 : F材 ひずみ 9 0 150 5 0 300 0

B 引M\D 代為颞尾

一軸引張試験結果(A2017) **X** 4



## 第5章 半溶融押出しの基本特性の検討

## 5. 1 緒言

固体金属材料が加熱され半溶融状態になると、変形抵抗の低下、流動性・接合性・撹拌性・混合性の発現が起こり、通常の固体状態にはない特性が現れる。こうした特性を利用し、新しい製造・加工技術の開発を目指した研究が様々な角度から行われてきている。半溶融押出しもその一つである。

半溶融押出しの研究は1970年初期、木内ら<sup>3) 4) 8)</sup> によって始められた。当初、 半田<sup>18)</sup> やアルミニウム合金<sup>6) 6) 8)</sup> などの低融点合金を対象として行われたが、近 年、鉄合金<sup>38)</sup>、マグネシウム合金<sup>43)</sup>、金属とセラミックス粒子との複合材料<sup>34)</sup> <sup>42)</sup> など高融点合金ならびに実用合金へと研究対象が広がり、また、FEMを用い た半溶融押出しの数値解析の研究<sup>38) -40)</sup> なども行われるようになってきた。

なお、半溶融押出しと類似した溶湯からの直接押出しの研究が1970年代初期に 長田ら<sup>13</sup>、千々岩ら<sup>23</sup>によって行われているが、これは成形を主目的とした鋳造 の範疇に属し、固体金属の塑性加工の延長にあって加工を目的とした半溶融押出 し法とは基本的に異なる。

半溶融押出し法は、半溶融状態のビレットをコンテナに入れ、温度管理された ダイス孔からの材料の流出のみを許容する半密閉状態で圧力を加え加工する方法 である。したがって、半溶融押出し法は半溶融鍛造法や半溶融圧延法など他の半溶融加工法と比較し、流動や変形の自由度が低く、内部の固相成分や液相成分が それぞれ単独では流動しにくい状態となるために、定常かつ安定した加工を行いやすい方法であるといえる。しかし、半溶融押出しに関する研究はダイキャスト 法や溶湯鍛造法などと比べ少なく、基礎データも十分でなく、いまだ実際の生産技術となり得ていない。

本章では、木内らが始めた半溶融押出し法の研究を引継ぎ、基礎データの収集 と、半溶融押出しの新たな可能性を見い出すことを目的とし、下記に示す課題に 対し検討を行う。

- (a)小荷重・高加工率を目指した棒線管材の加工、
- (b)アルミ合金どうしを同心円状に積層した複合棒線材の加工、
- (c)粒子強化複合棒材の製造と加工、
- (d)チタン短繊維強化複合棒材の製造と加工、
- (e)炭化珪素短繊維強化型複合棒材の製造と加工

# 5. 2 棒線管材の加工が100110120160270310370410

#### 5. 2. 1 はじめに

冷間・熱間押出しにおいては、被加工材材質からみて押出しし易いものとそうでないものとがある。例えば、アルミニウム合金の場合では、JIS2000番系や700 0番系の材料はジュラルミンあるいは超超ジュラルミンと称され、合金化率が高く、一般に押出しし難い材料として知られている<sup>250</sup>。このような難加工材料を従来の冷間・熱間押出し法によって加工するには、比較的小さなリダクションで工程数を多くして行わなければならない。半溶融押出しは、そのような難加工材料の押出しが容易に達成できる加工法である。

本節では、Pb-19.2%Sn合金・A1-5.7%Cu合金・A2017・A7075など難加工材料を対象とし、半溶融押出しにおける

- (a)ダイス出側温度と残留液相成分の検討、
- (b)押出し荷重とストロークの検討、
- (c)押出し加圧力と固相率の検討、
- (d)製品の機械的特性の調査、
- (e)製品の表面性状の観察、
- (f)製品の内部組織の観察、

を行い、半溶融押出し法の特徴や製品の特性について検討する。

## 5. 2. 2 実験方法および実験条件

研究に用いた供試材は、自製したPb-19.2%Sn合金、A1-5.7%Cu合金の二元合金および市販のA2017、A7075の多元(実用)合金である。これらはいずれも半溶融温度域すなわち凝固終了点から凝固開始点に至る温度域が広く、半溶融状態を温度によって制御することが比較的容易である。ビレットの形状寸法およびダイスの形状寸法を表5-1にまとめて示す。なお、ビレットについては、Pb-19.2%Sn合金とA1-5.7%Cu合金は鋳造した棒材を切削加工し、A2017とA7075は市販の押出し棒材を切削加工し所定の寸法に仕上げ使用した。またダイスの材質は熱間ダイス鋼SKD61である。

本実験で採用した半溶融押出し工程は熱間押出し行程と基本的には同じである。 すなわち、加熱したビレットをコンテナに挿入し、ラム(ポンチ)を介して加工 力を付与し、ダイスを通して所要の製品に押し出す、である。半溶融押出しでは、 固相率が約80%以上であればビレットはいまだ固体状態にあるので熱間押出しと同 様に取り扱うことができる。固相率が約80%より低くなるとビレットは自重で崩れ る場合があり、その場合には、ビレットの加熱や取り出しそしてコンテナへの押 入には適当な容器あるいはパレットを用いて保持する必要がある。

押出し装置としては最大荷重100トンの権利油圧式試験機を用いた。ビレットな らびにコンテナの加熱には上記装置に組み込んだ高周波誘導加熱炉を用いた。 ポ ンチ・コンテナ・ビレット・ダイスの予熱は各押出し試験片の材質ごとに異なる。 47075の場合には、ポンチ・コンテナ・ビレット・ダイスを所定の位置にセットし た後、これらを同時に加熱する方法を採用した(以下この方法を同時加熱方式と 呼ぶ)。Pb-19.2%Sn合金の場合は、上記の同時加熱方式をとりつつさらにダイス に空冷用の孔をあけ(図5-1参照)、これに圧縮空気を吹き込むことによりダ イス出側の強制冷却を行い、ビレット温度に対するダイス出側温度を変化させた 実験を行った(以下同時加勢+強制空冷方式と呼ぶ)。これによって製品性状の 変化および安定な押出しの可・不可について検討した。A1-5.7%Cu合金の場合には、 上述の同時加熱方式の他に、まずポンチとダイスは室温に保ったままの状態にし ておき、コンテナとビレットだけを予熱し、押出し開始直前にこれら全部を所定 の位置にセットするダイス予熱なし方式、との2通りの方法で行った。同時加熱 方式の場合はビレット固相率が70~100%の範囲まで押出しが可能であり、ダイス 予熱なしの場合はビレットの固相率が0~100%の範囲まで押出しが可能である。そ の他製品の形状や寸法など実験条件をまとめて表5-1に示す。

さらに、押出された製品の機械的特性を検討するためにA1-5.7%Cu合金を対象とし一軸引張り試験を行った。図5-2には押出し後の棒材の形状寸法および引張り試験片の採取位置を示し、図5-3には引張り試験片の形状寸法を示す。なお一部の引張り試験片には試験片標点間中央部の軸方向にひずみゲージを貼付し、変形初期のひずみ測定をもあわせて行い、引張り試験の精度の向上を目指した。他にマイクロビッカースによる製品模断面の硬さ試験および光学顕微鏡による内部組織観察をも行った。

#### 5. 2. 3 実験結果および考察

(1) ダイス出側温度と残留液相成分の関係

図 5 − 4 は、Pb-19.2%Sn合金の半溶融押出しの際に、同時加熱方式に加えてダイス冷却用圧縮空気の圧力を変化させた結果生じたビレット温度とダイス出側温度ならびにコンテナ温度の相違を示す。ただし、ここでいうダイス出側温度は、図 5 − 1 に示した測定位置からもわかるように、ダイス面直下での温度であることに注意されたい。例えば5kg/cm²の圧縮空気で強制空冷を行うと、強制空冷しない場合と比較してダイス出側において約50℃の温度の低下が起こることがわかる。

図5-5は(ダイス出側温度-固相率)座標面上で安定な押出しの可・不可の 判別を行った結果を示す。ここで押出し不可とは、液相成分の過多などに起因す るトラブルから押出しそのものが安定的に行われ得なかったことを意味し、健全 な製品が得られなかったという意味ではない。また、押出し可を示した範囲にお いても製品表面にクラックが発生した場合が含まれている。したがって、健全な 製品を得るための加工条件としては別の見地からの検討が必要であり、ここでは 半溶融押出しの安定性について検討を行う。図の結果は、半溶融押出しを安定的 に行うためにはダイス温度には許容される上限が存在するといえるが、このこと は別の見地からいえば、押出されてくる製品に含まれる液相成分の量には許容さ れ得る限度があり、それ以上の量の液相成分が含まれる場合には安定的な押出し が期待できないことを意味している。許容され得るダイス温度は、ビレット・製 品・ダイスあるいはダイスホルダーなどの形状寸法ならびに熱的特性 (熱容量) によって定まるものと考えられ、その具体的数値は個々のケースによって異なり、 この場合その数値を云々することはあまり意味がない。しかしながら、押出され た製品に残留し得る液相成分の量に関しては検討の余地がある。例えば図5-5 において、ビレットの固相率が高い範囲では、ダイス温度がビレット温度より高 くても押出しが可となる場合があり得ることが示されている。そこで、このダイ ス温度限界線と被加工材の温度一固相率の交点に注目してみると、少なくてもこ の温度、換言すればこの固相率で製品が押出されてきても問題はないと考えるこ とができる。実際には、ダイス面温度あるいは押出されてくる製品の温度はここ でいうダイス温度よりも高いと考えられるので、許容される製品の固相率はさら に低くてもよいことになるが、その値の確定はされていない。ここで示したPb-1 9.2%Sn合金の結果から推定して、押出し時に製品内に残留し得る液相成分の限定 量は少なくとも5~10%程度と考えることが可能である。

#### (2)押出し荷重とストロークの関係

図5-6は、同時加熱方式によるA7075とA1-5.7%Cu合金の押出し荷重P-ストロークS線図を示す。固相率の低下とともに押出し開始時の荷重の立ち上がりが緩やかになり、また定常押出し時のPのレベルが大幅に低下することがわかる。

図5-7は、ダイス予熱なしによるA1-5.7%Cu合金の押出し荷重P-ストローク S 線図を示す。図から、(a) 固相率の低下とともに押出し初期の荷重の立ち上がり が緩やかになること、(b) 固相率が概略80%以下の押出しになるとピーク荷重が現れなくなること、また(c) 固相率が80ないし70%以下の押出しになるとストローク に対して荷重が単調に増大してくること、などがわかる。荷重の立ち上がりが緩やかになること、およびピーク荷重があらわれなくなることは、ビレット中の液 相成分の挙動と関係がある。すなわち、押出し開始時には通常液相成分がビレット先端に向かって流動を始め、液相成分自体あるいは液相成分が過多に遍在する

部分が少量押し出される傾向があり(図5-11を照)、また固相率の低下とともにその傾向が助長され、このことが荷重の立ち上がりが緩やかになり、ピーク荷重があらわれなくなるといった上述の結果をひき起こすものと考えられる。さらに固相率が80%ないし70%以下の押出しになると荷重が増加し続ける傾向を示すのは、この場合ダイスとボンチは室温に保たれた状態から押出しが始まるので、押出し過程でビレット温度が低下し固相率が実質的に上昇してくるためであると考えられる。なお、固相率が50%以下の押出しの場合に荷重の立ち上がりが途中から急に高くなるのは、固相率がこの程度に低くなると、コンテナの中でビレットが自重により変形し、押出し開始時にはダイス前面に素材が充満していないことに起因している。

#### (3)押出し加圧力と固相率の関係

図5-8は、A1-5.7%Cu合金の同時加熱方式とダイス予加熱なし方式とを比較させ、固相率に対する押出し加圧力の変化を示す。ここでいう押出し加圧力とはストロークが20mmの位置での押出し荷重をビレットの断面積で割った値である。図から、ダイスを強制冷却する方式またはダイス予熱なし方式では、押出し加圧力pの値が全般的に高くなると同時に固相率の低下にともなうpの低下の度合いが少ないことがわかる。この結果は、すでに指摘したように、ビレット自体の固相率は低下してもダイスを通過する被加工材はダイスにより冷却され、実質的に固相率が上昇した状態で押し出されるためであると考えられる。特にダイス面に接触する部分は凝固していることも予想される。A1-5.7%Cu合金において、押出し時のビレットの固相率を零パーセントに近づけても、その押出し加圧力pが固相率85%の同時加熱方式のpにほぼ等しいことは、換言すればダイス内ではその程度にまで冷却されていると考えることができる。

図5-9は、A1-5.7%Cu合金とA7075の場合について、棒材と管材の無次元化押出し加圧力(p。=同時加熱の場合の押出し加圧力を第2章で示した(σ₁)・。。 4で割った値)と押出し比との関係を示す。A1-5.7%Cu合金とA7075の両者の無次元化押出し加圧力の値が各押出し比に対してほぼ等しいことから、液相成分が押出し時のビレットの変形流動を容易化する効果が同一の押出し条件ではほぼ同程度であることが推定できる。またこの結果は、一軸の圧縮変形抵抗の液相成分の存在による低下の度合いが材質によらずほぼ同じ割合で起こるという第2章で示した結果とも対応している。なおさらに、固相率が概略70%以下の押出しでは、無次元化押出し加圧力の値が、いわゆる理論解で求めたダイスおよびコンテナ壁面の摩擦係数が零の場合の値にほぼ一致してくることがすでに確認されている。

#### (4)製品の表面性状

表 5-2 は、同時加熱方式におけるA1-5.7%Cu合金およびA7075の製品の表面性状の結果を示す。表面性状の良否の判定は目視により行った。表から、薄物や細物の押出しに良い結果となっていることがわかる。また、難加工材のA7075の場合においても健全な押出し製品が得られていることがわかる(図 5-1 0 参照)。

図5-11は、A1-5.7%Cu合金をダイス予熱なし方式で押出した際の押出し製品 先端の不良例を示す。例えば、ビレットの固相率が0%での押出しでは、先端から 100mm程度(製品全体の長さの1/5)は液相成分自体あるいは液相成分が過多に偏 在する部分が先行し、そのあと塑性変形を受けた健全な製品が押出されてくるこ とがわかる。

#### (5)製品の機械的特性

## a) 引張り荷重と変位の関係

図5-12は、ダイス予熱なし方式の場合の半溶融押出し製品(製品外径 φ 10 nm)の一軸引張り試験より得た引張り荷重-変位線図である。各曲線は数本の試験片の平均値を示してある。また半溶融押出し製品の半径方向の引張り特性の変化を見るために、外径を削り、異なる3種類(φ8・φ6・φ4nm)の平行部直径をもつ試験片を作製し、引張り試験を行った結果をも同時に示してある。同時加熱方式の製品に比べて、ダイス予熱なし方式の製品の方が引張り荷重の立ち上がりがやや大きく、全般的に伸びが少ない傾向にある。

図5-13は、同時加熱方式の押出し製品におけるひずみ0~1%範囲での引張り 応力-ひずみ線図を示す。この場合も数本の試験片の平均値を示す。この結果からも押出し時の固相率の相違による引張り応力-ひずみ線図の相違は明瞭であり、 固相率の低下とともに降伏応力および変形抵抗が低下してくることがわかる。半 径方向にみた特性の変化は、上述の微少ひずみの範囲では差異はない。

## b)引張り強さ・硬さ・伸び

図5-14は、押出し時のビレットの固相率と製品の引張り強さの \*\* および伸び 率 E、 との関係を示す。図中、同時加熱方式の場合と、ダイス予熱なし方式の場合 についてそれぞれ区別し記してある。図から、(a) 引張り強さに関しては同時加熱 方式の場合と、ダイス予熱なし方式の場合とでほとんど相違がないこと、(b) 固相 率が低下すると引張り強さは急速に低下することなどがわかる。固相率に対する 引張り強さの変化は、第2章で示した半溶融状態での一軸圧縮試験における固相 率に対する変形抵抗の変化に類似している。同時加熱方式の場合と、ダイス予熱 なし方式の場合とで伸び E、 は大きく異なり、同時加熱方式では固相率の低下とと もにELは現象する傾向を示すのに対し、ダイス予熱なし方式では伸びは全般的に低く、かつ固相率の低下とともにやや上昇する傾向を示す。これらの結果はダイス予熱なし方式においては被加工材がダイスを通過する際に急冷されることに起因しているものと考えられるが、製品内部の組織や粒度分布などについての厳密な対比がいまだ行われていないので、この問題に関する検討は今後の課題である。

図5-15は、ダイス予熱なし方式の半溶験押出しによって得られた外径10mmの丸棒製品を、平行部直径が8・6・4mmに削り、引張り試験によって得られた伸びと固相率の関係を示す。図から明らかなように、製品の半径方向に見た各位置での伸び $E_L$ の差は大きく、中心軸に近い部分ほど $E_L$ が低下することがわかる。

図5-16には、同様に、平行部直径が8・6・4mmの試験片から得た引張り強さ $\sigma$ s、およびその横断面上の硬さ分布に対する固相率の影響についての測定結果を示す。これらの結果から、引張り強さおよび硬さについての各製品間での相違はほとんどなく、ほぼ一様であるといえる。ただし、引張り強さがそうであるように、硬さについてもビレットの固相率の低下とともに急激に減少していることがわかる。

図5-17は、A2017の押出し比16で半溶験押出しした製品の引張り強さ・伸びと固相率の関係を示す。図5-16と同様に、平行部直径が8・6・4mmの試験片を作製し、引張り速度10mm/minで試験を行った。固相率の高い製品ほど引張り強さは大きく、また製品の半径方向に見た各位置での引張り強さの差は少ない。この結果は、図5-16に示すA1-5.7%Cu合金による引張り試験結果ともよく対応している。一方、伸びについては、固相率が高くなるほど小さくなり、直径8mmの試験片の場合は他の直径6mm、4mmの伸びよりも小さな値となっている。この結果は図5-15に示す製品の半径方向に見た各位置での伸びの結果とは逆になっているが、その原因については、押出し製品の半径方向の偏析の相違によるものか、固相率の偏りによるものか不明である。

図5-18は、A2017の半落験押出しした製品の半径方向位置のマイクロビッカース硬さを示す。表面の位置が0である。図から、固相率の高い製品ほど硬さも大きいが、半径方向位置による硬さの変化は少ないことがわかる。また、押出し方向位置による硬さの相違を調べるために、長さ600mmの押出し製品について40から100mmごとの位置での硬さを調べた結果、押出し材の先端から約50mmを除けば、どの位置においても硬さはほぼ一定しており、加工中の温度変動にともなう硬さへの影響は少ないことがわかる。

#### (6)製品の内部組織および成分分析結果

図5-19は、半溶融押出し製品の内部(中心部)組織の観察結果を押出し時

のビレット固相率に対応させて示す。図から、半溶験押出しでは、結晶粒が押出 し方向に多少展伸され異方性をおびてくるものの、依然結晶粒の判別は可能であ り、冷間・熱間押出しにおいて一般に観察されるほどの繊維状組織の発達は見ら れない。固相率が0%の押出しでは、中心部に鋳造組織が残留してことがわかる。

図 5-20 は、 $\Delta 2017$ について、固相率 30%で半溶融押出しした製品の二次電子像による観察例を示す。図(a)では、細長くて比較的大きな析出物(長さ:10  $\mu$ m から数  $\mu$ m)が結晶粒界上に、あたかも網目状(あるいは亀の子状)の組織となって現れている。また、粒界あるいは粒内にはさらに大きな塊状の析出物があり、マトリックス中には数  $\mu$ m以下の微細な針状の析出物が全面に分散していることが観察される。図(b)は図(a)とは異なった位置の観察例であり、細長い析出物に囲まれた網目状組織が偏在している様子がわかる。押出し材の表面近くではこの網目状組織だけが観察されるが、中心付近では視野全体が網目状であったりあるいは粒界上の片状析出物が少なくて微細な析出相のみであったりする場合があった。なお、固相率が70%の場合でも同様なことがいえる。

A2017の半溶融押出し製品の組織は模式的に図5-23のように示すことができる。各領域について行った定量分析の一例を表5-31に示す。材料中に含まれる約0.2%0 Feは(表5-32体分析①)、マトリックス②中にはほとんど認められず、大きな析出物③に多量に固溶していることがわかる。従来の研究から、A1-C u-Mg系合金における析出物として $\theta$ 相(A1 $_2$ Cu)、Mg $_2$ Cu、A1 $_4$ Mn(Fe)、T相(A1 $_2$ Mn $_2$ Si)などの存在が予想される。したがって表5-31に示した分析結果から、大きな析出物③についてはA1 $_4$ Mn(FeSi)、粒界に存在する細長い析出物④および粒内に分散する微細析出物⑤はともに $\theta$ 相もしくはそれに近い部分整合相であると同定できる。ただし、微細析出物⑤は過飽和固溶体から析出したものであり、析出物④は偏析によって粒界に晶出した $\theta$ 相である可能性がある。

## 5. 2. 4 まとめ

本節では、Pb-19.2%Sn合金・A1-5.7%Cu合金・A2017・A7075の金属材料を対象に 半溶融押出し実験を試み、概略以下の結果を得た。

- (a) 一般に難加工材として知られているA7075を用い半溶験押出しを行った結果、 押出し比400( $\phi$   $40 \, \mathrm{mn} \rightarrow \phi$   $2 \, \mathrm{mn}$ )の細線、押出し比84 ( $\phi$   $40 \rightarrow \phi$  10, t0.  $5 \, \mathrm{mn}$ )の 薄肉管の製造が可能であった。またA2017を用いた押出し比16 ( $\phi$   $40 \rightarrow 10 \, \mathrm{mn}$ )の半溶融押出しについても良好な製品を得ることができた。
- (b) 半溶融押出しと通常の熱間押出しとで、押出しに必要な力を比較した場合、半溶融押出しの方が熱間押出しより数分の一の力でよいことが判明した。
- (c)半溶融金属が製品となってダイスを通過する間に、最大5%から10%程度の液相 成分が製品中に残留していても良品が得られるが、それ以上では良品が得られ ないことがわかった。
- (d)ダイスの温度管理が適当であるならば、押出し時におけるビレットの固相率が 零パーセントであっても押出しが可能である<sup>14)10) \*20</sup>)。
- (e) 半溶験押出し製品に対し引張り試験を行った結果以下のことがわかった。引張り強さならびに硬さは押出し時のビレットの固相率の低下とともに急激に減少する。例えば、A1-5.7%Cu合金の場合、固相率0%で押出した製品の引張り強さならびに硬度は、固相率100%で押出した製品のそれに比較して約1/2となる。また、伸びに関しては、押出し時のビレットの固相率およびダイスの温度条件に多少左右されるものの、全体的に見てどの押出し条件の製品においても22%~33%あり、この値は一般の鋳造製品と比較して十分高い値となる。
- (f)半溶験押出し製品と熱間押出し製品の内部組織の違いについて観察した結果、 固相率の低い押出しほど両者は互いに異なっていることがわかった。ただし、 内部組織ならびに成分分析の比較についてはいまだ十分でなく、今後さらに多 くの事例に対し検討していく必要がある。

# 5. 3 積層型複合棒材の加工(2)(3)

#### 5. 3. 1 はじめに

材質の異なるアルミニウム合金どうしを同心円状に組み合わせた積層型複合棒材の加工は、冷間・熱間押出し法においても行われているが、材質の組み合わせ方には制限がある。例えば、純アルミニウムを被覆材(同心円状の外側部分)、超超ジュラルミンと称されているA7075を芯材(内側部分)に用いるような極端に材質の異なる組み合わせの場合には冷間・熱間押出し法では加工できない。

本節では、この問題を解決するため半溶融押出しによる積層型複合棒材の加工を試みた。すなわち、被獲材に純アルミニウム、芯材には難加工材のアルミニウム合金を用い、芯材が半溶融状態となる温度で押出しを行い、その際の、(a)押出し加圧力、(b)被覆材と芯材との界面での接合状態、また(c)製品の強度、(d)二次加工特性、などを調査し、押出し時の芯材ならびに被覆材の変形・流動の安定化、健全な製品の得られる加工条件の範囲、について考察する。

## 5. 3. 2 実験方法および実験条件

実験としてはA1050を被覆材に用い、A7075・A5056・A2011を芯材に用いる。この組み合わせは、アルミニウム合金の表層部の耐食性の向上ならびに表層部の伸び率の改善を目指した複合棒材としての開発の意図もあるが、研究の主目的は積層型複合棒材の半溶融押出し時の諸問題の解明にある。

押出し実験装置としては油圧式100ton模型試験機を使用した(図 5 - 1 参照)。 半溶験押出し実験の手順は、まず、ビレットならびにビレットを挿入したコンテナを高周波誘導加熱炉により加熱し、それらが所定の温度に達した後に、ポンチとダイスを所定の位置にセットし押出しを開始する、である。ビレットの作製には2通りの方法で行った。すなわち、被覆材となる円筒状のA1050に芯材となるアルミニウム合金の丸棒を、それぞれの内外表面を十分脱脂した後に単純にはめ込む方法と、被覆材となるA1050の溶湯に、所定の寸法に仕上げた芯材のアルミニウム合金をドブ付けし、続いてそれを旋盤加工にて所定の寸法に仕上げる方法とである。薄肉の被覆材ビレットを作製する場合には後者を採用した。また、芯材の固相率を低くした押出しの場合には、被覆材と同じ材質の底付き形ピレットを用いた。ビレットの形状・寸法を図5 - 2 4 に、実験条件を表5 - 4 にまとめて示す。

また、以下の検討において、ビレットあるいは押出し後の製品の芯材と被覆材の寸法比を表すために被覆率C(被覆材断面積/全断面積)の概念を導入し、ビレットの被覆率をC。、製品の被覆率をC。で表す。なお、被覆材に用いたA1050は、

芯材に用いた各アルミニウム合金より半溶融温度範囲が狭くまた溶融開始温度も 高く、今回行った実験範囲では常に固相状態である。

#### 5. 3. 3 実験結果および考察

#### (1) 押出し加圧力の検討

押出し荷重PとラムストロークSの測定例を図5-25に示す。芯材にA2011およびA5056を用い、ビレット被覆率 $C_n$ が0.1の場合の半溶融押出しした結果である。図中の破線は被覆率署( $C_n=0.0$ )の芯材材質だけで押出した場合を示す。図から、積層型複合棒材と単一棒材とでは、芯材の固相率の高い範囲で、押出し開始時の荷重のビークの発生の出方に相違があり、単一棒材の押出しでは通常指摘されるピーク荷重が現れ、積層型複合棒材の加工では現れていないことがわかる。これは、被覆材の材質と同じ底付きビレットを用いたために生じた結果であり、ビレットが底付きでない場合のP-S線図は単一棒材の場合と同様な傾向を示した。すなわち、本実験条件の範囲では芯材は半溶融状態にあり被覆材は常に固相状態にあるが、図5-26に示すように、このことは必ずしも固相状態にある被覆材の変形抵抗が大きいことを意味するわけではなく、事実、A7075やA1-5.7%Cu合金の溶融開始段階での変形抵抗は純アルミニウムのそれより大きいことがわかる。要するに、押出し開始時に変形抵抗の低いA1050が先に押出されたためである。

図5-27は、定常押出し段階(S=15mm)での押出し加圧力 p (押出し荷重 / ビレット断面積)とビレット芯材の固相率との関係を、単一材とクラッド材の 両方を比較し、示した結果である。ビレットの被覆率 C\*が0.1と比較的小さいことから、各押出し比について、両者の押出し加圧力の差はわずかであり、またいずれの場合も芯材の固相率の低下にともなう p の低下の度合いは少なくなっていることがわかる。例えば、芯材の固相率が10~20%ではほとんど溶湯に近く、もしそのままの状態で押し出されるならば加圧力は小さい値となるはずなのに、固相率が10~20%の押出し加圧力は固相率が90%の約半分程度であり、期待していたほど小さくはならない。この理由として、ダイス通過時に被加工材がダイスによって冷却され、固相率が実質的に上昇したためであると考える。

図5-28は、各ビレット被覆率 $C_1$ での押出し加圧力 pとビレット芯材の固相率 $\phi_0$ との関係を示す。図から、ビレットの積層率 $C_1$ が小さい場合(中実点、太実線)は、 $C_1$ が中(二重点、破線)または大(中空点、細実線)の場合より押出し加圧力 pが大きくなること、 $\phi_0$ の低下にともない pの低下の度合いが小さいこと、などがわかる。これは、図5-26からもわかるように、被覆材の変形抵抗が芯材のそれよりも低いこと、 $C_1$ が大きい場合にはダイス通過時の芯材の固相率 $\phi_0$ の実質的な上昇が抑制されること、などに起因していると思われる。

## (2)押出しの安定性

一般に、積層型複合棒材の押出しにおいて、ビレットの被覆率で。が製品の被覆率で。と等しくなるためには、ダイス角・摩擦条件などが適切に選択され、(a) 芯材と被覆材との界面にすべりがなく、(b) 両者の変形抵抗比や減面率が破断などの限界値以下であることが必要である。しかしながら、C。 C。 C。 となる押出し条件の範囲は狭く、したがってダイス内で芯材と被覆材の流れが不均一となり、芯材あるいは被覆材の破断もしくは不安定変形(または非定状変形)がよく発生する。本研究を始めるに前に、純アルミニウム合金を被覆材とした複合棒材の製造に半溶融押出しを適用することで健全な製品が得られる条件範囲が拡張できることを予測したが、これは必ずしも当を得たものでなかった。

図5-29は、押出された製品の長手方向の被覆率Crの均一性を検討するために、Cr/Crの分布を測定した結果である。図から、ビレットの被覆率Crが小さくなるほど長手方向の均一性が変化し、CrとCrとの差が広がる傾向を示している。全体的にみて、押出し初期には芯材の流出が先行し被覆材の流出が遅れる傾向にある。この理由として、芯材と被覆材の変形抵抗の違いによる材料の流動の差ならびに図5-24に示すビレット形状やダイス形状が起因していると思われる。事実、ダイス角度を変化させた場合および底付きビレットの底部厚さを変化させた場合には、上述の不均一(非定常)流動が抑制される傾向にあった。

図 5-30 はビレットの被覆率  $C_8$  が 0.1 の場合の同様な測定例を示す。 結果は 図 5-29 に示した結果と同じ傾向となっている。

図5-31は、ビレット被覆率C®と定常部での製品被覆率CPとの関係を示す。 図から、C®が小さくなるほど不均一変形が顕著となり、製品の被覆率が低下する ことがわかる。

図5-32は、ビレットの被覆率Cnが0.1の場合における均一(正常)な押出しと不均一押出しの材料の流動状況と製品の欠陥例を示す。後者の場合、被覆材の流動が不安定化し、その結果製品表面には被覆材の破断・肉厚変動・うねり現象が見られる。

#### (3)製品の機械的特性

#### a) 硬さ分布

図5-33は、芯材にA2011を用いた場合の、押出し方向の硬さを示す。図から、芯材の固相率す。ならびにビレットの被覆率Cnによらず押出し方向の硬さはほぼ一様であることがわかる。また、す。の低下とともに製品における芯材の硬さも低下してくるが、これは上述の単一棒材の半溶融押出しの際に指摘したと同じ理由

である。芯材と被覆材の界面近傍の硬さについては、測定精度が十分でなく必ずしも明瞭ではないが、被覆材から見ると界面近傍で若干硬さが上昇し、また芯材から見ると界面近傍で硬さが低下する傾向がある(図5-34参照)。またこの傾向は芯材の固相率ゆ。が低くなるほど顕著となる。これはゆ。の低下すなわち押出し温度の上昇とともに、界面近傍における相互拡散がより進行したことを意味する。

#### b) 引張り強さ・伸び特性

図5-35(a)~(c)は、製品の一輪引張り強さ $\sigma$  »とビレット被覆率c »との関係を各芯材ごとに示す。被覆率c »が1と0の引張り強さ $\sigma$  »は、被覆材と各芯材のミルシートからの値である。それぞれの引張り強さ $\sigma$  »の値を結んだ直線が複合則の結果を表す。固相率が90%で押し出された製品の引張り強さは概略複合則の直線上にある。固相率が90%より低い場合では、 $\sigma$  。の低下とともにその強度は低下しているが、上述のように、芯材の強度は押出し時のビレット固相率 $\sigma$  。に大きく依存することから、これは複合則からのずれを意味するものではない。

本研究で選択した芯材と被覆材の組み合わせは、表層に延性の高いA1050を積層することにより、芯材となるアルミ合金の強度を確保しつつ伸び特性を大幅に改善することが目的の一つであった。図5-36には被覆率C1に対する伸びE1を示すが、当初予想した結果とはいい難い。すなわち、積層材の伸びE1は芯材単独の伸びよりも大概は大となっているが、これは延性の高い被覆材との複合化による結果でありそれ以上のものではないことがわかる。しかし、中に目立って伸びが改善された例もある。芯材にA5056を用いた場合で、被覆率C1が0.2前後の製品の伸びE1は複合則の値よりも $30\sim50$ %高い値を示している。また、芯材にA7075を用いた場合で、被覆率C1が0.15前後の製品に関しても一部同様な結果を得ている。これには、押出し後被覆材を削り被覆率の値を調整した試片もあるので、被覆材の影響なのか、芯材固相率の影響なのか必ずしも明確ではない。

図 5-3 7 は、芯材にA7075を用いた場合の各半溶験押出し製品の引張り強さ $\sigma$  nと伸びE Lの値を示す。図には、芯材のミルシートからの値および被獲率零(C n=0. C ,=0)で半溶験押出しした際の同様な値も同時に示してある。A7075を単独で半溶験押出しした場合に引張り強さ $\sigma$  nが低下することはすでに述べたが、伸びについても押出し比が小さく加工度が低い範囲において低下する傾向がある。しかし一方、A1050を被覆した場合には伸びは著しく改善され、芯材単独のミルシート値の約2倍程度まで大きくなっていることがわかる。また、芯材の固相率 $\sigma$  が87%の場合の引張り強さ $\sigma$  nについても、ミルシート値のそれよりも低下しているものの、芯材単独の引張り強さに比して改善されていることがわかる。

## (4)製品の内部組織

図5-38は、芯材の固相率を変化させ半溶融押出しした際の製品の界面近傍組織の観察例を示す。固相率の低下とともに界面は次第に不明瞭となり、その境界が判然としなくなっている。これは、界面を通して芯材と被覆材の材料間の相互の拡散が次第に活発化し、界面における両者の接合が十分に良く行われていることを示している。上述の伸びの結果とも考え合わせて、半溶融押出し時のビレットの固相率を下げるほど良好な接合界面が得られ、製品の伸び変形の向上をもたらす。また、固相率の低下とともに芯材の内部組織が粗大化する傾向が見られ、固相率が極端に低くなると製品の中心部に鋳造組織が残留する場合がある。このような内部組織の粗大化ならびに鋳造組織の残留は、芯材の強度低下の原因となる。

## (5)引抜き加工による強度特性の変化

半溶験押出しによって得られた積層型複合棒材をさらに室温で引抜き加工し、その機械的特性の変化について検討した。すなわち、半溶融押出し製品に対し、半角9度のダイスを用い、減面率約35%の冷間引抜き加工を行い、引抜き加工の前後で一輪引張り試験を行いその特性(引張り強さ σ » と伸び E L )を調査した。図5-39は、芯材にA2011ならびにA5056を用いた場合の引張り試験結果を示す。芯材単独で半溶融押出しした製品の引張り強さと伸びの結果も表記してある。図から、半溶融押出し製品とそれを冷間引抜き加工した製品とを比較した場合、冷間引抜き加工することで引張り強さは約50%上昇し、伸びは1/3になっていることがわかる。この結果を芯材のミルシート値と比較した場合、伸びについては芯材のミルシート値に近い値となるが、引張り強さはミルシート値と比較して多少低くなり、半溶融押出しによる引張り強さの低下を完全に回復させるまでには至っていない。

#### 5. 3. 4 まとめ

本節では、純アルミニウムを被覆材とし、アルミニウム合金を芯材とする同心 円状積層型複合棒材の製造について、芯材を半溶融状態にした押出し加工を行い 概略以下の結果を得た。

(a)これまで、被獲材と芯材の変形抵抗が極端に違う場合の、押出しによる積層型 複合棒材の製造は被覆材や芯材の破断などために不可能に近かった。しかし、 半溶融押出し法により、例えばA1050を被覆材に用い、A7075のような難加工材 を芯材に用いた積層型複合棒材の製造が可能となった。

- (b)製品の被覆率 C。が0.03~0.04の極薄皮の積層型複合棒材の製造が可能となった。
- (c) ビレット被覆率C » が小さくなるほど、製品被覆率C » とビレット被覆率C » との差が大きくなる。一般的に押出し初期に芯材部が先行して押し出される。
- (c)半溶融押出し製品の積層材と芯材との界面は、固相率の低下とともに良好な接合状態となる。
- (d)押出し荷重は熱間押出しの数分の一となる。
- (e)得られた積層型複合棒材の引張り特性は複合則に一致する。また、固相率が低い押出しほど芯材が軟化し、製品の引張り強度特性は低下する。このことは、 半溶融押出し製品を二次加工する場合に好ましい条件となり得る。

## 5. 4 粒子強化型複合棒材の製造と加工(2)(18)(14)2(1)23)(50)3(1) 5. 4. 1 はじめに

金属やセラミックスなどそれぞれ単独では特性・機能・価格に制限があり、様々な要求に対し満足しきれない問題が生じる。例えばスペースシャトルの機体の耐熱性の問題や自動車の軽量化の問題などを挙げることができる。こうした問題を解決するために、異なる特性を持つ材料どうしの複合化が考えられが、まったく異なる材料を複合化することは必ずしも容易でない。

セラミックス粒子が金属(合金)マトリックス中に均一にしかも高濃度に含有された複合材料の棒線管製品を得ることは一般に難しい。また何らかの方法で製造できたとしても、それを所望の寸法に塑性加工することは、そうした複合材料は通常変形抵抗が高くしかも変形能が少ないため、極めて困難である。

本節では、半落融押出し法による粒子強化型複合棒材の製造とその加工に関し、マトリックス材に各種アルミニウム合金を用い、強化粒子にアルミナ粒子および 黒鉛粒子を用い、粒子含有率・押出し温度(マトリックス材の固相率)・押出し 比などの各条件が製品特性におよぼす影響について検討した結果を示す。

#### 5. 4. 2 製造・加工法の概要

本研究で新たに開発した粒子強化型複合棒材 (PRM)の製造・加工法の概略 を図5-40に示す。その特徴は次の通りである。

(a)マトリックス材(この場合アルミニウム合金)を半溶融状態にまで加熱すると、一般に結晶粒界から溶解し始め、各結晶粒は液相成分に包まれた状態となる。固相率が概略70%以下になるとマトリックス材は軟らかいシャーベット状となり、さらに低い固相率の下では粘性流体状となり、したがってこのような状態ではマトリックス材を機械的に撹拌することが可能となる。そこで適当な固相率のもとでマトリックス材を機械的に撹拌しつつ強化粒子を混入した場合、強化粒子が容易に混入され得ると同時に、撹拌されたマトリックス材はスラリー状となり混入された強化粒子を内部に保持する能力があるため、溶湯に粒子を混入させる際に問題となる比重差によるマトリックス材と強化粒子の分離という障害を防ぐことができる。M.C. Flemingsらの開発によるコンポキャスティング法(半凝固中の鋳造組織を機械的撹拌により破砕分散させ、その粘性を利用し種々の強化粒子などを混入し複合化するプロセス)と本法とを比較した場合、コンポキャスティンが法は溶融状態から半凝固状態への移行を目指した半凝固過程での粒子の混入法であるのに対し、本法は固体状態から半溶融状態への移行を目指した半溶融過程での

混入法である。マトリックス材をスラリー化させるまでのプロセスがそれぞれ逆ではあるが、マトリックス材の実質的な状態はほぼ等しくなっていることに注意されたい。また、本法では、金属粉末を使い強化粒子との複合材料を製造するような場合、金属粉末と強化粒子との均一混合・予成形までは粉末冶金的手法で行い、加工は半溶融加工法で行うなど、プロセスの選択に広がりがある。

(b)半溶融状態に加熱したマトリックス材を機械的に撹拌しつつ冷却することにより、マトリックス材の粉末を作製できることが本研究により見い出された。それゆえ、マトリックス材の粉末をまず作製し、これと強化粒子を混合し複合化することも可能である。あるいはまた、半溶融状態のマトリックスを撹拌しつつ強化粒子を混入し、これを撹拌しながら冷却することにより、マトリックス材と強化粒子の複合化された混合粉を製造することも可能である。図5-41にはこの方法(半溶融撹拌冷却法)により製造された45056の粉末の外観を示す。粒子はその粒度により3段階に選別してある。図5-42は同様にして製造された47075の粉末を示す。図5-42(a)は粒径 $1000\sim500$   $\mu$  mの粉末を倍率を変えて観察した結果を示し、図5-42(b)は粒径250  $\mu$  m以下の粉末の断面形状を示す。図から、結晶粒界が溶解し再凝固した様子が観察できる。また、各粒子は数個またはそれ以上の結晶粒の集合体であることがわかる。

(c)上述の(a)(b)のプロセスによって複合化された材料を用い、マトリックス材が 半溶融状態にある温度域で押出しを行い、粒子強化複合材料の棒・線・管を製造 あるいは加工する。マトリックス材が半溶融状態にあるため複合材料の変形抵抗 は著しく低下し、小さな加工力で高加工率が達成できる。

#### 5. 4. 3 実験方法および実験条件

半溶験押出しは、前節と同様、油圧式100ton横型押出し試験機を使用し行った。 ビレットとしては、半溶験状態に加熱したマトリックス材の中にアルミナ粒子あるいは黒鉛粒子を混入し、十分に混合させた後に一旦冷却凝固させ、その後それを内径40mmの円筒状容器に入れ、16MPa(1.6kgf/mm²)の加圧力により圧縮成形したものを用いた。また、半溶験撹拌冷却法にて作製したマトリックス粉末とアルミナ粒子とを室温で混合し圧縮成形したビレットも同時に使用した。押出し実験条件を表5-5にまとめて示す。押出された粒子強化複合棒線材の機械的特性を検討するために、引張り試験・圧縮試験・硬さ試験・シャルピー衝撃試験・耐摩耗試験およびSEMによる破断面の観察を行った。

## 5. 4. 4 実験結果および考察

## (1)押出し加圧力の検討

図5-43は、<A7075+アルミナ粒子>複合棒材の定常押出し時の加圧力pと強化粒子の体積含有率 V。との関係を、押出し時のマトリックス材の固相率 Φ(マトリックス材固相成分の重量パーセントであり、複合材料全体の固相率でないことに注意)をパラメータとして示す。押出し比入の違いごとに結果を整理してある。また、参考のためマトリックス材(バルク材)を半溶融押出しした際の押出し加圧力の値も同時に示してある。図から、強化粒子の含有率が大きく固相率が高いほど押出し加圧力が大きく、また固相率が高いほど強化粒子含有率に対する押出し加圧力の立ち上がりの変化が大きくなることがわかる。特に、固相率が高くなるにしたがい、強化粒子の含有率の増加とともに押出し加圧力が急激に増加するが、このことは、通常の熱間押出しでは、特に強化粒子の含有率が高い範囲で、押出しそのものが非常に困難になることを意味している。なお、固相率が30%と10%での場合の押出し加圧力の相違がわずかであるのは、後者の場合、ビレットがダイス通過時に冷却され、実質的な固相率の上昇が生じているためであると推測される。

図5-44(a)は同じく<A5056+アルミナ粒子>複合棒材および<A2011+アルミナ粒子>複合棒材の場合の押出し加圧力と強化粒子の含有率との関係をマトリックス材固相率をパラメータとして示す。図中のλは押出し比を表す。図から、<A7075+アルミナ粒子>複合棒材の場合と同様に、固相率が高く、強化粒子の含有率が大きくなると押出し加圧力が急激に増大することがわかる。

図5-44(b)は<A5056+黒鉛粒子>複合棒材の押出し加圧力p-強化粒子の含有率V。線図である。アルミナ粒子を混入した場合に比して、強化粒子の含有率の増加に伴う押出し加圧力の増加が小さいことは、黒鉛粉末が軟質の材料であること、および黒鉛粉末が潤滑剤として作用し、複合材料全体の変形に対するマトリックス粉末間の摩擦あるいはマトリックス粉末と工具壁面との間の摩擦を軽減させることのためであると考える。

図5-44(c)は<A5056+アルミナ粒子>複合棒材について、強化粒子の粒径の相違による押出し加圧力p-強化粒子の含有率V。線図を示す。図から、強化粒子の粒径が小さくなるほど強化粒子の含有率に対する押出し加圧力の増加の割合が大きいことがわかる。これは粒径が小さいほど、その表面積の総和が増大し、同一のマトリックス材の固相率のもとではマトリックス材と強化粒子間における液相成分の潤滑効果が相対的に低下し、複合材料全体としての変形あるいは流動が起こりにくくなるためと考えられる。したがって、粒径が大きい強化粒子を用いるほど、高含有率製品を得ることが容易になる。本実験では、マトリックス材

にA5056、強化粒子に粒径#240( $61 \mu$ m) のアルミナ粒子を用い、強化粒子を40%にまで高含有した健全な棒材を半溶験押出しすることに成功した。本例に示すような高含有率の粒子強化複合棒材の長尺製品は他に例をみない。

#### (2)製品の機械的特性

以下、半溶融押出し法により製造された粒子強化複合材料の機械的特性について示すが、これらの特性は押出されたままの製品に関するものであり、製品には冷間加工あるいは特別な調質・熱処理などが加えられていないことに注意されたい。

図5-45は、本プロセスにより得られた粒子強化複合棒材の一例である。図 のように表面光沢のある健全な棒・線材が半溶融押出し法によって比較的容易に 得られた。

図5-46は、<A7075+アルミナ粒子>複合棒材の引張り試験における引張り荷重PとストロークSとの関係を示す。同様に、図5-47は<A2011+アルミナ粒子>複合棒材、<A5056+アルミナ粒子>複合棒材のP-S線図を示す。図中の単一材とは、マトリックス材と同材質のアルミニウム合金の丸棒をビレットとし、半溶験押出し法により作製した製品の結果であり、強化粒子の含有率が0%とは、半溶験押出し法により作製した製品の結果であり、強化粒子の含有率が0%とは、半溶験押出し法により作製した製品の結果である。したがって、強化粒子の含有率が零パーセントの製品内部には、粉末化処理の際に生じた酸化皮膜が若干含まれている。図から、強化粒子の含有率が増すにしたがい引張り荷重が増大し、同時に伸び変形能が減少し、最高荷重に達する前に途中で破断することがわかる。これは、強化粒子の含有率が増すとともに、製品の特性が硬く脆くなっていることを意味している。

図 5-48には < 47075+ r  $\nu$  > t  $\pm$  t  $\pm$ 

これはすでに 5. 1節で指摘したように、マトリックス材の固相率の低下とともにマトリックス材が軟化することに対応している。図に示す $H_v$ はマイクロビッカース硬さ試験機による半溶験押出し製品の横断面上の測定値であるが、強化粒子の含有率の増加に対して $H_v$ はほぼ直線的に増加することがわかる。

図5-49は、<A5056+アルミナ粒子>複合棒材をはじめとするそれぞれの粒 子強化複合棒材の、引張り強さσε・ビッカース硬さΗν・伸びEι・シャルピー衝 整値E・摩耗量Mなどと強化粒子の含有率Vァとの関係をまとめて示す。引張り強 さ $\sigma$ <sub>8</sub>・ビッカース硬さH<sub>V</sub>・伸びE<sub>L</sub>については、図5-48と同様な結果が得ら れているが、黒鉛粒子を混入した場合には、黒鉛粒子が軟質であるため、強化粒 子の含有率の増加とともにσ»・Ηνとも低下していることに注意されたい。図か ら、いずれの粒子強化複合棒材も、強化粒子の含有率が20~30%で伸びはほとんど 器となり、また衝撃値も伸びと対応しVpの増加とともに急激に低下することがわ かる。図5-50には粒子強化複合棒材(丸棒)の衝撃試験後の様子を示す。強 化粒子の含有率Vpの増加とともに破断ひずみが次第に減少することがわかる。摩 耗量Mについては図5-49中に示す便宜的な方法により測定し、粒子強化複合 棒材の相対的評価を行った。アルミナ粒子を混入した場合、強化粒子の含有率の 増加とともに摩耗量は急激に減少ししていることがわかる。例えば、強化粒子の 含有率が10%程度の<A5056+アルミナ粒子>複合棒材および<A7075+アルミナ粒 子>複合棒材は、鉄系合金のSUS316ならびにS45Cとほぼ等しい耐摩耗性を有する ことがわかる。一方、黒鉛粒子を混入した場合の摩耗量は、強化粒子の含有率の 増加とともに著しく増加する。

粒子強化複合材料の引張り特性を評価する場合には、伸び変形能の低下の影響が測定結果に同時に入ってくるため、正確な判断ができにくい。そこで、一軸圧縮試験を行い、10%ひずみ時の圧縮変形抵抗値σ。1を取り出し整理した結果を図5-51から図5-53に示す。図5-51から、マトリックス材の固相率の低下とともに圧縮変形抵抗値が減少していることがわかる。図5-52・図5-53は、室温から熱間域までの温度範囲において、圧縮変形抵抗値σ。1と圧縮温度下との関係が、強化粒子の含有率の増加によってどの程度改善されるかを検討した結果である。図から、強化粒子の含有率が30%の各圧縮温度下における変形抵抗値は、強化粒子の含有率が0%の場合と比較し、<A7075+アルミナ粒子>複合棒材ではほぼ100%、<A5056+アルミナ粒子>複合棒材では60%、<A2011+アルミナ粒子>複合棒材では約50%増加することがわかる。すなわち、圧縮変形抵抗値によって判断する限り、各複合材料ともアルミナ粒子による強化効果はVrの増加とともに単調に増大することがわかる。室温で圧縮試験した場合、強化粒子の含有率の増加とともに各複合材料の圧縮変形能は低下し、Vrが30%では、<A5056+アルミ増加とともに各複合材料の圧縮変形能は低下し、Vrが30%では、<A5056+アルミ

ナ粒子>複合棒材、 <  $^{A2011}$ +アルミナ粒子>複合棒材、 <  $^{A5056}$ +黒鉛粒子>複合棒材は、それぞれ圧縮ひずみ約0.3。0.2。0.2で試験片が破壊した。一方、圧縮温度が300℃では、 <  $^{A5056}$ +アルミナ粒子>複合棒材ではあらかじめ設定してあったひずみ0.5まで破壊せず、 <  $^{A2011}$ +アルミナ粒子>複合棒材ではひずみ約0.4、 <  $^{A5056}$ +黒鉛粒子>複合棒材は圧縮温度が室温の場合と変化なくひずみ約0.2で破壊した。

図5-54は、圧縮変形抵抗値の。」におよぼす強化粒子の粒径の影響について検討した結果である。図から、各々強化粒子含有率 V。に対して、粒径が小さいほど圧縮変形抵抗値が大きくなることがわかる。これは、(a) 粒径が小さいほどマトリックス材が強化粒子と接触する面積が増大すること、(b) 強化粒子の存在がマトリックス材の型性流動に対しいわゆるくさびのように働き、強化粒子周辺でのマトリックス材の型性流動が阻害されるあるいは乱されることによってひき起こされる付加的変形仕事が増大すること、の2つが主に起因した結果であると思われる。強化粒子の粒径が圧縮変形抵抗におよぼす影響は、圧縮温度が300℃・450℃の場合においても同様な結果であった。

#### (3)製品の内部組織

図5-55(a)(b)は、半溶融押出し(押出し時におけるマトリックス材の固相率が30%、押出し比入が64)により得られた粒子強化複合棒材(<A7075+アルミナ粒子>複合棒材)の横断面の内部組織であり、図(a)は強化粒子の含有率 $V_P$ が5%、図(b)は $V_P$ が20%の観察結果を示す。微視的にみて、図中の白くみえる部分がもとのマトリックス材の部分であり、黒く見える部分がもとのマトリックス材の液相成分と強化粒子との複合部分である。巨視的にみて、断面全体に強化粒子がほぼ均一に分散している様子がわかる。強化粒子の含有率が20%の例においてアルミナ粒子の濃度にややバラツキが観察されるが、これは本質的な問題でなく、ビレット作製時における強化粒子とマトリックス材(粉末)との混合を丁寧に行うことにより解決できるものと思われる。

図5-56には、シャルピー衝撃試験片の破面をSEMで観察した結果を示す。図(a)は<A5056+アルミナ粒子、#1500>複合棒材、強化粒子含有率が20%の例である。尾根のように見えるA5056マトリックス材とその谷間に点在するアルミナ粒子が観察できる。図(b)は<A5056+アルミナ粒子、#60>複合棒材の例で、強化粒子がマトリックス材の中に埋没している様子と、延性破壊特有のマトリックス材のディンプル破面が見られる。図(c)は<A5056+黒鉛粒子、#1500>複合棒材の強化粒子の含有率が20%の例であり、図(d)は図(c)を拡大して見た結果である。黒鉛粒子が均一に分散している様子ならびにマトリックス材中に黒鉛粒が埋没している

様子などが観察できる。以上の観察から、強化粒子の全面をマトリックス材が空 際無く包み込み、かつ混入した強化粒子が断面全体に均一に分散していることが わかった。

#### 5. 4. 5 まとめ

本節では、半溶融押出し法を中心に据えた半溶融製造加工法を、アルミニウム 合金中にアルミナ粒子あるいは黒鉛粒子が含有する粒子強化複合棒材の製造と加 工の問題に適用し、概略以下の結果を得た。

- (a)表面光沢があり、内外面に亀裂や空隙などの欠陥がなく、また破断面がマトリックス金属の延性破面となる健全な粒子強化複合棒線材の製造ができた。
- (b)これまでの粒子強化複合材の製造法では、SAPの例にみられるように、高々数パーセント強化粒子が含有される程度であった。本製造法により、アルミニウム合金マトリックス中にアルミナ強化粒子(粒径#240)を40%含有した粒子強化複合棒材の製造が可能となった。
- (c)押出し加圧力について検討した結果、アルミニウム合金/アルミナ粒子の組み合わせにおいて、強化粒子含有率が大きく固相率が高いほど押出し加圧力が大きく、また固相率が高いほど強化粒子含有率の増加に対する押出し加圧力の立ち上がりの変化が大きく、押出し加圧力が急激に増加する。また、強化粒子の粒径が小さくなるほど強化粒子含有率に対する押出し加圧力の増加の割合が大きくなることがわかった。
- (d)得られた複合棒材の機械的特性はマトリックス金属と強化粒子の組み合わせによってそれぞれ異なる。例えばアルミニウム合金/アルミナ粒子組み合わせにおいて、伸びに関しては、強化粒子含有率 V r が 0%で伸びは 10%ほどあるが、 V r の増加とともに直線的に減少し、 V r が約 20%でほとんど 0%となること、摩耗量に関しては、強化粒子の含有率が約 10%で鉄系合金の SUS 316 ならびに S45 Cとほぼ等しい耐摩耗性を示すこと、圧縮変形抵抗値に関しては、強化粒子の含有率の増加とともに直線的に増加すること、強化粒子の含有率が 30%の複合棒材は、圧縮試験の各温度に対して約 2倍高い変形抵抗値を示すこと、また圧縮変形抵抗値は強化粒子の粒度によっても変化すること、などセラミックス粒子を高含有した複合材料の機械的特性の一部が明らかになった。

# 5. 5 チタン短繊維強化型複合棒材の製造と加工<sup>25) 26)</sup>

航空機部品にはチタンならびにチタン合金が多く使用されている(チタン展伸材の60%以上を航空宇宙産業が消費している)。しかし、そのチタン部品の多くは切削加工によって作られているため切削屑が多量に排出される。これまでチタン切削屑は、チタン鉱石から新たに精錬するよりチタン(切削)屑を再溶解する方がコスト的に高くなるために、再利用の道はなく捨てられていた。

また一方、金属基繊維強化複合材料(FRM)の開発と応用に関しては、金属 繊維とマトリックス金属との反応や比強度の低さなどの問題を有し、いまだ多く の解決すべき問題が残されている。

本節では、チタン切削屑の再利用と、金属基繊維強化複合材料(FRM)の製造の可能性を探る目的で、半溶融押出し法により、アルミニウム合金中にチタン 短繊維を分散させたチタン短繊維強化複合棒材(FRM)の製造と加工を行い、主に強度特性の向上を目指した検討を行った。なお、チタンには、チタン自身のもつ軽量・高強度・耐熱性・耐食性などの優れた特性以外に、チタン/アルミニウム/バナジウム合金の高強度特性、チタン/ニオブ合金の超電導特性、鉄/チタン合金の水素吸蔵特性、チタン/ニッケル合金の形状記憶特性など、他の金属と合金または化合物をつくり機能性材料としてのすばらしい特性があり、そうした製品の製造・加工問題に対しても本法が適用できる可能性は十分にある。

#### 5. 5. 2 実験方法および実験条件

マトリックス材には、表5 - 6 に示すように、アルミニウム合金粉末(噴霧粉)を用いる。これにはアルミニウム合金粉末を単独に用いる場合と、純アルミニウム粉末とアルミニウム合金粉末とを混合し用いる場合との両方について実験を行った。繊維材には、99.2から99.6%純度のチタン(Ti)短繊維を用いる。このチタン繊維は切削屑として得られたもので、凹凸のある複雑な表面性状を有し、かつ、長さ方向に湾曲した形状となっている(図5-57参照)。なお、マトリックス材に用いた各粉末およびTi短繊維のいずれも使用するに当たって特別な表面処理は行っていない。

実験手順は、(a) アルミニウム合金粉とチタン短繊維とを良く混合し、(b)それを、室温でビレットの寸法形状に圧粉成形し、(c)半溶融押出し実験機にセットし、(d)マトリックス材 (アルミニウム合金粉末) が所定の半溶融状態となる温度に加熱し、(e) 押出しを開始する。である。

半溶融押出し実験は表5-6に示す寸法・形状のダイスを用いて行い、得られ

た製品に対し内部組織、機械的特性(引張り強さ・伸び・硬さ・圧縮変形抵抗・ 摩耗量)について検討した。また、一度半溶融押出しした製品を繰り返し半溶融 押出しすることよる製品の特性変化についても検討した。

#### 5. 5. 3 実験結果および考察

#### (1)押出し加圧力の検討

図5-58は、定常押出し時の押出し加圧力 p におよぼすチタン短繊維の体積 含有率 V ; の影響を、押出し温度 T を変化させて示す。図から、星印で示した熱間 押出しに比較し、半溶融押出しではその50~70%程度の加圧力で押出されることが わかる。また、同じ V ; でも、押出し温度が低いほど押出し加圧力は大きく、かつ、チタン繊維の含有率が高くなるにしたがい押出し加圧力の変化が急激に大きくなることがわかる。これらの結果は、半溶融押出し固有の現象としてのマトリックス中の液相成分の存在およびその挙動が押出し加圧力に大きな影響をおよぼすことを示唆している。すなわち、液相成分は、マトリックスの固相成分と繊維との間の相対すべりを容易にする役割をはたすものと考えられ、液相成分が不足すると、繊維とマトリックス固相成分間相互の滑らかな流動が疎外され、巨視的な押出し変形が次第に困難となり、したがって、押出し加圧力が高まるものと思われる。

## (2)製品の内部組織

本実験により得られた FR M製品の一例を図5 - 5 9 に示す。押出し比  $\lambda$  が10  $0(\phi40 \rightarrow \phi4 \text{nm})$  の丸棒製品、押出し比が約13の厚さ5nm幅20nmの矩形断面製品、あるいは、押出し比が約44の外径10nm内厚1nmの管製品など、表面光沢のある健全な棒線材を比較的容易に押出すことができた。

〈A5056+Ti短繊維〉複合棒材のチタン短繊維含有率が20%の製品内部組織を図5-60に示す。図中の(a)(b)は製品横断面のチタン短繊維の分布状態を低倍率で観察したものである。これから、断面の所々にチタン短繊維の固まりが部分的に観察されるが、断面全体からみると繊維はほぼ均一に分布している様子がわかる。図(c)はマトリックス材とチタン繊維の様子を拡大して示す。凹凸のある複雑な表面形状を有する繊維にもかかわらず、マトリックス材が隅々まで充満している様子が観察される。

図5-61は、〈A5056+Ti短繊維〉複合棒材の、押出し温度を約590℃(A5056の固相分率φ=約90%)として押出した際の内部組織におよぼすチタン短繊維の含有率の影響を、機断面と縦断面とを対比して示す。図から、チタン短繊維の含有率が大きくなるにともない繊維は集合し団子状態となって押出される傾向にある

ことがわかる。この観察結果から、液相成分は繊維一本一本を濡らし、マトリックス材の固相成分との間で潤滑に相当する役割を果すものと思われるが、液相成分が十分でない条件範囲では、繊維全体の表面積を減少させる作用が発生し、そのために繊維どうしが互いに集合した形で押出しが行われたと判断できる。

図5-62は、〈A5056+Ti短繊維〉複合棒材の押出し温度が製品の内部組織に およぼす影響を示す。押出し温度Tが低い場合には、数本の繊維が固まって押出 されるのに対し、Tが高い場合では、繊維間にマトリックス材の液相成分が浸入 し、一本一本分れた状態で押し出される。ただし、押出し温度が高すぎると、繊 維とマトリックス材との間で反応が進行し、繊維は細かく分解されることがわか る。

#### (3)製品の機械的特性

(A5056+Ti短繊維) 複合棒材の、機械的特性(引張り強さσェ・伸びEェ・経弾 性係数E・硬さHRF・摩耗量M) におよぼすチタン短繊維の含有率の影響を図 5-63に示す。引張り強さはチタン短繊維含有率の増加に対して変化が少ない が、これは、伸び変形の違うFRM製品どうしを単純に比較した結果である点に 注意されたい。伸びは、押出し温度に対して多少のばらつきはあるものの、チタ ン短繊維の含有率 Vcの増加に対し急激に減少し、Vcが40から50%の範囲で伸びは ほぼ零となる。熱間押出し製品の伸びは半溶融押出し製品のそれに比べ低い値を 示すが、この理由としては、熱間押出しではマトリックス材が十分繊維間を埋め つくすことができず、製品内部に空隙欠陥を有しているためであると思われる。 総弾性係数Eは、各チタン短繊維の含有率に対し、長繊維を使った場合の複合則 から予想される値の約半分となっている。硬さHRFは、チタン短繊維の含有率 の増加とともに単調に増大し、押出し温度の影響は小さい。摩耗試験は、SiC#50 0の耐水ペーパを相手材に選び、流水中・一定時間(180秒)・一定荷重(600g)のも とで行い、A5056-0材の摩耗量(体積)を基準に取り相対値として表してある。図か ら、チタン短繊維の含有率V:の増加に対し急激に減少し、V:が40から50%の製品 の摩耗量は鉄系のそれにほぼ匹敵している。熱間押出し製品の摩耗量は、半溶融 押出し製品のそれに比べ若干高くなっていることがわかる。

図5-64は、〈A5056+Ti短繊維〉複合棒材の圧縮変形抵抗の。」と圧縮温度 Toとの関係を、チタン短繊維の含有率 Voを変化させて示す。圧縮試験機にはカムプラストメータを使い、端面無潤滑の条件で実験を行った。対数ひずみ0.1での真応力を圧縮変形抵抗とし、各製品の相対的比較を行った。チタン短繊維の含有率が10から30%のFRM製品は、市販のA5056棒材に比べ各圧縮温度 Toに対し10~30%高い圧縮変形抵抗値となっている。また、チタン短繊維の含有率 Voが零パー

セントの製品は、設定したひずみ ( $\epsilon=0.5$ ) の範囲内では破壊せず最後まで圧縮ができた。それに対し、 $V_1$ が10% では、 $T_c$ が151 $^{\circ}$  $^{\circ}$ 以下で、 $V_1$ が30%では $T_c$ が 226 $^{\circ}$  $^{$ 

チタン短繊維の含有率 $V_1$ の増加に対し伸びが急激に減少することが図 5-63に示す結果からわかるが、これに対し、アルミニウム合金に純アルミニウムを添加したものをマトリックス材とし、伸び変形能の改善をはかった。

図5-65(a)(b)(c) は、〈A5056+純アルミニウム+Ti短繊維〉複合棒材の機械 的特性を示す。横軸には、マトリックス材として用いたA5056と純アルミニウムの 体積比をとってある。図5-65(a)は、V,が10%で、押出し比が100の場合の製 品の機械的特性を示す。図から、マトリックス材の純アルミニウム成分が増加す るに従い、硬さ・引張り強さは単調に減少し、伸びは単調に増加することがわか る。図 5 - 6 5 (b)は、V<sub>1</sub>が30%で押出し比が16の場合の製品の機械的特性を示す。 引張り強さに関して、図5-65(a)に示すようなはっきりした傾向が見られない のは、VIが高くなると、いわゆる荷重P-ストロークS線図の初期の立ち上り部 で材料の破断が生じてしまい、伸び変形の異なる段階での引張り応力の単なる比 蛟にとどまってしまったためである。伸びは、マトリックス中の純アルミニウム 成分の増加に対し増加し、硬さHRFは低下し、摩耗量はあまり変化しない結果 となっている。図 5 - 6 5 (c)は、〈A2014+純アルミニウム+Ti短繊維, V:=30%〉 複合棒材の機械的特性を示す。この場合も、〈A5056+純アルミニウム+Ti短繊維, V:=30%〉複合棒材の結果と同様な傾向を示している。これらの結果から判断し、 マトリックス材に伸び変形能の高い材料を選ぶことで、ここで対象としているF RM全体の伸び変形能の向上が期待できる。以下、機械的特性についてまとめた 結果を表5-7に示す。

## (4)繰り返し半溶融押出しと特性変化

1回の半溶験押出しでは、チタン短繊維の含有率が高い場合に、あるいは、押出し温度が低い場合に、チタン繊維の一部が集合した団子状態で押出されることがわかった。こうした問題を解決するため、一旦押出された製品を再度半溶験押出しを行うことで、製品の内部組織と製品特性の改善を試みた。なお、再押出しは、半溶験押出しした製品を適当な長さに切断し、押出し方向に揃え、これをコンテナに充填し、再び半溶験状態に加熱し、押出す方法で行った。図5-66は、繰り返し押出し製品の内部組織を示す。押出しを繰り返す事によって、チタン短繊維が細分化され、かつ断面全体に均一に分布してくる様子が観察できる。

繰り返し押出し製品の機械的特性を図5-67に示す。横軸に押出し回数を取

り結果を整理してある。図(a)は、素材が〈A5056+Ti短繊維、 $V_r$ =10%〉複合棒材で押出し比が100の場合の製品の機械的特性を示し、図(b)は押出し比が16の場合について示す。繰り返し半溶融押出しすることによって、製品の硬さHRFさは増大し、伸び $E_L$ ・摩耗量Mは減少してくることがわかる。

#### (5) 熱処理による特性変化

半溶験押出しした製品に対し熱処理を試み、機械的特性ならびに内部組織におよぼす影響を調査した。マトリックス材に対して通常行われている熱処理条件よりも過度となる熱処理をも合せて試み、マトリックス材とチタン繊維との界面での反応相の様子について観察した。

図5-68(a)(b)は、〈A7075+Ti短繊維〉複合棒材の熱処理による機械的特性の変化を、半溶験押出ししたままのいわゆるF材のそれと比較して示す。横軸にはチタン短繊維の含有率 $V_1$ を取る。マトリックス材に対し標準的熱処理を行った製品は、F材と比べ、硬さは増大し摩耗量は減少してくる。ただし、熱処理温度が高すぎた場合には硬さが低下してくる。これは、マトリックス材とチタン繊維との界面において反応がおこり、脆弱な反応相が生成したためと思われるが詳細は明らかでない。

図 5-69 は、〈47075+Ti 短繊維、 $V_r=30\%$ 〉複合棒材の、熱処理による内部組織の変化を示す。 熱処理なしのF材においても、マトリックス材とチタン繊維の界面において部分的に反応相が生成しているものと思われるが、500  $\mathbb C$  , 3hr . の標準より高い熱処理条件で熱処理した場合には、F材と比較し、マトリックス材とチタン繊維との境界がいっそう不明瞭となり、反応相が界面全体に形成されていることがわかる。また、図(c)の600  $\mathbb C$  , 3H とさらに熱処理条件が過度の場合には、チタン短繊維とマトリックス材の反応がチタン短繊維の周辺にまで広がり、チタン短繊維は元の繊維の形をしていないことがわかる。

## 5. 5. 4 まとめ

チタン切削屑の再利用と金属短繊維強化複合材料(FRM)の製造の可能性を図る目的で、半溶融押出しにより、アルミニウム合金をマトリックス金属としたチタン短繊維強化複合棒材(FRM)の製造・加工を行い、概略以下の結果を得た。

(a) 半溶融押出し法により、表面光沢のある良好なチタン短繊維強化複合棒線管材の製造・加工が可能となった。

- (b)押出し加圧力について検討した結果、熱間押出しに比較し、半溶融押出しでは 約 $50\sim70\%$ の加圧力で押出されることがわかった。また、同じ繊維含有率V,で も、押出し温度が低いほど押出し加圧力は大きく、チタン繊維の含有率が高く なるほど押出し加圧力の変化が急激に大きくなることがわかった。
- (c)またその製品の機械的特性について以下の結果を得た。
- ①伸びは、チタン短繊維の含有率 V:の増加とともに減少し、V:が40から50%でほぼ零となる。また、伸び変形能の高い材料をマトリックス材に採用することで、伸び変形能は改善される。
- ②縦弾性係数は、長繊維を使用した複合則の値の半分程度となる。
- ③圧縮変形抵抗は、A5056単一材に比べ、チタン短繊維の含有率が10~50%の範囲で、各温度に対し10~40%大きくなる。
- ④ロックウエル硬さは、チタン短繊維の含有率 V,が10%で48、V,が30%で59、V,が50%で約70と単調に増加する。
- ⑤摩耗量は、A5056-0材の摩耗量と比べ、チタン短繊維の含有率 V:が10%で約0. 5倍、V:が30%で0.3倍、V:が50%で0.2倍と急激に減少する。
- ⑥再押出しを行うと、製品内部のチタン短繊維は細分化され、断面全体に均一 に分布してくる。また、それにともない、機械的特性も変化し、1回押出し に比べ多数回押出し製品の硬さは増大し、伸びや摩耗量は低下する。
- ⑦〈A2014+純アルミニウム+Ti短繊維〉複合棒材や〈A7075+Ti短繊維〉複合棒材の場合、標準的熱処理により、製品の機械的特性(硬さ・耐摩耗)は向上する。 熱処理温度が高すぎると、チタン繊維とマトリックス材の反応は周辺にまで 広がり、チタン繊維は元の形状を呈しない。
- (d)製品を熱処理し、チタン繊維界面での反応相の成長、機械的特性について調査した。その結果、アルミニウム合金に対し標準的熱処理を行った場合、F (As cast)材と比べ、硬さは増大し摩耗量は減少する。熱処理が過度の場合には、チタン短繊維とマトリックス材の反応がチタン短繊維の周辺にまで広がり、まったく繊維の形状を呈していないことがわかった。これはチタンがアルミニウムと合金化あるいは化合物化したためであり、この結果から類推し、半溶融加工法と熱処理を組み合わせることによって超電導性・形状記憶性・水素貯蔵性などチタンを主成分とした機能性材料の製造が可能と思われる

## 

セラミック繊維とマトリックス金属とを組合せた繊維強化複合材料(以下、FRMと呼ぶ)の製造においても、前節で述べた金属繊維とマトリックス金属とを組み合わせた繊維強化複合材料の場合と同様に、解決すべき多くの問題が残されている。とりわけ、(a)セラミック繊維と金属マトリックスとの界面における反応または濡れ性の問題、(b)セラミック繊維と金属マトリックスの熱影張差からくる残留応力の問題、(c)製造ならびに加工過程におけるセラミック繊維の損傷の問題、(d)セラミック繊維の配向性(整列)の問題、などが主に挙げられる。

本節では、炭化珪素短繊維を繊維材とし、アルミニウム合金をマトリックス材とした繊維強化複合材料の製造と加工について、半溶融押出し法を中核とする半溶融加工法により、上記問題の(c)と(d)の解決を図ることを目的とし検討した結果を示す。

#### 5. 6. 2 製造・加工法の概要

本研究で採用したFRM製造・加工法の概要を図5-70に示す。本法は次の 3段階から構成されている。

- (a)アスペクト比(繊維長さ/繊維直径)が100~200程度のセラミック繊維を粘性溶媒中に撹拌しつつ分散させ、これにマトリックス材となる金属粉末を添加し、セラミック繊維と金属粉末とを均一に混合したのちに、この粘性スラリー状の混合物を、特殊形状のダイスを通して棒状に押出しつつ、繊維を一方向(押出し方向)に整列させたFRMグリーンを製造する段階。
- (b)上記の方法によって得られたFRMグリーンを加熱し、溶媒を除去した後に、 半溶融鍛造法あるいは半溶融圧延法により、繊維の損傷を防止しつつ稠密なF RM素材(ビレット)を製造する段階。
- (c)製造されたFRM素材(ビレット)を、再度、半溶融鍛造法・半溶融押出し法、 あるいは半溶融圧延法により、繊維の損傷を回避しつつ所要の寸法・形状の棒 ・線・板製品に加工する段階。

## 5. 6. 3 実験方法および実験条件

表5-8に本研究で試みた実験条件の一覧を示す。マトリックス材としてはA5

056噴霧粉(#200)を用い、強化繊維には炭化珪素(SiC)短繊維(チョップ状・直径約 φ 0.015mm・長さ約3mm)を用いた。一般に、アスペクト比が60~70以上の短繊維は、いわゆるファイバーボール状(毛玉状)になっており、このままの状態では均一に分散した混合体を得ることはできない。本実験では、330cSt程度の粘度を有する溶媒中にこの炭化珪素短繊維を浸せきし、繊維が損傷しない程度に軽く撹拌してファイバーボールを解き、その後、A5056粉末を所定量混入し、スラリー状の混合物を作製した。続いて、このスラリー状混合物を特殊形状のダイスを用いた押出し法または押出し延伸法により棒状に成形し、併せて短繊維を押出し方向へ整列させた。

次に、得られた棒状FRMグリーンを加熱し、溶媒を除去した後に、所定量を 密閉鍛造金型内に整列充填し、金型ごと加熱し、半溶融鍛造を行い、板状・円柱 状の稠密なFRM素材を製造した。この半溶融鍛造に使用した工具を図5-71 に示す。図に示すように、円柱状FRM素材(押出し用ビレット)の製造に用い た上下一対のポンチは、加圧力の作用する方向が中心軸に向くようにポンチ面形 状を半円筒形にしてある。

次に、上述の円柱状FRM素材(ビレット)を、再度、マトリックス材の半溶 融温度まで加熱し、半溶融押出しを行い、棒状・線状・板状のFRM製品に加工 した。

## 5. 6. 4 実験結果および考察

## (1) FRMグリーンの製造

FRMの製造加工過程におけるセラミック繊維の損傷あるいは破断を防止するためには、製造加工中におけるセラミック繊維相互の接触・交差の機会をできるだけ少なくすることが必要である。以下、FRMグリーンの製造について、セラミック繊維を一方向に整列させる方法と問題点について示す(図5-72参照)。押出し法は、ダイス入口からダイス出口に向かってスラリー状混合体の流動を利用して繊維を一方向に整列させる方法であり、分散している短繊維の整列の度合は、一般に押出し比に大きく依存する。ただし、ダイス出口径を小さくしすぎると(おおよそ、繊維長さ以下の出口径では)、スラリー状混合体の溶媒だけが先に押し出され、セラミック繊維と金属粉がダイス出口付近に集積する。この状態から無理に押出しを行うと、繊維が破損してしまう。

押出し延伸法は、押出された棒状のFRMグリーンを直ちに強制的に延伸させ、 粘性溶媒の表面張力を利用し、繊維の整列の度合を高める方法である。 すなわち、 スラリー状の金属粉とセラミック短繊維の混合体を押出した後延伸させると、押 し出された棒状の混合体は粘性溶媒の表面張力によりあたかも紡錘されるがごと くに延伸するが、それにともなって、混合体中のセラミック繊維の一方向整列が 急速に促進される。図5-73は押出し延伸法により棒状に製造されたFRMグ リーンを示す。この時点では混入当初の繊維長さとなっていることを確認した。

この他、押出された金属粉とセラミック繊維のスラリー状の混合体を、V滞内に落下させ、混合体が斜面を滑ってV滞の底の方に重力の作用によって移動する際に、混合体中の繊維がV滞の軸方向に整列されることがわかり、この方法も繊維の整列法の一つとして有効である。押出し延伸法やV滞法は、単に押出し法だけに比べ繊維の整列度合いは良くなる。

本実験では、押出し延伸法を採用し、短繊維の一方向整列を実現したFRMグリーンを作製し、半溶融鍛造・半溶融押出しの素材(ビレット)とした。

#### (2) FRM素材中の繊維の損傷・分散・配向

上述のFRMグリーンを用い、半溶融鍛造により板状FRM素材(ビレット)を製造したが、そのFRM素材のマトリックス材(A5056)を塩酸で完全に溶出させ、セラミック繊維だけを抽出し、製造条件と繊維の損傷の度合との関係について調査した。以下にその結果を示す。

図5-74は、セラミック短繊維を一方向に整列させたFRMグリーンならびにランダムに配向したままになっているFRMグリーンを用い半溶融鍛造により製造した板状素材中の繊維長さを示す。ただし、繊維の体積含有率・半溶融鍛造温度・加圧力はいずれも同じ条件である。図から、繊維を一方向に整列させたFRMグリーンを用いる方が、繊維を整列させてないFRMグリーンを用いる場合より、半溶融鍛造後のFRM素材の方が明らかに長い。これは、繊維を一方向に整列させた方が、半溶融鍛造による圧縮成形に際して、繊維どうしの接触あるいは交差の機会が少なくなり、繊維の破損の機会が減るためである。

図5-75は、セラミック短繊維の体積含有率が繊維の損傷におよぼす影響を調べた結果である。図から、繊維の体積含有率が高くなるほど、繊維の破損の度合いが増大していることがわかる。これは、繊維の体積含有率が大きくなるほど、一方向に整列させることが難しくなり、整列の度合が低下し、その結果として繊維どうしの接触あるいは交差の機会が多くなるためである。

図5-76は、半溶験鍛造温度(金属マトリックスの固相率に対応)が繊維の 損傷におよぼす影響を示す。図から、鍛造温度が低くなるほど、すなわち金属マトリックスの固相率が高くなるほど、繊維の損傷度合いの大きいことがわかる。 これは、金属マトリックスの液相成分が少なくなると、液相成分が繊維間に十分 浸透しきれずに、金属マトリックスと繊維間のすべりが阻害され、結果的に変形 に際し繊維が曲げられ破断するためであると思われる。 図5-77は加圧力が繊維の損傷におよぼす影響を示す。加圧力の増加につれて繊維の損傷度合いが若干高くなる傾向がある。これに対しても、加圧力を高くすることで、繊維どうしの接触機会が増加するためであると考えられる。

以上の結果から、セラミック短繊維を用いたFRM素材の製造に際して、繊維の損傷をできるだけ低減させるためには、繊維どうしの接触・交差あるいは繊維の曲げの機会を極力少なくすることが必要である。またそれには、(a)繊維が一方向に整列したFRMグリーンを用い、(b)繊維間にマトリックスの液相成分が十分浸透した条件のもとで製造を行うことが重要な点である。

次に、この様にして製造されたFRM素材中の繊維の配向状態、ならびに、繊維の分散状態について直接観察した結果を図5-78(a)(b)に示す。図(a)には、素材の一端を塩酸に浸し、繊維だけを露出させた板状FRMを示す。図(b)はその断面を示す。図から、繊維間に金属マトリックスが十分浸透し、繊維は断面全体にほぼ均一に分散しかつ一方向に整列し、空隙のない良好な素材または製品となっていることが観察できる。

## (3) FRM製品中の繊維の損傷・分散・配向

一般に、FRM素材は硬く、しかも延性に乏しいため、これを冷間あるいは熱間で塑性加工することは難しい。仮に塑性加工が可能であったとしても、強化繊維の破損もしくは破断を招き、繊維のアスペクト比の低下が避けられない。この問題に対処するため、FRM素材からFRM製品への加工に半溶融加工法を適用することを試みた。すなわち、前節で説明した方法により製造したFRM素材を再度加熱し、金属マトリックス材を半溶融状態にし、その液相成分の流動性を利用して押出し加工を行い、棒状のFRM製品を製造する。ここでは、その際の繊維の破損状態ならびに製品中の繊維の分散状態・配向状態について検討する。

図5-79に半落融押出しにより得られた製品例を示す。図に示すような表面 性状の良い棒状FRM製品が製造できた。

図5-80は、同製品の中央部付近を切り出し、金属マトリックスを溶出し、セラミック繊維だけを抽出した結果を示す。図から、100前後のアスペクト比を有する繊維が多く観察されるが、これは、当初予想した通り、素材中の一方向に整列した繊維が押出しの際の金属マトリックスの流線にそって押出され、その過程での破損が比較的軽微であったことを示している(図5-81参照)。この100前後のアスペクト比は、単純モデルにより算出した繊維強化を有効ならしめる限界アスペクト比いの十数倍にあたり、繊維のアスペクト比だけでFRM材の強さが決定されるならば、十分な値である。

図5-82は製造されたFRM棒材の横断面における繊維の分散状態を示す。

繊維間にはマトリックスが十分浸透し、繊維は断面全体に約一で高密度に分散しており、かつ、押出し方向に整列している。また、繊維の分散状態ならびに整列 状態は、ビレット時のそれより良くなっていることがわかる(図5-78参照)。

#### (4) FRM製品の機械的特性

半溶融加工法により得られた板状・棒状FRM製品の一軸引張り試験を行った 結果について以下に示す。図5-83に、FRM板材・棒材から切削加工により 作製した引張り試験片の形状を示す。引張り試験において、ひずみは試験片平行 部に貼付したストレインゲージにより検出し、荷重はチャック部に取り付けたロ ードセルにより測定した。

図5-84は、一軸引張り試験によって得られたFRM製品の応力-ひずみ線 図を示す。図中の曲線のうちaは、半溶融鍛造によりビレットを製造し引き続い て半落融押出しにより得られたFRM棒材の応力-ひずみ線図を示す。図中の曲 線b、cは、半溶融鍛造のみにより製造したFRM板材について、繊維の体積含 有率と加圧力が異なる場合の、応力-ひずみ線図を示す。この他にも種々の条件 下で製造したFRM棒材・板材について引張り試験を試み、それらを通して、以 下のことがいえる。(a)セラミック短繊維の体積含有率が概略20%以上になると、 製品の伸び率が急激に減少し、通常の意味での引張り試験が困難となる。(b)半溶 融鍛造時の加圧力が低すぎると (例えば繊維の体積含有率10%で加圧力が20~30 MPa以下)、金属マトリックス材とセラミック繊維の結合が不十分となり、伸びお よび強度が急速に低下する。(c)半溶融押出しを行うことにより伸びが多少向上す る。(d)セラミック繊維を含有するにもかかわらず0.5~0.9%程度の伸びが得られ たのは、本製造加工法によって製造されたFRM製品は、金属マトリックス材と セラミック繊維との結合が比較的ゆるやかであり、伸び変形に際して両者の間の すべりが起こりやすい状態にあること、また繊維のアスペクト比が十分大きいた め、上述のすべり量が相当大きく許容され得ること、さらに、半溶融加工を受け た金属材料は一般に軟質化して変形し易いこと、などに起因するものと考えられ る。(e)FRM製品の引張り強さが期待したほどには増大していないが、この点に ついては、製造過程で一部破断したアスペクト比の小さい繊維の混入、あるいは 損傷した繊維の混入に原因の一端があると思われるが、それについては確認する に至っていない。

図 5-85 は引張り試験片の破面を S E M で観察した結果を示す。金属マトリックス部分の破面はディンプル状となっており、また、繊維の引き抜け(pull out)は観察されなかった。

セラミック短繊維を強化材とするFRMの製造には、これまでにも多くの試み

がなされているが、いずれの場合にも製品の強度(引張り強度など)の確保および評価方法に多くの問題が残されている。共通していえることは、製品内部での繊維どうしの接触、それによって発生するセラミック繊維の破損あるいは損傷、さらにまた繊維自身に包含されている欠陥(亀裂)、繊維と金属マトリックス材との接合不良などであるが、他にも製品の強度におよぼす影響についてはいまだ明確でないところが多く、FRM製品の機械的特性の向上についてはこうした問題を解決していく必要がある。

# 5. 6. 5 まとめ

本製造加工法の特徴をまとめると、①FRMグリーン製造段階において、押出し延伸法またはV溝法により、短繊維の一方向への整列を実現したこと、②半溶融鍛造法(または圧延法)により、繊維の損傷を極力防ぎつつ、稠密なFRM素材(ビレット)の製造を可能としたこと、③繊維が整列した稠密な素材(ビレット)を再び半溶融加工することにより、繊維の破損を防ぎ、かつ繊維の整列を乱すことなく、所定の寸法の棒線板材製品に加工できたこと、にある。以下に具体的結果を示す。

- (a)アスペクト比が130から200あるセラミックス(SiC)短繊維はファイバーボール 状になってしまいこのままの状態では使用することができない。この問題に対 し、ファイバーボール状のセラミックス繊維を330cSt程度の油に浸漬し撹拌す ることで解きほごされることがわかった。
- (b) FRMグリーンの製造段階で繊維を一方向に整列させる方法として、適当な粘度を有する溶媒(ファイバーボールを解きほぐすために使用した330cSt程度の油)を利用した押出し延伸法あるいはV海法を提案しそれが有効であることがわかった。
- (c)セラミックス繊維の破損度合いは、グリーン段階での繊維の整列度、繊維の含 有率、半溶融加工温度、加工圧力に影響される。
- (d)混入当初のセラミックス繊維のアスペクト比は概略130から200であった。それ が最終段階の半溶融押出し後には100前後のアスペクト比となった。本実験に おける材料の組み合わせおいて、セラミックス繊維が強度的な役割を発揮する に必要な限界アスペクト比は約10であるので、この値は十分大きな値である。

- (e) FRM製品の引張り試験後の破面をSEMで観察した結果、金属マトリックス 部分はディンプル状となっていた。また、繊維の引き抜け(pull out) は観察 されなかった。
- \*)金属マトリックスのせん断強さを $\tau_{nv}$ 、繊維の引張り強さを $\sigma_{\ell v}$ 、繊維の限界長さを1e、繊維径をdとし、力の釣合条件を考えて、

 $\tau = \pi \pi \, d1 \, c/2 = \sigma \, f \pi \, \pi \, d^2/4$ 

が成り立つ。この式から、繊維の限界アスペクト比1c/dは

 $1c/d = \sigma_{fY}/2\tau_{gY}$  --- (1)

と求められる。いま、  $\tau=\gamma=190\sim240\,\mathrm{MPa}$ 、  $\sigma_{\,\mathrm{LY}}=3.51\,\mathrm{GPa}$ とし、これを(1)式に代入すると、限界アスペクト比 $1\mathrm{c}/\mathrm{d}$ は $7.3\sim9.2$ となる。