

セラミックス粒子強化Al基複合材料の反応合成プロセス

山形大学工学部技術部
機械技術室 菊地新一

セラミックス粒子強化Al基複合材料は、軽量かつ高比強度、高耐摩耗性を有し、輸送機器の構造用部材(ディスクブレーキロータ、ディーゼルエンジンのピストンヘッドなど)として極めて有用な材料である。

従来、セラミックス粒子をアルミニウム中に分散させる方法として、粉末冶金法、溶浸法、鋳造法などが行われてきた。しかしこれらの方法では、分散粒子は通常15 μm 程度と大きく、強化相としての体積含有率を大きくできないことなどがあり、材料の強度や靱性の改善、特にヤング率の向上が制限される。また、いずれの方法も、製造工程が複雑で高コスト、或いは小型部品しか製造できないなどの問題点がある。

本研究では、原料粉末間に生じる自発的反応を利用して、材料内部でセラミックス強化粒子をin-situ生成させるプロセスの開発を目的として研究を進め、Al、Ti(TiO₂)およびC粉末を、混合・圧粉・反応焼結することにより、熱力学的に安定かつ非常に微細なTiC(TiC-Al₂O₃)強化粒子(<0.5 μm)の分散したアルミニウム基複合材料を作製した。しかし、同時に脆くて粗大な金属間化合物(Al₃Ti相)も生成した。

そこで、Al₃Ti相の生成におよぼす炭素含有量の影響に着目し、原料粉末の組成や反応焼結温度の変化による相および組織の変化を調べた。

図1に示す複合材料作製プロセスは従来の方法よりかなり単純化されることから、低コスト化が期待できる。

これらの目的のために、以下のような手順で実験を進めた。

(1) Al、Ti(TiO₂)、C粉末をボールミル混合してから金型で圧粉成形し、

その後真空中においてアルミニウムの融点以上で反応焼結を行う。このプロセスにおける最適成形パラメータを検討する。

(2) X線回折装置、光学顕微鏡、SEM、EDS、DTAなどを用いて、複合材料のマイクロ組織観察、組成分析およびセラミックス微粒子の生成メカニズムの解析を試みる。

その結果、以下のことが分かった。

(1) Al-Ti-C粉末を圧粉成形後反応焼結すると、Alマトリックス内に微細なTiC粒子(粒径0.2 μm 程度)を生成させることができるが、粒径5~8 μm のAl₃Ti相も生成される。ここで、CをTiに対して過量に混合して反応焼結すると、このAl₃Ti相の生成を抑制することができる。

(2) Al-TiO₂-C粉末を圧粉成形後反応焼結すると、700 $^{\circ}\text{C}$ は相変化が見られない。800、900 $^{\circ}\text{C}$ でAl₂O₃、1000 $^{\circ}\text{C}$ でAl₂O₃とTiCの強化粒子(粒径0.5 μm 程度)をAlマトリックス中に生成させることができる。しかし、同時に粗大なAl₃Ti相も生成される。そこで、CをTiO₂に対して過量に混合して反応焼結すると、Al₃Ti相の生成を抑制することができるが、反応の進行に伴い空隙も増加する。

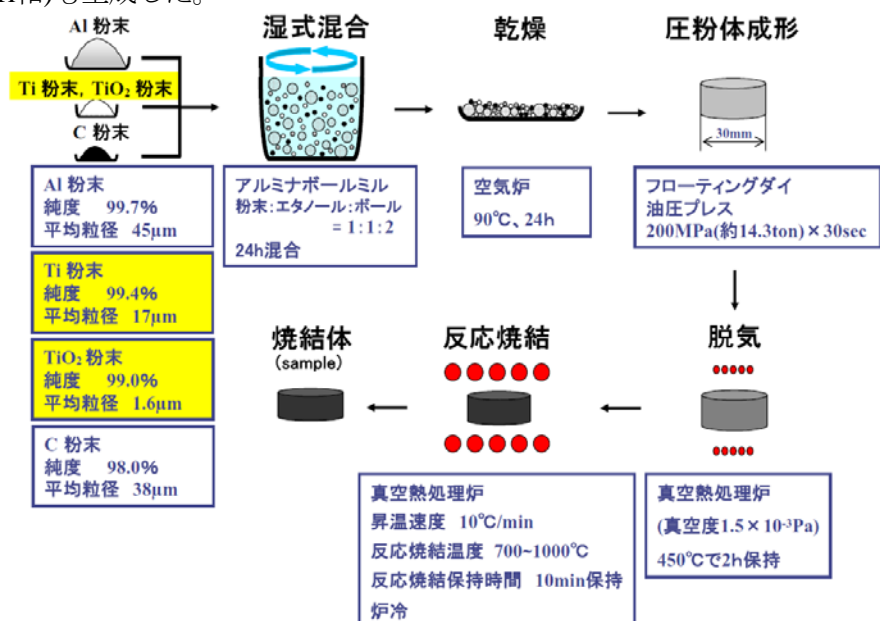


図1 複合材料作製プロセス

以下に、基本的な事項について紹介する。

複合材料の定義

異質で異形の材料を組み合わせることで、単体では持ち合わせなかった特性を実現し、要求に適合する優れた性質を持つ材料を創造する方法を材料の複合法といい、こうして作られた材料が複合材料である。

◎粒子分散強化金属

金属系複合材料の中の、粒子分散強化金属 (PSM: particle dispersed strengthened metal) は、金属中に $0.01 \sim 0.1 \mu\text{m}$ 程度の微粒子を数%程度分散させ、粒子自体が力を受け持つのではなく、粒子を分散させることにより、マトリックス (基地) 自体の変形抵抗を高め、高温下での弾性率、強さおよびクリープ特性を改善するために開発された材料である。

その強化機構は、転位と分散粒子との相互作用によるものであり、図2に示すオロワン (Orowan) のバイパス機構で説明される。すなわち、転位が粒子周りを通り抜ける際に、内部応力の大きい強化粒子を避けて、その周囲

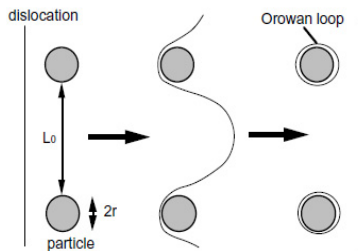


図2 オロワン機構

に転位ループを残して通り過ぎる。この時の応力 (τ_0) は、転位が線張力 (T) に打ち勝って張り出すのに必要な大きさで、 $\tau_0 = 2T/L_0b$ で示される。ここで、 L_0 : 粒子間距離、 b : バーガースベクトルの大きさである。

いま、マトリックスの剛性率を G_m とすると、 $T = G_m b^2/2$ と近似でき、 $\tau_0 = G_m b/L_0$ となる。

複合材料の降伏応力 (τ_{yc}) は、マトリックスの降伏応力を τ_{ym} とすると、

$$\tau_{yc} = \tau_{ym} + \tau_0 = \tau_{ym} + G_m b/L_0$$

で与えられる。従って、粒子分散強化金属の降伏応力は、粒子間距離 L_0 に反比例する。

◎粉末冶金法

母相となる金属粉末と第2相粒子となる粉末を混合後、コンテナに充填し圧縮成形した圧粉体を加熱焼結して材料を作る方法。

◎鋳造法

母相となる金属溶湯中に第2相粒子を直接

入れるため、偏析を生じやすく、強化粒子の体積率を上げることが難しい等の欠点がある。

◎燃焼合成法

熱力学的に相対的に不安定な炭化物である SiC や Al_4C_3 粒子を Al-Ti 合金溶湯と反応させ、 TiC を生成させる方法。

◎反応ガス浸透法

Al-Ti 合金溶湯中に CH_4 ガスを吹き込んで、 TiC 粒子を生成させる方法。

◎溶浸法

焼結体の気孔部に金属融液を浸入させる方法。樹脂を浸入させるのを含浸法という。

◎反応焼結法 (Al基複合材料の場合)

2種類以上の原料粉末 ($\text{Al-Ti}(\text{TiO}_2)\text{-C}$) を混合して型に入れ圧縮成形し、その圧粉体を加熱して、化学反応と焼結を同時に進行させ、母相となる Al 内部に非常に微細なセラミックス強化粒子 (TiC と Al_2O_3) を *in-situ* 生成させる方法。

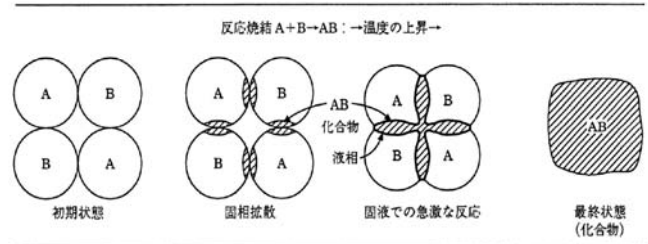


図3 反応焼結の機構模式図

表1 基地および強化粒子の物性

	Al	Al_2O_3	TiC
密度 [g/cm^3]	2.70	3.98	4.92
融点 [$^{\circ}\text{C}$]	660	2040	3140
ヤング率 [GPa]	70	400	460

中間相の密度 Al_3Ti (3.40 g/cm^3)、 Al_4C_3 (2.36 g/cm^3)

◎in-situ生成強化粒子の特徴

- ①生成粒子がマトリックス内に均一に分布
- ②粒子直径を、微細なものから大きなものまで狭い範囲に制御できる
- ③粒子/マトリックス間の界面整合性が良好
- ④高温での *in-situ* 反応を利用するので、高温での化学安定性が高い
- ⑤プロセスを工夫することにより傾斜機能化が比較的容易にできる