

6.1 吸引ろ過による複合材料用プリフォームの組織制御

柴田周治 樋尾勝也 村川 悟
藤川貴朗 河合 真

Structure Control of Ceramic Fibers by Filtration on Preforms of Metal Matrix Composites.

Shuji Shibata, Katsuya Hio, Satoru Murakawa,
Takao Fujikawa, Makoto Kawai

This experiment was practiced in order to control the structure of Si-Ti-C-O fibers in preforms. In advance of filtering, ceramic fibers were fully dispersed by ultrasonic wave in water. The direction of ceramic fibers was vertical to the filtering direction. The volume fraction of ceramic fibers was controlled by parallel load to the filtration direction. In this method, the volume fraction of ceramic fibers made from Si-Ti-C-O fibers was from 6.5% to 26.4%.

keyword

ceramic fibers, volume fraction, orientation, filtration, reduced pressure, ultrasonic wave, dispersion, high pressure casting, preforms.

1. 結 言

宇宙航空、自動車から一般産業機械に用いられる材料の中には、その特性が等方的ではなく、ある特定の方向に非常に優れた特性を有することが、より機能的とされ重要視される場合が多い。金属基複合材料において強化材に長繊維を用いたものは、繊維方向における特性が優れている反面、形状面の制約が多く、実用面での支障を受け易い。ニアネットシェイプで複雑形状が製造可能で量産できるプロセスとして、短繊維あるいはウイスカを用いてプリフォームを作製し、これに熔融金属を高圧で含浸させる高圧鑄造法がある。

高圧鑄造法で複合材料を作製する場合、強化繊維をある特定の方向に配向させるには、繊維の損傷を防ぐためにプリフォームの作製段階での組織制御が必要となる。

たとえば、製品形状でケース、カバーなど平板状のものは、曲げ応力、圧縮応力に耐える強度特性が必要とされることが多く、強化繊維が荷重方向に垂直な面に積層することが有効と考えられる。

そこで、本報告では、プリフォーム作製方法として吸引ろ過法を用いて、セラミックス強化繊維を2次元に配向させるとともにセラミックス強化繊維の体積含有率 (V_f) を制御することを目的として研究を行った。

2. 実験方法

表1 強化繊維の性質

セラミックス強化繊維は、表1に示すアルミナ系とSi-Ti-C-O系(チラノ)を電子顕微鏡で形状を観察し、組織制御に使用するものを選択した。

セラミックス強化繊維は、製造時、保管時に繊維同士が絡まり合い、塊状となっているため、そのままの状態ではプリフォームを作製すると均一な組織とならない。このため、前処理として、強化繊維の塊を一本一本の繊維にほぐし、水中へ均一に分散させた後、プリフォ

	Al ₂ O ₃ 系	Si-Ti-C-O系
化学組成	Al ₂ O ₃ 95	Si 49~57
%	SiO ₂ 5	C 30~32
		Ti 2.0
		O 12~18
		B <0.1
結晶構造	δアルミナ (αアルミナ 1~15%)	非晶質
比重	3.3	2.3~2.4
直径 μm	3(平均)	8.5±1.0
長さ μm	200(平均)	1,000
引張強さ MPa	2,000	3,000

(メーカーカタログ値より)

ームを作製する必要がある。そこで、超音波ホモジナイザー(振幅20 μm、発振周波数20kHz)、回転翼による攪拌(340rpm)、ウイスカの分散¹⁾に効果のあった界面活性剤(アルキルフェノール系(非イオン系))について、強化繊維をほぐす効果の有無を確認した。

次に強化繊維を2次元に配向することを目的として、吸引ろ過によるプリフォームの作製を行った。

図1にプリフォーム作製工程を示す。予め均一に分散させた液を、図2(A)

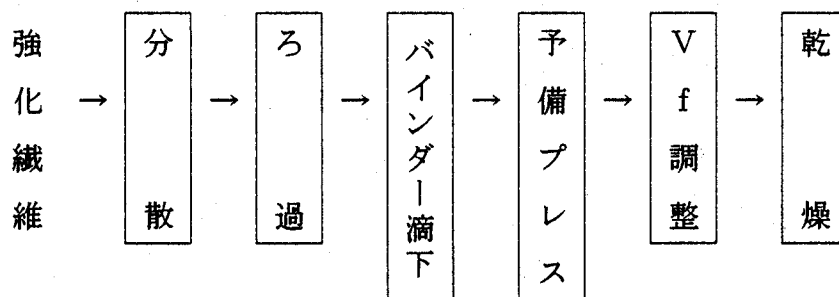


図1 吸引ろ過によるプリフォーム作製工程

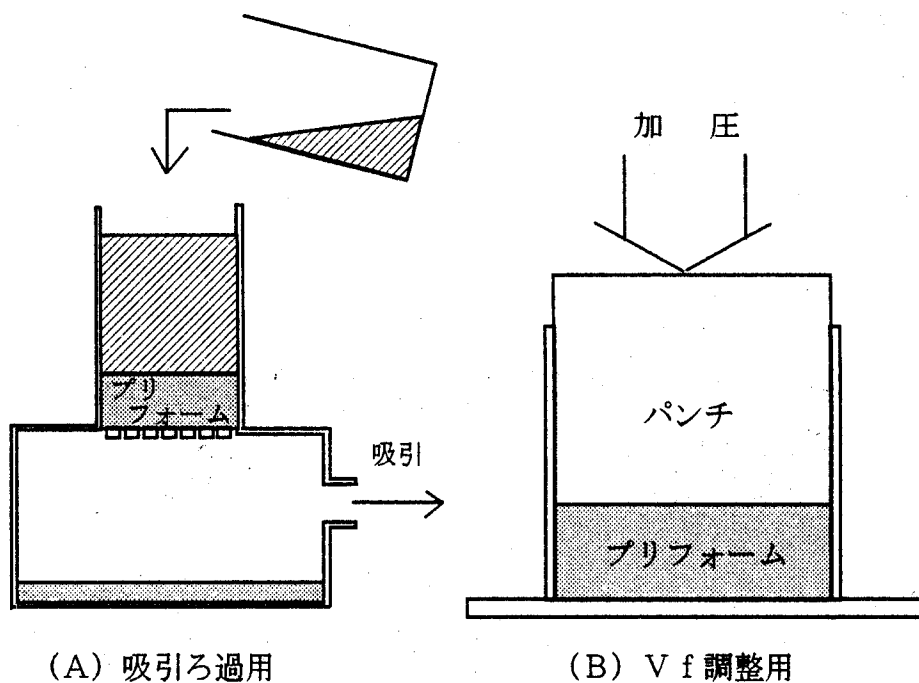


図2 プリフォーム作製装置

に示す装置により、アクリルパイプ（内径 $\phi 45 \times 150$ h）内でろ過してプリフォームを作製した。ろ過は、吸引をした場合としない場合について検討し、ろ紙は、保留粒子径 $7 \mu\text{m}$ および $1 \mu\text{m}$ のものを使用した。保留粒子径とは、JIS-P3801で規定された硫酸バリウム等を、自然ろ過したときの漏洩粒子径により求めた数値で、ろ紙No.5A、5Cの保留粒子径は、それぞれ $7 \mu\text{m}$ 、 $1 \mu\text{m}$ である。

プリフォームを乾燥した後の保形性を考慮し、無機バインダーとしてシリカゾル 10g を水 100ml に溶かした溶液を滴下した後、加圧力 66kPa で予備プレスを行った。

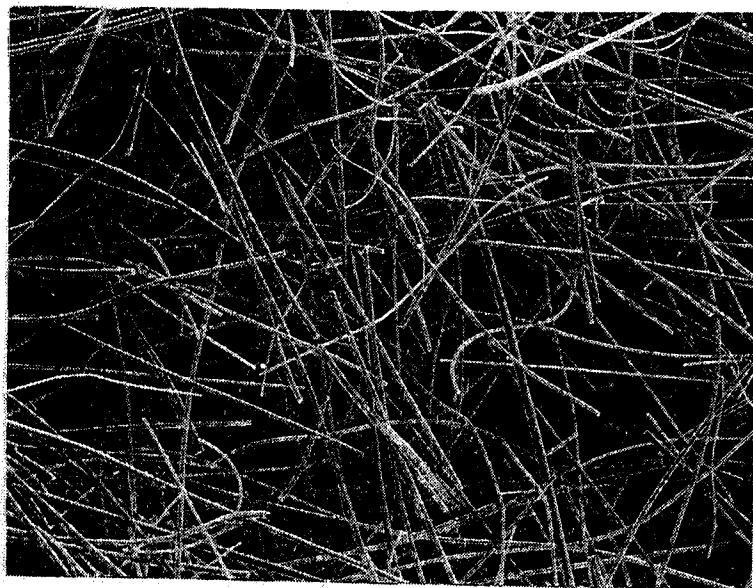
次に、作製したプリフォームを 500kN 万能材料試験機に図2(B)に示す装置をセットし、加圧力を 0 から 16.5MPa まで変化させてVfの調整を行った。その後、プリフォームを $383\text{K} \times 3.6\text{ks}$ で乾燥した。なお、Vfとは強化繊維の体積含有率のことで次式により求めた。

$$Vf \% = \frac{\text{プリフォームの重量}}{\text{プリフォームの体積} \times \text{強化繊維の真比重}} \times 100$$

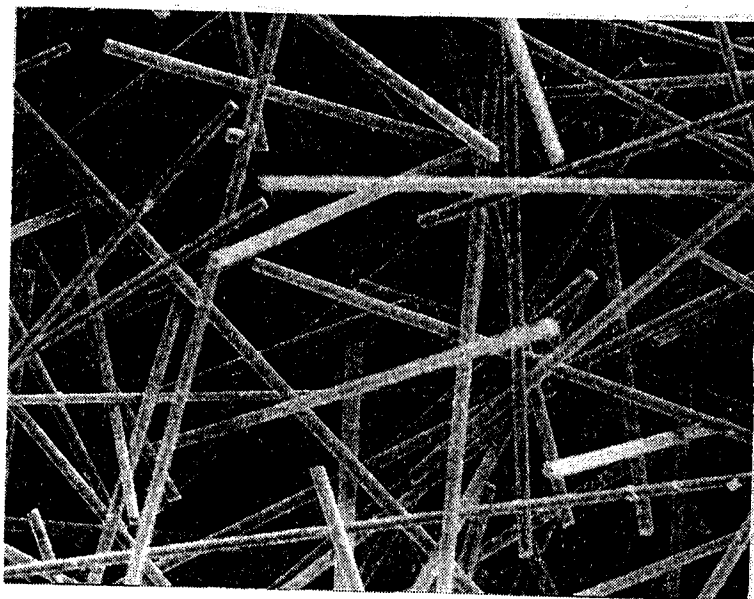
プリフォームの繊維の配向状況の観察は、プリフォームにエポキシ系の樹脂を含浸し、固化させた後、薄膜に切断して、光学顕微鏡の透過光で行った。

3. 実験結果および考察

セラミックス強化繊維を電子顕微鏡で観察した結果を図3に示す。Si-Ti-C-O系強化繊維は、長さ、直径とも均一であるのに対し、アルミナ系強化繊維は、繊維の長さ、直径とも不均一で、特に長さのばらつきが大きかった。また、繊維が曲がっているものも観察された。このため、アルミナ系強化繊維は、複合



Al₂O₃系



Si-Ti-C-O系

100μm

図3 強化繊維の電子顕微鏡組織

化したときに十分な強度特性を得られないと判断し、本実験では、Si-Ti-C-O系を強化繊維として使用した。

強化繊維をほぐす効果を確認したところ、界面活性剤添加による効果は見られなかった。同様に回転翼による攪拌を用いても、今回使用した攪拌機の回転数(340rpm)が小さいためかほとんど効果が見られなかった。

これに対して、超音波ホモジナイザーの使用による効果は大きく、水中の強化繊維の塊をほぐすことができた。また、強化繊維を十分にほぐすには、強化繊維10gに対して水500mlの溶媒量、処理時間を180sを必要とした。

表2にろ紙の保留粒子径および吸引の有無とプリフォームのろ過時間、成形高さの関係を示す。保留粒子径の違いについて比較すると、吸引をした場合は、7 μ mと1 μ mとではろ過時間、成形高さともあまり差が無かったのに対し、吸引をしない場合は、ろ過時間、成形高さとも大きく差が出た。

次に、吸引の有無について比較すると、保留粒子径7 μ mでは、吸引をしない場合は吸引をした場合よりも、ろ過時間が長く、成形高さは高かった。保留粒子径1 μ mでは、7 μ mに比べ、さらにろ過時間が長く、成形高さも高かった。

このことから、吸引をすることによって、ろ過時間、成形高さともに保留粒子径の及ぼす影響は無くなるが、吸引をしないと、保留粒子径の違いに非常に影響される。

表2 ろ紙の保留粒子径、吸引がプリフォーム作製に及ぼす影響

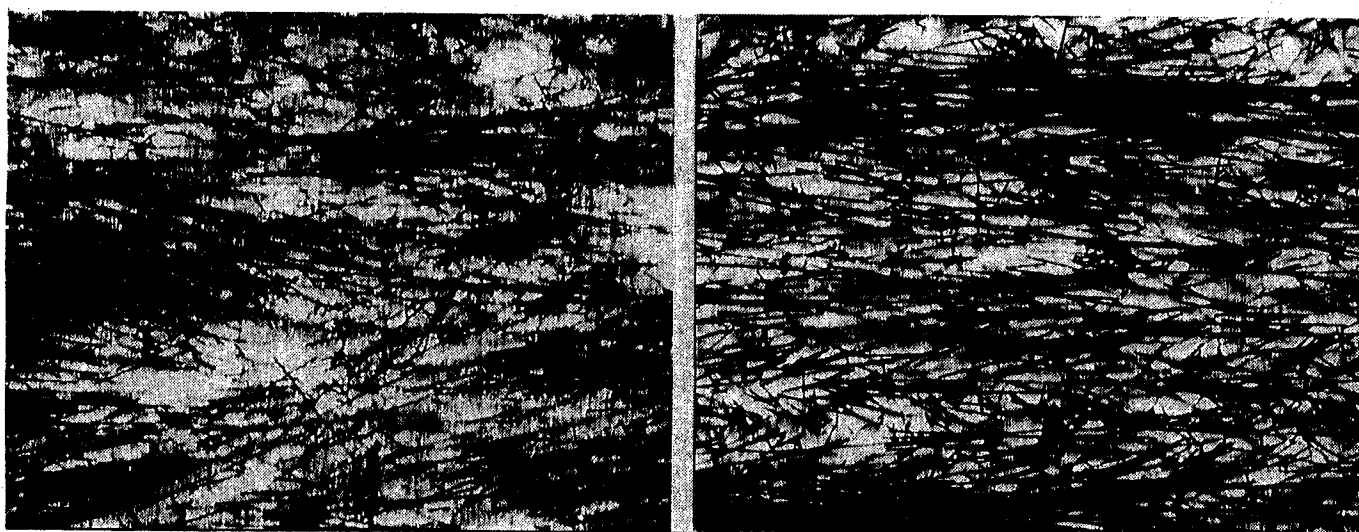
保留粒子径 μ m	吸引	ろ過時間 s	成形高さ mm
7	有	33	50
	無	82	74
1	有	37	51
	無	1100	85

(成形高さは予備プレス前)

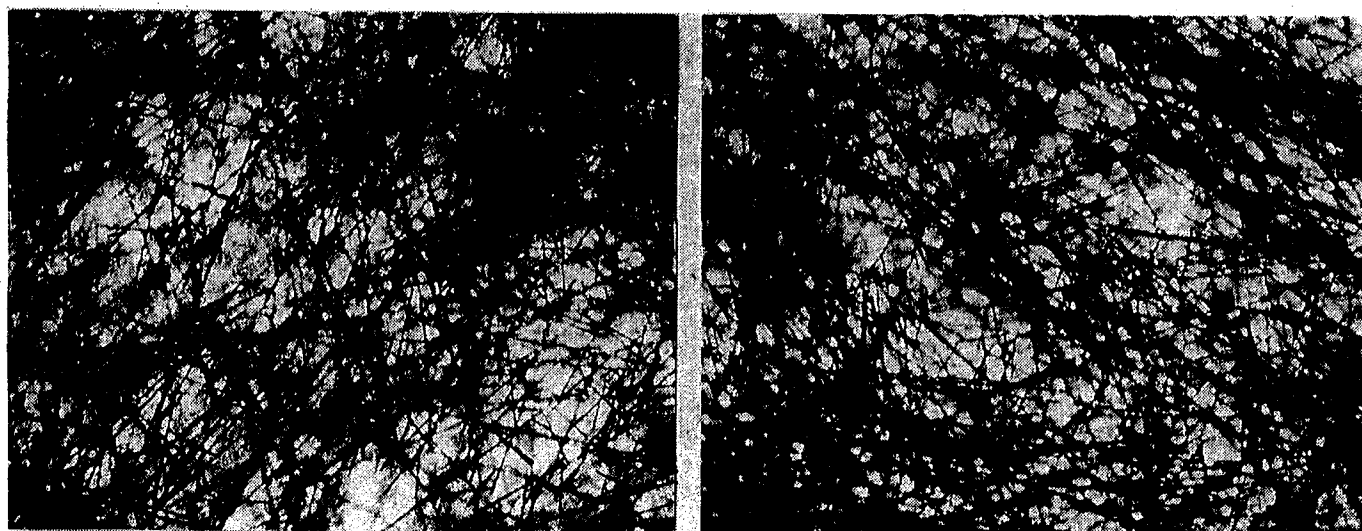
ろ過後、作製されたプリフォームを66kPaで予備プレスすることにより、どの条件で作製してもプリフォームの成形高さは38mm程度まで圧縮され、このときのVfは6.5%であった。

保留粒子径1 μ mで吸引をしない場合と保留粒子径7 μ mで吸引をした場合について、ろ過方向に水平な面とろ過方向に垂直な面のプリフォーム断面の顕微鏡像を図4に示す。ろ過することにより、強化繊維の分布が多少不均一ではあるが、強化繊維がろ過方向と垂直な面に2次元に配向していることが認められる。さらに、保留粒子径7 μ mで吸引をした場合の方が、保留粒子径1 μ mで吸引をしな

い場合の方よりも強く2次元配向していた。ろ過が遅いと、一度分散した強化繊維が、アクリルパイプ内で凝集を起こし、その状態で溶媒が除去された。よって、十分分散した状態ですばやく溶媒を除去した方が、より強く配向したものと考えられる。



ろ過方向に平行な面



ろ過方向に垂直な面

0.2mm

ろ過時間 1100 s

ろ過時間 33 s

図4 ろ過時間の異なるプリフォーム断面の顕微鏡像 (V f 6.5%)

図5に加圧力とVfの関係を示す。加圧力にほぼ比例してVfが上昇し、6.5%から26.4%の範囲でVfの調整が可能であった。

図6は加圧力の異なるプリフォーム断面の顕微鏡観察結果である。一方向に加圧することにより、繊維と繊維との隙間が狭まってVfが上昇し、2次元配向が進行する様子がうかがえる。

また、繊維長が短くなったものも観察されるが、これは強化繊維の損傷によるものと考えられる。

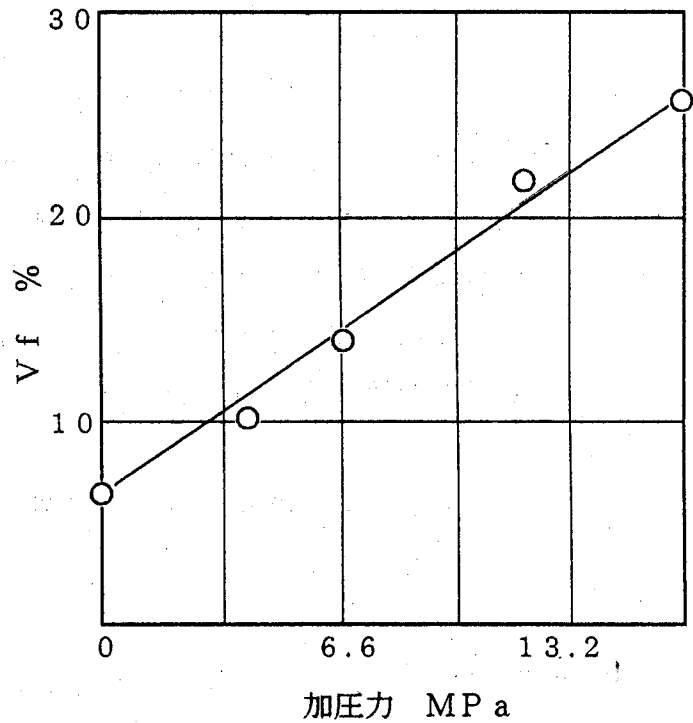
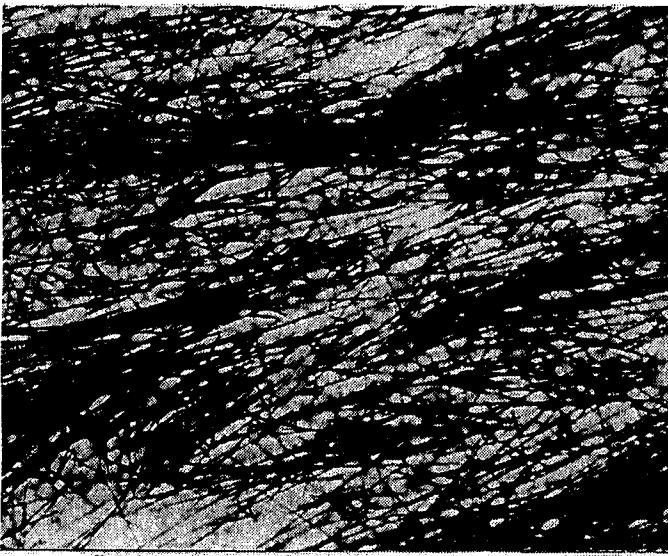
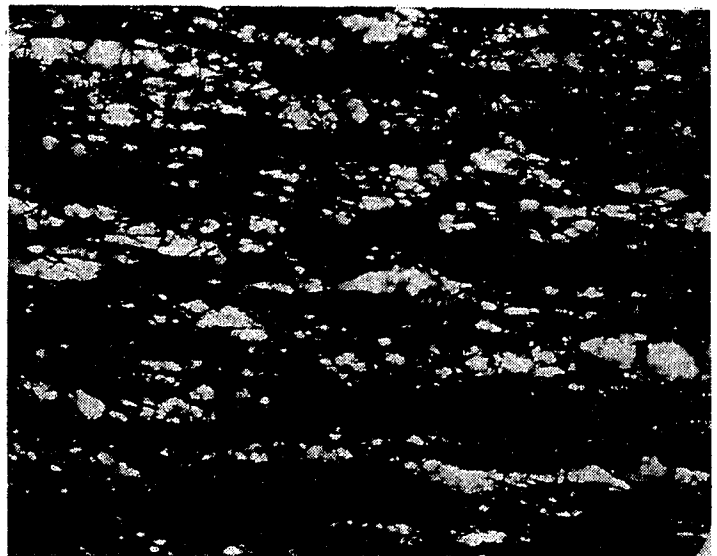


図5 加圧力とVfの関係



加圧 なし
Vf 6.5%



加圧力 16.5 MPa
Vf 26.4%

図6 加圧力の異なるプリフォーム断面の顕微鏡像
(ろ過時間 82 s)

4. 結 言

吸引ろ過法により、プリフォーム中のセラミックス強化繊維を2次元に組織制御する方法について検討した結果、以下のことが明らかになった。

- (1) 前処理として、強化繊維のからみをほぐし、水に均一に分散させるには、超音波ホモジナイザーが最も効果的であった。
- (2) 強化繊維を均一に分散した液を吸引ろ過し、ろ過後加圧することで、ろ過方向と垂直な面への2次元配向とVfの制御が可能となった。
- (3) ろ過速度が速い方が遅い方に比べて、より強く2次元配向できることがわかった。
- (4) 加圧によるVfの調整を行った結果、6.5%から26.4%の範囲でVfの調整が可能となった。

本研究開発は、複合材料新成形技術の研究開発の一環として、(財)中部科学技術センターが新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)から委託を受けたものを、三重県が(財)中部科学技術センターより再委託を受けて実施したものである。

参 考 文 献

- 1) 柴田他：平成元年度三重県金属試験場業務報告