

6.2 押出し成形による複合材料用プリフォームの組織制御

柴田 周治 藤川 貴朗 村川 悟
樋尾 勝也 河合 真

Structure Control of Ceramic Fibers by Extrusion on Preforms of Metal Matrix Composites

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

Addition of methyl cellulose enabled solutions made by Si-Ti-C-O ceramic fibers and water to change viscous fluid, and added a small amount of silica binder solvent to this viscous fluid. Preforms were extruded into rods of 10mm or 20mm in diameter (extrusion ratio 24 or 6).

As extrusion ratio increased, ceramic fibers of preforms were more unidirectional. The volume fraction of ceramic fibers increased with the content of ceramic fibers in the viscous fluid.

keyword

ceramic fibers, extrusion, volume fraction, unidirectional,
high pressure casting, preforms

1. 結 言

高圧鑄造法により短繊維、ウイスカなどの強化繊維を組織制御し、複合材料を作製した例として、強化繊維が等方に分布したバルク状の複合材料の中間素材を熱間押出しなどの塑性加工を経て強化繊維を一方向に配向した報告¹⁾があるが、この方法では、塑性加工時に強化繊維が損傷、破断し、強化材として十分にその特性を発揮できないことが考えられる。このため、強化繊維をプリフォームの作製段階で組織制御し、これにAl合金を高圧鑄造により含浸、複合化することによって、特定の方向に優れた特性を有する複合材料を作製することが考えられる。その際、シャフト、ロッドなどの形状では、1軸方向に強化繊維が配向したほうが負荷に対してより効果的である。

本報告では、プリフォーム作製段階で押出し成形することによって、セラミックス強化繊維の組織を1次元に配向することを目的として研究を行った。

2. 実験方法

セラミックス強化繊維は、前報²⁾ で用いた Si-Ti-C-O 系を使用した。

この強化繊維が 1 次元に配向したプリフォームを作製するために、押出し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。前処理と

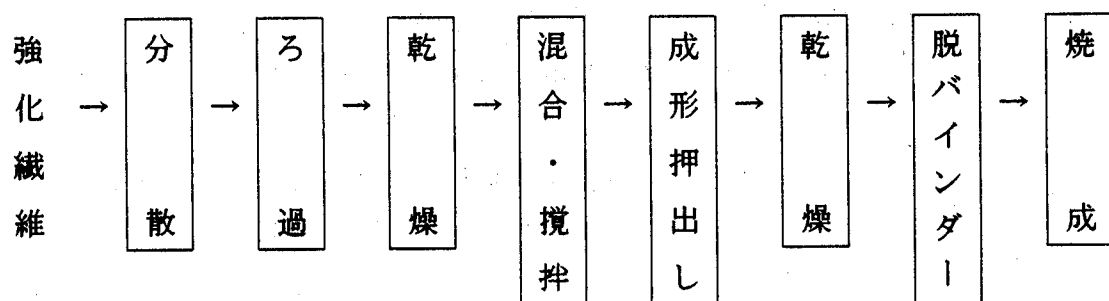


図 1 押出しによるプリフォーム作製工程

して、前報²⁾と同様、予め超音波ホモジナイザーにより強化繊維のからみをほぐし、繊維を水に十分分散させた後、保留粒子径 $7 \mu\text{m}$ のろ紙でろ過し、乾燥して原料とした。

バインダーは、押出し成形が可能な粘性を確保し、バインダーを除去する時の分解温度が低いなどの理由からメチルセルロースを用いた。メチルセルロースは、カタログ値で 400 cps 粘度 (2% 水溶液) のものを使用した。

まず、水にメチルセルロースを加えて粘性のある状態にする。この時のメチルセルロースの添加率は、(1) 式で示され、本実験では $7.7\% \sim 13.0\%$ まで変化させた。

$$\text{メチルセルロース添加率 } \% = \frac{\text{メチルセルロース量}}{\text{メチルセルロース量}(\text{g}) + \text{水}(\text{g})} \times 100 \dots (1)$$

次に、この溶液に強化繊維を少量ずつ添加して攪拌した。この時の強化繊維の含有率は(2)式で表し、 $1.7\% \sim 13.0\%$ まで変化させた。

$$\text{強化繊維含有率 } \% = \frac{\text{強化繊維量}(\text{g})}{\text{強化繊維量}(\text{g}) + \text{メチルセルロース量}(\text{g}) + \text{水}(\text{g})} \times 100 \dots (2)$$

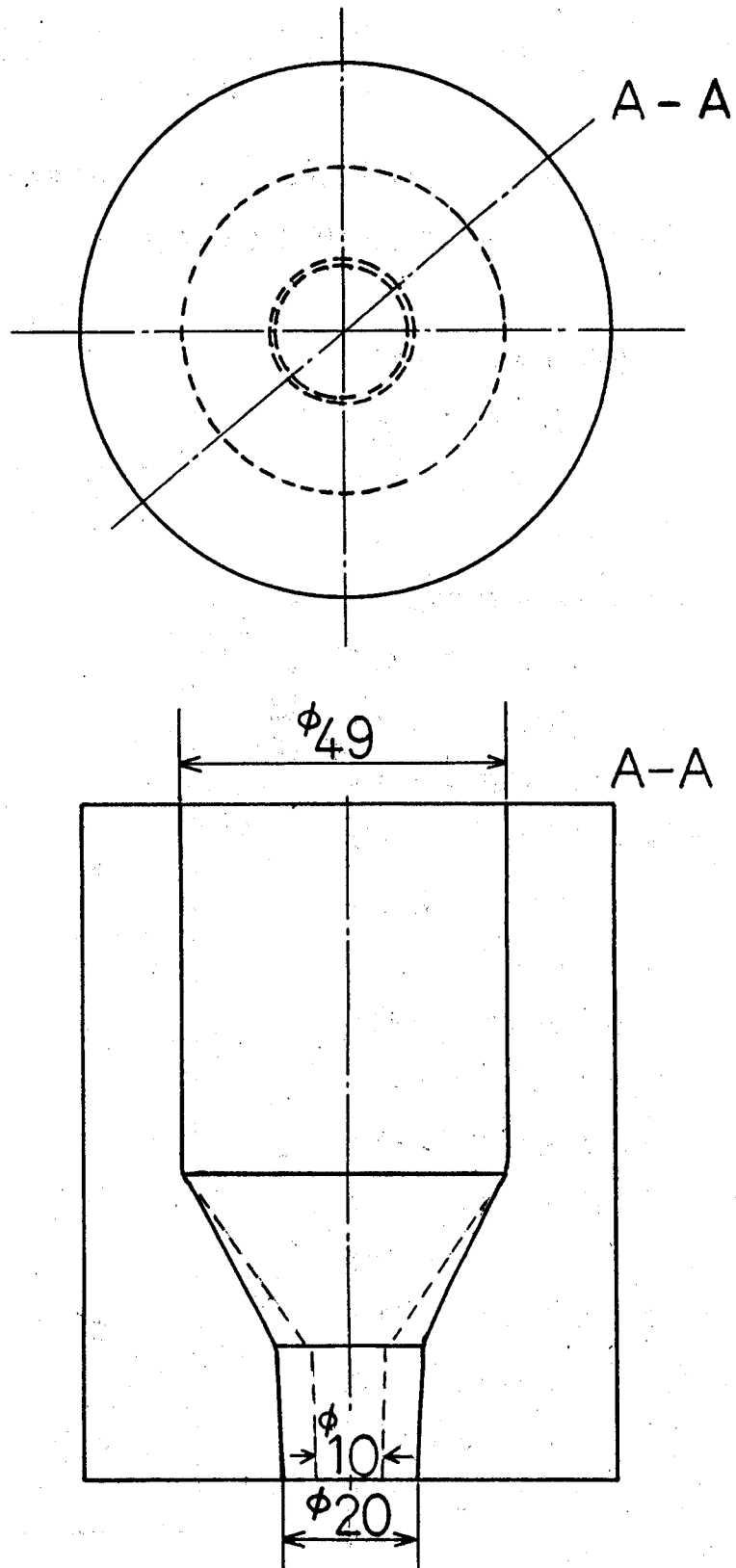
さらに、プリフォーム中のメチルセルロースを除去した後の保形性を考慮して、

無機バインダー（シリカゾル）を少量添加した。

これを、真空脱泡ミキサーで気泡を除去しながら混合、攪拌して、可塑性をもった練り土状とし、図2に示す金型を使って、押し出し比6及び24、押し出し速度 7×10^{-3} mm/s で押し出し成形を行った。

押し出し後、自然乾燥し、脱バインダーを $773 \text{ K} \times 3.6 \text{ ks}$ で行い、さらに、温度を上げ、 $973 \text{ K} \times 3.6 \text{ ks}$ で焼成した。

押し出し成形してから焼成までのプリフォームの収縮率を(3)式で求め、強化繊維含有率、メチルセルロース添加率との関係を求めた。



口金部	φ 20	押し出し比	6
	φ 10	"	24

図2 押し出し用金型

$$\text{収縮率 \%} = \frac{\text{焼成後のプリフォームの体積}}{\text{押し出し後のプリフォームの体積}} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

プリフォームの繊維の配向状況は、実体顕微鏡で観察するとともに、前報²⁾と同様に断面の薄膜を光学顕微鏡で観察した。

3. 実験結果および考察

押し出し後、乾燥、脱バインダー、焼成の工程を経たプリフォームについての強化繊維含有率と V_f 、収縮率との関係を図3示す。図3(a)に示すように強化繊維含有率が増加するとともに、プリフォームの V_f は高くなるのがわかる。

一方、焼成後の収縮率は、図3(b)に示すように強化繊維含有率が増加すると減少する。この結果、プリフォーム中の強化繊維の V_f は強化繊維含有率だけでは求められず、強化繊維含有率と焼成後の収縮率によって決定される。

また、強化繊維含有率が10%を越えると、練り

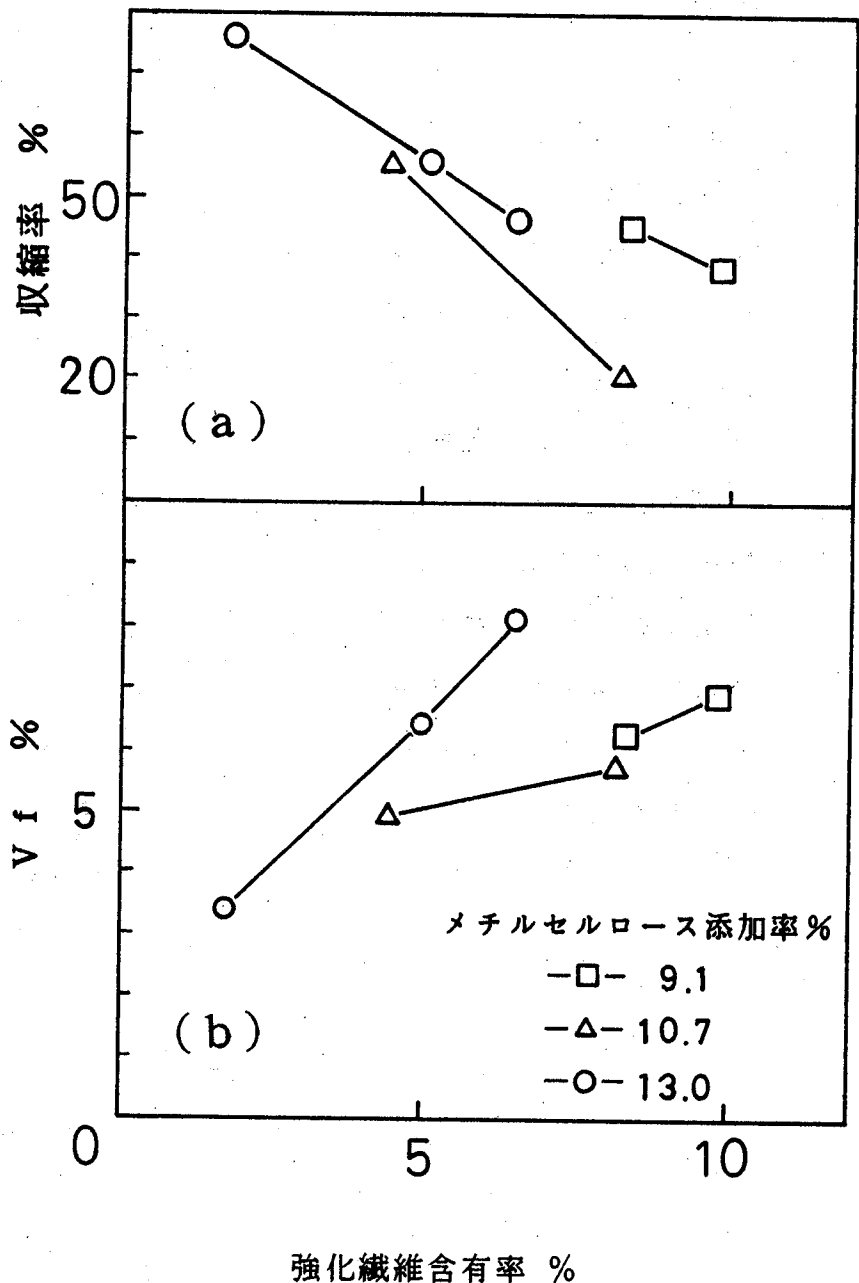


図3 強化繊維含有率と V_f 、収縮率との関係

土に可塑性が出なくなり、部分的に直径3mm程度の強化繊維のからみを生じて不均一になり、プリフォームとして十分なものが得られなかった。

さらに、メチルセルロース添加率が9.1%より少なくなると押し後の保形性が悪く、形を維持できなかった。

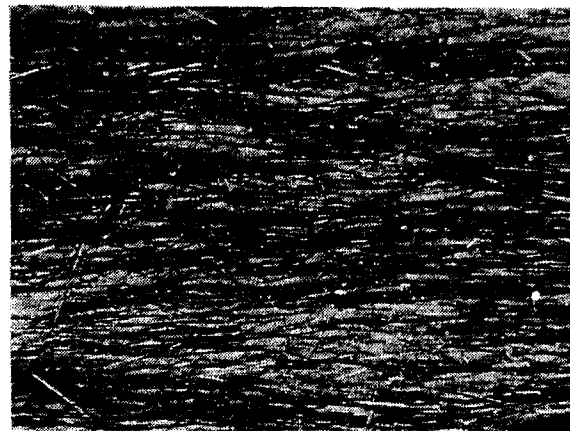
この結果、メチルセルロース添加率9.1%~13.0%、強化繊維含有率1.7%~10.0%の範囲で押し成形可能であることが判明した。

押し比6、24で押し成形して得られたプリフォーム表面の強化繊維の配向状況を図4に示す。押しにより、強化繊維が押し方向に配向したプリフォームが得られ、押し比が大きいほうが、より一方向に配向していることが観察できた。

図5に直径20mmに押し出したプリフォームの表面と中心部の強化繊維の配向状況を示す。中心部は、表面に比べて配向しておらず、押し方向に配向したプリフォームを得るためには、十分な押し比が必要であることがわかった。



押し比 6



押し比 24

押し方向 →

0.5mm

図4 押し後の強化繊維の配向状況
(プリフォーム表面を観察)



中心部



表面

図5 表面と中心部の配向状況
($\phi 20$ 、押し比6)

0.5mm

4. 結 言

押し成形により、プリフォーム中のセラミックス強化繊維を1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) メチルセルロース添加率9.1~13.0%、強化繊維含有率1.7%~10.0%の範囲で、押し可能な可塑性をもった練り土状とすることができた。
- (2) プリフォーム中の強化繊維のVfは強化繊維含有率と焼成後の収縮率によって決定される。
- (3) 押し成形により、押し方向へ強化繊維が配向したプリフォームが得られ、押し比が大きいほうが、より一方向に配向した。
- (4) プリフォームの表面、中心部ともに均一に配向したプリフォームを得るに十分な押し比が必要である。

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) 渡辺他：軽金属、38(1988)10,633
- 2) 柴田他：平成3年度三重県金属試験場業務報告