

# 特別研究

## 金属・セラミックス複合材料製造技術の開発研究

### (1) アルミニウム基分散強化複合材料の開発

機械部 鶴岡 一 廣

#### 1 緒言

県産材の有効利用を目的とし、金属とセラミックスの複合材料の製造技術の開発を目標に、熱間等方加圧装置の導入を図るとともにエメリーの有効利用を図るための基礎研究に取り組んだ。その一環として、セラミックスであるアルミナを分散材としたアルミニウム基分散強化複合材料の開発を行った。

アルミニウム合金は軽量で高速切削が可能な材料であり、その需要は自動車などの軽量化の波に乗って増大している。しかし、鉄鋼材料に比較して高温強度や耐摩耗性で劣るため利用範囲が限定されている。

そこでアルミニウム合金の特性を維持しながら、高温強度の向上を図ったアルミニウム基分散強化複合材料の開発を行った。本報では純アルミニウム粉末とアルミナ粉末を混合し圧粉体成形及び焼結までの工程について得られた結果を報告する。

#### 2 実験方法

##### 2.1 供試材料

今回使用したアルミニウム粉末はアトマイズ粉(湊アルミニウム(株)製)で、その成分の分析値、及び粒度分布を表1、2に示す。

表1 成分表

成分	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Ti+V	other
分析値(%)	99.46	0.06	0.18	tr.	tr.	tr.	tr.

またアルミナ粉末は市販の試薬(和光純薬工業(株)製、精密研磨用、 $\alpha$ アルミナ)で粒度は95%以上が

表2 粒度分布

メッシュ	+100	100~200	200~350	-350
重量割合(W%)	0.1	91.8	7.8	0.3

2  $\mu\text{m}$  以下である。

アルミニウム粉末(以下略記A1)とアルミナ粉末(同アルミナ、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ )を、85/15、90/10、95/5の重量割合で混合し、一個あたりの重量を約80gとして試験に供した。この混合体の理論密度は純アルミニウムの密度が $\rho_{\text{Al}}=2.71$ 、アルミナの密度が $\rho_{\text{Al}_2\text{O}_3}=3.99$ であることから表3に示す値となる。

表3 混合体の理論密度

Al/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ (W%)	85/15	90/10	95/5	97/3
理論密度( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	2.902	2.838	2.774	2.748

##### 2.2 圧粉体の成形

圧粉体の成形は図1に示すように、フローティング構造とし、上下から加圧することによって圧粉体の密度差を極力小さくするようにした。

圧粉成形金型の内径は $\phi 35$ とし、成形荷重を10、20、30、40tf(成形応力約100、200、300、400MPa)とした。

##### 2.3 焼結

焼結は真空熱処理炉を使用し、焼結条件は保持温度630度、昇温100分、保持時間100分とした。炉内は約1 Torrの窒素ガス雰囲気である。

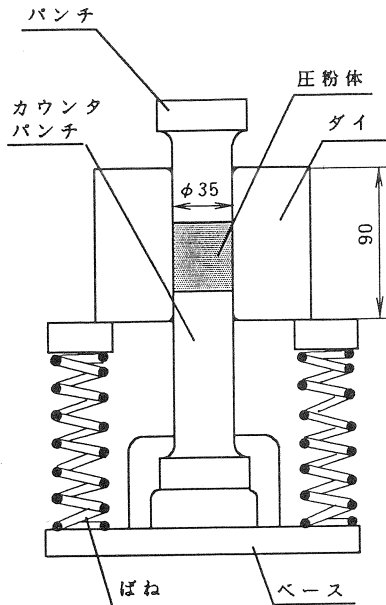


図1 圧粉体成形金型

焼結温度はアルミニウム粉末の場合約550～650°Cであるが、高温域を採用した。また焼結時間は15、30、200分を検討したが差がみられなかったため100分とした。焼結条件については今後温度、時間の最適条件を設定する必要がある。

### 3 実験結果及び考察

#### 3.1 圧粉体成形応力と圧粉体密度

混合粉を金型に入れた時の粉体の高さは約70mmであり、圧粉後は成形応力120MPaで34～35mm、400MPaで30～31mmとなった。

圧粉体成形応力と理論密度比（理論密度に対する圧粉体密度の比）、及びアルミナ混合割合と理論密度比の関係をそれぞれ図2、図3に示す。

理論密度比は成形応力の増加とともに大きくなるが、応力400MPa前後で飽和しており、その値は混合割合が85/15で0.90、90/10で0.93、95/5で0.96である。また、アルミナの混合割合が高いほど小さい応力で飽和する傾向がある。これはアルミナ混合割合が高いほど相対的に粉体の硬さが大きくなるとともに、延性が低下するためと思われる。

応力が小さい時は混合割合による理論密度比の差はないが、応力が大きくなるとアルミナの混合割合が高いほど理論密度比が小さい。

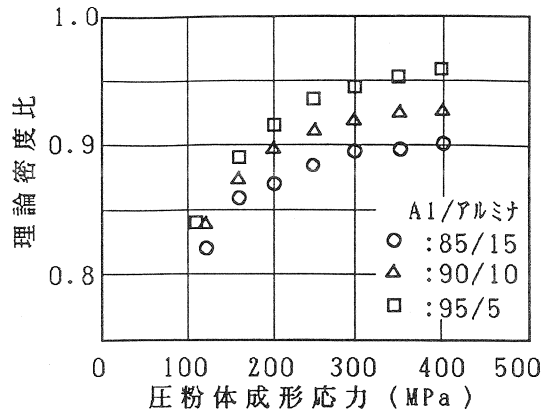


図2 圧粉体成形応力と理論密度比

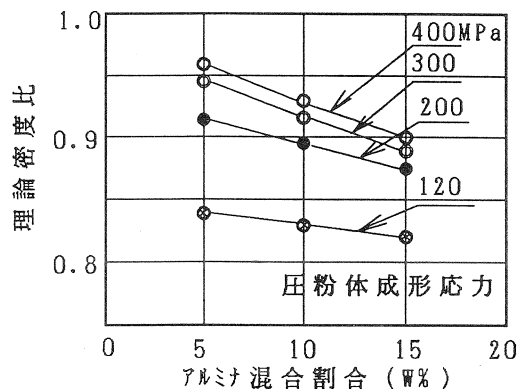


図3 アルミナ混合割合と理論密度比

これは圧下初期は粉体が流体的な動きをするために混合割合の変化による差異が少ないが、応力が大きくなるに従って固体としての挙動を示すようになりアルミナの混合割合の影響が出てくるためと思われる。

#### 3.2 焼結体の圧縮品密度

前記圧粉体を焼結した結果、重量及び寸法の変化はみられず、焼結体密度は焼結前の圧粉体密度と変わらなかった。

この焼結体を圧粉体成形応力と同じ応力で圧縮した場合と、応力を300MPa一定で圧縮した場合の理論密度比の変化を示したのが図4、図5である。

図4において、圧縮応力400MPaの場合の理論密度比は混合割合が85/15で0.91、90/10で0.94、95/5で0.97であり、圧粉体に比べて1～2%の増加

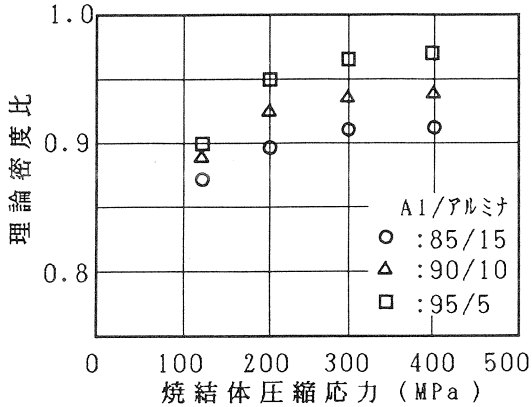


図4 焼結体圧縮応力と理論密度比

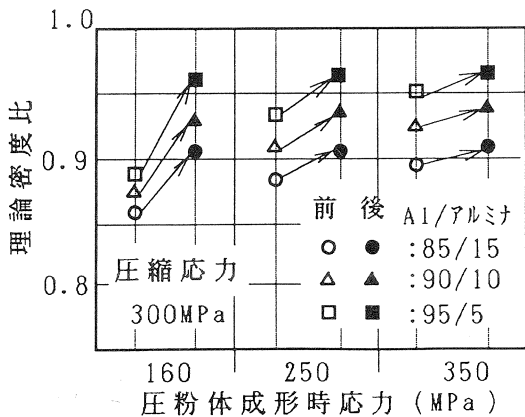


図5 焼結体圧縮前後の理論密度比

はあるものの殆ど変わらない。しかし応力120MPaでは理論密度比がそれぞれ0.87、0.89、0.90となっており、圧粉体に比べて6～7%増加している。

焼結体を一定の応力300MPaで圧縮した場合、図5に示すごとく、圧粉体成形応力に関わらずほぼ同じ理論密度比になり、その値は混合割合85/15で0.91、90/10で0.94、95/5で0.97である。

圧粉体成形荷重と同じ応力及び一定応力で圧縮したときに、理論密度比が飽和状態に達するのは圧粉体成形時より小さい応力で、ともに300MPa前後である。これは圧粉体成形による加工硬化していたものが、焼結により軟化したためと考えられる。

### 3.3 顕微鏡写真

写真1に混合割合85/15、及び95/5の焼結体の顕微鏡写真を示す。

アルミナの混合割合が高い85/15の場合、圧粉体

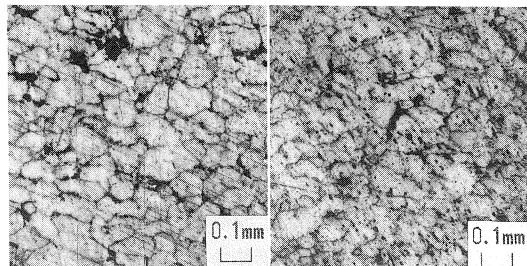
成形応力が低いとアルミニウム粉末の粒子形状がほぼもとのまま残っており、粒子間の隙間も大きく密度が低いことが分かる。成形応力を高くすると粉末粒子は扁平状に圧縮されやや密度が向上しているようだが粒子間の境界ははっきりしている。

一方アルミナの混合割合が低い95/5の場合、成形応力が低いとAl粉末粒子の形状が残ってはいるものの粒子間の隙間も小さくなっている。成形応力を大きくすると粒子の境界は不明瞭になっており密度がより高くなっていることが分かる。

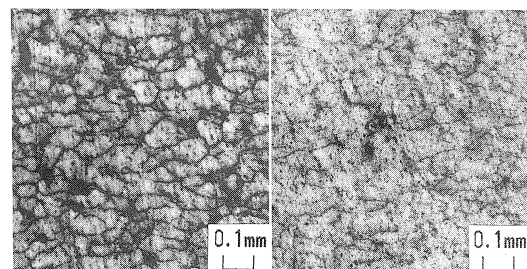
この粒子の境界はAl粉末の表面に形成された酸化被膜であると思われる、粒子境界が不明瞭になるのは粒子が高い応力で密着したため酸化被膜が破壊し粒子同士が結合し始めているのかは分からない。

また、写真2は成形応力と同じ応力で焼結体を圧縮した場合の顕微鏡写真を示すが、焼結後再圧縮することによってAl粉末粒子の密着性が上がり、粒子の境界が分からなくなっている。この傾向は混合割合95/5の場合が特に強く、理論密度比からもその傾向を示している。

これは圧粉体成形-焼結-再圧縮-焼結の工程で

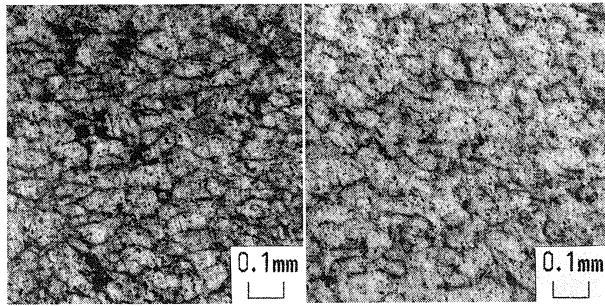


Al/アルミナ=85/15 Al/アルミナ=95/5  
圧粉体成形応力 P=120MPa

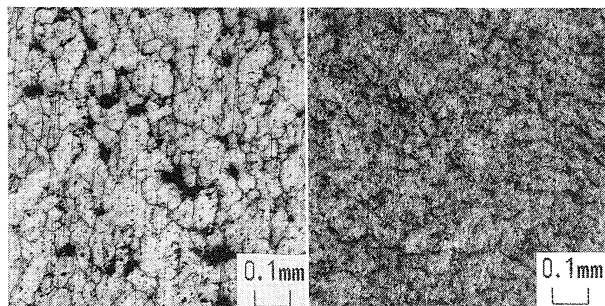


Al/アルミナ=85/15 Al/アルミナ=95/5  
圧粉体成形応力 P=400MPa

写真1 圧粉体焼結品顕微鏡写真



Al / アルミナ = 85 / 15      Al / アルミナ = 95 / 5  
焼結体成形応力 P = 120MPa



Al / アルミナ = 85 / 15      Al / アルミナ = 95 / 5  
焼結体成形応力 P = 400MPa

#### 写真2 再圧縮焼結品顕微鏡写真

加工硬化した Al が軟化したためであろう。

#### 4 結 言

アルミニウム粉末にアルミナ粉末を混合し、高温強度と耐摩耗性の高いアルミニウム基分散強化複合材料の開発を目標に、その第一歩としてアルミナの重量混合割合が15、10、5%の混合粉末を  $\phi 35 \times 35$  L の円柱状に成形焼結し、成形応力と理論密度比の関係を調べた結果以下の結論を得た。

(1) 圧粉体密度は圧粉体成形応力350~400MPa

で飽和状態に達し、そのときの理論密度比は、0.90 (Al / アルミナ = 85% / 15%)、0.93 (90 / 10)、0.96 (95 / 5) であった。

(2) 一次焼結体を圧粉体成形応力と同じ応力で圧縮した焼結体の理論密度比は、応力120MPa では一次焼結体の0.85から6~7%増加し、0.87(85 / 15)、0.89(90 / 10)、0.90(95 / 5) となったが、300MPa 付近で飽和状態に達しそれぞれ0.91(85 / 15)、0.94(90 / 10)、0.97(95 / 5) となった。

(3) 一次焼結体を同じ応力(300MPa)で圧縮した焼結体は、圧粉体成形応力の値に関わらず理論密度比が0.91(85 / 15)、0.94(90 / 10)、0.97(95 / 5) となり飽和状態の値とほぼ同じになった。

本報では成形応力と理論密度比の関係を調べたが、今後は高温強度を調べるために引張り試験片を作製し、高温雰囲気での引張り試験を行うとともに、圧縮試験を行いその機械的特性を調べる。

また、この混合体の熱間等方加圧処理(HIP 処理)による理論密度比との比較を行うとともに、分散材を県産材であるエメリーとした場合の機械的特性を調べる。

#### 追記

本実験に使用した真空熱処理装置は、日本自転車振興会の補助を受けて設置したものである。

#### 参考文献

- 1) 榛葉, 三谷; 粉末冶金学, コロナ社