

© 1989 ISIJ

 論文  
 微細構造解析に基づく SiC/Al 複合材料の  
 高性能化

# 論文

## 微細構造解析に基づく SiC/Al 複合材料の 高性能化

手塚英志\*・今井義一\*<sup>2</sup>・近藤雅之\*・香山 晃\*<sup>3</sup>

### Development of Advanced SiC/Al Composite Materials Through Micro- structural Evaluation and Design

Hideshi TEZUKA, Yoshikazu IMAI, Masayuki KONDO and Akira KOHYAMA

#### Synopsis:

Research and development of advanced high performance SiC/Al-alloy composite materials was performed with the emphasis on correlations between microstructures and mechanical properties. Microstructural investigation was mainly carried out by means of electron microscopy (SEM, TEM, STEM-EDX). Mechanical property was evaluated by tensile test at room temperature and 723 K.

As the scoping study, SiC reinforced composite plates with varieties of alloys were investigated. Mainly from the stand point of interfacial reaction Al<sub>10</sub>Si<sub>5</sub>O<sub>15</sub> was selected as matrix material for the next step.

SiC/Al<sub>10</sub>Si<sub>5</sub>O<sub>15</sub> preform wires were produced by liquid metal infiltration method. At the first stage, formation of shrinkage cavities and thermal degradation of fiber strength were the dominant issues. Minimizing these issues by process controlling with the help of new ceramic nozzle for drawing and purification of matrix Al, the tensile strength of preform wire has reached to the value of simple rule of mixture.

Al-Ni alloys were selected to improve high temperature strength of the composites. The Microstructural design concept of this system is to utilize matrix strengthening by *in-situ* composite and to improve interfacial microstructures. TEM inspections of the composites proved the realization of this concept. As the results, the tensile strength of SiC/Al-5.2% Ni preform wires successfully reached to 1.7 GPa at R.T. and 1.5 GPa at 723 K.

Key words : SiC/Al ; preform wire ; liquid metal infiltration ; Al-Ni alloy ; *in-situ* composite.

## 1. 緒 言

SiC/Al 複合材料は、高比強度、高比剛性の構造用先端複合材料の一つとして宇宙航空産業、エネルギー関連産業などから注目を集めている。ポリカルボシラン (Polycarbosilane ; PCS) 系 SiC 繊維は直径 13 μm 程度のセラミックス連続繊維で、有機前駆体を紡糸・焼成することにより数百本の束の状態で作成される<sup>1)</sup>。これらを強化繊維とした金属基複合材料を工業規模で生産するには、まず中間素材 (プリフォームワイヤー) を作製し、ホットプレス、ホットロールなどにより最終形状の部材を製造する方法が用いられる<sup>2)</sup>。この方法は、繊維と溶湯との接触時間が最小限であり、繊維の引き揃えなどのデリケートな作業がないという特徴を持ってい

る。その結果、最終製品の性能、製造コストの面で非常に有利であるという点が本方法の長所であると言える。

ここでいうプリフォームワイヤーとは繊維を束のまま溶湯中に浸漬し、複合化したワイヤー状複合材料 (コンポジットワイヤー) のことである。これを複合化素材として用いる方法では、プリフォームワイヤーの性能が複合材料の機械的性質を決定する極めて重要な因子となるため、その高性能化は大きな課題である。また、一般にセラミックス繊維で金属を強化する場合、マトリックス金属との反応を防止するため繊維表面に CVD 法などによりコーティングが施される場合が多く、PCS 系 SiC 繊維の場合にも過去においてその検討がなされた。しかしながらコーティングプロセスは生産性・コストといった面では非常に不利であり、プリフォームワイヤー法の長

昭和 63 年 12 月 9 日受付 (Received Dec. 9, 1988)

\* 東京大学大学院 (Graduate School, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku, Tokyo 113)

\*<sup>2</sup> 日本カーボン(株)研究所 (Research Laboratory, Nippon Carbon Co. Ltd.)

\*<sup>3</sup> 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo)

所を減殺してしまう。また、繊維に Ti と B をコーティングすることにより作製されている C/Al 複合材料についての最近の研究でも、コーティング層を介した極く微量の繊維とマトリックスの反応が問題であることが明らかになっている<sup>3)</sup>。本研究では PCS 系 SiC 繊維の液相金属との濡れ性が元来良いこともあり、コーティングしないで複合化する方法を選択した。プリフォームワイヤーの高性能化に当たり、ワイヤー強度の目標値は室温において 1.50 GPa、723 K において 1.35 GPa とした。

## 2. 実験方法

本研究は、試作されたプリフォームワイヤーについて強度特性解析及び微細構造解析を行い、その相関を明らかにし、結果を試作ラインにフィードバックすることによって進めた。本研究で用いた強化繊維である PCS 系 SiC 繊維は平均直径 13 μm の繊維で、250 本あるいは 500 本で一束となっており、引張強度は約 3.0 GPa である。

プリフォームワイヤーの高性能化は、三段階に分けて行った。第一段階では、各種 Al 合金のマトリックスとしての適合性の検討及びプリフォームワイヤーの試作を行った (1st step)。マトリックスの検討を行うために、液相熱間プレスにより板状複合材を製作した。プレス条件は、約 1000 K、20 MPa、5 min である。使用した SiC 繊維は 500 本で一束のもので、マトリックスは工業用純 Al (A1050)、Al-Mg 合金 (A5052)、Al-Mg-Si 合金 (A6061) である。また、Mg 合金との適合性も Mg-Al 合金 (AZ91C) を用いて調べた。各合金の組成、引張強度を Table 1 に示す。繊維体積率 ( $V_f$ ) は、画像処理によって求めた (Table 2)。適合性評価は引張試験、走査型電子顕微鏡 (SEM) による破面観察及び透過型電子顕微鏡 (TEM) 及びエネルギー分散 X 線解析 (EDX) による微細構造解析によって行った。引張試験片は平行部長さ 10 mm、幅 4 mm、厚さ 2 mm、肩の半径 10 mm の大きさのものを板材から切り出した。引張試験の歪み速度は  $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  である。TEM 試料は機械研磨により 0.1 mm まで薄くした後、打抜きダイスにより直径 3 mm のディスクにし、イオンミリングに

よって作製した。また、プリフォームワイヤーの試作は、500 本で一束の繊維を用い、マトリックスを A1050 として溶融合浸法によって行った。溶融合浸法では繊維のサイジング剤の除去を行った後、液相 Al に浸漬し含浸を行った。また、最後にノズルを通して引き抜くことにより形状の安定化と、繊維体積率の調整を同時に行った。ノズル径はワイヤーの繊維体積率が 40% となるようにした。また、得られたワイヤーの直径は約 0.5 mm であり、平均  $V_f$  は約 40% である。ワイヤーの特性は、引張試験及び SEM 観察によって評価を行った。引張試験では、引張方向に溝を切ったチャックで直接ワイヤーを掴んで試験を行った。チャック間距離は 8 mm、歪み速度は  $2.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  である。

高性能化の第二段階は、前後の二つの段階に分けて実験を行った (2nd step)。前の段階では、第一段階の結果を受けて、マトリックスを A1050 としたプリフォームワイヤーの試作とその評価を行った。また、後の段階では前段階の結果を受けてマトリックスの Al 純度を 99.8 wt% まで向上させ、プリフォームワイヤーの試作とその評価を行った。ワイヤー製法及び評価法は第一段階と同様である。なお、引張試験においては、ワイヤー強度が高くなったため、チャック掴み部をエポキシ樹脂で覆い固めた。チャック間距離は 10 mm、歪み速度は  $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  である。TEM 試料は、ディンプルグラインダーによる研削及びその後のイオンミリングにより、ワイヤーから直接作製した。

第三段階では、Al-Ni 合金をマトリックスとした高  $V_f$  のプリフォームワイヤーを作製した (3rd step)。使用した繊維は 250 本で一束のものであるが、これは 500 本で一束のものに比べて真直性が良く、高  $V_f$  化に適するものである。なお、双方の繊維の化学成分、焼成条件などには違いは無い。また、ノズル径はワイヤーの  $V_f$  が 55% になるようにした。得られたワイヤーの直径は約 0.3 mm、 $V_f$  は約 55% である。なお、使用したマトリックスの Ni 濃度は 0.9、2.2、5.2、7.2 wt% である。ワイヤー評価法は第二段階と全く同様である。また、高温特性を調べるため 723 K においても引張試験を行った。

複合化前後における SiC 繊維の強動特性変化について

Table 1. Chemical compositions of matrix Al alloys.

Alloy	Chemical composition (wt%)										Tensile strength (MPa)
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Ni	Al	
A1050	≤0.25	≤0.40	≤0.05	≤0.05	≤0.05	—	≤0.05	≤0.03	—	≥99.5	80
A5052	≤0.25	—	≤0.10	≤0.10	2.6	0.25	≤0.10	—	—	Bal.	190
A6061	0.60	0.70	0.30	0.15	1.0	0.20	0.25	0.15	—	Bal.	120
AZ91C	<0.30	—	<0.10	<0.13	Bal.	—	0.80	—	<0.01	9.0	130

ては、単繊維引張試験によって検討を行った。

単繊維引張試験のための繊維は複合材料から 5N の塩酸によって溶出したものを用いた。PCS 系 SiC 繊維は化学的に安定で、5N 程度の塩酸では浸食されず、機械的特性にも変化はない<sup>4)</sup>。繊維径の測定は、JIS R 7601 に準拠したレーザー回折法を用いた。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 各種 Al 合金マトリックスとの適合性

引張試験の結果は Table 2 の 1st step の欄に示すようになり、Al1050 をマトリックスとした場合にのみ比較的高い強度が得られた。また引張破面の SEM 観察では Al1050 の場合には界面反応層も凝固収縮孔も観察されなかった。一方、A5052 及び A6061 の場合には界面反応層は観察されなかったが、凝固収縮孔が観察された。Al 合金系マトリックスの場合には、SEM 観察のレベルで判明するほどの界面反応は無いものの、凝固温度範囲が広いことが問題であることをうかがわせた。また AZ91C の場合には Photo. 1 に示すように凝固収縮孔 (Photo. 1(a)) 並びに繊維のまわりに厚さ約 1 μm の界面反応層 (Photo. 1(b)) が観察され、Mg 合金の場合に

は繊維とマトリックスが激しく反応してしまうことが確認された。

次に繊維-マトリックス界面の TEM 観察及び STEM-EDX 解析結果を示す。マトリックスが Al1050 の場合には、析出物も偏析も観察されなかったのに対し、A5052 の場合には析出物の存在と Fig. 1 に示すようにその中への Mg の偏析が観測された。また、Photo. 2 に示すように A6061 の場合には界面にマイクロラック及び析出物の存在が観察された。界面析出物の中には大きさが数 100 nm に達するものも観察され、その中及びその周辺へは Fe の偏析が観察された。また AZ91C の場合には SEM 観察結果と対応する厚さ約 1 μm の反応層が観察されており、その構造は繊維と直角の方向に成長したと思われる共晶組織であることがわかっている<sup>5)~8)</sup>。

Al1050 以外の場合に観察された析出物や反応層は、脆い金属間化合物や炭化物等であると考えられる。これ

Table 2. Advancement in tensile strength of SiC/Al composite materials.

	Shape (Fabrication method)	Matrix	Tensile strength (GPa)	Fiber volume fraction (%)
1st step	Plate (Hot press)	Al1050	0.62	34
		A5052	0.25	31
		A6061	0.31	42
		AZ91C	0.16	37
2nd step	Preform wire (Liquid metal infiltration)	Al1050	0.66	40
		Pure Al	1.0 1.2	
3rd step		Pure Al Al-5.2%Ni	1.6 1.7	55

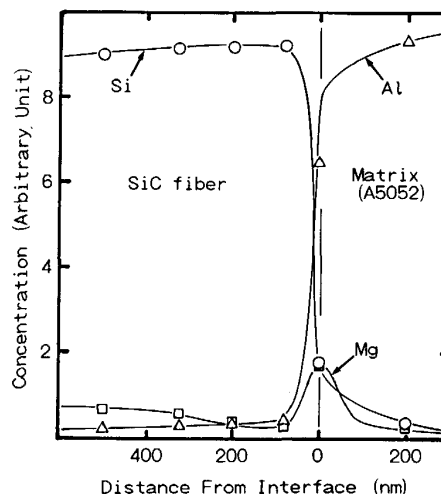


Fig. 1. Mg precipitation at the fiber-matrix interface of SiC/A5052 composite material.

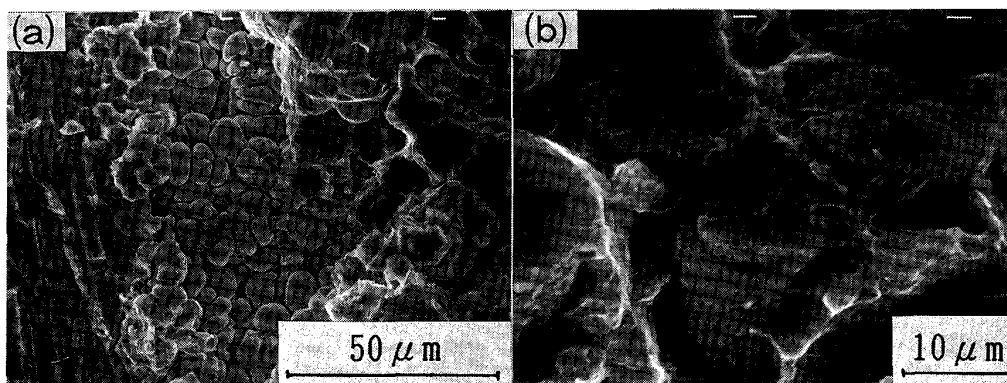


Photo. 1. SEM fractographs of SiC/AZ91C composite material.

らの脆化層に比較的低い応力レベルにおいてクラックが発生すると、それらは繊維に対しノッチを入れたのと同じ効果を持つため繊維の破断を招き、複合材料強度の低下に繋がる<sup>9)</sup>。また、Mg 合金の場合に繊維とマトリックスが激しく反応したことから、PCS 系 SiC 繊維は Mg 等の活性金属との反応性が非常に高いと考えられる。A5052 の場合にも界面への Mg の偏析が見られたことから、繊維と Mg との反応が起きていると考えられる。マトリックス中の Mg の強度特性に対する影響については、砥綿らの結果<sup>10)</sup>と一致している。Table 2 に示したように、A1050 以外のマトリックスの場合に引張強度が低かったのは、このように Mg 等の活性金属や、Fe 等の繊維-マトリックス界面に金属間化合物を生成するような元素によるものと考えられるため、これらの元素を極力抑えたマトリックスとすべきであるとの結論が得られた。

この結果を受けてプリフォームワイヤーのマトリックスも A1050 を用い、試作を行ったところ、 $V_f$  = 約 40%、引張強度約 0.66 GPa のものが得られた。ここで複合化前の繊維強度とマトリックス強度を用いて単純複合則に

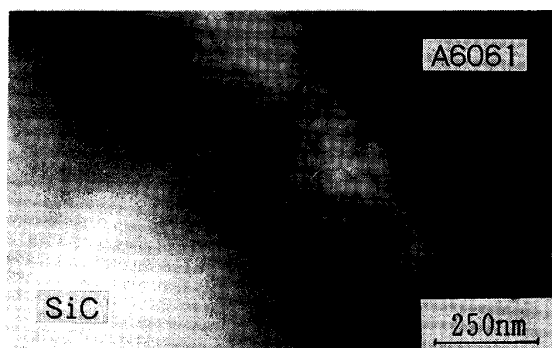


Photo. 2. Microstructure of the fiber-matrix interface of SiC/A 6061 composite material.

より求めた強度値 (Rule of Mixture Value ; R. O. M. 値) に対する実際の複合材料強度の割合を繊維強度利用率と定義すると、この場合の繊維強度利用率は約 55% であった。

### 3.2 マトリックスの高純度化と繊維体積率安定化

3.1 節の方法で得られたプリフォームワイヤーの断面及び引張破面の SEM 観察を行ったところ、Photo. 3 に示すようなマトリックスのキャビティーが観察された。ここで観察されたキャビティーは、製造プロセスにおいて繊維が巻き込んだり、もともと繊維に付着していたガスが原因となって発生したものと考えられる。A1050 と SiC 繊維は適合性も良く、液相熱間プレスにより作製した試料ではキャビティーはあまり観察されなかったことから、プリフォームワイヤーの製造プロセスの再検討を行った。この結果、繊維の予備加熱条件を変え脱ガスを十分行うこと等によりキャビティー量を少なく抑えることができ、 $V_f$  = 約 40%、引張強度約 1.0 GPa (繊維強度利用率約 80%) のものが得られた。

得られたプリフォームワイヤーについて界面の TEM 観察を行ったところ、Photo. 4 に示すように繊維からマトリックスに向けて成長している長さ 50 nm 程度の微細な針状結晶が観察された。このような針状結晶は繊維強化方向への応力負荷下において近傍での転位のパイルアップを招き、周囲のマトリックスの早期降伏によって破壊されると考えられる。その際繊維を傷つけて、複合材料中での繊維強度の低下をもたらすと考えられる<sup>11)</sup>。ただし、微細な針状結晶はマトリックスに対する“くさび効果”を示し複合材料の強度特性の改善に結びつくとの可能性も残されており、この点の詳細な理解は次の課題である。

複合化過程での繊維の特性変化を調べるため、複合化前と複合化後ワイヤーから抽出した繊維の単繊維引張試験を行った。その結果、複合化過程において繊維強度は

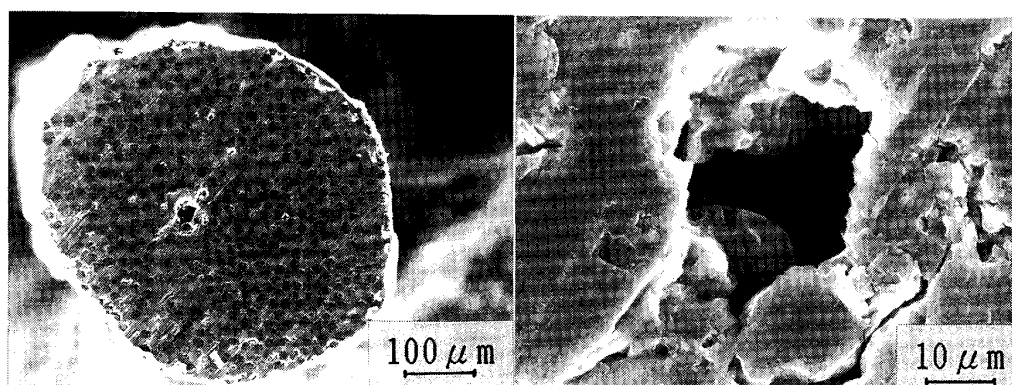


Photo. 3. SEM images of SiC/A 1050 preform wire.

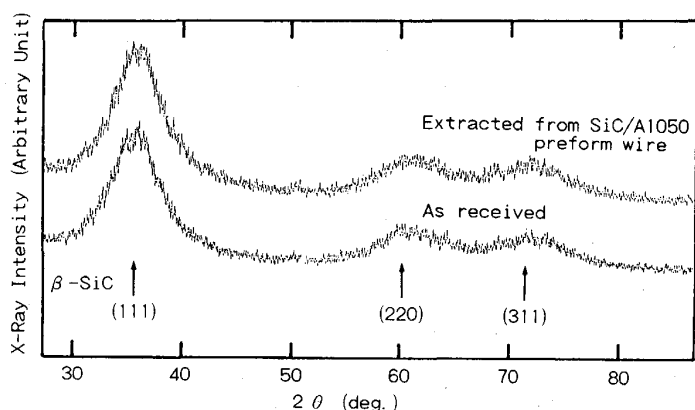


Fig. 2. X-ray profiles of SiC fibers as received and extracted from SiC/A 1050 preform wire.

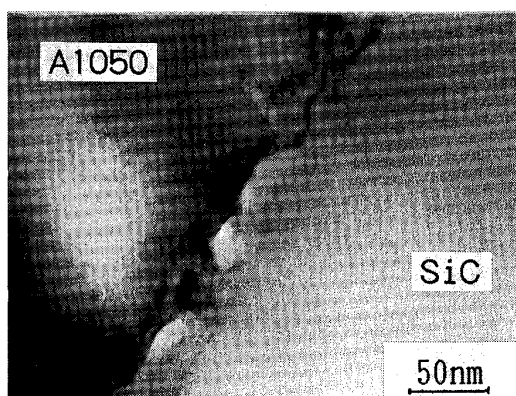


Photo. 4. Microstructure of the fiber-matrix interface of SiC/A 1050 preform wire.

約 10% 低下していた。この強度低下が繊維の微細構造変化によるものかどうか確認するため、X線回折測定を行った。その結果、Fig. 2 に示すように複合化過程における繊維の構造変化は見られなかった。この筆者らのX線回折測定結果は長谷川らの結果<sup>12)</sup>等とは良い一致を示しており、多量の酸素及びけい素の存在にもかかわらず SiO<sub>2</sub> の形成はX線回折からは確認されなかった。

一方、BECHET らは同じ PCS 系 SiC 繊維において SiO<sub>2</sub> に対応する鋭いピークが観察されたと報告している<sup>13)</sup>が、これは、BECHET らが繊維をメノウ乳鉢を用いて粉体化しているため SiO<sub>2</sub> が混入しているためであると考えられ、繊維に含まれる SiO<sub>2</sub> についての情報では無いと判断した。これらの結果より、このような界面の微細結晶の成長を抑えるべく製造プロセスを改善して行くことが、繊維強度利用率約 80% と、かなり高性能化が達成された複合材料の特性改善のために有効であろうとの結論を得た。

また、長尺プリフォームワイヤーを連続生産する場合、ワイヤー強度のばらつきが問題になった。そこで引張試験を行なったところ、Fig. 3 に示すような結果が得ら

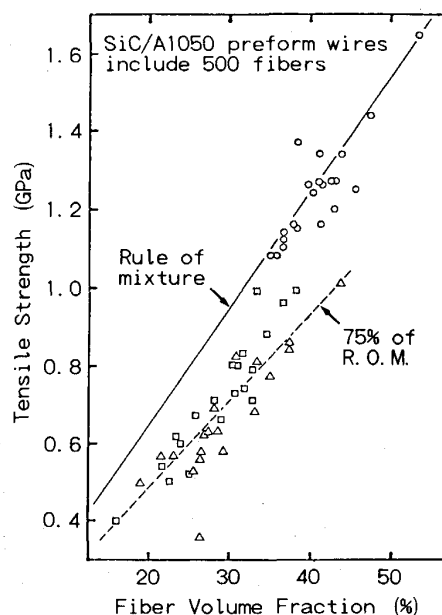


Fig. 3. Difference in tensile strength of SiC/A 1050 preform wires produced by the same fabrication process. Shapes of marks represent difference of production lot.

れ、 $V_f$  が目標値である 40% を達成しているロットと、達成できていないロットがあり、前者は繊維強度利用率もほぼ 100% であるのに対し、後者はほぼ 75% であることがわかった。図中のマークの違いはロットの違いを表し、一点が一回の引張試験に相当する。プリフォームワイヤーは各ロットすべて同一条件で製造しているにもかかわらず、ロット間及び同一ロット内の  $V_f$  のばらつきが見られた原因を製造プロセスに求めた。その結果、カーボン製の引抜きノズルが SiC 繊維との摩擦によって摩耗していることが分かった。また、破面の SEM 観察により、 $V_f$  の低いプリフォームワイヤーには繊維分布の不均一やマトリックスのキャビティーが存在することがわかった<sup>14)~17)</sup>。このような内部欠陥の存在はワイ

ワイヤ強度を下げる原因になると考えられ、低  $V_f$  のワイヤしかできなかったロットでは繊維強度利用率が 75% にとどまったことと対応している。これらのことから、 $V_f$  の高い値での安定化を実現すれば、均質でしかも高性能なプリフォームワイヤを得られる可能性があることが示された。また、複合化過程において繊維強度が約 10% 減少しているにもかかわらず、繊維強度利用率がほぼ 100% を満たすワイヤが作製できたことは、マトリックスの拘束効果などを含む、実質的な繊維強度の上昇を考慮すること・単純複合則の見直しをすることなどの必要性を示唆するものである。

この結果を受けてマトリックス (A1050) の高純度化を進めるとともに、繊維体積率の安定化を図った。そのため、引抜きノズルの材質をカーボンからセラミックスへと変更した。その結果、純度 99.8% の Al をマトリックスとして製作したプリフォームワイヤについて、 $V_f$  = 約 40% で引張強度約 1.2 GPa (繊維強度利用率約 100%) を得た。(Table 2, 2nd step 参照)。

### 3.3 マトリックスへの Ni 添加

Al-Ni 合金は強度特性の良い共晶系複合材料であるが<sup>18)~20)</sup>、SiC/Al プリフォームワイヤの凝固過程が急冷であることから、本材料をマトリックスとすればさらなる高性能化が期待できる。そこで、純 Al をマトリックスとして成功した高  $V_f$  化の方法<sup>21)</sup> を応用してマトリックスに Ni を添加したワイヤを作製した。その結果、Ni 添加による引張強度の改善が認められた。また、X線回折測定などにより Al-Al<sub>3</sub>Ni 共晶相の生成を確認した。しかしながら、得られた結果はマトリックスの合金化だけでは説明できないほどの強度上昇を示しており、別の強度上昇要因の存在が示唆された。

Fig. 4 は、ワイヤ強度の Ni 添加量依存性を示している。ワイヤ強度は Ni 添加量 5 wt% 付近で約 1.7 GPa のピークを示しており (Table 2, 3rd step 参照)、またより少量の添加でもある程度の効果を得ることができるとも分かった。またこの傾向は 723 K での引張試験結果にも同様に表れ、Ni 添加量 5 wt% 付近で約 1.5 GPa を得た。一方ワイヤから抽出した SiC 繊維の引張試験結果から、強度及びヤング率の上昇が認められることが分かっている<sup>22)</sup>。このことからマトリックスへの Ni の添加が、繊維の強度特性の上昇をもたらしているものと考えられる。

Photo. 5 は SiC/Al-5.2%Ni プリフォームワイヤの断面の SEM 観察写真である。マトリックスの部分で、繊維と離れた部分で  $\alpha$  相の Al がデンドライト状に晶出し、残りの部分を Al-Al<sub>3</sub>Ni 共晶相が埋めているため、

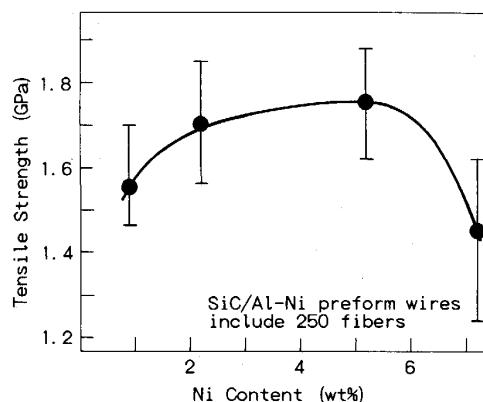


Fig. 4. Dependence of tensile strength on Ni content of SiC/Al-Ni preform wires.

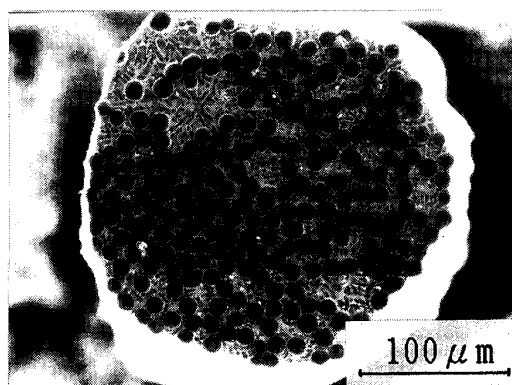


Photo. 5. SEM image of SiC/Al-5.2%Ni preform wire.

繊維は共晶相に取り巻かれている様子がわかる。Ni 添加量の異なる試料については、Al-7.2%Ni 合金をマトリックスとする場合にはほぼ Al-Al<sub>3</sub>Ni 共晶相単相となるが、それ以下の場合には基本的には Al-5.2%Ni をマトリックスとする場合と変わらず、Ni 添加量が少ないほど  $\alpha$  相が大きく晶出した組織になっている。Al-Ni 系合金状態図によると、Al-Al<sub>3</sub>Ni 共晶組織となるのは Ni が 5.7% 添加された時であるが、7.2% まで共晶点がずれたのはプリフォームワイヤ作製の際の凝固速度が早いためであると考えられる。Photo. 6 は Al-Al<sub>3</sub>Ni 共晶相の領域であるが、共晶相内では非常に細かい Al<sub>3</sub>Ni の針状結晶が Al 中に一様に分散しており、マトリックス自体がウイスキー強化型の複合材料となっている。TERAO らによると直径 50~150 nm の Al<sub>3</sub>Ni 針状結晶を分散させ、押出加工によって繊維の方向を揃えた Al-Al<sub>3</sub>Ni 複合材料の強度は室温で約 300 MPa である<sup>22)23)</sup>。この値を用い、マトリックス中の Al-Al<sub>3</sub>Ni 共晶相体積率を 50% として複合材強度を概算すると 1.7

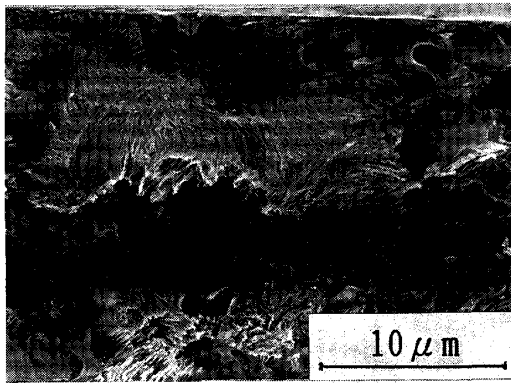


Photo. 6. Distribution of  $\text{Al}_3\text{Ni}$  fibers in  $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ni}$  eutectic phase.

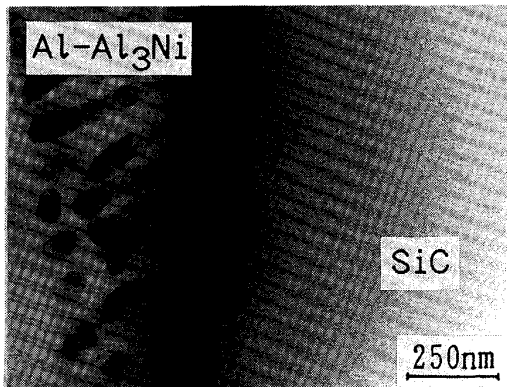


Photo. 7. Microstructure of the fiber-matrix interface of  $\text{SiC}/\text{Al}-5.2\% \text{Ni}$  preform wire.

GPa となり実験結果と良い一致を示す。また、TERAOらによると 773 K で 500 h の熱処理を行った  $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ni}$  複合材料では  $\text{Al}_3\text{Ni}$  が球状化し、引張強度が約 120 MPa まで低下する<sup>22)23)</sup>。このことは  $\text{SiC}/\text{Al}-\text{Ni}$  プリフォームワイヤーの引張強度が高温で保持することによって低下する可能性のあることを示しており、今後低下の割合も含めた高温安定性の検討が必要であると考えられる。

Photo. 7 は  $\text{SiC}/\text{Al}-5.2\% \text{Ni}$  プリフォームワイヤーの、繊維-マトリックス界面の微細構造である。PCS 系  $\text{SiC}$  繊維は最高強度が得られる温度で焼成され、その構造はアモルファスから非常に微細な結晶子が晶出している段階であると考えられているが、 $\text{SiC}/\text{Al}-5.2\% \text{Ni}$  の場合電子線回折像の解析により微細な結晶化が起きていることがわかった。上述した繊維の強度、ヤング率の上昇はこのことが原因となっていると考えられる。また、STEM-EDX により繊維中への微量の  $\text{Ni}$  の拡散が認められた。PCS 系  $\text{SiC}$  繊維中に  $\text{Ni}$  が拡散することは、酒井らの研究<sup>25)26)</sup> で報告されている。しかしながら、

酒井らの結果では  $\text{Ni}$  の拡散量が多く (マトリックスが  $\text{Ni}$  である)、 $\text{Ni}_2\text{Si}$  等の生成が起こっており、著しい強度劣化を引き起こしているのに対し、本研究では微量の  $\text{Ni}$  拡散が強度特性の改善に寄与しているようである。繊維の微細結晶化による強度およびヤング率の上昇は、中性子照射研究<sup>27)~32)</sup> の結果とも一致しており、熱的には最高強度を示している PCS 系  $\text{SiC}$  繊維の強度特性の改良の可能性を示唆するものと言える。 $\text{SiC}/\text{Al}$  複合材料は繊維及びマトリックス強度を用いて計算した R. O. M. 値を満たし、良好な界面を有することが確認されている。一方、 $\text{SiC}/\text{Al}-5.2\% \text{Ni}$  においても同様にほぼ R. O. M. 値を満たしているが、 $\text{SiC}/\text{Al}$  の場合に観察された界面の微細結晶はまったく観察されず、繊維への  $\text{Ni}$  の拡散が観察されている。これらの結果からは複合材料の高性能化のための最適な界面構造や微量成分元素の制御等の考え方を定量的に議論することはできないがこれらが重要な因子であることは明らかにされたといえる。

#### 4. 結 論

①  $\text{SiC}/\text{Al}$  プリフォームワイヤーの高性能化が達成され、 $\text{SiC}/\text{Al}-5\% \text{Ni}$  という系において室温引張強度 1.7 GPa、723 K における引張強度 1.5 GPa を得た。また、得られた値は所期の目標値を凌駕しており、研究の目的を達成できた。

② 本研究では材料の試作と微細構造解析及び強度特性評価を平行して行い、材料の高性能化を達成することができた。このことから微細構造解析に基づく材料開発の有効性が示された。

③ 強度特性に影響する問題点はワイヤーの強度レベルによって異なり、強度レベルが上昇するほど、より微細な領域の解析が必要であることがわかった。このことにより、金属基複合材料において材料の高性能化を図るためにはサブミクロンオーダーの構造解析をして行くことが必要であることがわかった。

④  $\text{SiC}/\text{Al}-\text{Ni}$  複合材料は、 $\text{Ni}$  添加により繊維、マトリックス、界面の複合材料の基本的な構成要素のそれぞれについて特性改善をもたらし、結果的に非常に優れた特性を示した。マトリックスへの  $\text{Ni}$  添加による繊維強度及びヤング率の上昇については、その機構の解明を含めた検討を行うことにより繊維の微細結晶構造と強度特性との関連について明らかにしてゆく。

本研究の一部は文部省科学研究費補助金(一般研究 A)及び通産省工業技術院次世代金属・複合材料研究開発プロジェクト受託研究として行われたことを記し謝意を表

す。

## 文 献

- 1) S. YAJIMA, K. OKAMURA, J. HAYASHI and M. OMORI: *J. Am. Ceram. Soc.*, **59** (1976), p. 324
- 2) 今井義一: 第2回次世代産業基板技術シンポジウム-金属・複合材料技術-予稿集 (1984), p. 121 [日本産業技術振興協会]
- 3) 香山 晃, 手塚英志, 齊藤俊太郎, 近藤雅之: 東京大学総合試験所年報, **47** (1988), p. 127
- 4) T. ISHIKAWA and T. NAGAOKI: *Recent Carbon Technology including Carbon and SiC Fibers* (1983), p. 348 [JEC Press]
- 5) 井形直弘, 香山 晃, 篠原嘉一: 東京大学工学部総合試験所年報, **43** (1984), p. 135
- 6) A. KOHYAMA, N. IGATA, Y. IMAI, H. TERANISHI and T. ISHIKAWA: 5th Intl. Conf. on Compos. Mater. ICCM-V, Proc., ed. by W. C. HARRIGAN, Jr., J. STRIFE and A. K. DINGRA, U. S. A. (1985), p. 609 [The Metallurgical Society]
- 7) N. IGATA, A. KOHYAMA and H. TEZUKA: *Annu. Rep. Eng. Res. Inst. Fac. Eng. Univ. Tokyo*, **44** (1985), p. 119
- 8) N. IGATA, A. KOHYAMA, H. TEZUKA, Y. IMAI, H. TERANISHI and T. ISHIKAWA: *Materials Science for the Future*, Proc., ed. by J. L. BAUER and R. DUNAETZ, U. S. A. (1986), p. 1561 [SAMPE]
- 9) 落合庄治郎, 長村光造: 日本金属学会会報, **22** (1983), p. 878
- 10) 砥綿真一, 山田統一: 日本金属学会誌, **48** (1984), p. 1192
- 11) H. TEZUKA, M. KONDO and A. KOHYAMA: Proc. ICCM-VII, Proc., China (1989), 投稿中
- 12) Y. HASEGAWA and K. OKAMURA: *J. Mater. Sci.*, **15** (1980), p. 720
- 13) D. BECHET, 塩田一路, 渡辺 治, 小島重信, 城田 透, 田頭 扶: 日本複合学会誌, **14** (1988), p. 188
- 14) N. IGATA, A. KOHYAMA and H. TEZUKA: *Annu. Rep. Eng. Res. Inst. Fac. Eng. Univ. Tokyo*, **45** (1986), p. 123
- 15) N. IGATA, A. KOHYAMA and H. TEZUKA: *Composites' 86: Recent advantages in Japan and U. S.*, Proc., ed. by K. KAWATA, S. UMEKAWA and A. KOBAYASHI, Japan (1986), p. 505 [The Japan Society for Composite Materials]
- 16) H. TEZUKA, S. SAITO, A. KOHYAMA and N. IGATA: *Annu. Rep. Eng. Res. Inst. Fac. Eng. Univ. Tokyo*, **46** (1987), p. 135
- 17) 手塚英志: 東京大学修士論文 (1986)
- 18) F. D. LEMKEY, R. W. HERTZBERG and J. A. FORD: *Trans. Metall. Soc.* **233** (1965), p. 334
- 19) R. W. HERTZBERG, F. D. LEMKEY and J. A. FORD: *Trans. Metall. Soc.* **233** (1965), p. 342
- 20) P. K. ROHATGI and K. V. PRABHAKAR: *Metall. Trans. A*, **6** (1975), p. 1003
- 21) 今井義一: 私信
- 22) M. KONDO, H. TEZUKA and A. KOHYAMA: Proc. ICCM-VII, Proc., China (1989), 投稿中
- 23) N. TERAU, J. DILLE, G. VIELVOYE and A. BERGHEZAN: *Progress in Science and Engineering of Composites Vol. 2*, Proc., ed. by T. HAYASHI, K. KAWATA and S. UMEKAWA, Japan (1982), p. 1585 [The Japan Society for Composite Materials]
- 24) N. TERAU: *J. Mater. Sci.*, **20** (1985), p. 4021
- 25) 酒井昌宏, 渡辺勝也: 日本金属学会誌, **10** (1982), p. 993
- 26) M. SAKAI and K. WATANABE: *J. Mater. Sci.*, **19** (1984), p. 3430
- 27) A. KOHYAMA, H. TEZUKA, N. IGATA, Y. IMAI, H. TERANISHI and T. ISHIKAWA: *J. Nucl. Mater.*, **141-143** (1986), p. 96
- 28) A. KOHYAMA, H. TEZUKA and N. IGATA: ICCM-VI & ECCM-2 Vol.2, Proc., ed. by F. L. MATTHEWS, N. C. R. BUSKELL, J. M. HODGKINSON and J. MORTON, U. K. (1987), p. 245 [Elsevier Applied Science]
- 29) K. OKAMURA, T. MATSUZAWA, M. SATO, H. KAYANO, S. MOROZUMI, H. TEZUKA and A. KOHYAMA: *J. Nucl. Mater.*, **154-156** (1988), p. 329
- 30) A. KOHYAMA, H. TEZUKA and S. SAITO: *J. Nucl. Mater.*, **154-156** (1988), p. 334
- 31) H. TEZUKA, S. SAITO, A. KOHYAMA and N. IGATA: *J. Nucl. Mater.*, **154-156** (1988), p. 340
- 32) A. KOHYAMA, H. TEZUKA and S. SAITO: *Interfaces in Polymer, ceramic and metal matrix composites*, Proc., ed. by H. ISHIDA, U. S. A. (1988), p. 125 [Elsevier Science Publishing]