

© 1990 ISIJ

論 文

B/Al 複合材料の引張強度に及ぼす
製造条件の影響篠原 嘉一*・本田 紘一*・大蔵 明光*²

Effect of Fabricating Conditions on Tensile Strength of B/Al Composite

Yoshikazu SHINOHARA, Koichi HONDA and Akimitsu OKURA

Synopsis :

The effect of hot-pressing conditions such as temperature, time and pressure on the tensile strength of B/Al (1100) composite was investigated quantitatively. The B/Al (1100) composites were prepared in vacuum by hot-pressing the sandwiches composed alternately of boron fibers and the thin plates of aluminium. The reaction products at the interface of B/Al were identified by X-ray diffraction and transmission electron microscopy (XRD and TEM). This indicates that the (100) plane of α -AlB₁₂ crystal formed with the interfacial reaction reaction orients in parallel with the aluminium plane at the interface of B/Al. Increasing press temperature, time and pressure led to the degradation of the tensile strength of the B/Al (1100) composite due to the growth of the α -AlB₁₂ phases.

The rule of mixtures was successfully applied to the tensile strength of the B/Al(1100) composite, on the assumption that the notches which were formed by fracture of the α -AlB₁₂ phases caused loss of the tensile strength of boron fibers. The dependence of the tensile strength (σ_c) of the B/Al(1100) composite on press temperature (T) and time (t) can be expressed by the following equations :

$$\sigma_c = (2E\gamma_s/\pi X)^{1/2} V_f + \sigma_m(1 - V_f) \quad (\text{Pa})$$

$$X = \{2 \times 10^{-8} \times \exp(-16000/T) \times t\}^{1/2} \quad (\text{m})$$

where E is the Young's modulus, γ_s the surface energy of boron fiber, V_f fiber volume fraction, σ_m the tensile strength of aluminium and X the thickness of the α -AlB₁₂ phase.

Key words : tensile strength; B/Al (1100) composite; hot-pressing condition; the α -AlB₁₂ phase; interfacial reaction; the rule of mixture.

1. 緒 言

B/Al 複合材が従来の金属材料に比べ高比弾性及び高比強度を有することから、宇宙・航空の分野での利用が可能であることは一般的に知られている。B/Al 複合材料の実用化に際しての問題点は設計どおりの材料強度が得られないことであり、その原因としては、B 繊維と Al との(1)界面反応及び相互溶解、(2)不十分な応力伝達、(3)熱膨張係数の差による内部応力等が挙げられている¹⁾。B/Al 複合材料は成形温度の上昇にともなって強度が低下し²⁾、また成形体は加熱処理することによっても強度が低下する³⁾⁴⁾。これらの強度低下は界面における反応によるものであり、B/Al 複合材料の最大の問題点である³⁾。

B/Al 複合材料の反応生成物については、I. W. HALL

ら⁵⁾及び KIM ら⁶⁾の報告がある。I. W. HALL らは B/Al (1100) 複合材料ではその界面に AlB₁₂ などの B 原子濃度の高いボライドが生成した後 AlB₂ が生成してくることをまた KIM らは B/Al (6061) 複合材料では α -AlB₁₂ が生成してくることを報告している。

落合ら⁷⁾は反応生成物として AlB₂ を取り上げ、また筆者ら⁸⁾は α -AlB₁₂ を取り上げ、それぞれ単繊維 B/Al 複合体の引張強度を加熱処理温度及び時間の関数として定式化したものを報告している。しかし、反応生成物による繊維強度の低下を考慮して B/Al 複合材料の強度を定量的に取り扱った報告は非常に少なく、モデル的に評価した落合ら⁹⁾及び KYONO ら¹⁰⁾¹¹⁾の報告があるにすぎない。

そこで、本研究においては、拡散接合法を用いて真空中で B/Al (1100) 複合材料を製造し、界面反応の観点

昭和 63 年 11 月本会講演大会にて発表 昭和 63 年 12 月 21 日受付 (Received Dec. 21, 1988)

* 東京大学生産技術研究所 (Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, 7-22-1 Roppongi Minato-ku, Tokyo 106)

*² 東京大学生産技術研究所 工博 (Institute of Industrial Science, The University of Tokyo)

からその強度を定量的に検討した。

2. 実験方法

温度、時間及び圧力を変えて B/Al 複合材料を真空ホットプレス法により製造した。B 繊維は熱 CVD 法により作成したものをを用いた。その作成条件については、反応ガスとして H_2 及び BCl_3 を、サブストレートとして直径 $12.5 \mu m$ の W 線を用い、反応温度及び反応時間をそれぞれ $1448 K$ 及び $120 s$ とした。この B 繊維は外径が $99 \mu m$ であり、また引張弾性率が $380 GPa$ 、引張強度が $3.2 GPa$ である。Al 箔は純度 99.5% 以上で厚み $100 \mu m$ のものをを用いた。

B/Al 複合材料の製造手順は次のとおりである。B 繊維と Al 箔をダイスの寸法 ($60 \times 30 mm$) に合わせて裁断し、Al 箔の上に 60 本の B 繊維を $0.4 mm$ 間隔で一方方向に並べてシートを作成する。このシートを 10 枚重ね合わせてダイスに入れた後、真空ホットプレスを行う。そのホットプレスの模式工程図を Fig. 1 に示す。プレス温度 ($843, 888$ 及び $933 K$) よりも $10 K$ 低い温度で予備プレス ($15 MPa, 600 s$) を行い、プレス温度に到達した後、一定圧力 ($50, 100$ 及び $150 MPa$) を一定時

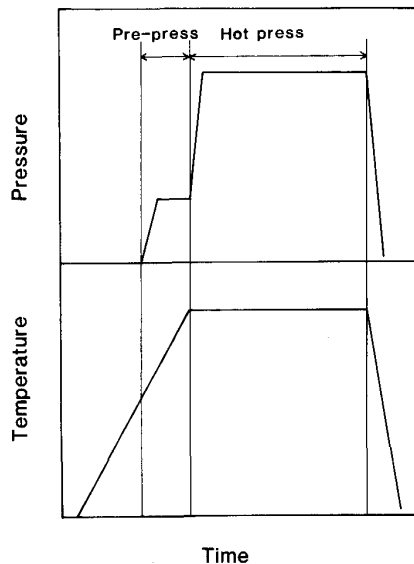


Fig. 1. Schematic diagram of hot press condition.

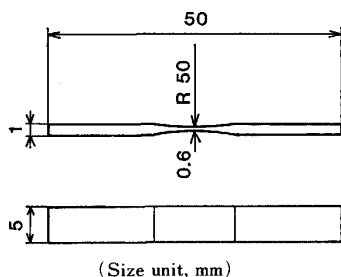


Fig. 2. Shape of tensile test specimen.

間 ($900, 1800$ 及び $3600 s$) 加える。プレス中の真空度は $2 \times 10^{-2} Pa$ である。

繊維体積率 (V_f) は、B/Al 複合材料の断面積と破断面に観察された繊維の本数とから算出した。

B/Al 複合材料からの B 繊維の抽出には $10\% NaOH$ 水溶液を用いた。

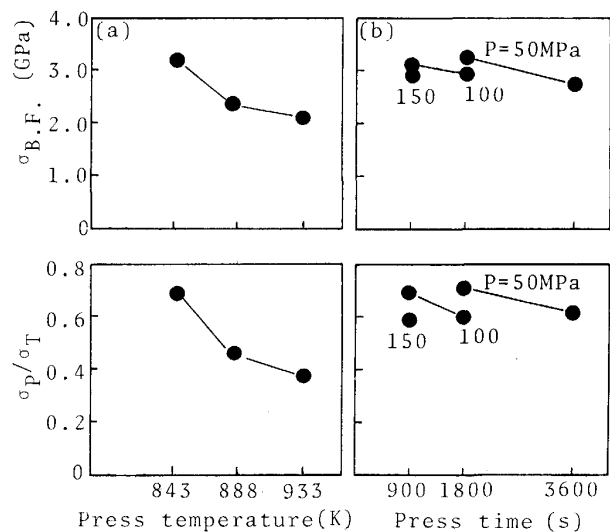
B/Al 複合材料及び B 繊維の引張強度はインストロン型引張試験機を用いて測定した。B/Al 複合材料の引張試験片の形状及び寸法を Fig. 2 に示す。クロスヘッドスピードは $8.3 \times 10^{-3} mm/s$ とした。測定数は同一試料について $4 \sim 8$ 本である。また、B 繊維の引張試験片には所定のゲージ長さ ($10, 20, 40$ 及び $80 mm$) で B 繊維のチャック部に Al 箔を接着したものをを用いた。クロスヘッドスピードは 5.4×10^{-2} 及び $6.7 \times 10^{-3} mm/s$ とした。測定数は同一試料について 30 本である。

反応生成物については、Ni フィルターにより単色化した $CuK\alpha$ 線による X 線回折測定と TEM ($200 kV$) 観察を行った。B/Al 複合材料の X 線回折測定には、繊維軸が X 線の入射方向及びゴニオメーターの回転軸に対して垂直になるように Al ホルダーに固定したものを試料とした。TEM 試料は、B/Al 複合材料を断面方向から機械研磨した後、イオン研磨することにより作製した。

3. 実験結果及び考察

3.1 B/Al 複合材料の引張強度と製造条件

B/Al 複合材料から抽出した B 繊維及び B/Al 複合材



σ_P : Measured tensile strength of B/Al composite
 σ_T : Theoretical tensile strength of B/Al composite

Fig. 3. $\sigma_{B.F.}$ and σ_P/σ_T as a function of press temperature for $900 s$ under $100 MPa$ (a) and press time at $843 K$ under $50, 100$ and $150 MPa$ (b).

料の引張強度と製造条件の関係を Fig. 3(a) 及び (b) に示す. $\sigma_{B.F.}$ は B/Al 複合材料から抽出した B 繊維の引張強度である. σ_p は B/Al 複合材料の引張強度の実測値であり, σ_T は引張強度の複合則 ((1)式) を用いて算出した理論値である.

$$\sigma_T = \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad \dots\dots\dots (1)$$

σ_f は繊維の引張強度であり, σ_m は繊維の破断時の歪みに対応するマトリックスの引張応力である. V_f は繊維体積率である. B/Al 複合材料においては, σ_f としては実測により 3.2 GPa とした. σ_m としては, Al 箔のみを積層して製造した Al 板の応力-歪み曲線から 5.8 MPa とした. なお, 703 及び 773 K のプレス温度では, Al 箔及び繊維-Al 箔間の結合が不十分なため試料片を作成することができなかった.

Fig. 3(a) に示されるように, B/Al 複合材料の引張強度はプレス温度が高くなるにしたがって低下する. 最高値を示す 843 K で製造した B/Al 複合材料の引張強度は理論値と比較して低く, 約 70% 程度である. また, 抽出した B 繊維の引張強度もプレス温度の増加にともなって低下し, その低下傾向は B/Al 複合材料と類似している. 843 及び 888 K のプレス温度で製造した B/Al 複合材料から抽出した B 繊維の表面の SE 観察結果を Photo. 1(a) 及び (b) に示す. これらの写真のいずれにも繊維表面には B 原子の Al 中への拡散により生じたと思われるピットが存在する. このピットはプレス温

度が高くなるに従って大きくなることが観察される. この SEM 観察結果から, B 繊維の強度低下は繊維表面のピットの生成・成長に起因しているものと考えられる. 次に, 843 及び 888 K のプレス温度で製造した B/Al 複合材料の破断面の SEM 観察結果を Photo. 2(a) 及び (b) に示す. (a) にみられるように 843 K の場合, Al 箔間の結合が不十分であるために各 Al 箔が剝離して単独のネッキングを起こしている. また, B 繊維と Al 箔の結合も小さく繊維のプルアウトも見られる. それに対して, (b) にみられるように 888 K の場合, Al 箔間の拡散による結合は良好であり繊維のプルアウトは見られない.

Fig. 3(b) に示されるように, プレス時間が長くなるにしたがって, また, プレス圧力が高くなるにしたがって, B/Al 複合材料及び抽出した B 繊維の引張強度は低下する. また, 抽出した B 繊維の表面の SEM 観察によって, ピットがプレス時間及び圧力の増加にともなって成長していることが認められた.

B/Al 複合材料の引張強度が理論値と比較して低く, プレス温度, 時間及び圧力の増加にともなって低下する原因については, 次のことが予想される.

- (1) ピットの生成・成長による B 繊維の強度低下
- (2) Al 箔間及び繊維-Al 箔間の不十分な応力伝達

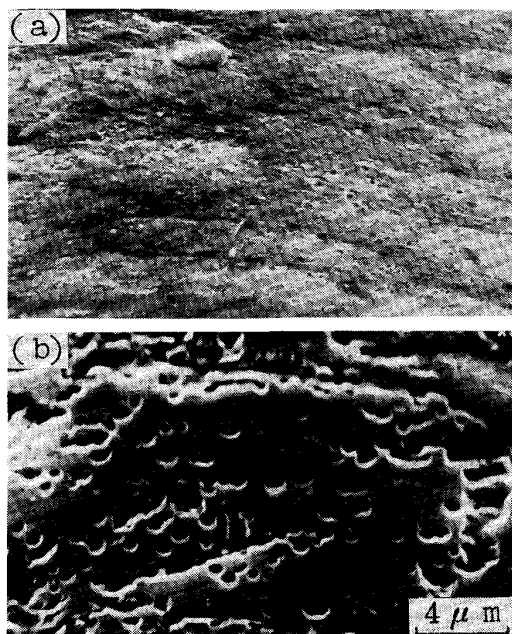


Photo. 1. SEM images of surfaces of boron fibers extracted from B/Al composites fabricated at 843 (a) and 888 K (b) for 900 s under 100 MPa.

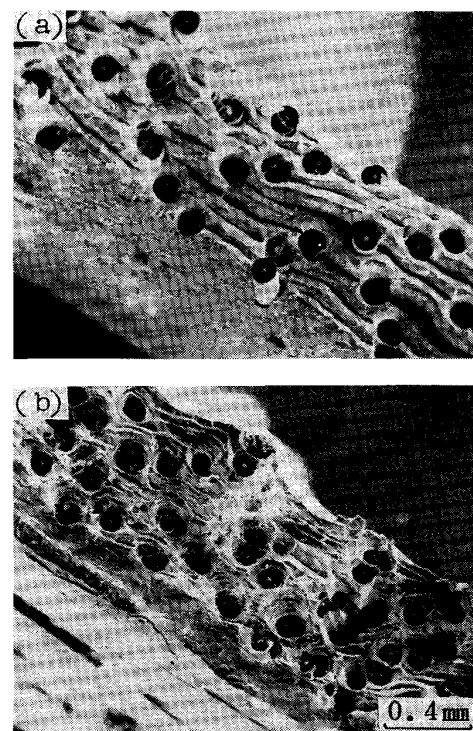


Photo. 2. SEM images of fracture surfaces of B/Al composites fabricated at 843 (a) and 888 K (b) for 900 s under 100 MPa.

Table 1. Effect of degradation $\sigma_{B.F.}$ on $\sigma_P/\sigma_{T'}$.

Press temperature (K)	$\sigma_{B.F.}$ (GPa)	ϵ_{fU} (%)	σ_m (MPa)	V_f (%)	$\sigma_{T'}$ (MPa)	$\sigma_P/\sigma_{T'}$
843	3.1	0.82	57	16	560	0.71
888	2.3	0.61	43	15	380	0.61
933	2.1	0.55	39	16	370	0.54

(3) B 繊維の破断による有効繊維体積率の低下

(4) 界面における脆弱な反応生成物の成長

843, 888 及び 933 K のプレス温度 (900 s, 100 MPa) で製造した B/Al 複合材料から抽出した B 繊維の引張強度 ($\sigma_{B.F.}$) 及びその破断歪み (ϵ_{fU}) に対応する Al の引張応力 (σ_m) を用いて (1) 式から各プレス温度における理論値 ($\sigma_{T'}$) を求め、 $\sigma_P/\sigma_{T'}$ を計算した結果を Table 1 に示す。Table 1 に示されるように、 $\sigma_P/\sigma_{T'}$ はプレス温度の増加にともなって低下していく。

Fig. 3(a) 及び (b) において B/Al 複合材料の引張強度の低下傾向が抽出した B 繊維のそれと類似していることから、まず原因(1)が考えられる。この場合、プレス温度が上昇しても $\sigma_P/\sigma_{T'}$ は変化しないと考えられるが、Table 1 ではプレス温度の上昇にともなって $\sigma_P/\sigma_{T'}$ が低下していく。したがって、原因(1)だけではすべてを説明することができない。

Photo. 2 において、843 K で Al 箔間の結合が不十分であること及び繊維のプルアウトが観察されたことから原因(2)が考えられる。プレス温度の上昇にともなって Al 箔間及び繊維-Al箔間の結合が強固になっていくことから $\sigma_P/\sigma_{T'}$ は増加していくと考えられるが、逆に、Table 1 ではプレス温度の上昇にともなって $\sigma_P/\sigma_{T'}$ は低下していく。したがって、原因(2)もすべてを説明することができない。

原因(3)の可能性を調べるために B/Al 複合材料から抽出した B 繊維の長さ分布を測定した。その結果を Fig. 4 に示す。一般に FRM を強化する繊維の臨界長さ (l_c) は次式で表される¹²⁾。

$$l_c = \sigma_f d / 2 \tau_v \dots \dots \dots (2)$$

σ_f は繊維の引張強度、 d は繊維の直径、 τ_v はマトリックスのせん断降伏応力である。B/Al 複合材料の場合の繊維の臨界長さを (2) 式を用いて計算すると約 12 mm となる。破断面に繊維のプルアウトがほとんど観察されなかった B/Al 複合材料 (843 K, 1800 s, 100 MPa) 中に存在する臨界長さ (12 mm) 未満の B 繊維の体積率を Fig. 4 から求めると繊維全体の約 2% であり、有効繊維体積率の低下は 0.3% でしかない。したがって、原因(3)だけではすべてを説明することはできない。

このように原因(1)、(2)及び(3)だけでは説明

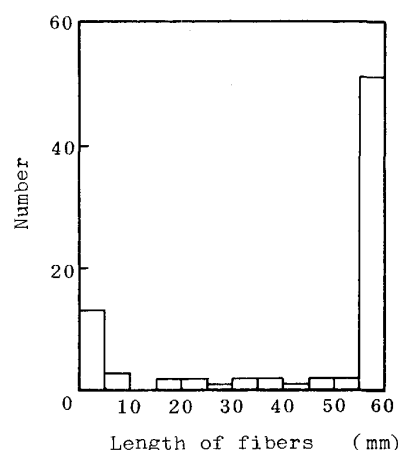


Fig. 4. Distribution of length boron fibers extracted from B/Al composite pressed at 843 K for 1800 s at 100 MPa.

できないこと、落合ら⁷⁾及び筆者ら⁸⁾によると単繊維 B/Al 複合体の引張強度を反応生成物の厚みの関数として定式化することが可能であること等から、B/Al 複合材料の引張強度が理論値と比較して低くプレス温度、時間及び圧力の増加にともなって低下することは、GRIMES ら⁴⁾が指摘しているように、(4) すなわち界面における脆弱な反応生成物の成長が主要因であると考えられる。

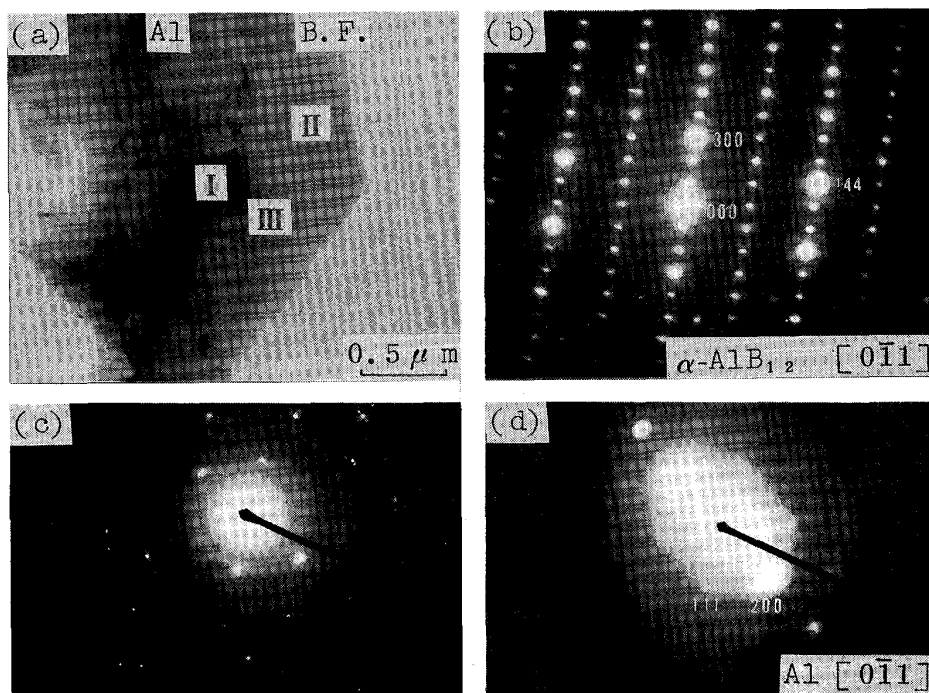
抽出した B 繊維の引張強度の低下は B 原子の Al 中への拡散によるピットの生成・成長に起因するものであり、また、それは界面反応量を反映している。そのために、抽出した B 繊維の引張強度の低下傾向が B/Al 複合材料のそれと類似したものと考えられる。

高温・長時間のプレスは Al 箔間及び繊維-Al箔間の結合を強固にし、高压でのプレスは Al 箔間の拡散接合を容易にするが、逆に、繊維-Al箔間の界面反応を促進し強度低下を招く。このことから、B/Al 複合材料の製造には 843 K, 900 s, 50 MPa 以下の条件が望ましいと言える。R. SUPLINKAS ら¹³⁾は B/Al (1100) 複合材料の最適製造条件が 803 K, 35 MPa であると報告している。本実験結果は、この条件とよく一致している。

3.2 界面反応

843 及び 888 K のプレス温度で製造した B/Al 複合材料の X 線回折測定結果を Fig. 5(a) 及び (b) に示す。共に、Al 及び B による回折ピーク以外に α -AlB₁₂ による回折ピークが観測されることから、B/Al 複合材料の界面反応生成物は α -AlB₁₂ であることがわかる。KIM ら⁶⁾は 800 K における AlB₂ 及び AlB₁₂ の生成自由エネルギー (ΔG) を計算し報告している。

$$\Delta G_{AlB_2} = -61.5 \times 10^3 \quad (\text{J/mol})$$



(a) TEM image indicating matrix-fiber interface
 (b) Diffraction pattern of area I, (c) area II and (d) area III

Photo. 3. SEM images of B/Al composite fabricated at 888 K for 1 800 s under 100 MPa.

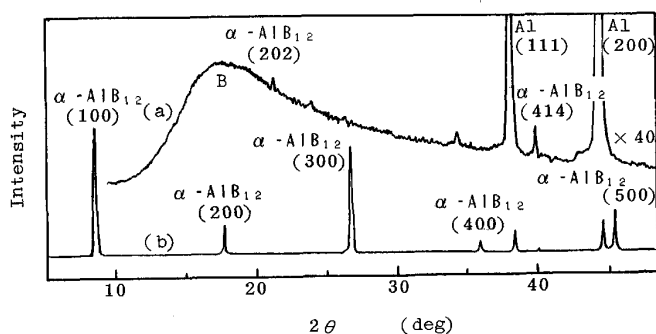


Fig. 5. X-ray diffraction profiles from B/Al composite fabricated at 843 (a) and 888 K (b) for 1 800 s under 100 MPa.

$$\Delta G_{\text{AlB}_{12}} = -1\,100.0 \times 10^3 \quad (\text{J/mol})$$

この報告は 800 K において AlB_2 よりも AlB_{12} の方が安定であることを示しており、X 線回折測定結果と対応している。843 K の場合は $\alpha\text{-AlB}_{12}$ による (202) 及び (414) の弱い回折ピークが観測されるのに対して、888 K の場合には $\alpha\text{-AlB}_{12}$ の (100) 及びその高次の ($h00$) 回折ピークのみが選択的に観測される。このことから $\alpha\text{-AlB}_{12}$ はプレス温度の上昇にともなって成長し、その (100) 面が Al 箔と平行に配向することがわかる。

888 K のプレス温度で製造した B/Al 複合材料の断面の TEM 観察結果を Photo. 3 に示す。Photo. 3(a) に

見られるように B/Al 複合材料の界面は複雑であり、Al 側に黒い領域 I が、B 繊維側に領域 II 及び III が存在する。領域 I はその制限視野電子回折パターン (Photo. 3(b)) から結晶化した $\alpha\text{-AlB}_{12}$ であることがわかる。また、領域 II の制限視野回折パターン (Photo. 3(c)) には B 繊維による回折ハロー以外に Al による回折斑点が観察され、領域 II は B 原子の Al 中への拡散により生じたピット中に Al が侵入した領域であることを示している。領域 II 中の領域 III は、その制限視野回折パターン (Photo. 3(d)) からわかるように Al が結晶化した領域であり、B 繊維表面のピット中に侵入した Al は界面近傍から結晶化することを示している。このように、B/Al 複合材料の界面において B 原子と Al 原子の相互拡散は活発でありアンカー効果が期待されることから、界面において外力は容易に伝達されると考えられる。

I. W. HALL ら⁵⁾ は、加熱処理の結果、B/Al (1100) 複合材料の界面では界面反応によりまず AlB_{12} などの B 原子濃度の高いボライドが生成した後 AlB_2 が生成し、最終的に反応生成物の大半が AlB_2 となることを報告している。彼らの用いた B/Al 複合材料の界面には、製造当初から非常に厚い Al_2O_3 層が存在している。しかし、Photo. 3(a) には Al_2O_3 が観察されておらず、また、 1×10^{-4} Pa の真空下で 874 K で 86.4 ks (24 h) 加熱処

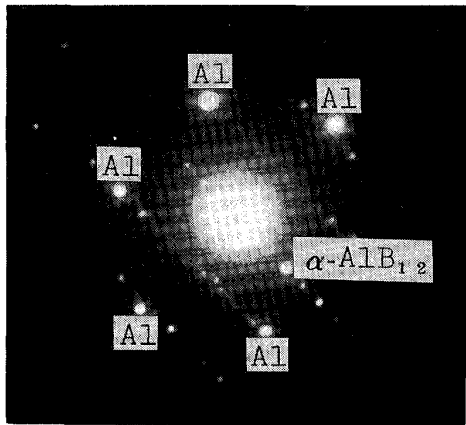


Photo. 4. Electron diffraction pattern of α -AlB₁₂ and Al, showing overlapping patterns of α -AlB₁₂ and Al.

理した B/Al 複合材料の X 線回折測定においても反応生成物として α -AlB₁₂ による回折ピークのみ観測された。これらの結果から、B/Al 複合材料の界面に Al₂O₃ 層が存在する場合、それが B 原子の Al 中への拡散の障害となり、Al 中の B 原子濃度が低く抑えられるために長時間の加熱処理の結果、不安定な AlB₂ が Al₂O₃ 層の Al 側に出現するものと推察される。

Photo. 4 に Al 中に生成した α -AlB₁₂ の電子回折パターンを示す。Photo. 4 で左斜め上から右斜め下に細かく配列している α -AlB₁₂ による回折斑点が Al による回折斑点とよく一致していることから、 α -AlB₁₂ は Al の結晶との整合性がよい方位に成長することがわかる。X 線回折測定の結果、 α -AlB₁₂ は Al 箔と平行にその (100) が配向することが明らかになったが、Al 箔には圧延面と平行に {110} などの圧延集合組織が生じる¹⁴⁾。Photo. 4 における右斜め下の方向は α -AlB₁₂ の [100] 及び Al の [110] であることから、 α -AlB₁₂ の結晶配向を支配するものは圧延により Al 箔内に生じた結晶配向であると考えられる。

3.3 引張強度の定式化

B/Al 複合材料の引張強度がその理論値と比較して低い原因及びプレス条件の変化にともなう B/Al の引張強度の変化の原因は、界面に脆弱な反応生成物 (α -AlB₁₂) が生成・成長したことであるのは前述のとおりである。そこで、B/Al 複合材料の引張強度を α -AlB₁₂ の厚みの関数として定式化することを試みた。

筆者ら⁸⁾ は、すでにゲージ長さが 25 mm の場合の単繊維 B/Al 複合体の引張強度 ($\sigma_{m.f./B/Al}$) と α -AlB₁₂ の厚み (X) との間に次式が成立することを報告している。

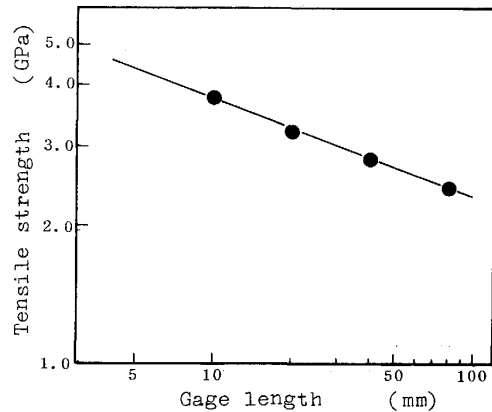


Fig. 6. Tensile strength of boron fiber as a function of gage length.

$$\sigma_{m.f./B/Al} = (2E\gamma_s/\pi X)^{1/2} \dots\dots\dots(3)$$

E 及び γ_s はそれぞれ B 繊維の引張弾性率及び表面エネルギーである。単繊維 B/Al 複合体の Al の厚みは 1 μ m であり B 繊維の直径 (99 μ m) と比較して非常に小さいこと、単繊維 B/Al 複合体の引張強度は α -AlB₁₂ の厚みの関数であること等から、単繊維 B/Al 複合体の引張強度を α -AlB₁₂ が繊維表面に生成した B 繊維のそれと考えることができる。(3)式を(1)式に代入することにより次式を得る。

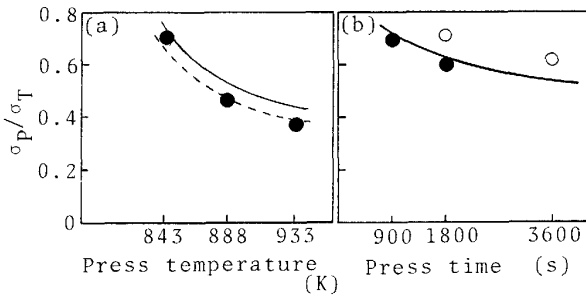
$$\sigma_P' = (2E\gamma_s/\pi X)^{1/2} V_f + \sigma_m(1 - V_f) \dots\dots\dots(4)$$

(4)式はゲージ長さが 25 mm の場合の B/Al 複合材料の引張強度 (σ_P') を α -AlB₁₂ の厚みの関数として表示したものである。

一般に、弾性破壊を起こす材料はゲージ長さ依存性を示す場合が多い。森田ら¹⁵⁾ は、B 繊維にゲージ長さ依存性があることを報告している。B 繊維の引張強度をゲージ長さを変えて測定した結果を Fig. 6 に示す。1 $\times 10^{-3}$ ~ 1 $\times 10^{-4}$ /s の歪み速度では B 繊維の引張強度に歪み速度依存性がほとんど認められなかったことから、クロスヘッド速度を一定 (6.7 $\times 10^{-3}$ mm/s) として測定した。B 繊維の引張強度はゲージ長さが大きくなるにしたがって低くなっていく。ゲージ長さが 5 mm の場合の B 繊維の引張強度は 25 mm の場合のその約 1.3 倍である。B/Al 複合材料の引張試験片は、その形状からしてゲージ長さが零であるが、破断が中央部の幅約 5 mm の間で起こることから B/Al 複合材料の引張試験片のゲージ長さは 5 mm と考えることができる。B 繊維のゲージ長さ依存性を考慮すると、ゲージ長さが 5 mm の場合、(4)式は次式となる。

$$\sigma_P' = 1.3(2E\gamma_s/\pi X)^{1/2} V_f + \sigma_m(1 - V_f) \dots\dots\dots(5)$$

(1) B-Al 界面における α -AlB₁₂ の生成が α -AlB₁₂ 中



(a) A solid line is calculated from press time and a dotted line from pre-press time + press time Plots are measured values of B/Al composites fabricated for 900 s under 100 MPa.
 (b) A solid line is calculated from press temperature. Plots are measured values of B/Al composites fabricated at 843 K under 50 (○) and 100 MPa (●).

Fig. 7. Variations of σ_p/σ_T as a function of press temperature (a) and press time (b).

のB原子の拡散を律速段階としていること及び(2)律速段階の活性化エネルギーが約131 kJ/molであることから、筆者ら⁸⁾は、 α -AlB₁₂の生成領域の厚み(X/m)を加熱処理温度(T/K)と加熱処理時間(t/s)の関数として表示し、次式を報告している。

$$X = \{2 \times 10^{-8} \times \exp(-16000/T) \times t\}^{1/2} \text{ (m)} \quad \dots(6)$$

(6)式を(5)式に代入することにより次式を得る。

$$\sigma_p' = 1.1 \times 10^8 \times \{\exp(-16000/T) \times t\}^{-1/4} \times V_f + \sigma_m(1 - V_f) \text{ (Pa)} \quad \dots(7)$$

プレス温度を加熱処理温度と、プレス時間を加熱処理時間とみなして(7)式を用いてB/Al複合材料の引張強度のプレス温度及び時間依存性を計算した結果をそれぞれFig. 7(a)及び(b)に示す。実線はプレス時間から、破線は予備プレス時間とプレス時間とから計算したものである。Fig. 7(a)に示されるように、プレス温度依存性の計算結果は実測値(●)とほぼ一致している。また、プレス温度が888 K以上では破線が実測値に近づくことから、888 K以上のプレス温度では予備プレスの際にも界面反応が起きていると考えられる。また、Fig. 7(b)に示されるように、プレス圧力が100 MPaの時プレス時間依存性の計算結果は実測値(●)とほぼ一致している。それに対して、50 MPaの時、実験結果は実測値(○)よりも小さくなっている。KYONOら¹⁰⁾はB繊維-Al間に存在するAl₂O₃層に界面反応を抑制する効果があることを報告していることから、プレス圧力が50 MPaではAl箔表面のAl₂O₃層が破壊されることが少ないためAl₂O₃層に界面反応を抑制する効果が残ったと考えられる。

以上の結果から、B/Al複合材料の引張強度は、界面

反応生成物 α -AlB₁₂の厚みの関数として表示することにより、その製造条件から予測することが可能であると言える。

4. 結 言

以上、B/Al(1100)複合材料を真空ホットプレス法により製造し、その引張強度に及ぼすプレス温度、プレス時間及びプレス圧力の影響を定量的に検討した。その主な点は次のとおりである。

1) B/Al複合材料の製造には、843 K、900 s、50 MPa以下の条件が適している。プレス圧力が低い場合、Al箔表面のAl₂O₃によって界面反応は抑止されると考えられる。

2) 843 K以上のプレス温度の場合、プレス温度、時間及び圧力の増加にともなってB/Al(1100)複合材料の引張強度は低下していく。これは界面反応の活発化に起因するものである。

3) B/Al(1100)複合材料の製造時の界面反応生成物は α -AlB₁₂であり、プレス温度の上昇にともなって α -AlB₁₂は成長していく。結晶化した α -AlB₁₂はAl箔と平行にその(100)が配向する。

4) α -AlB₁₂の生成によるB繊維の強度低下を考慮することによりB/Al(1100)複合材料の引張強度はプレス温度(T/K)とプレス時間(t/s)から次式を用いて予測することが可能である。

$$\sigma_c = (2E\gamma_s/\pi X)^{1/2} \times V_f + \sigma_m(1 - V_f) \text{ (MPa)}$$

$$X = \{2 \times 10^{-8} \times \exp(-16000/T) \times t\}^{1/2} \text{ (m)}$$

ここでE及び γ_s はそれぞれB繊維の引張弾性率および表面エネルギーであり、 V_f 及び σ_m はそれぞれB繊維の体積率及びB繊維の破断歪みに対応するAlの引張応力である。

最後に、TEM試料の作成及びTEM観察を御指導下さった東京大学の市野瀬英喜博士に深謝致します。

文 献

- 1) 塩田一路: 工業材料, 31 (1983) 13, p. 27
- 2) E. FITZER and G. JACOBSEN: ICCM-IV, 2 (1982), p. 1315
- 3) M. A. WRIGHT and B. D. INTWALA: J. Mater. Sci., 8 (1973), p. 957
- 4) H. H. GRIMES, R. A. LAD and J. E. MAISEL: Metall. Trans. A, 8 (1977), p. 1999
- 5) I. W. HALL, T. KYONO and A. DIWANJJI: J. Mater. Sci., 22 (1987), p. 57
- 6) W. H. KIM, M. J. KOCZAK and A. LAWLEY: ICCM- II (1978), p. 487
- 7) S. OCHIAI, Y. IRIE, K. OSAMURA and Y. MURAKAMI: Z. Metallkd., 74 (1983), p. 44
- 8) 篠原喜一, 本田紘一, 大蔵明光: 材料とプロセス, 1 (1988)

-
- p. 1406
- 9) S. OCHIAI and K. OSAMURA: *Metall. Trans. A*, **18** (1987), p. 673
- 10) T. KYONO, I. W. HALL and M. TAYA: *J. Mater. Sci.*, **21** (1986), p. 1879
- 11) T. KYONO, I. W. HALL and M. TAYA: *J. Mater. Sci.*, **21** (1986), p. 4269
- 12) B. D. AGARWAL and L. J. BROUTMAN: *Analysis and Performance of Fiber Composites* (1980), p. 75 [John Wiley & Sons Ltd.]
- 13) R. SUPLINSKAS, J. CORNIE and A. HAUZE: *National SAMPE.*, **11** (1979), p. 1036
- 14) 阿部秀夫: *金属組織学序論* (1967), p. 261 [コロナ社]
- 15) M. MORITA, H. TAKEDA and I. ARIMA: *J. Inst. Met.*, **12** (1972), p. 1213
-