次世代産業基盤技術研究開発

「複合材料（金属系）」

第二期研究開発評価

昭和61年 3 月31日

NEDO 図書・資料室
010018190-8

次世代産業基盤技術研究開発

複合材料（金属系）

第２期評価報告書

昭和６１年3月３１日

Ⅰ．総　論

１．第２期研究開発の評価

本研究開発テーマは、「航空宇宙機器、自動車等の輸送機器、エネルギー関連機器を始めとして、幅広い分野で必要とされている、軽量で、高強度、高剛性の構造材料を実現するために、異方性を生かし、必要とする方向に、高剛性、高強度等を持たせることのできる複合材料に係わる基盤技術を確立することを目的とする」ものであり、基本計画に掲げられている研究開発の全体目標は、「軽量で、高強度、高剛性の構造材料として、金属系複合材料を開発する。目標は以下のとおり」である。

	目　標　値
金属系複合材料	①　耐熱温度　４５０℃以上（強度保持率９０％以上） ②　引張強度　１５０kgf/㎟　以上 目標値に対する信頼度９０％

本テーマは、航空宇宙機器等の軽量化、高性能化等、広範な分野で、軽量で力学特性の優れた材料に対する要請が強まる中にあって、その主たるニーズが宇宙・航空分野にあるため、、研究の歴史も浅く、我が国における研究開発は十分とはいえない状況にある。かかる状況に鑑がみれば、本制度において研究開発を推進する意義は極めて大きい。

特に第二期（昭和５８年度～昭和６０年度）においては、第一期に得られた、母材と繊維との適合性向上を目指した研究の成果及び各種の成形加工法の基礎技術の研究の成果を踏まえ、より具体的な研究として、母材と繊維との適合性の一層の向上、各種の成形加工法の開発を行うこととなっており、その成果に対する期待は大きい。

研究開発の成果については、第二期研究開発目標として設定された広範かつキメ細かな目標を昭和６０年度末において概ね達成するに至っており、昭和６１年度以降、第三期における代表的構造要素の成形加工等による成形加工法の確立に向けて研究開発を一層進展させて行く段階に至ったものと評価できる。

２．具体的な成果として、主なものの概要を掲げれば次のとおりである。

(1) 高性能素材の開発

① アルミニウム系ＦＲＭを対象として、ＰＡＮ系高強度炭素繊維の改質法を開発した。また、チタン系ＦＲＭを対象として、母材金属の改質による高温界面反応抑制法を開発した。

② 炭素繊維系中間素材については、ＰＡＮ系高弾性炭素繊維を用いたアルミニウム・ワイヤプリフォームの連続的製造技術を開発した。このプリフォームは、室温及び７２３Ｋにおける目標性能以上の平均引張強さを示した。

また、ピッチ系炭素繊維を用いたワイヤプリフォームの製造技術についても検討し、Vf69% で目標値を越える室温引張強さを示した。

③ 炭化ケイ素繊維系中間素材については、ニカロンを用いたアルミニウム・ワイヤプリフォームの連続的製造技術を開発した。このプリフォームは、室温では目標の引張強さを示し、７２３Ｋまで目標値の９０％以上の耐熱性を示した。

(2) 成形加工技術の開発

① 炭化ケイ素蒸着フィラメント／チタン合金ＦＲＭについて、プレス成形及び粉末ＨＩＰ成形により室温及び７２３Ｋにおける目標性能を超える平均引張強さを示す平板状成形品を作成した。

② 炭化ケイ素繊維（ニカロン）／アルミニウム・ワイヤプリフォームを用いたプレス成形及びロール成形により、素材の９０％以上の引張強さを示す平板状成形品を作成した。

③ 国産炭化ケイ素ウィスカ／アルミニウム合金の溶湯・押出成形により目標値を越える引張強さの丸棒を作成した。

３．第三期の研究開発の方向

以上の成果を踏まえ、第三期に目指すべき研究開発の方向を示せば、概ね以下の通りである。

(1) 高性能素材の開発

① 繊維と母材の改質技術をさらに高度化し、良好な濡れ性と耐熱性との両立が実現可能な方法を開発する。

② 新たに開発された方法を中間素材開発に利用し、又は試作品を成形加工研究の

対象試料として供給する。

③　目標に達した素材については製造プロセスの安定化を図り、成形加工研究に必要な量を供給する。

(2) 成形加工技術の開発

①　第二期で開発された材料系と成形法との組合せについて、高温特性の向上とともに、繊維と直角方向の強さの改善を目指す。

②　材料系を絞って技術の安定化を進めるとともに、複雑成形品の成形加工法への拡張を図る。

③　評価技術担当機関との密接な連携を通じて、開発された素材の評価、試験法の確立を図るとともに、特定の材料を対象として高温を含む各種特性試験（伸び、疲労、クリープ、腐食等）を可能なかぎり進め、得られたデータの蓄積を行い、実用化のための基礎技術の確立を図る。

以上により、金属系複合材料の素材、成形品の性能及び信頼性の一層の向上を図る。

Ⅱ．各　論

－－　各研究項目毎の評価及び今後の方向　－－

１．高性能ＦＲＭ素材の開発

１．１　繊維と母材の適合性・安定性

１．１．１　繊維の改質

（１）「推進目標」に照らしての評価

・ＣＶＤ法により、反応劣化防止被膜として炭素のみを被覆し、ついでチタンーホウ素被膜を被覆したＰＡＮ系炭化糸強化アルミニウムワイヤはＲＯＭどおりの室温強度を示した。また、炭素、炭素－炭化ケイ素、チタンーホウ素被膜を重ねて被覆した場合はＲＯＭ比９０％以上の室温強度を示し、目標を達成した。

（２）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

① ＰＡＮ系炭化糸を強化材とした炭素繊維強化アルミニウム合金ワイヤを製造する方法として、ＣＶＤ法による下地被覆－劣化反応防止被膜－濡れ改善被膜被覆による繊維表面改質法を開発した。（特許出願）

② 米国特許のチタンーホウ素に代わる種々の濡れ改善被覆法を開発した。（特許出願）

③ 被覆工程各々の連続化技術を開発した。

④ 炭素繊維強化アルミニウムワイヤで、劣化反応防止被膜の組織性状と耐熱性の関連性が解明され、耐熱性の向上が期待される。

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

・溶融アルミニウムによる劣化が激しいために実用上難点がある高強度炭素繊維（炭化糸）を強化用繊維として活用することを目指した研究であり基礎的且つ重要な研究であり国立試験研究機関のテーマとしてふさわしい。

（４）今後の研究開発の方向

① 工業的技術として、濡れ性と耐熱性の両立を目指した被覆法の絞り込みを行う。

② 開発された手法を中間素材の開発に移転、あるいは試作品の成形研究への供給が望ましい。

1．1．2　母材金属の改質

（1）「推進目標」に照らしての評価

ＣＶＤ繊維／チタン系ＦＲＭの高温における界面反応を抑制するため、母材金属に各種元素、特にアルミニウムの添加が有効なことを見出し、目標を達成した。

（2）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

① ボロンまたは、炭化ケイ素蒸着繊維の表面に、ＰＶＤ法により、チタン－アルミニウム、チタン－バナジウム等の合金を被覆し、高温に保持して、反応生成物を解析することにより、繊維と母材金属との反応を抑制する有効な添加元素を見出した。

② 濃度勾配を有するチタン化合物を被覆する方法を開発した。

③ アルミニウムとチタンとの二重被覆もほぼ同程度の効果があることを見出した。

（3）研究開発の内容、期間、体制の評価

チタン系ＦＲＭの強度向上をねらった研究として、母材金属と繊維界面の反応防止の問題を解決することは、基礎的且つ重要であり、国立研究機関のテーマとしてふさわしい。

（4）今後の研究開発の方向

① Ｔｉ－Ａｌ，Ｔｉ－Ｍｏ，Ｔｉ－Ｃｒ系について被覆効果を検討する。

② 中間のバリヤ層（ＴｉＮ等）の検討を行う。

③ 得られた成果をＦＲＭ成形研究において試行する。可能であれば、開発された素材を成形担当機関に供給する。

1．2．　炭素繊維系中間素材の開発

1．2．1　ＰＡＮ系

（1）「推進目標」に照らしての評価

- チタン－ホウ素によるＣＶＤ処理した表面酸化高弾性炭素繊維（Ｍ－４０s)にAl-Mg 系合金を含浸させ、後処理を施すことにより、作製したワイヤ・プリフォームは室温における引張強さ1520MPa（ 155kgf/mm²）、723K(450℃）における引張強さ1440MPa(141kgf/mm²）を示し、目標を達成した。さらに、このワイヤ・プリフォームを100mまで連続試作した。

（2）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

① 炭素繊維のアルミニウム合金に対する濡れ性を付与するためのチタン－ホウ素コーティングの最適条件を見出した。

② 繊維とマトリックスの種類を絞りこみ、高品質のワイヤプリフォームを得るため

の溶浸条件を見出した。（特許出願）

今後、プロセスの安定化対策により、世界第一級のワイヤプリフォームの連続生産を可能とする基礎技術の確立が期待される。

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

比強度、比弾性の高いＰＡＮ系炭素繊維をボロン、炭化ケイ素等の太径蒸着繊維並の生産性で成形加工するためのワイヤプリフォームを開発するために必要な研究である。

（４）今後の研究開発の方向

① 当面、材料系を絞ってプロセスの安定化に努める。

② 成形加工に必要最小限の量を供給する。

③ 大工試の成果等に基づいて濡れ性および高温安定性等の向上したワイヤプリフォームの開発を行う。

１．２．２　ピッチ系

（１）「推進目標」に照らしての評価

① 低温における有機金属化合物を用いたＣＶＤ法により、炭素繊維上へ均質なアルミニウム層を析出させる技術を開発した。

② 昭和６０年度より開始したが、反応温度が低いため炭素繊維の強度劣化が殆どなく、室温引張強さ1490MPa を示し、目標を達成した。

（２）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

炭素繊維上にアルミニウム層を均質に被覆する条件として、トリーイソブチルーアルミニウムを用いたＭＯＣＶＤ法を採用し、その最適条件を見出した。

（特許出願）

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

今後高品質化が期待されるピッチ系炭素繊維を高弾性ＦＲＭの強化繊維として使用する上で、繊維の劣化の少ないプリフォーム作成技術を開発することは、重要な基礎的研究である。

（４）今後の研究開発の方向

① 繊維劣化の程度の把握、蒸着の連続化を進める。

② 可能であれば試作ワイヤプリフォームの成形研究担当機関へ供給する。

１．３．　炭化ケイ素繊維中間素材の開発

１．３．１　素材の界面改質

（１）「推進目標」に照らしての評価

① 純アルミニウムを母材とし、繊維の表面処理なしで高性能素材の性能を可能にした。

② 界面構造解析と強度特性を解明した結果を製造プロセスへフィードバックし、ワイヤプリフォームの大幅な性能向上が得られた。

以上により目標を達成した。

（２）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

① 繊維と母材との界面の微細構造を、格子像のレベルまで観察する技術を開発した。

② 内部摩擦測定法の複合材料への応用技術を開発し、素材性能評価を行った。

③ 界面の極微量偏析・析出を解明し、その抑制法の確立が期待される。

④ 素材の熱安定性の向上、及び界面構造の改質による成形性の改善に資することが期待される。

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

① 繊維と母材の適合性の改善により、素材の強度向上及び成形性の改善のために必要な基礎研究として重要。

② 中間素材の開発担当機関との密接な連携の下に各段階の試作品の微細構造を解析し、力学特性との関連を明らかにし、製造プロセスの改善に関する指針を与え産学共同の実を挙げた。

（４）今後の研究開発の方向

引き続き、中間素材開発機関との共同研究を続ける。

１．３．２　中間素材の開発

（１）「推進目標」に照らしての評価

① 炭化ケイ素繊維系中間素材の製造用に、溶浸法によるワイヤプリフォーム製造試験装置を開発し、 200ｍまでの連続試作を行い、平均引張強さ1320MPa(135kgf/mm²)ワイブル係数25の試作品を得た。

② また、723K(450℃) で1120MPa(114kgf/mm²) の耐熱性を示した。

（２）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

① 溶浸時の繊維とマトリックスの界面反応の抑制法を開発した。（特許出願）

② 溶浸法によるワイヤプリフォームの連続製造法を開発した。

③ 製造条件の安定化、高Vf化対策により引張強さの一層の向上が期待される。

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

我が国の発明にかかる炭化ケイ素繊維（ニカロン）の特性を生かし、蒸着型炭化ケイ素繊維を上回る加工性をもつ炭化ケイ素（PCS 系）繊維／アルミニウム系ワイヤプリフォームを高品質かつ連続的に製造する技術を開発することは、ＦＲＭの実用化のための第一歩である。

（４）今後の研究開発の方向

① 高温特性の改善、Vfの向上、プロセスの安定化に主力を注ぐ。

② 成形研究に必要な十分な量の素材を供給する。

③ 余力があればチタン系中間素材の開発に着手する。

２．成形加工技術の開発

２．１　熱間プレス成形

２．１．１　固相成形

（１）「推進目標」に照らしての評価

① ＣＶＤ繊維強化金属の成形基礎技術を開発し、

i　SiCF/Al 系ではVf 50%で平均引張強さ1660MPa<169kgf/mm²>（室温）、1210 MPa<123kgf/mm²>（723K)の成形体、

ii　SiCF/Ti 系ではVf 43%で平均引張強さ2030MPa<207kgf/mm²>（室温）、1690 MPa<172kgf/mm²>（723K)の成形体、

iii　ＣＶＤ繊維と炭素繊維とのハイブリッドＦＲＭについて、単一材の組合わせ強さの96.5%を有するものを得た。

以上により、目標を達成した。

（２）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

① 炭化ケイ素繊維（ＣＶＤ）／チタン系ＦＲＭ成形時の型脱気性改善により、酸化反応を低減させる技術を開発した。

② 反応劣化が少なく、成形欠陥を残さない成形条件（保持温度、圧力等）を設定した。

③　スラリースプレー法によるプリフォームの作成技術を開発した。（特許出願）

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

ＣＶＤ系の炭化ケイ素、ホウ素繊維とアルミニウム、チタンとの系を対象に、固相域におけるプレス成形は、米国の先行技術であり、中高温環境におけるタービンエンジン部品等への応用の最短距離にある基礎技術である。

（４）今後の研究開発の方向

①　材料を絞り込み、各種特性試験を進め、実用化のための基礎技術の推進を図る。

②　90°方向の強度及び高温強度の向上。

２．１．２　固液共存域成形

（１）「推進目標」に照らしての評価

①　素材引張強さ1176～1274MPa の炭素繊維／アルミニウム・ワイヤプリフォームを用い Vf47%で、平均引張強さ1007MPa の成形体を得た。

②　炭素繊維／アルミニウム系では、グリーンプリフォームを用いた平板成形体で Vf67% で、平均引張強さは1452MPa<148kgf/mm²> （室温）を得た。

③　炭化ケイ素(PCS) 繊維/ アルミニウム系の平板成形品で平均引張強さ 981MPa（素材の91%)を得た。

④　炭化ケイ素(CVD) 繊維/ アルミニウム系の平板成形品では、Vf40% 平均引張強さ 1498MPa<153kgf/mm²> （室温）、1240MPa<126kgf/mm²> (573K)を得た。また、純チタン箔とのハイブリッド成形により、繊維方向引張強さを害うことなく、90° 引張強さ 159MPa< 16kgf/mm²> を得た。

以上により、目標を達成した。

（２）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

①　温間プラテン方式の、急熱・液相成形法を開発し（特許出願）、これにより高Vf化、及び繊維と母材金属との界面反応を抑制する技術を開発した。

炭素繊維／アルミニウム・ワイヤプリフォームについて、成形条件の設定が行われた。

②　炭化ケイ素（ＰＣＳ）繊維／アルミニウム系では熱安定の点で、固相成形法が望ましいことを明らかにした。

③　炭化ケイ素(CVD) 繊維/ アルミニウム系では、固相成形の１／６以下の圧力で

ほぼ同等の室温引張強さを持つ成形品が得られた。

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

ＦＲＭの成形法として固液共存域成形法は、低圧プレス成形を可能にする技術であり、ＦＲＭの実用化のために重要である。

（４）今後の研究開発の方向

① 固液共存域に限らず、高弾性炭素繊維／アルミニウム、炭化ケイ素繊維（ＰＣＳ系）／アルミニウム・ワイヤプリフォームのプレス成形基礎技術の完成を目指す。

② また、上記のハイブリッド化の研究を進める。

２．２ 熱間ロール成形

（１）「推進目標」に照らしての評価

① 高強度炭素繊維／アルミニウム系で、Vf 42%で平均引張強さ 901MPa<91.9kgf/mm²> の成形体を得た。

② 素材引張強さ1060MPa<108kgf/mm²> のニカロン／アルミニウム・ワイヤプリフォームを用いて、 Vf 41% で平均引張強さ1030MPa<105kgf/mm²> （素材の97%)を達成した。

以上により目標をほぼ達成した。

（２）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

① Vfの高いシート状プリフォームを作成するプラズマ溶射技術を開発した。

② 繊維とマトリックス金属との反応を抑制する急速加熱・短時間圧延技術を開発した。

③ 治具を用いないロール成形加工の基礎技術を開発した。（特許出願）

今後、パック技術の向上により、大気中での加熱・圧延サイクルを可能にし、成形体の大型化を図ることが期待される。

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

長繊維と金属マトリックスからなる長尺の複合材料を作成する技術であり、ＦＲＭの実用化にとって成形法の高度化、製品の高性能化は重要な研究である。

（４）今後の研究開発の方向

① 炭化ケイ素（ＰＣＳ系）繊維／アルミニウム、炭素繊維／アルミニウムとも、ワイヤプリフォームを用いる成形に重点を置く。

② 長尺板の加工安定化を進める。

③ 積層配向板、型材等の成形技術への拡張を試みる。

２．３ 粉末ＨＩＰ成形法

２．３．１ アルミニウム系

（１）「推進目標」に照らしての評価

① 高弾性炭素繊維／アルミニウム合金の系を選択し、固液共存域短時間低圧成形、固相域高圧焼結の二段ＨＩＰ成形プロセスにより、Vf 42%で平均引張強さ 705MPa < 72kgf/mm²> を得、目標を達成した。

② 炭化ケイ素ウィスカ／アルミニウム系では、Vf 21%で、平均引張強さ 333MPa < 34kgf/mm²> を得たが、まだ目標には到達していない。

（２）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

① 炭素繊維／アルミニウム系では、真空ホットプレス成形において、粉末金属の固液共存域成形、固相成形の二段成形により、高強度で安定した成形体を得る方法を開発した。

② 強化繊維の整列性、強化繊維－金属粉末の均質性、強化繊維の破損防止等を考慮したスラリープリフォーム作成技術を開発した。（特許出願）

更に改良を加えることにより、長繊維系成形体の強度向上が期待される。

③ 炭化ケイ素ウィスカ／粉末金属の均質な混合技術を開発した。

④ ＨＩＰカプセル内の供試体温度の実測方法を開発し、成形方法改善の手掛かりを得た。

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

金属系複合材料の成形法として、最終製品の精密成形を目指すＨＩＰ成形法に関するものであり、特に複雑形状部品の成形に重要である。

（４）今後の研究開発の方向

① いわゆるNear net shapeの特長を生かした成形加工技術を開発する。

② ＨＩＰ成形時における高圧長時間成形に伴う問題点の解決を図る。

２．３．２ チタン系

（１）「推進目標」に照らしての評価

① ＨＩＰ成形法に適した系として、炭化ケイ素繊維（ＣＶＤ）／Ｍｏ，Ｚｒ含有チタン合金が有望であることを見出した。

② 炭化ケイ素繊維（ＣＶＤ）／Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Moの成形体はVf 37%で、平均引張強さ1878MPa<192kgf/mm²>（室温）、1537MPa<157kgf/mm²>（723K)を示し、目標を達成した。

（２）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

① 合金粉末を薄肉シート状にし、繊維と積層することにより、合金箔を用いた場合と同等の繊維の整列状態の成形体を得た。これにより、ロール法等によって製箔できない合金をマトリックスとしたＦＲＭの製造方法を開発した。（特許出願）

② 繊維と金属粉末を保形し、固化前に脱気除去され、特性を劣化させることのないバインダーを用いる成形法を開発した。

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

この研究は、高温雰囲気中で使用する複雑形状部材、例えばタービンエンジン部品等の最終製品寸法精密成形に適用し得る成形法の開発のために重要である。

（４）今後の研究開発の方向

① 有望な技術として引き続き技術の高度化を図る。

② 特に高温特性の向上を図る。

２．４ 溶湯押出し成形法

（１）「推進目標」に照らしての評価

① 炭化ケイ素ウィスカのプリフォーム成形において、Vf30、35%の標準的成形条件を開発した。

② 平均引張強さは703MPa、引張弾性率は素材単独の２倍以上に達した。

以上により目標を達成した。

（２）手法等の技術的意義、今後の進展の期待

炭化ケイ素ウィスカの高Vfプリフォーム成形技術、溶融アルミニウム含浸及び複合化技術を開発した。

（３）研究開発の内容、期間、体制等の評価

ウィスカ／アルミニウム系ＦＲＭの研究は、自動車エンジン等の低価格な耐熱部品をねらい、世界各国で行われているが、本研究は高性能、高品質の溶湯押出成形の

基礎技術の開発を目指すものである。

（4）今後の研究開発の方向

押出成形の最適化を進め、基礎技術の完成を目指す。

「金属系複合材料」第２期研究開発

評価関連資料総括表

昭和６１年３月３１日

工業技術院総務部次世代産業技術企画官室

研究項目	実施機関	使用材料	形状・成形法	第二期目標	研究結果	文献現状	記事
1．高性能素材の開発 (1) 繊維と母材との適合性安定性 ①繊維の改質	大工試	F:CF PAN 系炭化糸 M: Al 合金	ワイヤ 直径：0.5 ～0.6 mm 長さ：約 3m 調整法: 溶浸法	炭素繊維（PAN 系炭化糸）強化金属基複合材料の製造技術確立に資するため、炭素繊維表面に劣化反応防止被膜及び濡れ性改善被膜をＣＶＤ法により被覆する基礎的技術を確立する。	下地に炭素を用いることにより、SiC あるいは TiC被覆による炭化糸の強度低下を防止できること、B-Si被膜が溶融Alに濡れることを認めた。C,SiC,Ti-Bを、C,TiC,Ti-Bを、あるいはC,Ti-Bを順次被覆した繊維、（いずれも東レ T-300）と6061合金からそれぞれ ROM比70～100%, 70%, 100%以上のワイヤを得た。（詳細別表）	PAN 系黒鉛化糸では単繊維にSiC,TiC 被覆することによりアルミニウムとの反応防止効果が認められている（文献 1,2）。バリヤーコーティング（物質不明）により引張強度1240MPa のワイヤ（東レ T-300/A201 合金）が得られている（文献 3）。濡れ性の改善にはTi-B法が採用されている。	
②母材金属の改質	金材研	F:B/W B_4C/B/W SiC/B/W SiC/C M:Ti,Ti-V Ti-Al Ti-Ni Ti-Cu	ＰＶＤ法被覆による単繊維複合体	繊維材と金属との複合化の際の最適条件選定、及び高温使用時の安定性の向上のための母材金属の改質に関する基礎的検討を行う。	ＰＶＤ法により得られたＣＶＤ繊維－Ｔｉ およびＴｉ合金の単繊維複合体の高温保持による反応速度の相対比較、並びに反応生成物の組成について検討し、何れの添加元素も反応抑制に効果があることを認めたが、特にＡｌ 添加の場合はその抑制効果が著しいことを明らかにした。 Ｔｉ －Ａｌ 合金被覆に比較して、ＡｌとＴｉの二重被覆した場合も略同程度の効果を認めた。	類似研究は幾つか報告されているが、結果は互いに相違しておりＦＲＭの高性能化の指針にならない。	
(2) 炭素繊維系中間素材の開発 ①ＰＡＮ系	研究協会 ＊大工試	F:トレカ M40 3,000 f,CVD M:a)6061 Al b)AC4C Al c)5056 Al d)6061 Al 0.5Ti e)1080 Al	連続含浸ワイヤ・プリフォーム	ＦＲＭの性能向上をねらいに、 イ）主としてアルミニウム系金属をマトリックスとした母材と繊維との適合性の向上等の研究を更に進める。 ロ）各種の成形・加工に最適な素材の開発を行うとともにワイヤ・プリフォーム製造のための条件検討を進め、製造技術を開発する。	繊維の表面処理の研究、連続表面処理・溶浸実験装置の試作、改良並びにマトリックスとの適合性の研究を進め、高弾性炭素繊維 M40／Ａｌ 系で含浸良好なワイヤは、Vf 50～52%で目標の平均引張強さ 1.5GPa を達成することを確認した。 高温引張強さも目標値を達成した。 （詳細別表） また、繊維表面酸化処理、マトリックスの選定、ワイヤ後処理の組合せにより百m単位の連続製造が可能となった。	Ti-Bコーティングは米国ＦＭＩ社が特許をもち、ＭＣＩ社が各種炭素繊維／Ａｌ ワイヤ・プリフォームを供給しているが、目標性能を満たすものは入手されていない。	
②ピッチ系	製科研	F: CF(ピッチ系) M: Al	アルミニウム蒸着繊維（CVD）	均一で緻密なアルミニウム層をピッチ系炭素繊維上へ、繊維を劣化させることなく成長させるため、ＣＶＤ原料の気化温度、析出温度の最適化を図る。	反応圧力が10Torrの場合、均一でち密なアルミニウム層を得るための最適条件は、トリイソブチルアルミニウムの気化温度が60～80℃の範囲、反応温度が 270～310 ℃であった。 また、このときの炭素繊維の強度劣化はほとんどなかった。	一気圧ＣＶＤ法により炭素繊維（ＰＡＮ系）上にアルミニウムを析出させている例はあるが、均一で緻密なアルミニウム層は得られない。	

研究項目	実施機関	使用材料	形状・成形法	第二期目標	研究結果	文献現状	記事
(3) 炭化ケイ素系中間素材の開発 ①素材界面の改質	研究協会	F:ニカロン NLM-200 500f M:A-1050 (0.2Ti)	連続含浸ワイヤ・プリフォーム	ＦＲＭの性能向上をねらいに、 イ）主としてアルミニウム系金属をマトリックスとした母材と繊維との適合性の向上等の研究を更に進める。 ロ）各種の成形・加工に最適な素材の開発を行うとともにワイヤ・プリフォーム製造のための条件検討を進め、製造技術を開発する。	ロット別の開発ワイヤ・プリフォームのサンプルについて、微細構造の解析と力学特性の関連性の研究を進め、劣化原因を明らかにして、プロセスの改良のための指針を示した。	ニカロン繊維は既に欧米に輸出され、多くの研究論文が発表されているが、ニカロン／Ａl ワイヤ・プリフォームは新規な開発であり、外国文献はない。	
②中間素材の開発	研究協会 ＊大工試	F:ニカロン NLM-200 500f M:A-1050 (0.2Ti)	連続含浸ワイヤ・プリフォーム		超音波加振機構をもつ連続含浸実験装置の開発、プロセスの改良により、引張強さ1.0GPa級のワイヤ・プリフォームの200mまでの連続製造に成功した。 良好なワイヤの平均引張強さは1320MPa (m=22)を示した。 また、このワイヤは723Kで室温引張強さの 85%を維持することを認めた。 （詳細別表）		
２．成形加工技術の開発 (1) 熱間プレス成形法 ①固相成形	研究協会 ＊機技研	F:BF M:6061 Al F:SiC(CVD) AVCO;SCS-2 M:6061 Al F:SiC(CVD) AVCO;SCS-6 M:Ti6Al4V	グリーンテープ固相プレス成形	ＦＲＭ成形加工技術の高度化及び成形品の高性能化をねらいに、 基準寸法２００mm程度の供試体を目標として、 イ）主としてアルミニウム系マトリックスのＦＲＭについての基礎技術の研究 ロ）チタン系マトリックスへの拡張 を進める。	ボロン及び炭化ケイ素ＣＶＤ繊維とアルミニウム又はチタン合金箔を用いた、 150×150 （設備の上限）ＦＲＭ板の固相プレス成形条件最適化の研究を進め、複合則の 0.8 を超える引張強さの成形品を得た。 723K における強度保持率はSiC/Alで0.73、SiC/Tiで0.83であった。 また、回転電極(REP) 法による耐熱Al合金マトリックスの開発、二次曲面成形、配向積層、ハイブリッド成形等のＦＲＭ応用基礎技術の開発を行った。 （詳細別紙）	AVCO (米) 1985カタログによれば 材料系 Vf Fl Ksi(MPa) Ft Ksi(MPa) SiC/6061 48 250 (1723) 15(103) * SiC/Ti6Al4V 35 250 (1723) 59(407) でほぼ同等の性能を示しており、SiC/6061については *90°引張強さ改善の研究を進めている旨記されている。 応用研究については、巨大貨物機 C-5主翼パネルの実大模型を試作し、試験中の報道があるが、詳細は不明。	
		SiC/CF/Al SiC/Al-3Cr-1Fe SiC/Al-8%Fe-4%Ce	ハイブリッド成形 耐熱Al系ＦＲＭ				

研究項目	実施機関	使用材料	形状・成形法	第二期目標	研究結果	文献現状	記事
②固液共存域成形	研究協会 ＊機技研	F:HMCF(M40) SiC(CVD) M:6061 Al 4340 Al	グリーンプリフォーム，プレス成形	ＦＲＭ成形加工技術の高度化及び成形品の高性能化をねらいに、 基準寸法２００mm程度の供試体を目標として、 イ）主としてアルミニウム系マトリックスのＦＲＭについての基礎技術の研究 ロ）チタン系マトリックスへの拡張 を進める。	赤外線急速加熱、温間プラテン方式による固液共存域低圧プレス成形技術を開発し、 220×220 ＦＲＭ板成形品について、炭素繊維／Ａｌ系で1452MPa 、ＳｉＣ／Ａｌ系で1498MPa の引張強さを得た。 CF/Al 開発ワイヤ・プリフォームについては固液共存域プレス成形により1007MPa(素材ワイヤの0.82) の引張強さを、ニカロン/Al 開発ワイヤ・プリフォームについては固相プレス成形により981MPa (素材ワイヤの0.91) の引張強さを得た。 また、SiC(CVD)/Al 及びCF/Al 系についてチタン合金箔とのハイブリッド化の基礎試験を行った。 （詳細別表）	同種材料系の参考値として、高圧鋳造によるHMCF/AlのVf 70; 1420MPa(日本、1985) がある。 CF/Al ワイヤ・プリフォームのプレス成形文献値としては、Vf 50; 700MPa(米国,1980)がある。	
		CF/Al SiC(pcs)/Al	開発ワイヤ・プリフォーム，プレス成形				
		SiC(CVD)/Al-Ti	ハイブリッド溶射プリフォーム成形				
(2) 熱間ロール成形法	研究協会 ＊機技研	HTCF/ A 5052 イオンプレーティングプリフォーム	シート・プリフォーム，ロール成形		圧延治具を介し、赤外線急速加熱による固相域ロール成形条件の最適化の研究を進め、 150×500 ＦＲＭ板成形品について、素材メーカーによるプレス成形品に勝る引張強さ (901MPa)を得た。 別途、プラズマ溶射プリフォーム製造のための基礎技術の開発を行った。	ロール成形の文献値としては、Vf 30; 437MPa (日本,1981)がある。	
		ニカロンワイヤ・プリフォーム Vf; 40 %	ワイヤ・プリフォーム，ロール成形		開発ニカロン／Ａｌ ワイヤ・プリフォームをＡｌ フォイルで包み、赤外線急速加熱による固相域ロール成形技術を開発し、150 ×500 ＦＲＭ板成形品について、1030MPa (素材ワイヤの0.97) の引張強さを得た。 （詳細別表）	文献なし。	

研究項目	実施機関	使用材料	形状・成形法	第二期目標	研究結果	文献現状	記事
(3) 粉末ＨＩＰ成形法 ①アルミニウム系	研究協会 ＊機技研	F: HMCF M:4032 Al -250mesh	スラリープリフォーム； 真空ホットプレス ＨＩＰ	ＦＲＭ成形加工技術の高度化及び成形品の高性能化をねらいに、 基準寸法２００㎜程度の供試体を目標として、 イ）主としてアルミニウム系マトリックスのＦＲＭについての基礎技術の研究 ロ）チタン系マトリックスへの拡張 を進める。	スラリー作成技術の開発、カプセル内温度の実測による成形条件の改良等の結果、40×140 の一方向ＦＲＭ板成形品でVf 42;引張強さ 705MPa を得た。	粉末スラリー、ホットプレス成形品で Vf 30; 274 MPa(日本、1983) の文献がある。	
		F: SiCウィスカ M:4032 Al -250mesh	素材混合 真空ホットプレス ＨＩＰ		ランダム配向の40×140 のＦＲＭ板成形品でVf 21;引張強さ 333MPa (m＝16.1) を得た。 Vfの向上を目指し素材の混合手法を研究中である。 （詳細別紙）	参考値として同種材料系の高圧鋳造によるVf 28; 460MPa(日本,1985)がある。	
②チタン系	研究協会 ＊機技研	F:SiC(CVD) M:Ti-6Al-4V	繊維、粉末積層 真空脱脂 カプセル ＨＩＰ		材料系の選定、プロセスの研究を進めた結果、55×125 のＦＲＭ板成形品で Vf 37;引張強さ 1878MPaを得て、この成形法の有望なことを認めた。 723 K における引張強さも 1537 MPa を示した。 （詳細別紙）	粉末ＨＩＰに関する文献は見当らない。 同一材料系の参考データとしては、Vf 35; 1723MPa (AVC,1985)がある。	
(4) 溶湯・押出成形法	研究協会 ＊機技研	F: SiCウィスカ M:7075 Al	プリフォーム 高圧含浸ビレット 熱間押出温度		溶湯成形試験装置を試作し、ウィスカ・プリフォーム予熱温度、溶湯温度及び加圧力の最適化を図った結果、Vf 30% の押出材で引張強さ 684MPa を得た。 試作熱間押出成形装置の導入により、19φ、Vf 35%、引張強さ 703 MPaの押出材を得た。 （詳細別紙）	SiCウィスカの溶湯成形は世界各国で盛んに研究されているが、多くは自動車エンジン部品用の軽量低価格耐熱材料を狙ったものであり、高強度品の文献としては米国(1984)のVf 20; 637MPa,日本(1985)Vf 17; 686 MPa がある。別にDWA カタログ(1985)にはSiCp/7090 Vf 25; 798MPa という数字がある。	

60. 3.25.

研究項目	形状・成形法	使用材料	実施機関 ＊試験機関	試験結果													記事
					形状・寸法 (mm)	Vf	比重	弾性率		引張強さ					伸び		
								0° (GPa)		0° (MPa) (*m)					0° (%)		*m：ワイブル係数
						室温	室温	室温		室温	573 K	723 K				室温	
1．高性能素材の開発 (1) 繊維と母材との適合性、安定性 ①繊維の改質	PAN系高強度炭素繊維 連続含浸ワイヤ・プリフォーム 0.5 ～0.6 φ L:～3,000	F:CF トレカ T 300 3,000 f M:6061 Al	大工試	目標値	3,000	50	N.A.	N.A.	××× ××× ×××

61. 3.25.

研究項目	形状・成形法	使用材料	実施機関 ＊試験機関	試験結果														記事
					形状・寸法 (mm)	Vf	比重	弾性率		引張強さ						伸び		
								0° (GPa)	90° (GPa)	0° (MPa) (＊m)			90° (MPa)			0° (%)	90° (%)	＊m：ワイブル係数
						室温	室温	室温	室温	室温	573 K	723 K	室温	573 K	723 K	室温	室温	
②ピッチ系	ピッチ系炭素繊維 Al 連続蒸着 フィラメント	F: Pitch系CF M:純 Al	製科研	目標値	N.A.	60	N.A.	N.A.	××× m=N.A.	890	N.A.	N.A.	×××	×××	×××	N.A.	×××	2) オーストラリヤ（ホットプレス） 3) 米国（ワイヤ）
				文献値		35 47				2) 540 3)1153								
			試験結果	製科研		69	×××	×××	×××	1490 m= 10	×××	×××	×××	×××	×××	×××	×××	
(3) 炭化ケイ素系中間素材の開発	ニカロン／Al 連続含浸ワイヤ・プリフォーム		研究協会 ＊大工試	目標値	10,000	50	N.A.	N.A.	×××	1320	1320	1190	×××	×××	×××	N.A.	×××	
				文献値														
①素材界面の改質		F:ニカロン NLM-200 500f M:A-1050(0.2Ti)	試験結果	東京大学	×××	53	×××	139	×××	≦1650 @1250 m=14.5	×××	×××	×××	×××	×××		×××	
②中間素材の開発			試験結果	NCK	100,000	45	2.60	×××	×××	1300 m= 25	×××	×××	×××	×××	×××	×××	×××	
				大工試		×××	2.65	×××	×××	1300 m= 24	×××	×××	×××	×××	×××	×××	×××	
			試験結果	NCK		45	2.60	×××	×××	1320 m= 22	1190 m= 32	1120 m= 36	×××	×××	×××	×××	×××	(n＝16)

61. 3.25.

研究項目	形状・成形法	使用材料	実施機関 ＊試験機関	試験結果														記事
					形状・寸法 (mm)	Vf	比重	弾性率		引張強さ						伸び		
								0° (GPa)	90° (GPa)	0° (MPa) (＊m)			90° (MPa)			0° (%)	90° (%)	＊m：ワイブル係数
						室温	室温	室温	室温	室温	573 K	723 K	室温	573 K	723 K	室温	室温	
	ニカロン／Al 連続含浸ワイヤ・プリフォーム プレス成形	F:ニカロン NLM-200 500f M:A-1050(0.2Ti)	研究協会 ＊機技研	目標値	25x100x2t	50	N.A.	N.A.	N.A.	1188 m=20	1188	1070	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	
				文献値		35				786～ 889			63 ～ 76					Dow Corning; Nicalon/1100
		Fl＝1200MPa	試験結果	NCK	25x100x2t	45	2.62	xxx	xxx	1080 980 ～1180	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	(n＝5)
		F:ニカロン NLM-200 500f M:A-1050(0.2Ti) Fl＝ 920MPa	試験結果	NCK	25x100x2t	45	2.61	xxx	xxx	830 700 ～ 860	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	(n＝5)
				機技研		xxx	xxx	89.8 86.5 ～91.5	xxx	787 731 ～844	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	1.02 0.89 ～1.14	xxx	
2．成形加工技術の開発 (1) 熱間プレス成形法 ①固相成形	SiC/Al グリーンテープ 固相プレス成形 温度： 788 K 圧力： 33 MPa 時間： 0.5 hr 雰囲気<0.007 Pa	F:SiC(CVD) AVCO;SCS-2 (140μm φ) M:6061 Al (46μm t)	研究協会 ＊機技研	目標値	150x150x t	50	N.A.	N.A.	N.A.	1600 m=N.A.	1395	1175	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	
				文献値		8)48				8)1723			8)103＊					8) 米国 ＊ Modification in progress to increase Ft.
			試験結果	IHI	150x150x1t	50	2.8	219	129	1660 1590 ～1760	1500 1460 ～1550	1210 1130 ～1340	91 85 ～100	xxx	xxx	0.89	0.15	
				機技研		xxx	xxx	199 193 ～205	xxx	1791 1695 ～1862	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	1.00 0.98 ～1.01	xxx	

61. 3.24.

研究項目	形状・成形法	使用材料	実施機関 ＊試験機関	試験結果														記事
					形状・寸法 (mm)	Vf	比重	弾性率		引張強さ						伸び		
								0° (GPa)	90° (GPa)	0° (MPa) (＊m)			90° (MPa)			0° (%)	90° (%)	＊m：ワイブル係数
						室温	室温	室温	室温	室温	573 K	723 K	室温	573 K	723 K	室温	室温	
	SiC/Ti グリーンテープ 固相プレス成形 温度：1143 K 圧力： 39 MPa 時間： 0.5 hr 雰囲気<0.007 Pa	F:SiC(CVD) AVCO;SCS-6 (140 μm φ) M:Ti6Al4V (76 μm t)	研究協会 ＊機技研	目標値	150x150x t	35	N.A.	N.A.	N.A.	1800 m=N.A.	1620	1530	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	3)米国;1985
				文献値		8)35				8)1728			8) 407					
			試験結果	ＩＨＩ	150x150 x1.1～1.4	43	3.7	214	××× ××× ×××

61. 3.13.

研究項目	形状・成形法	使用材料	実施機関 ＊試験機関	試験結果														記事
					形状・寸法 (mm)	Vf	比重	弾性率		引張強さ						伸び		
								0° (GPa)	90° (GPa)	0° (MPa) (*m)			90° (MPa)			0° (%)	90° (%)	*m： ワイブル係数
						室温	室温	室温	室温	室温	573 K	723 K	室温	573 K	723 K	室温	室温	
②固液共存域成形	CF／Al 開発ワイヤ・プリフォーム プレス成形 温度：823K 圧力：39.2MPa 時間：30 min	F:HMCF トレカ M40 M:5056 Al 素材F1 ＝1176～1274 MPa	研究協会 ＊機技研	目標値	220x220x2t	50	N.A.	N.A.	N.A.	0.9× 素材 (1103)	0.9× 素材	0.9× 素材	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	4) 日本 (高圧鋳造)
				参考値		70				4)1420								
			試験結果	MHI	220x220x2t	47	2.3	189 176 ～200	××× ××× ×××

研究項目	形状・成形法	使用材料	実施機関 ＊試験機関	試験結果													記事
					形状・寸法 (mm)	Vf	比重	弾性率		引張強さ						伸び		
								0° (GPa)	90° (GPa)	0° (MPa) (＊m)			90° (MPa)			0° (%)	90° (%)	＊m：ワイブル係数
						室温	室温	室温	室温	室温	573 K	723 K	室温	573 K	723 K	室温	室温	
	SiC/Al ワイヤ・プリフォーム，プレス成形 温度： 796 K 圧力： 44 MPa 時間： 30 min	F:SiC(pcs) ニカロン Vf; 40～44% (Fl; 1078 MPa) M: A- 1050 素材Fl ＝1039～1117 MPa		目標値	220x220x2t	35	N.A.	N.A.	N.A.	0.9x素材,＊20 (970)	0.9x素材	0.9x素材	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	
				文献値 (参考)		35				788～ 889			63 ～ 76					Dow Corning; Nicalon/1100
			試験結果	MHI	220x220x2t	40	2.7	98 97 ～101	xxx	981 943～ 1027	879 666 ～ 699	xxx	51 49 ～53	xxx	xxx	1.2 1.1 ～1.3	xxx	
				＊機技研		xxx	xxx	91.1 78.9	xxx	830 820	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	1.17 1.18	xxx	(n = 2)
	SiC/Al(CVD) グリーンプリフォーム，プレス成形 温度： 853/723 K 圧力： 0/4.9MPa 時間： 3/30 min	F:SiC(CVD) AVCO, SCS-2 (140 μm φ) M:6061 Al 溶射 4343 Al 箔		目標値	150x150x t	50	N.A.	N.A.	N.A.	1600 m=N.A.	1395	1175	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	
				文献値		48				8)1723			＊103					8) 米国 ＊ Modification in progress to increase Ft.
				MHI	150x300 x0.4 t	40	2.8	216 208 ～223	xxx	1498 1408 ～1617	1240 1209 ～1257	xxx	86 78 ～ 91	xxx	xxx	0.72 0.71 ～0.73	xxx	
				＊機技研		xxx	xxx	196 193 ～200	xxx	1725 1666 ～1803	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	1.02 0.97 ～1.10	xxx	
	SiC(CVD)/Al-Ti ハイブリッド溶射プリフォーム成形 温度： 853/823 K 圧力： 0/4.9MPa 時間： 3/30 min (723 K 取出し)	SiC(CVD)/Al-Ti F:SiC(CVD) AVCO, SCS-2 (140 μm φ) M:6061 Al 溶射／4343Al箔(40 μm) 工業用純チタン (50 μmt)		目標値	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	
				文献値														
			試験結果	MHI	150x300 x0.5 t	38	3.2	188 181 ～195	xxx	1421 1295 ～1565	xxx	xxx	158 138 ～181	xxx	xxx	0.72 0.72 ～0.73	xxx	

61. 2.26.

研究項目	形状・成形法	使用材料	実施機関 ＊試験機関	試験結果														記事
					形状・寸法 (mm)	Vf	比重	弾性率		引張強さ						伸び		
								0° (GPa)	90° (GPa)	0° (MPa) (＊m)			90° (MPa)			0° (%)	90° (%)	＊:ワイブル係数
						室温	室温	室温	室温	室温	573 K	723 K	室温	573 K	723 K	室温	室温	
(2) 熱間ロール成形法	CF／Al シート・プリフォーム，ロール成形 温度： 793 K 荷重： 3.0～18.7 kN/cm 時間：30x2x10sec	F:HTCF ベスファイト HT-7-12000 M:A 5052 イオンプレーティングプリフォーム Vf; 40 % メーカーホットプレス成形品 Fi;705～787MPa	研究協会 ＊機技研	目標値	150x500x2t	40	N.A.	N.A.	N.A.	980 ＊N.A.	930	785	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	6) 日本(ロール)
				文献値		30				6)437								
			試験結果	FHI	150x500x2t	42.2	2.34	117	×××	901 870～ 932	×××	×××	×××	×××	×××	×××	×××	
				＊機技研		×××	×××	87.5 86.6 ～88.6	×××	869 761 ～939	×××	×××	×××	×××	×××	×××	×××	
	SiC/Al ワイヤ・プリフォーム，ロール成形 温度： 773 K 荷重：16.8～13.1 kN/cm 時間： 6x30 sec	F:SiC(pcs) M: A- 1050 ニカロンワイヤ・プリフォーム Vf; 41.6% Fi; 1060 MPa		目標値	150x500x2t	40	N.A.	N.A.	N.A.	0.9x素材,＊20 (954)	0.9x素材	0.9x素材	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	
				文献値														
			試験結果	FHI	150x500x2t	41.4	2.68	×××	×××	1030 982～ 1070	×××	×××	×××	×××	×××	×××	×××	
				＊機技研		×××	×××	83.2 81.0 ～85.6	×××	876 856 ～913	×××	×××	×××	×××	×××	1.20 1.16 ～1.25	×××	
			試験結果	FHI	150x500x2t	41.0	2,65	117 111 ～121	×××	971 847 ～1070	740 709 ～780	591 575 ～607	×××	×××	×××	1.31	×××	
				＊機技研		×××	×××	(88.6) Ref.	×××	848	×××	×××	×××	×××	×××	(1.08) Ref.	×××	(n＝1)

61. 3.27.

研究項目	形状・成形法	使用材料	実施機関 ＊試験機関	試験結果														記事
					形状・寸法 (mm)	Vf	比重	弾性率		引張強さ						伸び		
								0° (GPa)	90° (GPa)	0° (MPa) (*m)			90° (MPa)			0° (%)	90° (%)	*;ワイブル係数
						室温	室温	室温	室温	室温	573 K	723 K	室温	573 K	723 K	室温	室温	
	SiC/Al ワイヤ・プリフォーム，ロール成形	F:SiC M;A-1050 ニカロンワイヤ・プリフォーム Vf: 43% Fl: 1120 MPa	研究協会 ＊機技研	目標値	150x500x2t	40	N.A.	N.A.	N.A.	0.9x素材,*20 (1008)	0.9x素材	0.9x素材	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	
			試験結果	FHI	150x500x2t	41.5	2.64	106 104 ～108	47.9 41.4 ～53.2	971 937 ～1030	754 709 ～822	597 548 ～649	21.3	xxx	xxx	1.20	0.057	
				＊機技研		xxx	xxx	87.6 88.2	xxx	＊	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	＊	xxx	(n＝2) ＊；チャック内切れ
(3) 粉末HIP成形法 ①アルミニウム系	スラリープリフォーム； 真空ホットプレス 温度： 837/823 K 圧力： 3.5/17.5 MPa,時間 0/15min HIP 温度： 803 K 圧力： 93.1 MPa MPa,時間 0/15min	F: HMCF Fl;2430 MPa El; 392 GPa M:4032 Al 粉末 -250mesh	研究協会 ＊機技研	目標値	二次元形状	40	N.A.	N.A.	N.A.	682 ＊N.A.	650	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	
				参考値		30				7)274								7) 日本（ホットプレス）
			試験結果	KHI	40x140 x 2.3t	41.6 36.7 ～47.1	2.37 2.36 ～2.39	xxx	xxx	705 588 ～856	707 543 ～786	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	
			試験結果	機技研		xxx	xxx	xxx	xxx	706 646 ～761	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	(n＝5)
	混合 真空ホットプレス 温度：845/833K 圧力：3.5/17.5 MPa 時間：0/60min HIP 温度：803 K 圧力： 93.1 MPa 時間： 30 min	F: SiCウィスカ φ;0.1～1.0 μ L;50 ～200 μ M:4032 Al 粉末 -250mesh		目標値	ランダム配向	28	N.A.	N.A.	N.A.	460	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	
				参考値	ランダム ランダム	30 16				11)246 12)460								11) 米国（ホットプレス） 12) 日本；（高圧鋳造）
			試験結果	KHI	ランダム	21	282	xxx	xxx	333 277 ～ 376	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	

61. 3.27.

研究項目	形状・成形法	使用材料	実施機関 ＊試験機関	試験結果														記事
					形状・寸法 (mm)	Vf	比重	弾性率		引張強さ						伸び		
								0° (GPa)	90° (GPa)	0° (MPa) (＊m)			90° (MPa)			0° (%)	90° (%)	＊:ワイブル係数
						室温	室温	室温	室温	室温	573 K	723 K	室温	573 K	723 K	室温	室温	
(3) 粉末HIP 成形法 ②チタニウム系	SiC(CVD)/Ti 繊維、粉末積層 真空脱脂 カプセル HIP 温度: 1223 K 圧力: 125 MPa 時間: 1 hr	F:SiC(CVD) AVCO; SCS-6 (140μm φ) M:Ti-6Al-4V Nuclear Metal 社 REP 粉 (～100 μm φ)	研究協会 ＊機技研	目標値	50x120x t	30	N.A.	N.A.	N.A.	1470 ＊N.A.	1421	1323	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	N.A.	13) 米国 8) 米国 ＊HIP 文献なし #:参考値
				参考値		8)35				13)1454 8)1723			8) 402					
			試験結果	神戸鋼	55x125 x1.2t	38 37 ～39	3.91 3.90 ～3.93	205 # 202 ～215	××× ××× ×××

管理番号
／３０

取扱注意
推進委／評価委限

『複合材料の研究開発』

金属系複合材料（ＦＲＭ）の開発

第二期

研究開発実績報告書

昭和６１年３月

工業技術院

次世代産業技術企画官室

目　　次

１．高性能素材の開発

（１）繊維と母材との適合性、安定性　・・・　１

①　繊維の改質

②　母材金属の改質

（２）炭素繊維系中間素材の開発　・・・１１

①　ＰＡＮ系

②　ピッチ系

（３）炭化ケイ素系繊維中間素材の開発　・・・２４

①　素材界面の改質

②　中間素材の開発

２．成形加工技術の開発

（１）熱間プレス成形法　・・・３７

①　固相成形

②　固液共存域成形

（２）熱間ロール成形法　・・・５７

（３）粉末ＨＩＰ成形法　・・・６８

①　アルミニウム系

②　チタニウム系

（４）溶湯・押出成形法　・・・８５

要　　旨

研究開発項目名　　1　高性能素材の開発（1）繊維と母材との適合性・安定性
①繊維の改質　　②母材金属の改質

研究開発実施者名　①　大阪工業技術試験所財
②　金属材料技術研究所

1．研究開発期間　　昭和５８年度～昭和６０年度

2．第二期開発のポイント

①繊維の改質

アルミニウム合金による劣化反応防止被膜とぬれ性改善被膜をＰＡＭ系炭素繊維（炭化系）に被覆する技術を開発する。

②母材金属の改質

ＣＶＤ繊維に対する反応抑止を目的とした合金元素添加による母材金属の改質を行う。

3．各年度の実施計画のポイント

①繊維の改質

昭和５８年度：炭化ケイ素被覆炭素繊維にぬれ性改善被膜を被覆する方法を検討しワイヤ製造の基礎的技術を研究する。

昭和５９年度：炭化チタン被膜被覆技術を研究し、炭素繊維強化アルミニウムワイヤの耐熱性に及ぼす炭化ケイ素被覆効果を検討する。

昭和６０年度：炭素繊維強化アルミニウムワイヤの耐熱性に及ぼす炭化チタン被覆効果を検討する。

②母材金属の改質

昭和５８年度：母材金属の改質の基礎としてのＣＶＤ繊維と純チタンとの反応性を検討する。

昭和５９年度：ＣＶＤ繊維とＴｉ－Ｖ、Ｔｉ－Ａｌ合金との反応性を検討する。

昭和６０年度：イ）ＣＶＤ繊維とＴｉ－Ｎｉ、Ｔｉ－Ｃｕ合金の反応性を検討する

ロ）ＣＶＤ繊維とＡｌ／Ｔｉ、Ｎｉ／Ｔｉ、Ｃｕ／Ｔｉの二重被覆合金との反応性を検討する。

ハ）ＣＶＤ繊維にＴｉ－Ａｌ合金被覆した繊維の引張強度を検討する。

4．第二期の実績のポイント

①繊維の改質

Ｃ、Ｔｉ －Ｂを順次被覆した繊維から調整した強化ワイヤはＲＯＭ強度をを示した。Ｃ，ＳｉＣ，Ｔｉ －Ｂ、あるいはＣ、ＴｉＣ、Ｔｉ －Ｂを順次被覆した繊維から調整した強化ワイヤは（何れも、東レ　Ｔ－３００と６０６１合金から）、ＲＯＭ比７０～１００％あるいは７０％の強度を得た。

②母材金属の改質

イ）ＰＶＤ法により得たＣＶＤ繊維－Ｔｉ 及びＴｉ 合金の単繊維複合体の高温保持による反応速度の相対比較並びに反応生成物組成について検討し、何れの添加元素も反応抑制に効果があることを認めたが、特にＡｌ 添加の場合は、その抑制効果が著しいことを明らかにした。

ロ）Ｔｉ－Ａｌ 合金被覆に比較して、Ａｌ とＴｉ の二重被覆した場合も、ほぼ同程度の効果を認めた。

ハ）ＳＣＳ－６，B_4 Ｃ、ＳｉＣ、Ｂｏｒｓｉｃ 繊維にＴｉ －Ａｌ 合金被覆した単繊維の高温保持後の強度低下は、ＳＣＳ－６繊維が最も小さく、８５０℃、５Ｈｒの処理で１０％以下であることを見出した。

研究開発実績

研究開発項目名　　１．高性能素材の開発
（１）繊維と母材との適合性・安定性　①繊維の改質

研究実施機関　　大阪工業技術試験所

１．研究実施期間　　昭和５８年度～６０年度

２．研究開発の手法・前提条件等

(1)開発の狙い

ＰＡＮ系炭化糸を強化材として炭素繊維強化Ａｌ合金ワイヤを製造する技術を確立するために、炭素繊維表面に イ)劣化反応防止被膜と ロ)ぬれ改善被膜をＣＶＤ法で被覆する基礎的技術を開発する。

(2)現世代を超える開発要素

ＰＡＮ系炭化糸へ適用することのできる、界面の化学的、力学的適合化を可能にする多層被膜被覆方法。

(3)研究開発の手法

イ）劣化反応防止被膜：被膜材質の選択 － ＳｉＣ，ＴｉＣ
被覆技術 － 被覆条件の検討
被覆による強度低化防止の検討
多層被膜の採用 － 炭素の下地被膜

ロ）ぬれ改善被膜　：Ｔｉ－Ｂ被覆法の追試
Ｂ－Ｓｉ，Ｂ被膜の検討

ハ）被覆効果の確認　：ＣＦＲＡｌワイヤの調製とその性能測定
・Ａｌの含浸度測定
・室温強度測定
・耐熱性測定

(4)前提条件

＊炭素繊維はＰＡＮ系炭化糸である。
＊Ａｌマトリックス強化のための表面処理
＊表面処理法の評価にはワイヤ試料を用いる。

３．研究開発結果

(1)実績のポイント（詳細別紙）

・Ｃ，Ｔｉ－Ｂを順次被覆した繊維から調製した強化ワイヤはＲＯＭ強度を示した（Ｖｆ４５％，１５８２ＭＰａ）。Ｃ，ＳｉＣ，Ｔｉ-Ｂを、あるいはＣ，ＴｉＣ，Ｔｉ－Ｂを順次被覆した繊維から調製したワイヤはそれぞれＲＯＭ比７０～１００％，７０％の強度を示した。

研究開発結果の詳細

1．高性能ＦＲＭ素材の開発

（1）繊維と母材との適合性・安定性　①繊維の改質

1．供試体

項　　目	内　　容
①　形　　状	Ａｌ含浸ワイヤ試料 径　０．５～０．６㎜　　長さ　３ｍ
②　使用材料	マトリックス金属　　６０６１合金 強化繊維　　トレカＴ３００，３０００フィラメント 引張強度　　３０８０ＭＰａ
③　被覆処理法	Ｃ被覆 → ＳｉＣまたは ＴｉＣ被覆 → Ｔｉ－Ｂ 被覆 → Ａｌ含浸 被覆はＣＶＤ法による
④　ワイヤ調製条件	溶湯温度　　７００℃

(2)注目すべき知見

・ＰＡＮ系炭化糸を強化材とする場合も、ＣＶＤによる被膜被覆によって、十分に高い強化効率を実現させることが可能であることを見出した。

・ＳｉＣ被膜等の脆性被膜による炭素繊維の強度低下は、炭素を含む被膜を下地に被覆することにより防止することができることを認めた。

(3)一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

・下地被膜 － 劣化反応防止被膜 － ぬれ改善被膜の多層被膜被覆による繊維表面改質法(特許出願中)

・Ｔｉ－Ｂ系以外のぬれ改善被膜(Ｂ，Ｂ－Ｓｉ)(特許出願中)

(4)特に効果を発揮した技術

・被覆工程各々の連続化技術

(5)未到達事項の問題点と解決の目途

・ＣＦＲＡｌワイヤの耐熱性：劣化反応防止被膜の組織性状と耐熱性の関連性を検して被膜の改質を図る。

・Ｖｆの増大：Ａｌ含浸装置の改善によって増大を図る。

2．試験

項　目	目標性能	試　験　方　法	試験結果
0°引張り	引張強度（MPa） R T：1470 573K：1420 723K：1320 引張弾性率（MPa） （参考値） R T：159×10^3 Vf （参考値） 50% m 値 20	JIS R7601 に規定の樹脂含浸ストランド法に準拠して測定 クロスヘッド速度 1.0mm/min 前川プログラム n＝15	1.炭素被覆 温度 R T 強度 1582MPa m値 22 n 15 Vf 40% ROM比 125% 温度 573K 強度 1305MPa (1368～1242) n 4 温度 723K 強度 1256MPa (1577～1475) n 3 2.SiC被覆(1) 温度 R T 強度 940 (1014～867) n 4 Vf 32 ROM比 96% 3.SiC被覆(2) 温度 R T 強度 706MPa m値 12 n 15 Vf 32% ROM比 72% 温度 573K 強度 672MPa (702～642) n 3

			温度　723K 強度　749MPa (829～669) n　3 4.TiC被覆 温度　R T 強度　612MPa (640～584) n　4 Vf　28% ROM比　71%

3．使用試験器材

器材名称	仕様概要
材料試験機	機器名称：東洋ボールドウィン製ＵＴＭ－１０Ｔ 荷重容量：10ｔ クロスヘッド速度：0.5～500mm／min

研　究　開　発　実　績

研究開発項目名　１．高性能素材の開発

（１）繊維と母材との適合性の安定性

②　母材金属の改質

研究開発実施者　　金属材料技術研究所

１．研究開発期間

昭和５６年度ー昭和６０年度

２．研究開発手法　前提条件等

ＰＶＤ法によりＣＶＤ繊維にＴｉ およびＴｉ にＶ，Ａｌ,Ｎｉ,Ｃｕなどを添加した合金を被覆した単繊維複合体を高温保持し、それらの間の適合性をＯＭ、ＳＥＭ、ＥＰＭＡ等で解析する。

３．研究開発結果

（１）実績のポイント（詳細別紙）

・Ｔｉ に、Ｖ，Ａｌ,Ｎｉ,あるいはＣｕを添加することは、反応抑制に効果がある。

（２）注目すべき知見

・Ｔｉ に対するＡｌの添加は繊維との反応抑制に著しい効果を持つ。

（３）一連のプロセスのでの特記すべき特徴的技術

・反応機構の解明に必要な清浄な界面を得る。

（４）特に効果を発揮した技術

・清浄な界面による反応生成物同定の精度向上

（５）未到達事項の問題点の解決と目途

・Ｔｉ －Ａｌ合金被覆の効果を強度特性試験より検討し明確にする。

研 究 開 発 結 果 の 詳 細

研究開発項目名　　1．高性能素材の開発

（1）繊維と母材との適合性の安定性

②　母材金属の改質

1．供試体

項　目	内　　容
1　形状・寸法	直径１４２　mのＣＶＤ繊維に数　m－数十　mの厚さで金属もしくは合金を被覆した単繊維複合体
2　使用材料	F：B／W、B_4C／B／W、SiC／B／W、SiC／C M：Ti,Ti－V，Ti －Al,Ti －Ni,Ti －Cu などの合金，Cu ／Ti ，Ni／Ti，　Al/Ti などの二相合金
3　成形条件等	ＨＣＤ型装置を用いたＰＶＤ法による蒸着被覆

２，研究開発

研究項目	方　法	目　標	結　果
１．高性能素材の開発 （１）繊維と母材との適合性の安定性 ②母材金属の改質	ＣＶＤ繊維に金属または合金を被覆して得た単繊維複合材料について高温加熱を施こす。その界面反応生成物を解析する。	ＣＶＤ繊維を強化材とし、Ｔｉ基の金属を母材とするＦＲＭにおいて、母材の改質による適合性の向上の方法の策定を行う。	Ｔｉにｖ，Ａｌ，Ｎｉもしくは Ｃｕを添加した合金においては、いずれの元素も反応の抑制に効果があり、特にＡｌの添加は著しい効果があることを明らかにした。さらに、この結果をＴｉ－Ａｌ合金被覆ＣＶＤ繊維の高温保持後の引張強さから検証した。

３．使用試験器材

器材名称	仕　様　概　要	備　考
繊維材被覆装置	定格出力　ＤＣ５０Ｖ×４００Ａ 電流調整範囲　８０－４００Ａ スタート用重畳回路，垂下特性付	日本真空技術(株)製
Ｘ線微小分析装置	加速電圧　５０ＫＶ 取出角度　５２．５° ４チャンネル構成	(株)島津製作所製 ＥＭＸ－ＳＭ型

要　　旨

研究開発項目名　　1　高性能素材の開発（2）炭素繊維系中間素材の開発
①ＰＡＮ系　　②ピッチ系
研究開発実施者名　①（財）次世代金属・複合材料研究開発協会
②　製品科学研究所

１．研究開発期間　　①昭和５８年度～昭和６０年度
②昭和６０年度

２．第二期開発のポイント
ＦＲＭの性能向上をねらいに、
各種の成形・加工に最適な素材の開発を行うとともに、ワイヤ・プリフォーム製造のための条件検討を進め、製造技術を開発する。

３．各年度の実施計画のポイント
①ＰＡＮ系
昭和５８年度：ＣＶＤ法により表面処理したＰＡＮ(Polyacrilonitril)系及びピッチ系炭素繊維の、主としてアルミニウム系マトリックスによるＦＲＭ試験片を作成し、繊維とマトリックスとのぬれ性及び反応性について検討を進める。
昭和５９年度：炭素繊維／アルミニウム系ワイヤ・プリフォームの開発をねらいに
イ）ＣＶＤ法による反応防止等繊維と母材との適合性向上研究の促進
ロ）装置の性能向上
ハ）適切なマトリックスの選定を図り、強度の高いワイヤ・プリフォームの試作を行う。
昭和６０年度：ワイヤ・プリフォーム製造のためのＣＶＤ法の最適化、界面改良を行う。また、成形研究実施機関に供給するワイヤ・プリフォーを製作する。
②ピッチ系
昭和６０年度：Mo －ＣＶＤ法を用いてＡｌ の析出条件等を検討し、高弾性ピッチ系中間素材としての評価を行う。

４．第二期の実績のポイント

①ＰＡＮ系：ＣＶＤ処理高弾性炭素繊維Ｍ４０／アルミニウム合金系で、含浸良好なワイヤ・プリフォームは、Ｖｆ ５０～５２％で目標値（室温平均引張強さ1,470 ＭＰａ）レベルのものを得た。

高温引張強さも７２３Ｋ(450℃) で、室温の９０％を保持することを確認した。

これら強度特性をもつワイヤ・プリフォーム　１００ｍ程度の連続試作を行った。

②ピッチ系：反応圧力１０Torrで、均一ち密なアルミニウム層を得る最適条件は、トリイソブチルアルミニウムの気化温度が６０～８０℃、反応温度は２７０～３１０℃の範囲であった。

研　究　開　発　実　績

研究開発項目名　（２）　炭素繊維系中間素材の開発　①　ＰＡＮ系

研究開発実績者名　（財）次世代金属・複合材料研究開発協会

１、研究開発期間　　昭和５８年度～昭和６０年度

２、研究開発手法、前提条件等

（１）　開発の狙い

従来の炭素繊維／アルミニウム合金系複合材料の繊維方向強度データが一般的に低いことから、特に高強度の実現にポイントをおいて炭素繊維／アルミニウム合金系中間素材（ワイヤ・プリフォーム）を製造するための要素技術の開発研究を行う。

（２）　現世代を超える開発要素

比強度、比弾性に優れたＰＡＮ系炭素繊維の特性を生かしたＦＲＭを実現化するための因子解明と高強度中間素材を得るための製造法。

（３）　開発手法

①　ＣＶＤ法表面処理による炭素繊維とアルミニウム系マトリックスとの適合性向上の追求と問題点の把握。

②　ＣＦ／Ａｌワイヤ・プリフォームの引張強度支配要因の解明。

③　高強度ワイヤ・プリフォームを得るための適切なＣＦとアルミニウム合金組成および溶浸条件の設定。

④　ワイヤ・プリフォーム試作のための装置検討

（４）　前提条件

中間素材形状、ワイヤ状ＦＲＭ（ワイヤ・プリフォーム）、

使用材料、ＰＡＮ系炭素繊維／アルミニウム合金

３、研究開発結果　（詳細別紙１、２）

（１）実績のポイント

・ワイヤ・プリフォームの常温引張強度について、ＰＡＮ系高弾性ＣＦ（Ｍ４０）使用で、第２期の目標値（平均値：１４７０ＭＰａ）レベルを達成した（Ｖｆ５０～５２％）。

・高温での引張強度についても、７２３Ｋ（４５０℃）で、常温強度の９０％を保持することを確認した。

・上記強度特性を有するワイヤプリフォームとして、１００ｍ程度の連続試作を行った。

（２）注目すべき知見

・各種アルミニウム合金との組み合わせからなるワイヤ・プリフォームにおいて、ＣＦ～Ａｌの反応を最少限に押さえれば、Ｖｆ５５％程度までは、複合則近似強度の発現は可能となる。

・Ｍ４０の場合、表面酸化を施すと、ワイヤ・プリフォームの作製容易性が向上する。酸化処理は、ＣＦ～Ａｌの反応増大につながるが、合金組成によっては、後処理で、複合則近似強度の発現が可能となる。

（３）一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

・適切なＣＦ（Ｍ４０）と適切な溶浸条件の組合せによる強度の高いワイヤ・プリフォームの開発（特許出願手続）。

・Ｍ４０の表面酸化、アルミニウム合金組成、後処理の組み合わせによる強度の高いワイヤ・プリフォームの作製効率向上技術の開発。

・高強度中間素材作製のための装置並びにプロセスノウ・ハウの開発。

（４）特に効果を発揮した技術

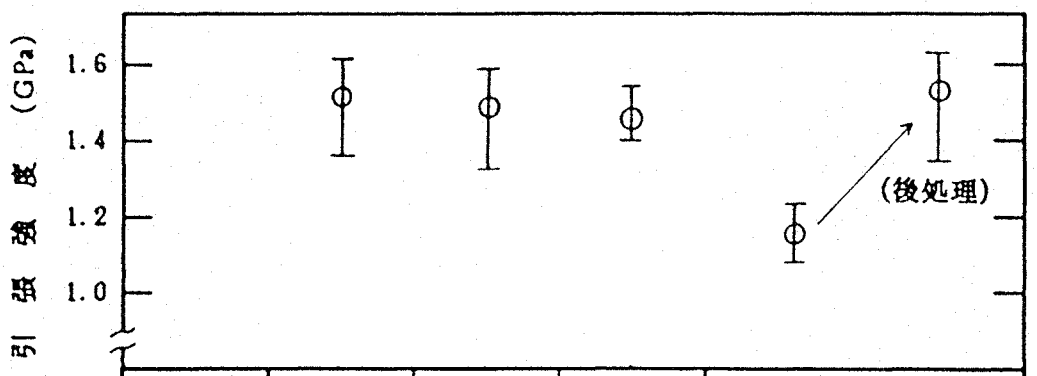
・溶浸時のＣＦ～Ａｌの反応抑制。

・アルミニウム合金組成の選定と後処理。

・高Ｖｆ化

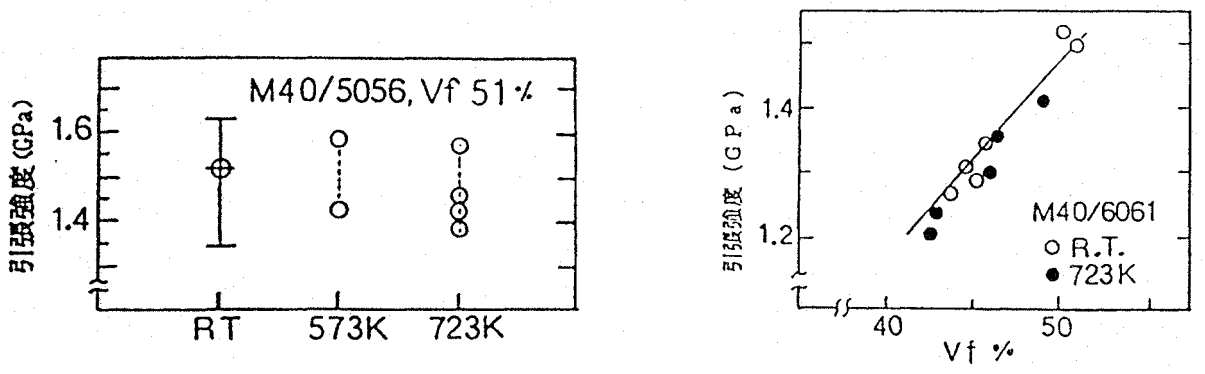
（５）未到達事項の問題点と解決の目途

・ワイヤ・プリフォームの高強度安定化、Ｖｆの安定化、含浸不良発生の減少等のため、プロセスの安定化に努める。

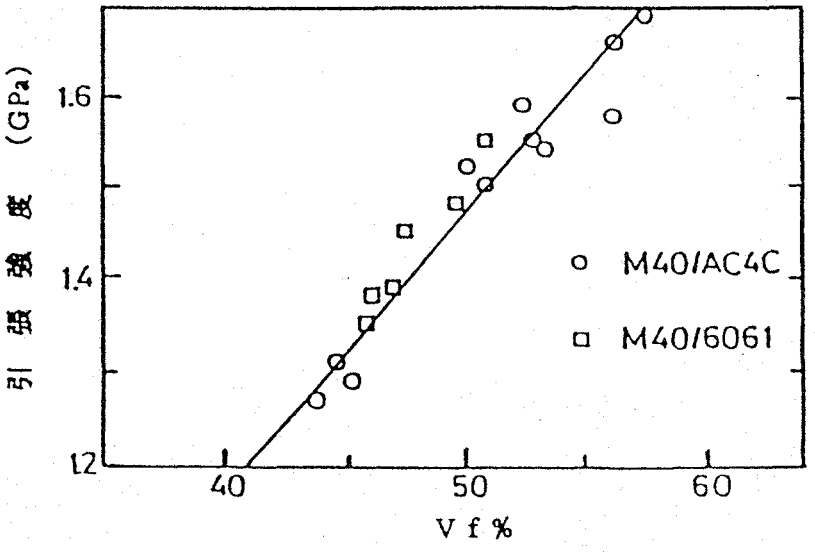


Matrix	AC4C	6061	6061+Ti	5056
Vf (%)	52	50	45	51
CF	M40			M40 (s)

試作ワイヤ・プリフォームの引張強度



ワイヤ・プリフォーム室温、高温引張試験結果例



ワイヤ・プリフォームのＶｆと引張強度

研究開発結果の詳細

サブテーマ名：（２）炭素繊維系中間素材の開発　①ＰＡＮ系

１．供試体

項　　目	内　　容
①使用材料	強化繊維：トレカＭ４０　３０００フィラメント 引張強度平均（カタログ値）：2745　ＭＰａ （　実測値　）：2800-2900 ＭＰａ 引張弾性率　（カタログ値）：392×10^3　ＭＰａ ＊強度、弾性率値はストランドでの測定値 比　　重　　：1.81 マトリックス：アルミニウム合金 １０８０（純アル）、６０６１(1%Mg,0.5%Si) ＡＣ４Ｃ(7%Si)、５０５６(5%Mg) ６０６１Ti(6061+0.5%Ti) 等
②形　　状	ワイヤ状、　０．５ｍｍφ
③中間素材作製法	ＣＦ → ［ＣＶＤ工程］［溶浸工程］ → ワイヤプリフォーム ＣＶＤ工程　873-973K 溶浸工程　893-943K ＣＶＤ　Ｔｉ、Ｂコーティング厚：100-300 A 作　製　速　度　　：0.3-1.0 m/min

2．試験

項　目	試　験　方　法	目標値	試験結果
①形状・寸法	ワイヤ状，10,000 mm^{l} × 0.5mm$^{\phi}$		
②Ｖｆ	単位長試料の重量を測定、ＣＦの単位長重量、比重およびマトリックスの比重から計算する	50　%	51　% (5056使用代表例)
③比重	液中置換法	――――	(2.2～2.15)
④引張試験 0°引張強さ	試験片形状 a) クッション紙タブ 100or220mm 220or340mm b)タブなし　チャック面：アスベスト＋エメリーペーパ クロスヘッド速度：2 mm/min 高温試験：赤外線加熱、Ｎ　中 加熱長：70mm。　15min 保持 チャック：炉外	室温　：1470 ワイブル係数　15 573 K：1420 723 K：1180 (MPa)	1520 20 (n=20) (1420～1580) (n=2) (1380 ～1570) (n=4)
弾性率 伸び	①差動トランスを用いて伸びを検出する ②リニアケールを用いて伸びを検出する	―― ――	(200 ～220) × 10^3 (0.7 ～0.9) (%)
90°引張強さ 弾性率 伸び			
その他 特記事項	弾性率、伸びについては、更に測定法検討が必要		

３．使用試験機器

機器名称	仕　様　概　要	備　考
1 材料試験機	・機器名称：オートグラフ（島津製作所） ＡＧ－５００Ｂ ・荷重容量：５００Ｋｇ	
2 伸び測定器	①差動トランス、動歪みアンプ、Ｘ－Ｙレコーダ ②リニアスケール（三豊製作所）	
3 高温引張試験用炉	・機器名称：赤外線イメージ炉（真空理工） ・加熱長：７００ｍｍ	
4 化学天秤	・最大秤量：１６０ｇ ・最小目盛：０．１ｍｇ	

４．備考

研究開発実績

研究開発項目名　1　高性能素材の開発

(2) 炭素繊維系中間素材の開発　②ピッチ系

研究開発実施者名　製品科学研究所

1．研究開発期間　昭和６０年度

2．研究開発手法、前提条件等

(1) 開発のねらい

均一で緻密なアルミニウム層をピッチ系炭素繊維上へ、繊維を劣化させずに成長させるため、ＣＶＤ析出条件（原料の気化温度、析出温度）の最適化を図る。

(2) 開発手法

減圧下におけるＣＶＤ原料の気化温度及び析出温度に対するアルミニウム層の析出形態と繊維の引張強度の関係を検討する。

(3) 開発要素

減圧ＣＶＤ法による直接蒸着技術

3．研究開発結果

(1) 実績のポイント(詳細別紙)

反応圧力が10torrの場合、均一でち密なアルミニウム層を得るための最適条件は、TIBAの気化温度が60～80℃の範囲、反応温度が270℃～310℃の範囲であった。また、このときの炭素繊維の強度劣化はほとんどなかった。

(2) 注目すべき知見

ＭＯＣＶＤ法によりアルミニウム被覆された炭素繊維の強度劣化はほとんどないことが明らかになった。

(3) 一連のプロセスの中で特筆すべき特徴的技術

減圧下におけるＭＯＣＶＤ法による炭素繊維上へのアルミニウムの被覆法（特許出願中）

(4) 特に効果を発揮した技術

(イ)アルミニウム析出反応温度の低温化

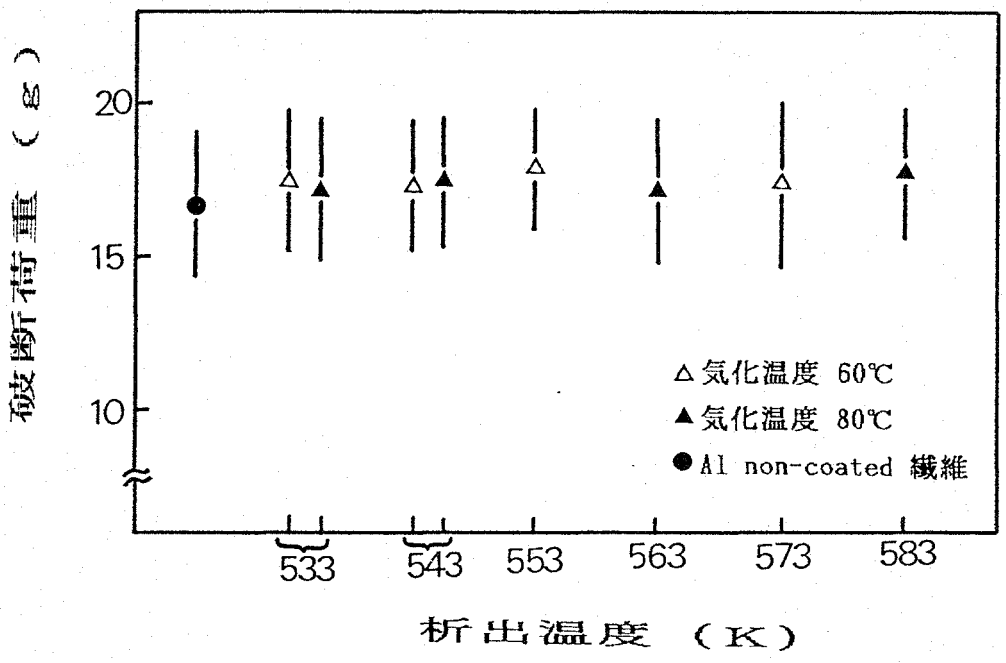
(ロ)アルミニウムの繊維へのつきまわり性の向上

研究開発結果の詳細

サブテーマ名：　(2)炭素繊維系中間素材の開発　②ピッチ系

1．供試体

項　目	内　容
①形状・寸法	アルミニウム蒸着繊維（フィラメント‥‥引張強度試験） （ストランド‥‥‥ＣＶＤ法蒸着）
②使用材料	Ｆ：ピッチ系炭素繊維（ソーネルＰ５５、 2,000本） Ｍ：純アルミニウム
③成形条件等	減圧ＭＯＣＶＤ法によるアルミニウムの蒸着被覆



気化温度 (K)	析出温度 (K)	繊維含有率(Vf) (%)	引張り強さ (MPa)
333	533	55	1190
	543	69	1490
	553	69	1550
	573	69	1510
353	533	69	1490
	543	51	1120
	563	51	1090
	583	69	1540

（アルミニウム無被覆炭素繊維の引張り強さは、2100 MPa）

2．試　　験

研究項目	方　　法	目　　標	実　　績
1.高性能素材の開発 (2) 炭素繊維系中間素材の開発 ②ピッチ系	減圧下（10mmHg）でﾄﾘｲｿﾌﾞﾁﾙｱﾙﾐﾆｳﾑ原料の気化温度（60～100 ℃）と析出温度（200 ～350 ℃）の最適化をｱﾙﾐﾆｳﾑの析出形態をＳＥＭで観察するとともに、繊維引張強度を測定して検討する。	均一かつ緻密なｱﾙﾐﾆｳﾑ層を繊維上へ、繊維を劣化させることなく成長させるため、条件の最適化を図る。	均一でち密なアルミニウム層を得るための最適条件はTIBAの気化温度が60～80℃の範囲、反応温度が270℃～310℃の範囲であった。また、このときの炭素繊維の強度劣化はほとんどなかった。

項目	試験方法	目標値	試験結果
0° 引張り	モノフィラメント チャック間距離２０ｍｍ 引張り速度 ０.５ｍｍ／分	室温 1170MPa (Vf=60%)	1490MPa m=10 n=21 (Vf=69%)

3．使用試験器材

器材名称	仕　様　概　要
観察装置	機器名称；走査型電子顕微鏡 （明石製作所製ＭＳＭ－６） 分解能；100 Å
材料試験機	(NMBミネベア㈱製 TCM-50) 万能引っ張り試験機

要　　旨

研究開発項目名　　1　高性能素材の開発（3）炭化ケイ素系繊維中間素材の開発
①素材界面の改質　②中間素材の開発
研究開発実施者名　（財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1．研究開発期間　　昭和５８年度～昭和６０年度

2．第二期開発のポイント
ＦＲＭの性能向上をねらいに、
各種の成形・加工に最適な素材の開発を行うとともに、ワイヤ・プリフォーム製造のための条件検討を進め、製造技術を開発する。

3．各年度の実施計画のポイント
①素材界面の改質
昭和５８年度：ＰＣＳ(Pilycarbosilane) 系炭化ケイ素繊維を用いて、主としてアルミニウム系マトリックスによるＦＲＭ試験片を作成し、繊維とマトリックス金属とのぬれ性及び反応性について検討する。
昭和５９年度：ＰＣＳ系炭化ケイ素繊維（ニカロン）／アルミニウム系ワイヤ・プリフォームの開発をねらいに、繊維と母材とのぬれ性の向上及び界面反応の抑止の機構を明らかにするため、
イ）界面構造と強度との相関
ロ）ワイヤ・プリフォーム製造条件
ハ）繊維の表面被覆法
の基礎研究を行う。
昭和６０年度：ワイヤ・プリフォーム製造技術確立の基礎として、
イ）接合界面構造およびＳｉＣ繊維の劣化機構を明らかにする。
ロ）プリフォーム・ワイヤの強度を決定する因子を摘出し強度改善の指針を示す。
②中間素材の開発
昭和５８年度：ＰＣＳ系炭化ケイ素繊維／アルミニウム系ワイヤ・プリフォームについて、前年度までの加圧含浸法による基礎的研究成果を踏まえて、ワイヤ・プリフォームの品質向上及び連続生産に適した製造技術の探索を行う。
昭和５９年度：ＰＣＳ系炭化ケイ素繊維（ニカロン）／アルミニウム系ワイヤ・プリフォームの開発をねらいに、イ）既設のプリフォーム試験装置による製造条件の検討　ロ）装置の性能向上　ハ）ホットプレス法によるプリフォームの性能向上の確認　を図り、連続生産方式によるワイヤ・プリフォーム製造技術を開発する。

昭和６０年度：試験装置に改良を加え、ワイヤ・プリフォームの性能向上を図るとともに、連続かつ安定した作成法を開発する。

４．第二期の実績のポイント

①素材界面の改質：界面構造解析と強度特性との相関を明らかにし、得られた結果の製造プロセスへのフィードバックにより、プリフォームの大幅な性能向上が達成された。

また、純アルミニウムを用いることにより、繊維への表面処理をを全く施さずに高性能素材を製造できるようにした。

②中間素材の開発：超音波加振機構をもつ連続含浸実験装置の開発、プロセスの改良等により、引張強さ、寸法とも目標レベル（平均引張強さ；1 370 ＭＰａ、ワイヤ長：100 ｍ）のワイヤ・プリフォームの製造に成功した。また７２３Ｋまでの耐熱安定性も良好で、平均引張強さも 1,120 ＭＰａ を得た。

また、ホットプレスで強度保持率９０％の成形品を得、中間素材としての有用性が高いことを示した。

研　究　開　発　実　績

研究開発項目名　（3）炭化ケイ素系繊維中間素材の開発　①素材界面の改質

研究開発実施者名　（財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1.研究開発期間　　昭和58年度～昭和60年度

2.研究開発手法、前提条件等

1)開発の狙い

素材界面構造の微視的解析及び界面接合強度の微視的な検討を行なう。この成果を基に、繊維と母材の適合性の改善を通して大量生産下でのプリフォーム特性の安定化を図り目標値を達成する為の指針を示す。

2)現世代を超える開発要素

高いポテンシャルを有するPCS 系SiC 繊維の特性を生かしつつ工業製品として成立する高性能素材を実現させる為の基礎的因子を明確に示す。

3)開発手法

①ホットプレス法によるSiC-Al合金複合材料を用いて繊維と母材の適合性に関する問題点を明らかにする。

②次に第一候補系（今期は純アルミニウム）について詳細な素材界面構造の解析を行なう。この結果を基に高性能素材を製造する為の指針を与える。

③本研究においては界面構造と素材強度特性との相関を明らかにする為内部摩擦法などの動的特性測定や微細構造と関連づけた強度特性の検討を行なう。

④中性子照射による強度特性変化を通して界面構造と素材強度特性との相関を明らかにし、特性改善の為の指針を得る。

4)前提条件

使用材料はPCS 系SiC 繊維（ニガロン）を強化繊維として用いたアルミニウム合金プリフォームワイヤであり、素材の製造は日本カーボンに

よって行なわれる。本研究の成果は逐次日本カーボンへフィードバックされ、同社との協力の下で目標達成を図る。

3.研究開発結果

1)実績のポイント

・界面構造解析と強度特性との相関を明らかにし、得られた成果の製造プロセスへのフィードバックによりプリフォームの大幅な性能向上が達成出来た。

・純アルミニウを用いる事により、繊維への表面処理を全く施さずに、高性能素材を製造できた。

・日本カーボンでの生産において、最高値としては既に室温で1.5GPa以上を達成している。

2)注目すべき知見

・SiC 繊維のプリフォーム作成時における結晶化を抑える事が素材の高強度化に極めて有効である。

・中性子照射により、強度と剛性を同時に向上させる事が出来た。この機構を詳細に解明する事により、更に高性能の素材が作れる可能性がある。

3)一連のプロセス中で特記すべき特徴的技術

・繊維－母材界面の微細構造を格子像のレベルまで観察する技術を確立した。

・内部摩擦測定法の複合材料への応用技術の確立は素材性能評価の上で有効であった。

4)特に効果を発揮した技術

・高Vf化

・ポロシティーの抑制

・繊維の結晶化防止

5)未到達事項の問題点と解決の目途

・界面の極微量偏析・析出の解明及びそれらの抑制策の確立により、素材性能の安定化を図る。

・素材の熱安定性を更に向上させ、成形性を改善する為の界面構造改質を図る。

研 究 開 発 結 果 の 詳 細

サブテーマ名：（3）炭化ケイ素系繊維中間素材の開発　①素材界面の改質

1．供試体

項　　目	内　　容
①使 用 材 料	マトリックス：A1050, A5050, A6061, AZ91C 強化 繊 維：PCS 系SiC （ニカロン）
②形 状	A ：平板状試験片 150mm(l) x 100mm(w) x 1mm(t) B ：プリフォームワイヤ 0.5 mmφ
③中間素材作製法 または 成形方法	日本カーボンより提供

2．試験

項 目	試 験 方 法	目 標 値	試 験 結 果
① 形状・寸法			
② Vf	・画像処理により測定する。 ・ワイヤ径の平均値より測定。	50 % 以上	18～53 %
③ 比 重			
④ 引張試験 0° 引張強さ	クロスヘッド速度 1 - 0.001 mm/min.	引張強度(MPa) 室温 ： 1350 ワイブル係数	RT Max. 1650 MPa Vf: 53% ワイブル係数： 5.2 ～13.4
弾性率	横振動法内部摩擦	573 K: 1350 723 K: 1220 室温	繊維値：190-220GPa
伸び		室温	
９０° 引張強さ		室温	
弾性率		室温	
伸び		室温	
その他特記項目	・界面構造 透過型電子顕微鏡 X線回折 走査型電子顕微鏡 ・偏析 析出 STEM-EDX EELS		

注）試験結果がまだ出てないものでも、項目は記入し、試験結果は空白としておく。
＊：ワイブル係数が出ない場合は、レンジ（ ｘｘｘ～ｘｘｘ）を記入のこと。

3．使用試験機器

機器名称	仕様概要	備考
材料試験機	・TOM-5T（東京衡機） ・荷重容量：5 TON	
材料試験機	・FRM 精密試験機 （INTESCO Model201 の改造型） ・荷重容量：1 TON ・クロスヘッド速度：1-0.001 mm/min	
電子顕微鏡	・JEM-200CX （日本電子） ・加速電圧：200 KV	
EDX 分析器	・KEVEX 7000	

4．備考

研　究　開　発　実　績

研究開発項目名　（3）炭化ケイ素系繊維中間素材の開発　②中間素材の開発

研究開発実施者名　（財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1．研究開発期間　昭和５８年度～昭和６０年度

2．研究開発手法、前提条件等

1）　有機ケイ素化合物を紡糸・焼成して成る炭化ケイ素（ＳｉＣ）連続繊維”ニカロン”を強化繊維として用いて、Ａｌ系ＦＲＭのワイヤ状中間素材＜ワイヤプリフォーム＞を連続的に製造する方法について開発を行なった。
　多数の極細フィラメントの間隙に一様にマトリックスのＡｌを含浸・複合化させるための各種方法について基礎研究を行なった。その結果、連続生産に適し、且つ健全な複合化を形成する溶浸法を開発し、ワイヤ・プリフォーム試作試験装置を設計製作した。また装置改善を加えながら試作改良を行なってきた。

2）　試作改良の結果、線径約０．５φmm、長さ約２００mのワイヤ・プリフォームを連続的に試作し得るに至った。（図１参照）その特性は繊維含有率Ｖｆ４５％で引張り強度１３２０ＭＰａと高強度であった。
　また、３５０℃－１０００ｈｒｓの高温耐久性試験その他で特性変化も少なく、安定した高性能を示した。

3）　小径ノズルを用いて高Ｖｆワイヤを試作した結果、最高Ｖｆ49％まで到達したものの、高Ｖｆ化に伴い引張強度が飽和すること、繊維強度利用率が低下するなどの問題が生じた。（図２参照）
　また　Ｖｆの安定化については従来黒鉛製ノズルを用い含浸後Ｖｆ調整を行っていたが、ノズル孔の摩耗によりワイヤ径が次第に太くなり即ち引張強度が次第に低下してくるという問題が有った。そこでノズル材質を各種検討した結果、アルミナ、窒化ケイ素等のセラミックス製ノズルが適していることが分かった。
これを用いてワイヤ試作を行った結果、約２００ｍの範囲内でＶｆのバラツキが小さいワイヤを得ることができた。（図３参照）

4）　中間素材としての性能を調べるために、ホットプレス成形をしたところ、ワイヤ強度の90％を維持する成形体を得ることができ、中間素材として優れた性能を有していることを確認した。

3．研究開発結果

（1）実績のポイント（詳細別紙）

・引張強度は当期目標を達成した。寸法（ワイヤ長さ）も目標を達成した。

・耐熱安定性も良く、引張強度もほぼ目標を達成した。

・ホットプレスでワイヤ強度維持率 90 %の複合材料成形体を得て、中間素材としての優れた有用性を確認した。

（2）注目すべき知見

・唯一市販の米国ＭＣＩ社の炭素繊維／Ａｌワイヤと比べて同等以上の物を、より生産性良く（コスト的にも優位に）製造し得る。

（3）一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

・溶浸法によるワイヤ・プリフォームの連続的製造法。（特許出願１件）

（4）特に効果を発揮した技術

・溶浸時における繊維／マトリックスの界面反応の抑制

（5）未到達事項の問題点と解決の目途

・製造条件の最適化と安定化により、引張強度の一層の向上を図る。
（引張強度 150 kg/mm2 、信頼度 90 %の達成）

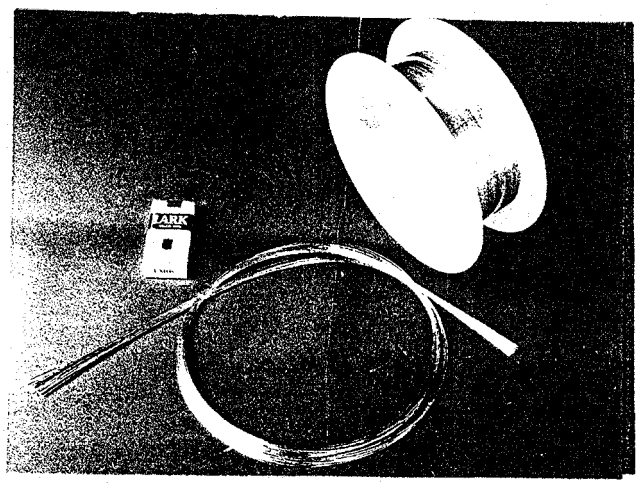


図１．試作ワイヤ・プリフォームの外観写真

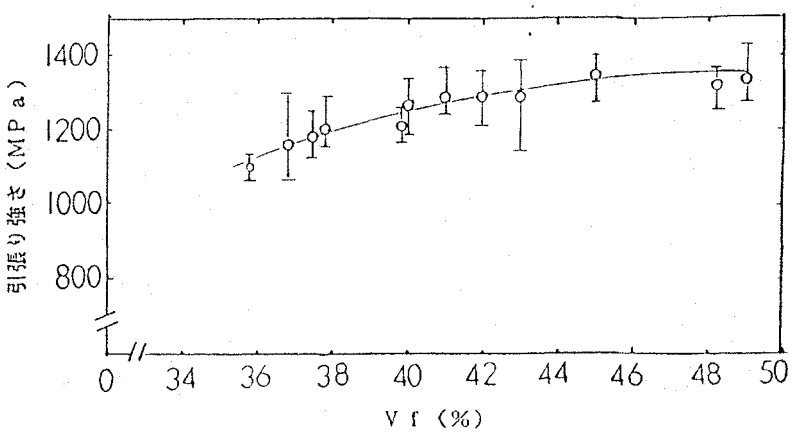


図２．Ｖｆと引張り強さとの関係

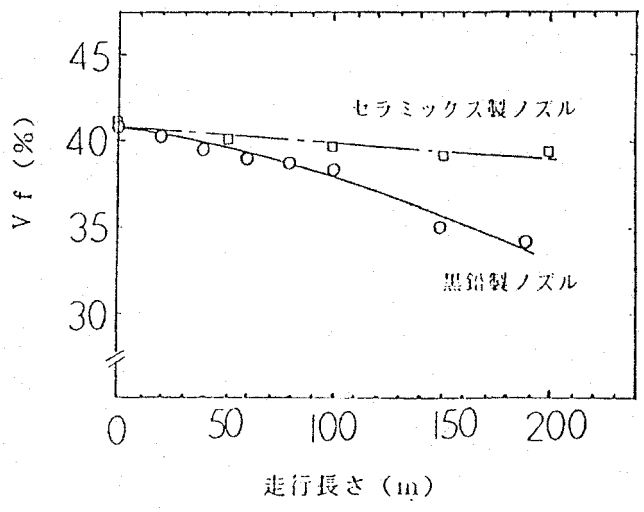


図３．長さ方向のＶｆのバラツキ

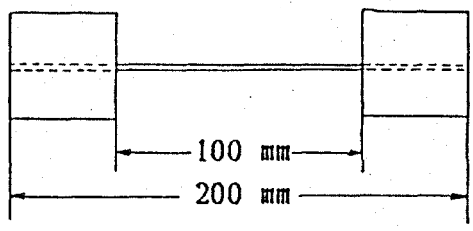
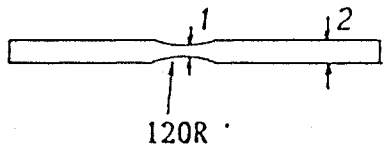
研究開発結果の詳細

サブテーマ名：（3）炭化ケイ素系繊維中間素材の開発
②中間素材の開発

1．供試体

項　目	内　　容
①形状・寸法	ワイヤ状、　10,000 mm x 0.5mm φ
②使用材料	強化繊維　：ニカロンNLM -200　500フィラメント 引張強度　：　2650 MPa（ 270 kgf/mm2） 引張弾性率：　196 GPa（ 20x10^3 kgf/mm2） 比重　　：　2.55 マトリックス：純アルミニウム A-1050（ 0.2% Ti ）
③中間素材作成法	ニカロン→□→□→ワイヤ・プリフォーム ｻｲｼﾞﾝｸﾞ除去（ 1270° K）　溶浸（973 ～1023° K） サイジング除去処理時間　：　15 sec 作成速度　：　0.5 ～ 2.5 m/min

2．試験

項　目	試　験　方　法	目標値	試験結果
ワイヤ 引張試験	・試験寸法  エアーチャック使用 チャック面 1t ゴムシート ・クロスヘッド速度　：10 mm/min	引張強度 RT　1320 300°C 1320 450°C 1190 (MPa) m ≧ 20	RT　1320MPa m＝２２ 300℃　1190MPa m＝３２ 450℃　1120MPa m＝３６ （n＝１６）
Ｖｆ	ワイヤの単位重量を求め　ニカロンの単位重量、比重およびマトリックスの比重から計算する。	50 %	４５%
成形体 引張試験	試験片寸法　　：2 x 10 x 100 mm  クロスヘッド速度　：　1 mm/min	引張強度 RT　1188 MPa (使用ワイヤ強度 1320MPa)	RT　1080MPa (980～1180) （n＝５） (使用ワイヤ強度 1200MPa)
Ｖｆ (成形体)	・使用ワイヤのVfから求める。 ・マトリックスを溶解除去し繊維体積を求める。	50 %	４５%

３．使用試験機

機　材　名　称	仕　様　概　要	備考
①材料試験機	・機器名称　：テンシロン（東洋ボールドウィン） ＵＴＭ－４型 ・荷重容量　：２００　ｋｇ	
②材料試験機	・機器名称　：オートグラフ（島津製作所） ＩＳ－５０００ ・荷重容量　：５０００　ｋｇ	

要　　旨

研究開発項目名　　2　成形加工技術の開発（1）熱間プレス成形法
①固相成形　　②固液共存域成形
研究開発実施者名　（財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1．研究開発期間　　昭和５８年度～昭和６０年度

2．第二期開発のポイント

基準寸法２００㎜程度の供試体を目標として、主としてアルミニウム系マトリックスのＦＲＭについて各種成形加工の基礎技術の研究を行うとともに、チタン系マトリックスへ拡張し、成形加工技術の高度化及びＦＲＭの高性能化を図る。

3．各年度の実施計画のポイント

①固相成形

昭和５８年度：イ）主としてＢＦ（ボロン・ファイバー）／アルミニウム系についてプリフォームの試作を行う。
ロ）クロス配向、ハイブリッド化等積層成形法に重点を置いて、熱間プレス成形法の基礎技術の研究を行う。
ハ）SiＣ(CVD)／アルミニウム系、SiＣ(CVD)／チタン系について熱間プレス成形法の基礎的研究に着手する。

昭和５９年度：ＦＲＭ成形加工技術の高度化及び成形品の高性能化をねらいに、
イ）ボロン／アルミニウム系；a）プリフォーム、成形体の高速切断法　b）積層二次元形状モデルの試作及び評価　c）構造・強度解析法の研究に用いるボロン／アルミニウム系試験片の製作
ロ）アルミニウム系高性能ＦＲＭ；SiC(CVD)／アルミニウム、ボロン／アルミニウム系とチタン材または炭素繊維／アルミニウム系とのハイブリッド化試験及び評価
ハ）チタン系：a）SiC(CVD)／チタン系の最適成形条件の探索　b）チタン系ＦＲＭとチタン合金材との拡散接合
の研究を行う。

昭和６０年度：ＢＦ／Al、SiC(CVD)／Al、SiC(CVD)／Ti等の成形体について、主として固相成形条件の最適化を進めるとともに、三次元形状試験片の成形基礎実験を行う。また、炭素繊維等とのハイブリッド化についても検討する。
品質評価、設計技術の研究開発のための供試体を作成する。

②固液共存域成形

昭和５８年度：主としてＣＦ／アルミニウム系、ＳiＣＦ（PCS 系）／アルミニウム系ワイヤ・プリフォームを用いて、加熱及びプレス条件に重点を置いて熱間プレス成形法の基礎技術の研究を行う。

昭和５９年度：ＦＲＭ成形加工技術の高度化及び成形品の高性能化をねらいに、

イ）高性能ＦＲＭ素材の開発により試作された高弾性炭素繊維／アルミニウム系及び PCS系炭化ケイ素繊維／アルミニウム系ワイヤ・プリフォームの成形及び評価試験

ロ）SiC(CVD)／アルミニウム系のワイヤ・プリフォームを主とする成形及び評価試験

ハ）チタン合金とのハイブリッド化

の研究を行う。

昭和６０年度：ＣＦ／Al、 SiC(PCS系) ／Al、SiC(CVD)／Ti等の成形体について、主として固液共存域での成形条件の最適化を進めるとともに。チタン合金とのハイブリッド化基礎試験を行う。

４．第二期の実績のポイント

①固相成形　：CVD繊維強化金属を用いた、150 × 150 mm ＦＲＭ板の固相プレス成形条件の研究を行い、

イ）SiCF/Al 系では、Vf 0.50 で室温平均引張強さ 1,660ＭＰａを、SiCF/Ti 系では、 Vf 0.43で室温平均引張強さ 2,030ＭＰａを得た。また、723 Ｋにおける強度保持率は、SiCF/Al 系で 0.73, SiCF/Ti系では 0.83 であった。

また、応用基礎技術の開発も行い、

ロ）CVD 繊維とＣＦハイブリッドＦＲＭについては、単一材の組合せ強度の９５％以上の室温引張強さ 1,580ＭＰa を得た。

ハ）ＲＥＰ法による耐熱Ａl 合金マトリックスとCVD 繊維のＦＲＭでは、Vf 0,40 で室温引張強さ1,550 ＭＰa を得、また723 Ｋでの強度保持率は８８％までを得た。

②固液共存域成形：赤外線急速加熱、温間プラテン方式の固液共存域低圧プレス成形技術を開発し、220 × 220 mm ＦＲＭ板成形品について、

イ）ＣＦ／Ａl 系グリーンプリフォームで、 Vf 0.67、室温平均引張強さ 1,452ＭＰａと目標を越える値を得た。一方、ワイヤ・プリフォームを用いたものの室温平均引張強さは、目標値の９０％にとどまったが、573 Ｋ引張強さは常温と同等であることを確認した。

ロ）Ｓｉ Ｃ (CVD)／Ａl 系溶射プリフォームの固液共存域の成形では固相域成形の１／６以下の圧力でほぼ同等強度の成形体を得た。

Ｓｉ Ｃ (PCS)／Ａl 系ワイヤ・プリフォーでは、固相域成形により、目標値をこえる室温平均引張強さを得た。

ハ）純チタン箔とのハイブリッド化により、０°方向の強さを損うことなく、９０°方向引張強さを約２倍に高めることができた。

研究開発実績

研究開発項目名　(1) 熱間プレス成形法　① 固相成形

研究開発実施者名　(財)次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間　昭和58年度 ～ 昭和60年度
2. 研究開発手法，前提条件等

(1) 開発の狙い

CVD系のSiCFAl，BFAl及びSiCFTiを対象とし，これらマトリックス金属の固相域に於いて熱間プレス成形により高性能FRMを得る。また複雑形状部材の成形法確立のため単純形状モデル試験片の成形試験を行い問題点の抽出，基礎技術の確立を図る。

(2) 現世代を超える開発要素

① 新繊維SiC(CVD)強化FRMの複合化・成形。

② BF，SiCFAlとTiやCFAlのハイブリッド化及び耐熱Al合金をマトリックスとしたFRMの開発とその複合化。

③ プリフォームの高速切断技術。

(3) 開発手法

① 界面反応により劣化を生じない成形温度・時間と複合化に必要な加圧条件を設定する。

② Al FRMとTiハイブリッドについてはAlマトリックスに匹敵する強度を持つ拡散接合条件を設定する。またCFAlとのハイブリッドでは積層構造やVfと特性の関係を把握し最適化を図る。

③ 耐熱Al合金マトリックスFRMは，耐熱Al合金粉末を減圧溶射法等によりSiCFとのプリフォームを作製し，これの複合化条件を設定する。

④ 複雑形状部材成形の基礎試験として，レーザー切断，打抜き切断による繊維損傷状況の調査を行い，また単純形状のプリフォーム積層体をマッチドダイで熱間プレス成形し，成形精度を評価する。

(4) 前提条件

使用プリフォーム：SiCFAl(グリーンプリフォーム，溶射プリフォーム)
SiCFTi(グリーンプリフォーム)　CFAl(イオンプレーティングプリフォーム)

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント　（詳細別紙 1, 2）

① SiCFAlについては Vf 50% で常温引張強度 1660 MPa を得た。高温強度は 450°C で 1210 MPa（常温の73%）となった。

② SiCFTiについては Vf 43% で常温引張強度 2030 MPa を得た。また高温強度でも 450°C で 1690 MPa（常温の83%）を得た。

③ CVD繊維とCFのハイブリッドFRMでは，単一材の組合せ強度の95%以上である常温引張強度 1580 MPa を得た。

④ 耐熱Alをマトリックスとした FRM は，SiCF と Al-8Fe-4Co の組合せにおいて Vf 40% で常温引張強度 1550 MPa を得た。また高温引張でも 450°C で 1350 MPa（常温の88%）を得た。

(2) 注目すべき知見

SiCF は Al に対して高い安定性を持つ（650°C × 1 Hr, 750°C × 15 min の加熱でも反応劣化しなり）。また耐熱Alマトリックス FRM は耐熱性改善に有効と考えられる。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

CVD繊維とCFのAl系ハイブリッドFRM

(4) 特に効果を発揮した技術

① SiCFTi成形時の型脱気性改善による酸化低減.

② 反応劣化を生じず成形欠陥を残さない成形温度・保持時間・加圧条件の設定。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

第2期の未到達事項なし

研究開発結果の詳細

サブテーマ名：(1) 熱間プレス成形法 ① 固相成形

1．供試体　　(材料系)　a) SiC (CVD)/6061Al

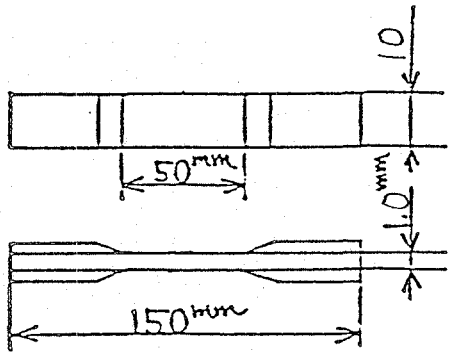
項　目	内　容
①使用材料	マトリックス金属：6061Al 強化繊維　：SCS-2 (AVCO)
②形状	6061Al：箔 (46μm^t) SCS-2：モノフィラメント (140μm$^\phi$)
③中間素材作製法または成形方法	中間素材：グリーンテープ 成形方法：固相域熱間プレス成形 (788 K, 33MPa, 0.5hr, 真空 0.007Pa 以下)

2．試験

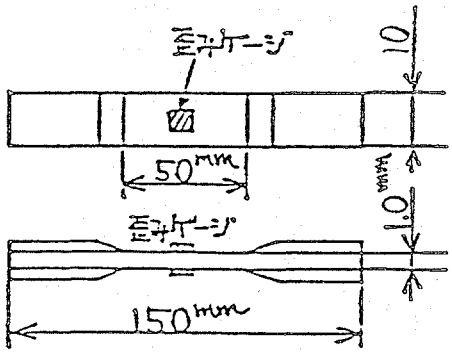
項　目	試験方法	目標値	試験結果
① 形状・寸法		150×150×^{t} (mm)	150×150×1.0^t (mm)
② Vf	板厚、繊維径、繊維ピッチ、プライ数から計算する。*	50 %	50 %
③ 比重	水中置換法	N.A	2.8
④ 引張試験 0° 引張強さ	クロスヘッド速度：0.5mm/分 高温引張試験：抵抗炉加熱 (所定温度で20min.保持後、引張試験を行う。) 試験片平行部両面に歪みゲージを接着し、伸びを検出する。	MPa 室温：1600 573 K：1395 723 K：1175	MPa 1660 [1590~1760] 1500 [1460~1550] 1210 [1130~1340]
弾性率		室温 N.A	219 GPa
伸び		室温 N.A	0.89 %
90° 引張強さ		室温 N.A	91 MPa [85~100]
弾性率		室温 N.A	129 GPa
伸び		室温 N.A	0.15 %
その他特記項目	* $V_f = \pi D^2 n / 4PT$ D：繊維径、P：繊維巻取ピッチ n：プライ数、T：供試体板厚		

2．試験一補足

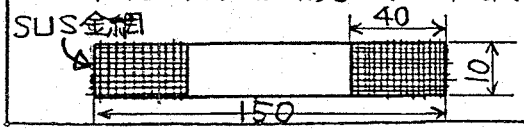
・引張強度測定用試験片



・引張弾性率測定用試験片



・高温引張強度測定用試験片



・クロスヘッド速度：0.5 mm/min
・歪み(伸び)測定範囲：0～0.05 %
・弾性率＝負荷応力／歪み(伸び)

3．使用試験機器

機器名称	仕様概要	備考
材料試験機	25 TON オートグラフ（島津）	常温引張試験用 高温引張試験用
ブロックヒーター	G.L.=30mm で±5℃（300～450℃）	高温引張試験用
伸び測定器	動歪アンプ，X-Yレコーダー（東京測器）	弾性率測定用

研究開発結果の詳細

サブテーマ名：(1) 熱間プレス成形法 ① 固相成形
(材料系)　b) SiC (CVD) / Ti6Al4V

1．供試体

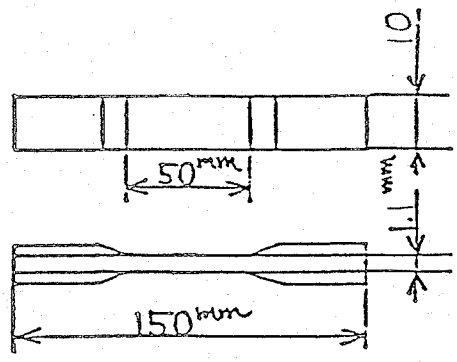
項　目	内　容
①使用材料	マトリックス金属：Ti6Al4V 強化繊維　：SCS−6　(AVCO)
②形状	Ti6Al4V：箔 (76 μm^t) SCS−6　：モノフィラメント (140 μmφ)
③中間素材作製法または成形方法	中間素材　：グリーンテープ 成形方法　：固相域熱間プレス成形 (1183 K, 39 MPa, 0.5 hr, 真空 0.007 Pa 以下)

2．試験

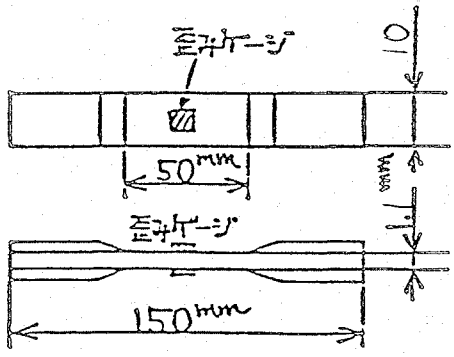
項　目	試験方法	目標値	試験結果
① 形状・寸法		150×150×t (mm)	150×150×1.1t (mm)
② Vf	枚数, 繊維径, 繊維ピッチ, プライ数から計算する。*	35 %	43 %
③ 比重	水中置換法	N.A	3.7
④ 引張試験 0° 引張強さ	クロスヘッド速度：0.5 mm/min. 高温引張試験：抵抗炉加熱 (所定温度で20 min. 保持後引張試験を行う。)	室温　：1800 MPa 573 K：1620 723 K：1530	2030 MPa [1970〜2120] 1730 [1630〜1790] 1690 [1590〜1750]
弾性率 伸び	試験片平行部両面に歪みゲージを接着し、伸びを検出する。	室温　N.A 室温　N.A	214 GPa 1.07 %
90° 引張強さ 弾性率 伸び		室温　N.A 室温　N.A 室温　N.A	
その他特記項目	* $V_f = \pi D^2 n / 4PT$ D：繊維径, P：繊維巻取ピッチ n：プライ数, T：供試体板厚		

2．試験一補足

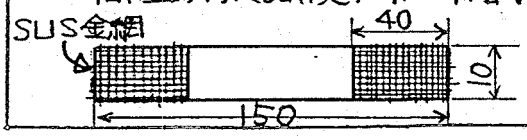
・引張強度測定用試験片



・引張弾性率測定用試験片



・高温引張強度測定用試験片



・クロスヘッド速度：0.5 mm/min.
・歪み(伸び)測定範囲：0～0.05 %
・弾性率＝負荷応力／歪み(伸び)

3．使用試験機器

機器名称	仕様概要	備考
材料試験機	25 TON オートグラフ（島津）	常温引張試験用 高温引張試験用
ブロックヒーター	G.L.=30mm で±5℃（300～450℃）	高温引張試験用
伸び測定器	動歪アンプ，X-Yレコーダー（東京測器）	弾性率測定用

参考資料

	1. SiC(CVD) CFAl ハイブリッド	2. 耐熱Al マトリックス FRM
①代表的組成		
繊維	SiC(CVD) Vf = 40 % CF Vf = 12 %	SiC(CVD) Vf = 40 %
マトリックス	6061 / 5056	Al-8Fe-4Ce
②機械的性質		
引張強度(RT)	1580 MPa (1490~1690 MPa)	1550 MPa (1410~1620 MPa)
同弾性率	214 GPa	172 GPa
破断伸び	0.88 %	1.04 %
引張強度(高温)	図 1 に示す	図 2 に示す

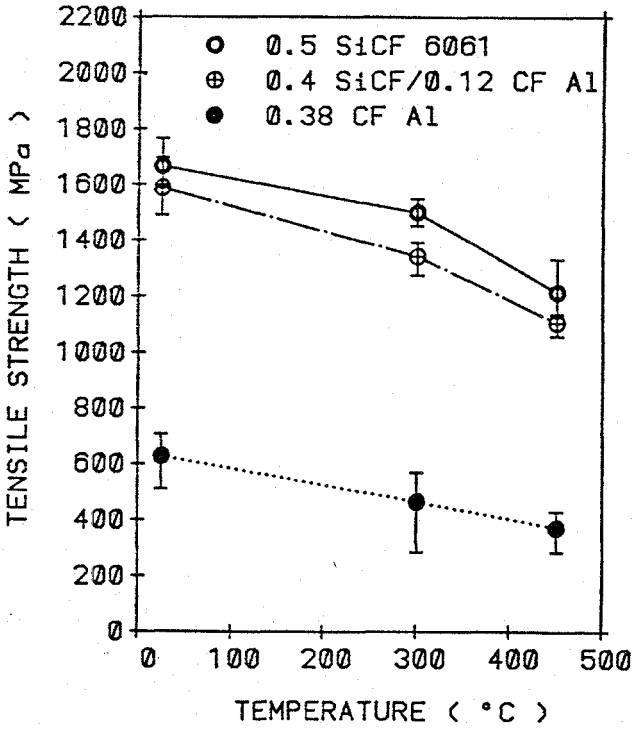


図 1. SiC(CVD) CFAl ハイブリッドと他の材料の高温強度比較

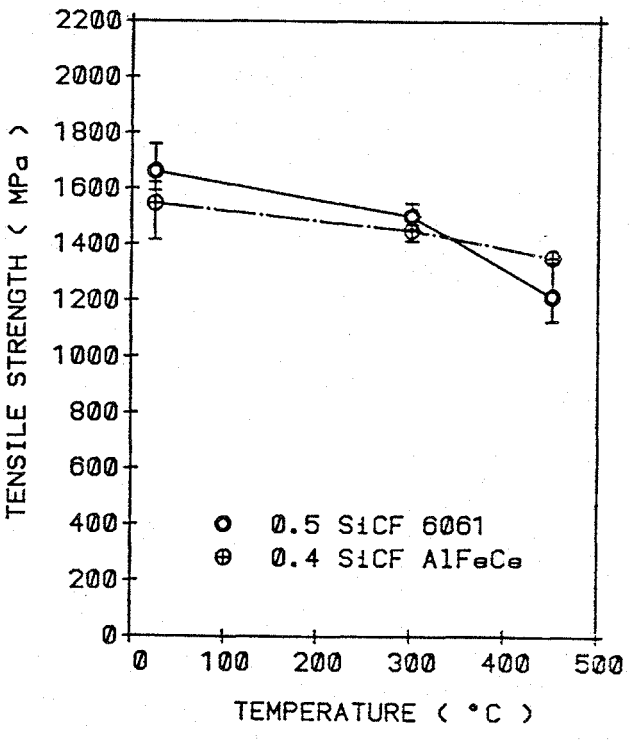


図 2 SiC(CVD) Al-8Fe-4Ce と SiC(CVD) 6061 の高温強度比較

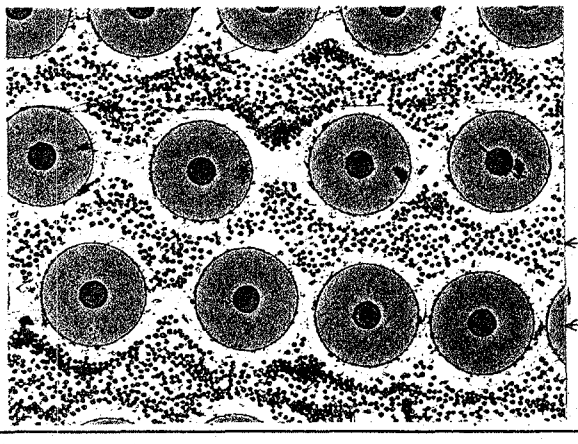


図 3. SiC(CVD) CFAl ハイブリッド FRM の横断面ミクロ組織

研究開発実績

研究開発項目名　(1) 熱間プレス成形法　② 固液共存域成形

研究開発実施者名　(財) 次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間　　昭和58年度～昭和60年度

2. 研究開発手法，前提条件等

(1) 開発の狙い

CF/Al，SiC(PCS系)/Al，SiC(CVD系)/Al(Ti)等の材料系について，熱間プレス成形技術の高度化及び成形体の高性能化を図るために，主として固液共存域での成形条件の最適化を進めるとともにチタン合金とのハイブリッド化の基礎的検討を行う。

(2) 現世代を超える開発要素

繊維の高含有化（$V_f \geqq 50\%$）及び成形時の繊維/金属界面反応抑制により，高強度のFRM成形体を得る熱間プレス成形法。

(3) 開発手法

成形熱履歴付与によるプリフォームの界面反応による劣化挙動を把握し，界面反応を抑制しかつ繊維の高含有率化が可能となる成形法，例えば，急熱・液相プレス法を開発する。

(4) 前提条件

研究対象とする材料系

CF/Al，SiC(PCS系)/Al，SiC(CVD系)/Al(Ti)

使用中間素材

ワイヤプリフォーム（素材グループ開発品）

グリーンプリフォーム，溶射プリフォーム

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント（詳細別紙）

① CF/Al系

(i) グリーンプリフォームを用いた平板状成形体について，V_f，室温引張強さとも，第二期推進目標を達成した。

(ii) ワイヤプリフォームを用いた成形体の室温引張強さは，第二期目標値の90%にとどまったが，573K引張強さは常温と同等であることを確認した。

② SiC/Al系

(i) SiC（PCS系）/Alのワイヤプリフォームについては固相域成形により室温引張強さは，第二期推進目標を達成した。

(ii) SiC（CVD系）/Alについて，溶射プリフォームの固液共存域での成形で，固相域成形の1/6以下の圧力でほぼ同等の強度の成形体を得た。

③ チタンとのハイブリッド化

純チタン箔とのハイブリッド化により，0°方向の強度を損うことなく，90°方向引張強さを約2倍に高めることができた。

(2) 注目すべき知見

PAN系の高弾性CFのグリーンプリフォームに温間プラテン方式の急熱・液相成形法を適用することにより，高V_f（>60%）のFRMの成形が可能であり，成形条件を最適化することにより同系のCFを用いたFRPと同レベルの室温引張強さが得られることを示した。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

温間プラテン方式の急熱・液相成形法　（特許出願）

(4) 特に効果を発揮した技術

前記(3)による高Vf化及び繊維／金属界面反応の抑制。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

成形条件の最適化により，引張性質の一層の向上を図る。

SiC(PCS系)／Alは熱安定性の点で，強度を向上させるために高圧，固相域成形を採用することとした。

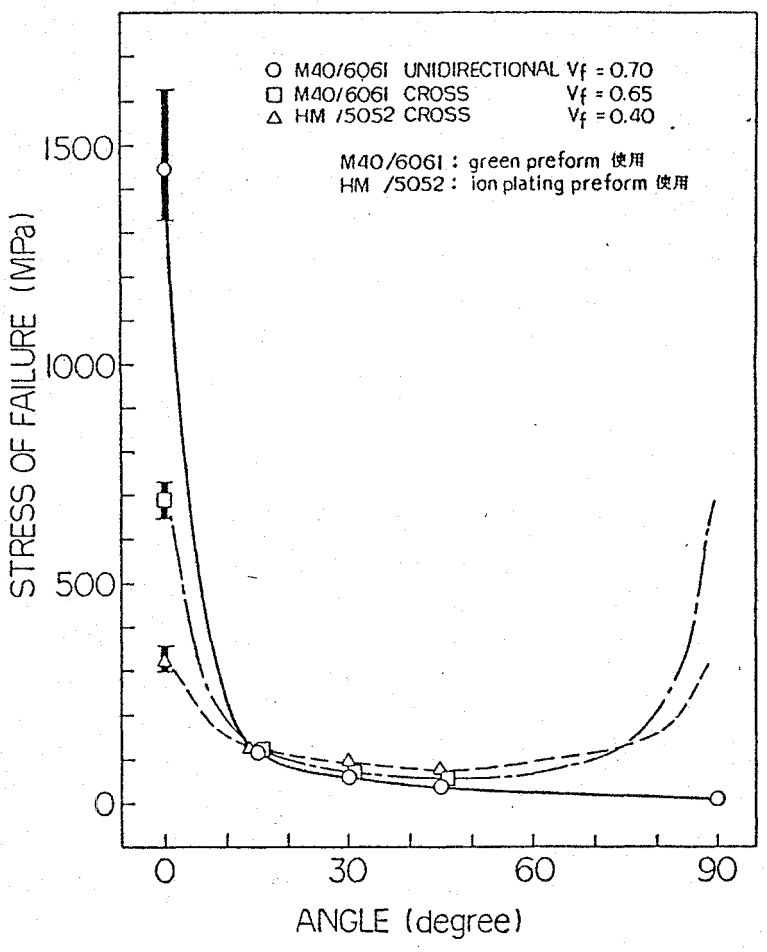


図1 炭素繊維/アルミニウム系の引張強さの方位依存性

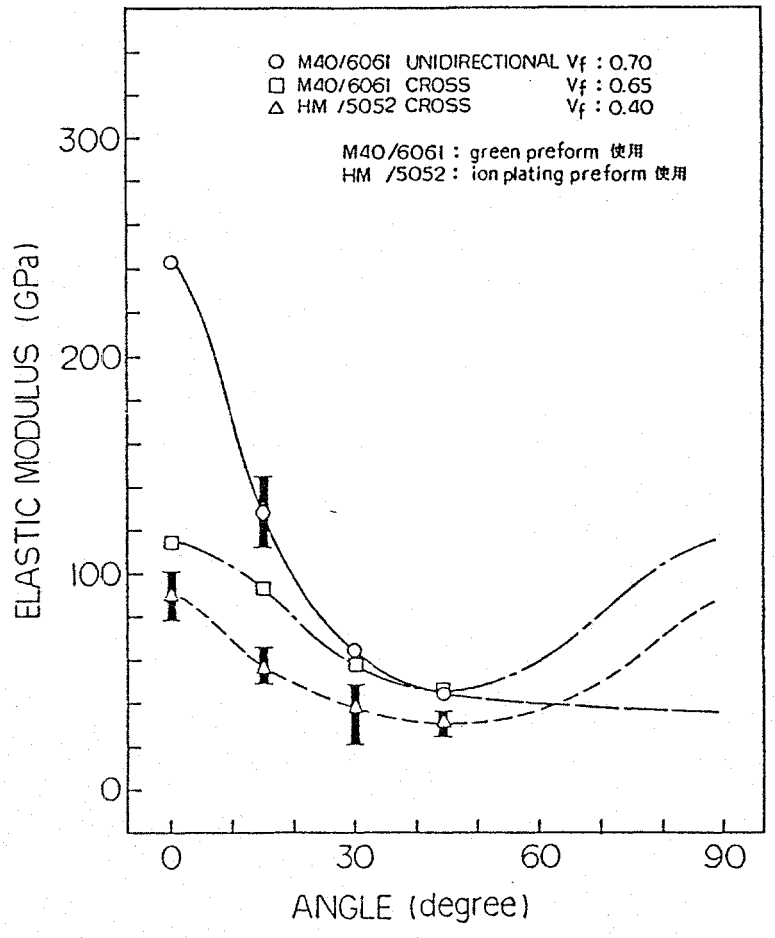


図2 炭素繊維/アルミニウム系の弾性率の方位依存性

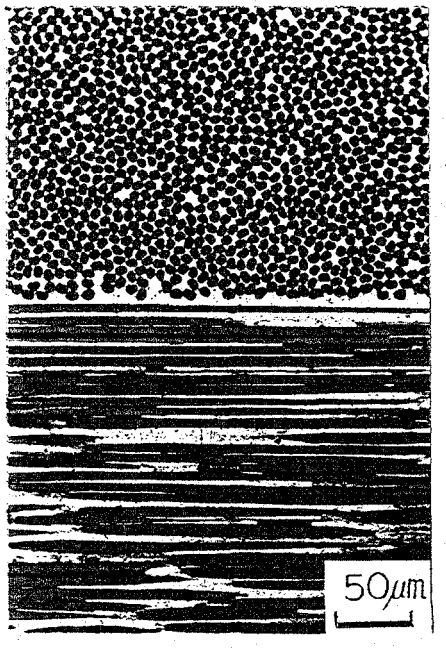


図3 M40/6061 Al 0°/90° 積層体のミクロ組織

研究開発結果の詳細

サブテーマ名：(1) 熱間プレス成形法　② 固液共存域成形
（CF/Al，SiC/Al）

1. 供試体

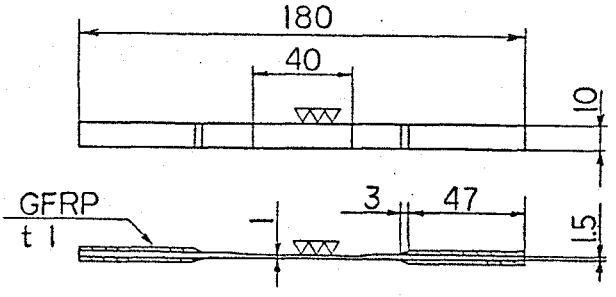
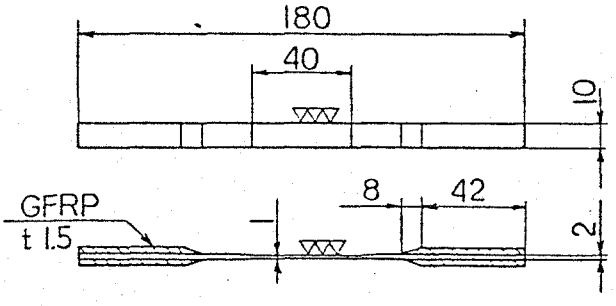
項　目	内　　容
① 使用材料	(a) CF/Al ワイヤプリフォーム 強化繊維：東レ トレカ M40 マトリックス金属：5056 Al合金 Vf：46～52％ 引張強さ（平均値）：1176～1274 MPa 密度：2.3 g/cm³ (b) CF/Al グリーンプリフォーム 強化繊維：東レ トレカ M40 〈繊維特性〉 引張強さ（公称値）　2450 MPa 弾性率（公称値）　392 GPa フィラメント数　6000本/束 密度　1.8 g/cm³ マトリックス金属：6061 Al合金 (c) SiC(PCS)/Al ワイヤプリフォーム 強化繊維：日本カーボン ニカロン マトリックス金属：1050 工業用純Al Vf：40～44％ 引張強さ（平均値）：1039～1117 MPa 密度：2.7 g/cm³

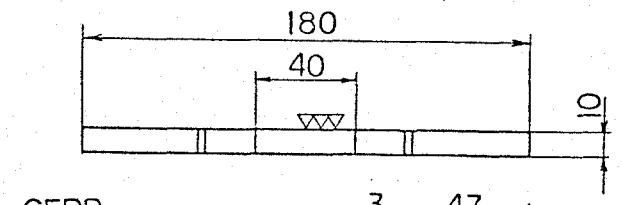
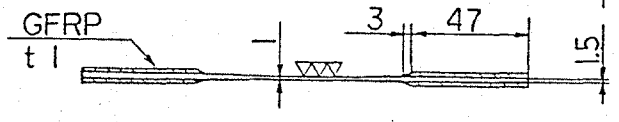
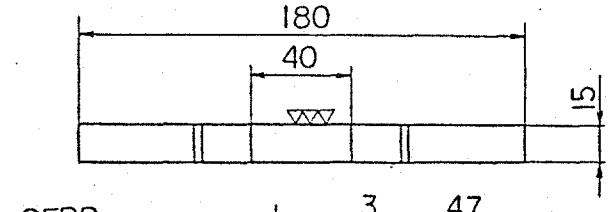
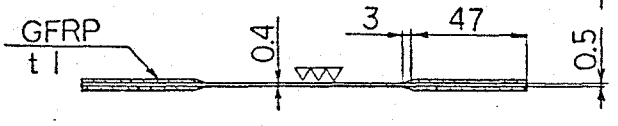
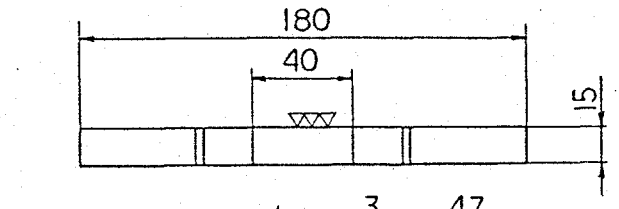
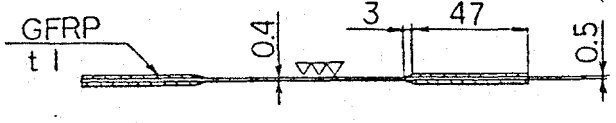
項　目	内　　容
① 使用材料	(d) SiC (CVD)／Al 溶射プリフォーム 強化繊維：AVCO　SCS-2 (φ140μm) ＜繊維特性＞ 引張強さ(カタログ値)　3430 MPa 弾性率 (カタログ値)　421 GPa 密　度　3.08 g/cm³ マトリックス金属：6061 Al合金(溶射金属)／4343 Al合金(箔, 40μm^t) (e) SiC (CVD)／Al-Ti 強化繊維：AVCO　SCS-2 (φ140μm) ＜繊維特性＞ 同　上 マトリックス金属：6061 Al (溶射金属)／4343 Al (箔, 40μm^t)／工業用純Ti (箔, 50μm^t)
② 形　状	(a) ワイヤプリフォーム (b) グリーンプリフォーム (c) ワイヤプリフォーム (d) 溶射プリフォーム (e) 溶射プリフォーム／チタン箔
③ 成形方法	(a) CF/Al ワイヤプリフォーム成形 温　度：823 K 圧　力：39.2 MPa 時　間：30 min

項　目	内　　容
③ 成形方法	(b) CF/Al グリーンプリフォーム成形 温　度：953/723 K 圧　力：0/39.2 MPa 時　間：5/30 min (c) SiC(PCS)/Al ワイヤプリフォーム成形 温　度：798 K 圧　力：44 MPa 時　間：30 min (d) SiC/Al 溶射プリフォーム成形 温　度：853/723 K 圧　力：0/4.9 MPa 時　間：3/30 min (e) SiC(CVD)/Al-Ti ハイブリッド溶射プリフォーム成形 温　度：853/823 K (723K取出し) 圧　力：0/4.9 MPa 時　間：3/30 min

2. 試　験

項　目	試　験　方　法	目標値	試験結果
①形状・寸法 (単位mm)	・供試成形体(成形のまま)の寸法	(a) 220×220×2^t (b) 220×220×2^t (c) 220×220×2^t (d) 150×150× t (e) 150×150× t	220×220×1.5^t 220×220×2^t 220×220×1.5^t 150×300×0.5^t 150×300×0.5^t
② V_f	・直示分析天秤によって試験片重量を測定する。 ・JIS Z 8807の水中置換法によって試験片の密度を測定する。 ・20% 塩酸によりマトリックスAlを溶解し，繊維を抽出する。 ・次式により V_f を算出する。 $V_f = \frac{W_f \times \rho_c}{\rho_f \times W_c} \times 100\ (\%)$ W_f：繊維重量　ρ_f：繊維密度 W_c：試験片重量　ρ_c：試験片密度	(a) 50 % (b) 60 (c) 35 (d) 50 (e) 50	47 % 67 40 40 38
③ 比重	・JIS Z 8807の水中置換法によって測定する。	(a) N.A. (b) N.A. (c) N.A. (d) N.A. (e) N.A.	2.3 2.1 2.7 2.8 3.2

項目	試験方法	目標値	試験結果
④引張試験	・引張速度 2.0mm/min (クロスヘッド速度) $引張強さ = \frac{P}{b \cdot t}$ P：最大破壊荷重 b：試験片幅 t：試験片板厚 ・弾性率 直線域の $\Delta S/\Delta \varepsilon$ S:応力 ε:歪(歪ゲージで測定) ・伸び 破断時の全伸び(歪ゲージで測定)		
	(a) CF/Al (ワイヤプリフォーム使用)		
0°引張強さ		室温:0.9×素材 573K:0.9×素材 723K:0.9×素材	MPa 1007(902~1092) (n=7) 1011(877~1144) (n=4) —
弾性率		室温 N.A.	GPa 189(176~200) (n=4)
伸び		室温 N.A.	% 0.6(0.54~0.64) (n=4)
90°引張強さ		室温 N.A.	MPa 21(21~22) (n=2)
	(b) CF/Al (グリーンプリフォーム使用)		
0°引張強さ		室温:1431 MPa n=20 573K:1377 723K:1274	MPa 1452(1374~1499) (n=3) 1225(1162~1287) (n=3) —
弾性率		室温 N.A.	GPa 243(235~249) (n=3)
伸び		室温 N.A.	% 0.6(0.59~0.63) (n=3)
90°引張強さ		室温 N.A.	20 MPa (n=1)

項目	試験方法	目標値	試験結果
	(c) SiC (PCS)/Al		
0°引張強さ		室温：0.9×素材 m=20 573K：0.9×素材 723K：0.9×素材	MPa 981 (943~1027) (n=7) 679 (666~699) (n=3)
弾性率		室温 N.A.	GPa 98 (97~101) (n=5)
伸び		室温 N.A.	% 1.2 (1.1~1.5) (n=5)
90°引張強さ		室温 N.A.	MPa 51 (49~53) (n=2)
	(d) SiC (CVD)/Al		
0°引張強さ		MPa 室温：1600 573K：1395 723K：1175	MPa 1498 (1408~1617) (n=5) 1240 (1209~1257) (n=3)
弾性率		室温 N.A.	GPa 216 (208~223) (n=2)
伸び		室温 N.A.	% 0.72 (0.71~0.73) (n=2)
90°引張強さ		室温 N.A.	MPa 86 (78~91) (n=3)
	(e) SiC (CVD)/Al-Ti ハイブリッド		
0°引張強さ		室温 N.A. 573K：N.A. 723K：N.A.	MPa 1421 (1295~1565) (n=10) — —
弾性率		室温 N.A.	GPa 188 (181~195) (n=3)
伸び		室温 N.A.	% 0.72 (0.72~0.73) (n=3)
90°引張強さ		室温 N.A.	MPa 159 (138~181) (n=6)

項目	試験方法	目標値	試験結果
⑤引張特性の方位依存性	・試験条件：0°引張試験に同じ ・試験片形状：2.④(b)に同じ ・供試成形体 CF/Al（グリーンプリフォーム使用）の一方向強化材（Vf 70%）及び0°/90°積層体（Vf 65%，ミクロ組織図3参照） （注） 使用材料：1.①(b)に同じ 成形方法：1.③(b)に同じ	N.A.	引張強さ 図1参照 弾性率 図2参照

3. 使用試験機器

機器名称	仕様概要	備考
定歪速度引張試験機	型式 1S-10T（島津製作所） 荷重容量：最大 10 ton 歪速度：0.005～50 mm/min ストローク：1000 mm	
直示分析天秤	最大秤量：100 g 最小目盛：0.0001 g	

4. 備考

要　　旨

研究開発項目名　　２　成形加工技術の開発（２）熱間ロール成形法

研究開発実施者名　（財）次世代金属・複合材料研究開発協会

１．研究開発期間　　昭和５８年度～昭和６０年度

２．第二期開発のポイント

基準寸法２００㎜程度の供試体を目標として、主としてアルミニウム系マトリックスのＦＲＭについて各種成形加工の基礎技術の研究を行うとともに、チタン系マトリックスへ拡張し、成形加工技術の高度化及びＦＲＭの高性能化を図る。

３．各年度の実施計画のポイント

昭和５８年度：主としてＣＦ／アルミニウム系、SiCF(PCS系)／アルミニウム系について、プリフォーム加工条件、ロール成形条件等の基礎技術の研究を行う。

昭和５９年度：長尺ＦＲＭ成形加工技術の高度化及び成形品の高性能化をねらいに
イ）プラズマ溶射によるプリフォーム作成；ａ）開繊装置の導入による繊維整列の向上　ｂ）プラズマ溶射の最適条件の設定
ロ）ロール成形によるＦＲＭの試作；ａ）プラズマ溶射プリフォームの最適複合加工条件の研究　ｂ）加工物の大型化に対する問題点の摘出　ｃ）直接圧延の可能性の探究　を行う。

昭和６０年度：開発ワイヤ・プリフォーム等による、小規模ロール成形品の特性評価、直接圧延技術の向上、配向ロールの基礎研究及び太径繊維を用いた比較実験を行う。

４．第二期の実績のポイント

赤外線急速加熱、ロールクリアランス制御、低温短時間加熱等、固相域ロール成形条件の適正化、成形方法の開発により、150 × 500 ㎜ ＦＲＭ板成形品について、

イ）ＨＴＣＦ／Al系では、素材メーカによるプレス品に勝る、室温平均引張強さ 901ＭＰａ（Vf 0.42）を得た。

ロ）開発ニカロン／Alワイヤ・プリフォームでは、素材ワイヤの 0,97 の室温平均引張強さ（1,030ＭＰａ）を得、目標値を上廻った。

ハ）治具を用いないロール成形加工の基本技術を確立した。

研　究　開　発　実　績

研究開発項目名　　（２）熱間ロール成形法
研究開発実施者名　　（財）次世代金属・複合材料研究開発協会

１．研究開発期間　　昭和５８年度～昭和６０年度

２．研究開発手法・前提条件等

（１）開発の狙い

長繊維と金属マトリックスとで構成される長尺の金属系複合材料（FRM）を製作するロール成形法について、加工技術の高度化及び成形品の高性能化を検討する。

（２）現世代を越える開発要素

成形治具を用いずに短時間の加熱・圧延により長尺の FRM 成形体を製作する熱間ロール成形法。

（３）開発手法

プラズマ溶射プリフォーム等を用い、成形治具使用による成形加工法の基本技術を確立した後、成形治具を用いない直接圧延加工技術の検討及び高度化を図る。

（４）前提条件

材料系
CF/AL, SiC(PCS系)/Al
中間素材
・ワイヤープリフォーム（SiC/Al･･･素材グループ開発品）
・プラズマ溶射プリフォーム又はイオンプレーティングプリフォーム

３．研究開発結果

（１）実績のポイント（詳細別紙）

・CF/Alの引張強度は、最大値で目標に到達したが、平均値では１００％を達成していない（９２％）。

・SiC/Alの引張強度は目標を達成した。

・治具を用いないロール成形加工の基本技術を確立した。

（２）注目すべき知見

・プレス法に匹敵する FRM の成形がロール成形法において可能であることを示した。

（３）一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

・Vfの高いシート状プリフォームを作製するプラズマ溶射技術

・繊維とマトリックス金属の反応を抑制する急速加熱短時間圧延技術

（４）特に効果を発揮した技術

・成形治具を用いない直接圧延加工技術

（５）未到達事項の問題点と解決の目途

・力学的性質は、目標値を達成できていないが、同一プリフォームを用いたプレス法と同等の強度を得た。
今後はプリフォーム品質の向上に期待する。

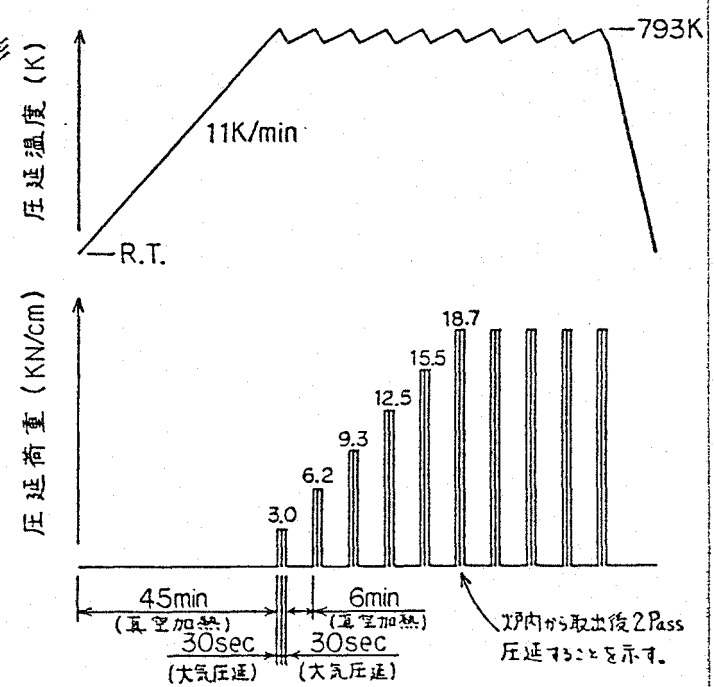
・成形体の大形化は、パック技術の向上を図り、大気中での加熱・圧延サイクルを可能とさせる。

研 究 開 発 結 果 の 詳 細

サブテーマ名： (2) 熱間ロール成形法

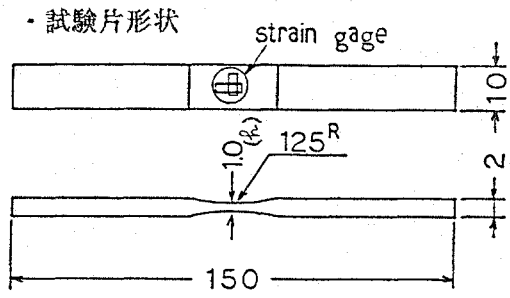
(材料系)： CF/Al

1．供試体

項　目	内　容
① 使 用 材 料	・イオンプレーティングプリフォーム マトリックス金属 ： A5052 強化繊維 ： HTCF ベスファイトHT-7-12000（東邦レーヨン） 引張強度 ――― ３３４０MPa 引張弾性率 ―― ２３５GPa Vf ： ４０％
② 形　状	シートプリフォーム
③ 成 形 方 法	・ロール成形  注）圧延治具を用いた成形法である。

2．試験

項　　目	試　験　方　法	目標値	試験結果
① 形状・寸法		150×500×2 (mm)	150×500×2 (mm)
② Vf	1) 直示天秤により、試料の重量を測定する。 2) ASTM D792に準じて密度を測定する。 3) 加熱した NaOH 水溶液により、マトリックス金属を溶解分離する。 4) 繊維を洗浄後、直示天秤により、繊維重量を測定する。 5) 次式により、Vfを算出する。 $Vf\ (\%) = \frac{Wf \cdot \rho c}{\rho f \cdot Wc} \times 100$ 但し、Wf = 繊維重量 Wc = 試験片重量 ρf = 繊維密度 ρc = 試験片密度	４０％	４２．２％
③ 比　　重	1) 直示天秤により、試料の重量を測定する。 2) 試料のエチルアルコール中での重量を測定する。 3) 次式により、比重を算出する。 $\rho c = \frac{Wc}{Wc-a} \times \rho e$ 但し、ρc = 試験片密度 Wc = 大気中での試験片重量 ρe = エチルアルコール密度 a = エチルアルコール中での試験片重量	N．A．	２．３４

項　　目	試　験　方　法	目標値	試験結果
④ 引張試験	・試験片形状  ・クロスヘッド速度　1.0 mm/min	室温:980 MPa ワイブル係数 N.A. 573 K : 930 MPa 723 K : 785 MPa	室温:901 MPa (870 ~ 932 MPa) n = 5
0° 引張強さ	・引張強度 = $\frac{G \cdot P}{b \cdot h}$ (MPa) 但し、P = 破断時の荷重 G = 重力加速度		
弾性率	・弾性率 = $\frac{S_2 - S_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}$ 但し、S_1、S_2、= 応力 ε_1、ε_2、=歪	N.A.	
伸　び		N.A.	
90° 引張強さ		N.A.	
弾性率	同　　上	N.A.	
伸　び		N.A.	
その他 特記事項	・同一のイオンプレーティングプリフォームを用いて、ホットプレス成形 (460℃, 10kgf/mm², 60min 加圧) した FRM の引張強度は、705 ~ 787 MPa であった。		

3. 使用試験機器

機器名称	仕様概要	備考
①材料万能試験機	・機器名称 ： １１２７型（インストロン製） ・荷重容量 ： Max 25 ton ・使用温度 ： - 60 ~ 1000 ℃	
② 直示天秤	・機器名称 ： H-1000（メトラー製） ・秤量範囲 ： 0 ~ 1000 g ・測定精度 ： 0.0001g	

4. 備考

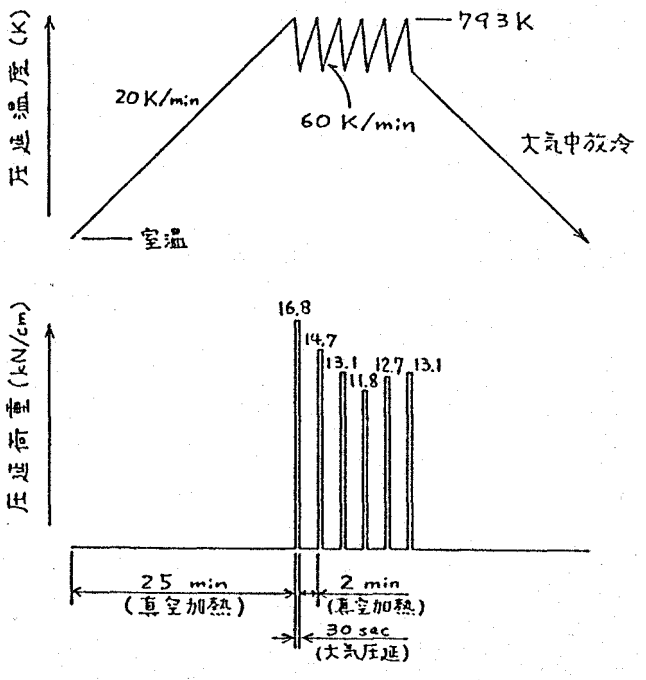
	60／10	／11	／12	61／ 1	／ 2	／ 3
プリフォーム入手						
成形加工試験						
評価試験						
まとめ・報告	評価用供試体作製					

研 究 開 発 結 果 の 詳 細

サブテーマ名 ： (2) 熱間ロール成形法

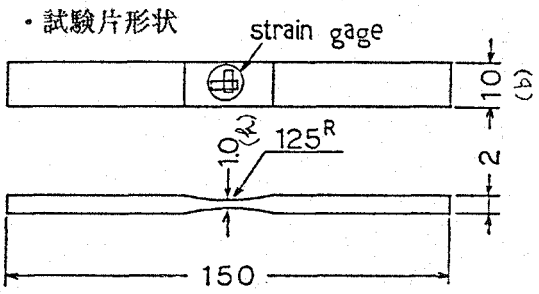
(材料系)： SiC/Al

1．供試体

項　目	内　容
① 使用材料	・ニカロンワイヤープリフォーム マトリックス金属 ： A1050 強化繊維 ： SiC (PCS系) (日本カーボン) Vf ： 41．6％ (平均) 引張強度 ： 1060 MPa (平均)
② 形　状	ワイヤープリフォーム
③ 成形方法	・ロール成形  注) 圧延治具を用いない成形法である。

2．試験

項　　目	試　験　方　法	目標値	試験結果
① 形状・寸法		150×500×2 (mm)	150×500×2 (mm)
② Vf	1) 直示天秤により、試料の重量を測定する。 2) ASTM D792に準じて密度を測定する。 3) 加熱した NaOH 水溶液により、マトリックス金属を溶解分離する。 4) 繊維を洗浄後、直示天秤により、繊維重量を測定する。 5) 次式により、Vfを算出する。 $Vf\ (\%) = \frac{Wf \cdot \rho c}{\rho f \cdot Wc} \times 100$ 但し、Wf = 繊維重量 Wc = 試験片重量 ρf = 繊維密度 ρc = 試験片密度	４０％	41.0 ~ 41.5 %
③ 比　　重	1) 直示天秤により、試料の重量を測定する。 2) 試料のエチルアルコール中での重量を測定する。 3) 次式により、比重を算出する。 $\rho c = \frac{Wc}{Wc-a} \times \rho e$ 但し、ρc = 試験片密度 Wc = 大気中での試験片重量 ρe = エチルアルコール密度 a = エチルアルコール中での試験片重量	N.A.	2.64 ~ 2.68

項　　目	試　験　方　法	目標値	試験結果
④ 引張試験	・試験片形状  ・クロスヘッド速度　1.0 mm/min	室温：0.9×素材 ワイブル係数 20 573 K:0.9×素材 723 K:0.9×素材	室温：1030MPa (0.97×素材) (982 ~ 1070MPa) n =4 但し,Vf=41.4%
0° 引張強さ	・引張強度 = $\frac{G \cdot P}{b \cdot h}$ (MPa) 但し、P = 破断時の荷重 G = 重力加速度		573K:740MPa (0.70×素材) 但し,Vf=41.0% 723K:591MPa (0.56×素材) 但し,Vf=41.0%
弾性率	・弾性率 = $\frac{S_2 - S_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}$ 但し、S_1、S_2、= 応力 ε_1、ε_2、=歪	N.A.	室温 117GPa 但し,Vf=41.0%
伸　び		N.A.	1.31% 但し,Vf=41.0%
90° 引張強さ		N.A.	21.3 MPa
弾性率	同　　上	N.A.	47.9 GPa
伸　び		N.A.	0.057% 但し,Vf=41.5%
その他 特記事項	無　　し		

3. 使用試験機器

機器名称	仕様概要	備考
①材料万能試験機	・機器名称 ： １１２７型（インストロン製） ・荷重容量 ： Max 25 ton ・使用温度 ： - 60 ~ 1000 ℃	
② 直示天秤	・機器名称 ： H-1000（メトラー製） ・秤量範囲 ： 0 ~ 1000 g ・測定精度 ： 0.0001g	

4. 備考

	60／10	／11	／12	61／ 1	／ 2	／ 3
プリフォーム入手						
成形加工試験						
評価試験						
まとめ・報告	評価用供試体作製					

要　　旨

研究開発項目名　　2　成形加工技術の開発（3）粉末ＨＩＰ成形法
①アルミニウム系　　②チタン系
研究開発実施者名　（財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1．研究開発期間　　昭和５８年度～昭和６０年度

2．第二期開発のポイント

基準寸法２００㎜程度の供試体を目標として、主としてアルミニウム系マトリックスのＦＲＭについて各種成形加工の基礎技術の研究を行うとともに、チタン系マトリックスへ拡張し、成形加工技術の高度化及びＦＲＭの高性能化を図る。

3．各年度の実施計画のポイント

昭和５８年度：イ）主として　SiCF(PCS系)／アルミニウム系について、カプセル法粉末ＨＩＰ成形法の基礎技術の研究を行う。
ロ）チタン系マトリックスへの拡張に着手する。

昭和５９年度：ＦＲＭ成形加工技術の高度化及び成形品の高性能化をねらいに
①アルミニウム系；長繊維ＦＲＭの成形技術研究（炭素繊維、アルミナ繊維／粉末アルミニウム系）として、ａ）平板状供試体の最適成形条件の設定．ｂ）Ｉ型断面供試体基本成形加工技術の開発．ｃ）予備成形体を用いたＨＩＰ成形処理．の研究を行う。
②チタン系；イ）ＨＩＰ成形法に適した繊維及びマトリックスを選定するため、
ａ）各種チタン合金粉末、強化繊維の組合せによる粉末成形試験．
ｂ）生成した界面の性状の調査による成形条件の探索．を行う。
ロ）長繊維ＦＲＭのＨＩＰ処理前の予備成形条件を求めるため、
ａ）繊維と粉末金属の配合方法．ｂ）真空ホットプレスによる予備成形法．ｃ）ＨＩＰカプセル封入技術．の研究を行う。

昭和６０年度：
①アルミニウム系；モデル形状供試体を含む成形実験を行い、緻密性及び均質性を得るための成形加工技術の研究を進め、強度の向上を図る。
②チタン系；イ）繊維／合金粉末の組合せについて成形条件の検討及び強度試験を行い、ＨＩＰ成形に適した材料系を提案する。
ロ）粉末金属の配合技術及び予備成形技術の検討を行う。

4．第二期の実績のポイント

①アルミニウム系：

粉末ＨＩＰ成形法に適した材料系を選定し、

イ）ＨＭＣＦ／4032Al合金粉末では、スラリー作製技術の開発、カプセル内温度の実測による成形条件の改良等の結果、Ｖｆ 0.44、室温平均引張強さ 705ＭＰａの一方向板成形品（40×140 mm）を得た。

ロ）Ｓｉ Ｃウイスカ／4032Al合金粉末では、混合技術の検討等により、Ｖｆ 0.21、室温平均引張強さ 333ＭＰａの３次元ランダム配向板成形品（40×140 mm）を得た

②チタン系：

粉末ＨＩＰ法に適した材料系の選定（強化繊維は SiC(CVD)が、マトリックスとしては Zr，Mo含有合金が優れる）、積層技術の開発等により、

イ）SiC(CVD)／Ti-6Al-4V 粉末によるＨＩＰ板成形品（55×125 mm）は、Ｖｆ 0.38で、室温： 1,654， 723K： 1,374ＭＰa の平均引張強さ.

ロ）SiC(CVD)／Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo粉末によるＨＩＰ板成形品（40×90 mm)は、Ｖｆ 0.37で、室温： 1,878， 723K： 1,537ＭＰa の平均引張強さ.

を示し、何れも目標値を越えた値が得られた。

研　究　開　発　実　績

研究開発項目名　(3)粉末ＨＩＰ成形法　①アルミニウム系

研究開発実施者名　（財）次世代金属・複合材料研究開発協会

１．研究開発期間　　昭和58年度～昭和60年度

２．研究開発手法，前提条件等

(1)開発の狙い

複雑形状部材のNear Net Shape成形を狙いに，強化繊維／粉末金属の組合せでＨＩＰ成形を行い，成形体の高強度化及び形状化を図る。

第２期は炭素繊維／Al粉末金属，炭化ケイ素ウィスカ／Al粉末金属の組合せで平板供試体の成形実験を行い，強化繊維／粉末金属の配合方法，成形条件等の成形技術を確立し，成形体の強度向上を図る。

さらに，モデル形状供試体の成形実験を行い，複雑形状部材の成形上の問題点を把握する。

(2)現世代を超える開発要素

①ＨＩＰ成形法による複雑形状部材のNear Net Shape成形技術

②高強度を得るためのスラリー法による強化繊維／粉末金属の配合技術

(3)開発手法

①強化繊維／粉末金属の適合性を検討の上，最適な組合せを選定し，

②均質な強化繊維／粉末金属成形体を得るための配合・混合技術を検討する。

③また，成形体のちゅう密性，成形中の繊維劣下防止等を考慮した最適成形条件を検討する。

④さらに，モデル形状供試体の成形実験により，複雑形状部材のNear Net Shape成形に関する基本的な成形技術を把握すると共に問題点を抽出する。

３．研究開発結果

(1)実績のポイント　（詳細別紙）

①粉末ＨＩＰ成形法に適合する強化繊維／粉末金属の組合せとして高弾性系炭素繊維／4032 Al粉末金属を選定した。

②炭素繊維／Al系については，平均引張強さ 705MPa(71.9kgf/mm)，最大引張強さ 856MPa(87.3kgf/mm)を得た。

③炭化ケイ素ウィスカ／Al粉末金属系については，粉末成形のまま（三次元ランダム材）で平均引張強さ 333MPa(34.0kgf/mm)，最大引張強さ 376MPa (38.4kgf/mm)を得た。

(2)注目すべき知見

①炭素繊維／Al粉末金属系の場合，スラリー溶媒，バインダーの種類，バインダー濃度及び粉末金属の粒度が成形体のちゅう密性，強化繊維／粉末金属の配合状態の均質性に影響を及ぼし，ひいては成形体の強度に影響を及ぼすことが分った。

②炭素繊維／Al粉末金属系の真空ホットプレス成形時に，第一段目として粉末金属の固液共存域温度で短時間，低圧力成形し，引続いて第二段目として粉末金属の固相域温度で充分な焼結が得られる時間，高圧力成形を行う二段成形を採用することにより，高強度で安定した成形体が得られることが分った。

③ＨＩＰ処理中のＨＩＰカプセル内の供試体温度を計測し，ＨＩＰ炉内雰囲気温度に到達するのに一定の時間を要することが分った。

(3)一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

①強化繊維の整列性，強化繊維／粉末金属配合状態の均質性，強化繊維の損傷，繊維体積含有率(Vf)の向上等を考慮したスラリープリフォームの作製技術

②成形体のちゅう密性，成形中の強化繊維の劣化及び機械的損傷等を考慮した真空ホットプレス成形条件

③均質な炭化ケイ素ウィスカ／粉末金属成形体を得るための混合技術

(4)特に効果を発揮した技術

界面反応を抑制するための強化繊維／粉末金属系の選定及び最適成形温度の設定

(5)未到達事項の問題点と解決の目途

①炭素繊維／Al粉末金属系については，成形体品質の安定性を向上させる必要があり，今後スラリープリフォームの作成方法について作業工程の定量化を図りその結果に基づく連続作製技術の確立を図る。

②炭化ケイ素ウィスカ／Al粉末金属系については，成形体の均質性を向上させる必要があり，今後，ウィスカ／粉末金属の混合方法について検討し，高Vf化を図る。

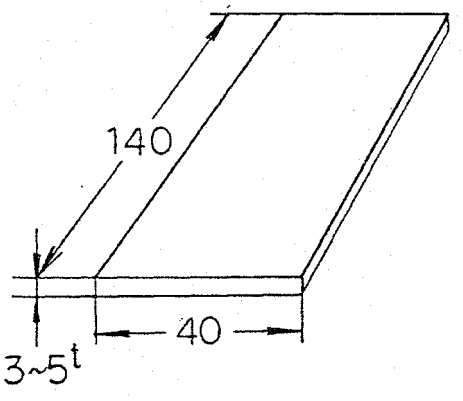
③形状化技術については，複雑形状部材の直接ＨＩＰ成形技術を確立するために強化繊維の配向技術，カプセルの材質，形状，真空封入技術等に関する検討を行う。

研 究 開 発 結 果 の 詳 細

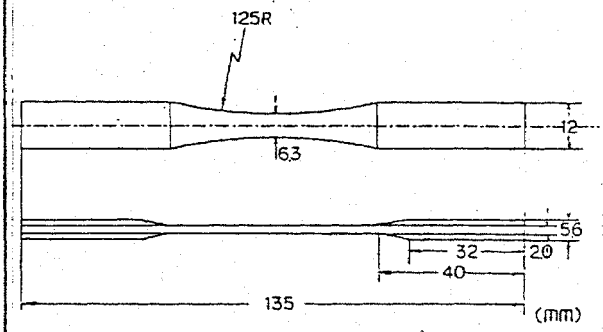
サブテーマ名：（3）粉末ＨＩＰ成形法，１アルミニウム系

ａ）炭素繊維／Ａｌ粉末金属

１．供試体

項　目	内　容
① 使 用 材 料	・マトリックス金属：Ａｌ合金　４０３２粉末金属　（Ar Gas アトマイズ） －２５０mesh ・強 化 繊 維　：高弾性系炭素繊維 （特性） 引張強さ　：３４３０ＭＰａ（３５０kgf/mm^2） 引張弾性率：３９２ＧＰａ（４０×１０^3 kgf/mm^2）
② 形　　状	下記の形状・寸法の供試体を成形 
③ 中間素材作製法 または 成形方法	・主要工程 スラリープリフォーム作製 → 真空ﾎｯﾄﾌﾟﾚｽ成形 → ＨＩＰ成形 ・成形条件 真空ホットプレス成形 １段目：564℃,3.5MPa(36Kgf/cm^2) ２段目：550℃,17.5MPa(180Kgf/cm^2)×15min. ＨＩＰ成形 530℃,93.1MPa(950Kgf/cm^2)×30min.

2．試験

項　目	試　験　方　法	目　標　値	試　験　結　果
① 形状・寸法	試験片形状：（常温試験） 		
② Vf	・化学天秤により試料重量を量る。 ・加熱塩酸によりＡｌﾏﾄﾘｯｸｽを溶解する。 ・繊維を充分洗浄後，化学天秤により繊維重量を量る。 ・次式によりＶｆを算出する。 $Vf=\frac{Wf\cdot\rho m}{Wf\cdot\rho m+(Ws-Wf)\cdot\rho f}\times 100(\%)$ ただし， Wf：繊維重量 Ws：試料重量 ρf：繊維密度 ρm：Ａｌ粉末金属密度	４０%以上	４４．１%
③ 引張試験 0°引張強さ	試験条件：引張速度 1.0mm/min.	室温：６８２MPａ 573K：６５０MPａ 723K：―――	Ｆtu(ave.) ：７０５MPａ m＝１０．５ （n＝３０） Ｆtu(ave.) ：７０７MPａ (543～711MPa) （n＝４）
弾性率 伸び			

項　目	試　験　方　法	目　標　値	試　験　結　果
③ 引張試験 90°引張強さ 弾性率 伸び		 室温：　——— 室温：　——— 室温：　———	
その他特記事項			

3．使用試験器材

機　器　名　称	仕　様　概　要	備　考
① 万能試験機	・器材名称： オートグラフ（島津製作所） ・荷重容量： ２５ｔ	
② 化学天秤	・最大秤量： １６０ｇ ・最小目盛： ０．０００１ｇ	

4．備考

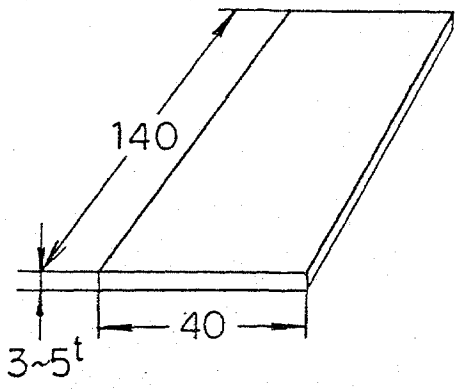
	60/10	/11	/12	61/1	/2	/3
高Ｖｆ化繊維／粉末金属の均質性向上による強度向上 （第１次） （第２次）		第１次 試験用T/P			第２次 試験用T/P	

研 究 開 発 結 果 の 詳 細

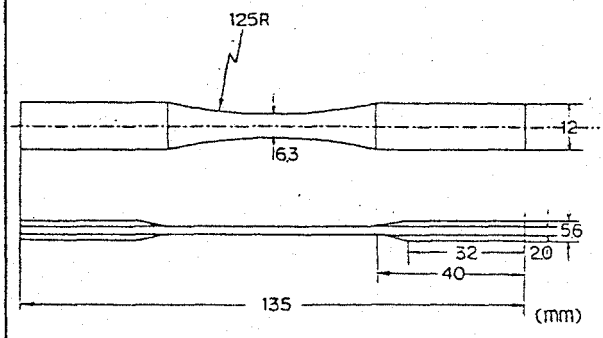
サブテーマ名：（3）粉末ＨＩＰ成形法，１アルミニウム系

ｂ）ＳｉＣウィスカ／Ａｌ粉末金属

１．供試体

項　目	内　容
① 使 用 材 料	・マトリックス金属：Ａｌ合金　４０３２粉末金属(Ar Gas アトマイズ) －２５０mesh ・強 化 繊 維　：ＳｉＣウィスカ （特性） 直　径：0.1～1.0μm 長　さ：50～200μm ｱｽﾍﾟｸﾄ比：50～300 密　度：3.19g/cm³
② 形　状	下記の形状・寸法の供試体を成形 
③ 中間素材作製法 または 成形方法	・主要工程 SiCｳｨｽｶ/Al合金粉末の混合 → 真空ﾎｯﾄﾌﾟﾚｽ成形 → ＨＩＰ成形 ・成形条件（４０３２の場合） 真空ホットプレス成形 １段目：572℃,3.5MPa(36Kgf/cm²) ２段目：560℃,17.5MPa(180Kgf/cm²)×60min. ＨＩＰ成形 530℃,93.1MPa(950Kgf/cm²)×30min.

2．試験

項　目	試　験　方　法	目　標　値	試　験　結　果
① 形状・寸法	試験片形状：（常温試験） 		
② Vf	ＳｉＣウィスカ／Ａｌ合金粉末混合時の混合量より算出する。 ・ＳｉＣウィスカの重量を量る。 ・Ａｌ合金粉末の重量を量る。 ・次式によりＶｆを算出する。 $Vf=\frac{Wsic\cdot\rho m}{Wsic\cdot\rho m+Wm\cdot\rho sic}\times100(\%)$ ただし， WSiC：ＳｉＣウィスカの重量 Wm　：Ａｌ合金粉末の重量 ρSiC：ＳｉＣウィスカの密度 ρm　：Ａｌ合金粉末の密度	２８％以上	２１％
③ 引張試験 0°引張強さ 弾性率 伸び	試験条件：引張速度：1.0mm/min.	室温：４６０ＭＰａ 573 K：———— 723 K：————	Ftu(ave.) ：３３３ＭＰａ m＝１６．１ （n＝１２）
90°引張強さ 弾性率 伸び		室温： 室温： 室温：	
その他特記項目			

３．使用試験器材

機　器　名　称	仕　様　概　要	備　考
1　万能試験機	・器材名称： オートグラフ（島津製作所） ・荷重容量： ２５ｔ	
2　電子天秤	・最大秤量： ２０００ｇ ・最小目盛： ０．０１ｇ	

４．備考

	60/10	/11	/12	61/1	/2	/3
高Ｖｆ化繊維／粉末金属の均質性向上による強度向上（第１次）		第１次試験用T/P				
（第２次）					第２次試験用T/P	

研究開発実績

研究開発項目名　(3)粉末HIP成形法　② チタン系

研究開発実施者名　(財)　次世代金属複合材料研究開発協会

1、研究開発期間　昭和58度～ 60年度

2、研究開発の手法　前提条件

(1)開発の狙い

複雑形状部材のNear Net Shape成形を狙いに強化繊維/粉末金属の組合せでHIP成形を行いFRMの高性能化及び成形加工技術の高度化を図る。第II期はチタン系マトリツクスへの拡張を果たすため各種繊維/Ti合金粉末の組合せで成形実験を行い界面反応性を調査して適正 材料系を選定するとともに板状供試体での強化繊維/粉末金属の配合方法、成形条件等の成形技術を確立して、目標強度を達成し、III期の形状化への礎とする。

(2)現世代を超える開発要素

①HIP成形法による複雑形状部材のNear Net Shape成形技術

②高強度をえるための強化繊維/粉末金属の配合、成形技術

(3)開発手法

①強化繊維/粉末金属の適合性を検討し、最適な組合せを選定し

②均質な強化繊維/粉末金属成形体をえるため配合技術を検討する。

③また、成形体の調密性、成形中の繊維劣化防止等を考慮した最適予備成形条件、HIP成形条件を確立し、形状化のための基礎条件を把握する。

(4)前提条件

①各種繊維/Ti合金粉末

②HIP成形

3、研究開発結果

(1)実績のポイント(詳細別紙)

°Vf:38%, 引張強度,室温 :1654MPa(169kg/mm2),300°C:1448MPa(148kg/mm2),450°C:1374MPa(140kg/mm2)を得た。

(2)注目すべき知見

◦チタン系の粉末HIP成形では、強化繊維としてSiC(CVD),マトリクスとしてはMo,Zrを含有する合金の適合性が優れ、(日本鉄鋼協会第110回講演大会発表,鉄と鋼71(1985)S1615)Ti−6Al−2Sn−4Zr−6Moマトリクスで、より高強度化の可能性を得た。(次頁,図1)

(3)一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

◦粉末シートを用いた繊維との積層技術

合金粉末を薄肉シート状とした後、繊維と積層.成形することにより、既存の合金箔を用いた場合と同等の整列状態を持った成形体を得る複合化技術。これによりロール法等によって製箔されない合金マトリクスを有するFRMの製作も可能となる。(特許手続中)

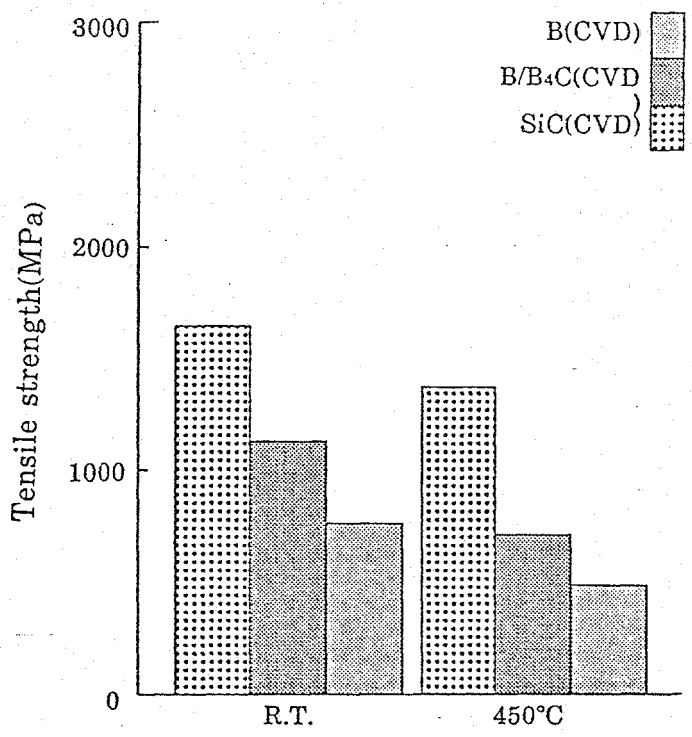
(4)特に効果を発揮した技術

◦繊維と金属粉末を保形し、固化前に脱気除去され、特性劣化を起こさないバインダーを用いる成形技術。

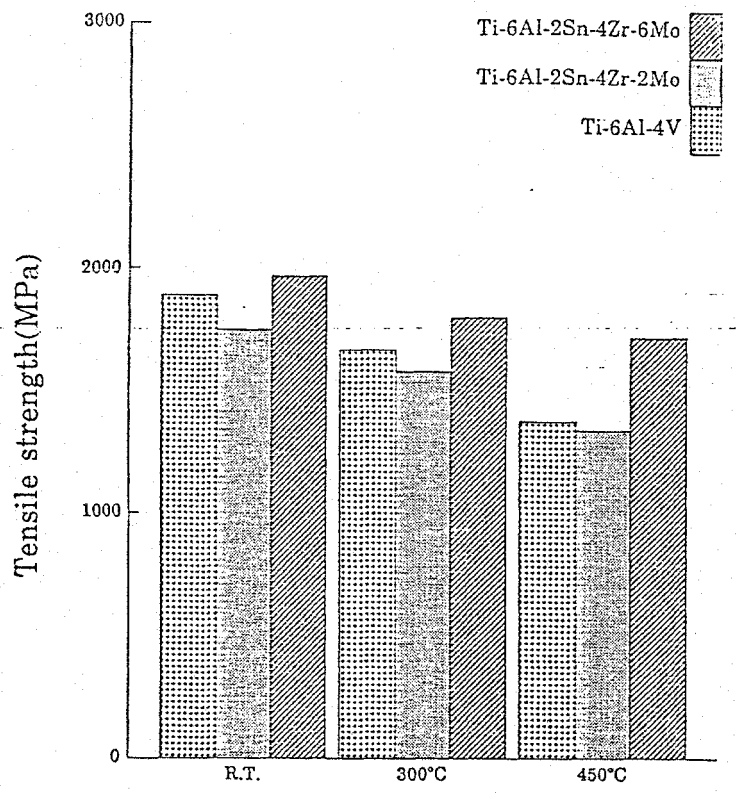
◦粉末シートの薄肉化による高Vf化技術。(20%→40%)

(5)未到達事項の問題点と解決の目途

◦III期以降、成形条件の最適化により高温強度を中心に信頼性の向上を図るとともに、成形方法を検討して形状化を果たす。



(a)繊維の効果<M:Ti-6Al-4V>



(b)マトリクスの効果<F:SiC(CVD)>

図1　粉末HIP成形Ti基FRMの強度

Vf:~37%
Hotpress;900°C,49MPa,15min
HIP;950°C,98MPa,1hr

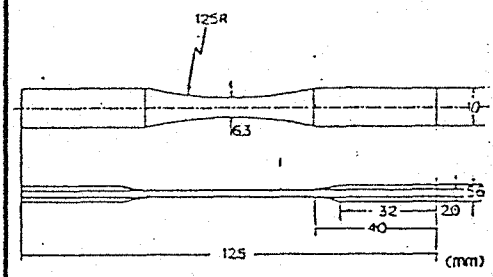
研究開発結果の詳細

サブテーマ名 ： (3)粉末HIP成形法　②チタン系

1. 供試体

項目	内容
①使用材料	F: SiC(CVD)　AVCO社製　140μ M:Ti-6Al-4V粉末　Nuclear Metal社製 PREP粉(~100μ)
②形状	繊維/粉末積層
③中間素材作成法 または 成形方法	繊維/粉末シート積層→真空.脱脂→カプセリング→HIP成形 温度:1223K 圧力: 125MPa 時間: 1 Hr

2. 試験

項目	試験方法	目標値	試験結果
①形状·寸法 (mm)	。尺による測定	50×120×t	55×125×1·2t
② Vf(%)	。成形体断面ミクロ組織観察	30	38
③比重	。Vfよりの計算	N.A.	3.91
④引張試験 0引張強さ (MPa)	。試験条件 1.0mm/min  	室温:1470 ワイブル係数 N.A. 573K:1421 723K:1323	1654 {1586~1724} <N=4> 1448 {1440~1458} <N=2> 1374 {1328~1446} <N=4>
弾性率* (GPa)	ストレインゲージ	室温 N.A.	205 {202~215} <N=4>
伸び(%)		室温 N.A.	
90引張強さ		室温 N.A.	
弾性率		室温 N.A.	
伸び		室温 N.A.	
その他の特記項目			

*参考値 (平行部のない試験片のため)

3.使用試験機器

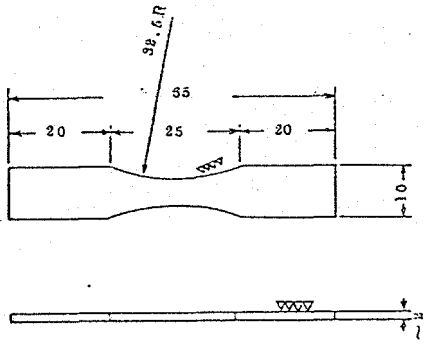
機器名称	仕様概要	備考
材料試験機	。機器名称:RUE万能試験機 (東京衡機製) 。荷重容量: 10 TON	

サブテーマ名 ： (3)粉末HIP成形法　②チタン系

1. 供試体

項目	内容
①使用材料	F: SiC(CVD)　AVCO社製　140μ M:Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo粉末 Nuclear Metal社製 PREP粉(100μ)
②形状	繊維/粉末積層
③中間素材作成法 または 成形方法	繊維/粉末シート積層→真空.脱脂→カプセリング→HIP成形 温度:1223K 圧力: 125MPa 時間: 1 Hr

2. 試験

項目	試験方法	目標値	試験結果
①形状·寸法 (mm)	。尺による測定	50×120×t	40×90×1·2t
② Vf(%)	。成形体断面ミクロ組織観察	30	37
③比重	。Vfよりの計算	N.A.	4.05
④引張試験 0引張強さ (MPa)	。試験条件 1.0mm/min  ストレインゲージ	室温:1470 ワイブル係数 N.A. 573K:1421 723K:1323	1878 {1705~1997} <N=4> 1658 {1412~1818} <N=4> 1537 {1349~1701} <N=4>
弾性率* (GPa)		室温 N.A.	218 {214~222} <N=4>
伸び(%)		室温 N.A.	
90引張強さ		室温 N.A	
弾性率		室温 N.A	
伸び		室温 N.A	
その他の特記項目			

*参考値 (平行部のない試験片のため)

3.使用試験機器

機器名称	仕様概要	備考
材料試験機	。機器名称:RUE万能試験機 (東京衡機製) 。荷重容量: 10 TON	

要　　旨

研究開発項目名　　2　成形加工技術の開発（4）溶湯・押出成形法

研究開発実施者名　（財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1．研究開発期間　　昭和５８年度～昭和６０年度

2．第二期開発のポイント

基準寸法２００㎜程度の供試体を目標として、主としてアルミニウム系マトリックスのＦＲＭについて各種成形加工の基礎技術の研究を行うとともに、チタン系マトリックスへ拡張し、成形加工技術の高度化及びＦＲＭの高性能化を図る。

3．各年度の実施計画のポイント

昭和５８年度：主として、β-SiCウィスカ／アルミニウム系について、溶湯成形により試作したインゴットの熱間押出試験を行い、温度、加圧力等、プロセス要因を検討する。

昭和５９年度：ＦＲＭ成形加工技術の高度化及び成形品の高性能化をねらいに

イ）４０φ×１００㎜程度のビレットの製造が可能な溶湯加圧含浸装置の試作

ロ）炭化ケイ素ウィスカ、窒化ケイ素ウィスカ／アルミニウム系ビレットを使用した押出材の試作

ハ）高温試験及び疲労試験を行う。

昭和６０年度：溶湯成形によるビレット製造プロセスの最適化を図るとともに、押出材の力学特性を向上させるため、熱間押出装置を試作する。

4．第二期の実績のポイント

ウィスカプリフォームの予熱温度、溶湯温度、加圧力等成形条件の最適化により、ＳｉＣウイスカ／Ａｌ押出材について、

イ）Ｖｆの標準的条件を確立した。（0.30、0.35）

ロ）室温平均引張強さは、目標を上廻る697及び703ＭＰａを得た。また引張弾性率は、素材の２倍以上のレベルに達した。

ハ）疲労強度は、10^7サイクルで素材の約1.8倍に達した。

研究開発実績

研究開発項目名　(4) 溶湯・押出成形法

研究開発実施者名 (財) 次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間　　昭和58年度 ～ 昭和60年度

2. 研究開発手法，前提条件等

(1) 開発の狙い

セラミック系ウィスカ強化型 FRMの成形技術を研究するために，溶湯成形（ビレット）→ 押出成形の成形プロセスを確立する。

(2) 現世代を超える開発要素

高 Vf ウィスカ強化型 FRMの複合化・成形

(3) 開発手法

① ウィスカのアスペクト比の低下を抑えた高Vf プリフォーム成形条件を設定する。

② ①により成形したプリフォームを使用し，溶湯成形－熱間押出成形を実施し，本プロセスを確立する。

(4) 前提条件

材料系：　SiCウィスカ／アルミニウム系

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント（詳細別紙）

① ウィスカのプリフォーム成形において，V_f＝40％まで達成し，V_f＝30％，35％の標準的条件を確立し，第二期目標を達成した。

② 常温引張強さは，第二期目標をほぼ達成した。

③ 引張弾性率は，素材の2倍以上のレベルに達した。

④ 疲労強度は，10^7サイクルで素材の約1.8倍に達した。

(2) 注目すべき知見

本研究で得られたFRM成形体の引張強さ，弾性率共米国の粉末冶金法によるFRMの特性と十分比肩し得る。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

① SiCウィスカの高V_fプリフォーム成形技術

② 上記高V_fプリフォームへの溶融アルミニウム含浸及び複合化技術

(4) 特に効果を発揮した技術

溶湯成形における欠陥生成の最小限化

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

① 問題点

高温強度

② 解決の目途

マトリックス組成の最適化（ウィスカとマトリックス金属の界面強度の向上）及びウィスカのアスペクト比の低下の最小限化等により解決を図る。

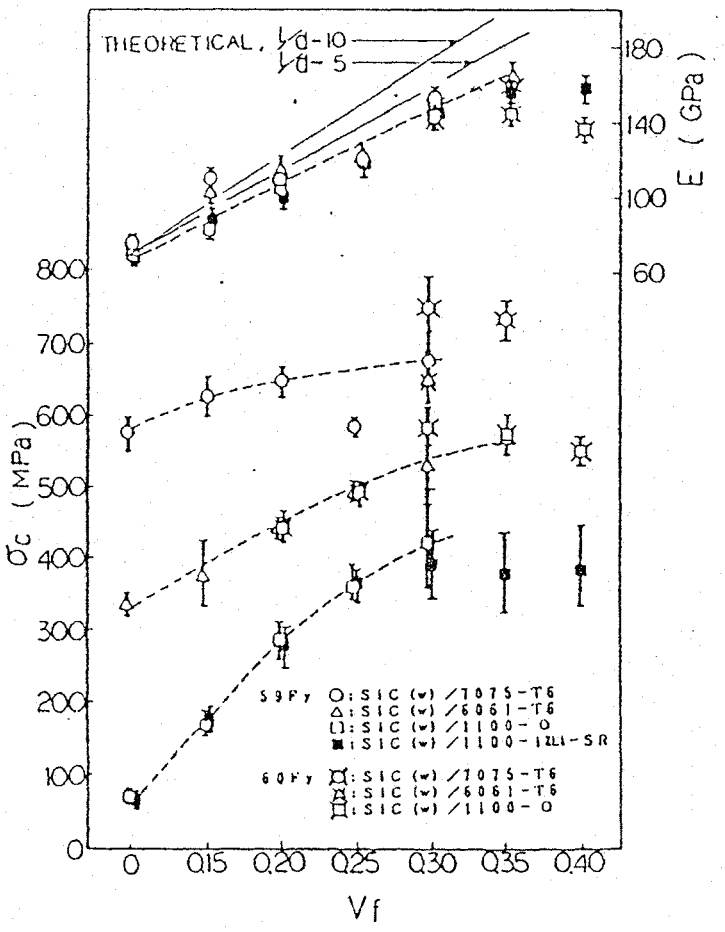


図1 SiC(W)/Al系押出材の引張強さとVfの関係

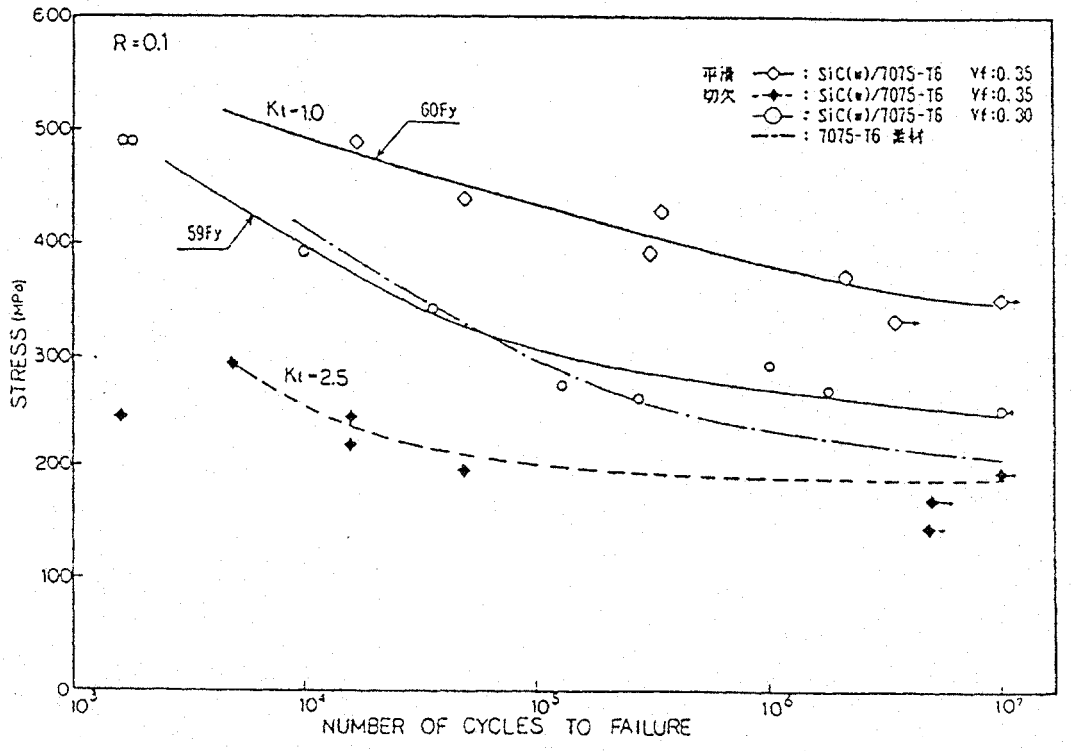
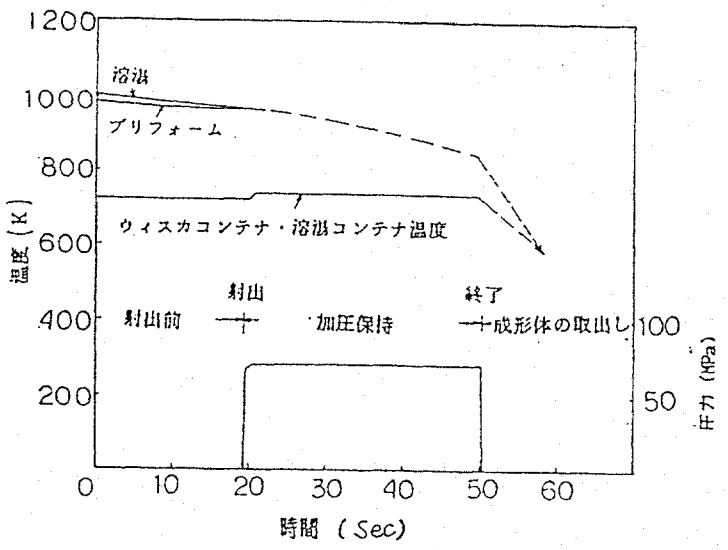


図2 SiC(W)/7075 Al系押出材のS-N曲線

研究開発結果の詳細

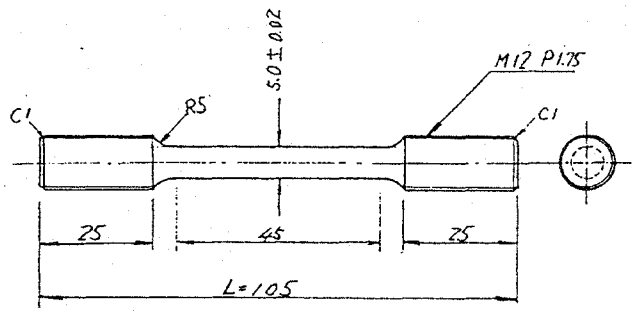
サブテーマ名：(4) 溶湯・押出成形法
（SiCウィスカ／アルミニウム系）

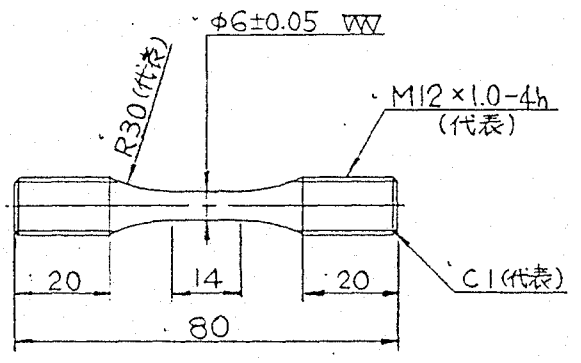
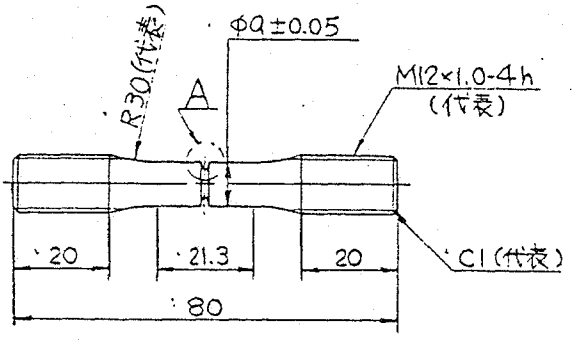
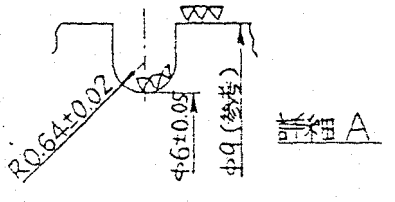
1. 供試体

項　目	内　　容
① 使用材料	強化繊維：SiCウィスカ 直径 0.05～0.2 μm 長さ 10 ～40 μm 密度 3.2 g/cm³ (メーカカタログによる) マトリックス金属：7075 Al合金，6061 Al合金，1100 Al
② 形　状	プリフォーム，高圧含浸ビレット
③ 成形方法	・主要工程 プリフォーム製作 → 溶湯高圧含浸によるビレット製作 → ビレットの熱間押出し ・詳細成形条件 (i) ビレット製作 （φ40mm，φ60mm，φ80mm）  成形プロファイルの代表例 (ii) ビレットの熱間押出し 押出比 10：1，押出速度 30～60 mm/min 押出温度 623～673 K

2. 試　験

項　目	試　験　方　法	目標値	試験結果
①形状・寸法 (単位mm)		>φ10	φ12 φ19
② V_f	・JIS Z 8807の水中置換法に従って試験片の密度を測定する。 ・苛性ソーダ水溶液によりマトリックスを溶解し，ウィスカを抽出する。 ・ウィスカ洗浄後，直示分析天秤によってウィスカ重量を測定する。 ・次式により V_f を算出する。 $V_f = \frac{W_f \times \rho_c}{\rho_f \times W_c} \times 100\ (\%)$ W_f：ウィスカ重量　ρ_f：ウィスカ密度 W_c：試験片重量　ρ_c：試験片密度	φ12 30 % φ19 35 %	SiC(w)/7075 % 30.1(27.9~32.5) (n=5) % 35.0(34.2~35.6) (n=5)
③比重	・JIS Z 8807の水中置換法によって測定する。	N.A.	φ12 2.9 (2.7~3.0) (n=5) φ19 3.0 (2.8~3.1) (n=5)
④引張試験	・引張速度 0.2 mm/min (クロスヘッド速度) 引張強さ $= \frac{P}{\pi D^2/4}$ P：最大破壊荷重 D：試験片直径		

項目	試験方法	目標値	試験結果
④引張試験	・弾性率　直線域の$\Delta S/\Delta \varepsilon$ S：応力　ε：歪（歪ゲージで測定） ・伸び　破断時の全伸び（歪ゲージで測定）		
0°引張強さ	試験片形状（代表例）  	室温：686 MPa (m=20) 573K：280 723K：N.A. 室温：686 MPa (m=20) 573K：280 723K：N.A.	SiC(w)/7075-T6 φ12 MPa 697(614~783) (n=5) 250(208~302) (n=3) — φ19 MPa 703(673~742) (n=5) 250(241~264) (n=3) —
弾性率		室温 N.A. 室温 N.A.	φ12 GPa 145(129~160) (n=5) φ19 GPa 170(155~189) (n=5)
伸び		室温 N.A. 室温 N.A.	φ12 % 0.7(0.5~0.9) (n=5) φ19 % 0.33(0.32~0.35) (n=5)
		(注) 各マトリックス系FRMの引張強さとVfの関係は図1参照.	
⑤疲労試験	・試験温度：常温 ・片振引張（R=0.1） ・繰返し速度　20Hz		

項目	試験方法	目標値	試験結果
⑤疲労試験	試験片形状 平滑試験片（Kt=1.0）  切欠試験片（Kt=2.5）   	室温 N.A.	図2参照

92

3. 使用試験機器

機器名称	仕様概要	備考
① 油圧式引張試験機	荷重容量 ： 最大 10 ton ラムストローク ： 200 mm （メーカ 前川試験機）	
② 電気油圧サーボ式 疲労試験機	荷重容量 ：最大 2 ton 最大周波数： 100 Hz （メーカ 三菱重工(株)）	
直示分析天秤	最大秤量 ： 100 g 最小目盛 ： 0.0001g	

4. 備　考

93