研究ノート

市販 SiC ウィスカーの観察

小 沢 英 一*, 高 橋 仙 之 助*

(1976 年 7 月 8 日 受付)

Microscopic Observation of β -SiC Whiskers

E. OZAWA* and S. TAKAHASHI*

(Received July 8, 1976)

Observation of the defects in the SiC whiskers, especially the defects in relation to the strength of the whiskers are reported. Diameter distribution of the whiskers is also reported.

1. 緒 言

前報¹⁾で、市販の β -SiC ウィスカーの強度について報告した。その中で、次の 2 点が明らかとなった。① $2\mu\text{m}$ 径より小さな径のウィスカーの強度は、大きくかつばらつきも比較的小さい。② 欠陥には、高密度で存在する小欠陥群と低密度の大欠陥群とがある。前者はおもに強度のウィスカー径に対する依存関係の主因で、その上限値を決めており、後者はその関係における大きなばらつきの主因となっていると考えられる。

そこで複合材料への利用という観点から、入手しうるウールマット状ウィスカーの太さ分布を知ることが大切で、とくに高強度のウィスカーの存在割合を知る必要がある。一方、欠陥について 2 種類の欠陥群の具体像を明らかにすることが望まれる。以上の 2 点を明らかにする目的で、ウィスカーの顕微鏡による直接観察が行なわれ、いくつかの知見が得られたので報告する。

2. 実験方法および結果

用いたウィスカーは前報と同様、Thermokinetic Fibers Inc. 製ウールマット状 β -SiC ウィスカーである。ウィスカーの観察には、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡および透過型電子顕微鏡が用いられた。

(1) ウールマット状ウィスカーの太さ分布

ウールマット状ウィスカーは、成長開始部のきわめてち密にウィスカーが存在している部分と、先端部の比較的粗な部分とからなっていた。これらの部分から一部分を取り出し、乳ばちですりつぶし、その破片を観察した。太さ分布の測定には、ウィスカー全長さに対するそれぞれの太さと長さの割合を用いた。Fig. 1 はその結果である。密な部分では $0.6\mu\text{m}$ 径をピークとして、大部分が $1\mu\text{m}$ 径より小さかった。一方、粗な部分では $1\mu\text{m}$ 径を最大とし、 $2\mu\text{m}$ 径以上のものは 20% 程度であった。したがって、全体としては $2\mu\text{m}$ 以上の大きなウィスカーは 10% 以下となった。ただし、体積パーセントで考えると $2\mu\text{m}$ 径以上のウィスカーはさらに増加する。 $2\mu\text{m}$ 径より細いウィスカーの利用という観点からは、密な部分を用いればよいことがわかる。

走査型電子顕微鏡による密な部分の観察結果が Photo. 1 に示されている。ウィスカー同志のゆ着、塊状生成物、大きくびれ、枝分れなどが観察された。したがって、この密な部分を大量使用する場合には、これらの異状物の除去を考えねばならない。一方、粗な部分には塊状物はみられず、枝分れ、くびれがおもな欠陥となっていた。

(2) 欠陥の観察

Photo. 2 は、光学顕微鏡によるウィスカーの側面写真を示す。数マイクロメートルの間隔で節を持つパンプー構造をとるものが大部分であった。Photo. 3 は走査型電子顕微鏡写真である。3a では大きくびれをみる

* 金属材料技術研究所 (153 東京都目黒区中目黒 2-3-12)

National Research Institute for Metals, 2-3-12, Nakameguro, Meguro-ku, Tokyo, 153 Japan

Fig. 1 Diameter distribution in wool mat SiC whiskers.

ことができる。3b は、きわめて短周期のくびれの存在を示している。数千オングストローム以下の径をもつウィスカーの透過型電子顕微鏡観察の結果が Photo. 4 で示されている。比較的太いウィスカーが、パンプー構造に対応する比較的ゆるい周期のくびれを持っていることがわかる。しかし、さらに細いウィスカーには、3種類の異なったコントラストをもつウィスカーが存在している。きわめて密な縦線のコントラストを示すもの、複雑な幾何学的模様を示すもの、それにほとんど透過してわずかに干渉じまのみえるものである。これらをさらに高倍率で観察した結果が Photo. 5 で示されている。5a は、密な縦じまコントラストのウィスカーの表面がきわめて凹凸にとんでいることを示している。5b は、

Photo. 2 Photomicrograph of β -SiC whisker.

なめらかな表面をもつウィスカーに存在していたステップを示している。以上の観察結果は、前報で推定されたような、いわゆる小欠陥群の実体を示すものであった。このうち 5b で示されているステップについて、Marsh²⁾と Mehan³⁾ は応力集中係数を算出し、Si および Al_2O_3 ウィスカーの破断応力の説明に用いた。その結果、ステップは破断応力の上限値を決めると考えられた。本 SiC ウィスカーの場合、細いウィスカーは 5a で示されるような凹凸を示すものが多く、したがって、この凹凸で上限値が決められているものと思われるが、他のタイプのウィスカーもみられ、結局、破断応力の上限値を決める欠陥群はタイプによって異なると思われる。

大きな強度劣下の原因と考えられる欠陥が Photo. 6 に示されている。割れ、くびれ部の塊状生成物、ねじれ、大きなくびれ、枝の発生等である。これらは1本のウィスカーに点在しており、このほかには大きな欠陥はみられなかった。いずれの欠陥も大きな応力集中をひき起こすと考えられ、これが前報で述べられた大欠陥群と推定される。

短周期の欠陥群は、オングストロームオーダーから数マイクロメートルに至るきわめて短い間隔で存在していた。これは、これらの欠陥の周期がウィスカーの径の大きさと同一レベルまたはそれより小さいことを意味している。このことから、事実上 β -SiC ウィスカーでは、複合化による、いわゆる理論強度の高効率な利用は不可能であることが示唆された。

Photo. 1 Microscopic observation of β -SiC whiskers.

Photo. 3 Microscopic observation of β -SiC whiskers by scanning electron microscope.

Photo. 4 Microscopic observation of very fine SiC whiskers by transmission electron microscope.

Photo. 5 Micrographs of β -SiC whiskers showing rough surface and step defects.

Photo. 6 Micrographs of large defects in β -SiC whiskers.

a) cracks, b) massive product, c) twin, d) periodic neckings, e) branched whisker.

3. 結 論

(1) ウールマット状 SiC ウィスカーは、大部分 $2\ \mu\text{m}$

径以下の細いウィスカーからなっていた。したがって強度的には比較的高強度なウィスカー群と考えてよいが、根元の付近にゆ着、塊状生成物がみられ、その除去が必要と考えられた。

(2) ウィスカーは、バンブー構造をとるものが大部分を占めた。バンブー構造の節の部分には、しばしば割れ、塊状生成物の発生等の異常がみられ、これが強度のばらつきの主因と思われる。

謝辞：本研究をまとめるにあたり、有益なご助言をいただいた科学技術庁無機材料研究所瀬高信雄博士、金属材料研究所渡辺治博士、梶原節夫博士、池野進研究員に厚くお礼申しあげます。なお、本研究の一部は、筆者の一人がブラジル国サンパウロ州立カンピーナス大学結晶学教室に滞在中なされたものである。ここにその旨を記し、感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) 小沢英一, 高橋仙之助: 日本複合材料学会誌, 2, 4 (1976), 168.
- 2) D.M. Marsh: *Fracture of Solid*, Interscience, New York-London (1963), p. 119.
- 3) R.L. Mehan *et al.*: *AIAAJ.*, 4 (1963), 1889.