

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2016-113696

(P2016-113696A)

(43) 公開日 平成28年6月23日(2016.6.23)

| (51) Int.Cl. | F I | テーマコード (参考) |
|----------------------|------------|-------------|
| C22C 32/00 (2006.01) | C22C 32/00 | Q 4G030 |
| C22C 1/05 (2006.01) | C22C 1/05 | C 4K018 |
| C04B 35/00 (2006.01) | C04B 35/00 | Z 4K020 |
| B22F 3/10 (2006.01) | B22F 3/10 | G 4K028 |
| C23C 8/24 (2006.01) | C23C 8/24 | |

審査請求 有 請求項の数 29 O L (全 18 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2015-151839 (P2015-151839)
 (22) 出願日 平成27年7月31日 (2015.7.31)
 (31) 優先権主張番号 10-2014-0180608
 (32) 優先日 平成26年12月15日 (2014.12.15)
 (33) 優先権主張国 韓国 (KR)

(71) 出願人 515210411
 イ, ゴン ベ
 大韓民国, ソウル特別市 陽川区, 木洞路
 , 10, シンシガジ11団地アパート 1
 104棟 404号
 (71) 出願人 515210422
 株式会社シナス
 大韓民国, 仁川広域市 南洞区, 壮者路,
 6番ギル, 88
 (74) 代理人 110000051
 特許業務法人共生国際特許事務所
 (72) 発明者 イ, ゴン ベ
 大韓民国, ソウル特別市 陽川区, 木洞路
 , 10, シンシガジ11団地アパート 1
 104棟 404号
 最終頁に続く

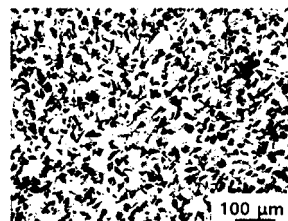
(54) 【発明の名称】 アルミニウム基地複合材料の製造方法及びこれにより製造されたアルミニウム基地複合材料

(57) 【要約】

【課題】複雑な装備が必要ない全く新しい概念に基づいた単純なアルミニウム基地複合材料の製造方法及びこれにより製造されたアルミニウム基地複合材料を提供する。

【解決手段】本発明のアルミニウム基地複合材料の製造方法は、アルミニウム製物質とセラミック強化相の混合物を含窒素雰囲気中で加熱することを特徴とする。アルミニウム製物質が、純度99重量%以上のアルミニウム、又はアルミニウム含量が50重量%以上のアルミニウム合金、又はこれらを組み合わせであり、アルミニウム合金が、マグネシウム、ケイ素、銅、マンガン及び亜鉛からなるグループから選択された1種以上を含み、セラミック強化相が、酸化物、炭化物、硼化物、窒化物の少なくとも1つであるか、又はこれらの2つ以上の組み合わせであることを特徴とする。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

アルミニウム製物質とセラミック強化相の混合物を窒素雰囲気中で加熱することを特徴とするアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 2】

前記アルミニウム製物質が、純度 99 重量%以上のアルミニウム、又はアルミニウム含量が 50 重量%以上のアルミニウム合金、又はこれらを組み合わせであることを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 3】

前記アルミニウム合金が、マグネシウム、ケイ素、銅、マンガン及び亜鉛からなるグループから選ばれた 1 種以上を含むことを特徴とする請求項 2 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

10

【請求項 4】

前記アルミニウム製物質は、粉末形状、粒子形状、フレーク形状のいずれか 1 つであるか、又はこれらの 2 つ以上を混合したものであることを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 5】

前記セラミック強化相が、酸化物、炭化物、硼化物、窒化物の少なくとも 1 つであるか、又はこれらの 2 つ以上の組み合わせであることを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

20

【請求項 6】

前記酸化物が、 Al_2O_3 、 MgO 、 TiO_2 、 ZrO_2 の少なくとも 1 つであるか、又はこれらの 2 つ以上の組み合わせであることを特徴とする請求項 5 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 7】

前記炭化物が、 SiC 、 TiC 、 B_4C の少なくとも 1 つであるか、又はこれらの 2 つ以上の組み合わせであることを特徴とする請求項 5 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 8】

前記硼化物が、 TiB_2 であることを特徴とする請求項 5 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

30

【請求項 9】

前記窒化物が、 AlN 、 TiN 、 Si_3N_4 の少なくとも 1 つであるか、又はこれらの 2 つ以上の組み合わせであることを特徴とする請求項 5 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 10】

前記セラミック強化相が、粉末状態、粒子形態、ファイバー形態、ウイスキー形態のいずれか 1 つであるか、又はこれらの 2 つ以上の組み合わせであることを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 11】

前記セラミック強化相が、混合物全体の 0 乃至 80 体積%であることを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

40

【請求項 12】

前記セラミック強化相が、混合物全体の 0 乃至 60 体積%であることを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 13】

前記窒素雰囲気が、窒素ガス雰囲気及びアンモニアガス雰囲気の少なくとも 1 つを含むことを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 14】

前記窒素雰囲気が、窒素ガス又はアンモニアガスをアルゴンガス又は水素ガスで希釈

50

したものであることを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 15】

前記含窒素雰囲気の中の窒素ガス又はアンモニアガスの濃度が、10 体積%乃至100 体積%であることを特徴とする請求項 13 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 16】

前記加熱温度が、590 乃至1000 であることを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 17】

前記加熱温度が、600 乃至800 であることを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

10

【請求項 18】

前記加熱温度が、600 乃至1000 であり、前記加熱時間は、60分乃至120分であることを特徴とする請求項 1 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 19】

請求項 1 に記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法によって製造されたことを特徴とするアルミニウム基地複合材料。

【請求項 20】

アルミニウム基地複合材料の製造方法は、

均質に混合されたアルミニウム粉末とセラミック強化相の混合物を窒素を供給できる雰囲気下で熱処理する段階と、

20

加熱する時、前記アルミニウム粉末の表面で発生する窒化反応により複合材の内部に均質にアルミニウム窒化物を形成する段階と、を含み、

加熱温度は、600 乃至1000 であり、加熱時間は、60分乃至120分であることを特徴とするアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 21】

前記セラミック強化相の大きさは、0.5 μm 乃至100 μm であり、体積分率は、0 体積% 乃至60 体積% であることを特徴とする請求項 20 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 22】

前記セラミック強化相が酸化物、炭化物、硼化物、窒化物の少なくとも1つを含むか、又はこれらの2つ以上を組み合わせて用いることを特徴とする請求項 20 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

30

【請求項 23】

前記酸化物が、 Al_2O_3 、 MgO 、 TiO_2 、 ZrO_2 の少なくとも1つを含むか、又はこれらの2つ以上を組み合わせて用いることを特徴とする請求項 20 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 24】

前記炭化物が、 SiC 、 TiC 、 B_4C の少なくとも1つを含むか、又はこれらの2つ以上を組み合わせて用いることを特徴とする請求項 20 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

40

【請求項 25】

前記硼化物が、 TiB_2 であることを特徴とする請求項 20 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 26】

前記窒化物が、 AlN 、 TiN 、 Si_3N_4 の少なくとも1つを含むか、又はこれらの2つ以上を組み合わせて用いることを特徴とする請求項 20 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 27】

前記アルミニウム粉末の大きさは、0.5 μm 乃至100 μm であり、体積分率は、0 体積% 乃至40 体積% であることを特徴とする請求項 20 記載のアルミニウム基地複合材

50

料の製造方法。

【請求項 28】

前記含窒素雰囲気、窒素ガス又はアンモニアガスをアルゴンガス又は水素ガスで希釈したものであることを特徴とする請求項 20 記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法。

【請求項 29】

請求項 20 に記載のアルミニウム基地複合材料の製造方法によって製造されたことを特徴とするアルミニウム基地複合材料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、アルミニウム基地複合材料の製造方法及びこれにより製造されたアルミニウム基地複合材料に係り、より詳しくは、水素又はアルゴン等の非酸化性ガスを混合して濃度を調節した窒素雰囲気又はアンモニアガス雰囲気下でセラミック強化相とアルミニウムの混合物を単純に加熱してアルミニウム基地複合材料を製造する方法及びこれにより製造されたアルミニウム基地複合材料に関する。

【背景技術】

【0002】

粒子、ウィスカー、ファイバー等の多様な形状のセラミック相で強化された金属基地複合材料 (metal matrix composites: 以下、MMCs と略す。) は、金属基地そのもの特性 (軟性と靱性) とセラミック材料の特性 (高強度と剛性率) を兼ね備えるため、各構成成分のみからなった材料より優れた特性を有する。特に両材料の諸性質 (物理的、熱的、電氣的及び機械的性質等) が非常に相違するため、MMCs 性質は金属とセラミックの特性によって非常に広範に変化させることができる。これは、金属基地と強化相の種類及び強化相の大きさ、形状そして相対的な量を利用すると無数の組み合わせが可能であることに由来する。したがって、このような条件の適切な組み合わせによって MMCs の性質を最終用途に合う性質の複合材料を製造することができる。

20

【0003】

最近では、MMCs に対する技術的な進歩により陸上輸送 (自動車と鉄道)、熱管理、航空宇宙、産業用、レクリエーション及び基盤産業に至る先端産業分野や、我々の実生活

30

においても多様に応用されている。多様な金属の中で現在、商用化された MMCs 市場で 70% を占めているものがアルミニウム基地複合材料 (Aluminum matrix metal composites; 以下、AlMMCs と略す。) である。これを製造するために、スターカスティング (stir casting) 法、液相侵入法及び粉末冶金法が主に使われている。基本的に、MMCs は、金属基地にセラミック強化相を融合させたものがある。しかし、両材料の諸性質があまりにも相違するため、強化相を金属基地に融合させることは容易ではない。この問題から MMCs を商用的に大量製造するために、高いエネルギーを用いて混合 (mixing) させたり (例: スターカスティング法)、予備成形体を作った後、高い圧力を用いて加圧侵入させたり (例: 液相侵入法) あるいは粉末を混合して圧力を加えて成形した後、焼結する方法 (例: 粉末冶金法) を行っている。しかし、このような工程は、MMCs 製品を生産するために追加の設備を必要とするので最終製品の単価を上昇させる要因となっている。

40

【0004】

また、上記商用工程にはその特性上、適用できる強化相の種類と体積分率の制限がある。その上、材料である合金の調達にもそれぞれの追加工程が必要となり、最終製品の普及に悪影響を及ぼす虞があった。

MMCs 分野は、技術革新により、全世界の MMCs 市場が 2019 年まで約 6.6% の年平均成長率で拡大するものと予想しているが、一般的な材料に比してその市場は、相対的に非常に小さな規模である。このような状況の中、競合材料に比して高い価格となる

50

ことは価格競争力が落ちることになり、致命的な問題となる。この問題を克服するために低コストで大量生産する技術についての研究が活発に進められている。

追加の設備が必要ない単純な製造工程が開発できれば、価格競争力を備えることになり、MMCsの応用範囲がさらに拡大することが期待される。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】米国登録特許公報第4、713、360号

【特許文献2】米国公開特許公報第4、824、008号

【特許文献3】米国登録特許公報第5、856、025号

10

【非特許文献】

【0006】

【非特許文献1】M. K. Surappa: Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities Sadhana, 28 (2003) 319~334.

【非特許文献2】K. U. Kainer: Metal matrix composites. Custom-made materials for automotive and aerospace engineering Weinheim: Wiley-VCH; 2006.

【非特許文献3】Transparency Market Research: Metal Matrix Composites (MMC) Market for Ground Transportation, Electronics/Thermal Management, Aerospace and Other End-users - Global Industry Analysis, Size, Share, Growth, Trends and Forecast, 2013~2019.

20

【非特許文献4】BCC Research: Metal Matrix Composites: The Global Market.

【非特許文献5】M. Balog et al.: Materials Science & Engineering A 562 (2013) 190-195.

30

【非特許文献6】Q. U. Xuanhui et al.: Progress in Natural Science: Materials International 21 (2011) 189~197).

【非特許文献7】Sabuj Mallik et al.: Applied Thermal Engineering 31 (2011) 355-362.

【非特許文献8】R. Prieto et al: Scripta Materialia 59 (2008) 11~14.

【非特許文献9】M. A. Occhionero et al.: Aluminium silicon carbide (AlSiC) for cost-effective thermal management and functional microelectric packaging design solutions 12th European Microelectronics and Packaging Conference, June 7~9 1999, S10~S04

40

【非特許文献10】M. K. Aghajanian et al: SAMPE Q. 20 (1989) 43-6.

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、かかる問題を解決するためになされたものであって、その目的とするところは、複雑な装備が必要ない全く新しい概念に基づいた単純なアルミニウム基地複合材料の

50

製造方法及びこれにより製造されたアルミニウム基地複合材料を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記課題を解決するためになされた本発明のアルミニウム基地複合材料の製造方法は、アルミニウム製物質とセラミック強化相の混合物を窒素雰囲気中で加熱することを特徴とする。

【0009】

本発明において、アルミニウム製物質が、純度99重量%以上のアルミニウム、又はアルミニウム含量が50重量%以上のアルミニウム合金、又はこれらを組み合わせであることが好ましい。

アルミニウム合金が、マグネシウム、ケイ素、銅、マンガン及び亜鉛からなるグループから選択された1種以上を含むことができる。

アルミニウム製物質は、粉末形状、粒子形状、フレーク形状のいずれか1つであるか、又はこれらの2つ以上を混合したものであることがよい。

【0010】

セラミック強化相が、酸化物、炭化物、硼化物、窒化物の少なくとも1つであるか、又はこれらの2つ以上の組み合わせであることが好ましい。

ここで、酸化物が、 Al_2O_3 、 MgO 、 TiO_2 、 ZrO_2 の少なくとも1つであるか、又はこれらの2つ以上の組み合わせであることがよく、炭化物が、 SiC 、 TiC 、 B_4C の少なくとも1つであるか、又はこれらの2つ以上の組み合わせであることがよく、硼化物が、 TiB_2 であることが好ましく、窒化物が、 AlN 、 TiN 、 Si_3N_4 の少なくとも1つであるか、又はこれらの2つ以上の組み合わせであることが好ましい。

【0011】

セラミック強化相が、粉末形態、粒子形態、ファイバー形態、ウイスキー形態のいずれか1つであるか、又はこれらの2つ以上の組み合わせであることがよい。

セラミック強化相が、混合物全体の0乃至80体積%であることがよく、60体積%以下であることがより好ましい。

【0012】

窒素雰囲気が、窒素ガス雰囲気及びアンモニアガス雰囲気の少なくとも1つを含むことがよく、窒素ガス又はアンモニアガスをアルゴンガス又は水素ガスで希釈したものであることが好ましい。

窒素雰囲気中、窒素ガス又はアンモニアガスの濃度は10体積%乃至100体積%であることがよい。

【0013】

加熱温度が、590乃至1000であることが好ましく、600乃至800であることがより好ましい。

また、加熱時間は、60～120分であることが好ましい。

本発明の他の側面は、本発明のアルミニウム基地複合材料が上記のアルミニウム基地複合材料の製造方法によって製造されたアルミニウム基地複合材料であることを特徴とする。

【0014】

本発明のアルミニウム基地複合材料の製造方法は、均質に混合されたアルミニウム粉末とセラミック強化相の混合物を窒素を供給できる雰囲気中で熱処理する段階と、加熱する時、アルミニウム粉末の表面で発生する窒化反応により複合材の内部に均質にアルミニウム窒化物を形成する段階とを含み、加熱温度は、600乃至1000であり、前記加熱時間は、60分乃至120分であることを特徴とする。

【発明の効果】

【0015】

本発明によれば、アルミニウムとセラミック強化相を混合した混合物を窒素雰囲気中で加熱する単純な工程によってセラミック強化相が均一に分布したアルミニウム基地複合材

10

20

30

40

50

料を製造することができる。

また、アルミニウムの溶融点より低い温度で加熱しても窒化反応時に発生する熱がアルミニウムを溶融させてアルミニウム基地複合材料を製造することができ、複雑な装備が不要な全く新しい概念に基づいた方法で、アルミニウム基地複合材料を製造することができ、この方法により製造されたアルミニウム基地複合材料を提供することができる。

さらに、アルミニウムの窒化反応により形成された窒化アルミニウムがまた一つの強化相と作用し、既存の工程に比して相対的に低い温度で複合材料を製造することができるため、アルミニウム基地とセラミック強化相の間の界面で発生する、好ましくない炭化アルミニウム (Al_4C_3) 等の生成を大きく抑制でき、優れた特性のアルミニウム基地複合材料を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】実施例2で製造した複合材料の微細組織を観察した光学顕微鏡写真である。

【図2】実施例2で製造した複合材料のXRD分析パターンである。

【図3】実施例7で製造した複合材料の微細組織を観察した光学顕微鏡写真であり、(a)は低倍率画像、(b)は高倍率画像である。

【図4】実施例45で製造した複合材料の走査電子顕微鏡写真であり、(a)は低倍率画像、(b)は高倍率画像である。

【図5】実施例53で製造した複合材料の引張破壊面を観察した走査電子顕微鏡写真である。

【図6】比較例4で製造した複合材料の微細組織を観察した光学顕微鏡写真であり、(a)は低倍率画像、(b)は高倍率画像である。

【発明を実施するための形態】

【0017】

以下、添付した図面を基に、本発明の好ましい実施の形態を詳細に説明する。

本発明は、セラミック強化相が均一に分散されたアルミニウム基地複合材料の製造方法及びこれにより製造されたアルミニウム基地複合材料に関する。

【0018】

本発明の一側面は、アルミニウム製物質とセラミック強化相の混合物を含窒素雰囲気中で加熱することを特徴とするアルミニウム基地複合材料の製造方法である。

本発明の他側面は、アルミニウムの窒化反応により発生する追加的な熱によりアルミニウムの溶融以下の温度でもアルミニウムの溶融による複合材の製造を可能にする製造方法である。

アルミニウムの窒化反応により生成されたアルミニウム窒化物は、他の複合材の強化相で作用できる。複合材は、一般の製造方法より低い温度で製造されるため、アルミニウムとセラミック強化相の間の界面で反応物の形成を制限することができ、これにより、アルミニウム基地複合材の特性を改質できる。

本側面は、追加の工程や設備を利用しなくても、アルミニウム製物質及びセラミック混合物を単に加熱することによってアルミニウム基地複合材料を製造することができる特徴を有し、この方法により、工程効率を高めることができ、生産費用を顕著に節減できる効果を有する。

窒素雰囲気中で加熱工程は、1)アルミニウム粉末表面を囲む酸化膜が窒素と反応して窒化層を形成する段階と、2)窒化反応時、発生した熱によってアルミニウムが溶融され、溶融アルミニウムの移動が容易となる段階と、3)強化相が持続に窒素供給の経路を提供して、加圧なく溶融アルミニウムが空隙を埋めて焼結される段階と、を含むことを特徴とする。

【0019】

以下、本側面について詳細に説明する。

まず、アルミニウム粉末とセラミック強化相を混合した混合物を準備する。

アルミニウム粉末とセラミック強化相を混合するために一般の粉末混合方法(例:ロー

10

20

30

40

50

ルミキシング (roll mixing)、ボールミキシング (ball mixing) 等) を使用することができる。しかし、これに限定されるのではなく、この場合、アルミニウム粉末とセラミック強化相が均一に混合されることが重要であり、均一の混合粉末を得るためのあらゆる方法を使用することができる。セラミック強化相がアルミニウム基地に均一分散されて優れた特性のアルミニウム基地複合材料を得ることができる。

アルミニウムは粒子状、ロード状、フレーク状等の形態であるか又はこれらが混在されたものでもよいが、アルミニウム粉末を使用することがより好ましい。

アルミニウムとしては、純度 99 重量% 以上のアルミニウム、アルミニウム含量が 50 重量% 以上のアルミニウム合金又はこれらを組み合わせて使用することができる。

アルミニウム合金には、マグネシウム、ケイ素、銅、マンガン、亜鉛又はこれらの混合物より選択される 1 種以上が含まれる。アルミニウム合金の粉末としては、国際アルミニウム合金名で A5052、A6061、A356、A7075 等の合金粉末を使用することができる。さらにそれぞれの合金を構成する各成分の粉末を混合した混合粉末も用いることができる。

【0020】

セラミック強化相は、粒子状、ロード状、ファイバー状又はウイスキー状形態であるか又はこれらが混在されたものでよい。セラミック強化相は、セラミック粉末を使用することがより好ましい。

セラミック強化相は、最終製品で要求される複合材料の特性によって酸化物、炭化物、硼化物、窒化物の内の少なくとも 1 つ以上を選択するか、又はこれらの 2 つ以上を混合して使用することができる。しかし、これに限定されるものではなく、多様なセラミック材料を使用することができる。

酸化物としては、 Al_2O_3 、 MgO 、 TiO_2 、 ZrO_2 又はこれらの混合物を使用することができる。炭化物としては、 SiC 、 TiC 、 B_4C 又はこれらの混合物として使用することができる。硼化物としては、 TiB_2 を使用することができる。窒化物としては、 AlN 、 TiN 、 Si_3N_4 及びこれらの混合物から選択して使用することができる。しかしながら、これに限定されるものではなく、その他の強化相を使用することができる。

【0021】

本発明により製造された複合材料はアルミニウム基地にセラミック相が分布している微細構造を有し、強化相として添加されるセラミック相の種類と形状、大きさ及び相対的な量を調節することによって最終複合材料の物性を選択することができる。

セラミック強化相は、混合物全体の 0 乃至 80 体積% になるように添加することが好ましい。強化相の添加量が 80 体積% より大きい場合には、過度の窒化物が生成して健全な複合材料を製造できない虞がある。強化相の含有量は、60 体積% にすることがより好ましい。

製造された複合材料に含まれるセラミック強化相の量は、混合粉末に添加された量によって決定されるが、セラミック強化相の量を上記範囲内において自由に調節することができ、各用途に適した物性を有する複合材料を製造することができる。

アルミニウム粉末及びセラミック強化相の混合物は、粉末ベッドでありうる。しかし、これに限定されるものではなく、予備成形体のように (preform) 特定の形態に成形された混合粉末体であってよい。混合物には、雰囲気に含まれる窒素がその内部に侵入してアルミニウムと反応して窒化アルミニウムを形成することができるものであれば、いかなる形態でも使用することができる。

【0022】

次に、アルミニウム粉末とセラミック強化相の混合物を窒素雰囲気中で加熱してアルミニウム基地複合材料を製造する。

窒素雰囲気を形成するために窒素ガス (N_2) 又はアンモニアガス (NH_3) を使用することができる。

窒素ガス (N_2) としては、99.9% 以上の純粋な窒素ガス (N_2) を使用すること

10

20

30

40

50

ができる。窒素ガス (N_2) 又はアンモニアガス (NH_3) に非酸化性ガスであるアルゴンガス (Ar) 又は水素ガス (H_2) を混合希釈して使用することができる。ここで、非酸化性ガスとは、製造条件下でアルミニウムと反応しない不活性ガス又は還元性ガスをいう。

【0023】

加熱過程において雰囲気に含まれる窒素が混合粉末の中のアルミニウムと反応して窒化アルミニウム (AlN) を生成する窒化反応が起こる。この窒化反応は発熱反応であるため、反応時に発生した反応熱によってアルミニウムが溶融する。このように、混合物の中のアルミニウムが溶融して基地を形成し、アルミニウム基地にセラミックが分布したアルミニウム基地複合材料 ($AlMMCs$; $Aluminum\ matrix\ metal\ composites$) が形成される。

混合物を常温で炉に装入するだけでなく、設定温度で加熱した炉に装入することも可能である。窒素を含むガスも常温で注入することができ、又は、加熱した任意の温度で注入することもできる。

加熱は、次のように遂行される。例えば、常温で $5 / min$ の昇温率で設定温度まで昇温した後、設定温度で維持する。維持時間は、少なくとも30分以上が必要であり、通常、60~120分の間が好ましい。

設定温度は、590 乃至1000 であればよい。温度が590 より低い場合には、不十分な窒化反応によって発熱量が小さいため、アルミニウム粉末が完全に溶融せず、多くの気孔を有する不健全な複合材料が製造される。1000 より高い場合には、過度の界面反応が発生して製造された複合材料の性質を低下させた上、製造費用の上昇をもたらすという問題がある。より好ましい設定温度は、600 乃至800 である。

【0024】

含窒素雰囲気中でアルミニウムとセラミック強化相の混合物を加熱すると、混合物の中のアルミニウムと雰囲気の中の窒素とが反応してアルミニウムが窒化される。このアルミニウムの窒化反応は、アルミニウムの直接窒化法によって窒化アルミニウムを製造する過程とメカニズムが同一であり、激しい発熱反応であることが知られている。

本発明によるとアルミニウムの溶融温度 (660) より遥かに低い温度 (例: 590) だけでなく、高温 (例: 1000) 領域でも複合材料を製造することができる。アルミニウムの溶融温度以下でも複合材料の製造が可能であることは、まさにこの窒化反応に起因した発熱反応によるものである。本発明において、アルミニウム基地複合材料を製造できる最低温度は存在するが、最高温度には制限がない。しかし、経済性及びアルミニウム基地とセラミック強化相の間の好ましくない界面反応を抑制することを考慮すると、できるだけ製造温度が低いことが好ましい。

【0025】

セラミック強化相の種類、大きさと量、アルミニウム粉末の大きさと量及び合金組成成分の添加、温度、時間、窒素の濃度と量等を調節して窒化率を調節することができる。また、同じ製造条件においてもセラミック強化相とアルミニウム粉末の大きさ及び相対的な量を調節することによって窒化率を調節することができる。これは、上記条件によって発熱程度が決まり、この発熱程度によって窒化率が決まるためである。この窒化率は、最終複合材料の性能に影響を及ぼす可能性がある。

窒化率は、アルミニウムが窒化アルミニウムに転換される比率を表す。理論的にアルミニウムが窒化アルミニウムに完全に転換されると約52%の重さが増加する。窒化率は加熱前後のつぼの重さの変化から計算することができる。

アルミニウムの溶融温度以下で加熱する場合、アルミニウムの窒化が先に起き、その窒化反応により発生した熱によってアルミニウムが溶融されてアルミニウム基地複合材料が製造されるため、アルミニウムの窒化率を適切に調節する必要がある。アルミニウムの窒化率が低い場合には、発熱量が少なく、アルミニウム粉末が溶融されないか、又は、部分的な溶融のみが起こり健全な複合材料が製造されない虞がある。一方、アルミニウムの窒化率が50%以上になると、ほとんど全てのアルミニウムが窒化されて窒化アルミニウム

10

20

30

40

50

に変わるため、溶融されるアルミニウムが不足して複合材料が製造されない虞がある。

アルミニウム窒化率は、多様な工程変数によって調節できる。この工程変数にはアルミニウム粉末の大きさと量、合金元素の存在可否、セラミック強化相の種類、大きさと量、窒素ガスの量と濃度、製造温度及び時間等の多様な条件が含まれる。

【0026】

このように多様な変数の組み合わせが可能であるために、同じアルミニウム基地のセラミック強化相システムでも、多様な性質の複合材料を製造することができる。これが本発明のもう一つの長所である。

アルミニウムの溶融温度以下で複合材料を製造する場合、アルミニウム基地とセラミック強化相の間の界面反応を大きく抑制できる。基地と強化相の間の化学的な安定性は非常に重要であるが、複合材料の製造過程の中で発生する過度な界面反応は複合材料の強度を低下させることがある。

例えば、アルミニウム基地にSiCを強化相として添加し、アルミニウムの溶融点以上に加熱して複合材料を製造すると、アルミニウム基地とセラミック強化相の間の界面に炭化アルミニウム(AI₄C₃)が形成されることを避けることができないが、炭化アルミニウム(AI₄C₃)は水分と反応して分解するため複合材料の強度を低下させる。従来は、このようなAI₄C₃の形成を防止するために臨界量(最小7重量%)以上のSiを添加しなければならなかった。

しかし、本発明は、工程温度がアルミニウムの融点よりはるかに低いため、界面に炭化アルミニウム(AI₄C₃)がほとんど生成されず、堅牢な複合材料を製造することができる。

【0027】

本発明の他の側面は、上記の方法によって製造されたアルミニウム基地複合材料である。

本発明のアルミニウム基地複合材料は、窒化反応により生成された窒化アルミニウムを含む。セラミックの種類、大きさ及び量、アルミニウム粉末の大きさと量、合金構成成分の存在可否、加熱温度及び時間、窒素の濃度等を調節することによって窒化反応により生成される窒化アルミニウムの量を調節することができる。窒化反応により形成された窒化アルミニウムは、追加的な強化相の役割を果たす。反応により形成した窒化アルミニウムと人為的に添加したセラミック強化相の適切な組み合わせを利用すると、人為的に添加したセラミック強化相のみを含むアルミニウム複合材料では得られない多様な特性を具現化できる。例えば、相対的に小さな体積分率のSiCを添加した場合にも反応により形成されるAIN量を調節すると高体積分率のSiCを添加したときと同等の効果が得られる。

本側面による複合材料において、窒化アルミニウムはアルミニウム基地に不連続に分布している可能性もある。

【実施例】

【0028】

以下に、実施例及び比較例を開示して本発明についての詳細な説明をする。しかし、本発明の範囲はこれに限定されるものではない。

【0029】

〔実施例1乃至13〕

まず、AI粉末(徳山薬品工業、CAS7429-90-5、325mesh、99.9%)とセラミック粉末としてSiC粉末(Showa Denko、C#600J)及び、AI₂O₃粉末(Showa Denko、WA#600J)を出発物質として用意した。

次に、複数の出発物質を表1の造成比のとおり秤量してプラスチック容器に投入した後、手で振って粉末混合物を得た。

次いで、粉末混合物をるつぽに注入して、満たしたるつぽを雰囲気調節できる炉に装入し、表1記載の条件により加熱した後、自然冷却してアルミニウム基地複合材料を製造した。

10

20

30

40

50

【表 1】

| 実施例 | 混合粉末の造成比(体積%) | | | 雰囲気ガス | | 加熱 | |
|-----|---------------|----------|--------------------------------|--------------------------|--------------|------------|-----------|
| | Al | セラミック強化相 | | 造成 (体積%) | 量 (L/min) | 温度 (°C) | 時間 (分) |
| | | SiC | Al ₂ O ₃ | | | | |
| 1 | 70 | 30 | 0 | N ₂ | 2 | 640 | 60 |
| 2 | 70 | 0 | 30 | N ₂ | 2 | 640 | 60 |
| 3 | 50 | 50 | 0 | N ₂ | 3 | 640 | 60 |
| 4 | 60 | 0 | 40 | N ₂ | 3 | 640 | 60 |
| 5 | 80 | 20 | 0 | N ₂ | 3 | 700 | 20 |
| 6 | 80 | 20 | 0 | N ₂ | 3 | 700 | 30 |
| 7 | 80 | 20 | 0 | N ₂ | 3 | 700 | 60 |
| 8 | 70 | 30 | 0 | N ₂ | 3 | 700 | 60 |
| 9 | 50 | 50 | 0 | N ₂ | 3 | 700 | 60 |
| 10 | 60 | 40 | 0 | N ₂ | 0.5 | 700 | 60 |
| 11 | 70 | 30 | 0 | 20/80 N ₂ /Ar | 0.5 | 700 | 60 |
| 12 | 70 | 30 | 0 | N ₂ | 1 | 700 | 60 |
| 13 | 70 | 30 | 0 | 80/20 N ₂ /Ar | 1 | 700 | 60 |

10

20

【0030】

図1には、実施例2で製造した複合材料の微細組織を観察した光学顕微鏡写真を示した。図2には、実施例2で製造した複合材料のXRD分析パターンを示した。

図1を基にすると、アルミナ粒子がアルミニウム基地に均一に分布していることが明確であり、これからアルミニウムの融点(660)より約20低い640の温度でもアルミニウム基地複合材料を製造することができることが確認された。

図2に示した実施例2で製造した複合材料のXRD分析パターンからは、アルミニウム(Al)、アルミナ(Al₂O₃)及び窒化アルミニウム(AlN)のピークが検出された。このことから複合材料の製造過程においてアルミニウム粉末が窒化して窒化アルミニウムが形成されたことを立証された。

30

図3には、実施例7で製造した複合材料の微細組織を観察した光学顕微鏡写真で示した。図3(a)、(b)に基づく、SiC強化相がアルミニウム基地に均一に分布していることが確認できる。

【0031】

〔実施例14乃至20〕

アルミニウム(Al)粉末の代わりにアルミニウム合金(Al-3Mg; アルミニウム100重量部とマグネシウム3重量部)を使用し、セラミック強化相としてTiC、B₄C又はTiB₂を使用し、ガス量及び温度を除いては、実施例1の場合と同様の方法によってアルミニウム基地複合材料を製造した。表2に、使用したセラミック強化相の体積分率とガス量及び温度を示した。

40

全ての実施例で複合材料が製造された。

【表 2】

| 実施例 | 混合粉末の造成(体積%) | | | | | ガス量 (L/min) | 温度 (℃) | |
|-----|--------------|-----------------|--------------------------------|-------|------------------|----------------|-----------|--------------------|
| | A I | セラミック強化相体積分率(%) | | | | | | |
| | | S i C | Al ₂ O ₃ | T i C | B ₄ C | | | T i B ₂ |
| 14 | Al-3Mg | 0 | 30 | 0 | 0 | 0 | 6 | 600 |
| 15 | Al-3Mg | 30 | 0 | 0 | 0 | 0 | 6 | 600 |
| 16 | Al-3Mg | 30 | 0 | 0 | 0 | 0 | 5 | 590 |
| 17 | Al-3Mg | 0 | 30 | 0 | 0 | 0 | 5 | 590 |
| 18 | Al-3Mg | 0 | 0 | 30 | 0 | 0 | 5 | 600 |
| 19 | Al-3Mg | 0 | 0 | 0 | 30 | 0 | 5 | 600 |
| 20 | Al-3Mg | 0 | 0 | 0 | 0 | 30 | 5 | 600 |

表 2 を基にすると、混合粉末に M g を添加することによってアルミニウム融点 (6 6 0) より低い温度 (5 9 0 ~ 6 0 0) においても複合材料を製造することができることが確認された。

【 0 0 3 2 】

〔実施例 21 乃至 38〕

本実施例では、強化相の大きさ及び基地造成の変化による窒化度の違いを検討した。

表 3 に示す造成比によりアルミニウム粉末と S i C 粉末をスペックスマルを用いて 5 分間混合して混合粉末を用意した。それぞれの実施例で使用したアルミニウム粉末量は 4 0 g と一定であったが、S i C 粉末の大きさ及び体積分率を表 3 記載のとおりに変化させた。2 L / 分の流量で供給された含窒素雰囲気下、7 0 0 で 1 時間加熱した後、室温で冷却して、加熱の前後の質量から窒化度を測定し、その結果を表 3 に示した。

10

20

【表 3】

| | 混合粉末の造成比(体積%) | | 窒化度 (%) |
|--------|---------------|------------------|---------|
| | Al | SiC(大きさ、分率) | |
| 実施例 21 | 純度 > 99% | 3 μ m, 15% | 20.0 |
| 実施例 22 | | 3 μ m, 20% | 47.7 |
| 実施例 23 | | 3 μ m, 25% | 46.5 |
| 実施例 24 | | 5.5 μ m, 15% | 4.9 |
| 実施例 25 | | 5.5 μ m, 20% | 6.3 |
| 実施例 26 | | 5.5 μ m, 25% | 27.9 |
| 実施例 27 | | 8 μ m, 15% | 3.2 |
| 実施例 28 | | 8 μ m, 20% | 4.1 |
| 実施例 29 | | 8 μ m, 25% | 5.0 |
| 実施例 30 | 合金 (6061) | 3 μ m, 15% | 5.5 |
| 実施例 31 | | 3 μ m, 20% | 26.1 |
| 実施例 32 | | 3 μ m, 25% | 30.1 |
| 実施例 33 | | 5.5 μ m, 15% | 2.5 |
| 実施例 34 | | 5.5 μ m, 20% | 3.9 |
| 実施例 35 | | 5.5 μ m, 25% | 12.0 |
| 実施例 36 | | 8 μ m, 15% | 1.9 |
| 実施例 37 | | 8 μ m, 20% | 2.3 |
| 実施例 38 | | 8 μ m, 25% | 2.7 |

10

20

30

40

50

表 3 を基にすると、強化相の粒子大きさが同じ場合に、強化相の体積分率が増加するほど窒化度も増加することが確認された。また、強化相の体積分率が同じ場合には、強化相の粒子大きさが大きくなるほど窒化度は減少することが確認された。

【 0 0 3 3 】

本発明において、製造した複合材料では強化相の大きさ、体積分率及びアルミニウム基地造成比等によって窒化度が変わることが確認された。例えば、セラミック強化相の内の大きさ 5.5 μ m の SiC を分散する時、その体積分率が 15% (実施例 24)、20% (実施例 25)、25% (実施例 26) に増加することによって、窒化度が 4.9%、6.3%、27.9% に増加することが分かる。これは、セラミック強化相が窒素を供給できる通路を提供し、強化相の体積分率が増加するほどより多くの窒素が内部に供給できることを示唆している。

また、セラミック強化相の内の SiC を 15% 分散した場合、セラミック強化相の大きさが 3 (実施例 21)、5.5 (実施例 24)、8 μ m (実施例 27) に増加することに

よって、窒化度が20%、4.9%、3.2%に減少することが分かる。これは、強化相の大きさが減少することによって、単位体積分率あたり表面積が広くなり、より多くの窒素供給通路が確保されたためである。

【0034】

このような結果は、本発明が既存工程では得られない独特の長所を有することを示している。すなわち、同じAl-SiC複合材料の場合にもSiCの大きさ、体積分率及びアルミニウム基地造成比を変化させることによって相違する窒化度を得ることができる。

このように、複合材料を製造する間に独自で形成された窒化アルミニウムは、人為的に添加した強化相と共に第2の強化相の役割を果たすため、窒化度の調節をすることにより複合材料の特性を向上させることが可能となる。

特に、窒化度の調節は、工程変数の変化で可能であり、工程変数の組み合わせは、無限に可能であるため所望の特性を有する複合材料を製造する方法は著しく多様になる。

【0035】

〔実施例39乃至42〕

本実施例においては、大型複合材料の製造性能を把握するために、アルミニウム粉末とSiC混合粉末量を1kgに増加させた。SiC粉末(Showa Denko, C#320J)とアルミニウム粉末を表4の造成比によってロールミキシング(roll mixing; 400rpm、2時間)で混合し、粉末混合物を用意した。

次に、粉末混合物をるつぽに注入して満たし、るつぽを炉に装入し、表4の条件により加熱した後、自然冷却してアルミニウム基地複合材料を製造した。製造した複合材料については熱膨張係数及び熱伝導度を測定し、その結果を表4に示した。

【0036】

【表4】

| | SiC (粒度、体積分率) | 窒素 (L) | 温度 (°C) | 時間 (H) | 窒化度 (%) | 熱膨張係数 ($\mu\text{m}/(\text{m}^{\circ}\text{C})$) | 熱伝導度 (W/(m \cdot K)) |
|--------|------------------------|-----------|------------|-----------|------------|---|---------------------------|
| 実施例 39 | 40 μm , 20% | 1 | 665 | 1 | 3.4 | 19.11 | 168 |
| 実施例 40 | 40 μm , 30% | 3 | 665 | 1 | 3.1 | 16.78 | 128 |
| 実施例 41 | 40 μm , 40% | 3 | 665 | 1 | 3.4 | 15.61 | 158 |
| 実施例 42 | 40 μm , 50% | 3 | 665 | 1 | 9.8 | 11.15 | 101 |

アルミニウムの融点(660)より若干高い665でも強化相の体積分率に関係なく大型複合材料を製造することができた。表4を参照すると、熱膨張係数値は、強化相の体積分率が増加するによって減少することが確認された。

【0037】

〔実施例43乃至50〕

本実施例ではアルミニウム粉末の代わりに6063アルミニウム合金を構成する混合粉末を使用して大型複合材料を製造した。

まず、0.6重量% Si、0.1重量% Cu、0.9重量% Mg、及び0.1重量% Zn粉末をアルミニウム粉末に添加して6063アルミニウム合金の造成比を有する粉末を用意した。

次に、表5に示したとおり17.5~50体積%のSiC粉末を混合してロールミキシング(roll mixing; 400rpm、2時間)を用いて総重1kgの混合粉末を用意した。使用したSiC粉末(Showa Denko、C#320J、C#800J)の平均粒子径は14 μm と40 μm であった。

【 0 0 3 8 】

次に、粉末混合物をるつぼに注入して満たし、るつぼを炉に装入し、表 5 に記載の条件により加熱した後、自然冷却してアルミニウム基地複合材料を製造した。表 5 における弾性の係数 (E)、引張強度 (U T S)、降伏強度 (Y S)、延伸率 (E L) は、T 6 熱処理 (焼き戻し処理) 後に測定されたものである。

【表 5】

| | SiC 粒径 (μm) 体積比率 (%) | 温度 (°C) | 窒 素 (L) | Al (μm) | 時 間 (h) | 窒化 度 | 熱膨張係 数 400°C (μm/ m*°C) | 熱伝導 度 300°C W/(m*K) | E (GPa) | YS (M Pa) | UTS (M Pa) | EL (%) |
|-----------|-------------------------------|------------|---------------|------------|---------------|---------|-------------------------------------|------------------------------|----------------|-----------------|------------------|-----------|
| 実施例 43 | 40, 17.5 | 665 | 3 | 10 | 1.5 | 1.5 | 20.14 | 353.8 | 84 | 329 | 336 | 4.4 |
| 実施例 44 | 14, 17.5 | 665 | 3 | 200 | 2 | 0.5 | 22.48 | 193 | 105 | 306 | 381 | 10 |
| 実施例 45 | 40, 25 | 665 | 3 | 10 | 1.5 | 1.5 | 19.57 | 299 | 90 | 336 | 387 | 4.2 |
| 実施例 46 | 14, 25 | 665 | 3 | 200 | 2 | 0.7 | 17.65 | 198 | 110 | 347 | 420 | 6.4 |
| 実施例 47 | 40, 40 | 665 | 3 | 10 | 2 | 2.4 | 14.88 | 276 | 76 | 312 | 316 | 0.6 |
| 実施例 48 | 14, 40 | 665 | 3 | 200 | 2 | 3.5 | 17.96 | 115 | 137 | | 378 | |
| 実施例 49 | 40, 50 | 665 | 3 | 10 | 1.5 | 7.9 | 12.79 | 187 | 1 | | 175 | 0.2 |
| 実施例 50 | 14, 50 | 665 | 3 | 200 | 2 | 25.3 | 8.94 | 23 | | | | |

表 5 において、E : 弾性の係数 (G P a)、U T S : 引張強度 (M P a)、
Y S : 降伏強度 (M P a)、E L : 延伸率 (%) を示す。

【 0 0 3 9 】

表 5 に、製造された複合材料の引張性質と熱膨張係数及び熱伝導度を表した。

本発明によって製造された複合材料の諸性質は、既存の製造工程を用いて得た性質と近似の結果を示した。本発明で提示した新しい工程は、既存工程に比して相対的に非常に単純な工程であるため、製造費用が大きく節減でき、経済的な工程であることを立証した。

図 4 は、実施例 4 5 で製造した複合材料の微細組織を走査電子顕微鏡で観察したものである。低倍率で観察した結果 (図 4 - a) から S i C 粒子がアルミニウム基地に均一に分布していることが確認された。一方、高倍率で観察した結果 (図 4 - b) から、S i C 粒子と基地の界面で炭化アルミニウム等の反応生成物が生成されていないことが確認された。

【 0 0 4 0 】

〔実施例 5 1 乃至 5 4〕

本実施例ではアルミニウム基地造成と S i C の粒子径を 1 0 μ m にしたことを除いては、実施例 4 3 の場合と同じ方法によってアルミニウム基地複合材料を製造した。製造条件及び製造された複合材料の引張特性を表 6 に表した。表 6 における弾性の係数 (E)、引張強度 (U T S)、降伏強度 (Y S)、延伸率 (E L) は、T 6 熱処理 (焼き戻し処理) 後に測定されたものである、

【表 6】

| | SiC | alloy | 温度 (°C) | 窒素 (L) | Al (μm) | 時間 (h) | 窒化 度 | E (GPa) | YS (MPa) | UTS (MPa) | EL (%) |
|-----------|-----------------------------|-------|------------|-----------|-------------------------|-----------|---------|------------|-------------|--------------|-----------|
| 実施例 51 | 10 μm , 17.5% | 6061 | 665 | 3 | 10 | 1.5 | 1.5 | 84 | 328.6 | 335.9 | 4.4 |
| 実施例 52 | 10 μm , 17.5% | 7075 | 665 | 3 | 200 | 2 | 0.5 | 105 | 306 | 381 | 10 |
| 実施例 53 | 10 μm , 15% | 7050 | 665 | 3 | 10 | 1.5 | 1.5 | 90 | 336 | 387 | 4.2 |
| 実施例 54 | 10 μm , 17.5% | 2009 | 665 | 3 | 200 | 2 | 0.7 | 110 | 347 | 420 | 6.4 |

表 6 において、E：弾性の係数 (GPa)、UTS：引張強度 (MPa)、YS：降伏強度 (MPa)、EL：延伸率 (%) を示す。

【0041】

表 6 を参照すると、製造された複合材料は、強度を始め、軟性も比較的優秀であることが確認できる。

図 5 には、実施例 53 で製造した 7050 AI 基地複合材料の引張破壊面を走査電子顕微鏡で観察した写真を示した。図 5 を基にすると、良好な界面と軟性破壊挙動を示している。

〔比較例 1 乃至 4〕

【0042】

本実施例においては、雰囲気ガスとして窒素ガス代わりにアルゴンガスを使用した。窒素ガス代わりにアルゴンガスを使用したことを除いては、実施例 21 の場合と同様な方法によってアルミニウム基地複合材料を製造した。製造条件及び窒化度結果を表 7 に示した。

【表 7】

| | 強化相 (粒径、体積分率) | | AI 粉末 | アルゴン ガスの量 (L) | 温度 (°C) | 窒化度 (%) |
|-------|--------------------------|--------------------------------|-------|---------------------|------------|------------|
| | SiC | Al ₂ O ₃ | | | | |
| 比較例 1 | 10 μm , 30% | 0 | Pure | 2 | 700 | 0 |
| 比較例 2 | 20 μm , 30% | 0 | Pure | 2 | 700 | 0 |
| 比較例 3 | 10 μm , 17.5% | 0 | 6061 | 2 | 700 | 0 |
| 比較例 4 | 0 | 20 μm , 30% | 6061 | 2 | 700 | 0 |

【0043】

表 7 の全ての実施例において窒化は、起きなかったが、複合材料は製造された。しかし、凝固が完了した後は、相当のアルミニウムが粉末ベッド表面で抜け出して金属状態で存在した。また、製造された複合材料の内部ではアルミニウムの不足により相当の気孔が観察され、健全な複合材料を製造することができなかった。

図 6 には、比較例 4 で製造した複合材料の微細組織を光学顕微鏡で観察した写真を示した。図 6 を基にすると、製造された複合材料には、気孔が多数存在することを確認できたが、これはアルミニウムの不足によるものである。このように気孔が多数存在する複合材

10

20

30

40

50

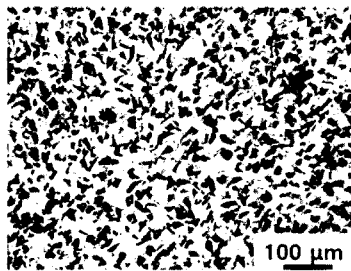
料は、機械的性能を発揮することが出来ないため、商品として販売できない。

以上の結果から健全な微細組織を有する複合材料を製造するためにはガス雰囲気中に一定量以上の窒素が存在しなければならないということを確認することができた。

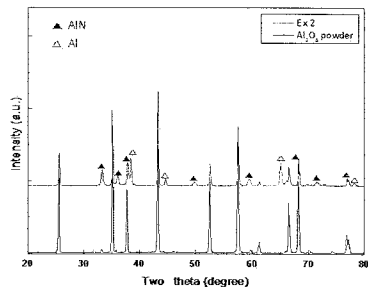
【 0 0 4 4 】

以上、本発明について好ましい実施例を使って詳しく説明したが、本発明の範囲は特定の実施形態に限定されるのではなく、特許請求の範囲によって解釈されなければならない。また、この技術分野で通常の知識を習得した者なら、本発明の技術的範囲内で多くの修正と変形ができることはいうまでもない。

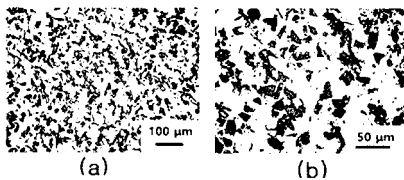
【 図 1 】



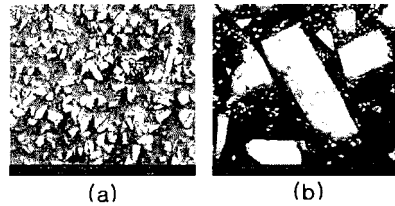
【 図 2 】



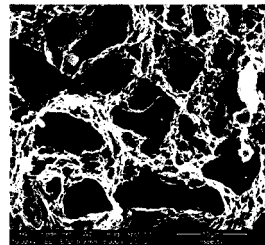
【 図 3 】



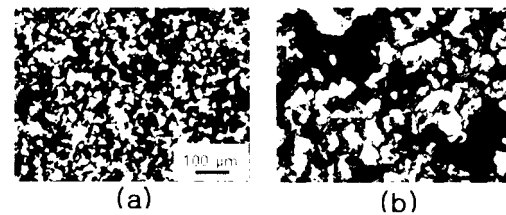
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



フロントページの続き

| (51) Int.Cl. | F I | テーマコード(参考) |
|-------------------------|---------------|------------|
| C 2 2 C 47/14 (2006.01) | C 2 2 C 47/14 | |
| C 2 2 C 49/06 (2006.01) | C 2 2 C 49/06 | |

(72)発明者 アン, ジェ ピョン

大韓民国, ソウル特別市 江南区, 三成路, 2 1 2, 銀馬アパート 1 8 棟 1 1 0 5 号

(72)発明者 キム, ヘ ソン

大韓民国, ソウル特別市 陽川区, 木洞東路, 1 0 ギル, 1 6 - 6, 1 5 0 3 棟 1 4 0 6 号

(72)発明者 チェ, ヒョン ジュ

大韓民国, ソウル特別市, 城北区, 貞陵路, 3 8 8, 東部セントレビルアパート 1 0 3 棟 1 5 0 3 号

F ターム(参考) 4G030 AA07 AA16 AA17 AA36 AA44 AA45 AA46 AA47 AA48 AA49
 AA51 AA52 AA53 AA54 AA61 AA62 AA63 AA64 AA66 CA04
 GA11 GA24 GA27
 4K018 AA15 AB01 AB02 AB03 AB04 AB08 AC01 BA08 BB01 BB04
 BC12 DA13 DA17 DA18 DA33
 4K020 AA02 AA05 AA06 AA08 AA12 AC01 BB08 BB29 BC02
 4K028 AA02 AB02 AC02 AC08