

## SiC 繊維強化炭素複合材料の 放電プラズマ焼結と機械的性質

田 畑 翔 平

Shohei TABATA

物質化学専攻修士課程 2019 年度修了

### 1. 研究目的

炭素粉末は助剤を加えることで焼結体を得ることができる<sup>[1][2]</sup>。炭素粉末の焼結体は多くのセラミックス材料と同様に、破壊試験において応力とひずみが比例しながら増加し、その後瞬間的に破壊する脆性破壊を示すことが知られており、構造材料への利用のために破壊靱性の向上が課題となっている。現在、靱性を向上させるためにセラミックス材料を SiC 繊維で強化し、繊維の引き抜き抵抗による応力の残留を目指した複合材料 (CFCC) が広く研究されている<sup>[3]</sup>。我々のグループでは SiC 繊維で炭素材料を複合強化して放電プラズマ焼結で焼結体を作製した。焼結体を 3 点曲げ試験すると、弾性変形後に繊維の引き抜き抵抗と架橋効果によるものと思われる応力の残留と漸減が観測されたので報告する。

### 2. 実験方法

#### 2.1 炭素材料の調製

炭素粉末 (東海カーボン TGP-7, 平均粒径 8.2  $\mu\text{m}$ ) に Si 粉末 (高純度化学, 平均粒径 45  $\mu\text{m}$  以下, 純度 99.99% 以上) を加えて遊星ボールミル (フリッチュ P-5) で機械的粉碎 (300 rpm, 24 h) して炭素材料を調製し、焼結を行った (印加圧力 100 MPa, 焼結温度 1950°C)。焼結体はひずみゲージを貼り付けて曲げ試験し、曲げ強さを測定した。

#### 2.2 SiC 繊維強化炭素複合材料の調製

SiC 繊維 (チラノ繊維 SA-3 グレード, 平均直径: 10  $\mu\text{m}$ ) を C 粉末 (トーカブラック, 平均粒径: 14 nm) が 7 wt% の濃度になるよう調整したヘキサン溶液に浸漬, 乾燥させて繊維表面に C 粉末

を被覆した。調製した C 被覆 SiC 繊維を黒鉛型に等方的に充填して焼結を行った。焼結には SPS 装置 (富士電波工機 SPS-950 R, 10000 A, 40 t) を用いた (印加圧力 100 MPa, 焼結温度 1950°C)。焼結体はひずみゲージ (山形共和電業 KFGS-1N-120-C1-11L1M2R) を取り付けした 3 点曲げ試験 (支点間距離 15 mm, クロスヘッド速度 0.1 mm/min, プロットサンプリング間隔 0.05 s) により曲げ強さと破壊までの破壊挙動を評価し (米倉製作所 Mini-CATY), FE-SEM (日本電子 JIB-4601F) による破断面とクロスセクションポリリッシャー (CP) で研磨した断面の観察を行った。

### 3. 結果および考察

#### 3.1 炭素材料の評価

3.0-7.0 at% の Si を C に添加して炭素材料を焼結することができた。焼結体の曲げ試験における応力-ひずみ曲線では弾性変形を示す直線的な破壊挙動が観測され、曲げ強さは 30-150 MPa となった。曲げ試験後の破断面を研磨して SEM 観察すると 1.0-3.0  $\mu\text{m}$  程度の SiC が C 中に分散した組織が観測された。

#### 3.2 SiC 繊維強化炭素複合材料焼結体の評価

SiC 長繊維を黒鉛型に等方的に充填して焼結すると、1600°C でも繊維形状の塑性変形が始まり、1750°C 以上の温度域では繊維断面の形状が完全に塑性変形し円形を保たなかった。一方、マトリックスの炭素量が 32.2 vol% になるように調整した SiC 繊維強化炭素複合材料を焼結温度 1950°C で焼結した場合、図 1 の断面 SEM 像に示されるように繊維形状は凡そ円形を保ち、繊維間に均一に C 母材が充填されて繊維同士の界面での焼結を抑制していた。また、C 母材中には新たに SiC の生成が観察された。この SiC の生成については、SiC 繊維中に製造プロセスで分解されなかった酸素が残留していることが XPS 分析で観測されており、焼結中に繊維から生じた SiO ガスが C 母材と反応して生成し

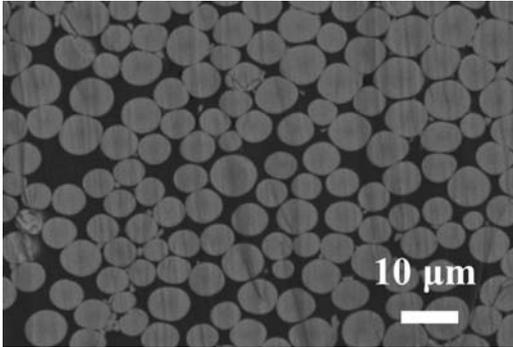


図1 CPed cross section (BEC) of SiC fiber reinforced carbon composite sintered at 1950°C for 20 min. under 100 MPa.

たとえられる。生成した SiC と SiC 繊維間の界面には C 層が残存し、繊維内は C が全体に遊離していた。

焼結体にひずみゲージを貼り付けて3点曲げ試験したところ、曲げ強さは 173 MPa、曲げ弾性率は 230 GPa となり、両数値とも 1600°C で焼結した場合の 120 MPa、93 GPa と比べて高かった。図2に示すように、応力-ひずみ曲線では弾性破壊後にひずみの増加を伴った応力の残留が観測され、ひずみゲージの測定限界以降の破壊を試験片のたわみで観測すると、たわみの増加を伴った応力の漸減が確認された。この応力の残留は C 母材破壊後に繊維が母材同士を架橋して応力を保持し、その後摩擦抵抗を生じつつ母材から繊維が引き抜かれることで応力の

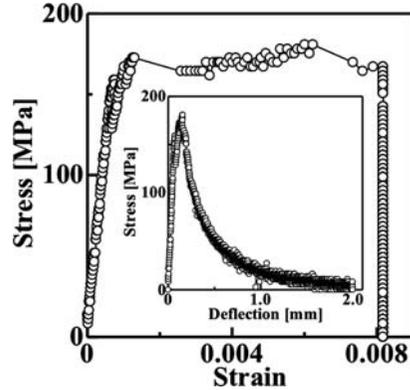


図2 Stress-strain and stress-deflection curves of SiC fiber reinforced carbon composite sintered at 1950°C for 20 min. under 100 MPa.

漸減を生じたと考えられた。

#### 参考文献

- [1] Naoki Toyofuku, et.al, Consolidation of Carbon with Amorphous-Graphite Transformation by SPS, Innovative Processing and Manufacturing of Advanced Ceramics and Composites: Ceramic Transactions.
- [2] Tohru NOBUKI, et.al, Fabrication of multifunctional carbon materials by Pulse Electric Current Sintering, Research Reports of the Faculty of Engineering, Kinki University No.49 (2015), pp.15-23.
- [3] Amir Shojaei, et.al, Multi-scale constitutive modeling of Ceramic Matrix Composites by Continuum Damage Mechanics, International Journal of Solids and Structures, Vol.51 (2014) pp.4068-4081.