

ホットプレス法による SiC/VGCF 短繊維強化 複合セラミックス焼結体の作製と特性 — VGCF 均一分散溶液の選定と複合体特性評価 —

堀口勝三*1・森山実*2・押田京一*3・板屋智之*4

Fabrication and mechanical properties of SiC/VGCF short-fiber reinforced composites by hot-pressing

—Selection of VGCF uniform dispersion solution and characterization of the composite—

HORIGUCHI Katsumi, MORIYAMA Minoru, OSHIDA Kyoichi and ITAYA Tomoyuki

A composite was hot-pressed by adding 3.23 mass% of short fiber VGCF (vapor phase carbon nano-fiber) having a diameter of about 0.15 μm to SiC ceramics.

VGCF was present at the grain boundaries of SiC while maintaining the fiber shape in the composite. By dispersing VGCF with SiC using an aqueous agar solution, the mechanical and electrical characteristics could be improved. Compared with the case where VGCF was not added, the bending strength, the fracture toughness and the electrical conductivity were improved by about 1.92 times, 1.46 times and 400 times, respectively.

キーワード : Ceramics/CNF composite, VGCF, SiC, Characterization

1. 緒 言

セラミックスは、一般的な特徴として、硬度、耐熱性、高温強度、耐食性、化学安定性が良好である¹⁾。しかしながら、破壊靱性が低く、脆くて割れ易いという欠点も備えており²⁾、工業材料とくに機械用部品として用いることを困難としている。一方、CNF (Carbon nano fiber)である VGCF (Vapor grown carbon fiber)³⁾は、気相法により合成された短繊維状のカーボンナノファイバで、熱伝導性、導電性、摺動性に優れており、また軽量で引張強度が大きい特性を有している。もし、セラミックスに VGCF を均一に混合・分散した短繊維強化複合焼結体を作製することができれば、引張強度、破壊靱性、導電性の向上など機械的および電気的特性を向上でき、セラミックス材料の用途拡大を図ることができると予想される。

セラミックスへのカーボンファイバの複合化に関する研究は、直径 10 ミクロン程度の炭素繊維を含め、いくつかの報告がある^{4)~6)}。しかし、近年注目されているサブミクロンの極細の短繊維については実施例が少なく、さらに均一分散が難しく、強度が向上した例はほとんど見当たらない。

本研究では、セラミックス母材として、状態図⁷⁾を参照し、焼結時の 1950°C 程度の高温下において炭素に対して化学的に安定であり、さらに汎用性があり、高い強度を備えた材料である α -SiC を選定した⁸⁾。次に VGCF を α -SiC セラミックス粉末に均一に混合・分散するための分散溶液の検討を行った。8 つの分散溶液候補の中から、VGCF の分散状況が比較的良好であった 5 つの分散溶媒を選定し、さらに特性比較を行うために基準とする 2 つを加えて、実際にホットプレス焼結法を用いて焼結体を作製した。これらのホットプレス焼結体の機械的および電気的特性を調査した。特性評価項目は、密度、曲げ強度、破壊靱性、硬度、ヤング率、電気伝導度等および走査型電子顕微鏡 (SEM) 組織観察である。

その結果、作製した複合材の特性評価および SEM

*1 工学科機械ロボティクス系教授

*2 長野工業高等専門学校名誉教授

*3 工学科情報エレクトロニクス系嘱託教授

*4 工学科リベラルアーツ教育院教授

原稿受付 2022 年 5 月 20 日

による微細組織の観察から、VGCF 分散剤として寒天溶液を用いた場合、VGCF が SiC に最も均一分散した状態で複合化される様子が確認できた。また、このときの SiC/VGCF 複合焼結体は、VGCF 無添加のものと比較して、曲げ強度は 1.9 倍、破壊靱性 K_{IC} は 1.5 倍、電気伝導度は 400 倍に向上できたので、以下に詳細を報告する。

2. 実験方法

2-1 使用原料

表 1 に、強化材として本実験に用いた昭和電工製 VGCF の物性値を示す。気相法により合成された短繊維状のカーボンファイバで、密度約 2000kg/m^3 、直径 $0.15\mu\text{m}$ 、長さ $10\sim 20\mu\text{m}$ の短繊維カーボンナノファイバである。軽量で引張強度が大きく、熱伝導性、導電性が優れている。

マトリックス材として用いた SiC 粉末は、平均粒径 $0.47\mu\text{m}$ の昭和電工製ウルトラデンシック DU A-1 を用いた。Si と C の原子数比でほぼ 1:1 の化学量論組成の微粉末である。本実験に用いた α -SiC には、3mol% の AlN が焼結助剤として加えた。以下、単に SiC と記しても、少量の焼結助剤 AlN が含まれていることに注意する必要がある。

2-2 VGCF 分散溶液の選定実験

まず VGCF をセラミックス原料中に均一に分散・混合するための分散溶媒の選定を実験により行った。表 2 に示すように、VGCF を均一に分散可能かどうか調べるため、ガラス試料容器に 10ml 程度分散溶液の候補 8 種類(B~I)を入れ、さらに VGCF を 20mg 加えた。この試料容器を一分間よく振り、VGCF が分散溶液中に均一に分散するかどうか、2 時間後および 24 時間後に観察をおこなった。その 24 時間後の分散状況の結果概要を表 2 の右欄に記したが(後述する 3-1 節の図 1 の結果も併せて参照)、この中から、時間が経過しても分散状態が比較的均一で良好と思われる分散溶液を 5 種類(B~F)選定した。

なお、分散溶液は、B:寒天、C:セルナ E-503、D:ゼラチン、E:フルフリルアルコール、F:ブチルアルコール、G:アルギン酸ナトリウム、H:デンプン、I:エタノールである。以下、原則として、溶液名が長いので単に試料記号名で代表して呼ぶこともある。

2-3 ホットプレス法による複合焼結体の作製

前節で良好な分散傾向を示した B~F に対して実際に焼結体の作製をおこなった。この他に、特性比較の基準として VGCF 無添加のサンプル(S)、および、

VGCF を添加し分散溶液を蒸留水のみとしたもの(A)の焼結体の作製も加えた。表 3 に、これらの合計 7 サンプルの一覧を示す。SiC セラミックスに VGCF がどの程度均一に複合化できるか、特性評価や SEM 観察により調査した。

焼結体サンプルの作製は、ホットプレス焼結法により以下の方法で行った。まず、ポリエチレン製ボールミルポットに、分散溶液 100g を入れ、VGCF を 2g (3.23mass%) 入れて一度混合し、これにセラミックス原料粉末の SiC および AlN(3mol%AlN-SiC)を所定量(計 60g)追加し、さらにナイロンボールを入れてボールミル装置を用いて 24 時間混合・粉砕をおこない、泥水状のスラリーを作製した。スラリーをバット(底面の平らな容器)に流し、自然乾燥させた。このときの SiC 粉末と VGCF との分散/分離状況を表 3 中に記した。乾燥後、脱バインダ処理を行った。本処理は、乾燥スラリーを磁製容器に入れ、4 時間程度かけて 350°C (VGCF の酸化を防ぐ温度)まで空气中でゆっくり加熱し、1 時間保持した。脱バインダ後、乳鉢を用いて 1mm 程度に顆粒化し、直径 42mm の円筒型黒鉛型に詰めた。これを、ホットプレス焼結炉を用いて、高純度 Ar 雰囲気中 (1.2atm)、 1950°C で 1 時間、HP 圧 28.2MPa の条件でホットプレス焼結をおこなった。ダイヤモンドカッターにより作製した焼結体から試験片を切り出した。また、試料表面は、ダイヤモンドスラリーを用いて研磨した。

2-4 機械的及び電気的特性の測定

作製した焼結体サンプルについて、いくつかの基礎的な機械的及び電気的特性の評価を行った。評価項目は①密度、②曲げ強度、③破壊靱性、④硬度、⑤ヤング率、⑥電気伝導度である。さらに走査型電子顕微鏡 (SEM) により微細組織の観察をおこなった。

高密度は、比重瓶法により 50ml の比重瓶を用いて測定した。空の比重びんの質量 (W_1)、比重びんと試料の質量 (W_2)、比重びんに試料を入れ、さらに水を満たした質量 (W_3)、比重びんに水のみを満たした質量 (W_4) を、電子天秤を用いて測定した。またこのと

表 1 VGCF の物性(昭和電工製 Lot.No.03-02-011)

物性	物性値
密度	$1900\sim 2100\text{ kg/m}^3$
繊維径	$0.15\mu\text{m}$
繊維長	$10\sim 20\mu\text{m}$
アスペクト比	$10\sim 500$
比表面積	$13\text{m}^2/\text{g}$
電気伝導度	7143S/m (0.8g/cm^3 圧縮時の値)
昇華点	$3662\sim 3697^\circ\text{C}$
溶解度	水に溶解しない

表 2 分散溶液の選定

試料名	VGCF 添加量	分散溶液の種類(全量 10m l)	24 時間後の分散状況
B	20 mg	寒天水溶液(寒天パウダー100 mg+70°C蒸留水)	◎：良好に分散維持
C	20 mg	セルナ E-503+エタノール溶液(セルナ 0.5 g+エタノール) (セルナ：中京油脂製エタノール系解膠剤)	○：時間経過後分離
D	20 mg	ゼラチン水溶液(パウダー100 mg+70°C蒸留水)	△：時間経過後分離
E	20 mg	フルフリルアルコール(10ml)	○：時間経過後分離
F	20 mg	ブチラール(10ml)	△：不完全な分離
G	20 mg	アルギン酸ナトリウム水溶液 (パウダー100 mg+70°C蒸留水)	△：時間経過と共に分離
H	20 mg	デンプン水溶液(パウダー100 mg+70°C蒸留水)	△：時間経過と共に分離
I	20 mg	エタノール(10ml)	×：早期に分離

表 3 SiC/VGCF 複合焼結体の作製実験

試料	CNF添加量 VGCF	α-SiC ^{*1}	分散溶液 (全量約 100g)	乾燥スラリーにおける SiC と VGCF の分離状況	HP 焼結 ^{*2}
S	無	60g (100%)	蒸留水 100 g		1950°C×60min, 28.2MPa
A	2g (3.2mass%)	60g (96.8mass%)	蒸留水 100g	×：完全に分離	1950°C×60min, 28.2MPa
B	2g	60g	寒天 1g +70°C蒸留水 99 g	◎：良好に分散	1950°C×60min, 28.2MPa
C	2g	60g	セルナ E-503 5g +エタノール 100ml	○：時間経過後に分離	1950°C×60min, 28.2MPa
D	2g	60g	ゼラチン 1g +70°C蒸留水 99 g	△：時間経過後に分離	1950°C×60min, 28.2MPa
E	2g	60g	フルフリルアルコール20m l +エタノール 80m l	○：時間経過後に分離	1950°C×60min, 28.2MPa
F	2g	60g	ブチラール 20m l +エタノール 80m l	△：不完全な分離を維持	1950°C×60min, 28.2MPa

*1 SiCには、焼結助剤として、AlNを3mol%(3.07mass%)添加されている。

*2 ホットプレス(HP)条件は全試料共通で、Ar 雰囲気中、1950°C×60min、プレス圧 28.2MPa

きの水温も記録した。これらの測定値から次の式を用いて密度 ρ を求めた。

$$\rho = \frac{(W_2 - W_1)S}{(W_4 - W_1) - (W_3 - W_2)} \quad [\text{kg/m}^3] \quad (1)$$

ここで、S は水の密度 $[\text{kg/m}^3]$ であり、測定時の水温にから求まる。

曲げ強度(抗折強度)は JIS R 1601 の規格に沿って 3 点曲げ強さの測定を行った。スパン長は 17.9mm として曲げ破断荷重を測定し、曲げ強度を(2)式より求めた。なお、試験片は幅 4mm×厚さ 3mm、試験機のクロスヘッドの送り速度は 0.5mm/min とした。

$$\sigma_{b3} = \frac{3PL}{2wt^2} \quad [\text{Pa}] \quad (2)$$

ここで、 σ_{b3} ：3 点曲げ強さ $[\text{Pa}]$ 、 P ：試験片が破断したときの最大荷重 $[\text{N}]$ 、 L ：下部支点間距離 $[\text{m}]$ 、 w ：試験片の幅 $[\text{m}]$ 、 t ：試験片の高さ $[\text{m}]$ である。

破壊靱性は、SENB (Single Edge Notched Beam) 法⁹⁾を用いて、応力拡大係数 K_{Ic} の値を求めた。曲げ試験片の中央に幅 0.15mm のダイヤモンドカッターを用いてスリットを付け、3 点曲げ試験をおこなった。なお、この実験において支持具の下部支点間距離は 15.05 mm とした。また、その他の条件は曲げ試験と同様に試験片が破壊するまでの最大荷重を測定し、次

の式を用いて破壊靱性を求めた。

$$K_{Ic} = \frac{3PLY\sqrt{A}}{2wt^2} \quad [\text{Pa} \cdot \text{m}^{1/2}] \quad (3)$$

ここで、 K_{Ic} ：破壊靱性 $[\text{Pa} \cdot \text{m}^{1/2}]$ 、 P ：試験片が破壊したときの最大荷重 $[\text{N}]$ 、 w ：試験片の幅 $[\text{m}]$ 、 t ：試験片の高さ $[\text{m}]$ 、 L ：下部支点間距離 $[\text{m}]$ 、 A ：試験片の溝の深さ $[\text{m}]$ 、 Y ： A/t 比率に依存する係数である。

硬度は、試験印加荷重を 1.96N としてビッカース硬さを測定した。圧痕の対角線長さ d より次の式を用いてビッカース硬さ (Hv) を算出した。

$$H_v = \frac{P}{S} = \frac{1.8544P}{d^2} \quad [\text{Pa}] \quad (4)$$

ここで、 H_v ：ビッカース硬さ $[\text{Pa}]$ 、 P ：試験荷重 $[\text{N}]$ 、 S ：圧痕の表面積 $[\text{m}^2]$ 、 d ：圧痕の対角線の長さの平均 $[\text{m}]$ である。

ヤング率は、JIS に従い、5MHz の振動子を用いた超音波法により測定した。音速の標準として、石英ガラスを用いた。

電気伝導度は四端子法 (電圧降下法)¹⁰⁾を用いて測定した。端子間距離を 17.13mm とし、次の式を用いて求めた。

$$\sigma = \frac{1}{\rho} = \frac{l}{R \cdot A} = \frac{I \cdot l}{V \cdot A} \quad [\text{S/m}] \quad (5)$$

ここで、 σ :電気伝導度 [S/m] l :端子間の距離 [m],
 I :電流 [A], V :電圧 [V], A :試験片の断面積 [m²]
 である。

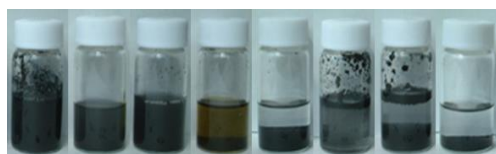
3. 実験結果

3-1 分散溶液の選定実験結果

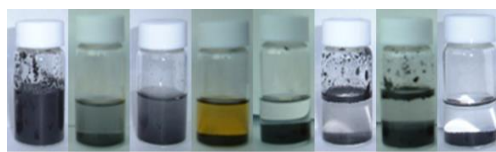
図1に、VGCFを均一に分散させるため、VGCFと分散溶液を混合し、(a)は混合してから2時間経過後の状態、(b)は同じく24時間経過後の状態を示す。B~Iの記号は、表2に示した分散溶液の種類を示す。

2-2節の説明と一部重複するが、この結果から、攪拌後、沈殿・分離が生じず、さらに時間が経過してもほとんど分散状況に変化が見られなかった分散溶液Bの寒天溶液が、VGCF複合化の最も良好な分散溶液候補として選択した。さらに、攪拌直後には分散状況が良好であったが、24時間経過後には分離が進行した分散溶液C(セルナ E-503)とD(ゼラチン)、攪拌後ある程度一様に分散し、残りが沈殿していた分散溶液E(フルフリルアルコール)、また、攪拌直後からもやもやとした霞のように下方に一定濃度で集合していて、なおかつ24時間経過後にもほとんどそのままの状態を維持していた分散溶媒F(ブチルアルコール)も候補として選択した。

以上の5種類(B~F)をVGCF分散溶液候補として選定した。これに、VGCF複合化の効果を調べるために基準として用いるVGCF無添加でSiCに蒸留水だけを加えた条件(S)、分散溶液の影響を調べるためにSiCにVGCFと蒸留水のみを添加した条件(A)、合計7種類について実際に焼結体を作製した。なお、作製するサンプルの原料粉末の量、作業工程、焼結条件などは全て同じとした。



(a) 攪拌2時間後の様子



(b) 攪拌24時間後の様子

図1 分散溶液の選定実験

3-2 焼結体の特性評価

3-2-1 嵩密度と相対密度

図2に、嵩密度と相対密度の測定結果を示す。 α -SiC(6H構造)の理論密度は3211kg/m³、AlNの理論密度は3270 kg/m³であるから、本実験のマトリックスである3mol%AlNを含む α -SiCの理論密度は、複合則を用いて3212.8kg/m³と計算される。これにさらに密度2000kg/m³のVGCFを3.23mass%加えた場合の複合体セラミックスの理論密度は、3151.1 kg/m³と計算される。従って、相対密度は、VGCFを含まないS試料については3mol%AlN-SiCの理論密度(3212.8kg/m³)、VGCFを含むA~F試料は、3.23mass%VGCF-(3mol%AlN-SiC)の密度(3151.1 kg/m³)を基準にした相対密度を求めた。B~Fの結果について、VGCFを複合化した影響を調べる場合は、Sの値を基準として特性を比較し、分散溶液の影響を調べる場合は、Aの値を基準として比較を行う(以下、同様)。いずれの試料も嵩密度で3060 kg/m³以上、相対密度で96.8%以上が得られたが、特にBとF試料が、それぞれ相対密度で98.7%、99.8%を示し、緻密化できた。

3-2-2 曲げ強度

図3に曲げ(抗折)強度の測定結果を示す。VGCF無添加の試料Sと比較して、VGCFを添加した試料は、全体的に曲げ強度が向上した。特にB試料の曲げ強度は498MPaに達し、S試料、A試料それぞれの曲げ強度の1.92倍、1.69倍に向上できた。B試料は、VGCFがSiCセラミックス(マトリックス)に均一に分散されていると予想される。 α -SiC中にVGCFを複合化することで曲げ強度を向上できることがわかった。一方、相対密度が高かった試料Fは、SやAと比較してそれぞれ比較して1.33倍、1.17倍であり、VGCFの分散状態が均一でない可能性がある。

3-2-3 破壊靱性

図4に、SENB法で測定した破壊靱性値 K_{Ic} の測定結果を示す。

破壊靱性は、破壊(脆性)に対する抵抗、すなわち、破壊しにくさの指標を示すが、VGCFを添加した試料は、いずれも試料Sと比較して向上し、試料B、CおよびEが比較的大きく向上した。特に試料Bは、S、A試料と比較して、それぞれ1.46倍、1.22倍に向上できた。破壊靱性値は、曲げ強度と同様の傾向を示していた。

3-2-4 硬度

図5に、ビッカース硬度(Hv)の測定結果を示す。

硬度は、金属材料においては、表面での塑性変形量の測定であるのに対し、セラミック材料においては、

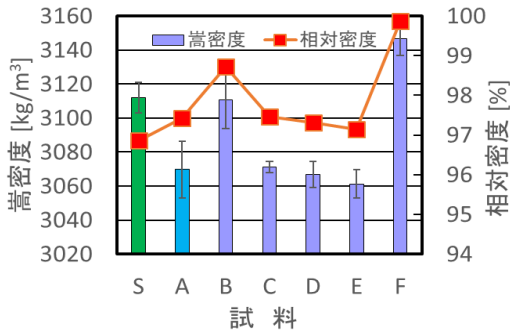


図2 嵩密度および相対密度

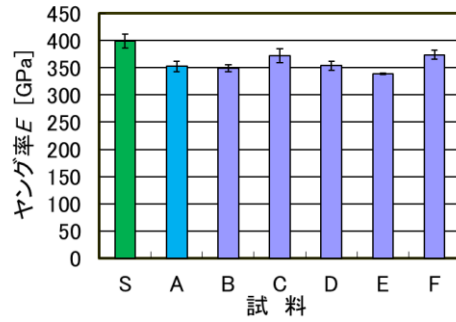


図6 ヤング率 E

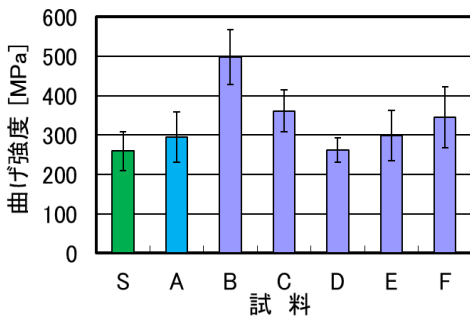


図3 曲げ強度 σ_{bs}

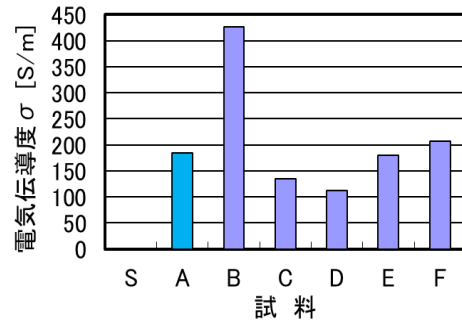


図7 電気伝導度 σ

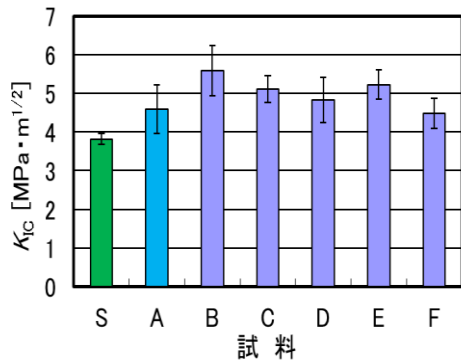


図4 破壊靱性 K_{Ic}

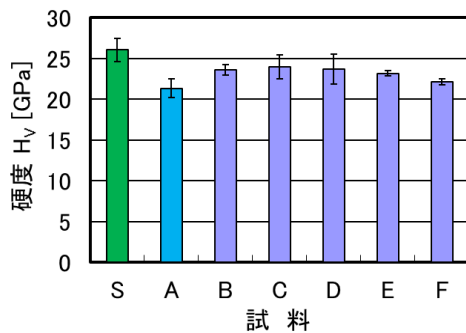


図5 ビッカース硬度 H_v

圧子圧入領域での圧縮，せん断などの複合した破壊を含む複雑な塑性変形に対する抵抗性の測定となる．このため，セラミック材料においては硬度と材料強度との直接的な関連付けは難しいが，実用上は，耐摩耗性などと深く関係した重要な特性値である．図に示すように，VGCF を含まない試料 S が H_v 約 26.1GPa を示して最も高く，VGCF を含んだ試料は，21.4～23.9GPa であった．いずれも 21GPa 以上を有し，焼入れ鋼の 2 倍以上の硬度を有する．VGCF は，SiC よりも硬度が低いことを示している．

3-2-5 ヤング率

図 6 に，ヤング率の測定結果を示す．

ヤング率は，VGCF を含まない試料 S が最も高く，約 399GPa であった．VGCF を含む試料は 339～374GPa であり，試料 S の 88% 程度の値になった．VGCF のヤング率は不明確であり，また短繊維で向きもランダムであるから単純な複合則を用いて推測できないが，SiC のヤング率より低いことは確かと思われる．一般にヤング率の大きい材料ほど高い硬度を示すので，図 5 の結果とも傾向は一致している．

3-2-6 電気伝導度

図 7 に，電気伝導度の測定結果を示す．

電気伝導度は，VGCF 無添加の試料 S では極めて低い値(0.93S/m)になった．これは 3mol%AlN-SiC のみ

の組成で、主成分の SiC が半導体であるためであり、他の報告例⁵⁾ともほぼ一致する値であった。一方で、VGCF を添加した試料についてはすべて電気伝導度が向上した。VGCF はその特徴として高い電気伝導度(圧密度で 7143S/m)を有しており、SiC に複合化することにより導電性が向上したものと考えられる。電気伝導度が単純に VGCF と 3mol%AlN-SiC それぞれの体積分率に比例すると仮定して複合則により 3.23mass% VGCF-(3mol%AlN-SiC)複合体の電気伝導度を求めると、理論的には 364.4S/m 程度まで向上できると推定される。今回の実験では、A~F までの試料で 112~426S/m となり、このバラツキは、VGCF の分布形態が影響していると考えられる。B 試料が 426S/m と際立って大きな値を示した。VGCF が最も均一分散していると推定される。B 試料は、VGCF を含まない試料 S と比較して、電気伝導度は約 400 倍に向上した。

4. 考 察

4-1 セラミックスマトリックス材の選定

セラミックスマトリックス素材の選定にあたり、焼結温度の 1950°C において VGCF すなわち炭素と反応しないことが絶対条件として必要である。表 4 に、文

表 4 VGCF 複合化用セラミックス母材の候補材料

セラミック ス	C との反応性	α
α -SiC	C と反応せず 2830°C まで共存	5.12
β -SiC	C と反応せず	3.8
TiB ₂	2200°C×5 h 相互反応なし.	4.6~5.2
ZrB ₂	2200°C×5 h 相互反応なし.	5.9~6.5
TiC	3080°C で 液相の形成	7.95 7.4
WC	2755°C まで共存	3.84~3.90 5.2~7.3
Si ₃ N ₄	C との反応不詳	2.8~3.2
AlN	C との反応不詳	2.7

α : 熱膨張係数($\times 10^{-6}$) (高融点化合物便覧より.)

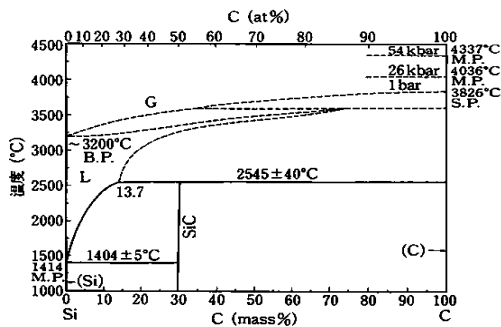


図 8 Si-C 系状態図

献より高温での炭素反応と熱膨張率 α を調べた結果を示す。また、図 8 に、Si-C 系状態図を示す。これらから、Si と C は少なくとも 2545°C までは互いに反応せず、安定して共存可能なことがわかる。また、SiC の他に化合物も存在しない。SiC は、エンジニアリングセラミックスとして特性も良く、入手しやすい。以上のことから、SiC セラミックスを VGCF のマトリックス材として選定した。

4-2 SEM 観察

走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて、焼結体試料の破面の微構造を観察することで、実際に VGCF が複合化されているかどうか、また VGCF の分散状況を調べた。なお、焼結体試料の観察方法としては、焼結体試料を砕き、得られた破片を水酸化ナトリウム水溶液に浸し、その状態で約 95°C で 30 分間腐食した。

図 9 に、VGCF 単独の SEM 観察像を示す。直径 0.15 μ m 程度の長い繊維で、絡まった状態であることが分かる。(b)は、(a)の 5 倍拡大像である。

次に腐食した焼結体サンプルについて SEM にて破断面の微構造の観察をおこなった。図 10 に、試料 B(分散溶液 B の寒天水溶液)を用いた焼結体試料の SEM 像を示す。(a)の像より、繊維状の VGCF が 1950°C の焼結温度でも消失せず、均一分散した状態で分布している。さらに、(b)に示すように拡大して観察すると、VGCF は、SiC の結晶粒界部に存在し、粒内には見当たらない。

以上のことから、VGCF は、SiC の粒界部に高い密度で網目状に存在し、3 次元ネットワークを形成していると推定され、このネットワークの存在が、体積的に均一分散している場合の電気伝導度(364.4S/m)を越えた値(426S/m)を示す原因と考えられる。

図 11 に、試料 A の焼結体の SEM 像を示す。(a)より、分散溶媒を用いなかったにも関わらず VGCF はかなり均一分散されているように見える。さらにこれを拡大した(b)を詳細に調べると、粒界部に部分的に VGCF が過度に密集しているところが何箇所も見られ、この密集した VGCF が、SiC 結晶粒間の結合を弱め、一部粒界部分で離れていることが観察される。このことから、特に 2-2 節で述べた分散溶液実験の段階で VGCF の分散状況の悪い溶液の場合は、焼結体においても VGCF が密集または偏在してしまい、その結果、強度や電気特性などの低下が生じると推測される。

5. 総 括

3mol%AlN 添加 SiC セラミックス(マトリックス)に、カーボンナノファイバー(CNF)である直径約 0.15 μ m の短繊維 VGCF(気相法炭素繊維)を 3.23mass% 添加し

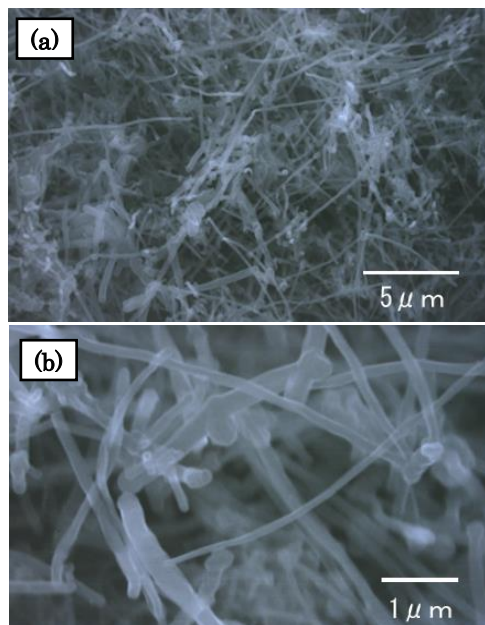


図9 VGCF の SEM 組織

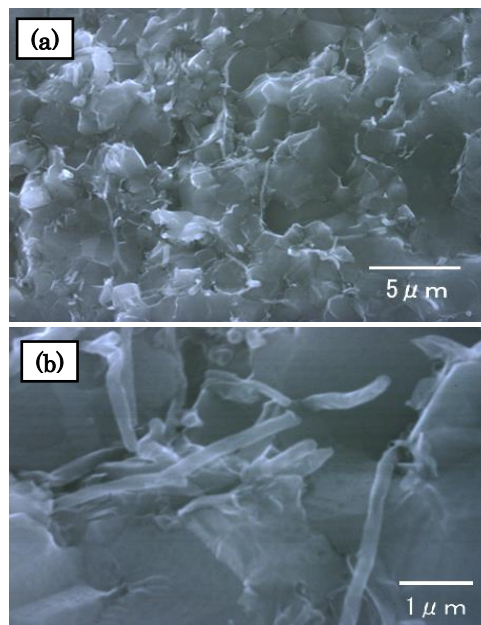


図11 試料 A の SEM 組織

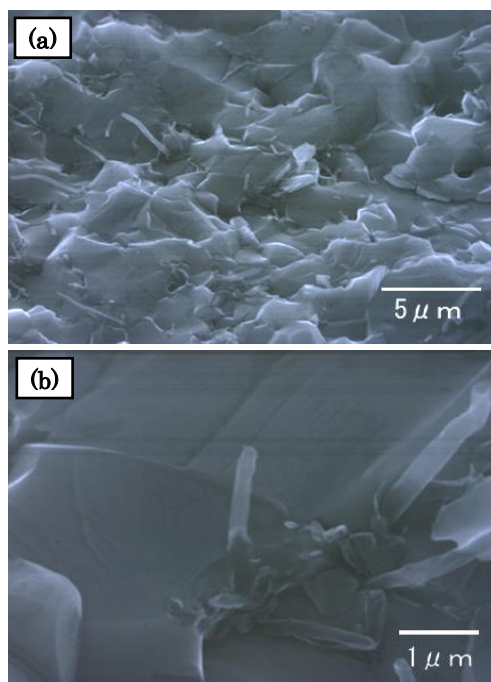


図10 SiC/VGCF 試料 B の SEM 組織

た複合焼結体を作製したところ、以下のことが分かった。

- (1) SiC セラミックスに VGCF を複合化することができた。SEM による微構造観察により、VGCF が消失せず繊維形状を維持したまま SiC の結晶粒界部に存在する様子が確認できた。
- (2) SiC に VGCF を混合する場合、用いる分散溶液の種類により VGCF の分散状況が大きく変化し、焼

結体特性に影響を与える。分散溶液として寒天水溶液を用いた場合、VGCF を均一分散でき、最も良好な特性が得られた。

- (3) SiC に VGCF を複合化(繊維強化)することにより、機械的特性や電気的特性を向上できた。VGCF を添加しない場合と比較して、寒天水溶液を用いた場合、曲げ強度は約 1.92 倍、破壊靱性は約 1.46 倍、電気伝導度は約 400 倍に向上できた。

参 考 文 献

- 1) 守吉佑介, 笹本忠, 植松敬三, 伊熊泰郎:「セラミックスの基礎科学」, pp.179-196, 内田老鶴圃(1989.4)
- 2) 曾我直弘:「初級セラミックス学」, pp.113-144, アグネ(1982.7)
- 3) 昭和電工(株) VGCF カタログ
- 4) Xu Ma, Haodong Sun, Sijie Kou, Shangwu Fan, Juanli Deng, Litong Zhang, Laifei Cheng: “Flexural strength and wear resistance of C/C-SiC brake materials improved by introducing SiC ceramics into carbon fiber bundles”, *Ceramics International*, Vol.47, pp.24130-24138(2021.5)
- 5) I.J. Davies and R.D. Rawlings: “Mechanical properties in compression of low density carbon/carbon composites”, *Composites*, Vol.25, No.3, pp.229-236(1994.3)
- 6) K. Suzuki, K. Nakano, T. Ishikawa, Y. Kanno, T.W. Chou: “Characterization of 3D-carbon fiber

- reinforced SiC composite”, *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, Vol.21, No.3, pp.493-502 (2000.3)
- 7) 阿部弘, 川合実, 菅野隆志, 鈴木恵一朗: 「エンジニアリングセラミックス」, pp.16-21, 技報堂出版 (1984.9)
- 8) ファインセラミックス事典編集委員会編: 「ファイ
ンセラミックス事典」, pp.578-612, 技報堂出版 (1987.4)
- 9) 松野外男, 若井史博, 岡田正見, 奥田博: 高強度セラミックスのノッチドビーム法による破壊靱性. 窯業協会誌, Vol.90, No.5, pp.21-28(1982.5)
- 10) 中沢達夫, 藤原勝幸, 押田京一, 服部忍, 森山実: 「電気・電子材料」, pp.144-148, コロナ社(2005.1)