

放電プラズマ焼結(SPS)法による SiC/VGCF セラミックス 複合焼結体の作製とその機械的特性

堀口勝三*¹・森山実*²・押田京一*³

Manufacturing and mechanical properties of spark plasma sintered SiC/VGCF composite ceramics

HORIGUCHI Katsumi, MORIYAMA Minoru and OSHIDA Kyoichi

In order to produce a carbon nano-fiber reinforced composite ceramics SiC/VGCF, 0-12.5mass% (2.5mass% step) of VGCF is added to the SiC matrix, and using the spark plasma sintering (SPS) method, it was sintered at 1700-1750°C for about 11 minutes under a mold pressure of 40 MPa and evaluated for its properties.

A relative density of 99.8% or more was obtained at the range from 2.5 to 10.0 mass%VGCF. The bending strength showed the maximum strength of 528 MPa at 5 mass%VGCF, which was 1.11 times higher than 474MPa at 0%VGCF. The fracture toughness $5.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ at 5 mass%VGCF was improved by 1.11 times from $4.52 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ at 0%VGCF. The electrical conductivity showed 0.12 to 2318.0 S/m, which greatly improved in proportion to the VGCF content.

キーワード : FRC, VGCF, SiC, spark plasma sintering

1. 緒 言

気相法炭素繊維(Vapor grown carbon fiber, VGCF)は、短繊維状のカーボンナノファイバで、導電性があり、軽量で引張強度が大きい特性を有する。一方、セラミックス焼結体は、硬度、耐熱性、高温強度、耐食性(化学的安定性)は良好であるが、破壊靱性(破壊に対する抵抗値)が低く、割れやすい欠点がある。もし、セラミックスにVGCFを均一に分散・混合した焼結体を得ることができたら、破壊靱性や引張強度の向上、比強度(引張強度/かさ密度)の向上を図ることができ、用途が格段に拡大できる。

セラミックスに炭素繊維を複合化する研究については、長い炭素繊維を用いて SiC などのエンジニアリングセラミックスに複合化する方法^{1), 2)}がほとんどであった。

著者らは、これまでの研究^{3), 4)}で、ホットプレス(HP)焼結法を用いて SiC セラミックスに VGCF を混合した複合焼結体を作製し、その機械的及び電気的な基礎特性を評価した。その結果、適当な分散剤を用いると、曲げ強度、破壊靱性、電気伝導度の向上が見られることがわかった。

本研究では、ホットプレス法より短時間で能率よく焼結可能な放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering, SPS)法⁵⁾を用いて、VGCFの添加量を0, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5mass%(体積分率に換算すると、0, 3.96, 7.80, 11.5, 15.1, 18.7vol%)に変化させた SiC/VGCF セラミックス焼結体を作製し、曲げ強度、破壊靱性などの機械的特性および電気伝導度(電気的特性)が最大となる VGCF 添加量ならびにその最大特性値を調べることを目的とした。

2. 実 験

2-1 原料

実験に用いた VGCF の物性を表 1 に示す。気相法を用いて成長させたカーボンナノファイバ(CNF)で、真

*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

原稿受付 2023年5月19日

表 1 VGCF の物性(昭和電工製 Lot.No.03-02-011)

物性	物性値
かさ密度	43 kg/m ³
真密度	1900~2100 kg/m ³
電気伝導度	7143 S/m (0.8g/cm ³ 圧縮時の粉体電気伝導度)
昇華点	3662~3697℃
繊維径	0.15μm
繊維長	10~20μm
アスペクト比	10~500
比表面積	13 m ² /g
溶解度	水に溶解しない

表 2 SiC 原料粉末の組成と粒径

成 分 [mass%]			平均粒径 [μm]
SiC	フリーC	その他	
98.4	0.90	0.70	0.46

表 3 AlN 原料粉末の組成と粒径

成 分 [mass%]			平均粒径 [μm]
N	O	その他	
33.3	1.0	0.18	1.8

密度約 2000kg/m³ と軽く、直径約 0.15μm の細長い繊維である。SiC セラミックス原料粉末は、平均粒径約 0.46μm の昭和電工製ウルトラデンシック DU A-1 を主成分として用いた。SiC は、少なくとも 2830℃までは C と反応せず、また、SiC よりも C リッチな化合物は存在しない。SiC は難焼結性なので、焼結助剤として AlN 粉末(電気化学工業製 AP-10)を 3mol%(質量分率に換算して 3.065mass%)添加した。表 2 および表 3 に、SiC、AlN 原料それぞれの成分表と平均粒径を示す。SiC/3mol%AlN 複合体の密度は、理論密度 SiC: 3211(α-SiC-6H), AlN: 3270kg/m³ を用いて求めると、3212.8 kg/m³ となる。

2-2 試料調整

セラミックス混合溶媒には、ボールミルを用いる場合、主に水系とエタノール系の 2 種類が用いられるが、VGCF の分散剤として水(70℃の蒸留水)に溶かした寒天を用いるので、ボールミル混合溶媒は蒸留水(70℃)とした。SiC はボールミルによるメカノケミカル反応で水と反応しない。ボールミルポットは、250ml 容量のナイロン製ポットと直径 10mm のナイロン製ボールを用いた。

表 4 に、寒天パウダー、VGCF、α-SiC、ボールミル溶媒及び焼結助剤粉末の添加量を示す。まず、ボールミルポットに(ボールは入れない状態で)約 70℃の蒸留水 100g と寒天 1g を入れて混合し、分散溶液を作成した。次に、分散溶液が入ったポットに VGCF のみを入れ、分散溶液に混合した。よく振って VGCF を完全に均一分散させてから、α-SiC セラミックス粉末とその助剤粉末 AlN を振り掛けるようにして追加し、さ

らによく振り混合した。最後に、ナイロンボールを半分の容積程度を入れ、ボール・ミル装置を用いて 24 h 混合・粉砕し、スラリーを作製した。

スラリーを乾燥後磁製容器に入れ、脱有機物処理を行った。脱有機物処理は、2.5 時間程度かけて 350℃程度まで空気中でゆっくり加熱し、3 時間保持した。この間、有機物が残らないようにスラリーを 1 時間経過するごとに 1 回かき回した。乾燥したスラリーをビニル袋に入れて粉砕し、1mm 程度に顆粒化した。

2-3 放電プラズマ (SPS) 焼結

一回の焼結分の乾燥顆粒を直接 SPS 型(黒鉛型)に詰め、図 1 に示す構造の SPS 炉を用いて、真空中、1700-1750℃で約 11 分(660 s)間、SPS 圧力 40MPa(プレス全圧は、φ20mm の試料に換算して 12.55kN)の条件で SPS 焼結した。SPS 焼結は、基本的にはホットプレス構造であるが、焼結時に黒鉛型に電圧を印加し、型内にプラズマを発生させて大電流を流し、プラズマのエネルギーを利用してセラミックスなどの焼結を促進させる方法である⁵⁾。表 5 に試料形状や複合体理論密度、表 6 と図 2 に具体的温度設定パターンを示す。焼結に伴う、温度、収縮などのデータを Excel ファイルに収集し、作製数は各条件で 2 個とした。なお、黒鉛型の内側は、カーボンペーパー(厚さ 0.2mm)で覆った。作製した焼結体から、JIS 曲げ試験片(断面サイズ約 3×4mm)およびヤング率測定用試験片をダイヤモンドカッター型切断機により切出した。試験片表面はダイヤモンドスラリーを用いてポリッシングした。

2-4 特性測定

嵩密度は、ピクノメータ法⁶⁾により 50ml の比重瓶を用いて測定した。電子天秤を用いて、 W_1 : 空の比重びんの質量[kg]、 W_2 : 比重びんと試料の質量[kg]、 W_3 : 比重びんに試料を入れ、さらに水を満たした質量[kg]、 W_4 : 比重びんに水のみを満たした質量[kg]を測定した。また、このときの水温も記録した。これらの測定値から(1)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 [kg/m³] であり、測定時の水温から求まる。

硬度は、対面角が 136 度のダイヤモンド四角すい圧子を用い、圧子印加荷重 P を 9.8N(圧子印加質量 1kgf)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(2)式を用いてビッカース硬さ (H_v) を算出した。

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

ここで、 H_v : ビッカース硬さ [Pa]、 P : 試験荷重 [N]、 S : 圧痕の表面積 [m²]、 d : 圧痕の対角線の長さの平均

表 4 SiC/VGCF 複合体の粉末調整と分散溶媒

No	VGCF 分散溶媒	VGCF 量 [g]	マトリックスセラミックス量 SiC/3mol%AlN [g]	マトリックスセラミックス量内訳		セラミックと VGCF 総量 [g]
				α -SiC 量 [g]	AlN 量 [g]	
1 SiC/ 0mass% -VGCF	寒天 1g +蒸留水(70°C)100ml	0 (0mass%) (0vol%)	60.00	58.161	1.839	60
2 SiC/ 2.5mass% -VGCF	寒天 1g +蒸留水(70°C)100ml	1.500 (2.5mass%) (3.96vol%)	58.50	56.707	1.793	60
3 SiC/ 5.0mass% -VGCF	寒天 1g +蒸留水(70°C)100ml	3.000 (5.0mass%) (7.80vol%)	57.00	55.253	1.747	60
4 SiC/ 7.5mass% -VGCF	寒天 1g +蒸留水(70°C)100ml	3.750 (7.5mass%) (11.5vol%)	46.25	44.832	1.418	50
5 SiC/10.0mass% -VGCF	寒天 1g +蒸留水(70°C)200ml	5.000 (10.0mass%) (15.1vol%)	45.00	43.621	1.379	50
6 SiC/12.5mass% -VGCF	寒天 1g +蒸留水(70°C)200ml	6.250 g (12.5mass%) (18.7vol%)	43.75	42.409	1.341	50

表 5 試料形状と体積, 複合体系論密度, 焼結量(1 回分)と作製数

試料	SPS 型の試料形状と体積	複合体系論密度*1 [kg/m ³]	HP 焼結 1 回分の所要量 体積×密度 [g]
1 SiC/ 0mass% -VGCF	円筒形 Φ20.0×7.4 t mm 体積 2323.6 mm ³	3212.8 α -SiC のみ	7.47 焼結数 2 個
2 SiC/ 2.5mass% -VGCF	円筒形 Φ20.0×7.4 t mm 体積 2323.6 mm ³	3164.82 (SiC/3mol%AlN) +2.5mass%VGCF	7.35 焼結数 2 個
3 SiC/ 5.0mass% -VGCF	円筒形 Φ20.0×7.4 t mm 体積 2323.6 mm ³	3118.25 (SiC/3mol%AlN-) +5.0mass%VGCF	7.25 焼結数 2 個
4 SiC/ 7.5mass% -VGCF	円筒形 Φ20.0×7.4 t mm 体積 2323.6 mm ³	3073.03 (SiC/3mol%AlN) +7.5mass%VGCF	7.14 焼結数 2 個
5 SiC/10.0mass% -VGCF	円筒形 Φ20.0×7.4 t mm 体積 2323.6 mm ³	3029.11 (SiC/3mol%AlN) +10.0mass%VGCF	7.04 焼結数 2 個
6 SiC/12.5mass% -VGCF	円筒形 Φ20.0×7.4 t mm 体積 2323.6 mm ³	2986.43 (SiC/3mol%AlN) +12.5mass%VGCF	6.94 焼結数 2 個

*1: 複合体系論密度は, VGCF : 2000 kg/m³, (SiC/3mol%AlN) : 3212.8 kg/m³ として求めた。

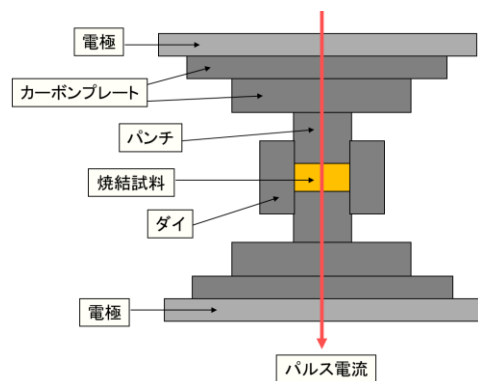


図 1 放電プラズマ焼結(SPS)装置の原理図

表 6 SPS- SiC/VGCF セラミックスの詳細焼結条件

No.	時間 [min]	温度 [°C]	プレス圧 [MPa]
0	0	0	40
1	6	600	40
2	16	1550	40
3	18	1650	40
4	19	1680	40
5	20	1700	40
6	22	1720	40
7	24	1730	40
8	27	1740	40
9	31	1750	40
10	Power off		

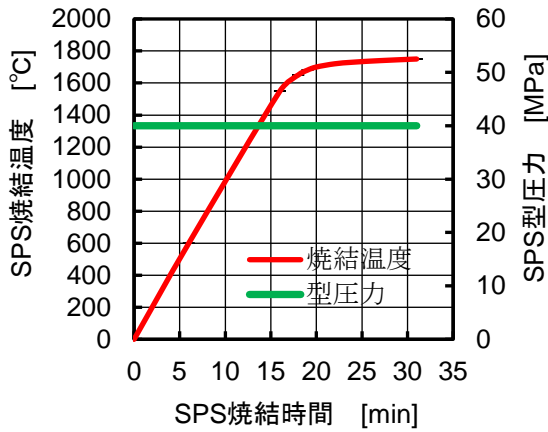


図2 SPS 焼結時の温度とプレス圧力の時間変化

値[m]である。

曲げ強度(抗折強度)は, JIS R 1601 の規格に沿って 3 点曲げ強度の測定を行った。スパン長を 15.05mm とし, 曲げ破断荷重を測定し, 曲げ強度を(3)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。

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

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

3 点曲げ試験時におけるひずみゲージを用いたヤング率測定 η は, 上記抗折試験における応力荷重 P とひずみ ε の直線的な関係を用いて, (4)式より求めた。

$$E_{b3} = \frac{3L(P_2 - P_1)}{2wt^2(\varepsilon_{S2} - \varepsilon_{S1})} \quad [\text{Pa}] \quad (4)$$

E_{b3} : 3 点曲げ法により求めたヤング率[Pa], P : 荷重[N] (荷重直線部の任意の 2 点, $|P_1| < |P_2|$), L : 支持ロール間距離[m], w : 試験片の幅[m], t : 試験片の高さ[m], ε_S : P_1 と P_2 点に対応したひずみゲージの値 ε_{S1} , ε_{S2} である。

破壊靱性は, SENB (Single Edge Notched Beam) 法⁸⁾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約 1mm の深さのスリット(溝)を入れ, 3 点曲げ試験を行った。抗折試験と同様に試験片が破壊したときの最大荷重を測定し, (5)式を用いて破壊靱性を求めた。

$$K_{Ic} = \frac{3PL\sqrt{A}}{2wt^2} Y \quad [\text{Pa} \cdot \text{m}^{1/2}] \quad (5)$$

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[N], w : 試験片の幅[m], t : 試験片の高さ[m], L : 下部支点間距離[m] (15.05mm),

A : 試験片のスリットの深さ[m], Y : A/t 比率に依存する係数(本実験条件の場合約 1.8~2.0)である。

表面粗さは, 触針式表面粗さ計(ミツトヨ, サーフテスト SV-400)を用いて, 平均粗さ R_a を測定した。

電気伝導度(抵抗率の逆数) σ は, 4 端子法(電圧降下法)⁹⁾を用いて(6)式より求めた。

$$\sigma = \frac{l \cdot I}{S \cdot V} \quad [\text{S/m}] \quad (6)$$

ただし, l は電圧端子間距離 [m](17.0mm), I は電流端子に直列に接続した直流電流計の読み[A], S は試料断面積 [m^2], V は電圧端子間に並列に接続した直流電圧計の読み [V]である。

表面の組織は, 試料を砕き, 走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて試料破面を観察した。結晶相と格子定数は, Cu-K α 線を用いた X 線回折法により求めた。

3. 結果と考察

3-1 密度

SiC マトリックスに VGCF を 0~12.5mass% (2.5mass% ステップ)添加し, 放電プラズマ焼結(SPS)法を用いて, 真空中, 1700~1750°C で約 11 分間, 型圧力 40MPa で焼結した VGCF カーボンナノ繊維強化 SiC セラミックス(SiC/VGCF)複合焼結体を作製し, 焼結体の機械的特性および電気伝導度(電気的特性)を調べた。

図 3 に, 嵩密度および相対密度を示す。横軸は, VGCF 含有量[mass%]を示す(以下同様)。VGCF 含有量とは反比例して, 嵩密度は, 3190.9 から 2962.3 kg/m^3 まで低下した。密度の小さい VGCF(約 2000 kg/m^3)を含ませることにより, かなり軽量化を図れることが分かった。嵩密度を理論密度で除して求めた相対密度は 99%以上を示し, 特に, 2.5~10.0%の VGCF 含有量の場合, 99.8%以上が得られた。

3-2 硬度と曲げ強度

図 4 に, ビッカース硬度と 3 点曲げ強度(抗折強度)を示す。硬度は, VGCF 含有量が多いほど低下し, 21.9 から 8.8GPa までかなり低下した。VGCF の硬度が低いと思われる。

一方, 曲げ強度は, 335 から 528MPa を示し, 特に 5mass%VGCF を含む場合, 最高の強度を示した。VGCF を含まない 0%の場合と比較して, 1.11 倍に向上できた。セラミックスマトリックスに VGCF を含ませる研究報告は少ないが, 強度向上(短繊維強化)を図れた例として貴重な実験結果である。

3-3 破壊靱性値とヤング率

図 5 に, 破壊靱性値(K_{Ic})と 3 点曲げ法で求めたヤング率を示す。破壊靱性値は, 曲げ強度に類似した特性

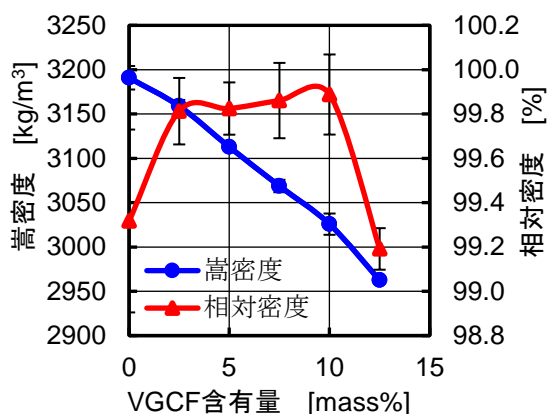


図3 高密度と相対密度

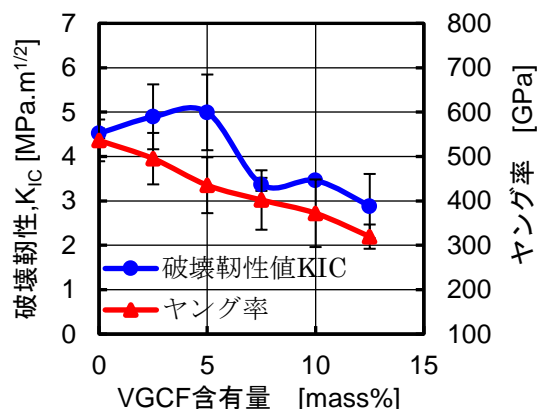


図5 破壊靱性値(K_{IC})とヤング率

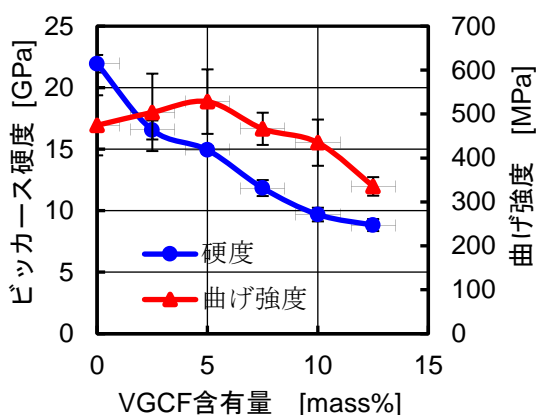


図4 ビッカース硬度と3点曲げ強度

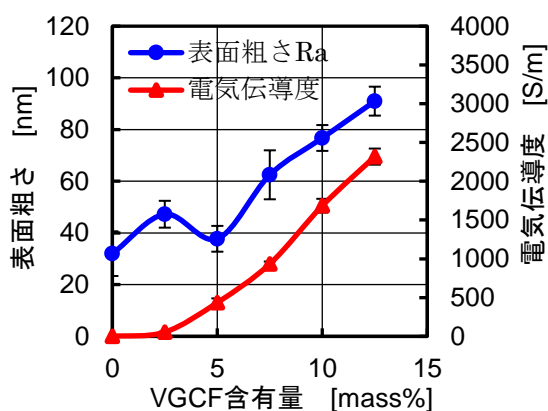


図6 表面粗さ Ra と電気伝導度

を示し、0%時の 4.52 から 5%VGCF 含有時の 5.00MPa·m^{1/2}まで、約 1.11 倍に向上できた。向上幅は小さいが、VGCFを用いて SiC セラミックスの強靱化を図ることができた。

ヤング率は、536 から 320GPa まで、VGCF 含有量が多いほど低下した。VGCF のヤング率が SiC のヤング率よりも小さいことが原因と思われる。

3-4 表面粗さ、電気伝導度

図6に、表面粗さ(平均粗さ Ra)と電気伝導度を示す。表面の平均粗さ Ra は、VGCF 含有量に比例して粗くなったが、その Ra 値は 32~91nm 程度であり、全体として鏡面が得られた。工業上の用途には、いずれの含有量のものでも表面粗さの点では支障は生じない。

電気伝導度は、0.121~2318.0S/m を示し、VGCF 含有量に比例して大幅に向上した。いずれも、半導体領域の電気伝導度である。2.5mass%以上の VGCF を含めば、放電加工(1S/m 以上)も可能となる。軽量で耐食性や機械的強度を有する導電性セラミックスが必要とする場合、本セラミックスは有望な素材となり得る。

3-5 SEM 組織

図7に、走査型電子顕微鏡(SEM)組織を示す。SiC マトリックスセラミックスに VGCF 繊維が糸状に含まれ、比較的均一に分散していることが分かる。いずれの組織においても、SiC 結晶粒の粒界部分に VGCF が存在していることが認められる。このことから、SiC 結晶粒を包むように VGCF が網目状に繋がり、電子はこの網目状の VGCF 繊維を伝わって電流が流れ、導電性が向上すると考えられる。また、機械的強度の面から見ると、VGCF 同士の塊が発生すると、そこに空洞部分が発生して、硬度、曲げ強度、破壊靱性値などの強度が低下するが、そのような空洞部分は見られず、SiC マトリックスセラミックスに密接に接しながら、均一分散しているように見受けられる。このため、強度向上や強度特性維持を図ることができたと考えられる。

3-6 他文献との比較

今回の実験結果を短繊維で強化を図った他文献と比較した。その結果を表7に示す。相対密度、曲げ強度、破壊靱性値いずれも、短繊維の複合化により特性が向上したり低下したりいろいろであるが、全体として、

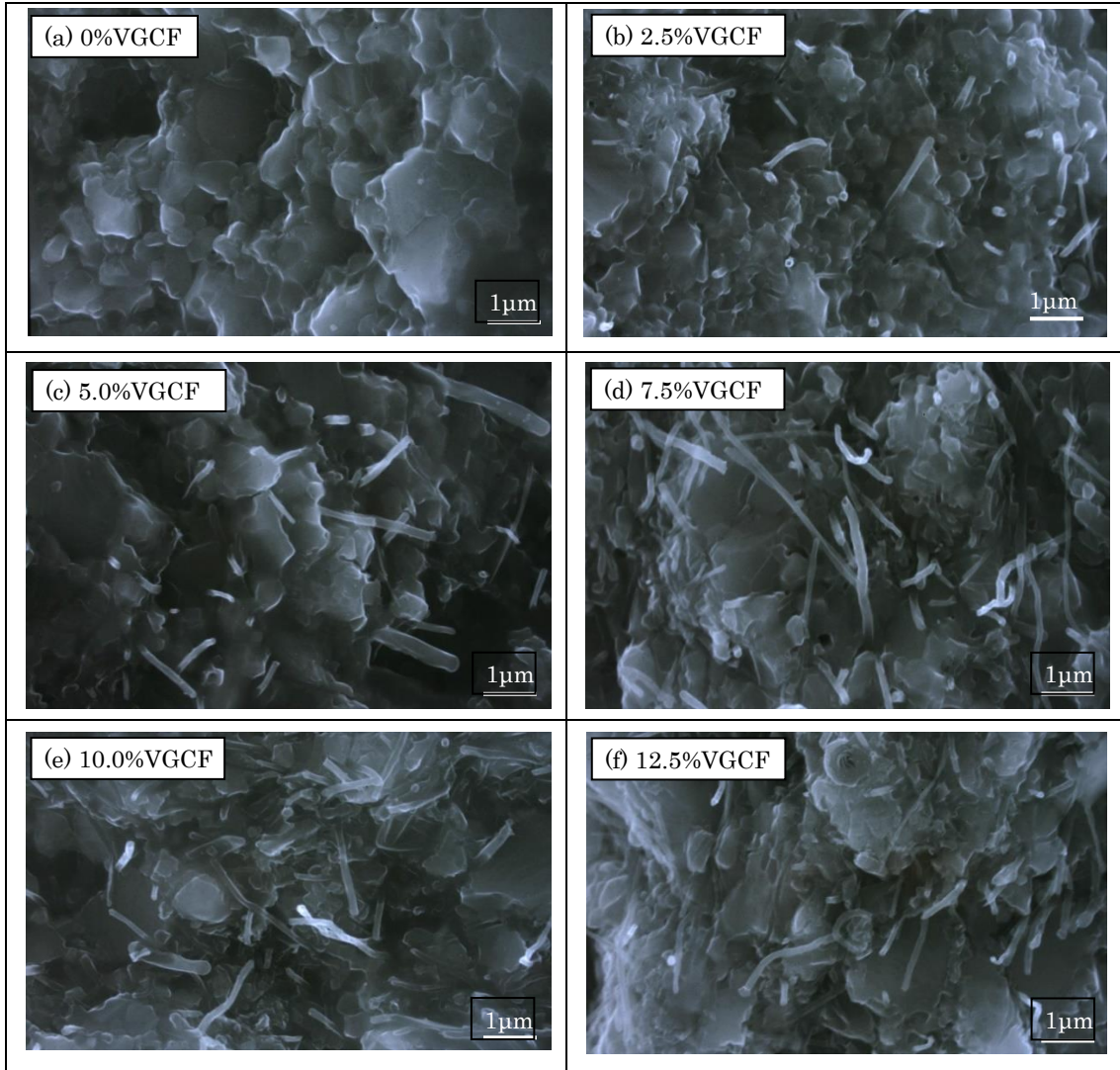


図7 SiC(0~12.5mass%VGCF)の破面のSEM組織

表7 短繊維強化SiCセラミックス複合材料に関する主要特性の比較(文献上の比較)

作製方法	マトリックス	Cf(カーボンファイバ) [μm]	相対密度 [v%] ^{*1} [%]	曲げ強度 [MPa]	破壊靱性値 [MPa・m ^{1/2}]	文献
ホットプレス法	α-SiC	Φ0.15×(10-20)L	0v% 99.3% 7.8v% 99.8%	0v% 474 7.8v% 528	0v% 4.52 7.8v% 5.00	本実験
Si 含浸法:熱処理による特性向上	SiC (含浸法)	Φ7.0 の炭素繊維ブリフォーム	30v% 2350 (密度[kg/m ³])	30v% 300 30v% 360	(←熱処理なし) (←1600℃熱処理)	10)
DiW+CVI+Si 含浸プロセス ^{*2}	SiC (含浸法)	Φ7.5×200L	-	17.5v% 274	17.5v% 5.84	11)
ホットプレス法	β-SiC	ポリカルボンシラン (PCS)前駆体ポリマー	0v% 91 20v% 97	0v% 300 20v% 395	0v% 3.9 20v% 6.8	12)
ホットプレス法	α-SiC	Φ10×(3000-5000)L	0v% 99.6 20v% 98.1	0v% 490 20v% 270	0v% 2.1 20v% 5.3	13)
ドクターブレード法	SiC	Φ14×1000L (SiC 繊維)	10v% 3090 20v% 3120 (密度[kg/m ³])	10v% 330 20v% 367	10v% 3.23 20v% 3.24	14)

*1: 相対密度欄の[v%]は、含有するカーボンナノファイバの体積分率[vol.%]を示す。曲げ強度、破壊靱性値欄も同様。

*2: DiWはdirect ink writing法, CVIはchemical vapor infiltration法(化学気相含浸法)の各プロセスを示す。

曲げ強度と破壊靱性値は、短繊維強化されている例が多いと言える。特性の変化も度合いも作製方法により大きく異なり、目的や用途に応じて、作製方法から検

討する必要がある。

4. 総括

SiC マトリックスに VGCF を 0~12.5mass% (2.5mass%ステップ)添加し, 放電プラズマ焼結(SPS)法を用いて, 真空中, 1700~1750°Cで約 11 分間, 型圧力 40MPa で焼結した SiC/VGCF セラミックス複合焼結体を作製し, 焼結体の機械的特性および電気伝導度(電気的特性)を調べた結果, 次のことが分かった.

- (1) 相対密度は 99%以上を示し, 特に, 2.5~10.0mass%VGCF 含有量るとき, 99.8%以上が得られた.
- (2) 硬度は, 21.9 から 8.8GPa まで VGCF 含有量が多い程低下した.
- (3) 曲げ強度は, 335 から 528MPa を示した. 特に 5mass%VGCF のとき最高の強度を示し, 0%時の 474MPa から 1.11 倍に向上できた.
- (4) 破壊靱性値は, 2.9~5.0MPa \cdot m^{1/2} まで変化した. 0%時の 4.52 から 5mass%VGCF 含有時の 5.0MPa \cdot m^{1/2}まで, 約 1.11 倍に向上できた.
- (5) ヤング率は, 536 から 320GPa まで, VGCF 含有量が多い程低下した.
- (6)電気伝導度は, 0.12~2318.0S/m を示し, VGCF 含有量に比例して大幅に向上した.
- (7) SEM 組織観察により, VGCF は, SiC マトリックスセラミックスの粒界部分に均一に分散して複合化されていると推測された.

参 考 文 献

- 1) Xin-Bo He, Xin-Ming Zhang, Chang-Rui Zhang, Xin-Gui Zhou, An-Chen Zhou: "Microstructures and mechanical properties of Cf/SiC composites by precursor pyrolysis-hot pressing", *Materials Science and Engineering: A*, Vol.284, No.1-2, pp.211-218(2000.5)
- 2) Zhou Changcheng, Zhang Changrui, Hu Haifeng, Zhang Yudi, Wang Zhiyi: "Preparation of 3D-Cf/SiC composites at low temperatures", *Materials Science and Engineering: A*, Vol.488, No.1-2, pp.569-572(2008.8)
- 3) 堀口勝三, 森山実, 押田京一, 板屋智之: 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- 長野工業高等専門学校紀要第 56 号, 1-6, pp.1-8(2022.6)
- 4) 堀口勝三, 森山実, 押田京一: 放電プラズマ焼結法によるセラミックス/Carbere 複合焼結体の作製と特性評価. 長野工業高等専門学校紀要第 57 号, 1-3(2023.6)
- 5) 鴫田正雄: 放電プラズマ焼結(SPS)法によるセラミックス焼結の現状と将来性. *セラミックス*, Vol.49, No.2, pp.91-96(2014.2)
- 6) 中澤達夫, 藤原勝幸, 押田京一, 服部忍, 森山実: 「電気・電子材料」, pp.138-144, コロナ社(2005.1)
- 7) 日本規格協会編: 「JIS ハンドブック 35 セラミックス JIS R 1602(1995)ファインセラミックスの弾性率試験方法」, pp.320-326, 日本規格協会(2007.6)
- 8) 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)
- 9) 中澤達夫, 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)
- 10) Jianjie Hao, Jiayan Li, Xiaolei Shi, Ping He, Wei Shi, Yi Tan: "Changes in microstructure and mechanical properties of the carbon fiber and their effects on C/SiC composites", *Materials Characterization*, Vol.193, No.112334, pp.1-12 (2022.11)
- 11) Zhongliang Lu, Yuanlin Xia, Kai Miao, Sai Li, Langping Zhu, Hai Nan, Jiwei Cao, Dichen Li: "Microstructure control of highly oriented short carbon fibers in SiC matrix composites fabricated by direct ink writing", *Ceramics International*, Vol.45, No.14, pp.17262-17267(2019.10)
- 12) Xiulan He, Yingkui Guo, Zemin Yu, Yu Zhou, Dechang Jia: "Study on microstructures and mechanical properties of short-carbon-fiber-reinforced SiC composites prepared by hot-pressing", *Materials Science and Engineering A*, Vol.527, No.11-2, pp.334-338(2009.11)
- 13) You ZHOU, Hideki HYUGA, Kiyoshi HIRAO, Yukihiko YAMAGUCHI: "Processing and Tribological Properties of SiC/Carbon Short Fiber Composites", *Journal of the Ceramic Society of Japan*, Vol.114, No.4, pp.323-328(2006.4)
- 14) Jae-Seol LEE, Katsumi YOSHIDA, Toyohiko YANO: "Influence of Fiber Volume Fraction on the Mechanical and Thermal Properties of Unidirectionally Aligned Short-Fiber-Reinforced SiC composites", *Journal of the Ceramic Society of Japan*, Vol.110, No.11, pp.985-989(2002.11)