

炭化けい素繊維及びアルミナ繊維で強化した アルミナ複合材料の作製と機械的特性

窯業部 ○神野 好孝, 國生 徹郎
機械金属部 浜石 和人・森田 春美

1. はじめに

セラミックスの強度及び靱性を向上させる手段としては、繊維強化、粒子分散強化、積層強化などの方法が用いられている。アルミナは機械的強度や硬度が高く、物理的・化学的安定性に優れており、最も普及したファインセラミックス材料であるが、靱性や耐熱衝撃性が小さいので、用途にも限界がある。アルミナをマトリックスとする系では、粒子分散強化、積層強化^{1) 2)}、ウイスカ強化が一般的で、長繊維強化の例は少ない³⁾。

本研究は、マトリックスとしてアルミナを、強化長繊維として炭化けい素繊維及びアルミナ繊維を用い、酸化及び真空中で1000℃～1400℃で焼成し、複合材の破壊と強度について検討を行った。セラミックス複合材料の作製にはホットプレスを用いるのが一般的であるが、常圧焼結及び真空焼結での作製を試みた。

2. 実験方法

実験に用いた材料を表1に、セラミックス複合材料の作製方法を図1に示す。ポリプロピレン製シートの枠に繊維を平行に糊付けして一軸配向シート(135mm×95mm)を作製した。なお、この実験には無処理のものと同繊維シートを2V%の六方晶系窒化ホウ素(以下BNと呼ぶ)スラリーに浸し、繊維表面にBN粉末を付着させたBN処理のものを使用した。これらのシートをアルミナスラリーに浸し、吸引脱泡して単繊維間にスラリーを充填した後、積層して200Nの荷重(0.017MPa)を加え、室温で固化させた。

110℃で乾燥後、切断して、酸化及び真空中で、昇温速度5℃/min.にて、1000℃、1200℃、1400℃の各温度に1時間保持して焼成した。比較のためホットプレスにて1200℃で焼成した。

焼成体はアルキメデス法により密度を測定した。強度試験では3×4×35mmに加工し、スパン30mm、クロスヘッド0.05mm/min.で3点曲げ試験にて曲げ強度を測定した。また、切断面は研磨し、曲げ試験の破断面はそのまま走査電子顕微鏡(以下SEMと呼ぶ)観察を行った。

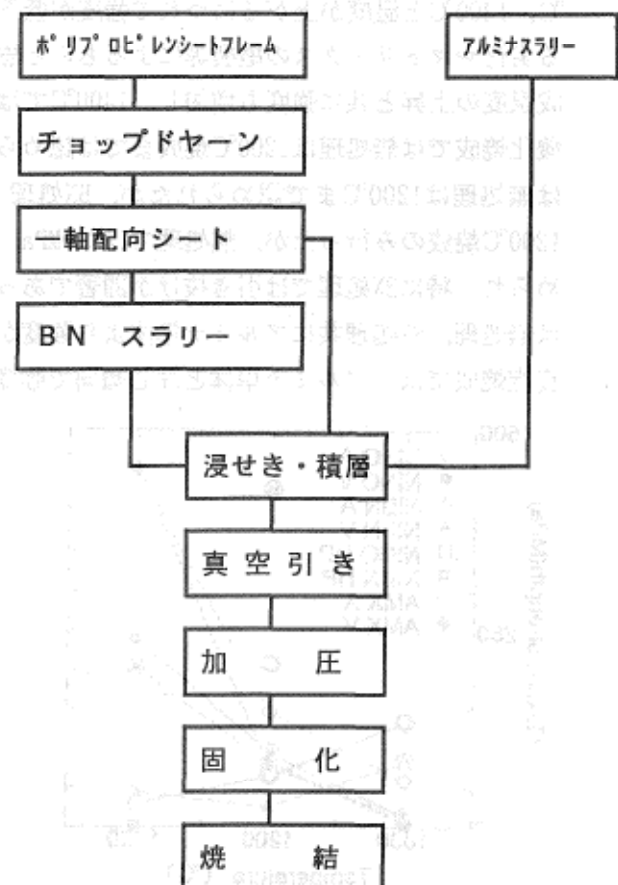


図1 セラミックス複合材料の作成方法

表1 用いた原材料

原料	メーカー	品質・規格
マトリックス アルミナ	住友アルミ精錬(株)	D ₅₀ 0.5 μm; 密度 3.98g/cm ³ ; 0.05%MgO
長繊維 炭化けい素(ニカソ)	日本カーボン(株)	NL401; 500 ファイバ-/ヤ-ン; 密度 2.30g/cm ³
アルミナ(アルマックス)	三井鉱山(株)	1000 ファイバ-/ヤ-ン; 密度 3.6g/cm ³
BN	電気化学工業(株)	粒径 1-5 μm; 密度 2.26g/cm ³

3. 結果と考察

図2に無処理の炭化けい素繊維で強化した真空焼成1400℃の試料の断面写真を示す。この図より、繊維の周囲はアルミナで充填されていることがわかる。炭化けい素繊維で強化した試料では繊維体積分率(以下Vfと呼ぶ)は約18~22%であった。曲げ試験の結果を図3に示す。図中でNIは炭化けい素繊維, NOは無処理, BNはBN処理, AMXはアルミナ単体, Aは酸化焼成, Vは真空焼成, HPはホットプレス, ○印は引き抜けが認められたことを示す。酸化焼成では無処理, BN処理共に1000℃が最も強度が大きく, 1200℃, 1400℃と温度が上がるにつれて強度が低下する傾向にある。これは炭化けい素繊維の酸化による劣化やマトリックスの亀裂等によるものと思われる。一方, 真空焼成では無処理, BN処理共に焼成温度の上昇と共に強度も増加し, 1400℃では200MPa以上を示した。繊維の引き抜けについては, 酸化焼成では無処理は1200℃焼成までは認められ, BN処理では1000℃のみ認められた。真空焼成では無処理は1200℃まで認められたが, BN処理では1400℃焼成まで認められた。ホットプレスでは1200℃焼成のみ行ったが, 無処理では210MPa, BN処理では430MPaを示し, 共に繊維の引き抜けが認められ, 特にBN処理では引き抜けが顕著であった。アルミナ単体と比較すると, 1000℃酸化焼成では無処理, BN処理共にアルミナ単体より強度が大きい, 1200℃, 1400℃では小さくなっている。真空焼成では, アルミナ単体と同じ傾向で強度は増加するが1400℃ではアルミナ単体の約半分とな

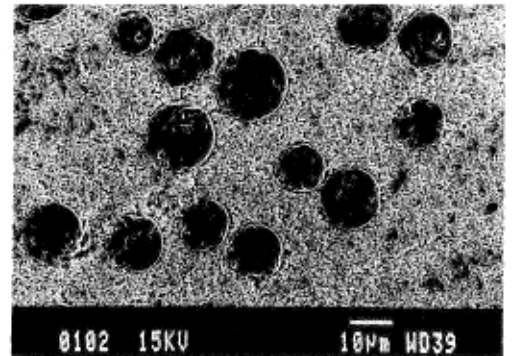


図2 炭化けい素繊維/アルミナ複合材料の真空1400℃焼成の断面SEM写真

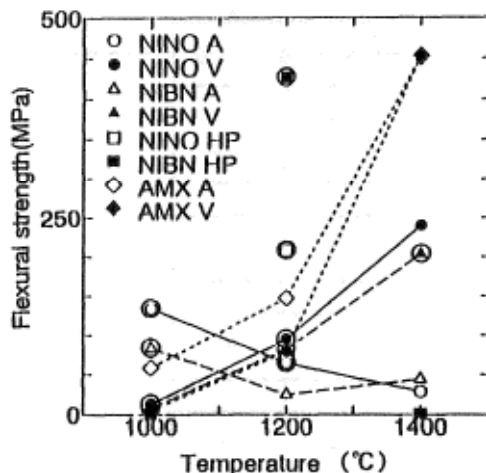


図3 炭化けい素繊維/アルミナ複合材料の焼結温度と曲げ強度の関係

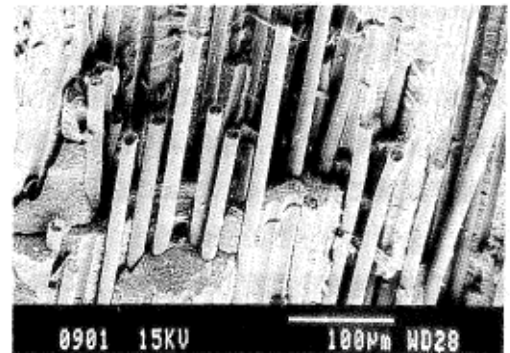


図4 炭化けい素繊維/アルミナ複合材料のホットプレス1200℃焼成の曲げ試験破面のSEM写真

っている。これらはいずれも冷却の際に繊維よりマトリックスの収縮が大きいために亀裂が発生したためと思われる。図4に無処理、ホットプレス1200℃の曲げ試験破面のSEM写真を示す。

次にアルミナ繊維で強化した試料ではVfは19~22%であった。曲げ試験結果を図5に示す。図中でALはアルミナ繊維を示す。酸化焼成では無処理は温度上昇と共に強度も増加するが、BN処理は温度上昇につれて強度が低下する。一方、真空焼成では無処理、BN処理共に焼成温度の上昇と共に強度が増加しているが、1400℃では1200℃とほとんど変わらなかった。繊維の引き抜けについては酸化焼成では、無処理では1200℃まで認められるが、1400℃では認められない。BN処理では1000℃のみ認められ、1200℃以上では認められなかった。真空焼成では、無処理、BN処理共に1200℃までは認められ、1400℃焼成では認められなかった。ホットプレスは1200℃焼成で無処理では380MPa、BN処理では430MPaを示し、共に繊維の引き抜けは認められなかった。これはアルミナ繊維がマトリックスと一体化したものである。アルミナ単体と比較すると、1000℃酸化焼成では、無処理、BN処理共にアルミナ単体より強度が大きいが、1200℃、1400℃では無処理は大きくなるが、BN処理は小さくなっている。真空焼成では1000℃、1200℃では大きいが、1400℃ではアルミナ単体の約1/3になっている。これはアルミナ繊維が劣化したためと思われる。

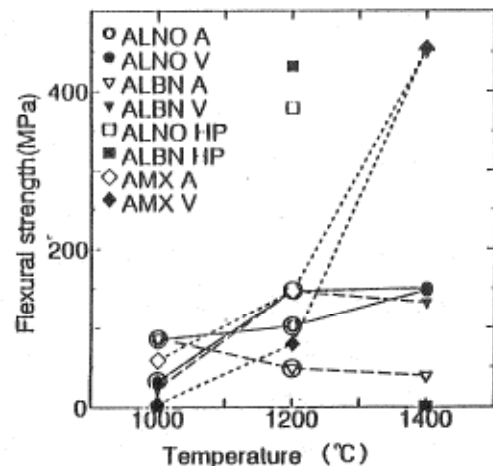


図5 アルミナ繊維/アルミナ複合材料の焼結温度と曲げ強度の関係

4. おわりに

マトリックスとしてアルミナを用い、強化長繊維として炭化けい素繊維及びアルミナ繊維を用いた複合材の破壊と強度について検討を行った結果、以下のことがわかった。

- ①炭化けい素繊維は、真空焼成等の非酸化雰囲気焼成では補強効果があるが、酸化雰囲気焼成では繊維の酸化による劣化等により焼成温度の上昇とともに強度が低下した。
- ②アルミナ繊維は、1200℃程度まではある程度の補強効果はある。
- ③BN処理は非酸化雰囲気焼成では引き抜けの発現効果があるが、酸化雰囲気焼成ではBNが酸化したものと考えられ、強度が低下した。

参考文献

- 1) 武部, 森永, 日本セラミックス協会学術論文誌96[12]1149-1156(1988)
- 2) 勝木, 他, Journal of the Ceramic Society of Japan 101[9]1068-1070(1993)
- 3) D. Shin, H. Tanaka, J. Am. Ceram. Soc. 77[1]97-104(1994)