室蘭工業大学
学術資源アーカイブ
Muroran Institute of Technology Academic Resources Archive

炭素繊維で強化したNITE-SiC基複合材料の強度特性に関する研究

メタデータ	言語: Japanese
	出版者:
	公開日: 2023-12-04
	キーワード (Ja):
	キーワード (En):
	作成者: Jung, SangHyun
	メールアドレス:
	所属:
URL	https://doi.org/10.15118/0002000158

氏　　名	JUNG SANGHYUN(ｼﾞｮﾝ ｻﾝﾋｮﾝ)
学位論文題目	炭素繊維で強化したNITE-SiC基複合材料の強度特性に関する研究
論文審査委員	主査　教　授　岸本　弘立
	准教授　澤口　直哉
	准教授　葛谷　俊博

論文内容の要旨

学位論文はNITE法で製作した炭素繊維強化SiC基複合材料（C/SiC複合材料の）の強化材に使用する炭素繊維の機械特性や微細組織が C/SiC 複合材料の強度と靭性に及ぼす影響について多面的な評価を行ってまとめたもので、全7章からなっている。第1章の序論で研究背景と把握しておくべき知見を述べている。C/SIC複合材料は安価な炭素繊維と耐酸化性のSiCマトリックスを組み合わせた材料で、様々な製造方法で20世紀から研究されている材料であるが、本研究の主要テーマであるナノ含侵遷移共晶相法（NITE法）でC/SiC複合材料が製作された歴史は無く、中間素材の開発と複合材料の試作の段階にある。概ねSiC/SiC 複合材料と炭素繊維強化プラスチックの延長線上の知見で開発が進められているが、強化材である炭素繊維の強度特性や界面反応性の体系的な知見が無い。本章では研究において基本となる背景と強化繊維の種類や特徴について述べている。第2章ではNITE法による複合材料の製造法とプロセス条件に伴う評価内容について述べている。特にNITE法では焼結前のプリプレグの段階で繊維束内部にマトリックス原料を配置するのは課題であるが、本研究で用いる一方向繊維（UD）のプリプレグへの含侵手法を基礎にして、将来の織布への含侵手法の研究を行っている。第3章では室温における機械特性評価で、引張試験、曲げ試験による強度評価とSENB法による靭性評価を実施している。強度試験における強度と弾性率の比較から、製造時に導入されるマトリックスの導入されるクラックの影響を論じ、併せて炭素繊維の強度特性が製造プロセスから影響を受けている可能性を指摘した。またSENB 試験による靭性評価では炭素繊維の種類によって複合材料のマトリックスクラック形成に対する抵抗力に大きな差があることを指摘した。第 4 章は高温エネルギーシステムなどでの使用環境における挙動研究のために、NITE C/SiC複合材料の高温引張強度研究を行っている。2 種類の繊維とも 1000℃においては室温よりも引張強度と弾性率が向上する。1830℃で製造された C/SiC 複合材料は室温においては大きな熱ひずみを有するが、高温ではひずみが緩和されるので設計における尤度が増加することを示した。第 5 章は走査電子顕微鏡と透過電子顕微鏡を用いた微細組織評価である。SEMによるマトリックスクラックの評価から、炭素繊維とSiCマトリックスの熱膨張率差によって、製造時に導入されるマトリックスクラック数が全く異なることを示した。TEM観察では、炭素繊維の種類により微細組織がアモルファスから結晶質まで全く異なっており、アモルファス組織の炭素繊維は NITE

法のプロセスの中で、焼結時の加圧による結晶化、もしくは焼結助剤との化学反応により、繊維が大きな損傷を受けることを示し、プロセス時における結晶性繊維の安定性を見出した。第 6 章は高温加圧下における炭素繊維の結晶化挙動を評価するために、熱間等方圧加圧による炭素繊維の処理と引張試験を行って、NITE プロセス時の高温加圧の影響と、化学反応の影響を分けて評価することを試み、第 7 章で総括としている。

ABSTRACT

This thesis aims to contribute establishment of high performance aerospace system, quality energy source for the future by development advanced ceramic composites. NITE C/SiC composites are expected to have attractive properties due to its high strength at elevated temperature and high toughness due to their carbon fiber reinforcement, but the compatibility of the NITE method and various carbon fibers had not been noted. This thesis focuses on the effect of the mechanical properties of the fibers to the properties of C/SiC composites and discusses the character modifications caused by the NITE process to find out the appropriate carbon fibers. This thesis consists of seven chapters.

The chapter 1 is an introduction, where importance of advanced materials developments toward aerospace and energy systems in future. Especially the character and detail of various carbon fibers essential to advance the research are described.

The chapter 2 presents the NITE process including outlines of preparation intermediate materials for the production of preforms, sintering method.

The chapter 3 cares mechanical property characterization at room temperature of NITE C/SiC composites reinforced various carbon fibers. Tensile and flexural strength evaluations reveal that the strength strongly depends on the carbon fibers, and elastic modulus characterization suggests micro-crack initiation on SiC matrix during the NITE process. Fracture resistance characterization reveals that the pitch-based and having microstructural oriented carbon fibers show high crack propagation resistance while the PAN based one does not though its quasi-elongation behaviors is observed.

The chapter 4 cares high temperature tensile tests of the C/SiC composites. The strength and elastic modulus tended to be higher than these at room temperature.

The chapter 5 provides microstructural characterization using SEM, TEM and EDX. TEM and EDX observation reveal that grain growth and chemical reactions are different among the fibers. The pitch-based carbon fibers having oriented microstructure have crystalized grains and seem to be stable during the NITE process though slight microstructural modifications are observed on the fiber/matrix interface. The interface of PAN-Based fiber and SiC matrix are significantly reacted and the grains are grown. These suggests to be reason of lower strength of the composite.

The chapter 6 provides the investigation of high temperature and pressure effects for

carbon fibers. The fibers are treated in a hot-isostatic pressing device and applied high temperature and pressure to distinguish chemical reaction effects during the NITE process.

The chapter 7 is summary of the thesis.

論文審査結果の要旨

論文はNITE法で製作した炭素繊維強化SiC基複合材料（C/SiC複合材料の）の炭素繊維の材料特性が複合材料の強度と靭性に及ぼす影響についての研究をまとめたもので全7章からなる。第1章は研究背景、第2章は複合材料の製造法に関する内容である。第3章では室温での強度試験と靭性評価を行い、同一のプロセスで成型しても、強化材に使用する炭素繊維により強度と靭性の両面で大きな差が生じることを示した。第4章はNITE C/SiC複合材料が1000℃までの高温環境では引張強度が低下しないことを示した。第5章では電子顕微鏡を使用した解析を行った内容である。走査電子顕微鏡を用いてのマトリックスクラック形成の評価では、SiCと熱膨張率が大きく異なる異方性ピッチ系繊維、PAN系繊維の複合材料では成型時にマトリックスクラックが発生するが、繊維の弾性率が小さい場合はマトリックスクラック生成が抑制され、強度特性が安定することを示した。透過電子顕微鏡を用いた組織観察では、結晶性の低いPAN系繊維、等方性ピッチ系炭素繊維は、成型後に繊維内部に粗大なグラファイト結晶の成長が観察され、焼結助剤との反応相を生じるなど、NITEプロセス下では組織安定性が低いことがわかった。一方で結晶性の高い異方性ピッチ系繊維は繊維の外周部にグラファイトの結晶成長が観察されるものの、炭素繊維内部に大きな組織変化は観察されないことが示された。第6章はHIP装置を用いて炭素繊維の耐熱性評価を実施した内容でである。第5章において組織安定性の高かった異方性ピッチ系繊維であっても、結晶性の高い高弾性率の繊維はNITEプロセス後に

脆化する一方で、比較的弾性率の低い繊維は特性がほぼ変化せず耐熱性を十分に有することを見出した。以上の研究から炭素繊維の結晶性が組織安定性と耐熱性の双方に影響して結果としてC/SiC複合材料の強度特性を決定しており、異方性ピッチ系炭素繊維の中で、低弾性率の繊維がNITEプロセスに適するという結論をまとめている。公開発表会は令和5年8月8日15時より教育研究6号館K613室で実施し、論文審査とそれに関連した試問を行った。審査会の参加者は主査、副査を含めて11名であった。15時から15時45分まで論文についての発表、その後15時45分から16時30分まで活発な質疑応答が行われ、長期の高温環境下での使用で本研究成果が十分に適用できるかの検討が不足しているなどの指摘はあったものの、NITE法で使用する炭素繊維が有するべき要素を見出して整理しており、高温用セラミックス材料開発に資する研究であったとして、博士（工学）の学位論文として価値あるものと認め、審査は合格と認めた。