

反応溶融含浸法による CMC の緻密化に及ぼす原料組成の影響

Effect of raw material composition on CMC densification by Reactive Melt Infiltration

佐藤匠¹⁾

指導教員 加藤太朗²⁾, 古井光明²⁾, 藤原力³⁾, 武田道夫³⁾

- 1) 東京工科大学大学院工学研究科サステナブル工学専攻材料グリーンプロセス研究室
- 2) 東京工科大学大学院工学研究科サステナブル工学専攻
- 3) 東京工科大学片柳研究所セラミックス複合材料センター

キーワード: セラミックス複合材料, 反応溶融含浸法, 多孔質 C

1. 緒言

航空機産業では、航空機の燃費向上による省エネルギー化と、航空機が排出する二酸化炭素量の削減が強く望まれている。そのため航空機エンジン部材の耐熱性向上と軽量化が求められている。

そこでセラミックス複合材料 (CMC: Ceramic Matrix Composites), その中でも SiC マトリックスと SiC 繊維を複合化した SiC/SiC 系 CMC が最も注目されている。現行のエンジン部品に使用されている Ni 基超合金の最高使用温度が 1150°C であるのに対して、CMC は 1400°C での使用が可能であり、密度も Ni 基超合金の 1/3 程度と軽量である¹⁾。CMC が実現すれば機体の軽量化、冷却の負担軽減などにより航空機の燃費向上による省エネルギー化と、航空機が排出する二酸化炭素量の削減が実現されると考えられる。

2. 研究目的

SiC/SiC 系 CMC の製造方法は主に、ポリマー含浸焼成法 (PIP: Polymer Infiltration Pyrolysis), 化学気相含浸法 (CVI: Chemical Vapor Infiltration), 反応溶融含浸法 (RMI: Reactive Melt Infiltration) の 3 種類のプロセスに分類される²⁾。このうち、RMI 法では PIP 法や CVI 法と比べ短時間でより緻密な CMC を作製することが可能である。RMI 法は毛細管現象を利用しプリフォーム

(前駆体) 内に溶融ケイ素 (Si) を含浸させ、プリフォーム中の炭素 (C) と Si の反応により SiC マトリックスを形成する方法である。

空隙の半径を r , 液体の密度を ρ , 液体の表面張力を γ , 接触角を θ , 重力加速度を g , 溶融 Si の粘度を η とし、毛細管現象による溶融 Si の含浸高さ h を式(1), 浸透速度 v を式(2) に示す。

$$h = \frac{2\gamma \cos \theta}{\rho g} \quad (1)$$

$$v = \frac{r\gamma \cos \theta}{4\eta} \cdot \frac{1}{h} \quad (2)$$

これらの式から空隙の半径が小さいと含浸高さは大きいが含浸速度は小さく、半径が大きいと含浸高さは小さいが含浸速度は大きいことがわかる。Si を十分に浸透させるためには適正な孔径を持つ多孔質 C である必要があると考えた。

そのため、微細かつ多孔質な C を形成するスラリー組成の組み合わせの調査と、その組み合わせを使用した CMC の作製を本研究の目的とする。

3. 実験方法

3.1 多孔質 C を形成する組み合わせの調査

スラリーに使用するフェノール樹脂と造孔材を混合させ、硬化・炭化試験を行い、炭化物の微細構造を観察した。ここで使用した造孔材は熱可塑性樹脂であるポリビニルブチラール (PVB) をはじめ

とする5種類の造孔材[PVB, ポリエチレングリコール(PEG), フタル酸ジブチル(DBP), エチレングリコール(EG), ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)]である。

3.2 多孔質Cを使用したCMCの作製

3.1で有望と思われたDBPを選定し、スラリーに配合しCMCを作製した。CMCの作製手順を以下の図1に示す。

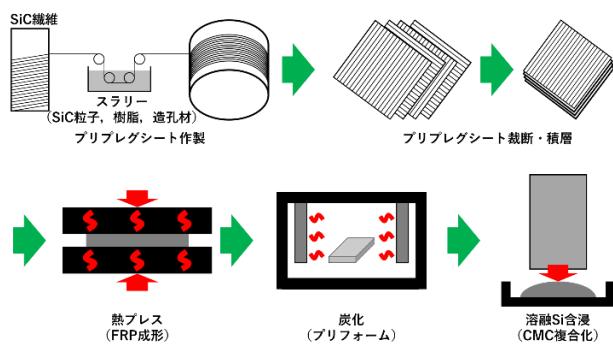


図1 CMC製造プロセス

得られたCMCは内部組織を観察することにより、Siの浸透状況を確認した。

4. 実験結果および考察

4.1 多孔質Cを形成する組み合わせの調査

フェノール樹脂と造孔材から成る液体を硬化・炭化し、炭化物の断面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した。SEM画像を図2に示す。

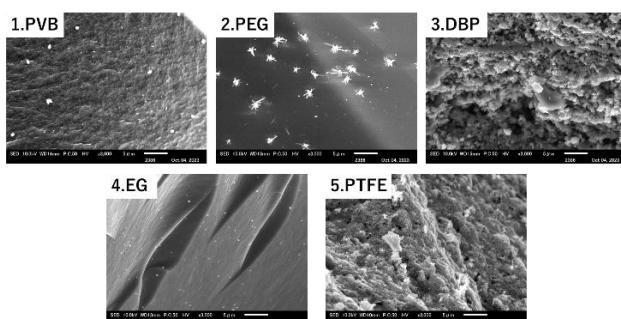


図2 炭化物断面のSEM画像

PEG, EGの断面は平坦で微細な空隙を確認することができず、PVBは多少の凹凸はあるものの空隙ではなかったため不適であった。それに対してDBP, PTFEを使用した炭化物は微細かつ多孔質なCを形成した。このうち、PTFEは固形のままでの添加の

ためスラリー中に均一に混合することが難しいと判断したため、液体であるDBPを使用することとした。

4.2 多孔質Cを使用したCMCの作製

4.1から得られた結果からフェノール樹脂とDBPを混合したスラリーを使用しCMCを作製した。図3に作製したCMCの光学顕微鏡(OM)観察画像を、表1に各空隙率を示す。Vfは纖維体積率、Vvは空隙率である。

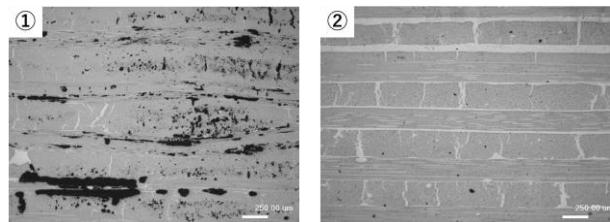


図3 CMC内部のOM画像

表1 各空隙率

	FRP		Pf	RMI	
	Vf(%)	Vv(%)	Vv(%)	d(g/cm ³)	Vv(%)
①DBPなし	25.7	31.0	42.5	2.74	6.9
②DBPあり	26.4	20.6	40.6	2.95	0

DBPを使用し多孔質Cとすることで含浸性が向上し、CMCの空隙をほとんどなくすことができた。また、DBPを添加することでプリプレグシート作製時にタック性が得られるため層同士が接合し、FRP時の層間剥離による大きな空隙をなくすことにもつながっていると考えられる。

5. 結言

フェノール樹脂とDBP, PTFEを混合することで多孔質Cの作製が可能であることが分かった。また、DBPを混合したスラリーを使用することで含浸性の向上により欠陥の少ないCMCの製造が可能であることが分かった。

参考文献

- 1) 国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構: focus NEDO: No. 67, 2018, p. 4-11.
- 2) 香川豊, 七丈直弘: まてりあ, 第58巻, 第7号, 2019, p. 376-381