

# 反応溶融含浸プロセスによる CMC の繊維コーティングの最適化

## Optimization of fiber coating of CMC by reaction melt infiltration process

栗原裕人<sup>1)</sup>

指導教員 加藤太朗<sup>1)</sup>, 古井光明<sup>1)</sup>, 藤原力<sup>2)</sup>, 武田道夫<sup>2)</sup>

1) 東京工科大学工学部機械工学科 2) 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：CMC, 繊維コーティング, RMI 法

### 1. 緒言

航空機のエンジン部品材料としてセラミックス基複合材料 (CMC) の利用が期待されている。その中でも軽い上に熱に強く、かつ壊れにくいといった複数の特徴を持つ SiC/SiC 系が最も注目されている [1]。しかしながら、CMC を用いた部品の開発には至っていない。その理由として CMC の製造法である反応溶融含浸 (RMI) 法では、Si を含浸させた際に溶融 Si と、繊維表面にコーティングされている BN が反応し、SiC 繊維を劣化させてしまう問題を解決できていないからである。上記の問題を解決する方法として、SiC 繊維を守るためのコーティングが必要であるが、バリアコート材として機能するコーティング膜厚の最適化が行われていない。

そこで本研究では、RMI 法における溶融 Si から BN と SiC 繊維を守るバリアコーティングのコーティング条件の最適化を行った。

### 2. 実験方法

表 1 に各コーティングの膜厚を示す。本検討ではコーティングによる繊維劣化を確認するため繊維のモノフィラメント強度測定を行う。引張試験におけるゲージ長さは 25[mm]とし、クロスヘッド速度 2[mm/min]とした。その際コーティング層の強度は無視して全て繊維径を 13[ $\mu\text{m}$ ]として強度を求めた。また各コーティング繊維の CMC 試験片を製作し、CMC の破断面の繊維からミラー半径  $r_m$ [ $\mu\text{m}$ ]を測定する。さらにミラー半径  $r_m$ [ $\mu\text{m}$ ]と

ミラー定数  $[MPa\sqrt{m}]$  から繊維引張強度を求め複合化による強度低下を確認する。この時のミラー定数は  $5[MPa\sqrt{m}]$  とする。

求めた各コーティングの繊維引張強度の  $n$  (標本数),  $x_i$  (測定値),  $\bar{x}$  (測定値平均) から以下の式を用いて  $\sigma$  (標準偏差) を求める。

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (1)$$

また測定値の  $\pm \sigma$  区間の平均を求め外れ値の処理を行い、引張強さのワイブル解析をする。

表 1 各コーティングの膜厚[nm]

No.	BN層	バリア層A	バリア層B
1	500	400	100
2	300	400	400
3	400	700	50

RMI 法による CMC は以下の 5 工程で製作される。

- 1) SiC 繊維束を SiC 粒子、樹脂、溶媒を混合したスラリーを塗布してプリプレグシートを製作する。
- 2) 製作したプリプレグシートを切断し、繊維の方向に対して  $0^\circ$ ,  $90^\circ$  方向に交互に積層させる。
- 3) 積層させたシートを熱圧縮し、約  $150^\circ\text{C}$  まで昇温させスラリーの樹脂が硬化して FRP (Fiber Reinforced Plastics) 化させた。
- 4) 硬化し終えた成形体を Ar 雰囲気炉で炭化焼成させ、樹脂が炭化し、SiC 粒子と C をマトリックスとしたプリフォームを製作する。

5)高温雰囲気炉内で固体の Si-B 合金 10g を用いて、昇温に伴い徐々に溶融した Si が繊維を伝ってプリフォームに流れ溶融 Si を含浸させる。

### 3. 実験結果

各コーティング繊維の複合化前と複合化後に求めた引張強さを図 1, 図 2, 図 3, 表 2 に示す。

表 2 の結果は各コーティングの  $\sigma$  (標準偏差) を式 (1) により求め、 $\pm \sigma$  平均をとった値になる。

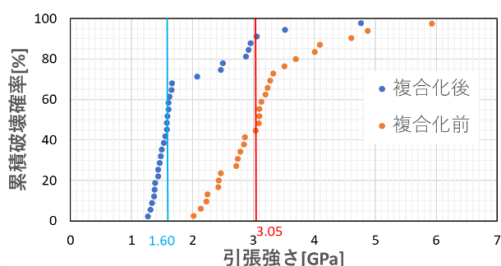


図 1 ワイブルプロット No.1

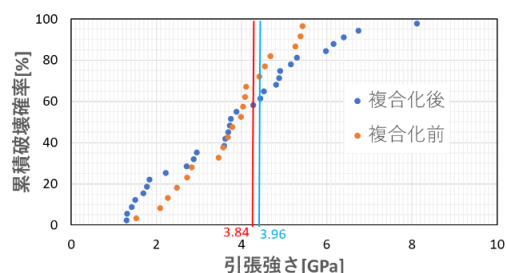


図 2 ワイブルプロット No.2

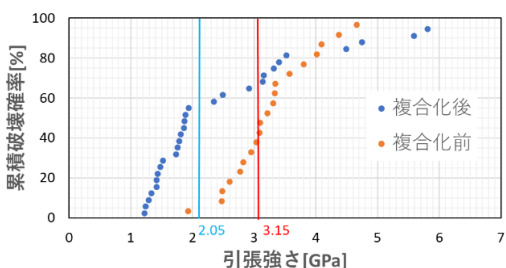


図 3 ワイブルプロット No.3

表 2 引張強さ結果

No.	複合化後[GPa]	複合化前[GPa]	強度維持率[%]
1	1.60	3.05	52
2	3.96	3.84	103
3	2.05	3.15	65

図 1, 図 2, 図 3, 表 2 の結果からコーティングされた繊維単体の引張強さは全て 3[GPa]以上になっており、コーティングなしでは 3.59[GPa]であることからコーティングによる繊維劣化はないと考えられる。また複合化後での強度では、No.2 が 3.96[GPa]で強度維持率が 103[%]であることから複合化による劣化はないと考え、複合化後も強度は保たれていることが分かった。

またバリア層としての機能を調べるため図 4 に製造した CMC (No.2) の繊維/マトリックス界面の透過電子顕微鏡(TEM)像を示す。

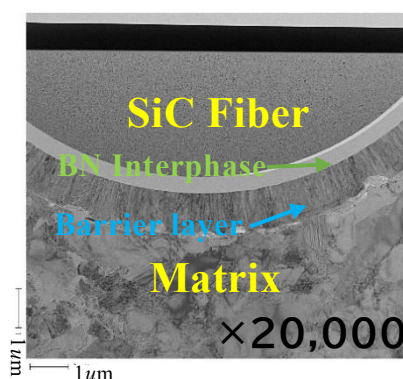


図 4 CMC の界面 No.2 (TEM 像)

図 4 から BN 層は繊維ともバリア層とも良好な接合界面を示していることが分かる。またマトリックスとの界面に生成した反応物はサイズが小さく限定的であり、バリア層としての機能を十分に果たしていることが分かる。また全てのコーティング膜厚でも同様にバリア層としての機能を果たしていた。

### 4. 結言

本報告では以下のことが分かった。

- ① コーティングによる繊維劣化はない。
- ② No.2 のコーティングでは複合化による強度劣化はない。
- ③ バリア層 A とバリア層 B の厚みによって繊維強度が変わる。

#### 参考文献

- [1] 佐藤光彦：CMC 用材料とその特徴、材料開発への期待，工業材料 No.6 (2020)，p26-27