# 超高耐熱性を備える CMC 材料の研削加工に関する研究

安藤 亮\* 早乙女 秀丸\* 飯村 修志\* 曽我部 雄二\*\* 勝山 秀信\*\*\*

#### 1. はじめに

航空宇宙関連産業では、機体の軽量化による燃費改 善や長寿命化を図る目的で、セラミック基複合材料(以 下 CMC)の開発が積極的に進められている<sup>1)</sup>。CMC は、 セラミックで作られる強化繊維と母材で構成されてお り、炭素(C)系材料で作られる C/C や炭化ケイ素(SiC) で作られる SiC/SiC が知られている。

CMC は、セラミックの長所である高耐熱性、高剛性、 耐薬品性などを備え、欠点である靭性が改善された先 進的材料であるが、その硬さ故に機械加工が困難であ る。さらに、加工による微小クラックの形成が材料破 壊に繋がることが懸念されることから、材料へのダメ ージを極力減らすことを目的として長時間の加工を強 いられているのが現状である。そのため、クラック形 成の抑制と加工時間短縮を両立する革新的な加工技術 を確立することが実用化への急務の課題である。

## 2. 目的

本研究では、CMC の信頼性を維持しつつ加工時間短縮を実現する加工技術確立のために、CやSiCで構成されるCMCを対象として以下に示す項目について研究を実施した。

・CMC に対する平面研削加工の影響評価

・CMC の結晶性が平面研削加工に与える影響評価

・CMC の加工性向上に寄与する表面処理の検討

#### 3. 研究内容

#### 3.1 CMCに対する平面研削加工の影響評価

a)切削抵抗計測

平面研削盤を用いて、CMC に対する平面研削の影響 を、材料表面に生じる切削抵抗の値で評価した。評価 に用いた試料を表1に示す。

表1 試料

試料名	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	圧縮 強度 (MPa)	曲げ 強度 (MPa)	曲げ 弾性率 (GPa)	形状
А	1.6	100	180	45	1cm 角
В	1.7	140	150	45	立方体

試料はいずれも C/C であり、繊維を同一方向に配置 して作られた織布を 90 度回転させながら重ねた積層 体である。形状は 1cm 角の立方体とした。織布間に充 填されている母材は 2,000℃で焼成して作られている。 切削抵抗測定の様子を模式的に図 1 に示す。



図1のとおり、切削抵抗を計測する動力計(日本キス ラー(株)製 9129AA)は試料の下部に設置されている。 試料の送り方向に対して逆向き、および、垂直に働く 切削抵抗をFn、Ftとした。平面研削による加工条件を 表2に示す。

	形状(φ×mm)	180×100		
	材質	ダイヤモンド		
ホイール	平均砥粒径(μm)	30		
	ボンド	BW		
	集中度	75		
周速(m/min)		1696		
送り速度(m/imn)		25		
切り込み量(μm)		4, 6, 10, 20, 40		
サンプリングレート(Hz)		8400		

表2 加工条件

表2のとおり、切り込み量の設定値は、4、6、10、 20、40µmとした。サンプリングレートは、切削抵抗を 計測する間隔である。さらに、CMC は織布を重ねた積 層面と織布の面内で構造が大きく異なるため、切削抵 抗に対する加工面の影響を考慮する必要がある。そこ で、試料の送り方向と加工面の関係を図2に示す3通 りとし、それぞれの配置に対して平面研削を行った。 図中の矢印は試料の送り方向を表す。



(a) 積層面(b) 面内 0°(c) 面内 90°

b)表面観察

平面研削加工が CMC の加工面に与える影響を評価す るために、マイクロスコープ((株)ハイロックス製 KH-8700)と電子顕微鏡((株)日立製作所製 S-4300)を 茨城県産業技術センター研究報告 第49号

用いて加工後の表面観察を行った。それぞれの装置に よる観察条件をまとめて表3に示す。マイクロスコー プでは、加工面の欠陥と大きな傷、および、エッジ形 状を観察した。走査型電子顕微鏡では、微小クラック や繊維の損傷に着目して観察を行った。

表3 観察条件

装置名	倍率	加速電圧(kV)		
マイクロスコープ	50, 100, 200	_		
走查型電子顕微鏡	50, 400, 1500, 3000	5		

#### 3.2 CMC の結晶性が平面研削加工に与える影響評価

a)結晶性が異なる CMC 作製

雰囲気炉((株)モトヤマ製 S7T-2035DSP)を用いて、 SiC/SiC に対して 2 次焼成を行い、結晶性の異なる SiC/SiC 作製を試みた。焼成に用いた SiC/SiC は、PIP 法で作製されたもの((株)アート科学製)を用いた。PIP 法は、SiC で作られた織布を積層し、織布の隙間に対 してポリカルボシランの含侵・焼成を繰り返すことで 緻密化を図る方法である。ポリカルボシランは、 SiC/SiC を構成する母材の原料となる有機ケイ素ポリ マーである。織布は、N1-501-5HS(NGS アドバンスドフ ァイバー(株)製)とし、ポリカルボシランは PCS-UH((株)アート科学製)とした。PIP 法による作製 条件を表4に示す。

表4 PIP 法による作製条件

	同粉	焼成		
条件	回 <u>级</u> (回)	到達 温度(℃)	保持 時間(hr)	雰囲気
1	6	1000	0	A 10
2	12	1000	2	AĽ

表4中に記載した回数は、ポリカルボシランの含浸 と表に記載した条件で焼成した回数である。

2 次焼成に用いた SiC/SiC は、PIP 法における含侵・ 焼成回数が異なる2 種類である。形状は1cm 角の立方 体とした。SiC/SiC に対する2 次焼成の条件を表5 に 示す。

耒	5	2	次悔成条件	_
11	v	~	シャルシネー	

到達温度 (℃)	昇温速度 (℃/hr)	保持時間 (hr)	雰囲気
1200	190	0	Ara
1400	120	2	AL

#### b)結晶性評価

X線回折装置(リガク製, smartlab)を用いて、2次 焼成後のSiC/SiCの結晶性を評価した。

#### c)加工性評価

2 次焼成温度の違いによって結晶性が異なる SiC/SiC に対して平面研削を行った。平面研削の条件 は、表2と同様とした。

# 3.3 CMC の加工性向上に寄与する表面処理

a)表面処理

CMC の加工性向上に寄与する表面処理方法開発を目 的として、モノリシックセラミックスである SiC に対 して表面処理を行った。本研究では、酸化による SiC 表面への軟質なSiO<sub>2</sub>層形成を試みた。処理方法として、 熱処理と紫外線照射を検討した。処理に用いた試料形 状は 1cm 角の立方体とした。

熱処理は一定温度に保持された電気炉(ヤマト科学 (株)製 FP32)内に試料を静置して行った。熱処理条件 を表6に示す。

表6 熱処理条件

処理温度(℃)	静置時間(min)				
500	20,60,00				
700	30, 60, 90				

表6のとおり、各処理温度に対して静置時間は3通 りとした。

紫外線照射は、紫外線ランプを用いて試料に紫外線 を照射して行った。表7に照射条件を示す。

表7紫外線照射条件

波長(nm)	距離(cm)	時間(min)
365	1	5, 10, 20

表7のとおり、照射時間は3通りとした。表中の距離は、ランプの照射面と試料の距離である。

#### b) 表面の状態分析

表面処理を施した SiC の深さ方向における酸素(0) の分布を調べるために、エックス線光電子分光装置(サ ーモサイエンティフィック(株)製 Thetaprobe)を用 いて、試料表面に対するエッチングと定性分析を繰り 返した。エッチングはAr イオン照射によって行った。

#### 4. 研究結果と考察

#### 4.1 CMC に対する平面研削加工の影響評価結果

a)切削抵抗計測結果

図2に示した試料配置に対して、平面研削を行った 結果から得られたホイール切り込み量と切削抵抗の関 係を図3に示す。



図3より、試料の種類、および、その配置に依らず、 切削抵抗Fn、Ft は切り込み量に対して増加する傾向で あった。同一試料において、切り込み量を10µm以上 に設定した場合、切削抵抗FnはFtより大きくなるこ とがわかった。また、いずれの試料においても、試料 配置による切削抵抗Fn、Ftの明確な差は確認されなか った。さらに、同一の切り込み量において、それぞれ の試料に生じる切削抵抗はほぼ同程度であった。

#### b) 被削材の表面観察結果

マイクロスコープによる加工後の試料表面観察結果 を図4、図5に示す。



図4の上段は切込量6µm、下段は20µmの結果である。 図5は、切込量20µmの結果である。図4より、送り方向 が織布表面の繊維方向に対して直交する場合、加工面 の端部が不明瞭であることがわかる。このことは、加 工によって端部が欠けたことを意味する。図5より、送 り方向が織布表面の繊維方向と同一である場合、切り 込み量を20µm以上に設定しても、明瞭な端部を確認で きることから、端部の欠けは発生していないと考えら れる。これらのことから、織布の繊維方向に対して送 り方向と配置を適切に設定することで加工面の損傷を 抑えられる可能性があることがわかった。

電子顕微鏡を用いた加工後の試料表面の観察結果を 図6に示す。図6の左側は、加工前、右側は加工後の表 面観察結果である。



図6 電子顕微鏡による観察結果 (B材-積層面)

図6より、加工前後で表面状態に大きな違いは見られな かった。加工前の表面において、既に多数の凹凸を確 認できることから、加工後の表面で確認できる凹凸が 加工によって形成されたか否かを判別することはでき なかった。

## 4.2 CMCの結晶性が平面研削加工に与える影響評価 a)結晶性評価結果

未処理のSiC/SiCと2次焼成後のSiC/SiCのX線回 折パターンを図7に示す。図の横軸は、回折角、縦軸 はX線の強度を表し、結晶による回折が起こるとピー クとして観測される。



図7より、 PIP 法の回数に依らず、2次焼成温度が高 い程、回折ピークの強度が大きくなることがわかった。 このことは、焼成温度の上昇に伴って SiC/SiC の結晶 成長が促進されることに起因すると推察される。

# b)加工性評価結果

結晶性の異なる SiC/SiC に対して平面研削を行い、

茨城県産業技術センター研究報告 第49号 切削抵抗を計測した結果を図8に示す。



図8(a)、(b)より、PIP 法を6回行った SiC/SiC について、2次焼成温度を1200℃とした場合、切削抵抗Ft、Fn は未処理のものに比べて大きかった。一方、焼成温度を1400℃とした場合の切削抵抗Ft、Fn は、未処理のものに比べて小さかった。図8(c)、(d)より、PIP 法を12回行って作製したSiC/SiC については、焼成温度に関わらず、切削抵抗Ft、Fn は未処理のSiC/SiC より小さくなる傾向にあることがわかった。2次焼成による切削抵抗の減少は、母材の結晶成長による体積収縮に起因するものと推察される。

# 4.3 CMC の加工性向上に寄与する表面処理の検討

#### a) 熱処理を行った SiC 表面の状態分析結果

熱処理を行った SiC の深さ方向における 0 の分布を 図 9 に示す。



図9 熱処理後SiCにおける0の深さ方向分布

図9の横軸は、Ar イオン照射時間、縦軸は酸素濃度 を表す。図より、熱処理を行った SiC と未処理の SiC を同一の Ar イオン照射時間で比較した場合、熱処理を 行ったものは未処理のものに比べて 0 濃度が高いこと がわかる。このことは、熱処理によって SiC の酸化が 進行するためであると推察される。処理温度 700℃と 処理温度 500℃を同一の Ar イオン照射時間で比較した 場合、処理温度 700℃の方が高い 0 濃度を示すことが わかった。このことは、処理温度が高い程、試料表面 から内部まで酸化が進行することを示唆すると考えら れる。処理温度が 500℃の場合、処理時間と 0 濃度の 間に明確な相関はなかった。一方、処理温度が 700℃ の場合、処理時間に対して一旦上昇した 0 濃度が、さ らに保持時間を長くすることで減少する傾向を示して おり、長時間の熱処理によって取り込まれた酸素が失 われる可能性があることを示唆すると考えられる。最 も 0 濃度が高くなる処理条件は、処理温度 700℃、処 理時間 60 分であった。

# b)紫外線照射を行ったSiC表面の状態分析結果

紫外線を照射した SiC 表面の深さ方向における 0 の 分布を図 10 に示す。



図 10 紫外線照射後 SiC における 0 の深さ方向分布

図 10 より、紫外線処理を行った SiC と未処理の SiC を同一の Ar イオン照射時間で比べた場合、紫外線処理 を行った SiC において 0 濃度が高い傾向があることが わかったが、熱処理に比べて 0 濃度は低い傾向であっ た。このことから、紫外線照射は熱処理に比べて SiC の酸化に対する寄与が小さいことがわかった。

#### 5. まとめ

- ・織布の繊維方向に対して送り方向と配置を適切に設 定することで加工面の損傷を抑制できる可能性があ ることがわかった。
- ・SiC/SiCは、PIP法の回数に関わらず、焼成温度が高い程結晶成長が促進されることがわかった。
- ・熱処理は紫外線照射に比べてSiC表面の酸化を促進す る可能性があることがわかった。

#### 6. 今後の課題

平面研削加工については、ダイヤモンドホイールの 粒度を変え、繊維破損と粒度の関係性について検討す る。また、平面研削以外にも、マシニングセンターを 用いた自由形状の加工についても検討を行う。

表面処理については、プラズマ処理による酸化処理 など別の方法について検討する。さらに、酸化処理以 外の表面処理方法も探索する。

#### 7. 参考文献

1) T. Ogasawara, Plasma Fusion Res. 80, 1 (2004).