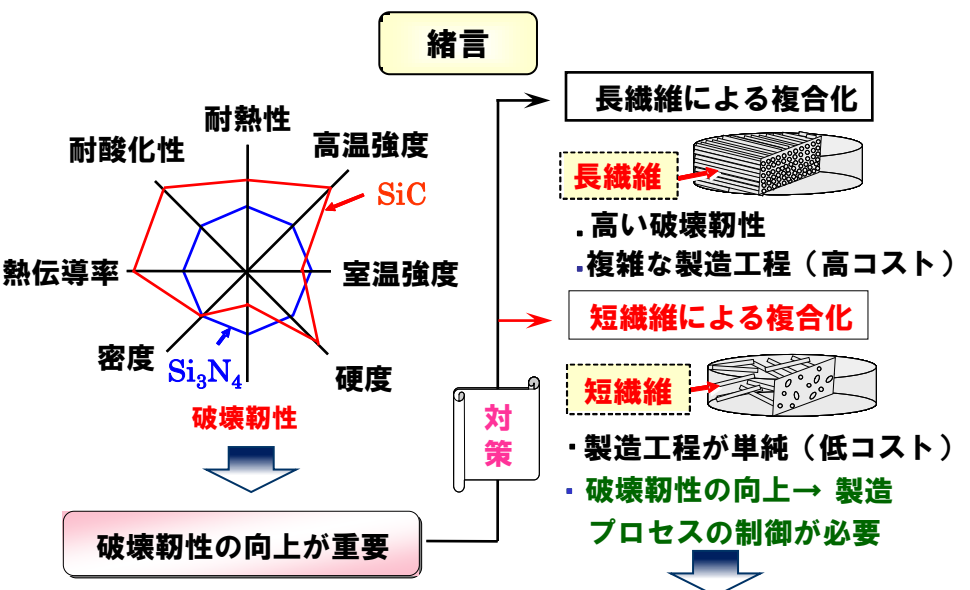


# P4 無機系短繊維の表面処理による炭化ケイ素複合材料の高機能化

(代) 板谷清司 (物質生命理工学科), 末益博志・長嶋利夫・高井健一・久森紀之 (機能創造理工学科)

The conditions for the formation of a silicon carbide (SiC) layer on the surface of vapor grown carbon nanofiber (VGCF®: 50 nm × 10 μm) were examined by the sol-gel method and subsequent carbothermal reduction at a temperature between 1400 and 1600°C for 1 h in argon atmosphere. The following technique to coat silica precursor onto the surface of VGCF by a sol-gel technique, using TEOS, was examined, *i.e.*, the coating of silica precursor at 40°C for 15 h after acid treatment (sulfuric and nitric acids) to form hydrophilic carboxyl groups at 30°C for 48 h. When the VGCF coated with silica precursor was carbothermally reduced at 1500°C for 1 h, a notably crystalline SiC layer could be formed on the VGCF surface with this surface layer being found to enhance the heat resistance of VGCF in air.



炭化ケイ素 (SiC) および窒化ケイ素 (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) の物理的性質

気相成長炭素繊維 (VGCF)

繊維径: 150 nm  
繊維長: 10 ~ 20 μm  
アスペクト比: 10 ~ 500

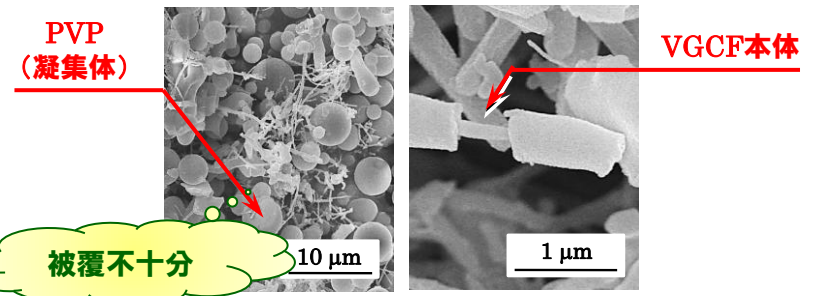
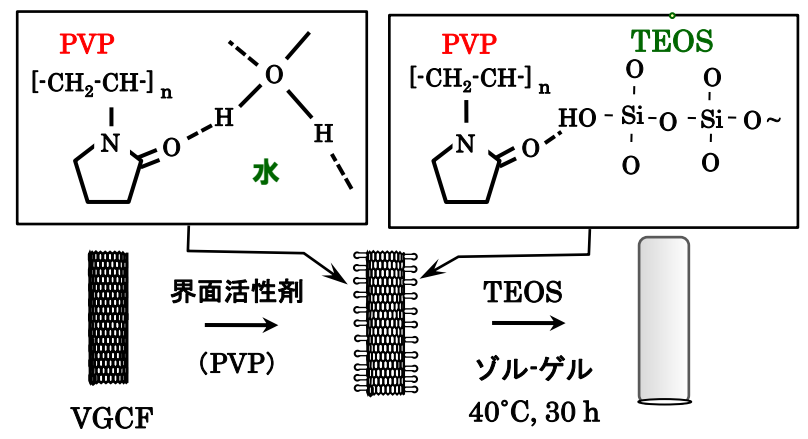
**目的**

- SiC焼結体の緻密化と力学的性質に及ぼす表面修飾VGCF添加の影響
- VGCFの酸処理によるカルボキシル基の形成と親水性の向上
  - 酸処理VGCF表面上でのシリカ前駆物質の形成
  - シリカ前駆物質の炭素熱還元による炭化ケイ素膜の形成
  - 炭化ケイ素被覆VGCF添加SiC複合焼結体の作製と破壊靱性の評価

VGCF表面へのシリカ前駆物質の被覆

Si(OC<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>

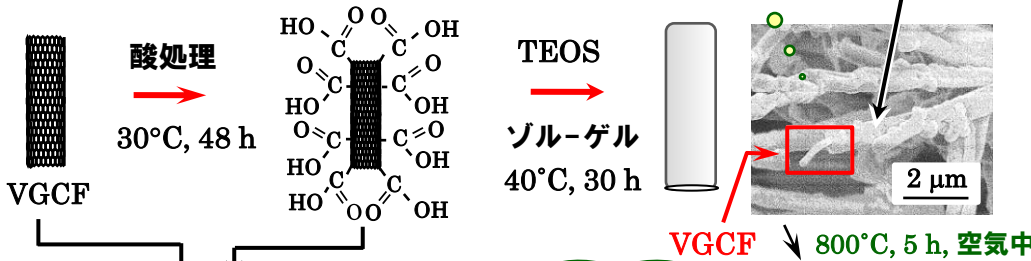
ポリビニルピロリドン (PVP) を利用した被覆



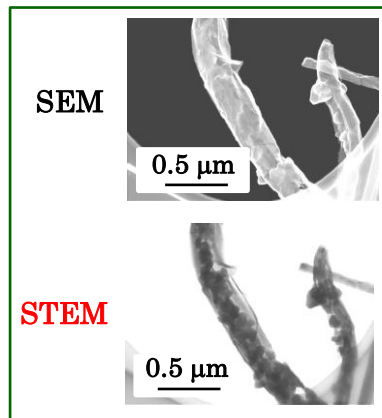
TEOSを加水分解して得たシリカ前駆物質とVGCFの走査電子顕微鏡 (SEM写) 真

TEOSの加水分解条件: 40°C, 30 h

### 酸処理後にTEOSの利用



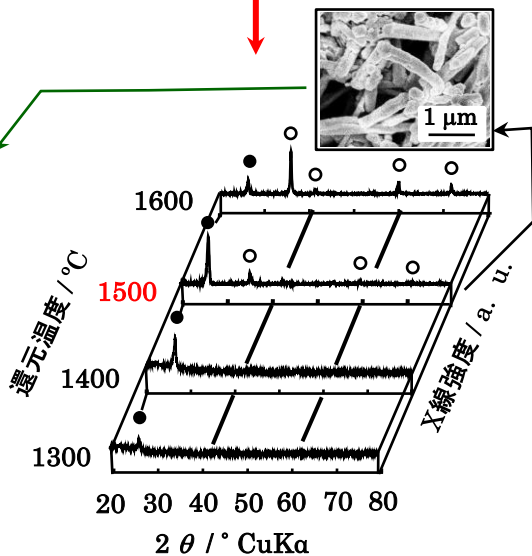
カルボキシル基の形成  
→ 極性溶媒中での分散性  
および反応性の向上



SEMおよび走査透過電子顕微鏡 (STEM) によるVGCF表面の観察

シリカ前駆物質  
膜厚: 20 nm  
(VGCF加熱消失後)

炭素熱還元  
1400 ~ 1600°C, 30 h



種々の温度で炭素熱還元したVGCFのX線回折図

○ β-SiC ● C

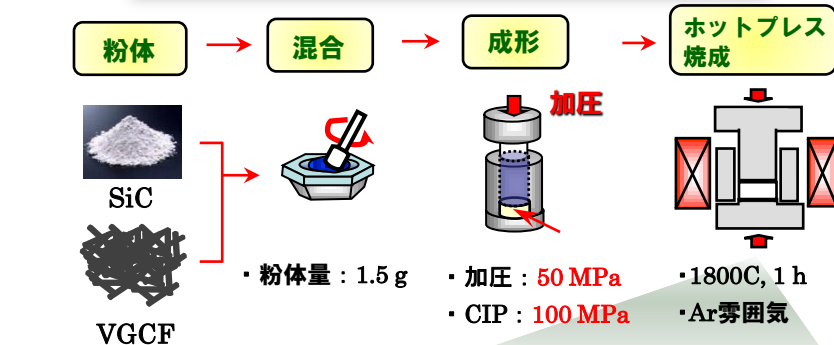
炭素熱還元時間: 1 h

均質な被覆

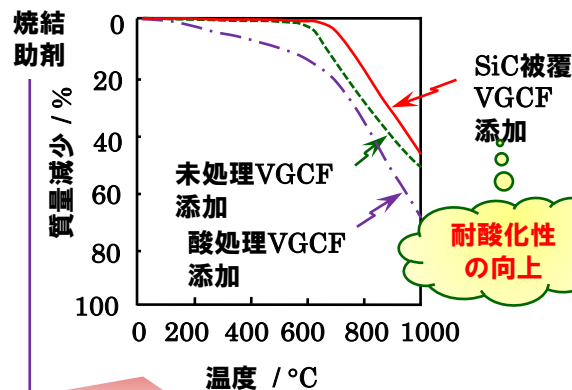
シリカ前駆物質

VGCF → 800°C, 5 h, 空气中

### 表面修飾VGCF添加SiC複合焼結体の諸性質



・8 mass% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
・2 mass% B<sub>4</sub>C  
・6 mass% VGCF



|                               | 未処理VGCF | 酸処理VGCF | SiC被覆VGCF |
|-------------------------------|---------|---------|-----------|
| 相対密度 / %                      | 96.0    | 99.0    | 97.0      |
| 破壊靱性 / MPa · m <sup>1/2</sup> | 5.2     | 5.7     | 5.2       |
| 耐酸化性                          | 良       | 可       | 優         |

総括

