

学位論文の要旨

氏名

丸野 智仁

学位論文題目

セラミック繊維強化Fe基複合材料のプロセッシング

本論文は、セラミック繊維強化Fe基複合材料のプロセッシングについてまとめたものである。

第一章は序論であり、これまでに開発されてきた様々な金属基複合材料の紹介、金属とセラミックス繊維を複合化することによる利点、本研究の目的と構成について述べた。

第二章ではホットプレス (HP) 処理によるセラミック長繊維とFe合金の複合化について調べた。平均粒径 $13.4\mu\text{m}$ のハイス鋼粉末とセラミック長繊維をホットプレス処理によって複合化を行い、作成した複合材料の機械的性質を調査した。また繊維体積率の最適制御についても検討した。その結果、アセトン中にセラミック長繊維とハイス鋼粉末を入れ、超音波振動を与えて均一に分散させた後、二段階HP処理 (1423K , 10.3MPa) + (1323K , 41.3MPa , 1.5h) を施すと、繊維の損傷や繊維とハイス鋼の反応が起こることなく、良好なセラミック長繊維強化Fe合金基複合材料を作成することが出来ること、また作成した複合材料の曲げ強さには線形複合則が成立すること、硬さには線形複合則が成立しないことが明らかになった。繊維が全面に均一に分散している複合材料を作成する場合、繊維が重ならないようになる限界繊維体積率が存在し、この限界繊維体積率は繊維の直径とFe合金粉末の粒径に依存する。この関係を用いることによって、繊維が均一に分散したセラミック長繊維強化Fe合金基複合材料を作成することが出来る。

第三章では放電プラズマシントリング (SPS) によるセラミック短繊維とFeの複合化について調べた。まずFe基複合材料のプロセッシングに関する基本的知見を得るために、Fe粉末のみの焼結挙動を詳細に調査した。その結果、焼結はFe粉末の塑性流動とFe原子の体拡散が複合した型で進行することが明らかになった。加圧力が増加すると、Fe粉末の塑性流動が促進されるため、焼結体の空隙率は低下し、硬さは著しく増加する。 1173K より高い温度では、Fe原子の拡散が十分進行するため、焼結体の空隙率や硬さは温度に依存しない。SPSの工程において、Fe粉末表面の酸化膜の多くが破壊され、清浄な表面が現れるため、酸化膜を取り除く前処理が必要なく、比較的低い温度 (1173K)、短時間 (720s) でも良好な焼結体が得られる。次にFe粉末とセラミック短繊維を用いてSPSを行い、繊維とFeの反応の有無、繊維添加の焼結性への影響、複合材料の強度特性について調べると共に、繊維を均一分散させるための方法についても検討した。その結果、 1173K でSPSを施してもアルミナ短繊維とFeは反応しないこと、複合材料の硬さにはマトリクス金属とアルミナ繊維の硬さおよび空隙率が密接に関係していることが明らかになった。短繊維が均一分散出来る限界繊維体積率は、Fe粉末の粒径と短繊維の直径との比に依存する。この関係を基に繊維体積率を適切に設定すれば、短繊維が均一分散した良好なセラミック短繊維強化Fe基複合材料を作成することが出来る。

第四章は総括であり、本論文の結果をまとめた。

論文審査の要旨

報告番号	理工研 第 255 号	氏 名	丸野 智仁
審査委員	主 査	末吉 秀一	
	副 査	平田 好洋	鮫島 宗一郎
		岡田 裕	

学位論文題目 セラミック繊維強化Fe基複合材料のプロセッシング
 (Processing of a Ceramic Fiber-Reinforced Iron-Matrix Composite)

審査要旨

提出された学位論文及び論文目録等を基に学位論文審査を実施した。本論文は、セラミック繊維強化Fe基複合材料のプロセッシングについてまとめたもので、全文4章より構成されている。

第1章は序論であり、セラミック繊維強化Fe基複合材料に関する従来の研究とその問題点および本研究の意義、目的を述べている。

第2章では、アルミナ長繊維とハイス鋼粉末の混合粉末をホットプレス (HP) することによって複合化を行い、得られた複合材料の機械的性質を調べた。また繊維の均一分散法についても検討した。その結果、アセトン中にアルミナ長繊維とハイス鋼粉末を交互に入れ、超音波振動を与えた後に二段階 HP 処理を施すと、繊維の損傷や繊維とハイス鋼の反応が起こることなく、長繊維が一方向に均一に分散した良好なセラミック長繊維強化 Fe 基複合材料を作成することができること、複合材料の曲げ強さには線形複合則が成立するが、硬さには線形複合則が成立しないこと、また、長繊維が全面に均一に分散している複合材料を作成する場合、繊維が重ならなくなる限界繊維体積率が存在し、それは長繊維の直径とハイス鋼粉末の粒径に依存することが明らかになった。

第3章では放電プラズマシンタリング (SPS) によるアルミナ短繊維と Fe の複合化について調べた。まず SPS に関する基本的知見を得るため、Fe 粉末のみの焼結挙動を詳細に調べた。その結果、焼結は Fe 粉末の塑性流動と Fe 原子の体拡散が複合した型で進行すること、加圧力が増加すると Fe 粉末の塑性流動が促進されるため、焼結体の空隙率は低下し、硬さは著しく増加すること、1173 K より高い温度では Fe 原子の拡散が十分に進行するため、焼結体の空隙率や硬さは温度依存性を示さないことが明らかになった。また X 線光電子分光分析を用いて Fe 粉末表面の酸化膜の変化を詳細に調べ、SPS では酸化膜が破壊されて清浄な表面が現れるため、酸化膜を取り除く前処理 (還元処理) を施す必要がなく、比較的低い温度 (1173 K)、短時間 (720 s) でも良好な焼結体が得られることを確認した。次に Fe 粉末とアルミナ短繊維の混合粉末を用いて SPS を行い、1173 K で SPS を施してもアルミナ短繊維と Fe は反応しないこと、複合材料の硬さは Fe 素地の硬さ、アルミナ繊維の硬さおよび空隙率が密接に関係していること、短繊維の均一分散に関して限界繊維体積率が存在し、それは Fe 粉末の粒径と短繊維の直径との比に依存することを明らかにした。

第4章は総括である。

以上本論文は、セラミック繊維強化 Fe 基複合材料を作成する際のプロセッシングの最適化と複合材料の機械的性質におよぼす組織因子の影響について明らかにしており、新しいセラミック繊維強化 Fe 基複合材料の開発に対し、工学上有用な指針を提供している。

よって、審査委員会は学位 (博士) の学位論文として合格と判定した。

最終試験結果の要旨

報告番号	理工研 第 255 号	氏 名	丸野 智仁
審査委員	主 査	末吉 秀一	
	副 査	平田 好洋	鮫島 宗一郎
		岡田 裕	

平成19年2月13日に行われた論文発表会において、学位論文の内容について質疑応答を行った。以下に質疑応答の主なものを示す。

1. 「長繊維は千本の繊維を束ねたヤーン状のものをを用いているが、どのようにして繊維を均一に分散させるのか」
 答：アセトン中にヤーンを入れると、繊維同士を接合しているサイジング剤が溶けて繊維はばらばらになる。そこで、アセトン中にヤーンとハイス鋼粉末を交互に入れて超音波振動をかけると、繊維とハイス鋼が均一に分散した混合粉末が得られる。これに二段階 HP 処理を施すと、長繊維が一方向に均一に分散した良好なセラミック長繊維強化 Fe 基複合材料を作成することができる。
2. 「繊維には残留応力が残っていると考えられるが、そのレベルほどの程度か」
 答：アルミナ繊維と Fe は熱膨張係数が大幅に異なる。そのため、高温で複合化した後の冷却過程で繊維は Fe 素地から締め付けられることになる。繊維の残留応力は具体的には計算していない。繊維体積率が大きくなると締め付け力は小さくなるので、繊維/素地界面強度は弱くなり、結果的に硬さ試験の際に繊維/素地界面にき裂が生じたものと考えられる。
3. 「SPS において、Fe 粉末の塑性流動はどのようなメカニズムで焼結に寄与するのか」
 答：Fe 粉末の塑性流動は転位の移動によって起こる。それに伴って Fe 原子の拡散も起こる。これと熱振動による Fe 原子の拡散が相まって、Fe 原子の移動が活発になり、焼結が促進される。
4. 「SPS によって作成した複合材料の機械的性質には、異方性はないのか」
 答：円柱試験片の半径方向と高さ方向の硬さ分布をそれぞれ測定したが、いずれも中心部と表面近傍で大きな差はなかった。このことより、ほぼ等方的な性質を有していると考えられる。
5. 「短繊維と Fe 粉末を均一に混合したとしても、SPS では単軸加圧するので、その際、短繊維が加圧方向に対して垂直方向に配向することはないか」
 答：得られた複合材料の縦断面の SE 像を見てもわかるように、繊維はほぼランダムな方向を向いていることより、加圧による繊維の配向はほとんどないと考えている。
6. 「X線光電子分光分析における O 1 s スペクトルを見ると、表面からかなり内部までピークが認められる。これには Fe 粉末に含まれている酸素 (0.15 mass%) の影響は現れていないのか」
 答：結合エネルギーの値から判断すると、この O 1 s スペクトルのピークは Fe 酸化物 (Fe₂O₃) によるものと考えられる。内部になるほどピーク高さは減少しており、さらに内部になるとピークは消滅するものと考えられる。
7. 「複合材料の硬さにおよぼす空隙率の寄与を表す係数 C の値はどのようにして求めたのか」
 答：C はセラミック繊維と素地金属の界面強度に関係している係数であり、繊維と素地金属の組み合わせによって変化する。本研究では、実験データに最もフィットする値を採用した。

その他多くの質疑応答が行われたが、いずれに対しても明瞭かつ適切な回答がなされた。

以上の結果から、4名の審査委員は、申請者が大学院博士後期課程の修了者として十分な学力ならびに見識を有するものと認め、博士(工学)の学位を与えるに足りる資格を有するものと認定した。