

## 粉末押出しによるSiC繊維の製造

SiC fiber extrusion from ceramic powder

張 黎 紅\*・中 川 威 雄\*\*

Lihong ZHANG and Takeo NAKAGAWA

### 1. はじめに

筆者らは先にファインセラミックス粉末の成形において、脱バインダ工程を短縮することを目的に、水を主成分とするバインダを使用し、凍結成形、圧縮成形および振動成形を行い、複雑形状品の成形が可能であることを示した<sup>1)</sup>。この研究の過程で、PVA水溶液をバインダとした場合には、ファインセラミックス粉末は良好な流動性と成形性を持つことが判明した。最近、この方法を応用し、常温下でファインセラミックス線材を容易に押出し成形することができた<sup>2)</sup>。押出し後直ちに切断することにより短繊維が製造できること、さらに、押出し角度等の成形条件を改善することによって、 $\phi 50\mu\text{m}$ の極細なSiC繊維の押出し成形も可能となった。本報ではこの繊維の製造プロセスおよび押出し成形に影響を及ぼす各パラメータについて検討した結果を述べる。

### 2. SiC繊維の製造方法

#### 2.1 供試原料

本実験に用いた原料粉末SiCとバインダとして用いたPVA水溶液の特性をTable 1に示す。供試粉末として用いたSiC(MSC-20C)は水に対して安定であり、平均粒径が小さく空気中での取り扱いが容易な特徴を持つ。以前の研究によりこのSiC粉末にPVA水溶液を添加したwet粉体は良好な成形性と流動性を持つことがわかっており、

本実験ではあらかじめ配合した濃度の2~14wt%のPVA水溶液を用いることとした。

Table 1 SiC powder and binder used in the experiment

Powder	Commercial No.	Average particle size	Specific surface area	Purity %	Particle size distribution					
SiC	MSC-20C	0.15 $\mu\text{m}$	23.5m <sup>2</sup> /g	99.53	-2.4 -1.0 -0.5 $\mu\text{m}$ 100 80 60wt%					
Binder	Commercial No.	Concentration/wt%		2	4	6	8	10	12	14
Water+PVA	PVA-217	Viscosity/cpm		7	28	80	220	700	1800	4000

#### 2.2 押出し成形プロセス

実験室でのSiC繊維の製造プロセスをFig. 1に示す。微細なSiC粉末に規定の濃度のPVA水溶液を適量添加し、乳鉢により混練する。バインダを粉体の全体に均一に分散させるため、混練後のwet粉末を押出し成形しさらに切断してビレットとする。このwetビレットをダイス内へ積み重ねて充填し、常温下で500~2000kg/cm<sup>2</sup>の加圧によりSiC繊維の押出し成形を行う。押出されたSiC繊維を直ちに回転カッタにより剪断すれば、一定長さの短繊維を作製することができる。剪断された繊維は自然乾燥または真空乾燥工程を経て、高周波誘導加熱炉により2120°CでAr雰囲気中に焼結する。本プロセスでは、原料ビレットの継ぎ足し補給することにより繊維を連続的に

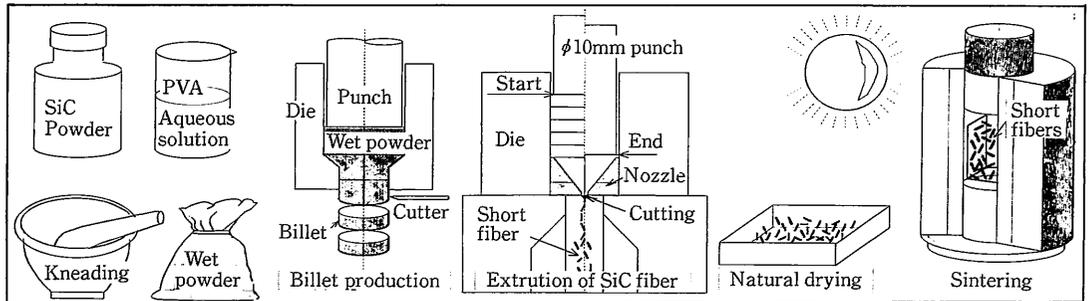


Fig. 1 Extrusion process of SiC short fibers

\*東京大学生産技術研究所 第2部

\*\*東京大学生産技術研究所 付属先端素材開発研究センター

研究速報

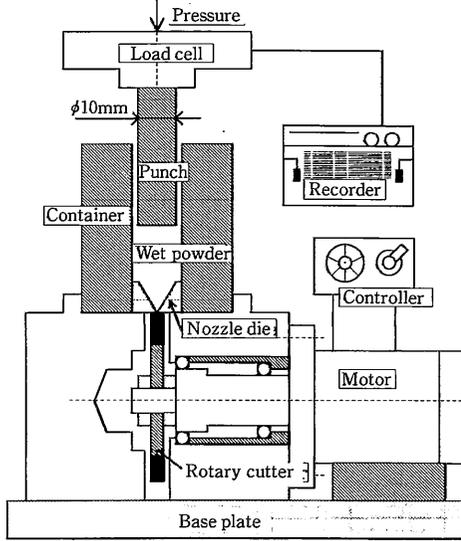


Fig. 2 Extrusion equipment of SiC short fiber

押し成形することが可能である。

2.3 短繊維製造装置

SiC短繊維を製造するための押し剪断装置の概要をFig. 2に示す。極細のSiC繊維の押し成形には油圧プレスを用い、φ10mm超合金製のパンチとコンテナおよび押し角50度、φ50, 100, 200μmのノズル径をもつ超合金製のダイスを使用した。長繊維剪断用の回転カッタはモーターにより直接駆動され、コントローラによりカッタの回転数(90~1400rpm)を変え、異なる長さの短繊維を作製することができる。成形圧力は油圧プレスのプランジャーに取り付けられているロードセルにより検出する。

3. 押し流動性

SiC繊維の押し成形において、粉体の流動性と成形性は主要なポイントである。流動性に影響を及ぼす因子は多数あるが、ここでは最も重要なバインダ濃度、添加量およびノズル形状について調査した。

3.1 バインダ濃度および添加量

異なる濃度のPVA水溶液を用い、SiC粉末へのバインダ添加量を変えて押し成形を行った結果をFig. 3に示す。ここでは平面ダイスを用い成形面圧を4500kgf/cm<sup>2</sup>とし、この成形面圧に達した時点で粉末の押し率を示している。PVAの濃度により水溶液の粘度はかなり違うため、当然PVA水溶液の粘度が高いほど粉とバインダが分離しにくくなる。比較的濃度の高い10%PVA水溶液を添加した場合、充填粉末の90%が押し出されている。ダイス形状、摩擦面の潤滑条件、供試粉末自身の流動性等の影響も考えられるが、より均一密度の繊維を得るため、

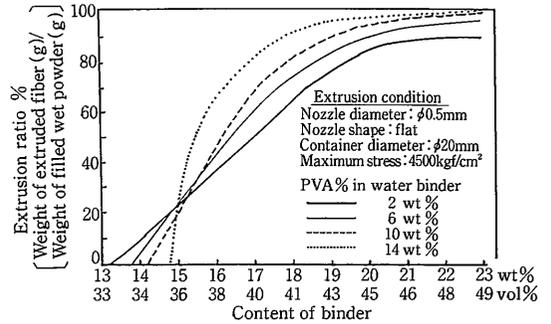


Fig. 3 Relations between content of binder and extrusion ratio

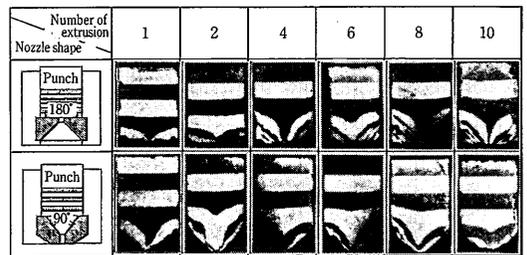


Fig. 4 Flow pattern of SiC wet powder in different nozzle shapes

より高い濃度のPVA水溶液を適当に添加したほうが品質の良好な繊維が得られる。また、バインダの添加量の差により粉末粒子とバインダの分散状態が異なり、最適バインダ添加量が存在することが判明した。

3.2 ノズル形状(押し角)

ノズル形状の粉末の流動に及ぼす影響を調べるため、二色のSiCビレットを交互にコンテナに充填し、1回に1ビレット分の繊維を押し出し、継ぎ足し成形を10回まで行い、コンテナ内粉体の流動状況の観察を行った。押し出し後コンテナ中に残存した粉体の中央縦断面写真をFig. 4に示す。押し出し角が180度すなわち平板のノズル

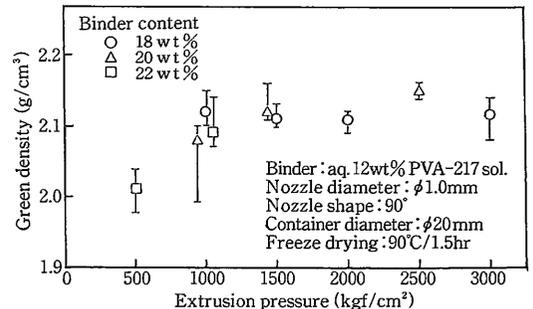


Fig. 5 Relations between extrusion pressure and green density of extruded fiber

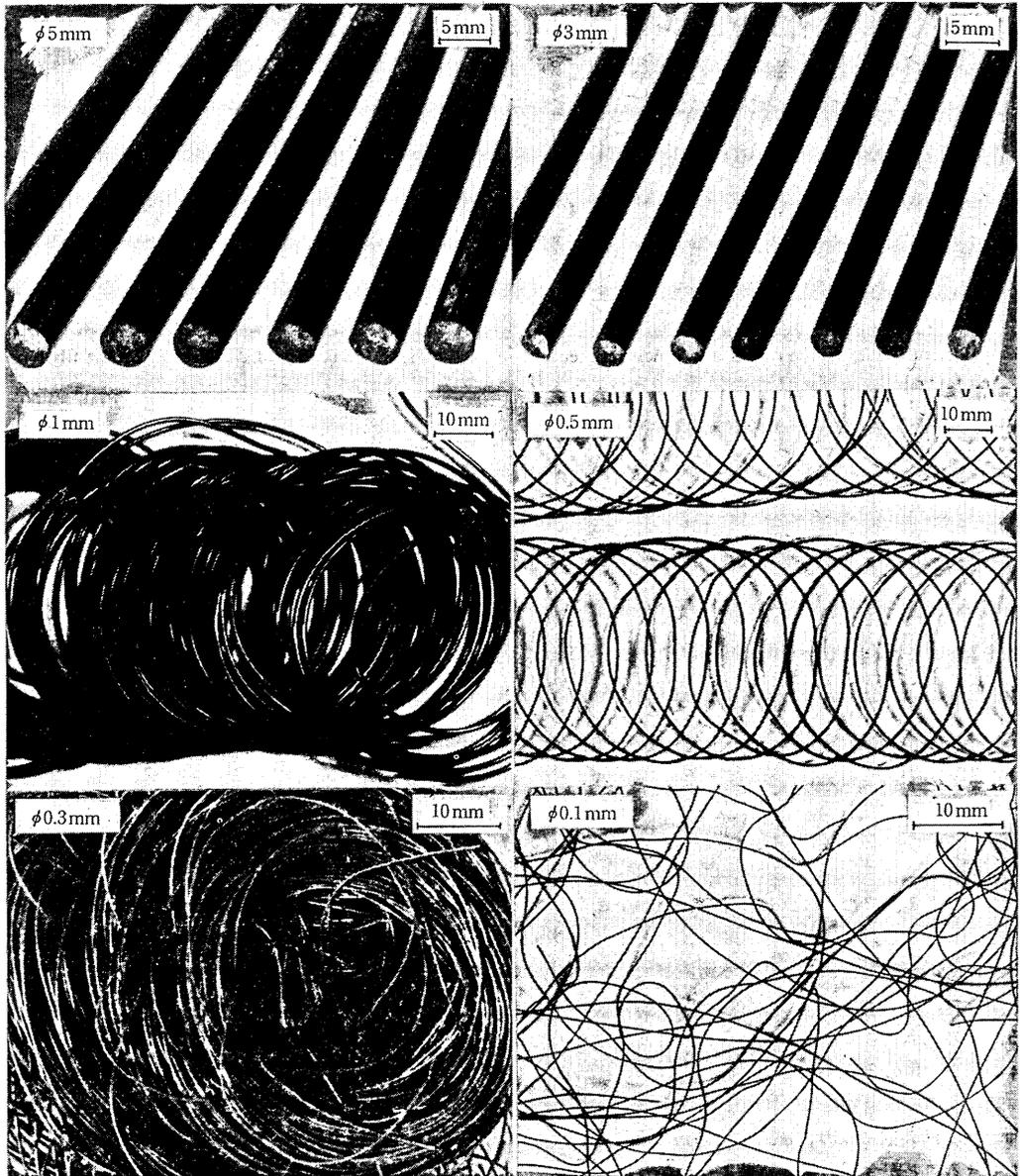


Fig. 7 Exeruded SiC fiber and wire samples

を用いた場合、成形回数の増加とともにデッドゾーンが形成される。一方、押し出し角が90度のノズルを用いた場合は、粉体の流動がより均一となることがわかる。

#### 4. 成形体密度に及ぼす面圧とバインダ添加量の影響

バインダ添加量と成形面圧を変えて成形されたφ1.0 mm線材を100mmに切断し、真空乾燥後に密度を求めた結果をFig. 5に示す。押し出し圧力は1000kgf/cm<sup>2</sup>以下の場合、成形面圧の増加とともに成形体密度が上昇するが、

押し出し圧力が1000kgf/cm<sup>2</sup>を超える場合には、成形体密度がほとんど上昇しないことがわかった。また、バインダの添加量が22wt%より少ない条件下では、1000kgf/cm<sup>2</sup>以下の圧力では押し出し不能であった。

#### 5. ま と め

##### 5.1 各寸法線材の成形条件

SiC線材の押し出し成形において、線径により成形条件が多少に異なり、線径が細いほどバインダの添加量がよ

研究速報

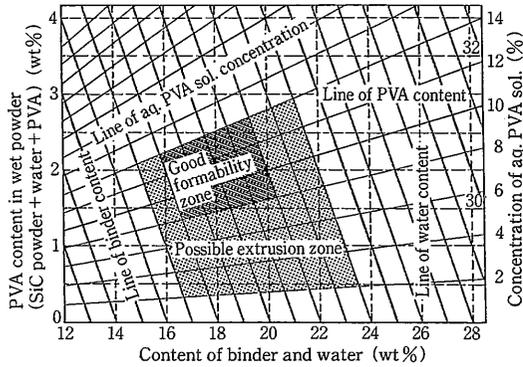
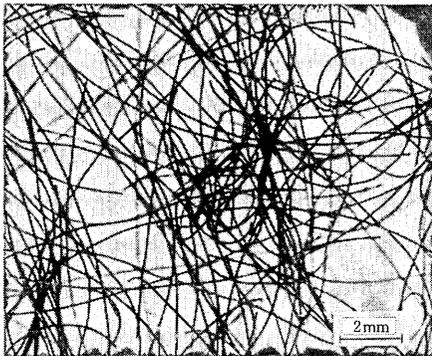


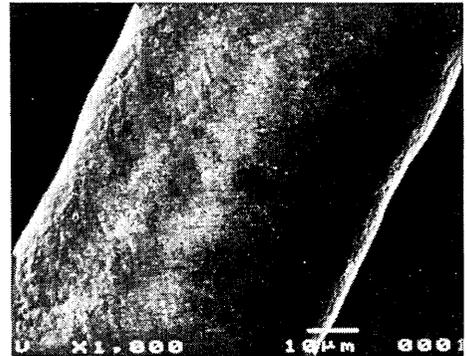
Fig. 6 Effect of binder concentration and binder content on formability



Fig. 8 Samples of φ200μm SiC short fiber



a) SiC wire



b) SEM photo of SiC wire

Fig. 9 Extruded samples of φ50μm SiC fiber before sintering

り多く必要である。また、押し出し圧力は線径が小さくなるとともに上昇する。Fig. 6は今回の実験結果をまとめたもので、供試パインダであるPVA水溶液の濃度と添加量がわかれば、所要の水とPVAの含有量を求めることができる。この成形プロセスにより得られた各寸法の線材成形体の写真をFig. 7に示す。

5.2 短繊維の成形条件

本押し出し切断装置により、φ50~200μmのSiC短繊維を作製できることが今回の実験結果よりわかった。本実

Table 2 Extrusion conditions of SiC short fiber

Nozzle diameter(μm)	200	100	50
Extrusion ratio	2.5×10 <sup>3</sup>	1.0×10 <sup>4</sup>	4.0×10 <sup>4</sup>
Extrusion pressure (kgf/cm <sup>2</sup> )	500~800	800~1000	1000~1500
Binder content(wt%)	20	21	22
Aq. PVA sol.(%)	8	10	10
Extrusion velocity (m/min)	0.6	2.4	9.6
Rotary cutter(rpm)	100~240	640~880	1080~1300

験に採用した成形条件をTable 2に示す。Fig. 8はこの成形切断装置と成形条件により作製したφ200μmの短繊維である。押し出し時の不均一さによりカールした状態となっている。

5.3 φ50μm極細繊維の成形

本研究では、PVA水溶液の添加による押し出し成形法を用い、φ50μmのSiC繊維が作製できることを明らかにした。φ50μm繊維の押し出し成形には、濃度の10%PVA水溶液の添加量が約22wt%であることを確認した。この成形条件で得られたφ50μmSiC繊維の成形体写真とSEM写真をそれぞれFig. 9のa)とb)に示す。

(1990年4月2日受理)

参考文献

- 1) 中川, 張, 野口, 鈴木: 「ファインセラミックス粉末の押し出し成形」昭和63年セラミックス協会年会講演予稿集, P 326.
- 2) 張, 中川: 「水パインダによるSiC粉末の押し出し成形」平成元年粉体粉末冶金協会秋季大会講演予稿集, P 38~39.