ノ ー ト

炭化ケイ素ウイスキー強化コーディエライト 複合材料の機械的性質

芦塚 正博・渡辺 雅彦*・池山 信秀**

(九州工業大学物質工学科, 804 北九州市戸畑区仙水町 1-1)
*九州工業大学大学院, 804 北九州市戸畑区仙水町 1-1
**三井鉱山(株)九州研究所, 808 北九州市若松区響町 1-3

Mechanical Properties of SiC Whisker Reinforced Cordierite Composites

Masahiro ASHIZUKA, Masahiko WATANABE* and Nobuhide IKEYAMA**

(Kyushu Institute of Technology, Department of Materials Science and Engineering,
1-1, Sensui-cho, Tobata-ku, Kitakyushu-shi 804
*Kyushu Institute of Technology, Graduate Student,
1-1, Sensui-cho, Tobata-ku, Kitakyushu-shi 804
**Mitui Mining Co., Ltd., Kyushu Research & Development Center,
1-3, Hibiki-machi, Wakamatsu-ku, Kitakyushu-shi 808)

The effects of whisker diameter and carbon coating to whiskers on the mechanical properties of SiC-whisker-reinforced cordierite composites were studied. The flexural strength of cordierite reinforced with whiskers of a small diameter was stronger than that with a large diameter. The fracture toughness of cordierite reinforced with whiskers of a small diameter was slightly larger than that with a large diameter. No significant effect of coating of whisker with carbon was observed on the flexural strength and fracture toughness of SiC-whisker-reinforced cordierite composite.

[Received September 14, 1989; Accepted December 11, 1989]

Key-words: Composites, SiC whisker, Strength, Fracture toughness, Load transfer, Carbon coating

1. 緒 言

セラミックスは耐熱性に優れ、高温でも高強度であることより、新しい機械・構造材料として注目されているが、金属に比べ破壊靱性値が低く、その改善が望まれている。近年セラミックスの破壊靱性値を向上させる目的で、繊維あるいはウイスキーと複合化する研究が行われている^{1)~4)}。著者らは、前報で、熱膨張係数の異なる3種類の結晶化ガラス（ディオブサイド、アノーサイト、コーディエライト）をマトリックスとして、SiC ウイスキーを添加した複合材料の高強度化機構、高靱性化機構について検討し、荷重転移の寄与が大きいことを明らかにした⁵⁾。

本研究では、SiC ウイスキー強化コーディエライト系複合材料において、ウイスキーの径を変化させた場合、及び表面にカーボンコーティングしたウイスキーを使用した場合の、強度及び靱性に対する影響を検討した。

2. 実験方法

コーディエライト ($2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$) 組成のガラス粉末を作製するための原料としては、試薬1級と

して市販されている MgO 、 Al_2O_3 及び SiO_2 を使用した。3 μm 以下に微粉碎したガラス粉末に SiC ウイスキー（東海カーボン製）を 20 vol% 添加した混合粉末を黒鉛製モールドに入れ、1300°C で1時間ホットプレスして直径 18 mm、長さ 18 mm の円柱状の焼結体を作製し測定用試料とした。密度はアルキメデス法で、ヤング率はシングアラウンド音速測定装置を用いて、また硬度はピッカース硬度計（荷重 200 g）で測定した。強度は円柱状の試料から幅 4 mm、厚さ 2 mm の試験片を切り出し、表面を 1 μm のダイヤモンドペーストで鏡面まで研磨した後、スパン 15 mm の3点曲げで測定した。なお、強度測定に使用した試料の数は 6~7 本である。破壊靱性値は Indentation Fracture 法（荷重 10 kg）で測定した。強度測定をした試料の中で平均強度に近い 2 本の試料を取り出し、それぞれについて、ピッカース硬度計で 9~10 点の亀裂を作製し、ヤング率及び強度と組み合わせて破壊靱性値を計算で求めた。試料の作製方法及び機械的性質の測定方法の詳細は前報⁵⁾と同じである。なお、本研究に使用した SiC ウイスキーの直径及び長さを表 1 に示す⁶⁾。

Table 1. Diameter and length of SiC whisker.

SiC Whisker	Diameter μm	Length μm	Symbol of Composite
A	0.4	30	Cor/W(A)
B	1.1	50	Cor/W(B)
C	1.1	40	Cor/W(C)

The whisker C is coated with carbon

Table 2. Mechanical properties of 20 vol% SiC whisker reinforced cordierite composites.

Specimen	Cor/W(A)	Cor/W(B)	Cor/W(C)
E (GPa)	179	176	171
H_V (kg/mm ²)	827 $\pm$ 25	830 $\pm$ 23	823 $\pm$ 27
σ_f (MPa)	317 $\pm$ 28	248 $\pm$ 11	268 $\pm$ 24
K_{IC} (MPa $\cdot\text{m}^{1/2}$)	4.12 $\pm$ 0.16	3.96 $\pm$ 0.23	3.99 $\pm$ 0.14

E.: Young's modulus H_V : Vickers hardness

σ_f : Flexural strength K_{IC} : Fracture toughness

3. 結果及び考察

本研究で作製した 20 vol% SiC ウイスキー含有複合材料のヤング率、硬度、曲げ強度及び破壊靱性値に関する測定結果をまとめて表 2 に示す。

3.1 強 度

本研究で作製した 3 種類の複合材料の強度を比較すると、Cor/W(A) が 317 MPa と最も高く、Cor/W(B) 及び Cor/W(C) が、それぞれ 248、268 MPa と、やや低めの値になった。これらの試料の強度測定後の破断面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真を図 1 に示す。この図より明かなように、Cor/W(A) 及び Cor/W(B) は、前報⁵⁾と同様に、大部分のウイスキーはマトリックスと同じレベルで破断していた。一方、Cor/W(C) の場合は、他の二つの試料と異なり、破断面と平行に配位したウイスキーは、そのウイスキーがマトリックスからはく離するように [図 1(c) 中の矢印 A]、また破断面とある角度を取って配位したウイスキーはその先端部分のマトリックスのみがはく離した [図 1(c) 中の矢印 B] と推測されるような破壊形態をしていた。しかし、Cor/W(C) の場合も、Cor/W(A) 及び Cor/W(B) と同じように、破断面と同じレベルで破断しているウイスキーが多数を占めていた。

著者らは、前報⁵⁾で、SiC ウイスキーを添加したコーディエライトの高強度化機構として、荷重転移を考えた。本研究での Cor/W(A) 及び Cor/W(B) の破面でのウイスキーも、マトリックスと同じレベルで破壊していることより、前報と同様に、これらの試料の高強度化機構は荷重転移であると推測される。荷重転移が主な機構であるとすると、複合材料の強度にはウイスキーの強度が直接反映されてくることになる。一般に、ウイスキー

Fig. 1. Scanning electron micrographs of fracture surfaces for 20 vol% SiC whisker reinforced cordierite composites. Arrows A and B in Fig. (c) indicate debonding of whisker-matrix interface.

の強度は径が小さいほど高くなることが知られている⁷⁾。Cor/W(A) の強度が Cor/W(B) の強度より高くなったのは、前者の試料中のウイスキーの径が後者よりも小さいためと考えられる。

一方、Cor/W(C) は Cor/W(B) とウイスキーの径はほとんど同じ大きさであったが、破面でのウイスキーの破壊形態は異なっていた。Cor/W(C) 系の場合、ウイスキーとマトリックスの結合界面の破壊が、はく離するような破壊形態をとっているため、Cor/W(B) の強度より低めになることが予想されるが、測定結果には、

顕著な差が認められなかった。このように、Cor/W(C)とCor/W(B)の強度関係が、破面観察から予測されるような傾向を示さなかったことに関しては、コーディエライトとSiC ウィスカーとの反応によるウィスカーの劣化が起きないかどうか等も含めて、更に詳細に検討する必要があると考えている。

3.2 破壊靱性

表2より明らかなように、得られた破壊靱性値は3種類の試料の中でCor/W(A)がわずかに高めの値を示した。しかし、それらの試料間の破壊靱性値の差は強度の差に比べると小さい。図2は、3種類の試料表面に、ビッカース圧子で形成したクラックの進展状況を示したものである。前報⁵⁾と同様に、ウィスカーの径が小さいCor/W(A)でのクラックの偏向の程度は少ない。一方、ウィスカーの径が大きいCor/W(B)及びCor/W(C)でのクラックの偏向の程度はCor/W(A)の場合より、やや大きく観察された。特に、Cor/W(C)では図1の破面観察で認められたウィスカーとマトリックスのはく離に対応する凹凸がクラック中に認められた(図2(c)中の矢印C)。しかし、その凹凸の数はわずかである。

著者等は、前報⁵⁾で、SiC ウィスカー強化コーディエライト系複合材料の高靱性化機構として荷重転移を考えた。本系の複合材料の破面でのウィスカーの破壊形態も前報と類似していることより、荷重転移が高靱性化の主要な機構であると推測される。荷重転移が高靱性化の主要な機構で、破壊起点となる欠陥の大きさが同一と近似できるような場合には、強度が最も大きい試料の破壊靱性値が最も高くなることになる。表2から明らかなように、本研究で測定した3種類の試料の中では、ウィスカー

の径が小さいCor/W(A)の破壊靱性値が最も大きかった。しかし、他の二つの系に比べて、その差はわずかである。Cor/W(A)の強度がCor/W(B)及びCor/W(C)の強度より顕著に高い値を示したにもかかわらず、破壊靱性値に顕著な差が認められなかったのは、Cor/W(B)及びCor/W(C)の高靱性化機構には、Cor/W(A)に比べクラック・ディフレクションの機構がわずかではあるが多く加算されたためと考えている。

本研究で対象にしたCor/W(A)及びCor/W(B)のように、コーディエライトとSiC ウィスカーが直接接触して強固に結合するような場合、ウィスカーの表面にカーボンコーティングすると、それらの間の結合を弱める働きをするものと推測される。図2(c)の試料表面に黒く見えるくぼみが点在しているが、これは研磨中にマトリックスよりウィスカーが欠落したことを示している。図2(c)のように研磨中にマトリックスからウィスカーの欠落が認められたこと、及び図1(c)の破面のように、破壊に際してコーディエライトとSiC ウィスカーの界面ではなく離が認められたことは、ウィスカーの表面へのカーボンのコーティングはウィスカーとマトリックス間の結合を弱める働きをしていることを証明しているものと考えている。しかし、本系の場合、マトリックスとSiC ウィスカー界面ではなく離を起こしたウィスカーの数の占める割合はあまり高くないため、高靱性化に顕著には寄与しなかったものと考えられる。

ウィスカー強化セラミックス系複合材料の靱性値に対するウィスカー径の影響については、Beckerらの理論解析がある⁸⁾。それによればウィスカー強化セラミックス系複合材料の破壊靱性値はウィスカーの径が大きくなるとともに増大することが予測されている。本研究での結果はBeckerらの理論からの予測とは異なっている。その不一致の原因は、Beckerらの理論はウィスカーとマトリックスの界面ではなく離を伴ったウィスカーのブリッジングが高靱性化の主要因として組立てられているのに対し、本研究で対象にしたSiC ウィスカー強化コーディエライト系複合材料の高靱性化の主な機構は荷重転移であるというように、その高靱性化の基本機構が異なるためと考えられる。

4. 結 論

SiC ウィスカー強化コーディエライト複合材料の機械的性質に対する、ウィスカーの直径の影響、表面にカーボンコーティングしたウィスカーを使用した場合の影響を検討した。

(1) SiC ウィスカー強化コーディエライト複合材料の強度は、直径の小さいウィスカーを使用した場合が、高い値を示した。

(2) SiC ウィスカー強化コーディエライト複合材

Fig. 2. Propagation of crack induced by Vickers indenter for SiC whisker reinforced cordierite composites. Arrow C in Fig. (c) indicates debonding of whisker-matrix interface.

料の破壊靱性値はウイスキーの直径が小さい方が、高めであったが、その差は非常に小さかった。

(3) 表面にカーボンをコーティングした SiC ウイスキーで強化したコーディエライト複合材料の強度及び破壊靱性値は、表面にカーボンをコーティングしていない SiC ウイスキーを使用した場合の強度及び破壊靱性値との間に顕著な差は認められなかった。

謝 辞 本研究の遂行に当たり、九州工業大学工学部学生・袋 雅実、芹野 晶の諸君の協力がありました。記して感謝の意を表します。

文 献

- 1) K.W. Prewé and J.J. Brennan, *J. Mater. Sci.*, 17, 1201-06 (1982).
- 2) C.C. Wei and P.F. Becker, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 64, 370-76 (1985).
- 3) N. Claussen, K.L. Weisskopf and M. Rühle, *J. Am. Ceram. Soc.*, 69, 288-92 (1986).
- 4) 玉利伸幸, 近藤 功, 袖岡 賢, 上野和夫, 樋端保夫, 窯協, 94, 1177-79 (1986).
- 5) 芦塚正博, 相本美徳, 渡辺雅彦, セラミックス論文誌, 97, 795-802 (1989).
- 6) 東海カーボン(株)試験成績表.
- 7) 須藤 一著, “材料システム学”, 内田老鶴圃(1986) p. 69.
- 8) P.F. Becker, C. Hsueh, P. Angelini and T.N. Tiegs, *J. Am. Ceram. Soc.*, 71, 1050-61 (1988).