SiC 繊維強化 LAS 複合材料の破壊靱性

香 川 豊* 岸 輝 雄**

J. Japan Inst. Metals, Vol. 56, No. 12 (1992), pp. 1470-1478

Fracture Toughness of SiC Fiber-Reinforced LAS Matrix Composites

Yutaka Kagawa* and Teruo Kishi**

*Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, Tokyo

**Research Center for Advanced Science and Technology, The University of Tokyo, Tokyo

Fracture toughness, defined as a starting point of the R curve, of unidirectionally-reinforced continuous SiC (Nicalon®) fiber-reinforced LAS-II matrix composites have been obtained using newly-developed electric resistance technique. Effects of the volume fraction and interfacial shear sliding strength, respectively on the initial toughness of the composite were evaluated using specially-prepared composites. The obtained results were discussed with the stress fields near the notch tip. The electric resistance technique allowed determination of the start of fracture at a tip of notch. The initial toughness calculated at the initial fracture load obtained from the electric resistance technique depends strongly on the interfacial shear sliding stress. When the interfacial shear strength was sufficiently high to prevent splitting along the interface between the fiber and matrix, the initial toughness increased with increasing the fiber volume fraction. However, when the interfacial shear stress was low, the splitting along the interface initiated before the tensile fracture of the matrix phase. In this case, the initial toughness was independent of the volume fraction. Theoretical prediction of the stress field near the notch tip explained this dependence of the initial toughness on the interfacial shear strength. The possibility of the improvement of initial toughness and limitations of the toughness of ceramics by the addition of fiber were discussed from a point of materials design.

(Received May 27, 1992)

Keywords: initial toughness, composites, SiC fiber-reinforced lithium-aluminosilicate, electric resistance technique, interfacial shear strength, volume fraction, stress field, materials design

I. 緒 言

繊維強化セラミックスではセラミックス単体では得られない優れた破壊靱性が得られると言われている。特に、連続した繊維で強化したセラミックス材料ではマトリックス単体に比較して靱性(あるいは破壊抵抗)の向上が著しいことが明らかになっている⁽¹⁾。この場合の高靱性化はクラックブリッジング機構や繊維軸方向へのスプリッティング(splitting)機構により達成され、破壊の進行とともに材料中に損傷が累積され、破壊抵抗が増加する挙動をとることが特徴である(Fig. 1)。

どのようなクラックの進展経路をとるにせよ繊維強化セラミックスでは応力集中源から破壊が開始する条件を規定する破壊に対する抵抗値[†](以後、 K_I^c と記述し、本論文で

Fig. 1 Toughness, K , versus cumulative damage in composites for the continuous fiber-reinforced ceramic matrix composite and definition of initial toughness, K_I^c .

* 東京大学生産技術研究所

** 東京大学先端科学技術センター

† 本研究ではすべてモード I の破壊靱性試験を行っているので、文章中では煩雑さを避けるためにモード I であることを特に記述することを行わないことにした。また、マトリックス単体の破壊靱性値についても同様の取扱いをした。

ではイニシャル破壊靱性 (Initial toughness) と定義する) は Fig. 1 に示したように材料の最小の破壊抵抗を与えるとともに、破壊の開始を規定する値なので繊維強化による高靱化を議論するためには極めて重要な値であると考えられる。現在までに K_{Ic} 値については、理想的な破壊過程を仮定して 2, 3 の理論的解析⁽²⁾⁻⁽⁴⁾が行われているものの実際の破壊過程を観察して実験的にその値を求めた研究は報告されていない。また、理論的解析に用いられた仮定の適否や K_{Ic} を用いて高靱化の限界を議論した研究も著者らの知る範囲においては見当たらない。

そこで、本研究では繊維体積率と界面せん断強度をそれぞれ変化させた材料を用い、連続繊維強化セラミックスの応力集中源からクラックが進展を開始する時点での応力拡大係数 (K_{Ic}) を系統的に求め、その値と破壊過程との関係を考えることにより連続繊維強化セラミックスの応力集中源からの破壊の開始に対する高靱化の限界を定量的に考察した。

II. 実験方法

1. 複合材料の製造

実験には一方向連続 SiC 繊維 (ニカロン, 日本カーボン (株) 強化 LAS (Lithium-aluminosilicate) ガラスセラミックスを用いた⁽⁵⁾。複合化に先立ち SiC 繊維表面に ~50 nm のアモルファス状の炭素 (C) をコーティングした繊維を 500 本束としたものをスラリー状にしたマトリックス中を通すことにより、マトリックスガラス粉末を繊維表面に付着させたプリフォームを作製した。ついで、このプリフォームを乾燥後、切断し、ホットプレス用のダイス中に並べホットプレスした。ホットプレスは真空中にて 1673 K で 1.8 ks 間加熱した後 1173 K の温度で 10 MPa の加圧圧力を 0.6 ks 間加えて行った。複合材料中の平均繊維体積率は繊維に付着するマトリックス粉末の量で調整し、最終的に 0.41, 0.45, 0.50, 0.57 の 4 種類とした。Fig. 2 は実験に

Fig. 2 Typical optical micrographs of the polished section of the SiC fiber-reinforced LAS matrix composite.

用いた複合材料の繊維軸に垂直な方向の研磨面の光学顕微鏡写真の一例を示したものである。

実験には界面せん断強度を変化させるためにホットプレスしたままの複合材料ならびにホットプレス後の複合材料を窒素雰囲気中で、1323 K, 7.2 ks 熱処理し、マトリックスの LAS 中に β スポドューメン (β -spodumen) を析出させたものも用いた⁽⁶⁾。 β スポドューメンの生成は X 線回折で確認した。

2. 界面せん断強度の測定

複合材料の界面せん断剥離強度 (τ_d) と滑り強度 (τ_s) をマイクロビッカースプッシュイン法 (micro Vicker's push-in method) により測定した。実験には微小三角圧子を十分に研磨、乾燥した試験片表面の繊維の中心部分に大気中で押し込み、そのときの荷重-変位曲線を記録することにより求めた。マイクロビッカースプッシュイン法の実験条件および手法はすでに報告した方法⁽⁷⁾とすべて同一である。

界面せん断剥離強度は剥離開始までは繊維、マトリックスともに弾性変形をしていると仮定し、プッシュイン試験時の剥離開始荷重 (F_d) から

$$\tau_d = \frac{F_d}{2\pi R_f^2} \sqrt{\frac{2E_m}{E_f(1+\nu_m)^2 \ln(1/\sqrt{f})}} \quad (1)$$

で求め⁽⁸⁾、界面せん断滑り強度は滑りが生じている領域ではせん断応力は一定と仮定し、

$$\tau_s = \frac{F^2}{4\pi^2 \delta R_f^3 E_f} \quad (2)$$

から求めた⁽⁹⁾。ここに、 R_f は繊維半径 (9 μm)、 E_m はマトリックスのヤング率 (85 GPa)、 E_f は繊維のヤング率 (200 GPa)、 ν_m はマトリックスのポアソン比 (0.2)、 f は繊維体積率であり、 δ は繊維の押し込み荷重が F における繊維表面の押し込み深さである。

3. 試験片

ホットプレス後の複合材料から機械的加工により Fig. 3 に示す形状、寸法を持つ片側切り欠き試験片 (以後、SEN (Single-Edge-Notched) 試験片とする) を作製した。繊維軸に平行な表面はすべて 0.1 mm のダイヤモンドペーストで仕上げ研磨を行った。ノッチは繊維軸に対して垂直

Fig. 3 Shape and dimension of the single-edge-notched (SEN) specimen (in mm).

Fig. 4 Schematic drawing of details of notch tip (A) and electrical resistance method (B).

な方向にダイヤモンドカッターを用いて導入した。ノッチ長さ(a)の試験片幅(w)に対する比(a/w)は ~ 0.5 とした。ノッチ導入後に測定したノッチ幅は 360 μm, ノッチ先端半径はおよそ 230 μm であった。

4. 破壊靱性試験

SEN 試験片を用いて室温, 大気中(297 K)にて破壊靱性試験を行った。試験は3点曲げ負荷形式により行い, 下部スパン長さは 40 mm とした。試験はインストロン試験機(最大容量 500 kN)を用い, クロスヘッド速度 0.5 mm/min にて試験を行った。なお, 一つの条件には 3~5 枚の試験片を用いて実験を行った。比較的速いクロスヘッド速度を用いた理由はノッチ先端でのマトリックスの破壊に対する応力腐食の影響を最小限にするためである。

5. 破壊開始荷重の測定

ノッチ先端の破壊の開始を正確に測定するために Fig. 4(A)のように SEN 試験片に厚さ 0.5 mm の Cu 板の電極を試料と絶縁して SEN 試験片にエポキシ系の接着剤を用いて張り付け, その後, Au をノッチ部の内面におよそ 50 nm スパッターコーティングした。スパッターコーティング後の端子間抵抗値(R_n)はおよそ 80 Ω となるように電極間距離を設定した。

試験前に試験片の端子間の抵抗値をブリッジ回路中の抵抗値に等しくするための外部可変抵抗(R_V^1)を Fig. 4(B)に示した電極間に直列に加えて総抵抗値が $120 \pm 0.5 \Omega$ になるように調節した。この試験片をブリッジ回路の一部とし, Fig. 4(B)のような測定回路を用いて試験中の抵抗変化を調べた。

6. 破壊状況の観察

破壊試験後には破面の様子を走査型電子顕微鏡(以後, SEM とする)を用いて観察した。また, 一部の試験片ではノッチ先端からクラックが進展を開始した直後に試験を中止し, ノッチ先端からのクラックの進展の様子を詳細に観察した。

III. 実験結果

1. 界面せん断強度

Table 1 は実験で用いた複合材料の界面せん断力学特性を示したものである。この表に見られるように実験で用いた複合材料の界面せん断剥離強度は結晶化処理の有無にかかわらず ~ 0.15 MPa であった。一方, 界面せん断滑り強度は結晶化の有無で異なり, 結晶化処理により未結晶化処理のものよりもおよそ 30% 小さな値になっている。これらの結果より本実験で用いた複合材料では界面せん断剥離強度は同一であるが界面せん断滑り強度が異なる材料であることがわかる。Marshall の提案した手法⁽¹⁰⁾で測定した界面剥離エネルギー開放率は結晶化処理の有無にかかわらず ~ 0.02 J/m² であった。

これらの結果は界面の接着強度は Van der Waals 力程度⁽¹¹⁾であり, 界面せん断滑り強度のみが結晶化処理により低下する現象は繊維の径方向とマトリックスの熱膨張係数の差異に基づくものであると考えられる。すなわち, LAS マトリックスの結晶化によりマトリックス中に β スポデューメンが析出しマトリックスの熱膨張係数($\approx 1.5 \times 10^{-6}$ K⁻¹)が繊維の熱膨張係数(3.1×10^{-6} K⁻¹)よりも小さくなり, 結晶化温度からの冷却時に繊維径方向の残留熱応力が極めて小さくなったために繊維半径方向の機械的締めつけ力が低下したためと考えられる⁽¹²⁾。

2. 荷重-変位, 抵抗変化曲線

Fig. 5 は抵抗変化によるノッチ先端からのクラックの進展開始を求めるために複合材料の破壊靱性試験時に測定された荷重-変位曲線(実線)と荷重-抵抗変化曲線(破線)例を示したものである。荷重-変位の関係は試験初期には直線的であるが, 最大荷重の 1/2~1/3 程度の荷重から非線形変形を生じた。また, 最大荷重後の荷重の低下は鋸の刃のような形で荷重が徐々に低下していく挙動が見られた。このような挙動は繊維体積率, 結晶化処理の有無によらずにはほぼ同様であった。

図中に破線で示した荷重-抵抗の関係は原点近くの直線の部分では電流値に自然のドリフトによると思われる以外の変化はない。しかし, 荷重-変位の関係が非線形を示す領域よりもはるかに小さな荷重(以後, F_I^* と記述する)で抵抗値が急激に変化しており, ノッチ内部のコーティング

Table 1 Interfacial shear strengths of SiC fiber-reinforced LAS matrix composite obtained by micro-Vicker's push-in method.

Composite	As fabricated	Ceramed
Strength		
Debonding (MPa)	0.15	0.15
Sliding (MPa)	14.1	3.9

Fig. 5 Typical load-displacement curve (solid line) and output of bridge circuit (broken line) for SiC fiber-reinforced LAS matrix composite, (A-1, A-2): as-fabricated composite, (B-1, B-2): ceramed composite. The output of bridge circuit was obtained after amplification by a strain amplifier. The abrupt change of output of resistance R_n from the bridge circuit is defined as critical load F_i^c .

層に何らかの破壊が生じたことを示している。電気抵抗の変化は未結晶化処理材料では一度に急激に生じるが、結晶化処理材料では一旦急激な変化が生じた後に複雑に変化しながら低下している。この現象から未結晶化処理材料では荷重 F_i^c においてノッチ先端部で比較的大きな単位の破壊が一度に生じた可能性があり、結晶化処理材料では微小な

Fig. 6 Plots of F_i^c versus volume fraction of fiber, f , for the SiC fiber-reinforced LAS matrix composite. (F_i^c is defined in Fig. 5).

単位の破壊が徐々に進行したものと推測される。

Fig. 6 は抵抗値の急激な変化が認められた荷重(F_i^c)の繊維体積率の関係を示したものである。未結晶化処理材料の F_i^c は繊維体積率の増加とともに大きくなる傾向を示している。一方、結晶化処理材料では F_i^c は繊維体積率によらずほぼ一定の値を示している。なお、最大荷重(F_i^m)の値は繊維体積率によらずほぼ一定の値であるが、結晶化処理をした材料($F_i^m=150\sim170$ N)のほうがホットプレス後の未結晶化処理材料($F_i^m=200\sim250$ N)よりも小さな値になっている。

3. 破壊状況

Fig. 7(A), (B)はマクロな破壊状況を示したものである。本実験で用いた複合材料ではノッチ先端からのマクロなクラックの進展はノッチに対して繊維軸に平行に対称に進展し、このような挙動は繊維体積率によらず試験したすべての試験片で認められた。最大荷重点付近では Fig. 7(B)に示すように圧縮側の負荷点近傍で圧縮破壊が生じていた。したがって、最大荷重は試験方法と条件に依存する見かけの値であり、材料特性として取扱うには物理的意味が不明確なものと考えられたため、以後の考察では考慮しないことにした。

Fig. 8は破壊靱性試験の最大荷重点直後に試験を中止したもののノッチ先端からのクラックの進展した様子をSEMで観察したものの一例である。ノッチ先端からのク

(A) Nonlinear Deformation Region

(B) Just After Maximum Load

Fig. 7 Fracture appearance of the composite, (A): just after nonlinear deformation, (B): near the maximum load.

Fig. 8 SEM photograph of the composite near the tip of crack for the as-fabricated composite with the volume fraction: $f=0.51$ (just after maximum load).

Fig. 9 SEM photographs of shear failure of matrix and shear sliding at the interface near the tip of notch (As-fabricated composite, volume fraction: $f=0.45$).

ラックの進展はノッチの真の先端部ではなく先端部に近い曲線部で繊維とマトリックス間の界面に沿って進展した。繊維間のマトリックスには Fig. 9(A)に示した界面滑りの痕跡と Fig. 9(B)に示すようにせん断破壊している現象もところどころ観察された。

Fig. 10 SEM photographs of fiber fracture of the SiC fiber-reinforced LAS matrix composite (ceramed matrix, volume fraction: $f=0.45$).

初期ノッチから数 mm 離れた所では Fig. 10(A), (B)に示すように繊維の破断が観察された。破断した繊維は互いに 1~20 mm 離れているので破断した繊維近傍で繊維とマトリックス間の界面の滑りあるいは繊維間のマトリックスのせん断破壊により破断した部分が開口したものと考えられる。このようなミクロな破壊様式も結晶化処理の有無にかかわらず同様であった。

4. イニシャル破壊靱性(K_I^c)の繊維体積率依存性

Ⅲ・2で求めた荷重 F_I^c を用いてノッチ先端から破壊が開始する直前まではノッチ先端で線形破壊力学から求められる応力分布をしていると仮定し、外部負荷荷重が F_I^c での応力拡大係数 K_I^c (イニシャル破壊靱性)の繊維体積率依存性を求めた結果を Fig. 11 に示す。ここで、 K_I^c の導出には

$$K_I^c = \frac{3LF_I^c}{2w^2t} \sqrt{\pi a} Y(\zeta) \quad (3)$$

$Y(\zeta) = 1.107 - 2.210\zeta + 7.71\zeta^2 - 13.55\zeta^3 + 14.25\zeta^4$ を用いた⁽¹³⁾。ここに、 $Y(\zeta)$ は形状係数であり $\zeta = a/w$ である。また、式(3)中に示した記号は Fig. 2 中に示した

Fig. 11 Plots of initial toughness, K_I^0 , versus volume fraction of fiber for the SiC fiber-reinforced LAS matrix composite.

ものである。

Fig. 11 を見るとホットプレスしたままの未結晶化処理材料では K_I^0 値は繊維体積率の増加につれ 2.9~3.5 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ へと徐々に増加している。一方、結晶化処理後の材料では K_I^0 の値は繊維体積率によらず平均 2.5 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ではば一定である。この結果より本実験で用いた複合材料ではイニシャル破壊靱性 (K_I^0) は最大でもマトリックス単体の臨界応力拡大係数 ($K_{Ic}^m = 2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$)⁽⁵⁾ のおよそ 1.8 倍程度であることがわかる。

なお、通常繊維強化セラミックスで報告されている 10~20 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ の破壊靱性値⁽¹⁴⁾は破壊靱性試験より求められる最大荷重を用いており材料が破壊しながら荷重を負担することができるために見掛け上大きな破壊靱性値となっていることは明らかである。しかし、最大荷重を用いた破壊靱性は最大荷重時に式(3)を用いて応力拡大係数を求めることはノッチ先端の応力場の特異性に問題があると考えられるので本研究では最大荷重を用いた値は採用しないこととした。

IV. 考 察

1. 破壊挙動と破壊モード決定の条件

破壊靱性試験時に抵抗値の測定の結果から荷重-変位挙動上でコンプライアンスに変化が見られる点よりもわずかに小さな荷重で抵抗値の急激な変化が見られる(荷重: F_I^0)。したがって、抵抗値の急激な変化が見られた時点でノッチ先端で何らかの破壊が生じていたと考えられる。まず、このときの破壊挙動を考察する。

複合材料を均質異方性体と仮定するとノッチ先端での応力集中に関しては Shi ら⁽¹⁵⁾, Green と Taylor⁽¹⁶⁾, あるいは Bishop⁽¹⁷⁾により理論的解析が行われている。このうち、

Fig. 12 Schematic drawing of the notch tip geometry and definition of $\varepsilon (= a/b)$.

Bishop による解析は均質異方性体を仮定しノッチ先端を楕円に近似したものであり、本実験の試験状態に近いものであると考えられる。Bishop によるとノッチ先端半径が Fig. 12 のように短軸が a 、長軸が b の楕円で近似されるとすると、ノッチ先端近傍での繊維軸方向の引張応力の最大値 ($\sigma_{xx}^{\max}$) は、

$$\sigma_{xx}^{\max} = \mu^2 \beta_1 \beta_2 \frac{[\beta_1 + \beta_2 + \varepsilon(\beta_1 \beta_2 - \mu^2)]}{(\beta_1^2 + \mu^2)(\beta_2^2 + \mu^2)} \frac{\sigma_c^\infty}{\varepsilon} \quad (\equiv \omega_1 \sigma_c^\infty) \quad (4)$$

で与えられる。ここで、 μ^2 は、

$$\mu^2 = \beta_1 \beta_2 \left[\frac{\beta_2(1 + \varepsilon \beta_1)^{1/2} - \beta_1(1 + \varepsilon \beta_2)^{1/2}}{\beta_2(1 + \varepsilon \beta_2)^{1/2} - \beta_1(1 + \varepsilon \beta_1)^{1/2}} \right] \quad (5)$$

を満足する値である。同様に、せん断応力の最大値 ($\tau_{xy}^{\max}$) は、

$$\tau_{xy}^{\max} = \frac{-\mu \beta_1 \beta_2 [\beta_1 + \beta_2 + \varepsilon(\beta_1 \beta_2 - \mu^2)]}{(\beta_1^2 + \mu^2)(\beta_2^2 + \mu^2)} \frac{\sigma_c^\infty}{\varepsilon} \quad (\equiv \omega_2 \sigma_c^\infty) \quad (6)$$

で与えられる。ここで、 μ^2 は

$$\begin{aligned} & \varepsilon(\mu^2)^3 - 3(\beta_1 + \beta_2 + \varepsilon \beta_1 \beta_2)(\mu^2)^2 \\ & - \varepsilon(\beta_1^2 + \beta_2^2)(\mu^2) - 3\varepsilon \beta_1^2 \beta_2^2 (\mu^2) \\ & - (\beta_1^2 + \beta_2^2)(\beta_1 + \beta_2 + \varepsilon \beta_1 \beta_2)(\mu^2) \\ & + \beta_1^2 \beta_2^2 (\beta_1 + \beta_2 + \varepsilon \beta_1 \beta_2) = 0 \end{aligned} \quad (7)$$

を満足する値である。また、式(4)から(7)で β_1, β_2, α は

$$\beta_1^2 = \alpha E_c^T \left[1 + \left(1 - \frac{1}{\alpha^2 E_c^T E_c^L} \right)^{1/2} \right] \quad (8)$$

$$\beta_2^2 = \alpha E_c^T \left[1 - \left(1 - \frac{1}{\alpha E_c^T E_c^L} \right)^{1/2} \right] \quad (9)$$

$$\alpha = \frac{1}{2G_c^{TL}} - \frac{\nu_c^{LT}}{E_c^L} = \frac{1}{2G_c^{TL}} - \frac{\nu_c^{TL}}{E_c^T} \quad (10)$$

で与えられる。ここで、L, T はそれぞれ繊維軸、繊維軸に垂直な方向を示し、 E_c は複合材料のヤング率、 G は剛性率、 ν はポアソン比を示している。これらの値は繊維、マトリックスの E と ν を用いて複合則⁽¹⁸⁾より求めた。なお、繊維の特性はすでに II.2 に示した値、マトリ

ックスのヤング率(E_m)は 80 GPa, ポアソン比は 0.2 とした。

均質異方性体を仮定して求めたノッチ先端での引張およびせん断応力集中係数(それぞれ式(4), (5)で ω_1, ω_2 と置き換えた値)からマトリックスあるいは界面での最大応力(それぞれ, $\sigma_{xx}^{\max}, \tau_{xy}^{\max}$ とする)への変換に際してはそれぞれの応力がマトリックスと複合材料のヤング率の比により決定されるものとして,

$$\sigma_{xx}^{\max} = \omega_1 \left(\frac{E_m}{E_c^L} \right) \sigma_c^{\infty} \quad (11)$$

$$\tau_{xy}^{\max} = \omega_2 \left(\frac{E_m}{E_c^L} \right) \sigma_c^{\infty} \quad (12)$$

から求めた。

本実験で用いたノッチでは画像処理と楕円体を仮定した

Fig. 13 Plots of calculated tensile stress of matrix at the tip of notch versus volume fraction of fiber for the SiC fiber-reinforced LAS matrix composite.

Fig. 14 Plots of calculated shear stress of interface at the tip of notch versus volume fraction of fiber for the SiC fiber-reinforced LAS matrix composite.

曲線近似を用いた結果 $\varepsilon \approx 0.5$ である。式(4), 式(5)から求めた ω_1, ω_2 は本実験の範囲内では繊維体積率にはわずかにしか依存せず, $\omega_1 \approx 4.9, \omega_2 \approx 0.7$ 程度の値となった。この値と Fig. 6 に示した F_i^c を用いてノッチ先端からクラックが進展を開始するときの $\sigma_{xx}^{\max}, \tau_{xy}^{\max}$ を求め, 繊維体積率との関連でプロットしたものが Figs. 13, 14 である。Figs. 13, 14 を見るとバラツキはあるものの実験より求めた F_i^c における $\sigma_{xx}^{\max}, \tau_{xy}^{\max}$ の平均値は繊維体積率によらずほぼ一定値をとっている。

いま, 複合材料の破壊がノッチ先端での応力により規定されると仮定し, Fig. 13 に示した複合材料の引張荷重が F_i^c におけるノッチ先端でのマトリックスの引張応力($\sigma_{xx}^{\max}$)を考える。未結晶化処理の複合材料では平均 90 MPa であり LAS マトリックスの引張破壊応力の 95~100 MPa⁽¹⁹⁾ に近い値であり, F_i^c においてノッチ先端の

Fig. 15 Modeling of fracture behavior (A) Tensile fracture mode of matrix, (B) Shear fracture mode of the interface (the solid line indicates the first event and the dotted line indicates the second event).

マトリックスでは引張破壊応力を越えるのでマトリックスの部分での引張破壊が生じる可能性を示している。一方、結晶化処理後には平均 74 MPa であり LAS マトリックスの引張破壊応力よりも小さい値であり、 F_1^c においてマトリックスの部分が破壊するとは考えにくい。

一方、Fig. 14 に示した F_1^c におけるノッチ先端でのせん断応力集中を考えると引張応力集中とは逆に未結晶化処理材料では $\tau_{xy}^{\max}$ は 8.4 MPa であり界面せん断滑り強度の 14.1 MPa よりも小さい。ところが、結晶化処理後の材料では $\tau_{xy}^{\max}$ は 6.6 MPa であり、測定された界面せん断滑り強度の 3.9 MPa を上回っている。

これらの結果より、複合材料の破壊の始まりは Fig. 15 に模式的に示したような二つの場合に分類される。また、その条件と様式は、ノッチ先端で

(1) $\sigma_{xx}^{\max} \cong \sigma_{mu}$ かつ $\tau_{xy}^{\max} < \tau_s$ ならばマトリックスの引張破壊、

(2) $\sigma_{xx}^{\max} < \sigma_{mu}$ かつ $\tau_{xy}^{\max} \geq \tau_s$ ならば界面のせん断破壊、になる。ここで、 σ_{mu} はマトリックス単体の引張強度である。ただし、(1)の場合でもマトリックスの引張破壊が生じた後にクラックが機械的結合が支配的である弱い界面に到達するとクラックのディフレクションが界面に沿って生じマクロ的にはスプリッティングモードに見えることが多いものと考えられる。Fig. 9(B) に示したノッチ先端部近傍で観察されたマトリックスのせん断破壊は材料中の繊維配列の不均一性により界面の滑りのみではせん断変形が行われにくい部分で生じたものと解釈される。

2. K_1^c の定量化と高靱化の考え方

ここでは、SiC 繊維強化 LAS のイニシャル破壊靱性を議論しその結果を一般化し、連続繊維強化セラミックス高靱化の限界を明らかにする。

ノッチ先端からマトリックス中に繊維軸に垂直なクラックが進展する場合の K_1^c に関しては K_1^c 上限を示すと考えられている Marshall ら⁽²⁾ の応力論による解析、 K_1^c の下限を示すと考えられている McCartney⁽³⁾ あるいは界面剝離を考慮した Sekine と Kagawa⁽⁴⁾ のエネルギー論による解析が行われている。例えば、Marshall らによると K_1^c は

$$K_1^c = \left(\frac{E_c^L}{E_m} \right) K_c^m \quad (13)$$

で与えられ、McCartney によると K_1^c は

$$K_1^c = \sqrt{\frac{E_c^L}{E_m} (1-f)} K_c^m \quad (14)$$

で与えられる。

Fig. 16 は実験から求めた K_1^c をマトリックス単体の臨界応力拡大係数 (K_c^m) で規格化したものを複合材料のヤング率をマトリックスのヤング率で規格化した値 (E_c^L/E_m) との関連で示したものであり、 K_1^c の増加率の複合材料のヤング率依存性を表している。Fig. 16 の実線は式(13)、

Fig. 16 Effect of Young's modulus ratio, E_c^L/E_m , on the normalized initial toughness, K_1^c/K_c^m , for the continuous SiC fiber-reinforced LAS matrix composite (the solid lines show the theoretically calculated value from eqs. (13) and (14)).

(14) による理論値を同時に示したものである。Fig. 16 から明らかなように本実験の手法より求められる K_1^c の値は Marshall らの提案した式⁽²⁾から求めた値(式(13))に近いものである。この結果より、ノッチ先端でスプリッティングが生じない条件下でマトリックスの引張破壊が生じれば K_1^c は式(13)で示される値にまで到達でき、この値がノッチ先端からのクラックの進展開始時の最大の応力拡大係数を与えるものと考えられる。一方、界面せん断強度が小さな場合にはスプリッティングが生じる荷重は後者の場合よりも常に小さいので応力集中源先端の応力拡大係数が K_1^c に達する前にスプリッティングが生じてしまうことになる。したがって、本実験から求めた未結晶化処理材料の K_1^c は SiC 繊維強化 LAS で繊維軸に垂直な方向に応力集中源からクラックが進展する時点の応力拡大係数の最大値を与えていると考えられる。

これらの考察から明らかなように K_1^c を大きくするためには同一繊維体積率ならばノッチ先端でスプリッティングが生じない界面せん断力学特性を実現し、繊維とマトリックスのヤング率の比 (E_c^L/E_m) を大きくすることが必要であり同一ヤング率比ならば繊維体積率を大きくすることが必要になる。現実的には既存の繊維とマトリックスの組合せでは K_1^c は最大でも $\approx 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度であると考えられる。この値は多くのエンジニアリングセラミックス単体で測定されている値の K_c^m の上限に近いものである。しかし、セラミックス単体がカタストロフィックな破壊をするのに対して連続繊維強化セラミックスでは K_1^c に達しても依然として荷重負荷能力が存在することが可能であることが大きな特徴になっている。

なお、 K_1^c 以降の破壊抵抗の増加には(1)界面のスプリッ

テイングを利用し、応力集中源の影響をなくす方法、(2)繊維軸に垂直なクラックをマトリックス中に発生させクラックブリッジング機構を利用する方法、が考えられる。複合材料がいずれの破壊様式を取るかは本実験で明らかになったように外部の力学環境として応力集中源付近の界面せん断応力、マトリックスの引張応力、材料因子として界面せん断強度とマトリックスの引張強度で決定されと考えられる。

V. 結 論

SiC 繊維強化 LAS マトリックス複合材料を用いて破壊靱性試験を行いノッチ先端からのクラックの進展状況、インシヤル破壊靱性(K_{Ic})を求めた。本実験で用いたノッチ内部へのコーティング抵抗変化法はノッチ先端からのクラックの進展を十分にとらえることが可能であった。材料の破壊は界面せん断滑り応力の大きな場合にはノッチ先端でのマトリックスの部分の引張破壊から進行し、界面せん断滑り応力の小さな場合にはノッチ先端部近傍で繊維-マトリックス間界面のせん断破壊により界面に沿って生じた。抵抗変化法より求めた SiC 繊維強化 LAS の K_{Ic} は最大でも $3\sim 3.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ でありマトリックス単体の臨界応力拡大係数の1.8倍程度であった。また、 K_{Ic} が最大となる場合にはノッチ先端でスプリッティングが生じずにノッチ先端からクラックが繊維軸に垂直に進展する場合であると考えられた。

これらの結果より、 K_{Ic} を大きくするためには繊維の複合化によるヤング率の増加とノッチ先端でスプリッティングを生じなく、かつ、クラックブリッジングが生じる範囲の界面力学特性を実現することが効果的であることが示唆された。

文 献

- (1) 例えば, Y. Kagawa and T. Kishi: *Advanced Composite Materials, New Materials, Applications, Processing, Evaluation and Data Bases*, Ed. by C. Bathias and M. Uemura, SIRPE Publishers, Paris, (1990), 44.; 香川 豊: 生産研究, **24**(1990), 53など.
- (2) D. B. Marshall, B. N. Cox and A. G. Evans: *Acta Metall.*, **33**(1985), 2013.
- (3) L. N. McCartney: *Proc. Roy. Soc., Lond.*, **A409**(1987), 329.
- (4) K. Sekine and Y. Kagawa: *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 9, Plenum Press, New York, (1992), 19.
- (5) J. J. Brennan and K. M. Prew: *J. Mater. Sci.*, **17**(1982), 2371.
- (6) J. J. Brennan: *Tailoring Multiphase and Composite Ceramics*, Materials Science Research, Vol. 20, (1985), Ed. by R. E. Tressler, G. L. Messing and C. G. Pantano, Plenum Press, New York, (1985), 549.
- (7) 本田紘一, 香川 豊: 日本金属学会誌, **56**(1992), 481.
- (8) A. Takaku and R. G. C. Arridge: *J. Phys. D Appl. Phys.*, **6**(1973), 2038.
- (9) D. B. Marshall: *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**(1984), C-259.
- (10) B. B. Marshall and W. C. Oliver: *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(1987), 542.
- (11) J. J. Brennan: *ONR Tec. Rep.*, R-87-917546-4, ONR Contract No. 00014-82-C-0096, (1987).
- (12) 本田紘一, 香川 豊: 日本金属学会誌, (投稿予定).
- (13) P. C. Paris and G. R. Irwin: *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, Del Research Corporation, Pennsylvania, (1973), 2-10.
- (14) 例えば, 香川 豊: 資源・素材学会誌, **105**(1989), 1113.
- (15) G. C. Shi, P. C. Paris, and G. R. Irwin: *Int. J. Fract. Mech.*, **1**(1965), 189.
- (16) A. E. Green and G. I. Taylor: *Proc. Roy. Soc.*, **A184**(1945), 181.
- (17) S. M. Bishop: *Royal Aircraft Establishment, Technical Report 72026*, (1972).
- (18) R. M. Jones: *Mechanics of Composite Materials*, McGraw-Hill Book Company, New York, (1975).
- (19) K. M. Prew: 私信.