Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の衝撃特性に及ぼす製造温度と Nb 板体積率の影響

李 常 飂¹ 佐々木 元² 福永秀春²

¹京都大学エネルギー理工学研究所

²広島大学工学部第一類(機械系)

J. Japan Inst. Metals, Vol. 64, No. 12 (2000), pp. 1245-1251

© 2000 The Japan Institute of Metals

Effect of Fabricating Temperature and Volume Fraction of Nb Sheet on Impact Properties of Nb/MoSi₂-ZrO₂ Laminate Composites

Sang-Pill Lee¹, Gen Sasaki² and Hideharu Fukunaga²

¹Institute of Advanced Energy, Kyoto University, Kyoto 611-0011

²Department of Mechanical Engineering, Hiroshima University, Higashi-hiroshima 739-8527

Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites have been successfully fabricated by alternately stacking MoSi₂-ZrO₂ powder layer and Nb sheet, followed by hot pressing in a graphite mould. The selected fabricating parameters were hot press temperature and volume fraction of Nb sheet. The instrumented Charpy impact test was carried out at the room temperature in order to investigate the relationship between impact properties and fabricating conditions. The interfacial shear strength between MoSi₂-ZrO₂ and Nb, which is associated with the fabricating temperature and the growth of interfacial reaction layer, is also discussed. The plastic deformation of Nb sheet and the interfacial delamination were macroscopically observed. The Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites had the maximum impact value when fabricated at 1623 K, accompanying the increase of fracture displacement and crack propagation energy. The impact value of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites dramatically increased with increasing the volume fraction of Nb sheet and showed 64.9 kJ/m² for Nb content of 15 vol%. The interfacial shear strength of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites increased with the growth of interfacial reaction layer, which resulted from the increase of fabricating temperature. It is useful to promote an appropriate interfacial shear strength for the enhancement of impact value of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites. A large increase of interfacial shear strength restrains the plastic deformation of Nb sheet.

(Received July 24, 2000; Accepted October 27, 2000)

Keywords: MoSi₂-ZrO₂, Niobium, laminate composites, impact properties, fabricating temperature, niobium volume fraction, interfacial reaction layer, interfacial shear strength

1. 緒 言

二硅化モリブデン(以下 MoSi₂ とする)は約 2000 K の温度までの酸化雰囲気でも長時間使用でき、高温強度、低密度、電気伝導性、熱伝導性などの物理的性質が優れることから^{1,2)}、宇宙往還機や次世代超音速航空機のジェットエンジンあるいは高温発電用ガスタービン用に期待される超高温耐熱材料である。また、MoSi₂ は種々のセラミックス強化材料との熱力学的安定性を有し^{3,4)}、複合化による材質改善も可能である。しかしながら、MoSi₂ は単体状態では室温で非常に硬く脆いという欠点があり、室温での破壊靱性値は 3.3 MPa・m^{1/2} である。そこで、セラミックスよりも延性に富む耐熱金属を強化材料として添加することが MoSi₂ の靱性向上に最も有効な方法であると考えられ、Nb や Ta などの高融点金属を複合化する研究が行われている⁵⁻¹¹⁾。特に、Nb は優れた延性を有するとともに密度が Ta や W のような高融点金属より低く、熱膨張係数が MoSi₂ とほぼ同じであるので¹²⁾、複合化過程で残留応力により発生するマトリックスの亀裂および界面はく離が阻止できると期待される。この

観点から、著者らは Nb 板と MoSi₂ 粉末を組み合わせた Nb/MoSi₂ 積層複合材料をホットプレスすることによって作製し、MoSi₂ 単体の衝撃特性の改善について試みた。その結果、Nb 板と MoSi₂ 粉末との積層化は MoSi₂ 単体の衝撃特性を改善するが、MoSi₂ と Nb との反応により界面反応層が生じ、製造条件と熱処理条件によってシャルピー衝撃値が著しく変化することを示した¹³⁾。また、MoSi₂ 粉末に ZrO₂ 粒子を添加することにより Nb と MoSi₂ との界面反応層厚さを抑制でき、Nb/MoSi₂ 積層複合材料の衝撃特性を改善する有望な方法であることを明らかにした^{14,15)}。しかし、超高温材料への実用化に向け、Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の開発に関する研究は製造条件が確立されておらず、基礎的な評価に止まっている。その為、動的破壊特性、焼結密度、界面反応層の成長および界面せん断強度を系統的に評価した研究はまだない。

本研究では MoSi₂-ZrO₂ 粉末と Nb 板からなる Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料をホットプレスにより作製し、計装化シャルピー衝撃試験機を用いて製造温度と Nb 板の体積率が衝撃特性に及ぼす影響を調べた。また、Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の界面組織を分析するとともに、製造温度や界面反

応層の成長に関係する界面せん断強度を調べた。

2. 実 験 方 法

2.1 積層複合材料の製造

実験にはマトリックスとして、平均粒径 $2.8\ \mu\text{m}$ の MoSi_2 粉末(日本新金属㈱製)に 20 vol% の ZrO_2 粒子を添加した $\text{MoSi}_2\text{-ZrO}_2$ の混合粉末を用いた。 ZrO_2 粒子は 5.14 mass% の Y_2O_3 を含有して部分安定化させたものである。 $\text{MoSi}_2\text{-ZrO}_2$ 粉末は回転遊星運動式のボールミルにより作製した。混合速度と混合保持時間はそれぞれ $150\ \text{min}^{-1}$ と 3.6 ks とした。強化材として用いた純度 99.9% の Nb 板厚さは 0.1, 0.2, 0.3 mm である。

Nb/ $\text{MoSi}_2\text{-ZrO}_2$ 積層複合材料は $\text{MoSi}_2\text{-ZrO}_2$ 粉末と 5 枚の Nb 板を組み合わせ、真空ホットプレスすることによって作製した。 Table 1 に Nb/ $\text{MoSi}_2\text{-ZrO}_2$ 積層複合材料の製造条件を示す。製造パラメータは製造温度と Nb 板の体積率であり、加圧力と加圧保持時間はそれぞれ、30 MPa と 3.6 ks で一定とした。Nb の体積率は積層した Nb 板の厚さによって変化した。作製した積層複合材料の寸法は $10\ \text{mm} \times 20\ \text{mm} \times 80\ \text{mm}$ である。また、製造温度の上昇によって変化する界面せん断強度を調べるために、厚さ 5.0 mm の $\text{MoSi}_2\text{-ZrO}_2$ 粉末 2 層と厚さ 0.5 mm の Nb 板 1 枚からなる Nb/ $\text{MoSi}_2\text{-ZrO}_2$ 積層複合材料を Table 1 と同一条件で作製した。

2.2 計装化シャルピー衝撃試験およびせん断試験

衝撃試験は容量 9.8 kN の計装化シャルピー式のハイドロショット試験機(島津製作所㈱製: HTM-1 MODEL)を用い、常温で行った。衝撃荷重は亀裂が積層面に垂直な方向に進展するフラットワイズ方向に負荷し、衝撃速度とスパン長さはそれぞれ、3.3 m/s と 40 mm とした。 Fig. 1 は衝撃試験片の形状と寸法を示す。6 層の MoSi_2 焼結体と 5 層の Nb 板からなる衝撃試験用の Nb/ $\text{MoSi}_2\text{-ZrO}_2$ 積層複合材料は切断機と研磨紙 #100~800 を用いて $10\ \text{mm} \times 4\ \text{mm} \times 55\ \text{mm}$ に仕上げた。試験片に施した U 切欠きは Nb と MoSi_2 との接合界面で損傷が起らないように放電加工により導入した。U 切欠きの幅と深さはそれぞれ、2 mm と 1.2 mm である。試験片を破断するために要した全衝撃吸収エネルギーは移動平均により補正した衝撃荷重-変位曲線の面積を積分して求めた¹⁶⁾。シャルピー衝撃値は全衝撃吸収エネルギーを試験片の U 切欠き部を除いた断面積($4.0\ \text{mm} \times 8.8\ \text{mm}$)で割

り算することによって求めた。

界面せん断強度の評価に用いた試験片形状およびせん断試験の方法を Fig. 2 に示す。せん断試験片は切断砥石で切断した後、研磨紙 #800 まで研磨し、 $4.0\ \text{mm} \times 6.5\ \text{mm} \times 5.0\ \text{mm}$ の寸法に仕上げた。界面せん断強度は引張試験機を利用し、ロードセル上部にせん断用のプランジャーを固定し、メ

Fig. 1 Structure of laminate composites and dimensions of impact test specimen.

(a) Geometry and dimensions of shear test specimen

(b) Shear test apparatus

Fig. 2 Schematic diagrams of shear test apparatus and dimension of test specimen used for the evaluation of interfacial shear strength.

Table 1 Fabricating conditions of Nb/ $\text{MoSi}_2\text{-ZrO}_2$ laminate composites.

Volume fraction of Nb sheet (%)	5, 10, 15
Thickness of Nb sheet (mm)	0.1, 0.2, 0.3
Fabricating temperature (K)	1523, 1573, 1623, 1673
Fabricating pressure (MPa)	30
Pressure holding time (ks)	3.6
Vacuum pressure (MPa)	1.33×10^{-2}

ンバーに固定した試験片に荷重を負荷してせん断試験を行って測定した。試験片に曲げ荷重がかかるのをできるだけ避けるため、プランジャーには Fig. 2 のようにわずかな角度(約 5°)をもたせ、プランジャーは図において界面に近い MoSi₂-ZrO₂ 部分を押すように注意深く試験片を設定した。せん断試験は室温で行い、試験速度は 0.1 mm/min とした。

2.3 微細組織と破壊様式の観察

Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の界面組織は電子線プローブマイクロアナライザ(日本電子株式会社: EPMA JXA-8900)を用いて分析した。MoSi₂-ZrO₂ と Nb の界面反応層の厚さは波長分散型 X 線分光分析(WDS)により線分析を行い、Nb の成分変化が認められる範囲として決定した。界面反応層の成分は WDS により半定量分析を行い、状態図から反応相の同定を行った。また、衝撃破断により生じた Nb 板の塑性変形や離現象を観察するとともに、せん断破断面の分析を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の焼結密度と微細組織

材料内部での空孔は機械的性質や酸化挙動に大きな影響を与えるため、粉末冶金法により作製した材料ではプロセス条件による焼結密度の向上は重要な課題となる。Table 2 はホットプレスにより作製した Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の焼結密度を製造温度のパラメータとして示したものである。製造温度が増加するにつれて積層複合材料の密度は向上した。本実験の範囲では加圧力 30 MPa、加圧保持時間 3.6 ks のとき、製造温度が 1573 K 以上になると、積層複合材料の相対焼結密度は 96% 以上が得られた。

Fig. 3 は製造温度 1623 K、加圧力 30 MPa、加圧保持時間 3.6 ks の条件で作製した Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の界面領域を観察したものである。なお、同図には界面領域の黒線部分について波長分散型 X 線分光分析(WDS)の線分析を行った結果も示した。既報の研究報告で示したように¹³⁻¹⁵⁾、線分析によれば、拡散速度が Mo より速い Si が Nb 側に深く拡散し、界面で Nb₅Si₃ 相の反応層を形成することが認められる。また、界面付近の MoSi₂-ZrO₂ 側では MoSi₂ と ZrO₂ との化学反応による ZrSiO₄ 相が生じている。Nb₅Si₃ 相と ZrSiO₄ 相は WDS により半定量分析の結果により同定した。マイクロビッカース試験によれば、Nb₅Si₃ 相の硬度は Hv 1420 を示し、MoSi₂-ZrO₂ 単体の硬度

(Hv 1280) より高い。このように、Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の界面領域ではマトリックスより硬い界面反応層が形成することが分かる。

Fig. 4 は Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の界面反応層厚さに及ぼす製造温度の影響を示したものである。界面反応層厚さは Fig. 3 で示した WDS の線分析結果により決定した。製造温度が上昇するにつれて、MoSi₂-ZrO₂ と Nb との界面反応層の厚さは徐々に増大している。1523 K の温度では界面反応層の厚さは約 8 μm であるが、1673 K の場合では約 13 μm に増大している。界面反応層の成長は製造温度の上

Fig. 3 SEM micrograph and WDS line analysis for the interfacial regions of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites fabricated at 1623 K under 30 MPa and 3.6 ks.

Fig. 4 Thickness of interfacial reaction layer depending on fabricating temperature of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites.

Table 2 Sintered densities of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites fabricated at different temperatures.

Fabricating temperature (K)	Theoretical density (Mg/m ³)	Average density (Mg/m ³)	Relative density (%)
1523	6.48	5.66	87.4
1573		6.24	96.3
1623		6.29	97.0
1673		6.32	97.5

昇とともに Si の拡散速度が速くなったためであると考えられる¹⁷⁾.

3.2 Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の界面せん断強度

Fig. 5 は Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の界面せん断強度に及ぼす製造温度の影響を示したものである. 界面せん断強度の評価には 2 層の MoSi₂-ZrO₂ 粉末と 1 層の Nb 板からなる積層複合材料を用いた. 本実験の範囲では製造温度の上昇に伴い, MoSi₂-ZrO₂ と Nb との界面せん断強度は線形的に増加した. Fig. 4 と Fig. 5 によれば, 製造温度の上昇に伴い, 界面反応層の厚さが成長し, それとともに界面せん断強度が増加する. これより, 本実験の範囲内では接合が進行しているものと考えられる. 実際にせん断破断した MoSi₂-ZrO₂ 側の表面について走査電子顕微鏡 (SEM) とエネルギー分散型 X 線分光分析 (EDS) を用いて分析した結果を Fig. 6 に示す. 1523 K と 1673 K で作製した積層複合材料のせん断破断面ではいずれも Nb₅Si₃ 相が MoSi₂-ZrO₂ 側に取り込まれた破断様式を示している. 破面をみると, 製造温度が 1523 K のときは 1673 K のときに比べて凹部分の MoSi₂-ZrO₂ 相の面積が広く, 凸部分の Nb₅Si₃ 相の面積が少なく観察される. つまり, 高温になると Nb₅Si₃ 相でせん断破壊される割合が多くなっている. この破面解析から考えると, 界面せん断強度が増加するのは製造温度の上昇に伴い, MoSi₂-ZrO₂ 粉末と Nb 板がよく反応して Nb₅Si₃ 相を生成し, 界面接合が進行していくことが主な要因であると考えられる.

3.3 Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の衝撃特性

3.3.1 製造温度による影響

Fig. 7 は製造温度をパラメータとして作製した Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料について衝撃試験を行い, 衝撃荷重-変位曲線から求めた最大衝撃荷重と破断変位を示したものである. 積層複合材料の最大衝撃荷重と破断変位は製造温度が上昇するにつれて増加し, 1623 K の製造温度を境として低下する傾向を示した. 製造温度の上昇に伴う最大衝撃荷重の増加は焼結密度の増加が要因であると考えられる. (Table 2) しかし, 1673 K での製造温度では焼結密度がほぼ同じであ

Fig. 5 Effect of fabricating temperature on interfacial shear strength of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites.

るので, 最大衝撃荷重の低下は Fig. 4 で示したように約 13 μm (1673 K) までに成長した硬い界面反応層の存在によるものと考えられるが, 詳しい機構は不明である. また, 1673 K で減少した破断変位は界面反応層の成長が界面せん断強度を増加させた結果, 亀裂の分岐を伴わず, 主亀裂が進行したためであると考えられる.

Fig. 6 SEM micrographs on MoSi₂-ZrO₂ side in the shear fracture surface of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites fabricated at 1523 K and 1673 K.

Fig. 7 Maximum impact load and fracture displacement of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites fabricated at different temperature.

Fig. 8 は Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の製造温度が全衝撃吸収エネルギーに及ぼす影響を亀裂発生エネルギーと亀裂伝播エネルギーに分けて示したものである。ここで、亀裂発生エネルギーとは積層複合材料中に亀裂発生またははく離など何らかの欠陥が発生するまでのエネルギーと考える。亀裂伝播エネルギーとは、亀裂が分岐や界面はく離を伴いながら積層複合材料を伝播して破断にいたるまでの吸収エネルギーと考えるものである。積層複合材料の全衝撃吸収エネルギーは製造温度が上昇するにつれて増加し、1623 K を境として減少した。1623 K で作製したときは、全衝撃吸収エネルギーは 0.69 J であるのに対し、1673 K では 0.47 J を示した。また、いずれも亀裂伝播エネルギーが亀裂発生エネルギーよりはるかに大きく、全衝撃吸収エネルギーは亀裂伝播エネルギーの変動に強く影響を受けることが見られる。このような亀裂伝播エネルギーは衝撃破壊の際に発生する破断変位に関係し、界面反応層の成長に関係する界面せん断強度の大小に依存した Nb 板全体の塑性変形量に関係すると考えられる。

Fig. 9 は Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料のシャルピー衝撃値に及ぼす製造温度の影響を示したものである。なお、本図

Fig. 8 Effect of fabricating temperature on absorbed impact energy of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites.

Fig. 9 Relationship among Charpy impact value, interfacial shear strength and fabricating temperature in Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites.

には製造温度の上昇によって変化する界面せん断強度を示した。Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料のシャルピー衝撃値は 1623 K の製造温度で極大を示し、製造温度の上昇によって減少する温度依存性を示した。特に、1523 K で作製したとき、衝撃値は 6.6 kJ/m² であるのに対し、1623 K では 21.3 kJ/m² を示すことは注目すべきである。また、MoSi₂-ZrO₂ と Nb との界面せん断強度から考えると、シャルピー衝撃値は 42.5 MPa の界面せん断強度で最大を示している。このように、製造温度の上昇に伴いシャルピー衝撃値が増加することは界面反応層の成長に関係する界面せん断強度が増加し、Nb 板の塑性変形量に依存する破断変位と亀裂伝播エネルギーが大幅に増加したのが原因であると考えられる。しかし、1673 K の製造温度でシャルピー衝撃値が急激に低下したのは界面せん断強度の増加により Nb 板が局所的な塑性変形を起こしながら破断に至ったためであると考えられる。つまり、Fig. 10 で示したように、Nb 板の塑性変形に関する Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の破壊様式は製造温度の上昇によって著しく異なっている。Fig. 10(a) で示したように、1523 K の製造温度で作製した積層複合材料は界面反応層が薄く界面せん断強度 (21.2 MPa) が弱いために、MoSi₂-ZrO₂ 層が割れながら亀裂が界面を沿って進展して Nb 板はほとんど破断せず曲がっている破断様式を示す。一方、Fig. 10(b) と (c) で示すように、1623 K 以上の製造温度では界面せん断強度の増加によって Nb 板は完全に破断している。しかし、1623 K で作製した積層複合材料ではおそらく界面せん断強度 (42.5 MPa) が適切であるために、Nb 板は大きな塑性変形を起こしながら破断に至っており、界面はく離も発生している。これに対し、1673 K で作製した積層複合材料では界面反応層が厚く界面せん断強度 (56.7 MPa) が高いために Nb 板に対する界面拘束が大きくなり、界面はく離をほとんど伴わず亀裂は直線的に進展し、Nb 板の局所的塑性変形と破断を伴う破断様式を示す。そのときの Nb 板が全体として変形する量は 1623 K の製造温度で作製したものより小さい。この破断機構から考えると、1523 K 以下の製造温度で衝撃値が減少したことは界面せん断強度が弱いために、層間せん断はく離が起りやすくなり、Nb 板の破壊エネルギーが吸収されなかったためであると判断される。また、1673 K での衝撃値の減少は界面せん断強度の増加によって、Nb 板が局所的な破壊を起こしたためであると考えられる。これより、Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の亀裂伝播エネルギーおよびシャルピー衝撃値が製造温度の上昇によって変化することは界面反応層の成長に関係する界面せん断強度の変化により Nb 板の塑性変形挙動と界面はく離現象が異なったために生じたと考えられる。

3.3.2 Nb 板の体積率の影響

Table 3 は製造温度 1623 K、加圧力 30 MPa、加圧保持時間 3.6 ks の条件で作製した Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の衝撃荷重、破断変位および衝撃吸収エネルギーに及ぼす Nb 板の体積率の影響を示したものである。積層複合材料の衝撃荷重は Nb 板の体積率が増加するにつれて大幅に増加し、Nb 体積率 5% の場合では 534.4 N であるが、15% の Nb 体積率では 1443.5 N を示した。また、破断変位も Nb 板の体

(a) $T = 1523 \text{ K}$, $\tau = 21.2 \text{ MPa}$ (b) $T = 1623 \text{ K}$, $\tau = 42.5 \text{ MPa}$ (c) $T = 1673 \text{ K}$, $\tau = 56.7 \text{ MPa}$ Fig. 10 Typical fractographs of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites depending on the fabricating temperature and the interfacial shear strength.

積率の増加に伴い著しく向上し、15%では3.67 mmを示し、5%のもの(1.88 mm)に比べて約2倍増加した。この結果、積層複合材料はNb板の体積率が増加するにつれて亀裂発生エネルギーよりも亀裂伝播エネルギーが大幅に増加し、

Table 3 Effect of volume fraction of Nb sheet on impact properties of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites.

V_f of Nb (%)	Impact load (N)	Displacement (mm)	CIE (J)	CPE (J)
5	534.4	1.88	0.10	0.41
10	738.4	2.18	0.16	0.53
15	1443.5	3.67	0.37	1.83

CIE: Crack Initiation Energy, CPE: Crack Propagation Energy

Fig. 11 Effect of volume fraction of Nb sheet on Charpy impact value of Nb/MoSi₂-ZrO₂ laminate composites.

Nb板を体積率で15%積層した場合(Nb板の厚さ: 0.3 mm)では全衝撃吸収エネルギーは5%のNb体積率のもの(0.41 J)に比べて著しく高い2.20 Jを示した。Fig. 11は製造温度1623 K, 加圧力30 MPa, 加圧保持時間3.6 ksの条件で作製したNb/MoSi₂-ZrO₂積層複合材料のシャルピー衝撃値に及ぼすNb板の体積率の影響を示したものである。Nb板の体積率が増加するにつれて、シャルピー衝撃値は大幅に増加した。特に、Nb板の体積率を5%とした場合ではシャルピー衝撃値が12.3 kJ/m²であるが、Nb板の体積率を15%に増加するとシャルピー衝撃値は64.9 kJ/m²を示し、体積率が5%のものに比べて約5倍以上改善することが認められる。これはNb板の体積率を増加することによって、Nb板の破断エネルギーに依存する亀裂伝播エネルギーが大幅に増加したことが原因であると考えられる。

4. 結 言

Nb板とMoSi₂-ZrO₂粉末を組み合わせ、製造温度とNb板の体積率をパラメータとしてNb/MoSi₂-ZrO₂積層複合材料をホットプレスにより作製した。また、計装化シャルピー試験と界面せん断試験を行い、積層複合材料の衝撃破壊特性と界面せん断強度を評価するとともに、破断面の観察からその破壊機構を明らかにした。以下に得られた結果を示す。

(1) Nb/MoSi₂-ZrO₂積層複合材料では、最大衝撃荷重と破断変位は製造温度が上昇するにつれて、1623 Kを境として減少した。その結果、亀裂伝播エネルギーとシャルピー衝撃値は1623 Kの製造温度で極大を示し、製造温度の上昇に

よって減少する温度依存性を示した。

(2) Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の製造温度が上昇するにつれて、MoSi₂-ZrO₂ と Nb との界面反応層厚さは大きく成長し、それとともに界面せん断強度は大幅に増加した。

(3) 界面せん断強度の増加は Nb 板の局所変形を促し、Nb 板の塑性変形に依存する亀裂伝播エネルギーとシャルピー衝撃値を減少させる要因である。これより、Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料の衝撃破壊エネルギーを向上させるには Nb 板の塑性変形を最大にする適切な界面せん断強度を与えることが有効であると考えられる。

(4) Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料は Nb 板の体積率が增加するにつれて亀裂伝播エネルギーが大幅に増加し、Nb 板を体積率で 15% 積層した場合ではシャルピー衝撃値は体積率 5% のものに比べて約 5 倍以上改善し、64.9 kJ/m² を示した。

(5) Nb/MoSi₂-ZrO₂ 積層複合材料は 1623 K の製造温度では大きな Nb 板の塑性変形と界面はく離を伴う衝撃破断面を形成する。しかし、1673 K の製造温度では界面せん断強度の増加により界面はく離を伴わず Nb 板は局所的に破壊する。また、製造温度が低すぎると (1523 K)、界面せん断強度が弱くなり、拡張的な界面はく離を伴うため、Nb 板が破断しない。このような破壊様式の差が製造温度の上昇に伴いシャルピー衝撃値の変化を誘発した要因であると考えられる。

文 献

- 1) K. Vasudenvan and J. J. Petrovic: Mater. Sci. Eng., **A155**(1992), 1-17.
- 2) D. M. Shah, D. Berezik, D. L. Alton and R. Hecht: Mater. Sci. Eng., **A155**(1992), 45-57.
- 3) P. J. Meschter and D. S. Schwartz: JOM, **41**(11) (1989), 52-55.
- 4) J. M. Yang, S. M. Jeng, C. J. Yang and D. L. Anton: Mat. Res. Soc. Proc., **194**(1990), 385-392.
- 5) D. H. Carter and P. L. Martin: Mat. Res. Soc. Proc., **194**(1990), 131-138.
- 6) T. C. Lu, A. G. Evans, R. J. Hecht and R. Mehrabian: Acta Metall. Mater., **39**(1991), 1853-1862.
- 7) L. Xiao and R. Abbaschian: Metall. Mater. Trans., **23A**(1992), 2863-2872.
- 8) G. Castro, R. W. Smith, A. D. Rollett and P. W. Stanek: Scrip. Metall. Mater., **26**(1992), 207-212.
- 9) W. O. Soboyejo, F. Ye and D. S. Schwartz: Mater. Trans., **26A**(1995), 2263-2273.
- 10) L. Shaw and R. Abbaschian: Mater. Sci., **30**(1995), 849-854.
- 11) K. Badrinarayanan, A. L. Mckelvey, K. T. Venkateswara Rao and R. O. Ritchie: Metall. Mater. Trans., **27A**(1996), 3781-3792.
- 12) S. M. Pickard and A. K. Ghosh: Mater. Trans., **27A**(1996), 909-921.
- 13) S. P. Lee, G. Sasaki and H. Fukunaga: J. Japan. Inst. Metals, **63**(1998), 351-357.
- 14) S. P. Lee, J. Pan, G. Sasaki and H. Fukunaga: Composite Interfaces, **5**(1998), 405-419.
- 15) S. P. Lee, M. Yoshida and H. Fukunaga: Metall. Mater. Trans., **31A**(2000), 2075-2081.
- 16) T. Kobayashi, H. Matsubara and Y. Ueda: J. ISIJ., **67**(1981), 2216-2225.
- 17) L. Xiao and R. Abbaschian: Mater. Sci. Eng., **A155**(1992), 135-145.