技術資料

SiC/SiC 複合材料の高温における層間せん断強さの評価

野口 義男*, 青木 由雄*

(2001 年 5 月 17 日受付)

Evaluation of High Temperature Interlaminar Shear Strength of SiC/SiC Composite Materials

Yoshio NOGUCHI* and Yoshio AOKI*

(Received May 17, 2001)

1. 緒 言

宇宙往還機等に用いる構造材料としては、軽量、高強度、耐熱性が必要である。このような要求に対して、炭化珪素繊維強化炭化珪素 (SiC/SiC) 材料は、炭素繊維強化炭素材料に比べて耐熱性では下回るものの耐酸化性では優れている。これにより耐酸化処理が不要であり、製造コストの削減が期待できる。高温での用途において、将来性のある材料とされている。これらの耐熱複合材料を、構造部材等へ適用するには、特性評価技術の確立が必要である。耐熱複合材料における各種力学特性の評価試験は、個別に実施されているのが現状である^{1,2)}。

複合材料の力学的特性における弱点に、層間せん断強さが低いことがある。ここでは耐熱複合材料の本特性値の収集を目的として、織物を強化基材とした SiC/SiC 材料について層間せん断試験を行った。試験は、ダブルノッチ試験片の圧縮法とし、温度を 23°C、800°C 及び 1,000°C とした大気環境下にて実施した。

2. 供 試 材 料

SiC/SiC 材料用の強化基材は、炭化珪素繊維 (ハイニカロン: 日本カーボン(株)) を用いた平織物を 10 層積層したものの厚さ方向を炭化珪素繊維の糸で間隔が 5 mm 及び 3 mm として縫った 2 種類のプリフォームである。縦、横、厚さ方向での繊維重量比は 1:1:0.04 及び

1:1:0.13 である。プリフォームそれぞれにポリカルボシラン (ハイニカロン系前駆体) の含浸、硬化、焼成 (1,000°C) の工程を各 8 回繰り返して SiC/SiC 材料とした (製作: シキボウ(株))。試験板の大きさは、150×190 (mm) で厚さがそれぞれ 3 mm、及び 3.6 mm である。以下においては Table 1 に示すように、厚さ方向の糸の間隔を 5 mm とした場合を Type 1、同間隔が 3 mm の場合を Type 2 と呼称する。

3. 層間せん断試験法

一般的な積層複合材料においては、厚さ方向に強化繊維が配されていないので層間せん断強さが低く、注意が必要である。ところで、層間せん断強さの測定には、信頼性のある試験方法が確立されているとは言い難いのが現状である。

層間せん断強さ試験方法として規格化されているものに、短い梁状試験片の 3 点曲げ法がある。この方法は、3 点曲げに伴い層間に発生する層間せん断応力によって破壊をさせようとするものである。せん断応力以外に曲げ応力も加わっている、などによって純粋な層間せん断破壊とはならない。しかし簡便な方法であり、層間せん断強さの相対比較や品質管理上では役立つ評価法である³⁻⁵⁾。そこで、同方法に準拠して 3 点曲げ法における支持点間の距離と試験片の厚さの比を 4 及び 5 とし、両材料 (Type 1, Type 2) で各 5 本を行った。試験結果は、全ての試験片とも支持点間中央の下側最外層における引張破壊が先行し、目的とする層間せん断破壊を生じなかった。

他の試験方法としてのダブルノッチ試験片の圧縮法^{6,7)} は、短冊形状試料の表裏両面から、厚さの半分の深

* 航空宇宙技術研究所先進複合材評価技術開発センター (181-0015 東京都三鷹市大沢 6-13-1) Advanced Composite Evaluation Technology Center, National Aerospace Laboratory, 6-13-1, Osawa, Mitaka, Tokyo 181-0015, Japan

Table 1 Specification of SiC/SiC composites.

Preform	Plain weave	Plain weave
Laminate constitution	10 ply + Z yarn	12 ply + Z yarn
Fiber ratio (x : y : z)	1 : 1 : 0.04	1 : 1 : 0.13
Thickness (mm)	3.0	3.6
Types ID	Type 1	Type 2

Fig. 1 Double-notched compression interlaminar shear specimen.

さまでの溝を、間隔をあけて目違いに入れたものを試験片とし、圧縮負荷によって両溝間で層間せん断破壊をさせるものである。前記の3点曲げ法によって層間せん断破壊を生じなかったものでも、層間せん断強さを求められる可能性があるので本研究では取り上げた。

4. 試験片と試験ジグ

ダブルノッチ試験片は、供試材料より長さ30 mm、幅13 mmの短冊形状を切り出した。その後、同試料中央部分において両面より、各板厚さの半分まで達する目違いの溝を、ダイヤモンドカッター（厚さは0.8 mm）を使用して平行に入れた。試験領域は、距離を6 mmとした両溝間である⁷⁾。ダブルノッチ試験片の形状と寸法を Fig. 1 に示した。

試験は、試験片を長さ方向に圧縮することによって、溝の底を結ぶ面内で層間せん断破壊を生じさせる方法である。当試験法は、薄板の面内圧縮試験であり、試験片が座屈を生じないように両面より支える試験ジグを必要とする。同ジグの形状は、硬質プラスチックの圧縮試験法 (ASTM D 695⁸⁾ : キ形状で全長73 mm) を参考にしたが、Fig. 2 に示すように+形状で全長を24 mmとした

Fig. 2 Test fixture for the double-notched compression specimen.

もの(2個)をアルミナ材料によって製作した。

5. 試験方法

室温において2個の座屈防止用の試験ジグ間に試験片を挟み、2本のボルトとナット（アルミナ材料製：直径5 mm）による手締めで取り付けた。その後、材料試験機 (1125 : INSTRON) の加圧面間に設置し、試験片の両端面が加圧面と平行であることを確認した後、クロスヘッド移動速度を0.5 mm/分として圧縮試験を行った。試験片が明確に破壊するまでの圧縮荷重と圧縮変位（クロスヘッド移動量）の関係を、材料試験機よりの電気的出力を記録することによって取得した。

高温の付与槽は、セラミックスフォーム材料 (Fiber frax : 東芝モノフラックス(株)) で製作した。これは、試験ジグ (Fig. 2 参照) に試験片 (Fig. 1 参照) を2本のボルトとナットによって取り付けられた状態のもの、及びグラファイトセラミックス製の加熱媒体2枚を収めるためのものである。この外形寸法は120×90×20 (mm) とし、その中央部に75×45×20 (mm) の空間を設けた。

加熱媒体は、グラファイトセラミックス材料で70×40×4 (mm) 板の中央に30×15×4 (mm) の穴を開けたものである。この空間には試験ジグに試験片を取り付けたものを入れる。加熱媒体は試験ジグの上、下部にそれぞれを配置させた。

これらの最上下面の覆いは、セラミックスフォーム材料による上、下板120×90×2 (mm) を適用した。この中央部には試験片上下の圧縮部として13×4×2 (mm) が出る穴を開けた。高温度の付与槽内における試験片の取り付け状況として、上部の覆い板と加熱媒体を左右に外した状態で示したのが Fig. 3 である。

高温環境での試験には、局所的な加熱が可能である高

Fig. 3 Configuration of air conditioning chamber with specimen installed.

Fig. 4 Compression shear test setup.

Fig. 5 The diagram for time-temperatures condition (test at 800°C).

周波誘導加熱装置 (FTA-153NH: 富士電波工業(株)) を使用した。高温の付与槽内の加熱媒体を高周波誘導法により加熱することで、設定温度までに要する時間は15分間、その後同温度域にて10分間の保持をした。その後、同温度において材料試験機のクロスヘッド移動速度を0.5 mm/分とした圧縮試験を行った。高温域における試験状況を Fig. 4 に示す。

室温状態からの加熱と試験温度の保持及び試験、その後の冷却について、温度と経過時間の計測事例 (試験温度 800°C の場合) を Fig. 5 に示した。同図は、温度測定用 R 型熱電対の先端が試験片側面の中央近傍になるように設置した2点の記録結果である。試験温度 1,000°C (及び 1,200°C) とした場合も、同様な傾向にある事を確認した。

6. 試験結果

試験片に試験ジグを取り付けるのはボルトとナットによって、室温において締め付ける方法とした。試験片数は、温度環境が 23°C においては5本、温度が 800°C 及び 1,000°C では各3本ずつとした。

これらの結果より、各温度における圧縮荷重と圧縮変位の関係例を Fig. 6 にまとめて示す。23°C における圧縮荷重と圧縮変位の関係は、ほぼ直線的に最大荷重に達した後、急激にほぼ荷重値 0 まで低下した。そのとき、試験片の試験領域では、層間せん断破壊が生じたことを確認した。温度が 800°C 及び 1,000°C における試験では、可聴音を伴った比較的明確な荷重低下が数回認められた。このときは全試験領域の破断に至らず、さらに荷重値の更新がされた後にほぼ荷重値 0 まで低下した。変位量

Fig. 6 Typical load versus displacement diagram of compression shear tests.

Fig. 7 Example of the interlaminar shear fracture mode of specimens (test at 800°C).

は、23°Cの場合より高温に対応した増加傾向にある。高温においては、マトリックスの塑性化によって微小クラックなどに集中した応力が緩和され、厚さ方向の縫糸の効力が層間せん断強さの向上に寄与していると推定された。

層間せん断破壊様相の一例を Fig. 7 に示した。いずれの試験片においても、両溝底間の織物面に沿って、層間せん断破壊を生じたものである。なお、破断面には厚さ方向の縫糸の破断を所々に確認した。

層間せん断強さ (τ) は、最大圧縮荷重を試験片の両溝

間における面積 (両溝間の長さ×幅) で除して算出した。2種類の SiC/SiC 材料における、試験温度が 23°C、800°C 及び 1,000°C での層間せん断強さの結果を Fig. 8 にまとめて示した。800°C では、23°C における結果を Type 1 と Type 2 ともに上回った。なお、両材料とも 1,000°C の結果が 23°C での値程度に留まるのは、供試材料の焼成温度が 1,000°C であることが一因に挙げられた。

いずれの試験温度における結果とも、Type 1 の値は、Type 2 の値を上回っており、強化基材による差が若干認められた。なお、縫合材における厚さ方向の糸量や間隔

Fig. 8 Comparison of compression interlaminar shear strengths.

と層間せん断強さについては別途事項とする。

次に、試験温度を 1,200°C とした場合の結果 (Type 2 による 2 本) は、層間せん断破壊をせず、溝部での圧縮破壊 (Fig. 9 に一例を示す) を先に生じた。なお、取り付け用のボルト (2 本) もその際に引張破断をした。

さらに、同材料の試験片を用いて、試験温度 1,000°C と 1,200°C において、試験ジグの取り付けにボルトのみとし、締め付けナットを使用しない場合を数本の試験片で実施した。これらの結果も、層間せん断破壊の前に溝部で圧縮破壊 (Fig. 9 と同様) となることを確認した。なお、試験ジグの取り付け状態には、試験片の表面状態や圧縮負荷に伴う試験片の面外方向変位による拘束力の増加なども影響することが考えられた。

7. ま と め

2 種類の SiC/SiC 材料について、大気中の 23°C, 800°C 及び 1,000°C における層間せん断強さをダブルノッチ試験片の圧縮法で評価し、以下の結果を得た。

両材料とも、ダブルノッチ試験片の圧縮法によって、23°C, 800°C 及び 1,000°C では、両溝の底を結ぶ面に近い繊維面に沿って層間せん断破壊を生じた。

両材料の層間せん断強さは、23°C における結果の平均値で Type 1 が 22.9 MPa, Type 2 が 18.2 MPa。これよりも 800°C では、Type 1 が 30%, Type 2 が 45% ほどの高い値となった。なお、1,000°C における結果が 23°C

Fig. 9 An example of compressive fracture of notched portions (test at 1,200°C).

での値程度に留まった。これは、材料の焼成温度が影響したと考えた。

1,200°C の試験において、試験片が溝部で圧縮破壊を生ずることが認められた。試験領域の両溝間の距離を短くするなどによる検討が必要となった。

参 考 文 献

- 1) M.G. Jenkins: *Adv. Composite Materials*, 8, 1 (1999), 55-76.
- 2) 剪断強度 (複合材) の調査研究「石油代替電源用新素材の試験・評価方法の標準化に関する調査研究」成果報告書, 日本ファインセラミックス協会 (1996).
- 3) ISO 14130: Fibre-reinforced plastic composites—Determination of apparent interlaminar shear strength by short beam method (1997).
- 4) JIS K 7057: 繊維強化プラスチック・ショート・ビーム法による見掛けの層間せん断強さの求め方 (2000).
- 5) JIS K 7078: 炭素繊維強化プラスチックの層間せん断試験方法 (1991).
- 6) ASTM D 3846: In-plane shear strength of reinforced plastics (1994).
- 7) ASTM C 1292: Shear strength of continuous fiber-reinforced advanced ceramics at ambient temperatures (1995).
- 8) ASTM D 695: Compressive properties of rigid plastics (1996).