SiC 連続繊維強化Ti-24Al-11Nb 基複合材料の安定き裂成長過程†

岡 崎 正 和* 時 谷 典 央** 中 谷 浩***

Stable Crack Growth Process in Unidirectional SiC Fiber Reinforced Ti-24Al-11Nb Matrix Composite

by

Masakazu OKAZAKI*, Norio TOKIYA** and Hiroshi NAKATANI***

Stable fracture behavior in a Ti-24Al-11Nb matrix composite reinforced unidirectionally with continuous SiC fibers, SCS-6, was studied by using the smooth and notched specimens with different notch length and specimen width. Special attention was paid to the understanding and the evaluation of the relationship between stable crack growth and damage tolerance. It was found that the stable crack growth occurred according to the following procedures: (i) first matrix cracking and/or interface debonding near the notch tip, which were induced and promoted by the residual stress and the β -phase depleted zone near the interface, (ii) the increase of density of matrix cracking, resulting in crack face bridging by intact fibers, (iii) the break of some bridging fibers, and finally (iv) unstable fracture, accompanying with the coalescence of cracks and with fiber pull-out. A significant increase in fracture resistance with stable crack growth was observed, in which fiber bridging was found to play the most important role. Not only the critical stress intensity factor but also the critical J-integral value at which unstable fracture occurred were inadequate as fracture criteria, because they did not show a unique value, or varied with the initial crack length, a_i and with the relative ratio, a_i/W . But instead, the significance of the slope in R-curve, which must give the developing rate of fiber bridging with stable crack growth, was identified as a useful material parameter which represents the degree of damage tolerance of composites.

Key words: Stable crack growth, Ti-base metal matrix composites, SCS-6, Damage tolerance, Stable crack growth, R-curve, Fracture toughness, Bridging, β -phase depleted zone, Residual stress

1 緒 言

近年、機能性および強度特性に優れた種々の新材料の開発がなされている。その一つとしてセラミックス連続繊維等により強化したチタニウム基複合材があげられるが、この材料は高強度、高剛性であるばかりでなく、耐クリープ特性にも優れていることから、宇宙関連産業を始めとする種々の分野で注目されている。^{1)~11)}このような背景から、金属基複合材に対する強度やじん性、^{3)~7)}疲労強度、^{8), 9)}クリープ強度¹⁰⁾などに対する多くの研究が行われてきた。これらの研究から、複合材料の破壊の特筆すべき特徴として、局所 (local) 破壊が即座に材料全体 (overall) の破壊には結びつかない、いわゆる破壊に対する冗長性と損傷に対する高い許容性が挙げられてきた。^{1), 2)}しかし、その反面、この冗長性には、マトリックスと強化繊維界面のはく離、繊維の架橋、破断、引抜きなどの種々の現象が寄与していること、しかも、これら現象は本質的に統計的ばらつきの影響を強く受け、また、母材と強化相との界面特性によっても大きく左右されることから、^{1)~11)}材料強度特性を表す普遍的な基準が確立し難いという問題も引き起こしている。例えば、種々の試みがなされているものの、破壊じん性の定義やその評価方法、き裂長さの定義など、極めて基本的な事柄につい

ても明確な規定 (あるいは研究者間の同意事項) はなく、したがって、その試験方法も確立されていないのが現状であろう。この問題の解決の第一歩は、材料の破壊過程を支配している現象を詳細に把握することにあると思われるが、これに関する知見は十分とは言い難く、また、界面の問題など、マトリックス単体の特性からは予想し難い多くの問題が含まれているため、不明な点が多い。

そこで本研究では、SiC 連続繊維強化金属基複合材料の損傷許容性の評価を行うための第1段階として、SiC 連続繊維より一方向強化した Ti-24Al-11Nb 合金基複合材を対象として、その準静的負荷にともなう安定き裂の成長過程を詳細に観察し、破壊機構について検討した。また、得られた結果にもとづき、金属基複合材料における破壊じん性や損傷に対する許容性の考え方と評価方法についての考察も加えた。

2 実 験 方 法

供試材は、Ti-24Al-11Nb (at%) をマトリックスとし、直径約 140 μ m の SiC 連続繊維 (Textron (株) 製、商品名: SCS-6) により一方向強化させた金属基複合材料である。この複合材料は、Ti-24Al-11Nb 箔 8 層と SCS-6 繊維 7 層を交互に積層した後、真空中でホットプレスにより製造したものであり、材料中の繊維の体積率は約

† 原稿受理 平成 8 年 9 月 4 日 Received Sep. 4, 1996

* 正 会 員 長岡技術科学大学機械系 〒940-21 長岡市上富岡町, Dept. Mech. Eng., Nagaoka Univ. of Tech., Tomioka, Nagaoka, 940-21

** 長岡技術科学大学大学院 〒940-21 長岡市上富岡町, Graduate Student, Nagaoka Univ. of Tech., Tomioka, Nagaoka, 940-21

*** 川崎重工業(株)岐阜技術研究所 〒504 各務原市川崎町, Gifu Tech. Inst., Kawasaki Heavy Indust. Ltd., Kawasaki-cho, Kakamigahara, 504

Fig. 1. Metallograph of the composite material tested.

Table I. Mechanical properties of the fiber and the matrix.

	Young's modulus (GPa)	Poisson ratio	Thermal expansion coefficient ($^{\circ}\text{C}$)	Tensile strength (MPa)
Fiber	400	0.17	4.5×10^{-6}	3800
Ti-24Al-11Nb	94	0.32	9.6×10^{-6}	685

35% である。マトリックスとなっている Ti-24Al-11Nb は、Ti₃Al 系の金属間化合物をベースとして、延性向上の目的で β 相生成元素である Nb を添加したものである。一方、SiC 繊維は、直径約 $30\mu\text{m}$ の炭素芯線に CVD プロセスにより SiC をコーティングした繊維である。但し、複合化成型時の繊維/母材界面反応による弱い弱な反応生成物の生成を避けるため、その最外層表面に厚さ $3\mu\text{m}$ の富炭素 (C-rich) 層を形成させてある。マトリックス単体¹²⁾および繊維単体の物性値を Table I に総括して示す。なお、SCS-6 の物性値は文献 10), 13) より引用したものである。

供試材の繊維軸に垂直な断面の組織写真を Fig. 1 (a) に、また、繊維近傍の拡大写真を Fig. 1 (b) に示す。マトリックス部の微視組織は、 α_2 相 (図中、灰色の部分) と β 相 (図中、白色の部分) から構成されている。なお、SCS-6 繊維周囲のマトリックス部は、ほとんど灰色の α_2 相によって占められ、 β 相欠乏領域が存在しているように見える。この領域の厚さは約 $5\mu\text{m}$ であり、また、場所によってはこの β 相欠乏領域の一部に小さな裂が存在している箇所もわずかに見られた (Fig. 1 (b) 中の繊維右側矢印参照)。これについて調査するため、Fig. 1 (b) 中の白線に沿った Nb の分布を測定した。結果を Fig. 1 (c) に示す。繊維周囲の Nb は欠乏している。Nb は β 相生成元素であるから、この元素が欠乏すると延性に乏しい α_2 相が大部分を占めるようになり、¹¹⁾ 複合材製作時に発生する熱応力 (この大きさについては 3・1 節で検討する) に誘起されて微細な裂が発生したものと思われる。

以上の複合材平板材から、強化繊維の方向が荷重方向と一致するように、板厚を 1.5mm (一定) とし、板幅 W 、初期切欠き長さ a_i 、相対的き裂長さ a_i/W を種々に変化させた片側切欠き試験片 (Fig. 2) を採取し実験に供した。なお、初期切欠きは放電加工により導入し、その切欠き半径はほとんどの試験片で約 $75\mu\text{m}$ としたが、この影響を調査するため、約 $35\mu\text{m}$ の切欠き半径を有

する試験片も 1 枚だけ準備した。また、破壊過程を詳細に観察するため、試験片の両表面のうちの片面を繊維の一部が見えるようにエメリー紙で研磨した。

全ての試験は、インストロン型油圧試験機を用いて、室温大気中、変位制御、クロスヘッドスピード 0.1mm/min (一定) の条件で行い、以下の手法により準静的破壊過程の様子を詳細に観察した。すなわち、(i) クロスヘッド変位制御下で荷重を開始し、荷重 P 、荷重点変位 (クロスヘッド変位)、き裂開口変位 δ を記録・参照しながら、(ii) 所定の荷重点変位に達した段階で変位を保持、その期間中に試験片表面のレプリカを採取し、その後、(iii) 約 30% 程度の部分除荷を行い P - δ 曲線における除荷コンプライアンスを記録、さらに、(iv) これら (i)-(iii) の過程を数回繰返しながら、最終破壊させた。なお、き裂開口変位 δ は、Fig. 2 に示す切欠き上下肩部の相対変位により代表させ、その測定には以前試作した非接触型き裂開口変位測定装置¹⁵⁾ (室温での分解能: 約 $0.2\mu\text{m}$) を用いた。Fig. 3 は以上の過程に従った実際の試験により得られた P - δ 曲線の実測例を示しており、 $\times$ 印は不安定破壊に至った点を示している。以上の過程で起こる安定き裂の成長量 Δa は、上記 (iii) の過程で測定された除荷コンプライアンスと、予め採取しておいたき裂長さとのコンプライアンスの校正曲線 (Fig. 2 と同一板幅の片側人工切欠き試験片を用いて採取した) を用いて

Fig. 2. Geometry of specimen used (dimensions in mm).

Fig. 3. Procedure to observe stable crack growth and an example of $P-\delta$ curve measured.

測定した。また、 J 積分の値は monolithic な材料と同様の方法を踏襲して¹⁴⁾次式により簡便評価した。

$$J = 2A/(bB)$$

ここで、 A は $P-\delta$ 曲線と δ 軸とで囲まれる面積であり、 b 、 B はそれぞれリガメント長さ、板厚である。

3 結 果

3・1 引張試験結果

クロスヘッドスピード 0.1mm/min の条件下で、繊維強化方向と平行あるいは垂直な方向から採取した平滑試験片（それぞれ、L 試験片、T 試験片）により得られた応力ひずみ関係を Fig. 4, 5 に示す。なお、試験には幅 10mm、厚さ 1.5mm、長さ 60mm の平板試験片を用い、また、マトリックス材である Ti-24Al-11Nb 合金単体の引張試験結果を Fig. 5 中に示した。これらの図より、L 試験片の引張強度は T 試験片のそれに比べて約 5 倍程度大きく、また、破断ひずみも前者の方が大きいことがわかる。各試験片の応力ひずみ関係に注目すると、以下の特徴があげられよう。

Fig. 4 より、T 試験片の負荷初期段階においては弾性変形を示し、この過程の弾性係数 E_T は、マトリックスと繊維との応力の同一性を仮定した複合則

$$1/E_T = V_f/E_f + (1-V_f)/E_m \quad (\approx 128 \text{ GPa}) \quad (1)$$

E_f : 繊維のヤング率 E_m : マトリックスのヤング率

により推定した値とほぼ一致している（図中破線参照）。また、T 試験片の破断ひずみは約 0.35% であり、この値はマトリックス単体のそれ（約 2.3%）に比べて小さい。

一方、L 試験片においては（Fig. 5）、負荷のごく初期においてはマトリックスと繊維とのひずみの同一性を仮定した複合則

$$E_L = E_f V_f + E_m (1 - V_f) \quad (\approx 201 \text{ GPa}) \quad (2)$$

に従った弾性的な変形挙動を示すが（Fig. 5 (a) 中の破線参照）、ある限界のひずみを越えると応力-ひずみ関係に折れ曲がりが生じ、全体的に bi-linear な応力-ひずみ曲線を呈する。この折れ曲がり点の全ひずみ量は約 0.3~0.4% であるが、このひずみ量はマトリックス単体が非弾性変形をし始めるときのひずみ（約 0.6%）に比べて有意に低い。これについては後に検討する。また、折れ曲

がり以降の応力-ひずみ関係における傾きは、マトリックスが荷重を全く分担しないとしたときの関係（Fig. 5 中の一点鎖線参照）

$$E'_L = E_f V_f \quad (\approx 140 \text{ GPa}) \quad (3)$$

とほぼ一致しており、また、最終破断ひずみも繊維の破断ひずみ（約 1.0%）とほぼ同等である。これらの特徴は、負荷初期にはマトリックスと繊維により分担されていた荷重が、ある限界の応力（あるいはひずみ）を越えた段階では繊維のみにより分担されるように変化していることを示唆している。

このような L 方向試験片の応力-ひずみ曲線、および後述する安定き裂成長過程の検討に対する基礎情報を得るため、Fig. 5 とは別の L 試験片を用いて、Fig. 5 中に示した特徴的な幾つかのひずみ（Fig. 5 中の A 点、B 点など）で変位を保持し、その期間中に試験片表面のレプリカを採取し、引張破壊過程の観察を行った。その代表的観察例を Fig. 6 に示す。なお、これらの写真は全て同一の領域である。Fig. 6 (a) より、応力ひずみ関係の屈曲点を越えて Fig. 5 中の点 B まで負荷が増加すると、マトリックス中に小さなき裂が発生していることがわかる（Fig. 6 (a) 中の矢印参照）。このことは、応力ひずみ関係における屈曲はマトリックスの塑性変形の開始とほぼ対応して生じていることを示唆している。これについては後に検討する。また、これらマトリックスき裂の拡大

Fig. 4. Tensile test result of transverse specimen.

Fig. 5. Tensile test result of longitudinal specimen.

Fig. 6. Some characteristics during tensile test.

観察結果を Fig. 6 (b) に示すが、これらの大部分は α_2 相中で優先的に発生していることがわかる。さらに、Fig. 5 中の点 C まで荷荷が増加すると、マトリックス中のき裂の密度が増加するとともに繊維の破断も生じ始め (Fig. 6 (c))、最終的にはこれらの小さなき裂が合体して破断に至った。

既述のように、L 方向試験片の応力ひずみ関係の折れ曲がりにはマトリックスの塑性変形の開始とほぼ対応して生じているようであるが、このときのひずみは約 0.3~0.4% であり、マトリックスが単体のときに塑性変形を始めるときのひずみ (約 0.6%, Fig. 5 参照) に比べて有意に小さい。このような現象を示した第1の要因として複合材製造時に発生し試験前から既に存在している残留応力が、第2の要因として繊維とマトリックスの間に形成される低延性の β 相欠乏域の存在が考えられる。後者の因子の寄与は、場所によっては β 相欠乏域に荷荷以前の段階から小さなき裂が存在することがあること (Fig. 1 参照)、および、Fig. 6 (c) においてマトリックスき裂は繊維界面近傍から優先的に発生しているように見えることから予想されるものである。つぎに第 1 の要因である複合材の製造時に生ずる残留応力の影響について検討する。

内半径 a 、外半径 b の円筒状マトリックス中に、円形断面を有する半径 a の繊維が埋め込まれ、それらが ΔT の温度変化を受けたときにマトリックス中に生ずる繊維軸方向の残留応力 σ_{mL} は⁴⁾

$$\frac{\sigma_{mL}}{E_m} = \frac{\lambda_2 E_f}{\lambda_1 E} \left[\frac{V_f}{1 - v_m} \right] \Omega \quad (4)$$

ここで、

$$\Omega = (\alpha_f - \alpha_m) \Delta T$$

$$\lambda_1 = \frac{1 - (1 - E/E_f)(1 - v_f)/2 + V_m(v_m - v_f)/2 - (E/E_f)[v_f + (v_m - v_f)V_f E_f/E]}{(1 - v_m) \Delta}$$

$$\lambda_2 = \frac{[1 - (1 - E/E_f)/2](1 + v_f) + (1 + V_f)(v_m - v_f)/2}{\Delta}$$

$$E = E_f V_f + E_m (1 - V_f)$$

$$\Delta = 1 + v_f + (v_m - v_f) V_f E_f / E$$

により見積られる。ここで、 E , ν , α は縦弾性係数、ポアソン比、熱膨張係数であり、これらの記号に付随する添字 f , m はそれぞれ繊維、あるいはマトリックスに対するものである。一方、金属基複合材料の製造時に発生する熱応力は、マトリックスが顕著なクリープ変形から解放される温度 (homologous temperature とよばれている) から生じ始め、この温度はチタン基の複合材料

の場合には約 550°C から 600°C とされている。¹⁰⁾ そこで $\Delta T = -500 \sim -600^\circ\text{C}$ として式 (4) により本供試材の室温における残留応力を計算すると、

$$\sigma_{mL} \approx 231 \sim 277 \quad (\text{MPa})$$

の引張残留応力がマトリックス中に生じていると見積られる。但し、計算には Table I の値を用いた。この応力は一軸のひずみに換算して約 0.25%~0.3% に相当する。このような残留応力がマトリックス中に存在すると、第 1 近似としてマトリックスは約 0.3~0.35% (= 残留応力がないときに塑性変形し始める全ひずみ 0.6% と残留ひずみの差) の引張りひずみを受けた段階で塑性変形し始めると予想される。このひずみは、Fig. 5 において応力ひずみ曲線に屈曲が生じ始めたひずみとほぼ一致している。

以上の検討より、本供試材は以下の過程を経て引張破断に至ると合理的に解釈可能であろう。すなわち、荷荷のごく初期においてはマトリックスと繊維は一体として弾性変形するが、ある程度荷荷が増加すると、マトリックスは自身の塑性変形と多くの微小き裂の発生ため荷重分担能力を失う。その結果、変形は式 (3) に従って進行する。このマトリックスの塑性変形は、試験前から既に存在していた残留応力の影響により、マトリックス単独のときよりも小さなひずみの段階で生じる。そして、最終破断はマトリックスに生じた小さなき裂と破断繊維との合体により生ずる。

3・2 安定き裂の成長曲線

概ね、従来の J_{Ic} 試験方法¹⁴⁾ を踏襲して得られた安定き裂成長曲線 (R 曲線) を、試験片板幅 W ごとに Fig. 7 に示す。なお、図の横軸は安定成長したき裂の増分 Δa を初期切欠き長さ a_i で無次元化した値を示しており、 Δa は除荷コンプライアンス法により測定した (2 章参照)。このような無次元化を行ったのは、4 章で示す繊維架橋による応力遮へい効果の特徴を考慮した結果である。また、図中の $\downarrow$ は不安定破壊に至った点を表している。Fig. 7 より、本供試材の不安定破壊に至る過程において、以下の特徴が見出される。

(1) いずれの初期切欠き長さ、および、板幅の試験片においても、安定き裂成長とともに進展抵抗が増加する明瞭な R 曲線を示す。しかも、不安定破壊に至る直前まではほぼ線形な R 曲線を呈する。

(2) R 曲線が縦軸と交差する点、すなわち、安定き裂成長を開始する J 積分値は大きな値ではなく、ばらつきを考えれば 0 に近い。しかし、その後は十分な冗長度

Table II. Summary of test results.

W (mm)	a_i (mm)	a_i/W	ρ (μ m)	K_{Ic} (MPa $\sqrt{m}$)	J_c (kJ/m ²)	$dJ/d(\Delta a)$ (MJ/m ³)
10	1.5	0.15	75	73	110	110
10	3.0	0.3	75	90	144	150
10	5.0	0.5	75	141	185	145
10	7.0	0.7	75	131	136	172
10	5.0	0.5	35	145	192	159
5	1.5	0.3	75	78	110	98
5	2.5	0.5	75	141	184	162
5	3.5	0.7	75	105	103	171

W:specimen width a_i :initial notch length ρ :notch radius

Fig. 7. Stable crack growth curves.

をもって安定き裂成長が見られる。すなわち、安定き裂成長を開始する J 積分値をじん性の指標にするには、経済的にも工学的にも納得がいかない。

(3) R 曲線の傾き $dJ/d(\Delta a/a_i)$ は、初期き裂長さ a_i 、試験片板幅 W に依存して変化するが、概ね、相対的初期切欠き長さ a_i/W とともに単調に増加する。

(4) 不安定破壊に至るときの J 積分値 J_c は、 a_i 、 W 、および相対的初期き裂長さ a_i/W に依存して変化する、一定値とはならず、ある特定の a_i/W のときに最大値を示す (Table II)。同様の傾向が不安定破壊に至るときの応力拡大係数 K_{Ic} についても認められる (Table II)。なお、応力拡大係数の計算には、引張荷重を受ける片側き裂に対する Tada ら¹⁷⁾の式を用いた。

本供試材と類似のチタン基複合材料においても、 a_i/W に依存した K_{Ic} 値が平野らによっても報告されている。⁶⁾ 以上より、不安定破壊に至る点の破壊力学量を材料固有のじん性の指標とすることにも問題がある。

これらの結果の要約として、不安定破壊に至るときの応力拡大係数 K_{Ic} と J 積分値 J_c 、および R 曲線の傾き

$dJ/d(\Delta a/a_i)$ の測定結果を総括して、Table II に示す。一方、マトリックス単体の破壊じん性値 K_{Ic} は約 20 MPa $\sqrt{m}$ とされているが、¹²⁾ 本供試材の K_{Ic} はいずれの a_i/W の場合にもマトリックス単体に比べて十分大きく、繊維強化により不安定破壊に対する抵抗値の向上が達成されていると言えよう。なお、本研究においてはほとんど全ての試験片の初期切欠き半径は約 75 μ m としたが、わずか 1 例に過ぎないものの、切欠き半径を 35 μ m とした試験片においても、 a_i/W が同一の場合には、切欠き半径に依存せずほぼ同等の K_{Ic} 、 J_c 、 $dJ/d(\Delta a/a_i)$ の値が得られた (Table II 参照)。

3.3 安定き裂成長過程の観察

試験片表面のレプリカから観察された安定き裂成長過程の観察結果の代表例を Fig. 8 に示す。同図 (a) から (d) へと負荷が増加しており、破壊過程を理解し易くするため繊維には 1, 2, 3 ... 等の呼称番号が付けてある。なお、例えば繊維 3 のように、繊維が途中で切れているように見える繊維もあるが、これは繊維が試験片表面にむき出しになっていないためである。Fig. 8 より、以下の破壊過程の特徴が見出されよう。破壊の初期段階で、まず、切欠き底に位置する繊維 1 と繊維 2 の間のマトリックス間にき裂が発生し (Fig. 8 (b) 中の矢印参照)、これらのき裂は負荷の増加とともに成長・開口し明瞭になる (Fig. 8 (c))。これらマトリックスき裂は繊維境界部の β 相欠乏域を起点として発生しているように見えることは留意に値するであろう。しかし、この段階では繊維 2 は破断しておらず、マトリックスき裂は繊維に成長を阻止されている。負荷がさらに増加すると (Fig. 8 (d))、繊維 2-3 間、3-4 間のマトリックス中にも数個のき裂が発生するが、これらのき裂は繊維 1-2 間に発生したき裂の延長面上には存在しない。この段階で注目すべき点は、少なくとも表面からは繊維 2 と 3 の破断は認められず、既に発生したき裂面を架橋している点にあらう。また、切欠き底より遠く離れた場所に位置する繊維 4 が繊維 2, 3 よりも早期に破断していること、しかし、この場合にも繊維の破断はマトリックスき裂とは同一面内で生じていないことも興味深い。このような切欠き底から最短距離にある繊維が必ずしも最初に破断しないことには、今研究に用いた繊維自身が持つ破断強度の統計的ばらつき (カタログ値ではあるが、SCS-6 の繊維強度をワイブル関数で近似したときの形状係数は約 9 である¹³⁾) と、繊維とマトリックスとの密着強度が関連しているものと思われる。²⁾ さらに負荷が増加すると、マトリックスき裂の密度と破断繊維の数は増加し、個々のき裂は大きく開口したが、即座に不安定破壊につながるものではなかった。Fig. 8 とは異なる試験片において、不安定破壊に至る直前で観察された試験片表面の様子を Fig. 9 に示すが、繊維はき裂面を架橋していることが良く理解される。そして、最終的には、架橋繊維の破断、き裂同士合体、および上下破面の分離時に起きる繊維の引抜きを伴いながら (後述 Fig. 10 参照) 不安定破壊した。なお、この

Fig. 8. Stable crack growth process.

際の架橋繊維の破断はほとんどが切欠きの延長上で起こり、巨視的には概ね負荷とほぼ垂直な面で最終破壊した。以上のような破壊過程は、試験片板幅、および初期切欠き寸法が異なった場合においても同様であった。

以上の過程により破壊した試験片の切欠き底近傍の破面観察結果を Fig. 10 に示す。これより、3 次元的に起伏の激しい形態を呈しており、ミクロ的にも、繊維の引抜き、繊維とマトリックスとの離れ、負荷軸と平行な面へのき裂分岐が頻繁に観察される (Fig. 10 (a), (b))。また、引抜かれた繊維の跡にはマトリックスと繊維の界面に発生した多くのマトリックスき裂の跡が観察され (Fig. 10 (b))、これらマトリックスき裂はへき開状の破面を形成している (Fig. 10 (c))。

以上の観察より、本供試材にき裂が存在する場合、負荷の増加とともに以下のような過程を経て不安定破壊に至るようである。(i) 切欠き先端近傍におけるマトリックス中のき裂発生と、場合によっては繊維とマトリックスの界面はく離、→(ii) マトリックスき裂密度の増加の一方で、繊維によるき裂面の架橋。→(iii) 一部繊維の破断。→(iv) (i)-(iii) の繰返しによる安定き裂成長→(v) 繊維引抜きを伴った過程 (iv) の顕在化と最終破断。本研究では、(iv) までの過程が破壊の大部分を占めていることが観察され、(iv) 以降は実質的に破壊が終了したとみなせた。

4 考 察

3・2, 3・3 節で示したように、本供試材はき裂の成長とともにその抵抗が増加する顕著な R 曲線挙動を示したが、これには従来から指摘されている繊維の架橋^{2), 5)~9)}が顕著な R 曲線挙動を引起す主要因子となっているよ

Fig. 9. Crack face bridging by fibers.

うである。本章ではこの効果の特徴、および、不安定破壊に至った時の K_c (あるいは J_c) 値の a_i/W 依存性とこの効果の関連性に焦点を当てて考察する。

これまで多くの研究が行われてきたように、繊維の架橋が支配的な場合、これによるき裂先端の応力遮へい効果を定量的に評価することがもっとも重要なことであり、これが複合材の本質的強度評価の正攻法と言えよう^{2), 5)~9)}。そこで、まず、Fig. 11 に示す結合力モデルをベースに繊維架橋による応力遮へい効果の特徴を定性的に検討する。すなわち、長さ a のき裂先端に領域 r に渡って繊維の架橋が生じている場合を想定する。但し、 r は繊維の直径 d_f に比べて十分大きく、したがって、繊維による架橋力が r の領域に渡って連続的に分布していると近似でき、その大きさは $\alpha \cdot \sigma_B \cdot V_f$ (σ_B , V_f , α は、それぞれ、繊維強度、体積率、架橋力を表す比例定数) とする。簡単のため、本研究では、 $\alpha \cdot \sigma_B \cdot V_f$ を一定とみなして議論を進める。これは、繊維架橋による応力拡大係数 K_b は、繊維架橋力の分布状態に特別敏感でないことが逆井³⁾によって明らかにされているからである。破壊力学に基づく計算結果から、Fig. 11 の場合の応力

Fig. 10. Fracture surface.

Fig. 11. Cohesive model for fiber bridging.

遮への応力拡大係数 K_b は、

$$K_b = 2\alpha \cdot \sigma_B \cdot V_f \left\{ \sqrt{\pi(a+r)} / \pi \right\} \cos^{-1} \left\{ a/(a+r) \right\}$$

と表される。但し、この式は無限体中のき裂に対するものであり、有限幅の試験片中のき裂に対しては境界補正係数が必要になるが、繊維の架橋による応力遮へい効果の定性的特徴を十分表しているはずである。 K_{app} を外力による応力拡大係数とすると、き裂先端における実際の応力拡大係数 K は次式となる。

$$K = K_{app} - K_b$$

r/a にもなる K_b の変化の計算結果を a/W (W : 板幅) をパラメータとして Fig. 12 に示す。ただし、図の縦軸は J 積分値に対応する値とするため $\alpha \sigma_B V_f \sqrt{\pi W}$ により無次元化した K_b^2 の二乗としている。図より、以下の特徴が見出されよう。第 1 に、 K_b^2 は架橋領域の大きさとともにほぼ直線的に増加し、しかも、その増加の割合(直線の傾き)は a/W の増加とともに増加する。第 2 に、幾何学的制約により、 r はリガメント長さ ($W-a$) よりも大きくなることはないため、Fig. 12 中の $r \geq (W-a)$ の範囲では K_b^2 はある程度以上に増大することはない、この制約条件が現れる範囲では、例えば、 $a/W = 0.7$ の方が $a/W = 0.5$ よりも K_b^2 が小さくなる。第 1 の特徴は Fig. 7 に示した R 曲線の実測結果と極めて類似している。また、Fig. 12 における架橋領域の長さ r が本研究で実験的に測定されたき裂の増分 Δa にほぼ比例すると見なせば、本供試材における安定き裂成長開始時の抵抗はほぼ 0 とみなせるから (3・2 節参照)、Fig. 7 と Fig. 12 は定性的に全く一致していると見なしでも良いであろう。これらの結果は、本供試材における顕著な R 曲線挙動には、繊維架橋による応力遮へい効果が実質的役割を果たしていたことを強く指示するものである。一方、3・2 節で示したように、不安定破壊に至る応力拡大係数 K_c および J 積分値 J_c は、ある a_i/W のときに最大値を示したが (Table II)、これは、上述の第 2 の特徴を示す原因となっているリガメント長さの幾何学的制約からくる架橋効果の飽和現象の現れとして無理なく解釈できる。以上より、本研究においても、繊維架橋効果が安定き裂成長に大きく寄与していると言えそうである。ただし、これまでの議論は、あくまでモデル化した定性的議論の域を越えておらず、定量的にこれらの計算結果を用いることには無理があることは言うまでもない。また、繊維/マトリックス界面、および、マトリックス中に発生した多くの微小き裂による応力遮へい効果の寄与についても、今後検討すべき課題である。

Fig. 12. Characteristics of fiber bridging calculated by the cohesive model.

繊維架橋効果をさらに定量的に評価する場合、繊維架橋が生じている領域の大きさ、架橋力とその分布等を正確に知る必要がある。少なくとも現段階ではこれらの力学量を正確に見積ることは一般に困難であり、ある種の仮定の下での近似評価の域を越えない、あるいは、実験的に得られるき裂開口量等の実測値から逆に推定しているのが現状であろう。また、評価された応力遮へい量は、強化繊維とマトリックス間の接着強度など、現状では評価が困難で統計的ばらつきを多く含む因子にも左右されるようである。^{2), 7), 8), 16)} すなわち、繊維架橋効果を定量的に求め、それらを不安定破壊に至る破壊力学量の評価に還元する正攻法は、工業的観点から使い勝手の良い方法とは言えないと思われる。そこで、このような正攻法的なじん性評価手法に代わる手法について検討するため、本研究では R 曲線の傾きに注目した。これは、この傾きは、架橋による応力遮へいの絶対値それ自身を表すものではないが、その発達度合いを表す指標となっていると思われ、材料の特性を表す指標として興味ある物理量と思われるからである。⁵⁾ 本研究では、各試験片において得られた R 曲線を原点を通る直線で近似し、その傾き $dJ/d(\Delta a)$ と強化繊維直径 d_f で無次元化した初期き裂長さ a_i/d_f との関係进行调查した。得られた結果を Fig. 13 および Table II に示す。Fig. 13 より、 R 曲線の傾きは、初期き裂長さ a_i が繊維直径に比べて十分大きければ、

Fig. 13. Relationship between the slope of R -curve and initial crack length.

ほぼ一定値を示すことがわかる。本研究では、この値は、約 $a_i/d_f \geq 20$ の範囲で達成されている。このような範囲で R 曲線の傾きがほぼ一定となるのは、繊維架橋の発達度合と形態が初期切欠き長さにほとんど依存しない相似的なものになるためだと考えられる。すなわち、不安定破壊に至るときの J 積分値自体は問題を有しているのに対し (3・2 節)、それに至る過程の進展抵抗の増加率を表す R 曲線の傾きは重要なパラメータとなり得ると思われる。ただし、この指標が、本供試材と異なった系の複合材料に対して、どの程度有効であるかについてはさらに検討する必要がある。

ところで、2 章で示したように、本研究では、単一切欠き試験片を用いて予め採取しておいたき裂長さとコンプライアンスの間の校正曲線をベースに安定成長き裂長さ Δa を測定した。しかし、3・2 節で示したように、本供試材の安定き裂成長は、切欠き底から単一のき裂が成長する訳ではなく、むしろ、複数の小さなき裂の合体の繰返しにより大きなき裂を形成し、成長、最終破断に至った。したがって、本研究で測定された Δa は、単一き裂に置き換えたときの等価き裂増分、もしくは、き裂成長にともなう本供試材の剛性の変化そのものを与えているものと言えよう。このように、繊維による架橋が顕著で、しかも複数のき裂が破壊に関与しているときのき裂の扱いについては現在明らかになっているとは言いがたく、長さの定義やその測定手法も含めて、今後さらに検討する必要がある。

5 結 言

本研究では、SiC 連続繊維強化金属基複合材料の損傷許容性の評価を行うための第1段階として、SiC 連続繊維により一方向強化した Ti-24Al-11Nb 合金基複合材を対象として、準静的負荷にともなう安定き裂の成長過程を詳細に観察し、破壊機構についての調査検討を行うとともに、あわせて、損傷許容性の評価手法についても考察を加えた。

その結果、以下の結論を得た。

(1) 初期切欠き長さ a_i 、板幅 W 、およびそれらの相対比率 a_i/W を系統的に変化させた試験片において、安定き裂が成長を開始する J 積分値はほとんど 0 に近い値であったが、き裂成長とともに進展抵抗がほぼ線形的に増加する R 曲線を示した。また、不安定破壊に至るときの応力拡大係数 K_I および J 積分値 J_c は、 a_i 、 W 、および a_i/W に依存して変化し、ある特定の a_i/W のときに最大値を示した。すなわち、これらの値を材料固有の材料強度の指標にするには、工学的にも経済的にも問題がある。

(2) ほとんど全ての試験片は、以下の過程を経て不安定破壊に至った。(i) 切欠き先端近傍におけるマトリッ

クス中のき裂発生と、場合によっては繊維とマトリックスの界面はく離、→ (ii) マトリックスき裂の密度の増加の一方で、繊維によるき裂面の架橋、→ (iii) 一部繊維の破断、→ (iv) (i)-(iii) の繰返しによる安定き裂成長→ (v) 繊維引抜きを伴った過程 (iv) の顕在化と最終破断。

(3) (1)、(2) の検討、および、モデル化した繊維架橋の定性的計算から、本供試材の R 曲線挙動には繊維による架橋効果が重要な役割を果たしていることが実験的、および、解析的に確認された。また、 R 曲線の傾きは、繊維架橋による応力遮へいの発達の度合いを反映し、損傷に対する複合材の許容度を表わし得る有望な材料強度パラメータであると思われる。本研究では、約 $a_i/d_f \geq 20$ (a_i : 初期切欠き長さ、 d_f : 繊維直径) の範囲でこの値がほぼ一定値となった。

(平成 8 年 5 月 23 日 日本材料学会第 45 期学術講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) R. K. Everett and R. J. Arsenault (ed.), "Metal Matrix Composites" (1991) Academic press.
- 2) 例えば、香川 豊、八田博志, "セラミックス基複合材料" (1990) アグネ.
- 3) 逆井基次, 日本セラミックス協会学術論文誌, **99**, 983 (1991).
- 4) B. Budianski, J. Hutchinson and A.G. Evans, J. Mech. Phys. Solids, **34**, 167 (1986).
- 5) H. Chiu and J. M. Yang, Acta Met., **43**, 2581 (1995).
- 6) 平野一美, 衛藤敬二, 菊池正紀, 日本機械学会講演論文集, No. 940-36, 48 (1994).
- 7) D. B. Marshall and B. N. Cox, Acta Met., **35**, 2607 (1987).
- 8) J. Ghoson and J. Telesman, Int. J. Fracture, **54**, 345 (1992).
- 9) R. L. Brett, P. L. Cotterill and P. Bowen, Int. J. Fatigue, **18**, 1 (1996).
- 10) N. Ohno, K. Toyoda, N. Okamoto, T. Miyake and S. Nishide, Trans. ASME, J. Eng. Mat. Tech., **116**, 208 (1994).
- 11) A. K. Misra, "Intermetallic Matrix Composites III", eds. by J. A. Graves, R. R. Bowman and J. J. Lewandowski, p.73 (1994) MRS.
- 12) K. S. Chan, Metall. Trans., **21-A**, 2687 (1990).
- 13) S. Jansson, D. J. Dal Bello and F. A. Leckie, Acta Met., **43**, 4015 (1994).
- 14) "弾塑性破壊じん性 J_{Ic} 試験方法" (1981) 日本機械学会.
- 15) 岡崎正和, 大島 繁, 能美伸一郎, 材料, **43**, 860 (1994).
- 16) M. Sutcu, Acta Met., **37**, 651 (1989).
- 17) H. Tada, P. Paris and G. Irwin, "The Stress Analysis of Cracks Handbook" (1973) Del Research Co..