SCS-6/Ti-24Al-11Nb 複合材の熱疲労破損における 環境の重要性と界面せん断強度†

岡崎 正和* 中谷 浩** 朝日 史朗**

Significance of Environment in Thermal Fatigue Failure of SCS-6/Ti-24Al-11Nb Composite and Interfacial Shear Strength

by

Masakazu OKAZAKI*, Hiroshi NAKATANI** and Shiroh ASAHII**

Thermal fatigue tests of an unidirectional SiC fiber reinforced Ti-24Al-11Nb matrix composite, SCS-6/Ti-24Al-11Nb, have been carried out without external load in air and in vacuum, under various thermal cycle conditions. The fiber employed was a β -SiC fiber of 140 μ m diameter with a carbon rich graded silicon carbide coating on the surface: SCS-6. This paper covers the following characteristics of the material subjected to thermal fatigue, compared with those subjected to long term isothermal exposure: (i) change of the visible crack density with thermal cycling; (ii) change of the fiber/matrix interface morphology by means of EPMA and SEM; (iii) change of the interfacial shear strength by the push-out tests, and (iv) effect of environment on the properties from (i) to (iii). Based on these systematic investigations, special attentions are paid to understand the mechanisms and mechanics of thermal fatigue failure, and how thermal fatigue damage should be assessed.

Key words: SCS-6/Ti-24Al-11Nb metal matrix composite, Thermal fatigue, Push-out test, Interfacial shear strength, Environment, Depletion of carbon coating, Crack density

1 緒 言

セラミックス長繊維により強化したチタニウム基複合材料は、高比強度、高比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、^{1)~13)} 宇宙関連産業を始めとする分野で注目されている。例えば、航空機用エンジンディスクへこの種の材料を適用すると、60%程度の重量軽減化が計れると試算され、¹⁾ 大きな期待がもたれている。このような構造部材へ適用する際には、熱機関の起動停止にともなう熱サイクルの下での強度（すなわち、熱疲労強度）情報が不可欠であり、これまでも多くの研究が行われてきた。^{7)~10)} これらの研究により熱疲労破損に対する現象論的理解は得られているが、何をもちいて損傷を定義するかや、それらの発達メカニズムとメカニクスに関する定量的情報は少ない。また、熱疲労破損における環境の影響に関する知見⁹⁾ も十分とはいえない。

そこで、本研究では、SiC 連続繊維により一方向強化した Ti-24Al-11Nb 合金基複合材 (SCS-6/Ti-24Al-11Nb) を対象として、それが大気中あるいは真空中で熱サイクル負荷を受けたときの各種形態のき裂密度の変化、繊維／マトリックス界面の変化、界面結合強度の変化、および、これらの変化に及ぼす大気環境の影響を調査しながら、熱疲労損傷の発達機構と評価手法について考察した。

2 試験方法

2・1 供試材

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チタニウム合金基複合材料である。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、1050 $^{\circ}$ C、700 気圧の条件にてホットプレスにより厚さ 1.5mm の平板 (40mm $\times$ 180mm) として製造したものであり、材料中の繊維の体積率は約 32% である。繊維強化方向と垂直な断面における巨視的金属組織を Fig. 1 に示す。供試材料の機械的性質や微視的金属組織については、前報⁶⁾ にて示した通りである。

2・2 試験装置

以上の平板素材から、厚さ 1.5mm、板幅 10mm、長さ 60mm の平板状熱サイクル試験片をワイヤーカットにより切出した (Fig. 1 参照)。ただし、強化繊維は 60mm の方向に配向されており、また、これら試験片の側面 (1.5 $\times$ 60mm の面) および底面 (1.5 $\times$ 10mm の面) には繊維の一部が露出している。これらの試験片に、大気中あるいは真空中 (真空度約 3×10^{-4} Pa) において、Table I に示すような温度範囲 ΔT と最高温度 $T_{\max}$ を変数とした熱サイクルを与え、熱疲労試験を行った。ただし、外負荷は加えておらず、したがって、熱応力は

† 原稿受理 平成 10 年 7 月 29 日 Received July 29, 1998

* 正 会 員 東京大学大学院工学系研究科金属工学専攻。〒113-8656 東京都文京区本郷, Dept. Mat. Sci., The Univ. of Tokyo, Bunkyo-ku, Tokyo, 113-8656

** 長岡技術科学大学大学院 〒940-2188 長岡市上富岡町, Graduate Student, Nagaoka Univ. of Tech., Tomioka Nagaoka, 940-2188

Table I. Condition of thermal cycling given.

Condition	Maximum temperature, $T_{\max}$ (°C)	Minimum temperature, $T_{\min}$ (°C)	Temperature range, ΔT (°C)	Heating rate (°C/s.)	Cooling rate (°C/s)	Environment
Condition A	450	150	300	5.0	17.5	Vacuum
				5.0	11.1	Air
Condition B	700	400	300	5.0	18.5	Vacuum
				5.0	7.3	Air
Condition C	700	150	550	5.0	23.7	Vacuum
				5.0	14.7	Air

Fig. 2. Schematic illustration of push-out test.

Fig. 3. Schematic illustration of typical thermal fatigue cracks.

マトリックスと強化繊維の熱膨張係数の相違のみで発生する試験方法となっている。ここで、大気中試験に用いた装置は、前報と同様¹⁰⁾ 高周波加熱装置と冷却用コンプレッサーから構成される試作装置である。一方、真空中試験に用いた装置は、真空チャンパー内に高周波加熱用コイルを挿入した構成となっており、試験の基本原理は大気中試験装置と同様である。両試験雰囲気とも試験片全表面上の温度分布は $\pm 7^\circ\text{C}$ 以内となっている。また、Table I に示す各種熱サイクルにおいて、試験片加熱速度は時間に対して線形になるように制御したが、冷却速度に関しては特に線形制御しなかった。しかし、線形性から大きく逸脱するものではなかった。したがって Table I 中の冷却速度は最高温度と最低温度間の平均冷却速度を示したものである。

一方、本論文の主目的となっている熱疲労損傷と環境効果との関連性を考察する上で、熱疲労による損傷と一定温度の長時間暴露による損傷を比較することは興味あることであろう。この目的のため、Table I に示した熱サイクルの最高温度に等しい温度で長時間暴露を施した試験片も準備した。

2・3 試験項目

以上の熱サイクル負荷、あるいは、長時間暴露を与えた素材を対象に、(i) 試験片表面におけるき裂の様子、(ii) 繊維/マトリックス界面の観察、(iii) 繊維/マトリックス界面強度の測定を行った。(i) の観察は熱サイクルにともなう試験片表面の様相変化をアセチルセルローズフィルムを用いたレプリカに転写しながら、また (ii)

の観察には SEM および EPMA を用いて行った。一方、(iii) の測定には、Vickers 硬度計 (株) アカシ, Model AVK) を改良して試作した push-out 試験装置 (Fig. 2) を用いた。この装置は、ダイヤモンド圧子を介して複合材料中の繊維に負荷を加えて繊維を押し出す機構となっており¹²⁾ 押し込み力と荷重点変位をロードセルと差動変位式変位計により検出・記録しながら、界面せん断強度を測定できるようにしたものである。測定には、各種損傷を与えた材料中心部から、繊維軸方向 (push-out 試験の際には繊維押し出方向) の長さが 1.5mm に切出した切片を用いた。

3 実験結果

3・1 熱疲労損傷とき裂

Fig. 3 に模式的に示すように、前報と同様¹⁰⁾ 熱サイクルの負荷により本複合材料には以下に示すような 3 種類の代表的な形態のき裂が見られた。すなわち、繊維を基準に採った円柱座標系 (r, θ, z) (r 軸: 繊維半径方向, θ 軸: 繊維円周方向, z 軸: 繊維長手方向) に従って表現すると、(i) hoop 応力 σ_θ の寄与により発生し、 $r-z$ 面をき裂面としてマトリックス中を伝ばするき裂 (L 型 (longitudinal) き裂とよぶ)、(ii) σ_z の寄与により発生・伝ばし、 $r-\theta$ 面をき裂面として繊維と繊維を結ぶような形

でマトリックス中を伝ばするき裂（以下，T型（transverse）き裂と呼ぶ），(iii) z軸にほぼ垂直な繊維の破断（以下，F型き裂と呼ぶ）である。このような3つの形態のき裂の密度変化に注目し，熱疲労損傷の進行の定量化を試みた。本研究では，き裂の密度を表す尺度として，き裂長さ密度（単位面積あたりに存在するき裂の総長）を指標とした。得られた結果を大気中と真空中で比較してFig. 4に示す。概要は後述する。一方，本複合材料における繊維とマトリックスの熱膨張係数（それぞれ， α_f ， α_m ）の大小関係は $\alpha_f < \alpha_m$ となっているから，複合材の製造時点（ホットプレス時）を基準にしてマトリックスに誘発される熱応力を考えると，本複合材料が置かれている温度が低いほどマトリックス中には大きな引張熱応力が発生していることになる。^{3), 10)}したがって，Table Iに示した各種熱サイクルを本複合材料に与えると，各熱サイクル条件により誘発される熱応力は概ね以下のような関係にある（Table I中の模擬図参照）。すなわち，Table I中の条件Aと条件Bは熱応力振幅が同一であるが，平均応力が異なる。条件Aと条件Cは最大引張熱応力は等しいが，応力振幅が異なる。条件Bと条件Cは最小引張熱応力は等しいが，応力振幅が異なる。

このことを念頭に入れてFig. 4の測定結果を見ると，以下の特徴が指摘できよう。

(i) 全ての熱サイクル試験条件でL型き裂の密度が最も高い。この傾向は試験環境に依存せず共通している。これは，前報で示したように，^{3), 10)}L型き裂を誘発する熱応力成分 σ_θ が他の成分に比べて最も大きいためと思われる。

(ii) 真空，大気中とも，熱サイクルの負荷により比較的早期にき裂が発生する。この傾向は条件Cにおいて顕著である。これは，発生する熱応力範囲 $\Delta\sigma$ がこの条件において最も大きく，最大熱応力 $\sigma_{\max}$ も最も大きいこと，かつ，温度的にも高い条件にあるからと解釈できる。

(iii) 条件Aと条件Bでいずれが高密度のき裂発生をもたらすかは判別し難い。例えば，T型き裂の密度に注目すると条件Bが大きな損傷をもたらしているように見えるが（Fig. 4 (b)），F型き裂の密度に注目するとその逆に読み取れる（Fig. 4 (c)）。そして，また，L型き裂の密度からはその大小関係が判別し難い。このような難解な挙動を示すのは，応力的には条件Aの方が条件Bよりも苛酷であるが（Table I中の模擬図参照），熱サイクル中に材料が曝される温度の観点から見ると条件Bが苛酷（温度が高い）であるため，競合する2つの因子が働いているためと思われる。

(iv) き裂発生時期，および，発生密度に及ぼす大気環境の影響について，統一した見解を見出すことは困難

Fig. 4. Change in crack densities of three types of cracks with thermal cycling.

である。例えば、単にL型き裂の密度に注目した場合でも、条件Cの結果から見ると『大気環境はき裂発生を早める効果を持っている』と言えそうであるが、条件Aではその逆の効果を示している。

3・2 熱疲労損傷による界面の変化

処女材、大気中等温暴露材、および、熱サイクル負荷材の繊維／マトリックス界面のSEM観察結果を、EPMAによる炭素と酸素の線分析結果と合わせてFig. 5からFig. 7に示す。これらの観察は、物理的には大気と直接触れない複合材中心部において行ったものである。Fig. 5より、処女材においては繊維／マトリックス界面の繊維表面に炭素コーティング層の存在（SEM写真では最も黒く見える部分）がはっきりと認められる。このコーティング層は本研究に用いた強化繊維SCS-6に特有のものであり^{12), 13)} また、この層の外側にはほぼ2つの層からなる反応層¹¹⁾の存在が認められる。このような観察と分析から得られた炭素コーティング層の様子の概略をTable IIに総括する。

Fig. 5. Morphology of interface and the EMPA analysis (as-fabricated material).

Fig. 6. Morphology of interface and the EMPA analysis of the material subjected to isothermal exposure at 700 °C in air for 200 hrs.

Fig. 6より、供試材に700°C×200h.の大気中暴露を加えると、炭素コーティング層の大部分は減肉、さらには消失し、一方では、反応層近傍の酸素濃度が上昇すること、すなわち、酸化が進行していることがわかる。

一方、Fig. 7より、大気中において条件A ($T_{\max} = 450$

Fig. 7. Morphology of interface and the EMPA analysis of the material subjected to thermal cycling.

Table II. Change of interfacial characteristics.

	Condition	C coating
Isothermal exposure in air	Virgin	exist
	450°Cx200 h.	remain
	700°Cx200 h.	almost depleted
Thermal fatigue in air	$\Delta T=300^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{max}}=450^{\circ}\text{C}$, 6000 cycles	still remain
	$\Delta T=300^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{max}}=700^{\circ}\text{C}$, 6000 cycles	partially depleted*
	$\Delta T=550^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{max}}=700^{\circ}\text{C}$, 6000 cycles	significantly depleted*

*: depletion was noticeable where there were crackings

°C, $\Delta T = 300^{\circ}\text{C}$)あるいは条件C ($T_{\text{max}} = 700^{\circ}\text{C}$, $\Delta T = 550^{\circ}\text{C}$)の熱サイクル負荷を6000サイクルを与えた後においても、Fig. 6と類似の現象が見られる。ただし、炭素コーティング層の消失は条件Cにおいてより顕著である (Fig. 7 (a), (b))。しかし、真空中で条件Cの熱サイクル (サイクル数6000)を与えた場合には、界面の酸化および炭素コーティング層の消失はほとんど見られない (Fig. 7 (c))。このことは、本複合材料の界面における熱疲労損傷には大気環境の効果が大きいことを示すものである。さらに、Fig. 6とFig. 7 (b)の比較において注目すべき点は、ほぼ同等の総負荷時間の下では (Fig. 7 (b)の総負荷時間は、約250時間である)、熱サイクル負荷材よりも等温暴露負荷の方が炭素コーティング層の消失が顕著に起こっていることである。

なお、炭素コーティング層の外側に存在する反応層の幅の変化についても調べたが、いずれの負荷を与えた場合においても有意な変化は見出されなかった。

3・3 熱疲労損傷と界面せん断強度

3・1節で測定したき裂の密度は、あくまで試験片表面状態を反映したものであり、材料内部の情報を反映したものとなっているか否かは不明である。一方、3・2節の観察結果を定量化することも困難である。そこで、本節では、より定量的な損傷パラメータについて検討するため、熱疲労にともなう繊維/マトリックス界面の界面せん断強度の変化について調べた。

push-out試験 (2章参照)により得られた荷重-圧子点変位曲線の代表例をFig. 8に示す。図より、ある変位まで繊維を押すと荷重の一時的低下が観察される。この低下は繊維がマトリックスから押出されたことに対応しており、¹²⁾この瞬間に荷重を中断して試料の反対側を観察すると繊維が押出されていることが確認される (後述 Fig. 10等参照)。なお、上述の荷重の一時的低下の後に見られる荷重の再上昇は、圧子錐面がマトリックスに接触したことによるものである。そこで、上述の荷重低下寸前の荷重により臨界面せん断力 P_c を代表させ、次式により界面せん断強度 τ_{cr} を評価した。

Fig. 8. Typical load-displacement curve in a push-out test.

$$\tau_{cr} = P_c / (\pi \cdot d \cdot L) \quad (1)$$

ここで、 d , L はそれぞれ、強化繊維直径 ($= 140\mu\text{m}$) および試料長さ ($= 1.5\text{mm}$)である。このように評価される τ_{cr} は統計的なばらつきを持つのが普通であるから、本研究では一つの試料につき最低30本以上の繊維を対象として τ_{cr} の測定を行った。

等温暴露を与えた複合材中心部から切出した素材において測定された界面せん断強度 τ_{cr} をワイブル確率紙上でFig. 9 (a)に示す。これより、大気中で等温暴露を与えると、処女材と比較して τ_{cr} は大きく低下することがわかる。これに対し、真空中で等温暴露を与えても τ_{cr} の変化はそれほど顕著ではない。この実験事実、大気環境は本複合材料の界面せん断強度を変化させる大きな要因となっていることを示すものである。なお、700°Cと暴露温度が十分高くなると、本研究における真空のレベル (約 $3 \times 10^{-4}\text{Pa}$)では、真空中といえども τ_{cr} の低下が起こるようである。以上のような等温暴露による τ_{cr} の変化の特徴は、分布曲線が相対的に左に平行移動するような形で生じていること、換言すれば、 τ_{cr} の最大値のみならず τ_{cr} の最小値も同程度に減少することであり、後述する熱サイクル負荷を与えた場合と比較して特徴が異なる。以上の等温暴露による τ_{cr} の低下の原因については、前節までの結果も含めて、4章で考察する。

一方、熱サイクル負荷を与えた本複合材料の τ_{cr} の測定結果をFig. 9 (b), (c)に示す。これらの図より、熱サイクル負荷を与えることによって τ_{cr} は全般的に低下する。これらの低下で特徴的な点の第1は、 τ_{cr} の最大値はほとんど変化しないのに対し、 τ_{cr} の最小値は顕著に減少している (ワイブル紙上で見ると、分布曲線の傾きが小さくなる) ことである。この特徴は、大なり小なり大気中および真空中を通じて共通して見られ、また、既述の等温暴露における低下の特徴と異なる点でもある。特徴の第2点は、大気中熱サイクル材と真空中熱サイクル材を比較すると、同一の熱サイクルを与えた場合には、全般的に前者の方が高い τ_{cr} を示していることである (例えば、Fig. 9 (b) 中で○と●、△と▲を比較)。炭素コーテ

イング層の消失や酸化の程度が小さい真空下においても (Table II 参照) 大気中と同様の τ_{cr} の低下が生じているというこの事実は注目すべき特徴である。また、この特徴は、Fig. 9 (a) で得られた知見 (すなわち、大気環境は τ_{cr} の低下をもたらしている) と一見矛盾したものとな

っている。この点についても 4 章で考察する。Fig. 9 (b), (c) における特徴の第 3 点は、大気中における熱サイクル負荷材と等温暴露負荷材の τ_{cr} を比較すると、両者の負荷で総負荷時間がほぼ同等の場合でも、全般的に後者の τ_{cr} が低いことである (例えば、Fig. 9 (c) 中で□と■を比較)。

以上の push-out 試験後の繊維/マトリックス界面の観察結果の代表例を Fig. 10 に示す。Fig. 10 (a) より、処女材においては、繊維が押出された跡のマトリックス側には反応層の存在が確認できることから、繊維は炭素コーティング層/反応層の界面で押出されたことがわかる (例えば、Fig. 5 と比較願いたい)。このような特徴は大気中で $T_{max} = 700^\circ\text{C}$, $\Delta T = 550^\circ\text{C}$, 6000 サイクルの熱サイクルを負荷した場合でも類似である (Fig. 10 (c) 参照)。これと類似の観察結果が真空中熱サイクル負荷材においても見られた。一方、大気中で 700°C , 200 時間の等温暴露を与えた材料においては、繊維表面には炭素コーティング層の存在は認められず (Fig. 6, Fig. 10 (b), Table II 参照), 代わって繊維表面には荒々しい凹凸が観察され、酸化物も付着しているように見える (Fig. 10 (b))。

4 考 察

3・1 節で示した (i), (ii) の特徴は、き裂の密度を測定することは、本複合材の熱疲労損傷評価に対してある程度有効であることを示している。しかし、その一方で、(iii), (iv) の特徴はそれのみを媒介として熱疲労損傷を定量化するには限界があることを示唆するものである。また、等温暴露のみではき裂が発生しないので、これを媒介とする限り、3・2 節で示したような等温暴露による界面損傷を定量評価することはできない。その点、push-out 試験により得られる界面せん断強度は、定量的損傷評価尺度として、また、材料内部の損傷も反映し得る尺度として、興味あるパラメータと思われる。そこで、本章では、界面せん断強度の変化と熱疲労損傷との関連性に焦点をあて考察する。

一般に繊維/マトリックス間がせん断によりはく離するせん断強度 τ_{cr} は

$$\tau_{cr} = \sigma_r \cdot \mu + \tau_0 \quad (2)$$

と表示される。^{12), 13)} ここで、 μ は繊維/マトリックス界面の摩擦係数、 σ_r は繊維を締付けている半径方向の垂直応力 (通常は、繊維とマトリックス間の熱膨張係数の差からくる熱応力)、 τ_0 は繊維/マトリックス間の化学結合によるせん断強度である。本金属基複合材料系においては τ_0 はほとんど無視できるから、¹²⁾ 式 (2) は

$$\tau_{cr} \approx \sigma_r \cdot \mu \quad (2)'$$

と近似できる。

ところで、3・2 節の観察結果および前報¹⁰⁾ における検討結果から、本複合材料に高温で等温暴露あるいは熱サイクル負荷を与えたときに界面で起こり得る損傷としては、(i) SiC 繊維表面の炭素コーティングの消失、(ii) マトリックスおよび界面近傍の酸化、(iii) 繊維とマトリックス間の反応が挙げられよう。また、熱サイクルを加

Fig. 9. Change of interfacial shear strength.

Fig. 10. Morphology of fibers pushed-out from matrix.

えたときには、これらの損傷に加えて、(iv) 3・1節で調査したような種々の形態の熱疲労き裂も発生する。そこで、Table IIに示した観察結果を念頭におきながら、式(2)'をベースに界面せん断強度の変化 (Fig. 9) について考察する。

まず、大気中の等温暴露による τ_{cr} の変化について考察する。まず、この負荷により、特に暴露温度が高い場合には炭素コーティングの消失が顕著となるが (Table II)、この現象は繊維直径自身が寸法的に小さくなったことに相当するから、力学的には式(2)中の σ_f の低下をもたらす、結果として τ_{cr} の減少へと導く。ただし、一方では、この現象が起こると凹凸の激しい SiC 繊維表面とマトリックスが直接接触することになり、 μ の増加も起こすと推察される。同時に、また、酸化物生成も促進されるため (Fig. 10 (b)), 生成酸化物による μ の増加 (引いては、 τ_{cr} の増加) も生じるであろう。繊維とマトリックス間の反応進行の程度は現在明らかではないが、少なくとも 3・2節の結果によれば、本研究における最高試験温度である 700°C 程度では無視できる程度と思われる。したがって、大気中の等温暴露による τ_{cr} の変化は以上の現象の複合結果と思われる。なお、Table IIを参照しながら Fig. 9 (a) を見ると、繊維表面の炭素コーティングが消失すると τ_{cr} は著しく減少しているが、それが顕著でない場合には τ_{cr} の低下は顕著でないことから、等温暴露による τ_{cr} の変化には炭素コーティング消失による σ_f の低下の効果が最も大きいと考えられる。

つぎに、熱サイクル負荷材の界面強度の変化要因について考察する。3・2、3・3節の結果より、熱サイクル負荷材では、大気中のみならず真空中における負荷によっても τ_{cr} の低下が生じていた。この事実は、試験環境とは独立な因子が τ_{cr} の変化に第一次的要因として働いていることを示すものである。この因子としては、熱サイクル負荷により発生するき裂の寄与が挙げられよう。なぜなら、熱疲労き裂は (定量的議論は別にして) 試験環境によらず発生するからである (Fig. 4)。 τ_{cr} の変化に対するき裂発生寄与を力学的に見ると、本複合材料の繊維とマトリックスを一体化させている源は熱応力であるから^{3), 12)} 熱疲労き裂が発生すると式(2)の σ_f の低下が

Fig. 11. Several factors relating to the change of interfacial shear strength.

起こり、結果として τ_{cr} が低下すると解釈できよう。このような熱疲労き裂が発生すると、発生き裂密度の高いところでは顕著な τ_{cr} の低下が起きるが、低密度のところではほとんど変化しないため、熱サイクル負荷に特徴的な τ_{cr} の変化一すなわち、ワイブル紙上で分布曲線の傾きが小さくなる形態の変化 (3・3節参照) 一を示すものと理解できる (Fig. 11 参照)。

ところで、前述の等温暴露による τ_{cr} の変化に関する議論に従えば、大気中熱サイクル負荷材では大気の影響により繊維表面の炭素コーティング層の消失が起こり得るので、真空中よりも大気中の熱サイクル負荷材の方が低い τ_{cr} を示すはずである。しかし、Fig. 9 (b), (c) で示したように、実際は全般的に大気中の方が大きな τ_{cr} を示していた。このような一見矛盾した結果は、つぎのような経時的損傷発達の結果によるものと思われる。すなわち、まず、熱サイクルの負荷により複合材中には比較的早期にき裂が発生する (条件にもよるが、Fig. 4のように、数百サイクルの時点でき裂は発生する)。真空中でその後熱サイクルを与えられても界面の状態はほぼこのまま保たれるのに対し、大気中では界面酸化や酸化物生成が促進される (Fig. 10 (c) 参照)。この結果、式(2)'中の μ の増加が起こり、真空中よりも大きな τ_{cr} を示したものと考えられる。

以上より、大気中熱サイクル負荷材の界面せん断強度 τ_{cr} の変化は、Fig. 11に模擬的に示すように、幾つかの

因子が絡みあった複合的産物であると総括できよう。そしてこの変化に係わっている因子は、本複合材料の熱疲労損傷の本質に係わる因子ばかりであるから、界面せん断強度の変化を定量化することは損傷のモニタリングに極めて有効な手段になると期待される。例えば、Fig. 9, 11 から予想されるように、各種損傷にともなう τ_{cr} の変化は統計的に見てワイブル関数における形状係数と尺度パラメータの変化として現れるから、これら変数の変化として損傷を定義し、複合材料全体の特性の変化と結びつけることが有効な手段になり得ると期待される。このような観点から、今後、さらに検討を進めたい。

5 結 言

SCS-6/Ti-24Al-11Nb 複合材の熱疲労破損過程におけるき裂密度の変化、繊維／マトリックス界面の変化、界面結合強度の変化、および、これらの変化に及ぼす大気環境の影響を調査しながら、熱疲労損傷の発達機構と評価手法について検討した。得られた知見を要約すると、

(1) 熱サイクルの負荷により本複合材料表面には各種形態のき裂が繰返しの初期から発生し、密度増加を伴いながら熱疲労破損が進行する。この傾向は、真空、大気中とも、熱応力的に厳しい（最大熱応力が大きく、かつ、応力範囲も大きい）条件下で顕著であった。しかし、き裂密度の変化のみで熱疲労損傷を定量的に代表させること、および、環境の効果を評価するには限界があった。

(2) 大気中で高温暴露あるいは熱サイクル負荷を与えると、それら負荷の最高温度が高い場合には、繊維表面に施してあった炭素コーティング層が消失し、また、界面の酸化も進行する。この現象は、総暴露時間が等しい条件の下では、熱サイクルよりも高温曝露負荷において顕著であり、一方、真空中では無視できる程度である。

(3) push-out 試験による繊維／マトリックス界面のせん断強度 τ_{cr} の測定から、

(a) 本複合材に大気中で等温暴露を与えると、暴露時間、温度に依存して τ_{cr} は低下する。この低下は、統計的に見て、 τ_{cr} の最大値のみならず最小値も同程度に減少する形で起こった。しかし、真空中等温暴露ではこの値の変化は顕著でなかった。

(b) 大気中で熱サイクル負荷を与えた場合にも τ_{cr} の

低下が生じたが、大気中等温暴露負荷とは異なる様式、すなわち、分布曲線のワイブル係数が小さくなる様式、で起こった。そして、また、この低下は大なり小なり試験環境に依存せず見られた。さらに、同一条件の熱サイクルの下では、大気中熱サイクル材の方が真空中熱サイクル材よりも全般的に高い τ_{cr} を示した。

(4) (1) から (3) の結果を総合し界面せん断強度 τ_{cr} が変化する機構を提示した。 τ_{cr} の変化には熱疲労損傷の本質に関連した因子が係わっていると推察され、したがって、この値の変化を定量化することは損傷のモニタリングに極めて有効な手段になると期待される。

本研究の遂行にあたり、平成 8 年度文部省科学研究費 (No. 08555023) の援助を受けた。記して謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) 例えば、C. M. Ward-Close and C. Loader, "Recent Advances in Titanium Metal Matrix Composites", F. H. Froes and J. Storer ed., TMS, 19 (1994).
- 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) B. Budianski, J. Hutchinson and A. G. Evans., J. Mech. Phys. Solids, **34**, 167 (1986).
- 4) 平野一美, 材料, **43**, 1373 (1994).
- 5) N. Ohno, K. Toyoda, N. Okamoto, T. Miyake and S. Nishide, Trans. ASME, J. Eng. Mat. Tech., **116**, 208 (1994).
- 6) 岡崎正和, 時谷典央, 中谷 浩, 材料, **46**, 784 (1997).
- 7) S. M. Russ, Metall. Trans., **21-A**, 1595 (1990).
- 8) B. N. Cox, M. S., Dadkhahn and D. B. Marshall, Acta Metall., **38**, 2425 (1990).
- 9) R. W. Neu and T. Nicholas, J. Comp. Tech. & Research, **16**, 214 (1994).
- 10) 岡崎正和, 林啓次郎, 中谷 浩, 材料, **47**, 912 (1998).
- 11) S. F. Baumann P. K. Brindley and S. D. Smith, Metall. Trans., **21-A**, 1559 (1990).
- 12) M. Guermazi, Mater. Sci. & Tech., **10**, 399 (1994).
- 13) Y. Kagawa, C. Masuda, C. Huijiwara and A. Fukushima, ASTM STP **1253**, 26 (1996).