SiC (CVD) 繊維強化チタン金属基複合材料の疲労特性*

恩澤忠男**, 鈴木暁男**, 金 鍾勲***, 坂井重郎***

Fatigue Properties of Titanium-Matrix Composites Reinforced with SiC(CVD) Fibers*

by Tadao Onzawa**, Akio Suzumura**, Jong-Hoon Kim*** and Shigeo Sakai***

In this study, the authors have investigated on fatigue properties of titanium-matrix composites reinforced with SiC(CVD) fiber(FRM). The fatigue properties were examined for as-fabricated FRM, thermal-exposed FRM and unreinforced commercial pure titanium(CPTi) and Ti-21V-4Al alloy matrix.

The fatigue strength of the as-fabricated FRM is three times higher than unreinforced CPTi and Ti-21V-4Al alloy. It is because the impeding effect of the fiber leads to low crack growth rates. After long thermal exposure (12h for CPTi FRM and 24h for Ti-21V-4Al FRM) at 1123 K, the FRM crack growth resistance is reduced mainly due to fiber degradation and notch effect of reaction zone. The fatigue properties of the Ti-21V-4Al FRM was lower than CPTi FRM because of coarsening of the grain of matrix. The fatigue properties of FRM is rarely determined as the deciding factor in that of matrix.

Key Words: Fatigue properties, Composites, Titanium, Titanium alloy, Fatigue strength, Crack growth rate, Notch effect, Reaction zone

1. 緒 言

著者らは前報で、SiC (CVD) 繊維強化 Ti 基複合材料 (FRM) の繊維とマトリックス界面の熱処理による反応層の反応速度¹⁾及びその反応層の厚さが引張強度に及ぼす影響²⁾などについて報告した。

チタン基 FRM を航空機用構造材料などに使用する場合、静的強度の他に疲労強度も大きな問題の一つに挙げられる。しかし、チタン基 FRM の疲労に対する研究も不十分で、その疲労破壊メカニズムも全く解明されていない³⁻⁵⁾。

そこで、SiC (CVD) 繊維を使用して工業用純チタン (CPTi) 及び Ti-21V-4Al 合金マトリックスの FRM を作製し、作製したままの FRM と熱処理を行った FRM 及びマトリックス金属のみで作製した試料 (マトリックスのみ材と呼ぶ) について疲労試験を行い、繊維-マトリックス間の界面反応層が疲労特性に及ぼす影響を調べた。

2. 供試材及び実験方法

2.1 供試材

繊維は36 μm 径の C 芯線に SiC を CVD 法によって蒸着し、表面に SiC より C 量の多い層を 3 μm 蒸着させた直径140 μm の SiC 繊維 (AVCO 社製: 以下 SCS-6 (商品名) と呼ぶ) を用いた。この SCS-6 繊維は主としてチタン及びセラミックスマトリックスの強化用に適しているとされる⁶⁾。マトリックス金属としてはいずれも厚さ 100 μm の α 単相の CPTi 及び β 単相の Ti-21V-4Al

合金の2種類を使用した。用いた繊維及びマトリックスの引張強度と作製した FRM の引張強度を Table 1 に示す。

2.2 FRM の作製方法及び実験方法

フィラメントワインディング法によって作製したプリフォーム材を50×60 mm に切断し、繊維が同一方向になるように9層に積層 (繊維含有率: 36.5%) したものを、ホットプレス装置を用い、 1×10^{-2} Pa 以下の真空中で、70~90 MPa の成形圧力を加え、1123 K で3.6 ks (1 hr) 保持する固相拡散接合法によって FRM を作製した。

Table 1 Tensile strength of materials used

Materials		Tensile strength(MPa)
Fiber	SCS-6	3300
Matrix	CPTi	500
	Ti-21V-4Al	790
Composites	SCS-6/CPTi	1448
	SCS-6/Ti-21V-4Al	1536

Fig. 1 Shapes and dimensions of tensile test specimens of composites

*原稿受付 平成4年3月3日 平成2年度秋季全国大会で発表

**正 員 東京工業大学工学部 Member, Faculty of Engineering, Tokyo Institute of Technology

***学 生 員 東京工業大学大学院 Student Member, Graduate school, Tokyo Institute of Technology

作製した FRM を Fig. 1 のように加工し、疲労試験に供した。また、1123 K で CPTi FRM は 43.2 ks (12 h)、Ti-21V-4Al 合金 FRM は 86.4 ks (24 h) 熱処理を行ったものも疲労試験を行った。一方、FRM の作製方法と同じ条件でマトリックスのみ材も作製した。

疲労試験はクロード・ループ型油圧式疲労試験機を用いて、引張-引張モードで応力比 $R (= \sigma_{\min}/\sigma_{\max}) = 0.0$ 、周波数 20 Hz の正弦波荷重によって行った。また、疲労破壊した試験片は、SEM を用いて破面観察を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 疲労試験結果

Fig. 2 に示す疲労試験結果から、FRM の疲労特性はマトリックスのみ材に比べて、ばらつきがかなり大きいことがわかる。この理由としては、繊維強度のばらつきや作製時にできた繊維の欠陥及び繊維の配列の乱れなどの影響もあると考えられる。

また、FRM はマトリックスのみ材に比べ、疲労強度が大幅に向上している。これは繊維強化による引張強度の向上、繊維の引抜きによる破壊エネルギーの吸収、また繊維-マトリックスの界面結合エネルギーによるクラック進展の抑制および繊維-マトリックスの界面に沿ったクラック進展による破壊エネルギーの向上などによる効果と考えられる²⁻⁵⁾。一方、FRM の S-N 曲線はマトリックスのみ材の S-N 曲線と非常に似た形をしていることから、マトリックスは FRM の疲労特性を決定する大きな要素になると言える。

さらに、熱処理を行った FRM の疲労特性は作製したままのものより少し低下している。これは反応層の影響によると考えられ、前報¹⁾で求めた反応層の成長速度定数を用いて、その幅を計算した結果、CPTi FRM では約 $2.5 \mu\text{m}$ 、Ti-21V-4Al 合金 FRM では約 $2 \mu\text{m}$ の反応層が存在していることが分かった。すなわち、熱処理による反応層厚さの増加は引張強度を低下させる²⁾と同様

に、疲労強度にも大きく影響を与えていることが分かる。

なお、マトリックスの引張強度は CPTi より Ti-21V-4Al 合金の方が高いにもかかわらず、FRM 及びマトリックスのみ材のいずれも、CPTi の方が Ti-21V-4Al 合金よりも疲労特性がよいことがわかる。この理由については SEM による疲労破面観察で述べるが、作製中に生じた Ti-21V-4Al 合金マトリックスの結晶粒の粗大化によるものと考えられる。

3.2 疲労破面観察

Fig. 3 (a), (b) は CPTi のマトリックスのみ材の SEM 破面を示す。これは疲労き裂が引張方向に直角に伝播する第 2 段階の破壊をした場合である。まず、(a) では、CPTi は典型的な延性破壊が起こっており、その破面をミクロ的に観察すると、(b) に示すように、ストライエーション^{7,8)}が明瞭に見られる。

一方、Fig. 4 (a), (b) は Ti-21V-4Al 合金マトリックスのみ材の疲労破面を示す。CPTi の場合 (Fig. 3 (a)) と比較すると、明らかにぜい性的な疲労破面を示し、結晶粒がかなり粗大化していることがわかる。また、ミクロ的に見ると (b)、わずかにストライエーションが観察されるが、CPTi のように明瞭ではない。これらの破面は、明らかに結晶粒の影響を受けていることがわかり、粒界ぜい性破壊⁹⁾にき裂が伝播したものと考えられる。したがって、CPTi の方が Ti-21V-4Al 合金よりも疲労強度が良いことが疲労破面観察から明らかになり、Fig. 2 のような実験結果になったと考えられる。

Fig. 5 は CPTi FRM の作製のままのもの (a) 及び Ti-

Fig. 2 Fatigue curves

Fig. 3 SEM images of fatigue fractured surface for the CPTi matrix (a) macrograph of fatigue zone (stress: 184 MPa) (b) micrograph of fatigue zone (stress: 184 MPa)

Fig. 4 SEM images of fatigue fractured surface for the Ti-21V-4Al alloy matrix (a) fatigued zone (stress: 300 MPa) (b) fatigued zone (stress: 156 MPa)

Fig. 5 SEM images of fatigue fractured surface for FRM (a) SCS-6/CPTi FRM (as-fabricated), (b) SCS-6/Ti-21V-4Al FRM (thermal-exposed; 1123 K, 21.6 ks)

21V-4Al 合金 FRM の熱処理材(b)の繊維-マトリックス界面で疲労破壊した破面の SEM 像を示す。(a)の疲労破面には、繊維と反応層間のはく離が起こり、マトリックスに付いている反応層のストライエーションが観察される。これはクラックが進展して、繊維とマトリックスの接合強度が低い界面に達すると、クラックが繊維と反応層の間に沿って成長したものと考えられる。

一方、熱処理を行って厚い反応層が存在している(b)の場合は、繊維-反応層間の破壊の他に、反応層-マトリックス間のはく離も起こっていることがわかる。これはクラックが繊維とマトリックス間のぜい性的な反応層の中を成長したためと考えられる。このように反応層の厚さの影響は、静的破壊に及ぼす界面反応層の影響²⁾と同様に疲労破壊にも影響を及ぼすと考えられる。

3.3 疲労破壊機構

Fig. 6 (a)~(d) は CPTi FRM 及び Ti-21V-4Al 合金 FRM の作製したままのもの(a, c)及び熱処理材(b, d)の疲労破面の SEM 像を示す。これらの SEM 像から FRM の疲労破壊は、一般の金属のように平面的に破壊が起こらず、階段状の破面を示すところが多く、(a)及び(c)の作製したままのものの場合、繊維の引抜き現象が見られる。

これは繊維の表面もしくは内部の微小な欠陥から繊維の破壊によってクラックが生じ、繰り返し数 N の増加と共に内部へ繊維を破壊しながら進展し、接合強度が低い繊維-マトリックス界面に達する。すなわち、クラックは Fig. 5 (a)に示したように、繊維の破壊エネルギーよりも界面のはく離エネルギーが低いため、界面に沿って成長する。

一方、Fig. 6 (b)あるいは(d)から、熱処理材の方が作製したままのものよりも繊維の引抜き現象は非常に少なく、マクロ的に破面は非常に大きい階段状の段差が生じていることがわかる。これは熱処理によって界面反応層の厚さの増加と共に界面結合エネルギーが増加するため、引抜き現象はほとんど起こらず、その脆い反応層²⁾にクラックが生じ、それが繊維表面のノッチとなり、繊維を破壊することによってクラック発生点となる。そのクラック発生点は FRM の内部に多数存在し、最も弱い繊維を貫通して疲労き裂が成長し、最後にき裂が界面で会う。すなわち、界面に沿って最終破壊したために段差が大きくなったと考えられる。したがって、熱処理材の疲労特性の低下は、繊維表面部にある反応層に多数存在しているクラックが、ノッチ効果を生じてき裂成長が速くなったためと考えられる。

Fig. 7 は熱処理した CPTi FRM (a)及び Ti-21V-4Al 合金 FRM (b)の界面反応層での疲労クラック発生を示す SEM 像である。ストライエーションの方向を観察すると、厚い反応層に発生したき裂がノッチ効果を生じ繊維が破断し、そのために界面反応層から疲労破壊が起こり、マトリックス中へ進んだと考えられる。

特に熱処理した Ti-21V-4Al 合金 FRM においては、Fig. 8 (a)に示すように、マトリックスの破面から内部にき裂が進展したり、Fig. 8 (b)に示すように内部クラックが試料表面に達する現象が見られ、相当量の内部破壊が起こっていることがわかる。また、Fig. 8 (c)の熱処理した CPTi FRM の SEM 像から、一本の繊維中で複数の箇所破壊が起こっていることがわかる。

熱処理材においては、疲労き裂伝播が試料の表面から

Fig. 6 SEM images macrographs of fatigue fractured surface for FRM (a) SCS-6/CPTi FRM (as-fabricated) (b) SCS-6/CPTi FRM (thermal-exposed; 1123 K, 43.2 ks) (c) SCS-6/Ti-21 V-4 Al FRM (as-fabricated) (d) SCS-6/Ti-21 V-4 Al FRM (thermal-exposed; 1123 K, 21.6 ks)

Fig. 7 SEM images of a fatigued specimen showing fatigue crack initiation at a rection zone for thermal-exposed SCS-6/CPTi FRM (a) and SCS-6/Ti-21 V-4 Al FRM (b)

起こる場合の他に、反応層中の微少き裂が繊維表面のノッチの役割を果たし、そこからき裂が伝播したために起こる内部クラックが多く存在していることがわかる。その後、さらに疲労破壊が進むと、内部で成長するき裂同士が徐々につながって、静的な引張破壊が起こる最終段階に入ると考えられる。

したがって、このような内部クラックをできるだけ少なくする方が疲労特性はよくなると考えられ、内部クラックが発生しやすい熱処理を行った FRM の方が作製したままのものよりも疲労特性が低下した Fig. 2 の実験結果と一致すると言える。

これらの結果から、FRM の疲労における繊維の破壊機構は次のように考えられる。まず、比較的反応層が薄い作製したままの FRM の繊維の破壊は、Fig. 9 に示すように繊維の表面および内部の微少な欠陥から破壊が始まり、マトリックスへ疲労破壊が進む。更に、そのき裂が隣りの繊維の近くまで伝播すると、その繊維はき裂先端の応力集中の影響を受けて、その破断応力を超えたとき破断する。一方、その繊維が破断しない場合は、き裂は結合力の弱い繊維-マトリックス界面に沿って進み、Fig. 6 (a), (c) のような繊維の引抜き現象が起こる。

反応層が厚い熱処理材の FRM では、Fig. 10 に示すように、マトリックス中を進展したき裂が、繊維の近くに達すると、そのき裂先端の応力集中の影響を受け、反応層及び繊維中に多数のき裂が発生する。進展したき裂は新たに発生したき裂とつながるか、あるいは繊維と反応層の間もしくはマトリックスと反応層の間の割れにつながる。このような状態が FRM 中で多数箇所まで生じて、最終的な破断に至る。このことは Fig. 6 (b), (d) で見られたように、ほとんどの FRM の破壊位置が同一面上ではな

Fig. 8 SEM images of a fatigued specimen showing internal (a) and external (b) fatigue cracks growth for thermal-exposed SCS-6/Ti-21V-4Al FRM and showing link-up of fatigue cracks at the splitting zone on machined specimen surface thermal-exposed SCS-6/CPTi FRM (c)

Fig. 9 Distribution of the stress field along a fiber ahead of the macrocrack tip

Fig. 10 Damage mechanism initiated in the reaction zone when the macrocracks propagates

く、階段上の破壊になっていることから言える。

4. 結 論

CPTi 及び Ti-21V-4Al 合金をマトリックスとした SCS-6 繊維を用いた FRM を作製し、作製したままの FRM、熱処理を加えた FRM 及びマトリックスのみ材で作製したものについて疲労試験を行い、以下の結果が得られた。

- (1) CPTi 及び Ti-21V-4Al 合金を SiC 繊維によって強化した FRM は、マトリックスのみ材に比べると、大幅に疲労強度が改善される。これは繊維-マトリックス界面で繊維に沿った破壊が起こることや、マトリックス中のき裂成長エネルギーの一部が繊維の破壊エネルギーとして消費されるため、き裂成長速度が遅れるためであると考えられる。
- (2) Ti-21V-4Al 合金 FRM は、マトリックスの結晶粒の粗大化によるじん性の低下のため、疲労強度は CPTi FRM より低い。また、マトリックスは FRM の疲労特性を決定する大きな要素となる。
- (3) 反応層が厚い熱処理材の FRM では、疲労き裂先端の応力集中の影響を受け、反応層及び繊維中に多数のき裂が発生することによって繊維が破断しやすくなり、疲労特性は低下する。これは、ほとんどの FRM の破壊位置が同一面上ではなく、階段上の破壊になっていることから言える。

本研究を行うに当たり、FRM の作製及び分析に多大なご協力を頂きました(株)日発グループ中央研究所芽本隆司氏とチタン母材をご提供頂きました大同特殊鋼(株)鷲見一仁氏に厚く御礼を申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 恩沢, 鈴村, 金: 溶論8-2, (1990), 122-128.
- 2) 恩沢, 鈴村, 金: 溶論8-4, (1990), 74-78.
- 3) B.T. Bhatti et. al; Met. Trans., 13A-11 (1982) 193.
- 4) R.T. Bhatti et. al; Met. Trans., 13A-11 (1982) 1933-1938.
- 5) J.M. QUENISSET et. al; J. Mater. Sci. 20 (1985) 4532-4552.
- 6) AVCO カタログ, 1988.
- 7) 小寺沢良一: フラクトグラフィとその応用, 日刊工業新聞社 (1981) 33-37.
- 8) P.J.E. FORSYTH; The Physical Basis of Metal Fatigue., BLACKIE AND SON LIMITED; 中沢一, 小林英男訳: 金属疲労の基礎 (1969).