

# 繊維強化複合材料の界面せん断力学特性の測定

Measurement of Interfacial Mechanical Properties in Fiber-Reinforced Composites

香川 豊\*  
Yutaka KAGAWA

脆性マトリックス複合材料では界面せん断力学特性を正しく評価することが複合材料の力学特性を理解し定量的に解析を行う際には必要不可欠である。ここでは、繊維強化複合材料の界面せん断力学特性の定義、測定手法、測定値の解釈、実際の材料での界面せん断特性の制御方法、について著者らの研究室で行った結果をもとに解説する。また、界面せん断応力の新しい考え方についても言及する。

## 1. はじめに

繊維強化複合材料の力学的特性は古くから界面の力学特性に依存することが知られている。特に、最近の繊維強化ガラス、繊維強化セラミックスあるいは炭素繊維強化炭素 (C/C 複合材料) のように繊維よりも小さな破断伸びを持つマトリックスの複合材料では破壊過程でマトリックスが先に破壊し、その後の複合材料の外力に対する応答は界面の力学特性に大きく依存することが実験的にも明らかになっている<sup>2)</sup>。この場合、特に、界面せん断特性が重要であり、多くの理論解析や実験結果の解釈において界面せん断力学特性の値は欠かせないものとなっている。

一方、最近、界面せん断特性の測定方法に対しても種々の方法が提案され実際の複合材料の界面せん断応力の測定に成功している<sup>1)</sup>。ここでは、著者らが最近行っている界面せん断力学特性の測定に関する研究結果をもとに測定方法や測定時の問題点について解説する。

## 2. 界面せん断応力の取り扱い

界面せん断特性には図1に示したように(i)剥離、(ii)滑りの条件がありそれぞれの値の比によって全体の界面せん断特性が決定される。実際に、界面せん断応力 ( $\tau$ ) としては、古くから界面に沿って一定の値とする解析が行われていた。しかし、界面せん断応力には分布があり、しかも、界面の状態により変化することから  $\tau$  を(i)界面剥離の条件、(ii)界面剥離後の滑りの条件、に大別し、さらに界面に沿った分布を考慮して議論するようになった。

なお、このような議論が可能になった背景には後で述べるように個々の界面せん断応力を正確に求める手法が

\*東京大学生産技術研究所 付属先端素材開発研究センター

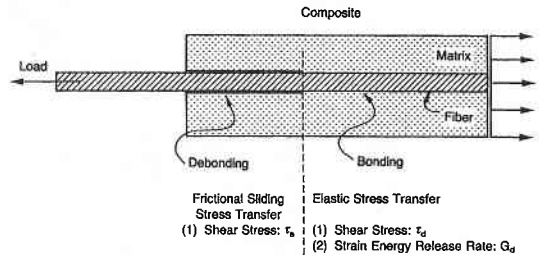


図1 繊維強化複合材料の界面せん断特性 (プルアウト条件の場合)

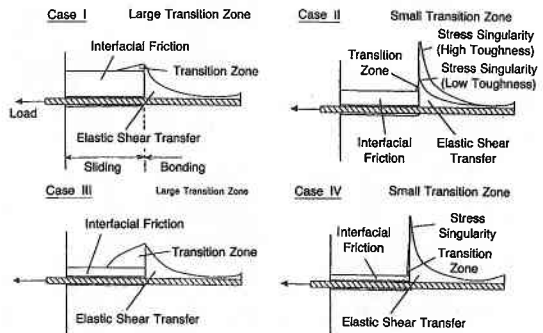


図2 界面せん断応力の分布例

研究開発されたという背景がある。

実際の複合材料では界面剥離、滑り応力の大小関係は図2に示したように複雑であり、種々の解析は本来マクロな応力分布を考慮したものでなければならない。しかし、どのような場合にどのような基準を用いるかは現状では十分に把握されておらず残された課題となっている。

### (i) 界面剥離の条件

界面せん断剥離の条件としては、界面せん断剥離応力

( $\tau_d$ ) あるいは界面せん断剥離ひずみエネルギー解放率 ( $G_d$ ) が用いられている<sup>1)</sup>。界面せん断剥離応力を求める際には、種々の試験時に界面に沿ったせん断応力分布を求めることが必要不可欠である。一方、せん断応力分布は、用いた解析式に依存するところが大きいため、界面の応力分布を必要としない界面せん断剥離ひずみエネルギー解放率の方が求めやすい場合が多い。

いずれの場合にせよ、界面剥離の条件は、界面で剥離する面の化学結合と界面近傍の残留熱応力に依存すると考えられている。

(ii) 界面滑りの条件

界面が剥離した後は界面でのせん断方向の相対変位により界面滑りを生じる。界面滑り時の条件としては界面せん断滑り応力 ( $\tau_s$ ) が用いられている。界面せん断滑り応力は、界面剥離の条件と同様に、界面に沿ったせん断応力分布を求めることから導出される。界面での滑りり応力は、図 3 に示すように剥離した界面でのマイクロな凹凸により発生すると仮定し

$$\tau_s = \mu(\sigma_o + \Delta\sigma_f + \Delta\sigma_r') \tag{1}$$

の形を仮定し解析を行う<sup>3)</sup>ことが行われている。ここで、 $\mu$  は界面での滑り摩擦係数、 $\sigma_o$  は繊維半径方向の残留熱応力 (定数と考える)、 $\Delta\sigma_f$  はヤング率とポアソン比の差により発生する繊維半径方向の応力、 $\Delta\sigma_r'$  は滑りを生じている界面で凹凸のために生じる繊維半径方向の応力である。

実際に種々の材料系で界面せん断滑り時の応力が求められている。最近では、種々の試験方法を併用することにより式(1)の右辺の応力値を別々に求め、議論することが可能になっている<sup>4)</sup>。

(iii) 界面剥離-滑りの条件

界面剥離および滑り時のせん断応力を統一的に解釈することも試みられている。この解釈によると式(1)では説

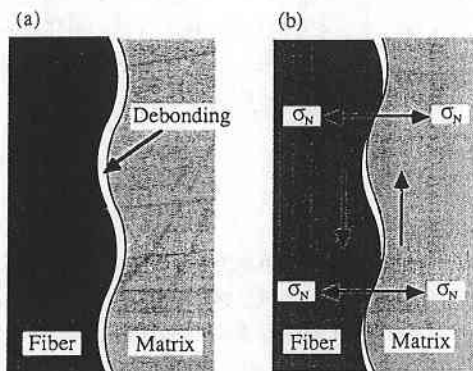


図 3 界面剥離後の凹凸による応力伝達機構

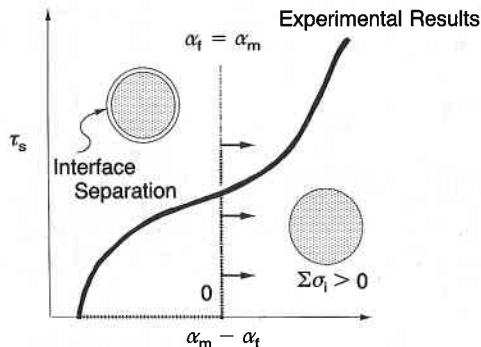


図 4 界面せん断すべり応力と  $\alpha_m - \alpha_f$  の関係 ( $\alpha_m, \alpha_f$  は繊維、マトリックスの熱膨張係数)

明できない実験結果も説明することが可能である<sup>5)</sup>。すなわち、式(1)では  $\sigma_o + \Delta\sigma_f + \Delta\sigma_r' < 0$  になる場合には応力値が負になるために適用できない。実際に、 $\alpha_f > \alpha_m$  ( $\alpha_f, \alpha_m$  はそれぞれ繊維マトリックスの熱膨張係数) の場合には、式(1)の右辺は負になる。しかし、このような条件下でも図 4 に模式的に示すように界面の応力伝達は可能であることが実験で確かめられている<sup>5)</sup>。

この場合には界面の凹凸間のインターロッキング (Inter Locking) による応力伝達機構が考えられている。しかし、インターロッキング界面せん断滑り時に界面で生じている滑りと破壊の物理現象を正しく反映していないと考え、式(1)のかわりに

$$\tau_s = \phi(\sigma_o, \Delta\sigma_r) \cdot \sigma_u \tag{2}$$

とする考え方が提案されている<sup>6)</sup>。ここで、 $\phi(\sigma_o, \Delta\sigma_r)$  は凹凸のある界面では真の接触面積に依存する関数、 $\sigma_u$  は界面の弱い層のせん断強度 (せん断破壊する相の強度) である。この考え方によると種々の複合材料の界面せん断滑り応力を物理的意味の不明瞭な摩擦係数を用いずに統一的に解釈できると考えられている。

3. 界面せん断応力の求め方

繊維強化セラミックスの界面せん断応力 (剥離、滑りを含む) の求め方として比較的良好に確立されている手法を整理すると図 5 のようになる。なお、ここでは、試験方法の基本を説明することを主目的とするために最も簡単な場合として界面せん断滑り応力は一定<sup>7)</sup>として取り扱うことにする。界面せん断応力に分布を持つ場合についても規範的な考え方は同様であるので参考文献を参照されたい。繊維強化セラミックスの界面せん断応力の求め方としては古くから複合材料の引っ張り試験を行い、マトリックスに生じるマルチプルフラクチャーの間隔  $u$  から  $\tau_s$  を

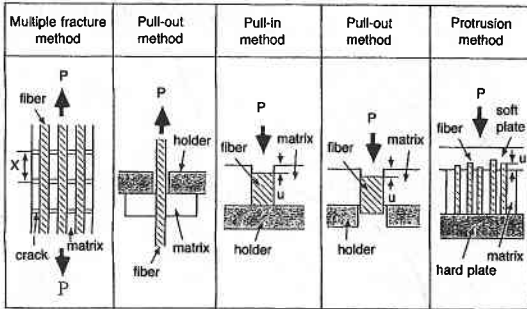


図5 繊維強化セラミックスに用いられる界面せん断力学特性の測定方法

$$\tau_s \approx 1.34 \left\{ \frac{\Gamma_m R_f^2 E_m E_f (1-f)^2}{E_c f u^3} \right\}^{1/2} \quad (3)$$

として求める方法が用いられてきた。ここで、 $R_f$  は繊維半径、 $E_m$ 、 $E_f$  はそれぞれマトリックス、繊維のヤング率、 $E_c$  は複合材料のヤング率、 $f$  は繊維体積率である。また、 $\Gamma_m$  はマトリックスの破壊エネルギーである。

式(3)を用いてマルチプルフラクチャー法で求められる  $\tau_s$  はせん断滑り応力のみであり、 $\tau_s$  を一定と考えるモデルのみに適用されている。

別の方法として、プルアウト (pullout) 法も界面せん断力学特性の測定に古くから用いられ、この方法では、シェアラグ法による解析を併用することにより界面剝離と界面滑りの条件を分離して求めることができることから基礎的な研究には多く用いられている。しかし、この試験方法の問題点として、プルアウト試験専用の特殊な試験片が必要となることがあげられ現実的な材料系に対して即座に適用できるものではない。なお、古くから行われているプルアウト法は繊維のマトリックスへの埋め込み長さを変化させ繊維が引き抜けずに破断する埋め込み長さから臨界応力伝達長さ (Critical Stress Transfer Length) を求めている。最近の方法は埋め込み長さが少なく、すべて繊維が完全に引き抜けることを前提として実験、解析が行われている。

これらの方法に比較して最近研究開発の行われたせん断応力の求め方は、基本的には複合材料そのものを用い、繊維に圧縮力を加える方法が用いられている。これからの手法は、いずれの手法においても原理的に界面せん断剝離と滑りの応力を分離して求めることが可能であり、繊維強化セラミックスのみならず他の材料系への応用も可能である。以後、これらの方法についての原理と特徴を説明する。以後の解析においては界面せん断応力を一定として議論するが試験方法の一般性は失われない。

(i) プッシュイン法

プッシュイン (Pushin) 法は複合材料を繊維軸に垂

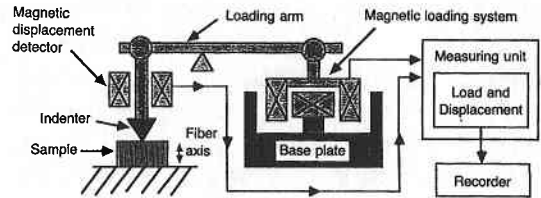


図6 プッシュイン試験装置

直な方法に切断研磨した後に、微小な圧子を用いて、繊維軸方向に圧子を押し込む方法である。実際には押し込み荷重を mg オーダーで制御でき、圧子の変位を測定することが可能な図6に構成を示したような微小圧子押し込み装置が用いられている。

実験から得られる荷重-繊維表面変位曲線をもとに、界面せん断滑り応力は  $\tau_s$  が滑りを生じている界面で一定とした場合には、

$$\tau_s = \frac{F^2}{4\pi^2 R_f^3 E_f \sigma} \quad (4)$$

で与えられる。ここで、 $F$  は押し込み荷重、 $\sigma$  は繊維表面の変位である。したがって、押し込み時の荷重と繊維表面の変位を求めれば  $\tau_s$  を式(4)から求めることができる<sup>8)</sup>。

滑り部で界面せん断応力が一定でない場合と仮定した場合には、プルアウト法などと同様にシェアラグ法から界面せん断応力の分布を仮定して求めることになる。この場合の繊維、マトリックスの軸力を考慮した解析に関する文献<sup>3)</sup>を参照されたい。

界面剝離のせん断応力は、プッシュイン試験時に表面で界面剝離が生じた時点の荷重  $F^*$  を用い、

$$\left. \begin{aligned} \tau_d &= \frac{F^* \xi}{2\pi R_f^2} \\ \xi &= \frac{2E_m}{E_f (1+\nu_m)^2 \ln(1/\sqrt{f})} \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

から求められる。界面せん断応力を用いずに界面せん断剝離ひずみエネルギー解放率 ( $G_d$ ) を求めるには、変位 = 0 (ゼロ) のときの最大荷重 (すなわち、繊維変位が生じるときの最大応力)  $F^*$  より

$$G_d \approx \frac{(F^*)^2}{4E_f \pi^2 R_f^3} \quad (6)$$

となる。

これらの解析では残留熱応力の影響は無視しているが繊維半径、繊維軸方向の残留熱応力の影響が大きいためその影響を解析的に考慮することが大切である。

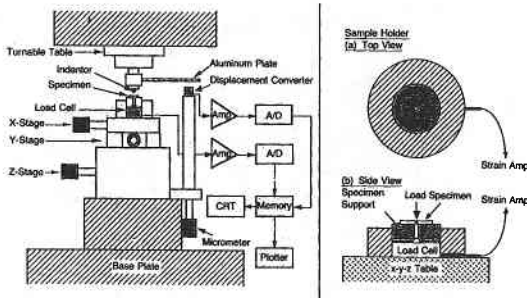


図7 プッシュアウト試験装置

(ii) プッシュアウト法 (Pushout)

プッシュアウト (Pushout) 法はプッシュイン法とは異なり、複合材料の試験片を厚さ数  $\mu\text{m}$ ~数  $\text{mm}$  としたものを微小な圧子を用いて押し抜く方法である<sup>4),9)</sup>。この方法では、図7に構成を示したような装置が用いられる。プッシュアウト試験時の荷重-繊維表面変位の曲線を求めて界面剝離と界面せん断滑りの応力を求めることができる。

最も簡単な場合界面せん断滑り応力  $\tau_s$  は

$$\tau_s = \frac{F}{2\pi R_f L} \quad (7)$$

となる。ここで、 $L$  は試験片の厚さである。また、界面剝離せん断応力  $\tau_d$  を求めるには式(6)が用いられる。この方法では界面せん断剝離応力と剝離ひずみエネルギー解放率は、プッシュイン試験の場合と同様に剝離開始時の繊維荷重  $F^*$  より求めることが可能である。文献9)には一度のプッシュアウト試験で得られる荷重-繊維表面変位曲線より界面せん断剝離応力とせん断滑り応力を分離して求める方法が示されている。

プッシュアウト法では、異なる試験片厚さの試験片を用いることにより、界面せん断応力が界面に沿って均一でなく分布を持つと仮定した場合の界面せん断応力を発生させるそれぞれの因子の寄与を容易に求めることが可能である。この場合には界面せん断応力が式(1)で表されると仮定し、異なる厚さの試料から得られる界面滑り開始時の繊維応力と試料片厚さの関係から式(1)に示した  $\mu$  あるいは  $\sigma_0$ ,  $\Delta\sigma_f$ ,  $\Delta\sigma_f'$  を個別に求める手法である<sup>10)</sup>。このように、プッシュアウト試験は、界面せん断特性以外の物理量を求められることになる。

(iii) プルトレーション法

プルトレーション法 (Protrusion) 法<sup>10),11)</sup> は、前に述べた2つの方法とは異なり繊維軸に垂直な方向に研磨した試験片を剛性の小さな板 (通常はアルミニウムなどの金属板) と剛性の大きな板 (通常はセラミックス板) ではさみ、これらの板を通して複合材料に圧縮応力を加

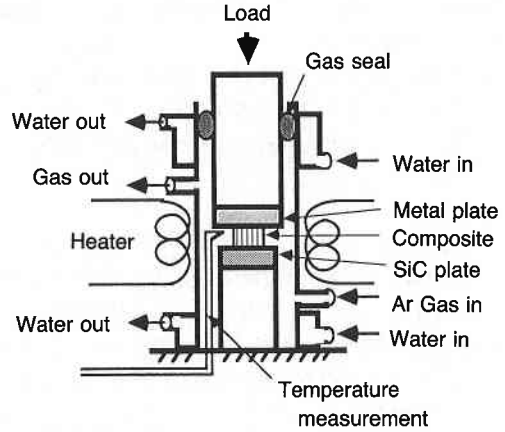


図8 プルトレーション試験装置

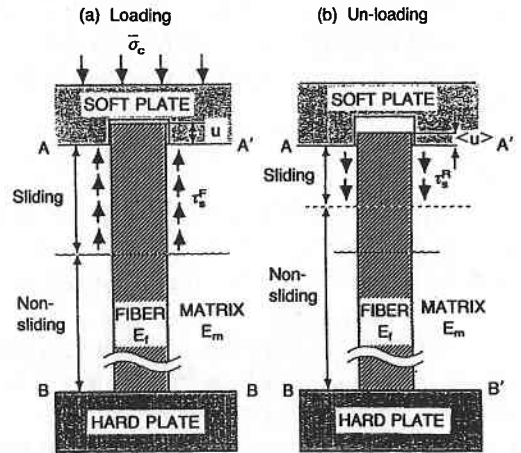


図9 プルトレーション法による繊維突き出しの模式図 ( $E_f > E_m$ )

えるものである。図8は室温から高温まで使用できる試験装置の一例を示したものである。このような条件で複合材料に圧縮応力を加えると繊維とマトリックスのヤング率比とせん断滑り長さに応じて剛性の小さな板側で繊維がマトリックスから突き出すことになる。

図9はこの試験後に、複合材料表面に突き出した繊維の例を示したものである。このとき、外部から複合材料に加えた圧縮応力と圧縮応力を完全に除いた後の繊維の複合材料表面 (マトリックス面) からの突き出し長さ  $\sigma$  を測定することにより、界面せん断滑り応力を

$$\tau_s = \frac{(1-f)(E_f - E_m)^2 R_f^2 \alpha^2}{4E_f E_m E_c \delta} \quad (8)$$

のように求めることができる。ここで、 $\delta$  は繊維のマトリックスからの突き出し長さ、 $\sigma_c$  は複合材料に加える圧縮応力である。

この方法は、プッシュイン試験やプッシュアウト試験のように特別な試験装置が不要であり、かつ高温下まで界面せん断応力が測定できる唯一の方法である。欠点としては応力分布の厳密な解析が進んでおらず、現状では  $\tau$  を一連とした界面せん断滑り応力が測定できるのみに留まっている。

(iv) その他の方法

この他にも、界面せん断応力の測定方法にはパンチアウト法、熱ひずみ法、大口径圧子押し込み法等があるが、いずれの方法も原理的な適用可能性が示されているのみにすぎない。これらの方法の使用可能性は今後の発展に負うところが大きい。

4. 界面せん断特性の問題点

ここまでに取り扱ってきた界面せん断応力に関しては、具体的な測定例が多くなっているものの種々の問題も残されている。以下、これらの問題について簡単にふれておく。

(i) 界面せん断特性

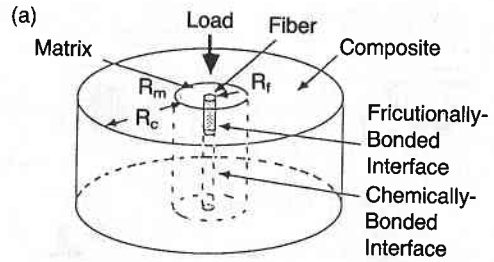
界面せん断応力を求める際には何らかの解析式が必要になるが、繊維強化セラミックスで界面力学特性に大きく影響する試料表面での残留熱応力を含む形の解析は十分に行われない。

たとえば、図10は、有限要素法により求めた SiC 繊維強化ガラスの ( $\alpha_f > \alpha_m$  の場合) プッシュアウト試験時の界面せん断応力の変化<sup>12)</sup>を示したものである。試験片製造時に導入される、残留熱応力の分布により表面付近ではせん断応力の方向も図10でせん断応力が正から負に変化している。また、解析的には求めにくい、最大のせん断応力は、表面から  $50\mu\text{m}$  程度複合材料中に入った部分で生じている。このように、現状の連続体力学を用いた解析法では試験時の試験片内部の応力分布を正しく表現できないという問題がある。

(ii) せん断応力の発生について

種々の試験を行い、適当な解析式を当てはめることにより界面せん断力学特性値を得ることが可能である。しかし、界面せん断応力がどのような物理・科学的構造に支配され、外部応力に対応してせん断応力を発生させているかは十分に解明されていない。

最近の研究によると、多くの解析では式(1)が何の根拠もなく用いられている。しかし、界面での摩擦係数は一定ではなく、滑り長さによって変化する<sup>6),7)</sup>。また、2.(iii)で述べたようにせん断応力を支配するものは、マイクロな接触部での弱い相の破壊応力であるとも言われている。このように、従来から何の確認もなく用いられていた仮



Fiber Volume Fraction:  $V_f=0.1, 0.5, 0.7$   
 $R_f$ : Radius of Fiber  $R_m$ : Radius of Matrix  
 $R_c$ : Radius of Composite

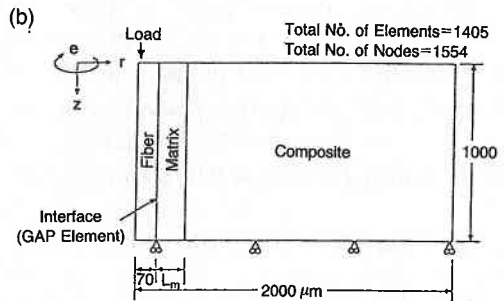


図10 (a)(b)有限要素法解析に用いた軸対称モデル(a)およびメッシュ(b)

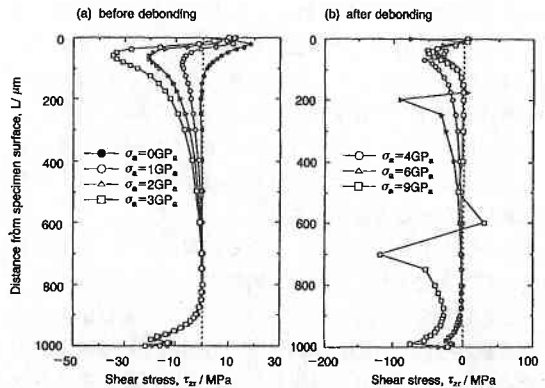


図10 (c)S, C 繊維強化ガラスのプッシュアウト試験前および試験時の界面せん断応力、 $\sigma_a$  は繊維に加える軸方向応力、(a)は界面剥離前、(b)は界面剥離後

定を見直す必要も生じている。

(iii) 試験より求めた値の物理的意味

最近の界面せん断応力の測定手法の研究と複合材料中での応力値に関する研究が互いに分離しており、両者の間の相関関係は十分に理解されていない。

たとえば、実際の複合材料中で繊維がクラックをブリッジしている場合にはブリッジしている部分の繊維で繊維軸方向の引張応力に変換される界面せん断応力と界

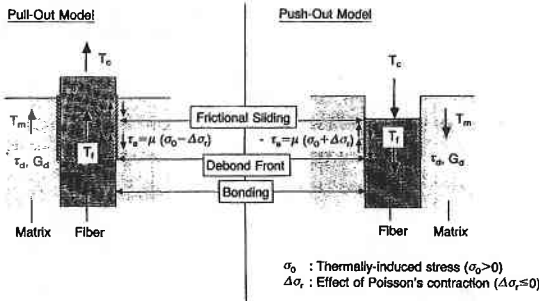


図11 界面せん断応力と試験方法 (式(1)で  $\Delta\sigma_r = 0$  とした)

面特性測定試験で求められるせん断応力との相関性は明らかではない。特に、図11に示すように、界面特性測定試験では繊維に圧縮が加わり、ブリッジング過程では引っ張り力が加わり、両者のせん断応力分布はまったく異なったものとなる。このように複合材料特性の解析に用いるせん断応力と種々の試験方法で求めた界面せん断応力の対応は十分に研究されているとはいえない。

### 6. おわりに

繊維強化セラミックスの界面せん断応力の重要性和界面せん断応力の求め方について著者らの最近の結果をもとに説明した。最近、界面力学特性をを求める手法および解析手法については格段の進歩がなされている。しかし、現実的な測定と測定値を用いた解析が先行して、界面せ

ん断応力の発生、分布あるいは測定手法に関する研究がなおざりにされている点に問題が残されている。

従来から界面せん断応力は解析や考察には必要不可欠であったがその値がブラックボックスとして取り扱われていた。界面せん断応力を実験的に求められるようになってきたことは今後の繊維強化セラミックスの研究開発に大きく貢献するものと考えられる。

(1993年 9 月 21 日受理)

### 参考文献

- 1) 香川 豊, 八田博志: セラミックス基複合材料, アグネ承風社, (1990).
- 2) Y. Kagawa: Advanced Materials Symposium, Advanced Materials Endowed Chairs (Nippon Steel Corporation) (1992), Nov. 4-5, p. 25.
- 3) K. Sekine and Y. Kagawa: Fracture Mechanics of Ceramics, Vo. 9, Plenum (1992), p. 19.
- 4) 本田絃一, 香川 豊: 日本金属学会誌, (投稿中).
- 5) Y. Kagawa: (投稿予定).
- 6) K. Sekine and Y. Kagawa: (投稿予定).
- 7) K. Sekine and Y. Kagawa: Ceram. Eng. & Sci. Proc. (1992), (印刷中).
- 8) 本田絃一, 香川 豊: 日本金属学会誌, 56(1992), 481.
- 9) 香川 豊, 大蔵明光: 日本金属学会誌, 56(1992), 278.
- 10) Y. Kagawa and K. Honda: Ceram. Eng. & Sci. Proc., (1991), Vol. 12, 1127.
- 11) 本田絃一, 香川 豊: 日本金属学会誌, 56(1992), 1360.
- 12) 本田絃一, 香川 豊: MARC ユーザーズミーティング概要集, (1992).