

繊維強化セラミックスの界面特性と
力学的性質に関する研究

津 田 浩

①

繊維強化セラミックスの界面特性と 力学的性質に関する研究

津田 浩

目次

第1章 序論	1
1.1. 繊維強化セラミックスの破壊挙動と高靱化	2
1.2. 繊維強化セラミックスの破壊に関する研究	3
1.2.1. 繊維強度分布を考慮した繊維強化セラミックスの破壊理論	3
1.2.2. 界面特性評価法	3
1.2.3. 破壊靱性理論	5
1.3. 本研究の目的と概要	5
第1章 参考文献	7
第2章 破壊過程の解析に関する研究	8
2.1. 応力解析	8
2.1.1. 最弱リンク説による繊維強度の確率論的取り扱い	8
2.1.2. 単繊維引張り試験における繊維強度分布の取り扱い	11
2.1.3. 繊維強化セラミックスの破壊過程解析	12
2.2. 実験方法	17
2.2.1. 供試材	17
2.2.2. 単繊維引張り試験	18
2.2.3. 複合材引張り試験	19
2.3. 実験結果及び考察	19
2.3.1. 強化繊維の強度分布	19
2.3.2. 複合材引張り試験	23
2.3.3. 破壊過程解析から予想される複合材の破壊挙動	28
2.3.4. 数値シミュレーションによる繊維強度分布が破壊過程に及ぼす影響の解析	33
2.4. 結言	35
第2章 参考文献	37
第3章 界面特性評価に関する研究	38
3.1. 応力解析	38
3.1.1. 繊維引抜きの応力解析	38
3.1.2. 界面特性評価式	43
3.1.3. 界面はく離挙動の分類	44

3.2. 実験方法	46
3.2.1. 供試材の作製	46
3.2.2. 単繊維引抜き試験	47
3.3. 実験結果及び考察	48
3.3.1. 界面特性評価	48
3.3.2. 界面はく離挙動	52
3.3.3. 界面特性の負荷速度依存性	53
3.3.4. 数値シミュレーションによる界面はく離挙動の解析	60
3.4. 結言	64
第3章 参考文献	66
第4章 破壊靱性に関する研究	67
4.1. ブリッジングによる高靱化の解析モデル	67
4.1.1. 引張り応力-き裂開口変位量関係	67
4.1.2. 破壊靱性評価式の導出	70
4.2. 実験方法	74
4.2.1. クラックブリッジング応力-き裂開口変位関係に関する実験	74
4.2.2. 破壊靱性試験	74
4.2.3. 数値シミュレーションによる定常状態破壊靱性値の計算 ..	76
4.3. 実験結果及び考察	77
4.3.1. 引張り応力-き裂開口変位関係に関する実験	77
4.3.2. CT破壊靱性試験	81
4.3.3. 界面特性、及び材料特性と破壊靱性との関係	87
4.4. 結言	93
第4章 参考文献	94
第4章 付録 破壊靱性評価式導出の詳細	95
付録4.1. ブリッジング領域におけるき裂開口変位量 δ の導出	95
付録4.2. ブリッジングが作用するクラック面に沿ったJ積分の導出 ..	97
第5章 総括	98
謝辞	100

第1章 序論

産業革命期以降の製鉄技術の進展により構造材料としての鉄の使用は広まり、現代社会においても鉄は最も一般的な材料として用いられている。また今世紀初頭において開発されたポリマーは、可撓性、耐食性、低比重など優れた特徴を有することから急速に普及するようになった。このポリマーは複合材料の母材(マトリックス)としても非常に有名である。今世紀半ばにおけるGFRPの出現は産業界に大きなインパクトを与えたといえる。この材料はポリマーの特長を活かしたまま、低剛性というポリマーの欠点を高剛性のガラス繊維と複合化することにより改善している。また強化繊維の配向を変化させることにより自在に力学的特性の異方性を作り出すことが出来、材料設計における自由度を飛躍的に向上させた。ポリマー基複合材料は炭素繊維やアラミド繊維の出現、またマトリックス材料、プロセス技術の改善により、極めて高性能な材料となり現在、航空機、並びに自動車の車体等、構造材料として使用されるに至っている。

一方、セラミックスは人類が最初に使用した材料であると言えるのではないだろうか、つまり古代における土器の使用である。粘土を成形し焼固めた土器は食器、装飾品として一般に広く利用されてきた。しかしセラミックスは難加工で非常に壊れやすい材料であることから長年、学問の範疇外にあり経験的技術の産物とされてきた観がある。だが近年、ファインセラミックスという言葉で代表されるような高純度の原料から生成され、プロセス技術の改良により可能な限り欠陥を除去したセラミックスの力学的特性には鉄、ポリマーと見劣りしない特長がある。つまり優れた高温特性と耐食性である。宇宙往還機の開発が進められている現在、高温構造材料としてのセラミックスの使用には大きな期待が寄せられている。しかし、セラミックスの化学結合形式が共有またはイオン結合であることから、その破壊形態は脆性である。このため信頼性に大きな問題があり、構造物材料として使用されるには至っていない。そこでセラミックスの長所を活かした状態で、短所である脆性を改善することを目的にウイスキー、相変態相、繊維を第二相として添加したセラミックス基複合材料の開発が行われている。これらの強化法の中で現在、繊維強化法は最も高靱化を達成する手法として期待されている。

1980年、アメリカのPrewé等により行われたSiC繊維強化ガラス基複合材料の開発がこの材料の始まりである[1]。現在までに強化繊維としてSiC、炭素、ボロン、 Si_3N_4 、 Al_2O_3 、マトリックスにガラス、ガラスセラミックス、SiC、 Si_3N_4 、

Al_2O_3 などを用いた繊維強化セラミックスの開発が行われている[2]。

1.1. 繊維強化セラミックスの破壊挙動と高靱化

繊維強化セラミックスは単体セラミックスと比較して特徴的な破壊挙動を示す。例えば、マトリックスクラック歪増大や、破壊時にクラックのディフレクションが多く見られることである。この繊維強化セラミックスのマトリックスクラック歪増大に関して、Aveston等は理論的考察(A.C.K理論)を初めて与えた[3]。それによると、この現象はマトリックスクラック発生以前に生じる界面はく離と、繊維-マトリックス界面で繊維が摩擦すべりを起こすことにより達成される。繊維強化セラミックスの特長はマトリックスクラック歪増大のみではない。この材料ではマトリックスクラック発生後に高靱化機構が作用し、クラック進展抵抗が著しく増大する。その高靱化機構は次の2つである。

- (1) マトリックスクラック発生後、完全な繊維、つまり未破断の繊維が弾性変形を受けてマトリックスクラックを架橋する。この完全繊維による高靱化機構をブリッジングと呼ぶ。
- (2) 繊維が界面はく離領域で破断し、摩擦抵抗を伴いながら界面をすべることによりクラックの開口を抑制する。この破断した繊維による高靱化機構をプリアウトと呼ぶ。

繊維強化セラミックスは引張り負荷を受けた時、一般に破断歪の小さいマトリックスからクラックが発生し、進展する。繊維-マトリックス界面に強い化学結合が存在する場合、繊維は高いノッチ感受性を有する。つまり、マトリックスから進展してくるクラックが繊維-マトリックス界面を沿わずに、繊維を破断して進展していく。このような界面はく離が生じない破壊挙動を取る場合は強化繊維の高靱化寄与は期待出来ず、単体セラミックスと同様の脆性な破壊形態を示す。一方、繊維-マトリックス界面の結合強度が低い場合、クラックは容易に界面に沿って進展し、強化繊維がマトリックスクラックを架橋することになる。繊維強化セラミックスに用いられる強化繊維には一般に大きな強度分布が存在することから、マトリックスクラック近傍において不連続に強化繊維の破断が発生しているものと考えられる。つまりブリッジングとプリアウトの両機構が同時に作用し、マトリックスクラックを架橋している。界面はく離の発生、並びに進展は繊維-マトリックス界面の力学的特性に、強化繊維の破断は繊維の強度分布に依存する。したがって界面特性と繊維強度分布は繊維強化セラミックスの力学的特性を支配する第一因子であり、これらの因子が高靱化機構に及ぼす影響を明らか

にすることが高靱性繊維強化セラミックスの開発において望まれている。

1.2. 繊維強化セラミックスの破壊に関する研究

前節で述べたように繊維強化セラミックスの力学的性質は繊維強度分布、界面特性に大きく依存すると考えられている。本節ではこれまでに行われた繊維強化セラミックスの破壊に関する研究と問題点を述べる。

1.2.1. 繊維強度分布を考慮した繊維強化セラミックスの破壊理論

繊維強化セラミックスに用いられる強化繊維には大きな強度分布が存在する。このため繊維強化セラミックスに引張り負荷をかけたとき、ブリッジング、プリアウト両機構が同時に作用し、マトリックスクラックを架橋している。したがって、繊維強化セラミックスの破壊過程の解析には強化繊維の強度分布を考慮した確率論的破壊力学の適用が必要となる。これまでに強化繊維の強度分布を考慮し、繊維強化セラミックスの破断強度を評価する研究が精力的に行われてきた[4-6]。Thouless等は繊維強度分布をワイブル分布で取り扱い、シェアラグ理論を用いて繊維応力分布を考慮した破断強度評価式を提案した[4]。この理論では引張り負荷をかける前に複合材料には初期欠陥としてマトリックスクラックが飽和密度で存在し、多重繊維破断は生じないと仮定している。その後、CurtinによりThouless等の解析に基づいて、多重繊維破断を考慮した理論の修正がなされた[6]。これらの理論においては繊維強度分布を考慮することから応力解析モデルは非常に単純化されており、繊維間の相互作用などは考慮されていない、またマトリックスクラックが初期欠陥として既に飽和密度で存在していると仮定していることなどの問題がある。また詳細に実験結果と理論との比較があまり行われてはいないのが現状である。

1.2.2. 界面特性評価法

繊維強化セラミックスの強化繊維が引張り、または圧縮応力を受けた時、マトリックスへの界面せん断応力伝達を伴いながら繊維は変位を生じる。この時の界面せん断応力伝達は界面特性に支配される。したがって負荷応力と繊維の変位関係、または負荷応力とマトリックスへ伝達された応力との関係から界面特性を評価することが出来る。これまでに提案された界面特性評価法は次の4つに大別される。

インデンテーション法[7-8]

圧子を用いて繊維を軸方向に押し込み、その時の荷重-変位関係から界面特性を評価する手法である。この評価法は試料の調製が容易なことから現在まで最も多用されている。Marshallは界面せん断応力は一定と仮定してNicalon SiC/LASの界面すべり抵抗を評価した[7]。その後、界面せん断応力分布を考慮した解析理論がHsuehにより提案されている[8]。この理論における問題点は圧子形状が繊維押し込みの応力場に与える影響が考慮されていない点である。多くの実験はビッカース圧子を用いて行われているが、Hsuehの応力解析は押し込まれる繊維と同径、同形状の圧子を用いることを仮定している。また試験機の精度の問題から直径10 μ mの細径繊維の場合、圧子を繊維中央に打ち込むことは非常に困難であるという問題がある。

突き出し法[9-10]

繊維強化セラミックスを高剛性の板の上に載せ、繊維軸方向にアルミのような延性のある金属を押し付ける。この際、低剛性のマトリックスは繊維より大きな変形を受けることから、押し付けた金属板には繊維-マトリックスの相対変位差がレプリカされる。この相対変位差から界面特性を導出する手法である。この試験法は一度に多数の繊維-マトリックス相対変位差を測定出来ることから、平均的な界面特性を評価出来るという特長がある。しかし、大きな圧縮負荷をかけることから繊維の曲げ変形、マトリックスの座屈の発生が界面応力伝達機構へ影響を及ぼす問題がある。

繊維引き抜き法[11-13]

マトリックスに埋め込まれた一本の繊維を軸方向に引張り、その際に得られる荷重-変位関係から界面特性を導出する方法である。繊維引き抜け現象は繊維強化セラミックスの強度及び破壊靱性と密接に関係していることから、繊維引き抜きの応力解析は詳細に解析されている。しかし一本の繊維を繊維軸方向に平行に引張る試験法であることから直径10 μ m程度の細径繊維への適用は極めて困難であるという欠点がある。しかし、直径100 μ m程度の太径繊維においては理論的応力場に近い状態で試験をすることが出来る。

マルチプルフラクチャー法[3,14,15]

複合材料を繊維軸方向に引張った時、破断歪の小さなマトリックスからクラックが発生する。クラック面におけるマトリックス応力はゼロであるが、クラック面から離れるに従い界面応力伝達によりマトリックス応力は増加する。マトリックス応力が臨界値に達した点において更にマトリックスクラックが発生する。このようにして生じたマトリックスクラックの平均間隔から界面すべり抵抗を導出

する評価法である。この界面すべり抵抗を導出する理論においてはマトリックスクラックは一定応力下において生じると仮定している。しかし繊維強化セラミックスのマトリックス部には欠陥分布が存在することから多くの場合、マトリックスクラック発生応力は一定ではなく実験事実と異なった仮定に問題がある。

1.2.3. 破壊靱性理論

繊維強化セラミックスはクラック進展に伴いクラック進展抵抗が増加する、いわゆるR-curve挙動を取る材料である。マトリックスクラックの進展開始におけるクラック進展抵抗に関してMcCartneyは負荷応力が低いことから強化繊維の高靱化寄与は無視できると考え、複合材の表面エネルギーはマトリックスの表面エネルギーとマトリックス体積含有率の積で与えられるとした[16]。その後、マトリックスの初期欠陥サイズを考慮した理論[17]、マトリックスの強度分布を考慮した理論が提案されている[18]。またクラック進展時には高靱化領域が拡大していくことから、クラック進展抵抗は増加する。しかし高靱化領域が部材寸法に比較して小さい場合(この条件は通常、スモールスケールブリッジング条件と呼ばれている)、クラック進展にともない高靱化領域の範囲が制限されることからクラック進展抵抗には飽和値が現れることが知られている。通常この飽和レベルにおけるクラック進展抵抗値を、定常状態破壊靱性値と呼んでいる。このスモールスケールブリッジング条件を満足する状態におけるR-curve挙動の解析が数多く行われている。一般にこの問題を定量的に取り扱う手法として、

Dugdale-Barenblattモデルが用いられている。つまりマトリックスクラック面には個々の強化繊維によりクラック開口抑制が作用していることから連続体的取り扱いによりクラック閉口力を導出し、クラック進展抵抗を評価する解析が行われている。Marshall等は界面すべり抵抗を一定と仮定し、き裂開口変位量とクラック進展抵抗との関係の評価した[19]。その後、強化繊維の強度分布を考慮した解析も行われている[20]。

これまでに行われてきた破壊靱性評価に関する研究では平均化されたパラメータであると考えられる界面すべり抵抗を唯一の界面特性としている。このため界面結合強度、摩擦係数、また残留応力などの界面特性が破壊靱性に及ぼす影響が明らかにされたとは言えないのが現状である。

1.3. 本研究の目的と概要

繊維強化セラミックスの力学的性質は上述したように強化繊維強度分布と界面

特性に支配されていると言える。このため高強度、高靱性繊維強化セラミックスの開発には繊維強度分布、及び界面特性がどのように破壊過程や破壊靱性に影響を及ぼすかを明らかにする必要がある。本研究はこれらの問題点を明らかにし、高性能繊維強化セラミックスの開発指針を与えることを目的とした。

本論文の構成は以下の通りである。

第二章では強化繊維の強度分布をワイブル分布で評価し、繊維強化セラミックスの破壊過程を確率論的破壊モデルにより推定する。ここでブリッジングとブルアウト、どちらの機構が高靱化への寄与が大きいのかを検討し、繊維強度分布が力学的特性に及ぼす影響について考察した。

第三章では繊維強化セラミックスの新たな界面特性の定量評価手法である単繊維引抜き試験の提案を行う。また界面はく離領域における応力伝達機構の存在の有無により界面はく離挙動を2種類に分類し、その臨界条件を導出した。

第四章では新たなブリッジングによる破壊靱性増分の評価式を提案する。更に、この評価式を用いて数値シミュレーションにより高靱化のための最適な界面特性、材料特性を評価した。

第五章において以上の結果を総括する。

第1章 参考文献

1. K.M. Prewé and J.J. Brennan, *J. Mater. Sci.* 15(1980)p.463
2. "Ceramic Composites" in *CERAMIC BULLETIN*, 68(1989)p.366
3. J. Aveston, G.A. Cooper and A. Kelly, "Single and Multiple Fracture"; p.15 in *The Properties of Fiber Composites*, Conference Proceedings of the National Physical Laboratory, IPC Science and Technology Press, Surrey, England, U.K. (1971)
4. M.D. Thouless and A.G. Evans, *Acta Metall.*, 36(1988)p.517
5. M. Sutcu, *Acta Metall.*, 37(1989)p.651
6. W.A. Curtin, *J. Am. Ceram. Soc.*, 74(1991)p.2837
7. D.B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.*, 67(1984)p.C-259
8. C.H. Hsueh, *J. Mater. Sci.*, 25(1990)p.818
9. 本田 紘一、香川 豊, *日本金属学会誌*, 56(1992)p.1360
10. C.H. Hsueh, *Acta Metall. Mater.*, 41(1993)p.3585
11. P. Lawrence, *J. Mater. Sci.*, 7(1972)p.1
12. C.H. Hsueh, *Mater. Sci. Engng*, A123(1990)p.1
13. J.W. Hutchinson and H.M. Jensen, *Mech. Mater.* 9(1990)p.139
14. A.C. Kimber and J.G. Keer, *J. Mater. Sci. Lett.*, 1(1982)p.353
15. D.B. Marshall and A.G. Evans, *J. Am. Ceram. Soc.*, 68(1985)p.225
16. L.N. McCartney, *Proc. R. Soc. Lond.*, A409(1987)p.329
17. L.N. McCartney, *Proc. R. Soc. Lond.*, A425(1989)p.215
18. W.A. Curtin, *Acta Metall. Mater.*, 41(1993)p.1369
19. D.B. Marshall, B.N. Cox and A.G. Evans, *Acta Metall.*, 33(1985)p.2013
20. D.B. Marshall and B.N. Cox, *Acta Metall.*, 35(1987)p.2607

第2章 破壊過程の解析に関する研究

一般に繊維強化セラミックスに用いられる強化繊維には大きな強度分布が存在することが知られている。このため引張り負荷においては完全繊維と破断繊維によるブリッジングとプルアウト機構が同時に発現し、マトリックスクラックを架橋していると考えられる。従来の研究において、強化繊維の強度のばらつきをワイブル分布で確率論的に取り扱い破壊強度を評価する理論が提案されている[1-3]。しかしながら多くの研究においては、引張り負荷中の繊維破断が引き起こすブリッジングによる荷重負担率の低下などの破壊過程を無視した取扱いがなされている。このためブリッジングとプルアウト機構、どちらがより有効な高靱化機構であるのか明らかにされていないのが現状である。そこで本研究ではこの問題点を明らかにするため、強化繊維の強度のばらつきを考慮した繊維強化セラミックスの破壊過程の解析を試みた。また繊維強化セラミックスの破壊過程へ繊維強度分布が及ぼす影響を評価した。

本章では始めに、最弱リンク説により繊維強度のばらつきを確率論的に取扱う理論を紹介する。次にこれまでに提案された繊維強化セラミックスの解析モデルに基づいた繊維強化セラミックスの破壊過程の解析式を記す。実験的には複合材から抽出された強化繊維の単繊維引張り試験を行い、ワイブル分布を用いて強度分布を評価した。繊維強度分布から理論的に予想される繊維強化セラミックスの破壊過程と、複合材の引張り試験におけるレプリカ観察、及びアコースティック・エミッション(AE)計測結果とを比較した。最後に数値シミュレーションにより、繊維強度分布が繊維強化セラミックスの破壊過程に及ぼす影響を評価した結果を記す。

2.1. 応力解析

2.1.1. 最弱リンク説による繊維強度の確率論的取り扱い

脆性材料には大きな強度分布が存在することが知られている。この大きな強度のばらつきを説明する理論として以下の2つの説がある。一つは脆性材料の破壊は欠陥に支配されることから、欠陥分布の存在が強度に影響を与えていると考える最弱リンク説[4]。もう一つは破壊現象を時間を確率変数とする確率過程論として取り扱った理論である[5]。破壊現象が時間に依存する場合、最弱リンク説による強度の取り扱いは困難な場合が多く、後者の理論による解析が多く行われている

[6-10]。しかしながら破壊現象に時間依存性が見られない場合、最弱リンク説による強度分布の解析が一般に行われている[11, 12]。以下に最弱リンク説による強度の確率論的取り扱いを述べる。

最弱リンク説とは部材が幾つかの要素から直列的に構成されていると考え、最弱の要素の破壊が部材の強度を支配すると仮定した理論である。このような考えに基づけば、体積 n l の部材の強度分布は n 個の体積 l の部材の強度分布と等しいことになる。今、 $P_{nl}(\sigma)$ を体積 n l の部材の応力 σ までの累積破壊確率、 $P_l(\sigma)$ を体積 l の部材の応力 σ までの累積破壊確率とする。最弱リンク説の考えから $P_{nl}(\sigma)$ と $P_l(\sigma)$ の関係は式(2-1)で与えられる。

$$1 - P_{nl}(\sigma) = [1 - P_l(\sigma)]^n \quad (2-1)$$

式(2-1)を満足する解として式(2-2 a,b)が存在する。

$$P_l(\sigma) = 1 - \exp\{-l\phi(\sigma)\} \quad (2-2a)$$

$$P_{nl}(\sigma) = 1 - \exp\{-nl\phi(\sigma)\} \quad (2-2b)$$

式(2-2)において $\phi(\sigma)$ が強度分布を与える関数となる。Weibullは脆性材料の強度分布から、この関数 $\phi(\sigma)$ は式(2-3)の様な負荷応力 σ の冪関数で与えられることを提案した[4]。

$$\phi(\sigma) = \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m \quad (2-3)$$

つまり、応力 σ 以下での部材の破壊確率 $P_f(\sigma)$ は式(2-4)で与えられるとした。

$$P_f(\sigma) = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right\} \quad (2-4)$$

ここで m は強度のばらつきを表わす尺度でシェイプパラメーター、または形状母数と呼ばれている。また σ_0 は正規化のための係数でスケールパラメーター、または尺度母数と呼ばれている。

いま、長さ l の繊維を長さ δz の N 個の微小要素に分割することを考える。強化繊維の破壊起源は表面欠陥のみとし、内部欠陥の存在は考慮しないと仮定したとき、位置 z における要素が応力 σ 以下で破壊する確率 $\delta\phi(\sigma, z)$ は最弱リンク説の考え方から式(2-5)で与えられる[13]。

$$\delta\phi(\sigma, z) = 2\pi R \frac{\delta z}{A_0} \int_0^\sigma g(s) ds \quad (2-5)$$

ここで $g(S)dS/A_0$ は単位表面積当り、強度 $S \sim S+dS$ を与える欠陥の存在個数を表わす。ワイブル分布に強度分布が従うならば、式(2-4)より式(2-6)が成立する。

$$\int_0^\sigma g(S) dS = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{\sigma}{S_0}\right)^m\right\} \quad (2-6)$$

式(2-6)をMaclaurin展開し、第二項近似を行うと $\delta\phi(\sigma, z)$ は式(2-7)で与えられる。

$$\delta\phi(\sigma, z) = 2\pi R \frac{\delta z}{A_0} \left(\frac{\sigma}{S_0}\right)^m \quad (2-7)$$

位置 z に存在する要素の応力 T までの生き残り確率 $p_s(T, z)$ は $\delta\phi(T, z)$ と式(2-8)の関係にある。

$$p_s(T, z) = 1 - \delta\phi(T, z) \quad (2-8)$$

式(2-1)を用いて、繊維の生き残り確率 $P_s(T, l)$ は式(2-9)で与えられる。

$$P_s(T, l) = \prod_{i=0}^N p_s(T, z_i) = \prod_{i=0}^N [1 - \delta\phi(T, z_i)] \quad (2-9)$$

一方、条件付き確率の考えから位置 z の要素が応力 T まで生き残り、応力 $T \sim T + \delta T$ において破壊する確率 $P_f(T, z)$ は式(2-10)で与えられる。

$$P_f(T, z) = \frac{1}{1 - \delta\phi(T, z)} \frac{\partial \delta\phi(T, z)}{\partial T} \delta T \quad (2-10)$$

これらの結果、繊維が応力 $T \sim T + \delta T$ において位置 z で破断する確率 $\Phi(T, z) \delta T \delta z$ は式(2-11)で与えられる。

$$\Phi(T, z) \delta T \delta z = P_s(T, l) P_f(T, z) = \frac{\prod_{i=0}^N [1 - \delta\phi(T, z_i)]}{1 - \delta\phi(T, z)} \frac{\partial \delta\phi(T, z)}{\partial T} \delta T \delta z \quad (2-11)$$

ここで $\Phi(T, z)$ は繊維破断に関する応力 T と位置 z の確率密度関数である。

ここで式(2-11)から $\Phi(T, z)$ を求める。式(2-11)における乗積は対数-指数変換、及びMaclaurin展開による第一次項近似により式(2-12)で与えられる。

$$\prod_{i=0}^N [1 - \delta\phi(T, z_i)] = \exp \left\{ - \sum_{i=0}^N \delta\phi(T, z_i) \right\} \quad (2-12)$$

また位置 z における要素の破壊確率 $\delta\phi(T, z)$ は式(2-7)で与えられていることから、式(2-11)における微分項は式(2-13)で与えられる。

$$\frac{\partial \delta\phi(T, z)}{\partial T} = 2\pi R \frac{dz}{A_0} \frac{\partial}{\partial T} \left\{ - \frac{\sigma(T, z)}{S_0} \right\}^m \quad (2-13)$$

以下、位置 z における要素の応力を $\sigma(T, z)$ で表わし、各要素における応力は基準応力 T と位置 z の関数であるとする。要素の長さ δz を微小量とし、要素の破壊確率は微小であると考えると式(2-11)は式(2-12, 2-13)から式(2-14)で与えられる。

$$\begin{aligned} \Phi(T, z) \delta T \delta z &= \frac{\prod_{i=0}^N [1 - \delta\phi(T, z_i)]}{1 - \delta\phi(T, z)} \frac{\partial \delta\phi(T, z)}{\partial T} \delta T \\ &= \frac{\exp \left\{ - \sum_{i=0}^N \delta\phi(T, z_i) \right\}}{1 - \delta\phi(T, z)} \frac{2\pi R \delta z}{A_0} \frac{\partial}{\partial T} \left\{ \frac{\sigma(T, z)}{S_0} \right\}^m \delta T \\ &= \exp \left[- \int_0^1 \frac{2\pi R}{A_0} \left\{ \frac{\sigma(T, z)}{S_0} \right\}^m dz \right] \frac{2\pi R \delta z}{A_0} \frac{\partial}{\partial T} \left\{ \frac{\sigma(T, z)}{S_0} \right\}^m \delta T \end{aligned} \quad (2-14)$$

したがって繊維破断に関する応力 T と位置 z の確率密度関数 $\Phi(T, z)$ は式(2-15)で与えられる。

$$\Phi(T, z) = \frac{2\pi R}{A_0} \frac{\partial}{\partial T} \left\{ \frac{\sigma(T, z)}{S_0} \right\}^m \exp \left[- \int_0^1 \frac{2\pi R}{A_0} \left\{ \frac{\sigma(T, z)}{S_0} \right\}^m dz \right] \quad (2-15)$$

2.1.2. 単繊維引張り試験における繊維強度分布の取り扱い

単繊維引張り試験においては、長さ l のゲージ部における繊維応力 $\sigma(T, z)$ は一定である。したがって引張り応力 T における繊維破壊に関する応力と位置の確率密度関数 $\Phi(T, z)$ は $\sigma(T, z)$ を T で置換することにより式(2-16)で与えられる。

$$\Phi(T, z) = \frac{2\pi R}{A_0} \frac{m}{S_0} \left(\frac{T}{S_0}\right)^{m-1} \exp\left\{-\frac{2\pi R l}{A_0} \left(\frac{T}{S_0}\right)^m\right\} \quad (2-16)$$

応力 σ における破壊の分布関数 $F(\sigma)$ は式(2-16)より式(2-17)で表わされる。

$$\begin{aligned} F(\sigma) &= \int_0^\sigma dT \int_0^1 \Phi(T, z) dz = \int_0^\sigma \frac{2\pi R l m T^{m-1}}{A_0 S_0^m} \exp\left\{-\frac{2\pi R l T^m}{A_0 S_0^m}\right\} dT \\ &= \int_0^{\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m} \exp(-\xi) d\xi = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right\} \end{aligned} \quad (2-17)$$

ここで σ_0 は式(2-18)で与えられる定数である。

$$\sigma_0 = \left(\frac{A_0 S_0^m}{2\pi R l}\right)^{\frac{1}{m}} \quad (2-18)$$

2.1.3. 繊維強化セラミックスの破壊過程解析

繊維強化セラミックスが引張り負荷を受けたとき、一般に破断歪の小さなマトリックスからクラックが発生する。このマトリックスクラックは強化繊維により架橋され、引張り応力の増加に伴い繊維-マトリックス界面はく離の進展、及び強化繊維の破断が逐次発生する。この結果、引張り負荷中においてはブリッジング、ブルアウトの両高靱化機構が同時に作用していると考えられる。本研究ではこれまでに提案された繊維強化セラミックスの解析モデルに基づいて、引張り負荷における破壊過程を評価する。そこで、これまでに提案された2つの繊維強化セラミックスの解析モデルを紹介する。

ブリッジング機構のみを考慮した解析モデル(Cao-Thoulessモデル) [2]

Cao, Thoulessは繊維強度分布を考慮して繊維強化セラミックスの破壊強度を評価するため、以下の仮定に基づいた解析モデルを提案した。

1. 繊維強化セラミックスには引張り試験前に、すでにマトリックスクラックが飽和状態で存在している。
2. 繊維応力分布は、界面すべり抵抗 τ を一定と仮定したシアラグ解析に従う。
3. 引張り試験片のゲージ部内で一度破断した繊維は、一切の荷重負担能を有さない。

つまりCao-Thoulessモデルはプルアウトによる荷重負担、並びに繊維多重破壊を無視した破壊モデルである。これらの仮定に従えばマトリックスクラック面における力の平衡方程式は式(2-19)で与えられる。

$$\sigma = V_f T \{1 - P_f(T, L)\} \quad (2-19)$$

ここで左辺の σ は外部引張り応力、右辺の V_f 、 T はそれぞれ繊維体積含有率、クラックブリッジング応力(マトリックスクラック面における繊維応力)を表わす。また $P_f(T, L)$ はクラックブリッジング応力が T の時、長さ L のゲージ部における繊維の累積破断確率である。界面すべり抵抗 τ を一定と仮定することから繊維応力分布は式(2-20)で与えられる。

$$\sigma(T, z) = T - \frac{z}{\lambda} \quad (2-20)$$

ここで λ は式(2-21)で与えられる定数である。

$$\lambda = \frac{R}{2\tau} \quad (2-21)$$

繊維強度がワイブル分布に従うと仮定したとき、クラックブリッジング応力 T においてクラック面から距離 z 離れた長さ dz の要素が破壊する確率 $\phi(T, z) dz$ は、式(2-7)より式(2-22)で与えられる。

$$\phi(T, z) dz = \frac{2\pi R}{A_0} \left\{ \frac{\sigma(T, z)}{S_0} \right\}^m dz \quad (2-22)$$

繊維強化セラミックスの平均マトリックスクラック間隔を l としたとき、図2.1に示すような繊維応力分布を取ることからゲージ長さ L 内において繊維破断が生じる確率 $P_f(T, L)$ は式(2-23)で表わされる。

$$\begin{aligned} P_f(T, L) &= 1 - \exp \left\{ - \int_0^L \phi(T, z) dz \right\} = 1 - \exp \left[- \frac{4\pi R L}{l A_0} \int_0^{\frac{1}{2}} \left\{ \frac{\sigma(T, z)}{S_0} \right\}^m dz \right] \\ &= 1 - \exp \left[- \frac{L}{l} \left(\frac{T}{\Sigma_1} \right)^{m+1} \left\{ 1 - \left(1 - \frac{\tau l}{RT} \right)^{m+1} \right\} \right] \end{aligned} \quad (2-23)$$

ここで Σ_1 は式(2-24)で表わされる定数である。

$$\Sigma_1 = \left[\frac{A_0 S_0^m \tau (m+1)}{2\pi R^2} \right]^{\frac{1}{m+1}} \quad (2-24)$$

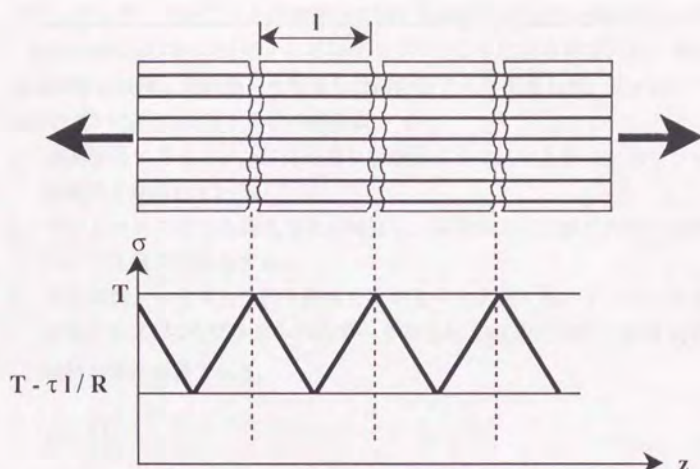


図2.1 Cao-Thoulessモデルの繊維応力分布。

以上より、Cao-Thoulessモデルに従えばマトリックスクラック面における力の平衡方程式は式(2-25)で表わされることになり、式(2-23)、(2-25)より外部引張り応力とクラックブリッジング応力、及び繊維破断率との関係が評価出来る。

$$\sigma = V_f T \left[-\frac{L}{l} \left(\frac{T}{\Sigma_1} \right)^{m+1} \left\{ 1 - \left(1 - \frac{\tau l}{RT} \right)^{m+1} \right\} \right] \quad (2-25)$$

一方、負荷応力-歪関係に関しては繊維応力分布が式(2-20)で与えられることから、 $0 \sim l/2$ 間 (l は平均マトリックスクラック間隔) の繊維変形量 u_f は式(2-26)で表わされる。

$$u_f = \int_0^{l/2} \frac{\sigma(T, z)}{E_f} dz = \frac{1}{E_f} \left(\frac{Tl}{2} - \frac{\tau l^2}{4R} \right) \quad (2-26)$$

したがって歪 ε はクラックブリッジング応力 T と式(2-27)の関係で与えられる。

$$\varepsilon = \frac{2u_f}{l} = \frac{1}{E_f} \left(T - \frac{\tau l}{2R} \right) \quad (2-27)$$

ブリッジング、ブルアウト両機構を考慮した解析モデル(Curtinモデル) [3]

CurtinはCao-Thoulessモデルにおけるブルアウトによる荷重負担、並びに繊維多重破断を無視した取扱いを修正した解析モデルを提案した。Curtinモデルに用いられている仮定は以下の通りである。

1. 繊維強化セラミックスには引張り試験前にすでにマトリックスクラックが飽和状態で存在している。
2. マトリックスによる荷重負担を無視し、繊維応力は試験片のゲージ部内において一定値であるとする。
3. 完全繊維、つまり生き残り繊維を次のように定義する。マトリックスクラック面から式(2-28)で与えられるすべり長さ l_f 以内において破断していない繊維が完全繊維である。

$$l_f = \frac{RT}{2\tau} \quad (2-28)$$

またすべり長さ l_f 以内において破断した繊維はブルアウトによる荷重負担能を有する。

以下、マトリックスからの距離 l_f の範囲を有効ブルアウト領域と呼ぶことにする。このような仮定に従えば、マトリックスクラック面における力の平衡方程式は式(2-29)で与えられる。

$$\frac{\sigma}{V_f} = \{1 - P_f(T)\}T + \frac{\langle h(T) \rangle P_f(T)}{\lambda} \quad (2-29)$$

ここで $P_f(T)$ は有効ブルアウト領域におけるクラックブリッジング応力 T の時の繊維破断率、 $\langle h(T) \rangle$ は平均ブルアウト長さを表わす。

式(2-29)で左辺項は外部引張り応力を表わし、右辺第一項はブリッジング、第二項はブルアウトによる応力負担を表わしている。

繊維強度がワイブル分布に従うと仮定した場合、繊維破壊の確率密度関数 $\Phi(T, z)$ は式(2-15)より式(2-30)で与えられる。

$$\begin{aligned} \Phi(T, z) &= \frac{2\pi R}{A_0} \frac{\partial}{\partial T} \left\{ \frac{T}{S_0} \right\}^m \exp \left[-2 \int_0^{l_f} \frac{2\pi R}{A_0} \left\{ \frac{T}{S_0} \right\}^m dz \right] \\ &= \frac{2\pi R m T^{m-1}}{A_0 S_0^m} \exp \left(-\frac{4\pi R l_f T^m}{A_0 S_0^m} \right) \end{aligned} \quad (2-30)$$

繊維破壊の確率密度関数 $\Phi(T, z)$ を用いることにより、繊維破断率 $P_f(T)$ 、平均プルアウト長さ $\langle h(T) \rangle$ はそれぞれ式(2-31)、(2-32)で与えられる。

$$P_f(T) = \int_0^T 2 \int_0^{l_f} \Phi(S, z) dz dS = \frac{4\pi R m l_f}{A_0 S_0^m} \int_0^T S^{m-1} \exp\left\{-\frac{4\pi R l_f S^m}{A_0 S_0^m}\right\} dS$$

$$= 1 - \exp\left\{-\left(\frac{T}{\Sigma_2}\right)^m\right\} \quad (2-31)$$

$$\langle h(T) \rangle = \frac{\int_0^T 2 \int_0^{l_f} z \Phi(S, z) dz dS}{\int_0^T 2 \int_0^{l_f} \Phi(S, z) dz dS} = \frac{2\pi R m l_f^2}{A_0 S_0^m} \int_0^T S^{m-1} \exp\left(-\frac{4\pi R l_f S^m}{A_0 S_0^m}\right) dS$$

$$= \frac{l_f}{2} \left[1 - \exp\left\{-\left(\frac{T}{\Sigma_2}\right)^m\right\} \right] \quad (2-32)$$

ここで Σ_2 は式(2-33)で与えられる定数である。

$$\Sigma_2 = \left(\frac{A_0 S_0^m}{4\pi R l_f} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (2-33)$$

以上より、Curtinモデルに従えばマトリックスクラック面における力の平衡方程式、式(2-27)における繊維破断率 $P_f(T)$ 、及び平均プルアウト長さ $\langle h(T) \rangle$ はそれぞれ式(2-29)、(2-30)で与えられ、引張り試験における破壊過程が評価出来る。

一方、歪 ε に関しては、Curtinモデルでは繊維応力分布を無視していることから式(2-34)で与えられる。

$$\varepsilon = \frac{T}{E_f} \quad (2-34)$$

上記したCao-Thoulessモデル、Curtinモデルに基づいた解析式により、界面すべり抵抗 τ 、繊維体積含有率 V_f 、及び強化繊維のワイブルパラメータを評価することにより繊維強化セラミックスの破壊過程は解析出来ることになる。

2.2. 実験方法

2.2.1. 供試材

本研究では日本カーボン社製の一方向Nicalon SiC繊維強化PYREXを供試材として用いた。Nicalon繊維は前駆体法により作製された β -SiC繊維で、直径約 $14\mu\text{m}$ 、密度 2.55g/cm^3 を有し、その力学的性質はヤング率 $E_f=200\text{GPa}$ 、ポアソン比 $\nu_f=0.2$ である。本研究では繊維表面にCVD法により 30nm 厚、 140nm 厚のカーボンコーティングを施した繊維とコーティング処理を施していない繊維の計3種類を用意した。マトリックスであるPYREXはホウケイ酸ガラスに属し、その力学的性質はヤング率 $E_m=60\text{GPa}$ 、ポアソン比 $\nu_m=0.2$ である。複合材の作製は次の通りである。スラリー法によりNicalonプリプレグにマトリックスを含浸させ、12プライプリプレグのグリーンシートを作製した。ホットプレス法により真空雰囲気において、グリーンシートを最高加熱温度 1388K 、 10MPa の加圧を行い複合材を得た。作製された複合材は $100\times 100\times 2.5\text{mm}^3$ の板材である。試料の名称、繊維体積含有率 V_f 、並びにインデンテーション法により評価された界面すべり抵抗 τ を表2.1に示す。

表2.1 供試材の名称、繊維体積含有率、及び界面すべり抵抗。

Thickness of carbon coat (nm)	no coating	30	140
Designation	CG	A	B
Volume fraction of the fibers, $V_f(\%)$	38	37	48
Interfacial sliding resistance, $\tau(\text{MPa})$	-	5.5	4.5

インデンテーション試験には超微小硬度計(島津製作所、DUH-50)を用いた。尚、界面特性評価の際、界面すべり抵抗を一定と仮定し、式(2-35)を用いて評価した[14]。

$$\tau = \frac{F^2}{4\pi^2 u R^3 E_f} \quad (2-35)$$

ここで F は押し込み荷重、 u は繊維変位量である。

タイプCG材のインデンテーション試験の際、繊維すべりが生じずに圧子による繊維破壊が観測された。このため界面すべり抵抗は評価出来なかった。

2.2.2. 単繊維引張り試験

各複合材の強化繊維の強度分布を測定するため単繊維引張り試験を行った。複合材からの強化繊維の抽出法は以下の通りである。室温において約3日間、フッ酸水溶液に複合材を浸し、マトリックスを完全に除去した後、水洗、乾燥して抽出繊維を得た。また複合材製造による強化繊維の損傷を調べるため、処女Nicalon SiC繊維の単繊維引張り試験を行った。単繊維引張り試験片形状を図2.2に示す。単繊維引張り試験におけるゲージ長さは25mmである。繊維を厚さ約200 μ mの紙にセメダイン(セメダイン、セメダインC)をアセトンで希釈した溶液を用いて張り付けた。試験片を治具(オリエンテック、0.1JF-II)に取り付けた後、ゲージ部を支えている紙を切断して試験を行った。繊維強度の負荷速度依存性を調べるため、タイプA材から抽出された繊維の単繊維引張り試験は引張り速度を 1.67×10^{-7} 、 1.67×10^{-6} 、 1.67×10^{-5} m/sの3種類に変化させて行った。タイプCG、B材から抽出された繊維の単繊維引張り試験では引張り速度を 1.67×10^{-6} m/sで、処女繊維の単繊維引張り試験は 1.67×10^{-5} m/sで行った。引張り試験装置にはインストロン型引張り試験機(島津製作所、DCS-R-500)を用い、荷重はロードセル(共和電業、LTS-500GA)、ストレインアンプ(共和電業、CDV-230C)を通して電圧信号に変換、増幅した。荷重信号はY-Tレコーダ(横河電機、LR4210)を用いて収録し、コンピュータ(Hewlett Packard, HP9000-216)により磁気媒体へ記録した。また繊維径は光学顕微鏡(OLYMPUS, PMG3)を用いて測定し、破断荷重から破断応力を評価した。

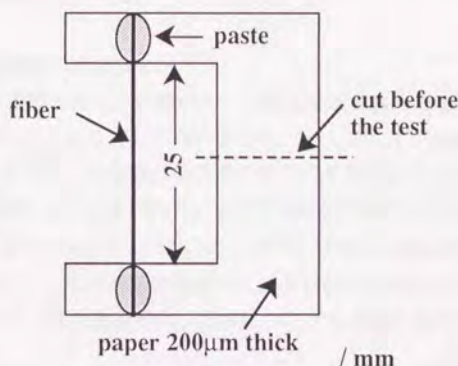


図2.2 単繊維引張り試験片形状。

2.2.3. 複合材引張り試験

引張り試験に供した試験片寸法は $90 \times 3 \times 2.5 \text{ mm}^3$ の直方体形状で、試験片両端にテーパを付けたアルミ製タブ($30 \times 3 \times 1.5 \text{ mm}^3$)を接着した。引張り試験片のゲージ長さは30mmである。複合材の引張り試験におけるマトリックスクラック発生状況を調べるために試験片側面の鏡面研磨を行い、試料側面のレブリカ(Bioden R.F.A., アセチルセルロースフィルム、溶剤：酢酸メタノール)の採取を試みた。レブリカ採取の際はクロスヘッドを停止し、引張り負荷をかけた状態で行った。またアコースティック・エミッション(AE)法による引張り試験中の破壊挙動評価を試みた。AE計測は試験片ゲージ部中央にAEセンサー(PAC, PICO, 共振周波数500kHz)を接着し、プリアンプ(PAC, 1220A, gain=10dB)を通してAE解析装置(PAC, LOCAN AT, gain=40dB, threshold level=40dB)を用いて行った。

引張り試験はインストロン型引張り試験機(INSTRON, 4204)を用いて、荷重はロードセル(共和電業、LU-2TE)、ストレインアンプ(共和電業、DPM-601A)を通して電圧信号に変換、増幅した。歪は歪ゲージ(共和電業、KFG-1-120-C1-11L1M 2R、ゲージ長さ1mm)を用いて測定し、ストレインアンプ(共和電業、CVD-230C)を用いて歪信号を増幅した。引張り試験における荷重、歪-時間関係をY-Tレコーダ(横河電機、LR4210)にて収録し、コンピュータ(Hewlett Packard, HP900 0-216)により磁気媒体へ記録した。

複合材の引張り試験は室温大気中において引張り速度 $1.67 \times 10^{-6} \text{ m/s}$ で行った。

2.3. 実験結果及び考察

2.3.1. 強化繊維の強度分布

2.1.1節で説明したように最弱リンク説は破壊を静的な現象、つまり時間依存性が存在しないことを仮定した理論である。そこで引張り速度を変化させて単繊維引張り試験を行い、強化繊維の強度のばらつきを最弱リンク説で取り扱うことの有効性を検証することを試みた。タイプA材から抽出された強化繊維について、引張り速度を 1.67×10^{-7} 、 1.67×10^{-6} 、及び $1.67 \times 10^{-5} \text{ m/s}$ に変化させて単繊維引張り試験を行い、強度分布変化を調べた。各引張り速度における繊維破断率-強度関係を図2.3に、また強度特性、並びにワイブル係数を表2.2に示す。

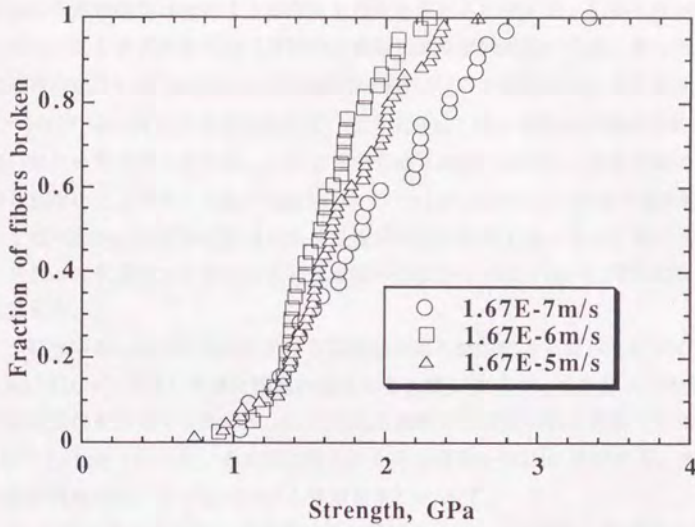


図2.3 タイプA材から抽出された繊維の強度の負荷速度依存性。

表2.2 タイプA材から抽出された繊維の各引張り速度におけるワイブル係数。

Crosshead speed, m/s	1.67E-7	1.67E-6	1.67E-5
Mean strength, GPa	1.92	1.60	1.70
Min. strength, GPa	1.04	0.90	0.74
Max. strength, GPa	3.33	2.28	2.60
Shape parameter, m	3.86	5.94	4.85
Scale parameter, S_0 , MPa	60.6	170	109

一般に時間依存破壊を示す材料では引張り速度の増加に伴い、応力腐食などの影響から破壊強度は増加する傾向にあることが知られている。しかしながら3つの引張り速度を変化させた抽出繊維の単繊維引張り試験においては、最も低速の引張り速度 1.67×10^{-7} m/sにおいて比較的高い強度分布が得られた。また引張り速度 1.67×10^{-6} m/sの強度分布に比較して、より高速の 1.67×10^{-5} m/sの強度分布の方が高い強度分布を取っている。このように引張り速度に比例した強度分布の傾向が見られないことから、引張り速度 $1.67 \times 10^{-7} \sim 1.67 \times 10^{-5}$ m/sの引張り速度範囲においてはNicalon SiC繊維の強度に負荷速度依存性は存在しないものと考えられる。したがって最弱リンク説による強化繊維の強度分布の取り扱いに問題はないものと言える。

引張り速度 1.67×10^{-6} m/sにおける単繊維引張り試験により得られたタイプCG、A及びB材から抽出した強化繊維の強度分布を図2.4に示す。また複合材作製による繊維損傷を評価するためNicalon SiC処女繊維の単繊維引張り試験を引張り速度 1.67×10^{-5} m/sで行った。その際に得られた強度分布を図2.4に併記する。またそれぞれの強度特性、並びにワイブル係数を表2.3に示す。

タイプB材から抽出された繊維は処女繊維と比較してほぼ同一の強度分布を有している。しかしタイプCG、A材から抽出された繊維は明らかに処女繊維と比較して低めの強度分布を有しており、複合材作製時においてマトリックスと繊維のこすれから表面欠陥が導入され、損傷を受けたものと考えられる。特にタイプA材から抽出された繊維は著しい強度低下が生じている。また強度のばらつきに関してはタイプCG、B材の強化繊維ではワイブルパラメーターの形状係数が約4であり、大きなばらつきを有している。しかしタイプA材の強化繊維では形状係数が約6であり、低強度を中心に比較的ばらつきの小さな強度分布を取っている。

表2.3 処女Nicalon繊維と抽出繊維の強度特性とワイブル係数。

TYPE	Virgin Nicalon	Extracted from CG	Extracted from A	Extracted from B
Mean strength, GPa	2.79	2.11	1.60	2.61
Min. strength, GPa	1.31	0.75	0.90	1.17
Max. strength, GPa	4.61	3.57	2.28	4.47
Shape parameter, m	4.16	3.93	5.94	3.85
Scale parameter, S_0 , MPa	113	70.6	170	80.7

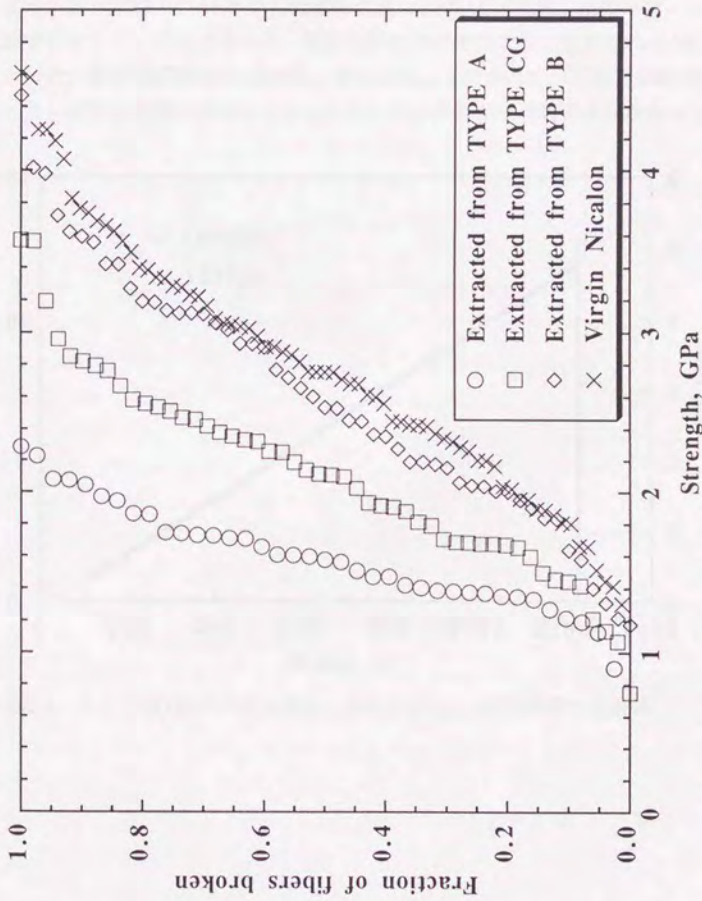


図2.4 処女Nicalon繊維と複合材から抽出されたNicalon繊維の強度分布の比較。

2.3.2. 複合材引張り試験

タイプCG材の引張り試験から得られた応力、AE事象数-歪関係を図2.5に示す。この図より分かるようにタイプCG材では破壊に至るまで弾性挙動を取っており、マトリックスクラックの発生、強化繊維の破断による非弾性挙動が見られない。また引張り試験中のAE事象数は破断直前に5回のAEが発生したのみで、引張り試験中のマトリックスクラック、繊維破断により発生すると考えられるAEは生じなかった。最終破断強度は120MPa、歪は1232 $\mu\epsilon$ であった。引張り試験中におこなったレプリカ観察からはマトリックスクラックの存在は観察されなかった。

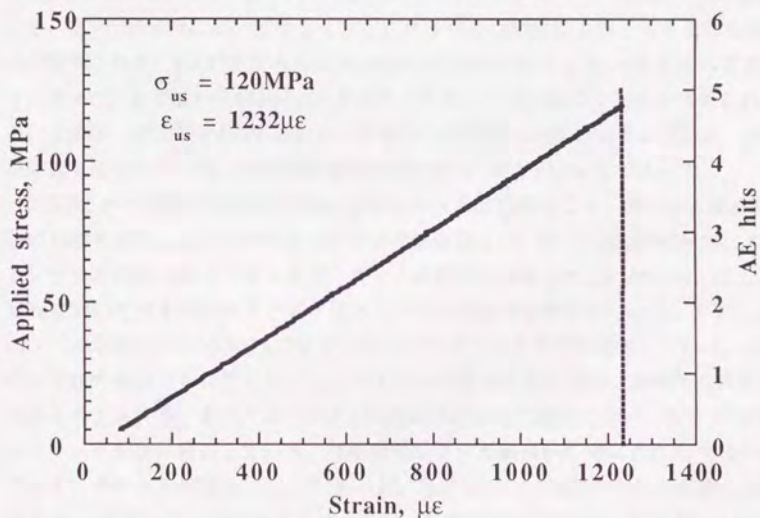


図2.5 タイプCG材の引張り試験における応力、AE事象数-歪関係。

タイプA材の引張り試験におけるレプリカ観察を図2.6に示す。試験前のレプリカ観察から初期欠陥によるマトリックスクラックは存在しないことが分かる。応力137MPaにおいてもマトリックスクラックの発生は観察されていない。応力196MPaにおいて初めてマトリックスクラックの発生が確認された。さらに応力レベルが増加した274MPaではマトリックスクラック密度は増加している。以上のレプリカ観察からタイプA材におけるマトリックスクラックの発生応力は137~196MPaの範囲で、負荷応力の増加に伴いマトリックスクラック密度が増加することが分る。破断前におけるレプリカ観察から測定されたマトリックスクラック平均間隔は $156\mu\text{m}$ であった。図2.7に引張り試験における応力、AE事象数-歪関係を示す。応力195MPaにおいてマトリックスクラックの発生によると考えられる歪増大が観察された。AE計測からも応力195MPaにおいて初めてAEが計測されており、タイプA材では195MPaがマトリックスクラック発生応力であると考えられる。その後、応力320MPa付近において応力-歪関係に非線形挙動が現われ、AE事象数も急増している。最終破断強度は481MPa、歪は $4801\mu\epsilon$ であった。

図2.8にタイプB材の引張り試験におけるレプリカ観察を示す。タイプA材と同様に初期欠陥によるマトリックスクラックは存在していない。応力240MPaにおけるレプリカ観察ではマトリックスクラックの存在は確認されていないが、応力320MPaにおいては多数のマトリックスクラックの存在が観察されている。さらに応力レベルが増加した560MPaではマトリックスクラック密度が増加している。以上のレプリカ観察から初期マトリックスクラック発生応力は240~320MPaの範囲であると考えられる、またタイプA材と同様に負荷応力の増加に伴い、マトリックスクラック密度は増加している。破断前のレプリカ観察から測定された平均マトリックスクラック間隔は $185\mu\text{m}$ であった。図2.9にタイプB材の引張り試験における応力、AE事象数-歪関係を示す。応力-歪関係では280MPa、歪 $2500\mu\epsilon$ 付近において非弾性挙動が現われる。非弾性挙動は大規模なマトリックスクラック発生によるヤング率の低下が原因であることから、初期マトリックスクラック発生応力は280MPa以下であると考えられる。その後、ヤング率を徐々に低下させながら応力711MPa、歪 $10269\mu\epsilon$ で破断した。一方、AE事象数に関しては応力260MPaにおいてAE事象数の増加が見られる。前記したレプリカ観察、応力-歪関係から、このAE事象数の増加はマトリックスクラックの発生に対応しているものと考えられる。その後、応力400MPa付近からAE事象数の増加率が減少し、一旦AE事象数が飽和する傾向が見られる。しかし、応力550MPa付近から急激にAE事象数が増加し、複合材の破断に至るまでこの急激な増加傾向が続いた。

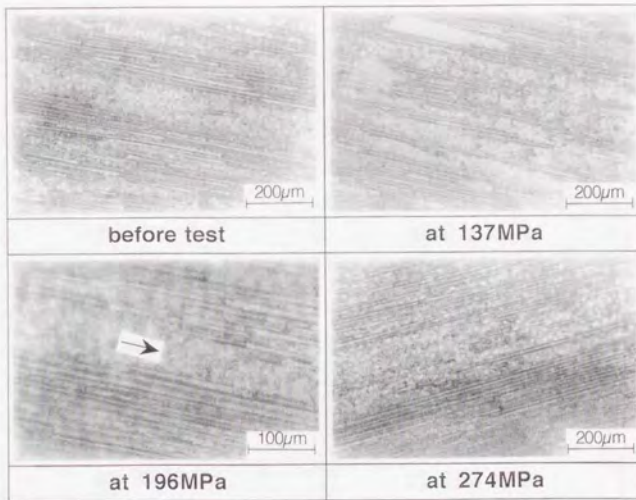


図2.6 タイプA材の引張り試験におけるレプリカ観察。

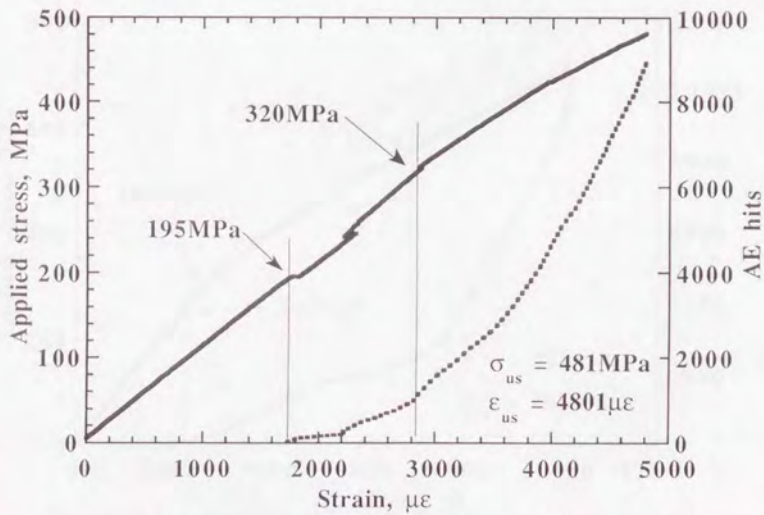


図2.7 タイプA材の引張り試験における応力、AE事象数一歪関係。

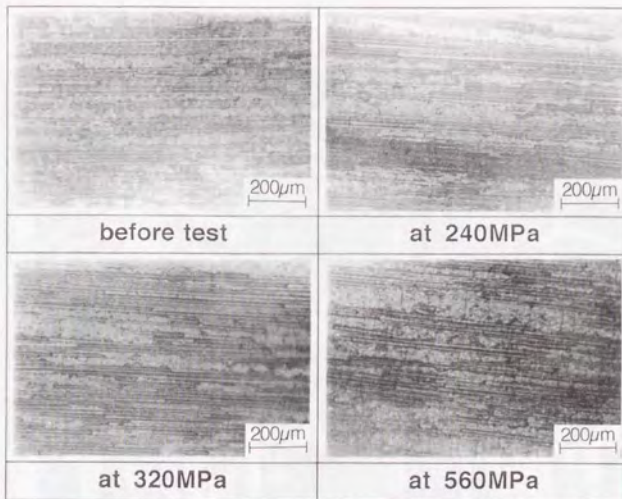


図2.8 タイプB材の引張り試験におけるレプリカ観察。

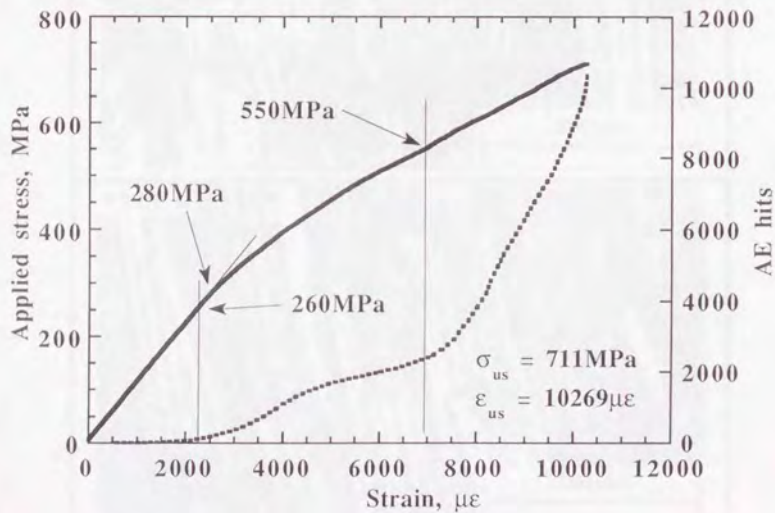


図2.9 タイプB材の引張り試験における応力、AE事象数—歪関係。

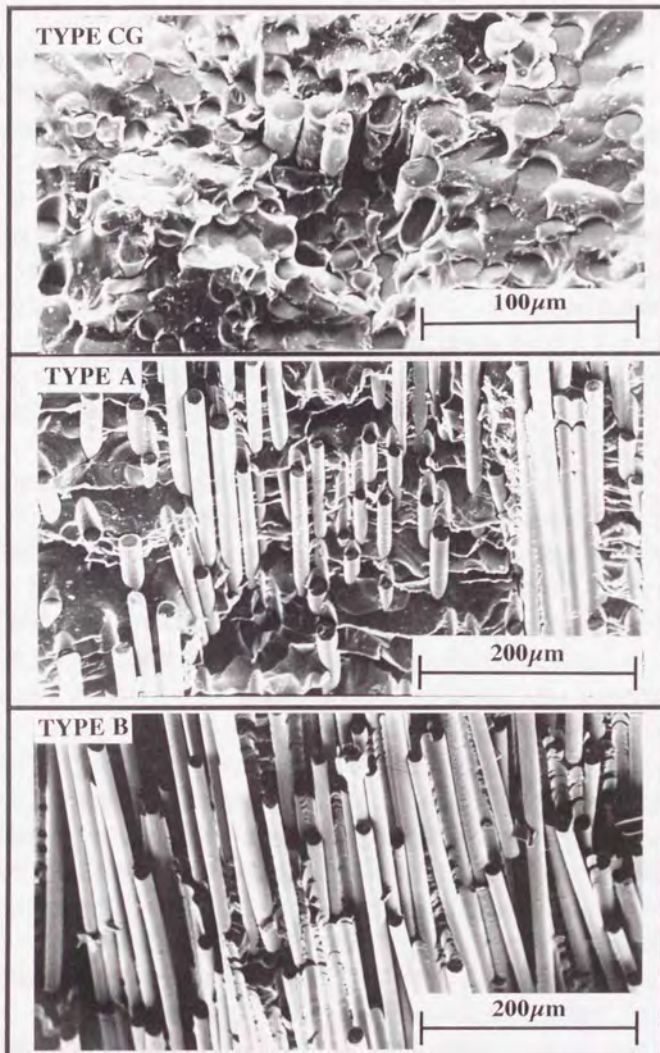


図2.10 各供試材の引張り試験後の破面写真。

図2.10に各供試材の引張り試験後の破壊形態を示す。タイプCG材では平坦な破面をしており、繊維-マトリックス界面はく離があまり発生していないことからブリッジングやプルアウトといった高靱化機構が作用せず単体セラミックスと同様な破壊挙動を取ったことが分かる。しかしながらタイプA、B材においては繊維の引き抜けが多く見られ、両高靱化機構が十分に作用したと言える。またタイプA材の繊維引抜け長さはタイプB材に比較して短い。これはタイプA材の繊維強度が低いこと、並びに界面すべり抵抗が高いことが原因であると考えられる。

マトリックスクラック発生応力に関しては、一般に界面すべり抵抗に比例することが知られている[15]。本供試材ではタイプA、B材の界面すべり抵抗はそれぞれ5.5、4.5MPaと評価されている。一方、評価されたマトリックスクラック発生応力はタイプA、B材、それぞれ195、260MPaであった。これは繊維体積含有率がタイプA、B材それぞれ37、48%であり、タイプA材にはマトリックスリッチ層が多く存在していると言える。このためタイプA材が低いマトリックスクラック発生応力を示したものと考えられる。

2.3.3. 破壊過程解析から予想される複合材の破壊挙動

マトリックスクラックの発生、ブリッジング、プルアウト機構が十分に作用したタイプA、B材について2.1.3.節に記した解析理論を適用し、破壊過程の解析を行った。解析理論から予想される応力-歪関係においては初期マトリックスクラックが発生するまでは複合則に基づいてヤング率を計算し、初期マトリックスクラック発生以降は繊維破断を考慮した解析理論に従って計算した。

図2.11にタイプA材の応力-歪関係の実験結果と理論から予想される曲線との比較を示す。両モデルから計算された応力-歪曲線は実験結果に比べて、低めのヤング率を取っている。これは両理論においては飽和密度のマトリックスクラックが引張り負荷をかける前に既に存在していることを仮定している。つまり両理論では破断前のレプリカ観察から測定された平均マトリックスクラック間隔 $156\mu\text{m}$ が引張り試験前に既に存在するものとして歪を計算している。レプリカ観察からマトリックスクラック発生応力レベルではクラック密度は小さいが、破断応力付近においてクラック密度の著しい増加が観察された。このため歪を見積り過ぎ、ヤング率が低くなったものと考えられる。計算された引張り強度に関してはプルアウト、多重繊維破断を無視したCao-Thoulessモデルは低めに見積り、プルアウト、多重繊維破断を考慮したCurtinモデルは高めに見積もっている。このような結果からタイプA材に関しては一部の破断繊維は応力伝達機構の存在により荷重

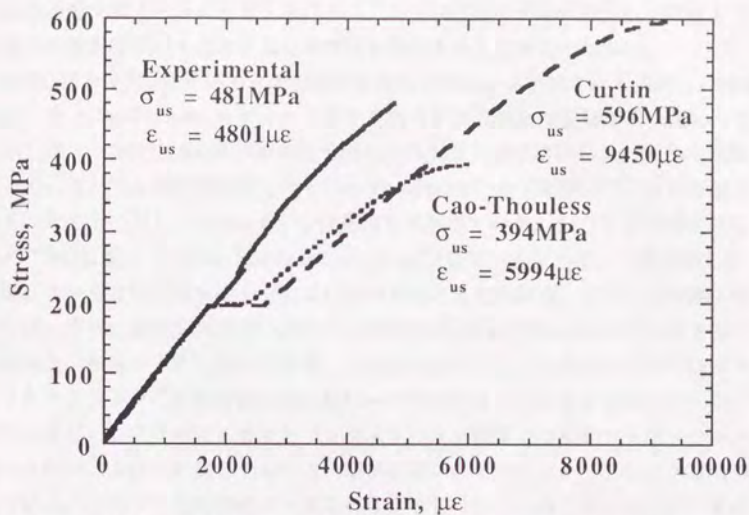


図2.11 タイプA材の応力-歪関係の実験結果と2つの解析モデルから予想される曲線との比較。

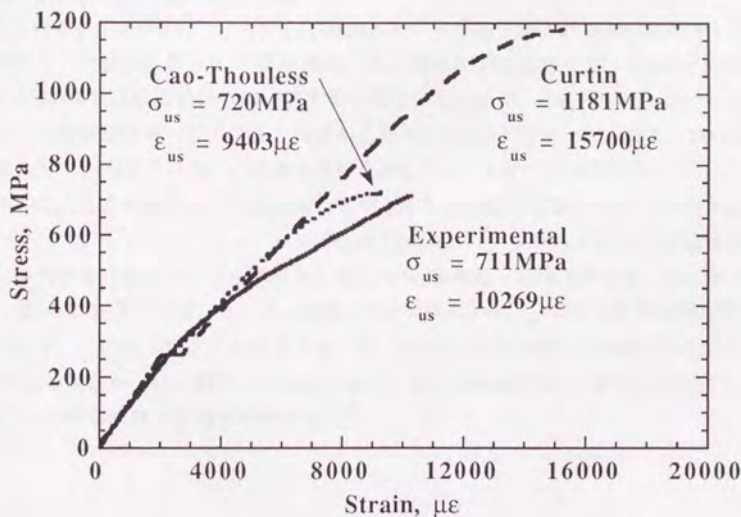


図2.12 タイプB材の応力-歪関係の実験結果と2つの解析モデルから予想される曲線との比較。

負担能力を回復するものと考えられる。しかしCurtinモデルが仮定しているような全ての破断繊維が十分なき裂架橋作用を発現するとは考えられない。

図2.12にタイプB材の応力-歪関係の実験値と理論から予想される曲線との比較を示した。Cao-Thoulessモデルから予想される引張り強度は実験結果と良い一致を示した。一方、Curtinモデルから予想される引張り強度は明らかに大きく見積もっている。また破断歪に関してもCao-Thoulessモデルが実験結果に近い値を見積もったことに対し、Curtinモデルは見積もり過ぎている。このような結果からタイプB材に関してはCao-Thoulessモデルが仮定しているように、一度破断した繊維は十分なき裂架橋作用を有していないものと考えられる。応力-歪曲線に関しては、非弾性挙動が現われる時点から実験結果とCao-Thoulessモデルが予想する曲線との相違が大きくなって来る。これは前述したように解析モデルではマトリックスクラックは引張り前に既に飽和レベルで存在していると仮定している。しかしながらレプリカによるマトリックスクラック観察では初期マトリックスクラック発生応力以上においても応力の増加に従い、マトリックスクラックは増加している。このような実験結果と異なる仮定に基づいていることから応力-歪曲線は、マトリックスクラック発生後の非弾性挙動領域から実験結果と理論曲線に相違が現われたものと考えられる。

図2.13にタイプB材についてCao-Thoulessモデルから予想される繊維破断率-応力関係と、実験から得られたAE事象数-応力関係との比較を示す。実験から得られたAE事象数は繊維破断率に比例するものと考えられる。Cao-Thoulessモデルが予想する繊維破断率-応力関係と実験から得られたAE事象数-応力関係とはほぼ同様の傾向を示している。このような結果からタイプB材の破壊過程はCao-Thoulessモデルにより評価出来るものと考え、引張り試験において計測されたアコースティック・エミッションとCao-Thoulessモデルから予想される破壊挙動との関係を評価することを試みた。そこでAE事象数-応力関係を図2.13に示すような3つの領域に分類した。第一は応力260~400MPa付近のAE事象数の増加領域である。この領域を第一領域とする。第二領域としては400~550MPa付近におけるAE事象数が一旦、飽和する領域である。第三は550MPaから複合材破断に至るまでのAE事象数が急増する領域である。

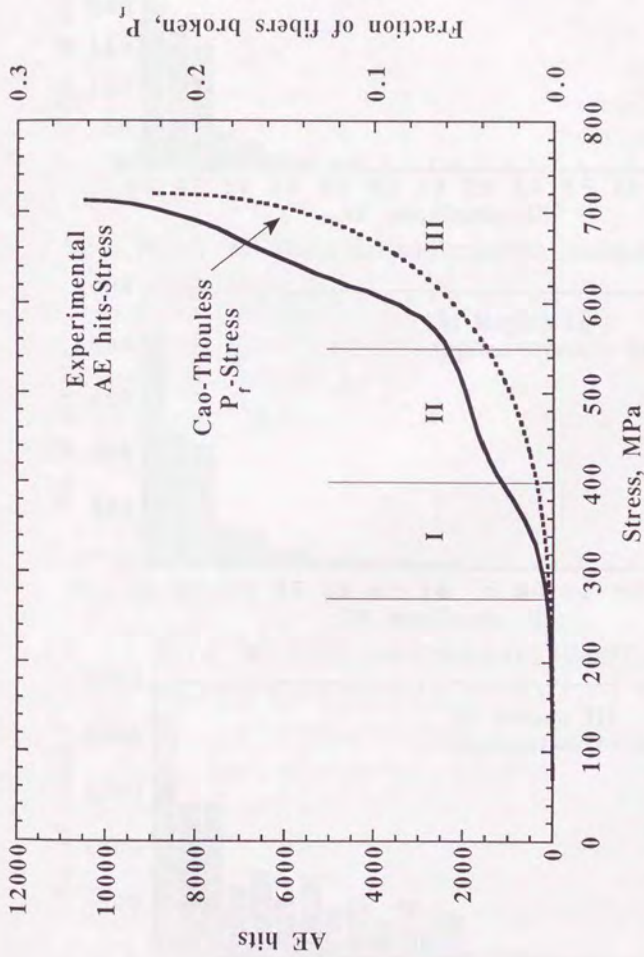


図2.13 タイプB材におけるAE事象数-応力関係、及びCao-Thoulessモデルから予想される繊維破断率-応力関係の比較。AEと破壊挙動との関係を調べるため、応力レベルにより3つの領域に分類した。第一領域は260～400MPa、第二領域は400～550MPa、第三領域は550MPaから複合材破断まで。

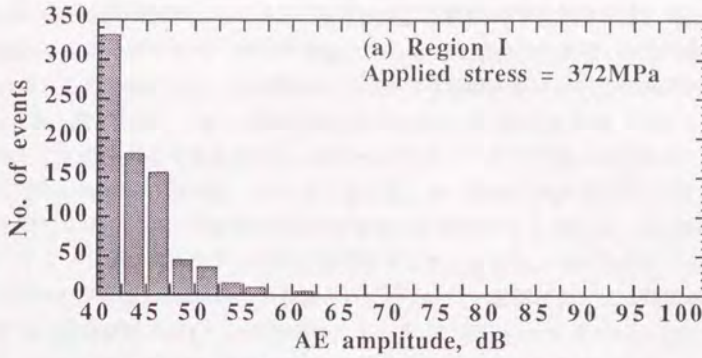


図2.14a 第一領域(応力372MPa)におけるAE振幅分布。

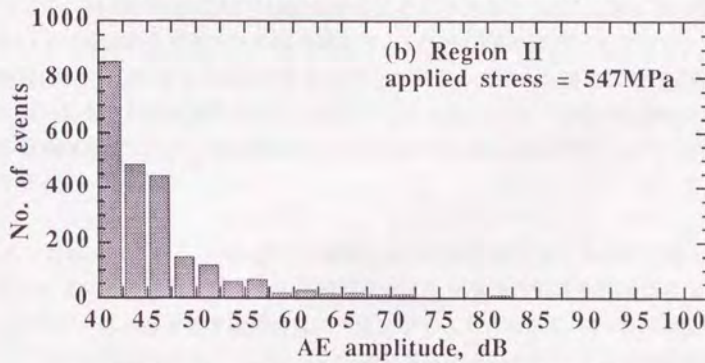


図2.14b 第二領域(応力547MPa)におけるAE振幅分布

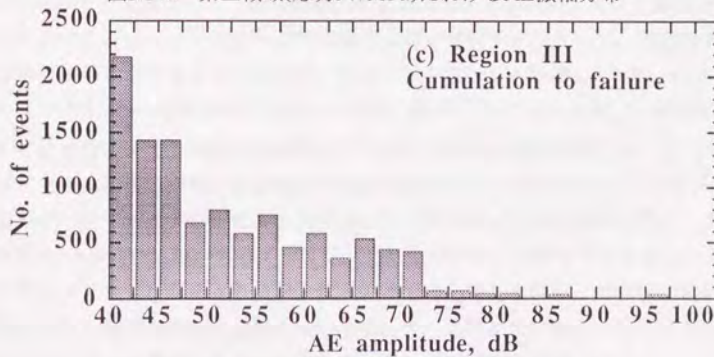


図2.14c 第三領域(複合材破断)におけるAE振幅分布。

図2.14 a, b, cに各領域におけるAE振幅で分類した累積AE事象数を示す。第一領域における振幅分布では40~50dBの振幅を中心とした比較的低振幅のAEが発生している。この範囲においては理論から予想される繊維破断率は応力400MPaにおいても1%未満と小さく、第一領域における大多数のAEはマトリックスクラックに対応しているものと考えられる。したがってマトリックスクラック発生はこれら40~50dBの低振幅AEに対応していると言える。第二領域におけるAEでは第一領域と同じく40~50dBの低振幅のAEが多数検出されていることから、この領域においてもマトリックスクラックが破壊過程を支配していたと考えられる。しかし50~70dBの高振幅のAEが幾つか計測されている。この領域においては理論から予想される繊維破断率が1~3.7%と増加している。このためマトリックスクラックによるAEの他に、繊維破断によるAEも計測しているものと考えられる。したがって50~70dBの高振幅AEは繊維破断によるものと考えられる。続く第三領域においては理論から予想される繊維破断率が3.7~22.7%まで増加しており、多くの繊維破断によるAEを計測したものと考えられる。実験から得られたAE振幅分布においても明らかに繊維破断によるものと考えられる50~70dBの高振幅のAEが多数検出されており、第三領域において集中的に繊維破断が発生したことが推定される。

2.3.4. 数値シミュレーションによる繊維強度分布が破壊過程に及ぼす影響の解析

これまでに報告された幾つかの繊維強化セラミックスの引張り強度結果はCurtinモデルによる予想と比較的良好一致を示すことが記されている[3, 16]。そこで本研究では繊維強化セラミックスの引張り強度の上限値を与えるものと考えられるCurtinモデルを用いて、強化繊維の形状係数 m が破壊過程に及ぼす影響を調べた。シミュレーションでは一方向繊維強化材を解析モデルとして、繊維軸方向に引張り負荷をかけることを考えた。界面すべり抵抗 $\tau=5\text{MPa}$ 、スケールパラメータ $\sigma_0=2\text{GPa}$ 、繊維体積含有率 $V_f=40\%$ 、繊維半径 $R=7\mu\text{m}$ として形状係数 m を3~8に変化させて破壊過程を解析した。図2.15に複合材破断時におけるブリッジングによる荷重負担率と強化繊維の形状係数 m 値との関係を示す。 m 値が小さくなるにつれてプルアウトによる荷重負担率が増加してくるのが分かる。しかしながら $m=3$ の場合においてもブリッジングによる荷重負担率は92%を超え、大半の荷重はブリッジングにより負担されているものと考えられる。本研究で用いた供試材の強化繊維の形状係数は $m=4\sim6$ であり、このような場合は95%以上の荷重はブリッジング機構により負担されていたものと考えられる。

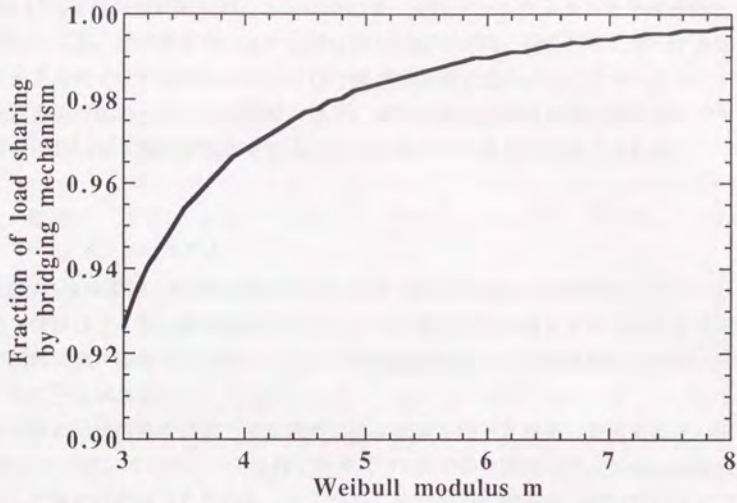


図2.15 複合材破断時におけるブリッジングによる荷重負担率と強化繊維の形状係数 m 値との関係。

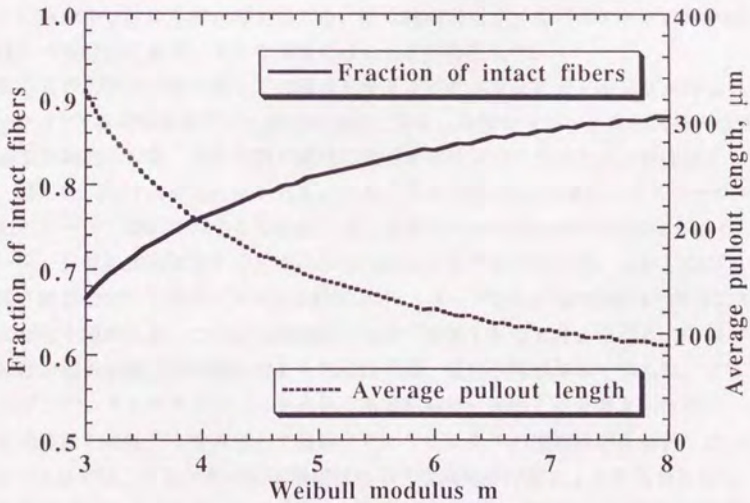


図2.16 複合材破断時における繊維生き残り確率と平均プルアウト長さに及ぼす強化繊維の形状係数 m 値の影響。

図2.16に複合材破断時における完全繊維率、平均プルアウト長さ、形状係数との関係を示す。形状係数が小さいときは繊維破断率が高くなり、また平均プルアウト長さも長くなる傾向にある。これは強化繊維の強度のばらつきが大きいことから低応力時においても繊維破断が生じ、また繊維強度の寸法依存性からクラック遠方においても繊維破断が生じることに対応しているものと考えられる。

2.4. 結言

3種類の強化繊維の表面処理を変化させた一方向Nicalon SiC繊維強化パイレークスを供試材として、繊維強化セラミックスの破壊過程の解析を行った。また引張り試験におけるマトリックスクラックや繊維破断といった破壊現象をAE法で評価することを試みた。

複合材の強化繊維を抽出して単繊維引張り試験を行った結果、繊維表面に140 nm厚のカーボンコーティングを施したタイプB材の強化繊維は処女Nicalon繊維と比較して強度劣化は見られなかった。しかし繊維表面処理を施していないタイプCG材、繊維表面に30nm厚のカーボンコーティングを施したタイプA材の強化繊維においては強度劣化が見られた。特にタイプA材の強化繊維は複合材作製時に著しい損傷を受けたものと考えられる。強化繊維のワイブルパラメータの形状係数は4~6の範囲にあり、大きな強度のばらつきが存在した。

複合材の力学的性質に関しては繊維-マトリックス界面にカーボン層が存在しないタイプCG材の界面すべり抵抗は極めて高く、単体セラミックスと同様の脆的な破壊挙動を示した。また引張り試験の破面観察においてもほとんど界面はく離、繊維の引抜けは見られなかった。一方、タイプA、B材の繊維-マトリックス界面にカーボン層が存在する複合材では、界面すべり抵抗は約5MPa程度でありカーボン層厚の相違による界面すべり抵抗変化は見られなかった。しかしながら引張り強度においてはタイプA材が約500MPa、タイプB材が約700MPaと両者に大きな相違が現われた。これは強化繊維の強度が原因であると考えられる。引張り試験後の破面観察では両複合材とも界面はく離、繊維引抜けが多く見られ、ブリッジング、プルアウトといった高靱化機構が有効に作用したと考えられる。

強化繊維の強度分布を考慮して繊維強化セラミックスの破壊過程を解析した。タイプA材に関しては一部の破断繊維は応力伝達機構の存在により荷重負担能力を回復すると考えられる。しかしタイプB材に関しては一度破断した繊維は荷重負担能力を有さないと仮定した解析モデルに基づいて計算された引張り強度と実

験値は非常に良い一致を示した。

複合材引張り試験中にレプリカ観察、AE計測を行って、各供試材のマトリックスクラック発生の検出を試みた。レプリカ法は不連続なマトリックスクラック検出法であるのに比較して、AE法は連続モニタリングが可能、しかも高い精度でマトリックスクラックの発生を検出出来ることが明らかになった。またAEと破壊挙動との関係の評価した結果、低振幅のAEはマトリックスクラックに、高振幅のAEは繊維破断に対応しており、AE法は繊維強化セラミックスの破壊過程の優れた評価手法であると言える。

数値シミュレーションにより繊維強度分布が破壊過程に及ぼす影響を調べた。その結果、強化繊維の強度のばらつきが大きくなるに従い、プリアウトによる荷重負担への寄与の割合が増加してくる。しかしながら通常の強化繊維の強度のばらつきから考えてプリアウトの荷重負担への寄与は数%と非常に小さく、ブリッジングが最も有効な高靱化機構であると言える。

第2章 参考文献

1. M. Sutcu, *Acta Metall.*, 37(1989)p.651
2. H. Cao and M.D. Thouless, *J. Am. Ceram. Soc.*, 73(1990)p.2091
3. W. A. Curtin, *J. Am. Ceram. Soc.*, 74(1991)p.2837
4. A. Kelly and N. H. Macmillan, "Strong glasses and ceramics"; p.130 in *Strong Solids 3rd Edition*, Clarendon Press, Oxford, 1986
5. 横堀 武夫, "物質および固体の強度と破壊の確率過程論", p.161 *材料強度学* 第二版, 岩波全書, 1974
6. T. Yokobori, *J. Appl. Phys. Japan*, 6-2(1951)p.78
7. B. D. Coleman, *J. Appl. Phys.*, 27(1956)p.862
8. S. Aoki and M. Sakata, *Int. J. Fracture.*, 16(1980)p.459
9. A. G. Evans, *Int. J. Fracture.*, 16(1980)p.485
10. A. Kelly and L. N. McCartney, *Proc. R. Soc. Lond.*, A374(1981)p.475
11. H. L. Oh and I. Finnie, *Int. J. Fracture.*, 6(1970)p.287
12. K. Trustrum and A. DE S. Jayatilaka, *J. Mater. Sci.*, 14(1979)p.1080
13. M. D. Thouless and A. G. Evans, *Acta Metall.*, 36(1988)p.517
14. D. B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.*, 67(1984)p.C-259
15. J. Aveston, G.A. Cooper and A. Kelly, "Single and Multiple Fracture"; p.15 in *The Properties of Fiber Composites*, Conference Proceedings of the National Physical Laboratory, IPC Science and Technology Press, Surrey, England, U.K. (1971)
16. W. A. Curtin, *Composites*, 24(1993)p.98

第3章 界面特性評価に関する研究

本章において繊維強化セラミックスの力学的性質を支配する第一因子の一つである界面特性の定量評価に関する研究を記す。これまで界面特性評価としては圧子を用いて繊維押し込みを行い、その荷重-変位関係から界面特性を評価するインデンテーション法が多用されてきた。しかし多くの実験においては界面せん断応力分布、及び界面結合強度を無視した単純な解析モデルに基づいて評価が行われており、界面特性と界面はく離挙動、力学的性質との関係が十分に明らかにされたとは言えないのが現状である[1,2]。そこでより正確な応力解析に基づいて新たな界面特性評価手法を確立し、界面特性と界面はく離挙動との関係を明らかにすることを本研究の目的とした。

ここではHsuehによる繊維引抜き応力解析に基づいて界面せん断強度、残留圧縮応力及び摩擦係数を評価する単繊維引抜き試験法を紹介する[3,4]。また繊維強化セラミックスの実用化において力学的性質の負荷速度依存性は重要な問題である。先の3つの界面特性の中で残留圧縮応力と摩擦係数に関しては、前者は繊維-マトリックスの熱膨張差から生じ、後者ははく離界面の凹凸に依存することから負荷速度依存性を有するとは考えられない。界面せん断強度は繊維-マトリックス界面の化学結合に依存する。ところで SiO_2 、 Al_2O_3 のような酸化物結合体の強度は応力により活性化された化学反応により影響を受けることが知られている[5,6]。つまり、クラック先端での応力腐食が結合強度の低下をもたらす。このためクラック先端において腐食因子と接する時間により結合強度が変化し、結合強度に負荷速度依存性が現われる。このようなことから界面に SiO_2 のような応力腐食を受けやすい結合物が存在するならば、界面せん断強度は負荷速度の影響を受けるものと考えられる。そこで本研究では引張り速度を変化させて単繊維引抜き試験を行い、界面せん断強度の負荷速度依存性を調べた。

3.1. 応力解析

本節では単繊維引抜き試験において用いた応力解析の説明と界面特性評価式を示す。次に繊維引抜きにおいて生じる界面はく離挙動を界面はく離領域におけるせん断応力伝達機構の存在の有無により分類されることを記す。

3.1.1. 繊維引抜きの応力解析

本研究は繊維強化セラミックスの界面特性の定量評価をHsuehによる繊維引抜

きの応力場解析に基づいて行った[7,8]。この応力場解析は図3.1に示すような円筒形マトリックスの中心に単繊維を埋め込んだ形状を解析モデルとし、以下の仮定を用いている。

1. 界面はく離のクライテリオンとして最大界面せん断応力を用いる。つまり、界面せん断応力が材料固有の界面せん断強度に達したとき、界面はく離が発生すると考える。
2. 残留応力は繊維半径方向のみを考え、繊維軸方向は無視する。
3. 界面はく離進展領域には常に界面応力伝達が存在する。

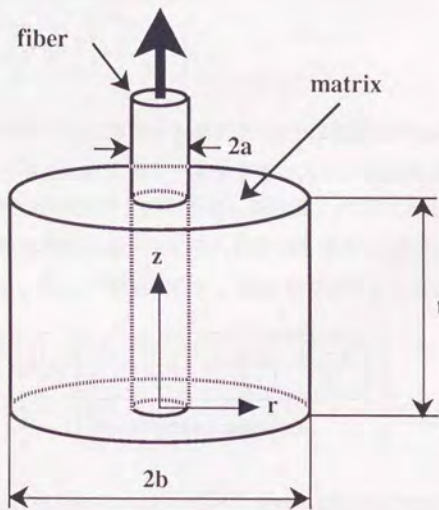


図3.1 繊維引抜きに応力解析モデル。

図3.1に示す解析モデルの繊維端に繊維軸方向引張り応力 σ_0 を与えたとき、マトリックス埋め込み部、 $z=z$ における繊維軸方向応力 $\sigma_f(z)$ は式(3-1)、界面せん断応力 $\tau_f(z)$ は式(3-2)で与えられる。

$$\sigma_f(z) = \frac{a^2 E_f \sigma_0}{a^2 E_f + (b^2 - a^2) E_m} \left[1 + \left(\frac{b^2}{a^2} - 1 \right) \frac{E_m}{E_f} \frac{\sinh(\alpha z)}{\sinh(\alpha t)} - \frac{\sinh\{\alpha(t-z)\}}{\sinh(\alpha t)} \right] \quad (3-1)$$

$$\tau_i(z) = -\sigma_0 \left(\frac{\left(\frac{b^2}{a^2} - 1\right) \frac{E_m}{E_f} \cosh(\alpha z) + \frac{\cosh\{\alpha(t-z)\}}{\sinh(\alpha t)}}{\frac{2}{a} \sqrt{(1+\nu_m) \left\{ 1 + \left(\frac{b^2}{a^2} - 1\right) \frac{E_m}{E_f} \right\} \left\{ b^2 \ln\left(\frac{b}{a}\right) - \frac{b^2 - a^2}{2} \right\}}} \right) \quad (3-2)$$

ここで、 a 、 b はそれぞれ繊維、マトリックス半径、 E 、 ν はそれぞれヤング率、ポアソン比、下添字の f 、 m はそれぞれ繊維、マトリックスの材料定数であることを表わす記号である。また α は式(3-3)で与えられる定数である。

$$\alpha = \frac{1}{a} \sqrt{\frac{a^2 E_f + (b^2 - a^2) E_m}{E_f (1 + \nu_m) \left\{ b^2 \ln\left(\frac{b}{a}\right) - \frac{b^2 - a^2}{2} \right\}}} \quad (3-3)$$

式(3-2)から分かるように界面せん断応力 $\tau_i(z)$ は繊維埋め込み表面、 $z=t$ で最大値を取る。最大界面せん断応力クライテリアより、繊維埋め込み表面での界面せん断応力 $\tau_i(z=t)$ が材料固有の界面せん断強度 τ_s に達したとき初期界面はく離が発生する。初期界面はく離が生じる外部引張り応力 σ_d は式(3-2)において $z=t$ 、 $\tau_i(z=t) = \tau_s$ 、 $\sigma_0 = \sigma_d$ の置換を行い、式(3-4)で表わすことが出来る。

$$\sigma_d = -\tau_s \left(\frac{\frac{2}{a} \sqrt{(1+\nu_m) \left\{ 1 + \left[\frac{b^2}{a^2} - 1\right] \frac{E_m}{E_f} \right\} \left\{ b^2 \ln\left(\frac{b}{a}\right) - \frac{b^2 - a^2}{2} \right\}}}{\left[\frac{b^2}{a^2} - 1\right] \frac{E_m}{E_f} \coth(\alpha t) + \operatorname{cosech}(\alpha t)} \right) \quad (3-4)$$

式(3-4)の σ_d は界面結合長さが t の場合における界面はく離発生に要する界面はく離先端での繊維応力を表わしており、Hsuehはこの応力を界面結合長さが t の場合の界面結合強度と名付けた。式(3-1)、(3-2)から分かるように初期界面はく離発生前においては繊維軸方向応力と界面せん断応力は外部引張り応力と線形な関係にあり、弾性挙動を示すことになる。

初期界面はく離発生後、外部引張り応力の増加に伴い界面はく離は進展する。界面はく離進展中は界面はく離領域においてせん断応力伝達が存在することから、残留応力 σ_c と摩擦係数 μ 、及び外部引張り応力により導入される繊維とマトリックスのポアソン効果を考慮する必要がある。界面はく離先端が $z=h$ ($h < t$)の位置にあるとき、界面はく離進展中の外部引張り応力 σ_h は式(3-5)で与えられ

る。

$$\sigma_h = \frac{\sigma_d(m_1 - m_2) \exp(m_2 h) + \left(\frac{\sigma_c}{v_m} \right) \left(1 - \frac{b^2}{a^2} \right) \beta D - \frac{2\mu}{a} \sigma_c [1 - \exp\{(m_2 - m_1)h\}]}{m_1 - m_2 \exp\{(m_2 - m_1)h\} + \frac{2m}{aD} \frac{E_m v_f}{E_f} [1 - \exp\{(m_2 - m_1)h\}] - \beta} \quad (3-5)$$

ここで m_1, m_2, β, D は式(3-6~9)で与えられる。

$$m_1 = \frac{-A_1 + \sqrt{A_1^2 - 4A_2}}{2} \quad (3-6)$$

$$m_2 = \frac{-A_1 - \sqrt{A_1^2 - 4A_2}}{2} \quad (3-7)$$

$$\beta = \frac{m_2 \exp\{(m_2 - m_1)h\} - m_1 + (m_1 - m_2) \exp(m_2 h)}{\left(1 - \frac{b^2}{a^2} \right) \left(\frac{E_m v_f}{E_f v_m} \right) - 1} \quad (3-8)$$

$$D = \frac{b^2 + a^2}{b^2 - a^2} + v_m + \frac{E_m (1 - v_f)}{E_f} \quad (3-9)$$

また A_1, A_2 は式(3-10, 11)で与えられる。

$$A_1 = \frac{a \left(1 - \frac{b^2}{a^2} \right) D}{2\mu v_m (1 + v_m) \left[b^2 \ln \left(\frac{b}{a} \right) - \frac{b^2 - a^2}{2} \right]} \quad (3-10)$$

$$A_2 = \frac{\left(1 - \frac{b^2}{a^2} \right) \left(\frac{E_m v_m}{E_f v_f} \right) - 1}{(1 + v_m) \left[b^2 \ln \left(\frac{b}{a} \right) - \frac{b^2 - a^2}{2} \right]} \quad (3-11)$$

界面はく離進展中の外部引張り応力 σ_h は界面結合強度 σ_d 、残留応力 σ_c 、摩擦係数 μ 及び界面はく離長さ h を変数とする関数である。これらの変数の中で式(3-4)で与えられる界面結合強度 σ_d は界面結合長さが長いときはほぼ一定値であるが、はく離先端が繊維埋め込み終端に近づくに従い σ_d の値は低下してくる。界面結合長さがゼロのとき、 σ_d の値はゼロになる。この界面結合強度 σ_d の界面結合長さ依存性により完全界面はく離が生じる直前に外部引張り応力 σ_h は低下してくる。そして完全界面はく離においては外部引張り応力は式(3-12)で与えられる界

面はく離領域における界面すべり抵抗 $\tau_i(z, h)$ と力の平衡状態にある。したがって、完全界面はく離における外部引張り応力 σ_t は式(3-13)で与えられる。

$$\tau_i(z, h) = -\frac{a}{2} \left[-\frac{A_3}{A_2} m_2 \exp(m_2 z) + B \{ m_1 \exp(m_1 z) - m_2 \exp(m_2 z) \} + \sigma_d m_2 \exp(m_2 z) \right] \quad (3-12)$$

$$\sigma_t = \frac{A_3}{A_2} [1 - \exp(m_2 t)] + \left[\frac{m_2 A_3}{A_2} + \frac{2\mu\sigma_e}{a} \right] \frac{\exp(m_1 t) - \exp(m_2 t)}{m_1 - m_2} \quad (3-13)$$

ここで A_3 及び B は式(3-14)、(3-15)で与えられる。

$$A_3 = -\frac{\sigma_h + \left(\frac{\sigma_e}{v_m} \right) \left(1 - \frac{b^2}{a^2} \right) D}{(1 + v_m) \left[b^2 \ln \left(\frac{b}{a} \right) - \frac{b^2 - a^2}{2} \right]} \quad (3-14)$$

$$B = \frac{\sigma_h - \sigma_d \exp(m_2 h) - \frac{A_3}{A_2} \{ 1 - \exp(m_2 h) \}}{\exp(m_1 h) - \exp(m_2 h)} \quad (3-15)$$

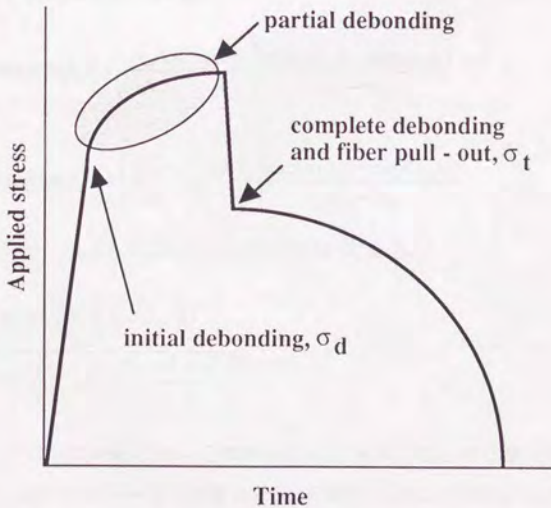


図3.2 繊維引抜けの応力解析から予想される引張り応力-時間曲線。

この完全界面はく離点は同時に繊維引き抜け開始点でもある。Hsuehの繊維引きの応力解析から予想される応力曲線を図3.2に示す。応力曲線における最初の応力勾配変化点が初期界面はく離点、最大応力に到達した後の急激な応力低下点で完全界面はく離及び繊維引き抜け開始点に対応する。

3.1.2. 界面特性評価式

初期界面はく離応力 σ_d は界面せん断強度 τ_s と式(3-4)の関係にある。従って、界面せん断強度 τ_s は初期はく離応力 σ_d を評価することにより式(3-16)により導出することが出来る。

$$\tau_s = -\sigma_d \left(\frac{\left[\frac{b^2}{a^2} - 1 \right] \frac{E_m}{E_f} \coth(\alpha t) + \operatorname{cosech}(\alpha t)}{\frac{2}{a} \sqrt{(1 + \nu_m) \left\{ 1 + \left[\frac{b^2}{a^2} - 1 \right] \frac{E_m}{E_f} \right\} \left\{ b^2 \ln \left(\frac{b}{a} \right) - \frac{b^2 - a^2}{2} \right\}}} \right) \quad (3-16)$$

繊維引き抜け開始における外部引張り応力は式(3-13)で与えられる。繊維埋め込み長さ t の異なる2つの繊維引き抜け開始応力 $\sigma_{i1}(t=t_1) = \sigma_{i1}$ 、 $\sigma_{i1}(t=t_2) = \sigma_{i2}$ は式(3-17a)、(3-17b)で与えられる。

$$\sigma_{i1} = \frac{A_3}{A_2} [1 - \exp(m_2 t_1)] + \left[\frac{m_2 A_3}{A_2} + \frac{2\mu\sigma_c}{a} \right] \frac{\exp(m_1 t_1) - \exp(m_2 t_1)}{m_1 - m_2} \quad (3-17a)$$

$$\sigma_{i2} = \frac{A_3}{A_2} [1 - \exp(m_2 t_2)] + \left[\frac{m_2 A_3}{A_2} + \frac{2\mu\sigma_c}{a} \right] \frac{\exp(m_1 t_2) - \exp(m_2 t_2)}{m_1 - m_2} \quad (3-17b)$$

ただし式(3-17a)、(3-17b)における A_3 は式(3-14')である。

$$A_3 = - \frac{\sigma_i + \left(\frac{\sigma_c}{\nu_m} \right) \left(1 - \frac{b^2}{a^2} \right) D}{(1 + \nu_m) \left[b^2 \ln \left(\frac{b}{a} \right) - \frac{b^2 - a^2}{2} \right]} \quad (3-14')$$

式(3-17a)、(3-17b)は残留応力 σ_c と摩擦係数 μ とを未知数とする連立方程式である。従って、繊維埋め込み長さの異なる2つの繊維引き抜け開始応力を求めることにより残留応力 σ_c と摩擦係数 μ は評価することが出来る。

3.1.3. 界面はく離挙動の分類

繊維が引張り負荷を受けた時、ポアソン効果により半径方向に引張り応力が生じる。界面結合領域における繊維応力分布は式(3-1)で与えられ、界面はく離領域においては式(3-18)で与えられる。

$$\sigma_r(z, h) = \frac{A_3}{A_2} \{1 - \exp(m_2 z)\} + B \{\exp(m_1 z) - \exp(m_2 z)\} + \sigma_d \exp(m_2 z) \quad (3-18)$$

式(3-1)、(3-18)から分かるように、界面はく離発生前、はく離進展中のいずれにおいても繊維応力は繊維埋め込み表面、 $z=t$ の位置において最大値を取る。したがって引張り応力により繊維に導入される半径方向引張り応力 σ_p は繊維埋め込み表面において最大値を取ることになる。

以下、最大半径方向引張り応力が作用する繊維埋め込み表面を考えるとする。また本解析においては圧縮半径方向応力を正值とする。

界面はく離が発生したとき、繊維半径方向応力が残留圧縮応力 σ_c 及びポアソン効果により導入される半径方向引張り応力 σ_p の2成分により構成されることから、界面すべり抵抗 τ_i は式(3-19)で与えられる。

$$\tau_i = \mu(\sigma_c + \sigma_p) \quad (3-19)$$

残留圧縮応力と半径方向引張り応力との和が正、つまり $\sigma_c + \sigma_p > 0$ が成立するとき、界面には圧縮応力が作用することから界面すべり抵抗 τ_i は正の値になり、界面はく離領域において応力伝達が存在することが考えられる。しかし、 $\sigma_c + \sigma_p \leq 0$ のときは界面に圧縮応力が作用せず、界面すべり抵抗 $\tau_i = 0$ となり界面はく離領域において応力伝達が存在しないことが考えられる。以下、界面はく離領域において応力伝達を伴う界面はく離挙動をフリクショナルはく離、応力伝達を伴わない界面はく離挙動をフリクションレスはく離と呼ぶことにする。

二つの界面はく離挙動の臨界条件の導出について記す。弾性論より円柱座標系における法線方向歪 ε_θ は式(3-20)で与えられる[9]。

$$\varepsilon_\theta = \frac{u_r}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_\theta}{\partial \theta} \quad (3-20)$$

ここで u は変位、 r 、 θ はそれぞれ半径、角度を表わしている。繊維引抜き問題においては法線方向変位 u_θ は角度 θ に独立であることから、式(3-20)の右辺第2項は消去される。従って、繊維とマトリックスの半径方向変位が等しい、つまり繊維

マトリックス界面が接触している条件は両方の法線方向歪成分が等しいことで与えられる。円柱座標の軸対称応力場解析を利用すると、この界面接触条件は式(3-21)で与えられる[9]。

$$\frac{1}{E_f}[(1-\nu_f)\sigma_p - \nu_f\sigma_f] = \frac{1}{E_m}\left[-\left(\frac{b^2+a^2}{b^2-a^2}\right)\sigma_p - \nu_m\sigma_s\right] \quad (3-21)$$

ここで σ_f 、 σ_s はそれぞれ繊維の軸方向応力、界面におけるマトリックスの軸方向応力を表す。

外部引張り応力が σ_h のとき繊維埋め込み部において、式(3-22)、(3-23)で表わされる境界条件が成立する。

$$\sigma_f(z=t) = \sigma_h \quad (3-22)$$

$$\sigma_s(z=t) = 0 \quad (3-23)$$

これらの境界条件を式(3-21)に代入することにより、繊維埋め込み表面において繊維に生じる半径方向引張り応力 σ_p は外部引張り応力 σ_h と式(3-24)の関係で与えられる。

$$\sigma_p = \frac{\frac{\nu_f}{E_f}\sigma_h}{\frac{1-\nu_f}{E_f} + \frac{\frac{b^2+a^2}{b^2-a^2} + \nu_m}{E_m}} \quad (3-24)$$

したがってフリクシオンレスはく離の発生臨界条件 $\sigma_c + \sigma_p = 0$ を満足するときの臨界外部引張り応力 σ_{dc} は式(3-25)で与えられる。

$$\sigma_{dc} = -\frac{E_f}{\nu_f} \left\{ \frac{1-\nu_f}{E_f} + \frac{\frac{b^2+a^2}{b^2-a^2} + \nu_m}{E_m} \right\} \sigma_c \quad (3-25)$$

外部引張り応力 σ_h が σ_{dc} 以下では界面はく離領域において常に応力伝達を伴うフリクショナルはく離挙動を取るが、 σ_{dc} に達したとき、ポアソン効果による繊維の収縮が残留圧縮応力の効果を上回り、繊維埋め込み表面においてフリクシオンレスはく離が発生すると考えられる。

3.2. 実験方法

3.2.1. 供試材の作製

本研究では強化繊維にSiC繊維(SCS-6, TEXTRON)、マトリックスにホウケイ酸ガラス(PYREX, CORNING)を用い、ホットプレス法により作製された一方向SiC連続繊維強化ガラスを供試材とした。このSiC繊維は直径 $33\mu\text{m}$ のカーボン芯線にCVD法によりSiCを蒸着し、更に繊維表面に $3\mu\text{m}$ のカーボンリッチ層のコーティングを行った直径 $142\mu\text{m}$ の連続繊維である。この繊維の力学的特性はヤング率 $E_f=400\text{GPa}$ 、ポアソン比 $\nu_f=0.2$ 、引張り強度 $\sigma_{us}=3.4\text{GPa}$ である。またマトリックスの力学的特性はヤング率 $E_m=60\text{GPa}$ 、ポアソン比 $\nu_m=0.2$ である。

供試材の作製は以下の通りである。はじめに55mmの長さで切断したSiC繊維を5mm間隔で一層一方向に配列した繊維シートを作製した。この繊維シートを $59\times 59\times 2\text{mm}^3$ の2枚のガラス板で挟み、ホットプレス法により温度1023Kで10分間、10MPaの圧力をかけて、雰囲気を真空中($\approx 1\times 10^{-3}\sim 1\times 10^{-2}\text{Pa}$)またはアルゴンガス中($\approx 0.1\text{MPa}$)にして複合材を作製した。得られた複合材を一本の繊維がマトリックス中心部に埋め込まれた $40\times 4\times 4\text{mm}^3$ の直方体形状に切り出した。そしてマトリックスを優先破壊させるためにマトリックス両側面に深さ1.6mmの幅 $100\mu\text{m}$ のノッチを入れ、単繊維引抜き試験片とした。単繊維引抜き試験片の写真を図3.3に示す。



図3.3 界面特性評価に用いた単繊維引抜き試験片。

3.2.2. 単繊維引抜き試験

3.1.1.に記した繊維引抜きの応力解析モデルは繊維の一端が円筒形状のマトリックス中心部に埋め込まれている試験片である(図3.1)。しかし、試料作製の簡便さから本研究では繊維全体が直方体のマトリックスに埋め込まれた単繊維引抜き試験片を用いて界面特性評価を行った。この繊維引抜きの応力解析においてはマトリックス半径と繊維半径の比 b/a が10を越える時、マトリックス半径が解析結果に及ぼす影響は無視出来ることが計算結果から分かっている[10]。本研究で用いた単繊維引抜き試験片のマトリックスと繊維の半径比は $b/a > 25$ であることから、解析モデルと試験片のマトリックス形状の相違は界面特性評価において問題がないと考えられる。界面特性評価の際、矩形辺の長さをマトリックス直径 $2b$ ($=4$ mm)とした。

図3.3に示す単繊維引抜き試験片が引張り負荷をうけた時、はじめにノッチ部においてマトリックス破壊が生じる。このとき繊維引抜き応力解析モデルが2つ存在し、お互いに引張り負荷をかける状態になる。界面結合強度の界面結合長さ依存性から繊維埋め込み長さの短い側から初期界面はく離、繊維引き抜けが優先的に生じることになる。これより試験片の一方、つまり繊維引き抜けが生じた側の繊維埋め込み長さを用いて界面特性評価を行った。

単繊維引抜き試験に用いた計測ブロックを図3.4に示す。単繊維引抜き試験はインストロン型引張り試験機(島津製作所、DCS-R-500)を用いて行った。荷重はロードセル(共和電業、LU-5KA)、ストレインアンプ(共和電業、CDV-230C)を通して電圧信号に変換、そして増幅した。荷重-時間関係をデジタルオシロスコープ(横河電機、DL2120)により収録し、コンピュータ(Hewlett Packard、HP9000-216)を用いて磁気媒体へ記録した。また単繊維引抜き試験における界面はく離挙動を調べるために1チャンネルAE(アコースティック・エミッション)計測を行った。AEセンサー(富士セラミックス、M31; 共振周波数=200kHz)は接着剤(東亜合成化学、アロンアルファ)を用いて試料に接着し、プリアンプ(Physical Acoustics Corporation、1220A、gain=40dB)を通してAE信号を増幅した。またAEデータの計測はAEプロセッサ(NF回路設計ブロック、AE9600)を用いて行い、コンピュータ(Hewlett Packard、HP9000-216)により磁気媒体へデータを記録した。

単繊維引抜き試験は室温大気中にて引張り速度を $1.67 \times 10^{-8} \sim 1.67 \times 10^{-3}$ m/sに変化させて行った。

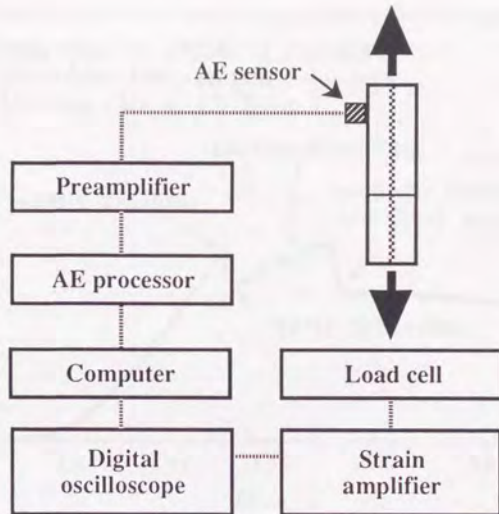


図3.4 繊維引抜き試験の計測ブロック図。

3.3. 実験結果及び考察

3.3.1. 界面特性評価[4,11,12]

真空雰囲気において作製された供試材の引張り速度 $1.67 \times 10^{-6} \text{ m/s}$ における単繊維引抜き試験の荷重-時間曲線を図3.5に示す。試験開始後、はじめにマトリックスに導入されたノッチ部においてマトリックス破壊が生じる。このマトリックス破壊により荷重は一旦低下する。その後、荷重曲線は線形的に増加するが、ある荷重で勾配変化点が表われる。これは繊維引抜きの応力解析に従えば初期界面はく離の発生点に対応することになる。そして荷重は非線形的に増加し、最大荷重に達し、急激な荷重低下を起こした。その後、繊維引き抜けが生じ、荷重はstick-slip挙動を示しながら減少した。

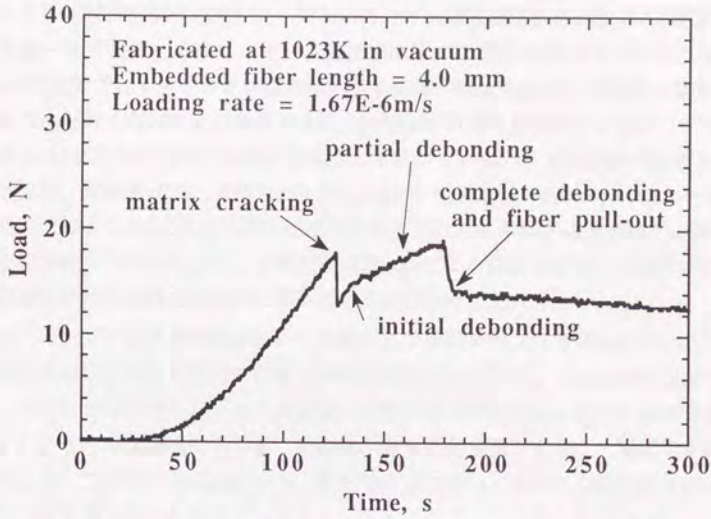


図3.5 真空中作製材の引張り速度 1.67×10^{-6} m/sにおける単繊維引抜き試験の荷重-時間曲線。

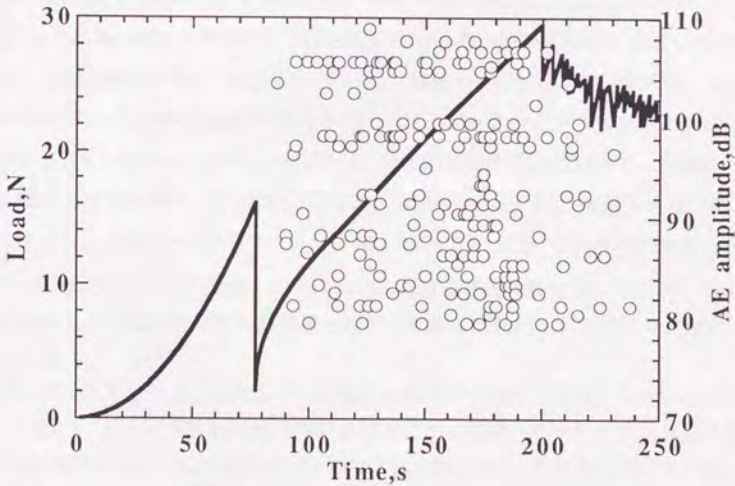


図3.6 真空中作製材の引張り速度 1.67×10^{-6} m/sにおける単繊維引抜き試験の荷重、AE振幅-時間関係。

この供試材の引張り速度 1.67×10^{-6} m/sにおける単繊維引抜き試験のAE計測結果と荷重-時間関係を図3.6に示す。荷重曲線は図3.5と同様の特徴を有している。AE計測結果ではマトリックス破壊後の荷重曲線勾配変化点から界面はく離発生によるものと考えられる高振幅(100dB以上)のAEが計測されており、またこの高振幅のAEは急激な荷重低下を起こす時点まで続いている。最大荷重後の急激な荷重低下以降、繊維すべりによるものと考えられる中振幅(80~100dB)のAEが計測された。このようなAE計測結果は先に記した界面はく離挙動と荷重曲線との関係の説明を支持するものであり、本研究ではHsuehによる繊維引抜きの応力解析により単繊維引抜き試験を理論的に取り扱えるものと考えた。

次にアルゴンガス雰囲気において作製された供試材の引張り速度 1.67×10^{-6} m/sにおける単繊維引抜き試験の荷重-時間曲線を図3.7に示す。この試験においてはノッチ部におけるマトリックス破壊後、荷重は線形的に増加し荷重勾配変化を起こすことなく最大荷重に至った。その後、急激な荷重低下を起こし繊維引き抜けが生じた。この様な荷重曲線から、最大荷重点において不安定な界面はく離進展が生じたものと考えられる。

単繊維引抜き試験から式(3-16)、(3-17a, b)を用いて界面せん断強度 τ_s 、残留圧縮応力 σ_c 及び摩擦係数 μ を評価した。真空中作製材の繊維埋め込み長さ $t_1=4.0$ mm、 $t_2=15.0$ mmの2つの単繊維引抜き試験において、初期界面はく離応力はそれぞれ、 $\sigma_d(t_1)=0.95$ GPa、 $\sigma_d(t_2)=1.09$ GPa、繊維引き抜け応力はそれぞれ、 $\sigma_l(t_1)=0.88$ GPa、 $\sigma_l(t_2)=1.66$ GPaであった。一方、アルゴンガス中作製材の繊維埋め込み長さ $t_1=4.2$ mm、 $t_2=5.1$ mmの2つの単繊維引抜き試験において、初期界面はく離応力はそれぞれ、 $\sigma_d(t_1)=1.73$ GPa、 $\sigma_d(t_2)=1.86$ GPa、繊維引き抜け応力はそれぞれ、 $\sigma_l(t_1)=0.99$ GPa、 $\sigma_l(t_2)=1.11$ GPaであった。これらの実験結果を用いて評価された引張り速度 1.67×10^{-6} m/sにおける界面特性を表3.1に示す。尚、表3.1に示した界面特性でせん断強度と残留圧縮応力は評価された値の平均値を示している。

アルゴンガス中作製材の界面せん断強度は真空中作製材に比較して高い値を示している。これより供試材作製雰囲気の相違により繊維-マトリックス界面に異なる結合物が存在したと考えられる。また両供試材は同一の温度において作製されたことから近いの界面残留応力有することが考えられるが、計算されたそれぞれの残留応力も近い値であった。界面摩擦係数の相違は界面結合を断ち切った時に現れる界面の凹凸に依存するものと考えられる。高い界面せん断強度を有する

アルゴンガス中作製材は界面はく離進展の際、強固な界面結合を断ち切ったことから界面に多くの凹凸が生じ、高めの摩擦係数を有したものと考えられる。

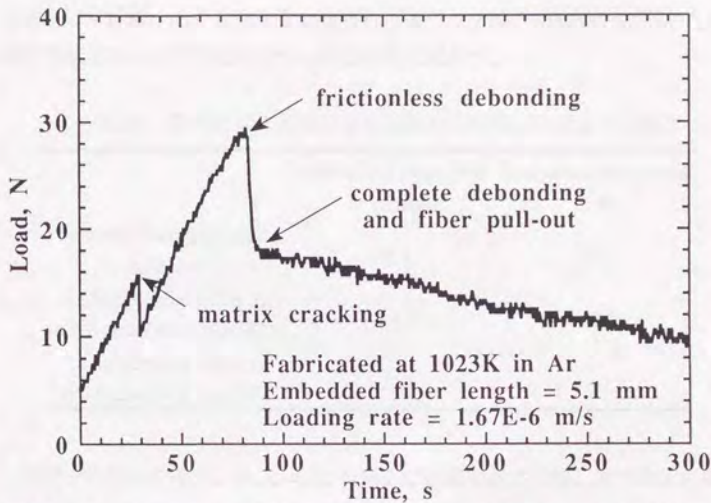


図3.7 アルゴンガス中作製材の引張り速度 1.67×10^{-6} m/sにおける単繊維引抜き試験の荷重-時間曲線。

表3.1 単繊維引抜き法から評価された引張り速度 1.67×10^{-6} m/sにおける各供試材の界面特性。

	Specimens fabricated in vacuum		Specimens fabricated in Ar	
Embedded fiber length, t(mm)	4.0	15.0	4.2	5.1
Initial debonding stress, σ_d (GPa)	0.95	1.09	1.73	1.86
Fiber pull-out stress, σ_l (GPa)	0.88	1.66	0.99	1.11
Shear strength, τ_s (MPa)	107		187	
Residual clamping stress, σ_c (MPa)	41.1		38.3	
Frictional coefficient, μ	0.26		0.33	

3.3.2. 界面はく離挙動[4]

図3.5、及び図3.7に示した単繊維引抜き試験における初期界面はく離、及び最大荷重時に繊維埋め込み表面において生じた繊維の半径方向引張り応力 σ_p を式(3-24)を用いて計算した。真空中作製材及びアルゴンガス中作製材、それぞれの界面残留圧縮応力 σ_c と計算された σ_p の値を表3.2に示す。

表3.2 各供試材の界面残留圧縮応力と半径方向引張り応力。

	Specimens fabricated in vacuum	Specimens fabricated in Ar
Residual clamping stress, σ_c (MPa)	41.1	38.3
Induced radial stress at initial debonding, σ_p (MPa)	-21.5	-42.2
Induced radial stress at maximum load, σ_p (MPa)	-27.2	-

真空中作製材の場合、 σ_c と σ_p との関係は初期界面はく離、及び最大荷重時の両方においてフリクショナルはく離の条件である $\sigma_c + \sigma_p > 0$ を満足している。したがって、本供試材における界面はく離挙動は界面はく離進展中、常に界面はく離領域において応力伝達を伴ったフリクショナルはく離であったと考えられる。

一方、アルゴンガス中作製材では、初期界面はく離発生時点でフリクションレスはく離の条件、 $\sigma_c + \sigma_p < 0$ を満足している。従って、この供試材においては初期界面はく離発生点においてフリクションレスはく離が生じたと考えられる。

界面はく離進展時の外部引張り応力は界面はく離領域におけるすべり抵抗、及びはく離先端での界面結合強度と力の平衡関係にある。フリクショナルはく離の場合、界面はく離領域において応力伝達が存在することから界面はく離進展に伴い界面すべり抵抗が増加する。このため界面はく離の進展には、外部引張り応力の増加が必要である。したがってフリクショナルはく離の場合、図3.5に示すように外部引張り負荷の増加と共に界面はく離は安定に進展する挙動が見られる。

一方、フリクションレスはく離発生には次の2つの場合が考えられる。第一にはフリクショナルはく離による初期界面はく離が発生したが、界面はく離の進展に伴い外部引張り応力が臨界引張り応力 σ_{dc} を上回り、フリクションレスはく離が

発生する場合。第二には界面せん断強度が高いことから初期はく離応力が臨界引張り応力 σ_{dc} を上回る場合である。いずれの場合においてもフリクションレスはく離が発生した場合、はく離先端には界面結合強度に等しい繊維応力が作用しているが、繊維埋め込み表面では残留圧縮応力を打ち消す半径方向引張り応力をもたらず繊維応力が作用している。したがって界面はく離の進展に伴い、繊維埋め込み表面から界面応力伝達が作用しない領域が拡大することになる。このため界面すべり抵抗は増加せず、図3.7に示すような一定引張り応力下において不安定な界面はく離進展が生じるものと考えられる。

3.3.3. 界面特性の負荷速度依存性[13]

アルゴンガス中作製材の引張り速度 1.67×10^{-7} m/sにおける単繊維引き試験の荷重-時間曲線を図3.8に示す。この試験においては真空中作製材の引張り速度 1.67×10^{-6} m/sにおける単繊維引き試験の荷重-時間曲線と同様の特徴を有する曲線が得られ、フリクショナルはく離による界面はく離進展が生じたものと考えられる。この試験においては最大荷重点から繊維引抜けまでの荷重低下量が少ない。これは試験片の繊維埋め込み長さが $l=9.95$ mmと長いことから、繊維引き抜け開始時における界面はく離領域での界面すべり抵抗が大きかったことが原因である。

アルゴンガス中作製材の引張り速度 1.67×10^{-6} m/sにおける単繊維引き試験では図3.7の荷重-時間曲線に示したようにマトリックスクラック発生後、荷重勾配に変化が現われることなく最大荷重下において不安定な界面はく離進展が生じるフリクションレスはく離挙動を示した。

アルゴンガス中作製材の引張り速度 1.67×10^{-3} m/sにおける単繊維引き試験の荷重-時間曲線を図3.9に示す。試験開始後、荷重曲線勾配に変化が現われる。この点はマトリックス破壊に対応しているものと考えられる。この曲線においてはマトリックス破壊に対応する荷重低下が生じなかった。これは本来、マトリックス破壊により歪が解放されて荷重低下が生じるのであるが、高速で引張り試験を行っているため、歪の解放の効果が消去されたことが考えられる[14]。その後、荷重は増加するが最大荷重点においてマトリックスクラック面で繊維破断が生じた。図3.10にマトリックスクラック面で繊維破断を生じた試験片全体と試験片の底面の写真を示す。

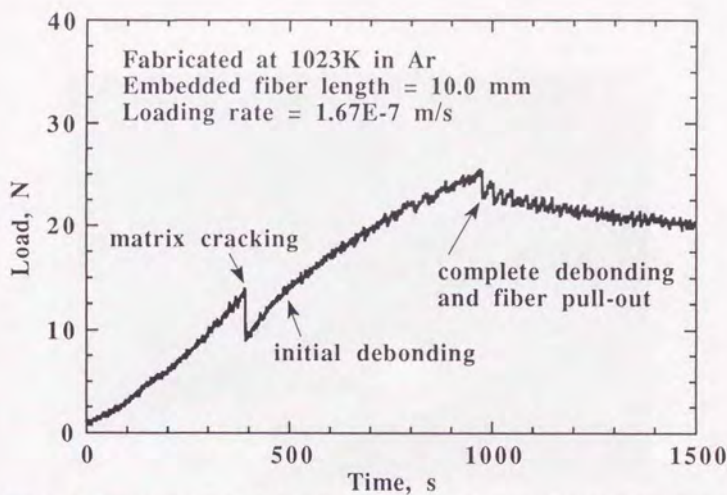


図3.8 アルゴンガス中作製材の引張り速度 1.67×10^{-7} m/sにおける単繊維引抜き試験の荷重-時間曲線。

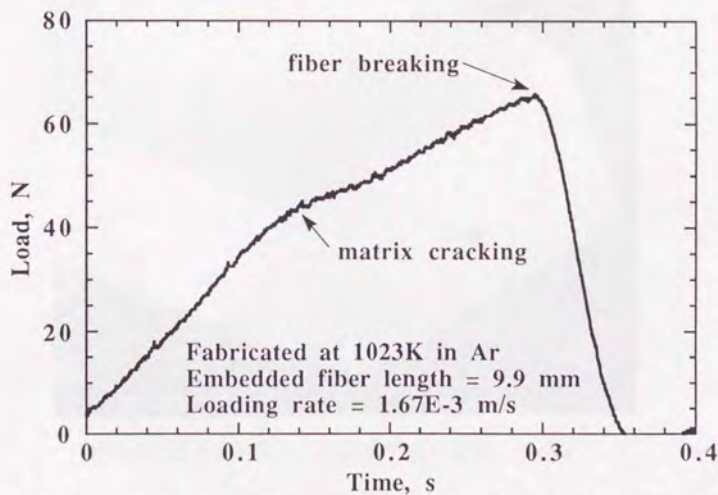
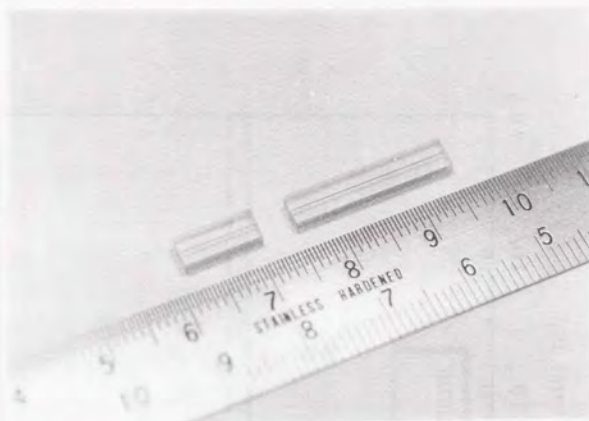


図3.9 アルゴンガス中作製材の引張り速度 1.67×10^{-7} m/sにおける単繊維引抜き試験の荷重-時間曲線。



試験後の試験片の全体写真。マトリックスクラック面において繊維破断が生じた。



試験片底面の拡大写真。繊維の引抜けは生じていない。

図3.10 アルゴンガス中作製材の引張り速度 $1.67 \times 10^{-3} \text{m/s}$ での単繊維引抜き試験後の試験片。

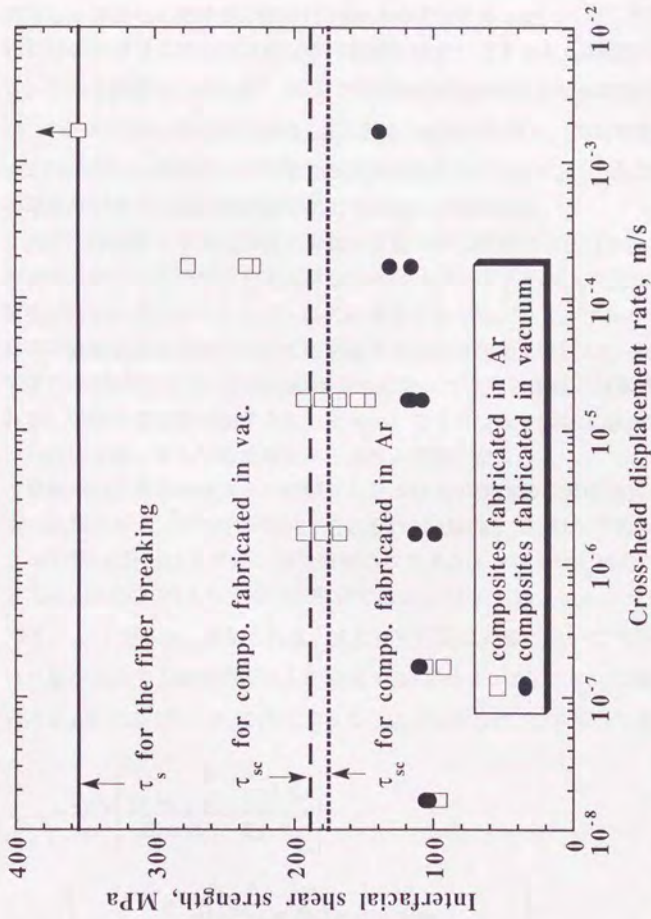


図3.11 供試材の界面せん断強度の負荷速度依存性。 τ_s は界面はく離挙動の臨界面せん断強度を表わす。アルゴンガス中作製材の引張り速度 1.67×10^{-3} m/sにおける単繊維引抜き試験においては繊維破断が生じたことから、界面せん断強度は繊維破断を引き起こすせん断応力以上であるとされた。

単繊維引抜き試験法により得られた界面せん断強度の負荷速度依存性結果を図3.11に示す。引張り速度が 1.67×10^{-8} m/sにおいては両供試材共に100MPa程度の界面せん断強度であった。真空中作製材においては引張り速度の増加に伴わずかに界面せん断強度の増加が見られ、引張り速度 $1.67 \times 10^{-8} \sim 1.67 \times 10^{-3}$ m/sの変化に対し、界面せん断強度の変化は100~140MPaであった。一方、アルゴンガス中作製材の界面せん断強度は真空中作製材に比較して大きな負荷速度依存性が生じた。引張り速度が 1.67×10^{-7} m/sまでは100MPa程度の界面せん断強度であったが、 1.67×10^{-6} m/sからは界面せん断強度が160MPaを越し、引張り速度 1.67×10^{-4} m/sでは220MPaを超える界面せん断強度を有した。 1.67×10^{-3} m/sの引張り速度での単繊維引抜き試験は繊維破断により評価出来なかった。

真空中作製材の単繊維引抜き試験の荷重-時間曲線は本研究で行った全ての負荷速度条件下において図3.5に示すようなマトリックスクラック発生後、荷重勾配変化が現われるフリクショナルはく離挙動を取った。一方、アルゴンガス中作製材の単繊維引抜き試験においては引張り速度の変化により図3.7、3.8及び3.9に示すような3種類の荷重-時間曲線が得られた、つまり界面はく離挙動に変化が現われた。引張り速度が増加するにしたがい、フリクショナルはく離からフリクションレスはく離、そして繊維破断へと挙動が遷移した。

単繊維引抜き試験法により評価された本研究の供試材の界面残留応力は真空中、及びアルゴンガス中作製材、それぞれ41.1MPa、38.3MPaであった。マトリックス半径 $b=2$ mmとした時、両供試材のフリクションレスはく離臨界外部引張り応力 σ_{dc} は式(3-25)より真空中作製材では $\sigma_{dc}=1.81$ GPa、アルゴンガス中作製材では $\sigma_{dc}=1.69$ GPaと評価される。また初期界面はく離においてフリクションレスはく離が発生する臨界面せん断強度 τ_{sc} は式(3-25)で与えられる臨界外部引張り応力 σ_{dc} を式(3-16)の σ_d に代入することにより得られ、式(3-26)で表される。

$$\tau_{sc} = -\frac{E_f \sigma_e}{v_f} \left(\frac{1-v_f}{E_f} + \frac{b^2+a^2}{b^2-a^2} \frac{v_m}{E_m} \right) \times \left(\frac{\left[\frac{b^2}{a^2} - 1 \right] \frac{E_m}{E_f} \coth(\alpha t) + \operatorname{cosech}(\alpha t)}{\frac{2}{a} \sqrt{(1+v_m) \left\{ 1 + \left[\frac{b^2}{a^2} - 1 \right] \frac{E_m}{E_f} \right\} \left\{ b^2 \ln \left(\frac{b}{a} \right) - \frac{b^2-a^2}{2} \right\}}} \right) \quad (3-26)$$

両供試材のフリクションレスはく離臨界外部引張り応力 σ_{dc} を用いて計算される臨界面せん断強度 τ_{sc} と繊維埋め込み長さ l との関係を図3.12に示す。この図から分かるように繊維埋め込み長さ1mm以上においては τ_{sc} は繊維埋め込み長さ依存性を示さない。本研究において実験に供した単繊維引抜き試験片は繊維埋め込み長さが4mm以上であることから臨界面せん断強度の繊維埋め込み長さ依存性は無視出来る。計算された真空中作製材、アルゴンガス中作製材の τ_{sc} はそれぞれ189MPa、176MPaである。

本研究では真空中作製材の界面せん断強度は最大値で140MPaであった。したがって、全ての真空中作製材の単繊維引抜き試験においてフリクショナルはく離が発生したと考えられる(繊維埋め込み長さが長い場合、界面はく離領域での界面すべり抵抗が増加することから界面はく離進展に要する外部引張り応力が増加し、フリクションレスはく離発生臨界外部引張り応力 σ_{dc} に達することはある)。

一方、アルゴンガス中作製材においては180MPaを越える場合においてフリクションレスはく離が観測されていることから、本理論から予想される界面はく離挙動と良い一致を示していると言える。またアルゴンガス中作製材の引張り速度 1.67×10^{-3} m/sにおける単繊維引抜き試験においては、マトリックスクラック面において繊維破断が生じた。初期界面はく離が生じている場合はフリクションレスはく離により繊維引き抜けが生じていることになるが、図3.10に示したように試料底面での繊維引き抜けは観察されない。したがって引張り速度 1.67×10^{-3} m/sの界面せん断強度は繊維強度を上回るせん断応力以上であったと考えられる。初期はく離において繊維強度($\sigma_{us}=3.4$ GPa)を上回る界面せん断強度は、式(3-16)から355 MPaと計算される。従って、引張り速度 1.67×10^{-3} m/sにおいては界面せん断強度は355MPaを上回る値を有したものと考えられる。このようなアルゴンガス中作製材の界面せん断強度において大きな負荷速度依存性が現われた原因として、 SiO_2 のような結合強度に負荷速度依存性が現われる結合物が繊維-マトリックス界面に存在したことが考えられる。

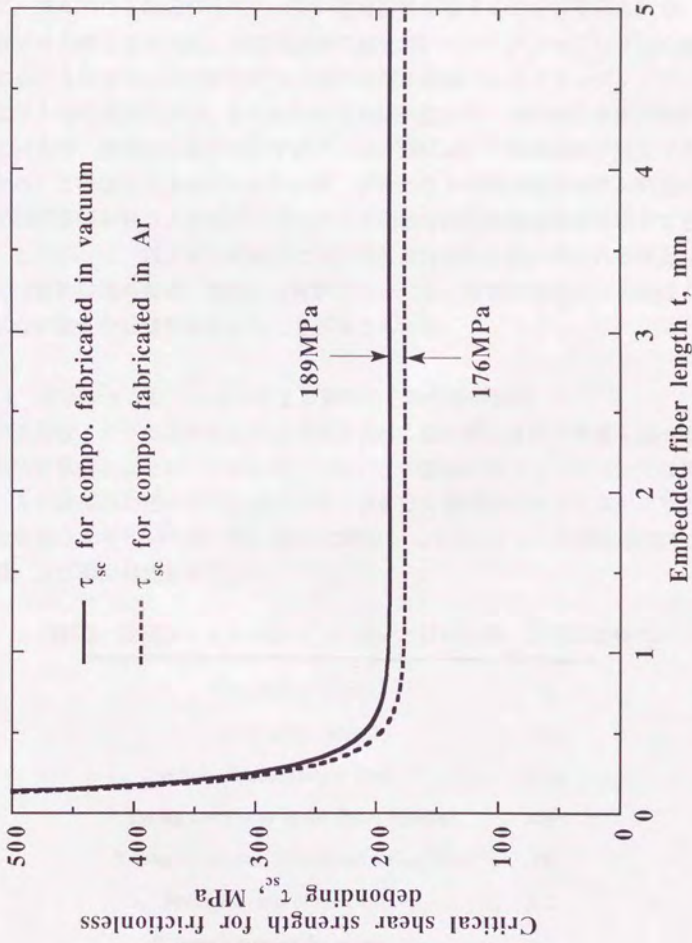


図3.12 臨界面せん断強度の繊維埋め込み長さ依存性。

本研究で用いたアルゴンガス中作製材のように界面せん断強度が大きな負荷速度依存性を示す複合材では、その力学的特性は静的と動的負荷時では大きく異なると考えられる。一般に繊維強化セラミックスは界面せん断強度が低い場合、繊維-マトリックス界面はく離が容易に発生し、進展することから十分にブリッジング、プルアウト機構が作用し、高い破壊靱性を有することが期待される。しかし界面せん断強度が高く、初期界面はく離においてフリクションレスはく離が発生するような場合においては最も主要な高靱化機構であるブリッジングによる高靱化が十分に作用しない。さらに界面せん断強度が高く界面結合強度が繊維強度を上回る時、界面はく離が生じずにクラック面において繊維破断が発生することになる。この様なときはブリッジング、プルアウトの両高靱化機構が発現せず平坦な破面形態を取り、単体セラミックスと同様な脆性な破壊挙動を示すことになる。したがって、界面せん断強度に大きな負荷速度依存性が現われる複合材においては静的破壊の場合、高靱性な材料であっても、衝撃負荷時には界面はく離が生じない脆性な破壊形態をとることが考えられる。

3.3.4. 数値シミュレーションによる界面はく離挙動の解析

界面特性、及び繊維埋め込み長さが界面はく離挙動に及ぼす影響を調べることを目的に数値シミュレーションを行った。この数値シミュレーションでは界面特性、及び繊維埋め込み長さを変化させて界面はく離進展に伴う外部引張り応力の変化を式(3-5)を用いて調べた。表3.3に数値シミュレーションの際に使用した材料定数、及び界面特性を示す。

表3.3 数値シミュレーションに用いた材料定数、及び界面特性。

fiber radius, $a(\mu\text{m})$	70
matrix radius, $b(\mu\text{m})$	150
volume fraction of the fiber, V_f	0.25
Young's modulus of the fiber, $E_f(\text{GPa})$	400
Young's modulus of the matrix, $E_m(\text{GPa})$	60
Poisson's ratio of the fiber, ν_f	0.2
Poisson's ratio of the matrix, ν_m	0.2
interfacial frictional coefficient, μ	0.41
interfacial residual clamping stress, σ_c	34.1

繊維埋め込み長さ $t=100a$ 、及び $300a$ (a は繊維半径)のときの界面せん断強度が外部引張り応力 σ_h はく離長さ関係に及ぼす影響を調べた結果をそれぞれ図3.13、3.14に示す。これらの図において、縦軸は外部引張り応力 σ_h をフリクションレスはく離の臨界引張り応力 σ_{dc} で正規化し、横軸は界面はく離長さ h を繊維埋め込み長さ t で正規化している。

外部引張り応力 σ_h がフリクションレスはく離の臨界引張り応力 σ_{dc} 以下であればフリクショナルはく離、 σ_{dc} に等しくなったときはフリクションレスはく離である。したがって、図3.13、3.14において、縦軸 $\sigma_h/\sigma_{dc}=1$ のときフリクションレスはく離が生じることになる。

繊維埋め込み長さの短い場合(図3.13、 $t=100a$)、界面せん断強度が高い場合においても界面はく離領域において応力伝達が存在するフリクショナルはく離により完全はく離まで進展することが分かる。また界面せん断強度がフリクションレスはく離の臨界せん断強度に等しい場合、界面結合強度の界面結合長さ依存性により完全界面はく離付近で外部引張り応力が減少してくる。したがって、繊維埋め込み長さが短い場合、フリクションレスはく離が生じても完全界面はく離付近では界面結合強度の低下によりフリクショナルはく離に遷移することになる。

繊維埋め込み長さが長い場合(図3.14、 $t=300a$)、界面せん断強度が低い場合においても界面はく離進展によりフリクションレスはく離が発生する。これは界面はく離進展量が長いことから界面すべり抵抗が増加するためである。この場合、界面せん断強度が高い材料ほど、短い界面はく離長さでフリクションレスはく離が生じる。また図3.13において見られたような完全界面はく離付近での外部引張り応力の低下は繊維埋め込み長さが長い場合は見られない。これは界面すべり抵抗が大きいために、界面結合強度の低下の効果が消去されるからである。

以上より界面はく離挙動は初期はく離から完全界面はく離に至るまでフリクショナルはく離が続く場合、フリクショナルはく離による初期はく離発生後、界面はく離進展中にフリクションレスはく離に遷移する場合、及び初期界面はく離からフリクションレスはく離の場合の3種類の界面はく離挙動を取ることが分かる。また界面せん断強度が低い時でも繊維埋め込み長さが長い場合は、界面すべり抵抗の増加によりフリクションレスはく離が発生することが分かる。

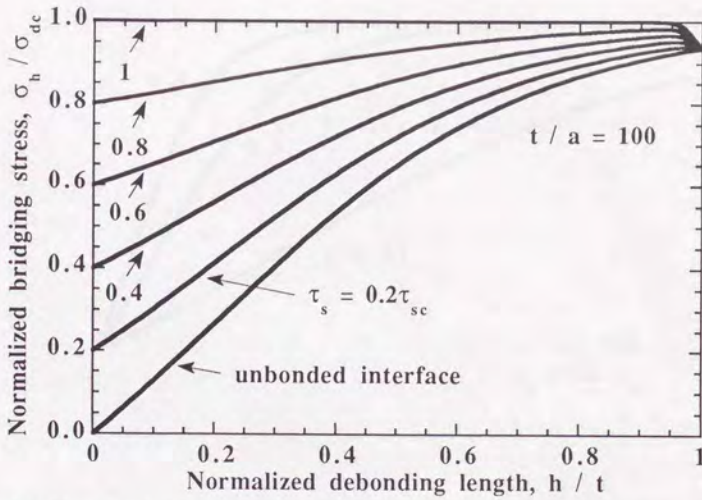


図3.13 界面せん断強度が界面はく離進展に及ぼす影響。繊維埋め込み長さが短い場合($t=100a$)。

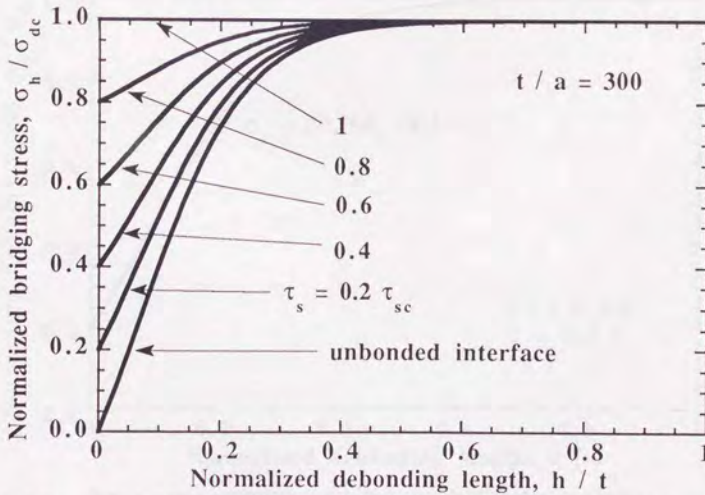


図3.14 界面せん断強度が界面はく離進展に及ぼす影響。繊維埋め込み長さが長い場合($t=300a$)。

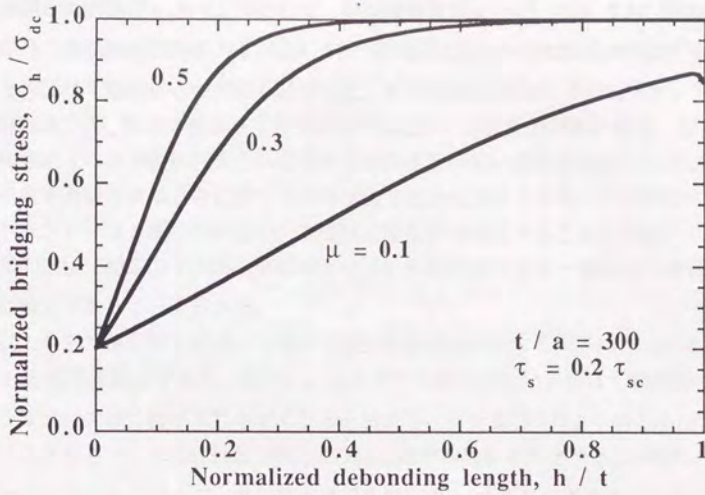


図3.15 界面摩擦係数が界面はく離進展に及ぼす影響。

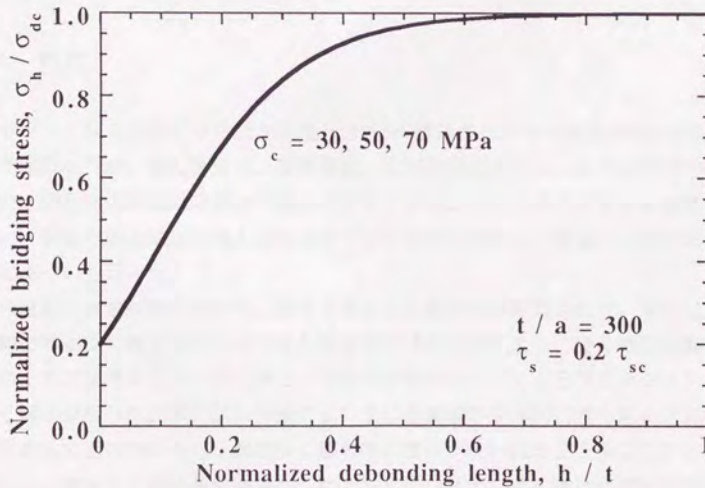


図3.16 界面残留圧縮応力が界面はく離進展に及ぼす影響。

界面せん断強度 $\tau_s = \tau_{sc}/5$ にして、界面摩擦係数 μ を 0.1、0.3、0.5 に変化させた場合、界面残留圧縮応力 σ_c を 30、50、70 MPa に変化させた場合の外部引張り応力と界面はく離進展との関係を計算した。計算結果を図 3.15、3.16 に示す。

図 3.15 に示した摩擦係数が及ぼす影響であるが、摩擦係数が高い場合、界面応力伝達による応力損失が大きいことから摩擦係数の低い場合に比較して同じ界面はく離を進展させるときに要する外部引張り応力は大きくなる。したがってフリクションレスはく離の条件を短い界面はく離長さで満足することになる。

界面残留圧縮応力 σ_c は図 3.16 に示すように外部引張り応力-界面はく離長さ関係に独立であることが分かる。

以上から外部引張り応力-界面はく離長さ関係を支配する因子は界面せん断強度 τ_s と摩擦係数 μ であり、高い τ_s 、 μ を有する場合は短い界面はく離進展でフリクションレスはく離が生じやすくなると言える。また式 (3-25) より明らかなようにフリクションレス臨界外部引張り応力 σ_{dc} は界面残留圧縮応力 σ_c の関数として表わされる。したがって、高い界面残留圧縮応力 σ_c は外部引張り応力-界面はく離長さ関係に影響を与えることなく、フリクションレスはく離の発生を抑制すると言える。

3.4. 結言

ホットプレス法により作製された一方向 SiC 繊維強化ガラス複合材料の単繊維引抜き試験を行い、せん断強度、摩擦係数、及び残留応力といった界面特性を評価した。界面特性評価は界面はく離のクライテリアンとして最大界面せん断応力を用い、引張り応力により導入されるポアソン収縮を考慮した繊維引抜きの応力解析に基づいて行った。

単繊維引抜き試験において二通りの界面はく離挙動が観察された。界面はく離挙動を界面はく離領域におけるせん断応力伝達の有無により、せん断型破壊モードによるフリクショナルはく離と、引張り型破壊モードによるフリクションレスはく離に分類した。ポアソン効果により生じる繊維半径方向引張り応力と界面残留圧縮応力との関係から、界面はく離挙動に違いが表われることを明らかにし、界面はく離挙動の臨界条件を導出した。フリクショナルはく離は外部引張り応力の増加に伴い安定に界面はく離が進展する挙動であるのに対し、フリクションレスはく離は一定応力下において不安定な界面はく離が生じる挙動であることを理

論、及び実験結果から明らかにした。

引張り速度を変化させて界面特性評価を行ったところ、アルゴンガス雰囲気で作製されたSiC/PYREXの界面せん断強度には大きな負荷速度依存性が現われた。このような界面せん断強度に負荷速度依存性が現われる複合材では静的及び動的条件下において異なる破壊挙動を取ることが予想される。つまり、静的条件下ではブリッジング、プルアウトの高靱化機構が有効に作用するが、動的条件下においては界面せん断強度が高いことから高靱化機構の発現が抑制され脆的な破壊形態を取ることが考えられる。

数値シミュレーションにより界面特性が界面はく離挙動に及ぼす影響を調べた。その結果、外部引張り応力-界面はく離長さを支配する界面特性因子は界面せん断強度 τ_s と摩擦係数 μ であり、高い τ_s 、 μ はフリクションレスはく離を誘発する。したがって最も有効な繊維強化セラミックスの高靱化機構であるブリッジングを有効に作用させるためには界面せん断強度と摩擦係数を低減させることが望ましいと考えられる。

第3章 参考文献

1. D.B. Marshall and W.C. Oliver, J. Am. Ceram.Soc., 70(1987)p.542
2. T.P. Weihs and W.D. Nix, J. Am. Ceram. Soc., 74(1991)p.524
3. C.H. Hsueh, Acta Metall. Mater., 38(1990)p.403
4. H. Tsuda, M. Enoki and T. Kishi, J. Ceram. Soc. Japan, 100(1992)p.530
5. S.M. Wiederhorn, "Mechanisms of subcritical crack growth in glass"; p.549 in Fracture Mechanics of Ceramics, Vol.4, Edited by R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman and F.F. Lange, Plenum Press, New York, 1978
6. A. Kelly and N.H. Macmillan, "Slow crack growth"; p.154 in Strong Solids 3rd Edition, Clarendon Press, Oxford, 1986
7. C.H. Hsueh, Mater. Sci. Engng, A123(1990)p.1
8. C.H. Hsueh, Mater. Sci. Engng, A125(1990)p.67
9. S.P. Timoshenko and J.N. Goodier, "Two-dimensional Problems in Polar Coordinates"; p.65 in Theory of Elasticity 3rd Edition, McGraw-Hill, New York, 1970
10. C.H. Hsueh, J. Mater. Sci., 25(1990)p.4080
11. M. Enoki, D. Valentin, H. Tsuda and T. Kishi, Nondestr. Test. Eval. 8-9(1992)p.857
12. M. Enoki, H. Tsuda and T. Kishi, "Acoustic Emission in Ceramic Matrix SiC Fiber Composites during Interfacial Shear Strength Tests"; p.444 in Progress in Acoustic Emission V, Edited by K. Yamaguchi et al., Conference Proceeding of The Japanese Society for Nondestructive Inspection, 1990
13. H. Tsuda, M. Enoki and T. Kishi, J. Am. Ceram. Soc., to be submitted
14. Y.C. Gao, Y.W. Mai and B. Cotterell, ZAMP, 39(1988)p.550

第4章 破壊靱性に関する研究

繊維強化セラミックスの高靱化機構であるブリッジング、プルアウトの発現には界面はく離の発生、及び進展が不可欠である。この界面はく離の発生、及び進展は界面特性に支配される。したがって高靱性繊維強化セラミックスの開発には破壊靱性と界面特性との関係の解明が不可欠である。そこで界面特性と繊維強化セラミックスの最も主要な高靱化機構であるブリッジングとの関係を明らかにし、高靱化のための最適な界面特性を導出することを本研究の目的とした。

繊維強化セラミックスのブリッジングによる靱性増分 J_b は、式(4-1)で表わされる[1,2]。

$$J_b = \int_0^{\delta} P(\delta) d\delta \quad (4-1)$$

ここで P はクラックブリッジング応力、 δ はき裂開口変位量を表わす。繊維強化セラミックスの靱性増分 J_b を正確に評価するためには $P-\delta$ 関係、つまりクラックブリッジング応力-き裂開口変位関係を正確に評価する必要がある。本研究では繊維強化セラミックスは複数の繊維引抜き解析モデルから構成されていると考え、繊維引抜きの応力解析に基づき連続体的取り扱いから $P-\delta$ 関係を導出することを試みた。はじめに $P-\delta$ 関係における繊維引抜きの応力解析の有効性を検証するため、単繊維引抜き試験における引張り応力-き裂開口変位関係の応力解析結果と実験結果との比較を行った。次に繊維引抜きの応力解析に基づいて連続体的取り扱いから $P-\delta$ 関係を導出し、界面特性と破壊靱性との関係式、つまり靱性増分評価式を構築した。この新たに導出された靱性増分評価式の有効性を検証するため、破壊靱性試験を行い荷重-き裂長さ関係から得られた R -curve と評価式から予想される R -curve との比較を行った。最後に数値シミュレーションにより界面特性、材料特性が繊維強化セラミックスの定常状態破壊靱性に及ぼす影響を調べ、高靱化のための最適な界面特性、材料特性の評価を行った。

4.1. ブリッジングによる高靱化の解析モデル

4.1.1. 引張り応力-き裂開口変位量関係[3]

本研究では引張り応力とき裂開口変位量との関係を Hsueh による繊維引抜きの応力解析に基づいて評価した[4,5]。この解析に従えば変位場は界面はく離発生前

と界面はく離進展中、及び繊維引き抜け開始後の3つの領域に分類される。本研究ではブリッジングによる高靱化のみを考慮することから界面はく離発生前、及び進展中の変位場を考慮の対象とした。

界面はく離発生以前における繊維引張り応力 $\sigma_f(z)$ は外部引張り応力 σ_0 と式(3-1)の関係にある。

$$\sigma_f(z) = \frac{a^2 E_f \sigma_0}{a^2 E_f + (b^2 - a^2) E_m} \left[1 + \left(\frac{b^2}{a^2} - 1 \right) \frac{E_m \sinh(\alpha z)}{E_f \sinh(\alpha t)} - \frac{\sinh\{\alpha(t-z)\}}{\sinh(\alpha t)} \right] \quad (3-1)$$

式(3-1)より位置 $z=z$ における繊維歪 $\varepsilon_f(z)$ はフックの法則から式(4-2)で与えられる。

$$\varepsilon_f(z) = \frac{\sigma_f(z)}{E_f} = \frac{a^2 \sigma_0}{a^2 E_f + (b^2 - a^2) E_m} \left[1 + \left(\frac{b^2}{a^2} - 1 \right) \frac{E_m \sinh(\alpha z)}{E_f \sinh(\alpha t)} - \frac{\sinh\{\alpha(t-z)\}}{\sinh(\alpha t)} \right] \quad (4-2)$$

したがって界面はく離発生以前において、繊維埋め込み長さ t の繊維引きモデルにおける外部引張り応力 σ_0 での繊維弾性変形量 $u_b(t, \sigma_0)$ は式(4-3)で表わすことが出来る。

$$u_b(t, \sigma_0) = \int_0^t \varepsilon_f(z) dz \\ = \frac{a^2 \sigma_0}{a^2 E_f + (b^2 - a^2) E_m} \left[t + \frac{1}{\alpha} \left\{ \left(\frac{b^2}{a^2} - 1 \right) \frac{E_m}{E_f} - 1 \right\} \frac{\exp(\alpha t) + \exp(-\alpha t) - 2}{\exp(\alpha t) - \exp(-\alpha t)} \right] \quad (4-3)$$

界面はく離進展中において界面は、はく離進展領域と結合領域(はく離未進展領域)に分類することが出来る。今、図4.1に示すような界面はく離が繊維埋め込み表面から距離 h だけ進展した場合を考える。界面はく離領域 $z=0 \sim h$ における繊維応力 $\sigma_f(z, h)$ は外部引張り応力 σ_h と式(3-18)の関係にある。

$$\sigma_f(z, h) = \frac{A_3}{A_2} \{1 - \exp(m_2 z)\} + B \{ \exp(m_1 z) - \exp(m_2 z) \} + \sigma_h \exp(m_2 z) \quad (3-18)$$

式(3-18)において A_3 と B は外部引張り応力 σ_h を含む式で表わされる(式(3-14),(3-15)参照)。したがって界面はく離領域 $z=0 \sim h$ における繊維弾性変形量 $u_s(h, \sigma_h)$ は式(4-4)で表わすことが出来る。

$$\begin{aligned}
 u_s(h, \sigma_h) &= \int_0^h \frac{\sigma_f(z, h)}{E_f} dz \\
 &= \frac{1}{E_f} \left[\frac{A_3 h}{A_2} + \frac{A_3 \{1 - \exp(m_2 h)\}}{m_2 A_2} + B \left\{ \frac{\exp(m_1 h) - 1}{m_1} - \frac{\exp(m_2 h) - 1}{m_2} \right\} \right. \\
 &\quad \left. + \left\{ \frac{\exp(m_2 h) - 1}{m_2} \right\} \sigma_d \right] \quad (4-4)
 \end{aligned}$$

長さ $t-h$ の界面結合領域における繊維弾性変形量 $u_b(t-h, \sigma_d)$ は、界面はく離先端に作用する繊維応力が界面結合強度 σ_d で与えられることから、式(4-3)において $t=t-h$ 、 $\sigma_0 = \sigma_d$ で置換することにより式(4-5)で与えられる。

$$\begin{aligned}
 u_b(t-h, \sigma_d) &= \frac{a^2 \sigma_d}{a^2 E_f + (b^2 - a^2) E_m} \left[t-h + \frac{1}{\alpha} \left\{ \left(\frac{b^2}{a^2} - 1 \right) \frac{E_m}{E_f} - 1 \right\} \right. \\
 &\quad \left. \times \frac{\exp\{\alpha(t-h)\} + \exp\{-\alpha(t-h)\} - 2}{\exp\{\alpha(t-h)\} - \exp\{-\alpha(t-h)\}} \right] \quad (4-5)
 \end{aligned}$$

以上より図4.1に示すような界面はく離進展量 h の場合における繊維弾性変形量 $u_{s+b}(t, h, \sigma_h)$ は界面はく離領域における変形量 $u_s(h, \sigma_h)$ と界面結合領域における変形量 $u_b(t-h, \sigma_d)$ の和となり、式(4-6)で与えられる。

$$u_{s+b}(t, h, \sigma_h) = u_s(h, \sigma_h) + u_b(t-h, \sigma_d) \quad (4-6)$$

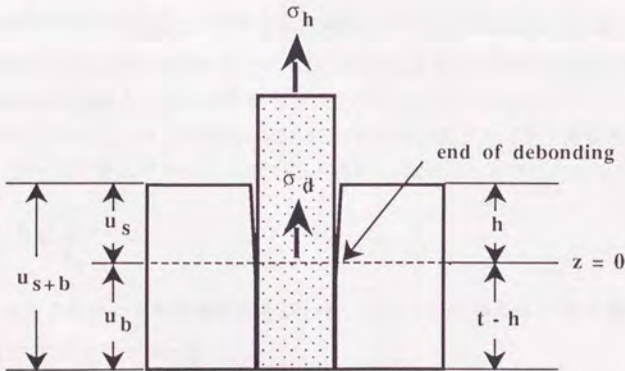


図4.1 引張り応力-き裂開口変位関係の解析モデル。

4.1.2. 破壊靱性評価式の導出[6]

本研究では図4.2に示すように繊維強化セラミックスは複数の繊維引拔きの応力解析モデルから構成されていると考え、次の仮定に基づき連続体的取扱から破壊靱性評価式の導出を行った。

1. 強化繊維は唯一の強度を取ると考える。
2. 高靱化寄与としてはブリッジングのみを考慮する。
3. 隣接する繊維引抜きモデル間の相互作用は無視する。

いま片側き裂を有する半無限大の一方向繊維強化セラミックスが無限遠方から繊維軸方向に平行な外部引張り応力 σ_∞ を受ける状態を考える。き裂先端から距離 c までの繊維は破断せず、界面はく離部で繊維が弾性変形を受けブリッジング機構が作用している。しかし、き裂先端から距離 c を超える領域の繊維は繊維強度を一定とする仮定からクラック面において破断し、高靱化寄与を示さない。

図4.3に示すような経路に沿ってJ積分を評価したとき、式(4-7)が得られる。

$$J_\infty = J_{up} + J_b \quad (4-7)$$

ここで J_∞ 、 J_b はそれぞれ式(4-8)、及び(4-9)で与えられる。

$$J_\infty = \frac{K_\infty^2 (1 - \nu_e^2)}{E_e} \quad (4-8)$$

$$J_b = \int_0^{\delta^*} P(\delta) d\delta \quad (4-9)$$

K_∞ は外部引張り応力による応力拡大係数、下添字 c は複合材料を表わす。 δ^* はき裂先端から距離 c におけるブリッジング領域最後方のき裂開口変位量、 $P(\delta)$ はき裂開口変位量 δ におけるクラックブリッジング応力である。

マトリックスクラック進展に関して応力拡大係数クライテリオンを用いたとき、マトリックスクラック先端でのJ積分 J_{up} は式(4-10)で与えられる。

$$J_{up} = \frac{K_{Ic}^2 c^2 (1 - \nu_e)}{E_e} \quad (4-10)$$

K_{Ic} は複合材料の有効破壊靱性を表わし、マトリックス単体の破壊靱性 K_{Ic}^m と式(4-11)の関係で与えられる[7]。

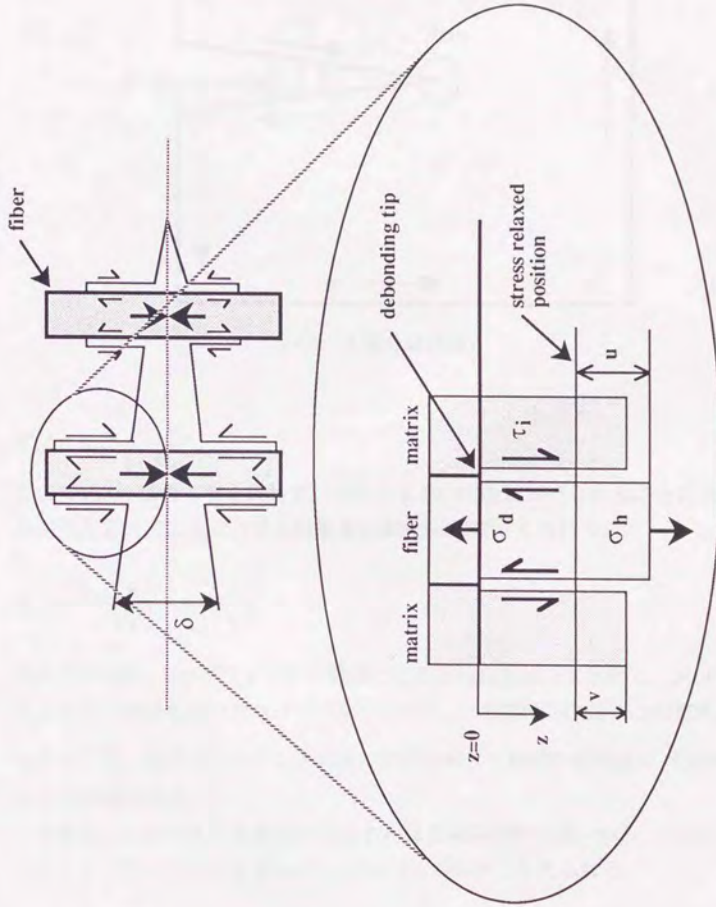


図4.2 破壊靱性評価のための解析モデル。本研究では繊維強化セラミックスは複数の繊維引抜きモデルの連続的配置から構成されていると考え、構成要素間の相互作用は無視した。

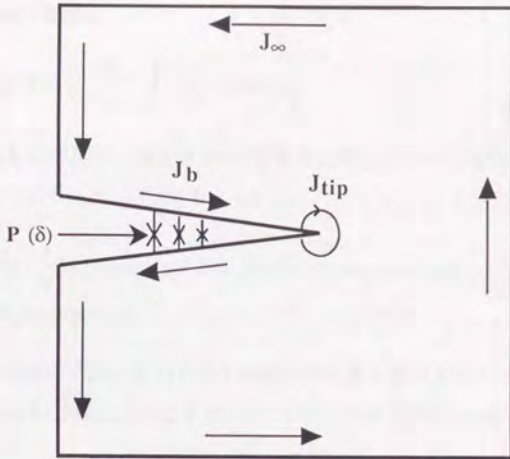


図4.3 J積分経路図。

$$K_{IC}^c = K_{IC}^m \sqrt{\frac{E_c V_m}{E_m}} \quad (4-11)$$

ここで V は体積含有率を表わす。式(4-7, 8, 10, 11)を組み合わせることにより、外部引張り応力による応力拡大係数 K_∞ は式(4-12)で与えられる。

$$K_\infty^2 = \frac{K_{IC}^{m^2} E_c V_m}{E_m} + \frac{J_b E_c}{1 - \nu_c^2} \quad (4-12)$$

式(4-12)の第二項がブリッジング機構による破壊靱性増分を表わし、式(4-9)で与えられるJ積分 J_b はクラックブリッジング応力 P と開口変位量 δ との関係を定式化すること、及びブリッジング領域における最大き裂開口変位量 δ^* を求めることにより評価出来る。

き裂面上に作用するき裂閉口応力 $P(h)$ は連続体的取り扱いから、単繊維によるクラックブリッジング応力 $\sigma_b(h)$ と式(4-13)の関係で与えられる。

$$P(h) = V_f \sigma_b(h) \quad (4-13)$$

き裂開口変位量 δ は界面はく離長さ h の関数として $\delta(h)$ として式(4-14)で与え

られる(付録4.1参照)。

$$\delta(h) = \frac{2}{E_f} \left[\sigma_h(h)h + \frac{2E_c}{aE_m V_m} \int_0^h dz \int_z^h \tau_i(z, h) dz \right] \quad (4-14)$$

ここで $\tau_i(z, h)$ は界面はく離長さが h のときに位置 z において作用する界面すべり抵抗を表わしており、式(3-12)で与えられる。

$$\begin{aligned} \tau_i(z, h) = & -\frac{a}{2} \left[-\frac{A_3}{A_2} m_2 \exp(m_2 z) + B(m_1 \exp(m_1 z) - m_2 \exp(m_2 z)) \right. \\ & \left. + \sigma_d m_2 \exp(m_2 z) \right] \end{aligned} \quad (3-12)$$

以上からき裂閉口応力の作用するき裂面に沿った J 積分 J_b は、式(4-9), (4-13), (4-14)を組み合わせるにより式(4-15)で与えられる(付録4.2参照)。

$$\begin{aligned} J_b = & \frac{V_f}{E_m V_m} \left[\frac{2E_c}{E_f} \left\{ \sigma_h(h^*) \int_0^{h^*} \sigma_f(z, h^*) dz - \int_0^{h^*} dh \left(\frac{d\sigma_h(h)}{dh} \right) \int_0^h \sigma_f(z, h) dz \right\} \right. \\ & \left. - V_f \left\{ \sigma_h^2(h^*) h^* + \int_0^{h^*} \sigma_h^2(h) dh \right\} \right] \end{aligned} \quad (4-15)$$

ここで h^* はブリッジング領域における最大界面はく離長さを表わす。 $\sigma_f(z, h)$ は界面はく離長さが h のときのクラック面からの距離 z における繊維応力、 $\sigma_h(h)$ は界面はく離長さ h のときのき裂面上での繊維応力を表わしており、それぞれ式(3-18), (3-5)で与えられる。

$$\sigma_f(z, h) = \frac{A_3}{A_2} \{1 - \exp(m_2 z)\} + B \{ \exp(m_1 z) - \exp(m_2 z) \} + \sigma_d \exp(m_2 z) \quad (3-18)$$

$$\sigma_h = \frac{\sigma_d(m_1 - m_2) \exp(m_2 h) + \left(\frac{\sigma_c}{V_m} \right) \left(1 - \frac{b^2}{a^2} \right) \beta D - \frac{2\mu}{a} \sigma_c [1 - \exp\{(m_2 - m_1)h\}]}{m_1 - m_2 \exp\{(m_2 - m_1)h\} + \frac{2m}{aD} \frac{E_m V_f}{E_f} [1 - \exp\{(m_2 - m_1)h\}] - \beta} \quad (3-5)$$

式(4-15)で与えられる J_b はブリッジングによる破壊エネルギー増分を表わしており、破壊靱性増分 ΔK に変換すると式(4-16)で与えられる。

$$\Delta K = \sqrt{\frac{K_{IC}^2 E_m V_m}{E_m} + \frac{J_b E_c}{1 - v_c^2}} - K_{IC}^m \quad (4-16)$$

以上からせん断強度 τ_s 、残留応力 σ_c 及び摩擦係数 μ の3つの界面特性と最大界面はく離長さ h^* を評価することにより破壊靱性は評価出来ることになる。

4.2. 実験方法

4.2.1. クラックブリッジング応力-き裂開口変位関係に関する実験[3]

供試材としてSiC繊維(TEXTRON、SCS-6)強化ガラス(CORNING、PYREX)を用いた。供試材の作製方法は3.2.1.に記した通りである。製造条件はホットプレス温度993Kで30分間、10MPaの圧力をかけて、雰囲気を真空($\approx 1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-2}$ Pa)とした。また単繊維引抜き試験片($4 \times 4 \times 30 \text{ mm}^3$)はマトリックス両側面に深さ1.6mm、幅 $100 \mu\text{m}$ のノッチを導入したのち、ノッチ面にインデンテーション圧子を打ち込みマトリックスクラックを作った後、変位計測に供した。

単繊維引抜き試験における引張り応力-き裂開口変位関係の計測システムを図4.4 a, bに示す。変位計測単繊維引抜き試験はインストロン型引張り試験機(島津製作所、DCS-R-500)を用いて行った。荷重はロードセル(共和電業、LU-5KA)、ストレインアンプ(共和電業、CDV-230C)を通して電圧信号に変換、増幅した。変位計測には分解能 $0.4 \mu\text{m}$ の非接触型変位計測器(Zimmer、Model-200X)を用いた。単繊維引抜き試験片のマトリックスクラック面の両端にターゲットを取り付け、非接触型変位計測器により単繊維引抜き試験における最大荷重までのターゲットの変位量を計測した。荷重信号、及び変位信号をそれぞれX-Yレコーダ(理研電子、Model D-73DG)のX、Y端子に接続し、引張り応力-き裂開口変位関係を求めた。単繊維引抜き試験は引張り速度は $1.67 \times 10^{-6} \text{ m/s}$ とし、室温大気中で行った。

4.2.2. 破壊靱性試験[6]

本研究ではコンパクト・テンション(CT)法により破壊靱性試験を行った。供試材として強化繊維にSiC繊維(TEXTRON社、SCS-6)、マトリックスにガラス(CORNING社、PYREX)を用いた。CT破壊靱性試験片は $300 \mu\text{m}$ 間隔で一層一方向配列したSiC繊維シートを2枚のガラス板($59 \times 59 \times 2 \text{ mm}^3$)で挟み、ホットプレス法により作製し、図4.5に示す形状のCT破壊靱性試験片に加工した。破壊靱性試験片は作製雰囲気を真空中、及びアルゴンガス中とした2種類を用意した。

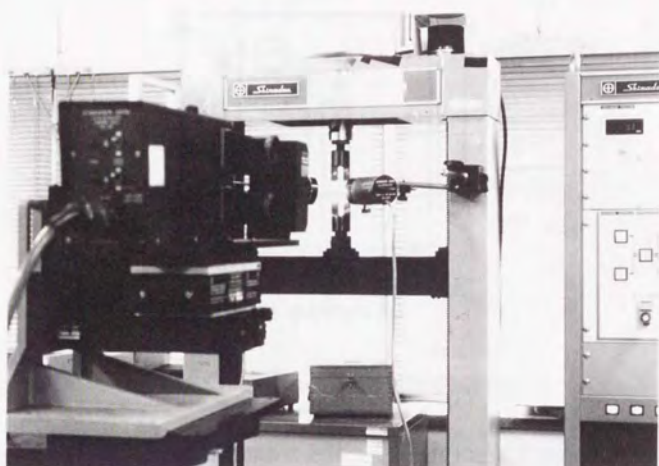


図4.4a 非接触型変位計測器を用いたクラックブリッジング応力-き裂開口変位関係の測定。

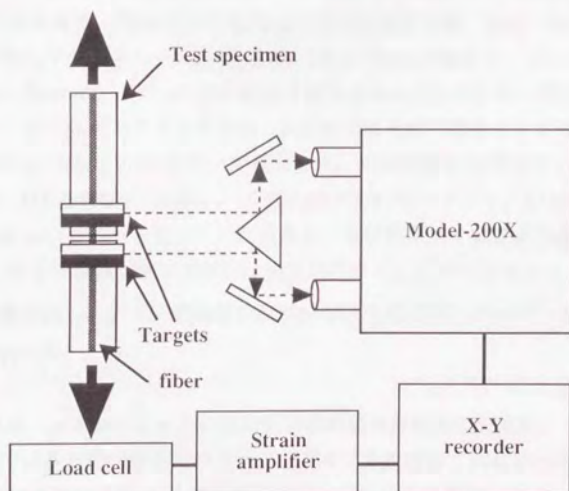


図4.4b 変位計測単繊維引き抜き試験計測ブロック図。

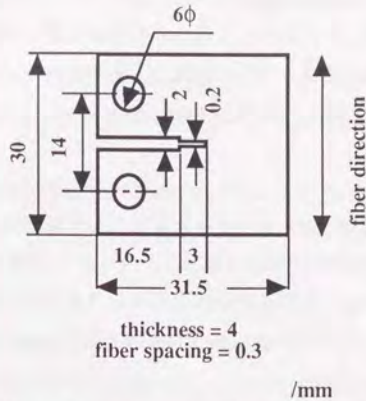


図4.5 Compact tension破壊靱性試験片。

作製条件は3.2.1.に記した2種類の条件と同じく、温度1023Kで10分間、10MPaの圧力をかけて、雰囲気は真空中($\approx 1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-2}$ Pa)またはアルゴンガス中(≈ 0.1 MPa)である。CT破壊靱性試験はインストロン型引張り試験機(島津製作所、AG-10TC)を用いて行った。荷重はロードセル(共和電業、LU-20KA)、ストレインアンプ(共和電業、CDV-230C)を通して電圧信号に変換、増幅された。荷重信号はデジタルオシロスコープ(横河電機、DL-2120)に収録され、コンピュータ(Hewlett Packard、HP9000-216)により磁気媒体に記録された。破壊靱性試験中におけるマトリックスクラック進展、及び界面はく離挙動をビデオマイクロスコープ(Scholar、VMS-1000)を用いて観察した。観察画像をビデオテープレコーダ(三菱電機、HV-V5000)で録画し、ビデオプリンター(エプソン、CV-2000)により観察画像を出力してマトリックスき裂長さ、及び界面はく離長さの測定を行った。尚、CT破壊靱性試験片の表面は破壊過程のビデオマイクロスコープ観察のため鏡面研磨を施している。破壊靱性試験は引張り速度は 1.67×10^{-5} m/sとし、室温大気中で行った。

4.2.3. 数値シミュレーションによる定常状態破壊靱性値の計算[6]

本研究では新たに構築したブリッジングモデルを用いて飽和レベルの破壊靱性値(定常状態破壊靱性値)に及ぼす界面特性、材料特性の影響を調べ、ブリッジングによる最適な界面特性、材料特性の導出を試みた。数値シミュレーションの解

析モデルは片側き裂を有する半無限大の一方向繊維強化セラミックスである。この部材の繊維軸方向に引張り負荷を加えることを考える。繊維強度 σ_{us} を一定としたとき、ブリッジング領域最後方におけるクラック面上での繊維応力 σ_h が繊維強度 σ_{us} またはフリクションレスはく離臨界応力 σ_{dc} に達したとき、破壊靱性は定常状態に達する。

定常状態破壊靱性値の計算は以下の手順で行った。まず界面はく離長さ h の初期値をゼロにする。次に界面はく離長さを微小量 Δh 進展させる、つまり界面はく離長さを $h + \Delta h$ に設定して、クラック面上に作用する繊維応力 $\sigma_h(h + \Delta h)$ と、クラック面上で導入される半径方向引張り応力 $\sigma_p[\sigma_h(h + \Delta h)]$ を計算する。次に $\sigma_c + \sigma_p$ の計算を行い、界面はく離挙動がフリクショナル、フリクションレスはく離のどちらであるかを調べる。 $\sigma_c + \sigma_p < 0$ のとき、つまりフリクションレスはく離が生じたときは、ブリッジングによる寄与が終了することから最大界面はく離長さを $h^* = h + \Delta h$ とする。一方、 $\sigma_c + \sigma_p \geq 0$ のときはフリクショナルはく離による安定な界面はく離進展が生じている。この場合、 $\sigma_h(h + \Delta h)$ と σ_{us} の大小関係を調べる。もし $\sigma_h(h + \Delta h) \geq \sigma_{us}$ ならばき裂面において繊維が破断することになり、最大界面はく離長さを $h^* = h + \Delta h$ とする。また $\sigma_h(h + \Delta h) < \sigma_{us}$ ならば更に界面はく離長さを伸ばして繊維破断が生じる、またはフリクションレスはく離が生じるまで上記の計算を繰り返す。

4.3. 実験結果及び考察

4.3.1. 引張り応力-き裂開口変位関係に関する実験[3]

単繊維引抜き試験片は図4.6に示すように2つの繊維引抜きの応力解析モデルがお互いに引張り合う形になっている。したがって単繊維引抜き試験における引張り応力-き裂開口変位関係は4.1.1.に記した変位場の解析に基づき、以下に示す式で与えられる。

いま単繊維引抜き試験片は繊維埋め込み長さが t_1, t_2 ($t_1 < t_2$)の繊維引抜きモデルから構成され、繊維軸方向に引張り応力を加えることを考える。また繊維埋め込み長さが短いモデル、長いモデルをそれぞれ t_1 モデル、 t_2 モデルと呼ぶことにする。

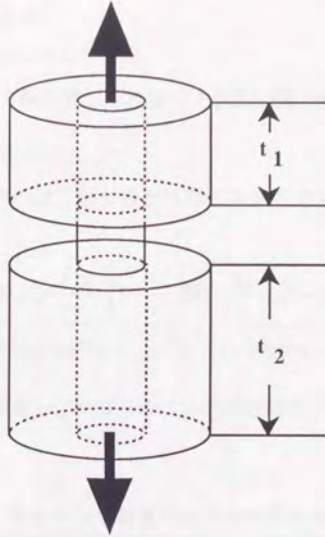


図4.6 単繊維引抜き試験片の模式図。

界面はく離発生以前においてはクラックブリッジング応力 σ_0 におけるき裂開口変位量 δ は式(4-17)で与えられる。

$$\delta = u_b(t_1, \sigma_0) + u_b(t_2, \sigma_0) \quad (4-17)$$

ここで u_b は式(4-3)で与えられる。

初期界面はく離は界面結合強度 σ_d の繊維埋め込み長さ依存性から t_1 モデルから、式(4-18)で与えられる引張り応力 σ_{d1} で生じる。

$$\sigma_{d1} = \sigma_d(t_1) = -\tau_s \left(\frac{\frac{2}{a} \sqrt{(1+\nu_m) \left\{ 1 + \left[\frac{b^2}{a^2} - 1 \right] \frac{E_m}{E_f} \right\} \left\{ b^2 \ln \left(\frac{b}{a} \right) - \frac{b^2 - a^2}{2} \right\}}}{\left[\frac{b^2}{a^2} - 1 \right] \frac{E_m}{E_f} \coth(\alpha t_1) + \operatorname{cosech}(\alpha t_1)} \right) \quad (4-18)$$

t_1 モデルの初期はく離から t_2 モデルで初期はく離が発生する間の変位量 δ は引張り応力 σ_h のとき、式(4-19)で与えられる。

$$\delta = u_{s+b}(t_1, h, \sigma_h) + u_b(t_2, \sigma_h) \quad (4-19)$$

ここで u_{s+b} は式(4-6)で与えられる。

t_2 モデルで界面はく離が発生した後のき裂開口量 δ は式(4-20)で与えられる。

$$\delta = u_{s+b}(t_1, h, \sigma_h) + u_{s+b}(t_2, h, \sigma_h) \quad (4-20)$$

尚、界面はく離進展中のはく離長さ δ と外部引張り応力との関係は式(3-5)で与えられる。

$$\sigma_h = \frac{\sigma_d(m_1 - m_2) \exp(m_2 h) + \left(\frac{\sigma_c}{v_m} \right) \left(1 - \frac{b^2}{a^2} \right) \beta D - \frac{2\mu}{a} \sigma_c [1 - \exp\{(m_2 - m_1)h\}]}{m_1 - m_2 \exp\{(m_2 - m_1)h\} + \frac{2m}{aD} \frac{E_m v_f}{E_f} [1 - \exp\{(m_2 - m_1)h\}] - \beta} \quad (3-5)$$

本供試材の引張り速度 1.67×10^{-6} m/s における単繊維引抜き試験結果及び界面特性を表4.1に示す。

表4.1 変位計測単繊維引抜き試験片の界面特性値。

Embedded fiber length, t (mm)	8.3	10.8
Initial debonding stress, σ_d (GPa)	0.90	0.72
Fiber pull-out stress, σ_f (GPa)	1.27	1.44
Shear strength, τ_s (MPa)	91.5	
Residual clamping stress, σ_c (MPa)	41.9	
Frictional coefficient, μ	0.24	

図4.7に単繊維引抜き試験における引張り応力-き裂開口変位量との関係を示す。尚、変位計測に供した試験片の繊維埋め込み長さは繊維埋め込み長さの短い側が10.8mm、長い側が19.5mmであった。図4.7において黒丸が非接触変位計測器から測定された実験値、実線は表4.1に示した界面特性を用いて繊維引抜きの応力解析から計算された値である。このようにき裂開口変位量が小さい時、実験値と計算値は非常に良い一致を示した。き裂開口変位量の増加とともに実験値は計算値を上回ってくるが、これは引張り試験中における振動などの外乱の影響と考えられる。この結果から引張り応力-き裂開口変位量関係は繊維引抜きの応力解析に基づいて評価できるものと考えた。

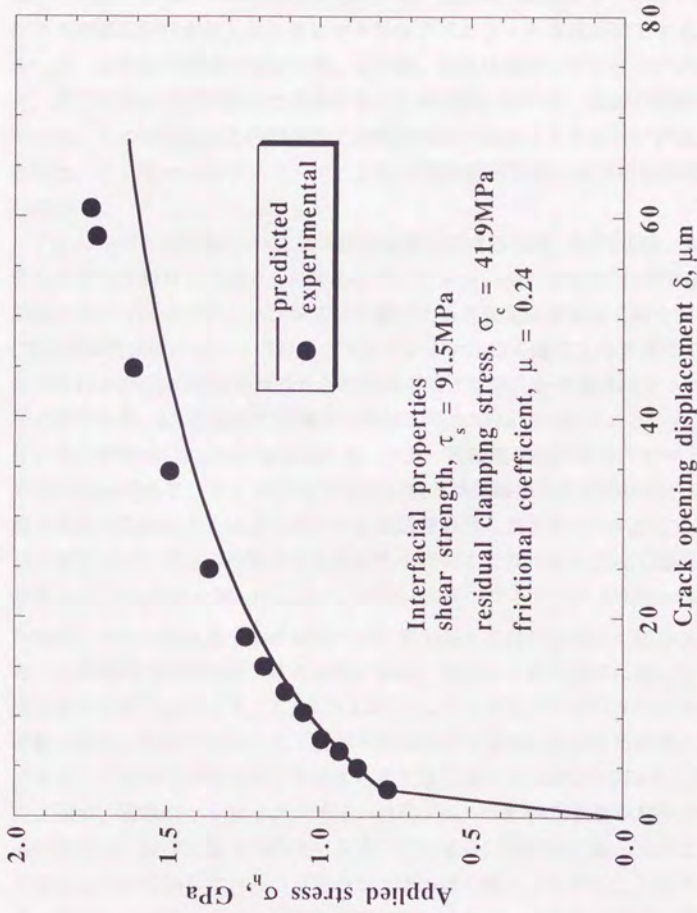


図4.7 単繊維引抜き試験における引張り応力—き裂開口変位量の実験値と繊維引抜き時の応力解析による計算値との比較。

4.3.2. CT破壊靱性試験[6]

真空中作製材のCT破壊靱性試験における荷重-時間曲線を図4.8に示す。試験開始後、荷重は直線的に増加するが界面はく離の発生後、一定荷重に保たれる。この現象は界面はく離の発生により歪が解放されたことによるものと考えられる。その後、荷重は再び直線的に増加する。応力拡大係数がマトリックスであるガラスの破壊靱性を越えたときにマトリックスクラック進展が発生する。このとき一旦、急激な荷重低下を起こす。その後、荷重は増加しマトリックスクラック、及び界面はく離が徐々に進展する。この試験において、繊維の破断は生じなかった。この荷重曲線と破壊挙動との関係はビデオマイクロスコープにより観察された。ビデオマイクロスコープによるCT破壊靱性試験における側面観察を図4.9に示す。

アルゴンガス中作製材のCT破壊靱性試験における荷重-時間曲線、及び破壊挙動も真空中作製材と同様のものであった。アルゴンガス中作製材は単繊維引抜き試験においてはフリクションレスはく離による不安定な界面はく離を生じたが、CT破壊靱性試験においては安定なフリクショナルはく離による界面はく離挙動が観察された。CT破壊靱性試験片と単繊維引抜き試験片との相違はマトリックス半径のみである。CT破壊靱性試験片の繊維間隔は $300\mu\text{m}$ であることから、マトリックス半径は $150\mu\text{m}$ と考えられる。一方、単繊維引抜き試験片のマトリックス半径は 2mm である。そこでCT破壊靱性試験と単繊維引抜き試験の場合に生じる繊維半径方向収縮応力を比較した。いま繊維埋め込み長さを 15mm として、表3.1に示したアルゴンガス中作製材の界面特性を用いて計算された面はく離長さ a と引張り応力 σ_h との関係を図4.10に示す。図中、実線がマトリックス半径 $b=2\text{mm}$ とした場合、つまり単繊維引抜き試験片の外部引張り応力と界面はく離長さ関係である。計算結果では単繊維引抜き試験の場合、界面はく離の進展に対して引張り応力は徐々に低下してくる。これは3.3.2に記したようにフリクションレスはく離の挙動であり、引張り応力の低下は界面結合強度の界面結合長さ依存性によるものである。この場合の界面はく離発生に要する引張り応力は 1.79GPa と計算された。図中、点線がマトリックス半径 $b=150\mu\text{m}$ 、つまりCT靱性試験片の引張り応力と界面はく離進展量との関係である。この場合、界面はく離の進展にともない引張り応力が増加しており、フリクショナルはく離が進展することが予想される。ビデオマイクロスコープから観察されたアルゴンガス中作製材のCT破壊靱性試験における界面はく離長さは最大で 3.3mm であった。したがって強化繊維の引張り応力は図4.10から高々 2GPa 程度であったと予想される。

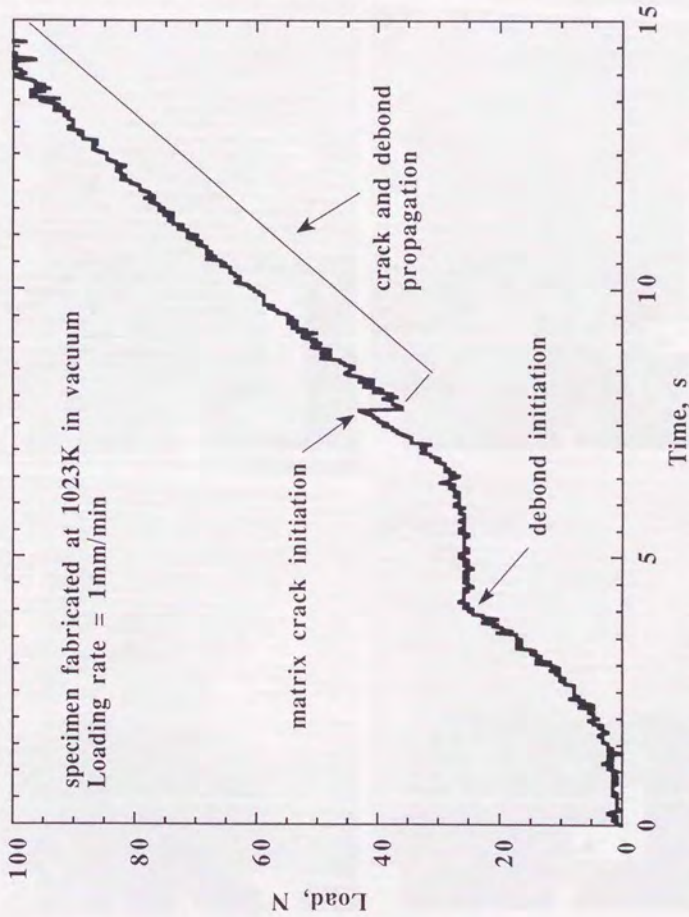


図4.8 真空中作製材のCT破壊靱性試験における荷重-時間曲線。曲線に記した破壊挙動はビデオマイクロスコープにより試験片側面を観察したものである。アルゴンガス中作製材のCT破壊靱性試験においても同様の荷重-時間曲線、破壊挙動が得られた。



図4.9 ビデオマイクロスコープによるCT破壊靱性試験の破壊挙動観察。

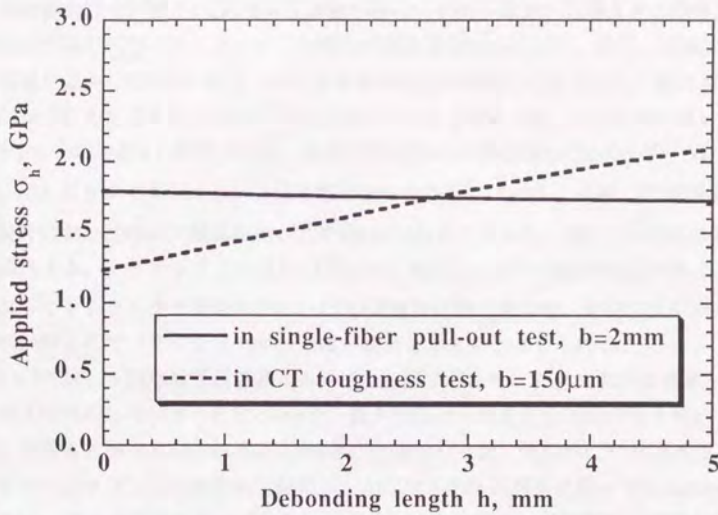


図4.10 単繊維引抜き試験とCT破壊靱性試験における繊維引張り応力-界面はく離進展長さ関係の比較。

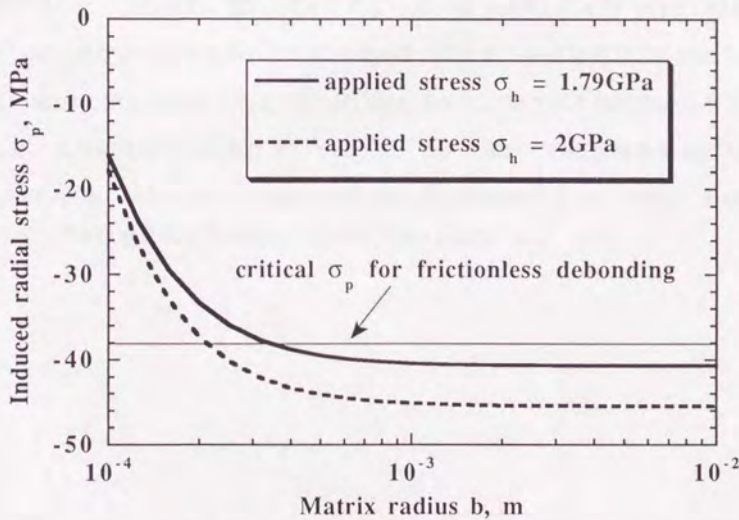


図4.11 単繊維引抜き試験とCT破壊靱性試験における繊維半径方向引張り応力-マトリックス半径関係の比較。

単繊維引抜き試験とCT破壊靱性試験の場合に引張り応力から導入される最大半径方向引張り応力-マトリックス半径との関係を図4.11に示す。図中、実線は繊維引張り応力1.79GPaの場合、つまり単繊維引抜き試験の初期界面はく離に要する引張り応力により導入される半径方向引張り応力であるが、 $b=2\text{mm}$ においては $\sigma_p=-40.6\text{MPa}$ と計算される。残留圧縮応力 $\sigma_c=38.3\text{MPa}$ であるから、 $\sigma_c+\sigma_p<0$ となりフリクションレスはく離の条件を満足している。一方、CT破壊靱性試験片においては最大繊維応力が2GPa程度であることから、図4.11の点線の場合に相当する。マトリックス半径 $b=150\mu\text{m}$ における σ_p は-33MPa程度である。したがってマトリックス半径が小さいCT破壊靱性試験の場合は、半径方向引張り応力が抑制されてフリクショナルはく離が進展したものと考えられる。

4.1.2に記した破壊靱性評価式の有効性を検証するため、実験における荷重-き裂長さ関係から評価されたR-curveと、最大界面はく離長さと界面特性を用いて破壊靱性評価式から評価されるR-curveとの比較を行った。実験的にはき裂長さをビデオマイクロスコープ観察から測定し、ASTM E-399-72規格に従ってR-curveを求めた[8]。また破壊靱性評価式からはビデオマイクロスコープ観察から測定された最大界面はく離長さと単繊維引抜き試験から得られた界面特性とを用いてR-curveを評価した。このとき、図3.11に示したように引張り速度 $1.67\times 10^{-5}\text{m/s}$ と $1.67\times 10^{-6}\text{m/s}$ における界面せん断強度には大差がないことから供試材の界面特性として、表3.1に記した引張り速度 $1.67\times 10^{-6}\text{m/s}$ において評価された値を用いることにした。また破壊靱性の計算においてはマトリックス単体での破壊靱性値 K_{IC}^m は $1.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、マトリックス半径 $b=150\mu\text{m}$ 、繊維体積含有率 $V_f=0.0168$ 、複合材のヤング率は混合則より導出し、 $E_c=65.7\text{GPa}$ と設定した。

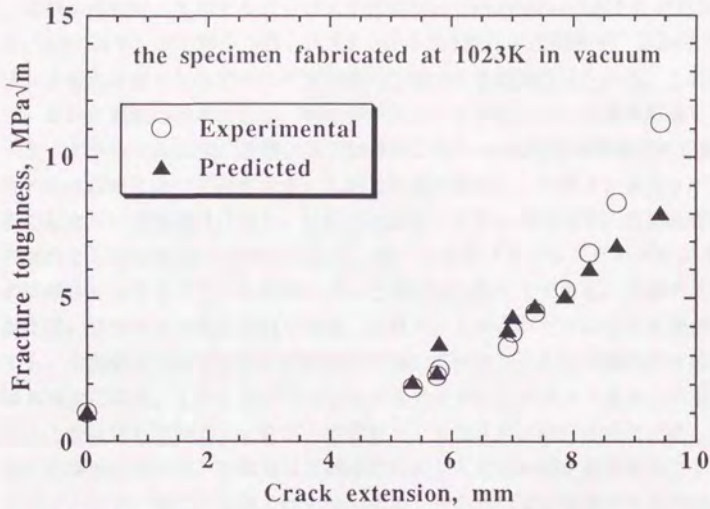


図4.12(a) 真空中作製材のR-curveの実験値と計算値との比較。

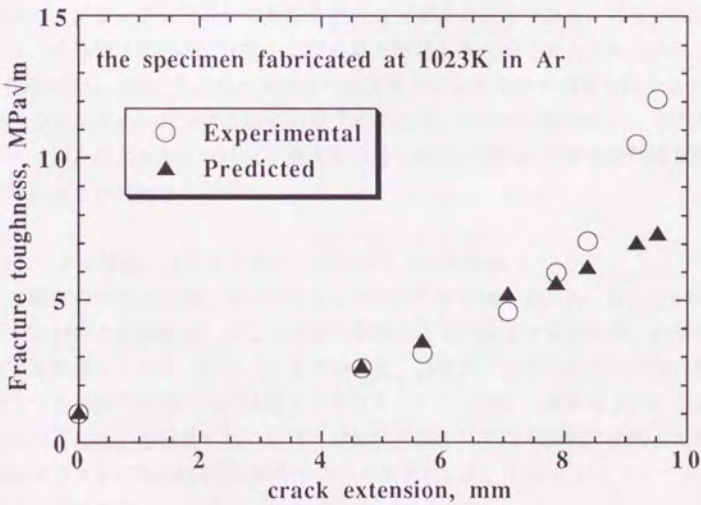


図4.12(b) アルゴンガス中作製材のR-curveの実験値と計算値との比較。

真空中作製材、及びアルゴンガス中作製材の2つのR-curveをそれぞれ図4.12 (a), (b)に示す。本実験から得られたR-curveには飽和値が現れず、試験片のリガメント長さが短くなるにつれて放物線的に増加する傾向が見られる。これはブリッジング領域の拡大により、スモールスケールブリッジング条件が満足されなくなったからである[9]。実験、及び計算によるR-curveはき裂進展量の比較的小さい時は非常に良い一致を示す。しかしき裂が進展し、リガメント長さが短くなるにしたがい実験値は急増し、計算値に比較して高い値を示す。この両者の相違の理由としては次の3つが考えられる。第一には本ブリッジングモデルが半無限大の繊維強化セラミックスを解析モデルに用いていることである。実験ではき裂進展に伴いリガメント長さが短くなる。リガメント長さがゼロになった場合においても、き裂面ではブリッジング機構が作用していることから実験的には破壊靱性は無限大になる。しかし本ブリッジングモデルではリガメント長さは無限大であることを仮定している。したがってリガメント長さが試験片寸法に比較して短くなった場合において、計算値は実験値に比較して低めの値を見積もることになると考えられる。第二に実験では引張り応力-き裂開口変位関係がき裂進展にともない試験片の変形の影響を受けるが、本ブリッジングモデルでは試験片の変形による影響は考慮していない。第三にはき裂進展にともない強化繊維が曲げ変形を受けて、ブリッジング以外の高靱化機構が発現することである。以上の3点の原因から、計算値は実験値に比較して低い値を評価したものと考えられる[10]。

図4.12 (a), (b)よりスモールスケールブリッジング条件が満足されるような場合、つまりブリッジング領域が試料寸法に比較して小さい場合には、本ブリッジングモデルにより界面特性及び最大界面はく離長さを用いて破壊靱性を定量的に評価出来ると考えられる。

4.3.3. 界面特性、及び材料特性と破壊靱性との関係[6]

高靱化のための最適な界面特性及び材料特性を評価するため、R-curveの飽和レベルにおける破壊靱性、つまり定常状態破壊靱性に及ぼす界面特性、材料特性の影響を数値シミュレーションにより調べた。数値シミュレーションでは片側き裂を有する半無限大の一方向繊維強化セラミックスを考え、繊維軸方向に引張り負荷を加えることを想定した。材料及び形状定数としては本研究で使用したSiC繊維強化ガラスのCT破壊靱性試験片と同一の値を用いた。これらシミュレーションに用いた定数を表4.2に示す。

表4.2 数値シミュレーションに用いた材料定数

fiber radius, $a(\mu\text{m})$	75
matrix radius, $b(\mu\text{m})$	150
volume fraction of the fiber, V_f	0.0136
Young's modulus of the fiber, $E_f(\text{GPa})$	400
Young's modulus of the matrix, $E_m(\text{GPa})$	60
Poisson's ratio of the fiber, ν_f	0.2
Poisson's ratio of the matrix, ν_m	0.2
Intrinsic matrix fracture toughness, $K_{IC}^m(\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$	1.0

界面特性、及び繊維強度が及ぼす影響

界面残留圧縮応力 $\sigma_c = 50 \text{ MPa}$ 、摩擦係数 $\mu = 0.3$ において、繊維強度 σ_{us} をパラメータに取り、界面せん断強度 τ_s が定常状態破壊靱性における破壊靱性増分 dK に及ぼす影響を計算した結果を図4.13に示す。各曲線における白丸は各繊維強度における最大破壊靱性増分点を表わしている。この図より高強度の繊維を用いることにより、高靱化は達成されとも言える。また破壊靱性が最大になるせん断強度も高くなる。界面せん断強度が破壊靱性に及ぼす影響であるが、非常に高いせん断強度の場合、大きな破壊靱性増分は期待出来ないと考えられる。しかし、せん断強度が低い場合、最大破壊靱性点と比較してもそれほど大きな差がなく、低いせん断強度は靱性に悪影響を及ぼさないとと言える。

繊維強度 $\sigma_{us} = 2 \text{ GPa}$ 、せん断強度 $\tau_s = 0 \text{ MPa}$ (界面結合が存在しない) として界面摩擦係数 μ をパラメータとした場合の定常状態破壊靱性における破壊靱性増分 dK と界面残留圧縮応力 σ_c との関係を図4.14に示す。この図から摩擦係数を抑制することにより高靱化が達成されとも言える。一方、残留圧縮応力に関しては、ある値において破壊靱性が最大になる。この残留圧縮応力に関する最適値は、繊維強度に等しい応力により導入される半径方向引張り応力と平衡関係にある。つまりこの臨界値よりも低残留圧縮応力側では界面圧縮応力は弱いので、繊維応力が高くなるとボアソン収縮により引張り型の界面はく離挙動であるフリクションレスはく離が生じ、定常状態破壊靱性に達する。一方、高残留圧縮応力側では強い界面圧縮力が存在することから、界面はく離は応力伝達の伴ったフリクショナルはく離が生じ、繊維破断発生により定常状態破壊靱性に達する。

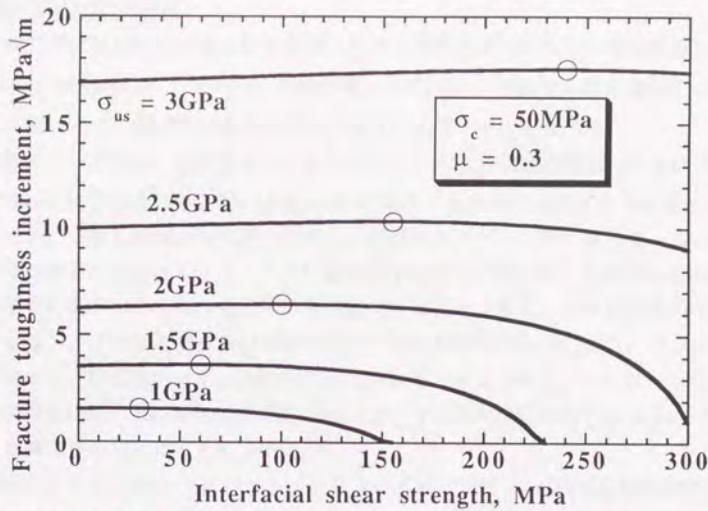


図4.13 界面せん断強度が破壊靱性増分に及ぼす影響。図中、白丸は各繊維強度における最大破壊靱性増分点を表わす。

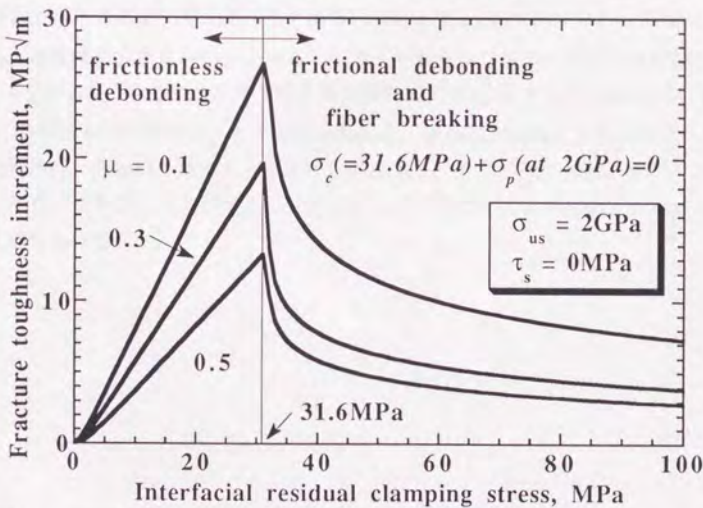


図4.14 界面残留圧縮応力が破壊靱性増分に及ぼす影響。破壊靱性を最大にする残留圧縮応力は繊維強度に等しい繊維応力で界面はく離挙動が遷移する臨界点に対応している。

材料特性が及ぼす影響

本研究では材料特性が破壊靱性増分に及ぼす影響を調べるために繊維強度 σ_{us} = 2GPa、残留応力 σ_e = 50MPa、摩擦係数 μ = 0.3とし、界面せん断強度を0~300MPaに変化させて各材料定数が破壊靱性増分に及ぼす変化を調べた。

繊維のヤング率 E_f 、及びマトリックスのヤング率 E_m が破壊靱性増分に及ぼす影響を調べた結果をそれぞれ図4.15 (a)、(b)に示す。各曲線における白丸は各ヤング率における最大破壊靱性増分点である。繊維のヤング率が低くなる程、高い靱性増分が得られることになる。これは繊維のヤング率が高い時、き裂閉口応力による繊維の歪が小さくなりき裂開口量が減少するためである。しかし繊維のヤング率を低下させることは複合材の剛性を低下させる問題がある。また、マトリックスのヤング率が高い方が、高靱化が達成されと考えられる。これはマトリックスの歪を抑制することにより繊維-マトリックス相対変位が大きくなる、つまりき裂開口量が増加するためである。

繊維のポアソン比 ν_f 、及びマトリックスのポアソン比 ν_m が破壊靱性増分に及ぼす影響を調べた結果をそれぞれ図4.16 (a)、(b)に示す。各曲線における白丸は各ポアソン比における最大破壊靱性増分点である。繊維のポアソン比が大きい場合は引張り応力により導入される半径方向収縮応力 σ_p が大きくなり、界面応力伝達による繊維応力損失が小さくなる。一方、マトリックスのポアソン比に関しては、 ν_m が小さくなるにつれて半径方向引張り応力 σ_p は大きくなる(式(3-24)参照)。この半径方向収縮応力が大きくなった場合、界面応力伝達による繊維応力損失が抑制され、界面はく離を長くすることが出来る。したがって繊維のポアソン比は大きく、マトリックスのポアソン比は小さくすることにより高靱化が達成されることが考えられる。

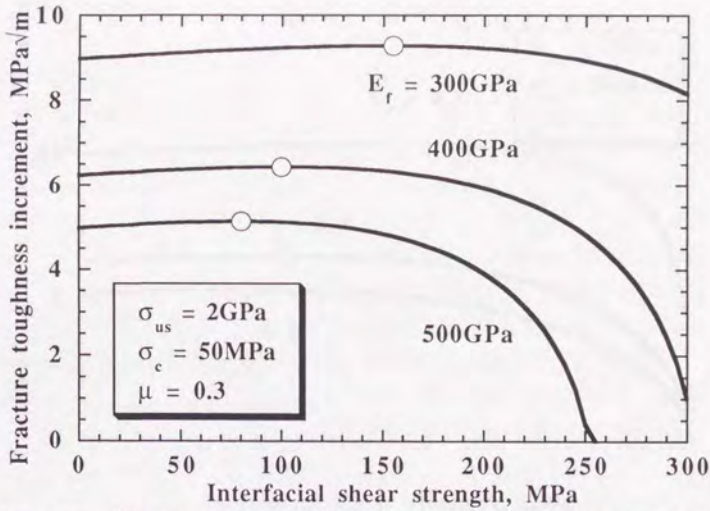


図4.15(a) 繊維のヤング率が破壊靱性増分に及ぼす影響。図中、白丸は各ヤング率における最大靱性増分点を表わす。

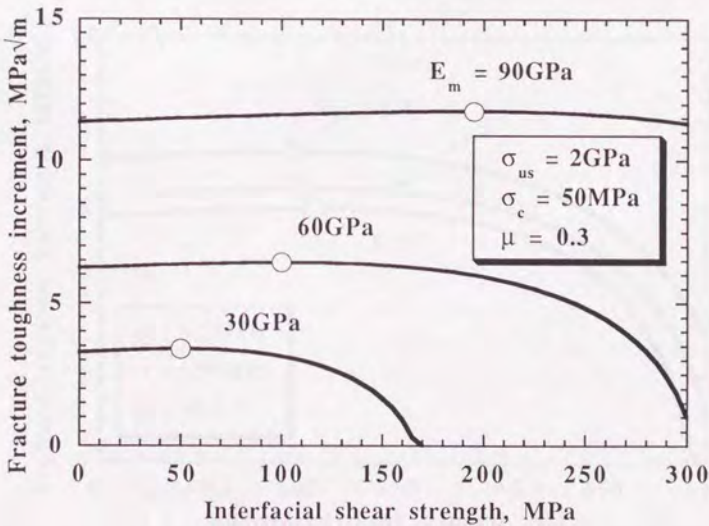


図4.15(b) マトリックスのヤング率が破壊靱性増分に及ぼす影響。図中、白丸は各ヤング率における最大靱性増分点を表わす。

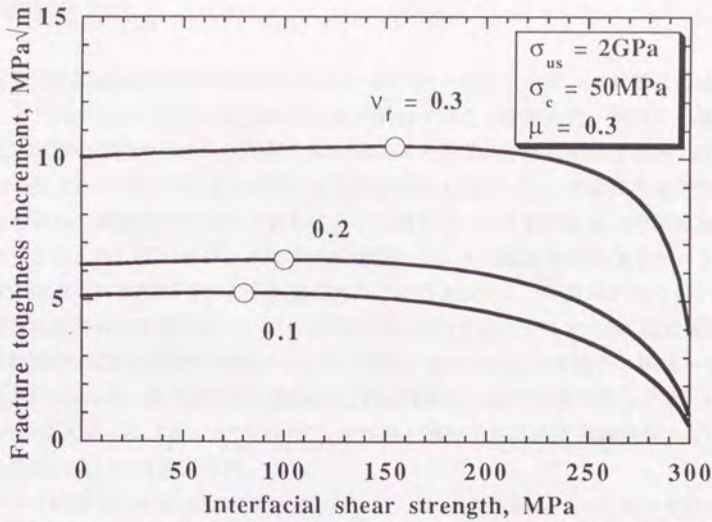


図4.16(a) 繊維のポアソン比が破壊靱性増分に及ぼす影響。図中、白丸は各ポアソン比における最大靱性増分点を表わす。

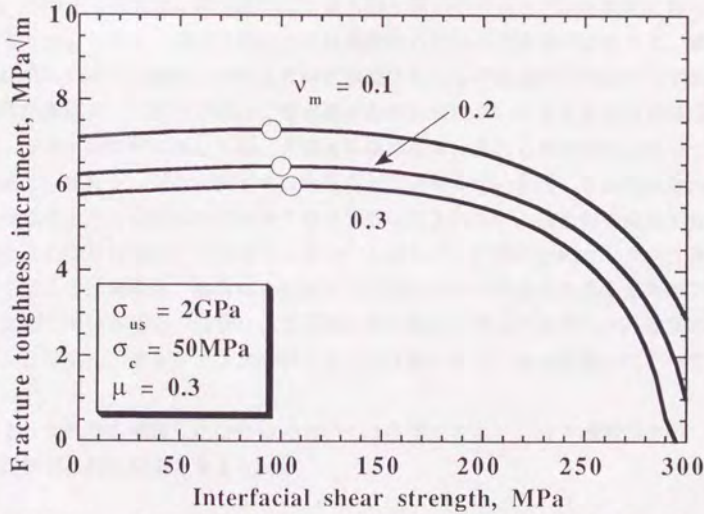


図4.16(b) マトリックスのポアソン比が破壊靱性増分に及ぼす影響。図中、白丸は各ポアソン比における最大靱性増分点を表わす。

4.4. 結言

本研究では繊維強化セラミックスのsmallスケールブリッジング状態におけるブリッジングによる破壊靱性増分評価式を導出することを試みた。始めに単繊維引抜き試験の引張り応力-き裂開口変位量関係を測定し、繊維引抜きの応力解析から予想される引張り応力-き裂開口変位量関係と比較した。両者は非常に良い一致を示し、繊維引抜きの応力解析により引張り応力-き裂開口変位関係は評価出来ると考えた。ブリッジングモデルの構築においては繊維強化セラミックスは複数の繊維引抜き解析モデルから構成されていると仮定し、連続体の取り扱いから破壊靱性評価式を導出した。この評価式の有効性を検証するためSiC繊維強化ガラス複合材のCT破壊靱性試験を行った。実験における荷重-き裂長さ関係から得られたR-curveと、最大界面はく離長さや界面特性を用いて評価式から計算されるR-curveはsmallスケールブリッジング状態が満足されるき裂進展量が小さいときに非常に良い一致を示した。

この新たに構築した破壊靱性評価式を用いてR-curveの飽和レベルにおける破壊靱性を最大にするための界面特性、及び材料特性を評価し、界面はく離挙動と破壊靱性との関係について考察した。高靱化のための最適な界面特性は以下の通りである。界面せん断強度、摩擦係数は出来る限り低く抑えることが高靱化に取っては望ましい。しかし、残留圧縮応力には高靱化のための最適値が存在する。繊維強度に等しい応力が繊維に作用した時に繊維に生じる半径方向収縮応力と平衡する残留圧縮応力、つまり界面はく離挙動の臨界状態において最も高靱化が達成される。また材料特性に関しては、高強度な繊維を用いることが高靱化に取って重要である。またヤング率に関しては繊維のヤング率が低い場合、き裂開口量が大きくなることから破壊靱性が増加することが期待されるが、複合材の剛性が低下することになり材料設計上好ましくない。しかしヤング率の高いマトリックスを使用することは高靱化、複合材の剛性向上に寄与すると考えられる。またポアソン比に関しては界面応力伝達による繊維応力の損失を低減させるため、繊維のポアソン比は高く、マトリックスのポアソン比は低くすることが高靱化にとって望ましい。

このような条件を満足した複合材においては有効にブリッジング機構が作用し、高靱性な材料になると考えられる。

第4章 参考文献

1. J.R. Rice, "Mathematical Analysis in the Mechanics of Fracture", p.191 in Fracture Vol.2, Edited by H. Liebowitz, Academic Press, New York, 1968
2. B.R. Lawn and T.R. Wilshaw, "Path-independent integrals about crack-tip zone"; p.80 in Fracture of brittle solids, Cambridge University Press, Cambridge, 1975
3. C.H. Hsueh, H. Tsuda, M. Enoki and T. Kishi, J. Eur. Ceram. Soc., in press
4. C.H. Hsueh, Mater. Sci. Engng, A123(1990)p.1
5. C.H. Hsueh, Mater. Sci. Engng, A125(1990)p.67
6. H. Tsuda, M. Enoki and T. Kishi, J. Ceram. Soc. Japan, 100(1992)p.998
7. L.N. McCartney, Proc. R. Soc. Lond., A409(1987)p.329
8. H. Tada, P. Paris and G. Irwin, "The stress analysis of cracks handbook" ; p.2.2 0., Del Research Corporation, Hellertown, Pennsylvania, 1973
9. F. Zok and C.L. Hom, Acta Metall. Mater., 38(1990)p.1895
10. J.K. Kim and Y.W. Mai, Compo. Sci. Tech., 41(1991)p.333

第4章付録 破壊靱性評価式導出の詳細

付録4.1.ブリッジング領域におけるき裂開口変位量 δ の導出

図4.2に示すような長さ h の繊維-マトリックス界面はく離が生じ、はく離領域において界面せん断応力伝達機構が存在する部材を考える。クラック面における繊維応力は σ_h 、界面はく離先端の繊維に作用する引張り応力は界面結合強度 σ_d で与えられる。界面はく離領域における応力伝達作用によりクラック面からの距離 z におけるマトリックス応力 $\sigma_m(z, h)$ は式(A4-1)で与えられる。

$$\sigma_m(z, h)A_m + 2\pi a \int_z^h \tau_i(z, h)dz = 0 \quad (A4-1)$$

ここで A_m はマトリックスの断面積である。

式(A4-1)より、界面はく離領域 $z=h$ におけるマトリックス歪 ϵ_m は式(A4-2)で与えられる。

$$\epsilon_m(z, h) = \frac{\sigma_m(z, h)}{E_m} = -\frac{2V_f}{aV_mE_m} \int_z^h \tau_i(z, h)dz \quad (A4-2)$$

マトリックスが受ける弾性変形量 $v(h)$ は式(A4-2)を界面はく離領域において長さで積分することにより、式(A4-3)で与えられる。

$$v(h) = \int_0^h \epsilon_m(z, h)dz = -\frac{2V_f}{aE_mV_m} \int_0^h dz \int_z^h \tau_i(z, h)dz \quad (A4-3)$$

一方、繊維に関しては界面結合先端($z=0$)で σ_d 、クラック面上で σ_h の繊維応力を受けることから、繊維に関する力の平衡方程式は式(A4-4)で与えられる。

$$\sigma_h(h)A_f + 2\pi a \int_0^h \tau_i(z, h)dz = \sigma_d A_f \quad (A4-4)$$

ここで A_f は繊維断面積($=\pi a^2$)を表わす。

式(A4-4)からクラック面からの距離 z における繊維応力 $\sigma_h(z, h)$ は容易に導出することが出来、式(A4-5)で与えられる。

$$\sigma_f(z, h) = \sigma_d - \frac{2}{a} \int_0^z \tau_i(z, h)dz \quad (A4-5)$$

式(A4-5)より繊維歪 $\varepsilon_f(z, h)$ は式(A4-6)で与えられる。

$$\varepsilon_f(z, h) = \frac{\sigma_f(z, h)}{E_f} = \frac{\sigma_d}{E_f} - \frac{2}{aE_f} \int_0^z \tau_i(z, h) dz \quad (\text{A4-6})$$

繊維歪 $\varepsilon_f(z, h)$ を界面はく離領域において長さで積分することにより、界面はく離領域内で繊維が受ける弾性変形量 $u(h)$ は式(A4-7)で与えられる。

$$u(h) = \int_0^h \varepsilon_f(z, h) dz = \int_0^h \frac{\sigma_d}{E_f} dz - \frac{2}{aE_f} \int_0^h dz \int_0^z \tau_i(z, h) dz \quad (4-7)$$

式(A4-7)の第一項は、式(A4-4)を用いて式(A4-8)で表わすことが出来る。

$$\int_0^h \frac{\sigma_d}{E_f} dz = \frac{1}{E_f} \int_0^h \left[\sigma_h(h) + \frac{2}{a} \int_0^h \tau_i(z, h) dz \right] dz \quad (\text{A4-8})$$

式(A4-8)を式(A4-7)に代入することにより式(A4-9)を得る。

$$\begin{aligned} u(h) &= \frac{\sigma_h(h)h}{E_f} + \frac{2}{aE_f} \int_0^h dz \int_z^h \tau_i(z, h) dz - \frac{2}{aE_f} \int_0^h dz \int_0^z \tau_i(z, h) dz \\ &= \frac{\sigma_h(h)h}{E_f} + \frac{2}{aE_f} \int_0^h dz \int_z^h \tau_i(z, h) dz \end{aligned} \quad (\text{A4-9})$$

以上から界面はく離長さが h のときのき裂開口変位量 $\delta(h)$ は式(A4-3)、(A4-9)から式(4-14)で与えられる。

$$\delta(h) = 2[u(h) - v(h)] = \frac{2}{E_f} \left[\sigma_h(h)h + \frac{2E_c}{aE_m V_m} \int_0^h dz \int_z^h \tau_i(z, h) dz \right] \quad (4-14)$$

ここで E_c は複合材料の繊維軸方向ヤング率で式(A4-10)で与えられる。

$$E_c = E_m V_m + E_f V_f \quad (\text{A4-10})$$

付録4.2. ブリッジングが作用するクラック面に沿ったJ積分の導出

ブリッジングが作用するクラック面に沿ったJ積分は、積分変数をき裂開口変位 δ から界面はく離長さ h に変換することにより式(A4-11)で与えられる。

$$J_b = \int_0^{\delta^*} P(\delta) d\delta = 2 \int_0^{h^*} P(h) \frac{d(u-v)}{dh} dh = 2V_f \int_0^{h^*} \sigma_h(h) \frac{d(u-v)}{dh} dh \quad (A4-11)$$

ここで h^* はブリッジング領域における最大き裂開口変位量 δ^* における界面はく離長さを表わす。式(A4-11)の微分項 $d(u-v)/dh$ は式(4-14)を用いて式(A4-12)で表わすことが出来る。

$$\begin{aligned} \frac{d(u-v)}{dh} &= \frac{d}{dh} \left[\frac{\delta(h)}{2} \right] = \frac{d}{dh} \left[\frac{1}{E_f} \left\{ \sigma_h(h)h + \frac{2E_c}{aE_m V_m} \int_0^h dz \int_z^h \tau_i(z, h) dz \right\} \right] \\ &= \frac{\sigma_h(h)}{E_f} + \frac{h}{E_f} \frac{d\sigma_h(h)}{dh} + \frac{d}{dh} \left\{ \frac{2E_c}{aE_f E_m V_m} \int_0^h dz \int_z^h \tau_i(z, h) dz \right\} \\ &= \frac{\sigma_h(h)}{E_f} + \frac{h}{E_f} \frac{d\sigma_h(h)}{dh} + \frac{2E_c}{aE_f E_m V_m} \\ &\quad \times \frac{d}{dh} \left\{ \int_0^h dz \int_z^h \tau_i(z, h) dz - \int_0^h dz \int_0^z \tau_i(z, h) dz \right\} \end{aligned} \quad (A4-12)$$

式(A4-4)、(A4-5)を式(A4-12)の第三項に代入して式(A4-13)を得る。

$$\frac{d(u-v)}{dh} = \frac{E_c}{E_f E_m V_m} \frac{d}{dh} \left\{ \int_0^h \sigma_f(z, h) dz \right\} - \frac{V_f}{E_m V_m} \left\{ \sigma_h(h) + h \frac{d\sigma_h(h)}{dh} \right\} \quad (A4-13)$$

式(A4-11)と式(A4-13)を組み合わせることにより式(4-15)を得る。

$$\begin{aligned} J_b &= \frac{V_f}{E_m V_m} \left[\frac{2E_c}{E_f} \left\{ \sigma_h(h^*) \int_0^{h^*} \sigma_f(z, h^*) dz - \int_0^{h^*} dh \left(\frac{d\sigma_h(h)}{dh} \int_0^h \sigma_f(z, h) dz \right) \right\} \right. \\ &\quad \left. - V_f \left\{ \sigma_h^2(h^*) h^* + \int_0^{h^*} \sigma_h^2(h) dh \right\} \right] \end{aligned} \quad (4-15)$$

第5章 総括

本研究は繊維強化セラミックスの繊維強度分布、界面特性が破壊過程、及び破壊靱性に及ぼす影響を明らかにし、高性能繊維強化セラミックスの開発指針を与えることを目的とした。

初めに繊維強度分布を最弱リンク説で取扱ひ、引張り負荷におけるNicalon SiC繊維強化PYREXの破壊過程の解析を試みた。カーボンのような破壊エネルギーの小さな層が繊維-マトリックス界面に存在する複合材の場合、界面はく離が容易に進展し、引張り試験後の破面から多くの繊維引抜けが観察された。これまでに提案された繊維強度分布を考慮した破壊モデルに基づいて供試材の破壊過程を解析した。一つはブルアウト、多重繊維破断を無視したCao-Thoulessモデル、もう一つはブルアウト、多重繊維破断を考慮したCurtinモデルである。その結果、Cao-Thoulessモデルは引張り強度の下限値を、Curtinモデルは上限値を与えると考えられる。またCurtinモデルに基づいてブリッジング、及びブルアウトの複合材破断時における荷重負担率を計算した。繊維強度のばらつきが大きくなるにつれてブルアウトの荷重負担率は増加する傾向にある。しかしながら通常の強化繊維の強度のばらつきでは大半の荷重がブリッジング、つまり完全繊維により負担されており、ブリッジングが最も有効な高靱化機構であると考えられる。このため繊維強化セラミックスの高靱化達成のためには、ブリッジングによる高靱化のための最適な界面特性を評価することが重要であることが明らかになった。またこの研究において繊維強化セラミックスの引張り試験におけるアコースティック・エミッション(AE)を計測した。その結果、AE法は連続モニタリングが可能な精度の高いマトリックスクラック発生の検出手法であることが分かった。またAE振幅によりマトリックスクラック、または繊維破断によるAEの識別が可能であることが明らかになり、AE法は繊維強化セラミックスの破壊過程の優れた評価手法であると言える。

次に繊維強化セラミックスの界面特性の定量評価に関する研究を行った。従来まで界面せん断強度、外部引張り応力により導入されるポアソン効果は無視した界面すべり抵抗を唯一のパラメータとする界面特性評価が行われてきた。本研究では界面特性と破壊靱性との関係を詳細に解析するため、界面特性を界面せん断強度、残留圧縮応力、及び摩擦係数の3つのパラメータに分類することを考えた。そこで界面せん断強度、外部引張り応力により導入されるポアソン効果を考慮したHsuehによる繊維引抜けの応力解析に基づいた単繊維引抜き法という界面特性

評価法を提案した。この評価法により界面特性を上記した3つのパラメータに分類して定量評価することが出来た。また界面はく離挙動をはく離領域におけるせん断応力伝達機構の存在の有無により2種類に分類し、その臨界条件を導出した。一つはせん断型破壊モードによる安定なはく離進展が生じるフリクショナルはく離、もう一つは引張り型破壊モードによる不安定なはく離進展が生じるフリクシヨinlessはく離である。

最後に界面特性が繊維強化セラミックスの最も重要な高靱化機構であるブリッジングによる高靱化に及ぼす影響を調べた。本研究においては繊維引抜けの応力解析に基づいて連続体的取扱いから、新たな破壊靱性評価式を構築した。この破壊靱性評価式を用いて数値シミュレーションにより界面特性が破壊靱性に及ぼす影響を考察した。その結果、界面せん断強度、摩擦係数を抑制することにより高靱化が達成される。一方、残留圧縮応力に関しては高靱化のための最適値が存在する。繊維強度に等しい引張り応力が繊維に作用した時、界面はく離挙動がフリクショナルーフリクシヨinlessはく離の臨界状態になる値である。また材料特性が破壊靱性に及ぼす影響を調べた結果、高剛性、低ポアソン比のマトリックス、高強度、高ポアソン比の繊維を用いることが高靱化には有利であることが分かった。このような考えに基づいた材料設計を行うことにより、高靱性繊維強化セラミックスの開発が可能であると考えられる。

以上のように本研究では、第一に繊維強度分布を考慮して繊維強化セラミックスの破壊過程を解析し、ブリッジング機構が最も主要な高靱化機構であることを明らかにした。第二にせん断強度、残留圧縮応力、摩擦係数の3つのパラメータからなる界面特性評価法を確立し、界面はく離挙動が安定、または不安定なはく離進展の2種類に分類されることを明らかにした。最後に界面特性が破壊靱性に及ぼす影響を明らかにし、高靱性繊維強化セラミックスの開発指針を与えた。

謝辞

元号が平成に移った春、私は大学院に進学しました。五年という歳月の中、社会は勿論のこと私も移ろいで行きました。しかし今でも進学当時の事、初めての学会の事等、五年間の多くの出来事を昨日の事のように覚えています。最後にお礼の言葉を申し上げます。

本論文は大学院において岸 輝雄教授の御指導の下での研究をまとめたものがあります。岸先生の研究に対する慧眼は常に私の見本とするところであり、直接の御指導を賜りましたことに心から感謝致します。多くの感化を受けるであろうこの20代半ばにおいて岸先生の薫陶に浴することの出来た私は幸せ者であります。

榎 学助教授、武田 展雄助教授、香川 豊助教授に置かれましては本研究に関し、多くの御指導、並びに御助言を頂いたことを心から感謝致します。志波光晴助手、三浦 康弘技官から実験技法に関して御指導を頂きましたことを心から感謝致します。本研究の共同研究者であった卒論研究生、森 美生君、石井直君、篠塚 史典君、高梨 睦君から惜しめない御協力を頂いたことに心から感謝致します。米国Oak Ridge国立研究所Chun-Hway Hsueh博士に置かれましては本研究における理論の修正、並びに実験の提案を頂きました。私が研究に興味を抱く契機になったのはHsueh博士が発表された繊維引抜き応力解析に関する論文でありました。心から感謝致します。

多くの御協力、御助言、並びに激励の言葉を岸研究室の皆様から頂きました。また本研究を進めるにあたり書面には書き表わせない程、多くの方々から御協力を頂きました。これらの皆様に心から感謝の言葉を申し述べます。

最後に五年に渡る私のささやかな大学院生活を暖かく見守ってくれた故郷の両親に感謝致します。

