

博士論文（要約）

論文題目 不連続炭素繊維分散SiCマトリックス  
複合材料の力学特性

氏 名 井上 遼

不連続炭素繊維分散 SiC マトリックス複合材料は全てが脆性的な破壊挙動を示す材料で構成されているにもかかわらず、実用的な工業材料としての使用に耐えられる破損許容性を持っている。しかし、破損許容性がどのような機構により発現しているのかは明らかになっていない。本論文は、DCF/SiC 複合材料の持つ大きな破損抵抗の発現機構を調べることを目的としたものである。そのために、材料の不均一組織とクラックの相互作用、DCF/SiC 複合材料のモード I 及びモード I とモード II の混合モード下での破壊靱性の評価及び破壊条件を調べた。これらの結果より、得られた知見をもとに、DCF/SiC 複合材料の持つ大きな破損抵抗の発現機構について検討を行った。

第 1 章では研究対象として用いた不連続炭素分散 SiC マトリックス複合材料(以後、DCF/SiC 複合材料と記述する)の現状について述べた。DCF/SiC 複合材料は、通常、熔融 Si と炭素の反応を利用する熔融 Si 含浸法で作製され、複雑形状の大型部材をニアネットシェイプ成形することが可能であるために工業材料として期待されている。特に、DCF/SiC 複合材料の密度は $\sim 2.4 \text{ g/cm}^3$ であり、最も一般的な耐摩耗材料である鋳鉄のおよそ 1/3 である。このような理由から、DCF/SiC 複合材料は自動車用ブレーキディスクにすでに応用されているとともに、近い将来の軽量高性能耐摩耗材料への応用が期待されている。熔融 Si 含浸法で製造された DCF/SiC 複合材料は束状の不連続炭素繊維、SiC 相、残留 Si 相で構成されている。また、マトリックスである SiC 相及び Si 相中には、ポアが残存するとともに、マイクロクラックが発生しており、複数の相が混在した組織中に、束状の繊維と同程度の寸法をもった応力集中源が存在する微細構造を持つことが複合材料組織としての特徴である。

DCF/SiC 複合材料の製造プロセス、力学特性、熱的特性に関する従来研究について調べた結果、力学特性に関する研究が系統的に行われておらず、特に、実用材料として用いられているにもかかわらず、応力集中下での特性に関する報告が行われていないことが明らかになった。DCF/SiC 複合材料は本質的に脆性的破壊挙動を示す材料であり、実用化に際して部材の信頼性を保証するためには、負荷によって生じる応力集中と微細組織の関係、応力集中下での破壊過程と破壊の条件を詳細に知ることが重要であると考えられた。

以上のように、第 1 章では DCF/SiC 複合材料の応用例と歴史、既存研究を整理し、破壊に及ぼす応力集中の影響が考慮されていないという問題点を示し、本研究の目的を明確にした。

第 2 章では不連続炭素繊維分散 SiC マトリックス複合材料の不均一構造とクラックの相互作用について調べた。まず、熔融 Si 含浸法で製造された DCF/SiC 複合材料をマクロ及びミクロに観察し、微細組織を詳細に調べた。マクロ観察及び相同定の結果、複合材料は炭素繊維束と SiC 相、残留 Si 相、炭化されたフェノール樹脂で構成されていることが明らかになった。炭化されたフェ

ノール樹脂は炭素繊維の表面及び繊維間に存在しており、本論文では炭素繊維束と炭化フェノールで構成される構造を一つの単位構造と考え、ミニコンポジット相と記述することとした。複合材料中でのミニコンポジット相の分散状態は面内ランダムであった。居所的な組織観察及び相同定の結果、炭素繊維と熔融Siの反応によってSiC相が生じており、数10nmから1 $\mu$ mの粒径をもつ3C-SiCであることが明らかとなった。

ついで、DCF/SiC複合材料中に発生しているマイクロクラックを詳細に観察した結果、マイクロクラックの多くは、ミニコンポジット相の繊維軸に対して垂直方向のSiC相に生じるという特徴を持つことがわかった。ラマン分光法によってSiC相及びSi相の残留応力測定を行った。炭素繊維の軸方向と隣り合うSiC相のラマンピークの波数は低波数側へシフトし、炭素繊維の径方向と隣り合うSiC相は高波数側へシフトする傾向にあることが明らかとなった。この結果から、炭素繊維軸と隣り合うSiC相には引張、炭素繊維の径方向と隣り合うSiC相では圧縮の残留応力が生じていることが示唆された。この結果は、各々の相の熱膨張係数差から予想される残留応力の傾向と一致していた。残留Siのラマンスペクトルは、応力の生じていないSiの強度ピーク520.3  $\text{cm}^{-1}$ に比べ、高波数側にシフトしており、Si相には圧縮の残留応力が生じていることが示唆された。

さらに、インデンテーション法によってミニコンポジット相によって囲まれたSiC相、Si相中にミニコンポジットの寸法と同程度の短いクラックを発生させ、ミニコンポジット相と短いクラックの相互作用について検討した。この際、複合材料の不均一構造を考慮にいれ、特別に設計した圧子を用いた。作製した圧子は通常よりも多くのクラックを発生させることができるものである。生じたクラックのうち、ミニコンポジット相の繊維軸方向に向かって進展したクラックは伝播が停止した。繊維軸に対して斜めに進展したクラックは繊維軸方向に進展の方向が変化した後、伝播が停止していた。一方、繊維の径方向に向かって進展したクラックはミニコンポジット相中を貫通しており、クラックの長さはクラックの進展方向とその方向のミニコンポジット相の分散状態によって決まると考えられた。この結果は、DCF/SiC複合材料中には発生したクラックを短い距離で止める働きが存在していることを明らかにした。

第3章では、DCF/SiC複合材料の組織のモードI負荷破壊靱性試験を行い、DCF/SiC複合材料のモードI破壊靱性を評価し、第2章で検討したクラックに対して十分に長いクラックによる応力集中源下における破壊条件を明らかにすることを目的とした。

圧縮負荷下におけるモードI破壊靱性試験を行い、得られた圧縮荷重とクロスヘッド変位曲線は、荷重は変位に対して線形に増加した後、非線形挙動を示した。最大荷重でクラックが不安定に進み破壊に至った。ノッチ先端の損傷挙動を詳細に観察した結果、ノッチからのクラックの不安定進展に先立ち、ノッチ前方の $\sim 2.3$  mmの領域でクラックがミニコンポジット相間のSiC相に

生じた。マイクロクラックを詳細に観察した結果、クラックの進展挙動はクラックの進展方向とミニコンポジットの繊維軸のなす角度に依存することを明らかにした。

クラックが不安定に進展し、試験片が破壊に至った荷重と初期のノッチ長さを用いて得られた応力拡大係数から平面ひずみ破壊靱性 $K_{Ic}$ を求めた結果、 $K_{Ic}$ は $3.5\sim 4.1$  ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ )であり、単体のセラミックスと同程度の値を示すことを明らかにした。破壊がノッチ先端のある領域 $\chi_D$ における平均引張応力が引張強度 $\sigma_F$ に達したに生じると仮定し、ノッチ先端からの距離 $\chi_D$ が複合材料の引張強度に達した場合にクラックが不安定に進展すると考えた。複合材料の引張強度( $\sigma_F=45\text{MPa}$ )とノッチ先端に生じる損傷領域の大きさ( $\chi_D=2.0\text{mm}$ )を用いて破壊靱性を予測した結果、 $K_{Ic}\sim 3.5$  ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ )であり、複合材料の $K_{Ic}\sim 3.8$  ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ )とよく一致した。平均応力の条件に複合材料の引張強度、ノッチ先端で生じた損傷領域の大きさを用い、DCF/SiC 複合材料の破壊の条件を求めることができた。

第4章では、第3章と同様に、十分に長いクラックによる応力集中源下における破壊靱性に及ぼす荷重モード及びモード比の影響、モードIとモードIIの混合モード負荷時における破壊条件を求めるために、第3章と同様の試験片を用い、種々の荷重モード比で混合モード破壊靱性試験を行った。

マクロな破壊挙動はモードI下と同様であった。ノッチ先端で生じたクラックはノッチに対して角度をなしていた。クラックの角度はモードII成分が大きくなるにつれ、大きくなる傾向を示した。クラックの伝播はモードIクラックの進展方向に対して垂直方向に分散されたミニコンポジット相によって停止していた。モードII成分が大きくなるにつれ、モードII応力拡大係数は大きくなり、モードI応力拡大係数は小さくなった。最大荷重と初期のノッチ長さから求めたモードII破壊靱性は $K_{IIc}=4.7\sim 5.7$  ( $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ )であり、 $K_{IIc}/K_{Ic}=1.2\sim 1.5$ の値を示すことが明らかとなった。有効破壊靱性 $K_{eff}$ は、荷重モード比によらず $K_{eff}/K_{Ic}>1$ であり、主応力による破壊条件から求められた $K_{eff}/K_{Ic}$ は、実験値よりも常に小さな値を示している。この傾向は、エネルギー解放率、ひずみエネルギー密度による破壊条件においても同様であった。

そこで、T応力の影響を考慮した破壊条件について検討を行った。解析に必要なT応力の値には弾性体を仮定した場合に得られている解析解を用い、 $r_c$ には実験で観察された損傷領域の大きさを用いた。T応力を考慮した条件は、混合モード下で $K_{eff}/K_{Ic}>1$ 、モードII下で $K_{eff}/K_{Ic}=1.2\sim 1.5$ を示す現象をよく説明することができた。T応力を考慮した破壊条件を用いると混合モード下での破壊靱性のモード依存性を説明できた。また、 $K_{Ic}$ に対して混合モード及びモードII負荷下での破壊靱性が大きくなるという破壊を定性的に説明することができることが明らかになった。

第5章では、第2章から第4章で得られた結果を要約し、本研究で用いた DCF/SiC 複合材料の応力集中源存在下での破壊挙動の特徴を示し、DCF/SiC 複合材料が実用的に破損許容性を持つことができる機構について考察するとともに、本研究の研究結果を総括した。

以上のように、本論文は DCF/SiC 複合材料の応力集中下での破壊挙動、破壊条件を実験的に検討し、DCF/SiC 複合材料が実使用環境下でも破壊に至らず運用することが可能である要因を実験的に明らかにしたものである。