

A12 C/SiC の圧縮破壊挙動

戸端佑太 (総研大), 後藤健 (JAXA)

Yuta Tobata (Graduated University for Advanced Study), Ken Goto (Japan Aerospace Exploration Agency)

1. 背景

セラミックス基複合材料(CMC)は、耐熱超合金では用い得ない、1200°C以上の高温酸化雰囲気における耐熱構造材料として注目を集め、最新のロケットエンジンや航空機エンジンに導入され始めている。更に、セラミックスの軽量性を活かして自動車や高速鉄道のブレーキディスクにも応用が進められ、徐々に使用用途を拡大してきている。

従来のファインセラミックスよりも CMC が使用用途を拡大している理由として、損傷許容性が挙げられる。ファインセラミックスの場合は高弾性かつ高圧縮強度でありながらも、クラックが発生した瞬時にカタストロフィックな破壊をみせる、いわゆる脆性破壊挙動を示す。一方 CMC の場合では、クラックが生じた場合でも繊維に到達すると停止し、他の領域にクラックが生じる。そして、それらが結びつくことによってクラックは成長していく。この一連のプロセスこそが、CMC の損傷許容性を有する所以であり、カタストロフィックな破壊を防ぐことができるといえる。

これまでの研究では、2D 配向構造の CMC を対象として、クラックの成長が永久ひずみや弾性率などの力学特性に及ぼす影響を実験、理論両方の観点から調べられ明らかにされた^[1,2]。しかし、実際に適用される CMC は、2D 配向構造ではなく 3D 配向構造やランダム分散構造を呈している。実用上の観点ではこれらの材料に対しても、クラックの成長が力学特性に及ぼす影響を調べる必要があるだろう。

著者らは、このような観点で炭素短繊維強化 SiC 複合材料を対象として、その破壊挙動と力学特性の関係に注目している。この材料は高級自動車や高速鉄道のブレーキディスクとして用いられ、ランダム分散構造を呈しているため実用に即した評価対象といえる。これまでの研究では、引張強度や曲げ強度、弾性率、破壊靱性値の評価が精力的に行われてきた^[3,4,5]。しかし、本材料の破壊過程に関する知見は少ない。

そこで著者らは、クラックの発生と力学特性との関係を明らかにすることを目的として、圧縮負荷徐荷繰り返し試験を行い、各過程における弾性率や永久ひずみを調べるとともにクラック観察を行った^[6]。その結果、力学特性に関しては、連続繊維の場合と同様の傾向を示すことが確認された。一方クラック観察からは、面外におけるクラックの発生が顕著であることがわかった。しかし、破断に至るまでのクラックの成長過程やメカニズムに関する知見が不足していた。そこで本研究では、炭素短繊維強化 SiC 複合材料のクラックの進展機構を解明することを目的として、圧縮下にて進展するクラックの数や長さ、進展角度の計測を行った。

2. 実験方法

2.1 材料

供試材として、溶融 Si 含浸法により作製された炭素短繊維化 SiC 複合材料を用いた。作製

はクアーズテック社により行なわれた。本材料の組織に関する特徴として、ある面では、繊維束が長方形を呈してランダムに分散している様子が確認できる。一方その直交面では、楕円形状の繊維束が多数確認される。これは SiC マトリックス作製の際に高温加圧工程に起因するもので、加圧面に平行な面と直交面とで組織の特徴が大きく異なる。本研究では、プレス面に平行で、繊維束がランダムに分散している面を面内、その直交面を面外と呼ぶことにする。

試験片として、ディスク状の供試材から幅 10mm、高さ 10mm、長さ 20mm の直方体形状に切り出し、更に平面研削と鏡面研磨を行ったものを用いた。鏡面研磨は全側面に対して行い、最小砥粒サイズが $1/4\mu\text{m}$ となるまで行った。

2.2 試験条件

2.1 で作製した直方体試験片に対し、圧縮負荷除荷繰返し試験を行った。ピーク応力は 35MPa ずつ増加させていった。また負荷除荷繰返し数は 3 回とした。

2.3 クラック成長過程の観察方法

クラックを観察するためには、負荷前後において組織の観察画像を比較する必要がある。そこで負荷前と各ピーク応力徐荷後に、試験片表面全域に渡って撮像した。表面組織は光学顕微鏡(オリンパス社製)付随のカメラ(ソニー社製)により撮像した。顕微鏡倍率は 100 倍とした。また撮像対象は全側面とした。

またクラックのみかけの長さを計測した。ここでクラックは図 1(a)に示すように蛇行しており、クラック長さの定義方法が複数考えられることに注意が必要である。本研究では、クラックの空間的な大きさに注目している。そこで、図のようにクラックを外接し、最小面積となるように枠で囲いその代表長さを以って、クラックのみかけの長さとして定義した。また図 1(b)に示すように、負荷前ではそれぞれ独立していたクラックが、負荷後には結びついて一つのクラックとなっている。このような場合には、それぞれ負荷前のクラック長さは、それぞれのクラックの総和を以って定義した。更に図 1(b)には、一本のクラックが、急激に角度を変えて進展していく様子を示している。このような場合は、角度を変える前と後でクラックを別の異なるものとして定義した。

更にクラックの進展角度も計測した。進展角度は、クラックを囲った枠の長軸の重心軸と荷重方向とのなす角を計測した。圧縮方向と平行な場合を 0 deg、直交する場合を 90 deg として定義した。

2.4 繊維束配向角計測方法

繊維束の中でクラックの発生し易い領域の特徴を調べるために、配向角を計測した。配向角はナノフォーカス X 線 CT(GE 社製)を用いることで、材料の面内断面画像を取得。繊維束の重心軸と荷重方向とのなす角を以って定義した。圧縮方向と平行な場合を 0 deg、直交する場合を 90 deg として定義した。尚、測定は JMC 株式会社に委託して行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 クラック発生の著しい領域の特徴

クラック発生領域の特徴を明らかにするために、繊維束内、Si 相、SiC 相の三領域に注目して、

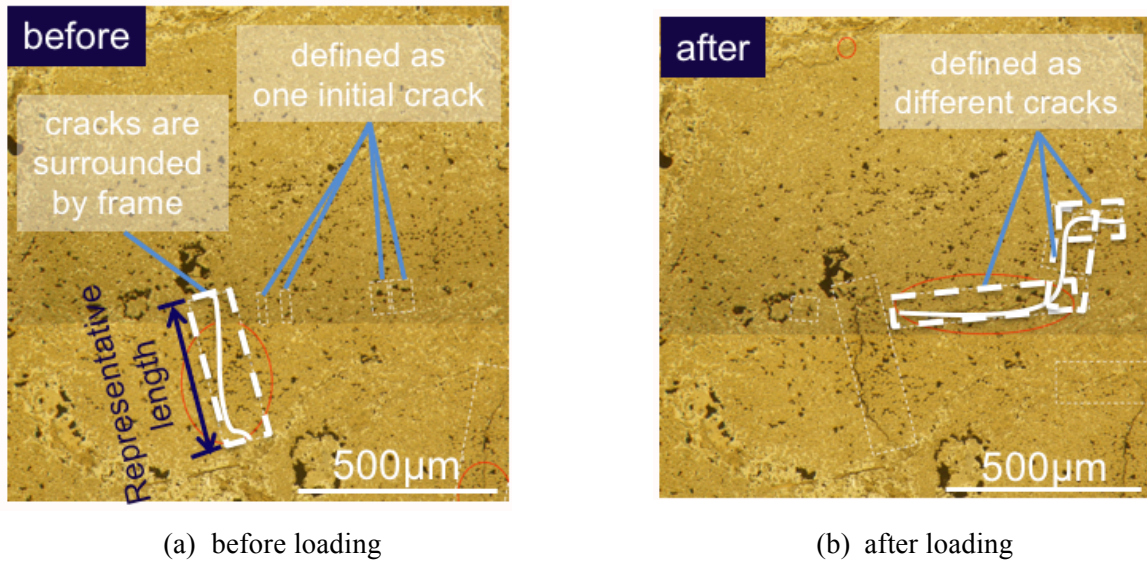


Fig.1 Methodology of estimating crack length

それぞれを起点に発生したクラックの平均長さ、最大長さ、クラック長さを計測した。図 2 には、応力とクラック平均長さの関係を示している。丸印が繊維束、プラスマークが Si 相、三角印が SiC 相の値を示しており、図 2 や図 3 においても同様である。まず Si 相に注目すると、平均長さは単調増加していく傾向が確認できる。この傾向は繊維束や SiC 相においても同様に確認できる。ここで、各領域の平均長さを比較すると、繊維束のものが、いずれの応力においても最も大きいことが確認できる。このことから 3 領域の中でクラックの発生が最も多いものは、繊維束であることが示唆される。

この傾向は図 3 においても確認できる。図 3 は応力と最大クラック長さとの関係を示している。図よりいずれの応力においても繊維束における最大クラック長さが、他の領域のものよりも大きいことを示している。加えて注目すべき点として、例えばピーク応力が 140MPa の場合に焦点を当てると、Si 相や SiC 相ではおよそ 500 μm 程度を示しているのに対し、繊維束では 3000 μm 程度を示している。このことからクラックの発生領域は、繊維束において顕著に現れることが示唆される。

繊維束におけるクラックの発生頻度が、他の領域を圧倒して多いことは図 3 の結果からも確認できる。図 3 は、各ピーク応力におけるクラックの進展長さの総和と応力との関係を示している。ここでクラックの進展長さは、ピーク応力負荷前後におけるみかけのクラック長さの差から算出している。従ってグラフの縦軸の値は、進展したクラックの存在頻度を示す指標であり、値が大きいほど存在頻度が著しいことを示す。図よりまずピーク応力が 35MPa の場合に注目し、各領域でクラック進展長さの総和を比較すると、Si 相や SiC 相はほとんど変わらないのに対し、繊維束の値は他のものよりも大きい。特に 70MPa 以上のピーク応力では、繊維束の方が他の領域よりも圧倒的に大きい。

以上の結果をまとめると、ほとんどのクラックは繊維束内に発生し、その他の領域ではほとんど発生しないといえる。

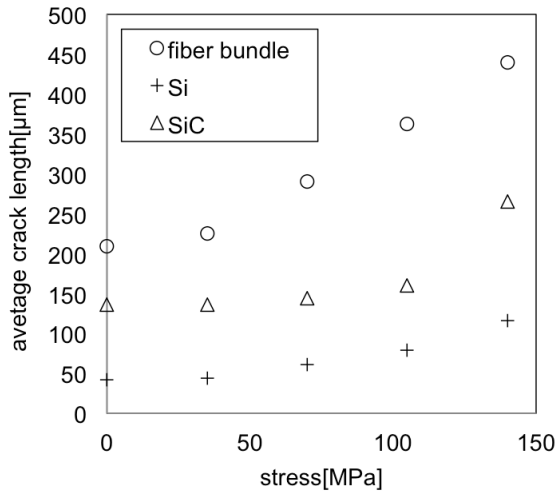


Fig.2 Relationships between stress and average crack length

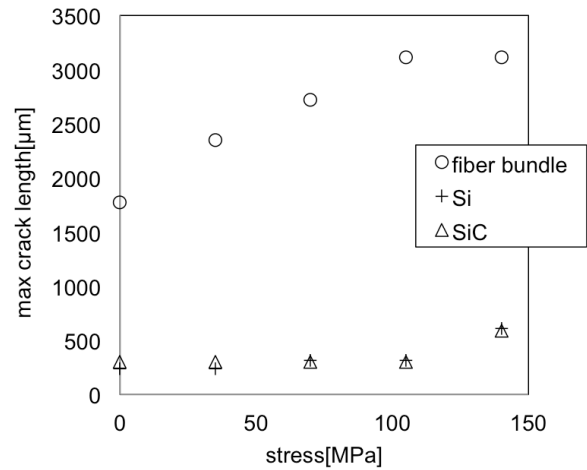


Fig.3 Relationships between stress and max crack length

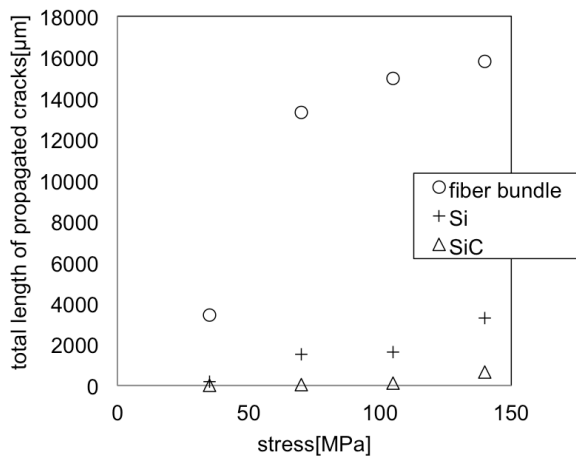


Fig.4 relationships between stress and total length of propagated cracks

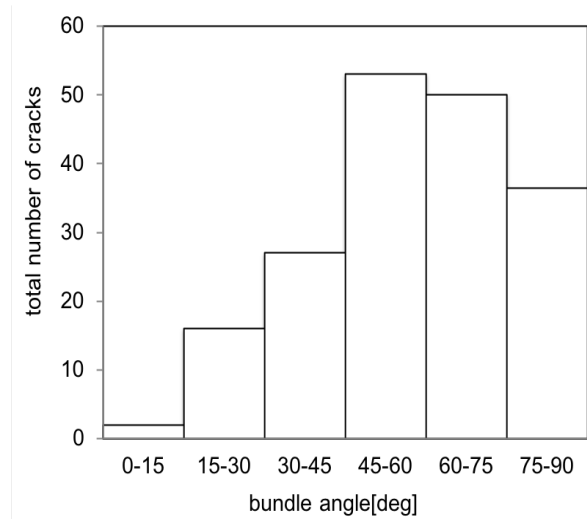


Fig.5 Relationships between bundle angle and total number of cracks

3.2 クラック発生の著しい繊維束の特徴

3.1 節では、繊維束内、Si 相、SiC 相の三領域の中でクラックの発生が著しい領域を調べ、繊維束内に最も顕著に現れることを明らかにした。本項では更に、繊維束の中でクラックの発生し易いものの特徴を明らかにするために配向角に注目し、クラックの発生頻度との関係を調べた。

図 5 は、繊維束配向角とクラックの進展数との関係を示すヒストグラムである。ここで繊維束配向角は面内における荷重方向とのなす角を示すことを再度強調する。またクラックの進展数が多い程、クラックの存在頻度が大きいことを示す。図より 0deg から 30deg 付近の繊維束におけるクラックの進展数は、他の繊維束配向角と比較して圧倒的に少ないことがわかる。一方、30deg 以上では、クラックの進展数にあまり大きな差は確認できない。以上より、繊維束の配向角とクラックの存在頻度との間には明確な関係はなく、一定の角度以上であればクラックが

発生し易いといえる。

3.3 クラックの成長過程

3.2 節までは、クラックの発生が著しい領域の特徴を明らかにした。本節では、クラック一本の成長過程に焦点を当て各領域のものを比較することで、クラックの進展挙動の特徴を考察する。図 6 には、繊維束にて発生したクラックの成長過程を示している。各図の中央にある楕円形状のものが繊維束を示し、更に細かい粒状のものが繊維を示している。この画像は面外における組織画像であり、従って繊維は奥域方向にのびている。また、繊維束のまわりを薄く囲んでいる領域が確認される。この相は SiC である。さらにその外側を白色の領域が囲んでいる。この領域が Si 相である。また繊維束内には黒い領域が点在している様子が確認される。これは気孔である。尚、圧縮負荷は画像内で上下方向にかかっている。

いま図中の点線で囲まれた領域に注目する。この領域は、2.3 節で述べた 1 本のクラックを示している。0MPa では、気孔からクラックがのびている様子が確認できる。これは、製造過程にて生じた熱応力によってできた、いわゆるプロセスクラックである。35MPa では、クラックが成長し気孔で停止している様子が確認できる。70MPa では、圧縮負荷と平行な方向には停止し、垂直な方向に伸び気孔に達して停止している様子が確認できる。105MPa では、35MPa までに成長したクラックを起点に、再び圧縮負荷方向と平行にクラックが進み、SiC 相との界面で停止している様子が確認できる。

ここまでの観察結果より示唆されるものの中で強調すべきことは 3 点ある。まずクラックは気孔やクラックを起点に進み始めることである。この挙動は 0MPa に限らず他の応力条件(例えば 70MPa から 105Pa にかけて)でも同様に生じることが示された。また、70MPa では、クラックが圧縮負荷方向とほぼ垂直方向に進んでいる点である。通常圧縮負荷方向にはクラックは閉口するため、このような挙動は考えにくい。なぜこの方向に進むクラックが発生したのか。その理由に関しては、3.5 節で考察する。最後に 3 点目は、クラックは気孔やクラックとつながるもしくは、他の界面と衝突する場合に停止するという点である。クラックや気孔につながって停止する挙動は、35MPa から 105MPa にかけて、界面にて停止する挙動は、70MPa から 105MPa にかけてそれぞれ確認できたことを上記で述べた。

次に、Si 相におけるクラックの成長過程に注目する。図 7 には、圧縮負荷前後における組織画像を比較している。画像中央には Si 相がありそのまわりを SiC 相で囲んでいる様子が確認できる。再び点線で囲まれたクラックに注目する。35MPa では、Si 相内部に中央部に気孔が、SiC 相との界面付近ではクラックが確認できる。それに対し 70MPa ではそれらが結びつき、SiC との界面で停止している。このことから、繊維束におけるクラックの成長挙動と同様に、Si 相におけるクラックは気候やプロセスクラックを起点として成長し、界面や気孔またはクラックに衝突すると停止することがわかる。

最後に、SiC 相におけるクラックの成長過程に注目する。図 8 には、繊維のまわりを SiC 相が囲っている組織画像を示している。SiC 相の中には複数のプロセスクラックが平行に並んでいる様子も確認できる。ここで、再び点線で囲まれた領域に注目すると、35MPa では SiC 相および繊維にてクラックが確認できる。一方 70MPa では、それらが結びつき停止している。こ

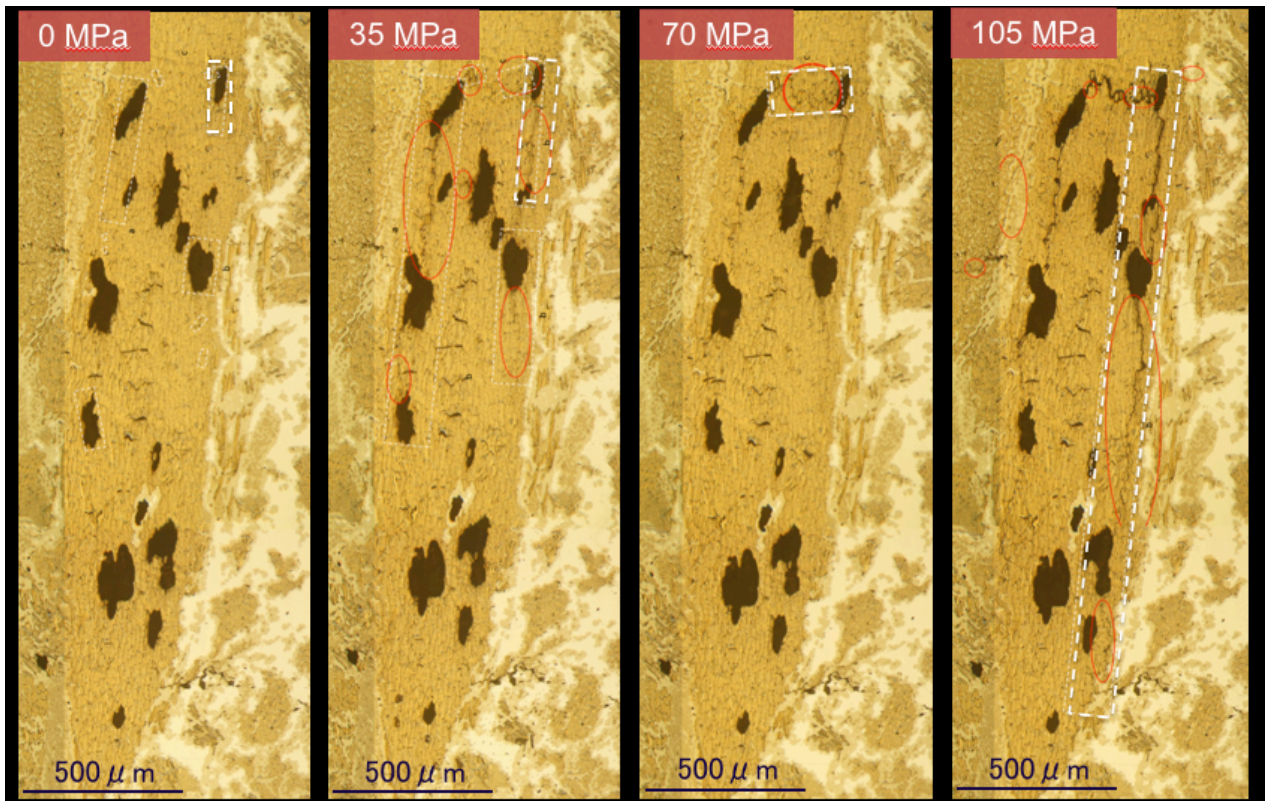


Fig.6 Crack growth process in fiber bundle

のことから他の領域と同様に、クラックを起点とし、クラックと結びつき停止することがわかる。

以上の観察結果より、各領域におけるクラックの成長過程をまとめると、クラックは気孔やプロセスクラックを起点に成長し、他の気孔やクラックと結びつくか、界面に衝突するまで停止する成長過程を示すといえる。

3.4 荷重とクラックの進展角度との関係

3.3 節では、クラックの成長過程について観察結果をもとに明らかにした。本節では、クラックの成長挙動に注目し、クラックの進展角度と荷重とのなす角を調べた。図9に、クラックの進展角度と進展数との関係を表したヒストグラムを示す。ここで縦軸の値は、クラックの存在頻度を示す指標であり、この値が大きい程存在頻度が大きいことを示す。また、斜線で塗りつぶしてある値は繊維束におけるクラックの進展数を、点で塗りつぶしてある値は Si 相におけるものを、黒色で塗りつぶされた値は SiC 相におけるものをそれぞれ示している。更に、クラックの進展角度が 0deg に近い場合は圧縮方向と平行に近いことを、90deg に近い場合は垂直に近い方向を示している。図より、いずれの領域においても 0deg から 15deg におけるクラックの進展が顕著であることがわかる。一方それ以外の角度では、あまり進展数が変わらない。このことから、クラックは領域に関わらず圧縮方向と平行に近い方向に進む傾向が強いといえる。

クラックの進む向きと圧縮方向との関係から、クラックの破壊モードが考察できる。表1に各方向にクラックが進んだ場合の破壊モードをまとめている。まず圧縮方向に平行に近い場合、

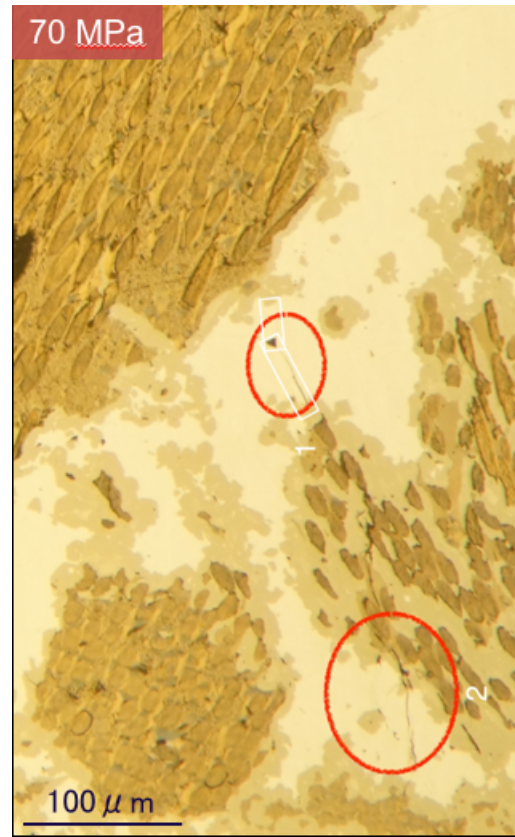
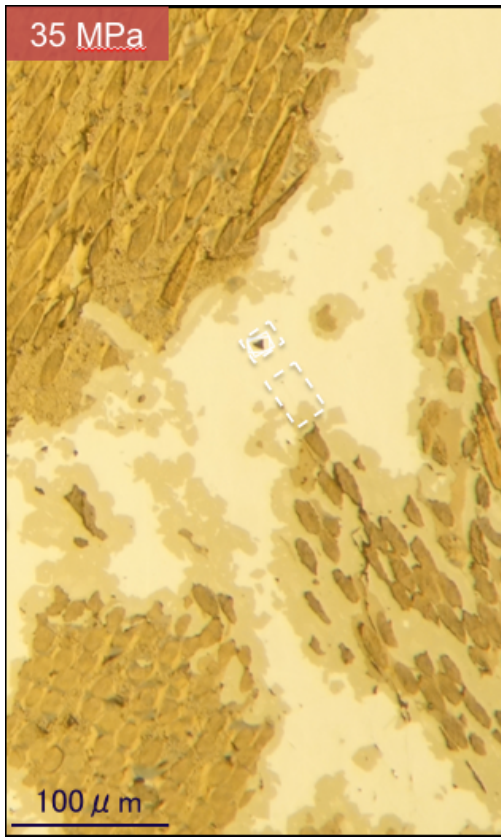


Fig.7 Crack growth process in Si phase

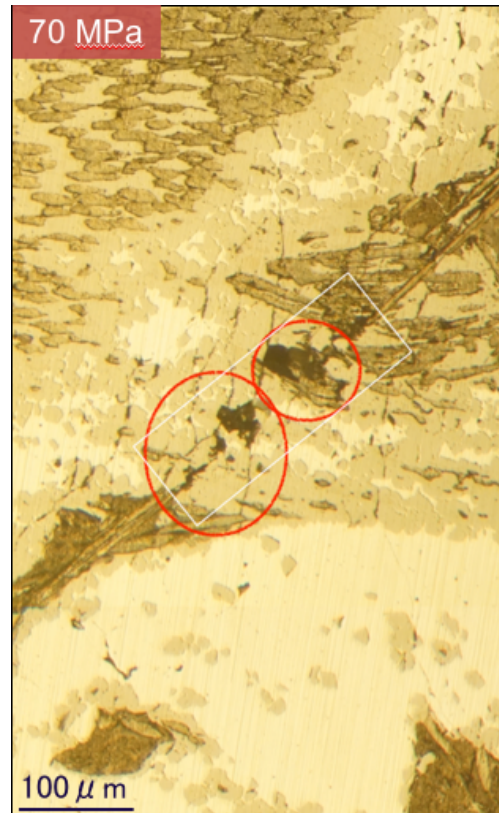
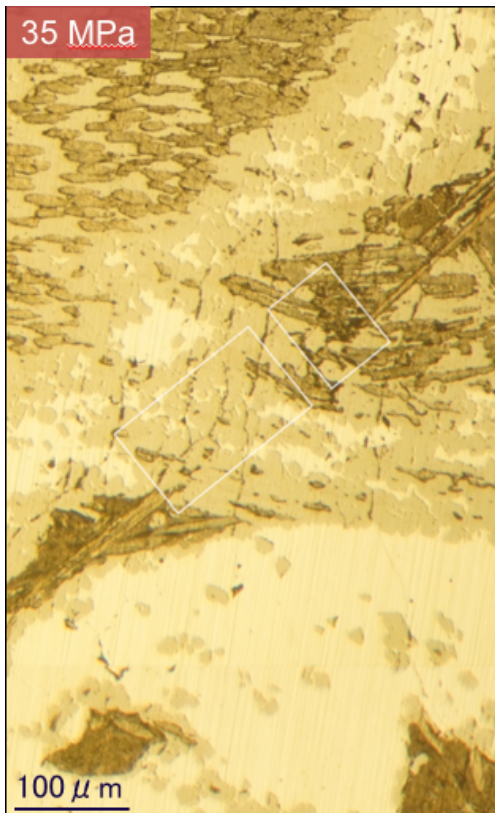


Fig.8 Crack growth process in SiC phase

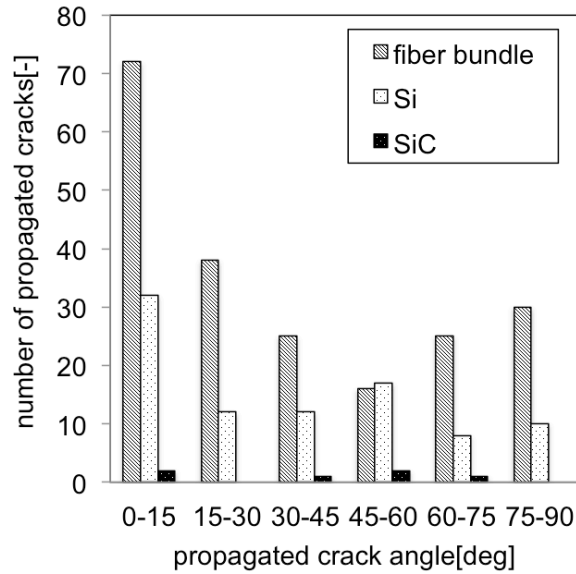


Fig.9 Relationships between bundle angle and total number of cracks

クラックは試験片に対して面外方向(以後、面外と呼ぶ)の引張応力によるモードⅠ破壊が進行する。一方圧縮方向と垂直に近い場合、3.3節で述べたように、圧縮負荷を受けているためにクラックは閉口しようとする。このことから、クラックは、面外せん断応力によるモードⅢ破壊が進行しているものと考えられる。最後にクラックが圧縮方向に対し斜めに進んだ場合、面外せん断応力によるモードⅡ破壊であることが考えられる。しかしながら本材料では、先ほど述べたように、モードⅠ破壊とモードⅢ破壊が進行している。このことから、クラックが斜め方向に進む場合のクラックは、モードⅠ破壊やモードⅢ破壊との混合で進んでいることも考えられる。しかし本研究ではこの場合の破壊機構を明らかにすることができなかった。

再びクラックの進展角度に注目すると、圧縮方向に平行に進むものが多かった。以上より、本材料で発生するクラックは面外引張によるモードⅠ破壊が支配的であると考えられる。

Table.1 Schematic of fracture mode and stress component in fiber bundle

| fracture mode | I | ? | Ⅲ |
|------------------|--------------------------------|---|------------------------------|
| crack type | | | |
| stress component | tensile stress in out-of-plane | ? | shear stress in out of plane |

4. 結言

本研究では炭素短繊維強化 SiC 複合材料を対象とし、圧縮負荷中において発生するクラックの進展数や長さ、進展方向に注目して、材料の破壊挙動を調査した。

- (1) クラックは主に繊維束内において発生することがわかった。ただし、繊維束配向角とクラック発生頻度との間には明確な関係がないことがわかった。
- (2) クラックは気孔やプロセスクラックなどの欠陥を起点とし、やがて他のものと結びつき停止する安定的成長をみせることがわかった。
- (3) 本材料の破壊は、面外引張によるモード I 破壊が支配的であることがわかった。

5. 参考文献

- [1] D. B. Marshall et. al. Acta metal. Vol. 33. No.11 2013-2021 (1985)
- [2] A. G. Evans et. al. Acta mater Vol.43, No.3, 859-875(1995)
- [3] J.M Hausherr et. al. MATEC Web of Conferences 29, 00005 (2015)
- [4] R. Inoue et.al. Ceramics International 39 (2013) 8341-8346
- [5] R. Inoue et.al. J.Ceram. Sci. Technol. ,08 [2] 223-232 (2017)
- [6] 戸端祐太, 後藤健, 第 33 回宇宙構造・材料シンポジウム, 相模原, 2017.12.