

SiC 繊維強化 / 純アルミニウム複合材料の 引張材料特性と高温引張強度*

祖父江 靖^{*1} 周 風華^{*2} 小河 昭紀^{*1}

Tensile Material Properties and High Temperature Tensile Strength of SiC Fiber Reinforced Pure Aluminum Composites*

Yasushi SOFUE^{*1} Fenghua ZHOU^{*2} Akinori OGAWA^{*1}

ABSTRACT

With their excellent high-temperature properties and high specific stiffness and strength, metal matrix composites (MMC) find broad applications not only in the aerospace industry, but also in other engineering fields. In this paper, the tensile properties of SiC fiber reinforced pure aluminum, which has potential applications in power transmission systems, were experimentally evaluated in the temperature range from RT to 515°C. Hi-NicalonTM low-oxygen silicon carbide fibers recently developed by Nippon Carbon were used to unidirectionally reinforce 99.9% pure aluminum (A1090). These specimens had a rectangular or dumbbell shape. The rectangular specimens were used for room temperature testing, in which SiC fibers were aligned in 0° or 90° directions to the tensile loading. The dumbbell-shaped specimens, reinforced in the 0° direction, were used for high-temperature testing. Prior to the high-temperature experiments, a 3D FEM analysis was performed to ensure that no unwanted stress concentration existed in the dumbbell specimens. The mechanical properties of the material, i.e. Young's modulus, Poisson's ratio, strength and elongation, were measured and summarized in figures or tables. These data were compared with published data for Nicalon fiber reinforced aluminum, and it was found that the present Hi-Nicalon SiC/Al material is better reinforced in the fiber direction. On the other hand, the transverse strength of this material is lower due to matrix (99.9% pure Al) yielding. In the experimental temperature range, strength of the material decreases linearly with the increase in temperature.

Keywords: Composite material, high-temperature strength, high-temperature experimental technique, material testing, tensile properties

概 要

SiC/Al 複合材料の室温及び高温の引張試験を行い、引張材料特性及び高温強度を調べた。室温試験では、繊維配向が異なる断面積 60mm² のUD(0)及びUD(90)短冊形試験片を用いて、材料特性の違いを調べた。UD(0)短冊形試験片の引張強さは 1070MPa を得た。応力 - ひずみ線図によると約 140MPa 付近で折れ曲がりのある直線的な挙動を示した。UD(90)短冊形試験片の場合、引張強さは 78MPa を得た。この値は、前者の 7.3 %であり、著しく低い。応力 - ひずみ線図によると 40MPa までは直線的な挙動を示すが、これを越えると応力の増加とともにひずみの増加率が高くなり、指数級数的な挙動を示した。高温試験では、最小断面積 6 mm²

* 平成 12 年 10 月 18 日受付 (Received 18 October 2000)

^{*1} 航空エンジン研究部 (Aeroengine Division)

^{*2} 航空エンジン研究部 新世紀耐熱材料特別研究員 (Research Fellow Aeroengine Division)

のダンベル形試験片を用い、試験片中央部の試験標定部を局部加熱できる円盤状薄形電気炉を用いて 515 までの高温引張強度を調べた。202 から 515 までの 7 点の高温引張強度値を最小二乗法で近似した結果、一次近似直線に近似し、温度上昇に伴い直線的に低下する傾向を示した。なお、室温(20)の近似値は 1038MPa、500 の近似値は 686MPa となった。又、これらの試験結果と次世代複合材料研究開発プロジェクトで開発された Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材料の室温及び高温試験データと比較し、その違いを調べた。

1. まえがき

耐熱性、比強度、比剛性が高い金属系複合材料は、航空宇宙分野、自動車、電力用及び一般工業用等の構造部材として有望な材料であり、構造部材への適用可能性が検討されている。本研究は、長繊維強化金属系複合材料の引張材料特性及び高温引張強度等のデータを収集把握し、適用可能性の検討資料を得る目的で行った。

試験対象とした複合材料は、日本カーボン(株)製の SiC 繊維(Hi-NicalonTM)を強化繊維とする純アルミニウム(A1090)マトリックスの SiC/Al 複合材料である。この SiC/Al 複合材料の繊維配向が異なる二種類の短冊形試験片(引張試験の最大主応力方向に繊維を配向したものと、最大主応力方向に対し直角方向に繊維を配向したもの)を用いて室温の引張試験を行った。又、SiC/Al 複合材料のダンベル形試験片を用いて室温から 515 までの高温引張試験を行った。これらの試験結果から、室温の引張材料特性と高温引張強度を調べた。

我国で行われた金属系複合材料に関する代表的なプロジェクトとしては、国産繊維を強化材とする構造用耐熱複合材料の開発を目指した次世代複合材料研究開発プロジェクトが 1981 年から 8 年間、産、官、学の共同研究で実施された。その成果は、文献(1)のハンドブックに記載されている。

本報では、室温及び高温引張試験で得た室温の引張材料特性及び高温引張強度特性と、文献(1)に記載されている SiC 繊維(NicalonTM)³⁾で強化した純アルミニウム(A1050)マトリックス複合材料の室温の引張強さ及び 300 と 450 の高温引張強さ(文献(1)の表 1.2.5 から抜粋)を比較し、当該 SiC/Al 複合材料の引張材料特性と高温引張強度の評価を試みた。

2. SiC/Al 複合材料の成形方法及び試験片の種類

本試験で用いた SiC/Al 複合材料の成形方法は、1500 本の SiC 繊維と純アルミニウムで、複合材料を作るための中間素材であるプリフォーム・ワイヤを作り、これを一方に引きそろえて、温度 500 、圧力 1000atm の条件で熱間静水圧プレス(HIP)成形法によって成形した。上記の成形方法で成形した複合材板は、縦300mm、横300、厚さ5mmである。この複合材板は、厚さ方向の上下に 1 mm のアルミ部分、中間に 3 mm の複合材部分で構成されている。試

験片切り出しに際しては、上下のアルミ部分を削除した後に行った。UD(0)試験片と高温用試験片の切り出し方法は、繊維方向と平行に切り出し採取した。又、UD(90)試験片は、繊維方向に対して 90° 方向に切り出し採取した。この複合材部分の繊維含有率(Vf)は 41.2%である。表 1 に本報の試験片で用いた SiC/Al 複合材料の強化繊維である Hi-Nicalon 繊維と文献(1)の試験片で用いられた SiC/Al 複合材料の強化繊維である Nicalon 繊維の特性を示す。なお、Hi-Nicalon 繊維は、アルゴンガス中 2000 で 1 時間熱曝露しても繊維形状を保持しており、超高温の耐熱性がある。これに対し、Nicalon 繊維は、1800 で 1 時間熱曝露した場合でも繊維形状を保持できず、Hi-Nicalon 繊維と比較すると耐熱性が低い。

本試験で用いた下記の 3 種類の試験片は、上記成形法で成形した同じ SiC/Al 複合材料積層板から切り出したものである。

本試験では、室温の引張材料特性を調べる短冊形試験片(長さ 250mm、幅 20mm、厚さ 3mm)の UD(0)試験片と UD(90)試験片、高温引張強度特性を調べる図 1 に示す高温用ダンベル形試験片(以後、高温用試験片と記す)を用いた。

短冊形試験片は、引張試験の最大主応力方向を 0° 方向としたとき SiC 繊維を 0° 方向に配向した UD(0)試験片の N4、N5 試験片と、90° 方向に SiC 繊維を配向した UD(90)試験片の N6、N7 試験片である。なお、短冊形試験片には、つかみ部での応力集中による破壊を防ぐため、試験片つかみ部の両側に長さ 55mm、幅 20mm、厚さ 1.5mm のアルミニウム製タブを接着した。高温用試験片は、0° 方向に SiC 繊維を配向した N8 ~ N16 の 9 枚の試験片を用いた。高温用試験片の中央部には、長さ 25mm、幅 4mm、

表 1 SiC 繊維の特性値

特 性	Hi-Nicalon	Nicalon
繊維直径 (μm)	14	14
引張強さ (MPa)	2800	2900
引張弾性率 (GPa)	270	206
破断伸び (%)	1.0	1.4
比重 (g/cm ³)	2.74	2.55

厚さ 1.5mm の試験標定部がある。又、試験片の両端には、試験片を保持するため、支持具にはめ込む 30° 傾斜した肩部がある。上記の高温用試験片の試験片形状を決めるに当たり、試験片肩部でせん断破壊を起こさせないで、試験標定部を破壊させるため、最小断面積を決めるための室温及び高温の引張予備試験を行った(詳細は後述の 4.3 項参照)。この試験では、厚さ一様 (3 mm) の N1、N2、N3 の 3 枚の予備試験用ダンベル形試験片(以後、予備試験用試験片と記す)を用いた。なお、試験片番号は納品順に

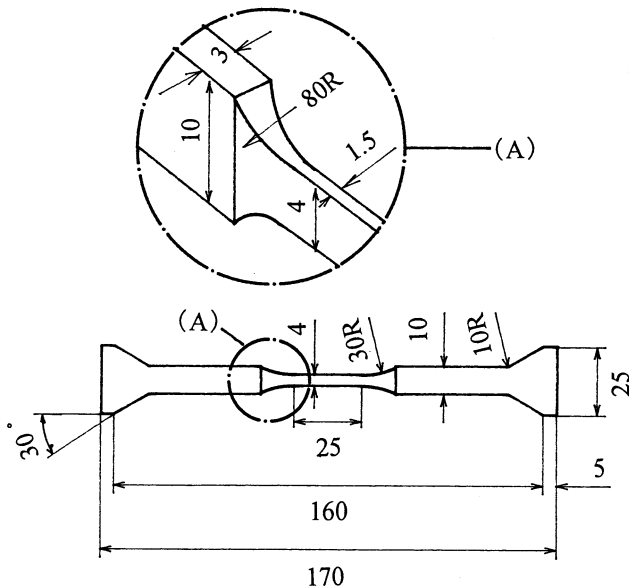


図 1 高温用ダンベル形試験片の寸法形状

付記した。又、最小断面積決定後、試験片に応力集中が生じる部位があるか否かを確認するため、市販の応力解析ソフト MSC/NASTRAN の Windows 版を用い、等方性材料モデルで試験片の中心線から 8 分割した図 2 の形状について三次元応力解析を行った。なお、本報で行った一方向強化複合材料の応力解析の場合、異方性材料モデルを用いて行うべきであるが、ここでは試験片の応力集中の有無を確認する目的で行ったため、便宜的に等方性材料モデルで応力解析を行った。応力解析の境界条件は、図 2 の左側試験標定部の端部を固定し、試験片肩部を支持して 1mm 変位させた場合について解析した。図 2 に解析結果から得られた引張及びせん断の応力分布を示す。図中の数値は、当該部位の応力値であり、代表的な部位の値だけを示した。図 2 に示すように、試験片に生じる応力は試験標定部が最も高く、他の部位に強度上問題となる応力集中は生じないことを確認した。なお、高温用試験片で行った室温及び高温引張試験で生じた破壊は、後述の図 33、図 34、図 35 で示すように、全ての試験片が試験標定部で破壊した。

3. 試験方法

図 3 に短冊形試験片を用いた室温引張試験の計測系の概要を示す。この試験では、UD(0)試験片と UD(90)試験片の二種類の短冊形試験片を用いて繊維配向が異なる SiC/Al 複合材料の引張材料特性を調べた。引張試験機には、INSTRON-1185 型万能試験機を用いた。試験片中央部には、両面に 3 軸ロゼットひずみゲージ(共和、KFG-2-

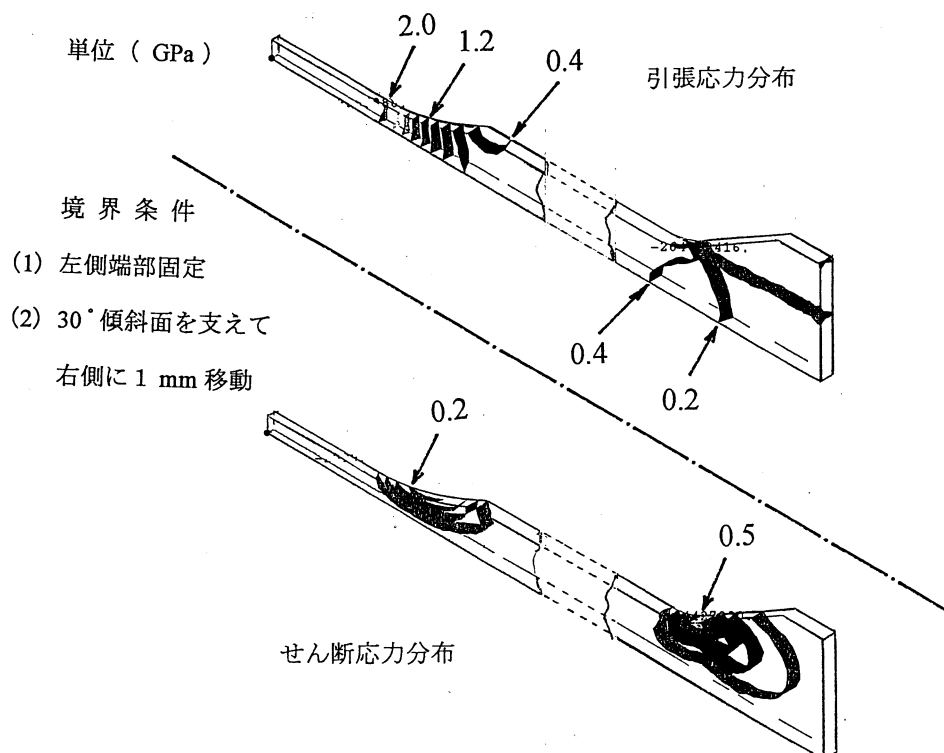


図 2 高温用ダンベル形試験片の応力解析

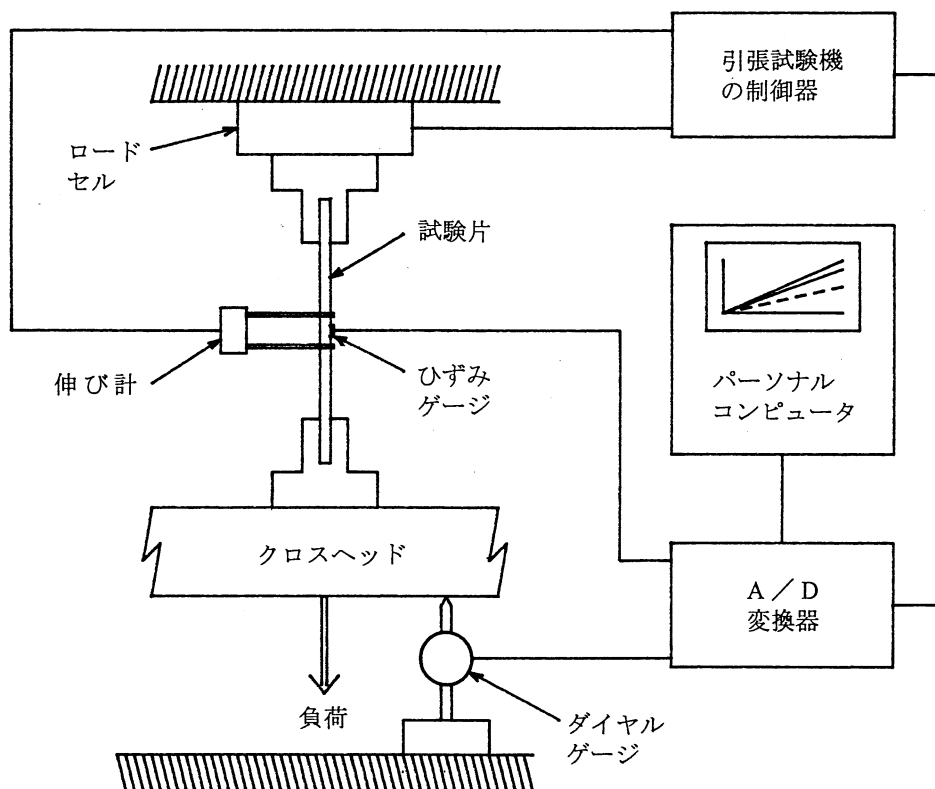


図 3 短冊形試験片を用いた室温引張試験の計測系の概要

120-D17-11)を接着し、 0° 、 45° 、 90° の三方向のひずみを計測した。又、試験片中央部に標点間距離 25mm の伸び計(INSTRON、2620 Dynamic Extensometer)を輪ゴムで取り付けて、伸びを測定し、標点間の伸びからひずみを求めた。試験機の架台には、ダイヤルゲージを取り付けてクロスヘッドの移動量を計測した。引張試験機の制御器から出力した荷重及び伸び計のアナログ信号と、ひずみゲージ及びダイヤルゲージのアナログ信号を AD 変換器(HP、3852A DATA Acquisition/control unit)を経由してデジタル信号に変換し、パーソナルコンピュータに入力した。室温引張試験では、負荷に対する、ひずみ、伸び及びクロスヘッド移動量の挙動をパソコン画面上にリアルタイムで表示し、試験経過を観察した。図 4 に短冊形試験片の引張試験状況を示す。

図 5 に高温引張試験装置の計測系の概要を示す。高温引張試験では、高温用試験片を用いて室温(20)から 515 までの引張試験を行い、高温引張強度特性を調べた。高温用試験片の支持方法は、 30° 傾斜した試験片肩部を同じ角度に傾斜した試験片支持具の支持部にはめ込み、肩部と支持部を接触させて保持する構造にした。試験片支持具には、加熱によるロードセルの熱損傷防止とマトリックス軟化を原因とする試験片肩部のせん断破壊防止のため、内部に水の通る穴を明けた水冷機構を設けた。電気炉には、外形 380mm、高さ 90mm の二つ割り構造の円盤状薄形電気炉(サーモニック(株)製)を用いた。この電気炉は、試験片

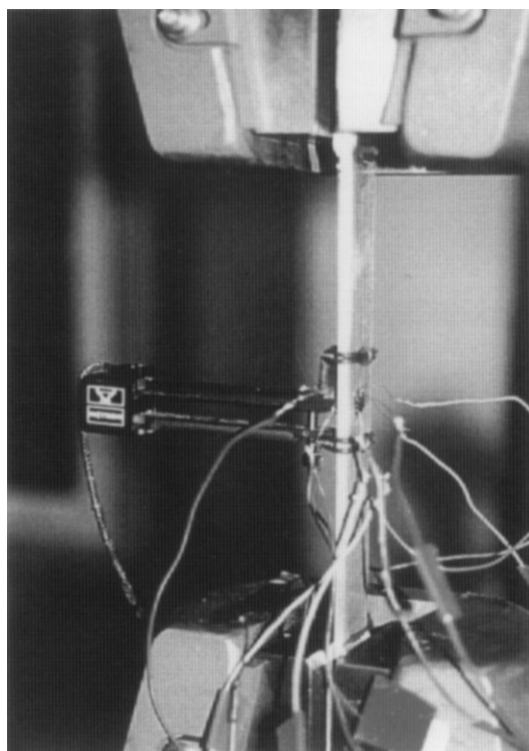


図 4 短冊形試験片の引張試験状況

の試験標定部のみを局部的に加熱できる内径 85mm、高さ 25mm の加熱槽がある。図 6 に二つ割りの一方を開いた電気炉内部の試験片取り付け状況を示す。引張試験機は、円盤状薄形電気炉が設置されている INSTRON-8501 試験機

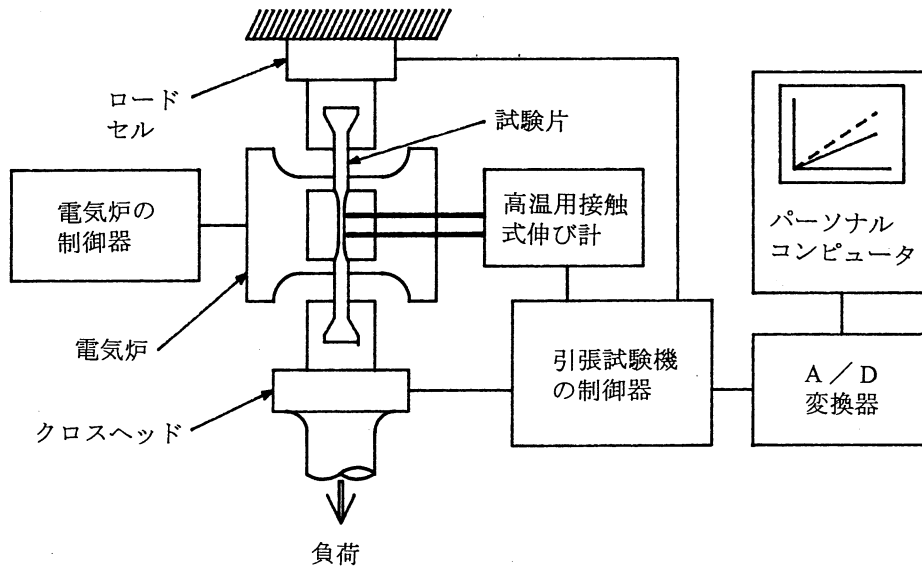


図5 高温用ダンベル形試験片を用いた高温引張試験の計測系の概要

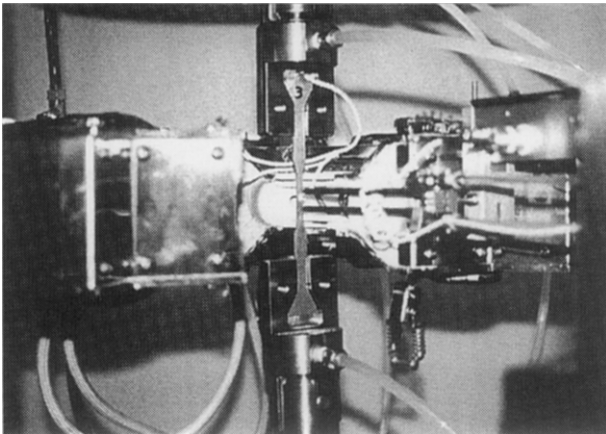


図6 円盤状薄形電気炉内部の高温用試験片取り付け状況

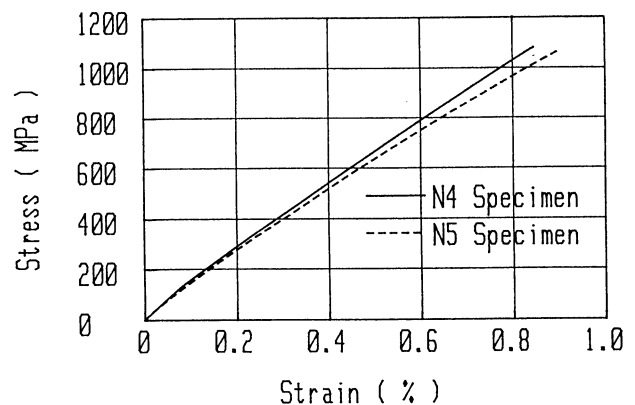


図7 UD(0) 試験片の伸び計から求めたひずみに対する応力の挙動

を用いた。高温引張試験では荷重、試験片伸び、クロスヘッド移動量及び試験片温度を計測した。試験片のひずみは、標点間距離 12.5mm の高温用接触式伸び計(INSTRON、Extensometer Model 2632)を用いて試験標定部の伸びを測定し、標定部の伸びからひずみを求めた。試験片の温度計測は、試験標定部と肩部の二カ所に直径 0.3mm のR熱電対を耐熱性無機接着剤(東亜合成化学(株)製、アロンセラミック)で接着し計測した。又、高温引張試験では、引張試験機の制御器から出力した荷重、伸び計及びクロスヘッドのアナログ信号の測定値をAD変換器(HP、3457A Multi-meter)を経由してデジタル信号に変換し、パーソナルコンピュータに入力してリアルタイムで試験経過を観察した。

4. 引張試験結果と考察

4.1 UD(0)試験片の引張試験結果と考察

短冊形UD(0)試験片のN4、N5試験片を用いて室温の

引張試験を行った。図7にN4、N5試験片の伸び計から求めたひずみに対する応力の挙動を示す。縦軸は応力、横軸はひずみである。図に示すように、負荷の初期(0 ~ 140MPa 付近まで)と、その後の負荷では、ひずみの増加に対する応力の増加率に違いがある。この原因は、後述の図10と図13に示す応力-ひずみ線図の折れ曲がり点が生じるのと同じ要因にもとずく、マトリックスの降伏の影響で生じたと考えられる。なお、N4、N5試験片は、ほぼ同様な挙動を示した。図8はN4試験片の応力-ひずみ線図である。この図は、三軸ロゼットひずみゲージで測定した三方向のひずみの挙動を示しものである。縦軸は応力、横軸はひずみである。図中のS0°は0°方向、S45°は45°方向、S90°は90°方向のひずみである。なお、ひずみゲージは試験片中央部の両面に1枚ずつ接着したが、図の実線は一方のひずみゲージの測定値、破線は反対側のひずみゲージの測定値である。

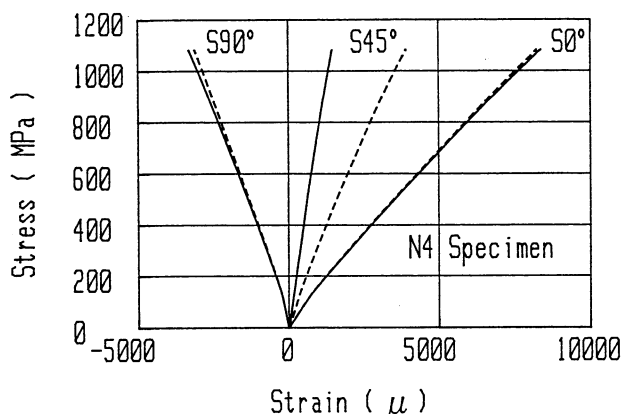


図 8 N4 試験片の応力 ひずみ線図(その 1)

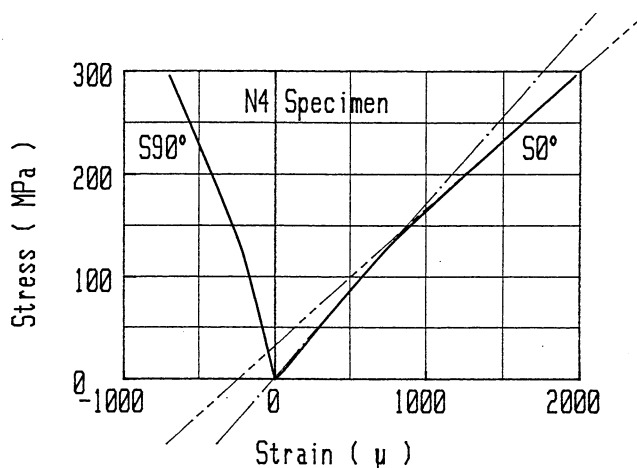


図 10 N4 試験片の応力 ひずみ線図の拡大図

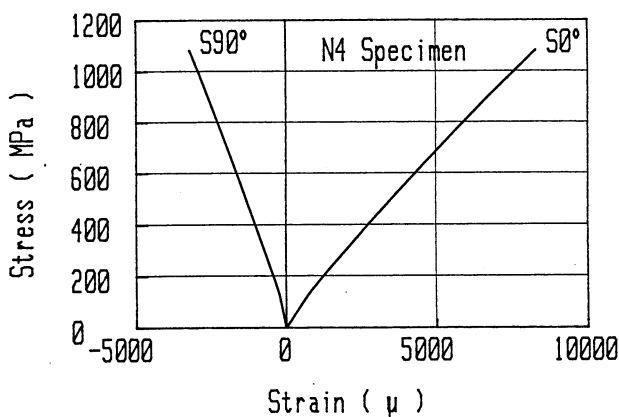


図 9 N4 試験片の応力 ひずみ線図(その 2)

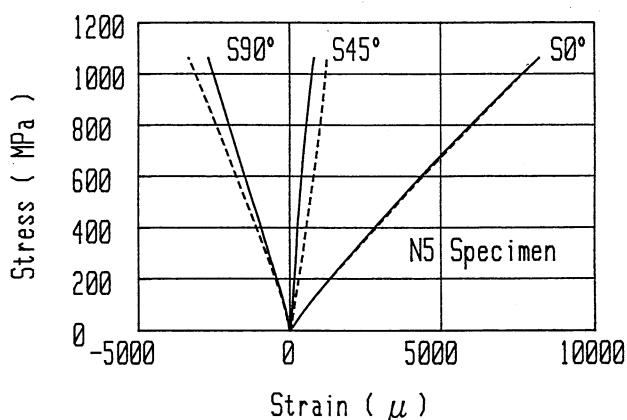


図 11 N5 試験片の応力 ひずみ線図(その 1)

図 9 に、図 8 の実線と破線で示した両面のひずみを平均して求めた 0° 方向と 90° 方向の応力 - ひずみ線図を示す。又、図 10 は、図 9 の 300MPa までの低負荷部分を拡大した応力 - ひずみ線図である。

図に示すように 145MPa 付近(引張強さの約 13.4% 負荷)でマトリックスの降伏の影響で生じると考えられる折れ曲がりのある挙動を示した。折れ曲がり点(Knee 点)は、予想される実用負荷に比べ著しく低い。実用負荷で材料の形状安定性を考慮する設計では、Knee 点を越えた直線部分から求める見掛けの弾性率を用いる必要がある。図 10 の Knee 点以前の挙動を示す一点鎖線の勾配で示した応力とひずみの関係(応力/ひずみ)から引張弾性率、Knee 点以降の挙動を示す二点鎖線の勾配で示した応力とひずみの関係から見掛けの弾性率を求めた。又、一点鎖線の勾配で示したひずみ S_0 と、これに対応するひずみ S_{90} の比 S_{90}/S_0 からポアソン比を求めた。N 4 試験片の引張弾性率は 168GPa、見掛けの弾性率は 134GPa、ポアソン比は 0.31 になった。図 11 に N 5 試験片の応力 - ひずみ線図を示す。この図は、図 8 と同様にひずみゲージで測定した三方向のひずみの挙動である。図 12 は、図 9 と同様に、両面のひずみを平均して求めた N 5 試験片の 0° 方向と 90° 方向の

応力 - ひずみ線図である。図 13 は、図 12 の 300MPa までの低負荷部分を拡大した応力 - ひずみ線図である。図 13 に示す N 5 試験片の Knee 点は、135MPa 付近(引張強さの約 12.6% 負荷)にあり、N 4 試験片の値とほぼ等しい。図 13 の一点鎖線及び二点鎖線の勾配に対応した応力とひずみの関係から求めた N 5 試験片の引張弾性率は 150GPa、見掛けの弾性率は 134GPa になった。又、ポアソン比は 0.35 になった。

表 2 に試験結果から得られた N4、N5 試験片の引張材料特性と、文献(1)に記載されているプリフォーム・ワイヤ試験片の W1、W2 試験片、及び UD(0) 積層複合材板試験片の S1 ~ S6 試験片の引張材料特性を示す。表 2 では N4、N5 試験片以外の試験片は、試験片番号とカッコ内に試験片製作会社名を示した。表中の試験片番号 W1、W2 は中間素材のプリフォーム・ワイヤ試験片、S1 ~ S6 は積層複合材板試験片である。なお、カッコ内の NCK は日本カーボン、FHI は富士重工、MHI は三菱重工、IHI は石川島播磨重工、MEL-CO は三菱電機である。各試験片の引張強さの理論値は、次の(1)式の単純複合則で求めた。

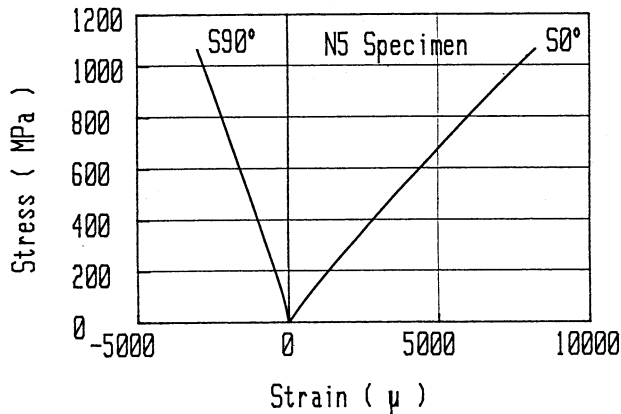


図 12 N5 試験片の応力 ひずみ線図(その 2)

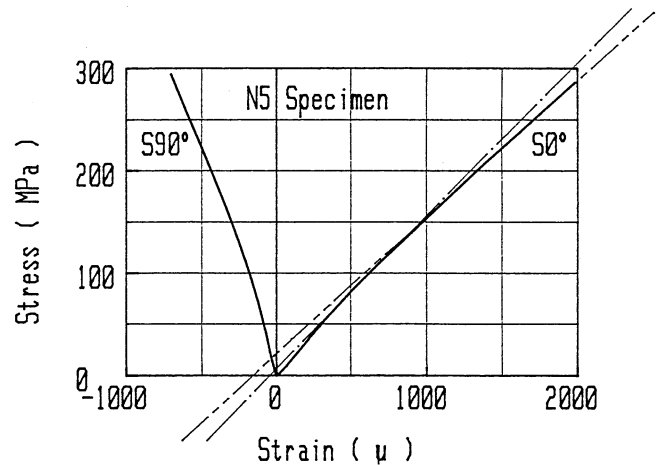


図 13 N5 試験片の応力 ひずみ線図の拡大図

表 2 SiC/Al 複合材料の引張材料特性(UD(0)試験片)

試験片番号 (製造会社)	プリフォーム・ ワイヤー	繊維含有率 (%)	引張強さ (MPa)	理論値 (MPa)	強化達成率 (%)	引張弾性率 (GPa)	破断伸び (%)
N4	Hi-Nicalon	41.2	1082	1239	87.3	168	0.85
N5	Hi-Nicalon	41.2	1072	1239	86.5	150	0.91
W1(NCK)	Nicalon NL-232	50	1615	1523	106.0	—	—
W2(NCK)	Nicalon NL-202	40	1012	1247	81.2	—	—
S1(NCK)	Nicalon NL-232	50	1226	1523	80.5	121	—
S2(NCK)	Nicalon NL-202	40	910	1247	73.0	109	—
S3(FHI)	Nicalon NL-202	40	967	1247	77.5	110	1.18
S4(MHI)	Nicalon NL-202	39	904	1219	74.2	91	1.13
S5(IHI)	Nicalon NL-202	37	794	1164	68.2	119	0.95
S6(MELCO)	Nicalon NL-202	33.7	637	1073	59.4	99.5	1.1

注記；上表の N4、N5 以外は文献値である。

$$\sigma_c = \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (1)$$

上式の σ_c は複合材の引張強さ、 σ_f は強化繊維の引張強さ、 V_f は繊維含有率、 σ_m はマトリックスの引張強さである。なお、単純複合則に代入した強化繊維の引張強さは、日本カーボン(株)の資料(表 1)から Hi-Nicalon 繊維は 2800MPa、Nicalon 繊維は 2900MPa を代入した。又、マトリックスである純アルミニウムの引張強さは、複合材料と同じ製造方法の試験片で引張試験を行っていないため未確認であるが、マトリックスの降伏の影響で生じると考えられる図 10 の N4 試験片の Knee 点の値を仮定して 145MPa を代入した。表 2 では、各試験片の引張強さを単純複合則の値で除した値を強化達成率とし、各試験片の複合効果を評価した。

繊維含有率 40% 以下の S2 ~ S6 試験片は同じプリ

フォーム・ワイヤを用いて製作した積層複合材板試験片であるが、強化達成率の差異が大きい。これらの試験片の複合材成形法は同じではないため、強化達成率の差異は、成形方法の違いによる影響が考えられる。S2、S4、S5 試験片は熱間プレス成形⁴⁾、S3 試験片はロール成形⁵⁾、S6 試験片はレーザー・ロール成形である。図 14 に各試験片の引張強さ(印)と引張強さの単純複合則の値(印)を示す。縦軸は引張強さ及び単純複合則の値、横軸は試験片の種類である。試験片番号 W1 ~ S6 の印は引張強さの平均値であり、最大値と最小値も併せて示した。なお、表 3 に W1 ~ S6 試験片の引張強さの平均値、最大値及び最小値を示す。N4、N5 試験片の印の値は、印の値の約 87%(強化達成率)である。これに対し、繊維含有率 50% の S1 試験片の平均値の強化達成率は 80.5%、繊維含有率 40% 以下の S2 ~ S6 試験片では 60 ~ 78% である。

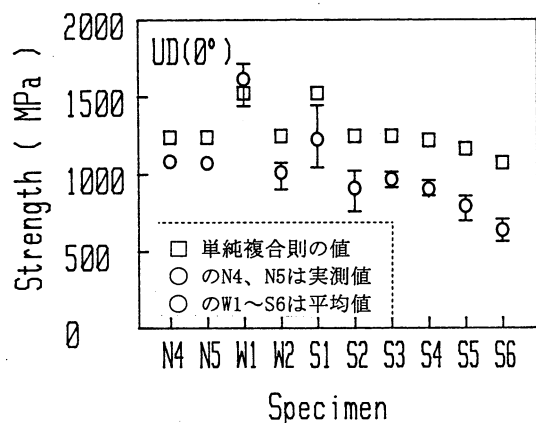


図 14 UD(0°) 試験片及びブリフォームワイヤー試験片の引張強さ

注記；上図の N4、N5 以外は文献値である。

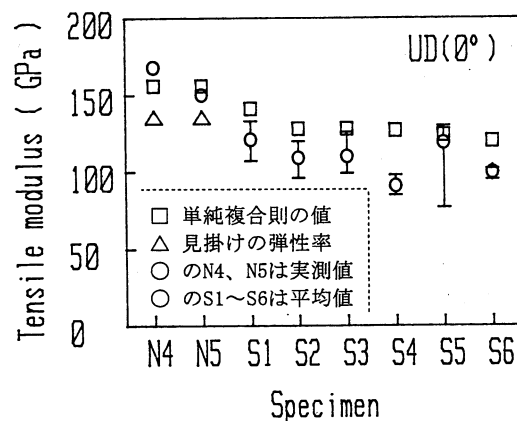


図 15 UD(0°) 試験片の弾性率

注記；上図の N4、N5 以外は文献値である。

表 3 Nicalon/Al(1050) 複合材料の引張材料特性(UD(0°)試験片)

試験片番号	引張強さ (MPa)			引張弾性率 (GPa)		
	平均値	最大値	最小値	平均値	最大値	最小値
W1	1615	1715	1439	—	—	—
W2	1012	1075	902	—	—	—
S1	1226	1445	1043	121	133	107
S2	910	1023	759	109	120	96
S3	967	1015	914	110	126	99
S4	904	961	862	91	98	85
S5	794	860	697	119	122	117
S6	637	709	563	99.5	102	95

注記；上表の値は、文献値である。

従って、Nicalon 繊維で強化した複合材料よりも Hi-Nicalon 繊維で強化した N4、N5 試験片の方が複合効果が高いことがわかった。W1 と S1 試験片の引張強さが高いのは、表 2 に示すように繊維含有率が 50% と他の試験片に比べ高いためである。図 15 に各試験片の弾性率(印)と弾性率の単純複合則の値(印)を示す。縦軸は弾性率及び単純複合則の値、横軸は試験片の種類である。又、N4、N5 試験片の場合、前述した見掛けの弾性率(印)も示した。図に示すように N4、N5 試験片の見掛けの弾性率は等しい。しかし、N4 試験片の弾性率は、原因不明であるが、単純複合則の値よりも高い値になった。なお、各試験片の弾性率の単純複合則の値は、次の(2)式で求めた。

$$E_c = E_f V_f + E_m (1 - V_f) \quad (2)$$

上式の E_c は複合材料の弾性率、 E_f は強化繊維の弾性

率、 E_m はマトリックスの弾性率である。(2)式に代入した強化繊維の弾性率は、表 1 から Hi-Nicalon 繊維は 270GPa、Nicalon 繊維は 206GPa を代入した。マトリックスの弾性率は、金属便覧⁶⁾からアルミニウムの弾性率 75.7GPa を代入した。(2)式から求めた N4、N5 試験片の単純複合則の値は 156GPa である。試験片番号 S1 ~ S6 の印は平均値であり、最大値と最小値も併せて示した。なお、表 3 に S1 ~ S6 試験片の弾性率の平均値、最大値、最小値を示す。文献(1)の試験データで、W1 ~ S6 試験片の個数は、W1 試験片は 20 本、W2 試験片は 30 本、S1 試験片は 10 枚、S2 試験片は 16 枚、S3 試験片は 15 枚、S4 ~ S6 試験片は 10 枚と記載されている。

図 16 に引張試験で用いた短冊形 UD(0°) 試験片の横断面、図 17 に引張破面の SEM 写真を示す。図 16、図 17 ともに 250 倍で撮影した。100 μ m のスケールを図 17 の下

に示す。図 16 に示すように強化繊維の分布は、均一ではなく粗密な部分が混在している。又、図 17 に示すように、破面の凹凸が激しく、繊維の引き抜けや引き抜けた跡が散見できる。このような破面状況から推察すると、複合材料に高負荷が作用してマトリックスにき裂進展が生じたとき、繊維によってき裂進展が阻止され、繊維とマトリック

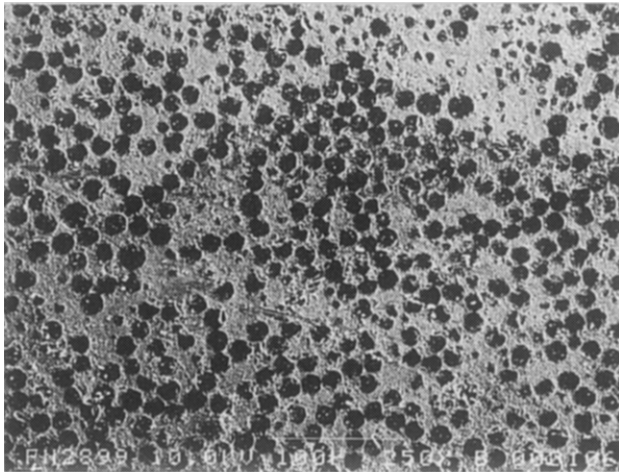


図 16 UD(0) 試験片の横断面

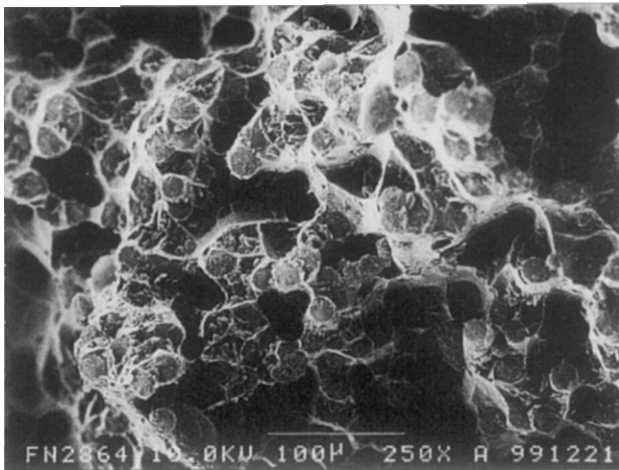


図 17 UD(0) 試験片の引張破面

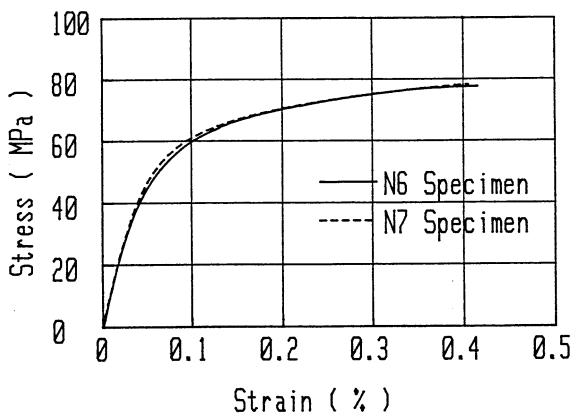


図 18 UD(90) 試験片の伸び計から求めたひずみに対する応力の挙動

スの界面剥離等による応力緩和機能が働いて、強化繊維の強度は充分発揮されていたと考えられる。

4.2 UD(90)試験片の引張試験結果と考察

短冊形 UD(90)試験片のN 6、N 7 試験片を用いて引張試験を行った。図 18 に UD(90)試験片の伸び計から求めたひずみに対する応力の挙動を示す。縦軸は応力、横軸はひずみである。図に示すように、応力 - ひずみ線図の挙動は 40MPa 付近までは直線的であるが、これを越えると応力の増加とともにひずみの増加率が高くなり、指数級数的な挙動を示した。図 19 にN 6 試験片の応力 - ひずみ線図を示す。この図は、ひずみゲージで測定した三方向のひずみの挙動を示したものである。縦軸は応力、横軸はひずみである。なお、ひずみゲージはUD(0)試験片の場合と同様に、試験片中央部の両面に 1 枚ずつ接着した。図の実線は一方のひずみゲージの測定値、破線は反対側のひずみゲージの測定値である。図 20 に図 19 の実線と破線で示した試験片両面のひずみを平均して求めた 0° 方向と 90° 方向の応力 - ひずみ線図を示す。又、N 6 試験片の場合と同様に、図 21 にN 7 試験片の両面に接着したひずみゲージで求めた 3 方向の応力 - ひずみ線図を示す。又、図 22 に図

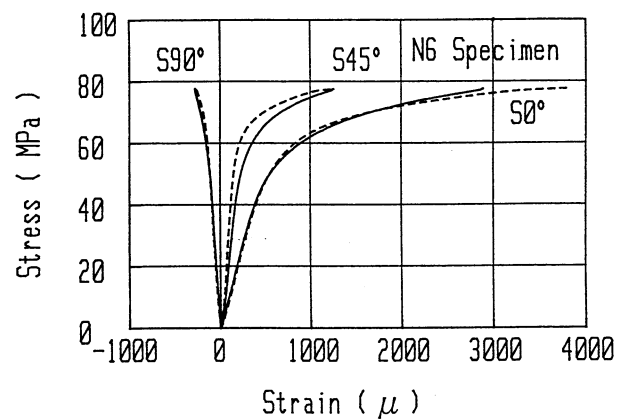


図 19 N6 試験片の応力 ひずみ線図(その 1)

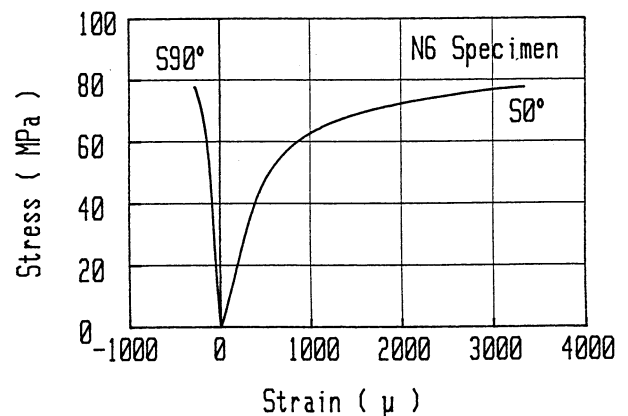


図 20 N6 試験片の応力 ひずみ線図(その 2)

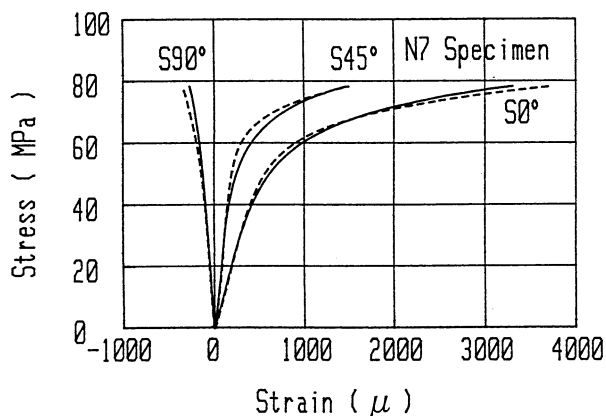


図 21 N7 試験片の応力 ひずみ線図(その 1)

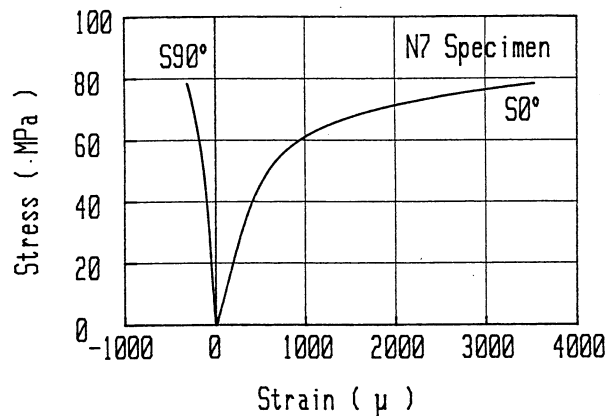


図 22 N7 試験片の応力 ひずみ線図(その 2)

表 4 SiC/Al 複合材料の引張材料特性(UD(90)試験片)

試験片番号 (製造会社)	プリフォーム ワイヤー	繊維含有率 (%)	引張強さ (MPa)	引張弾性率 (GPa)	破断伸び (%)
N6	Hi-Nicalon	41.2	78	115	0.42
N7	Hi-Nicalon	41.2	78	111	0.41
S7(FHI)	Nicalon NL-202	40	93	95	—
S8(MHI)	Nicalon NL-202	39	87	99	—
S9(IHI)	Nicalon NL-202	37	104	105	—
S10(MELCO)	Nicalon NL-202	33.7	13.2	—	—

注記；上表の N6、N7 以外は文献値である。

表 5 Nicalon/Al(1050)複合材料の引張材料特性(UD(90)試験片)

試験片番号	引張強さ (MPa)			引張弾性率 (GPa)		
	平均値	最大値	最小値	平均値	最大値	最小値
S7	93	103	85	95	110	71
S8	87	100	73	99	107	91
S9	104	130	77	105	112	100
S10	13.2	14.8	12.8	—	—	—

注記；上表の値は、文献値である。

21 の試験片両面のひずみを平均して求めた 0° 方向と 90° 方向の応力 - ひずみ線図を示す。

表 4 に試験結果から得られた UD(90) 試験片の材料特性と、文献(1)に記載されている UD(90)積層複合材板試験片の室温の引張材料特性を示す。表 4 では N6、N7 試験片以外の試験片については、試験片番号とカッコ内に試験片製作会社名を示した。S7～S10 試験片の引張強さと引張弾性率の値は平均値である。図 23 に各試験片の引張強さ(印)を示す。縦軸は引張強さ、横軸は試験片の種類で

ある。S7～S10 試験片の 印は引張強さの平均値であり、最大値と最小値も併せて示した。なお、表 5 に S7～S10 試験片の引張強さの平均値、最大値及び最小値を示す。N6、N7 試験片の引張強さは、S7～S9 試験片の引張強さより 10.4～25%低い。N6、N7 試験片の引張強さが低下したのは、アルミニウム・マトリックスの純度の違い及び繊維とマトリックスの界面接合力の違いによるものと考えられる。一般に高純度のアルミニウムは引張強さが低く、N6、N7 試験片のマトリックスは 99.9%の純

アルミニウムであり、S 7 ~ S 9 試験片のマトリックスは 99.5% の純アルミニウムであることが影響していると考えられる。S 10 試験片の引張強さは、他の試験片に比べ著しく低い。この試験片は、レーザー・ロール成形法で成形されたものであり、同じ成形法の UD(0) 試験片の引張強さも他の試験片に比べて低く、引張強さが低いのは成形法の影響であると考えられる。なお、レーザー・ロール成形法は、レーザーで加熱しながらロール成形を行い、連続的に複合材料を成形する方法である。図 24 に各試験片の弾性率(印)を示す。縦軸は弾性率、横軸は試験片の種類である。S 7 ~ S 9 試験片の 印は平均値であり、最大値と最小値も併せて示した。なお、表 5 に S 7 ~ S 9 試験片の弾性率の平均値、最大値及び最小値を示す。文献(1)の試験データで、S 7 ~ S 10 試験片の個数は、S 7 試験片は 15 枚、S 8 ~ S 10 試験片は 10 枚と記載されている。

図 25 に UD(90) 試験片の横断面、図 26 に引張破面の SEM 写真を示す。図 25、図 26 とともに 250 倍で撮影した。100 μ m のスケールを図 26 の下に示す。強化繊維の配向は、図 25 に示すように大部分の繊維断面は帯状になって

おり、途中でマトリックス内に潜り込む繊維は少く、横方向に良く揃っている。引張破面の状況は、図 26 に示すように繊維表面が露出しており、繊維とマトリックスの界面で剥離破壊したと考えられる。

4.3 予備試験用試験片による引張予備試験とその結果

この項では、高温用試験片の試験標定部の断面積を決めるための予備試験について述べる。図 1 で示すようなダンベル形試験片で引張試験を行う場合、30° 傾斜した試験片肩部で繊維方向に沿った縦割れのせん断破壊が生じるおそれがある。このため、肩部でせん断破壊が生じないで試験標定部が破壊するような、試験標定部の最小断面積を決めるための室温及び高温の引張予備試験を行った。

引張予備試験では N 1、N 2、N 3 の 3 枚の予備試験用試験片を用いて次のような試験を行った。N 1 試験片を用いた予備試験では、前述の図 6 の円盤状薄形電気炉を用いて 430 の高温引張試験を行った。この試験では、電気炉の温度を 500 に設定したが、試験片支持部に水冷機構があるため、熱伝導による損失が生じて試験標定部の温度は

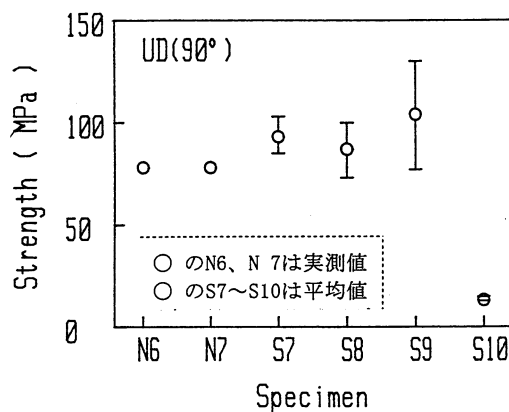


図 23 UD(90) 試験片の引張強さ

注記；上図の N6、N7 以外は文献値である。

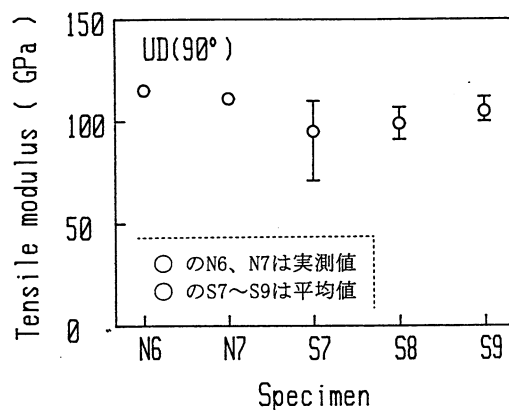


図 24 UD(90) 試験片の弾性率

注記；上図の N6、N7 以外は文献値である。

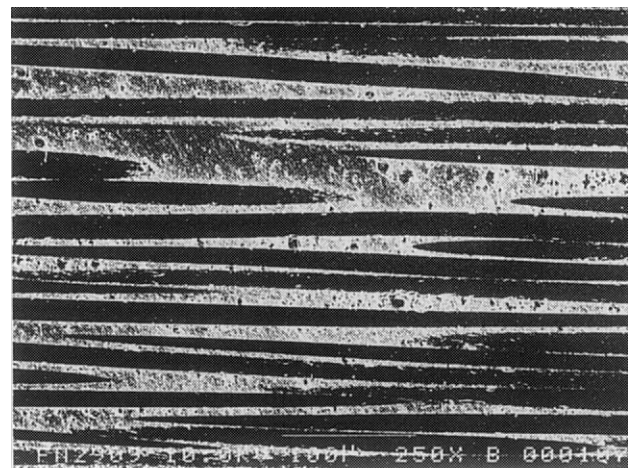


図 25 UD(90) 試験片の横断面

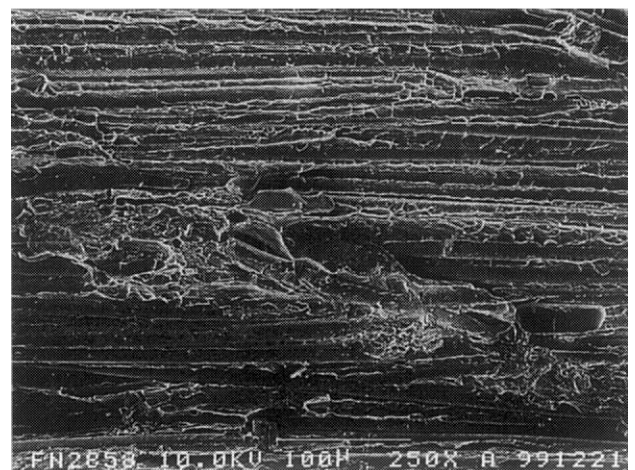


図 26 UD(90) 試験片の引張破面

430 になった。このときの試験片肩部の温度は 60 になっていた。N 1 試験片では、水冷機構により肩部の温度が低くなった場合の試験片肩部のせん断強さを確かめた。

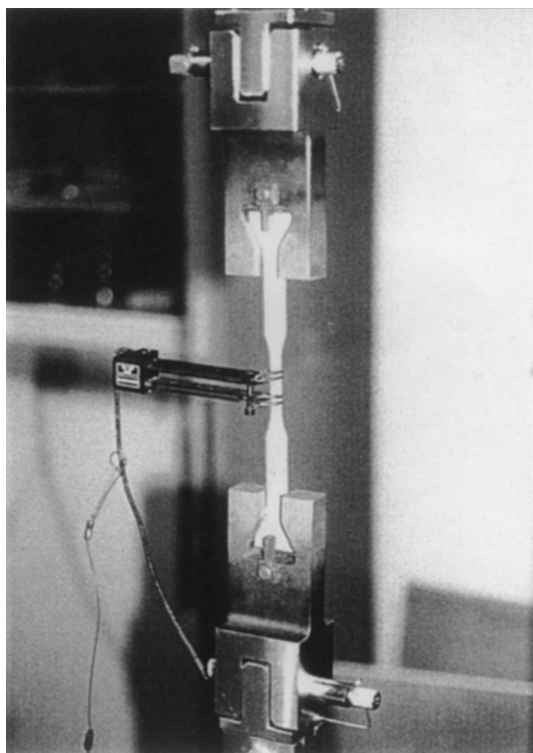


図 27 高温用試験片の形状を決めるための予備試験片の試験状況(室温試験)

N 2 試験片を用いた予備試験では、図 27 のような方法で室温引張試験を行った。試験片は、上下の試験片支持部の両側に、留め金を用いて支持部の溝から外れないようにした。試験標定部には、標点間距離 12.5mm の伸び計を輪ゴムで取り付けて伸びを計測した。破断伸びは、UD(0)試験片の伸びとほぼ等しい 1.0% の妥当な値を示した。N 2 試験片では、室温での試験片肩部のせん断強さを確かめた。N 3 試験片を用いた予備試験では、図 28 と図 29 に示した赤外線加熱炉⁽²⁾を用いて 500 の高温引張試験を行った。図 28 は赤外線加熱炉を設置した引張試験装置の外観である。図 29 は赤外線加熱炉の片側を開いた状態で、炉の内部に試験片を取り付けた状況を示した写真である。この引張試験装置の試験片支持部には冷却機構が無いので、試験標定部の温度が 500 のとき、肩部の温度は 303 になった。N 3 試験片では、試験片肩部が高温になった場合の肩部のせん断強さを確かめた。

図 30 に引張予備試験で行った N 1、N 2、N 3 試験片の肩部のせん断応力とクロスヘッド移動量の関係を示す。なお、肩部の断面積は 108mm^2 である。N 1 試験片の最大せん断応力は 82MPa、N 2 試験片は 74MPa、N 3 試験片は 28MPa になった。なお、N 2 試験片では伸びを計測したが、他の試験片は伸びを計測していないため、図 30 ではクロスヘッド移動量に対する肩部のせん断応力の関係で示した。高温用試験片の肩部がどの程度の荷重に耐えられるか調べるため、クロスヘッド移動量に対する破壊までの

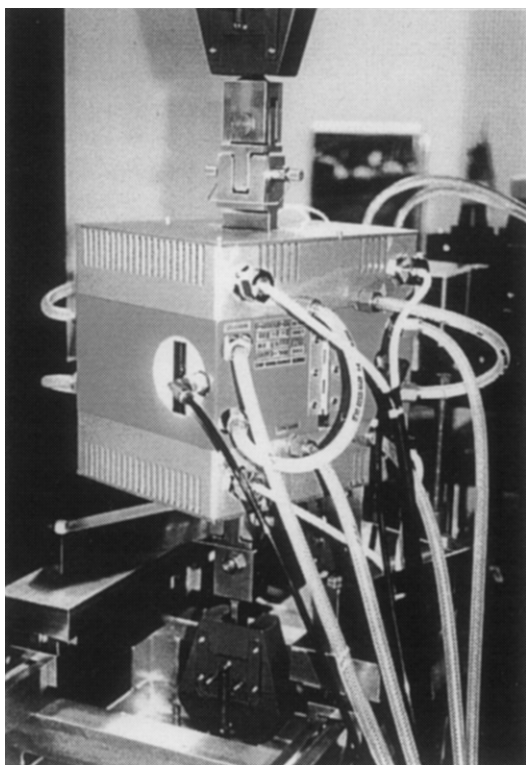


図 28 赤外線加熱炉を用いた予備試験片の試験状況(高温試験)

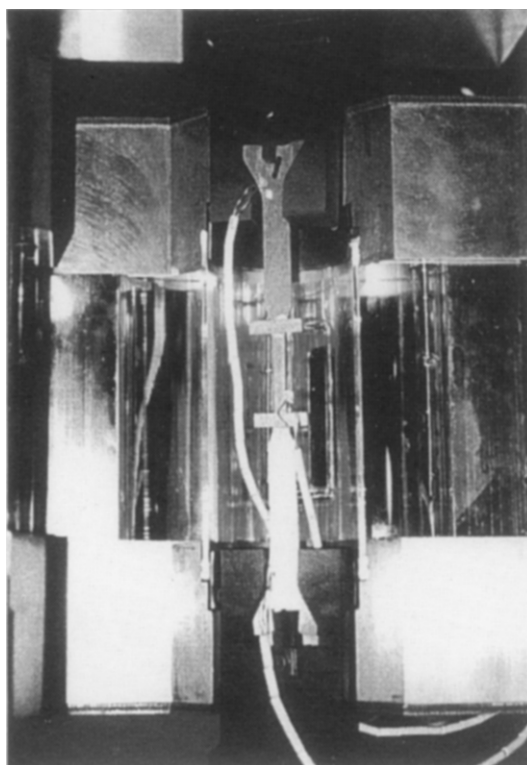


図 29 赤外線加熱炉内部の予備試験片取り付け状況

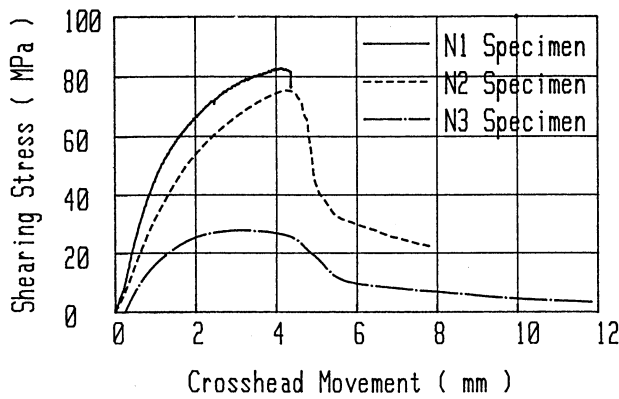


図 30 クロスヘッド移動量に対する試験片肩部のせん断応力の挙動

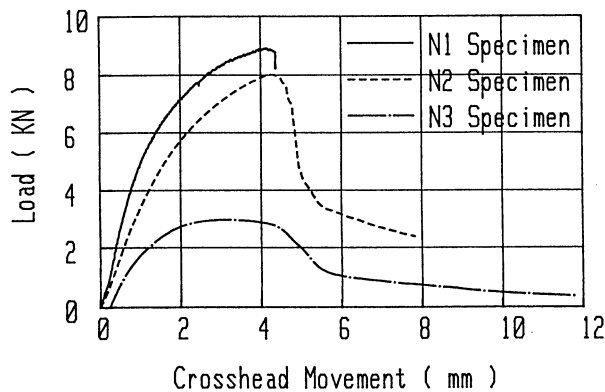


図 31 クロスヘッド移動量に対する荷重の挙動

荷重の挙動を図 31 に示した。縦軸は荷重、横軸はクロスヘッド移動量である。なお、N 1 試験片の最大荷重は 8.9kN、N 2 試験片は 8.0kN、N 3 試験片は 3.0kN になった。前述した短冊形 UD(0)試験片の引張強さは 1072MPa であるから、肩部の耐荷重を 8.0kN としたとき、肩部にせん断破壊を生じさせないで試験標定部を破壊させるには試験片の最小断面積は 7.46mm² 以下にする必要がある。高温用試験片では、試験標定部を確実に破壊させるため、試験標定部の断面積を 7.46mm² の約 20% 少ない 6mm² とし、試験標定部の厚さを図 1 のように 1.5mm とした。

図 32 は予備試験用試験片の破壊状況である。N 1 試験片は、430 の高温試験であるが水冷機構の影響で肩部の温度が 60 となり、肩部が高温にならなかったため、最大荷重 8.9kN で肩部の両側に繊維方向に沿った縦割れ状のせん断破壊が生じた。N 2 試験片の室温引張試験の場合、最大荷重 8.0kN で N 1 試験片と同様に、肩部の両側が縦割れ状にせん断破壊した。N 3 試験片は、肩部が高温(303) になったため、最大荷重 3.0kN でマトリックスの軟化による塑性変形が生じ、肩部に大変形が生じて破壊した。

4.4 高温用試験片の引張試験結果と考察

高温引張試験では、図 1 に示した形状の N 8 ~ N16 高

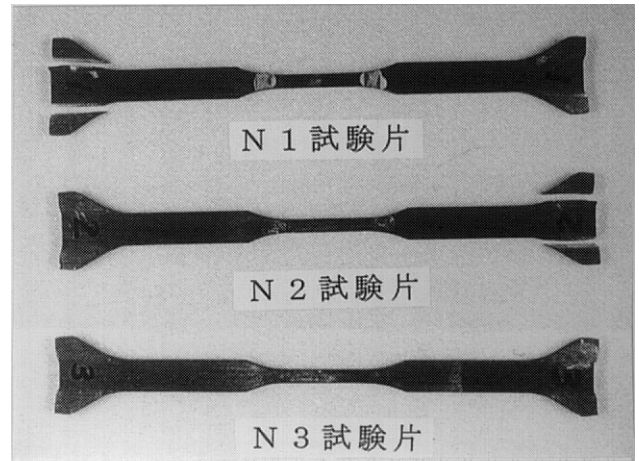


図 32 予備試験片の破壊状況

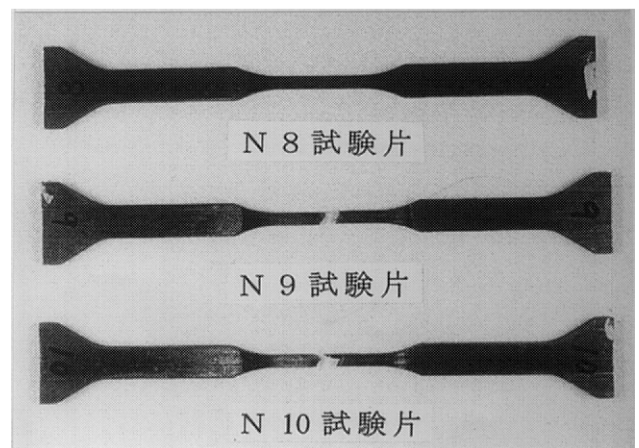


図 33 高温用試験片の破壊状況(その 1)

温用試験片を用いて室温(20)から 515 までの引張試験を行った。図 33 に N 8、N 9、N 10 試験片の引張破壊状況を示す。なお、N 8 試験片は 663MPa で破壊したが、試験片形状を保持させるため、破断する前に引張試験装置から試験片を取り外した。N 9、N 10 試験片は試験標定部の中央部付近で破断した。なお、N 8 試験片は、マイクロスコプで観察したところ、試験標定部の中央部付近にき裂が入っていた。図 34 に N 11、N 12、N 13 試験片の破壊状況を示す。N 11、N 12 試験片は試験標定部の中央部付近で破断した。N 13 試験片は中央部より左側に寄った部位で破断した。N 8 から N 12 試験片までの 290 以上の比較的高温で行った引張試験では、引張破壊は試験標定部の中央部付近で生じる傾向がある。図 35 に N 14、N 15、N 16 試験片の破壊状況を示す。これらの試験片は中央部より左側に寄った部位で破断した。N 13 から N 16 試験片までの 230 以下の比較的低い温度で行った引張試験では、中央部からはずれた変断面部に近い部位に引張破断が生じる傾向がある。

表 6 に、高温引張試験で得られた各試験片の試験標定部

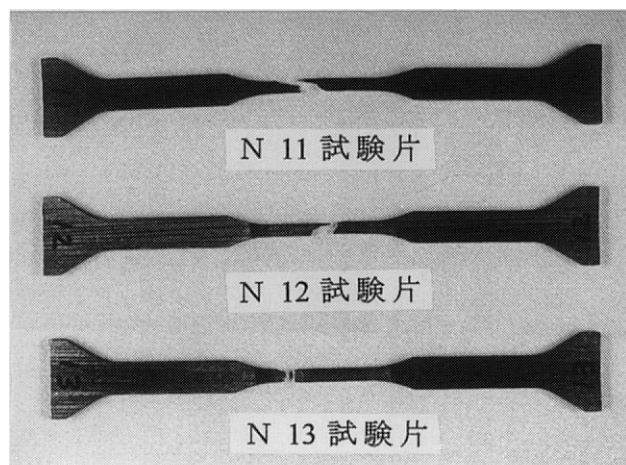


図 34 高温用試験片の破損状況(その 2)

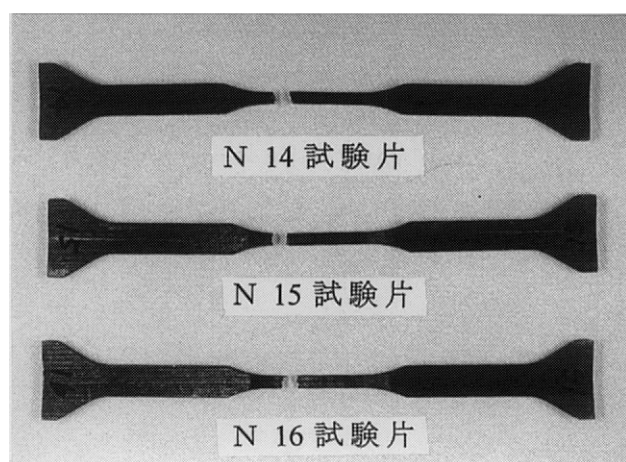


図 35 高温用試験片の破損状況(その 3)

の温度、引張強さ、弾性率、破断伸びを示す。表 6 の弾性率の値は、図 36 の一点鎖線の円内の応力とひずみの関係から求めた。図 36 は高温用接触式伸び計で測定した標点間の伸びから求めたひずみと、応力の関係を示した応力 - ひずみ線図である。縦軸は応力、横軸はひずみである。高温用試験片では、UD(0)試験片で生じたような明瞭な Knee 点は測定されなかった。なお、各試験片の応力 - ひずみ線図は、ややバラツキが大きい。この原因は、290 以上の試験片の場合には高温によるマトリックスの軟化、又、試験片標定部の断面積が比較的小さいのに対し、図 16 に示したように、繊維分布には粗密の差があり、不均一である等の影響が考えられる。

表 7 に、文献(1)に記載されている Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材の室温及び 300 と 450 の引張強さを示す。表 7 には、試験片製作会社名、試験温度毎の引張強さの平均値、最大値、最小値及び試験片の個数を示した。

図 37 に試験片の試験標定部の温度と引張強さの関係を示す。縦軸は引張強さ、横軸は試験標定部の温度である。室温及び高温の引張試験で得られた引張強さを印で示す。

表 6 Hi-Nicalon/Al(1090)複合材料の高温引張特性

試験片番号	試験温度 (°C)	引張強さ (MPa)	引張弾性率 (GPa)	破断伸び (%)
N8	515	663	194	0.42
N9	462	662	185	0.68
N10	388	794	118	0.90
N11	335	873	124	0.82
N12	290	795	112	0.85
N13	230	862	144	0.71
N14	202	907	124	0.97
N15	20	872	122	1.04
N16	20	1168	127	1.02

表 7 Nicalon/Al(1050)複合材料の引張強さ

試験片の製造会社	試験温度 (°C)	引張強さ (MPa)			試験片の個数
		平均値	最大値	最小値	
NCK Vf = 40 %	R.T.	910	1023	759	16
	300	822	946	669	8
	450	597	760	429	8
FHI Vf = 40 %	R.T.	967	1015	914	15
	300	810	895	729	11
	450	693	789	523	11

注記；上表の値は、文献値である。

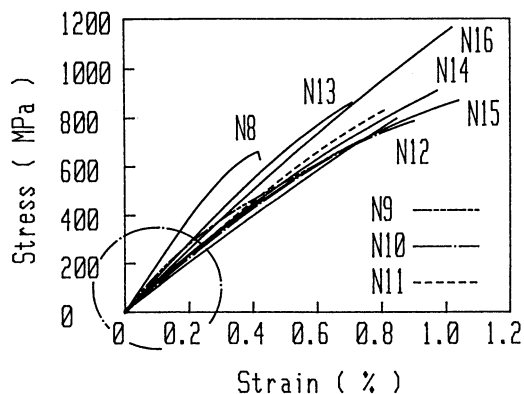


図 36 高温用試験片の高温用接触式伸び計から求めたひずみに対する応力の挙動

す。表 7 の室温及び高温の引張強さは、試験片製作会社毎に FHI を印、NCK を印で示し、最大値と最小値も併せて示した。高温引張試験で得られた 202 から 515 までの 7 点の測定値を最小二乗法で近似した。その結果、測定値は一次近似直線によく近似した。一次近似直線の室温(20)に相当する引張強さは 1038MPa、500 に相当する引張強さは 671MPa であり、試験片温度の上昇に伴い引

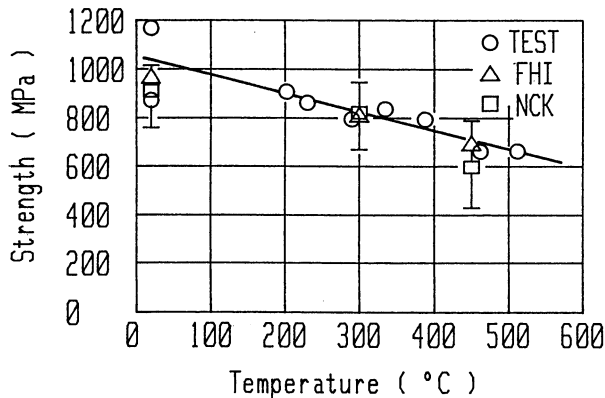


図 37 高温用試験片の試験片温度と引張強さの関係

張強さは、ほぼ直線的に低くなった。表 7 の 300 と 450 の高温引張強さは、NCK の 450 の値はやや低い、その他の試験片は一次近似直線に近接しており、Hi-Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材と同等の高温引張強度を有していた。室温の引張試験を行った N 15、N 16 高温用試験片の場合、図 37 に示したように引張強さの差異が大きくなった。この原因は、試験片の断面積が 6 mm^2 と小さいため、図 16 に示すような試験片断面の繊維分布の粗密のパラツキが、大きく影響したと考えられる。これに対し、UD(0) 試験片の N 4 及び N 5 試験片では、断面積が 60 mm^2 と大きく、粗密のパラツキが平均化され、N 4 試験片の引張強さは 1082 MPa 、N 5 試験片の引張強さは 1072 MPa と室温の近似値に近い妥当な値になっている。

5. あとがき

本報では、Hi-Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材料の室温及び高温引張試験を行い、室温から 515 までの引張材料特性を調べた。又、試験結果と、文献(1)に記載されている Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材料の引張試験データと比較した。その結果、以下のことが明らかになった。

- (1) 引張強さを単純複合則の値で除した強化達成率は、Hi-Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材の UD(0) 試験片では 87 %、Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材の UD(0) 試験片では 60 ~ 78 % であり、前者の方が複合効果が高いことがわかった。
- (2) UD(0) 試験片の応力 - ひずみ線図の Knee 点は、引張強さの約 13 % の低い負荷で生じた。実用負荷で形状安定性を考慮する設計では、Knee 点を越えた部分の挙動から求める見掛けの弾性率を用いる必要がある。

(3) UD(90) 試験片の Hi-Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材の引張強さは、Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材の引張強さより 10.4 ~ 25 % 低くなった。この原因は、マトリックスの純度の違いによるものと考えられる。なお、前者のマトリックスは 99.9 % の純アルミニウムであり、後者は 99.5 % の純アルミニウムである。

(4) ダンベル形試験片を用いた予備引張試験から、試験片肩部のせん断強さを求めた。その結果、せん断強さは 72 MPa になった。このときの試験片肩部のせん断破壊荷重は 8 kN である。

(5) Hi-Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材料の高温引張強さと、Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材の 300 と 450 の高温引張試験データを比較した。その結果、後者の複合材料の場合、450 で強度のやや低い試験片もあったが、ほぼ同等な引張強さであることがわかった。

(6) Hi-Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材料の試験標定部の温度と引張強さの関係を調べるため、202 から 515 の 7 点の測定値を最小二乗法で近似した。その結果、一次近似直線に近似できることがわかった。室温(20)の近似値は 1038 MPa 、500 では 686 MPa となり、温度上昇に伴いほぼ直線的に低くなる傾向を示した。

なお、本研究を遂行するにあたり、Hi-Nicalon 繊維強化 SiC/Al 複合材料を提供して頂いた日本カーボン(株)に対して深く感謝致します。

参考文献

- 1) 次世代複合材料技術ハンドブック;1990 年 7 月
- 2) 祖父江靖、小河昭紀、森本哲也、超高温用引張試験装置および光学式伸び計を用いた材料強度計測システム、TM-725(1998 年 7 月)
- 3) 今井欽一、炭化ケイ素繊維ニカロン強化アルミニウム系コンポジットワイヤ、第 6 回次世代産業基盤技術シンポジウム講演論文集、P.327 (1989)
- 4) 藤原力、焼成繊維系 FRM の熱間プレス成形、第 6 回次世代産業基盤技術シンポジウム講演論文集、P.385 (1989)
- 5) 榊原俊夫、ロール成形による FRM の製作とその特性、第 6 回次世代産業基盤技術シンポジウム講演論文集、P.395 (1989)
- 6) 金属便覧(改訂 5 版)、日本金属学会編、P.627 (1995)