

A14 短繊維強化型 C/SiC の圧縮下におけるクラック進展と力学特性の関係

戸端佑太 (総研大), 後藤健, 竹内伸介 (JAXA)

Yuta Tobata (SOKENDAI), Ken Goto, Shinsuke Takeuchi(JAXA)

1. 緒言

短繊維強化型 C/SiC は、従来のセラミックス基複合材料(CMC)の利点である、高温機械特性や軽量性に加え、連続繊維型よりも短時間で高密度の材料を作る事ができる。このことからロケットノズルスカートのような高温部材に適用されている連続繊維強化型 CMC を、短繊維型に置き換えることにより低コスト化が期待できる。

しかしながらこれまでの研究では、ノッチ回りのクラック進展過程や、破壊靱性値の測定が行われているが^[1]、その途中過程における力学特性の変化や、ノッチのない材料における破壊過程に関する知見は少ない。

そこで著者らはこのような観点で、圧縮下における破断に至るまでの損傷過程の観察を行い、クラック長さや数、進展角を計測した^[2]。その結果、クラックは主に圧縮方向と 60deg から 90deg 方向に配向する繊維束内部にて、繊維を割らずに進むことがわかった。また進展方向は、圧縮方向に対し、0deg から 30deg に主に進むことがわかった。しかしながらそれらの損傷量が、弾性率や永久ひずみなどの力学特性に及ぼす影響についてわかっていない。破断までにそれら力学特性が変化するかどうかは、構造部材への適用に際し大きな関心である。

そこで本研究では破断に至るまでの力学特性を取得し、損傷量との関係について考察を行った。

2. 実験方法

2.1 材料

供試材として、クアーズテック社製の炭素繊維強化型 C/SiC を用いた。材料は熔融 Si 含浸法により作製された。表面組織は図 1 に示すように、ある面では longitudinal な繊維束が分散して見え、その直交面では transverse な繊維束が多数見える。そこで、longitudinal な繊維束が分散している面を”In plane 面”，その直交面を”Through-thickness 面”と呼ぶ。更に詳細に組織を観察すると、図 1 に示すように繊維束のまわりを SiC が覆っている。また、SiC 相中には Si 相が混じっている。これは熔融 Si 含浸プロセスにて、フェノール由来の炭素と未反応のまま残留していることによる。一方繊維束に注目すると、内部にはほとんど Si 相や SiC 相が確認されず C/C 繊維束に近い構造を呈している。

2.2 圧縮試験

試験片は直径 240mm、暑さ 10mm の円盤形状の材料から幅 10mm、奥行 10mm、高さ 20mm の直方体形状に加工したものをを用いた。繊維束の配向分布は図 3 のようになっている。圧縮試験は、破断まで除荷を行わない試験と負荷と除荷を繰り返す「負荷除荷繰り返し試験」を行った。荷重方向は”in plane”に平行になるようにした。ただし後述する”in plane”に直交する方向の弾性率を取得するために、その方向にも負荷除荷繰り返し試験を行った。試験片個数はシングル試験用に 2 個、負荷除荷繰り返し試験用に各面方向にそれぞれ 3 個行った。ピーク応力は 35MPa とした。また各ピーク応力にて 3 回負荷除荷を繰り返した。試験装置には引張・圧縮試験装置(島津製, AG-10)を用いた。また圧縮負荷は試験片を黒鉛製治具で挟むことにより行った。治具は

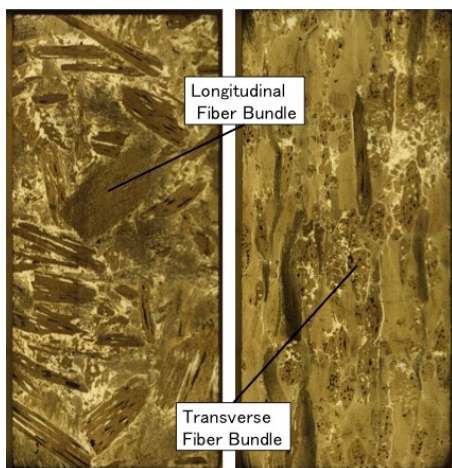


図1 短繊維強化型 C/SiC の表面組織

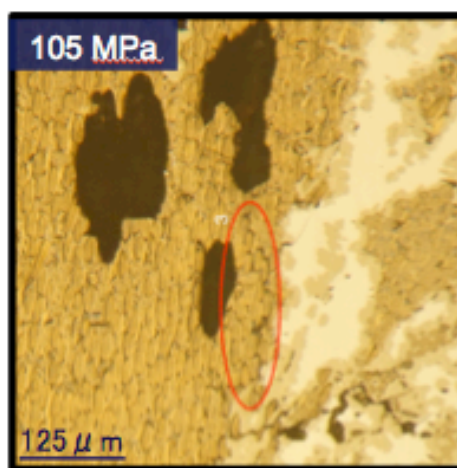


図2 短繊維強化型 C/SiC の繊維束周辺の組織

圧縮方向と直交する方向に滑らないように、シリンダー状の黒鉛治具によって拘束されている。ひずみ計測は試験片表面にひずみゲージ(KFGS-6-120-C1-11)を設置することにより測定した。設置箇所は表裏二面とした。

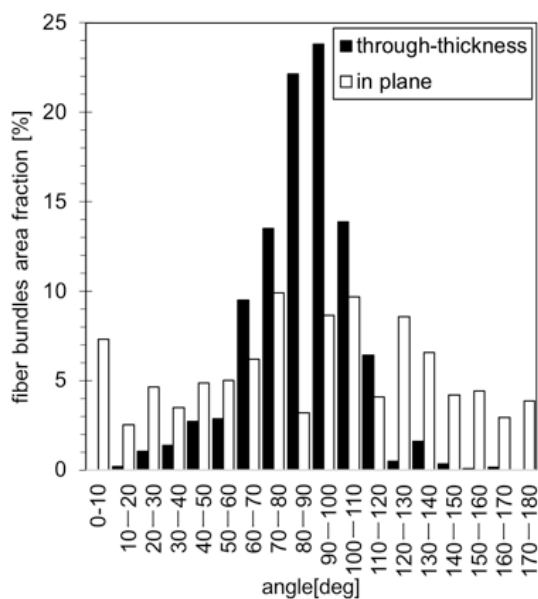


図3 繊維束配向分布

2.3 クラック観察方法

損傷過程を明らかにするために、各ピーク応力における試験片側面を観察した。観察には光学顕微鏡(OLYMPUS 製、製品名)により撮像した画像を用いた。撮影対象は試験片全側面とした。次にクラックを見つけ出すために、ピーク応力を負荷する前後で、同じ箇所にて画像を見比べた。その後発見したクラックを画像上に直接なぞりクラックマップを作成した。次にクラックの特徴量として、クラックの進展数や長さ、進展角を計測した。試験片端部からクラックが伸びる原因は、治具との接触部における応力集中であると考えられる。このため本研究では、応力集中により進展したと考えられるクラックは除外した。次にクラック

の代表長さに関して、面積最小となるような外接四角形で囲み、その代表長さを計測することで得た。クラック進展角は、外接四角形の長軸と荷重方向とのなす角を計測することで得た。従って、進展角が 0deg の場合、クラックは荷重方向と平行に進んでいることを意味する。

3. 実験結果及び考察

3.1 主な力学特性

典型的な応力ひずみ線図を図 4 に示す。圧縮強度は 174 (+15, -12)MPa, 破断ひずみは 0.40 (+0.03, -0.02)% を示した。また力学特性として、永久ひずみと除荷弾性率に注目した。除荷弾性率は、ピーク応力時とそれより 35MPa 低い応力時の傾きとした。初期除荷弾性率 E_{c11} は 69 ± 6 GPa, E_{c33} は 29 ± 2 GPa 示した。図 4 より、負荷段階では応力とひずみは非線形な関係を、除荷後からそれより 30MPa 低い応力までは線形な関係を、それより低い応力では再び非線形な関係を示している。また、各ピーク応力において除荷後のひずみは、負荷前と比較して増えていることがわかる。以後この増加したひずみを永久ひずみと呼ぶ。Table 1 に応力と除荷弾性率の関係を示す。表よりピーク応力の増大にも関わらず、除荷弾性率は変化しなかった。

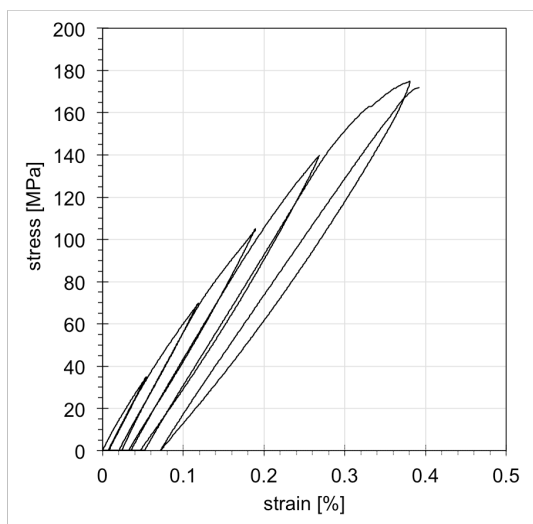


図 4 応力とひずみの関係

Table1. 除荷弾性率の変化

| Peak Stress [MPa] | 35 | 70 | 105 | 140 |
|-------------------|------------|---------------|---------------|---------------|
| E_{c11} [GPa] | 69 (±6) | 69 (+5 -7) | 70 (+5 -6) | 71 (+6 -7) |

3.2 除荷弾性率が低下しない原因

3.1 で述べた通り、除荷弾性率は応力の増大にも関わらず低下しなかった。そこで除荷弾性率が低下しなかった原因を考える上で、繊維が破断した場合とそうでない場合とで弾性率がどれほど低下するか推定した。

力学モデルは次のように考える。繊維束配向分布を見ると、ある面ではおよそ繊維がランダムに分散しているのに対し、その直交面では、圧縮方向とおよそ 90deg の方向に配向していることがわかる。この傾向は、実際の表面組織画像(図 1)からも確認できる。そこで以後、本材料を 2D で分散している複合材料とみなす。また Si 相や SiC 相にはプロセスクラックが多く見られる^[2]。そこで本材料の荷重は繊維束のみが荷重を負担するものとして考える。

次に繊維束の初期弾性率を推定する。Fu, Lauke らによると^[3], SFRP(Short Fiber Reinforced Polymers)は、荷重のほとんどを繊維が負担するとして、繊維の力学特性と配向分布や繊維長さ分布から複合材料の弾性率を推定する方法を提唱している。そこでこの推定方法を応用して、繊維束の弾性率から複合材料の弾性率を推

定する方法を導くと、 E_{c11} は次のように導かれる。

$$E_{c11} = \frac{\bar{A}_{11}\bar{A}_{22} - \bar{A}_{12}^2}{\bar{A}_{22}} \quad (1)$$

$$A_{ij} = \sum_{k=1}^N Q_{ij}' p_k(\theta) \quad (2)$$

$$\begin{pmatrix} Q_{11}' \\ Q_{22}' \\ Q_{12}' \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} m^4 & n^4 & 2m^2n^2 \\ n^4 & m^4 & 2m^2n^2 \\ m^2n^2 & m^2n^2 & m^4 + n^4 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} Q_{11} \\ Q_{22} \\ Q_{12} \end{pmatrix} \quad (3)$$

$$(m = \cos\theta, n = \sin\theta)$$

$$Q_{11} = E_L / (1 - \nu_{LT}\nu_{TL}) \quad (4)$$

$$Q_{22} = E_T / (1 - \nu_{LT}\nu_{TL}) \quad (5)$$

$$Q_{12} = \nu_{LT}Q_{12} \quad (6)$$

$$\nu_{TL} = \nu_{LT}E_T/E_L \quad (7)$$

ここで $p_k(\theta)$ は、圧縮方向とのなす角が θ となる繊維の存在確率、 N はその種類の総数に相当する。これらの式より、 E_{c11} を導くためには、 E_L 、 E_T 、 ν_{LT} 、 $p_k(\theta)$ の 4 つのパラメータが必要であることがわかる。すなわち、

$$E_{c11} = f(E_L, E_T, \nu_{LT}, p_{k11}(\theta)) \quad (8)$$

と表せる。ここで、 $p_{k11}(\theta)$ は、繊維が分散している面における繊維の存在確率を表す。しかし今求めたいのは、 E_L 、 E_T であるが、実験結果から分かる値のみでは、推定することはできない。ところで E_{c33} は、上式に従うと次のように表される。

$$E_{c33} = f(E_L, E_T, \nu_{LT}, p_{k33}(\theta)) \quad (9)$$

ここで、 $p_{k33}(\theta)$ は、繊維が分散している面との直交面における繊維の存在確率を表す。この E_{c33} 、 $p_{k33}(\theta)$ は既知である。従って、 ν_{LT} が分かれば E_L 、 E_T を推定することができる。

ところで本材料の繊維束は、図 2 に示す通り、炭素繊維が Si と反応せずに残った炭素マトリックスで覆われた C/C と同等の構造を呈している。このため ν_{LT} は UD 材の C/C 繊維束のものと同じと考えられる。そこで ν_{LT} を文献^[4]から引用し、0.47 とすると、 E_L は 180GPa、 E_T は 20GPa と推定できる。

そして繊維が破断した場合の複合材料の弾性率の低下割合を推定する。繊維が破断した場合、 E_L は低下するはずである。そこで、 E_L と E_{c11} の関係を推定した。その結果を図 5 に示す。図よりほんのわずか $10\%E_L$ が低下しただけでも、 E_{c11} は 10% 近く低下している。30% 近く低下した場合は、20% 近く低下している。一方繊維が破断していないとした場合、 E_T の低下が考えられる。そこで、図より E_T と E_{c11} の関係を見ると、仮に E_T が 30% 低下したとしても、 E_{c11} の低下はわずか 5% 程度である。以上より弾性率が変わらなかった原因は、クラックが圧縮方向とほぼ直交する繊維束内部にて繊維を破断させずに進むため E_L は低下しないことに加え、 E_T は下がるものの E_{c11} への低下寄与が小さいためだと考えられる。

3.3 永久ひずみが増加する理由

3.1 で述べたとおり、応力の増大に伴い永久ひずみが増加した。本節ではその理由を考察する。安山岩を圧

縮した場合、応力の増大に伴い、線形ひずみだけでなく、非線形ひずみが生じることが知られている。また非線形ひずみが生じる理由は、その内面におけるすべりと摩擦によるものだと考えられている^[5]。そこで、本節ではこの理論を本材料に対して適用することで応力と永久ひずみの関係を推定する。

応力とひずみ増加量の関係と、クラックが閉じた場合に、クラック内面に働くせん断応力は、Basista らにより次のように表せる。

$$d\varepsilon = \frac{\sigma_1}{E_{c11}} + \frac{4(1 - \nu_{TZ})}{E_{TZ}} \omega_0 \tau_{eff} \sin(\pi - 2\gamma) \quad (10)$$

$$\tau_{eff} = \tau_c - \mu \sigma_1 \cos^2\left(\frac{\pi}{2} - \gamma\right) + \frac{1}{2} \sigma_1 \sin(\pi - 2\gamma) \quad (11)$$

ここで ν はポアソン比を、 τ_c はクラックのすべり抵抗応力、 μ は繊維-マトリックス界面における摩擦係数をあらわす。また添字の TZ は繊維束の長軸との直交面における値を示す。ただし、Basista らは、負荷開始から除荷終了まで常にすべり続けることを前提としているが、本材料の場合、図に示すように、除荷直後に応力とひずみは線形な関係を示している。これは除荷直後、静止摩擦が働いているためであると考えられる。そこで、非線形な関係を示すまではクラック内面ですべりは生じないものとして、永久ひずみを次のように導いた。

$$\varepsilon_0 = \varepsilon_p - \int_0^{\sigma_p-30} d\varepsilon_p \quad (12)$$

ここで、 ε_p はピーク応力時のひずみをさす。 σ_p-30 はすべり開始応力をさす。

式(1)から(3)中の変数に用いた値を表に示す。 τ_c は、クラックが繊維束内にて繊維を割らず、それらの間を進んだことから、C/C のすべり応力と剥離強度を考慮して 18MPa とした^[6]。 μ は C-C の摩擦係数の値 0.2 を用いた^[7]。 ν_{TZ} は繊維束の TZ 面では等方性を有するため、0.3 とおいた。 σ_s は、ピーク応力より 5MPa 低い応力までの平均の傾きと、ひずみが 0.035% となる応力と定義し、30MPa を用いた。また ω_0 は次式より得られる。

$$\omega_0 = Nc^2/A_0 \quad (13)$$

N はクラック数、 c は平均クラック長さ、 A_0 はクラック観察面積をさす。 ω_0 と γ を Table 2 に示す通りである。表中には、クラック進展の有無によってそれぞれの値を示している。ひずみの計算は、それぞれの場合のもの総和をとった。

図 6 に応力とひずみの関係の実験値と推定値を比較したものを示す。図より、両者は良く一致している。応力が増えると式に示すように、クラック長さや数が増加するため、クラック密度は増加する。また式(12)に示すように除荷直後クラックはすべらないと仮定しているため、ピーク応力からすべり開始応力までにすべらなかつた分のひずみはそのまま蓄積する。すなわち、負荷後に滑り始めたクラック位置に、除荷後完全に戻らずに永久ひずみが蓄積するといえる。以上より永久ひずみが増加する原因は、クラック密度の増加と、除荷直後にクラック内面がすべらないことが原因であると考えられる。ただし、今回引用した τ_c や μ が応力ひずみの推定精度に及ぼす影響や、今回の仮定の妥当性に関して、今後検討する必要があるだろう。

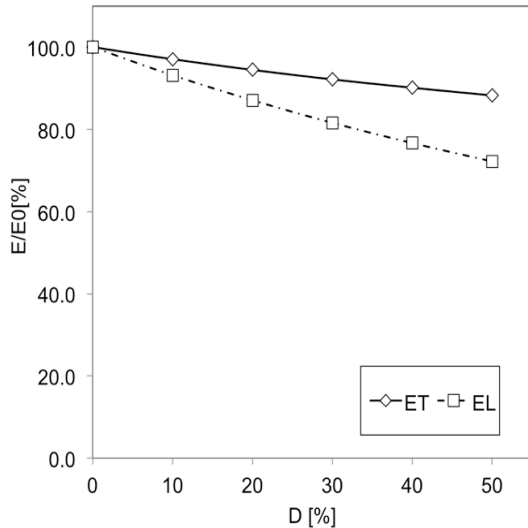


図5 繊維束弾性率の低下が複合材料弾性率に及ぼす影響

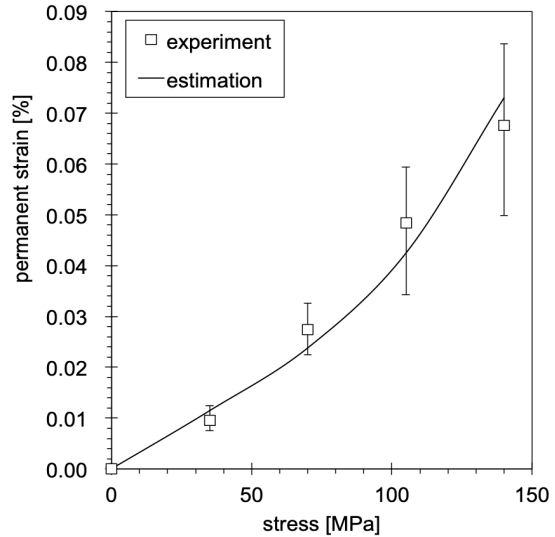


図6 永久ひずみの実験値と推定値

4. Conclusion

炭素短繊維強化 SiC 複合材料は、クラック進展に伴い、永久ひずみは増加する。この原因はクラック密度の増加に加え、除荷直後にクラック内面がすべらないために生じたと考えられる。一方除荷弾性率は変化しない。この原因は、クラックが繊維を割っていないことに加え、 E_T が下がっていると考えられるものの、 E_{c11} への低下寄与が小さいためだと考えられる。

. References

- [1] R. Inoue, J. -M. Yang, H. Kakisawa, Y. Kagawa, "Mixed-Mode Fracture Criterion of Short Carbon Fiber Dispersed SiC Matrix Composite", Journal of Ceramic Science and Technology, 08 [2] 223-232 (2017)
- [2] 戸端祐太, 後藤健, 第 34 回宇宙構造・材料シンポジウム, 相模原, 2018.12.
- [3] Shao-Yun Fu, Bernd Lauke, "THE ELASTIC MODULUS OF MISALIGNED SHORT-FIBER-REINFORCED POLYMERS", Composite Science and Technology 58 (1998) 389-400
- [4] Takuya Aoki, Hiroshi Hatta, Taku Hitomi, Hiroshi Fukuda, Ichiro Shiota, "SiC/C multi-layered coating contributing to the antioxidation of C/C composites and the suppression of through-thickness cracks in the layer", Carbon 39 (2001) 1477-1483
- [5] M. Batista, D. Gross, "THE SLIDING CRACK MODEL OF BRITTLE DEFORMATION: AN INTERNAL VARIABLE APPROACH", Int. J. Solids Structures Vol. 35, Nos. 5-6, pp. 487-509, 1998
- [6] Hiroshi Hatta, Ken Goto, Takuya Aoki, "Strength of C/C composites under tensile, shear and compressive loading: Role of interfacial shear strength", Composites Science and Technology 65 (2005) 2550-2562
- [7] Eishi Maeda, Kenji Miyazaki, Kaoru Shibata, Hisayoshi Yoshida, "Friction and Wear between Carbon Materials at High temperature", TANSO, No.162, p.96-99, 1994