

A15 繊維束複合材料を用いた $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ の力学特性評価

山本祥平（東理大・院），後藤健（JAXA），向後保雄、井上遼、新井優太郎（東理大），
Shohei Yamamoto (Graduate student of Tokyo University of Science), Ken Goto (JAXA), Yasuo
Kogo, Ryo Inoue, Yutaro Arai (Tokyo University of Science)

[緒言]

近年、航空エンジンの軽量化や耐腐食性能の向上にセラミックス基複合材料の適用が要求されている。 Al_2O_3 繊維強化 Al_2O_3 複合材料 ($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$) は高比強度・軽量・化学的安定性の特徴からシュラウドや排気ノズルへの適用が期待されている。 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ では多孔質マトリックスを適用することで Al_2O_3 単体が本来は持たない靱性を発現している。しかし、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ の破断ひずみは強化繊維の破断ひずみの 30% 未満であり^[1]、繊維強度発現率は向上の余地が十分残されている。既往研究では、マトリックスの引張強度は $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ の引張強度に寄与しないこと、破断ひずみが $<0.4\%$ であり繊維強度発現率が 50% 未満であることが示されているが、複合材料中の in-situ 繊維はどの程度機能しているか、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ の低い繊維強度発現率の原因が不明であり、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ の力学特性向上には解明が必要である。本研究では、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ の力学特性向上に必要な要素の調査を目的とし、1 本の繊維束からなる繊維束複合材料の in-situ 繊維強度の取得と単繊維複合材料を用いた繊維の破壊とマトリックスの影響の調査を行った。

[方法]

繊維束複合材料および単繊維複合材料の作製には Al_2O_3 繊維(ニチビ、R-350FK-D510)、 Al_2O_3 前駆体 Sol の分散媒と $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 粒子(住友化学、AKP-50)を混合した前駆体スラリーを用いた。繊維の表面には EtOH 希釈 Phenol resin でコーティングした。

Fig.1 に繊維束複合材料と単繊維複合座料の作製方法を示す。繊維束複合材料はスラリー中に繊維束を浸漬、10 分間の真空含浸を行い、 $\phi=0.8\text{mm}$ の穴を有するダイスで過剰分を除去した。90℃で 6h 乾燥後、1150℃で 2h 焼成した。単繊維複合材料は、繊維束から取り出した 1 本の Al_2O_3 繊維を、中央に 30mm の切抜きを有する作製の台紙に貼り付け、30mm の範囲のみマトリックス前駆体を付着した。90℃で 6h 乾燥後、1150℃で 2h 焼成した。作製した複合材料および Al_2O_3 単繊維について、Fig.2 に示す形状で試験片を作製し負荷速度

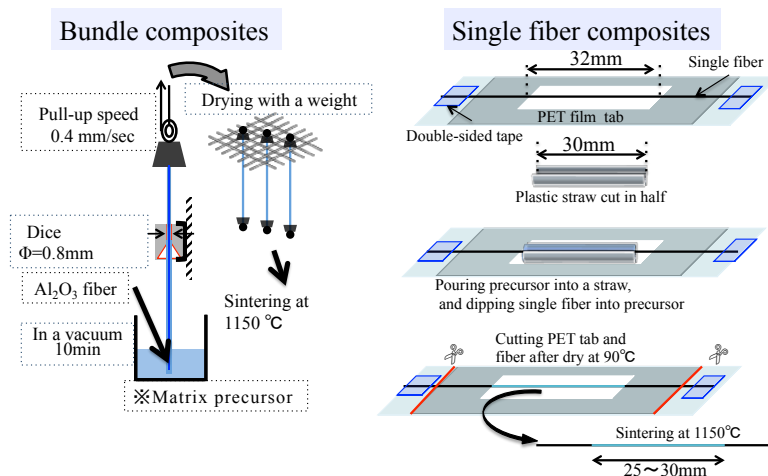


Fig.1 Procedure of fabrication of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$.

0.1mm/min で引張試験を行った。 Al_2O_3 単繊維の引張試験結果より、繊維の破面に生じるミラーの半径 r_m と引張強度を(1)式に適用することでミラー定数 A_m を取得した。同様に、繊維束複合材料の引張試験後の破断面に生じる繊維の破断面からミラー半径 r_m を測定し、既知のミラー定数 A_m と合わせて(1)式に適用することで繊維束複合材料の in-situ 繊維強度を取得した^[2]。また、in-situ 繊維強度と pull-out 長さ L より、界面せん断応力 τ_i を算出した^[2]。

$$\sigma_f \sqrt{r_m} = A_m \text{ (constant.)} \quad (1)$$

$$\tau_i = \frac{A_m \sqrt{r_m} \sigma_f}{L} \quad (2)$$

Curtin のマルチプルマトリックスクラックの状態における極限引張強度 σ_{UTS} を算出し複合材料の引張強度との比較を行った^[3]。 σ_{UTS}^* は繊維/マトリックス滑り応力 τ を利用して破断した繊維も破断前と同程度の応力を負担する場合の強度の下限值、 σ_{UTS}^{\dagger} は滑り応力 $\tau=0$ で破断した繊維が機能しない時の強度を示し、それぞれ(3)式、(4)式で算出した。

$$\sigma_{UTS}^* = V_f \sigma_{TS} F(m) \quad F(m) = \left| \frac{2}{(m+2)} \right|^{\frac{1}{m+1}} \left| \frac{(m+1)}{(m+2)} \right| \quad (3)$$

$$\sigma_{UTS}^{\dagger} = V_f \sigma_{TS} H(m) \quad H(m) = \left| \frac{2}{(m+2)} \right|^{\frac{1}{m+1}} \left| \frac{m}{(m+2)} \right| \quad (4)$$

[結果・考察]

Fig.2 に Al_2O_3 単繊維の破断面を示す。すべての Al_2O_3 単繊維の破断面には亀裂起点を中心として扇状に滑らかな領域が広がっていることが確認できた。亀裂起点からミラーミスト教会までの距離であるミラー半径 r_m を測定し、 $\sigma_f \sqrt{r_m}$ のプロットの最小二乗法による近似直線の傾きをミラー定数 A_m とし、その値は $2.2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であった。また、 Al_2O_3 単繊維の平均強度は 1.36 GPa 、破断ひずみは 0.644% であった。

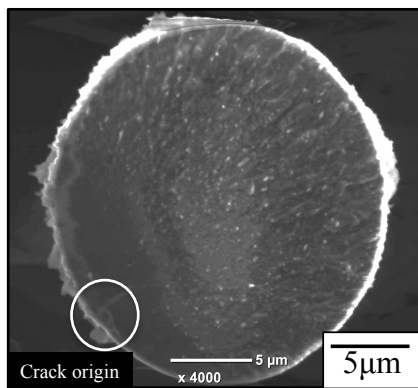


Fig.3 Fracture surfaces of Al_2O_3 single fiber.

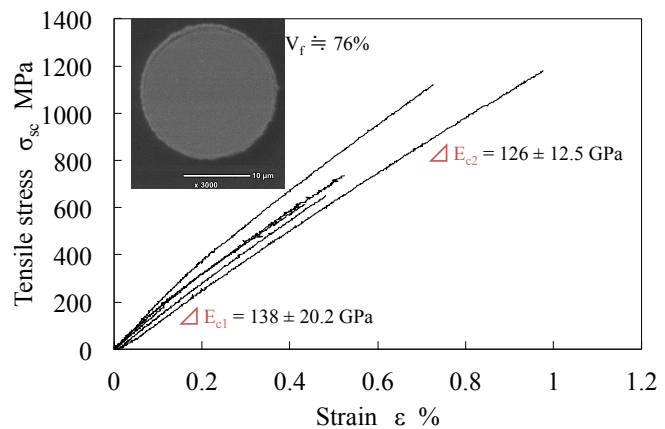


Fig.2 Typical stress-strain curve of tensile test of single fiber composites.

Fig.3 に単繊維複合材料の応力ひずみ線図を示す。単繊維複合材料の平均強度 $\sigma_{sc}(=\sigma_f V_f)$ は 0.773 GPa ($\sigma_f = 1.01$ GPa)、破断ひずみが 0.604 %であった。応力ひずみ線図より、初期のヤング率 E_{c1} と後期のヤング率 E_{c2} には、 $E_{c1} > E_{c2}$ であることから、マトリックスの破壊と繊維の破壊は同時に起こっていないことがわかった。破断ひずみより、単繊維複合材料の繊維強度発現率は 9 割を示した。破断面にはミラーゾーンは確認できたが亀裂起点が確認できなかった。繊維とマトリックスの接着部分が破壊起点となり 10% 分の強度劣化の原因となったことが考えられる。

Fig.4 に繊維束複合材料の破断面、Fig.5 に in-situ 繊維のワイブルプロット、Table.1 に繊維束複合材料の引張特性値を示す。Fig.4 の破断面より、 Al_2O_3/Al_2O_3 、および $Al_2O_3/C/Al_2O_3$ の破断面はホウキ状を示し、in-situ 繊維の断面には亀裂起点が確認できなかった。マトリックスの破壊は直接繊維に伝

搬していないが、マトリックスの存在により繊維強度が低下した様子を示した。Fig.5 より in-situ 繊維の引張強度は Al_2O_3 単繊維に対して劣化したことが確認できる。In-situ 繊維の平均強度が 0.981 GPa (Al_2O_3/Al_2O_3)、1.01 GPa ($Al_2O_3/C/Al_2O_3$) であり単繊維複合材料と同程度の引張強度を示したため、in-situ 繊維の繊維強度発現率も 9 割程度を発揮していると考えられる。また、繊維束複合材料の強度は Dry bundle 強度よりも低く引張強度向上の余地は十分に在ることが確認できる。また、in-situ 繊維の束強度が繊維束複合材料の強度に近似しているため、 Al_2O_3/Al_2O_3 の引張特性は in-situ 繊維に依存していることや、界面せん断応力 τ_i が非常に小さいことも踏まえるとマトリックスを有しない Dry fiber bundle に近い力学特性であると考えられる^[4]。Dry fiber bundle に破壊の仕方が低い繊維強度発現率の原因であることが考えられる。

Curtin のモデルに従った (3)、(4) 式で算出した極限引張強度 σ_{UTS}^* と σ_{UTS} は、 Al_2O_3/Al_2O_3 が 379 MPa、329 MPa、 $Al_2O_3/C/Al_2O_3$ が 433 MPa、383 MPa であった。2 種の複合材料ともに $\sigma_{UTS}^* < \sigma_c < \sigma_{UTS}$ であるため $\tau \neq 0$ の状態で LLS(Local load sharing) が機能している。In-situ 繊維は引張付加中にワイブル分布に従って切れ、破断繊維は繊維/マトリックス界面の滑り抵抗 τ を介して破断後も応力を支えることができる。しかし、 τ が小さい場合は破断前と同程度の応力を支えないため周囲の未破断繊維がその分を負担することになり、負荷の増大に伴い破断繊維が累積する。繊維束複合材料の破断ひずみが約 0.37% であり引張特性が繊維に依存していることから、許容できる累積破壊率は単繊維複合材料の破断ひずみ 0.37% の

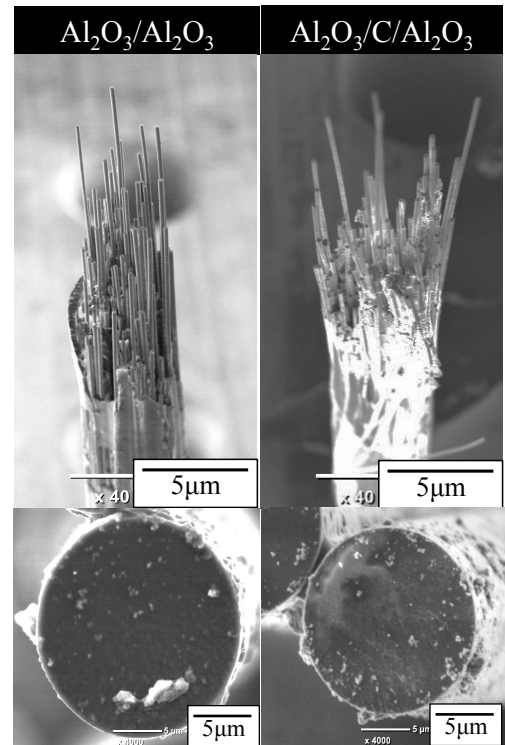


Fig.4 Fracture surfaces of bundle composites and in-situ fiber of Al_2O_3/Al_2O_3 and $Al_2O_3/C/Al_2O_3$.

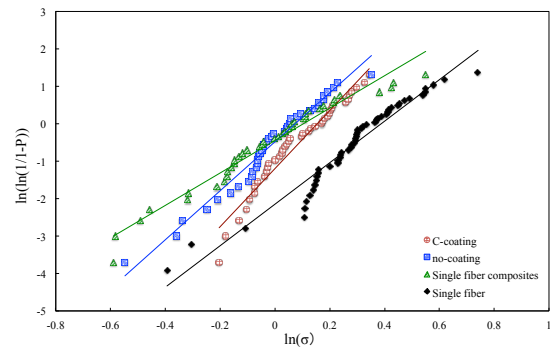


Fig.5 Weibull plots of tensile strength of Al_2O_3 single fiber, in-situ fiber of Al_2O_3/Al_2O_3 and $Al_2O_3/C/Al_2O_3$, and single fiber composites.

Table.1 Tensile properties of Al₂O₃/Al₂O₃ and Al₂O₃/C/Al₂O₃.

Sample sintered at 1150°C	Measured tensile strength σ_c [Mpa]	In-situ fiber bundle tensile strength σ_{TS} [MPa]	*Dry bundle tensile strength σ_b [MPa]	Interfacial shear stress τ_i [Mpa]
Al ₂ O ₃ /Al ₂ O ₃	345 ± 17.5	367	495	1.4 ± 0.2
Al ₂ O ₃ /C/Al ₂ O ₃	395 ± 18.9	433		1.6 ± 0.3

ときの累積破壊率 30%となる。In-situ 繊維の累積破壊率が 30%を超過するときに Al₂O₃/Al₂O₃ および Al₂O₃/C/Al₂O₃ が破断に至ることが考えられる。Al₂O₃/Al₂O₃ および Al₂O₃/C/Al₂O₃ の強度から繊維 1 本が負担する応力を算出すると ($\sigma_f = \sigma_c/V_f$; $V_f = 0.53$) それぞれ 651、745 MPa となる。滑り抵抗の値 ($(\sigma_{UTS}^* - \sigma_c)/V_f$) この時の破断繊維が支えられない応力は破断前に支えていた応力の 40~80%であることがわかる。したがって、未破断の繊維は 1.4~1.8 倍の応力が負荷されていることになり、追加応力分を加味した累積破壊率を考えると複合材料の強度 σ_c に達するとき in-situ 繊維の累積破壊率が 30%を超過する。したがって、Al₂O₃/Al₂O₃ および Al₂O₃/C/Al₂O₃ が示す低い繊維強度発現率での破断は、滑り抵抗 τ が小さく LLS が生じたことによる生存繊維への応力集中であることがわかった。したがって、Al₂O₃/Al₂O₃ の力学特性の向上には滑り応力 τ の増加が必要である。GLS には滑り応力 τ は $2 < \tau < 40$ MPa の制御が求められるため、マトリックスの緻密化とそれに伴う接着強度を制御するための繊維コーティングの導入が必要となる。

[結言]

本研究では Al₂O₃/Al₂O₃ の力学特性の向上を目的とし、繊維束複合材料と単繊維複合材料を用いた力学特性評価を行なった。Al₂O₃/Al₂O₃ の力学特性はマトリックスの気孔率に依存していることが確認できた。また、極限引張強度 σ_{UTS} より、Al₂O₃/Al₂O₃ の低い繊維強度発現率は LLS が作用することによる未破断繊維への応力集中が起因していることが判明した。力学特性の向上には繊維/マトリックス界面の滑り応力の増加・制御が必須であり、そのためのマトリックスの緻密化と繊維コーティングが必要である。

[参考文献]

- [1] F.W.Zok and C.G.Levi: Adv.Eng.Mater., 3, (2001), 15.
- [2] S.Guo and Y.Kagawa: J.Eur.Ceram.Soc., 22 (2002), 2349.
- [3] W.A.Curtin: J.Am.Ceram.Soc., 74, (1991), 2837.
- [4] B.D.Coleman: J.Mech.Phys., 29, (1958), 968.