

# 金属基複合材料におけるセラミックス繊維 (PCS-SiC) の強度特性の評価

近藤雅之\*・今井義一\*<sup>2</sup>・手塚英志\*・香山 晃\*<sup>3</sup>

## Fracture Strength of PCS-SiC Fibers Extracted from Metal Matrix Composite : Effects of Surface Defects and a New Evaluation Method

Masayuki KONDO, Yoshikazu IMAI, Hideshi TEZUKA and Akira KOHYAMA

### Synopsis :

The objectives of this study are to provide an evaluation model of fracture strength for reinforcing fibers and to apply this model to PCS-SiC fiber reinforced composite wires with variations of aluminum alloys as matrices. In the case of high strength composite materials, surface flaws or defects of fibers dominate fracture strength of reinforcing fibers and hence composites. A new model, where fracture strength is evaluated through surface defect density, is proposed as a method of statistical analysis. Mechanical property changes of PCS-SiC fibers during fabrication of Al, Al-Ni and Al-Si matrix composite wires are analyzed by this model. As the first part, fracture toughness of PCS-SiC fibers is derived using the size of "mirror" on fracture surfaces and the obtained value of  $1.0 \text{ MPam}^{1/2}$  is applied to the evaluation model. In SiC/Al, the density of surface defects with the sizes from 90 nm to 130 nm increases. The effect of Ni addition to Al is found to suppress the increment of the surface defect density in the same range, whereas Si addition rather degrades the property comparing with the pure Al matrix. These results are consistent to the results of composite wires and prove the applicability of this model to these problems.

Key words : ceramics ; ceramic fiber ; defect density ; SiC/Al ; composite ; surface defect ; fracture mirror ; statistical analysis.

## 1. 緒 言

繊維強化型複合材料の強度特性はその強化繊維の強度特性に大きく影響される<sup>1)</sup>。強化繊維の強度がマトリックスに比べてはるかに大きい場合、複合材料の強度は強化繊維の強度に大きく依存し、マトリックスを繊維で強化したと言うよりは、むしろ、マトリックスにより繊維あるいは繊維束等の形状を固定した材料と考えることができる。そこで、より強い複合材料を作るにはより強い繊維をもちいれればよいことが予測される。マトリックスに金属を用いた場合、主として生産性の点より繊維とマトリックス金属との複合化はマトリックス金属の融点以上の温度領域で行われることが多くなる。複合材料に用いられているセラミックス繊維の多くは、単体においては高温においても安定であるが、熔融金属中においては

必ずしも安定ではなく、金属と複合化することで強度特性が変化している<sup>2)~4)</sup>。このことはマトリックスの金属を酸などで溶かしてセラミックス繊維を抽出し、複合化していない繊維と強度特性等を比較することで理解できる。複合化に伴う、繊維の強度特性変化の主たる原因は、①複合化過程での熱履歴による繊維の変化、②熔融金属とセラミックス繊維との繊維表面での反応による繊維表面の微視的構造の変化（一般的に界面反応として取り扱われるもの）、③強度特性やそのばらつきに大きな影響を与える繊維表面の欠陥の密度分布の変化、と考えられる。近年の複合材料の高性能化に伴い、①項の問題は限界に近い点まで解決されており、②項も繊維表面の防護被覆の採用やマトリックス金属の適性化等により解決されつつある。そこで、③項の問題の重要性が顕在化してきており、過酷な環境下での高性能-高比強度、高比弾

昭和 63 年 12 月 9 日受付 (Received Dec. 9, 1988)

\* 東京大学大学院 (Graduate School, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku, Tokyo 113)

\*<sup>2</sup> 日本カーボン(株)研究所 (Research Laboratory, Nippon Carbon Co. Ltd.)

\*<sup>3</sup> 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo)

性等を必要とする先端複合材料・素材として盛んに研究され、著しい高性能化に成功してきた PCS-SiC/Al 系コンジットワイヤー<sup>5,6)</sup>等においては繊維表面の欠陥の密度分布の変化を介しての強度特性の検討は必要不可欠となっている。しかし、著者らの知る限りでは近年においてこの繊維表面の欠陥の分布の変化を具体的に検討した報告は希有である<sup>7)</sup>。

本研究の目的は複合材料の高性能化に伴いその重要性が明らかになりつつある新たなセラミックス繊維の強度特性評価法の確立であり、本論文では繊維表面の欠陥の密度分布の変化に注目した評価法の提案及び PCS-SiC/Al 系コンジットワイヤーでの検討結果について報告する。

### 2. 供 試 材

実験には PCS-SiC/Al 系コンジットワイヤーから 6N-HCl でマトリックスを溶かし、抽出した PCS-SiC 繊維を用いた。PCS-SiC 繊維はポリカルボシラン (Polycarbosilane) を出発原料とするもので<sup>8)</sup>、日本カーボン製の SiC 繊維 (商品名 ニカロン) を用いた。マトリックスは純 Al, Al-Ni 合金, Al-Si 合金を用い、Ni および Si 添加量は Table 1 に示すとおりである。PCS-SiC/Al 系コンジットワイヤーとは、PCS-SiC 長繊維束 (250 フィラメント:600D) を Al 系合金の溶湯中を通して加圧含浸し、ダイスを通してワイヤー状にしたものである<sup>9)</sup>。また、マトリックスと複合されていない繊維 (以後 As-fabricated と呼ぶ) を含めて計 8 種類の繊維に関して実験を行った。

### 3. 実 験 方 法

単繊維引張試験はゲージ長:5.0 mm, ひずみ速度:  $6.67 \times 10^{-3}$ /s で行い、繊維の直径はレーザー光回折法 (JIS R 7601 に準拠) により測定を行った。

また、破断時の試片の四散を防ぐため未硬化の酢酸ビニル樹脂中で単繊維引張試験を行い、走査型電子顕微鏡 (Scanning Erectoric Microscopy, SEM) により破断面観察を行った。

Table 1. Matrices of composite wires reinforced with PCS-SiC fibers.

Matrix		
Pure Al	Al-0.9%Ni Al-2.2%Ni Al-5.2%Ni Al-7.2%Ni	Al-0.3%Si Al-1.0%Si

### 4. 解 析 方 法

引張応力による繊維の破断は試片内に存在する欠陥によるものと考えられるが、一般に欠陥がランダムに分布するある材料において試片内に  $X$  個の欠陥が存在する確率  $P_1$  は

$$P_1(X) = \frac{(SD)^X}{X!} \exp(-SD) \dots\dots\dots (1)$$

$D$ : 材料内における欠陥の存在密度

$S$ : 試片の体積

$X$ : 試片内に存在する欠陥の個数

という式で表される。これは  $SD$  をパラメーターとするポアソン分布である<sup>10)</sup>。 $S$  を試片の体積としたが、もちろん表面積あるいは試片長と考えてもかまわない。ただし、それに対応して  $D$  の意味も面積密度、線密度と変わることとなる。

破壊については試片内の最大欠陥が問題となる。まず、試片内に欠陥が 1 個以上存在する確率は

$$P_2 = 1 - P_1(0) = 1 - \exp(-SD) \dots\dots\dots (2)$$

となる。一般的に脆性破壊には

$$K_{IC} = \beta \sigma_f \sqrt{\pi c} \dots\dots\dots (3)$$

$K_{IC}$ : 破壊靱性値

$\beta$ : 形状係数

$\sigma_f$ : 破断応力

$c$ : 欠陥の大きさ

なる関係がある。つまり、破断に対応する欠陥の大きさは

$$c = \frac{K_{IC}^2}{\pi \beta^2 \sigma_f^2} \dots\dots\dots (4)$$

となる。

ここで、試片内に大きさが  $c$  以上の欠陥の存在密度  $D$  を  $c$  の関数として考える。 $D$  は  $c$  が大きくなるにもない単調に減少するもので、最も単純な関数として

$$D = C_1 c^{-n} \dots\dots\dots (5)$$

と仮定する。ただし  $n$  は正数である。よって、

$$P_2 = 1 - \exp \left[ - \frac{SC_1 \pi^n \beta^{2n} \sigma_f^{2n}}{K_{IC}^{2n}} \right] \dots\dots\dots (6)$$

となり、

$$C_2 = \frac{C_1 \pi^n \beta^{2n}}{K_{IC}^{2n}} \dots\dots\dots (7)$$

とおくと、

$$P_2 = 1 - \exp(-C_2 S \sigma_f^{2n}) \dots\dots\dots (8)$$

となる。これはワイブル関数

$$P_w = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{S}{S_0} \right) \left( \frac{\sigma_f}{\sigma_0} \right)^m \right] \dots\dots\dots (9)$$

と全く同型のものである。しかし、(5)式はあくまでも仮定であり、実際の欠陥の存在密度  $D$  が(5)式のように表されるとは限らない。むしろ、破壊靱性値  $K_{IC}$  および形状係数  $\beta$  が既知であるなら、破断応力  $\sigma_f(c)$  と破断確率  $P$  は多数回の引張試験により関係づけられるので、対応する  $c$  以上の欠陥の存在密度を破断確率  $P(\sigma_f)$  より求めることが可能である。

$$D(c) = \frac{1}{S} \ln \left[ \frac{1}{1-P(\sigma_f)} \right] \dots\dots\dots (10)$$

また、当然ながら大きさが  $c$  の欠陥の存在密度は存在密度関数 ( $dD/dc$ ) を用いて  $(dD/dc)dc$  という形で表される。

注意すべき点は存在密度が連続型変数  $c$  の関数であり、“大きさが  $c$  の欠陥の存在密度”は0であること、すなわち、存在密度は欠陥の大きさ  $c$  がある領域で表されてはじめて具体的な値を持つことである。

繊維の強度変化は  $K_{IC}$  に変化がなければ、欠陥の存在密度関数 ( $dD/dc$ ) の変化として測定できる。しかし、多くのセラミックス繊維の  $K_{IC}$  は既知とは言えないので、 $(1/\sigma_f^2)$  で微分を行う。

$$\frac{dD}{dc}(c) = \frac{dx}{dc} \frac{dD}{dx}(kx) \dots\dots\dots (11)$$

$$c = kx \quad (x = 1/\sigma_f^2 \quad k = K_{IC}^2/\pi\beta^2)$$

$x - (dD/dx)$  をプロットすることで、複合化前後あるいは複合化条件の異なる繊維間で欠陥の存在密度関数を比較することはできる。また、もし存在密度関数の形状が同じであれば、 $K_{IC}$  の変化量を相対的に得ることができる。

5. 結果および考察

単繊維引張試験の結果を Table 2 に示す。

SiC/純 Al から抽出した繊維は As-fabricated に比べ平均破断強度が 0.7 GPa 低下しており、ワイブル形状係数も 0.7 低下している。一方、SiC/Al-Ni 合金から

Table 2. Results of monofilament tensile tests for PCS-SiC fibers extracted from composite wires.

Matrix	Tensile strength (GPa)	Weibull shape parameter	Weibull scale parameter (GPa)	Number of specimens
Pure Al	2.77	3.6	3.07	58
Al-0.9%Ni	3.56	4.6	3.89	60
Al-2.2%Ni	3.10	4.8	3.38	69
Al-5.2%Ni	3.44	4.5	3.77	58
Al-7.2%Ni	2.96	6.9	3.17	70
Al-0.3%Si	2.91	3.4	3.25	57
Al-1.0%Si	2.68	4.1	2.95	48
As-fabricated	3.45	4.3	3.79	60

抽出した繊維は純 Al のような強度低下は見られず形状係数がやや高くなる傾向が見られた。ただし、SiC/Al-7.2%Ni より抽出した繊維は As-fabricated と比べて平均破断強度が低く、形状係数は 6.9 と非常に大きく変化している。SiC/Al-Si 合金より抽出した繊維に関しては、純 Al と似たような傾向を示している。コンポジットワイヤーから抽出した繊維の平均破断強度やワイブル係数の変化は同じ合金系であっても添加量により細かく変化しており、強度変化の原因を安易に異なるマトリックスとの複合化によるものとするのではなく、むしろ各繊維の何が変化したため強度特性が変化したかを厳密に検討すべきである。

なお、平均繊維径は 13.3  $\mu\text{m}$  であった。

5.1 繊維の強度とワイブル分布

一般にセラミックス繊維の破断応力のばらつきは大きく、そのあてはめには多くの場合ワイブル分布が用いられる。Fig. 1 は純 Al のマトリックスより抽出した PCS-SiC 繊維の引張試験の結果のワイブルプロットである。同図に引かれていた直線は最小二乗法により得られたものである。もし、繊維の破断が最弱リンクモデルに従い、破断強度がワイブル分布に従うものであるならば、ワイブルプロットは直線となる。Fig. 1 の場合このプロットが厳密には直線上にあるとは言えない。同様に、他の PCS-SiC 繊維のワイブルプロットも、また他の論文等<sup>11)</sup>で示されている。ワイブルプロットも厳密に直線上にあるとは言えない。繊維に限らず、セラミックスの破断強度はほぼワイブル分布に従うものである。

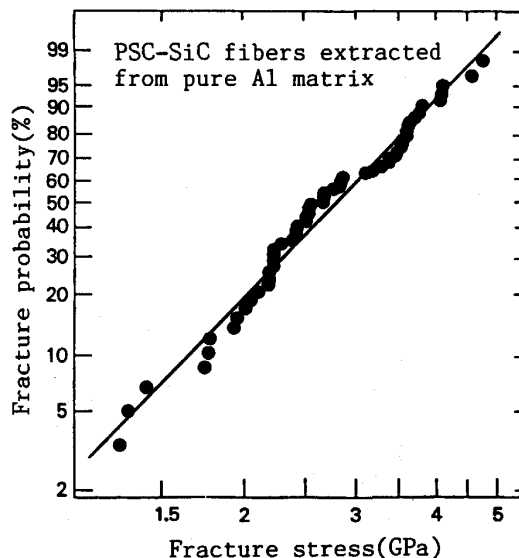


Fig. 1. Weibull plot of PCS-SiC fibers extracted from pure Al matrix composite wires.

が、ワイブル分布に従う必然性はないことに注意しなければならぬ。単に実用的な目的でワイブル解析により繊維の信頼性、強度特性のめやす、破断予想を得るだけならば何の問題もない。しかし、セラミックスのような脆性材料の場合は、ワイブル分布にあてはめたパラメータあるいはワイブルプロットの直線からのずれが、具体的にセラミックスのどのような性質といかにかかわっているのかを理解することが重要である。

5.2 破断面解析

繊維表面の欠陥の密度分布の評価を行う方法としては繊維表面を SEM で詳細に観察する方法がまず考えられるが、最近のニカロン繊維ではこの方法で欠陥を検出することはほとんど不可能であり(極めて微細な欠陥しか存在していない)、破断面の観察に頼らざるを得ない。一方、破断面の観察では繊維強度の向上に伴い、破断時の破断箇所近傍の繊維の飛散による破断面観察の困難さが増大する。本研究では未硬化の酢酸ビニル樹脂を用いることにより、飛散の問題を最小限に抑えることに成功している。

単繊維引張試験を行った繊維の破断面の SEM 観察では潜在欠陥を明確に観察することはできなかった。しかし、破断面には典型的な Fracture mirror が観察され (Photo. 1)、破壊が繊維表面の欠陥から起きていることを示唆している。Fig. 2 に J. J. MECHOLSKY ら<sup>12)</sup> の図に基づく Fracture mirror の模式図を示すが、一般に脆性材料に関して

$$\sigma_f \sqrt{r_m} = A \text{ (Constant)} \dots\dots\dots (13)$$

の関係がある<sup>12)</sup>。r<sub>m</sub> は Mirror 半径、σ<sub>f</sub> は破断応力、A は Mirror 定数である。r<sub>m</sub> は Mist までの半径、または Hackle までの半径により定義され、それぞれに対応する Mirror 定数 A が得られる。PCS-SiC 繊維では

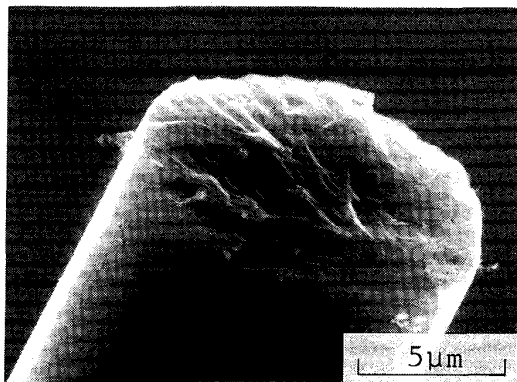


Photo. 1. A fracture surface of PCS-SiC fiber with a fracture mirror initiated at a surface defect.

Mirror の大きさが極めて小さくて Mist の領域を判別することは困難であったので、Hackle までの半径を r<sub>m</sub> として検討した。Fig. 3 に PCS-SiC 繊維について r<sub>m</sub> と破断応力の両対数プロットを示す。Fig. 3 において (13) 式の関係が認められ、マトリックスによる Mirror 定数の差異は認められなかった。PCS-SiC 繊維の Mirror 定数は 2.8 MPam<sup>1/2</sup> であった。さらに、J. J. MECHOLSKY らによると欠陥の大きさ c と Mirror 半径 r<sub>m</sub> との間には比例関係が存在し、r/c の値はほぼ 13 であるという報告がなされている<sup>13)</sup>。この関係を PCS-SiC 繊維に適用し (13) 式と (4) 式を組み合わせることで

$$\frac{A}{K_{IC}} = 2.75 \dots\dots\dots (14)$$

の関係が得られる。ただし、実際の欠陥の形状を Fig. 2 のような半楕円形に近似し、欠陥の大きさを c = √(ab) と表すことにより、β を 0.74 に設定した。これは b/a が 0.2~3 の範囲で適用されるものである<sup>14)</sup>。(14) 式の関係より、PCS-SiC 繊維の破壊靱性値 K<sub>IC</sub> は 1.0 MPam<sup>1/2</sup> であることがわかった。この値は各種の SiC で得られている値と基本的には良く一致している。ちなみに、PCS-SiC 繊維中には遊離した C や O<sub>2</sub>

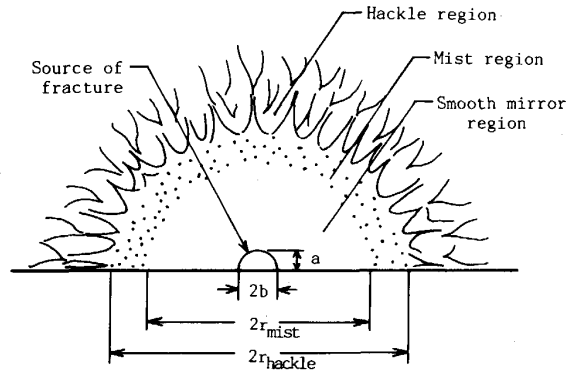


Fig. 2. Schematic illustration of fracture mirror.

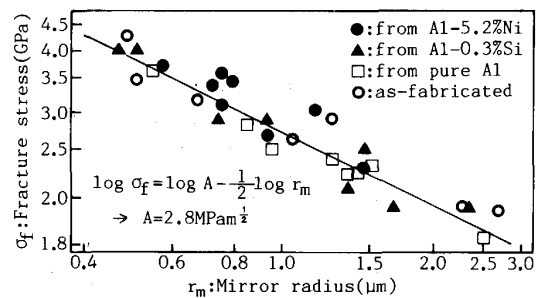


Fig. 3. Fracture stress as a function of mirror radius for PCS-SiC fibers extracted from composite wires and as-fabricated.

(SiO<sub>2</sub> の形で) が含まれているため<sup>15)</sup>, この値は焼結で作られた多結晶体の SiC と比較して低い値となったと考えられる. また, ヤング率  $E$  が約 200 GPa で SiC の表面エネルギー  $\gamma$  が約 2.8 J/m<sup>2</sup><sup>16)</sup> であることより

$$K_{IC} = \sqrt{(2E\gamma)} \dots\dots\dots (15)$$

の関係を用いて得られた  $K_{IC}$  値 1.1 MPam<sup>1/2</sup> とよく一致する.

破断応力が低い場合には観察されなかったが, 4 GPa 以上になると繊維内部に破壊の起点を持つものも観察された. Photo. 2 は 4.7 GPa で破断した試片の破断面であり, 内部の欠陥が破断の起点であることが示されている. 内部に起点を持つ破壊は低強度の繊維ではほとんど見られず, 約 4 GPa の破断応力を境に高強度になると観察される. これより繊維内部の欠陥の存在密度は 4 GPa の破断応力に対応する欠陥の大きさ, つまり 40 nm 以上の領域では繊維表面の欠陥の存在密度よりはるかに低いが, 40 nm 以下では繊維表面の欠陥密度と同じあるいはそれを超えたものとなると考えられる. この関係を Fig. 4 に示すが, 表面欠陥の存在密度が内部欠陥

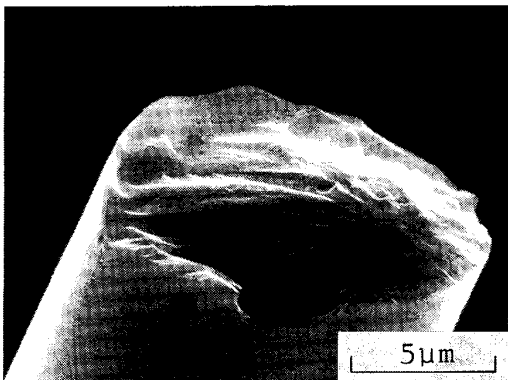


Photo. 2. A fracture surface of PCS-SiC fiber initiated at a inner defect.

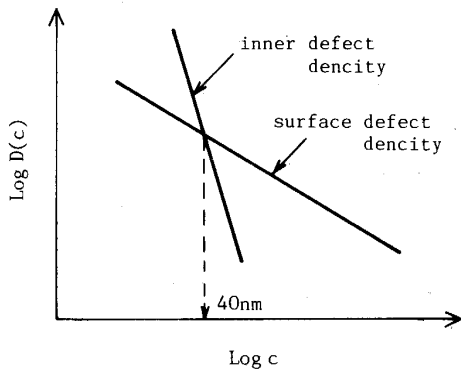


Fig. 4. Relation between surface defect density and inner defect density of PCS-SiC fibers.

に比べて高い範囲の中に各繊維の平均破断強度 2.8~3.6 GPa はおさまる. つまり, 本研究に用いた繊維の平均破断強度は表面欠陥密度に大きく依存し, 内部欠陥にはあまり依存しない. よって, 繊維の平均破断強度を更に向上させるためには繊維表面の欠陥の密度を低く抑えることを優先させるべきであることが明らかになった.

5.3 欠陥の密度関数

「破壊靱性値  $K_{IC}$  および形状係数  $\beta$  が既知の場合, 破断応力  $\sigma_f(c)$  と破断確率  $P$  は多数回の引張試験により関係づけられ, 対応する  $c$  以上の欠陥の存在密度を破断確率  $P(\sigma)$  より (10) 式を用いて求めることが可能である.」ことを利用して破断面解析により得られた  $K_{IC}$  を用いて PCS-SiC 繊維の欠陥の実際の大きさに関する存在密度関数を求めた. ただし, 存在密度は線密度として取り扱っている. これは, 40 nm 以下の欠陥には繊維表面の欠陥以外に繊維内に含まれるものが多く存在するので, 両者を統一的に取り扱うために行ったものである. しかし, 内部欠陥に関してその形状を楕円形とすると形状係数は  $\beta=0.66$  となるため, 内部欠陥の大きさが約 20% ほど小さく見つめられている.

SiC/純 Al より抽出した繊維と As-fabricated のものとを比較すると (Fig. 5), 欠陥が大きい領域 (90~130 nm の範囲) で前者では欠陥の存在密度が非常に高くなっている. この時, 欠陥が小さい領域 (<90 nm) では両者の違いはほとんど認められない. Fig. 6 が示すように SiC/Al-5.2%Ni ではマトリックスへの Ni 添加により SiC/純 Al と比べて 90~130 nm の領域での欠陥密度が低下している. 同様に他の Al-Ni 合金のマトリックスより抽出した繊維でもこの領域での欠陥密度が低くなっている. Ni 添加には溶融含浸プロセス中の Al (liq.) の PCS-SiC 繊維浸食を抑制する効果や繊維表

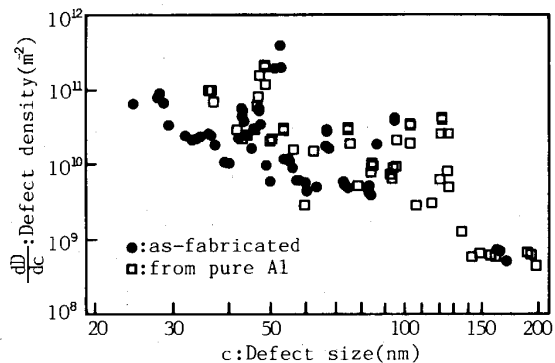


Fig. 5. Defect density of PCS-SiC fibers extracted from pure Al matrix composite wires and as-fabricated.

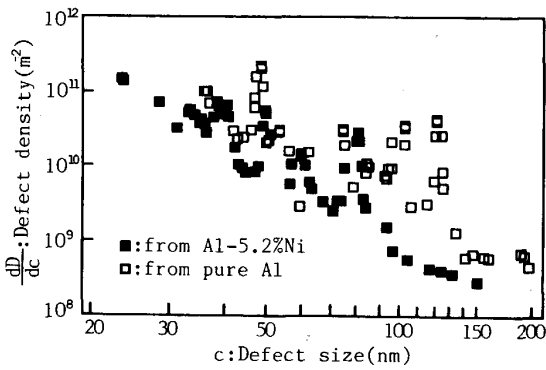


Fig. 6. Defect density of PCS-SiC fibers extracted from Al-5.2%Ni matrix composite wires and pure Al matrix.

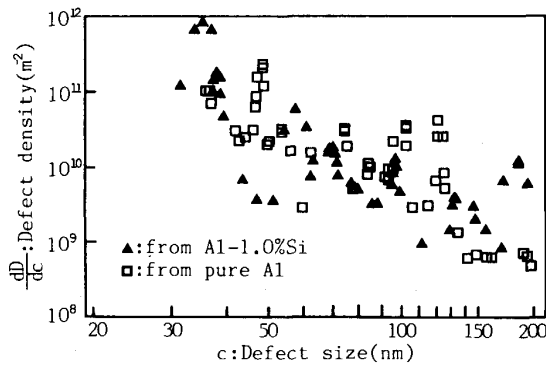


Fig. 7. Defect density of PCS-SiC fibers extracted from Al-0.3%Si matrix composite wires and pure Al matrix.

面の改質効果 (Ni 拡散によるものが可能性として) があること等が考えられる。特に, Ni の SiC 繊維への拡散が必ずしも繊維強度の劣化<sup>17)</sup>とは結びつかない。むしろ, 強度特性の改善をもたらしている可能性のあることは重要な知見である。ただし, 熔融含浸中に繊維の表面で実際にどのような浸食反応が生じ, Ni がどのようにこの反応を抑制するのかという点は今後の課題である。

SiC/Al-Si 合金からの抽出繊維 (Fig. 7) では Al-Ni 合金の場合に見られた欠陥密度の増加を抑制する効果は認められず, SiC/純 Al からの抽出繊維と比べて相対的な欠陥密度の上昇が認められた。SiC/Al-Si 合金コンポジットワイヤーの平均破断強度は SiC/純 Al コンポジットワイヤーよりも低下しており<sup>18)</sup>, 界面反応による界面強度の低下と繊維表面の欠陥密度の増加の両方の機構での複合材料強度の劣化の可能性が示唆された。

存在密度関数は連続関数であり, 本来曲線で表示されるべきものであるが, 連続的な曲線を描くには試験回

数がまだ十分多くないと考えられるので Fig. 5~7 は観測点 (実験値) での存在密度関数の値を点表示してある。また, 点の数が極端に少ないところは存在密度関数の値が低いことを反映しているものと考えられる。

5.4 試片の体積, 表面積のばらつきによる影響

PCS-SiC 繊維のみならず一般に熔融紡糸-焼成法によるセラミックス繊維では直径の多少のばらつきがあり, 単一の繊維でも長手方向に対し直径は変化している。従って, この解析方法での前提である [繊維の表面積は一定, つまり繊維直径は一定] の正当性の評価すなわち直径のばらつきや長手方向の直径の変化が測定される欠陥の存在密度や密度関数に及ぼす影響を評価することは重要であり, 定量的な検討を試みた。

第一は長手方向の直径の変化である。試片の長さを変える程度短くすることにより, 試片内での直径の相対誤差を十分小さなものとすることは原理的には常に可能である。今回の実験条件である試料長さ: 5.0 mm の場合は検査総数 50 本の長手方向での繊維径の変化は 2% 以内であり, 長手方向での応力の誤差は 4% 以内になっている。

第二は各試片の直径のばらつきの影響である。これを以下の手順で求めてみた。それぞれ欠陥の存在密度分布は等しいが, 一方は表面積が平均  $S_0$ , 標準偏差  $\delta$  の正規分布を示す試片群でそして一方は表面積がすべて  $S_0$  の試片群で試験した場合, 得られた存在密度関数をそれぞれ  $(dD^*/dc)$  と  $(dD/dc)$  と表すと, その相対誤差は,

$$\frac{dD^*}{dc} = \frac{dD}{dc} \left( 1 - \frac{\delta^2 D}{S_0} \right) \dots\dots\dots (16)$$

(16) 式の右辺括弧内で表される。今回用いた PCS-SiC 繊維の直径は約 13  $\mu\text{m}$  で標準偏差は約 1  $\mu\text{m}$  であった。(2)式により試片中に存在する欠陥の個数の期待値  $S_0 D$  の最大値は実際の観測数に依存し, 観測数 100 回で  $S_0 D$  の最大値はせいぜい 4.6 であるので今回の測定では最大 3% の相対誤差が考えられる。ただし, (16) 式は無限回の試行に対しての誤差を表すもので, 有限回の試行に対する収束性は今後の課題である。

また, 繊維の直径が極端にばらつく場合, 試験片を作製する最初の段階で繊維径をおおよそ測定し, 平均から大きくはずれる繊維を使用しないという方法も考えられる。

繊維形状のばらつきを理由に繊維表面あるいは繊維内の欠陥の密度を求めることは困難であるという指摘<sup>4)</sup>がなされているが, 適切な実験条件を採用すれば上記の因子は問題にならないことが確認された。

### 5.5 今後の課題

本論文で検討した [欠陥の大きさ  $c$  に対応した存在密度関数を得る解析方法] は多数回の単繊維引張試験の結果を必要とする。一回一回の試験に特に困難な点はないが、解析の精度を上げるため試験を例えば 100 回以上行うとなると非常に手間のかかるものとなる。一回の試験で従来の 10 本あるいは数 10 本の単繊維引張試験に相当する情報が得られる試験方法を考案することも一策である。あるいは、試験自体を完全に自動化し、試験機に多くの部分を任せる方法も考えられるが、解析方法の基本的な検討も含め今後各方面での更に詳細な検討が望まれる。

## 6. 結 言

繊維表面の欠陥密度を介したセラミックス繊維強度評価モデルの提案を行い、複合材料から抽出した SiC 繊維への適用を検討した。本評価法は高性能複合材料の評価において有効であることが示され、以下の結論が得られた。

(1) 破断面解析により、PCS-SiC 繊維の Mirror 定数  $A$  は抽出したマトリックスによらず、 $2.8 \text{ MPm}^{1/2}$  であることがわかった。また、Mirror 定数  $A$  と破壊靱性値  $K_{IC}$  との関係より、 $K_{IC}=1.0 \text{ MPm}^{1/2}$  を得た。

(2) 破断応力と破断確率の関係より繊維の欠陥の大きさ  $c$  に関する存在密度関数を得ることができ、PCS-SiC 繊維の複合化過程での強度特性の変化を繊維表面の欠陥密度の変化として理解することができた。

(3) マトリックスが純 Al の繊維は As-fabricated の繊維と比べて欠陥の大きさが 90~130 nm の領域で欠陥の密度が高くなっており平均破断強度の低下の原因となっている。この欠陥密度の上昇は Al (liq.) と繊維との反応によるものと考えられる。

(4) Al-Ni 合金をマトリックスとした繊維は 90~130 nm の領域で欠陥の密度が低く抑えられ、Ni 添加により Al (liq.) と繊維との反応を抑制したものと考えられる。また、Al-Si 合金では Ni 添加のような効果は認められ

なかった。

本研究の一部は文部省科学研究費補助金(一般研究 A) 及び通産省工業技術院・次世代複合材料研究開発プロジェクト受託研究として実施されたものであることを記し謝意を表す。また、本研究の実施に当たり種々の御助言を賜った東京大学名誉教授井形直弘先生(現:東京理科大学教授)に対し衷心からの謝辞を述べる。

## 文 献

- 1) 香山 晃, 手塚英志, 斉藤俊太郎, 近藤雅之: 東京大学工学部総合試験所年報, 47 (1988), p. 127
- 2) 手塚英志, 近藤雅之, 香山 晃: 日本金属学会講演概要, 秋季大会 (1988), p. 567
- 3) 砥綿真一, 山田銃一: 日本金属学会誌, 50 (1986), p. 336
- 4) D. BECHET, 塩田一路, 渡辺 治, 小島重信, 城田 透, 田頭 扶: 日本複合材料学会誌, 14 (1988), p. 188
- 5) 香山 晃: 次世代産業技術国際シンポジウム予稿集 (1988), p. 66
- 6) A. KOHYAMA, H. TEZUKA and S. SAITO: Proc. ICCI- II (1988), p. 125 [Elsevier]
- 7) 近藤雅之, 手塚英志, 香山 晃: 日本金属学会講演概要, 秋季大会 (1988), p. 555
- 8) S. YAJIMA, K. OKAMURA, J. HAYASHI and M. OMORI: J. Am. Ceram. Soc., 59 (1976), p. 324
- 9) 今井義一: 第二回次世代産業基盤技術シンポジウム—金属・複合材料技術—予稿集 (1984), p. 121 [日本産業技術振興協会]
- 10) 例えば, 武隅良一: 現代数学レクチャーズ A-3 確率 (1978), p. 142 [培風館]
- 11) 例えば, D. A. CLARKE and M. G. BADER: Proc. ICCM VI & ECCM II, 5 (1987), p. 382 [Elsevier]
- 12) J. J. MECHOLSKY, S. W. FREIMAN and R. W. RICE: ASTM STP 645, ed. by B. M. STRAUSS and W. H. CULLEN (1978), p. 363
- 13) J. J. MECHOLSKY, S. W. FREIMAN and R. W. RICE: J. Mater. Sci., 11 (1976), p. 1310
- 14) G. K. BANSAL: J. Am. Ceram. Soc., 59 (1976), p. 87
- 15) C. H. ANDERSON and R. WARREN: Composites, 15 (1984), p. 16
- 16) R. H. BRUCE: Science of Ceramics, ed. by G. H. STEWART (1965), p. 2 [Academic Press]
- 17) M. SAKAI and K. WATANABE: J. Mater. Sci., 19 (1984), p. 3430
- 18) 今井義一: 私信