

SiC ウィスカー強化ガラス複合材料の  
破壊挙動と強度のばらつき向 後 保 雄\*・香 川 豊\*<sup>2</sup>Fracture Behavior and Scatter of Strength in SiC Whisker Reinforced  
Glass Composite

Yasuo KOGO and Yutaka KAGAWA

## Synopsis :

Fracture behavior of SiC whisker-reinforced borosilicate glass composites was investigated and the relation between the failure process and scattering of strength is discussed. Both un-notched and notched specimens were used for the fracture test. Acoustic emission signals were also monitored to clarify the failure process.

The strength and fracture toughness of the composite were larger than that of monolithic borosilicate glass. Fracture of the composite initiated at an early stage of loading. Results of Acoustic Emission revealed that the microscopic scale failure occurred cumulatively during the stable failure process and this behavior was completely different from that of the glass matrix.

The scatter of strength in the composite was smaller than that of the monolithic glass matrix. This difference seemed not only to be dependent on size variation of largest defect in the composites but also on difference in the failure process.

**Key words :** composite materials ; whisker ; borosilicate glass ; strength ; toughness ; scatter of strength ; fracture behavior ; acoustic emission.

## 1. 緒 言

構造用セラミックスは弾性率や強度に優れた材料であり、金属材料に不足している耐熱特性を兼ね備えていることから近い将来の工業用材料としての用途拡大が期待されている。一方、セラミックス材料は本質的に破壊靱性が小さく、構造用材料として考えた場合には表面のきずや内部に存在する欠陥により強度が大きく低下するとともに強度のばらつきも材料の微細組織に影響されるために大きく、信頼性に欠けるという大きな欠点を持っている。

このようなセラミックスの欠点を解消するための一つの方法として、セラミックス系の連続繊維、不連続繊維あるいはウィスカーをセラミックス中に複合化した材料が研究されている<sup>1)</sup>。このような複合材料では破壊靱性、強度がセラミックス単体に比較して大きく向上すること

が近年数多く報告されている<sup>2)</sup>。また、複合化により強度のばらつきも少なくなることが SiC 繊維強化ガラス<sup>3)</sup> あるいは SiC ウィスカー強化 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub><sup>4)</sup> の材料系で実験的に確かめられている。

しかし、これらの材料では本質的に材料の内部に第2相を複合化しているため、強度のばらつきが組織の不均一性によるものであればばらつきは大きくなることもあり得るはずであるが、複合化によりどのような機構により強度のばらつきが小さくなるのかという問題に関しての報告は著者らの知る範囲においては見当たらない。そこで、本研究ではモデル材料として SiC ウィスカー強化ガラスを用い、複合化によるばらつきの低下を材料の破壊過程との関連で調べることによりその機構を考察した。また、その結果をもとにセラミックスの強度のばらつきの検討に多く用いられているワイブル統計理論の適用性についても検討を加えた。

平成元年1月31日受付 (Received Jan. 31, 1989)

\* 三菱電機(株)材料研究所 (Materials & Electronic Device Laboratory, Mitsubishi Electric Corp., 1-1-57 Miyashita Sagamihara 229)

\*<sup>2</sup> 東京大学先端科学技術研究センター (現: 東京大学生産技術研究所) 工博 (Research Center for Advanced Science and Technology, Now Institute of Industrial Science, The University of Tokyo)

## 2. 実験方法

### 2.1 複合材料

実験に用いた複合材料は SiC ウィスカー強化ほう珪酸ガラス (以後, SiC<sub>W</sub>/ガラス複合材料と記述する) である. SiC ウィスカーはタテホ化学工業(株)製の SCW-1 であり直径 0.05~0.2 μm, 長さは 10~40 μm の β 型の単結晶である<sup>5)</sup>. マトリックスはほう珪酸ガラス (米国コーニング社製, コード番号 7740) であり, Table 1 に示すような化学組成を持つものである<sup>6)</sup>. ほう珪酸ガラスマトリックス中における SiC ウィスカーの体積率 (以後,  $V_f$  とする) は 0.2 で一定とした.

複合材料の成形に当たっては, SiC ウィスカーおよびほう珪酸ガラス粉末を湿式ボールミル法で混合後に黒鉛製のホットプレス型に入れ, 窒素雰囲気中でホットプレスした. ホットプレスは 1150 K にて 3.6 ks の条件で 10 MPa の圧力を加えて行われた. Photo. 1 は, 得られた複合材料 (ホットプレスの加圧方向と垂直な面) の光学顕微鏡写真を示したものである. SiC ウィスカーの分散は三次元的にランダムに近いように見える.

複合化後の材料を機械的に切り出し 3.5 mm×3.5 mm の断面を持ち長さ 40 mm の曲げ試験片と同一形状で片側切欠きを導入した試験片 (以後, SEN 試験片とする) を作製した. 試験片の表面はダイヤモンドペーストにより最終研磨を行った. なお, SEN 試験片では試験片厚

さ ( $W$ ) に対するノッチ深さ ( $a$ ) の比 ( $a/W$ ) は 0.15 および 0.4 とした. ノッチの幅は 0.15 mm, ノッチ先端半径は  $\sim 0.075$  mm である.

比較材料として複合材料と全く同一の寸法を持つほう珪酸ガラス (米国コーニング社, コード番号 7740) の曲げ試験片および SEN 試験片を作製した.

### 2.2 機械的特性の測定

三点曲げ試験はインストロン社製の試験機 (1185 型) を用い室温 (298 K) 大気中で行われた. 試験時のスパン長さは 14 mm, クロスヘッド速度は  $1.67 \times 10^{-6}$  m/s とした. また, 破壊靱性試験においても同様の試験機により, SEN 試験片の三点曲げを行い測定した.

曲げおよび破壊靱性試験時にアコースティックエミッション (AE) の測定を行った. AE の計測には PAC 社製 3000/3104 AE アナライザーを用い, 変換子には 550 kHz 共振型 (PAC, PICO) を用いた. プリアンプの利得は 40 dB, メインアンプの利得は 30 dB, しきい値はプリアンプ換算 32 μV (表示 30 dB) とした. プリアンプとメインアンプには, 100~300 kHz のバンドパスフィルターを用いた. また, 変換子は試験片両面端部に取付け位置評定を行い, 三点曲げのスパン内側の AE を計測した.

試験終了後に複合材料およびガラス材料単体の破断面を走査型電子顕微鏡 (以後, SEM とする) で観察した.

## 3. 実験結果

### 3.1 曲げ破壊挙動

#### 3.1.1 三点曲げ試験

Fig. 1 (a) (b) に SiC<sub>W</sub>/ガラス複合材料およびガラス材料単体の三点曲げ試験により得られた代表的な荷重-荷重点変位曲線 (以後, 単に変位と呼ぶ) を示す. これらの図中には試験時に測定された累積 AE 事象数および累積 AE エネルギーについても合わせて示してある. いずれの材料においても荷重と変位の関係は最終破断まで直線的であり, 最大荷重に達した後に材料中をき裂が急速に伝播し材料が破断した.

Fig. 1 (a) に示した SiC<sub>W</sub>/ガラス複合材料では荷重-変位曲線上の低荷重の段階から AE 事象が計測され, 荷重の増加とともに徐々に総事象数が増加している. しかし, 破断荷重の 15~80% までの荷重では, AE 事象数の増加のみで累積 AE エネルギーの増加はほとんど認められない. さらに荷重が増加し, 破断荷重の 80~90% に達すると, AE 事象の発生の割合が増し, 累積 AE エネルギーも徐々に増加し始め, 最終破断時の直前には累積 AE エネルギーの急激な増加が生じる. Fig. 1

Table 1. Chemical compositions of glass matrix (wt%).

Materials	Elements				Remarks
	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	
Borosilicate glass	80.3	2.3	13.3	4.0	Corning glass works code 7740, Pyrex <sup>®</sup>

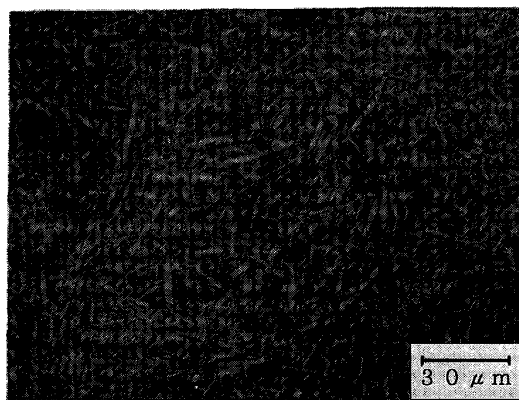
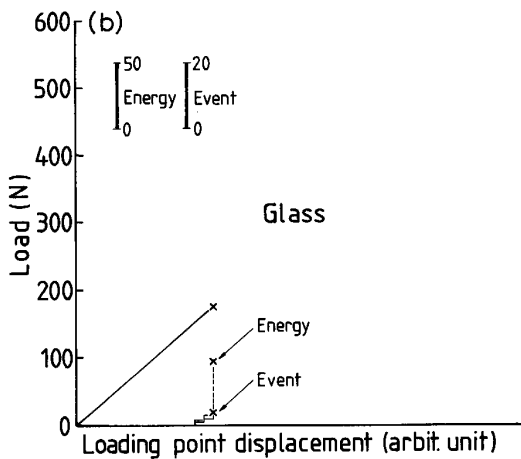
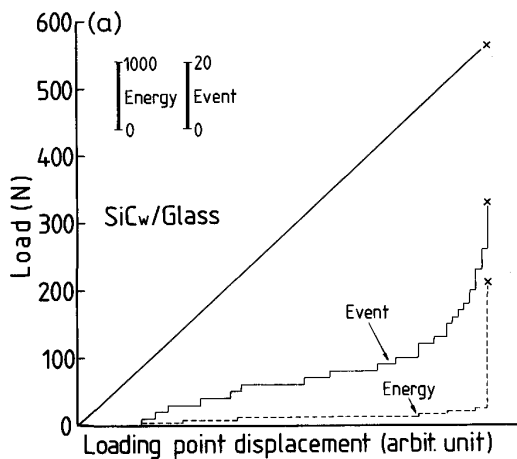


Photo. 1. Optical micrograph of SiC whisker reinforced borosilicate glass composite.



(a) SiC whisker-reinforced borosilicate glass composite  
(b) Borosilicate glass

Fig. 1. Load-loading point displacement relation with total AE event and total AE energy during three point bending test.

(b) に示したガラス材料単体の AE の測定結果を見ると、最終破断荷重の直前にのみ AE 事象が計測され、その際に AE エネルギーの急激な増加が同時に観察されている。

Fig. 2 は SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料の代表的な荷重-変位曲線と AE の振幅分布を示したものである。Fig. 2 を見ると AE 信号が計測され始めてから破断荷重の 60% 付近までは、荷重の増加とともに 30 dB~50 dB の振幅を持つ AE が計測される。荷重の増加につれて 30 dB~50 dB の振幅を持つ AE の増加とともに 60 dB の付近の振幅を持つ AE も計測されるようになり、最終破断の直前に達すると始めて 70 dB~100 dB の大きな振幅を持つ AE が計測され材料は破断する。

Fig. 3 は SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料の三点曲げ試験時の累積 AE 事象数と破断荷重の関係について示している。この図より最終破断までに 65 個以上の総事象数が計測

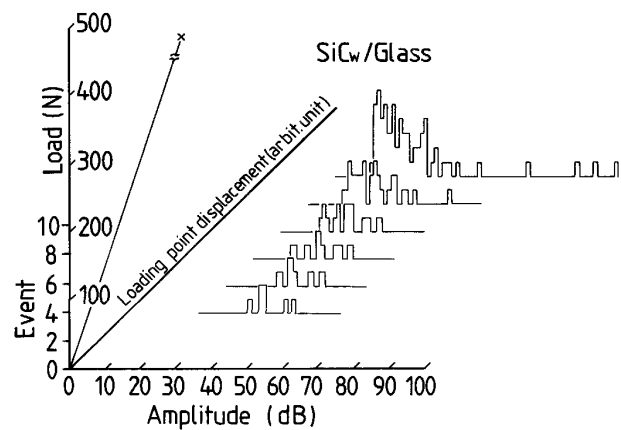


Fig. 2. Amplitude distribution as a function of load during three point bending test.

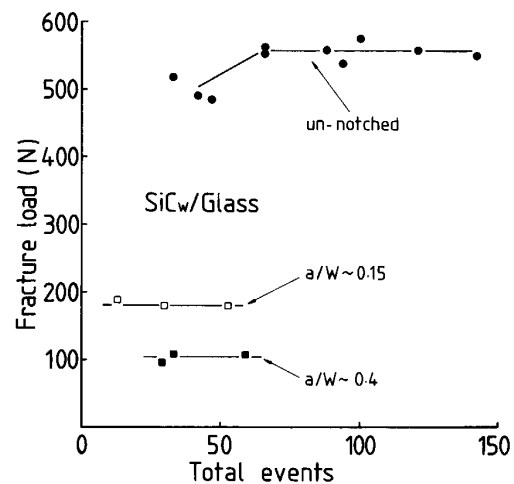


Fig. 3. Relation between fracture load and total AE event of SiC whisker-reinforced borosilicate glass composite.

された SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料では破断荷重はほぼ一定の値 550 N であり、AE 事象数がこれより少ない場合には 500 N の破断荷重を示した。

Fig. 4 は SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料の三点曲げ試験時の累積 AE リングダウン数と破断荷重の関係を示したものである。この図に見られるように最終破断に至るまでの累積 AE リングダウン数が多い複合材料ほど大きな破断荷重を示す傾向にあった。

### 3.1.2 切欠き付き試験

Fig. 5 (a) (b) は、SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料に切欠きを導入した場合の荷重-変位曲線を示している。この場合にも切欠きのない場合と同様に、累積 AE 事象数、累積 AE エネルギーの測定結果についても合わせて図中に示した。

いずれの荷重-変位曲線も測定されたチャート上から

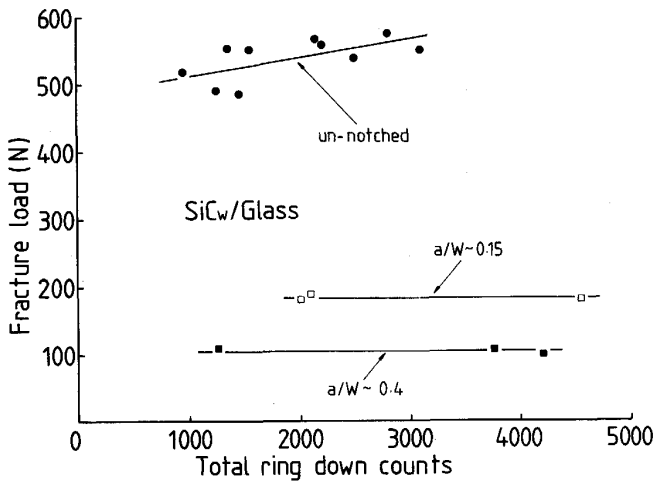
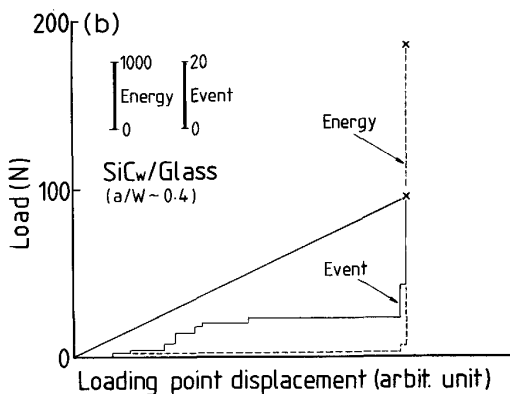
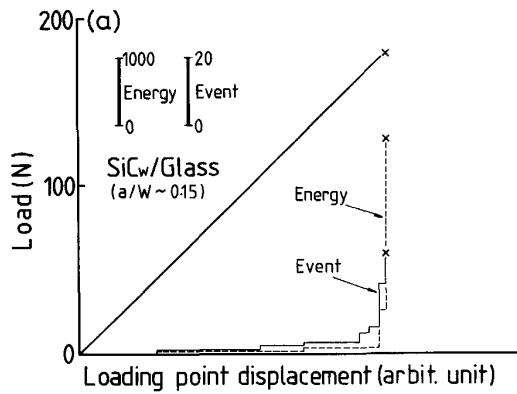


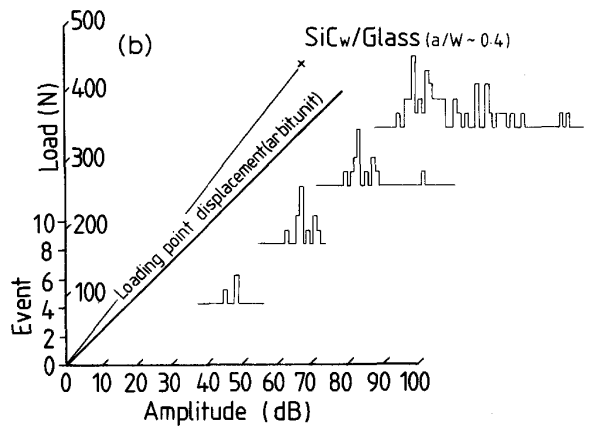
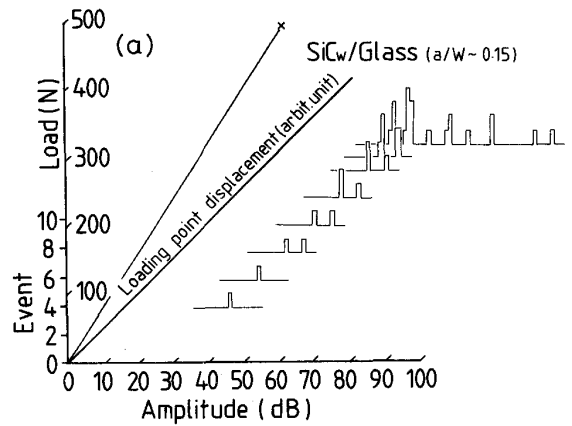
Fig. 4. Relation between fracture load and total ring down count of SiC whisker-reinforced borosilicate glass composite.



(a)  $a/W \sim 0.15$  (b)  $a/W \sim 0.4$

Fig. 5. Load-loading point displacement relation with total AE events and total energy during bending test for single-edge-notched composite.

は最終破断に至るまで直線的であり、その破断荷重の算術平均をとると  $a/W \sim 0.15$  で 188 N,  $a/W \sim 0.4$  で



(a)  $a/W \sim 0.15$  (b)  $a/W \sim 0.4$

Fig. 6. Amplitude distribution as a functions of load during bending test for single-edge-notched composites.

は 113 N であった。また、AE の結果によると、切欠きのない場合に比較して低い荷重から AE が計測され、荷重の増加とともに徐々に増加する。最終破断荷重直前では荷重-変位曲線の傾きはそれ以前と同様直線的であるが、累積 AE 事象数、累積 AE エネルギーともに急激に増加し、中でも累積 AE エネルギーの増加は著しいことが Fig. 5 (a) (b) からわかる。最終破断までの累積 AE エネルギーは、切欠きのない SiCw/ガラス複合材料に比べ大きな値を示す傾向にあった。この傾向は切欠き深さの深い  $a/W \sim 0.4$  において顕著である。

ガラス材料単体では、切欠きを導入した試験片でもその挙動は切欠きの無いガラス単体とほぼ等しく、最終破断荷重直前において数個の AE 事象が計測されたのみであり、最終破断に至るまでの AE 累積エネルギーも SiCw/ガラス複合材料に比べ小さかった。

Fig. 6 (a) (b) は切欠き付きの SiCw/ガラス複合材料について AE の振幅分布を示したものである。Fig. 6 (a) (b) によれば、切欠き付きの試験片では、最終破断

の前まで 30 dB~40 dB の振幅を持つ AE 事象が、たとえば Fig. 6 (a) の場合 8 個と、数個認められるのみである。これは、Fig. 5 (a) (b) において最終破断直前に比べそれ以前の AE エネルギーの増加がわずかであったことと対応するものと考えられる。最終破断直前においては 40 dB~80 dB の振幅を持つ AE 事象が計測される。これは Fig. 5 (a) (b) に示した荷重-変位曲線の破断点近くでの累積 AE エネルギーの増加に対応するものと考えられる。

3.1.3 破断靱性

切欠き付き試験片の三点曲げ試験における荷重-変位の関係が最終破断まで直線的であることから、線形破壊力学を適用し破壊靱性値 ( $K_C$ ) を次式<sup>7)</sup>から求めた。

$$K_C = (3PL / 2bW^2) \sqrt{\pi a} f(a/W) \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 $P$  は破断荷重、 $L$  はスパン長さ、 $b$  は試験片幅、 $W$  は試験片厚さ、 $a$  は切欠き長さである。また、 $f(a/W)$  は試験片の形状より定まる定数であり、本実験に用いた SEN 試験片の場合には次式で与えられる<sup>7)</sup>。

$$f(a/W) = 1.090 - 1.735(a/W) + 8.20(a/W)^2 - 14.18(a/W)^3 + 14.57(a/W)^4 \dots\dots (2)$$

なお、ここで求まる  $K_C$  は、材料と試験方法に依存する値であり、本実験に用いた試験片より求まる見掛け上の破壊靱性値である。

Fig. 7 は式 (1), (2) を用いて求めた SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料およびガラス材料単体の  $K_C$  と切欠き長さの関係を示したものである。SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料の  $K_C$  は、切欠き長さが 0.5 mm ( $a/W \sim 0.15$ ) の場合は 3.6 MPa $\sqrt{m}$ 、切欠き長さ 1.4 mm の場合は 4.2 MPa $\sqrt{m}$  であり、切欠き長さが長くなると  $K_C$  も大きくなる傾向に

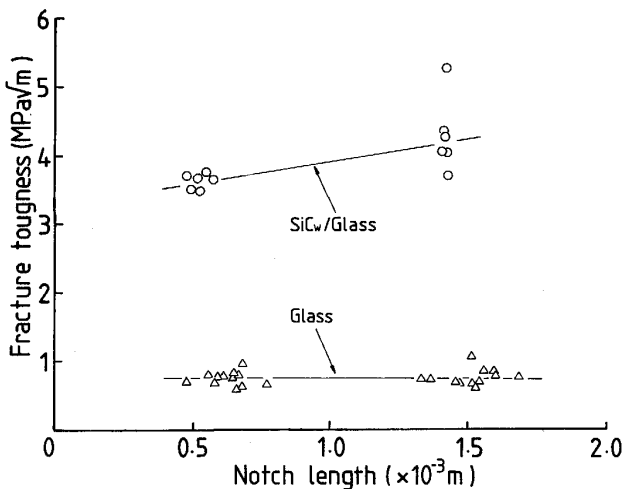


Fig. 7. Plots of critical stress intensity factor  $K_C$  versus notch length for glass and SiC whisker-reinforced glass composite.

ある。一方、ガラス材料単体の  $K_C$  の平均値は切欠き長さ  $a$  が変化しても 0.75 MPa $\sqrt{m}$  とほぼ一定の値である。

3.2 強度のばらつき

切欠きのない SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料およびガラス材料について、最大破断応力  $\sigma_f$  を、

$$\sigma_f = 3PL / 2bW \dots\dots\dots (3)$$

により求め、ついで求めた  $\sigma_f$  をワイブル統計確率により処理した。ワイブル統計確率分布によれば、材料が  $\sigma_f$  までに破壊する確率  $P_f$  は、

$$P_f = 1 - \exp[-\{(\sigma_f - \sigma_u) / \sigma_0\}^m] \dots\dots\dots (4)$$

で与えられる。ここに、 $\sigma_u$  はこれ以下の応力では破壊が起こらない応力、 $\sigma_0$  は規格化のためのパラメーター、 $m$  はワイブル係数である。本研究では分布の形状よりもばらつきの程度を問題としているために  $\sigma_u = 0$  とみなして式 (4) を用いた。

また、ワイブル確率紙上へのプロットに際しては、

$$P_f = i / (n + 1) \dots\dots\dots (5)$$

により示される平均ランク法を用いた。ここで、 $i$  は順序数、 $n$  はサンプル数である。

Fig. 8 は SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料およびガラス材料単体についてワイブルプロットを行った結果を示している。

ここで、式 (4) の両辺の対数を 2 度とると、

$$\ln \ln (1 / 1 - P_f) = m \ln \sigma_f + \text{const.} \dots\dots\dots (6)$$

となるので、ワイブル確率紙上での直線の傾きから材料の強度のばらつきを示すパラメーターとして考えられているワイブル係数  $m$  を求めることができる。

ワイブル分布を仮定した場合の平均破断応力は SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料では 261 MPa であり、ガラス材料単体では 121 MPa であった。また、Fig. 8 より式 (5)

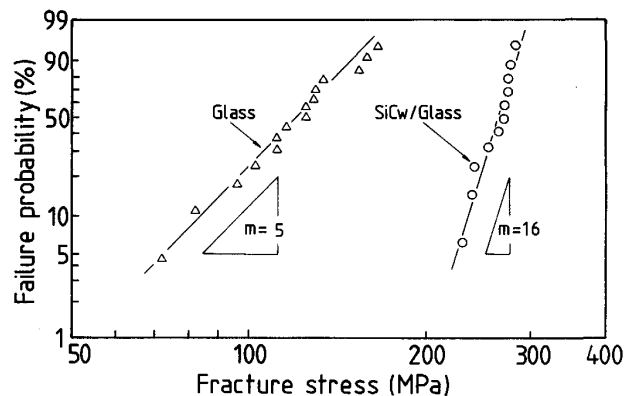


Fig. 8. Weibull plot of fracture stress in three point bending test.

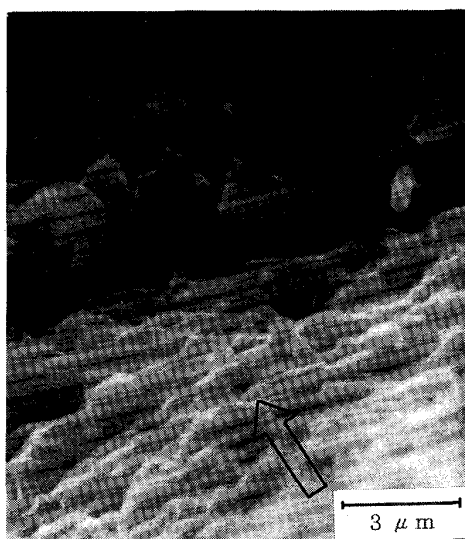


Photo. 2. Fracture surface of SiC whisker-reinforced borosilicate glass composite around maximum tensile stress area (an arrow shows direction of crack extension).

を仮定して求められるワイブル係数は、SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料では~16 であるのに対してガラス材料単体では~5 となり、SiC ウィスカーと複合化することによりマトリックスに用いたガラス材料単体よりも破断強度のばらつきは小さくなったことがわかる。

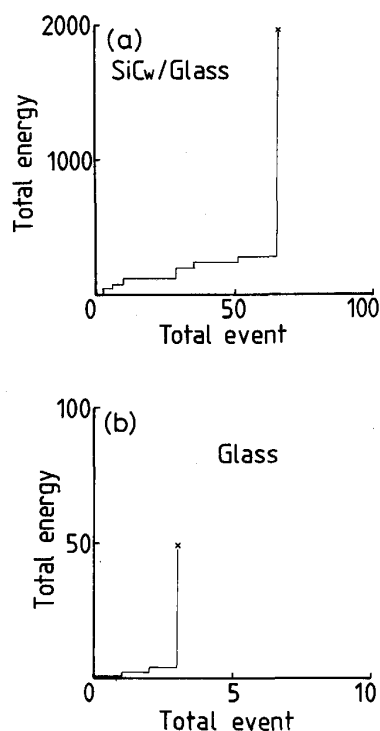
### 3.3 破面観察

Photo. 2 は、切欠きのない SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料の最大引張応力部近傍を示したものである。図中矢印はき裂の進展方向を示している。破面にはウィスカーのプルアウトとき裂がジグザグに進んだ様子が観察される。一方、ガラス材料単体の破面は良くしられているような平坦な破面を呈していた。

このような破面に見られる特長は切欠きの有無によらず同様であった。

## 4. 考 察

本実験に用いた材料では、SiC ウィスカーとガラスを複合化することにより、強度および破壊靱性  $K_C$  がマトリックスに用いたガラス材料単体に比較して大きくなるとともに、破断強度のばらつきも小さくなった。このような結果はガラス材料と SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料ではその変形・破壊過程が異なることに起因するところが大きいと考えられる。ここでは、実験より得られた結果をもとにまず破壊過程の差異を論じ、ついで強度のばらつきについて検討する。



(a) SiC whisker-reinforced borosilicate glass composite  
(b) Borosilicate glass

Fig. 9. Relation between total AE energy versus total AE event counts.

### 4.1 複合材料の破壊過程

Fig. 9 (a) (b) は Fig. 1 の結果をもとにして SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料およびガラス材料単体の三点曲げ試験時の AE 測定結果における累積 AE 事象数と累積 AE エネルギーの関係について、すでに著者らが報告した場合<sup>8)</sup>と同様に整理したものである。Fig. 9 を見ると、SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料では前報<sup>8)</sup>同様に累積 AE 事象数が増加するにつれて累積 AE エネルギーも徐々に増加し、最終破断の直前には累積 AE エネルギーの急激な増加が認められる。一方、マトリックスに用いたガラス材料では累積 AE 事象数がわずかに増加した後、累積 AE エネルギーの急激な増加が観察されるという特徴を持っていることがわかる。

アルミナのダブルトーション法による破壊靱性試験において、AE 事象数の係数率はき裂進展速度と比例関係にあることが報告されていることから<sup>9)</sup>、累積 AE 事象数も定性的にはき裂の進展に関するパラメーターであり、AE エネルギーは一つ一つの事象に対する破壊の大小を示しているものと定性的には考えられる。したがって、Fig. 9 は実験に用いた材料のミクロな破壊過程を反映しているものと考えられる。

Fig. 9 (b) の AE の結果と Fig. 1 (b) の荷重-変位曲

線よりガラス材料では、破壊が開始と最終破断がほぼ同時に生じていることは明らかであり、脆性材料特有の挙動を示している。

SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料ではガラス材料単体に比べはるかに多くの累積 AE 事象数が計測され、これに伴いゆるやかなエネルギーの増加も観察される。その後、AE エネルギーは急激に増加し破断に至る。また、Fig. 1 (a) の結果より AE エネルギーの急激な増加は ~80 dB 付近の大きな振幅の AE に対応している。曲げ試験時に小振幅の AE が発生し、かつ、AE 事象数の増加に対してエネルギーの増加が小さい領域では、材料中にマイクロなき裂が多数生成していたものと考えられる。

本実験で用いた SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料と同様の成形プロセスで作製した材料において、本実験で得られた結果と同様に最終破断以前にマイクロなき裂の生成を伴う破壊現象が報告されている。また、この材料は DCB 法による破壊靱性試験において R 曲線挙動をとることが報告されている<sup>10)</sup>。

複合材料が R 曲線挙動をとる原因としては、き裂先端・ゾーンウエイクでの微視き裂の生成やウィスカーによるき裂のブリッジングなどの要因によるものと考えられている<sup>10)</sup>。本実験における SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料の破面においても、Photo. 2 に示した 3 点曲げ試験時の最大引張応力部の近傍では、ウィスカーのプルアウトや、微視き裂の生成に起因すると考えられるマトリックスの細かな凹凸が観察され、R 曲線挙動を示した材料に極めて類似している。

材料の破壊が R 曲線挙動に従うものとする、その挙動を以下のように記述することができる。初期き裂 ( $c_0$ ) を持つ材料に荷重を負荷するとき裂先端における応力拡大係数 ( $K_R$ ) は、応力の増加とともにある応力拡大係数  $K_i$  まで増加する。 $K_R$  が  $K_i$  に達するとき裂の成長が開始するが、同時にき裂進展抵抗も増加することから、き裂は安定成長することになる。き裂の成長に対する  $K_R$  の変化は、き裂長さ ( $c$ ) に依存し、実験式として、

$$K_R \propto (c - c_0)^n \dots\dots\dots (7)$$

と記述することができる。したがって比例定数を  $q$  とすれば  $K_R$  は、 $K_i$  を用いて、

$$K_R = K_i + q(c - c_0)^n \dots\dots\dots (8)$$

で示される。ここで、本実験に用いたものと同様の複合材料では  $n \sim 0.5$  であることが報告されている<sup>10)</sup>。

このようにき裂進展抵抗が R 曲線で示される材料の破断応力は、式 (8) で表される曲線と

$$K = Y\sigma c^{1/2} \dots\dots\dots (9)$$

との接点として求まる。ここで  $K$  は応力拡大係数であり、 $Y$  はき裂形状に依存する無次元の定数、 $\sigma$  は材料に負荷される応力である。

$n=0.5$  として破断応力を求めると、

$$\sigma_f = Y^{-1}(K_i^2 + q^2 c_0)^{1/2} c_0^{-1/2} \dots\dots\dots (10)$$

と示される。したがって実験より求まる R 曲線を示す材料の破壊靱性値は、

$$K_C = (K_i^2 + q^2 c_0)^{1/2} \dots\dots\dots (11)$$

となる。式 (11) より、R 曲線を示す材料においては、実験より求まる破壊靱性値が、 $K_i \cdot q \cdot c_0$  などにより変化する。ここで、同一の材料においては、 $K_i$  は一定値とみなせると考えられる。また、Fig. 3, 4 における切欠き付きの SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料の AE の結果より、 $a/W \sim 0.15$  と  $a/W \sim 0.4$  の総事象数および総リングダウン数が同一の範囲にあることから、SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料では、R 曲線挙動は  $c_0$  により大きく変化しないものと考えられる。したがって、 $q$  は一定の値に近いものと考えることができる。

Fig. 7 において、式 (11) の  $c_0$  に相当するき裂長さ ( $a$ ) が長くなると SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料の靱性が向上している現象は、式 (11) で  $c_0$  が大きくなると  $K_C$  は大きくなることから定性的に説明される。

#### 4.2 強度の統計処理

セラミックスのような脆性的な破壊挙動をとる材料では強度のばらつきの評価に最弱リンク説から導かれたワイブル分布が用いられることが普通である。ワイブルの分布は極値統計論に基づくものであり、き裂の進展は材料中の最弱の部分から開始し、最終破壊までその部分が最弱であるという仮定に基づいている。本実験で用いたガラス材料は Fig. 1 (b) の破壊挙動と AE の結果からわかるようにき裂が発生すると最終破断に至るまでの時間 ( $\Delta t$ ) は ~ゼロに近くき裂の進展がいったん開始するとそれが材料の最終破断に直接むすびつくものと考えられる。

一方、SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料では破断荷重に比べ低い荷重から AE が計測される。これは破面にウィスカーのプルアウトや微視き裂が観察されることから、微視き裂の生成と合体あるいはウィスカーによるき裂のブリッジングなどが不安定破壊の開始に先立って生じていたものと考えられる。また、このような現象が小振幅の AE の発生に対応しているものと考えられる。したがって、ガラス材料とは異なり SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料の場合には  $\Delta t$  はゼロでなく有限の値となる。このような考え方によるとき裂が生じてから破壊までの材料中での最弱部分が時間的に変動することが推測される。

ガラス材料の場合には基本的にはすでに述べたように、き裂が生成してから即座に最終破壊に至るのでワイブルの統計理論の仮定を満足していると考えられる。ところが複合材料のように、破壊過程が時間依存性を示す材料では横掘が提案している確率過程論による取扱い<sup>14)</sup>のように破壊の時間依存性を考慮した取扱いが必要になるものと考えられる。

一般に材料強度のばらつきは試験条件の不揃いを無視すると、①材料組織の不均一性、②熱振動の無秩序性によるものであると考えられている<sup>11)</sup>。

最大き裂寸法の分布などの組織の不均一性による影響が SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料とガラス材料単体で同程度として、①の影響がないものとする、同様の過程が  $n$  回引き続いて生じた後に材料が破壊するとした場合の変動係数  $CV$  は、

$$CV = 1/\sqrt{n} \dots\dots\dots (12)$$

で示される<sup>12)</sup>。

本実験の SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料およびガラス材料の三点曲げ試験における AE の測定結果がその破壊挙動を反映するものと考えられることから、破壊のステップも AE の事象数と相関があるものと考えられる。そこで破壊のステップが AE の事象数に対応すると考えると、SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料では  $n=50\sim 100$  程度であるので、式(12)より  $CV=0.14\sim 0.1$  と求まり、ガラス材料では、 $n=1\sim 10$  なので  $CV=1\sim 0.3$  と求まる。

一方、複合材料およびガラス材料の変動係数  $CV$  をワイブル係数を用いて求めると、強度の分布がワイブルで表されるとして式(4)と  $\sigma_u=0$  の条件で  $CV$  は、

$$CV = \frac{\sqrt{\Gamma(1+2/m) - \Gamma^2(1+1/m)}}{\Gamma(1+1/m)} \dots\dots\dots (12)$$

で与えられる<sup>13)</sup>。実験より求めたワイブル係数は SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料で  $m=16$ 、ガラス材料で  $m=5$  であるので  $CV$  は SiC<sub>w</sub>/ガラス複合材料で 0.03、ガラス材料で 0.3 となり、破壊ステップより求めた変動係数と傾向が一致する。ここで、AE の事象数はマイクロな破壊のステップと一対一に対応するものではなく、破壊ステップ数の傾向を示す値として変動係数の変化の程度を見積もることを目的とした。

以上より、最大欠陥寸法の分布ばかりでなく、マイクロな破壊のステップの増加が複合材料の強度のばらつきを

低下させた一因であることが考えられる。これらの詳しい議論は今後の課題としたい。

## 5. 結 論

ウィスカー強化ガラス複合材料 ( $V_f\sim 0.2$ ) の三点曲げ試験および切欠き付き試験片の三点曲げを行うことにより、その破壊過程を調べた。また、複合化による強度のばらつき低下の機構を検討した結果以下の結論を得た。

(1) SiC ウィスカー強化ガラス複合材料では最終破断に至るまでに最大荷重の 15% 程度から材料中でマイクロな安定破壊が進行し、最大荷重直前で破壊の単位が大きくなり、その後不安定破壊に至る。

(2) 最終破断までのマイクロな破壊を生じる材料では、線形破壊力学で定義される臨界応力拡大係数は切欠き長さにより変化し、切欠き長さが長くなると臨界応力拡大係数も増加する。

(3) ウィスカーをガラスと複合化することにより、破壊強度が材料に存在する初期き裂の寸法ばかりでなく破壊過程にも依存するため、その結果として強度のばらつきも減少する。

## 文 献

- 1) たとえば, G. C. WEI and P. F. BECHER: Am. Ceram. Soc. Bull., **64** (1985), p. 298
- 2) たとえば, O. SBAIZEERO and A. G. EVANS: J. Am. Ceram. Soc., **69** (1986), p. 481
- 3) K. M. PREWO: J. Mater. Sci., **21** (1986), p. 3590
- 4) R. HAYAMI, K. UENO, I. KONDOU, N. TAMARI and Y. TOIBANA: Materials Science Research Vol. 20 Tailoring Multiphase Composite Ceramics (1987), p. 663 [Plenum Press]
- 5) タテホ化学工業株式会社技術資料
- 6) Handbook of Materials Science, Vol. 2, ed. by C. T. LYNCH (1974), p. 326 [CRC Press]
- 7) 岡村弘之: 線形破壊力学入門 (1976), p. 218 [培風館]
- 8) Y. KOGO and Y. KAGAWA: J. Mater. Sci. Lett., **8** (1989), p. 44
- 9) A. G. EVANS and M. LINZER: J. Am. Ceram. Soc., **56** (1973), p. 575
- 10) Y. KAGAWA, M. ENOKI and T. KISHI: Proc. Sintering '87 Tokyo, 印刷中
- 11) 横掘武夫: 材料強度学 (1964), p. 24 [岩波全書]
- 12) 市川昌弘: 日本金属学会報, **19** (1980), p. 487
- 13) 岡村弘之, 板垣 浩: 強度の統計的取扱い, 構造強度信頼性工学 (1979) [培風館]