

論文の内容の要旨

論文題目 Improvement of Damage Tolerance in Brittle Materials
Using a Tough Surface Composite Layer
(表面複合材料を用いた脆性材料の耐力学損傷性の向上)

氏名 金 永錫

第1章 序論

構造用セラミックスなどの脆性材料では表面に損傷が導入されると材料の強度が著しく低下し、構造部材としての機能が著しく損なわれる。したがって、構造用セラミックスなどの表面の保護はセラミックスの強度維持と信頼性確保の面で非常に重要である。現在、表面保護には、高温下まで利用が可能なセラミックス系コーティングが広く用いられているが、コーティング自体の脆性破壊の問題を克服することは難しく、何らかの新しい材料開発が求められている。

最近開発された酸化物繊維強化酸化物基複合材料はセラミックス材料であるが、セラミックス単体とは異なり、大きな損傷許容性を持っていることが特徴である。また、この複合材料は繊維とマトリックスの組み合わせによって多様な環境に適用できる複合材料を造り出すことが出来る。このような大きな損傷許容性の持つ材料を非酸化物セラミックスのかわりに脆性的な破壊挙動を示すセラミックス材料の耐損傷コーティングとして使うと使用環境による力学的な損傷を防ぐことができるのではないかと考えられる。しかし、このような可能性に対する研究は行われていない。本研究ではこのような背景から、繊維強化セラミックス基複合材料を耐力学損傷保護層として利用することの可能性を検証することを目的とした。

第2章 表面複合材料を用いた力学損傷保護の可能性

織物構造とした Al_2O_3 繊維強化 Al_2O_3 マトリックス複合材料を Si-Ti-C-O 繊維結合型複合材料の表面複合材料として用いた場合の効果を確かめ、表面複合材料の考え方が有効かを調べると同時に表面複合材料を用いた場合の問題点を探ることを本章の目的とした。

表面複合材料には平織状の Al_2O_3 繊維に ZrO_2 を含浸させたものを Al_2O_3 マトリックス中に複合化したものを用いた。この複合材料は本論文中を通して用い、表面複合材料と称し、以後、必要に応じて $(\text{Al}_2\text{O}_3\text{f-ZrO}_2)_{\text{mc}}/\text{Al}_2\text{O}_3$ と記述する。1層の織物からなる $(\text{Al}_2\text{O}_3\text{f-ZrO}_2)_{\text{mc}}/\text{Al}_2\text{O}_3$ と繊維結合型複合材料を真空ホットプレス法で接合した。接合の前に繊維結合型複合材料を空气中で熱暴露させ、表面複合材料のマトリックスである Al_2O_3 と反応させ、接合力を増やすために SiO_2 膜を形成させた。その後、表面複合材料を繊維結合型複合材料の上に乗せ、1473K の温度で加圧圧力 10MPa のもとで 3h 保持し接合した。接合後の表面複合材料の厚さはおよそ 300 μm であった。得られた接合体を用い、表面複合材料側の表面を直径 20mm の鋼球で押込む試験を行い、破壊過程を詳細に調べた。同時に、アコースティックエミッションの測定も行った。

その結果、薄い繊維強化セラミックス複合材料が Si-Ti-C-O 繊維結合型複合材料に対する力学的な保護コーティング層として有効であることを確認するとともに、破壊に及ぼす表面複合材料特性や界面接合性の影響を知ることができた。また、表面複合材料による基材の応力遮蔽効果を検証できた。

第 3 章 表面複合材料結合ガラスの破壊機構

第 2 章では表面複合材料が脆性材料の力学的損傷を減少させる可能性を検証した。しかし、効果が生じる機構は明らかでない。本章では、詳細な破壊過程を調べるために基材としてガラス材を用い、破壊挙動の直接観察を試み、表面複合材料有無によるガラス基材の破壊を検討した。

焼結した一層の織物からなる $(\text{Al}_2\text{O}_3\text{f-ZrO}_2)_{\text{mc}}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 表面複合材料を硼珪酸ガラス上に乗せ、温度 1023K、加圧圧力 1.5MPa で真空ホットプレスし、接合体を作製した。この接合体に直径 10mm の ZrO_2 球を用いた押し込み試験を室温で行った。試験の際に 2 つの CCD カメラ用いてクラックの発生と破壊様子を異なる角度から直接観察した。比較のために用いたガラス単体の場合は、表面粗さの異なる試験片を作製し、同様の圧子押し込み試験を行った。

直接観察によってガラス基材の初期亀裂発生とリングクラックの形成と成長の様子が観察できた。その結果、ガラス単体の初期クラック発生荷重は約 0.9kN であるが、表面複合材料結合ガラスの場合は約 1.8kN までにも増加することが確認された。この結果と有限要素法による応力分布解析から球状圧子による集中応力下での試験片の破壊機構が明らかになった。初期クラック発生荷重前後の表面複合材料結合ガラスの圧痕近傍の観察により、押し込みの試験時に表面複合材料の内部に生じるミクロな破壊の累積と界面の接合力がガラス基材表面への応力遮蔽に大きな影響を与えることが明らかになった。

第 4 章 表面材料と基材の接合力の基材クラック発生挙動に及ぼす影響

表面材料と基材の接合はガラス基材表面への応力遮蔽を得るのに重要な要因の一つであることを前章で確認した。しかし、界面結合の差が応力遮蔽効果にどのように影響するかは明らかになっていない。本章では、界面接合力をパラメータとして用いて応力遮蔽効果を調べること

にした。

前章と同じ接合体と表面材料をガラスで挟んだサンドイッチ試験片を前章と同様の条件で作製した。接合したそれぞれの材料の熱暴露を 923K で 10 と 20h 行い、界面の結合力の異なる試験片を作製した。界面における臨界エネルギー解放率を DCB 試験片を用いて測定した。ノッチは界面に沿って入れ、ノッチ長さとして試験片長さの比は約 0.4 にした。試験は室温で一定クロスヘッド速度条件下で行った。また、表面複合材料の効果を直接調べるために予め押込みによる損傷を与えた試験片を用いて 3 点曲げ試験を行った。

熱暴露を行っていない試験片の界面における臨界エネルギー解放率は $0.02\text{J}/\text{m}^2$ で、10h 熱暴露したものと 20h したものはそれぞれ $0.03\text{J}/\text{m}^2$ と $0.09\text{J}/\text{m}^2$ であった。押込み試験から得られたクラック発生荷重は臨界エネルギー解放率の増加に伴って増加する傾向を示した。また、損傷を与えた試験片の 3 点曲げ試験の結果、ガラス単体の場合には約 0.8kN で初期クラックが発生した後、急激に減少したが、表面複合材料を接合したガラスの強度に急激な変化は見られなかった。損傷を与えた試験片の曲げ強度は臨界エネルギー解放率に依存し、臨界エネルギー解放率が増加するとガラスに破壊が生じる押込み荷重の許容量も増加することが確認された。これらの結果から、表面複合材料を用いて力学損傷に対する大きな許容量を得るには臨界エネルギー解放率を大きくすることが望ましいことが明らかになった。

第 5 章 表面複合材料によって保護されたガラスの耐衝撃挙動

前章では静的条件下での表面複合材料の効果を確かめたが、セラミックス材料は衝撃力を受ける環境で用いられることもある。そこで、本章は衝撃力による損傷に対する表面複合材料の効果を評価することを目的とした。

表面複合材料を 1 層および 2 層接合した試験片を前章と同様の方法で作製した。これらの試験片を圧縮窒素による鉄球発射装置を用いて衝撃試験を行った。直径 5mm の鉄製球を 40 と 110m/s の速度で試験片表面に衝突させ、その瞬間を超高速カメラで撮影した。試験後の試験片は光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡を用いて観察した。

衝撃速度が 40m/s 以上ではガラス単体の場合には細かい破片になったが、表面複合材料を接合したガラスは細かな破片にならず、押込み試験時と同様に鮮明なコーンクラックが表面近傍で観察された。コーンクラックの角度は表面材料の層数により異なり、1 層の表面材料の試験片と 2 層の表面材料の試験片はそれぞれ約 54° と 60° の角度を示した。コーンクラックの角度と衝突速度は反比例関係にあり、この結果から、表面複合材料が鉄球のガラス基材表面への衝突速度を減少させたことが明らかになった。この結果から、表面複合材料が衝撃エネルギーを吸収し、ガラス基材に与えるエネルギーを減少できることが確認でき、衝撃損傷下でも有効であることが確認された。

第 6 章 表面複合材料によって保護されたガラスの耐疲労挙動

前章までに、表面複合材料に対する静的負荷、衝撃負荷では著しい効果があることが明ら

かになった。しかし、実用的に重要な疲労負荷に対してその効果は明らかではない。本章では疲労負荷に対する効果を調べることを目的とした。

表面複合材料結合ガラスとガラス単体に直径 10mm の ZrO_2 球を用いて大気中、室温で繰返押し試験を行った。周波数は 1Hz、最大に 10^5 の繰返し数まで正弦波負荷-除荷の繰返し応力を加えた。試験中に CCD カメラを用いてクラックが発生するまでの繰返し数を測定し、クラック発生の様子を調べた。試験後に、レーザ顕微鏡を用いて損傷された表面の様子を観察した。また、直径の異なる球を用いて同様の試験を行い、力学的条件の異なる環境下での比較、検討を行った。

表面材料で保護されたガラスの場合は繰返し押し込み回数による表面損傷の差はほとんどないが、ガラス単体ではその差が著しいことが明らかになった。また、クラック発生サイクルと繰返し荷重との関係を調べたところ、表面複合材料の導入がガラスの疲労損傷に対して有効であることが確認された。

これらの結果から、表面複合材料を脆性材料表面に施すことによって繰返し荷重による強度低下を防ぐことが可能であることを検証した。

第 7 章 総括

この章では、本研究でえられた知見を整理した。その結果、下記の結論が得られた。

- (1) 損傷許容性の高い繊維強化セラミックス複合材料を表面材料として用いると、外部からの負荷に対して基材に達する応力を効果的に遮蔽できた。
- (2) 表面材料と基材の界面結合力は脆性材料のクラック発生と進展に大きな影響を及ぼすことが明らかになった。界面臨界エネルギー解放率が大きい方が基材の損傷防止に有効であった。
- (3) 表面複合材料の概念は衝撃損傷条件、および疲労負荷条件下でも有効であった。
- (4) これらの結果より、表面複合材料の考え方は脆性材料の表面に対する外部からの力学損傷に対して効果があると結論できる。