

令和 2 年 9 月 9 日現在

機関番号：13901

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K06792

研究課題名(和文) 積層接合によるセラミックスの超高速耐衝撃機能発現と発現機構の解明

研究課題名(英文) Development of Hyper-velocity-impact Resistance of Laminated Ceramics and Elucidation of the Mechanism

研究代表者

田邊 靖博 (Tanabe, Yasuhiro)

名古屋大学・工学研究科・教授

研究者番号：70163607

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：本研究の結果から、有機系(樹脂系)材料が使用可能な環境下あるいは分野では、樹脂系材料を接合剤とするセラミックス接合体が、単体(バルク)セラミックスと比較して優れた耐衝撃特性を有することが明らかとなった。これには、接合材として用いた樹脂系材料の延性、応力緩和作用、伸び性が大きく関係していることが示された。さらに重要なことは、接合手法は、大型あるいは複雑形状の部材作製が難しく、大型焼結炉や長時間工程が不可欠とされるセラミックス部材の新たな省エネ・省資源作製手法として活用できる可能性が非常に高いと考えられることである。

研究成果の学術的意義や社会的意義

セラミックスは軽量、高剛性という優れた特性を有する一方、破壊靱性が低いことから、高速可動部材へ応用する際に、壊滅的な破壊に至るおそれが懸念された。しかし、接合技術を応用して積層することで、解決できる可能性が高いことを明らかにした。セラミックスのもうひとつの特徴として、高硬度を上げることができ、保護部材としての用途展開が期待されている。セラミックスの接合積層構造による衝撃損傷の軽減、さらに複雑形状の実現は、これらの保護部材の用途での応用にも有効な技術であると考えられる。接合積層化技術は、適切な接合材と方法を選択することで、使用条件や使用分野に合わせたセラミックス製造の重要技術と考えている。

研究成果の概要(英文)：It is clearly revealed that, in this study, ceramic elements joined using resin-related material systems have outstanding shock-resistant characteristics under the environments and/or the application fields where the systems can be used. The characteristics result from the ductility, high stress-relaxation and large strain-to-break of the systems. More important, joining methods have superior potentials as new energy- and resource-saving production ones for large-size and complicated ceramic elements. In usual methods, as the contrast, producing those elements needs large-scale furnaces and/or longer process time; resulting to high-cost. Their low fracture toughness, in addition, restrict their application despite the excellent properties of light weight, high rigidity and high hardness.

The methods using resin-related systems will surely be one of the important technologies in ceramic manufacturing by selecting appropriate systems, according to use conditions or fields of the use.

研究分野：複合材料

キーワード：衝突・衝撃7 接合 FRP・樹脂

## 1. 研究開始当初の背景

脆性材料であるガラスの破壊抵抗性や耐衝撃特性を向上させる手段のひとつとして、積層化による亀裂進展抑制技術が実用化されている。セラミックスに対しても積層構造を適用することで、耐衝撃特性の向上が期待できると考えられることから、美濃窯業株式会社 関根圭人氏は、金属アルミニウムを用いた炭化ホウ素セラミックス積層体を作製し(Fig. 1-1)、耐衝撃特性の向上について検討を行ない、以下を報告している [1]。

- (1 - 1) 飛翔体衝突による応力波に対して、積層界面での音響インピーダンスの差異によって生じた反射波が干渉しあうことで、積層体は、バルク体に比べてコーン状亀裂(円錐状の亀裂)体積が小さくなる(Fig. 1-2)。
- (1 - 2) 積層体は、試料自身の破壊だけでなく、積層界面の剥離にも飛翔体の運動エネルギーが消費されるため、バルク体に比べて飛翔体運動エネルギーの消費量が多く、飛翔体衝突後の破片の運動エネルギーは小さくなる。
- (1 - 3) 任意形状の大型部材の作製には低圧化・高温プロセスが必要で、新たな手法が求められている。

そこで、本研究の準備として、金属アルミニウムによる積層化よりも簡便で、大型任意形状積層部材の作製が可能である樹脂系接合剤を用いた炭化ホウ素セラミックス積層体に対する耐衝撃特性の向上に関する検討を行ってきた。実際に、弾性の大きなエポキシ樹脂を用いた積層体が、金属アルミニウムを用いた積層体よりも高い耐衝撃特性を発現できること、さらに積層間に炭素繊維強化プラスチック(CFRP)などを加えることで、耐衝撃特性の一層の向上が期待できることが明らかとなっている。これらの知見を総合することで、高い耐衝撃特性を有する炭化ホウ素セラミックス積層部材の設計が可能であることが明らかとなりつつある。しかし、上述した両者の研究における飛翔体衝突速度は 400 m/s 程度であり、実際のスペースデブリの速度を大きく下回っているため、応用分野を広げるためには、さらなる高速度での衝突研究が求められる。

一方で、炭化ホウ素セラミックス積層部材の耐衝撃特性に関して、炭化ホウ素セラミックス単体の構造や性質が影響すると予想されるが、現段階では炭化ホウ素セラミックスは、気孔率などの物性値を大きく振り分ける作製方法が確立していない。そのため、炭化ホウ素セラミックス積層体におけるセラミックス単体の気孔率などの物性値の差異が耐衝撃特性に与える影響については未解明であり、さらに高い耐衝撃特性を発現させるための最適な作製条件も明らかではないのが現状である。こうした状況の中で、気孔率などの物性値を大きく振り分ける作製条件が確立しているアルミナセラミックスを主たる試料として、今後に確立されるであろう、炭化ホウ素セラミックスの物性値を制御できる技術の開発に先行して、セラミックス積層体の耐衝撃特性に与えるセラミックス単体の物性値の影響について検討を進めることにした。

また、事前の検討からセラミックス積層体に有機繊維および炭素繊維を使用することは、耐衝撃特性を向上させるうえで、有効な手法であることが示唆されていたので、あわせて検討を行った。

このように、炭化ホウ素セラミックスはスペースデブリ防護板材料としての期待が高まっており、今後のさらなる用途拡大も十分に考えられるものの、脆性であるという欠点のために、耐衝撃特性の向上が急務となっている。事前研究から、炭化ホウ素セラミックスを積層化したり、有機繊維および炭素繊維の FRP を接着したりすることで耐衝撃特性が向上することが示唆されているが、積層体の耐衝撃特性に影響を与えると推察される炭化ホウ素セラミックス単体の物性値に関する研究や積層体の積層条件の最適化に関する研究は進んでいない。炭化ホウ素セラミックスは耐衝撃に対する高いポテンシャルを有しており、積層化でさらなる向上を図れることは明らかである。実用により近い条件での耐衝撃特性と物性値との関係を解明することで、耐衝撃部材としての炭化ホウ素セラミックスの実用化が大きく進むことを期待できる。

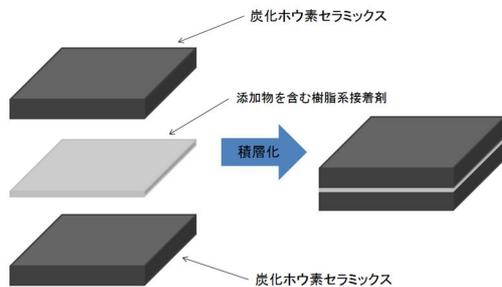


Fig. 1-1 炭化ホウ素セラミックス積層体試料の概略図

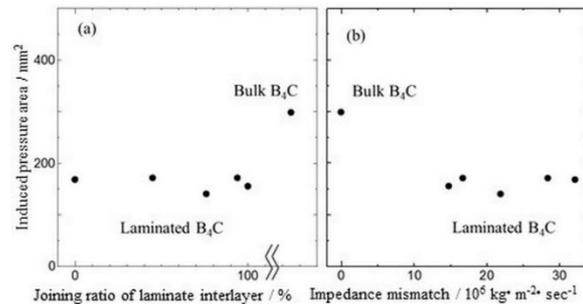


Fig 1-2 積層面積およびインピーダンスミスマッチと一定応力が発生する面積との関係

## 2. 研究の目的

本研究では、気孔率などの物性値を大きく振り分ける作製技術が確立しているアルミナセラミックスを試料として、今後に確立されるであろう、炭化ホウ素セラミックスの物性値を制御する技術の開発に先行して、900 ~ 1,500 m/s の高速度域におけるアルミナセラミックスの気孔率などの物性値が耐衝撃特性に与える効

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

果を検討する。また、積層順序や積層間・表裏面への有機繊維あるいは炭素繊維強化 FRP の接着などの積層条件が耐衝撃特性におよぼす効果を検討する。さらに、これらの検討で得られた知見を製造プロセスにフィードバックすることで、耐衝撃特性の向上とプロセスの簡素化、低コスト化の指針を得ることが期待できる。

### 3. 研究の方法

段式あるいは二段式ガス加速装置で加速させた飛翔体を作製したセラミックス積層体試料に衝突させ、衝突前後の試料ならびに飛翔体の形状変化観察、試料の衝突面と反対側に設置したアルミニウム板の陥没深さの計測等を行った。詳しい積層構成ならびに観察・計測等については、4. 研究成果に記載してある。

### 4. 研究成果

#### (1) 気孔率および積層条件の耐衝撃特性への影響

##### はじめに

アルミナセラミックス積層体の接合材としてエポキシ系樹脂を用いて作製した積層体試料に対して二段式ガス加速装置を使って飛翔体衝突実験を行ない、アルミナセラミックスの気孔率および積層条件による耐衝撃特性への影響を考察した。また、破壊靱性の高いジルコニアセラミックスを用いた比較用の積層体試料を作製し、破壊靱性が耐衝撃特性に与える影響を考察した。

##### 結果とまとめ

- [4(1)-a] 各層が低気孔率(高密度)の積層体試料は、損失体積(試料自身へのダメージ)は大きいものの、その高硬度により飛翔体(ステンレス球)を破壊するため、アルミニウム板凹み深さ(守るべき試料背面へのダメージ)は小さい。
- [4(1)-b] 各層が高気孔率(低密度)の積層体試料は、アルミニウム板凹み深さ(守るべき試料背面へのダメージ)は大きいものの、各層の気孔に樹脂が浸透することにより、損失体積(試料自身へのダメージ)は小さい。
- [4(1)-c] ジルコニアセラミックス積層体試料は、アルミナセラミックス積層体試料に比べて耐衝撃特性が低い。破壊靱性を向上させる相変態の速度が主因であると推察される。
- [4(1)-d] 積層条件を制御して、衝突層に低気孔率(高密度)板、以降の層に高気孔率(低密度)板を用いた組合せ試料は、低気孔率(高密度)板と高気孔率(低密度)板両者の長所を兼ね備えた積層接合体となり、高い耐衝撃特性を発揮する。



Fig. 4(1)-1 飛翔体運動エネルギーと損失体積との関係

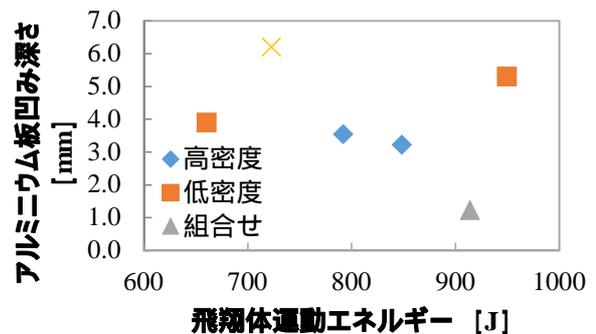


Fig. 4(1)-2 飛翔体運動エネルギーとアルミニウム板の凹み深さとの関係

#### (2) 有機繊維および炭素繊維の耐衝撃特性への影響

##### はじめに

4(1)で、(a) 低気孔率積層試料が、高硬度によりアルミニウム板凹み深さ(守るべき試料背面へのダメージ)を小さくできること、(b) 高気孔率積層試料が、気孔に樹脂が浸透することで損失体積(試料自身へのダメージ)を小さくできること、(c) 衝突層に緻密質アルミナを配し以降の層に多孔質アルミナを配した組合せ試料は両者の長所を兼ね備えた高い耐衝撃特性を発揮する積層接合体となることを報告した。

4(2)では、組合せ試料のさらなる耐衝撃特性の向上、特に飛翔体衝突による試料破片の飛散防止について考察することを主眼に、低粘度のエポキシ系樹脂を使用したセラミックス積層体を用いた。作製に際して衝突層や背面層に、高強度有機繊維強化あるいは炭素繊維強化 FRP を接着し、その効果について検討した。

##### 結果とまとめ

- [4(2)-a] 衝突面へのイザナス FRP 接着試料は、損失体積(試料自身へのダメージ)を大きく減少させ、飛翔体衝突による飛散破片が新たなデブリとなることを抑制できる、さらに、2 回目の飛翔体衝突に対しても、防護板としての一定の役割を果たす。
- [4(2)-b] 積層および接着に使用する樹脂が耐衝撃特性に与える影響は小さい。
- [4(2)-c] 衝突面への PAN 系 CFRP 接着試料は、Pitch 系 CFRP と比較して、損失体積(試料のダメージ)が小さい。これは、炭素繊維、ひいては CFRP の破断歪みが大きいことに起因していると推察される。

様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

- [4(2)-d] イザナス繊維は、炭素繊維と比べて、破断歪みと断面積が大きく、耐衝撃特性に優れている。
- [4(2)-e] 背面へのイザナス FRP 接着は、アルミニウム板凹み深さ(試料背面のダメージ)には大きく影響しない。
- [4(2)-f] 飛翔体速度が 1,400 m/s 以上の高速衝突においては、本研究で作製した試料は飛翔体を破壊できないため、飛翔体運動エネルギーを分散させられず、結果として試料を貫通してしまい、背面に設置したアルミニウム板に貫入する。
- [4(2)-g] 飛翔体衝突速度が 900 ~ 1,400 m/s では、イザナス FRP 接着アルミセラミックス積層体は、実際のスペースデブリを構成する主材料(アルミニウムと樹脂)に対して高い防護安全性能を有している。  
また、本研究開始前の成果ではあるが、CFRP の積層構成において背面に破断伸度の大きな炭素繊維を配することで、飛翔体の運動エネルギーを減じ、破損を軽減する効果があることが分かっていた [2]。本研究の炭素繊維とイザナス繊維の結果を総合すると、
- [4(2)-h] 破断荷重 (= 繊維断面積 × 繊維強度) および破断伸度が大きな繊維を脆性材料(セラミックス)積層体の背面に配置することで、大きな衝撃エネルギーの吸収が実現し、結果としてセラミックスの損傷を軽減できることをあらたに実証できた。

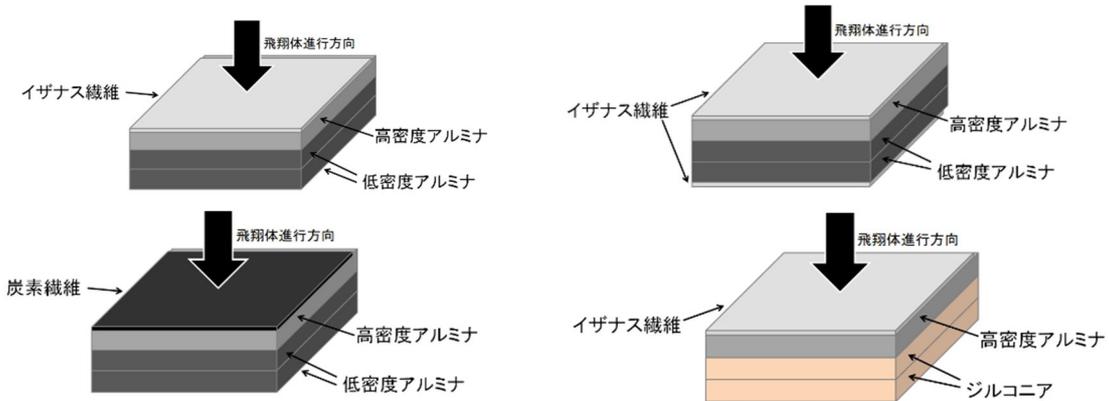


Fig. 4(2)-1 各種層試料の概念図、左上からイザナス-1、イザナス-1,4 試料、PAN ならびに Pitch 試料、およびジルコニア試料



Fig. 4(2)-2 イザナス-1 試料の衝突面(左)、背面(中)、およびアルミニウム板の凹み(右)

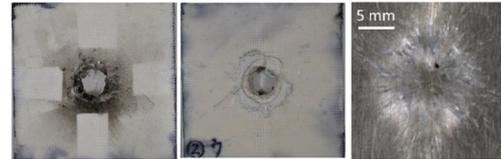


Fig. 4(2)-3 イザナス-1,4 試料の衝突面(左)、背面(中)、およびアルミニウム板の凹み(右)



Fig. 4(2)-4 PAN 試料の衝突面(左)、背面(中)、およびアルミニウム板の凹み(右)

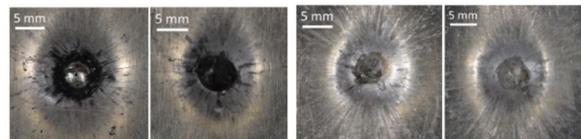


Fig. 4(2)-5 Pitch 試料(左2つ)ならびにジルコニア試料(右2つ)のアルミニウム板の凹み写真

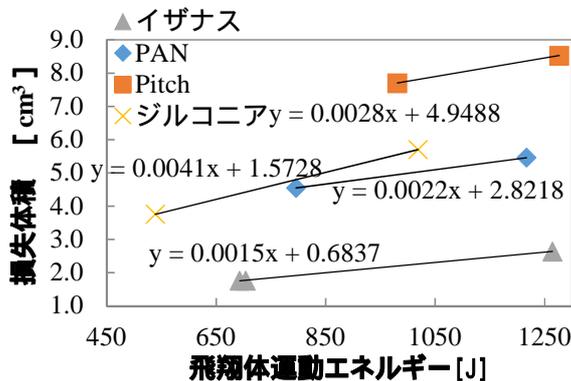


Fig. 4(2)-6 飛翔体運動エネルギーと損失体積との線形近似関係

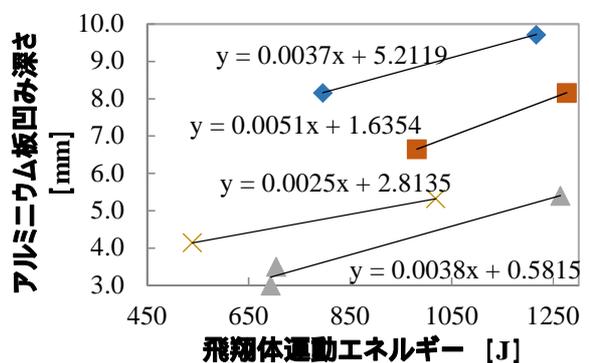


Fig. 4(2)-7 飛翔体運動エネルギーとアルミニウム板の凹み深さとの線形近似関係

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

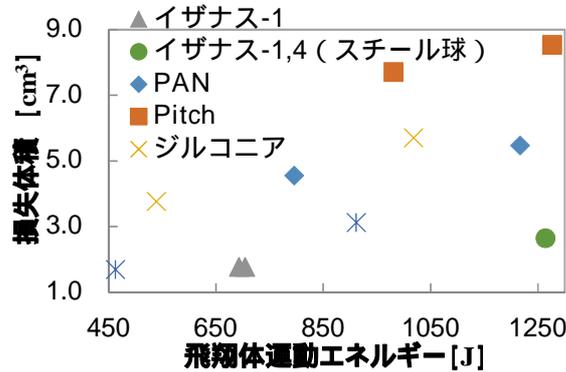


Fig. 4(2)-8 飛翔体運動エネルギーと損失体積との関係

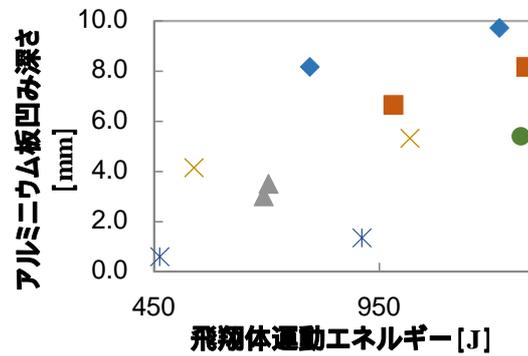


Fig. 4(2)-9 飛翔体運動エネルギーとアルミニウム板の凹み深さとの関係

## 結言と展望

本研究で、有機系(樹脂系)材料が使用可能な環境下あるいは分野では、樹脂系材料を接合剤とするセラミックス接合体が、単体(バルク)セラミックスと比較して優れた耐衝撃特性を有することが明らかになった。これには、接合材として用いた樹脂系材料の延性、応力緩和作用、伸び性が大きく関係していると考えられる。さらに重要なことは、接合手法が、大型あるいは複雑形状の部材作製が難しく、大型焼結炉や長時間工程が不可欠とされるセラミックス部材の新たな省エネ・省資源作製手法となりえることを実証したことである。

セラミックスの接合技術をさらに実用化へ近づけるためには、ピース形状を接合して複雑・大型形状の接合体を試作できることを実証することである。すでに、美濃窯業株式会社を中心としたグループが、単純形状の炭化ホウ素セラミックス板を立体的に組み上げて 100 mm 角から 400 mm 角の大きさの複雑・大型セラミックス接合体を作製している。接合技術により、大型複雑形状のセラミックスを作製できる技術が醸成されていると考えている。

セラミックスは軽量、高剛性という優れた特性を有する一方、破壊靱性が低いことから、高速可動部材へ応用する際に、壊滅的な破壊に至るおそれが懸念された。しかし、本研究を通して、接合技術を用いてセラミックスを積層することで、脆性を解決、少なくとも壊滅的な破壊を回避できることを明らかにすることができた。セラミックスのさらなる特徴の一つとして、高硬度であることが挙げられ、保護部材としての用途での応用も期待されている。保護部材の一例として、衛星及び衛星の太陽電池パネルを宇宙ゴミ(スペースデブリ)から防御するデブリシールドがあり、JAXA を中心にセラミックスを含む各種材料ならびに構造の研究が行われている。樹脂系接合材は、宇宙空間での使用が可能である。比較的簡便な単純形状部品の組み合わせによるセラミックス接合積層構造体を作製することで、衝撃損傷の軽減、さらに複雑形状の実現が可能であることを実証できた意義は大きい。セラミックスの軽量、高剛性、高硬度な特性を活かし、脆性を低減できる樹脂系接合材の接合技術(積層化技術)は、大型・複雑形状セラミックス部材の新たな省エネ・省資源製造方法として大きな可能性を秘めている。適切な接合材と組み合わせを選択することで、使用条件あるいは使用分野に合わせた幅広いセラミックス製造の重要技術のひとつになることは間違いないと確信している。

## 謝辞

本研究を実施するにあたり、山下晋氏(学生)から多大な御協力を頂いた。こころより感謝申し上げます。

また、研究協力者の美濃窯業株式会社 熊澤猛氏・関根圭人氏から積層セラミックスに関するアドバイスならびに複形状接合セラミックス設計に御協力および御尽力を頂いた。厚く御礼申し上げます。

## 参考文献

- [1] K. Sekine, T. Kumazawa and Y. Tanabe: Influence of Joining Interlayer on Impact Damages to Laminated Boron Carbide Ceramics, *International J. of Applied Ceramic Technology* 12 (2015) 1217 - 1229.
- [2] K. Fujii, M. Aoki, N. Kiuchi, E. Yasuda and Y. Tanabe; Impact Perforation Behavior of CFRPs using High Velocity Steel Sphere, *International J. of Impact Engineering*, 27 (2002) 497-508

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 入澤寿平, 稲垣良平, 飯田純也, 岩村良輔, 氏原研人, 小林更紗, 田邊靖博	4. 巻 112
2. 論文標題 The Influence of Oxygen Containing Functional Groups on Carbon Fibers for Mechanical Properties and Recyclability of CFRTPs Made with In-situ Polymerizable Polyamide 6	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Composites Part A	6. 最初と最後の頁 91-99
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 1件/うち国際学会 3件）

1. 発表者名 入澤寿平, 氏原研人, 小林更紗, 田邊靖博
2. 発表標題 The Effects of Interfacial Adhesion for Mechanical Properties of CFRTPs Made with Polyamide 6
3. 学会等名 複合材料界面科学研究会2018年度総会講演会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 田邊靖博
2. 発表標題 炭素材料の構造・組織制御に取り組んで
3. 学会等名 第56回炭素材料夏季セミナー
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 M. Shibata, T. Irisawa and Y. Tanabe
2. 発表標題 The Effect of CNTs For CFRTPS made with Popyamide 6
3. 学会等名 Carbon 2018 (国際学会)
4. 発表年 2018年

1 . 発表者名 S. Kobayashi, T. Irisawa and Y. Tanabe
2 . 発表標題 The Study of Interfacial Adhesion Of CFRTP Made with In-site Polymerizable Thermoplastics
3 . 学会等名 Carbon 2018
4 . 発表年 2018年

1 . 発表者名 T. Kawai, T. Irisawa, Y. Tanabe, M. Nakayama, A. Yoshimura
2 . 発表標題 Influence of Matrix Resin on Impact Resistance of CFRP by a Small Sphere
3 . 学会等名 31st Int'l Symposium on Shock Waves ( 国際学会 )
4 . 発表年 2017年

1 . 発表者名 S. Yamashita, T. Suzuki, S. Fujimori, T. Irisawa, Y. Tanabe
2 . 発表標題 Improvement of Impact Resistance of Ceramics by using Resin-based Materials
3 . 学会等名 31st Int'l Symposium on Shock Waves ( 国際学会 )
4 . 発表年 2017年

1 . 発表者名 T. Irisawa, K. Ujihara, S. Kobayashi, Y. Tanabe
2 . 発表標題 Interfacial Adhesion between Carbon Fiber and Thermoplastics Effectuated for Appropriate/Sufficient Mechanical Properties of CFRTP
3 . 学会等名 42nd Int'l Conf. & Exposition on Advance Ceramics and Composites ( 招待講演 )
4 . 発表年 2018年

〔図書〕 計2件

1. 著者名 S. Yamashita, T. Suzuki, S. Fujimori, T. Irisawa, and Y. Tanabe	4. 発行年 2019年
2. 出版社 Springer	5. 総ページ数 7 pp. (p.327-333)
3. 書名 The 31st International Symposium on Shock Waves (ed. by A. Sasoh et. al.)	

1. 著者名 T. Kawai, T. Irisawa, Y. Tanabe, M. Nakayama, and A. Yoshimura	4. 発行年 2019年
2. 出版社 Springer	5. 総ページ数 6 pp. (p.321-326)
3. 書名 The 31st International Symposium on Shock Waves (ed. by A. Sasoh et. al.)	

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----