

令和 4 年 12 月 9 日現在

機関番号：32660

研究種目：若手研究

研究期間：2019～2020

課題番号：19K14847

研究課題名（和文）織物繊維強化セラミックス複合材料の高温変形分布計測

研究課題名（英文）Strain distribution measurement of fiber-reinforced ceramics matrix composites at elevated temperature

研究代表者

井上 遼（Inoue, Ryo）

東京理科大学・工学部機械工学科・講師

研究者番号：60756295

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：1000 以上の高温で使用される繊維強化セラミックス複合材料の高温での変形分布計測技術の開発を目指し、本研究を遂行した。具体的には炭素繊維強化セラミックス、SiC繊維強化セラミックスという航空宇宙産業で既に応用がはじまっている材料系において計測を実施した。研究には申請者が独自に構築した紫外線光源と紫外線CCDを組み合わせた超高温観察装置を利用し、ステレオ撮影によって表面の三次元変形分布が可能となった。この装置を利用し、不均一構造に起因する変形分布を可視化し、定量的に評価することが可能となった。また、マトリックス部分での損傷についても定量的に評価することが可能となった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究の成果によって、有限要素法などに頼らざるを得なかった高温で生じる材料・部材の変形や損傷をその場でモニタリングできるようになっただけでなく、定量的理解のための情報をマクロからミクロまで幅広いレンジで取得可能となった。研究・開発まで幅広く使用できるため、信頼性保証技術として広範に利用できると考えられる。本研究ではセラミックス複合材料、コーティングの実測例を示したが、金属部材など材料系を問わず利用できるため研究開発を支援するツールとして幅広く活用できることが特徴である。安心・安全な社会を実現するためのツールとして幅広く活用できる点に社会的意義がある。

研究成果の概要（英文）：In this study, strain distribution measurement of continuous carbon, and SiC fiber-reinforced ceramic matrix composites above 1000 was carried out to understand failure mechanism in service. High temperature observation system proposed in the literature was used for experiments. The system was composed of two UV-light sources and UV-CCD cameras for strain distribution measurement in three dimensions. This study presented that heterogeneous strain distribution of ceramic matrix composites was visualized and measured quantitatively. Especially, damage evolution in CMCs under thermo-mechanical loading was successfully observed, and understood quantitatively.

研究分野：機械材料、材料力学、複合材料光学

キーワード：ひずみ分布 セラミックス複合材料 セラミックスコーティング 可視化 材料力学 複合材料工学

### 1. 研究開始当初の背景

織物繊維強化セラミックスマトリックス複合材料(Ceramic Matrix Composites: 以降 CMCs)は航空機用ジェットエンジンの高温・高圧部材として適用されつつある。CMCs は材料内部に微視的な損傷(マトリックスクラック、界面剥離、繊維のプルアウトなど)を蓄積できる損傷許容型の材料であり、欠陥や表面の傷といった応力集中部からき裂が瞬時に進展する単体のセラミックスとは破壊様式が大きく異なる。CMCs の損傷許容性は材料組織の不均一性を利用したものであり、単純な機械的負荷が生じて材料には変形分布が生じ局所的な破壊が生じる。

CMCs がジェットエンジン用のタービンブレードとして利用されつつあるが、用途拡大を目指すには寿命予測が不可欠であり、さらには、損傷発生から破断に至る過程を力学的な観点から定量的に理解する必要がある。特に耐熱性にメリットのある CMCs においては 1000°C を超える環境での変形挙動、損傷発生・進展過程の理解が不可欠であるが、これまでの研究では伸び計などが利用されているが、材料全体の変形量を測定しているに過ぎない。

申請者らのこれまでの研究において 1000°C 以上の環境で生じる変形や破壊を理解すべく超高温観察装置(High Temperature Observation System: 以降 HTOS)の構築に取り組んできた。このシステムにおいてはこれまで問題であった材料表面からの放射の影響を光学フィルターでカットすると同時に、紫外線光源からの反射線を紫外線 CCD カメラで撮像することによってコントラスト変化のないデジタル像を取得することが可能となっている。この特徴を活かし、変形前後のデジタル画像を画像相関法(Digital Image Correlation: 以降、DIC 法)によって解析することによって変形分布を可視化できる[1,2]。これらを利用すれば、高温材料の損傷・破壊挙動の理解につながると同時に、材料研究を支援するツールとなるのではないかと考え、研究を実施した。

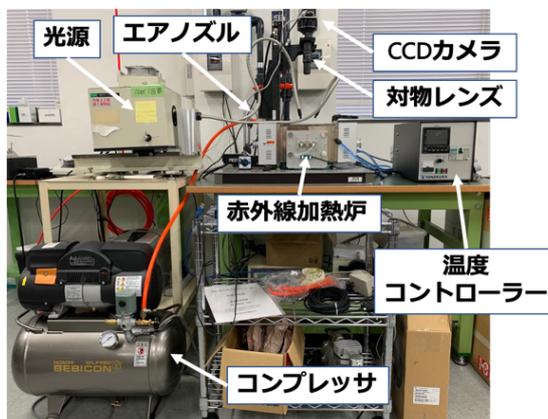


図.1 本研究で構築した計測システム

### 2. 研究の目的

本研究では前述のシステムを利用し、CMCs 及び CMCs に必要となる耐環境コーティング (Environmental Barrier Coatings :EBCs)の高温での力学的負荷下における変形破壊挙動の解明を試みた[3]。それにあたり、①高温で劣化しないパターンの開発、②三次元変形分布の計測精度の検証、③セラミックス系複合材料への応用、について研究を行った。

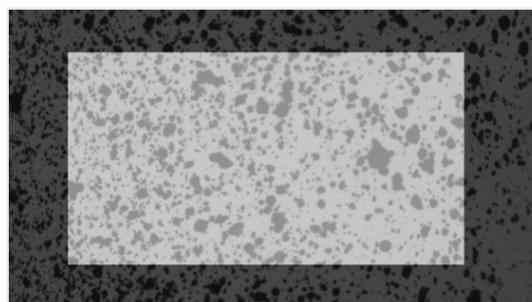


図.2 本研究で試作したスペックパターン

### 3. 研究の方法

本研究では図 1 に示す観察装置を新たに構築した。赤外線加熱炉によって試験片を加熱し、炉体上部に取り付けた石英窓から 2 台の紫外線 CCD カメラで材料表面の変化を時時刻々観察することが可能である。炉体とレンズの間には加熱にヒートヘイズ (Heat Haze)が生じるため、過去の申請者らの科研費研究をもとに、圧縮空気を用いることによって影響を除去できることを確認した。

DIC 法によって変形分布計測を実施するためにスペックルパターンと呼ばれる模様を作製した。このとき、耐熱性に優れる Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 及び SiC ナノ粒子を用いることによって高倍率での変形分布計測にも対応できるよう工夫した[図 2]。スペックルパターンはノズル吹き付け時のパラメーターを変化させることによって斑点の大きさ、大きさの分布を 4 種類変化させ、計測誤差に与

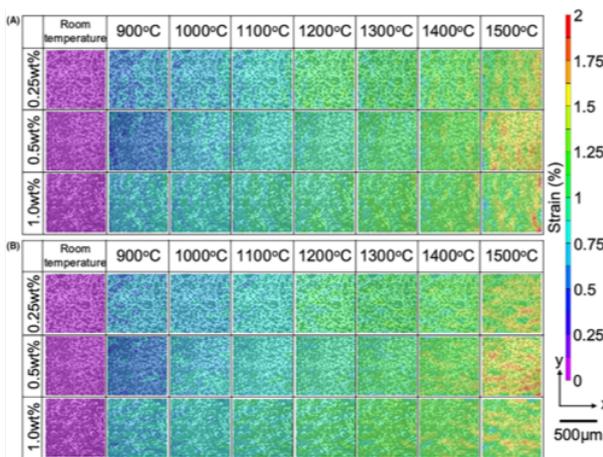


図.3 1500°C までの昇温・冷却過程のひずみ分布計測の結果

える影響をそれぞれ調べた。三次元の変形分布計測の際には、円柱状のセラミックスを試験片として用いた。

#### 4. 研究成果

図.3 に二次元におけるひずみ分布計測の結果を示す[4]。標準試験片として、弾性率の温度依存性及び熱膨張係数が既知である粒径  $1\mu\text{m}$  以下の多結晶  $\text{Al}_2\text{O}_3$  を用いた。なお、上段は室温から  $1500^\circ\text{C}$  までの昇温の過程、下段は  $1500^\circ\text{C}$  から室温までの冷却の過程のひずみ分布を示している。 $1400^\circ\text{C}$  を超えると一部不均一な変形分布が現れるが、 $1400^\circ\text{C}$  まではおおよそ一様な変形分布を示していることがわかる。図.4 に関心領域 (Area of Interest :AOI) の  $x$  及び  $y$  方向の歪み分布をプロットした。なお、 $x$  方向は紙面横方向、 $y$  方向は紙面縦方向である。熱膨張係数、弾性率の温度依存性を考慮した熱ひずみの計算値は実験値とよく一致していることがわかり、UV-CCD カメラを単眼で利用し測定された二次元のひずみ分布の精度に問題はないことを確認した。

同様のカメラを 2 台設け、ステレオ撮影によって三次元での表面変形分布計測を行なった結果を図 5 に示す。ここで試料には同様に多結晶  $\text{Al}_2\text{O}_3$  を利用し、形状は円柱、直径は  $11\text{mm}$  とした。表面には二次元での測定と同様のスペックパターンを塗布した。図.6 の実験結果は  $z$  方向の変位分布を示している。計測は画像の両端が不明瞭になるという問題が残っているものの、視野中央部では変形分布が計測可能であることがわかる。同様に平均の熱ひずみを求めると、誤差にしておよそ  $\sim 2\%$  の範囲に収まっていることがわかる。これらより、二次元及び三次元での変形分布計測技術を確立できたと言える。

構築したシステムを CMCs 及び EBCs に適用しその有用性を検証した。一部成果は学術誌へ投稿中である。また、機械的特性の評価設備については特許申請に向けて活動を行なっている段階にあり、1 年後の成果公表とさせていただきたい。

本研究に関する研究成果

[論文]

Arai, Y, Inoue, R, Kakisawa, H. Optical imaging of surface strain distribution up to  $1500^\circ\text{C}$ : Development of micro-speckle pattern. *Int J Ceramic Eng Sci.* 2021; 00: 1–10. <https://doi.org/10.1002/ces2.10083>

[学会発表]

1. 神津駿, 井上遼 “デジタル画像相関(DIC)法によるセラミックス材料の 3 次元表面変形測定”, 日本機械学会 第 28 回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2020)
2. 神津駿, 井上遼, “デジタル画像相関(DIC)法による高温でのひずみ分布可視化計測”, 公益財団法人日本セラミックス協会第 33 回秋季シンポジウム
3. 井上遼, “高温ひずみ分布計測とセラミックス部材への応用”, 日本セラミックス協会第 34 回秋季シンポジウム (招待講演)

4. Ryo Inoue, “Strain Imaging of Ceramic Composites and Coating at High Temperature”, The twelfth International Conference on the Science and Technology for Advanced Ceramics (Invited)

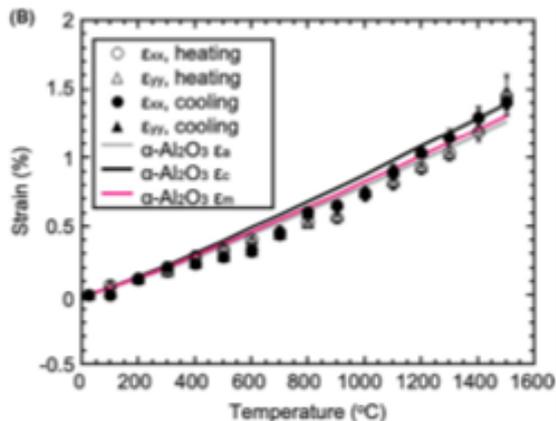


図.4 平均ひずみの実測値と計算値

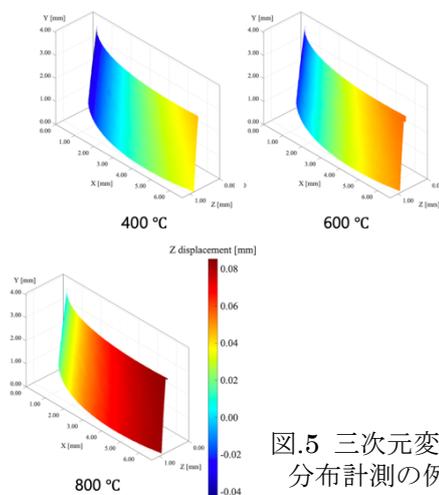


図.5 三次元変形分布計測の例

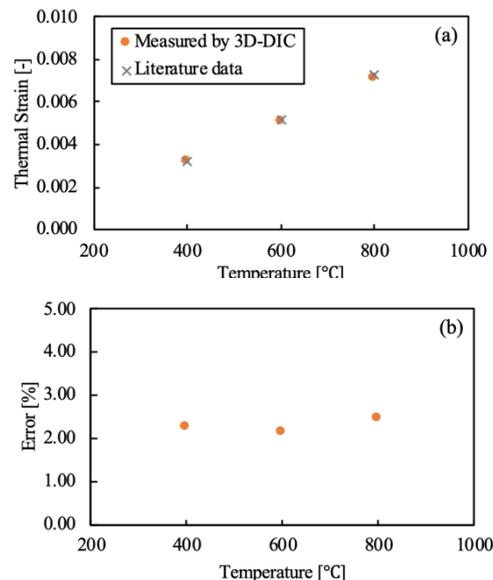


図.6 三次元でのひずみ分布から得られた(a)平均ひずみと(b)計測誤差

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 2件）

1. 著者名 Yutaro Arai, Ryo Inoue, Hideki Kakisawa	4. 巻 18
2. 論文標題 Anisotropic crack propagation behavior for the silicon bond coat layer in a multilayer coated system	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Int J Appl Ceram Technol	6. 最初と最後の頁 947-956
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1111/ijac.13679	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 -

1. 著者名 Y. Arai, R. Inoue*, H. Kakisawa	4. 巻 3
2. 論文標題 Optical imaging of surface strain distribution up to 1500 : Development of micro-speckle pattern,	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Int. J. Ceramic Eng. Sci.	6. 最初と最後の頁 140-149
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1002/ces2.10083	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8件（うち招待講演 4件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 神津駿、井上遼
2. 発表標題 デジタル画像相関(DIC)法による高温でのひずみ分布可視化計測
3. 学会等名 公益財団法人日本セラミックス協会第33回秋季シンポジウム
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 神津駿、井上遼
2. 発表標題 デジタル画像相関(DIC)法によるセラミックス材料の 3次元表面変形測定
3. 学会等名 日本機械学会 第28回機械材料・材料加工技術講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 井上 遼, 大熊 学, 新井 優太郎, 垣澤 英樹
2. 発表標題 不均質組織を有する複合セラミックスの三次元変形分布可視化技術
3. 学会等名 日本セラミックス協会 第35 回秋季シンポジウム
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 井上 遼
2. 発表標題 耐熱複合材料とコーティング研究の現在と未来
3. 学会等名 日本溶射学会第2回関東支部講演会（招待講演）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Ryo Inoue
2. 発表標題 Strain imaging of ceramic composites and coatings at high temperature
3. 学会等名 The Twelfth International Conference on Science and Technology for Advanced Ceramics（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 井上遼
2. 発表標題 セラミック系複合材料の信頼性保証に向けた要素技術の開発
3. 学会等名 物質・材料研究機構 セラミックス系材料研究会（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 神津 駿, 井上 遼
2. 発表標題 デジタル画像相関(DIC)法によるセラミックス複合材料の 3 次元表面変形計測
3. 学会等名 日本セラミックス協会 第34回秋季シンポジウム
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 井上 遼
2. 発表標題 高温ひずみ分布計測とセラミックス部材への応用
3. 学会等名 日本セラミックス協会 第34回秋季シンポジウム (招待講演)
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔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

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関