

令和元年6月12日現在

機関番号：82645

研究種目：基盤研究(A)（一般）

研究期間：2016～2018

課題番号：16H02427

研究課題名（和文）ロケット燃焼室の極低サイクル疲労とクリープ相乗による急速損傷蓄積機構の全容解明

研究課題名（英文）Elucidation of rapidly-accumulated damage by synergism of ultra-low-cycle fatigue and creep in combustion chamber of rocket engine

研究代表者

佐藤 英一（Sato, Eiichi）

国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究所・教授

研究者番号：40178710

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 31,300,000円

研究成果の概要（和文）：ロケットエンジン内筒の銅合金は、着火停止時の大ひずみ振幅極低サイクル疲労と定常燃焼中の定応力クリープ変形が重畳し、急速な損傷蓄積が生じる。クリープ疲労試験において、時効材と焼鈍材どちらも、単純クリープ試験・単純疲労試験と比較し大きな寿命低下が見られた。その原因は、各サイクル毎に遷移クリープが発現することと、寿命後期に疲労亀裂とクリープポイドが合体・連結する、という二つである。特に焼鈍材においては逆遷移クリープが出現した。
途中止めクリープ疲労試験片に対し、渦電流探傷法、非線形超音波法、陽電子消滅法、レプリカ法の各種非破壊検査手法を適用し、累積損傷度の定量的推定を行った。

研究成果の学術的意義や社会的意義

ロケットエンジンについてはロケットの繰り返し再利用を実現しようとする上で、寿命の短いエンジン内筒の健全性評価や余寿命評価技術確立することが求められている。本研究の成果は、ロケットエンジンの試験間・飛行間の点検でエンジンの健全性を保障し、航空機エンジン並みに低コストで、安全・確実な繰り返しオペレーションの構築に寄与するものである。

研究成果の概要（英文）：Copper alloy utilized in a rocket engine combustion chamber is subjected to severe creep-fatigue deformation during combustion, consisting of strain-accumulating creep and large-strain-amplitude fatigue. Rapture life was largely shortened in creep-fatigue tests compared to those in simple creep and/or simple fatigue tests. The reasons are appearance of transient creep in each cycle and connection between fatigue crack and intergranular creep voids at the late stage of life. Fully-annealed alloy showed sigmoidal transient creep behavior.

Interrupted free-fatigue specimens were subjected to several non-destructive inspection methods, i.e., eddy-current method, non-linear ultrasonic method, positron annihilation method and replicating method to estimate the accumulated damage quantitatively.

研究分野：宇宙用構造材料

キーワード：ロケットエンジン 銅合金 クリープ疲労 累積損傷 非破壊検査 寿命予測

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19 (共通)

A1. 研究開始当初の背景

液酸液水ロケットエンジンの高信頼化・繰り返し運用を目指す宇宙先進国に共通する最大の課題は、燃焼室内壁銅合金のクリープ疲労寿命である。エンジンの燃焼室内筒はクロムジルコニウム銅合金 (Cu-0.7Cr-0.09Zr) 製で、最薄部 1 mm 程度の液体水素冷却溝をもつ (Fig. 1)。この冷却溝壁は燃焼サイクル毎に過大な塑性変形(疲労)と極低速引張変形(クリープ)を受け、クリープ疲労によるクラック形成が、使い切りロケットに必要な小さな繰り返し寿命にとってもクリティカルとなっている。この大ひずみ振幅極低サイクル疲労と定応力クリープ変形という、発電プラント等ではあり得ない条件が重畳し、線形損傷則よりもはるかに急速な損傷蓄積が生じることを、本研究グループは明らかにしてきた。ロケットエンジンの高信頼化・繰り返し運用には、この短寿命部品の健全性評価や余寿命評価技術の確立が重要な課題であると認識されてきている。

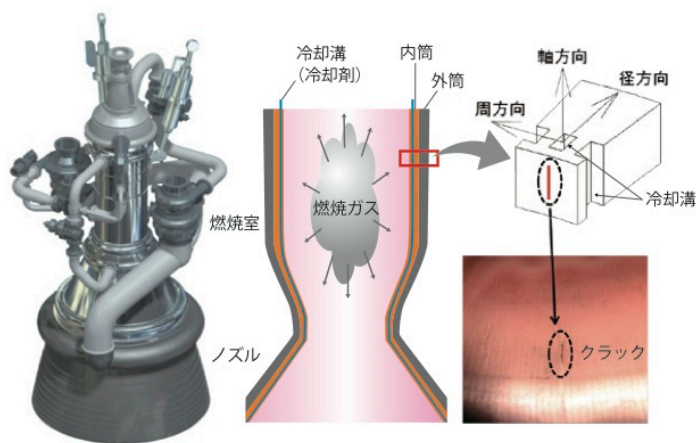


Fig. 1 液酸液水エンジンと燃焼室壁構造

2. 研究の目的

本研究では、燃焼室銅合金のクリープ疲労変形中の劣化損傷プロセスをモデル化し、各種非破壊的手法により当該材料の余寿命評価の検討を行うことを目的とした。

我々のグループによって、銅合金クリープ疲労では、遷移クリープの発現によりクリープボイド成長が促進され、疲労亀裂と合体することで破断寿命を大幅に低下させることが示されてきたが、遷移クリープ発現メカニズムに関しては未解明であった。そこでまず、銅合金の加工熱処理の違いによる初期転位組織が異なる場合の、クリープ疲労変形挙動と損傷蓄積挙動に対する影響を調査し、急速な損傷蓄積の原因を TEM による微視的観察から検討した。鍛造・時効処理を受けた高転位密度材では転位構造の観察は難しいが、十分に焼鈍された焼鈍材ではしょうさいな観察が可能であった。

次に、種々の損傷蓄積を受けた試料を作成し、いくつかの非破壊検査手法を適用し、微小き裂の検出および欠陥損傷蓄積の評価を試みた。非破壊検査手法としては、エンジン燃焼試験設備等の現場でも適用可能性のあると考えられる過電流探傷法、非線形超音波法、陽電子消滅法、レプリカ法の4種類を適用し、陽電子消滅寿命測定と渦電流法導電率計測において有意なパラメータの変化を検出した。損傷蓄積メカニズムと併せて考察することで、非破壊的材料損傷度の評価を検討した。

本研究の成果は、再使用型ロケットシステムにおけるエンジンの繰り返し運用間の点検による健全性保証、及び現在開発中のエンジンの信頼性および安全性確保に繋がるものである。

3. 研究の方法

(1) クリープ疲労挙動

Cu-0.7Cr-0.09Zr (mass%) の、鍛造時効材と焼鈍材の試験片に対し、ロケットエンジンの最も損傷度が蓄積すると推定されるスロート部における燃焼サイクルを模擬したクリープ疲労試験を行った。ただし、液体水素による冷却過程とエンジン燃焼室の高温環境を忠実に模擬することはできず、温度は定常燃焼中の 753K (480°C) 一定とし、真空雰囲気下で、ひずみ速度は 10^{-3} s^{-1} 、クリープ時間は 410 s とし、疲労振幅を変えた 2 種類 (-1.5~+0.5%、-3.0~+1.0%) のクリープ疲労試験を実施した。

焼鈍材は、鍛造時効材に比して転位密度が大きく低下しており、引張強度及び 0.2%耐力は低い、延性は高い。疲労変形時はひずみ制御、クリープ変形時は荷重制御下で行い、疲労試験に+60 MPa の応力保持を導入した応力保持型クリープ疲労試験である (Fig. 2)。圧縮時の応力集中が生じない、小さな突起のない丸棒試験片 (平行部直径 8 mm、平行部長さ 13 mm) を使用し、高温用接触式ひずみ計を用いてひずみを計測し、何れの試験もひずみが+19%に達した時を寿命と定義した。クリープ疲労試験の中で見られた逆遷移クリープの考察のため、圧縮応力と+60 MPa の引張クリープを交互に負荷した圧縮-クリープ繰り返し試験も実施した。

クリープ疲労中のいくつかのサイクルで途中止めた試験片およびサイクル初期のクリープ・引張変形・圧縮変形終了後の段階で途中止めた試験片を作成し、SEM/EBSD および TEM による組織観察を行うとともに、§ 3.2 の非破壊評価にも供した。

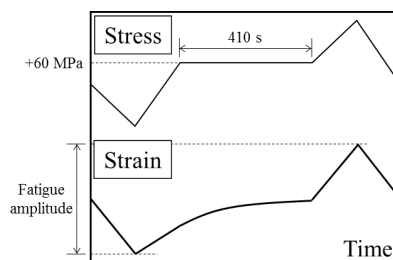


Fig. 2 クリープ疲労試験の模式図

(2) 非破壊評価

Table 1 に、損傷機構の各ステージに対応した微視的現象を整理した。それらを定量的に検出する非破壊評価手法として、(a)陽電子消滅法：C0,F0(可動転位)、C1(粒界キャビティ) (b)レプリカ法：C2(粒界ポイドの連結) (c)渦電流探傷法：C0,F0(可動転位)、C3,F3(表面き裂) (d)非線形超音波法：C0,F0(可動転位)、C3,F3(表面き裂)が可能性があると考えられ、それぞれ予備検討を行った。その結果、特に重要な損傷蓄積初期段階の評価手法として陽電子消滅法と渦電流法導電率計測を取り上げ、§ 3.1 で作成したクリープ疲労試験途中止め試験片に対し、欠陥と出力信号との対応関係を検討した。平均陽電子寿命については、途中止め試験片を厚さ 1mm の円板状に切断し、試験片断面での計測を行った。一方、渦電流探傷法による導電率計測は、励磁コイルの内側に検出コイルを配置した相互誘導貫通型のプローブを用いて試験片平行部を計測した。

Table 1 クリープ疲労の損傷機構

銅合金のクリープ損傷メカニズム			銅合金の疲労損傷メカニズム		
ステージ	損傷機構	寸法 (μmオーダー)	ステージ	損傷機構	寸法 (μmオーダー)
C0	可動転位増加 (転位構造)	1	F0	可動転位増加 (転位構造)	1
C1	内部の粒界キャビティ	0.1	F1	表面き裂発生	1
C2	内部の粒界ポイドの連結	1	F2	表面き裂の進展	10
C3	内部・表面き裂の連結・進展	100	F3	内部・表面き裂の連結・進展	100

4. 研究成果

(1) クリープ疲労

鍛造時効材と焼鈍材のどちらにおいても、燃焼サイクルを模擬したクリープ疲労試験において、単純クリープ試験・単純疲労試験と比較し大きな寿命低下が見られた。Fig.2 に、焼鈍材のクリープ疲労試験における応力及びひずみ履歴の一例を示す。-1.5%の圧縮塑性変形と+60MPaでのクリープ変形の繰り返しの結果、78サイクルで試験は中断された。Fig.2 (b)で、2サイクルから、上に凸の通常の遷移クリープとは異なる下に凸の“逆”遷移クリープが現れている。逆遷移クリープは、試験終盤では見られなくなっている。Fig.3 は、種々の圧縮応力とクリープを繰り返し負荷した試験のひずみ及び応力履歴である。小さな応力の負荷前後では、クリープ曲線に変化は見られなかったが、-60、-65 MPaの負荷後では新たな正遷移クリープが、-70、-75 MPaの負荷後では新たな逆遷移クリープが見られた。

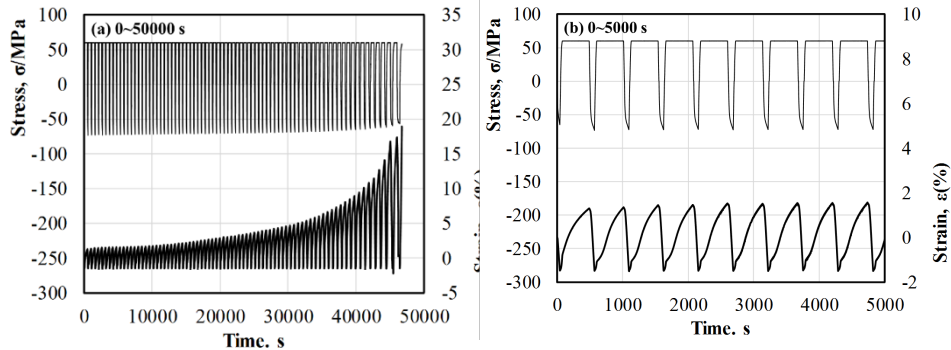


Fig.2 クリープ疲労試験の応力及びひずみ履歴((a) 全体(0~50000 s), (b) 最初期(0~5000 s))

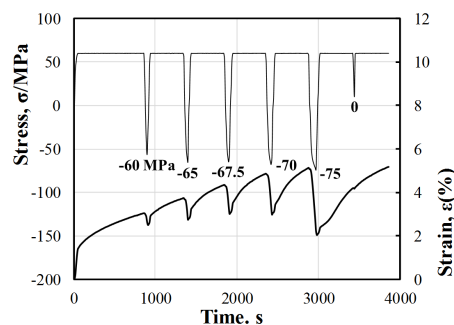


Fig.3 圧縮-クリープ繰り返し試験の応力及びひずみ履歴

Fig.4 (a)-(g)は、クリープ疲労試験の途中止め材のTEMによる転位組織の観察結果を示している。変形前及び1サイクル圧縮後では、転位がランダムに分布しており、特徴的な転位組織は見られない。ところが続く1サイクルクリープ後の組織では、転位のセル構造が形成されている。そしてこのセル構造は、4、16、78サイクルと試験を経る鍛造事項材と焼鈍材のどちらにおいても、燃焼サイクルを模擬したクリープ疲労試験において、単純クリープ試験・単純疲労試験と比較し大きな寿命低下が見られた。その原因として、クリープ疲労の各サイクル毎に、大塑性疲労変形の導入により、ひずみの蓄積が大きい

遷移クリープが発現すること、クリープ疲労寿命の後期に、疲労亀裂とクリープポイドが合体・連結することで損傷が一気に加速する、という二つの要因がわかった。特に焼鈍合金においては、逆遷移クリープが出現することが観察され、その原因として、大きな圧縮応力の負荷による転位導入に伴い加工硬化が生じると、直後のクリープ開始時のひずみ速度は低下するが、クリープ中に転位が回復し変形が容易になり逆遷移クリープが発現する、ということがわかった。

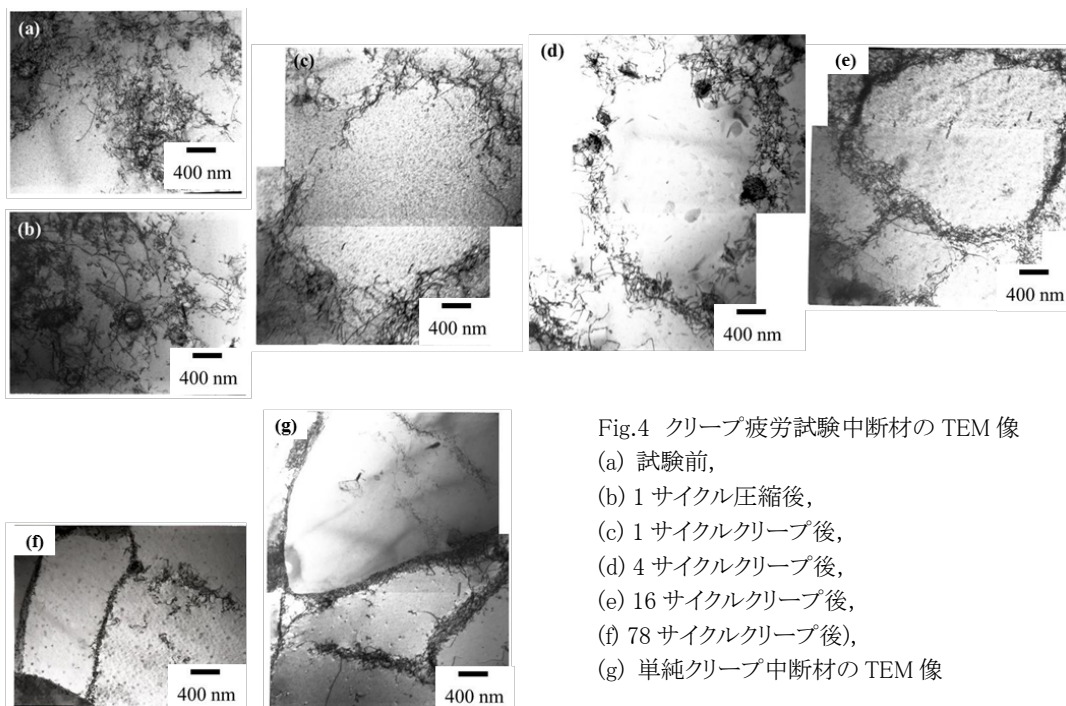


Fig.4 クリープ疲労試験中断材の TEM 像
 (a) 試験前,
 (b) 1 サイクル圧縮後,
 (c) 1 サイクルクリープ後,
 (d) 4 サイクルクリープ後,
 (e) 16 サイクルクリープ後,
 (f) 78 サイクルクリープ後,
 (g) 単純クリープ中断材の TEM 像

(2) 非破壊損傷評価

Fig.5 に、鍛造時効材のクリープ疲労途中止め試験片に対し、陽電子消滅法を用いて計測した平均陽電子寿命の変化を示す。また、Fig.6 に、焼鈍材のクリープ疲労途中止め試験片に対し、渦電流により計測した導電率の変化を示す。

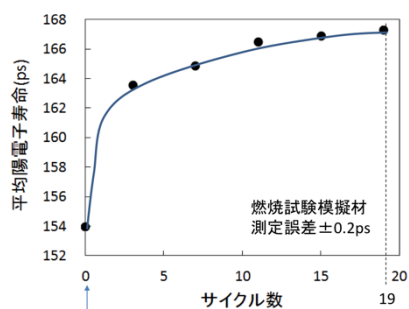


Fig.5 鍛造時効材の平均陽電子寿命変化

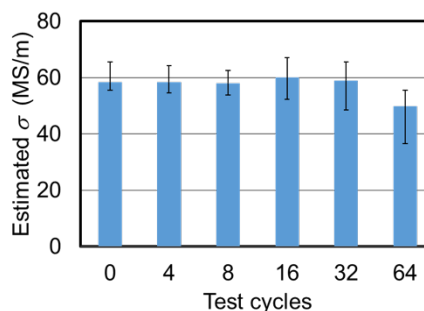


Fig.6 焼鈍材の導電率変化

計測の結果から、Fig.5 のように平均陽電子寿命は、サイクル数の増加に伴い大きく増加し、特に早期の変化が大きいことがわかる。一方で、Fig.6 のように導電率に関しては、サイクル数の増加に伴い減少しており、特に、サイクル後半において大きく減少することがわかる。以上の結果から、平均陽電子寿命および導電率を計測することで、燃焼室の銅合金の損傷度を推定できる可能性があり、材料の余寿命推定の可能性があることがわかる。なお、Fig.5,6 のサイクル数に違いがあるのは、前者が鍛造焼鈍材、後者が焼鈍材を使用したためであり、両者は同一素材での評価結果ではない。

陽電子消滅法が損傷蓄積に大きな感度を有することが明らかとなったので、モデルエンジンを用いて、平均陽電子寿命の燃焼室内軸方向分布を計測した。計測に使用したモデルエンジンは、液体酸素と液体水素による 142 回の燃焼サイクル試験を行ったものである。スロートと呼ばれる最も熱負荷が高く疲労寿命の短い部分で、陽電子寿命が大きくなる結果が得られた。しかしながら、スロート部での陽電子寿命の値は、Fig.6 に示される途中止めクリープ疲労試験片でえられた最大値の値を有意に超えていた。すなわち、クリープ疲労試験による材料試験結果とロケットエンジン燃焼室の陽電子寿命計測結果に違いが見られることがわかった。この食い違いについては、さらなる検討が必要である。

(3) 成果まとめ

析出硬化した銅合金と焼鈍した銅合金のどちらにおいても、燃焼サイクルを模擬したクリープ疲労試

験において、単純クリープ試験・単純疲労試験と比較し大きな寿命低下が見られた。その原因として、クリープ疲労の各サイクル毎に、大塑性疲労変形の導入により、ひずみの蓄積が大きい遷移クリープが発現すること、クリープ疲労寿命の後期に、疲労亀裂とクリープボイドが合体・連結することで損傷が一気に加速する、という二つの要因がわかった。特に焼鈍合金においては、逆遷移クリープが発現することが観察され、その原因として、大きな圧縮応力の負荷による転位導入に伴い加工硬化が生じると、直後のクリープ開始時のひずみ速度は低下するが、クリープ中に転位が回復し変形が容易になり逆遷移クリープが発現する、ということがわかった。

累積損傷度を定量的に評価する技術確立のため、途中止めクリープ疲労試験で損傷度のわかった試験片を準備し、陽電子消滅寿命測定と渦電流導電率測定により欠陥と信号との対応関係を明らかにした。陽電子寿命および導電率は、損傷度の蓄積とともに一樣に有意の変化を示し、陽電子寿命はサイクル初期に大きく増加、導電率はサイクル後期に大きく減少した。これらの手法により本材料のサイクル全般にわたって余寿命推定を行う可能性があることが示された。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 6 件)

- (1) M. Mina, M. Brochu, H. Tobe, E. Sato, “Creep-fatigue behavior of annealed Cu-Cr-Zr alloy tested at 650 K and 750 K”, 銅と銅合金 58 (2019)
- (2) 志波光晴, 早川正夫, 橋本知之, 竹腰正雄, 佐藤英一 “酸化膜を対象としたレプリカ法による液体酸素/液体水素燃焼器銅合金劣化損傷評価”, 日本金属学会誌, 83(5) (2019) 176-180.
- (3) M. Deguchi, K. Yamamoto, H. Tobe, E. Sato, “Transient creep behavior and dislocation cell structure development during creep-fatigue deformation of fully annealed Cu-Cr-Zr alloy”, International Journal of Fatigue, 116 (2018) 156-162.
- (4) 山本鴻司, 出口雅也, 戸部裕史, 佐藤英一 “Cu-Cr-Zr 系合金のクリープ疲労における逆遷移クリープ” 銅および銅合金 57 (2018) 25-29.
- (5) 佐藤英一, 堀秀輔, “ロケットエンジン開発における材料工学最前線”, 材料 66 (2017) 253-254.
- (6) M. Deguchi, H. Tobe, E. Sato, “Damage propagation mechanism in low-cycle creep fatigue of Cu-Cr-Zr alloy”, International Journal of Fatigue, 87 (2016) 351-358.

[学会発表] (計 29 件)

国際会議

- (1) H. Furuya, E. Sato, et al., “Evaluation of Creep-Fatigue Degradation of Cu-alloy for Rocket Engine Combustion Chamber using NDT Method Based on Eddy Current”, 15th Int. Conf. on Flow Dynamics (ICFD2018), (2018/11, Sendai)
- (2) H. Furuya, E. Sato, et al., “Application of Multi-frequency Eddy Current Testing to Crack Detection in Rocket Engine Combustion Chambers”, 14th Int. Conf. on Flow Dynamics (ICFD2017), (2017/11, Sendai)
- (3) M. Deguchi, E. Sato, et al., “EBSD analysis of dislocation structure in Cu-Cr-Zr alloy during creep-fatigue interaction” 12th TU-UT-SNU Student Workshop, (2016/10, Seoul, Korea).
- (4) K. Yamamoto, E. Sato, et al., “Effect of the Holding Stress in Stress-Holding Type Creep-Fatigue of Cu-Cr-Zr Alloy”, 14th Int. Conf. on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures (CREEP2017), (2017/6, St. Petersburg, Russia)
- (5) K. Nakajima, E. Sato, et al., “Eddy Current Testing of Rocket Engine Combustion Chamber Using Mock-up Test Specimen”, 13th Inter. Conf. on Flow Dynamics (ICFD2016), (2016/10).
- (6) M. Deguchi, E. Sato, et al., “Damage Propagation in Stress-Holding type Creep Fatigue of Cu-Cr-Zr alloy” 15th Annual UT2-COSM-GMSI Students Workshop, (2016/6, Tokyo).

国内会議

- (1) 竹腰正雄 他 “非破壊検査を用いたロケット燃焼室銅合金の累積損傷度評価技術に関する研究” 平成 30 年度 先進材料・非破壊計測技術シンポジウム (2019/3, 金沢)
- (2) 古屋裕之, 佐藤英一 他 “ロケットエンジン用 Cu-Cr-Zr 合金の渦電流試験によるクリープ疲労劣化評価” 平成 30 年度 先進材料・非破壊計測技術シンポジウム (2019/3, 金沢)
- (3) 志波光晴 他 “レプリカ法を用いた液体酸素/水素燃焼器の損傷評価” 平成 30 年度 先進材料・非破壊計測技術シンポジウム (2019/3, 金沢)
- (4) 古屋裕之, 佐藤英一 他 “渦電流試験の適用によるロケットエンジン燃焼室銅合金の劣化評価” 非破壊検査協会 平成30年度秋季講演大会(2018/10, 神戸)
- (5) 中島和洋, 佐藤英一 他 “ロケットエンジン燃焼室銅合金の渦電流試験法によるモックアップ試験体のき裂評価” 日本機械学会東北支部第 52 期総会講演会 (2018/3, 仙台)
- (6) 出口雅也, 佐藤英一 他 “ロケットエンジン用 CuCrZr 合金のクリープ疲労における逆遷移クリープと転位セル組織” 先進材料・非破壊計測技術シンポジウム (2018/3, 松山)

(7) 竹腰正雄 他 “ロケット燃焼室銅合金の累積損傷度評価技術に関する共同研究”, 先進材料・非破壊計測技術シンポジウム (2018/3, 松山)
他 16 件

6. 研究組織

(1)研究分担者

研究分担者氏名:堀 秀輔
ローマ字氏名:(Hori, shusuke)
所属研究機関名:宇宙航空研究開発機構
部局名:第一宇宙技術部門
職名:主任研究開発員
研究者番号(8桁):90744087

研究分担者氏名:西元 美希
ローマ字氏名:(Nishimoto. miki)
所属研究機関名:宇宙航空研究開発機構
部局名:研究開発部門
職名:研究開発員
研究者番号(8桁):40450704

研究分担者氏名:志波 光晴
ローマ字氏名:(Shiwa, mitsuharu)
所属研究機関名:物質・材料研究機構
部局名:材料信頼性評価ユニット
職名:グループリーダー
研究者番号(8桁):70242120

研究分担者氏名:早川 正夫
ローマ字氏名:(Hayakawa, masao)
所属研究機関名:物質・材料研究機構
部局名:構造材料研究拠点
職名:グループリーダー
研究者番号(8桁):50354254

研究分担者氏名:竹腰 正雄
ローマ字氏名:(Takegoshi, masao)
所属研究機関名:宇宙航空研究開発機構
部局名:研究開発部門
職名:主任研究開発員
研究者番号(8桁):60371126

研究分担者氏名:森谷 信一
ローマ字氏名:(Moriya, shinichi)
所属研究機関名:宇宙航空研究開発機構
部局名:研究開発部門
職名:主幹研究開発員
研究者番号(8桁):90392844

(2)研究協力者

研究協力者氏名:戸部 裕史
ローマ字氏名:(Tobe, hirobumi)

研究協力者氏名:杉田 一樹
ローマ字氏名:(Sugita, kazuki)

研究協力者氏名:内一 哲哉
ローマ字氏名:(Uchimoto, tetsuya)