

令和 2 年 11 月 30 日現在

機関番号：32660

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2017～2018

課題番号：17K18144

研究課題名(和文)超高温環境下でのマイクロ領域における変形分布計測システムの開発と応用

研究課題名(英文)Development and application of local deformation measurement system at high temperature

研究代表者

井上 遼(Inoue, Ryo)

東京理科大学・基礎工学部材料工学科・助教

研究者番号：60756295

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：本申請課題では、セラミックス系複合材料などの高温構造部材の信頼性評価に不可欠な加熱・冷却時の材料の変形計測技術の開発を行った。画像相関法によってサファイアおよび多結晶アルミナの昇温中の変形量を計測した結果、1000℃を超えても観察・変形分布計測をできた。計測精度の改善を行なった後、有用性を示すために多層セラミックスコーティングの変形分布計測を行った。その結果、昇温中に材料の結晶化による体積変化に起因する亀裂の発生をその場観察するだけでなく、どこがどのように変形し割れが生じているかを可視化でき、本研究課題で確立した技術の有用性を示すことができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

材料を問わず高精度の変形分布計測が可能となった。計測系の多くは従来の光学顕微システムと同様であり、周辺技術とともに発表すれば、汎用的な手法として普及することが期待できる。本研究の学術的意義は、高温での局所変形を支配するひずみをシミュレーションに頼ることなく実測可能となる点と考えている。セラミックス系の複合材料・セラミックスコーティング、その他の高温構造材料の実使用環境下での損傷や破壊機構の解明するための汎用的な装置として利用できるだけでなく、材料プロセスの開発を支援するツールとして材料科学の発展にも寄与できると考えている。

研究成果の概要(英文)：In this research, experimental technique for measurement of strain (displacement) distribution of surface during heating and cooling. Experimental results of measurement using digital image correlation (DIC), and standard specimen showed that strain distribution was successfully measured even above 1000℃. Furthermore, measurement of strain distribution of multilayered ceramic coatings was also carried out. Crack nucleation induced by volume change originating from crystallization was observed around 1000℃. Changes in coating during heating and cooling were understood. Thus, we could demonstrate that effectiveness of developed experimental technique.

研究分野：機械材料

キーワード：変形計測 画像相関法 コーティング 複合材料

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

繊維強化セラミックス複合材料(以降、CMC)を航空機用エンジンのタービン部材に実用化する試みが大学・公的機関及び産業界が一体となり進められている。CMC は脆性破壊する単体のセラミックスとは異なり、不均一組織を導入し材料全体に mm から 10 μ m の大きさの損傷(クラックや界面剥離)を累積できる材料である。社会実装されれば、30%の軽量化及び従来に比べ 20%以上高温での運用が可能となり、CO₂ 排出量削減に貢献できる。CMC の社会実装には、運用時における信頼性・安全保証技術の確立が急務である。CMC は使用実績・ノウハウが乏しく、材料力学・損傷力学の見地に基づき安全基準を導き出さなくてはならない。しかし、その場観察する技術や局所的な不均一変形分布を計測する技術が確立されておらず、「いつ、どこに、どのくらいの損傷が発生」し、「どのように相互作用し部材の破損に至る」かを実験的に検証することは困難であった。

近年、変形分布計測やクラックの発生箇所を明らかにする手法として、画像相関(以降、DIC)法が急速に普及しつつある。DIC 法は物体表面のスペックルパターンを CCD・CMOS カメラで撮影し、得られたデジタル画像から変形分布を求める方法である。大型装置や複雑な光学系が不要で、試料作製が容易であるため、汎用的に利用できる。しかし、CMC の運用温度である 1200 $^{\circ}$ C以上の高温環境においては観察自体が困難であり、室温での利用例がほとんどである。

1200 $^{\circ}$ C以上で熱せられた材料の変化を汎用的な光学系により観察するには、熱輻射が問題となる。輻射光は高温になるほど低波長の光の強度が増大し 1400 $^{\circ}$ Cでは波長 400nm の青色光までシフトする。輻射光の影響により、画像の輝度分布を一定に保持できず、変形計測の精度が画像の輝度値の分布に依存する DIC 法の応用は困難とされてきた。米国では青色光源を利用した装置が提案されているが、10 μ m 程度の大きさで生じる CMC の損傷に対しては分解能が不十分という問題がある。

2. 研究の目的

本研究は、超高温観察装置と DIC 法を利用し 1mm² 四方のミクロな領域で生じる二次元変形分布を高精度に計測できるシステムを完成させることを目的に行う。本研究では特に、(1) DIC 法を変形計測に利用するにあたって不可欠な耐熱性に優れた表面のパターンの作製手法を確立し、ひずみ(変位)が計測可能であることを示すとともに、それらが CMC の損傷・破壊を調べるための技術として有用であることを証明することを目的とした。

3. 研究の方法

3.1 使用した計測システム

Fig.1 は本研究で使用した高温観察システムの構成を示したものである。装置の構成は過去に報告されているものとほぼ同様である。熱サイクル試験には IR イメージ炉を用いた。炉体の上面に石英窓が取り付けられており、ガラス窓上に対物レンズを設置した。その場観察のための対物レンズには、昇温時の破損を防ぐため焦点距離が長いものを使用した。熱輻射によってコントラスト比が著しく変化してしまうことを防ぐため、対物レンズを通じ紫外線ランプを用いて光を照射し、紫外線 CCD カメラにて昇温及び冷却中の試料表面の像をその場観察した。また、CCD カメラと対物レンズ間に光学フィルターを挿入した。

3.2 表面のスペックルパターン

標準試料として鏡面研磨された多結晶 α - Al_2O_3 (結晶粒径 $\sim 1\ \mu\text{m}$)を用いた。試料表面にSiCと Al_2O_3 粒子をエタノール溶媒中に分散させた後、エアブラシを用いて、白と黒のランダムパターンを作製した(Fig. 2)。作製した試料を昇温速度 $100\ \text{°C}/\text{min}$ 、最高温度 $1200\ \text{°C}$ で10分間保持した後、同様の速度で $500\ \text{°C}$ まで温度を下げた。得られたデジタル画像を画像相関法によって解析し、およそ $1\times 1\text{mm}^2$ の領域における面内の変位及びひずみ分布を調べ、平均ひずみを算出した。画像の解像度は $1004\times 1002\text{pixel}$ で取得した。解析プログラムにはNcorrを用い、サブセット 29pixel 、ステップ数は 3pixel の条件で解析を行った。

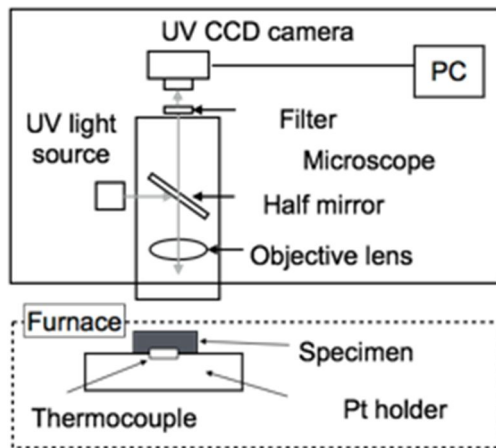


Fig. 1 Schematic of high-temperature observation system (HTOS) used in this study.

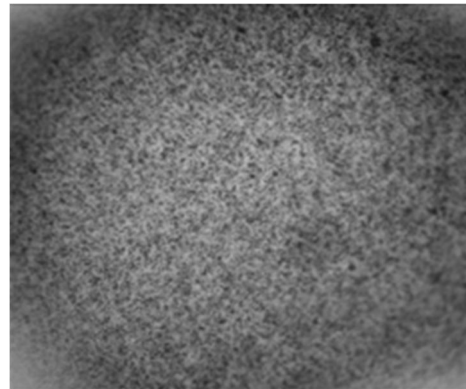


Fig. 2 Typical optical micrograph of speckle pattern on Al_2O_3 surface.

4. 研究成果

4.1 ひずみ分布計測

Fig.3はランダムパターンを施した多結晶 α - Al_2O_3 の $1000\ \text{°C}$ 、 $1100\ \text{°C}$ 及び $1200\ \text{°C}$ におけるその場観察の結果を示したものである。通常の光学顕微システムで観察した像は輻射光によってコントラスト比が変化してしまうことが知られているが、得られたデジタル画像はコントラストが維持され、明瞭な像が得られていることがわかる。Fig.4は室温及び $1200\ \text{°C}$ で撮影した画像の輝度分布を比較したものである。室温と $1200\ \text{°C}$ の輝度分布はほぼ同様であり、昇温してもコントラストは一定に保たれていることが確かめられた。 $1200\ \text{°C}$ 以上に達すると、材料表面に作製したパターン自身が劣化することが知られているが、本研究で用いたパターンは $1400\ \text{°C}$ まで輝度値分布が変化することなく安定に使用できることがわかった。

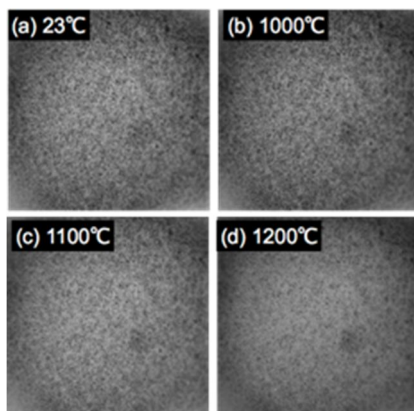


Fig. 3 Captured image of α - Al_2O_3 specimen heated at (a) $23\ \text{°C}$, (b) $1000\ \text{°C}$, (c) at $1100\ \text{°C}$ and at (d) $1200\ \text{°C}$.

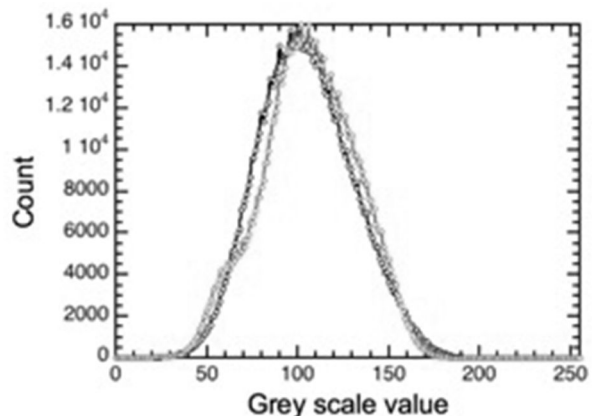


Fig. 4 Grey scale histogram of captured image at room temperature and $1200\ \text{°C}$.

さらに、サファイアの<0001>面の熱変形を計測したときの x 及び y 方向のひずみ分布と計測範囲の平均ひずみの計測結果を Fig.5 に示す。ひずみ分布は局所的に高い箇所が見られるものの概ね均一な分布となっていることがわかる。平均ひずみは熱膨張係数と温度の関係から求めたひずみ量とほぼ一致しており、1400 程度までのひずみ場の計測が可能であることを意味している。以上のように、1400 度でも劣化しない表面のスペックルパターンの作製手法を確立でき、これまで困難であった温度領域でのひずみ分布計測を実現のための基礎を確立できた。

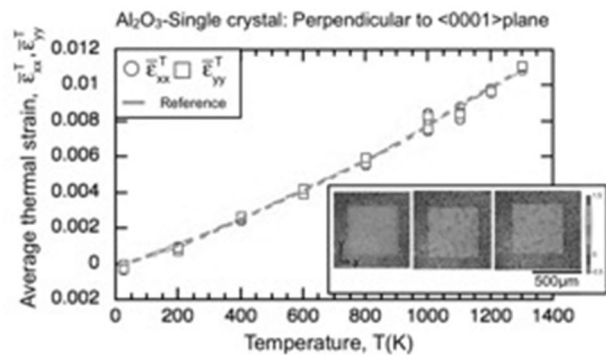


Fig.5 Plots of average strain along x- and y-direction as a function of temperature.

4.2 構造用材料への応用

民間航空機用ガスタービンエンジン部材に SiC 繊維強化 SiC マトリックス複合材料(以降、SiC/SiC 複合材料)を適用するためには高温・高圧、水蒸気環境下で複合材料が減肉を防ぐ耐環境コーティング(以降、EBC と記述する)が不可欠である。コーティングが剥離や脱離によって基材を保護する機能が失われた場合、SiC の酸化及び減肉が発生してしまうため⁽⁴⁾、損傷メカニズムの解明は寿命予測の観点から重要である。

EBC が適用される部材の温度は 1300 以上が想定されており、今後さらなる高温化が予想されている。これまで、大気中や水蒸気雰囲気での耐久性試験、試験後の試験片表面や断面の微細構造、結晶構造、反応を観察する試みが行われてきた。しかし、構造変化・クラックによる損傷は時間及び温度に依存する現象であるため、高温あるいは冷却中の試料をその場観察をすることが望ましい。しかし、高温・冷却時の変形挙動を定量的に理解し、クラックの発生温度、発生箇所を予測するには至っていない。本研究では、観察装置と検証したスペックルパターンを SiC/SiC 上の耐環境コーティングを模擬したモデル材料に適用し提案した手法が有効であるかを検証した。

標準試料による実験とともに、大気プラズマ溶射(Air Plasma Spray:以降 APS)法によって厚さ~2mm、表面粗さ 1 μ m の SiC 上に Si 及びムライトをコーティングした材料を用いた。この材料構成は SiC/SiC 複合材料用の EBC として一般的なものであり、シンコーメタリコン(株)で溶射施工した。

Fig. 6 に作製した多層コーティングの SEM 像を示す。ムライト及び Si の厚さはそれぞれ ~250 μ m、~100 μ m とした .5mm \times 5mm に切断後、ムライト表面を鏡面研磨した。さらに、表面上にランダムパターンを作製し標準試料と同様の実験を行った。Fig.7 はコーティング表面のひずみ分布計測を示している。(a)は x 方向及び y 方向のひずみ分布、(b)は最大主ひずみの分布を示している。ひずみは高温になると大きくなる傾向があるが、1000 に達した時、局所

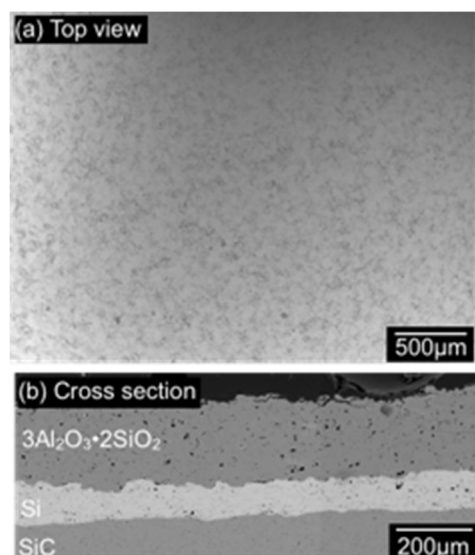


Fig.6 Typical SEM photograph of Mullite/Si multilayer coating on SiC substrate. (a)Top view (b) cross sectional view.

的に負の値を示すことが見て取れる。溶射法で作製したコーティングは基材衝突時の急冷凝固によって非晶質構造を持つ傾向があり、DTA 曲線からも加熱に伴う結晶化が 1000 程度で生じていることが示され、昇温中に結晶化に伴う体積収縮が生じていると考えられる。1000 まで昇温すると正の最大主ひずみが生じている部分がネットワーク上に広がっていることがわかる。溶射皮膜で生じるマッドクラックの様相と類似しており、試験後の SEM 観察でも該当部分でクラックが生じていることが確認できた。

ここで、表面のムライトコーティングに生じるひずみ $\varepsilon_M(T)$ は、

$$\varepsilon_M(T) = \frac{E_{SiC}(T)t_{SiC}\alpha_{SiC}(T) + E_{Si}(T)t_{Si}\alpha_{Si}(T) + E_M(T)t_M\alpha_M(T)}{E_{SiC}(T)t_{SiC} + E_{Si}(T)t_{Si} + E_M(T)t_M} \cdot (T - T_0)$$

と表すことができる、ここで E、t 及び α は弾性率、コーティング及び基材の厚さ及び熱膨張係数であり、E 及び α は温度に依存する。添字の SiC, Si, M はそれぞれの材料を示している。ムライトの E 及び α に非晶質の物性値を代入したとき、モデルから予測されたひずみ量と計測された平均ひずみの関係は Fig. 8(a) のようになった。1000 まではほぼ一致するものの 1000 に達するとムライトの結晶化に伴い理論値から逸脱し、負の値を示した。加熱後一度冷却し、再度加熱を行った時の平均ひずみの変化と上式に結晶化した多結晶ムライトの物性値を代入して得られた理論値の比較を Fig. 8(b) に示す。2 回目の昇温時、ひずみ量は単調に増加しほぼ実験と理論値が一致した。溶射皮膜中の非晶質相の結晶化に伴い収縮に起因するクラックの挙動は数多くの論文で報告されてきた。しかし、現象を実際に捉え、クラックが発生するまでの変形量を定量的に計測した報告は本研究が初めてである。これまで見えなかった現象をその場観察し、変形量を定量的に計測することによってこれまで推測に過ぎなかった事象を可視化することができた点に意義があると考えている。セラミックスコーティングにクラックが生じる過程の変形の様子を可視化、計測できた。これまで推測にすぎなかった現象を可視化することができた。

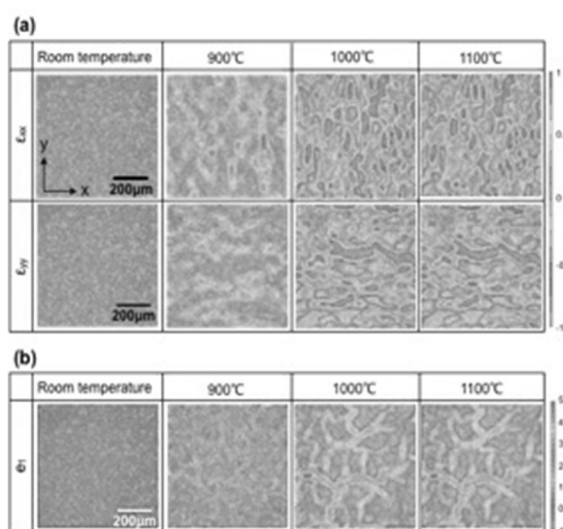


Fig. 7 (a) Strain distribution of mullite coating along x and y-direction, and (b) maximum principle strain.

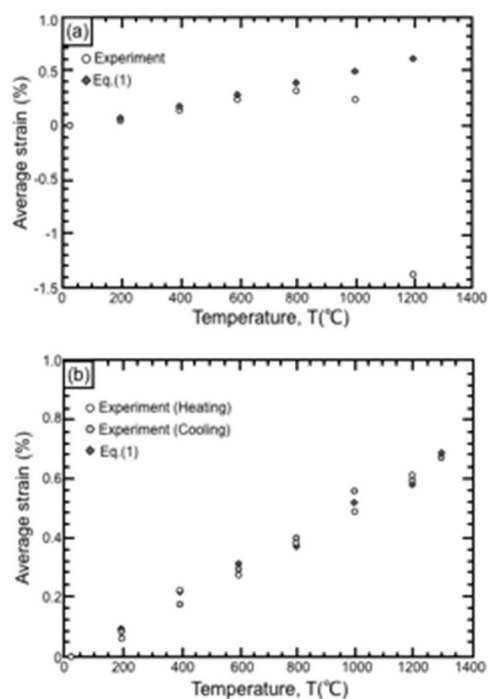


Fig. 8 (a) Average strain of mullite layer (first heat cycle). (b) Average strain of mullite layer (second heat cycle).

参考文献:略

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 1 件)

〔学会発表〕(計 1 件)

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 0 件)

取得状況(計 0 件)

名称:

発明者:

権利者:

種類:

番号:

取得年:

国内外の別:

〔その他〕

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究分担者

研究分担者氏名:

ローマ字氏名:

所属研究機関名:

部局名:

職名:

研究者番号(8桁):

(2) 研究協力者

研究協力者氏名: 垣澤 英樹、向後 保雄

ローマ字氏名: Hideki Kakisawa、Yasuo Kogo

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。