

平成 21 年 5 月 29 日現在

研究種目：若手研究（スタートアップ）

研究期間：2007～2008

課題番号：19860089

研究課題名（和文） 先進炭化珪素基複合材料の破壊抵抗評価試験法の高度化

研究課題名（英文） Development of Testing Methodology for Evaluation of Fracture Resistance of Advanced Silicon Carbide Composites

研究代表者

野澤 貴史（NOZAWA TAKASHI）

独立行政法人日本原子力研究開発機構・核融合研究開発部門・任期付研究員

研究者番号：70455278

研究成果の概要：SiC/SiC 複合材料の破損評価のための破壊抵抗試験法の高度化を目的に、破損エネルギーに占める非可逆エネルギーの寄与を分離・定量化する解析法を新たに考案し、正味の破壊抵抗を算出することに成功した。特に、亀裂進展挙動の評価により、SiC/SiC 複合材料のノッチ鈍感性を特定し、応力とエネルギーの相関関係を明らかにした。さらに、本手法を適用することで、非主軸試験から主軸強度を予測する方法に一定の見通しを得た。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007 年度	1,360,000	0	1,360,000
2008 年度	1,350,000	405,000	1,755,000
年度			
年度			
年度			
総計	2,710,000	405,000	3,115,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・複合材料物性

キーワード：炭化ケイ素基複合材料、破壊抵抗、ノッチ感受性、損傷評価、非線形破壊力学

1. 研究開始当初の背景

(1) セラミックス基複合材料の破壊挙動を本質的に理解するには初期損傷からの亀裂進展の閾エネルギーを議論することが有意義である。特に、複合材料の破壊抵抗は繊維-マトリックス (F/M) 界面に強く依存することはよく知られており、界面特性に主眼を置いた解析が必須となる。

(2) 一般に F/M 界面は設計上元来弱い界面を特徴とし、亀裂の分岐に有効とされる。一方で、高結晶性・化学量論組成 SiC 繊維で強化された先進 SiC/SiC 複合材料では、粗い繊維

表面の荷重伝達寄与や残留応力の寄与のために、得られる強い界面では損傷開始強度以後の亀裂進展挙動においても界面の荷重伝達機能が積極的に機能し、界面での滑りによる破壊エネルギーの消費に加え、強度は通常ある程度まで上昇する傾向にある。これは繊維の引き抜きで最終破断までの時間を稼ぐような従来の材料（荷重伝達機能は損傷開始とともに喪失する）とは明らかに異なる設計思想となる。このことから繊維-マトリックス界面の挙動に注視した総合的な亀裂進展挙動を明らかにすることは意義深い。

(3) 上記の理由のため、界面の剥離に伴うエネルギー、微小亀裂生成エネルギー及び界面摩擦エネルギーを個別に分離した議論が必要不可欠となる。しかしながらその重要性に反し、いまだ複合材料をあたかも均質体と仮定し、F/M 界面の寄与を分離して議論することなく破壊全体に要した総エネルギーから破壊抵抗を評価した試験法が広く認知されている事実があるが、本質的には必ずしも適切ではない。そのため早期の評価試験法の開発・高度化が強く望まれる。

2. 研究の目的

(1) 本研究は複合材料の損傷開始強度に関して、複合材料独特の亀裂進展挙動の解析から複合材料のエネルギー指標としての破壊抵抗を定義し、評価することを目的とした。

(2) 具体的には、セラミックス基複合材料のノッチ感受性を評価し、従来の引張強度試験法から得られる強度とノッチ試験から得られる強度との相関関係を明らかにすることを初期目標として設定した。

(3) また、破損エネルギーに占める非可逆エネルギーの寄与を分離・定量化する方法を提案するところまで本研究で目指した。

3. 研究の方法

(1) ナノインフィルトレーション遷移共晶相 (NITE) 法で作製した一方向繊維強化 SiC/SiC 複合材料を供試材とした。特に F/M 界面として約 250nm の熱分解炭素 (PyC) を施したもの (以下、NITE-C250) と約 50nm 施したもの (以下、NITE-C50) の 2 種類を作製した。前者は適切な強度のため亀裂の分岐による繊維の引き抜きが認められた一方で、後者は強固な界面のため脆性的に破壊が進行していた点に違いが認められた。また参照材として、ポリマー含浸・焼成 (PIP) 法で作製した平織 SiC/SiC 複合材料を準備した。本材料には約 150nm の PyC 界面を施した (以下、PIP-C150)。強化 SiC 繊維はいずれの場合も Tyranno-SA Gr.3 である。2 種類の NITE-SiC/SiC 複合材料の繊維体積率及び空孔率はそれぞれ ~45% 及び ~5% である。PIP-SiC/SiC 複合材料の繊維体積率及び空孔率はそれぞれ ~30% 及び ~20% である。

(2) 複合材の破壊抵抗は片側ノッチ曲げ試験 (SENB) 法及び両端ノッチ引張試験 (DNT) 法によって実施した。ノッチはダイヤモンドブレードによる機械加工によって導入した。除荷・再負荷試験を実施し、その際に荷重-亀裂開口変位をクリップ型のひずみゲージ式変換器を用いて測定した。クロスヘッド速度は 0.1~0.5mm/min の範囲で設定し、試験

中は一定とした。

(3) 亀裂の進展は光学顕微鏡により観察した。観察試料は、除荷した際に、試験片表面の組織をレプリカ法により転写し、準備した。

4. 研究成果

(1) レプリカ組織の観察より、SiC/SiC 複合材料の破損過程は、初期の微細亀裂の発生、巨視亀裂の進展、界面摩擦と繊維の累積破断による複合過程の 3 段階に分類した (図 1)。特に、微視亀裂の生成は F/M 界面に沿って発生し、巨視亀裂の進展時においても継続して発生していることを特定した。一方、巨視亀裂の進展は第 2 段階でほぼ完了し、亀裂進展長さは亀裂開口変位の増加に比例することを明らかにした。

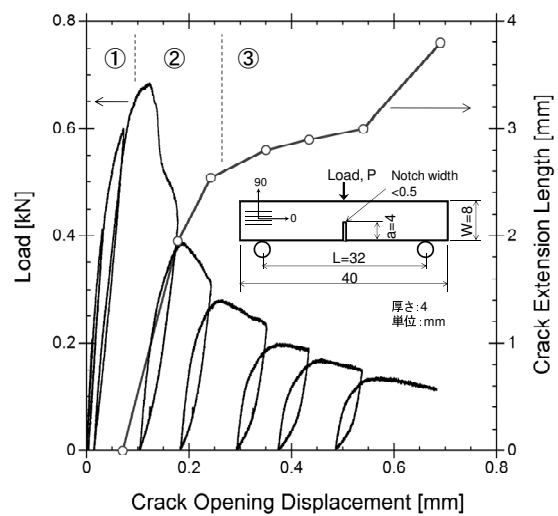


図 1 NITE-C250 の破損過程：①微視亀裂発生、②巨視亀裂進展、③複合過程

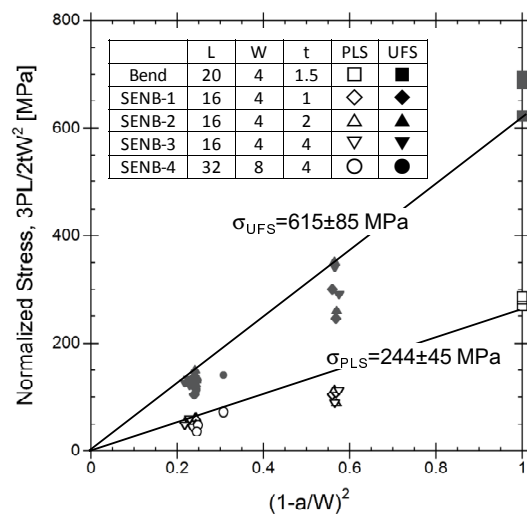


図 2 SENB 試験における NITE-C250 の初期ノッチ深さと曲げ強度の関係

(2) SENB 試験における初期ノッチ深さ (a) と全幅 (W) を基準とし算出した応力パラメータとの関係を図 2 に示す。得られた線形関係はノッチ鈍感性を示すものであり、破壊の起点としての初期欠陥は必ずしも破壊を加速させるものではないことが明らかとなった。本成果は、所謂、脆性的材料に分類されるセラミックス複合材料ではあるが、本質的に脆性セラミックスとは破壊の性質が全く異なることを明示したものである。なお、直線の傾きより比例限度応力 (PLS)、最大曲げ強度 (UFS) をそれぞれ一意的に求めることが可能となった。

(3) DNT 試験における初期ノッチ深さと引張強度との関係を図 3 に示す。適切な界面制御を施すことで界面での亀裂の分岐を誘発することが可能な場合に限り、ノッチ鈍感性を示すことを明らかにした。一方で、強固な界面構造を有する場合には、脆性セラミックスと同様に著しいノッチ感受性を示すことを明らかにした。

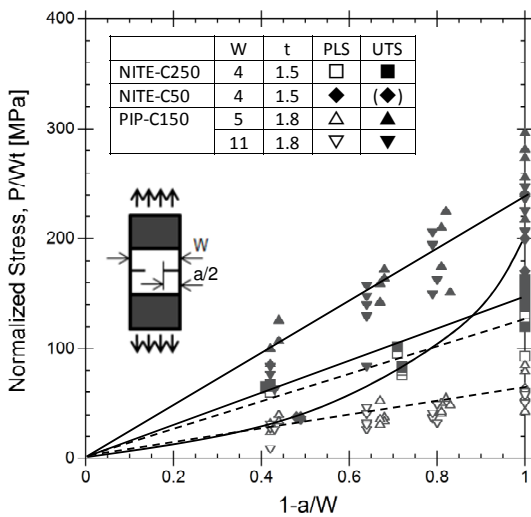


図 3 DNT 試験における SiC/SiC 複合材料の初期ノッチ深さと引張強度の関係

(4) 以上の結果より、適度な界面効果が期待できる SiC/SiC 複合材料は一般にノッチ鈍感性を示すことを明らかにした。本結果は、破壊強度と破壊エネルギーの間の 1 対 1 の相関関係を明示するものである。つまり、本結果は、ノッチ試験による結果から非ノッチ試験の強度特性を容易に予測可能であることを意味する。

(5) さらに、試験片サイズによらないノッチ鈍感性を明らかにした (図 2 及び 3)。本結果は、亀裂進展制御に優れるノッチ試験片を用いた様々なサイズの試験片法の開発に向けた重要な成果である。

(6) 一般に、複合材料の破壊に要するエネルギーは図 4 のとおり定義でき、除荷・再負荷ヒステリシス解析を適用することで、亀裂生成に要するエネルギーを抽出評価可能である。SENB 試験における破損過程における亀裂生成エネルギー (Γ) を図示したとき (図 5)、第 2 段階において亀裂生成エネルギーは亀裂開口変位に対して線形的に変化することを明らかにした。前述したように、図 5 で示す亀裂生成エネルギーには微視亀裂生成による寄与も含むため、厳密には、亀裂種の違いによる寄与分をさらに分離・評価する必要があるが、本結果と実際の亀裂進展長さの関係から、NITE-SiC/SiC 複合材料のエネルギー指標としての破壊抵抗を導出することに成功した。

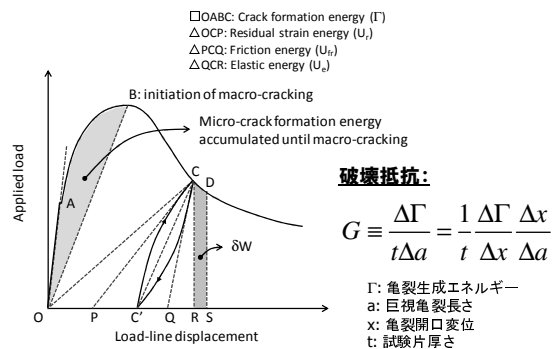


図 4 複合材料の破壊抵抗の定義

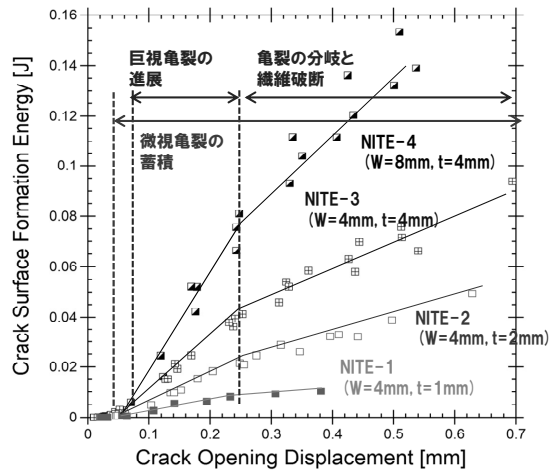


図 5 SENB 試験における NITE-C250 の亀裂生成エネルギーと亀裂開口変位との関係

(7) 微視亀裂の発生に伴う非可逆エネルギーと正味の亀裂進展エネルギーを分離・評価するため、異なる初期ノッチ長さの試験片を用いて巨視亀裂が進展するまでの亀裂生成エネルギー (Γ_m) を評価したところ、初期ノッチ長さと亀裂生成エネルギーとの間に線

形的な関係を特定した (図 6)。この時のエネルギーがすべて微視亀裂生成に消費していると仮定し、その初期ノッチ長さに対する変化率から、微視亀裂生成の際のエネルギー解放率 (G_c) を求めることができる。このエネルギー解放率は材料中の亀裂密度とほぼ等価で、図 6 に示した PIP-SiC/SiC 複合材料との比較からも明らかなように、より緻密な NITE-SiC/SiC 複合材料に蓄積する亀裂の密度が相対的に低いことは明白である。本結果は、これまで報告がある NITE-SiC/SiC 複合材料の優れた気密性を裏付ける結果である。

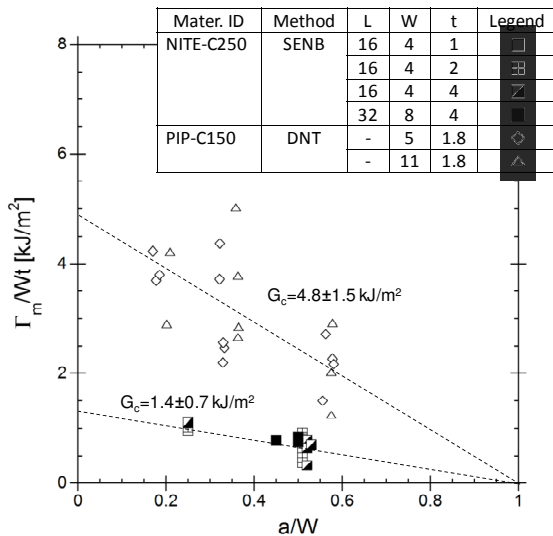


図 6 微視亀裂生成エネルギーと初期ノッチ深さとの関係

(8) 最終的に、(6) で求めた破壊抵抗値と (7) により得られた微視亀裂生成エネルギーの差分から、SiC/SiC 複合材料の亀裂進展に係る正味の亀裂進展エネルギーを算出することが可能となった。

(9) 亀裂進展挙動の織物構造の異方性の影響を明らかにすることを目的に、非主軸引張負荷条件でのノッチ感受性を評価したところ、非主軸試験における引張強度はノッチ深さに依存した傾向を示すことを明らかとした。エネルギー解析結果 (図 7) によると、初期リガメント幅が大きい場合は面内剪断強度に依存して亀裂進展が生じることが示唆された。一方、初期リガメント幅が小さいとき、主軸試験のエネルギーと同等となった事実を受け、亀裂の生成機構が主軸試験と非主軸試験で同等であることが示唆された。詳細な検討を継続することを前提とするが、本事実より、初期ノッチ深さを適切に選択することで、非主軸試験から主軸強度特性を予測することを可能とする解析手法の開発に一定の見通しを得ることができた。

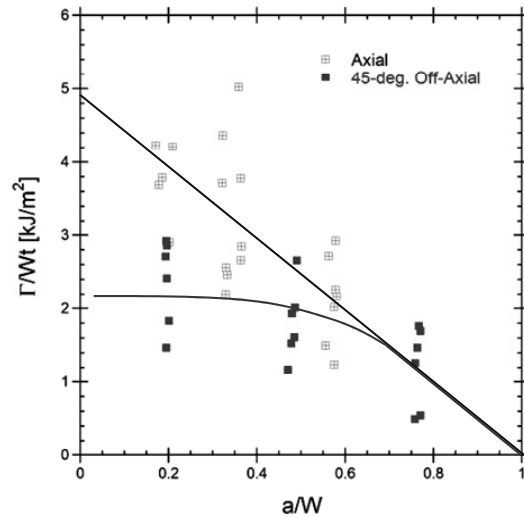


図 7 PIP-C150 の非主軸引張強度のノッチ感受性

(10) 以上により、SiC/SiC 複合材料の破壊評価に係るエネルギー指標としての破壊抵抗の導出のための基盤データを取得し、基本となる考え方を提示するに至った。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表] (計 6 件)

- ① T. Nozawa, J.S. Park, A. Kohyama, H. Tanigawa, "Fracture Resistance of Silicon Carbide Composites Using Various Notched Specimens," The 33rd Annual International Conference on Advanced Ceramics & Composites, 2009/1/21, Daytona Beach, FL, USA.
- ② T. Nozawa, T. Hinoki, A. Kohyama, H. Tanigawa, "Evaluation on Failure Resistance to Develop Design Basis for Quasi-Ductile Silicon Carbide Composites for Fusion Application," 22nd IAEA Fusion Energy Conference, 2008/10/14, Geneva, Switzerland.
- ③ 野澤貴史, 朴 峻秀, 谷川博康, 香山 晃, 「ノッチ試験片を用いた原子力用 SiC/SiC 複合材料の破損強度評価」、日本原子力学会 2008 年秋の大会、2008/9/6、高知工科大学 (高知)
- ④ 野澤貴史, 谷川博康, 「原子力用 SiC/SiC 複合材料の設計基準策定に係る破損過程の評価」、日本原子力学会北関東支部若手研究者発表会、2008/4/25、テクノ交流館 リコッティ (茨城)
- ⑤ T. Nozawa, Y. Katoh, H. Kishimoto, A. Kohyama, "Evaluation on Fracture

Resistance of Advanced SiC/SiC Composites Using Single- and Double-Notched Specimens,” The 32nd Annual International Conference on Advanced Ceramics & Composites, 2008/1/31, Daytona Beach, FL, USA.

- ⑥ T. Nozawa, Y. Katoh, H. Kishimoto, “Determining the Fracture Resistance of Advanced SiC Fiber Reinforced SiC Matrix Composites,” 13th International Conference on Fusion Reactor Materials, 2007/12/13, Nice, France.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

野澤 貴史 (NOZAWA TAKASHI)

独立行政法人日本原子力研究開発機構・

核融合研究開発部門・任期付研究員

研究者番号：70455278

(2) 研究分担者

なし。

(3) 連携研究者

なし。