

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 21 日現在

機関番号：12701

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2013

課題番号：24760072

研究課題名(和文)長繊維強化自己治癒セラミックスにおける損傷成長と自己治癒の競合関係の解明

研究課題名(英文)Explication of competition between self-healing and crack propagation in fiber-reinforced self-healing ceramics

研究代表者

中尾 航 (NAKAO, Wataru)

横浜国立大学・工学研究院・准教授

研究者番号：60361870

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,500,000円、(間接経費) 1,050,000円

研究成果の概要(和文)：次世代の構造材料として期待されている長繊維強化自己治癒セラミックスの最大の特徴は、使用中に発生したき裂をその場で治癒することである。この現象を材料設計に適応するためには、使用環境中で生じるき裂進展に対して自己治癒が優勢である必要がある。

本研究では、き裂進展が生じる環境での自己治癒挙動を明確に定量化手法を確立し、系統的なき裂進展挙動と自己治癒挙動の競合関係の調査を行った。その結果、自己治癒がき裂進展を停止させる時間は、自己治癒による完全強度回復する時間よりも大幅に短時間であることを明らかにした。

研究成果の概要(英文)：The most attractive feature of fiber-reinforced self-healing ceramics, which is anticipated to be one of the candidates as next generation structural materials, is to enable to autonomically self-heal the cracks introduced in service. To utilize the feature, it is necessary to know competition relation between crack propagation and self-healing in service.

In the present study, the experimental method to clear the competition relation was established. Subsequently, the self-healing behaviors with crack propagation under stress were systematically investigated. From the experimental data, it was found that the time at which the crack propagation was arrested by self-healing is quite shorter than the time at which complete strength recovery was attained by self-healing.

研究分野：材料工学

科研費の分科・細目：機械工学、機械材料・材料力学

キーワード：インテリジェント材料 構造材料 破壊力学 き裂 高温構造材料 FRC

### 1. 研究開始当初の背景

(1) 自己治癒材料は、次世代の構造・機械材料として幅広い材料系で期待されている。その最大の特徴は、使用中の突発的な損傷（主にき裂）発生により減じた強度を、運転を止めることなく材料自身が回復する点にある。自己治癒機能の多くは、特定の化学反応により発現するため、強度の完全回復に要する時間は材料の使用環境により大きく異なる。一方で自己治癒の対象である損傷は使用環境の力学場により成長していく。したがって、自己治癒材料の構造健全性を評価するには、自己治癒の速度的な側面が大きく寄与する。特に、力学場による損傷の成長と自己治癒による損傷の縮退の競合関係を詳細に把握することは重要である。

(2) Brechet らは、この競合関係の重要性を指摘し、数値モデルを提案している。しかしながら、これは抽象的なモデルに留まっており、具体的な損傷成長モデルや自己治癒による損傷の縮退モデルを含んでいない。その最大の理由は、この競合関係を明確に表現した実験データが極めて少ないことに起因している。数少ない実証例の一つとして、安藤らが報告している粒子分散型自己治癒セラミックスの応力下でのき裂治癒挙動が存在するが、損傷の安定成長領域がほとんど存在しないため、自己治癒との競合関係を詳細に表現することはできない。

### 2. 研究の目的

(1) 本研究では、比較的大きな損傷の安定成長領域を有していると予想される長繊維強化自己治癒セラミックスを供試材として用いて、き裂進展と自己治癒によるき裂の縮退の競合関係を実験的に実証する。このために、上記目的を実証するために、最適な実験手法を確立する。

(2) (1)で確立した実験手法を用いて、供試材である長繊維強化自己治癒セラミックスにおけるき裂進展と競合する自己治癒機能を所定の温度域で系統的に測定を行い、自己治癒材料の設計応力の決定指針を確立する上での基礎的な知見を得る。

### 3. 研究の方法

(1) 供試材は、アルミナ基長繊維強化自己治癒セラミックスを用いた。本材料は、繊維束/母材界面に配した SiC 層の高温酸化により、1000 以上で自己治癒性を発現する。試験片は、幅 4mm × 厚さ 6mm × 長さ 25mm の矩形試験片であり、3 点曲げによる引張り面中央に深さ 1mm の V 字型の切り込みを導入している。これによりき裂発生点を最大応力面に規定した。電気炉が付属した油圧サーボ式万能強度試験装置を用いることで、応力作用下での自己治癒処理を施した。SiC の治具を用いてス

長さ 16mm の三点曲げ負荷を試験片に作用した。試験片を所定の温度まで昇温した後、一定速度で負荷を上昇し、V 字型ノッチ底にポップインき裂を発生させた。このき裂を試験対象として用いた。き裂導入後、そのまま所定の静応力を予き裂に作用させ、その際の荷重点変位を測定した。所定の時間経過後、そのまま一定速度で荷重を上昇させることで、自己治癒後の強度測定を行った。

(2) (1)と同様の試験を各温度および作用する静応力を変えて行い、応力作用によりき裂進展が生じている際の自己治癒挙動を系統的に調査した。

### 4. 研究成果

(1) 図 1 に、一定の 3 点曲げ応力を試験片に作用下際の荷重点変位の時間微分値の揭示変化を示す。ここで、試験温度は、1100 であり、作用下応力は、き裂導入時の残存強度の 80%および 90%に対応する 70MPa および 90MPa である。

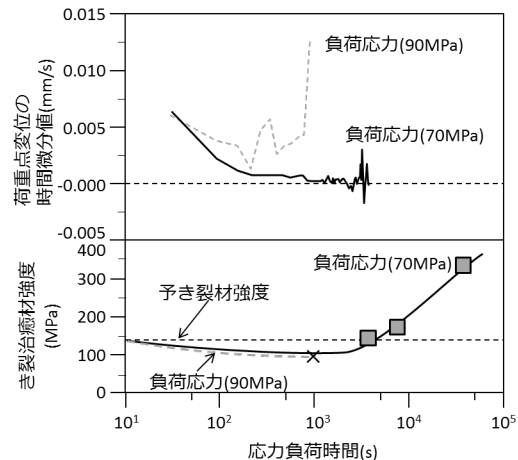


図1 1100°C、各応力下におけるき裂進展と自己治癒の競合関係

図に示す通り、応力作用初期には、両応力とも荷重点変位の時間微分値は正の値をとる。これは、3 点曲げのたわみが時間と共に増加していることを表し、き裂が進展していることに対応する。負荷応力 70MPa の場合には、保持時間の増加に伴い、時間微分値が減少し、約 2000 秒後には 0 に達した。これは、時間の増加と共に自己治癒によるき裂縮退がき裂進展に対して優性となったことを示しており、この時間微分値が 0 となった時間に完全にき裂進展を停止したものと判断できる。このため、この時間をき裂進展停止時間と定義し、以後の考察に用いた。

これに対し、作用応力が 90MPa の場合、初期には自己治癒によるき裂進展の減速傾向となるが、約 100 秒を過ぎたところから、時間微分値が増加していき、最終的には約 500 秒で試験片は破損に至った。これは、90MPa の作用応力によるき裂進展に対して自己治癒が劣勢であったことを示している。

以上のように、本手法を活用することで、これまで実験的に表現することができなかったき裂進展下における自己治癒挙動を定量的に評価することができた。また、完全強度回復を生じる前に自己治癒がき裂進展を停止させる挙動を明らかにすることに成功した。

(2) 図2に(1)の実験結果から得られたき裂進展停止時間と自己治癒温度との関係を示す。

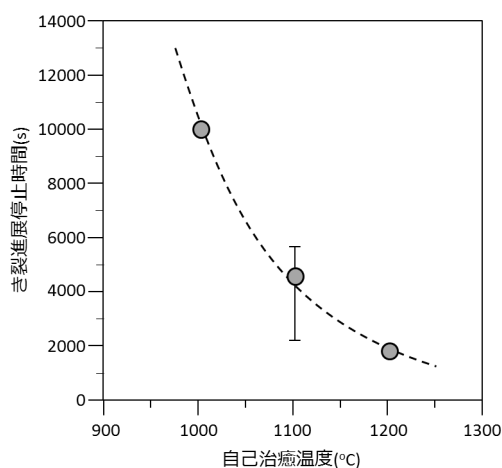


図2 き裂進展停止時間の自己治癒温度依存性

図に示すように、き裂進展停止時間は自己治癒温度に極めて大きい依存性を有している。また、高温であるほどき裂進展停止時間が短くなることから、SiCの高温酸化速度が大きく依存していることを示している。

さらに、き裂進展停止時間は完全強度回復が生じる時間より大幅に短時間である。本研究から得られた実験結果からは、一度き裂を停止すれば、その後一義的に強度回復が生じるだけであることから、これまで自己治癒材料開発の一つの指標であった完全強度回復する時間よりもき裂進展停止時間を材料開発の一つの指標とする方が好ましいと提案することが可能である。

(3) 図3に(1)の実験から得られたき裂進展に対して自己治癒が優勢となりき裂治癒が可能であった作用応力の最大値を自己治癒温度に対して図示したものを示す。

図からもわかるように、き裂治癒が優勢となる負荷応力の上限値は自己治癒温度が1000から1200の測定範囲内では一定の値となった。一方で、(2)の結果のき裂進展停止時間に対する大きな自己治癒温度依存性から、自己治癒性は本実験温度範囲において大きな差を有している。このことから、自己治癒性を有効に活用するためには、単なる自己治癒性の大小だけでなく、き裂の安定成長領域を大きくすることが重要であることが分かった。

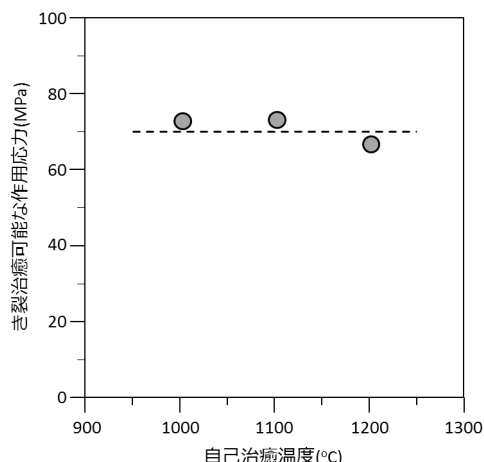


図3 き裂治癒可能な作用応力と自己治癒温度の関係

以上の結果より、当初の予定どおり長繊維強化自己治癒セラミックスにおけるき裂進展挙動と自己治癒挙動の競合関係を定量的に取り扱う実験手法を確立することに成功した。さらに、本手法を用いることで、自己治癒性がき裂進展を停止させる時間であるき裂進展停止時間と定義した自己治癒材料の材料特性評価に重要なパラメータを導くことに成功した。

#### 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)

〔雑誌論文〕(計 1 件)

W. NAKAO, Advanced Self-Healing Ceramics for Turbine Blade, 査読有, Proceedings of the 38<sup>th</sup> International Conference on Advanced Ceramics and Composites, 2013, V002T06A023  
DOI: 10.115/SMASIS2013-3235

〔学会発表〕(計 3 件)

宮本翔生, 中尾航, き裂進展下における自己治癒機能の有用性の定量化, 2013年度日本機械学会年次大会, 岡山, 2013

Wataru NAKAO, Advanced Self-Healing Ceramics for Turbine Blade, 38<sup>th</sup> International Conference on Advanced Ceramics and Composites, Snowbird, USA, 2013

Shousei MIYAMOTO, Wataru NAKAO, Quantitation of the usefulness of self-healing under crack propagation, International Conference on Materials and Processing, Detroit, USA, 2014(発表確定)

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況 (計 0 件)

取得状況 (計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等

[http:// www.nakaolab.ynu.ac.jp/](http://www.nakaolab.ynu.ac.jp/)

解説

中尾 航, ジェットエンジン用タービン翼  
を目指した自己治癒セラミックスの開発,  
金属, 2013, Vol. 83, No. 12, 1021-1027.

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

中尾 航 (NAKAO Wataru)

横浜国立大学・大学院工学研究院・准教授

研究者番号: 60361870