

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 5 月 30 日現在

機関番号：82110

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2013～2015

課題番号：25820346

研究課題名(和文) 擬延性セラミックス基複合材料の損傷蓄積モニタリングによる寿命予測に関する研究

研究課題名(英文) R&amp;D on lifetime prediction by failure monitoring for quasi-ductile ceramic matrix composites

研究代表者

野澤 貴史 (Nozawa, Takashi)

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構・核融合研究開発部門 六ヶ所核融合研究所・研究副主幹

研究者番号：70455278

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,300,000円

研究成果の概要(和文)：擬延性セラミックス基複合材料の損傷過程の整理、寿命決定因子に関する知見の獲得を主目的に、アコースティックエミッション、デジタル画像相関法、電気抵抗測定等の多様な損傷モニタリング手法によりSiC/SiC複合材料の破壊メカニズムの評価を行ったところ、表面欠陥の形状、サイズが材料寿命を決定する上で必ずしも支配的でないことを示唆する結果を得た。また、織物効果に起因したエッジ効果を初めて明らかにした。

研究成果の概要(英文)：In order to identify failure mechanism and lifetime limiting factors of quasi-ductile ceramic matrix composites such as silicon carbide fiber reinforced silicon carbide matrix (SiC/SiC) composite, various failure monitoring methods, e.g., acoustic emission, digital image correlation and in-situ electrical resistivity measurement, were applied to SiC/SiC composites to comprehensively understand the failure mechanism of them. It was finally concluded that the composite lifetime was not always dependent on the geometry and size of surface flaws of the composites. Besides, this study first identified the edge effects on the composite strength, which were unique in composite materials and closely dependent on fabric architecture.

研究分野：工学

キーワード：擬延性セラミックス基複合材料 損傷モニタリング アコースティックエミッション法 デジタル画像相関法 電気抵抗測定 寿命

## 1. 研究開始当初の背景

(1) セラミックス基複合材料の最大の利点は、従来の金属材料では到達し得ない高温領域での利用が可能にある。特に近年の材料製造技術の進展により、機械的特性、熱輸送特性、緻密性、製造性・加工性いずれにおいても従来材を凌駕する材料が開発され、その実用化のニーズは年々高まっている。

(2) 一方、最大の欠点が複合材料の脆弱性（「脆性的」または「擬延性」と呼ばれる。）にある。一般的に、複合材料の破壊は、微視き裂の発生に伴う非可逆的エネルギーの蓄積を特徴とするため、従来の金属等の破壊とは本質的に異なり、また、統計学的にも脆性セラミックスとも異なるため、複合材料固有の設計基準の確立が必要不可欠となる。また、そもそも製造時に内在する欠陥を許容するという設計思想のため、実用化に際しては損傷許容性について定量的な指針を示す必要があり、このことは品質管理、機能担保及び安全・信頼性設計の観点からも極めて重要な課題である。

(3) 複合材料の構造設計のため、具体的には材料寿命と損傷許容性を良く理解することが重要であり、近年活発な議論が行われている。しかし、微細組織と寿命を関連付けた議論は不十分であり、損傷の蓄積過程を十分に考慮した寿命予測技術は現時点でない。

(4) 著者らはこれまで、SiC/SiC 複合材料のノッチ感受性を評価し、特に、繊維の配向によっては、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（ノッチ鈍感）を明らかにし、その結果、複合材料の初期損傷を許容した設計の可能性を指摘している [1]。ただし、具体的に許容される損傷の形状、サイズに関する知見はまだ得られていない。また、高温長時間側における挙動（低速き裂進展）については、依然不明な点が多い。

## 2. 研究の目的

(1) 本研究は、擬延性セラミックス基複合材料のき裂先端局所領域での瞬時的な破壊における損傷蓄積過程を局所ひずみ測定法等を駆使して特定し、擬延性セラミックス基複合材料の実用化設計において許容されうる初期損傷の形状・サイズ等の損傷許容性に関する基礎的知見の獲得を行い、得られた知見を基盤とし、最終的に損傷蓄積モニタリングによる寿命予測を段階的に目指す。

(2) 具体的には、SiC/SiC 複合材料を対象に、高速度ビデオカメラによる瞬時的な破壊挙動のその場観察、デジタル画像相関 (DIC) 法によるき裂進展過程におけるひずみ分布の時系列変化の特定、アコースティックエミッション (AE) 法による微視き裂の蓄積過程

の評価とき裂種の分類、電気抵抗率 (ER) 測定による損傷蓄積モニタリングにより、多角的かつ定量的に擬延性セラミックス基複合材料の損傷過程を第一に整理し、寿命決定因子に関する知見を得ることを本課題での主目的とした。

## 3. 研究の方法

(1) 高結晶性・化学量論組成先進 SiC 繊維である Tyranno-SA3 を平織二次元強化し、化学気相浸透 (CVI) 法で作製した SiC/SiC 複合材料と、高結晶性・化学量論組成 Cef-NITE 繊維を左右対称に異なる方位に二次元強化し、ナノインフィルトレーション遷移共晶相焼結 (NITE) 法で作製した SiC/SiC 複合材料の二種類を供試材とした。いずれの場合も、繊維/マトリックス (F/M) 界面での積極的なき裂進展 (高靱化) を促すため、繊維表面に脆弱な熱分解炭素 (PyC) を被覆した。

(2) SiC/SiC 複合材料の損傷評価は、室温の引張試験により実施した。試験は、万能試験機を用いて行われ、単調引張試験により評価した。試験速度は 0.5 mm/min ですべての試験で一定とした。ひずみ計測は、市販のひずみゲージを用いて行った。

(3) 室温引張試験にて、AE 法を適用することで破壊時に発生する弾性波を検出し、得られた波形をフーリエ変換、ウェーブレット解析等することで複合材料の破壊に特徴的な周波数を特定し、損傷蓄積過程の詳細、損傷メカニズムの推定を行った。

(4) 室温引張試験にて、DIC 法により試験片表面の損傷蓄積の様子を観察した。具体的には、試験の経過を高速度ビデオカメラにより撮影し、瞬時的に生じる最終破断過程を含む、引張破壊過程を逐次観察した。特に試験片表面に濃淡二種類の塗料をスプレー塗布して作成した 256 色グレースケールのドットからなる集合体の移動を追跡することで、試験片表面の局所的なひずみの蓄積を可視化し、評価した。

(5) 室温引張試験にて、ER 法により試験片の電気抵抗をその場測定した。具体的には、試験片表面に銀ペーストで電極を作製し、4 端子法による交流インピーダンス法による測定を行った。

## 4. 研究成果

(1) 室温引張試験にて、SiC/SiC 複合材料の破損蓄積過程の評価を開始した結果、DIC 法においてパターン作製法の最適化検討により、局所的な損傷過程の可視化を実現した。特に、DIC 法で得られた損傷マップに対応する形で、AE の発生を確認し、両モニタリング法による傾向の良い一致を確認 (図 1) した。

平織SiC/SiC複合材料: 20° 方向負荷

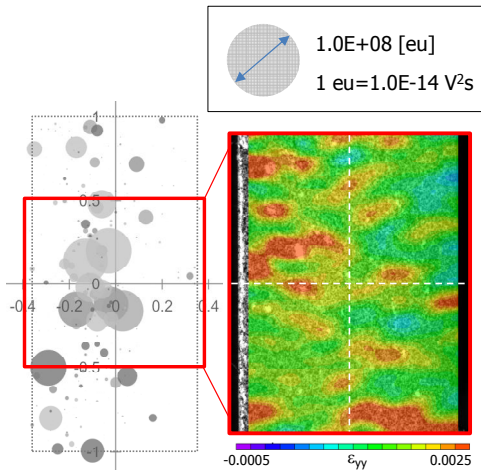


図1 AE法による損傷蓄積分布(左)とDIC法による表面損傷(軸ひずみ)蓄積の様子

(2)引張負荷方位が繊維長手方向と一致する場合(主軸引張ケース)では、AE法により、弾性挙動の限界を示す比例限度応力以下から損傷蓄積が開始し、き裂発生後も応力-ひずみ曲線において線形的な振る舞いをすることを確認した(図2)。また、DIC法によりひずみ分布を特定したところ、同条件では局所ひずみスポットが試験片表面に散在し発生することを確認し、それらが相互に影響を及ぼしあい、マクロなひずみ帯を形成することを明らかにした(図3)。これらの結果から、強い界面摩擦力や繊維の高い剛性を理由に、比較的弱いマトリックス部に損傷が集中したことが予想される。その結果、試験片全体の損傷密度が低く抑えられ、試験初期から損傷の蓄積は認められるものの、それらのコンプライアンスへの影響は限定的であったと考えられる。その後、負荷が増すことで繊維のすべりが開始し、本格的なAEの蓄積とともに、非線形挙動に移行したと考えられる。

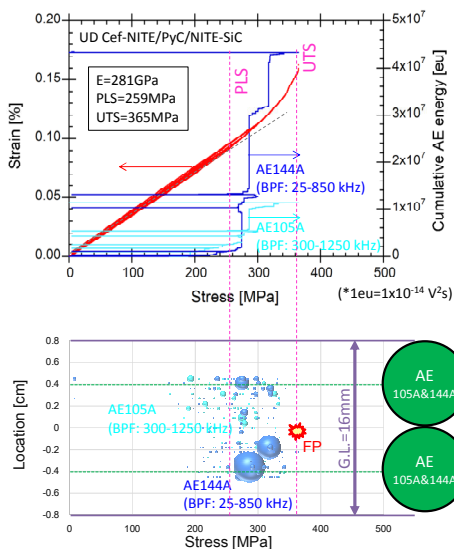


図2 主軸引張ケースにおける軸ひずみと蓄積AEエネルギーの負荷応力との関係

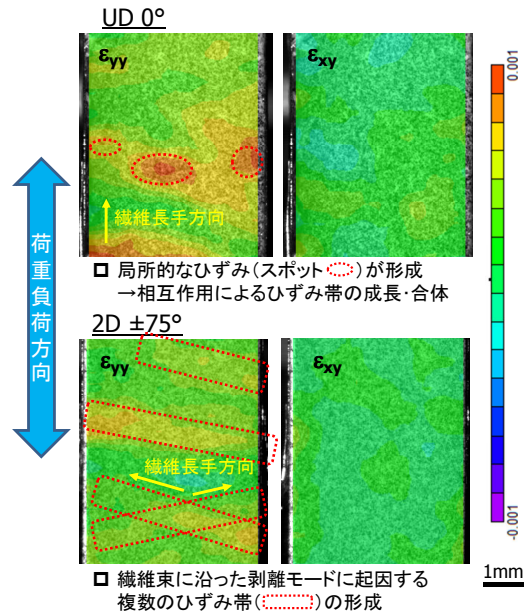


図3 DIC法による試験片表面の軸ひずみ及び剪断ひずみの蓄積の様子: 主軸引張ケース(上)と非主軸引張ケース(下)

(3)繊維方位が負荷方位と異なる場合(非主軸引張ケース)では、繊維束に沿った剥離モードによるひずみ帯が多数頭在化することを確認した(図3)。特に、試験片エッジ部のひずみ集中を明らかにし、特にこのひずみ集中は試験片幅が狭いほど顕著(図4)で、関連して著しい強度低下を伴うことを確認した。破断面より、エッジ部においてブラッシュライクな破壊が特徴的であり、織物のインターロックが十分に機能していないことが明らかとなった(図5)。一方、試験片幅が広がるとこのようなエッジ効果は限定的となり、十分な織物のインターロック効果も相まって、試験片内部にも相応の応力の分布が認められることを確認した。この場合、必ずしも破壊がエッジ部で生じることはなかった。その結果として、一切の強度低下はなく、本来複合材料が有する強度が十分に得られたと考えられる。

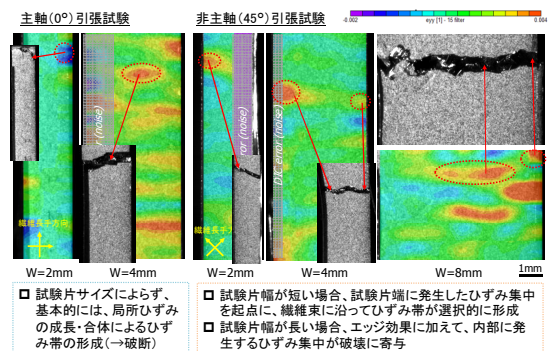


図4 異なる幅の試験片を用いた引張試験における軸ひずみの分布



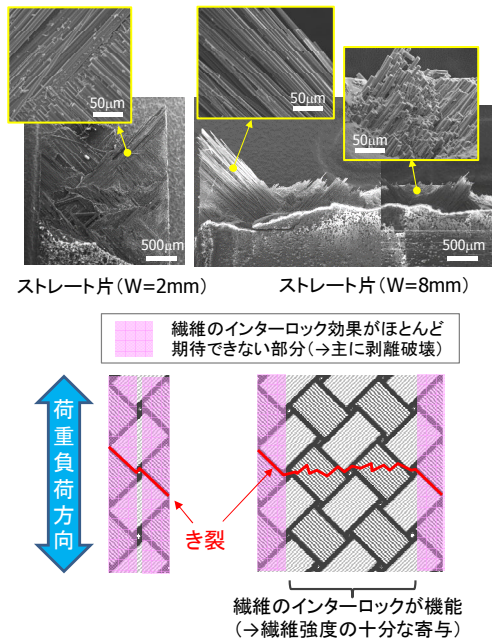


図 5 ストレート片の非主軸引張試験における破断面の様子と試験片サイズの違いによるエッジ部のインターロック効果の違い

(4) 両端ノッチ試験片を用いて、ノッチ感受性を評価した。その結果、主軸引張ケースでは、局所的なひずみスポットの発生とこれらの成長・合体を基本メカニズムとして破壊が進行することが明らかになり、この場合特にノッチの有無とは無関係であることが明らかになった。一方で、非主軸引張ケースでは、ノッチ先端のひずみ集中こそ認められた(図 6)が、ノッチ先端ではストレート片とは異なり、繊維のインターロック効果が十分機能することから(図 7)、このエッジ効果の破壊強度への影響は限定的で、概ね妥当な評価が可能であった。ちなみに、両端ノッチ試験片でもノッチ深さが浅いと、稀に試験片エッジ部のひずみ集中がノッチ先端部のひずみ集中よりも顕著になり、破壊がノッチ部以外で生じることが分かった。

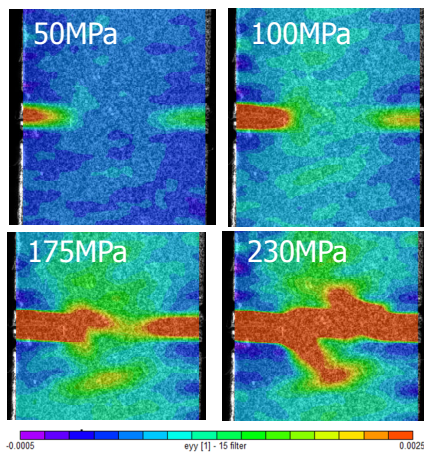


図 6 両端ノッチ試験片の非主軸引張試験における軸ひずみ分布

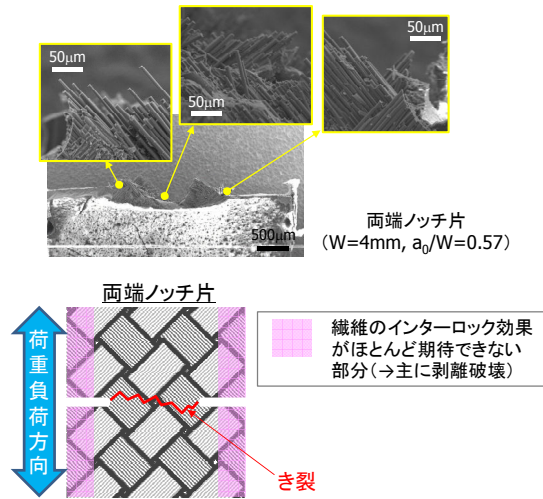


図 7 両端ノッチ試験片の非主軸引張試験における破断面の様子と繊維のインターロック効果の概念図

(5) センターホールを有する試験片を用いて、損傷挙動に及ぼすノッチ形状の影響を評価した。その結果、両端ノッチ試験片と同様に、センターホール付き試験片を用いた引張強度試験においても、複合材料の AE 検出強度、比例限度強度及び破断強度はいずれの場合もノッチ鈍感であることを確認した(図 8)。特に、DIC 解析結果より、センターホール端部での比較的顕著な応力集中を確認したが、応力の再分配により破壊が緩慢に進むことを視覚的に捉えた。

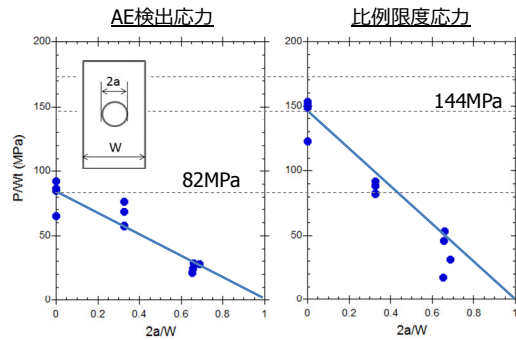


図 8 センターホールを有する試験片の AE 検出応力及び比例限度応力のノッチ鈍感性

(6) 交流インピーダンスによる ER 法を適用することで、接触抵抗を考慮した電気抵抗の評価が原理的に可能で、実際に等価回路の解析より複合材料の電気抵抗を見積もることが可能となった。また、得られた解析値と負荷応力の関係(図 9)から、AE 蓄積挙動と同調して、繊維/マトリックス界面の損傷によるものと思われる電気抵抗の変化を捉えることに成功した。本結果より、実環境下で直接の AE 計測が困難な場合のオプションとしての活用が期待できる見通しを得た。

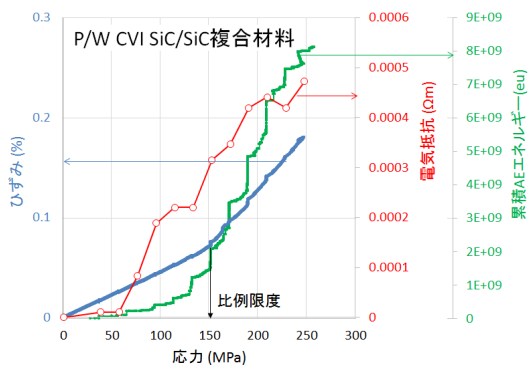


図 9 引張破壊過程における電気抵抗及び累積 AE エネルギーの変化の様子

(7)以上より、多様な解析より具体的な破損メカニズムを理解することで、SiC/SiC 複合材料は様々な表面欠陥に対して、応力集中が決してなくなることはないが、総じてノッチ鈍感であることをより明確に示すに至ったが、例外的に、非主軸引張ケースにおいて試験片サイズに依存する強度低下を初めて確認した。ただし、これはエッジ効果によるものであり、織物のインターロック機能の有無によるものであり、従来から指摘されるノッチ感受性とは本質的には異なるものと思われる。エッジ効果は試験片サイズが小さい場合に顕著であり、初期欠陥サイズとインターロック範囲の関係によっては影響しうるが、試験片が大きい場合には無視できるものである。一方、ノッチの形状による影響の違いは今回の試験条件では認められず、限定的なものであると考えられる。したがって、SiC/SiC 複合材料の表面欠陥の形状、サイズが材料寿命を決定する上で必ずしも支配的でないことを示唆する結果を得た。

#### <引用文献>

- ① T. Nozawa, H. Tanigawa, “Tensile test technique for composites using small notched specimens,” *Journal of Nuclear Materials*, 417, 2011, 440-444.

#### 5. 主な発表論文等

[学会発表] (計 7 件)

- ① T. Nozawa, K. Ozawa, H. Tanigawa, “Characterization of local deformation of silicon carbide matrix composites with artificial surface flaws by various damage monitoring techniques,” *The 40<sup>th</sup> International Conference on Advanced Ceramics & Composites*, 2016/1/24-29, Daytona Beach, FL (USA).
- ② 野澤貴史、大久保成彰、小沢和己、谷川博康、「SiC 材料の電気特性に及ぼすマクロ・ミクロ損傷の影響」、プラズマ・核融合学会第 32 回年会、2015/11/24~27、名古屋大学 (愛知県・名古屋市)

- ③ 野澤貴史、谷川博康、「SiC/SiC 複合材料の両端ノッチ引張試験における局所損傷モニタリング」、日本原子力学会 2015 年春の年会、2015/3/20~22、茨城大学 (茨城県・日立市)
- ④ T. Nozawa, K. Ozawa, H. Tanigawa, “Notch effects on silicon carbide matrix composites by various failure modes,” *The 39<sup>th</sup> International Conference on Advanced Ceramics & Composites*, 2015/1/25-30, Daytona Beach, FL (USA).
- ⑤ 野澤貴史、朝倉勇貴、香山晃、谷川博康、「デジタル画像相関法による SiC/SiC 複合材料の引張強度異方性の評価」、日本原子力学会 2014 年春の年会、2014/3/26~28、東京都市大学 (東京都・世田谷区)
- ⑥ T. Nozawa, K. Ozawa, H. Tanigawa, “Damage monitoring of silicon carbide composites by digital image correlation,” *The 38<sup>th</sup> International Conference on Advanced Ceramics & Composites*, 2014/1/27-31, Daytona Beach, FL (USA).
- ⑦ 野澤貴史、谷川博康、「アコースティックエミッションによる SiC/SiC 複合材料の損傷モニタリング」、日本原子力学会 2013 年秋の大会、2013/9/3~5、八戸工業大学 (青森県・八戸市)

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

野澤 貴史 (NOZAWA, Takashi)

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構・核融合研究開発部門 六ヶ所核融合研究所・研究副主幹

研究者番号：70455278

##### (2) 研究分担者

なし。

##### (3) 連携研究者

なし。