

未来社会創造事業 探索加速型
「持続可能な社会の実現」領域
終了報告書(探索研究期間)

令和3年度
研究開発終了報告書

令和元年度採択研究開発代表者

[研究開発代表者名：後藤 健]

[所属 宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究所・准教授]

[研究開発課題名：先進的複合材料の因子分類による疲労負荷時の
複合劣化機構の解明と寿命予測]

実施期間：令和元年12月1日～令和4年3月31日

§ 1. 研究実施体制

(1)「研究代表者後藤」グループ(宇宙航空研究開発機構)

① 研究開発代表者:後藤 健 (宇宙航空研究開発機構宇宙科学研究所、准教授)

② 研究項目

- ・各種環境での時間依存劣化挙動の解明
- ・疲労損傷モデルの構築
- ・試験供試材料の入手

(2)「竹島」グループ(東京工科大)

① 主たる共同研究者:竹島 由里子 (東京工科大学メディア学部、教授)

② 研究項目

- ・疲労損傷過程の定量的測定評価技術の開発
- ・各種環境での時間依存劣化挙動の解明
- ・疲労損傷過程の計算機モデルでの再現

(3)「吉川」グループ(東京大)

① 主たる共同研究者:吉川 健 (東京大学生産技術研究所、准教授)

② 研究項目

- ・環境下における化学損傷のモデル化

(3)「田中」グループ(ファインセラミックスセンター)

① 主たる共同研究者:田中 誠 (ファインセラミックスセンター、上級研究員)

② 研究項目

- ・疲労損傷過程の定量的測定評価技術の研究
- ・微細組織観察

§ 2. 研究実施の概要

これまでの CMC の開発研究では、新規開発素材について実際の温度環境での疲労・破壊試験の結果から設計許容応力を決定して実用を目指している。その中では、種々の環境の下で CMC がどのような機構で特性劣化していくのかについては解明できていない。原理に基づく疲労・劣化モデルが構築できると、CMC の様々な素材と環境に対して汎用的に使用可能な寿命推定手法が実現でき CMC の幅広い社会実装に貢献する。ここでは、従来予測不可能であった、CMC の寿命を高精度に推定する手法を開発するために、疲労損傷による材料の特性劣化を原理に基づき定量的に記述する CMC の基礎的疲労モデルの構築を目指した。繊維強化セラミックスの繊維強化セラミックス複合材料 (CMC) の疲労損傷モデルの構築のために高温大気中での「化学的損傷」の蓄積による CMC の特性変化を明らかにするために、室温空気中、大気中および不活性ガス (Ar) 中で 1000°Cでの引張—引張疲労試験を実施した。応力負荷レベルをマトリックス貫通クラックの発生する応力を元に、それ以上およびそれ以下の 2水準で実施した。室温および不活性ガスではいずれの試験片でも 10⁴ サイクルまでの試験中に破壊は生じなかった。

高温大気中での疲労試験は全体加熱型疲労試験機を使用した。高応力の疲労試験では約 2000 回のサイクル数で破断した。一方低応力疲労試験では 10^4 回まで破断しなかった。X 線 CT およびタルボ・ロー X 線干渉計による各種の疲労試験前後での撮像により、疲労損傷の検出を試みた。タルボ・ロー X 線干渉計の小角散乱画像からはマトリックス貫通クラックが発生していることがわかり、マトリックス貫通クラックを検出できることがわかった。各種疲労試験の前後での誘電特性の変化を調査した。反射係数は Ar 中の疲労試験の後にわずかに増加した。一方、高温大気中での疲労試験の後は反射係数が低下した。同時に実施した X 線回折による元素分析から、Ar 中での疲労試験の前後ではパターンに全く変化がなく、化学反応は発生していないことが明らかとなっている。このことから 1000°C の化学的損傷の導入により反射係数が低下する一方で、物理的損傷では反射係数がわずかに増加することが判明した。この相反する電波吸収特性の変化を定量化することで、物理的損傷と化学的損傷の分離が可能であることが示された。また、損傷検出手段として、レーザーホログラフィ振動計を用いた計測を行った。疲労試験の前後での共振周波数の低下が計測可能であり、初期段階から非破壊検査手法として有効であることを確認した。損傷を含む CMC の微小体積の X 線 CT 画像から 3 次元可視化ソフト (Avizo) を用いて、空間的に分布する繊維、マトリックス、ポイドを識別しそれぞれの要素の作成を行った。次に上記のメッシュを汎用構造解析ソフト (Abaqus) を用いてマトリックスクラックの生成・進展のシミュレーションを行った。これにより損傷の初期におけるマイクロクラックの発生から進展をシミュレーションできることを確認した。マトリックスや 90 度層内のクラックから繊維への進展を評価するために、繊維—マトリックス界面のはく離とすべりを考慮に入れた 3 次元でのクラック進展をモデル化した。マトリックス、繊維、界面にそれぞれ破壊クライテリアを設定し、クラックが繊維を破壊せずに進展してゆく様子を計算機上で再現することができた。化学損傷モデルの構築のため、種々のモノリシック SiC 材を用いた化学損傷形成過程を調べた。加湿高温空気による化学損傷形成過程への影響を調べるために、水蒸気発生装置を組み込んだ酸化試験装置を作成した。 1000°C および 1200°C における SiC 表面への酸化膜形成速度を計測した。水蒸気を含む高温空気では乾燥空気に比較して酸化膜の形成速度が大きくなり、2 倍から 4 倍となった。また CMC に存在する微小亀裂部での酸化挙動を模擬するために、単結晶 SiC 基板 2 枚を重ね端部を SiC 接着剤で固定した試料についても、水蒸気添加大気による酸化処理に供する検討を実施した。基板間に形成された間隙は狭い部位から順に酸化膜により閉塞した。また、狭い間隙での酸化膜の成長速度は表面で計測した速度と変わらないことがわかった。これまでに実施した疲労試験結果と酸化試験結果を統合し、CMC の高温疲労中の化学反応を伴う場合の強度変化をモデル化した。酸化膜に発生したクラックによる応力集中を考慮し、酸化膜の厚さから繊維強度の変化を時間の関数として求めた。CMC の引張強さは、グローバルロードシェアリングを仮定した繊維強度からの推定値を求める手法を用いた。貫通クラック形成前では、 90 度層の厚さの初期クラックが存在すると仮定し、 0 度層内へのクラックの進展を評価した。高応力の場合は、繊維強度の低下と界面すべり応力の低下により、 1000 から 2000 サイクル程度での破壊が予想され、実験結果をよく表すことができた。一方、低応力疲労では 10^4 サイクルまでは破壊せず、 10^5 サイクル程度で界面層厚さ $0.5\ \mu\text{m}$ の場合は、貫通クラックが形成され 10^6 サイクルまでに破壊すると予想でき、実験結果を精度よく予測することができた。