05106 Si-Ti-C-O 繊維/SiC 基複合材料の高温クリープ変形

High Temperature Creep Deformation of Si-Ti-C-O Fiber/SiC Matrix Composites

○学 別所隆之 (電通大 院) 正 小笠原俊夫 (ISTA/JAXA) 非 青木卓也 (ISTA/JAXA)
正 越智保雄 (電通大) 正 松村隆 (電通大)

Takayuki Bessho and Yasuo Ochi and Yutaka Matsumura,
The University of Electro-Communications, Chofu, Tokyo
Toshio Ogasawara and Takuya Aoki, Institute of Space Technology and Aeronautics /
Japan Aerospace Exploration Agency, Mitaka, Tokyo

The present work investigates the high temperature creep deformation of Si-Ti-C-O fiber/SiC Matrix composites. Since an examination is performed in the high temperature atmosphere, the surface of this composite material is covered with the glass sealant for oxidization prevention. In this study, tensile creep testing was conducted at 1200°C in air. For creep stresses between 80 and 160MPa, creep rate decreased continuously with time. Generally steady-state creep rate, de_c/dt , is represented by Bailey-type and the stress exponent is constant. However, in this composite material, the stress exponent decreased with creep time. Therefore, a new creep deformation formula was proposed by considering the time dependent stress exponent. Using this formula, the effect of loading rate on stress/strain behavior was examined. The estimated curve based on strain hardening agreed with the experimental results. The creep deformation generated in the high temperature and a short-term was influenced by hardening, and had appeared as loading rate dependability.

Key words: Si-Ti-C-O fiber/SiC matrix composites, creep, stress coefficient, strain, hardening

1. 緒言

宇宙往還機やエンジン用材料に用いられる耐酸化性に優れた高強度の耐熱材料としてセラミックスが注目されてきたが、破壊靱性や熱衝撃性が低く信頼性に劣ることから実用化に至った例はほとんどない。そこでこれらの欠点を改善するため無機長繊維で強化されたセラミックス基複合材料(CMC)の開発が進められている。

宇宙航空研究開発機構(JAXA)では、大気圏再突入時の高温に耐えうる構造部材の材料として、SiC マトリックスを Si-Ti-C-O(TyrannoTM 繊維)で強化した SiC 繊維/SiC 基複合材料の研究がなされている¹⁾。この SiC 繊維/SiC 基複合材料は室温から高温にかけての幅広い温度域において優れた力学的特性を示す。さらに繊維とマトリックスは同種の素材を用いているため、高温環境下での使用の際、繊維/マトリックス間の化学的安定性や熱応力等の問題が比較的小さいという特徴を有する。

本研究では高温大気中での引張挙動及び初期クリープ挙動について調査し、変形挙動のモデリングについて考察した。

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材

供試材は JAXA と宇部興産、敷島紡績、川崎重工業との共同研究により開発された Si-Ti-C-O 繊維/SiC 基複合材料である。繊維は宇部興産製の Tyranno 繊維であり、繊維直径は平均 11 μm の非晶質炭化ケイ素系繊維である。

マトリックスは前駆体ポリマー(ポリチタノカルボシラン)の含浸・焼成(polymer impregnation and pyrolysis; PIP)によって形成された炭化ケイ素で、繊維/マトリックス界面には、TM-S6 と呼ばれる Si-O 系表面層と炭素過剰の Si-C 系内面層からなる 2 相傾斜構造が形成されている。これにより、繊維/マトリックス間の界面の結合力を適度に弱めてマトリックスクラックの繊維への伝播を防ぎ、さらに繊維の引き抜き現象を起こして破壊エネルギーを増加させ、材料の破壊靱性を向上させている。使用したプリフォームは平織クロスを積層し、これを Z 方向に縫合(ステッチング)したものである。

さらにこの材料はマトリックスと繊維の界面の酸化により強度低下を生じることから、耐酸化性を向上させるため $\text{Na}_2\text{O-SiO}_2$ 系ガラスシール処理を行った。

2.2 実験方法

試験は薄型高温炉を取付けた Instron 社製機械駆動式試験機(8861 型)を用い荷重制御で試験を行った。試験温度は 1473K とし 30 分間で目標温度(1473K)に到達させ、試験片が均熱になるまで 30 分間保持した後に試験を開始した。荷重負荷にはニッケル合金製の開き止め付き肩掛け式 Passive グリップを使用し、試験片との間にはセラミックスペーパーを貼付け応力集中を緩和した。ひずみ測定には高温用接触型のひずみ計(標点間距離 12.5mm)を用いた。

まず、負荷速度依存性を調査するため負荷速度 3.0kN/min, 0.3kN/min, 0.03kN/min の高温引張試験を行った。クリープ試験は負荷速度 100MPa/min にて目標荷重まで負荷して実施した。試験打ち切り時間は $5 \times 10^5 \text{ s}$ とした。

3. 実験結果および考察

3.1 引張試験

引張試験における応力-ひずみ線図を Fig.1 に示す。負荷速度が速いほど初期剛性は大きく、負荷速度が遅くなるにつれて破断ひずみは増加し、破断強度は低下した。クリープ試験の応力は応力-ひずみ曲線の線形領域を参考に、80-160MPa とした。

3.2 クリープ試験

各応力におけるクリープ試験より得られたクリープひずみ-時間曲線を Fig.2 に示す。クリープ応力が高いほどクリ

Fig.1 Stress/strain curves at 1473K

ープひずみは増加する。また、明確な定常クリープ領域や破断直前の加速領域は現れず、すべて遷移領域であった。ここで、クリープひずみ速度を求めるためにクリープひずみ-時間曲線を次式で近似した。

$$\varepsilon_{cr} = \exp(\chi + \beta \ln(\ln t)) \quad (1)$$

係数 χ , β は応力と温度に依存した係数である。上式を時間で微分することによりひずみ速度が得られる。

$$d\varepsilon_{cr}/dt = \frac{\beta}{t \ln t} \exp(\chi + \beta \ln(\ln t)) \quad (2)$$

式(1)で求めた係数を式(2)に代入し、クリープひずみ速度と応力の関係を両対数にプロットした結果を Fig.3 に示す。クリープひずみ速度は時間経過と共に減少し、応力の上昇に対しては増加することが分かる。

今回の実験は一定温度 1473K で行っているため、セラミックス基複合材料の初期のクリープひずみ速度は応力 σ と時間 t の関数で表すことができ式(2)一般的には Bailey 型の式で近似されることが多い。

$$d\varepsilon_{cr}/dt = A \sigma^n \quad (3)$$

ここで応力指数 n は通常定数である。しかしながら本実験における時間経過に伴う応力指数 n の変化を調べてみると、Fig.5 に示すように試験開始より n が減少していることが分かった。これは試験開始よりマトリックスクラックが発生・増加し、マトリックス全体に飽和したこと、これに伴い応力指数が減少し、最終的に繊維単体の応力指数($n=1.3$)程度になったものと考えられる。

以上のことから、Bailey 型の式ではなく時間経過に伴う応力指数の変化を考慮した式を提案し、複合材料のクリープ変形を表現する。

$$d\varepsilon_{cr}/dt = A \sigma^{n \ln(t)+b} \quad (4)$$

Fig.2 Creep curves at 1473K

Fig.3 Creep strain rate versus stress at 1475K

$$\varepsilon_{cr} = \frac{A}{(1 + a \ln(\sigma))} t \sigma^{a \ln(t)+b} \quad (5)$$

これより算出したクリープひずみ-時間曲線は、実験結果とよく一致したため、クリープ変形式として適用可能であるといえる。

3.3 考察

一般にクリープ硬化則には時間硬化とひずみ硬化が存在する。そこで引張試験における負荷速度依存性の支配的な因子についてクリープ硬化則の観点から考察を行う。引張試験の際、最も速い負荷速度 3.0kN/min の試験ではクリープひずみが無視し得るほど小さいと仮定し、これを基準として負荷速度 0.03kN/min で発生する時間硬化とひずみ硬化のクリープ変形を計算した結果を Fig.5 に示す。引張試験の結果と比較すると、ひずみ硬化則を適用した結果と実験結果は同程度のものとなった。以上のことから、高温環境下・短時間におけるクリープ変形はひずみ硬化に影響され、これが負荷速度依存性として現れたものと考えられる。

4. 結言

ガラスシールを施した Si-Ti-C-O 繊維/SiC 基複合材料に対する高温大気中クリープ試験より得られた結果を以下に示す。

- (1) 応力指数が時間経過に伴い変化するクリープ変形式を提案し、このモデルによって本複合材料の特性を表現することが可能であった。
- (2) 高温環境下の引張試験における負荷速度依存性は、ひずみ硬化則によって説明できることが示された。

参考文献

- 1) 石川隆司, セラミックス, 36[1], pp27-31 (2001)
- 2) T. Ogasawara, T. Ishikawa et al, J. Am. Ceram. Soc., 85 [2], pp393-400 (2002)

Fig.4 Stress exponent versus time

Fig.5 Stress/strain curves estimated from of time hardening and strain hardening models