セラミックス繊維の高温ヤング率の新測定法*

坂田 勝^{*1}, 森 きよみ^{*1}, 松井 新一^{*1}
小田 浩一郎^{*2}, 大鍋 寿一^{*3}A New Method for Measurement of Elastic Modulus
of Ceramic Fiber at Elevated TemperatureMasaru SAKATA, Kiyomi MORI^{**}, Shinichi MATSUI,
Koichiro ODA and Hisaichi OHNABE^{**}Department of Mechanical System Engineering, Takushoku University,
815-1 Tate-machi, Hachioji-shi, Tokyo, 193-0985 Japan

A simple method is presented for measuring the Young's modulus of a ceramic fiber, which is clamped horizontally as a cantilever beam and deforms due to its own weight. The Young's modulus is calculated from the deflection at the cantilever tip according to the equation for large deflection of a cantilever beam with uniformly distributed load. The validity of this measurement method is demonstrated by comparing the test results at room temperature with those of tensile test on ceramic fiber specimens. For both testing methods, the measured values agreed within 6%. SiC fibers were tested at elevated temperatures up to 1000°C. It is shown that Young's modulus of the fibers decreases with increase in temperature.

Key Words: Ceramic Fiber, Elastic Modulus, Cantilever Beam, High Temperature, CMC, C/C

1. 結 言

セラミック複合材料(CMC)は航空用ガスタービンや発電用ガスタービンの高温部材¹⁾への適用が考えられており、また、炭素繊維強化/炭素マトリックス複合材料(C/C)はスペースプレーン用ATREXエンジンのタービンディスク²⁾や熱交換器³⁾への適用が検討され、それらの超高温部材としての使用が期待される材料である。これら耐熱複合材料にはセラミックス繊維や炭素繊維が強化繊維として使用されているが、耐熱複合材料の設計に際し、複合材料^{4),5)}のみならず、これら繊維の高温下における特性を調べておくことが必要である。特に材料設計の基礎となる繊維の弾性定数については、室温においては研究が行われ⁶⁾、その測定方法

もJISR 7601, ASTM D3379などに規格化されている。しかし、高温下における弾性定数の測定に関する報告は少なく⁷⁾、簡便で信頼性の高い試験方法は確立されていない。

そこで、本研究では単繊維を片持ち梁として耐熱性のパイプに固定し、これを高温炉内で水平に保持することにより繊維を自重によりたわませ、繊維先端のたわみを測定して繊維のヤング率を測定する方法を提案する。本方法では、荷重負荷装置が不要であり、耐熱パイプの先に接着した繊維をパイプと共に高温炉内に保持するだけで測定が行なえるため、高温引張試験に比べて簡便である。また、測定対象となる繊維全体を一樣な温度に保持して測定できるという利点を有する。

この方法により測定したセラミックス繊維のヤング率を引張試験によって求めた結果と比較し、本測定方法の有効性を示す。最後に、本測定方法による高温ヤング率測定装置を示し、SiC 繊維の高温下におけるヤング率を測定した結果を報告する。

* 原稿受付 2002 年 10 月 11 日。

^{*1} 正員, 拓殖大学工学部(☎ 193-0985 八王子市館町 815-1)。^{*2} 小野産業(株)(☎ 103-0004 東京都中央区東日本橋 3-4-14)。^{*3} 正員, 新潟大学工学部(☎ 950-2181 新潟市五十嵐二の町 8050)。

E-mail: kmori@ms.takushoku-u.ac.jp

Fig.1 Deflection of cantilever beam by gravity

2. 測定原理

自重によりたわむ 1 本の繊維を等分布荷重を受ける片持ち梁として考える。ここで、たわみの測定精度を測定装置の分解能に対して相対的に向上させるために、繊維長さを比較的長く取ってたわみを大きくする。しかし、たわみが大きくなると、一般の梁の曲げ理論である微小変形理論では誤差が大きくなり、ヤング率を実際より高く評価することになる。そこで本研究においては、大たわみ(有限たわみ)の理論により計算を行ってヤング率を求める。図 1 の等分布荷重を受ける梁の先端のたわみ Δ に関する大たわみの理論による級数解は次式となる⁹⁾。

$$\Delta = \frac{1}{8}lv \left(1 - \frac{1}{80}v^2 + \frac{59}{172800}v^4 \dots \right) \quad (1)$$

$$v \leq 2.5$$

$$v = \frac{wl^3}{EI} \dots \dots \dots (2)$$

ここで、 E は縦弾性係数、 I は断面二次モーメント、 w は単位長さあたりの自重、 l は梁の長さである。式(1)の Δ を実験により測定すれば、式(2)より繊維のヤング率 E を求めることができる。本実験に用いた繊維の場合には、 $v=2.5$ のとき式(1)の第1項までを用いる微小変形理論による計算結果に比べ、式(2)の第3項まで計算すると E の値は約6%低い結果となる。従って、大たわみの理論を用いることでヤング率すなわち繊維の剛性をより安全側で評価することができる。また、 $l=50\text{mm}$ で $v \approx 1.2$ となり、第3項まで計算すると E の値は約4%低い値になるが、第2項までの計算結果とほとんど差がない。本研究では l が最大50mmのため、式(1)の第2項までを計算に用いることとする。

複合材料用の繊維は、一般に数百～数千本の単繊維からなる繊維束の形で提供される。この繊維束から単繊維を取り出すと、繊維は真直ではなく製造時の初期ひずみにより曲がり、ゆがみなどの初期変形がみられる。本測定方法では繊維の自重によるたわみを測定するため、自重に無関係な初期たわみは測定誤差となる。

a : Initial deflection

Δ : Deflection by gravity, $\Delta = (y_1 + y_2) / 2$

y_1, y_2 : Measured values of deflection

Fig.2 Deflection measurement

Fig.3 Specimen configuration

そこで、上述の初期変形による測定誤差を相殺するために、図 2 のような初期たわみ a を有する梁の自重によるたわみ Δ を求める。 y_1 をたわみの測定値とすると $y_1 = \Delta + a$ の関係がある。また、試験片を繊維の軸周りに 180° 回転させ、上下を逆転させたときのたわみ y_2 を測定すると $y_2 = \Delta - a$ となる。従って、 $\Delta = (y_1 + y_2) / 2$ として初期たわみを相殺し、自重によるたわみ Δ のみを測定することができる。

3. 測定方法

3.1 試験片 実験には、Si-Ti-C-O セラミック繊維 (チラノ繊維[®] LoxM 宇部興産(株)製) を用いた。供試繊維は 1 本のヤーンが 800 本の単繊維により構成されている。室温における繊維のヤング率は 190GPa、引張強度は 3.3GPa (いずれもメーカー提唱値) である。繊維の密度は、JIS R 7603 (炭素繊維—密度の試験方法) に従って測定した結果、 $\rho = 2.36 \times 10^3 \text{kg/m}^3$ であった。

本測定においては、同一のヤーンから複数の単繊維を取出し、図 3 のような試験片を作製して用いた。内径 1mm、外径 2mm のムライト製耐熱パイプに単繊維を通して、耐熱接着剤により繊維を固定した。その際、パイプ両側に出した繊維の両端にわずかに張力をかけることにより、繊維とパイプが水平になるように接着した。接着剤硬化後、測定側の繊維は 50mm の長さに切断し、他方の繊維をパイプ端で切断した。また、接着剤がパイプ端部での繊維の変形を拘束しないように、接着剤の粘性と塗布量を調整し、接着剤のはみ出しが大きにならないように工夫した。

3.2 繊維直径の測定 繊維の直径は走査型電子

Fig.4 Measurement of fiber diameter, d , by SEM photographs

顕微鏡 (SEM) により測定した。測定は繊維の長手方向に沿って固定端から $x=15\text{mm}$, 25mm , 35mm , 45mm の計 4 箇所に対して行った。また、図 4 のように SEM の試料台を繊維の軸周りに回転させて同一位置での直径を角度を変えて測定したが、直径にほとんど差がなかったことから、繊維断面形状は真円としてヤング率の計算を行なった。

直径測定の結果、単繊維の直径は同一ヤーン内においても繊維ごとに大きく差があり、また同一繊維内においても場所によって差がある。そこで同一繊維内で x 方向の位置によって直径が大きく変化するものは、測定対象から除外した。実際にヤング率測定に用いた 27 本の繊維に対する直径の測定結果の正規確率プロットを図 5 に示す。直径は $10\mu\text{m}\sim 14\mu\text{m}$ の間に分布し、平均値は $11.3\mu\text{m}$ 、標準偏差は $0.76\mu\text{m}$ であった。

3.3 たわみの測定方法 図 6 に実験装置の概略図を示す。実験装置は、真空容器の中に高温炉を設置した構造になっており、炉内に水平に試験片を固定し、さらに軸周りに回転させることのできる試験片クランプ部を有している。たわみの測定は、装置外部に水平に置いた読取顕微鏡を用い、真空容器に設けた石英ガラス窓を通して炉内の繊維先端の位置を測定することにより行う。耐熱パイプに固定された繊維根元の高さと自重によりたわむ繊維先端の高さの差をたわみの測定値 y_1 とし、クランプを 180° 回転した時の測定値を y_2 とし、図 2 の方法で自重によるたわみ Δ を求める。本実験においては、測定精度を向上させるため、回転角度 $\varphi=0^\circ$ と 180° でたわみを測定して Δ_0 を求め、さらに 90° 回転させて $\varphi=90^\circ$ と 270° で同様に Δ_{90} を求めた。その結果、 Δ_0 と Δ_{90} では大きな差はみられなかったため、これらの平均値を Δ としてヤング率の計算に用いた。

高温実験においては、熱による対流の影響で繊維が動くため、空気中での測定は困難であった。そこで、

Fig.5 Diameter of fibers

Fig.6 Experimental apparatus for deflection test

Fig.7 Young's modulus of SiC fibers measured by deflection test

Fig.8 Experimental apparatus for tensile test

真空ポンプにより真空容器内を減圧して空気の対流による繊維の揺らぎがない状態で実験を行った。試験装置内の温度は、炉の中央付近（試験片の先端近傍）に設置した熱電対により測定した。

4. 測定結果

4・1 室温におけるヤング率の測定結果 27本の試験片に対する室温におけるヤング率の測定結果の正規確率プロットを図7に示す。ヤング率の平均値は187GPa、標準偏差は23GPaであった。各試験片とも、繊維長さ $l=50\text{mm}$ から測定を始め、繊維先端から5mmずつ繊維を切断し、 $l=35\text{mm}$ まで1本につき4段階の長さでたわみ測定を行ったが、 $l=35\text{mm}$ から50mmの間で、長さによる測定結果への影響は見られなかった。しかし、同一の繊維束から取出したにも関わらず、試験片ごとのヤング率の差がかなり大きい結果となった。

一般に、金属材料などでは同種類の材料ではヤング率はほとんどばらつかない。しかし、複合材料用の繊維については、同一繊維束から取出した場合にも、製造時の熱処理の影響等により各単繊維の引張弾性率は室温においても大きなばらつきが生じることが炭素繊維について報告されている^{9,10}。堀川ら⁹は、設計資料としての繊維の代表的弾性率の値を統計的に推定した結果を報告している。本研究により得られた標準偏差23GPaは、炭素繊維に対して報告されている弾性率のばらつきと同程度の値であるが、本測定結果の妥当性を確認するために、引張りによる単繊維のヤング率測定も行った。

4・2 引張試験による結果との比較 本研究において提案しているたわみ試験によるヤング率測定の

結果を、同一試験片を用いた引張試験の結果と比較するために、まず室温において単繊維の引張試験を行った。引張試験装置の概略を図8(a)に示す。繊維の一方の端を引張試験治具の上端に固定し、繊維他端に接着したフックに錘をぶら下げることで引張試験を行った。繊維の伸びは、読取顕微鏡により繊維下端の変位を測定して求めた。繊維全長の伸びからヤング率を求めていることから、繊維端部の固定による測定結果への影響をできるだけ少なくするために繊維長さはできるだけ長く取り、長さ150mmの繊維により引張試験片を製作した。また、引張試験後の繊維を切断してたわみ試験片を作製し、たわみによる同一繊維のヤング率測定も併せて行った。

引張試験により測定したヤング率 E_t とたわみ試験により測定したヤング率 E_d を、繊維ごとに比較して

Table 1 Comparison of Young's modulus between the results of deflection test (E_d) and tensile test (E_t)

Specimen No.	d [μm]	E_t [GPa]	E_d [GPa]
1	11.1	200	200
2	10.8	197	186
3	10.7	204	217
4	10.6	221	227
5	12.1	169	180
6	12.4	165	169
7	12.1	173	184
8	12.0	183	181
Ave.	11.5	189	193
σ	0.7	20	20

表 1 に示す。表 1 より、8 本の試験片に対する平均値で比較すると、引張試験の結果はたわみ試験に比べて 4 GPa 低い値になっているが、たわみ試験でヤング率が大きい試験片は、引張試験でも大きな値となっており、試験片ごとのヤング率の違いは引張試験とたわみ試験とで一致した傾向を示している。このことより、図 7 に見られる繊維ごとのヤング率の差は、測定の誤差ではなく、各繊維ごとに実際にヤング率に大きな差があるものだと考えられる。よって、本研究で提案しているたわみ試験法を用いて、単繊維のヤング率測定が充分可能であることが確認できた。

4.3 高温ヤング率の測定結果 本測定方法により高温下における SiC 繊維のヤング率を測定する前に、まず高温下における引張試験により繊維のヤング率測定を行なった。図 8 (b) に示す高温炉付きの引張試験機を利用して、600℃および 800℃の温度下における測定を行なった。試験片は、室温の測定と同様に、引張試験による測定後に同一繊維に対するたわみ試験を実施できるような形状とした。すなわち、たわみ試験片を作製するときの要領で繊維両端に予めセラミックス製耐熱パイプを接着し、一方を引張試験機の上部チャックに取付け、他端にフックを接着し、このフックに錘を載せることで荷重を負荷した。繊維長さは 150mm とし、図 8 のように繊維全長が炉内に入るように高温炉内に吊るし、炉外部のセラミックスパイプ下端の変位を測定して繊維の伸びを求めた。最大負荷荷重は繊維の引張強さの 1/5 程度までとし、引張試験後に室温に戻した後、試験片が破壊しないように試験機から取外して繊維を切断し、たわみ試験片を作製した。

引張試験後の試験片から作製したたわみ試験片により高温下におけるたわみ測定を行なった。たわみの測定は、試験片近傍の雰囲気温度が 200℃から 1000℃までの範囲で 200℃ごとに行った。

9 本の試験片に対する各温度における高温ヤング率の測定結果を図 9 に示す。同図の ● は、引張試験による測定結果の平均値を、○ はたわみ試験による測定結果の平均値をそれぞれ表わしている。また、それぞれの測定結果のばらつきを最大値から最小値までの範囲として図中に併せて示す。800℃までの高温下における測定においても、引張試験による結果とたわみ試験による結果はほぼ一致しており、本測定方法の有効性が確認できた。なお、高温引張試験の結果をたわみ試験による結果と比較する際、室温から 1000℃までの数回の高温曝露では、繊維のヤング率がほとんど変化しないことは、予めたわみ試験の繰返し昇温実験によって確認している。本たわみ試験方法によれば、高温

Fig.9 Young's modulus of SiC based ceramic fibers at elevated temperature

測定中に荷重の負荷が必要ないため短時間で広範囲の温度におけるヤング率の測定が可能であり、昇温過程あるいは降温過程におけるヤング率の変化を測定する際にも、たいへん有効な方法である。

以上の測定の結果、ここで用いた SiC 系繊維の高温ヤング率は、400℃までは室温のヤング率を保持し、600℃を超えると温度上昇にしたがってヤング率が低下している。1000℃のときのヤング率は、室温のヤング率よりも 17%程度低い値となっている。

5. 結 言

耐熱複合材料に用いられるセラミックス繊維を片持ち梁として考え、高温炉内に水平に保持することにより、繊維の自重によるたわみを測定し、単繊維の高温ヤング率を簡便に測定する方法を考案した。そこで、本方法により SiC 系のセラミック繊維のヤング率を測定し、以下の結果を得た。

(1) 室温において本測定方法により測定したヤング率の値は、同一の繊維に対して行なった引張試験による測定結果と比較して最大で 6%と、よく一致した結果が得られた。このことより、本測定方法が単繊維のヤング率測定方法として充分適用可能であることが確認できた。

(2) 同一のヤーンから取り出した 27 本の繊維に対して測定を行なった結果、室温におけるヤング率の平均値は 187 GPa、標準偏差は 23 GPa であった。

(3) 600℃および 800℃の高温下において本測定方法により測定したセラミックス繊維のヤング率を、高温引張試験による結果と比較したところ、よく一致した結果を得た。これにより、本測定方法は単繊維の昇温過程および高温過程におけるヤング率測定においても、有効な方法であることが確認できた。

(4) 1000℃までの高温下において、単繊維のヤング率を測定した結果、本研究で用いた SiC 系のセラミックス繊維では 600℃を超えると温度上昇に従ってヤング率が低下した。

なお、本測定方法は、セラミックス繊維のみならず、低温用繊維の温度環境下におけるヤング率測定にも適用可能である。

本研究は、平成 10 年度私立大学ハイテクリサーチセンター整備事業により行なわれた。

文 献

- (1) Ohnabe, H., Masaki, S. Onozuka, M., Miyahara, K. and Sasa, T., *Potential Application of Ceramic Matrix Composites to Aero-Engine Components*, Composites Part A: applied science and Manufacturing, Elsevier Science (1999), 489-496.
- (2) Kogo, Y., Hatta, H., Kawada, H., Shigemura, T., Ohnabe, H., Mizutani, T. and Tomioka, F., *Spin Burst Test of Carbon-Carbon Composite Disk*, J. of Composite Materials, 32-11 (1998), 1017-1035.
- (3) 坂東貴政, 八田 博志 他, ATREX エンジン用 C/C 複合材料製熱交換器の開発研究, 宇宙輸送シンポジウム, 平成 12 年度, 宇宙科学研究所, 2001 年 2 月 1-2 日, 88-90.
- (4) Sakata, M. and Ohnabe H., *Measurement of Orthotropic Elastic Constants of Ceramic Matrix Composites from the Impact Sound*, Thermal and Mechanical Test Methods and Behavior of Continuous - Fiber Ceramic Composites, ASTM STP 1309 (1996), 291-305.
- (5) M. Sakata, H. Ohnabe and O. O. Ochoa, *Measurement of Young's Modulus from the Impact Sound of Rectangular Bar Specimens of a Long Fiber C/C Composites with SiC Coatings*, Proc. 5th Japan International SAMPE Symposium, JAPAN, Oct. (1997), 1551-1556.
- (6) Sato M. and Okamura K., *Manufacturing and High Temperature Mechanical Properties of Si-N-O Ceramic Fibers*, Journal of the Ceramic Society of Japan, 106-3 (1998), 248-255.
- (7) Holtz A. R. and Grether M, F., *High Temperature Properties of Three NEXTEL Ceramic Fibers*, 32nd International SAMPE Symposium and Exhibition, (1987), 245-256.
- (8) 強度設計データブック編集委員会, 強度設計データブック, 裳華房 (1962), 348.
- (9) 堀川教世, 中山英明, 境田彰芳, 田中道七, 繊維方向に直径変化を伴う炭素繊維の引張弾性率の推定, 材料, 48-8, (1999), 956-962.
- (10) K. Kawamura and G. M. Jenkins, J. Mater. Sci., 5, (1970), 262.