

令和三年度 博士学位論文

直交三次元織物 SiC 繊維/SiC 基複合材料の  
高温におけるクリープ・疲労メカニズム  
解明と変形・寿命予測の力学モデル構築

Creep-fatigue mechanisms and lifetime prediction  
modeling for orthogonal 3D-woven SiC fiber/SiC-based  
matrix composites at elevated temperature

東京農工大学大学院工学府

機械システム工学専攻

五十嵐 喜寅

Yoshito Ikarashi



## Abstract

To improve the fuel efficiency of commercial turbo-fan engines, major engine manufacturers have applied SiC fiber reinforced SiC matrix (SiC-f/SiC) composites to hot sections. The SiC-f/SiC composites applied to turbine rotor blades of turbo-fan engines are exposed to an oxidizing atmosphere at high temperatures. Moreover, the composites are subjected to constant tensile load because of centrifugal force and cyclic tensile loads when the engine starts and stops. Therefore, it is necessary to clarify and predict the damage and rupture behavior of SiC-f/SiC composites under a combination of constant and cyclic tensile loads at elevated temperature in an oxidizing atmosphere. The objective of this study is examination and mechanical modeling of the mechanical behavior for an orthogonal 3D-woven SiC-f/SiC composite at elevated temperature.

The first chapter presents research background and objectives. The chapter overviews various studies for tensile strength distribution of the reinforcement (SiC fiber). Also, the chapter overviews experimental and numerical studies of the damage and rupture behavior of SiC-f/SiC composites.

In the second chapter, tensile strength distributions of various SiC fibers were evaluated by monofilament and multifilament tow tensile testing. The estimated Weibull parameters by each method were directly compared. The effect of diameter variation in individual fiber on the multifilament tow test results was investigated by Monte-Carlo simulations.

In the third chapter, a mechanical model to predict the time-dependent damage and deformation behavior of an orthogonal 3D-woven SiC-f/SiC composite under constant tensile loading at elevated temperature in vacuum was proposed. It was established using the linear viscoelastic model, micro-damage propagation model, and a shear-lag model.

In the fourth chapter, the effect of the constant and cyclic tensile loads on an orthogonal 3D-woven SiC-f/SiC composite under cyclic tensile loads was examined. Monotonic tensile test, constant tensile test, and tension-tension fatigue tests were conducted at 1100 °C in air. A lifetime prediction model under cyclic tensile load was also proposed.

In the fifth chapter, the crack growth behavior of an orthogonal SiC-f/  $\text{YSi}_2\text{-Si}$  based matrix composite under cyclic tensile loads at elevated temperature in air was examined. Tension-tension fatigue testing for a single-edge notched specimen was conducted at 1100 °C. The fatigue test was interrupted several times for measuring the crack length from the notch tip. A lifetime prediction model was also proposed by modifying a fracture mechanics model for monolithic ceramics.

The concluding remarks of the present study are provided in the sixth chapter.

# 目次

Abstract.....	i
第1章 緒論.....	1
1.1 はじめに.....	1
1.1.1 民間用航空エンジンへの SiC-f/SiC 複合材料の適用.....	1
1.1.2 SiC-f/SiC 複合材料の特徴.....	3
1.1.3 SiC 繊維の特徴.....	4
1.1.4 SiC-f/SiC 複合材料の製造プロセス.....	7
1.2 先行研究.....	8
1.2.1 SiC 繊維の強度評価に関する研究.....	8
1.2.2 CMC の微視的損傷と力学特性に関する研究.....	9
1.3 研究目的と方針.....	12
1.4 本論文の構成.....	14
1.5 参考文献.....	15
第2章 単繊維と繊維束引張り試験の妥当性検証.....	21
2.1 はじめに.....	21
2.2 単繊維引張り試験.....	21
2.2.1 試験方法.....	21
2.2.2 ワイブルパラメータの推定方法.....	23
2.2.3 試験結果.....	24
2.3 繊維束引張り試験.....	31
2.3.1 試験方法.....	31
2.3.2 ワイブルパラメータの推定方法.....	32
2.3.3 試験結果.....	33
2.4 考察.....	36
2.4.1 直径のばらつきを考慮した繊維束試験のモンテカルロシミュレーション 37	
2.4.2 繊維に沿った繊維径変動.....	42
2.5 結言.....	45
2.6 参考文献.....	45
第3章 微視的損傷進展を考慮した時間依存型ひずみ応答の力学モデル構築.....	48
3.1 はじめに.....	48
3.2 実験方法.....	49
3.2.1 供試体と試験片.....	49

3.2.2	試験方法	50
3.3	実験結果	53
3.3.1	引張り試験	53
3.3.2	クリープ試験	56
3.4	微視的損傷を考慮した時間依存型ひずみ応答のモデリング	59
3.4.1	モデリングの方法論	59
3.4.2	三次元織物材における面内剛性の推定	59
3.4.3	時間依存のひずみ応答	61
3.4.4	90°層におけるトランスバースき裂密度	63
3.4.5	0°層におけるマトリクスき裂進展に伴う剛性変化	63
3.4.6	0°層におけるマトリクスき裂密度	64
3.4.7	マトリクスき裂飽和後の剛性変化	65
3.4.8	時間依存の非線形応力-ひずみ応答モデル	65
3.4.9	高温におけるマトリクスき裂累積挙動の推定	66
3.5	考察	71
3.6	結言	74
3.7	参考文献	75
第4章	破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響	79
4.1	はじめに	79
4.2	実験方法	80
4.2.1	供試体と試験片	80
4.2.2	試験条件	81
4.2.3	破断面の微視的観察	83
4.2.4	単繊維 Push-out 試験による界面せん断強度測定	83
4.3	実験結果	84
4.3.1	定負荷速度引張り試験結果	84
4.3.2	定荷重引張り試験結果	85
4.3.3	引張り-引張り疲労試験結果	86
4.3.4	破断面の微視的観察結果	87
4.3.5	単繊維 Push-out 試験による界面せん断強度測定の結果	89
4.4	繰返し荷重下における寿命予測モデリング	91
4.4.1	酸化に伴うマトリクスき裂進展	91
4.4.2	繰返し荷重による界面せん断応力低下	94
4.4.3	定荷重と繰返し荷重による損傷を考慮した寿命予測モデル	96
4.5	考察	97
4.6	結言	99

参考文献.....	100
第5章 繰返し荷重下におけるき裂進展メカニズム.....	104
5.1 はじめに.....	104
5.2 試験条件.....	105
5.2.1 供試体と試験片.....	105
5.2.2 試験方法.....	107
5.3 試験結果.....	108
5.3.1 応力-ひずみ挙動と疲労寿命.....	108
5.3.2 き裂進展挙動の観察結果.....	110
5.4 繰返し荷重下における寿命予測モデリング.....	116
5.4.1 き裂進展挙動のモデル化.....	116
5.4.2 セラミックスにおけるき裂進展モデルの適用・修正.....	118
5.4.3 織物構造を考慮した寿命予測手法.....	120
5.5 考察.....	121
5.5.1 初期き裂長さの推定.....	121
5.5.2 繰返し荷重下における寿命予測モデル.....	122
5.5.3 繰返し荷重下での損傷・破壊メカニズム.....	124
5.6 結言.....	125
5.7 参考文献.....	126
第6章 結論.....	129
6.1 各章の要約と結論.....	129
6.2 本研究の工学的応用と将来の展望.....	131
6.3 結言.....	132
学術論文および学会発表.....	133
査読付き論文.....	133
国際会議発表.....	133
国内会議発表.....	134
受賞歴.....	135
謝辞.....	136

## 第1章 緒論

### 1.1 はじめに

#### 1.1.1 民間用航空エンジンへの SiC-f/SiC 複合材料の適用

温室効果ガスの排出量削減や運用コストの低減などの課題解決に資するため、繊維強化複合材料を適用した航空ターボファンエンジンの開発が世界各国のエンジンメーカー間で進められている。一例として、General Electric (GE) 社と Safran 社の合併会社である CFM International が開発した LEAP-X エンジンの構造を図 1.1 に示す[1.1]。本エンジンのファンブレードに炭素繊維強化プラスチック (CFRP: Carbon fiber reinforced plastic) を適用することで重量増を抑えつつファン部の大径化を実現し、エンジンの高バイパス比化によって低燃費化を実現している。さらに、エンジン高温部では、高圧タービンシュラウドに SiC 繊維強化 SiC 基 (SiC-f/SiC) 複合材料が適用されている。SiC-f/SiC 複合材料は、従来の高温部材となる耐熱 Ni 基合金と比較して比重が 1/3 程度と低く、かつ耐用温度は 100-200 °C 高い[1.2-1.4]。本材料の適用によって、LEAP エンジンの更なる軽量化が達成されている。また、GE 社では、上述のシュラウドに加えて、燃焼ライナー、高圧タービンノズルといった部分にも SiC-f/SiC 複合材料を適用した GE9X エンジンを開発しており、運転試験や飛行試験を行っている[1.4, 1.5]。

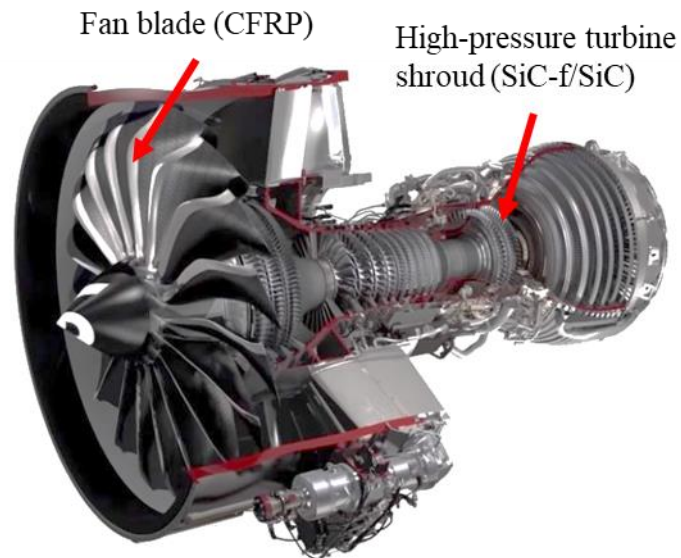
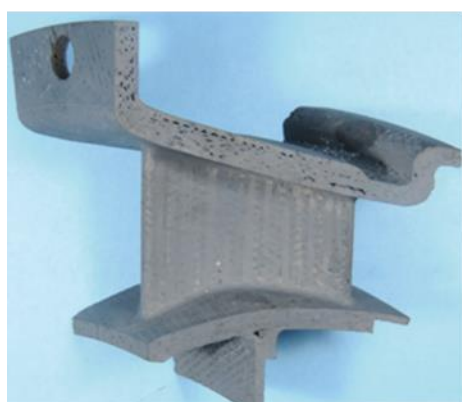


Fig. 1.1 LEAP-X engine structure [1.1]

今後はシュラウドやタービン静翼のような静的な部品に加えて、タービン動翼といった回転部品への SiC-f/SiC 複合材料の適用も検討されている[1.3]。SiC-f/SiC 複合材料の適用によってタービン部の軽量化が図られることはもちろん、高い耐熱性により冷却空気を低減できるといった利点がある[1.6, 1.7]。実際に(株)IHI では、図 1.2 に示すような SiC-f/SiC 複合材料を適用した低圧タービン静翼・動翼の試作が行われており、金属製部材に対して約 65%の重量削減を達成したことが報告されている[1.7]。



Turbine vane



Turbine blade

Fig. 1.2 SiC-f/SiC composite components developed by IHI Corporation [1.7]



### 1.1.2 SiC-f/SiC 複合材料の特徴

本研究に用いた SiC-f/SiC 複合材料の断面写真を図 1.3 に示す。図 1.3 に示すように、SiC-f/SiC 複合材料は繊維、界面層、母材（マトリクス）から構成されている。SiC-f/SiC 複合材料に引張り応力を負荷すると、複合材料の破断強度よりもかなり低い応力からマトリクスにき裂が発生する。これは、SiC 繊維と比較して SiC マトリクスの破断強度の方が著しく低いためである。繊維/マトリクス界面における結合力が適切であると、マトリクスき裂が繊維/マトリクス界面に到達した時点で繊維に沿ったはく離が発生する。すなわち、き裂面では図 1.4 に示すような繊維架橋が発生するため、き裂先端の応力が緩和される[1.8, 1.9]。この高じん化機構によってマトリクスき裂の発生・進展に伴う繊維破断、更には材料全体の破断が抑制される。

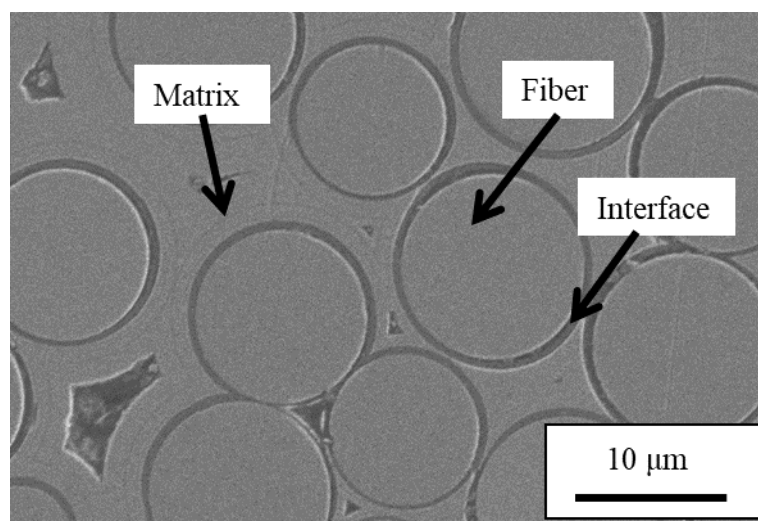


Fig. 1.3 Scanning electron micrograph showing the cross section of SiC-f/SiC composites

マトリクスである SiC は破断強度のばらつきを有するため、引張り応力の負荷に伴い、マトリクスき裂や界面はく離などの微視的損傷が材料中に累積する。その結果として、SiC-f/SiC 複合材料は擬似的な塑性変形（非線形応力-ひずみ挙動）を示すことが知られている[1.8]。以上のように、SiC-f/SiC 複合材料の高じん化機構の発現には、繊維/マトリクス界面の結合力を適切に制御する必要がある。一般に SiC-f/SiC 複合材料では、化学気相蒸着法（CVD : Chemical Vapor Deposition）を用いて SiC 繊維表面に熱分解炭素（PyC : PyroCarbon）もしくは六方晶窒化ホウ素（h-BN : hexagonal-Boron Nitride）のコーティングが施行されることによって、繊維/マトリクス界面の結合力が制御されている[1.8]。

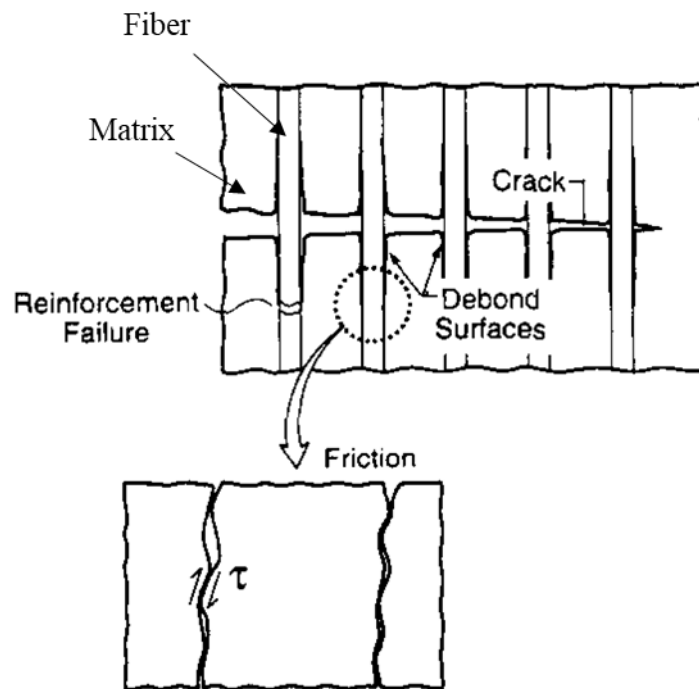


Fig. 1.4 Schematic drawing showing fiber bridging zone of SiC-f/SiC composites [1.9]

### 1.1.3 SiC 繊維の特徴

SiC-f/SiC 複合材料の強化材として用いられる市販の SiC 繊維では、結晶構造の違いから非晶質 SiC 繊維および結晶質 SiC 繊維の 2 種類に区別されている。代表的な SiC 繊維の一覧を表 1.1 に示す[1.10-1.12].

非晶質 SiC 繊維となる Tyranno ZMI (Ube Industries, Ltd., Japan), Nicalon, Hi-Nicalon (NGS Advanced Fibers Co., Ltd., Japan) は、結晶質 SiC 繊維と比較して安価であり、約 1 % 以上の高い破断ひずみを示す[1.2, 1.10-1.12]. 一方で、非晶質体であることに加え、Tyranno ZMI, Nicalon 繊維では酸素および過剰な炭素が含まれているために、プロセス温度 (約 1000 °C) 以上では CO ガスや SiO ガスの発生を伴った熱分解が生じ、熱処理後には熱力学的に安定な  $\beta$ -SiC へ結晶化する[1.2, 1.12]. このような熱分解過程における組成変化に起因して、繊維の破断強度が著しく低下する[1.2, 1.12].

結晶質 SiC 繊維となる Tyranno SA (Ube Industries, Ltd., Japan), Hi-Nicalon TypeS (NGS Advanced Fibers Co., Ltd., Japan) では、組成に酸素がほとんど含まれず、 $\beta$ -SiC から成る微細粒子構造を有する。そのため、非晶質 SiC 繊維と比較して、高い熱安定性および耐クリープ性を有する[1.2, 1.10, 1.11]. その一方で高価であり、破断ひずみは 0.8 % 程度と低い傾向にある[1.2]. 弾性率としては、非晶質 SiC 繊維では約 200 GPa であるのに対して、結晶質 SiC 繊維は 400 GPa 程度であり、繊維の製織しにくさや熱衝撃に弱いといった欠点がある[1.2].

Table 1.1 Properties of commercial SiC fibers [1.10-1.12]

Fiber	Type	Supplier	Chemical composition	Tensile modulus (GPa)	Tensile strength (GPa)
Nicalon	Amorphous	NGS	Si-C-O	200	3.2
Hi-Nicalon	Amorphous		Advanced Fibers Co.	Si-C	270
Hinicalon TypeS	Crystalline		SiC	380	3.1
Tyranno ZMI	Amorphous	Ube Industries	Si-Zr-C-O	195	3.4
Tyranno SA	Crystalline		SiC(Al)	380	2.4

上述したような SiC 繊維における結晶構造や組成は製造プロセスによって決定される[1.13-1.16]. SiC 繊維の製造プロセスの概略図を図 1.5 に示す[1.13]. ポリカルボシラン (PCS : Polycarbosilane) を前駆体ポリマーとし、これを熔融紡糸によって繊維形状にしたのちに不融化处理を行う。その後、高温 (1000 °C 以上) ・不活性雰囲気中で焼成することで SiC 繊維が形成される。不融化处理としては第一に熱酸化法が挙げられるが、このプロセスでは酸素が不純物として残存する。Nicalon 繊維, Tyranno ZMI 繊維ではこの熱酸化法を用いて不融化处理がなされている[1.13-1.15]. これに対する不融化处理手法に不活性雰囲気中にて電子線照射を行う方法がある。この場合、繊維への酸素の導入を低く抑えることができる。Hi-Nicalon 繊維では、この電子線照射法によって不融化处理がなされている[1.13, 1.15].

Hi-Nicalon 繊維では、酸素含有量は微小ながらも炭素とケイ素の原子数比は C/Si=1.39 であり、非化学量論組成となっている。これに対して Hi-Nicalon TypeS 繊維では、電子線照射後に水素雰囲気中にて熱処理を行い、繊維中の過剰な炭素と水素を反応させることで化学量論に近い組成が得られている[1.13, 1.15]. 一方、同じ結晶質 SiC 繊維である Tyranno SA 繊維では、熱酸化法によって非晶質 SiC 繊維を作製したのち、1500 °C 以上で結晶化させるといった製造手法が用いられている[1.13, 1.14].

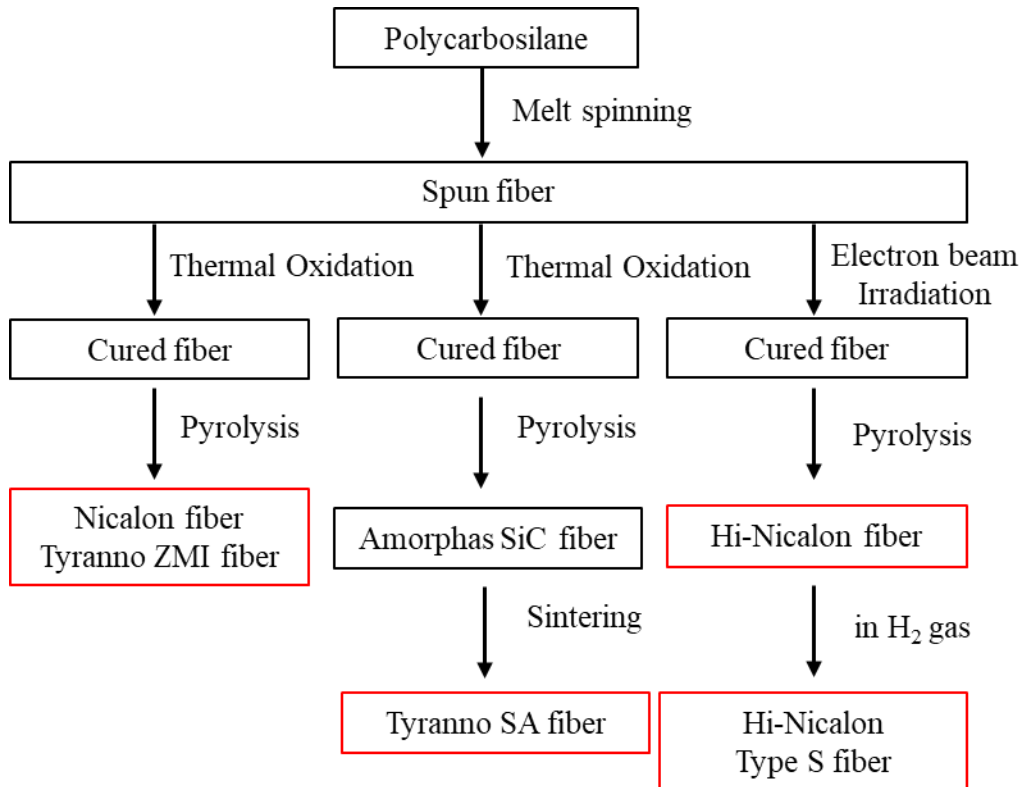


Fig. 1.5 Typical manufacturing process of commercial SiC fibers [1.13]

界面特性が適切に制御されている場合、SiC-f/SiC 複合材料の最終破断強度は SiC 繊維に支配される[1.8, 1.16-1.18]. 構造材料として SiC-f/SiC 複合材料の信頼性を確立するには、SiC 繊維単体の強度を正しく統計的に評価する試験とデータ整理の手法が必要とされる. SiC 繊維の強度評価には、一般に単繊維や繊維束を対象とした引張り試験が実施される. また、SiC-f/SiC 複合材料を対象とした材料試験後の破面観察からも繊維の破断強度が推定される. 図 1.6 に典型的な繊維の破面様相を示す[1.19]. 繊維の破面には、一般的なセラミックスやガラスに認められるような、破壊ミラーならびにハックルゾーンと呼ばれる領域が観察される. このうち破壊ミラーの半径を測定すると、繊維の破断強度  $S$  (*in-situ* 強度) を以下の式を用いて推定することができる[1.20].

$$S = \frac{A_m}{\sqrt{r_m}} \quad (1.1)$$

ここで  $r_m$  は破壊ミラー半径、 $A_m$  はミラー定数である. 単繊維試験、繊維束試験、または破壊ミラーの測定により取得された繊維の破断強度データはワイブル分布に基づいた整理がなされ、推定されたワイブルパラメータ (形状母数, 尺度母数) は、繊維の品質保証や、SiC-f/SiC 複合材料の応力-ひずみ挙動や最終破断強度を予測する力学モデルに適用される[1.21].

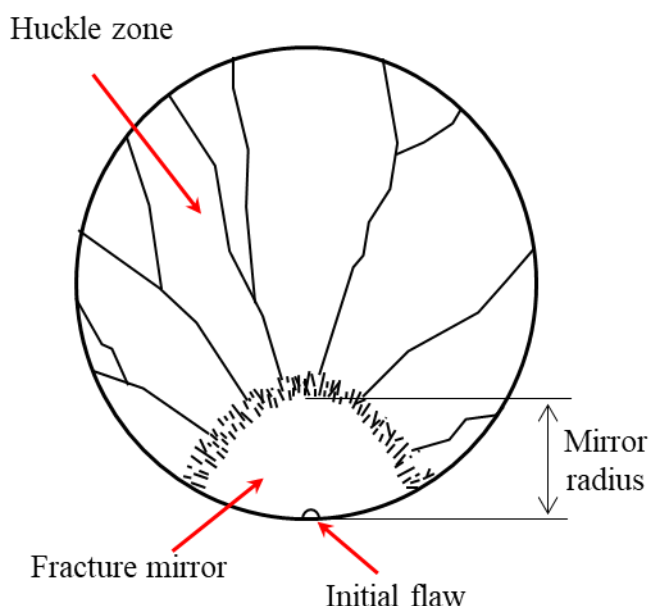


Fig. 1.6 Schematic drawing of fracture mirror and huckle zone on fiber fracture surface [1.19]

#### 1.1.4 SiC-f/SiC 複合材料の製造プロセス

SiC-f/SiC 複合材料の製造プロセスの代表例を図 1.7 に示す[1.6]. PyC および BN コーティングが施行された SiC 繊維を織物成形体（プリフォーム）に製織したのちに、プリフォーム中に SiC マトリクスを形成することで SiC-f/SiC 複合材料が作製される。代表的な SiC マトリクスの形成方法を次にそれぞれ示す[1.2-1.7].

##### (1) 化学気相成長法（CVI: Chemical Vapor Infiltration）

温度約 1000 °C，乾燥水素雰囲気中にて，原料ガスとなる  $\text{CH}_3\text{SiCl}_3$ （MTS: MethylTrichloroSilane）等を用いてプリフォーム内の繊維表面にマトリクスを析出させる方法である。形成されたマトリクスは， $\beta$ -SiC から成る緻密かつ純粋な膜状組織となる。一方で，CVI 法から作製された複合材料の開気孔率は 10-15 % となるため，高温腐食環境における材料内部の酸化が促進される可能性がある。

##### (2) ポリマー含浸焼成法（PIP: Polymer Infiltration and Pyrolysis）

前駆体ポリマーであるポリカルボシラン（PCS: PolyCarboSilane）等を有機溶媒に溶かした溶液をプリフォーム中に含浸したのち，温度約 1000 °C，減圧中にて焼成させる方法である。含浸および焼成プロセスを数回繰り返すことでマトリクスを緻密化でき，また，特殊な装置を必要としないため，初期投資の面では低コストである。一方で，焼成中における熱分解ガスの発生によって，マトリクスに熱収縮割れが生じるため，開気孔率は 10% 以上となる。

### (3) 溶融合浸法 (MI: Melt Infiltration)

プリフォームの空隙部に C 粉末やフィラーとなる SiC 等を充てんしたのち、温度約 1450 °C 以上にて溶融した Si (Silicon) を含浸し、C と反応させることで SiC マトリクスを形成する方法である。短時間かつ緻密（開気孔率<5%）なマトリクスを形成することができる。一方で、形成されたマトリクス中に遊離 Si が残存するため、複合材料の耐用温度は Si の融点（1410 °C）以下に限られる。また、プロセス温度が 1450 °C 以上となるため、1.1.3 SiC 繊維の特徴にも記述したように、非晶質 SiC 繊維では製造中の繊維の強度低下がある。GE 社の SiC-f/SiC 複合材料はこの技術で製造されている。

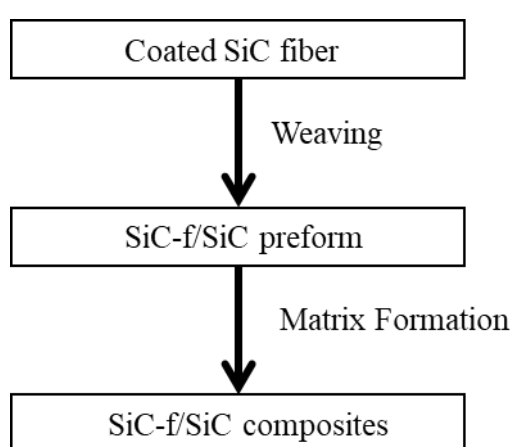


Fig. 1.7 Typical manufacturing process of SiC-f/SiC composites [1.6]

## 1.2 先行研究

SiC-f/SiC 複合材料を航空エンジン高温部の回転部材への適用する場合、材料は高温高圧の燃焼ガス（水蒸気等）による酸化の影響を受ける。また、エンジンの起動/停止時の繰返し荷重と熱サイクル、更には遠心力による一定荷重などが材料に作用する。したがって、高温酸化雰囲気中における、定荷重、繰返し荷重、更にはこれらが複合した荷重下での材料の損傷・破壊メカニズムを解明したうえで、応力-ひずみ挙動や破断寿命を予測するための力学モデルを構築する必要がある。強化材となる SiC 繊維の強度評価に関する研究や、SiC-f/SiC 複合材料をはじめとしたセラミック基複合材料（CMC: Ceramic Matrix Composite）を対象とした微視的損傷と力学特性に関する研究がこれまでも数多く報告されている。

### 1.2.1. SiC 繊維の強度評価に関する研究

単繊維引張り試験は最も基本的な強度評価方法であり、標準試験法として ASTM C1557-20 や ISO 19630: 2017 が制定されている[1.22, 1.23]。単繊維引張り試験は試験片の取り扱いが困難であり、準備作業に手間を要する上に、多くのサンプル数が必要となる。そのうえ、市販の SiC 繊維は繊維束内部での個々の繊維[1.24]や繊維の長さ方向に

沿って直径のばらつきが顕著であることが知られている。そのため、直径のばらつきは、高温クリープ特性[1.25, 1.26]や平均強度[1.27]に影響を与えると考えられている。また、繊維目付から計算される平均直径を用いて強度を計算した場合、ワイブルパラメータには大きな推定誤差が発生する[1.28, 1.29]。直径の平均値を用いてワイブルパラメータを精度よく推定する場合、その推奨サンプル数は Parthasarathy が実施したモンテカルロシミュレーションによって 200 以上とされている[1.29]。このため、引張り試験前に各試験片の繊維単体の直径を実測することが推奨される。直径のばらつきが小さい場合には、Callaway らが提案した不確かさ伝ば則式を用いると、60 サンプル程度で精度よくワイブルパラメータが推定できることが示されている[1.30, 1.31]。

上記の試験方法に対して、ISO 22459: 2020[1.32]で規定されている繊維束引張り試験では、1 回の試験で多くの繊維の破断強度データを取得でき、非常に効率的である。しかしながら、試験結果は実験条件に大きく影響される[1.33-1.38]。Calard らは、Nicalon 繊維ならびに Hi-Nicalon 繊維の繊維束引張り試験を実施したところ、繊維の安定的な逐次破断が発生せず、試験中に急激な荷重降下が発生することを報告している[1.36]。これは、繊維間摩擦による応力集中の影響であると考えられている[1.36]。Callaway らは、Hi-Nicalon TypeS 繊維を対象に繊維束引張り試験を実施し、サイジング剤を除去せず、かつ潤滑剤を使用した場合に繊維の安定的な破断が認められることを報告している[1.38]。また、繊維束引張り試験から得られる荷重—ひずみ線図からワイブルパラメータを推定する計算方法についても、不確かさ伝ば則ならびにモンテカルロシミュレーションによる妥当性検証を行っている[1.38]。

また 1.1.4 節 SiC-f/SiC 複合材料の製造プロセスでも述べたように、SiC-f/SiC 複合材料のマトリクス形成時における高温暴露により、SiC 繊維は熱履歴を受ける。加えて、実機運用環境では、荷重負荷による機械的履歴や酸化による化学的履歴も重畳することとなる。そのため、上述した種々の試験法による繊維の強度評価は、室温のみならず、高温酸化雰囲気中や高温暴露後に実施されることも多い[1.39-1.43]。

### 1.2.2. CMC の微視的損傷と力学特性に関する研究

一方向繊維配向 CMC における引張り荷重下での微視的損傷および応力—ひずみ挙動は、Evans と Zok によって総説がなされている[1.8, 1.9]。マトリクスき裂飽和後では、繊維の逐次破断によって CMC 全体の最終破断が引き起こされると考え、Curtin が理論的な強度予測モデルを提案している[1.44]。以上の手法をもとに、織物 CMC における微視的損傷進展と非線形応力—ひずみ挙動についても、Evans, Ogasawara ら、Morscher によって報告されている[1.9, 1.45-1.47]。2D 織物 CMC の微視的損傷の模式図を図 1.8 に示す。織物 CMC に引張り荷重が負荷されると、線形限界応力にて、荷重方向に垂直な繊維束層 (90°層) にマトリクスき裂 (トランスバースき裂) が発生する。その後、引張り荷重の増加に伴うトランスバースき裂密度の増加と、荷重方向の繊維束層 (0°層) におけるマトリクスき裂の発生・進展が引き起こされる。これらの微視的損傷進展・累積

挙動は、室温のみならず高温でも認められる。

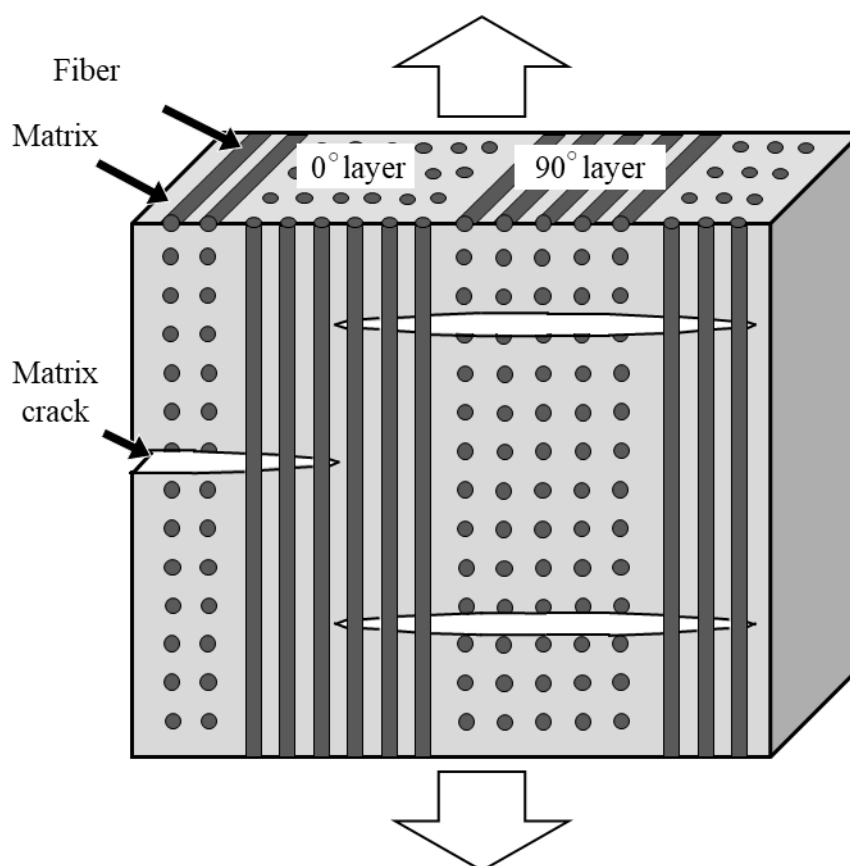


Fig. 1.8 Microscopic damages of 2D-woven SiC-f/SiC composites

高温における時間依存型の微視的損傷進展・累積挙動に関しては、Zhu ら、Wu ら、Chermant らより、SiC 繊維のクリープ変形に起因した時間経過に伴う (1)新たなマトリクスき裂の発生・進展, (2)マトリクスき裂開口変位の増加, が報告されている[1.48-1.52]. 更に、Zhu ら、Ogasawara ら、Jing らより、線形限界応力以上では、これらの微視的損傷の時間経過に伴う進展・累積に起因した CMC の非線形応力-ひずみ挙動が実験的に報告されている[1.53-1.55].

また、実機運用環境に近い高温酸化雰囲気中では、引張り応力によって材料に発生したマトリクスき裂が酸素・水蒸気の流入パスとなるため、材料内部の酸化が引き起こされる[1.54-1.71]. 実際に、酸化に伴う(1)繊維/マトリクス間の界面層の固着, (2)繊維断面積の減少, (3)繊維の破断強度の低下に起因した材料全体の強度低下が実験的に報告されている[1.54-1.66]. これらのメカニズムに基づくクリープ破断寿命予測モデルについても様々な検討がなされている[1.67-1.71]. 試験後の破面には、繊維引抜けのほとんどないフラットな領域が観察される[1.54-1.66]. この領域は、上述した酸化プロセスに伴い図 1.9 に示すようなき裂が進展した領域である. Evans ら、Morscher らは、SiC-f/SiC



複合材料を均質体に近似したうえで、上述した酸化に伴うき裂進展を考慮した寿命予測モデルを提案している[1.67, 1.68]。一方、Zokらは、直交三次元織物 SiC-f/SiC 複合材料の高温水蒸気中における疲労試験後の破面を SEM を用いて詳細に観察し、繊維束中央部と比較して繊維束外周部における繊維の破断強度低下が顕著であることを報告している[1.66]。この結果は、繊維束の外周部と中央部にてき裂進展速度に差異があった可能性を示唆しており、実際のき裂進展挙動は、SiC-f/SiC 複合材料の微視的構造の影響によってより複雑になることが推察される。

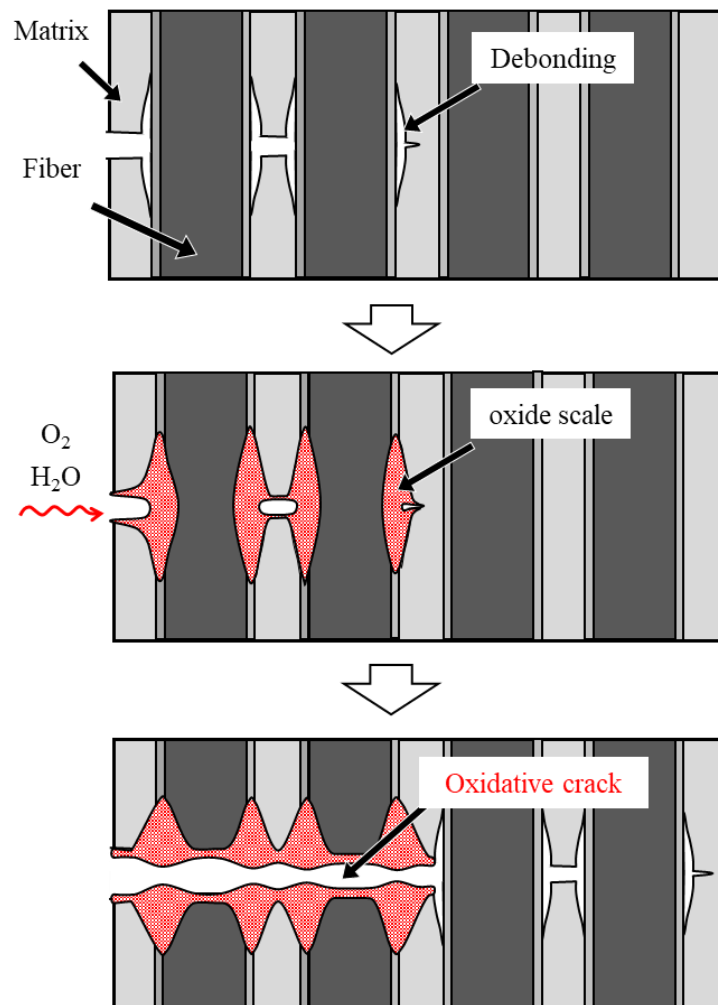


Fig. 1.9 Oxidative crack growth behavior of SiC-f/SiC composites at elevated temperature in an oxidative atmosphere [1.62]

更に、繰返し荷重下における CMC の疲労破壊に関しては、Rouby ら、Evans ら、Zok らより、(1)繰返し荷重による繊維/マトリクス間の界面せん断応力の低下、(2)繊維表面の損傷に起因した繊維強度の低下、(3)Paris 則に基づくマトリクスき裂進展、について整理がなされている[1.72-1.74]。これらのメカニズムをもとに、Longbiao が高温中の繰返し荷重下における CMC の寿命予測モデルの検討を行っている[1.75, 1.76]。

### 1.3 研究目的と方針

先行研究を踏まえると、高温下における定荷重、繰返し荷重、これらが複合した荷重下での SiC-f/SiC 複合材料の力学挙動を精度良く予測するには、(1)SiC 繊維における信頼性の高いワイブルパラメータを取得し、力学モデルに適切に導入すること、(2)時間経過に伴う材料中の微視的損傷進展挙動をモデル化・定式化すること、(3)力学挙動に及ぼす定荷重と繰返し荷重の影響を統一的に整理すること、(4)酸化き裂進展挙動の実験的理解、がそれぞれ必須となる。しかしながら、先行研究では、(1)SiC 繊維の強度評価手法の妥当性が十分には検証されておらず、信頼性の高いワイブルパラメータの推定方法が確立されていない。また、(2)実験的な報告が多く、実験結果に基づいて SiC-f/SiC 複合材料の時間に依存した損傷挙動・ひずみ応答をモデル化・定式化した例は少ない。更に、(3)SiC-f/SiC 複合材料の破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の影響がそれぞれ個別に取り扱われており、これらの相互影響を調査した研究は十分にはなされていない。加えて、(4)平滑材試験片を用いたクリープ試験・疲労試験結果から現象論的にき裂進展挙動を推論づけた報告が多く、き裂進展プロセスを実験的に評価した上で力学モデルを構築した例もほとんどない。

そこで本研究では、直交三次元織物 Tyranno ZMI 繊維/SiC 基複合材料を対象とし、(1)単繊維・繊維束引張り試験の妥当性を検証したうえで信頼性の高い Tyranno ZMI 繊維のワイブルパラメータを得ること、(2)高温真空中・定引張り荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の時間依存の損傷挙動・ひずみ応答を記述する力学モデルを構築すること、(3)高温大気中での繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響を実験的に明らかにすること、(4)高温大気中での繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料のき裂進展メカニズムを実験的に明らかにすることを目的とした。これらの研究結果を踏まえて、高温下での定荷重ならびに繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の力学挙動（応力-ひずみ挙動・破断寿命）の予測を可能とする。以上の研究の概要を図 1.10 に、また具体的な方針を以下に示す。

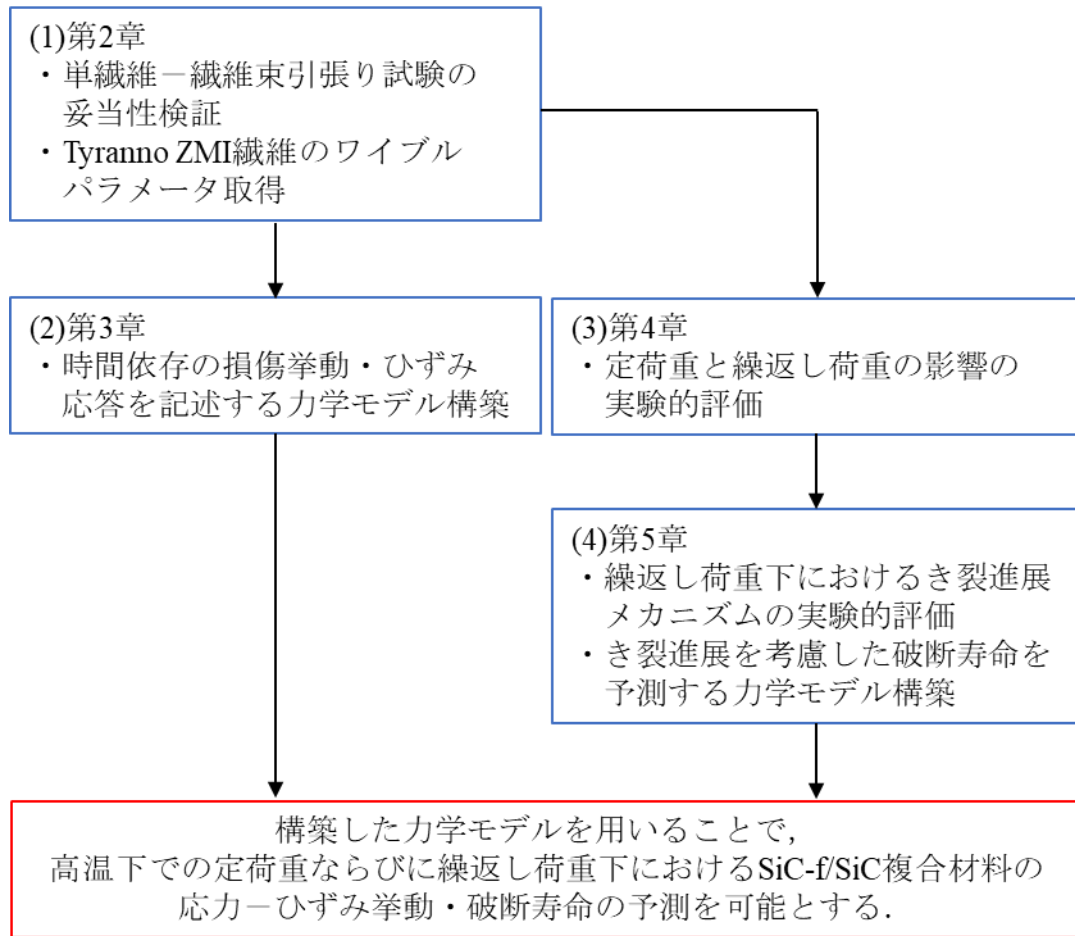


Fig. 1.10 Flowchart of this study for mechanical modeling of SiC-f/SiC composites.

まず、単繊維引張り試験と繊維束引張り試験から推定されるそれぞれのワイブルパラメータの相関について比較調査を行うことで、各試験手法の妥当性を実験的に検証する。市販の5種類のSiC繊維（Nicalon, Hi-Nicalon, Hi-Nicalon TypeS, Tyranno ZMI, Tyranno SA）に対して単繊維引張り試験と繊維束引張り試験を実施し、推定されたワイブルパラメータを直接比較する。さらに、個々の繊維における直径のばらつきの影響を検証するため、繊維束引張り試験を模擬したモンテカルロシミュレーション手法を実施する。

SiC-f/SiC 複合材料の力学モデルの構築にあたって、大気中や水蒸気環境では、界面や繊維の酸化により力学挙動は極めて複雑になる。そこで本研究では、真空中もしくはArガス中での材料試験結果に基づいて力学モデルの構築を行う。光学顕微鏡を用いた室温における微視的損傷累積挙動のその場 (*in-situ*) 観察、1200°C・Ar 雰囲気中における負荷－除荷引張り試験、1200°C・真空中における定荷重引張り試験をそれぞれ実施し、時間依存の損傷挙動・ひずみ応答を実験によって評価する。得られた実験結果に基づいて、引張り応力の増加に伴う微視的損傷の累積挙動の素過程をモデル化し、更に繊維の粘弾

性挙動を考慮することによって、時間依存の非線形応力-ひずみ応答モデルを新たに定式化する。

繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響の評価にあたっては、低圧タービン部への適用を見据えて、1100 °C・大気中における定負荷速度引張り試験、定荷重引張り試験、引張り-引張り疲労試験をそれぞれ行う。疲労試験の応力波形として矩形波を使用することで、破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の影響を分離する。試験後の破断面の微視的観察、単繊維 Push-out 試験による界面力学特性評価により、繰返し荷重下における損傷・破壊メカニズムを評価する。得られた実験結果に基づき、定荷重と繰返し荷重による損傷をそれぞれ考慮した寿命予測モデルを構築する。

繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料のき裂進展メカニズムの実験的評価では、平滑材試験片と片ノッチ材試験片を対象に、1100 °C・大気中における引張り試験ならびに引張り-引張り疲労試験を行う。さらに、任意のサイクル数にて疲労試験を中断し、ノッチ導入部からのき裂進展挙動をデジタル顕微鏡および X 線 CT 装置を用いて観察する。得られた実験結果に基づき、繰返し荷重下におけるき裂進展挙動をモデル化することで、繰返し数依存の寿命予測モデルを新たに構築する。

## 1.4 本論文の構成

本論文では、本章を含めて 6 章で構成されている。

第 2 章では、単繊維引張り試験と繊維束引張り試験の方法・結果をそれぞれ示す。併せて繊維束引張り試験を模擬したモンテカルロシミュレーションの方法論と計算結果を示す。得られた実験結果と数値計算結果に基づき、単繊維・繊維束引張り試験によって得られたワイブルパラメータの妥当性について考察する。

第 3 章では、光学顕微鏡を用いた室温における微視的損傷累積挙動の *in-situ* 観察、1200 °C・Ar 雰囲気中における負荷-除荷引張り試験、1200 °C・真空中における定荷重引張り試験の方法・結果をそれぞれ示す。さらに、時間依存の非線形応力-ひずみ応答モデルを説明する。本章における実験結果と第 2 章で取得したワイブルパラメータを応力-ひずみ応答モデルに導入して計算を行う。計算結果と実験結果を比較することで、構築したモデルの有用性を検討する。

第 4 章では、1100 °C・大気中における定負荷速度引張り試験、定荷重引張り試験、引張り-引張り疲労試験の方法・結果を示す。試験後の破面観察結果と単繊維 Push-out 試験の結果も併せて示す。以上の実験事実から構築した寿命予測モデルについても説明する。本モデルに第 2 章で得られたワイブルパラメータを導入して計算を行った結果を踏まえ、繰返し荷重下での損傷・破壊メカニズムの考察を行う。

第 5 章では、平滑材試験片と片ノッチ材試験片を対象とした温度 1100 °C・大気中における引張り試験ならびに引張り-引張り疲労試験の方法・結果を示す。デジタル顕微

鏡およびX線CT装置を用いたき裂進展挙動の観察結果についても説明する。実験結果から構築した繰返し荷重下における寿命予測モデルについて説明する。以上の実験結果と計算結果に基づき、繰返し荷重下における損傷・破壊メカニズムの更なる考察を行う。第6章は本論文の結論であり、本研究で得られた主要な結論をまとめる。

### 1.5 参考文献

- [1.1]CFM International web page, <https://www.cfmaeroengines.com/> (Accessed: 23 Jan 2019).
- [1.2]R. Naslain, "Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview", *Compos. Sci. Tech.* 64 pp.155-170(2004).
- [1.3]F.W. Zok, "Ceramic-matrix composites enable revolutionary gains in turbine efficiency", *Amer. Ceram. Soc. Bulletin.* 95(5) pp.22-28(2016).
- [1.4]Y. Katoh, L.L. Snead, C.H. Henager Jr., T. Nozawa, "Current status and recent research achievements in SiC/SiC composites", *J. Nucl. Mater.* 455 pp.387-397(2014).
- [1.5]笠原知諭, 清水達, 西村圭司, "GE9Xエンジンの開発", *IHI 技報* 69(2) pp.53-57(2020).
- [1.6]田村崇, 中村武志, 高橋耕雲, 荒木隆人, 夏村匡, "CMC材タービン適用研究", *石川島播磨技報* 44(4) pp.261-265(2004-2007).
- [1.7]中村武志, 岡尚志, 今成邦之, 篠原健一, 石崎雅人, "航空機エンジン用CMC タービン部品の開発", *IHI 技報* 53(4) pp.34-37(2013).
- [1.8]A.G. Evans and F.W. Zok, "Review : The physics and mechanics of fibre-reinforced brittle matrix composites", *J. Mater. Sci.* 29 pp.3857-3896(1994).
- [1.9]A.G. Evans, "Design and life prediction issues for high-temperature engineering ceramics and their composites", *Acta mater.* 45(1) pp.23-40(1996).
- [1.10] Ube Industries Ltd. web page, <https://www.ube.com/contents/en/index.html> (Accessed: 23 Jan 2019).
- [1.11] NGS Advanced fibers Co. Ltd. web page, <http://www.ngs-advanced-fibers.com/eng/> (Accessed: 23 Jan 2019).
- [1.12] T. Shimoo, H. Takeuchi, and K. Okamura, "Thermal Stability of Polycarbosilane-Derived Silicon Carbide Fibers under Reduced Pressures", *J. Amer. Ceram. Soc.* 84(3) pp.566-570(2001).
- [1.13] H. Ichikawa, "Polymer-Derived Ceramic Fibers", *Annu. Rev. Mater. Res.* 46 pp.335-356(2016).
- [1.14] 佐藤光彦, "解説 チラノ繊維の開発とセラミックス基複合材料への応用", *日本複合材料学会誌* 25(1) pp.9-15(1999).
- [1.15] 市川宏, 武田道夫, 瀬口忠男, 岡村清人, "新技術・新製品 超耐熱性炭化ケイ素繊維の開発", *まてりあ* 39(2) pp.190-192(2000).

- [1.16] N Lissart, J Lamon, "Damage and failure in ceramic matrix minicomposites: experimental study and model", *Acta Mater.* 45(3) 1025-1044(1997).
- [1.17] I.J. Davies, T. Ishikawa, M. Shibuya, T. Hirokawa, J. Otoh, "Fibre and interfacial properties measured in situ for a 3D woven SiC/SiC-based composite with glass sealant", *Compos. Part A* 30 587-591(1999).
- [1.18] S. Guo, Y. Kagawa, "Tensile fracture behavior of continuous SiC fiber-reinforced SiC matrix composites at elevated temperatures and correlation to in situ constituent properties", *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 pp.2349-2356(2002).
- [1.19] G.D. Quinn, "Guidelines for Measuring Fracture Mirrors", *Ceram. Trans.* 199 pp.163-190(2007).
- [1.20] J.B. Quinn, "Extrapolation of Fracture Mirror and Crack-Branch Sizes to Large Dimensions in Biaxial Strength Tests of Glass", *J. Amer. Ceram. Soc.* 82(8) pp.2126-2132(1999).
- [1.21] W.A. Curtin, B.K. Ahn, N. Takeda, "MODELING BRITTLE AND TOUGH STRESS-STRAIN BEHAVIOR IN UNIDIRECTIONAL CERAMIC MATRIX COMPOSITES", *Acta Mater.* 46(10) pp.3409-3420(1998).
- [1.22] ASTM C1557 - 20, "Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus of Fibers", Technical Report. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA (2013).
- [1.23] ISO 19630: 2017, "Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Methods of test for reinforcements — Determination of tensile properties of filaments at ambient temperature", (2017).
- [1.24] I.J. Davies, T. Ishikawa, Bundle to bundle variation of mean fiber radius for Tyranno<sup>®</sup> LoxM Si-Ti-C-O fibers, *J. Mater. Sci. Letts.* 20 pp.505-507(2001).
- [1.25] I.J. Davies, Effect of variable radius on the initial creep rate of ceramic fibres, *J. Mater. Sci.* 40 pp.6187-6193(2005).
- [1.26] I.J. Davies, R.D. Entwistle, Influence of geometrical irregularities on the creep behaviour of ceramic fibres, *Ceram. Trans.* 192 pp.163-174 (2006).
- [1.27] I.J. Davies, Effect of radius variation on the mean strength of brittle fibers, *J. Mater. Sci. Letts.* 20 (2001) 1103-1105.
- [1.28] E. Lara-Curzio, C.M. Russ, "On the relationship between the parameters of the distributions of fiber diameters, breaking loads, and fiber strengths", *J. Mater. Sci. Letts* 18 pp.2041-2044(1999).
- [1.29] T.A. Parthasarathy, "Extraction of Weibull Parameters of Fiber Strength from Means and Standard Deviations of Failure Loads and Fiber Diameters", *J. Amer. Ceram. Soc.* 84(3) pp.588-592(2001).

- [1.30] E.B. Callaway, F.W. Zok, "Accurate determination of fiber strength distributions", *J. Amer. Ceram. Soc.* 100 pp.1202-1211(2016).
- [1.31] E.B. Callaway, F.W. Zok, "Weibull parameters obtained from dependence of fiber strength on fiber length and area", *J. Amer. Ceram. Soc.* 101 pp.4719-4731(2018).
- [1.32] ISO 22459: 2020, "Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Reinforcement of ceramic composites — Determination of distribution of tensile strength and tensile strain to failure of filaments within a multifilament tow at ambient temperature", (2020).
- [1.33] H.F. Wu, L.L. Wu, "Strength variability and size effect of Nicalon fiber bundles", *J. Mater. Sci.* 29 pp.4232-4237(1994).
- [1.34] R. Hill, E.U. Okoroafor, "Weibull statistics of fibre bundle failure using mechanical and acoustic emission testing: the influence of interfibre friction", *Compos.* 26 pp.699-705(1995).
- [1.35] M. R'Mili, T.Bouchaour, P. Merle, "Estimation of Weibull parameters from loose-bundle tests", *Compos. Sci. Tech.* 56 pp.831-834(1996).
- [1.36] V. Calard, J. Lamon, "Failure of fiber bundles", *Compos. Sci. Tech.* 64 pp.701-710(2004).
- [1.37] K. Naito, Jenn-M. Yang, Y. Tanaka, Y. Kagawa, "The effect of gauge length on tensile strength and Weibull modulus of polyacrylonitrile (PAN)- and pitch-based carbon fibers", *J. Mater. Sci.* 47 pp.632-642(2012).
- [1.38] E.B. Callaway, F.W. Zok, "Strengths of ceramic fiber bundles: Theory and practice", *J. Amer. Ceram. Soc.* 100 pp.5306-5317(2017).
- [1.39] W. Gauthier, J. Lamon, "Delayed failure of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows and single filaments at intermediate temperatures (500°–800°C)", *J. Amer. Ceram. Soc.* 92(3) pp.702-709(2009).
- [1.40] W. Gauthier, F. Pailler, J. Lamon, R. Pailler, "Oxidation of silicon carbide fibers during static fatigue in air at intermediate temperatures", *J. Amer. Ceram. Soc.* 92(9) pp.2067-2073(2009).
- [1.41] J. Lamon, M. R'Mili, "Damage and failure of SiC fiber tows during environment activated slow crack growth: Residual behavior and Strength-Probability-Time diagrams", *Acta Mater.* 131 pp.197-205(2017).
- [1.42] H. Oda, T. Ishikawa, "Microstructure and mechanical properties of SiC-polycrystalline fiber and new defect-controlling process", *Appl. Ceram. Tech.* 14 pp.1031-1040(2017).
- [1.43] S. Kanazawa, N. Yamazaki, T. Kishi, K. Kubushiro, "Influences of heat treatments on the strength properties of amorphous SiC fibers", *Adv. Compos. Mater.* pp.491-506(2019).
- [1.44] W.A. Curtin, "Theory of mechanical properties of ceramic-matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 74(11) pp.2837-2845(1991).

- [1.45] T. Ogasawara, T. Ishikawa, H. Ito, N. Watanabe, and I.J. Davies, "Multiple cracking and tensile behavior for an orthogonal 3-D woven Si-Ti-C-O fiber/Si-Ti-C-O matrix composites, J. Amer. Ceram. Soc. 84(7) pp.1565-1574(2001).
- [1.46] G.N. Morscher, "Stress-dependent matrix cracking in 2D woven SiC-fiber reinforced melt-infiltrated SiC matrix composites", Compos. Sci. Technol. 64 pp.1311-1319(2004).
- [1.47] G.N. Morscher, M. Singh, J.D. Kiser, M. Freedman, and R. Bhatt, "Modeling stress-dependent matrix cracking and stress-strain behavior in 2D woven SiC fiber reinforced CVI SiC composites", Compos. Sci. Technol. 67 pp.1009-1017(2007).
- [1.48] S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, and J. Cao, Y. Nagano, and H. Kaya, "Creep and fatigue behavior of SiC fiber reinforced SiC composite at high temperature", Mater. Sci. Eng. A225 pp.69-77(1997).
- [1.49] X. Wu and J.W. Holmes, "Tensile creep and creep-strain recovery behavior of silicon carbide fiber calcium aluminosilicate matrix ceramic composites", J. Amer. Ceram. Soc. 76(10) pp.2695-2700(1993).
- [1.50] S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, and Y. Mutoh, "Monotonic tension, fatigue and creep behavior of SiC-fiber-reinforced SiC-matrix composites: a review", Compos. Sci. Technol. 59 pp.833-851 (1999).
- [1.51] S. Darzens, J. L. Chermant, and J. Vicens, "Microcracking mechanism in a SiCf-SiBC composite creep-tested in argon", J. Microsc. 201(2) pp.230-237(2000).
- [1.52] J.L. Chermant, G. Boitier, S. Darzens, G. Farizy, J. Vicens, and J.C. Sangleboeuf, "The creep mechanism of ceramic matrix composites at low temperature and stress, by a material science approach", J. Euro. Ceram. Soc. 22 pp.2443-2460(2002).
- [1.53] M. Mizuno, S. Zhu, Y. Kagawa, and H. Kaya, "Stress, strain and elastic modulus behavior of SiC/SiC composites during creep and cyclic fatigue", J. Euro. Ceram. Soc. 18 pp.1869-1878(1998).
- [1.54] T. Ogasawara, T. Ishikawa, Y. Ohsawa, Y. Ochi, and S. Zhu, "Tensile creep behavior and thermal stability of orthogonal three-dimensional woven Tyranno ZMI fiber/Silicon-Titanium-Carbon-Oxygen matrix composites", J. Amer. Ceram. Soc. 85(2) pp.393-400(2002).
- [1.55] X. Jing, X. Yang, D. Shib, and H. Niue, "Tensile creep behavior of three-dimensional four-step braided SiC/SiC composite at elevated temperature", Ceram. Int. 43 pp.6721-6729(2017).
- [1.56] G.N. Morscher, J. Hurst, and D. Brewer, "Intermediate-temperature stress rupture of a woven Hi-Nicalon, BN-interphase, SiC-matrix composite in air", J. Amer. Ceram. Soc. 83(6) pp.1441-1449(2000).
- [1.57] G.N. Morscher, G. Ojard, R. Miller, Y. Gowayed, U. Santhosh, J. Ahmad, and R. John, "Tensile creep and fatigue of Sylramic-iBN melt-infiltrated SiC matrix composites: Retained



- properties, damage development, and failure mechanisms", *Compos. Sci. Tech.* 68 pp.3305-3313(2008).
- [1.58] G.N. Morscher, R. John, L. Zawada, D. Brewer, G. Ojard, and A. Calomino, "Creep in vacuum of woven Sylramic-iBN melt-infiltrated composites", *Compos. Sci. Technol.* 71 pp.52–59(2011).
- [1.59] G.N. Morscher, "Tensile creep of melt-infiltrated SiC/SiC composites with unbalanced Sylramic-iBN fiber architectures", *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 8(2) pp.239–250(2011).
- [1.60] B. Wilshire and F. Carreno, "Deformation and damage processes during tensile creep of ceramic-fibre-reinforced ceramic-matrix composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 20 pp.463-472(2000).
- [1.61] B. Wilshire, "Creep property comparisons for ceramic-fibre-reinforced ceramic-matrix composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 pp.1329-1337(2002).
- [1.62] B. Wilshire and M.R. Bache, "Creep of monolithic and fibre-reinforced silicon carbide", *J. Eur. Ceram. Soc.* 28 pp.1535-1542(2008).
- [1.63] M.B. Ruggles-Wrenn and T.P. Jones, "Tension-compression fatigue of a SiC/SiC ceramic matrix composites at 1200°C in air in steam", *Int. J. Fatigue.* 47 pp.154-160(2013).
- [1.64] M.B. Ruggles-Wrenn and M.D. Lee, "Fatigue behavior of an advanced SiC/SiC ceramic composite with self-healing matrix at 1300°C in air in steam", *Mater. Sci. Eng. A677* pp.438-445(2016).
- [1.65] D.L. Poerschke, M.N. Rossol, and F.W. Zok, "Intermediate temperature oxidative strength degradation of a SiC/SiNC composite with a polymer-derived matrix", *J. Amer. Ceram. Soc.* 100 pp.1606-1617(2017).
- [1.66] F.W. Zok, P.T. Maxwell, K. Kawanishi, E.B. Callaway, "Degradation of a SiC-SiC composite in water vapor environments", *J. Amer. Ceram. Soc.* 103 pp.1927-1941(2020).
- [1.67] A.G. Evans, F.W. Zok, R.M. McMeeking, and Z. Du, "Models of high-temperature, environmentally assisted embrittlement in ceramic-matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 79(9) pp.2345-2352(1996).
- [1.68] G.N. Morscher and J.D. Cawley, "Intermediate temperature strength degradation in SiC/SiC composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 pp.2777-2787(2002).
- [1.69] H.G. Halverson and W.A. Curtin, "Stress rupture in ceramic-matrix composites: theory and experiment", *J. Am. Ceram. Soc.* 85(6) pp.1350-1365(2002).
- [1.70] L. Casas and J.M. Martinez-Esnaola, "Modelling the effect of oxidation on the creep behavior of fibre-reinforced ceramic matrix composites", *Acta Mater.* 51 pp.3745-3757(2003).

- [1.71] R.M. Sullivan, "Time-dependent stress rupture strength of Hi-Nicalon fiber-reinforced silicon carbide composites at intermediate temperature", *J. Eur. Ceram. Soc.* 36 pp.1885-1892(2016).
- [1.72] D. Rouby and P. Reynaud, "Fatigue behavior related to interface modification during load cycling in ceramic-matrix fibre composites", *Compos. Sci. Tech.* 48 pp.109-118(1993).
- [1.73] A.G. Evans, F.W. Zok, and R.M. Mcmeeking, "Fatigue of Ceramic Matrix Composites", *Acta. Metal. Mater.* 43(3) pp.859-875(1995).
- [1.74] J.C. McNulty and F.W. Zok, "Low-cycle fatigue of Nicalon-fiber-reinforced ceramic composites", *Compos. Sci. Tech.* 59 pp.1597-1607(1999).
- [1.75] L. Longbiao, "Fatigue life prediction of 2D woven ceramic-matrix composites at room and elevated temperatures", *J. Mater. Eng. Perform.* 26(3) pp.1209-1222(2017).
- [1.76] L. Longbiao, "Synergistic effects of temperature, oxidation, loading frequency and stress-rupture on damage evolution of cross-ply ceramic matrix composites under cyclic fatigue loading at elevated temperatures in oxidizing atmosphere", *Eng. Fract. Mech.* 175 pp.15-30(2017).

### 第2章 単繊維と繊維束引張り試験の妥当性検証

#### 2.1 はじめに

SiC-f/SiC 複合材料の強化材となる SiC 繊維の破断強度は、材料開発、品質管理、耐久性評価等のための基礎的かつ重要な指標となる。強度評価は、一般に単繊維や繊維束を対象とした引張り試験を、室温のみならず、高温酸化雰囲気中や高温暴露後にて実施される[2.1-2.5]。取得された強度データはワイブル分布に基づいて整理がなされ、推定されたワイブルパラメータ（形状母数，尺度母数）は、SiC-f/SiC 複合材料の応力-ひずみ挙動や最終破断強度を予測する力学モデルに適用される[2.6-2.9]。また、材料試験後の破面観察から得られる繊維の *in-situ* 強度分布との比較にも用いられる[2.10, 2.11]。したがって、SiC-f/SiC 複合材料の力学モデル構築には、取得された繊維の強度データの妥当性を十分に検証したうえで、信頼性の高いワイブルパラメータの推定手法を確立する必要がある。これまでにも、実験的評価や数値計算を実施することで、単繊維引張り試験ならびに繊維束引張り試験の結果から推定されたワイブルパラメータの不確かさを検証した例が報告されている[2.12-2.21]。しかしながら、第1章で言及したように、単繊維引張り試験と繊維束引張り試験から推定されるそれぞれのワイブルパラメータの相関について、直接的な比較調査を行った研究は報告されていない。

そこで本章では、Tyranno ZMI 繊維を強化材とした SiC 基複合材料の力学モデル構築を念頭に置き、単繊維引張り試験と繊維束引張り試験の妥当性を検証することで信頼性の高い Tyranno ZMI 繊維のワイブルパラメータを得ることを目的とし、単繊維引張り試験と繊維束引張り試験から推定されるワイブルパラメータの相関を実験的に調査する。Tyranno ZMI 繊維を含む 5 種類の SiC 繊維（Nicalon, Hi-Nicalon, Hi-Nicalon TypeS, Tyranno ZMI, Tyranno SA）を対象に、単繊維引張り試験ならびに繊維束引張り試験をそれぞれ実施し、推定されたワイブルパラメータを直接比較を行う。さらに、個々の繊維における直径のばらつきの影響を考慮した繊維束引張り試験のモンテカルロシミュレーションを実施し、実験結果の考察を行う。

#### 2.2 単繊維引張り試験

##### 2.2.1 試験方法

単繊維引張り試験は、ISO 19630: 2017[2.22]に準拠して実施した。供試体は、表 2.1 に示すような 2 種類の Tyranno 系繊維（Ube Industries, Ltd., Japan）と 3 種類の Nicalon 系繊維（NGS Advanced Fibers Co., Ltd., Japan）の計 5 種類とした[2.23, 2.24]。沸騰水を使用して SiC 繊維に付着している集束剤（サイジング剤, PVA）の除去を行った。その後、図 2.1(a)に示すようなゲージ長 25 mm の窓枠が切り抜かれている幅 20 mm × 長さ 45 mm の厚紙に、市販のエポキシ系接着剤や UV 硬化接着剤を使用して、図 2.1(b)のように単

## 第 2 章 単繊維と繊維束引張り試験の妥当性検証

繊維を接着した。単繊維引張り試験では、繊維目付（線密度、単位長さの質量）と密度から計算された平均直径を用いて強度を算出しワイブルパラメータの推定を行うと、サンプル数によっては大きな誤差が発生する[2.12, 2.13]。そこで本研究では、引張り試験を実施する前に、レーザースキャンマイクロメータ（LSM-500S, Mitutoyo Corp., Japan）を用いて各試験片の評定部に沿った繊維の直径を測定し、得られた直径データから強度を計算した。このレーザースキャンマイクロメータでは、10  $\mu\text{m}$  以下における精度の高い校正が困難である。そこで本研究では、次式で表される繊維目付（線密度）等から計算された繊維径の平均値 $\bar{D}$ を用いて個々の測定値を校正したうえで、繊維直径を決定した。

$$\bar{D} = 2 \sqrt{\frac{t}{\rho n \pi}} \quad (2.1)$$

ここで、 $t$ ,  $\rho$ ,  $n$  はそれぞれ繊維目付、密度、ならびに繊維束中の繊維本数である。本研究では、表 2.1 のカタログ値[2.23, 2.24]から各繊維の平均直径を計算した。

引張り試験は、電気機械式材料強度試験機（AG-XD plus, 50 kN, Shimazu, Japan）に 5 N ロードセル（DPU-5N, IMADA Co., Ltd., Japan）を取り付けて室温にて実施した。試験時のクロスヘッド速度は 2 mm/min とした。試験セットアップの写真を図 2.2 に示す。

Table 2.1 Typical properties of Nicalon, Hi-Nicalon, Hi-Nicalon TypeS, Tyranno ZMI, and Tyranno SA monofilaments [2.23, 2.24]

Properties	Nicalon NL-201	Hi-Nicalon	Hi-Nicalon TypeS	Tyranno ZMI	Tyranno SA
Supplier	NGS Advanced Fibers Co.			Ube Industries	
Number of filaments (fil/yarn)	500	500	500	800	800
TEX (g/1000m)	210	200	195	200	170
Density (g/cm <sup>3</sup> )	2.5	2.7	2.9	2.5	3.1

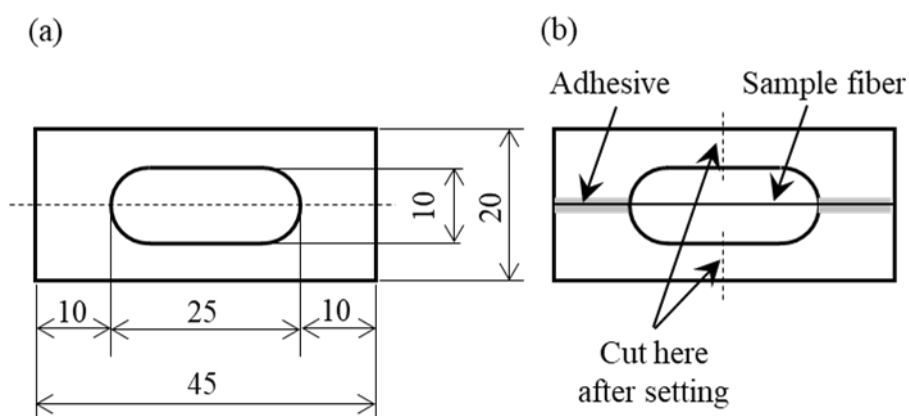


Fig. 2.1 Dimension and geometry of specimen used for monofilament testing

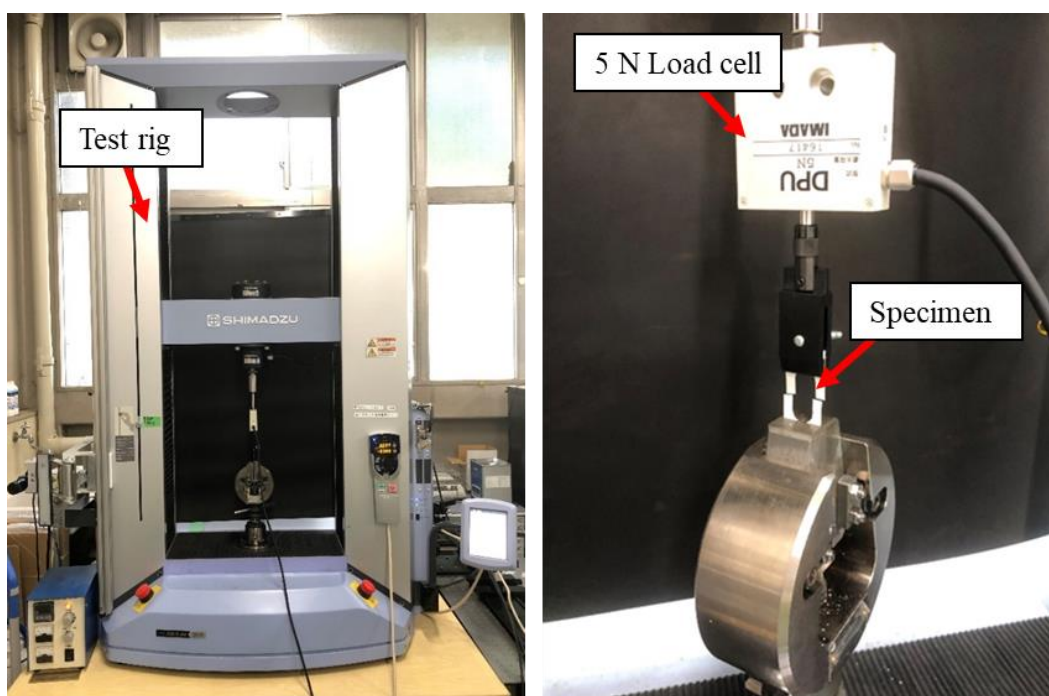


Fig. 2.2 Mechanical testing rig with 5 N load cell used for monofilament test

### 2.2.2 ワイブルパラメータの推定方法

本研究では、次式で示される 2 母数型ワイブル分布関数を適用した。

$$P_f(\sigma) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma}{\sigma_{0,s}} \right)^{m_s} \right] \quad (2.2)$$

ここで  $P_f$  は累積破断確率、 $\sigma$  は破断強度、 $m_s$  ならびに  $\sigma_{0,s}$  はワイブル形状母数ならびに尺度母数である。累積破断確率  $P_f$  の計算には、次式に示すメジアン・ランク法を適用した。

$$P_f(\sigma) = \frac{i - 0.3}{N + 0.4} \quad (2.3)$$

ここで  $i$  はランク、 $N$  はサンプル数である。式(2.2)と式(2.3)に対して、一般的なワイブルプロット  $(\ln\{-\ln(1 - P_f)\} - \ln\sigma)$  を行い、その傾きと切片から最小二乗法により  $m_s$  と  $\sigma_{0,s}$  を推定した。さらに、破断強度  $\sigma$  の平均値  $\bar{\sigma}$  は次式で与えられる。

$$\bar{\sigma} = \sigma_{0,s} \Gamma\left(1 + \frac{1}{m_s}\right) \quad (2.4)$$

ここで  $\Gamma$  はガンマ関数である。

### 2.2.3 試験結果

#### (1) 繊維直径の分布

Nicalon 繊維における評定部に沿った直径の測定結果を図 2.3 に、評定部間における直径の標準偏差－平均値の関係を図 2.4 に示す。図 2.3 には、代表例として 10 サンプルを示している。図 2.3 ならびに図 2.4 をみると、評定部内におおむね均一に直径が分布しているサンプルと、顕著な変動を示すサンプルが存在している。Morimoto らは、ゲージ長 100 mm といった広範囲にわたる直径の変動の影響を考慮するため、みかけの繊維径モデルを提案し、実際に Nicalon 系繊維のワイブルパラメータの推定を行っている [2.25, 2.26]。本研究においても、図 2.3 ならびに図 2.4 に示されるように、評定部間における直径の変動が認められるサンプルが存在するが、森本らの研究と比較してゲージ長は 25 mm と短い。そのため評定部間における直径の変動が及ぼす繊維の破断強度分布への影響は小さいものと仮定し、評定部間における直径の平均値をみかけの直径とすることで、繊維の破断強度を算出した。個々の繊維におけるサンプル数、直径の平均値、直径の標準偏差、変動係数をそれぞれ表 2.2 に示す。

Lara-Curzio と Parthasarathy は、直径のばらつきが確率的にガウス分布にしたがうと仮定して、単繊維引張り試験を模擬したモンテカルロシミュレーションを実施している [2.12, 2.13]。そこで、本研究で測定した直径データがガウス分布に近似できるか検証を行う。図 2.5 は、前述した方法で直径データを校正したのち、累積確率－評定部間の直径の平均値の関係として整理した結果を示している。ここで、ガウス分布における確率分布関数  $P(D)$  は以下の式で表される。

$$P(D) = \frac{1}{2} \left\{ 1 + \operatorname{erf}\left(\frac{D - \bar{D}}{\sqrt{2}S_D}\right) \right\} \quad (2.5)$$

ここで、 $\bar{D}$  は直径データの平均値、 $S_D$  は直径データの標準偏差、 $\operatorname{erf}()$  はガウスの誤差関数である。表 2.2 に示した直径の平均値と標準偏差を式(2.5)に導入して計算を行った結果を図 2.5 に示す。図 2.5 より、各繊維における直径分布は式(2.5)とよく一致しており、SiC 繊維の直径のばらつきはガウス分布に近似可能であることが示された。

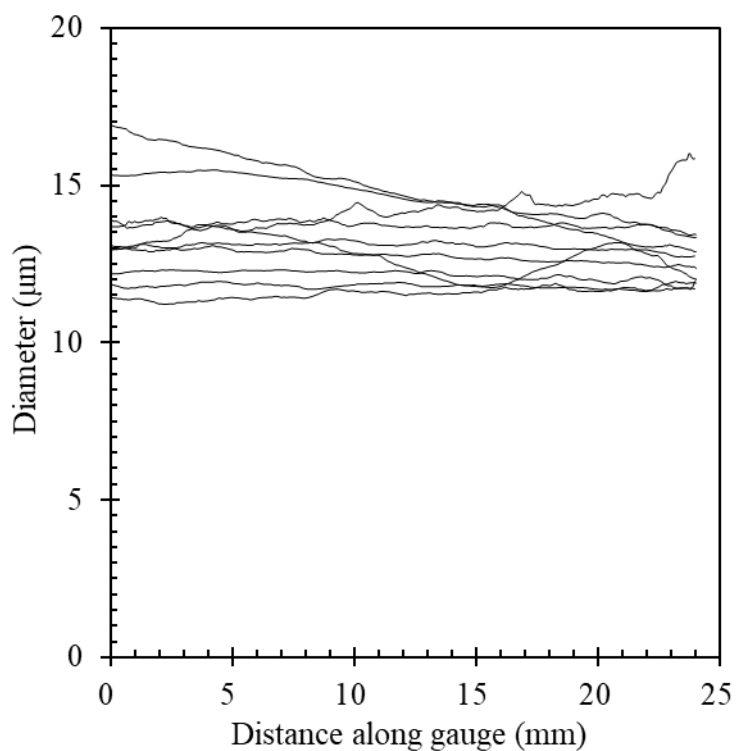


Fig. 2.3 Typical measured diameter distribution along the gauge of Nicalon monofilaments (10 samples)

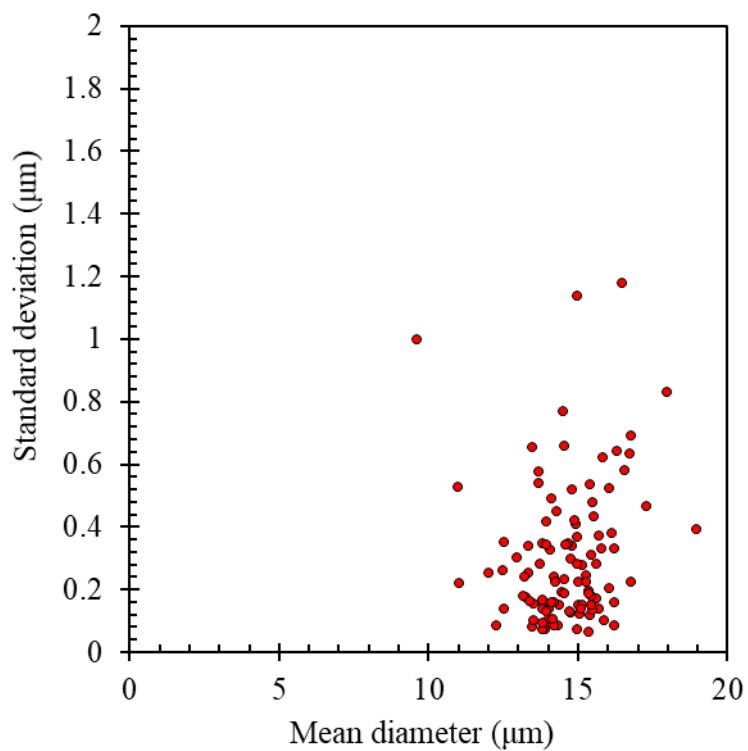


Fig. 2.4 Mean diameter versus standard deviation on the gauge of Nicalon monofilaments (106 samples)

## 第2章 単繊維と繊維束引張り試験の妥当性検証

Table 2.2 Diameter distribution of Nicalon, Hi-Nicalon, Hi-Nicalon TypeS, Tyranno ZMI, Tyranno SA monofilaments

Fiber type	Number of samples	Mean diameter ( $\mu\text{m}$ )	Standard deviation ( $\mu\text{m}$ )	Coefficient of variation
Nicalon	106	14.6	1.4	0.09
Hi-Nicalon	101	13.9	1.5	0.11
Hi-Nicalon TypeS	109	13.2	1.7	0.13
Tyranno ZMI	109	11.3	1.7	0.15
Tyranno SA	112	9.3	1.3	0.14



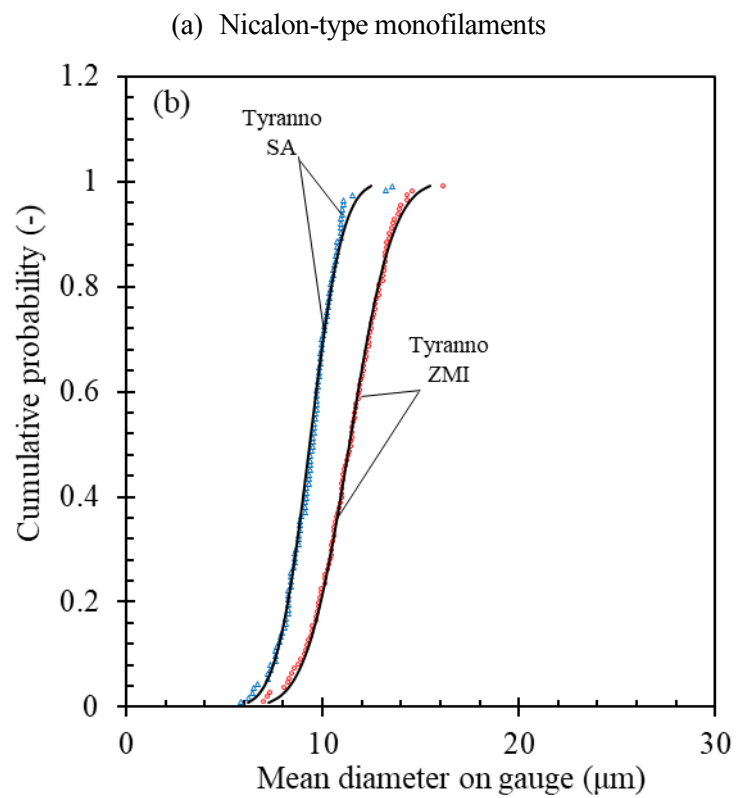
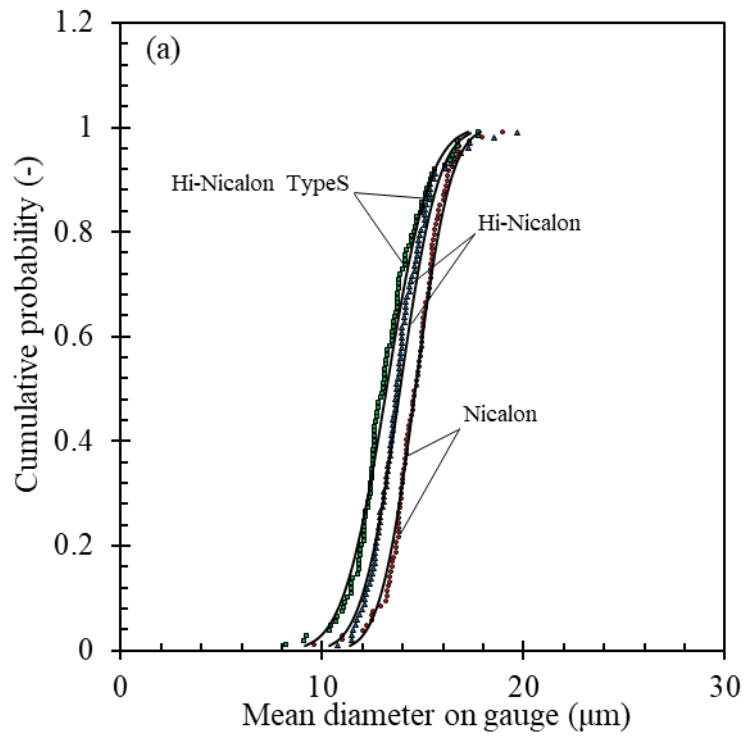


Fig. 2.5 Cumulative probability versus mean diameter on the gauge.  
The solid curves show the calculation result using Eq. (2.5).

### (2) 繊維の破断強度の分布

繊維引張り試験から得られた各種類の繊維における破断強度—評定部間における直径の平均値の関係を図 2.6(a)-(e)に示す。図 2.6 をみると、データにはかなりのばらつきがあり、強度に及ぼす直径の影響は明確には認められなかった[2.26]。

単繊維引張り試験から得られた 5 種類の繊維における破断強度に対して式(2.2)-(2.4)を適用してワイブルプロットを行った結果を図 2.7 に、各プロットの傾きと切片から推定されたワイブルパラメータ、決定係数  $R^2$ 、ならびに平均強度を表 2.3 にそれぞれ示す。表 2.3 には、カタログ値[2.23, 2.24]も併せて整理している。ワイブルパラメータは、ワイブルプロットから最小二乗法を用いて推定した。表 2.3 をみると、Nicalon 系繊維では、カタログ値と比較して実験結果から得られた平均強度が高い傾向にある。同様の傾向は森本らによっても報告されている[2.26]。Tyranno 系繊維においても、SA 繊維はカタログ値よりも実測した強度が高い傾向にある。しかし、ZMI 繊維では、実験値とカタログ値が同程度の値を示す結果となった。

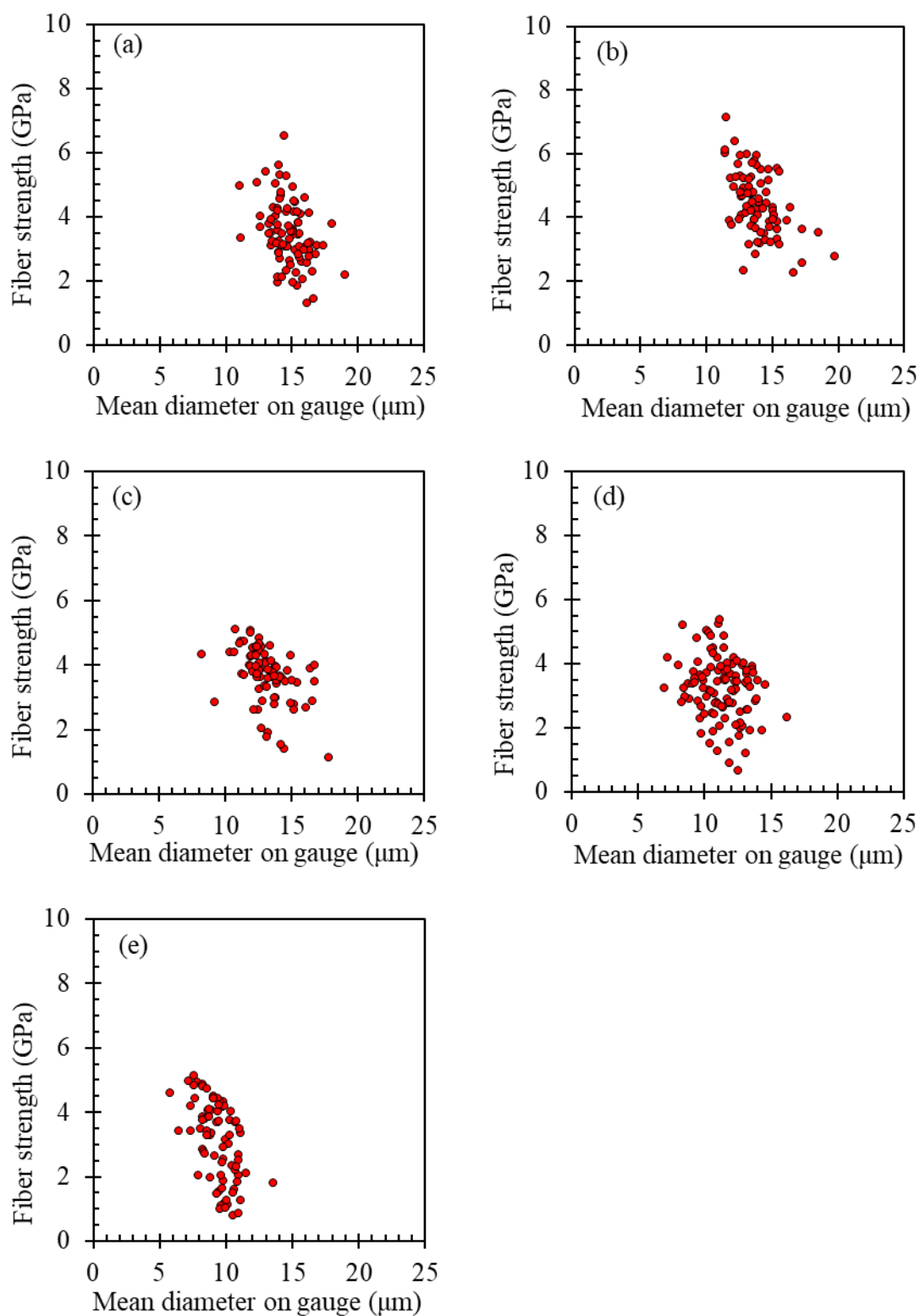


Fig. 2.6 Fiber strength versus mean diameter on the gauge obtained by monofilament testing.

(a) Nicalon, (b) Hi-Nicalon, (c) Hi-Nicalon TypeS, (d) Tyranno ZMI,  
(e) Tyranno SA monofilaments

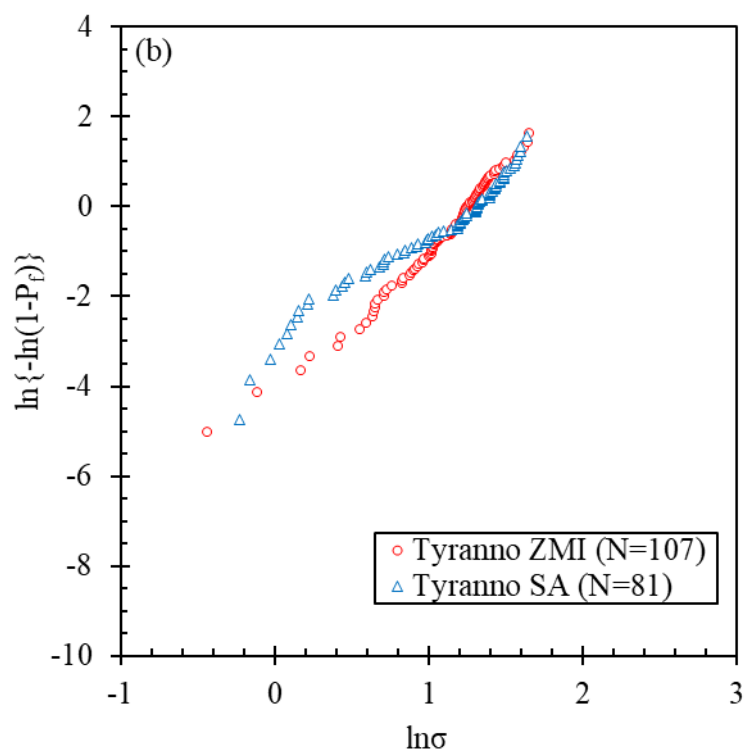
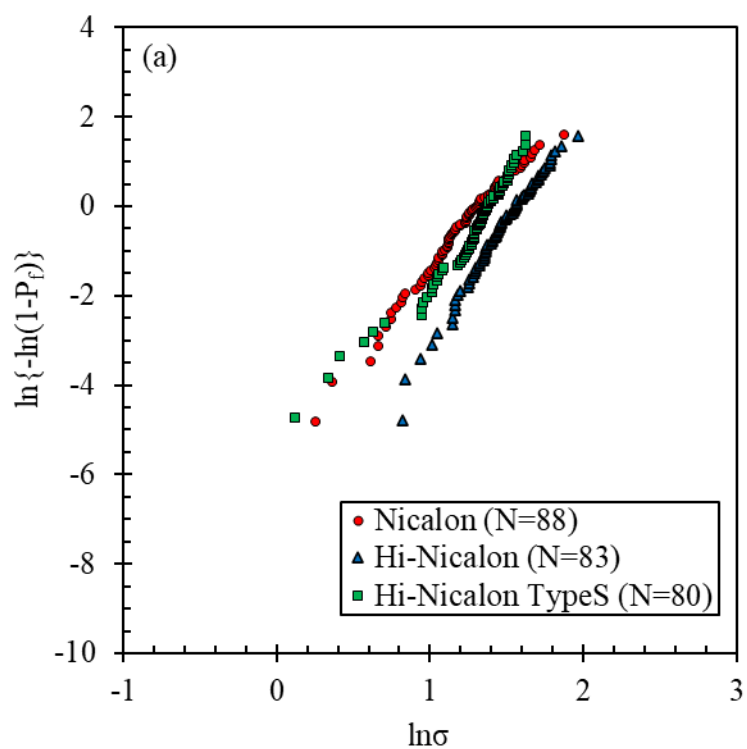


Fig. 2.7 Weibull plots obtained by monofilament testing.

## 第2章 単繊維と繊維束引張り試験の妥当性検証

Table 2.3 Weibull parameters,  $m_s$ ,  $\sigma_{0,s}$ , coefficient of determination,  $R^2$ , and mean strength,  $\bar{\sigma}$  obtained by monofilament testing.

Fiber type	$m_s$	$\sigma_{0,s}$ (GPa)	$R^2$	Estimated $\bar{\sigma}$	$\bar{\sigma}$ on supplier's
				at 25 mm gauge length (GPa)	data sheet (GPa)
Nicalon	4.1	3.8	0.98	3.5	3.2
Hi-Nicalon	5.3	4.8	0.98	4.4	3.2
Hi-Nicalon TypeS	4.2	4.1	0.95	3.7	3.1
Tyranno ZMI	3.5	3.6	0.98	3.2	3.4
Tyranno SA	2.5	3.5	0.96	3.2	2.4

### 2.3 繊維束引張り試験

#### 2.3.1 試験方法

繊維束引張り試験は、ISO 22459: 2020[2.27]に準拠して実施した。引張り試験用の試験片としては、図 2.8(a)に示すような窓枠が切り抜かれた幅 10 mm×ゲージ長 200 mm×幅 25 mm の厚紙を使用した。繊維束に付着しているサイジング剤を取り除いたのちに、図 2.8(b)に示すような厚紙両端の 25×25 mm の部分に繊維束を市販のエポキシ系接着剤で接着した。さらにその部分に 25×25 mm の厚紙を貼り、引張り試験時の把持部とした。試験機系のコンプライアンスを測定するため、ISO 22459: 2020[2.27]に準拠し、ゲージ長さ 100 mm, 300 mm の試験片についても作製した。単繊維引張り試験時と同様の試験装置に 1 kN ロードセルを取り付けて引張り試験を行った。試験時のクロスヘッド変位速度は 0.6, 0.12 mm/min の 2 条件とした。さらに、クロスヘッド変位速度 0.12 mm/min の条件では、潤滑剤として市販のグリセリンを繊維束に塗布したのちに試験を行った [2.17, 2.18, 2.21].

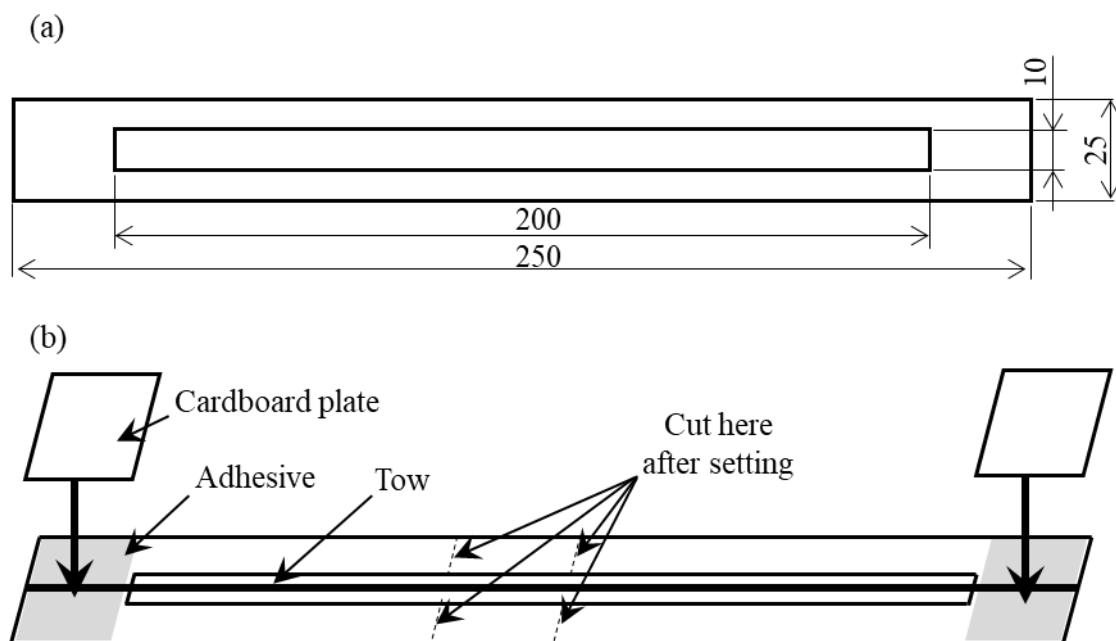


Fig. 2.8 Dimension and geometry of specimen used for multifilament tow testing

### 2.3.2 ワイブルパラメータの推定方法

繊維束の引張り試験を行うと、繊維の逐次破断に伴いコンプライアンスが増大する。この繊維破断に伴うコンプライアンスの変化から、次式より破断確率を計算することができる。

$$P_j = \frac{C_{t,j} - C_t}{C_{t,j} - C_1} \quad (2.6)$$

ここで、 $P_j$ はステップ  $j$  における繊維破断の確率、 $C_{t,j}$ はステップ  $j$  における瞬間合計コンプライアンス、 $C_t$ は初期合計コンプライアンス、 $C_1$ は試験機系のコンプライアンスである。本研究では、汎用数値計算ソフト MATLAB の Envelope 関数を用いることで、引張り試験から得られた荷重-変位線図の非線形領域とよく一致するような包絡線を描いた。この包絡曲線上の各点  $j$  の繊維ひずみ  $\varepsilon_j$  は次式で計算される。

$$\varepsilon_j = \frac{(C_{t,j} - C_1)F_j}{L_0} \quad (2.7)$$

$F_j$ はステップ  $j$  における荷重、 $L_0$ はゲージ長さである。式(2.7)を用いて計算した各ステップにおける繊維ひずみを次式で表される2母数ワイブル分布に導入する。

$$P_j = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\varepsilon_j}{\varepsilon_{0,tow}} \right)^{m_{tow}} \right] \quad (2.8)$$

ここで、 $m_{\text{tow}}$  は形状母数、 $\varepsilon_{0, \text{tow}}$  は尺度母数である。実験結果を式(2.8)にフィッティングさせることで、回帰的に  $m_{\text{tow}}$  ならびに  $\varepsilon_{0, \text{tow}}$  が推定される。繊維束の初期断面積  $A_0$  は、繊維目付（線密度） $t$  と密度  $\rho$  から次式によって計算できる。

$$A_0 = \frac{t}{\rho} \quad (2.9)$$

式(2.9)を用いることで、繊維束の弾性率  $E$  は次式で計算される。

$$E = \frac{L_0}{(C_t - C_l)A_0} \quad (2.10)$$

式(2.8)と式(2.10)から、尺度母数  $\sigma_{0, \text{tow}}$  は次式を用いて計算される。

$$\sigma_{0, \text{tow}} = E\varepsilon_{0, \text{tow}} \quad (2.11)$$

以上の方法により、引張り試験から得られた荷重—変位線図からワイブルパラメータ  $m_{\text{tow}}$ 、 $\sigma_{0, \text{tow}}$  を推定した。

### 2.3.3 試験結果

繊維束引張り試験から得られた荷重—変位線図を図 2.9 に示す。クロスヘッド変位速度 0.6 mm/min の条件では、Hi-Nicalon TypeS においておおむね繊維が安定的に破断する傾向が認められたものの、それ以外の種類の繊維では急激な荷重降下が認められた。この荷重降下は Calard らによっても報告されており、繊維間摩擦等による局所的な応力集中の影響と考えられている[2.19]。一方、変位速度を 0.12 mm/min とし、さらに潤滑剤塗布を実施した条件下では、全ての種類において繊維の安定破断が認められており、繊維間摩擦の影響が低減されたことが考えられる。

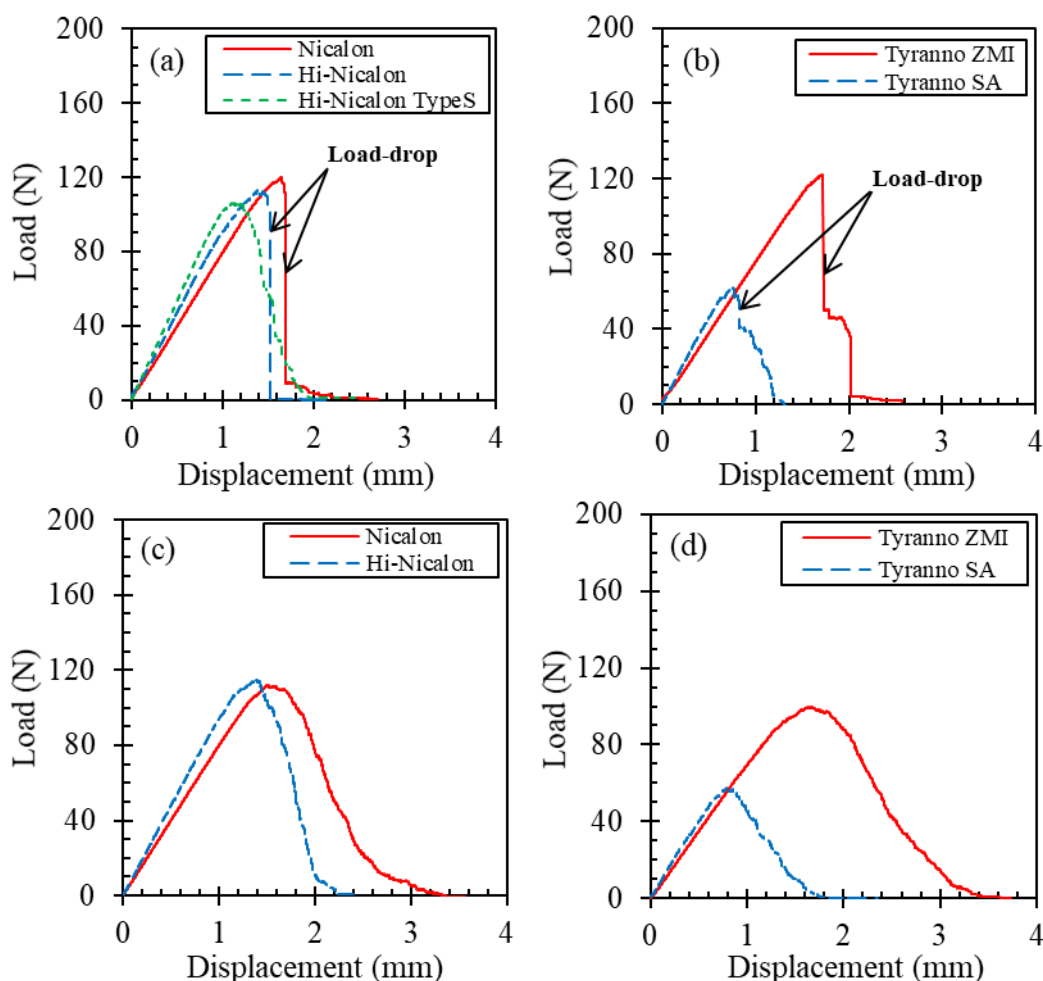


Fig. 2.9 Typical load-displacement curves obtained from multifilament tow testing.

The displacement rate was 0.6 mm/min for (a) Nicalon-type and (b) Tyranno-type, whereas 0.12 mm/min for (c) Nicalon-type and (d) Tyranno-type. Lubricant was used for (c) and (d).

繊維の安定破断が認められた荷重—変位線図を対象として、2.3.2 節で述べた方法によりワイブルパラメータの推定を行った。推定結果の平均値を単繊維引張り試験結果と併せて表 2.4 に示す。また、単繊維引張り試験結果と比較するため、形状母数  $m_{\text{tow}} - m_s$  ならびに尺度母数  $\sigma_{0, \text{tow}} - \sigma_{0, s}$  として整理した結果を図 2.10 に示す。ただし、式(2.11)で得られる尺度母数  $\sigma_{0, \text{tow}}$  についてはゲージ長さ 200 mm に対応する値であることから、ワイブル分布の寸法効果を考慮し、次式によって単繊維引張り試験条件と同じゲージ長 25 mm に換算した値をプロットした。

$$\sigma_{0, \text{tow}} (GL=25) = \sigma_{0, \text{tow}} (GL=200) \left( \frac{200}{25} \right)^{1/m_s} \quad (2.12)$$



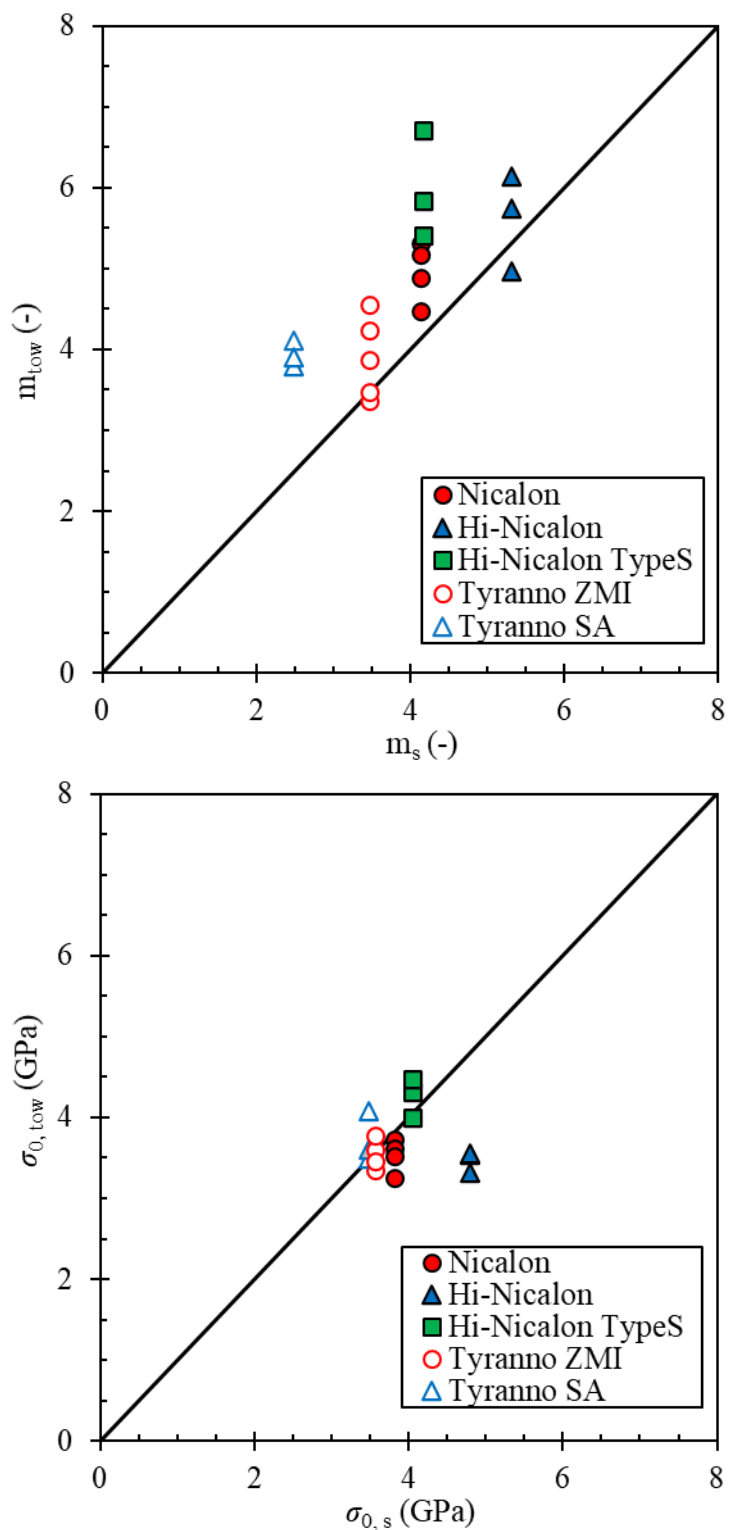


Fig. 2.10 Experimentally obtained Weibull parameters on monofilament and multifilament testing. (GL=25 mm)

## 第2章 単繊維と繊維束引張り試験の妥当性検証

Table 2.4 Weibull parameters,  $m_{\text{tow}}$  and  $\sigma_{0, \text{tow}}$  (GL=25 mm) obtained by multifilament testing.

Fiber type	$m_s$	$m_{\text{tow}}$	$\sigma_{0, s}$ (GPa)	$\sigma_{0, \text{tow}}$ (GPa)
Nicalon	4.1	5.0	3.8	3.5
Hi-Nicalon	5.3	5.6	4.8	3.5
Hi-Nicalon TypeS	4.2	6.0	4.1	4.3
Tyranno ZMI	3.5	3.9	3.6	3.7
Tyranno SA	2.5	3.9	3.5	3.7

図 2.10 より，単繊維引張り試験結果と比較して，繊維束引張り試験から推定された形状母数  $m_{\text{tow}}$  が高い傾向にある．尺度母数  $\sigma_{0, \text{tow}}$  としては，Hi-Nicalon のみが低い傾向にあるが，他の種類の繊維ではおおむね同程度の値を示す傾向が認められた．

直径の測定結果 (表 2.2) に示されているように，SiC 繊維の直径は顕著なばらつきを有する．寸法効果の影響によって，このような個々の繊維直径のばらつきが繊維束引張り試験の荷重－変位線図に大きな影響を及ぼす可能性がある．しかし，本研究では，ISO 22459: 2020 [2.27] に準拠し，繊維束内部の個々の繊維の直径をすべて同一と仮定したうえで繊維束のコンプライアンス変化からワイブルパラメータの推定を行っている．すなわち，繊維束引張り試験結果から推定されたワイブルパラメータは直径のばらつきの影響が考慮されていない．以上が要因となり，図 2.10 に示されるような単繊維引張り試験から推定されたワイブルパラメータと差異が発生した可能性がある．

### 2.4 考察

単繊維引張り試験ならびに繊維束引張り試験の結果より，繊維の直径のばらつきが繊維束引張り試験から推定されるワイブルパラメータに影響を及ぼす可能性が示唆された．そこで，モンテカルロ法に基づいて繊維束引張り試験を模擬した数値シミュレーション [2.21] を実施し，繊維の直径のばらつきが及ぼすワイブルパラメータへの影響を検証する．単繊維引張り試験のモンテカルロシミュレーション手法に関しては，Parthasarathy によってすでに提案されている [2.13]．この数値計算手法では，破断荷重の確率分布が繊維の断面積と破断強度の各確率分布の畳み込みで表現されると仮定されている．一方で，本研究では，繊維強度が次式に示される体積  $V$  を有する 2 母数型ワイブル分布関数にしたがうと仮定する．

$$P_f(\sigma) = 1 - \exp \left[ - \frac{V}{V_0} \left( \frac{\sigma}{\sigma_{0, \text{true}}} \right)^{m_{\text{true}}} \right] \quad (2.13)$$

ここで  $V_0$  は基準体積， $m_{\text{true}}$ ， $\sigma_{0, \text{true}}$  はそれぞれ真のワイブルパラメータである．以上の

仮定に基づき、図 2.6 に示されるように、強度に及ぼす直径の影響は明確ではないものの、本研究では寸法効果の影響によって直径が大きくなると強度が低下する場合を仮定して計算を行う。破断した個々の繊維断面積を用いて計算される累積破断確率関数を提案するとともに、他の累積破断確率関数と比較する。以上の取り組みにより、繊維束引張り試験から推定されるワイブルパラメータに及ぼす直径のばらつきの影響を詳細に検証する。

### 2.4.1 直径のばらつきを考慮した繊維束試験のモンテカルロシミュレーション

#### (1) 計算手順

はじめに、 $n$  個からなる 2 セットの乱数  $x_i, y_i$  ( $0 < x_i, y_i < 1$ ) をそれぞれ次式のように生成する。

$$x_i = P(D_i), y_i = P(\sigma_{i, \text{true}}) \quad (2.14)$$

ただし、 $P$  は確率分布関数、 $D_i, \sigma_{i, \text{true}}$  はそれぞれ  $i$  番目の繊維における直径と強度である。図 2.5 に示されるように、直径のばらつきはガウス分布にしたがうことから、任意の確率  $x_i$  における直径は次式で表される。

$$D_i = \bar{D} + \sqrt{2S_D^2} \text{erf}^{-1}(2x_i - 1) \quad (2.15)$$

ここで、 $\bar{D}$  は平均径、 $S_D$  は直径の標準偏差である。強度としてはワイブル分布にしたがうと仮定し、任意の確率  $y_i$  における強度  $\sigma_{i, \text{true}}$  を次式で計算する。

$$\sigma_{i, \text{true}} = \sigma_{0, \text{true}} \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - y_i} \right) \right]^{1/m_{\text{true}}} \quad (2.16)$$

ただし、 $m_{\text{true}}, \sigma_{0, \text{true}}$  はそれぞれ真のワイブルパラメータである。体積効果を考慮することで、繊維の破断強度は以下の式で表せる。

$$\sigma_i = \sigma_{i, \text{true}} (D_i / \bar{D})^{-2/m_{\text{true}}} \quad (2.17)$$

繊維束引張り試験では、破断強度（破断ひずみ）の低い繊維から順に逐次破断が発生する。この現象を模擬するため、式(2.14)-(2.17)によって生成したデータを強度の小さい順にソートする。

直径のばらつきを考慮するため、 $i$  番目の繊維における累積破断確率が破断した繊維断面積の合計と繊維束の初期断面積の比から計算できると仮定し、累積破断確率  $P_i$  を  $i$  番目における繊維の断面積  $A_i$  と繊維束の初期断面積  $A_0$  を用いて以下の式で表す。

$$P_i = (A_1 + A_2 + \dots + A_k + \dots + A_i) / A_0 = \sum_{k=1}^i A_k / A_0 \quad (2.18)$$

ここで、 $\sum_{k=1}^i A_k$  は破断した 1, 2, ...,  $k$ , ...,  $i$  番目の繊維の各断面積の合計値であり、 $A_0$  は繊維束の初期断面積である。式(2.18)によって繊維の直径のばらつきを考慮した累積

## 第 2 章 単繊維と繊維束引張り試験の妥当性検証

破断確率を計算することができる．式(2.18)を次式に示す二母数ワイブル分布関数に対応させることで，形状母数ならびに尺度母数が推定される．

$$P_i = 1 - \exp \left\{ - \left( \frac{\sigma_i}{\sigma_{0, \text{tow}}} \right)^{m_{\text{tow}}} \right\} \quad (2.19)$$

式(2.14)-(2.19)を用いることで，繊維束引張り試験から得られるワイブルパラメータを数値的にシミュレートすることができる．本研究では，Python を用いたプログラムを作成することで，この数値シミュレーションを実施した．単繊維引張り試験時に測定した直径の平均値と標準偏差（表 2.2）を式(2.15)に導入することで，各繊維における直径のばらつきを再現した．また，最小二乗法によって回帰推定を行うモンテカルロシミュレーションプログラムについても作成し，単繊維引張り試験から得られたワイブルパラメータ ( $m_s, \sigma_{0, s}$ ) と一致するような真のワイブルパラメータ ( $m_{\text{true}}, \sigma_{0, \text{true}}$ ) を全ての種類の繊維において推定したうえで式(2.16)，式(2.17)に導入した．この推定結果は実験結果と併せて表 2.5 に示している．繊維束引張り試験の数値シミュレーションにおける計算回数は 1000 回とし，その回数分取得したワイブルパラメータの平均値と標準偏差をそれぞれ計算した．

Table 2.5 True Weibull parameters  $m_{\text{true}}$  and  $\sigma_{0, \text{true}}$  estimated regressively by a Monte-Carlo simulation.

Fiber type	$m_s$	$m_{\text{true}}$	$\sigma_{0, s}$	$\sigma_{0, \text{true}}$
			(GPa)	(GPa)
Nicalon	4.1	4.1	3.8	3.8
Hi-Nicalon	5.3	5.4	4.8	4.8
Hi-Nicalon TypeS	4.2	4.3	4.1	4.0
Tyranno ZMI	3.5	3.6	3.6	3.5
Tyranno SA	2.5	2.6	3.5	3.4

### (2) 計算結果

1000 回分の数値シミュレーションから得られた形状母数  $m_{\text{tow}}$  と尺度母数  $\sigma_{0, \text{tow}}$  の平均値を図 2.11 に示す．全ての種類の繊維における形状係数  $m_{\text{tow}}$  の標準偏差は約 0.1-0.25，尺度母数  $\sigma_{0, \text{tow}}$  の標準偏差は 0.1 以下と非常に小さい値となったため，図には数値シミュレーションの平均値のみをプロットしている．図 2.11 をみると，繊維束引張り試験によって得られるワイブルパラメータは，単繊維引張り試験とほとんど一致する傾向にあり，個々の直径のばらつきがワイブルパラメータへ及ぼす影響は認められなかった．

繊維束内の繊維全ての直径が同じであると仮定すると，累積破断確率  $P_i$  は破断した

## 第2章 単繊維と繊維束引張り試験の妥当性検証

---

繊維数  $i$  より  $P_i=i/n$  として計算される。また、累積破断確率  $P_i$  はメジアン・ランク法 (式(2.3)) や対称累積分布関数 ( $P_i=(i-0.5)/n$ ) からも計算することができる。これらの場合と式(2.18)を用いて累積破断確率を計算した場合と比較した結果を図 2.12 に示す。ただし、 $m_{\text{true}}=5.0$ ,  $\sigma_{0,\text{true}}=4.0$ ,  $\bar{D}=11\ \mu\text{m}$ ,  $S_D=2.2\ \mu\text{m}$ ,  $n=500$  として、式(2.14)-(2.17)より直径ならびに強度の擬似データを生成した。図 2.12 より、各手法から計算される累積破断確率はおおむね一対一の対応を示すことがわかる。この条件でのシミュレーションにおける直径-累積破断確率の関係を整理すると図 2.13 のようになった。累積破断確率が増加するにつれて平均よりも直径の小さい繊維が破断する傾向にあり、強度に及ぼす寸法効果の影響が認められている。しかし、図 2.12 に示されるように、結果的に  $P_i=i/n$ ,  $P_i=(i-0.3)/(n+0.4)$  ならびに  $P_i=(i-0.5)/n$  から計算される累積破断確率との差はそれぞれ小さいため、直径のばらつきが及ぼすワイブルパラメータへの影響がほとんど認められない計算結果となったものと考えられる。

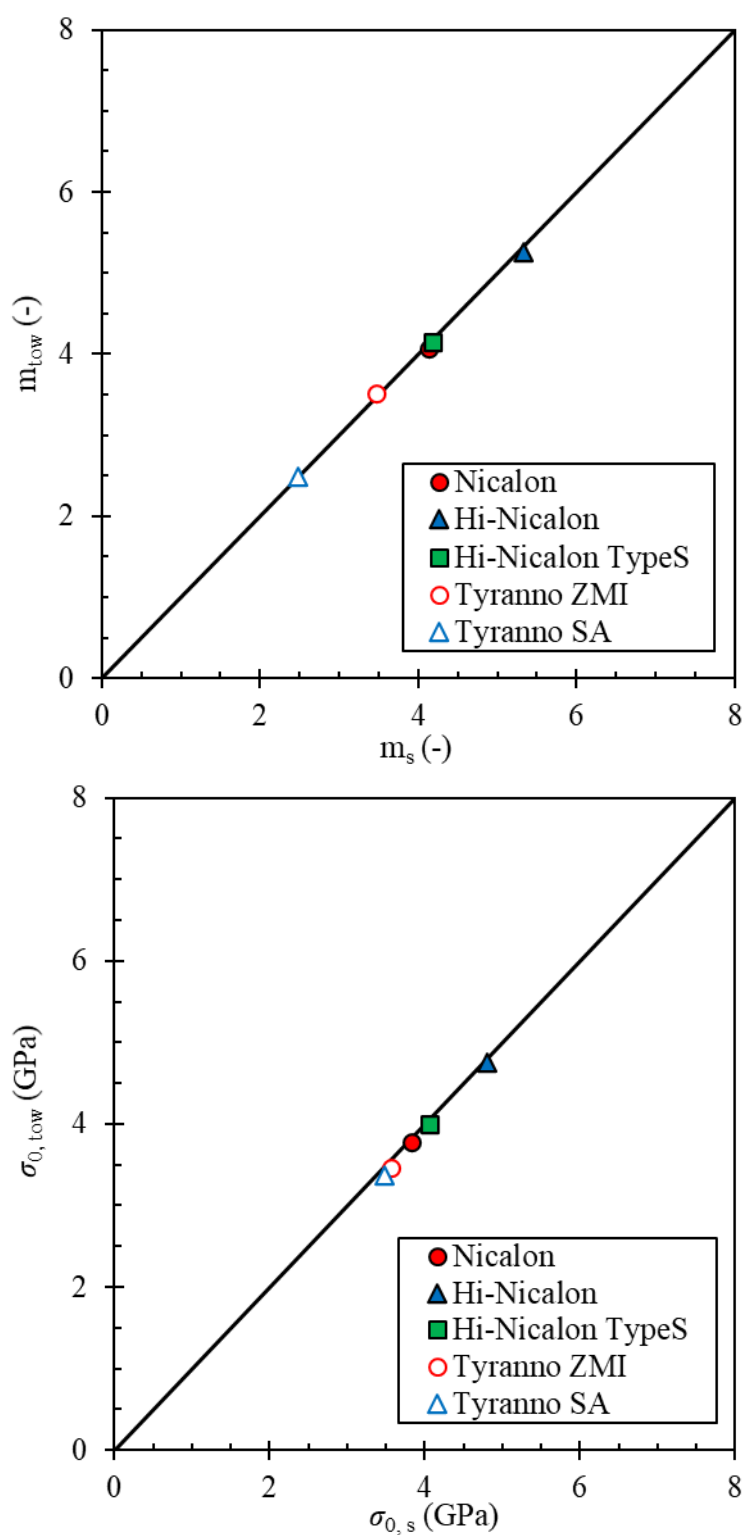


Fig. 2.11 Numerical estimated Weibull parameters on monofilament and multifilament testing by a Monte-Carlo simulation. (GL=25 mm)

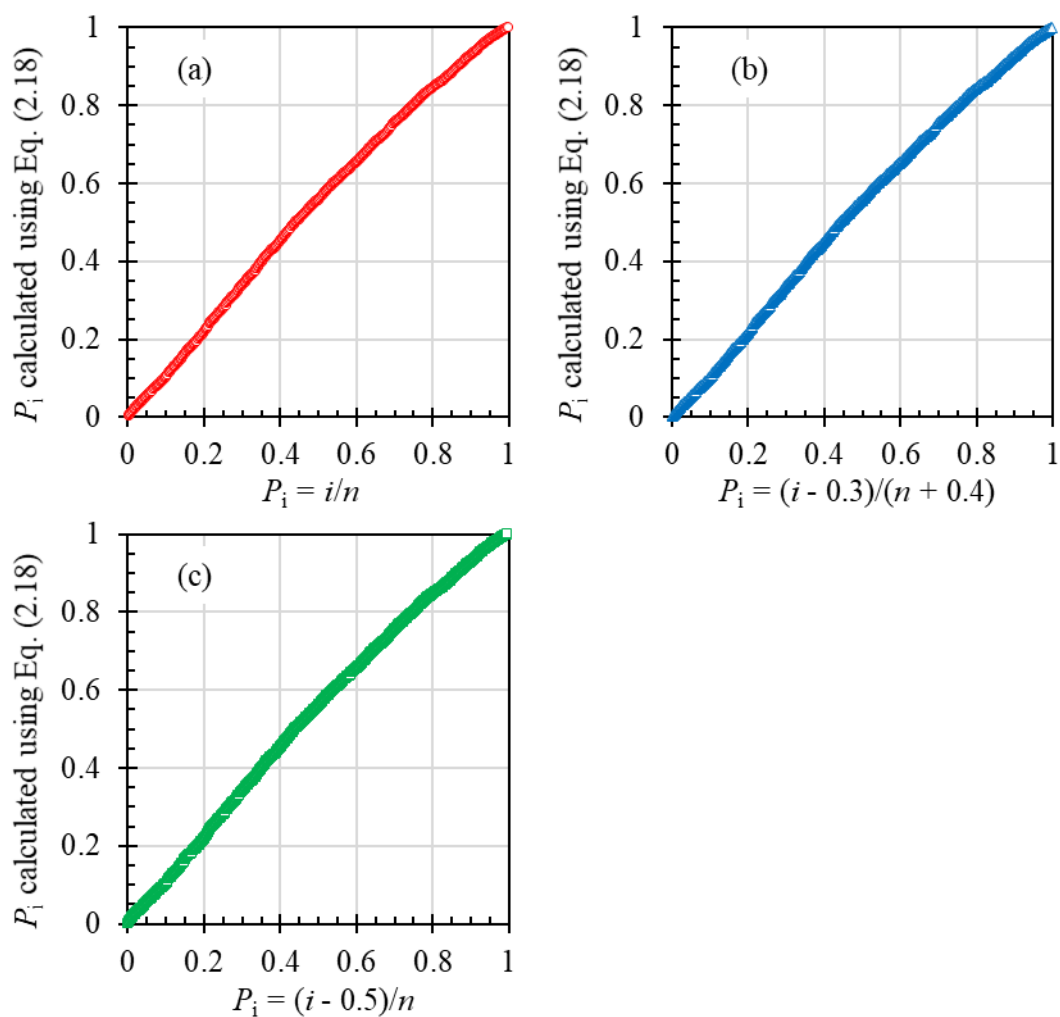


Fig. 2.12 Cumulative failure probability,  $P_i$  calculated using Eq. (2.18) versus (a)  $P_i = i/n$ , (b)  $P_i = (i - 0.3)/(n + 0.4)$ , (c)  $P_i = (i - 0.5)/n$ .

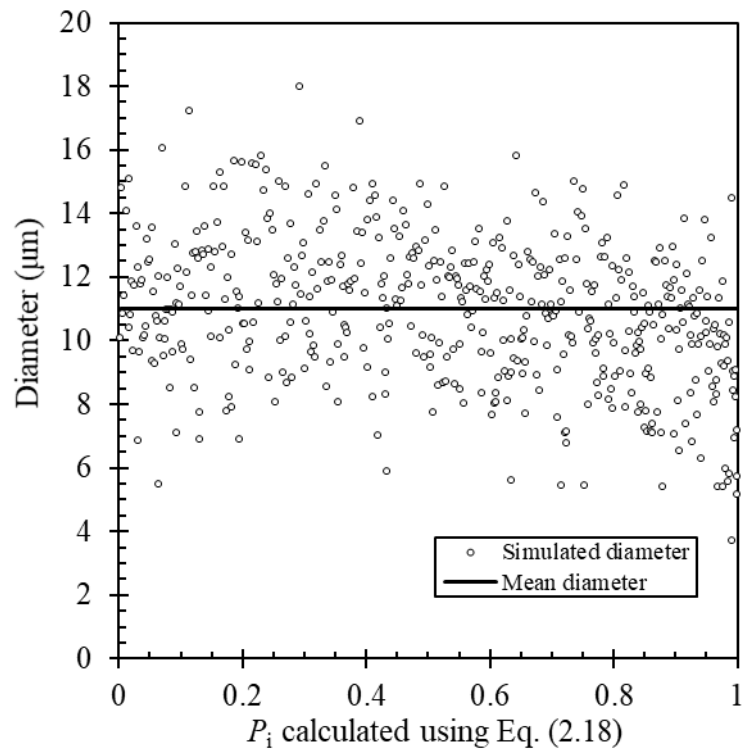


Fig. 2.13 Diameter versus  $P_i$  calculated using Eq. (2.18) on the Monte Carlo simulation

#### 2.4.2 繊維に沿った繊維径変動

前述したように、本研究で実施したモンテカルロシミュレーションでは、単繊維引張り試験と比較して繊維束引張り試験時の形状母数  $m_{tow}$  が高い傾向を示すことはなかった。その他の要因として、評定部間における繊維径の変動が影響している可能性も考えられる。本研究で実施した単繊維引張り試験におけるゲージ長さは 25 mm であるのに対して、繊維束引張り試験のゲージ長さは 200 mm である。すなわち、図 2.3 のような評定部間における繊維に沿った直径の変動の影響が、繊維束引張り試験時にはより顕著となることが考えられる。

そこで Hi-Nicalon TypeS 繊維ならびに Tyranno ZMI 繊維を対象に、各繊維束から長さ 1 m 程度の単繊維を 2 本ずつ採取し、繊維に沿った直径の測定を行った。それぞれを 22 等分したのち、2.2.1 節で説明した方法にしたがって繊維径の測定を実施した。その結果を図 2.14 に示す。図 2.14 より、繊維束試験の試験片 (GL=200 mm) は、単繊維試験片 (GL=25mm) と比較して、評定部間における直径の変動が顕著であり、評定部での強度に大きな影響を与えている可能性が示唆された。Morimoto らの提案したみかけの繊維径モデル[2.25]より、欠陥分布が繊維体積に依存する条件では、評定部間における繊維直径の標準偏差が増加するにつれて、(1)同じみかけの繊維径の場合に形状母数  $m$  は低下する、(2)尺度母数  $\sigma_0$  は低下することが示されている。すなわち、2.3.2 節で説明したワイブルパラメータの推定方法のような、評定部間の直径が均一であるとみなして

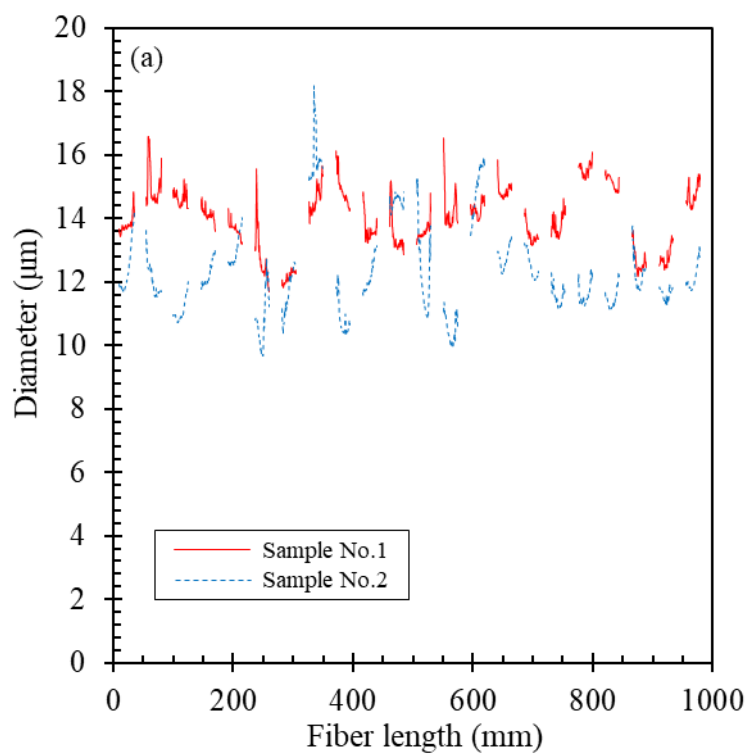


## 第2章 単繊維と繊維束引張り試験の妥当性検証

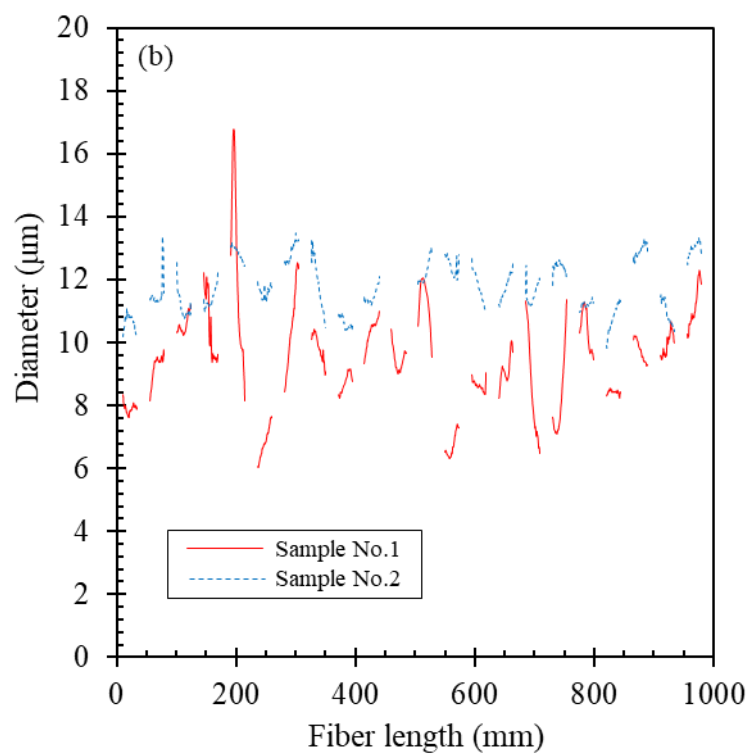
計算を行うと、形状母数  $m$  ならびに尺度母数  $\sigma_0$  は真値よりも大きな値となる。以上のようなみかけの繊維径モデルから推察される誤差の傾向は、本研究における繊維束試験結果と矛盾していない。以上が要因となり、繊維束引張り試験から推定された形状母数が単繊維引張り試験から推定された値よりも増加した可能性が考えられる。しかしながら尺度母数  $\sigma_0$  については、Hi-Nicalon 繊維を除いた他の種類の繊維でおおむね同程度の値を示しており、みかけの繊維径モデルの傾向とは一致していない。また Lissart らは、ワイブルパラメータに及ぼす繊維径の計算手法の影響を調査しており、評定部間の平均直径を用いて強度の計算を行った場合、ゲージ長の増加 (25-75 mm) に伴う形状係数  $m$  の顕著な増加は認められないことを報告している[2.28]。繊維束引張り試験に及ぼす評定部間における繊維に沿った直径の変動の影響について、今後詳細に調査する必要がある。

また、Calard らが報告しているような、繊維間摩擦による応力集中の影響についても無視できないものと考えられる[2.19]。本研究では、潤滑剤の使用により、図 2.9 に認められるような荷重降下は明らかには発生しなくなったものの、繊維間摩擦を完全には低減させることができず、一部の繊維が同時に破断した可能性もある。また、メジアン・ランク法 (式(2.3)) は、サンプル数に大きく依存することが知られている[2.29]。繊維束引張り試験と比較すると単繊維引張り試験ではサンプル数が非常に小さいため、式(2.3)を用いたことで、単繊維引張り試験における形状係数  $m$  が過小評価された可能性もある。以上のように、単繊維引張り試験と繊維束引張り試験から推定されるワイブルパラメータが一致しない要因に関して、今後も詳細な調査が必要である。

これらの議論により、繊維束試験手法は不確かさを有することがわかった。そこで本研究では、単繊維試験結果から推定された Tyranno ZMI 繊維のワイブルパラメータ (表 2.3) を、第3章ならびに第4章にて構築する力学モデルへ導入することとする。



(a) Hi-Nicalon TypeS



(b) Tyranno ZMI

Fig. 2.14 Diameter versus fiber length.

### 2.5 結言

本章では、単繊維と繊維束引張り試験の妥当性を検証したうえで信頼性の高い Tyranno ZMI 繊維のワイブルパラメータを得ることを目的に、5種類の SiC 繊維 (Nicalon, Hi-Nicalon, Hi-Nicalon TypeS, Tyranno ZMI, Tyranno SA) に対して単繊維と繊維束引張り試験から推定されるワイブルパラメータの直接比較を行った。その結果、以下の結論が得られた。

- (1) 個々の SiC 繊維の直径のばらつきはガウス分布におおむね近似可能である。破断強度－直径の関係をみるとデータのばらつきが大きく、強度に及ぼす直径の影響は明確には認められない。推定された平均強度は、Tyranno ZMI 繊維を除き、4種類の繊維においてカタログ値より増加する傾向が認められた。
- (2) 繊維束引張り試験結果より、負荷速度を低減し、かつ潤滑剤を使用することで、荷重－変位線図における荷重降下を抑制できる可能性が示唆された。荷重－変位線図から推定された尺度母数は、単繊維試験結果とおおむね一致した一方で、形状母数は、単繊維引張り試験結果と比較して高い傾向が認められた。
- (3) 個々の繊維直径のばらつきを考慮した繊維束引張り試験のモンテカルロシミュレーションを実施したところ、実験結果とは異なり、シミュレーション結果から推定されるワイブルパラメータは単繊維引張り試験結果とほとんど一致した。この計算結果より、個々の繊維直径のばらつきは繊維束試験結果に対して顕著には影響しない可能性が示唆された。
- (4) Hi-Nicalon TypeS 繊維と Tyranno ZMI 繊維を対象に繊維に沿った直径を測定したところ、繊維長 1 m にわたる顕著なばらつきが認められた。繊維束試験のゲージ長 (200 mm) は単繊維試験のゲージ長 (25 mm) と比較して長いため、評定部間における直径のばらつきが繊維束試験結果に顕著な影響を及ぼす可能性が示唆された。

### 2.6 参考文献

- [2.1] W. Gauthier, J. Lamon, "Delayed failure of Hi-Nicalon and Hi-Nicalon S multifilament tows and single filaments at intermediate temperatures (500°–800°C)", J. Amer. Ceram. Soc. 92(3) pp.702-709(2009).
- [2.2] W. Gauthier, F. Pailler, J. Lamon, R. Pailler, "Oxidation of silicon carbide fibers during static fatigue in air at intermediate temperatures", J. Amer. Ceram. Soc. 92(9) pp.2067-2073(2009).
- [2.3] J. Lamon, M. R'Mili, "Damage and failure of SiC fiber tows during environment activated slow crack growth: Residual behavior and Strength-Probability-Time diagrams", Acta Mater. 131 pp.197-205(2017).
- [2.4] H. Oda, T. Ishikawa, "Microstructure and mechanical properties of SiC-polycrystalline fiber and new defect-controlling process", Appl. Ceram. Tech. 14 pp.1031-1040(2017).

- [2.5] S. Kanazawa, N. Yamazaki, T. Kishi, K. Kubushiro, "Influences of heat treatments on the strength properties of amorphous SiC fibers", *Adv. Compos. Mater.* pp.491-506(2019).
- [2.6] W.A. Curtin, "Theory of mechanical properties of ceramic-matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 74(11) pp.2837-2845(1991).
- [2.7] W.A. Curtin, "Strength versus gauge length in ceramic-matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 77(4) pp.1072-1074(1994).
- [2.8] W.A. Curtin, B.K. Ahn, N. Takeda, "Modeling brittle and tough stress-strain behavior in unidirectional ceramic matrix composites", *Acta Mater.* 46(10) pp.3409-3420(1998).
- [2.9] T. Ogasawara and T. Ishikawa, H. Ito, N. Watanabe, I.J. Davies, "Multiple cracking and tensile behavior for an orthogonal 3-D woven Si-Ti-C-O fiber/Si-Ti-C-O matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 84(7) pp.1565-1574(2001).
- [2.10] D.L. Poerschke, M.N. Rossol, F.W. Zok, "Intermediate temperature oxidative strength degradation of a SiC/SiNC composite with a polymer-derived matrix", *J. Amer. Ceram. Soc.* 100 pp.1606-1617(2017).
- [2.11] F.W. Zok, P.T. Maxwell, K. Kawanishi, E.B. Callaway, "Degradation of a SiC-SiC composite in water vapor environments", *J. Amer. Ceram. Soc.* 103 pp.1927-1941(2020).
- [2.12] E. Lara-Curzio, C.M. Russ, "On the relationship between the parameters of the distributions of fiber diameters, breaking loads, and fiber strengths", *J. Mater. Sci. Letters* 18 pp.2041-2044(1999).
- [2.13] T.A. Parthasarathy, "Extraction of Weibull Parameters of Fiber Strength from Means and Standard Deviations of Failure Loads and Fiber Diameters", *J. Amer. Ceram. Soc.* 84(3) pp.588-592(2001).
- [2.14] E.B. Callaway, F.W. Zok, "Accurate determination of fiber strength distributions", *J. Amer. Ceram. Soc.* 100 pp.1202-1211(2016).
- [2.15] E.B. Callaway, F.W. Zok, "Weibull parameters obtained from dependence of fiber strength on fiber length and area", *J. Amer. Ceram. Soc.* 101 pp.4719-4731(2018).
- [2.16] H.F. Wu, L.L. Wu, "Strength variability and size effect of Nicalon fiber bundles", *J. Mater. Sci.* 29 pp.4232-4237(1994).
- [2.17] R. Hill, E.U. Okoroafor, "Weibull statistics of fibre bundle failure using mechanical and acoustic emission testing: the influence of interfibre friction", *Compos.* 26 pp.699-705(1995).
- [2.18] M. R'Mili, T. Bouchaour, P. Merle, "Estimation of Weibull parameters from loose-bundle tests", *Compos. Sci. Tech.* 56 pp.831-834(1996).
- [2.19] V. Calard, J. Lamon, "Failure of fiber bundles", *Compos. Sci. Tech.* 64 pp.701-710(2004).
- [2.20] K. Naito, Jenn-M. Yang, Y. Tanaka, Y. Kagawa, "The effect of gauge length on tensile strength and Weibull modulus of polyacrylonitrile (PAN)- and pitch-based carbon fibers", *J. Mater. Sci.* 47 pp.632-642(2012).

- [2.21] E.B. Callaway, F.W. Zok, "Strengths of ceramic fiber bundles: Theory and practice", J. Amer. Ceram. Soc. 100 pp.5306-5317(2017).
- [2.22] ISO 19630: 2017, "Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Methods of test for reinforcements — Determination of tensile properties of filaments at ambient temperature", (2017).
- [2.23] Ube Industries, Ltd. web page, <https://www.ube.com/contents/en/index.html> (Accessed: 20 Aug 2021).
- [2.24] NGS Advanced fibers Co. Ltd. web page, <http://www.ngs-advanced-fibers.com/eng/> (Accessed: 20 Aug 2021).
- [2.25] T. Morimoto, "A representative diameter for the Weibull scaling of variable diameter monofilament strength", Compos. Part A 34 pp.597-601(2003).
- [2.26] T. Morimoto, T. Ogasawara, "Potential strength of Nicalon, Hi Nicalon, and Hi Nicalon Type S monofilaments of variable diameters", Compos. Part A 37 pp.405-412(2006).
- [2.27] ISO 22459: 2020, "Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Reinforcement of ceramic composites — Determination of distribution of tensile strength and tensile strain to failure of filaments within a multifilament tow at ambient temperature", (2020).
- [2.28] N. Lissart, J. Lamon, "Statistical analysis of failure of SiC fibres in the presence of bimodal flaw populations", J. Mater. Sci. 32 pp.6107-6117(1997).
- [2.29] J. Lamon, "Brittle Fracture and Damage of Brittle Materials and Composites Statistical-Probabilistic Approaches", ISTE Press – Elsevier ISBN 9781785481215 296 pages (2017).

### 第3章 微視的損傷進展を考慮した時間依存型ひずみ応答の力学モデル構築

#### 3.1 はじめに

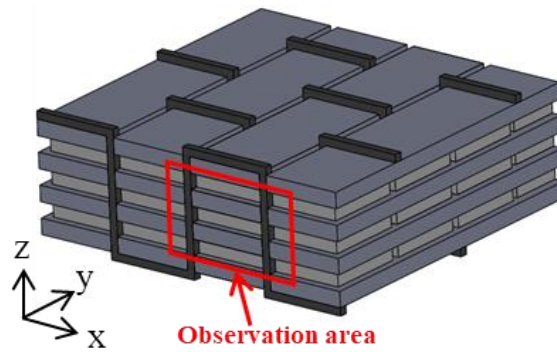
航空エンジン高温部の回転部品に SiC-f/SiC 複合材料を適用する場合、エンジン巡航時に材料は高温酸化雰囲気中に暴露されるとともに、熱応力や遠心力による定引張り荷重が作用する。引張り応力によって SiC-f/SiC 複合材料に発生したマトリクスき裂などの微視的損傷は、酸素や水蒸気などの酸化性ガスの流入パスとなるため、材料内部が酸化されることで材料全体の力学挙動に大きな影響を及ぼすことが知られている[3.1-3.4]。したがって、実機運用を見据えると、定引張り荷重下における材料の微視的損傷の影響を考慮した時間依存型ひずみ応答の力学モデルが必要とされる。SiC-f/SiC 複合材料における室温・引張り荷重下での微視的損傷の進展・累積挙動については、実験的研究や力学モデルを構築した例がこれまでも多く報告されている[3.5-3.11]。一方、高温下における時間依存の微視的損傷進展・累積挙動に関しては、実験的な報告[3.12-3.27]は多いものの、実験結果に基づいて時間依存の損傷挙動・ひずみ応答を予測する力学モデルを提案している研究例は少ない[3.28-3.31]。

そこで本章では、直交三次元織物 SiC-f/SiC 複合材料を対象に、高温真空中・定引張り荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の時間依存の損傷挙動・ひずみ応答を記述する力学モデルの構築を目的とする。大気中や水蒸気環境では、界面や繊維の酸化により、力学挙動が極めて複雑になる。そこで本研究では、材料の時間依存のひずみ応答に及ぼす酸化の影響がない場合の力学モデルを構築するため、真空中もしくは Ar ガス中での材料試験を実施する。光学顕微鏡を用いた室温における微視的損傷累積挙動のその場 (*in-situ*) 観察、1200 °C・Ar 雰囲気中における負荷-除荷引張り試験、1200 °C・真空中における定荷重引張り試験をそれぞれ実施し、時間依存の損傷挙動・ひずみ応答を実験によって評価する。得られた実験結果に基づいて、引張り応力の増加に伴う微視的損傷の進展・累積挙動の素過程をモデル化し、更に SiC 繊維の粘弾性挙動を考慮することによって、時間依存の非線形応力-ひずみ応答モデルを新たに定式化する。構築したモデルによる計算結果と実験結果を比較することで、モデルの有用性を検討する。

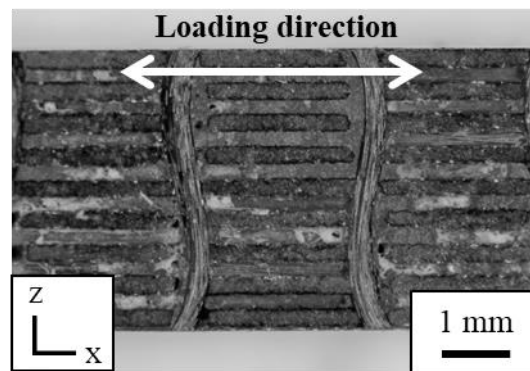
### 3.2 実験方法

#### 3.2.1 供試体と試験片

供試体は BN 界面層を有する直交三次元織物 SiC-f/SiC 複合材料とした。強化繊維は Tyranno ZMI 繊維 (Ube Industries Ltd., Japan), 主たる SiC マトリクスは CVI 法にて形成した SiC である。織物の繊維体積率は, x,y 方向 (面内) に対してそれぞれ約 20%, z 方向に対して約 2%, 合計 42% である。繊維束中の繊維数は, x,y 方向については約 1600 本, z 方向については 約 800 本となっている。三次元織物の模式図を図 3.1(a)に, 微構造写真を図 3.1(b)にそれぞれ示す。幅 85 mm, 長さ 210 mm, 厚さ 4 mm の母板から, 図 3.2 に示すような引張り試験片を切出し加工した。その後, 試験片側面を市販のダイヤモンドディスク (砥粒径 6,3,0.5  $\mu\text{m}$ ) を用いて研磨を行った。機械加工後に表面の耐酸化コーティングなどは施工せず, 材料試験に供した。



(a) Schematic drawing of an orthogonal 3D woven architecture



(b) Microscopic images of an orthogonal 3D woven fabric

Fig. 3.1 Orthogonal 3D woven SiC/SiC composite.

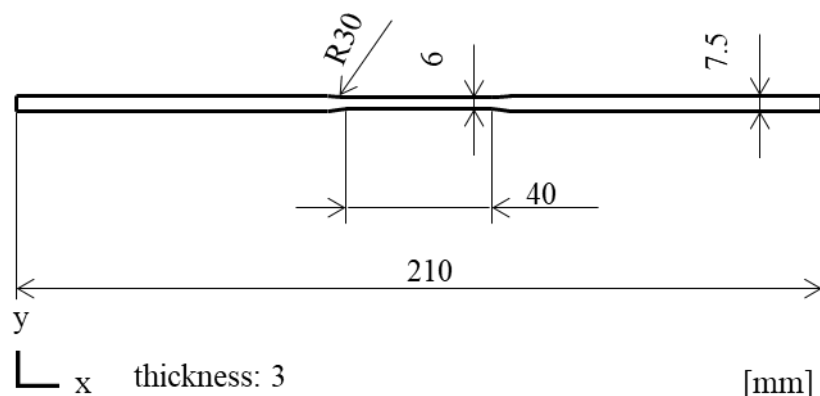


Fig. 3.2 Geometry and dimensions of a tensile specimen.

### 3.2.2 試験方法

室温での引張り試験には、電気アクチュエータ引張り試験機（Model 8861, 35 kN; Instron Corp., USA）を使用した。引張りひずみの測定には静電容量方式の接触型伸び計（25 mm gauge length, Model 2620-602; Instron Corp., USA）を使用した。負荷速度を 5 MPa/s とし、種々の引張り応力にて保持した。応力保持中に、光学顕微鏡（STM5-MJS; Olympus Co., Ltd., Japan）を用いて試験片表面を明視野にて撮影した。撮影箇所は評定部のおおむね中央である。撮影時の総合倍率は約 4.2 倍、撮影範囲は  $1.1 \times 1.5$  mm である。本供試体の織物構造におけるユニットセル長さ（長手方向に約 1.9 mm）はこの撮影範囲より大きいため、撮影箇所を 3 つに分けて観察した。この観察範囲は、図 3.1(a) に示されるような範囲となる。試験のセットアップ写真を図 3.3 に示す。

90°層繊維束に発生したトランスバースき裂の本数の測定には、デジタル画像相関（DIC : Digital Image Correlation）法を用いた[3.32]。研磨後の試験片表面に観察された90°層内のランダムな繊維配置をスペckルパターンとして利用した。DIC ソフトウェア（DaVis StrainMaster 8.2.2, LaVision）を用いて荷重方向の面内変位分布を計算した。DIC 法による解析では、サブセットサイズを  $64 \times 64$  pixel ( $25.6 \times 25.6 \mu\text{m}$ )、オーバーラップを 75% とした。一方で、0°層繊維束に発生したマトリクスき裂の本数は、撮影画像より目視で測定した。

高温中での機械的試験には、雰囲気チャンバーと電気炉が取り付けられた電気アクチュエータ引張り試験機（Model 8862, 35 kN; Instron Corp., USA）を使用した。試験温度は 1200 °C とし、試験片の評定部を、タングステンヒーターを用いた 3 ゾーン制御型電気炉を用いて所定温度の  $\pm 5$  °C の範囲にて保持した。評定部の引張りひずみの測定には、アルミナロッドを用いた接触型高温用伸び計（25 mm gauge length, Model 3648; Epsilon Technology Corp., USA）を用いた。試験のセットアップ写真を図 3.4 に示す。



### 第3章 時間依存型ひずみ応答の力学モデル構築

温度 1200 °C の引張り試験は, Ar 雰囲気中にて実施した. 荷重条件は負荷-除荷サイクルとし, 負荷-除荷速度は 5 MPa/s とした. チャンバー内圧  $1 \times 10^{-3}$  Pa 以下まで真空引きを行ったのちに, Ar ガスを内圧 6 kPa (ゲージ圧) 以上まで充てんした. 真空引き・Ar ガス充填の行程は, 昇温前に 2 サイクル行った.

温度 1200 °C の定荷重引張り試験 (クリープ試験) は, 真空中 ( $1 \times 10^{-3}$  Pa 以下) にて実施した. 保持応力は 50, 100, 120, 160, 220 MPa とした. 本研究では, 図 3.5 に示すように, 最大荷重の 50% までの除荷を含む応力波形を使用することで, クリープ試験中の剛性 (見かけのヤング率) 変化を測定した. 図 3.5 における応力保持時間  $t_h$  は 10, 20, 30 min, 1, 2, 3, 3, 4, 4, 5, 5, 6, 6, 10, 10, 15, 15, 20 hr とした. 負荷-除荷速度は 5 MPa/s とし, 各応力保持時間  $t_h$  にて最大応力の 1/2 まで荷重除荷を行った. 本研究では, Domergue らが提案したヒステリシスループ測定方法[3.33-3.35] に基づき, 荷重除荷直後の接線剛性  $E_t$  について評価した.

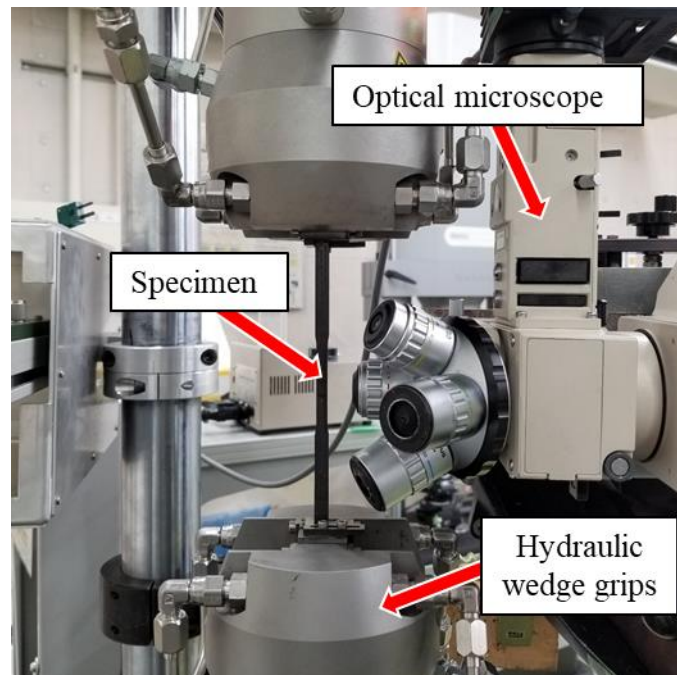


Fig. 3.3 Servo-electric testing system with an optical microscope for *in-situ* observation under monotonic tensile load at room temperature.

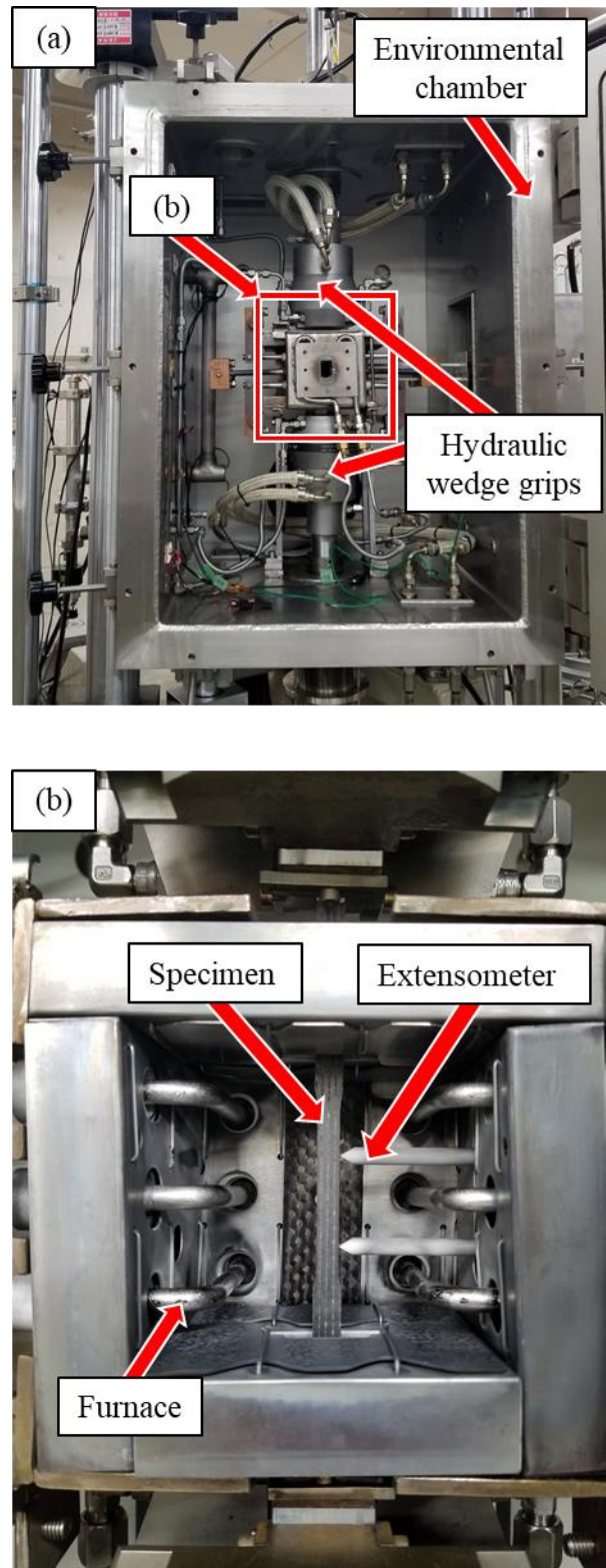


Fig. 3.4 Servo-electric testing system with an environmental chamber used for mechanical testing at elevated temperature.

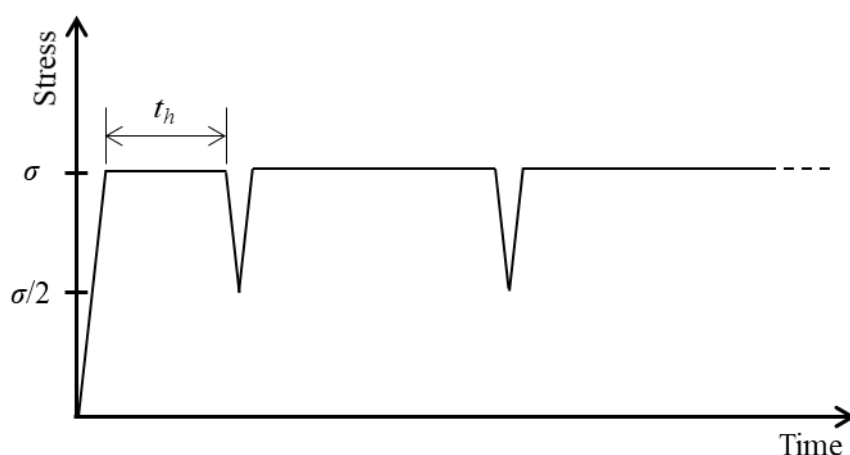


Fig. 3.5 Waveform used for constant load tensile testing (creep testing).

### 3.3 実験結果

#### 3.3.1 引張り試験

室温引張り試験より得られた応力-ひずみ線図を図 3.6 に示す. 初期剛性は約 110 GPa であり, 線形限界応力 80 MPa を超えると非線形応力-ひずみ挙動へ移行した. 引張り試験中の *in-situ* 観察より得られた応力 400 MPa における試験片表面写真を図 3.7 に示す. 負荷応力の増加に伴い, 図 3.7 に示されるような各繊維束層におけるマトリクスき裂が観察された. 各負荷応力において観察されたき裂の本数を, 三次元織物の長手方向におけるユニットセル長さ (約 1.9 mm) で除すことでき裂密度 ( $\text{mm}^{-1}$ ) とし, き裂密度-負荷応力の関係として整理した結果を図 3.8 に示す. 線形限界応力 80 MPa を超えると 90°層繊維束にトランスバースき裂の発生が観察された. その後, 負荷応力の増加に伴いトランスバースき裂密度が増加するとともに, 応力が約 140 MPa を超えると 0°層繊維束にマトリクスき裂の発生が観察された.

1200°C・Ar 雰囲気中における負荷-除荷引張り試験より得られた応力-ひずみ線図を図 3.9 に示す. 初期剛性は約 102 GPa であり, 室温とほとんど同じであった. 一方で, 線形限界応力は約 110 MPa と室温より若干高く, また線形限界応力を超えると室温と比較して剛性が高い傾向が認められた.

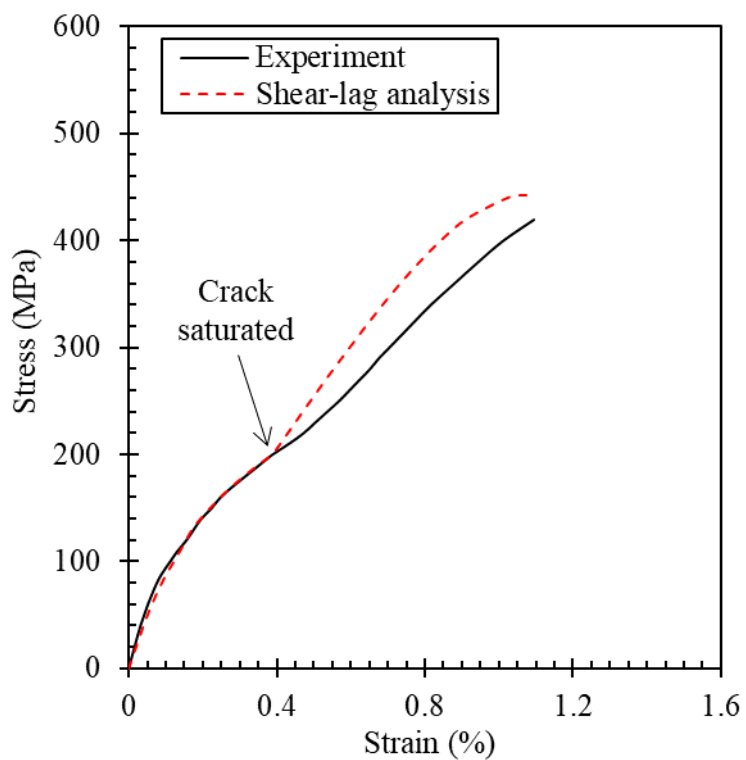


Fig. 3.6 Stress–strain curve obtained from monotonic tensile testing at room temperature. The dashed curve shows estimation by shear-lag analysis ( $\xi = 5$ ).

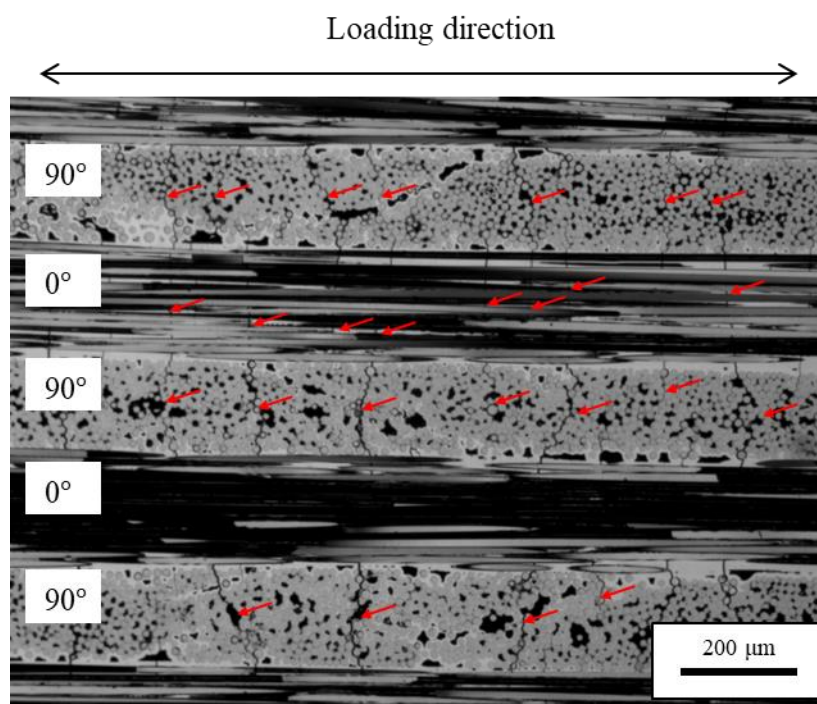


Fig. 3.7 Optical micrograph showing matrix cracks in longitudinal (0°) and transverse (90°) fiber bundles (400 MPa, room temperature).

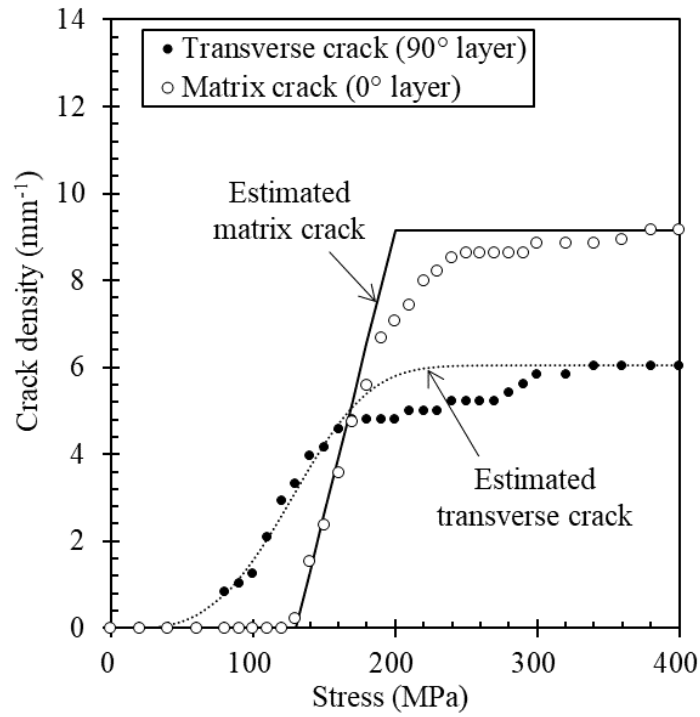


Fig. 3.8 Matrix crack densities versus applied stress under monotonic tensile load at room temperature. The dashed curve depicts the estimated transverse crack density using Eq. (3.7), whereas a solid curve depicts the estimated matrix crack density using Eq. (3.13).

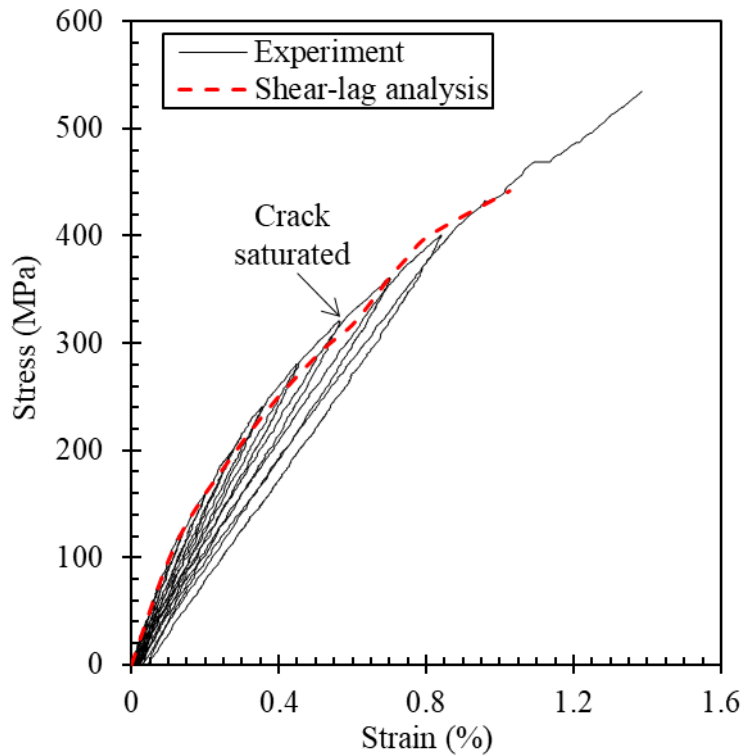


Fig. 3.9 Stress-strain curve found from load-unload tensile testing at 1200 °C in Ar. A dashed curve shows estimation by shear-lag analysis.

### 3.3.2 クリープ試験

温度 1200 °C・真空中におけるクリープ試験から得られた全ひずみ-時間の関係を図 3.10 に示す。試験片が破断に至ったものについては図中の下矢印として示している。各応力下において、時間経過に伴いひずみ速度が低下する傾向が認められた。定常クリープ領域は明確には認められないが、時間  $5 \times 10^4$  sec (約 14 hr) 以上では、ひずみ速度の低下率が比較的小さい。図 3.11 は、時間  $5 \times 10^4$  sec におけるクリープ速度と最大負荷応力の関係を示したものである。応力 100 MPa 以下での応力指数  $n = 1.7$  , 応力 100 MPa 以上では  $n = 4.3$  となり、高応力域では非線形クリープ変形挙動を示すことが示唆された。同様の傾向は、Zhu ら、Ogasawara ら、Jin らによっても報告されている[3.25-3.27]。線形限界応力以上では 90°層および 0°層にき裂が発生することで、荷重方向繊維束へ負荷応力が再配分され、結果として応力指数が大きくなったものと考えられる[3.25-3.27]。

図 3.12 は、負荷応力 220 MPa における初期荷重負荷およびクリープ試験中の典型的な応力-ひずみ線図を示したものである。初期負荷時の剛性 ( $E_0$ ) と、各時間経過後における荷重除荷直後の接線剛性 ( $E_t$ ) より、剛性変化比 ( $E_t/E_0$ ) - 時間の関係を求めた。結果を図 3.13 に示す。結果には若干のばらつきもあるが、応力 50, 100 MPa では時間経過に伴う剛性変化は明確には認められなかった。図 3.5 に示す初期荷重除荷時 ( $t_h=10$  min) にて顕著な剛性低下が認められるとともに、時間経過に伴うゆっくりとした剛性低下が確認された。本研究では実験的に確認することはできていないが、高温・定引張り荷重下では、0°層繊維束がクリープ変形するため、時間経過に伴い 90°層繊維束に引張りひずみが誘起することが考えられる[3.12-3.15]。すなわち、引張りひずみの増加に伴い 90°層繊維束におけるトランスバースき裂が開口・累積することで、図 3.12, 図 3.13 に示されるような時間経過に伴う剛性低下が認められた可能性が示唆される。

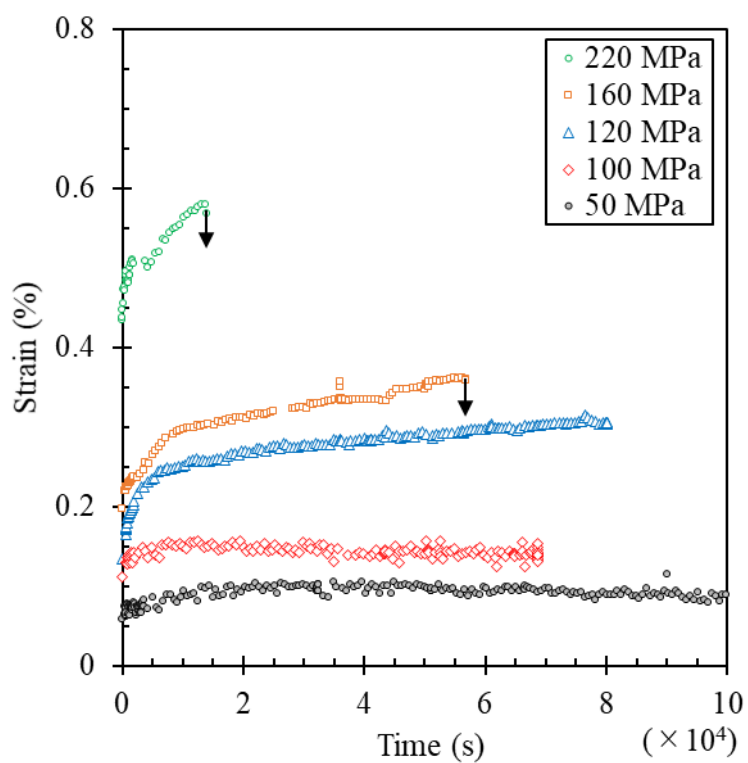


Fig. 3.10 Strain versus time under constant tensile loading at 1200 °C in vacuum.

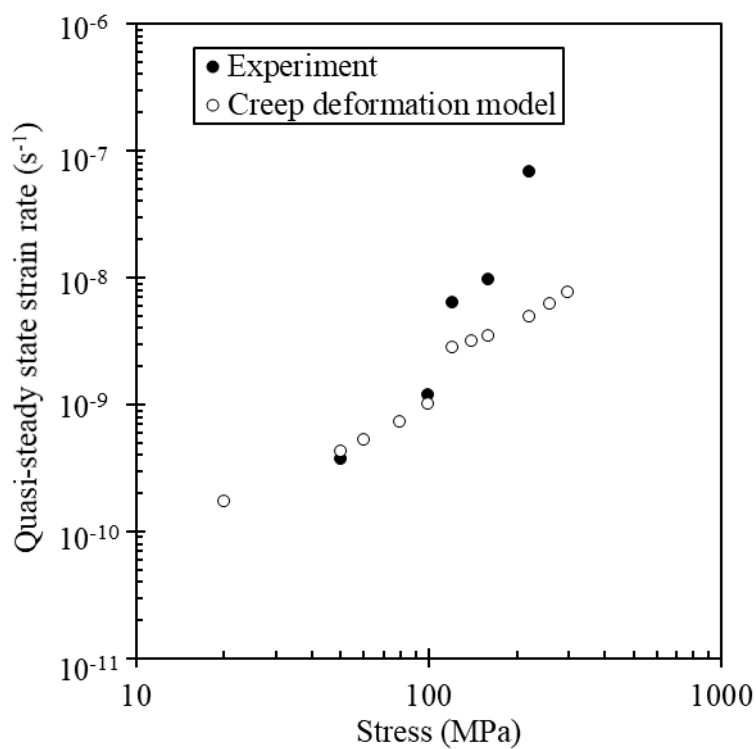


Fig. 3.11 Quasi-steady state strain rate versus stress at 1200 °C in vacuum.

Solid circles denote experimentally obtained results; open circles denote numerical results.

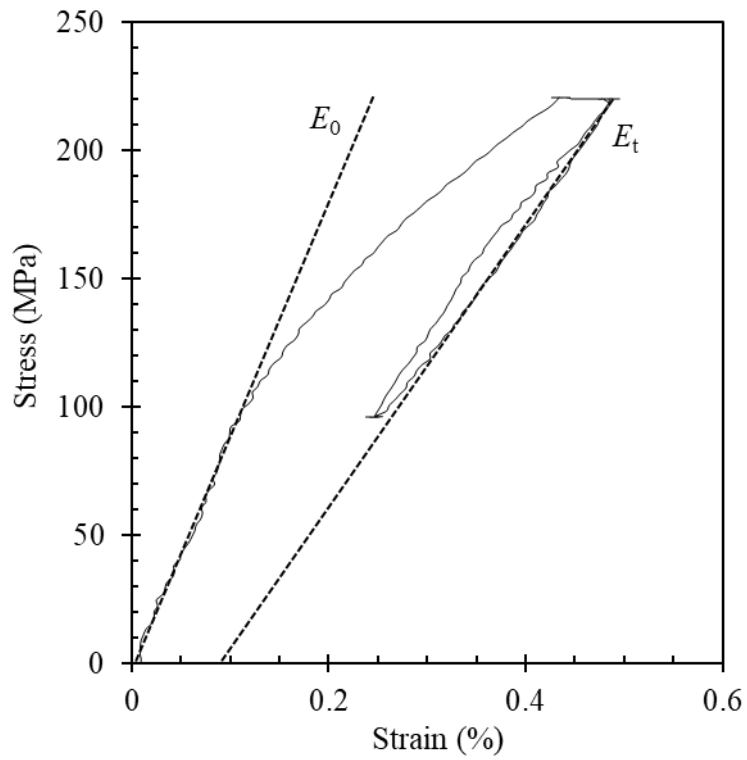


Fig. 3.12 Typical stress–strain curve during creep testing (220 MPa) at 1200 °C in vacuum.

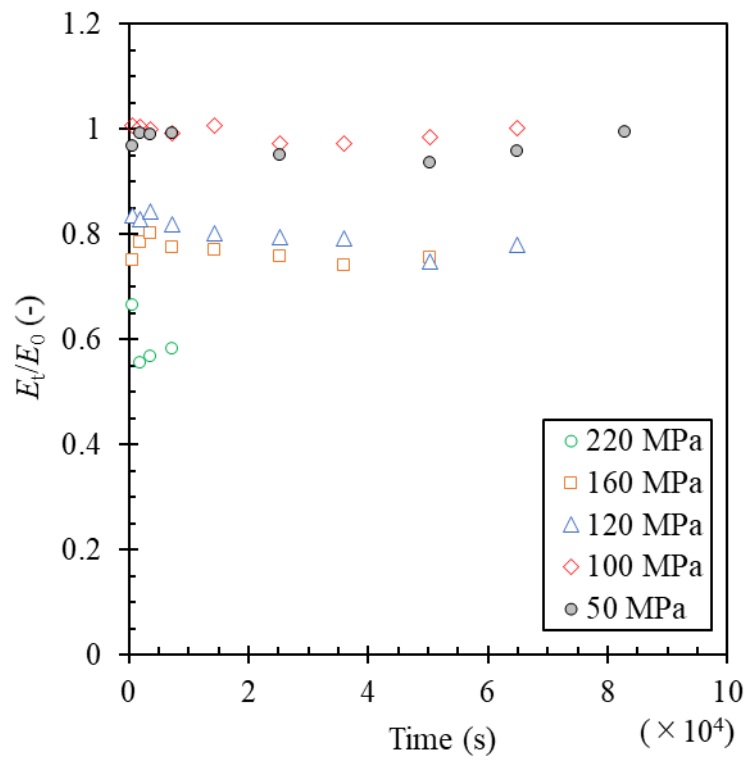


Fig. 3.13 Stiffness change versus time under constant tensile load at 1200 °C in vacuum.



### 3.4 微視的損傷を考慮した時間依存型ひずみ応答のモデリング

クリープ試験結果より、本供試体は、初期の荷重負荷中と定荷重保持後の時間経過に伴う微視的損傷の進展・累積によって、非線形クリープ変形挙動を示す可能性が示唆されている。本研究では、直交三次元織物 SiC-f/SiC 複合材料を対象に、過去に提案された種々のモデルを組み合わせることで、時間依存の損傷挙動・ひずみ応答のモデル化・定式化を行う。

#### 3.4.1 モデリングの方法論

Jia ら、Bodet らは、非晶質 SiC 繊維 (Nicalon 繊維) の高温 Ar ガス雰囲気中におけるクリープ試験を実施し、得られたクリープひずみ速度より応力指数  $n$  を計算したところ、値が約 1 となることを報告している[3.36, 3.37]。このように非晶質 SiC では線形粘弾性挙動を示すのに対し、本研究で実施したクリープ試験では、線形限界応力 (高温: 110 MPa) 以上にて非線形クリープ変形挙動を示す可能性が示唆されている。室温では、マトリクスき裂の飽和応力以下にて応力-ひずみ挙動が非線形となる主なメカニズムとして、負荷応力の増加に伴う 90°層および 0°層におけるマトリクスき裂の進展・累積が報告されている[3.5, 3.7, 3.8]。そこで本研究では、SiC 繊維には線形粘弾性を仮定し、90°層のトランスバースき裂および 0°層のマトリクスき裂の進展・累積が複合材料のクリープ変形に及ぼす影響を表現するためのモデルを定式化する。

本供試体では線形限界応力 (高温: 110 MPa) を超えるとクリープ試験中に時間経過に伴う剛性低下が認められている。Evans ら、Ogasawara らは、2D 材および 3D 材における負荷応力の増加に伴う剛性低下は、90°層繊維束におけるトランスバースき裂の進展が主な支配機構となることを報告している[3.5, 3.7]。クリープ試験を真空中で実施したことから、時間経過に伴う剛性低下は新たなマトリクスき裂が進展・累積が支配的なものと考えられる[3.14, 3.15, 3.18]。そこで本研究では、時間経過に伴う剛性低下が時間依存の 90°層繊維束におけるトランスバースき裂密度の増加に起因するものと仮定する。0°層繊維束におけるマトリクスき裂密度の増加や、き裂飽和後の繊維の逐次破断は、それぞれ引張り応力のみ依存すると仮定し、時間発展は考慮しないこととする。

#### 3.4.2 三次元織物材における面内剛性の推定

Ogasawara らは、三次元織物ユニットセルの面内剛性 (ひずみ応答) の計算にあたり、 $z$  軸方向繊維束層と  $x$  軸方向繊維束層によって構成される領域を等価な直交積層板に近似する[3.38]ことで、三次元織物材のひずみ応答に及ぼす  $z$  軸方向繊維束層の影響を考慮している[3.7]。一方で、図 3.14 に示されるように、本供試体では織物構造の  $z$  軸方向繊維束層の近傍にマクロな気孔 (マトリクスポケット) が数多く観察されている。すなわち、 $x, y$  方向における繊維束層と  $z$  軸方向繊維束層が結合しておらず、 $z$  軸方向繊維束層が及ぼすひずみ応答への影響は小さいことが考えられる。

そこで本研究では、三次元織物のひずみ応答を計算するのにあたって、図 3.15 に示

### 第3章 時間依存型ひずみ応答の力学モデル構築

されるようなマトリクスポケットと  $0^\circ$ 層繊維束のみで構成される A 領域と、直交積層板として近似される B 領域に区分されるユニットセルを取り扱う。後述の力学モデルを用いてそれぞれの領域におけるひずみ応答を計算し、これらを直列結合することでユニットセル全体の平均ひずみを導出する。

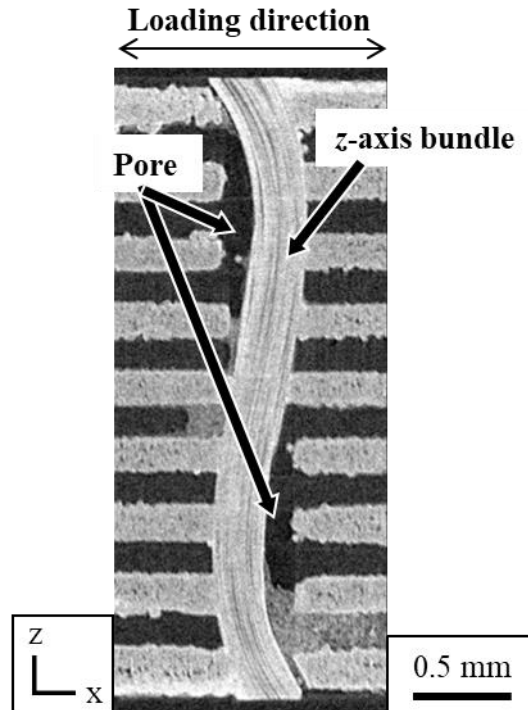


Fig. 3.14 X-ray CT image showing the orthogonal 3D woven structure and inter-pores after creep testing (120 MPa).

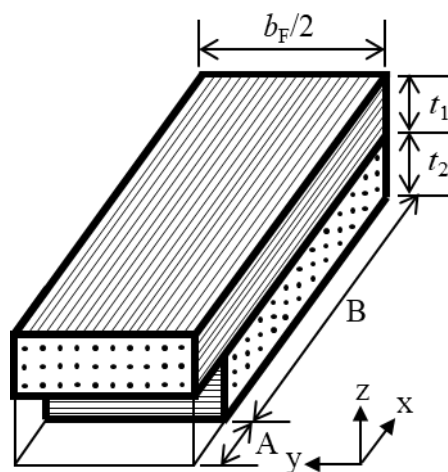


Fig. 3.15 Unit cell model equivalent to the stiffness of an orthogonal 3-D woven composite.

$b_F$ ,  $t_1$ , and  $t_2$  respectively denote the layer width and thicknesses.

### 3.4.3 時間依存のひずみ応答

Ogi と Takao は、直交積層板シアラグモデル[3.39]のせん断方向（12 方向）および繊維直交方向（22 方向）に対して一般化 Maxwell モデルを適用することで、90°層繊維束におけるトランスバースき裂の発生・累積を考慮した直交積層板 CFRP のクリープ変形モデルを提案している[3.40]。ここで、材料主軸方向を 1、直交方向を 2 としている。本研究では、SiC 繊維束に粘弾性変形を仮定し、繊維方向（11 方向）および 12 方向に一般化 Maxwell モデルを適用する。さらに、直交積層板シアラグモデル[3.39]によって、トランスバースき裂の進展・累積によるひずみ応答を考慮する。平面応力を仮定し、直交積層板の 0°層における縮約剛性マトリクス  $Q^{(1)}$  を次式で表現する[3.40]。

$$Q^{(1)}(t) = \begin{bmatrix} Q_{11}^{(1)} & Q_{12}^{(1)} & 0 \\ Q_{12}^{(1)} & Q_{22}^{(1)} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66}^{(1)} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11}^0 - \sum_{k=1}^N Q_{11}^k \{1 - \exp(-t/T_k)\} & Q_{12}^0 - \sum_{k=1}^N Q_{12}^k \{1 - \exp(-t/T_k)\} & 0 \\ Q_{12}^0 - \sum_{k=1}^N Q_{12}^k \{1 - \exp(-t/T_k)\} & Q_{22}^0 & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66}^{(1)} \end{bmatrix} \quad (3.1)$$

ここで、 $Q_{11}^0$ 、 $Q_{12}^0$ 、 $Q_{22}^0$  は初期の縮約剛性係数、 $Q_{11}^k$ 、 $Q_{12}^k$  は各要素の緩和剛性係数、 $T_k$  は一般化 Maxwell モデルにおける各要素の緩和時間である。上付き文字(1)は直交積層板における 0°層を示す。繊維直交方向（22 方向）では、脆性破壊が生じるため剛性変化の時間依存性はないものと仮定し、弾性モデルを適用する。材料主軸方向の引張り変形を扱うため、 $Q_{66}^{(1)}$  は陽には取り扱わないこととする。表 3.1 に示すような材料特性から複合則を用いて 0°層の弾性率およびポアソン比を計算し、初期の縮約剛性係数  $Q_{11}^0$ 、 $Q_{12}^0$ 、 $Q_{22}^0$  をそれぞれ導出した。要素数は  $N=4$  とし、緩和時間は  $T_1=100$  s、 $T_2=1000$  s、 $T_3=10000$  s、 $T_4=100000$  s とした。

以上の仮定を基に、直交積層板シアラグモデル[3.39]を用いると、時間  $t$ 、負荷応力  $\bar{\sigma}$ 、および時間と応力の関数としてのトランスバースき裂密度  $\rho(t, \bar{\sigma})$  とした場合の直交積層板のひずみ応答は以下の式で与えられる[3.40]。

$$\varepsilon = J_{11}(t)\bar{\sigma} + \int_0^t J_{11}(t-\tau) \frac{d\bar{\sigma}}{d\tau} d\tau + \frac{t_2 \bar{\sigma}^{(2)}(t)}{t_1 Q_{11}(t)} \frac{2\rho(t, \bar{\sigma})}{\xi} \tanh \frac{\xi}{2\rho(t, \bar{\sigma})} \quad (3.2)$$

ここで、 $t_1$ 、 $t_2$  はそれぞれ 0°層ならびに 90°層の厚さ、 $\bar{\sigma}^{(2)}(t)$  は 90°層での平均応力、 $J_{11}(t)$  は 11 方向におけるクリープコンプライアンスである。 $\xi$  はシアラグパラメータであり、次式で与えられる。

$$\xi = \sqrt{\frac{G}{d_0} \left( \frac{1}{t_1 Q_{11}^0} + \frac{1}{t_2 Q_{22}^0} \right)} \quad (3.3)$$

ここで、 $G$ は仮想せん断層におけるせん断剛性、 $d_0$ は仮想せん断層厚さである。

式(3.2)はたたみ込み積分項が含まれているため、応力とひずみの関係を直接的に得ることが容易ではない。そこでラプラス変換による式の簡略化を行う。12方向におけるクリープコンプライアンス  $J_{12}(t)$  を導入すると、緩和剛性係数  $Q_{11}$ ,  $Q_{12}$ ,  $Q_{22}$  をそれぞれラプラス変換することで、以下の関係が得られる[3.40].

$$J_{11}(s) = \frac{(t_1 + t_2) \{t_1 Q_{22}(s) + t_2 Q_{11}(s)\}}{s^2 \Delta(s)}$$

$$J_{12}(s) = \frac{(t_1 + t_2) (t_1 + t_2) Q_{12}(s)}{s^2 \Delta(s)} \quad (3.4)$$

$$\text{ただし, } \Delta(s) = (t_1 Q_{11}(s) + t_2 Q_{12}(s)) (t_2 Q_{22}(s) + t_1 Q_{11}(s)) - \{(t_1 + t_2) Q_{12}(s)\}^2$$

また、90°層の平均応力  $\bar{\sigma}^{(2)}$  は次式で示される。

$$\bar{\sigma}^{(2)}(s) = Q_{22}(s) s^2 J_{11}(s) \sigma_c(s) + Q_{12}(s) s^2 J_{12}(s) \sigma_c(s) \quad (3.5)$$

式(3.4), 式(3.5)を, 式(3.2)に導入することで, ラプラス変換領域 ( $s$  領域) における直交積層板のひずみを次式で表すことができる。

$$\varepsilon(s) = s J_{11}(s) \bar{\sigma}(s) + \frac{t_2 \bar{\sigma}^{(2)}(s)}{t_1 Q_{11}(s)} \frac{2\rho(s, \bar{\sigma})}{\xi} \tanh \frac{\xi}{2\rho(s, \bar{\sigma})} \quad (3.6)$$

式(3.6)を用いることで, クリープ試験から得られたひずみ-時間の関係より, 緩和剛性係数 (Prony 級数)  $Q_{11}^k$ ,  $Q_{12}^k$  を推定することができる。更に,  $s$  空間で得られたひずみを逆ラプラス変換し, 実時間 (時間領域) に戻すことでトランスバースき裂の進展・累積の影響を考慮した時間依存のひずみ応答が予測可能となる。

ところで, 図 3.13 に示されるように, 応力 50 MPa ではクリープ試験中に剛性変化がほとんど認められていない。すなわち, 微視的損傷は発生しておらず, ひずみ-時間の関係を線形粘弾性挙動として取り扱うことができる。そこで本研究では, 応力 50 MPa におけるひずみ-時間の関係を, 一般化 Voigt モデルによって近似した。その後, 数値ラプラス変換を行うことで,  $s$  空間におけるひずみ応答を取得した。その結果より最小二乗法を用いて緩和剛性係数  $Q_{11}^k$ ,  $Q_{12}^k$  を決定した。得られた値を表 3.2 に示す。数値ラプラス変換および数値逆ラプラス変換には, MATLAB の Laplace 関数を利用した。

Table 3.1 Material properties of the composite in this study

Fiber modulus $E_f$ (GPa)	195
Fiber Poisson's ratio $\nu_f$ (-)	0.2
Fiber shear modulus $G_f$ (GPa)	81
Matrix Young's modulus $E_m$ (GPa)	400
Matrix Poisson's ratio $\nu_m$ (-)	0.2
Matrix shear modulus $G_m$ (GPa)	167
Fiber radius $R$ ( $\mu\text{m}$ )	5.5
Fiber volume fraction $V_f$ (-)	0.42 ( $V_{fx}=0.20, V_{fy}=0.20, V_{fz}=0.02$ )
Fiber volume fraction in $0^\circ$ layer $V_{fu}$ (-)	0.56
Void volume fraction in $0^\circ$ layer $V_{\text{void}}$ (-)	0.21
Thickness of $0^\circ$ layer $t_1$ (mm)	0.16
Thickness of $90^\circ$ layer $t_2$ (mm)	0.22

Table 3.2 Estimated relaxation stiffness parameters (Prony Series) for Eq. (3.1).

$Q^0_{11}$ (GPa)	204.0	$Q^0_{12}$ (GPa)	14.5	$Q^0_{22}$ (GPa)	95.0
$Q^1_{11}$	49.0	$Q^1_{12}$	0.1	$T_1$ (s)	100
$Q^2_{11}$	0.0	$Q^2_{12}$	0.2	$T_2$	1000
$Q^3_{11}$	50.2	$Q^3_{12}$	0.1	$T_3$	10000
$Q^4_{11}$	0.5	$Q^4_{12}$	0.1	$T_4$	100000

### 3.4.4 $90^\circ$ 層におけるトランスバースき裂密度

時間経過に伴うトランスバースき裂密度の増加を計算するため、Ogi と Takao が定式化したワイブル分布関数型[3.41, 3.42]のトランスバースき裂密度進展の実験式[3.40]を導入する。時間  $t$ , 負荷応力  $\bar{\sigma}$  におけるトランスバースき裂密度  $\rho(t, \bar{\sigma})$  は、以下の式で表される。

$$\rho(t, \bar{\sigma}) = \rho_s \{1 - \exp(-A\bar{\sigma}^l - B\bar{\sigma}^m t^n)\} \quad (3.7)$$

ここで、 $\rho_s$  は飽和トランスバースき裂密度、 $A, l, B, m, n$  はそれぞれ実験によって得られる定数である。 $\rho_s, A, l$  をそれぞれ  $6.0 \text{ mm}^{-1}, 7.8 \times 10^2, 3.4$  としたところ、図 3.8 の破線に示すように室温での *in-situ* 観察結果と概ね一致した。時間依存項の定数  $B, m, n$  の決定方法については後の 3.4.9 節で述べる。

### 3.4.5 $0^\circ$ 層におけるマトリクスき裂進展に伴う剛性変化

室温 *in-situ* 観察結果 (図 3.8) より、約 140 MPa 以上の引張り応力では、 $0^\circ$ 層繊維束におけるマトリクスき裂密度が増加する傾向が認められている。本研究では、マトリクスき裂密度の増加に伴う  $0^\circ$ 層の応力-ひずみ応答の計算に、き裂と界面はく離を有す

る軸対称 2 重円筒型のモデルを適用する[3.9, 3.10]. 界面はく離領域では一定のすべり摩擦力 (界面すべり応力  $\tau$ ) が働くものと仮定し, 界面結合領域では Karandikar と Chou が提案したシアラグモデル[3.10]を導入する. 以上の計算のため, 次式に示すような応力配分率  $\lambda$  を導入することで, トランスバースき裂密度の増加に伴う 0°層への応力配分を推定する.

$$\lambda = E_{lu}/E \quad (3.8)$$

$E_{lu}$  ならびに  $E$  はそれぞれ 0°層および直交積層板の剛性係数である. 平均応力  $\bar{\sigma}$  が負荷された直交積層板における 0°層の平均応力  $\bar{\sigma}_{lu}$  は以下の式で与えられる.

$$\bar{\sigma}_{lu} = \lambda \bar{\sigma} \quad (3.9)$$

以上の仮定に基づき, マトリクスき裂密度  $\rho_{lu}$  を有するときの 0°層の 11 方向における縮約剛性係数  $Q_{11}$  は以下のように定式化される[3.10]. ただし, 熱残留ひずみの影響は無視できるものと仮定する.

$$Q_{11} \approx \bar{\sigma}_{lu}/\varepsilon_{lu} \quad (3.10)$$

ここで,

$$\begin{aligned} \varepsilon_{lu} = & \frac{\bar{\sigma}_{lu}}{Q_{11}^0} \left\{ 1 + 2l_d \rho_{lu} \frac{E_m(1 - V_{fu})}{E_f V_{fu}} \right\} + \\ & \frac{2\rho_{lu}}{\beta} \tanh \left[ \beta \left( \frac{1}{2\rho_{lu}} - l_d \right) \left\{ \left( \frac{E_m(1 - V_{fu})}{Q_{11}^0 E_f V_{fu}} \right) \bar{\sigma}_{lu} - 2 \frac{\tau l_d}{E_f R} \right\} \right] - \frac{2\tau l_d^2}{E_f R} \rho_{lu} \end{aligned} \quad (3.11)$$

ここで,  $E_m, E_f$  はそれぞれマトリクスならびに繊維の弾性率,  $V_{fu}$  は 0°層の繊維含有率,  $R$  は繊維半径,  $l_d$  は界面はく離長さである.  $\beta$  はシアラグパラメータであり, 以下の式で与えられる.

$$\beta^2 = \frac{8Q_{11}^0}{R^2 E_f E_m (1 - V_{fu})} \times \left[ \frac{1}{G_f} + \frac{1}{G_m} \left\{ \frac{2}{(1 - V_{fu})^2} \ln \left( \frac{1}{V_{fu}} \right) - 3 - \frac{2V_{fu}}{1 - V_{fu}} \right\} \right]^{-1} \quad (3.12)$$

ここで,  $G_m, G_f$  はそれぞれマトリクスならびに繊維のせん断剛性である. 界面はく離長さ  $l_d$  は以下の式で与えられる[3.9].

$$\frac{l_d}{R} = \frac{(1 - V_{fu})(\bar{\sigma}_{lu} - \bar{\sigma}_i)}{2c_3 \tau V_{fu}} \quad (3.13)$$

ここで,  $\bar{\sigma}_i$  は界面はく離発生時における平均応力であり, 界面はく離に伴う臨界エネルギー解放率  $\Gamma_i$  を用いて以下のように表される.

$$\bar{\sigma}_i = \frac{1}{c_1 \sqrt{E_m \Gamma_i / R}} - \frac{c_2}{c_1 E_m \varepsilon^T} \quad (3.14)$$

ただし,  $\varepsilon^T$  は, 繊維とマトリクスの熱ひずみの差,  $c_1 - c_3$  は Hutchinson と Jensen より提案されているパラメータである[3.9].

### 3.4.6 0°層におけるマトリクスき裂密度

マトリクスき裂密度のモデル化・定式化には, Evans らによる UD 材に対する実験式を適用した[3.5].

$$\rho_{lu}(\bar{\sigma}) = \rho_{ms} \frac{(\bar{\sigma}/\bar{\sigma}_{mc} - 1)}{(\bar{\sigma}_s/\bar{\sigma}_{mc} - 1)} \quad (3.15)$$

ここで、 $\rho_{ms}$  は飽和マトリクスき裂密度、 $\bar{\sigma}_{mc}$  はマトリクスき裂発生応力、 $\bar{\sigma}_s$  はマトリクスき裂飽和応力である。  $\rho_{ms}$ ,  $\bar{\sigma}_{mc}$ ,  $\bar{\sigma}_s$  をそれぞれ  $9.1 \text{ mm}^{-1}$ ,  $130 \text{ MPa}$ ,  $200 \text{ MPa}$  としたところ、図 3.8 の実線に示すように実験データと概ね一致した。

### 3.4.7 マトリクスき裂飽和後の剛性変化

マトリクスき裂飽和時における材料の応力-ひずみ挙動や最終破断は繊維の逐次破断によって引き起こされる[3.43]。本研究では、Curtin によって提案されたモデル[3.43]を用いてき裂飽和後のひずみ応答を予測する。本供試体における x 軸方向（荷重方向）繊維含有率を  $V_{fx}$  とすると、マトリクスき裂面における繊維の平均応力  $\bar{\sigma}/V_{fx}$  は未破断の繊維応力  $T$  を用いて以下の式で表される。

$$\frac{\bar{\sigma}}{V_{fx}} = T \left\{ 1 - \frac{1}{2} \left( \frac{T}{\sigma_{ch}} \right)^{m+1} \right\} \quad (3.16)$$

ここで、 $m$  と  $\sigma_{ch}$  は繊維の *in-situ* 強度分布におけるワイブルパラメータ（形状母数、尺度母数）であり、「第1章 1.1.3 節 SiC 繊維の特徴」で述べた破壊ミラーの半径を測定することで推定される。マトリクスき裂面における未破断の繊維応力  $T$  より、 $0^\circ$  層の平均応力  $\bar{\sigma}_{lu}^*$  は以下の式で表される。

$$\bar{\sigma}_{lu}^* = V_{fx} T \quad (3.17)$$

各負荷応力  $\bar{\sigma}$  において、式(3.16)の両辺が一致するような繊維応力  $T$  を式(3.17)に導入し、 $0^\circ$  層の平均応力  $\bar{\sigma}_{lu}^*$  を算出する。その結果を式(3.11)に導入することで、き裂飽和後の繊維の逐次破断を考慮したひずみ応答が計算される。更に、式(3.16)の繊維応力  $T$  の極大値を求めることで、次式にて示される材料の最終破断強度  $\sigma_{UTS}$  の予測式が得られる。

$$\sigma_{UTS} = V_{fx} \sigma_{ch} \left( \frac{2}{m+2} \right)^{1/(m+1)} \left( \frac{m+1}{m+2} \right) \quad (3.18)$$

*in-situ* 強度分布は破面観察を詳細に行うことで推定される[3.44]が、多大な時間を要してしまう。そこで本研究では、第2章の単繊維引張り試験結果から推定したワイブルパラメータを式(3.16)-(3.18)に用いることで、き裂飽和後のひずみ応答や最終破断強度を簡易的に予測可能か検証する。

### 3.4.8 時間依存の非線形応力-ひずみ応答モデル

以上に述べた各モデルを組み合わせることで、直交積層板全体の応力-ひずみ応答が計算される。本研究では、これらをまとめて時間依存の非線形応力-ひずみ応答モデルと呼ぶ。具体的な計算手順を以下に示す。

- (1) 式(3.2)を用いてトランスバースき裂の発生・累積に伴う積層剛性  $E$  を計算する。
- (2) (1)の計算結果を式(3.8)に導入し、式(3.9)から  $0^\circ$  層の平均応力  $\bar{\sigma}_{lu}$  を計算する。

- (3) (2)の計算結果を式(3.10)-(3.14)に導入することで、マトリクスき裂の発生・累積に伴う0°層の縮約剛性係数 $Q_{11}$ を計算する。
- (4) (3)の計算結果を再度式(3.2)に導入することで直交積層板全体のひずみ応答（時間 $t=0$ ）を計算する。
- (5) 式(3.6)を用いて各負荷応力 $\bar{\sigma}$ におけるラプラス空間上でのひずみ応答を計算したのちに、逆ラプラス変換を行い、実時間上でのひずみ応答を計算する。

#### 3.4.9 高温におけるマトリクスき裂累積挙動の推定

以上に述べた各モデルを用いて計算された室温での応力-ひずみ応答（時間  $t = 0$ ）を、破線として図 3.6 に実験結果と併せて示す。また使用したパラメータを表 3.3 に示す。実験結果と最もよくフィットしたシアラグパラメータ $\xi$ （式(3.3)）は5となった。図 3.6 より、マトリクスき裂飽和応力 $\bar{\sigma}_s$ （200MPa）までの応力域では実験結果と計算結果によい一致がみられたものの、き裂飽和後は計算結果に大きな離れが認められた。この要因のひとつに、本供試体における界面せん断強度のばらつきの影響がある。界面せん断強度が高い部分では、0°層にマトリクスき裂が進展した際、繊維/マトリクス界面ではく離が発生せず、荷重方向繊維束の一部に繊維破断が発生する。すなわち、マトリクスき裂飽和応力以下において、マトリクスき裂の発生・進展に伴い繊維含有率が低下したため、計算値が実験値と離れした可能性がある。

式(3.16)-(3.18)におけるワイブルパラメータに関して、第 2 章で取得した単繊維試験結果（ $m=3.5$ ,  $\sigma_{ch}=3.4$  GPa）を導入した場合と、繊維の *in-situ* 強度分布（ $m=4.2$ ,  $\sigma_{ch}=3.1$  GPa）[3.44]を導入した場合に計算されたひずみ応答の比較結果を図 3.16 に示す。図 3.16 より、き裂飽和後の剛性変化は *in-situ* 繊維強度分布を導入した場合と大きく外れた値とはなっておらず、予測される破断強度の相対誤差は 6%程度である。したがって、*in-situ* 強度分布を詳細に評価せずとも、単繊維試験結果を用いることで簡易的にひずみ応答を予測できる可能性が示唆される。



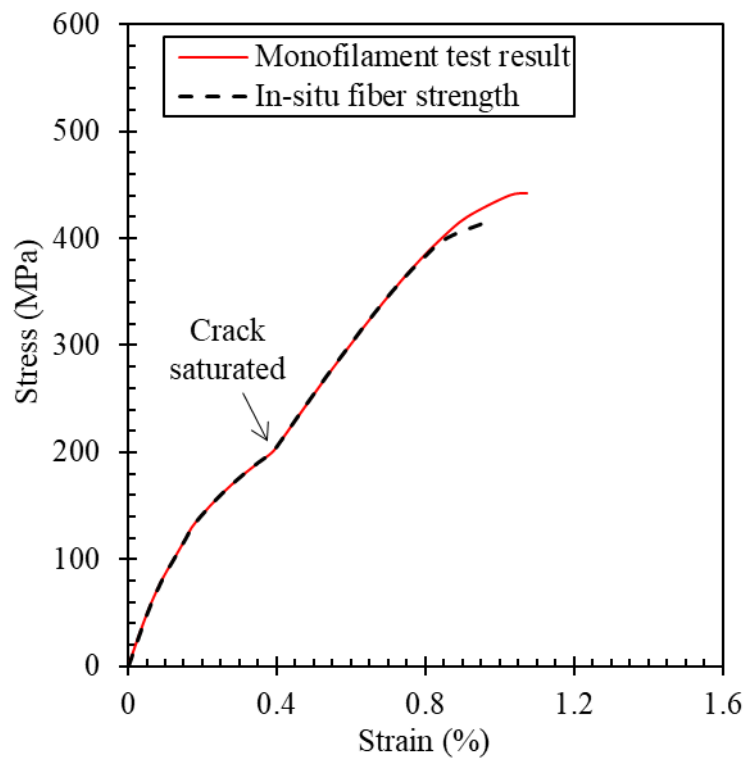


Fig. 3.16 Predicted stress-strain curves obtained by shear-lag analysis.

A solid curve shows estimation based on monofilament test result, whereas a dashed curve shows that based on *in-situ* fiber strength distribution [3.44].

### 第3章 時間依存型ひずみ応答の力学モデル構築

Table 3.3 Estimated parameters used for time-dependent nonlinear stress-strain response model

	Test condition	
	RT	1200 °C
Parameters for Eq. (3.7)		
$\rho_s$ (mm <sup>-1</sup> )		6.0
$A$ (GPa <sup>-1</sup> )	$7.8 \times 10^2$	$1.8 \times 10^3$
$l$	3.4	4.6
$B$ (GPa <sup>-m</sup> s <sup>-n</sup> )		$2.1 \times 10^{-1}$
$m$		$2.0 \times 10^{-2}$
$n$		$1.1 \times 10^{-1}$
Parameters for Eq. (3.15)		
$\rho_{ms}$ (mm <sup>-1</sup> )		9.2
$\sigma_{mc}$ (MPa)	130	160
$\sigma_s$ (MPa)	200	320
Shear-lag parameter $\xi$		
for Eq. (3.2)		5.0
Interfacial slip stress $\tau$ (MPa)	5.0	17.1
Normalized debond stress		
$\sum_i = \sigma_i / \bar{\sigma}$	$7.8 \times 10^{-1}$	$5.1 \times 10^{-1}$

高温において負荷応力の増加に伴うマトリクスき裂の累積挙動を実験的に取得することは容易ではない[3.45]. そこで本研究では, 上述した力学モデルを用いて高温中のマトリクスき裂の累積挙動を推定した. き裂密度を表現する実験式(式(3.7), 式(3.15))の各定数項( $A, l, B, m, n, \rho_{ms}, \bar{\sigma}_{mc}, \bar{\sigma}_s$ )をパラメトリックに変化させ, 上述したモデルによるひずみ応答を計算した. 種々の計算結果と 1200 °C・Ar 雰囲気中での引張り試験結果を比較し, もっともよく一致するときの各定数項を決定した. 式(3.7)の実験定数  $A, l$  ならびに式(3.15)の  $\bar{\sigma}_{mc}, \bar{\sigma}_s$  を表 3.3 に示す値としたところ, 引張り試験結果とモデルの計算値がよい一致を示した. 計算された応力-ひずみ線図を図 3.9 の実験結果に併せて示す. これらのパラメータを用いて式(3.7)・式(3.15)によって計算された各繊維束層におけるマトリクスき裂密度の推定値を図 3.17 に示す. このとき, シアラグパラメータ  $\xi$ , トランスバースき裂飽和密度  $\rho_s$ , およびマトリクスき裂飽和密度  $\rho_{ms}$  はそれぞれ室温と同じ値を用いた[3.46]. マトリクスき裂密度の予測結果の検証のため, 試験後に微視的観察を実施したが, き裂が閉じていたため, マトリクスき裂密度の測定は困難であった. 図 3.17 より, 計算結果を室温と比較すると, 高温における各繊維束層のマトリクスき裂発生応力が高くなる傾向が認められた. このような傾向がみられた可能性のひとつに, 織

### 第3章 時間依存型ひずみ応答の力学モデル構築

維, h-BN, マトリクスにおけるそれぞれの熱膨張係数 (CTE) の差異による影響が考えられる. 繊維ならびにマトリクスの CTE (約  $4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) に対して, h-BN の  $a$  軸方向における CTE (約  $0.77 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) は低いことが報告されている[3.47]. そのため, マトリクス形成時のプロセス温度から冷却過程においてマトリクスに引張りの熱残留応力が発生する. 高温では残留応力が解放される傾向となるため, トランスバースき裂やマトリクスき裂の発生応力が増加した可能性がある.

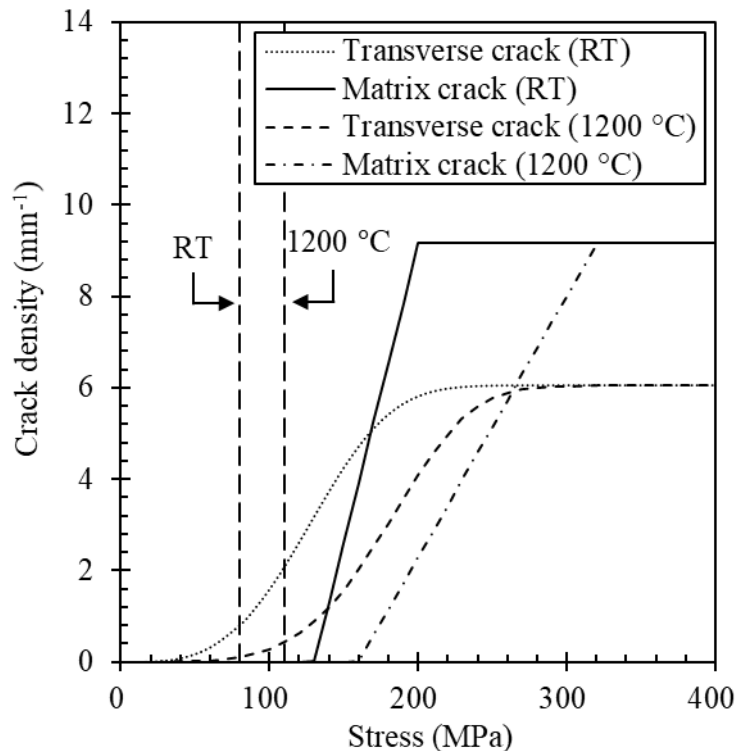


Fig. 3.17 Estimated crack densities versus applied stress at room temperature and 1200 °C.

Vertical dashed lines show the proportional limit stress obtained from tensile testing at room temperature and 1200 °C in Ar.

高温でのクリープ試験中におけるトランスバースき裂密度を実験的に直接測定することはより困難である. そこで本研究では, 高温 Ar 雰囲気中の引張り試験結果を用いてクリープ試験中におけるトランスバースき裂密度を推定する. まず, 図 3.18 のように, 高温 Ar 雰囲気中の引張り試験結果中の各負荷応力における剛性変化 ( $E/E_0$ ) と, 式(3.7)から推定されたトランスバースき裂密度の関係を整理した. 剛性変化に伴いトランスバースき裂密度が飽和まで線形に増加すると仮定して, 図 3.18 の実線のようにトランスバースき裂密度-剛性変化 ( $E/E_0$ ) の関係を近似した. この結果をクリープ試験中の剛性変化 ( $E/E_0$ ) に導入することで間接的に時間依存型のトランスバースき裂進展を推定した. 推定されたトランスバースき裂密度-時間の関係を図 3.19 に示す. 更に

### 第3章 時間依存型ひずみ応答の力学モデル構築

応力 120 MPa の推定データと一致するように、トランスバースき裂密度の実験式 (式 (3.7)) の実験定数を決定したところ、それぞれ表 3.3 のようになった。このとき、図 3.19 に示されるように、応力 120, 160 MPa では推定値と式(3.7)を用いた計算結果により一致がみられるものの、応力 220 MPa では大きな差異がみられた。前述した高温におけるマトリクスき裂累積挙動の推定結果 (図 3.17) をみると、応力 220 MPa では、トランスバースき裂進展に加えて、 $0^\circ$ 層繊維束においてマトリクスき裂が進展・累積しているものと考えられる。そのため、応力 220 MPa におけるクリープ試験中の剛性変化 ( $E_t/E_0$ ) には、マトリクスき裂密度の増加に伴う剛性変化分が重畳されていた可能性が示唆される。

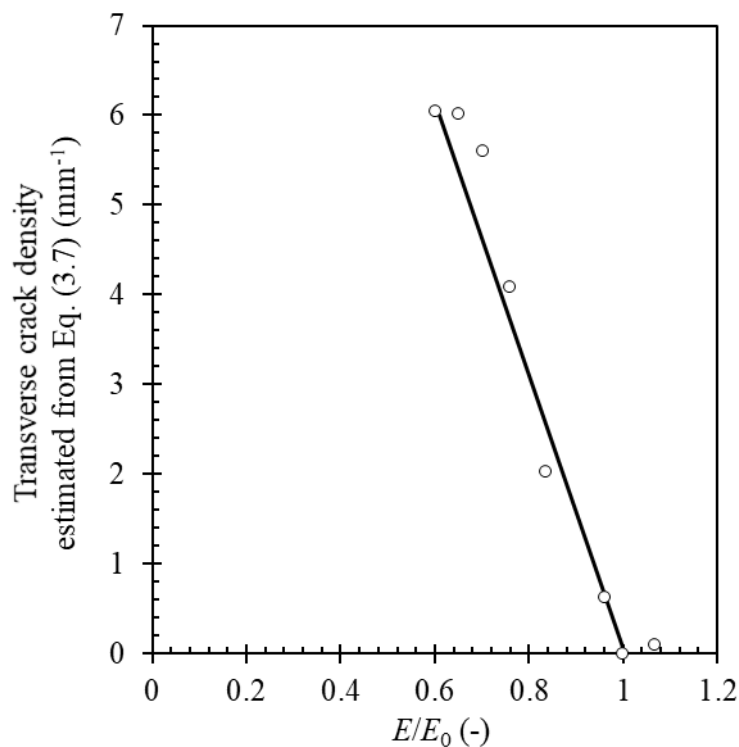


Fig. 3.18 Transverse crack density versus stiffness change at 1200 °C in Ar.

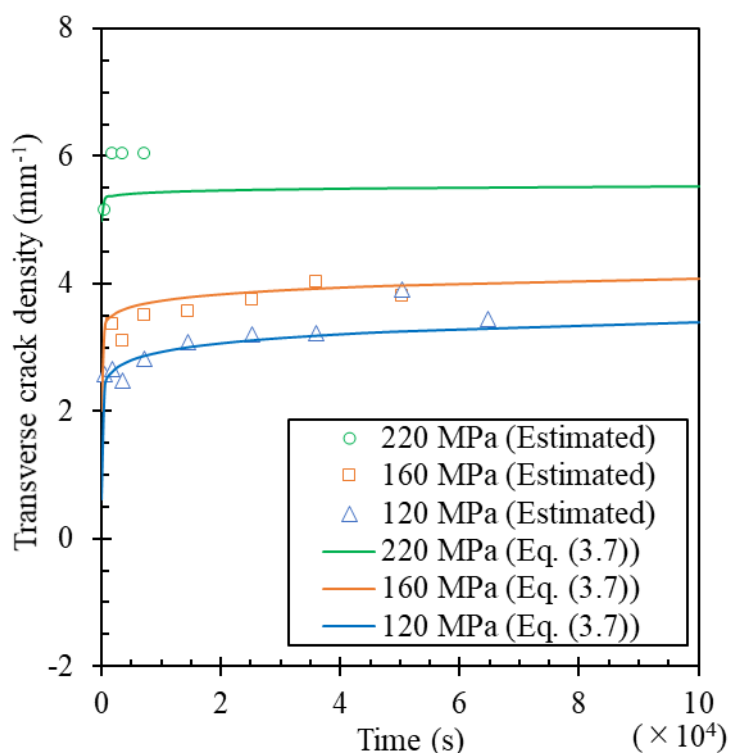


Fig. 3.19 Transverse crack densities at 1200 °C in vacuum as a function of time.

Open circles, triangles, and squares were estimated from the stiffness change during creep testing, whereas solid curves were calculated using Eq. (3.7).

### 3.5 考察

式(3.6)を用いて、各応力下におけるラプラス空間上でのひずみを計算したのちに、逆ラプラス変換を行い、実時間上でのひずみを計算した。計算には MATLAB を使用した。計算結果を、クリープ試験結果と併せて図 3.20 に実線にて示す。計算結果は 100, 120, 160 MPa ではひずみに最大 35 %の相対誤差が認められた。これは、試験片ごとのトランスバースき裂累積挙動のばらつきを考慮せず、負荷-除荷引張り試験におけるき裂密度を基準として各応力におけるひずみ応答を計算したためであると考えられる。一方で、220 MPa の引張り応力下では、他の応力と比較して試験結果は大きなかい離が認められた。図 3.17 より、応力 220 MPa ではトランスバースき裂はおおむね飽和しており、この影響は少ないと考えられる。一方、温度暴露によって繊維の破断強度が低下することで、時間経過に伴い繊維破断が発生した可能性[3.48]や、時間経過に伴う 0°層のマトリクスき裂の進展・累積による影響も考えられるが、詳しい理由は現時点ではわかっていない。

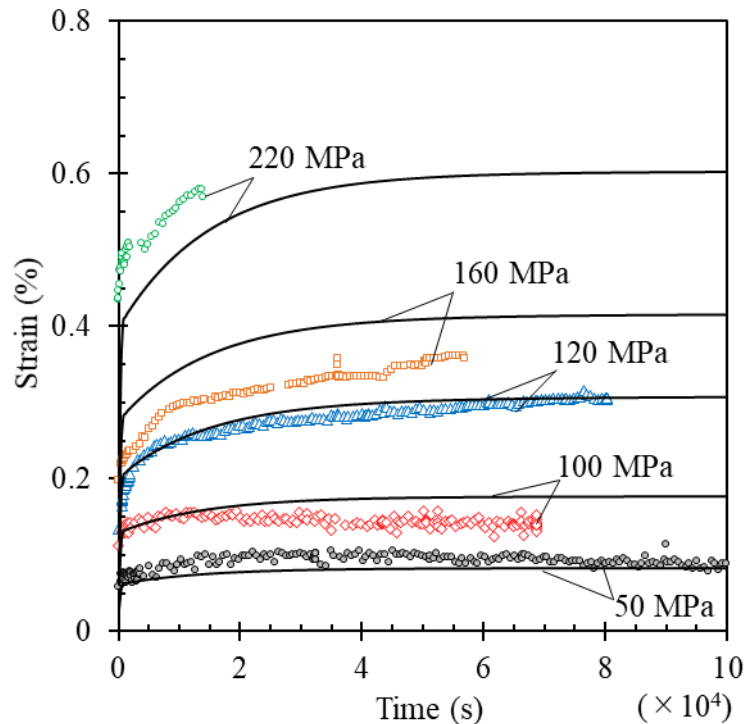


Fig. 3.20 Experimentally obtained and predicted strain versus time at 1200 °C in vacuum. Time-dependent transverse crack was assumed. Solid curves represent estimated values.

これに対して、所定応力保持後、時間経過によらずトランスバースき裂密度が一定となると仮定した場合の計算結果を、クリープ試験結果と併せて図 3.21 に実線にて示す。図 3.20 と比較すると、応力 120 MPa では、実験値を過小評価する傾向が認められる。一方で、応力 220 MPa では、時間依存の考慮によらず、計算されたひずみの値はほとんど変化していない。トランスバースき裂密度と剛性変化に関しては、トランスバースき裂発生初期において、き裂密度の増加により剛性が急激に低下する。しかしながら、き裂密度の増加とともに、その影響は小さくなることが知られている[3.5, 3.7]。したがって、トランスバースき裂発生開始応力に近い 120 MPa では、時間経過に伴うトランスバースき裂密度の増加の影響が顕著に現れたものと考えられる。SiC-f/SiC 複合材料をタービン部品として適用する場合、多くはこの応力域近くで用いられるため、本研究で提案したような時間依存型のトランスバースき裂進展の影響を考慮したクリープ変形構成式の適用が有用であると考えられる。

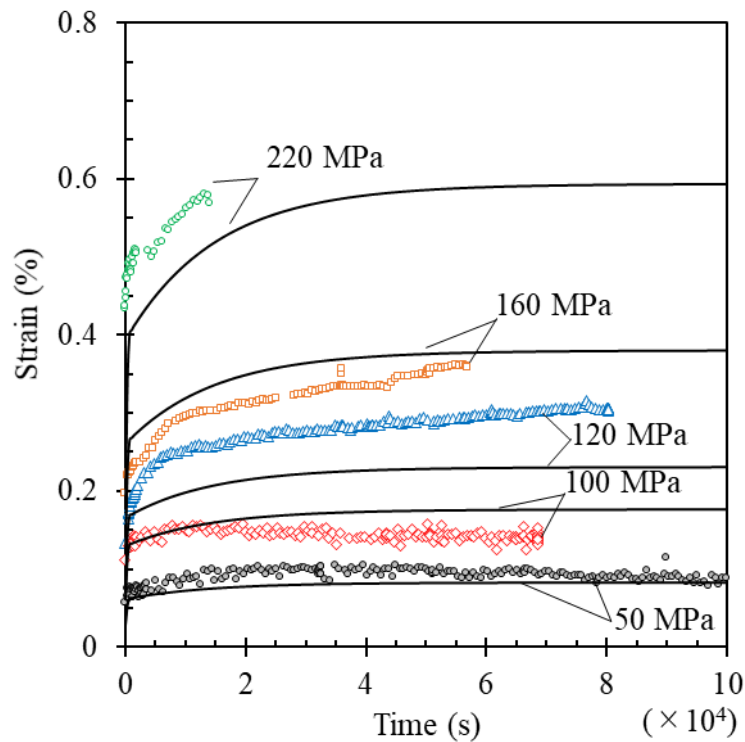


Fig. 3.21 Experimentally obtained and predicted strain versus time at 1200 °C in vacuum. Time-independent transverse crack was assumed. Solid curves represent estimated values.

ところで、Abbeらは、温度 1200°C・真空中における平織り Nicalon 繊維/CVI-SiC 複合材料の曲げクリープ試験を行い、低応力域では  $n = 1.4$ 、高応力域では  $n = 5.6$  [3.49]と大きくなることを報告している。同様の報告は、ガラスシールを施した三次元織物 Tyranno Lox-M 繊維/PIP-SiC 複合材料の温度 1200 °C・大気中における実験でも報告されている[3.26]。そこで、本研究で提案した時間依存の非線形応力-ひずみ応答モデルを用いて各応力におけるひずみ速度を計算し、ひずみ速度がおおむね定常となる時間  $5 \times 10^4$  s における定常ひずみ速度と応力の関係として整理した結果を実験結果とともに図 3.11 に示す。ひずみ速度から推定される応力指数  $n$  は、応力 20-100 MPa では約 1.1 となるのに対して、時間依存型のトランスバースき裂の進展応力 120 MPa 以上では約 1.5 となった。これより、クリープ試験中に剛性変化が認められた 120 MPa 以上の引張り応力では応力指数が増加するといった実験事実を定性的に説明できている。しかしながら、クリープ試験結果から得られた応力指数の値 ( $n = 4.7$ ) と比較すると提案したモデルで計算された応力指数  $n$  は低い傾向にある。また高応力域では、 $n = 5 - 9$  という報告[3.26]もなされているが、このような応力指数の増加傾向は本研究で提案したモデルでは説明できないことがわかった。高応力域における応力指数の増加は、90°層のトランスバースき裂進展に加えて、時間経過に伴う 0°層繊維束におけるマトリクスき裂進展や、繊維破断などによる影響が考えられる。しかし、図 3.20 に示されているように、

本研究で提案したモデルの計算結果は、応力 50-120 MPa の低応力域において実験結果とよい一致を示している。すなわち、低応力域では、時間経過に伴うマクロなレベルでのひずみ応答に及ぼす繊維破断の影響は非常に小さいことが考えられる。低応力域の場合は、本研究で提案したモデルを用いることで、時間経過に伴うひずみ応答を合理的に説明することができる。一方、時間経過に伴う 0°層のき裂進展や繊維破断は、ひずみ応答はもちろん、破断寿命に対しても大きく影響を及ぼすことが考えられる。以上の現象のモデル化は今後の課題である。

### 3.6 結言

本章では、BN 界面を有する直交三次元織物 SiC-f/SiC 複合材料を対象に、高温真空中・定引張り荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の時間依存の損傷挙動・ひずみ応答を記述する力学モデルの構築を目的とした。室温引張り試験中の *in-situ* 観察、1200 °C・Ar 雰囲気中での引張り試験、および 1200 °C・真空中での定荷重引張り試験をそれぞれ実施した。得られた実験事実を基に、微視的損傷の影響を考慮した時間依存の非線形応力-ひずみ応答モデルを構築した。これらより以下の結論が得られた。

- (1) 本供試体は、室温にて線形限界応力 (80 MPa) より 90°層繊維束におけるトランスバースき裂の発生・進展、応力約 140 MPa を超えると 0°層繊維束にマトリクスき裂が発生・進展が観察された。一方で、1200 °C・Ar 雰囲気中における引張り試験より、線形限界応力は約 110 MPa と室温より若干高く、また線形限界応力を超えると室温と比較して剛性が高い傾向が認められた。
- (2) 1200 °C・真空中における定荷重引張り試験より、本供試体は非線形クリープ変形挙動を示す傾向が認められた。線形限界応力以上では、引張り定荷重下において時間経過に伴いゆっくりと材料の剛性が低下する傾向が認められた。これは、時間経過に伴い材料に新たに微視的損傷 (マトリクスき裂) が発生した可能性を示唆している。
- (3) 90°層ならびに 0°層繊維束におけるマトリクスき裂の発生・累積を考慮した時間依存の非線形応力-ひずみ応答モデルを新たに構築した。本モデルを用いることで、応力 50-120 MPa の低応力域における時間依存のひずみ応答を合理的に説明できる。一方で、高い応力域 (>120 MPa) では、時間経過に伴う 0°層におけるマトリクスき裂進展や繊維破断の影響を考慮する必要性が示唆された。



#### 3.7 参考文献

- [3.1] S. Pasquier, J. Lamon, and R. Naslain, "Tensile static fatigue of 2D SiC/SiC composites with multilayered (PyC-SiC)<sub>n</sub> interphases at high temperatures in oxidizing atmosphere", *Compos. Part A* 29A pp.1157-1164(1998).
- [3.2] G.N. Morscher, J. Hurst, and D. Brewer, "Intermediate-temperature stress rupture of a woven Hi-Nicalon, BN-interphase, SiC-matrix composite in air", *J. Amer. Ceram. Soc.* 83(6) pp.1441-1449(2000).
- [3.3] G.N. Morscher, J.D. Cawley, "Intermediate temperature strength degradation in SiC/SiC composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 pp.2777-2787(2002).
- [3.4] R. Naslain, A. Guette, F. Rebillat, S. Le gallet, F. Lamouroux, L. Filipuzzi, and C. Louchet, "Oxidation mechanisms and kinetics of SiC-matrix composites and their constituents", *J. Mater. Sci.* 39 pp.7303-7316(2004).
- [3.5] A.G. Evans and F.W. Zok, "Review : The physics and mechanics of fibre-reinforced brittle matrix composites", *J. Mater. Sci.* 29 pp.3857-3896(1994).
- [3.6] A.G. Evans, "Design and Life Prediction Issues for High-Temperature Engineering Ceramics and Their Composites", *Acta mater.* 45(1) pp.23-40(1996).
- [3.7] T. Ogasawara and T. Ishikawa, H. Ito, N. Watanabe and I.J. Davies, "Multiple cracking and tensile behavior for an orthogonal 3-D woven Si-Ti-C-O fiber/Si-Ti-C-O matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 84(7) pp.1565-1574(2001).
- [3.8] G.N. Morscher, "Stress-dependent matrix cracking in 2D woven SiC-fiber reinforced melt-infiltrated SiC matrix composites", *Compos. Sci. Tech.* 64 pp.1311-1319(2004).
- [3.9] J.W. Hutchinson and H.M. Jensen, "Models of fiber debonding and pull-out in brittle composites with friction", *Mech. Mater.* 9 pp.139-163(1990).
- [3.10] P. Karandikar and T.W. Chou, "Characterization and modeling of microcracking and elastic modulo changes in Nicalon/CAS composites", *Compos. Sci. Tech.* 46 pp.253-263(1993).
- [3.11] G.N. Morscher, M. Singh, J.D. Kiser, M. Freedman, and R. Bhatt, "Modeling stress-dependent matrix cracking and stress-strain behavior in 2D woven SiC fiber reinforced CVI SiC composites", *Comp. Sci. Tech.* 67 pp.1009-1017(2007).
- [3.12] X. Wu and J.W. Holmes, "Tensile creep and creep-strain recovery behavior of silicon carbide fiber calcium aluminosilicate matrix ceramic composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 76(10) pp.2695-2700(1993).
- [3.13] M. Mizuno, S. Zhu, Y. Kagawa and H. Kaya, "Stress, strain and elastic modulus behavior of SiC/SiC composites during creep and cyclic fatigue", *J. Euro. Ceram. Soc.* 18 pp.1869-1878(1998).

- [3.14] S. Darzens, J. L. Chermant, and J. Vicens, "Microcracking mechanism in a SiCf-SiBC composite creep-tested in argon", *J. Microsc.* 201(2) pp.230–237(2001).
- [3.15] J.L. Chermant, G. Boitier, S. Darzens, G. Farizy, J. Vicens, J. C. Sangleboeuf, "The creep mechanism of ceramic matrix composites at low temperature and stress, by a material science approach", *J. Euro. Ceram. Soc.* 22 pp.2443-2460(2002).
- [3.16] B. Wilshire and F. Carreno, "Deformation and damage processes during tensile creep of ceramic-fibre-reinforced ceramic-matrix composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 20 pp.463-472(2000).
- [3.17] B. Wilshire, "Creep property comparisons for ceramic-fibre-reinforced ceramic-matrix composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 pp.1329-1337(2002).
- [3.18] B. Wilshire and M.R. Bache, "Creep of monolithic and fibre-reinforced silicon carbide", *J. Eur. Ceram. Soc.* 28 pp.1535-1542(2008).
- [3.19] G.N. Morscher and V.V. Pujar, "Creep and stress-strain behavior after creep for SiC fiber reinforced, melt-infiltrated SiC matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 89(5) pp.1652-1658(2006).
- [3.20] G.N. Morscher, G. Ojard, R. Miller, Y. Gowayed, U. Santhosh, J. Ahmad and R. John, "Tensile creep and fatigue of Sylramic-iBN melt-infiltrated SiC matrix composites: Retained properties, damage development, and failure mechanisms", *Comp. Sci. Tech.* 68 pp.3305-3313(2008).
- [3.21] G.N. Morscher, R. John, L. Zawada, D. Brewer, G. Ojard, and A. Calomino, "Creep in vacuum of woven Sylramic-iBN melt-infiltrated composites", *Compos. Sci. Technol.* 71 pp.52–59(2011).
- [3.22] G.N. Morscher, "Tensile Creep of Melt-Infiltrated SiC/SiC Composites with Unbalanced Sylramic-iBN Fiber Architectures", *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 8(2) pp.239–250(2011).
- [3.23] F. Abbe, J. Vicens, and J.L. Chermant, "Creep behaviour and microstructural characterization of a ceramic matrix composite", *J. Mater. Sci. Letters* 8 pp.1026-1028(1989).
- [3.24] S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, and J. Cao, Y. Nagano and H. Kaya, "Creep and fatigue behavior of SiC fiber reinforced SiC composite at high temperature", *Mater. Sci. Eng. A225* pp.69-77(1997).
- [3.25] S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, and Y. Mutoh, "Monotonic tension, fatigue and creep behavior of SiC-fiber-reinforced SiC-matrix composites: a review", *Compos. Sci. Technol.* 59 pp.833-851(1999).
- [3.26] T. Ogasawara, T. Ishikawa, N. Suzuki, I.J. Davis, M. Suzuki, J. Gotoh and T. Hirokawa, "Tensile creep behavior of 3-D woven Si-Ti-C-O fiber/SiC-based matrix composite with glass sealant", *J. Mater. Sci.* 35 pp.785-793(2000).

- [3.27] X. Jing, X. Yang, D. Shib, and H. Niue, "Tensile creep behavior of three-dimensional four-step braided SiC/SiC composite at elevated temperature", *Ceram. Int.* 43 pp.6721-6729(2017).
- [3.28] Y.H. Park and J.W. Holmes, "Finite element modelling of creep deformation in fibre-reinforced ceramic composites", *J. Mater. Sci.* 27 pp.6341-6351(1992).
- [3.29] L. Casas, J.M. Martinez-Esnaola, "Mechanisms of energy absorption in the creep fracture of woven ceramic composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 23 pp.2039-2046(2003).
- [3.30] L. Casas and J. M. Martinez-Esnaola, "Modelling the effect of oxidation on the creep behavior of fibre-reinforced ceramic matrix composites", *Acta Mater.* 51 pp.3745-3757(2003).
- [3.31] F. Pailler and J. Lamon, "Micromechanics based model of fatigue/oxidation for ceramic matrix composites", *Compos. Sci. Technol.* pp.369-374(2005).
- [3.32] V.P. Rajan, M.N. Rossol, and F.W. Zok, "Optimization of digital image correlation for high-resolution strain mapping of ceramic composites", *Experim. Mech.*, 52, pp.1407-1421(2012).
- [3.33] E. Vagaggini, J. Domergue, and A.G. Evans, "Relationships between hysteresis measurements and the constituent properties of ceramic matrix composites: I, Theory", *J. Amer. Ceram. Soc.* 78(10) pp.2709-2720(1995).
- [3.34] J. Domergue, E. Vagaggini, and A.G. Evans, "Relationships between hysteresis measurements and the constituent properties of ceramic matrix composites: II, Experimental studies on unidirectional materials", *J. Amer. Ceram. Soc.* 78(10) pp.2721-2731(1995).
- [3.35] J. Domergue, F.E. Heredia, and A.G. Evans, "Hysteresis loops and the inelastic deformation of 0/90 ceramic matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 79(1) pp.161-170(1996).
- [3.36] N. Jia, R. Bodet, R.E. Tressler, "Effects of microstructural instability on the creep behavior of Si-C-O (Nicalon) fibers in argon", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 76(12) pp.3051-3060(1993).
- [3.37] R. Bodet, J. Lamon, N. Jia and R.E. Tressler, "Microstructural stability and creep behavior of Si-C-O (Nicalon) fibers in carbon monoxide and argon environments", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 79(10) pp.2673-2686(1996).
- [3.38] T. Ishikawa, K. Bansaku, N. Watanabe, Y. Nomura, M. Shibuya and T. Hirokawa, "Experimental stress/strain behavior of SiC matrix composites reinforced with Si-Ti-C-O fibers and estimation of matrix elastic modulus", *Compos. Sci. Tech.*, 58, pp.51-63(1998).
- [3.39] H. Fukunaga, T. Chou, P.W.M. Peters, and K. Schulte, "Probabilistic failure strength analyses of graphite/epoxy cross-ply laminates", *J. Compos. Mater.* 18 pp.339-356(1984).
- [3.40] K. Ogi and Y. Takao, "Modeling of time-dependent behavior of deformation and transverse cracking in cross-ply laminates", *Adv. Compos. Mater.* 2 pp.39-62(2001).

- [3.41] B. D. Coleman, "Statistics and time dependence of mechanical breakdown in fibers", *J. Applied phys.* 29 pp.968-983(1958).
- [3.42] K. Goda and J. Hamada, "Creep-rupture lifetime distribution of boron fibers", *Mater. Sci. Res. Int.* pp.123-130(1996).
- [3.43] W.A. Curtin, "Theory of mechanical properties of ceramic-matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 74(11) pp.2837-2845(1991).
- [3.44] I.J. Davies, T. Ishikawa, M. Shibuya, T. Hirokawa, J. Gotoh, "Fibre and interfacial properties measured in situ for a 3D woven SiC/SiC-based composite with glass sealant", *Compos. Part A* 30 pp.587-591(1999).
- [3.45] C.E. Smith, G.N. Morscher and Z.H. Xia, "Monitoring damage accumulation in ceramic matrix composites using electrical resistivity", *Scripta Mater.* 59 pp.463-466(2008).
- [3.46] S. Guo, Y. Kagawa, "Temperature dependence of tensile strength for a woven boron-nitride coated Hi-Nicalon SiC fiber-reinforced silicon-carbide-matrix composite", *J. Amer. Ceram. Soc.* 84(9) pp.2079-2085(2001).
- [3.47] W. Cho, M. Cho, J. Lee, Z.A. Munir, "Effect of h-BN additive on the microstructure and mechanical properties of AlN-based machinable ceramics", *Mater. Sci. Eng. A* 418 pp.61-67(2006).
- [3.48] S. Kanazawa, N. Yamazaki, T. Kishi, K. Kubushiro, "Influences of heat treatments on the strength properties of amorphous SiC fiber", *Adv. Compos. Mater.* 28 pp.491-506(2019).
- [3.49] F. Abbe, R. Carin, J.L. Chermant, "Tensile and compressive creep characteristics from bending tests: application to SiC-SiC composite", *J. Euro. Ceram. Soc.* 5 pp.201-205(1989).

### 第4章 破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響

#### 4.1 はじめに

燃料消費率の優れた航空エンジンの開発のため、エンジン高温部における回転部品への SiC-f/SiC 複合材料の適用が検討されている。この場合、材料にはエンジンの起動・停止に伴った繰返し引張り荷重や、巡航中の熱応力ならびに回転による遠心力などの定引張り荷重が負荷されることが想定される。このため、定荷重、繰返し荷重、およびそれらの複合的な荷重条件下における SiC-f/SiC 複合材料の損傷・破壊メカニズムを解明するとともに、材料の寿命予測手法を構築する必要がある。定荷重下におけるクリープ破壊メカニズム、繰返し荷重下における疲労破壊メカニズムに関しては、実験的研究 [4.1-4.18] や寿命予測モデルの提案 [4.19-4.28] がなされている。しかしながら、従来の研究では、第 1 章でも述べたように、SiC-f/SiC 複合材料の破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の影響を個別に取り扱ったものが多く、これらの相互影響を調査した研究は十分にはなされていない。

そこで本章では、BN 界面を有する直交三次元織物 SiC-f/SiC 基複合材料を対象とし、繰返し荷重下における破断寿命に及ぼす定荷重および繰返し荷重の相互影響を実験的に明らかにすることを目的とする。試験条件は、ターボファンエンジンの低圧タービン部への適用を見据えて 1100 °C・大気中とし、定負荷速度引張り試験、定荷重引張り試験、引張り-引張り疲労試験を実施する。試験後の破断面の微視的観察ならびに単繊維 Push-out 試験による界面力学特性評価をそれぞれ実施し、損傷・破壊メカニズムについて評価を行う。得られた試験結果に基づき、定荷重と繰返し荷重による損傷をそれぞれ考慮した簡易的な寿命予測モデルを構築する。構築したモデルによる計算結果と実験結果を比較することで、繰返し荷重下における損傷・破壊メカニズムの考察を行う。

## 4.2 実験方法

### 4.2.1 供試体と試験片

供試体には，BN コーティングを施した Tyranno ZMI 繊維（Ube Industries, Ltd. Japan）を直交三次元織物に製織したのちに，CVI 法と PIP 法にて SiC マトリクスを形成した直交三次元織物 SiC-f/SiC 複合材料を用いた．直交三次元織物の繊維体積率は，x, y（面内）方向に対してそれぞれ約 20%，z（面外）方向に対して約 2%である．繊維束中の繊維数は，x,y 方向については約 1600 本，z 方向については 約 800 本となっている．SiC-f/SiC 複合材料の微構造と織物構造を図 4.1(a), (b)にそれぞれ示す．幅 100 mm，長さ 230 mm，厚さ 4 mm の母板から，図 4.2 に示すようなダンベル型の引張り試験片を製作し，表面の耐酸化コーティングなどは施工せずに実験に供した．

供試体には，「第 1 章 1.1.4 節 SiC-f/SiC 複合材料の製造プロセス」に記したような PIP 法によるマトリクスの熱収縮割れが認められた．そのため，引張り荷重下における PIP-SiC が及ぼす材料の力学挙動への影響は少なく，CVI-SiC が力学挙動を大きく支配していると考えられる．また，供試体には繊維織物の z 糸に隣接した箇所においてマクロな気孔（マトリクスポケット）が観察された．これは，CVI 法および PIP 法では完全に SiC マトリクスが充てんされなかったために形成されたものである．

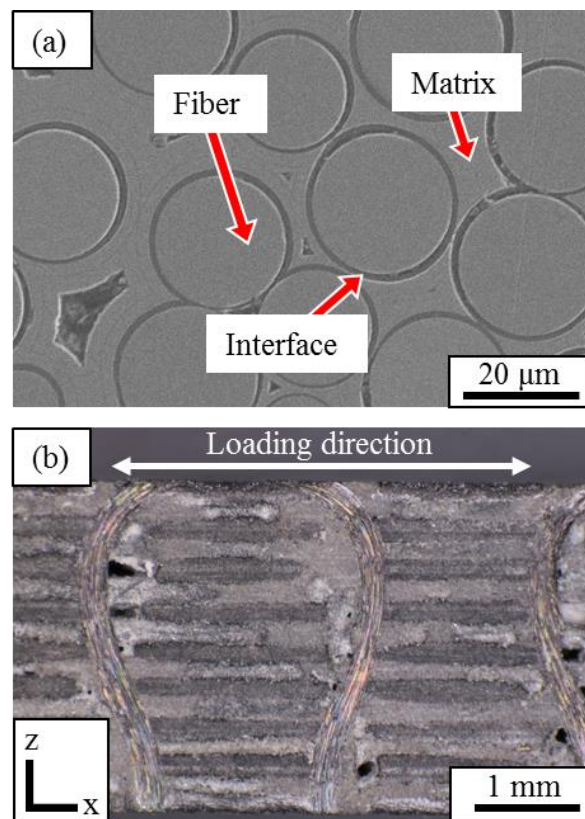


Fig. 4.1 (a)Scanning electron micrograph showing the cross section of SiC-f/SiC composites,  
(b)Microscopic images of an orthogonal 3D woven fabric

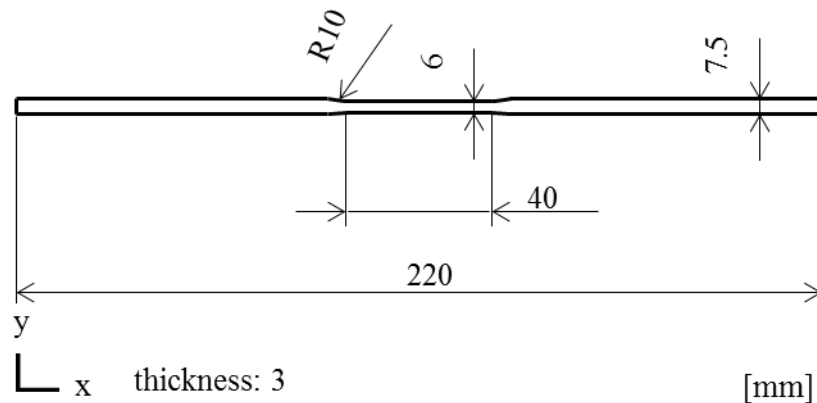


Fig. 4.2 Geometry and dimension of a tensile specimen

#### 4.2.2 試験条件

強度試験には電気アクチュエータ引張り試験機 (Model 8861, 35 kN; Instron Corp., USA) を使用した。ゲージ長さ 25 mm の接触型高温伸び計 (Model 3648; Epsilon Technology Corp., USA) を用いて評定部のひずみを測定した。SiC ヒーターを用いた 3 ゾーン制御型薄型電気炉にて試験片評定部を所定の温度に保持した。試験のセットアップ写真を図 4.3 に示す。

大気中にて温度 1100 °C まで約 120 分で昇温したのち、引張り試験、定荷重引張り試験、および引張り-引張り疲労試験を行った。引張り試験の負荷速度は 10, 1, 0.1 MPa/s の 3 条件とした。また、定荷重引張り試験では、最大応力を 140, 120, 110, 100, 90, 80 MPa の 6 条件とし、試験開始時から所定の応力に至るまでの負荷速度は全て 280 MPa/min とした。

Grant と Steiner は疲労試験時の応力波形を台形波とすることで、CMC の疲労寿命に及ぼす定荷重保持時間の影響を実験的に調査している[4.29, 4.30]。本研究においても、疲労試験時の応力比  $R$  を 0.1 に設定し、図 4.4 に示すような、負荷、最大応力保持、除荷、最小応力保持からなる台形波にて行った。図 4.4 のうち、最大応力保持時間  $t_h$ 、最小応力保持時間  $t_l$ 、1 サイクル辺りの時間  $t_{total}$  ならび負荷・除荷速度を、表 4.1 に示すような条件(a)-(c)ごとに変更した。最大応力  $\sigma_{max}$  では、条件(a)にて 120, 110, 100, 90, 80 MPa の 6 条件、条件(b), (c)にてそれぞれ 110, 100, 90 MPa の 3 条件とし、合計 12 条件で試験を行った。ここで、台形波を用いた疲労試験では、疲労試験中の除荷/再負荷時間の累積が試験片の破断寿命に大きく影響を及ぼすことが考えられる[4.31-4.33]。すなわち、本章の目的となる SiC-f/SiC 複合材料の破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響を評価するには、台形波における除荷/再負荷速度を可能な限り速いものとする必要がある。そのため、図 4.4 における波形(a), (c)の除荷/再負荷速度を、本研究に使用した試験機の制御可能範囲内で最も速い速度 (600 MPa/s) に設定した。負荷時間としては約

## 第 4 章 破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響

0.2 s であるため、破断寿命に及ぼす負荷速度の影響は小さいと考えられる。一方で、図 4.4 における波形(b)は周波数の影響を調査するために実施した。波形(b)における周波数を、波形(a)における周波数の半分とした。すなわち、波形(b)の 1 波形あたりの時間  $t_{total}$  が 2 倍 (4 s) となるように、 $t_h$  を 3 s、 $t_l$  を 0.2 s、負荷/除荷速度を 300 MPa/s (除荷/再負荷時間: 0.4 s) とした。

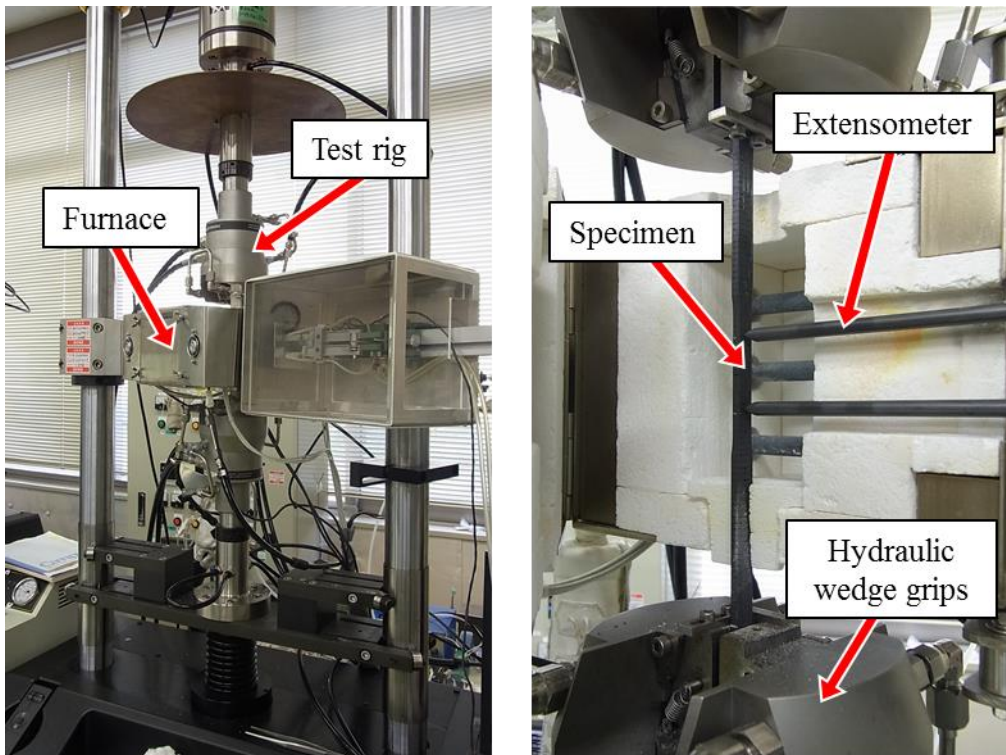


Fig. 4.3 Servo-electric testing system used for mechanical testing at elevated temperature in air

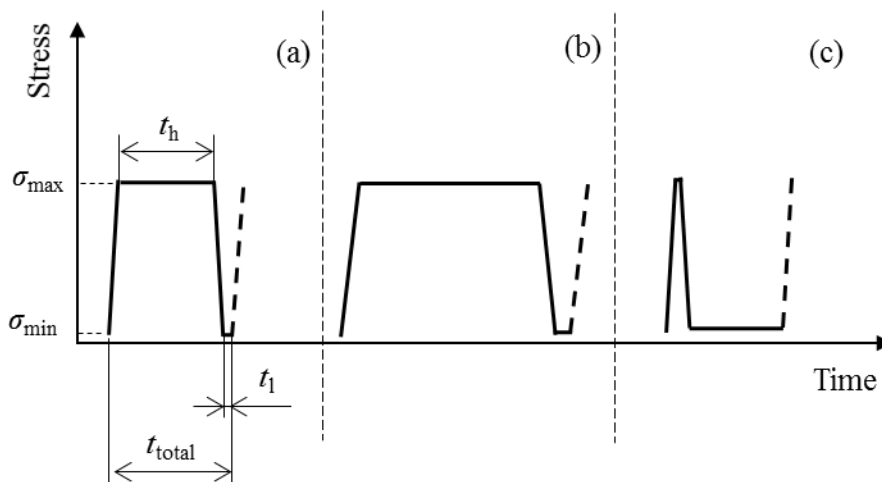


Fig. 4.4 Cyclic waveform used for fatigue testing



## 第4章 破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響

Table 4.1 Trapezoidal waveform parameters used for fatigue testing (stress ratio R=0.1)

Waveform	$t_h$ (s)	$t_l$ (s)	$t_{total}$ (s)	Loading/unloading rate (MPa/s)
(a)	1.5	0.1	2.0	600
(b)	3.0	0.2	4.0	300
(c)	0.1	1.5	2.0	600

### 4.2.3 破断面の微視的観察

Davies らは、ガラスシールを施した直交三次元織物 SiC-f/SiC 複合材料の大気中における引張り試験後の破断面を走査型電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) によって詳細に観察し、0°層繊維束内部において、引抜けが観察される繊維と、繊維の引抜けがなくフラットな領域があることを報告している[4.34]。このフラット領域は、酸化によって繊維/マトリクス間の界面が固着し、界面にはく離が生じず、0°層繊維束内にき裂 (マトリクスき裂) が伝播することによって形成された領域である。そこで、本研究においても各強度試験後の破断面を SEM (S-4700; Hitachi Ltd., Japan) を用いて観察し、酸化の影響を調査した。本研究では加速電圧ならびエミッション電流はそれぞれ 1-2 kV, 10  $\mu$ A とした。

### 4.2.4 単繊維 Push-out 試験による界面せん断強度測定

疲労試験前後の供試体の試験片から、厚さ約 0.3 mm の試料を切り出し、先端部を約 10  $\mu$ m ほど収束イオンビーム観察加工装置 (FIB) にて平坦に加工した特殊なバーコピッチ圧子を取り付けたナノインデント (ENT-1100b; Elionix Inc., Japan) を用いて単繊維 Push-out 試験を行った。

### 4.3 実験結果

#### 4.3.1 定負荷速度引張り試験結果

定負荷速度引張り試験より得られた各負荷速度における応力-ひずみ線図を図4.5に示す。図4.5より、いずれの負荷速度においても、応力約110 MPaを境界として非線形応力-ひずみ挙動へ移行する傾向が認められた。これは、線形限界応力にて荷重方向に垂直な繊維束層(90°層)にき裂(トランスバースき裂)が発生したためである[4.35-4.37]。また、実験結果から、負荷速度の減少に伴い破断強度が低下する傾向が認められた。応力約110 MPa以上の非線形域においては、90°層に発生したトランスバースき裂が空気(酸素)の流入パスとなるため、材料内部の0°層繊維束ならび界面層が高温大気中へ暴露されることが考えられる[4.18]。図4.5に示されるように、負荷速度の減少に伴い暴露時間が増加するため、0°層繊維束ならび界面層の酸化が進行し、破断強度が低下した可能性が示唆される。

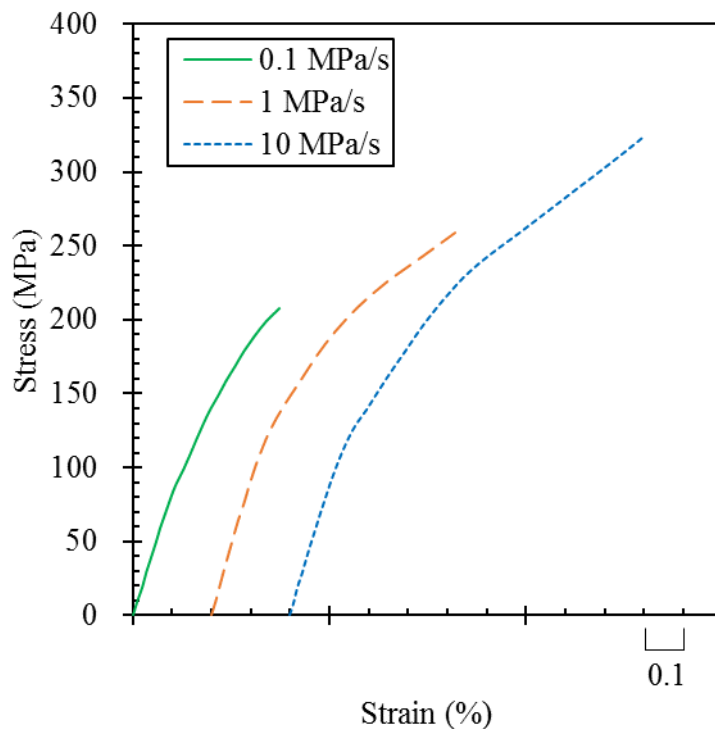


Fig. 4.5 Stress-strain curves obtained by monotonic tensile test at 1100 °C in air

### 4.3.2 定荷重引張り試験結果

定荷重引張り試験結果より得られた応力-破断時間の関係を図 4.6 に示す. ここで, 右向き矢印は 200 hr での試験打ち切りを意味している. 図 4.6 より, 線形限界応力約 110 MPa 以下の線形域では打ち切り時間 (200 hr) まで破断せず, 線形限界応力以上の非線型域では, 比較的短時間で破断するという 2 極化の傾向が認められた[4,5, 4.9, 4.11]. これも上述の引張り試験結果と同様に, トランスバースき裂を通して 0°層繊維束ならび界面層の酸化が進行したため, 破断寿命が低下した可能性が示唆される[4.18].

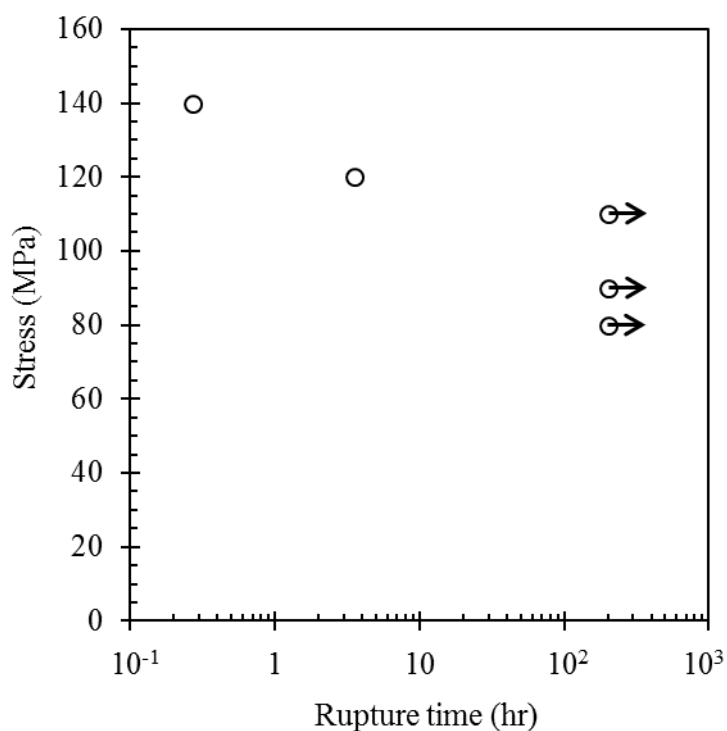


Fig. 4.6 Stress versus rupture time under constant tensile load at 1100°C in air

4.3.3 引張り－引張り疲労試験結果

疲労試験より得られた最大応力－破断サイクルの関係を図 4.7 に示す。破断寿命のばらつきがあり、破断サイクルに及ぼす最大応力保持時間の影響は明確に認められない。また、定荷重引張り試験では未破断であった最大応力 80, 90 MPa の場合でも破断に至るという結果が得られた。

破断までの繰返し数と、繰返し波形（図 4.4）における最大応力保持時間  $t_h$  から、疲労試験時間内に材料が最大応力に保持されていた時間を積算し、応力－破断時間として整理した結果を図 4.8 に示す。図中には、定荷重引張り試験で得られた破断寿命も併せてプロットした。最大応力での保持時間の短い波形の方が破断寿命が短い傾向となっており、繰返し荷重による破断寿命の低下が顕著であることが認められた。

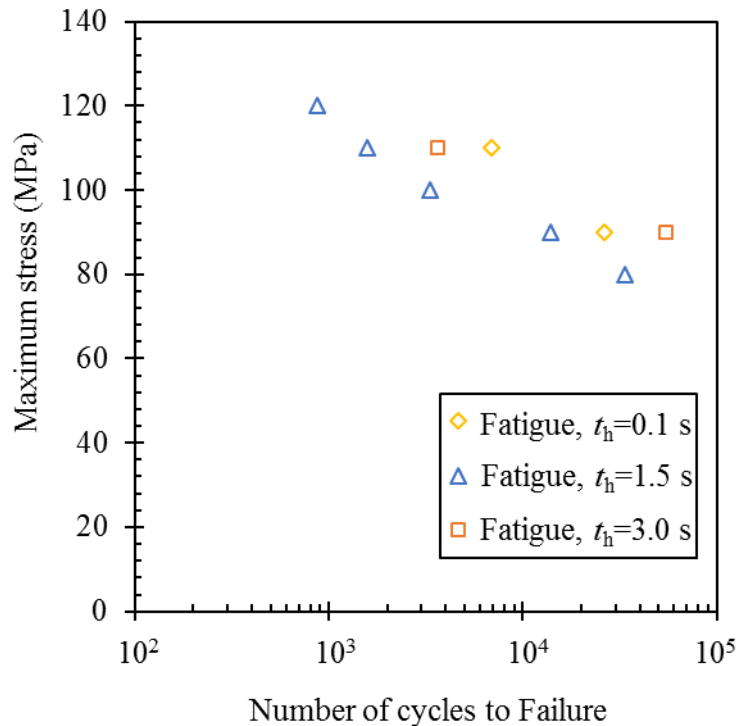


Fig. 4.7 Maximum stress versus number of cycles to failure under cyclic tensile load at 1100°C in air (R=0.1)

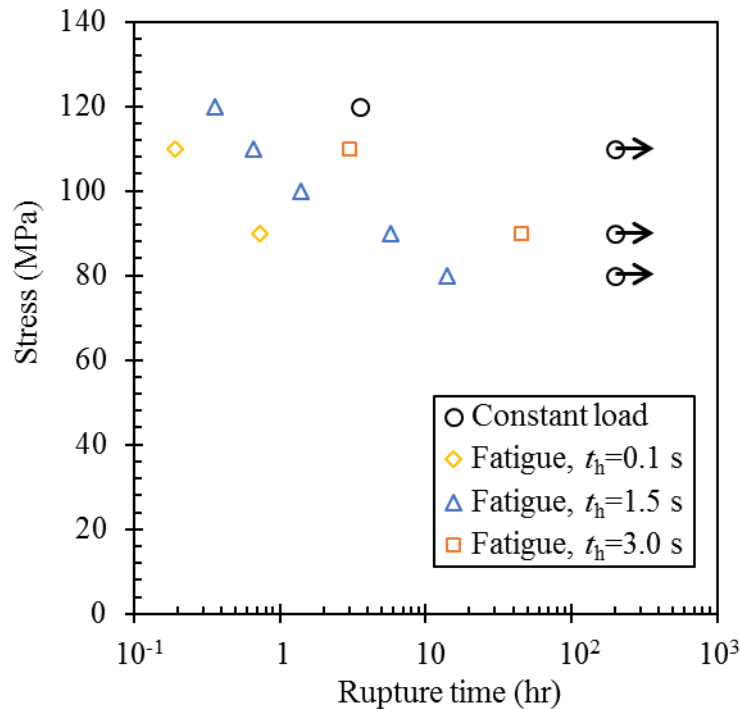


Fig. 4.8 Stress versus rupture time under constant and cyclic tensile loads at 1100°C in air

#### 4.3.4 破断面の微視的観察結果

最大応力 100 MPa, 波形条件 (表 4.1 (a)) での疲労試験後の破断面を SEM によって観察した結果を図 4.9 に示す. 本研究でも Davis らの報告[4.34]と同様に, 各試験後の破断面に明確なフラット領域が観察された. そこで, 破断面の 0°層繊維束内部における繊維引抜け領域とフラット領域の面積を算出した.

破断面における 0°層繊維束の面積 ( $A_0$ ) に対する, 強度試験後のフラット領域 (酸化領域) の面積 ( $A$ ) の比率 ( $A/A_0$ ) に対して, それぞれの強度をプロットした結果を図 4.10 に示す. ここで, 図中の直線は, 界面層の酸化されていない健全な 0°層繊維束が材料の破断強度を担うと仮定した場合の推定強度を示している. すなわち  $A/A_0=1$  のとき破断強度  $S=0$  MPa,  $A/A_0=0$  のときに引張り試験結果 (負荷速度 10 MPa/s) における破断強度  $S_{UTS}=323$  MPa となる. 図 4.10 より, 酸化面積から推定される強度は, 定負荷速度下, 一定応力下における破断強度とおおむね一致する傾向が認められており, 引張り試験および定荷重引張り試験における強度が酸化領域に支配されていることがわかる. これに対して, 疲労試験における強度は酸化面積から推定される強度よりもかなり低い傾向が認められた.

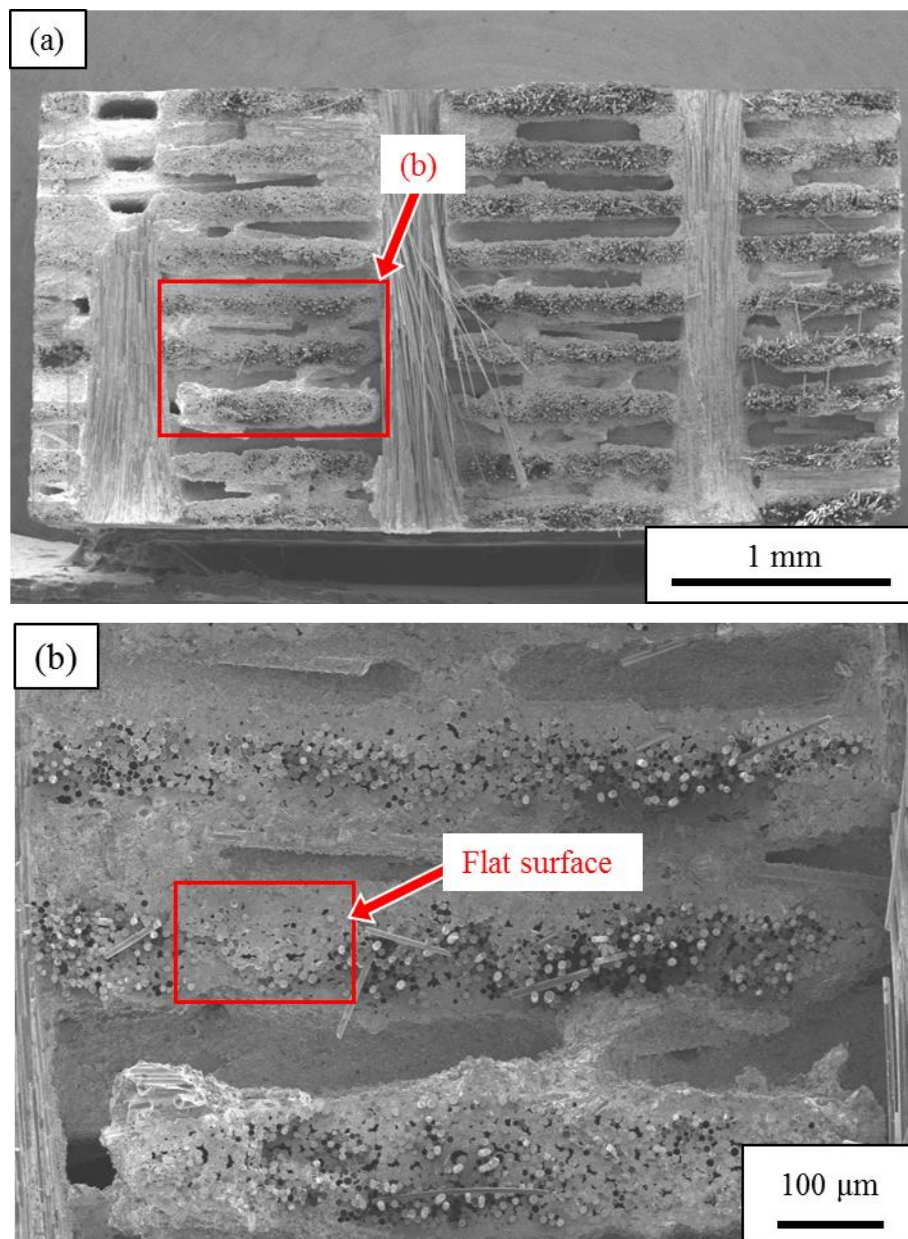


Fig. 4.9 Fracture surface after fatigue testing (100 MPa,  $t_h=1.5$  s) observed using scanning electron microscopy: (b) are correlated to regions indicated by the arrows shown in (a).

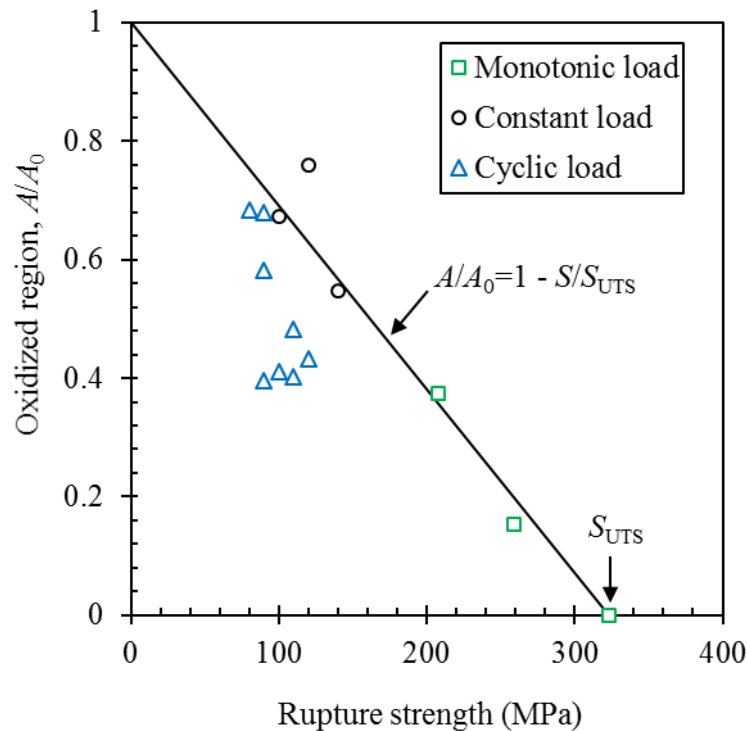


Fig. 4.10 Oxidized region versus rupture strength under monotonic, constant, and cyclic tensile loads

#### 4.3.5 単繊維 Push-out 試験による界面せん断強度測定の結果

単繊維 Push-out 試験から得られた荷重-変位線図の代表例を図 4.11 に示す. 本研究では, 単繊維 Push-out 試験より, 荷重がほとんど一定で変位のみが増加する領域が認められた. この領域にて繊維/マトリクス間の界面がはく離し, 繊維がすべったものと考えられる. 本研究では, この領域での荷重を  $F^*$  とし, 次式によって界面せん断強度を算出した[4.38].

$$\tau = \frac{F^*}{2\pi r h} \quad (4.1)$$

ただし,  $r$  は繊維半径,  $h$  は試料厚さである. 各疲労試験によって破断した試験片のうち, 繰返し波形を表 4.1 の条件(a)とした試験片に対して, 単繊維 Push-out 試験より得られた荷重-変位線図より式(4.1)を用いて界面せん断強度を測定した. 得られた結果を表 4.2 に示す. 試験数はそれぞれ 25 回とし, 繊維半径  $r$  については平均値である  $5.5 \mu\text{m}$  を用いた[4.39]. 表 4.2 より, 疲労試験前の界面せん断強度 (約 18 MPa) と比較すると, 疲労試験後では約 1-3 MPa と, 大きく低下することがわかった. 同様の傾向は, Rouby ら, Evans ら, Zok らによっても報告されている[4.4, 4.19, 4.20]. これは, 繰返し荷重による繊維/マトリクス界面の損傷の影響と考えられている[4.4, 4.19, 4.20, 4.27, 4.28].

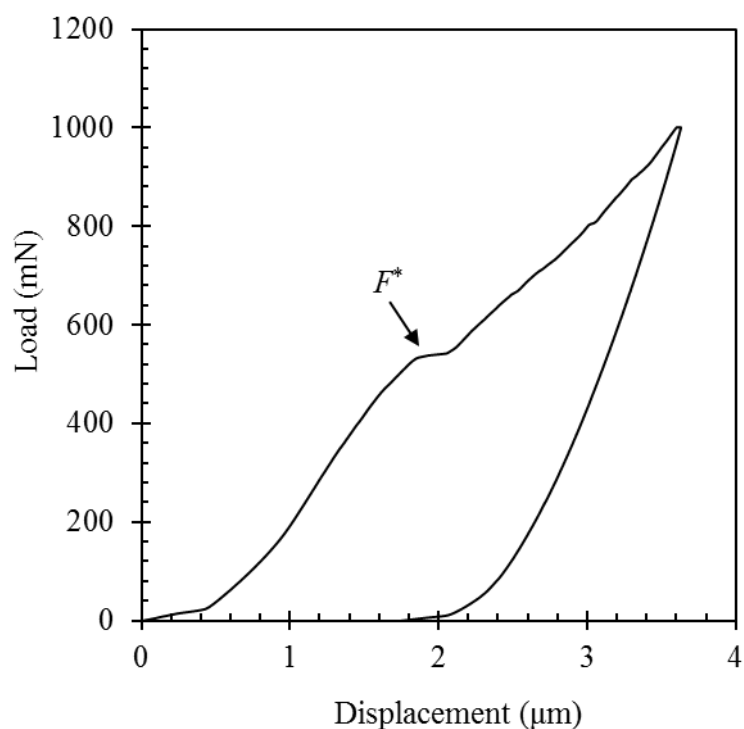


Fig. 4.11 Typical load-displacement curve obtained by single fiber push-out testing

Table 4.2 Interfacial shear strength measured by single-fiber push-out testing after fatigue testing

Specimen	Interfacial shear strength (MPa)	Number of cycles to failure
Pristine (0 MPa)	18.2 ( $\pm 9.2$ )	0
Fatigue testing (110 MPa)	1.2 ( $\pm 0.0$ )	1573
Fatigue testing (100 MPa)	2.2 ( $\pm 0.1$ )	3338
Fatigue testing (90 MPa)	2.9 ( $\pm 0.3$ )	13814



#### 4.4 繰返し荷重下における寿命予測モデリング

##### 4.4.1 酸化に伴うマトリクスき裂進展

破断面の SEM 観察結果より、マトリクスき裂を通した空気の流入による繊維/マトリクス界面の酸化等の影響により、強度低下が引き起こされた可能性が示唆されている。そこで本章では、Evans らが提案している材料内部のゆっくりとしたき裂進展 (SCG: Subcritical Crack Growth) を仮定した寿命予測手法を適用する[4.40, 4.41]。SiC-f/SiC 複合材料を実機環境にて運用する際には、材料表面には耐酸化コーティングが施行される[4.18]。すなわち、表面のコーティングに発生したき裂を起点に空気が拡散し、材料端部から界面酸化が進行することが考えられる。一方、「4.2.1 供試体と試験片」にて記述したように、本供試体は耐酸化コーティングを施行しておらず、また多数のマトリクスポケットを有する。そのため、試験片表面にマトリクスき裂が発生すると、試験片端部の繊維束に加え、試験片内部の繊維束に対しても空気が直接拡散し、結果として複雑な酸化進展挙動となることが考えられる。本研究では、このような酸化プロセスによるマトリクスき裂進展を簡単な数理モデルとして表現するため、図 4.12(a)に示すような各試験後の破断面内部にみられた酸化領域がき裂の進展経路であると考え、き裂の形状を図 4.12(b)に示すような半だ円表面き裂に近似する。この時、マトリクスき裂の進展速度は次式で与えられる。

$$\frac{da}{dt} = CK_I^n = C\{Y(a)\sigma\sqrt{\pi a}\}^n \quad (4.2)$$

ここで、 $a$  はき裂の代表寸法、 $K_I$  はモード I の応力拡大係数、 $Y(a)$  はき裂長さ  $a$  に依存するき裂の形状係数、 $\sigma$  は遠方での引張り応力、 $C, n$  はき裂進展パラメータ (実験定数) である。初期き裂寸法を  $a_0$ 、破断時のき裂寸法を  $a_f$  とすると、式(4.2)は積分形として次式のように表される。

$$\int_0^t \sigma^n dt = \int_{a_0}^{a_f} \frac{da}{C\{Y(a)\sqrt{\pi a}\}^n} \quad (4.3)$$

ここで、 $a_0$  は初期き裂寸法、 $a_f$  は破断時のき裂寸法である。式(4.3)を時間  $t$  ならびにき裂寸法  $a$  にてそれぞれ積分したのちに、応力  $\sigma$  について整理することで、一定応力下における時間  $t$  での破断強度  $\sigma(t)$  が次式のように導出される。

$$\sigma(t) = D(a) \times t^{-1/n} = \left[ C^{-1} \int_{a_0}^{a_f} \{Y(a)\sqrt{\pi a}\}^{-n} da \right]^{-1/n} \times t^{-1/n} \quad (4.4)$$

本章では、これを SCG モデルと呼ぶ。式(4.4)をき裂寸法  $a$  について数値積分することで、時間  $t$  における破断強度が推定される。ただし、積分した結果  $(a_f/a_0)^{-n}$  項が導出されるが、 $a_f > a_0$  かつ  $n > 1$  より  $(a_f/a_0)^{-n} \approx 0$  と近似されるために、計算結果に及ぼす初期き裂寸法  $a_0$  の影響は小さい。そこで初期き裂寸法  $a_0$  は  $90^\circ$  層繊維束の長手直交方向の幅 0.2 mm とした。き裂の形状係数  $Y(a)$  は Newman-Raju モデルより算出した[4.42]。破断時のき裂寸法  $a_f$  としては図 4.12(b)に示すき裂進展の  $0^\circ$  方向、 $90^\circ$  方向の両方の応力

## 第4章 破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響

拡大係数  $K_I$  が一致する  $a_f$  と  $c$  の比を決定し、半だ円き裂の内部面積 ( $\pi a_f c/2$ ) と SEM 観察結果より得られた強度試験後の破断面の酸化面積と一致する時の値とした。

ここで、引張り試験から得られた定荷重速度下における破断時間と、定荷重下における破断時間を統一的に整理するため、等価時間  $t_{eq}$  を導入する。これは、式(4.2)の仮定に基づき、任意の荷重速度における荷重時間を一定応力下における荷重時間に換算したものである。最大応力  $\sigma_m$  にて正規化した応力履歴を表す関数を  $f(t)$  とすると、等価時間  $t_{eq}$  は以下の式で定義される[4.43, 4.44].

$$t_{eq} = \int_0^t \{f(t)\}^n dt \quad (4.5)$$

定荷重速度  $\dot{\sigma}$  の引張り試験における等価時間は次式のように導出される[4.44].

$$t_{eq} = \int_0^{\sigma_m/\dot{\sigma}} \left(\frac{\dot{\sigma} t}{\sigma_m}\right)^n dt = \frac{\sigma_m}{\dot{\sigma}(n+1)} \quad (4.6)$$

以上の仮定に基づき、式(4.6)を用いて各荷重速度における引張り試験から得られた破断時間を一定応力下における破断時間に換算した結果と、定荷重引張り試験の結果から得られた応力 140, 120 MPa における破断時間を用いて、最小二乗法により実験定数  $n$  および  $C$  を推定した。得られた結果を、破断面内部の酸化割合より推定した破断き裂寸法  $a_f$  の値と併せて表 4.3 に示す。ただし、表 4.3 中の各荷重速度における引張り試験から得られた破断時間については、式(4.6)より算出した換算時間として整理している。

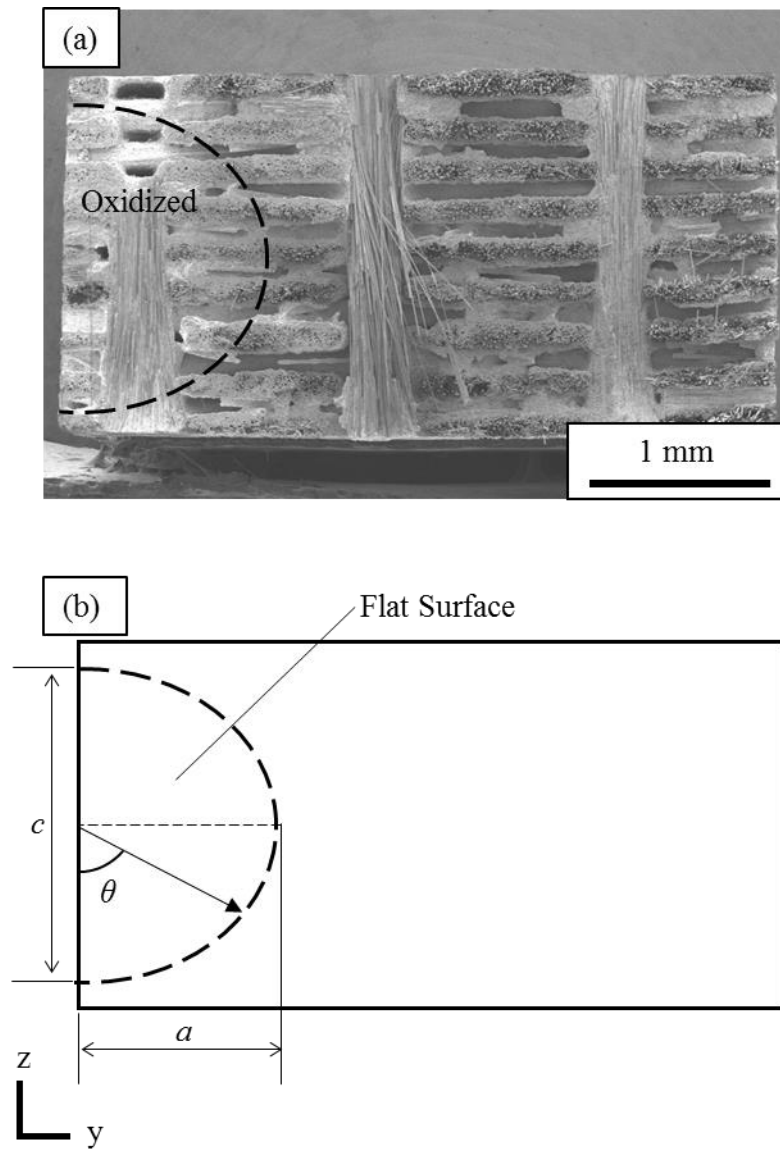


Fig. 4.12 Fracture surface after fatigue testing (100 MPa,  $t_h = 1.5$  s): (a) SEM micrograph, (b) schematic of subcritical crack growth (semi-elliptical crack) [42]

## 第 4 章 破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響

Table 4.3 Estimated SCG model parameters for Eq. (4.4)

	Loading condition				Constant
	Monotonic	Monotonic	Monotonic		
	10 MPa/s	1 MPa/s	0.1 MPa/s		
Rupture strength (MPa)	323	259	208	140	120
Rupture time (hr)	$1.0 \times 10^{-3}$	$8.3 \times 10^{-3}$	$6.7 \times 10^{-2}$	$2.6 \times 10^{-1}$	3.6
$a_f$ (mm)	0.8	1.3	1.5	1.8	1.7
$C$ ( $s^{-1}m^{1-n/2}MPa^{-n}$ )			$7.9 \times 10^{-12}$		
$n$ (-)			7.7		

### 4.4.2 繰返し荷重による界面せん断応力低下

繰返し荷重による CMC の破壊挙動に関しては、繊維/マトリクス間の界面せん断応力  $\tau$  の低下が起因するものと考えられる[4.4, 4.19, 4.20, 4.27, 4.28]. 本研究においても、表 4.2 より、界面せん断強度の低下が認められている. 4.4.1 節における議論も踏まえると、一定応力中に繰返し応力が負荷された応力条件では、SCG による酸化き裂進展とともに、界面せん断応力  $\tau$  の低下により、破断強度が更に低下した可能性が示唆される. ここで、Evans が提案している繰返し荷重下における界面せん断応力の実験式を導入する[4.45]. サイクル数  $N$  における界面せん断応力  $\tau(N)$  は以下のように与えられる.

$$\tau(N) = \tau_s + (\tau_0 - \tau_s) \frac{1 + b_0}{1 + b_0 N^j} \quad (4.7)$$

ただし、 $\tau_0$  はサイクル初期の界面せん断応力、 $\tau_s$  は界面せん断応力のしきい値、 $b_0$  と  $j$  は実験定数である. 繰返し荷重下における界面せん断応力  $\tau(N)$  の低下について、Evans ら、Zok らより、サイクル数の増加にともなって  $\tau(N)$  の低下率としては減少していき、約 1000 サイクル以降ではしきい値  $\tau_s$  にて一定となることが実験的に認められている[4.4, 4.20]. 本研究においても、しきい値  $\tau_s$  を表 4.2 における各疲労試験後の界面せん断強度の平均値となる 2.1 MPa としたうえで、1000 サイクル程度から界面せん断応力  $\tau(N)$  がしきい値  $\tau_s$  となるように実験定数  $b_0$  および  $j$  をそれぞれ 0.6 に決定した. サイクル初期の界面せん断応力  $\tau_0$  については表 4.2 の疲労試験前の界面せん断強度の平均値となる 18.2 MPa とした. これらのパラメータを表 4.4 にまとめた. 以上の仮定に基づいて式 (4.7) より推定されたサイクル数  $N$  における界面せん断応力ならびに単繊維 Push-out 試験結果を併せて界面せん断応力-破断サイクル数の関係として整理した結果を図 4.13 に示す.

## 第 4 章 破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響

Table 4.4 Estimated parameters used for Eq. (4.7)

$\tau_0$ (MPa)	$\tau_s$ (MPa)	$j$ (-)	$b_0$ (-)
18.2	2.1	0.6	0.6

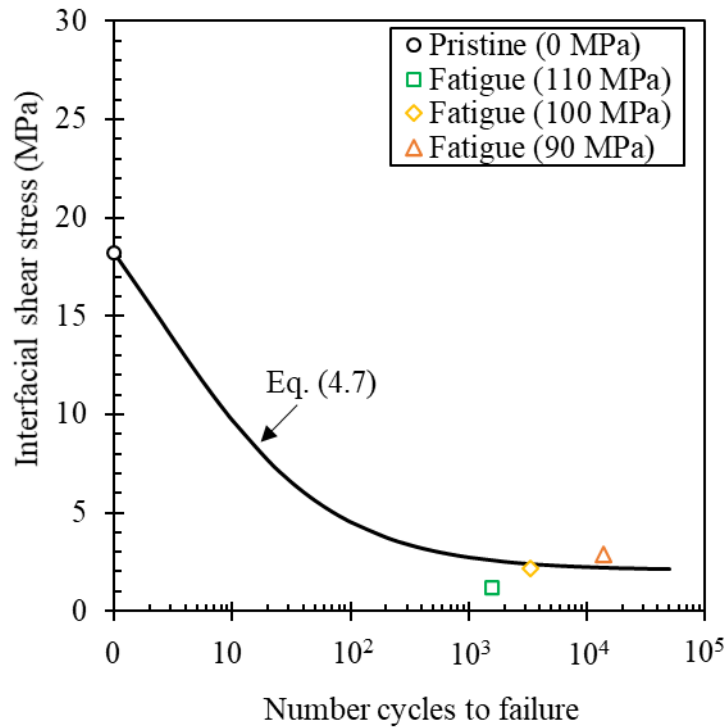


Fig. 4.13 Interfacial shear stress versus number of cycles to failure

Curtin は、一方向 CMC を対象に、マトリクスき裂飽和時における材料の最終破断は繊維の逐次破断によって引き起こされると考え、次式に示すような破断強度  $\sigma_b$  の予測式を導出した[4.46].

$$\sigma_b = V_f \sigma_{ch} \left( \frac{2}{m+2} \right)^{1/(m+1)} \left( \frac{m+1}{m+2} \right) \quad (4.8)$$

ここで、 $V_f$  は荷重方向の繊維含有率、 $m$  はワイブル形状母数である。 $\sigma_{ch}$  は繊維の特性強度と呼ばれ、以下のように与えられる。

$$\sigma_{ch} = \left( \frac{\sigma_0^m \tau L_0}{r} \right)^{1/(m+1)} \quad (4.9)$$

ここで、 $\sigma_0$  は繊維の破断強度のワイブル尺度母数、 $L_0$  は評定部長さ、 $r$  は繊維半径、 $\tau$  は界面せん断応力である。式(4.8)および式(4.9)に示されるように、界面せん断応力  $\tau$  の低下に伴い繊維の特性強度  $\sigma_{ch}$  が低下することで、CMC における破断強度の低下が引き起こされることが考えられる。以上の式(4.8)および式(4.9)を踏まえ、Rouby らは、次式に

## 第4章 破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響

示すようなサイクル数  $N$  における疲労強度予測式を提案している[4.19].

$$\frac{\sigma_b(N)}{\sigma_{b0}} = \left\{ \frac{\tau(N)}{\tau_0} \right\}^{1/(m+1)} \quad (4.10)$$

ここで  $\sigma_{b0}$  は未疲労時における材料の破断強度である. 本章では, これを **Fatigue** モデルと呼ぶ. **Fatigue** モデルは, マトリクスき裂飽和後の材料の最終破断を取り扱うものであるため, 本研究における荷重条件によっては必ずしも当てはまらないことが考えられる. 本研究では, 破断寿命に及ぼす繰返し荷重の影響を定性的に理解するため, **Fatigue** モデルを適用する.

### 4.4.3. 定荷重と繰返し荷重による損傷を考慮した寿命予測モデル

上述した SCG モデル (式(4.4)) を **Fatigue** モデル (式(4.10)) に  $\sigma_{b0}=\sigma(t)$  として導入すると, 定荷重ならびに繰返し荷重の複合荷重条件における SiC-f/SiC 複合材料の強度予測式は, 次式のように導出される.

$$\sigma_b(t, N) = \left\{ \frac{\tau(N)}{\tau_0} \right\}^{1/(m+1)} \times D(a) \times t^{-1/n} \quad (4.11)$$

これが本研究で新たに提案する **SCG-Fatigue** モデルである. 前述の式(4.7)から推定された界面せん断応力  $\tau$  を式(4.11)に導入することで, 複合荷重下での時間  $t$ , サイクル数  $N$  における破断強度が推定される.

ここで, 式(4.11)における形状母数  $m$  は, 繊維の *in-situ* 強度分布から推定されるパラメータである. このパラメータを得るには, 「第1章 1.1.3 節 SiC 繊維の特徴」で述べたように, 破面における破壊ミラーの半径を測定する必要がある. しかし, 材料試験に供した試験片の本数が多くなるにつれて, その測定には多大な時間を有してしまう. そこで本章では, 第2章の単繊維引張り試験結果から推定した Tyranno ZMI 繊維における形状母数 ( $m=3.5$ ) を式(4.11)に導入することで, 簡易的に破断寿命を予測可能か検証する. 上述した場合と *in-situ* 強度分布から推定された形状母数 ( $m=4.2$ ) [4.47]を式(4.11)に導入した場合との比較結果を図 4.14 に示す. 図 4.14 より, 予測される破断寿命はどちらの形状母数を導入した場合でもおおむね同様の値を示している. したがって, *in-situ* 強度分布を詳細に評価せずとも, 単繊維試験結果から簡易的に破断寿命を予測できる可能性が示唆される. 次節に示す寿命予測モデルの計算結果は, すべて第2章の単繊維引張り試験結果から推定した形状母数 ( $m=3.5$ ) を導入して得られた結果である.

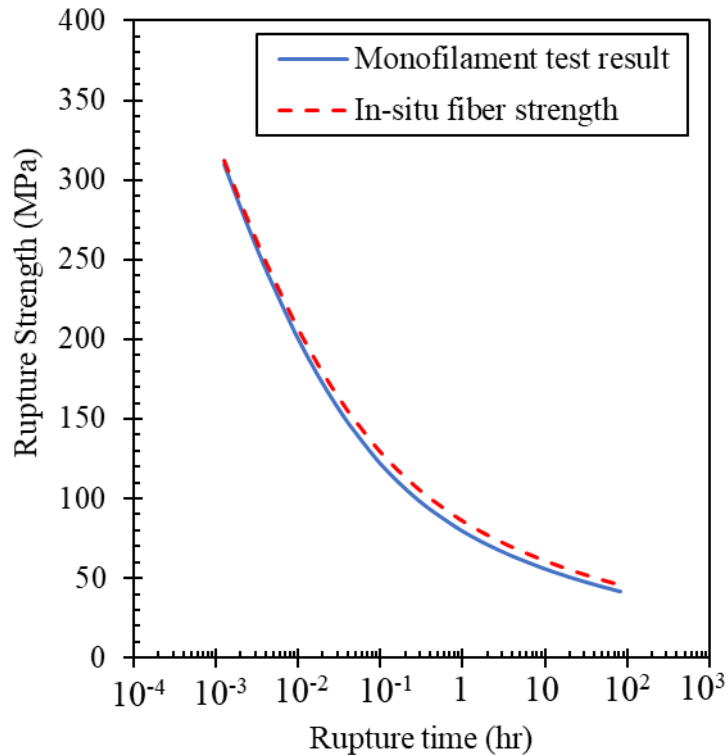


Fig. 4.14 Predicted rupture strength versus rupture time under cyclic tensile loads. ( $t_h = 1.5$  s)

A solid curve shows estimation using monofilament test result, whereas a dashed curve shows that using *in-situ* fiber strength distribution [4.47].

#### 4.5 考察

SCG モデル (式(4.4)) より推定された時間  $t$  における破断強度ならびに SCG-Fatigue モデル (式(4.11)) より推定された時間  $t$  ならびにサイクル数  $N$  における破断強度と、実験結果を併せて整理した破断強度-破断時間の関係を図 4.15 に示す。ここで、定負荷速度引張り試験における破断時間は、式(4.6)を用いて一定応力下における破断時間に換算してプロットした[4.43,4.44]。図 4.15 より、SCG モデルの計算結果は、長寿命側に移行するにつれて実験値とかい離する傾向が認められた。これは、材料内部の酸化に及ぼす 90°層繊維束におけるき裂発生応力が、SCG モデルでは考慮されていないためである。長寿命側についても統一的に数理モデルとして整理するには、90°層繊維束のき裂発生応力[4.35]をしきい値として SCG モデルに導入することが必要とされる。また本研究では、トランスバースき裂の発生を起点とした材料内部の酸化を仮定している一方で、Zhu ら、Wilshire らは、織物 CMC を対象に高温クリープ試験を実施し、試験後の SEM 観察から材料中の気孔を通じてマトリクスき裂の発生・進展が引き起こされることを報告している[4.2,4.6-4.8]。本研究においても、マトリクスポケットを通じたマトリクスき裂進展が材料内部の酸化に影響した可能性が示唆される。さらに、Poerschke らは約

## 第4章 破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響

800 °C, 大気中および水蒸気中での定引張り荷重下における SiC/SiC 複合材料の強度低下メカニズムについて実験的評価を行い, 酸化による繊維の破断強度低下が主な材料の強度支配因子となると結論付けている[4.17]. 本研究において認められた材料の強度低下についても, Poerschke らの報告と同様に, 繊維の強度低下が支配的であった可能性も示唆される.

SCG-Fatigue モデルの計算結果としては, 最大応力保持時間  $t_h$  の増加につれて実験値とかい離する傾向が認められた. 最大応力保持時間  $t_h$  が増加すると, BN コーティングの酸化の進行によって繊維/マトリクス界面が固着し, 界面せん断応力  $\tau$  が増加することが考えられる. したがって, 今回提案したモデルでは, 繰返し荷重にともなう界面せん断応力  $\tau$  の低下を表 4.1 の条件(a)のみ取り扱ったために, 他の繰返し波形条件における界面せん断応力  $\tau$  に及ぼす最大応力保持時間  $t_h$  の影響が考慮されなかった可能性が示唆される. もしくは, 最大応力保持時間  $t_h$  の増加に伴い界面固着が進行した繊維では, 荷重除荷/再負荷の過程において局所的な応力集中が生じることで繊維破断が引き起こされ, 結果的に材料全体の強度低下に至った可能性も示唆される[4.18].

以上の議論より, 本章で構築した寿命予測モデルでは, 酸化に伴うき裂進展挙動を破面観察結果から推論したため, 実現象と異なっている可能性がある. また, 繊維/マトリクス界面における酸化反応と繰返し荷重に伴う界面損傷が破断寿命に大きな影響を及ぼす可能性が示唆されたものの, 詳細なメカニズムは不明である. これらの課題を踏まえて, 第5章では, 高温大気中における繰返し荷重下での酸化に伴うき裂進展挙動を実験的に評価する. 得られた実験結果に基づき, 繰返し荷重下における寿命予測モデルを新たに構築する. これらの取り組みにより, 繰返し荷重下における損傷・破壊メカニズムの更なる考察を行う.



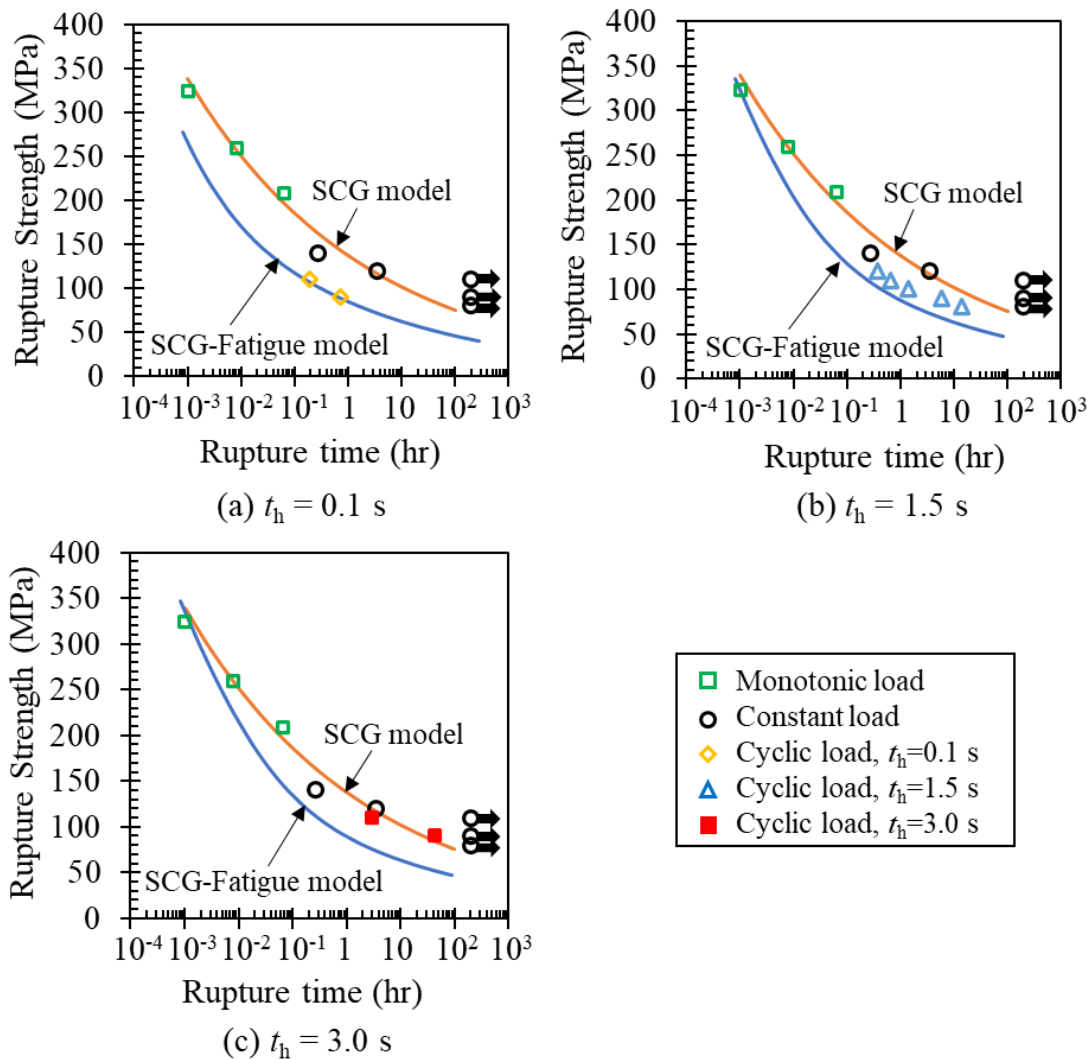


Fig. 4.15 Rupture strength versus rupture time under monotonic, constant, and cyclic tensile loads. (a)  $t_h = 0.1$  s, (b)  $t_h = 1.5$  s, (c)  $t_h = 3.0$  s

#### 4.6 結言

本章では、BN界面を有する直交三次元織物 SiC-f/SiC 複合材料を対象に、温度 1100°C・大気中において破断寿命に及ぼす定引張り荷重および繰返し荷重の相互影響について実験的評価を行った。また、得られた実験事実に基づき、定荷重と繰返し荷重による損傷をそれぞれ考慮した簡易的な寿命予測モデルを提案した。これらより、以下の結言が得られた。

- (1) 台形波を用いた疲労試験結果より、破断サイクル数にばらつきがあり、最大応力保持時間の影響は明確には認められない。一方、疲労試験中に最大一定応力に保持されていた時間を破断時間として整理すると、定荷重下と比較して繰返し荷重下では破断時間が著しく低下することがわかった。更に、最大応力保持時間が短くなるに

## 第4章 破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響

つれて破断時間が低下する傾向にある。以上のことから、台形波を用いた疲労試験により、破断時間に対する定荷重と繰返し荷重の相互影響の傾向を実験的に取得できる可能性が示唆された。試験後の破面を観察すると、繊維引抜けの無いフラット領域が観察された。定負荷速度下、定荷重下においてはこのフラット領域の面積によって強度をおおむね整理できた。一方、繰返し荷重下においては、単繊維Push-out試験結果についても鑑みると、繊維/マトリクス界面での摩耗が相互的に影響したことで、更なる破断寿命の低下が引き起こされた可能性が示唆された。

- (2) 酸化に伴うマトリクスき裂進展および繰返し荷重による界面せん断応力低下の2つを考慮した寿命予測モデルによって、定性的ではあるが、定負荷速度、定引張り荷重、繰返し荷重下における本材料の破断強度を統一的に予測できる可能性が示された。一方で、最大応力保持時間の増加に伴い、計算値と実験値がかい離する傾向が認められた。酸化に伴うき裂進展挙動を実験的に確認したうえでモデル化を行う必要性や、破断寿命に及ぼす繊維/マトリクス界面における酸化や摩耗の影響度合いを明確にする必要が考えられた。

### 参考文献

- [4.1] S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, J. Cao, Y. Nagano and H. Kaya, "Creep and fatigue behavior of SiC fiber reinforced SiC composite at high temperature", *Mater. Sci. Eng. A225* pp.69-77(1997).
- [4.2] M. Mizuno, S. Zhu, Y. Kagawa, H. Kaya, "Stress, strain and elastic modulus behavior of SiC/SiC composites during creep and cyclic fatigue", *J. Euro. Ceram. Soc.* 18 pp.1869-1878(1998).
- [4.3] F.W. Zok, "Ceramic-matrix composites enable revolutionary gains in turbine efficiency", *Amer. Ceram. Soc. Bulletin.* 95(5) pp.22-28(2016).
- [4.4] J.C. McNulty, F.W. Zok, "Low-cycle fatigue of Nicalon-fiber-reinforced ceramic composites", *Compos. Sci. Tech.* 59 pp.1597-1607(1999).
- [4.5] G.N. Morscher, J. Hurst, D. Brewer, "Intermediate temperature stress rupture of a woven Hi-Nicalon, BN-interphase, SiC matrix composite in air", *J. Amer. Ceram. Soc.* 83(6) pp.1441-1449(2000).
- [4.6] B. Wilshire, F. Carreno, "Deformation and damage processes during tensile creep of ceramic-fibre-reinforced ceramic-matrix composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 20 pp.463-472(2000).
- [4.7] B. Wilshire, "Creep property comparisons for ceramic-fibre-reinforced ceramic-matrix composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 pp.1329-1337(2002).
- [4.8] B. Wilshire, M.R. Bache, "Creep of monolithic and fibre-reinforced silicon carbide", *J. Eur. Ceram. Soc.* 28 pp.1535-1542(2008).

- [4.9] T. Ogasawara, T. Ishikawa, Y. Ohsawa, Y. Ochi, S. Zhu, "Tensile creep behavior and thermal stability of orthogonal three-dimensional woven Tyranno ZMI fiber/Silicon-Titanium-Carbon-Oxygen matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 85(2) pp.393-400(2002).
- [4.10] S. Zhu, Y. Kaneko, Y. Ochi, T. Ogasawara, T. Ishikawa, "Low cycle fatigue behavior in an orthogonal three-dimensional woven Tyranno fiber reinforced Si-Ti-C-O matrix composite", *Int. J. Fatigue* 26 pp.1069-1074(2004).
- [4.11] G.N. Morscher, G. Ojard, R. Miller, Y. Gowayed, U. Santhosh, J. Ahmad and R. John, "Tensile creep and fatigue of Sylramic-iBN melt-infiltrated SiC matrix composites: Retained properties, damage development, and failure mechanisms", *Compos. Sci. Tech.* 68 pp.3305-3313(2008).
- [4.12] G.N. Morscher, "Tensile creep and rupture behavior of 2D-woven SiC/SiC composites for high temperature applications", *J. Euro. Ceram. Soc.* 30 pp.2209-2221(2010).
- [4.13] M.B. Ruggles-Wrenn, D.T. Christensen, A.L. Chamberlain, J.E. Lane, T.S. Cook, "Effect of frequency and environment on fatigue behavior of CVI SiC/SiC ceramic matrix composites at 1200 °C", *Compos. Sci. Tech.* 71 pp.190-196(2011).
- [4.14] M. B. Ruggles-Wrenn, T.P. Jones, "Tension-compression fatigue of a SiC/SiC ceramic matrix composites at 1200 °C in air in steam", *Int. J. Fatigue* 47 pp.154-160(2013).
- [4.15] M. B. Ruggles-Wrenn, M.D. Lee, "Fatigue behavior of an advanced SiC/SiC ceramic composite with self-healing matrix at 1300 °C in air in steam", *Mater. Sci. Eng. A677* pp.438-445(2016).
- [4.16] M.B. Ruggles-Wrenn, N. Boucher and C. Przybyla, "Fatigue of three advanced SiC/SiC ceramic matrix composites at 1200 °C in air in steam", *Int. J. Appl. Ceram. Tech.* 15 pp.3-15(2017).
- [4.17] D.L. Poerschke, M.N. Rossol, F.W. Zok, "Intermediate temperature oxidative strength degradation of a SiC/SiNC composite with a polymer-derived matrix", *J. Amer. Ceram. Soc.* 100 pp.1606-1617(2017).
- [4.18] F.W. Zok, P.T. Maxwell, K. Kawanishi, E.B. Callaway, "Degradation of a SiC-SiC composite in water vapor environments", *J. Amer. Ceram. Soc.* 103 pp.1927-1941(2020).
- [4.19] D. Rouby, P. Reynaud, "Fatigue Behavior Related to Interface Modification during Load Cycling in Ceramic-Matrix Fibre Composites", *Compos. Sci. Tech.* 48 pp.109-118(1993).
- [4.20] A.G. Evans, F.W. Zok, R.M. McMeeking, "Fatigue of Ceramic Matrix Composites", *Acta Metal. Mater.* 43(3) pp.859-875(1995).
- [4.21] A.G. Evans, F.W. Zok, R.M. McMeeking, Z. Du, "Models of High-Temperature, Environmentally Assisted Embrittlement in Ceramic-Matrix Composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 79(9) pp.2345-2352(1996).

- [4.22] E. Lara-Curzio, "Stress-Rupture of Nicalon/SiC Continuous Fiber Ceramic Composites in Air at 950 °C", *J. Amer. Ceram. Soc.* 80(12) pp.3268-3272(1997).
- [4.23] G.N. Morscher, J.D. Cawley, "Intermediate temperature strength degradation in SiC/SiC composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 pp.2777-2787(2002).
- [4.24] H.G. Halverson, W.A. Curtin, "Stress Rupture in Ceramic-Matrix Composites: Theory and Experiment", *J. Amer. Ceram. Soc.* 85(6) pp.1350-1365(2002).
- [4.25] L. Casas, J.M. Martinez-Esnaola, "Modelling the effect of oxidation on the creep behavior of fibre-reinforced ceramic matrix composites", *Acta Mater.* 51 pp.3745-3757(2003).
- [4.26] R.M. Sullivan, "Time-dependent stress rupture strength of Hi-Nicalon fiber-reinforced silicon carbide composites at intermediate temperature", *J. Eur. Ceram. Soc.* 36 pp.1885-1892(2016).
- [4.27] L. Longbiao, "Fatigue life prediction of 2D woven ceramic-matrix composites at room and elevated temperatures", *J. Mater. Eng. Perform.* 26(3) pp.1209-1222(2017).
- [4.28] L. Longbiao, "Synergistic effects of temperature, oxidation, loading frequency and stress-rupture on damage evolution of cross-ply ceramic matrix composites under cyclic fatigue loading at elevated temperatures in oxidizing atmosphere", *Eng. Fract. Mech.* 175 pp.15-30(2017)."
- [4.29] S.A. Grant, "Fatigue behavior of a cross-ply ceramic matrix composite at elevated temperatures under tension-tension loading", Master thesis, AFIT/GAE/ENY/94D-16, Air Force Institute of Technology, Wright-Patterson Air Force Base, Ohio (1994).
- [4.30] C.D. Steiner, "Fatigue Behavior of a cross-ply ceramic matrix composites at elevated temperature under tension-tension loading", Master thesis, AFIT/GAE/ENY/94D-9, Air Force Institute of Technology, Wright-Patterson Air Force Base, Ohio (1995).
- [4.31] B.F. Sørensen, J.W. Holmes, E.L. Vanswijgenhoven, "Rate of strength decrease of fiber-reinforced ceramic-matrix composites during fatigue", *J. Amer. Ceram. Soc.* 6 pp.1469-1475(2000).
- [4.32] S. Zhu, J. Cao, M. Mizuno, Y. Kagawa, "Effect of loading rate and temperature on monotonic tensile behavior in an enhanced SiC/SiC composite", *Scripta Mater.* 50 pp.349-352(2004).
- [4.33] S.R. Choi, N.P. Bansal, M.J. Verrilli, "Delayed failure of ceramic matrix composites in tension at elevated temperatures", *J. Eur. Ceram. Soc.* 25 pp.1629-1636(2005).
- [4.34] I.J. Davies, T. Ogasawara, T. Ishikawa, "Distribution of fibre pullout length and interface shear strength within a single fibre for an orthogonal 3-D woven Si-Ti-C-O fibre/ Si-Ti-C-O matrix composite tested at 1100°C in air", *J. Eur. Ceram. Soc.* 25 pp.599-604(2005).

- [4.35] T. Ogasawara, T. Ishikawa, H. Ito, N. Watanabe, I.J. Davies, "Multiple cracking and tensile behavior for an orthogonal 3-D woven Si-Ti-C-O fiber/Si-Ti-C-O matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 84(7) pp.1565-1574(2001).
- [4.36] G.N. Morscher, "Stress-dependent matrix cracking in 2D woven SiC-fiber reinforced melt-infiltrated SiC matrix composites", *Compos. Sci. Tech.* 64 pp.1311-1319(2004).
- [4.37] G.N. Morscher, M. Singh, J.D. Kiser, M. Freedman, R. Bhatt, "Modeling stress-dependent matrix cracking and stress-strain behavior in 2D woven SiC fiber reinforced CVI SiC composites", *Compos. Sci. Tech.* 67 pp.1009-1017(2007).
- [4.38] R.N. Singh, S.K. Reddy, "Influence of residual stresses, interface roughness, and fiber coatings on interfacial properties in ceramic composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 79(1) pp.137-147(1996).
- [4.39] Ube Industries Ltd. web page, <https://www.ube.com/contents/en/index.html> (Accessed: 6 Mar. 2018).
- [4.40] A.G. Evans, L.R. Russell, D.W. Richerson, "Slow crack growth in ceramic materials at elevated temperatures", *Metall. Trans. A* 6A pp.707-716(1975).
- [4.41] A.G. Evans, "Fatigue in ceramics", *Int. J. Fract.* 16(6) pp.485-498(1980).
- [4.42] J.C. Newman, I.S. Raju, "An Empirical Stress-Intensity Factor Equation for The Surface Crack", *Eng. Fract. Mech.* 15(1-2) pp.185-192(1981).
- [4.43] S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, Y. Nagano, H. Kaya, "Static and cyclic fatigue in SiC whisker-reinforced silicon nitride composites", *Mater. Sci. Eng. A* 251 pp.113-120(1998).
- [4.44] S.R. Choi, J.P. Gyekensyesi, "Load-rate dependency of ultimate tensile strength in ceramic matrix composites at elevated temperatures", *Int. J. Fatigue* 27 pp.503-510(2005).
- [4.45] A.G. Evans, "Design and Life Prediction Issues for High-Temperature Engineering Ceramics and Their Composites", *Acta mater.* 45(1) pp.23-40(1996).
- [4.46] W.A. Curtin, "Theory of mechanical properties of ceramic-matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.*, 74(11) pp.2837-2845(1991).
- [4.47] I.J. Davies, T. Ishikawa, M. Shibuya, T. Hirokawa, J. Gotoh, "Fibre and interfacial properties measured in situ for a 3D woven SiC/SiC-based composite with glass sealant", *Compos. Part A* 30 pp.587-591(1999).

### 第5章 繰返し荷重下におけるき裂進展メカニズム

#### 5.1 はじめに

航空エンジン高温部の回転部品等へ SiC-f/SiC 複合材料を適用するため、高温酸化雰囲気中での定荷重や繰返し荷重、またこれらが複合した荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の損傷・破壊メカニズムを解明したうえで、寿命予測モデルを構築する必要がある。高温酸化雰囲気中にてクリープ試験や疲労試験を行うと、即時強度と比較して顕著な強度低下が認められる[5.1-5.5]。試験後の破面には、繊維引抜けのほとんどないフラットな領域が観察される[5.2-5.5]。引張り荷重に伴いマトリクスに発生したき裂は、酸化性ガスの流入パスとなるため、材料内部の酸化反応による(1)繊維/マトリクス界面の固着、(2)繊維断面積の減少、(3)繊維の破断強度低下が発生する[5.6-5.9]。破面におけるフラット領域は、これらの酸化プロセスによる繊維破断が伴いき裂が進展した領域である。Evans ら、Morscher らは、SiC-f/SiC 複合材料を均質体に近似したうえで、上述した酸化き裂進展を考慮した寿命予測モデルを提案している[5.10, 5.11]。しかし、平滑材試験片を用いたクリープ試験・疲労試験結果からき裂進展挙動を推論することとどまっており、試験中のき裂進展プロセスを実験的に検証したうえで寿命予測モデルを構築した研究例はほとんど報告されていない。

平滑材試験片では、き裂の発生箇所が多岐にわたり、その進展挙動もまたきわめて複雑になる。Lamon ら、Goto ら、Miyashita らは、ノッチ材試験片（CT (Compact Tension or Compact Test) 試験片、曲げ試験片、片ノッチ材試験片）を用いることで、SiC-f/SiC 複合材料のき裂進展挙動の実験的評価や、破壊力学を用いた実験結果の考察を行っている[5.12-5.15]。最近の報告においても、Tracy ら、Morscher らが、CT 試験片や片ノッチ材試験片を対象に、デジタル画像相関法等を援用したき裂進展挙動の実験的評価を行っている[5.16-5.18]。き裂の発生・進展箇所が限定されるため、以上のようなノッチ材試験片はき裂進展挙動を実験的に評価するにあたって有用である。しかし、室温でのき裂進展評価を実施した報告が多く、実機運用環境に近い高温酸化雰囲気中でのき裂進展挙動を評価した研究例はほとんどない。

そこで本章では、直交三次元織物 SiC-f/ YSi<sub>2</sub>-Si 基複合材料を対象に、高温大気中での繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料のき裂進展挙動を実験的に評価し、その結果からき裂進展メカニズムを解明することを目的とする。平滑材試験片と片ノッチ材試験片に対して、温度 1100 °C・大気中における引張り試験ならびに引張り一引張り疲労試験を行った。さらに、任意のサイクル数にて疲労試験を中断し、ノッチ導入部からのき裂進展挙動をデジタル顕微鏡および X 線 CT 装置を用いて観察した。得られた実験結果に基づき、セラミックスにおけるき裂進展モデルを適用・修正することで、繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の疲労寿命を予測する力学モデルを構築した。計算

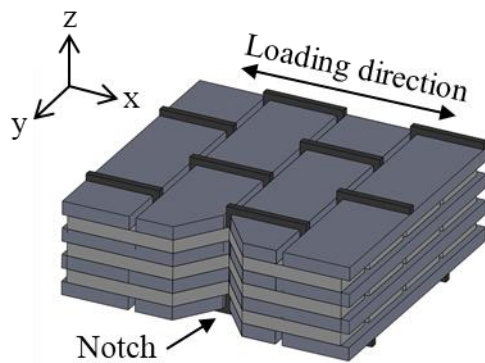
結果と実験結果とを比較することで、構築したモデルの有用性を検討した。

### 5.2 試験条件

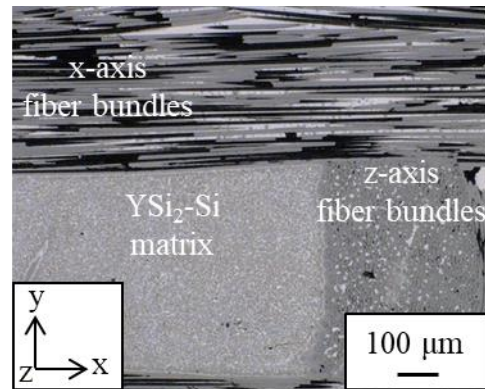
#### 5.2.1 供試体と試験片

供試体としては、Kanazawa らが開発した直交三次元織物 SiC 繊維/YSi<sub>2</sub>-Si 基複合材料とした[5.19, 5.20]。BN コーティングを施した Tyranno ZMI 繊維 (Ube Industries, Ltd., Japan) を図 5.1(a)に示すような直交三次元織物形状に製織した。その後、化学気相含浸 (Chemical vapor infiltration : CVI) 法によって SiC マトリクスを形成したのち、空孔部に SiC 粒子を分散したうえで、低温溶融含浸 (Low temperature Melt Infiltration: LMI) 法 [5.19, 5.20]によって YSi<sub>2</sub>-Si マトリクスを形成した。本供試体の微細構造写真を図 5.1(b)に示す。直交三次元織物中のマトリクスポケット[5.21]が YSi<sub>2</sub>-Si マトリクスによって充填されているのがわかる。

以上の手法によって製造された素材板から、平滑材試験片ならびに試験片の片側にノッチを導入した試験片を切出し加工した。平滑材試験片は、図 5.2 にそれぞれ示すような 2 種類の試験片を用意した。片ノッチ材試験片の形状・寸法は図 5.3 に示すとおりである。織物構造に対してノッチ先端が(a)Y 軸方向繊維束層、(b)X 軸方向繊維束層、(c)マトリクス領域に位置した 3 種類の試験片を用意した。本章では、これらの試験片をそれぞれ TP-Y, TP-X, TP-M と呼ぶ。



(a) Schematic drawing of the notched orthogonal 3D woven architecture



(b) Microscopic images of 3D-woven SiC-f/YSi<sub>2</sub>-Si based matrix composites

Fig. 5.1 Orthogonal 3D woven SiC-f/ YSi<sub>2</sub>-Si based matrix composite

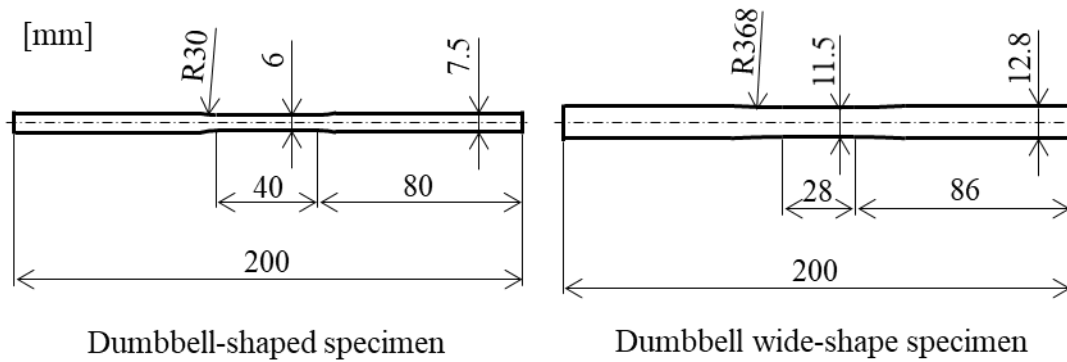


Fig. 5.2 Geometry and dimension of tensile specimens (thickness 3 mm).

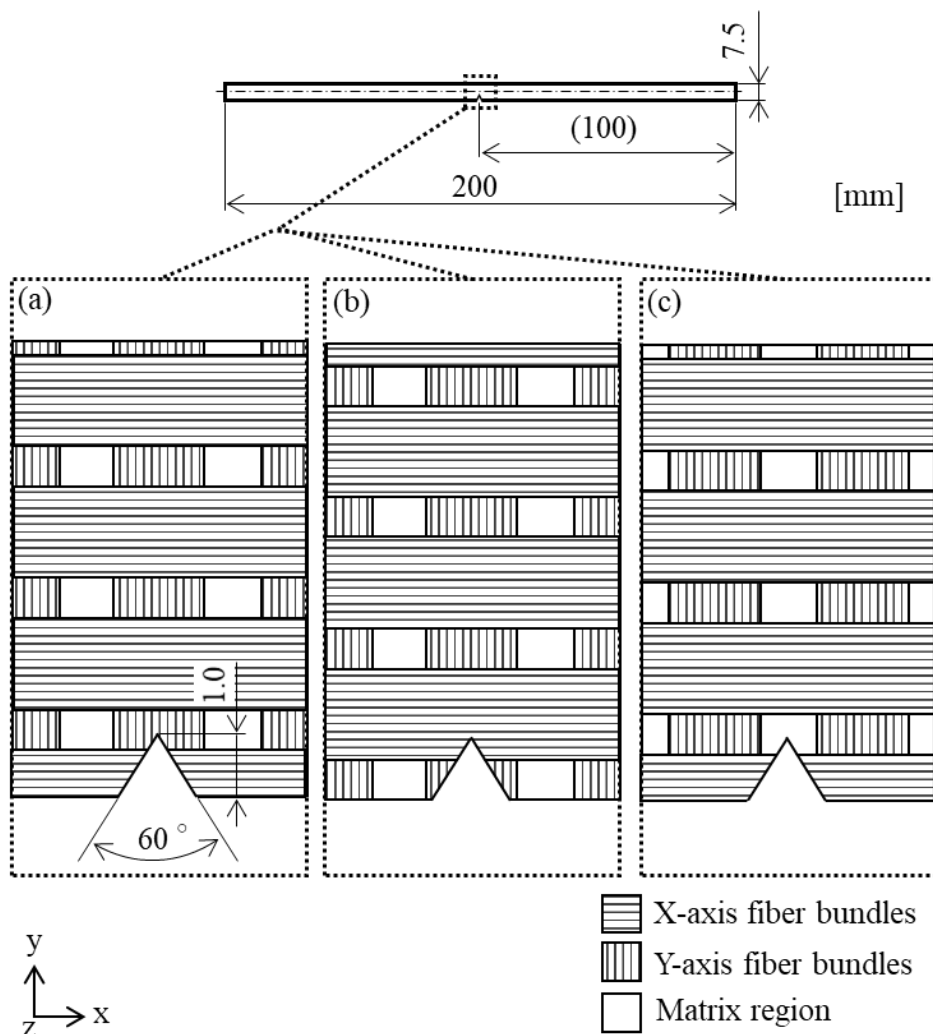


Fig. 5.3 Geometry and dimension of a single edge notched specimen (thickness 3 mm).  
The notch was situated in (a) Y-axis fiber bundles, (b) X-axis fiber bundles,  
and (c) matrix region, respectively.



### 5.2.2 試験方法

平滑材試験片を用いた引張り試験には、電気炉が取り付けられた材料強度試験機 (Model 5982; Instron Corp., USA) を使用した。高温用伸び計 (Model 632.53F-11; MTS System Corp., USA) を用いて評定部のひずみを測定した。大気中にて温度 1100 °C まで昇温したのち、負荷速度 15 mm/min にて引張り試験を実施した。平滑材試験片を用いた疲労試験には、油圧サーボ式疲労試験機 (Landmark370; MTS System Corp., USA) を用いた。引張り試験と同様に 1100 °C に制御された電気炉内で行った。最大応力の範囲を 255-150 MPa とし、応力比 0.1, 周波数 1 Hz, 正弦波にて実施した。

片ノッチ材試験片を用いた引張り試験ならびに疲労試験には、電気炉が取り付けられた電気アクチュエータ引張り試験機 (Model 8861, 35 kN; Instron Corp., USA) を使用した。試験装置写真を図 5.4 に示す。温度 1100 °C まで約 50 min で昇温したのちに試験を行った。引張り試験の負荷速度は 5 MPa/s とした。疲労試験の最大応力は 150, 110 MPa の 2 条件とし、平滑材試験片と同様に、応力比 0.1, 周波数 1 Hz, 正弦波にて実施した。途中止め一疲労試験は最大応力 110 MPa, 応力比 0.1 で実施した。任意のサイクル数で疲労試験を中断し、デジタル顕微鏡 (VHX-5000, KEYENCE, Japan) を用いた試験片表面におけるき裂の観察と、荷重負荷装置付き X 線 CT 装置 (inspeXio SMX-225CTS, SHIMADZU, Japan) を用いた試験片内部におけるき裂の観察をそれぞれ実施した。X 線 CT 撮影時の保持応力は 60 MPa とした。途中止め一疲労試験の 10 サイクルまでの応力波形は三角波とした。負荷/除荷速度は 10 MPa/s であり、周波数約 0.05 Hz に相当する。11 サイクル以降は応力波形を正弦波 (周波数 1 Hz) とし、ひずみ振幅や残留ひずみの変化から中断サイクル数を決定した。また本研究では、応力集中の影響を考慮せず、ノッチ深さ約 1 mm を除いたリガメント部における最小断面積と荷重から引張り応力を算出した。

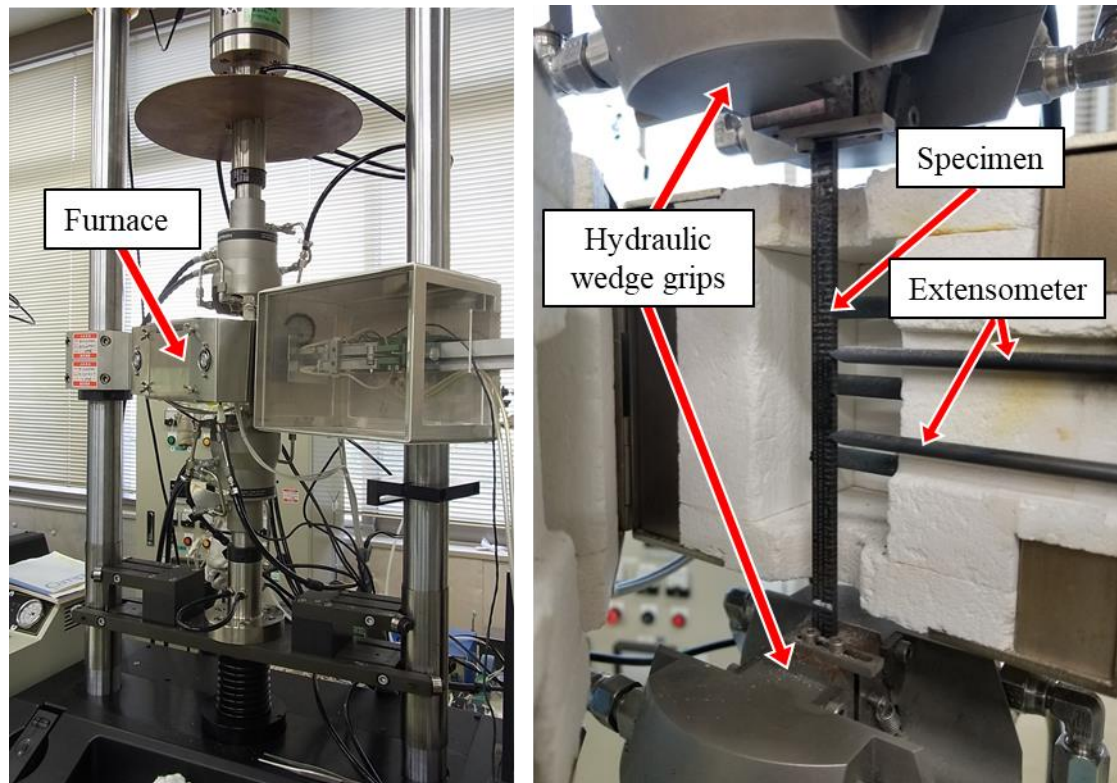


Fig. 5.4 Servo-electric testing system used for mechanical test at 1100 °C in air

### 5.3 試験結果

#### 5.3.1 応力-ひずみ挙動と疲労寿命

平滑材ならびに片ノッチ材試験片を対象とした引張り試験から得られた応力-ひずみ線図を図 5.5 に示す。片ノッチ材試験片は試験片 TP-Y を使用した。ここで片ノッチ材試験片における応力は、試験片幅と厚さから計算される遠方応力をプロットした。図 5.5 より、片ノッチ材試験片では、線形限界応力（約 60 MPa）を超えると平滑材と比較して剛性が低い傾向にあるとともに、破断強度に顕著な低下が認められた。これは、ノッチ導入による応力集中の影響である。

疲労試験から得られた最大応力-破断サイクル数の関係を図 5.6 に示す。片ノッチ材試験片の破断寿命は平滑材試験片の破断寿命と比較して短い傾向にある。引張り試験結果に認められた傾向と同様に、ノッチ導入によって応力集中の影響を受けたことが考えられる。

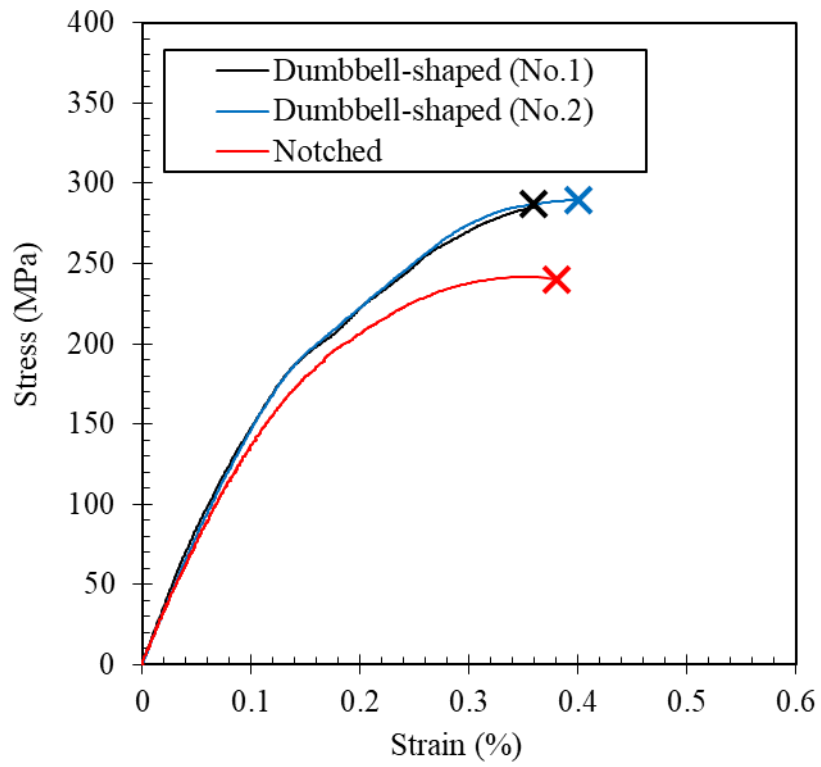


Fig. 5.5 Stress-strain curves obtained by monotonic tensile test at 1100 °C in air.  
The stress for notched specimen shows the far field applied stress.

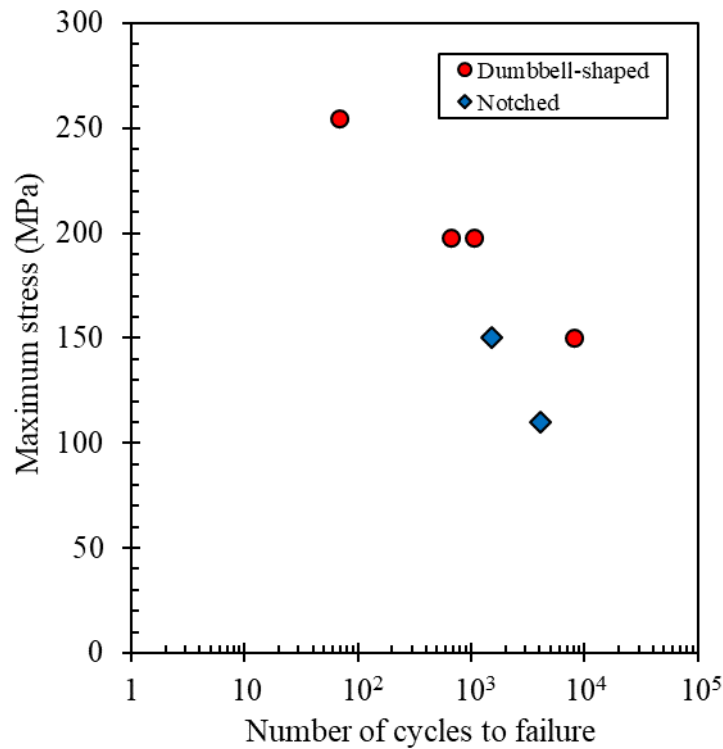


Fig. 5.6 Maximum stress versus number of cycles to failure under cyclic tensile load at 1100 °C in air (R=0.1)

### 5.3.2 き裂進展挙動の観察結果

#### (1) デジタル顕微鏡で観察された試験片表面のき裂

デジタル顕微鏡を用いた途中止め一疲労試験における試験片表面の観察結果の代表例として、試験片 TP-X の観察結果を図 5.7 に示す。サイクル数の増加に伴うき裂進展が観察される。まき裂面ではほとんどの繊維が破断しており、繊維架橋域は明確には認められなかった。

デジタル顕微鏡で測定された各試験片における試験片表裏面のき裂進展長さの平均値を算出した。その結果に切欠き深さを足し合わせることで、き裂進展速度—き裂長さの関係として整理した結果を図 5.8 に示す。ここで、途中止め試験に使用した試験片は、図 5.3 に示すように最小断面積部分に約 3 本の X 軸方向（荷重方向）繊維束層が配置されている。これらの X 軸方向繊維束層に対して、ノッチ先端から順に X-No.1, 2, 3 と番号を割り当て、図 5.8 の凡例に示している。き裂進展速度は、一般的な均質材料と同様に、疲労試験の各途中停止サイクル数とその間のき裂進展長さから算出した。本供試体は織物構造を有する不均質な材料ではあるが、実験結果の取り扱いが容易な破壊力学的アプローチが可能かどうかを検証するため、均質体と同様にき裂進展速度を取り扱うこととした。図 5.8 をみると、各 X 軸方向繊維束層において、き裂長さの増加に伴いき裂進展速度が低下する傾向が認められている。これは、繊維架橋による応力遮へい

## 第5章 繰返し荷重下におけるき裂進展メカニズム

効果の影響[5.22-5.24]が考えられる。また、き裂進展が停留した後は、繊維架橋域における繊維が破断すると、その結果応力遮へい効果が低下することでき裂進展速度の増加に転じるといったき裂進展挙動が推察される。その後、き裂は次の X 軸方向繊維束層へ進展するとともに、上述した繊維架橋等の影響によって、再度、き裂進展速度の低下に至る可能性が示唆される。

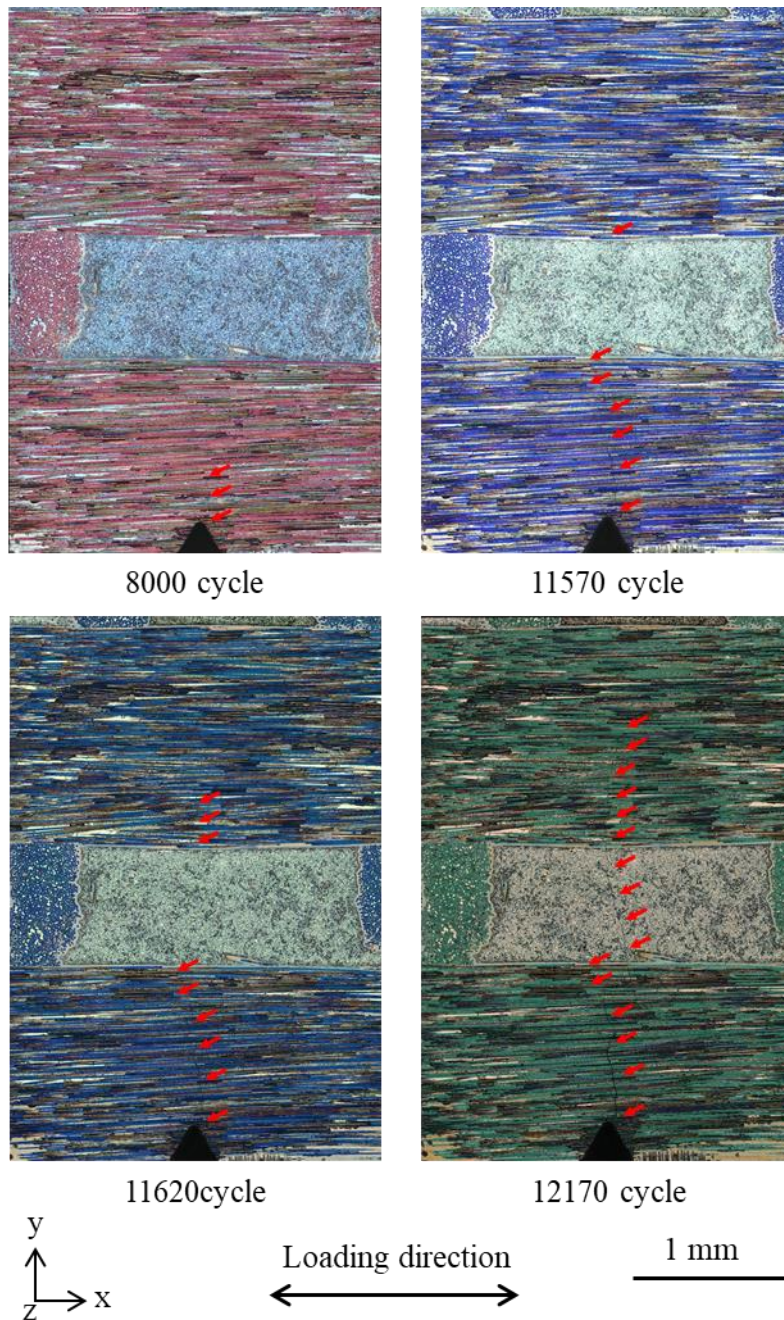


Fig. 5.7 Microscopic images showing macro-crack growth on the specimen surface under interrupted fatigue test at 1100 °C in air.

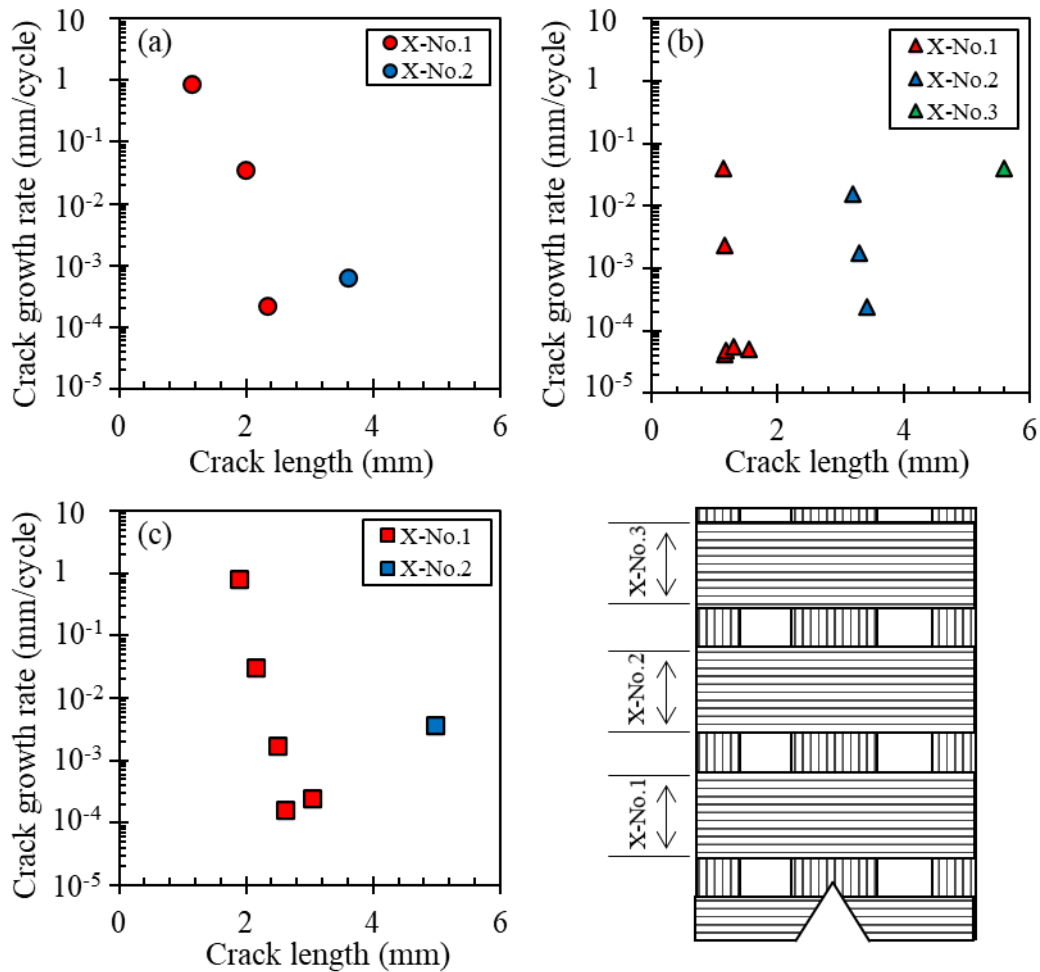


Fig. 5.8 Crack growth rate versus crack length under interrupted fatigue test at 1100 °C in air.

(a)TP-Y, (b)TP-X, (c)TP-M

(2) X線CTで観察された試験片内部のき裂

約 60 MPa の引張り応力を負荷した状態で実施した X 線 CT 撮影結果の代表例として、試験片 TP-X の観察結果を図 5.9 に示す。図 5.9 に示すように、ノッチ底からき裂が発生・進展する様子を撮影することができているものの、撮影画像には、き裂が発生しているか判別のつかない不明瞭な領域が認められた。また、き裂が認められた領域においても、繊維破断が発生しているかは明確には判別できていない。

そこで、試験片破断後に樹脂埋めし、図 5.9 とおおむね同じ断面まで試験片を研磨したのちに、光学顕微鏡を用いた観察を行った。観察画像と破断直前の X 線 CT 撮影画像との比較結果を図 5.10(a)に示す。X 線 CT 撮影時に認められた不明瞭な領域は、破断面の不連続かつ繊維引抜けが認められる領域と対応することが分かった。したがって、X 線 CT 撮影画像の不明瞭な領域では繊維が架橋していた可能性が示唆される。

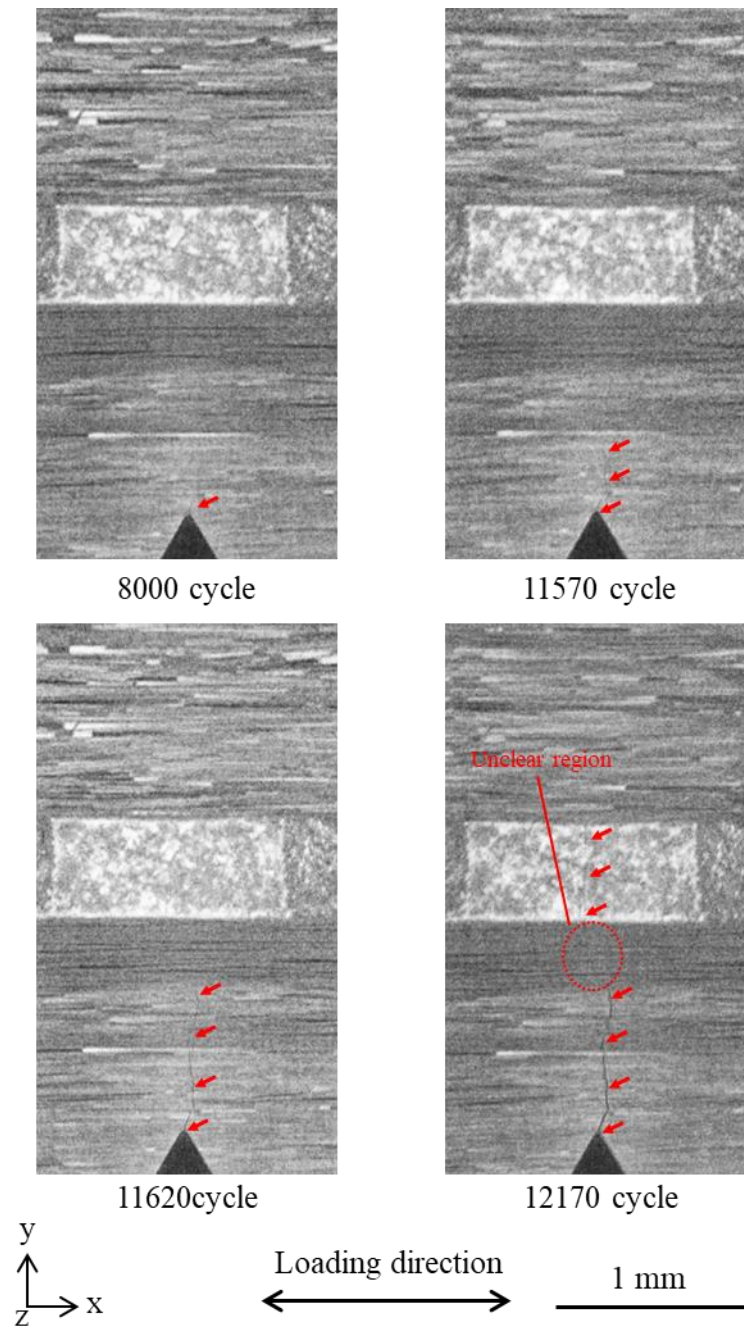
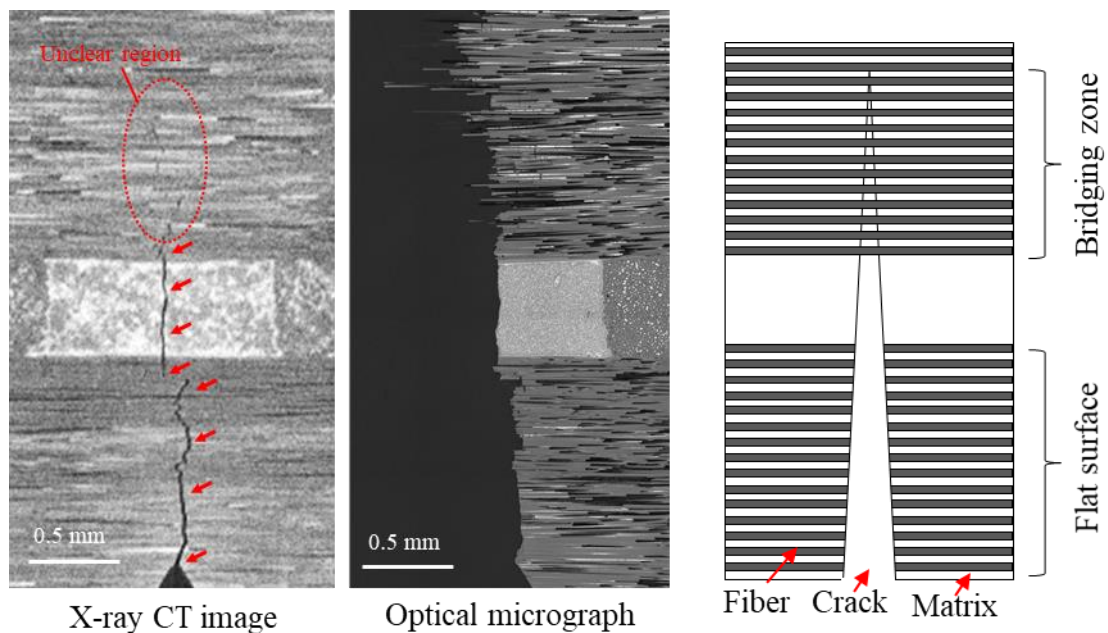


Fig. 5.9 X-ray CT images showing internal macro-crack growth under interrupted fatigue test at 1100 °C in air.



(a) Comparison between typical internal crack under interrupted fatigue test and cross-section after the fatigue test.

(b) Schematic drawing of macro-crack under cyclic tensile load at elevated temperature

Fig. 5.10 Fatigue crack growth mechanism estimated from X-CT and SEM observation

### (3) SEMによる破断面観察

図 5.10 の断面を SEM を用いて観察した結果を図 5.11 に示す. 破断直前の X 線 CT 撮影画像においてき裂が発生しているか判断できなかった不明瞭な領域 (図 5.10 (a), 赤枠内) を観察すると, 図 5.11(a), (b)に示すように, SiC 繊維表面に BN コーティングが残存している様子が観察された. これに対して, 疲労試験中の不明瞭な領域 (図 5.9, 12170 cycle, 赤枠内) を観察すると, 図 5.11(c), (d)のように SiC 繊維と CVI-SiC 間における BN コーティングが消失していた. 更に, SiC 繊維表面には酸化物が形成されているが, SiC 繊維と CVI-SiC 間は固着しておらず, ギャップが生じていた. この結果は, 酸化物形成に伴う繊維/マトリクス界面の固着によって応力集中が生じ, 繊維が破断するといった従来の報告[5.9]とは異なる. 一方, X 線 CT 撮影画像においてき裂が明瞭に認められていたノッチ近傍では, 図 5.11(e), (f)に示すように, SiC 繊維と CVI-SiC 間が酸化物によって固着している様子が観察された. 以上の観察結果より, 従来の報告のような界面固着の影響のみでは, 繰返し荷重下でのき裂進展メカニズムを説明できないことがわかった.

従来の報告を踏まえると, 酸化による繊維/マトリクス界面の固着の影響に加えて, 繰返し荷重による繊維/マトリクス界面の損傷[5.25-5.28]がき裂進展挙動に影響を及ぼ



## 第5章 繰返し荷重下におけるき裂進展メカニズム

したことが考えられる. 材料に繰返し荷重が負荷されると, SiC 繊維表面のコーティングが擦り切れることで消失する. その後, 繰返し荷重によって繊維表面が損傷するとともに, 酸化による繊維の破断強度低下の影響が相互的に作用することで, 繊維の破断強度の更なる低下や繊維破断が引き起こされる. 図 5.11(c), (d)に示されるように, 酸化による繊維/マトリクス界面の固着が必ずしも発生せずとも, 繰返し荷重に伴う繊維/マトリクス界面の損傷に伴い繊維破断が発生し, 結果的にき裂が進展した可能性が示唆される.

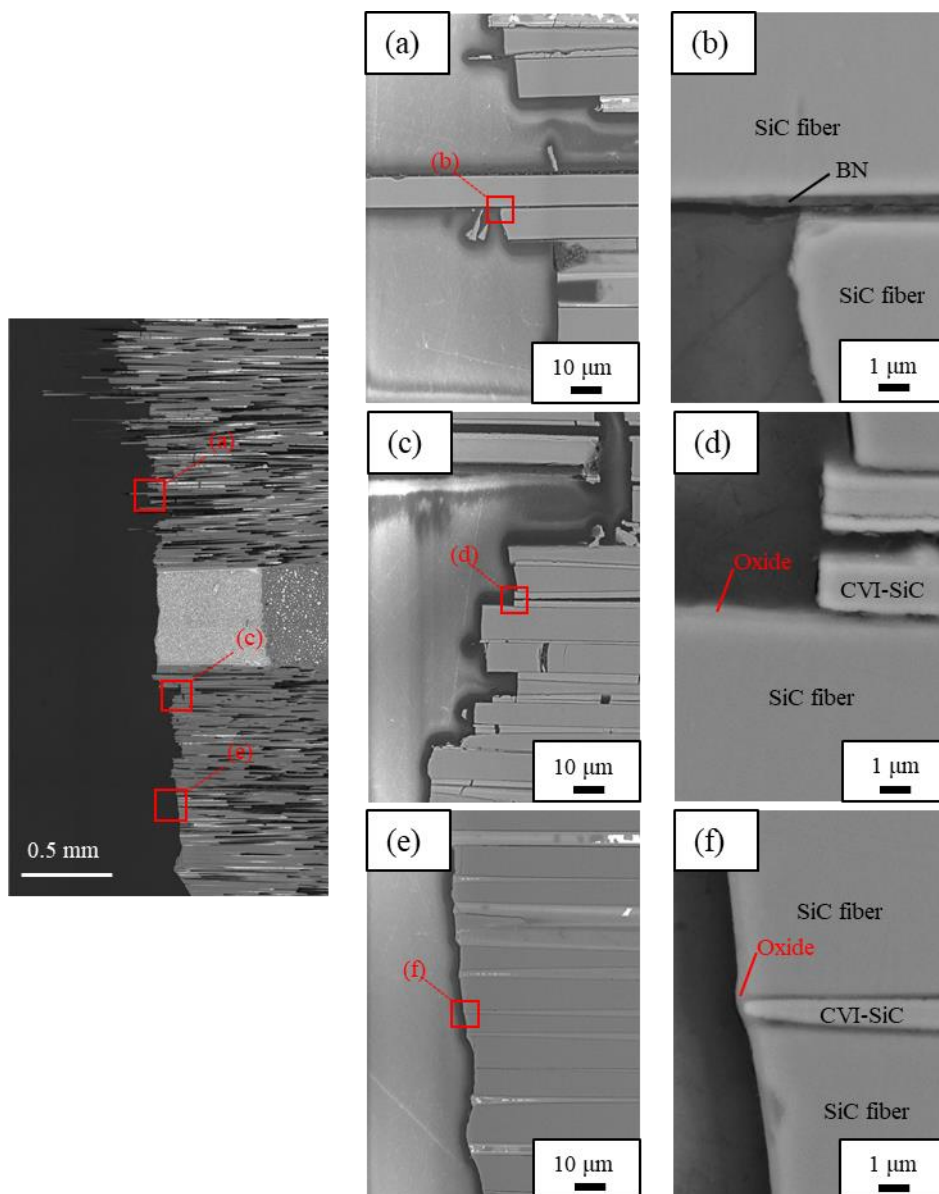


Fig. 5.11 Scanning electron micrograph showing the cross section of the fracture surface after interrupted fatigue test at 1100 °C in air.

以上の観察結果から、図 5.10(b)に示すように、疲労き裂は繊維破断が破断した領域と、繊維架橋が生じている領域からなることが明らかとなった。繰返し荷重や界面・繊維の酸化により繊維架橋域での繊維破断が生じるとき裂先端での応力遮蔽効果が低下し、き裂先端では繊維架橋されたマトリクスき裂が進展する。この繰返しによりフラット領域（繊維破断領域）が拡大していき、複合材料全体の破壊じん性に達することで最終破断に至る可能性が示唆される。

### 5.4 繰返し荷重下における寿命予測モデリング

#### 5.4.1 き裂進展挙動のモデル化

前述した疲労き裂進展の観察結果および途中止め一疲労試験結果から、本供試体の繰返し荷重下におけるき裂進展挙動は図 5.12 のように推察される。領域 I では、繊維架橋等の影響によりき裂進展とともにき裂進展速度が低下する。その後、繊維架橋等の影響が定常状態になると、領域 II のようにき裂進展速度が緩やかに上昇する。領域 III では、破壊じん性の低いマトリクス領域をき裂が進展するため、き裂進展速度が更に上昇する。本供試体は直交三次元織物構造を有していることから、図 5.12 に示されるように、これら領域 I-III のき裂進展挙動が破断に至るまで繰返される。しかし、本研究で実施した X 線 CT 観察からは、X 軸方向繊維束中のき裂を検出できているものの、き裂面において繊維破断が発生しているかについては明確には判別できていない。したがって、図 5.12 のようなき裂進展挙動の詳細なモデル化は、現時点では困難であることが考えられる。

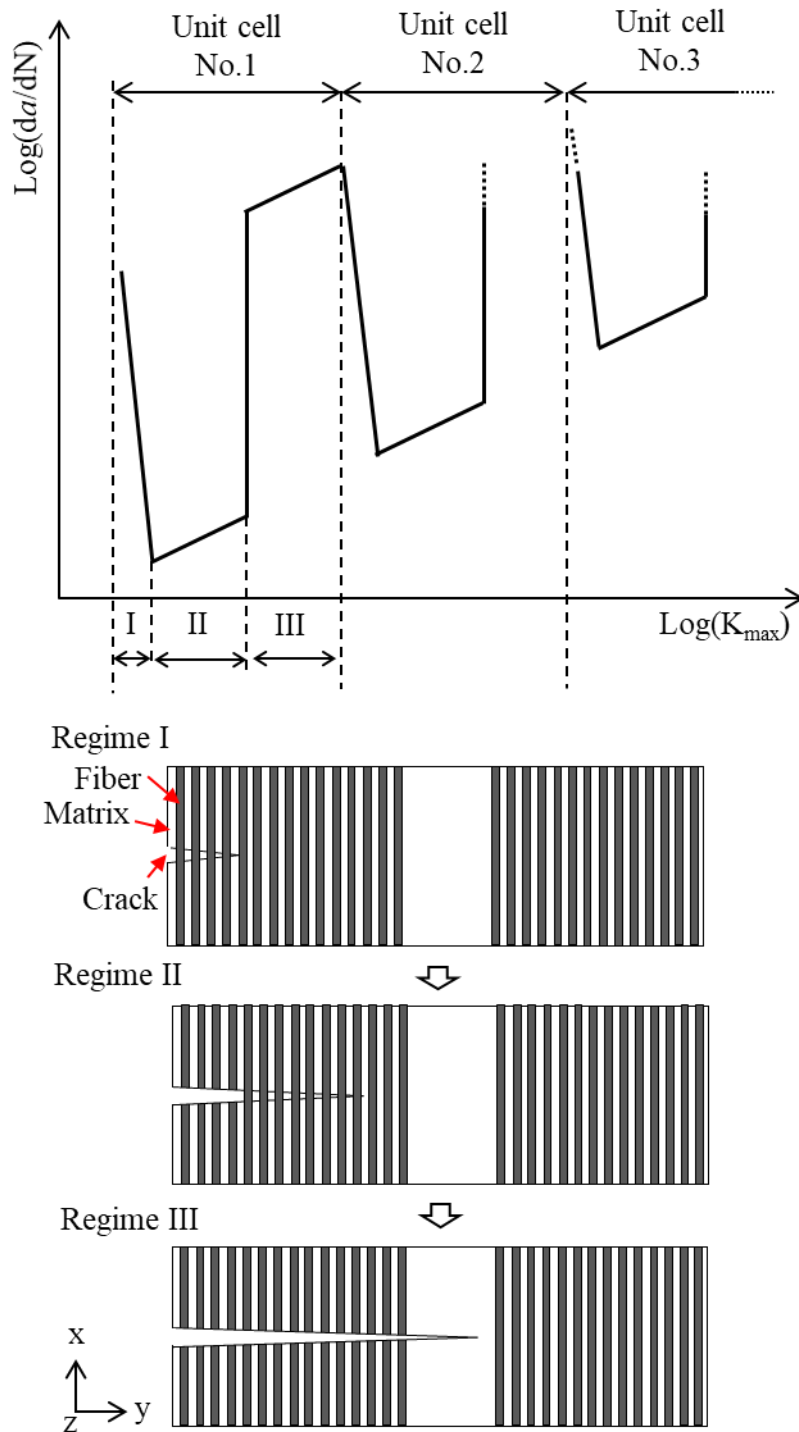


Fig. 5.12 Schematic drawing of macro-crack growth behavior of an orthogonal 3-D woven SiC-f/YSi<sub>2</sub>-Si based matrix composite under cyclic tensile load

そこで本研究では、図 5.12 の領域 II におけるき裂進展のみが疲労寿命を支配すると仮定する。すなわち、き裂進展の初期段階で認められる繊維架橋等の影響によるき裂進展速度が低下する間のサイクル数や、き裂がマトリクス領域を進展する際のサイクル数は、疲労寿命全体に対する寄与がほとんどないものとする。その上で本供試体を均質体に近似したうえで、領域 II におけるき裂進展挙動をセラミックスにおけるき裂進展モデルを適用・修正することでモデル化・定式化する。また、上述のき裂進展モデルを繊維構造を考慮した場合に適用した寿命予測手法についても検討する。

### 5.4.2 セラミックスにおけるき裂進展モデルの適用・修正

モノリスセラミックスのき裂進展速度は以下の式で表現される[5.29].

$$\frac{da}{dN} = c_0 K_{\max}^n = c_0 (\sigma_{\max} \sqrt{\pi a})^n \quad (5.1)$$

ここで、 $a$ はき裂長さ、 $N$ はサイクル数、 $\sigma_{\max}$ は最大応力、 $K_{\max}$ は応力拡大係数、 $c_0$ と $n$ はき裂進展パラメータである。上式をサイクル数について積分することで、以下の式が得られる。

$$\begin{aligned} N_f &= \frac{2}{c_0(n-2)\pi^{n/2}\sigma_{\max}^n} \left[ a_i^{(2-n)/2} - a_f^{(2-n)/2} \right] \\ &= \frac{2}{c_0(n-2)\pi^{n/2}\sigma_{\max}^n} \left[ a_i^{(2-n)/2} - \left( \frac{K_{IC}}{\sigma_{\max}} \right)^{2-n} \right] \end{aligned} \quad (5.2)$$

ここで、 $a_i$ は初期き裂長さ、 $a_f$ は破断き裂長さ、 $K_{IC}$ は破壊じん性である。一般的なセラミックスでは $n > 10$ とされており、 $a_f \gg a_i$ の場合には式(5.2)における[ ]内の第 2 項は第 1 項と比較して微小となることから、式(2)は次式のように整理される。

$$N_f = \frac{2}{c_0(n-2)\pi^{n/2}\sigma_{\max}^n} a_i^{(2-n)/2} \quad (5.3)$$

式(5.3)より、き裂進展パラメータ $c_0$ と $n$ が既知の場合、初期き裂長さが明らかな試験片に対しては最大応力 $\sigma_{\max}$ における疲労寿命 $N_f$ が推定される。一方で、疲労試験データ $(\sigma_{\max}, N_f)$ を式(5.3)に適用すると、その試験片の初期き裂長さが推定される。本研究では、図 5.13(a)に示すような、X 軸方向繊維束中のき裂進展速度が低下から上昇にシフトした時点でのき裂長さを式(5.2)や式(5.3)における初期き裂長さ $a_i$ とする。以上の場合に取り扱うき裂長さは繊維架橋域を含んだき裂長さとなるが、現状の X 線 CT 撮影結果から繊維架橋域は明確には観察できていない。そこで、試験片表面では繊維架橋域が容易に酸化するものと考え、デジタル顕微鏡にて撮影された表面き裂長さを、繊維架橋域を含むき裂長さとして仮定する。換言すれば、表面き裂長さと内部き裂長さの差が、繊維架橋領域と仮定したことになる。

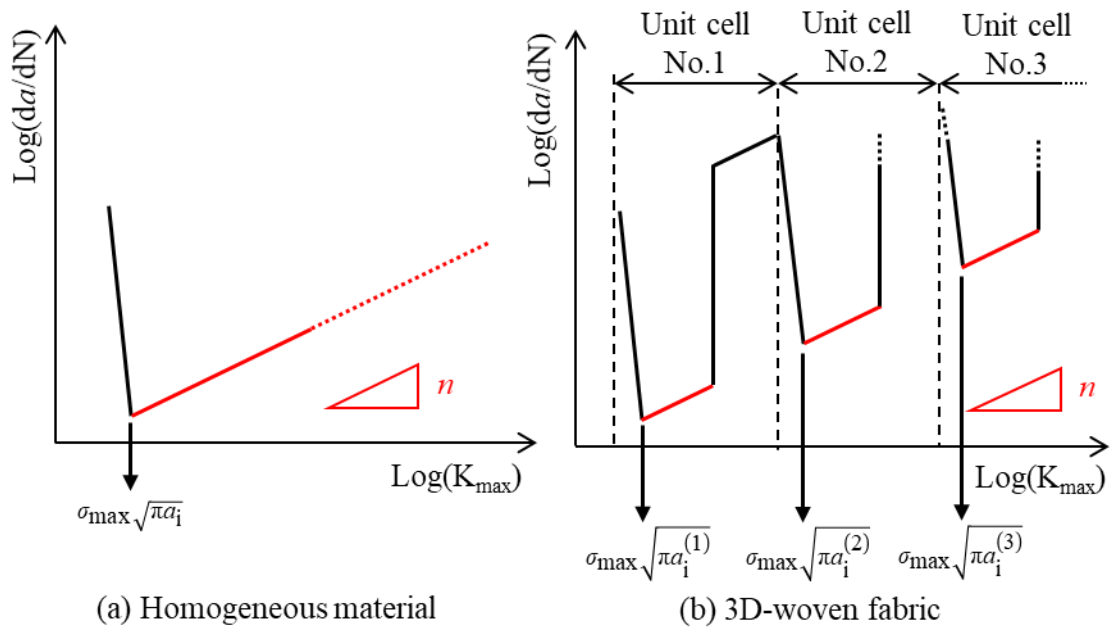


Fig. 5.13 Assumption of macro-crack growth behavior under cyclic tensile load for the lifetime prediction of SiC-f/SiC composites.

各試験片における途中止め一疲労試験から得られたき裂進展速度一応力拡大係数の関係を図 5.14 に示す. X 軸方向繊維束中におけるき裂進展速度の低下が認められた領域 (図中における白抜きのプロット) を除いてデータを整理すると, 図 5.14 に示すようなき裂進展速度一応力拡大係数に明確な相関が認められることがわかる. そこで式(5.1)におけるき裂進展パラメータ  $c_0$  と  $n$  をそれぞれ推定したところ,  $c_0=4.5 \times 10^{-11}$ ,  $n=3.9$  となった. この結果より, 図 5.12 に示されるような領域 II におけるき裂進展挙動は, 従来のモノリスセラミックスと同様に, 式(5.1)で近似できる可能性が示唆される. しかし, パラメータ  $n$  の値は一般的な酸化物セラミックスや非酸化物セラミックスで報告されている値と比較すると小さい. そのため, 式(5.3)における近似解を用いた場合, 計算結果が破壊じん性  $K_{IC}$  の影響を受けるものと考えられる. すなわち, 式(5.2)における [ ] 内の第 2 項は無視できない値となる. そこで本研究では, 片側切欠き試験片を対象とした引張り試験データを  $K_{IC}=\sigma_{\max}\sqrt{\pi a_f}$  の関係に導入することで推定された破壊じん性値を式(5.2)に導入した.

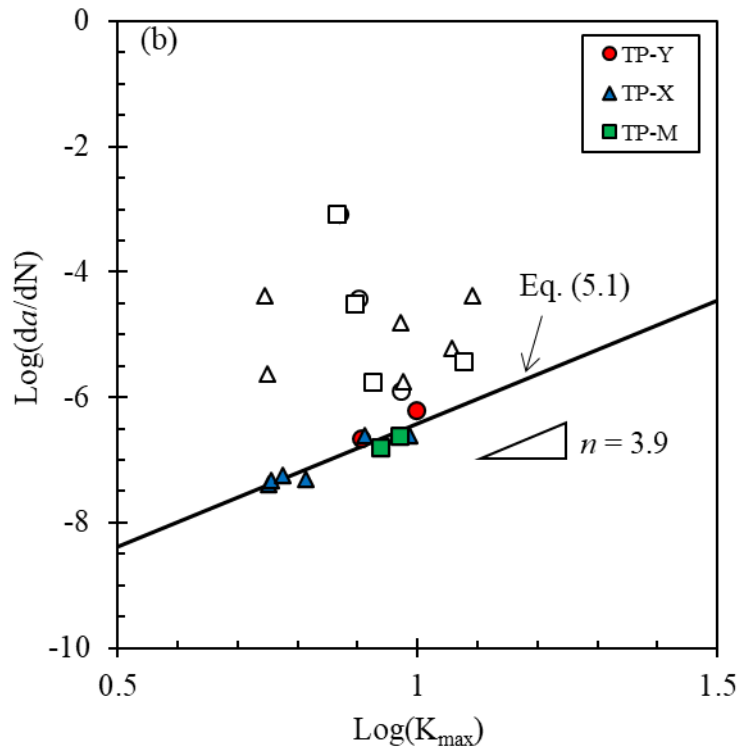


Fig. 5.14 Crack growth rate versus mode I stress intensity factor (log scale plot).

Solid circles, triangles, and squares denote the data used for Eq. (5.1).

### 5.4.3 織物構造を考慮した寿命予測手法

図 5.13(b)に示すような、各ユニットセルにおける初期き裂長さ $a_i^{(k)}$  ( $k$ : ユニットセル番号) からマトリクス領域に到達するまでのサイクル数を計算する. 式(5.1)を変形した次式を用いて微小サイクル数 $\Delta N$ を計算する.

$$\Delta N = \frac{\Delta a}{c_0 K_{\max}^n} = \frac{\Delta a}{c_0 (\sigma_{\max} \sqrt{\pi a})^n} \quad (5.4)$$

ここで、 $\Delta a$ は微小き裂長さである. 初期き裂長さ $a_i^{(k)}$ から式(5.4)を用いて各き裂長さの微小サイクル数を計算し、計算結果を合計することで1ユニットセルにおける破断サイクル数が計算される. 破壊じん性 $K_{IC}$ に到達するまでユニットセル毎にこの計算を行うことで、織物構造を考慮した疲労寿命を推定することができる. 本章では、微小き裂長さを $\Delta a=0.01$  mm, ユニットセル幅を X 軸方向繊維束幅 $W_X(=1.3$  mm)とマトリクス幅 $W_M(=0.7$  mm)を足し合わせた $W_X+W_M=2$  mmとした. また、2番目以降のユニットセルにおける X 軸方向繊維束中の初期き裂長さに関しては、1番目のユニットセルにおける初期き裂長さ $a_i^{(1)}$ とマトリクス幅 $W_M$ の差分( $a_i^{(1)} - W_M$ )と同じであると仮定する. すなわち、 $k$ 番目のユニットセルにおける初期き裂長さ $a_i^{(k)}$ を $a_i^{(k)} = a_i^{(1)} + (k - 1)(W_X + W_M)$ として計算を行った.

## 5.5 考察

### 5.5.1 初期き裂長さの推定

疲労試験（平滑材試験片）における最大応力-破断サイクル数の関係を式(5.2)に導入することで、初期き裂長さ $a_i$ の推定を行った。推定結果を図 5.15 のように初期き裂長さ-最大応力の関係として整理した。これより、最大応力の増加に伴い初期き裂長さが増加する傾向が認められている。供試体のマトリクス幅は約 0.7 mm、X 繊維束幅は約 1.3 mm であるため、各応力下における初期き裂長さは本供試体の直交三次元織物における 1 ユニットセル以内となることが推察される。これは引張り応力が 150 MPa 超えると X 軸方向繊維束においてき裂が発生・進展するという実験事実[5.19]から考えても妥当な結果である。

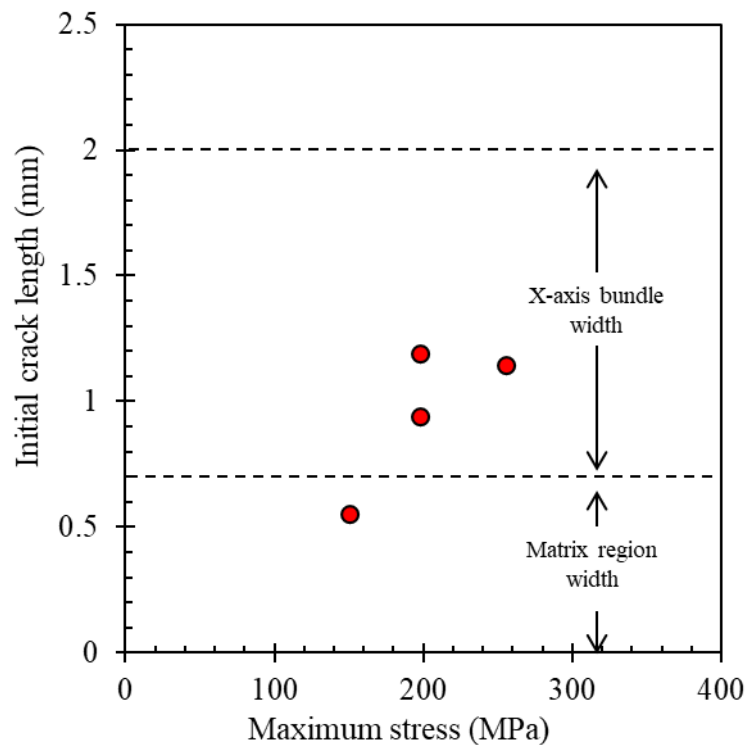


Fig. 5.15 Estimated initial crack length,  $a_i$  versus maximum stress at 1100 °C in air

5.5.2. 繰返し荷重下における寿命予測モデル

以上の初期き裂長さの推定結果に基づき、初期き裂長さが応力に依存するものと仮定すると、式(5.2)は以下のように修正される。

$$N_f = \frac{2}{c_0(n-2)\pi^{n/2}\sigma_{\max}^n} \left[ \{a_i(\sigma_{\max})\}^{(2-n)/2} - a_f^{(2-n)/2} \right] \tag{5.5}$$

$$= \frac{2}{c_0(n-2)\pi^{n/2}\sigma_{\max}^n} \left[ \{a_i(\sigma_{\max})\}^{(2-n)/2} - \left( \frac{K_{IC}}{\sigma_{\max}} \right)^{2-n} \right]$$

ここで、 $a_i(\sigma_{\max})$ は応力に依存する初期き裂長さを意味している。これが本研究で新たに提案する SiC-f/SiC 複合材料の疲労寿命予測モデルである。図 5.15 の計算結果を線形近似し、式(5.5)に導入することで疲労寿命 $N_f$ を推定した。推定結果を平滑材試験片を対象とした疲労試験結果と併せて整理した最大応力-破断サイクル数の関係を図 5.16 に示す。計算に用いた各パラメータは表 5.1 に示すとおりである。計算結果は実験値とよい一致がみられており、現時点での取得範囲内の疲労寿命データについては提案した寿命予測モデルを用いて精緻に説明できることがわかった。

式(5.5)を用いた場合と上述した織物構造を考慮した場合の比較結果を図 5.17 に示す。各計算結果にはよい一致が認められ、提案した寿命予測モデルは、本供試体の織物形状・寸法の場合には、均質体近似を行っても精度よく寿命を推定できる可能性が示唆される。しかし、以上の計算結果は、応力依存の初期き裂長さに大きく影響される。平滑材試験片の S-N 線図から推定された初期き裂長さは、供試体の織物形状・寸法から大きく外れた値を示してはいないが、今後、S-N 線図以外の実験データから初期き裂長さを推定する手法についても検討したうえで、妥当性を検証する必要がある。

Table 5.1 Estimated parameters used for Eq. (5.5)

$n$ (-)	$c_0$ ( $m^{1-n/2}MPa^{-n}$ )	$K_{IC}$ ( $MPa\sqrt{m}$ )
3.9	$4.5 \times 10^{-11}$	9.2



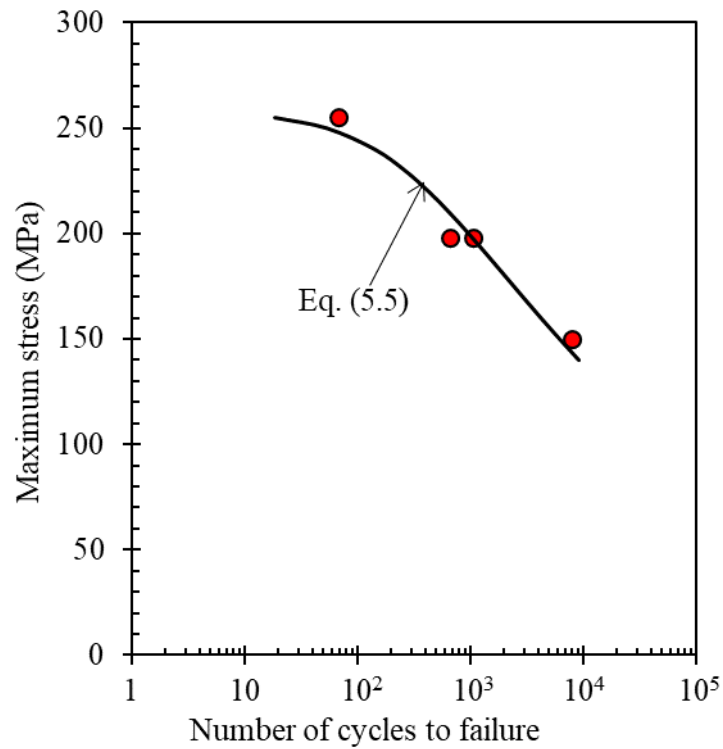


Fig. 5.16 Experimentally obtained and predicted maximum stress versus number of cycles to failure at 1100 °C in air. Solid circles show the experiment results for dumbbell-shaped specimen, whereas solid curves represent estimated values.

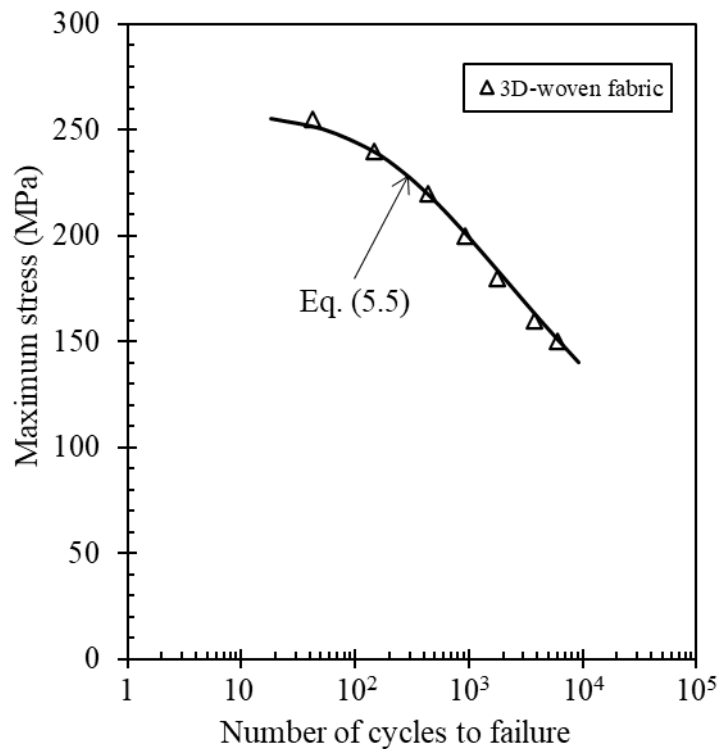


Fig. 5.17 Predicted maximum stress versus number of cycles to failure at 1100 °C in air. Open triangles show lifetime of the 3D-woven composite, whereas a solid curve shows that of homogeneous materials.

### 5.5.3 繰返し荷重下での損傷・破壊メカニズム

本章で提案した寿命予測モデルの計算結果から、繰返し荷重に伴う材料内部のき裂進展によって SiC-f/SiC 複合材料の破断寿命が支配されている可能性が示唆された。繰返し荷重によるき裂進展のメカニズムとしては、き裂のプロセスゾーン内部における繊維架橋域の損傷が影響している可能性が高いものと考えられる。繊維架橋域が損傷・破壊する要因には、従来の報告を鑑みると、酸化に伴う(1)繊維/マトリクス界面の固着、(2)繊維断面積の減少、(3)繊維の破断強度低下、といったメカニズムが挙げられる[5.6-5.9]。しかし、これらは繰返し荷重というよりも、主として時間に依存するメカニズムである。繰返し荷重に伴う材料内部のき裂進展メカニズムを説明するには、他の要因を考える必要がある。

繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の損傷・破壊挙動のひとつとして、5.3.2 節にも述べたように、繰返し荷重に伴う繊維/マトリクス界面の損傷がある。第4章で実施した単繊維 Push-out 試験結果からも、疲労試験後には顕著な界面せん断強度の低下が認められており、繰返し荷重によって界面が損傷した可能性が示唆されている。これらを踏まえると、繰返し荷重によって繊維/マトリクス界面が損傷することで、き裂内部

## 第5章 繰返し荷重下におけるき裂進展メカニズム

の繊維架橋域が損傷・破壊し、き裂進展が引き起こされることが考えられる。

このようにき裂進展メカニズムを整理すると、第4章の疲労試験結果に認められた、定荷重下と比較して繰返し荷重下において著しい破断寿命の低下に至る要因を定性的に説明することができる。定荷重下では、酸化の影響によってき裂内部の繊維架橋域が損傷・破壊する。繰返し荷重下では、この現象と繊維/マトリクス界面での損傷の影響が重畳する。その結果、き裂進展が促進され、破断寿命の更なる低下に至った可能性が示唆される。以上のように、高温酸化雰囲気中での繰返し荷重下における主な損傷・破壊メカニズムは材料内部のき裂進展であり、これは酸化ならびに繊維/マトリクス界面での損傷に起因した繊維架橋域の損傷・破壊によって引き起こされていることが推測される。

### 5.6 結言

本章では、高温大気中での繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料のき裂進展メカニズムを実験的に評価することを目的とした。平滑材試験片と片ノッチ材試験片を用意したうえで、温度 1100 °C・大気中における直交三次元織物 SiC-f/YSi<sub>2</sub>-Si 基 複合材料の引張り試験ならびに引張り一引張り疲労試験を行った。さらに、任意の繰返し数にて疲労試験を中断し、ノッチ導入部からのき裂進展挙動をデジタル顕微鏡および X 線 CT 装置を用いて観察した。実験結果に基づき、セラミックスの疲労寿命モデルを適用・修正することで、繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料のき裂進展挙動をモデル化した。これらの結果より以下の結言が得られた。

- (1) 引張り試験結果より、片ノッチ材試験片では、線形限界応力以上から平滑材と比較して剛性が低く、また破断強度にも顕著な低下が認められた。疲労試験結果では、片ノッチ材試験片の破断寿命は平滑材試験片の破断寿命と比較して短い傾向となった。これらの結果はノッチ導入による応力集中の影響を示唆している。
- (2) 途中止め一疲労試験結果より、各 X 軸方向繊維束中において、き裂長さの増加に伴いき裂進展速度が低下する傾向が認められた。この要因として繊維架橋による応力遮へい効果の影響が推察されるが、現時点で詳細なメカニズムは不明である。
- (3) セラミックスを対象とした寿命予測モデルを適用・修正することで、繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の寿命予測モデルを新たに提案した。計算結果は、平滑材試験片より取得した疲労寿命データの範囲内においては、よい一致が認められている。
- (4) 構築した寿命予測モデルの計算結果と第4章の研究結果を踏まえて損傷・破壊メカニズムを考察した。繰返し荷重下における破断寿命は材料内部のき裂進展によって支配されており、このき裂進展のメカニズムとして、繊維/マトリクス界面の損傷に起因した繊維架橋域の損傷・破壊が考えられた。

### 5.7 参考文献

- [5.1] S. Pasquier, J. Lamon, R. Naslain, "Tensile static fatigue of 2D SiC/SiC composites with multilayered (PyC-SiC)<sub>n</sub> interphases at high temperatures in oxidizing atmosphere", *Compos. Part A* 29A pp.1157-1164(1998).
- [5.2] S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, J. Cao, Y. Nagano, H. Kaya, "Creep and fatigue behavior in Hi-Nicalon-fiber-reinforced silicon carbide composites at high-temperatures", *J. Amer. Ceram. Soc.* 82(1) pp.117-128(1999).
- [5.3] T. Ogasawara, T. Ishikawa, N. Suzuki, I.J. Davies, M. Suzuki, J. Gotoh, T. Hirokawa, "Tensile creep behavior of 3-D woven Si-Ti-C-O fiber/SiC-based matrix composite with glass sealant", *J. Mater. Sci.* 35 pp.785-793(2000).
- [5.4] G.N. Morscher, J. Hurst, D. Brewer, "Intermediate-temperature stress rupture of a woven Hi-Nicalon, BN-interphase, SiC-matrix composite in air", *J. Amer. Ceram. Soc.* 83(6) pp.1441-1449(2000).
- [5.5] G.N. Morscher, G. Ojard, R. Miller, Y. Gowayed, U. Santhosh, J. Ahmad, R. John, "Tensile creep and fatigue of Sylramic-iBN melt-infiltrated SiC matrix composites: Retained properties, damage development, and failure mechanisms", *Compos. Sci. Tech.* 68 pp.3305-3313(2008).
- [5.6] I.J. Davies, T. Ishikawa, M. Shibuya, T. Hirokawa, J. Gotoh, "Fibre and interfacial properties measured in situ for a 3D woven SiC/SiC-based composite with glass sealant", *Compos. Part A* 30 pp.587-591(1999).
- [5.7] I.J. Davies, T. Ogasawara, T. Ishikawa, "Distribution of fibre pullout length and interface shear strength within a single fibre for an orthogonal 3-D woven Si-Ti-C-O fibre/Si-Ti-C-O matrix composite tested at 1100°C in air", *J. Eur. Ceram. Soc.* 25 pp.599-604(2005).
- [5.8] D.L. Poerschke, M.N. Rossol, F.W. Zok, "Intermediate temperature oxidative strength degradation of a SiC/SiNC composite with a polymer-derived matrix", *J. Amer. Ceram. Soc.* 100 pp.1606-1617(2017).
- [5.9] F.W. Zok, P.T. Maxwell, K. Kawanishi, E.B. Callaway, "Degradation of a SiC-SiC composite in water vapor environments", *J. Amer. Ceram. Soc.* 103 pp.1927-1941(2020).
- [5.10] A.G. Evans, F.W. Zok, R.M. McMeeking, Z. Du, "Models of high-temperature, environmentally assisted embrittlement in ceramic-matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 79(9) pp.2345-2352(1996).
- [5.11] G.N. Morscher, J.D. Cawley, "Intermediate temperature strength degradation in SiC/SiC composites", *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 pp.2777-2787(2002).
- [5.12] C. Droillard, P. Voisard, C. Heibst, J. Lamon, "Determination of fracture toughness in 2-D woven SiC matrix composites made by chemical vapor infiltration", *J. Amer. Ceram. Soc.* 78(5) pp.1201-1211(1995).

- [5.13] C. Droillard, J. Lamon, "Fracture toughness of 2-D woven SiC/SiC CVI-composites with multilayered interphases", *J. Amer. Ceram. Soc.* 79(4) pp.849-858(1996).
- [5.14] K. Goto, Y. Kagawa, "Fracture behaviour and toughness of a plane-woven SiC fibre-reinforced SiC matrix composite", *Mater. Sci. Eng. A211* pp.72-81(1996).
- [5.15] Y. Miyashita, K. Kanda, S. Zhu, Y. Mutoh, M. Mizuno, A.J. McEvily, "Observations of fatigue damage process in SiC/SiC composites at room and elevated temperatures", *Int. J. Fatigue* 24 pp.241-248(2002).
- [5.16] J. Tracy, A. Waas, S. Daly, "Experimental assessment of toughness in ceramic matrix composites using the J-integral with digital image correlation part I: methodology and validation", *J. Mater. Sci.* 50 pp.4646-4658(2015).
- [5.17] J. Tracy, A. Waas, S. Daly, "Experimental assessment of toughness in ceramic matrix composites using the J-integral with digital image correlation part II: application to ceramic matrix composites", *J. Mater. Sci.* 50 pp.4659-4671(2015).
- [5.18] G.N. Morscher, R. Maxwell, "Monitoring tensile fatigue crack growth and fiber failure around a notch in laminate SiC/SiC composites utilizing acoustic emission, electrical resistance, and digital image correlation", *J. Euro. Ceram. Soc.* 39 pp.229-239(2019).
- [5.19] 金澤真悟, 山崎直樹, 朝倉勇樹, 久布白圭司, 石川毅彦, 小笠原俊夫, "直交3次元非晶質SiC繊維/SiC/YSi<sub>2</sub>-Si基複合材料の開発", *J. Soc. Mater. Sci. Japan* 70(2) pp.86-92(2021).
- [5.20] S. Kanazawa, N. Yamazaki, Y. Asakura, K. Kubushiro, T. Ogasawara, "High-temperature fatigue crack propagation mechanism of orthogonal 3-D woven amorphous SiC Fiber/SiC/YSi<sub>2</sub>-Si matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 104 pp.5923-5933(2021).
- [5.21] T. Ogasawara and T. Ishikawa, H. Ito, N. Watanabe and I.J. Davies, "Multiple cracking and tensile behavior for an orthogonal 3-D woven Si-Ti-C-O fiber/Si-Ti-C-O matrix composites", *J. Amer. Ceram. Soc.* 84(7) pp.1565-1574(2001).
- [5.22] A.G. Evans, "Perspective on the development of high-toughness ceramics", *J. Amer. Ceram. Soc.* 73(2) pp.187-206(1990).
- [5.23] A.G. Evans, F.W. Zok, "Review The physics and mechanics of fibre-reinforced brittle matrix composites", *J. Mater. Sci.* 29 pp.3857-3896(1994).
- [5.24] A.G. Evans, "Design and life prediction issues for high-temperature engineering ceramics and their composites", *Acta mater.* 45(1) pp.23-40(1996).
- [5.25] D. Rouby, P. Reynaud, "Fatigue Behavior Related to Interface Modification during Load Cycling in Ceramic-Matrix Fibre Composites", *Compos. Sci. Tech.* 48 pp.109-118(1993).
- [5.26] J.C. McNulty, F.W. Zok, "Low-cycle fatigue of Nicalon-fiber-reinforced ceramic composites", *Compos. Sci. Tech.* 59 pp.1597-1607(1999).

- [5.27] L. Longbiao, "Fatigue life prediction of 2D woven ceramic-matrix composites at room and elevated temperatures", *J. Mater. Eng. Perform.* 26(3) pp.1209-1222(2017).
- [5.28] L. Longbiao, "Synergistic effects of temperature, oxidation, loading frequency and stress-rupture on damage evolution of cross-ply ceramic matrix composites under cyclic fatigue loading at elevated temperatures in oxidizing atmosphere", *Eng. Fract. Mech.* 175 pp.15-30(2017).
- [5.29] A.G. Evans, "Fatigue in ceramics", *Int. J. Fract.* 16(6) pp.485-498(1980).

## 第6章 結論

### 6.1 各章の要約と結論

航空機用ターボファンエンジンでは、エンジンの高効率化による運用コストの低減および温室効果ガスの削減が必須である。従来の Ni 基耐熱合金と比較して軽量かつ耐熱性に優れる SiC 繊維強化 SiC 基 (SiC-f/SiC) 複合材料は極めて有望なエンジン材料であり、すでにタービンシュラウドへの実用化が進んでいるとともに、今後はタービン静翼、更にはタービン動翼などの回転部品への適用が検討されている。SiC-f/SiC 複合材料を回転部品に適用するためには、酸素や水蒸気といった酸化雰囲気中において、定荷重や繰返し荷重、更にはそれらが複合的に作用した引張り荷重下における損傷・破壊メカニズムを理解し、適切な力学モデルを構築した上での信頼性設計が必須となる。これまでに、強化材となる SiC 繊維の強度評価に関する研究や、SiC-f/SiC 複合材料をはじめとしたセラミック基複合材料 (CMC : Ceramic Matrix Composite) を対象とした微視的損傷と力学特性に関する研究が多く実施されている。しかしながら、(1) SiC 繊維の強度評価手法の妥当性が十分には検証されていないため、力学モデル計算に必要な繊維の破断強度のワイブルパラメータ推定方法が確立されていない。また、(2) 実験的研究が多く、実験結果に基づいて SiC-f/SiC 複合材料における時間依存の損傷挙動・ひずみ応答を予測する力学モデルを提案した研究例は少ない。更に、(3) SiC-f/SiC 複合材料の破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響がほとんど調査されておらず、複合荷重下における損傷・破壊メカニズムが十分に理解されていない。加えて、(4) 平滑材試験片を用いたクリープ試験・疲労試験結果から現象論的にき裂進展挙動を推論づけた報告が多く、き裂進展プロセスを実験的に評価した上で力学モデルを構築した例もほとんどない。

以上の背景を踏まえて、本研究では、直交三次元織物 Tyranno ZMI 繊維/SiC 基複合材料を対象とし、(1) 単繊維・繊維束引張り試験の妥当性を検証したうえで信頼性の高い Tyranno ZMI 繊維のワイブルパラメータを取得すること、(2) 高温真空中・定引張り荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の時間依存の損傷挙動・ひずみ応答を記述する力学モデルを構築すること、(3) 高温大気中での繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料の破断寿命に及ぼす定荷重と繰返し荷重の相互影響を実験的に明らかにすること、(4) 高温大気中での繰返し荷重下における SiC-f/SiC 複合材料のき裂進展メカニズムを実験的に明らかにすることをそれぞれ実施した。これらの研究結果を踏まえて、高温下での定荷重ならびに繰返し荷重での SiC-f/SiC 複合材料の力学挙動 (応力-ひずみ挙動・破断寿命) の予測を試みた。

第2章では、5種類の SiC 繊維 (Nicalon, Hi-Nicalon, Hi-Nicalon TypeS, Tyranno ZMI, Tyranno SA) に対して単繊維と繊維束引張り試験から推定されるワイブルパラメータの直接比較を行った。尺度母数については、単繊維試験結果とおおむね一致した一方で、

形状母数は、単繊維引張り試験結果と比較して高い傾向が認められた。このような実験結果の傾向とは異なり、個々の繊維直径のばらつきを考慮した繊維束引張り試験のモンテカルロシミュレーション結果から推定されるワイブルパラメータは、単繊維引張り試験結果とほとんど一致した。この計算結果は、個々の繊維直径のばらつきは繊維束試験結果に対して顕著には影響しない可能性を示唆している。Hi-Nicalon TypeS 繊維と Tyranno ZMI 繊維を対象に繊維に沿った直径を測定したところ、繊維長 1 m にわたる顕著なばらつきが認められた。すなわち、相対的にゲージ長の長い繊維束試験では、評定部間における直径のばらつきがワイブルパラメータに大きく影響することが考えられる。これらの結果から、現状の繊維束試験法によって得られた結果は不確かさを有することがわかったため、SiC-f/SiC 複合材料における力学モデル計算には、単繊維試験結果から推定されたワイブルパラメータを使用することが推奨された。

第3章では、直交三次元織物 SiC-f/SiC 複合材料を対象に、室温引張り試験中の *in-situ* 観察、1200 °C・Ar 雰囲気中での引張り試験、および 1200 °C・真空中での定荷重引張り試験をそれぞれ実施した。得られた実験事実を基に、引張り応力の増加に伴う微視的損傷の進展・累積挙動の素過程をモデル化し、更に SiC 繊維の粘弾性挙動を考慮することによって、時間依存の非線形応力-ひずみ応答モデルを新たに構築した。構築した力学モデル計算の一部には、第2章の単繊維試験から取得したワイブルパラメータを導入した。力学モデルから予測された時間依存型ひずみ応答は、実機運用時に想定される応力域においては実験結果とよい一致を示した。一方で、高応力域では、時間経過に伴う 0° 層におけるマトリクスき裂進展や繊維破断の影響を考慮する必要性が示唆された。これらの現象は、ひずみ応答のみならず、破断寿命に対しても大きく影響を及ぼすことが考えられるため、今後、詳細に検討する必要がある。

第4章では、直交三次元織物 SiC-f/SiC 複合材料を対象に、1100 °C・大気中での定荷速度引張り試験、定荷重引張り試験、台形波を用いた引張り-引張り疲労試験を実施した。台形波を用いた疲労試験より、破断寿命は繰返し荷重によって著しく低下することがわかった。各試験後の破断面の微視的観察を実施したところ、引張り試験および定荷重引張り試験における強度は酸化によるき裂進展領域に支配されていることがわかった。これに対して、疲労試験では、酸化面積のみでは強度を整理することはできなかった。単繊維 Push-out 試験による界面力学特性評価の結果を踏まえると、繰返し荷重下では、酸化によるき裂進展に加えて、繊維/マトリクス界面での損傷が相互的に影響したことで、更なる破断寿命の低下が引き起こされた可能性が示唆された。得られた実験事実に基づき、酸化に伴うき裂進展および繰返し荷重による界面せん断応力低下の2つを考慮した寿命予測モデルを構築した。モデル計算には、第2章の単繊維試験から取得したワイブルパラメータを導入した。計算結果は、台形波における最大応力保持時間の増加につれて実験結果とかい離する傾向が認められた。酸化によるき裂進展挙動を実験的に検証する必要性が示唆されたとともに、繊維/マトリクス界面の酸化と繰返し荷重に



よる界面損傷が相互的に影響した可能性についても考えられた。

第5章では、直交三次元織物 SiC-f/YSi<sub>2</sub>-Si 基複合材料を対象に、1100 °C・大気中での繰返し荷重下におけるき裂進展挙動を実験的に評価した。平滑材試験片と片ノッチ材試験片に対して、温度 1100 °C・大気中における引張り試験ならびに引張り一引張り疲労試験を行った。さらに、任意のサイクル数にて疲労試験を中断し、ノッチ導入部からのき裂進展挙動をデジタル顕微鏡および X 線 CT 装置を用いて観察した。き裂進展挙動の観察結果より、繰返し荷重下でのき裂は繊維破断が破断した領域と、繊維架橋が生じている領域からなることが明らかとなった。実験結果に基づき、セラミックスの疲労寿命モデルを適用・修正することで、SiC-f/SiC 複合材料の寿命予測モデルを新たに提案した。計算結果は、平滑材試験片より取得した疲労寿命データの範囲内においては、よい一致が認められた。寿命予測モデルの計算結果と第4章の研究結果を踏まえ、繰返し荷重下での損傷・破壊メカニズムの更なる考察を行った。繰返し荷重下における破断寿命は材料内部のき裂進展によって支配されており、このき裂進展は、材料内部の酸化ならびに繊維/マトリクス界面の損傷に起因した繊維架橋域の損傷・破壊によって引き起こされることが推察された。

## 6.2 本研究の工学的応用と将来の展望

第2章の研究結果より、繊維の破断強度のワイブル尺度母数については、単繊維と繊維束引張り試験でそれぞれ同じ程度の値が得られている。ワイブル形状母数については、単繊維引張り試験と比較して繊維束引張り試験では高い傾向を示すものの、この傾向を適切に補正すれば、繊維束引張り試験の結果を合理的に利用できる。すなわち、本研究によって、繊維束引張り試験から SiC 繊維のワイブルパラメータを単繊維試験よりも効率的に推定できる可能性が示されており、SiC-f/SiC 複合材料における材料開発、品質管理、耐久性評価等のための時間・コストの削減が期待される。一方で、繊維束試験結果に影響を及ぼす可能性が示唆された評定部間における直径のばらつきの影響等については調査が必要である。

第3-5章で構築した SiC-f/SiC 複合材料における高温下での応力-ひずみ挙動・破断寿命予測の力学モデルによって、本研究と同様の温度と環境であれば、試験片レベルの微視的損傷進展・累積挙動を予測可能となり、応力-ひずみ挙動・破断寿命予測の精度向上が期待される。更に、構築した力学モデルを数値解析ソフトに導入することによって、実部品レベルでの構造解析への応用が可能となることも期待される。構造解析によってバーチャルな強度試験を行うことができれば、試験工数の削減につながる。併せて、材料そのものの設計においても最適設計の指針を決定することも可能となる。これらの点から、将来的に SiC-f/SiC 複合材料を適用した航空エンジンの利用拡大につながることを期待される。

一方、本研究で提案した各力学モデルは、温度 1100-1200 °C かつ単軸応力状態が適用

範囲である。構造部品への適用に向けて、多軸応力状態や異なる温度域において更なる実験を実施するとともに、力学モデルを改良する必要がある。また、提案した各力学モデルによる織物構造や材料仕様といった材料そのものの設計への直接的なフィードバックは現時点では困難である。そのため、織物構造や材料仕様を変更した供試体を用いて更なる実験を行った上で、それらの実験結果を材料設計パラメータとして力学モデルに導入する必要がある。

更に、第5章の研究結果より、SiC-f/SiC 複合材料の破断寿命に対して材料内部のき裂進展が非常に重要なメカニズムであることが強く示唆された。現状、このき裂進展挙動は、疲労試験を途中止めしたのちに X 線 CT 撮影を行うことで実験的に評価しているが、非常に労力を有している。今後、試験片のコンプライアンス変化からき裂長さを推定する等、より合理的なき裂測定手法を確立する必要がある。

また、本研究で導入した力学モデルを数値解析モデルへ導入する方法論についても今後検討する必要がある。本供試体では織物構造を有していることから、このような微視的構造と実部品全体の応力-ひずみ挙動・破断寿命を連成できるようなマルチスケール解析モデルも必須となる。以上のような数値解析的アプローチによる研究が今後発展することが望まれる。

### 6.3 結言

本研究では、SiC-f/SiC 複合材料の更なる実用化を目指して、強化材 (SiC 繊維) の強度評価手法の妥当性検証と、SiC-f/SiC 複合材料における力学挙動の実験的評価と数理モデル構築を実施した。今後、本論文で得られた知見が SiC-f/SiC 複合材料の構造部品への適用拡大に貢献することを望むものである。

## 学術論文および学会発表

### 査読付き論文

1. Y. Ikarashi, T. Ogasawara, T. Aoki, “Effects of cyclic tensile loading on the rupture behavior of orthogonal 3-D woven SiC fiber/SiC matrix composites at elevated temperatures in air”, J. Euro. Ceram. Soc. 39 pp.806-812(2019)
2. Y. Ikarashi, T. Ogasawara, T. Aoki, “Micromechanical Model of time-dependent damage and deformation behavior for an orthogonal 3D-woven SiC/SiC composite at elevated temperature in vacuum”, J. Euro. Ceram. Soc. 40 pp.3887-3896(2020)
3. Y. Ikarashi, T. Ogasawara, S. Okuizumi, T. Aoki, I.J. Davies, J. Lamon, “Direct comparison between monofilament and multifilament tow testing for evaluating the tensile strength distribution of SiC fibers”, J. Euro. Ceram. Soc. 42 pp.1928-1937(2022)

### 国際会議発表

1. Y. Ikarashi, T. Ogasawara, T. Aoki, “Strength degradation model of an orthogonal 3-D woven SiC fiber/SiC matrix composite under constant and cyclic tensile loads at elevated temperatures”, 42nd International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites (ICACC2018), 2018/1/21-26, Hilton Daytona Beach Resort and Ocean Center, Daytona Beach, FL, USA, Jan. 2018
2. Y. Ikarashi, T. Aoki, Y. Asakura, T. Ogasawara, “Effect of microcrack propagation on the creep deformation behavior of an orthogonal 3-D woven SiC fiber/SiC matrix composite under tensile loading at elevated temperatures”, 43rd International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites (ICACC2019), Hilton Daytona Beach Resort and Ocean Center, Daytona Beach, FL, USA, Jan. 2019
3. Y. Ikarashi, T. Ogasawara, T. Aoki, “Modeling of time-dependent deformation and damage process of an orthogonal 3D woven SiC/SiC composite at elevated temperature in vacuum”, The 3rd South-East Asia - Japan Conference on Composite Materials (SEAJCCM 2019), Prime Plaza Hotel Sanur, Bali, Indonesia, Aug. 2019
4. Y. Ikarashi, T. Ogasawara, T. Aoki, “Time-dependent deformation and damage modeling of an orthogonal 3D woven SiC/SiC composite at elevated temperature in vacuum”, 10th international Conference on High Temperature Ceramic Matrix (10th HT-CMC), Bordeaux Congress Centre, Bordeaux, France, Sep. 2019
5. Y. Ikarashi, N. Takahashi, T. Aoki, T. Ogasawara, I. J. Davies, “Effect of unloading on crack propagation behavior of an orthogonal 3-D woven SiC fiber/SiC matrix composite under

- tensile load at elevated temperature in air”, 45th International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites (ICACC2021), Virtual online, Feb. 2021
6. Y. Ikarashi, T. Ogasawara, T. Aoki, “Crack growth behavior of an orthogonal 3-D woven SiC fiber/SiC composite under cyclic tensile loading at elevated temperature in air”, 46th International Conference and Exposition on Advanced Ceramics and Composites (ICACC2022), Virtual online, Jan. 2022

### 国内会議発表

1. 五十嵐喜寅, 小笠原俊夫, 青木卓哉, 岸本飛鳥, “高温大気中におけるSiC/SiC複合材料のクリープ・疲労破壊挙動”, 第8回日本複合材料会議 (JCCM-8), 東京大学, 東京, 2017年3月
2. 五十嵐喜寅, 小笠原俊夫, 青木卓哉, “高温大気中におけるSiC繊維強化/SiC複合材料のクリープ・疲労破壊挙動と寿命予測”, 日本機械学会2017年度年次大会, 埼玉大学, 埼玉, 2017年9月
3. 五十嵐喜寅, 小笠原俊夫, 青木卓哉, “高温中におけるSiC繊維強化SiC複合材料のクリープ変形挙動”, 2018年度JCOM若手シンポジウム, 箱根町総合保健福祉センター さくら館, 神奈川, 2018年8月
4. 五十嵐喜寅, 小笠原俊夫, 青木卓哉, “高温中におけるSiC繊維強化SiC複合材料のクリープ変形挙動”, 日本機械学会2018年度年次大会, 関西大学, 大阪, 2018年9月
5. 五十嵐喜寅, 小笠原俊夫, 青木卓哉, “SiC繊維強化SiC複合材料のクリープ変形挙動に及ぼす微視的損傷の影響”, 第26回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2018), 山形大学, 山形, 2018年11月
6. 五十嵐喜寅, 小笠原俊夫, 青木卓哉, “直交三次元織物SiC繊維/SiC複合材料の高温における時間依存型の損傷累積・変形挙動のモデル化”, 第44回複合材料シンポジウム, 岡山理科大学, 岡山, 2019年9月
7. 五十嵐喜寅, 小笠原俊夫, 青木卓哉, “高温大気中における三次元織物SiC繊維/SiC複合材料の疲労破壊挙動”, 第27回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2019), フェニックスプラザ, 福井, 2019年11月
8. 五十嵐喜寅, 高橋尚斗, 小笠原俊夫, 青木卓哉, “高温大気中におけるSiC繊維/SiC複合材料のき裂進展挙動に及ぼす繰返し荷重の影響”, 第28回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2020), オンライン開催, 2020年11月
9. 五十嵐喜寅, 小笠原俊夫, 青木卓哉, “切欠きを有する三次元織物SiC繊維/SiC複合材料の高温大気中における疲労き裂進展挙動”, 第29回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2021), オンライン開催, 2021年11月

### 受賞歴

1. 東京農工大学大学院，工学府機械システム工学専攻，修士中間発表，優秀講演賞，2018年2月
2. 日本機械学会，機械材料・材料加工部門，部門一般表彰（奨励講演論文部門），2018年9月
3. 東京農工大学，学生表彰（学術研究活動），2019年3月
4. 日本複合材料学会，優秀学生賞，第44回複合材料シンポジウム，2019年9月

## 謝辞

本論文は、著者が東京農工大学工学部4年、工学府博士前期課程、工学府博士後期課程在学中に行った研究成果をまとめたものです。本研究を進めるにあたり、多くの方々にご指導・ご鞭撻を賜りました。ここに深謝の意を表します。

東京農工大学工学研究院教授 小笠原俊夫先生には、指導教員として本研究に挑戦する機会を与えていただきました。その遂行にあたって終始熱心なご指導・ご鞭撻を賜りました。また、時には私生活の相談についても親身になってお引き受けくださりました。ここに心より感謝申し上げます。

東京農工大学工学研究院教授 桑原利彦先生、同教授 笹原弘之先生、同准教授 山中晃徳先生ならびに連携大学院客員准教授 平野義鎮先生（宇宙航空研究開発機構 主任研究開発員）には、本論文のご審査をお引き受けくださり、また有益なご助言をいただきました。ご多忙にもかかわらず、審査の労を取っていただいた先生方に感謝申し上げます。

宇宙航空研究開発機構 主任研究開発員 青木卓哉博士には、本研究の遂行にあたり多くのご助言ならびに実験技術のご指導やサポートをいただきました。深く感謝申し上げます。

フランス国立科学研究センターの Jacques Lamon 博士、カーティン大学機械工学専攻准教授 Ian J. Davies 先生には SiC 繊維の強度分布評価に関して多くのご助言ならびに英語論文の作成について丁寧なご指導をいただきました。深く感謝いたします。

東京農工大学工学府特任助教 川崎翔太博士（現・金沢工業大学革新複合材料研究開発センター）、同技能補佐員 小川千春氏には、SiC 繊維の引張り試験に関して適切なサポートをいただきました。深く感謝申し上げます。

株式会社 IHI の朝倉勇貴博士、金澤真吾博士、岸朋紀氏、山崎直樹氏には、試験片のご提供ならびに実験・組織観察等に関する多くのご協力をいただき大変感謝しております。

株式会社キグチテクニクスの山崎隆氏、岸本飛鳥氏、小林和裕氏には、本研究遂行にあたり多くの実験的なご協力をいただきました。厚く御礼申し上げます。

小笠原研究室の皆様には、研究生活はもちろん各種イベントにてともに奮闘していただき、大変感謝しております。

本研究は日本学術振興会の特別研究員奨励費（21J10019）の支援を受けて行われました。ここに記して感謝の意を表します。

簡単ではありますが以上をもって謝辞とさせていただきます。