

武蔵工大 正 大谷 眞一  
フタバ産業 永田 好伸

航空宇宙技研 青木 由雄  
武蔵工大院 ○仲田 靖

## 1. 緒言

現在わが国で進められているHOPE計画の中で宇宙往還機の外壁材としてC/C複合材に炭化珪素を蒸着処理した材料の適用が具体化しつつある。しかし蒸着膜を有する複合材は大気圏突入などの加熱・冷却に伴う熱応力により、蒸着膜にき裂が生じたり、膜の剥離が危惧される。そのため温度変化に伴う膜の損傷評価や適切な製膜条件の決定のために高温下あるいは温度変化に伴う膜の応力測定技術の確立が要求される。近年、皮膜の残留応力測定法としてX線応力測定が広く採用されている。しかし、準安定状態の高温時での測定はなされても温度変化中の報告例はない。

そこで本研究では動的応力測定が可能な単一入射法によるX線応力測定法に着目し、 $\beta$ -SiC膜の高温時あるいは冷却時の実応力測定技術の確立を目標とした。そのためまず $\beta$ -SiC膜の測定に適した単一入射法によるX線応力測定装置を試作し、誘導加熱装置と組み合わせた温度変化中の応力測定システムを構築した。そして温度変化に伴った高温時の $\beta$ -SiC膜のX線応力定数を求め、強制冷却と自然冷却時におけるX線応力測定を行った。

## 2. 開発したシステム

まず試験片の温度変化中の実応力測定システムの構築を行った。そのシステムの構成図をFig.1に示す。本研究で開発したX線応力測定装置は単一入射法を採用しており、応力は次式より算出できる。

$$\sigma_x = K \cdot \frac{2\theta_2 - 2\theta_1}{\sin^2\psi_2 - \sin^2\psi_1} \quad (\text{MPa}) \quad (1)$$

ここでKはX線応力定数である。

2個の位置検出型比例計数管PSPCを用いそれらを直列接続することにより $+\eta$ 、 $-\eta$ 側の回折強度曲線の同時計測を可能にしたため、測定時間が短縮できる。本研究の試験片としては $130 \times 10 \times 2\text{mm}$ の黒鉛基材に $\beta$ -SiCを厚さ $0.1\text{mm}$ で全面をCVD蒸着したものを用いた。またあらかじめ応力測定に適した回折線と特性X線を

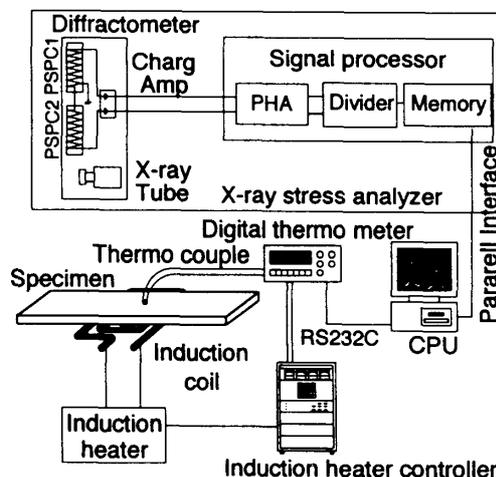


Fig.1 System diagrams of X-ray analyzer and heating apparatus.



Fig.2 Over view of X-ray stress analyzer.

検討しFe-K $\alpha$ 線の $\beta$ -SiC331回折を用いることとした。この条件下での応力測定時間は約3秒である。試験片の加熱方法は誘導加熱装置を用い、試験片裏面から約30mm離れた位置に配置した誘導コイルで試験片を大気中で加熱した。なお温度測定及び温度制御は試験片上面の $\beta$ -SiC膜にPR熱電対を貼り付けて行った。Fig.2に開発したX線応力測定装置と4点曲げ試験機の外観図を示す。 $\beta$ -SiC蒸着膜の高温におけるX線応力定数を測定するには既知の負荷応力を試験片に与える必要がある。そこで耐熱を考慮して石英ガラスで4点曲げ試験機を製作した。負荷は端部2支点間に重錘を積載することにより、中央2支点間の試験片上面に引張応力を発生させ、応力測定する方式である。

3. 高温時のβ-SiC膜のX線応力定数の算出

X線応力測定は式(1)に示すようにsin<sup>2</sup>ψ値に対する回折角2θの変化率に次式に示すX線応力定数Kを乗じて応力σを算出する方法である。

$$K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \cot \theta_0 \text{ (MPa/deg)} \quad (2)$$

ここでKはヤング率E, ポアソン比νと無ひずみ状態の回折角θ<sub>0</sub>によって求められるが, E, ν, θ<sub>0</sub>は温度に依存し, 高温での応力測定には常温のKを使用することはできない. そこでまずβ-SiC粉末の温度変化に伴う回折角の変化を測定した. つぎに既知の応力を5種類試験片に負荷し600°Cから室温までの各温度における2θ<sub>1</sub>, 2θ<sub>2</sub>を測定し, 負荷応力に対する∂2θ/∂sin<sup>2</sup>ψの変化からX線応力定数の算出をした. 測定条件をtable.1に示す. 算出したX線応力定数の変化をFig.3に示す. その結果, X線応力定数は温度に伴って絶対値が減少することがあきらかになった.

4. 冷却過程のX線応力測定

次に測定したX線応力定数を用いて, 自然冷却時と強制冷却時の実応力測定を行った. それぞれの冷却線図をFig.4に示す. またそれぞれの冷却中のβ-SiC膜の応力変化をFig.5に示す. 使用した試験片の初期残留応力は-13MPaで圧縮であった. 自然冷却時においては応力が冷却に伴い初期残留応力に近づいた. これは蒸着膜と基材の線膨張係数の違いによる熱応力は発生するが, 蒸着膜と基材の温度差による熱応力は小さいと考えられるため応力が圧縮側に变化したと判断できる. 一方, 強制冷却では応力が冷却に伴って引張応力側へ増加している. 強制冷却における熱応力は蒸着膜と基材の温度差による熱応力が発生し, 線膨張係数の差による熱応力に加算されていると判断できる. また強制冷却後に十分放置し応力測定したところ初期残留応力とほとんど相違はなかった.

5. 結言

本研究ではCVD蒸着したβ-SiC膜の温度変化中の測定が可能な測定システムを開発し従来では測定できなかった冷却中の動的X線応力測定をした. そしてその結果より膜の損傷評価においては本研究で提案したような加熱冷却中における膜の応力評価が必要であり, 冷却後に静的に残留応力測定を行っても加熱冷却中における応力評価には不十分であることがわかった.

Table.1 Condition of X-ray stress analysis

Method	SET Method	Kβ filter	Mn
Characteristic X-ray	FeKα	Oscillation width	7mm
Diffraction plane	331	Incident angle ψ <sub>0</sub>	35°
Tube voltage and current	30KV, 10mA	ψ angle	20.65°
Irradiated area	φ 3mm		49.35°

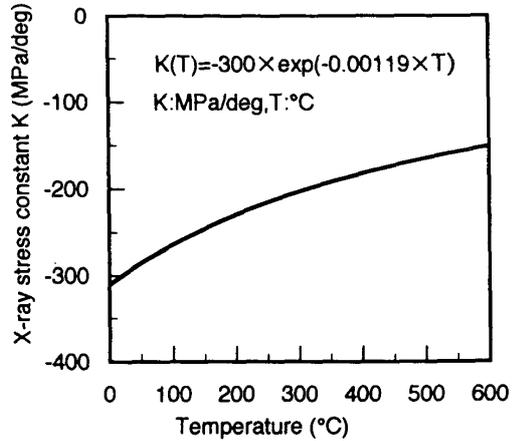


Fig.3 Change of stress constant of β-SiC deposited.

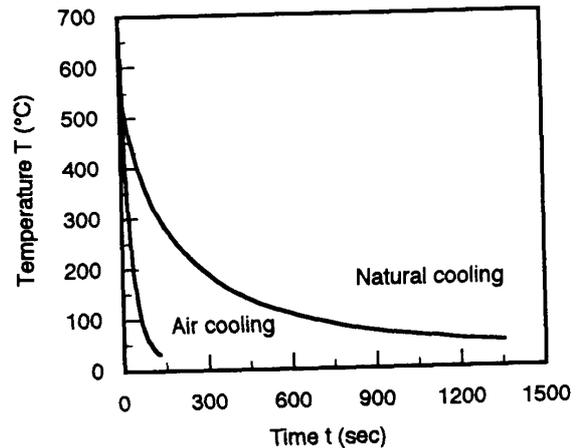


Fig.4 Cooling curves of β-SiC deposited.

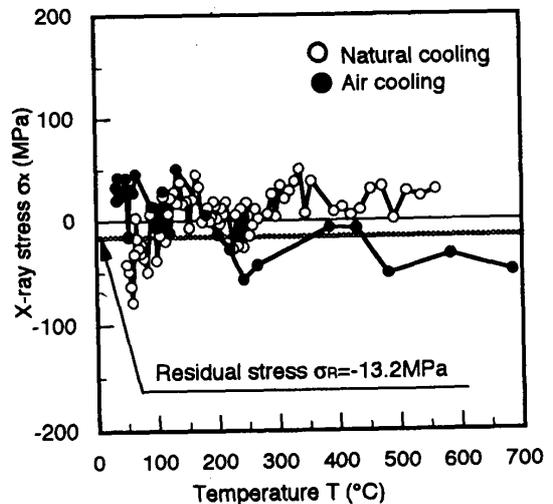


Fig.5 Change of stresses in each cooling.