

平織 SiC/SiC 複合材料の疲労および クリープ破壊特性

京都大学 [院] 学 ○田中 基嗣 京都大学 正 落合庄治郎
 京都大学 正 北條 正樹 超高温材料研 正 田中 良平
 超高温材料研 宮村 紘 超高温材料研 藤倉 正国
 超高温材料研 中山 裕敏

1. はじめに

SiC/SiC 複合材料は、ガスタービン用の構造材料のような、およそ1300K以上の超高温環境下での利用が期待されているが、実際の使用環境での疲労やクリープによる変形およびその破壊機構についての研究報告は今のところ十分とは言えないのが現状である。本研究では、平織 SiC/SiC 複合材料を用いて、室温および高温(1473K)において疲労試験やクリープ試験、クリープ疲労試験を行いその力学的特性の試験温度依存性や高温でのクリープ特性を調べ、併せて走査型電子顕微鏡を用いて破面の微視的な観察を行って、その破壊機構について検討した。

2. 実験方法

本試験で用いた材料は、Du Pont Lanxide 社製の平織 SiC/SiC 複合材料である。

疲労試験は、室温大気中および1473K真空中で、応力比0.1、試験周波数10Hzおよび1Hzの正弦波を用いて実施した。

クリープ試験は、1473K真空中において、一定応力値175MPaで行った。また、クリープ疲労試験は、1473K真空中において、図1に示すような台形波を用いて、応力比0.1、最大荷重保持時間を10sおよび100sとして実施した。試験条件は表1の通りである。

以上の試験で破断した試験片について、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて破面の様子を観察した。

3. 結果および考察

3.1 疲労試験 室温での疲労試験の結果、S-N曲線の傾きはほとんど認められず、静的引張強度に近い最大応力値でのみ破断しており、繰返し負荷による効果はほとんどみられなかった。また、試験周波数10Hzの場合と1Hzの場合について破断繰返し数を比較すると、両者にはそれほど差異がみられなかった。

一方、1473Kでの疲労試験の結果得られた、最大応力値と破断繰返し数との関係を図2に示す。1473Kの場合は室温の場合とは異なり、静的引張強度(約260MPa)よりかなり低い最大応力で破断に

Table 1. Test condition of creep fatigue tests.

The t_H , t_L and $1/\gamma$ are defined in Fig. 4.

Test No.		1	2	3	4	5	6
t_H	s	10			100		
t_L	s	1					
$1/\gamma$	s	15			105		
σ_{max}	MPa	175	205	215	175	205	215

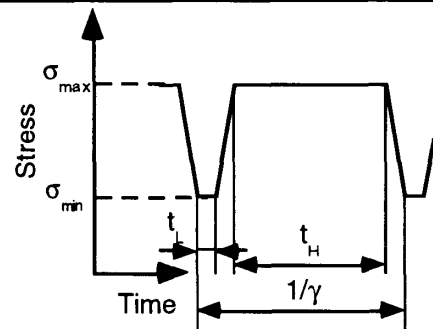


Fig. 1. The form of stress wave of creep fatigue tests.

至っている。同一の最大負荷応力値について、試験周波数10Hzの場合と1Hzの場合について破断繰返し数を比較すると、10分の1に近い値になっていることがわかる。

以上の結果と、SiC繊維が1400K程度以上でクリープ挙動を示すという研究報告も併せ考えると、本材料は試験温度1473Kにおいては、繰返し数依存型の疲労損傷によって壊れるのではなく、主に時間依存型のクリープ損傷によって破断に至ると推定された。このことを検証し、またどの程度クリープの影響を受けるのかを調べるため、クリープ試験およびクリープ疲労試験を以下に行った。

3.2 クリープ試験およびクリープ疲労試験 クリープ疲労試験の結果得られた、最大応力値と破断までの最大応力負荷時間の総和との関係を図3に示す。最大応力保持時間10sの場合と100sの場合について同一の最大応力値で比較すると、破断までの最大応力負荷時間の総和がほぼ一致することがわかる。また、クリープ試験における破断時間と、最大応力値175MPaで行ったクリープ疲労試験での破断までの最大応力負荷時間の総和とを比較すると、クリープ試験では平均約 1.2×10^4 s、クリープ疲労試験

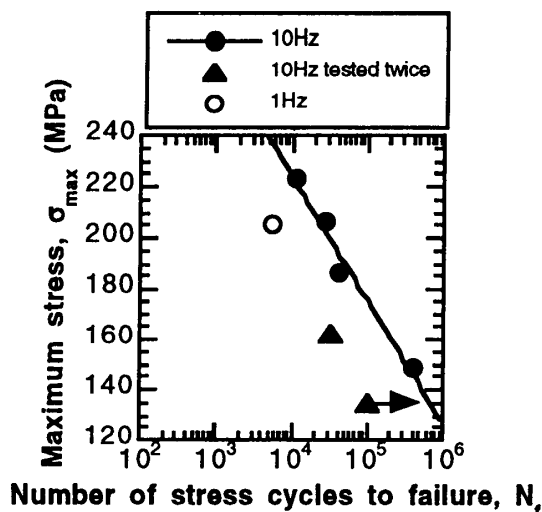
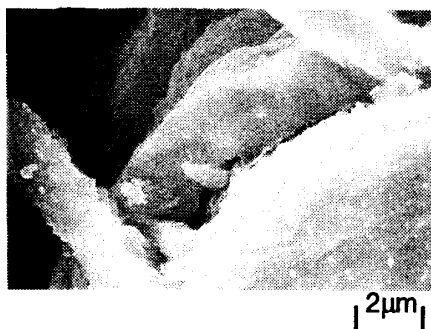


Fig. 2. S-N curve tested at 1473K in vacuum.

では 1.4×10^4 s であり、両者がほぼ一致していた。これらのことから、本試料は 1473K において時間依存型のクリープ挙動を示し、繰返し数依存性は極めて小さいと言える。

疲労試験、クリープ試験およびクリープ疲労試験後の破面を SEM を用いて観察したところ、室温よりも 1473K の場合の方が、より多くの界面はく離が発生しており、非常に長いプルアウトが生じていることがわかった。比較のため行った室温での静的試験およびクリープ疲労試験で破断した試験片の界面炭素層付近の高倍での観察結果を図 4 に示す。室温での静的試験後の破面では、マトリックスと炭素層の界面がはく離しているのに対して、クリープ疲労試験後の破面は繊維と炭素層の界面がはく離していた。疲労試験およびクリープ試験後の破面においても、クリープ疲労試験後の破面と同様の界面はく離が生じていた。この原因としては、繊維のクリープ変形が考えられる。1473K においては、繊維がクリープ変形するために、特に繊維と炭素層の界面ではく離が生じやすくなったものと考えられる。

次に、静クリープ下でのクリープひずみと試験時間との関係を定量評価してみる。いま、静クリープ下のクリープひずみを ϵ_c とすると、 ϵ_c は一般に次式で示される応力べき乗則で与えられる。



(a) After static test at RT in air.

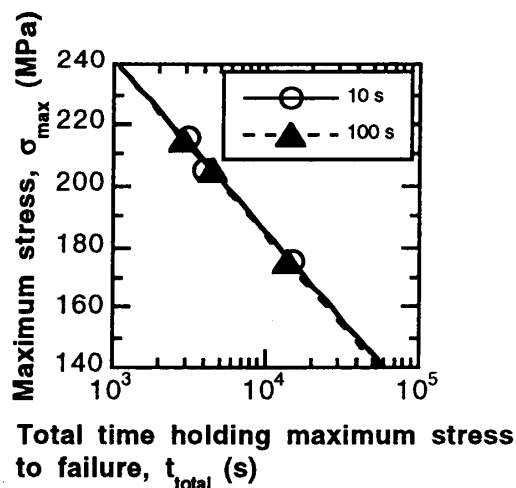


Fig. 3. Relation between maximum stress and total time holding maximum stress to failure at creep fatigue test.

$$\epsilon_c = K \sigma^n t^m \quad (1)$$

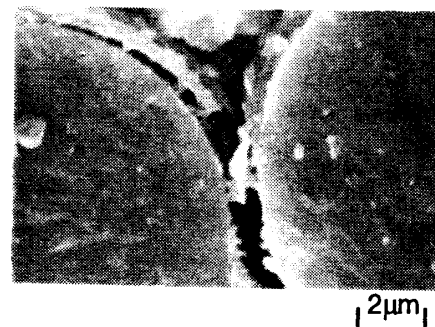
ここで σ および t は静的負荷応力値 (MPa) および試験時間 (s) であり、 K 、 n および m は静クリープ試験より決定される材料定数である。 $f(\sigma) = K\sigma^n$ として、クリープ試験の結果の定常クリープ域について、式 (1) の応力べき乗則をあてはめると、式 (1) は

$$\epsilon_c = f(\sigma) t^{0.62} \quad (2)$$

となる。クリープ疲労試験において、最大応力値 175MPa、最大応力保持時間 100s で試験を行ったときの破断までの最大応力負荷時間の総和は 1.37×10^4 s で、このときの破断時のひずみが 1.16% であるが、 $t = 1.37 \times 10^4$ s を式 (2) に代入すると $\epsilon_c = 1.14\%$ となり、クリープ疲労試験での破断時のひずみにほぼ一致する。このことから、クリープ疲労試験においても一定荷重下でのクリープ試験とはほぼ同様の機構で破壊が生じていると推測される。そこで、クリープ疲労試験の結果を式 (2) に代入し、最小二乗近似することで材料定数 K および n を求めると、平織 SiC/SiC 複合材料の静クリープ下でのクリープひずみと試験時間との関係は、次式で表せることがわかった。

$$\epsilon_c = (1.1 \times 10^{-14}) \sigma^{4.2} t^{0.62} \quad (3)$$

まとめ、参考文献略



(b) After creep fatigue test at 1473K in vacuum.

Fig. 4. SEM micrographs of interphase.