



## 円筒形状を有する長繊維強化セラミック複合材料の 機械特性評価法に関する研究

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2018-06-06 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 兪, 周炫 メールアドレス: 所属:
URL	<a href="https://doi.org/10.15118/00009644">https://doi.org/10.15118/00009644</a>

**円筒形状を有するセラミック複合材料の  
変型挙動と機械特性評価に関する研究**

**兪 周炫**

## 目 次

<b>第1章 序論</b>	7
1.1. 背景	8
1.1.1. エネルギー資源の進化と世界的エネルギー問題の解決案	8
1.1.2. 材料の発展	10
1.1.2.1. 材料の歴史	10
1.1.2.2. セラミックス材料	11
1.1.2.3. 複合材料	12
1.2. SiC/SiC 複合材料	12
1.2.1. SiC/SiC 複合材料の特性	12
1.2.2. SiC/SiC 複合材料の応用分野	13
1.2.2.1. 原子力・核融合分野での SiC/SiC 複合材料	13
1.2.2.2. 航空宇宙分野での SiC/SiC 複合材料	14
1.2.2.3. その他分野での SiC/SiC 複合材料	15
1.3. 本研究の意義と目的	16
1.4. 本論文の構成	16
参考文献	18
<b>第2章 概論</b>	20
2.1. 背景	21
2.2. セラミックス系複合材料	21
2.2.1. 諸言	21
2.2.2. 繊維強化セラミックス複合材料の破壊機構	22
2.3. SiC/SiC 複合材料	22
2.3.1. SiC 系繊維	22
2.3.2. SiC/SiC 複合材料の製造	23
2.3.2.1. 化学気相浸透法	23
2.3.2.2. ポリマー含浸・焼成法	23
2.3.2.3. 法反応焼結/反応溶融合浸法	24
2.3.2.4. 液相焼結法	24
2.3.3. SiC/SiC 複合材料の評価法	24
参考文献	26

<b>第 3 章 円周方向引張試験法の開発</b>	29
3.1. 緒言	30
3.2. リング引張試験法の応用	32
3.2.1. 円周方向引張試験法専用の治具	32
3.3. 実験方法	34
3.3.1. 供試材	34
3.3.2. 実験結果	35
3.3.3. 円周方向引張試験のメカニズム解析	36
3.4. まとめ	37
3.5. 結論及び今後の課題	38
参考文献	39
<b>第 4 章 円周方向引張試験時の破壊領域別応力状態の解明</b>	42
4.1. 緒言	43
4.2. 実験方法	43
4.2.1. 有限要素解析による試験片側面部の応力分布	43
4.2.2. 円周方向引張試験の破壊場所検討	44
4.2.2.1. 供試材	44
4.2.2.2. 実験結果	45
4.2.2.2.1. ひずみ-変形曲線結果	45
4.2.2.2.2. 破壊挙動結果	46
4.2.3. 考察	48
4.2.3.1. 有限要素解析による考察	48
4.2.3.2. 破壊挙動による考察	48
4.3. まとめ	49
4.4. 結論及び今後の課題	50
参考文献	51
<b>第 5 章 円周方向引張試験時のノッチ形状影響の究明</b>	53
5.1. 緒言	54

5.2.	実験方法	54
5.2.1.	円周方向引張試験によるノッチ影響検討	54
5.2.1.1.	供試材	54
5.2.1.2.	荷重-ひずみ曲線結果	55
5.2.1.3.	デジタル画像相関法による変形挙動解析結果	57
5.2.1.4.	走査電子顕微鏡を用いて破断面の観察	59
5.2.1.5.	有限要素解析によるノッチ先端の応力分布	60
5.2.2.	考察	61
5.2.2.1.	荷重-ひずみ曲線結果による考察	61
5.2.2.2.	デジタル画像相関法による考察	61
5.2.2.3.	破断面観察による考察	61
5.2.2.4.	有限要素解析による考察	62
5.3.	まとめ	62
5.4.	結論及び今後の課題	62
	参考文献	63

## 第6章 他試験法との相関関係の検討 65

6.1.	緒言	66
6.2.	検討されている SiC/SiC 複合材料の強度特性評価法	66
6.2.1.	オープンエンドバースト試験	66
6.2.2.	プラグ膨張試験	66
6.2.3.	Cリング圧縮試験	66
6.3.	オープンエンドバースト経験式	66
6.4.	円周方向引張試験のフープ強度推定式	67
6.5.	まとめ	71
6.6.	結論	71
	参考文献	72

## 第7章 円周方向引張試験法の高度化 73

7.1.	緒言	74
7.2.	試験片の異なるサイズの試験	74
7.2.1.	供試材	75
7.2.2.	実験結果	75

7.2.2.1.	試験片長さ別強度結果	75
7.2.2.2.	破壊面観察結果	75
7.2.2.3.	有限要素解析を用いた応力分布結果	77
7.2.3.	考察	78
7.2.3.1.	試験片長さ別強度結果による考察	78
7.2.3.2.	破断面観察による考察	79
7.2.3.3.	有限要素解析による考察	79
7.2.4.	まとめ	79
7.2.5.	結論及び今後の課題	79
7.3.	各試験法での繊維角度依存性の確認	80
7.3.1.	検討結果	80
7.3.2.	まとめ	81
7.3.3.	結論及び今後の課題	81
	参考論文	82
<b>第8章</b>	<b>総括</b>	<b>84</b>
	研究業績リスト	88
	謝辞	91



# 第 1 章

## 序論



# 第1章 序論

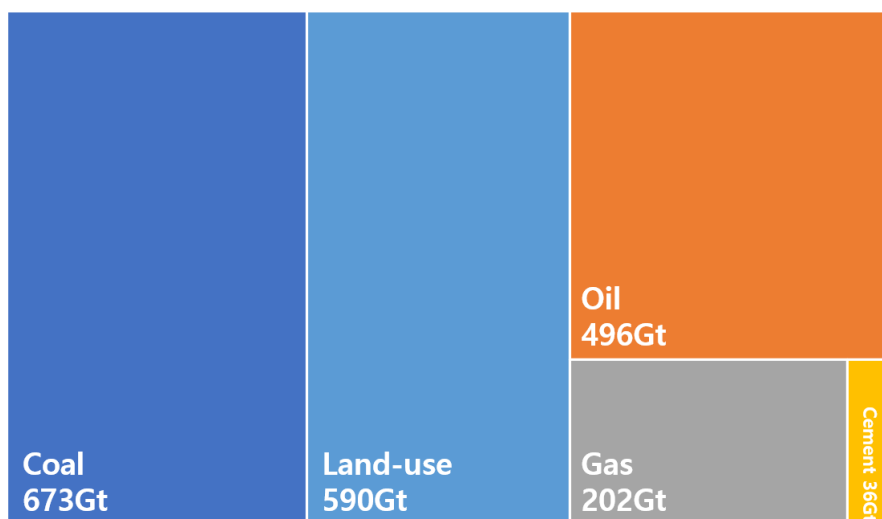
## 1.1. 背景

### 1.1.1. エネルギー資源の進化と世界的エネルギー問題の解決案

人類はエネルギーと共に発展を進み、もう切れない関係になっている。このような人類とエネルギーの関係の始まりは火の発見からであった。日の発見以前の人類は弱い種族であった。しかし、火の発見後からの人類は強い種族になりつつ、現在は地球の頂点に立っている。18世紀ごろから始まった産業革命で人類は化石燃料を使用しはじめ、蒸気を利用した発電システムが体系化された。最初は蒸気機関を利用する蒸気機関車、蒸気船などであり、人類の生活は潤沢になった。それでも、人類は止まらなく、19世紀後半からの石油供給で現在のような超高度化社会を作った。このように人類は絶えらなくエネルギーを使用し発展してきた。寧ろ、エネルギーがなくなるとまた退歩していくだろう。

我々の人類は現在まで無差別的に莫大なエネルギーを使用しつつ、その対価を受けている。使用しすぎた化石燃料から二酸化炭素の濃度が高くなり、輻射エネルギーを反射させる温室効果をもたらし、地球温暖化が加速されているということである。Fig. 1-1 に二酸化炭素排出量データを示す。図より 1750 年代から現在まで人類は 1997Gt の二酸化炭素を輩出し、そのうち 34%は石炭、25%は石油の利用過程から発生した。Fig. 1-2 には 130 年間の地球の平均温度を示す。

Carbon emissions and sinks since 1750



Where our carbon emissions have come from: carbon emission sources 1750-2012 (Gt CO<sub>2</sub>)

Fig. 1-1 1750 年からの資源別二酸化炭素排出量(アメリカ海洋大気庁)

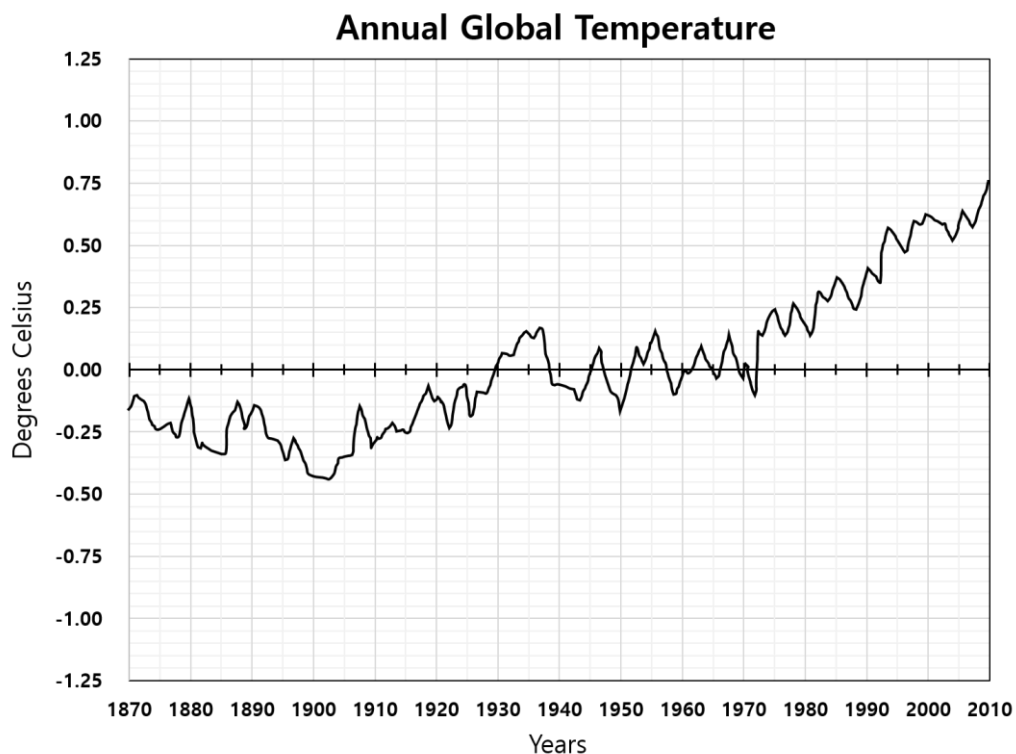


Fig. 1-2 130年間の地球平均温度(アメリカ海洋大気庁)

図より化石燃料の使用と共に地球の平均温度が急激に増加している。このような問題を解決するために、最近には化石燃料の使用量を減らし、二酸化炭素の排出を制限しようとする動きが見えている。図 1-3 には世界のエネルギー消費量の変化を示す。図よりエネルギーの使用量は徐々に増加して来て、これからも増加していくだろう。このように化石燃料の使用量を減らしようとする動きと共にエネルギーの使用量が増加することから、全世界は厳しいエネルギー問題に直面している。

また、化石燃料には二酸化炭素以外の問題点も存在する。化石燃料の埋蔵量の限界がその問題点であろう。地球に埋蔵されている化石燃料の量は有限であり、その燃料を使用しつつ、いつかは枯渇するはずである。実際にこれから 40 年程度で枯渇されるという説もある。

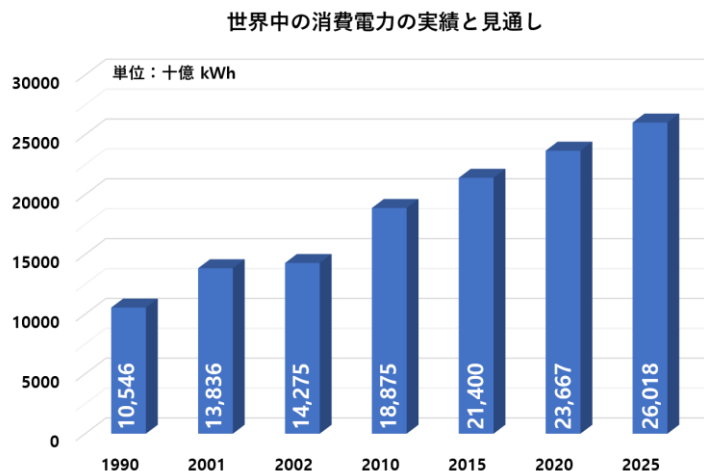


Fig. 1-3 世界中の消費電力の実績と見通し(アメリカエネルギー省)

以上の背景から人類は結果的に化石燃料との関係をまとめないといけない。そのため、何種類の自然エネルギー源の利用が考えられてきた。しかし、自然エネルギーでは現代の人類が必要とする莫大なエネルギーを安定的に考究することは難しい。人類が化石燃料の代替として選択したエネルギー源は原子力エネルギーであり、この原子力エネルギーであれば人類が必要とする莫大なエネルギーを安定的に供給することができる。原子力エネルギーは不安定なウラン235が中性子を吸収し、寝るエネルギーを放出しながら分列する現象を利用するエネルギーである。この反応は分列するときに出てくる二つの中性子により、連鎖的に起こるため反応をコントロールする必要がある。また、莫大な熱を冷やす冷却システムも必要である。人類が原子力エネルギーを利用した短い間に、人類の安全を脅威する事項もあった。1986年4月26日のチェルノブイリ原発事故、2011年3月11日福島原発事故を受けて原子力エネルギーの安全性確保や次世代エネルギー源の開発が強く要求されている。次世代エネルギー源としては核融合エネルギーになるだろう。しかし、この核融合エネルギーが実用化されるまでには長い時間が残っており、その間のエネルギー使用量に対応するためには原子力エネルギーも必修不可欠である。そのため、人類は次のエネルギーを向かって走るとともに従来の原子力エネルギーの安全性確保にも力を出さないといけない。

## 1.1.2. 材料の発展

1.1.節では人類の発展はエネルギーの合点と共に進み、今後も発展しつつためちそく持続可能な新たなエネルギーシステムの構築が必要であることを述べた。しかし、このエネルギーシステムの構築は材料の発電がなければ現実化されることができない。あまり素晴らしいエネルギーシステムを設計したとしても、その設計要件の満足できる材料が存在しなければシステムの構築はできないということである。人類が現在の高い効率のエネルギーシステムからもう一步進化するためにはもっと過酷な環境でも頼りできる材料が必要となる。すなわち、人類の発電は材料の発電と共に進むと言っても言い過ぎではない。本節では材料の発電歴史について述べ、次世代構造材料として活発な使用が期待されているセラミックス複合材料について詳述する。

### 1.1.2.1. 材料の歴史

人類が使った材料によって、石器時代、青銅器時代、鉄器時代などと呼んでいる。これは材料が人類の生活に大きい影響を与えたことの証拠とみてもよい。1950年代から活発に使用されたケイ素は様々なところに応用されている。ケイ素を利用した半導体技術は今の人類の生活を作ってくれたと言っても言い過ぎではない。

先史時代(B.C. 10000年以前、石器時代)の人類は非金属材料を使ってきた。その中でもセラミックスは硬いため、狩猟活動などで非常に大きな発展をもたらした。しかし、セラミックスは靱性がないため、簡単に壊れるなどの不便な点も存在した。その後、人類は火を発見し、利用しながら青銅器時代を過ぎて鉄器時代に発展してきた。鑄鉄の技術が工学における金属材料の支配を確立し(1620~1850)、その後、鋼、軽合金、種々の特殊合金が開発されて、それぞれの地位を占めるようになった。1960年代までには工業材料と言えば金属を意味した。しかし、その間、非金属材料についても素晴らしい発展をしてきた。機能性セメント、熔融シリカ、耐火材料、エンジニアリングポリマーなどがその代表的なものであろう。現在は高機能セラミックス材料の開発から従来には金属材料を使ったところに、より軽いセラミックス材料を用いる研究が活発に進められている。実際に航空宇宙分野や新エネルギー分野(特に原子力・核融合分野)では高機能性セラミックス材料の利用が期待されている。航空機やスペースシップなどの構造材料やガスタービン、原子炉の燃料被覆管や核融合炉の炉

壁材料などで応用技術が研究されている。

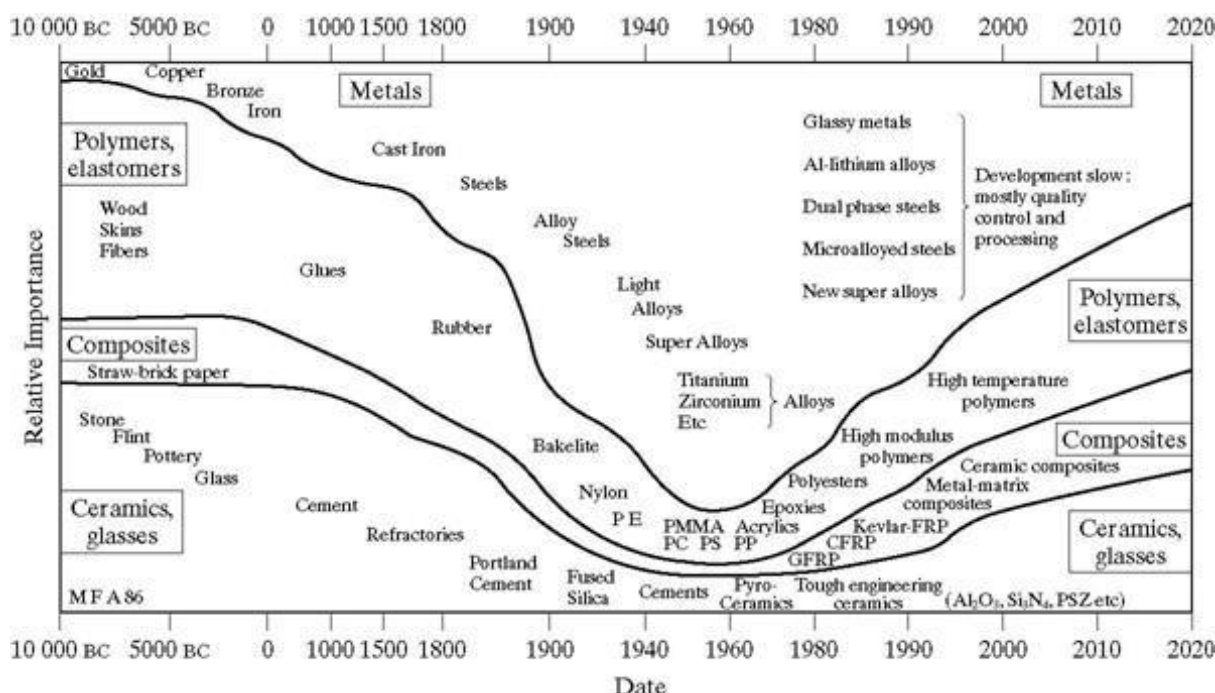


Fig. 1-4 工業材料の歴史 (M. F. Ashby, Materials Selection in Mechanical Design)

### 1. 1. 2. 2. セラミックス材料

セラミックス材料は人類の歴史とほぼ同じである。人類が初めて使用した道具である石器から最新技術が適用されている機能性セラミックス材料まで、古く材料であり、新しい材料である。セラミックス材料は日常生活に使われている格安い道具から高い芸術品や機能性構造材料などの様々な分野で使われている材料である。セラミックス材料は文明の発達と共に発展して来た。特に近代工業の始まりと共に多くの発展があった。耐熱性、耐摩耗性、耐電圧性、耐化学性などの優れた材料特性を持つ機能性材料として数多く開発された。

年代	開発されたファインセラミックス
1920 年代	コバルトフェライト
1940 年代	チタン酸バリウム
1950 年代	チタン酸ジルコン
1960 年代	C/C 複合材料
1970 年代	炭化ケイ素
1980 年代	窒化ガリウム
1990 年代	カーボンナノチューブ

Table. 1-1 ファインセラミックスの開発歴史

現在のセラミックス材料は金属材料、プラスチック材料などと共に工業材料として重要な材料である。特に材料の特性を最大限に生かせるための高純度の原料の使用や成分調整、

微構造制御がなされたセラミックス材料をファインセラミックス材料と言う。このファインセラミックス材料により最も発展した分野はエレクトロニクス分野である。よく言う半導体と言うのは純度を最大限に高めたケイ素、シリコンを原料としている。表 1-1 にはファインセラミックス材料の開発の歴史を示す。

### 1.1.2.3. 複合材料

複合材料は工業材料で広く使われており、最近ではモノリシック材料よりも重要となっている。特に最近では世界中年間生産量が 1200 万トンを超えており、その使用分野の増加と共にたゆまず成長している。複合材料は軽量性と機械的特性などが重要となっている自動車分野(ボディ、構造材料など)や航空宇宙分野(航空機、宇宙船など)、スポーツ分野(テニスラケット、ゴルフクラブなど)などで広く応用されている。また、複合材料とは人工的に作られたものだけではなく人の歯や骨を含んでおり、医学的に人工骨などでの応用も期待されている。さらに本論文で触れたエネルギー分野でも広く応用検討が行われている。特に過去数十年にわたってエネルギー効率を高めるための高温部材への応用としてモノリシックのセラミックス材料の検討結果、信頼性や健全性、安全性などでの大きい問題点が発見されており、複合化により解決できると期待されている。

この複合材料は用いたマトリックスや強化材の種類によって数多くの種類がぞんざいしており、本論文では長繊維強化セラミックス基複合材料をに対して述べる。

## 1.2. SiC/SiC 複合材料

炭化ケイ素(SiC、Silicon carbide)は 1890 年代に Edward G. Acheson のダイヤモンド合成研究の際に偶然発見されたと言われている。天然には多量には存在せず、現在使われている SiC の原料は、全て人工無機物として工業的に合成されたものである。SiC の共有結合性は 90% くらいであり、理論的の高温強度はエンジニアリングセラミックスの中でもトップクラスの材料である。SiC 材料は現在までも活発な応用研究が進んでいる。SiC は、金属材料と比較して軽量性が高く、耐熱性、高熱伝導率、低熱膨張率、耐摩耗性、耐食性、化学的安定性に優れた特性を有するだけでなく、原子力・核融合分野及び航空宇宙分野で必要とされる耐照射性、低放射化特性にも優れた材料である。そのためエネルギー分野や航空宇宙分野での高温構造材料として、応用が期待されている。しかし、SiC はセラミックス材料特有の脆性を有しているため、材料の信頼性・安全性の確報が必要とされている。SiC マトリックスに高強度、高弾性の SiC 連続繊維を複合化した炭化ケイ素マトリックス・炭化ケイ素繊維強化複合材料(SiC/SiC 複合材料)は擬延性を確報し、延性と言う弱点の解決ができる。

### 1.2.1. SiC/SiC 複合材料の特性

セラミックス材料である SiC/SiC 複合材料は優れた耐熱性、高温強度特性、耐摩耗性、耐照射性などの特性を持っているため、過酷な環境での使用が期待される。また、繊維で強化することである程度の靱性値を確報しているため、構造材料としての使用も期待されている。しかし、強化材料として使われた繊維の配向により、機械的特性に異方性を持っている。また、繊維を含むことで複雑な破壊メカニズムを持っているため、このような強度特性異方性や破壊メカニズムの解析は重要な課題である。本論文では SiC/SiC 複合材料の破壊メカニズム及び機械的特性の評価を重心として述べる。

## 1.2.2. SiC/SiC 複合材料の応用分野

SiC/SiC 複合材料は優れた耐熱性、高温強度特性、耐摩耗性、耐照射性などの特性を持っているため、過酷な環境を有する分野での使用が期待されている。特に原子力・核融合分野や航空宇宙分野が必要である低放射化特性や耐照射性に優れているため、軽水炉の燃料被覆管や核融合炉での冷却チャンネルの配管など、宇宙船の素材としての応用研究が進んでいる。

### 1.2.2.1. 原子力・核融合分野での SiC/SiC 複合材料

現在の原子力発電においては福島第一原子力発電所の事故を受けてその安全性が強く求められている。原子炉への SiC/SiC 複合材料の適用は事故時に原子炉の安全性を高めることが可能と期待されている。特に従来のジルカロイ燃料被覆管では高温の水と反応し酸化が進み、水素が発生する。このジルカロイ燃料被覆管をウラン燃料と同等の融点、昇華温度を持つ SiC/SiC 複合材料に変えることで高温まで核燃料集合体の形状を維持することが可能となり炉心崩壊を防ぐことも可能となる。また、ジルカロイ燃料被覆管の酸化反応で発生する水素を大幅抑えることで安全性を確報し、全電源喪失 (LOFA) や冷却材喪失 (LOCA) などの事故に対応する時間を稼ぐことができる。

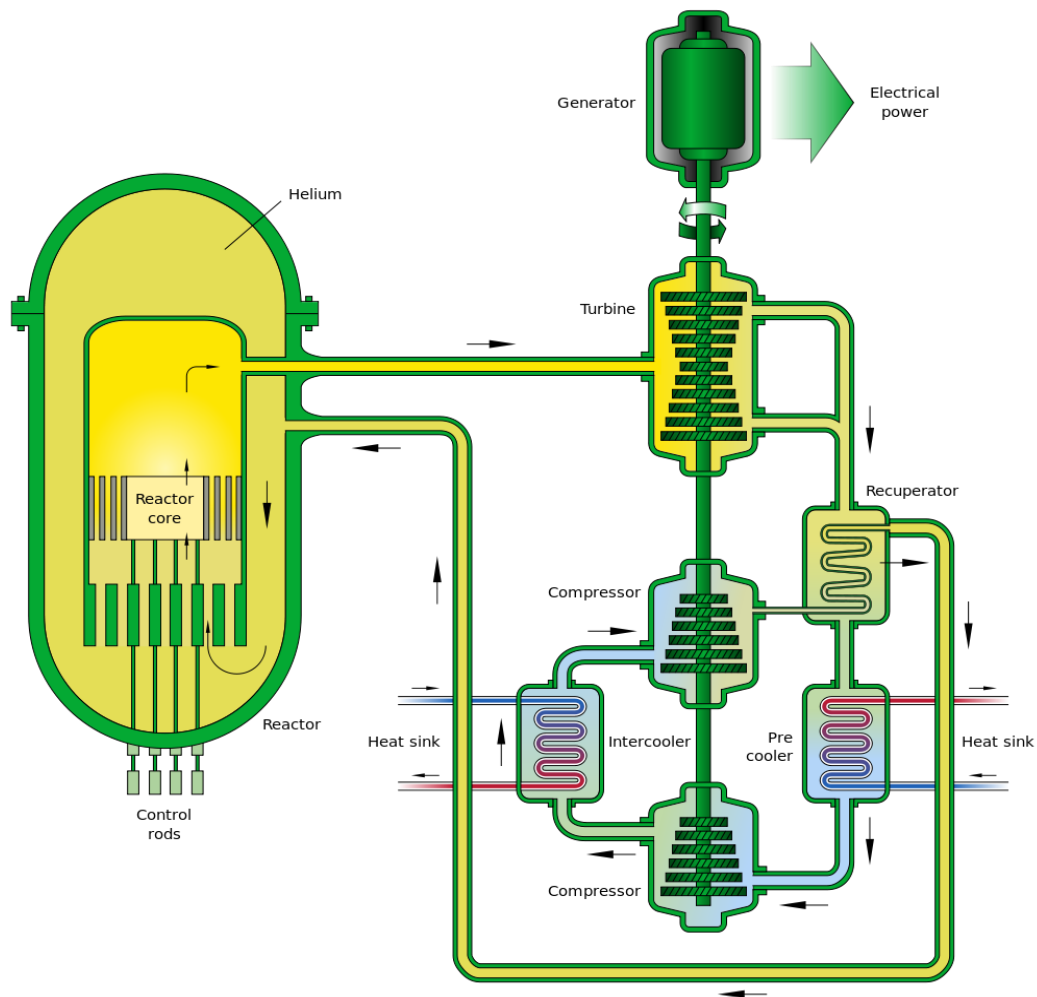


Fig. 1-6 ガス冷却高速炉の概念図(Jordi Roglans, IAEA TWG-FR, 37<sup>th</sup> Annual Meeting)

次世代原子炉ではヘリウムガスを熱媒介とし、高温のヘリウムガスにより蒸気発生器を通らなくタービン発電が可能となる。しかし、冷却ガスの出口の温度が 850°Cと程度となるため、1000°Cくらいに耐える素材が必要となり、SiC/SiC 複合材料の使用が検討されている。特に高いエネルギー変換効率のガス冷却高速炉(GFR、Gas-cooled Fast Reactor)や超高温ガス炉(VHTR、Very High Temperature Reactor)ではSiC/SiC 複合材料の使用検討が活発に進められている。図 1-6 にはガス冷却高速炉の概念図を、図 1-7 には超高温ガス炉の概念図を示す。

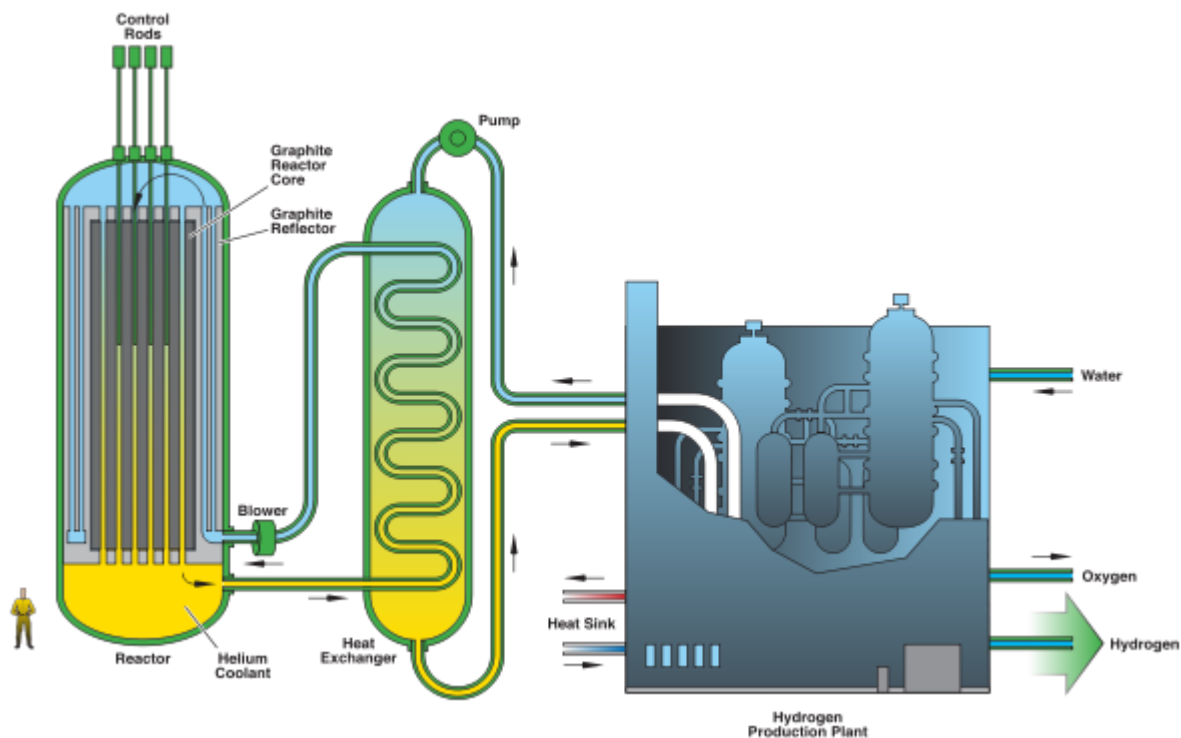


Fig. 1-7 超高温ガス炉の概念図(Jordi Roglans, IAEA TWG-FR, 37<sup>th</sup> Annual Meeting)

核融合炉では低放射化フェライト材料を用いた水冷却ブランケットシステムと SiC/SiC 複合材料を用いたガス冷却ブランケットシステムがある。水冷却ブランケットシステムでは生産設備や現在までの研究実歴などから実現率の高いシステムと予想されるが、エネルギー変換効率などから高いコストとなり、解決すべきの課題となっている。一歩、SiC/SiC 複合材料を用いるヘリウムガス冷却ブランケットシステムではエネルギー変換効率の高いシステムであり、安価の電力の生産が可能となる

### 1.2.2.2. 航空宇宙分野での SiC/SiC 複合材料

航空機や宇宙船などの高温エンジン、エアロ表面領域での SiC/SiC 複合材料の応用は相当の重量低減、性能及び信頼性の向上を可能にすると期待させる。航空宇宙分野でも原子力・核融合分野と同じく過酷な環境下で使用可能な材料は重要となっている。さらに一般的な材料では宇宙からの放射線により放射化されるため、低放射化特性を持つ材料が必要とされている。また、コスト面でもより軽量性の材料が必要となり、SiC/SiC 複合材料は全ての点で魅力的な材料となる。現在、航空機のエンジンパーツのように耐熱性が重要であるパーツではニッケル基盤合金を用いている。しかし、このパーツに SiC/SiC 複合材料を用いることで



より軽くて2倍以上の強度を持つことができる。さらに航空機のエンジンでは1500°C程度の熱に耐える材料が必要であり、使用可能温度が1600°Cであるニッケル合金とは別に1900°Cまで耐えるSiC/SiC複合材料では空気冷却が必要でないことから、推進のために空気をより効率的に使用することが可能となり、燃料効率が高くなる。

実際にゼネラル・エレクトリック(GE, General Electric)は最新ゼット旅客機エンジンにSiC/SiC複合材料を導入し、2016年にサービスを始まった小型エアバスA320neoに使用している。航空機のエンジンに初めてSiC/SiC複合材料を導入したのはCFM Internationalである。CFMはGE AviationとフランスのSafran Aircraft Enginesが1974年に立ち上げた会社である。SiC/SiC複合材料は一部のパーツに導入されている状態であり、徐々に上昇している傾向である。現在、GEではGE9XエンジンにSiC/SiC複合材料を用いており、SiC/SiC複合材料の導入で燃費は2%以上高くなると期待されている。図1-8にはGEの新型エンジンでSiC/SiC複合材料の導入されたパーツを示す。



Fig. 1-8 SiC/SiC複合材料の導入された新型GEゼットエンジンパーツ (GE Aviation)

### 1.2.2.3. その他分野でのSiC/SiC複合材料

2011年の福島第一原子力発電所の事故により、再生エネルギー(太陽光、風力、水力、地熱など)の開発が強く求められている。しかし、この発電技術はわずかの問題点がある。地熱発電において日本では火山活動が活発であり、相当魅力的な発電技術である。しかし、この発電システムは自然から湧き出す熱水や蒸気を利用するため、すでに温泉として開発されている地域では適用に困っている。さらに火山活動により、硫黄などの不純物を含んでいるため、設備の寿命は短い。その中、新たな地熱発電システムとして2重管を地下に入れ、内部に綺麗な水を循環させて地熱により水を蒸気に変えて利用するヒートパイプ方式の加圧水型同軸熱交換システムの研究が進められている。中低温地熱域ではすでに導入されているが、高温地熱帯向けでより高効率の発電のためには高温高圧蒸気環境下で十分な耐久性を持つ材料が必要である。その材料の一つとしてSiC/SiC複合材料の応用検討が行っている。



### 1.3. 本研究の意義と目的

SiC/SiC 複合材料は原子力分野及び航空宇宙分野と言った過酷環境下で耐えうる構造材料として非常に期待されている。現在は製造技術も安定しており、多様な分野への応用研究が活発に進められている。しかし、繊維強化セラミックス材料であるため、従来の金属などの評価法をそのまま適応することは困難であり、専用の評価法も存在していない。現在、SiC/SiC 複合材料の開発においてはオープンエンドバースト試験の応用やプラグ膨張試験の応用などが検討されている。これらの試験法では内圧による破壊になるため、フープ応力を得ることが簡単であるメリットがあるが、専用の装置が必要であり、10 cm程度の比較的に長い試験片が必要であるなどのデメリットが存在する。さらに、照射後試験では試料が限られており、より多くのデータを得るため小さい試験片の使用が有利である。またオープンエンドバースト試験では中に水などを入れるため、実験過程が複雑である。これから、SiC/SiC 複合材料の開発速度に対応でき、簡単で簡便な評価法が要求されている。

本研究では基本的な実験装置である万能試験機と 5 mm程度で小さい試験片を用いる円周方向引張試験法の開発を進め、最後目的としては他試験法との相関関係を明らかにすることからフープ応力換算式を導出する。

### 1.4. 本論文の構成

本論文は簡便で簡単な炭化ケイ素繊維強化炭化ケイ素マトリックス複合材料(SiC/SiC 複合材料)の強度特性評価法(円周方向引張試験法)の開発に関する成果をまとめたもので、8章からなっている。本研究の概要図を図 1-8 に示し、下記に各章の概要を述べる。

第 1 章は序論で、研究の背景や目的などを述べている。セラミックス繊維強化複合材料の専用の強度特性評価法が存在していないことから、より簡単で簡便な評価法の必要性を説き、その評価法として円周方向引張試験法の開発について述べた。

第 2 章では SiC/SiC 複合材料に関する基礎としてセラミックス系複合材料の破壊機構、フープ応力評価法などについてまとめている。

第 3 章では本格的に円周方向引張試験法の開発するため注意すべき点から、専用の治具製作、円周方向引張試験法の可能性について検討をしている。

第 4 章では円周方向引張試験時の各破壊領域での応力状態の解明のため、有限要素解析などを用いて検討している。

第 5 章では円周方向引張試験時の試験片ノッチ形状の検討をするため、有限要素解析、デジタル画像相関法などを用いて検討している。

第 6 章では他試験法との相関関係の検討をするため、他試験の結果と比較検討をしている。

第 7 章では試験法の高度化に関する検討をしている。

第 8 章は総括で、これらの一連の研究は SiC/SiC 複合材料の強度特性評価法だけで止まらなく、全てのセラミックス材料の強度特性評価法としての使用可能性を示している。

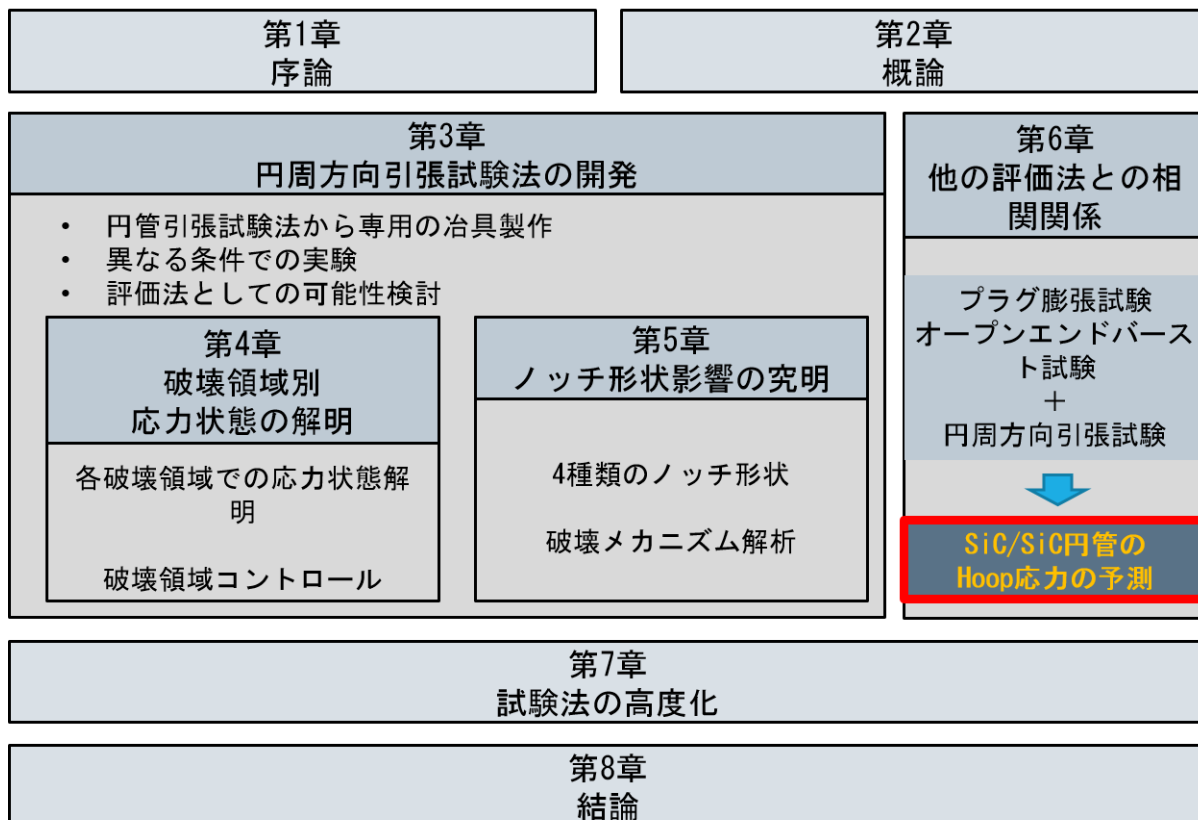


Fig. 1-8 本研究の概要

## 参考文献

- [1] National Oceanic and Atmospheric Administration HP, <http://www.noaa.gov>
- [2] United States Department of Energy HP, <https://www.energy.gov>
- [3] IEA, CO<sub>2</sub> Emissions from Fuel Combustion Highlights 2011 Edition
- [4] Michael F. Ashby, Materials Selection in Mechanical Design, Butterworth-Heinemann (2010)
- [5] Jordi Roglans, “Status of the U. S. Activities in Fast Reactors and Accelerator Driven Systems” , IAEA TWG-FR, 37th Annual Meeting, p.36 (2004),
- [6] P.Lipetzky, G.J.Dvorak, N.S.Stoloff, “Tensile properties of a SiC<sub>f</sub>/SiC composite” , Materials Science and Engineering: A, Volume 216, p.11-19, (1996)
- [7] Kyung Soon JANG, Eugene LEE, Tae Woo KIM, In Sub Han, Sang Kuk WOO, Kee Sung LEE, “Mechanical behavior of SiC<sub>f</sub> reinforced SiC composites with fiber coating - Stress alleviation in SiC fiber by soft coating layer” , Journal of the Ceramic Society of Japan, 117, p.582-587, (2009)
- [8] Patrick Spriet, Georges Habarou, “Application of Continuous Fiber Reinforced Ceramic Composites in Military Turbojet Engines” , 96-GT-284, ASME. Presented at the international gas turbine and aero engine congress & Exhibition, Birmingham, UK, June 10-13, (1996)
- [9] L.H. Rovner, G.R. Hopkins, “Ceramic materials for fusion” , Nuclear Technology, 29, 274-302, (1976)
- [10] P.B. Lyons, “Update on Current Issues from the Office of Nuclear Energy” , in: 15th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems, Colorado, USA (2011)
- [11] A. Kohyama, Y. Katoh, T. Hinoki, W. Zhang, M. Kotani, “Progress in the Development of SiC/SiC Composites for Advanced Energy Systems: CREST-ACE Program” , Proceeding of Eighth European Conference on Composites Materials, 4, p.15-22, (1998)
- [12] L.L. Snead, R.H. Jones, A. Kohyama, P. Fenici, “status of silicon carbide composites for fusion” , Journal of Nuclear Materials, 233-237, p.26-36, (1996)
- [13] GE Aviation HP, <https://www.geaviation.com>
- [14] CFM International HP, <https://www.cfmaeroengines.com>

- [15] 環境・エネルギーシステム材料研究機構 HP, <http://oasis.muroran-it.ac.jp>
- [16] 九州電力 HP, [http://www.kyuden.co.jp/effort\\_renewable-energy\\_geothermal.html](http://www.kyuden.co.jp/effort_renewable-energy_geothermal.html)
- [17] 経済産業省 資源エネルギー庁 HP,  
[http://www.enecho.meti.go.jp/category/saving\\_and\\_new/saiene/renewable/geothermal/index.html](http://www.enecho.meti.go.jp/category/saving_and_new/saiene/renewable/geothermal/index.html)
- [18] Science Portal, レビュー, 高温ガス炉の実用化見通しは,  
[https://scienceportal.jst.go.jp/news/newsflash\\_review/review/2015/11/20151111\\_01.html](https://scienceportal.jst.go.jp/news/newsflash_review/review/2015/11/20151111_01.html)
- [19] Hiroshi Kaya, “The application of ceramic-matrix composite to the automotive ceramic gas turbine”, *Composites Science and Technology*, 59, p.861-872, (1999)
- [20] D. Brewer, “HSR/EPM Combustor Materials Development Program”, *Materials Science & Engineering*, A261, p.284-291, (1999)
- [21] A. Muhlratzer, H. Pfeiffer, “CMC Body Flaps for the X-38 Experimental Space Vehicle”, *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, 23, p.331-338, (2002)

## 第 2 章 概論

## 第2章 概論

### 2.1. 背景

第2章では本研究の遂行に向けて、まず繊維強化セラミックス複合材料の破壊機構に触れる。さらに本研究の対象である炭化ケイ素繊維強化炭化ケイ素マトリックス複合材料(SiC/SiC複合材料)に関する基礎として、そのフープ応力評価法について述べた。

### 2.2. セラミックス系複合材料

#### 2.2.1. 諸言

現在、セラミックス材料は一般家庭でよく見える小さなタイルから工業的に使える機能性セラミックスまで多く用いられている。さらに、その技術は急速に発展しており、より過酷な環境に耐える新しい材料として実用化されて行く。しかし、セラミックス材料には二つの解決すべき点があり、その一つ目はコストダウンである。セラミックス材料は複雑な原料の合成、製造プロセスなどによりコストが高くなっている。この点に対しては新しい製造プロセスの開発などで徐々に下がっている。もう一つの解決すべき点は脆い材料であるということである。セラミックス単体は高い強度と比べ約 $3\text{--}5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度の低い破壊靱性値を持つ。これは金属材料の約 $300\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度の破壊靱性値とは $1/100$ くらいである。そのため、我々の生活の中でのガラスのように小さい衝撃でも割れてしまう特性を持っている。現在では焼結の際に結晶粒度や組織を変えるではこの特性を大きく変えることはできない。この脆い材

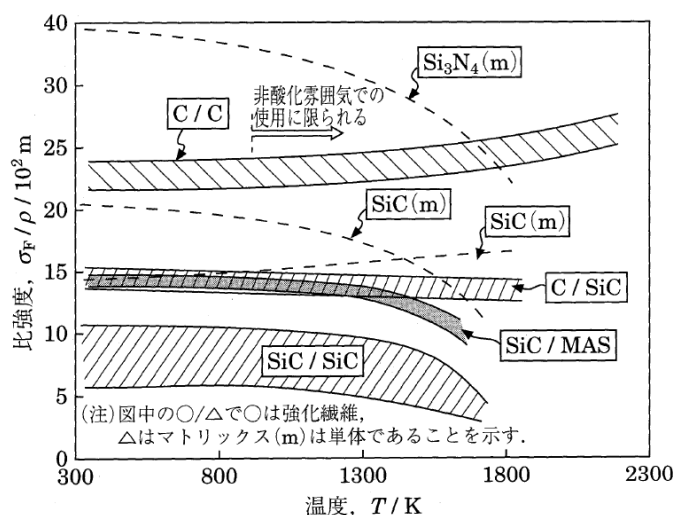


Fig. 2-1 高温用エンジニアリング材料の比強度の温度依存性

料と言う弱点を解決するためにはセラミックス材料の中に繊維や粒子を用いて強化し破壊靱性値を向上させた材料がセラミックス系複合材料である。特にセラミックス材料は 1500°C程度の高温での使用が可能であるため、信頼性の確保ができれば高温での使用ができる唯一の構造材料となる可能性がある。このようなセラミックス系複合材料では高温特性を重視しているために耐熱性材料のみでの複合化が重要である。図 2-1 には代表的なセラミックス系複合材料の比強度の温度依存性を示したものである。

本研究では長繊維を用いて強化した長繊維強化セラミックス複合材料を用いており、その材料を中心として述べる。

## 2.2.2. 繊維強化セラミックス複合材料の破壊機構

繊維強化セラミックス複合材料はマトリックスに生じた微細なクラックを繊維とマトリックスの界面で偏向や発散させ、クラックの進展過程を複雑にする。生じた微細なクラックは界面で偏向あるいは発散し、クラックのブリッジが発生、そのあと繊維の切断や引く抜けが発生する。それから破壊抵抗が増大され、ある程度の破壊靱性値を確保することができる。図 2-1 には SiC/SiC 複合材料の破壊素過程の模式図を示す。破壊靱性値を向上させるためには微細なクラックを連続的に発生させることが重要である。しかし、微細なクラックを発生させることで Proportional Limit Stress (PLS) が低下してしまう。さらに、強化材として用いられた繊維の配向により界面での層間剝離が起こるため、その破壊メカニズムを理解することは極めて重要である。図 2-2 には SiC/SiC 複合材料の破壊素過程の模式図を示す。

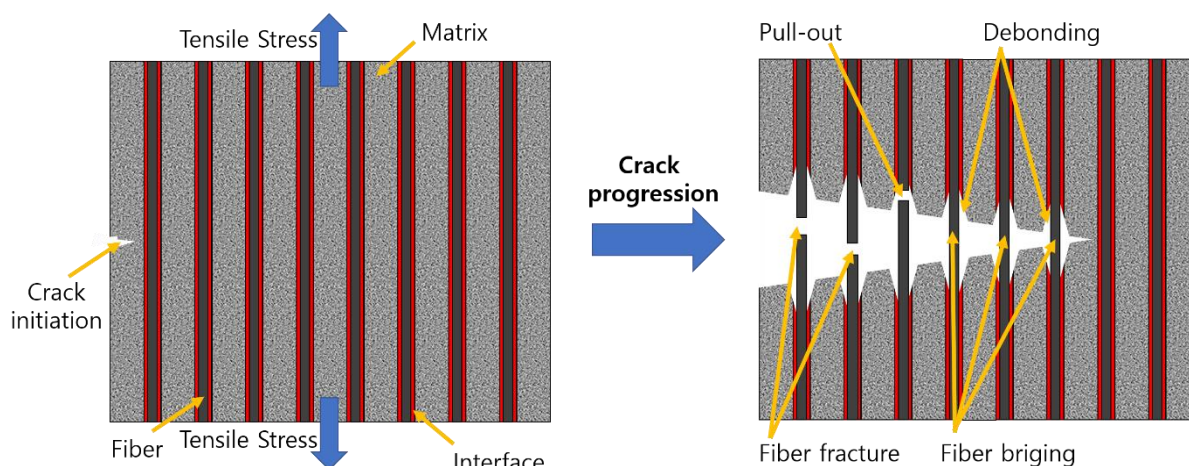


Fig. 2-2 SiC/SiC 複合材料の破壊素過程の模式図

## 2.3. SiC/SiC 複合材料

### 2.3.1. SiC 系繊維

SiC/SiC 複合材料で用いる SiC 系繊維は、有機化合物を化学気相蒸着 (CVD、Chemical Vapor Deposition) 法によりタングステンまたは炭素繊維等の芯線に蒸着させた繊維と Si-C 骨格を持つケイ素系ポリマーを原料として細い繊維状態に整形し、高温まで保持することで、Si-C 骨格を 3 次元組織に成長させる前駆体法で作製した繊維の 2 種類に分けられる。CVD 法

で作製された繊維は直径が100~200 $\mu\text{m}$ で弾性率と剛性が高いため、曲げると簡単に折れる。前駆体法で作製された繊維は直径が約10 $\mu\text{m}$ で高比強度、高比弾性である。現在は前駆体法で作製した繊維が主に使用されている。

### 2.3.2. SiC/SiC 複合材料の製造

SiC/SiC 複合材料製造方法としては、化学気相浸透法 (CVI、Chemical Vapor Infiltration)、ポリマー含浸・焼成法 (PIP、Polymer Impregnation and Pyrolysis)、法反応焼結 (RS、Reaction Sintering)/反応溶融含浸法 (MI、Melt Infiltration)、液相焼結法 (LPS、Liquid Phase Sintering)/ナノインフィルトレーション遷移共晶相法 (NITE、Nano-Infiltration Transient Eutectic Phase) などがある。本研究ではナノインフィルトレーション遷移共晶相法で作製された供試材を用いる。表 2-1 には SiC/SiC 複合材料製造プロセスの特徴を示す。

	CVI	PIP	RS/MI	LPS/NITE
含浸性	◎	○	△	△
被覆性	◎	△	×	×
体積変化	無	中~大	小	小
焼成圧力	無	無 or 小	無	大
焼成温度	1200K~	1500K~	1693K~	2000K~
組織	高純度結晶化SiC	アモルファスベース SiC	焼結SiC	焼結SiC
特徴	<ul style="list-style-type: none"> <li>高いコスト</li> <li>装置大掛かり</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>原料、条件の影響大きい</li> <li>複雑な形状に対応</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>高度な圧粉成型</li> <li>溶融Siにより繊維損傷</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>高温、高圧により繊維損傷</li> </ul>

Table. 2-1 SiC/SiC 複合材料製造プロセスの特徴

#### 2.3.2.1. 化学気相浸透法

SiC/SiC 複合材料の作成では内部の残留気孔を減らして高い密度を得ることは最も重要である。CVI 法はガスの下流部からマトリックスが形成され、一回のみの工程で作製ができる。また比較的低温( $\leq 1200^{\circ}\text{C}$ )で作製するため、残留応力が少ない。しかし、低温低圧で作製するため製作に非常に長い時間が必要であり、作製装置の制約のため製作可能な試料の大きさや形状に限界がある。

#### 2.3.2.2. ポリマー含浸・焼成法

PIP 法では製作時間や材料の特性のサイズや形状への依存性が少ない、 $1000^{\circ}\text{C}$ 以上の温度での焼成で成形するため、強化材の致命的な損傷や化学反応による劣化が生じない。またFRP との類似点が多いことから成型装置をそのまま利用し、大型製品や複雑な形状の製品の作製にメリットがある。しかし、焼成中に欠陥が多く導入され、緻密化が難しい。



### 2.3.2.3. 法反応焼結/反応溶融合浸法

MI 法では結晶性の高いSiC系マトリックスが作製できる。また、他の製造プロセスで作製されたものより50W/mK以上の非常に大きい熱伝導率を持つ。さらに低コストのプロセスであるため魅力的なプロセスである。しかし、溶融Siにより繊維の劣化防止には緻密SiC被覆が必要であるため、汎用性がよくない点、残留シリコンによる損傷で強度低下などの解決すべき点がある。

### 2.3.2.4. 液相焼結法

LPS 法では酸化物助剤の混合による低い焼結温度でのセラミックス合成ができる。また、ホットプレスの際にマトリックス原料粉末表面の粘性流動による緻密なマトリックスが特徴である。しかし、緻密化のためには1300°C以上の高温が必要であり、繊維の劣化や損傷、マトリックスと繊維の反応などの解決すべき点がある。

### 2.3.3. SiC/SiC 複合材料の評価法

SiC/SiC 複合材料は繊維の配向により強度特性に異方性を持つため、その評価は極めて重要である。現在ではクーポン試験片での基礎試験は進んでおり、実用部材での評価が必要とされている。本研究で用いる供試材は原子力・核融合分野で適用が期待される燃料被覆管や冷却チャンネルの配管などで必要な円筒形状のSiC/SiC複合材料であり、円筒の使用の際には内圧によるフープ応力が作用しているため、フープ応力評価法が重要となっている。円筒のフープ応力評価法としては何種類存在しており、その中標準的な評価法について述べる。

- (1) 管の長手方向単軸吹張試験 (Uniaxial tensile test, UTT)  
円管の両側を持ち、上下に引っ張る試験である。しかし、治具との関係を考慮し、10 cm前後の長尺試験片を用いる。
- (2) クローズドエンドバスと試験 (Closed end burst test, CEB)  
円管を溶接法などでシールし、中に水などを入れてバーストさせる試験法。セラミックスのように溶接法などでシールすることが困難な材料には応用が難しい。また、10 cm前後の長尺試験片を用いる。
- (3) リング引張試験 (Ring tensile test, RTT)  
円管の中に二つのローディングピンを入れ、上下に引っ張る試験である。試験片が円周方向に長く塑性変形し、試験片の側面は直線的になって引張応力により破壊させる試験である。短尺試験片が用いるが、塑性変形しない材料への使用は難しい。
- (4) リング圧縮試験 (Ring compression test, RCT)  
仕組みが簡単であり、材料間の深く検討用で広く利用される試験である。しかし、試料の局所的な曲げや負荷治具との摩擦力を補正する必要があり、応力-ひずみ関係を正確に求めることが困難である。
- (5) プラグ膨張試験 (Expanded plug test, EPT)  
供試管に挿入した中子を圧縮・膨張させて管を膨張させる試験である。ペレットと円管との機械的相互作用 (PCMI) 力を模擬しているため、円管の円周方向ひずみの予測評価には好都合の負荷体系を持っている。しかし、応力値は中子の圧縮力から数値解析を介して換算する必要があり正確さが課題である。

(6) オープンエンドバースト試験 (Open end burst test, OEB)

材料の応力-ひずみ関係が単軸状態であり、従来の CEB 方式で必要な被覆管長さに比べて数分の一の長さの短尺試験片が使える。さらにセラミックス材料のように試験時の高い内圧を溶接法等でシールすることが困難な材料に適用できる。

## 参考論文

- [1] 香川 豊, 八田 博志 共著, “セラミックス基複合材料”, アグネ承風社, (1990)
- [2] 日本複合材料学会誌, “セラミックス系複合材料を知る事典”, アグネ承風社, (1990)
- [3] 香川 豊, “セラミックス系複合材料へ期待してきたことと現状”, まてりあ, 38(5), p.408-411, (1999)
- [4] 日本学術振興会 高温セラミック材料 第 124 委員会 編, “SiC 系セラミック新材料”, 内田, (1990)
- [5] 柴山環樹, 高橋平七郎, “SiC/SiC 複合材料研究・開発の現状と今後の展望”, 日本金属学会誌, 64(11), p.985-991, (2000)
- [6] A. Kohyama and Y. Katoh, “Overview of CREST-ACE Program for SiC/SiC Ceramic Composites and Their Energy System Application”, Ceramic Transactions, 144, p.3-18, (2002)
- [7] R. Naslain, “Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview”, Composites Science and Technology, 64, p.155-170, (2004)
- [8] K.J. Probst, T.M. Besmann, D.P. Stomton, R.A. Lowden, T.J. Anderson and T.L. Starr, “Recent advances in forced-flow, thermal-gradient CVI for refractory composites”, Surface and Coatings Technology, 120-121, p.250-258, (1999)
- [9] K. Hironaka, T. Nozawa, T. Hinoki, N. Igawa, Y. Katoh, L.L. Snead and A. Kohyama, “High-temperature tensile strength of near-stoichiometric SiC/SiC composites”, Journal of Nuclear Materials, 307-311, p.1093-1097, (2002)
- [10] W. Yang, T. Noda, H. Araki, J. Yu, and A. Kohyama, “Mechanical properties of several advanced Tyranno-SA fiber-reinforced CVI-SiC matrix composites”, Materials Science and Engineering, A345, p.28-35, (2003)
- [11] T. Taguchi, T. Nozawa, N. Igawa, Y. Katoh, S. Jitsukawa, A. Kohyama, T. Hinoki and L.L. Snead, “Fabrication of advanced SiC fiber/F-CVI SiC matrix composites with SiC/C multi-layer interphase”, Journal of Nuclear Materials, 329-333, p.572-576, (2004)
- [12] Y. Katoh, T. Nozawa and L.L. Snead, “Mechanical Properties of Thin Pyrolytic Carbon Interphase SiC-Matrix Composites Reinforced with Near-Stoichiometric SiC Fibers”, Journal of American Ceramic Society, 88(11), p.3088-3095, (2005)

- [13] R. Jones, A. Szweida and D. Petrak, "Polymer derived ceramic matrix composites", *Composites: Part A*, 30, p.569–575, (1999)
- [14] A. Kohyama, M. Kotani, Y. Katoh, T. Nalayasu, M. Sato, T. Yamamura and K. Okamura, "High-performance SiC/SiC composites by improved PIP processing with new precursor polymers", *Journal of Nuclear Materials*, 283–287, p.565–569, (2000)
- [15] 岡村清人, 片瀬嘉郎, 成澤雅紀, 三輪泰昭, 伊藤正義: 「核融合炉材料フォーラム 17」, 先進エネルギー材料研究会, p.218–223, (1999)
- [16] H.H. Streckert, K.P. Norton, J.D. Katz and J.O. Freim, "Microwave densification of electrophoretically infiltrated silicon carbide composite", *Journal of Materials Science*, 32, p.6429–6433, (1997)
- [17] M. Kotani, A. Kohyama and Y. Katoh, "Development of SiC/SiC composites by PIP in combination with RS", *Journal of Nuclear Materials*, 289, p.37–41, (2001)
- [18] A. Sayano, C. Sutoh, S. Suyama, Y. Itoh and S. Nakagawa, "Development of a reaction-sintered silicon carbide matrix composite", *Journal of Nuclear Materials*, 271&272, p.467–471, (1999)
- [19] S.P. Lee, Y. Katoh, J.S. Park, S. Dong, A. Kohyama, S. Suyama and H.Y. Yoon, "Microstructural and mechanical characteristics of SiC/SiC composites with modified-RS process", *Journal of Nuclear Materials*, 289, p.30–36, (2001)
- [20] S.P. Lee, H.K. Yoon, J.S. Park, Y. Katoh, A. Kohyama D.H. Kim and J.K. Lee, "Reaction sintering process of tyranno SA/SiC composites and their characterization", *Fusion Engineering and Design*, 61–62, p.717–722, (2002)
- [21] S.P. Lee, Y. Katoh and A. Kohyama, "Microstructure Analysis and Strength Evaluation of Reaction Sintered SiC/SiC composites", *Scripta Materialia*, 44, p.153–157, (2001)
- [22] Shraavan Janakiraman, Ole West, Peder Klit, Niels S. Jensen, "Observations of the effect of varying Hoop stress on fatigue failure and the formation of white etching areas in hydrogen infused 100Cr6 steel rings", *International Journal of Fatigue*, 77, p.128–140, (2015)
- [23] Kyu-Tae Kim, Dong Wook Jerng, "Oxide thickness-dependent transient cladding hoop stress", *Nuclear Engineering and Design*, 241(12), p.5055–5063, (2011)
- [24] G.Nishijima, S.Awaji, K.Watanabe, K.Shikimachi, N.Hirano, S.Nagaya, A.Ibi, T.Izumi, Y.Shiohara, "Mechanical and transport characteristic exploration for coated conductors by hoop stress tests", *Physica C: Superconductivity and its*

Applications, 471(21-22), p.1062-1066, (2011)

- [25] Mahmoud Nemat-Alla, "Reproducing hoop stress-strain behavior for tubular material using lateral compression test", International Journal of Mechanical Sciences, 45(4), p.605-621, (2003)
- [26] K.T. Chau, S.L. Chan, X.X. Wei, "Hoop Stress Reduction by Using Reinforced Rivets in Steel Structures", Advances in Steel Structures (ICASS '99), 2, p.1125-1132, (1999)

## **第 3 章**

# **円周方向引張試験法の開発**

### 第3章 円周方向引張試験法の開発

#### 3.1. 緒言

セラミックス繊維強化/セラミックスマトリックス複合材料である SiC/SiC 複合材料は強化材として使われた繊維の配向による機械的異方性を持つ。原子炉や核融合炉での実用部材はチューブ状であり、板材より複雑な機械特性を持つ。SiC/SiC 複合材料を構造材料として使うためには実用部材での強度特性評価法が必要となる。一般的にチューブ材は内圧により破壊され、フープ応力の評価が重要である。

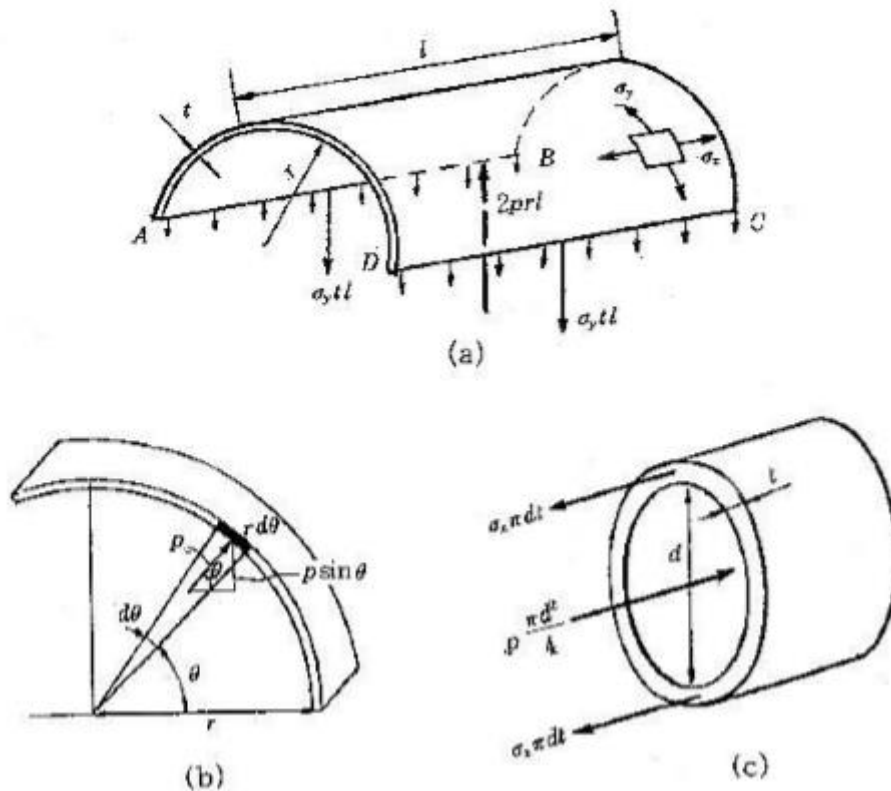


Fig. 3-1 内圧を受ける円筒

図 3-1 の (b) は円筒の軸方向で単位長さを選択した要素となる。円筒の要素部分の  $r d\theta$  に作用する円周方向の力は  $p r d\theta$  となり、その垂直成分は  $p r d\theta \sin\theta$  となる。この力を 0 から  $\pi$  まで積分すると圧力により半円部分に作用する力は式 3.1 となる。

$$\int_0^{\pi} p r \sin\theta d\theta = p r \int_0^{\pi} \sin\theta d\theta = p d \quad (3.1)$$

円筒の長さ  $l$  に作用する力は  $pdl$  となる。この圧力による力は円筒を半分にするよう作用しており、ここに抵抗する引張応力  $\sigma_y$  が発生する。面積が  $2tl$  であるため力は  $2\sigma_y tl$  となり、 $\sigma_y$  と内圧  $p$  は平行になるため次のようになる。

$$\therefore 2\sigma_y tl = pdl \quad (3.2)$$

この式から  $\sigma_y$  は次となる。

$$\therefore \sigma_y = \frac{pd}{2t} \quad (3.3)$$

ここで  $\sigma_y$  は円周に均一に分布される応力でフープ応力と呼ぶ。また、一般的に内圧による破壊が起こる時には内側と外側の変形率の差が存在する。

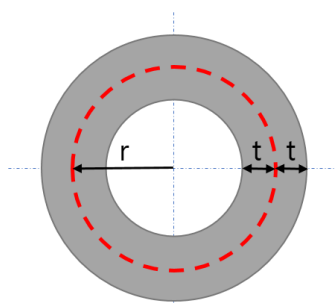


Fig. 3-2 内圧のかかる円筒の断面

メンブレン式から見ると、内側の変形率は式 3.4 となる。

$$\varepsilon_i = \frac{\Delta t}{2\pi(r-t)} \quad (3.4)$$

外側の変形率は

$$\varepsilon_o = \frac{\Delta t}{2\pi(r+t)} \quad (3.5)$$

式 3.5 となり、内側の変形率が外側より大きく変形する。そのため内圧を受ける円筒は一般的に内側から破壊が起こる。

金属材料の場合ではフープ応力評価法として様々存在しており、その評価法は 2 章で述べた。しかし、セラミックス材料である SiC/SiC 複合材料は金属材料と比べ、靱性がない。そのため、金属材料の評価法をそのまま持つのは困難である。現在、SiC/SiC 複合材料の強度特性評価法としてはオープンエンドバースト試験の応用が考えられているが、材料の開発速度に対応できるまた試験法照射後試験を考えて簡便で簡単な試験法が必要とされている。SiC/SiC 複合材料は前で述べた通り、脆性材料であるため亀裂が発生すると一気に破壊に到達すると特性を持つ。そこから、試験片が内側から引張応力により破壊されると、フープ応力と相関が取れるデータを得ることが可能ではないかと思われる。第 3 章では、その簡便で簡単な強度特性評価法としてリング引張試験の応用を検討し、SiC/SiC 複合材料専用の試験法として円周方向引張試験の開発を行った。



### 3.2. リング引張試験法の応用

リング引張試験では ASTM D1414, ASTM D2290 の規格がある。試験法は両方ともリングの中に二つのローディングピンを入れ、上下に引っ張ることから荷重をかける仕組みである。しかし、ASTM D1414 はゴム試験片、ASTM D2290 は金属試験片専用の試験法となっている。セラミックス材料のための試験規格は存在していない。

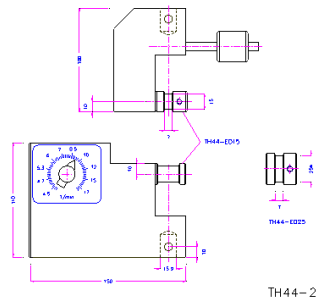


Fig. 3-3 ゴム専用のリング引張試験治具 (ASTM D1414)

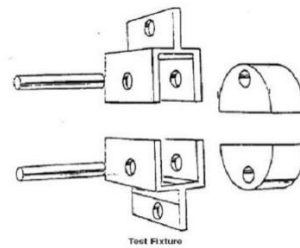


Fig. 3-4 金属専用のリング引張試験治具 (ASTM D2290)

#### 3.2.1. 円周方向引張試験法専用の治具

円周方向引張試験法は靱性がない SiC/SiC 複合材料専用として、実用部材の大きさに合わせて作成した。原子炉の燃料被覆管として使用される SiC/SiC 複合材料は内径 10 mm、外径 12 mm、厚さ 1 mm の円環であり、それに合わせて R4.0、R4.5、R5.0 の 3 種類のローディングピンを用いた。ローディングピンは半円棒を中央から 1 mm 切り出した形である。治具及びローディングピンの素材は弾性率の高い SKD11 ダイス鋼を用いた。図 3-4 にはローディングピンの詳しい情報を示す。

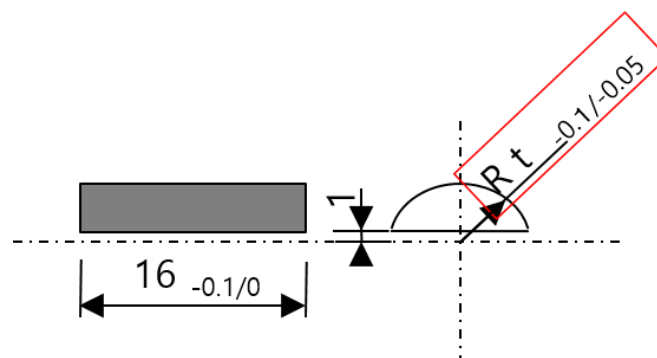


Fig. 3-4 ローディングピンの情報

図 3-5 には SiC/SiC 複合材料専用の円周方向引張試験治具の設計図を示す。

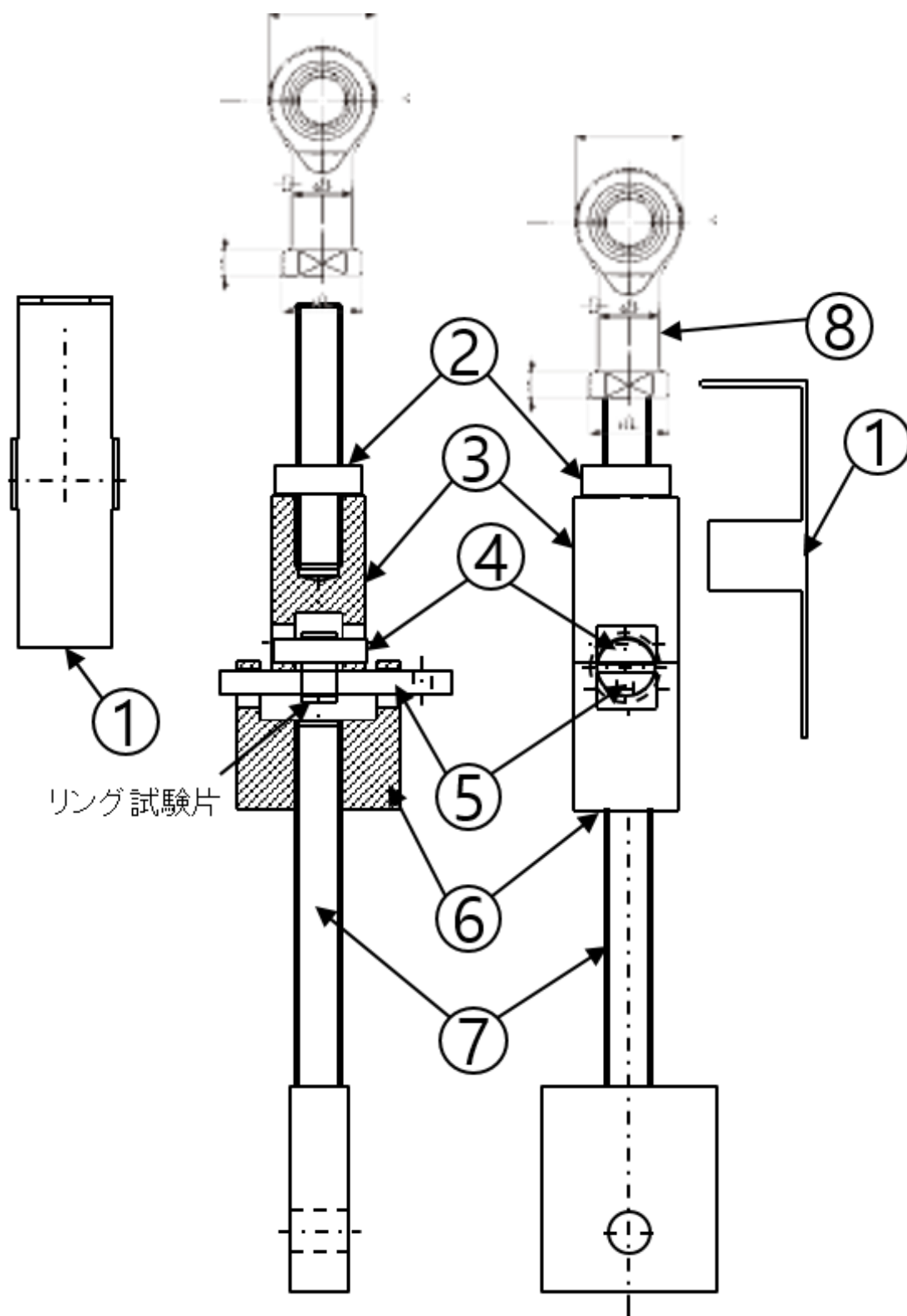


Fig. 3-5 SiC/SiC 複合材料専用治具の設計図

### 3.3. 実験方法

本試験では円周方向引張試験法で側面での引張応力による破壊を起こすことができるのかを検討するため内径が違う2種類の試験片と、曲率が違う2種類のローディングピンを用いて実験を行った。図3-6には円周方向引張試験法の仕組みを示す。図のように試験片の中に2つのローディングピンを入れ、上下に引っ張ることから荷重をかける仕組みである。

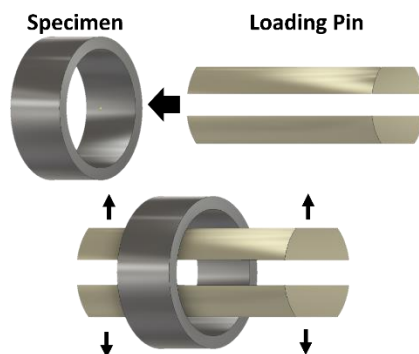


Fig. 3-6 円周方向引張試験法の仕組み

また、試験片の上下左右の4ヶ所ぬ5mmのひずみゲージを張り付け、試験片の変形情報を習得した。

#### 3.3.1. 供試材

供試材としては高温等方圧プレス (Hot Isostatic Press : HIP) で作製した NITE (Nano-Infiltration and Transient Eutectic-phase) SiC/SiC 複合材料燃料被覆管でフープ応力 200MPa 程度の相当品を用いた。強化材として用いた繊維は直径 10 $\mu$ m の SiC 繊維 (Gef-NITE, GUNZE Limited, Japan) で繊維1束のフィラメント数は 800、繊維角度は $\pm 30$ 度である。繊維の体積率は約 45% であり、少量の酸化剤を含む SiC パウダーを用いた。

試験片の寸法は幅 5 mm、外径 12 mm で内径が 10 mm、9.5 mm の 2 種類である。本試験で使ったローディングピンは R4.5、R5.0 の 2 種類である。内径 9.5 mm の試験片には R5.0 のローディングピンが入らないため、試験は内径 10 mm の試験片に R4.5、R5.0 のローディングピンを用いた試験と内径 9.5 mm の試験片に R4.5 のローディングピンを用いた試験ですべて 3 種類である。表 3-1 に詳しい実験条件を示す。

	試験片			ローディングピン
	内径	外径	厚さ	曲率
Test1	9.50 mm	12.00 mm	1.25 mm	4.50 mm
Test2	10.00 mm	12.00 mm	1.00 mm	5.00 mm
Test3	10.00 mm	12.00 mm	1.00 mm	4.50 mm

Table. 3-1 円周引張試験の実験条件

実験には万能試験機 (AG-Xplus, Shimadzu corp., Japan) を用いて実験速度は 0.5 mm/min であった。図 3-7 には実際の実験設定の写真を示す。

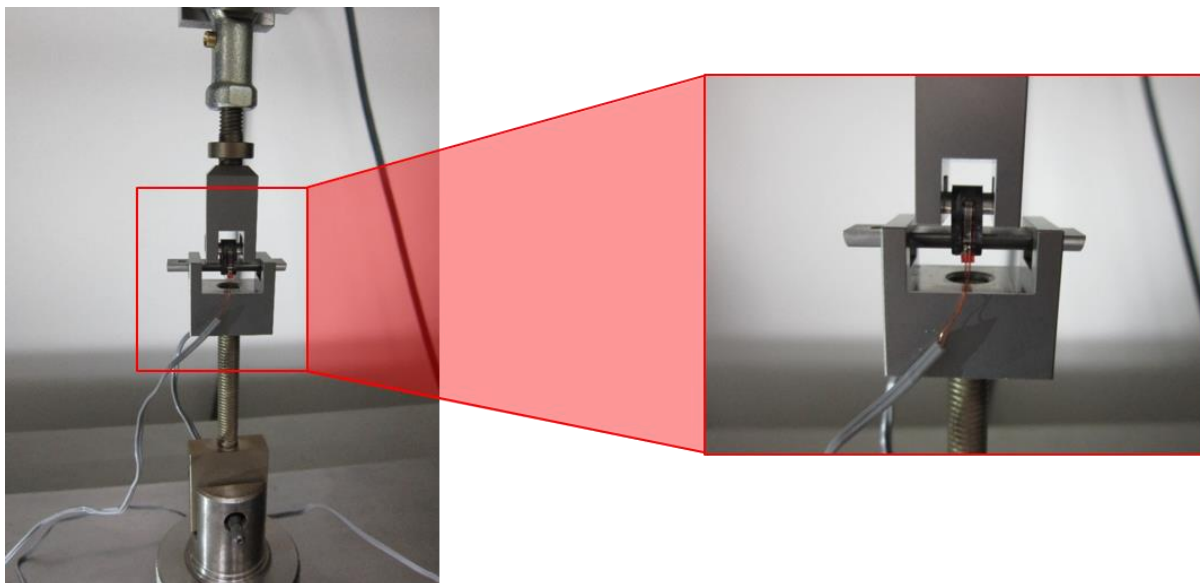


Fig. 3-7 実際の実験設定の写真

### 3.3.2. 実験結果

図 3-8 には内径 9.5 mm の試験片と R4.5 のローディングピンを用いた Test1 のひずみ-変形曲線を示す。図より上下面のひずみはプラス方向に進み、側面のひずみはマイナス方向に進んでいる。これから上下面には引張方向に変形し、側面には圧縮方向に変形していることが分かる。図 3-9 には内径 10 mm の試験片と R4.5 のローディングピンを用いた Test2 のひずみ-変形曲線を示す。Test 1 と同じように上下面には引張方向に変形し、側面には圧縮方向に変形していることが分かる。しかし、上下面では初期段階では圧縮方向への変形が確認され、変形率が大きくなると引張方向への変形の移行したことが確認できる。図 3-10 には内径 10 mm の試験片と R5.0 のローディングピンを用いた Test3 のひずみ-変形曲線を示す。図より Test1、Test2 の結果とは逆の結果が示され、上下面には圧縮方向に変形し、側面には引張方向に変形していることが確認できる。

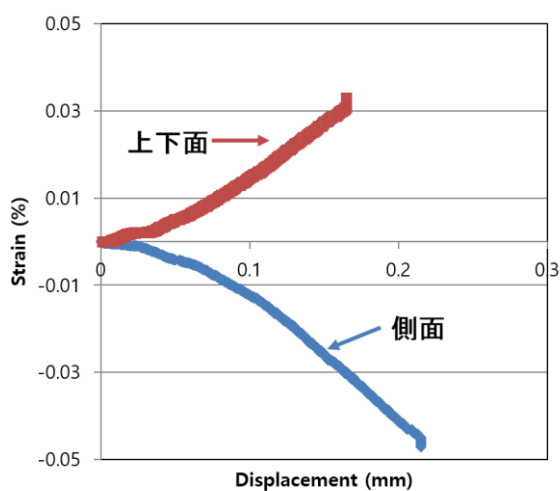


Fig. 3-8 Test1 のひずみ-変形曲線

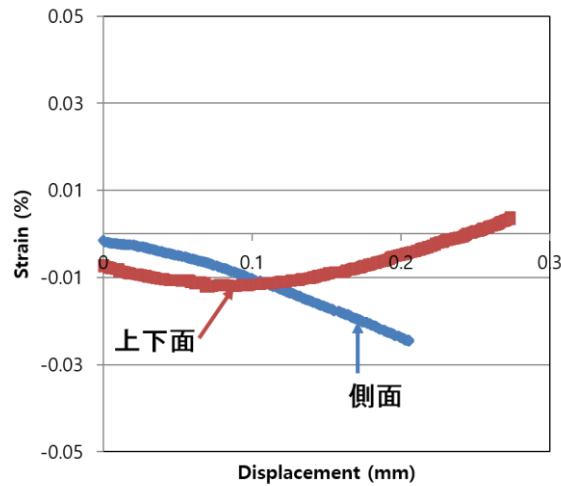


Fig. 3-9 Test2 のひずみ-変形曲線

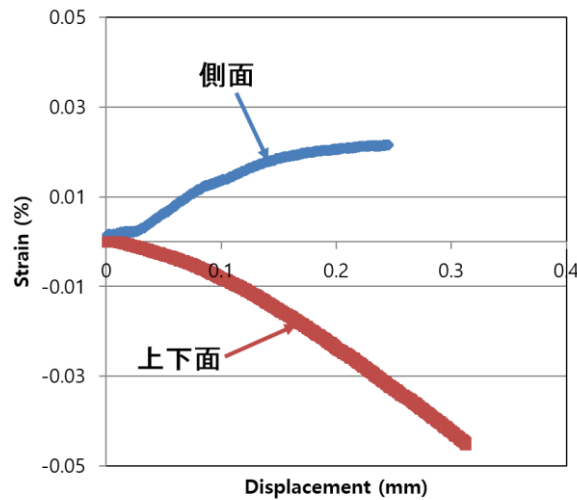


Fig. 3-10 Test3 のひずみ-変形曲線

### 3.3.3. 円周方向引張試験のメカニズム解析

本実験の結果は概ね、試験片の内径がローディングピンより大きいケースと試験片の内径がローディングピンと同じ及び小さいケースの二つのケースに分ける。まず、Test1、Test2のケースでは試験片とローディングピンは上下の1ヶ所、あるいはその近傍の2ヶ所でコンタクトし、試験片は縦長くなる方向に変形するため、上下面では引張、側面では圧縮方向の変形が確認されたと思われる。このケースでは側面の内側に引張応力場を形成させることは可能であるが、曲げモーメントによる破壊になるため外側には圧縮応力がかかる。図 3-11にはTest1、Test2の試験片の変形メカニズム推定図を示す。Test2では試験片の上下面1ヶ所でのコンタクトではなく、その近傍での数ヶ所のコンタクトとなる。その後、試験片あるいはローディングピンの変形により、上下面1ヶ所のコンタクトとなったと考えられる。図 3-12にはTest3の試験片の変形メカニズム推定図を示す。試験片とローディングピンは上下ではなく試験片全体的にあるいは側面近傍の数ヶ所でコンタクトし、上下面には圧縮方向の変形が、側面には引張方向の変形が確認されたと考えられる。このケースは上下面の内側に

引張応力場を形成することができる。しかし、側面の内側にはどんな力が作用しているか分からないため、今後の試験として検討が必要である。

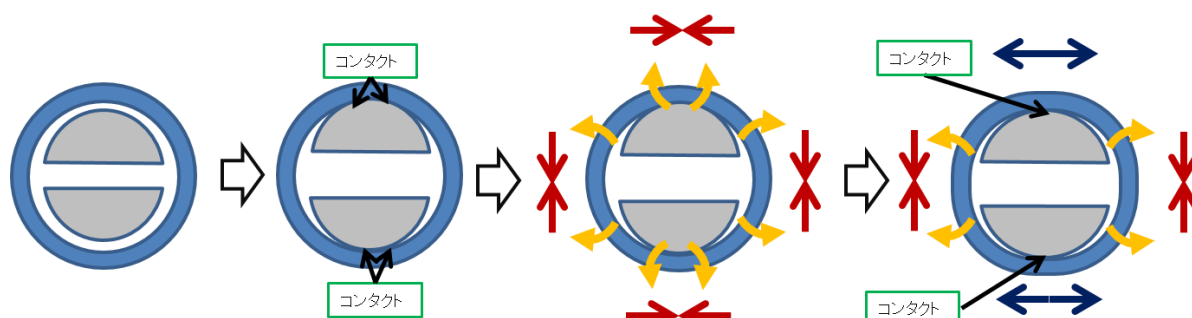


Fig. 3-11 Test1、Test2 の試験片の変形メカニズム推定図

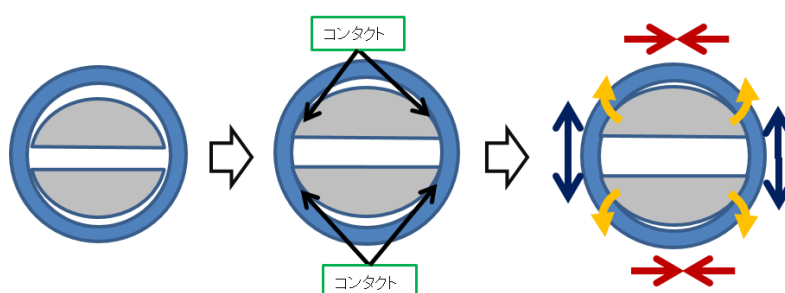


Fig. 3-12 Test3 の試験片の変形メカニズム推定図

本実験で試験片の内面に引張応力場を形成させることは可能であり、フープ応力の簡便な評価法としては有望であることが示された。しかし、Test3 で側面の内側にどんな力が作用しているのかは検討が必要である。また、その検討を基に側面での破壊を目指すか、上下面での破壊を目指すかなどの検討も必要である。

### 3.4. まとめ

SiC/SiC 複合材料の円周方向引張試験の可能性の検討結果は以下に記述する。

- (1) 脆性材料である SiC/SiC 複合材料はローディングピンと試験片の内径の寸法差に依存して上下面と側面の変形メカニズムが異なる。
- (2) 試験片の内径がローディングピンより大きいケースでは、試験片とローディングピンが試験片の上下面 1ヶ所あるいは上下近傍の数ヶ所でコンタクトし、曲げモーメントによる破壊が起こる。試験片側面の内側には曲げモーメントにより引張応力場を形成させることが可能であった。
- (3) 試験片の内径がローディングピンと同じあるいは小さいケースでは、試験片とローディングピンは試験片の側面近傍でコンタクトし、内側の上下面に曲げモーメントによる引張応力場を形成させることは可能であった。しかし、側面の内側にはどんな力が作用しているか分からず、追加検討が必要である。
- (4) 内側に引張応力による破壊を起こすことは可能であり、簡便なフープ応力評価法としては有望であった。
- (5) 試験片側面の内側に作用する力の検討と共に側面の破壊を目指すか、上下面の破壊

を指すかなどの検討は必要である。

### 3.5. 結論及び今後の課題

第3章では円周方向引張試験法の簡便なフープ応力評価法としての可能性の検討を実施した。試験片の内側に引張応力による破壊を起こすことは可能であり、簡便なフープ応力評価法としての可能性も見えた。しかし、試験片側面の内側に作用する力の検討と共に側面の破壊を指すか、上下面の破壊を指すかなどの検討が必要である。第4章では有限要素解析を用い、円周方向引張試験時の破壊場所の検討を行う。

## 参考文献

- [1] Ju-Hyeon Yu, Hirotatsu Kishimoto, Joon-soo Park, Naofumi Nakazato, Akira Kohyama, "Circumferential tensile test method for mechanical property evaluation of SiC/SiC tube", *Fusion Engineering and Design*, 109-111, p.1261-1266, (2016)
- [2] Daejong Kim, Hyun-Geun Lee, JiYeon Park, Weon-Ju Kim, "Fabrication and measurement of hoop strength of SiC triplex tube for nuclear fuel cladding applications", *Journal of Nuclear Materials*, 458, p.29-36, (2015)
- [3] G. M. Jacobsen, J. D. Stone, H. E. Khalifa, C. P. Deck, C. A. Back, "Investigation of the C-ring test for measuring hoop tensile strength of nuclear grade ceramic composites", *Journal of Nuclear Materials*, 452(1-3), p.125-132, (2014)
- [4] R. Uday Kumar, P. Ravinder Reddy, A. V. Sitaramaraju, "Determination of Hoop Stresses in Hydroforming Process", *Materialstoday: Proceedings*, 4(8), p.9133-9140, (2017)
- [5] Sun-Ki Kim, Je-Geon Bang, Dae-Ho Kim, Ik-Sung Lim, Yong-Sik Yang, Kun-Woo Song, Do-Sik Kim, "Hoop strength and ductility evaluation of irradiated fuel cladding", *Nuclear Engineering and Design*, 239(2), p.254-260, (2009)
- [6] A. A. Wereszczak, O. M. Jadaan, H.-T. Lin, G. J. Champoux, D. P. Ryanc, "Hoop tensile strength testing of small diameter ceramic particles", *Journal of Nuclear Materials*, 361(1), p.121-125, (2007)
- [7] Yujie Bai, Xiao-Zhang Zhang, "Progressive failure analysis of open-hole composite hoops under radial loading", *Composites Part B: Engineering*, 97, p.336-343, (2016)
- [8] M. R. Etemad, E. Pask, C. B. Besant, "Hoop strength characterization of high strength carbon fibre composites", *Composites*, 23(4), p.253-259, (1992)
- [9] C. Butenuth, M. H. De Freitas, D. Al-Samahiji, H. D. Park, J. W. Cosgrove, K. Schetelig, "Observations on the measurement of tensile strength using the hoop test", *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences & Geomechanics Abstracts*, 30(2), p.157-162, (1993)
- [10] AbbasAzhdari, SiaNemat-Nasser, "Hoop stress intensity factor and crack-kinking in anisotropic brittle solids", *International Journal of Solids and Structures*, 33(14), p.2023-2037, (1996)
- [11] Holger Thom, "A review of the biaxial strength of fibre-reinforced plastics", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 29(8), p.869-886, (1998)
- [12] Leon L Shaw, Prasanna Karpur, Theodore E Matikas, "Fracture strength and damage progression of the fiber/matrix interfaces in titanium-based MMCs with different interfacial layers", *Composites Part B: Engineering*, 29(3), p.331-339, (1998)



- [13] Ahmed Sherif Essawy, Moetaz El-Hawary, “Strength and ductility of spirally reinforced rectangular concrete columns” , *Construction and Building Materials*, 12(1), p. 31–37, (1998)
- [14] A. J Kappos, M. K Chryssanthopoulos, C Dymiotis, “Uncertainty analysis of strength and ductility of confined reinforced concrete members” , *Engineering Structures*, 21(3), p. 195–208, (1999)
- [15] N. Bednar, H. Garmestani, “Biaxial testing of high strength carbon fiber composite cylinders for pulsed magnet reinforcement” , *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 30(2), p. 147–152, (1999)
- [16] Y.P. Chiu, “The Mechanism of Bearing Surface Fatigue – Effect of Friction and Tensile Hoop Stress on Surface Plasticity and Fatigue” , *Tribology Series*, 36, p. 277–288, (1999)
- [17] Kirill Shapovalov, George M. Jacobsen, Luis Alva, Nathaniel Truesdale, Christian P. Deck, Xinyu Huang, “Strength of SiCf-SiCm composite tube under uniaxial and multiaxial loading” , *Journal of Nuclear Materials*, 500, p. 280–294, (2018)
- [18] Gyanender Singh, Kurt Terrani, Yutai Katoh, “Thermo-mechanical assessment of full SiC/SiC composite cladding for LWR applications with sensitivity analysis” , *Journal of Nuclear Materials*, 499, p. 126–143, (2018)
- [19] G. Singh, R. Sweet, N. R. Brown, B. D. Wirth, Y. Katoh, K. Terrani, “Parametric Evaluation of SiC/SiC Composite Cladding with UO<sub>2</sub> Fuel for LWR Applications: Fuel Rod Interactions and Impact of Nonuniform Power Profile in Fuel Rod” , 499, p. 155–167, (2018)
- [20] C. P. Deck, G. M. Jacobsen, J. Sheeder, O. Gutierrez, J. Zhang, J. Stone, H. E. Khalifa, C. A. Back, “Characterization of SiC-SiC composites for accident tolerant fuel cladding” , *Journal of Nuclear Materials*, 466, p. 667–681, (2015)
- [21] Eric Rohmer, Eric Martin, Christophe Lorrette, “Mechanical properties of SiC/SiC braided tubes for fuel cladding” , *Journal of Nuclear Materials*, 453(1–3), p. 16–21, (2014)
- [22] J.Y. Park, “12 - SiCf/SiC composites as core materials for Generation IV nuclear reactors” , *Structural Materials for Generation IV Nuclear Reactors*, p. 441–470, (2017)
- [23] Shanhua Liu, Litong Zhang, Xiaowei Yin, Yongsheng Liu, Laifei Cheng, “Proportional Limit Stress and Residual Thermal Stress of 3D SiC/SiC Composite” , *Journal of Materials Science & Technology*, 30(10), p. 959–964, (2014)
- [24] ASTM D1414, <https://www.astm.org/Standards/D1414.htm>
- [25] ASTM D2290, <https://www.astm.org/Standards/D2290.htm>

[26] Haijiao Yu, Xingui Zhou, Wei Zhang, Huaxin Peng, Changrui Zhang, “Influence of SiC coating thickness on mechanical properties of SiCf/SiC composite”, *Journal of Nuclear Materials*, 442, p.53–59, (2013)

[27] Masaki Kotani, Takahiro Inoue, Akira Kohyama, Yutai Katoh, Kiyohito Okamura, “Effect of SiC particle dispersion on microstructure and mechanical properties of polymer-derived SiC/SiC composite”, *Materials Science and Engineering*, 357, p.376–385, (2003)

## **第 4 章**

# **円周方向引張試験時の破壊場所の検討**

## 第 4 章 円周方向引張試験時の破壊領域別応力状態の解明

### 4.1. 緒言

第 3 章では円周方向引張試験の可能性の検討を行い、試験片内側に引張応力場を形成させることは可能であることが分かった。第 4 章では円周方向引張試験時に試験片側面の内側に作用する力の解析と共に目指す破壊場所の検討を実施する。

### 4.2. 実験方法

円周方向引張試験時に試験片側面の内側に作用している力の検討のため、有限要素解析を行い、第 3 章で作製した SiC/SiC 複合材料の専用治具を用い、円周方向引張試験を行うことで目指す破壊場所を特定する。

#### 4.2.1. 有限要素解析による試験片側面部の応力分布

有限要素解析のために用いたプログラムは ANSYS18 である。ANSYS18 では様々な解析ができ、本実験では静的構造解析を用いた。また、モデリングには ANSYS Composite Prepost を用い、繊維強化材としてのモデリングを行った。モデルは SiC 繊維を±30 度で 10 層重ねたモデルであり、外径 12 mm、内径 10 mm である。また、目指す破壊場所の検討と共に行うために、側面に R1.0 の円型ノッチを導入した。図 4.1 には試験片の内径がローディングピンより大きいケースの有限要素解析結果を示す。

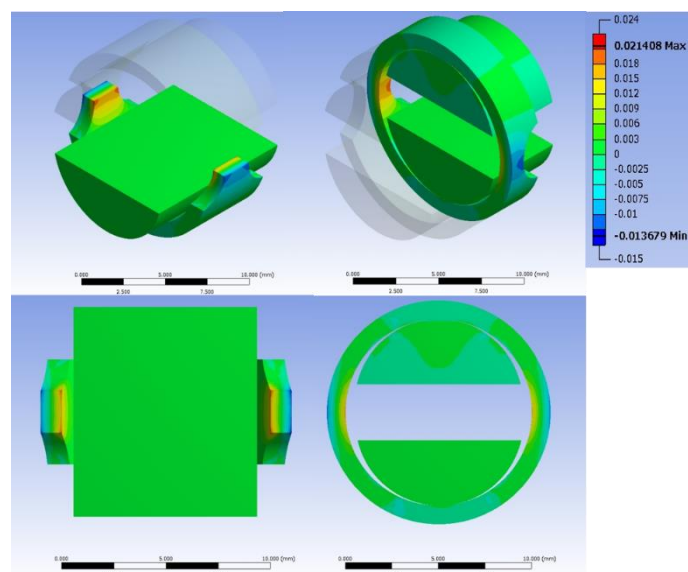


Fig. 4.1 試験片の内径がローディングピンより大きいケースの有限要素解析結果

図より試験片側面の内側には引張応力が作用していることが分かる。しかし曲げモーメントにより、試験片側面の外側には圧縮応力が作用している。図 4.2 には試験片の内径がローディングピンと同じケースの有限要素解析結果を示す。

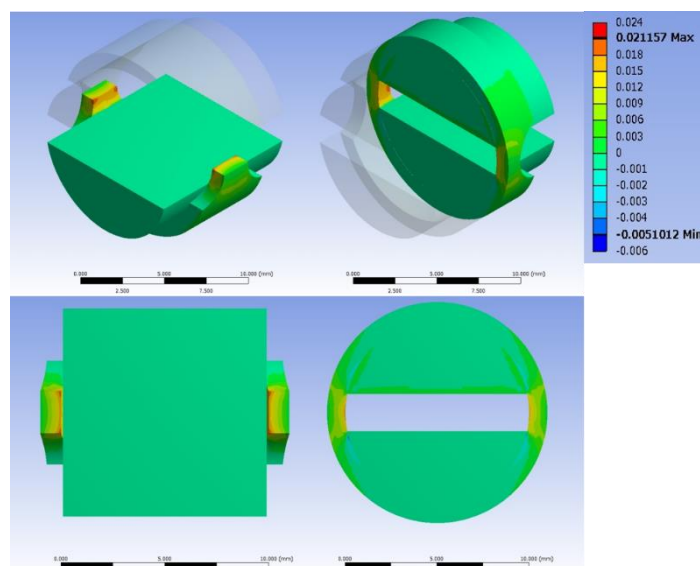


Fig. 4.2 試験片の内径がローディングピンと同じケースの有限要素解析結果

図より、試験片側面の内側には外側より比較的に大きい引張応力が作用していることが分かる。これは側面部全体的に引張応力が作用しており、内側と外側の引張応力の差があることを示す。内圧を受ける円筒とも同じような応力が作用しており、この条件を作ることができれば、フープ応力評価法として関連のあるデータを得ることができると期待される。

#### 4.2.2. 円周方向引張試験の破壊場所検討

試験片にノッチを入れ、上下、左右の破壊を起こし、破壊メカニズムの解析から本試験法で目指す破壊場所の検討を実施した。

##### 4.2.2.1. 供試材

供試材としては高温等方圧プレス (Hot Isostatic Press : HIP) で作製した NITE (Nano-Infiltration and Transient Eutectic-phase) SiC/SiC 複合材料燃料被覆管でフープ応力 200MPa 程度の相当品を用いた。強化材として用いた繊維は直径  $10\mu\text{m}$  の SiC 繊維 (Gef-NITE, GUNZE Limited, Japan) で繊維 1 束のフィラメント数は 800、繊維角度は  $\pm 30$  度である。繊維の体積率は約 45% であり、少量の酸化物添加剤を含む SiC パウダーを用いた。

試験片には破壊場所を特定するためにノッチを入れたものがあり、ノッチが R1.25 の円型ノッチである。試験片の寸法は外径 12 mm、内径 10 mm、厚さ 1 mm である。ノッチがない試験片は試験片外側の左右、ノッチがある試験片は試験片外側の上下左右にひずみゲージを張り付け、変形率データを習得した。図 4.3 には試験片の形の情報を示す。

ノッチがない試験片ではどこで破壊が起こるかを検討するため実験を行い、ノッチがある試験片ではノッチを上下にセッティングした実験と左右にセッティングした実験の 2 種類の実験を実施した。表 4-1 にはそれぞれの試験条件を示す。

実験には万能試験機 (AG-Xplus, Shimadzu corp., Japan) を用いて実験速度は 0.5 mm/min であった。

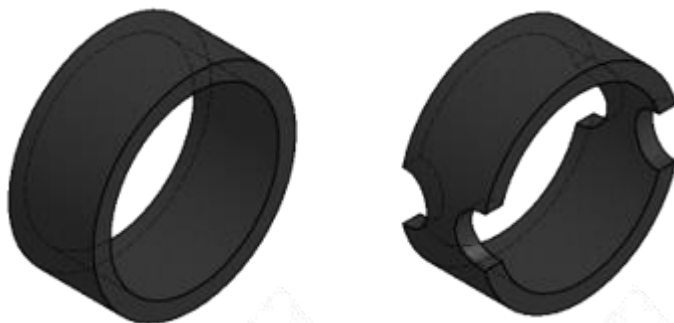


Fig. 4-3 試験片の外形情報

	ノッチ有無	ノッチ方向	外形	内径	厚さ
Test1	なし		12 mm	10 mm	1 mm
Test2	あり	上下	12 mm	10 mm	1 mm
Test3	あり	左右	12 mm	10 mm	1 mm

Table. 4-1 破壊場所検討のための実験条件

#### 4.2.2.2. 実験結果

##### 4.2.2.2.1. ひずみ-変形曲線結果

各実験条件でのひずみ-変形曲線からは側面に圧縮方向の変形が、上下面には引張方向の変形が確認できた。図 4-4 には Test1 のひずみ-変形曲線を示す。図より左右とも圧縮方向の変形が起こったことが分かる。しかし、これは曲げモーメントによる破壊であるため試験片の内側には引張方向の変形が作用していると考えられる。

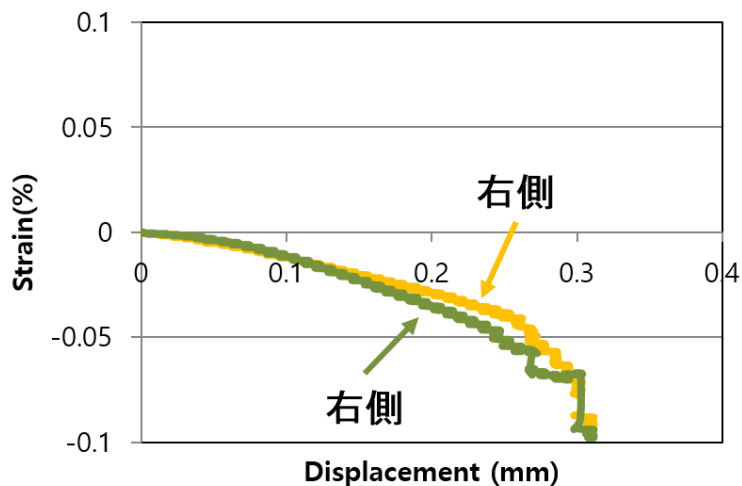


Fig. 4-4 Test1 のひずみ-変形曲線

図 4-5 には Test2 のひずみ-変形曲線を示す。Test1 と同様な変形が確認され、上下面に

は引張方向の変形が、側面には圧縮方向の変形が起こったことが分かる。Test2 は上下面での破壊を目指してノッチを上下にセッティングした実験であった。上下面で観察された引張方向の変形は曲げモーメントにより内側に圧縮方向の変形が起こったことを示すため、上下面の破壊を目指すのはよくないと考えられる。

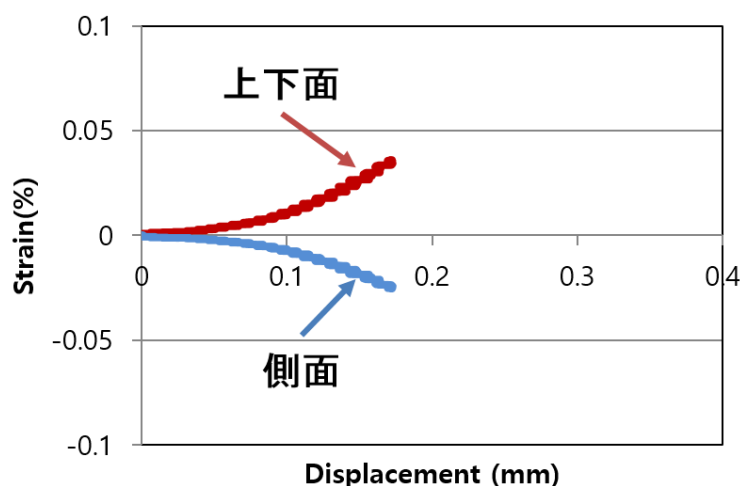


Fig. 4-5 Test2 のひずみ-変形曲線

図 4-6 には Test3 のひずみ-変形曲線を示す。Test3 は側面での破壊を目指し、ノッチを左右にセッティングしたケースである。上下面には引張方向の変形が、側面には圧縮方向の変形が確認された。これは曲げモーメントにより、試験片内側の側面に引張方向の変形は起きていることだと考えられる。

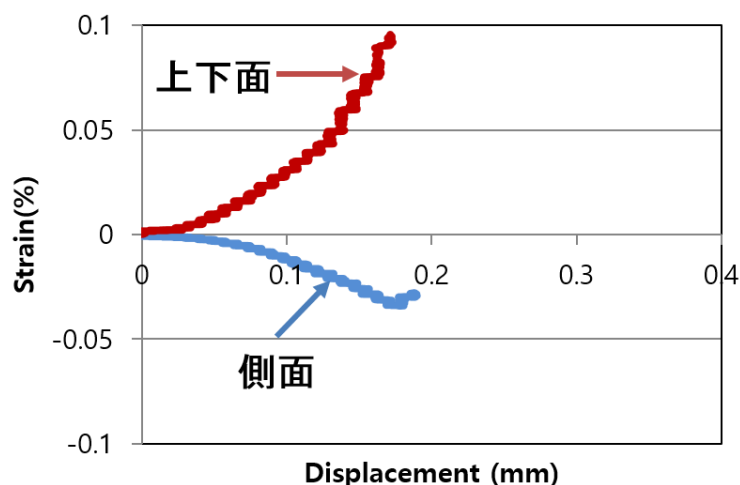


Fig. 4-6 Test3 のひずみ-変形曲線

#### 4. 2. 2. 2. 2. 破壊挙動結果

図 4-7 には Test1 の試験後の試験片の姿を示す。ノッチがない試験片では上部と左右の 3ヶ所で破壊が起こった。しかし、側面での破壊は真ん中ではなく、少し下の方で起こったこ

とが確認できる。

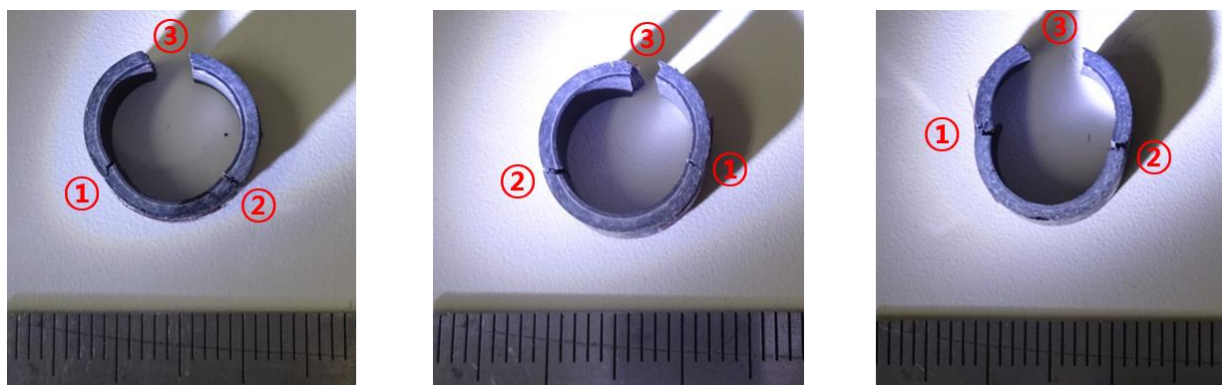


Fig. 4-7 Test1 の試験後の試験片姿

図 4-8 には Test2 の試験後の試験片の姿を示す。ノッチを上下にセッティングしたケースでも 3 ヶ所での破壊が確認できた。しかし、破壊場所は上下、側面の 1 ヶ所として 3 ヶ所となり、Test1 とは異なった。

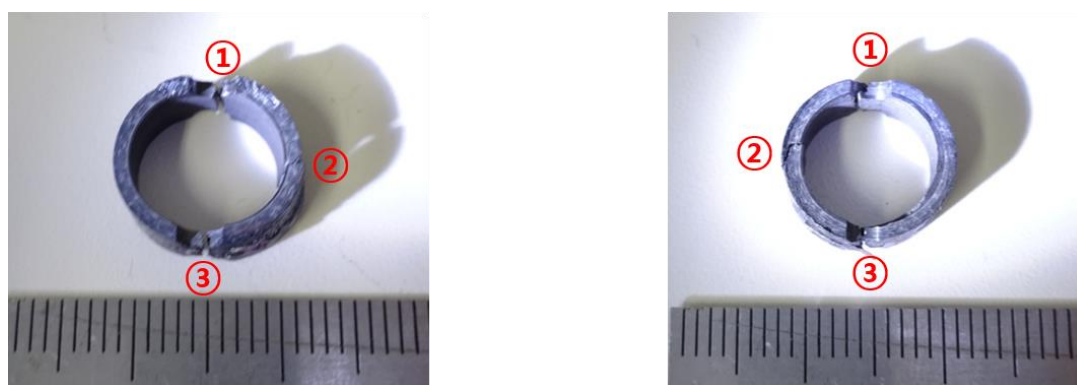


Fig. 4-8 Test2 の試験後の試験片姿

図 4-9 には Test3 の試験後の試験片姿を示す。このケースはノッチを側面にセッティングしたケースであり、破壊は側面 2 ヶ所のみ観察できた。

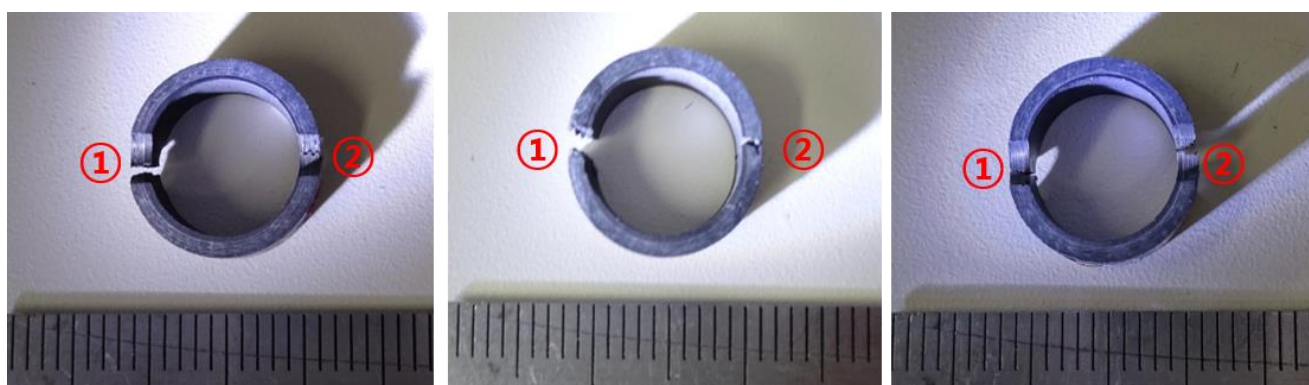


Fig. 4-9 Test3 の試験後の試験片姿



### 4.2.3. 考察

#### 4.2.3.1. 有限要素解析による考察

試験片の内径がローディングピンより大きいケースでは試験片全体的に曲げモーメントが作用しており、上下の内側には圧縮応力が、外側には引張応力が作用している。側面の内側には引張応力が、外側には圧縮応力が作用している。これから試験片の内径がローディングピンより大きいケースでは試験片内部で引張応力による破壊を目指すときに側面での破壊を目指した方が有利だと考えられる。

また、試験片の内径がローディングピンと同じケースでは上下の内側には引張応力が、外側には圧縮応力が作用している。側面の内側には比較的強い引張応力が、外側には比較的弱い引張応力が作用している。これから試験片の内径がローディングピンと同じケースでは試験片の内部の上下左右全体的に引張応力が作用している。そのため、試験片の内部に引張応力による破壊を起こす時にはどちらで破壊されても引張応力により破壊されると考えられる。しかし、上下面では曲げモーメントが作用しているため、内圧を受ける円筒のフープ応力と最も近いのは側面での破壊と考えられる。

以上から、二つのケース全部側面での破壊を目指すのがいいと考えられる。

#### 4.2.3.2. 破壊挙動による考察

ノッチがない試験片では上部と側面の3ヶ所で破壊が起こり、側面の破壊部は側面から少し下で起こっている。図4-8にはノッチがない試験片の破壊挙動の推定図を示す。図より試験片の全体的に曲げモーメントが作用するが、試験片とローディングピンが接触する上部で強い応力集中が発生して上部での破壊が先行する。そのあと試験片が開けられながら側面部の破壊が起こったと考えられる。上部での破壊は試験片とローディングピンの接触による応力集中の結果である。そのあと試験片が開けられながら起こる側面での破壊は曲げモーメントにより、内側の引張応力による破壊であるが、破壊場所が特定されないためよくないと考えられる。図4-9にはノッチありの試験片で上下面の破壊を目指してノッチを上下にセッティングしたケースの破壊挙動の推定図を示す。

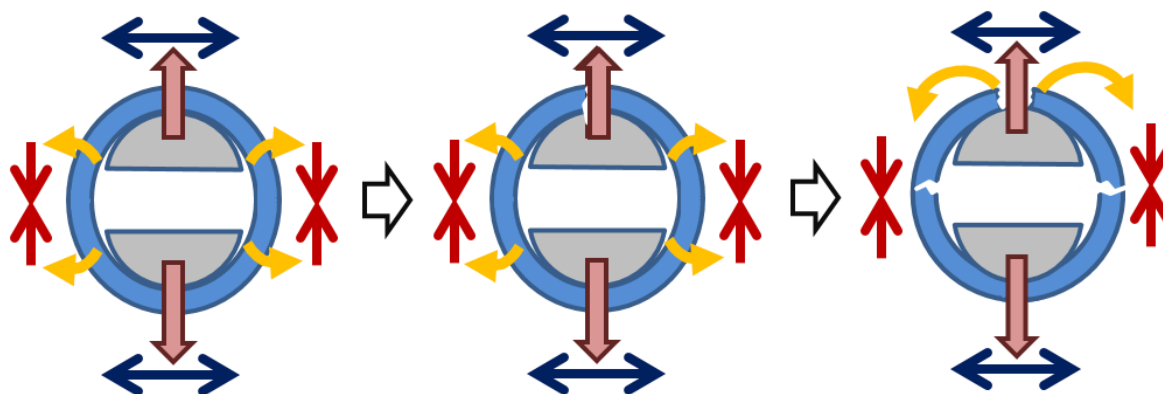


Fig. 4-8 ノッチなし試験片の破壊挙動推定図

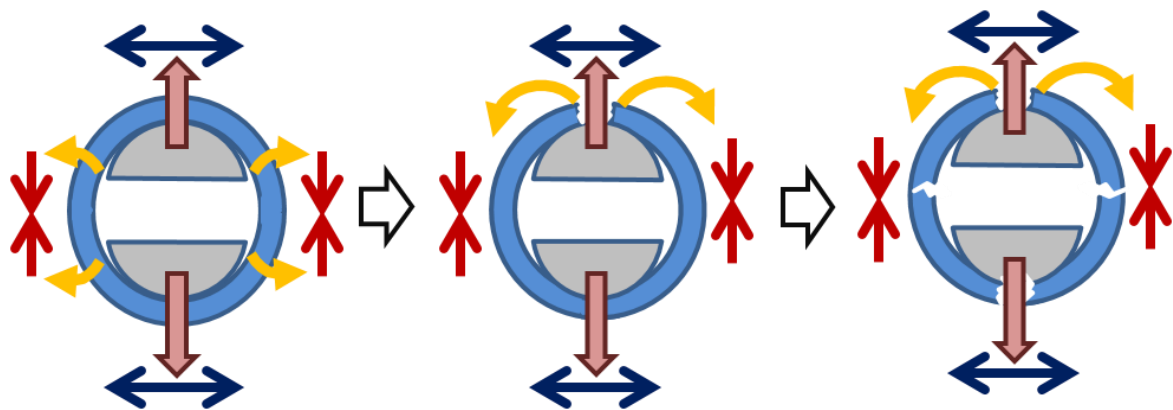


Fig. 4-9 ノッチを上下にセッティングした試験片の破壊挙動推定図

図よりノッチなし試験片と同様な破壊挙動が起こり、上部での破壊が先行している。そのあと、試験片が開けられながら側面の破壊が起こるが、ノッチにより弱くなった下部の破壊も起こった。このケースも試験片とローディングピンの接触により破壊が先行し、そのあと試験片が開けられながら曲げモーメントによる破壊が起こっている。しかし、側面では破壊場所の特定が難しく、下部でも試験片とローディングピンが接触しているためよくないと考えられる。図 4-10 にはノッチを左右にセッティングした試験片の破壊挙動推定図を示す。

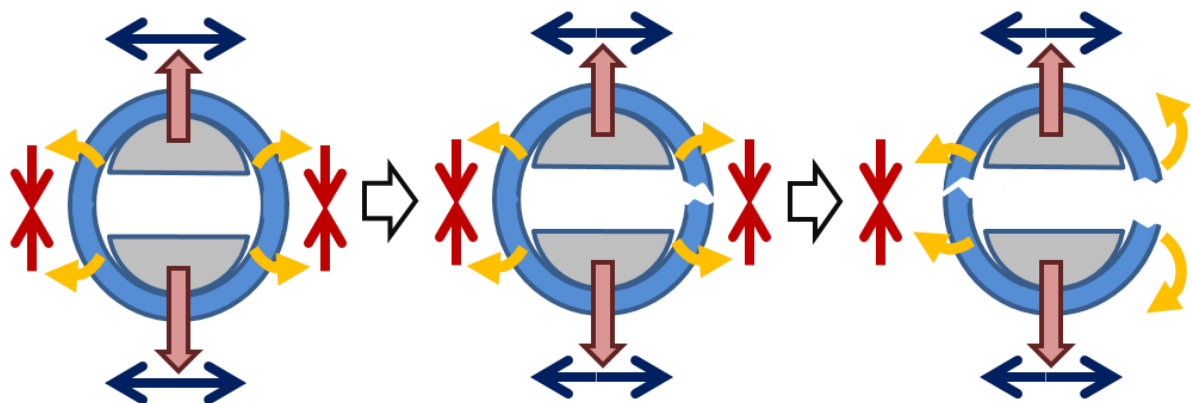


Fig. 4-10 ノッチを左右にセッティングした試験片の破壊挙動推定図

図より試験片の側面には引張応力が作用しており、比較的に大きい引張応力が作用している内側から亀裂が発生したと考えられる。そのあと試験片の破壊が起こり、試験片が開けられながら残りの側面一ヶ所に曲げモーメントによる破壊が起こったと考えられる。このケースでは試験片内側の側面には両方とも引張応力による破壊が起こり、円周方向引張試験時には側面の破壊を目指すことがいいと考えられる。

### 4.3. まとめ

円周方向引張試験時の破壊場所検討結果は以下に記述する。

- (1) ノッチがない試験片では上部、側面の 3 ヶ所で破壊が起こる。上部で試験片とローディングピンの接触による破壊が先行し、そのあと側面での破壊が起こるが、破壊

場所の特定が難しい。

- (2) 上下面での破壊を目指してノッチを上下にセッティングしたケースでは、試験片の上下、側面 1 ヶ所の 3 ヶ所で破壊が起こる。このケースでも上部で試験片とローディングピンの接触による破壊が先行し、試験片が開けられながら側面の 1 ヶ所と下部での破壊が起こる。
- (3) 側面での破壊を目指してノッチを左右にセッティングしたケースでは、引張応力により試験片の側面 1 ヶ所で破壊が起こり、試験片が開けられながら側面の残り 1 ヶ所でも破壊が起こる。このケースでは破壊場所全体に引張応力が作用しているため、円周方向引張試験時には側面の破壊を目指すことがいいと考えられる。
- (4) ノッチがない試験片はノッチを入れた試験片と異なる破壊挙動を示し、側面の破壊を目指すためにはノッチの導入が必要である。

#### 4.4. 結論及び今後の課題

第 4 章では円周方向引張試験時の破壊場所検討を実施した。側面での破壊を目指したケースでは内側に引張応力による破壊を起こすことが可能であり、側面での破壊を目指すことがいいと考えられる。しかし、側面での破壊を起こすためにノッチの導入が必要とされる。第 5 章では円周方向引張試験時の試験片ノッチの影響検討を行う。

## 参考文献

- [1] Rajesh Mishra, “FEM based prediction of 3D woven fabric reinforced concrete under mechanical load” , Journal of Building Engineering, 18, p.95–106, (2018)
- [2] J.C.Li, X.W.Chen, F.L.Huang, “FEM analysis on the deformation and failure of fiber reinforced metallic glass matrix composite” , Materials Science and Engineering: A, 652, p.145–166, (2016)
- [3] Mehran Shariat, Hamid Eskandari–Naddaf, Morteza Tayyebinia, Mohammad Sadeghian, “Sensitivity Analysis of Reinforced Concrete Deep Beam by STM and FEM (Part III)” , Materialstoday:Proceedings, 5(2), p.5529–5535, (2018)
- [4] A.V. Malakhov, A.N. Polilov, “Design of composite structures reinforced curvilinear fibres using FEM” , Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 87, p23–28, (2016)
- [5] Rodrigo Ribeiro Paccola, Humberto Breves Coda, “A direct FEM approach for particulate reinforced elastic solids” , Composite Structures, 144, p.282–291, (2016)
- [6] D.Nicolaidis, G.Markou, “Modelling the flexural behaviour of fibre reinforced concrete beams with FEM” , Engineering Structures, 99, p.653–665, (2015)
- [7] Chao Zhang, Junhua Zhao, Timon Rabczuk, “The interface strength and delamination of fiber–reinforced composites using a continuum modeling approach” , Composites Part B: Engineering, 137, p.225–234, (2018)
- [8] Yu Miao, Tiancan Sun, Hongping Zhu, Qiao Wang, “A new model for the analysis of reinforced concrete members with a coupled HdBNM/FEM” , Applied Mathematical Modelling, 38(23), p.5582–5591, (2014)
- [9] R.Rentsch, O.Pecat, E.Brinksmeier, “Macro and micro process modeling of the cutting of carbon fiber reinforced plastics using FEM” , Procedia Engineering, 10, p.1823–1828, (2011)
- [10] Francesco Naddeo, Nicola Cappetti, Alessandro Naddeo, “Automatic versatile parametric procedure for a complete FEM structural analysis of composites having cylinder–shaped reinforcing fibres” , Computational Materials Science, 81, p.239–245, (2014)
- [11] Lyazid Bouhala, Ahmed Makradi, Salim Belouettar, Hassania Kiefer–Kamal, Patrick Frères, “Modelling of failure in long fibres reinforced composites by X–FEM and cohesive zone model” , Composites Part B: Engineering, 55, p.352–361, (2013)

- [12] M. Mehdi Mirzazadeh, Mark F.Green, “Non-linear finite element analysis of reinforced concrete beams with temperature differentials” , Engineering Structures, 152, p.920–933, (2017)
- [13] Nihad Tareq KhshainAl-Saadi, Riyadh Al-Mahaidi, “Modelling of near-surface mounted carbon fibre reinforced polymer strips embedded in concrete with cement-based adhesive” , Construction and Building Materials, 127, p.383–393, (2016)
- [14] Simon P.H. Skovsgaard, Henrik Myhre Jensen, “Constitutive model for imperfectly bonded fibre-reinforced composites” , Composite Structures, 192, p.82–92, (2018)
- [15] Muhammad Safdar, Takashi Matsumoto, Ko Kakuma, “Flexural behavior of reinforced concrete beams repaired with ultra-high performance fiber reinforced concrete (UHPFRC)” , Composite Structures, 157, p.448–460, (2016)
- [16] T.Niezgoda, A.Derewońko, “Multiscale composite FEM modeling” , Procedia Engineering, 1(1), p.209–212, (2009)
- [17] M. S. M. Sampaio, R.R.Paccola, H.B.Coda, “A geometrically nonlinear FEM formulation for the analysis of fiber reinforced laminated plates and shells” , Composite Structures, 119, p.799–814, (2015)
- [18] Nikolina Živaljić, Željana Nikolić, Hrvoje Smoljanović, “Computational aspects of the combined finite-discrete element method in modelling of plane reinforced concrete structures” , Engineering Fracture Mechanics, 131, p.669–686, (2014)

## 第 5 章

# 円周方向引張試験時の ノッチ形状影響の究明

## 第5章 円周方向引張試験時のノッチ形状影響検討

### 5.1. 緒言

第4章では円周方向引張試験時の破壊場所の検討を実施した。その結果、側面の破壊を目指すためにはノッチの導入が必要であった。第5章では円周方向引張試験時のノッチ影響の検討を実施する。

### 5.2. 実験方法

円周方向引張試験時のノッチ影響の検討のため、異なる3種類のノッチ試験片を用いて有限要素解析、円周方向引張試験、デジタル画像相関法による変形挙動解析、走査電子顕微鏡を用いて破断面の観察を実施する。第4章の結果で試験片とローディングピンが上部の一枚所で接触すると破壊挙動が異なり、これを下げるためにローディングピン上の1mmを切り出す改良を行った。図5-1には改良したローディングピンの情報を示す。

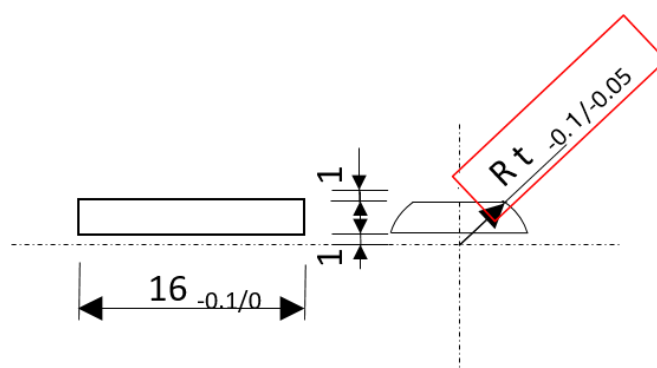


Fig. 5-1 改良したローディングピン

#### 5.2.1. 円周方向引張試験によるノッチ影響検討

##### 5.2.1.1. 供試材

供試材としては高温等方圧プレス (Hot Isostatic Press :HIP) で作製した NITE (Nano-Infiltration and Transient Eutectic-phase) SiC/SiC 複合材料燃料被覆管でフープ応力 200MPa 程度の相当品を用いた。強化材として用いた繊維は直径  $10\mu\text{m}$  の SiC 繊維 (Gef-NITE, GUNZE Limited, Japan) で繊維1束のフィラメント数は 800、繊維角度は  $\pm 30$  度である。繊維の体積率は約 45% であり、少量の酸化剤を含む SiC パウダーを用いた。

試験片は異なる4種類のノッチ形状を持っており、図5-2には用いた試験片のノッチ形状と寸法を示す。(a)の Unnotched Specimen は US、(b)の Circle Shape Specimen は CS、(c)

の Triangle Shape Specimen は TS、(d) の Bar Shape Specimen は BS と呼ぶ。各試験片の内側の上下左右 4 ヶ所にはひずみゲージを張り付けて変形率データを習得した。

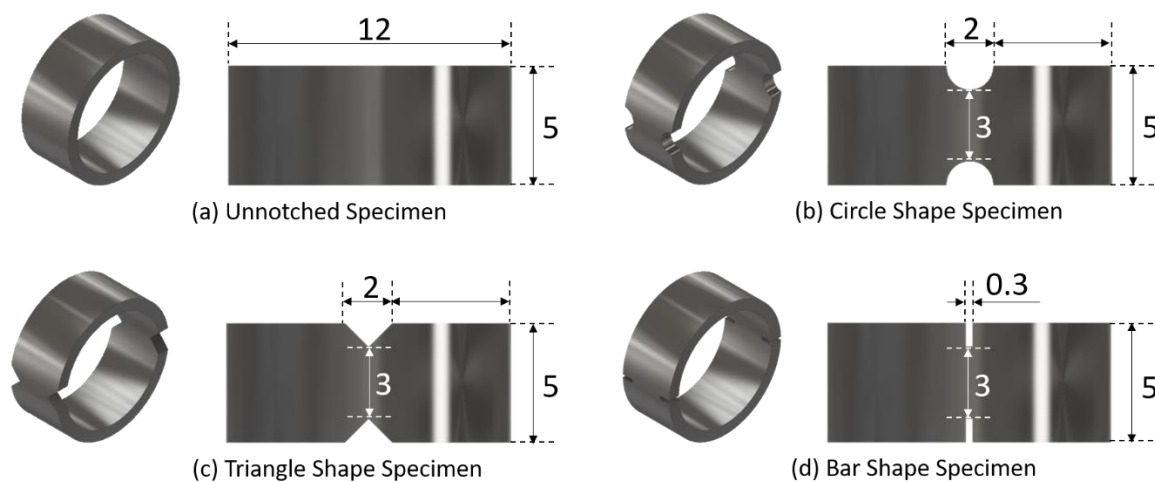


Fig. 5-2 ノッチ影響検討のため用いた試験片の種類と寸法

### 5.2.1.2. 荷重-ひずみ曲線結果

図 5-3 には US の荷重-ひずみ曲線を示す。図より US では側面での破壊ひずみ量が 0.013~0.018 であることが分かる。前方と後方の破壊ひずみ差は 0.005 であり、平均破壊ひずみ量は 0.0155 である。

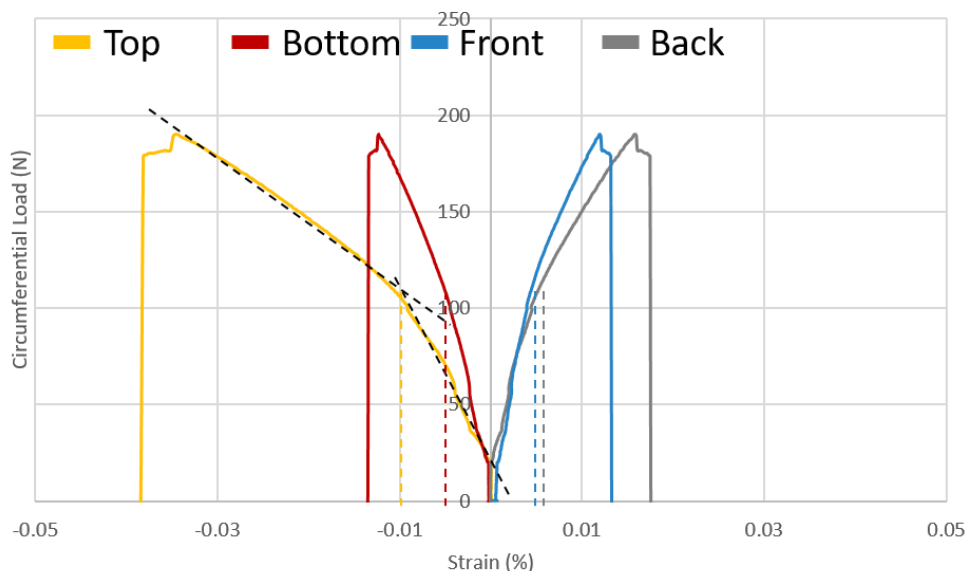


Fig. 5-3 US の荷重-ひずみ曲線



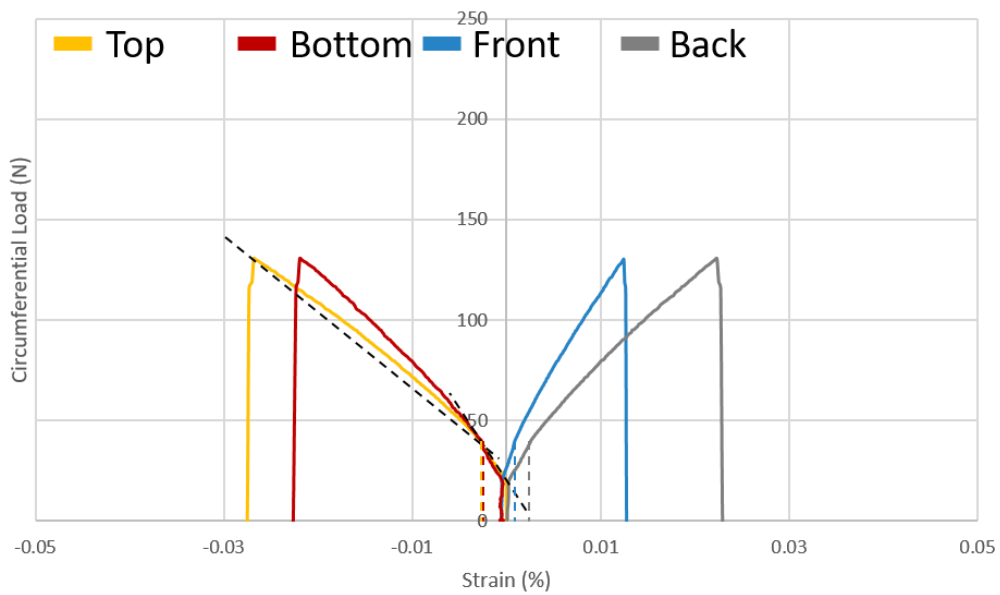


Fig. 5-4 RSの荷重-ひずみ曲線

図5-4にはRSの荷重-ひずみ曲線を示す。図よりRSでは側面での破壊ひずみ量が0.013~0.023である。円形ノッチでは前方と後方での破壊ひずみ差が0.01で比較的に大きく観察でき、平均破壊ひずみ量は0.018である。

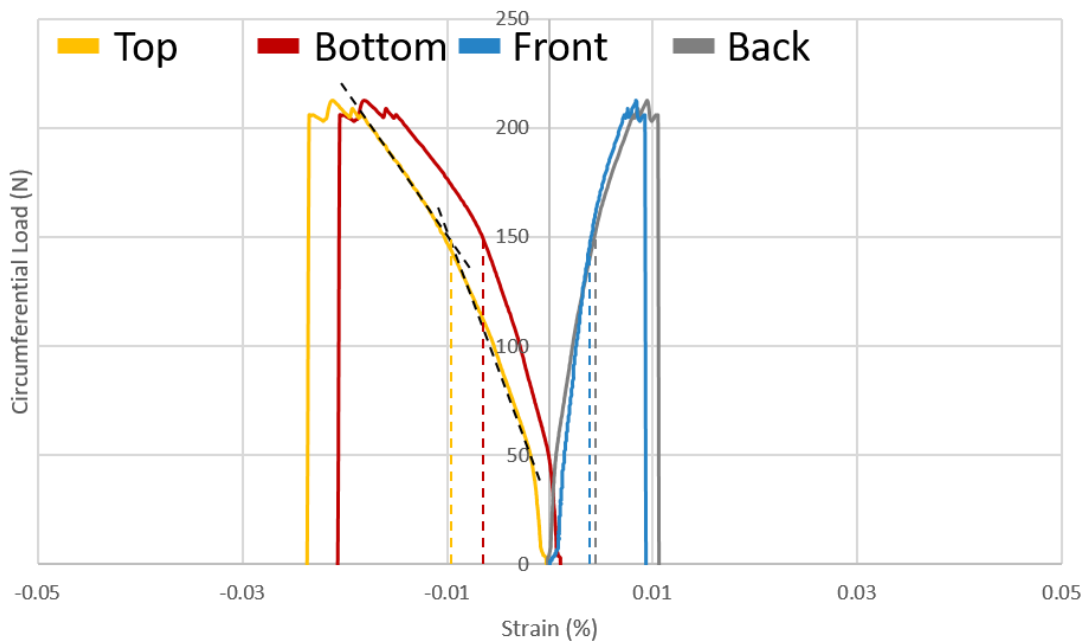


Fig. 5-5 TSの荷重-ひずみ曲線

図5-5にはTSの荷重-ひずみ曲線を示す。図よりTSでは側面での破壊ひずみ量が0.009~0.011であり、その差が0.002で比較的に小さい。平均破壊ひずみ量は0.01である。

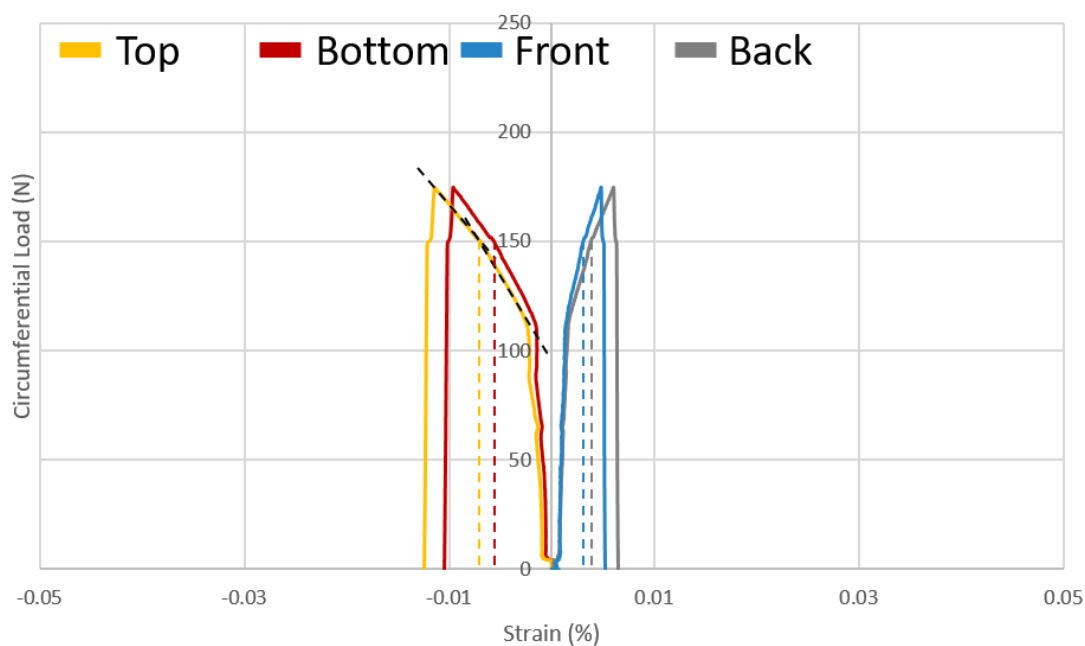


Fig. 5-6 BS の荷重-ひずみ曲線

図 5-6 には BS の荷重-ひずみ曲線を示す。図より BS では側面の破壊ひずみ量が 0.005～0.007 であり、その差が 0.002 で TS と同じく比較的に小さい。また、平均破壊ひずみ量は 0.006 である。

### 5.2.1.3. デジタル画像相関法による変形挙動解析結果

デジタル画像相関法は試験片にあるマークを入れて画像を取り、マークの移動から変形挙動を示してくれる方法である。本実験では試験片の側面に白い塗料をかけ、その上に黒い塗料を噴射することでマークを入れた。図 5-7 にはマークを入れた試験片の表面を示す。

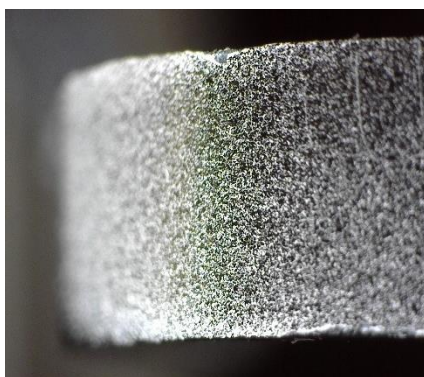


Fig. 5-7 デジタル画像相関法のためにマークを入れた試験片の表面

図 5-8 には US のデジタル画像相関法による変形挙動解析結果を示す。図より試験片外側の側面には大変形は観察できなかつた。画面で観察できる細長い変形挙動は強化材として用いた繊維配向の影響と考えられる。

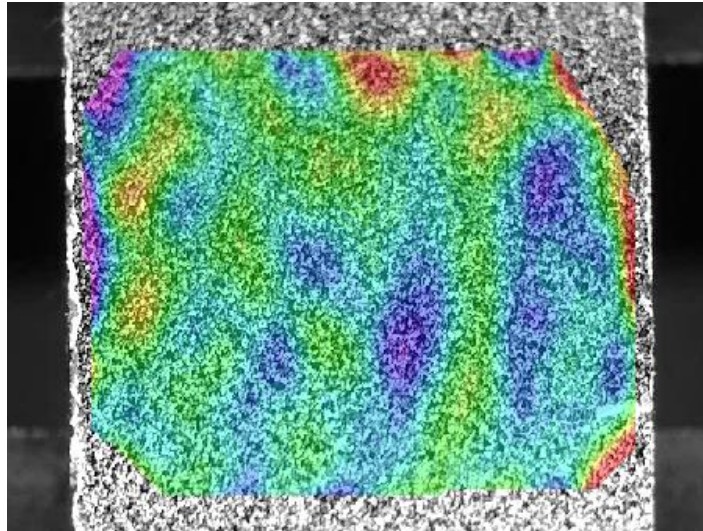


Fig. 5-8 US のデジタル画像相関法による変形挙動解析結果

図 5-9 には RS のデジタル画像相関法による変形挙動解析結果を示す。図より試験片外側の側面にはノッチによりある程度の大変形が観察でき、繊維配向の影響によりつながった大変形も観察できる。しかし、この大変形はローカル的に分布している。

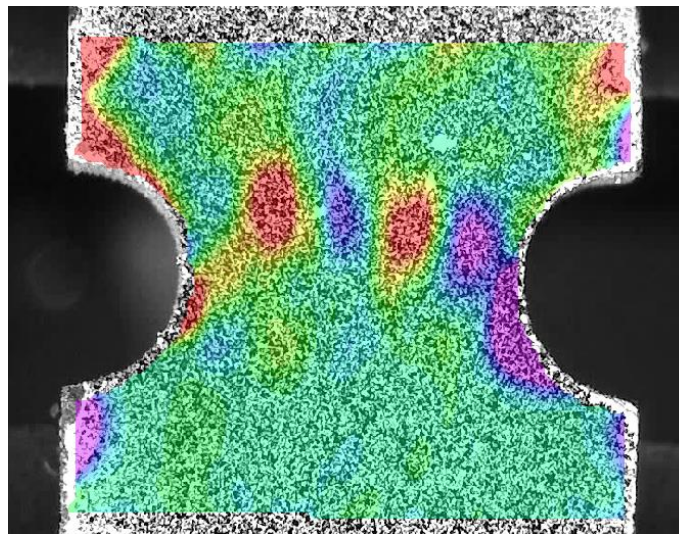


Fig. 5-9 RS のデジタル画像相関法による変形挙動解析結果

図 5-10 には TS のデジタル画像相関法による変形挙動解析結果を示す。図より試験片外側の側面にはノッチによる大変形が観察できた。この大変形はノッチ先端部に集中されており、直線的に観察された、この結果は TS のノッチが試験片の破断部をコントロールすることに効果的であることを示す。



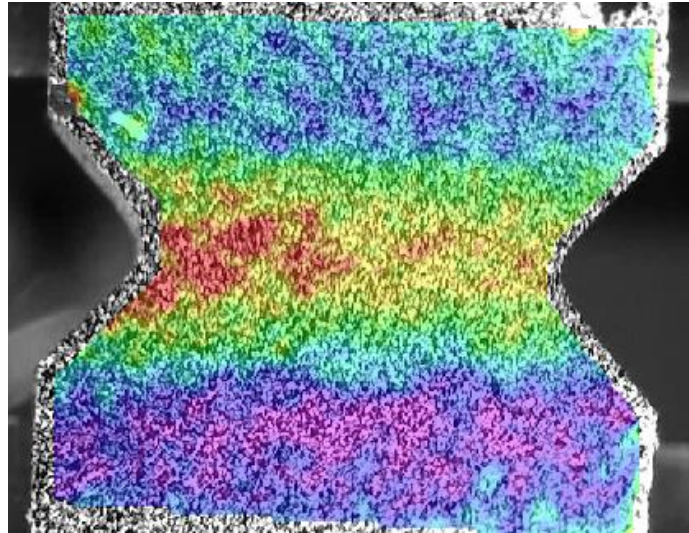


Fig. 5-10 TS のデジタル画像相関法による変形挙動解析結果

#### 5.2.1.4. 走査電子顕微鏡を用いて破断面の観察

図 5-11 には US と RS の破壊された後の破断面観察結果を示す。図よりミクロ的に見ると繊維束での切断や層間剥離などが観察でき、このような混合された破壊挙動による複雑な破壊が観察できる。これは曲げモーメントによる破壊でよく観察される現象であり、側面での破壊を目指すために必要な応力集中が発生してないことが原因と考えられる。図 5-12 には TS と BS の破壊された後の破断面観察結果を示す。図よりマクロ的に見ると比較的平らな破壊が観察できる。しかし、ミクロ的に見ると繊維一本での引く抜けなどが観察できる。これは引張による破壊でよく観察できる現象であり、側面での破壊を目指すために必要な十分な応力が集中されていることを示す。

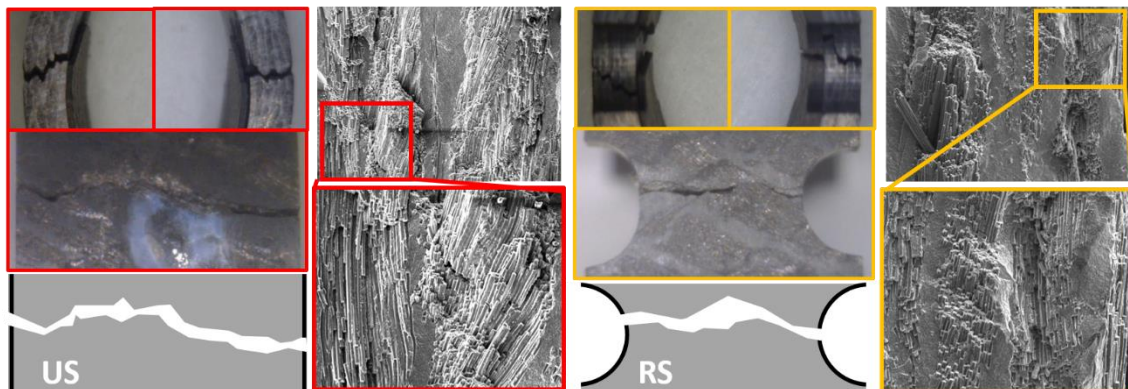


Fig. 5-11 US と RS の破壊された後の破断面観察結果

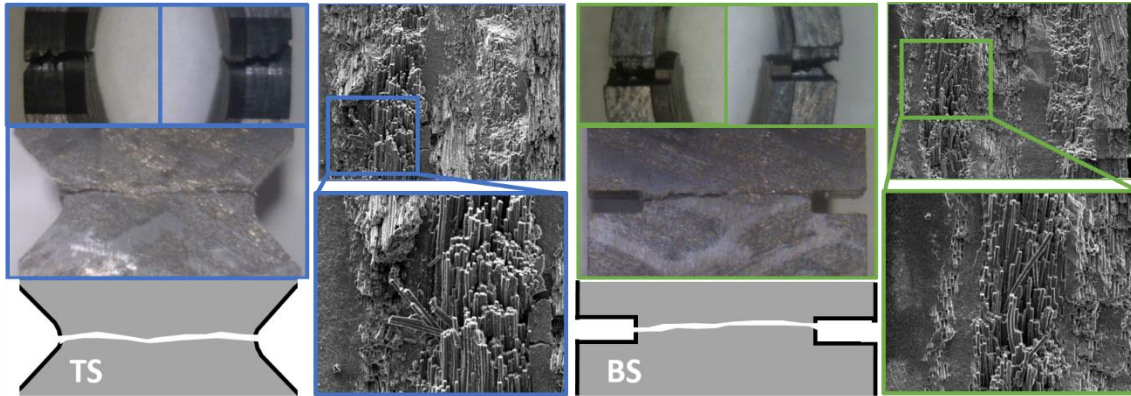


Fig. 5-12 TS と BS の破壊された後の破断面観察結果

### 5.2.1.5. 有限要素解析によるノッチ先端の応力分布

有限要素解析のために用いたプログラムは ANSYS18 である。ANSYS18 では様々な解析ができ、本実験では静的構造解析を用いた。また、モデリングには ANSYS Composite Prepost を用い、繊維強化材としてのモデリングを行った。モデルは SiC 繊維を  $\pm 30$  度で 10 層重ねたモデルであり、外径 12 mm、内径 10 mm である。図 5-13 には各ノッチ形状別のノッチ部の応力分布を示す。本モデルはフープ試験片の 1/8 モデルである。

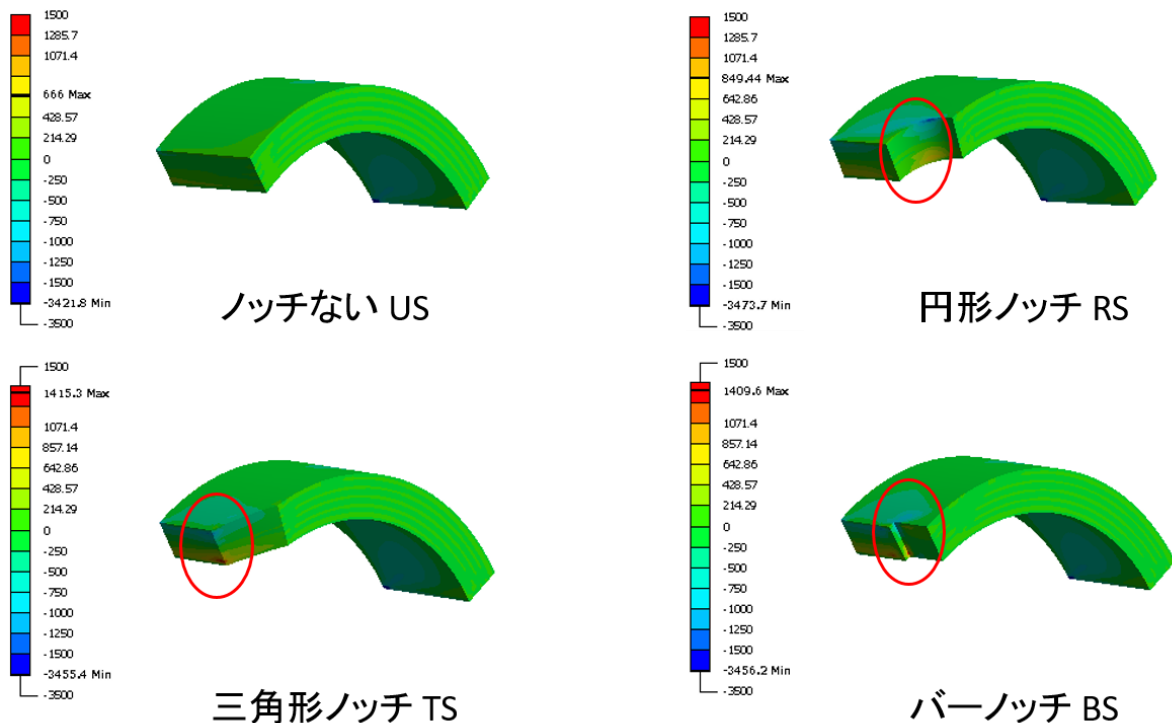


Fig. 5-13 各ノッチ形状別のノッチ部の応力分布を

図よりノッチがない US では側面部に弱い応力集中が観察でき、側面部の内壁には引張応力が作用していることが分かる。しかし外壁での応力はほぼゼロである。円形ノッチの RS ではノッチ先端部に弱い応力集中が観察でき、ノッチ部全体に引張応力が作用していること

が分かる。また、RS でも US と同じく外壁での応力がほぼゼロとなっている。三角形ノッチを持つ TS ではノッチ先端部の内壁に強い引張応力の集中が発生している。また、外壁の応力はほぼゼロである。最後にバーノッチを持ち BS ではノッチ先端部の内壁に強い引張応力集中が発生しており、外壁の応力はほぼゼロである。

## 5.2.2. 考察

### 5.2.2.1. 荷重-ひずみ曲線結果による考察

ノッチがない US では応力集中が発生しないため、破壊部である側面の破壊ひずみ量の差が 0.005 で比較的に高く評価された。円形ノッチの RS でも弱い応力集中のため、破壊部である側面の破壊ひずみ量の差が 0.01 で高く評価された。一步、比較的に強い応力集中が発生する三角形ノッチの TS やバーノッチの BS では破壊部である側面の破壊ひずみ量の差が 0.002 で小さく観察された。モデル作成には「材料が一定のひずみに到達すると破壊させる」として取り扱って行くため、荷重-ひずみ曲線結果の観点からは TS や BS のノッチ導入が効果的と考えられる。

### 5.2.2.2. デジタル画像相関法による考察

US の結果からノッチがない試験片では強化材として用いた繊維の配向の影響が強く作用していると考えられる。RS の結果からはある程度の大変形は観察されるがその変形はローカルのであり、繊維配向の影響も観察できる。これはノッチ先端部での破壊を起こすことが難しく、より強い応力集中が必要であることを示す。また、荷重-ひずみ曲線結果とも相関があり、側面で強い応力集中が発生してないため側面より上下面での破壊が先行していると考えられる。TS の結果からはノッチ先端部に強い大変形が観察され、上下面より側面での破壊が先行していることを示す。また、この結果から試験片の側面には内側と外側全体的に引張応力が発生していると考えられる。画面上、ノッチ先端部の上下に発生している圧縮方向の大変形は実際に圧縮方向への変形ではなく、2次元解析プログラムを使用しているため、前方後方の Z 軸への移動の影響と考えられる。

### 5.2.2.3. 破断面観察による考察

US のマクロ的な破断面を見ると比較的に複雑な破断が観察できる。これはミクロ的にも多様な破壊挙動が起こっていることを示し、弱い応力で破壊されていると考えられる。破断面観察写真から見ると繊維束での亀裂や剥離が観察できる。これは曲げ試験でよく観察される現象であり、上下面での亀裂が先行した後に試験片が開けられながら曲げモーメントによる破壊が起こったと考えられる。RS でも同じく比較的に複雑な破断面が観察されており、ミクロ的な観察でも繊維束での亀裂や剥離が観察できるため、側面で曲げモーメントによる破壊が起こったと考えられる。TS、BS では比較的に平らな破断面が観察されている。これはミクロ的な観察からは繊維一本での引く抜けが観察され、これは引張による破壊でよく観察される現象である。すなわち、US、RS の側面は曲げモーメントによる破壊が起こっており、TS、BS の側面は引張による破壊が起こっていると考えられる。

#### 5.2.2.4. 有限要素解析による考察

US ではノッチがないため、応力集中は観察できなかった。RS ではノッチ先端部から弱い応力集中が観察できる。TS ではノッチ先端部に強い応力集中が発生しており、ほかの試験片よりも最も強い応力集中が観察できた。BS でもノッチ先端部での強い応力集中が発生している。しかし、この応力集中はノッチ角の2ヶ所で観察できる。これからの結果から、側面での破壊を起こすためには最も強い応力集中が発生しているTSのノッチが有利と考えられる。

#### 5.3. まとめ

円周方向引張試験時のノッチ形状影響検討結果は以下に記述する。

- (1) US、RS では側面より上下面での亀裂が先行している。破断面観察からの結果、US、RS の側面では曲げモーメントによる破壊が起こっていると考えられる。
- (2) デジタル画像相関法を用いた変形挙動解析結果、US、RS には応力集中による破壊と共に繊維の配向影響も強く作用していると考えられる。
- (3) TS、BS では側面で引張応力による亀裂が先行している。破断面観察からの結果、TS、BS の側面では引張による破壊が起こっていると考えられる。
- (4) 側面で引張応力による破壊を起こすためにはTS、BSの方がいいと考えられる。しかし、BSの場合はノッチ角の2ヶ所で応力集中が起こるため、最もいいノッチ形状はTSと考えられる。

#### 5.4. 結論及び今後の課題

第5章では円周方向引張試験時のノッチ形状影響検討を実施した。US、RS では上下面の亀裂が先行しており、側面では曲げモーメントによる破壊が起こっていると考えられる。また、弱い応力集中のため比較的繊維配向の影響も作用していると考えられる。一方、TS、BS では側面で引張応力による亀裂が先行し、側面では引張の夜破壊が起こっていると考えられる。また強い応力集中のため比較的繊維配向の影響が出てないと考えられる。試験片側面の内側に引張応力による破壊を起こすためにはTS、BSの方が有効であると考えられるが、BSではノッチ角の2ヶ所で応力集中が発生しているため、最もいいノッチ形状はTSと考えられる。

本試験法の開発においてSiC/SiC複合材料の試験片を入手することはかなり難しく、試験法の強度データの相関性を確認することができる十分な実験データを得ることは困難であった。実際に照射後試験のためには制限された試料からより多くのデータを得る必要がある。そのため、第6章では円周方向引張試験における微小試験片技術の検討を実施する。

## 参考文献

- [1] P. Meyer, A.M. Waas, “Experimental results on the elevated temperature tensile response of SiC/SiC ceramic matrix notched composites”, *Composites Part B: Engineering*, 143, p.269–281, (2018)
- [2] W.G. Mao, J. Chen, M.S. Si, R.F. Zhang, Z.B. Peng, C.Y. Dai, Q.S. Ma, D.N. Fang, “Study of mechanical properties and cracking extension resistance behavior of C/SiC composites by single edge notched beam and digital image correlation techniques”, *Materials Science and Engineering: A*, 649, p.222–228, (2016)
- [3] Gülcan Toktaş, Alaaddin Toktaş, “Estimating fracture toughness of various matrix structured ductile iron using circumferentially notched tensile bars”, *Engineering Fracture Mechanics*, 194, 1–8, (2018)
- [4] G.J. Yang, B. Xu, C. Qi, L.T. Kong, J.F. Li, “Effect of notch depth on the mechanical behavior of Cu50Zr50 metallic glasses revealed by molecular dynamics simulations”, *Intermetallics*, 93, p.303–311, (2018)
- [5] Gangchang Ji, Shengru Qiao, Shuangming Duc, Dong Han, Mei Li, “Three-point bending fracture characteristics of three-dimensional-C/SiC with single-edge notch beam specimens”, *Materials Science and Engineering: A*, 483–484, p.123–126, (2008)
- [6] Ruitao Qu, Peng Zhang, Zhefeng Zhang, “Notch Effect of Materials: Strengthening or Weakening?”, *Journal of Materials Science & Technology*, 30(6), p.599–608, (2014)
- [7] S.T. Mileiko, “Fracture-toughness/notch-sensitivity correlation for metal- and ceramic-based fibrous composites”, *Composites Part B: Engineering*, 116, p.1–6, (2017)
- [8] J.C. McNulty, M.Y. He, F.W. Zok, “Notch sensitivity of fatigue life in a Sylramic TM/SiC composite at elevated temperature”, *Composites Science and Technology*, 61(9), p.1331–1338, (2001)
- [9] B. Kondori, A.A. Benzerga, “On the notch ductility of a magnesium-rare earth alloy”, *Materials Science and Engineering: A*, 647, p.74–83, (2015)
- [10] Keisuke Tanaka, Yoshiaki Akiniwa, Hirohisa Kimachi, Yasuki Kita, “R-curve behavior in fracture of notched porous ceramics”, *Engineering Fracture Mechanics*, 70(9), p.1101–1113, (2003)
- [11] J.X. Zhao, F.F. Wu, R.T. Qu, S.X. Li, Z.F. Zhang, “Plastic deformability of metallic glass by artificial macroscopic notches”, *Acta Materialia*, 58(16), p.5420–5432, (2010)



[12] R. Louks, H. Askes, L. Susmel, “A generalised approach to rapid finite element design of notched materials against static loading using the Theory of Critical Distances” , *Materials & Design*, 108, p.769–779, (2016)

[13] Hiroyuki Miyazaki, Yu-ichi Yoshizawa, Kiyoshi Hirao, Tatsuki Ohji, Hideki Hyuga, “Measurements of fracture toughness of ceramic thin plates through single-edge V-notch plate method” , *Journal of the European Ceramic Society*, 36(16), p.4327–4331, (2016)

[14] T. Nozawa, H. Tanigawa, “Tensile test technique for composites using small notched specimens” , *Journal of Nuclear Materials*, 417(1–3), p.440–444, (2011)

[15] Varun P. Rajan, Frank W. Zok, “Stress distributions in bluntly-notched ceramic composite laminates” , *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 60, 15–23, (2014)

## 第 6 章

# 他試験法との相関関係の検討

## 第6章 他試験法との相関関係の検討

### 6.1. 緒言

第6章では円周方向引張試験法の結果を他試験法と比較検討を実施し、相関関係を確立させる。また、円周方向引張試験法で得られた荷重データからフープ応力の計算できる換算式を導出する。

### 6.2. 検討されている SiC/SiC 複合材料の強度特性評価法

#### 6.2.1. オープンエンドバースト試験

現在、SiC/SiC 複合材料の強度特性評価法として最も信頼され、用いられる試験法としてオープンエンドバースト試験の応用検討が行っている。この試験は材料の応力-ひずみ関係が単軸状態であり、従来の CEB 方式で必要な被覆管長さに比べて数分の一の長さの短尺試験片が使える。さらにセラミックス材料のように試験時の高い内圧を溶接法等でシールすることが困難な材料に適用できるメリットがある。しかし、専用の装置が必要であり、試験片の中に水などを入れて爆発さ仕組みであるため、照射後試験などに用いるときには十分気を付けないといけない。また、試験法の仕組みが複雑である。

#### 6.2.2. プラグ膨張試験

プラグ膨張試験では供試管に挿入した中子を圧縮・膨張させて管を膨張させる試験である。ペレットと円管との機械的相互作用 (PCMI) 力を模擬しているため、円管の円周方向ひずみの予測評価には好都合の負荷体系を持っている。しかし、応力値は中子の圧縮力から数値解析を介して換算する必要があり正確さが課題である。

#### 6.2.3. Cリング圧縮試験

Cリング圧縮試験はCリングを圧縮する簡単な仕組みの試験法である。しかし、曲げモーメントによる破壊が起こっているため、フープ応力との相関計算が難しい。さらに、リングの形をしている試験片ではあるが、試験としては3点曲げ試験になる可能性もある。

### 6.3. オープンエンドバースト経験式

SiC/SiC 複合材料は弾性率の高い材料であり、現在までの研究結果よりフープひずみ 0.02 ~ 0.05%程度で破壊されると考えられる。図 6-1 にはオープンエンドバースト試験結果を示す。

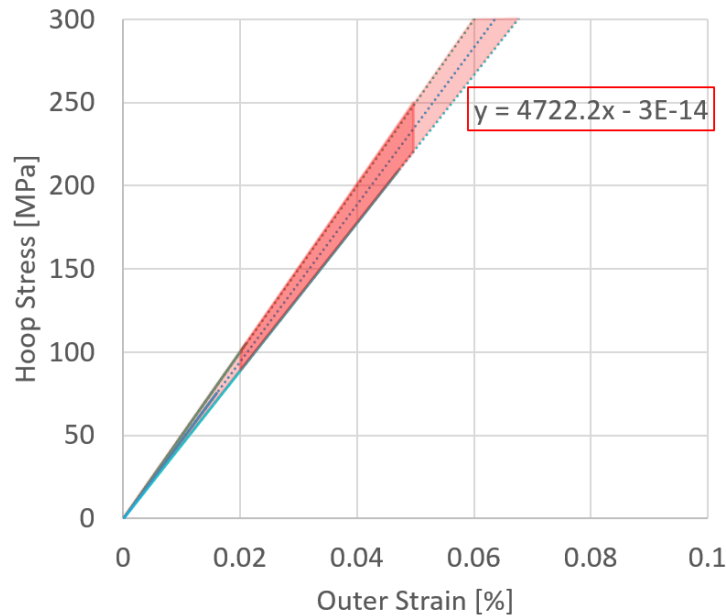


Fig. 5-13 オープンエンドバースト試験結果

オープンエンドバースト試験の供試材としては高温等方圧プレスで作製した NITE-SiC/SiC 複合材料燃料被覆管でフープ応力 200MPa 程度の相当品を用いた。強化材として用いた繊維は直径  $10\mu\text{m}$  の SiC 繊維 (Cef-NITE, GUNZE Limited, Japan) で繊維 1 束のフィラメント数は 800、繊維角度は  $\pm 30$  度である。このグラフから式 6-1 のように経験式を導出する。 $y$  フープ応力であり、 $x$  は外壁のひずみである。

$$y = 4722.2x \quad (6-1)$$

#### 6.4. 円周方向引張試験のフープ強度推定式

円周方向引張試験の結果は第 5 章での試験データを用いた。しかし、このデータからひずみ量を直接使うことができない 2 つの問題点がある。その 1 つ目は円筒の内側と外側の直径の差である。本試験で用いた供試材の内径は 10 mm、外径は 12 mm である。SiC/SiC 複合材料が破壊される 0.02% のひずみとしても直径の差があるため、そのひずみ量が違う。

$$2r_o\pi * 0.02 = 0.007536 \quad (6-2)$$

$$2r_i\pi * 0.02 = 0.006280 \quad (6-3)$$

式 6-2 には外側での 0.02%、式 6-3 には内側での 0.02% を計算している。ここで  $r_o$  供試材の外輪の半径、 $r_i$  は供試材の内輪の半径、 $\pi$  は円周率である。外側のひずみ量は内側と比べ 1.2 倍あり、外壁にひずみゲージを張り付けて測定したオープンエンドバースト試験のひずみと比較するためには、内壁にひずみゲージを張り付けて測定した円周方向引張試験のひずみに 1.2 倍をしないといけない。

問題点の 2 つ目は円周方向引張試験の応力集中である。オープンエンドバースト試験では理論的に内圧を受ける円筒は全体的に均一な力が作用するためひずみゲージの装着に問題は

ない。しかし、円周方向引張試験は破壊箇所を限定するためにノッチを導入する必要がある。このノッチのため応力集中が発生する。ひずみゲージでは応力集中部のひずみを測定することではなく張り付けた中央部のひずみを測定する。図 6-2 には試験片の応力集中部とひずみゲージの関係を示す。

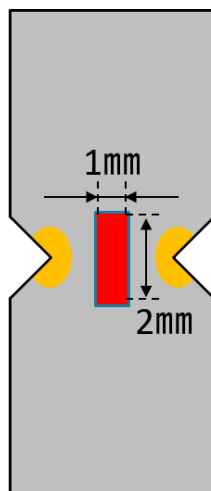


Fig. 6-2 円周引張試験の際の応力集中部とひずみゲージの関係

この問題点を解決するために FEM を用い、各ノッチ別の応力集中部とひずみゲージ領域の平均ひずみの関係を計算し、図 6-3 に示す。

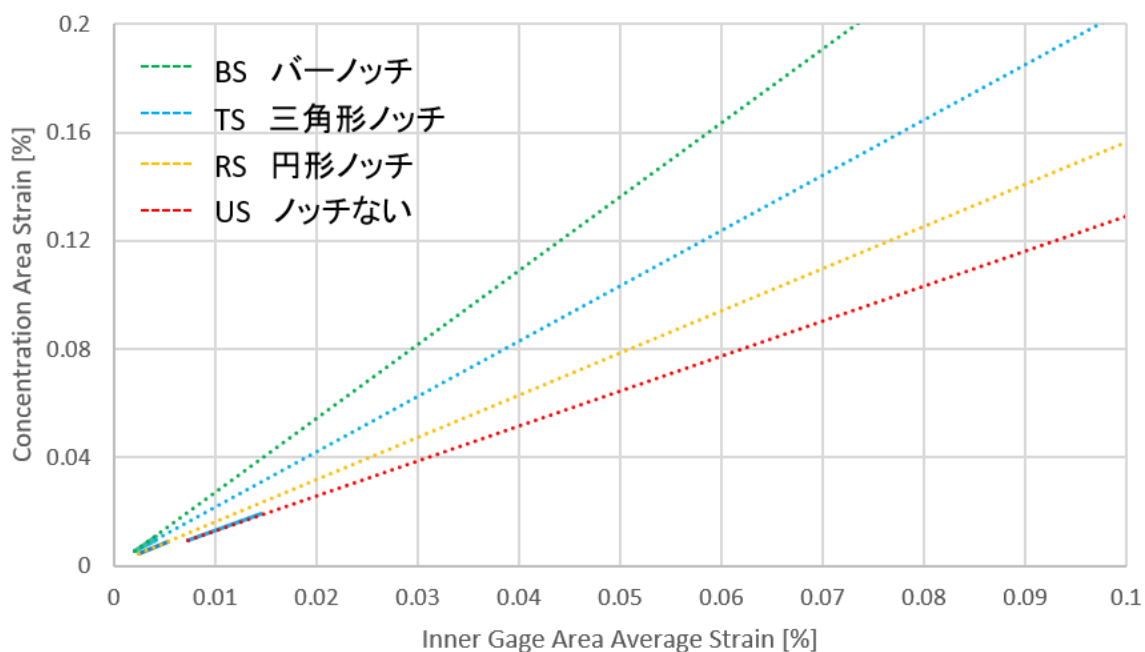


Fig. 6-3 各ノッチ別ひずみゲージ領域の平均ひずみと応力集中部の関係

第3章で述べたとおり、内圧を受ける円筒は必ず内側から亀裂が発生する。SiC/SiC 複合材料が 0.02% のひずみで破壊されるとは言っても破壊時の外壁にはより大きいひずみが作用している。本研究で用いる供試材ではその差がおよそ 1.2 倍であり、すなわち、内壁に 0.02% のひずみが作用しているときに外壁には 0.024% のひずみが作用している。そこから応力集中部のひずみが 0.024% になると考え、図 6-3 に入れて見ると破壊される時の内側のひずみゲージから測定したひずみが予想できる。図 6-4 には応力集中部のひずみが 0.024% になるときの各ノッチ別ゲージ部のひずみを示した。

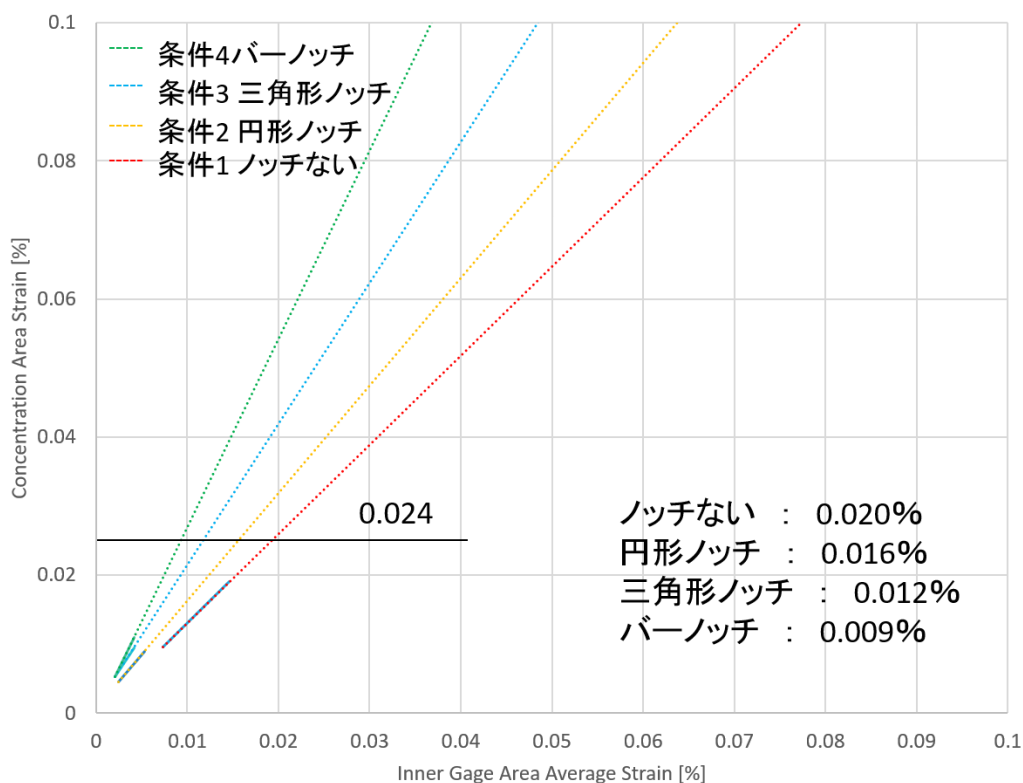


Fig. 6-4 応力集中部のひずみが 0.024% の時の各ノッチ別ゲージ部のひずみの相関図

以上の計算で US の破壊ひずみは 0.02% と予想できる。実際に第 5 章の US 結果では 0.015 ~ 0.018% のひずみで破壊され、予想値より少し小さいひずみで破壊されている。図 6-5 には US の結果と予想された破壊ひずみを示す。

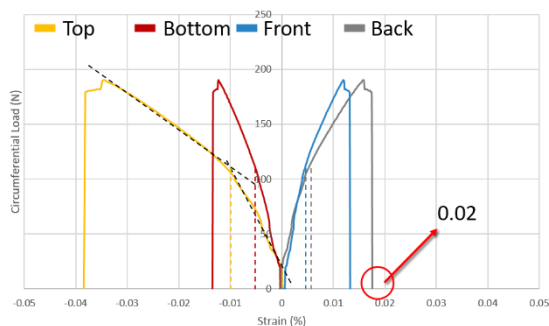


Fig. 6-5 US の結果と予想された破壊ひずみ

RSの予想破壊ひずみは0.016%で、ひずみゲージから測定したひずみは予想破壊ひずみを中心にばらついており、特定しにくい。図6-6にはRSの結果と予想された破壊ひずみを示す。

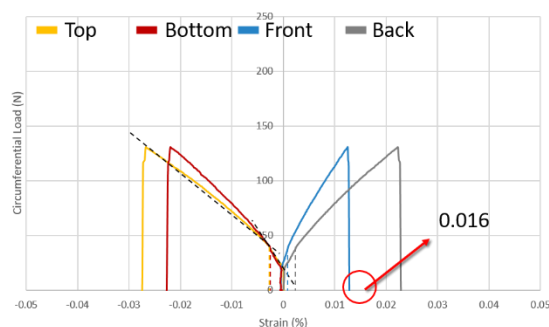


Fig. 6-6 RSの結果と予想された破壊ひずみ

TSで予想破壊ひずみは0.012%であり、ひずみゲージで測定したひずみは0.009~0.011%である。TSでは相関図から推定される破壊ひずみと近いひずみで破壊されており、側面部のひずみ差も小さいことから円周方向引張試験の際に有効なノッチ形状であると考えられる。図6-7にはTSの結果と予想された破壊ひずみを示す。

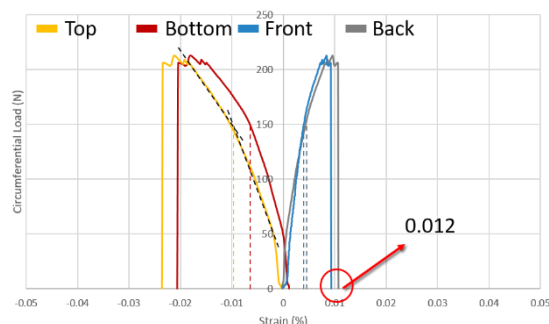


Fig. 6-7 TSの結果と予想された破壊ひずみ

最後にBSでは0.0088%の破壊ひずみが予想されており、ひずみゲージから測定したひずみは0.005~0.007%で、相関図から推定される破壊ひずみと近いひずみで破壊されている。しかし、BSでは応力集中部がノッチに2ヶ所あるはずであり、最も有効なノッチ形状は三角形であるTSであると考えられる。図6-8にはBSの結果と予想された破壊ひずみを示す。

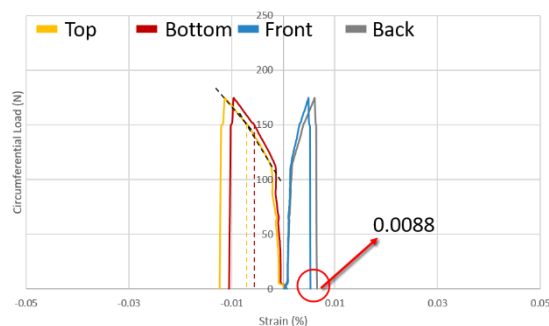


Fig. 6-8 BSの結果と予想された破壊ひずみ

これらのデータを基に作った円周方向引張試験のフープ強度推定式を式 6-4 に示す。

$$\sigma_H = \varepsilon_g \alpha \beta \gamma \quad (6-4)$$

ここで $\varepsilon_g$ は内側につけたひずみゲージからの破壊ひずみ、 $\alpha$ は三角形ノッチのひずみゲージ領域と応力集中部のひずみ係数(2.0424)、 $\beta$ は内側と外側のひずみ係数(1.2)、 $\gamma$ は計算式からフープ応力を計算する係数(4722.2)である。以上の式を用いて三角形ノッチである TS のフープ強度を計算してみると以下となる。

$$\sigma_H = 11573.5455\varepsilon_g \quad (6-5)$$

この式にひずみゲージで測定した TS のひずみを導入すると、三角形ノッチを持つ試験片ではフープ強度は最低 108MPa 程度と推定される。

## 6.5. まとめ

- (1) オープンエンドバースト試験の結果から経験式を作り、一定のひずみに到達すると破壊される SiC/SiC 複合材料のひずみ-フープ応力の関係を明らかにする。
- (2) 円周方向引張試験のひずみデータは、そのまま用いることが困難な 2 つの問題点が存在する。
- (3) 1 つ目は内径と外径が異なるため、0.02% というひずみの量が異なることであり、直径の差から外壁でのひずみを計算できる。
- (4) 2 つ目は応力集中部とひずみゲージ装着部の応力差である。これは FEM 解析から各ノッチ形状の試験片の応力集中部とひずみゲージ装着部の相関関係を求め計算できる。
- (5) 以上の式から円周方向引張試験のフープ強度推定式を導出した。

## 6.6. 結論

円周方向引張試験とオープンエンドバースト試験、有限要素解析を用い、円周方向引張試験のフープ強度推定式を導出した。経験式から各ノッチ形状の試験片の破壊ひずみを予想し、実際の試験結果と比較した結果、三角形のノッチが最も有効であると考えられる。そのほかの試験片では破壊部の破壊ひずみ差が大きく測定された。一歩、バーノッチの BS では TS のように破壊ひずみの差が少なく、予想破壊ひずみとも近い結果を示した。しかし、BS ではノッチ形状により応力集中部は 2 ヶ所となり、より複雑なメカニズムを持つ。



## 参考文献

- [1] Masafumi Nakatsuka, Makoto Aita, Kan Sakamoto, Toru Higuchi, “An open-end burst test method to obtain uniaxial hoop tensile properties of fuel cladding in a hot cell” , *Journal of Nuclear Materials*, 434(1-3), p.303-310, (2013)
- [2] Pranjol Paul, K.S.R.K. Murthy, D. Chakraborty, “A strain gage technique for mode I notch stress intensity factor of sharp V-notched configurations” , *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 94, p.57-70, (2018)
- [3] Debaleena Chakraborty, K.S.R.K. Murthy, D. Chakraborty, “Experimental determination of mode I stress intensity factor in orthotropic materials using a single strain gage” , *Engineering Fracture Mechanics*, 173, p.130-145, (2017)
- [4] F. Lamouroux, G. Camus, “Oxidation effects on the mechanical properties of 2D woven C/SiC composites” , *Journal of the European Ceramic Society*, 14(2), p.177-188, (1994)
- [5] R.H. Jones, C.H. Henager Jr, “High-temperature properties of SiC/SiC for fusion applications” , *Journal of Nuclear Materials*, 212-215(1), p.830-834, (1994)
- [6] A. El-Azab, N.M. Ghoniem, “Postirradiation fiber debonding and pull-out in SiC-SiC composites” , *Journal of Nuclear Materials*, 212-215(1), p.845-848, (1994)
- [7] Y. Kagawa, T. Fujita, A. Okura, “Temperature dependence of tensile mechanical properties in SiC fiber-reinforced Ti matrix composite” , *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(9), p.3019-3026, (1994)
- [8] T. Tanaka, N. Tamari, I. Kondo, M. Iwasa, “Fabrication of SiC-SiC whisker composite by the polymer precursor method” , *Advanced Materials '93*, p.903-906, (1994)
- [9] L. Guillaumat, J. Lamon, “Probabilistic-statistical simulation of the non-linear mechanical behavior of a woven SiC/SiC composite” , *Composites Science and Technology*, 56(7), p.803-808, (1996)
- [10] S.J. Zhu, Y. Kagawa, M. Mizuno, S.Q. Guo, Y. Nagano, H. Kaya, “In situ observation of cyclic fatigue crack propagation of SiC-fiber/SiC composite at room temperature” , *Materials Science and Engineering: A*, 220(1-2), p.100-108, (1996)

## **第 7 章**

# **円周方向引張試験法の高度化**

## 第7章 円周方向引張試験法の高度化

### 7.1. 緒言

第3章から第5章までは円周方向引張試験の開発のため、試験法の検討やノッチ形状影響検討などを実施し、第6章ではオープンエンドバースト試験との比較でフープ応力の計算できる換算式を導出する。第7章では円周方向引張試験法の高度化を進めるために、試験片の異なるサイズでの試験、試験法の繊維角度依存性に関して述べる。

### 7.2. 試験片の異なるサイズの試験

SiC/SiC 複合材料試料の供給は難しく、照射後試験では限られた試料でより多くのデータを得る必要がある。そのため、円周方向引張試験における微小試験片技術の検討を実施する。従来の試験治具は5mmの試験片に対応するように設計されており、微小試験片技術の検討と共により長い試験片での破壊メカニズムを解明するため治具の改良を実施した。図6-1には改良した治具の設計図を示す。

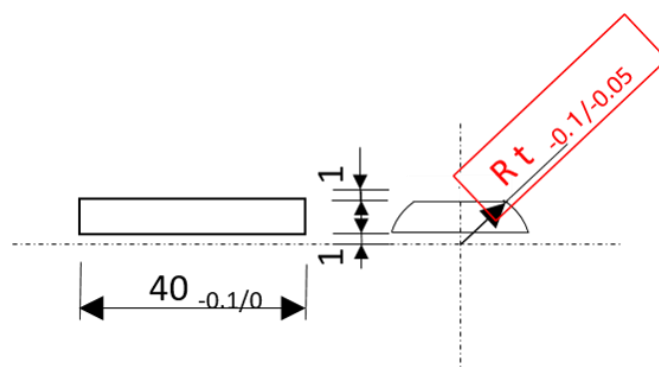


Fig. 7-1 改良を行い、より長い試験片にも対応できる治具

#### 7.2.1. 供試材

供試材としては高温等方圧プレス (Hot Isostatic Press : HIP) で作製した NITE (Nano-Infiltration and Transient Eutectic-phase) SiC/SiC 複合材料燃料被覆管でフープ応力 200MPa 程度の相当品を用いた。強化材として用いた繊維は直径  $10\mu\text{m}$  の SiC 繊維 (Cef-NITE, GUNZE Limited, Japan) で繊維 1 束のフィラメント数は 800、繊維角度は  $\pm 30$  度である。繊維の体積率は約 45% であり、少量の酸化物添加剤を含む SiC パウダーを用いた。

試験片は長さ 1.0 mm から 15.0 mm までであり、表 7-1 に試験片の詳しい寸法と数を示す。

外形	内径	厚さ	長さ
12.0 mm	10.0 mm	1.0 mm	1.0 mm～15.0 mm
詳しい試験片長さ		試験片の数	
10.1 mm～15.0 mm		3	
5.1 mm～10.0 mm		3	
4.1 mm～5.0 mm		2	
3.1 mm～4.0 mm		2	
2.1 mm～3.0 mm		2	
1.1 mm～2.0 mm		3	
～1.0 mm		1	

Table. 6-1 試験片の寸法と数

## 7.2.2. 実験結果

### 7.2.2.1. 試験片長さ別強度結果

図 7-2 には試験片長さ別強度結果を示す。図より 5 mm以下の試験片では見た目応力に差は確認できなかった。しかし、試験片が 5 mm以上になると見た目応力は条々に減少する傾向が観察できた。この結果は試験片の長さが 5 mm以下になっても強度試験としては問題がないことを示す。

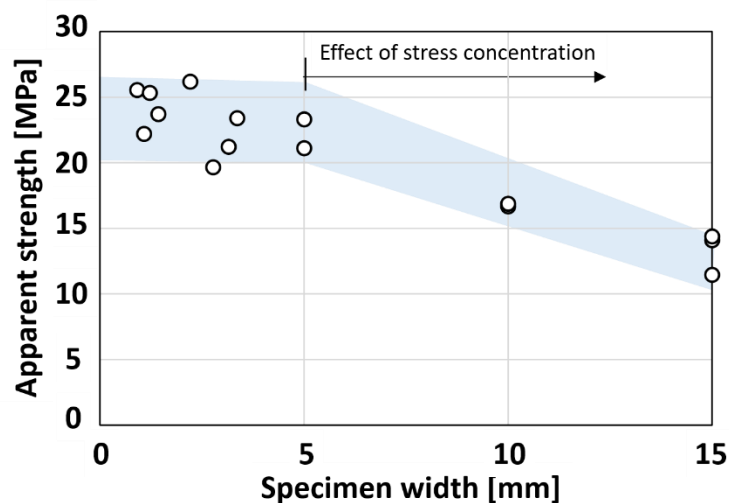


Fig. 7-2 試験片長さ別強度

5 mm以上で強度が低く観察できた理由は、一般的に試験片は大きくなると欠陥を含む可能性が高くなり、その原因だともできる。試験片の長さが長くなると強度が低くなる原因に対しては次の有限要素解析の結果及び破断面観察から述べる。

### 7.2.2.2. 破断面観察結果

図 7-3 には 5 mm試験片の破断面観察結果を示す。ノッチがないため比較的複雑な破断面が観察できるが、全体的に平らな破壊が観察できる。

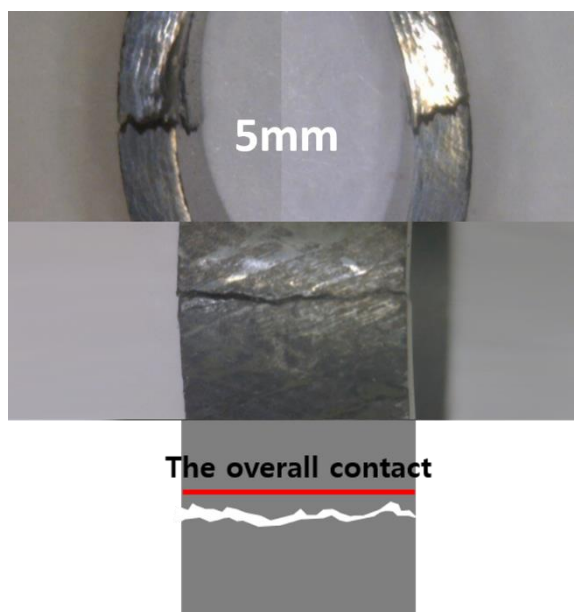


Fig. 7-3 5 mm試験片の破断面観察結果

図 7-4 には 10 mm試験片の破断面観察結果を示す。図より破断面には異なる場所で亀裂が発生し、途中で会うため亀裂に偏向が見れる。また、その変更は繊維の配向影響を受けて対角に進展していることが観察できる。

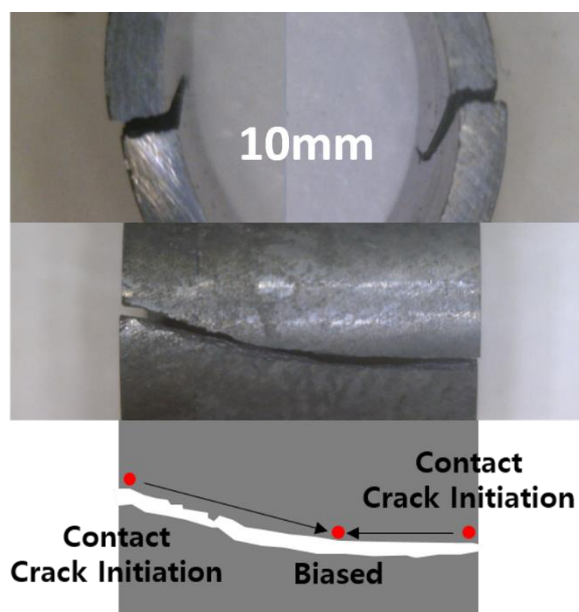


Fig. 7-4 10 mm試験片の破断面観察結果

図 7-5 には 15 mm試験片の破断面観察結果を示す。15 mm試験片でも 10 mm試験片と同じく、異なる場所から亀裂が発生し、途中で会うための偏向が観察される。また、繊維配向の影響で対角に進展していることが見える。15 mm試験片では試験片が長くなるため、10 mm試験片より繊維配向の影響を強く受けており、試験片全体的に対角の亀裂が観察できる。

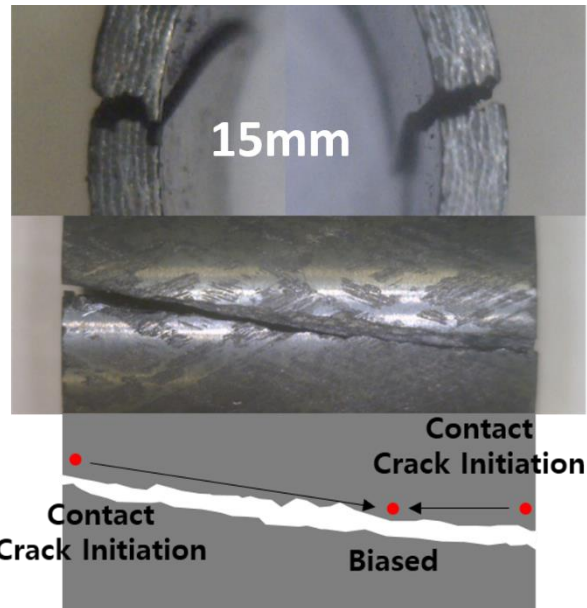


Fig. 7-5 15 mm試験片の破断面観察結果

### 7.2.2.3. 有限要素解析を用いた応力分布結果

図 7-6 には 5 mm試験片の応力分布を示す。試験片とローディングピンは全体的に接触しており、試験片全体的に直線的な応力集中が観察できる。

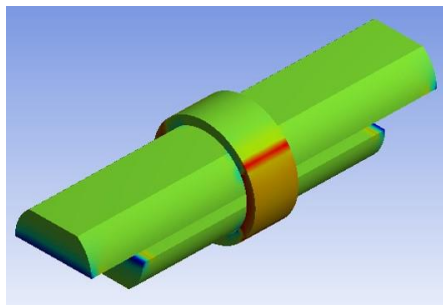


Fig. 7-6 5 mm試験片の応力分布

図 7-7 には 10 mm試験片の応力分布を示す。試験片とローディングピンはローディングピンの弾性変形により、試験片のエッチで接触している。そのため、試験片の側面には直線的な応力集中が観察できるとしても、エッチにより大きい応力集中が観察できる。

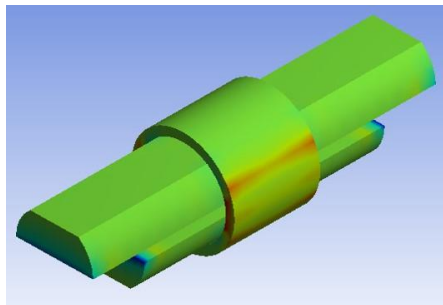


Fig. 7-7 10 mm試験片の応力分布

図 7-8 には 15 mm 試験片の応力分布を示す。10 mm 試験片と同じく、試験片とローディングピンはローディングピンの弾性変形により、試験片のエッジで接触している。そのため、試験片の側面には直線的な応力集中が観察できず、エッジに応力集中が観察できる。

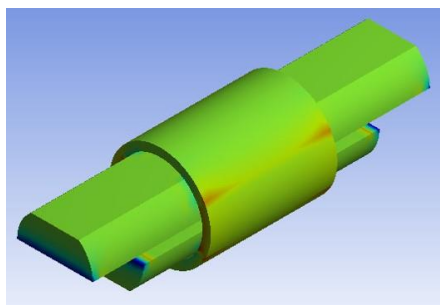


Fig. 7-8 15 mm 試験片の応力分布

### 7.2.3. 考察

#### 7.2.3.1. 試験片長さ別強度結果による考察

試験結果により 5 mm 以下の試験片では強度の差が観察できず、誤差範囲内での結果となった。しかし、長尺試験片になると試験片とローディングピンはローディングピンの弾性変形により、試験片エッジの 2ヶ所で接触している。そのため、長尺試験片の強度は低く観察できたと考えられる。図 7-9 では 5 mm 試験片の試験メカニズムを示す。

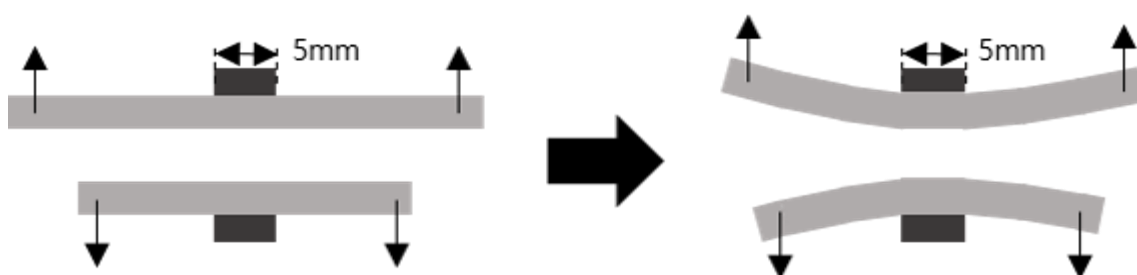


Fig. 7-9 5 mm 試験片の試験メカニズム

短尺試験片では試験片が短いため、ローディングピンが弾性変形しても全体的に接触すると考えられる。図 7-10 には 15 mm 試験片の試験メカニズムを示す。

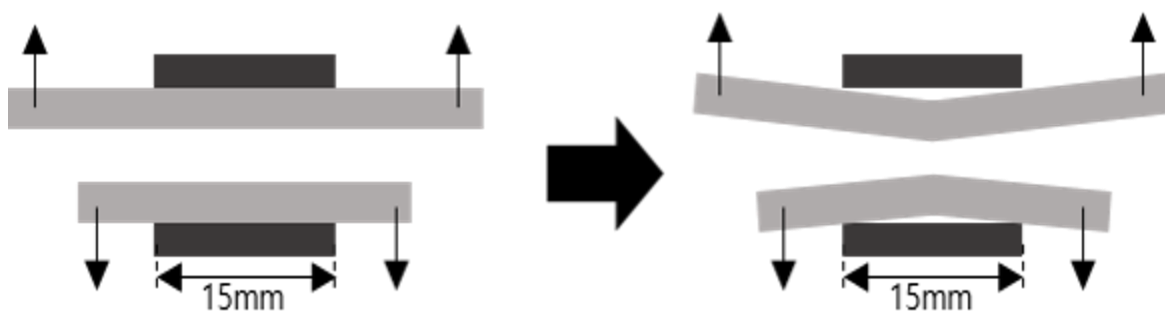


Fig. 7-10 15 mm 試験片の試験メカニズム

しかし、長尺試験片になるとローディングピンの弾性変形により試験片のエッチでの接触になると考えられる。

### 7.2.3.2. 破断面観察による考察

破断面観察結果から見ると5 mm試験片では直線的な破壊が起こった一方、10 mm、15 mm試験片では上で記述した通り、試験片のエッチで接触するため異なる場所で亀裂が発生したと考えられる。そのあと、亀裂が会いながら亀裂に偏向が観察できたと考えられる。

### 7.2.3.3. 有限要素解析による考察

有限要素解析結果から見ても5 mm試験片では試験片側面の全体的に応力集中が発生しており、10 mm、15 mmでは試験片のエッチで接触しているため試験片のエッチ部で応力集中が観察されることが考えられる。

以上の結果から、短尺試験片では強度試験となることが確認できた。しかし、長尺試験片ではローディングピンの弾性変形により正確な実験データとならず、ローディングピンの材質をより弾性率の高いSiCなどに変える改良が必要と考えられる。また、短尺試験片での結果の信頼度を高めるためにも長尺試験片の試験が必要と考えられる。

### 7.2.4. まとめ

円周方向引張試験の微小試験片技術検討結果は以下に記述する。

- (1) 短尺試験片の場合は試験片とローディングピンは試験片側面の全体的に接触しており、直線的な破断面が観察できる。
- (2) 長尺試験片の場合は試験片とローディングピンは試験片側面のエッチで接触しており、亀裂が始まる場所が異なるため亀裂の偏向が観察できる。
- (3) 短尺試験片での強度は誤差範囲内で観察されており、微細試験片技術を適応しても問題はないと考えられる。
- (4) しかし、短尺試験片での結果の信頼度を高めるために、長尺試験片での再試験が必要と考えられる。
- (5) 長尺試験片の実験のために、ローディングピンの材質をより弾性率の高い材料に変える改良が必要と考えられる。

### 7.2.5. 結論及び今後の課題

円周方向引張試験における微小試験片技術検討を実施した。短尺試験片では誤差範囲内の強度が観察でき、微小試験片技術を適応しても問題ないと考えられる。しかし、この結果に信頼度を高めるため、長尺試験片での再試験が必要となる。長尺試験片での再試験のためにはローディングピンの材質をより弾性率の高い材料に変える改良が必要と考えられる。



### 7.3. 各試験法での繊維角度依存性の確認

本試験では異なる4種類の試験法で得られたデータを基にその繊維依存性を確認することを目的としている。図7-11には4種類の試験法の模式図を示す。

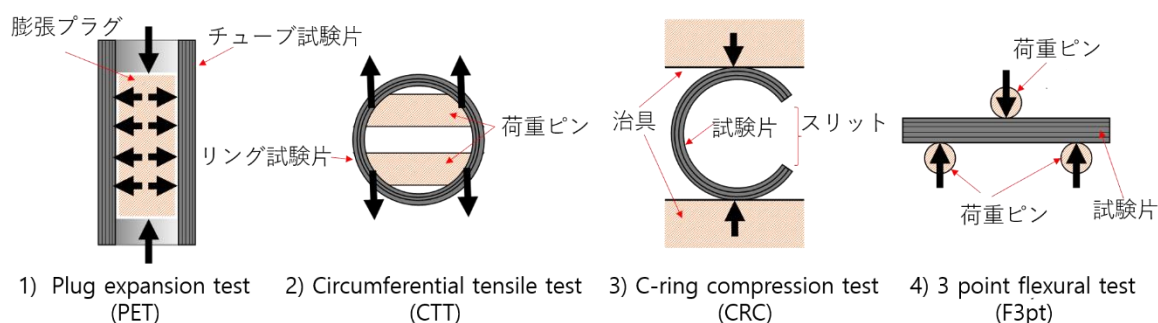


Fig. 7-11 4種類の試験法の模式図

#### 7.3.1. 検討結果

今回用いた試験法はプラグ膨張試験、円周方向引張試験、Cリング圧縮試験、3点曲げ試験である。ここで、3点曲げ試験は板材を用いる試験法であるため、強度の相関関係ではなく繊維強化配向の影響の相関関係に注目して検討を実施した。図7-12には各試験法のデータを示す。

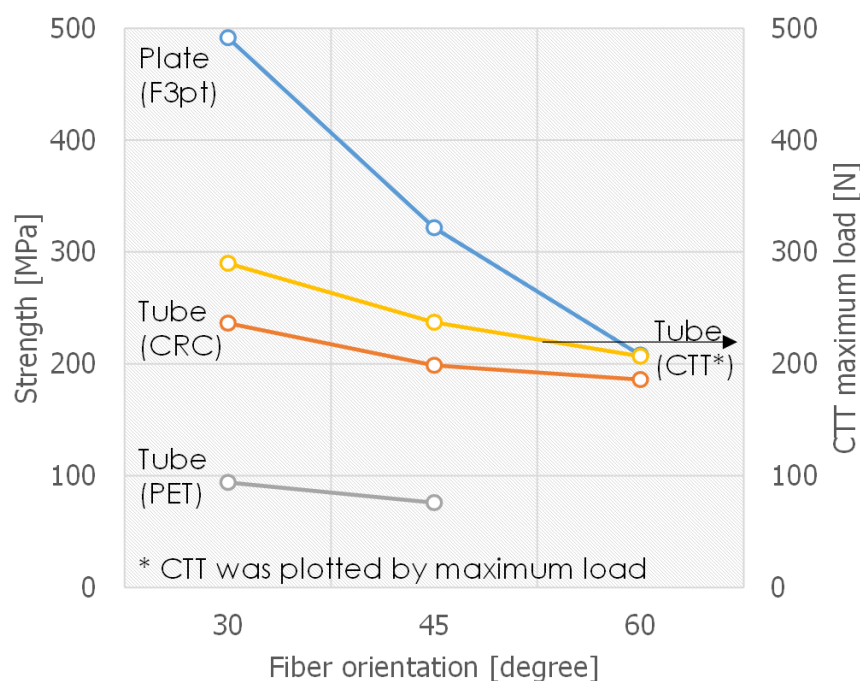


Fig. 7-12 強化繊維配向別の各試験結果データ

図より 30° の繊維配向角を有する短冊試験片が最も高い強度を示す。しかし、その強度は繊維配向角の増加とともに急激に低下することが分かる。チューブ試験片を使用する他の試験方法の場合、繊維配向角が変わっても、より緩やかな強度変化を示す傾向がある。これは、強化繊維の 3 次元的な拘束が考えられる。また、プラグ膨張試験で測定されたフープ強度が他の試験法で得た結果と比べて低く評価されている。これは、プラグ膨張試験で用いた試験片の長さは約 35mm であり、GTT 試験片及び CRC 試験片の長さに対して 8~9 倍長い。一般的に、試料が大きくなると、不均一な原料や機械加工の損傷などのさまざまな理由で内外の欠陥が発生する可能性が高くなり、小さい試料に比べて強度が低くなる。

### 7.3.2. まとめ

円周方向引張試験と他試験法の結果の比較検討結果は以下に記述する。

- (1) 板材の試験片を用いる 3 点曲げ試験の 30 度実験データが最も高い応力を示した。さらに繊維角が浄化するとともに応力は急激に低下している。これは、板材のケースが最も高い繊維角依存性を持つことを示す。
- (2) 他の円筒を用いる試験法でも繊維角依存性を持つことが分かった。しかし、板材を用いる 3 点曲げ試験より繊維角依存性が小さいのは強化繊維の 3 次元的な拘束が理由と考えられる。
- (3) プラグ膨張試験のデータは最も低く観察できた理由はプラグ膨張試験で用いた試験片の長さは約 35mm であり、円周方向引張試験片及び C リング圧縮試験片の長さに対して 8~9 倍長いため、不均一な原料や機械加工の損傷などのさまざまな理由で内外の欠陥が発生する可能性が高くなっていることが考えられる。

### 7.3.3. 結論及び今後の課題

円周方向引張試験と他試験法の結果の比較検討を実施した。板材の試験片を用いる 3 点曲げ試験の 30 度実験データが最も高い応力を示した。さらに繊維角が浄化するとともに応力は急激に低下している。これは、板材のケースが最も高い繊維角依存性を持つことを示す。また、円筒を用いる試験法でも繊維角依存性を持つことが分かった。

## 参考文献

- [1] Joon-Soo Park, Akira Kohyama, Tatsuya Hinoki, Kazuya Shimoda, Yi-Hyun Park, “Efforts on large scale production of NITE-SiC/SiC composites” , Journal of Nuclear Materials, 367-370, p.719-724, (2007)
- [2] Byung Jun Kim, Ryuta Kasada, Akihiko Kimura, Hiroyasu Tanigawa, “Evaluation of grain boundary embrittlement of phosphorus added F82H steel by SSTT” , Journal of Nuclear Materials, 421(1-3), p.153-159, (2012)
- [3] Yuan-sheng CHENG, Qiang CHEN, Zhe-qun HUANG, Shu-hai HUANG, “Microstructure evolution and thixoextrusion of AZ91D magnesium alloy produced by SSTT” , Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 20(3), p.739-743, (2010)
- [4] E. Wakai, S. Nogami, R. Kasada, A. Kimura, H. Kurishita, M. Saito, Y. Ito, F. Takada, K. Nakamura, J. Molla, P. Garin, “Small specimen test technology and methodology of IFMIF/EVEDA and the further subjects” , Journal of Nuclear Materials, 417(1-3), p.1325-1330, (2011)
- [5] Wentuo Han, Kiyohiro Yabuuchi, Ryuta Kasada, Akihiko Kimura, Eiichi Wakai, Hiroyasu Tanigawa, Pingping Liu, Xiaoou Yi, Farong Wan, “Application of small specimen test technique to evaluate fracture toughness of reduced activation ferritic/martensitic steel” , Fusion Engineering and Design, 125, p.326-329, (2017)
- [6] Naveena, Shin-ichi Komazaki, “Effect of specimen size on small punch creep behavior of high nitrogen ferritic heat-resistant steels” , Materials Science and Engineering: A, 721, p.311-318, (2018)
- [7] Shuhei Nogami, Wenhai Guan, Michitoshi Toyota, Akira Hasegawa, “Fatigue life prediction of ferritic/martensitic steels based on universal slope equations and tensile properties obtained using small specimen” , Fusion Engineering and Design, 125, p.330-336, (2017)
- [8] Hasan Sofuoglu, Jahan Rasty, “On the measurement of friction coefficient utilizing the ring compression test” , Tribology International, 32(6), p.327-335, (1999)
- [9] Y.S. Karinski, D.Z. Yankelevsky, S. Zhutovsky, V.R. Feldgun, “Uniaxial confined compression tests of cementitious materials” , Construction and Building Materials, 153, p.247-260, (2017)
- [10] Laurent Bizet, Ludovic Charleux, Pascale Balland, Laurent Tabourot, “Influence of heterogeneities introduced into the modelling of a ring compression test, Archives of Civil and Mechanical Engineering, 17(2), p.365-374, (2017)

[11] F.J. Gómez Sánchez, M.A. Martín Rengel, J. Ruiz-Hervias, “A new procedure to calculate the constitutive equation of nuclear fuel cladding from ring compression tests, Progress in Nuclear Energy, 97, p.245–251, (2017)

[12] F.J. Gómez Sánchez, M.A. Martín Rengel, J. Ruiz-Hervias, M.A. Puerta, “Study of the hoop fracture behaviour of nuclear fuel cladding from ring compression tests by means of non-linear optimization techniques” , Journal of Nuclear Materials, 489, p.150–157, (2017)

[13] F. Martín, M.J. Martín, L. Sevilla, M.A. Sebastián, “The Ring Compression Test: Analysis of Dimensions and Canonical Geometry” , Procedia Engineering, 132, p.326–333, (2015)

# 第 8 章

## 序論

## 第 8 章 序論

本研究は円筒形状を有するセラミック複合材料の変形挙動及び機械特性評価について検討を行った。特に円周方向引張試験法を開発し、SiC/SiC 複合材料専用の機械特性評価法としての可能性を確認した。本章では得られた成果を述べるとともに SiC/SiC 複合材料だけではなく、セラミック材料全般に用いられる試験法としての可能性の提示を行った。

### 円周方向引張試験法の開発(第 3 章)

円周方向引張試験法の簡便なフープ応力評価法としての可能性の検討を実施した。

- (1) 脆性材料である SiC/SiC 複合材料はローディングピンと試験片の内径の寸法差に依存して上下面と側面の変形メカニズムが異なる。
- (2) 試験片の内径がローディングピンより大きいケースでは、試験片とローディングピンが試験片の上下面 1 ヶ所あるいは上下近傍の数ヶ所でコンタクトし、曲げモーメントによる破壊が起こる。試験片側面の内側には曲げモーメントにより引張応力場を形成させることが可能であった。
- (3) 試験片の内径がローディングピンと同じあるいは小さいケースでは、試験片とローディングピンは試験片の側面近傍でコンタクトし、内側の上下面に曲げモーメントによる引張応力場を形成させることは可能であった。しかし、側面の内側にはどんな力が作用しているか分からず、追加検討が必要である。
- (4) 内側に引張応力による破壊を起こすことは可能であり、簡便なフープ応力評価法としては有望であった。
- (5) 試験片側面の内側に作用する力の検討と共に側面の破壊を目指すか、上下面の破壊を目指すかなどの検討は必要である。

### 円周方向引張試験時の破壊場所の検討(第 4 章)

円周方向引張試験時の破壊場所検討を実施した。

- (1) ノッチがない試験片では上部、側面の 3 ヶ所で破壊が起こる。上部で試験片とローディングピンの接触による破壊が先行し、そのあと側面での破壊が起こるが、破壊場所の特定が難しい。
- (2) 上下面での破壊を目指してノッチを上下にセッティングしたケースでは、試験片の上下、側面 1 ヶ所の 3 ヶ所で破壊が起こる。このケースでも上部で試験片とローディングピンの接触による破壊が先行し、試験片が開けられながら側面の 1 ヶ所と下部での破壊が起こる。
- (3) 側面での破壊を目指してノッチを左右にセッティングしたケースでは、引張応力により試験片の側面 1 ヶ所で破壊が起こり、試験片が開けられながら側面の残り 1 ヶ

所でも破壊が起こる。このケースでは破壊場所全体に引張応力が作用しているため、円周方向引張試験時には側面の破壊を目指すことがいいと考えられる。

- (4) ノッチがない試験片はノッチを入れた試験片と異なる破壊挙動を示し、側面の破壊を目指すためにはノッチの導入が必要である。

### 円周方向引張試験時のノッチ形状影響検討(第5章)

円周方向引張試験時のノッチ形状影響検討を実施した。

- (1) US、RS では側面より上下面での亀裂が先行している。破断面観察からの結果、US、RS の側面では曲げモーメントによる破壊が起こっていると考えられる。
- (2) デジタル画像相関法を用いた変形挙動解析結果、US、RS には応力集中による破壊と共に繊維の配向影響も強く作用していると考えられる。
- (3) TS、BS では側面で引張応力による亀裂が先行している。破断面観察からの結果、TS、BS の側面では引張による破壊が起こっていると考えられる。
- (4) 側面で引張応力による破壊を起こすためには TS、BS の方がいいと考えられる。しかし、BS の場合はノッチ角の 2 ヶ所で応力集中が起こるため、最もいいノッチ形状は TS と考えられる。

### 他試験法との相関関係の検討(第6章)

円周方向引張試験法とオープンエンドバースト試験の比較からフープ強度推定式を道出した。

- (6) オープンエンドバースト試験の結果から経験式を作り、一定のひずみに到達すると破壊される SiC/SiC 複合材料のひずみ-フープ応力の関係を明らかにする。
- (7) 円周方向引張試験のひずみデータは、そのまま用いることが困難な 2 つの問題点が存在する。
- (8) 1 つ目は内径と外径が異なるため、0.02% と言うひずみの量が異なることであり、直径の差から外壁でのひずみを計算できる。
- (9) 2 つ目は応力集中部とひずみゲージ装着部の応力差である。これは FEM 解析から各ノッチ形状の試験片の応力集中部とひずみゲージ装着部の相関関係を求め計算できる。
- (10) 以上の式から円周方向引張試験のフープ強度推定式を道出した。

### 円周方向引張試験法の高度化(第7章)

円周方向引張試験における異なるサイズの試験片の影響と繊維角依存性の検討を実施した。

- (1) 短尺試験片の場合は試験片とローディングピンは試験片側面の全体的に接触しており、直線的な破断面が観察できる。
- (2) 長尺試験片の場合は試験片とローディングピンは試験片側面のエッチで接触しており、亀裂が始まる場所が異なるため亀裂の偏向が観察できる。
- (3) 短尺試験片での強度は誤差範囲内で観察されており、微細試験片技術を適応しても問題はないと考えられる。
- (4) しかし、短尺試験片での結果の信頼度を高めるために、長尺試験片での再試験が必

要と考えられる。

- (5) 長尺試験片の実験のために、ローディングピンの材質をより弾性率の高い材料に変える改良が必要と考えられる。
- (6) 板材の試験片を用いる 3 点曲げ試験の 30 度実験データが最も高い応力を示した。さらに繊維角が浄化するとともに応力は急激に低下している。これは、板材のケースが最も高い繊維角依存性を持つことを示す。
- (7) 他の円筒を用いる試験法でも繊維角依存性を持つことが分かった。しかし、板材を用いる 3 点曲げ試験より繊維角依存性が小さいのは強化繊維の 3 次元的な拘束が理由と考えられる。
- (8) プラグ膨張試験のデータは最も低く観察できた理由はプラグ膨張試験で用いた試験片の長さは約 35mm であり、円周方向引張試験片及び C リング圧縮試験片の長さ比べて 8~9 倍長いため、不均一な原料や機械加工の損傷などのさまざまな理由で内外の欠陥が発生する可能性が高くなっていることが考えられる。

本研究では SiC/SiC 複合材料の機械特性評価法として円周方向引張試験法の開発を実施した。SiC/SiC 複合材料は繊維強化セラミック材料であり、靱性がない脆性材料であるため、金属などの試験法をそのまま用いることは困難である。専用の評価法が存在しない SiC/SiC 複合材料専用の評価法を開発したことは SiC/SiC 複合材料の応用開発に大きく寄与するものである。さらに、SiC/SiC 複合材料で止まらなく繊維強化セラミック材料全般に応用もできると期待される。



## 業績リスト

### 論文

- [1] Ju-Hyeon Yu, Hirotatsu Kishimoto, Naofumi Nakazato, Joon-Soo Park, Akira Kohyama, "Specimen Size Effects on Fracture Behavior of SiC/SiC Tubes During Circumferential Tensile Test," Advanced Composite Materials, (under submission)
- [2] Ju-Hyeon Yu, Hirotatsu Kishimoto, Joon-soo Park, Naofumi Nakazato, Akira Kohyama, "Circumferential tensile test method for mechanical property evaluation of SiC/SiC tube," Fusion Engineering and Design, 109-111, B, 1261-1266, 2016
- [3] Joon-Soo Park, Hiroshi Nishimura, Daisuke Hayasaka, Ju-Hyeon Yu, Hirotatsu Kishimoto, Akira Kohyama, "Fabrication of short SiC fiber reinforced SiC matrix composites with high fiber volume fraction," Fusion Engineering and Design, 109-111, B, 1174-1178, 2016

### 国内学会

- [1] 兪 周炫, 岸本 弘立, 中里 直史, 朴 峻秀, 香山 晃, "複雑形状を有する SiC/SiC 複合材料製要素部材の強度評価", 第 7 回原型炉プラットフォーム会合, 国立研究開発法人量子科学技術研究開発機構 六ヶ所核融合研究所, 2017 年 3 月 6 日~7 日
- [2] 朴 峻秀, 野澤貴史, 谷川博康, 兪 周炫, 岸本弘立, 香山 晃, "SiC/SiC 複合材料の基礎要素部材の総合異方性評価", 第 11 回核融合エネルギー連合講演会, 日本原子力学会核融合工学部会, プラズマ・核融合学会, 九州大学伊都キャンパス, 42565
- [3] 兪 周炫, 岸本 弘立, 中里 直史, 朴 峻秀, 香山 晃, "NITE-SiC/SiC 被覆管の引張試験におけるサイズ及びノッチ形状の影響", 日本原子力学会 2016 年春の年会, 東北大学 川内キャンパス, 2016 年 3 月 26 日~28 日
- [4] 野澤 貴史, 兪 周炫, 朴 峻秀, 谷川 博康, "SiC/SiC 複合材料円管のフープ強度に及ぼす織物構造の影響", 日本原子力学会 2016 年春の年会, 東北大学 川内キャンパス, 2016 年 3 月 26 日~28 日
- [5] 兪 周炫, 岸本 弘立, 朝倉 勇貴, 中里 直史, 朴 峻秀, 香山 晃, "NITE-SiC/SiC 核燃料被覆管の破壊メカニズム解析", 茨城大学 日立キャンパス, 2015 年 3 月 20 日~22 日
- [6] 兪 周炫, 岸本 弘立, 加藤 遼, 朝倉 勇貴, 中里 直史, 朴 峻秀, 香山 晃, "SiC/SiC 管材のための円管引張試験法開発と破壊挙動解析", 京都大学 吉田キャンパス, 2014 年 9 月 8 日~10 日
- [7] 兪 周炫, 岸本 弘立, 加藤 遼, 朝倉 勇貴, 中里 直史, 朴 峻秀, 香山 晃, "SiC/SiC 管材の周方向強度特性評価法の開発", 日本原子力学会 2014 年春の年会, 東京都市大学 世田谷キャンパス, 2014 年 3 月 26 日~28 日

#### 国際学会

- [1] J.H. Yu, H. Kishimoto, N. Nakazato, J.S. Park and A. Kohyama, "Specimen Size Effects on Fracture Behaviour of SiC/SiC Tubes During Circumferential Tensile Test", The 10th Asian-Australasian Conference on Composite Materials (ACCM-10), Busan in Korea, 16-19 October, 2016
- [2] J.H. Yu, H. Kishimoto, N. Nakazato, J.S. Park and A. Kohyama, "Notch effects on the failure behavior of SiC/SiC tubes during circumferential tensile test", The 13th China-Japan Symposium on Materials for Advanced Energy Systems and Fission and Fusion Engineering (CJS-13), Hefei in China,  
[3] 26-29 September, 2016
- [4] Ju-Hyeon Yu, Hirotatsu Kishimoto, Joon-soo Park, Naofumi Nakazato, Akira Kohyama, "R&D of Mechanical Property Evaluation Technique of SiC/SiC Tube aiming to Fusion Components", The 12th International Symposium on Fusion Nuclear Technology (ISFNT-12), Jeju in Korea, 14-18 September, 2015
- [5] Ju-Hyeon Yu, Hirotatsu Kishimoto, Joon-soo Park, Takashi Nozawa, " Deformation and Fracture Characterization of NITE-SiC/SiC Composites with Circular Shape", The 18th International Conference Fusion Reactor Materials (ICFRM-18), Aomori in Japan, 5-10 November, 2017

#### 国内受賞

- [1] 日本原子力学会 材料部会奨励賞, 日本原子力学会 2017 年秋の大会, 北海道大学, 2017 年 9 月 13 日~15 日

#### 国際受賞

- [1] The Best Presentation Award, The 10th Asian-Australasian Conference on Composite Materials (ACCM-10), Busan in Korea, 16-19 October, 2016



## 謝辞

本論文のまとめにあたり、大学院 5 年間の指導教員であった岸本 弘立教員には言葉では表現できないくらいの貴重な教えをもらいました。また、国内学会や海外学会での発表機会を 与えて頂き、自分の成長できる大事な経験になりました。心より感謝申し上げます。

実験に対してご助言と支援を頂き、大変お世話になりました室蘭工業大学環境・エネルギーシステム材料研究機構の朴 峻秀准教授にも深く感謝申し上げます。朴 峻秀准教授には室蘭工業大学での 5 年間の留学生活で専攻知識から生活まで様々なアドバイスを頂き、ここまで留学生活を続けることができました。香山 晃教授からも留学生活のなか、様々な経験を頂き心より感謝申し上げます。

また、室蘭での生活にあたってサポートを頂いた中里 直史助教授、柳谷 絵里さん(現:株式会社 NITE)にも御礼申し上げます。

博士後期課程の際に韓国の国家核融合研究所でのインターンシップで大変お世話になりましたパク イヒョン博士(現:国家核融合研究所)とジョン ホンチュ博士(現:金属技研)にも厚く御礼を申し上げます。

岸本研究室での博士前期課程を一緒に卒業した遠藤 哲男君、加藤 遼君(現: JSW 日本製鋼所)は大学院生活を楽しく過ごすうえで決して欠くことのできない存在でした。

また、同じ室蘭工業大学の留学生であるキム ジョンイル君とイ ヨンジュン君も留学生活の中、欠くことのできない存在でした。

最後に今まで支えてくれた両親に感謝いたします。

Yu Juhyeon