

SiC 繊維強化 SiC マトリックス複合材料の電磁波を利用した 新しい非接触損傷検査方法

A new damage inspection method of SiC fiber-reinforced SiC matrix composite by electromagnetic wave.

間 宮 崇 幸*・本 田 絃 一*・香 川 豊**
Takayuki MAMIYA, Koichi HONDA and Yutaka KAGAWA

1. 緒 言

SiC 繊維強化 SiC 複合材料 (以後, SiC/SiC と記述する) は, 大きな損傷許容性を持ち高温用大型構造体に用いることが期待されている材料である^{1, 2)}. 複合材料の損傷許容性は, 材料中に生じるミクロな損傷の累積によって生じることが明らかになっている³⁾. 一方, 材料の使用中にミクロな損傷の累積が生じると材料特性や材料の余寿命が変わることは明らかである. 材料の損傷に関しては, 損傷力学パラメータを用いた評価が行われており, 損傷パラメータと材料中に生じる破壊の累積との相関性についても検討されている⁴⁾. 従って, 材料使用後の定期メンテナンスなどの期間に非接触で材料の損傷の程度を測定し, その値と損傷力学パラメータの関連性が得られれば, 材料の使用限界を知り, 構造物を安全に用いることが可能になると考えられる. しかし, 既存の検査手法ではこの用途に適用できる手法はない.

本研究では, SiC/SiC 中に生じる損傷を検出するために, 電磁波を用いた非接触で誘電特性を測定することを試みた.

2. 誘電特性を用いる理由

SiC/SiC では実使用環境下で, (i) マトリックス中のミクロクラックや界面剥離による損傷といった物理的損傷, および (ii) SiC の酸化や H₂O による腐食といった化学的損傷が生じることが知られている^{5, 6)}. 従って, 検査ではこれら両方の損傷を分離するとともに定量的に測定することが求められる. (i) の SiC/SiC 中に発生する物理的損傷では, 誘電率特性が導入される損傷により変化する. 例えば, ミクロ破壊により誘電率特性自体が低下する. 一方, (ii) の化学的損傷では, 物質自体が変化するために誘電

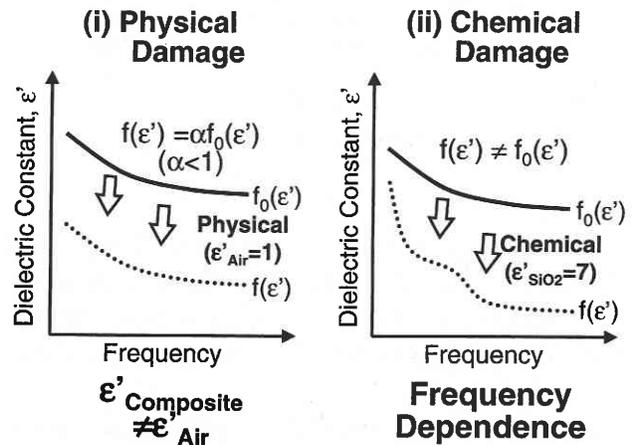


図1 SiC/SiC の損傷による誘電率変化の模式図. (i) に示した物理的損傷では, 損傷前の材料全体の誘電率 $f_0(\epsilon')$ が, 損傷部分が空気に置き換わったと考え, 損傷部分に SiC/SiC の誘電率と異なる空気の誘電率 ($\epsilon'_{Air} \approx 1$) を用いることで, 損傷後に材料全体の誘電率は $f(\epsilon')$ に変化する. 空気の誘電率は周波数に対してほぼ一定の値のため, 損傷前後の材料誘電率の周波数依存性は変化せず, 係数 α を用いることで表せる. これに対して, (ii) の化学的損傷は, 酸化物 (たとえば, SiO₂) の生成により材料自体が変化したと考え, 酸化物の誘電率の周波数依存性によって, 損傷後の材料全体の誘電率 $f(\epsilon')$ の周波数依存性も変化する.

特性の周波数依存性も変化する. 図1は, この考え方を模式的に示したものである. 複合材料の誘電特性を非接触で測定できれば, 複合材料に蓄積される損傷を個々の因子に分けて評価することが可能になると考えられる.

本研究では, この考え方を利用して損傷を定量評価することを試みた. 以後, (i) の物理的損傷についての実験方法および結果を紹介する.

3. 実験方法

3.1 電磁波照射装置の概要及び透過係数の測定

材料の誘電率は, 電磁波をホーンアンテナから SiC/SiC

*東京大学生産技術研究所

**東京大学生産技術研究所 材料界面マイクロ工学研究センター

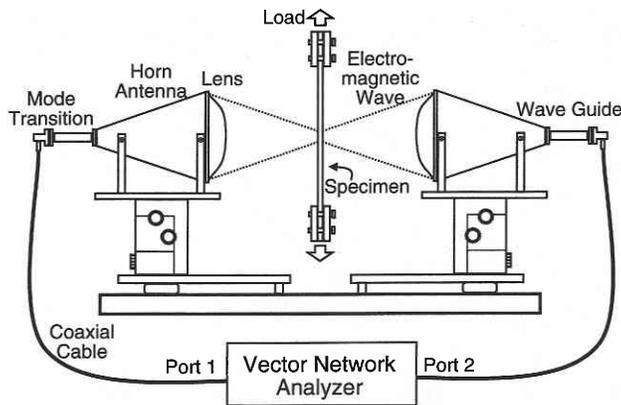


図2 電磁波照射装置の構成図。

に照射することで、引張試験中にその場で非接触で測定した。作製した装置の構成を図2に示す。装置は、①引張負荷試験装置、②ベクトルネットワークアナライザ、③電磁波ビーム集束アンテナで構成されている。ベクトルネットワークアナライザと電磁波ビーム集束アンテナは、低損失ケーブルで接続した。電磁波ビーム集束アンテナは2個1対からなっており、凸レンズ、電磁ホーン、円形-方形変換導波管、同軸-導波管変換器、変換コネクタの部品で構成されている。電磁波ビーム集束アンテナは、電磁ホーンの開口部に電磁気的な凸レンズを取り付けたもので、周波数 $f=17\sim 40$ GHz の範囲の電磁波を集束させることが可能である。ホーンの縦断面において、ホーンの広がり傾向を表す直線の延長線が交わる点と開口面との距離を焦点距離と定義すると、焦点距離は ≈ 200 mm になる*。

測定には、フリースペース法を用い、Sパラメータで求めた値をベクトルネットワークアナライザで解析を行った。校正はフル2ポート法とTRLで行い、校正キットにはHP 85056 Dを用いた。Sパラメータのうち反射係数 S_{11} 、および透過係数 S_{21} から材料の誘電率を求める方法はすでにいくつか提案されている^{7, 8)}。本研究では、損失による材料の誘電率の変化は、透過係数 S_{21} の変化にも現れると考え、SiC/SiC試験片を引張治具に取り付ける前にホーンアンテナを正対させた時の透過係数 S_{21} の値を基準値とし

て求め、この値と試験片を設置した時の透過係数 S_{21} の値、引張試験中の試料の透過係数 S_{21} の値との変化で、材料の損失を求めた。なお、測定された生データに対しては、5%のスムージングと5回のアベレージングを施した。

3.2 複合材料

複合材料には、PIP法で作製した繊維直径 $\approx 11 \mu\text{m}$ の朱子織連続SiC繊維 (Tyranno[®]) 強化SiC複合材料 (SiC/SiC) を用いた。この複合材料の繊維体積率は ≈ 0.33 、空孔率は ≈ 0.14 である。板状のSiC/SiCから長さ100 mm、幅10 mm、厚さ2.9 mmの試験片を切り出し、両端に厚さ1 mmのアルミニウム製のタブを張り付け、引張試験片とした。ゲージ長は48 mmとした。

引張試験機には最大荷重9.8 kNの油圧式荷重制御試験機を用いた。透過係数 S_{21} の測定は荷重制御モード下、室温 (298 K)、大気中にて行った。荷重を徐々に増加させ、ある一定の荷重で保持し、その荷重下の材料の誘電率測定を行った。この方法で荷重を増加させて試験片が破断するまで測定を行った。

4. 結果および考察

引張試験後の試料の状況を図3に示す。連続繊維強化セラミックス基複合材料の特徴である損傷累積破壊を示し、破断部を中心に破断時の損傷領域がゲージ部全体に大きく広がっていることが分かる。このような破壊挙動はすでに報告した場合と同様である^{3, 4)}。

ベクトルネットワークアナライザで計測される透過係数 S_{21} は複素量であるため、大きさと角度を用いて表される。本研究では、透過係数の大きさに関してのみを検討した。引張試験時のSiC/SiCの測定した透過係数 S_{21} の大きさと周波数 f の関係を、SiC/SiC複合材料のない空気のみ状態とともに図4に示す。測定は周波数 $f=30\sim 35$ GHz の範囲で行った。図4に示すように、この周波数帯全域で透過係数 S_{21} の大きさは、空気のみ、引張試験前、破断直前、破断直後のそれぞれの場合で異なることが確認された。この結果から、複素量の透過係数 S_{21} は損傷によって変化し、透過係数から算出される誘電率も損傷によって変化することが明らかになり、本研究によりSiC/SiCの損傷を非接触で検出できる可能性が示された。

連続繊維強化セラミックス基複合材料の損傷評価法として、引張応力-ひずみ曲線から損傷パラメータ (\tilde{D}) は次式のように定義される⁴⁾。

$$\tilde{D}(\sigma_i) = \left[1 - \frac{(d\sigma/d\varepsilon)_i}{(d\sigma/d\varepsilon)_0} \right] \left(\frac{U_{p,i}}{U_p} \right) \dots \dots \dots (1)$$

ここで、 $d\sigma/d\varepsilon$ は応力-ひずみ曲線の傾き、 U_p は応力-ひ

*実験に先立ち複合材料を設置しない状態で、透過係数 S_{21} の損失が最小になるように、2個のアンテナを正対させ位置を調整した。なお、装置の性能を確認するために、凸レンズの焦点位置に直径 D を最大60 mmまでと穴径を変化させたアルミホイルを設置し、透過係数 S_{21} の変化を測定し、電磁波の絞られている範囲を求めた。この結果、電磁波は直径 $D \approx 45$ mm の範囲に絞られており、この値は周波数20 GHzにおける波長に換算すると3倍であり、ほぼ理想的な集束が実現していると考えられる。

研 究 速 報

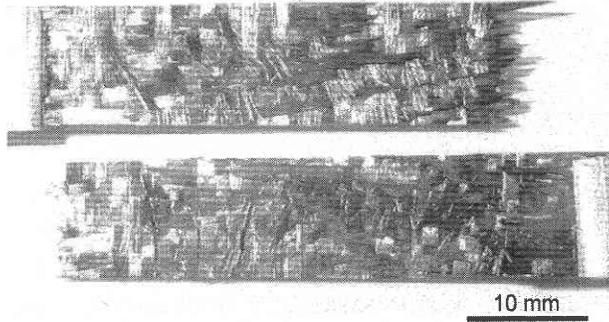


図3 引張試験後の複合材料の様子。

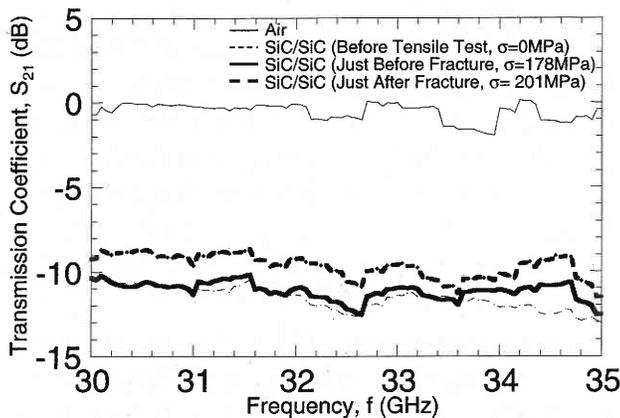


図4 引張試験時の透過係数 (S_{21}) と周波数 (f) の関係。

ずみ曲線の下側の総面積から弾性変形分を引いたもので、破壊に対する非線形変形の影響を示している。添字の i は応力 σ_i の時の値、 0 は最初の値、 U_p^* は U_p の複合材料破断時の値である。

損傷パラメータは、同一の材料系に関して別に測定された応力-ひずみ曲線から算出した損傷パラメータを用い、破断応力で規格化した応力値を比較することを行った。その結果、負荷応力、178と201 MPaに対する損傷パラメータはそれぞれ、0.38、0.64となった。

周波数30-35 GHz 間での透過係数の平均値を計算し、損傷パラメータ \tilde{D} と平均透過係数 S_{21} の大きさの関係を求めた結果を図5に示す。この図に示されているように、複合材料中の損傷の増加に伴って損傷パラメータは増加し、 S_{21} も増加することが分かる。すなわち、材料中に損傷が累積されるに従って、電磁波の透過係数が増加することが明らかになった。

5. 結 論

SiC 繊維強化 SiC 複合材料の力学損傷を非接触で定量評価する方法として、電磁波を用いた誘電特性の変化を非接

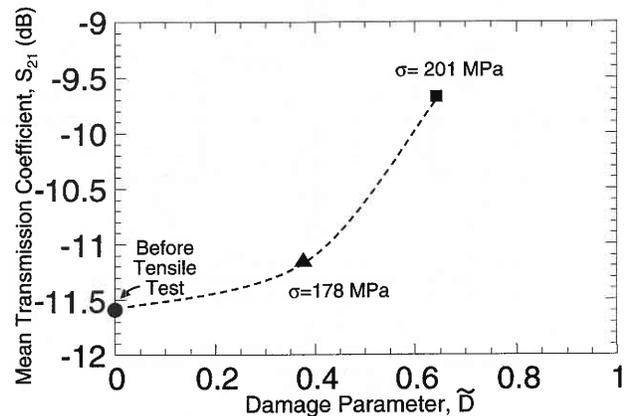


図5 平均透過係数 (S_{21}) と損傷パラメータ (\tilde{D}) の関係。

触で測定した。その結果、引張損傷前後の複合材料に透過係数の変化が確認された。応力-ひずみ曲線から定義される損傷パラメータと、この装置系による損傷検出法を組み合わせることで、誘電率変化を用いて損傷評価を行うことが可能であることが確認された。

(2000年10月13日受理)

6. 参 考 文 献

- 1) P. J. Lamicq, G. A. Bernhart, M. M. Dauchier, and J. G. Mace, "SiC/SiC Composite Ceramics," Am. Ceram. Soc. Bull., 65 [2] 336-338 (1986).
- 2) A. J. Eckel and R.C. Bradt, "Strength Distribution of Reinforcing Fibers in a Nicalon Fiber/Chemically Vapor Infiltrated Silicon Carbide Matrix Composite," J. Am. Ceram. Soc., 72 [3] 455-458 (1989).
- 3) K. Goto and Y. Kagawa, "Fracture Behaviour and Toughness of a Plane-Woven SiC Fibre-Reinforced SiC Matrix Composite," Mater. Sci. Eng., A 211 72-81 (1996).
- 4) T. Mamiya, Y. Kagawa, and M. G. Jenkins, "Tensile Stress-Strain Behavior and Damage Parameter of SiC Fiber-Reinforced SiC Matrix Composite," 投稿予定.
- 5) F. E. Heredia, J. C. McNulty, F. W. Zok, and A. G. Evans, "Oxidation Embrittlement Probe for Ceramic-Matrix Composites," J. Am. Ceram. Soc., 78 [8] 2097-2100 (1995).
- 6) S. Zhu, M. Mizuno, Y. Kagawa, J. Cao, Y. Nagano, and H. Kaya, "Creep and Fatigue Behavior in Hi-Nicalon™-Fiber-Reinforced Silicon Carbide Composites at High Temperatures," J. Am. Ceram. Soc., 82 [1] 117-128 (1999).
- 7) D. K. Ghodgankar, V. V. Varadan, and V. K. Varadan, "A Free-Space Method for Measurement of Dielectric Constants and Loss Tangents at Microwave Frequencies," IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement, 38 [3] 789-793 (1989).
- 8) "Materials Measurement. Measuring the Dielectric Constant of Solids with the HP 8510 Network Analyzer," Hewlett-Packard Product Note 8510-3.