

木村正雄^{1,2)}、武市泰男^{1,2)}、丹羽尉博¹⁾、仁谷浩明^{1,2)}、君島堅一¹⁾、高橋慧¹⁾、阿部仁^{1,2)}、高橋由美子¹⁾、山下良樹¹⁾、平野馨一^{1,2)}、兵藤一行^{1,2)}、和田健^{1,2)}、兵頭俊夫^{1,2)}
¹⁾KEK-物構研・PF, ²⁾総研大

概要

航空機用構造材料の耐熱性・耐環境性向上のためには、破壊に伴う材料中の変化を、空間および時間の両方でのマルチスケール階層構造の観点から明らかにし(図1)、強度・耐熱性・耐環境性向上のためのヘテロ構造因子を解明する必要がある。

本課題では、[2015FY]空間および時間の両方でのマルチスケールでの階層構造を解明する観察法の研究を進め、[2016-2017FY]耐熱性・耐環境性向上のための材料ヘテロ構造因子解明を行う。2015FYはFiber-Reinforced Composite (FRC), Environmental Barrier Coating (EBC), Metalでの破壊挙動の観察を実施するため、下記の通り観察技術の最適化とモデル試料の観察に取り組んだ。

- (1) 酸化物中の金属元素の化学状態マッピング、EBCの構造解析
- (2) SiC/SiC, EBC材のX-CTイメージング、(3) STXMによる炭素材料の化学状態観察
- (4) 陽電子ビーム高強度化のためのパルスストレッチング

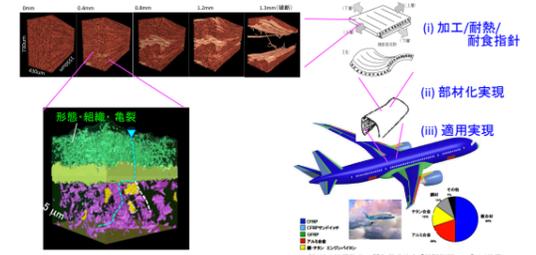


図1 航空機用の構造材料の開発に必要なマルチスケール階層構造

背景

SIP (戦略的イノベーション創造プログラム) の10課題のひとつである「革新的構造材料」プロジェクト (SIP-SM⁴) [1] (PD: 岸輝雄、期間: H26.9.29~H31.3.31) では、(a) 繊維強化複合材料 (CFRP)、(b) 耐環境性セラミックスコーティング (EBC)、(c) 耐熱合金、の3つの航空機用構造材料系と、(d) 計算科学と先端計測技術を融合した材料・部材設計を効率的に行うためのマテリアルズインテグレーションの四領域で、全国の産官学73機関が参加して研究を実施する。マテリアルズインテグレーション領域の研究拠点のひとつとして、TIA-nano四機関による先端計測技術開発の研究に取り組んでおり、KEK/IMSS/PFは放射光、陽電子を活用した研究に取り組んでいる。

[1] <http://www.jst.go.jp/sip/k03.html>

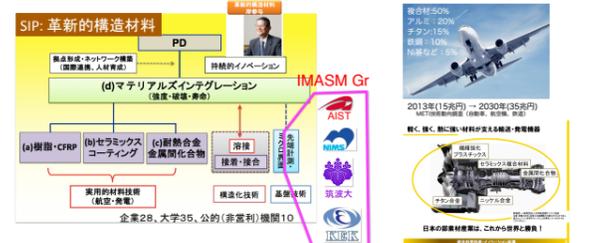


図2 (左) SIP-SM⁴の体制、(右) 航空機用の構造材料

結果

(1a) 酸化物中の金属元素の化学状態マッピング (PF BL-15A1)

モデル酸化物 (焼結鉄: Fe₂O₃粒をCaOで高温液相焼結) 中のFeの化学状態とクラックの関係 →還元に伴う発生するクラックが、化学状態の異なる界面に沿って進展することを確認[2,3,4]

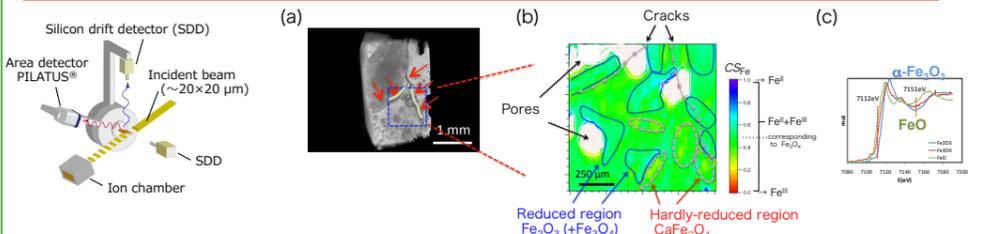


図3 BL-15A1に設置されたXAFS, XF, XRDの同視野計測システム
 図4 (a) 試料のX-CT像、(b) Feの化学状態マッピング、(c) Fe K-edge付近の2エネルギーの強度比から化学状態指標(CS_{Fe})を定義。
 [2] M. Kimura et al. J. Phys.: Conf. Ser. (2016) in print. [3] M. Kimura et al., Proc. SIM-IMASM Int. Sym. (2015)
 [4] Y. Takeichi et al., Proc. SIM-IMASM Int. Sym. (2015)

放射光の相補的手法を総合的に用いた航空機材料(CFRP, EBC)の空間および時間の両方でのマルチスケールでの階層構造評価

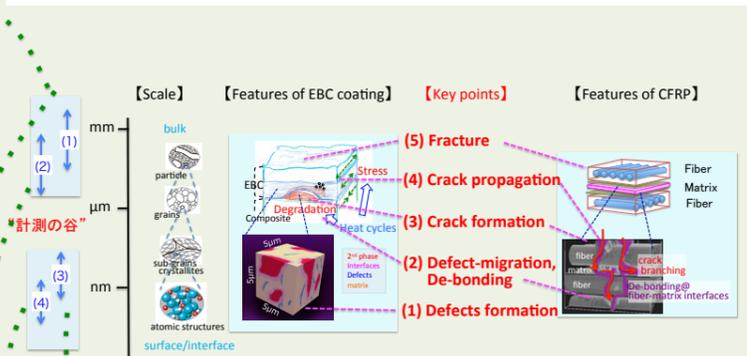


図5 CFRP, EBCで必要となる材料科学的因子とそのスケール (左端の数字は、本研究の結果の項目の数字に対応。)

(1b) EBCの構造解析(PF BL-8A, 9C, 11A, 11B, 12C)

現行最新材料系(Mullite系)の耐熱サイクル材での評価開始 →network構造の差異がポイントか? 現在開発中の次世代材料系(Yb-Si-O系)の評価開始 →試作材の基本評価から開始、高温でのXAFS観察法開発(最高1500°C目標)[5,6]、水溶液腐食 XAFS観察

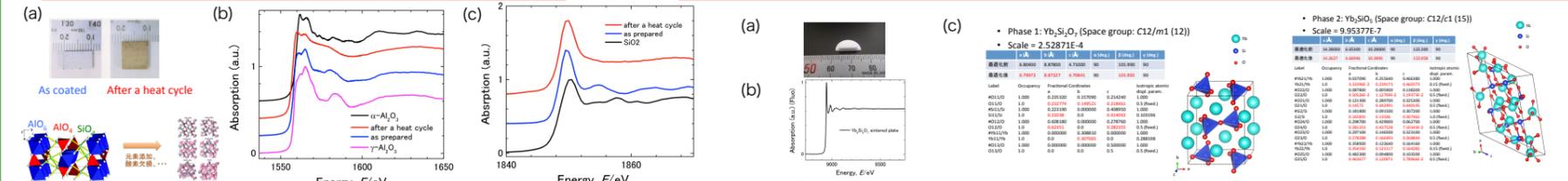


図5 (a) 試料の外観と反応モデル、(b) Al K-edgeでのXANES、(c) Si K-edgeでのXANES。
 図6 (a) 試料の外観、(b) Yb K-edgeでのXANES、(c) Rietveld解析により決定された構造パラメータ。
 [5] K. Kimijima et al., Proc. SIM-IMASM Int. Sym. (2015)
 [6] K. Kimijima et al., Presented at ACS Mtg. (2016)

(2) SiC/SiC, EBC材のX-CTイメージング (PF BL-14B,C)

位相コントラスト[7][8], in situ X-CT法の検討 → Fiber composites材料の亀裂評価へ展開 [7] Y. Takahashi et al., Proc. SIM-IMASM Int. Sym. (2015)
 [8] K. Hirano et al., Proc. SIM-IMASM Int. Sym. (2015)

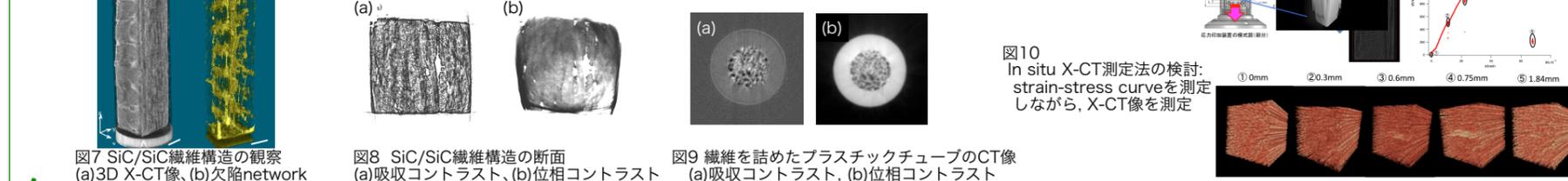


図7 SiC/SiC繊維構造の観察 (a) 3D X-CT像、(b) 欠陥network
 図8 SiC/SiC繊維構造の断面 (a) 吸収コントラスト、(b) 位相コントラスト
 図9 繊維を詰めたプラスチックチューブのCT像 (a) 吸収コントラスト、(b) 位相コントラスト

(3) STXMによる炭素材料の化学状態観察 (PF BL-13A)

芳香環の発達度の違いの不均一性が熱処理により異なることを解明 → CFRPの評価に適用

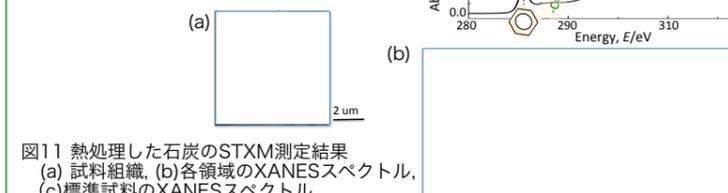


図10 In situ X-CT測定法の検討: strain-stress curveを測定しながら、X-CT像を測定
 図11 熱処理した石炭のSTXM測定結果 (a) 試料組織、(b) 各領域のXANESスペクトル、(c) 標準試料のXANESスペクトル

(4) 陽電子ビーム高強度化のためのパルスストレッチング (陽電子)

パルスストレッチング技術確立 → AISTへ技術適用 [9] [9] K. Wada et al., Proc. SIM-IMASM Int. Sym. (2015)



図12 (a) 陽電子による欠陥評価の体制、(b) 開発したパルスストレッチング法

謝辞 本研究は、内閣府 戦略的イノベーション創造プログラム 革新的構造材料 ユニットD66 (SIP-IMASM) の一環として実施しました。

まとめ (1) 酸化物と炭素材料のどちらにおいても化学状態の不均一がマイクロ亀裂の生成と関係することを示唆する結果が得られつつある。今後、これらが複合した材料への展開を進めるべく、同プロジェクトの材料開発チームで開発が進められている材料系への適用を開始した。
 (2) 図5中の「計測の死の谷」の領域を埋める XAFS-CT設備導入予算がSIP-SM⁴で前倒し配分、H28FY建設@AR NW-2A予定。実施計画が大きく変更のため本S2を取り下げ、XAFS-CT装置の導入・立ち上げを核にした新たなS2課題として来年度より取り組む。(PF-PAC(戦略)委員会にて報告・議論の後採択。導入にあたりPF研究会等でのユーザーの意見集約。)