

超高温環境下における変形分布計測システムの開発と応用

Measurement of displacement field at elevated temperature and its application

研究代表者 東京理科大学 基礎工学部材料工科 助教 井上 遼

Ryo Inoue

In-plane deformation of monolithic ceramics was measured using digital image correlation (DIC) technique. Quality of acquired image obtained using high temperature observation system (HTOS) was not changed up to 1200°C. The results of strain distribution measurement showed that HTOS could measure in-plane average strains up to 1200°C.

Strain distribution measurement by DIC was also applied to understand damage evolution of multilayer ceramic coating on SiC substrate. The observation demonstrated that mud-cracking of the protective surface mullite layer occurred. The experimental results showed that mud cracks nucleated in the mullite layer during heating, primarily due to shrinkage of the mullite during crystallization. The cracking event was detectable by mapping the maximum principal strain distribution. We clearly demonstrated that HTOS and DIC are effective tools for investigating the degradation mechanisms of coatings at high temperatures.

要旨

高温構造用材料の不均一変形・損傷モニタリングを実現するために、本研究では輻射の影響を受けない観察装置から得られたデジタル画像を画像相関(DIC)法によって解析することを試みた。標準試料として多結晶アルミナ、サファイアを用い計測を行った結果、理論値とよく一致し、1400°Cまでのひずみ分布計測手法を確立した。さらに、計測手法の有用性を示すため、タービンブレード用コーティングの変形計測を実施した。損傷発生の様子をリアルタイムで観察できるだけでなく、局所的な変形分布の変化を追跡でき、どこで、どのように損傷が発生するかを明らかにできた。これらの結果より、本研究で提案した手法は高温構造用材料に広範に適用でき、関連分野の研究開発に大いに役立つものと考えられた。

1. まえがき

エンジンやタービン部材を軽量化し、より高温で運用できれば省エネルギーにつながる。そのために、セラミックス系複合材料 (Ceramic Matrix Composites 以降、CMCs と記述) を応用する試みが行なわれ、基礎研究から実用的研究に移行しつつある。1200°Cを超える熱サイクル環境で使用されるため、熱膨張係数、弾性率の違いから加熱・冷却中に不均一相の界面に不均一な変形・ひずみ集中が生じることは不可避である。不均一組織の変形分布について

は、有限要素法による数値シミュレーションが行われてきた。実験的には、レーザースペックル法やマイクログリッドを利用し変形分布を計測する試みがあるが、1000°C以上での計測は事実上困難とされている。

一般的に、1000°Cを超える温度領域では材料からの輻射光の波長が短波長側にシフトするとともに強度が高くなり試料を直接観察することは困難である。この問題は、汎用的な光学顕微システムと紫外光光源及び紫外線 CCD カメラとフィルターを組み合わせることによって解決でき^{[1]-[3]}、輻射光によるコントラストの変化がほとんどなく表面観察が可能となる。

本研究では、超高温観察システムを用いた変位・ひずみ分布計測の手法を確立することを目的とした。そのために、表面にランダムパターンを施した α -Al₂O₃ 及びサファイアを標準試料として用い、熱サイクル下における変位・ひずみ分布の計測性能を検証した^{[1], [2]}。

2. 方法

2. 1 使用した計測システム

Fig. 1 は本研究で使用した高温観察システムの構成を示したものである。装置の構成は過去に報告されているとおりである⁽¹⁾⁻⁽³⁾。熱サイクル試験には IR イメージ炉を用いた。炉体の上面に石英窓が取り付けられており、ガラス窓上に対物レンズ(NZ-1000, Keyence)を設置されている。その場観察のための対

物レンズには、昇温時の破損を防ぐため焦点距離が長いものを使用した。熱輻射によってコントラスト比が著しく変化してしまうことを防ぐため、対物レンズを通じて紫外線ランプを用いて光を照射し、紫外線CCDカメラにて昇温及び冷却中の試料表面の像をその場観察した撮影した。また、CCDカメラと対物レンズ間に光学フィルターを挿入した。

2.2 表面のスペックルパターン

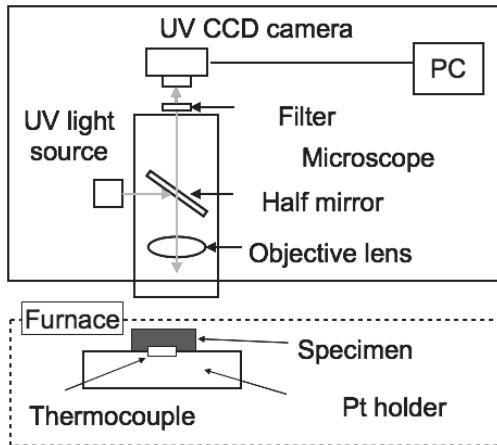


Fig. 1 Schematic of high-temperature observation system (HTOS) used in this study.

標準試料として鏡面研磨された多結晶 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (結晶粒径~ $1\text{ }\mu\text{m}$)を用いた。試料表面には白と黒の耐熱ペイント(武藏ホルト株式会社)をエタノール溶媒中に分散させた後、エアブラシを用いて、白と黒のランダムパターンを作製した(Fig. 2)。作製した試料を昇温速度 $100^\circ\text{C}/\text{min}$ 、最高温度 1200°C で10分間保持した後、同様の速度で 500°C まで温度を下げた後、炉冷し熱サイクル実験を行った。得られたデジタル画像を画像相関法によって解析し、およそ $1\times1\text{mm}^2$ の領域における面内の変位及びひずみ



Fig. 2 Typical optical micrograph of speckle pattern on Al_2O_3 surface.

分布を調べ、平均ひずみを算出した。画像の解像度は $1004\times1002\text{pixel}$ で取得した。解析プログラムにはNcorrを用い、サブセット29pixel、ステップ数は3pixelの条件で解析を行った。

3. ひずみ分布計測

Fig. 3はランダムパターンを施した多結晶 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ の 1000°C 、 1100°C 及び 1200°C におけるその場観察の結果を示したものである。観察視野はFig. 2と同様である。通常の光学顕微システムで観察した像は輻射光によってコントラスト比が変化してしまうことが知られているが、得られたデジタル画像はコントラストが維持され、明瞭な像が得られていることがわかる。Fig. 4は室温及び 1200°C で撮影した画像の輝度分布を比較したものである。室温と 1200°C の輝度分布はほぼ同様であり、昇温してもコントラストは一定に保たれていることが確かめられた。ただし、 1200°C 以上に達したとき、材料表面に作製したパターン自身が劣化し、画像の白と黒のコ

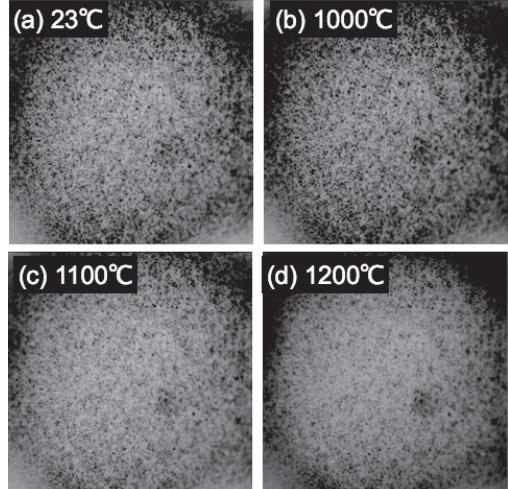


Fig. 3 Captured image of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ specimen heated at (a) 23°C , (b) 1000°C , (c) at 1100°C and at (d) 1200°C .

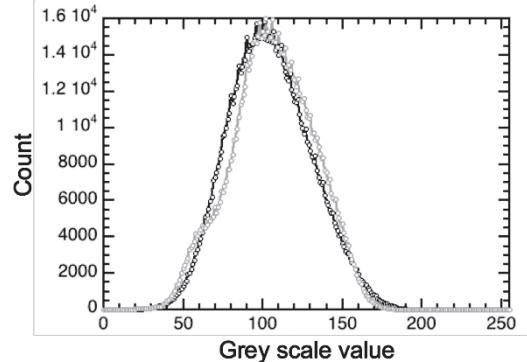


Fig. 4 Grey scale histogram of captured image at room temperature and 1200°C .

ントラスト比が著しく変化してしまうことが明らかになった。この劣化を防ぐために異なるセラミックス粒子をスラリー状にして吹き付けると、1400°Cまで輝度値分布が変化することなく安定に使用できることがわかった^[3]。

これらを使用してサファイアの<0001>面の熱変形を計測したときのx及びy方向のひずみ分布と計測範囲の平均ひずみの計測結果をFig. 5に示す。ひずみ分布は局所的に高い箇所が見られるものの概ね均一な分布となっていることがわかる。平均ひずみは熱膨張係数と温度の関係から求めたひずみ量とほぼ一致しており、1400°C程度までのひずみ場の計測が可能であることを意味している。

以上のように、紫外光とフィルターによる処理は高温でのその場観察に有用であるとともに、得られた画像を利用してひずみ分布を計測することが可能であることを実証できた。また、1400°Cでも劣化しない表面のスペックルパターンの作製手法を確立でき、これまで困難であった温度領域でのひずみ分布計測を実現のための基礎を確立できた。

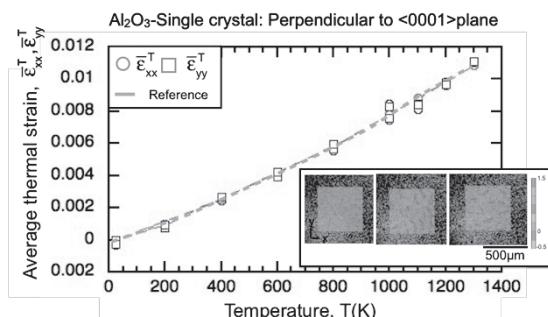


Fig. 5 Plots of average strain along x- and y-direction as a function of temperature.

4. 構造用材料への応用

4.1 セラミックス基材上への多層コーティング

民間航空機用ガスタービンエンジン部材にSiC繊維強化SiCマトリックス複合材料(以降、SiC/SiC複合材料)を適用するためには高温・高圧、水蒸気環境下で複合材料が減肉を防ぐ耐環境コーティング(以降、EBCと記述する)が不可欠である。コーティングが剥離や脱離によって基材を保護する機能が失われた場合、SiCの酸化及び減肉が発生してしまうため^[4]、損傷メカニズムの解明は寿命予測の観点から重要である。

EBCが適用される部材の温度は1300°C以上が想定されており、今後さらなる高温化が予想されている。これまで、大気中や水蒸気雰囲気での耐久性試験、試験後の試験片表面や断面の微細構造、結晶構造、反応を観察する試みが行われてきた。しかし、構造変化・クラックによる損傷は時間及び温度に依存する現象であるため、高温あるいは冷却中の試料をその場観察をすることが望ましい。しかし、高温・冷却時の変形挙動を定量的に理解し、クラックの発生温度、発生箇所を予測するには至っていない。本研究では、観察装置と検証したスペックルパターンをSiC/SiC上の耐環境コーティングを模擬したモデル材料に適用し提案した手法が有効であるかを検証した。

4.2 材料及び実験方法

標準試料による実験とともに、大気プラズマ溶射(Air Plasma Spray:以降APS)法によって厚さ~2mm、表面粗さ1μmのα-SiC上にSi及びムライトをコーティングした材料を用いた。この材料構成はSiC/SiC複合材料用のEBCとして一般的なものであり、新ケーメタリコン(株)で溶射施工した。

Fig. 6に作製した多層コーティングのSEM像を示す。ムライト及びSiの厚さはそれぞれ~250μm、~100μmとした。5mm×5mmに切断後、ムライト表面を鏡面研磨した。さらに、表面上にランダムパターンを作製し標準試料と同様の実験を行った。

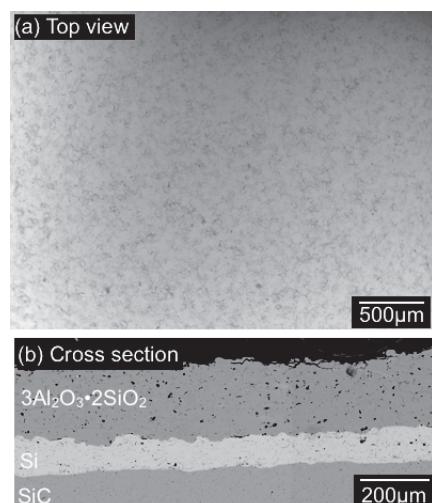


Fig. 6 Typical SEM photograph of Mullite/Si multilayer coating on SiC substrate. (a) Top view (b) cross sectional view.

4. 3 変形分布計測

Fig. 7 はコーティング表面のひずみ分布計測を示している。(a)は x 方向及び y 方向のひずみ分布、(b)は最大主ひずみの分布を示している。ひずみは高温になると大きくなる傾向があるが、1000°Cに達した時、局所的に負の値を示すことが見て取れる。溶射法で作製したコーティングは基材衝突時の急冷凝固によって非晶質構造を持つ傾向があり、本研究で実施した DTA 曲線からも、加熱に伴う結晶化が 1000°C 程度で生じていることが示され、昇温中に結晶化に伴う体積収縮が生じていると考えられる。1000°Cまで昇温すると正の最大主ひずみが生じている部分がネットワーク上に広がっていることがわかる。溶射皮膜で生じるマッドクラックの様相と類似しており、試験後の SEM 観察でも該当部分でクラックが生じていることが確認できた。

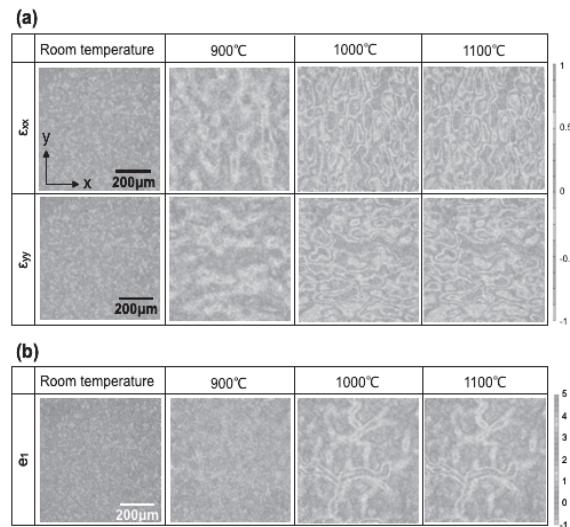


Fig. 7 (a)Strain distribution of mullite coating along x and y-direction, and (b)maximum principle strain.

ここで、表面のムライトコーティングに生じるひずみ $\varepsilon_M(T)$ は、

$$\varepsilon_M(T) \sim \frac{E_{SiC}(T)t_{SiC}\alpha_{SiC}(T)+E_{Si}(T)t_{Si}\alpha_{Si}(T)+E_M(T)t_M\alpha_M(T)}{E_{SiC}(T)t_{SiC}+E_{Si}(T)t_{Si}+E_M(T)t_M}(T-T_0)$$

と表すことができる。ここで E , t , α は弾性率、コーティング及び基材の厚さ及び熱膨張係数であり、 E 及び α は温度に依存する。添字の SiC, Si, M はそれぞれの材料を示している。ムライトの E 及び α に非晶質の物性値を代入したとき、モデルから予測されたひずみ量と計測された平均ひずみの関係は Fig. 8(a) のようになった。1000°Cまではほぼ一致するものの 1000°Cに達するとムライトの結晶化に伴い理論値か

ら逸脱し、負の値を示した。加熱後一度冷却し、再度加熱を行った時の平均ひずみの変化と上式に結晶化した多結晶ムライトの物性値を代入して得られた理論値の比較を Fig. 8(b) に示す。2 回目の昇温時、ひずみ量は単調に増加しほぼ実験と理論値が一致した。溶射皮膜中の非晶質相の結晶化に伴い収縮に起因するクラックの挙動は数多くの論文で報告してきた。しかし、現象を実際に捉え、クラックが発生するまでの変形量を定量的に計測した報告は本研究が初めてである。これまで見えなかった現象をその場観察し、変形量を定量的に計測することによってこれまで推測に過ぎなかつた事象を可視化することができた点に意義があると考えている。

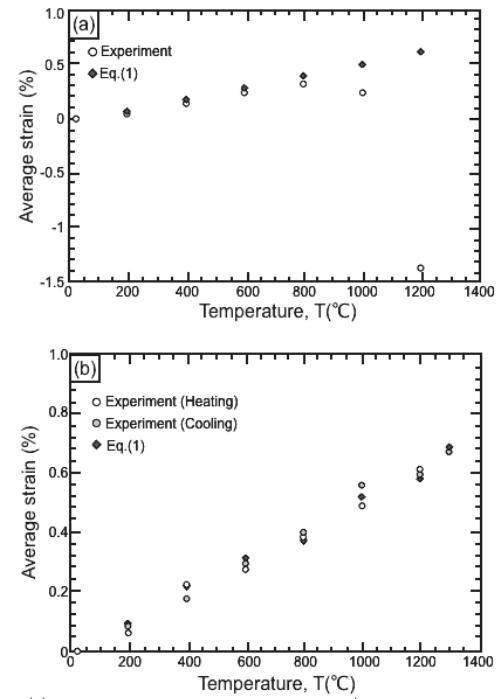


Fig. 8 (a)Average strain of mullite layer (first heat cycle).
(b) Average strain of mullite layer (second heat cycle).

5. 総括

本研究では1000°Cを超える環境でのひずみ分布計測手法について検討した。観察系、表面のパターンと画像相関法を利用することにより、ひずみ分布計測が可能であることがわかった。これらを実用材料に適用した結果、これまで推測されてきた現象を可視化することができた。

本研究はマツダ財团研究助成の補助を受け実施されたものであり、ここに謝意を示す。

発表論文

- [1] ムライト/Si/SiC/耐環境コーティングシステムの高温におけるひずみ分布計測, 井上遼、垣澤 英樹、向後保雄, 2016年12月
- [2] Ryo Inoue, Hideki Kakisawa, Yasuo Kogo, Damage detection of multilayer coating system by digital image correlation at high temperature, 2018年6月
- [3] Ryo Inoue, and Hideki Kakisawa, Fabrication of microspeckle pattern for strain measurement at high temperature (in preparation)

参考文献

- (1) Y. Dong, H. Kakisawa, Y. Kagawa, Optical system for microscopic observation and strain measurement at high temperature, Meas. Sci. Technol. 25 (2013) 025002-10.
doi:10.1088/0957-0233/25/2/025002.
- (2) Y. Dong, H. Kakisawa, Y. Kagawa, Development of microscale pattern for digital image correlation up to 1400° C, Opt. Lasers Eng. 68 (2015) 7-15.
doi:10.1016/j.optlaseng.2014.12.003.
- (3) Y. Arai, Y., R. Inoue, H. Tanaka, Y. Kogo and K. Gogo, *In-situ* observation of oxidation behavior in ZrB₂-SiC-ZrC ternary composites up to 1500° C using high-temperature observation system, Journal of the Ceramic Society of Japan. 124 (2016) 890-897.
doi:10.2109/jcersj2.16043.