

ラマン分光装置を用いた CMC の応力測定

Stress measurement of CMC using Raman spectroscopy

茂木大知¹⁾

指導教員 加藤太郎²⁾, 古井光明²⁾, 田中義久³⁾

1) 東京工科大学 工学部 機械工学科 材料グリーンプロセス研究室

2) 東京工科大学 工学部 機械工学科

3) 東京工科大学 片柳研究所 セラミックス複合材料センター

キーワード：CMC, ラマン分光装置, 残留応力

1. はじめに

セラミックスは耐熱性, 耐摩耗性, 耐食性などに優れた特性を持つが, 靱性や強度信頼性の低さが問題視されている。一方, セラミックス基複合材料 (CMC: Ceramic Matrix Composites) はセラミックスの繊維をセラミックスの母材に複合化させることによって亀裂の不安定伝播を阻止し高靱性を実現した損傷許容型のセラミックスである^[1]。

しかし, 複雑化するほど不均一な組織の分布が生じる。また, CMC を作製する際の温度変化による熱膨張差などによって不均一な残留応力が発生する。残留応力が発生することにより CMC の損傷や, 疲労強度の低下といった問題が生じてしまう。

先行研究によってラマン分光法を用いることにより非破壊で微小部分の応力状態が測定可能であることが分かった^[2]。本研究では, 繊維の分散状態のばらつきに着目し, 応力状態にどのような影響を及ぼすのかを実験的に検討した。

2. 原理

ラマン分光装置で得られるラマンスペクトルの一例を図 1 に示す。ラマンスペクトルからは応力や物質の濃度, 結晶性, 化学結合が確認できる。基本的な装置の構成は, 試料にレーザー光を照射するための光源, 散乱光を分光する分光器

および分光した散乱光を検出する検出器から構成されている。

光が物質に入射し分子と衝突すると, その一部は散乱する。この散乱光にごくわずか含まれている入射光と異なった波長の光を調べることにより, 物質の分子構造や結晶構造などを確認することができる。

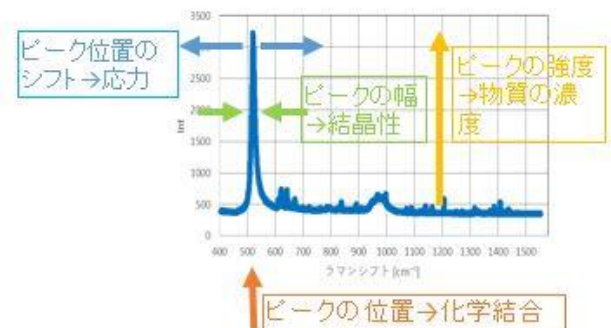


図 1 ラマンスペクトルの一例

3. 実験方法

本研究では治具を作製し, Si の単結晶に応力を加えつつラマン分光装置で測定を行い, 応力と Si のピーク位置の関係を調査した。Si の単結晶に約 1.00×10^{-5} ずつひずみを与えつつ Si のピークの位置を測定し, ひずみと応力, ヤング率の関係式を用いてひずみを応力に換算した。

その後, CMC のサンプルの 2 か所についてそれぞれラマン分光装置で 400 点マッピング測定を行

った。本実験では靱性がほとんど見られず、塑性変形をほとんど生じない脆性破壊が生じた CMC のサンプルを用いて測定を行った。測定の条件としては測定間隔を $1.8\mu\text{m}$ 、露光時間を 5 秒、積算回数を 2 回とする。

4. 結果

Si のピークの位置と応力との関係をまとめた結果を表 1 に示す。Si のピークが 521.5cm^{-1} あたりを示すときに無応力状態となっていることが確認できた。

CMC のサンプルの 2 か所についてそれぞれ測定を行い、測定範囲内の Si のピークの位置を色分け図に示した。実際に測定を行った箇所とその測定結果を図 2、図 3 に示す。図 2 の測定箇所は比較的繊維密度が大きい箇所である。図 3 の測定箇所は比較的繊維密度が小さい箇所である。それぞれの色分け図はオレンジ色の枠内の Si のピークの位置を示している。色分け図のスケールはオレンジ色が無応力状態を示しており、青色に近づくほど Si のピークの値が小さくなり引張応力が加わっていることを示している。測定結果を見るとどちらも引張応力が加わっていることが確認できた。加わっている力の大きさとしては繊維密度の少ない箇所の方が大きな力が加わっていることも確認できた。

測定前の予想としては繊維密度の大きい方に圧縮応力が、小さい方に引張応力が加わっていると考えたが実際はどちらも引張応力が加わっていた。これは極微小範囲の観察を行ったため、微細な残留 Si や組織の違いによる影響が出たことが考えられる。

表 1 ピークと応力の関係

ピーク位置 $[\text{cm}^{-1}]$	応力 $[\text{MPa}]$
520.0	388.8
520.5	260.2
521.0	131.6
521.5	3.1

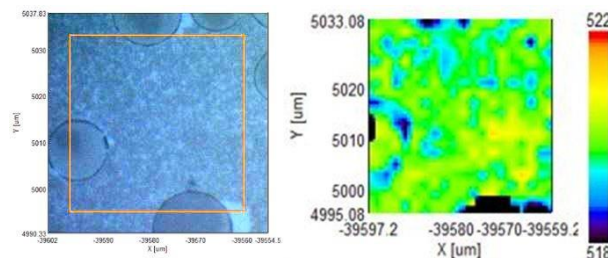


図 2 測定箇所・結果(繊維密度大)

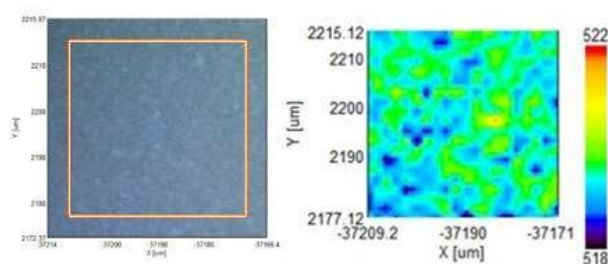


図 3 測定箇所・結果(繊維密度小)

5. おわりに

本研究では応力とピークの位置の関係を明らかにしたのちに、CMC のサンプル一つについて繊維の密度に着目して応力状態の調査を行った。

調査の結果、予想とは違ったものの応力が加わっていることが確認できた。今後は視点や観察箇所の特徴を変え、それぞれの関係性を明らかにする。

参考文献

- [1] 喜多村 竜太: セラミックス基複合材料の損傷問題への制約条件付き有限要素モデルの適用, 山口大学 博士学位論文, (平成 27 年 3 月)p.4
- [2] 清水 彰子ら: ラマン分光法による応力の可視化, あいち産業科学技術総合センター 研究報告 2019, p. 10