

令和 4 年度 防衛装備庁  
安全保障技術研究推進制度

# 研究成果報告書

## SiC繊維強化型複合材の超高温疲労試験 に関する高度化技術研究

令和 5 年 5 月

国立研究開発法人物質・材料研究機構

本報告書は、防衛装備庁の安全保障技術研究推進制度による委託業務として、国立研究開発法人物質・材料研究機構が実施した令和4年度「SiC繊維強化型複合材の超高温疲労試験に関する高度化技術研究」の成果を取りまとめたものです。

## 1. 委託業務の目的

### 1.1 研究課題の最終目標

本研究では、微小試験片で紫外線光 (UV) を用い 1500°C までのデジタル画像相関法による超高温疲労試験の標準化を目指し、高温のその場で得られた歪みによりマトリックス内部の微視的な損傷挙動を解明する。このため 3 年間の研究において、まず典型的な破壊挙動を示す 2 種類 (高強度型・高擬延性型) の SiC 繊維強化型複合材 (以後、SiC/SiC) を試作し、ASTM G1275 規格に沿ったドッグボーンタイプのフルスケール試験片 (全長 200 mm 程度) を用い 1500°C までの超高温疲労試験によって紫外線光による非接触型のひずみ計測技術の妥当性を確認し、高温その場デジタル画像相関法に関する原理検証を行う。同時に既存の接触型ひずみ取得から得られる物性値に基づいて SiC/SiC の巨視的な損傷度合いを算出し、デジタル画像相関法から得られる微視的な損傷度合いと比較する。また、ドッグボーンタイプの微小試験片 (全長 50 mm 程度) を用いた超高温疲労試験によって高温のその場で得られたひずみによりデジタル画像相関法の性能を評価することで、微小試験片技術を実現する。具体的な目標は以下の通りである。

#### (1) 2 種類 (高強度型・高擬延性型) の SiC/SiC の試作

気孔率 < 10% で高強度型 (比例限度応力 > 140MPa、引張強度 > 200MPa、破断ひずみ < 0.2%) と高擬延性型 (比例限度応力 < 140MPa、引張強度 > 200MPa、破断ひずみ > 0.2%) を試作する。

#### (2) 紫外線光 (UV) を用いた高温その場観察技術

室温から 1500°C まで圧痕観察を可能とする。

#### (3) フルスケール試験片を用いた紫外線光を用いた高温その場ひずみ計測技術

デジタル画像相関法を用いて 1500°C までの高温その場計測において、100  $\mu\text{m}$   $\times$  100  $\mu\text{m}$  程度の比較的大きな領域でのマトリックスと繊維束との違いを識別し、小数点第 2 位までのひずみ計測を目指す。

#### (4) 微小試験片を用いた紫外線光を用いた高温その場ひずみ計測技術

デジタル画像相関法を用いて 1500°C までの高温その場計測において、1  $\mu\text{m}$   $\times$  1  $\mu\text{m}$  程度の局所領域でのマトリックスと繊維との違いを識別し、小数点第 2 位までのひずみ計測を目指す。

### 1.2 最終目標を実現するために克服又は解明すべき要素課題

#### 要素課題 1 : 高温その場デジタル画像相関法に関する原理検証

紫外線光を用いた高温その場観察に関し、室温から 1500°C まで対象材料  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  を用いた圧痕観察をとおして昇温及び原理検証を行っているが、現時点は対象材料を SiC とした場合に未検証であり、本研究を通して検証する必要がある。また、SiC/SiC を用いた場合、600°C までは他研究機関でもデジタル画像相関法を用いて高温その場のひずみ計測が実施されているが 1500°C までは未開発の計測技術であり、本研究を通して紫外線光の超高温域での有効性とひずみ計測の精度を評価することで原理検証を実施する必要がある。

#### 要素課題 2 : 2 種類 (高強度型・高擬延性型) の SiC/SiC の試作

SiC/SiC の破壊挙動は、主に 2 種類 (高強度型・高擬延性型) に分類でき、次期 SiC/SiC 開発の方向性においても同様ある。本研究の対象資質としては、1500°C 試験に耐えうる (Si 等の融点 < 1500°C が構成物に入っていないこと) SiC/SiC であり、気孔の影響を極力低減するため気孔率 < 10% であることを追求し、併せて、製造プロセスは単一のものであることが要求される。SiC/SiC の特性としては、疲労試験時の最大試験強度 (約 140MPa) が重要な要素となるため、高強度型 (比例限度応力 > 140MPa、最大引張強度 > 200MPa、破断ひずみ < 0.2%) と高擬延性型 (比例限度応力 < 140MPa、最大引張強度 > 200MPa、破断ひずみ > 0.2%) に区別し試作する必要がある。

要素課題3：微小試験片による高温その場デジタル画像相関法の性能評価

フルスケール試験片と比較し微小試験片では、ゲージ長さ（28 mm→13 mm）、ゲージ部の幅（10 mm→3 mm）であり、既存の接触型のひずみ計測ではフルスケール試験のよりも幅が短く接触面積が減少し計測難易度が増しゲージ長さの低下からひずみ取得の精度も低下してしまう。本研究では、紫外線光を用い計測難易度も変化せず、精度も $1\mu\text{m}\times 1\mu\text{m}$ の領域まで向上させ小数点第二位まで取得することで微小試験片でも超高温疲労試験を実施できる技術確立する必要がある。

要素課題4：SiC/SiCのマトリックス内部から発生する微視的な損傷挙動の解明

既存の接触型のひずみ計測では弾性率や応力値等の巨視的な物性値でしか損傷過程を把握できなかった。本研究を通して開発する紫外線光を用いた非接触型のひずみ計測では、要素課題2で試作した2種類のSiC/SiCを用いて、マトリックス内部に発生する微視的な亀裂発生・進展挙動をその場(in-situ)で観察し疲労損傷モデルを構築し、数値計算を用いた応力解析と組み合わせることで破壊メカニズムを解明する必要がある。

### 1.3 要素課題に対する実施項目及び体制

実施項目1：2種類（高強度型・高擬延性型）のSiC/SiCの試作（要素課題2に対応）

2種類のSiC/SiCは、BNを繊維/マトリックス界面に施すかマトリックス内部に分散させるかで質の違いを作製する。高擬延性型は第三世代のSiC繊維に、化学的蒸着法(CVD)にて繊維/マトリックス界面相にBNを外注にて施す。次にBN界面相を施したSiC繊維にSiCマトリックスとして申請者等が開発したナノオーダーでAl化合物を表面に被覆させた被覆SiCナノ粉末を用いて焼結法にて形成させる。一方、高強度型はBN界面相を施さないSiC繊維に、SiCマトリックスとして被覆SiCナノ粉末にBNナノ粉末を高分散させ同様に焼結にて形成させる。作製した2種類のSiC/SiCは、気孔率測定、引張特性評価を通し、要素課題2に記載した要求値を満足するかを確認する。

実施項目2：デジタル画像相関法を用いたin-situひずみ測定技術の確立（要素課題1に対応）

まず紫外線光を用いた高温その場観察に関し、室温から1500°Cまで繊維を含まないSiCを用いて圧痕の観察することで検証する。次に、実施項目1で試作した2種類のSiC/SiCはドッグボーンタイプのフルスケール（全長200mm程度）に加工し、1500°Cまでの疲労試験機（試験モード：引張片振り疲労、最大応力：約140MPa、応力比：R=0.1、波形：正弦波、周波数：1Hz）で外注にて実施する。変位計による既存の接触型のひずみ取得を行い、同時にデジタル画像相関法を用いた $100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}$ 程度の比較的大きな領域での非接触でのひずみ取得値との違いを調査し、紫外線光の強度や輻射熱を抑制するフィルターやサンプリング速度等を調整し評価する。既存の接触型のひずみ値から得られる弾性率や応力値等の物性値と紫外線光を用いたデジタル画像相関法による非接触型のひずみ値から得られる物性値を結び付けS-N線図を描くことで、既存の評価法である巨視的な損傷挙動の影響を明らかにする。

実施項目3：微小試験片を用いて高温その場デジタル画像相関法の性能評価（要素課題3に対応）

試作した2種類のSiC/SiCをドッグボーンタイプの微小試験片（全長50mm程度）に加工し、実施項目1で用いた紫外線光を用いデジタル画像相関法にてより室温から1500°Cまでの局所的（ $1\mu\text{m}\times 1\mu\text{m}$ の領域）なひずみ計測を実施する。既存の接触型のひずみ値から得られる弾性率や応力値等の物性値と紫外線光を用いたデジタル画像相関法による非接触型のひずみ値から得られる物性値を結び付けS-N線図を描くことで、フルスケール試験片の場合との比較を行い、デジタル画像相関法の微小試験片での有効性を確認する。

実施項目4：SiC/SiCの質の違いによる疲労寿命及びマトリックス内部の微視的な損傷挙動の影響（要素課題4に対応）

BN界面相を施さない場合、繊維とマトリックスが強固に結合し、高い比例限度応力(>140MPa)

になるが同時に破断ひずみはとて小さく (<0.2%) なる。逆に、BN 界面相を施すことで比較的低い比例限度応力 (<140MPa) ではあるが破断までのひずみは大きく (>0.2%) なる。疲労試験における最大応力を既存の低圧タービンでの平均応力値 (約 140MPa) と設定し、マトリックスに亀裂を生じさせない高強度型とマトリックスに亀裂を生じて破断に至らない高擬延性型に区別し、1500°Cまでの疲労試験を実施し S-N 線図を比較検討するとともに、デジタル画像相関法を用いてマトリックス内部で発生する微視的な亀裂発生・進展挙動をその場 (in-situ) で観察し、疲労損傷モデルを構築し、数値計算を用いた応力解析と組み合わせることで破壊メカニズムを解明する。

#### 実施項目 5 : プロジェクトの総合的推進

外注先との密な技術検討会議を行い各要素課題に関する研究の進捗を管理し、必要に応じて調査或いは外部有識者を招聘して意見を聞くなど、プロジェクトの推進に資する。本委託業の実施により得られた成果について、国内外の学会等において積極的に発表し、本研究の更なる進展に努める。なお、研究成果の発表にあたっては、委託契約書の定めに従い事前に発表内容等を通知する。

## 2. 研究開始時に設定した研究目標の達成度

実施項目 1 : 2 種類 (高強度型・高擬延性型) の SiC/SiC の試作 (要素課題 2 に対応)

達成度 100% : 一方向繊維製造装置導入による繊維の方向性の改善及び新規開発したサンドイッチ型プリプレグシートの使用により、SiC/SiC の強度特性のばらつきの点で大幅な品質改善と半自動化による優れた再生産性を達成し、SiC/SiC の特性としては、疲労試験時の最大試験強度 (約 140MPa) が重要な要素となるため、高強度型 (比例限度応力 >140MPa、最大引張強度 >200MPa、破断ひずみ <0.2%) と高擬延性型 (比例限度応力 <140MPa、最大引張強度 >200MPa、破断ひずみ >0.2%) に関する要求値を満足する性能を確認した。

実施項目 2 : デジタル画像相関法を用いた in-situ ひずみ測定技術の確立 (要素課題 1 に対応)

達成度 80% : モノリシック SiC を用いた UV-CCD の高温カメラシステムにて室温から 1500°C まで圧痕観察を確認し原理検証を行った。また、フルスケール試験片を用いて長距離顕微鏡で紫外線の強度や輻射熱を抑制するフィルターやサンプリング速度等を調整し 1500°C までの圧痕観察及び超高温疲労試験時の in-situ ひずみ測定技術の確立を目指した。1200°C、1400°C での DIC 法による in-situ ひずみ測定を実施したが、当初目標とした 1500°C 到達には大型炉内で電気加熱方式での 10 時間以上の長時間化であり昇温冷却過程での酸化やクリープ等の損傷懸念が課題となった。

実施項目 3 : 微小試験片を用いて高温その場デジタル画像相関法の性能評価 (要素課題 3 に対応)

達成度 100% : 微小試験片を用いて、室温及び 1200°C での DIC 法による in-situ ひずみ測定を実施した。特に、室温での各種ひずみ計測法を調査し、歪みゲージとの比較による精度を検証することで DIC 法によるひずみ計測の性能を評価した。

実施項目 4 : SiC/SiC の質の違いによる疲労寿命及びマトリックス内部の微視的な損傷挙動の影響 (要素課題 4 に対応)

達成度 90% : 2 種類 (高強度型・高擬延性型) の SiC/SiC を室温でサイクル引張試験、疲労試験 (試験モード : 引張片振り疲労、応力比 :  $R=0.1$ 、波形 : 正弦波、周波数 : 1 Hz) を行い、必要となる比例限度応力 (PLS)、最大応力 (UTS)、弾性率 (E)、破断歪み ( $\mu$ )、疲労限度応力等のマクロな物性値を取得するとともに、ミリ単位とマイクロ単位の非接触計測技術として DIC 法を用いた歪み分布計測や非破壊技術としてのアコースティック・エミッション (AE) 法を駆使し、2 種類の SiC/SiC の破壊挙動の違い、特に引張試験と疲労試験による損傷メカニズムの違いを明らかにした。さらに 2 種類 (高強度型・高擬延性型) の SiC/SiC の 1200°C、1400°C での超高温疲労試験の S-N 線図を描写し、疲労寿命の観点から 2 種類 (高強度型・高擬延性型) の SiC/SiC の損傷メカニズムを解析し既存の SiC/SiC とも比較し、疲労

試験後の組織学的見地からもメカニズム解明まで挑んだ。

### 3. 委託業務における研究の方法及び成果

- 実施項目1:2種類（高強度型・高擬延性型）のSiC/SiCの試作

2種類のSiC/SiCは、BNを繊維/マトリックス界面に施すかマトリックス内部に分散させるかによる複合材料の質の違いによって作製する。2種類のSiC/SiCは、ともに強化繊維はHi-Nicalon Type-S (HNS) (NGSアドバンスファイバー株式会社製)を用いた。HNSは第三世代SiC繊維で低酸素含有かつ近科学的組成((C/Si≒1)な高結晶のSiCから成り、高引張弾性率で高引張強度を示す。表1には、カタログ値を示す。

表 3-1 Hi-Nicalon Type-S 繊維のカタログ値[1]

	酸素含有量 (wt%)	化学組成 (C/Si 比)	引張強度 (GPa)	引張弾性率 (GPa)	かさ密度 (g/cm <sup>3</sup> )
Hi-Nicalon Type-S	0.8	1.05	3.1	380	2.85

2種類のSiC/SiCの試作は、強化繊維としてHNS繊維を用い図1に示すフローチャートによって新規開発したサンドイッチ型プリプレグを用いた半自動化で行った。高強度型は、図2(a)示すようにSiCマトリックスとして申請者等が開発した被覆SiCナノ粉末[2]にBNナノ粉末を高分散させグリーンシートを作製し、作製した2枚のグリーンシートはBN界面相を施さないSiC繊維の両端に積層させサンドイッチ構造として一枚のプリプレグシート（サンドイッチ型プリプレグシート）にした。研究開発初期で問題となっていたハンドメイドによる繊維の方向ばらつきは、図3に示す一方向繊維製造装置を新規導入しサンドイッチ型プリプレグシートへの作製に切り替えることで繊維の方向ばらつきとプリプレグシートの厚みのばらつきが大幅に改善し（図4参照）、強度特性へのばらつきも大幅に改善し（図5参照）、半自動化で再現よく製造可能な技術を確立した。又、サンドイッチ型プリプレグシートを用いた2種類のSiC/SiCの試作は、作製した180<sup>L</sup> × 33<sup>W</sup>の寸法の数十枚のサンドイッチ型プリプレグシートを0/90° 方向に積層させホットプレスにて複合化することで180<sup>L</sup> × 33<sup>W</sup> × 3<sup>T</sup> mm<sup>3</sup>の寸法のフルスケール試験片を得た。一方、図1(b)に示すようにSiCマトリックスとして(a)と同様の被覆SiCナノ粉末だけを用いてグリーンシートを作製し、作製した2枚のグリーンシートはSiC繊維に化学的蒸着法（CVD）にて繊維/マトリックス界面相に300-500nmの窒化ホウ素（BN）を施したSiC繊維の両端に積層させサンドイッチ構造として一枚のプリプレグシート（サンドイッチ型プリプレグシート）にした。作製した180<sup>L</sup> × 33<sup>W</sup>の寸法の数十枚のプリプレグシートを0/90° 方向に積層させホットプレスにて複合化することで180<sup>L</sup> × 33<sup>W</sup> × 3<sup>T</sup> mm<sup>3</sup>の寸法の試料を得た。同様に、微小試験片用として令和2年度では50<sup>L</sup> × 50<sup>W</sup>の寸法で作製したがグリップ部での破損が多く発生したため、令和3年度ではグリップ部の長さを10mm長くするため60<sup>L</sup> × 60<sup>W</sup>の寸法で数十枚のプリプレグシートを0/90° 方向に積層させホットプレスにて複合化することで60<sup>L</sup> × 60<sup>W</sup> × 3<sup>T</sup> mm<sup>3</sup>の寸法の試料を得た。

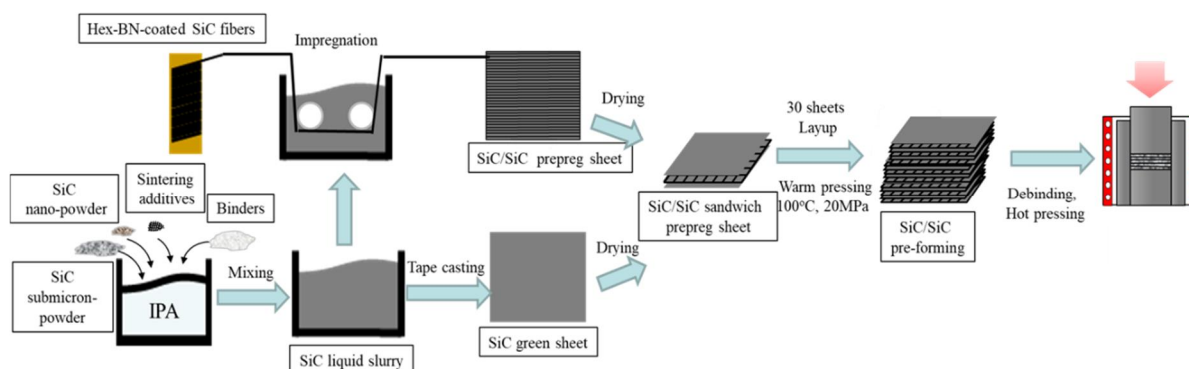


図1 2種類のSiC/SiCの試作のフローチャート

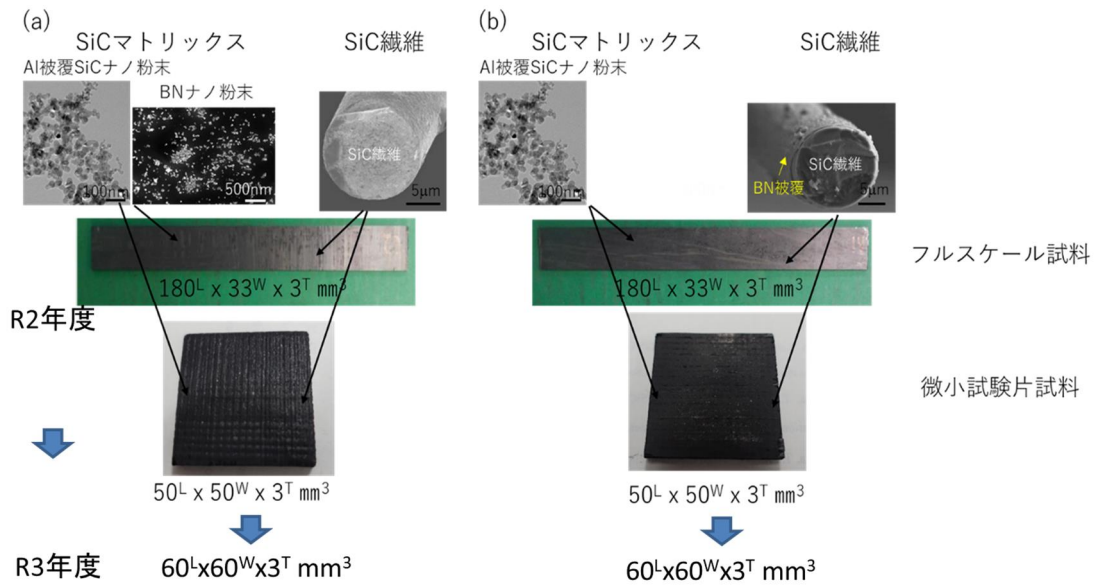


図2 2種類のSiC/SiCの試作：(a)高強度型、(b)高擬延性型

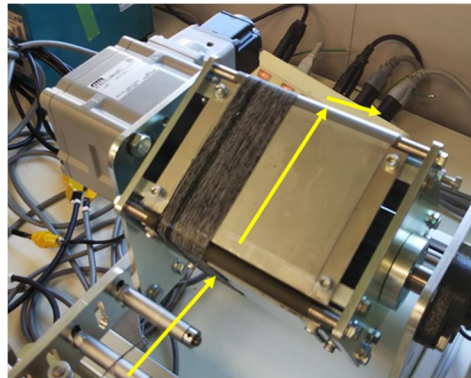


図3 一方向繊維製造装置の外観

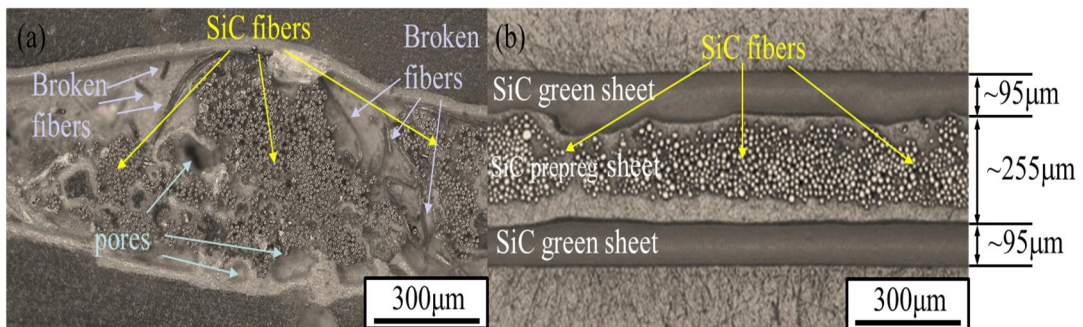


図4 プリプレグシート断面図：  
(a)ハンドメイド、(b)サンドイッチ型

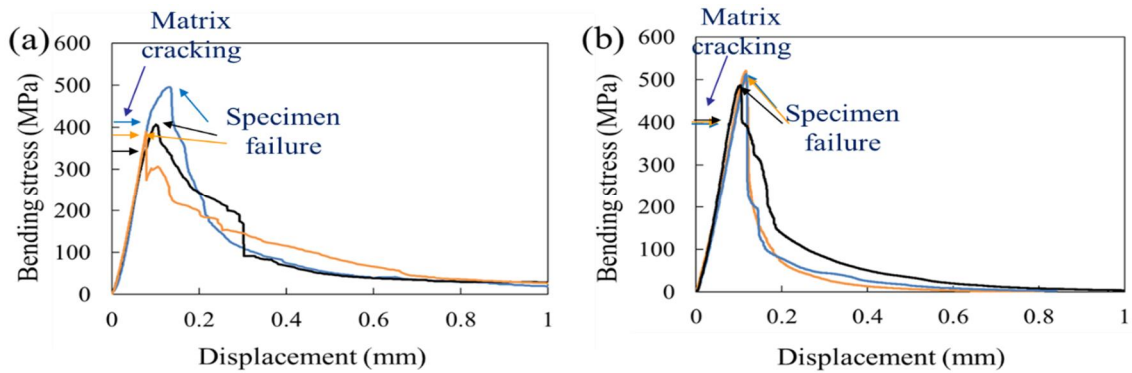


図5 プリプレグシートを用いたSiC/SiCの3点曲げ強度特性：  
(a)ハンドメイド、(b)サンドイッチ型

ホットプレスによる複合化で得られた2種類のSiC/SiCは、図6に示すようにASTM-1275に準じたドックボーン型の試験片寸法：(a)フルスケール試験片、(b)微小試験片、に加工した。試作した2種類のSiC/SiCはアルキメデス法による密度、気孔率測定を行い、機械的特性は微小試験片を用いてクロスヘッド速度0.5mm/sの負荷除負荷のサイクル引張試験を通して評価した。引張試験時の比例限度応力（PLS）は、応力-歪み曲線において比例限度から大きく逸脱せず、かつ亀裂が材料特性に影響し得るサイズとなる初期破壊について評価が行えるように式(1)で示すような、弾性変形領域の近似直線と実応力曲線との応力差が実応力に対して5%となる時の実応力値を比例限度応力と定義した。

$$\frac{\sigma_2 - \sigma_{PLS}}{\sigma_{PLS}} = 0.05 \quad \text{式(1)}$$

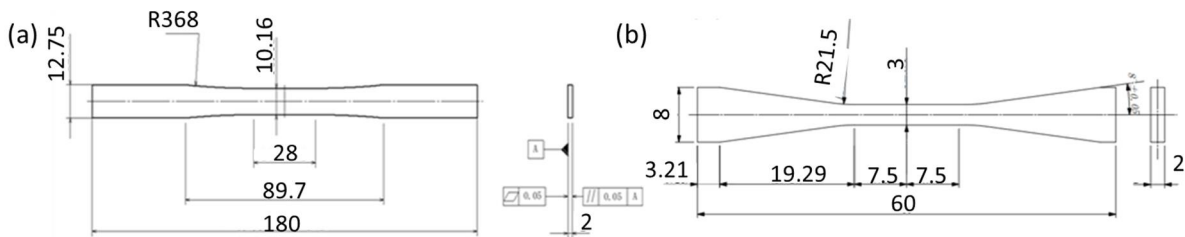


図6 試作した2種類のSiC/SiCのASTM-1275に準じた試験片加工寸法：  
(a)フルスケール試験片、(b)微小試験片

図7において、Eは弾性定数、PLSは比例限度応力である。なお、引張強さは最大負荷荷重をゲージ部初期断面積で除した値で定義した。歪みは、歪みゲージ、伸び計及びデジタル画像診断（DIC法）の3つを調査し、その精度を検証した。



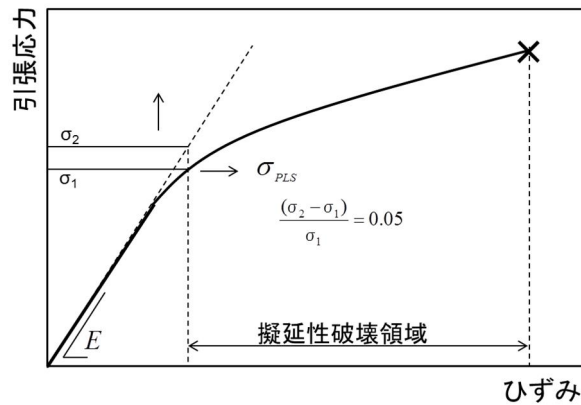


図7 本節で評価した比例限度応力の定義

試作した2種類のSiC/SiCの製造条件と緻密性及び引張試験の物性値は表2にまとめる。高強度型は、より高い製造温度（1900℃）に設定することで気孔率1%程度の優れた緻密性で繊維体積率を高める（～60vol%）ことでPLS：約140MPa、UTS：約206MPaの高強度化を達成した。マトリックス部に分散させたBN粒子によって界面相を施さないことでマトリックス/繊維界面相を強い密着を抑制しセラミックス独特の脆性破壊とは全く異なる高い弾性率と高いPLSを示しPLS後にすぐに破断することなく短い擬延性領域を示すのが特徴であった。一方、高擬延性型は、若干低い製造温度（1850℃）に設定しているため気孔率4.7%程あった。又繊維体積率を若干低く（～50vol%）調整することで繊維束内部までSiCナノ粉末が含浸しており既存のSiC/SiC（気孔率＞10%）と比較し十分緻密で、比較的低いPLS：約100MPa、UTS：約204MPaで比較的長い破断歪み：約0.24%となっていた。当初計画していた高強度型（PLS＞140MPa、UTS＞200MPa、 $\mu < 0.2\%$ ）、高擬延性型（PLS＜140MPa、UTS＞200MPa、 $\mu > 0.2\%$ ）を達成した。

表2 試作した2種類のSiC/SiCの製造条件及び諸特性（緻密性、引張特性）

		高強度型	高擬延性型
製造条件	強化繊維	HNS	HNS+BN <sup>300nm</sup>
	繊維配向	0/90° cross-ply (CP)	
	繊維体積率	～60vol%	～50vol%
	マトリックス成分	SiC+BN+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiC+YbAG
	製造温度	1900℃	1850℃
緻密性	密度	3.10g/cm <sup>3</sup>	3.06g/cm <sup>3</sup>
	気孔率	1%	4.7%
引張特性	比例限度応力 (PLS)	140MPa	100MPa
	最大引張強度 (UTS)	206MPa	204MPa
	弾性率 (E)	287GPa	246GPa
	破断歪み ( $\mu$ )	0.07%	0.24%

● 実施項目2：デジタル画像相関法を用いたin-situひずみ測定技術の確立

図8(a)本研究開発で用いた光学システム、(b)高温での観察法の概念を示す。原理実証として繊維を含まないモノリシックSiC材を用いて、図9に示す1500℃級超高温炉で紫外(UV)光によるフルスケール試験片を用いた長距離顕微鏡で紫外線光の強度や輻射熱を抑制するフィルターやサンプリング速度等を調整し1500℃までの圧痕観察及び超高温疲労試験時のin-situひずみ測定技術を確立した。

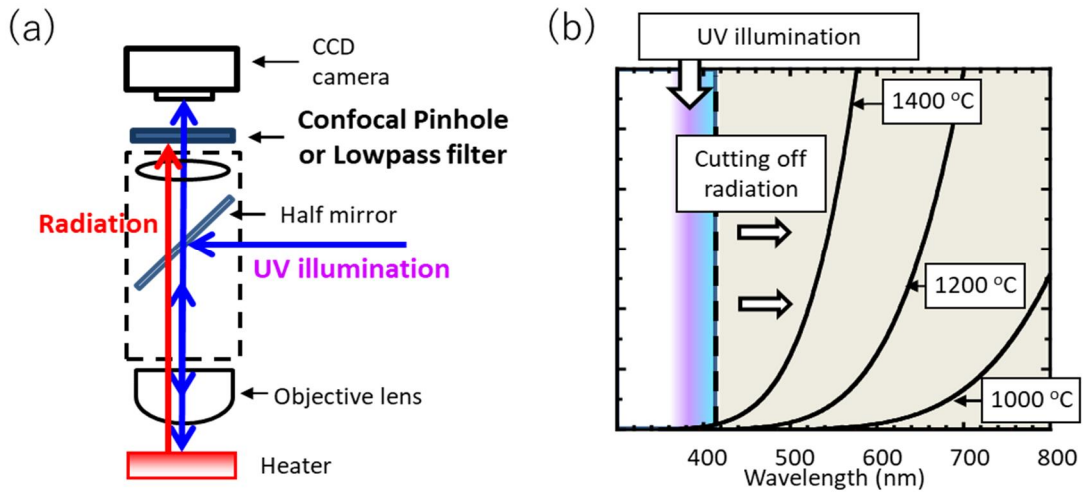


図8 高温その場観察：(a) 光学システム、(b) 観察法の概念

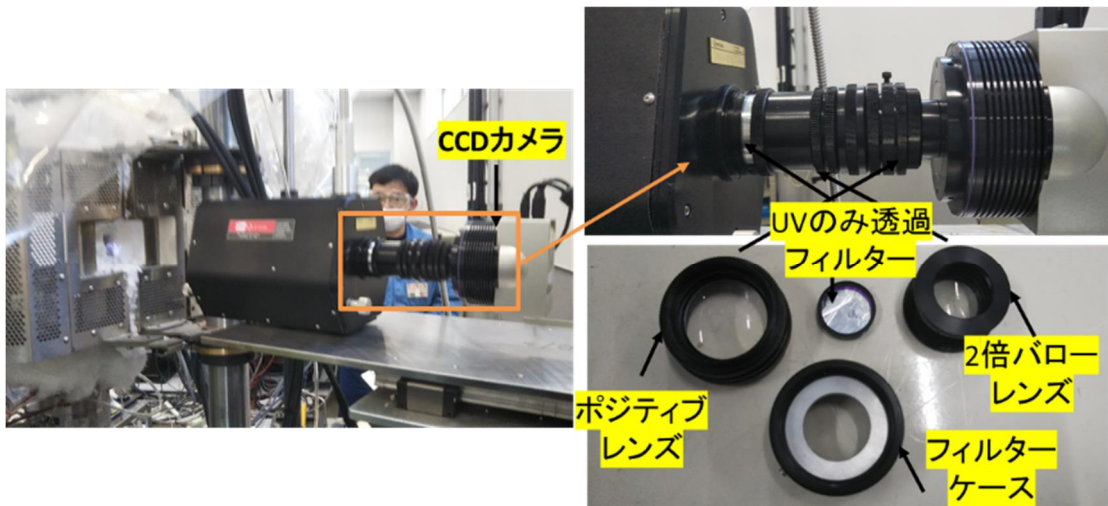


図9 1500°C級超高温炉フルスケール試験片用UV-CCDカメラシステム

元来、高温になればなるほど物体からの輻射の影響を受け直接観察が困難になる。可視光領域では1000°Cから輻射の影響を受けより赤外に近い波長では影響はさらに大きくなり1200°Cで完全に圧痕は見えなくなる。一方、本研究開発では図8(b)に示すように、輻射の影響を受けない紫外光(400nm程度)を用いさらに輻射の赤外光を完全に排除(紫外(UV)光のみ透過する)フィルターを取り付けることで繊維を含まないモノリシックSiC材のフルスケール試験片による1500°C級超高温疲労試験機でビッカース圧痕を付けて高温その場観察を行った結果を図10に示す。1500°Cにおいても $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ 程度の比較的大きな領域での圧痕観察は可能であることを確認した。大気炉であるため試料の酸化による影響とフルスケール試験片を用いるほど大きな空間のためヒーター加熱の熱によるゆらぎのため圧痕観察はできなかったが十分圧痕であることまでは観察できた。

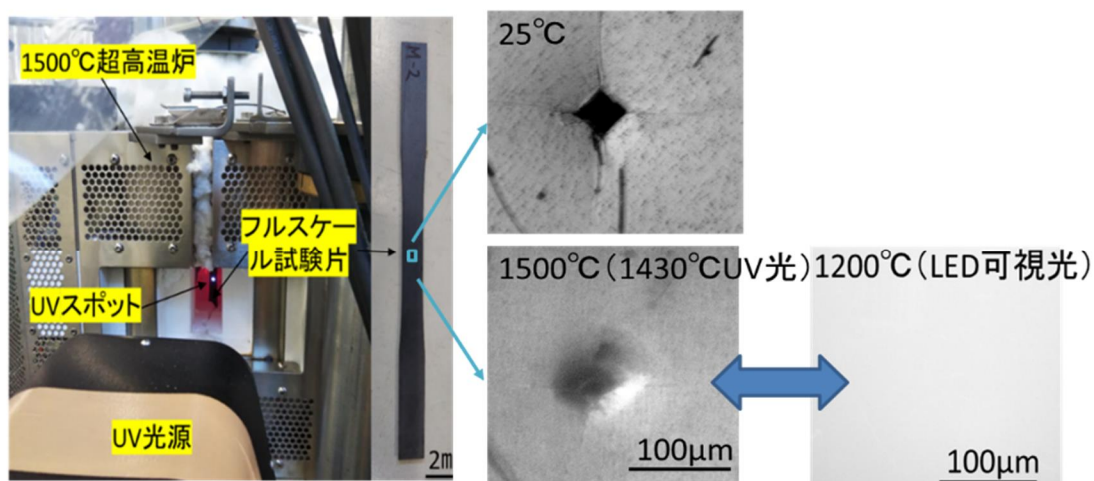


図10 UV-CCDカメラシステムを用いた高温その場圧痕観察

超高温疲労試験は、図9に示す1500°C級超高温疲労試験機を用いフルスケール試験片による下記のような設備・試験法を用いて実施した。

#### 試験設備

試験機：電気油圧式疲労試験機(MTS社製) 容量100kN  
 電気炉：100°C～1500°C(炉単体性能)、加熱ゾーン2ゾーン  
 伸び計：高温用軸伸び計(空冷式)、ゲージ長12mm

引張及び疲労試験条件は下記のとおりである。

#### 引張試験

試験環境：常温・大気中、  
 試験モード：引張  
 試験速度：50N/sec

#### 疲労試験

試験環境：1200°C、1400°C・大気中  
 試験モード：引張片振り疲労  
 応力比：R=0.1(最大応力：80, 90, 100, 110….)  
 波形：正弦波  
 周波数：1 Hz

図11には、フルスケール試験片を用いた超高温疲労試験における破断なしの1200°C x 140MPa負荷時の高強度型のサイクルによる応力変化と伸び計とDIC法の1μm x 1μmの局所領域でのひずみ計測と100μm x 100μmの比較的大きな領域でのひずみ計測の変化を示す。最大応力・最小応力に大きな変化は無いときでさえも、伸び計では最大約31%の誤差を生じて一見すると材料のひずみが生じているかのように感じてしまうのに対し、DIC法の1μm x 1μmの局所領域でのひずみ計測では最大約17%の誤差、100μm x 100μmの比較的大きな領域でのひずみ計測では最大約7%の誤差であり、同じ試験片を用いて非破断でさらに170MPaまで試験が実行できたことを考慮すると140MPaで100000回では約10%以上の大きなひずみを生じるような現象はないと想定されるDIC法によるひずみ計測の方が精度は高いと思われる。

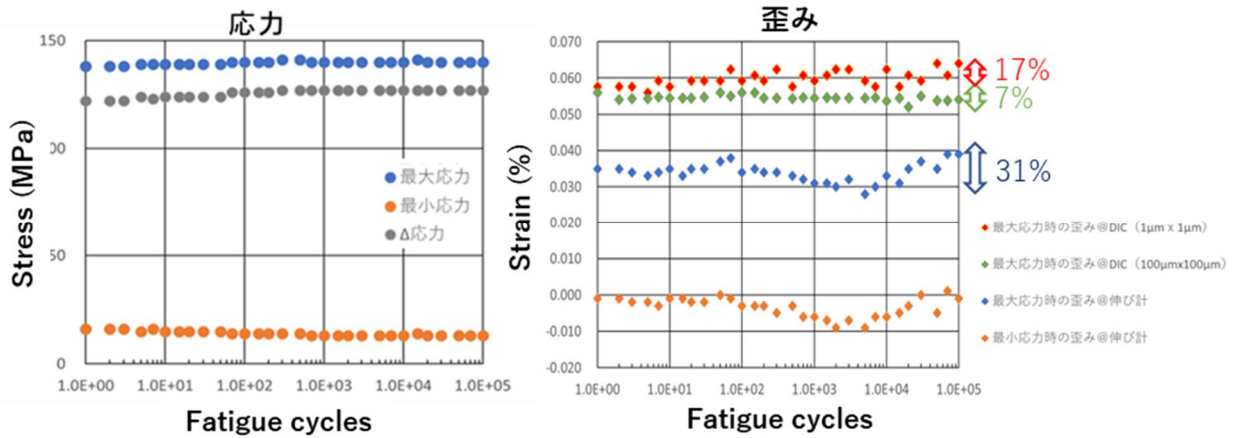


図11 破断なしの1200°C x 140MPa負荷時の高強度型のサイクルによる応力及びひずみ変化

図12には、フルスケール試験片を用いた超高温疲労試験における破断なしの1400°C x 140MPa負荷時の高強度型のサイクルによる応力変化と伸び計とDIC法の1µm x 1µmの局所領域でのひずみ計測と100µm x 100µmの比較的大きな領域でのひずみ計測の変化を示す。最大応力・最小応力に1200°C同様1400°Cでも大きな変化は無い。しかしながら伸び計では10000回を超えたところから最大最小のひずみが大きな誤差を生じ最大約40%の誤差を生じこちらも一見すると材料のひずみが生じているかのように感じてしまうのに対し、DIC法の1µm x 1µmの局所領域でのひずみ計測では約13%の誤差、100µm x 100µmの比較的大きな領域でのひずみ計測では約6%の誤差であった。特に、伸び計同様100µm x 100µmの比較的大きな領域でのひずみ計測では10000回を境に一定のひずみが蓄積されていることが分かる。同じ試験片を用いて150MPa負荷時に破断していることから、破壊に近づく損傷がこの時点で計測されているのかもしれない。

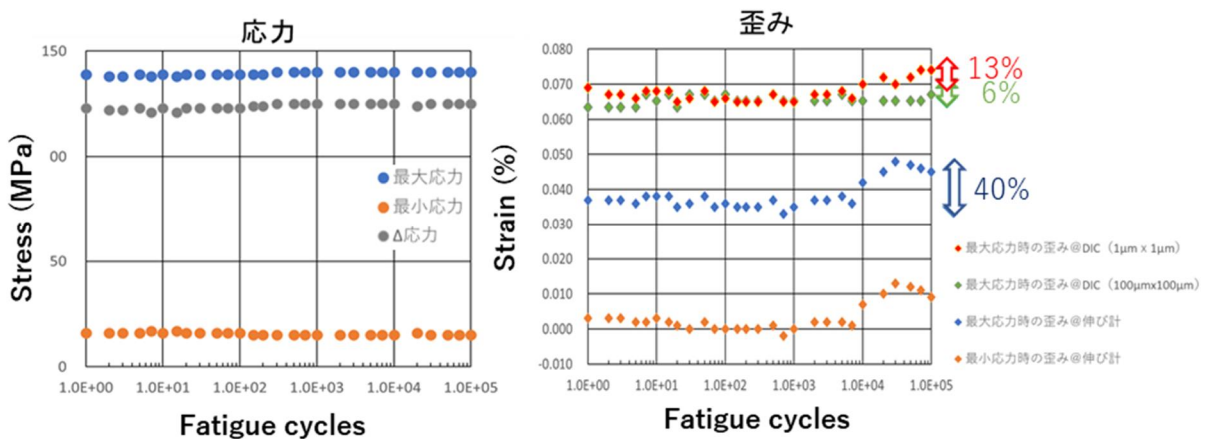


図12 破断なしの1400°C x 140MPa負荷時の高強度型のサイクルによる応力及びひずみ変化

図13には、フルスケール試験片を用いた超高温疲労試験における破断した1400°C x 150MPa負荷時の高強度型のサイクルによる応力変化と伸び計とDIC法の1µm x 1µmの局所領域でのひずみ計測と100µm x 100µmの比較的大きな領域でのひずみ計測の変化を示す。最大応力・最小応力に大きな変化は無いが破断直前である100000回では若干の応力低下が認められた。伸び計では10000回から著しい最大ひずみ低下が生じ約59%の誤差を生じた。DIC法の1µm x 1µmの局所領域でのひずみ計測30000回からひずみ低下が始まり、約16%の誤差、100µm x 100µmの比較的大きな領域でのひずみ計測では同様に30000回からひずみ低下が始まり約11%の誤差を生じたが、伸び計ほどの大きなひずみ低下は確認できなかった。

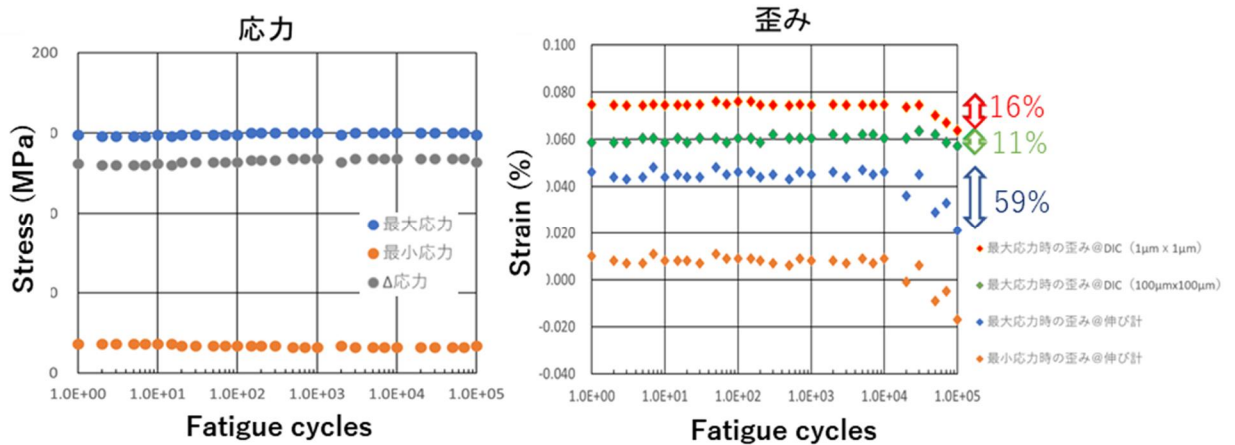


図13 破断した1400°C x 150MPa負荷時の高強度型のサイクルによる応力及びひずみ変化

- 実施項目3:微小試験片を用いて高温その場デジタル画像関連法の性能評価  
 実施項目1で試作した高擬延性型を用いて、微小試験片に加工し、図14に示す微小試験片用疲労試験機で室温での負荷除負荷のサイクル引張試験を行った。

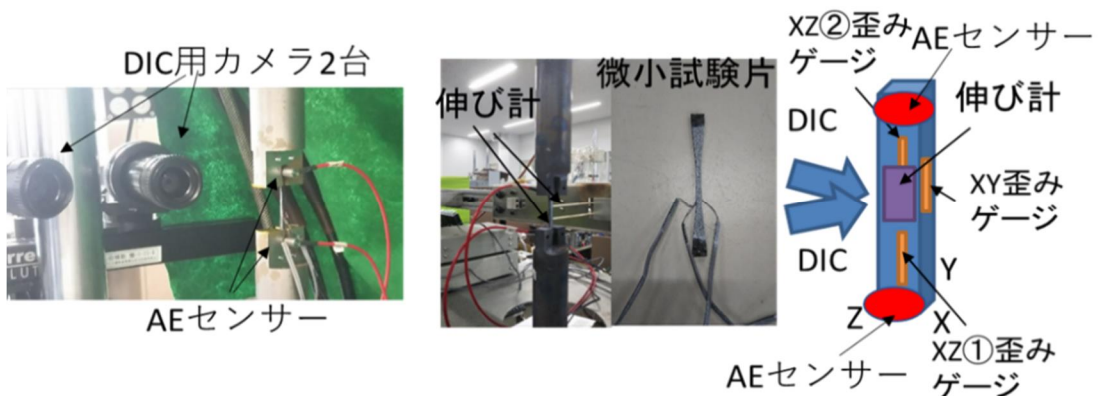


図14 微小試験片を用いた室温での引張試験時の非接触・非破壊計測技術の外観写真と試験片概略図

図15にはサイクル引張試験における応力—歪み曲線を示す。特に、歪みでは歪みゲージによる計測と現状の伸び計並びにデジタル画像診断（DIC法）との差異を詳細に調査した。

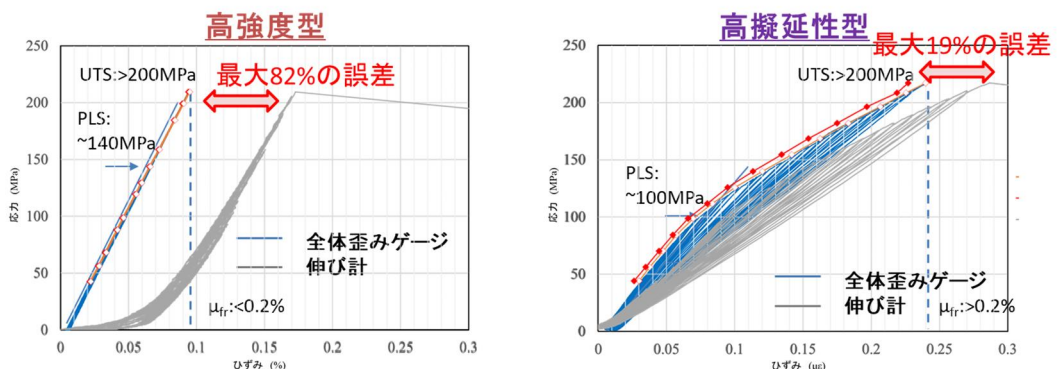


図15 2種類のSiC/SiCの微小試験片による負荷除負荷のサイクル引張試験（初期荷重負荷なし）

一般的に室温での引張試験における応力—歪み曲線で用いるひずみゲージと比較し、高温計

測で用いる現状の伸び計は、小数点第二位までの誤差で高強度型：最大82%、高擬延性型：最大19%と試験開始初期の歪み計測におけるコンプライアンスに大きな問題があることが分かった。そこで図16に示すように初期荷重50N負荷することで現状の伸び計は、小数点第二位までの誤差で高強度型：最大11%、高擬延性型：最大15%と大幅に改善した。

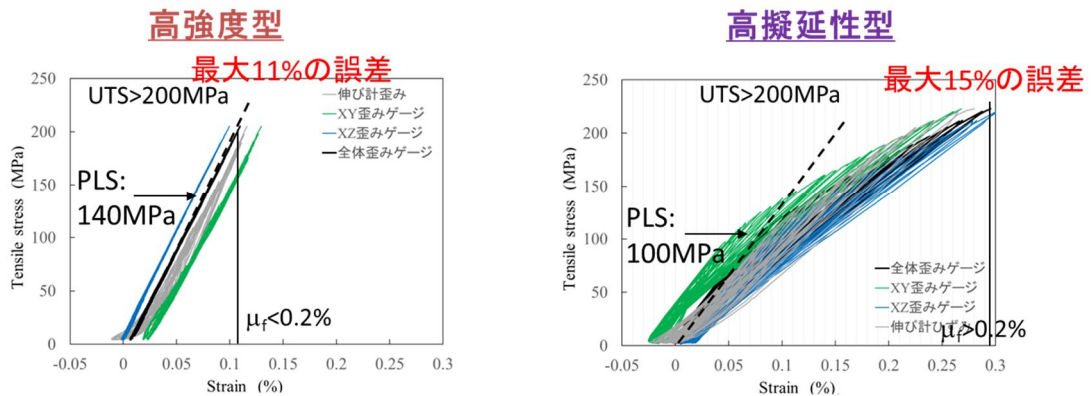


図16 2種類のSiC/SiCの微小試験片による負荷除負荷のサイクル引張試験（初期荷重50N負荷）

一方、2台のカメラを用いたDIC法での $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ 程度の比較的大きな領域での歪み計測では、図17に示すように小数点第二位までの誤差で高強度型：最大9%、高擬延性型：最大13%であり、伸び計と比較すると歪みゲージ計測とはともに顕著な違いはないことが分かった。

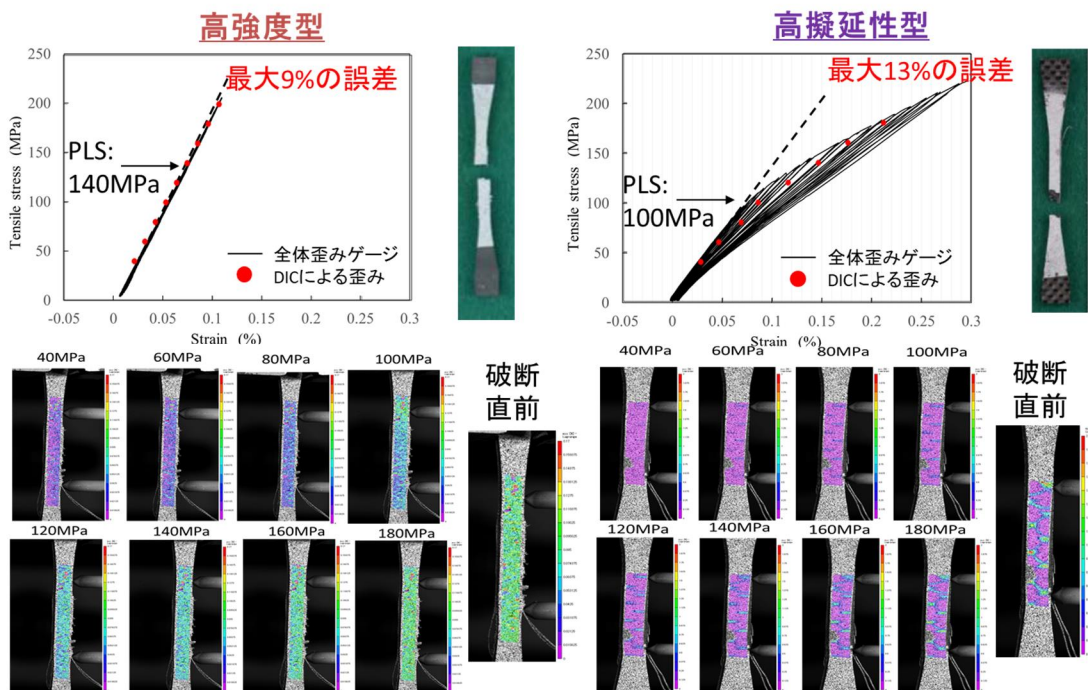


図17 2種類のSiC/SiCの微小試験片による負荷除負荷のサイクル引張試験（初期荷重50N負荷）におけるDIC法によるひずみ計測

- 実施項目4: SiC/SiCの質の違いによる疲労寿命及びマトリックス内部の微視的な損傷挙動の影響

2種類（高強度型・高擬延性型）のSiC/SiCを室温でサイクル引張試験、疲労試験（試験モード：引張片振り疲労、応力比： $R=0.1$ 、波形：正弦波、周波数：1 Hz）を行い、必要となる比例限度応力（PLS）、最大応力（UTS）、弾性率（E）、破断歪み（ $\mu$ ）、疲労限度応力等のマクロな物性値を取得するとともに、ミリ単位とマイクロ単位の非接触計測技術としてDIC法を用いた歪み分布計測や非破壊技術としてのアコースティック・エミッション（AE）法を駆使し、2種

類のSiC/SiCの破壊挙動の違い、特に引張試験と疲労試験による損傷メカニズムの違いを調査した。図18には、図17に示す微小試験片を用いて室温でサイクル引張試験を実施した際の応力とAE法でカウントした累積AEイベント数（個）を示す。高強度型は、PLS（ $\approx 140\text{MPa}$ ）以下の60～80MPaからAEイベントが確認でき、PLS付近で若干イベント数をカウントしたがPLS以後ほぼAEイベントが確認できず一気に破断したことによるイベント数の増加が確認できた。一方、高擬延性型は、高強度型と比較しAEイベント数が1000～4000倍ほどあり損傷の蓄積（高い損傷許容性）が確認できた。特にPLS付近よりも負荷所負荷によるヒステリシスループ間隔が大きくなった150MPa程度からAEイベント数が増加していた。

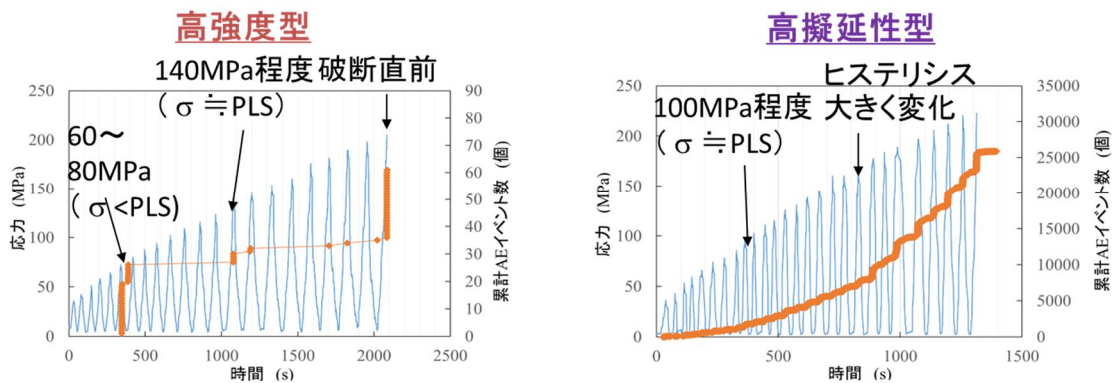


図18 2種類のSiC/SiCの微小試験片による負荷除負荷のサイクル引張試験時の応力とAE法でカウントした累積AEイベント数（個）

図19には、微小試験片を用いた高強度型の疲労試験（試験モード：引張片振り疲労、応力比： $R=0.1$ 、波形：正弦波、周波数：1 Hz）での応力：60、120、140（ $\approx \text{PLS}$ ）、180MPaでのサイクル数：1、5、10、1000回目でのDIC法によるひずみ計測を示す。

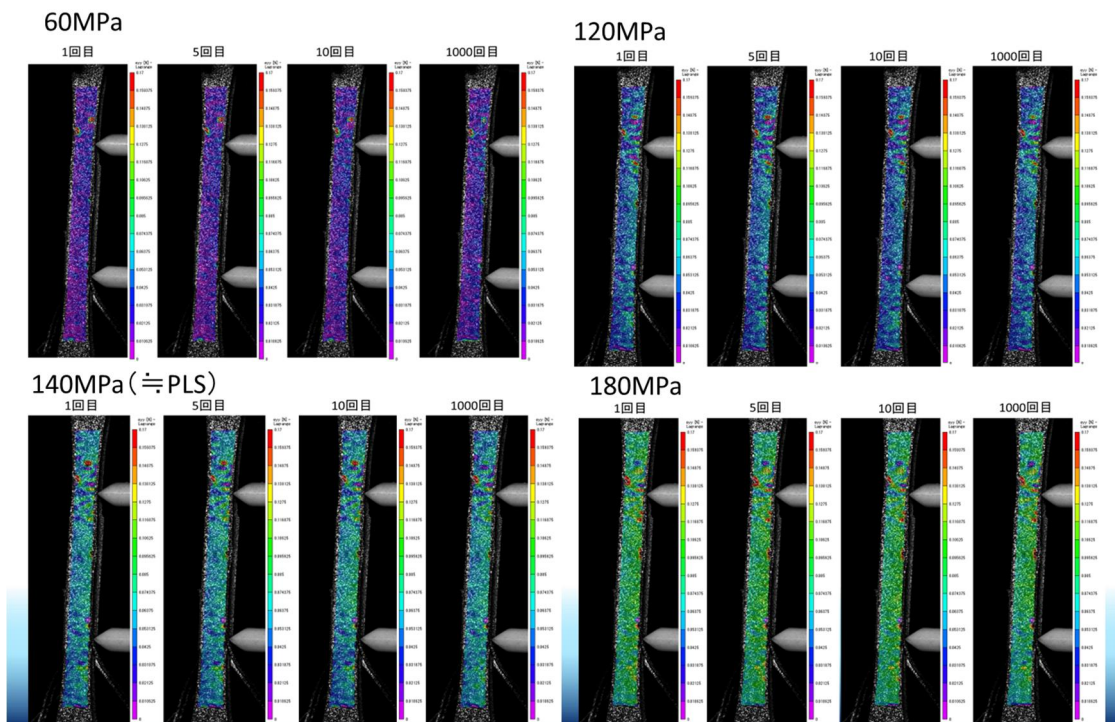


図19 微小試験片を用いた高強度型の疲労試験でのDIC法によるひずみ計測

図20には、微小試験片を用いた高擬延性型の疲労試験（試験モード：引張片振り疲労、応力比： $R=0.1$ 、波形：正弦波、周波数：1 Hz）での応力：60、100（ $\approx \text{PLS}$ ）、120、180MPaでの

サイクル数：1、5、10、1000 回目での DIC 法によるひずみ計測を示す。

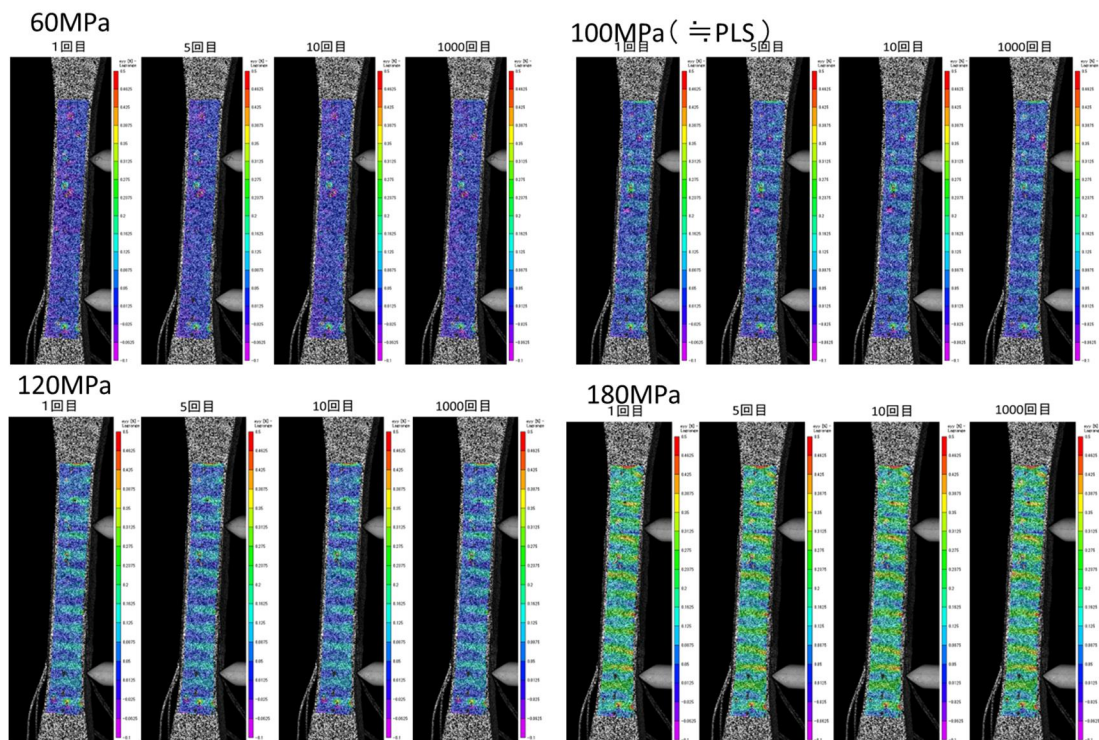


図20 微小試験片を用いた高擬延性型の疲労試験でのDIC法によるひずみ計測

図19に示すように、高強度型はPLS以下（120MPa）でも引張方向に対して90° 方向（transverse）のひずみが確認出来、PLS付近（≒140MPa）から90° 方向（transverse）だけでなく0° 方向（Longitudinal）のひずみより全体としてのひずみが確認出来、PLS以上では全体としてのひずみが大きくなっていった。一方、図20に示すように、高擬延性型はPLS以下（60MPa）では引張方向に対して90° 方向（transverse）の（繊維束単位）ひずみが確認出来、PLS（≒100MPa）付近から120MPaで90° 方向（transverse）の（繊維束単位）ひずみが大きくなって試験片の幅方向を貫通していた。また破断前までは0° 方向（Longitudinal）のひずみも大きくなっていった。図21には、2種類のSiC/SiCのサイクル引張試験と疲労試験の破断直前のDIC法によるひずみ計測を示す。高強度型はサイクル引張と疲労試験での破断直前でのひずみ分布に大きな違いはなく、90° 方向（transverse）の一本の局所的な亀裂が破断に至らしめたのに対し、高擬延性型はサイクル引張試験ではまず90° 方向（transverse）の（繊維束単位）ひずみが発生し、0° 方向（Longitudinal）のひずみ（繊維束単位）によってつながり破断に至ったのに対し、疲労試験では90° 方向（transverse）の（繊維束単位）ひずみが発生し幅方向で亀裂が貫通し破断に至っていた。以上のことから、破壊メカニズムとして、高強度型は90° 方向（transverse）のひずみがまず発生し界面をもたないことからマトリックスと繊維に荷重を分担し0° 方向（Longitudinal）までを含めた全体としてひずみが一様となり、一本局所的な亀裂が破断に至らしめるのに対し、高擬延性型はまず90° 方向（transverse）の（繊維束単位）ひずみが発生し、界面があることでマトリックスと繊維束に分かれ損傷を許容する。このことから、以後に行う超高温疲労試験において界面相の有無が損傷挙動を決めている可能性が高いことが安易に予想される。



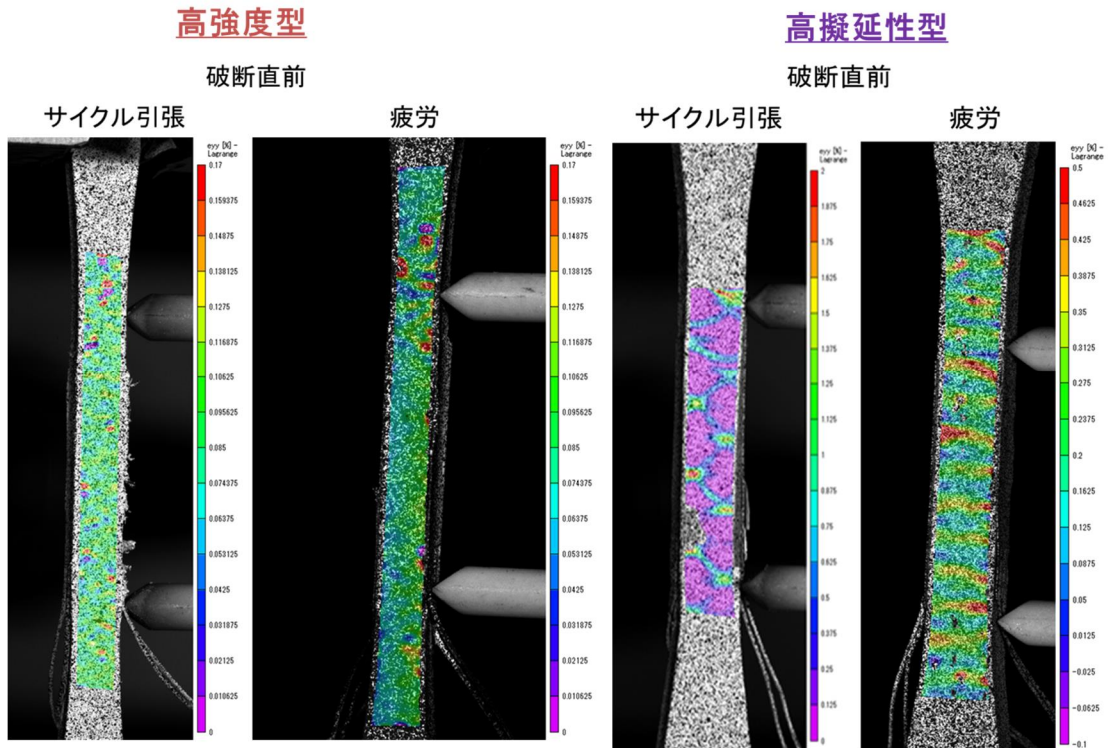


図21 2種類のSiC/SiCのサイクル引張試験と疲労試験の破断直前のDIC法によるひずみ計測

2種類のSiC/SiCのフルスケール試験片を用いた1200℃及び1400℃の超高温疲労試験は、1500℃級超高温疲労試験機を用いて下記に示すような設備を用いて実施した。

#### 試験設備

試験機：電気油圧式疲労試験機(MTS社製) 容量100kN  
 電気炉：100℃～1500℃(炉単体性能)、加熱ゾーン2ゾーン  
 伸び計：高温用軸伸び計(空冷式)、ゲージ長12mm

引張及び疲労試験条件は下記のとおりである。

#### 引張試験

試験環境：常温・大気中、  
 試験モード：引張  
 試験速度：50N/sec

#### 疲労試験

試験環境：1200℃、1400℃・大気中  
 試験モード：引張片振り疲労  
 応力比：R=0.1(最大応力：80, 90, 100, 110….)  
 波形：正弦波  
 周波数：1 Hz

フルスケール試験片を用いて常温・大気中での引張試験、1200℃・大気中での疲労試験を実施し最大応力と破断繰返し数の関係(S-N線図)を図22に示す。特に、高強度型・高擬延性型の両型のPLSが異なるため最大応力を80MPaから10MPaずつ加算していきPLSまでは低サイクル数(1000回)で破断していないことを確認し、PLS付近からサイクル数を100000回実施に変更した。さらに100000回でも破断しない場合は、更に応力を10MPaずつ加算していき破断時のサイクル数を明らかにした。図22には、これまでに報告されている既存のSiC/SiCの化学的気相浸透(CVI)法

で製造したSiC/SiCの高温(1000°C、1200°C)疲労試験結果も追記した。図中の→は未破断を表す。既存のSiC/SiCでは、Mizuno等が示すように室温での最大引張強度(UTS)よりもサイクル数を加えることで若干疲労強度は減少(領域I)する、しかしながら室温では170MPa程度では未破断で疲労による損傷はSiC/SiCではほとんどないことが分かる。次に1000°Cの高温では、ほどこした界面相(熱分解炭素:PyC)が酸化する温度域であり、疲労強度は著しく低下する。又、破断は最大応力値と比例的にサイクル数が低下する(領域II)。同様に、CVI法で製造したBN界面相のSiC/SiCでは、1200°Cの高温にも関わらず100000回の未破断応力が100MPa程度であり、それは室温時PLS付近であった。このことから、界面相にBNを用いることで1200°Cでの疲労強度は室温時のPLSよりも若干低下し110MPaであり、破断はMizuno等[3]が示した最大応力値と比例的にサイクル数が低下する(領域II)の線形とほぼ合致することが分かる。本研究で試作したSiC/SiCにおけるBN界面相を施した高擬延性型は、PLSが100MPa程度であり1200°Cにおいても1000000回まで未破断でありPLSを少し超えた110MPaや120MPaでは破断しMizuno等が示した最大応力値と比例的にサイクル数が低下する(領域II)の線形とほぼ合致していた。これは、本研究で試作した高擬延性型は、Ruggles-Wrenn等[4]が報告した応力値の増加とともにBN界面相の酸化領域が増加し結果破断に至った推察を考慮すると、気孔率4.8%と既存のCVI法で製造するSiC/SiCの気孔率(>10%)よりも緻密であり結果高温でのBN界面相酸化が抑制され効果的に働いたものと予想出来る。このことは、図24(b)に示す1200°Cx110MPa高温疲労試験破断後試料を用いた表面・中心近傍のEDS元素マッピング結果からも確認できた。図24(a)室温では表面でさえも0元素が探知できないが、(b)1200°Cx110MPa高温疲労試験破断後では表面近傍のBN界面相の酸化が探知したが中心部では0元素は探知出来ずBN界面相酸化が抑制されていた。一方、高強度型は室温時のPLSよりも高く室温時のUTSと同等の非常に高い疲労強度(170MPa)を有していることが分かった。これは、高強度型が疲労試験におけるサイクル数が増加してもマトリッククラックがほとんど入らない領域であること、又界面相がないため界面相の酸化が無いことが優れた疲労強度を示したことが分かる。

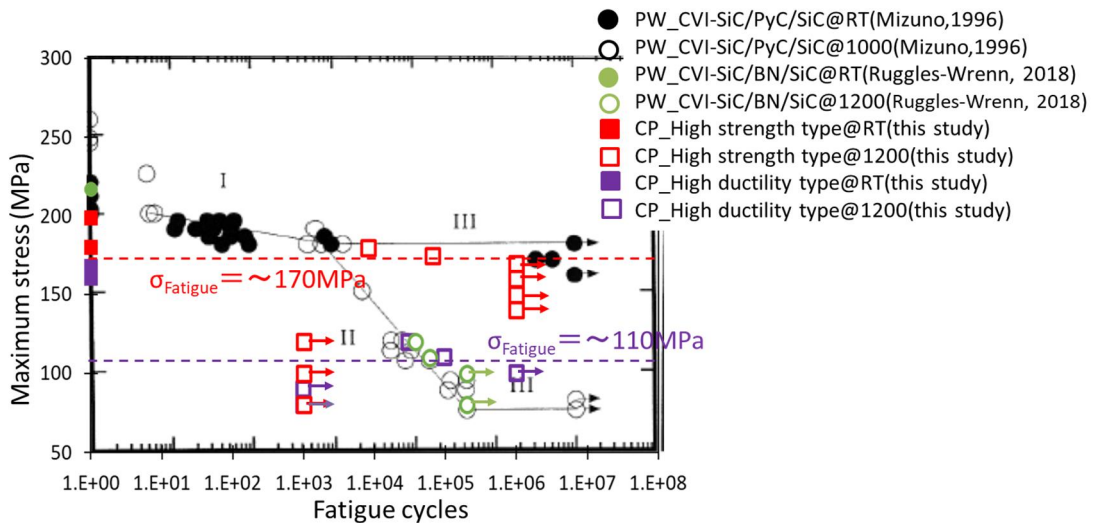


図22 1200°Cにおける既存及び高強度型・高擬延性型SiC/SiCのS-N線図

図23には、1400°C・大気中での疲労試験を実施し最大応力と破断繰返し数の関係(S-N線図)を示す。高強度型の疲労強度は、1200°Cよりも若干低下し室温のPLSである140MPa程度で、高擬延性型の疲労強度は室温のPLSである100MPaよりも低い80Pa程度になることが分かった。これは、より高温になることでSiC繊維自体の引張強度の若干の低下が引き起ったものと予想出来るが、同時に高擬延性型は図243(c)に示すように、表面だけでなく中心近傍でも0元素の侵入によるBN界面酸化、気孔表面の酸化が引き起こされている為試料全体として広範囲の酸化の影響によってPLSよりも低い疲労強度になったものと考えられる。

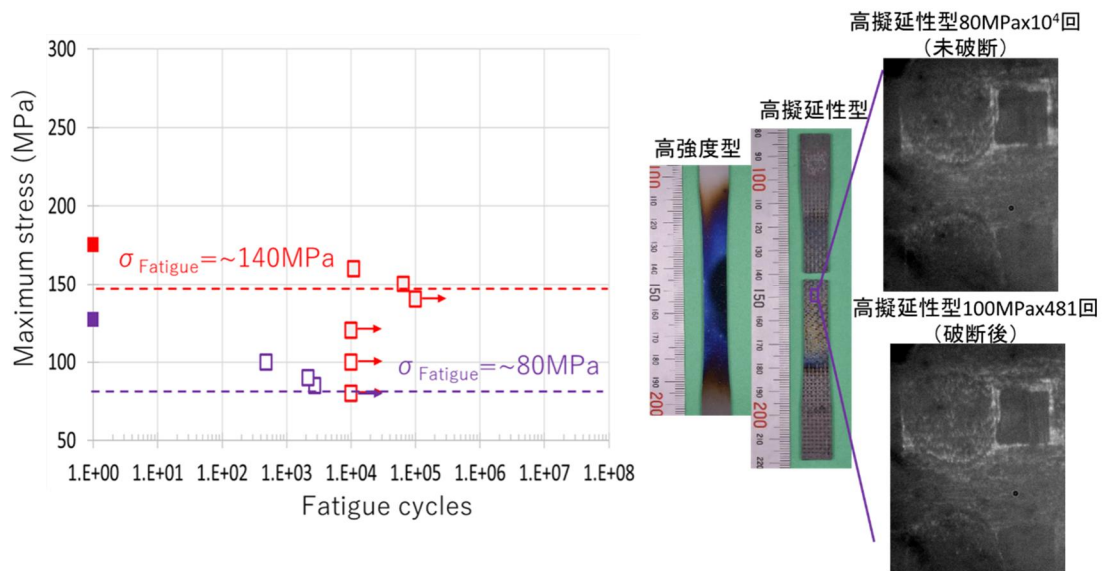


図23 1400°Cにおける高強度型・高擬延性型SiC/SiCのS-N線図と試験後のデジタル写真並びにUV-CCDカメラシステムによる高温その場観察写真

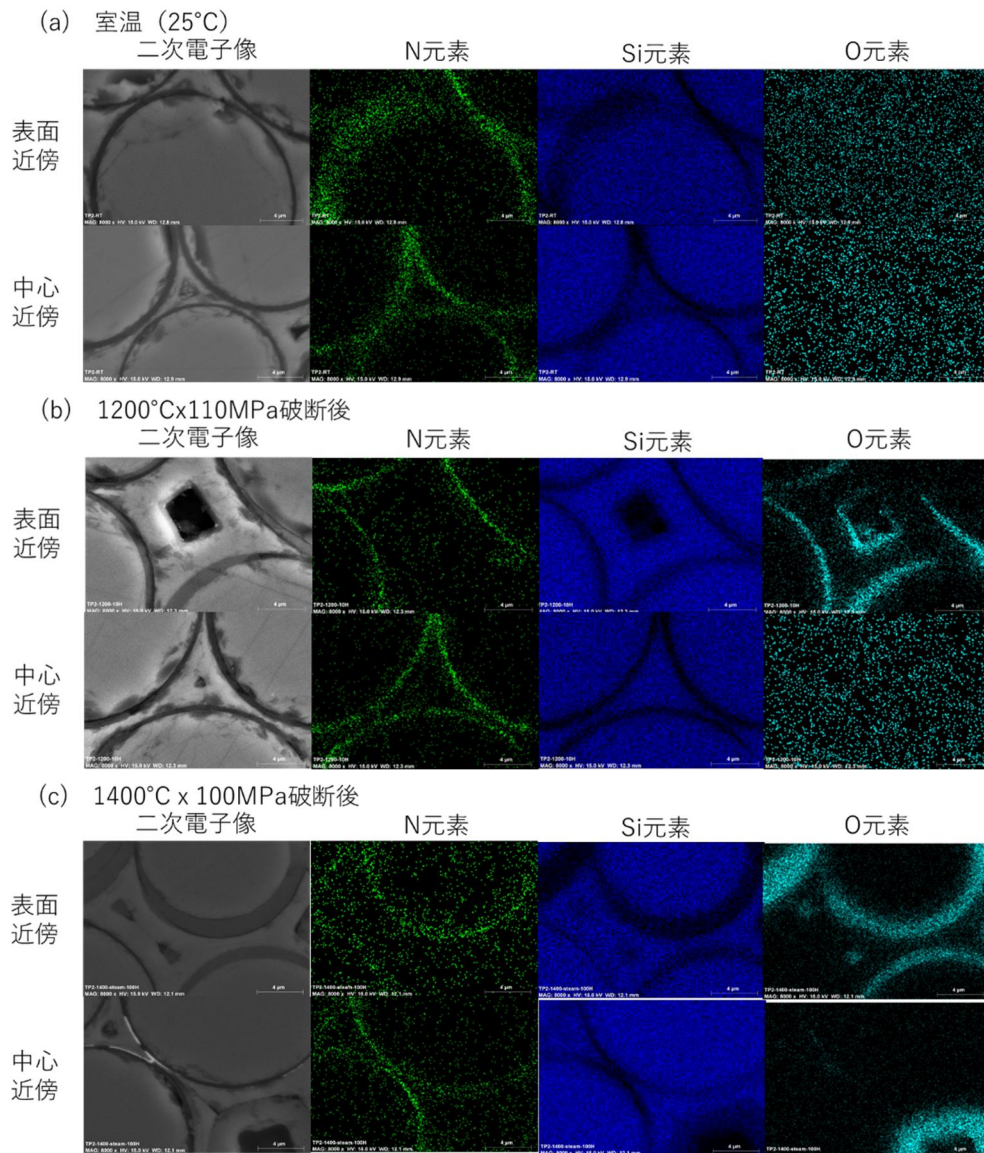


図24 高擬延性型の表面・中心近傍のBN界面相のEDS元素マッピング：  
(a) 室温、(b) 1200°C x 110MPa破断後、(c) 1400°C x 100MPa破断後

## 参考文献

1. NGSアドバンスファイバー株式会社、カタログ、<http://www.ngs-advanced-fibers.com/jpn/item/>
2. K. Shimoda, J. Ceram. Sci. Technol., 9[4] (2018) 411-418.
3. M. Mizuno, S. Zhu, Y. Nagano, Y. Sakaida, Y. Kagawa, M. Watanabe, J. Amer. Ceram. Soc., 79[12] (1996) 3065-77.
4. M. Ruggles-Wrenn, N. Boucher, C. Przybyla, Int. J. Appl. Ceram. Technol., 15[1] (2018) 3-15.

## 4. 委託業務全体の成果

### 4. 1 計画時に想定していなかった成果（副次的成果）や、目標を超える成果

本研究では、2種類のSiC/SiCは当初申請者によるハンドメイドで行う予定にしていたが作製バッチごとの繊維体積率や繊維損傷等による強度特性のばらつきが大きく再生産性が乏しかった。そこで一方向繊維製造装置導入し、繊維の方向性の改善及び新規開発したサンドイッチ型プリプレグシートの使用により、SiC/SiCの強度特性のばらつきの点で大幅な品質改善とノウハウ的要素をできる限り低減させた半自動化による優れた再生産性を達成し、高強度型（比例限度応力 $>140\text{MPa}$ 、最大引張強度 $>200\text{MPa}$ 、破断ひずみ $<0.2\%$ ）と高擬延性型（比例限度応力 $<140\text{MPa}$ 、最大引張強度 $>200\text{MPa}$ 、破断ひずみ $>0.2\%$ ）に関する要求値を満足する性能を確認した。又、当初室温での2種類のSiC/SiCの破壊挙動は、上述の引張試験や疲労試験によるマクロな物性値からだけ違いを明らかにする計画であったが、非接触のDIC法によるひずみ分布計測による損傷の可視化と非破壊のAE法を駆使することで破壊挙動の把握だけでなく、損傷蓄積も応力や疲労回数に応じたその場で可視化でき、AE法との相関も確認でき2種類のSiC/SiCの破壊挙動の相違を明確に明らかにすることになった。その結果、超高温疲労試験での損傷挙動を推し量りメカニズムを解明するうえで目安となる因子を安易に想定できた。

### 4. 2 研究課題の発展性（間接的成果を含む）

本研究では、米国が先行するセラミックス複合材（CMCs）分野、CMCsの代表であるSiC繊維、BN界面、SiCマトリックスから構成されるSiC/SiCの高温疲労試験法の確立を目指した。本研究では、マトリックス中に残留するSi相（融点： $1414^{\circ}\text{C}$ ）のため現行耐用温度 $1350^{\circ}\text{C}$ で運用されているMI-SiC/SiCではなく、研究開発が活発化している $1400^{\circ}\text{C}$ 級をまず想定した。特に作製法としても残留Si相がない（ $\neq$ MI法）、欠陥となる気孔が少ない（ $\neq$ CVI法）、設計基準となる比較的高PLS値となる（ $\neq$ PIP法）を考慮し、ナノ粉末の焼結を用いる方法を採用した。その結果、BN界面相の有無の違いによる疲労寿命への影響を学術的に明らかにしただけでなく、 $1400^{\circ}\text{C}$ での超高温疲労試験からBN界面相を含むSiC/SiC（本研究における高擬延性型）ではPLS以下でも $90^{\circ}$ 方向（transverse）の（繊維束単位）ひずみが発生し、室温ではBN界面があることでマトリックスと繊維束に分かれ損傷を許容することを引き換えに、BN界面相の高温酸化が表面から内部まで浸透し脆化することで使用限界に至ることが明らかになり、産業分野ではBN界面相の高温酸化や高温水蒸気腐食を遮蔽する耐環境コーティング（EBCs）が必須となることが分かった。そのため、今後研究開発の中心となる $1400^{\circ}\text{C}$ 級以上の $1500^{\circ}\text{C}$ 級では、CMCs+EBCsに関する高温試験法がさらにクローズアップされていくことであろう。

### 4. 3 研究成果の発表・発信に関する活動

得られた研究成果の発表・発信を進めるため、学術論文の発表（2件）及び国際プロシーディングスの発表（1件）や国内外での学会発表（6件）等を積極的に行った。また得られた成果の産業界へのアピールや利用機会の開拓を目的として、試験機関や企業との技術交流会も積極的に進めた。この技術交流会は本研究を終了後も続いており、本研究で得られた成果の社会還元を目指している。

## 5. プロジェクトの総合的推進

## 5. 1 研究実施体制とマネジメント

物質・材料研究機構にて専属で本研究開発を遂行する研究補助員として研究業務員を1名採用し、研究開発における業務上必要となった場合随時人員の確保に努めた。コロナ渦の中、オンラインでのリモート会議を駆使し技術検討（研究開発）会議を定期的（計15回）実施し、研究チーム内での情報共有や議論の場の確保し遅延なくプロジェクト推進に努めた。また、学会活動や企業との技術交流会などの機会を通じて、外部機関との連携関係の開拓や強化に留意して研究を推進した。

## 5. 2 経費の効率的執行

コロナ渦での研究開発ということもありリモート会議等駆使することで研究開発の進展に応じて物品（設備備品や消耗品）購入の計画を随時見直し、経費の効率的な執行に努めた。また、研究開発での予想外の展開によって、購入すべき設備やその優先度が変わることがしばしばあり、その際には費目間流用等で柔軟に対応するように留意した。

## 6. まとめ、今後の予定

研究開発が活発化している1400°C級CMCsを想定し、作製プロセスを選択し同一のプロセスで破壊挙動（高強度型と高擬延性型）の異なる2種類のSiC/SiCを試作した。高強度型は、SiC繊維を用いてBNナノ粒子をSiCマトリックスに分散させホットプレスで複合化することで得た。一方、高擬延性型は、CVD法を用いてBNを繊維/マトリックス界面に施しホットプレスで複合化することで得た。一方向繊維製造装置導入し、繊維の方向性の改善及び新規開発したサンドイッチ型プリプレグシートの使用により、SiC/SiCの強度特性のばらつきの点で大幅な品質改善とノウハウ的要素をできる限り低減させた半自動化による優れた再生産性を達成した。試作した2種類のSiC/SiCは、ASTM C1275 規格に沿ったドッグボーンタイプのフルスケール試験片（全長180 mm程度）、並びに微小試験片（全長60mm程度）に加工した。得られた2種類のSiC/SiCは、ともに気孔率<5%緻密であり、高強度型（比例限度応力>140MPa、最大引張強度>200MPa、破断ひずみ<0.2%）と高擬延性型（比例限度応力<140MPa、最大引張強度>200MPa、破断ひずみ>0.2%）に関する要求値を満足する性能を確認し当初予定していた目標値を達成した。微小試験片を用いた室温での、負荷除負荷のサイクル引張試験の歪み計測では、引張試験における応力-歪み曲線で用いるひずみゲージと比較し、高温計測で用いる現状の伸び計は、小数点第二位までの誤差で高強度型：最大82%、高擬延性型：最大19%と特に試験開始初期の歪み計測におけるコンプライアンス（かみ合わせ）に大きな問題があることが分かった。一方、100 $\mu$ m $\times$ 100 $\mu$ m程度の比較的大きな領域でのDICによる歪み計測では小数点第二位までの誤差で高強度型：最大9%、高擬延性型：最大13%であり、伸び計と比較すると歪みゲージ計測とはともに顕著な違いはないことが分かった。フルスケール試験片を用いた1500°C級超高温疲労試験機では1500°Cまでの昇温時における100 $\mu$ m $\times$ 100 $\mu$ m程度の比較的大きな領域での圧痕観察を可能とするUV-CCDカメラシステムを構築した。又、1200°C及び1400°Cでの超高温疲労試験を実施し、1200°Cでは高強度型・高擬延性型ともに室温時のPLS以上の疲労強度を示した。特に、高擬延性型では既存の界面相を施したCVI法のSiC/SiCと同様の傾向を示し、疲労強度は既存の界面相を施したCVI法のSiC/SiCよりも高緻密であるため試料中心部までBN界面相が酸化の影響を受けておらずそのことが疲労強度向上に貢献したものと考えられる。1400°Cでは高強度型は室温のPLS程度の疲労強度（ $\sim$ 140MPa）であり、高擬延性型は室温のPLS以下の疲労強度（ $\sim$ 80MPa）を示した。高強度型の疲労強度の若干の低下は高温になることでSiC繊維自体の引張強度の低下によるものだと考えられるが、高擬延性型は表面だけでなく中心近傍でもO元素の侵入によるBN界面酸化、気孔表面の酸化による脆弱なSiO<sub>2</sub>相の形成が観察出来試料全体として広範囲の酸化による脆化の影響が室温時のPLSよりも低い疲労強度になったものと考えられる。現状の伸び計による接触型の歪み計測を用いた破断なしの1200°C $\times$ 140MPa負荷時の高強度型のサイクル試験では、最大応力・最小応力に大きな変化は無いときでさえも、最大最小の歪み計測の誤差は最大約31%であり、一見すると材料のひずみが生じているかのように感じてしまうのに対し、DIC法の1 $\mu$ m $\times$ 1 $\mu$ mの局所領域でのひずみ計測では最大約17%の誤差、100 $\mu$ m $\times$ 100 $\mu$ mの比較的大きな領域でのひずみ計測では最大約7%の誤差であり、同じ試験片を用いて非破断でさらに

170MPaまで試験が実行できたことを考慮すると140MPaで100000回では約10%以上の大きなひずみを生じるような現象はないと想定されるDIC法によるひずみ計測の方が精度は高いと思われる。破断なしの1400℃×140MPa負荷時の高強度型のサイクル試験では、伸び計では10000回を超えたところから最大最小のひずみが大きな誤差を生じ最大約40%の誤差を生じこちらも一見すると材料のひずみが生じているかのように感じてしまうのに対し、DIC法の1μm×1μmの局所領域でのひずみ計測では約13%の誤差、100μm×100μmの比較的大きな領域でのひずみ計測では約6%の誤差であった。破断した1400℃×150MPa負荷時の高強度型のサイクルでは伸び計では10000回から著しい最大ひずみ低下が生じ約59%の誤差を生じた。DIC法の1μm×1μmの局所領域でのひずみ計測30000回からひずみ低下が始まり、約16%の誤差、100μm×100μmの比較的大きな領域でのひずみ計測では同様に30000回からひずみ低下が始まり約11%の誤差を生じたが、伸び計ほどの大きなひずみ低下は確認できなかった。本研究を通して、超高温疲労試験における既存の接触型伸び計の精度の課題抽出とともにDIC法による非接触型ひずみ計測技術の精度の観点での可能性を実証したが、標準化までには高温観察技術とDIC法の範囲をより高範囲にする等マクロ特性との相関とミクロな損傷を繋ぐ技術革新がさらに必要であると考えられる。

## 7. 研究発表、知的財産権等の状況

### (1) 研究発表等の状況

種別	件数
学術論文	3件
学会発表	6件
展示・講演	該当なし
雑誌・図書	該当なし
プレス	該当なし
その他	該当なし

### (2) 知的財産権等の状況

該当なし

### (3) その他特記事項

年月日	開催名称	実施場所	備考
2020年10月22日	第一回研究開発委員会	物質・材料研究機構・千現地区	オンライン
2020年1月29日	第二回研究開発委員会	試験機関	
2021年05月31日	第三回研究開発委員会	物質・材料研究機構・千現地区	オンライン
2021年07月13日	第四回研究開発委員会	物質・材料研究機構・千現地区	オンライン
2021年09月30日	第五回研究開発委員会	物質・材料研究機構・千現地区	オンライン
2021年11月01日	第六回研究開発委員会	試験機関	
2022年01月31日	第七回研究開発委員会	試験機関	
2022年03月23日	第八回研究開発委員会	試験機関	

2022年5月 11日	第九回研究開発委員会	試験機関	
2022年7月 22日	第十回研究開発委員会	物質・材料研究機構・千 現地区	オンライン
2022年8月 29日	第十一回研究開発委員 会	試験機関	
2022年11 月12日	第十二回研究開発委員 会	物質・材料研究機構・千 現地区	オンライン
2023年1月 16日	第十三回研究開発委員 会	物質・材料研究機構・千 現地区	オンライン
2023年2月 1日	第十四回研究開発委員 会	試験機関	
2023年3月 15日	第十五回研究開発委員 会	物質・材料研究機構・千 現地区	オンライン