

## 多孔質セラミックスの疲労強度と破壊機構

青学大院  
青学大○米津明生 岩井機械工業(株) 浅野浩朗  
小川武史

## 1. 結 言

多孔質セラミックスを高効率火力発電用フィルターに適用する場合、未燃分の急激な燃焼、逆洗等による熱衝撃、熱疲労による損傷および破壊は重要な問題であり、実用にあたっては長期間使用中の疲労や破壊に対する評価が重要な課題となる。そこで、本研究では静疲労および繰返し疲労強度特性を調べるために、準静的荷重  $P$  漸増試験および荷重範囲  $\Delta P$  漸増試験<sup>1)</sup>を行い、得られた強度からワイル統計に基づく評価を行った。また、AE 法を用いた試験中の損傷モニタリングおよび試験後の破面観察結果から破壊機構を検討した。

## 2. 供試材

供試材は、シーマッハ社製多孔質炭化ケイ素セラミックス(KD-DSL T10-20)であり、試験片形状は幅 4 mm × 厚さ 3 mm × 長さ 40 mm の平滑材である。材料の特性は、かさ密度 1.9 g/cm<sup>3</sup>、平均気孔径 10 μm、気孔率 37% であり、SiC 粒子の大きさは 100~150 μm である。微視組成は母相(SiC 粒子)が粒界相(バインダー)で結合された状態であり、多孔質セラミックスの破壊はバインダーの破壊に支配されるとの報告がある<sup>2)</sup>。このバインダーの組成は、SiO<sub>2</sub> に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、KO<sub>2</sub> を添加した系である。

## 3. 実験方法

試験機は島津製作所製、容量 100 N の電磁力式微小材料試験機マイクロサーボ (MMT-100NB-10) を用い、実験は室温大気中において内スパン 10 mm、外スパン 30 mm の 4 点曲げ荷重下で行った。

$P$  漸増試験および  $\Delta P$  漸増試験の応力履歴を図 1 に示す。両試験の試験条件は、開始時の応力  $\sigma_i$  および最大応力  $\sigma_{max,i}=1$  MPa、応力増加勾配  $d\sigma/dt$  および  $d\sigma_{max}/dt=1$  および 0.1 MPa/h とし、それぞれ任意に選択した 10 および 4 本の試験片を割り当てた。なお、繰返し負荷では応力比  $R=0.1$ 、繰返し速度  $f=5$  Hz 一定とした。これにより、両試験の相違は荷重繰返しの有無である。また、即時破壊強度を調べるためにクロスヘッド速度 0.1 mm/min の試験を任意に選択した 10 本づつの試験片を割り当てて行った。また、各試験において損傷の検出を試みるために 2 個の小型 AE センサー (PAC 社、PICO) を試験片の圧縮面側にセンサー距離 30 mm になるように取り付けた。

## 4. 実験結果および考察

4. 1 疲労強度特性 準静的負荷の  $P$  漸増試験 (▲印)、繰返し負荷の  $\Delta P$  漸増試験 (△印) およびクロスヘッド速度 0.1 mm/min の即時破壊強度 (□印) の結果をワイル確率紙上にメディアンランク法を用いてブ

ロットして図 2 に示す。また、比較のために同一材料でクロスヘッド速度 0.05 mm/min で得られた即時破壊強度 (■印)<sup>2)</sup> を併記した。

まず、本研究で得られた即時破壊強度 (□印) は、0.05 mm/min の即時破壊強度 (■印)<sup>2)</sup> と比較すると、強度が低いことがわかる。詳細は明らかでないが、■印の試験片は内スパン内にひずみゲージを貼付しているため、それが破壊抵抗となり、□印よりも強度が高く見積もられたと思われる。次に、 $P$  漸増試験の結果 (▲印) は即時破壊強度 (□印) と比較すると強度が低下していることがわかる。前者は約 7 時間を要する試験であるのに対して、後者は数秒程度であり、負荷速度は 4000 倍程度異なる。この強度低下は静疲労挙動に基づいている。 $\Delta P$  漸増試験の結果 (△印) と  $P$  漢増試験の結果 (▲印) を比較すると、両者はほぼ一致した傾向を示した。これは△印の試験片が繰返し疲労に基づく強度低下を示さなかったことを表している。そこで、応力増加勾配が 1/10 である  $d\sigma/dt$  および  $d\sigma_{max}/dt=0.1$  MPa/h の  $P$  漢増試験および  $\Delta P$  漢増試験を 4 本づつ行った。得られた結果 (●および○印) を図 2 に併記する。両者を比較すると、ほぼ一致する傾向を示しており、負荷の漸増勾配を低下させても繰返し疲労の影響をあま

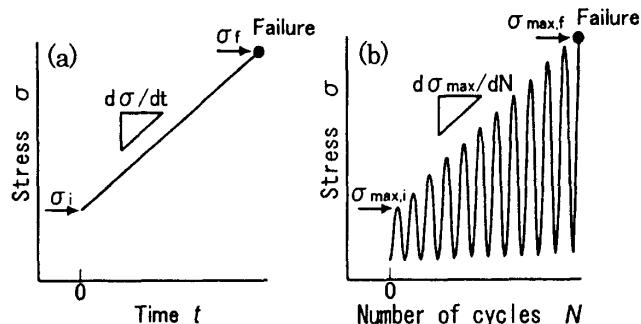


Fig.1 Loading sequences of the (a) quasi-static test and (b)  $\Delta P$ -increasing test.

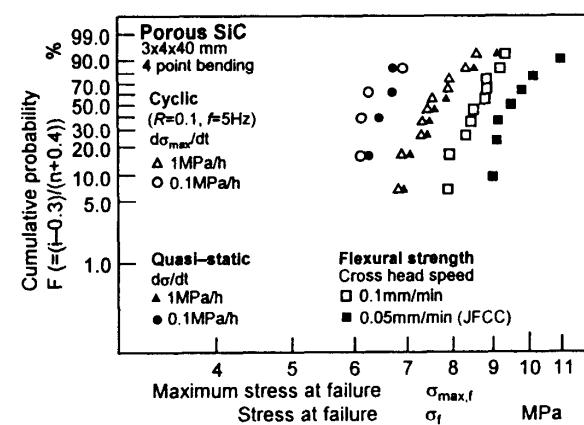


Fig.2 Weibull plots of  $\sigma_f$  and  $\sigma_{max,f}$  in porous ceramics.

り受けていないことがわかる。しかし、▲および△印の結果と比較すると明らかな強度低下を示している。したがって、多孔質炭化ケイ素の疲労強度は静疲労機構に支配されている。

**4. 2 S-N曲線の予測**  $d\sigma_{max}/dt=1$  および  $0.1 \text{ MPa/h}$  の $\Delta P$ 漸増試験の結果から、著者らが提案したP-S-N曲線を予測する方法<sup>1)</sup>を適用して図3に示す。縦軸は $\sigma_{max}$ 、横軸は破断繰返し数 $N_f$ とし、 $F=10$ 、 $50$ および $90\%$ に対する結果を表示した。比較のために、 $5\times7\times50 \text{ mm}$ の試験片について行われた $\Delta P$ 一定試験の結果(●印)<sup>4)</sup>を併記した。これは $R=0.5$ 、 $f=20 \text{ Hz}$ の結果である。本研究の $\Delta P$ 漸増試験は $R=0.1$ 、 $f=5 \text{ Hz}$ のもとで行われている。

準静的負荷のP漸増試験は $R=1$ 、 $f=0 \text{ Hz}$ の試験と解釈することができるが、図2に示したように、強度特性はほぼ一致した。したがって、繰返し荷重下の $\sigma_{max}$ と破断時間 $t_f$ の関係が $R$ および $f$ に依存しないことを意味している。予測したP-S-N曲線は、実験結果よりも安全側の評価を与えていることがわかる。上記の考え方に基づき、 $f=20 \text{ Hz}$ に対して予測したP-S-N曲線は $N_f$ が4倍となるように長寿命側に平行移動することになる。したがって、両者の差異は減少する傾向にある。予測したP-S-N曲線と実験結果を比較すると、ばらつきの程度やS-N曲線の勾配はほぼ一致している。両者の不一致の原因として、試験片寸法依存性が考えられる。 $5\times7\times50 \text{ mm}$ の試験片で求めた即時破壊強度は、 $3\times4\times40 \text{ mm}$ の試験片の結果より高いことが報告されている<sup>2)</sup>。また、 $\Delta P$ 一定試験ではコンプライアンス測定のためにひずみゲージを試験片表面に貼付しており、この影響による強度上昇も考えられる。

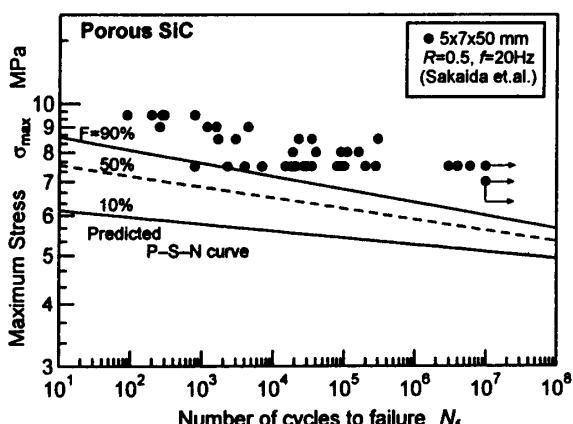


Fig.3 Fatigue life under  $\Delta P$ -constant tests<sup>4)</sup> compared with predicted P-S-N curves by  $\Delta P$ -increasing tests.

**4. 3 破壊機構の検討** 準静的負荷のP漸増試験で検出されたAEから音源位置評定を行った結果を図4に示す。なお、図の横軸は試験片の軸方向(原点を左端)の位置を表しており、破断面の位置を実線で示した。また、図の縦軸はAEが発生したときの応力である。検出されたAEのほとんどが内スパン内で発生し

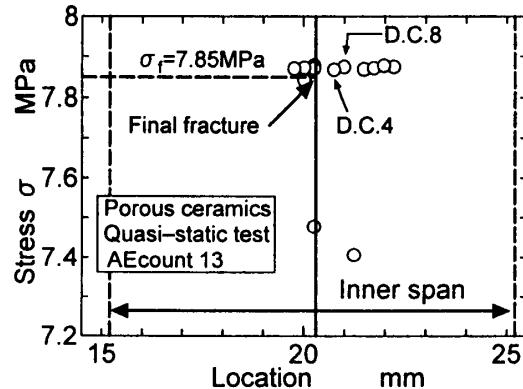


Fig.4 AE source locations as a function of applied stresses for the quasi-static test.

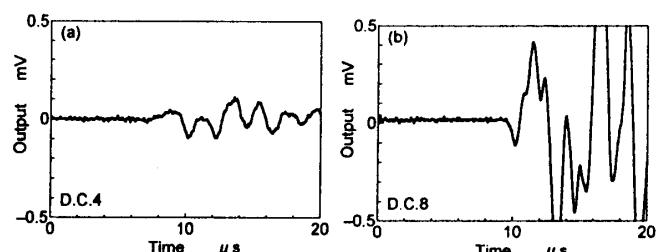


Fig.5 Examples of detected AE waveforms for the quasi-static loading; (a)small wave,(b)large wave.

ている。AEは破断点付近での発生が多いが、最終破断面以外にも多数発生していた。このことから、バインダーの損傷は、応力一定となっている内スパン内の複数箇所で発生し、それらが互いに連結した部分が最終破断面となる。次に検出されたAE波形の一例を図5に示す。小振幅なAE(a)から大振幅なAE(b)が検出され、その振幅値は最大で10倍以上異なっていた。この結果から、AEを放出した微視的な破壊の規模は極めて広範囲であることがわかる。なお、今後の課題としてAE原波形解析による破壊のダイナミクス推定し、多孔質セラミックスの破壊機構を詳細に解明する予定である。

## 5. 結 言

- (1) 多孔質炭化ケイ素セラミックスの室温大気中における強度特性は、静疲労挙動に支配されている。
- (2)  $\Delta P$ 漸増試験の結果から、統計的な疲労強度を表すP-S-N曲線を予測した。
- (3) 疲労損傷によるAEを検出し、バインダーの破壊規模が極めて広範囲であることを示した。

## 参考文献

- (1) 小川武史, 河本洋, 白井毅一, 日本機械学会論文集A編, 64-623, 74(1998).
- (2) 高効率発電用高温用材料の信頼性向上に関する調査研究, (財)ファインセラミックスセンター, (1998).
- (3) 田中啓介, 秋庭義明, 野村隆, 坂井田喜久, 日本機械学会論文集A編, 65-640, 2385(1999).
- (4) 坂井田喜久, 田中啓介, 材料, 49-3, 304(2000).