

1. 緒 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 ΔP 漸増試験¹⁾を行い、得られた強度からワイブ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、シューマツ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/cm³、平均気孔径 10 μ m、気孔率 37%であり、SiC 粒子の大きさは 100~150 μ m 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²⁾。このバインダーの組成は、SiO₂に Al₂O₃、KO₂を添加した系である。

3. 実験方法

試験機は(株)島津製作所製、容量 100 N の電磁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 ΔP 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 σ_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 $d\sigma_{max}/dN=1$ 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 本ず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付けた。

4. 実験結果および考察

4. 1 疲労強度特性 準静的荷重の P 漸増試験 (\blacktriangle 印)、繰返し負荷の ΔP 漸増試験 (\triangle 印) およびクロスヘッド速度 0.1 mm/min の即時破壊強度 (\square 印) の結果をワイブル確率紙上にメディアンランク法を用いて

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 (\blacksquare 印)²⁾ を併記した。

まず、本研究で得られた即時破壊強度 (\square 印) は、0.05 mm/min の即時破壊強度 (\blacksquare 印)²⁾ 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、 \blacksquare 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、 \square 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 (\blacktriangle 印) は即時破壊強度 (\square 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。 ΔP 漸増試験の結果 (\triangle 印) と P 漸増試験の結果 (\blacktriangle 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 \triangle 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 $d\sigma_{max}/dN=0.1$ MPa/h の P 漸増試験および ΔP 漸増試験を 4 本ずつ行った。得られた結果 (\bullet および \circ 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

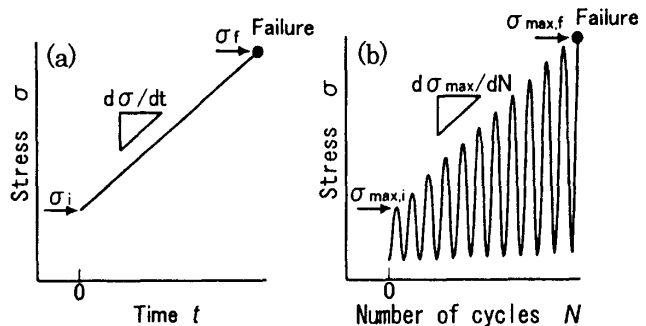


Fig.1 Loading sequences of the (a) quasi-static test and (b) ΔP - increasing test.

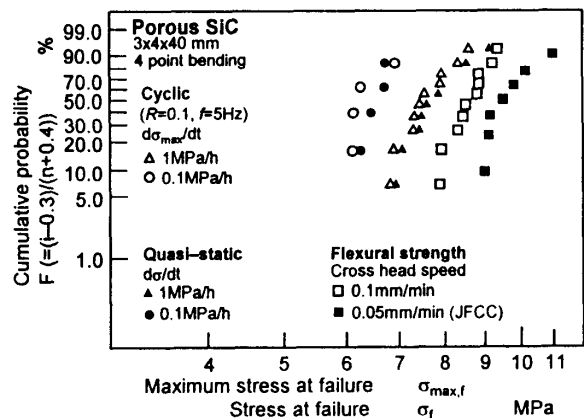


Fig.2 Weibull plots of σ_f and $\sigma_{max,f}$ in porous ceramics.

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 $d\sigma_{\max}/dN=1$ および 0.1 MPa/h の ΔP 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¹⁾を適用して図3に示す。縦軸は σ_{\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、 $5 \times 7 \times 50 \text{ mm}$ の試験片について行われた ΔP 一定試験の結果(●印)⁴⁾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 ΔP 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 σ_{\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。 $5 \times 7 \times 50 \text{ mm}$ の試験片で求めた即時破壊強度は、 $3 \times 4 \times 40 \text{ mm}$ の試験片の結果より高いことが報告されている²⁾。また、 ΔP 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。

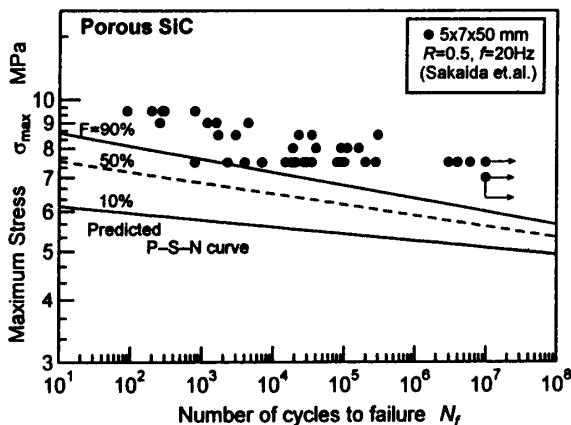


Fig.3 Fatigue life under ΔP -constant tests⁴⁾ compared with predicted $P-S-N$ curves by ΔP -increasing tests.

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

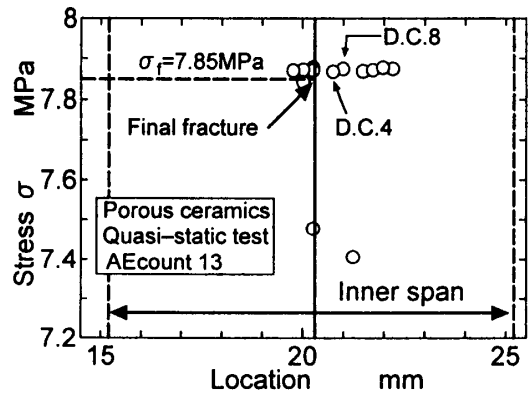


Fig.4 AE source locations as a function of applied stresses for the quasi-static test.

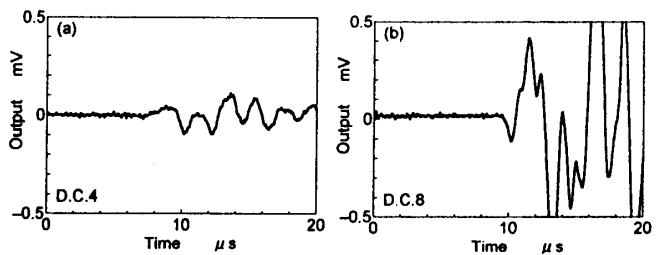


Fig.5 Examples of detected AE waveforms for the quasi-static loading; (a)small wave,(b)large wave.

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の箇所が発生し、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) ΔP 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).