

様式 I

博士学位論文調査報告書

論文題目

Influence of Porosity and Pore-Distributions on Strength Properties of Porous Ceramics

(多孔質セラミックスの強度特性に及ぼす気孔率および気孔分布特性の影響)

申請者 宮崎夏実

最終学歴

令和 元年 9月

京都大学大学院エネルギー科学研究科エネルギー変換科学専攻博士後期課程

(卒業、修了、研究指導認定見込、研究指導認定退学等)

学識確認

平成 年 月 日 (論文博士のみ)

調査委員

京都大学大学院エネルギー科学研究科

(主査)

教授 星出敏彦

調査委員

京都大学大学院エネルギー科学研究科

教授 今谷勝次

調査委員

京都大学大学院エネルギー科学研究科

教授 川那辺洋

( 続紙 1 )

京都大学	博士 (エネルギー科学)	氏名	宮崎 夏実
論文題目	Influence of Porosity and Pore-Distributions on Strength Properties of Porous Ceramics (多孔質セラミックスの強度特性に及ぼす気孔率および気孔分布特性の影響)		
(論文内容の要旨)			
<p>本論文は、フィルタや触媒などのエネルギー関連機器への応用が期待されている多孔質セラミックスの曲げ強さ、硬さおよび疲労の各種強度特性に及ぼす気孔率および気孔の分布特性の影響を論じた結果をまとめたもので、8章からなっている。</p> <p>第1章は序論で、セラミックス全般の強度特性の評価に関する問題点をまとめるとともに、多孔質セラミックスについても、その長期健全性を保証するには多孔質セラミックスに適した強度評価手法の構築が不可欠であることを述べている。特に多孔質セラミックスの強度に関してはバルク気孔率のみならず、気孔の形状、寸法、密度も考慮した評価手法の構築が必要であるとしている。</p> <p>第2章は、バルク気孔率、気孔の空間的配置や寸法分布特性が多孔質セラミックスの強度に及ぼす影響を実験的に究明している。供試材料はアルミナおよびジルコニアで、静的強度特性としては曲げ強さおよび硬さを対象としている。いずれの静的強度特性も、気孔率の増大に伴って急激に低下することを示している。ただし、多孔質アルミナに関しては、気孔率が高いにも拘わらず、静的強度特性は逆に大きくなるという現象があることを指摘している。この現象は、第1章でも述べたように、多孔質セラミックスの強度評価にはバルク気孔率のみならず、気孔の形状、寸法、密度も考慮する必要があることを、実験により明らかにしたものである。</p> <p>第3章は、第2章で重要性が明らかになった気孔の分布特性について実験的に解明しようとしたものである。解析手法は、走査型レーザ顕微鏡(LSM)を用い、気孔の高低差を二値化処理することにより気孔形状を同定し、気孔の分布特性を定量的に評価するものである。具体的には、LSMのソフトウェアを用い、二値化により画像処理した画像に対して粒子分散解析を行うことによって、気孔の寸法分布を求める手法について述べている。その手法を用いた結果、気孔寸法には著しいばらつきがあることを示し、気孔寸法のばらつきについてはワイブル分布関数を用いて定量的に評価できるとしている。この解析により、第2章で問題となった、多孔質アルミナにおける気孔率-強度関係の特異な現象も説明できることを述べている。</p> <p>第4章では、破壊力学に基づいて、多孔質セラミックスに対する強度評価手法を提案している。微小き裂の破壊力学的解析ではその補正として仮想き裂長さを本来のき裂長さに加える手法が採用されるが、その手法を微小気孔にも拡張している。定量化した気孔の分布特性が微小き裂の分布特性と同一であると仮定し、対象とする試験片内にき裂をランダムに配置し、き裂形態(内部き裂、表面き裂、または隅き裂)や応力勾配も考慮して、個々のき裂に対する応力拡大係数を評価し、そのうちの最大値が破壊じん性に等しくなるときの負荷応力を対象試験片の強度とするものである。この提案した強度解析手法を、多孔質アルミナおよび多孔質ジルコニアの曲げ試験に適用し、得られた解析結果が、上述の多孔質アルミナにおける特異な現象も含めて、実験で得られた曲げ強さの特性をよく説明できることを述べている。</p>			

第5章では、第4章で提案した強度解析手法の適用性をさらに検証するため、多孔質アルミナにおける寸法効果についても検討している。まず、3種類の異なる寸法の平滑試験片、および半円状切欠きを有する切欠き試験片を用いた強度試験を実施し、それぞれの曲げ強さを実験的に明らかにしている。得られた曲げ強さの平均値を、寸法効果の評価に有用とされる有効体積と関連づけている。この場合、緻密質アルミナの切欠き試験片に関しては、切欠き加工の際に切欠き底に研削痕が形成されるため、有効体積を用いた強度の寸法効果を説明できないことを明らかにしている。一方、第4章で提案した強度解析手法を用いて、研削痕のない切欠き試験片を想定した場合の強度を求めた結果、多孔質セラミックスの寸法効果についても、緻密質アルミナの切欠き材も含めて、有効体積を用いることにより説明できるとしている。

第6章では、材料設計的な観点から、第4章および第5章でその有用性を明らかにした本研究の提案解析手法を用い、種々の気孔寸法および気孔密度の組合せによる気孔分布特性に対する強度の依存性について解析している。まず、解析上必要となる多孔質セラミックスの破壊じん性値を推定する手法について述べている。個々の気孔率を有する材料に対して推定した破壊じん性値を用いて解析した結果、平均気孔寸法を固定した場合は気孔率を増大させるほど、一方気孔率を固定した場合は平均気孔寸法を大きくするほど、強度が低下することを示している。また、低気孔率材料においては、強度に対する気孔率による影響よりも気孔寸法による影響の方がより大きいと結論している。なお、本章では気孔分布を3母数ワイブル分布関数で近似したときの母数を使用して解析したが、2母数ワイブル分布関数で近似した場合の母数を用いて強度解析を行った結果を補足として付録に示している。

第7章では、従来ほとんど系統的な研究がなされていなかった多孔質セラミックスに関する疲労特性を実験的に明らかにしている。本研究では、多孔質アルミナについて、4レベルの負荷応力を設定し、応力比0.1、繰返し速度20Hzの3点曲げ疲労試験を実施している。疲労寿命にもばらつきがあることを想定し、各負荷応力レベルに対して10本ずつの試験片を供試した。その疲労寿命特性については、静的強度と同様にばらつきが大きい、オーダーレベルでばらつくことを示している。ただし、全体的傾向としては負荷応力が小さくなると長寿命となる、いわゆる  $S-N$  (負荷応力-疲労寿命) 線図的な挙動を呈することを確認している。また、負荷応力は気孔率が大きくなるとオーダーが極端に低下し、気孔率の影響について負荷応力により直接比較するのが困難であった。そのため、それぞれの多孔質アルミナの静的強度の平均値により、負荷応力を無次元化した整理を行っている。これにより、同じ無次元化負荷応力について比較すると、緻密質アルミナよりも多孔質アルミナの方が長寿命になることを初めて明らかにした。この傾向に関しては、疲労き裂成長の観点から考察し、気孔が疲労き裂先端の応力場を緩和させることに起因するという仮説を提唱している。さらに、多孔質アルミナにおいては、 $10^7$  サイクルで疲労破壊しない負荷応力レベルがあり、疲労限度が存在する可能性があることを示唆している。

第8章では、本研究で得られた成果をまとめるとともに、今後の研究展望についても言及している。

(続紙 2)

(論文審査の結果の要旨)

本論文は、多孔質セラミックスの静的強度および疲労強度について実験的に解明した結果とともに、静的強度に関しては気孔の分布特性を考慮することによって、多孔質セラミックスの強度評価に適した解析手法を新たに提案し、実験結果との比較により、その適用性について論じた結果をまとめたものである。得られた主な成果は以下のとおりである。

- 1) アルミナおよびジルコニアの多孔質セラミックスの静的強度に及ぼす気孔の分布特性の影響を実験的に明らかにし、曲げ強さおよび硬さのいずれについても気孔率の増大に伴って急激に低下することを示した。さらに、多孔質セラミックスの強度評価にはバルク気孔率のみならず、気孔の形状、寸法、密度も考慮する必要があることを指摘した。
- 2) 気孔の画像を二値化処理することにより気孔形状を同定し、気孔の分布特性を定量的に評価する手法を提案した。さらに、定量化された気孔分布を考慮しうる破壊力学的解析手法を構築し、強度の解析結果と実験結果との対比により解析手法の有用性を示した。
- 3) 多孔質アルミナについて、異なる寸法の平滑試験片および半円状切欠きを有する切欠き試験片を用いた強度試験を行い、平均強度を有効体積により整理した。実験では緻密質アルミナの切欠き試験片の強度が切欠き底の研削痕のため低強度になったが、研削痕がない場合を想定した切欠き試験片について上述の解析手法により強度を求めた結果、切欠き試験片の強度も含めて寸法効果を有効体積により評価できることを明らかにした。
- 4) 提案した解析手法を用いて、種々の気孔寸法および気孔密度の組合せにより決まる気孔分布特性に対する強度の依存性について解析した。その結果、強度はバルク気孔率よりも気孔寸法による影響の方がより大きいことを明らかにした。この結果は、最適な強度を与える多孔質セラミックスの材料設計に対する指針を与える上で、有用といえる。
- 5) 多孔質アルミナに関する疲労特性を実験的に明らかにした。疲労寿命はオーダーレベルでばらつくが、全体的傾向としては負荷応力が小さくなると長寿命となる、いわゆる S-N(負荷応力-疲労寿命)線図的な挙動を示すことを確認した。静的強度で無次元化した負荷応力について比較すると、緻密質アルミナよりも多孔質アルミナの方が長寿命になることを初めて明らかにした。さらに、疲労限度が存在する可能性があることも示唆した。

以上、本論文は、多孔質セラミックスの強度特性に及ぼす気孔分布特性の影響を解明するとともに、それに基づいた新たな強度解析手法を提示し、エネルギー関連機器への応用が期待される多孔質セラミックスの健全性評価に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士(エネルギー科学)の学位論文として価値あるものと認める。また、令和元年 8 月 23 日に実施した論文内容とそれに関連した試問の結果、合格と認めた。

なお、本論文は、京都大学学位規程第 14 条第 2 項に該当するものと判断し、公表に際しては、当該論文の全文に代えてその内容を要約したものとすることを認める。

論文内容の要旨、審査の結果の要旨及び学位論文の全文は、本学学術情報リポジトリに掲載し、公表とする。ただし、特許申請、雑誌掲載等の関係により、要旨を学位授与後即日公表することに支障がある場合は、以下に公表可能とする日付を記入すること。

要旨公開可能日： 令和 年 月 日以降