

論文要約

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

エネルギー材料設計研究室

宮崎夏実

本論文は、フィルターや触媒などのエネルギー関連機器への適用が進めら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分布特性の影響についてまとめたもので、8章からなっている。

第1章では、セラミックス全般の強度特性の評価に関する問題点を挙げるとともに、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た。特に多孔質セラミックスの強度に関しては気孔率のみならず、気孔の形状、寸法や密度などの気孔分布特性も考慮した評価手法の構築が必要であることを示した。

第2章では、主に気孔率やその他の気孔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た。アルミナおよびジルコニアを用い、静的強度特性のうち曲げ強さおよび硬さを対象として実験を行った。いずれの静的強度特性も、気孔率の増大に伴って指数関数的に減少することを示した。ただし、一部の多孔質アルミナに関しては、高気孔率にもかかわらず、高強度となる逆転現象があることを確認した。破面観察の結果、高強度となった材料では小さな気孔が多数存在することを確認した。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気孔率のみならず、気孔の形状、寸法や密度などのその他の気孔分布特性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。

第3章では、第2章で重要性が明らかになった気孔分布特性の定量化を試みた。そのための解析手法として、走査型レーザ顕微鏡(LSM)を用い、気孔の高さデータを二値化処理することにより気孔形状や気孔面積、気孔数を同定して、気孔の分布特性を定量的に評価する手法を述べた。具体的には、LSMの画像処理ソフトウェアならびに粒子解析ソフトウェアを用いて、二値化処理画像について粒子解析を行うことによって、気孔の寸法分布を求める手法を説明した。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した。この解析により、第2章で問題となった高気孔率でも強度が必ずしも低下しない現象において、材料間の気孔寸法分布や密度が異なることを定量的に説明した。

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静的強度評価手法を提案した。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、本解析では気孔をき裂と見立てることとした。まず、定量化した気孔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た。そのうちの最大応力拡大係数の値が破壊じん性値に等しくなるとき試験片が破断するとして、そのときの負荷応力を対象試験片の強度とした。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3点曲げ試験に適用し、解析結果は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示した。

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た。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て強度試験を実施し、それぞれの曲げ強さを実験的に明らかにした。さらに、曲げ強さの実験結果の平均値を、寸法効果の評価に有用とされる有効体積を用いて評価した。本実験では、緻密質アルミナの切欠き試験片に関し、切欠き加工の際に切欠き底に形成された研削痕の影響により、有効体積を用いた強度の寸法効果の理論的關係では表現できないことを確認した。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、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ことを示した。

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、種々の気孔率、気孔径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た。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、推定破壊じん性値と気孔率の關係から推定する手法を提案した。さらに、個々の気孔率を有する材料に対し、推定した破壊じん性値を用いて解析した結果、平均気孔径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、および気孔密度が低下するほど、強度が低下することを示した。また、強度に対し、低気孔率材料においては、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示した。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を用いた場合の補足解析を付録に示した。

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の疲労特性を実験的に明らかにした。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

にも大きなばらつきがあることが予想されるため、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、静的強度と同様ばらつきが大きく、オーダーレベルでばらつくことを示した。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、金属材料でみられる、いわゆる $S-N$ (負荷応力-疲労寿命) 線図のような挙動を確認した。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ため、各気孔率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た。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。しかし、高气孔率であれば高寿命となるわけではないことも確認した。この原因について、疲労き裂成長の観点から考察し、緻密質アルミナよりも多孔質アルミナの方が長寿命となる理由は、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。一方で、多孔質アルミナの疲労寿命においては気孔径や気孔密度などから複合的に影響を受けるため、単純に気孔率だけでは整理できないと考えた。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た。

第 8 章は結論であり、本研究で得られた結論を整理し、今後の展望についても述べた。

文献一覧

- 1) Natsumi MIYAZAKI and Toshihiko HOSHIDE, Influences of porosity and pore-distributions on strength properties of porous alumina, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 第 27 巻 第 8 号 4345-4354 頁, 2018 年 8 月.
- 2) Natsumi MIYAZAKI, Toshihiko HOSHIDE and Daichi ITAYA, Effect of Geometric Size on Static Strength Properties of Porous Alumina, *WSEAS Transactions on Applied and Theoretical Mechanics*, 第 13 巻 第 17 号, 157-166 頁, 2018 年 9 月.
- 3) Rojina BADE, Natsumi MIYAZAKI and Toshihiko HOSHIDE, Effects of porosity and pore distribution on static strength of porous zirconia, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, DOI: <https://doi.org/10.1111/ffe.13017>, 1-12 頁, 2019 年 3 月.
- 4) Natsumi MIYAZAKI, Yusuke OMOTO and Toshihiko HOSHIDE, Numerical simulation on effects of pore characteristics on strength in porous ceramics, *Mechanical Engineering Journal*, 2019 年 10 月.
- 5) Natsumi MIYAZAKI, Toshihiko HOSHIDE and Kento KIKUKAWA, Life properties and effect of pore-characteristics in fatigue of porous alumina, *Proceedings of the ICM13 conference*, 採録決定.