56 耐熱セラミックスの高温サンドエロージョン特性の評価

材料加工部 *千田哲也

法政大学 新井和吉、佐々木康裕、松原暁雄、安嶋賢哲

1. はじめに

セラミックスは、化学的に安定であり高温で 高硬度、高強度を維持するなどの特徴を有し、 熱機関の高温部材に応用することで熱効率や 信頼性が向上することが期待されている.ガス タービンのブレードやノズル等の高温・高速の ガス環境で使用される部材では、気体中に含ま れる固体粒子が材料表面に繰り返し衝突する ことにより材料が機械的に損傷する現象であ るサンドエロージョンの発生が考えられるた め、材料の高温におけるエロージョン特性の評 価が必要である.

セラミックスのサンドエロージョン特性に ついては、アルミナ、窒化ケイ素等について の研究があり、材料物性の影響や粒子衝突条 件との関係の検討とともに、き裂発生の理論 的考察に基づく損傷則が提案されている.こ のなかで、高温でのエロージョン試験の報告 は少なく[1-6]、いずれも温度や粒子衝突条件 が限られており、体系的なデータに基づくメ カニズムの考察は十分ではない.そこで本研 究では、代表的な耐摩耗セラミックスである 焼結アルミナおよび窒化ケイ素について、そ の高温環境下におけるサンドエロージョン試 験を行い、温度及び衝突角度のエロージョン 損傷に与える影響について検討を行った.

2. 実験方法

試験に用いた高温エロージョン試験装置の 概要を図1に示す.コンプレッサーからの圧 縮空気とホッパーから供給される固体粒子の 混相流を上部の管状電気炉によって昇温し, 下部の箱形電気炉内に置いた試験片に噴射し てエロージョンを発生させる. 噴射ノズルと なる耐熱ステンレス管は内径 4mm、長さ 240mm とし, 先端と試験片までの距離は 30mmとした.

試験温度は試験片温度で定義することにし, 空気を流した状態で試験片が試験温度に保た れるよう2つの電気炉の温度を設定した. 試験温度は室温から920℃としたが,800℃以上 の高温では,噴射中に試験片の温度降下があ るため,1分間の噴射中の平均温度を試験温 度とした.1回のエロージョン試験で約25g の衝突粒子を1分間で噴射し,試験前後の試 験片の質量の差を測定して減少量を求めた.



図1 高温エロージョン試験装置

各噴射での衝突粒子の噴射量及び試験片の質 量減少量を電子天秤で測定した.

試験片には、アルミナ(ニッカトーSSA-S、 密度 3.89 g/cm³)及び窒化ケイ素(京セラ SN-220,密度 3.24 g/cm³)を使用した.試験 片は厚さ 3mm,幅 30mm,長さ 25~60mmの 平板とした.また、衝突固体粒子には、平均 粒径 360 μ m の白色アルミナ研磨剤粒子を使 用した.固体粒子の衝突速度は、2 枚の円盤 の間を粒子が通過する時間から速度を求める ダブルディスク法[7]によりあらかじめ求め た.今回の試験では、粒子の衝突速度 $V_{\rm P}$ は 65m/s となるように空気圧を設定した.セラ ミックス試験片に対する固体粒子の衝突角度 αは 30° から 90° の範囲で変化させた.

衝突粒子の噴射量と損傷による質量減少量 はほぼ比例関係にあったので,質量を体積に 換算して,衝突粒子の単位質量あたりの損傷 体積を体積損傷速度 R_v[m³/kg]と定義した.試 験後に,走査型電子顕微鏡(SEM)による損 傷面の観察を行った.高温酸化挙動の検討を するために,高温炉中に曝露した試験片につ いてX線回折分析を行った.



図2 アルミナのエロージョン損傷速度 に及ぼす温度の影響

3. 結果および考察

3.1 アルミナのエロージョン特性

図2に各衝突角度におけるアルミナの体積 損傷速度と試験温度の関係を示す.衝突角度 にかかわらず,温度の上昇とともに体積損傷 速度は増加する傾向を示し,特に 800℃をこ えたところで急激な増加がみられた.また, すべての温度で,高角度での衝突の方が損傷 速度が増大した.

図3にアルミナ損傷面のSEM写真を示す. 衝突角度 90°の損傷面では粒界破面が多く観察され,衝突の衝撃により発生する粒界のミ クロき裂が損傷の主な機構であると考えられ る.高温でも粒界破面は観察され,875℃及び 920℃では,むしろ大きく深いクレータ状の損 傷面が観察された.これは,数個の結晶粒に わたるき裂により材料除去が起きた結果と考 えられる.衝突角度 30°の場合の損傷面では, 室温と高温(875℃)で損傷面には大きな変化 はなかった.金属のエロージョン損傷面で観 察される切削痕と似た特徴を示しているが, その周辺には粒界破面も観察された.

脆性材料のエロージョン損傷には、粒子衝突の衝撃により弾性的または弾塑性的に発生 するき裂の進展による材料除去と、粒子が表面を摺動する際の表面における塑性変形と切削による除去の2つのメカニズムがあるとされ[8]、前者を脆性的損傷(brittle damage)、後者を延性的損傷(ductile damage)とよぶことにする.アルミナ損傷面の観察では、粒界破面等の脆性的特徴が多くみられる一方で、低角度側で切削型の延性的損傷もみられる. 体積損傷速度 R_V のなかで、脆性的損傷成分 R_B は粒子の衝突速度の垂直成分($V_P \sin \alpha$)のべき乗に比例するとされる[5-12].損傷が粒子のもつ運動エネルギーに比例すると考えて指数を2とすると、脆性的損傷は、

$$R_{\rm B} = (1/2) M (V_{\rm P} \sin \alpha)^2 / \epsilon \qquad (1)$$

と表せる.ここで、Mは衝突粒子の全質量、 $V_{\rm P}$ は粒子の衝突速度、 α は衝突角度、 ϵ は単位体積の材料を取り去るのに要するエネルギーである.

衝突角度が 90° 場合には面に平行方向の速 度成分はなく,切削は起きにくいと考えられ ることから,90°における体積損傷速度 R_{90} は すべて脆性的損傷によるものであると仮定す ると,各衝突角度における脆性的損傷成分 R_B を推定できる.延性的損傷成分 R_D は全損傷速 度から脆性的損傷成分を引いた差として求め ることができるので,

$$R_{\rm B} = R_{90} \sin^2 \alpha \qquad (2)$$
$$R_{\rm D} = R_{\rm V} - R_{\rm B} \qquad (3)$$

と表される.

アルミナについて,室温と 920℃の場合に ついて,実験により得られた体積損傷速度を 式(2)及び(3)により脆性成分と延性成分にわ けた結果を図4に示す.室温でも920℃でも 延性成分は低衝突角度側で大きくなったが, 脆性成分の寄与は高温の方が大きいという傾 向を示した.延性的損傷は温度によりあまり 変化しておらず,アルミナのエロージョン損 傷の温度依存性は,おもに脆性的損傷が温度 の上昇に伴い増加することによるものと考え られる.

920℃における損傷面では、深い粒界破面が 多くみられ、衝突角度が大きい場合の高温で の損傷量の増大は、室温付近での一結晶粒単 位の粒界破壊から、複数の結晶粒が粒界亀裂 により脱離するというメカニズムに変化する ためと考えられる.損傷速度の温度依存性は、 破壊靱性値や硬さの変化からは十分に説明で きないが、図5にα=90°の体積損傷速度とア ルミナの曲げ強さ[13]の温度依存性の比較を 示すように、曲げ強さの低下と損傷量の増大 の間に相関がみられる.焼結アルミナの高温 域における曲げ強さの低下は、粒界のガラス



図 3 アルミナ損傷面の SEM 写真: (a) 室温, α=90°, (b) 920℃, α=90°, (c) 室温, α=90°, (d) 875℃, α=90°.

相の軟化によるものとされるが[14], エロー ジョンにおいても粒界相の軟化が粒界き裂進 展抵抗を小さくし, 衝突によるき裂範囲が拡 大したために損傷量を増大させたと推測され る.

3.2 窒化ケイ素のエロージョン特性

図 6 に各衝突角度における窒化ケイ素の体 積損傷速度に及ぼす温度の影響を示す.損傷



図4 アルミナの体積損傷速度とその脆性 および延性成分; (a) 室温, (b) 920℃.

量は同じ温度のアルミナの数分の一であり, 耐エロージョン性は優れているといえる. ア ルミナと同じく,すべての角度において温度 上昇にともない体積損傷速度は増加しており, 800℃付近から急激に増加する傾向がみられ た.600℃以下の低い温度では損傷量は低く, 衝突角度依存性は明確ではなかった.とくに 室温では,低角度側で損傷速度は増大し, α=45°の場合に最大になった.これは,アル ミナと比較すると,窒化ケイ素は破壊靭性が 高いために脆性的なき裂進展が制御されたこ とによると考えられる.しかし,温度上昇に ともない損傷速度の角度依存性は大きくなっ た.

窒化ケイ素において、800℃以上の高温で体 積損傷速度が大きく増加する理由として、高 温酸化の影響が考えられる。窒化ケイ素は 1000℃近傍で粒界相の酸化により強度が低下 する場合があると報告とされている[15]. こ れは焼結助剤として Y_2O_3 が加えられている 場合に、粒界相であるメリライト ($Y_2Si_3O_3N_4$) が、1000℃付近で酸化により $Y_2Si_2O_7$ に変化



図 5 衝突角度 90°におけるアルミナ の体積損傷速度と曲げ強度の 温度依存性の比較

する際,体積膨張して粒界強度の低下が起き るためとされる.本試験に使用した窒化ケイ 素板も $Y_2Si_3O_3N_4$ を含む材料である.損傷面 は酸化物も除去されている可能性があるので, 未使用の試験片を高温(1050°C)で保持した 後に表面をX線回折分析したところ,図7に 示すように $Y_2Si_2O_7$ のピークがあらわれた. このことは,酸化による粒界強度の低下が損 傷速度増大の原因のひとつであることを示唆 している.

4. まとめ

アルミナ及び窒化ケイ素のサンドエロージ ョン損傷挙動に及ぼす試験温度及び衝突角度 の影響について検討を行った. どちらのセラ ミックスも.おおむね,高温または高衝突角 度になるほど損傷速度は増加する.衝突角度 が高角度側で損傷が増大すること及び損傷面 では粒界破壊が多く観察されることから,ア ルミナのサンドエロージョンでは脆性的損傷 の寄与が大きいことがわかった.全損傷量を 脆性成分と延性成分にわけて評価すると,延





性成分は温度により大きな変化がなく,エロ ージョン損傷が高温ほど増加するのはおもに 脆性的損傷の増大によるものと推測された. 窒化ケイ素は,損傷量が低く,低温では脆性 的損傷が少ないことが特徴であった.アルミ ナと同じく,エロージョン損傷量は温度上昇 とともに増大し,衝突角度が高いほど損傷量 が増大する傾向も強くなったが,これは,粒 界相の酸化の影響であることが示唆された.

謝辞 X線回折及び SEM 観察では重点研究 支援協力員・古谷典テ氏の協力を得ました.

参考文献

B.J. Hockey, S.M. Wiederhorn and H. Johnson, "Fracture Mechanics of Ceramics", Vol. 3, Ed. by R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, and F.F. Lange, Plenum Press (1978) pp. 379-402.

[2] S.M. Wiederhorn and B.J. Hockey, J. Mater. Sci., 18, 766-80 (1983).

[3] J.E. Ritter, L. Rosenfeld and K. Jakus, *Wear*, **111**, 335-46 (1986).

[4] J. Zhou and S. Bahadur, *Wear*, **181-183**, 178-88 (1995).

[5] A.L. Ham, J.A. Yeomans and J.F. Watts, *Wear*, 233-235, 237-245 (1999).



図7 窒化ケイ素のX線回折結果 (1050℃で加熱後)

[6] V. Heuer, G. Walter and I.M. Hutchings, *Wear*, **233-235**, 257-262 (1999).

[7] A.W. Ruff and L.K. Ives, *Wear*, 35, 195-199 (1975).

[8] I.M. Hutchings, "Erosion of Ceramic Materials", Ed. by J.E. Ritter, Trans Tech Publications (1992) pp. 75-92.

[9] C.T. Morrison, J.L. Routbort and R.O. Scattergood, *Wear*, **105**, 19-27 (1985).

[10] G.L. Sheldon, Trans. Am. Soc. Mech. Engr.,J. Basic. Eng., 92, 619-26 (1970).

[11] A.W. Ruff and S.M. Wiederhorn, "Treatise

on Materials Science and Technology", Vol. 16, Ed. by C.M. Preece, Academic Press (1979) pp. 69-126.

[12] 和田重孝, 渡辺直義, J. Ceram. Soc. Jpn. (Yogyo-Kyokai-Shi), 95, 976-83 (1987).

[13] ニッカトー社カタログ.

[14] R.M. Cannon, "Structure and Properties of MgO and Al₂O₃ Ceramics", Ed. by W.D. Kingery, Am. Ceram. Soc. (1984) pp. 818-38.

[15] F.F. Lange, S.C. Singhal and R.C. Kuznicki,J. Am. Ceram. Soc., 60, 249-252 (1977)...