圧環試験によるセラミックフィルターの破壊挙動

伊藤義康・池田 誠・須山章子

(株)東芝 電力・産業システム技術開発センター, 230-0045 神奈川県横浜市鶴見区末広町 2-4

Fracture Behavior of Ceramic Filter Using Diametral Ring Compression Test

Yoshiyasu ITOH, Makoto IKEDA and Shoko SUYAMA

Power & Industrial Systems Research & Development Center, Toshiba Corp., 2-4, Suehiro-cho, Tsurumi-ku, Yokohama-shi 230-0045

Fracture behavior of an O-ring specimen compressed by diametrically opposite external concentrated loads has been analyzed in terms of crack growth effect using a finite element method. The resulting advantages of the O-ring compression test may enable to evaluate and distinguish between the fracture stress of internal and external surfaces of tubular cross sections. However, it is clarified by comparison with the C-ring compression test results that the fracture stress evaluation at the internal and external surfaces is difficult in a SiC ceramic filter. The difficulty arises from the occurrence of stable crack growth as confirmed by applying a compliance analysis.

[Received June 3, 1999; Accepted August 13, 1999]

Key-words : Ceramic filter, Fracture strength, Weibull distribution, Rigidity, O-ring compression test, C-ring compression test, Compliance change, Crack growth, Finite element method

1. 緒 言

21世紀に向けて化石燃料枯渇の問題から、経済性に優れた安定供給が可能なエネルギー資源として石炭が見直され¹⁾、これを利用した発電システムの開発が行われている。国内では地球温暖化問題から二酸化炭素低減を達成すべく、加圧流動床燃焼複合発電 (PFBC) と石炭ガス化複合発電 (IGCC) の高エネルギー効率発電技術の構築が進められている。いずれも蒸気タービンとガスタービンを組み合わせたコンバインドサイクル発電システムで、既に実用化段階に達している。しかし、ガスタービンに導入される石炭燃焼ガス中には高濃度の灰粒子や金属蒸気が含まれており、タービンや熱交換器のエロージョン・コローションに対する保護を、熱エネルギー損失を最小に抑えながら行うためには、高温状態での乾式除塵システムの開発が重要課題である²⁾。

当初の高温乾式除塵システムでは慣性分離や電気集塵などの適用が検討されたが、経済性の観点から現在では粗脱塵にサイクロン (遠心分離方式の集塵装置) を用い、セラミックフィルターを精密脱塵に用いる組み合わせが主流となっている。この組み合わせ法は、既に短期試験ではあるが、十分な性能を有することが確認されている³⁾。しかし、長期間の高い信頼性を有するセラミックフィルターは、いまだ開発段階にあり、規格化・標準化などはこれからの課題である。現状ではセラミックフィルターに関する機能設計法、強度設計法と、その基礎となるデータベースの構築が強く望まれている。また、プラントでの実証試験においては、今後の実使用段階を迎えるにあたり、フィルターの耐久性評価が重要であることが示されている^{3),4)}。

一方、圧環試験とは円環試験片 (O-リング試験片) を試験機の圧縮治具間に置き、上下から加圧して破壊させ、その時の荷重値から圧環強さを求める方法である。この方法は焼結含浸軸受の圧環強さ測定方法として、JIS Z2507に規定されている。また、セラミックフィルターのようなセラミック部品では円管形状が多いことから、圧環試験は強度評価試験として使われており、部品検査や品質検査などにも有効であるとされている^{5)~8)}。また、円環の一部を切り欠いた試験片 (C-リング試験片) による圧環試験も実施されている^{9),10)}。しかしながら、セラミックフィルターに関する強度データは必ずしも十分に蓄積

されているとは言い難く、またセラミックフィルターの圧環試験による破壊挙動についても十分には明らかにされていない。

以上より、本研究では円管状の高温脱塵セラミックフィルターを対象に強度データベースの蓄積を最終目標とし、そのための基礎的検討を行う。すなわち、セラミックフィルターの圧環試験法に注目し、O-リング試験片の破壊挙動に関して解析的検討を加える。また、実際に SiC 系のセラミックフィルターを用いて O-リング、C-リング試験片の圧環試験を行い、実験的に破壊挙動を明らかにする。

2. 解析方法とモデル

現在、実用化が進められている高温脱塵セラミックフィルターは、その形状から片端閉じ円管状のキャンドル型と、両端開放円管状のチューブ型と呼ばれている 2 種類が主流となっている⁴⁾。図 1 に示す O-リング形状の 2 次元平面モデルは、このような実際のセラミックフィルターを輪切りにして得られる円環試験片であり、内径 R_1 ($=20\text{mm}$)、外形 R_2 ($=30\text{mm}$)、板厚 h ($=10\text{mm}$) とした。

解析には汎用の有限要素法プログラム (四角形平面ひずみ要素) を用い、対称性から図中に示す斜線部分を要素分割し、応力解析を行った。解析は、(a) 円環試験片の上下端に集中荷重を負荷した場合、その後に (b) 内径 A 点に荷重軸に沿ってき裂が進展した場合、(c) A 点のき裂が進展し O-リングが 2 分された場合、その後に (d) 外径 B 点に荷重軸に垂直方向にき裂が進展した場合、その後に (d) 外径 B 点に荷重軸に垂直方向にき裂が進展

Fig. 1. Analysis model for O-ring diametral compression specimen.

(a)

(b)

(c)

(d)

Fig. 2. Stress distribution obtained by finite element analysis.

- (a) O-ring before cracking.
- (b) Cracking at top and bottom of inner surface.
- (c) Dividing into two parts.
- (d) Cracking at right and left of outer surface.

展した場合について実施した。すなわち、円環試験片の圧環試験過程での破壊挙動について、局部応力特性に注目して破壊過程を推測し、各過程での応力状態を解析した。解析に用いた材料定数は、ヤング率 5.8 GPa、ポアソン比 0.3 とした。用いたヤング率は、後述する圧環試験で得られた除荷コンプライアンスを計測することにより決定した。

3. 有限要素法解析結果

3.1 円環試験片の応力分布特性

円環試験片 (O-リング試験片) の圧環強さ σ_f は、一般に次式で表される^{6),7)}。

$$\sigma_f = \sigma_n \cdot K_t \quad (1)$$

ただし、 K_t は図 1 の A 点の応力集中率で、 σ_n は次式で示される公称曲げ応力である。

$$\sigma_n = 3P(R_2 + R_1) / [\pi h (R_2 - R_1)^2] \quad (2)$$

したがって、圧環強さを算定するには応力集中率 K_t を明らかにする必要がある。 $R_1/R_2 > 1/3$ の場合、近似値として K_t は 1.0 や 0.954 などの値が提案されている。基本的に K_t は円環肉厚と外径の関数であり、各種の式が示されているものの、必ずしも統一した式が使われてはいない⁵⁾。

図 2 には有限要素法で解析した円環試験片の応力分布を示す。

(a) は円環試験片の上下端に集中荷重を負荷した場合の応力分布である。ただし、各応力成分値は (2) 式に示す公称曲げ応力 σ_n で無次元化して示している。すなわち、各応力成分に関する応力集中率の分布を示す。集中荷重の負荷点を別にとると、図中 A 点で σ_x 応力成分が最も高い集中率を示しており、 $K_t = 1.051$ であった。得られた値は Peterson の応力集中率^{6),7)} と 0.3% の誤差で良い一致を示している。また、B 点でも σ_y 応力成分が集中しているが、 $K_t = 0.4069$ であった。 σ_z も A 点で応力集中を示すが、その値は低い。以上の応力解析結果から、圧縮荷重を受ける円環試験片ではき裂はまず A 点で生じる。図 2(b) には内径 A 点から荷重軸に沿って、き裂が円環肉厚の半分まで進展した場合の応力分布を示す。き裂先端で σ_x , σ_y , σ_z , τ_{xy} 共に高い応力集中を示すのは当然であるが、き裂が進展することにより B 点における σ_y 応力成分の集中傾向が顕著となることが分かる。図 2(c) には A 点に生じたき裂が円環肉厚方向に貫通し、O-リングが 2 分した場合の応力分布を示す。B 点における σ_y 応力成分の集中率が $K_t = 1.2681$ を示した。このように A 点でき裂が生じることにより B 点の σ_y 応力値が高くなることは、A 点で生じたき裂が貫通する以前に B 点でき裂が生じる可能性があることを示している。(d) には外径 B 点に荷重軸に垂直方向に、き裂が円環肉厚の半分まで進展した場合の応力分布を示す。応力集中はき裂先端のみで顕著であり、その他の領域では全体に低い値を示す。

3.2 破壊形態と剛性変化

3.1 節で示した応力解析結果から想定される円環試験片の圧環試験における基本破壊過程を、図 3 に簡単にまとめて示す。このような円環の内面と外面から生じるき裂の進展を伴う破壊挙動は、円環試験片の剛性に大きな変化を及ぼすと考えられる。図 4 には有限要素法で解析した円環試験片のき裂進展に伴う剛性の変化を示す。ただし、円環試験片の内面 A 点に生じたき裂が円環肉厚方向に貫通した後に、外面 B 点にき裂が進展する場合の解析結果である。円環試験片の剛性 R は、集中荷重 P (N) を加えたときに生じる荷重点変位 u (mm) から、次式により計算した。

$$R = P / (u \cdot h \cdot E) \quad (3)$$

ただし、 E (N/mm²) はヤング率で、 h (mm) は円環試験片厚

Fig. 3. Schematic failure mode of a ring specimen compressed by diametrically opposite external concentration loads.

Fig. 4. Reduction of rigidity for O-ring diametral compression specimen due to crack growth.

さである。

図から明らかなように、円環試験片の上下端内面にき裂が生じると、き裂深さ a が長くなるとともに剛性は急激に低下することが分かる。このき裂が貫通して O-リングが 2 分した場合の剛性は、初期の O-リングの剛性に比べると約 1/4 まで低下していることが分かる。その後、円環試験片の左右端外面のき裂による剛性変化は少なく、特にき裂深さ c が短い範囲では剛性変化はわずかである。

4. フィルターの圧環強さ

4.1 実験方法

実験に供したフィルター材料は、Schumacher 製の高温ガス用フィルターエレメント (DIA-Schumalith TF20) である。外径 30 mm、内径 20 mm、長さ 1500 mm のパイプ状のフィルターエレメント中央部付近から、厚さ 10 mm の円環試験片 (O-リング試験片) を輪切りにして 18 個採取した。そのうち 6 個の O-リング試験片の円環の一部を、角度で 20° 切り欠いて C-リング試験片を作成した。

図 5 には実験に供したフィルター材料を破壊し、その破面を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した結果を示す。図から明らかなように、フィルター材料は母材と外表面に形成された膜層から構成されることが分かる。そこで、X 線回折により母材と外表面の膜層、それぞれの構成相の同定を行った。その結果、100~300 μm の塊状粒子から構成される母材は β -SiC、 SiO_2 (クリストバライト)、 Al_2O_3 、外表面膜層は SiC と微量の SiO_2 , Al_2O_3 短繊維からなることを確認した。このように圧環試験に供したフィルター材料は、母材と外表面膜層が異なる材質であることから、そのき裂発生強度もフィルターの内外表面で異なる可能性があると考えられる。このような観点から、O-リング試験片を用いた圧環試験は基本的にはフィルター母

Fig. 5. Fracture surface of SiC-based ceramic filter body.

材の強度、C-リング試験片を用いた圧環試験はフィルター外表面膜層の強度を評価するのに適した方法と考えられる。

O-リング試験片、C-リング試験片はいずれも鋼製圧縮治具の間にはさみ、上下から加圧して破壊させた。クロスヘッド速度は0.5 mm/min一定とし、圧環試験中の荷重と荷重点変位の関係を連続的に測定した。O-リング試験片のA点き裂発生時の圧環強度は、(1)式において3.1節の計算に基づき $K_t=1.051$ として算定した。B点き裂発生時の圧環強度は、(1)式において $K_t=1.2681$ として算定した。また、C-リング試験片の圧環強度は、Timoshenko や Winkler の式⁹⁾に基づいて次式で算定した。

$$\sigma_t = 1.2 \cdot P / [h(R_2 - R_1)] \quad (4)$$

4.2 実験結果

図6には、代表的なO-リング試験片、C-リング試験片の圧環試験中の荷重と荷重点変位の関係を示す。図から明らかなように、C-リング試験片はほぼ直線的に荷重が増大した後に、急速破壊が生じている様子が分かる。また、C-リング試験片に比べると、O-リング試験片は複雑な破壊挙動を示している。特に、図中に示すようにA点、B点の二つの山を示した後に、急速破壊が生じる点の特徴的である。C-リング試験片の破壊形態を図7に示す。C-リング試験片ではフィルター外面のB点からき裂が生じ、き裂の発生時期が最高荷重点であることが観察された。一方、図8には圧環試験により4分裂したO-リング試験片を示す。圧環試験途中では、応力解析で推定されたようにフィルター内面のA点でき裂が発生し、その後に外面のB点で生じる様子が観察された。すなわち、図6の荷重と荷重点変位曲線に示すA点はフィルター上下端内面にき裂が発生した時期、B点はフィルター左右端外面にき裂が発生した時期と、ほぼ一致していた。

図9には、O-リング試験片により得られたA点、B点の二つのピークより求められた二つの圧環強度と、C-リング試験片の圧環強度を、ワイブルプロットした結果を示す。O-リング試験片により得られたA点圧環強度に比べて、C-リング試験片の圧環強度が低いことから、実験に供したセラミックフィルターは、内面き裂発生強度が外面き裂発生強度よりも高いことが分かる。また、O-リング試験片により得られたA点圧環強度と、B点圧環強度とを比較すると、わずかではあるが常にA点圧環強度が高い値を示すことが分かる。また、O-リング試験片により得られたB点圧環強度が、フィルター左右端外面にき裂が発生した時期の強度とすると、C-リング試験片の圧環強度と一致すると考えられる。しかしながら、図9からは試験片数が少ないものの、C-リング試験片の圧環強度は明らかに低めの値を示す。これはO-リング試験片でのB点圧環強度算定においてO-リングが完全に2分したと仮定しているが、

Fig. 6. Load-displacement curves for O-ring and C-ring test specimens.

Fig. 7. Fracture appearance of C-ring specimen.

Fig. 8. Fracture appearance of O-ring specimen.

Fig. 9

Fig. 10

Fig. 11

Fig. 9. Weibull distribution of fracture stress of ring specimens compressed by diametrically opposite external concentration loads.
 Fig. 10. Compliance test results at various displacement levels.
 Fig. 11. Crack depth estimation from compliance change.

実際には A 点でのき裂が貫通しておらず、B 点での応力集中が緩和されているためと考えられる。

5. き裂進展挙動評価に関する考察

前章まで、円環試験片のき裂進展特性については解析的検討に基づいて検討を進めてきたが、以下では除荷コンプライアンス法によるき裂進展特性の評価を行う。図10には、複数の O-リング試験片を用いて a~i の各変位レベルで除荷し、得られた荷重と荷重点変位関係を示す。図から a~c の変位レベルでは、荷重-荷重点変位関係の勾配、すなわち除荷コンプライアンスにほとんど変化は見られない。これは円環試験片に、まだき裂が生じていないため、剛性が変化していない。この荷重-荷重点変位関係の勾配を用いれば、図4の有限要素法解析結果からフィルターのヤング率を計算することができる。得られた値は5.8 GPaであった。d~f の変位レベルでは、徐々に荷重-荷重点変位関係の勾配が緩やかになる傾向を示す。g~i の変位レベルに至ると、荷重-荷重点変位関係の勾配は低下していることが分かる。図4に示した円環試験片のき裂進展に伴う剛性変化の解析結果を用いると、d~i の各変位レベルにおけるき裂進展挙動を近似的に評価することができる。図11は図4の縦軸を、き裂が生じていない円環試験片の剛性 R_0 で無次元化したものである。図中には、d~i の各変位レベルにおける荷重-荷重点変位関係の勾配の変化率を書き込んである。ただし、円環試験片の内面 A 点に生じたき裂が貫通した後に、外面 B 点にき裂が進展すると仮定した場合の結果である。図から明らかなように、フィルター上下端面の内面 A 点にき裂が生じ荷重低下を示す c~d の間で、き裂は相当に深く進展することが分かる。すなわち、d の変位レベルでは、き裂深さ a はフィルター厚さの70%程度となっている。また、f~g の荷重低下の間でき裂深さ c もフィルター厚さの50%程度と深く進展する。

以上の結果からも、図6に示す円環試験片の荷重-荷重点変位関係に見られるピークは、円環試験片の内面 A 点と B 点にき裂が生じた時点と一致すると考えられる。また、いずれもピーク後の荷重低下の間にフィルター厚さ方向に深くき裂が進展するが、実験の範囲内では貫通には至っていないと考えられる。

6. 結 論

(1) 内径20 mm、外形30 mm、板厚10 mm の円環試験片の上下端に集中荷重を負荷した場合、上下端内面で σ_r 応力集中係数 $K_t=1.051$ であった。上下端内面のき裂が進展すると共に、左右端外面の σ_r 応力集中係数は、 $K_t=0.4069$ から1.2681 に上昇した。

(2) 円環試験片の上下端内面にき裂が生じると、き裂が長くなるとともに剛性は急激に低下した。き裂が貫通して円環が2分した場合の剛性は、初期剛性に比べ約1/4まで低下した。円環試験片の左右端外面のき裂による剛性変化は少なく、き裂が短い範囲ではわずかである。

(3) SiC 系フィルター材料の圧環試験において、荷重-荷重点変位曲線には二つのピークが認められ、その後急速破壊した。最初のピークはフィルター上下端内面にき裂が発生した時点、次のピークはフィルター左右端外面にき裂が発生した時点とに対応している。

(4) 実験に供した SiC 系フィルターは、母材と外表面の組成が異なり O-リング試験片により得られた内面き裂発生強度に比べて、C-リング試験片による外面き裂発生強度が低い。

文 献

- 1) Y. Itoh, *Science of Machine*, **44**, 1136-42 (1992) [in Japanese].
- 2) T. Kanaoka, *J. Energy Soc. Japan*, **77**, 170-76 (1998) [in Japanese].
- 3) S. Itoh and T. Yamaguchi, *J. Energy Soc. Japan*, **77**, 193-99 (1998) [in Japanese].
- 4) NEDO IEA-FBC Int. Committee, "FBC in Japan" (1997) pp. 384-458 [in Japanese].
- 5) Ceramics Editorial Committee ed., "Mechanical Properties of Ceramics," Ceram. Soc. Japan (1979) pp. 65-66 [in Japanese].
- 6) R. E. Peterson, "Stress Concentration Design Factors," John Wiley & Sons, New York (1953) p. 101.
- 7) W. D. Pilkey, "Peterson's Stress Concentration Factors 2nd ed.," John Wiley & Sons (1997) p. 437.
- 8) E. A. Ripperger and N. Davids, *Trans. Am. Soc. of Civ. Eng., Founded Nov. 5, 1852, Transactions, Paper No. 2308* (1852) pp. 619-35.
- 9) J. R. G. Evans and R. Stevens, *Br. Ceram. Trans. J.*, **83**, 14-18 (1984).
- 10) M. K. Ferber, V. J. Tennery, S. B. Waters and J. Ogle, *J. Mater. Sci.*, **21**, 2628-32 (1986).