ぜい性材料の固体微粒子によるエロージョン (第9報)

— Al_2O_3 -SiC 粒子複合体のエロージョン摩耗—

和田重孝・渡辺直義・谷 俊彦

(株)豊田中央研究所, 480-11 愛知県愛知郡長久手町))

Solid Particle Erosion of Brittle Materials (Part 9)

—The Erosive Wear of Al_2O_3 -SiC Particle Composites—

Shigetaka WADA, Naoyoshi WATANABE and Toshihiko TANI

(Toyota Central Research and Development Laboratories, Inc., Nagakute, Aichi, Aichi-ken 480-11)

Al_2O_3 composites containing 20-50 volume% of dispersed SiC particles of 0.28, 0.48 or 0.65 μm in average diameter were hot-pressed at 1850°C for 1 h under an applied pressure of 25 MNm^{-2} . The SiC particles prevented the densification of Al_2O_3 , more pronounced with smaller particles. Composites containing more than 40 vol% SiC particles were not fully densified with the SiC particles of 0.28 and 0.48 μm . On the other hand, the composite containing 50 vol% 0.65 μm -SiC particles sintered to a relative density over 99%. The erosive wear was tested using SiC and Al_2O_3 abrasives. The erosion rate of the composites depended largely on their hardness. The Vickers hardness of a composite composed of 50 vol% 0.65 μm -SiC particles was 26 GNm^{-2} and its erosion rate was $5.3 \times 10^{-4} \text{ cm}^3/\text{cm}^3$.

[Received January 25, 1988; Accepted March 24, 1988]

Key-words : Erosion, Solid particle, Al_2O_3 -SiC composites, SiC abrasive, Al_2O_3 abrasive

1. 緒 言

固体微粒子によるぜい性材料のエロージョン摩耗率 V は、試料の硬さ H , 試料の靱性 K_{α} と次式で関係づけられる: $V = H^a K_{\alpha}^b$ ¹⁾. ここで a, b は負の定数である^{1)~3)}. すなわち、耐エロージョン性に優れる材料の条件は硬さ、靱性ともに大きいことである。

そこで、耐エロージョン性に優れる材料を開発することを目的として、 Al_2O_3 -SiC 複合体、 Si_3N_4 -SiC 複合体をホットプレス法により合成し、それらの耐エロージョン性を試験した^{4), 5)}. その結果、SiC ウィスカー又は SiC 粒子を分散させることによって、複合体はそれぞれ純 Al_2O_3 , 純 Si_3N_4 より硬さ、靱性ともに増加し、耐エロージョン性も向上した。

Al_2O_3 -SiC 複合体と Si_3N_4 -SiC 複合体との比較では Al_2O_3 -SiC 複合体の方が優れていた。その理由は Al_2O_3 -SiC 複合体の硬さが Si_3N_4 -SiC 複合体の硬さより大きいことによると考えられた。先の Al_2O_3 -SiC 複合体において、SiC としてウィスカーと粒子を用いた。同一 SiC 量で比較すると、SiC ウィスカーを添加した複合体の耐エロージョン性は SiC 粒子を用いた複合体のそれよりも優れていた。しかし、SiC ウィスカーは高価なので、 Al_2O_3 -SiC ウィスカー複合体は耐エロージョン材料としては一般に普及し難いと考えられた。

Al_2O_3 -SiC ウィスカー複合体の最も優れた V は 1.3

$\times 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ であった⁴⁾. SiC 粒子と Al_2O_3 の複合体でより小さい V の複合体を合成できる唯一の手段は SiC の添加量を増やすことであると考えられた。このため SiC 粒子の添加量を前報の実験よりも多くし、併せて SiC 粒子の粒径を変化させた複合体を合成しそのエロージョン摩耗性を試験した。

2. 実 験

マトリックスの Al_2O_3 としては昭和軽金属の AL-160 SG (平均粒径 0.4 μm) を用いた。分散させる SiC 粒子としてはイビデン製のウルトラファイン (平均粒径 0.28 μm)、昭和電工製の A 1, A 2 (平均粒径はそれぞれ 0.48, 0.65 μm) を用いた。 Al_2O_3 に対する SiC の割合は 20, 30, 40, 50 vol% とした。 Al_2O_3 と SiC の粉末は通常のボールミルで混合し、スプレッドライヤにて乾燥・造粒した。ホットプレスは誘導加熱式ホットプレス装置により、大気雰囲気中にて黒鉛ダイスを用いて行った。ホットプレスの条件は保持温度・時間 1850°C×1 h、圧力 25 MNm^{-2} である。

ホットプレスした複合体の性質としては、かさ比重、ヤング率、ピッカース硬さ (荷重 0.49 N)、破壊靱性値 (以下 K_{α} と略記) を測定した。相対密度は Al_2O_3 の真比重を 3.99, SiC の真比重を 3.21 g/cm^3 として、かさ比重から計算により求めた。共振法により測定されたヤ

ング率は SiC 20 vol% のとき 380 GNm^{-2} 、緻密に焼結した SiC 50 vol% の複合体では 410 GNm^{-2} で SiC の含有量に比例して大きくなった。ヤング率は SiC 粒子の平均粒径の違いでは影響がなかった。 K_{ct} はインデンテーション・マイクロフラクチャー法 (以下 IM 法と略記) とブリッジインデンテーション法^{6),7)} (以下 BI 法と略記) で測定した。IM 法の荷重印加は 19.6 N, 30 s とした。発生したクラックの L/a は 2.80~3.84 であったので K_{ct} は新原のメディアン式⁸⁾で計算した。

エロージョン試験には SiC 及び Al_2O_3 砥粒を用いた。砥粒の大きさは標準篩で # 20 以下, # 32 以上 (平均粒径 $500 \mu\text{m}$) である。砥粒の試料への衝突条件は速度 250~300 m/s, 角度 80° とした。エロージョンによる摩耗量は重量を計測し, V (試料の摩耗量と使用した砥粒の量の体積比) で整理した。エロージョン面は走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察した。

3. 結果と考察

図 1 に SiC 量と相対密度の関係を示した。SiC 30 vol% までは SiC の粒径に関係なく相対密度 99% 以上の緻密な焼結体を得られた。SiC 40, 50 vol% では、SiC の粒径の小さい方が相対密度が低下した。この複合体では焼結するのは Al_2O_3 であり、SiC は Al_2O_3 の焼結を阻害する。図 1 の結果は焼結を阻害する効果は個々

Fig. 1. Relative density of Al_2O_3 -SiC composites as a function of SiC contents.

○ : 0.28 μm , □ : 0.48 μm , △ : 0.65 μm

Fig. 2. Vickers hardness of Al_2O_3 -SiC composites as a function of SiC contents.

○ : 0.28 μm , □ : 0.48 μm , △ : 0.65 μm

の粒子の大きさは小さくても数の多い方が顕著なことを示している。

図 2 に SiC 量とビッカース硬さの関係を示した。ビッカース硬さは SiC 量が増えるにつれて増加している。同一荷重で測定した Al_2O_3 砥粒, SiC 砥粒のビッカース硬さはそれぞれ 17.4 GNm^{-2} , 27.2 GNm^{-2} である。図 2 の外挿から求めた Al_2O_3 , SiC の硬さはそれぞれ 15 GNm^{-2} , 37 GNm^{-2} となる。このことから、複合体の硬さに単純な可成性は成立していない。SiC 50 vol% のとき、一番粗い 0.65 μm の SiC を用いた複合体を除き硬さが低下したのは相対密度の低下による。

図 3 に K_{ct} の SiC 量依存性を示した。同一条件でホットプレスした SiC 0 vol% の試料の K_{ct} は IM 法で 3.5~3.7 $\text{MNm}^{-3/2}$ であった。したがって複合体の K_{ct} の増加率は約 15% である。本実験に用いた SiC は平均粒径 0.65 μm 以下であり、マイクロクラックは生成していないものと考えられ⁹⁾, K_{ct} の増加はクラック偏向機構によるものと考えられる。IM 法による K_{ct} は SiC 20~40 vol% のとき SiC の粒径及び添加量が変化してもほぼ同じであった。これに対し、BI 法による K_{ct} は SiC の添加量によっては変化はしないが添加した SiC の粒径に依存した。

図 4 (A), (B) に砥粒が SiC と Al_2O_3 の場合の V と複合体中の SiC 量の関係を示した。砥粒が SiC の場合 V は $10^{-3} \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ オーダーであるのに対し、砥粒が Al_2O_3 の場合の V は $10^{-5} \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ オーダーと 2 けた小さい。

0.65 μm の SiC 50 vol% の複合体で砥粒が SiC のときの V は $5.3 \times 10^{-4} \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ であった。この値は Al_2O_3 -SiC 複合体でこれまでに得られた最も小さい V である $1.3 \times 10^{-3} \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ の 1/2 以下であり、所期の目的が予想どおり達成された。

図 4 (A), (B) とともに曲線の形が図 2 の横軸はその

Fig. 3. Fracture toughness of Al_2O_3 -SiC composites as a function of SiC contents by IM method and BI method.

○● : 0.28 μm , □■ : 0.48 μm , ▼▽ : 0.65 μm

Fig. 4. Relation between erosion rate and SiC content of Al_2O_3 -SiC composites for (A) SiC abrasive and (B) Al_2O_3 abrasive.

○: $0.28 \mu\text{m}$, □: $0.48 \mu\text{m}$, ▽: $0.65 \mu\text{m}$

ままで縦軸を逆転させた形に近似している。すなわち、 V は複合体の硬さに強く依存している。

緒言に述べたように一般に V は H_t と K_{ct} の両者に依存する。しかし、本実験では IM 法による K_{ct} が図 2 に見られるように添加した SiC の粒径や量によって大きく変化しなかったので V が H_t に支配されたものと考えられる。なお、前述したように BI 法による K_{ct} は添加した SiC の粒径によって 30% も異なる。しかし、図 4 で V は添加 SiC の粒径に依存していない。特に砥粒が SiC の場合は H_t/H_p (砥粒の硬さ) が 1.0 より小さい場合に相当し、後述するようにその摩耗はラテラルクラックの生成・剥離機構による。インデンテーションにおけるラテラルクラックの生成しやすさは、経験的に K_{ct} と逆相関である。これらのことから、BI 法によって評価される K_{ct} はラテラルクラックの発生しやすさの目安となる IM 法による K_{ct} とは異なる物理的意味をもつように思われる。

図 5 に V と H_t/H_p の関係を両対数グラフで整理した。砥粒が SiC の場合 ($H_t/H_p < 1$) と砥粒が Al_2O_3 の

Fig. 5. Erosion rate of Al_2O_3 -SiC composites as a function of H_t/H_p .

○: SiC abrasive, ×: Al_2O_3 abrasive. (A), (B), (C) and (D) in the figure correspond to the same alphabet in Fig. 6 designating specimen/abrasive pair.

場合 ($H_t/H_p \geq 1$) で V の絶対値がほぼ 2 けた異なっているのは以下に述べるエロージョン機構の違いで説明される。

図 5 に矢印で示した試料 A~D のエロージョン面の SEM 写真を図 6 に示す。

図 6 (A) は鋭角な破面の集合からなる。これはラテラルクラックが剥離した破面である。すなわち、SiC 砥粒の硬さが試料の硬さより十分大きいので、砥粒は試料につきささり大きな残留応力を発生させラテラルクラックを生成させる。

図 6 (B) はなだらかな凹凸面をしている。試料 B は 50 vol% の SiC を含有するため硬さが大きく H_t/H_p はほぼ 1 である。このため砥粒が試料に貫入しにくく、試料 A に生成したような大きなラテラルクラックが発生していないことを示している。

図 6 (C) には中央部にクラックが認められる。試料 C は SiC を 50 vol% も含むが緻密に焼結しなかったため硬さが 17 GNm^{-2} と小さい。このため砥粒が Al_2O_3 でも $H_t/H_p < 1$ となり、試料にラテラルクラックが発生したと説明される。

試料 D のエロージョン面を図 6 (A), (B) と同じ低倍率で観察すると、大きな起伏はなく、細かなしわが認められるのみである。倍率を大きくして観察した図 6 (D) より、試料 D のエロージョン面は砥粒が引っかいた、あるいはすべった跡から構成されていることが分か

Fig. 6. SEM photographs representing typical erosive wears.

- (A) 0.28 μm SiC 20 vol%/SiC abrasive,
 (B) 0.65 μm SiC 50 vol%/SiC abrasive,
 (C) 0.28 μm SiC 50 vol%/Al₂O₃ abrasive,
 (D) 0.65 μm SiC 50 vol%/Al₂O₃ abrasive

る。これは試料 D の硬さが大きいので、 $H_t/H_p=1.48$ となり Al₂O₃ 砥粒は試料につきささることはできず、試料表面を引っかいていることを示している。

なお、図 5 において、砥粒が SiC か Al₂O₃ かにより、すなわち H_t/H_p が 1 よりも大か小かで、 V と H_t/H_p の勾配が異なる理由は説明できない。今後追求すべき課題と考えている。

また、本実験では砥粒の衝突条件を一定としたため、砥粒の衝突速度、角度等を変化させたときにも、これらの複合体が同様に優れた耐摩耗性を示すかを実験的に明らかにしていない。しかしながら、これまでの実験結果^{10), 11)}から推論すると、本実験における試料の相対的な耐エロージョン性は、そのような条件の変化があっても変わらないものと考えている。なぜならば、砥粒の衝突速度や角度が変わっても、主要なエロージョン機構はラテラルクラックの生成と引っかきであって、両機構とも、その V は緒言に述べたように H_t と K_{ct} で関係づけられるからである。一方、砥粒の衝突条件の変化と V の関係を H_t/H_p 比と関連づけて定量的に表現できること、既報¹⁰⁾の図 7 においてエロージョン機構が変わる臨界エネルギーを定量化することなどは重要な課題として残されている。

4. 総 括

Al₂O₃ と平均粒径が 0.28, 0.48, 0.65 μm の SiC 粒子との複合体をホットプレス法により合成し、SiC, Al₂O₃ 砥粒によりその耐エロージョン摩耗性を試験した。

(1) 添加 SiC が Al₂O₃ の焼結を阻害する効果は SiC の粒径が小さいほど顕著であった。このため、SiC を 50 vol% 添加した場合、SiC の平均粒径が 0.65 μm と大きい場合にのみ相対密度 99% 以上に緻密化した。

(2) SiC を 50 vol% 含み緻密に焼結した試料の SiC 砥粒に対する摩耗率は $5.3 \times 10^{-4} \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ と非常に小さかった。

(3) Al₂O₃-SiC 粒子複合体の SiC 砥粒による摩耗率は Al₂O₃ 砥粒による摩耗率よりほぼ 2 けた大きかった。この差は試料と砥粒の硬さの比が 1 より大か小かで摩耗機構が異なることによって説明された。

謝 辞 本研究を行うに当たり、当研究所・鈴木 正氏に SEM 観察をお願いした。ここに記して謝意を表します。

文 献

- 1) 和田重孝, 渡辺直義, 窯協, 94, 1157-62 (1986).
- 2) S. Wada and N. Watanabe, *Yogyo-Kyokai-Shi*, 95, 468-71 (1987).

- 3) S. Wada and N. Watanabe, *ibid.*, **95**, 835-40 (1987).
 - 4) S. Wada, N. Watanabe and T. Tani, *Seramikkusu Ronbunshi*, **96**, 111-18 (1988).
 - 5) S. Wada, N. Watanabe and O. Kamigaito, will be presented at MRS Tokyo (1988).
 - 6) T. Sadahiro and S. Takatsu, Modern developments in powder Metallurgy, Vol.14, 561-72 (1981).
 - 7) ファインセラミックスの標準化に関する調査研究報告書, (社)日本ファインセラミックス協会 (1986) pp.41-90.
 - 8) K. Niihara, *J. Mater. Sci. Lett.*, **2**, 221-23 (1983).
 - 9) 中平 敦, 新原皓一, 平井敏雄, 窯協, **94**, 767-72 (1986).
 - 10) S. Wada and N. Watanabe, *Yogyo-Kyokai-Shi*, **95**, 573-78 (1987).
 - 11) 和田重孝, 渡辺直義, 窯協, **95**, 976-83 (1987).
-