熱応力緩和型傾斜機能材料の H_2/O_2 燃焼ガス加熱による 遮熱, 耐熱特性評価

川崎 亮* 日比野 敦* 渡辺 龍三*

J. Japan Inst. Metals, Vol. 56, No. 4 (1992), pp. 472-480

Thermomechanical Behavior of Thermal-Stress Relief Type of Functionally Gradient Material Evaluated by Differential Temperature Heating Using H_2/O_2 Combustion Flame

Akira Kawasaki*, Atsushi Hibino* and Ryuzo Watanabe*

The burner heating test for thermomechanical evaluation of functionally gradient material in a laboratory scale has been described. A temperature difference was given by heating the ceramic side with a burner frame and cooling the metal side with water flow. The damage at the specimen surface was monitored with a microscope. A vertical crack formation at the ceramic surface was observed during cooling cycle. The test temperature for the first crack formation was defined as a thermal barrier performance value for the test sample. It has been found that the crack formation temperature is almost constant for the various samples and heating conditions, which indicates strong dependency of the thermal barrier property on the material species. The crack formation mechanism was discussed on the basis of a thermal stress analysis using a finite element method.

(Received January 7, 1992)

Keywords: functionally gradient material, hot pressing, burner heating test, thermomechanical evaluation, thermal barrier performance, temperature difference, thermal stress, fracture mechanism

I. は じ め に

次世代の宇宙往還機の機体表面や推進システムに対して従来の材料技術を適用することは、耐熱性能の点で限界に達しており、あらたな耐熱材料の開発が切望されている。熱応力緩和型傾斜機能材料(FGM)は、このような背景の中で提案された新しい概念の超耐熱材料であり、セラミックスと金属材料が持つ優れた特性を同時に発現させるものである⁽¹⁾⁽²⁾。すなわち、表面にセラミックスを配して遮熱性と耐熱性を、裏面に金属を配して強度と靱性および他部材との接合機能を与え、その間の組成分布を連続的に変化させることにより、物性値の不連続性をなくして熱応力緩和を図っている⁽³⁾⁽⁴⁾。組成分布は、これらの諸機能に対して要求された条件を満たすように最適化されたものである⁽⁵⁾。

傾斜機能材料の表面側は機体表面や燃焼器内壁などのような高温環境にさらされ、裏面側は強制冷却される苛酷な環境下で使用される。したがって、急速な加熱に対する熱衝撃、過渡的熱負荷を含む定常加熱、およびその繰返しによる熱疲労等に耐えることが要求され、そのためには作製

された傾斜機能材料に対してこれらの耐熱特性を十分に評価しなければならない。それと同時に、冷却材の使用量を最小限におさえ宇宙往還機のペイロードを確保する上で重要な遮熱性能⁽⁶⁾を正確に評価する必要がある。

特性評価法として、実際に使用される環境下での性能評価試験法が種々提案されてきている⁽⁷⁾⁽⁸⁾。しかし、迅速なFGM開発を行うためには、大規模な実環境評価試験を実施する以前に実験室レベルでのスクリーニング試験が不可欠であり、小型サンプルを用いた基礎評価試験法の確立が要望されている。

本研究では、金属/セラミックス系耐熱傾斜機能部材で想定される熱負荷を模擬するためにガスバーナー局部加熱試験法を考案した。本方法は、 H_2/O_2 混合ガスを用いて、宇宙往還機推進システムの燃焼器内壁の環境⁽⁹⁾を模擬し、また、比較的安価に傾斜機能材料の熱機械的特性評価のための模擬試験環境を提供するものである。本報告では、ジルコニア/ステンレス鋼系焼結傾斜機能材料を対象に定常加熱試験を実施し、遮熱性・耐熱性を評価するとともに、バーナー加熱環境下における破壊発生条件について検討した結果について述べる。

* 東北大学工学部材料加工学科(Department of Materials Processing, Faculty of Engineering, Tohoku University, Sendai)

II. 実験方法

1. バーナー加熱試験装置

試作したバーナー加熱試験装置は、Fig. 1 に示すように、火口が数 mm の市販のガスバーナー torch を使用した簡便な装置である。宇宙往還機などの推進システムの環境を模擬するために燃料ガスとして水素ガス、酸化材として酸素ガスを用いた。種々の燃焼環境および熱出力を得るために、それぞれのガスの流量および混合比をマスフローコントローラーを用いて正確に制御した。また、冷却水流量計によって冷却水の流量を制御し、試料裏面の冷却条件を一定に保持した。

Fig. 1 に示したように、傾斜機能材料は銅製のホルダー (Fig. 1 詳細図) に銀ロー付けし、さらに、水冷チャンバー上部内縁周に沿ってはんだ付けして固定した。したがって、試料の変形は銅製ホルダーによって拘束されている。側面は断熱材で保護し、火炎が直接側面にあたるのを防ぐため、試料の上面と高さが一致するように遮熱板を設置した。熱的境界条件は、表面加熱および裏面冷却で側面は断熱である。

試料の表面温度 (T_s) は、燃焼ガスによる赤外線吸収バンドをフィルタリングした放射温度計により測定した。試料の放射率 (ϵ) は、傾斜機能材料を作製する場合と同じ条件で焼結したジルコニア単相材を、均熱炉内で加熱して校正して得た数値である $\epsilon=0.74$ を用いた。一方、Fig. 1 に示すように試料裏面近傍および銅ホルダー内に、直径 1 mm の細孔を、側面から中心に向かってホルダー上面から 3 mm 間隔で加工し、直径 0.5 mm の CA シース熱電対を装填した。これらの熱電対および放射温度計の出力値を

Fig. 1 Test system and sample setting configuration for burner heating test of functionally gradient materials (FGM). (1) FGM sample, (2) torch burner, (3) water cooled chamber, (4) emission pyrometer, (5) thermocouple, (6) Cu sample holder, (7) fuel gases, (8) cooling water, (9) control unit, (10) regulate valve, (11) heat shield, (12) insulator.

A/D 変換器を通して、パーソナルコンピュータに転送し、平均の熱流速 (Q) および試料の裏面温度 (T_b) を算出した。また、表面温度と裏面温度の差から温度落差 ΔT を求めた。

2. 焼結傾斜機能材料試験片の調製

原料粉末として、平均粒径 $0.07 \mu\text{m}$ の ZrO_2 -3 mol% Y_2O_3 (3Y-PSZ) 粉末と平均粒径 $3 \mu\text{m}$ のステンレス鋼粉末を用いた。これらの原料粉末を所定の割合でボールミルにより湿式混合した。予め設定した傾斜組成分布に従って段階的に原料粉を充填し、内径 30 mm の金型を用いて 100 MPa で予備形成した後、200 MPa の静水圧下で本成形した。

上記成形体を、内面を BN 粉でコーティングした内径 30 mm のアルミナ製ダイスに装填し、Ar-5% H_2 雰囲気中で 1473 K, 1 h, 30 MPa の条件でホットプレスした。作製した試料の寸法、形状を Fig. 2 に、また組成分布を Fig. 3 に示す。断面組織写真の一例を Fig. 4 に示すが、き裂などの欠陥はなく健全な焼結傾斜機能材料が作製された。

各試料は、均熱炉内で 973 K, 10 min の条件で銅製ホルダーに銀ロー付けした後 (Fig. 5 に外観を示す)、バーナー加熱試験に供した。

3. バーナー加熱試験方法

バーナー加熱試験は、混合ガス流量 6~30 L/min, 冷却水流量 5 L/min で実施した。混合比は $H_2/O_2=2/1$ を標準に、幾分水素過剰側に設定した⁽⁹⁾。Fig. 6 に本試験における加熱/冷却プログラムを示す。試料表面温度および内部温度がほぼ定常状態になった後、2 min 保持し、一度室温まで冷却する。試料表面を光学顕微鏡によって観察し、き裂および脱落破壊の有無を確認し、損傷がない場合はさらにバーナー出力を升温する。そして、損傷が確認されるまでバーナー出力を上昇させながら加熱冷却を繰返し、表面き裂が観察された時点で加熱試験を終了する。各段階

Sample No.	Thickness of FGM layer, t / mm	Compositional profile
1	1.0	n = 1
2	2.0	1
3	3.0	1
4	2.0	3
5	2.0	1/3

Fig. 2 Thickness and compositional profile⁽³⁾ of sintered functionally gradient materials.

Fig. 3 Compositional profiles⁽³⁾ of the functionally gradient materials employed in the present investigation. (a) concave profile ($n=3$), (b) linear profile ($n=1$), (c) convex profile ($n=1/3$).

Fig. 4 Cross sections of the three typical PSZ/stainless steel functionally gradient materials (FGM). (a) 1 mm, linear profile ($n=1$), (b) 2 mm, linear profile ($n=1$), (c) 3 mm, linear profile ($n=1$). L1: PSZ, L2: 80%PSZ, L3: 60%PSZ, L4: 40%PSZ, L5: 20%PSZ, L6: stainless steel.

Fig. 5 Appearance of PSZ/stainless steel functionally gradient material (FGM), as blazed on a copper sample holder for burner heating test.

での試料表面温度、裏面温度、温度落差および平均の熱流速を計測あるいは算出した。試験後、試料を切断・研磨後、断面を光学顕微鏡およびSEMを用いて観察し、割れの発生およびその形態を観察した。

4. 遮熱性の評価法

一般に、遮熱性を表す方法としては有効熱伝導率(λ_{eff})で表す場合が多い。しかし、傾斜機能材料では、有効熱伝導率が同一でも厚さや組成分布が異なると通過する熱流速が変化する。すなわちFGM層内の組成分布と厚さの組合せによって、有効熱伝導率が等しい傾斜機能材料を無数に作製することが可能であるが、温度落差に対する通過熱流速はそれぞれ異なった値を取る。たとえば、Fig. 2で示した試料1, 2, 3の有効熱伝導率はほぼ等しいが熱流束(Q)と温度落差(ΔT)との関係は後で述べるように異なったものになる。したがって、単に有効熱伝導率を用いて、個々のFGM材の遮熱性を表すのは適切ではない。

Fig. 6 Burner heating test scheme. (a) Test procedure, (b) Heating and cooling program. (T_c : Critical temperature, T_w : The temperature of cooling water: t_h : Holding time 120 s, c: Check of crack formation, d: Surface crack formation.)

一方, 傾斜機能材料を通過する熱流速は次式で表される.

$$Q = K \cdot (T_s - T_b) \quad (1)$$

$$1/K = d_1/\lambda_1 + d_2/\lambda_2 + d_1/\lambda_2 + \dots + d_n/\lambda_n \quad (2)$$

ただし, Q : 熱流速, K : 熱通過率, T_s : 表面温度, T_b : 裏面温度, d_n : n 層の厚さ, λ_n : n 層の熱伝導率である.

$1/K$ はいわゆる熱抵抗であり, $1/K$ が大きくなると温度落差に対する熱流速が小さくなり, 遮熱性が向上したことがわかる. そこで, 本研究では $1/K$ を用いて各々の傾斜機能材の遮熱性を評価した.

5. 熱応力解析

バーナー加熱試験時に発生する熱応力状態を把握するために有限要素法 (FEM) による定常熱応力解析を実施した. 計算には汎用有限要素解析法である NASTRAN を用いた. 直径 30 mm の焼結傾斜機能材料を銅製ホルダーに銀ロー付した状態すなわち裏面を拘束した状態の軸対称問題として取扱った⁽⁵⁾. Fig. 7 に解析に用いたモデル図を示す. 熱的環境条件として, 表面には放射温度計で測定した温度分布, 裏面には冷却水の温度を与え, 側面は断熱とした. 熱伝導率, 熱膨張係数などの熱的性質およびヤング率, ポアソン比などの機械的性質は実測値⁽¹⁰⁾を用いた.

III. 実験結果および考察

1. 傾斜材表面の温度分布および限界表面温度

定常加熱状態になるのは, ガスバーナー加熱を開始してから約 20 s である. Fig. 8 は, 定常加熱状態において放射温度計で測定した試料表面の温度分布を示している. 温

Fig. 7 Mesh division of a disk-shaped functionally gradient material for finite element analysis. Elements: 1125, Nodal points: 1216. (dimension in mm.)

Fig. 8 Surface temperature distributions at the sample surface during burner heating test. (a) H_2 : 9.0 L/min., O_2 : 3.6 L/min., (b) H_2 : 7.0 L/min., O_2 : 2.8 L/min., (c) H_2 : 5.0 L/min., O_2 : 2.0 L/min.

Fig. 9 Macro view of the typical damage at the PSZ surface after burner heating test.

度分布は、中心部が高く、端部で低い山形の分布をしているが、中心から ± 3 mm 程度までは比較的なだらかに減少していることがわかる。これは、ガスバーナーの火炎の外径が約 10 mm であり、試料の外径(約 30 mm)に比べて小さいためである。バーナーの出力(以後、混合ガス流量で表す。)を上昇させると、温度は全体的に上がるが、温度分布の形状は火口と試料表面との間の距離を一定にすると変化しないことがわかった。本研究では中心部の温度を試料表面の代表温度としている。

Fig. 9 は、バーナー加熱試験後の試料表面の代表的な光学顕微鏡写真である。ある温度以上に表面が加熱されると、き裂が発生するようになり、さらにバーナーの出力を増すにつれてき裂の領域が拡大し、さらに一部が脱落するようになる。き裂はバーナーの炎があたる中心部から発生し、亀甲状に発達していることがわかる。限界表面温度は、このような損傷が確認された時点での最高表面温度で

Fig. 10 Sample surface and bottom temperature (T_s and T_b) vs. heat flux for PSZ/stainless steel FGM. (T_c is the critical temperatures of surface crack formation.)

ある。

2. 焼結傾斜機能材料の遮熱性および耐熱性の評価

(1) 遮熱性の評価

Fig. 10 は、ガスバーナーの出力を逐次上昇させた時の表面温度および裏面温度の変化を平均熱流束に対して示したものである。試料の組成は直線分布で傾斜組成制御層の厚さはそれぞれ 1, 2 および 3 mm である。冷却水により強制冷却しているため裏面温度の上昇は小さいが、同一の熱流束に対して、厚さが大きいほど表面温度は高くなる。すなわち、温度差 (ΔT) が大きくなるので、遮熱効果は増大する。また、表面温度のいずれの場合も直線的に増加している。これは、ジルコニアおよびステンレス鋼の場合、熱伝導率の温度依存性は比較的小さいことが知られており、したがって、FGM 層全体としての有効熱伝導率の温度依存性も小さいため、直線的に変化したものと考えられる。

Fig. 11 は、FGM 層の厚さが 4 mm で種々の組成分布に対して、平均の熱流速と温度差の関係を示したものである。Fig. 11 に示された直線の傾きが、熱抵抗 ($1/K$) を表しており傾きが大きい方が遮熱効果が高いことを示している。 n は組成分布を表すパラメータ⁽³⁾であり ($n > 1$ 凹分布, $n = 1$ 直線, $n < 1$ 凸分布) 凸分布の方が遮熱性が高いことがわかる。 n が同じ場合、厚さが 2 倍になると $1/K$ も 2 倍になり遮熱性が向上することになる。

以上のように、 $1/K$ を用いると、組成分布と厚さを含めて傾斜機能材料の遮熱性を評価することができる。本材料系の場合、組成分布や傾斜組成制御層の厚さを変化させることで広い範囲にわたって、遮熱性を制御できることがわかった。

Fig. 11 Temperature difference between the heated sample surface and cooled bottom vs. heat flux for PSZ/stainless steel FGM.

Fig. 12 Critical temperature for the crack formation vs. thermal resistances of the PSZ/stainless steel FGM.

(2) 耐熱性の評価

Fig. 12 に熱抵抗 ($1/K$) とき裂の発生が観察された限界表面温度の関係を示す。裏面温度も同時に示してあり、遮熱性が高いほど温度落差は増大している。しかし、き裂の発生が観察された表面温度の限界温度は約 1300 K 付近の狭い温度範囲にあり、ほぼ一定になることがわかった。Fig. 12 に明確にみられるように、試料の直径、厚さおよび組成分布が異なっている、限界表面温度はそれらの影響をあまり受けない。若干バラツキが見られるのは実験方法で述べたように、段階的に上昇させる熱負荷の加熱ステップが比較的粗であったこと、また、表面温度の測定誤差のためと考えられる。

ジルコニアセラミックスは 1500 K を越える高温でも熱的には安定であり、均一加熱した場合には破壊することはない。しかし、本測定条件である温度落差下においては、Fig. 12 に示すように、比較的せまい温度範囲内にその限界温度が存在することがわかった。この限界温度領域が本傾斜機能材料としての耐熱性を表していると考えられる。

以上のことは、大きな熱負荷に対して本材料系を用いる場合には、多少遮熱性を低下させても通過熱流束をかせぐことで表面温度の上昇を限界温度以下におさえる必要があることを示している。

3. 限界温度での表面割れの発生およびその形態

ガスバーナーの火炎があたる中心部から亀甲状に発達した割れはすでに Fig. 9 に示した。き裂の発生した試片の表面中央部の拡大写真および断面写真を Fig. 13, 14, 15 に示す。Fig. 14, 15 の断面観察の結果から、割れは試料表面から垂直に進展した縦き裂であることがわかる。プラ

Fig. 13 Enlarged view of the surface cracks formed by heating above the critical temperature in burner heating test (PSZ/stainless steel FGM).

Fig. 14 Cross sections of PSZ/stainless steel FGM after burner heating test. FGM thickness variation: (a) 1 mm, linear profile ($n=1$) (b) 2 mm, linear profile ($n=1$) (c) 3 mm, linear profile ($n=1$). (The cracks initiated vertically at the ceramic surface.)

Fig. 15 Cross sections of PSZ/stainless steel FGM after burner heating test. FGM compositional profile variation: (a) 2 mm, concave profile ($n=3$) (b) 2 mm, linear profile ($n=1$) (c) 2 mm, convex profile ($n=1/3$).

ズマコーティング材では母材との接合界面にはく離が発生することがあるが⁽¹¹⁾⁽¹²⁾、本研究では段階的に制御した各

組成の境界に層状のはく離き裂は観察されなかった。また、加熱中の試料表面を目視で観察している限り、割れの発生は確認できず、いずれの場合も、冷却時にき裂が発生していることがわかった。レーザー局所加熱試験では AE(アコースティックエミッション)を併用することによってき裂発生時間をモニタリングし、き裂の発生はレーザー照射後の空冷時であることが示されている⁽¹³⁾。

Fig. 14 および Fig. 15 は FGM 層の厚さ、組成分布形状の異なる試料の断面写真であり、き裂の進展の様子を示している。Fig. 14 は組成分布形状は同じであり、FGM 層の厚さが異なる場合である。FGM 層の厚さが厚くなるにつれ発生した縦割れの深さが深くなっている。また、表面からの深さが 100~120 μm 程度の深さまでは表面から垂直に進展している。一方、表面からの深さが約 150 μm 付近から、き裂が表面に対して平行に曲がる、いわゆるき裂の偏向が観察された。一方、Fig. 15 は、組成傾斜層の厚さは一定で、組成分布が異なる場合である。表面のセラミックス層の厚さが厚いものほど進展したき裂の長さが大きく、表面からの深さが約 150 μm 以上になるとき裂の偏向が生じることがわかった。

偏向したき裂がさらに進展すると隣り合うき裂の合体がおこり、これによって脱落破壊に至るものと考えられる。

4. パーナー加熱試験における割れ発生機構

表面割れの発生およびき裂進展挙動は、加熱および冷却中の内部熱応力状態と密接に関係していると考えられる。ここでは有限要素法による熱応力解析結果を参考にしてき裂発生機構について考察する。

Fig. 16 に、パーナー出力が限界出力の条件で定常加熱したときの試料表面における、半径方向および周方向の応力 σ_r , σ_θ の分布を示す。中心部では、 σ_r , σ_θ の両応力ともに 1 GPa を越えるほぼ等しい値の圧縮応力となっている⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾。一方、側面付近では両者に若干の差はあるが、それらの値はともに小さい。

Fig. 16 The distributions of the thermal stresses σ_r and σ_θ , at the heating surface of a disk shaped FGM with linear composition control (PSZ/stainless steel FGM).

Fig. 17 The distributions of the thermal stresses, σ_r and σ_z along the center axis of a disk-shaped FGM sample from surface to bottom (PSZ/stainless steel FGM).

Fig. 17 は中心軸上の σ_r の分布および σ_z の分布(厚さ方向の応力)を示したものである。表面で圧縮応力は最大となり、内部になるにつれ減少し、ステンレス鋼の延長層内で $\sigma_r=0$ となり、Cu ブロックへの銀ロー付けのために形成した Ni 層内では引張応力が生じている。一方、中心軸上の σ_z の値は全領域にわたって小さい。 σ_z は剝離応力に対応するものであるが、その値は小さく、剝離を生じさせるためには不十分である。したがって、パーナー加熱された傾斜機能材料は、主として表面層に 2 軸の大きい圧縮応力が作用しているとみなしてよい。

しかし、Fig. 9 に示したように観察されたき裂は、表面から垂直に進展した縦割れであり、圧縮応力下で生じたとはいえにくい。

そこで均一材ではあるが INCONEL alloy 617 表面を高温加熱、裏面を液体窒素で冷却する条件で熱弾塑性解析した報告⁽¹⁶⁾の一例を Fig. 18 に示した。表面中央の σ_r について加熱開始から冷却過程までの変化を示している。加熱初期に高い圧縮応力が生じており、これは先に示した弾性解析の結果と一致している。表面温度が定常状態になると応力が緩和してくるのは、高温において塑性変形が起こったためであると考えられる。一方、冷却過程になると、一転して引張応力が生じている。その値は、約 1 s 後に最大となり、その後減少している。この計算結果を踏まえて、本傾斜機能材料のパーナー試験における縦き裂発生を考察すると、加熱時にジルコニアが塑性変形し、冷却時にその破壊応力を越える高い引張応力が表面で生じたとすれば、表面から縦割れが発生するものと考えられよう。

室温では脆性のセラミックスもある程度的高温になると非弾性的に変形すること⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾およびその破壊機構が脆性から延性に遷移すること⁽¹⁹⁾⁻⁽²²⁾が酸化物系および非酸化物系セラミックスに対して研究されている。その機構は鉄鋼材料が呈する脆性-延性遷移と類似な挙動として考えられている⁽¹⁹⁾。

Fig. 18 Variation of thermal stress σ_r at the center of the surface during heating and cooling cycle. (The calculation was made by FEM considering the non-linearity and temperature dependence of material properties of Inconel 617.)

本研究で用いたイットリア部分安定化ジルコニア焼結体 (PSZ) は超塑性現象を示すセラミックスであり^{(23)–(26)}, 平均粒径 $0.3 \mu\text{m}$ の等軸形状 3Y-PSZ 焼結体の圧縮試験では, $1623 \sim 1773 \text{ K}$, ひずみ速度 ($10^{-3} \sim 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) の条件のもとで超塑性変形を生じることが報告されている. 一般にひずみ速度と応力の関係は

$$\dot{\epsilon} = B\sigma^n = d^p \exp(-\Delta Q/RT) \quad (3)$$

で表され, 現象論的には次式が得られている⁽²⁵⁾.

$$\dot{\epsilon} = 2 \times 10^5 \exp(-380000/RT) \sigma^{2.1} / d^{1.8} \quad (4)$$

そこで変形機構が同一で変化しないと仮定してバーナー試験の定常加熱中の 2 軸圧縮応力下でのひずみ量を推定してみた. なお, 式(4)の係数は温度, ひずみ速度, 微視組織に敏感なので上記仮定はあくまでも第一近似である. Fig. 16 に示した条件は, 表面温度 1300 K 最大圧縮応力 1.3 GPa である. 式(2)に代入してひずみ速度を求め, 保持時間 2 min の条件でひずみ量を計算すると, 0.044 となる. 弾性変形におけるひずみ量は 0.001 以下と考えられるから, 上記ひずみ量はそれを大きく越えている. ひずみ速度が大きく, 温度が低くなるにつれて変形抵抗が大きくなり均一な変形は生じにくくなるが, 表面温度 1300 K 最大圧縮応力 1.3 GPa の条件では粒界すべりを含む局所的な塑性変形が生じることは十分に予想される.

以上の考察をまとめると, 本研究で実施したバーナー加熱試験において発生する縦割れの発生メカニズムは, Fig. 19 に模式的に示したが, 以下のように考えられる. バーナー加熱時には FGM 表面部は高い 2 軸圧縮応力状態となる. 表面温度が, 非弾性変形が顕著になる温度より低い場合は, 冷却過程で可逆的に変形がもとの状態にもどる. 遷移温度を越えて加熱されても, 塑性変形量が微小な場合は, ほぼ初期応力状態にもどる. しかし, 遷移温度以

Fig. 19 Conceptual stress-strain model for vertical crack formation in burner heating test σ_r, σ_θ are radial and circumferential stress, respectively, ϵ is strain.

上に加熱され, しかも十分に高い圧縮応力が生じる場合は, 著しい圧縮塑性変形が生じ, 冷却過程において応力が引張応力となり, 破壊応力を越えれば縦割れが発生することになる. Fig. 16 で示したように表面温度が 1300 K を越えるような加熱条件では十分に高い 2 軸圧縮応力状態になる. したがって, これにより非弾性変形が生じ, 冷却時発生する引張応力により縦割れが生じたと考えられる.

限界温度は約 1300 K で, 本ジルコニア材の脆性/延性遷移温度とほぼ一致しており, 試料の直径や厚さなどの寸法, 組成分布形状によらず限界温度がほぼ一定であるのもこのような破壊機構のためと考えられる.

IV. 結 論

金属/セラミックス耐熱傾斜機能部材 (FGM) で想定される熱負荷を模擬するために, ガスバーナー-局部加熱試験装置を試作し, ジルコニア/ステンレス鋼系焼結傾斜機能材料を対象に定常加熱試験を実施した.

(1) 遮熱性は個々の傾斜機能材料に対して熱抵抗 ($1/\text{K}$) で表すのが妥当であり, 組成分布や FGM 層の厚さの効果を評価することができる.

(2) 試料表面に損傷が確認された時点での最高表面温度を限界温度と定義し, 耐熱性を評価した. ジルコニア/ステンレス鋼系焼結傾斜機能材料の限界温度はいずれの試料でも約 1300 K ではば一定であることを示した.

(3) 観察された割れの形態は, 縦割れであった. 熱応力解析の結果, 試料表面の加熱部はほぼ面内の 2 軸圧縮応力状態にあると考えられ, 加熱領域内で非弾性変形が生じ, 冷却時に発生する引張応力により縦割れが生じると推察された.

(4) 試作したバーナー加熱試験装置は, 比較的安価な試験環境を提供するものであり, 傾斜機能材料の耐熱性および遮熱性の基礎評価試験法として適している.

文 献

- (1) 新野正之, 平井敏雄, 渡辺龍三: 日本複合材料学会誌, **13**(1987), 257.
- (2) 渡辺龍三: 機能材料, **4**(1988), 51.
- (3) 川崎 亮, 渡辺龍三: 日本金属学会誌, **51**(1987), 525.
- (4) A. Kawasaki and R. Watanabe: *Proc. 4th Intern. Symp. on Science and Technology of Sintering*, Tokyo (1987), Elsevier, (1989), vol. 2, p. 1197-1202.
- (5) 川崎 亮, 渡辺龍三: 粉体および粉末冶金, **37**(1990), 253.
- (6) 冠 昭夫: 昭和60年度宇宙輸送シンポジウム, 宇宙科学研究所, (1985), 75.
- (7) 熊川彰長, 佐々木正樹, 前田修平, 足立直人: 粉体および粉末冶金, **37**(1990), 313.
- (8) 高橋秀明: 粉体および粉末冶金, **37**(1990), 913.
- (9) 長島隆一: 内燃機関, **30**(1991), 46.
- (10) 川崎 亮, 渡辺龍三: 第3回傾斜機能材料シンポジウム講演集, 傾斜機能材料研究会, (1989), 35.
- (11) A. G. Evans and J. W. Hutchinson: *Int. J. Solids Structures*, **20**(1984), 455.
- (12) R. L. Loh, C. Rossington and A. G. Evans: *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(1986), 139.
- (13) 橋田俊之, 高橋秀明, 宮脇和彦: 粉体および粉末冶金, **37**(1990), 307.
- (14) 宮脇和彦, 橋田俊之, 高橋秀明: 粉体および粉末冶金, **37**(1990), 957.
- (15) G. McDonald and R. C. Hendricks: *Thin Solid Films*, **73**(1980), 491.
- (16) 原田 誠: FGM 分科会資料, 傾斜機能材料研究会, (1991).
- (17) K. Niihara: *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **63**(1983), 1160.
- (18) 前田康二: 窯業協会誌, **94**(1986), 784.
- (19) G. H. Campbell, B. J. Dalglish and A. G. Evans: *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(1989), 1402.
- (20) B. J. Dalglish, E. B. Slamorich and A. G. Evans: *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**(1985), 575.
- (21) M. L. Mecartney, W. L. Donlon and A. H. Heuer: *J. Mater. Sci.*, **5**(1980), 1063.
- (22) E. J. Minford and R. E. Tressler: *J. Am. Ceram. Soc.*, **66**(1983), 338.
- (23) A. G. Evans, J. R. Rice and J. P. Hirth: *J. Am. Ceram. Soc.*, **58**(1980), 368.
- (24) P. C. Panda, R. Raj and P. E. D. Morgan: *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**(1985), 522.
- (25) 若井史博, 阪口修司, 加藤英純: 窯業協会誌, **94**(1986), 721.
- (26) Y. Yoshizawa and T. Sakuma: *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(1990), 3069.