

イメージベース有限要素法による $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶複合材料の定常クリープ特性の推算†

宮崎 則幸* 池田 徹* 小村 俊裕**

Estimation of Steady State Creep Behavior of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ Eutectic Composite by Image-Based Finite Element Analysis

by

Noriyuki MIYAZAKI*, Toru IKEDA* and Toshihiro KOMURA**

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite has been developed for a structural material used in ultra high temperature environments more than 1500°C such as in a gas turbine. Creep behavior is one of the important material properties in ultra high temperature materials. In the present study, we propose image-based finite element analysis for estimating the steady state creep behavior of the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite. In the image-based finite element analysis, micro-structure of the material taken by a SEM is modeled into a finite element mesh using a software for image processing. Then finite element creep analysis is carried out to obtain the steady state creep behavior of the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite by using steady state creep constitutive equations for both Al_2O_3 single crystal and YAG single crystal. The results of steady state creep behavior obtained from the image-based finite element analysis are compared with the experimental results. It is found that the steady state creep behavior of the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite is accurately estimated by the image-based finite element analysis. Furthermore, we examine the effect of volume fractions of the constituents on the steady state creep behavior of the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite.

Key words: $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite, Creep, Image processing, Finite element analysis

1 緒 言

1500°C 以上の高温で用いられるガスタービン等の高温部材として、耐熱性の優れた構造材料が求められている。そのため、一方向凝固法で製造されるNi基合金あるいは粉末焼結プロセスで製造されるセラミックスおよびセラミックス基複合材料が開発されてきた。しかし、前者の金属系材料においては、 1500°C 以上では融点との関係から無冷却で使用するのは困難である。一方、後者の焼結により製造されるセラミックスは高温強度特性が必ずしも良くない。

近年、Wakuらによって融液成長法により一方向凝固酸化物共晶複合材料 (WakuらによってMGC: Melt Growth Compositeと命名されている)が開発された。^{1)~5)} これまで、このような方法によって $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (YAG)^{1), 2), 4), 5)} および $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{GdAlO}_3$ (GAP)³⁾ 共晶複合材料が開発されている。これらの材料は、二種類の単結晶同士が3次元的に複雑に絡み合った組織構造を持つ共晶セラミックスであり、界面構造が強固で優れた耐酸化性と高温強度特性を有する。

高温で使用する構造材料の高温強度特性としては高温での弾性率、高温引張あるいは曲げ強さとともにクリープ特性が重要である。これらはWakuら^{1)~5)}あるいはOchiai⁶⁾によって測定されている。一方、材料設計という観点からは微細組織が材料特性にどのような影響を

及ぼすかを知ることが重要である。Ochiai⁶⁾は、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶複合材料の微細組織のSEM写真を有限要素法でモデル化する手法 (以降、このような方法をイメージベース有限要素法と呼ぶ) を用いて、弾性係数と線膨張係数が微細組織にどのように影響されるかを検討している。しかし、クリープ特性についてこのような研究は行われていない。そこで、本論文では、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶複合材料について、その構成要素である Al_2O_3 単結晶とYAG単結晶の定常クリープ構成式と共晶複合材料の微細組織のSEM写真からイメージベース有限要素法により、共晶複合材料のクリープ構成式を予測する手法を示す。さらに解析結果を実験結果と比較して解析手法の精度を検討する。また、この解析手法を用いて、共晶複合材料の構成要素の含有率が定常クリープ構成式に及ぼす影響を検討する。

2 解 析 方 法

2.1 解析対象

Fig. 1に、本論文において解析対象とする $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶複合材料の微細組織写真を示す。黒の濃い部分が三方晶系単結晶の Al_2O_3 、薄い部分が立方晶系単結晶のYAGである。これは $\mu\text{-PD}$ (micro-pulling-down) 法を用いて、 Al_2O_3 と Y_2O_3 のモル分率を82:18として作成したものである。⁷⁾

† 原稿受理 平成13年10月31日 Received Oct. 31, 2001

* 正 会 員 九州大学大学院工学研究化学工学部門 〒812-8581 福岡市東区箱崎, Dept. of Chem. Eng., Kyushu Univ., Higashi-ku, Fukuoka, 812-8581

** 九州大学大学院工学府 〒812-8581 福岡市東区箱崎, Graduate Student, Kyushu Univ., Higashi-ku, Fukuoka, 812-8581

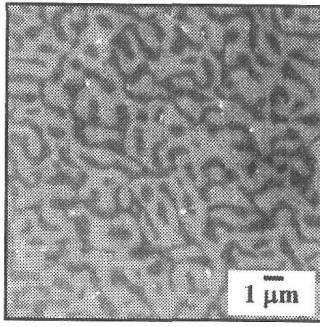


Fig. 1. Micro-structure of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite taken by SEM (dark regions : Al_2O_3 single crystal, light regions : YAG single crystal).

2・2 単結晶単体のクリープ構成式

Fig. 1 に示した微細組織の SEM 写真をもとに, Al_2O_3 および YAG それぞれの単結晶体の定常クリープ構成式を用いて有限要素解析を行い, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶複合材料の定常クリープ構成式を推算する. それぞれの単結晶の定常クリープ構成式を文献調査により作成した.

まず, Al_2O_3 単結晶については Kotchick と Tressler⁸⁾ が 1873K, 1973K, 2073K の温度に対して, いくつかの応力レベルで a 軸方向の引張クリープ試験を行っている. この実験データから, 下記に示す Norton 型の定常クリープ構成式を求めた.

$$\dot{\epsilon} = k(\sigma/\sigma_0)^n \exp(-E^*/RT) = A(\sigma/\sigma_0)^n \quad (1)$$

ここで, $\dot{\epsilon}$ は定常クリープひずみ速度, σ は負荷応力, σ_0 は参照応力, E^* は活性化エネルギー, R は気体定数, T は絶対温度, n は応力指数, k , A はクリープ定数である. ただし,

$$A = k \exp(-E^*/RT) \quad (2)$$

の関係がある.

応力指数 n , 活性化エネルギー E^* およびクリープ定数 k は定常クリープひずみ速度に関するデータから次のようにして求められる.

① 定常クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ と負荷応力 σ の両対数プロットの直線の傾き, すなわち $\log(\dot{\epsilon})$ と $\log(\sigma)$ から得られる直線の傾きから応力指数 n を決定する.

② $[\log(\dot{\epsilon}) - n \log(\sigma)]$ と $1/T$ をプロットして得られる直線の式から活性化エネルギー E^* およびクリープ定数 k を求める. 必要に応じて式 (2) よりクリープ定数 A を求める. このようにして, 実験データから求めたクリープ定数 A , 応力指数 n の値を下記に示す.

$$A = 2.99 \times 10^{-4} \exp(-7.61 \times 10^4/T) [h]^{-1} \quad (3)$$

$$n = 8.40$$

一方, YAG 単結晶の圧縮クリープ試験は Karato ら⁹⁾ によって 1893K, 1913K, 1933K, 1963K の温度に対していくつかの応力レベルで行われた. この実験データをもとに式 (1) の定数 A と n を求めると下記ようになる.

$$A = 1.19 \times 10^{10} \exp(-8.81 \times 10^4/T) [h]^{-1} \quad (4)$$

$$n = 3.06$$

求めた Norton 型の構成式の結果と実験データとの比

較を Fig. 2 に示す. これらの構成式により, それぞれの単結晶のクリープ挙動が精度良く表されていることがわかる.

2・3 イメージベース有限要素解析

Fig. 3 に Fig. 1 の SEM 写真より一部を抜き出した画像を示す. これは 601×601 ピクセルの画像であるので, まず市販のソフトにより 100×100 ピクセルの画像に変換した後, 画像の二値化を行う. このような二値化処理

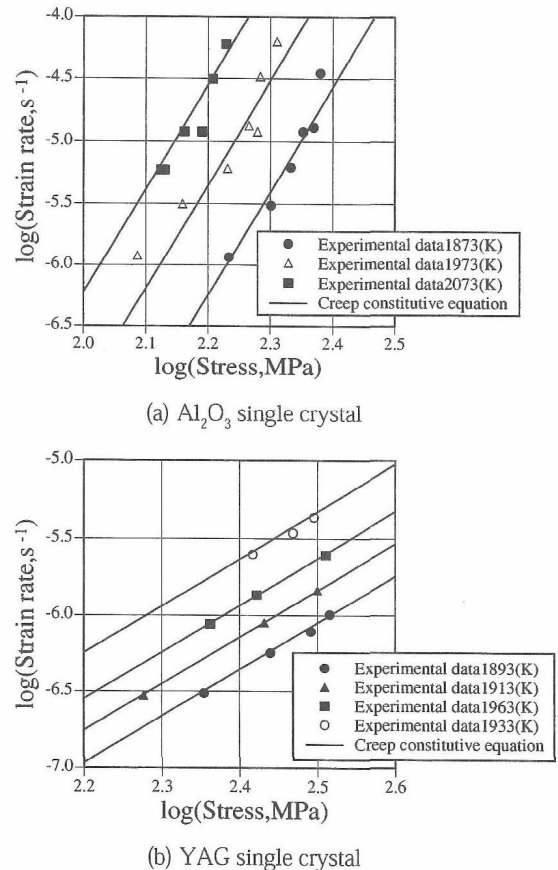


Fig. 2. Comparison of steady state creep strain rate for single crystals between the experimental data and the analytical results obtained from steady state creep constitutive equation.

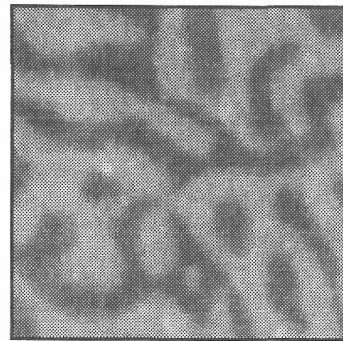


Fig. 3. Micro-structure of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite used in image-based finite element analysis (dark regions : Al_2O_3 single crystal, light regions : YAG single crystal).

を行った結果を Fig. 4 に示す。二値化画像において黒い部分が Al_2O_3 単結晶、白い部分が YAG 単結晶である。1 ピクセルを一つの 4 節点有限要素に対応させる。このようなモデル化を行うと、 Al_2O_3 単結晶と YAG 単結晶の境界が滑らかでなくなるが、そのような影響は 100×100 有限要素メッシュモデルでは無視できるほど小さいことを確認した。 Al_2O_3 単結晶に対応する要素、YAG 単結晶に対応する要素それぞれに 2・2 節に示したクリープ構成式を与えて有限要素クリープ解析を行った。Fig. 5 に示すように、 100×100 有限要素メッシュモデルの下辺および左辺に拘束条件を与え、上辺に一定荷重（応力）を加えることに平面応力条件で解析を行った。このようなクリープ解析を 1773K、1873K、1973K の 3 温度条件、100MPa ～ 600MPa で 100MPa おきに 6 応力負荷条件の計 18 条件で行った。

なお、 Al_2O_3 および YAG のヤング率 E 、ポアソン比 ν としては下記の値を用いた。

$$\text{Al}_2\text{O}_3 : E = 400.9\text{GPa}, \nu = 0.237$$

$$\text{YAG} : E = 283.0\text{GPa}, \nu = 0.245$$

イメージベース有限要素解析のもとになる Fig. 1 の SEM 写真からどの部分を解析画像として抽出するかによって解析結果が影響を受ける可能性がある。このような影響を低減するために任意の 5 カ所から解析画像を抽出し、それらから得られる解析結果を平均化することとした。

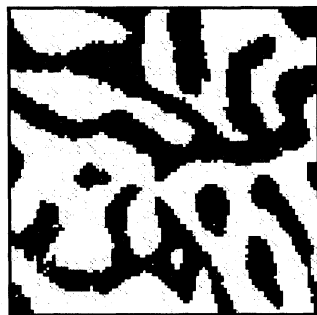


Fig. 4. Micro-structure of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite after image processing (black regions : Al_2O_3 single crystal, white regions : YAG single crystal).

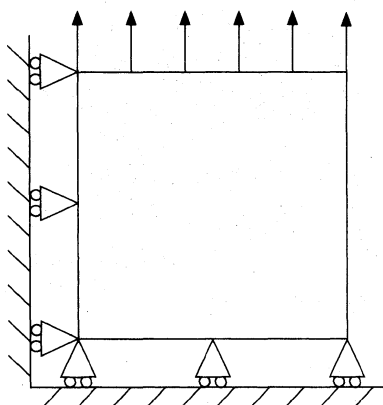


Fig. 5. Finite element analysis model.

3 解析結果および考察

3・1 定常クリープひずみ速度の推算

Fig. 6 にクリープ解析結果の一例を温度 1773K、荷重応力 400MPa について示す。この図からわかるように時間に対してひずみが直線的に変化する定常クリープ領域があらわれる。この直線の傾きから定常クリープひずみ速度が求められる。このようにして求めた定常クリープひずみ速度の解析値と実験値⁵⁾の比較を Fig. 7 に各温度について示す。解析結果は複数の抽出画像結果の平均値とともにエラーバーでその誤差範囲も示す。解析結果の平均値は実験結果に良く一致するだけでなく誤差の範囲も小さい。また、図中に Al_2O_3 単結晶および YAG 単結晶の定常クリープひずみ速度の実験値を示してある。 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶複合材料の定常ひずみ速度は、前述したように YAG 単結晶の体積含有率が Al_2O_3 単結晶よりも多いにも関わらず、定常クリープひずみ速度は Al_2O_3 単結晶側に寄っている。これは Al_2O_3 単結晶の定常クリープひずみ速度が YAG 単結晶よりもかなり大きいことによる。

Fig. 7 の解析結果から、2・2 節に示した方法により、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶複合材料の式 (1) に示す Norton 型の定常クリープ構成式を求めるとクリープ定数 A と応力指数 n は下記ようになる。

$$A = 8.89 \times 10^{10} \exp(-7.77 \times 10^4/T) [h]^{-1} \quad (5)$$

$$n = 6.30$$

このように解析結果より求められた定常クリープ構成式の結果と実験結果、解析結果との比較を Fig. 8 に示す。三者の結果はいずれも良く一致している。以上の結果から、単結晶の定常クリープ構成式と共晶複合材料の微細組織構造がわかっているならば、イメージベース有限要素解析により共晶複合材料のクリープ構成式を推算することができることが示された。

3・2 構成要素の含有率の影響

イメージベース有限要素法により $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 共晶複合材料の定常クリープひずみ速度が予測できることがわかったので、次にこの方法により構成要素である Al_2O_3 単結晶と YAG 単結晶の含有率が、共晶複合材料の定常

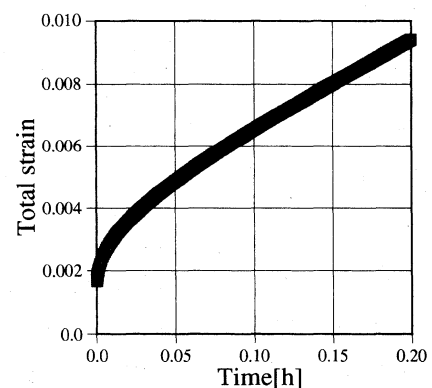


Fig. 6. An example of creep curve obtained from finite element analysis ($T = 1773\text{K}$, $\sigma = 400\text{MPa}$).

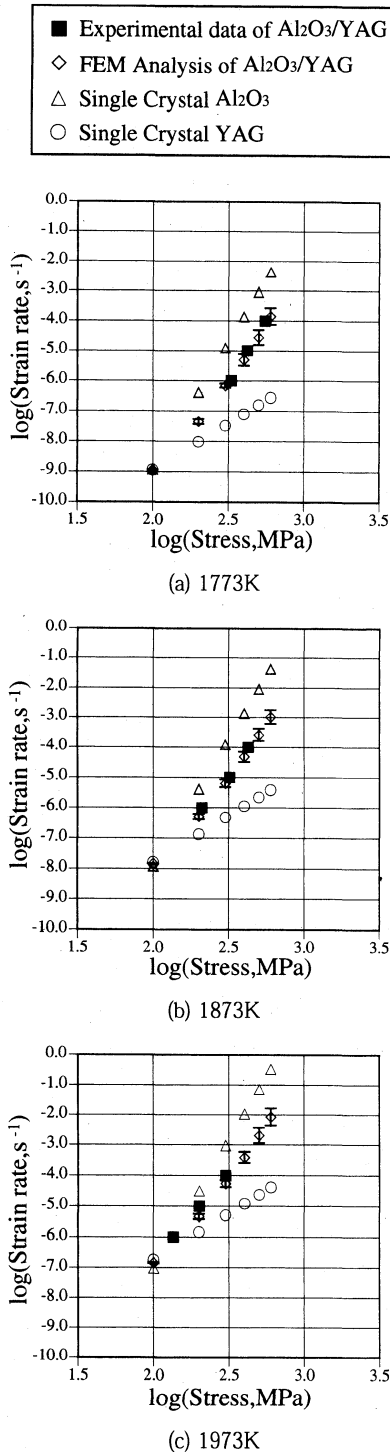


Fig. 7. Comparison of steady state creep strain rate for $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite between the experimental data and the results of image-based finite element analysis.

クリープ挙動に及ぼす影響を検討する。実際に両者の含有率が異なる共晶複合材料の微細組織の SEM 写真があればそれを使うことができるが、現在の所そのような SEM 写真を入手することができないので画像処理によって含有率の異なる微細組織構造を作った。すなわち、3・1節の解析に用いた SEM 写真 Fig. 3 において、画像処理時のしきい値を変えることにより、黒で表される Al_2O_3 単結

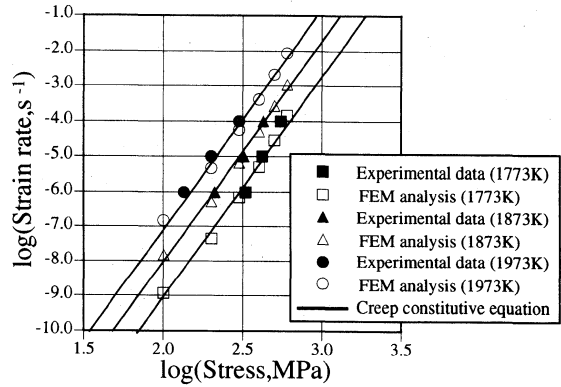


Fig. 8. Comparison of steady state creep strain rate for $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite among the experimental data, the results of image-based finite element analysis, and the analytical results obtained from steady state creep constitutive equation.

晶の領域を増減させることを行った。このようにすることにより、3・1節の解析に用いた画像とほぼ相似で含有率の異なる解析用の組織画像を作成することができる。このようにして作成された Al_2O_3 単結晶と YAG 単結晶の体積比が 61 : 39 の場合の組織画像を Fig. 9 に示す。

実際の解析は YAG 単結晶の含有率 V_Y が 14%, 39%, 59%, 71%, 90% の 5 通りについて行った。上記の 5 通りの含有率に対する解析画像を用い、2・3 節に示した 3 つの温度条件と 6 つの応力負荷条件に対してイメージベース有限要素解析を行った。このような解析から定常クリープひずみ速度を求め、これと負荷応力、温度との関係から 2・2 節に示した方法により、式 (1) の応力指数 n 、活性化エネルギー E^* およびクリープ定数 k を求めた。これらについて YAG 単結晶の体積含有率で整理した結果を単結晶単体すなわち $V_Y = 0\%$ および $V_Y = 100\%$ の場合の結果とともに Fig. 10 に示す。さらに図中の曲線に示すように 2 次式で最小二乗近似した。その結果、下記のような関係式が得られた。

$$\begin{aligned} n &= -3.76V_Y^2 - 1.15V_Y + 8.31 \\ E^*/(R \times 10^4) &= 2.02V_Y^2 - 1.09V_Y + 7.69 \\ \log(k) &= 1.28V_Y^2 - 7.78 \times 10^1 V_Y - 6.67 \end{aligned} \quad (6)$$



Fig. 9. An example of micro-structure of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ eutectic composite made by image processing (black regions : Al_2O_3 single crystal, white regions YAG single crystal).

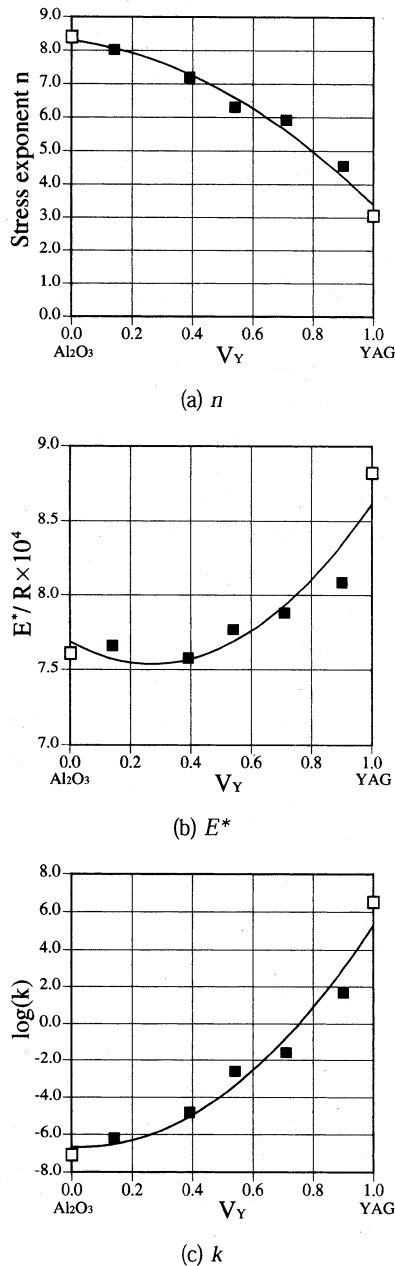


Fig. 10. Variations of parameters in steady state creep constitutive equation with the volume fraction of YAG.

定常クリープひずみ速度についての実験値がある $V_Y = 59\%$ の場合について、ここで得られた定数を用いて求められる定常クリープひずみ速度が、実験データおよび解析結果を良く再現できているかを調べた。その結果を Fig. 11 に示す。式 (6) で与えられる定数で表される Norton 型の構成式により、体積分率が異なる場合も比較的精度良く定常クリープひずみ速度が求められていることがわかる。

2 相複合材料の材料特性を推算する混合則としては下記に示す対数型混合則、並列型混合則、直列型混合則が用いられることがある。

$$\begin{aligned}
 \text{対数型混合則: } \log(\dot{\epsilon}_C) &= V_A \log(\dot{\epsilon}_A) + V_Y \log(\dot{\epsilon}_Y) \\
 \text{並列型混合則: } \dot{\epsilon}_C &= V_A \dot{\epsilon}_A + V_Y \dot{\epsilon}_Y \\
 \text{直列型混合則: } 1/\dot{\epsilon}_C &= V_A/\dot{\epsilon}_A + V_Y/\dot{\epsilon}_Y
 \end{aligned}
 \quad (4)$$

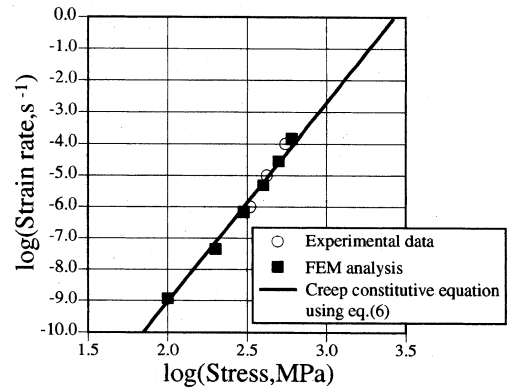


Fig. 11. Comparison of steady state creep strain rate for Al₂O₃/YAG eutectic composite among the experimental data, the results of image-based finite element analysis and the analytical results obtained from steady state creep constitutive equation ($T = 1773\text{K}$, $V_Y = 59\%$).

ここで、添字 C, A, Y はそれぞれ共晶複合材料, Al₂O₃ 単結晶, YAG 単結晶を示す。温度 1773K, $V_Y = 59\%$ の場合についてこれらの混合則から求められる定常クリープひずみ速度とイメージベース有限要素解析の結果の比較を Fig. 12 に示す。上記のいずれの混合則も共晶複合材料の定常クリープひずみを表し得ないことがわかる。

4 結 言

Al₂O₃/YAG 共晶複合材料について、その微細組織の SEM 写真を用いたイメージベース有限要素解析を定常クリープひずみ速度の推算に用いた。本研究により得られた結論をまとめると下記のようなになる。

- (1) 共晶複合材料を構成している単結晶体の定常クリープ構成式と微細組織の画像が与えられれば、共晶複合材料の定常クリープ挙動を精度良く推算することができる。
- (2) 共晶複合材料の定常クリープひずみ速度に関して、構成要素の含有率の影響を表す表示式を求めた。これは、対数型、並列型、直列型等の単純な混合則では表

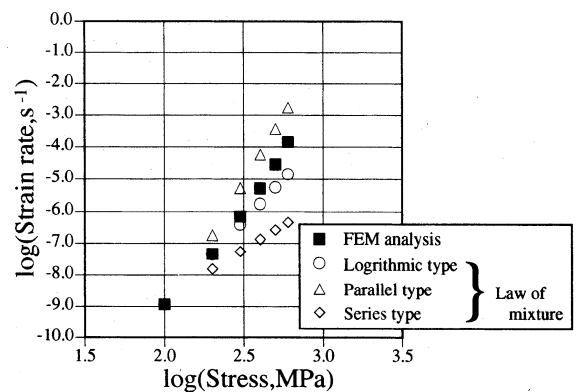


Fig. 12. Comparison of steady state creep strain rate for Al₂O₃/YAG eutectic composite among the results of image-based finite element analysis and various types of law of mixture ($T = 1773\text{K}$, $V_Y = 59\%$).

し得ないことがわかった。

なお、本研究は東北大学金属材料研究所における共同研究として行ったものである。

参 考 文 献

- 1) 和久芳春, 中川成人, 大坪英樹, 大空靖昌, 神徳康彦, 日本金属学会誌, **59**, 71 (1995).
- 2) Y. Waku, H. Otsubo, N. Nakagawa and Y. Kohtoku, J. Mater. Sci., **31**, 4463 (1996).
- 3) Y. Waku, N. Nakagawa, T. Wakamoto, H. Ohtsubo, K. Shimizu and Y. Kohtoku, Nature, **389**, 49 (1997).
- 4) Y. Waku, N. Nakagawa, T. Wakamoto, H. Ohtsubo, K. Shimizu and Y. Kohtoku, J. Mater. Sci., **33**, 1217 (1998).
- 5) Y. Waku, N. Nakagawa, T. Wakamoto, H. Ohtsubo, K. Shimizu and Y. Kohtoku, J. Mater. Sci., **33**, 4943 (1998).
- 6) S. Ochiai, T. Ueda, K. Sato, M. Hojo, Y. Waku, S. Sakata, A. Mitani, T. Takahashi and N. Nakagawa, Mater. Sci. Res. Int., STP-2, 281 (2001).
- 7) A. Yoshikawa, B. M. Epelbaum, T. Fukuda, K. Suzuki and Y. Waku, Jpn. J. Appl. Phys., **38**, L55 (1999).
- 8) D. M. Kotchick and R. E. Tressler, J. Am. Ceram. Soc., **48**, 195 (1980).
- 9) S. Karato, Z. Wang and K. Fujino, J. Mater. Sci., **29**, 6458 (1994).