

## セラミックスの強度と靱性

小林 俊 郎\*

## Strength and Toughness of Ceramics

Toshiro KOBAYASHI

## 1. はじめに

セラミックスにおける主要な課題は、その脆性の克服にあるため、強度と靱性に関する研究も活発で、既に多くの解説もある<sup>1)~4)</sup>。しかし金属に比べればその歴史は浅く、最近ようやくその脆性の改善策が共通の基盤に立って議論できるようになりつつあるところといえよう。靱性の評価法自体も、まだ標準化が遅れている状況である。

本稿ではセラミックスの強度と靱性の考え方について、今までえられている結果を整理し、今後の発展に資したいと思う。

## 2. セラミックスにおける強度と靱性の特徴

## 2.1 線型弾性破壊と非線型破壊

セラミックスを完全な弾性型脆性破壊をするものとして、GRIFFITHが先在欠陥を仮定してエネルギー論的に導いた関係で考察することが一般に行われている<sup>4)</sup>。しかし脆性破壊に関しては、(1)主き裂先端での局部応力がある特性距離にわたって一定の限界破壊応力レベルに達し、き裂を発生すること、(2)限界歪みエネルギー解放率  $G_C$  が破面形成に必要なエネルギー ( $2\gamma$ ) を上回ること、の両条件が満足される必要がある<sup>5)</sup>。

主き裂(切欠き)先端での局部応力についての解析はまだ十分ではなく、例えば鋼におけるようなLUDWIK流の破壊応力曲線に基づいたような考察は見当たらない。ここでは、あえてこのような考察を試みてみよう。いま(1)の条件に関し、き裂先端近傍での局部的なマイクロ引張試験片を想定した時の真応力-歪み関係を考えてみる<sup>†</sup>。Fig. 1(a)のような場合には、き裂先端では弾性応力集中により直接限界の脆性破壊応力 ( $\sigma_{mc}$ ) に達し、この時(2)の条件も満足されていると考えられる。ただ

しGRIFFITHの条件では、主き裂先端半径  $\rho$  が、 $\rho < 2.55 r_0$  ( $r_0$  は原子面間隔) の鋭さを持つ時のみ、(1)と(2)の必要十分条件が成立する。セラミックスにおけるき裂は、 $r_0$  のオーダーの鋭さを持つともいわれるが、Pop-in き裂等に関しては注意が必要であろう。

ところで最近におけるセラミックスの強靱化は、相変態、マイクロクラック等主き裂先端での非線型プロセスゾーンの形成を促進することによって行われている。このような場合、真応力-歪み関係は Fig. 1(b) のように、強靱化機構(特にマイクロクラックの生成が重要)の発現によって  $\sigma_m$  (金属における降伏応力に相当) で緩和効果が働き、その後マイクロクラック生成に伴って真応力は上昇を示し  $\sigma_{mc}$  に到達すると予測される。 $\sigma_m$  はその機構によって上下変動すると考え、(a)では  $\sigma_m > \sigma_{mc}$  と考える。 $\sigma_{mc}$  は鋼における限界へき開応力に相当するものであるが、セラミックスの脆性破壊は主に粒界か粒内へき開によって行われる。(a)のような完全脆性型では主

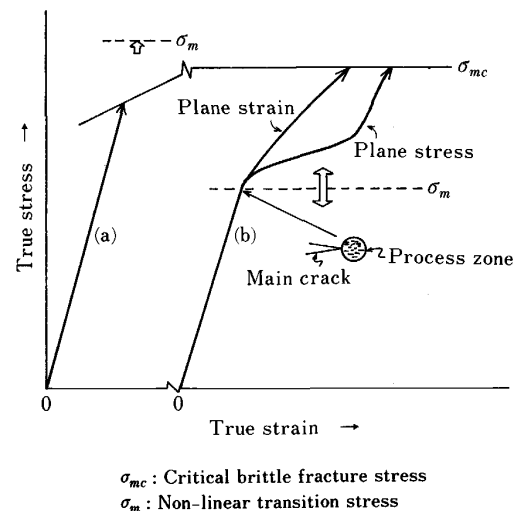


Fig. 1. Schematic explanation on local stress criterion of brittle fracture in ceramics.

<sup>†</sup> これはき裂先端よりの距離に対する応力、歪み分布に直接対応するものではないことを断っておく。

昭和 63 年 11 月本会講演大会にて発表 平成元年 5 月 29 日受付 (Received May 29, 1989) (依頼解説)

\* 豊橋技術科学大学教授 工博 (Toyohashi University of Technology, 1-1 Hibarigaoka, Tempaku-cho Toyohashi 440)

Key words : ceramics; fracture; strength; toughness; dynamic fracture toughness; process zone; impact test.

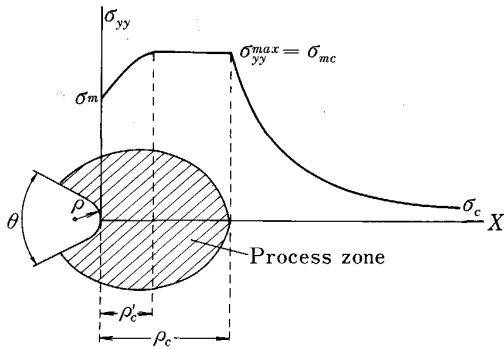


Fig. 2. Estimate of non-linear stress distribution in front of a notch root<sup>6)</sup>.

に粒界破壊が支配的であり、粒内へき開に比べやや強度的に低下していると考えて低目に示してある。しかし、このようなセラミックスにおける限界破壊応力の物理的意義等については、上述の仮説と共に今後更に議論が必要と考えている<sup>12)</sup>。

Fig. 2 は、切欠きまたはき裂先端プロセスゾーンとその時の応力分布を BURESCH<sup>6)</sup> に従って示したものである。切欠先端半径  $\rho$  の場合の  $K_I$  は、NEUBER の切欠応力論より次式で与えられる。

$$\sigma_{mc} = 2K_I / \sqrt{\pi\rho} \dots\dots\dots (1)$$

またマイクロクラックを含む主き裂先端でのプロセスゾーン・サイズを  $\rho_c$  とすると、

$$K_{IC} = \sigma_{mc} / 2 \cdot \sqrt{\pi\rho_c} \dots\dots\dots (2)$$

で与えられる。ここでの  $\sigma_{mc}$  は Fig. 1 で述べた  $\sigma_{mc}$  に相当するものと考え、この状態で主き裂は脆性破壊に移行すると思われる。つまりここでは平面歪み状態下でのマイクロクラックを含むプロセスゾーンの形成と弾塑性的応力分布を考えており、主き裂先端の応力が多軸応力下で拘束されてすみやかに  $\sigma_{mc}$  に達して脆性破壊が起こるといえる。しかしこのような応力分布や塑性応力集中等の概念の適用の可否については、今後検討すべき点も多い。

Fig. 3 は、アルミナ各試料についての4点曲げ試験からえられる  $K_C$  値の試験片板厚 ( $B$ ) 依存性を示したもので、3 mm 以上で一定の  $K_{IC}$  となっている<sup>6)</sup>。同様の結果を、筆者らは窒化けい素で与えている<sup>7)</sup>。BURESCH はこれより、平面歪み条件を満足する Valid な  $K_{IC}$  をうる条件として、

$$B > 50 \sim 60 (K_{IC} / \sigma_{mc})^2 \dots\dots\dots (3)$$

を与えているが、例えば  $\rho_c$  は結晶粒径に比例して大き

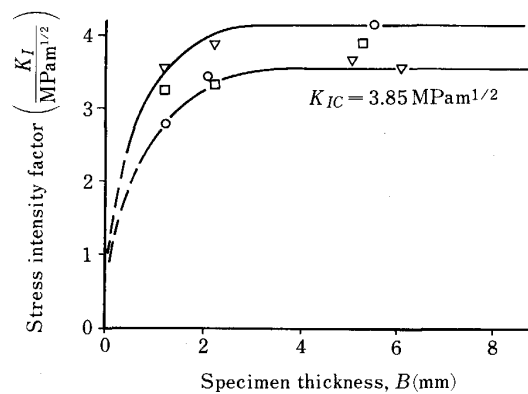


Fig. 3. The dependence of stress intensity factor on thickness of four-point bend specimens of an alumina (Plane strain for  $B > 3$  mm)<sup>6)</sup>.

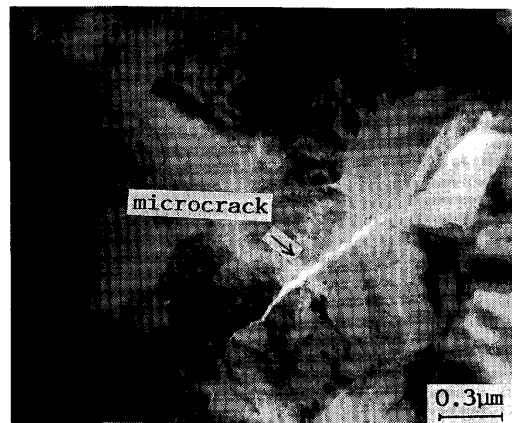
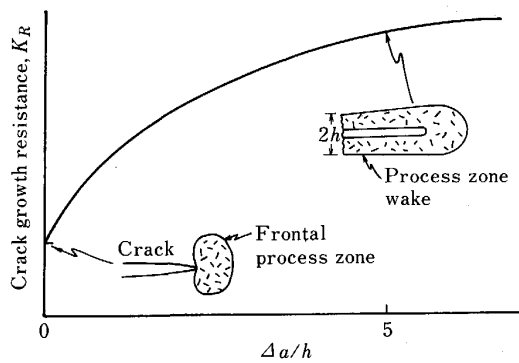


Photo. 1. Transmission electron micrograph of microcracking near the fracture surface in TZP.

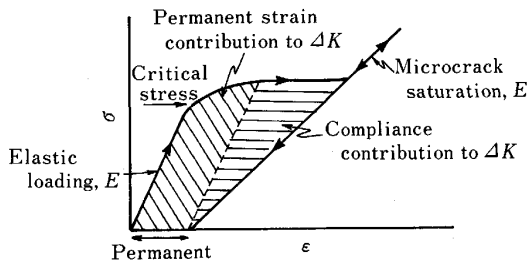
くなる傾向もあり、標準的な判定基準とするには更に詳細な実験が必要であろう。

このような主き裂端でのマイクロクラックの存在に関して、筆者ら<sup>7)8)</sup> は最近 TZP での TEM 観察によりその存在を確認している (Photo. 1 参照: これは、破面より約 1  $\mu$ m 内部ウェイク中で観察されたものであり、主き裂先端プロセスゾーン内で形成されたものが残されたものと考え)。このようなマイクロクラックの生成が促進されるように材料設計を行えば (材料構成相間の熱膨張ミスマッチに起因する場合が多い<sup>1)2)</sup>。また相変態の場合にも実際にはかなりのマイクロクラックの発生を伴う、Fig. 4 に示す公称の応力-歪み曲線に見るようにマイクロクラックによる永久歪みと材料の弾性係数の変化、また残留応力の緩和効果等により、いわゆる R カープ挙動が顕著となって靱化が起こる<sup>9)</sup>。この場合の  $\sigma$ - $\epsilon$  関係 (b) は、Fig. 1 に対し、公称の応力-歪み関係として表示されたものであるが、ここでの Critical stress (限界応力)  $\approx \sigma_m$  とほぼ考えてよい。それ以降の応力は、切欠効果とマイクロクラックの出現によって両

<sup>12)</sup>  $\sigma_{mc}$  を鋼における限界へき開応力と完全に同じと定義するには疑問があると思う。セラミックスの場合には粒界破壊や気孔等での割れをかなり含むからである。ここでは  $\sigma_{mc}$  を主き裂が不安定な脆性破壊を開始する際の限界真応力と考えるに留めたい。このため、これが温度や歪み速度に対し依存性を示さない材料常数值であるか否か等については不明であり、今後の議論に待ちたいと思う。またセラミックスの真応力-歪み関係についても今のところ不明確な点が多い点も付記しておきたい。



(a) Crack growth resistance curve



(b) Stress-strain curve

Fig. 4. Schematics illustrating<sup>9)</sup>. (a) R-curve effects in microcracking brittle solid and (b) associated stress-strain curve.

者では異なってくると思われる。ところでこのようなマイクロクラックを包含するプロセスゾーンの解析を、最近 HUTCHINSON は詳細に行っているが<sup>10)</sup>、相変態に伴うウェイク (Wake) の解析と同様に考えることができる。いまマイクロクラックの生成域の存在による応力緩和 ( $\Delta K$ ) は、静止き裂の場合、

$$\Delta K/K = -0.44/(1-\nu) \cdot [G/\bar{G} - 1] + 0.49/(1-\nu) \cdot [\bar{\nu}G/\bar{G} - \nu] \dots\dots\dots (4)$$

$G$ : 剛性率  $\bar{G}$ ,  $\bar{\nu}$ : 主き裂共役面上でのマイクロクラック材の剛性率とポアソン比

成長き裂の場合は、

$$\Delta K/K = -0.61/(1-\nu) \cdot [\bar{G}/G - 1] + 0.70/(1-\nu) \cdot [\bar{\nu}G/\bar{G} - \nu] \dots\dots\dots (5)$$

ここで  $G/\bar{G}$  は、それぞれ仮定したき裂形状とき裂密度の関数として与えられる。

円形状 (半径  $a$ ) では、

$$G/\bar{G} - 1 = N \langle a^3 \rangle [32(5-\nu)(1-\nu)/45(2-\nu)] \dots (6)$$

$N$ : 単位体積当たりのマイクロクラック数

粒子に発生する環状き裂 (外径  $a$ , 内径  $b$ ) では、

$$G/\bar{G} - 1 = 0.1\pi^2 N \langle b^3 \rangle (a/b - 1)^2 (a/b + 1/2) [32(5-\nu)(1-\nu)/45(2-\nu)] \dots\dots\dots (7)$$

ウィスカー界面での離離 (円筒状き裂) では、

$$\bar{G}/G = 1 - 8/15(5-3\nu)f_w \dots\dots\dots (8)$$

のように与えられる ( $f_w$  は離離ウィスカー体積率)<sup>11)</sup>。

ただし、このようなマイクロクラックによる強靱化では、Fig. 5 に示すように<sup>9)</sup>、過激に起こりすぎると周囲

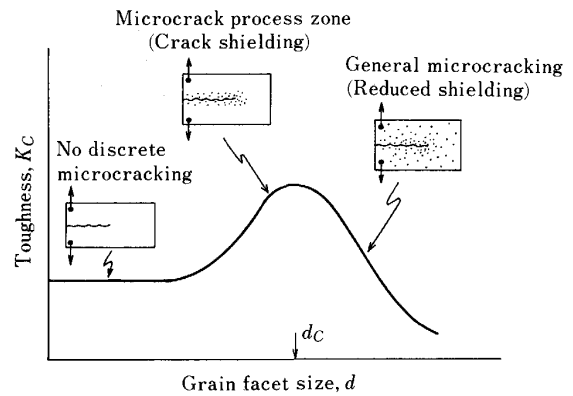
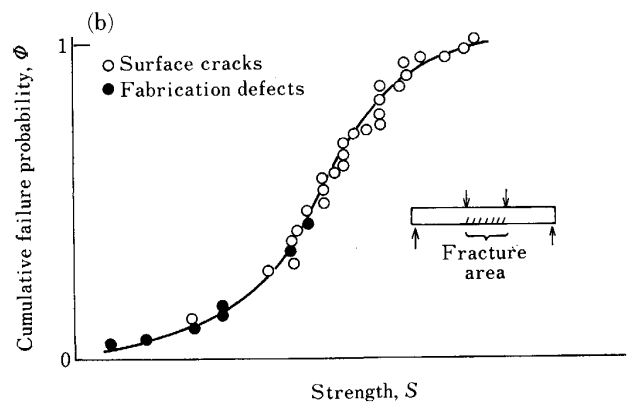
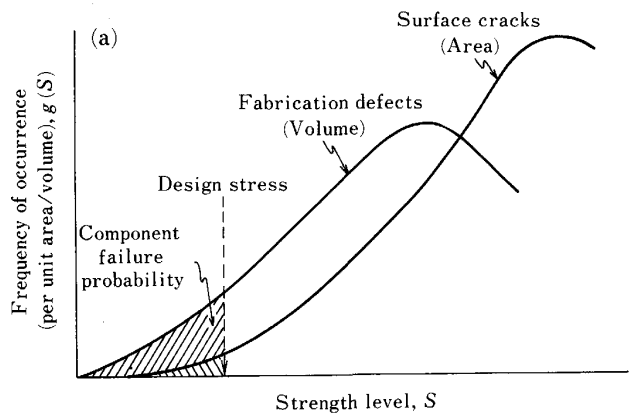


Fig. 5. Effects of grain size on toughness of microcracking brittle material<sup>9)</sup>.



(a) There are generally at least two flaw populations with distinct statistical characteristics.

(b) Flexural strength tests usually sample the surface crack population at the larger strength levels and the fabrication defect population in the lower strength range, giving a convolved cumulative failure probability (Based on indiscriminate order statistics)<sup>2)</sup>.

Fig. 6. Some flaw population characteristics.

弾性応力場からの拘束効果が失われ、逆に靱性劣化が起こると考えられ、このため適切な靱化が起こる粒径の存在が示唆されている。前述の  $K_{IC}$  試験における試験片寸法効果も、このような観点から説明可能と考えられる。

2.2 破壊靱性に及ぼす材料学的並びに力学的諸因子

セラミックスでは転位の移動が難しいイオン結合や共

有結合より成っており、また製造工程中に欠陥(気孔、粗大結晶粒、介在物など)を包含しやすいため、破壊は脆性的でかつばつきやすい。Fig. 6はこのような状況を示している<sup>2)</sup>。高強度レベル下では表面き裂が支配的であるが、設計応力近傍の低強度レベル下では製造時の欠陥が支配的であり、このため十分な材質管理が要求されることになる。ところで公称の破壊強度( $\sigma_c$ )は、平滑材の場合 Fig. 7 に示すように粒径( $d$ )の大きいところでは粒内破壊型で、その粒径依存性は Orowan 型の、

$$\sigma_c = K_1 d^{-1/2} \dots\dots\dots (9)$$

であり、粒径の小さいところでは Petch 型の、

$$\sigma_c = \sigma_0 + K_2 d^{-1/2} \dots\dots\dots (10)$$

の関係が成立するといわれている<sup>12)</sup>。ここで  $K_1$ ,  $K_2$ ,  $\sigma_0$  は定数である。粒径の小さいところでは粒径依存性は小さくなり、粒界破壊支配型であるが、破壊は主に表面欠陥によって支配されやすくなる<sup>2)</sup>。一方気孔の影響は大きく、一般に気孔率を  $P$  とすると、

$$\sigma_c = \sigma_0 \exp(-bP) \dots\dots\dots (11)$$

$\sigma_0$ : 気孔がない時の強度,  $b$ : 気孔の形態に関する定数(4~9)

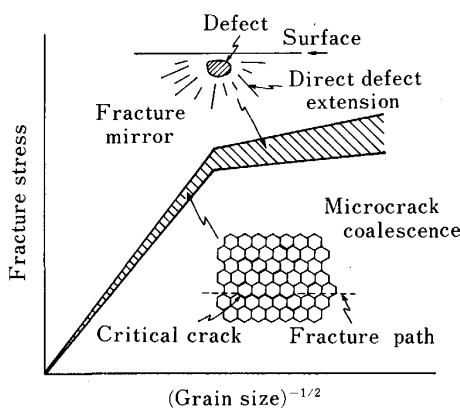


Fig. 7. Schematic of the failure process and grain size dependency of fracture stress in brittle solids<sup>2)</sup>.

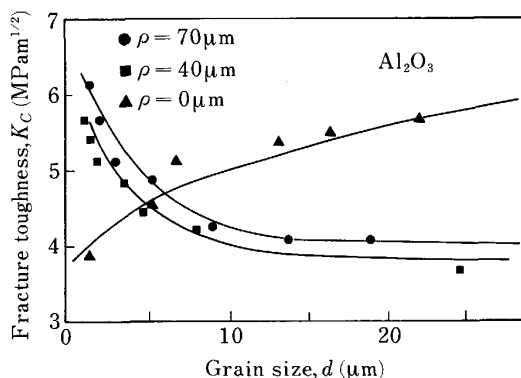


Fig. 8. Relationships among fracture toughness, grain size and notch root radius ( $\rho$ )<sup>15)</sup>.

のように表される<sup>13)</sup>。

ところで、Fig. 8 は切欠材の場合に切欠先端半径  $\rho$  による  $K_C$  の変化を示している<sup>14)15)</sup>。  $\rho=0 \mu\text{m}$  の場合、むしろ大きな粒径の方が良好な結果を与えている。これについては、Fig. 5 に示したように、マイクロクラックによる靱化と粒径の関係、き裂先端プロセスゾーン・サイズ等の影響も考えられるが、横堀(寿)<sup>15)</sup> は 2.1 節で述べた破壊の必要十分条件について検討している。つまり  $\rho$  と  $d$  との組合せで、破壊を規定する要件が変化することを示し、この点から上記の現象を説明している。

一方 WILLIAMS<sup>16)17)</sup> は、 $\rho$  とその時の限界歪みエネルギー解放率  $G_\rho$  との間に、 $\rho \neq 0$  の楕円状切欠先端での応力集中を考えると、応力の特異性は認められないが、次式が成立することを示している。

$$G_\rho = G_C \cdot \{1 + (\rho/2l_0)\}^3 / \{1 + (\rho/l_0)\}^2 \dots\dots\dots (12)$$

ここで  $l_0$  は特性距離である。 $\rho \gg l_0$  と仮定すると<sup>13)</sup>、

$$G_\rho = G_C (1/2 + \rho/8l_0) \dots\dots\dots (13)$$

つまり  $G_\rho$  と  $\rho_c$  の関係は、傾きが  $G_C/8l_0$  で  $G_C/2$  の切片を有する直線関係で近似できることになる。また、これより  $G_C$  も推定できることになる。いまこのような解析例を PSZ につき Fig. 9 に示した<sup>18)</sup>。  $G_\rho$  がほぼ一定となる  $\rho$  は、(13)式で  $G_\rho = G_C$  とすると、 $\rho_c = 4l_0$  である。BURESCH<sup>6)</sup> (Fig. 2 参照) によれば、プロセスゾーン・サイズ  $\rho_c$  以下の  $\rho$  では、 $G_\rho = G_C$  となるとし、

$$\rho_c = 4/\pi \cdot (K_{IC}/\sigma_{mc})^2 \dots\dots\dots (14)$$

で与えている。いまこのような解析例を Table 1 に示した<sup>18)</sup>。  $\rho_c \approx 6 \sim 8l_0$  であること、また WILLIAMS の式より推定される  $K_{IC}$  は実験と大略一致していること等がわかる。更に  $\sigma_{mc}$  についても(14)式より推定している

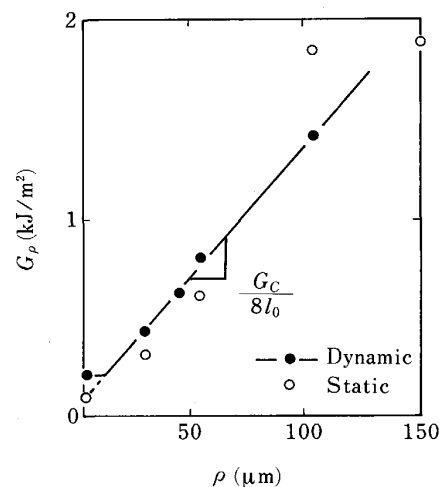


Fig. 9. Relationship between critical strain energy release rate  $G_\rho$  and notch root radius  $\rho$  (PSZ).

<sup>13)</sup> (12)式を、 $x = \rho/l_0$  として計算すると、 $G_\rho = G_C(1/2 + x/8 + 3/8x - 1/4x^2 + 1/8x^3 + \dots)$  となり、 $\rho \gg l_0$  と考えると、(13)式が近似的に得られる。

Table 1. Comparison between theoretical and experimental fracture characteristic values.

Specimen	Equation by Buresch		Equation by WILLIAMS		Experiment		Characteristic length $l_0$ ( $\mu\text{m}$ )
	$\rho_c$ ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma_{mc}$ (MPa)	$G_{\rho=0}$ ( $\text{J/m}^2$ )	$K_{IC}$ ( $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ )	$G_C$ ( $\text{J/m}^2$ )	$K_{IC}$ ( $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ )	
Dynamic PSZ Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	13.0	686.2	106.3	6.3	206.4	6.2	1.92
	32.5	119.0	3.7	1.5	9.2	1.7	5.54
Static PSZ Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	5.9	673.6	48.0	4.2	90.3	4.1	0.86
	37.8	168.8	12.2	2.8	21.9	2.6	4.46

が、窒化けい素でかなり低い値となっている。しかし別の製法による場合は、PSZを上回る値もえているので、あくまでも一例である。プロセスゾーン・サイズについては、現在X線残留応力測定法に基づいた実験も行っているが<sup>7)</sup>、ここでの $\rho_c$ と大きな差はないようである。破面観察による破壊単位は、PSZで約 $0.3\mu\text{m}$ （粒径に同じ）、窒化けい素で $0.6\mu\text{m}$ （粒径は約 $4\mu\text{m}$ ）であり、 $l_0$ はこれよりもかなり（3~9倍）大きい。しかし破面観察によれば、それぞれの試料でほぼ $l_0$ に近い大きさの粗大粒子の存在を認めているので、これらが破壊を規定したと考えられる。

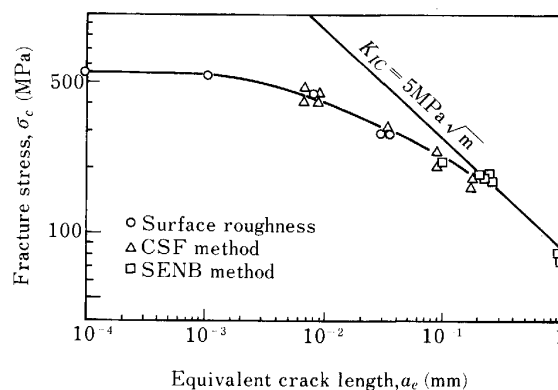
一方中門ら<sup>19)</sup>は、切欠加工時の損傷による微小き裂の大きさをほぼ $l_0$ に等しいものと考えている。さらに高橋ら<sup>20)</sup>は $\rho$ の影響に関し同様の実験を行い、 $\rho/d$  ( $d$ は粒径)が約3以下で $K_{\rho} \approx K_{IC}$ となることを報告している。上述の結果よりも小さな $\rho_c$ を与えるようであるが、これらに関しては、上述の $l_0$ の物理的意義、プロセスゾーンの実験的検証等も含め、今後詳細に検討すべき課題と考えている。

ところで、セラミックス中に含まれる欠陥あるいはき裂は種々の形状であるため、これを統一化して扱う上で、幾何学的な形状や寸法に関して補正した等価き裂長さ $a_e$ で表示するのが一般である。いま公称の破壊応力を $\sigma_c$ とすると、破壊力学の公式から、

$$\sigma_c = K_{IC} / (\pi a_e)^{1/2} \dots\dots\dots (15)$$

である。Fig. 10は窒化けい素について、この $\sigma_c$ と $a_e$ の関係を示している<sup>20)</sup>。表面加工傷、半円き裂(CSF)及び鋭い切欠き(SENB)の結果は一つの曲線上にのっている。ここで注目すべき点は、 $a_e$ が約 $200\mu\text{m}$ 以上では $K \approx K_{IC}$ であるが、それ以下ではこの関係よりはずれて低強度を示し、 $a_e = 1\mu\text{m}$ 以下でほぼ一定となっている点である。高橋ら<sup>20)</sup>は、この臨界点は $a_e/d = 30$ に対応するとしている。このことは実験で求めた $K_{IC}$ から、実機部品で実際に問題となる数 $10\mu\text{m}$ 前後のき裂に対する安全性を保証できないという問題を提起しており、最近話題となっている。

この原因についてEVANSら<sup>21)</sup>は、残留歪みの問題、き裂成長、介在物における化学反応説等を提出している。高橋ら<sup>20)</sup>は、通常の破壊力学公式でえられるき裂先端での局部応力は、き裂長さの $1/10$ 以上のところで厳密

Fig. 10. Relationship between equivalent crack length and fracture stress for the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

解と異なって低下するため、微小き裂に対して $K$ による表示を用いること自体がこのような現象を出現する一因であるとしている。

筆者は、上述の議論は既に破壊力学が導入された時点で指摘されていた、き裂先端での非線型挙動に関係するものと考えられる。つまり(15)式で、 $a_e \rightarrow 0$ となれば $\sigma_c \rightarrow \infty$ とはならず、金属では塑性変形、セラミックスではFig. 1で述べた非線型挙動によって打ち切れ、プロセスゾーン・サイズが $a_e$ より十分小さいことという条件が満足されなくなるためと思われる。例えばセラミックスでは、同時にいくつかのマイクロクラックが発生することも十分考えられる。ところでこのような微小き裂に対し、長さ $a_0$ の潜在き裂長さを仮定した仮想き裂長さ $(a+a_0)$ を用いると、

$$K_C = \sigma [\pi(a+a_0)]^{1/2} \dots\dots\dots (16)$$

であり、 $a_0$ は上式で $a=0$ の時の $\sigma_r$ と $K_C$ から、

$$a_0 = (K_C/\sigma_r)^2/\pi \dots\dots\dots (17)$$

で与えられる。この関係が整理すると、実験と良い一致が見られるという報告がある<sup>22)</sup>。この時 $a_0$ は大略気孔の大きさと一致するという。今後微小き裂の問題を考える場合、示唆に富んだ内容を含んでいるように思われる。

ところで、セラミックスの主用途は高温機器であるから、高温での強度と靱性に関しても十分な認識が必要である。Fig. 11は窒化けい素に関し、幡中ら<sup>23)</sup>が種々の試験法(平滑、シェブロンノッチ、ヌープ圧子による予き裂材及びその焼鈍材各試験片)における破壊靱性値の

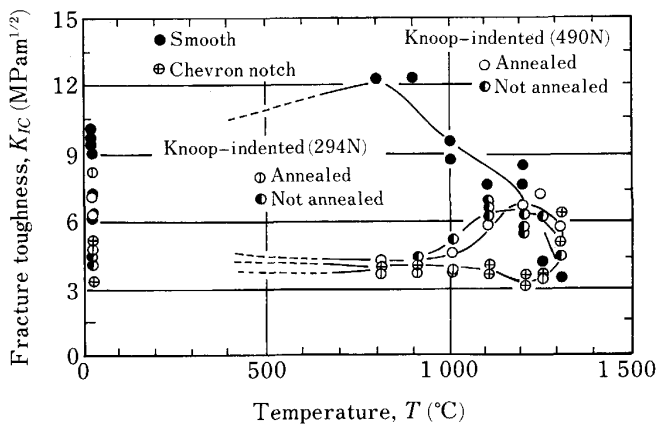


Fig. 11. Temperature change of fracture toughness measured with various procedures.

温度変化を示したものである。一般にセラミックスでは粒界に不純物を主成分とするガラス相が存在し、温度上昇により粘性流動とき裂先端の鈍化や凝着を示すため、強度は一度やや上昇するが、その後は低下するといわれている。ここでの結果では、各試験法で  $K_{IC}$  は異なった傾向を示し、シェブロンノッチでは  $1000^{\circ}\text{C}$  以上で低下し始め、 $1200^{\circ}\text{C}$  で最小となり、その後また増大している。 $1200^{\circ}\text{C}$  以上での平滑及び予き裂付試験片は低下を示すが、塑性変形の影響が入るため、その値の妥当性には疑問があるとしている。恐らく弾塑性的な扱いが必要と思われる。いずれにしても高温での測定は難しく、真に破壊靱性値が上昇するか否かについては、慎重な取扱いが望まれる。

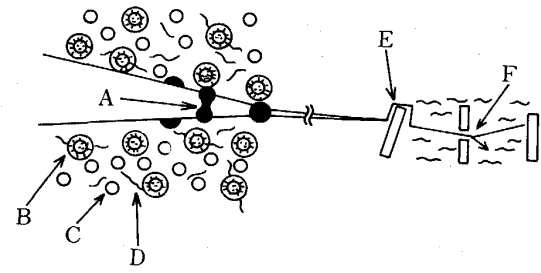
### 2.3 セラミックスにおける強靱化

今までの記述の中でも、強靱化の概略についてはある程度ふれているので、ここでは骨子のみを述べる。

例えば SWAIN<sup>24)</sup> は、PSZ, TZP において破壊靱性  $K_{IC}$  を上昇させると、(15)式で予測されるように  $\sigma_c$  も上昇するが、応力誘起変態によって  $\rho_c$  の上限が決まり、それ以上  $K_{IC}$  を上昇させた場合には、 $\sigma_c$  は低下してしまうことを報告している。つまり金属等で経験されているように、 $K_{IC}$  と  $\sigma_c$  を同時に上昇させることは極めて難しいと言わざるをえない。

ジルコニアの相変態による靱化については、既に多くの報告があり、 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  粒子分散型複合材のようにその応用も盛んである<sup>1)</sup>。この傾向は今後共続くであろう。この機構の発現には、助剤や粒子サイズ、あるいは混合比等製造上慎重な配慮が必要である。

マイクロクラックによる靱化は、特にアルミナや種々の複合材を中心に多くのセラミックスで重要と考えられるが、この場合も最適のプロセスゾーンが発達するように製造時の制御が大切である。延性粒子の導入による靱化は、破面架橋型によるものといえるが、ガラスにアルミニウム粒子を分散させて良好な結果もえられてい



A: Bridging by ductile particles  
B: Transformation toughening by  $\text{ZrO}_2$  particles (Tetragonal to monoclinic) partially with microcrack  
C: Untransformed  $\text{ZrO}_2$  particles  
D: Microcrack  
E: Debonding and crack deflection at fibre/whisker  
F: Crack branching

Fig. 12. Schematic explanation on various toughening mechanisms in ceramics.

る<sup>11)</sup>。

繊維/ウィスカー導入による複合材では、これらの界面がき裂進展に対し非線型な応答を示すのがポイントで、界面はく離やすべりがそのような役割を果たす。以上述べたような主な機構を総括して Fig. 12 に模式的に示した。今後はこのような各機構を同時に複合利用したものや、ナノオーダーでの複合化等が焦点になってくると思われる<sup>25)</sup>。

## 3. 靱性評価法

最も重要であるセラミックスの靱性、特に破壊靱性を測定する標準的試験法は、まだ制定されていないのが現状である。硬さ圧痕法による方法は、簡便法として JIS 制定の方向にあるが、信頼性に欠ける点が多く、正確なものとは言い難い。ここでは主に筆者らがやっている、動的な計装化シャルピー試験法を用いた方法を中心に解説してみたい。

### 3.1 計装化シャルピー試験法による吸収エネルギーの解析法

セラミックスや脆性高分子材料のシャルピー試験で吸収されるエネルギーには、試験片自体の破壊エネルギー以外の余分なエネルギーが過大に含まれるため、金属のようにそれ自体をもって靱性の尺度とするには問題がある<sup>26)</sup>。荷重-時間(変位)曲線を記録しても事情は同様で、しかもこの場合には激しい慣性による振動波が重畳するため、真の荷重変化を記録することも難しい<sup>27)</sup>。このような場合、ハンマー打撃速度を低速で行う Low blow test では、この振動の問題が大幅に改善されることが知られている<sup>27)</sup>。ただし、この場合付加エネルギー容量は吸収エネルギーの3倍以上で行うことが、波形を崩さないために必要な条件となる<sup>17)27)</sup>。

ABE ら<sup>28)</sup> は、炭化けい素無溝シャルピー型試験片を用いた計装化衝撃試験で、吸収されるエネルギー  $E_1$  を

Table 2. Total energy balance for an unnotched SiC specimen<sup>28)</sup>.

Energy term*	Measured value	
	J	% $E_t$
$E_s$	0.0256	35.7
$E_m$	0.0424	39.1
$E_{vib}$	(<10 <sup>-6</sup> )	(<0.1)
$E_{kpf}$	0.0004	0.6
$E_{wof}$	(0.0035)	(6.4)
$E_{raf}$	0.0016	2.2
$E_{te}$	(?)	(?)
Total	0.0700	97.6
Measured $E_t$	0.0718	100.0

\* Values in parentheses are not added into the total

次のように分割している。

$$E_t = E_s + E_m + E_{vib} + E_{kpf} + E_{wof} + E_{raf} + E_{te} \quad (18)$$

ここで  $E_s$ ,  $E_m$  はそれぞれ試験片, 試験機に貯えられるエネルギー,  $E_{wof}$  は破壊エネルギー,  $E_{raf}$  は破壊後の回転運動エネルギー,  $E_{te}$  は試験片の飛散エネルギーである。いま, このような各エネルギーの解析例を Table 2 に示す<sup>28)</sup>。ほとんどが  $E_s$  と  $E_m$  であり, 真の破壊エネルギー  $E_{wof}$  を求めることが困難であるのがわかる。このような状況を踏まえ, 筆者らはこの解析をより簡便に行うように次式を提案している<sup>26)</sup>。

$$E_t = E_s + E_m = E_f + E_k + E_m \quad (19)$$

$E_t$  を試験片と試験機に貯えられるエネルギー,  $E_s$  と  $E_m$  に大別し,  $E_s$  は更に試験片の変形・破断に関するエネルギー  $E_f$  と, その後の飛散に消費されるエネルギー  $E_k$  に分離する。この時  $E_k$  はハンマーと試験片間の運動量保存則から, 直線上での衝突を考えると,

$$E_k = mM^2 / \{2(m+M)^2\} \cdot (1+e)^2 V_f^2 \quad (20)$$

$M$ : ハンマー質量,  $m$ : 試験片質量,  $V_f$ : 破断直後のハンマー速度,  $e$ : ハンマーと試験片間の回復係数で推定される<sup>26)</sup>。実際の  $E_k$  には  $E_m$  の一部も更に付加されるが, このように仮定する。

一方荷重-変位曲線の傾きの逆数からえられる全コンプライアンス  $C_t$  は,

$$C_t = C_s + C_m \quad (21)$$

で,  $C_s$ ,  $C_m$  はそれぞれ試験片, 試験機のコンプライアンスである。 $C_s$  は一般に力学上の公式から推定されているが, 歪み速度により  $C_s$ ,  $C_m$  は変化することを筆者らは最近報告している<sup>8)</sup>。3点曲げ試験片 ( $S/W=4$  の場合;  $S$  はスパン間隔,  $W$  は試験片幅) の場合,  $C_s$  をハンマー速度  $V_0$  (打撃開始時) の関数として次式で与えている。

$$C_s = S^2 / EBW^2 \cdot [Y + 0.29W^2 / (W-a)^2 \cdot \{\log(1/V_0) - 0.339\}] \quad (22)$$

$$Y = 27.11(a/W)^3 - 8.56(a/W)^2 + 1.77(a/W) + 0.829$$

$E$ : ヤング率,  $B$ : 試験片板厚  $a$ : き裂長さ

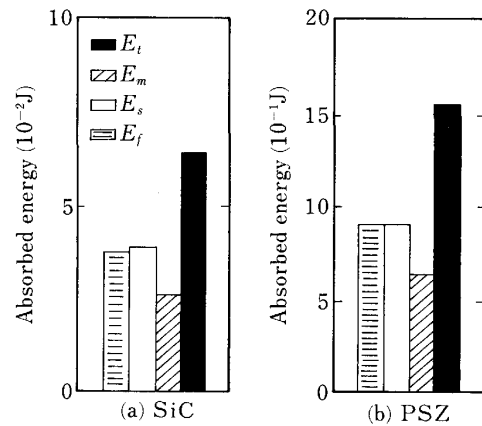


Fig. 13. Results of energy analysis in instrumented impact test.

これより,

$$E_s = E_t \cdot C_s / C_t \quad (23)$$

で求められ  $E_f$  を推定できる。以上述べた解析を, JIS 無溝抗折試験片を用いて行った例を Fig. 13 に示す<sup>26)</sup>。本来この手法で求められる  $E_k$  はかなり小さいので,  $E_f$  の代わりに簡便に  $E_s$  をセラミックス試験片自体が外部荷重に耐えうる容量を示すものとして, 靱性の尺度とすることも有意であろうと考えている。

ところで, いま弾性歪みエネルギー解放率  $G$  は,

$$G = dU/dA = 1/2(P \cdot dU/dA - u \cdot dP/dA) \quad (24)$$

$U$ : 弾性歪みエネルギー,  $P$ : 荷重,  $u$ : 変位,  $A$ : き裂面積

で与えられる。コンプライアンスの定義から, この式は次式となる。

$$G = 1/2 \cdot P^2 \cdot dC/dA = U/BWC \cdot dC/d(a/W) = U/BW\phi \quad (25)$$

$$\phi = C \cdot d(a/W) / dC = \int Y^2 x dx / Y^2 x + S/18WY^2 x; x = a/W$$

ここで  $U = E_f$  と考えられるから,

$$G_C = E_f / BW\phi \quad (26)$$

つまり, 種々のき裂(切欠き)長さを有する試験片での  $E_f$  及び  $BW\phi$  の関係は直線関係となり, その傾きから  $G_C$  が求められることになる<sup>16)29)</sup>。このような解析例を Fig. 14 に示す。この方法による  $G_{IC}$  ( $K_{IC}$ ) は, 破壊荷重から求めたものと良い一致を示すのが認められている<sup>30)</sup>。

### 3.2 動的破壊靱性試験

前節の手法によって, 簡便に動的な靱性の比較や破壊靱性値を求めることが可能であり, 一部は CAI システムとして一般にも普及している<sup>27)</sup>。しかし, あくまでも Low blow test の低速域での試験法といえる。予き裂付試験片につき, 高速の衝撃速度下で動的破壊靱性  $K_{Id}$  を求めることは, 決して容易ではない。筆者らは, まず

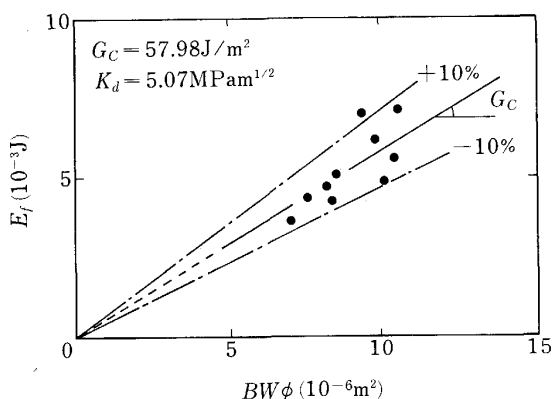


Fig. 14. Relationship between  $BW\phi$  and real fracture energy of  $Al_2O_3$ -70wt%TiC (Pre-cracked specimen).

予き裂の導入については、野瀬ら<sup>31)</sup>による SEPB (Single Edge Pre-cracked Beam) 法を現在のところ最も簡便なものとして採用している。本法も JIS 化の方向にあるが、最初に述べたように Pop-in き裂であるため、その先端の鋭さ等に関しては、今後検討の余地もあると考えてはいる。

このような予き裂付試験片 ( $W=8, B=4, S=30\text{ mm}$ ) を用い、通常の衝撃速度 ( $4\sim 5\text{ m/s}$ ) で試験した場合、激しい振動波のため真の荷重履歴を記録できない<sup>8)</sup>。このため One point bend 法のように支点をはずし、慣性荷重のみで破断させる手法も提案されているが<sup>32)33)</sup>、この場合も真の破壊開始点の決定等に問題を残している。筆者らは KALTHOFF<sup>32)</sup> が提唱する Impact response curve を、主き裂先端に微小半導体歪みゲージを貼付することから求めている。このような手法により、ゲージ信号とハンマー荷重 (Load) より求めた荷重変化例を、Photo. 2 に示した<sup>18)</sup>。両者に対応関係がなく、また真のき裂進展開始点は、ゲージ信号で急激な除荷が見られる点に対応することが確認されている。

いまこの方法により、 $K_d$  値の応力拡大速度  $\dot{K} = K_d / t_f$ ;  $t_f$  は破壊までの時間) に対する変化を求めた例を Fig. 15 に示す<sup>18)</sup>。窒化けい素は一度ゆるやかな低下を示した後急上昇するが、PSZ ではゆるやかな上昇後に急上昇を示し、しかも X 線回折法により求めた正方晶 (Tetragonal)  $\rightarrow$  単斜晶 (Monoclinic) 応力誘起変態量と同様の变化を示している。しかし窒化けい素の場合の急上昇については、このような説明はできず、Incubation time の存在等が提案されているが、その詳細については今後の課題といえよう<sup>5)27)</sup>。なおセラミックスの場合、き裂先端での断熱的温度上昇はほとんどないと考えられる<sup>26)</sup>。いずれにしても、このような脆性材料でも、その靱性が顕著な歪み速度依存性を示す点が注目される。

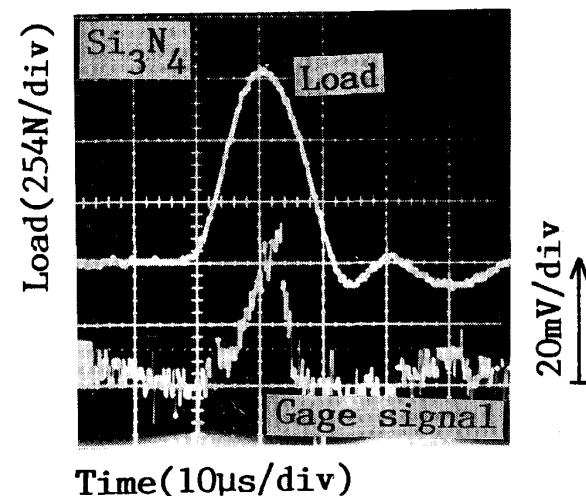
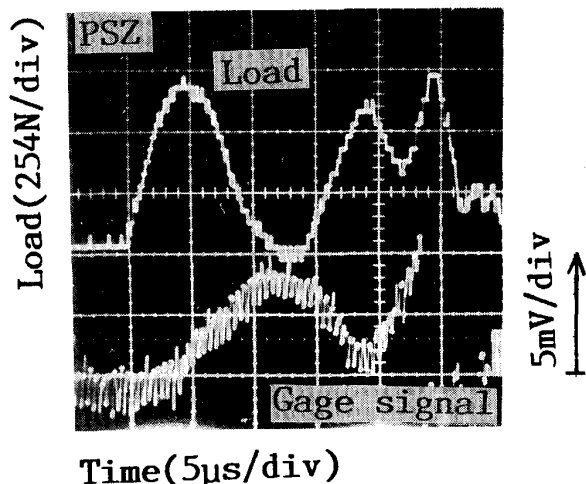


Photo. 2. Typical load-time curves and strain gage signal-time curves recorded by 14.7J instrumented Charpy impact testing machine.

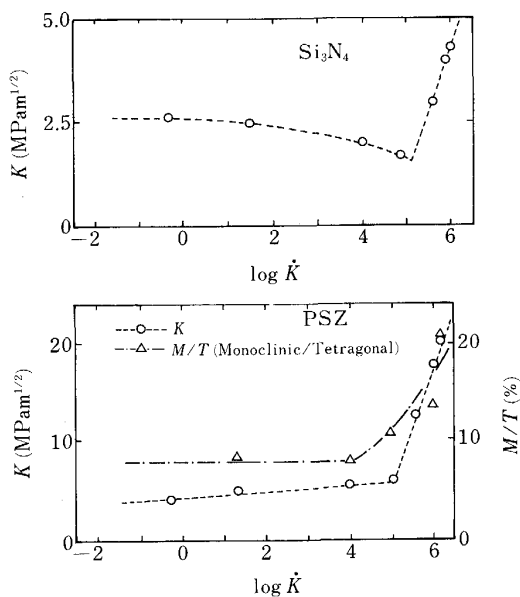


Fig. 15. Effect of stress intensity rate on fracture toughness.



## 4. おわりに

脆性破壊の問題は、主として鉄鋼を中心に長い間研究されてきた。塑性変形をほとんど含まないセラミックスの破壊は、このため取扱いが簡単のように思われたが、現在多くの問題が提起されている。セラミックスの靱化は急務の課題であり、このような破壊機構の解明によって急進展すると思われる。このためには、材料プロセス技術の他に、設計や評価の手法も早急に確立されていく必要がある。本稿がこのような点で、なんらかのお役に立てば幸いである。

最後に本稿をまとめるに当たり、文献収集、資料整理に協力された豊橋技術科学大学大学院浅井裕之君に感謝致します。

## 文 献

- 1) 宮田 昇: 材料, **37** (1988), p. 361
- 2) A. G. EVANS: *Microstructure and Properties of Ceramic Materials* (1984), p. 236 [Science Press]
- 3) 志波光晴, 岸 輝雄: 日本金属学会会報, **27** (1988), p. 644
- 4) 西田俊彦: 材料科学, **24** (1988), p. 165
- 5) 小林俊郎: 日本金属学会会報, **27** (1988), p. 664
- 6) F. E. BURESCH: ASTM STP 678 (1978), p. 151
- 7) 小林俊郎, 井川秀樹, 浅井裕之, 安井 一: 日本金属学会講演概要 (1989年4月), p. 245
- 8) 小林俊郎, 井川秀樹, 浅井裕之: 日本機械学会講演論文集, No. 880-2 (1988), p. 139
- 9) A. G. EVANS and K. T. FABER: *J. Am. Ceram. Soc.*, **67** (1984), p. 255
- 10) J. W. HUTCHINSON: *Acta Metall.*, **35** (1987), p. 1605
- 11) A. G. EVANS: *Ceramic Microstructures '86-Role of Interfaces* (1987), p. 775 [Plenum]
- 12) W. D. KINGREY, H. K. BOWEN and D. R. UHLMANN: *Introduction to Ceramics* (1976), p. 768 [Wiley]
- 13) W. DUCKWORTH: *J. Am. Ceram. Soc.*, **36** (1953), p. 68
- 14) 大原秀晴, 横堀寿光, 黒崎雅彦: 日本材料強度学会誌, **20** (1985), p. 85
- 15) 横堀寿光: 機械の研究, **40** (1988), p. 104
- 16) J. G. WILLIAMS: *Fracture Mechanics of Polymers* (1984) [Ellis Horwood]
- 17) 小林俊郎: 鉄と鋼, **71** (1985), p. 654
- 18) T. KOBAYASHI, K. MATSUNUMA, H. IKAWA and K. MOTOYOSHI: *Eng. Frac. Mech.*, **31** (1988), p. 873
- 19) 中門公明, 高橋一郎, 宮田 寛: 材料, **35** (1986), p. 48
- 20) 高橋一郎, 宇佐美三郎, 中門公明, 宮田 寛, 志田 茂: 窯業協会誌, **93** (1985), p. 186
- 21) A. G. EVANS and T. G. LANGDON: *Prog. Mat. Sci.*, **21** (1976), p. 171
- 22) 田中啓介, 鈴木賢治, 山本雄司: 第53回日本材料学会破壊力学部門委資料 (1989年5月), p. 48
- 23) 幡中憲治: 同上, p. 27
- 24) M. V. SWAIN: *Acta Metall.*, **33** (1985), p. 2083
- 25) 新原皓一: 第31回材料強度と破壊シンポジウム論文集 (1986), p. 23
- 26) T. KOBAYASHI, M. NIINOMI, Y. KOIDE and K. MATSUNUMA: *Trans. Jpn. Inst. Met.*, **27** (1986), p. 775
- 27) 小林俊郎: 機械設計, **32** (1988), p. 91
- 28) H. ABE, H. C. CHANDON and R. C. BRADT: *Ceramic Bulletin*, **57** (1978), p. 587
- 29) 小林俊郎, 小出芳弘, 平石久志, 新谷京宣: 日本金属学会誌, **50** (1986), p. 852
- 30) T. KOBAYASHI, Y. KOIDE, Y. DAICHO and R. IKEDA: *Eng. Frac. Mech.*, **28** (1987), p. 21
- 31) T. NOSE and T. FUJII: *J. Am. Ceram. Soc.*, **71** (1988), p. 328
- 32) J. F. KALTHOFF: *Metals Handbook*, **8** (1985), p. 269 [ASM]
- 33) M. SAKATA, S. AOKI and K. KISHIMOTO: *Adv. Frac. Res. (ICF7)*, Vol. 1 (1989), p. 827 [Pergamon]