

セラミックスの微視割れ生成臨界応力の評価

Evaluation of critical stress for microcracking in ceramics

代表研究者 東京都立大学工学部機械工学科助手 若山 修一
Res. Assoc., Fac. of Technology, Tokyo Metropolitan Univ.
Shuichi WAKAYAMA

Microfracture process during the bending tests of alumina ceramics were evaluated by acoustic emission technique. Specimens with different dimensions were used for the bending tests in order to investigate the dependence of microfracture process on the specimen size. A remarkable point in AE generation pattern of each specimen, at which both AE events and energy increased rapidly, was observed before the final unstable fracture. It is important that the apparent stress at those points were independent of the AE threshold level and specimen size. Using the fluorescent dye penetrant method, it has been understood that the stress corresponds to the critical stress for the maincrack formation due to the coalescence of microcracks and/or pores. Consequently, it was concluded that the critical stress can be the new evaluation parameter for ceramic materials, which is equivalent to yield strength in metals.

研究目的

セラミックスの利用において最大の課題は脆性の克服である。普通、セラミックスの破壊靱性値は金属材料の1/10程度であり、数10~100 μ mの微視き裂が最終不安定破壊の起点となる。さらに小さなき裂が成長・合体して最終破壊の臨界寸法を与えることもある。一方、近年、微視割れと主き裂との相互作用によりセラミックスの主き裂先端の応力集中が緩和され、破壊靱性値が向上することが実験的・解析的に示されている。

このように、セラミックスにおける微視割れは、最終不安定破壊の起点及び破壊靱性の向上という二つの相反する役割を有しており、セラミックスの靱性向上の手段として微視割れを利用するためには、セラミックスにおける微視割れのキャラクターゼーションが重要となる。その一つは、微視割れそのものの寸法・形状などの非破壊評価であり、もう一つは、微視割れ生成の臨界条件の解明である。一般に、セラミックスのような脆性材料では応力律則、すなわち応力がある臨界値に達すると割れが生成すると考えられている。微視割れを利用した破壊靱性向上機構の理論的解析と

実験との対応を考慮する上でも、この臨界応力をいかに評価するかが重要な問題となっている。さらに、この臨界応力は、材料評価の新しいパラメータとなる可能性がある。

本研究は、セラミックスの曲げ試験に、材料内部での割れの生成や変形に伴い放出される弾性波を利用するAE法を適用し、微視割れの生成を検出するとともに、蛍光浸透探傷法により割れの生成・成長・合体の過程を観察し、微視割れ生成の臨界応力を評価することを目的とする。

研究経過

1) 供試材及び曲げ試験

使用した材料は、2種類の焼結アルミナである。粗粒アルミナ(ADS-10)の平均粒径は20 μ m、ヤング率は385 GPa、気孔率は5%、純度は99.5%であり、また、細粒アルミナ(ADS-80)では、各々5 μ m、227 GPa、9%、92%である。試験片は、3 \times 3 \times 40 mm、4 \times 4 \times 40 mm、5 \times 5 \times 40 mmの3種類の寸法に切り出し、0.1 mmの面取りの後、引張応力の生じる面を1 μ mのダイヤモンド研磨液で鏡面研磨した。なお、ひずみ速度及び水分による応力腐食割れの微視破壊過程に及ぼ

す影響を検討するため、試験片を 150°C 、 10^{-4} Torr の真空中で 60 min 保持し、試験片に含まれる水分を除去したのも用意した。

曲げ試験は 3 点及び 4 点曲げとし、各試験の試験片寸法は、粗粒アルミナでは 3, 4, 5 mm 角の試験片で 4 点曲げ (下部スパン 24 mm, 上部スパン 8 mm) を、また 5 mm 角については 3 点曲げ (下部スパン 24 mm) をも行った。一方、細粒アルミナは粗粒アルミナよりも強度が低いことを考慮し、3 mm 角で 3 点曲げ及び 4 点曲げ (下部スパン 24 mm または 9 mm) を、また 4 mm 角で 3 点及び 4 点曲げを行った。曲げ試験には曲げ試験治具及びインストロン型の引張圧縮試験機を用い、温度 $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度 $60 \pm 3\%$ 、大気中で行った。その際、各寸法の試験でクロスヘッド速度を制御し、ひずみ速度を $4 \times 10^{-6}/\text{s}$ でほぼ一定とした。

2) AE 計測

AE 変換子として、圧電素子を試験片の両端に瞬間接着剤で直接固定した。本研究では、2ch 間の到達時間差と縦波音速を用いて AE 源の位置標定を行っているが、曲げ試験の際には、シャープペンシル芯の圧折を疑似音源として 1 回ごとに感度を確認し、特に位置標定の精度を考慮して両チャンネルの感度が等しくなるよう留意した。セラミックスにおける AE の信号レベルは低いことが知られており、計測の際にシステムのノイズ対策が不可欠である。本研究では、変換子とプリアンプ間に差動型変換子と同等な配線を施し、またノイズフィルタートランスを用いることによりノイズレベルをプリアンプ入力喚算で $14 \mu\text{V}$ まで低減し、計測しきい値を $18 \mu\text{V}$ とした。同時に、治具と試験片間などで発生する機械的ノイズは、負荷用のピンにテフロンテープを巻いて除去している。計測した AE 信号を、荷重と共に AE 計測装置で記録し、RS-232C インターフェースを介してラップトップコンピュータに転送し解析した。

3) 蛍光浸透探傷法による破壊過程の観察

試験片の引張応力の生じる面における破壊過程を観察するため、蛍光浸透探傷法により、微視割

れの生成・合体・成長の様子を光学顕微鏡で観察した。本実験で用いた治具は、観察の効率を考慮して引張面が上になるようにしたもので、日産科学振興財団の補助により製作されたものである。観察の手順は以下のとおりである。

①引張面に探傷剤を塗布して所定の応力まで負荷する。

②直ちに除荷し、洗浄・現像処理を行い、ブラックライト (紫外線灯) 照射下で光学顕微鏡を用いて観察・写真撮影する。

③再び、より高い応力まで負荷し、以上の手順を破断まで繰り返す。

研究成果

1) AE 発生挙動

図 1 に 4 点曲げ試験における代表的な AE 発生パターンを示す。図中に収録データに後処理を施してしきい値を変化させた場合の累積 AE 事象数の変化を示すが、AE の検出開始点における見かけの曲げ応力がしきい値により変化するのに対し、AE の急増点におけるそれは変化しないことが理解される。そこで、この点における見掛けの曲げ応力を σ_c と決定した。

図 2 に、細粒アルミナの 4 点曲げ試験の際に検出された AE イベントの位置と発生順序を示す。この試験片の場合、 σ_c までに 17 個の AE が検出されたが、図より、 σ_c 以前では AE の発生位置が大きくばらついているのに対し、 σ_c 以降は発生位置がほとんど一点に集中していることが理解される。また、図の右に試験片の破断位置を示すが、 σ_c 以降に AE が集中している点と破断位置はよ

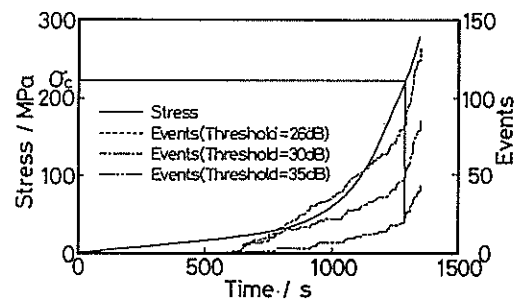


図 1. 4 点曲げ試験における AE 発生パターン

く一致している。このことから AE 法の、セラミックスの非破壊検査手法、特に供用中の材料内の欠陥を監視するモニタリングの手法としての有効性が示されたと言える。

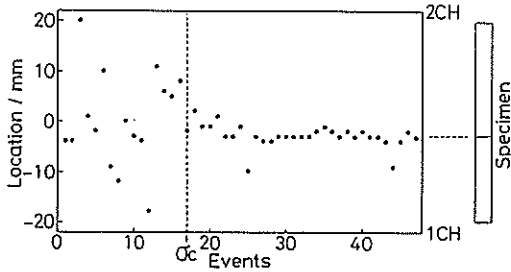


図 2. 4 点曲げ試験の際の AE の位置標定結果

2) σ_c の試験片寸法依存性

上述のように決定された σ_c と有効表面積との

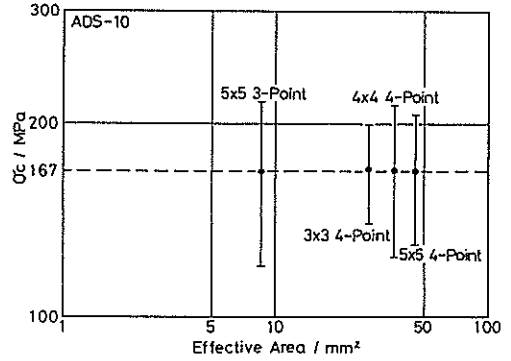


図 3. σ_c の試験片寸法依存性

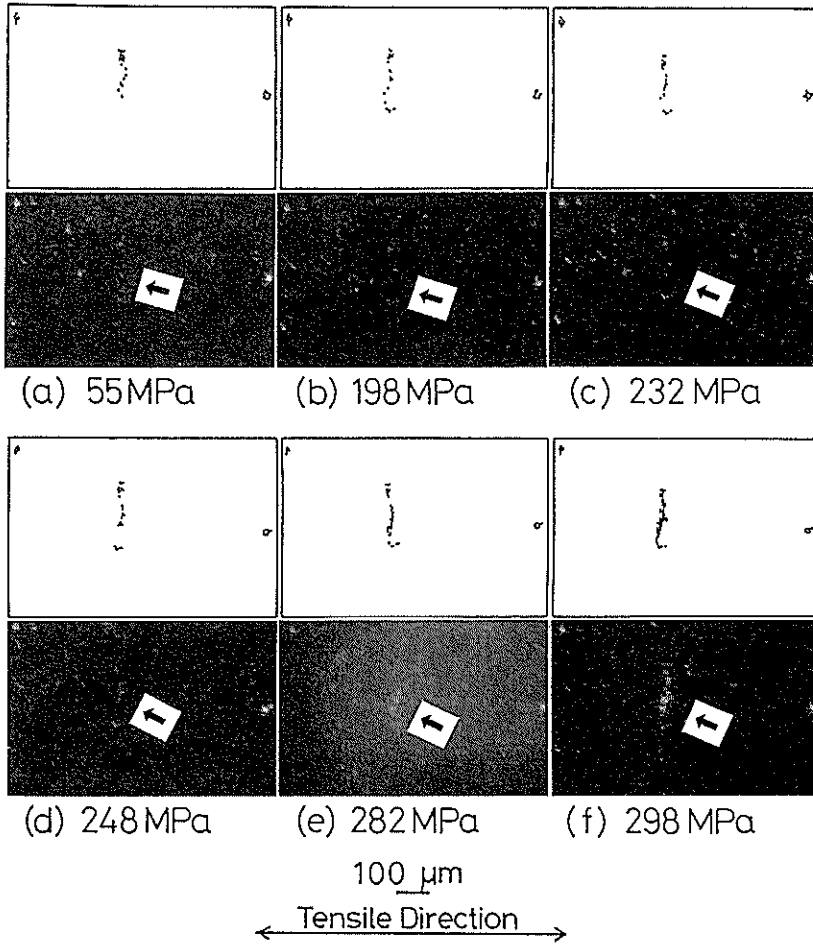


図 4. 蛍光浸透探傷法による微視破壊過程観察結果

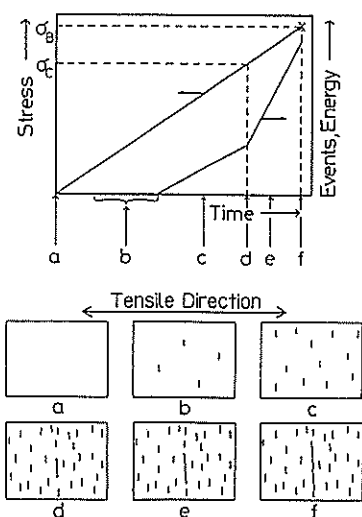


図5. アルミナの曲げ試験における微視破壊過程

関係の一例を図3に示すが、曲げ強度 σ_B が試験片寸法に依存するのに対して、 σ_c は個々の試験片寸法でばらつきがあるものの、本研究の範囲では、寸法によらずほぼ一定の値(約170 MPa)の周辺に存在することが理解される。なお、細粒アルミナでは約170 MPaであり、粒径・純度・気孔率の異なる両材料で同じ値であった。また、水分を除去した細粒アルミナでは約190 MPaであり、水分除去により値が向上しばらつきが小さくなった。

以上のように、アルミナセラミックスの曲げ試験の際に生成する微視割れの生成時刻及び位置をAE法により決定し、AE計測の際のしきい値や試験片寸法に依存しない値、いわば材料特性値としての σ_c が決定された。

3) 蛍光浸透探傷法による微視破壊過程の観察

本研究で行った曲げ試験における微視破壊過程を明らかにし、 σ_c の物理的意味を解明するために、蛍光浸透探傷法により、引張応力の生じる面における微視破壊過程の観察を行った。Sinesら(米国UCLA)は、偏心圧縮試験で生じる引張応力の作用する面における微視破壊過程を同様な手法を用いて観察しているが、本研究では、汎用されている曲げ試験における微視破壊過程を観察している。図4に観察結果を示すが、白い斑点で示

される気孔の位置からも明らかのように、図の6枚の写真はいずれも同じ場所を表している。各写真の上に図示したように、この試験片の σ_c が存在すると思われる198 MPaから232 MPaに至る過程で、矢印の部分に粒界割れの主き裂が、微視割れと気孔の合体により形成され、それが成長して破断に至るようすが観察される。

4) 曲げ試験における微視破壊過程

本研究では、アルミナセラミックスの曲げ試験の際にAE法を適用し、その際に生成した微視割れの生成時刻・位置の評価を行った。そこで、AE計測及び蛍光浸透探傷法による観察結果などから、曲げ試験の際の微視破壊過程を検討する。

図4から、 σ_c は主き裂が形成され成長を開始する臨界応力であることが確認された。また、図2から、 σ_c を境に、微視割れの生成位置が一点に集中することが明らかになった。図2に示されている位置標定結果では、 σ_c 以前に上部スパン(± 4 mm)の外にも位置標定されたAEが存在するが、図の縦軸は、縦波音速と2ch変換子の到達時間差から算出されたものであり、横波や表面波による伝播も考慮すると、 σ_c 以前に10以上の微視割れが検出されたことになる。さらに、粗粒アルミナの4点曲げ試験においては、 σ_c 以前に、細粒アルミナに比べ振幅の大きなAEが検出され、上部スパン間(± 4 mm)に多数の40 dB以上の大振幅AEが検出されている。以上のことから、本研究で用いた2種類のアルミナのいずれにおいても、 σ_c 以前に微視割れが生じ、 σ_c で主き裂が形成され成長を開始していることが強く示唆される。

図2,4から、 σ_c は曲げ試験における破壊過程で主き裂の形成に対応する応力であることが結論され、本研究で用いたアルミナセラミックスの曲げ試験における微視破壊過程は、図5に示したように、以下のように結論される。すなわち

①本研究の範囲では明確に決定できないが、少なくともAE検出開始点以前に微視割れが生成を開始する(図5(b))。

②AE急増点(σ_c)まで微視割れは増加し(図5(c))、 σ_c において主き裂が形成される(図5(d))。

③形成された主は裂は成長し(図5(e))、一方、

主き裂先端近傍以外の微視割れは停滞し、結局、主き裂が最終不安定破壊の条件を満たし材料が破断する（図 5(f)）。

以上から、 σ_c の物理的意味は、微視割れが合体して主き裂が形成される際の巨視的な臨界応力、すなわち主き裂形成臨界応力であることが解明された。

今後の課題と発展

本研究では、主き裂形成の際の巨視的な応力が導出された。また同時に、個々の微視割れ生成の際の巨視的な応力も評価されている。一方、セラミック構造物の設計において重要な強度の統計的取り扱いについて、近年、Batdorf や Lamon らが検討を加えているが、その際に個々の微視割れ生成応力の分布が重要な役割を有している。したがって、前述（研究目的）のような高靱化機構の解明のためのみならず、そのような意味からも、今後は微視割れ生成の際の局所的（微視的）な臨界応力の評価が必要となる。

本研究で評価された主き裂形成臨界応力は、金属材料における塑性域を支配する降伏強度と同等な、主き裂先端近傍のプロセスゾーンを支配する応力と見なし得る。また、構造物設計の際の設計応力や保証試験の際の予負荷応力の目安ともなり、セラミックスにおける新しい評価パラメータとなる可能性を有している。

以上から、本研究における今後の課題として、

①結晶方位の異方性に基づく熱残留応力との重ね合わせや微視割れの傾きを考慮して、局所的な微視割れ生成臨界応力を求める。

②種々の材料及び環境における測定を行い、より一般的に検討を進める。

の 2 点が挙げられよう。

なお、本研究では蛍光浸透探傷法により破壊過程の観察を行ったが、現在、本研究で製作された

曲げ試験装置を、研究室に既存の走査型電子顕微鏡内動的負荷観察装置に組み込む作業を進めている。また、著者らは従来から、AE 法特に AE 原波形解析法による微視割れの定量検出技術に基づく材料評価に関する研究を進めているが、今後、本研究を発展させていく方針として、

①平成 3 年度導入予定の加圧機構付ホットプレスを用いて、粒径のみあるいは純度のみを変化させた試料を作製し、本研究で評価法が確立された主き裂形成臨界応力に及ぼす種々の材料組織因子の影響を解明する。

②本研究で最終不破壊に先立つ主き裂の形成が確認された。そこで、主き裂形成以降のき裂進展挙動に着目し、従来の最弱リンク説に基づいた強度の統計的手法に代わる、新しい手法を開発する。

③き裂の微視的な進展挙動の観察に基づいて、セラミックスの高靱化機構の解明を進めると共に、平成 3 年度導入予定の加圧機構付ホットプレスにより高強度高靱性材料の開発を進める。

などを考えている。

発表論文

若山, 小路, 西村: “アルミナセラミックスにおける微視割れ臨界応力の AE 法による評価”, 日本機械学会材料力学講演会講演概要集, No. 890-59 (1989), p. 156.

若山, 小路, 西村: “アルミナの微視割れ臨界応力に及ぼすひずみ速度・粒径の効果”, 日本機械学会 67 期通常総会講演論文集, Vol A (1990), p. 159.

若山, 小路, 西村: “アルミナセラミックスにおける微視割れ臨界応力の AE 法による評価”, 日本機械学会論文集 A 編, 57 巻 535 号 (1991), 掲載予定.

Wakayama, S., Koji, T. and Nishimura, H.: “Microfracture Process during Bending Tests of Alumina Evaluated by Acoustic Emission”, Proceedings of the 10th International Acoustic Emission Symposium (1990), p. 460.