

## セラミックスにおける微視割れ臨界応力と熱衝撃破壊抵抗のAE法による評価

### Evaluation of Critical Stress of Microcracking and Thermal Shock Resistance in Ceramics by Acoustic Emission

代表研究者 東京都立大学工学部機械工学科助教授 若山 修一  
Assoc. Prof., Tokyo Metropolitan University

共同研究者 東京都立大学工学部機械工学科助手 金 炳 男  
Res. Assoc., Tokyo Metropolitan University

AE monitoring during thermal shock fracture in alumina ceramics has been carried out. Disc shaped specimen was sintered using a hot press and had a diameter of 20 mm, a thickness of 0.5mm, a relative density of 99.5 % and a average grain size of 12.2  $\mu\text{m}$ . The specimen was quenched by the contact with a metal rod with 4 mm diameter. AE signals were detected by a sensor which was attached on the opposite end of the metal rod. The thermal stress due to temperature gradient was calculated analytically from the temperature distribution measured during cooling. The crack initiation on the circumferential direction and the propagation on the radial direction was observed. From the result of AE measurement, it was understood that the circumferential crack was initiated until 3 s after the contact and the radial crack propagated during 15 - 23 s. Furthermore, the thermal stress at the crack initiation was estimated as 180 MPa. It is important that the estimated value is equivalent to the critical stress for maincrack formation during bending test which was evaluated by authors elsewhere.

#### 研究目的

高温で使用されることの多いセラミックスにとって、定常・非定常で発生する熱応力による破壊、特に熱衝撃破壊は重要な問題である。この場合、熱変化が熱膨張係数・熱伝導率および弾性係数を媒介として熱応力を生じ、それが材料の破壊抵抗に達したときに破壊あるいは損傷する。従って、熱衝撃破壊機構を理解するためには、数値解析等による熱応力の評価と共に、それに対する材料の応答、すなわち破壊挙動を理解することが不可欠である。

従来は、材料に適当な急冷温度を与えた後に残留強度を測定し、顕著な強度低下を生じる臨界温度によって熱衝撃抵抗が評価されてきた。また、この臨界温度は上述のような材料の巨視的な熱的・弾性的性質および巨視的強度による理論的な解釈が試みられている。しかしながら、急冷または急熱中の材料内における破壊過程は、熱応力による微視割れの生成、それらの成長・合体によるき裂の進展と行った破壊力学的な微視過程で構成されると考えられる。従って、セラミックスの応用において特に重要

な金属等との接合技術の開発の観点からも、急激な熱変化による熱応力の作用下における材料の微視破壊過程およびそれらに及ぼす材料微視組織の影響の解明は、材料開発および設計技術の確立による熱衝撃問題の克服にとって最重要課題であるといえる。

著者は昭和63年度の日産研究助成によりセラミック材料内部の微視破壊過程および微視的強度、すなわち微視割れ臨界応力をAE法により非破壊的に評価する手法を開発した。そこで、本研究ではその成果を熱衝撃破壊問題に適用する。本研究では微視組織の異なる種々の材料を作成し、それらの材料における熱衝撃破壊機構を微視的観点から解明すると共に、結晶粒径など微視組織の熱衝撃特性に及ぼす影響を明らかにし、新しい耐熱衝撃材料開発のための指針を得ることを目的とする。

#### 研究経過

供試材 供試材はアルミナ粉末をホットプレスにより1600°Cで2時間保持し、加圧力を40MPaとして焼結した。これにより、相対密度99.5%以上、粒径12.2 $\mu\text{m}$ の試料が得

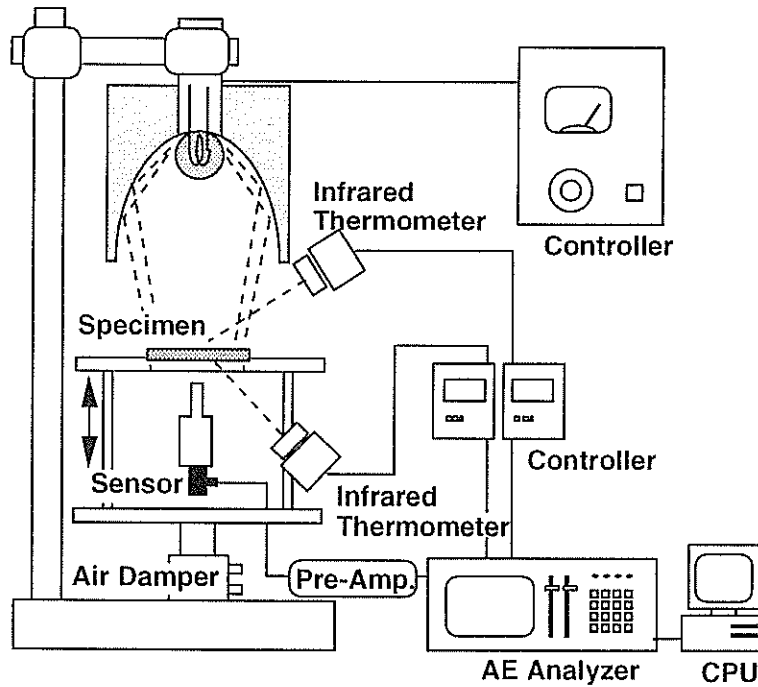


図1 熱衝撃試験装置

られた。焼結によって得られた高さ約28mm、直径20mmの円柱状ブロックより厚さ0.5mmのディスク状の試験片を切り出し、表面をダイヤモンド研磨液により鏡面仕上げした。また、試験片中の水分を除去するため、150℃で2時間保持し乾燥させた。

**熱衝撃試験** 当初の研究計画では加熱した試験片に冷却空気を吹き付けて熱衝撃を付与する予定であったが、この方法では試験片が破壊するに至らなかった。そこで、高温に熱した試験片の中央に直径4mmの金属製のピンを接触させることにより急冷させ、熱衝撃を与えた。試験装置を図1に示すが、試験片は周辺部を2点で支え、それに赤外線ランプを照射することにより熱し、十分所定の温度に加熱した後にホルダーを下降させそれにより金属ピンに接触させた。また、接触時のAEの発生を押さえるためエアダンパーにより下降速度を調節した。そして、試験片の温度分布は測定スポット径1.2mmの赤外線放射温度計により上下2点の温度を同時に測定した。

**AE計測** AEセンサーは図1に示すように試験片に接触させるピンの下部に接着し、

同時にピンを導波棒として熱衝撃時における微視き裂の発生に伴うAE信号を検出した。センサーはアンプ内臓の高感度型（180kHz共振）を用い、AE計測システムではゲインはプリアンプで55dB、メインアンプで20dBのトータル75dBで、また、しきい値は42dBで計測を行った。AE計測装置で記録したデータはRS-232Cインターフェイスを介してパソコンに転送し解析を行った。

**熱応力の導出** 熱応力は実際に測定することが困難なため、試験片の温度分布を測定しそれにより応力分布を解析的に算出した。試験片の厚さがその直径に対して十分に小さいとき、試験片に作用する応力は平面応力状態と見なすことが出来る。そして以下の式から半径方向応力 $\sigma_{rr}(r)$ 及び周方向応力 $\sigma_{\theta\theta}(r)$ を求めた。

$$\sigma_{rr}(r) = \alpha E \left\{ \frac{1}{R^2} \int_0^R T r dr - \int_0^r T r dr \right\}$$

$$\sigma_{\theta\theta}(r) = \alpha E \left\{ \frac{1}{R^2} \int_0^R T r dr + \int_0^r T r dr - T \right\}$$

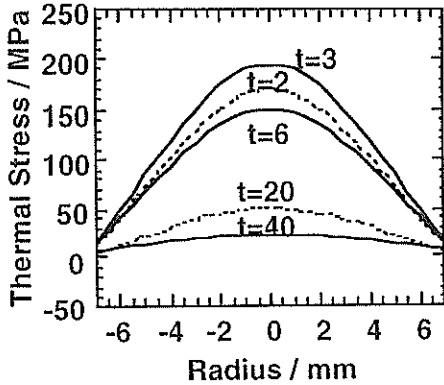


図2 半径方向応力分布

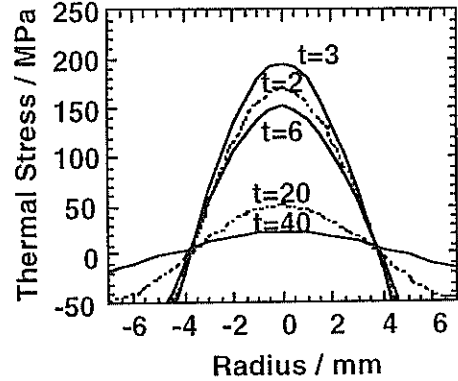


図3 周方向応力分布

ただし  $\alpha$  は熱膨張係数、 $E$  はヤング率、 $R$  は試験片半径及び  $T$  は試験片温度であり、 $T = a_0(t) + a_2(t)r^2 + a_4(t)r^4$  で表される4次式で、係数は実験的に決定した。

#### 研究成果

**応力分布** 今回の実験では初期試験片温度を460℃に設定し熱衝撃を与えた。その際それぞれ上下に設置した赤外線照射温度計によって試験片上の2点の温度を計測し温度分布を得た。また、試験片の表裏面での同一の点の温度を同時に測定したところ温度差のないことが確認された。そして求めた半径方向応力分布  $\sigma_{rr}(r)$  及び周方向応力分布  $\sigma_{\theta\theta}(r)$  を図2及び図3に示す。図より、中心においては  $\sigma_{rr} = \sigma_{\theta\theta}$  であるが半径が増加するにつれ周方向応力は減少し、半径が

約4mmで圧縮応力となる。また、接触してから3秒前後に最大応力（およそ200MPa）に達し、その後、温度は均一化し同時に応力も減少していくことが確認された。接触後60秒以降で試験片中の温度差はほとんど見られなくなった。

**熱衝撃の際のAE発生挙動** まず、室温にて試験片を金属ピンに接触させ、接触時におけるAEを計測したところ、図4及び図5に示す通り、5個の信号が接触後0.2秒以内のみに検出され、後述の熱衝撃の際のAEと比較して接触におけるAEは無視できることが確認された。

図6に、初期温度460℃の条件での熱衝撃の際のAE発生挙動を、半径  $r = 2\text{mm}$  の点での半径方向熱応力と併せて示す。まず、接触後0から3秒以内、すなわち、熱応力が増加し最大応力約180MPa付近に至るまでAEの急増が生じている。それ以後は減少し

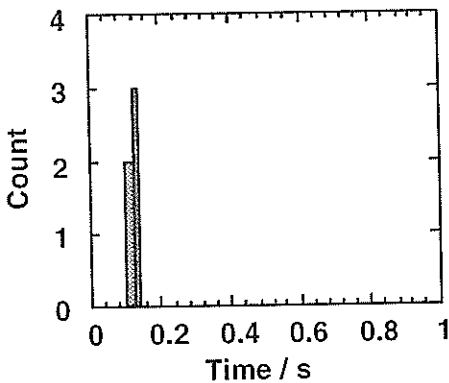


図4 金属ピン接触時のAE発生挙動

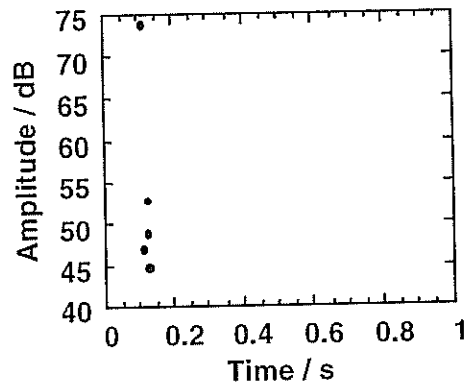


図5 金属ピン接触時のAE振幅

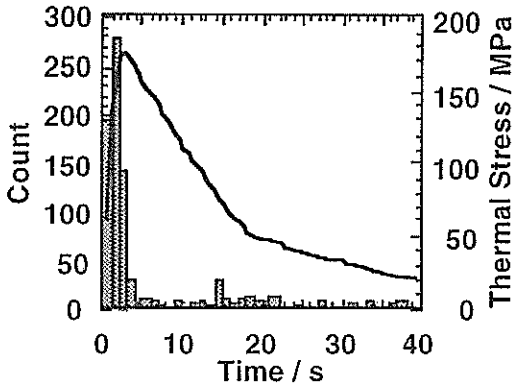


図6 熱衝撃破壊の際のAE発生挙動

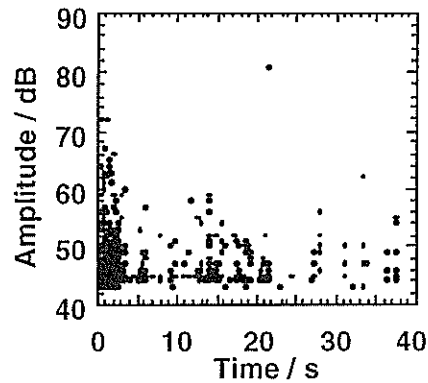


図7 熱衝撃破壊の際のAE振幅

ているが、15秒から23秒付近の間に次の顕著なAEの発生が存在することが理解できる。また検出されたAEの振幅を図7に示すが、15秒から23秒にかけて検出されたAEは低振幅よりは高振幅のものが比較的多いことが理解される。

熱衝撃後の試験片に生じたき裂は接触したピンのほぼ外周にそって半円状に生じ、そして、その両端から周辺部に向かってき裂が放射状に進展している事が観察された。これは、どの試験片でも同様の傾向を示した。

著者らは、昭和63年度の日産研究助成によってAE法を用いた微視割れ臨界応力の評価法を開発し、粒径 $12.2\mu\text{m}$ のアルミナセラミックスの微視割れ臨界応力は約 $170\text{MPa}$ と決定している。この結果を考慮すると、熱応力が最大(約 $180\text{MPa}$ )に達するまでの初期段階で微視き裂が発生し、その微視き裂から主き裂、すなわち半円状にき裂が生成されると結論される。その後、熱応力は減少しているが多くの高振幅AEが発生しており、導入されたき裂から半径方向にき裂進展が生じていると推察される。

#### 今後の課題と発展

現在までのところ、AE計測に重点を置いて研究を進めてきたため、熱応力の算出に課題を残している。すなわち、本研究で算出した熱応力分布はき裂が導入されていない状態での計算結果であり、き裂が15s以降に進展する際の応力状態は3sまでに生成したき裂の形状を考慮しなければならず、今後数値計算煮よって算出する必要がある。しかしながら、熱衝撃試験の際の微視き裂の生成及びき裂の進展がAE法によって検出され、セラミックスの熱衝撃破壊を理解する上で重要な知見が得られた。

今後は、多チャンネル計測によって、微視き裂の発生位置をリアルタイムで検出して熱衝撃破壊の際の微視破壊機構を詳細に解明し、熱衝撃破壊抵抗の新しい評価方法を確立すると同時に、き裂の進展に対する抵抗の高い材料、たとえば、ウイスカ強化セラミック複合材料を供試材にし、耐熱衝撃性の高い材料開発に対する指針を得る方向で、本研究を発展させていく所存である。

#### 発表論文

第10回アコースティック・エミッション総合コンファレンス論文集(1995),印刷中.