

新セラミックス材料創生用 A E プロセスモニタリング装置の開発

Development of AE Process Monitoring System for New Ceramic Materials

代表研究者 東京大学先端科学技術研究センター助教授 榎 学
Associate Professor, Research Center for Advanced Science and
Technology, The University of Tokyo
Manabu ENOKI

Acoustic emission method was developed to detect a signal due to microcracking or friction from new ceramic materials. Microfracture process in the SiC particulate glass matrix composites was analyzed by this method. Each microfracture was evaluated in the term of location, size and fracture mode. The relationship between microfracture process and mechanical properties was discussed. Also a stochastic microfracture process model which predicts independent microfracture and crack growth was proposed to analyze this microfracture process. It was demonstrated that the predicted data and experimental data were in good agreement.

研究目的

セラミックス材料特にセラミックス基複合材料においては、ホットプレス等での材料作製時において、冷却中にマトリックスと強化素材との熱膨張係数の差に起因する応力の発生により割れが発生することが問題となる。したがって、それを避けるためには試行錯誤的に焼成条件や冷却速度を決定しているのが現状である。しかし、それでは非能率的であり、またエネルギー的にも無駄が多い。非破壊的に焼成条件のモニタリングが行なえることが期待される。一方、A E (アコースティック・エミッション) は割れに伴う弾性波放出であり、材料の微視破壊過程の研究あるいは構造物の健全性のモニタリングのための手法として用いられてきた。特に代表研究者らのグループは、A E 原波形解析法と称して、微視割れの発生の際に生ずる A E 波形に対して逆問題解析を行なうことにより、個々の微視割れの大きさを定量的に導

出する手法を開発し、発展させてきた。

ガラス材料はその低熱膨張率や低誘電率により電子デバイス用材料として用いられているが、その低強度および低破壊靱性が問題となっている。よって、ガラス材料の用途を拡大するためには、これら力学的特性の改善が必要となっている。セラミックスと同様に、これらの力学的特性を向上するための方法として、表面での残留応力の生成、ガラスマトリックスの結晶化、連続繊維による強化、分散粒子による強化などの手法が提案されて、材料開発が進められている。その中でも分散粒子による強化は、微小な粒子を用いれば、他の機能的特性に影響を与えずに、力学特性を向上させることが可能であり、有望な手法であると期待される。

粒子分散ガラスの作製に関しては多くの研究がなされているが、その詳細な微視破壊機構に関しては必ずしも十分な報告がなされているとはいえない。そこで、これら

材料における微視破壊の実験的な解析および定量的な評価が重要な課題となっている。本研究では、種々の SiC 粒子分散ガラス複合材料を作製し、その強度および破壊靱性試験の際の A E を解析することにより、粒子分散ガラス複合材料における微視破壊過程および力学的特性を定量的に解明することを目的とする。

研究経過

従来 A E (アコースティック・エミッション) は、材料及び構造物の健全性の評価に主に使われてきた。すなわち、材料の負荷中に発生する、塑性変形や微視破壊により生ずる A E 信号を解析することにより、材料における破壊過程の解明が行われてきた。またこの応用として、化学プラントに使用されているタンク等の損傷のモニタリングが A E を用いて行われてきた。したがって、有効な A E 信号の解析には種々の雑音の除去が非常に重要であるが、そのための最適な A E 信号検出フィルターを開発できると期待できる。

本研究では、 $\text{PbO-SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3$ 系ガラスをマトリックスに SiC を分散粒子として用いた。界面での残留応力の発生をさけるために、SiC 粒子の熱膨張率に近いガラス系を選んだ。また、SiC 粒子の平均粒径は $8\ \mu\text{m}$ であり、体積分率を 0、5、10、20、30% とした。ガラス粉末と SiC 粒子はボールミルを用いて混合し、乾燥後ホットプレスにより Ar ガス雰囲気中で焼結した。試料の密度はアルキメデス法により、弾性率は超音波法により測定された。

曲げ強度は JIS 4 点曲げ試験片 ($3\times 4\times 40\text{mm}$) を用いて行い、上スパン 10mm、下スパン 30mm とした。クロスヘッド速度は 0.5mm/min であり、大気中で試験を行った。

破壊靱性試験は SEP B 試験片および

1/2CT 試験片を用いて行った。SEP B 試験では、JIS 4 点曲げ試験片にポップインキ裂を導入して試験を行った。また CT 試験ではノッチを導入後試験を行った。

4 点曲げ試験および破壊靱性試験の際の A E 測定を行った。A E 変換子は低雑音型の M304A (富士セラミックス) および A E 計測装置は DCM120E (JT) を用いた。曲げ試験および SEP B 試験片を用いた破壊靱性試験では、試験片の両端に A E 変換子を取り付け、A E 波形の計測および一次元位置標定を行った。また、CT 試験片を用いた破壊靱性試験では、6 チャンネルの A E 波形計測、三次元位置標定およびモーメントテンソル解析を行った。

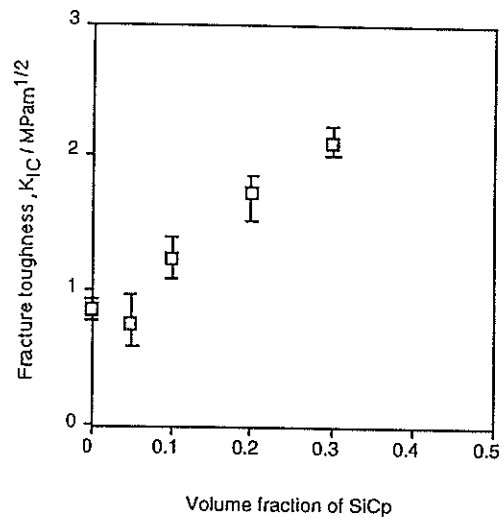


図1 破壊靱性値と体積率の関係

研究成果

まず、SiC 粒子の体積率 V_p と複合材料のヤング率 E_c との関係を求めた。SiC 粒子のヤング率、ガラスのヤング率を各々 E_p 、 E_m とすると、ほぼ $\ln(E_c) = V_p \ln(E_p) + (1-V_p) \ln(E_m)$ の関係があり、体積率の増加につれてヤング率が増加することがわかった。また、4 点曲げ強度とヤング率との関係は、

ほぼ比例関係にあることがわかった。また、その際の A E 挙動から、ガラス単体では、破断時のみに A E が発生するのに対して、複合材料では破断直前に多数の A E が発生することがわかった。また、体積率と A E 発生数の関係は、体積率が増加するにつれて発生数は増加した。また、試験時の最大引張応力と A E 発生位置との関係では、A E は上スパン内の最大応力領域部で発生していた。複合材料においては比較的低い応力から A E が発生する場合があります、それが強度の向上に関係することがわかる。

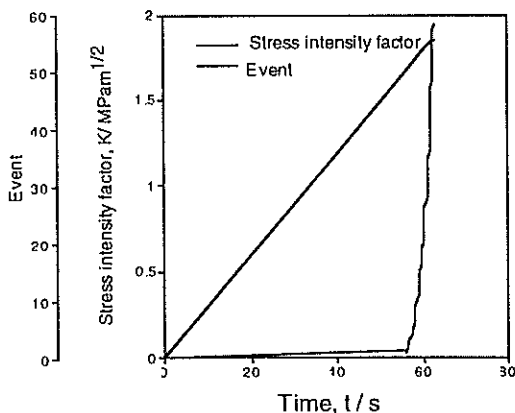


図2 破壊靱性試験の際の A E 挙動

次に、SEPB 試験片を用いた破壊靱性試験により得られた破壊靱性値 K_{IC} と体積率との関係とを図1に示す。曲げ試験の場合と同様に破壊靱性値はヤング率の増加につれて向上することがわかる。また、複合化することにより $2\text{MPam}^{1/2}$ 以上の破壊靱性値が得られた。体積率と A E 発生数との関係から、曲げ試験の場合と同様に、体積率が増加するにつれて A E 発生数が上昇することがわかる。また、A E 発生位置と応力拡大係数との関係から、A E は主にき裂の先端付近で発生していることがわかる。また、体積率が増えるにつれて靱性値は増加するが、それに伴い A E 発生開始点も上昇

する傾向にあることがわかった。また、発生位置の試験片長手方向へのばらつきが大きくなっており、これから微視破壊の生じるプロセスゾーンが拡大していることがわかる。このような体積率の変化による A E 発生挙動の変化は、弾性率の差だけでなく粒子間距離に違いにより、き裂先端付近の微視破壊過程が変化するためであると推定される。

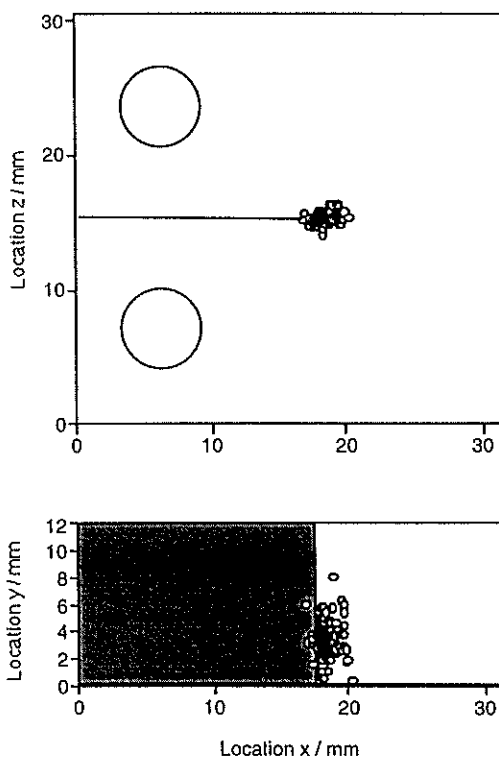


図3 破壊靱性試験の際の A E 位置標定結果 (30vol%)

図2に CT 試験片を用いた破壊靱性試験の際に得られた A E 挙動を示す。破断直前に A E が急増していることがわかる。SEPB 試験片を用いた試験と比べると、A E 発生開始の応力拡大係数が高くなっていることがわかった。これは試験片のき裂先端の形状の差によるものであると結論できる。すなわち、SEPB 試験片では完全なき裂であ

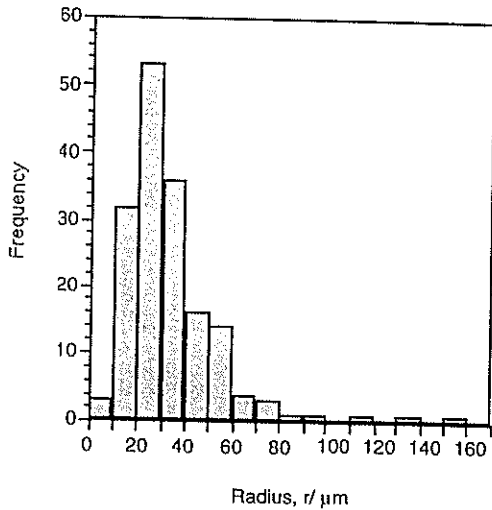


図4 モーメントテンソル解析により得られた微視割れの大きさの分布

るのに対して、CT試験片では鋭くしたといえノッチであったので、このようなAE発生開始の応力拡大係数の差になったと考えられる。次に、6チャンネルの波形計測した波形を用いて得られた三次元位置標定の結果を図3に示す。やはりAEは予き裂先端部分に発生していることがわかる。また、図4に解析されたモーメントテンソルの例を示す。大きさはほぼ粒子径程度であり、またせん断成分を有する破壊が生じていることがわかる。

以上をまとめると以下の結論が得られる。

(1) SiC粒子分散ガラス基複合材料においては、体積率の増加によりヤング率も増加し、また曲げ強度および破壊靱性値も向上することがわかった。(2) 曲げ強度試験においては、体積率の増加によりAE発生数も増加した。また、複合化することによりAE発生応力が低下し、微視破壊の発生により応力の再分配が生じ、それが強度向上に関係すると考えられる。(3) 破壊靱性試験においては、同様に体積率の増加によりAE発生数が増加した。粒子間距離に違いにより、き裂先端付近での微視破壊

過程が変化し、それが高靱化につながるためであると推定される。

今後の課題と発展

ガラス基複合材料の微視破壊をAE波形の逆問題解析を行うことにより定量的に評価できた。この結果、この複合材料においての高靱化機構を定量的に議論することが可能となり、材料開発への指針を与えることが期待される。本研究により粒子分散型ガラス基複合材料の微視破壊過程を定量的に評価できたが、構造材料の研究は高温材料の方向へ向かいつつある。したがって、本研究でできた解析が高温でも可能になることが望ましい。AE法は接触式の変換子を用いるために、高温での適用は難しい。よって、本解析のアルゴリズムを活用しながら、レーザー超音波法などの非接触式の検出系を用いる手法の開発が望まれる。また、本手法では等方弾性体と近似される試験片の場合しか解析できないが、繊維強化型複合材料では大きな弾性異方性が存在する。これら材料に適用可能な解析手法の改良も望まれる。

発表論文リスト

- ・ M. Enoki et al., Microfracture Process Analysis of Glass matrix Composites by Acoustic Emission Source Characterization, in The First US-Japan Symposium on Advances in NDT, (1996) 162-167.
- ・ M. Enoki et al., Acoustic Emission Source Characterization of SiC Particulate Glass Matrix Composites, in Progress in Acoustic Emission VIII, (1996) 64-69.
- ・ M. Enoki et al., Dynamic Fracture Mode Analysis of Glass Matrix Composites, in Advances in Fracture Research, Pergamon Press, (1997) 2981-2986.