アルミナセラミックスの破壊靱性に関する研究

大原 秀晴・横堀 寿光・野尻 啓市

(東北大学 工学部 機械工学第Ⅱ学科)

Experimental and Analytical Studies on Fracture Toughness of Alumina Ceramics

Hideharu OHARA, A. Toshimitsu YOKOBORI, Jr. and Keichi NOJIRI

(Department Mechanical Engineering II, Tohoku University)
(Aramaki, Aoba, Sendai-shi 980)

Experimental and analytical studies on fracture toughness of alumina ceramics were carried out, and the following results and conclusions were obtained.

(1) *The fracture toughness obtained by conventional fracture mechanics approach is apparent one, and increases with an increase of precrack length and shows a constant value in the range of larger crack length.*

(2) *This characteristics was explained by the interaction between a main precrack and inherent microcracks or voids near the crack tip.*

(3) *The microcrack is often induced near the tip of the notch during cutting under green sheet. The microcrack results in the deviation from the linear relation between load versus displacement, and decreases the fracture toughness.*

(4) *If we avoid the elimination of factors (2) and (3) would enhance the fracture toughness and decrease its scatter.*

[Received January 26, 1987; Accepted July 16, 1987]

Key-words : Alumina ceramics, Fracture toughness, The effect of crack length, Specimen size, Notch, Crack, Defect

1. 緒 言

セラミックス材料の強度は、空孔、内部欠陥等の影響を受けるため、精度の良い評価は困難である。特に、連続体力学に基づく破壊力学的手法がこのような、空孔内部欠陥を含む材料にどの程度適用できうるかを明確にすることは、セラミックスを構造材料として実用化する場合に重要な問題となろう。

そこで、本論文では、多結晶アルミナセラミックス材料を用いて破壊時の限界応力拡大係数（破壊靱性）に及ぼす、き裂長さ、試験片大きさの影響について実験的に調べ、それを統計的に解析して破壊強度の評価を行った。

2. 供試材、実験方法

供試材としては、表1に示す多結晶アルミナセラミックス（IC基板用）を用いた。試験片はグリーンシート時にプレスによって切欠きを導入し、それを焼結して図1及び表2に示す試験片に作製した。このような通常の切欠き導入法によると、図2に示すように先端半径 $\rho \approx 0$ 、切欠き開き角 θ は $40^\circ \sim 75^\circ$ の範囲のものが得られた。しかし、この ρ 及び θ の範囲では応力特異性については $1/\sqrt{r}$ 特異性が保たれている¹⁾。したがって、この切欠き長さはき裂長さとして取り扱ってよいことになる。実験としては3点曲げ試験を行い、負荷速度は0.5 mm/minとした。本来セラミックス材料は porosity

を含み厳密な意味での連続体ではない。この材料に連続体であることを前提とした破壊力学を適用するには、porosity に比べてき裂が十分長く、き裂に対して母材が近似的に連続体とみなしうることが必要条件となっている。したがって、どの程度のき裂長さから、セラミックスに含まれるボイドとの相互作用をうけるのかを明らかに

Table 1. Chemical composition and mechanical properties of materials use.

Composition	Al ₂ O ₃	96 %
	SiO ₂	
	MgO	4 %
	CaO	
Average grain size		$3.65 \times 10^{-3} \mu\text{m}$
Specific gravity		3.7
Bending strength		27 kg/mm ²
Compressive strength		200 kg/mm ²

Table 2. Dimension of the specimen.

Specimen No.	Width B (mm)	Crack length a (mm)	The number of specimens
1	12.5 ± 1.5	$0.04 \sim 0.02$	47
2	15.2	$0.09 \sim 0.12$	10
3	18.5 ± 1.5	$0.04 \sim 0.20$	47
4	25.2	$0.09 \sim 0.12$	10
5	30.5 ± 1.5	$0.04 \sim 0.20$	57
6	35.5 ± 0.5	$0.09 \sim 0.15$	20

(Total 191)

Fig. 1. Specimen dimension.

Fig. 2. The notch introduced (SEM).

にすることが重要である。本論文では、このような考え方に従って、種々にき裂長さを変えて、母材を連続体と考へて破壊靱性値をもとめ、どの程度のき裂長さから、porosityとの相互作用により、き裂に対して母材を連続体と考えられなくなるかを調べた。

そのように考えると、 K_{IC} は(1)式のように表される²⁾。

$$K_{IC} = \sigma_f \sqrt{\pi a} F\left(\frac{a}{t}\right) \quad (1)$$

ここで、破壊応力 σ_f 及び、 $F(a/t)$ はそれぞれ (2) 式、(3) 式で与えられる。

$$\sigma_f = \frac{2 P_0 S}{2 B (t-a)^2} \quad (2)$$

$$F\left(\frac{a}{t}\right) = 1.22 - 1.40 \times \left(\frac{a}{t}\right) + 7.33 \times \left(\frac{a}{t}\right)^2 - 13.08 \left(\frac{a}{t}\right)^3 + 14.0 \times \left(\frac{a}{t}\right)^4 \quad (3)$$

ここで、 a =切欠き(き裂)長さ、 t =板厚、 P_0 =破壊

(a)

(b)

(c)

Fig. 3. (a) The relation between K_{IC} and a/t , $B=12.5$ mm,(b) The relation between K_{IC} and a/t , $B=18.5$ mm,(c) The relation between K_{IC} and a/t , $B=30.5$ mm.

荷重、 S =スパン長さである。表1に示す試料はすべて(4)式を満たしている。すなわち、連続体であるとするれば平面ひずみ破壊靱性値となる条件を満たしている³⁾。

$$B, a \geq 2.5 \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_{YS}} \right)^2 \quad (4)$$

ただし、 σ_{YS} は単純引張降伏応力である。またき裂長さの方も $a/t \leq 0.6$ であって、(3)式の適用範囲を満たしている。板幅 B としては、6種類を用い、そのうち、 $B=12.5, 18.5$, 及び 30.5 mm の場合については、き裂長さ a も種々に変えてそれぞれ 47~57 本用いた。

3. 実験結果

3.1 破壊靱性値 K_{Ic} と、き裂深さ a との関係

図3(a), (b), (c)には、 $B = 12.5, 18.5, 30.5$ mmの場合についての K_{Ic} と a/t との関係の実験結果をしめした。本結果から、 K_{Ic} は $0.05 \leq a/t \leq 0.12$ において a/t の増加とともに若干増加する傾向を示している。 $B = 12.5, 30.5$ mm については、 $a/t > 0.12$ において、一定値に飽和する傾向を示す。他方、 $B = 18.5$ mm では、 $a/t \geq 0.13$ にて K_{Ic} は減少する傾向を示した。この K_{Ic} の減少する現象は、図4に示す3点曲げ試験における荷重-変位曲線が β 形曲線の特性を示し、直線的なぜい性破壊の荷重変位曲線を示さなかったことに対応していると考えられる。なお、 β 形曲線をしめす理由については3.2節に調べてある。 $B = 18.5$ mm, $a/t \geq 0.13$ の結果を除いて実験結果をまとめると図5のようになる。図6には K_{Ic} が a/t の増加によって、増加する領域内の $a/t = 0.1 \pm 0.005$ における K_{Ic} と B との関係を示しており、 B の増加とともに K_{Ic} 値が減少することが分かる。

Fig. 4. The relation between applied load P and displacement u .

Fig. 5. Schematic illustration of the experimental relation between K_{Ic} and a/t obtained.

それに対して K_{Ic} 値が a/t に対して一定となる $a/t = 0.13 \pm 0.005$ においては、図7に示すように $B \leq 32$ mm において K_{Ic} 値は B に依存せず一定値となる。したがって、 $a/t \geq 0.125$, $B \leq 32$ mm においては、 K_{Ic} の値は、 B , a/t によらず一定となり、すなわち、いわゆる平面ひずみ破壊靱性値が得られることになる。

3.2 破断面観察

破断面を図8(a), (b), (c)に示す。破断面は図8(a)に示すように、切欠き底から明視野領域として観察される粒界割れ領域を経て粒内割れに遷移しているものと図8(b)に示すような粒内割れのみの場合とが観察された。しかし、この破断面の相違は直接強度には影響を与えていないようである。なお、試料の一部には、切欠き先端延長方向に図8(c)に示すようなマイクロクラックが観察されるものがあった。これは前報⁴⁾で示したように、グリーンシート時に刃物にて切欠きを導入したときの圧縮応力に起因して生じた図9に示すマイクロクラックに対応するものと考えられる。このマイクロクラックの存在によって、母材の強度低下、コンプライアンスの増加をきたし図4に示した β 形曲線の特性を示したと思われる。図3(b)に示した $B = 18.5$ mm, $a/t \geq 0.13$

Fig. 6. The relation between K_{Ic} and specimen width B . $a/t \div 0.1$

Fig. 7. The relation between K_{Ic} and specimen width B . $a/t \div 0.13$

Fig. 8. The fracture surface (SEM).

- (a) The case in which grain boundary crack initiated near the crack tip.
 $B=12.70$ mm, $a=0.133$ mm
- (b) The case in which transcrystalline crack initiated near the crack tip.
 $B=12.05$ mm, $a=0.198$ mm
- (c) The case in which microcrack initiated in the extended direction in advance of the crack length.

Fig. 9. The microcrack initiated in the extended direction in advance of notch (crack) during the notch being provided in green sheet state.

mm の領域で K_{IC} 値が低下したのは、すべて β 形曲線の特性を示しており、このような切欠き導入時に生じたマイクロクラックの存在がその原因と考えられる。

4. 破壊靱性 K_{IC} と a/t との関係

導入付与したき裂(切欠き)を連続体中の単独き裂とみなしてもとめた破壊靱性 K_{IC} は主き裂長さ a が短いときは、図 3、図 5 にしめたように a の減少とともに低下するという結果を得た。2 章に述べたように、本実験は (4) 式なる平面ひずみ破壊靱性値としてみたすべき、 B , a の条件は満足している。したがって破壊靱性の実験値 K_{IC} 値が a の低下とともに低下するという原因は、他に存在することになる。その原因は、主き裂が短くなると、応力を負荷される場合に、主き裂の長さに対し、その先端近傍に存在するボイド、ないし微視き裂の長さの影響が無視できなくなることにあると考えられる。すなわち、主き裂とボイドないし微視き裂との相互作用力が強くなったことに起因するものと考えられる。

そこで、いま図 10 に示すように長さ l の主き裂とボイドないし微視き裂(長さ r のき裂とみなし)との相互作用を考慮した b 点での応力拡大係数として (6) 式が導かれる⁵⁾。

$$K_I(b) = \sigma \sqrt{\pi l} \sqrt{1 + \frac{r}{t_0}} \cdot \left[1 - \left(1 + \frac{t_0}{l} \right) \frac{E_1(k) - E_2(k)}{E_1(k)} \right] = \alpha_1 \sqrt{\pi l} \sigma \quad (6)$$

ここで、

$$\alpha_1 \equiv \sqrt{1 + \frac{r}{t_0}} \left[1 - \left(1 + \frac{t_0}{l} \right) \frac{E_1(k) - E_2(k)}{E_1(k)} \right] \quad (6a)$$

$l = a - b$, $t_0 = b - c$ = 主き裂とボイドないし微視き裂との対向先端距離, また, $E_1(k)$, $E_2(k)$ はそれぞれ第1種, 第2種完全だ円積分であり, $k = \sqrt{lr / (l + t_0)(r + t_0)}$ である. 他方, 単独き裂の応力拡大係数 K_0 は (7) 式で与えられる.

$$K_0 = \sqrt{\pi l} \sigma \quad (7)$$

(6) 式と (7) 式の比をとると, (8) 式を得る.

$$\frac{K_0}{K(b)} = \frac{1}{\alpha_1} \quad (8)$$

(8) 式による $K_0/K(b)$ を l/r に対して計算すると図11のようになる. $\alpha_1 > 1$ ($t \rightarrow \infty$ にて 1) であるから, (8) 式から分かるように, 相互干渉のある場合には実際の応力拡大係数 $K(b)$ は単独き裂の場合の応力拡大係数 K_0 よりも大きくなるのが分かる. ところで, このように近接微視き裂が存在する場合の破壊応力 σ_{bf}

Fig. 10. The interaction between unequal size, two coplanar cracks under tensile stress. l =main crack length, r =microcrack length, t_0 =the distance between the two opposed tips of each crack.

Fig. 11. The ratio of $K_0/K(b)$ versus l/r . K_0 =stress intensity factor for an isolated crack, $K(b)$ =stress intensity factor at the opposed tip of the main crack for two coplanar crack, l =length of main crack, r =length of microcrack, t_0 =the distance between the two opposed tips of each crack

は, 次のように, 近接微視き裂の存在しない単独き裂の場合の破壊応力 σ_{bf} よりも低下していることがしめされる. すなわち, いま, 破壊のクライテリオンとして線形力学におけるの常套手段のようにエネルギー条件を用いる次の限界条件を得る.

$$K_{Ic}(b) = K_{Ic0} = \text{一定} \quad (9)$$

ここで, (6) 式より破壊時の $K(b)$ として

$$K_{Ic}(b) = \alpha_1 \sqrt{\pi l} \sigma_{bf} \quad (10)$$

のように表わされ, また, (7) 式より, 破壊時の K_0 として,

$$K_{Ic0} = \sqrt{\pi l} \sigma_{bf} \quad (11)$$

のように表わされる. (10) 式と (11) 式を (9) 式に代入すると σ_{bf} と σ_{bf} の比は

$$\frac{\sigma_{bf}}{\sigma_{bf}} = \frac{1}{\alpha_1} \quad (12)$$

となる. すなわち, $\alpha_1 > 1$ であるから (12) 式から $\sigma_{bf} < \sigma_{bf}$ となることが分かる. さて, いわゆる従来の線形破壊力学の方法で実験的に求める破壊靱性値としては, 上述の相互作用を考え入れていないわけである. したがって, 応力拡大係数の頃のうちに σ に掛かる係数としては単独き裂としての係数 (すなわち, この場合には, (7) 式の $\sqrt{\pi l}$) を用いているのである. すなわち, 破壊靱性値 K_c としては

$$K_c = \sqrt{\pi l} \sigma_{bf} \quad (13)$$

として求めていることになる. このような意味で (13) 式は母材を予き裂と相互干渉するようなボイドや空気を内部に含まない連続体として求めていることになる. したがって, このようにして求めた K_c という値は, 見掛け上の破壊靱性値ということになる. 言い換えれば (13) 式で求めた K_c は, 予き裂の長さなどによらないで $\sqrt{l} \sigma_{bf}$ だけできまるといふ本来の破壊靱性ではない. ここで, σ_{bf} は, この場合に実験的に求めた破壊応力であって,

(11) 式と (13) 式から (14) 式のようになる.

$$\frac{K_c}{K_{Ic0}} = \frac{\sigma_{bf}}{\sigma_{bf}} \leq \frac{1}{\alpha_1} < 1 \quad (14)$$

$t_0 \rightarrow \infty$ にてはじめて $\alpha_1 = 1$, $K_c = K_{Ic0}$ となる. このようにして連続体中の単独き裂として求めた見掛け上の破壊靱性値 K_c は, (7) 式が成立する単独き裂の場合の破壊靱性値 $K_{Ic0} (= \sqrt{\pi l} \sigma_{bf})$ の値よりは低くなるのが分かる. しかも α_1 の値は (6a) 式, 図11に示すようにき裂長さ l (本論分では a) の減少とともに増加することから⁵⁾, 見掛けの破壊靱性値 K_c の値がき裂長さ (切欠き長さ) a の減少とともに低下するという図3, 図5の実験特性が説明される.

5. 破壊靱性値 K_c の平均値と分散の統計的取り扱い

セラミックス材の破壊靱性値 K_c は図3などに示した

ように、ばらつきが大きいので、統計的処理が必要である。統計的取り扱いにもいくつかの方法がある。確率過程としての取り扱いは後報に譲ることにする。ここでは、平均値特性と分散特性を求めることにした。まず各板幅

(a)

(b)

(c)

Fig. 12. Fracture toughness K_c plotted as Weibull paper.

B について実験した。き裂長さ全範囲にわたる破壊靱性値 K_c を一つの母集団に属するものとしてワイブル確率紙にプロットするとそれぞれ図 12 (a), (b), (c) のようになる。その平均値及び分散を表 3, 図 13 に示す。これらの結果より B 値が増加すると K_c の平均値は減少しワイブル係数 m 値も小さくなる。次に K_c が a に依存する領域 ($a \leq 0.125$ mm) と a に依存しない領域 ($a \geq 0.125$ mm) とが、それぞれ異なる母集団に属するものとして二つに分けて、各 B 値について、 K_c 値をワイブル確率紙にプロットしたものをそれぞれ図 14 (a), (b), (c), 図 15 (a), (b), (c) に、その平均値と分散を表 3, 図 16, 図 17 に示す。 $a \leq 0.125$ mm では、図 14 から K_c はワイブル分布にあまり従わないこと、また、図 16 から、 K_c の平均値は B 値の増加とともに 5 % 有意水準にて有意に減少していることが分かる。このことは、図 6 に示した $a \leq 0.125$ mm にて K_c 値が B の増加とともに減少するという実験特性を統計的に明確にしている。他方 $a \geq 0.125$ mm では、図 15 から K_c 値はワイブル分布にかなりよく従い、しかも図 17 から K_c 値は、 B によらず一定値をしめすこと、また、ワイブル係数も大きくなる (表 3) ことが分かる。各 B 値における $a \geq 0.125$ mm の K_c の平均値は表 3 から $a \leq 0.125$ mm のそれに比して有意に増加しており、このことは、図 3, 図 5 に示した K_c 値が a の増加と

Table 3. Mean values ($\bar{K}_c$) and the dispersion of $K_c(\phi^2)$, and Weibull coefficient (m).

Specimen width (mm) : B		12.5	18.5	30.5
All specimens	m	9.63	7.94	4.53
	$\bar{K}_c$	6.27	5.11	5.01
	ϕ^2	0.588	0.605	1.680
Crack length: $a \leq 0.125$ mm	m	6.01	10.38	4.49
	$\bar{K}_c$	5.95	4.68	4.39
	ϕ^2	1.307	0.284	1.255
Crack length: $a \geq 0.125$ mm	m	18.18	7.77	8.48
	$\bar{K}_c$	6.46	5.31	6.02
	ϕ^2	0.184	0.683	0.727

Fig. 13. The relation of mean value of fracture toughness to specimen width B . The horizontal dotted line shows the range of the specimen width introduced.

(a)

(a)

(b)

(b)

(c)

(c)

Fig. 14. Fracture toughness plotted as Weibull paper for $a \leq 0.125 \text{ mm}$.

Fig. 15. Fracture toughness plotted as Weibull paper for $a \geq 0.125 \text{ mm}$.

もに増加し、一定値に近づくという実験特性を統計的に明確にしたことになる。

6. 結 論

(1) き裂を連続体中の単独き裂として求めた破壊時の限界応力拡大係数, K_c , すなわち見掛けの破壊靱性値 K_c は, き裂長さの短い範囲すなわち, $a/t \leq 0.125$

Fig. 16. The relation of mean value of fracture toughness to specimen width B , for $a \leq 0.125$ mm. The horizontal dotted line shows the range of the specimen width introduced.

Fig. 17. The relation of mean value of fracture toughness to specimen width B , for $a \geq 0.125$ mm. The horizontal dotted line shows the range of the specimen width introduced.

にては a/t の増加とともに増加し、き裂長さが長くなると、すなわち $a/t \geq 0.125$ にて一定値に飽和する。また $a/t \leq 0.125$ においては板幅 B の増加とともに K_c 値は減少する。したがって破壊靱性値が材料固有の一定値をしめすのは、 $a/t \geq 0.125$, $B \leq 32$ mm の範囲である。

この領域での破壊靱性値 K_c は $4 \sim 7 \text{ kgmm}^{-3/2}$ であり、その変動幅は全範囲の値を採用した場合の K_c 値のばらつきに比べて小さくなる。

(2) $a/t \leq 0.125$ で K_c 値がき裂長さ a とともに変化することは、実験値のばらつきではなくして、アルミナセラミックスに含まれる微視き裂ないしボイドと主き裂との相互作用効果であると考えられる。

(3) 切欠き導入時に生ずるマイクロクラックや板幅 B の増加に伴う形状効果も K_c 値を減少させることになると考えられる。切欠き導入時にマイクロクラックが生じた場合、荷重-変位曲線は、ぜい性破壊に固有な直線的な荷重-変位特性を示さず、非線形な荷重-変位特性を示す。

(4) したがって、結論 (2), (3) の原因を取り除くことによって、本来の K 値を大きくし、かつ、そのばらつきを減少させることができる。

謝 辞 最後に、本研究に終始御助言、御助力頂いた、(株)日立化成工業に謝意を表する。

文 献

- 1) 淡路英夫, 横堀寿光, 横堀武夫, 日本材料強度学会誌, 20, 24 (1985); A. Awaji, A. T. Yokobori, Jr. and T. Yokobori, *Computers & Structures*, Vol. 22, No. 1 (1986) p. 25
- 2) H. Tada, "The Stress Analysis of Cracks Hand book", Del Research Corporation, Hellertown, Pa., U. S. A. (1973).
- 3) Annual Book of ASTM Standards Part 31 (1970) E 399, p. 911.
- 4) 大原秀晴, 横堀寿光, 野尻啓市, 内藤紳司, 窯協, 93, 81-88 (1985).
- 5) T. Yokobori, M. Ohashi and M. Ichikawa, Rep. Inst. Str. Frac. Mat. Tohoku Univ. (東北大学材料強度研究施設報告), Vol. 1, No. 2 (1965) 33; A. Kamei and T. Yokobori, *ibid.*, Vol. 10, No. 2 (1974).