予き裂導入試片を用いた構造用セラミックスの 破壊靱性評価 (第2報)

—— ポップイン予き裂発生源としての圧子圧入き裂が有する残留応力の影響 ——

西田 俊彦・塩野 剛司・長井 淳夫・西川 友三

(京都工芸繊維大学工芸学部物質工学科, 606 京都市左京区松ヶ崎)

Evaluation of Fracture Toughness for Structural Ceramics Using SEPB Specimens (Part 2)

—— Effect of Residual Stress around an Indentation-Induced Crack
as a Starter of Pop-in Preckack ——

Toshihiko NISHIDA, Takeshi SHIONO, Atsuo NAGAI and Tomozo NISHIKAWA

(Department of Chemistry and Materials Technology, Faculty of Engineering and Design,
Kyoto Institute of Technology, Matsugasaki, Sakyo-ku, Kyoto-shi 606)

Fracture toughness (K_{IC}) of polycrystalline silicon carbide and alumina was evaluated using a single edge precracked beam (SEPB) technique. A Knoop indentation-induced microcrack was introduced into a specimen, and then a sharp pop-in precrack was followed by applying the bridge indentation method. The relative precrack length (a/W) was varied by changing the indentation load (20, 30, 50 kgf) and/or the width of support groove (4, 5, 6 mm). The precracked specimens were fractured by three-point bending under a cross-head speed of 0.5 mm/min at room temperature. K_{IC} values decreased with the increase in the indentation load in the range of $0.2 < a/W < 0.8$ for silicon carbide and $a/W < 0.35$ for alumina, respectively. The indentation load dependence on the K_{IC} values was discussed from the residual stress around the indentation-induced crack and the crack mouth opening displacement (CMOD) of SEPB specimens.

[Received December 14, 1988; Accepted May 16, 1989]

Key-words : Fracture toughness, Alumina, Silicon carbide, Precrack, Indentation crack, Residual stress, Crack mouth opening displacement

1. 緒 言

機械用・構造用セラミックスの破壊靱性値 K_{IC} を測定するために、今日まで種々の評価法が提案されてきている¹⁾。その中で、ポップイン予き裂導入試片を曲げ破壊する方法 (Single Edge Precracked Beam 法, 以下 SEPB 法と略す) は、測定原理が簡明で、測定値にばらつきが少ないなどの長所が明らかにされ^{2), 3)}, ファインセラミックスの有望な K_{IC} 評価法であるとの認識が高まってきている⁴⁾。著者らも先に、二、三の構造用セラミックスを用いて、SEPB 法を実施する際の具体的な技術上の問題点と、測定値の再現性に関する報告を行った⁵⁾。

SEPB 法では、試片にポップイン予き裂を導入する際、その発生源として微小圧子圧入き裂や機械ノッチが採用されてきたが、操作が簡単でポップイン荷重を低くできる点で、圧子圧入き裂が賞用される。しかしこのようにして求めた K_{IC} 値に、圧子圧入荷重依存性あるいは予き裂長さ依存性が認められることも一部に報告され始

めており^{4), 5)}、その原因に対する調査が必要である。そこで本報では、圧子圧入荷重とポップイン予き裂長さを段階的に変えた試片を調製して、一連の破壊靱性評価試験を行い、圧子圧入荷重が K_{IC} 値に与える影響について、詳細に検討した結果を報告する。

2. 実験方法

供試材は炭化ケイ素と α -アルミナの常圧焼結体で、それぞれイビデン、日本化学陶業より提供されたものである。試験片寸法はファインセラミックスの曲げ強さ試験 (JIS R 1601) 用の半分の長さ、すなわち厚み $B \times$ 幅 $W \times$ 長さ L が $3 \times 4 \times 20$ mm の直方体である。SEPB 法で K_{IC} を測定する場合、この程度の短い試片を採用しても、測定値の信頼性が確保できることは、既に実験的に確かめられている^{4), 5)}。この試片の一面の中央部に試片の長手方向と直角に半楕円形のき裂が発生するように、15 秒間ヌープ圧子を圧入し、これを予き裂発生源として、予き裂導入治具 (マルトー BI プレクラッカー

MBK-603C) を使って, ポップイン予き裂を導入した。予き裂の導入はポップイン音によって確認するとともに, 直ちに除荷し, ポップイン予き裂が更にスロークラックグロースするのを防いだ。圧子圧入荷重は, 微小き裂が円滑に発生する条件として 20, 30, 50 kgf の 3 種類とし, また予き裂導入治具の溝幅を 4, 5, 6 mm と変えることによって, 種々のポップイン予き裂長さの試片を調製した。

曲げ破壊試験はスパン 16 mm の 3 点曲げを採用し, クロスヘッド速度 0.5 mm/min, 室温大気中で行った。そして K_{Ic} (MPa $\cdot$ m^{0.5}) は ASTM⁶⁾ に示される次式によって算出した。

$$K_{Ic} = \frac{0.3101 P_f S}{BW^{1.5}} \cdot f(a/W)$$

$$f(a/W) = 1.5(a/W)^{0.5}$$

$$\cdot \frac{1.99 - (a/W)(1 - (a/W))(2.15 - 3.93(a/W) + 2.7(a/W)^2)}{(1 + 2(a/W))(1 - (a/W)^{1.5})}$$

(1)

ここで P_f は破壊荷重 (kgf), S はスパン (mm), a は予き裂長さ (mm) である (SI 単位系では, 係数 0.3101 が不要となる)。炭化ケイ素試片の破面上には, 微小圧子圧入き裂, ポップイン予き裂, 並びにそれに続く脆性破面の境界が, 肉眼でも観察された。一方, アルミナ試片では, 破面から予き裂長さを読み取りにくかったので, 予き裂導入後破壊前の試片に, あらかじめインクを含浸させた⁵⁾。いずれの試片も, 予き裂長さは破面を万能投影機 (三豊製作所, PJ-250) 上で 20 倍に拡大し, スケールを当てて ± 0.025 mm の精度で読み取った。

なお SEPB 法を実施する際には, ポップイン予き裂前縁の傾き (予き裂前縁がき裂進展方向に対して垂直にならないこと), 並びに, 破面の曲がり (予き裂及び脆性破壊時の破面が, 直方体試片の幅 W -厚さ B 平面から逸れてしまうこと) が生じ, これらの不具合は測定値のばらつきを招きやすい。そこで以下, 実験結果を取り扱う上で, 前者については, 試片厚さ B の 4 分割 3 点の予き裂長さの測定値のうち, いずれの 2 点の差も平均値の 10% 以内, また後者については, 試片幅 W の 10% 以内, という条件の両方を満足した場合のみの値を採用した。

3. 実験結果と考察

3.1 K_{Ic} に及ぼす予き裂発生源としての微小圧子圧入荷重の影響

3 種類のヌープ圧子圧入荷重下における, 炭化ケイ素とアルミナ焼結体の K_{Ic} の平均値と, そのばらつきを表 1(a), (b) に示す。炭化ケイ素には K_{Ic} に及ぼす圧子圧入荷重依存性が明確に現れ, 圧入荷重が大きいくほど, K_{Ic} は低く評価されている。なお 50 kgf の圧入を行うと,

Table 1. Effect of Knoop indentation load on fracture toughness measured by SEPB method.

(a)

I.L.(kgf)	SiC	Al ₂ O ₃
	0.20 < a/W < 0.80	0.15 < a/W < 0.80
20	2.15 ± 0.12	4.88 ± 0.32
30	1.80 ± 0.30	4.66 ± 0.32
50	1.46 ± 0.47*	4.71 ± 0.47

* Specimens with lateral crack were eliminated.

K_{Ic} (MPa $\cdot$ m^{0.5})

(b)

I.L.(kgf)	Al ₂ O ₃	
	0.15 < a/W < 0.35	0.35 < a/W < 0.80
20	4.53 ± 0.15	5.03 ± 0.16
30	4.39 ± 0.15	4.92 ± 0.19
50	4.17 ± 0.03	5.03 ± 0.35

K_{Ic} (MPa $\cdot$ m^{0.5})

Fig. 1. Schematics of the residual stress effect of indentation-induced microcrack (a, b) and pop-in pre-crack (c).

炭化ケイ素では表面のはく離が顕著に起こる場合が生じたので, そのときのデータは除いてある。一方アルミナについての結果には, 圧入荷重依存性がないように見えるが, その内容を相対予き裂長さ (a/W) の範囲でデータを二分すると, 同表 (b) に示したように, 予き裂の短い場合 ($0.15 < a/W < 0.35$) には, 炭化ケイ素と同じ傾向の圧入荷重依存性が明らかになった。同様の傾向は窒化ケイ素の SEPB 試験においても既に報告されている⁷⁾。

この原因としてまず考えられる可能性は, CSF (Controlled Surface Flaw) 法で K_{Ic} を評価する場合に既に指摘されてきたように⁸⁾, 予き裂発生源として導入された微小圧痕直下の圧縮残留応力の影響が挙げられる。図 1 にその事情を模式的に示す。すなわち, セラミッ

クスのような脆性材料においては、圧子圧入操作に伴う塑性的な変形によって圧痕を生じるとともに、半楕円形の微小垂直き裂 (Median crack) を発生する (図 1 (a)). 除荷後の塑性変形域は破面間に圧縮応力を残留させ、その反作用として微小き裂先端には引張り応力が発生する (b). この引張り応力はポップイン予き裂導入後もある程度残留していることが予想される (c). そして圧子圧入荷重と残留応力量との間に何らかの正の関係があり、また残留応力が K_{Ic} 測定時の曲げ破壊荷重を過小評価する原因になったとすると、圧入荷重の高い場合に K_{Ic} が低く評価されることになる。

表 1 の圧入荷重依存性の原因として考えられるもう一つの可能性としては、 K_{Ic} 値がポップイン予き裂長さに依存する効果がある。先に報告⁵⁾したように、圧子圧入荷重の大きさとポップイン予き裂長さとの間には負の関係がある。すなわち、予き裂発生源となる微小き裂が小さいほど、ポップイン荷重は上昇し、ポップイン予き裂は長くなる。このことを考慮すると、予き裂が長い (圧子圧入荷重が小さい) ほど K_{Ic} 値が高くなるという表 1 の傾向は、上昇型の R 曲線効果と類似の現象と解釈することもできよう。本来、 R 曲線効果とは、き裂が安定的に成長する過程で、プロセスゾーンやプロセスゾーンウェイクが発達したり、破面間相互作用が増加したりすることによって K 値が上昇するものと考えられている⁹⁾。本実験結果は長さの異なるポップイン予き裂からの破壊を比較しているので、上述の R 曲線効果の定義と少し事情は異なることになるが、炭化ケイ素やアルミナのポップイン予き裂破面と安定破壊面の凹凸状態を表面粗さ計で測定した範囲においては、その状態に明確な差異は認められなかった。このことはポップイン予き裂長さが異なる場合にも、破面間相互作用のような K 値のき裂長さ依存性が出現しているのかも知れないことを示唆すると考えられる。

以上二つの可能性のうち、どちらが主な原因であるかを検討するため、破壊荷重と相対予き裂長さの関係を整理し直した。すなわち、(1) 式に示した K_{Ic} 算出式を変形して、 $P_S/BW^{1.5}$ と $f(a/W)^{-1}$ の関係を SI 単位でプロットすると、その勾配が K_{Ic} となる。微小圧子圧入荷重を変えた場合の炭化ケイ素とアルミナについての結果 (表 1 のオリジナルデータ) を図 2, 3 に示す。それぞれの図中には、圧痕直下の残留応力を除くため、20 kgf のヌープ圧子圧入き裂からポップイン予き裂を発生させた後、圧子圧入表面を圧痕深さの 3~4 倍程度研磨除去¹⁰⁾した場合のデータを追加してある。また炭化ケイ素では、50 kgf の圧入荷重のとき、横方向き裂 (Lateral crack) の発達によって圧痕周辺が表面はく離を起こすことが多かったため、そのデータは記号を変えてプロットした。

Fig. 2. Fracture load as a function of relative crack length (a/W) for a polycrystalline silicon carbide.

Fig. 3. Fracture load as a function of relative crack length (a/W) for a polycrystalline alumina.

どちらの焼結体も残留応力を研磨除去した場合のプロットは、かなり広い a/W の範囲で原点を通る直線関係を満足し、その勾配から炭化ケイ素とアルミナの K_{Ic} はそれぞれ 2.3, 5.0 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$ と決定された。そしてこの結果は、本実験で現れた K_{Ic} の圧子圧入荷重依存性の原因が、ポップイン予き裂長さに依存するのではなく主に圧こん周辺の残留応力の影響にあったことを強く示唆している。しかも炭化ケイ素では、圧入荷重の増大とともに、プロットが低荷重側に平行移動する傾向が認められている。また、圧痕周辺の表面はく離した場合のデータは、圧入荷重が高いにもかかわらず、ほぼ研磨によって残留応力を除去した結果と一致することから、この種のはく離は残留圧縮応力の解放をもたらすものと解釈される。一方、アルミナでは、プロットの大半が原点を通る直線関係を満足し、予き裂長さが短い場合 ($a/W < 0.35$) のみ残留応力の影響が現れ、その破壊荷重に低下の傾向が認められた。図 2, 3 に見られる炭化ケイ素とアルミナの破壊挙動の相異については 3.3 節で考察す

る。なお、(1)式で K_{Ic} を算出する場合、予き裂導入試片には残留応力がないことが前提である。すなわち先に表1にまとめたデータは、図2, 3に示した個々のプロットと原点を結んだ勾配として算出された K_{Ic} 値とその分散を得ていることになる。アルミナと比べて炭化ケイ素の K_{Ic} 値が顕著な圧入荷重依存性を示し、しかもそのばらつきは圧入荷重が高いほど大きくなった原因として、残留応力効果の大きいことが理解できる。

3.2 微小圧子圧入時に導入される残留応力

先に図1に示したように、微小圧子を圧入することによってセラミックス表面に導入された圧縮残留応力は、塑性変形によってもたらされた物質移動が、圧痕直下の破面の両側から、き裂を開口させるように隆起した結果として発生するものと考えられている¹¹⁾。この隆起を実験的に確認する目的で、 K_{Ic} 測定後の破面の凹凸状態を表面粗さ計 (小坂製作所 SEF-3 FK) で測定した。図4に炭化ケイ素の微小圧子圧入き裂周辺の破面の様子を示す。圧痕直下には微細なき裂が多数発生しており、また破面そのものにも数 μm 程度の凹凸が存在するため、再現性の良い結果は得にくかったが、炭化ケイ素では圧痕直下に若干の隆起を認め得る場合が多かった。しかしアルミナについては、破面自体の凹凸が $\pm 5 \mu\text{m}$ 程度もあったために同様の観察が困難であった。

図5 (a), (b) は、それぞれ炭化ケイ素とアルミナの圧痕直下の破面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真である。炭化ケイ素はかなり脆性なので、圧子圧入方向 (写真の上下方向) と平行に細かい縦のき裂が沢山発生しており、それらが連結して破面と平行にはく離を起こした部分も認められた。これに対してアルミナでは、圧子圧入方向と垂直に粒界破壊が進行していることが特徴的であった。いずれにしてもこれらの微小き裂の観察は、圧子圧入時にセラミックス中に生じる塑性的な挙動の内容が、微小き裂の発生を伴っており、その際の体積膨張が圧縮残留応力発生原因の一つとなっていることを示唆してい

る。

圧縮残留応力の実態を調べるためのもう一つの手段として、ヌープ圧子を圧入し除荷後にも残っている微小き裂の開口を評価することを試みた。すなわち図6に模式的に示すように、ヌープ圧子をセラミックス表面に圧入後除荷すると、菱形圧痕の長軸方向の延長上にき裂が発生し、少し開口した状態に留まることが観察される。本実験で用いた炭化ケイ素やアルミナでは、焼結体内部に向かって半楕円形の垂直き裂が発生していると考えられるので、圧痕中心からき裂先端までの長さを l_1 、発生した微小き裂の長さを l_2 、き裂発生点でのき裂幅を δ_2 とすると、圧痕直下におけるき裂の開口量 δ_1 は、単純な比例関係を仮定すると (2) 式で概算されることになる。

$$\delta_1 = \delta_2 \cdot \frac{l_1}{l_2} \quad (2)$$

Fig. 4. A profile of the fracture surface at the periphery of an indentation-induced crack for a polycrystalline silicon carbide.

(a) SiC

(b) Al₂O₃

Fig. 5. SEM photographs of microcracks beneath a Knoop indentation impression for a polycrystalline silicon carbide (a) and an alumina (b).

Fig. 6. A model for Knoop indentation-induced surface flaw.

Table 2. Geometrical parameters of a Knoop impression and the induced crack shown in Fig. 6 for a polycrystalline alumina.

IL(kgf)	$l_1(\mu\text{m})$	$l_2(\mu\text{m})$	$\delta_1(\mu\text{m})$	$\delta_2(\mu\text{m})$
20	316 ± 8.5	112 ± 9.8	0.49 ± 0.11	0.17 ± 0.03
30	423 ± 6.8	156 ± 8.3	0.83 ± 0.14	0.31 ± 0.04
50	534 ± 3.2	142 ± 3.3	1.45 ± 0.25	0.37 ± 0.07

炭化ケイ素では、圧痕からの主き裂のほかに数本の微小き裂が放射状に発生する傾向があり、 δ_2 の計測が事実上無意味であった。一方、アルミナでは、圧痕の長軸方向に明瞭な主き裂が認められる場合が多かったので、SEM写真より l_1 、 l_2 、 δ_2 を計測し、 δ_1 を算出した。結果を表2に示す。き裂の発生状態が複雑なので、表の数値はかなり過小評価されている可能性が高いことを考慮すれば、残留応力の原因となる破面の隆起は、ヌープ圧子圧入き裂を数 μm 程度開口させる役割を果たしていると推察できるかも知れない。ただしこのことについては、ガラスのようなモデル材料を用いた詳細な実験を通して、更に定量的に調査しておく必要があろう。

なお、これと同様の開口量の測定は、ポップイン予き裂導入後の試片表面についても試みたが、データのばらつきが大きく定量化できなかった。

3.3 曲げ破壊時の開口変位について

試片を完全弾性体とすると、SEPB試片を曲げ破壊させたときの開口量(CMOD)は(3)式で与えられる¹²⁾。

$$\delta_f = \frac{4\sigma_f a}{E'} \cdot V(a/W)$$

$$V(a/W) = 0.76 - 2.28(a/W) + 3.87(a/W)^2 - 2.04(a/W)^3 + \frac{0.66}{(1-(a/W))^2} \quad (3)$$

ここで E' は弾性率である。そしてガラスや窒化ケイ素のような高脆性セラミックスで、(3)式の関係がかなり厳密に成立することは、レーザー干渉型の高精度変位計を用いた実験によって、既に確かめられている¹³⁾。

図7は本実験で用いた炭化ケイ素とアルミナ焼結体について、破壊荷重、試片形状、相対予き裂長さ、弾性率のデータを用いて δ_f を算出した結果である。 E' は室温における曲げ共振法による実測値として炭化ケイ素、アルミナでそれぞれ400、380 GPaを用いた(ポアソン比

Fig. 7. CMOD at the onset of brittle fracture of SEPB specimen as a function of relative crack length (a/W) for a polycrystalline silicon carbide and an alumina.

の効果は小さいので無視した)。炭化ケイ素の σ_f には残留応力の影響がかなり寄与しており、プロットのばらつきが大きくなっているが、JIS R 1601サイズの試片を使ってSEPB試験を行った場合の δ_f は、広い a/W の範囲にわたって4 μm 以下となる。またアルミナについて K_{Ic} 値に残留応力の影響が現れた $a/W < 0.35$ の範囲の δ_f も、せいぜい4 μm 以下であることが分かる。先に3.2節で考察したように、微小圧子圧入時の圧痕直下に生じる残留応力効果(圧子圧入き裂を開口させる作用)は、き裂が数 μm 開口するまで影響を及ぼすであろうと推察され、この値は上述の δ_f とほぼ対応する値と考えられる。

炭化ケイ素は δ_f が小さいために、本研究で採用された予き裂長さの範囲($0.2 < a/W < 0.8$)にわたって、圧子圧入荷重依存性、すなわち残留応力の効果が現れることになる(図2)。これに対してアルミナでは δ_f がかなり大きくなるから、予き裂長さが短いとき($a/W < 0.35$)にだけ残留応力の効果が現れてくるものと推察される(図3)。

4. 総 括

予き裂導入曲げ破壊試験法(SEPB法)でセラミックスの K_{Ic} を評価する場合、予き裂発生源として微小圧子圧入き裂を利用すると簡便であるが、測定値に圧子圧入荷重依存性、ないしは予き裂長さ依存性が現れることがある。本報では、炭化ケイ素とアルミナ焼結体の測定結果を整理して、実態を明らかにするとともに、それが圧痕直下の残留応力に由来することを、曲げ破壊時の開口量の検討を通して明らかにした。その結果、SEPB法による K_{Ic} 値の評価に際しては、予き裂発生源の調整条件、ポップイン予き裂の長さ、試片の寸法などに十分な配慮が必要であると結論された。

文 献

- 1) 宮田 昇, “セラミックスの力学的特性評価”, 西田俊彦, 安田榮一編著, 日刊工業新聞社 (1986) pp. 63-95.
 - 2) 貞廣孟史, 粉体および粉末冶金, **33**, 422-25 (1986).
 - 3) T. Nose and T. Fujii, *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**, 328-33 (1988).
 - 4) 日本ファインセラミックス協会, “ファインセラミックスの標準化に関する調査報告書” (1988) pp. 96-201.
 - 5) 西田俊彦, 塩野剛司, 長井淳夫, 西川友三, セラミックス論文誌, **96**, 608-12 (1988).
 - 6) ASTM STP E 399-83.
 - 7) 村上宣光, 阪口修司, 若井史博, 窯協, **95**, 1034-36 (1987).
 - 8) J. J. Petrovic, L. A. Jacobson, P. K. Talty and K. Vasudevan, *J. Am. Ceram. Soc.*, **58**, 113-16 (1975).
 - 9) S. W. Freiman, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **67**, 392-402 (1988).
 - 10) J. J. Petrovic, R. A. Dirks, L. A. Jacobson and M. G. Mendiratta, *J. Am. Ceram. Soc.*, **59**, 177-78 (1976).
 - 11) B. R. Lawn and M. V. Swain, *J. Mater. Soc.*, **10**, 113-22 (1975) など.
 - 12) 岡村弘之, “線形破壊力学入門”, 培風館 (1976) p. 218.
 - 13) M. G. Jenkins, A. S. Kobayashi, M. Sakai, K. W. White and R. C. Bradt, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **66**, 1734-38 (1987).
-