金属-セラミック複合材料の動的破壊靱性評価

小林 俊 郎* 小 出 芳 弘**
平 石 久 志*** 新 谷 京 宣***

J. Japan Inst. Metals, Vol. 50, No. 9 (1986), pp. 852-857

Evaluation of Dynamic Fracture Toughness in a Metal-Ceramic Composite

Toshiro Kobayashi*, Yoshihiro Koide**, Hisashi Hiraishi***
and Atsunobu Shintani***

Fracture behavior of a newly developed metal-ceramic composite has been studied. Especially the effect of impact loading has been mainly studied and fracture mechanics analysis has been carried out.

The dynamic fracture toughness at room temperature of a metal-ceramic composite has been evaluated by the absorbed energy method and by the impact load obtained from an instrumented Charpy type impact test which can easily evaluate the dynamic fracture toughness of materials.

The fracture strength of brittle material is generally apt to have values widely varied, and therefore, the value of the fracture toughness of this material should be defined statistically. Thus, its dynamic fracture toughness has been analyzed by Weibull distribution which is popularly used for the statistical analysis of the fracture strength. As a result, K_{I}^{dyn} value evaluated from Kalthoff's formula has been found to be most reliable. Moreover, the critical flaw size has been estimated in the unnotched specimen. As a result, the flaw size has corresponded to the acicular ceramic particle size.

(Received March 29, 1986)

Keywords : dynamic fracture toughness, instrumented Charpy impact test, brittle material, Weibull distribution, metal-ceramic composite

I. 結 言

近年、製鉄所における省エネルギー指向として、高温部材にセラミックスを適用する例が多数報告されている。例えば、連続鋳造設備などでは圧延機ロール表面に熱的、機械的負荷に対するき裂進展抵抗を付与するためにセラミックス複合材(金属、セラミックス)などを用い、断熱性を有効に付与している。

しかし、このような材料はセラミックスを含むために、脆性の破壊挙動に対する安全性の保証が必要である。また、静的な負荷に対する破壊のほか、動的な負荷に対する破壊の評価も重要である。

そこで本研究では、材料の動的破壊靱性を簡便且つ有効に評価し得る計装化シャルピー式衝撃試験機⁽¹⁾を用い、新たに開発された金属-セラミックス複合材料の室温における動的破壊靱性を評価した。

計装化シャルピー式衝撃試験から得られる主なデータに

は、吸収エネルギーと衝撃荷重が挙げられるが、本研究ではこれら2つのデータから、それぞれ動的破壊靱性値を求めた。

また、この材料は脆性的な要素が強く、それを裏づけるように、脆性材料特有の破壊強度のばらつきが見られる。そこで、得られた各破壊靱性値について、破壊強度の統計的解析に広く用いられているワイブル分布を利用し、それぞれの値のばらつき、妥当性などを検討した。

更に、無溝試験片により、破壊の起点となる欠陥寸法を推定し、微細構造との対応について検討した。

II. 実 験 方 法

1. 供 試 材

本研究に用いた複合材料は、Ni 基耐熱合金マトリックス中に、炭化 Cr 系セラミックス粒子を 30 wt% 分散させた新材料である⁽²⁾。

試験片形状を Fig.1 に示す。切欠は、放電加工により

* 豊橋技術科学大学 (Toyohashi University of Technology, Toyohashi)

** 豊橋技術科学大学大学院生、現在：日本鋼管株式会社 (Graduate Student, Toyohashi University of Technology, Toyohashi. Present address: Nippon Kokan K.K., Tokyo)

*** 久保田鉄工株式会社素材研究第2部 (Material R & D Dept. II, Kubota, Ltd., Hirakata)

Fig.1 Specimen geometry.

種々の深さに導入した。この切欠の先端半径(ρ)は、約 0.03 mm である。

2. 計装化シャルピー式衝撃試験

上記の試験片を室温(約 293 K)にて、容量 14.7 J の計装化シャルピー式衝撃試験機⁽¹⁾により試験した。

衝撃速度は、慣性荷重の影響をできるだけ小さくするため、Server⁽³⁾により提唱された条件を満足するよう選択した。

Server によると、慣性荷重の影響を受けにくく、荷重-変位曲線から得られる破壊荷重(P_m)を静的な破壊靱性算出式に適用できる条件を以下のように表している⁽³⁾。

$$E_0 \geq 3E_i \quad (1)$$

E_0 : 負荷エネルギー

E_i : 公称き裂発生エネルギー

$$t_f \geq 3\tau \quad (2)$$

t_f : 破壊時間

ここで τ は、試験片の衝撃に伴う振動の周期であり、次式で与えられる⁽⁴⁾。

$$\tau = 1.68 \frac{l}{c_0} \left(\frac{W}{S} \right)^{1/2} (E \cdot B \cdot C_s)^{1/2} \quad (3)$$

l : スパン

c_0 : 試験片中の音速

W : 試験片幅

B : 試験片厚さ

E : ヤング率

C_s : 試験片のコンプライアンス

以上の条件を満たすように、衝撃速度は 0.8 m/s (付加エネルギー容量: 0.15 J) とした。

吸収エネルギーは試験機の摩擦損失を考慮し、ハンマの持ち上げ角および振上り角から求めた。同時に荷重-変位曲線を記録し、破壊荷重(P_m)、公称き裂発生エネルギー(E_i)を求めた。

3. 破面観察

衝撃試験後の試験片破面を走査型電子顕微鏡(日立 X 650 型)により観察した。

III. 実験結果ならびに考察

1. 計装化シャルピー式衝撃試験

Fig. 2 に得られた代表的な荷重-変位曲線を示す。切欠深さ(a)と試験片幅(W)の比 a/W が 0.2 の試験片については、荷重の上昇が最大荷重点まではほぼ直線的であり、最大

Fig.2 Typical load-deflection curves.

荷重に達した後はほぼ垂直に低下しているのに対し、 $a/W = 0.5$ の試験片については、弾性域での荷重の上昇が $a/W = 0.2$ と比較してゆるやかになり、最大荷重点以後に延性的なき裂伝播過程が存在している。

このように切欠深さにより、荷重-変位曲線が変化するのは、最大荷重点以前に蓄えられた試験機の弾性変形エネルギーが荷重の低下と共に解放され、それがき裂伝播に寄与すると考えると、そのエネルギー量が切欠深さにより変化するため、脆性材料では切欠比が小さいほど、解放エネルギーは大となって脆性傾向が増す。

また、全吸収エネルギー(E_t)は、次式のように表される。

$$E_t = E_i + E_p \quad (4)$$

すなわち、全吸収エネルギー(E_t)は、最大荷重点を境にして、それ以前に吸収される公称き裂発生エネルギー(E_i)、以後に吸収されるき裂伝播エネルギー(E_p)に分けられる。

き裂発生抵抗靱性(K_{IC})の評価において問題となるのは、公称き裂発生エネルギー(E_i)であり、ここでは、荷重-変位曲線の面積比からこれを求めた。

また、慣性荷重による振動波は、いずれの波形にもあまり見られない。

複合材料が巨視的に均質等方材料と見なせるような場合においては、通常の K の計算式を用いることができるが、異方性を有する場合にはこれを考慮したものを用いる必要がある⁽⁵⁾。また、特に複合材料の衝撃破壊においては、第

2 相とマトリックスの界面が存在するため、衝撃応力を受けた時の応力波の界面での反射等複雑な要素が入ることが指摘されている⁽⁶⁾。

しかし、本供試材は粒子分散型の複合材料であり、セラミック粒子は均一に分散しているため、巨視的にはほぼ均質な材料であると見なされる。また、荷重-変位曲線上に第2相とマトリックスの界面での応力波による複雑な影響は見られない。

したがって、本供試材においては、Server⁽³⁾により提唱された条件を満たしているため、慣性荷重の影響もそれほど大きく現れておらず、巨視的には均質材と見なすことができるため、通常の K の計算式を用いることができると考えられる。

2. 破面観察

Fig.3 に試験片破面の SEM 像を示す。(a) は破面の概観である。この写真から針状および粒状のセラミック (CrC 系) 粒子がランダムに分散しているのがわかる。特に、針状セラミック粒子は 0.2~0.4 mm の長さを有している。

(b) は針状のセラミック粒子とマトリックスの界面を拡大した写真であるが、これによるとセラミック粒子にリバーパターンおよび2次的なマイクロクラックが見られることから、セラミック粒子が長さ方向にへき開していることがわかる。

(c) はマトリックスを更に拡大した写真であるが、マトリックスは細かいディンプル破面を呈しており、ほとんどすべてディンプルに覆われている。このことから、き裂の伝播に関しては、マトリックスの性質がかなり大きく反映しているものと考えられる。

3. 破壊荷重 (P_m) からの動的破壊靱性評価

本供試材の荷重-変位曲線上では、慣性荷重の影響があまり現れておらず、Server⁽³⁾の条件も満たしているため、荷重-変位曲線から得られる最大荷重を破壊荷重 (P_m) と

見なし、静的な公式に代入することにより応力拡大係数を求め、その値を動的応力拡大係数 (K_d) と見なし得るものとする。

ここで、動的応力拡大係数 (K_d) は、次式で与えられる⁽⁷⁾。

$$K_d = \frac{3P_m l}{2BW^2} a^{1/2} Y \quad (5)$$

ここで Y は、次式で与えられる⁽⁸⁾。

$$Y = 1.93 - 3.07(a/W) + 14.53(a/W)^2 - 25.11(a/W)^3 + 25.8(a/W)^4 \quad (6)$$

Fig.4 に式(5)から得られた K_d 値と a/W 比の関係を示す。Fig.4 によると K_d 値のばらつきはかなり大きい、 a/W 比による変化はあまり無いようである。

Fig.4 Relationship between K_d and a/W .

4. 吸収エネルギーからの動的破壊靱性評価

一般に、脆性材料のシャルピー式衝撃試験から得られる吸収エネルギーには、試験片の破断に必要なエネルギー (E_f) のほかに、試験機の弾性変形に費消されるエネルギー (E_m)、試験片が破断後に飛散することで費消される運動エネルギー (E_k) のような試験片の破断に直接関与しない余分なエネルギーが含まれている⁽¹⁾⁽⁹⁾。これらの関係は、次式で表される。

Fig.3 Typical fractographs by scanning electron microscope.

$$\begin{aligned} E_t &= E_s + E_m \\ &= E_f + E_k + E_m \end{aligned} \quad (7)$$

しかし、金属-セラミック複合材料の場合、延性的なき裂伝播過程が存在するため、試験片は破断後に飛散しない。そのため、この場合は E_k を補正する必要はない。また、破壊の発生に必要なエネルギーは、最大荷重点までに吸収されるエネルギー(E_i)であるから、そのエネルギーについて解析を行うことにより、真の変形・破壊発生エネルギー(E_f)を求めることができる。これらの解析についての詳細は、別報⁽¹⁾⁽⁹⁾を参照されたい。

得られた解析結果を Fig.5 に示す。 $a/W=0.2$ の試験片については、 E_i のほとんどが E_m であり、 E_f は約 30% である。これに対し、 $a/W=0.6$ の試験片については、 E_f が E_i の約 70% であり、 E_i のほとんどが試験片の破壊発生に費消されるエネルギーである。

Fig.5 Analysis of absorbed energy.

以上のようにして得られた真の変形・破壊発生エネルギー(E_f)から、次式により限界弾性歪エネルギー解放率(G_c)を得ることができる⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾。

$$G_c = \frac{E_f}{BW\phi} \quad (8)$$

ここで ϕ は、

$$\phi = \frac{\int Y^2 x dx}{Y^2 x} + \frac{l}{18WY^2 x} \quad (9)$$

$$x: a/W$$

式(8)は、不安定破壊が生じる場合、 E_f と $BW\phi$ は直線関係になり、その傾きが G_c 値に相当することを示している。

また、 G_c 値を次式により K_{Ic} 値に換算した値をここでは K_d' 値とする。

$$K_d' = \sqrt{G_c \cdot E} \quad (10)$$

E : ヤング率

Fig.6 は、 E_f と $BW\phi$ の関係を最小 2 乗法により整理した図である。この直線の傾きから $G_c=1.98$ (kJ/m²) を得、 K_d' 値に換算すると $K_d'=22.0$ (MN/m^{3/2}) を得た。

また、この直線は原点を通らず切片を有しているが、こ

Fig.6 Relationship between E_f and $BW\phi$.

れは、わずかな慣性荷重の影響によるコンプライアンス測定精度の低下、吸収エネルギーのばらつきが原因と考えられるが、ほかに、試験片に導入した切欠が先端半径を有しているため、試験片全体の弾性変形がかなり大きくなり、 E_f にはき裂を生成させるための表面エネルギー以外に、これら余分な弾性変形エネルギーが存在するためであろうと思われる。

5. 慣性荷重の影響を考慮した動的応力拡大係数の算出

ここでは、Kalthoff⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾が提唱した慣性荷重の影響を考慮に入れた動的応力拡大係数(K_I^{dyn})の算出を試みる。

その動的応力拡大係数(K_I^{dyn})は、次式で与えられる。

$$K_I^{dyn} = RV_0 \tau^* f(t_f/\tau^*) \quad (11)$$

t_f : 破壊時間

V_0 : 衝撃速度 (=0.8 m/s)

ここで、 τ^* および R は、

$$\tau^* = \frac{\tau}{1 + 1.4(a/W - 0.5)} \quad (12)$$

$$R = 301 \times \frac{1.276}{1 + 0.276 C_m / (8.1 \times 10^{-6})} \quad (13)$$

C_m : 試験機のコンプライアンス

C_m の単位は (mm/N) を代入する。また、 τ は式(3)で与えられる試験片の振動周期である。

さらに、式(11)の $f(t_f/\tau^*)$ は、 t_f/τ^* による関数である。式(11)の適用条件は、以下に示すとおりである。

$$0 < t_f/\tau^* < 6 \quad (14-a)$$

$$0.45 < a/W < 0.55 \quad (14-b)$$

$a/W=0.5$ の試験片について、式(11)により求めた結果、その平均値は $K_I^{dyn}=17.7$ (MN/m^{3/2}) を得た。

6. ワイブル統計解析

$a/W=0.5$ の試験片について得られた K_d , K_d' および K_I^{dyn} の値をワイブル確率紙上にプロットした結果を Fig.7 に示す。また、それぞれの平均値とワイブル係数(m)を Table 1 に示す。Fig.7 の K_d' 値は、式(8)により計算された G_c 値を換算した値である。

Fig.7 Weibull distribution of K values ($a/W=0.5$).Table 1 Comparison of several K values.

K_d		K'_d		K_I^{dyn}	
Average ($MN/m^{3/2}$)	Weibull modulus	Average ($MN/m^{3/2}$)	Weibull modulus	Average ($MN/m^{3/2}$)	Weibull modulus
24.7	3.8	22.0	10.5	17.7	11.2

Fig.7 および Table 1 から、破壊荷重 (P_m) から求めた動的応力拡大係数 (K_d) のばらつきが最も大きい。また、その平均値も他の 2 つの値 (K'_d , K_I^{dyn}) と比較して最も大きい。

このことから、荷重 - 変位曲線上ではそれ程の慣性荷重の影響は見られなかったが、実際にはかなり影響しており、そのため K_d 値が大きく、ばらつきも大きくなるものと考えられる。

逆に、 K_I^{dyn} 値が最もワイブル係数 (m) が大きく、Fig.7 においても最もばらつきが小さいことがわかる。したがって、 K_I^{dyn} 値が最も信頼性の高い値と思われるが、評価の簡便性から見ると、吸収エネルギーから求められた K'_d 値が 3 種類の中間的な値であり、ばらつきも比較的小さいことから、簡便値として有効であると思われる。

以上のように、ワイブル分布により、限られたデータでそのばらつきなどを評価できるが、通常、ワイブル分布は欠陥あるいは傷が材料中に均一に分布することを仮定⁽¹⁵⁾しているため、ワイブル分布による限り、試験中の欠陥の考察まで踏み込むことは難しい。

7. 無溝試験片による欠陥寸法の推定

実際の構造物においては、試験片に付加された切欠のような応力集中源が存在する場合は少なく、むしろ、表面および内部の微小な欠陥から破壊が発生する。

そこで、無溝試験片の破壊強度と今までに求められた破壊靱性値をもとに、破壊の起点となる欠陥寸法の推定を試みた。

深さ a の半円形の欠陥が曲げ試験片の最大膜応力を受ける表面に、応力と直交するように存在すると仮定すると

Fig.8 Schematic representation on flaw in bending specimen.

(Fig.8), そのときの破壊靱性値 (K) は次式で表される⁽¹⁶⁾。

$$K = \sigma M \left(\frac{\pi a}{Q} \right)^{1/2} \quad (15)$$

σ : 応力

ここで M は、欠陥および試験片形状に依存する係数であり、曲げ状態の試験片表面に存在する微小半円形欠陥に対しては、 $M \approx 1.03$ で与えられる⁽¹⁶⁾。

また、 Q は次式で与えられる。

$$Q = \Phi^2 - 0.212 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{ys}} \right)^2 \quad (16)$$

σ_{ys} : 引張降伏応力

$0.212 (\sigma/\sigma_{ys})^2$: 塑性域補正係数

本供試材のように、破壊が降伏点以下で起ると考えられる場合、 $Q \approx \Phi^2$ とみなすことができる⁽¹⁶⁾。

そこで Φ は、第 2 種完全楕円積分値である⁽¹⁷⁾。

$$\Phi = \int_0^{\pi/2} [\sin \phi + (a/c) \cos^2 \phi]^{1/2} d\phi \quad (17)$$

c : 欠陥の表面長さ

ここで、欠陥を半円形と仮定しているため、 $a/c \approx 1$ で与えられる。

よって、欠陥寸法 (a) は、

$$a = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Phi K}{1.03 \sigma} \right) \quad (18)$$

となる。

以上のようにして、各動的応力拡大係数に対して得られた欠陥寸法 (a) を Table 2 に示す。得られた欠陥寸法は、0.2~0.36 mm であるが、この寸法と破面との対応について、その一例を以下に考察する。

Fig.9(a) は、表面付近の破面の SEM 像である。これに

Table 2 Results of calculated flaw depth (a) using various K values.

	K_d	K'_d	K_I^{dyn}
$a(\text{mm})$	0.36	0.30	0.20

Fig.9 Typical fractograph near surface (left) and schematic representation on estimated flaw depth (a) (right).

よると、中央がわずかにえぐられ、そこから針状のセラミック粒子が放射状に存在している。この針状のセラミック粒子の長さは0.2~0.4 mmであり、推定した欠陥寸法と近い値である。

Fig.9(b)は(a)を模式的に表した図であるが、このように針状のセラミック粒子が、き裂の進展方向に平行且つ放射状に存在するならば、破壊はまず、脆性セラミック粒子の割れから発生するものと考えられ、Fig.3に示したように、これら針状セラミックス粒子が長さ方向に割れ、そこから不安定破壊が進行するものと考えられる。

例えば、構造用セラミックでは、組織の代表寸法である最大粒径が強度を支配することも確められており⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾、このことから上述したモデルの妥当性が窺える。

IV. 結 言

以上のように、金属-セラミック複合材料の計装化シャルピー式衝撃試験を行い、動的な破壊靱性を評価した結果、次のような結論を得た。

(1) 本供試材は、降伏点以下で低応力脆性破壊が生じるが、最大荷重点以後に延性的なき裂伝播過程が見られる。

(2) シャルピー衝撃試験から得られる吸収エネルギーには、試験片の破断に関与しない余分なエネルギーが含まれており、正確な破壊靱性値を得るためには、吸収エネルギーを解析し、真の変形・破壊発生エネルギー(E_f)を求める必要がある。

(3) 破壊荷重、吸収エネルギーおよび Kalthoff が提唱した式により、それぞれ動的応力拡大係数を求めたが、破壊荷重(P_m)から求めた K_d 値が最もばらつきが大きい。それに対し、Kalthoff による K_{dyn} 値が最もばらつきは小さく、信頼性の高い値と思われるが、評価の簡便性から見ると、吸収エネルギーから求めた K_d 値も有効であろう。

(4) 無溝試験片により欠陥寸法(a)を推定した結果、 $a=0.2\sim0.36$ mmを得た。この値は、材料中の針状セラミックス粒子の長さとも一致していることから、針状セラミックス粒子の寸法や分布が破壊を支配するものと考えられる。

文 献

- (1) 小林俊郎, 新家光雄, 小出芳弘, 松沼健二: 日本金属学会誌, **50**(1986), 229.
- (2) 平石久志, 篠崎 斌, 新谷京宣: 公開特許公報, 昭59-177788.
- (3) W.L.Serfer: J. Test. Eval., **6**(1978), 29.
- (4) D.R.Ireland: *Comment on EPRI instrumented impact procedures*, EPRI Fracture Toughness Program Information Meeting, May (1975), ETTR 75.
- (5) 北川英夫, 渡辺勝彦: 日本複合材料学会誌, **5**(1979), 136.
- (6) 河田幸三: 日本複合材料学会誌, **5**(1979), 129.
- (7) T.J.Koppelman: ASTM STP 563(1973), 92.
- (8) J.Srawly and W.Brown: ASTM STP 410(1966).
- (9) 小林俊郎, 松原 等, 上田徹完: 鉄と鋼, **67**(1981), 2216.
- (10) J.G.Williams: *Fracture Mechanics of Polymers*, Ellis Horwood, Ltd., (1984).
- (11) E.Plati and J.G.Williams: *Polymer Engineering and Science*, **15**(1975), 470.
- (12) 西 成基, 小林俊郎, 河部昭雄: 鋳物, **48**(1970), 501.
- (13) J.F.Kalthoff: Int. J. Fract., **27**(1985), 277.
- (14) J.F.Kalthoff: *Concept of Impact Response Curves*, *Metals Handbook, Mechanical Testing*, American Society for Metals, Metal Park, (1985).
- (15) 阿部 弘: 材料科学, **19**, 1(1982), 31.
- (16) J.J.Petrovic and L.A.Jacobson: J. Amer. Cera. Soc., **58**(1975), 597.
- (17) G.R.Marrs and C.W.Smith: ASTM STM 513(1972), 23.
- (18) R. W. Rice: *Fracture Mechanics of Ceramics*, Plenum Press, **1**(1974), 323.
- (19) R.W.Davidge: *ibid.*, **2**(1974), 447.