セラミックスの安定破壊が可能な三点曲げ試験装置の開発*

高木 智史** 中野 英俊*** 逆井 基次†

Development of a Testing Machine for Three Point Bending of Ceramics in Controlled Crack Extension

Satoshi TAKAGI, Hidetoshi NAKANO and Mototsugu SAKAI

A three-point bending machine for controlled crack extension in brittle ceramics is described. Based on analysis of Gibbs free energy, the machine is designed to be much stiffer than the specimen, thereby the stable crack extension can be achieved without additional devices, *e.g.* crack stabilizer. The specimens are loaded with a piezotranslator in a stiff steel frame. Applied load and displacement are measured with a quartz force transducer and a laser scanning micrometer, respectively. Conventional JIS R 1607 type three point bend SEN specimens are tested to confirm the ability of the machine. Experimental results for Al_2O_3 , Y-PSZ, SiC and Si_3N_4 specimens are presented. The stable crack extension is obtained successfully in each material, which demonstrates that the machine is a useful tool for *R*-curve determination and *in-situ* observation of an extending crack tip.

Key words: controlled crack extension, ceramics, three point bend SEN specimen, Gibbs free energy, *R*-curve

1. 緒 言

近年開発されているセラミックス系構造材料は、き裂先端に生じるき裂架橋や応力誘起相転移などの応力遮蔽効果を利用して、き裂進展抵抗を高めるように設計されているものが多い。このような特性を持つ材料に対して、材料開発の分野では、き裂先端でどのような現象が発生しており、それによりどの程度のじん性値の向上が見られるか (*R* 曲線) を定量的に評価することが重要であり、一方、機械設計の分野では、使用状態において許容される欠陥寸法を決定するための根拠として *R* 曲線が必要である。

しかし、進展中のき裂の先端を観察したり、き裂進展抵抗を連続的に測定するためには、き裂を任意の長さで停止させたり、き裂を十分に遅い速度で進展させるなどの、き裂進展を制御する技術が要求されるため一般的な手法というものは確立されておらず、研究者によって異なる種々の方法が試みられている。

例えば、テーパ付き二重片持ちばり (TDCB) 試験片¹⁾や、double torsion (DT) 試験片²⁾、シェブロンノッチ試験片³⁾など、き裂が安定化しやすい特殊な形状の試験片を用いる方法が挙げられるが、これは試験片の製作が容易でなく、応力拡大係数の計算において種々の仮定が入るため、測定値の信頼度に疑問が残る。

また、controlled surface flaw (CSF) 法を応用して短いき裂の *R* 曲線を測定した例もあるが⁴⁾、ピッカース圧子やヌーブ圧子の圧入に伴うき裂を基にしたじん性評価は、あくまで簡便法と見るべきであり定量的な議論には適さない。

一方、片側切欠き (SEN) 試験片やコンパクト (CT) 試験片を用いた試験は、より理想に近い荷重条件で試験を行えるのが特徴であるが、き裂を安定に進展させるためにはクラックスタビライザを用いるなどの工夫が必要である⁵⁾⁶⁾。

そこで本報では、セラミックスのき裂先端の *in-situ* 観察と *R* 曲線評価に利用可能な簡便かつ信頼度の高い破壊じん性試験法を確立することを目指し、小型で形状が単純な JIS R 1607 型の曲げ試験片を用

Fig. 1 Specimen geometry

(a) Testing machine with a specimen (b) Idealized representation

Fig. 2 Specimen-machine system

い、クラックスタビライザ等を用いない単純三点曲げによって安定なき裂進展を行うことができる小型卓上試験機の開発を行った結果について報告する。

2. き裂の安定性に関する理論

逆井らは、試験機と試験片からなる系全体の自由エネルギーに基づく、き裂の安定平衡条件を示した⁷⁾。本研究では、この議論をふまえ、剛性の高い試験機を用いることにより SEN 試験片の三点曲げにおけるき裂進展を安定化させる手法を開発した。はじめに、その理論的根拠を説明する。

図 1 に示す SEN 試験片の三点曲げについて考える。試験片と試験機からなる系全体を図 2 に示す直列ばね系と仮定すると、系のギブス自由エネルギー $G(u, a)$ は系の弾性エネルギー $\Pi(u, a)$ と、き裂進展に伴うエネルギー損失から、次のように表される。

$$G(u, a) = \Pi(u, a) + \int_0^A R(a) da = \frac{1}{2} \frac{u^2}{C(a)} + B \int_0^a R(a) da \quad (1)$$

* 原稿受付 平成 9 年 12 月 24 日

** 正 会 員 計量研究所 (つくば市梅園 1-1-4)

*** 計量研究所

† 豊橋技術科学大学 (豊橋市天伯町雲雀ヶ丘)

Fig. 3 Variation of Gibbs free energy of the system in different displacement where the specimen is assumed as JIS R 1607 type Al_2O_3 sample.

ここで、 u は系全体の変位、 a はき裂長さ、 $C(a)$ は系全体のコンプライアンスであり、図2のような直列系の場合、試験機のコンプライアンス C_M と試験片のコンプライアンス $C_s(a)$ の和

$$C(a) = C_M + C_s(a) \quad (2)$$

で表される。また、 $R(a)$ は単位き裂面積当たりの損失エネルギー、すなわちき裂進展抵抗である。

一方、SEN 試験片の三点曲げにおけるコンプライアンスは次の式で与えられる。

$$C_s(a) = \frac{1}{BE'} \left(\frac{S}{W} \right)^2 \left[\frac{E'}{4E} + 2 \int_0^{a/W} f(\alpha)^2 d\alpha \right] \quad (3)$$

ここで E はヤング率であり、ポアソン比を ν とすると平面ひずみの場合 $E' = E/(1-\nu^2)$ である。 $f(\alpha)$ は荷重を P 、応力拡大係数を K_I としたとき、

$$K_I = \frac{PS}{BW^{3/2}} f(\alpha) \quad (4)$$

で定義される形状係数であり、 $S/W = 4$ のとき

$$f(\alpha) = \frac{3}{2} \alpha^2 \frac{1.99 - \alpha(1-\alpha)(2.15 - 3.93\alpha + 2.7\alpha^2)}{(1+2\alpha)(1-\alpha)^{3/2}} \quad (5)$$

で近似される⁷⁾。ただし $\alpha = a/W$ である。

簡単のため、試験片はき裂進展に伴う進展抵抗の変化がない、すなわち

$$R(a) = \frac{K_{Ic}^2}{E'} = \text{const} \quad (6)$$

と仮定する。これはき裂の安定条件を検討する場合には、安全側の見積もりとなる。

変位 u を一定に保ったまま、き裂長さを仮想的に変化させたときの系の自由エネルギーの変化を図3に示す。ここで、試験片の材質はヤング率 $E = 378 \text{ GPa}$ 、ポアソン比 $\nu = 0.21$ 、平面ひずみ破壊じん性 $K_{Ic} = 3.5 \text{ MPa}$ の Al_2O_3 で、き裂長さは $a_0 = 2 \text{ mm}$ の JIS R 1607 型試験片と仮定した。また、三点曲げの支点間距離を $S = 30 \text{ mm}$ として計算した。

実際に、き裂が安定に存在することができるのは、この系が熱力学的に平衡状態にあり、かつその状態が安定であること、すなわち、

$$\left[\frac{\partial G}{\partial a} \right]_u = 0 \quad (7)$$

かつ

$$\left[\frac{\partial^2 G}{\partial a^2} \right]_u > 0 \quad (8)$$

が必要十分条件となる。

図3の破線で示した曲線は、系の変位 u を様々に変化させたとき

Fig. 4 Loci of the equilibrium cracks with different machine stiffness

の、平衡条件式(7)を満たす点の軌跡（以下、平衡き裂の軌跡と呼ぶ）であり、この軌跡の傾きが正の領域で式(8)の安定条件が満足される。ところで、系の自由エネルギーは試験機のコンプライアンス C_M によっても変化する。試験機のコンプライアンス C_M を種々に変化したときの、平衡き裂の軌跡を図4に示す。係数 m はき裂長さ $a_0 = 2 \text{ mm}$ （ただし $W = 4 \text{ mm}$ ）の試験片のコンプライアンス $C_s(a_0)$ に対する試験機のコンプライアンス C_M の比、すなわち、

$$m = \frac{C_M}{C_s(a_0)} \quad (9)$$

である。通常材料試験機を用いた場合、 $S = 30 \text{ mm}$ のとき $m = 1 \sim 10$ 程度と推測されるので安定域は極めて狭いが、試験機のコンプライアンスを小さくすることによって、安定域を拡大することができる。

3. 実験装置

図5に試作した試験機の構成を示す。試験機は、フレーム、アクチュエータ、三点曲げジグ、粗動機構、荷重検出器および変位検出器で構成される。試験機の剛性を高く保つため、各構成要素は剛性を低下させない配慮が必要である。

フレームはステンレス鋼製であるが、厚みを十分に持たせることにより剛性を確保した。アクチュエータは、剛性が高く精密な変位を発生させることができるピエゾトランスレータ（PI 社製 P-247-30 型）を用いた。三点曲げジグは Si_3N_4 で、下側ジグはふたつの支点を含めて一体で製作した。上記のピエゾトランスレータは最大で $40 \mu\text{m}$ しか変位しないので、三点曲げジグの下側のステージを可動式とし約 1 mm の動作範囲を設けた。この粗動機構では、荷重を受ける面の面積を最大にとることにより、剛性の低下を防ぐように配慮した。

荷重測定器自体に許容される変形量もきわめて微小であり、一般

Fig. 5 Experimental arrangement

Table 1 Expected compliance of the system

	Material/Model	Compliance
Machine :		
Frame	Stainless steel	4.09×10^{-9} m/N *
Load transducer	Kistler 9021A	0.29×10^{-9} m/N **
Piezotranslator	PI P-247-30	0.96×10^{-9} m/N **
Bend fixture	Si ₃ N ₄	Negligible
Other parts	Stainless steel Copper beryllium	0.29×10^{-9} m/N
Total		5.58×10^{-9} m/N
Specimen :		
	Al ₂ O ₃ ($a_0 = 2$ mm)	
$S = 30$ mm		203×10^{-9} m/N

* As a result of FEM analysis

** Guaranteed value by the manufacturer

Fig. 6 Equipment for controlled fracturing of ceramic SEN bend specimens

的に用いられているひずみゲージ式の変換器は利用できないため、ここでは水晶式の変換器 (Kistler 社製 9021A 型) を用いた。

変位は、上下三点曲げジグの間隔をレーザスキャン式の寸法測定機 (キーエンス社製 LS5000 型) を用いて測定した。この測定機は、離れた位置からの測定が可能なのでセットアップの変更が容易であり、試作機の設計変更に対応できる利点がある。

個々の要素のコンプライアンスから装置全体のコンプライアンスを推定すると、表 1 に示す通りとなる。き裂長さ 2mm の Al₂O₃ の試験片を基準に m 値を計算すると、支点間距離 $S = 30$ mm の場合 $m = 0.027$ であり、き裂を安定に維持できると期待される。図 6 に試作した試験機の外観を示す。顕微鏡の下で試験が行えるように、装置はできるだけ小型にしてある。フレームの大きさは 292×221mm であり、卓上除振台の上に設置した。

4. 実験結果

試作機の性能を評価するため、一般的なエンジニアリングセラミックスから Al₂O₃, Y-PSZ, SiC, Si₃N₄ の 4 種類の材料 (いずれも無加圧焼結) を選び、破壊試験を行った。各材料の微細組織を図 7 に示す。各試験片には bridge indentation (BI) 法により、およそ 1.8~2.2mm 程度の予き裂を導入した⁹⁾。BI 法で導入した予き裂には、すでにプロセスゾーンウェイクが形成されていると考えられるので R 曲線の評価に

Fig. 7 SEM observation of crack surfaces of specimens

(a) Load-displacement curve

(b) In-situ observation of a crack

Fig. 8 Quasistatic crack propagation in an Al₂O₃ sample

は適さないが、ここでは試験機の性能を確認することが目的なので、機械加工の切欠き等よりも安定破壊させやすい予き裂を採用した。

図 8 に Al₂O₃ の試験片を用いた実験における、荷重-変位曲線と、各段階におけるき裂の写真を示す。通常の試験では、き裂先端における応力腐食を助長させないため、き裂に含浸させたインクは十分に乾燥させた状態で試験を行うが、図 8 の実験では、き裂を容易に識別できるよう、インクの液滴を試験片下面 (写真下側) に付けた状態で試験を行った。この場合、き裂の進展速度は非常にゆっくりなので、き裂進展とインクの浸透はほぼ同時に進行していると思えることができる。実験は、粗動機構によってある程度予荷重をかけた状態から始めなければならないため、 P - u 曲線は原点から測定されない。したがって、図の原点は弾性曲線を外挿して求めたものである。

図 9~11 は、それぞれ Y-PSZ, SiC, Si₃N₄ の試験片を用いた実験の結果である。

5. 考 察

今回の実験では、4 種類のセラミックス材料を用いて試作した試験装置の性能を確認した。その結果、4 種類すべての材質において安定破壊を実現することができた。

き裂を進展させるためには、平衡状態よりもわずかに荷重の大きい過負荷状態でなければならないが、過負荷が大き過ぎるときき裂を必要以上に加速してしまい、その結果、不安定破壊を引き起こしてしま

Fig. 9 Load-displacement curve of an Y-PSZ sample

Fig. 10 Load-displacement curve of a SiC sample

Fig. 11 Load-displacement curve of a Si₃N₄ sample

うので、適切な荷重条件を維持するように慎重な変位制御が必要である。許容されるき裂速度は材質により異なり、試験に要する時間はAl₂O₃・Y-PSZおよびSiCで約5分、最も安定破壊が難しいSi₃N₄で約10分である。

前述の議論をもとに、安定破壊させやすい材質の条件を検討すると、以下の通りになる。

式(7)および式(8)で表される系の安定平衡条件に、式(1)を代入して整理すると次の式が得られる。

$$\frac{d^2C/da^2}{dC/da} - \frac{2}{C(a)} \frac{dC}{da} < \frac{1}{R(a)} \frac{dR}{da} \quad (10)$$

上式の左辺は系のコンプライアンス変化に関する項であり、SEN三点曲げ試験片のコンプライアンス式(2)を用い、簡単のため $C_M = 0$ と仮定すると次のように表される。

$$\frac{1}{W} \left[\frac{2}{f(\alpha)} \frac{df}{d\alpha} - 2f(\alpha)^2 \left\{ \frac{E'}{4E} \frac{S}{W} + 4 \int_0^f f(\alpha)^2 d\alpha \right\}^{-1} \right] \quad (11)$$

したがって、式(10)左辺について材質による差は式(11)第二項の $E'/E = 1/(1-\nu^2)$ だけであり、その差は極めて少ないことがわかる。

一方、式(10)の右辺は材料のき裂進展抵抗とその変化に関する項であり、進展抵抗の増加率が高い材料、すなわち大きな勾配で上昇型のR曲線を描く材料ほど安定破壊しやすいことを示している。ここで注

意すべき点は、安定条件に寄与するのはき裂進展抵抗の増加量の絶対値ではなく、その材料のき裂進展抵抗に対する割合であるということである。すなわち、もともとき裂進展抵抗の値が大きい材料は式(10)の安定破壊条件を満足することが難しいことになる。Si₃N₄で安定破壊が難しいのは、この材料がもともと高い破壊じん性値を有していることに関係している可能性がある。

本装置で荷重測定に用いた水晶式ロードワッシャは、その構造上、静的負荷に対しては長時間安定な測定をすることができない。約17Nの静止荷重をかけてロードワッシャの安定性を確認したところ、30分で指示値が約30%、ほぼ一定の割合で低下することが確認された。したがって、5~10分間の実験における荷重の指示値のドリフト量は最大荷重の5~10%以内であると予想される。もちろん、試験時間をより短くすることができれば、荷重の測定値に対する信頼度はより向上するはずである。

ただし、破壊じん性値の測定においてはき裂長さの測定誤差がじん性値の評価に大きく影響することが知られており⁹⁾、JIS R 1607でも、き裂前縁の傾きに関して許容範囲が設定されているが¹⁰⁾、その範囲は平均き裂長さの10%である。この意味においては、上記の荷重測定値のドリフト量は、実用的には許容範囲内であると考えられる。

6. ま と め

本研究では、試験片-試験機系の自由エネルギーの議論に基づき、セラミックスの破壊じん性試験におけるき裂の安定条件を検討し、その結果に基づいて、SEN三点曲げ試験片の安定破壊が可能な卓上型試験装置を開発した。この装置は、試験片の準備や試験手順を簡単にするため、製作が容易なJIS R 1607型の曲げ試験片を用いるとともに、クラックスタビライザ等の付加装置を必要としない設計にした。

一般的なエンジニアリングセラミックス4種(Al₂O₃・Y-PSZ, SiC, Si₃N₄)を試験片として、その性能を確認したところ、すべての材質において安定なき裂進展を実現することができ、荷重-変位曲線の記録に成功した。

水晶式力変換器を用いた荷重測定は、一般には長時間の安定性が保証されないが、本実験における誤差は5~10%以下と推定されるので実用上許容される範囲であると認められた。

参 考 文 献

- 1) P. L. Swanson, C. J. Fairbanks, B. R. Lawn, Y. W. Mai and B. J. Hockey: Crack-interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: I, Experimental Study on Alumina, *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**, 4 (1987) 279.
- 2) G. Vekinis, M. F. Ashby and P. W. R. Beaumont: R-curve Behaviour of Al₂O₃ Ceramics, *Acta Metall. Mater.*, **38**, 6 (1990) 1151.
- 3) C. W. Li, D. J. Lee and S. C. Lui: R-curve Behavior and Strength for in-situ Reinforced Silicon Nitrides with Different Microstructures: *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**, 7 (1992) 1777.
- 4) S. M. Smith and R. O. Scattergood: Determination of Short-crack Toughness Curves, *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**, 1 (1996) 129.
- 5) M. Sakai and M. Inagaki: Dimensionless Load-displacement Relation and Its Application to Crack Propagation Problems, *J. Am. Ceram. Soc.*, **A**, 1459, (1989) 388.
- 6) 野島武敏, 中井 治: アルミナセラミックスの三点曲げ試験における安定破壊, *材料*, **42**, 475, (1993) 412.
- 7) J. E. Srawley: Wide Range Stress Intensity Factor Expressions for ASTM E 399 Standard Fracture Toughness Specimens, *Int. J. Fract.*, **12**, (1976) 475.
- 8) R. Warren and B. Johansson: Creation of Stable Cracks in Hard Materials Using 'Bridge' Indentation, *Powder Metall.*, **27**, 1 (1984) 25.
- 9) 高木智史: 機械構造用セラミックスの破壊じん性の測定法とその信頼度の評価に関する調査研究, 計量研究所報告, **43**, 2, (1994) 157.
- 10) JIS R 1607-1990 ファインセラミックスの破壊じん(靱)性試験方法, 日本規格協会 (1990).