研 究

小型パンチ試験法による金属／セラミックス 焼結複合体の破壊特性評価

東北大学工学部 川崎 亮, 渡辺 龍三, 鄭 熙敦
高橋 秀明

Akira Kawasaki, Ryuzo Watanabe, Hee Don Jeong and Hideaki Takahashi: Evaluation of Fracture Behavior of Metal/Ceramic Two-Phase Composite by Small Punch Test.

This paper reports an evaluation of the fracture behavior of metal/ceramic composites by small punch test. A specific material combination of a stainless steel and a zirconia was employed. Disk specimens for small punch test of metal/ceramic composite having definite metal/ceramic ratios were prepared by powder metallurgical method. Small punch test was conducted at room temperature. A specific transition behaviors from ductile to brittle fracture have been found to depend on the composition and microstructure. The ductile-brittle transition was observed to take place at a zirconia volume fraction of 0.4~0.6. The microstructural investigation of the fracture behaviors was also made. It has been found that fracture behaviors are strongly dependent on the continuity of the stainless steel phase; that is, the skeletal to dispersive structural transition determines the fracture behaviors. (Received February 2, 1989)

1. はじめに

著者らは、最近、金属からセラミックスへ連続的に組成が遷移する焼結傾斜機能材料を提案した。本材料は熱応力分布の制御が可能であることから、航空・宇宙および核融合炉などの厳しい温度勾配下での使用が期待されている⁽¹⁾⁽²⁾。この焼結傾斜機能材料は、使用温度条件に応じて熱応力が最小になるように材料設計した上で、延性な金属相から脆性なセラミックス相へ組成を連続的に制御して作製されるものである。材料設計に必要な物性値および機械的性質は、遷移領域の組織形成に依存すると考えられるので、各組成における諸特性と焼結組織との関係を詳細に評価しておく必要がある。特に構造材料を対象とした場合、強度および靱性をいかに向上させるかが重要な課題になるため、各組成における材料の破壊機構を明確にしつつ、破壊強度および靱性と焼結組織との関係を明らかにしていくことが要求される。

そこで、本研究ではジルコニア/ステンレス鋼系について種々の混合比の2相焼結体を作製し、小型パンチ試験法（SP試験法）⁽³⁾を用いて破壊特性の評価を行なった。本法は、直径12mm、厚さ5mm程度の焼結体から加工された小型試験片に対して有効であることが報告されている。⁽⁴⁾

Fig.1 Schematic illustration of small-punch test

2. 実験方法

試料粉末は、平均粒径 $0.025\mu\text{m}$ および $1\mu\text{m}$ の ZrO_2 -3mol% Y_2O_3 粉 (PSZ)、 ZrO_2 -8mol% (FSZ) および $0.08\mu\text{m}$ 、 $3\mu\text{m}$ 、 $2\sim 10\mu\text{m}$ の SUS304 ステンレス鋼粉である。 ZrO_2 粉とステンレス鋼粉を種々組合せ、 ZrO_2 の体積比を 20VOL% まで変化させて混合した。混合粉を直径 14mm、高さ 4mm に 150MPa で金型成形し、200MPa で CIP した後、 1350°C で 1 h、真空焼結した。SP 試験片は、焼結体からダイヤモンドカッターで切出した $10\text{mm}\times 10\text{mm}\times 0.5\text{mm}$ 角板であり、両面共に耐水研摩紙により #1200 まで研磨した。引張応力が発生する試料面は、ダイヤモンドペーストによりバフ研磨を行ない鏡面に仕上げた。小型パンチ試験に用いた治具を Fig. 1 に示す。小型パンチ試験は、10ton インストロン型試験機を用い室温で行った。パンチャー先端に直径 2.4mm の鋼球を介して、試験片の上面にクロスヘッド速度 0.2mm/min で負荷して実施した。荷重とクロスヘッド変位を記録した。SP 試験による破壊エネルギー (SPI値) は、破壊発生点までの荷重-変位曲線下の面積で求めた。光学顕微鏡により組織観察を行うとともに、ステンレス鋼相の連続性を定量的に評価するため、4 点法による電気伝導度の測定を行った。SP 試験後の破面は、走査型電子顕微鏡で観察した。

2. 結果および考察

2-1 SP 試験結果

Fig. 2 は、SP 試験により得られた代表的な荷重-変位曲線を示す。ステンレス鋼単体の荷重-変位曲線は弾塑性材料に見られる典型的な変形挙動をしている。FSZ の混合比が増加するにつれて最大荷重および破壊時の変位がともに小さくなっている。40vol%FSZ 以下では非線形挙動が観察されるが、それ以上では線形的に破壊している。図中、低荷重時にやや下に凸な曲線になっているが、これはクロスヘッド部で変位を測定しているためであり、現在、試験片裏面の変位を直接測定する方法に改良されている⁽⁴⁾。

破壊過程をさらに明確にするため破壊状態を走査型電子顕微鏡で観察した (Fig. 3)。ステンレス鋼単体は、半球形に塑性流動後板厚の減肉の著しい部位で延性的に破壊している。一方、FSZ の混合比が増加するにともない半球状の頂点から花びらが開くように破壊し、80vol%FSZ 以上ではき裂が鋼球接触部から放射状に伝播し脆性的に破壊していることがわかる。この傾向は PSZ 粉を混合した場合についても同様であった。Fig. 4 に、SPI値と PSZ の混合比との関係を示す。明らかに SPI値の遷移が見られ、PSZ の混合比が増加するにつれて延性破壊から脆性破壊に遷移することがわかる。一方、PSZ 鋼粉の混合比が同一であっても、粒径が微細なステンレス鋼粉末を使用した方が SPI値が高く、また、SPI値の遷移も高 vol%PSZ 側へ移行している。試料粉末の粒径は組織形成を支配する重要な因子であり、SPI値にたいする組織依存性が表われたと考えられる。

Fig. 2 Load-displacement curves of SP test as a function of composition

Fig.3 Macroscopic features of fracture formed by SP test

2-2 SPI試験の組織依存性

焼結組織は、ステンレス鋼単体からジルコニアの混合比の増加にともない、ステンレス鋼マトリックスへのジルコニア相の分散、それぞれのネットワーク構造の混在、ジルコニアマトリックスへのステンレス鋼相の分散という遷移に特徴づけられる⁽⁵⁾。ここでは破面観察およびアコースティックエミッション(AE)計測結果⁽⁴⁾をもとにジルコニア／ステンレス鋼2相焼結体の破壊機構を考察したうえで、焼結組織とSPI試験の関係を検討する。

Fig. 5はSP試験後の破面のSEM写真である。(a)はジルコニア相の脆性破壊面、(c)はステンレス鋼相の延性破断面、その他のなめらかに見える部分(b)はジルコニア／ステンレス鋼界面である。20vol%PSZではこれらの混合破面になっており、模式図に示す

Fig.4 Ductile-brittle transition with metal/ceramic mixing ratio (SUS304/3Y-PSZ)

Fig.5 SEM micrograph of fracture surface of SUS304/20vol%PSZ and schematic illustration of crack path
a:Fracture in PSZ phase, b:PSZ/SUS304 interface, c:Fracture in SUS304 phase

ようにき裂の伝播経路は、(1)シリコニア相、(2)シリコニア/ステンレス鋼界面、(3)ステンレス鋼相の3経路が考えられる。シリコニアの混合比によってき裂がどのような伝播経路をとるかを見るためにそれぞれ

Table1 Composition dependency of fracture modes
+:20%, -:0%

Fracture\Composition	20vol%PSZ	40vol%PSZ	60vol%PSZ	80vol%PSZ
in PSZ	+	+	++	++++
PSZ/SUS304 interface	+	+++	++	+
in SUS304	+++	+	+	-

の破面率を測定した結果を Table 1 に示す。20vol%では3種の混合破面であり、6割はステンレス鋼相の破断面である。シリコニアの混合比が増加するにつれシリコニア/ステンレス鋼界面およびシリコニア相の破断面の割合が増加し、ステンレス鋼相の破断面の割合は減少する。80vol%以上ではシリコニア/ステンレス鋼界面およびシリコニア相に限られステンレス鋼相ネック部の破断面は観察されなくなる。

一方、シリコニア単体のSP試験では、負荷初期段階から活性度の高いAEが発生し、これがマルテンサイト変態に対応していることが報告されている⁽⁴⁾。荷重-変位曲線は直線的で線形破壊することから微視き裂の発生は少ないと考えられる。80vol%以上ではシリコニア単体と同様に低い応力レベルからAEが発生している。さて、シリコニアの混合比が40vol%より低い場合、負荷初期段階のAE発生は観察されず、非線形挙動が始まるあたりから発生し最大荷重に達する前に再び消滅する。このことは最大荷重になる前にシリコニア相の破壊が終了していることを意味している。以上から、荷重-変位曲線に非線形挙動が見られる組成では、シリコニア/ステンレス鋼界面の剝離およびシリコニア相の破壊が生じた後、最大荷重付近でステンレス鋼相ネック部から塑性不安定破壊したと考えられる。

荷重-変位曲線の非線形挙動にステンレス鋼相の破壊が反映されていることから、SP試験値の高低は、ステンレス鋼相の破壊量に対応していると考えられる。球形化した分散相では、き裂はすべて界面を伝播しているので、ステンレス鋼相の破壊が生じるためには、連続した相が複雑な形状をした相が形成されていることが必要である。そこでステンレス鋼相の連続性を定量的に評価するために電気伝導度の測

定を行なった。Fig. 6の60vol%付近で電気伝導度がほぼ0となるのは、ステン鋼相が連続相から分散相に遷移するために絶縁状態に遷移したことを意味している。Fig. 7に電気伝導度とSPIエネルギーの関係を示す。SPIエネルギーと電気伝導度は、混合したステン鋼粉末の粒径に依存せず1対1に対応していることがわかった。以上から、SPIエネルギーはステン鋼相の連続性に依存しており、SPIエネルギーの遷移挙動は、形成された焼結組織と密接な関係があることがわかった。

3. まとめ

ジルコニア/ステン鋼系について種々の混合比の2相焼結体を作製し、小型パンチ試験法により破壊特性評価を行なった。その結果、ジルコニアの混合比の増加にともない延性破壊から脆性破壊に遷移するが、この延性-脆性遷移はジルコニアの混合比だけでなく焼結組織（特にステン鋼相の連続性）と密接な関係があることがわかった。破壊強度および靱性を向上させるためにステン鋼相の連続性を高めることが有効であると考えられる。

参考文献

- [1] 複素化による機能発現と熱応力緩和のための基礎技術に関する調査報告書
(財) 科学技術広報財団、1987年。
- [2] A.Kawasaki and R.Watanabe; "Sintering '87, Tokyo", Proc. 4th Intern. Symp. on Science and Technology of Sintering Tokyo, Nov.(1987), Eds. S.Somiya, M.Shimada, M.Yoshimura and R.Watanabe, Elsevier Applied Science, London, Vol.1 p.517.
- [3] JAERI MEMO 62-193(1987)、小型パンチ (SP) 試験法 (案)。
- [4] 斎藤、鄭、高橋、川崎、渡辺; 新素材およびその製品の非破壊評価の国際会議論文集、(1988) p.187.
- [5] 渡辺、川崎、村橋; 素材物性学雑誌、1(1988)、36.

Fig. 6 Electric conductivity vs composition for SUS304/PSZ

Fig. 7 SP energy vs electric conductivity for SUS304/PSZ