高強度黒鉛の破壊じん性と破壊抵抗の評価†

小林 英 男* 荒 居 善 雄*
荒 木 徹** 奥 達 雄***

Evaluation of Fracture Toughness and Resistance of High Strength Graphite

by

Hideo KOBAYASHI*, Yoshio ARAI*, Tooru ARAKI**
and Tatsuo OKU***

Effects of specimen size and initial notch on fracture toughness and fracture resistance characteristics were examined for three high strength graphite materials, IG-11, IG-110 and IG-110U. A characteristic R-curve behavior and specimen size requirements for fracture mechanics parameters were discussed. An effect of elevated temperature environment on the fracture toughness was also examined at elevated temperatures from room temperature upto 820°C in a vacuum environment. The temperature effect was discussed in comparison with the result at room temperature in an air environment. The results obtained are summarized as follows:

(1) Graphite materials show a characteristic R-curve behavior in which the fracture resistance increases in the initial stage of crack extension near the initial notch tip, takes a constant value in the intermediate stage, and then decreases in the final stage near the specimen back face. The effect of initial notch is caused by an underestimation of the stress intensity factor, K , for a corner crack. It is shown that the true fracture resistance is constant and equals to the fracture toughness.

(2) The stress intensity factor, K , is valid as the fracture mechanics parameter for the fracture toughness testing. A well-known specimen size requirement for the metallic materials can be extended to the graphite materials by replacing the yield stress by the tensile strength.

(3) The fracture toughness increases slightly with increasing temperature in the vacuum environment and it has a larger value than that obtained at room temperature in the air environment. So, the fracture toughness and the fracture resistance obtained at room temperature in air can give conservative estimations for the evaluation of the structural integrity of the high temperature gas cooled reactor.

Key words: Fracture mechanics, Fracture toughness, Fracture resistance, Graphite material

1 緒 言

高温工学試験研究炉（日本で建設予定の高温ガス炉）の炉心は 1000°C に近い高温環境にさらされ、減速材、構造材として黒鉛が使用される。構造用高強度黒鉛材料には、製造過程で微視割れおよび空孔等の欠陥が生じる。しかし、超音波等を用いた非破壊検査の手法は確立されていない。構造健全性を確保するためには、破壊力学の手法を用いて、欠陥からのき裂進展を定量的に予測する必要がある。著者らは前報において、微粒等方性黒鉛 IG-11 について、破壊じん性、応力腐食割れおよび疲労き裂進展特性を評価した¹⁾。そ

の結果、破壊じん性は初期切欠試験片の場合の方が、疲労予き裂試験片の場合よりも低く、破壊抵抗はき裂進展に伴いいったん上昇した後に低下するという特異な R 曲線挙動を示すことを明らかにした。しかし、破壊じん性、破壊抵抗の変化をもたらす原因、破壊力学パラメータに関する試験片寸法要求条件、高温環境の影響等の詳細は不明である。

そこで、本研究では不純物含有量の異なる 3 種類の微粒等方性黒鉛 (IG-11, IG-110, IG-110U) について、破壊じん性、破壊抵抗に及ぼす試験片寸法、初期切欠きの影響を調べ、破壊じん性、破壊抵抗の変化に

† 原稿受理 平成元年11月6日 Received Nov. 6, 1989

* 正会員 東京工業大学工学部 東京都目黒区大岡山, Faculty of Engineering, Tokyo Institute of Technology, Ohokayama, Meguro-ku, Tokyo

** 東京工業大学大学院 東京都目黒区大岡山, Graduate Student, Tokyo Institute of Technology, Ohokayama, Meguro-ku, Tokyo

*** 正会員 日本原子力研究所 茨城県那珂郡東海村, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaragi

Table I. Chemical composition.

	C	Fe	Si	Ti	Ni	Mg	Ca	V	Al	B	Ash
IG-11	bal.	30	20	50	5	0.3	50	40	30	3	0.04%
IG-110	bal.	<1.0	<0.1	ND	ND	<0.1	<0.1	ND	<0.3	<0.1	20
IG-110U	bal.	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	2

ND: Not Detected

Table II. Mechanical properties.

Apparent density g/cm ³	Shore hardness Hs	Bending strength MPa	Compressive strength MPa	Young's modulus GPa	Thermal expansion 10 ⁻⁶ /K
1.77	55	38.2	78.4	9.8	4.6

対して考察を加え、同時に破壊力学パラメータに関する試験片寸法要求条件を検討した。さらに、真空中、820°Cまでの高温環境で破壊じん性を調べ、室温大気中、室温真空中の破壊じん性と比較、検討し、破壊じん性に及ぼす高温環境の影響を検討した。

2 実験方法

2.1 供試材

不純物含有量の異なる3種類の微粒等方性黒鉛IG-11, IG-110, IG-110Uを実験に供した。その化学成分と力学特性をTable I, Table IIに示す。3者の室温の力学特性は同じである。

2.2 試験片と試験方法

2.2.1 室温環境の破壊じん性、破壊抵抗試験
IG-11について、室温大気中で破壊じん性、破壊抵抗試験を行った。1インチ寸法(幅 $W=50.8$ mm, 厚さ $B=25, 12, 6$ mm), 1/2インチ寸法($W=25.4$ mm, $B=12$ mm)のコンパクト試験片(以下, CTと略記)を用いた。試験片形状をFig. 1に示す。試験片両側面はエメリー紙2000番まで研磨し、光沢を呈する状態に仕上げた。また、き裂長さ測定を容易にする目的で、き裂延長線の上下1 mmの位置に、2 mm間隔でピカース圧こんを付した。電気油圧式試験機(島津製作所製、容量19.8 kN)を用い、クロスヘッド変位速度 2.5×10^{-3} mm/sec一定の変位制御で、破壊じん性、破壊抵抗を調べた。き裂長さの測定には、光学的手法(25倍の読取り顕微鏡、試験片両側面の平均)を用いた。

Fig. 1. Specimen configuration.
(Straight notch).

Fig. 2. Specimen configuration.
(Chevron notch)

2.2.2 高温環境の破壊じん性試験 IG-11, IG-110, IG-110Uについて、高温(240~820°C)真空中で破壊じん性試験を行った。シェブロン切欠き1/2インチ寸法CT試験片($W=25.4$ mm, $B=12$ mm)を用いた。試験片の詳細をFig. 2に示す。真空黒鉛ヒーター電気炉で加熱し、試験片近傍の熱電対で、温度測定した。万能引張圧縮試験機(新興通信工業(株)製、容量49 kN)を用い、クロスヘッド変位速度 3.3×10^{-3} mm/sec一定の変位制御で、破壊じん性を調べた。

3 実験結果と考察

3.1 室温環境の破壊じん性、破壊抵抗

3.1.1 R曲線挙動とき裂前縁形状 除荷時の荷重と測定したき裂長さより、応力拡大係数 K 表示の破壊抵抗 K_R を算出した。²⁾

K_R - a/W 関係の一例として、初期切欠き1CT($B=25$ mm)の結果をFig. 3に示す。ここで、 a はき裂長さ、 W は試験片幅である。 K_R は切欠底近傍で上昇し、いったん一定値を示した後、試験片背面近傍で低下するという特異なR曲線挙動を示す。結果は省略

Fig. 3. Relation between fracture resistance K_R and crack length ratio a/W .

Fig. 5. K_R - Δa curves near notch tip.

Fig. 4. Method of measuring of crack front configuration.

するが、この傾向は試験片平面寸法、試験片厚さによらず変わらない。

試験片側面に平行な縦切断面で、き裂前縁形状を調べた。破壊抵抗試験の途中で除荷した試験片を3分割し、試験片両側面、切断面2カ所の計4点で、き裂長さを比較した結果をFig. 4に示す。き裂前縁は直線状であり、後述する初期切欠底近傍を除けば、き裂長さを試験片両側面で実測した平均値とすることに問題はない。

3・1・2 初期切欠底近傍の破壊抵抗 初期切欠き1CT ($B=25\text{ mm}$, 12 mm , 6 mm)の切欠底近傍の破壊抵抗 K_R を、詳細に調べた結果をFig. 5に示す。ここで、 Δa はき裂長さ増分である。 K_R はき裂進展に伴い上昇する。試験片厚さが増大するほど、初期の K_R は低く、き裂進展に伴う K_R の上昇は顕著になる。切欠きからのき裂発生、き裂進展の様相をFig. 6に模式的に示す。切欠加工時のきず、材料の脱落に起因して、き裂は片方の側面の切欠底のコーナー部に優先的に発生し、1/4円コーナーき裂の形状となる。この場合、B点の応力拡大係数 K はA点の K に比較して

Fig. 6. Schematic illustration of change of crack front configuration in initial stage of crack growth near notch tip.

極めて高く、B点で急速なき裂進展が生じ、試験片厚さを貫通する。また、B点のき裂進展に伴い、A点でもわずかながらき裂進展が生じる。貫通き裂とみなした見掛け上のき裂長さ増分は $\Delta a = OA/2$ 、き裂長さは $a = (\text{切欠長さ} + OA/2)$ である。貫通き裂とみなした見掛け上の K はA部の K とほとんど変わらないが、B部の K よりも低い。すなわち、見掛け上の K_R は真の K_R (B点) よりも低く、き裂進展に伴い上昇し (B点の K_R に近づき)、試験片厚さを貫通すれば正しい値 (一定値) を示すと考えられる。この挙動は試験片厚さの増大に伴い顕著になる。したがって、切欠試験片の破壊じん性が低く、 K_R がき裂進展に伴い上昇するというR曲線挙動は、切欠底のコーナーき裂を貫通き裂とみなした見掛け上の K の誤差に起因していることが結論される。真の破壊じん性、破壊抵抗は試験片厚さ貫通後の一定値 $1.2\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ と判断される。

3・1・3 初期切欠長さの影響 初期切欠長さの異なる1CT ($B=12\text{ mm}$)の K_R - a/W 関係をFig. 7に示す。いずれの場合にも、上述した切欠底近傍でのき裂進展に伴う K_R の上昇が認められ、この挙動は切欠長さとは無関係である。また、 K_R - a/W 関係は a/W の大きい範囲で一致し、切欠長さの影響は認められない。 K_R の上昇の原因として、破面かみ合いが考えられる。切欠長さが異なれば、破面かみ合い領域の大きさも異

Fig. 7. K_R - a/W curves with various initial notch length a_0 .

Fig. 8. K_R - Δa curves with various specimen thickness B .

なる。しかし、切欠長さの影響がないことから、破面かみ合いの効果はないと判断される。

3・1・4 試験片厚さの影響 試験片厚さの異なる初期切欠き 1CT ($B=25, 12, 6$ mm) の K_R - Δa 関係を Fig. 8 に示す。 K_R は一定値を示した後に、リガメント長さの減少に伴い低下する。しかも、 K_R が顕著に低下する ($K_R=0.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) リガメント長さは、試験片厚さの減少に伴い増加する傾向を示す。すなわち、 K_R が低下する挙動は、リガメント長さだけではなく、リガメント面積にも支配されている。

3・1・5 試験片平面寸法の影響 初期切欠き 1CT ($B=12$ mm) と初期切欠き 1/2CT ($B=12$ mm) の K_R - a/W 関係を比較して、Fig. 9 に示す。試験片平面寸法が異なる場合にも、特異な R 曲線挙動は同様である。ただし、 K_R が顕著に低下するリガメント長さは、1/2CT の場合の方が 1CT の場合よりも小さい。

3・2 破壊力学パラメータの検討

3・2・1 試験片寸法要求条件

Fig. 9. Comparison between K_R - a/W curves and $K_R(J)$ - a/W curves.

項の試験片厚さの影響、3・1・5 項の試験片平面寸法の影響を検討するために、 K 表示の破壊抵抗 K_R と J 積分表示の破壊抵抗 J_R を算出した。 J 積分は荷重 P -荷重線変位 V 曲線下の面積から、き裂進展の補正を施して算出した³⁾。得られた J_R は次式を用いて、見掛け上の K 表示の破壊抵抗 $K_R(J)$ に換算した。

$$K_R(J) = \frac{J_R E}{1 - \nu^2} \quad (1)$$

ここで、 E ($=9.8 \text{ GPa}$) は縦弾性係数、 ν ($=0.3$) はポアソン比である。

初期切欠き 1CT ($B=12$ mm)、初期切欠き 1/2CT ($B=12$ mm) の K_R - a/W 関係と $K_R(J)$ - a/W 関係を比較して、Fig. 9 に示す。 K_R と $K_R(J)$ は $0.5 < a/W < 0.85$ (1CT の場合)、 $0.45 < a/W < 0.75$ (1/2CT の場合) の範囲においてほぼ一致 (ただし、 $K_R(J) < K_R$)、一定値を示す。CT 試験片の J 積分評価式の解析結果によれば、線形弾性体の場合、 $K=1.1K(J)$ となる。上記の $K_R(J) < K_R$ はこの効果である。したがって、微粒等方性黒鉛 IG-11 の破壊じん性と破壊抵抗の表示に際して、上記のき裂長さ比の範囲において、 K は有効であり、 J 積分を用いる必要はないと結論される。

金属材料の場合、小規模降伏の試験片寸法要求条件として、次式が適用される。

$$b \geq 2.5 \left(\frac{K_{Ic}}{\sigma_Y} \right)^2 \quad (2)$$

ここで、 b はリガメント長さ、 K_{Ic} は平面ひずみ破壊じん性、 σ_Y は降伏応力である。ただし、黒鉛の場合、降伏応力は存在しない。

1CT ($B=12$ mm) と 1/2CT ($B=12$ mm) について、き裂進展に伴うリガメントの公称曲げ応力の変化を Fig. 10 に示す。ここで、曲げ応力は引張強さ ($\sigma_B = 22.9 \text{ MPa}$) で無次元化してある。前述の K 表示が

Fig. 10. Variation of nominal bending stress in ligament during crack growth.

有効でなくなる $a/W \geq 0.85$ (1 CT の場合), $a/W \geq 0.75$ (1/2 CT の場合) の範囲では, $\sigma/\sigma_B \geq 0.85$ となる。すなわち, 金属材料の場合, 式 (2) は $\sigma < \sigma_Y$ を意味するが, 黒鉛の場合, σ_Y の代わりに引張強さ σ_B が考えられる ($\sigma < \sigma_B$)。

そこで, 式 (2) において降伏応力 σ_Y を引張強さ σ_B ($=22.9 \text{ MPa}$) で置き換えると, $b=7 \text{ mm}$ となる。この値は, $a/W=0.86$ (1 CT の場合), $a/W=0.72$ (1/2 CT の場合) に対応し, 上記の K_R が一定値を示す上限と一致している。したがって, 金属材料の小規模降伏の試験片寸法要求条件を拡張して, 黒鉛に適用できる。式 (2) が黒鉛に拡張できる理由として, 金属材料の場合の塑性域の代わりに, き裂先端にプロセスゾーンが存在することが考えられる。プロセスゾーン内部で応力が破壊応力 (引張強さ) に達して, 多数の微視割れが発生しており, プロセスゾーンがリガメントに比較して十分小さい場合にのみ, K は有効となる。

同様に, 金属材料の場合, J 積分に関する試験片寸法要求条件として, 次式が適用される。

$$b \geq 25 \left(\frac{J_{Ic}}{\sigma_Y} \right) \quad (3)$$

ここで, J_{Ic} は弾塑性破壊じん性である。

式 (2) の場合と同様に, 式 (3) において σ_Y を σ_B で置き換えると, $b=0.1 \text{ mm}$ となる。しかし, Fig. 9 において 1/2 CT の $K_R(J)$ の結果は K_R の結果と同様に, $a/W=0.75$ ($b=7 \text{ mm}$) を越えると低下し, 一定値を示さない。すなわち, 黒鉛の場合, J 積分の有効性には疑問がある。高温ガス炉に使用される黒鉛構造材の寸法を考慮すれば, 式 (2) の拡張はほぼ満足され, K の使用に特に問題は生じないと判断される。

3・3 高温環境の破壊じん性

3・2 節で示したように, 1/2 CT の K_R は 0.45

$< a/W < 0.75$ で一定値を示す。この範囲で K の形状係数 $f^*(a/W)$ が極小値を示すように解析, 設計したシェブロン切欠き 1/2 CT を用い, 黒鉛の破壊じん性 K_{Ic} を決定できる。荷重 P をパラメータとした応力拡大係数 K の変化を, 室温環境の R 曲線と比較して, Fig. 11 に示す。最高荷重 ($P=11.5 \text{ kgf}$), $f^*(a/W)$ が極小値を示す $a/W (=0.51)$ で, 不安定破壊を生じることがわかる。

この結果に基づき室温真空中の K_{Ic} と高温 ($240 \sim 820^\circ\text{C}$) 真空中の K_{Ic} を, 最高荷重と $a/W=0.51$ を用いて調べた。 K_{Ic} の温度依存性を Fig. 12 に示す。不純物含有量は IG-11, IG-110, IG-110U の順に低くなるが, 3 者の室温の力学特性は同じである。 K_{Ic} にも有意差はないと判断される。

室温環境の結果と比較すれば, 真空中の K_{Ic} は大気中の K_{Ic} よりも 10% 程度高い。真空中の K_{Ic} の増大は脱ガスの効果で, 特に水蒸気の影響が大きいと考えられる。別に窒素中で行った結果では, K_{Ic} は真空中と変わらなかった ($1.05 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$)。これは雰囲気窒素にする際, いったん真空中に引いた効果と考えられる。真空中, 室温環境と高温環境の結果を比較すれば, K_{Ic} は温度上昇に伴いわずかに増大し, $700 \sim 800^\circ\text{C}$ の K_{Ic} は室温の K_{Ic} よりも 10% 程度大きくなる。一般

Fig. 11. Comparison between K and K_R in chevron notched specimen.

Fig. 12. Relation between K_{Ic} and test temperature.

に、黒鉛の強度は1500°C以上まで、温度上昇に伴い増大する。 K_{Ic} も同様の傾向を示すと判断される。

以上の結果から、高温ガス炉環境の構造健全性評価に、室温大気中の破壊じん性、破壊抵抗の試験結果を用いれば、保守的な評価が得られることになる。特に、高温環境での詳細な試験の実施は、不必要と判断される。

4 結 言

本研究では、3種類の微粒等方性黒鉛 (IG-11, IG-110, IG-110U) について、破壊じん性、破壊抵抗に及ぼす試験片寸法、初期切欠きの影響を調べ、破壊じん性、破壊抵抗の変化に対して考察を加え、同時に破壊力学パラメータに関する試験片寸法要求条件を検討した。さらに、真空中、820°Cまでの高温環境で破壊じん性を調べ、室温大気中、室温真空中の破壊じん性と比較、検討し、破壊じん性に及ぼす高温環境の影響を検討した。得られた結果を要約すれば、以下のとおりである。

(1) 初期切欠試験片の破壊抵抗は、き裂進展に伴いいったん上昇した後に、低下するという特異なR曲線挙動を示す。前者の原因を明らかにし(初期切欠底のコーナーき裂)、真の破壊抵抗はき裂進展に伴い変化せず(一定値)、破壊じん性に等しいことを示した。

(2) 破壊力学パラメータとして応力拡大係数 K が

有効であり、有効性の判定基準として、金属材料の場合の小規模降伏の試験片寸法要求条件において、降伏応力を引張強さに置き換えて、拡張できることを明らかにした。

(3) 真空環境、高温環境で破壊じん性は増大することを明らかにした。したがって、高温ガス炉環境の構造健全性評価に、室温大気中の破壊じん性、破壊抵抗を用いれば、保守的な評価が得られる。

(平成元年9月28日 第5回破壊力学シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 小林英男, 荒居善雄, 荒木 徹, 奥 達雄, 材料, **37**, 934 (1988).
- 2) J. E. Srawley, Int. J. Fracture, **12**, 475 (1976).
- 3) P. Alberecht, W. R. Andrews, J. P. Gudas, J. A. Joyce, F. J. Loss, D. E. McCabe, D. W. Schmidt and W. A. Van Der Sluys, J. Testing and Evaluation, **10**, 245 (1982).
- 4) 早川文雄, 小林英男, 日本機械学会論文集, **A-53**, 1913 (1987).
- 5) D. Munz, R. T. Bubsey and J. L. Shannon, Jr., J. A. C. S., **63**, 300 (1980).
- 6) 丸山忠司, 本宮佳代子, 奥 達雄, 荒井長利, 日本原子力学会年会要旨集, G37 (1989).