アルミナおよびアルミナ-ジルコニア複合材料の 高温衝撃破壊じん性試験†

青 木 繁* 岸 本 喜久雄*
高 橋 伸一郎** 坂 田 勝*

High Temperature Impact Fracture Toughness Testing of Alumina and Alumina-Zirconia Composite

by

Shigeru AOKI*, Kikuo KISHIMOTO*, Shinichirou TAKAHASHI**
and Masaru SAKATA*

Impact fracture toughness K_{Ia} tests were carried out on a alumina and alumina-zirconia composite at temperatures up to 1200°C. The one-point-bend impact tester was used and the specimens were pre-cracked by the bridge indentation method. A simple formula was employed for evaluating the dynamic stress intensity factor $K_I(t)$ from the measured impact force.

In order to examine the accuracy of this K_{Ia} measuring system, the natural angular frequency of the pre-cracked specimen was measured by using a strain gage and a FFT analyzer, since it has a significant effect on evaluating $K_I(t)$. The measured values were found to be in good agreement with those calculated from the simple formula based on the Euler-Bernoulli beam theory. It is concluded that the natural angular frequency can be precisely estimated by the formula.

The existence of the contact force acting on the crack surfaces was confirmed by comparing the static load-strain curves of the pre-cracked specimens with those of the notched specimens. The effect of contact force on the measured K_{Ia} value was discussed in relation to the test conditions such as loading rate, specimen size and time-to-fracture. It was experimentally demonstrated that the effect of contact force was negligible in the present test conditions.

It was found that the fracture toughness values of alumina and alumina-zirconia composite increased with the loading rate, and the K_{Ia} of alumina was almost constant at temperatures up to 1200°C, while the K_{Ia} of alumina-zirconia composite decreased with test temperature.

Key words: Alumina, Alumina-zirconia, Impact fracture toughness, One-point-bend impact test, High temperature, Contact force on crack surfaces

1 ま え が き

セラミックスは優れた耐熱性や耐磨耗性などのために構造用材料としての将来性が注目されており、種々の機器への利用が検討されている。ターボ過給機や内燃機関などにセラミックスを利用する際には、常温のみならず高温下の衝撃的な荷重に対する破壊じん性の評価が重要となる。著者らは前報において、高温下のセラミックスの衝撃破壊じん性 K_{Ia} を計測するための両端自由衝撃曲げ（1点曲げ）破壊試験システムを開

発して、炭化珪素（SiC）について実験した。

本報では、開発した試験システムの測定精度、試験片のき裂面の接触の影響などについて検討し、常温から1200°Cまでの温度下におけるアルミナおよびアルミナ-ジルコニア複合材料の K_{Ia} を計測した結果について報告する。

2 材料および試験片

供試材料は、アルミナセラミックス（ Al_2O_3 ：日本特殊陶業社製 KP-990）および、ジルコニアセラミッ

Table I. Chemical compositions of tested materials (wt%).

Material	Al_2O_3	ZrO_2	Y_2O_3	HfO_2	ZnO	Fe_2O_3	MgO	CaO	TiO_2	SiO_2
Al_2O_3	99.42	—	—	—	—	0.02	0.23	0.14	—	0.18
Al_2O_3 - ZrO_2	43.90	52.60	2.10	0.94	0.06	0.04	0.02	0.06	0.03	0.04

† 原稿受理 平成元年12月16日 Received Dec. 16, 1989

* 正会員 東京工業大学 東京都目黒区大岡山, Tokyo Institute of Technology, Ookayama, 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, Ookayama, Meguro-ku, Tokyo

Table II. Mechanical properties of tested materials.

Material	Density (g/cm ³)	Young's modulus (GN/m ²)	Bending strength (kg/mm ²)	Poisson's ratio
Al ₂ O ₃	3.87	368	158	0.23
Al ₂ O ₃ -ZrO ₂	4.77	275	110	0.27

Fig. 1. Configuration of specimen.

クス (Al₂O₃ および ZrO₂ の複合材: 日本特殊陶業社製 UTZ-20) であり, その成分および機械的性質を Table I および Table II に示す。

試験片の形状および寸法を Fig. 1 に示す。試験片中央には予き裂 (Fig. 1(a)) を Bridge Indentation 法により導入した。セラミックスへ予き裂を導入することが困難なために前報と同様に切欠き試験片をき裂試験片のかわりに用いることが考えられるが, このための誤差を見積るために Fig. 1(b) に示すような切欠き試験片も作成した。また, き裂試験片においては後述するようにき裂面に接触力が作用している可能性があるため, これを解放するためにき裂の先端部だけを残してき裂面を削り落とした試験片 (Fig. 1(c)), 以後簡単のために N-C 試験片と呼ぶ) も作成した。

3 高温衝撃破壊じん性計測システム

先に開発した両端自由衝撃曲げ (1 点曲げ) 破壊試験システムを用いた。本システムについては前報で詳述しているので, ここでは概略のみを述べる。Fig. 2 に示すように, 試験片の両端面に耐熱性の細い糸 (セラミックス製) を耐熱性の接着剤を用いて接着し, 赤外線イメージ炉内に吊り下げて設定温度まで加熱する。試験片の中央部に鋼製の円柱を落下させて衝撃力を加えることにより, 試験片を両端自由の条件下で破壊させることができる。落下円柱には半導体ひずみゲージを貼って, 衝撃力 $F(t)$ を測定する。円柱が炉内に落下してもひずみゲージは炉外にあり常温に保たれる。また, 円柱は十分長く, 試験片が破壊する以前に円柱の上端からの反射波がひずみゲージに達しないようにしている。1 本の試験片に対して, 円柱の高さを徐々に増加して数回落下させ, 破壊が生じる落下高さを求める。この際のひずみゲージからの信号をメモリスコープに記録し, パーソナルコンピュータによって動的応力拡大係数 $K_I(t)$ に変換して, その最大値を K_{Id} と

Fig. 2. One-point-bend impact tester and instrumentation system.

する。

$K_I(t)$ の計算にはオイラー・ベルヌーイ梁理論に基づく下記の評価式を用いた。

$$K_I(t) = k_m \frac{EI}{S^2} \sum_{m=1}^{\infty} \frac{Y_{Fm} \left(\frac{1}{2} \right) Y_{Fm}'' \left(\frac{1}{2} \right)}{\omega_{Fm} W_{Fm} S} \int_0^t F(\tau) \sin \omega_{Fm}(t - \tau) d\tau \quad (1)$$

ここで, $Y_{Fm}(\xi)$ は両端自由条件下の試験片の固有関数である。 ξ は試験片の長さ S で無次元化された座標であり, $\xi = 1/2$ は試験片中央を表す。また, $'' = \partial^2 / \partial \xi^2$ である。 ω_{Fm} は固有角振動数であり, 次式によって求められる。

$$\omega_{Fm}^2 = \frac{\lambda_{Fm}^4}{S} \frac{EI}{\rho A} \quad (2)$$

上式における λ_{Fm} は, 次の振動数方程式の第 m 番目の根である。

$$\cos \frac{\lambda_{Fm}}{2} \sinh \frac{\lambda_{Fm}}{2} + \sin \frac{\lambda_{Fm}}{2} \cosh \frac{\lambda_{Fm}}{2} + \frac{DI}{2S} \lambda_{Fm} \left(\cos \frac{\lambda_{Fm}}{2} \cosh \frac{\lambda_{Fm}}{2} - 1 \right) = 0 \quad (3)$$

E , I , ρ および A はそれぞれ試験片の縦弾性係数, 断面 2 次モーメント, 密度および断面積であり, D はき裂の効果を表す係数である。 D , k_m , W_{Fm} および $Y_{Fm}(\xi)$ を求めるための数式については前報を参照していただきたい。実際の計算では, 式 (1) において $m=4$ までのモードを考慮した。

4 試験片の固有角振動数の計測

固有角振動数 ω_{Fm} は動的応力拡大係数 $K_I(t)$ の評価式 (1) に直接介入しており, その値が $K_I(t)$ の値に大

Fig. 3. Method of measuring natural angular frequency.

きな影響を与えるので、正確に求める必要がある。本衝撃破壊じん性計測システムでは、前節で述べたようにオイラー・ベルヌーイ梁理論による式(2)および(3)を用いて、計算によって ω_{F1} を求めている。この方法によって求めた $K_I(t)$ の精度は鋼の試験片を用いた実験¹⁾および有限要素解析との比較によって既に確認されているが、セラミックスの試験片についてはまだ検討されていない。そこで、2節で述べた試験片の固有角振動数を実測し、式(2)および(3)より得られた計算値と比較して、式(2)および(3)を用いることの妥当性について検討した。

Fig. 3に示すように張力を与えた2本の細い糸で試験片の両端を支持し、中央部に鋼球を落下させて両端自由条件の曲げ振動を発生させ、試験片の中央部に貼ったひずみゲージによって振動波形を測定し、これをFFTアナライザーにより周波数分析して固有角振動数を求めた。き裂または切欠きの長さ a を種々に

変えて実験を行った。参考のために、き裂を導入していない平滑試験片についても測定を行った。いずれの場合も基本モードが特に卓越していたので、 ω_{F1} のみの測定を行った。

Fig. 4に測定結果を計算結果とともに示す。図では簡単のために ω_{F1} を ω と略記し、平滑試験片の値 ω_0 で無次元化して示している。切欠き試験片の実測値(○, △)はアルミナとジルコニアの材料の別によらず計算結果とよく一致している。しかし、き裂試験片の実測値(●, ▲)は計算値よりも高い値を示しており、平滑試験片の値とほぼ等しくなっている。N-C試験片(Fig. 1(c)参照)の実測値(●, ▲)はき裂試験片の値よりは低い、計算値よりもやや高い値を示している。N-C試験片の切欠き部分の長さを a としてプロットし直すと、実測値(○, △)は計算値とよく一致することがわかる。

以上の結果から、き裂試験片およびN-C試験片ではき裂面が互いに接触した状態のままで振動していることが推察される。き裂面の接触については次節でさらに検討する。また、Fig. 4は切欠き試験片のようにき裂面の接触がない場合には式(2)および(3)により精度よく ω_{F1} を求めることができることを示している。

き裂試験片およびN-C試験片は固有角振動数 ω_{F1} を測定する際のように変形が小さい場合にはき裂面が接触したまま振動しているが、破壊試験時のような大荷重・大変形を受ける際にはき裂が開口し、き裂面の接触は解消されていると考えられる。したがって、衝撃破壊じん性試験における $K_I(t)$ の評価に際して、き裂面の接触を無視した式(2)および(3)を用いて固有角振動数 ω_{F1} を計算しても、十分な精度が得られると考えられる。

5 き裂面上の接触力に関する検討

き裂面上の接触力の有無を調べるために、き裂また

Fig. 4. Natural angular frequencies of specimens.

Fig. 5. Relationship between load and strain (Al_2O_3).

は切欠き先端近傍にひずみゲージを貼付して静的三点曲げ試験を行い、荷重 F とひずみの関係を求めた。Fig. 5 にアルミナ試験片の結果を示す。アルミナ-ジルコニア複合材料試験片についても同様の結果が得られた。切欠き試験片の荷重-ひずみ関係 (Fig. 5 (c)) は線形であるのに対し、き裂試験片の結果 (Fig. 5 (a)) は荷重の小さい範囲で非線形を示しており、N-C 試験片の結果 (Fig. 5 (b)) は両者の中間的な挙動を示している。

このような挙動は、き裂試験片において互いに接触していたき裂面が荷重の増大とともに徐々に開口して、コンプライアンスが徐々に増加するために生じたと考えられる。き裂が完全に開口し、き裂面の接触が失われた (点 A) 後は切欠き試験片と同様に荷重-ひずみ関係が線形になったと考えられる。なお、A 点の荷重はアルミナ試験片で破壊荷重に対しては約 35%、アルミナ-ジルコニア複合材料試験片では約 20% であった。

き裂面上の接触力の原因としては二つの要因が考えられる。Fig. 6 に示すように Bridge Indentation 法においてき裂の起点としてあらかじめ設けたピッカース圧こん周辺の塑性的な変形のためにき裂面上に接触力が生ずることがまず第一に考えられる。第二の原因として、岸らが指摘しているように、材料の焼結時に熱

膨張係数の異方性や不均一性に起因して生じた (局所的に引張りと圧縮の混在する) 残留応力のうち、引張残留応力のみがき裂の導入により解放された結果、き裂面を互いに押しつけるような力のみが残留することが考えられる。予き裂が長いので第一の原因による接触力は第二の原因による接触力に比べて無視できると考えられる。

このようなき裂面の接触が破壊じん性に与える影響については、以下のように考えることができる。静的な荷重に対しては破壊時にはき裂面は完全に開口しているはずであり、破壊時の荷重から静的応力拡大係数が決定されるのであるから、き裂の接触は静的破壊じん性の測定には影響を与えないと考えられる。しかし、衝撃荷重に対しては、動的応力拡大係数が破壊時の荷重のみでなく荷重履歴に依存するので (例えば式 (1) 参照、動的応力拡大係数は時間 (たたみ込み) 積分により決定される)、破壊開始以前におけるき裂面の接触が衝撃破壊じん性に影響を与えることになる。すなわち真の動的応力拡大係数 $K_{\text{true}}(t)$ は外荷重 $F(t)$ による成分 $K_{\text{appl}}(t)$ と接触力による成分 $K_r(t)$ の和として次式で表される。

$$K_{\text{true}}(t) = K_{\text{appl}}(t) + K_r(t) \quad (4)$$

ここで、 $K_{\text{appl}}(t)$ は式 (1) により定められる。 $K_r(t)$ はき裂面上の接触力の時間的変化と接触力による衝撃応答関数が与えられれば、式 (1) と同様の式により評価できる。しかし、接触力を求めることは困難であるから、本報ではき裂試験片と N-C 試験片の衝撃破壊じん性を比較することにより実験的に接触力の影響を調べることにする。

6 衝撃破壊じん性試験結果

Fig. 7 (a) および (b) にそれぞれアルミナき裂試験片の荷重 $F(t)$ と $K_I(t)$ の測定例を示す。破線は試験片が破壊する寸前の落下高さに対する結果であり、実線は試験片が破壊した落下高さに対する結果である。衝撃破壊じん性 K_{Ia} は、厳密には Fig. 7 (b) の破線の最大値と実線の最大値の中間に存在するが、両者の差異が小さいので実線の最大値から求めた。Fig. 8 (a) およ

Fig. 6. Contact forces on crack surfaces.

(a) Impact force $F(t)$. (b) Dynamic stress intensity factor K_{Id} .

Fig. 7. Measured impact force and dynamic stress intensity factor calculated by equation (1).

(a) Alumina (Al_2O_3). (b) Alumina-zirconia ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$).

Fig. 8. Fracture toughness vs loading rate at room temperature.

(a) Alumina (Al_2O_3). (b) Alumina-zirconia ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$).

Fig. 9. Impact fracture toughness at various temperatures.

び(b)にそれぞれアルミナおよびアルミナ-ジルコニア複合材料の常温における衝撃破壊じん性 K_{Id} の測定結果を示す。参考のために、油圧式試験機により行った静的破壊じん性 K_{Ic} の試験結果も同図中に示した。これらの破壊じん性は負荷速度 $\dot{K} (=K_{Ic}/t_f$ または K_{Id}/t_f , t_f : 破壊開始までの時間) の上昇に伴って増大することがわかる。また、切欠き試験片によって求めた見かけの K_{Id} はき裂試験片の K_{Id} よりも高い値を示すが、両者の差異は静的破壊じん性 K_{Ic} における差異と同程度である。

き裂試験片による K_{Id} と N-C 試験片による K_{Id} の間にはほとんど差異が認められない。すなわち、本実験においてはき裂面上の接触力は K_{Id} に影響をほとんど与えていないことがわかる。式(4)における $K_r(t)$ は、試験片の形状、負荷速度、破壊開始までの時間などによっては大きな値を持つ可能性があるため、この影響を避けるために N-C 試験片を用いることが望ましいと考えられる。

Fig. 9(a) および(b)にそれぞれ種々の温度下で得られたアルミナおよびアルミナ-ジルコニア複合材料の衝撃破壊じん性 K_{Id} を示す。測定時の負荷速度は $\dot{K} = 2 \times 10^6 \text{ MN/m}^{3/2}\text{s}$ である。アルミナの K_{Id} は 1200°C までの温度範囲ではほぼ一定値を示すのに対して、アルミナ-ジルコニア複合材料の K_{Id} は温度の上昇によって低下することがわかる。なお、アルミナ

においては、高温における切欠き試験片の見かけの K_{Ia} とき裂試験片の K_{Ia} の差異は常温における差異と同程度であるから、本実験における程度の高温ではき裂のゆ着などが生じなかったと考えられる。

7 ま と め

アルミナおよびアルミナ-ジルコニア複合材料の高温衝撃破壊じん性に関して以下のような結果が得られた。

(1) 動的応力拡大係数の計算値に大きな影響を与える試験片の固有角振動数は、オイラー・ベルヌーイ梁理論に基づく評価式によって精度よく求められることを実験により確かめた。

(2) 試験片のき裂面に存在する接触力が衝撃破壊じん性の測定値に与える影響について検討し、本試験条件下ではこの影響が無視できることを実験によって確認した。しかし、試験条件によってはき裂面の接触力が衝撃破壊じん性の測定値に大きな影響を与える可能性があるため、この影響を避けるためにき裂の先端部だけを残してき裂面を削り落とした試験片 (Fig. 1

(c)) を用いることが望ましいことを指摘した。

(3) アルミナおよびアルミナ-ジルコニア複合材料の破壊じん性は負荷速度の上昇とともにやや増加する。アルミナの K_{Ia} は 1200°C までの温度範囲ではほぼ一定値を示すのに対して、ジルコニアの K_{Ia} は温度の上昇によりやや低下する。

実験に協力された東京工業大学大学院生 須賀陽一郎君 (現在 松下電気通信) に謝意を表す。

(平成元年12月8日 第3回材料の衝撃問題シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 坂田 勝, 青木 繁, 岸本喜久雄, 藤野陽輔, 穂場 享, 材料, **37**, 610 (1988).
- 2) T. Nose and T. Fujii, J. Am. Cer. Soc., **71**, 328 (1988).
- 3) 藤野陽輔, 岸本喜久雄, 青木 繁, 坂田 勝, 日本機械学会論文集, A-54, 1101 (1988).
- 4) 岸 輝雄, 鈴木健一, 金 炳男, 材料強度と破壊総合シンポジウム論文集, **33**, 21 (1988).

書 評

百万人の化学史

——「原子」神話から実体へ——

筏 英 之 (著)

(1989年, アグネ承風社発行, A 5 判, 250ページ, 2920円)

学問の世界では、どの分野でも多くの先人たちのたゆまぬ努力と多くの犠牲のもとに今日の姿がある。ときには歴史を振り返って学問の進歩の課程をもう一度見直すことも必要であり、かつ大変興味深い。本書は化学の発展の歴史を真正面から論じたものではないが、多くの資料と写真や貴重な図面で読物風につづられたものであり、肩の凝らない好編である。古代エジプトの高度な技術の紹介に始まり、ギリシャ哲学の考え方、アラビアと中世の錬金術師の活躍と錬金術の化学、気体化学の進歩、化学結合の法則の発見、有機合成の発見と有機化学の発展、元素周期律の発見、分光分析学の進歩、不活性ガスの発見、熱力学の進歩とエントロピーの概念の確立、核物理、生物物理の萌芽、量子物理化学の発見を経て、現在の計算機の発展に伴う大がかりな分子軌道法による分子設計の時代へと続く。このような化学の歴史にも、他の分野と同様に無明のために引き起こされた多くの尊い犠牲がある。名もない錬金術師、地動説のコペルニクス、ブルーノ、ガリレオ、そしてフランス革命の嵐に断頭台の露と消えたラバオジェなど、化学の先駆者たちは苦難と障害に負けず、忍耐強い努力で真実を追い続けた。化学が世間一般でその価値を認識されていない時代、あるいは錬金術や産業革命当時のようにかえって排斥を受けた時代における人物の肖像画と貴重な実験装置の図が、われわれに教える先人たちの思いと知恵には図り知れないものがある。これらを収集された著者の努力と苦労は大変なものであろう。著者がまえがきでも述べているように、これらの偉大なマエストロの博愛精神を読み取るとき、あらたな挑戦への意欲が沸いてきそうである。

(三重大学工学部 妹尾 允史)