圧こん予き裂からのき裂進展によるアルミナの *R* 曲線挙動†

鈴木 賢治* 田中 啓介**
坂井田 喜久*** 山岸 裕之****

R-Curve Behavior for Stable Crack Growth from
Indentation Cracks in Alumina

by

Kenji SUZUKI*, Keisuke TANAKA**, Yoshihisa SAKAIDA***
and Hiroyuki YAMAGISHI****

A new experimental system was developed to record the optical microscopic image of slow crack growth in ceramics together with the applied stress value. The bending stress was applied to pressureless-sintered alumina with Vickers indentation cracks, and the slow crack growth behavior was observed with this new system. The relation between the applied stress intensity factor K_{app} and $P/c^{3/2}$ (P =the indentation load, c =the half crack length) becomes linear with the crack extension. From the linear relation, the fracture toughness K_{∞} for long cracks and a χ parameter in equation $K_{res}=\chi \cdot P/c^{3/2}$ (K_{res} =the stress intensity factor due to indentation residual stress) were obtained. The increasing *R*-curve for small cracks was determined by using the above determined χ parameter. The resistance became constant as the crack extension was longer than 0.15 mm, and this constant value was identical to the fracture toughness determined by using a single-edge-precracked beam.

Key words : Ceramics, *R*-curve, Indentation crack, Stable crack growth, In-situ observation

1 緒 言

セラミックスの破壊強度を評価する上で *R* 曲線モデルは有望視されており、*R* 曲線挙動を定量的にかつ厳密に把握することが重要な課題となっている。破壊じん性が低いセラミックスでは、微小欠陥からの *R* 曲線特性を実験的に評価することが必要である。このためビッカース圧こん予き裂を試験片に導入して、曲げ強さから *R* 曲線特性を把握しようとした研究が、Lawn らによって行われた¹⁾。しかし、これらの方法では、き裂の安定成長との関わりが明らかでなく不十分である。そのため最近では、き裂進展を観察する実験が行われるようになった^{2),3)}。ここでは、き裂進展の詳細な測定とともに、圧こん残留応力による応力拡大係数などを厳密にとらえることを確立する必要がある、これらの面での研究も進められている^{4)~6)}。

本研究では、曲げ負荷応力下での圧こんからのき裂進展を光学顕微鏡で正確にその場測定できるようにした実験装置を開発し、それを用いて *R* 曲線実験を行った。

この *R* 曲線実験により圧こんき裂を安定成長させる方法から圧こん残留応力による応力拡大係数を正確に求める方法を検討した。

2 実験方法

2・1 材料および試験片

本研究では、常圧焼結アルミナ (AL1) を用いた。これはファインセラミックスセンター (JFCC) のリファセラムである。曲げ試験片の寸法は、幅 4 mm、高さ 3 mm、長さ 40 mm の角材とした。引張り面は最終的にダイヤモンドスラリーでラップ仕上げを施して、加工の影響を極力含まないようにした。その他、破壊じん性値を測定するために JIS R1607 (1990) に準拠した片側予き裂材 (SEPB) を用意した。材料の機械的性質等を Table I に示す。曲げ強さは 10 本の試験片の平均、破壊じん性値は 4 本の試験片の平均からそれぞれ求めた。破壊じん性試験の予き裂長さは 0.50~1.14 mm であった。

R 曲線実験に使用した試験片は、前述の曲げ試験片

Table I. Mechanical properties of specimens.

Material	Young's modulus E (GPa)	Poisson's ratio ν	Bulk density ρ (g/cm ³)	Bending strength σ_b (MPa)	Fracture toughness by SEPB K_{Ic} (MPa $\sqrt{m}$)
Al ₂ O ₃ (AL1)	378	0.24	3.29	401	4.52

† 原稿受付 平成 6 年 9 月 30 日 Received Sep. 30, 1994
* 正 会 員 新潟大学教育学部生活科学講座 〒950-21 新潟市五十嵐 2 の町, Faculty of Education, Niigata Univ., Igarashi-2-no-cho, Niigata, 950-21
** 正 会 員 名古屋大学工学部機械工学科 〒464-01 名古屋市中種区不老町, Dept. of Mech. Eng., Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-01
*** 正 会 員 (財)ファインセラミックスセンター 〒456 名古屋市熱田区六野, Japan Fine Ceramics Center, Atsuta-ku, Nagoya, 456
**** 学生会員 新潟大学大学院 〒950-21 新潟市五十嵐 2 の町, Graduate Student, Niigata Univ., Igarashi-2-no-cho, Niigata, 950-21

Fig. 1. System for R-curve experiment.

の引張り面に金のスパッタリングを施して、き裂進展の観察をし易くした。その上に、それぞれ 49, 98, 196, 294, 490 N のピッカース圧こんを押し込み、圧こん予き裂を導入した。

2・2 R 曲線実験法

R 曲線実験の装置システムの概略を Fig. 1 に示す。微小な圧こん予き裂からのき裂進展を観察するために、顕微鏡下で試験片を四点曲げをする治具を作成した。曲げ治具には小型のロードセルがあり、曲げ荷重は A/D 変換器を介して、コンピュータに送られる。

一方、曲げ負荷によるき裂の進展は、顕微鏡から CCD カメラを通してスーパーインポーズボードに入力される。このボードは、コンピュータのディスプレイに表示された応力をはじめ実験に必要な値を同時に重ね合わせて、VTR に送ることができる。これによりき裂長さ（顕微鏡画像）と応力が同時に記録できる。テレビカメラによる記録は、写真撮影に比べ大量の画像データを速やかに、手際よく記録する方法として有効である。また、実験結果を記録してあるので繰返し検証することができる利点がある。

曲げ応力の負荷については、き裂の進展がないか否かをモニター画面で確認しながら、手動で負荷を行った。き裂が進展している場合は、曲げ負荷の増加を停止してき裂が停留してからき裂画像を取込んだ後、再び曲げ負荷を増加させた。これらの操作を試験片が不安定破壊するまで続けた。

圧こんき裂は、曲げ負荷にともない安定成長するが、き裂の形状は半だ円表面き裂と仮定し、Ramachandran⁵⁾と同様に半だ円き裂のアスペクト比 a/c は次式の関

Fig. 2. Indentation crack.

係に従うとした (Fig. 2 参照)。

$$\frac{a}{c} = 1 - \frac{a}{t} \quad (1)$$

曲げ応力による負荷応力拡大係数 K_{app} の算出は、Newman⁹⁾らの方法により求めた。

3 実験結果および考察

3・1 圧こんき裂からの安定成長

本装置により圧こんき裂を安定成長させたときの様子の一例を Fig. 3 に示す。写真の三角マークはき裂が停留したところを示している。すなわち、き裂の安定成長は、負荷応力の増加に従い滑らかに進展するのではなく、step-wise に成長する。き裂が停止するところでは、き裂の屈曲、気孔などがみられる。き裂先端の近くをみると、き裂は完全につながっているのではなく、き裂後方で不連続になっている。この圧こんき裂からの安定成長を模式的に示したのが、Fig. 4 である。障害物に突き当たりき裂が停止したところから負荷応力を上げると、微視き裂が主き裂の先端に発生する。負荷応力を増すと主き裂と先端の微小き裂の開口と成長が起こり、それらは合体する。さらに、負荷応力を増すと障害物を越えたところに不連続的に微視き裂が発生する。アルミナの圧こんき裂は、このようなメカニズムの繰返しにより step-wise に安定成長を続けて行くが、R 曲線がフラットになるところからは、き裂進展のステップが大きくなる。

Fig. 5 にき裂進展の各ステップごとの進展長さを示す。き裂進展ステップ長さは、ある一定の範囲の値を示すが、ステップが 9 を越えたところからは急激にき裂進展ス

Fig. 3. Micrograph of crack.

Fig. 4. Crack propagation mechanism for stable crack growth.

Fig. 5. Crack extension step length in stable crack growth.

ステップ長さが増加して不安定破壊に近づく。き裂進展量を $\Delta c = c - c_0$ と定義すると図に示すようにき裂進展量 Δc が、0.15 mm までの平均ステップ長さは $22.5 \mu\text{m}$ になり、他の試験片との平均は $21.8 \mu\text{m}$ であった。このことから約 $22 \mu\text{m}$ 間隔で、粒界などのき裂進展の障害にぶつかり、それを越えて微視き裂が先行して発生し、応力拡大係数の増加によりき裂が合体して障害物のき裂進展の抵抗が失われる。

本実験装置により圧こん予き裂の R 曲線実験を行った結果を Fig. 6 に示す。本方法により微小な圧こん予き裂からの安定成長の観測と測定ができる。負荷応力拡大係数 K_{app} が増加するに従い、き裂が安定成長していく様子がわかる。ここで、き裂長さとしては Fig. 4 で示す微視き裂先端までの長さとした。

その他、圧こん予き裂の初期き裂長さ c_0 、不安定破壊き裂長さ c^* 、圧こん試験片の曲げ強さ σ_F 、ヤング率とビッカース硬さの比 E/H_V のデータをそれぞれ Table II に示す。

3・2 圧こん残留応力の影響

負荷応力および圧こん残留応力の応力拡大係数を加えることにより、真のき裂進展抵抗 K_R が求められる。

$$K_R = K_{\text{app}} + K_{\text{res}} \quad (2)$$

Fig. 6. Stable crack growth.

このき裂進展抵抗が、き裂進展によりどのような挙動を示すかを明確にすることが重要である。ここで、 K_{app} はき裂長さの測定によりほぼ正確に計算できるが、問題は K_{res} の値の決定方法である。圧こんによるき裂の形状や残留応力を正確に把握できないので、ここでは一般的に利用されている以下の式から K_{res} を求めた。

$$K_{\text{res}} = \chi \frac{P}{c^{3/2}} \quad (3)$$

$$\chi = \delta \left(\frac{E}{H_V} \right)^{1/2} \quad (4)$$

ここで P は圧こん押し込み荷重であり、 E は材料のヤング率、 c は表面き裂半長、 χ は定数であり、 δ は圧子の形状と材料による定数であるとしている。しかし、 χ の値を圧子の幾何形状と材料によって決まる定数として単純に扱うことは疑問が残る。第一に、どのき裂長さを用いて χ を求めるのか、第二に R 曲線挙動をもつセラミックスの場合 K_R が変化するので、どこの K_{res} を既知とするのか、を明確にしなければならない。

R 曲線実験を利用して、この問題を解決することを検討する。式(2)と式(3)より

$$K_R = K_{\text{app}} + \chi \frac{P}{c^{3/2}} \quad (5)$$

となり、これを整理すると

$$K_{\text{app}} = -\chi \frac{P}{c^{3/2}} + K_R \quad (6)$$

となる。式(6)に基づいて縦軸に K_{app} 、横軸に $P/c^{3/2}$ をとると、Fig. 7 のような図が得られる。

Fig. 7 (a) は式(6)において χ と K_R が一定の場合 (Type I) である。すなわち、傾き $-\chi$ が一定の直線となり、縦軸との交点がき裂進展抵抗の最大値 K_0 を与える。この場合は、圧こん初期き裂長さ c_0 の値と破壊じ

Table II. Bending test results of indented specimens of Al_2O_3 (AL1).

Indentation load P (N)	Initial crack length c_0 (mm)	Instability crack length c^* (mm)	Fracture stress σ_F (MPa)	E/H_V	δ
49	0.114	0.253	173	26.2	0.0168
98	0.177	0.622	146	25.7	0.0169
196	0.252	0.791	122	23.3	0.0178
294	0.354	0.800	115	25.9	0.0168
490	0.473	1.044	100	24.2	0.0174

Fig. 7. R-curve characterization for slow crack growth from indentation crack.

ん性値を用いて χ の値を決定できる。圧こんき裂を用いて破壊じん性を求める方法は、このように χ 一定で R 曲線挙動のない材料に適用できる。

Fig. 7 (b) は、 K_R が一定で χ が圧こんき裂の成長とともに減少する場合 (Type II) である。このような場合は、き裂の安定成長にともない χ が変化するので、圧こんき裂の安定成長の実験をもとに χ の変化を求める必要がある。さらに、圧こんき裂の荷重依存性がないことを確認し、R 曲線特性を示さないことを調べる必要がある。ここでは、 χ がき裂の安定成長にともない減少するために、上に凸の曲線形となっている。

Fig. 7 (c) は、 χ が一定で K_R がき裂成長とともに増大する場合 (Type III) である。初期き裂からの成長にともない K_R が変化するために、初期の K_{app} では圧こん荷重の依存性がみられるが、やがてき裂が十分に成長すると K_R が一定となり、Fig. 7 (a) の直線形に近づいてくる。すなわち、圧こんき裂を十分に安定成長させ、R 曲線がフラットになるところを利用すれば、定数 χ の厳密な値が決定できる。

Fig. 7 (d) は χ も K_R き裂成長にともない変化する場合 (Type IV) である。すなわち、圧こん荷重依存性を残したまま傾きも変化する。この場合は、曲線の傾きには、 χ に加え K_R の影響も重なり、それぞれを分離できないので、正確な χ の把握は困難となる。

以上のことから、各圧こん荷重により導入された圧こんき裂の安定成長の実験を行い、Fig. 7 の関係図から実験対象のセラミックスの R 曲線特性を明確にして、圧こんき裂の強度評価を行う必要がある。ところで Shetty ら¹¹⁾ は、コンプライアンスが ∞ のモデル (constant force model) による解析結果から $\delta=0.023$,

不安定破壊時のき裂長さ c^* と初期き裂長さ c_0 の比 $c^*/c_0=2.52$ を得ている。Ramachandran らは、実験による c^*/c_0 がこの予測値に近いことから $\delta=0.023$ を使用している。本研究の c^*/c_0 値はばらつきがあり、しかも 2.66 と大きくなっている。そもそも c^* の値は不安定な値であり、正確に求めることは難しく、 c^*/c_0 を根拠にした $\delta=0.023$ の値には問題がある。また Bleise らは、R 曲線実験を行い Fig. 7 の関係図を利用して χ を求めているが、 χ に圧こん荷重 P による依存性があり、 χ の値が一定にならない。Bleise らは粗大結晶のアルミナを使用しているために、結晶粒に対して相対的に短いき裂長さでの実験をしているために、圧こん荷重依存性が生じているのかもしれない。

前述の考察をもとに実験データを整理した結果が、Fig. 8 である。図をみると、本実験のアルミナは Fig. 7 の Type III に属するものとみなされる。すなわち、き裂が十分に成長した所では χ 一定の直線に近づくが、予き裂の初期段階では R 曲線特性により圧こん荷重の依存性が現れている。図中の直線は、 $\Delta c > 0.15 \text{ mm}$ のデータから最小自乗法により直線近似をした結果である。 $\chi=0.0857$, $K_{\infty}=4.45 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の結果が得られた。ここで得られた χ の値を用いて式 (4) の δ の値を求めた結果を先の Table II に併せて示している。 δ の値は試験片ごとにやや異なり、JIS の IF 法⁷⁾で規定している 0.018 よりもやや小さい。

圧こん残留応力による応力拡大係数を求めるためには、上述のようにき裂を安定成長させて R 曲線がフラットになったところを利用して K_{app} と $P/c^{3/2}$ の関係から χ を求めることが厳密な方法であり、この方法によって得られた χ を利用して圧こんからのき裂成長を評価すべきであろう。

3.3 R 曲線挙動

前節の方法により得られたそれぞれの χ を用いて、R 曲線挙動を求めたのが、Fig. 9 である。図中の直線は、前節で得られた K_{∞} の値である。多少のばらつきはあるが、R 曲線特性が明確にみられる。また、き裂が十分に進展したところでは、R 曲線がフラットになり、その値は K_{∞} に一致しているので、Fig. 7 の関係が妥当であることがわかる。R 曲線がフラットになるき裂進展量 Δc はおよそ 0.15 mm 以上のところからである。き裂進展量 Δc で整理することによりセラミックスの R 曲線が得られることは浦島らと同様の結果となっているが、

Fig. 8. Relation between $P/c^{3/2}$ and K_{app} .

Fig. 9. Measured R-curve.

 Fig. 10. Relation between K_R and c .

Ramachandran らはき裂長さ c にて R 曲線が得られるとしている。

圧こんから成長するき裂の R 曲線挙動を整理する場合、き裂長さで整理すると Fig. 10 のようになり、R 曲線挙動に圧こん荷重の依存性が生じる。Fig. 9 のき裂進展量 Δc による方法が、R 曲線挙動を評価するのに適していることから、ビッカース圧こんによる初期き裂は、ブリッジングなどのき裂後方のウェイクをあまり有していないものと考えられる。また、圧こん予き裂先端の開口角度は、潜在き裂のものより数倍大きいという報告¹³⁾もあり、この点でも圧こん予き裂は切欠きに近く、潜在き裂とは違う特性をもつ。圧こん予き裂部分が、R 曲線特性にどのように寄与しているかについての詳細な考察は、各種セラミックス材料の R 曲線実験と圧こん予き裂の観察と実験によって明らかにする必要がある。

本研究で開発した実験システムは、これらの研究において大いに役立つものと期待される。

4 結 言

微小欠陥からのき裂進展をその場観察する実験装置を開発して、ビッカース圧こん予き裂の安定成長の観察と測定を行った。アルミナを対象材料にした結果をまとめると以下のごとくである。

(1) き裂の安定成長は障害物により停止するため step-wise に進展し、その進展ステップ長さは平均して $22 \mu\text{m}$ になった。また進展のメカニズムは、障害物の前

方に微視き裂が発生し、それが成長・合体して主き裂が進んで行く。

(2) 圧こんの幾何形状と材料の定数 χ は、圧こん予き裂を安定成長させ、R 曲線がフラットになった値を用いて、 K_{app} と $P/c^{3/2}$ の関係の傾きから χ を求めることにより、R 曲線挙動の影響を受けない厳密な χ の値を得ることができる。

(3) R 曲線がフラットになる値 K_{∞} は K_{app} と $P/c^{3/2}$ の関係の $P/c^{3/2}=0$ に対する K 値から得られる。この K_{∞} の値は、SEPB から得られる K_{IC} 値に等しい。

(4) 圧こん予き裂からの進展抵抗 K_R 、き裂進展量 $\Delta c = c - c_0$ で整理すると、圧こん荷重の影響がなく、R 曲線の評価が可能となる。

なお、本研究を遂行するにあたり平成 5 年度文部省科学研究補助金（奨励研究 A）の援助を得た。また、本研究に対する浦島和浩、多島容両博士（日本特殊陶業）の討論に感謝します。

（平成 6 年 7 月 22 日 日本材料学会第 30 回 X 線材料強度に関するシンポジウムにて講演）

参 考 文 献

- 1) 鈴木賢治, 田中啓介, 田中 拓, 日本機械学会論文集, A-59, 1292 (1993).
- 2) R. F. Cook, C. J. Fairbanks, B. R. Lawn and Y.-W. Mai, J. Mater. Res. 2, 345 (1987).
- 3) P. Chantikul, S. J. Bennison and B. R. Lawn, J. Am. Ceram. Soc., 73, 2419 (1990).
- 4) K. Urashima, Y. Tajima and M. Watanabe, "Fracture Mechanics of Ceramics Vol. 9", Ed. by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman, D. Munz, M. Sakai and V. Ya. Shevchenko, p. 235 (1992) Plenum.
- 5) N. Ramachandran and D. K. Shetty, J. Mater. Sci., 28, 6120 (1993).
- 6) D. Bleise and R. W. Steinbrech, J. Am. Ceram. Soc., 77, 315 (1994).
- 7) JIS, R1607, "ファインセラミックスの破壊じん性試験方法", (1990).
- 8) ASTM Standard E. 740-88, "Standard Practice for Fracture Testing with Surface-Crack Tension Specimens", 714 (1988).
- 9) J. C. Newman, Jr. and I. S. Raju, Eng. Fract. Mech. 15, 185 (1981).
- 10) B. R. Lawn and E. R. Fuller, J. Mater. Sci., 10, 2016 (1975).
- 11) D. K. Shetty, A. R. Rosefield and W. H. Duckworth, J. Am. Ceram. Soc., 68, C-65 (1985).
- 12) K. Urashima, Y. Tajima and M. Watanabe, "Current Japanese Materials Research Vol. 14, Cyclic Fatigue in Ceramics", p. 83 (1995) Elsevier.
- 13) R. W. Steinbrech, F. Deuerler, A. Reichl and W. Schaarwächter, Sci. Ceram., 14, 659 (1988).