ぜい性材料における破壊じん性とき裂形態の関係[†]

田 中 學*

Relationship between Fracture Toughness and Crack Morphology of Brittle Materials

by

Manabu TANAKA*

A theoretical analysis of crack morphology based on the fractal geometry was made to derive an equation correlating the fractal dimension of crack, D'' (the fractal dimension of crack profile in the two dimensional plane, $1 < D'' < 2$) with the fracture toughness, K_{IC} . The fracture toughness, K_{IC} , can be expressed as a following function of D'' : $\ln K_{IC} = 1/2 \{ \ln[2 \Gamma E / (1 - \nu^2)] - (D'' - 1) \ln r_L \}$, where Γ is the work done in creating a unit crack surface, E is Young's modulus, ν is Poisson's ratio, and r_L is $r_{\min}/r_{\max}$, the ratio of the lower limit, $r_{\min}$, to the upper limit, $r_{\max}$, of the scale length, r , between which the crack exhibits a fractal nature ($r_{\min} \leq r \leq r_{\max}$). The relationship between the indentation fracture toughness, and the fractal dimension of crack was then examined on various specimens of oxide, carbide and nitride ceramics and a hard metal.

Key words: Fracture toughness, Crack morphology, Fractal dimension, Brittle materials, Indentation fracture

1 緒 言

Mandelbrot ら¹⁾が衝撃破壊させた鋼の吸収エネルギーと破面のフラクタル次元の関係を明らかにして以来、フラクタル幾何学の概念は材料工学分野にも応用され、結晶粒界などの微細組織^{2)~4)}や様々な破面^{5)~10)}のフラクタル性が明らかにされている。Mecholsky ら¹¹⁾とMilman ら¹²⁾はアルミナとガラスセラミックスの破面について調べ、破面のフラクタル次元 D' ($1 \leq D' \leq 2$) と破壊じん性 K_{IC} の実験結果を、 $K_{IC} = K_0 + E a_0^{1/2} (D' - 1)^{1/2}$ という関係式にあてはめている (K_0 は $D' = 1$ の仮想的な材料の K_{IC} 値, E は縦弾性係数, a_0 は長さの単位をもつパラメーター)。この関係式は破面のフラクタル次元の増加によってセラミックス材料の破壊じん性が増加することを示す。また、き裂の屈曲 (tilting) とねじれ (twisting) はぜい性材料の重要な強じん化機構のひとつである。^{13), 14)}

Hull^{15), 16)} はエポキシ樹脂についての最近の研究で、破面形成に及ぼすモード I 以外の変位様式の介在とき裂屈曲の重要性を指摘し、破面形成の機構を理論的ならびに実験的に考察している。Hull も指摘しているように、破面の面積の増加は有効表面エネルギーの増加およびき裂成長抵抗の増加に結びつくので、ぜい性材料におけるき裂の形態と破壊じん性の間の定量的な関係を知ることが、工学的な観点からは重要である。

第二相粒子の分散、粒界形状、結晶粒径を含む微細組織は、一般に金属材料の破面のフラクタル次元、機械的性質および破壊機構に影響を及ぼす。^{9), 17)~20)} しかし、これらの微細組織個々の影響はその寸法に依存し、ある限られた尺度の範囲で支配的であることが分かっている。

る。^{8), 9), 18), 19)} 延性的な金属材料と同様にセラミックスにおいても、材料の強度とじん性は微細組織によって大きな影響を受ける。^{13), 14)} き裂のフラクタル次元で評価されるき裂の形態は微細組織の寸法によって影響されるので、セラミックスにおいて測定されたき裂のフラクタル次元がどの微細組織に関係するのを知ることが重要である。

セラミックスの破壊じん性の評価には様々な方法が提案されている。^{14), 20), 21)} このうち、IF 法 (Indentation fracture method) は最も簡便な方法としてよく知られている。Hull^{15), 16)} によると、ぜい性材料の圧痕から生じるき裂はモード I だけでなく、モード III の変位様式も含んでいるので、圧痕破壊の破壊じん性 K_C は厳密には平面ひずみ破壊じん性 K_{IC} ではない。しかし、IF 法にはき裂形状 (メジアンき裂あるいは表面型き裂) の確認が困難な点もあるものの、^{22), 23)} 小寸法の試料を用いて容易に行うことができ、微細組織の小部分の破壊じん性を測定できる長所があり、一般にぜい性材料では K_C 値と K_{IC} 値との間に一定の関係があることが知られている。^{20), 21)} したがって、IF 法による K_C 値から破壊じん性値 K_{IC} を十分に推定することができると考えられる。本研究では、はじめにフラクタル幾何学に基づいてぜい性材料における破面およびき裂形状の解析を行い、破面およびき裂のフラクタル次元と破壊じん性 K_{IC} を関連づける理論式を導き出した。つぎに、酸化物系、炭化物系および窒化物系のセラミックスなどを用いて IF 法によって破壊じん性 K_C を求め、ボックス・カウント法 (Box-counting method)^{24)~26)} によって圧痕き裂のフラクタル次元 D'' を評価した。これらの実験結果に、

† 原稿受理 平成 9 年 5 月 19 日 Received May 19, 1997

* 正 会 員 秋田大学鉱山学部機械工学科 〒010 秋田市手形学園町, Dept. of Mech. Eng., Akita Univ., Tegatagakuen-cho, Akita, 010

Mecholsky ら¹¹⁾が求めたセラミックスの破壊じん性値 K_{IC} と slit island 法による破面のフラクタル次元の値を含めて K_C と D'' の関係を調べた。そして、 D'' 値から理論式を用いて K_{IC} を推定する場合に影響を及ぼす因子について検討した。さらに、フラクタル解析の測定尺度と、結晶粒径やき裂長さなどの微細組織の寸法との関連についても調べた。

2 フラクタル幾何学によるき裂形状の評価と破壊じん性

Fig. 1 のような面積 S のぜい性材料の破面を、一辺の長さ r の正方形で被覆することを考える。^{24)~26)} 破面を完全に被覆する正方形の数 N は、一般に破面のフラクタル次元 D ($2 \leq D \leq 3$) によって正方形の寸法 r と次式で関係づけられる。^{24)~26)}

$$N \propto r^{-D} \quad (1)$$

もし、Fig. 2 に示すように、破面が測定尺度 $r_{\min}$ と $r_{\max}$ の間 ($r_{\min} \leq r \leq r_{\max}$) でフラクタル性をもつならば、²⁷⁾ $r = r_{\max}$ では $N = 1$ である。したがって、式 (1) はつぎのように書き直される。

$$N = (r/r_{\max})^{-D} \quad (2)$$

破面の面積 S は

$$S = Nr^2 = r^2(r/r_{\max})^{-D} \quad (\text{m}^2) \quad (3)$$

式 (3) で $r = r_{\max}$ とおくと、破面の投影面積 $S = S_p$ は次式で与えられる。

$$S_p = r_{\max}^2 \quad (\text{m}^2) \quad (4)$$

また、式 (3) で $r = r_{\min}$ とすると、真の破面面積 $S = S_t$ が求められて、

$$S_t = r_{\min}^2(r_{\min}/r_{\max})^{-D} \quad (\text{m}^2) \quad (5)$$

ここで、無次元量である規準化した真の破面面積 $S' = S_t/S_p$ と規準化した r の下限値 $r_L = r_{\min}/r_{\max}$ を定義すると、

$$S' = S_t/S_p = (r_{\min}/r_{\max})^{2-D} = r_L^{2-D} \quad (6)$$

破面のフラクタル性を考慮した場合の、破面の形成 (き裂の成長) によるエネルギー解放率 g は、単位面積の破面形成に必要な仕事 (単位面積当たりの表面エネルギー) Γ を用いて

$$g = 2\Gamma S' = 2\Gamma r_L^{2-D} \quad (\text{J/m}^2) \quad (7)$$

材料の平面ひずみ破壊じん性 K_{IC} は次式で表される。

$$K_{IC} = \{gE/(1-\nu^2)\}^{1/2} = \{2E\Gamma r_L^{2-D}/(1-\nu^2)\}^{1/2} \quad (\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$$

Fig. 1. Schematic illustration of fracture surface.

したがって、 K_{IC} の自然対数は、

$$\ln K_{IC} = 1/2 \{ \ln [2\Gamma E/(1-\nu^2)] - (D-2) \ln r_L \} \quad (9)$$

ここで、 r_L は破面のフラクタル解析によって求まる $r_{\min}$ と $r_{\max}$ から決定される。上式の第二項 $-(D-2) \times \ln r_L$ は破面のフラクタル性による強じん化を表す。Mecholsky ら¹¹⁾によると、破面のフラクタル次元 D ($2 \leq D \leq 3$) と slit island 法による破面のフラクタル次元あるいは破面プロファイルのフラクタル次元 D' ($1 \leq D' \leq 2$) の間には、 $D-2 = D'-1$ という関係があると考えられる。したがって、式 (9) は次のように書き換えられる。

$$\ln K_{IC} = 1/2 \{ \ln [2\Gamma E/(1-\nu^2)] - (D'-1) \ln r_L \} \quad (10)$$

もし、破面のフラクタル次元 (D) とき裂のフラクタル次元 (D'' , $1 \leq D'' \leq 2$) との間に同様の関係があるならば、式 (10) で $D' = D''$ とすれば次式が得られる。

$$\ln K_{IC} = 1/2 \{ \ln [2\Gamma E/(1-\nu^2)] - (D''-1) \ln r_L \} \quad (11)$$

Mecholsky ら¹¹⁾ と Milman ら¹²⁾ はアルミナとガラス・セラミックスの破面を調べ、slit island 法で求めた破面のフラクタル次元 D' と破壊じん性 K_{IC} との関係を $K_{IC} = K_0 + Ea_0^{1/2}(D'-1)^{1/2}$ (ここで、 K_0 は平坦な破面に対する仮想的な K_{IC} の値、 a_0 は長さの単位をもつパラメーター) という式にあてはめた。しかし、本研究の理論解析によると、破壊じん性 K_{IC} と破面あるいはき裂のフラクタル次元 (D , D' , D'') との間には、これとは異なる式 (9)~(11) の関係が成立するようである。これらの式で、破面やき裂のフラクタル性による強じん化の効果 (fractal toughening) は第 2 項 $-(D-2) \ln r_L$ などによって表される。また、 r_L は破面あるいはき裂がフラクタル性を示す測定寸法の下限值 $r_{\min}$ と上限値 $r_{\max}$ の比 $r_{\min}/r_{\max}$ で、fractal toughening の程度を表す。これらの値は破面やき裂のフラクタル解析によって決められるが、松岡らによると $r_{\min}$ の値はぜい性材料の原子間隔の程度と推定され、⁸⁾ $r_{\max}$ は結晶粒径などの微細組織の寸法あるいはき裂や破面の寸法に関

Fig. 2. Relationship between the fracture surface area, S , and the scale length of fractal analysis, r [27] (S_p : the projected area; S_t : the true fracture surface area; the fracture surface is assumed to exhibit a fractal nature in the scale range from $r_{\min}$ to $r_{\max}$).

係すると考えられる。したがって、測定される K_{IC} 値と $[2\Gamma E/(1-\nu^2)]^{1/2}$ との差は fractal toughening によるものと考えてよいだろう。式 (9)~(11) から分かるように、破面やき裂のフラクタル次元が大きく、広い測定尺度の範囲でフラクタル性が観察される (r_L が小さい) ぜい性材料で、大きな fractal toughening が起こることが予想される。さらに、式 (9)~(11) による K_{IC} の予測に用いる Γ の値は、いかなる微細組織による強じん化も含まない、単に新しい表面を作るのに必要な仕事 (表面エネルギー) である。この値が大きいこともぜい性材料の破壊じん性が大きくなることに結びつくので重要である。

3 供試材および実験方法

本研究では酸化物系、炭化物系および窒化物系セラミックスと WC-8%Co 超硬合金の、15 種類のぜい性材料を用いて、IF 法による破壊じん性 (K_C) の測定と圧痕き裂のフラクタル解析を行った。Table I にぜい性材料の縦弾性係数 (Young's modulus)、密度、破壊じん性 K_{IC} および平均結晶粒径 (結晶粒径の範囲)^{(28)~(30)}を示した。ぜい性材料は表面を粒子径 $3\mu\text{m}$ のダイヤモンド・ペーストを用いて研磨した後、 $1/4\mu\text{m}$ のダイヤモンド・ペーストを用いて仕上げた。文献⁽³¹⁾を参考にして試料の腐食を行った後に、光学顕微鏡写真あるいは走査型電子顕微鏡写真を撮影し、Fullman⁽³²⁾の方法によって試料の結晶粒径を求めた。IF 法による破壊じん性の測定には、ビッカース硬度計あるいはマイクロビッカース硬度計を用いて荷重 $4.9\sim 490\text{ N}$ で圧痕き裂を挿入した。き裂は圧痕の角から発生し、圧痕の部分には塑性変形が生じると考えられるので、本研究では圧痕とその近傍を除いてき裂のフラクタル次元を測定した。試料の圧痕き裂の光学顕微鏡写真を $400\sim 1000$ 倍で、あるいは走査型電子顕微鏡写真を $2000\sim 10000$ 倍で撮影した。圧痕き裂のフラクタル次元 D'' は、これらの写真を用いてボックス・カウント法 (Box-counting method)^{(24)~(26)}によって求めた。Fig. 3 にボックス・カウント法による圧痕き裂のフラクタル次元 D'' の測定を図式的に示した。ボックスの寸法を r 、圧痕き裂を横切るボックスの個数を N とすると、一般に次の式が成り立つ。^{(24)~(26)}

$$N = N_0 r^{-D''} \quad (12)$$

したがって、き裂の長さ L は^{(24)~(27)}

$$L = rN = N_0 r^{1-D''} \quad (13)$$

または、上式の両辺の対数をとって、

$$\log_{10} L = k + (1-D'')\log_{10} r \quad (14)$$

ここで、 N_0 , k ($= \log_{10} N_0$) は定数である。き裂のフラクタル次元 D'' は、き裂長さ L と測定尺度 r の値を最小二乗法によって上式に近似して求めた。

4 破壊じん性 K_C とき裂のフラクタル次元 D'' の評価

4.1 IF 法による破壊じん性 K_C の評価

本研究では IF 法 (Indentation fracture method)^{(20), (21)}によってぜい性材料の破壊じん性を求めた。IF 法の荷

重として部分安定化ジルコニア (Y-TZP) と超硬合金 (WC-8% Co) については 490 N 、マグネシア (MG-12, MG-15) は 4.9 N 、その他の試料については 9.8 N を選んだ。一般にこの方法では、ガラスなどのじん性が低い材料ではメジアンき裂 (median crack) が、じん性が高い材料では表面型き裂 (Palmqvist crack) が生じることが知られている。⁽²⁰⁾破壊じん性 K_C は、メジアンき裂の場合、次の Lawn らの式⁽³³⁾によって計算される。

$$\begin{aligned} K_C &= 0.013(E/H)^{1/2}(P/c^{3/2}) \\ &= 0.02E^{0.5}P^{0.5}a^{-0.5}(c/a)^{-1.5} \end{aligned} \quad (15)$$

ここで、 c はメジアンき裂の半径、 a は圧痕の対角線の半分の長さ、 P は荷重、 H はビッカース硬さ ($H = 0.464P/a^2$)、そして E は縦弾性係数である。また、表面型き裂の場合には K_C は $l = c - a$ として、次の新原らの式⁽³⁴⁾によって計算される。

$$\begin{aligned} K_C &= 0.012(E/H)^{2/5}(HP/l)^{1/2} \\ &= 0.011E^{0.4}P^{0.6}a^{-0.7}(l/a)^{-0.5} \end{aligned} \quad (16)$$

本研究では圧痕挿入後の試料を表面から順次研磨して、圧痕き裂の型を調べた。⁽³⁵⁾その結果、部分安定化ジルコニア (PSZ)、窒化けい素 (HP-Si₃N₄) と超硬合金 (WC-8% Co) には表面型き裂が、その他の試料にはメジアンき裂が生じることが分かった。Table II に IF 法による本研究のぜい性材料の破壊じん性値 K_C を示した。なお、各試料の K_C 値としては $5\sim 10$ 点の実験値の平均を採用した。一種類の炭化けい素 (Norton NC-430) は結晶粒が約 $1\mu\text{m}$ 以下の細粒 (fine grain) の部分と数 $10\mu\text{m}$ 程度の粗粒 (coarse grain) の部分が混在するので、各々の部分の K_C を別々に測定した。他の方法で求めた破壊じん性値 K_{IC} の資料が少ないので十分な検討はできないが、IF 法による破壊じん性 K_C は、窒化けい素 (HP-Si₃N₄) で $5.2\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ と製造者の $K_{IC} = 8.3\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ より少し小さいことと、炭化けい素 (Norton NC-430) の粗粒部分で $K_C = 1.7\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ と製造者の $K_{IC} = 3.5\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の約 $1/2$ であることを除けば、 K_{IC} にほぼ近い値を示すことが分かる。たとえば、WC-8%Co 超硬合金では $K_C = 14\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ で、SENB 試験片を用いた破壊じん性試験で求めた $K_{IC} = 13.3\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ⁽²⁸⁾ にほぼ等しく、ソーダ石灰ガラスの $K_C = 0.60\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ は Pampuch⁽³⁶⁾の文献にある K_{IC} 値 ($0.2\sim 0.7\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) や、Lawn⁽³⁷⁾の文献の物理定数 $\Gamma = 1.75\text{ Jm}^{-2}$ と $E = 62\text{ GPa}$ を用いて計算した値 $K_{IC} = 0.68\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ に近い。

4.2 圧痕き裂のフラクタル次元 D

Fig. 4 にぜい性材料の微細組織と圧痕き裂の例を示した。低破壊じん性のソーダ石灰ガラスでは直線的で長いき裂がみられる (Fig. 4 (a)) が、中程度の破壊じん性をもつアルミナ (SSA-999W) では圧痕の角から屈曲した微小き裂 (Fig. 4 (b)) が生じている。また、高破壊じん性の超硬合金の圧痕き裂は、低倍率の光学顕微

Table I. The mechanical and physical properties of brittle materials used in this study.

Materials	Young's modulus (E, GPa)	K_{IC} (MPa $\sqrt{m}$)	Density (g/cm ³)	Average grain diameter (m) (grain size range, m)
ZrO ₂ -3mol.%Y ₂ O ₃ (PSZ)	200	6	6.05	3.0x10 ⁻⁷ (1.1x10 ⁻⁷ ~5.7x10 ⁻⁷)
ZrO ₂ -11.3mol.%CaO	150 ¹³⁾	—	5.43	1.2x10 ⁻⁵ (2.3x10 ⁻⁶ ~2.6x10 ⁻⁵)
ZrO ₂ -6mol.%Y ₂ O ₃	150 ¹³⁾	—	5.7	1.3x10 ⁻⁵ (1.9x10 ⁻⁶ ~4.5x10 ⁻⁵)
ZrO ₂ -8mol.%Y ₂ O ₃	150 ¹³⁾	—	5.50	1.8x10 ⁻⁵ (4.9x10 ⁻⁶ ~3.3x10 ⁻⁵)
Al ₂ O ₃ (SSA-999W)	370	3.5	3.9	3.3x10 ⁻⁷ (9.9x10 ⁻⁸ ~7.5x10 ⁻⁷)
Al ₂ O ₃ (SSA-999H)	380	4.5	3.95	5.8x10 ⁻⁶ (9.3x10 ⁻⁷ ~1.5x10 ⁻⁵)
Al ₂ O ₃ (SSA-S)	350	4.0	3.9	1.1x10 ⁻⁵ (1.1x10 ⁻⁶ ~3.1x10 ⁻⁵)
MgO (MG-12)	210 ¹³⁾	—	3.40<	3.3x10 ⁻⁵ (6.6x10 ⁻⁶ ~8.5x10 ⁻⁵)
MgO (MG-15)	210 ¹³⁾	—	3.30	2.0x10 ⁻⁵ (3.8x10 ⁻⁶ ~4.3x10 ⁻⁵)
SiC (Norton NC-430)	400	3.5	3.1	1.3x10 ⁻⁵ (3.7x10 ⁻⁷ ~8.6x10 ⁻⁵)
SiC (Dense SiC)	470	—	—	4.0x10 ⁻⁷ (1.2x10 ⁻⁷ ~1.1x10 ⁻⁶)
HP-Si ₃ N ₄	320	8.3	3.26	6.7x10 ⁻⁷ (2.0x10 ⁻⁷ ~1.4x10 ⁻⁶)
HP-AlN	340 ²⁹⁾	—	3.3 ²⁹⁾	6.0x10 ⁻⁶ (1.1x10 ⁻⁶ ~1.1x10 ⁻⁵)
Soda-lime glass	68 ²⁹⁾	—	2.5 ²⁹⁾	— — — — —
WC-8%Co hard metal	590 ³⁰⁾	13.3 ²⁸⁾	—	2.1x10 ⁻⁶ (4.7x10 ⁻⁷ ~4.3x10 ⁻⁶) (WC particles)

Fig. 3. Schematic illustration of the box-counting method applied to the estimation of the fractal dimension of crack in this study (r is the size of boxes, and the number of boxes, N , intersected by a crack is 15 in this case).

鏡で観察すると直線的に見えるが (Fig. 4 (c)), 高倍率ではき裂は微小な WC 粒子と Co 母相の界面をおもに伝ばし, ジグザグな形状をしていることがわかる (Fig. 4 (d)).²⁸⁾ これに対して, 比較的じん性が低い種類の炭化けい素の粗粒部分 (Norton NC-430) では, 低倍率 (Fig. 4 (e)) と高倍率 (Fig. 4 (f)) のいずれの写真においても, 圧痕き裂はほぼ直線的である. このように, ぜい性材料の破壊じん性と圧痕き裂の形状の複雑さとの間には相関性があるように考えられる. また, き裂は完全なフラクタルではなく, その形状の複雑さには測

定尺度依存性があるようである. すなわち, 圧痕き裂がフラクタル性を示す測定尺度の範囲は, 微細組織の寸法, たとえば, 結晶粒径や第二相粒子寸法などに関係する.^{9), 11)} 本研究では各試料について平均的な形状をもつ 1 個の圧痕き裂について, き裂のフラクタル次元 D' を求めた. Fig. 5 に圧痕き裂の長さや測定尺度の関係の一例を示した. なお, Al₂O₃ (SSA-999W) と HP-Si₃N₄ については, 異なる 2 つの倍率で測定した値を, Dauskardt ら⁹⁾ の方法を用いてまとめて示してある. 図中には結晶粒径あるいは第二相粒子寸法の範囲とき裂のフラクタル次元の値も示してある. たとえば, 圧痕き裂のフラクタル次元を求めた測定尺度の上限, すなわち, き裂がフラクタル性を示す測定尺度の上限値 r_{max} は, Al₂O₃ (SSA-999W) では $8.4 \times 10^{-7} m$ で平均結晶粒径 $3.3 \times 10^{-7} m$ に近く, 超硬合金では $5.5 \times 10^{-6} m$ で WC 粒子の平均粒子径 $2.1 \times 10^{-6} m$ に近い. 非晶質のガラスを除く他のぜい性材料についても同様のことが言える (Table I, II). このように, r_{max} の値は材料の微細組織の寸法に関連すると考えられる. 一方, 松岡ら⁸⁾ の研究によると, き裂がフラクタル性を示す下限値 r_{min} は原子間隔の程度と考えられるので, 式 (9)~(11) 中の r_L を見積もることができる. したがって, ぜい性材料の縦弾性係数 E , ポアッソン比 ν , 表面エネルギー Γ

Table II. The indentation fracture toughness, K_{IC} , and the fractal dimension of crack, D'' , in brittle materials.

Materials	K_{IC} ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	D''	Scale range of the fractal analysis, r (m)	Type of inden- tation crack
ZrO_2 -3mol.% Y_2O_3 (PSZ)	5.3	1.18	$2.7 \times 10^{-8} \sim 8.2 \times 10^{-7}$	Palmqvist*
ZrO_2 -11.3mol.%CaO	1.2	1.10	$2.7 \times 10^{-7} \sim 1.1 \times 10^{-5}$	median**
ZrO_2 -6mol.% Y_2O_3	2.0	1.19	$2.7 \times 10^{-7} \sim 1.1 \times 10^{-5}$	median**
ZrO_2 -8mol.% Y_2O_3	1.1	1.14	$2.7 \times 10^{-7} \sim 8.2 \times 10^{-6}$	median**
Al_2O_3 (SSA-999W)	2.9	1.15	$2.7 \times 10^{-8} \sim 8.2 \times 10^{-7}$	median**
Al_2O_3 (SSA-999H)	3.3	1.19	$2.7 \times 10^{-7} \sim 5.5 \times 10^{-6}$	median**
Al_2O_3 (SSA-S)	3.2	1.19	$2.7 \times 10^{-7} \sim 1.1 \times 10^{-5}$	median**
MgO (MG-12)	1.2	1.09	$2.7 \times 10^{-7} \sim 5.5 \times 10^{-6}$	median***
MgO (MG-15)	0.92	1.08	$2.7 \times 10^{-7} \sim 8.2 \times 10^{-6}$	median***
SiC (Norton NC-430)				
(coarse grain)	1.7	1.08	$2.7 \times 10^{-7} \sim 5.5 \times 10^{-6}$	median**
(fine grain)	3.6	1.16	$2.7 \times 10^{-7} \sim 5.5 \times 10^{-6}$	median**
Dense SiC	2.3	1.11	$2.7 \times 10^{-7} \sim 5.5 \times 10^{-6}$	median**
HP- Si_3N_4	5.2	1.28	$2.7 \times 10^{-8} \sim 8.2 \times 10^{-7}$	Palmqvist**
HP-AlN	2.0	1.10	$2.7 \times 10^{-7} \sim 1.1 \times 10^{-5}$	median**
Soda-lime glass	0.60	1.05	$2.7 \times 10^{-7} \sim 4.1 \times 10^{-6}$	median**
WC-8%Co hard metal	14	1.27	$2.7 \times 10^{-7} \sim 5.5 \times 10^{-6}$	Palmqvist*

Indentation load (P); *: P=490 N; **: P=9.8 N; ***: P=4.9 N.

Fig. 4. The indentation cracks observed in brittle materials.

(a) Soda-lime glass (b) Al_2O_3 (SSA-999W)
(c), (d) WC-8%Co hard metal (e), (f) SiC (Norton NC-430)

が既知ならば、き裂のフラクタル次元 D'' から破壊じん性 K_{IC} の大きさの程度を式 (9)~(11) から推定することができる。

4・3 破壊じん性 K_C とき裂のフラクタル次元 D'' の関係

Table I に示したように、本研究のぜい性材料においては、き裂のフラクタル次元 D'' の増加とともに IF 法による破壊じん性 K_C は増加する。この実験結果は、Mecholsky らのアルミナとガラス・セラミックスに関する研究報告¹¹⁾と一致する。しかし、式 (9)~(11) に示したように、 K_C の D'' 依存性は Mecholsky ら¹¹⁾や Milman ら¹²⁾の結果とは異なると考えられる。Fig. 6 にぜい性材料における $\ln K_C$ とき裂のフラクタル次元の少数部分 $D''-1$ との関係を示す。ただし、破壊じん性に及ぼす塑性変形の影響が無視できない超硬合金 (WC-8%Co)²⁸⁾ と一般に転移じん化の影響が考えられる部分安定化ジルコニア (PSZ) の実験結果は除外した。これらの材料については、何らかの方法で破面のフラクタル性による破壊じん性への寄与分のみを分離して評価すべきであるが、現時点では困難であり、さらに研究が必要である。図中には Mecholsky ら¹¹⁾が求めた破壊じん性 K_{IC} と slit island 法による破面のフラクタル次元 D' の実験結果も示してある。ここで、 D' とき裂のフラクタル次元は同一材料においては等しい ($D'' = D'$) と仮定した。また、Mecholsky ら¹¹⁾の slit island 法による「島」の最大面積は $5.0 \times 10^{-9} \text{ m}^2$ なので、彼らのフラクタル解析における $r_{\max}$ の値は $1.0 \times 10^{-4} \text{ m}$ 以下と考えられる。すべての実験点はつぎの式で近似される。

$$\ln K_C = -0.116 + 5.78(D'' - 1) \quad (\gamma = 0.8081) \quad (17)$$

ここで、 γ は相関係数である。上式から r_L の値を求め

Fig. 5. Relationship between the length of indentation crack, L , and the scale length of fractal analysis, r , in brittle materials.

ると、 $r_L = 1.9 \times 10^{-4} \text{ m}$ となった。前述のように、 r_L はき裂がフラクタル性を示す測定尺度の下限値 $r_{\min}$ と上限値 $r_{\max}$ の比 $r_{\min}/r_{\max}$ である。 $r_{\min}$ は原子間隔の程度と考えられるので⁸⁾ $r_{\min} \approx 1.0 \times 10^{-9} \text{ m}$ 、 $r_{\max}$ は結晶粒径のような微細組織の寸法に関係するので $r_{\max} = 5.0 \times 10^{-6} \sim 1.0 \times 10^{-4} \text{ m}$ とすると、 $r_L = 1.0 \times 10^{-5} \sim 2.0 \times 10^{-4}$ と見積もることができる。上述の r_L の実験値はこの計算値の上限に近い。また、 $D'' = 1$ としたときの K_C 値 $1.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ はガラスの K_{IC} 値 ($0.2 \sim 0.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$)³⁶⁾ よりも少し大きい。これは式 (9)~(11) からわかるように、実験点のばらつきだけでなく、材料によって表面エネルギー Γ や弾性定数 E 、 ν の値が異なることにも関係すると考えられる。前章で述べたように、 r_L はぜい性材料での fractal toughening の程度を表し、 r_L が小さいほどじん化が大きくなる。さらに、 Γ は単に表面を形成するのに必要な仕事 (表面エネルギー) であって、本研究では他の微細組織因子の影響を含まないと仮定されている。したがって、き裂あるいは破面のフラクタル次元 (D , D' , D'') と、 r_L や Γ の信頼できる値を用いれば、式 (9)~(11) からぜい性材料の破壊じん性 K_{IC} のおおよその値を予測することができる。さらに、Hull^{15), 16)} が指摘するように、巨視的にはモード I の破面でも、モード II, モード III という他の負荷様式が加わることで微視的な破面やき裂形状の複雑さが生じるが、他の負荷様式が破面形態にどの程度影響を及ぼすかは材料特性に依存する。したがって、材料の破面形成の機構と破面や微細組織のフラクタル性との間には定量的な関連があるものと考えられる。この点については現在検討中である。

5 結 言

本研究ではフラクタル幾何学に基づいてぜい性材料における破面およびき裂形状の解析を行い、破面およびき裂のフラクタル次元 (D , D' , D'') と破壊じん性 K_{IC} を

Fig. 6. Relationship between the indentation fracture toughness, K_C , and the fractional part of the fractal dimension of crack or the fracture surface, $D''-1$, in brittle materials.

関連づける理論式を導き出した。つぎに、酸化物系、窒化物系、炭化物系のセラミックス、超硬合金およびソーダ石灰ガラスを用いて、IF 法によって破壊じん性を求め、ボックス・カウント法によって圧痕き裂のフラクタル次元 D'' を評価して、両者の関係について検討した。以下に得られた結果を要約する。

(1) フラクタル幾何学に基づく理論解析の結果、破壊じん性 K_{IC} とき裂のフラクタル次元 D'' との間には、 $\ln K_{IC} = 1/2 \{ \ln [2 \Gamma E / (1 - \nu^2)] - (D'' - 1) \ln r_L \}$ の関係があることが分かった。ここで、 Γ は単に新しい表面を作るのに必要な仕事（表面エネルギー）であり、 E は縦弾性係数、 ν はポアソン比、そして r_L はき裂がフラクタル性を示す測定尺度の下限值 r_{min} と上限値 r_{max} の比 r_{min}/r_{max} である。上式の第 2 項 $(-0.5(D'' - 1) \ln r_L)$ はき裂形状のフラクタル性によるじん化 (fractal toughening) を表す。ぜい性材料では r_{min} は原子間隔の程度で、 r_{max} は結晶粒径などの微細組織の寸法あるいはき裂や破面の寸法に関連する。

(2) 本研究のぜい性材料では、圧痕き裂のフラクタル次元 D'' は 1.05 (ソーダ石灰ガラス) から 1.28 (HP-Si₃N₄) の範囲にあった。IF 法による破壊じん性 K_C は、き裂のフラクタル次元の増加とともに増加した。塑性変形の影響が無視できない超硬合金 (WC-8%Co) と、転移じん化が起こる部分安定化ジルコニア (PSZ) で大きな K_C 値が得られた。これらの材料における破壊じん性への破面のフラクタル性の寄与を評価するには、さらに研究が必要である。

本研究のき裂のフラクタル解析は $2.7 \times 10^{-8} \sim 1.1 \times 10^{-5}$ m の測定尺度の範囲で行われ、フラクタル解析の上限値 r_{max} は結晶粒径や第二相粒子のような微細組織の寸法に関連づけられた。

(3) 本研究の実験結果 (超硬合金と部分安定化ジルコニアを除く) と Mecholsky らの実験結果を上式にあてはめて $r_L = 1.9 \times 10^{-4}$ および $D'' = 1$ に対して $K_{IC} = 1.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ が得られた。 r_L の値は r_{min} と r_{max} から見積もられた値 ($10^{-5} \sim 10^{-3}$) の範囲にあったが、 $D'' = 1$ にたいする K_{IC} 値はガラスの K_{IC} 値よりも少し大きかった。破面やき裂のフラクタル次元 (D , D' , D'')、 r_L や Γ の信頼できる値を用いれば、上式から理論的にぜい性材料のおおよその破壊じん性値を予測することができる。

最後に、本研究で用いた各種セラミックス材料を提供して戴いた(株)東芝金属セラミックス材料研究所、(株)ニッカトーならびに東洋曹達工業 (株)、WC-8%Co 超硬合金を提供して下さった小林工業 (株)、および試料の走査型電子顕微鏡による観察をして戴いた秋田工業技術センターの木村光彦氏に心から感謝致します。

参 考 文 献

- 1) B. B. Mandelbrot, D. E. Passoja and A. J. Paullay, *Nature*, **308**, 721 (1984).
- 2) E. Hornbogen, *Z. Metallkd.*, **78**, 622 (1987).
- 3) M. Tanaka and H. Iizuka, *Z. Metallkd.*, **82**, 442 (1991).
- 4) P. Streitenberger, D. Förster, G. Kolbe and P. Veit, *Scripta Metall. Mater.*, **33**, 541 (1995).
- 5) E. E. Underwood and K. Banerji, *Mater. Sci. Eng.*, **30**, 1 (1986).
- 6) C. S. Pandé, L. E. Richards, N. Louat, B. D. Dempsey and A. J. Schwoeble, *Acta Metall.*, **35**, 1633 (1987).
- 7) K. Ishikawa, T. Ogata and K. Nagai, *J. Mater. Sci. Lett.*, **8**, 1326 (1989).
- 8) S. Matsuoka, H. Sumiyoshi and K. Ishikawa, *Trans. Japan Soc. Mech. Eng.*, **56**, 2091 (1990).
- 9) R. H. Dauskardt, F. Haubensack and R. O. Ritchie, *Acta Metall. Mater.*, **38**, 143 (1990).
- 10) Z. G. Wang, D. L. Chen, X. X. Jiang, S. H. Ai and C. H. Shih, *Scripta Metall.*, **22**, 827 (1988).
- 11) J. J. Mecholsky, D. E. Passoja and K. S. Feinberg-Ringel, *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 60 (1989).
- 12) V. Y. Milman, N. A. Stelmashenko and R. Blumenfeld, *Progr. Mater. Sci.*, **38**, 425 (1994).
- 13) W. D. Kingery, H. K. Bowen and D. R. Uhlmann, "Introduction to Ceramics", 2nd Edition, p.796 (1976) J. Wiley.
- 14) D. W. Richerson, "Modern Ceramic Engineering", 2nd Edition, p.731 (1992) Marcel Dekker.
- 15) D. Hull, *Int. J. Fract.*, **70**, 59 (1995).
- 16) D. Hull, *J. Mater. Sci. Lett.*, **15**, 651 (1996).
- 17) M. Tanaka, *J. Mater. Sci.*, **27**, 4717 (1992).
- 18) M. Tanaka, *Z. Metallkd.*, **84**, 697 (1993).
- 19) M. Tanaka, *J. Mater. Sci.*, **28**, 5753 (1993).
- 20) 西田 孝, 安田栄一, "セラミックスの機械的性質の評価", p.63 (1986) 日刊工業新聞社.
- 21) K. Niihara, R. Morena and D. P. H. Hasselman, "Fracture Mechanics of Ceramics", Vol. 5, edited by R. C. Bradt, A. G. Evans, D. P. H. Hasselman and F. F. Lange, p. 97 (1983) Plenum Press.
- 22) Z. Li, A. Ghosh, A. S. Kobayashi and R. C. Bradt, *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 889 (1991).
- 23) S. Srinivasan and R. O. Scattergood, *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 887 (1991).
- 24) B. B. Mandelbrot 著, 広中平祐訳, "フラクタル幾何学", p.42 (1985) 日経サイエンス.
- 25) H. Takayasu, "Fractals in the Physical Sciences", p.11 (1990) Manchester University Press.
- 26) 石村貞夫, 石村園子, "フラクタル数学", p.240 (1990) 東京図書.
- 27) A. M. Gokhale, W. J. Drury and S. Mishra, "Fractography of Modern Engineering Materials: Composites and Metals", Second Volume, ASTM STP 1203, edited by J. E. Masters and L. N. Gilbertson, p.3 (1993) American Society for Testing and Materials.
- 28) H. Iizuka and M. Tanaka, *J. Mater. Sci.*, **26**, 4394 (1991).
- 29) A. Kelly 著, 村上陽太郎訳, "複合材料", p.221 (1971) 丸善.

- 30) 技術資料「金属材料の弾性係数」出版分科会編, “技術資料・金属材料の弾性係数,” p.227 (1980) 日本機械学会.
- 31) G. Petzow 著, 松村源太郎訳, “金属腐食技術”, p.56 (1976) アグネ.
- 32) R. L. Fullman, Trans. AIME, **197**, 447 (1953).
- 33) B. R. Lawn, A. G. Evans and D. B. Marshall, J. Am. Ceram. Soc., **63**, 574 (1980).
- 34) K. Niihara, R. Morena and D. P. H. Hasselman, J. Mater. Sci. Lett., **1**, 13 (1982).
- 35) M. T. Laugier, J. Mater. Sic. Lett., **6**, 897 (1987).
- 36) R. Pampuch, “Constitution and Properties of Ceramic Materials”, p.68 (1991) Elsevier.
- 37) B. R. Lawn, “Fracture of Brittle Solids”, 2nd edition, p.9 (1993) Cambridge University Press.