傾斜機能材料開発のための小形パンチ試験法に関する研究*

奥 田 誠 一^{*1}, 斎 藤 雅 弘^{*2},
橋 田 俊 之^{*3}, 高 橋 秀 明^{*3}Small Punch Testing Method for the Development
of Functionally Gradient MaterialsSeiichi OKUDA, Masahiro SAITO,
Toshiyuki HASHIDA and Hideaki TAKAHASHI

This paper discusses the use of a small punch (SP) testing method to determine the elastic modulus and fracture strength of the material. Numerical analyses using the FEM were carried out to calibrate a SP specimen. Three loading modes were analysed to examine the punch tip effect on the deformation and fracture behaviour. Several ceramics and ceramics/metal composites were tested using the SP method, and their mechanical properties were determined using the results of FEM analyses. It is shown that the SP method provides a reliable means for measuring the elastic modulus. Furthermore, it is demonstrated that the fracture strength determined by the SP method shows a good correlation with the bending strength obtained from the three-point bend specimen which is commonly used for the determination of the fracture strength of ceramics.

Key Words: Material Testing, Ceramics, Composite Materials, Functionally Gradient Material, Small Punch Test, Elastic Modulus, Finite-Element Method, Fracture Strength

1. 緒 言

次世代の航空機・宇宙往還機および核融合炉開発においては、苛酷な高熱負荷に耐えうる超耐熱材料の開発が重要な検討課題となっている。従来のセラミックスコーティング材では発生する熱応力のため、界面はく離等による破損が経験されており、熱応力の低減が検討の中心的問題となっている。ここに登場してきたのが傾斜機能材料(Functionally Gradient Material: FGM)である。FGM とは、セラミックス、金属などの複数の構成要素を用い、その組成、組織を連続的に制御することにより熱応力を積極的に緩和させる機能を人工的に付与した新素材である。FGM をコンピュータを用いて熱応力を最小となるように設計するためには、傾斜構造の基礎となるそれぞれの微細組織(素構造)ごとに各種の物性値のすべてがあらかじめ計測され、設計データベースとして整備されていなければならない(図1)⁽¹⁾。本研究は、上述の背景を基に小形パンチ(Small Punch: SP)試験法⁽²⁾の開発に関する基

礎的検討を行ったものである。SP 試験法は金属材料の中性子損傷を評価するために、微小試験片を用いた脆性延性遷移温度、ならびに破壊強度の測定ができるように開発されている手法である⁽³⁾⁽⁴⁾。傾斜機能材料の初期開発段階では、小形試験片のみ入手可能である。したがって、本法をセラミックス等を含む脆性材料の変形および破壊特性値の測定に適用、拡張することができれば、種々の素構造を有する傾斜機能材料の機械的特性評価に有効な試験法となることが期待される。本研究では SP 試験の負荷様式に対する有限要素弾性解析を実施し、無次元コンプライアンスならびに無次元応力を求めた。なお、パンチャー先端の形状の影響を明かにし妥当な評価手法を検討する目的で、3 種の異なる負荷条件を対象とした解析を実施し、実験結果を整理し比較検討した。また、三点曲げ試験を行いその曲げ強度と SP 試験による破壊強度との相関関

図 1 傾斜機能材料の概念図と SP 試験法

* 平成 2 年 3 月 10 日 東北支部第 25 期総会講演会において講演, 原稿受付 平成 2 年 6 月 18 日.

^{*1} 学生員, 東北大学大学院 (〒980 仙台市青葉区荒巻字青葉).

^{*2} 正員, 東北大学大学院.

^{*3} 正員, 東北大学工学部.

係についても調べた。

2. SP 試験法の概要と 有限要素数値解析

本研究に用いた材料は、SUS 304 と ZrO_2 -3 mol % Y_2O_3 (PSZ) の複合材 (SUS 304 単体焼結材を含む)、および市販材の SiC , Si_3N_4 , Al_2O_3 , PSZ である。複合材は平均粒径 $3\text{ }\mu\text{m}$ の SUS 304 ステンレス粉と平均粒径 $0.07\text{ }\mu\text{m}$ の ZrO_2 -3 mol % Y_2O_3 粉末を 0, 20, 40, 60, 80 vol % の体積比でアルミナ乳鉢により混合後、金型ダイスを用いて焼結を行った。

図 2 に SP 試験の概略図を示す⁽⁵⁾。図 2 (a) が従来の SP 試験である。従来法は金属材料を対象としており、試験片周辺を締付け固定し、中央部をパンチャーにより負荷する。傾斜機能材料では脆性材料であるセラミックス等も構成要素として含むことを考慮し、試験片の締付けによる破壊ならびに高温試験時の熱膨張による破壊を防止するために、本研究では図 2 (b) に示すように試験片の支持を単純支持とした。パンチャーは先端が球状のものと平滑なものの 2 種類を使用した。SP 試験片における変位は、試験片裏面から Al_2O_3 ロッドを介して高精度変位計 (分解能 $0.1\text{ }\mu\text{m}$) を用い

て荷重線上変位を測定した。SP 試験片は $10\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}$ および 1.0 mm の板状試験片で、三点曲げ試験片の寸法は $3.5\text{ mm} \times 4.0\text{ mm} \times 40\text{ mm}$ である。PSZ/SUS 複合材に関しては、直径約 22 mm 、板厚約 10 mm のラウンドコンパクト (RCT) 試験片を用いてクリップゲージによりき裂開口変位を測定し縦弾性係数算出した。いずれの試験片も湿式エメリー紙により # 1500 まで研磨を行った。各種材料の SP 試験および三点曲げ試験は、高温低ひずみ速度試験機を用い、 0.1 mm/min のクロスヘッド速度で実施し、破壊強度を算出した。有限要素数値解析に用いた SP 試験片の要素分割の例、およびその負荷様式を概念図を図 3, 4 にそれぞれ示す。SP 試験の負荷様式を考慮し軸対称問題として解析する。ポアソン比が 0.1, 0.2, 0.3 のそれぞれの場合について数値計算を行った。本解析に用いた板厚 t は、 $0.1, 0.5, 1.0\text{ mm}$ である。負荷条件として、球状パンチャーによる集中負荷 (CASE I と呼ぶ)、および先端が平滑なパンチャーを想定した円内等分布負荷 (CASE II) ならびに円周上等分布負荷 (CASE III) の 3 通りの場合を取り上げた。すなわち、CASE I では SP 試験片の中央部 A に集中荷重が作用し、CASE II は半径 AB の円内に等分布荷重が、CASE III は同じ円の円周上にリング荷重が作用する条件である。

3. 有限要素解析結果

3.1 無次元コンプライアンス 図 5 に有限要素法によって得られた無次元コンプライアンス、 $C = E\delta t/P$ 、をポアソン比 0.2 の場合につき示す。ここで E は縦弾性係数、 P , δ は荷重および試験片中央下部において測定した荷重線上の変位である。図中には薄板理論に基づく解析結果⁽⁶⁾から算出した結果も同時に示してある。また、表 1 には今回得られた各ポアソン比による無次元コンプライアンスを示す。ここで薄板

(a) 従来の SP 試験 (b) 本研究の試験法
図 2 SP 試験の概略

図 3 有限要素解析に用いた要素分割例

図 4 負荷様式概念図

理論による無次元コンプライアンス C_0 は以下のとおりである。

CASE I (集中荷重)

$$C_0 = \frac{3a^2(1-\nu)(3+\nu)}{4\pi t^2} \dots\dots\dots (1)$$

CASE II (円内等分布荷重)

$$C_0 = \frac{3(1-\nu^2)}{16\pi t^2} \left[\frac{4(3+\nu)}{1+\nu} a^2 - \frac{7+3\nu}{1+\nu} b^2 - 4b^2 \ln \frac{a}{b} \right] \dots\dots\dots (2)$$

CASE III (円周上等分布荷重)

$$C_0 = \frac{3(1-\nu^2)}{2\pi t^2} \left[\frac{(3+\nu)a^2 - (1-\nu)b^2}{2(1+\nu)} - b^2 \left(\ln \frac{a}{b} + 1 \right) \right] \dots\dots\dots (3)$$

E : 縦弾性係数

ν : ポアソン比

a : 支点間半径(下部ダイス半径)

b : パンチャー半径

t : 板厚

図5に見られるように板厚が厚くなるにつれ有限要素法による結果は薄板理論によるものより高い無次元コンプライアンスを与える傾向にあり厚板の効果が現れている。板厚の効果を式(1), (2), (3)を用いて次式で表現する。

$$C = f_i(t/a) C_0, i = \text{I, II, III} \dots\dots\dots (4)$$

f_I, f_{II}, f_{III} の算出結果を表2に示した。ただし f の値は各ポアソン比に対応するそれぞれの値を平均化したもの

表1 有限要素解析による無次元コンプライアンス
(括弧内の数値は薄板理論によるものを示す)

		t/a		
		0.045	0.23	0.45
CASE I	$\nu=0.1$	324.3 (322.3)	13.85 (12.89)	4.17 (3.22)
	0.2	297.6 (295.8)	12.76 (11.83)	3.88 (2.96)
	0.3	268.5 (266.7)	11.55 (10.67)	3.54 (2.67)
CASE II	$\nu=0.1$	265.0 (264.5)	11.13 (10.58)	3.34 (2.65)
	0.2	241.9 (239.6)	10.20 (9.58)	3.10 (2.40)
	0.3	217.2 (216.7)	9.18 (8.67)	2.82 (2.17)
CASE III	$\nu=0.1$	218.8 (218.4)	9.12 (8.74)	2.75 (2.18)
	0.2	198.8 (198.5)	8.31 (7.94)	2.53 (1.99)
	0.3	177.7 (177.4)	7.45 (7.10)	2.30 (1.77)

のである。 f のポアソン比依存性は小さく、 $t/a=0.45$ においても表2の平均値からの誤差はただだか1.5%である。したがって式(4)はポアソン比の影響を十分近似しているものとみなしてよい。本研究で用いる板厚が0.5 mmの場合、すなわち t/a が0.23の時に注目するとその両者の差は8%であり正確な変形特性の評価には本解析結果を用いなければならないことがわかる。図5の無次元コンプライアンスの値と実験で評価されるコンプライアンス δ/P から縦弾性係数を評価することができる。

3・2 無次元応力 図6に有限要素法によって得られた無次元応力、および薄板理論より算出した結果をポアソン比0.2の場合につき示す。ここで σ は試験片下部中央に発生する最大の引張応力である。ここで用いた薄板理論による無次元応力は以下のとおりである。

CASE I (集中荷重)

$$\frac{\sigma t^2}{P} = (1+\nu) \left[0.485 \ln \frac{a}{t} + 0.52 + \frac{3}{2\pi(1+\nu)} \right] \dots\dots\dots (5)$$

表2 板厚に対する補正係数

	t/a		
	0.045	0.23	0.45
$f_I(t/a)$	1.00	1.08	1.31
$f_{II}(t/a)$	1.00	1.08	1.29
$f_{III}(t/a)$	1.00	1.05	1.28

図5 有限要素解析による無次元コンプライアンス
(ポアソン比 $\nu=0.2$ の場合)

CASE II (円内等分布荷重)

$$\frac{\sigma t^2}{P} = \frac{3}{2\pi} \left[1 - \frac{1-\nu^2}{4} \cdot \frac{b^2}{a^2} + (1+\nu) \ln \frac{a}{b} \right] \quad \dots\dots\dots (6)$$

CASE III (円周上等分布荷重)

$$\frac{\sigma t^2}{P} = \frac{3}{2\pi} \left[\frac{1-\nu}{2} \left(1 - \frac{b^2}{a^2} \right) + (1+\nu) \ln \frac{a}{b} \right] \quad \dots\dots\dots (7)$$

この図より無次元応力は上述の解析した板厚の範囲内では薄板理論を用いて十分精度のよい破壊応力の評価ができることがわかる。さらに同様の結果が $\nu=0.1$, 0.3 の場合についても得られることを確認した。

4. 実験結果および考察

4.1 縦弾性係数の評価 図7にPSZ/SUS複合材のSP試験の結果が得られた縦弾性係数を示す。表中のデータ点は100% PSZのCASE II, IIIを除き二つの測定値の平均値であり、100% PSZのCASE II, IIIについては3回の測定値の平均値をとった。各材料のバラツキの程度は平均値に対して約 $\pm 12\%$ であった。切欠材を用いてコンプライアンス法により妥当な縦弾性係数を評価することが示されている⁽⁷⁾。そこで比較の基準として、RCT試験片を用いて評価した縦弾性係数を印×で示している。コンプライアンス法による縦弾性係数の算出方法は参考文献(7)を参照されたい。ここでは、各試験法により評価された縦弾性係数の相対的比較を行うこととし、PSZ/SUS複合材のポアソン比を 0.3 と仮定している。CASE Iは先端が球状のパンチャー、CASE II, IIIは先端が平滑なパ

ンチャーを用いた実験結果を各々の場合について整理したものである。20%のPSZを含む複合材が縦弾性係数の極小値を示している。3通りの負荷条件に対して算出された縦弾性係数はCASE IとCASE IIの場合が比較的近い値を与えており、またRCTから算出された値に対しても比較しうる値を与えている。一方、CASE IIIの負荷条件の仮定で算出された縦弾性係数は他の条件下のものに比べて約12%低い値を与えている。以上の観察結果に基づけば、先端が球状、平滑状いずれのパンチャーを用いても妥当な縦弾性係数を測定できると言えよう。ただし、平滑状パンチャーの場合は実験結果をCASE IIの条件、すなわち円内等分布荷重負荷条件として算出すべきである。これは縦弾性係数の評価は荷重変位曲線の初期こう配を用いて実施され、その低荷重条件下においてはほぼ円内等分布荷重の条件が満たされていると考えられるためである。

4.2 破壊強度の評価 図8に、図7に示したものと同一のPSZ/SUS複合材に関する破壊強度の評価結果を示す。PSZの体積含有率が20%以下のものについては、巨視的な破壊形態は深絞りの延性破壊であり、き裂初生点は試料中央部ではない。そこで試料中央部から破壊き裂が発生した脆性破壊挙動を示す40%以上のPSZを含む複合材を整理の対象としている。また、平滑パンチャーでは破壊強度評価点において負荷状態はリング上の負荷になっているものと予想されるのでCASE IIIの条件で破壊強度を算出している。各材料のバラツキの程度は、平均値に対して約 $\pm 23\%$ であった。CASE IとCASE IIIの条件で算出

図6 有限要素解析による無次元応力 (ポアソン比 $\nu=0.2$ の場合)

図7 SP試験による縦弾性係数

図 8 SP 試験における破壊応力

図 9 曲げ強度と破壊応力の相関関係

された破壊強度にはよい相関関係があり、その比はほぼ 2:1 の割合である。この差異は CASE III においてはパンチャーの断面積内では一様な最大引張応力が作用し高応力場を受ける材料の体積が大きいものに対して、CASE I ではそれと等価な高応力場が作用する体積は小さいため体積効果が両者の差異に反映されているものと判断される。

4.3 SP 強度と曲げ強度の相関関係 通常セラミックスなどの脆性材料の破壊強度は三点曲げ等の曲げ試験で評価されている⁽⁸⁾。したがって SP 試験により評価された破壊強度と曲げ強度との相関関係が得られれば工学上の利点が多い。図 9 に室温および 1273 K で得られた SP 試験による破壊応力 σ_{sp} と三点曲げ試験による曲げ強度 σ_b との相関関係を示す。データ点は、 σ_{sp} および σ_b に関してそれぞれ三つの測定点を基にした平均値であり、バラツキを併記してある。いずれの材料も 1273 K において脆性破壊を示した。 σ_{sp} は球状パンチャーおよび平滑パンチャーで得られた結果を用い、CASE III の条件下で算出したものを示した。この図より

$$\sigma_{sp} = 1.0\sigma_b \text{ (CASE I)} \quad \cdots \cdots \cdots (8)$$

$$\sigma_{sp} = 0.50\sigma_b \text{ (CASE III)} \quad \cdots \cdots \cdots (9)$$

なる関係が得られる。したがって、脆性破壊を示す温度範囲内であれば SP 試験から得られる破壊応力 σ_{sp} を用いて、脆性材料の強度評価法として一般的な三点曲げ強度を予測することができると言える。

5. 結 言

(1) SP 試験を模擬した有限要素法により無次元コンプライアンス、無次元応力を評価し本法の基礎評価データを作成した。

(2) SP 試験における縦弾性係数に関して、CASE I と CASE II は比較的近い値を与え、また RCT より得られた値に対しても比較しうる値を与える。縦弾性係数は低荷重条件下で評価するので、平滑パンチャーを用いた場合は CASE II で算出すべきである。

(3) SP 試験における破壊応力に関して CASE I と CASE III の間に、ほぼ 2:1 の相関関係がある。これは体積効果であるものと説明される。

(4) SP 試験における破壊応力 σ_{sp} と三点曲げ強度 σ_b との間には

$$\sigma_{sp} = 1.0\sigma_b \text{ (CASE I)}$$

$$\sigma_{sp} = 0.50\sigma_b \text{ (CASE III)}$$

なる関数が得られた。この関係より SP 試験より得られる破壊応力 σ_{sp} から曲げ強度 σ_b を予測することができる。

本研究で用いた PSZ/SUS 複合材を提供していただいた東北大学工学部・渡辺龍三教授、川崎亮助教授に深く感謝申し上げる。なお本研究は、科学技術庁科学技術振興調整費による「熱応力緩和のための傾斜機能材料開発の基盤技術に関する研究」および文部省科学研究費試験研究、課題番号(01850024)の一環で実施されたものであることを付記する。

文 献

- (1) 高橋, ニューセラミックス, 2-6(1989), 99-102.
- (2) 小型パンチ(SP)試験方法(案), JAERI-memo, (1987), 5.
- (3) Baik, J-M., Kameda, J. and Buck, O., Development of Small Punch Tests for Ductile-Brittle Transition Temperature Measurement of Temper Embrittled Ni-Cr Steels, *ASTM STP*, 888(1985), 92.
- (4) Mao, X., Shoji, T. and Takahashi, H., Characterization of Fracture Behavior in Small Punch Test by Combined Recrystallization-Etch Method and Rigid Plastic Analysis, *J. Testing and Evaluation*, 15-1(1987), 30.
- (5) 斎藤・鄭・高橋・川崎・渡辺, AE法による金属/セラミックス複合材料の微視破壊過程評価に関する研究, 粉体および粉末冶金, 37(1990), 300.
- (6) 湯浅, 材料力学公式集, (1960), 220-224, コロナ社.
- (7) Hashida, T. and Takahashi, H., Simple Determination of the Effective Young's Modulus of Rock by the Compliance Method, *J. Testing and Evaluation*, 13-1(1985), 77-84.
- (8) ファインセラミックスの高温曲げ強さ試験方法, JIS R 1604-1987.