コースティックス法による部分安定化ジルコニア
セラミックスの高温動的破壊挙動の解析*末次正寛^{*1}, 清水紘治^{*2}, 高橋 賞^{*2}Analysis of the Dynamic Fracture Behavior of Partially Stabilized Zirconia
at Elevated Temperatures by the Method of Caustics

Masahiro SUETSUGU, Koji SHIMIZU and Susumu TAKAHASHI

The validity of the caustic method on the fracture problems of partially stabilized zirconia at room and elevated temperatures up to 1 200°C is confirmed, and we investigated the dynamic fracture behavior of this material from the pictures taken using the apparatus of caustics together with an ultrahigh-speed camera of Imacon 790. Consequently, it is pointed out that dynamic fracture toughness K_{Id} is abruptly decreased as the testing temperature increases over about 500°C and the ratio of K_{Id} and static fracture toughness is increased from 2.0 at room temperature to 5.0 at 800°C. Moreover, it is ascertained that the crack-propagation fracture toughness is increased with the crack velocity at any testing temperature up to 1 200°C and this tendency is decreased with the rise of temperature. Finally, an example of the visualized acoustic emission wave is shown. It is revealed that the velocity of this AE-wave is slightly decreased as the temperature rises and it coincides with the Rayleigh wave speed of this material.

Key Words: Experimental Stress Analysis, Stress Intensity Factor, Ceramics, Stress Wave, Dynamic Fracture, High Temperature, Caustic Method

1. 緒 言

構造用セラミックスは、その特性上高温環境のもとで使用されることが多く、さらに機械の高速化に伴って動的負荷を受ける部材への適用も多くなされている。しかし、このような高温かつ動的という過酷な条件下におけるセラミックスの破壊特性を精度良く評価することは非常に難しく、いまだにその手法は確立されていない。高温条件下におけるセラミックスの動的応力拡大係数を評価した研究としては、小林らの計装化シャルピー試験によるもの⁽¹⁾、坂田らの両端自由衝撃曲げ試験によるもの⁽²⁾、また Suresh らによるスプリットホプキンソンバー法によるもの⁽³⁾等があり、ハンマや入力棒に貼ったひずみゲージで測定した動的外荷重を用いて K 値を求めている。動的負荷条件下における応力拡大係数の測定では、なるべく試験片のき裂先端部の情報を直接用いたほうが好ましいと考えられるが、試験片のき裂先端部へひずみゲージを貼付するひずみゲージ法⁽⁴⁾も限られた温度範囲を除き適用不可能である。さらに、これらの手法は動的破壊靱性値

K_{Id} をその測定対象としており、高速き裂進展中の応力拡大係数 K_{Id} は測定できない。 K_{Id} の評価は高速き裂進展時の材料の破壊靱性や破壊挙動を知る上で重要であるが、その困難さゆえ研究例は非常に少なく Kobayashi らのレーザ干渉変位計を利用して求めたき裂進展履歴から FEM により K_{Id} を算出する手法⁽⁵⁾が報告されている程度である。一方、非接触的にき裂先端部の情報を直接用いて K 値を測定する光学的手法のコースティックス法が、このような高温かつ動的負荷条件下におけるセラミックスの破壊挙動解析へ適用できれば大変有効であり、 K_{Id} 値のみならず K_{Ib} 値の測定も可能である。われわれはすでに常温時において本法をセラミック材料の動的破壊問題へ適用し、動的破壊特性を評価してその有効性を示した⁽⁶⁾⁽⁷⁾。これに続き、本論文では部分安定化ジルコニアセラミックス(PSZ)の常温より 1 200°C までの温度範囲における静的ならびに動的破壊挙動を、コースティックス法により解析することを試みた。まずはじめに、静的負荷条件下においてこのような高温領域でも本法が適用可能であることを示すとともに各温度下におけるコースティックス法の光学定数 c_0 を測定し、さらに静的破壊靱性値 K_{Ic} やヤング率 E 、曲げ強さ σ_b 等の機械的諸特性について検討を加えた。次に、超高速カメラ

* 原稿受付 平成4年6月18日。

^{*1} 正員、関東学院大学大学院 (〒236 横浜市金沢区六浦町4834)。^{*2} 正員、関東学院大学工学部。

(Imacon 790)ならびに高温電気炉を含むコースティック法の動的破壊実験装置によって各温度条件下における PSZ の高速破壊現象を捉え、 K_{Ia} 値、 K_{ID} 値を測定しそれらの温度、負荷速度、ならびにき裂進展速度依存性等について考察を加えた。また、このような高温環境下において破壊の開始とともにノッチ先端部より発して試験片材料中を伝ばしていく AE 波の可視化像が今回の実験で撮影され、その一例を示すとともにその伝ば速度の温度による変化等について検討を行ったのでここに報告する。

2. 表面反射形コースティック法の基礎理論

クラックを有する板が負荷状態にあるとき、その先端近傍は応力の集中によって板厚変化が生じており、その部分へ入射した光は光路長が変化して偏向し、その結果試験片とある一定距離の位置に置いたスクリーン上に光がこない領域が生ずる。これがコースティック像であり、この像の大きさや形状から応力拡大係数の値を求めることができる。応力拡大係数は試験片板厚を t 、クラック線に対して垂直方向のコースティック像最大直径を D とすれば、式(1)で与えられる⁽⁸⁾。

$$K_I = \frac{1.671}{z_0 t c_0} \cdot \frac{1}{\lambda^{3/2}} \cdot \left(\frac{D}{\delta}\right)^{5/2} \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 c_0 は E 、 μ をそれぞれヤング率、ポアソン比として式(2)で示されるコースティック法の感度を表す定数、 λ は z_0 、 z_i を図3に示したようにそれぞれ試験片とスクリーン、試験片と焦点との距離とすれば式(3)で与えられる像の倍率である。また、式(4)で示される r_0 はコースティック像を形成する光が試験片のどの位置から来るかということを示すもので、初期曲線と呼ばれる。

$$c_0 = \mu/E \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\lambda = (z_0 - z_i)/z_i \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$r_0 = D/(\delta \cdot \lambda) \quad \dots\dots\dots (4)$$

さらに δ は、 $\lambda=1$ とした場合の初期曲線 r_0 とコースティック像直径 D との比であり、き裂進展速度ならびに材料のせん断波速度をそれぞれ $\dot{a}$ 、 C_s とすれば次式で示される⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。

図1 試験片の形状寸法

図2 ノッチ先端形状

$$\delta = 3.1702 + 0.0964(\dot{a}/C_s) - 0.1443(\dot{a}/C_s)^2 + 1.4994(\dot{a}/C_s)^3 \quad \dots\dots\dots (5)$$

このように δ はき裂が静止している場合は約 3.17 であるが、き裂が高速で進展するに従って応力変位場が慣性力のために変化し、大きくなる。今回の実験においては各温度条件のもとで測定したヤング率 E とポアソン比 μ を用いて計算される C_s とき裂進展速度 $\dot{a}$ を考慮して以上の式より K 値を求めた。なお、動的負荷条件下における実験では、光量不足の解消ならびに r_0 を大きくした精度の良い測定を目的として試験片へ平行光を入射させ、試験片背後の虚像面に形成されるコースティック像を撮影したが、この場合式(1)、(3)、(4)中の λ が 1 となるのみで他の関係式は上記のとおりである。

3. 試 験 片

東ソー(株)の部分安定化ジルコニアセラミックス (PSZ: ZrO_2 -3 mol% Y_2O_3) の常圧焼結品平板を用いて、図1に示す SEN 形試験片を作成し実験に供した。試験片中央部には幅約 0.4 mm のノッチをダイヤモンドブレードで加工してあり、その先端部形状は図2に示すとおりである。また試験片の表面はコースティック像を得るために $R_{max} \approx 0.2 \mu m$ の鏡面仕上げが施されている。なお、これらの破壊靱性値に関する実験とあわせて、 $W=5 mm$ 、 $l=100 mm$ のノッチのない試験片を用い、各温度条件下における曲げ強さ σ_b 、ヤング率 E の測定も行った。

4. 実験装置ならびに方法

4.1 静的実験 図3に静的実験装置の概略図を示す。図に示すとおり、試験片を取付けた高温炉をて

図3 静的実験装置の概略

こ式の荷重試験機に組込み表面反射形のコースティックス法の装置を組合せたもので、炉の正面には光の入射、反射のための石英ガラスがはめ込んである。ここで使用した炉は発熱体としてニクロム線、また断熱材としてカオウール 1600 を用いて自作したものであり、サイリスタレギュレータと 2 台のスライダックで温度制御を行い、炉内の温度は CA 熱電対で計測した。試験片設置領域における温度分布のばらつきは小さく、設定温度の $\pm 1\%$ 以内であった。また今回作成したこの炉は、最高で約 1000°C までの昇温が可能であった。高温領域におけるヤング率 E は実験中の試験片を写真撮影し、試験片中央部のたわみ δ を測定して求めた。

4.2 動的実験 図 4 に超高速カメラ (Imacon 790) と出力 2 mW の He-Ne ガスレーザー光源、ならびに高温炉を含むコースティックス法の高温動的破壊実験装置の概略図、および落錘式破壊試験機を示す。さきに述べたとおり、試験片へ平行光を入射し試験片背後の虚像面に形成されるコースティックス像を超高速カメラで記録しているが、このような手法を用いることにより出力 2 mW 程度の低出力レーザーでも高速度撮影が可能である。このカメラはプラグインユニットを交換することで、 10^4FPS (Frames per

second) $\sim 10^7\text{FPS}$ まで撮影速度が可変であるが、今回は 10^6FPS というかなり速い速度で撮影を行い、精度の良い詳細な解析を行った。また平行光を用いることで初期曲線 η_0 を大きくとることができるため、この点からも精度の向上がなされている。図 4 (b) に示すとおりアクリルパイプ中を高さ $h=600\text{ mm}$ から自由落下する落錘が、 $\phi 10\text{ mm}$ 、長さ 400 mm の荷重伝達棒を打撃することにより試験片は試験片上のピンを介して三点曲げの動的負荷を受け瞬時に破壊するが、この時落錘が荷重伝達棒の上方約 20 mm に設置してある光電式レーザスイッチを遮ることでレーザ光源直後のシャッターを開き、さらに荷重伝達棒と接触することで適当な遅れ時間をディレイジェネレータで発生させ超高速カメラをトリガさせている。なお、シャッターの使用目的、撮影に用いたフィルム等は前報⁽⁷⁾と同様である。動的実験において用いた自作の高温炉は基本的に静的実験で用いたものと同様であるが、発熱体として 8 本のシリコニットを使い最高使用温度を向上させている。また、温度制御は 2 台のスライダックで行い、炉内の温度分布は試験片の設置領域において設定温度の $\pm 1.5\%$ であった。なお、破壊実験は炉内温度が設定温度に到達してから 20 分保持した後に行った。

5. 実験結果ならびに考察

5.1 静的負荷条件下における検討 図 1 の $W=10\text{ mm}$ 、 $l=100\text{ mm}$ の試験片により、図 3 の装置を用いて得られた 200°C ならびに 1000°C の温度環境下におけるコースティックス像の一例を図 5 に示す。 800°C 、 1000°C あるいはそれ以上の温度領域では空気の流れや試験片からのふく射光の影響により像が多少乱れるが、本図に示すとおりかなりの高温環境下においても明りょうなコースティックス像が得られ、コースティックス法による K 値測定の有効性が示された。なお、式 (1) よりわかるとおり、本法により K 値を測定する際に定数 c_0 が重要になってくるが、 c_0 はコースティックス像の直径 D と外荷重 P より計算した $(K_I)_{th}$ を用いて逆に計算することができる。図 6 はこのようにして求めた各温度における定数 c_0 の値を、破壊荷重

(a) 全体概略図

(b) 落錘式破壊試験機

図 4 動的実験装置

(a) 200°C

(b) 1000°C

図 5 高温時におけるコースティックス像の一例(静的)

より理論計算式を用いて測定した静的破壊靱性値 K_{Ic} とともに示したものである。ただし、常温における c_0 は板厚 5 mm で 100 mm×10 mm の帯板状試験片を用いた四点曲げ試験により、ひずみゲージを用いて測定した $E=206$ GPa, $\mu=0.30$ から式(2)で計算した $c_0=1.46 \times 10^{-12}$ m²/N を示した。本図より c_0 は常温より 700°C まではほぼ一定であるが、それ以上の温度領域で急激に上昇していることが知られる。また、 K_{Ic} 値は温度の上昇とともにほぼ単調に減少しており、Orange らによる測定結果⁽¹¹⁾と傾向がよく一致していることがわかる。なお、今回の実験では幅約 0.4 mm のノッチを有する試験片を用いていることから、自然き裂の K_{Ic} 値に比べて各温度とも全体的に大きめに評価されていると考えられるが、その割合は常温における自然き裂材の測定値 $K_{Ic} \approx 5.2$ MN/m^{3/2}⁽⁷⁾ より考えて 2.4 倍程度と思われる。一方、Kobayashi らは常温において、種々のノッチ先端半径を有する試験片に関して K_{Ic} 値を求めており、自然き裂材の $K_{Ic}=4.1$

MN/m^{3/2} に対してわれわれが用いたものとはほぼ同じ幅のノッチ材の K_{Ic} 値はおおよそ 5 倍の 20 MN/m^{3/2} 程度になることを報告しているが⁽¹²⁾、この差は試験片の材質やノッチ先端部の形状の違い等によるものと考えられる。図 6 には、図 1 の $W=5$ mm, $l=100$ mm でノッチのない試験片を用いた三点曲げ試験により、試験片中央部のたわみ δ と荷重 P の関係から求めた各温度におけるヤング率 E と破壊荷重より求めた曲げ強さ σ_b 、ならびに E の測定値より式(2)を用いて参考のため求めたポアソン比 μ を併せて示してある。高温環境下におけるポアソン比を測定することは一般的にかなり難しいが、このようにコースティック法を用いて評価することも可能である。なお、ここで求めた E , μ はあとで述べる各温度におけるせん断波速度 C_s ならびに表面波速度 C_R の算出に用いている。本図より、ヤング率 E は 500°C 付近までは常温とほぼ同じ値を保つが、500°C を越えると急に低下し始め、1000°C では常温時の約 1/2 の値となっていることが知られる。また、曲げ強さ σ_b も 250°C 付近より低下し始め 1000°C では常温時の約 1/3 の値となっており、メーカ側の資料と同様な傾向にあることがわかった。

5.2 動的負荷条件下における検討 $W=15$ mm, $l=50$ mm の試験片を用いた $T=800^\circ\text{C}$ の高温環境下における動的破壊実験により記録されたコースティック像高速写真の一例を図 7 に示す。図に示されるとおり、三点曲げ試験片のノッチ先端部分の高速破壊現象を図中の連続番号で示したコマの順序で撮影している。また、撮影速度は 10⁶FPS であり、各コマの間隔は 1 μs となっている。この図より、き裂先端部に生じたコースティック像直径は時間とともに徐々に増大した後、12 コマめで静止き裂としては最後の状態をむかえ、13 コマめでき裂の進展が開始し、続いて試験片中を高速で伝播するき裂先端部からのコースティック像が得られていることがわかる。また、き裂進展開始直

図 6 静的実験により得られたヤング率、曲げ強さ、破壊靱性値、光学定数の温度変化

図 7 高温動的負荷条件下におけるコースティック像の一例 ($T=800^\circ\text{C}$, $a_0=1.710$ mm, $\lambda=1, 10^6$ FPS)

図 8 コースティック像高速写真の一例 ($T=1\,200^{\circ}\text{C}$, $z_0=1\,710\text{ mm}$, $\lambda=1,10^6\text{ FPS}$) 図 9 動的応力拡大係数とき裂先端位置 a の時間変化

図 10 破壊靱性値の温度変化

後の 14, 15 コマめには破壊開始の際にき裂先端部から発せられた AE 波が環状に伝ばしていく様子が明りょうに可視化されていることが知られる。図 8 は同様に $T=1\,200^{\circ}\text{C}$ におけるコースティック像高速写真の一例である。以上のように、このようなかなり高い温度領域においても試験片表面からの直接反射光による明りょうなコースティック像が得られることがわかり、セラミックスの高温動的破壊問題へのコースティック法の適用性が示された。

図 9 は $T=800^{\circ}\text{C}$ における動的応力拡大係数 $(K_I)_{\text{exp}}$, $(K_I)_{\text{cor}}$ ならびにき裂長さ a の時間変化の一例である。ここで、 $(K_I)_{\text{exp}}$ は実験値を、また $(K_I)_{\text{cor}}$ はわれわれがさきに報告した PSZ の $r_0-(K_I)_{\text{exp}}/(K_I)_{\text{th}}$ の関係⁽⁷⁾を用いて、 $(K_I)_{\text{exp}}$ を修正する方法⁽¹³⁾により修正した値を示す。このように常温における静的な実験から得られた $r_0-(K_I)_{\text{exp}}/(K_I)_{\text{th}}$ の関係を高温動的実験における $(K_I)_{\text{exp}}$ の修正に用いているが、これは次の二つの研究報告を考慮すれば、妥当性のあるものと考えられる。すなわち、動的試験状況下においてもこの関係は静的な場合とほぼ同様であるという鈴木らの実験的研究⁽¹⁴⁾、また、この関係はポアソン比 μ に依存するが、 $\mu=0.1\sim 0.5$ にわたってその変化はごくわずかであるという Yang らの理論的研究⁽¹⁵⁾である。なお、今回の動的応力拡大係数の測定において、定数 c_0 は 5.1 節

で静的に求めた各温度下の値を使用した。また、コースティック像中のき裂先端位置は像の最大直径 D を与える位置から多少ずれることが理論的にわかっており⁽⁸⁾、これを考慮して a を測定した。本図より、動的応力拡大係数は応力拡大速度(負荷速度の指標であり、き裂が進展を開始するまでの平均的時間増加率) $\dot{K} \approx 7.6 \times 10^5 \text{ MN/m}^{3/2} \cdot \text{s}^{-1}$ で、約 $12.8 \text{ MN/m}^{3/2}$ まで上昇した後破壊が開始し、高速き裂進展中の応力拡大係数 K_{Id} は破壊開始とともに大きく低下していることがわかる。これは幅約 0.4 mm のノッチを有する試験片を用いているので動的破壊靱性値 K_{Id} が大きな値まで耐えているためである。また、 K_{Id} 値は振動しながら減少していること、およびき裂長さ a のこの配の変化より、き裂進展速度 $\dot{a}$ はき裂が試験片上端部に近づくにつれて減少していることが知られる。

図 10 は動的破壊靱性値 K_{Id} の温度変化を示したものであり、さきに述べた静的破壊靱性値 K_{Ic} も併せて示してある。ここで、 $1\,200^{\circ}\text{C}$ における光学定数 c_0 は図 6 の結果を外そうして求めた $c_0 \approx 7.0 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{N}$ を使用した。なお、この値は図 6 から考えられる $\mu=0.5$ と、本橋らによる E の測定結果⁽¹⁶⁾ならびに図 6 から予想される $E=70 \text{ GPa}$ より計算される c_0 とほぼ一致する。一般的に K_{Id} 値が大きく K_{Ic} 値を上回っており、このような高温環境下においても、われわれが

さきに常温時について報告した K_{Ia} 値の $\dot{K}$ 依存性⁽⁷⁾が認められた。また、高温になるに従って K_{Ia} 値のばらつきが減少していることも本図より知られる。さらに K_{Ic} 値は温度の上昇につれてほぼ単調に低下しているのに対して、 K_{Ia} 値は 500°C 付近まで緩やかに減少した後急激に低下していることがわかり、計装化シャルピー試験によって同材料の K_{Ia} 値を、常温から 800°C までの範囲で測定した小林らの報告⁽¹¹⁾と同様な傾向が得られた。Y₂O₃ を 3% 含有する本供試材の場合、ジルコニア粒子が正方晶から単斜晶へ変態する応力誘起変態量は常温より約 600°C まで連続的に減少し、それ以上の温度ではほとんど変態が起こっていないことが示されており⁽¹⁾、さらに PSZ における負荷速度の増加に伴う破壊靱性の上昇が、応力誘起変態量の負荷速度依存性に大きく影響されていること⁽⁴⁾を考えれば、図 10 の K_{Ia} 値の 500°C 付近からの減少、ならびに $K_{Ia} > K_{Ic}$ という結果は理解されるものである。ところで中山らによる Si₃N₄ 材⁽¹⁷⁾、ならびに高橋らによる Al₂O₃/Al 複合材⁽¹⁸⁾を対象とした K_{Ia} 値、 K_{Ic} 値の温度変化に関する研究において、 K_{Ia} 値の温度上昇に伴う低下は K_{Ic} 値のそれに比べて緩やかであることが指摘されている。これは、高温になるほど静的破壊靱性値 K_{Ic} に対する動的破壊靱性値 K_{Ia} の動的効果 K_{Ia}/K_{Ic} が大きくなることを意味しており、図 11 は図 10 の結果をこの観点から整理したものである。常温より 800°C までは温度の上昇とともに K_{Ia}/K_{Ic} が約 2.0 から 5.0 まで増加しており、PSZ においても動的効果の温度による上昇が認められた。なお、 K_{Ia}/K_{Ic} は 800°C をピークに 1000°C では約 3.0 へ減少しており、1200°C 付近で 1、つまり動的効果がなくなる傾向を示している。一方、Nojima らは同材料の常温から 1200°C までの範囲における衝撃曲げ強さをホプキンソン棒法により測定して静的曲げ強さと比較しており、その結果やはり 1200°C で動的効果がなくなることを報告している⁽¹⁹⁾。これらの結果より本材料の負荷

速度効果は 1200°C 付近をもって無効となるものと考えられる。図 12 は、 $T=800^\circ\text{C}$ における高速き裂進展中の応力拡大係数 K_{ID} のき裂進展速度 $\dot{a}$ 依存性を示したものである。横軸には 5・1 節において求めた 800°C におけるヤング率 E とポアソン比 μ より計算したせん断波速度 C_s で $\dot{a}$ を無次元化した無次元化き裂進展速度 $\dot{a}/C_s$ も併せて示した。本図より、 K_{ID} 値は $\dot{a} \approx 1700 \text{ m/s}$ までの速度領域で $\dot{a}$ の増加とともに緩やかに上昇しており、また $\dot{a}=0$ における K_{ID} 値は約 $1.8 \text{ MN/m}^{3/2}$ となっていることがわかる。この値は、ほぼ本試験温度における自然き裂材の静的破壊靱性値 K_{Ic} と考えられるが、このような初期ノッチ材を動的に破壊し、コースティックス法により、 K_{ID} 値を $\dot{a}$ の関数として測定する方法によっても、自然き裂材の K_{Ic} 値を評価することが可能であるといえる。この方法によれば、SEPB 法や IM 法等において問題となるき裂導入の困難性や残留応力の影響がなく、 K_{Ic} 値を決定できる可能性がある。またわれわれはさきに、常温時において本材料の高速き裂進展停止時の破壊低抗 K_{Ia} を、き裂停止瞬間のコースティック像より測定した結果、この測定値が上に述べた $\dot{a}-K_{ID}$ 関係の $\dot{a}=0$ への外そう値とよく一致することを報告した⁽⁷⁾。一般的に、高温環境下における高速き裂進展停止瞬間の情報を得て K_{Ia} 値を測定することは非常に困難であることを考えれば、このような外そう法で K_{Ia} 値が評価できるという点からも本手法は有効である。図 13 は常温から 1200°C までの各温度条件下において測定した K_{ID} 値の $\dot{a}$ 依存性をまとめて示したものであり、図中の無次元化き裂進展速度 $\dot{a}/C_s$ の求め方は前述のとおりである。本図より、PSZ の K_{ID} 値は各温度下とも $\dot{a}$ の増加に伴って緩やかに上昇しており、常温時において報告されている種々の高分子材料や鉄鋼材料に関する研究結果と同様な傾向を示していることがわかる。また、Kobayashi らは常温時における Si₃N₄ (反応焼結材) および Al₂O₃、ならびに 1000°C の温度にお

図 11 動的効果 K_{Ia}/K_{Ic} の温度変化 図 12 き裂進展速度 $\dot{a}$ と K_{ID} 値の関係 ($T=800^\circ\text{C}$)

ける Al_2O_3 の $\dot{a}$ - K_{ID} 関係を求めており、やはり K_{ID} 値は $\dot{a}$ の増加に伴って上昇傾向を示すことを指摘している⁽⁶⁾。なお、今回の実験条件下で得られた各温度におけるき裂進展速度の最大値は、およそ $\dot{a}/C_s=0.4 \sim 0.6$ の範囲であり PSZ はこのような高温環境下においても比較的速い速度でき裂が進展し得ることがわかる。図 13 からは、試験温度の上昇につれて K_{ID} 値が一般的に低下すること、ならびに K_{ID} 値の $\dot{a}$ 依存性が弱くなっていくこともわかる。Kanazawa らは、このような実験的に求めた各温度における $\dot{a}$ - K_{ID} 関係を境界条件に用いて、温度こう配を持つ構造用鋼材 (KAZ) 中を進展するき裂の速度や停止位置を計算によって予想し、実験とよく一致したことを報告している⁽²⁰⁾。このように、図 13 に示す結果を用いれば種々の温度条件下において PSZ 材中を進展するき裂の挙動を予測することが可能である。

最後に、図 7 に可視化像の一例を示した AE 波について考察する。図 14 は図 7 の破壊開始瞬間の前後である 11~16 コマめを拡大し、新たにコマ番号を付したもので各コマの間隔は $1 \mu\text{s}$ である。本図より、1~2

図 13 各温度における $\dot{a}$ と K_{ID} の関係

図 14 破壊の開始に伴う AE 波の発生ならびに伝ば

コマめまでコースティック像はほぼ円形であるが、3 コマめの破壊開始時には、幅約 0.4 mm のノッチからき裂が進展し高速で伝ばを開始する過渡的挙動や、それに伴って発生する AE 波の影響を受けて先端部が複雑な応力状態となっており、コースティック像がゆがんでいることがわかる。さらに、破壊開始に伴って発生した AE 波は、初期ノッチ先端部を中心として環状に、進展中のき裂に先行する形で伝ばしていることが 4, 5 コマめより知られる。図 15 はこのような一連の高速度写真より各試験温度における AE 波の伝ば速度 C_{AE} を測定したものである。 C_{AE} は常温時の約 3 200 m/s から $1\,000^\circ\text{C}$ の約 2 500 m/s まで緩やかに減少しており、同図中に●印で示した表面波速度 C_R とよく一致していることがわかる。ここで、 C_R は図 6 に示した各温度における E , μ の測定値を用いて近似式⁽²¹⁾より求めたものである。今回用いたコースティック法の実験装置が表面反射形であること、ならびに表面波は縦波、横波等に比べて比較的強度が強いこと⁽²²⁾からも、ここで可視化された波は表面波であると考えられる。また、観察された AE 波は、常温より 800°C までの温度範囲では非常に明りょうに可視化されたが、 $1\,000^\circ\text{C}$ ではやや不鮮明となり $1\,200^\circ\text{C}$ では今回の実験条件下では確認できなかった。これは高温による写真像質の低下もあるが、発生している AE 波の強度自体が弱くなっているものと思われる。ところで Higashi らは、PMMA 材中を高速で進展するき裂から発生する AE 波を同じくコースティック法により可視化し、き裂進展中は AE 波が連続的に発生していることを報告しているが⁽²³⁾、今回われわれが行った PSZ の場合図 14 に示すとおり可視化された AE 波の発生は破壊開始時のみであった。この原因としては、ノッチ材なので破壊開始時の比較的大きなエネルギーを持った波だけが可視化され、ひきつづき発生している

図 15 各温度条件下における AE 波の伝ば速度 C_{AE}

AE 波はき裂進展速度の不足等によって強度が弱く可視化されるにいたっていないことなどが考えられるが、今後 AE 計測によって検出される AE 信号波形との対応等も含めて詳しく検討を行う予定である。

6. 結 論

常温より 1 200°C までの高温環境下における部分安定化ジルコニアセラミックス (PSZ) の破壊問題へのコースティック法の適用について静的負荷条件下で検討を加え、さらに超高速カメラ (Imacon 790) と高温炉を含むコースティック法の動的実験装置によって PSZ の高温動的破壊挙動を詳細に解析した。得られた結果を整理すると以下ようになる。

(1) このような高温環境下においても試験片表面からの直接反射光によるコースティック像が得られることがわかり、本法の K 値測定への有効性を示した。

(2) 静的負荷条件下における PSZ の光学定数 c_0 、曲げ強さ σ_b 、ならびにヤング率 E の温度変化を示した。

(3) 静的破壊靱性値 K_{Ic} が温度の上昇とともに連続的に減少するのに対して、動的破壊靱性値 K_{Id} は 500°C 付近より急激に低下する。また、 K_{Id} 値の K_{Ic} 値に対する動的効果 K_{Id}/K_{Ic} は、常温時では約 2.0 であるが温度の上昇とともに増加し、800°C で約 5.0 と最大値をとった後低下しはじめ、1 200°C で動的効果がなくなる傾向にあった。

(4) 各温度条件下における PSZ の高速き裂進展中の応力拡大係数 K_{Id} とき裂進展速度 $\dot{a}$ の関係を測定し、いずれの温度段階においても $\dot{a}$ の上昇に伴って K_{Id} 値は上昇傾向を示すが、高温になるに従って K_{Id} 値の $\dot{a}$ 依存性は弱くなり、 K_{Id} 値も低下することを示した。

(5) このような高温環境下において、破壊開始とともにノッチ先端部より発して試験片材料中を伝ばし

ていく AE 波の可視化像が今回の実験によって撮影され、その伝ば速度は温度の上昇とともに緩やかに遅くなっていることを示した。また、その伝ば速度は各温度において実験により定めたヤング率 E とポアソン比 μ の値より計算した供試材の表面波速度とよく一致した。

文 献

- (1) 小林・井川・浅井, 日本金属学会秋期大会シンポジウム講演予稿, (1988-11), 208.
- (2) 坂田・青木・岸本・藤野・穂場, 材料, 37-419 (1988), 910.
- (3) Suresh, S., Nakamura, T., Yeshurun, Y., Yang, K. and Duffy, J., *US DOE Rep.*, [DOE-ER-45167-T-1], (1990).
- (4) 岸・鈴木・金, 第 33 回材料強度と破壊総合シンポジウム論文集, 33 (1988-3), 21.
- (5) Kobayashi, A. S. and Yang, K. H., *Adv. Fract. Res.*, 1 (1989), 621.
- (6) 末次・清水・高橋, 機論, No. 910-71 (1991-11), 340.
- (7) 末次・清水・高橋, 機論, 58-549, A (1992), 775.
- (8) 高橋・清水, 機械の研究, 37-4 (1985), 485.
- (9) 西岡・橋高, 機論, 54-501, A (1988), 1061.
- (10) 西岡・橋高・内山・村上・板倉, 機論, 55-520, A (1989), 2410.
- (11) Orange, G., Fantozzi, G., Bigay, Y. and Torre, J. P., *Sci. Ceram.*, 13 (1985), 655.
- (12) Kobayashi, T., Matsunuma, K., Ikawa, H. and Motoyoshi, K., *Eng. Fract. Mech.*, 31-5 (1988), 873.
- (13) 島田・佐々木, 機論, 49-441, A (1983), 579.
- (14) 鈴木・細田, 機論, 55-517, A (1989), 1974.
- (15) Yang, W. and Freund, L. B., *Int. J. Solids Struct.*, 21-9 (1985), 977.
- (16) 本橋・渡辺・大森・久保田, 機論, 56-528, A (1990), 1876.
- (17) 中山・大平・岡部・田中, 材料, 39-447 (1990), 1630.
- (18) 高橋・青木, 機論, 57-537, A (1991), 1073.
- (19) Nojima, T. and Ogawa, K., *Inst. Phys. Conf. Ser.*, No. 102 (1989), 371.
- (20) Kanazawa, T., Machida, S., Teramoto, T. and Yoshinari, H., *Exp. Mech.*, 21-2 (1981), 78.
- (21) 例えば, 根岸・高木, 超音波技術, 物理工学実験 14, (1984), 174, 東京大学出版会.
- (22) Cardenas-Garcia, J. F., *Eng. Fract. Mech.*, 35-1/2/3 (1990), 409.
- (23) Higashi, T., Takeda, N. and Takahashi, K., *Rep. Progr. in Polym. Phys. in Japan*, XXV III (1985), 339.