

セラミック製品の機械的特性改善研究(第2報) —破壊力学パラメータからの検討—

竹内 繁樹 山本 紀一

Improvement in Mechanical Property of Ceramic Products(Part II)

—Discussion on Fracture Mechanics Parameter—

by

Shigeki TAKEUCHI and Kiichi YAMAMOTO

セラミック製品の機械的特性の改善を図るアプローチとして、その破壊挙動に大きく関係する粒子架橋に注目し、製品の強度向上を材料の組織面から検討した。実験は、素地の異なる市販タイル4種類を収集し、破壊力学パラメータ、破壊靱性値 K_{Ic} 及び亀裂進展抵抗性 R_{Ic} を測定した。破壊試験は3点曲げ法で行い、 R_{Ic} の測定にはシェブロンノッチ加工した試験片を用いた。また、破壊試験後の破断面に対して、SEM等による観察を行った。これらの結果から、それぞれの試料の破壊挙動の特徴づけを行い、強度向上の指針を検討した。4種類のうち特に珪器素地に骨材を添加したものは、粒子分散による R_{Ic} の増大が見られた。この亀裂進展抵抗性は、骨材の添加量を増やす、あるいは、添加する粒子形状を柱状粒子等のアスペクト比の大きいものにとすると、さらに増大すると考えられる。

1. はじめに

製品の強度は、それを構成する材料の強度と製品の形状に支配される。したがって、製品の強度を高めたり軽量化を図るためには、材料本来の強度を高めるアプローチと応力集中を避ける形状面からのアプローチ¹⁾がある。

セラミックスのような脆い材料は、線形破壊力学がより高い精度で適用できる。つまり、材料固有の物性値である破壊抵抗性(破壊靱性値)と材料の表面または内部に存在する「欠陥(キズ)」の寸法によって強度は規定される。このことは、破壊の起源となる欠陥の寸法を一定にして考えた場合、破壊靱性値が小さく欠陥に敏感な材料は強度が低く、破壊靱性値が大きく欠陥に鈍感な材料が強度が高いことを意味している。

ここでは、セラミック製品の破壊挙動、特に破断面に形成される粒子架橋の効果に注目し、2つの破壊力学パラメータを用いて議論する。

破壊靱性値(Fracture toughness)は、破壊の起源となる亀裂が進展を開始する臨界状態での材料の抵抗性を表すパラメータである。ファインセラミックス等の脆性の顕著な材料は、この臨界状態を越えると瞬時に破断する。ここでは、 K_{Ic} をパラメータとして用いる。

亀裂進展抵抗性(Crack growth resistance)は、粒子架橋等により、亀裂進展に伴い破壊靱性値が増加するよ

うな場合に用いるパラメータである²⁾。耐火物のような亀裂進展抵抗性が顕著な材料では、亀裂が安定に進展する性質が強い。ここでは、安定破壊した試験体での全エネルギー消費から求められる R_{Ic} ^{3,4)}をパラメータとして用いる。

これら破壊力学パラメータの測定及び破断面の観察から、セラミック製品の強度向上を図るための指針を検討した。

2. 実験方法及び結果

市販のタイル製品から珪器素地系の3種類(A~C)とシャモット系素地1種類(D)を試料として選定した(表1)。Aは珪器素地単味のもの、Bは珪器坏土に骨材を約10%添加した素地、Cは珪器坏土に陶器坏土を約10%配合した素地である。

表1 試料の物性値

試料名	弾性率[GPa]	曲げ強さ[MPa]	吸水率[%]
A	210	67.7	<0.1
B	183	40.9	0.4
C	203	41.3	0.5
D	151	26.0	3.3

そして、これらを破壊力学試験片に加工したものを用いて、曲げ強さ、弾性率、 K_{Ic} 及び Γ_{es} などの機械的特性の測定を行った。また、クラックスタビライザー³⁾を用いた曲げ試験で安定破壊させることも試みた。破壊試験後の破断面に対して、SEM観察、表面粗さ測定をそれぞれ実施した。

2.1 機械的特性の測定

曲げ強さ及び弾性率⁴⁾は、幅 10.0、厚さ 7.5、長さ約98mmの試験体で3点曲げ試験により測定した。下側治具のスパンは75mmとした。試験は、クロスヘッドスピード0.5mm/minで行った。測定結果を表1に示す。

K_{Ic} と Γ_{es} は、幅 7.5、厚さ 10.0、長さ約49mmの試験体にノッチ加工し3点曲げ試験を行った。下側治具のスパンは40mmとした。 K_{Ic} はストレートスルーノッチ(straight through notch)を、 Γ_{es} はシェブロンノッチ(chevron notch)を用いた(図1、図2)。試験は、クロスヘッドスピード0.005mm/minとした。

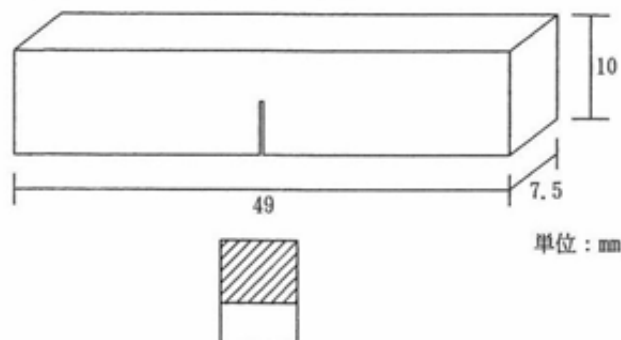


図1 ストレートスルーノッチ試験片形状とノッチ部分の断面(斜線部は切り取り)

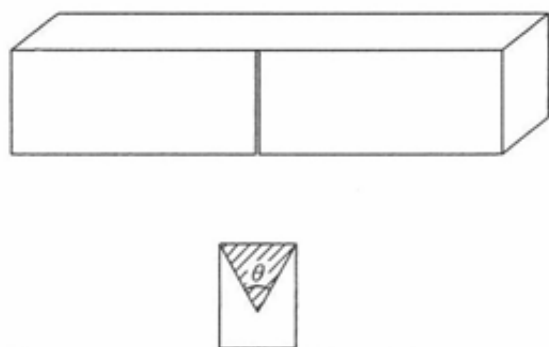


図2 シェブロンノッチ試験片形状とノッチ部分の断面

K_{Ic} の測定結果を表2に示す。ただし、 K_{Ic} は、次式から計算した⁵⁾。

$$K_{Ic} = Y(\alpha) \frac{3PL}{2bW^2} \sqrt{a} \quad (1)$$

P: 最大荷重値

L: 下側治具のスパン

b: 試験体の幅

W: " 厚さ

a: 試験体に導入した亀裂長さ

α : 相対亀裂長さ ($= a/W$)

$Y(\alpha)$: 形状係数

形状係数 $Y(\alpha)$ の計算は、次式を用いた⁷⁾。

$$Y(\alpha) = 1.93 - 3.07\alpha + 14.53\alpha^2 - 25.11\alpha^3 + 25.80\alpha^4 \quad (2)$$

シェブロンノッチを導入した試験体での破壊試験は、図2の切り残し先端の角度 θ を 60° 、 90° の2通りとした。 $\theta=60^\circ$ では、A、Cは不安定破壊、B、Dは準安定破壊となった。 $\theta=90^\circ$ ではB、C、Dが安定破壊した。そこで、 Γ_{es} は、安定破壊した試験体の荷重-変位曲線(図3に例示)から試験体の破断に要した仕事量 U_{wor} を求め、それを試験体の破断面積Aの2倍で除して計算した³⁾。

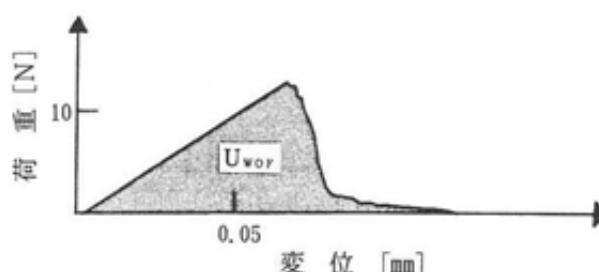


図3 荷重-変位曲線と破断に要した仕事量 U_{wor}

$$\Gamma_{es} = \frac{U_{wor}}{2A} \quad (3)$$

Γ_{es} の測定結果を表2に示す。

クラックスタビライザーによる曲げ試験の概念を図4に示す。この試験法の特徴は、ノッチを導入した試験体を中央にして、その両側に平行となるようにノッチのない同じ寸法の試験体を配置することにある。この配置により、中央の試験体は亀裂が安定に進展しやすくなる。

シェブロンノッチ法とクラックスタビライザー法での破壊挙動を表3に整理した。

表2 破壊靱性値及び Γ_{es}

試料名	破壊靱性値 [MPa $\sqrt{m}$]	Γ_{es} [J/m ²]
A	1.4	—
B	1.0	22
C	1.1	20
D	0.7	22

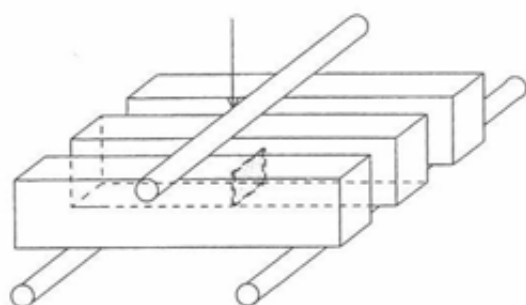


図4 クラックスタビライザー法の概念図

表3 各試験法での破壊挙動

試料名	シェブロンノッチ法		クラックスタ ビライザー法
	$\theta = 60^\circ$	$\theta = 90^\circ$	
A	不安定	不安定	不安定
B	準安定	安定	—
C	不安定	安定	安定
D	準安定	安定	安定

2.2 破断面の観察及び数値解析

Γ_{ss} の測定に用いた試験体の破断面をSEM観察した。観察結果を写真1～4に示す。

また、破断面の表面粗さを測定した。そして、この破断面の凹凸と亀裂の開口変位を比較するため、図5に示す有限要素分割で、A～Dについて数値シミュレーションを行った。

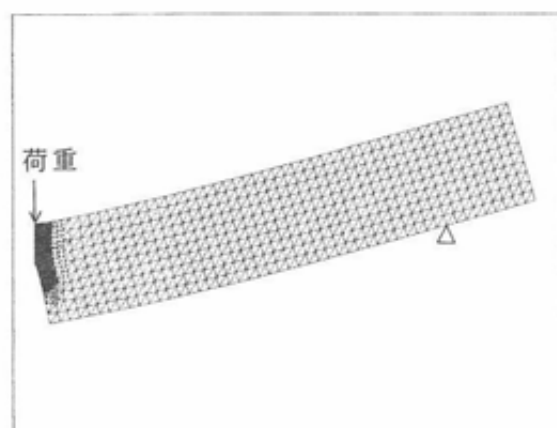


図5 有限要素モデル。形状の対称性を考慮して試験片の半分に要素分割した。

各モデルの弾性率は表1の値を用い、ポアソン比はすべて0.16とした。初期亀裂長さ4mmで亀裂が2mm進展した状態を想定して、亀裂長さ6mmでのシミュレーションを行った。そして、初期亀裂の先端位置での開口変位を調べた。表面粗さ測定結果と解析結果の比較を表4に示す。

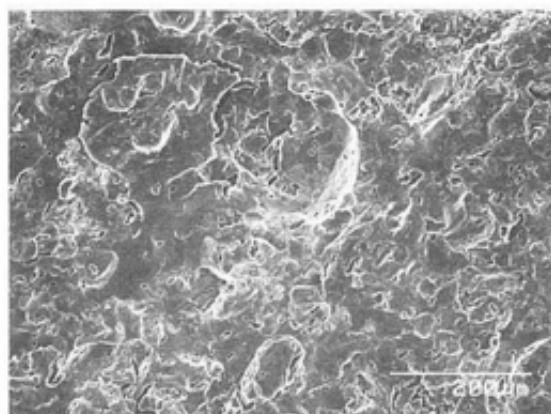


写真1 Aの破断面

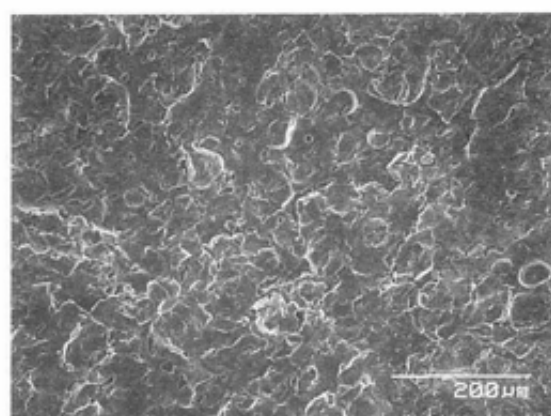


写真2 Bの破断面

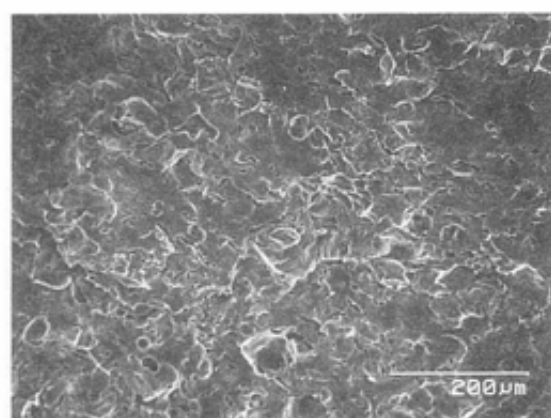


写真3 Cの破断面

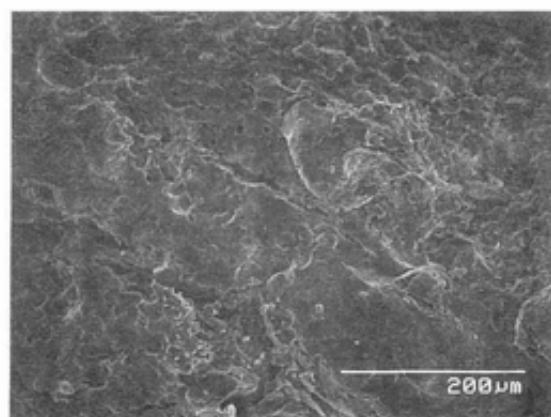


写真4 Dの破断面

表4 破断面の表面粗さと開口変位

試料名	最大高さ R_z [μm]	開口変位 [μm]
A	54	4.8
B	57	4.0
C	65	3.8
D	105	3.4

カットオフ値 0.8mm

3. 考 察

亀裂進展抵抗性を調べるために、シェブロンノッチによる曲げ試験を行った。また、クラックスタビライザーによる安定破壊も試みた。しかし、Aはいずれの方法でも安定破壊させるのが困難であった(表3)。したがって、Aは他の3種類に比べ強度、 K_{Ic} ともに大きい、粒子架橋による亀裂進展抵抗性を期待できないことがわかる。この破壊挙動は、Aの破断面が他の試料に比べ、平滑な面が大きく広がっていること(写真1)からもわかる。

一方、B、C、Dはシェブロンノッチを用いると安定破壊させることができた。このことは、亀裂の進展が始まっても、抵抗の増加により亀裂が停止する性質が強い材料と言える。この指標として Γ_{ss} を調べたが、B、DがCに比べ、約10%大きい。BとDのSEM写真を比べると、Dは大きな粒子による凹凸と大きな亀裂が見られるが、BはAとよく似た緻密な組織をしている。ただし、Aに比べ多数の凹凸が存在している。

破断面の凹凸と亀裂開口変位の比較(表4)では、A、B、Cでは最大高さ約60 μm 、Dは約100 μm であるのに対して、亀裂開口変位の数値解析結果は3~5 μm 程度であった。したがって、Aでも破断面に架橋が形成される可能性があった。しかし、2つの試験法ともに安定破壊を得るのは困難であった。このことは、単に破断面の凹凸の接触による抵抗性よりも、Bに見られるような粒子(骨材)の分散による粒子架橋の方が Γ_{ss} の改善に有利であることを示している。

この粒子架橋による亀裂進展抵抗性を材料組織と結びつけてさらに詳しく評価するためには、架橋領域に作用している粒子の噛みあう力(σ_s)がどの程度であるか、そして、架橋領域の寸法(L_b)がどの程度であるかを知ることが重要である。これは、亀裂進展抵抗性によって生じる靱性値の増分 ΔK が、 σ_s と L_b の積に比例するからである。しかし、破断面の凹凸と開口変位の比較から L_b を

見積ることは適当でないため、別の手段を用いる必要がある。例えば試験片寸法や初期亀裂長さに対する架橋領域の寸法効果を利用するsize effect law^{8,9)}の適用が有効と考えられる¹⁰⁾。

以上から、それぞれの素地の強度向上の指針を以下のように考察した。

Aのような材料は、強度、 K_{Ic} が大きいという特長を活かすため、原料の粒度をより細かくし、製造工程で大きな欠陥(キズ)が入らないように注意することが重要となる。

Bは、粒子分散による Γ_{ss} 増大の例となる。 Γ_{ss} を増加させるための手段としては、

- ・粒子の添加量を増す。
- ・添加する粒子の形状を検討する。

の2つが考えられる。添加粒子の形状としては、柱状粒子やアスペクト比が大きい粒子を用いると、破面間の粒子架橋の形成と粒子引き抜きの効果が期待できる¹¹⁾。

Cは、破壊挙動(表3)及び写真3から、AとBとの中間的な性質をもつと考えられるので、Aと同様原料の粒度を細かくし、製造工程で大きな欠陥が入らないよう注意する必要がある。

Dは、強度及び K_{Ic} は低いが、亀裂進展抵抗性が大きく亀裂停止の可能性が高いことから、製品に十分な厚さをもたせるような設計が必要となる。

4. まとめ

破壊力学パラメータの測定及び破断面の観察結果から、粒子架橋機構に注目して、それぞれの素地について破壊挙動の特徴づけを行い、強度向上の指針を検討した。

シャモット系素地では顕著な亀裂進展抵抗性が見られたが、強度、破壊靱性値が珧器素地系に比べて小さかった。一方、珧器素地系では、強度、破壊靱性値ともに大きい、亀裂進展抵抗性は顕著ではなかった。しかし、珧器素地に骨材を添加したものは、粒子分散による Γ_{ss} の増大が見られた。この亀裂進展抵抗性は、粒子の添加量を増やす、あるいは、添加する粒子形状を柱状粒子等のアスペクト比の大きいものにする、さらに増大すると考えられる。

謝 辞

亀裂進展抵抗性 Γ_{ss} の測定及び解析についてご指導いただきました豊橋技術科学大学物質工学系逆井基次教授に感謝いたします。

文 献

- 1) 竹内繁樹, 深澤正芳, 山本紀一, 愛知県常滑窯業技術センター報告, 22, 25~29(1995).
- 2) 逆井基次, セラミックスの評価法, セラミックス編集委員会基礎工学講座小委員会編, 日本セラミックス協会(1993)pp. 145~146.
- 3) 西田俊彦, セラミックスの力学的特性評価, 西田俊彦・安田栄一編著, 日刊工業新聞社(1986)pp. 97~107.
- 4) 逆井基次, セラミックスの力学的特性評価, 西田俊彦・安田栄一編著, 日刊工業新聞社(1986)pp. 109~112.
- 5) 西田俊彦, 亀山一郎, セラミックス論文誌, 100, 276~281(1992).
- 6) 安田栄一, セラミックスの力学的特性評価, 西田俊彦・安田栄一編著, 日刊工業新聞社(1986)pp. 5~8.
- 7) 宮田昇, セラミックスの力学的特性評価, 西田俊彦・安田栄一編著, 日刊工業新聞社(1986)pp. 70~71.
- 8) Z. P. Bazant and M. T. Kazemi, J. Am. Ceram. Soc., 73[7], 1841~1853(1990).
- 9) M. Sakai and H. Kurita, Fracture of Brittle Disordered Materials, Edited by G. Baker and B. L. Karihaloo, Chapman & Hall, England(1994) pp. 227~245.
- 10) 竹内繁樹, 逆井基次, 第34回セラミックス基礎科学討論会講演要旨集(1996)pp. 22~23.
- 11) 香川 豊, セラミックスの評価法, セラミックス編集委員会基礎工学講座小委員会編, 日本セラミックス協会(1993)pp. 394~399.