

多孔質セラミックスの切欠き破壊強度の R 曲線法による評価*

田中啓介^{*1}, 秋庭義明^{*1}
北泰樹^{*2}, 佐藤永次^{*3}Evaluation of Fracture Strength of Notched Porous
Ceramics Based on R-Curve MethodKeisuke TANAKA^{*4}, Yoshiaki AKINIWA,
Yasuki KITA and Eiji SATO^{*4}Department of Mechanical Engineering, Nagoya University,
Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya-shi, Aichi, 464-8603 Japan

Notched specimens of two kinds of porous ceramics with porosity 40% whose mean grain sizes were 200 and 500 μm were fractured under four-point bending. A single edge notch with nine depths ranging from 0.1 to 4.8 mm was introduced to the rectangular specimen with a height of 8 mm. Small notches were non-damaging and fracture did not start from the notches. The size of the non-damaging notch was larger for larger grain-sized material. The load versus strain record showed nonlinearity before reaching the maximum load for all specimens fractured from the notch. The critical stress intensity factor for crack initiation from the notch was nearly constant. The resistance curve was constructed by estimating the crack length from the compliance change of the specimen, and was successfully used for determining the maximum load point in bending tests. Fractographic observations showed that fracture occurred at the binder phase or in the particle containing many tiny holes.

Key Words: Porous Ceramics, Fracture Mechanics, Crack Initiation, R-Curves, Notch, Bending

1. 結論

多孔質セラミックスは構造的な特性から、軽量、断熱性、ガス吸着性、ろ過性などの機能特性とセラミックスの耐熱性、耐食性、耐摩耗性といった構造特性を合わせ持つ材料として、フィルタ、断熱材、触媒担体、脱臭剤など多岐にわたって利用されている⁽¹⁾⁽²⁾。これらの部品の長期信頼性確保のためには、多孔質セラミックス部材の使用環境において破損しないための設計基準や長期健全性の保障基準の策定を行う必要がある。

セラミックスは、脆性材料であるため、その強度は材料中に含まれる固有欠陥や切欠きに強く依存する⁽³⁾⁽⁴⁾。筆者らは、前報⁽⁵⁾において気孔率37%の多孔質

炭化ケイ素の切欠き材の曲げ試験を行った結果、切欠き寸法が平均粒径よりも小さいときには、切欠きから破壊が生じず切欠きはセラミックスの強度に影響を与えないこと、また、き裂が進展を開始しても最大荷重点になるまでにはかなりの安定き裂成長が存在することを明らかにし、き裂進展抵抗曲線を使用した解析の重要性を示唆した。これら切欠き寸法が破壊挙動に及ぼす影響は、材料の微視組織に大きく依存するものと考えられる。

そこで本研究では、多孔質セラミックスで、気孔率は同一40%で平均粒子径が異なる珪酸とアルミナの混合多孔体シューマテルム ST#10 と ST#40 の2材料に対して切欠き深さの異なる V 型の切欠きをもつ切欠き材を用いて4点曲げ試験を行った。き裂発生開始点および、き裂進展抵抗曲線法を用いた不安定破壊点の評価を行い、切欠き寸法が破壊強度に及ぼす影響を検討した。

2. 実験方法

2.1 材料および試験片 実験に用いた材料は

* 原稿受付 2002年10月3日。

^{*1} 正員, 名古屋大学大学院工学研究科 (☎ 464-8603 名古屋市千種区不老町)。^{*2} 名古屋大学大学院工学研究科。^{*3} JR 東海 (☎ 450-6101 名古屋市中村区名駅 1-1-4)。

E-mail: k_tanaka@mech.nagoya-u.ac.jp

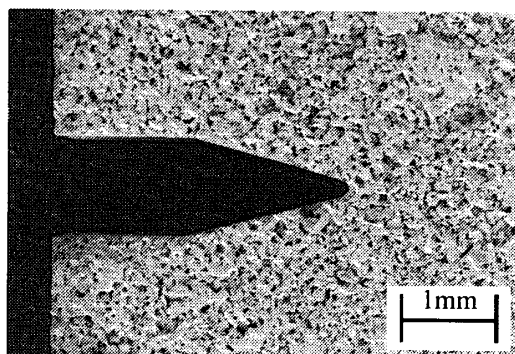
Table 1. Material properties and specimens.

Material	Compositions	Porosity (%)	Mean grain size (μm)	Mean pore size (μm)
ST#10	Si ₂ O ₃ 59.8%	40	200	18
	Al ₂ O ₃ 33.4%			
ST#40	Si ₂ O ₃ 59.8%	40	500	90
	Al ₂ O ₃ 33.4%			

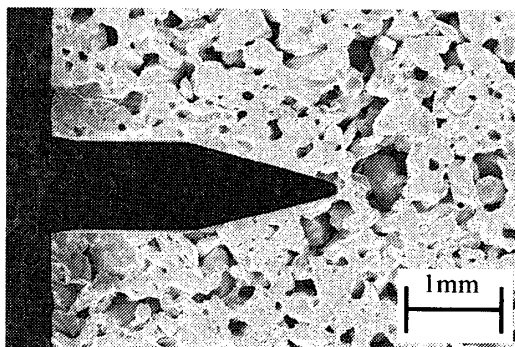
シューマツハ社製の珪酸とアルミナの混合多孔体のシューマテルム#10 (ST#10) とシューマテルム#40 (ST#40) の2種類である。材料特性をまとめて表1に示す。気孔率はともに40%であるが、ST#10のほうが平均粒径および平均気孔径ともに小さい。

試験片は、短冊形で断面6×8mm²、長さ80mmである。試験片の6×80mm²の面の中央に、高さ8mmの方向に深さ*t*の片側V型切欠きを導入した。切欠き深さ*t*は0.1mm, 0.2mm, 0.3mm, 0.4mm, 0.6mm, 0.8mm, 1.6mm, 3.0mm, 4.8mmの9種類とした。その切欠き先端の開き角は20°, 先端曲率半径*r*は50 μm である。図1に*t*=3.0mmの切欠き材の切欠き先端部の電子顕微鏡写真を示す。(a)がST#10で(b)がST#40である。多数の気孔が認められ、粒子径のばらつきは大きい。また、微視組織は、粒子がバインダ層で結合された状態である。実験では2種類の材料に対し9種類の切欠き深さ、計18種類について曲げ試験を行った。

各試験片は入手後、真空中で500℃、1h保持その



(a) ST#10



(b) ST#40

Fig. 1. Micrograph of V-notch. (Notch depth = 3.0mm)

後炉冷した後、曲げ試験に使用した。この高温処理は試験片の加工中に浸透し、加工後試験片に残留したワックスを焼き飛ばすためである。

2.2 曲げ試験 実験は島津オートグラフ (AG-10TE, ロードセル容量5kN [500kgf]) を用い、4点曲げ破壊試験を行った。4点曲げ試験は、室温大気中にて、クロスヘッド速度を0.5mm/minの条件で行った。4点曲げの内スパンは30mm, 外スパンは60mmである。切欠き材の切欠き側を引張面として、背面の圧縮側の6×80mm²の面の中央にひずみゲージを接着した。曲げ試験中は荷重と背面ひずみの関係を記録した。

曲げ試験において、両材料とも切欠きが深くなると、最大荷重に到るまでに荷重-変位関係に非線形性が認められるものもあった。しかしここでは、強度パラメータとして線形弾性を仮定し、材料力学の次の公式を用いて切欠き材の総体曲げ応力(切欠きがない部分での曲げ応力) σ_g を求めた。

$$\sigma_g = \frac{3P(L-l)}{2bh^2} \quad (1)$$

ここで、*P*は荷重、*L*は外スパン、*l*は内スパン、*b*は試験片幅、*h*は試験片高さである。

また、応力拡大係数*K*は次式で求めた。補正係数にはTadaらの式を使用した⁶⁾。

$$K = \sigma_g \sqrt{\pi a} F\left(\frac{a}{h}\right) \quad (2)$$

$$F\left(\frac{a}{h}\right) = \sqrt{\frac{2h}{\pi a} \tan\left(\frac{\pi a}{2h}\right)} \frac{0.923 + 0.199 \left(1 - \sin\frac{\pi a}{2h}\right)^4}{\cos\frac{\pi a}{2h}} \quad (3)$$

ここで、*a*はき裂長さ、 σ_g は(1)式から求めた総体応力である。なお、切欠き材については切欠き深さをき裂長さとし、切欠き底に入ったき裂は、それらを含めて全長をき裂長さとした。

2.3 微視的観察 切欠き材の切欠き先端近傍の側面および破面を、走査型電子顕微鏡 (SEM) (JEOL JSM-6330F) で観察した。観察時の加速電圧は15kVとし、破面および側面にはAuコーティングを施した後観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 切欠き材の曲げ強度 ST#10, ST#40ともに各切欠き深さに対して10本を基本として曲げ試験を行った。破断位置はST#10の場合、切欠き深さが*t*=0.6~4.8mmでは全ての試験片が切欠きから破断した。しかし、*t*=0.4mmでは半数の5本が切欠きから、

残りの5本が切欠き以外から破断した。さらに、 $t=0.1\text{mm}$ では全ての試験片が、 $t=0.2, 0.3\text{mm}$ では1本を除いた全ての試験片が切欠き以外から破断し、破断位置が切欠きとなる深さはおよそ 0.6mm 以上となった。

一方、ST#40の場合、切欠き深さが $t=0.8\sim 4.8\text{mm}$ までは全ての試験片が切欠きから、 $t=0.1, 0.2\text{mm}$ は全ての試験片が切欠き以外から破断した。また、 $t=0.3\text{mm}$ では5本中1本が、 $t=0.4\text{mm}$ では5本中2本が、 $t=0.6\text{mm}$ では5本中3本が切欠きから破断した。このことからST#40の破断位置が切欠きとなる深さは 0.8mm 以上となった。このように、切欠きが小さい場合には切欠きから破壊は生じず、したがって強度にも影響を与えない。これは、材料中に内在する固有欠陥が大きいためである。この固有欠陥の大きさは、平均粒径が大きい方が大きい。前報⁹⁾での多孔質炭化ケイ素においても、固有欠陥寸法は平均粒径よりやや

大きかった。

図2に、切欠き深さ $t=0.1, 1.6, 3.0, 4.8\text{mm}$ の代表的な荷重-ひずみ関係を示す。(a)がST#10で(b)がST#40である。両材料共に切欠きから破壊しなかった $t=0.1\text{mm}$ の場合を除き、切欠きから破断した全ての試験片に対して、荷重-ひずみ関係において最大荷重点 P_{\max} に至るまでに非線形が現れた。このように荷重-ひずみ関係に非線形が現れるのはき裂の進展によるものと考えられ、非線形の開始点に対応する荷重 P_{in} をき裂進展開始荷重とした。また、切欠きが深くなるにつれて非線形の割合も強く、また同一切欠き深さでは、ST#40の方が非線形の割合はやや大きい。

図3に総体曲げ応力 σ_g と切欠き深さの関係を示すが、(a)がST#10で(b)がST#40である。ここで最大荷重 P_{\max} とき裂進展開始荷重 P_{in} より式(1)を用いて総体曲げ応力 $\sigma_{g,\max}$ 、 $\sigma_{g,\text{in}}$ を求めた。図中のデータで+印は切欠き以外から破壊した場合を示しており、こ

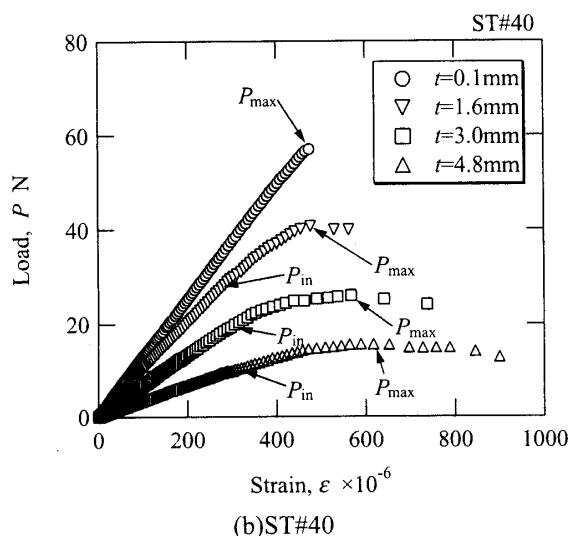
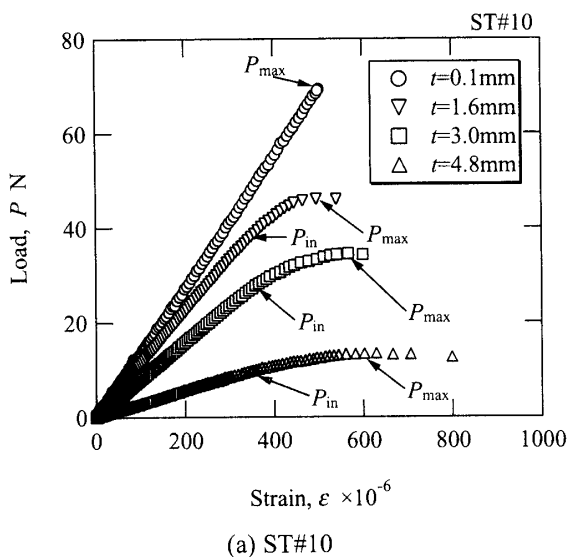


Fig. 2. Load-strain curves.

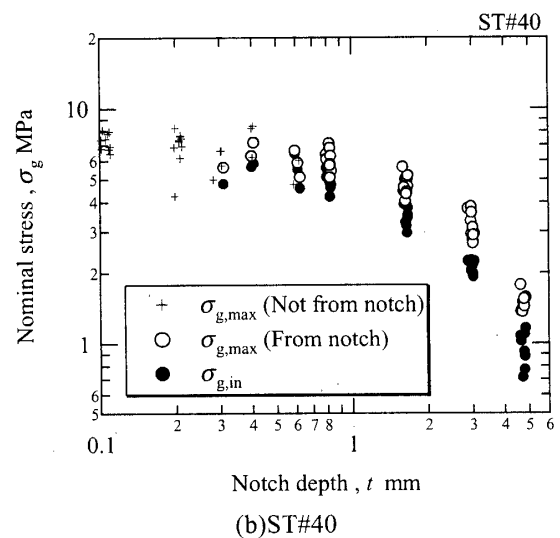
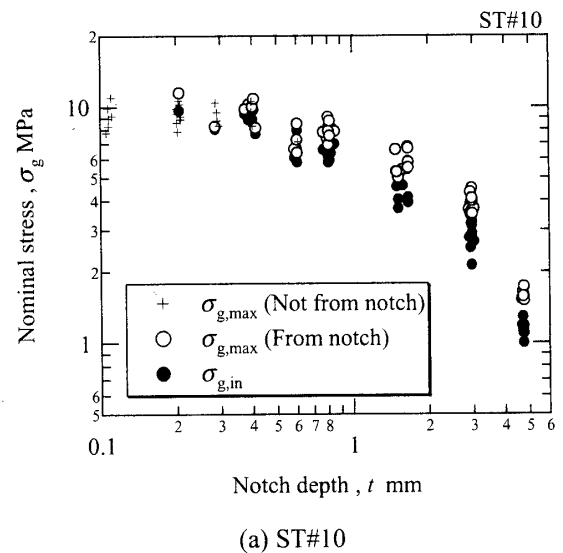


Fig. 3. Relation between gross stress and notch depth.

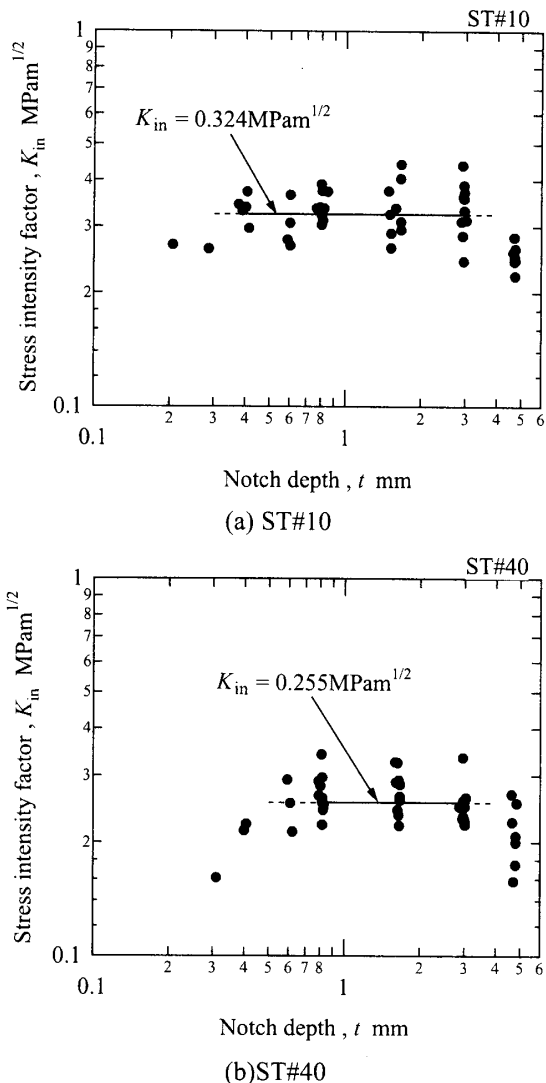


Fig. 4. Relation between stress intensity factor and notch depth.

の場合には最大曲げ応力が切欠き深さに依存せずほぼ一定値となった。両材料共に切欠きから破断した試験片の総体曲げ応力 $\sigma_{g,max}$, $\sigma_{g,in}$ は切欠き深さ t が深くなるにつれて、小さくなった。また、切欠きが短いところでは ST#10 の方が ST#40 より大きい値であるが、切欠きが深くなるにつれてその差は小さくなっていき、 $t=4.8\text{mm}$ ではほぼ同じ値となった。

3・2 き裂進展開始条件 図4に切欠きより破断したもののき裂進展開始時における応力拡大係数 K_{in} と切欠き深さの関係を示す。(a)が ST#10 で (b)が ST#40 である。応力拡大係数 K_{in} は総体曲げ応力 $\sigma_{g,in}$ と切欠き深さより式(2), (3)を用いて求めた。両材料共に応力拡大係数 K_{in} は切欠き深さ t が深くなるにつれて K_{in} も徐々に増加し、 $t=0.6\sim 3.0\text{mm}$ のあいだでほぼ一定値をとった。ST#10 では $t=0.4\text{mm}\sim 3.0\text{mm}$ で平均すると K_{in} は $0.324\text{MPam}^{1/2}$ となり、ST#40 では $t=0.8\text{mm}\sim 3.0\text{mm}$ で平均すると K_{in} は $0.255\text{MPam}^{1/2}$ と

なり、両材料共にこの一定応力拡大係数でき裂が進展することがわかる。また、各切欠き深さで ST#10 と ST#40 を比較すると、どの切欠き深さにおいても ST#10 の方が大きい値をとる。

切欠き深さが小さいところで応力拡大係数が低くなる理由は、実際の破壊では切欠き底にも固有欠陥が存在し、それを起点とするため切欠き深さよりも大きな欠陥があることになるが、計算では切欠き深さを用いて導出したためである。このような場合、固有欠陥き裂先端での応力拡大係数が一定値になると破壊すると仮定した仮想き裂モデルによる予測が提案されている⁽⁶⁾。また、切欠き深さが 4.8mm の場合も応力拡大係数が低下しているが、これはリガメント部の寸法が小さくなったためと考えられるが、この点の詳細については今後の研究の必要がある。

3・3 R-曲線法 切欠き材では、切欠き底から1本のき裂が発生し、そのき裂が必ずしも直線的に進展して破壊に至るわけではないが、ここでは切欠き底から1本のき裂が発生し、直線的に伝ばすると仮定し、切欠き材のコンプライアンスの変化がすべてき裂の成長によるものと考え、コンプライアンスの変化からき裂の進展量 c を求めた。ここでコンプライアンス λ は、次式で定義した。

$$\lambda = \frac{\varepsilon}{P} \quad (4)$$

コンプライアンスとき裂長さの関係は境界要素法を用いて求め、9次式で近似した⁽⁶⁾。

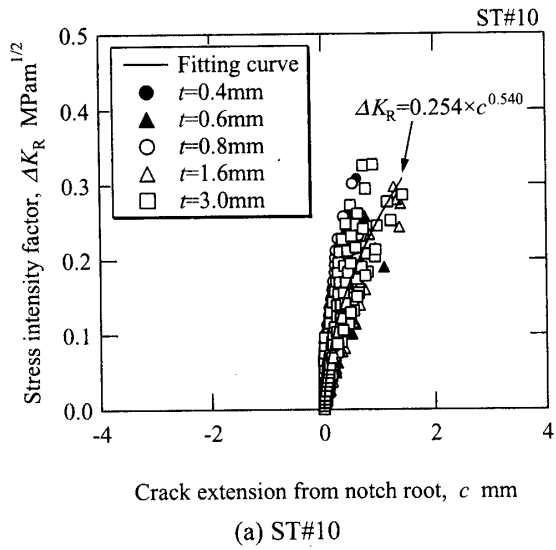
$$\begin{aligned} \left(\frac{\lambda}{\lambda_0}\right) = & 1 + 0.02973 \frac{a}{h} + 8.3416 \left(\frac{a}{h}\right)^2 + 5.541 \left(\frac{a}{h}\right)^3 \\ & - 174.76 \left(\frac{a}{h}\right)^4 + 1107.4 \left(\frac{a}{h}\right)^5 - 3430 \left(\frac{a}{h}\right)^6 \\ & + 6015 \left(\frac{a}{h}\right)^7 - 5620 \left(\frac{a}{h}\right)^8 + 2231 \left(\frac{a}{h}\right)^9 \end{aligned} \quad (5)$$

ここで a はき裂長さ、 λ_0 はき裂がない場合のコンプライアンスである。き裂長さは、負荷初期における切欠き材のコンプライアンスに対するき裂進展過程におけるコンプライアンス λ の変化から式(5)を用いて計算した。実験では、切欠き材の初期のコンプライアンスの測定値と切欠き深さを式(5)の λ と a に代入し、 λ_0 を決定し、その後この値を用いて λ の測定値よりき裂長さを決定した。

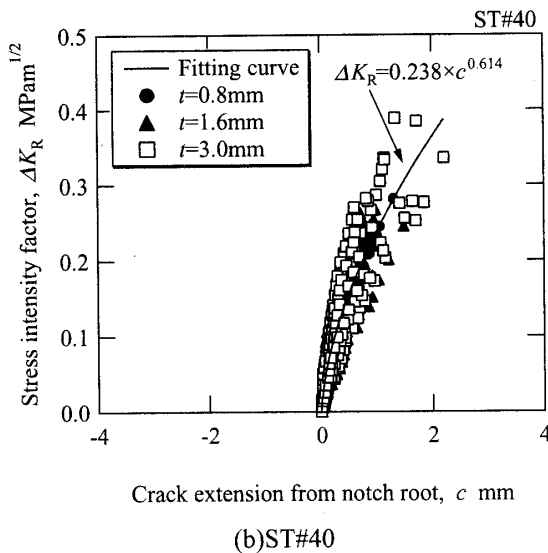
図5にき裂進展量 c に伴うき裂進展開始時からのき裂進展抵抗の増分 ΔK_R の変化を示す。ここでき裂進展抵抗の増分 ΔK_R は以下の式で定義した。

$$\Delta K_R = K_R - K_{in} \quad (6)$$

ここで、 K_{in} は各試験片のき裂進展開始時における応



(a) ST#10



(b) ST#40

Fig. 5. R-curve for extension.

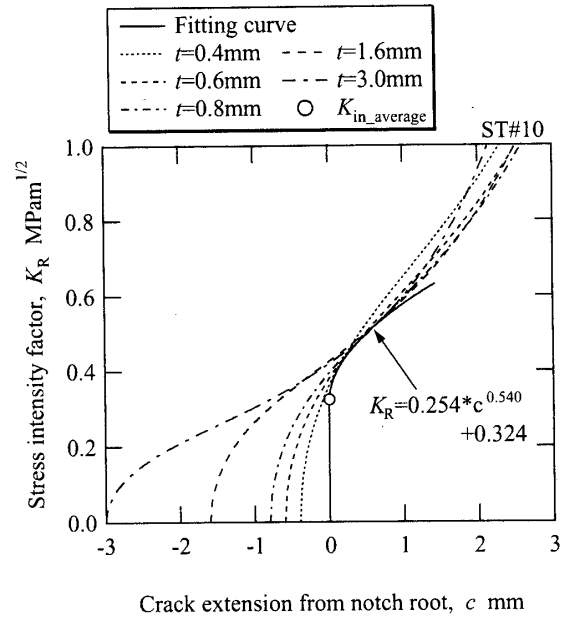
力拡大係数である。(a)がST#10で(b)がST#40である。ST#10では切欠き深さ $t=0.4\sim 3.0\text{mm}$ の範囲、またST#40では切欠き深さ $t=0.8\sim 3.0\text{mm}$ の範囲の切欠きより破壊したすべての試験片のデータである。き裂進展量 c の増加とともに、き裂進展抵抗の増分 ΔK_R も増加するという上昇型の曲線を示す。これはき裂進展に伴う破面摩擦や粒子のブリッジングによる遮蔽効果の影響があるためと考えられる。また、ここで、切欠きからのき裂進展量 c (mm)として、き裂進展抵抗の増分 ΔK_R (MPam^{1/2})との関係を次式で近似した。

$$\Delta K_R = \alpha \cdot c^\beta \quad (7)$$

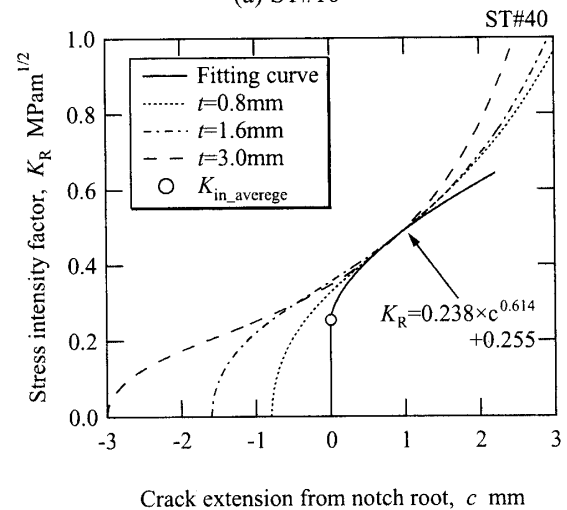
このとき α と β は、ST#10が0.254と0.540、ST#40が0.238と0.614となる。

この近似した曲線とき裂進展開始時における応力拡大係数の平均値 \widetilde{K}_{in} からR曲線を求めた。

$$K_R = \alpha \cdot c^\beta + \widetilde{K}_{in} \quad (8)$$



(a) ST#10

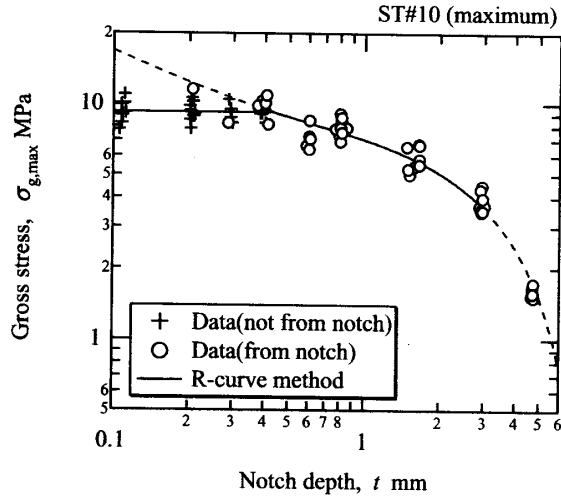


(b) ST#40

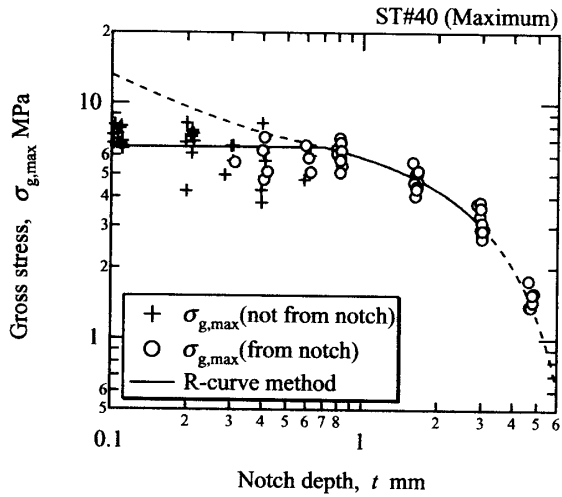
Fig. 6. R-curve method to determine the maximum load.

ここで、 \widetilde{K}_{in} には、ST#10では $t=0.4\sim 3.0\text{mm}$ 、ST#40では $t=0.8\sim 3.0\text{mm}$ のそれぞれの平均値 $\widetilde{K}_{in}=0.324\text{MPam}^{1/2}$ (ST#10)、 $\widetilde{K}_{in}=0.255\text{MPam}^{1/2}$ (ST#40)を代入した。図6に近似したR曲線および各切欠き深さでの最大荷重に対応した負荷応力拡大係数曲線を示す。ここで、煩雑化を避けるためにST#10では $t=0.4, 0.6, 0.8, 1.6, 3.0\text{mm}$ 、ST#40では $t=0.8, 1.6, 3.0\text{mm}$ における負荷応力拡大係数曲線を示した。図6を見ると、各切欠き深さにおける負荷応力拡大係数曲線が最大荷重点 P_{max} で近似したR曲線と接している。

図7は切欠き深さに対する $\sigma_{g,max}$ の変化をR曲線法より求めた最大応力を実線とし、実験結果とともに示す。R曲線にはST#10、ST#40それぞれの応力拡大係数の平均値 \widetilde{K}_{in} を使用したため、ST#10では $t=0.4\sim$



(a) ST#10

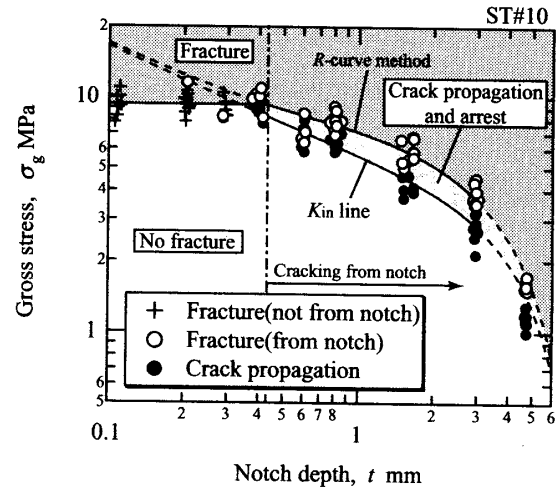


(b) ST#40

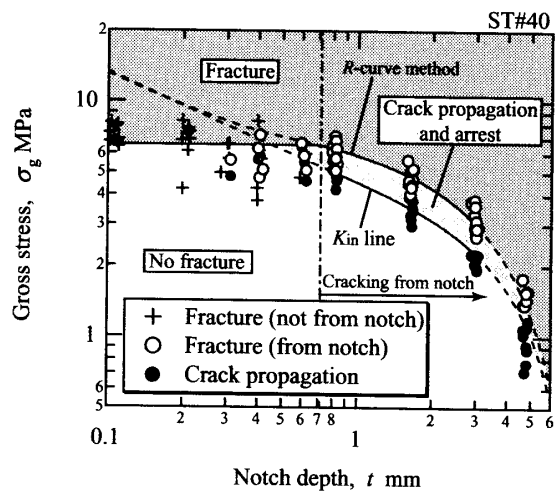
Fig. 7. Prediction of fracture stress by R-curve method.

3.0mm, ST #40 では $t=0.8 \sim 3.0$ mm の範囲の R 曲線法の予測を実線とした。図中の水平線は切欠きから破断しなかった試験片の破壊応力の平均値であり、水平線より高い応力では破壊は切欠きから起らない。また、切欠きから破壊が生じたものに対する R 曲線法による予測線図は $t=4.8$ mm の場合を含めて実験結果とよく一致している。

3・4 破壊マップ 図 8 に示すように、破壊領域は 3 つの領域に分けられる。破壊が生じない領域、き裂が停留する領域、そして破壊する領域である。それらは 3 本の線によって分けられる。不安定破壊点の予測には、切欠きが破壊に影響を及ぼす範囲では R 曲線法により求めた最大応力線、切欠きに影響を及ぼさない範囲には切欠きから破断しなかった試験片の平均破壊応力線であり、また、き裂発生開始点の予測には一定応力拡大係数 K_{II} 線である。切欠きが、ST#10 でおよそ 0.45mm, ST#40 で 0.7mm よりも大きい場合、破



(a) ST#10

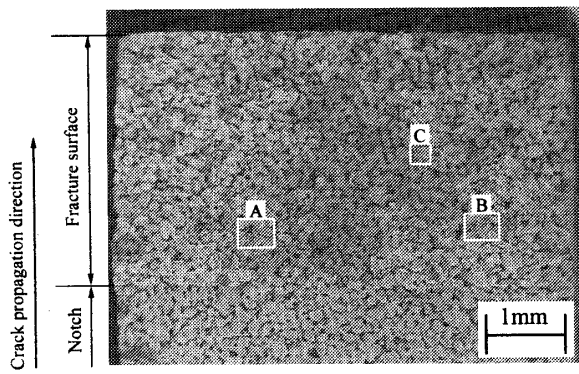


(b) ST#40

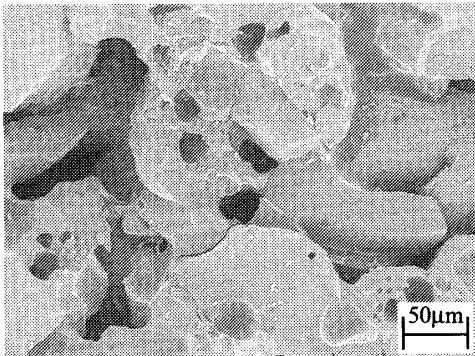
Fig. 8. Fracture map of notched porous ceramics.

壊は切欠きから生じるが、これ以下では強度は切欠きによってあまり左右されない。この非損傷切欠き深さは材料中の固有欠陥の最大値に相当し、平均粒径とともに大きくなる。これらの破壊予測図は多孔質セラミックスの強度に影響を及ぼす欠陥の大きさの評価に有効である。

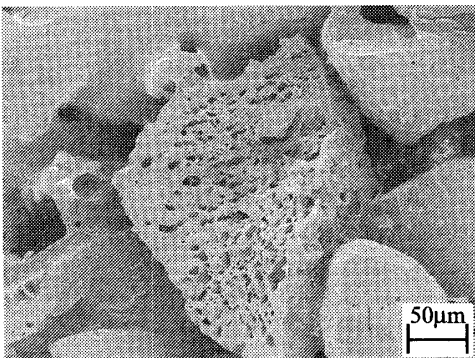
3・5 微視的観察 図 9 (a) に切欠き深さが 4.8mm の ST#10 の破面写真を示す。写真上部が圧縮側であり、下部が切欠き側である。き裂は下から上へ進展している。図 9 (b) に切欠き底に近い A の拡大図を示す。図に見られるように多数の微視き裂が確認された。切欠き底に近いほど多くの微視き裂があり、圧縮側(写真上部)へ行くにしたがって、微視き裂の存在は少なくなった。また、切欠きが深いほど切欠き底の微視き裂も多く存在した。すなわち、 $t=4.8$ mm の試験片の方が $t=0.4$ mm や $t=0.8$ mm よりも微視き裂が多く存在した。これら微視き裂が荷重-変位曲線の非線形性に影響を与えていると考えられる。



(a) Overall view



(b) Enlargement of A



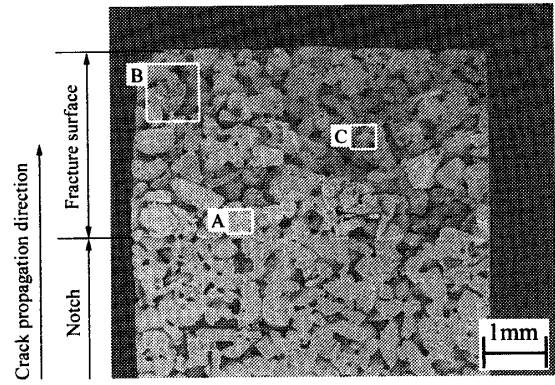
(c) Enlargement of B



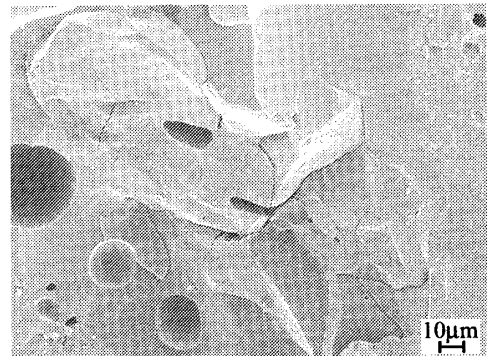
(d) Enlargement of C

Fig. 9. SEM micrographs of fracture surface (ST#10 $t=4.8\text{mm}$).

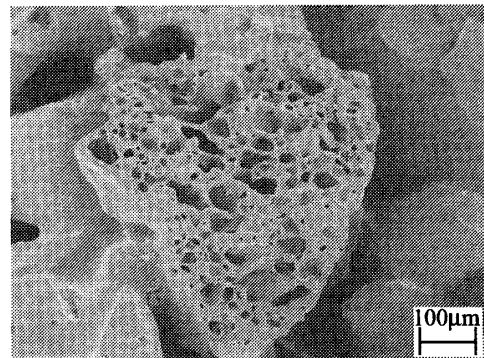
破壊の形態は、粒内破壊とバインダ層による破壊の2形態が存在した。図9 (c) に図9 (a) のB部の拡大



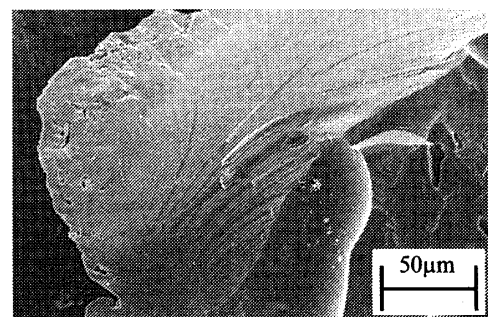
(a) Overall view



(b) Enlargement of A



(c) Enlargement of B



(d) Enlargement of C

Fig. 10. SEM micrographs of fracture surface (ST#40 $t=4.8\text{mm}$).

図を示す。粒内破壊を起こしている粒子は粒子自身に多くの穴が存在しており、粒内破壊を生じやすくなっ

ている。図9 (d) に図9 (a) のC部の拡大図を示す。バインダ層には劈開破壊と見られるスジが観察された。

図10 (a) に切欠き深さが4.8mmのST#40の破面写真を示す。写真上部が圧縮側であり、下部が切欠き側である。図10 (b) に切欠き底に近いAの拡大図を示す。切欠き底に近いほど、写真に見られるようなより多くの微視き裂が確認できた。また、ST#10と同様に、切欠き深さが短くなるほど、微視き裂の存在も減少した。図10 (c) にBの拡大図を、図10 (d) にCの拡大図を示す。図10 (c) が粒内破壊であり、図10 (d) がバインダ層による破壊である。ST#40にもST材特有の穴の多くあいた粒子が存在し、粒内破壊が起きていることが分かる。また、バインダ層にも他のST材と同じくスジが観察された。

4. 結論

平均粒子径が異なる珪酸とアルミナの混合多孔体シューマテルムST#10 (平均粒径200 μm) とST#40 (平均粒径500 μm) の2材料に対して、切欠き深さの異なるV型切欠き材を用いて4点曲げ試験を行い、切欠き寸法が破壊強度に及ぼす影響を検討した。主な結果は以下のとおりである。

(1) ST#10では、切欠きが浅い場合切欠き以外から破断し、破断起点が切欠きとなる深さはおよそ0.45mm以上となった。一方、ST#40の場合は、破断起点が切欠きとなる深さは0.7mm以上となった。この寸法は、平均粒径が大きい方が大きい。

(2) 切欠きからのき裂はほぼ一定の応力拡大係数で進展し、その値はST#10では $t=0.4\text{mm} \sim 3.0\text{mm}$ で平均すると K_{m} は0.324MPam^{1/2}となり、ST#40では $t=0.8\text{mm} \sim 3.0\text{mm}$ で平均すると K_{m} は0.255MPam^{1/2}であった。切欠きが小さいとき、およびリガメント寸法が小さいときやや減少する傾向がある。

(3) き裂進展抵抗曲線は切欠き材のコンプライアンスの変化より求められ、切欠き深さに対してほとん

ど依存しない。また、最大応力はき裂進展抵抗曲線法より予測することが可能である。

(4) 多孔質セラミックスの切欠き材の応力と切欠き深さの関係は、破壊が生じない領域、き裂が進展あるいは停留する領域、そして破壊する領域の3つに分けられる。これらの領域は、非線形開始点における K_{m} 線、切欠きから破断しなかった試験片の平均破壊応力線、そしてR曲線法より求められる最大応力線の3本によって分けられる。

(5) 破面観察をすると切欠きが深いほど切欠き底周辺に微視き裂が多く存在した。また、破面には内部に小孔を含む粒子の粒内破壊とバインダ層の破壊の2形態が存在した。

最後に、本研究は工業技術院産業科学技術研究開発制度「シナジーセラミックスの研究開発」の一環としてNEDOの委託を受けて行われたものである。ここに謝意を表す。

参考文献

- (1) 曾我部治一, 三宅雅也, セラミックス基高機能材料5, 放熱材, 遮熱材, 材料, **44**, 408-504, (1995)
- (2) 中筋善淳, 梅原一彦, ニューセラミックス, **7**, 7-13, (1996)
- (3) T. Hoshide, H. Furuya, Y. Nagase, and T. Yamada, Inter.J.Fract., **26**, 229-239, (1984)
- (4) R. W. Rice, Porosity of Ceramics, Marcel Dekker, Inc., New York, (1998)
- (5) 田中啓介, 秋庭義明, 野村隆, 坂井田喜久: 日本機械学会論文集A編, **65**, 640, 2385-2392, (1999)
- (6) H. Tada, P. C. Paris and G. Irwin, The Stress Analysis of Crack Handbook 3rd Edition, 2.13-2.14, ASME, (1973)
- (7) K. Tanaka, Inter.J.Fract., **22**, R39-R45, (1983)