

損傷許容性発現先進無気孔型 SiC の球圧子押込み によるリングクラック発生強度特性[†]

松田 伸也* 高橋 学** 松下 正史***
岡部 永年**** 大藤 弘明*****

Initiation Strength Properties of Ring Crack Caused by Sphere Indentation in Damage-Tolerant Advanced Pore-Free SiC

by

Shinya MATSUDA*, Manabu TAKAHASHI**, Masafumi MATSUSHITA***,
Nagatoshi OKABE**** and Hiroaki OHFUJI*****

Sphere indentation tests were performed to clarify damage properties on surface of Advanced Pore-Free SiC (APF-SiC) with excellent damage tolerance. The ring crack initiation strength properties were discussed from fracture mechanics viewpoint based on FEM analysis and detailed observations of growth behaviors of the ring crack and the cone crack. As compared to conventional SiC, the initiation strength was nearly equal to regardless of sphere sizes. However, its scatter was increased with increasing sphere sizes. Clusters are formed by uniting some in multi-micro cracks which occur near surface with increasing the contact load, one of that from which the ring crack occurs. Therefore, the strength and the scatter are controlled by the cluster size and its distribution, and the size depends on the generating crack density. It can be explained by the mechanics model which is expressed by the relationship between strength ratio and crack density based on the energy equilibrium theory.

Key words : Advanced pore-free SiC, Damage tolerance, Sphere indentation, Ring crack, Crack density, Cluster, Stress intensity factor, Mechanics model

1 緒 言

本研究で対象とする材料は、奇抜な発想に基づく反応焼結法での新製造プロセスによって開発された先進無気孔型 SiC¹⁾ (詳細および名称の定義は後述することにし、以後 Advanced Pore-Free SiC ; APF-SiC と呼称する。)である。APF-SiC は従来の反応焼結 SiC 材に比べておよそ 2 倍の曲げ強度を誇り、優れた損傷許容性^{*1} を創出する材料である。そのためガスタービンや原子力、航空宇宙分野などの高温高強度部材として適用が期待されている。

このような部材に適用される場合、高速燃焼ガス中に含まれる微細粒子の衝突による表面の微小領域の破壊が問題となる。また他部材との組合せ構造となることが多く、接触部は長期使用中に厳しい局所的な応力状態へと遷移する場合が多い。そのため典型的なぜい性材料であるセラミックスは極めて高い応力集中が表面に生じ、局部損傷により機器の壊滅的な破壊を引起す恐れがある。よって表面の強さを定量的に評価する必要がある。既往においてヘルツ応力に起因して発生するリングクラックやコーンクラックのような表面損傷の研究が行われてきた。特に第一段階に発生するリングクラックをセラミックス表面損傷の指標とした研究が岡部らによって盛んに行われ、その破壊機構や強度特性を破壊力学的観点から検討し、表面強さの評価のクライテリアがおおむね見出されてきた。^{4)~7)} しかしながら APF-SiC は過去に前例のない新しい特性を有するセラミックス材料であるため表面損傷に関する諸特性や損傷挙動は従来のセラミックスと

※1 APF-SiC の損傷許容性とは、外力によって発生した微視的な損傷(以後、文章中ではこれを微小き裂と称し、図のキャプション中では「micro crack」と称する。)がそのまま全体破壊に至らない性質と定義する。APF-SiC は従来の SiC 材に比べ、充填されている遊離 Si や粒界から優先的に発生する微小き裂の量が多い。言い換えるとその外力の一部を開放する量が多いことを意味する。そのため静疲労寿命は向上し、準静的破壊強度は負荷速度が低下すると強度が上昇する優れた特徴を有する。(これらの詳細は参考文献(2)、(3)を参照のこと。)

† 原稿受理 平成 20 年 2 月 20 日 Received Feb. 20, 2008 ©2008 The Society of Materials Science, Japan

* 愛媛大学大学院理工学研究科 〒790-8577 松山市文京町, Graduate Student, Graduate school of Sci. and Eng., Ehime Univ., Bunkyo-cyo, Matsuyama, 790-8577

** 正 会 員 愛媛大学大学院理工学研究科 〒790-8577 松山市文京町, Graduate School of Sci. and Eng., Ehime Univ., Bunkyo-cyo, Matsuyama, 790-8577

*** 愛媛大学大学院理工学研究科 〒790-8577 松山市文京町, Graduate School of Sci. and Eng., Ehime Univ., Bunkyo-cyo, Matsuyama, 790-8577

**** 正 会 員 愛媛大学キャンパス・イノベーションセンター 〒108-0023 東京都港区芝浦, Campus Innovation Center, Ehime Univ., Minato-ku, Tokyo, 108-0023

***** 愛媛大学地球深部ダイナミクスセンター 〒790-8577 松山市文京町, Geodynamics Res. Center, Ehime Univ., Bunkyo-cyo, Matsuyama, 790-8577

Table 1 Mechanical properties of sphere and plates.

Materials	Young's modulus E [GPa]	Poisson's ratio ν	Fracture toughness K_{IC} [MPa $\sqrt{m}$]	4-point bending strength σ_{bo} [MPa]
APF-SiC	361	0.16	4.1	1021
RS-SiC	420	0.17	4.1	507
Si ₃ N ₄	304	0.28	7	

比べて異なると予想され、またこの研究は今後開発される様々な優れたセラミックス材料に対して大きな知見ともなるだろう。

そこで本研究は APF-SiC に対して球径の異なるセラミックス球圧子を用いた押込み試験を行った。そしてこれに対する FEM 弾性解析を行って接触近傍の応力場を把握するとともに、詳細なクラック^{※2}進展挙動の観察を行った。これらの結果を基にリングクラックの発生を表面損傷の指標とし、破壊力学的観点からその発生機構ならびに強度特性について検討し、これらを簡易的な力学モデルより定性的に評価することを試みた。

2 実験方法

2・1 先進無気孔型 SiC

従来の反応焼結法によって製造された SiC (Reaction Sintering SiC; 以後 RS-SiC と称する.) は、金属ケイ素 (Si) の含浸量がわずかに少なく、反応しきれなかった遊離 Si が不均一に残存していた。その結果 SiC 粒界に気孔が無数に存在し、全体的に不均質な組織を呈していた。これに対して APF-SiC は平均 1 μ m の SiC 粉末と平均 0.3 μ m の炭素粉末からなる圧粉母材に由来よりも多くの金属 Si を含浸しているため、多くの SiC が反応生成している。そして SiC 粒界に 0.2 μ m 以下の遊離 Si を均一に充填させることによって、全体的に均質な組織を呈し無気孔を形成している SiC 先進材料である。^{1), 8)}

2・2 供試材

試験片は、文献 (1) に基づいて製造し、提供された先進無気孔型 SiC 材 (APF-SiC) と比較のために、市販されている従来の反応焼結 SiC 材 (RS-SiC) を用いた。各試験片は矩形形状であり、APF-SiC と RS-SiC のサイズはそれぞれ 3 × 4 × 120mm および 5 × 5 × 120mm である。球圧子は市販されている球径 ϕ 1.5875mm, 3.175mm および 4.7625mm の窒化ケイ素材を用いた。Table 1 にその機械的特性を示す。Table 1 に記載している 4 点曲げ強度 σ_{bo} は、2 母数ワイブル解析より得た尺度母数を示している。破壊じん性値 K_{IC} は、試験片にビッカース圧痕を導入し、それが破壊起点となるように曲げ試験を行い、得られた曲げ強度とビッカース圧子押込み荷重より算出する IS (Indentation Strength) 法⁹⁾より測定した。一般的にセラミックスの K_{IC} の測定は、簡易的な IF (Indentation Fracture) 法が主流である。しかしながら APF-SiC は IF 法による測定に必要な長さのインデンテーションき裂を導入した場合、剥離を起こすため本研究では IS 法を採用した。また APF-SiC は RS-SiC に比べて σ_{bo} が高いにもか

かわらず、その見掛け上のヤング率 E は若干低下しており、従来から提言されている E と理論的破壊強度との相互関係に反している。これは JISR1602 規格に基づいて見掛け上の E を測定した際、APF-SiC は多くの微小き裂が生じ、その結果大きなひずみを生じたためである (機械的特性に関する詳細は文献 (2) を参照のこと)。

2・3 球圧子押込み試験

容量 5kN の引張・圧縮試験機 (島津製作所製 オートグラフ AGS-H) に球圧子押込み治具を取り付け、それに 3 μ m のダイヤモンドスラリーによって最終鏡面仕上げを施した平板試験片 (最大表面粗さ $R_y = 0.4\mu$ m) を固定した。これに各球を垂直に押込むことでリングクラックを発生させた。試験条件は、大気中室温・クロスヘッド速度 0.5mm/min にて行った。またリングクラック発生の検出は、試験片に取り付けた AE センサ (NF 回路設計ブロック社製, AE-901S) を用い、リングクラック発生弾性波をデータロガーにて検出後、ただちに除荷した。

2・4 有限要素法 (FEM) による解析

球圧子押込みによって発生する接触面近傍の応力分布状態を把握するため、汎用 FEM 解析ソフト (MSC. Marc) を用いて弾性解析を行った。解析モデルは 3 次元問題を 2 次元解析で簡便に解くために、Fig. 1 に示すような 1/2 モデルを作成して軸対称問題とした。モデルサイズは球圧子押込み試験条件と同様であり、応力は接触面直下近傍に発生するため、その領域の要素をさらに細分化した。接触部近傍にある最小要素のセグメント幅は約 1.3 μ m である。モデル要素の材料定数として Table 1 に示す各物性値を与えた。接触荷重 P は、球の最上端に強制変位 u を与えることで負荷した。なお、解析には 4 節点アイソパラメトリック四角形要素を用い、要素数および接点数はそれぞれ約 16200 および 16800 である。

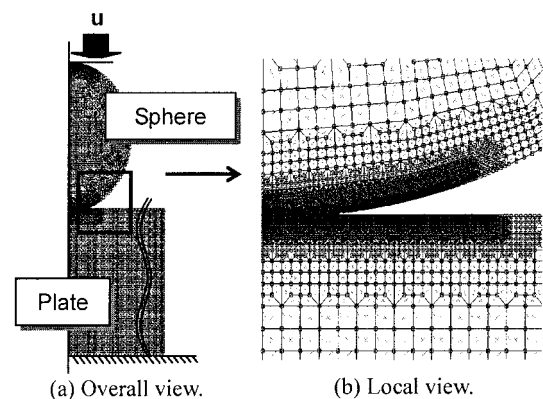


Fig. 1 FEM analytical model.

※2 リングクラックやコーンクラックの総称。

3 実験結果

3・1 クラック進展挙動の観察

Fig. 2 に球径 $\phi 3.175\text{mm}$ で発生した各 SiC 材のリングクラック (Ring Crack; 以後, 図およびキャプション中では全て R.C. と称している.) を押込み上部から実体顕微鏡を用いて低倍率にて観察した結果を示す. 両材ともにリングクラックの様相に大きな相違は見られない. またその発生位置 $r_{R.C.}$ をビッカース硬さ試験機に備えられている測定器を用いて測定した結果, リングクラック発生荷重より理論的に導出した接触円半径 $a^{10)}$ よりも外周部の $r_{R.C.} = 1.13a$ に発生していた. Fig. 3 にそのリングクラックに対して垂直な断面上を電界放出走査型電子顕微鏡 (Field Emission Scanning Electron Microscope; FE-SEM) によって低倍率から高倍率にて観察した結果を示す. Fig. 3a, b と d, e に示すように, RS-SiC および APF-SiC のコーンクラック (Cone Crack; 以後, 図およびキャプション中では全て C.C. と称している.) は, 表面からなす角度 θ_{RS} および $\theta_{APF} \approx 40^\circ$ の方向に進展している. 深さ z 方向のリングクラックの進展挙動について, RS-SiC は Fig. 3c に示すように他の欠陥と混在しているため明瞭に確認することはできなかった. 一方 APF-SiC は Fig. 3f に示すように明瞭に確認することができ, 複数の結晶粒が塊となってとれて形成されたような切欠

きを起点として進展している. またそのサイズ C_c をパソコンに取り込んだ SEM 図から測定するとおよそ $2.5\mu\text{m}$ であり, リングクラックの長さ $C_{R.C.}$ はおよそ $12\mu\text{m}$ である. したがってこれらの観察から無気孔のぜい性材料であろうともこれらクラックの挙動は類似していることがわかる.

3・2 リングクラック発生強度とそのばらつき

ワイブル確率紙に整理した各 SiC 材の 4 点曲げ強度 σ_b と $\phi 3.175\text{mm}$ でのリングクラック発生強度 σ_c を Fig. 4 に示す. ここで σ_c はヘルツの弾性接触理論¹¹⁾より算出した表面の接触境界での値を示している. APF-SiC の σ_b は RS-SiC より約 2 倍の強度を誇る. 一方両材の σ_c は σ_b より上昇しており, それらはほぼ同等の強度であった. またよく直線近似できており, 2 母数ワイブル分布によく従っていることが認められる. Fig. 5 および Fig. 6 に最小二乗法により推定した σ_c の尺度母数 σ_{oc} および形状母数 m_c と球径 ϕ の関係を示す. 両材ともに σ_{oc} は ϕ が增大するに連れて低下する傾向にあり, その低下量はほぼ同等であった. 一方 m_c は σ_b の形状母数 m_b より大きい. すなわち各 SiC 材の σ_c のばらつきが小さいことを示唆している. しかしながら APF-SiC の m_c は ϕ の増大に伴い RS-SiC より小さくなる傾向を示した. すなわち強度のばらつきが大きくなることを示している.

4 考 察

RS-SiC のような従来のセラミックスのリングクラック発生強度は内部欠陥のサイズおよびその分布に大きく依存することは自明の事実である. そのため潜在欠陥に強度もばらつきも依存していると考えられる.^{4)~7)} しかしながら APF-SiC では, リングクラック発生強度とそのばらつきが如何なる要因に支配されるかを明らかにする必要がある. そこで破壊力学的観点から検討を行った.

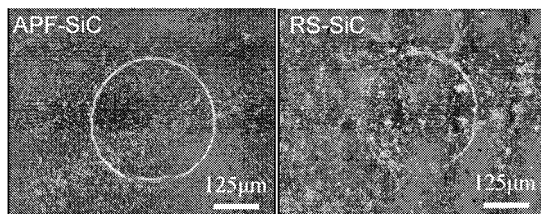


Fig. 2 R. C. images of APF-SiC and RS-SiC.

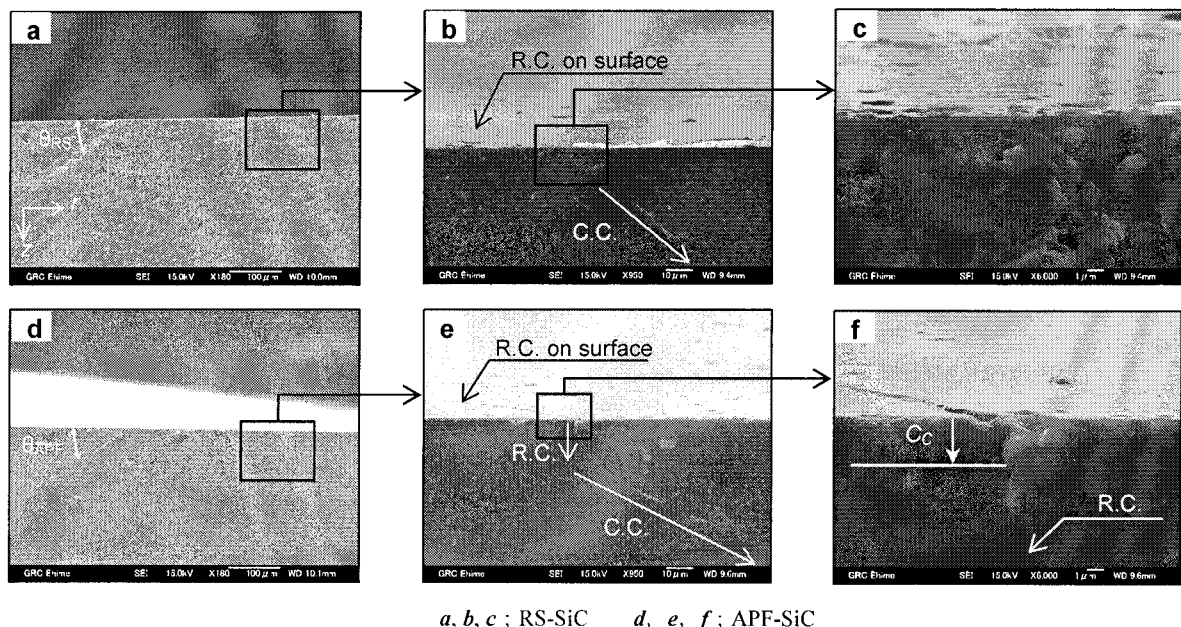


Fig. 3 Cross section FE-SEM images of R. C. and C. C. of RS-SiC and APF-SiC.

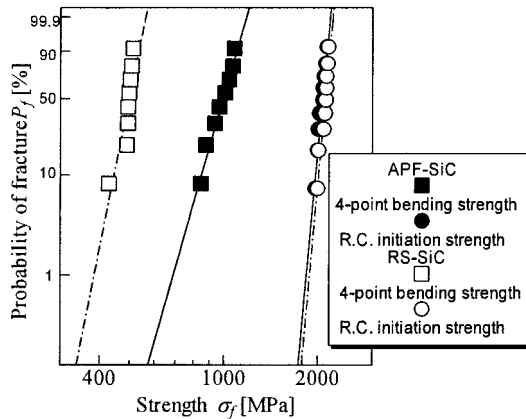


Fig. 4 Weibull distributions of 4-point bending strength and R. C. initiation strength of APF-SiC and RS-SiC.

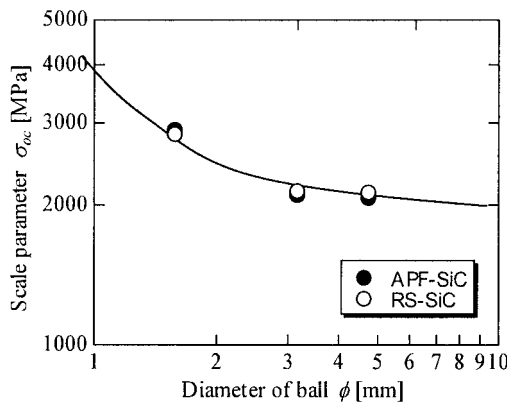


Fig. 5 Relationships between scale parameters of R. C. initiation strength and diameters of sphere.

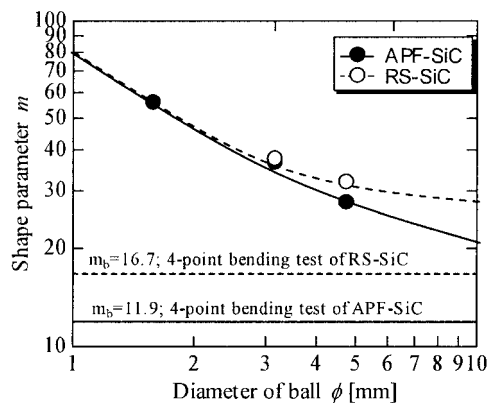


Fig. 6 Relationships between shape parameters of R. C. initiation strength and diameters of sphere.

4・1 リングクラック発生強度と欠陥寸法

リングクラックの観察より Fig. 7 に示すようにリングクラック発生位置 $r_{R.C.} = 1.13a$ の表面に設けた長さ c を有する垂直な仮想欠陥^{※3} からリングクラックが発生するモデルを考え、その欠陥先端の応力拡大係数 K に基づき各 SiC 材のリングクラック発生に関与した欠陥サイズ c_c

※3 リングクラック発生に関与するき裂。(キャプション中では「flaw」と称する。)

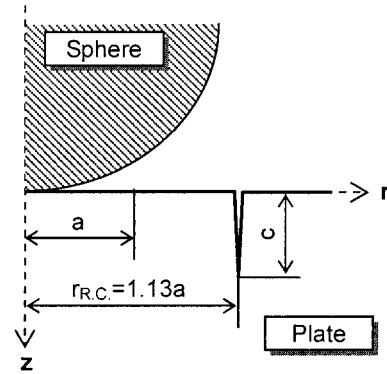


Fig. 7 Surface flaw model.

の推定を行った。ここでリングクラック発生モードは次のように考えられる。Fig. 3e のリングクラックおよびコーンクラック進展経路と FEM 解析から得られたリングクラック発生時の接触近傍の最大主応力分布を照らし合わせ、それらクラック進展経路上の FEM 各要素における最大主応力角度を調査した結果を Fig. 8 に示す。このように各クラックは最大主応力に対してほぼ垂直に進展しており、このことはクラック面に沿ったせん断の影響は非常に小さいことを示唆している。¹²⁾したがってこれらクラックはモード I によって進展すると考えられる。よって欠陥先端のモード I の応力拡大係数 K_I が破壊じん性値 K_{IC} に達したとき、 z 方向にリングクラックが発生すると仮定する。このような条件における K_I を次式で表した。¹³⁾

$$K_I(r, z) = \sqrt{\frac{c}{\pi}} \int_0^c \frac{\sigma_{\text{Herz-p.}}(z)}{\sqrt{c^2 - z^2}} dz \quad (1)$$

ここで $\sigma_{\text{Herz-p.}}(z)$ は z 方向に対する最大主応力であり、計算を容易に行うために次式にて数式化した。

$$\sigma_{\text{Herz-p.}}(z) = \sigma_{\text{max}} \left[1 - \left(\frac{\sigma_{\text{max}} - \sigma_{\text{min}}}{\sigma_{\text{max}}} \right) f(z) \right] \quad (2)$$

$$f(z) = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{z}{z_0} \right)^n \right\}$$

ここで σ_{max} 、 σ_{min} は、 z 方向に対する最大値および最小値の最大主応力である。また $f(z)$ は初期値からの漸増飽和関数を表し、 z_0 および n は応力分布形状を決定するパラメータである。それゆえ式 (2) は漸減する特徴的な応力分布を表すことができる式となり、Fig. 9 に示すように

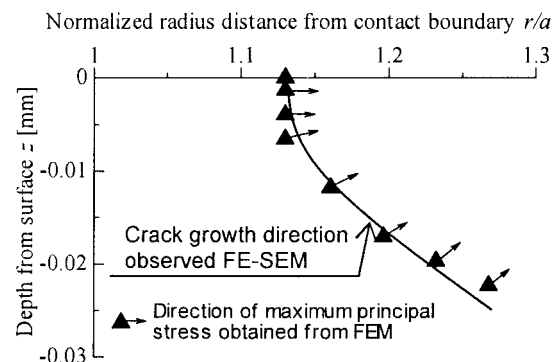


Fig. 8 Relationship between crack growth direction and direction of maximum principal stress.

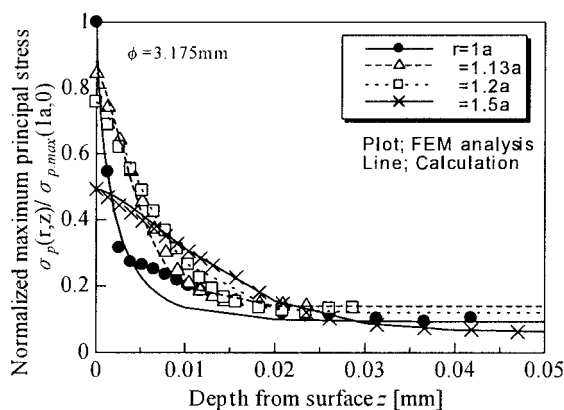


Fig. 9 Distributions of maximum principal stress obtained from FEM and equation into depth.

FEM 解析から得た最大主応力分布とその数式モデルはよく一致する。

Fig. 10 に各 SiC 材の球径 $\phi 3.175$ mm での 2 母数ワイブル分布に基づく最頻値 ($P_f = 62.3\%$) での K_I と c の関係を示す。リングクラック発生に関与した APF-SiC と RS-SiC の各臨界欠陥サイズ c_{c-APF} , c_{c-RS} はそれぞれ $2.4\mu\text{m}$ および $2.1\mu\text{m}$ と推定できる。APF-SiC は, c_{c-APF} が Fig. 3f で見られた C_C の長さとはよく一致している。そのためこれはリングクラック発生に関与した初期欠陥であることを示唆している。また K_I は K_{IC} を越えた後それを下回っている。このことはリングクラックの進展が停止していることを意味している。すなわちリングクラックの長さを示しており、この推定長さは $12\mu\text{m}$ であった^{※4}。これは、Fig. 3f で見られたリングクラック長さ C_{RC} とよく一致している。以上の結果から APF-SiC は応力拡大係数に基づいた評価が妥当であることを示唆している。そして両

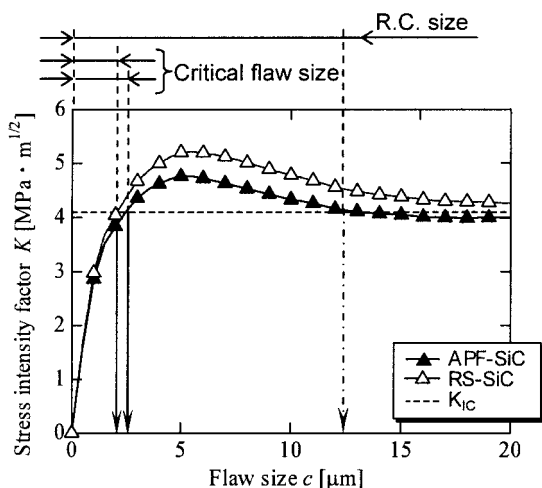


Fig. 10 Relationships between stress intensity factor and flaw size.

※4 破壊じん性値を超えた後、き裂が発生すると一般的に応力拡大係数は変化する。しかしリングクラックはわずかに十数ミクロンオーダーの欠陥であるためリングクラックが発生した平板は無限に大きいと考えることができる。ゆえに応力拡大係数は変化していないと仮定することができ、リングクラックの長さを算出することが可能となる。

材ともにほぼ同等の寸法を有する欠陥がリングクラック発生に関与しているため、各 SiC のリングクラック発生強度がほぼ同等であることが破壊力学的観点から理論的に導き出された。そこでリングクラック発生強度のばらつきについて、2 母数ワイブル分布に対して一般的な応力拡大係数式を適用すると、

$$P(c) = \exp \left\{ - \left(\frac{c}{c_0} \right)^{-m/2} \right\} \quad (3)$$

として長さ c を有する欠陥の累積分布関数 $P(c)$ が得られる。ここで c_0 は尺度母数である。すなわち 2 母数ワイブル解析されたリングクラック発生強度のばらつきは、潜在欠陥のばらつきを示している。ゆえに APF-SiC のリングクラック発生強度は従来のセラミックスと同様^{4)~7)} 接触時に発生する表面から深さ方向に対して急峻に引張から圧縮に変化する特異な応力場により曲げ破壊のように大きな欠陥に関与せず、極表面の微小欠陥のみが関与するために曲げ強度よりもばらつきは小さくなり、高強度になると考えられる。また球径が増大すると緩やかな応力状態へと移行するため、その結果大きなサイズを有する欠陥が関与する確率が増大して強度は低下しそのばらつきは大きくなると考えられる。

4・2 リングクラック発生メカニズム

一般的に RS-SiC は製造上、サイズの異なった欠陥を有しており、リングクラックは極表面に存在するこれら微小欠陥を基点として発生していると考えられる。一方 APF-SiC は無気孔を形成しているが、前述したように多くの微小き裂が発生するため APF-SiC のリングクラックはこのような微小き裂やもしくは表面粗さ¹⁴⁾ SiC 粒子単体を起点とした破壊ではないかと推察される。そこで式 (3) を用いて、推定した各球径における欠陥長さ $c_{c-APF} = c_0$ と仮定し、累積確率 $P(c_c) = 1\% \sim 99\%$ までを考慮した欠陥長さの推定分布曲線および破壊起点と推察したそれらの寸法との比較を行った。それを Fig. 11 に示す。実験方法で示したように最大表面粗さは $R_y = 0.4\mu\text{m}$ 程度、微小き裂サイズが遊離 Si 粒子径と同等であると仮定した場合最大 $0.2\mu\text{m}$ であり、欠陥のばらつきを考慮してもこれら推察した破壊起点の寸法とは異なっている。したがって

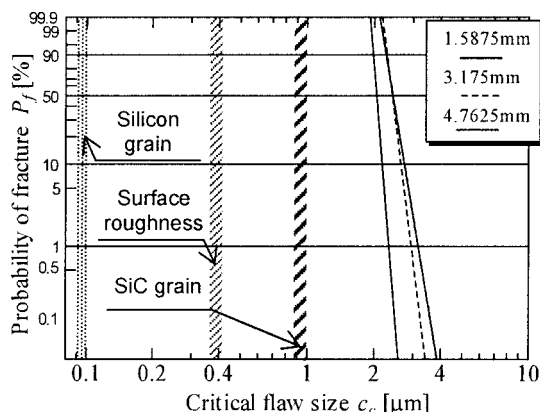


Fig. 11 Equivalent critical flaw sizes distributions estimated from R. C. initiation strengths.

表面粗さや損傷した遊離 Si を起点としたリングクラック発生は考えにくい。また母材に用いた SiC 粉末径も平均 $1\mu\text{m}$ であり推定範囲とは異なるためこれを破壊起点とは考えにくい。しかしながら平均値であるため数ミクロンの粒子が存在することが容易に予想され、また反応して生成された SiC 粒子も含まれているため SiC 粒子が破壊起点として作用した可能性を完全には否定できない。しかし 2・1 節にて述べたように、APF-SiC の組織状態は RS-SiC よりも均一である。ゆえに、もし SiC 粒子単体が起点となるならば、リングクラックの発生強度のばらつきは APF-SiC の方が小さくなるはずが RS-SiC の方が小さい。そのためリングクラックの発生強度のばらつきと組織状態のばらつきの関係が相反する結果となり、SiC 粒子単体を起点とした破壊も考えにくい。したがって APF-SiC のリングクラックは従来材のような内在する一つの欠陥を起点とした破壊ではないと推測される。そこで APF-SiC の特性とこれらの結果を基にリングクラック発生に対するメカニズムを次のように考察した。Fig. 12 にそのモデルを示す。Stage 1 において、遊離 Si や各粒界から微小き裂が発生する。Stage 2 では、負荷されることでさらに微小き裂が増加し、その微小き裂が発生したある一部の領域（図中では Union region を指す。）において微小き裂同士が徐々に結合を始める。Stage 3 に入ると、微小き裂が結合することによってクラスターが形成され、クラスターまわりにおける応力拡大係数 K_I が材料固有の臨界値 K_{IC} に到達すると同時に、クラスター領域の仮想欠陥寸法に起因してリングクラックが発生する。このようなクラスター破壊メカニズムは損傷許容性を有する CFRP などの繊維強化型複合材料の典型的な破壊モデル¹⁵⁾として良く知られており、APF-SiC のリングクラック発生メカニズムもこれに類似したものと予測した。

4・3 破壊メカニズムの妥当性に対する理論的検証

前述したメカニズムモデルを基に理論的な観点から力学モデルを構築し、メカニズムの妥当性の検証を行った。本材料のリングクラックの発生はモード I での破壊であり応力拡大係数が適用できることを明らかにしたので、力

学モデルのクライテリアとしてエネルギー平衡論を適用した。また、微小き裂の結合からクラスター領域の仮想欠陥を形成してリングクラックが発生するまで (Fig. 12; Stage 2 ~ Stage 3) はごく僅かな時間であると考えられる。そのためここでは想定した一つの仮想欠陥寸法内において結合する複数の微小き裂がもつエネルギーの総和が臨界値を超えたとき破壊すると仮定した。また破壊モデルの条件として材料は完全弾性体と仮定し、3次元無限平板、応力状態は平面応力、負荷方式は固定ひずみで無限遠方引張とした。

ヤング率 E_0 を有するき裂がない材料に応力 σ が作用するとき、単位体積あたりの弾性ひずみエネルギー U_0 は、

$$U_0 = \frac{\sigma^2}{2E_0} \quad (4)$$

となる。一方、単位体積あたり長さ l を有する N 個の penny-shaped crack が 3 次元的に分布したヤング率 E_1 を有する材料を仮定した場合、単位体積あたりの弾性ひずみエネルギー U_1 は、

$$U_1 = \frac{\sigma^2}{2E_1} \quad (5)$$

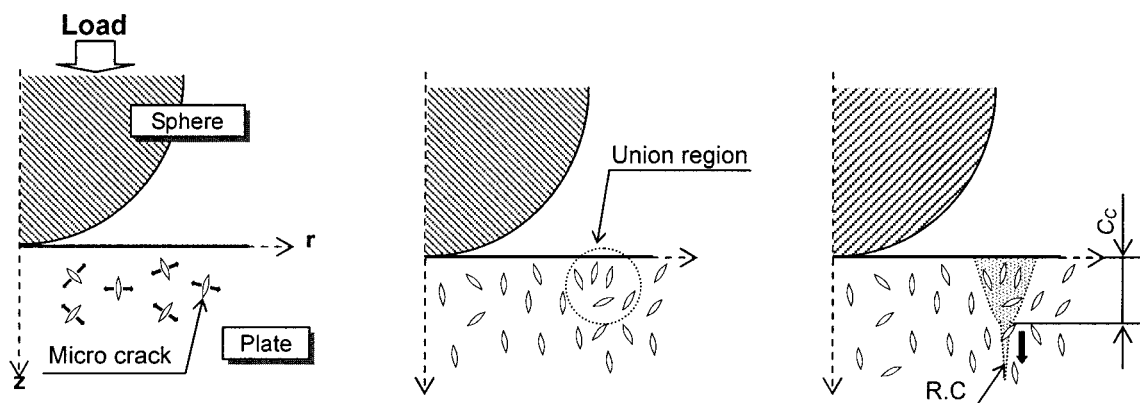
となる。ここで無次元量のき裂密度を $\varepsilon = Nl^3$ のように定義して導入すると、き裂を持つ材料のヤング率は $E_1 = E_0(1 + k\varepsilon)^{-1}$ として表される。¹⁶⁾ここで $k = 16(10-3\nu)(1-\nu^2)/45(2-\nu)$ である。したがって式 (4) は、

$$U_0 = \frac{\sigma^2}{2E_1}(1 + k\varepsilon) \quad (6)$$

のように ε と E_1 の関係に置き換えることができる。これより E_0 を有する材料に E_1 を有する材料に存在する penny-shaped crack 分だけ応力が解放されていると考えれば、解放される全弾性ひずみエネルギー U は、

$$U = U_0 - U_1 = -\frac{\sigma^2}{2E_1} \left(\frac{k\varepsilon}{1 + k\varepsilon} \right) \quad (7)$$

と表される。ここで負の符号 (-) は解放を示す。この解放されているエネルギーのうち、クラスターが形成される領域を πc^2 であるとする、この領域での弾性ひずみエネルギー解放 u は、



Stage 1 Micro cracks generate from residual silicon and grain boundary of near surface.

Stage 2 Micro cracks generate more and start to unit.

Stage 3 Cluster is formed by union of some micro cracks, from which R.C. initiates.

Fig. 12 R. C. initiation Model.

$$u = \frac{\sigma^2}{2E_1} \left(\frac{k\varepsilon}{1+k\varepsilon} \right) \pi c^2 \quad (8)$$

と表される。そして単位クラスター長さ c 当たりのエネルギー解放率は,

$$\frac{du}{dc} = \frac{\pi c \sigma^2}{E_1} \left(\frac{k\varepsilon}{1+k\varepsilon} \right) \quad (9)$$

として得られる。一方単位クラスター長さ当たりの破壊エネルギー率を $2\gamma_I$ と仮定すると, Griffith のエネルギーバランスより, $2\gamma_I = du/dc$ が成立するときに破壊が生じる。ゆえに,

$$\sqrt{2E_1\gamma_I} = \sigma_f \sqrt{\pi c \left(\frac{k\varepsilon}{1+k\varepsilon} \right)} \quad (10)$$

のような関係式を得ることができる。ここで σ_f は破壊強度, c_c は臨界クラスター長さであり, ε は無次元量であるため次元を満たす。左辺の項は破壊じん性値であり, 本研究では APF-SiC の破壊じん性値を用いて $K_{IC} = \sqrt{2E_1\gamma_I}$ とする。したがって式 (10) は APF-SiC のヤング率に作用した微小き裂群の内, πc^2 で囲まれた領域での微小き裂が持つ破壊エネルギーが臨界値に到達したときに破壊するモデルとなる。さらに本材料は式 (1) のような応力拡大係数に基づくことも明らかとした。すなわち, 次式に示す従来の破壊条件でも成り立つことを示唆している。

$$K_{IC} = \sigma_{\text{Herz-p.f.}} \sqrt{\pi c_c} \quad (11)$$

ここで, $\sigma_{\text{Herz-p.f.}}$ はリングクラック発生時の臨界欠陥先端における最大主応力である。よって式 (10), (11) より,

$$\frac{\sigma_{\text{Herz-p.f.}}}{\sigma_f} = \sqrt{\frac{k\varepsilon}{1+k\varepsilon}} \quad (12)$$

のように強度比 $\sigma_{\text{Herz-p.f.}}/\sigma_f$ とき裂密度 ε との無次元の関係が最終的に得られる。

式 (12) を用いてクラスターを起点とした破壊であるか否かの判定を行った。 $\sigma_{\text{Herz-p.f.}}/\sigma_f$ と ε の関係を Fig. 13 に示す。ここで斜線にて示す $\sigma_{\text{Herz-p.f.}}/\sigma_f$ は, 4・1 節で推定した欠陥長さ $c_{c\text{-APF}}$ と K_{IC} を用いて式 (11) から算出し, σ_f はそのときのリングクラック発生位置での表面引張応力とした。そして ε に支配されるため, 式 (3) に基づくと仮定して累積確率 $P(\sigma_{\text{Herz-p.f.}}/\sigma_f)$ を 1 ~ 99% の範囲で球径 $\phi 3.175\text{mm}$ での形状母数 m を用いて推定している。また遊離 Si や結晶粒から発生する様々な微小き裂の厳密な ε

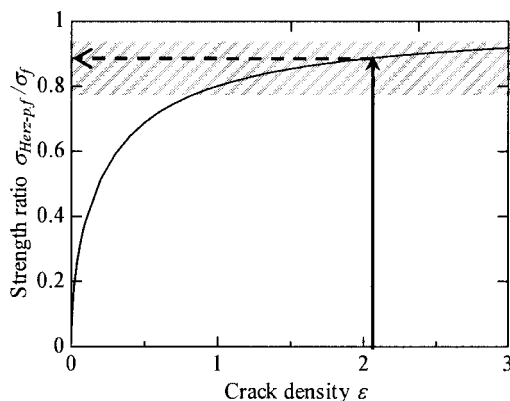


Fig. 13 Relationship between strength ratio and crack density.

を測定することは非常に困難であるため, 本論文では充填されている金属ケイ素の密度 $\varepsilon' \approx \varepsilon$ とみなし, Suyama らが観察した文献 (8) に記載されている TEM 図より測定した。その結果 $\varepsilon \approx 2.1$ であり, もし結晶粒に発生した微小き裂も考慮できたならば, ε は実験値よりさらに大きくなると容易に予測されよう。したがって ε は強度比のばらつきの範囲内であり, その累積確率は高いことから, クラスターを起点としてリングクラックは発生しているとおおよそのことは言えよう。このことから, 本材料のリングクラック発生強度およびそのばらつきはクラスターサイズとその分布特性に支配され, 強度のばらつきが増大した原因はクラスターとなる微小き裂の発生に大きなばらつきが生じたためであると考えられる。しかしながら現時点において, その強度が RS-SiC の強度とほぼ同等になった原因は不明である。そのためさらに強度特性について詳細に調査を行う必要がある。このことは今後の課題としたい。

5 結 言

本研究では, 優れた損傷許容性を有する緻密質先進無気孔型 SiC の表面の損傷に対する諸特性を明らかにするためにリングクラックの発生を損傷の指標として球押込み試験を行った。これに対する FEM 解析や詳細なき進展挙動の観察に基づき破壊力学的観点からリングクラック発生強度特性を考察し, 以下の点を明らかにした。

リングクラックの発生強度は従来材と比較して, 球径にかかわらず同等であったが, そのばらつきは球径の増大に伴い増加した。本材料のリングクラックは負荷により発生した多数の微小き裂が結合することで複数のクラスターを形成し, そのうちの一つを起点として発生する。したがってリングクラック発生強度およびそのばらつきはクラスターサイズとその分布特性に支配される。強度のばらつきが増大した原因はクラスターとなる微小き裂の発生に大きなばらつきが生じたためであると考えられる。これらのことは, エネルギー平衡論に基づいた強度比とき裂密度の関係を表す力学モデルによって定性的に説明された。

参 考 文 献

- 1) S. Suyama, Y. Itoh, A. Kohyama and Y. Ktoh, "Development of high strength reaction-sintered silicon carbide", Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol.109, pp.315-321 (2001).
- 2) S. Matsuda, M. Takahashi and N. Okabe, "Fracture properties for Advanced Pore-Free SiC dispersing of si particles", The Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.73, No.732, pp.926-933 (2007).
- 3) S. Matsuda, M. Takahashi and N. Okabe, "Study for loading rate dependence on strength properties of advanced pore-free SiC with damage tolerance", Journal of The Society of Materials Science, Japan, Vol.57, No.3, pp.292-296 (2008).
- 4) N. Okabe, Y. Abe, M. Ichikawa, T. Takamatsu and N. Kan, "Properties of strength and distribution for ceramics subjected to contact load", Reprinted from Journal of The

- Society of Materials Science, Japan, Vol.47, No.12, pp.1251-1257 (1998).
- 5) M. Takahashi, N. Okabe, X. Zhu and M. Matsui, "Strength of ring-crack caused by sphere-plate contact of ceramics", Journal of The Society of Materials Science, Japan, Vol.53, No.10, pp.1149-1155 (2004).
- 6) Y. Abe, N. Okabe and M. Takahashi, "Influences of horizontal force and round-bar contact on contact strength of ceramics", The Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.72, No.724, pp.2038-2044 (2006).
- 7) M. Takahashi, N. Okabe, X. Zhu and N. Izumi, "Contact strength and probabilistic estimation of glass", Journal of The Society of Materials Science, Japan, Vol.53, No.2, pp.175-181 (2006).
- 8) S. Suyama, T. Kameda and Y. Itoh, "High-strength, reaction-sintered silicon carbide ceramics", TOSHIBA REVIEW, Vol.58, No.5, pp.46-49 (2003).
- 9) T. Nishida and E. Yasuda, "Mechanics property estimation of ceramics", p.84 (1986) Nikkan Kogyo Shinbun. LTD..
- 10) M. Ichikawa, K. Ohgushi and T. Takamatsu, "Evaluation of micro-fracture strength of surface layers of ceramics using a spherical indenter", The Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.60, No.575, pp.1773-1778 (1994).
- 11) G. M. Hamilton, "Explicit equations for the stresses beneath a sliding spherical contact", Engineering Sciences Division, No.18, Vol.195, pp.53-59 (1983).
- 12) K. Ohgushi, K. Homma, M. Ichikawa, N. Okabe, T. Takamatsu, T. Matsumura and Y. Abe, "Evaluation of sphere indentation damage and residual strength in ceramics (SiC sphere indentation to SiC specimen-case of elastic condition)", The Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.64, No.619, pp.675-680 (1998).
- 13) Y. Murakami, S. Aoki, N. Hasebe, Y. Itoh, H. Miyata, N. Miyazaki, H. Terada, K. Tohgo, M. Toya and R. Yuuki, "Stress Intensity Factors Handbook, 1", p.108 (1987) Pergamon Press.
- 14) M. Ichikawa and K. Ohgushi, "Influence of surface removing on micro-fracture strength of ceramics as evaluated using a spherical indenter", The Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.60, No.576, pp.1538-1544 (1994).
- 15) K. Goda, "Application of Markov process to chain-of-bundles probability model and lifetime distribution analysis for fibrous composites", Journal of The Society of Materials Science, Japan, Vol.47, No.5, pp.464-471 (1998).
- 16) K. Ogi and N. Takeda, "Quantitative evaluation of thermal shock fracture of brittle materials using a gas-quench technique", Proceedings of the 34th JSASS/JSME Structures Conference, pp.30-33 (1992).