

アルミナセラミックス破面近傍のX線残留応力測定[†]

三嶋忠夫* 七山幸夫*
広瀬幸雄** 田中啓介***

Residual Stress Near Fracture Surface of Alumina Ceramics
Measured by X-Ray Method

by

Tadao MISHIMA*, Yukio NANAYAMA*, Yukio HIROSE**
and Keisuke TANAKA***

The fracture toughness tests of bluntly notched specimens of sintered alumina were conducted under three point bending. The effect of notch-tip radius on the toughness value was first studied, and then the residual stress beneath the fracture surface was measured by the X-ray method. The depth of the plastic zone left on the fracture surface was determined on the basis of the residual stress distribution. The main results obtained are summarized as follows:

(1) The stress intensity factor K_p at the initiation of crack extension was related to the initial notch-tip radius ρ by

$$K_p = K_0(1 + \rho/\rho_0)^{1/2}$$

where K_0 and ρ_0 are material constants. This was derived through the concept of the fictitious notch-tip radius proposed by Tanaka and Hirose.

(2) The residual stress on the fracture surface measured by X-rays was tension. The tensile residual stress gradually diminished and changed into compression as the depth increased. At a certain depth the residual stress became almost zero.

(3) The size of plastic zone ω_y was determined from the residual stress distribution beneath the fracture surface. The size was related to the fracture toughness K_p and the bending stress σ_B by the following equation.

$$\omega_y = 0.048(K_p/\sigma_B)^2$$

キーワード：アルミナセラミックス，X線回折，残留応力，破壊力学，破壊じん性

1 緒言

セラミックスは構造用新材料として注目されているが、その実用化にあたっては、ぜい性が問題となっており、その破壊特性を知ることが急務となる。

一方、材料の破壊破面のX線回折法による観察から得られる情報をもとに、破壊機構および破面形成時の力学的条件を推定する手法はX線フラクトグラフィと称され、従来のエレクトロンフラクトグラフィと相補う技術として発展してきた。¹⁾特に鉄鋼材料に対する応用は広く行われており、筆者らも高張力鋼における破壊じん性試験片破面、応力腐食割れ破面、疲労破面に対して適用し、破面下の塑性域深さの測定や破面ひずみをもとにした破壊力学パラメータの評価ならびに破壊機構の検討を行った。さらに、このX線回折法を实用材として広く用いられている球状黒鉛鉄材に対しても適用してきた。^{2), 3), 4), 5), 6)}しかし、セラミックスのX線回折

による応力測定や半価幅測定に関する研究はその端につけたばかりであり、X線フラクトグラフィによるセラミックスへの適用性についてはほとんど検討されていない。

そこで本研究では、アルミナセラミックスを試験材料として用い、切欠き半径を種々に変えた3点曲げ試験片を使用して破壊じん性試験を行った。き裂発生に対する応力拡大係数に及ぼす切欠き半径の効果について検討すると共に、その破壊じん性試験後の試験片破面下の残留応力分布を測定し、その結果をもとに塑性域深さを評価した。

2 実験方法

2・1 材料および破壊じん性試験

実験材料は、常温で泥しょう法により成形後、1600°Cで焼結した純度99%のアルミナセラミックス（ニッコー（株）製）で、ヤング率358GPa、曲げ強さ

† 原稿受理 昭和61年11月12日 Received Nov. 12, 1986

* 正会員 石川県工業試験場 金沢市戸水町, Industrial Research Institute of Ishikawa, Tomizu-cho, Kanazawa

** 正会員 金沢大学教育学部 金沢市丸の内, Faculty of Education, Kanazawa University, Marunouchi, Kanazawa

*** 正会員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町, Faculty of Engineering, Kyoto University, Yoshida-hommachi, Sakyo-ku, Kyoto

294 MPa のものである。

破壊じん性試験片は Fig. 1 に示すような 3 点曲げ試験片で、切欠き深さは板幅 18 mm の半分の 9 mm とし、切欠き先端には半径 $\rho=0.1 \sim 0.5$ mm の鈍化切欠きをダイヤモンドホイールにより挿入した。き裂開口量は、図に示すよう試験片にナイフエッヂを接着し、そのナイフエッヂにクリップゲージを取付けて測定した。

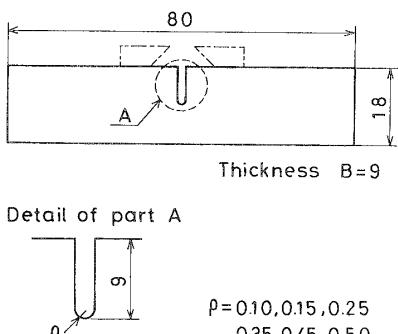


Fig. 1. Dimensions of test specimen (in mm).

鈍化切欠き付試験片 ($\rho \neq 0$) の応力拡大係数 K_I^{*1} の計算は $\rho=0$ として次式(1)により求めた。⁸⁾

$$K_I = \sigma_0 \sqrt{\pi a F(a/W)} \quad (1)$$

$$\sigma_0 = \frac{3SP}{2BW^2}$$

$$F(a/W) = 1.93 - 3.07(a/W) + 14.53(a/W)^2 - 25.07(a/W)^3 + 25.8(a/W)^4$$

ここで、 a はき裂長さ、 W は板幅、 S はピン・スパン距離、 B は板厚、 P は荷重である。また、 $F(a/W)$ は K_I 値の補正係数である。 $\rho=0$ mm の値はコントロールド。サーフェス・フロー法によって求めた。つまり、この方法は試験片表面の中央にスープ圧子の押込を行うことにより半円状の表面き裂を作り、その後 4 点曲げ試験を行い、⁹⁾ 破壊時の曲げモーメントを求め、¹⁰⁾ Raju-Newman の式を用いて K_I 値を算出した。

2・2 X線応力測定法

X線応力測定には平行ビーム法を採用した市販の応力測定機（理学電機 MSF 型）を使用した。Table I にX線回折条件を示す。特性X線は Cr-K α 線を使用し、(1.0.10) 面（回折角 $2\theta=135.19^\circ$ ）の回折プロファイルを観察した。回折角は (1.0.10) 面のピークの $1/9$ の高さ位置で回折プロファイル幅の中点を測定する $1/9$ 倍幅法によった。なお、残留応力値は $\sin^2\psi$ 法を用いて次式(2)より求めた。

$$\sigma = H \cdot M \quad (2)$$

ここで、 H は応力定数で、 M は $2\theta-\sin^2\psi$ 線図の直線の傾きである。

応力定数 H の測定は 4 点曲げ負荷装置を使用した。

*1 見かけの応力拡大係数

Table I. X-ray diffraction condition.

Method	Parallel-beam method
Characteristic X-ray	Cr-K α
Diffraction plane	Al ₂ O ₃ (1.0.10)
Filter	V
Tube voltage	30 kV
Tube current	10 mA
Divergent angle	0.46 deg
Irradiated area	3×8 mm ² rectangle
Scanning speed	1 deg/min
Time constant	16 sec

この測定の試験片は、#600のダイヤモンド砥石で研削加工した幅 8.8 mm, 高さ 3.8 mm, 長さ 83 mm の角柱材である。この試験片の裏面に貼付けたひずみゲージから付加ひずみを設定した。この各付加ひずみ ε_a に対して $2\theta-\sin^2\psi$ 線図を求める、これから次式(3)により応力定数 H を決定した。

式(2)より

$$H = -\frac{1}{\partial M / \partial \sigma} = E_M / (\partial M / \partial \varepsilon_a) \quad (3)$$

ここで、 $\sigma = E_M \cdot \varepsilon_a$ を使用した。なお E_M は機械的弾性定数である。

破壊じん性試験後の試験片破面の残留応力測定は、鈍化切欠き先端に接した破面の板厚中央で、Fig. 2 に示す 3×8 mm² のX線照射域内で行った。なお、破面下の残留応力の分布状態は表面層を化学研磨により逐次除去し、測定を繰返した。研磨量は単位時間ごとに、切欠き平行部の寸法減量をマイクロメータで測定することから推定した。

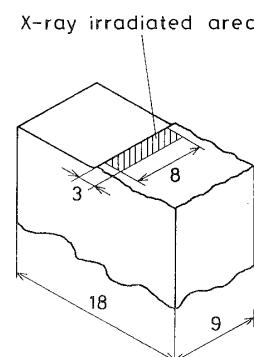


Fig. 2. Schematic illustration of X-ray irradiated area (in mm).

3 実験結果

3・1 破壊じん性試験

Fig. 3 (a)(b) は荷重 P と荷重点開口変位 u の関係の 1 例を $\rho=0$ と $\rho=0.5$ mm の場合に関して示したもの

*2 化学研磨は試料を 85 wt% のオルト フosphate (H_3PO_4) 液中で 180°C 加熱処理した。

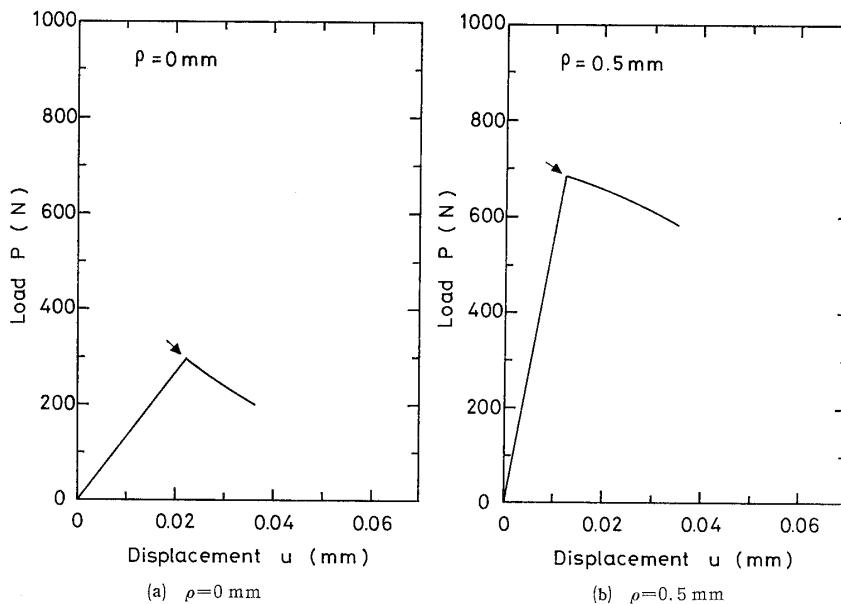


Fig. 3. Load versus crack-opening displacement.

である。いずれの ρ に対しても本実験範囲では破壊までの u は非常に小さく、き裂発生点までの $P-u$ 曲線はほぼ直線であった。ここでは、矢印で示した点 P をき裂発生点に対応する破壊荷重として、破壊じん性 K_I 値を求めた。 K_I と切欠き半径の平方根 $\sqrt{\rho}$ との関係を Fig. 4 に示す。ここで $\rho=0$ の場合の K_I はスープ圧子によるコントロールド・サーフェス・フロー法で求めた値である。Fig. 4 において $\rho=0$ の場合の K_I を K_0 、他の K_I を K_ρ と区別すると、 ρ が大きい場合、 K_ρ と $\sqrt{\rho}$ との間には直線関係が成立するが、 ρ が小さくなると K_ρ は K_0 へ漸近する。このように、 K_I と $\sqrt{\rho}$ の間に直線関係が成立することを著者らが²⁾³⁾ 高張力鋼の破壊じん性や応力腐食割れに対して、また、

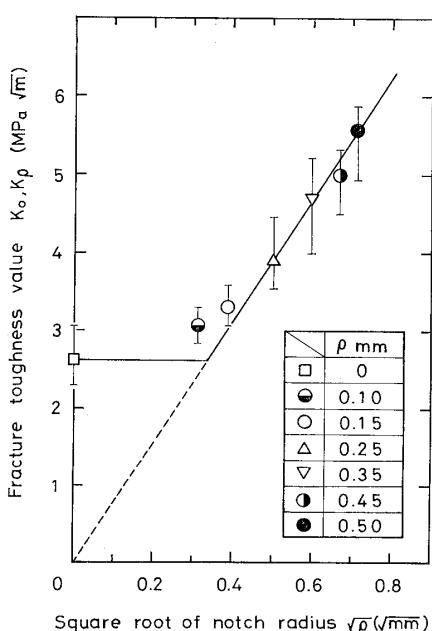


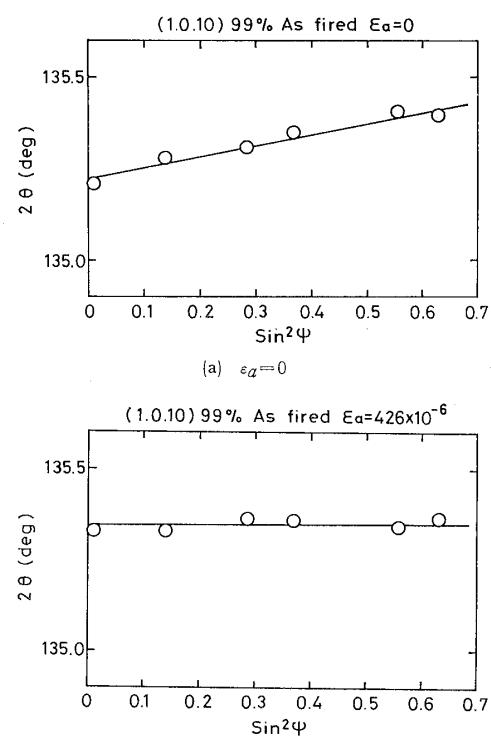
Fig. 4. Relation between fracture toughness value and square root of notch-tip radius.

延性破壊に対しては Mulherin¹²⁾ ら、Ritchie¹³⁾ らの報告がある。さらに、アルミニナセラミックスに関しては Bertollotti¹⁴⁾ によって見出されている。

3・2 応力定数の決定とX線残留応力測定

4点曲げ負荷装置を使用し、試験片に付加した各ひずみ ϵ_a に対して求めた $2\theta - \sin^2\psi$ を Fig. 5 (a)(b) に示す。

Fig. 6 に $\epsilon_a = 0 \sim 522 \times 10^{-6}$ のときの M と ϵ_a との関係を示す。式(3)より H が求まり、得られた H は $-638 \text{ MPa}/\text{deg}$ であった。

Fig. 5. $2\theta - \sin^2\psi$ curves.

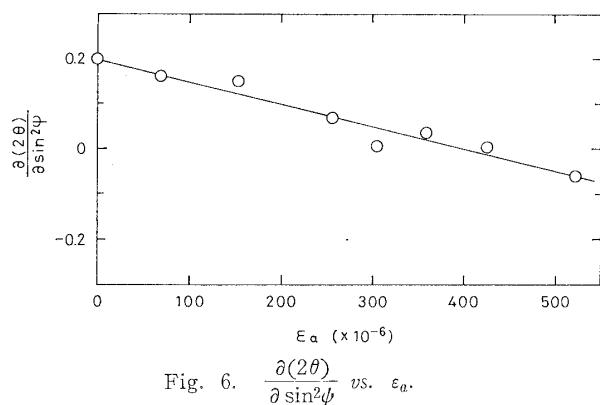
Fig. 6. $\frac{\partial(2\theta)}{\partial \sin^2\psi}$ vs. ϵ_a .

Fig. 7 は切欠き半径 $\rho=0.1, 0.25, 0.5$ mm の試験片について、破壊じん性試験後の破面近傍の残留応力分布を示したものである。破面近傍の残留応力 σ_R は引張りであり、深さ方向の残留応力分布状態は内部へ入って行くにしたがい圧縮に転じていく。そして、再びその圧縮残留応力が減少し零に近づく。 σ_R 値は ρ が大きいほど大きいが、圧縮残留応力が零に漸近する点も大きい。この残留応力分布はき裂先端での局所的な塑性変形に起因するものと考えられ、残留応力が零に漸近する点が塑性域深さと考えられるであろう。

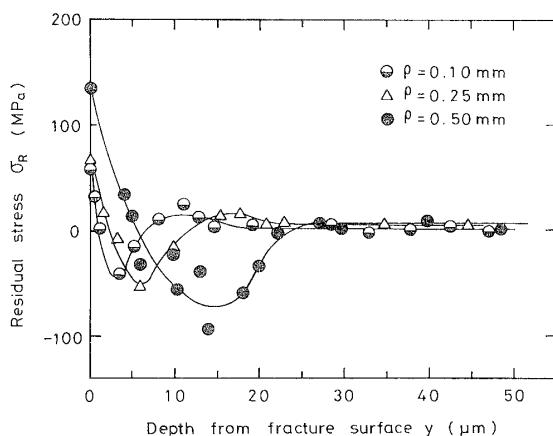


Fig. 7. Residual stress distribution near fracture surface.

4 考 察

4・1 切欠きからのき裂発生条件

破壊じん性に及ぼす切欠き半径の影響について検討する。

深い有限の切欠き半径 ρ を有する切欠き底近傍の弾性応力分布は、次式(4)で与えられる。

$$\sigma_{\max} = \sigma_Y / r' = \rho / 2 = 2K_p / \sqrt{\pi\rho} \quad (4)$$

ここで、 K_p は $\rho=0$ としたときの見かけの応力拡大係数である。

塑性変形が生じたときの切欠き底での最大ひずみは次式で与えられる。¹⁵⁾

$$\begin{aligned} \epsilon_{\max} &= 3/4 \cdot \epsilon_Y [1 + J / (\sigma_Y \epsilon_Y \rho)] \\ &\equiv 3/4 \cdot J / \sigma_Y \rho \end{aligned} \quad (5)$$

ここで本実験の場合のように $P-u$ 曲線が線形で、小規模降伏条件が成立するとき J と K はヤング率 E 、ボアソン比 ν を介して

$$J = (1 - \nu^2) \cdot K^2 / E \quad (6)$$

で与えられるため、 K と ϵ_{\max} の関係は式(5)と(6)より

$$K = [4/3 \cdot E / (1 - \nu^2) \cdot \epsilon_{\max} \sigma_Y \rho]^{1/2} \quad (7)$$

となる。¹³⁾

Ritchie らは、 ϵ_{\max} が破壊ひずみ ϵ_f に等しいとき、き裂が発生するとして、その値を K_p として

$$K_p = (3/2 \cdot E \sigma_Y \epsilon_f \rho)^{1/2} \quad (8)$$

を導いた。ただし $\nu=1/3$ を使用した。式(8)において $\rho=0$ のとき $K_p \rightarrow 0$ となるが、実際の実験結果は Fig. 4 に示すように $\rho=0$ の破壊じん性値 K_0 に近づく。この傾向は次の簡単な考え方より導かれる。つまりき裂 $\rho=0$ の場合、 ρ_0 の潜在切欠きを考え、実在の ρ をもつ切欠きに対して $\rho+\rho_0$ の有効切欠き半径（仮想切欠き）を考える。このとき式(8)は

$$K_p = [3/2 \cdot E \sigma_Y \epsilon_f (\rho + \rho_0)]^{1/2} \quad (9)$$

で表され、かつ $\rho=0$ のとき $K_p = K_0$ であるので

$$K_0 = (3/2 \cdot E \sigma_Y \epsilon_f \rho_0)^{1/2} \quad (10)$$

となる。式(9)、(10)より次式が求められる。

$$K_p / K_0 = (1 + \rho / \rho_0)^{1/2} \quad (11)$$

Fig. 8 は Fig. 4 の実験結果を式(11)で最小自乗法近似して、 K_0 、 ρ_0 を求め、 K_p / K_0 と ρ / ρ_0 を両対数線図に示した結果である。図より実験結果は式(11)でよく近似できる。 $K_0 = 2.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ はコントロール・サーフェス・フロー法で求めた K_I と比較するとやや大きい。しかし、 $\rho_0 = 0.102 \text{ mm}$ は Bertollotti らのアルミニウムセラミックスについて求めた $\rho_0 = 0.071 \text{ mm}$ と近い。

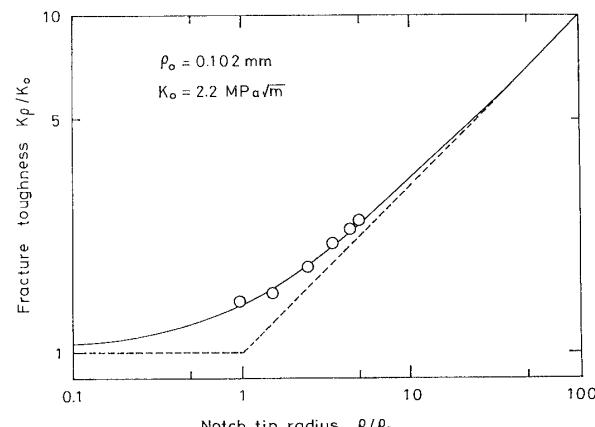


Fig. 8. Normal relation between fracture toughness and notch-tip radius.

4・2 塑性域の大きさ

X線残留応力測定によって定めた、塑性域深さと破壊じん性値との相関について検討する。

Fig. 9 は Fig. 8 の破面下の残留応力分布より、 σ_R がほぼ一定となる深さ y を塑性域深さ ω_y として求め、

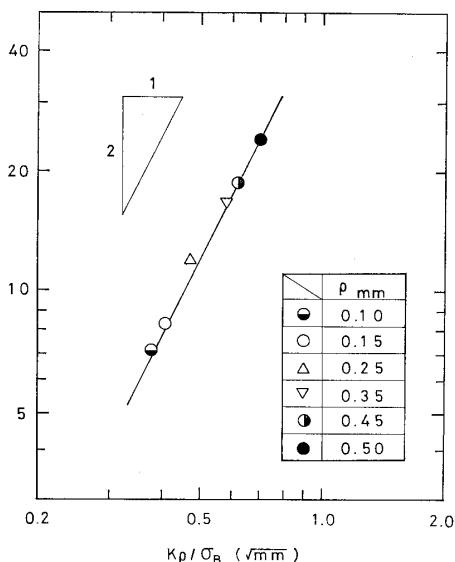


Fig. 9. Relation between plastic zone depth and stress intensity factor divided by bending stress.

その値 K_p を曲げ応力 σ_B (降伏応力 σ_y でなく σ_B を用いる) で割った商に対して整理したものである。これらの関係は両対数線図上で傾きが 2 の直線で近似され、次式で表される。

$$\omega_y = \alpha (K_p / \sigma_B)^2 \quad (12)$$

ここで、 α は定数で 0.048 であった。この値は Levy¹⁶⁾ らのき裂の完全弾性塑性体材料の平面ひずみ有限要素解析による 0.15 に比べるとやや小さい。また、式(12)をもとにすると破面形態に關係なく σ_B がわかつていれば破面の X 線観察で ω_y を測定することにより破壊じん性値の推定が可能となる。

5 結 言

本研究で得られた主な結論をまとめると次のようになる。

(1) 鈍化切欠き (半径 ρ) 付試験片の破壊じん性試験でのき裂発生時の応力拡大係数 K_p は、仮想切欠き半径の概念に基づく次式で整理される。

$$K_p / K_0 = (1 + \rho / \rho_0)^{1/2}$$

ここで、 K_0 は $\rho=0$ の値であり、また ρ_0 は $\rho=0$ に対応する潜在切欠き半径である。

(2) 破壊じん性試験片の破面の残留応力は引張りで、深さ方向の残留応力分布は内部へ入って行くにしたがい圧縮に転じていく。そして、再びその圧縮残留応力が減少し零に近づく。残留応力は切欠き半径が大きいほど大きいが、圧縮残留応力が零に漸近する点も大き

い。

(3) 残留応力分布に基づき測定した塑性域深さ ω_y と、き裂発生時の応力拡大係数 K_p および曲げ応力 σ_B との間には次の破壊力学関係式が成立した。

$$\omega_y = \alpha (K_p / \sigma_B)^2$$

ここで、 $\alpha = 0.048$ であった。

最後に、本研究を遂行するにあたり、種々の点でご助力、ご援助を頂いた金沢工業大学講師矢島善次郎博士、同大学大学院生川上裕史君、ならびに石川県工業試験場米沢保人技師、さらに材料を提供頂いたニッコー(株)に深く感謝の意を表します。

(昭和61年7月24日 第23回X線材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) X線材料強度部門委員会報告、材料、31, 244 (1982).
- 2) Y. Hirose, Z. Yajima and K. Tanaka, Advances in X-Ray Analysis, 28, 299 (1985).
- 3) Y. Hirose, Z. Yajima and K. Tanaka, Advances in X-Ray Analysis, 27, 213 (1984).
- 4) Y. Hirose and K. Tanaka, Advances in X-Ray Analysis, 29, 265 (1986).
- 5) 矢島善次郎、広瀬幸雄、田中啓介、小河弘、材料、32, 1334 (1983).
- 6) Z. Yajima, Y. Hirose and K. Tanaka, Advances in X-Ray Analysis, 26, 291 (1983).
- 7) 田中啓介、松井英治、秋庭義明、材料、35, 749 (1986).
- 8) 岡村弘之、『線形破壊力学入門』、p. 218 (1976) 培風館。
- 9) 三好俊郎、佐川暢俊、佐々正、日本機械学会論文集, A-51, 2489 (1985).
- 10) J.C. Newman Jr and I.S. Raju, NASA TP, 1578 (1979).
- 11) T. Mishima, Y. Nanayama, Y. Hirose and K. Tanaka, To be published in X-Ray Analysis, 30 (1987).
- 12) J.H. Mulherin, D.F. Armiento and H. Markus, Trans. ASME, Ser. D, 86, 709 (1964).
- 13) R.O. Ritchie, B. Francis and W.L. Server, Met. Trans., 7A, 831 (1976).
- 14) R.L. Bertollotti, J. American Ceramic Soci., 5, 107 (1973).
- 15) J.R. Rice, Fracture, H. Liebowitz, ed., Vol. II, 191 (1968) Academic Press.
- 16) N. Levy, P.V. Marcal, W.J. Ostengren and J.R. Rice, Int. J. Frac. Mech., 7, 143 (1971).