

セラミックスの強度，破壊靱性と臨界損傷域寸法の関係

淡路 英夫 松永 拓也* 崔 成珉

名古屋工業大学物質工学専攻

J. Japan Inst. Metals, Vol. 70, No. 1 (2006), pp. 59-66
© 2006 The Japan Institute of Metals

Relation between Strength, Fracture Toughness, and Critical Frontal Process Zone Size of Ceramics

Hideo Awaji, Takuya Matsunaga* and Seong-Min Choi

Nagoya Institute of Technology, Materials Science and Engineering, Gokiso-Cho, Showa-Ku, Nagoya 466-8555

In order to improve the fracture toughness of ceramics, we need to develop a new material design concept. One of the suitable concepts is to utilize dislocation activities even in brittle ceramics. Intra-type nanocomposites use dislocation activities to enhance the strength and fracture toughness. The dislocations are caused by sintering residual stresses around the second-phase nanoparticles dispersed within the matrix grains. In this research, first, we clarified the relation between the strength, fracture toughness, and critical frontal process zone (CFPZ) size using alumina ceramics. The fracture toughness of ceramics is related closely to the CFPZ size, because ceramics with larger CFPZ size consume higher fracture energy during crack extension and indicate larger fracture toughness. Second, we fabricated toughened alumina-nickel nanocomposites using a soaking method which we developed recently to create an intra-type nano-structure, and found that the suitable annealing after sintering could achieve toughened nanocomposites. Finally, we discussed the relation between the fracture toughness and CFPZ sizes of the monolithic alumina, as-sintered nanocomposites, and annealed nanocomposites. The results revealed that the annealed nanocomposites had the highest CFPZ size and fracture toughness, because it was conceivable that the sessile dislocations in the CFPZ became nuclei of nano-cracks, created many nano-cracks, and expanded the CFPZ size.

(Received August 10, 2005; Accepted November 14, 2005)

Keywords: ceramics, strength, fracture toughness, frontal process zone, nanocomposites

1. 緒 言

セラミックスは優れた機械的特性を有するにもかかわらず，破壊靱性に関しては金属に比べるとかなり低い．それは，原子結合がイオン結合・共有結合という，結合力に方向性があること，疎な原子配列となること，かつ，転位の構造が大きいことによってその活動に限られるためである¹⁾．例えば， α -アルミナ単結晶の臨界分解せん断応力 (Critical Resolved Shear Stress, CRSS) は室温において 4 GPa (プリズム面すべりに対し) という，強度に較べてかなり大きな値となることが示されており²⁾，このことから室温での転位の活動は圧縮応力場という拘束された環境においてのみ可能となることになる．従って，セラミックスのき裂前方損傷域 (Critical Frontal Process Zone, CFPZ) は金属のようなすべりによって形成されるのではなく，小さなナノき裂によって形成されるものと考えられている^{1,3,4)}．その結果，緻密質セラミックスの CFPZ 寸法は数 μm 程度と極めて小さくなる．CFPZ が小さいということは，き裂伝播に要する破壊エネルギーも小さいということになり，Griffith のエネルギー平衡に従ってその破壊靱性は低くなる^{1,5)}．

このような脆いセラミックスを高靱化するためには，セラミックスに適した新しい概念に基づいた材料設計を行う必要がある．新原により提案されたナノ複合材料は，極めて高い強度と同時に破壊靱性もほどほどに改善される材料として広く知られているが⁶⁾，その高強度化・高靱化機構は，脆いセラミックスにおいても転位の活動を巧みに利用したものと考えられる⁷⁾．本研究は，このナノ複合材料の材料設計概念をセラミックスの高靱化に応用することを目的として，CFPZ 寸法と破壊靱性との関係を明らかにすること，並びに，高靱性ナノ複合材料を作製してナノ複合材料の高靱化機構を具体的に解明することを試みたものである．

セラミックスの高靱化機構は大まかに次のように分類される⁵⁾．

- (1) 破壊エネルギーを大きくすることにより本質的な破壊靱性 (K_I) を高める機構
- (2) き裂面の架橋によって破壊靱性に付加的増分 (ΔK_R) を与える機構
- (3) き裂の伝播方向を拘束することによって，エネルギー解放率を低下させる方法

これらのうち，ここでは(1)の機構を考える．(1)の中にはいくつかの高靱化機構が含まれるが，本質的には CFPZ を拡大することによって破壊エネルギーを高めるというものである．また，ここで扱う高靱性ナノ複合材料の開発においても，

* 名古屋工業大学大学院生 (Graduate Student, Nagoya Institute of Technology)

CFPZ を大きくする意図のもとでの材料設計により破壊靱性を高めることを考える。

ここで、CFPZ 寸法の非線形体としての取り扱いには、J 積分を用いた Hutchinson⁸⁾ および Rice と Rosengren⁹⁾ による HRR 解が知られている。しかし、セラミックスの CFPZ は微小なき裂によって形成されると考えられることから、HRR 解をセラミックスに適用することはできない¹⁰⁾。ここでは、セラミックスという脆くて小規模降伏条件を満足しやすい材料であることに着目して、単純な線形破壊力学に基づいた議論を行う。まず、局所破壊規準 (local fracture criterion)¹¹⁾ と Griffith-Irwin のエネルギー平衡式¹⁾ より、CFPZ 寸法の式を導く。つぎに、以前に示したアルミナの実験データを用いて¹²⁾、CFPZ 寸法と強度と破壊靱性の関係を論じる。最後に、我々が最近作製した高靱性アルミナ・ニッケルナノ複合材料のデータ¹³⁾ について CFPZ 寸法を求め、ナノ複合材料の高靱化が CFPZ を拡大することによって達成されることを説明する。なお、ここで用いる CFPZ 寸法とは、微組織に依存しないマクロな値であることをお断りしておく。

2. 理 論

2.1 局所破壊規準

モード I 負荷をうける無限板中のき裂において、き裂前方応力の厳密解は次のように表される¹⁴⁾。

$$\sigma_y = \frac{\sigma_f(a_e+r)}{\sqrt{2a_e r+r^2}} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \frac{1+r/a_e}{\sqrt{1+r/2a_e}} = \sigma_f F_c(r) \quad (1)$$

ここに、 σ_y : き裂前方の r 軸上の垂直応力、 σ_f : 無限板に働く遠方応力、 a_e : 無限板中のき裂の半長、 r : き裂先端からの距離、 K_I : 応力拡大係数、 $F_c(r)$: き裂前方の無次元応力分布である。Fig. 1 に示すように、き裂が CFPZ 寸法に比べて十分に長く小規模降伏条件を満足するような場合には、式(1)は次のような Irwin の式によって近似される。

$$\sigma_y = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \quad (2)$$

この Irwin の式の有効範囲は、後に実験データを用いて示す。

Fig. 1 は、き裂が進展開始時の臨界応力状態における応力場を表したものであり、式(1)または(2)において、 $K_I = K_{IC}$ (破壊靱性) のときの応力場である。よって、 r 軸上の CFPZ 寸法 (以降ではこの値を CFPZ 寸法と称する) を r_0 と表すと、式(2)より

$$\sigma_c = \frac{K_{IC}}{\sqrt{2\pi r_0}} \quad (3)$$

という関係が得られる。ここに、 $K_{IC} = \sigma_{fc}(\pi a_e)^{1/2}$ 、 σ_{fc} : 遠方応力の臨界値、 σ_c : r_0 の位置における応力の臨界値であり、ここでは臨界局所応力と呼ぶ。

ここで局所破壊規準とは、き裂先端からのある特性距離における応力が臨界値に達するとき裂は伝播するというものである。すなわち、き裂先端からの特性距離を CFPZ 寸法によって置き換えると、き裂は CFPZ 寸法の位置の応力が臨界局所応力 σ_c に達すると伝播すると言い表すことができる。すなわち、小規模降伏条件の下では Griffith-Irwin のエ

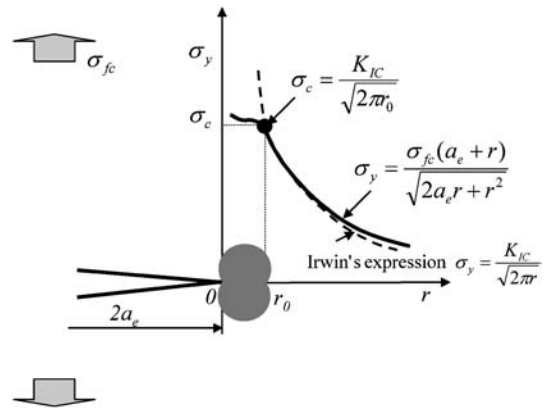


Fig. 1 Stress distribution ahead of a crack tip in an infinite plate with a long crack.

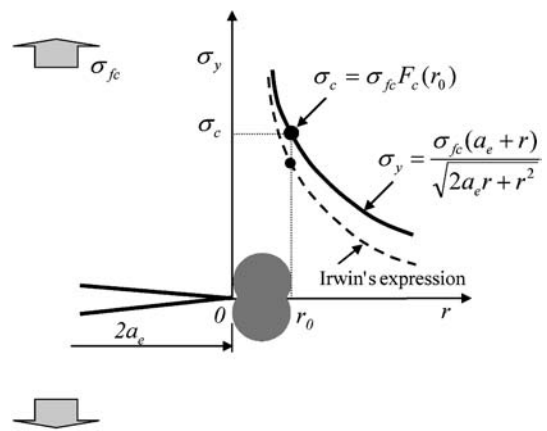


Fig. 2 Stress distribution ahead of a crack tip in an infinite plate with a short crack.

ネルギー平衡と局所破壊規準とは同値となる。

つぎに、Fig. 2 に示すように無限板中に短いき裂のある場合を考える。このように FPZ 寸法に比べてき裂が十分に長くない場合には Irwin の近似式は有効とはならないので、臨界局所応力を式(1)の厳密解より求める必要がある。き裂の伝播が短いき裂に対しても局所破壊規準に従うものとするれば、 r_0 の位置における臨界局所応力は次のように表される。

$$\sigma_c = \sigma_{fc} F_c(r_0) \quad (4)$$

よって、この無限板の強度は

$$\sigma_{fc} = \sigma_c \frac{\sqrt{2a_e r_0 + r_0^2}}{a_e + r_0} \quad (5)$$

と表される。そこで、式(5)について $a_e \rightarrow 0$ の極限をとると

$$\lim_{a_e \rightarrow 0} \sigma_{fc} \rightarrow \sigma_c \quad (6)$$

となる。このことから、 σ_c はき裂長さがゼロのときの強度であるという物理的意味が示される。 σ_c と実際の強度との関係については後に実験データを用いて説明する。

3. 実験・結果・討論

3.1 アルミナ単体

まず始めに、アルミナ単体の実験について述べる。これに

については以前に発表してあるので¹²⁾、ここでは簡単に説明する。アルミナ多結晶体(相対密度 99.5%, 平均粒径 2 μm)から、 $3 \times 4 \times 40 \text{ mm}$ の JIS の曲げ試験片を切り出し、JIS 規定の三点曲げ試験を行った。その結果、10 本の試験片について $462 \pm 18.0 \text{ MPa}$ という強度が得られた。また、二母数 Weibull 分布にあてはめて得られた形状母数は $m=28$ となった。破壊靱性は、JIS 規定の SEPB 法によって求めた結果、 $3.65 \pm 0.11 \text{ MPam}^{1/2}$ となった。

つぎに、曲げ試験片に鋭い V ノッチ¹⁵⁾を加工して、ノッチ長さとの関係の関係を調べた。ここで、平滑試験片の三点曲げ強度と比較するために、V ノッチは幅 4 mm の面に加工して三点曲げ試験を行った。このときの V ノッチ先端の曲率半径は約 20 μm であった。V ノッチの公称長さは、0.015, 0.02, 0.05, 0.1, 0.5, 1.0, 1.5 mm とし、各ノッチ長さにつき 5 本の実験を行った。ここで、V ノッチを縁き裂と見なし、それと同じ応力拡大係数をもつ無限板中のき裂長さ、すなわち等価き裂長さを求めた。曲げ試験片の応力拡大係数は若井らの次式¹⁶⁾より求めた。

$$K_I = Y\sigma_f a^{1/2}$$

$$\sigma_f = \frac{3PS}{2BH^2} \quad (7)$$

ここに、 K_I : 縁き裂の応力拡大係数、 Y : 形状係数¹⁶⁾、 a : 縁き裂長さ、 P : 荷重、 S : スパン、 B : 試験片幅、 H : 試験片高さである。また、等価き裂長さは次式より得られる¹⁷⁾。

$$a_e = \frac{Y^2}{\pi} a \quad (8)$$

実験結果を Fig. 3 に示す。図中、 \odot 印は V ノッチのある曲げ試験片の強度、 \blacksquare 印は平滑試験片の曲げ強度である。これより、等価き裂長さが 100 μm よりも長い場合には実験データはほぼ勾配 $-1/2$ の直線上にあり、この範囲において線形破壊力学が有効となることがわかる。ここで、この範囲内の実験データから最小二乗近似によって破壊靱性を求めた結果、 $K_{IC} = 3.72 \text{ MPam}^{1/2}$ となった。この値は前述の SEPB 法による値の $3.65 \text{ MPam}^{1/2}$ とほぼ一致しており、V ノッチによる破壊靱性測定(SEVNB 法¹⁵⁾)の有効性が示される。

つぎに、縁き裂が 100 μm 以下の範囲では実験データは徐

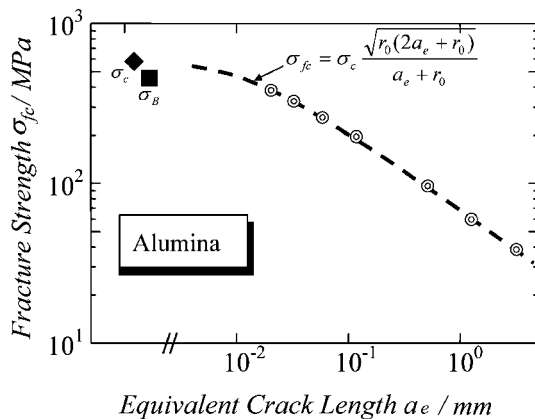


Fig. 3 Experimental results of the bending strengths of the specimens with and without a notch, where σ_B is a bending strength and σ_c is a estimated critical local stress.

々に直線よりそれ、き裂長さが短くなるにつれてその強度は平滑試験片の強度である \blacksquare 印に近づいていくように見える。しかし、実際の曲げ試験片の強度は試験片内の欠陥に支配される値であるのに対して、V ノッチを加工した試験片の強度は r_0 の位置の応力が臨界局所応力に達するときの値である。この臨界局所応力は式(5)において $a_e \rightarrow 0$ と考えたときの仮定の強度ともなる。よって、臨界局所応力と三点曲げ強度の関係は、統計上き裂伝播の可能性のある部位の有効体積の寸法効果によって表されるものと考えられる。

三点曲げ試験片の有効体積は次のようになる¹⁾。

$$V_B = \frac{V}{2(m+1)^2} \quad (9)$$

ここに、 $V=B \times H \times S$ 、 m : Weibull の形状母数である。つぎに、セラミックスの CFPZ の有効体積について考える。脆性セラミックスのき裂先端に形成される CFPZ は、金属と異なりナノき裂によって形成され、さらに、ナノき裂は主に最大主応力によりつくられる。よって、CFPZ の形状は最大主応力の等応力線で囲まれる面積によって第 1 近似として表されると考えられる¹⁸⁾。

そこで、モード I 負荷のもとでの最大主応力の等応力線を求める。き裂先端近傍の最大主応力 σ_1 は、小規模降伏条件下において

$$\sigma_1 = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2}\right) \quad (10)$$

と示される¹⁸⁾。よって、Fig. 4 に示すような、き裂先端から最大主応力の等応力線までの距離 r_1 は、上式より次のように求められる。

$$r_1 = r_0 \cos^2 \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2}\right)^2 \quad (11)$$

ここに、 r_0 は式(3)に示す $\theta=0$ における r_1 の値である。これより、き裂先端から等応力線上の点 (r, θ) までの直線と、それから微小角 $d\theta$ だけ進んだ線との間に挟まれる微小面積を dA とすると、それは

$$dA = \frac{1}{2} r_1^2 d\theta \quad (12)$$

となる。よって、CFPZ の面積は次のように表される。

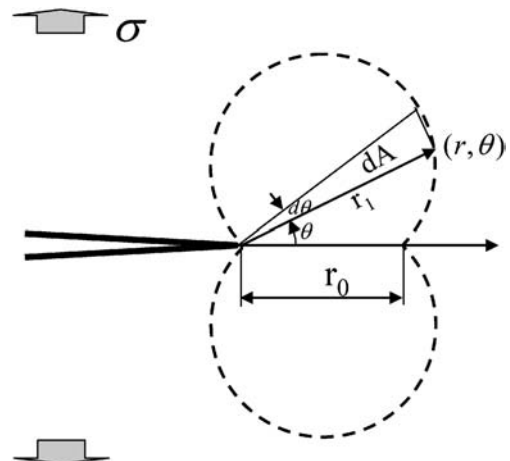


Fig. 4 Shape of the critical frontal process zone of ceramics.

$$A = r_0^2 \int_0^\pi \cos^4 \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2}\right)^4 d\theta \quad (13)$$

ここで、上式の積分項を数値計算により求めた結果、3.29 となった。よって、CFPZ の有効体積は、試験片の厚さを B とすると

$$V_{FPZ} = 3.29 r_0^2 B \quad (14)$$

と表される。

ここで、CFPZ 内の応力場は最大主応力と最小主応力の二軸応力場である。一軸応力場と二軸応力場をうける試験片の強度をそれぞれ S_1 、 S_2 とすると、その比は次のように表される¹⁾。

$$\frac{S_2}{S_1} = \left(\frac{1}{1 + \mu^m}\right)^{1/m} \quad (15)$$

ここに、 μ : 二軸応力の比である。しかし、CFPZ 内の主応力の比は 1 から 1/3 の値をもつが、 $m = 20$ と仮定すると S_2/S_1 は 0.97 から 1 の値となるので、ここでは二軸応力の効果を無視することとする。

以上より、三点曲げ強度と局所破壊応力の比はそれらの有効体積より

$$\frac{\sigma_c}{\sigma_B} = \left\{ \frac{V_B}{V_{FPZ}} \right\}^{1/m} \frac{S_2}{S_1} \approx \left\{ \frac{V_B}{V_{FPZ}} \right\}^{1/m} \quad (16)$$

と表される。以上のようにして実験値である σ_B から仮想値である σ_c を求めることができる。

実際の計算においては、まず、CFPZ 寸法 r_0 の値を仮定して式 (14) より V_{FPZ} を計算し、つぎに式 (16) より σ_c を計算する。さらに、 σ_c と K_{IC} を式 (3) に代入して r_0 を求め、最初の仮定値と比較するという trial and error の手順が必要となる。ここで、アルミナについては前述の結果より $m = 28$ 、その他については曲げ強度のデータが少なかったことから、 $m = 20$ とした。

アルミナ単体について、以上の方法によって得られた値は、 $r_0 = 7.0 \mu\text{m}$ 、 $\sigma_c = 561 \text{ MPa}$ となった。また、これらの値を式 (5) に代入すると任意のき裂長さをもつ無限板の強度が計算されることになる。その結果を Fig. 3 中に破線で示した。これより、V ノッチをもつ曲げ試験片の強度の実験データは、等価き裂長さを用いるとすべて式 (5) によって表されること、また、その収束値は σ_c となることがわかる。これらのことから、線形破壊力学の有効な範囲に限らず、すべてのき裂長さに対して局所破壊規準が成り立つことが確認される。

3.2 アルミナ・ニッケルナノ複合材料

アルミナの破壊靱性を高める方法として、我々は粒内ナノ複合構造による高靱化を試みている。ナノ複合材料の中でも、マトリックスの粒内に第 2 相のナノ粒子を分散させた粒内ナノ複合構造をもつ材料は、第 2 相粒子の周りに焼結後の冷却過程において転位を生成する⁷⁾。従って、その組織を適度に熱処理することにより、マトリックス粒内に転位の拡散・増殖した組織を作ることが可能となる。またアルミナの結晶内では、室温において不動転位となることから²⁾、高靱化のための新たな材料設計手法として、この不動転位を利用することを考える。すなわち、セラミックスの転位構造は

金属に較べるとかなり大きいので¹⁾、転位の周りにはより大きな引張り応力場と圧縮応力場とが背中合わせになった比較的大きな応力場が形成される。そこに、Fig. 5 に示すように、材料の破壊を支配する主き裂が進展してくると、主き裂先端の高い応力場と転位の周りの引張り応力場との相互作用によって、転位はナノき裂の核となると考えられる。そのため、き裂先端近傍に多数のナノき裂ができ、CFPZ は大きくなる。その結果破壊エネルギーは増大し、破壊靱性も向上すると考えられる。

以上の機構を達成するためには、粒内ナノ複合構造をつくるのが必須となる。しかし、マトリックス粒内に第 2 相粒子を分散させることは容易ではない。通常は、ホットプレスやパルス通電法のような急速焼結法を用いて、マトリックス粒子のみを粒成長させることによって粒内ナノ複合構造を得ているが、多くの第 2 相粒子はマトリックスの粒界に存在することとなる¹⁹⁾。そこで我々は、効果的に粒内ナノ複合構造を得る方法として、溶液浸漬法なるものを開発した¹³⁾。この方法は、微細な柱状の一次粒子の凝集粒である市販の γ -アルミナに金属塩溶液を染み込ませ、内部に染み込んだ金属塩のみを残して還元することによって、 γ -アルミナ粉末内にナノ寸法の金属粒子を生成するというものである。この方法によって得られる金属内包セラミックス粉末を焼結すれば、粒内ナノ複合構造をもつ複合材料を作製することができる。

アルミナ・ニッケルナノ複合材料の作製方法についてはすでに報告してあるので¹³⁾、ここでは要点のみを述べる。市販の γ -アルミナ (AKP-G015, 住友化学) とニッケル硝酸塩 (キシダ化学) を用い、溶液浸漬法によりニッケル金属内包 γ -アルミナ粉末を作製した。その粉末に、焼結性を高めるために α -アルミナ (AKP-53, 住友化学) を種結晶として 10 mass% 加えた。このときのニッケルの体積分率は約 3% であった。焼結はパルス通電法により、焼結温度 1250, 1350, 1450, 1550°C、圧力 30 MPa、真空中にて行い、焼結保持時間は 5 分とした。これによって得られた試験片をここでは「As-sintered」と表した。また、一部の試験片をさらに Ar 中で熱処理した。その試験片を「Annealed」とした。

曲げ試験は $2 \times 2 \times 10 \text{ mm}$ の寸法の三点曲げ (スパン 8

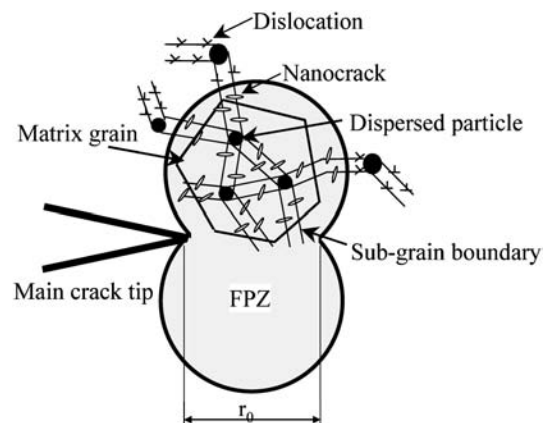


Fig. 5 Schematic explanation of nano-crack formation in a frontal process zone.

mm)とした。破壊靱性試験は同じ曲げ試験片の中央にVノッチを加工して求めた。結果を以下に示す。

Fig. 6は、ナノ複合材料と同一条件で焼結したアルミナ単体と、アルミナ・ニッケルナノ複合材料の種結晶を加えた場合と加えない場合の、焼結温度と嵩密度の関係を示したものである。これより種結晶を加えない場合を除くと、1350°C以上で十分に焼結されていることがわかる。よって以降では、ナノ複合材料については種結晶を加えた場合のみについて説明する。

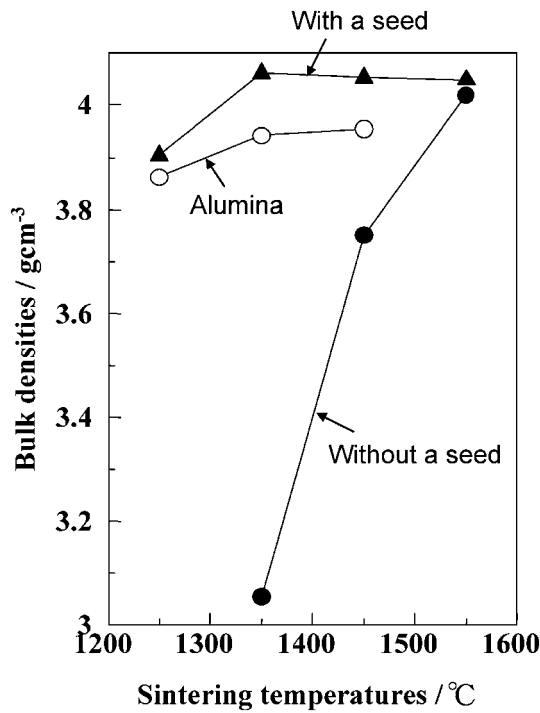


Fig. 6 Bulk densities of monolithic alumina and alumina-nickel nanocomposites.

て説明する。

Fig. 7は、ナノ複合材料の破面のSEM写真である。焼結温度上昇とともにアルミナの粒径が大きくなること、いずれもほぼ粒内破壊となることが観察される。ここで、アルミナ単体を1350°Cで焼結したときの焼結後の粒径は約2µm、破面は粒界破面であった。

Fig. 8は、アルミナ単体、As-sintered ナノ複合材料について得られた焼結温度と強度・破壊靱性・CFPZ寸法の関係を示したものである。これよりアルミナ単体の強度は、焼結温度に関わりなく単純に平均して470MPa、破壊靱性は3.66MPam^{1/2}であるのに対し、As-sintered材は強度911MPa、破壊靱性4.61MPam^{1/2}となり、特に強度は2倍近くに向上していることがわかる。また、Fig. 7と比較すると、結晶粒の大きなものは低い強度となるという、通常の焼結体

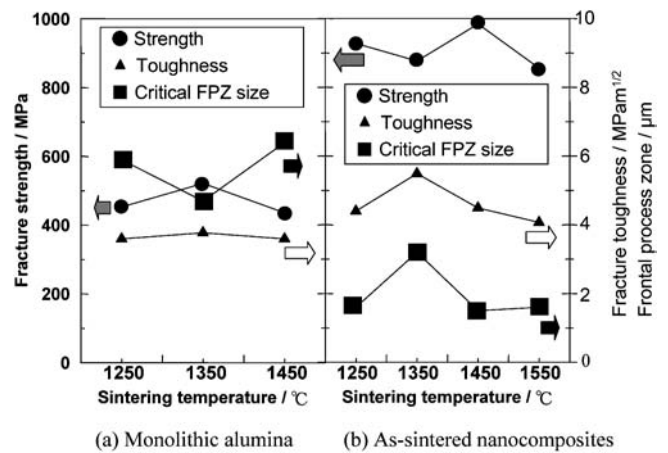


Fig. 8 Strength, fracture toughness, and critical frontal process zone size of monolithic alumina and as-sintered nanocomposites.

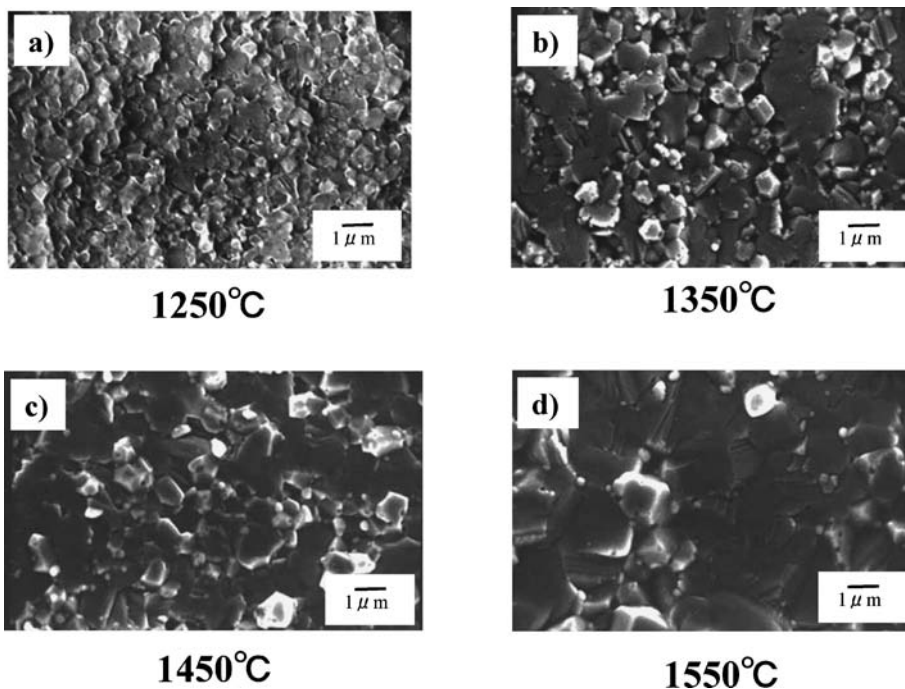


Fig. 7 SEM observations for fracture surfaces of seeded alumina-nickel nanocomposites sintered from 1250°C to 1550°C.

に見られる強度の結晶粒依存性は見られない. このようにナノ複合材料は, 強度が大幅に改善され, 強度の粒径依存性は明瞭でなくなり, 破面は粒内破壊になるという特徴をもつことがわかる.

Fig. 9 は, その機構を概念的に説明したものである. (a) はアルミナ単体の破壊を説明している. 通常の高結晶焼結体は, 焼結により大幅な体積収縮を伴う場合には, 結晶粒内に高い焼結残留応力を生じる. その残留応力は試験片内で自己平衡的な応力分布となり, ある結晶粒が引張り残留応力をもつときにはそのまわりの結晶粒には圧縮応力が生じて, それらは全体としてつり合う. そこで, 図に示すように粒界三重点に大きな空隙があり, そのまわりの結晶粒に引張り残留応力があつたとすると, 空隙と残留応力の相互作用によって空隙から粒界に沿ってき裂が進展し, 外応力をうける前に粒径程度の大きさの欠陥に成長することが予想される. そこに外応力をうけると, この欠陥がその試験片の強度を支配する最弱欠陥となり, き裂は粒界に沿って進展する. 従って, 最弱欠陥が大きくなった分または局所的な引張り残留応力の大きさの分だけ, 実際に測定される強度は低下することになる.

一方, (b) はナノ複合材料の概念図である. 焼結後の冷却過程において粒内にある第 2 相粒子のまわりに転位が生成すると, その転位の生成によって粒内の残留応力は解放される. 従って, その試験片の最弱欠陥は粒界三重点の空隙のままとなる. 同時に, き裂が空隙から進展するとき, き裂前方に損傷域を形成するので, マトリックス内にある転位を核としてナノき裂ができ, それらを縫うようにき裂が進展する. そのため粒内破壊になると考えられる.

つぎに, ナノ複合材料のアニールの効果について考える. Fig. 8(b) に示すように, 1350°C で焼結したナノ複合材料は最も高い破壊靱性 (5.5 MPam^{1/2}) を示した. そこで, この試験片をさらにアニールして破壊靱性を測定した. 結果を Fig. 10 に示す. 図中, ○印は 1350°C で焼結した As-sintered 材の破壊靱性, ●, ▲, ■ はそれぞれ 800, 900, 1000°C でアニールした試験片の破壊靱性である. 横軸はアニール保持時間を表す. この結果, 800°C, 5 min 保持のも

のが 7.6 MPam^{1/2} という極めて高い値を示した. また, アニール時間が 10 min の場合, いずれの破壊靱性も低下している. さらにアニール温度が高くなると破壊靱性はアニール前の値よりも低下することがわかる. このことは, 高温または長時間のアニールによって転位が粒内から粒界に抜け出て CFPZ 拡大に寄与しなくなり, そのため破壊靱性は低下したものである.

Fig. 11 は, ナノ複合材料のアニール前後の強度・破壊靱性・CFPZ 寸法を比較したものである. アニール温度は 800°C とした. これより, 10 min 保持の場合を除外して考えると, アニール効果によって強度はほとんど変わらないが, 破壊靱性と CFPZ 寸法とがアニールによって大きくな

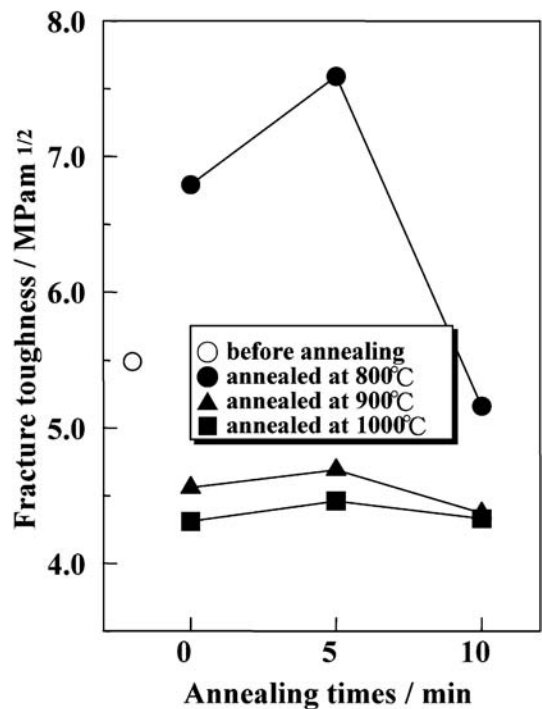


Fig. 10 Fracture toughness of as-sintered nanocomposites and annealed nanocomposites.

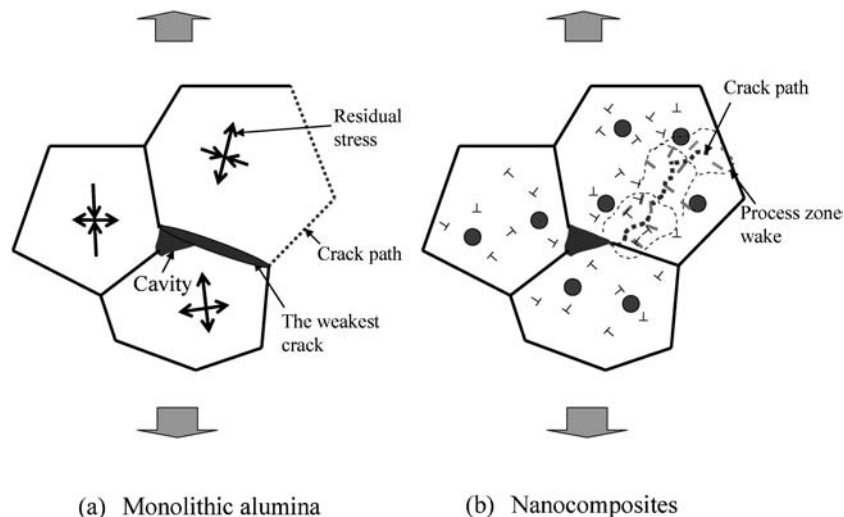


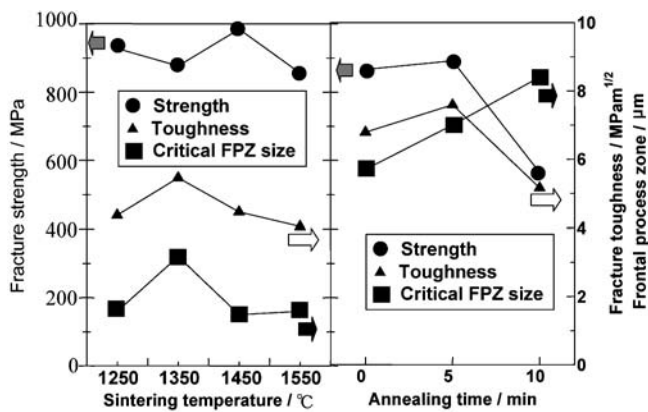
Fig. 9 Schematic explanation for strength of monolithic alumina and nanocomposites.

っていることがわかる．特に CFPZ 寸法の大幅な拡大が破壊靱性の向上に寄与することが納得される．

そこで、CFPZ 寸法の変化について考察する．Fig. 8 によると、アルミナ単体の CFPZ 寸法は As-sintered 材に較べるとかなり大きい．しかし、Fig. 9 で説明したように、アルミナ単体の曲げ強度は、本来の強度よりも残留応力の影響によって小さく見積もられると考えられる．そこで、引張り残留応力によって最弱欠陥が大きくなると考え、強度を見かけ上 260 MPa 低下すると仮定してみた．すなわち、アルミナの本来の強度は測定された値よりも 260 MPa 大きいものと考え、CFPZ 寸法を再計算した．その結果を Fig. 12 に示す．ここで、図の A はアルミナ単体、B は As-sintered、C は Annealed のナノ複合材料の値であり、それらの強度、破壊靱性、CFPZ 寸法を単純に平均して比較したものである．ただし、ここでは Fig. 11 における焼結温度 1550°C とアニール時間 10 min のデータを除いて計算した．その結果、○で示される補正された強度を用いて計算された□で示されるアルミナ単体の CFPZ は 1.6 μm となった．これらより、強度についてはナノ複合化によって向上し、破壊靱性についても

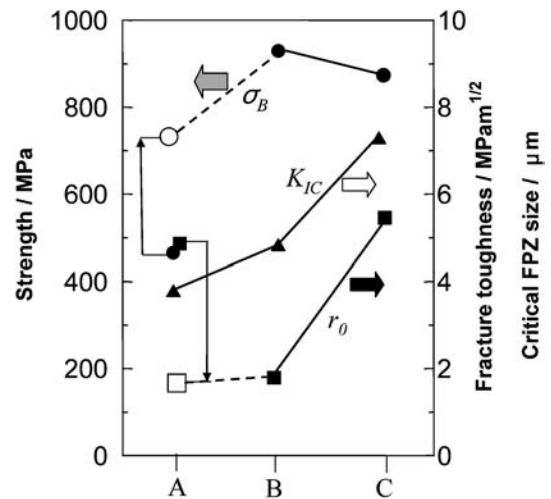
同様に向上することがわかる．特に、CFPZ 寸法については、As-sintered 材はアルミナ単体に較べて若干大きくなるが、Annealed 材は大幅に大きくなっている．このことからアニールによって適度に転位を拡散・増殖させることができれば、破壊靱性を大きく改善することが可能となることがわかる．

Fig. 13 はそれらをまとめたものである．アルミナ単体と As-sintered 材の間では、CFPZ 寸法の大きさは若干拡大するが、最弱欠陥の大きさの大幅な縮小によって強度は大きく増加する．さらにアニールすることによって、転位の拡散・増殖が適度になされると、CFPZ が大きくなり破壊靱性は大きく改善される．すなわち、粒内ナノ複合構造によって転位の活動を利用した、セラミックスの高靱化のための新しい材料設計概念が明らかになったといえる．



(a) As-sintered nanocomposites (b) Annealed nanocomposites

Fig. 11 Strength, fracture toughness, and critical frontal process zone size of as-sintered and annealed nanocomposites.



A: Monolithic, B: As-sintered, C: Annealed

Fig. 12 Comparison between strength, fracture toughness, and critical frontal process zone size of monolithic alumina and as-sintered and annealed nanocomposites.

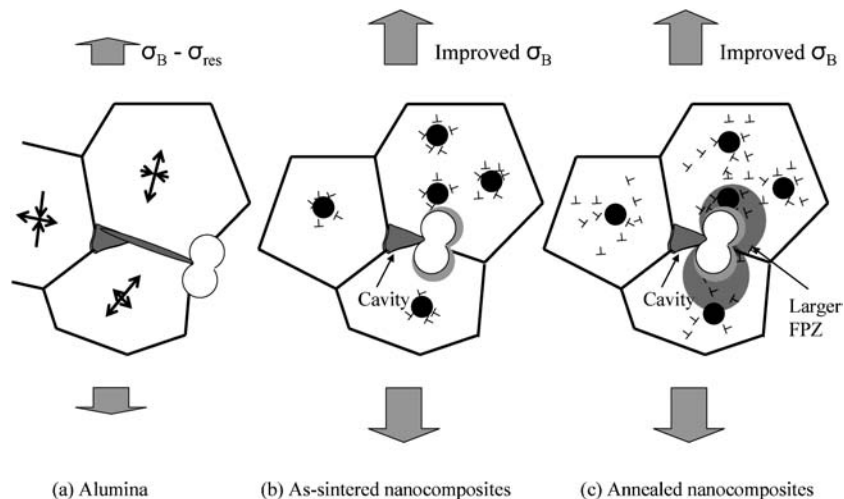


Fig. 13 Schematic explanation of strength and critical frontal process zone size in monolithic alumina and as-sintered and annealed nanocomposites.

4. 結 論

粒内ナノ複合構造をもつアルミナ基ナノ複合材料について、その高強度化・高靱化機構を示し、特にセラミックスの高靱化のための新しい材料設計概念として不動転位を利用する方法を提案した。実際に、アルミナ・ニッケルナノ複合材料を溶液浸漬法により作製し、適度なアニールによって破壊靱性を2倍に向上させることができた。

本研究は21世紀COEプログラム「環境調和セラミックス科学の世界拠点」の一環としてなされたものである。

文 献

- 1) H. Awaji: Strength of Ceramic Materials, (Corona Pub., 2001).
- 2) K. P. D. Lagerlöf, A. H. Heuer, J. Castaing, J. P. Rivière and T. E. Mitchell: J. Am. Ceram. Soc. **77**(1994) 385-397.
- 3) R. G. Hoagland and J. D. Embury: J. Am. Ceram. Soc. **63**(1980) 404-410.
- 4) A. G. Evans and K. T. Faber: J. Am. Ceram. Soc. **64**(1981) 394-398.
- 5) H. Awaji, S-M. Choi and T. Ebisudani: J. Ceram. Soc. Japan **108**(2000) 611-613.
- 6) K. Niihara: J. Ceram. Soc. Japan **99**(1991) 974.
- 7) H. Awaji, S-M. Choi and E. Yagi: Mech. of Mater. **34**(2002) 411-422.
- 8) J. W. Hutchinson: J. Mech. Phys. Solids **16**(1968) 13-31.
- 9) J. R. Rice and G. F. Rosengren: J. Mech. Phys. Solids **16**(1968) 1-12.
- 10) H. Okamura: Introduction to linear Fracture Mechanics, (Baifukan, 1976) p. 76.
- 11) T. Miyata, A. Otuka, M. Mitsubayashi, T. Haze and S. Aihara: J. Soc. Mater. Sci. Japan **37**(1988) 897-903.
- 12) H. Awaji, S-M. Choi and D. D. Jayaseelan: J. Ceram. Soc. Japan **109**(2001) 591-595.
- 13) T. Matsunaga, U. Leela-adisorn, Y. Kobayashi, S-M. Choi and H. Awaji: J. Ceram. Soc. Japan **113**(2005) 123-125.
- 14) H. Awaji, T. Watanabe and Y. Sakaida: Ceram. Int. **18**(1992) 11-17.
- 15) H. Awaji, T. Watanabe, T. Yamada, Y. Sakaida, H. Tamiya and H. Nakagawa: Trans. Japan Soc. Mech. Engng. **525A**(1990) 1148-1153.
- 16) F. Wakai, S. Sakaguchi and S. Matsuno: J. Ceram. Soc. Japan **93**(1985) 479-480.
- 17) S. Usami, H. Kimoto, I. Takahashi and S. Sida: Eng. Fract. Mech. **23**(1986) 745-761.
- 18) H. Awaji and T. Kato: The Japan Inst. Metals **62**(1998) 735-741.
- 19) S-M. Choi and H. Awaji: Sci. and Tech. of Advanced Mater. **6**(2005) 2-10.