

# 88 レーザ熱衝撃試験によるセラミックスの破壊メカニズム

材料加工部 \*秋山繁、古谷典子  
群馬大学 天田重庚

## 1. まえがき

構造用セラミックスには、優れた熱抵抗特性を有するものがあり、高温あるいは高熱流束の環境下で最適な材料である。そのため、セラミックスの熱強度特性を研究することは、非常に重要である。近年、セラミックス表面にレーザパルスを照射して、構造用セラミックスの熱衝撃抵抗を評価する新しい手法<sup>1)</sup>が開発された。この手法は、従来から使用されている水中クエンチング試験に比べて、簡便、高熱流束、安定な熱伝達係数が維持できる等の優れた利点を有している。このレーザ照射法は、レーザビームの臨界破壊出力密度によって熱衝撃強度を評価するものである。

レーザ照射法におけるセラミックスの破壊メカニズムは、まだはっきりと解明されていない。しかし、熱衝撃によるセラミックスの破壊は、材料の内部に存在する欠陥から発生すると考えられる。このことは、熱衝撃強度が材料の破壊靭性値と密接に関連していることを意味する。そのため、この研究は、レーザ照射法による熱衝撃強度  $P_t$  とインデンテーション法による破壊靭性値  $K_{ic}$  及び熱衝撃破壊抵抗係数  $R'$  との関係を明らかにする。

## 2. レーザ照射による熱衝撃試験

炭酸ガス( $\text{CO}_2$ )レーザ照射による熱衝撃試験に用いたセラミックスは、 $\text{TiB}_2$ 、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 、 $\text{Cr}_3\text{C}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ 、MACOR（：商品名、 $\text{SiO}_2\text{-MgO-Al}_2\text{O}_5$ を主成分とするマシナブルセラミックス）である。試験片は、 $\text{TiB}_2$ のみ  $30 \times 30 \times 8$  mm の平板で、他は全て、直径 50 mm、高さ

10 mm の円板である。これらセラミックスの物理特性を表-1 に示す。

炭酸ガスレーザを用いた熱衝撃試験の構成を図-1 に表す。用いた試験機は、定格出力 1kW と 3kW の 2 台の炭酸ガスレーザで、ビームモードは、それぞれガウスモード( $\text{TEM}_{00}$ )とマルチモード( $\text{TEM}_{10}$ )である。試験片表面のディフォーカスなレーザビームのスポット径を 5、10、15、及び 20 mm と変化させ、レーザビームを連続発振で試験片表面に 1 秒間照射した後、自然空冷させた。

レーザビームを照射された円板形試験片モデルの温度分布と熱応力分布は、汎用の構造解析有限要素法プログラム MARC を用いて求めた。

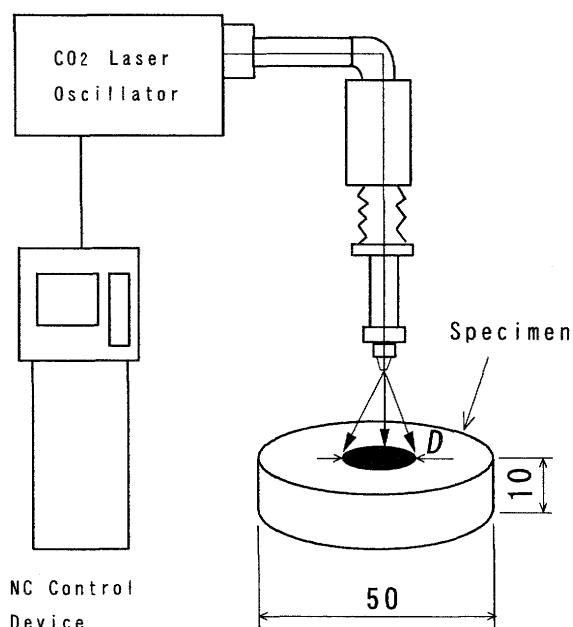


図-1 レーザ熱衝撃試験方法

表-1 計算に用いたセラミックスの物理特性

	TiB <sub>2</sub>	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·2SiO <sub>2</sub>	MACOR
Density (x10 <sup>3</sup> kg/m <sup>3</sup> )	4.40	3.20	6.50	3.90	3.10	2.52
Coefficient of thermal expansion (x10 <sup>-5</sup> /K)	0.76	0.32	1.16	0.81	0.50	1.14
Thermal conductivity [W/(m·K)]	79.6	17.0	12.0	8.37	6.0	1.46
Specific heat [x10 <sup>3</sup> J/(kg·K)]	0.712	0.500	0.553	0.796	0.750	0.790
Tensile strength (MPa)	318	396	225	226	167	112
Bending strength (MPa)	635	686	390	392	294	123
Compressive strength (MPa)	—	4,903	—	2,550	1,961	369
Young's modulus (GPa)	474	275	372	353	216	66.9
Poisson's ratio	0.09	0.27	0.245	0.25	0.3	0.29

用いた要素は、8節点四辺形軸対称要素で、モデル及び周囲の空気の初期温度は、20°Cとした。レーザ照射を受けたセラミックスに生じた応力が、引張強さ又は圧縮強さに達した時、材料が破壊すると仮定して、セラミックスの臨界破壊曲線<sup>2)</sup>が図-2のように得られた。それらは、試験片に破壊が生じる臨界出力密度  $P_c$  (W/mm<sup>2</sup>)と炭酸ガスレーザのスポット径  $D$  (mm)の関係を表している。破壊領域は、各曲線の上側である。MACOR の場合は、圧縮強さが、他のセラミックスと比較して極端に小さい<sup>3)</sup>ので、圧縮強さで破壊したと仮定して熱衝撃強度が評価でき、他は全て引張強さで評価できた。

臨界出力密度は、図-2に表されているように、スポット径が小さい領域では、急激な減少が見られ、スポット径が大きくなるに従って、それぞれ次第に漸近値に収束する。ここで、レーザ照射法による熱衝撃強度は、この漸近値、即ちレーザビームのスポット径に依存しない臨界出力密度の最小値  $P_t$  (W/mm<sup>2</sup>)によって定義できる。

表-2に解析値  $P_t$  と実験値  $P_c$  の値を示す。 $D = 20$  mmにおける Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> と Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> の実験から得られた臨界出力密度  $P_c$  は、理論計算から得られた  $P_t$  の値と比較して小さかった。その原因として、寸法効果とレーザ照射面の化学反応が考えられるが、さらに詳細な検討が必要である。TiB<sub>2</sub> の実験による臨界出力密度  $P_c$  は、必要な出力が、実験に用いたレーザの出力を超えるため、 $D > 20$  mm では得られなかった。

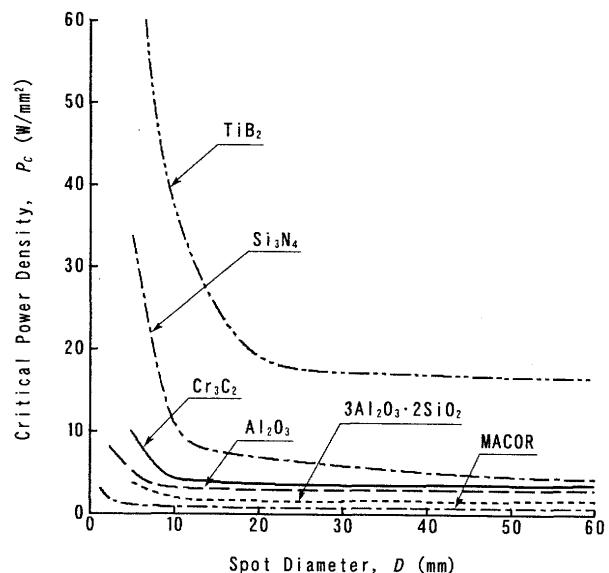


図-2 各種セラミックスの臨界破壊曲線

表-2 解析結果と実験結果

	$P_t$ (W/mm <sup>2</sup> )	$P_c$ (W/mm <sup>2</sup> )	
		[:D=10]	[:D=20]
TiB <sub>2</sub>	16.5	36.5	—
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	4.2	5.6	3.0
Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	3.4	3.3	2.2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.9	2.9	2.3
3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·2SiO <sub>2</sub>	1.5	1.9	1.5
MACOR	0.6	0.5	0.3

### 3. 破壊韌性値の測定

マイクロビッカース硬さ試験機を用いて、インデンテーション法により破壊韌性値を測定し

た。レーザ照射法により生じたき裂の寸法と比較することを考慮して、作用荷重 4.9 N と 9.8 N を採用した。き裂と圧痕の寸法は、それぞれ 7 点の平均値をとり、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて測定した。また、インデンテーション破壊の模式図を図-3 に示す。ここで、 $P$  は押し込み荷重、 $a$  は圧痕の対角線の半分の長さ、 $c$  は試験片表面のインデンテーションき裂の半分の長さ、 $l$  は  $c - a$  である。経験的に、破壊靱性値  $K_{Ic}$  は、 $c/a \leq 2.3 \sim 2.5$  の場合は浅い楕円状の表面型き裂（いわゆる Palmqvist crack）に対する式で評価され、 $c/a$  がそれ以上の場合はメジアンクラックに対する式で評価される<sup>4)</sup>。また、表面型き裂の場合、 $P$  は  $l$  に比例し、メジアンクラックの場合、 $c^{3/2}$  に比例する<sup>4)</sup>。本実験では、 $c/a \leq 2.3 \sim 2.5$ 、 $P \propto l$  であるので、 $K_{Ic}$  は Niihara らによる表面型き裂に対して提案された(1)式<sup>5)</sup>によって評価する。

$$K_{Ic} = 0.011E^{0.4}P^{0.6}a^{-0.7}(l/a)^{-0.5} \quad (1)$$

ただし、 $E$  はヤング率である。実験結果は、表-3 に示す。

#### 4. $P_t$ と $K_{Ic}$ の関係

セラミックスの破壊は、欠陥から発生するので、熱衝撃による破壊もまたそれらの欠陥から発生する。そのため、熱衝撃強度はセラミックスの破壊靱性値に関連すると考えられる。表-3 に示すレーザ照射法による熱衝撃強度  $P_t$  とインデンテーション法による破壊靱性値  $K_{Ic}$  の関係を図-4 に表す。両者は非常に強い相関性を示し、この結果からも前述のことが証明される。 $P_t$  と  $K_{Ic}$  の関係は、線形近似で表され、両者の関係は、(2)式の指數関数で与えられる。

$$P_t = 0.069 \cdot \exp(1.1 \cdot K_{Ic}) \quad (2)$$

よって、熱衝撃強度  $P_t$  は、破壊靱性値  $K_{Ic}$  から推定することができる。逆に、破壊靱性値  $K_{Ic}$  は、(3)式の自然対数関数で表せることができ、 $P_t$  から推定できる。

$$K_{Ic} = 2.43 + 0.909 \cdot \ln(P_t) \quad (3)$$

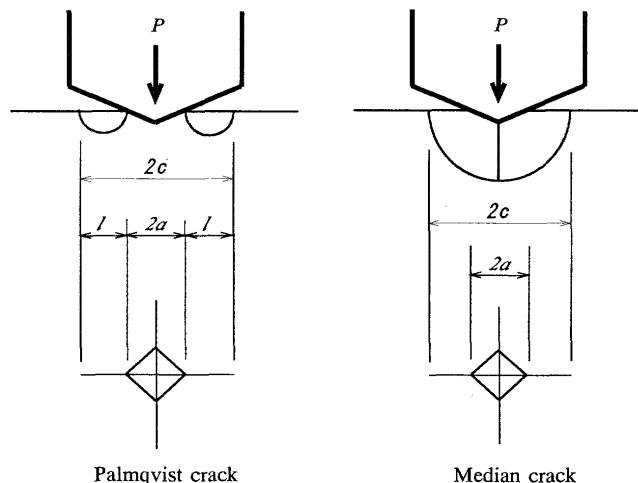


図-3 インデンテーション破壊の模式図

表-3  $K_{Ic}$  と  $P_t$  の比較

	$K_{Ic}$ (MPa·m <sup>1/2</sup> )	$P_t$ (W/mm <sup>2</sup> )
TiB <sub>2</sub>	4.53	16.5
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	4.22	4.2
Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	3.88	3.4
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.73	2.9
3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·2SiO <sub>2</sub>	2.22	1.5
MACOR	1.86	0.6

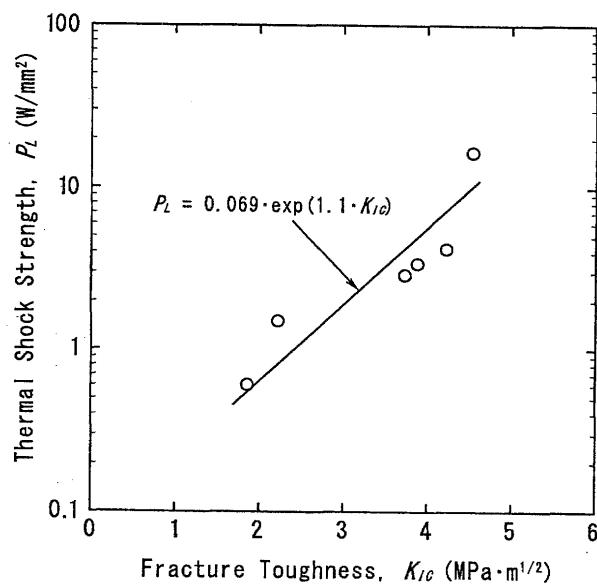


図-4  $P_t$  と  $K_{Ic}$  の関係

5.  $P_t$  と熱衝撃破壊抵抗係数  
熱衝撃がセラミックス中に存在する微小き裂

の成長を招き、それによる強度の低下が問題になる場合、セラミックスの耐熱衝撃性は、熱衝撃破壊抵抗によって評価される。一定熱流束加熱・冷却に対して、熱衝撃破壊抵抗係数  $R'$  は、(4)式<sup>6)</sup>で表される。

$$R' = k\sigma_f(1-v)/Ea \quad (4)$$

ただし、 $k$  は熱伝導率、 $\sigma_f$  は破壊強度、 $v$  はボアソン比、 $a$  は線膨張係数である。レーザ照射による熱衝撃強度  $P_L$  と熱衝撃破壊抵抗係数  $R'$  の関係を求め、図-5に表す。 $P_L$  は、両対数軸表示で  $R'$  と線形関係(5)式で表され、 $P_L \propto R'^{0.646}$  である。

$$P_L = 6.65 \times 10^2 \cdot R'^{0.646} \quad (5)$$

よって、 $P_L$  は、セラミックスの熱衝撃破壊抵抗を評価するパラメータと成り得ることがわかる。また、熱衝撃の程度が小さい場合には、 $\Delta T_c \propto R'$  の関係<sup>7)</sup>がある。従って、 $P_L \propto \Delta T_c^{0.646}$ となり、熱衝撃強度  $P_L$  は、セラミックスにおけるクエンチング法の臨界温度差  $\Delta T_c$ (°C)に相当する破壊クライテリオンであることがわかる。

## 6. 結論

レーザ照射法による熱衝撃試験とインデンテーション法による破壊韌性試験が、幾つかのセラミックスを用いて行われ、熱衝撃強度と破壊韌性値が得られた。両者の結果は、良い相関関係を示した。従って、熱衝撃強度は、セラミックスの破壊韌性値と密接な関係があると考えられる。得られた結果は、以下のように要約される。

- (1) レーザ照射によるセラミックスの熱衝撃強度は、 $P_L$  によって評価できる。
- (2) マイクロビッカース硬さ試験機を用いて、インデンテーション法により破壊韌性値  $K_{Ic}$  を評価した。
- (3)  $P_L$  と  $K_{Ic}$  の関係は、強い相関性を示し、両者の関係は(2)式の指數関数式によって表され、 $P_L$  は  $K_{Ic}$  によって推定できる。
- (4)  $P_L$  は、両対数軸表示で  $R'$  と線形関係(5)式で表され、セラミックスの熱衝撃破壊抵抗を評

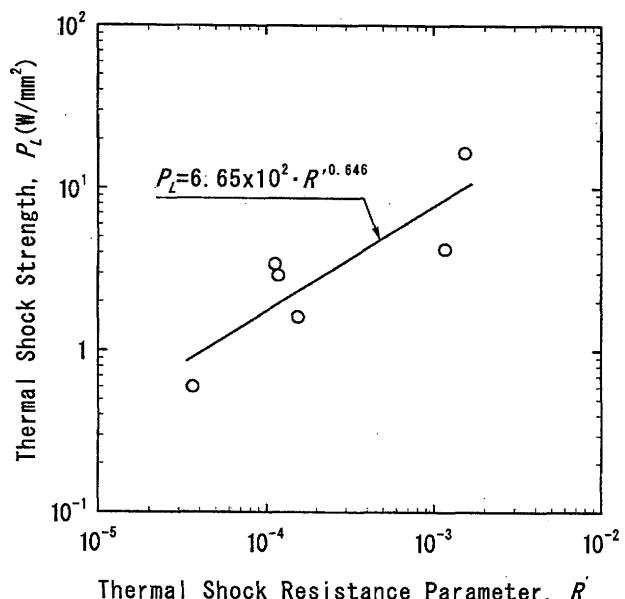


図-5 热衝撃強度  $P_L$  と热衝撃破壊抵抗係数  $R'$  の関係

価するパラメータと成り得る。

- (5) 热衝撃強度  $P_L$  は、セラミックスにおけるクエンチング法の臨界温度差  $\Delta T_c$ (°C)に相当する破壊クライテリオンである。

## 参考文献

- 1) 中川：熱応力緩和傾斜機能材料開発のための破壊強度評価に関する研究、東北大学修士論文、(1988).
- 2) 秋山、天田、千田、島田、古谷、矢野：炭化クロムセラミックスのレーザ熱衝撃強度に関する研究、66-645(2000), 186-192.
- 3) Akiyama, S. and Amada, S. : A New Method to Evaluate the Thermal Shock Resistance of Ceramics by Laser Pulse Irradiation, Fusion Technology, 23-4 (1993), 426-434.
- 4) 西田、安田：セラミックスの力学的特性評価、日刊工業新聞社、(1991), 83.
- 5) Niihara, K., Morena, R. and Hasselman, D.P.H., Journal Material Society Letters, 1-13 (1982).
- 6) 日本セラミックス協会編、セラミックスの機械的性質、(1988), 69-71.
- 7) 西田、安田：セラミックスの力学的特性評価、日刊工業新聞社、(1991), 222-224.