セラミックスの強度と破壊の統計的様相と確率モデル

豊田工業大学	〇上野 明
明石工業高等専門学校	境田彰芳
京都大学大学院エネルギー科学研究科	星出敏彦
愛媛大学工学部	岡部永年
石川島播磨重工業(株)	鈴木章彦

1. 緒 言

セラミックス材料の破壊は,材料の製造時に導入 される各種欠陥(空孔・介在物・異常成長粒子 等) ないしは、機械加工による成形時に導入される欠陥 (加工傷 等)を起点として起こる.これらの欠陥 の寸法は大きくばらつくため,破壊強度も通常の金 属材料と比較して非常に大きなばらつきを有する. また、セラミックスは典型的な脆性材料であり, 室 温では塑性変形しない.破壊靭性値は、高靭性化の 多くの試みが行われている現在でも依然として低い ため、 欠陥に大きな外力が作用すると, 損傷許容性 がないために、ほとんど瞬時に崩壊的に破壊する. このため、高強度・軽量・耐熱・耐摩耗等優れた特 性を有し構造材料として注目されているが,なかな か実用化されないのが現状である.以上の問題に対 処すべく、破壊強度のばらつきを統計的に評価し、 セラミックス材料の信頼性を保証する研究が数多く 行われている.本稿では、セラミックス材料を構造 材料として用いる場合の各種強度の確率分布特性 と、強度の信頼性を保証する上で有用となるであろ う代表的な確率モデルを紹介する.

2. 各種強度の確率分布特性

前述のように、セラミックスは一部の例外(非常 に急峻な応力勾配場の場合)を除き、材料中に含ま れる欠陥の内最大のものから破壊するため、最弱リ ンク説¹⁾が適用でき、極値統計論から最小値の漸近 分布(2重指数分布、ワイブル分布等)で整理でき ることになる²⁾.以下に、代表的な強度特性値の確 率分布特性を調べた具体例を示す.

2.1 曲げ強度の確率分布特性

単純形状の小さな寸法の試験片で強度を測定でき ることから、曲げ試験はセラミックスの強度評価に 最もよく用いられる.以下では、日本材料学会疲労 部門委員会セラミックス強度研究分科会がガス圧焼 結窒化ケイ素(日本特殊陶業(株)製EC-141)と常圧 焼結アルミナ((財)ファインセラミックスセンター 製リファセラム AL-1)を用いて行ったラウンドロ ビンテスト(以下 RRT)の結果^{3),4)}を紹介する.曲 げ強度に及ぼす研削仕上加工の影響を調べるため に、仕上研削は、#400砥石を用いたもの(Rough Finishing; RF材)と#800砥石を用いたもの(Fine Finishing; FF材)が設定され、最終的に得られた有 効なデータ数は、アルミナRF材287点、同FF材291 点、窒化ケイ素RF材281点、同FF材277点である.

Fig. 1は、窒化ケイ素RF材の曲げ強度をワイブル 確率紙にプロットした例である.累積破壊確率Fは F=(i-0.5)/n(i は順序数, n はサンプルサイズ)で算出した.各図中の実線は、次式で与えられる3母数ワイブル分布関数を示し、破線は式(1)の位置母数 $<math>c \ge 0 \ge$ 置いた2母数ワイブル分布関数を示す.位 置母数の推定には相関係数法を用いた.

$$F(x) = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{x-c}{b}\right)^a\right\} \qquad \qquad (1)$$

2 母数ワイブル分布よりも3 母数ワイブル分布を用 いた方が,曲げ強度のばらつきをより良く近似でき ることがわかる.FF材の結果も含めた解析結果を Table I に示す. FF材の位置母数は0に近いため, 2 母数ワイブルと3母数ワイブルの結果はほとんど等 しいが、位置母数推定の労をいとわなければ、3母 数ワイブル分布の方が優れていることがわかる.な お,セラミックスの強度のばらつきの指標としてよ く用いられるワイブル係数mは、2 母数ワイブル分 布関数における形状母数aと同じである.2母数ワ イブル分布の場合,この値が大きいほど強度のばら つきは小さいことを意味するが,表の値のように, 形状母数 a の値は 10 より小さい場合もあり、セラ ミックスの強度のばらつきは非常に大きいことがわ かる. なお, その他の負荷形式 (引張, ねじり, 圧 縮)および高温における破壊強度にも2母数ないし は3母数のワイブル分布がよく用いられる.



Fig. 1. Examples of Weibull plots of RRT data.

Table I.	Results	of statistical	analysis	of RRT	data
----------	---------	----------------	----------	--------	------

Classification	Sample size n	Shape parameter a	Scale parameter b (MPa)	Location parameter c (MPa)
Alumina RF	287	6.02 23.27	114.09 383.91	269.21
Alumina FF	291	21.08 21.10	381.98 382.23	0.25
Silicon nitride RF	281	5.52 8.28	713.74 997.55	282.07
Silicon nitride FF	277	9.06 9.07	1035.11 1035.66	0.55

2.2 破壊靭性値の確率分布特性

軸応力場におけるセラミックスの破壊は, 線形 破壊力学を適用すると,破壊の起点となる欠陥の応 力拡大係数がその材料の破壊靭性値K_wに達した時 に起こると考えられている. K_{IC}は材料定数的に扱 われるが,実際には製造ロットの違い等に起因する 素材特性の違いによりばらつく.K_{IC}の確率分布特 性を調べた研究はあまり多くないが、以下では田中 らの解析例を紹介する.田中ら⁵は,BI法で予き裂 を導入したJIS曲げ試験片を用いてSEPB法により、 室温および高温で常圧焼結窒化ケイ素のK_{IC}を測定 した. Fig.2は実験結果を正規確率紙にプロットし た例である.ワイブル確率紙上でもプロットはほぼ 直線にのることから,破壊靭性値は,正規分布ない しは2母数ワイブル分布でよく近似され,特に3母 数ワイブル分布を用いる優位性はないと述べてい る.2 母数ワイブル分布で近似した場合の形状母数 a (ワイブル係数 m) は, 室温で 40.11, 1000℃と 1200℃ではそれぞれ37.45と21.09であり, 温度上昇 とともにばらつきは増えるものの, Table I, IIの結果 と比較すると、K_{IC}のばらつきは非常に少なく、強 度のばらつきに与える影響は少ないと考えられる. なお,他の例では、3 母数ワイブル分布の適合性が 良いという報告のもある.

2.3 疲労寿命の確率分布特性

前項の破壊強度と同様, セラミックスの場合, 疲 労寿命のばらつきは非常に大きいことが知られてお り,疲労寿命の確率分布特性を調べた研究は多い. 以下では、

酒井らⁿが常圧焼結アルミナ製の試験片 を用いて片持ち式の回転曲げ疲労試験を行って繰返 し疲労寿命分布を調べた例を示す.Fig.3は、5応 カレベルで得られた破断寿命をワイブル確率紙にプ ロットした例である. 図中の曲線はそれぞれ, 式(1) の3母数ワイブル分布関数を示す.負荷応力の大小 にかかわらず、3母数ワイブル分布でよく近似でき ることがわかる、なお、Table IIに2 母数ワイブル分 布を適用した場合を含めた解析パラメータを示す. この場合も形状母数は寿命のばらつきの度合いの指 標となるが、先のTable Iの値よりも形状母数はさら に小さく, Fig.3からもわかるように, 寿命は5桁 以上にもおよぶ極めて大きなばらつきを伴うことが わかる、なお、静疲労寿命、その他の負荷形式およ び高温における結果もおおむね同じ傾向を示す.







Fig. 3. Example of fatigue life distribution in alumina. Table II. Results of statistical analysis of *P-S-N* data.

Applied stress $\sigma(MPa)$	Shape	Scale	Location
	parameter	parameter	parameter
	a	b (cycles)	c (cycles)
127	0.228	7.52×10 ⁶	5.95×10 ²
	0.300	5.78×10 ⁶	-
148	0.239	1.83×10 ⁶	5.41 × 10 ²
	0.320	1.87×10 ⁶	-
169	0.292	1.21×10 ⁶	2.66×10 ¹
	0.342	1.18×10 ⁶	-
191	0.405	4.44×10 ⁶	5.91×10 ²
	0.566	4.57×10 ⁶	-
212	0.481 0.686	4.02×10 ⁶ 4.38×10 ⁶	1.24×10 ²

3.破壊強度の確率モデル

セラミックスの破壊強度を推定するには、(1)材 料に含まれる各種欠陥部でき裂が発生し、(2)き裂 が安定成長を経て、(3)臨界き裂長さに達した後不 安定破壊するという過程を考えればよい.疲労寿命 推定を例にとると、一般的に以下のように表式化す る手法が用いられている⁸⁾.すなわち、セラミック スが破断する過程のほとんどがき裂進展寿命で占め られると仮定することで、材料中の最も大きな(危 険な)1つのき裂が成長する時の成長速度 da/dt (な いしはda/dN)と応力拡大係数K₁の関係を時間t で積 分することで近似的に、

$$t_{\rm f} = \frac{2}{AY^n (n-2) \sigma^n} a_{\rm i}^{(2-n)/2} \quad \dots \quad (2)$$

が得られる.式(2)の両辺の対数をとると,

$$\log t_{\rm f} = {\rm const.} - n \log \sigma \quad \dots \quad (3)$$

となるため,応力-寿命(S-*t*, S-N)線図は右下がりに なり,その傾きはき裂進展指数の逆数1/nと等しい とされている。さて,前項で述べたようにセラミッ クスの寿命は大きくばらつくが,以上の議論では寿 命のばらつきを表現できない.これは,以上の議論 が全て決定論的に論じられているからである.寿命 のばらつきを定式化するためには,確率論的な議論 を導入する必要があるが,確率論を導入できるのは 主として,(i)初期欠陥(き裂)寸法,(ii)き裂が発 生するまでの過程ないしはき裂進展過程(速度)で ある.寿命のばらつきを確率・統計的手法を用いて 整理した研究は多いが,本稿の主題の一つである 「確率モデル」を議論している研究は必ずしも多く ないが、以下では代表的な研究例を紹介する.

3.1 平田の研究^{9),10)}

平田はガラスのき裂発生寿命を調べる実験を通し て、き裂発生寿命がばらつくことを見出した.この ばらつきは、個々の試験片の同一性が完全に実現し 得ないということだけからは説明し難く、個体の破 壊に関しても化学反応論的考察が必要であると考 え、以下に示す検討を行った.

まず,実験開始後t時間までにき裂が発生しない 確率 p(t) が,

$$p(t) = \exp(-mt) \qquad \dots \qquad (4)$$

で表されることを見出した.mは実験結果から,Fig. 4に示すように応力 σの関数として,

$$m = A \cdot \exp(\alpha \cdot \sigma) \qquad \dots \qquad (5)$$

と表される.

一方, ガラスのき裂発生過程を化学反応論的に考 察すると, ガラスの分子構造を断ち切るために必要 な活性化エネルギーを E_0 , 外部応力 σ によってガラ ス分子に加えられるエネルギーをE, エネルギーEは近似的に応力 σ に比例 ($E = \beta \sigma$) すると仮定する と, 前出の実験式(5) と同じ形の次式を得る.

$$m = A \cdot \exp(\alpha \cdot \sigma) \qquad \dots \qquad (6)$$
$$A = a \cdot \exp(-E_0/kT)$$
$$\alpha = \beta/kT$$

以上の考えを用いて一定荷重速度試験で得られる 破壊強度の確率分布を導出できる.すなわち, **σ=K**t と表し p(t) を求めると

を得る.時刻 $t \sim t + dt$ 間のき裂発生確率q(t)は,

$$q(t) = -\frac{dp(t)}{dt} = m \cdot p(t) \qquad \dots \qquad (8)$$

で与えられるので,式(6),(7)および $Kt=\sigma$ の関係を 用いることにより,一定荷重速度試験による破断応 力の確率密度が応力 σ の関数として,

$$\varphi(\sigma) = A \exp(\alpha \sigma) \exp\left[\frac{A}{\alpha K} \{1 - \exp(\alpha \sigma)\}\right] \quad \dots \quad (9)$$

して与えられる.なお,式(9)は2重指数分布の密 度関数と同形である.

3.2 青木と坂田の研究^{11),12)}

青木と坂田は、セラミックス等の脆性材料の静疲 労を論じるためにガラスを用いた静疲労試験を行



Fig. 4. Relationship between stress and delay time for crack initiation.

い、その結果をき裂成長を確率過程としたモデルを 用いて評価している。時間 t とともに変化しない一 様な一軸引張応力 σ を受ける単位要素 ΔV を考える。 ΔV 内に含まれるき裂は互いに干渉せず、単位要素 中のき裂の数の平均値をaとする。静疲労試験中に 新たなき裂が発生しないと仮定すると、安定き裂成 長過程はマルコフ過程でモデル化でき、Kolmogorov 方程式を解くことにより解が得られる¹³⁾. $P_i(\sigma, t)$ を応力 σ の下で時刻tにおけるき裂長さLが長さ l_j $(j=1, 2, \dots \infty)$ に等しくなる確率とおくと、

$$dP_1(\sigma, t)/dt = -\lambda_1 \cdot P_1(\sigma, t)$$

$$dP_2(\sigma, t)/dt = -\lambda_2 \cdot P_2(\sigma, t) + \lambda_1 \cdot P_1(\sigma, t)$$

.

$$dP_{j}(\sigma, t)/dt = -\lambda_{j} \cdot P_{j}(\sigma, t) + \lambda_{j-1} \cdot P_{j-1}(\sigma, t) \quad \cdots \quad (10)$$

が得られる.上式における λ_i は遷移確率であり, l_i の関数 $A(l_i)$,長さ l_i のき裂の応力拡大係数を K_j , δ を定数として,

$$\lambda_{j} \begin{cases} = 0 & (0 \le j \le s) \\ = A(l_{j}) K_{j}^{\delta} & (s+1 \le j \le n) \\ = 0 & (j=n+1) \end{cases}$$
(11)

で与えられ,式(10)を解くことにより,時刻tにお けるき裂長さの確率 $P_i(\sigma,t)$ は,次式で与えられる.

$$P_{j}(\sigma, t) = P_{1}(\sigma, 0) \cdot (\lambda_{1} \ \lambda_{2}, \dots, \lambda_{j-1}) \cdot \sum_{k=1}^{J} \frac{\exp(-\lambda_{k} t)}{\prod_{j'=1, j'\neq k}^{j} (\lambda_{j'} - \lambda_{k})}$$
$$+ P_{2}(\sigma, 0) \cdot (\lambda_{2} \ \lambda_{3}, \dots, \lambda_{j-1}) \cdot \sum_{k=2}^{j} \frac{\exp(-\lambda_{k} t)}{\prod_{j'=2, j'\neq k}^{j} (\lambda_{j'} - \lambda_{k})}$$

+ *P*(σ, 0) exp(- λ, t) ... (12) 次に微小き裂は時間の経過とともに成長し, その

火に破小さ裂は時間の経過とともに成長し、その 中の一つがGriffithの破壊条件を満足した時に要素 が壊れると仮定する. $\alpha\Delta V$ 本のき裂を含む要素が壊 れない確率は、時刻tにおけるき裂長さの分布 $P_j(\sigma, t)$ を用いて乗法定理¹⁾により、

$$\left\{\sum_{j=1}^{n} P_{j}(\sigma, t)\right\}^{\alpha \Delta V} \dots \qquad (13)$$

が得られる.ここでnは整数であり,Griffithの条件 を満足する最大(臨界)き裂長さに満たない最大の き裂長さに割り当てられる順序数である.したがっ て,任意の要素の破壊強度の時間依存型確率分布関 数 $F_{x}(\sigma,t)$ は、次式で与えることができる.

$$F_{\Sigma}(\sigma, t) = 1 - \exp\left\{-\sum_{j=n+1}^{\infty} P_j(\sigma, t) \cdot \alpha \Delta V\right\} \quad \dots \quad (14)$$

式(14)をさらに簡略化すると最終的な式が得られる.例えば、試験片幅w,内側スパン間距離1の4 点曲げによる破壊確率は、

$$F_{\Sigma}(\sigma, t) = 1 - \exp\left\{-w l\left(\frac{\sigma}{\sigma_{0}}\right)^{2\varepsilon} \left(a + b e^{-\alpha_{1}t} + c e^{-\alpha_{2}t}\right)\right\} \dots (15)$$
$$a = \left(\frac{K_{\rm ISCC}}{K_{\rm C}}\right)^{-2\varepsilon}, \ b = \varepsilon B l_{1} K_{\rm C}^{\delta}, \ c = 1 - \left(\frac{K_{\rm ISCC}}{K_{\rm C}}\right)^{-2\varepsilon} - \varepsilon B l_{1} K_{\rm C}^{\delta}$$
$$k \neq \zeta_{\rm C}$$

-407-



Fig. 5. Probability of survival vs. time for 4-point bending static fatigue test.

Fig. 5 は 4 点曲げの静疲労試験結果である. 図中 の実線は式(15)を示し,実験点とよく一致する. な お,式(15)は 2 母数ワイブル分布の分布関数と同じ 形である.

3.3 岡部らの研究(統一評価法)¹⁵⁾

岡部らは構造用セラミックスに特有な強度特性を 網羅すべく,統一的評価方法を提案した.一定温度 下で大きさaの初期欠陥から発生するき裂の成長速 度は,次式で表わされる.

$$da/dt = C \cdot K_{\text{Imax}}^n = C \left(\phi \sigma \sqrt{\pi a}\right)^n \quad \dots \quad (16)$$

(σは負荷応力, φは形状補正係数, nはき裂進展指数) セラミックスを多くの要素に分割し,各要素にかか る応力は均一であると仮定し,本節の最初で述べた のと同じ手法で応力と破断時間の関係を求めると,

$$\sigma_{j\max}^{n} t_{\text{eff}} = B \left(\frac{1}{\sqrt{a_j}} \right)^{n-2} \qquad (17)$$

となる.ここで、 $B=2/{(n-2)C(\phi \pi)}, \sigma_{jmax} \geq a_j$ はそれぞれ要素 jの最大主応力と最大欠陥寸法であり、 有効保持時間 t_{eff} は次のように定義できる.

$$t_{\text{eff}} = \int_{0}^{t_{\text{f}}} \left\{ \frac{\sigma_{j}(t)}{\sigma_{j\max}} \right\}^{n} dt \qquad \dots \qquad (18)$$

また,セラミックスの不活性強度がワイブル係数m の2母数ワイブル分布に従うと仮定すると,a_jの分 布関数は,

$$F(a_j) = \exp\left\{-\left(\frac{a_j}{a_0}\right)^{-m/2}\right\} \qquad (19)$$

となる. 式(18)と式(19)から, oⁿmaxleff がある値より 大きくなる確率*R*,は

$$R_{j} = \exp\left[-\left(\frac{1}{a_{0}}\left(\frac{B}{\sigma_{j\max}^{n}t_{eff}}\right)^{\frac{2}{n-2}}\right)^{\frac{m}{2}}\right]$$
$$= \exp\left\{-b_{0}\left(\sigma_{j\max}^{n}t_{eff}\right)^{\frac{m}{n-2}}\right\} \qquad \dots \qquad (20)$$

となる.上式でboは材料に依存する定数である.

以上の考えに最弱リンク説¹⁾を適用し,一軸応力 を受ける全要素の非破壊確率Rを計算する.要素に 作用する応力の最大値を σ_{jmax} とすると, t_{eff} は各要 素に対して同じ値となるため,

$$R = \exp\left\{-b_0\left(\sigma_{\max}^n t_{\text{eff}}\right)^{\frac{m}{n-2}} \int_V \left(\frac{\sigma_{j\max}}{\sigma_{\max}}\right)^{\frac{m}{n-2}} dV\right\} \qquad \dots \qquad (21)$$



Fig. 6. Example of unified estimation method for strength of Si_3N_4 .

となる.したがって,要素全体の破壊確率 P_fは,

$$P_{\rm f} = 1 - R = 1 - \exp\left\{-b_0\left(\sigma_{\rm max}^n t_{\rm eff}\right)^{\frac{m}{n-2}} V_{\rm eff}\right\}$$
$$= 1 - \exp\left[-\left\{\frac{\sigma_{\rm max}t_{\rm eff}^{1/n} V_{\rm eff}^{(n-2)/mn}}{\sigma_0}\right\}^{\frac{mn}{n-2}}\right] \qquad \dots \qquad (22)^{\frac{m}{n-2}}$$

となり、2 母数ワイブル分布の分布関数と同じ形の 式が得られる. なお、セラミックスのき裂進展指数 n が十分大きい (20~100) ことを考慮すると、式 (22) は式(23) のように簡単になる.

$$P_{\rm f} = 1 - \exp\left[-\left\langle\frac{\sigma_{\rm max} t_{\rm eff}^{1/n} V_{\rm eff}^{1/m}}{\sigma_0}\right\rangle^m\right] \qquad \dots \qquad (23)$$

よって,通常の破壊応力を用いる代わりに,次式で 定義される基準化応力を用いればよい.

$$\widetilde{\sigma}_{\rm f} = \sigma_{\rm f} t_{\rm eff}^{1/n} V_{\rm eff}^{1/m} \qquad \dots \qquad (24)$$

Fig.6は,統一評価法を適用した例である.2.2 節で述べたように,セラミックスの破断寿命は非常 にばらつくが,異なる実験条件のデータが本手法を 用いることにより,統一的に評価できることがわか る.

4. まとめ

以上, セラミックス等の脆性材料の破壊強度のば らつきを統計的に評価する上での代表的な手法を概 説した. 紙面の制約で十分に論じられていない点が 多々あるが, 同種の評価を試みられる方々の参考に なれば幸いである.

参考文献

- (1)上野, 中島, 中易, 機械の研究, 48, p.879 (1996).
- (2)田中,機械の研究,48,p.989 (1996).
- (3) 委員会報告「セラミックス共通試料の曲げ強度に関するラ ウンドロビンテスト」,材料, 44, p.249 (1995).
- (4) "Ceramics Strength Database", JSMS (1996).
- (5) 酒井, 田中, 材料, 31, p.941 (1982).
- (6) 田中, 岡部, 境田, 中山, 材料, 38, p.261 (1989).
- (7)田中,今道,中山,材料,44,p.755 (1995).
- (8) T. Sakai and T. Hoshide, CJMR Vol.14, p.189 (1995).
- (9) 例えば,西田俊彦,安田祭一編著,「セラミックスの力学的 特性評価」,4章(1986)日刊工業新聞社.
- (10)平田,機械の研究, 1, p.231 (1949).
- (11)平田, 統計数理研究, 3, p.57 (1949).
- (12) S. Aoki and M. Sakata, Int. J. Fract., 16, p.459 (1980).
- (13) S. Aoki, I. Ohta, H. Ohnabe and M. Sakata, Int. J. Fract., 21, p.285 (1983).
- (14) 酒井, 菅田, 機械の研究, 49, p.67 (1997).
- (15) N. Okabe and H. Hirata, CJMR Vol.14, p.245 (1995).