

養成技術者の研究・研修成果等

1. 養成技術者氏名：曹 剣 武 印／署名

2. 養成カリキュラム名：シナジーセラミックスの研究開発

3. 養成カリキュラムの達成状況

曹フェローが従事しているカリキュラムの開発目標は次の通りである。

・制御された不均質構造を有するセラミックス部材の微小領域における応力測定技術および破壊挙動評価技術開発。

・部材中のマクロな応力分布と破壊形態を解析・評価の実施。

・ミクロンオーダーの応力状態等の情報を解析し、得られたミクロ特性情報をマクロな部材としての変形・破壊に結びつけるミクロ・マクロブリッジング技術の開発。

・不均質セラミックス部材の破壊予測を可能とする部材設計技術の開発。

曹フェローは、不均質セラミックス部材の静的荷重下の即時破壊を予測する評価技術を開発を中心に、ミクロ破壊解析技術、ミクロ・マクロ応力評価技術を開発するための要素技術開発、不均質材料微構造の計算モデル化技術の開発、および破壊予測技術検証のための破壊実験技術の開発に従事している。

曹フェローが開発したミクロ・マクロ応力を同時解析可能な均質化法による微視応力解析ソフトや、有限要素法による微視破壊挙動予測方法を組み合わせて予測評価技術として確立することにより、カリキュラムの開発目標である、制御された不均質構造を有するセラミックス部材の微小領域における応力測定技術および破壊挙動評価技術を完成させた。と同時に、微視き裂進展のその場観察やRカーブ挙動の実測技術の開発、セラミックスの結晶粒子オーダーの構造のモデル化等、実測評価技術も開発した。

今期はセラミックス多結晶体の静的破壊時における結晶粒界での微視き裂発生・進展クライテリアを提案し、これまで開発してきた結晶粒子径状や分布等セラミックス材料微構造を反映した応力解析技術と融合し、微視き裂進展シミュレーション技術として完成させた。さらに開発技術の優位性の検証を実施した。具体的には、前期に作成したアルミナ基の多孔体と緻密体の2層構造を有するモデル部材の曲げ試験を実施すると共に、その結晶形状と孔形状を同時に反映した微小部計算モデルを構築し、微視き裂進展シミュレーションを実施するとともに、同部材の破壊試験結果とシミュレーション結果を比較することにより、開発技術が有効であることを確認した。

4. 成果

(1) 静的破壊挙動シミュレーション技術の必要性

近年、微構造の制御によるセラミックスの多機能性化、高靱化をはかる材料開発が盛んだが、このような材料の破壊挙動と微構造の関係を把握することは重要である¹⁾。

多結晶セラミックスの破壊様相は、クラックが結晶粒界に沿って進展する粒界破壊 (Intergranular Fracture) と結晶粒内のへき開面などの特定の面に沿って進展する粒内破壊 (Transgranular Fracture) に分類することができる。一般にセラミックスにおいては粒内の強度はかなり高く、安定しているが、粒界の強度は焼結方法、添加物、温度などにより著しく異なっている。これらの粒界の評価、粒界破壊シミュレーション及び材料の破壊挙動の予測技術は、材料設計と寿命予測技術向上のために必要である。本研究では、多結晶体内を進行する脆性クラックの微視的モデル及び解析方法を提案し、多結晶セラミックスの不均質な微構造を考慮し、モデル部材の微構造とマイクロ領域の応力分布計算結果を反映したマイクロき裂の発生と静的破壊挙動シミュレーション技術を開発した。

(2) 開発した静的破壊挙動シミュレーション技術

これまで提案してきたき裂進展のクライテリアを粒界破壊を想定した混合モードに拡張し、微視き裂の発生、多数き裂の相互作用及びき裂進展シミュレーションを行った。モデル材料は透光性多結晶アルミナを選び、混合モード破壊と、平均応力の破壊評価クライテリアを有限要素法解析に適用する上での問題点の検討とその理論的な検討をおこなった。

不均質微構造を有するセラミックス材料のマイクロ・マクロブリッジング技術を開発するために、微構造を直接考慮した粒子分散セラミックスの微視き裂を反映できるマイクロモデルと4点曲げマクロモデルを構築し、マイクロ・マクロブリッジング解析手法を開発した。

多結晶アルミナの結晶レベルの微構造を反映したマイクロモデルと、曲げ試験片を模擬したマクロモデルを用い、有限要素法による応力解析とき裂発生、進展クライテリアを組み合わせる破壊シミュレーションを実施した。透光性多結晶アルミナの微構造を直接2次元有限要素モデル化しマイクロモデルとした。マイクロモデル中のアルミナの結晶粒子の結晶方位情報は、結晶粒子毎にランダムに設定した。マクロモデルは、断面が3×4mm、長さ30mmの矩形の試験片形状を2次元有限要素モデル化した。マクロモデルへの応力負荷条件は、内スパン10mm、外スパン30mmの4点曲げとした。マクロモデルの高引張り応力部位の境界条件をマイクロモデルに設定し、マイクロモデル内の粒界破壊を想定したき裂の発生と進展シミュレーションをマイクロモデルで実施すると同時に、その結果をマクロモデルに反映し、マイクロ挙動とマクロ挙動の関係について検討した。

マイクロモデルは試作したアルミナ多孔体の微構造を光学顕微鏡観察し、その写真をもとに微構造を直接考慮したマイクロ構造モデルを作成した。モデルのサイズは300×300 μm で、モデルに含まれる粒子の平均粒径は4.0 μm である。このモデルに直径約50 μm の孔を設けアルミナ多孔体の微構造を模擬したマイクロモデル(図1)を作成し解析を実施した。なお、マイクロモデルにおいて単結晶アルミナの弾性定数は文献値を用いた⁷⁾。マクロモデルの物性値は、実測値(ヤング率 $E=340\text{GPa}$ 、 $\nu=0.24$)を使用した。計算に用いたマクロ構造モデルを図2に示す。各粒界の応力計算は市販の有限要素法解析ソフト(ANSYS)を基に、自動計算用マクロプログラムを構築して連続計算を行った。

図3に計算した結果を示す。マイクロモデル中のき裂発生は、微視き裂が孔の周りで生成し、最初の主き裂も孔を起点に形成された。最終的に、孔を貫通したようにき裂進展する結果となった。この結果は破壊力学の一般的な考え方に照らし合わせても妥当と判断できる。

微視き裂の発生位置から考える場合、微視き裂は、孔の周りで分散して発生し、その後しだいに結合して、主き裂になると予測された。微視き裂の発生および進展ごとに、マクロモデルへの負荷荷重を計算し、外部の負荷荷重と見かけき裂長さの関係をマクロ破壊挙動として図4に示す。このき裂発生と進展のメカニズムをマクロ破壊挙動の結果と対比すると、最初の微視き裂の発生段階では外部負荷の変化は小さく、その後の負荷の増加により微視き裂の結合と進展が発生し、荷重が急

激に減少している。主き裂の生成に伴い、材料の即時破壊が起こることという解析結果となった。

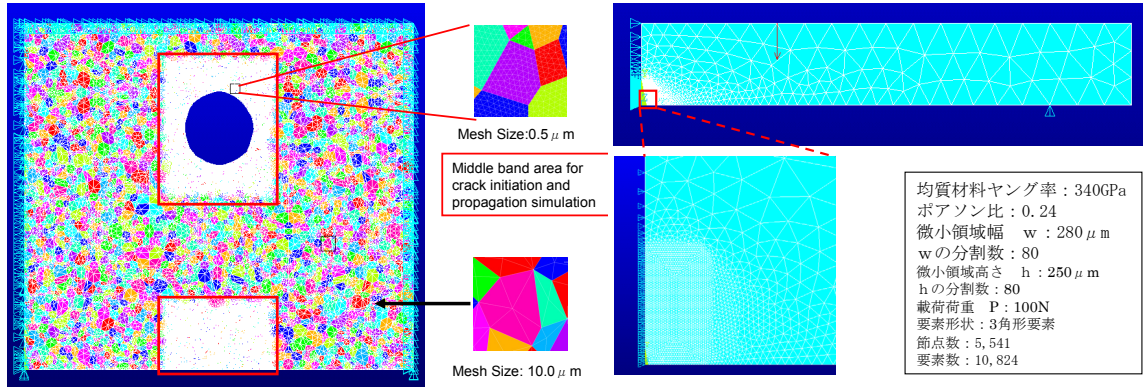


図1 ミクロモデル

図2 マクロモデル (4点曲げ対称モデル)

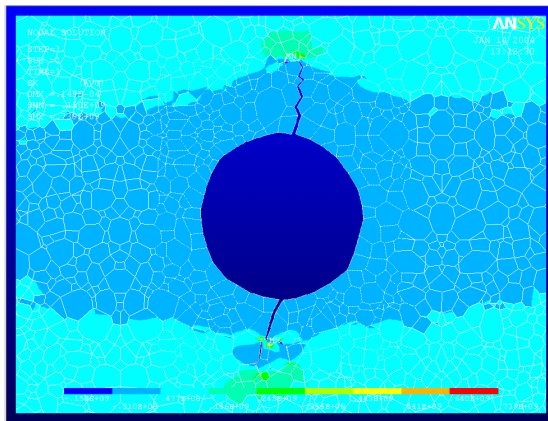


図3 微視き裂進展シミュレーション結果

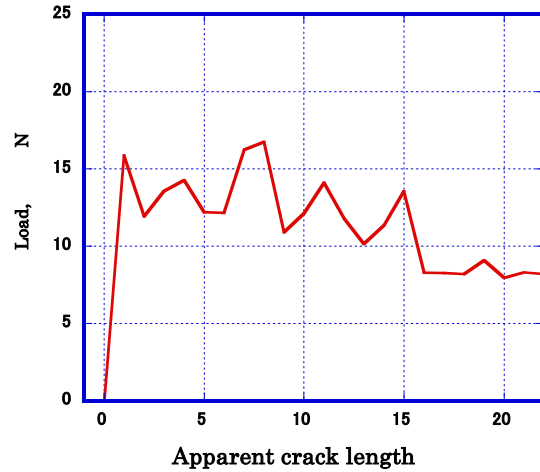


図4 マクロモデル負荷応力と微視き裂進展の関係

参考文献

- 1) M. Sakai and R. C. Bradt, International Materials Reviews, 38, 53-77 (1993).
- 2) H. W. Westergard, Trans. ASTM. J. Appl. Mech., 61, A-49-A53(1973).
- 3) D. Singh and D. Shetty, J. Am. Ceram. Soc., 72[1], 78-84(1989).
- 4) M. Li and M. Sakai, J. Am. Ceram. Soc., 79[10], 2718-2726(1996).
- 5) H. Awaji, T. Kato, S. Honda and T. Nishikawa, J. Ceram. Soc. Japan, 107[10], 918-924 (1999).
- 6) 都井 裕、清末 考範、日本機械学会論文集 (A 編)、62, 1488-1495(1996).
- 7) J. B. Wachtman, W. E. Tefft, D. G. Lam and R.P. Stinchfield, J. Res. Natl. Bur. Std, 64A, 213(1960).

5. 成果の対外的発表等

(1) 論文発表

- 1) J. Cao, Y. Sakaida, M. Matsui, "Modeling and microcrack growth simulation of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ceramics", Mechanics and Material engineering for science and experiments, 234-237(2001).
- 2) J. Cao, Y. Sakaida, Y. Nagano, H. Kawamoto, "Simulation of Polycrystalline Ceramics with Micro-Crackes", MRS, 2002 Spring Meeting Proceedings(2002).
- 3) J. Cao, H. Kawamoto, "The influence of micro-crack interaction on the strength of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ceramics", IFAMST 3rd International Forum on Advanced Material Science and Technology, June, 90-93(2002).
- 4) J. Cao, A. Okada, N. Hirosaki, "Creep and stress-rupture behavior of $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-NdO}_3$ -doped silicon nitrides with different additive contents", Journal of European Ceramic Society, 22, 237-245(2002).
- 5) J. Cao, A. Okada, N. Hirosaki, "Tensile creep behavior of ytterbium silicon oxynitride-silicon nitride ceramic", Journal of European Ceramic Society, 22, 769-775(2002).
- 6) J. Cao, Y. Sakaida, M. Matsui, "Microscopic simulation of microcrack propagation in $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ceramic composites", Ceram. Eng. Sci. Proc., 22(3), 299-306(2002).
- 7) J. Cao, Y. Nagano and H. Kawamoto, "Microscopic Modeling and Grain Boundary Crack Propagation Simulation of Al_2O_3 ceramics", Proceedings of Ceram. 9th International Conference on the Mechanical Behaviour of Materials(ICM9) (2003).
- 8) J. Cao, Y. Nagano, Y. Sakaida and H. Kawamoto, "Grain level modeling and simulations of crack propagation in polycrystalline ceramics", Proceedings of Int. Confe. On Advanced Technology in Experimental (ATEM'03)(2003).
- 9) J. Cao, A. Okada, and N. Hirosaki, "Grain boundary microstructure and tensile creep behavior of a $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Nd}_3$ -doped silicon nitride," Materials Science and Engineering A, Accepted.2003.
- 10) J. Cao, A. Okada, and N. Hirosaki, "Tensile creep behavior and oxidative degradation of silicon nitrides with different additive contents at 1300°C," Materials Science and Engineering A, Accepted. 2003.

(2) 口頭発表

- 1) 曹劍武, "破壊挙動予測技術", 第7回シナジーセラミックスシンポジウム, ファインセラミックス技術研究組合, 2003年2月6日, 東京都(2003).
- 2) 曹劍武, 永納保男, 坂井田喜久, 河本洋, "シミュレーションによるアルミナのマイクロ破壊及びマクロ破壊挙動予測", 日本材料学会第52期学術講演会, 2003年5月18日, 東京都(2003).
- 3) J. Cao, Y. Nagano and H. Kawamoto, "Microscopic Modeling and Grain Boundary Crack Propagation Simulation of Al_2O_3 ceramics", Ceram. 9th International Conference on the Mechanical Behaviour of Materials(ICM9), May 25-29, 2003, Geneva, Switzerland(2003).
- 4) J. Cao, Y. Nagano, Y. Sakaida and H. Kawamoto, "Grain level modeling and simulations of crack propagation in polycrystalline ceramics", Int. Confe. On Advanced Technology in Experimental (ATEM'03), Sep. 11, 2003, Nagoya, Japan(2003).
- 5) J. Cao, Y. Nagano, Y. Sakaida and H. Kawamoto, "Microscopic Crack Simulations and Macro Fracture Behavior of Alumina Ceramics, The 5th International Meeting of Pacific Rim Ceramic Societies (PacRim5), Sep 30, 2003, Nagoya, Japan(2003).
- 6) J. Cao, N. Hirosaki, S. Nishimura, Y. Yamamoto, Y. Takigawa and H. Kawamoto, "Creep Fracture Behavior of Lu_2O_3 Doped Silicon Nitrides at Elevated Temperature in Air", 4th International Symposium on Nitrides, Nov. 17, 2003, Mons, Belgium(2003).

(3) 特許等

なし