



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	薄片化した α -アルミナの応力拡大係数と亀裂進展挙動
Author(s)	松尾, 孟; 海江田, 裕介; 児嶋, 伸浩 他
Citation	日本金属学会誌, 74(1), 24-29 https://doi.org/10.2320/jinstmet.74.24
Issue Date	2010-01
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/75540
Type	journal article
File Information	J. Jpn Inst. Metal 74(1) 24.pdf



薄片化した α -アルミナの応力拡大係数と亀裂進展挙動

松尾 孟^{1,*1} 海江田裕介^{1,*2} 児嶋 伸浩^{1,*3}
池田 賢一² 波多 聡² 中島 英治²

¹九州大学大学院総合理工学府

²九州大学大学院総合理工学研究院

J. Japan Inst. Metals, Vol. 74, No. 1 (2010), pp. 24-29

© 2010 The Japan Institute of Metals

Stress Intensity Factor and Crack Propagation Behavior of Thin α -Alumina

Hajime Matsuo^{1,*1}, Yusuke Kaieda^{1,*2}, Nobuhiro Kojima^{1,*3},
Ken-ichi Ikeda², Satoshi Hata² and Hideharu Nakashima²

¹Interdisciplinary Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University, Kasuga 816-8580

²Faculty of Engineering Sciences, Kyushu University, Kasuga 816-8580

This paper reports the mechanical property and crack propagation behavior of thin ceramics. A method to evaluate the stress intensity factor, K_I , of thin ceramics was proposed. Dependence of K_I values on the average grain size, d , of thin α -alumina were measured by the method. K_I values of thin α -alumina decreased with increasing d values from 4.3 μm to 15.2 μm , while the K_I values were almost constant for 15.2 $\mu\text{m} \leq d \leq 63.0 \mu\text{m}$. The trend of K_I values agreed with the dependence of fracture toughness, K_{IC} , of bulk α -alumina. The thin α -alumina specimens after crack propagation were investigated by scanning electron microscopic electron back-scattered diffraction (SEM/EBSD) analysis. Branched cracks were hardly observed, regardless of grain size. The result indicates that the toughening mechanism do not occur in the thin α -alumina. Dependence of the transgranular fracture rate, F , and the crack deflection rate, D , on d were measured from the orientation distribution maps. However, the F values and the D values were independent of d and approximately constant. The F values and D values depend on d in bulk α -alumina. It indicates that the crack propagation behavior is varied by thinning α -alumina.

(Received July 14, 2009; Accepted September 9, 2009)

Keywords: thin ceramics, polycrystalline alumina, stress intensity factor, transgranular fracture rate, crack deflection rate

1. 緒 言

α -アルミナは金属材料に比べて、強度や耐食性に優れるが、脆いという欠点がある。そのため、構造材料としての用途が制限されている。この脆さを克服するためには、 α -アルミナの亀裂進展挙動を理解することが必要となる。 α -アルミナの亀裂進展挙動には、結晶構造に起因したへき開面や粒界性格などの内部組織が深く関与していると考えられる^{1,2)}。これを明らかにするためには、 α -アルミナの亀裂進展挙動と内部組織の関係を直接明らかにする必要がある。

これまでの研究から、 α -アルミナの亀裂進展挙動に大きな影響を与える因子は粒径であることが知られている³⁻⁵⁾。これは、亀裂が粒内を進展する確率と亀裂が粒界に遭遇する確率が粒径により変化するため起こる。粒径が小さい場合、亀裂が粒界を進展する確率が高くなる。粒径が大きい場合、

亀裂は粒内を進展する確率が高くなる。しかし、亀裂進展挙動を結晶学的に解析するためには、上述した粒径に関する挙動を抑制する必要がある。その手法として、試料を薄片化することで、試料厚さに対して1つの粒界を貫通させることが有効であると考えられる。

本研究では、薄片化したセラミックス材料に亀裂を進展させる方法を提案し、結晶方位解析結果から薄片試料の亀裂進展挙動を検討する。試料厚さに対して1つの粒界を貫通させるために、試料厚さを50 μm 以下に薄片化した α -アルミナを試料として用いた。提案する手法を用いて、薄片試料の応力拡大係数 K_I を測定し、バルク体の α -アルミナの破壊靱性 K_{IC} と比較した。また、電子線後方散乱回折(EBSD: electron back-scattered diffraction)法を用いた結晶方位解析結果に基づいて、薄片試料の亀裂進展挙動を検討した。以下、50 μm 以下に薄片化した α -アルミナを薄片アルミナ、バルク体の α -アルミナをバルクアルミナと記す。

2. 実験方法

十分に乾燥処理を施したアルミナ粉末(純度99.99%, 粒径0.22 μm , 大明化学工業製)と超純水を1:2の割合で混合

*1 九州大学大学院生(Graduate Student, Kyushu University)

*2 九州大学大学院生, 現在: 日本特殊陶業株式会社(Graduate Student, Kyushu University, Present address: NGK Spark Co., Ltd.)

*3 九州大学大学院生, 現在: 日産自動車株式会社(Graduate Student, Kyushu University, Present address: Nissan Motor Co., Ltd.)

したスラリーを作製した⁶⁾。このスラリーを鋳型に充填し、0.6 MPa でスリップキャスト成形した。その後、予備成型体を窒素雰囲気中 1700~1850°C-2~5 h の条件で焼結し、平均粒径 4.3~63.0 μm の焼結体を得た。Fig. 1 に焼結体断面の光学顕微鏡像を示す。Fig. 1 に示すように、焼結体の表面と内部で粒径が異なった。焼結体表面から約 150 μm の領域(領域 A)における平均粒径は 29.1 μm であったが、焼結体表面から約 150~300 μm の領域(領域 B)における平均粒径は 15.4 μm であった。一方、紙面垂直方向の結晶粒はほぼ等軸粒であった。そこで、焼結体の紙面垂直方向から 3.0 mm $\times$ 2.0 mm $\times$ 500 μm に切り出し、鏡面研磨加工を施すことで、3.0 mm $\times$ 2.0 mm $\times$ 20~50 μm の薄片試料を作製した。試料厚さを 20~50 μm にすることで、試料厚さに対して 1 つの粒界を貫通させた試料を作製することができた。また、加工ひずみを除去するために、大気中 1600°C-2 h で熱処理を施した。Table 1 に試料の焼結条件、薄片試料の平均粒径 d および相対密度を示す。ここで、 d はインターセプト法を用いて測定した平均粒径を示し、測定には熱処理後の試料の光学顕微鏡像を用いた。また、それぞれの試料の相対密度は、アルキメデス法を用いて測定した焼結体の相対密度を示す。

Fig. 2 に薄片試料を真鍮角材に密着させた 4 点曲げ試験片(a)と 4 点曲げ試験装置(b)の説明図を示す。図中の L_1 は上部スパン長さ、 L_2 は下部スパン長さ、 A は薄片試料に進展した亀裂長さ、 B は真鍮の厚さ、 H は真鍮の高さを示す。

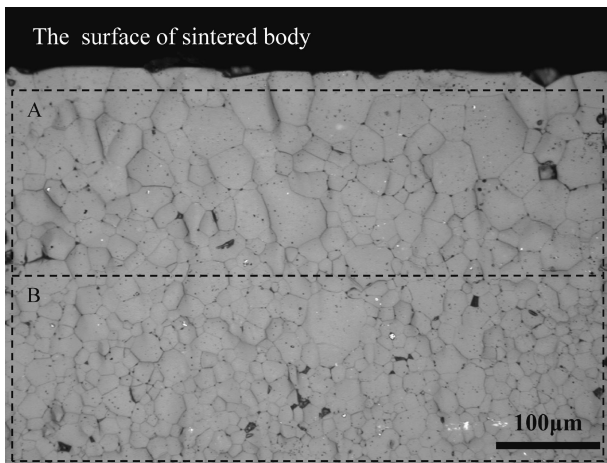


Fig. 1 Optical microscopy image of cross-section of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ body. Average grain size in area A and B is 29.1 μm and 15.4 μm , respectively.

Table 1 Sintering conditions, average grain sizes and relative density of samples.

Sintering conditions	Average grain size, $d/\mu\text{m}$	Relative density (%)
1700°C-5 h	4.3	99.0
1700°C-5 h	8.9	99.0
1750°C-2 h	15.2	98.6
1800°C-5 h	22.7	98.8
1800°C-5 h	31.0	98.8
1800°C-5 h	37.6	98.8
1850°C-5 h	63.0	98.8

Fig. 2(a)に示すように、大きさ 30 mm $\times$ 3 mm (H) $\times$ 1.5 mm (B)の真鍮角材に薄片試料を接着した。接着剤には、東亜合成株式会社製アロンアルファを用いた。薄片試料を真鍮角材に接着することで、亀裂進展後の薄片試料のEBSD解析を容易に行うことが可能となる。この試験片をFig. 2(b)に示すように、上部スパン間に薄片試料が配置されるように、4点曲げ試験装置に取り付けた。また、応力拡大係数 K_I と変形速度の関係を検討するために、変形速度 0.005, 0.05, 0.1 および 0.5 mm/min の各条件で荷重 P を負荷した。以下、この試験方法を薄片式 4 点曲げ試験法と呼び、次にこの試験方法による K_I の算出方法について述べる。

薄片式 4 点曲げ試験では、薄片試料を真鍮角材に固定し、上部スパン間ではひずみは一定である。そこで、真鍮のひずみ ϵ_B と試料のひずみ ϵ_S は等しいと考える。したがって、試料に負荷される応力 σ_S は

$$\sigma_S = E_S \epsilon_S = E_S \epsilon_B \quad (1)$$

となる。ここで、 E_S は α -アルミナのヤング率 400 GPa を用いた⁷⁾。4 点曲げ試験において、真鍮の弾性変形域内では最大引張応力 $\sigma_{B, \max}$ と最大引張ひずみ $\epsilon_{B, \max}$ の間に

$$\sigma_{B, \max} = E_B \epsilon_{B, \max} \quad (2)$$

が成り立つ。ここで、 E_B は真鍮のヤング率であり、 $\sigma_{B, \max}$ は次式のように表される⁸⁾。

$$\sigma_{B, \max} = \frac{3P(L_2 - L_1)}{2BH^2} \quad (3)$$

式(1)~(3)より、 $\sigma_{S, \max}$ は

$$\sigma_{S, \max} = \frac{E_S}{E_B} \frac{3P(L_2 - L_1)}{2BH^2} \quad (4)$$

となる。薄片試料の K_I を算出するために、次式の Edge-Cracked Bending (ECB) 試験片の応力解析結果⁹⁾を用いた。

$$K_I = f \sigma_{S, \max} \sqrt{\pi A} \quad (5)$$

ここで、 f は形状係数であり、0.155 を用いた⁹⁾。 A は薄片試料に進展した亀裂長さを示す(Fig. 2)。亀裂長さ薄片式 4 点曲げ試験法を用いて、薄片アルミナに亀裂を進展させ、式(4)~(5)により薄片アルミナの K_I を算出した。

真鍮のヤング率 E_B を検討するために、4 点曲げ試験により、真鍮角材に負荷された $\sigma_{B, \max}$ と $\epsilon_{B, \max}$ の関係を測定した。大きさ 30 mm $\times$ 3 mm (H) $\times$ 1.5 mm (B)の真鍮角材の端

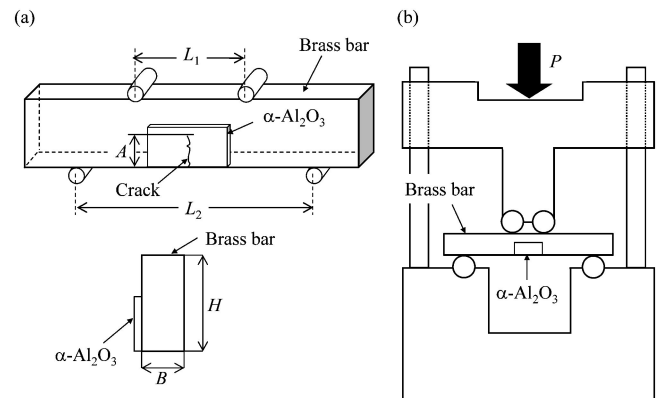


Fig. 2 Schematic figures of four-point bending test for a thin $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ specimen. A brass bar is attached to the thin $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ specimen.

部にひずみゲージを接着し、変形速度 0.005~0.5 mm/min の条件で 4 点曲げ試験を行った。

薄片アルミナの亀裂進展挙動を検討するために、方位像顕微鏡 (Orientation Imaging Microscopy: OIM) を備えた走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscopy: SEM) を用いて、亀裂進展後の薄片アルミナを SEM/EBSD 解析した。観察には HITACHI 製 S-4300SE を使い、加速電圧 20 kV、測定間隔 1.00~2.00 μm の条件で観察した。ただし、チャージアップを防ぐために、試料には白金蒸着を施した。

3. 結果と考察

真鍮角材に 4 点曲げ試験を行った結果、真鍮のヤング率 E_B が 106 GPa であることが明らかとなった。これは、一般的な真鍮のヤング率 (110 GPa) と良い一致を示す¹⁰⁾。また、 $\sigma_{B, \max}$ が 300 MPa 以下において、変形速度に関わらず、式 (2) が成立した。

Fig. 3 に薄片アルミナの応力拡大係数 K_I と平均粒径 d の関係を示す。薄片式 4 点曲げ試験法を用いて測定した薄片アルミナの K_I を黒色の印で示し、Single edge notched beam (SENB) 法により測定されたバルクアルミナの K_c の粒径依存性を白丸で示し⁴⁾、Controlled Surface Flow (CSF) 法を用いて測定された単結晶アルミナの底面 (0001) とへき開面 $\{1\bar{1}02\}$ の K_c を破線で示した¹⁾。薄片アルミナの K_I は変形速度に関わらず、ほぼ同一曲線上に乗っている。また、変形速度に関わらず、粒径 31.0 μm と 63.0 μm での K_I がほぼ同程度の値となった。これらの結果から、薄片アルミナの応力拡大係数 K_I は変形速度に依存しないと考えられる。Fig. 3 に示すように、薄片アルミナの K_I は、平均粒径 4.3~15.2 μm の間で急激に低下し、平均粒径 15.2 μm 以上ではほぼ一定値を示した。バルクアルミナの K_c は、15 μm 以下で低下し、15 μm 以上ではほぼ一定値となる⁴⁾。両者の結果から、薄片アルミナの K_I の粒径依存性とバルクアルミナの K_c の粒径依存性の傾向が一致していることが明らかとなった。また、薄片アルミナの K_I はバルクアルミナの K_c より高

く、薄片アルミナの K_I はバルクアルミナの K_c より約 2 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 高い値を示した。次に、薄片アルミナの K_I と単結晶の α -アルミナ (単結晶アルミナ) の K_c を比較する。CSF 法を用いて測定された単結晶アルミナの K_c は、底面 (0001) の K_c が最大となり、へき開面 $\{1\bar{1}02\}$ の K_c が最小となり¹⁾、それぞれの K_c は 4.54 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ と 2.38 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ になる。Fig. 3 に示すように、薄片アルミナの K_I は粒径 15 μm 以上で低下し、約 7 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ の一定値になる。これは、底面 (0001) の K_c より高い値である。したがって、粒径に関わらず、薄片アルミナの K_I はバルクアルミナと単結晶アルミナの K_c より高い値になる。その要因を検討するために、亀裂進展後の薄片アルミナを SEM/EBSD 解析した。

Fig. 4 に平均粒径 4.3 μm の薄片アルミナに進展した亀裂の SEM 像 (a)、結晶方位分布図 (b) および α -アルミナの標準ステレオ三角形 (c) を示す。結晶方位分布図 (b) の色は、標準ステレオ三角形 (c) の色に対応する。結晶方位分布図 (b) では、粒内を進展した亀裂を点線で示し、粒界を進展した亀裂を実線で示した。結晶方位分布図 (b) より、結晶粒が種々の色で示されている。これは、作製した α -アルミナが多結晶体であることを意味する。平均粒径 4.3 μm の薄片アルミナでは、亀裂が分岐している領域が稀に観察された (Fig. 4(a) の四角で囲んだ領域)。しかし、平均粒径 8.9 μm 以上の試料においては、亀裂が分岐した領域は観察されなかった。また、薄片アルミナでは、粒径に関わらず、架橋効果が起きた領域は観察されなかった。架橋効果は、 α -アルミナの主な強靱化機構であることから、薄片アルミナでは強靱化による K_I の上昇は起こらないと考えられる。このことから、薄片アルミナの応力拡大係数 K_I と破壊靱性 K_c はほぼ等しいと見なせる。

次に、薄片式 4 点曲げ試験法、SENB 法および CSF 法の差異に着目して、薄片アルミナの K_I がバルクアルミナと単結晶アルミナの K_c より高い原因を検討する。薄片アルミナの K_I は薄片式 4 点曲げ試験法を用いて測定し、バルクアルミナと単結晶アルミナの K_c はそれぞれ SENB 法と CSF 法を用いて測定されている^{1,4)}。それぞれの試験法の違いとして、SENB 法と CSF 法ではノッチや予亀裂を導入するが、薄片式 4 点曲げ試験法ではノッチや予亀裂を導入しない。また、SENB 法では導入したノッチの曲率半径が大きくなると K_c が過大評価される⁴⁾。これは、ノッチや予亀裂を導入せずに K_c を測定した場合、 K_c が過大評価されることを意味している。薄片式 4 点曲げ試験では、薄片アルミナにノッチや予亀裂を導入せずに K_I を測定した (Fig. 2)。このことから、薄片アルミナの K_c は過大評価されたと考えられる。また、薄片アルミナの K_I と K_c はほぼ等しい (Fig. 3)。したがって、薄片アルミナの K_c が過大評価されたため、薄片アルミナの K_I がバルクアルミナより高く測定されたと考えられる。

薄片アルミナの亀裂進展挙動を検討する。亀裂進展後の SEM 像 (Fig. 4(a)) と結晶方位分布図 (Fig. 4(b)) を比較すると、結晶方位分布図 (b) の方が粒内破壊又は粒界破壊が起きている領域を正確に判別できる。そこで、薄片アルミナの亀裂進展挙動を定量的に評価するために、結晶方位分布図 (b) に基づいて、粒内破壊率 F と亀裂迂回率 D を測定した。

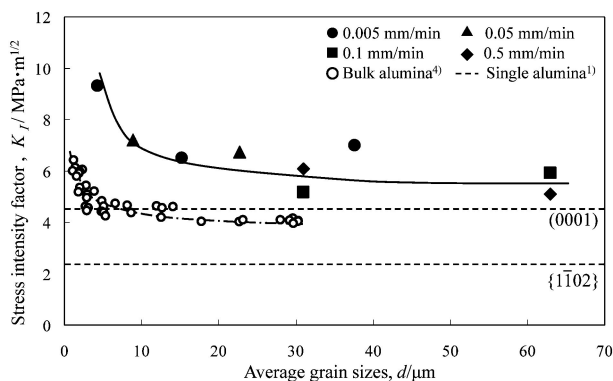


Fig. 3 Dependence of stress intensity factor, K_I (●) 0.005 mm/min, ▲ 0.005 mm/min, ■ 0.1 mm/min and ◆ 0.5 mm/min, for thin alumina and fracture toughness, K_c , for bulk alumina⁴⁾ (○) on average grain sizes. Dashed lines show K_c on the basal plane (0001) and the cleavage plane $\{1\bar{1}02\}$ for single-crystalline alumina¹⁾, respectively.

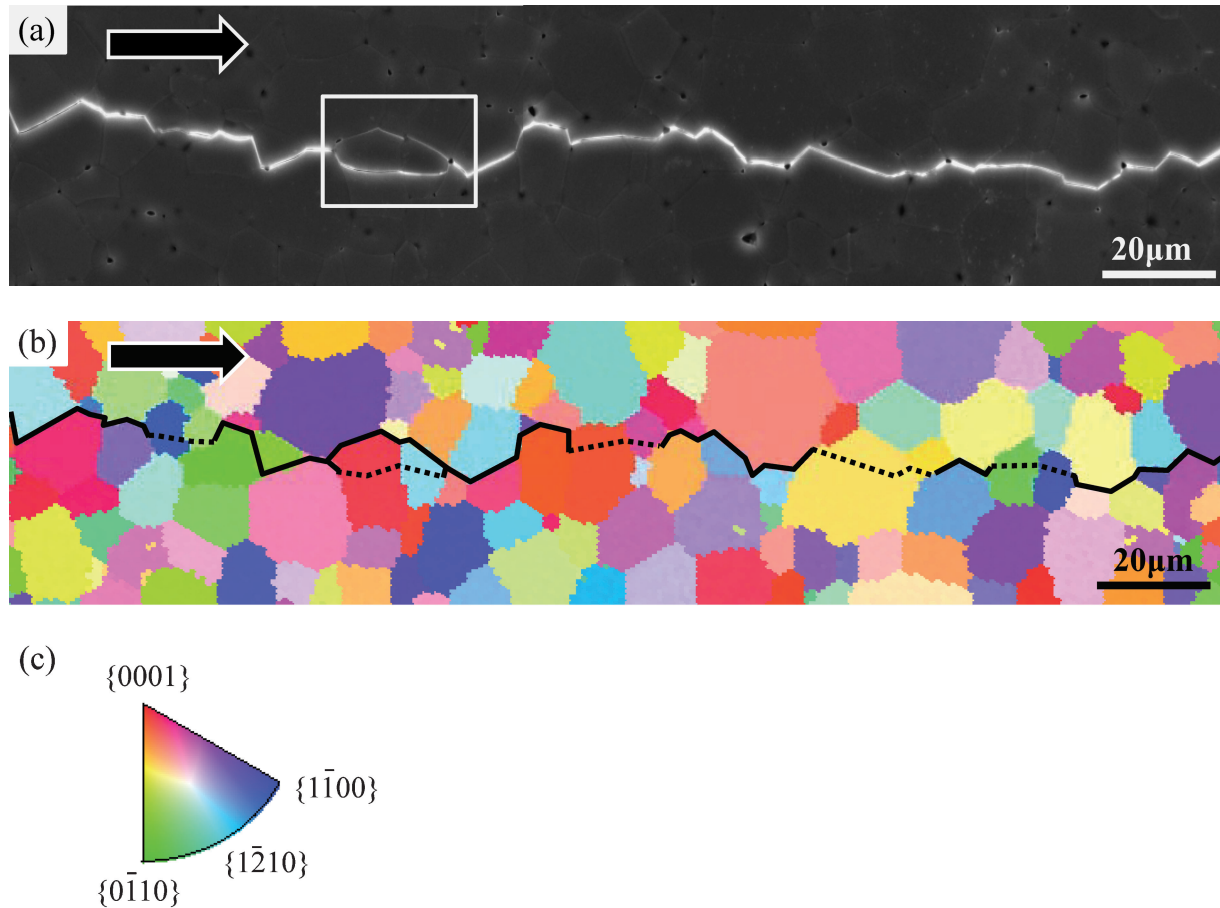


Fig. 4 (a) SEM image and (b) orientation distribution map of the polycrystalline alumina surface with average grain size $4.7 \mu\text{m}$ after crack propagation. Color-sharing in (b) corresponds to that of the stereographic triangle in (c) and represents the orientation normal to the specimen surface. Full lines and dotted lines in (b) show intergranular fracture and transgranular fracture, respectively. The rectangle area is a branched crack. The arrow shows the direction of crack propagation.

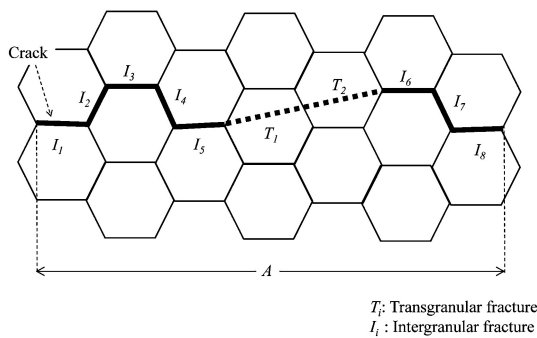


Fig. 5 Schematic figure of crack propagated in polycrystal. A , T_i and I_i show the length of crack, transgranular fracture and intergranular, respectively.

Fig. 5 に多結晶体に進展した亀裂の説明図を示す。薄片試料端部から亀裂先端部までの直線亀裂長さを A ，粒内を進展した亀裂長さを T ，粒界を進展した亀裂長さを I とすると， F と D は次式により表される。

$$F = \frac{\sum T_i}{\sum I_i + \sum T_i} \quad (6)$$

$$D = \frac{\sum I_i + \sum T_i}{A} \quad (7)$$

ここで， α -アルミナにおいて， D と架橋効果には相関性が

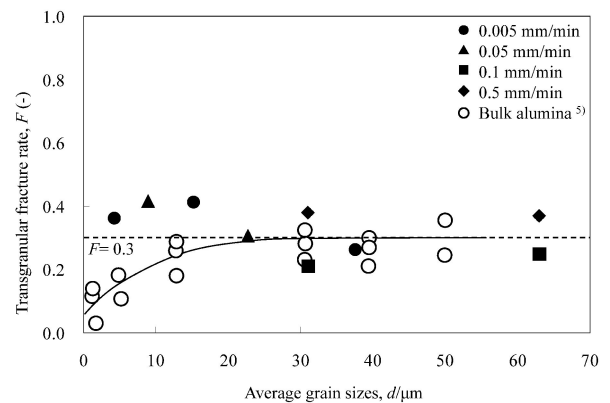


Fig. 6 Dependence of transgranular fracture rate, F , on average grain size, d .

ある。また，バルクアルミナは変形速度 0.05 mm/min 以下の条件で安定破壊し，その条件下で架橋効果が起こる^{11,12)}。そこで，変形速度 0.05 mm/min 以下で薄片アルミナに安定的に亀裂が進展しているとし，その条件下での D を示す。

Fig. 6 に粒内破壊率 F と平均粒径 d の関係を示す。薄片アルミナの F を黒色の印で示し，不安定破壊させることで測定されたバルクアルミナの F を白丸で示した⁵⁾。薄片アルミナの F は，粒径や変形速度に関わらず約 0.33 であった。

バルクアルミナの F は平均粒径 d が $30\ \mu\text{m}$ 以上で約 0.3 と一定値となるが, d が $30\ \mu\text{m}$ 以下で減少する⁵⁾. 一方, 変形速度 $0.05\ \text{mm/min}$ 以下における薄片アルミナの F は, d が $30\ \mu\text{m}$ 以下でもほぼ一定値であった. これらの結果から, α -アルミナを薄片化し, 安定的に亀裂を進展させることで, 亀裂進展挙動の粒径依存性が抑制されたと考えられる.

Fig. 7 に亀裂迂回率 D の粒径依存性を示す. 変形速度 $0.05\ \text{mm/min}$ 以下で亀裂を進展させた薄片アルミナの D を黒色の印で示し, 安定的に亀裂が進展したときのバルクアルミナの D を白丸で示した¹¹⁾. 薄片アルミナの D は, 粒径や変形速度に関わらずほぼ一定であり, 約 1.16 であった. バルクアルミナは, 粒径が大きくなるにつれて架橋効果が起こる. そのため, 粒径 $20\ \mu\text{m}$ 以上でバルクアルミナの D は上昇する¹¹⁾. したがって, 薄片アルミナにおける D の粒径依存性 (Fig. 7) から, 薄片アルミナでは架橋効果が起きないことが示された. これは, 亀裂進展後の組織観察 (Fig. 4) と一

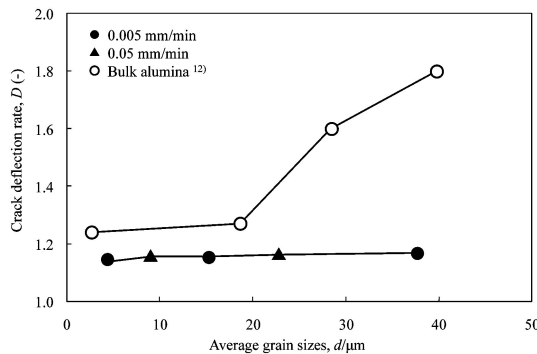


Fig. 7 Dependence of crack deflection rate, D , on average grain size, d .

致する. ここで, 局所的に圧縮応力が負荷されている細長い結晶粒があったとする. 架橋効果は, 安定的に進展した亀裂がその結晶粒を3次的に迂回する強靱化機構である^{13,14)}. これは, 架橋効果が起こるためには, 安定的に亀裂を進展させるだけでなく, 単位試料厚さあたりに複数の結晶粒が含まれていることが必要であることを意味する. しかし, 薄片アルミナでは, 粒界がほぼ完全に貫通している. このことから, 亀裂が3次的に迂回することが困難になっただけでなく, 試料厚さ方向の圧縮応力が緩和されたと考えられる. そのため, 薄片アルミナでは, 粒径や変形速度に関わらず, 架橋効果が起こらなかったと推測される. 次に, 結晶学的観点から, 薄片アルミナの応力拡大係数 K_I が粒径に依存する原因を検討する.

バルクアルミナの破壊靱性値 K_c の粒径依存性は, 破断時における亀裂進展挙動が粒径により異なることが主因であると考えられている¹⁵⁾. 一方, 薄片アルミナでは亀裂進展挙動に粒径依存性は認められなかったにも関わらず, 薄片アルミナの応力拡大係数 K_I は粒径に依存した (Fig. 3). その要因を結晶学的観点から検討する. 薄片アルミナの亀裂進展挙動は粒界性格に依存しない¹⁶⁾. そこで, 破面と試料厚さ方向が平行であると仮定し, 粒内破壊により形成された破面の面方位の分布を調査した. Fig. 8 に粒径 $4.3\ \mu\text{m}$ (a), 粒径 $15.2\ \mu\text{m}$ (b) および粒径 $37.6\ \mu\text{m}$ (c) の破面方位分布図を示す. Fig. 8 に示すように, 粒径により破面方位の分布が異なる. 粒径 $4.3\ \mu\text{m}$ (a) においては, $\{1\bar{1}00\}$ から約 15° の角度差がある $\{5\bar{5}04\}$ の頻度が高く, 粒径 $15.2\ \mu\text{m}$ (b) においては, へき開面 $\{1\bar{1}02\}$ と $\{1\bar{2}10\}$ の頻度が高く, 粒径 $37.6\ \mu\text{m}$ (c) においては, へき開面 $\{1\bar{1}02\}$ の頻度が高い. ここで, $\{1\bar{1}00\}$, $\{1\bar{2}10\}$ およびへき開面 $\{1\bar{1}02\}$ の破壊靱性 K_c は, それぞれ $3.14\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, $2.43\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ および $2.38\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ と

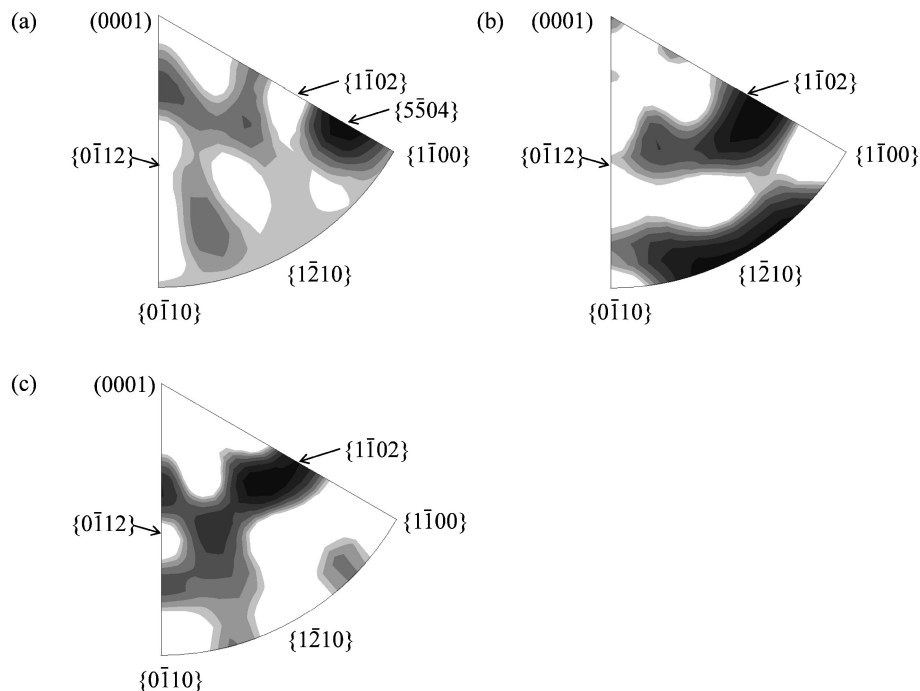


Fig. 8 Inverse pole figure maps, which show distribution map of fracture surface indexes for average grain size (a) $4.3\ \mu\text{m}$, (b) $15.2\ \mu\text{m}$ and (c) $37.6\ \mu\text{m}$, respectively. The frequency is high with being black.

る¹⁾。これらの結果から、薄片アルミナの K_I が急激に低下する4.3~15.2 μm の間では、粒径が大きくなるにつれて、亀裂が K_c の最も低いへき開面 $\{1\bar{1}02\}$ もしくはそれに近い K_c である $\{1\bar{2}10\}$ を選択的に進展すると考えられる。また、 K_I が一定値となる平均粒径15.2 μm 以上では、粒径に関わらず、亀裂がへき開面 $\{1\bar{1}02\}$ を優先的に進展すると考えられる。したがって、薄片アルミナの K_I の粒径依存性は、粒径が大きくなるにつれて、亀裂が K_c の低い面を優先的に進展することが主因となって生じたと考えられる。

4. 結 言

本研究では、薄片化したセラミックス材料に亀裂を進展させる手法を提案した。その方法を用いて、亀裂進展後の薄片アルミナの応力拡大係数の粒径依存性を測定した。また、EBSD解析結果に基づいて、薄片アルミナに進展した亀裂進展挙動を解析した。その結果以下の結論を得た。

(1) 薄片式4点曲げ試験を用いて、 α -アルミナの応力拡大係数を測定した。薄片アルミナの応力拡大係数は粒径4.3~15.2 μm の間で急激に低下しており、粒径15.2~37.6 μm 以上ではほぼ同程度の値を示した。また、バルクアルミナの破壊靱性値と単結晶アルミナの破壊靱性値より高かった。

(2) SEM/EBSD解析から得られた結晶方位分布図に基づいて、 α -アルミナの亀裂進展挙動を検討した。その結果、薄片アルミナでは稀に亀裂の分岐が起こるが、架橋効果が起こらないことが明らかとなった。このことから、薄片アルミナでは応力拡大係数の上昇は起こらないと考えられる。

(3) 薄片アルミナの亀裂進展挙動を定量的に評価するために、亀裂進展後の薄片アルミナのEBSD解析結果に基づいて、粒内破壊率と亀裂迂回率を測定した。薄片アルミナの粒内破壊率と亀裂迂回率は粒径に依存せず、それぞれ約0.33と約1.16であった。

(4) 結晶学観点から薄片アルミナの応力拡大係数が粒径に依存する原因を検討するために、破面方位の頻度を調査した。その結果、粒径が大きくなるにつれて、破壊靱性値の低い破面の頻度が高くなることが明らかとなった。このことから、薄片アルミナの応力拡大係数の粒径依存性は、粒径が大きくなるにつれて、破壊靱性の低い面を優先的に亀裂が進展することで生じたと考えられる。

文 献

- 1) M. Iwasa and R. C. Bradt: *Advances in Ceramics*, Vol 10, ed. by W. D. Kingery, (Am. Ceram., Columbus OH, 1984) pp. 767-779.
- 2) S. Takematsu, T. Mizuguchi, H. Nakashima, K. Ikeda and H. Abe: *J. Ceram. Soc. Japan* **112**(2004) 46-49.
- 3) W. H. Tuan, M. J. Lai and M. C. Lin: *Mater. Chem. Phys.* **36**(1994) 246-251.
- 4) B. Mussler, M. V. Swain and N. Claussen: *J. Am. Ceram. Soc.* **65**(1982) 566-572.
- 5) K. Yasuda, J. Takami, K. Asada, Y. Matsuo and S. Kimura: *J. Ceram. Soc. Japan* **101**(1993) 1384-1389.
- 6) Y. Takao, T. Hotta, K. Nakahira, M. Naito, N. Shinohara, M. Okumiya and K. Uematsu: *J. Eur. Ceram. Soc.* **20**(2000) 389-395.
- 7) M. Kamigaito and N. Kamino: *Seramikkusu no Butsuri*, (Uchida Rokakuho Publising Co., Ltd., Tokyo, 1998) pp. 71-106.
- 8) A. Okada: *Seramikkusu no Hakaigaku*, (Uchida Rokakuho Publising Co., Ltd., Tokyo, 1998) pp. 45-57.
- 9) H. Okamura: *Senkei Hakairikigaku*, (Baifukan, Co., Ltd., Tokyo, 1976) p. 218.
- 10) The Japan Institute of Metals: *Kinzoku data book*, (Maruzen, Co., Ltd., Tokyo, 2004) p. 223.
- 11) H. Tomaszewski, M. Boniecki and H. Weglarz: *J. Eur. Ceram. Soc.* **20**(2000) 2569-2574.
- 12) B. J. Dalgleish, P. L. Pratt and R. D. Rawlings: *Mater. Sci. Eng.* **45**(1980) 9-20.
- 13) G. Vekinis, M. F. Ashby and P. W. Beaumont: *Acta Metall. Mater.* **38**(1990) 1151-1162.
- 14) M. V. Swain: *J. Mater. Sci. Lett.* **5**(1986) 1313-1315.
- 15) K. Hayashi, K. Gotoh and T. Nishikawa: *J. Ceram. Soc. Japan* **99**(1991) 620-624.
- 16) H. Matsuo, M. Mitsuhara, K. Ikeda, S. Hata and H. Nakashima: *Int. J. Fatig.*, in press.