

# 黒鉛の A E による破壊基準の検証

車田 亮\*, 佐藤千之助\*, 深谷勝章\*\*

(昭和60年9月6日受理)

## Verifications of Fracture Criterion of Graphite by means of Acoustic Emission

Akira KURUMADA\*, Sennosuke SATO\* and Katsuaki FUKAYA\*\*

*Abstract* — In our previous paper, we had presented a fracture criterion of graphite under multi-axial stress state. The criterion contains basically a concept of restriction of crack propagation under predominant compressive stress, but the concept was not always confirmed phenomenally. In this paper such latent crack initiations for several kinds of graphite are detected by means of an acoustic emission (AE) technique during the compressive and diametral compressive testings and a verification for the fracture criterion is given. A proof testing for acceptance/rejection of production graphite for a high temperature gas cooled reactor using by AE is also discussed.

### 1. はじめに

さきにわれわれは、黒鉛の多軸応力下の破壊力学的破壊基準を次のように提案した。<sup>(1)</sup>すなわち、(1)引張応力が支配的な応力場ではき裂先端での応力拡大係数がモード I の破壊靱性値に達した ( $K_I = K_{Ic}$ ) ときにき裂はモード I 型に伝播を開始し、材料は最終的に破壊する。これは巨視的には最大引張応力説に相当する。(2)圧縮応力が支配的な応力場ではき裂先端での応力拡大係数がモード II の破壊靱性値に達したときにき裂はモード II 型に伝播を開始する ( $K_{II} = K_{IIc}$ )、しかし圧縮応力によりき裂進展が拘束され、より大きい応力で最終的に破壊する。また(3)圧縮応力が大きくなるとき裂の拘束が大きくなりき裂が伝播できなくなり、すべり破壊を起す。これは巨

視的には最大せん断応力説に相当する。本研究は各種の黒鉛についてこの破壊基準の概念におけるき裂の伝播および拘束、破壊モードの遷移などの潜在的な現象を主として圧縮と圧裂試験における AE によって検出することの可能性を検討することにある。また、このような潜在的なき裂の伝播現象の検出は高温ガス冷却原子炉用黒鉛などの受入保証試験 (proof test) に適合するし、圧縮や圧裂試験は実用上も便利なので、この AE を併用した黒鉛材料の受入保証試験の基礎資料を得るための検討を行った。

AE は固体材料が変形もしくは破壊する過程において蓄えられたひずみエネルギーが解放されて弾性波となって伝播していく現象で、応力集中部やき裂が内在する試験体に負荷が作用し、き裂が発生または成長する場合に生ずる。材料の塑性変形や破壊に伴って放出される各種の

\* 茨城大学工学部機械工学第二学科 (日立市中成沢町)

Department of Mechanical Engineering II, Faculty of Engineering, Ibaraki University, Hitachi 316, Japan

\*\* 茨城大学大学院工学研究科機械工学第二専攻 (日立市中成沢町)

Graduate Student, Department of Mechanical Engineering II, Faculty of Engineering, Ibaraki University, Hitachi 316, Japan

AE量を計測し、その変化の状況から各種の変形や破壊の個所やそれらのモードの検出に利用することができる。AE法の特徴としては(1)変形、破壊の動的検出法であること、(2)変形、破壊のメカニズムを推定できること、および(3)材料中の限界以上のき裂や欠陥などの局部的破壊発生点を検出することができ、保証試験に応用できること等である。

2. 実験方法

2.1 試料および試験片形状

本研究に用いた黒鉛試料は電極用P(L,R方向), N(L,R方向), メソフェースピッチ系の微粒高強度のMF-306<sup>(2)</sup>(以下MFと略す), および微粒等方性のIG-11およびIG-15である。PおよびNは昭和電工(株)製アーク製鋼炉用黒鉛であり、それぞれそのポール材およびニップル材で押出し成形したものである。LおよびRの記号はその成形軸方向に対する方向が、それぞれ長手か直角を示す。MFはピッチなどの結合材およびその充填を行うことなしにメソフェースピッチ炭素粒から東北協和カーボン(株)において製造された高強度、高密度、高硬度を有する準等方性の黒鉛である。IG-11およびIG-15は東洋炭素(株)製のラバープレス法により製造された等方性の微細組織を有する黒鉛で、IG-11は多目的高温ガス冷却炉実験炉の主要な炉心構造材として実用が予定されている。また、IG-15はIG-11よりも高強度の黒鉛でロケットノズル用材料等として実用されている。Table. 1はこれら5種類の黒鉛材料の室温における機械的性質を示す。

Fig. 1は本研究に用いた黒鉛材料の圧縮、曲げ、曲げによる破壊靱性、圧裂およびモードI、モードIIの破壊靱性の各試験片形状を示す。これらの試験片の低応力部にはそれぞれ超音波センサーを設置する平面部を有する。

Table 1 Mechanical properties of specimen graphite.

Graphite Direction	P		N		MF	IG-11	IG-15
	L	R	L	R			
Apparent density (g/cm <sup>3</sup> )	1.67	1.68	1.82	1.82	2.00	1.77	1.90
Young's modulus E (GPa)	11.77	4.54	20.20	5.50	-	9.80	11.76
Bending strength $\sigma_b$ (MPa)	15.88	8.53	28.42	15.68	88.20	39.20	49.00
Compressive strength $\sigma_c$ (MPa)	-	-	-	-	-	76.4	102.9
Tensile strength $\sigma_t$ (MPa)	9.83	5.28	17.60	9.71	55.0	24.5	29.4
$\sigma_b / \sigma_t$	1.615*	1.615*	1.615*	1.615*	1.604	1.60	1.67

\* Deduced ratio by Weibull statistical theory (m=10).

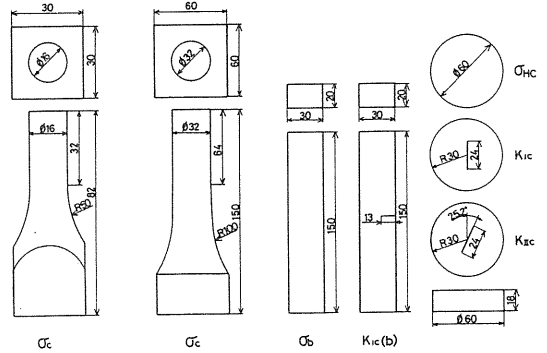


Fig. 1 Shapes of specimens.

2.2 実験装置

材料試験機は5 tonのインストロン型材料試験機を用い、そのクロスヘッドスピードは0.5 mm/min一定とした。また、材料試験機の雑音を減少させるため、試料と試験機間に厚さ3 mmのゴムを介在させた。

AE装置は日立エンジニアリング(株)製のAE 200システムを使用した。AE測定条件は以下の通りである。AE変換子はPZT圧電素子で、共振周波数200 KHz、増幅度はプリアンプ40 dB、メインアンプ49.5 dB、バンドパスフィルター周波数帯域は10 KHz ~ 2 MHz、しきい値電圧は10 μVである。測定はトータル・イベント数、トータル・エネルギーおよび実効値について行い、またこれら諸量と荷重-変位曲線との対応を測定した。

2.3 実験方法

Fig. 2は本研究の一連の破壊強度試験の要領および試験片形状を示したものである。図において(1)は円弧形圧子による円板の圧裂試験<sup>(3,4)</sup>(2)は中心スリットを有する円板の圧裂によるモードIおよびモードIIの破壊靱性試験<sup>(5)</sup>(3)は圧縮試験、(4)は3点曲げ法による曲げ試験、(5)

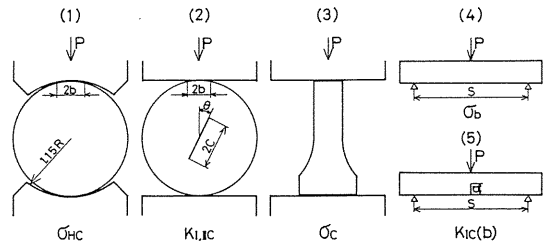


Fig. 2 Measuring methods for the tests.

は3点曲げ法による破壊靱性試験<sup>6)</sup>の測定要領を図示したものである。また, AEの測定はAE変換子をC型クランプによって試験片平面部に密着させて行った。

以下各試験方法の要領を簡単に説明する。

(1) 圧縮強度

Fig.2(1)に示す円板の直径方向圧縮による圧裂強度 $\sigma_{HC}$ は円弧型圧子を用い, ヘルツの接触幅 $2b$ を考慮した淡路と佐藤<sup>(3,4)</sup>の開発した方法により測定した。圧裂強度 $\sigma_{HC}$ は次式で求められる。

$$\sigma_{HC} = \left\{ 1 - 1.15 \left( \frac{b}{R} \right)^2 + 0.22 \left( \frac{b}{R} \right)^3 \right\} \cdot \sigma_p \quad (MP_a) \quad (1)$$

ここで $\sigma_p$ は集中荷重 $P$ により圧縮された円板(直径 $2R$ , 厚さ $h$ の直径軸上に生ずる一様引張応力 $P/\pi R h$ ,  $b$ は円弧型圧子による接触幅の半長である。

(2) モードIおよびモードIIの破壊靱性値

Fig.2(2)に示すように, 中心にスリットを有する円板の圧裂試験においてスリットの傾き角度 $\theta$ を変えることにより, モードIおよびモードIIの破壊靱性値 $K_{IC}, K_{IIC}$ およびこれらの混合モードの破壊靱性値を求めることができる。<sup>(5)</sup>

$$K_{IC}, K_{IIC} = N_{IH, III} \sqrt{\frac{C}{\pi}} \cdot \frac{P}{Rh} \quad (MP_a \cdot m^{1/2}) \quad (2)$$

ここで $N_{IH}$ および $N_{I,II}$ はヘルツの接触圧を考慮したモードIおよびモードIIの応力拡大係数でそれぞれ次式により表わされる。

$$N_{IH, III} = N_{IP, IIP} \frac{\left\{ 1 - \left( \frac{b}{R} \right)^2 \right\}}{\delta_{I, II}} \quad (3)$$

$\delta_I$ および $\delta_{II}$ はスリット寸法比( $C/R$ )と接触幅比( $b/R$ )の関数で, それぞれ次式により表わされる。

$$\delta_I = 1 + \left\{ 1.45 - 7.8 \left( \frac{C}{R} \right) + 14.7 \left( \frac{C}{R} \right)^2 \right\} \cdot \left( \frac{b}{R} \right)^2 \quad (4)$$

$$\delta_{II} = 1 + \left\{ -0.08 - 0.9 \left( \frac{C}{R} \right) + 2.2 \left( \frac{C}{R} \right)^2 \right\} \cdot \left( \frac{b}{R} \right)^2 \quad (5)$$

ここに,  $N_{IP, IIP}$ は集中荷重による場合のモードIおよびモードIIの応力拡大係数で, 本研究における $c/R = 0.4$ なる場合には,  $N_{IP} = 1.243$ ,  $N_{IIP} = 1.977$ である。なお, モードIIの破壊靱性に対するき裂の傾き角度 $\theta$ は,  $c/R = 0.4$ なる場合,  $\theta = 25.2^\circ$ である。

(3) 圧縮強度

圧縮試験はFig.1に示した試験片を用い, 試験片の上下端にはテフロン紙および雑音防止用のゴムを敷いて行った。

(4) 曲げ強度

曲げ試験は3点曲げ法により行った。なお, 曲げ強度 $\sigma_b$ は次式により求められる。

$$\sigma_b = \frac{3PS}{2WB^2} \quad (MP_a) \quad (6)$$

(5) 曲げによる破壊靱性値

3点曲げ法による破壊靱性値 $K_{IC}(b)$ は次式により求められる。<sup>(6)</sup>

$$K_{IC}(b) = \frac{P \cdot S}{B \cdot W^{3/2}} \cdot f(\alpha) \quad (MP_a \cdot m^{1/2}) \quad (7)$$

$P$ は破断荷重,  $S$ はスパン距離,  $B$ および $W$ はそれぞれ試験片の厚さおよび幅である。 $f(\alpha)$ は形状係数で, 次式により求められる。

$$f(\alpha) = \frac{3\alpha^{1/2} \{ 1.99 - \alpha(1-\alpha)(2.15 - 3.93\alpha + 2.7\alpha^2) \}}{2(1+2\alpha)(1-\alpha)^{3/2}} \quad (8)$$

$\alpha$ はスリット寸法比( $a/W$ )である。なお本研究の破壊靱性試験片は形状的には弾塑性破壊靱性試験の条件を満足する。

(6) 推定引張強度

前述の圧裂強度 $\sigma_{HC}$ とモードIおよびモードIIの破壊靱性比 $K_{IIC}/K_{IC}$ および前述の圧縮応力 $\sigma_c$ から黒鉛の破壊基準により次式から単軸引張強度 $\sigma_t^*$ を推定した<sup>(3,4,7)</sup>

$$\sigma_t^* = \frac{K_{IC}}{K_{IIC}} \cdot \frac{\sigma_{HC} \cdot \sigma_c}{\sigma_{HC} (1 + \sigma_x/\sigma_h) + \sigma_c} \quad (MP_a) \quad (9)$$

ここで $\sigma_x/\sigma_h$ は圧裂試験における円板の中心における圧縮応力 $\sigma_x$ と引張応力 $\sigma_h$ の比で, 接触幅 $b/R$ の関数として, 次式により算出される。

$$\overline{\sigma_x/\sigma_h} = 3 + 0.1973 \left(\frac{b}{R}\right) + 0.6217 \left(\frac{b}{R}\right)^2 + 2.788 \left(\frac{b}{R}\right)^3 \quad (10)$$

### 3. 黒鉛の破壊強度試験におけるAE

#### 3.1 機械的強度と破壊靱性

Table 2 は本実験の黒鉛材料について得られた機械的性質ならびに破壊靱性を示したものである。これからP およびNではLおよびR方向によりかなりの異方性が認められ、Nの方がPより高い値を示す。また、等方性黒鉛ではMFが最も高強度で、IG-15はIG-11より幾分大なる強度を示す。

Table 2 Physical properties of specimens.

Graphite	P		N		MF	IG-11	IG-15
	L	R	L	R	-	-	-
Direction	L	R	L	R	-	-	-
Apparent density $\gamma$ (g/cm <sup>3</sup> )	1.71	1.70	1.81	1.82	1.99	1.79	1.90
Young's modulus E (GPa)	10.5	4.50	17.7	5.30	18.0	8.90	11.4
Bending strength $\sigma_b$ (MPa)	12.8	8.01	27.2	14.1	89.4	37.9	54.6
Compressive strength $\sigma_c$ (MPa)	22.4	17.9	39.7	26.5	172	79.5	106
Diametral compressive strength $\sigma_{HC}$ (MPa)	-	3.91	-	5.92	33.8	14.6	19.6
Mode I fracture toughness $K_{IC}$ (MPa·m <sup>1/2</sup> )	-	0.53	-	0.69	1.08	1.01	1.07
Mode II fracture toughness $K_{IC}$ (MPa·m <sup>1/2</sup> )	-	0.66	-	0.94	1.31	1.26	1.42
Mode I fracture toughness of bending $K_{IC}$ (MPa·m <sup>1/2</sup> )	0.99	0.59	1.60	0.89	1.16	1.10	1.34
Deduced tensile strength $\sigma_t^*$ (MPa)	-	6.28	-	9.81	57.1	24.6	31.9
Equivalent crack length $a_e$ (mm)	-	2.22	-	1.55	0.11	0.52	0.36

#### 3.2 黒鉛の破壊強度試験におけるAEの特徴

圧縮および圧裂試験は圧縮が主なる応力場であるため、き裂が伝播しても圧縮によるき裂の拘束があり、直ちに最終破断には至らない。このき裂の拘束は外見上は検証が困難であるが、AEの計測においては何らかの変化が現われると考えられる。したがって本項においては2軸応力場における例として圧裂試験における各種黒鉛のAEについて述べる。

##### (1) PおよびN

PおよびNは押し成形に伴う異方性を有する材料であり、試験片の採取方向によって機械的性質が異なる。圧裂試験においては across-grain 方向の物性を示すように採取された試験片を、PR および NR と名づけた。

Fig. 3 はPR の圧裂試験の際に発生したAE の記録である。

まず、トータルイベント数は荷重負荷直後からほぼ一定値を示し、破断時にのみ上昇を示した。この記録は実際のAE と合致していない。PR より発生するAE は後述のように実効値振幅が極端に大きく、終始数多く発生しているが、本装置のイベント回路はAE 波と次のAE 波との間にある一定以上の間隔がないとAE のイベント数を検出しないように設定されているため、イベント数の増加を指示しない。そのためトータルイベント数はほぼ一定値を示したものと考えられる。トータルエネルギーは約15% (1.2 KN) から増大を開始し、その後破断に至るまで傾斜を増しながら増大し続けている。また実効値もトータル・エネルギーとほぼ同様の傾向を示しているが、約87% (7.0 KN) から実効値振幅が極度に増大しており、この点付近で試料内部にき裂の伝播が加速されていることが推定できる。

Fig. 4 はNR の圧裂試験の際に発生したAE の記録で

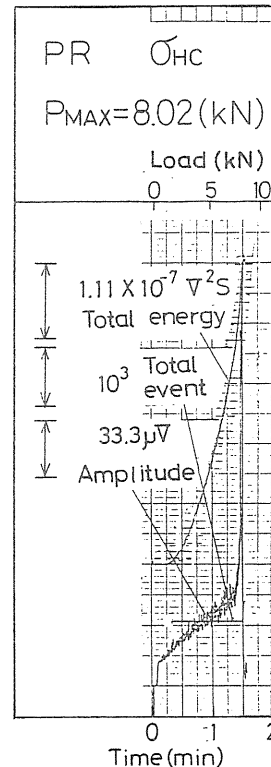


Fig. 3 Acoustic emission responses of PR graphite in the diametral compressive strength testing.

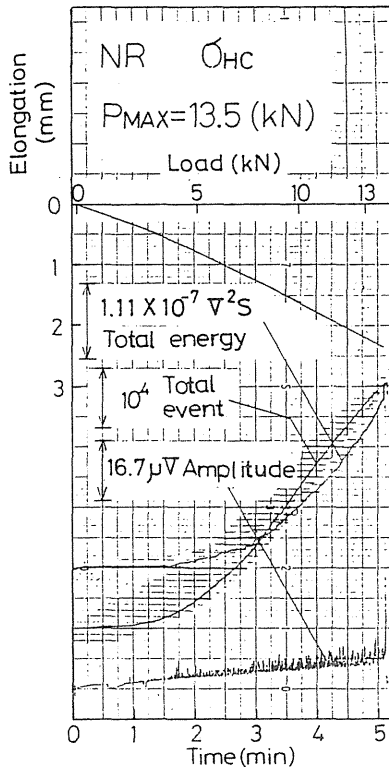


Fig. 4 Acoustic emission responses of NR graphite in the diametral compressive strength testing.

ある。まず、トータルイベント数は荷重負荷直後から増加し、下に凸の線図となっているが、破断荷重の約74% (10KN) 付近に変曲点が現われており、それ以上の荷重では、荷重が増大するに従って傾斜が減少する。すなわち上に凸の傾向を示している。一方、トータル・エネルギーは負荷直後では変化せず、破断荷重の約19% (2.5 KN) から増加している。なお、このトータルイベント数がトータルエネルギーの検出開始点より早く増大する傾向は他の多くの試料に対しても見られる傾向である。負荷初期の微小なAEはイベント数として計数されるが、エネルギー数としてしきい値 ( $10^{-3} V^2 \text{sec}$ ) 未満のため、計数されない。トータルエネルギー線図は、巨視的にみて常に下に凸となっており、荷重が大になるにつれて傾斜も大になる傾向を示し、局部的に約57% (7.7 KN) の点を境として、いくぶん急勾配となる傾向を示す。また、実効値もトータルエネルギーとはほぼ同様の傾向を示し、気孔の圧壊や、試験片の変形のため約19% (2.5KN) から連続的にAEが検出され始め、約57% (7.7 KN)

から振幅が幾分急増する傾向を示している。

以上より、トータルエネルギーおよび実効値の急増点である57% (7.7 KN) およびトータル・イベント数に変曲点が生じている74% (10KN) でAEに何らかの挙動を現すような試料内部のき裂の進展が生じていると推定される。荷重-伸び線図は全体が上に凸となっており、僅かな非線形性を示す。

ただし、PRとNRとはともに粗粒で軟質で、圧裂試験において、気孔の圧壊や、試験片の変形に伴うAEも多量に検出され、き裂の伝播および拘束、破壊モードの遷移などの潜在的な現象の明瞭な究明が困難であった。

(2) IG-11, IG-15およびMF

Fig. (5)~Fig.(7)は、IG-11, IG-15およびMFの圧裂試験において発生したAEの記録である。まず、トータル・イベント数は、3種の黒鉛いずれについても類似の傾向を示し、荷重負荷直後からの一定の勾配で増加し、荷重が増すに従って勾配が小になる傾向がある。トータル・エネルギーは、MFでは約57% (48KN) および破

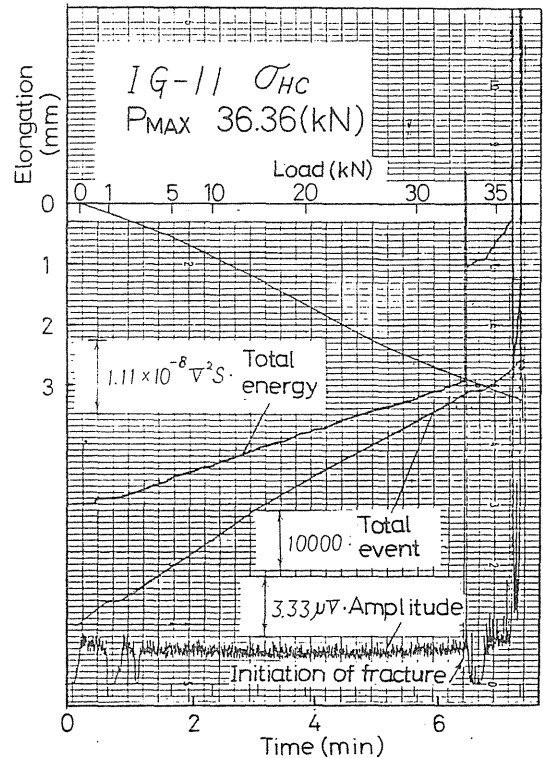


Fig. 5 Acoustic emission responses of IG-11 graphite in the diametral compressive strength testing.

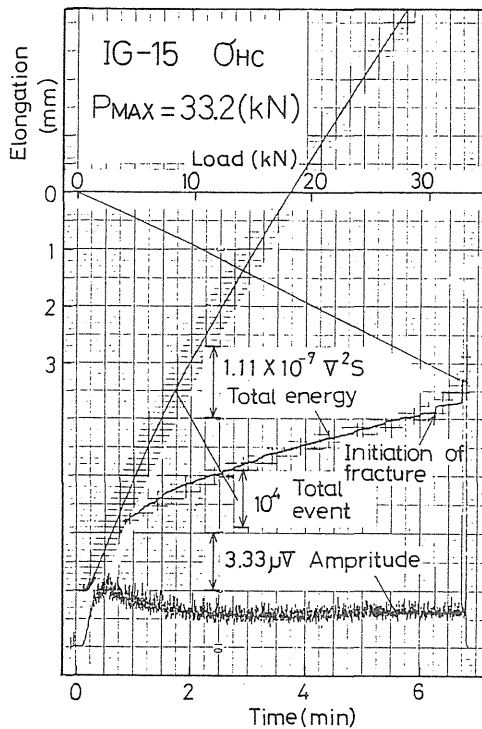


Fig. 6 Acoustic emission responses of IG-15 graphite in the diametral compressive strength testing.

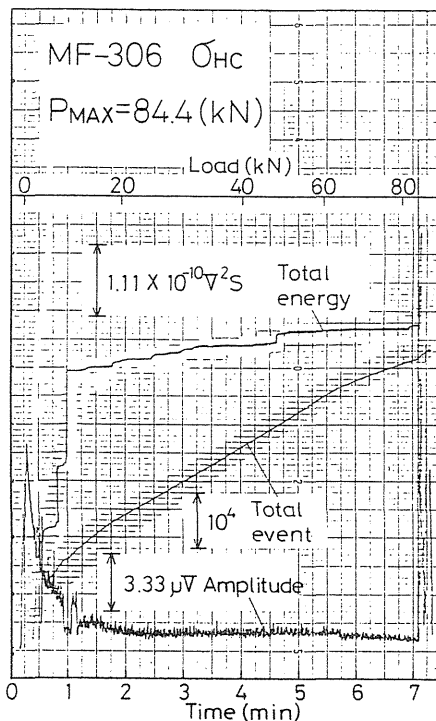


Fig. 7 Acoustic emission responses of MF-306 graphite in the diametral compressive strength testing.

断直前の点で、またIG-11とIG-15では、それぞれ約89% (32.4kN) および90% (30.1kN) の点でき裂の伝播開始に対応すると考えられる急増が現れている。なお、実効値は破断直前以外では、変化がほとんど現れていない。また圧裂荷重-伸び線図は、IG-11では約61% (22kN) の点上に凸から下に凸へ変わる変曲点があり、またIG-15およびMFでは約30% (10kN) 以上ではほぼ直線となっている。

これらを総合すると、トータル・エネルギーの急増点はAEのイベント数および実効値振幅には表われないエネルギーの高いAEの発生を示しており、き裂の伝播開始に対応していると考えられる。

### 3.3 き裂発生点とAE

以上、各試料の圧裂試験におけるAEを検討して、き裂の発生に対応すると考えられるAEの変化点に対応する破壊荷重との比率を求めると、比較的粗粒の黒鉛PおよびNと微粒等方性のMF、IG-11およびIG-15のAEの間にはかなり歴然とした相違が認められる。すなわち、黒鉛PおよびNのAEでは荷重負荷直後からかなり発生しており、荷重が増すにつれてさらにその量は増大する傾向を示している。これは黒鉛PおよびNが他の黒鉛と比較し粗粒で、多数の大きな欠陥があるので、低応力でも欠陥が変形され易く、AEが発生するためと考えられる。したがって、これら材料にAE法を適用する場合には、他の黒鉛で生じているような明確な急増点を知ることよりも、全体的な傾斜の変化や変曲点等の存在に注意する必要があると思われる。

Table 3は各種黒鉛の破壊試験におけるAEの記録におけるき裂の発生に対応すると考えられる変化点に対応する破壊荷重との比率を示す。この表のMF、IG-11およびIG-15を一括して試験方法の違いによるAEの変化点をみると、圧縮応力によるき裂の拘束を受けないモードIの破壊靱性試験(圧裂法、三点曲げ法)および曲げ強度試験においてAEに急増等の挙動が発生する比率はそれぞれ平均96%、95%および94%で、いずれも95%前後で現れていることがわかる。これは破断荷重直前でAEが急増し、そのまま破断に至ったことを示している。一方、圧裂強度、圧縮強度および圧裂によるモードIIの破壊靱性試験においてAEに急増等の挙動が発生する比率は平均するとそれぞれ89%、80%および83%である。これはいずれも上記のき裂伝播後に破壊する曲げ強度およびモードIの破壊靱性試験と比較して低い応力比率

である。これは圧縮応力により試料内部の潜在的き裂の伝播および進展が拘束され、より大きな応力で最終的に破壊することに対応している。これら微粒等方性のMF, IG-11およびIG-15の低応力でのAEの急増点に注目することはPおよびNと比較し把握でき易いため、今後これら材料の保証試験等への実用の可能性があると考えられる。

Table 3 Percentages of load for fracture values corresponding to inflection points of AE occurring in different fracture testings of graphite.

Graphite	P		N		MF	IG-11	IG-15
	L	R	L	R			
$\sigma_b$	total events	-	-	-	95	-	-
	total energy	92	-	95	-	93	95
$\sigma_c$	total events	-	-	-	73	85	76
	total energy	-	-	70	68	92	-
$\sigma_{HC}$	total events	-	-	-	-	89	-
	total energy	-	-	-	-	89	90
$K_{IC}$	total events	-	-	-	-	99	94
	total energy	-	-	-	-	99	95
$K_{IIC}$	total events	-	87	-	89	88	79
	total energy	-	88	-	89	88	79
$K_{IC(b)}$	total events	-	-	-	-	98	93
	total energy	-	-	-	-	99	93

Data indicate all in percent (%) for the fracture values.

#### 4. 破壊基準のAEによる検証

Fig. 8は一例としてIG-11の場合の二軸応力場における破壊基準図を示す。図において線(1), (2)および(3)は、前述のようにそれぞれ破壊の条件が $K_I = K_{IC}$ ,  $K_{II} = K_{IIC}$ および $\tau_{max} = \tau_c$  (ここで,  $\tau_{max}$  および  $\tau_c$  はそれぞれ最大せん断応力および純せん断強度である。)に対応しており, (2)のAP線は理論的に次式で与えられる。<sup>(1)</sup>

$$\sigma_y = \left\{ \left( \frac{\sigma_c}{\sigma_t} \right) \frac{K_{IC}}{K_{IIC}} - 1 \right\} \sigma_x - \sigma_c \quad (11)$$

圧裂強度試験の応力場は最大引張応力の生ずる円板中央において圧縮応力が引張応力の3倍以上(荷重を集中力とすると3倍, それゆえ, 最大せん断応力が引張応力の2倍以上)で, 圧縮応力の支配的な応力場である。それゆえ, 圧裂や圧縮強度試験のき裂伝播開始はせん断応力によってFig. 8の基準線図のDQ線上で生じ, モードII型破壊となる。しかし, 前述のように圧縮応力が支配的な応力場では最終破断は圧縮応力によるき裂の拘束効果を考慮したAP線で表わされる。この二つの線で挟まれた三角領域DQPをき裂の拘束領域と呼ぶ。AP線は圧縮および圧裂強度試験や内圧試験などの二軸応力場の破壊実験から確定できる。しかし, DQ線上では潜在的で外見上は何らの挙動も現れないが, AE法による場合はこの線上のき裂の伝播開始に対応する現象が検出されるものと考えられる。

Fig. 8において, 圧縮および圧裂試験におけるき裂伝播の開始点, DおよびE点の応力をそれぞれ $\sigma_D$  および  $\sigma_E$  とすると, 圧縮強度 $\sigma_c$  および圧裂強度 $\sigma_{HC}$ に対する比率は次式で計算される。

$$\frac{\sigma_D}{\sigma_c} = \frac{2 \sigma_t}{\sigma_c} \cdot \frac{K_{IIC}}{K_{IC}} = \frac{2}{\sigma_c} \cdot \frac{\sigma_{HC} \cdot \sigma_c}{\sigma_{HC}(1 + \sigma_x/\sigma_h) + \sigma_c} \quad (12)$$

$$\frac{\sigma_E}{\sigma_{HC}} = \frac{2 \sigma_t}{\sigma_{HC}(1 - \sigma_x/\sigma_h)} \cdot \frac{K_{IIC}}{K_{IC}} = \frac{2}{\sigma_{HC}(1 - \sigma_x/\sigma_h)} \cdot$$

$$\frac{\sigma_{HC} \cdot \sigma_c}{\sigma_{HC}(1 + \sigma_x/\sigma_h) + \sigma_c} \quad (13)$$

ここで,  $\sigma_t$ は引張強度で, 圧裂試験などから推定もでき

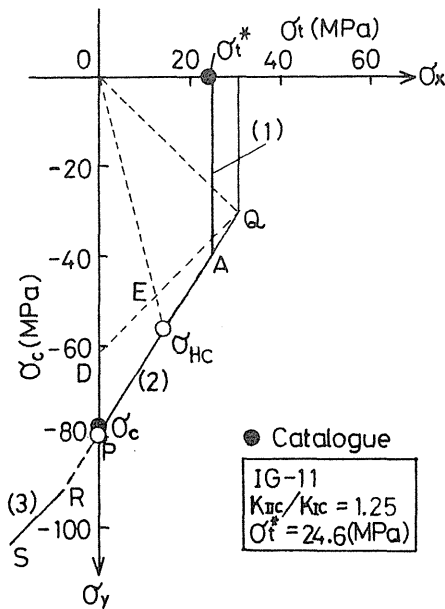


Fig. 8 Fracture criterion for IG-11 graphite at multi-axial stresses.

る。  $K_{IIc}/K_{IC}$  はモード II およびモード I の破壊靱性の比で、1.2 前後になることが多い。 $\overline{\sigma_x}/\sigma_n$  は圧裂強度試験における試験片中央部の圧縮と引張応力の比で、接触幅により変る値である。上式から計算したき裂伝播の開始点すなわち拘束領域に至る応力の破壊応力に対する比を Table 4 に示す。同表において例えば IG-11 の拘束領域に至る応力の破壊応力に対する比率は  $\sigma_c$  では約 77%、 $\sigma_{HC}$  ではその約 87% となっている。これらは Table 3 の AE の急増点に対応する実験値と比較すると、いずれも約 1~2% の差があるもののほぼ一致している。同様に IG-15 については拘束領域に至る応力の破壊応力に対する比率は AE の急増点に対応する応力比に比較しその差約 1~2% でこれもほぼ一致している。しかし、MF では AE の急増点に達する比率がいずれの試験でもかなり高いため応力が拘束領域に達しても、AE にそれに対応する挙動は今回の実験では観察されなかった。また、P、N の AE は変動がはげしく、全体的な変曲点がみられるものの、急増点等の存在を確認し難いため、破壊基準線図との対応を確認できなかった。

Table 4 Deduced percentages of fracture initiation stresses corresponding to the final fracture stresses for different grades of graphite.

Graphite	P	N	MF	IG-11	IG-15
Direction	R	R			
$\sigma_c$	85	95	80	77	81
$\sigma_{HC}$	92	97	89	87	89

Data indicate all in (%) for the fracture values.

## 5. AE による保証試験

黒鉛材料の受入のための保証試験に AE を用いる場合について述べる。原子炉用黒鉛 IG-11 の場合は材料の受入保証試験として直接サンプリングする強度試験法と非破壊試験法とが検討されている。素材黒鉛は円柱状であるから、ある一定までの応力を負荷とする半ば非破壊的な圧裂強度または圧縮強度試験が有用で、これらの試験では破壊の前に潜在的なき裂の拘束領域があり、低応力でき裂の伝播開始があり、これが AE である程度検出できるから、AE を併用した保証試験に有用であると考えられる。保証応力は非破壊確率 99%、信頼度 95% に対

応する設計基準強度  $S_u$  (平均強度の約 60%)<sup>(8)</sup> の  $1/2$  ないし  $1/3$  程度が適当と考えられる。前述の Fig. 5 の圧裂強度試験の試料の場合は、大きな欠陥がなく、この程度の保証応力によっては AE の異常信号が検出されていない。いま、IG-11 の  $K_{IC}$  が  $1.01 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、保証応力  $\sigma_p$  が  $7.5 \text{ MPa}$  ( $= S_u/2$ ) の引張を受ける平板に単一き裂が存在するものとし、その寸法の  $1/2$  を相当き裂長さ  $a_e$  とすると、 $a_e$  は以下のように算出される。

$$a_e = \frac{(K_{IC}/\sigma_p)^2}{\pi} = \frac{(1.01/7.5)^2}{\pi} = 5.8 \text{ mm} \quad (14)$$

すなわち、この保証応力により、き裂は  $a_e$  に成長するまでは破壊しないが、AE 信号に着目すればこのき裂の成長の初期に検出が可能である。それゆえ、この保証応力によって更に小さな内部欠陥やき裂の伝播成長の検出の可能性はある。

## 6. 結 論

以上、本研究においては種々の黒鉛の破壊強度試験に伴う AE の検出を行い、一例として各試料の圧裂試験の際に発生した AE をとり上げその検討を行った。

圧裂強度は圧縮強度の場合と同様、圧縮応力が支配的な応力場にあり、モード II 形のせん断破壊を生ずるものであるが、そのき裂伝播開始がそのまま最終破断とはならず、圧縮応力によりき裂の拘束を受けさらに大きい応力で最終破壊に至る。しかし、拘束領域に達しても試料は外見上何らの変化も認められないがき裂の伝播および拘束、破壊モードの遷移などの潜在的な現象を起こしている。これらの強度試験中に現れた AE の実効値、トータル・イベント数およびトータルエネルギーと破壊基準線図との対応を観察すると、比較的均質な黒鉛 IG-11 および IG-15 の場合は破壊基準線図において、拘束領域に達した点近傍で、試料内部の欠陥やき裂の挙動による AE の急増等の変化が生じていることが認められた。しかし、今回の実験では MF に関しては拘束領域に達した際に放出される AE が検出限界より微小であったためその対応は不明であり、また、P および N に関しては低応力で試料内部の気孔等が圧壊するときに放出される AE が非常に多く、その曲線の変曲点が認められるものの、き裂の伝播と判別が困難であり、き裂の拘束があるとす破壊基準との対応が不明瞭であった。

また、黒鉛の受入保証試験法としては素材の形状とき



裂の拘束領域が存在し, 比較的低応力でき裂が伝播するためAEと併用した圧縮または圧裂試験が有用であろう。今回の実験から設計基準強度 $S_u$ (平均強度の約60%)の1/2ないし1/3程度までの圧縮および圧裂強度試験を黒鉛の受入保証試験としてみると今回の材料の場合, 限界以上の欠陥がなくAEは一定の増加を示し, 異常が認められなかった。しかし, 今後機会があれば定量的な人工欠陥を有する試料について改めてこれら欠陥のAEの検出を検討したいと考えている。

### 参 考 文 献

- (1) 佐藤, 淡路, 川又, 原研委託研究報告書, 多目的高温ガス実験炉用黒鉛材料の破壊限界基準の調査 (1984)
- (2) 東北協和カーボン, メタファイト (1981)
- (3) 淡路, 佐藤, 材料, Vol. 28 (1978) P. 295, 336, 349.
- (4) H. Awaji and S. Sato, J. Eng. Materials and Tech., AS ME-H, Vol. 101 (1979) P. 139.
- (5) H. Awaji and S. Sato, Trans AS ME-H, Vol. 100 (1978) P. 175.
- (6) JSME, SOO 1, 弾塑性破壊靱性 $J_{IC}$  試験方法 (1981) P. 19.
- (7) H. E. Strauss, Proc. 4th Carbon Conf., Vol. 2 (1966) P. 473, 647.
- (8) ASME Code Section III, Div. 2, Subsection CE (1982)