

山口大学 工学部
宇都興産(株)
山口大学 工学部

正〇幡中 憲治
上田 誠
正 藤満 達朗

1. 緒言

セラミックスを機械構造部材へ適用するために、解決すべき多くの問題点が残されている。それ故、最近我が国においてもこの材料の強度評価試験が盛んに試みられつつある。しかし、この材料特有のばらつきの大きさ、脆さおよび試験の困難さなどに起因して、引張りあるいは曲げ強度などの基本的強度特性すら十分に明らかにされていない。適切な機械構造用セラミックスを開発するために、この方面の資料の蓄積と破壊機構の解明が急がれる所以である。

そこで、本研究では機械構造用耐熱材料としての用途が期待されている窒化珪素セラミックスの引張りおよび曲げ試験を実施した。そして、それらの強度特性を調べるとともに統計的立場からこれら2つの強度間の関係に検討を加えた。さらに、破面観察により破壊の起点となった欠陥を決定し、これを半楕円あるいは楕円で近似することにより破壊靱性を求めた。これがヌープ圧子により導入された半楕円予き裂材から得られた破壊靱性値と比較された。

2. 供試材料および試験方法

試験に供した材料は常圧焼結窒化珪素セラミックスである。円板状素材より、引張りおよび4点曲げ試験用として、それぞれ図1および2に示す寸法および形状を有する試験片を得た。図3には引張り試験用治具

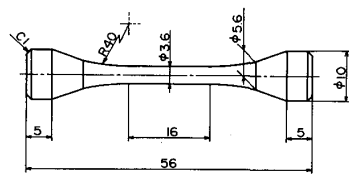


図1 引張り試験片の形状および寸法

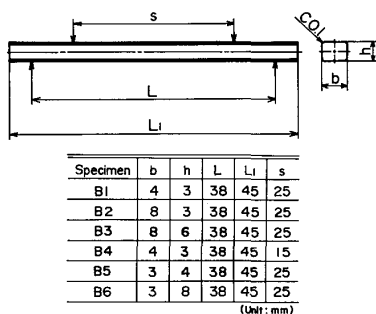


図2. 4点曲げ試験片の形状および寸法

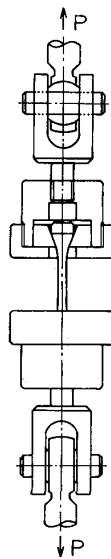


図3 引張り試験用治具

の構造を示した。試験前に引張り試験片中央部表面の互いに90°隔った位置に4枚のひずみゲージを貼り付け、約145 MPaの予引張り負荷を与えることにより、4枚のひずみゲージ間の出力差を調べた。同じ操作は試験片と治具との相対位置を種々変化させて実施された。4枚のゲージ間の最大ひずみ差は最大ひずみの10%程度であった。

引張りおよび曲げ試験はそれぞれの試験用治具を電気油圧式疲労試験機に装置することにより 10^{-2} m/minの一定変位速度で実施された。

破壊の起点となった欠陥の寸法および形状が破面を走査型電子顕微鏡で観察することにより調べられた。

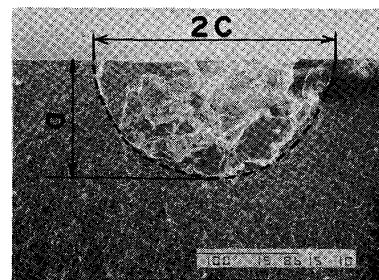


図4 破壊の起点となった表面欠陥の一例

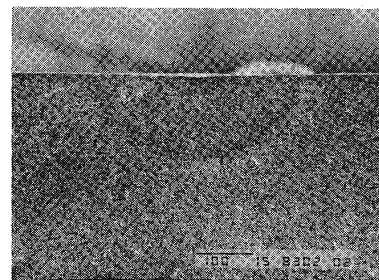


図5. ヌープ圧子により導入された予き裂面形状

また、ヌープ硬さ試験機を用い、荷重5あるいは10 kgfで曲げ試験片中央部に圧痕を導入することにより予き裂曲げ用試験片を作製した。その後、これに1200℃で15分間加熱後、炉冷の焼なましを施し、これを破壊靱性測定用試験片とした。破面上に残された、破壊の起点となった欠陥およびヌープ圧子により導入された予き裂面形状の一例を図4および5に示す。

なお、後述するように、破壊靱性値は、このような表面欠陥および予き裂を半楕円で近似することにより計算された。

3. 寸法効果および破壊靱性値の解析

3・1 寸法効果の解析

良く知られているワイブルによる手法⁽¹⁾に従う。すなわち、引張り応力 σ を受ける部分の体積を dV 、ワイブル係数を α 、尺度母数を σ_0 とすると、体積 V を有する物体の2母数ワイブル破壊確率分布関数は次式で与えられる。

$$F(\sigma) = 1 - \exp\left\{-\int_V (\sigma/\sigma_0)^\alpha dV\right\} \quad \text{--- (1)}$$

いま、試料に作用する最大応力を $\sigma_{\max}$ とすると上式は次のように変形できる。

$$F(\sigma) = 1 - \exp\left\{-(\sigma_{\max}/\sigma_0)^\alpha V_E\right\} \quad \text{--- (2)}$$

ただし

$$V_E = \int_V (\sigma/\sigma_{\max})^\alpha dV \quad \text{--- (3)}$$

さらに、平均強度 μ は

$$\mu = \sigma_0 V_E^{-1/\alpha} \Gamma(\frac{\alpha+1}{\alpha}) \quad \text{--- (4)}$$

となる。いま、 $\sigma_0 V_E^{1/\alpha} = \beta$ とおくと

$$F(\sigma) = 1 - \exp\left\{-(\sigma/\beta)^\alpha\right\} \quad \text{--- (5)}$$

$$\mu = \beta \Gamma(1 + 1/\alpha) \quad \text{--- (6)}$$

が得られる。式(3)は有効体積を与える。式(2)を用いて任意の寸法(体積)を有する引張りおよび曲げ試験片の破壊確率を計算することができる。

3・2 破壊靱性値の解析

図4に欠陥を長軸径 $2C$ 、短軸半径 a の半楕円で近似した結果の一例を示した。よく知られているように、このように表面に位置する半楕円形状き裂に対する破壊靱性値 K_{Ic} は、破壊時の応力を σ_f とすると次式で与えられる。

$$K_{Ic} = 1.12 \sigma_f \sqrt{\pi a} / \phi \quad \text{--- (7)}$$

ただし、

$$i) a \geq C \text{ のとき } \phi = \int_0^{\pi/2} \{1 - (1 - a^2/c^2) \sin^2 \theta\}^{1/2} d\theta \quad \text{--- (8)}$$

$$ii) a < C \text{ のとき } \phi = \int_0^{\pi/2} \{1 - (1 - c^2/a^2) \sin^2 \theta\}^{1/2} d\theta \quad \text{--- (9)}$$

また、試料内部に存在する楕円形状き裂に対しては、

$$K_{Ic} = \sigma_f \sqrt{\pi C} / \phi \quad \text{--- (10)}$$

$$\text{ただし、} \phi = \int_0^{\pi/2} (\sin^2 \theta + a^2/c^2 \cos^2 \theta)^{1/2} d\theta$$

が成立する。

4. 試験結果および考察

破壊確率を平均ランク法により求め、これをワイブル確率紙上にプロットした結果を図6および7に示した。図6は引張り試験の結果得られた破壊確率のワイブルプロットを示している。データはワイブル確率紙上で直線近似され、いわゆるワイブル破壊確率分布に従うことがわかる。図7(a)~(e)は、種々の寸法を有する試験片を4点曲げ試験した結果得られた破壊確率のワイブルプロットと、引張り試験結果に基づいて式(2)より推定されたそれとの比較を示している。これらによると、引張り試験結果と曲げ試験結果のワイブル係数に、二、三の場合において差異が認められるものの、

試験結果と推定結果とはほぼ一致している。このことは、式(2)がかなり妥当なものであることを示している。表1に引張りおよび4点曲げ試験の結果得られたワイブル破壊確率分布に関する統計的諸量を取りまとめて示しておく。

図8(a)および(b)は、表面あるいは内部欠陥を半楕円あるいは楕円形状近似し、式(4)~(6)に基づいて評価された破壊靱性値の確率分布をワイブル確率紙上にプロットした結果を示している。なお、この図(a)には、引張りおよび曲げ試験によって得られたそれに加えて、ヌーフ圧子により導入された予き裂材を4点曲げ試験することによって得られたそれをも示してある。これによると、引張り試験により得られた破壊靱性に関する確率分布のワイブル係数が4点曲げ試験によって得られたそれより若干小さいことを除けば、引張りと4点曲げにより決定された破壊靱性の確率分布特性は比較的良く一致している。このことは、本研究で実施した引張り試験結果がほぼ妥当であったことの1つの傍証となり得るものと考えられる。なお、予き裂材により求められた破壊靱性値は、当然のことながらほとんどばらつきを生じない。これより、このセラミックスの破壊靱性値は $K_{Ic} \cong 6.65 \text{ MPa m}^{1/2}$ 程度であることがわかる。欠陥に基づいて評価された破壊靱性値の平均値は、引張り試験によっても、曲げ試験によっても、共に $K_{Ic} = 5.99 \text{ MPa m}^{1/2}$ で、予き裂材のそれより若干小さい。一方、図8(b)は焼結条件の異なる他の窒化珪素セラミックスの破壊靱性に関する同様な整理結果である。ここでは4点曲げ試験による結果のみが与えられている。これより、欠陥に基づいて評価された破壊靱性値は予き裂材のそれにほぼ一致するが、前者は

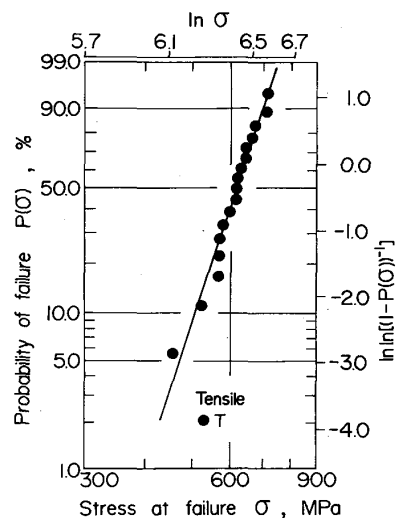


図6 引張り試験における破壊確率のワイブルプロット

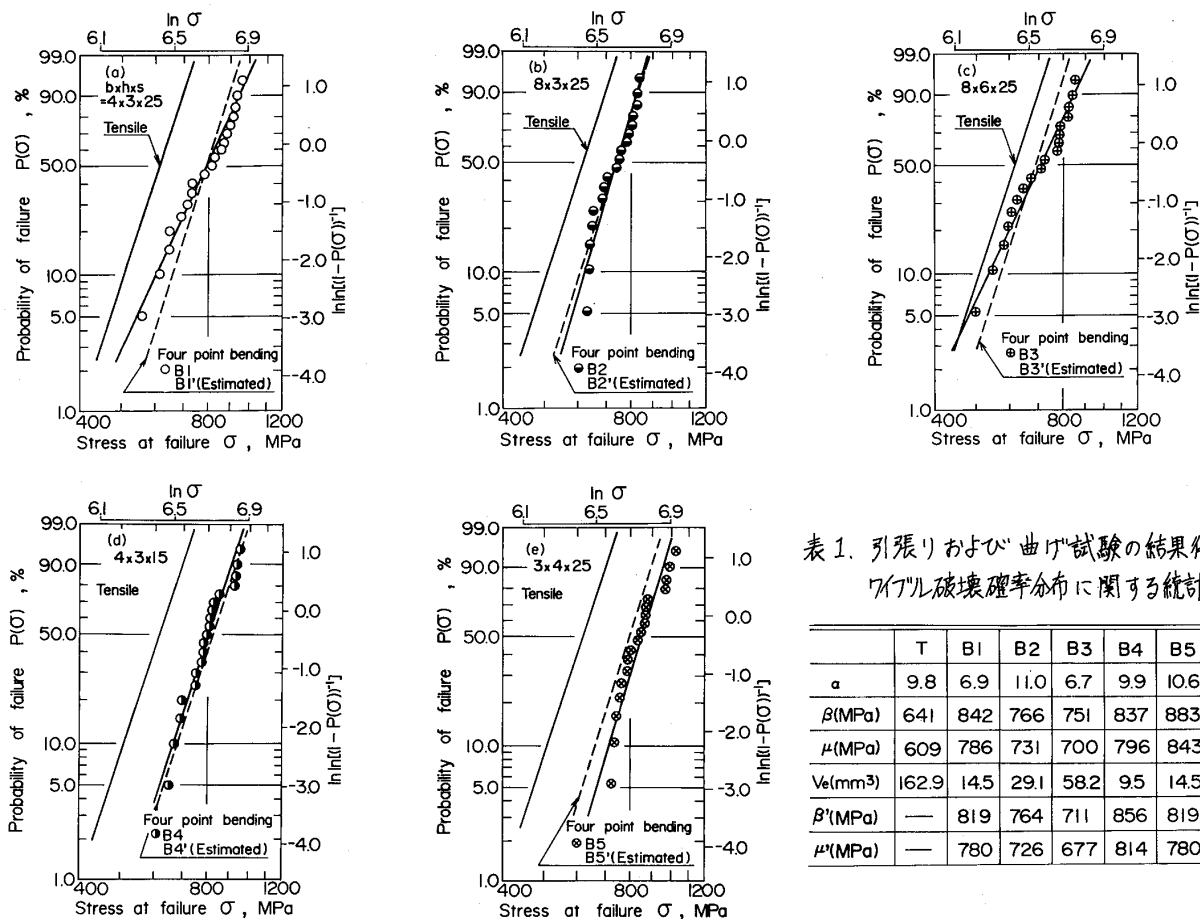


図7 4点曲げ試験の結果得られた破壊確率のワイブルプロットと引張り試験結果に基づいて式(2)より推定されたそれとの比較

表1. 引張りおよび曲げ試験の結果得られたワイブル破壊確率分布に関する統計的諸量

	T	B1	B2	B3	B4	B5	B6
α	9.8	6.9	11.0	6.7	9.9	10.6	8.6
β (MPa)	641	842	766	751	837	883	944
μ (MPa)	609	786	731	700	796	843	890
V_e (mm ³)	162.9	14.5	29.1	58.2	9.5	14.5	29.1
β' (MPa)	—	819	764	711	856	819	764
μ' (MPa)	—	780	726	677	814	780	726

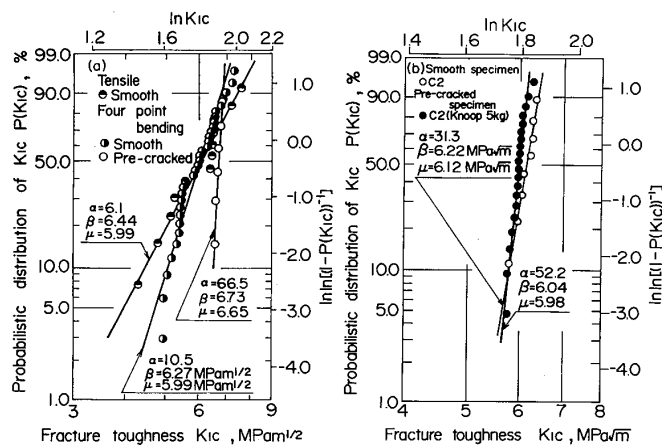


図8 欠陥に基づいて評価された破壊靱性値の確率分布のワイブルプロット

後者より若干大きいことがわかる。このように、欠陥に基づいて評価された破壊靱性値と予き裂材のそれとの相対的な大小関係は必ずしも明確でない。これを明らかにするために、欠陥の寸法・形状の、半楕円あるいは楕円形状への近似手法などが今後検討されねばならない。何れにしても、以上の解析結果より、窒化珪素

セラミックスの破壊の起点は、主に粗大粒子の偏析、密着不良、粗大気孔および気孔の凝集などに起因する内部欠陥であることが明らかである。

4. 結 言

セラミックスの基本的な強度特性を把握するため引張り試験を行い、試作した引張り試験装置および引張り強度について検討を加えた。また、その引張り強度に基づいて、曲げ強度およびその寸法効果を有効体積の概念を取り入れることにより検討することを試みた。さらに、表面あるいは内部欠陥を半楕円あるいは楕円形状に近似することによる破壊靱性値の評価法についても検討を加えた。

引張り強度に基づいて推定された種々の寸法を有する4点曲げ試験片の破壊強度は試験結果とほぼ一致した。また、引張りおよび4点曲げ試験により、欠陥に基づいて評価された破壊靱性値は、両者においてほぼ一致した。さらに、これらとスーア圧子により導入された予き裂を有する試験片の破壊靱性値とが大略一致することが示された。

(参考文献省略)