

立命館大学理工学部
 (株)東芝電機技術研究所
 立命館大学大学院

田中 道七
 岡部 永年
 ○境田 彰芳

1. 緒 言

常圧焼結窒化ケイ素の常温および高温における引張強度特性を調べるために、先に報告した引張試験方法と同一の原理を用いて、つかみ部での破壊を避け、かつ荷重を極小にするような高温引張試験用器具を試作し、常温、1000°C、1200°Cおよび1300°Cの温度において各10本の板状試験片を用いて実験を行い、得られた結果を確率論的立場から検討を加えた。さらに、走査型電子顕微鏡を用いて破面観察を行い、各温度における破面の一般的様相を調べた。

2. 供試材および実験方法

供試材は Al_2O_3 、 SiO_2 を焼結助剤とする常圧焼結窒化ケイ素であり、Fig. 1 に示す形状・寸法に仕上げた板状試験片を用いた。なお、試験片中央平行部の表面粗さは最大高さ R_{max} で 1μ 以下である。

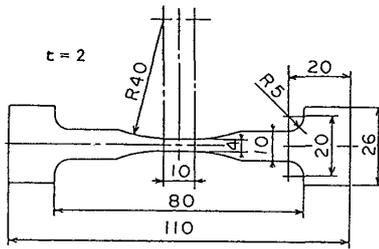


Fig. 1 試験片形状・寸法

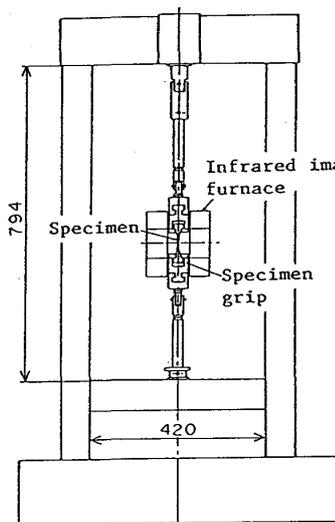


Fig. 2 引張試験装置

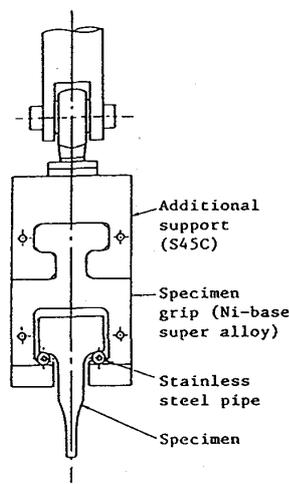


Fig. 3 試験片つかみ部

試作した高温引張試験用器具を万能引張圧縮試験機に取り付けた状態を Fig. 2 に示す。試験片とつかみ具との接触は、Fig. 3 に示すように、高温での実験においては外径5mm、内径2mm、長さ10mmのオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の内管を、また、常温での実験においてはアルミニウム製の円筒を用いた。これらの發衝材は、基本的には圧縮負荷状態にあるために、十分な負荷能力を有し、さらに荷重の増加とともに塑性変形を生じて安定かつ良好な接触状態を実現するとともに、荷重の影響を極小にする働きを有する。なお、上、下つかみ具は Ni 基耐熱合金 U520 を用いて製作し、他の器具は S45C を用いて製作した。加熱装置はランプ長50mmの赤外線ゴールドイメージ炉を使用し、また、温度測定は線径0.3mmの白金ロジウム熱電対 PR13 を試験片に巻きつけることにより行った。なお、試験片中央平行部での温度差は1000°C において $\pm 5^\circ C$ 以内である。

常温での実験においては、試験片中央平行部の表面および両側面に貼付したはずみゲージを用いて、試験片に生じる面外および面内曲げ応力の大きさを50kg ごとに測定し、400kg において曲げ応力が引張応力の3%以内であることを確認して実験を行った。高温の場合には、各温度に対して予測した破断荷重の約1/2を予荷重として設定し、常温において、設定した予荷重までいくつかの荷重段階で曲げ応力の大きさを測定することとした。設定した予荷重において曲げ応力が引張応力の3%以内であることを確認した後、昇温速度 $300^\circ C/min$ で試験温度まで昇温し、1,2分保荷した後に実験を行った。なお、すべての実験はクロスヘッドスピード $0.5 mm/min$ の条件で行った。

3. 実験結果および考察

3-1. 引張試験結果 常温、1000°C、1200°Cおよび1300°Cの温度において、Fig. 1 に示した試験片を各10本用いて実験を行った結果、全ての試験片は中央平行部で破断し、つかみ部での破壊は全く見られなかった。

常温での実験において測定した各荷重段階での面内曲げ応力の大きさを Fig. 4 に示す。図において縦軸は引張応力に対する曲げ応力割合、横軸は各試験片の破断荷重で無次元化した荷重である。煩雑さを避ける

ために試験片の区別を無視して実験点のみをプロットしてその分布状態を示すとともに、分布のおよその上限を曲線でも示してある。この上限の曲線からわかるように曲げ成分は荷重の増加とともに減少し、破断荷重の約80%で約2%以内に入っていることがわかる。この傾向は面外曲げ応力に対しても同様であり、引張試験としてほぼ許容し得る範囲内であることがわかる。

Fig. 5は各温度での実験結果をワイゲル確率紙上に図示したものである。図の縦軸は試験片総数を n とし、データを値の小さいものから順に並べたときの i 番目の破断確率を $P = (i - 0.5) / n$ として描いたものである。また、図中の直線は2母数ワイゲル分布

$$F(x) = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{x}{\sigma}\right)^a\right\}, \quad x = \sigma_B \quad (1)$$

を仮定して描いたものであり、全ての温度において引張強度の分布は2母数ワイゲル分布でよく近似できることがわかる。また、各温度での実験結果を用いて推定した形状母数 a 、尺度母数 σ の値をTable 1の第5, 6欄に示す。尺度母数の値は試験温度が高くなるにつれて減少する傾向があるが、形状母数、すなわちワイゲル係数の値は必ずしも一定の傾向を示しておらず、11.9から16.6の範囲内の値をとり、平均値は14.2である。さらに、Table 1に示す変動係数の値は常温から1200°Cまではほぼ一定値であるが、1300°Cにおいては他の温度に比較して値が大きいの。また、1300°Cでのワイゲル係数の値は他の温度で得られる値より小さく、強度のばらつきの大きいことがわかる。

本実験結果より得られる平均強度の試験温度依存性をFig. 6中に○印で示す。常温での平均強度に対する1000°C, 1200°C, 1300°Cでの平均強度の比はそれぞれ0.72, 0.39, 0.15であり、1000°Cを超えると強度は急激に低下する。この常圧空気酸化ケイ素の高温における強度低下現象の傾向は、参考までに●印で示す松末らの実験結果の傾向と一致していることがわかる。破面観察例は後に示すが、1200°C, 1300°Cでの破面はガラス相に覆われていることから、この強度低下現象は、一般に知られているように、遊離助剤が高温において析出し、軟化することによるものと思われる。

次に、1300°Cでの実験において得られる荷重-時間曲線の一例をFig. 7中に実験線を示す。実験はクロスヘッドスピード一定で行っているため、図の横軸の時間はクロスヘッドの変位量に対する。この曲線には微衝材として試験片とつかみ具との間に挿入したステンレス製円筒の塑性変形が含まれているので、試験片のみの荷重-時間曲線を推定するために、1個のステンレス製円筒を用いて圧縮試験を行い、この結果から円

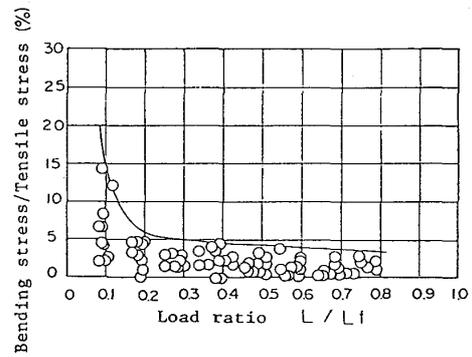


Fig. 4 引張応力に対する曲げ応力の割合

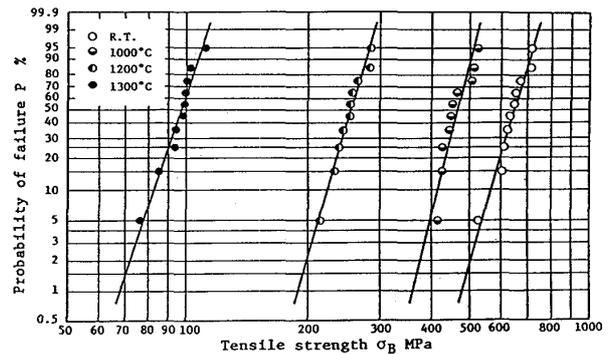


Fig. 5 引張強度分布

Table 1 引張試験結果

Temperature °C	Mean σ_B MPa	Standard deviation s MPa	Coefficient of variation v %	Weibull parameters	
				Shape parameter a	Scale parameter b
R.T.	642	55	8.6	14.0	6.65×10^2
1000	462	38	8.2	16.6	4.76×10^2
1200	252	22	8.6	14.3	2.60×10^2
1300	96	10	10.0	11.9	1.00×10^2

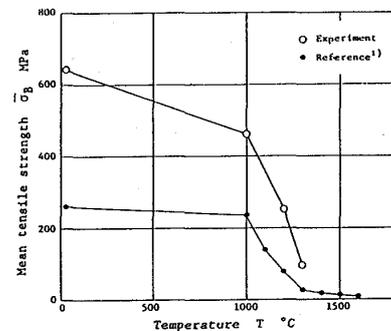


Fig. 6 平均強度の温度依存性

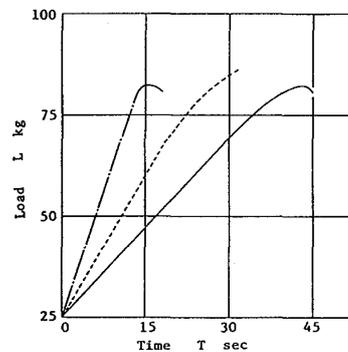
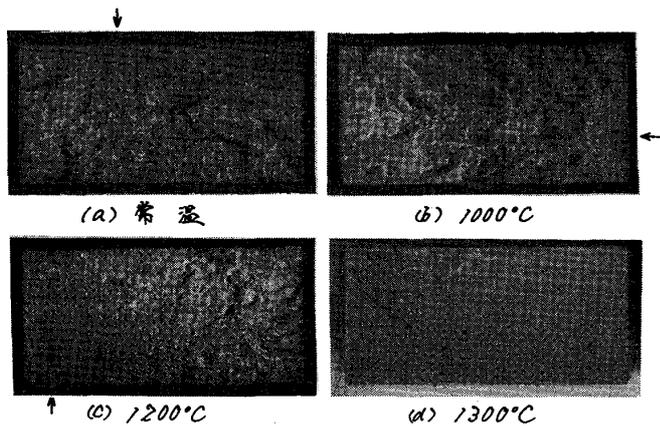


Fig. 7 荷重-時間曲線 (1300°C)

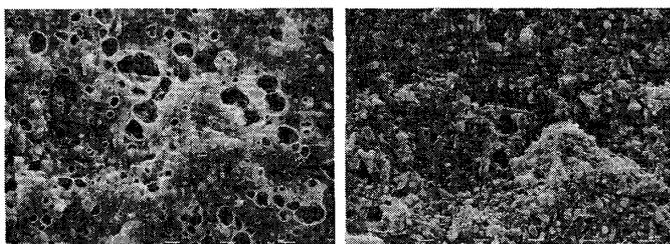
管4個の荷重-時間曲線を推定することとした。推定した曲線と同図中に破線を示す。この曲線を用いて推定した試験片のみの荷重-時間曲線を一点鎖線を示す。この一点鎖線を示す曲線において、ガラス相の軟化による非弾性ひずみの存在が認められる。

3-2. 破面観察結果 Photo.1は各温度における破面の様相を实体顕微鏡により観察したものである。(a)は常温での破面を示したものであり、矢印で示した破壊の起点を中心として、ガラスセラミックスの破面の一般的特徴として知られるミラー、ミスト、ハックルが認められる。また、ハックル部のリッジは破壊発生源を中心として放射状にひろがり、破面の凹凸はかなり激しいことがわかる。(b)は1000°Cでの破面を示したもので、常温の場合と同様、矢印で示した破壊発生源とそれを囲むミラー、ミスト、ハックルが認められる。また、(c)の1200°Cでの破面において、矢印で示した破壊発生源が認められるが、それを囲む平坦部分は破

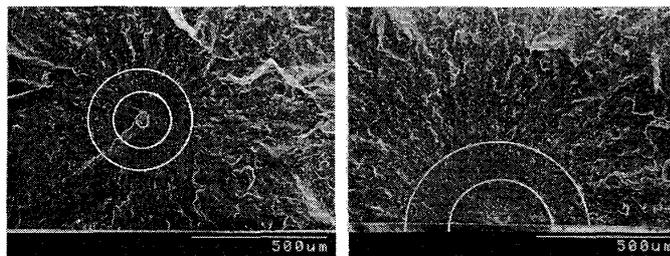


(a) 常温 (b) 1000°C (c) 1200°C (d) 1300°C

Photo.1 破面観察例(实体顕微鏡)



(a) 処理前 (b) F-化水素溶液で処理後
Photo.2 破面観察例(1300°C, x950)



(a) 常温 (b) 1000°C

Photo.3 起点近傍

面のかかり広い部分にひろがり、ミラー、ミスト、ハックルの境界を定義するのは困難である。さらに、(d)に示す1300°Cでの破面においては、ほとんどの部分が平坦であり、破壊発生源を推定できなかった。Photo.2は1300°Cでの破面を走査型電子顕微鏡で観察したもので、破断状態では(a)のように破面がガラス相に覆われていることがわかる。このガラス相は破面をつつ化水素溶液に約10分間浸漬することにより除去することができ、処理後の写真を(b)に示す。

一般に、ミラー半径、ミスト半径と破断応力の間に

$$\sigma \cdot r^{\frac{1}{2}} = const. \quad (2)$$

の関係の成立することが知られているので、ここで常温と1000°Cでの破面に関して式(2)が成立するかどうかを調べた。Photo.3は常温と1000°Cにおける起点近傍を示したものであり、ここではミラー半径 R_m とミスト半径 R_h を、図中に白線で示すように、円弧の半径で定義した。Fig.8は引張強度 σ とミラー半径 R_m あるいはミスト半径 R_h の関係を両対数紙上に図示したもので、図中の直線は式(2)の両対数紙上での傾き/2を示したものである。図より、常温、1000°Cともに実験点は直線によく近似でき、式(2)の関係の成立することがわかる。

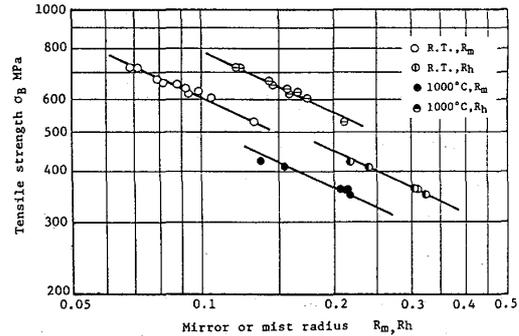


Fig.8 引張強度とミラー半径、ミスト半径の関係

4. 結 言

常圧焼結窒化ケイ素の常温および高温での引張強度特性を調べるために、高温用器具を試作し、それが満足すべきものであることを確認するとともに、常温、1000°C、1200°C、1300°Cの温度において実験を行った。その結果、平均強度は1000°Cを越えると急激に低下するが、強度のばらつきは常温から1200°Cまではほぼ同程度である。1300°Cにおいては、強度のばらつきがいくぶん大きくなるとともに、非弾性ひずみの存在が認められる。さらに、引張強度とミラーあるいはミスト半径との関係に着目して破面観察を行った。その結果、常温および1000°Cでの破面においては式(2)の関係が成立するが、1200°Cおよび1300°Cでの破面においては、それらの半径を定義することは困難である。