

ISSN 0389-4010

UDC 546.28:

620.17

# 航空宇宙技術研究所報告

TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TR-676

窒化珪素ホットプレス材の常温強度評価試験

松 末 勝 利 ・ 高 原 北 雄 ・ 橋 本 良 作

1981年7月

航空宇宙技術研究所

NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

# 窒化珪素ホットプレス材の常温強度評価試験\*

松 末 勝 利\*\*    高 原 北 雄\*\*    橋 本 良 作\*\*

## Strength Evaluation Test of Hot-Pressed Silicon Nitride at Room Temperature

Katsutoshi MATSUSUE, Kitao TAKAHARA,  
and Ryosaku HASHIMOTO

### ABSTRACT

In order to study strength characteristics at room temperature and the strength evaluating-method of ceramic materials, bending-tests of bars, tensile tests of rectangular plates and spin-tests of disks with a hole in the center were conducted on hot-pressed Silicon Nitride ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) specimens. The results can be summarized as follows:

1. The mean strengths of the specimens as shown by either the tensile or the spin tests, agreed well with the values predicted from the results of the mean strength and the Weibull's modules by bending-tests of the material and the effective volume.
2. The mean strength generally decreased with increasing effective volumes of the specimens when said effective volumes were not very small. However, they approached a certain value independent of the effective volumes when they were small enough, as in the case of fracture tests of notched specimens. The limit value of the effective volumes in the present study was about  $1\text{ mm}^3$ .
3. Good test-results were obtained without showing any eccentric load effects that might exist in the present tensile test, where the specimens received the loads through cross pin connectors at both ends of the test-pieces to which steel attachments were fixed with adhesive.
4. For the following reasons spin-testing is considered to be a useful method of testing the strength of ceramics.
  - i) The only force acting on the test-piece is the centrifugal body-force created by the specimen itself. As it is not necessary to consider any reaction force from the test-instrument in spin-testing, stress concentrations caused by misalignment of the test-pieces are expected to be negligible.
  - ii) Large effective volumes can be tested by this method because only tensile stresses are created in the specimens.

---

\* 昭和56年 6 月26日受付

\*\* 原動機部

- iii) Disk spin-tests can also provide useful data on the dual-axial tensile strength of materials because the forces created in the disk under spin-testing are tensile stresses, both in tangential and in radial directions.
  - iv) Much information about the mechanical characteristics of material that is necessary for use in designing rotating parts of machine can be obtained from rather few spin-tests for the above reasons.
5. Observations of the fracture origins and of propagation on the fracture surfaces were made. When the effective volumes were large as in the case of spin-testing, two or more fracture origins were sometimes observed. Locations of the fracture origins did not necessarily coincide with that site where maximum stress was predicted to occur, and the discrepancies between the actual and predicted sites were generally great when stress-gradients on the fracture surface were small.

## 概 要

窒化珪素ホットプレス材の破壊強度を調べ、かつセラミック材料の強度評価法を検討するために、抗折試験、引張試験及び回転試験等を行った。引張試験には十字ピン継手を用い良好な結果を得た。抗折試験で得られた平均強度及びワイブル係数を使用材料固有の強度特性値とみなし、この値を用いて引張強度及び回転強度の平均値が予測できることを確認した。試験片の有効体積と平均強度の関係において、有効体積が小さくなると平均強度は上昇するが、有効体積が極端に小さくなると強度の上昇はなくほぼ一定値になる。回転試験は治具の反力がなく、有効体積も大きくとれるので強度試験法として有益であり、かつ二軸引張試験としても有益である。また、破壊面を観察して、破壊起点の位置及び個数等を調べ、破壊起点と応力勾配及び有効体積との関連について考察した。引張試験及び回転試験のように有効体積が大きく、応力勾配の小さい試験では、表面欠陥より内部欠陥の影響が大きく、逆に抗折試験のような応力勾配の大きい試験では試料の表面粗さが強度上重要となることが推測される。

## 1. 緒 言

ガスタービンの高効率化にともない燃焼ガス温度の高温化が要求され、ガスタービン内の高温部材の耐熱性向上が必要となってきた。従来の耐熱合金を用い冷却技術を駆使して高温化を目ざすには金属の溶融点の制限があり、これにはおのずから限界がある。したがって今後飛躍的な高温化を図るには材料自身を変革する必要がある。そこで高温高強度材料として窒化珪素、炭化珪素等のニューセラミックスが新しい耐熱材料として期待されるようになってきた。しかし本来セラミックスは脆性のため従来の金属材料使用の際に用いられてきた基礎的な強度デー

タと同類のデータを活用しようとしても実用機械部品設計には不十分である。

このような材料を実用機械に適用するには最終的には実際に部品として使用しその安全を確認することが必要であるが、その前段階すなわち材料開発を含む実用化を目ざす研究の段階では材料の機械的特性を理解し、かつその特性を考慮した機能的な研究を進めなければならない。このような研究には材料の製造プロセスに関する研究および機械部品に適用する場合の設計法に関する研究等がある。本報では後者の設計法に関連した研究に重点をおくこととし、窒化珪素のホットプレス材から製作された試験片を用いて、形状、大きさおよび負荷方法等の異なる試

験を行い材料の強度を調べることにした。また、一般に行われる抗折試験の結果を用いて、これと形状、大きさおよび応力分布がそれぞれ異なる試験片の強度予測の可能性を検討した。上述の強度予測が可能ならば複雑な形状の部品の強度を抗折強度を用いて予測できることになり、設計段階でセラミック部品として適用可能かどうかの判定に役立つものと考えられる。

形状および負荷方法が異なる場合の強度を検討した研究については、これまでに抗折試験と回転強度について行われた例<sup>1),2)</sup>があるが比較的少なく、これら関係を系統的に調べた研究はないようである。そこで本報では、二種類の角棒を用いた三点曲げおよび四点曲げの抗折試験、板材の引張試験および円輪の回転試験等を行い、それぞれの強度とワイブル係数を求め、さらに各試験で得られる平均強度が3 mm角棒を用いた抗折試験の結果から予測できることを確認して、複雑な形状の実用部品を設計する際の資料とすることを目的とした。

## 2. 高強度セラミックスの概要

セラミック材料の中で特に高温高強度セラミックスとして期待されている材料には窒化珪素、炭化珪素、サイアロンおよびアルミナ等がある。また材料の焼成法についても、ホットプレス法、常圧焼結法および反応焼結法があり、これらの方法にはそれぞれ得失がある。まず、ホットプレス法は高強度の製品が得られるが、複雑な形状の焼成には向かない。一方、反応焼結法は焼成中に収縮が起らないので寸法精度が良く複雑な部品製作にはよいが、緻密な材質が得難く、したがって強度が低い。また、常圧焼結法は前二者の中間の特徴を有し、今後発展が期待される焼成法である。

本報で使用した窒化珪素のホットプレス材は現在、最高の強度をもつと言われている材料であり、窒化珪素( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )を主成分とし、アルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )およびイットリア( $\text{Y}_2\text{O}_3$ )を焼結助剤とする高緻密質な焼結体である。

## 3. 静強度評価法の理論的背景

セラミックスのような脆性材料の破壊は引張応力

に支配されることが多く、その破壊現象は確率論的に取扱われる。そしてこの種の解析はグリフィスキ裂の不安定伝播に関連した最弱リンクモデルに基づくワイブルの統計解析が著名であり、破壊強度のばらつきや強度に対する物体の寸法および応力分布の影響等を説明する理論として広く知られている。<sup>3)~5)</sup>

最弱リンク説が成立する前提条件として次の仮定がおかれている。すなわち、1) 物体中には十分多数のき裂が存在しているが、き裂の相互干渉はない。2) 物体全体の強度は最も危険なき裂を含む体積要素の強度により決定され、そのき裂は他の要素とは無関係に不安定伝播する。

ところで、ワイブルによれば引張応力 $\sigma$ を受ける内部き裂がモードI(開口型)の破壊を起すときの破壊の確率分布関数は次式で与えられる。

$$F(\sigma) = 1 - \exp \left\{ - \int_V \left( \frac{\sigma - \sigma_0}{\sigma_0} \right)^m dV \right\} \quad (1)$$

ここで $\sigma_0$ 、 $\sigma_u$ および $m$ は材料定数であり、 $m$ はワイブル係数である。また、 $\sigma_u$ はこの値以下では破壊を起さない応力であり、通常の場合は零として扱われる。(1)式の積分記号の添字 $V$ は物体の内部を示し、 $dV$ は体積要素を表わす。そして、 $V$ についての積分は破壊の起る条件( $\sigma > 0$ )の範囲で行う。(1)式を物体内の最大引張応力 $\sigma_{\max}$ を用いて書き直すと次式が得られる。

$$F(\sigma_{\max}) = 1 - \exp \left\{ - V e \left( \frac{\sigma_{\max}}{\sigma_0} \right)^m \right\} \quad (2)$$

$$\text{ただし, } V e = \int_V \left( \frac{\sigma}{\sigma_{\max}} \right)^m dV \quad (3)$$

ただし、 $\sigma_0 = 0$ とした。ここで $V e$ は有効体積と称し、この値は引張応力が作用する場において、一軸引張応力場に換算される体積に相当する。また、(2)式を一連の強度試験から得られるデータの平均強度 $\bar{\sigma}_b$ を用いて表わすと次式が得られる。<sup>6)</sup>

$$F(\sigma_{\max}) = 1 - \exp \left[ - \left\{ \frac{\sigma_{\max}}{\bar{\sigma}_b} \cdot \Gamma \left( 1 + \frac{1}{m} \right) \right\}^m \right] \quad (4)$$

ここで、 $\Gamma()$ はガンマ関数である。 $\sigma_{\max}$ は各試験片の破壊応力であるから、(4)式を用いて一連の実験



データからワイブル係数  $m$  が求められる。 $m$  を求めるにはワイブル確率紙を利用してよいが、本報では統計的な推定法として知られている最尤推定法を用いた。また、試験片の形状や寸法または負荷方法の異なる試験より得られる平均強度と有効体積の間には、(2)式を用い、異種試験の破壊確率が等しいと置くといわゆる寸法効果を表わす式として次式が成立する。

$$\frac{\bar{\sigma}_{b2}}{\bar{\sigma}_{b1}} = \left( \frac{V_{e1}}{V_{e2}} \right)^{\frac{1}{m}} \quad (5)$$

ここで  $\bar{\sigma}_{b1}$ ,  $\bar{\sigma}_{b2}$  および  $V_{e1}$ ,  $V_{e2}$  はそれぞれ異種試験片の平均強度および有効体積である。(5)式により、一種類の強度試験結果を用いて他の試験片の平均強度を予測することができる。

以上は内部き裂を強度因子とした場合の解析であるが、表面き裂を対象とする場合は上記(1)~(5)式の体積の項を表面積の項におきかえることにより同様な関係式が成立する。また、これまで述べてきた理論は一軸引張応力状態におけるモード I の破壊現象を想定した統計解析であるが、さらにより一般的に実機形状の物体を対象とする場合には負荷条件も入れて多軸応力状態とき裂の方向性を考慮する必要があるが、<sup>8)</sup> 本研究で使用了試験片の形状および負荷方法は比較的単純なので、多軸応力の影響については円輪の回転試験の場合にのみ考察することとした。

## 4. 実 験

### 4.1 試験片

使用材料は総て窒化珪素のホットプレス材(東芝電気KK製, 素材成分;  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ )であり, 材料内部に気孔はほとんどなく, 見かけ密度は  $3.27\text{g/cm}^3$  (理論密度比 99.9%) である。試験片は厚さ方向にホットプレスされた板材から切断, 研削および研磨の加工により製作されたものである。

試験片はまず抗折試験片として  $3 \times 3\text{mm}$  の角棒および  $5 \times 5\text{mm}$  の角棒と図 1 に示すように  $5\text{mm}$  角棒の中央に V ノッチをつけた角棒を用いた。V ノッチ先端の曲率半径は  $1, 2, 3\text{mm}$  の三種類である。引張試験片は図 2 に示し, 回転試験片は図 3 に示す円輪である。なお回転試験片製作時に試験片の中心部から採り出した直径  $57\text{mm}$  の円板から  $3\text{mm}$  角の棒

状試験片を 5 本ずつ採取した。これは同一ロット材の回転強度と抗折強度との相互関係の検討に使用した。各試験片の寸法精度は  $\pm 0.02\text{mm}$  である。特に回転試験片では, 回転時のバランスが重要になるので, 円輪の内・外周の偏心量が  $3.5\mu\text{m}$  以下になるように仕上げてある。また, 試験強度は試験片の表面仕上げに大きく影響される。本報で使用了試験片の表面粗さは約  $1\mu\text{m}$  である。ホットプレス材で製作された試験片の表面粗さと抗折強度の関係についてはすでに調べられており, 表面粗さを細くすると約  $1\mu\text{m}$  程度までは抗折強度が増加するが, それ以上表面粗さを細くしても強度の上昇はみられない

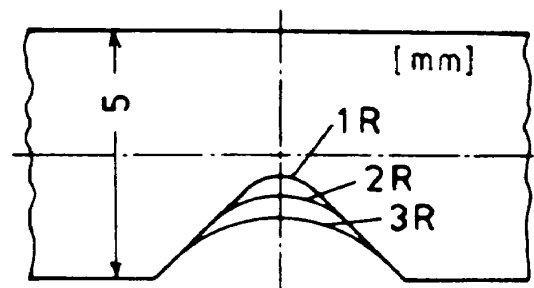


図 1 ノッチ付角棒

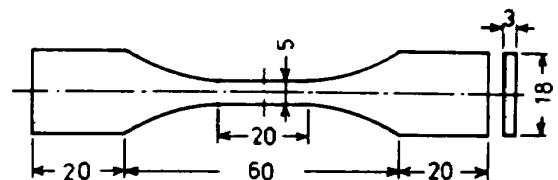


図 2 引張試験片

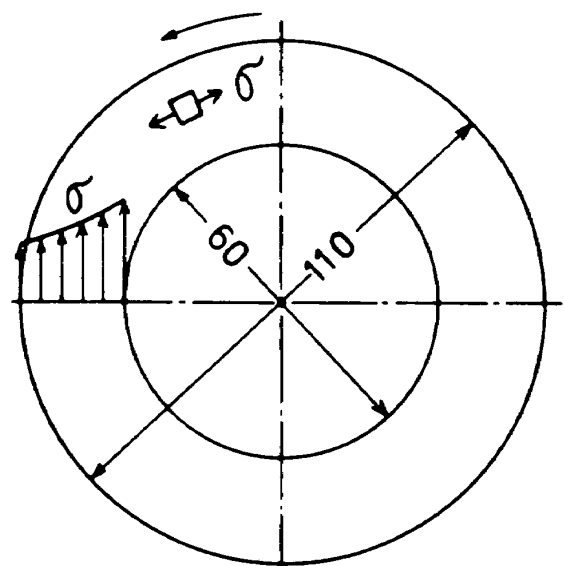


図 3 回転試験片 ( $t = 3\text{mm}$ )

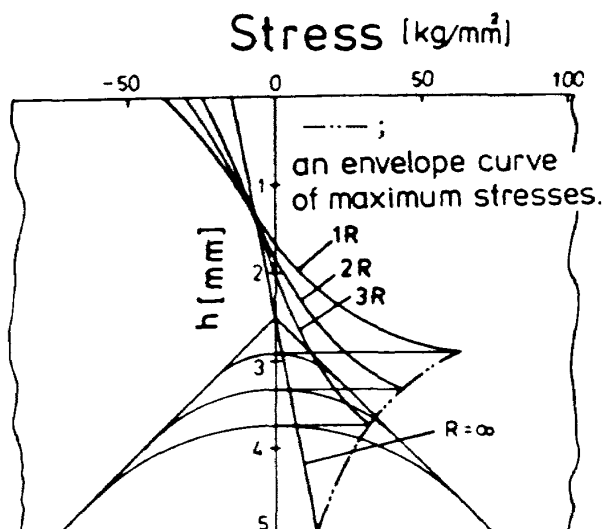


図4 ノッチ部の曲げ応力分布  
( $l_1 = 40\text{mm}$ ,  $l_2 = 100\text{mm}$ ,  $P = 20\text{kg}$ )

ことが報告されている。<sup>9),10)</sup> 以上の理由により本試験片の表面粗さは $1\mu\text{m}$ とした。しかし、ノッチ付角棒のノッチ部のみ表面粗さが $5\mu\text{m}$ の試験片も用意した。そして各試験片のエッジ部には約 $0.1\text{mm}$ の面取りがしてある。

試験片内に生ずる応力分布は試験片の形状および負荷方法等によって変化する。即ち、引張試験の場合は試験領域内で一様な一軸引張応力になるのに対し、抗折試験では、角棒の厚さに沿う応力分布は直線であり曲げの中央面で応力の符号が変わる。また、回転試験片の場合には図3に示すように、円周方向応力は半径方向に応力勾配をもつ引張応力であり、半径方向応力も内・外周を除いて引張応力である。ノッチ付角棒の曲げ応力分布は図4のように切欠き効果によって直線分布とはならず、ノッチ先端に近づくにしたがって応力勾配は急になる。このノッチ付角棒の抗折試験では、切欠き効果による応力勾配の影響を調べるもののほかに、応力の高い領域を小さくすることによって有効体積を極端に小さくし、部品強度への影響を調べることも目的としている。

## 4.2 実験方法

### 4.2.1 抗折試験

抗折試験はセラミック材料の強度試験として最も基本的な試験方法であり、抗折強度の値で材料の強度が比較される。本報では図5に示すような三点曲

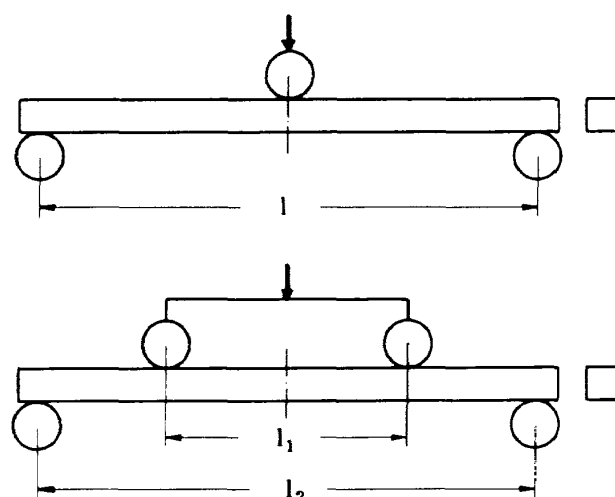


図5 抗折試験

げおよび四点曲げ試験を行った。まず、 $3\text{mm}$ 角棒では $l = 40\text{mm}$ の三点曲げ試験を行い、 $5\text{mm}$ 角棒では $l = 100\text{mm}$ の三点曲げ試験および内・外支点間距離 $l_1 = 50$ ,  $l_2 = 100\text{mm}$ の四点曲げ試験を行った。ノッチ付角棒の抗折試験ではノッチ部が引張りになるような四点曲げ試験を行った。各試験には島津万能試験機(RS-2型)を用い負荷は手動で行った。このときのクロスヘッドスピードは、大体 $0.05 \sim 0.1\text{mm/min}$ の範囲である。なお、各支点には直径 $10\text{mm}$ の炭素工具鋼の円柱を使用した。支点の曲率半径が試験片の板厚に比して極端に大きくなると測定強度に誤差を生ずるが、本試験の場合は $1\%$ 以下になることを計算により確認した。

### 4.2.2 引張試験

引張試験において正確な一軸引張荷重を加えることは重要であるが、セラミックスのような脆性材料ではかなり困難である。本実験では図6に示すように試験片両端部の両面に金属片を接着して、これに金属板をピン接合し、さらに十字ピン断手を介して負荷する方法を用いた。試験の状況を写真1に示す。試験には前述の万能試験機を用いた。クロスヘッドスピードは約 $0.01\text{mm/min}$ である。この速度に相当するひずみ速度および応力速度はそれぞれ $0.3 \times 10^{-3}/\text{min}$ および $17\text{kg/mm}^2/\text{min}$ である。応力速度の影響については、室温での実験であるから特に問題はなさそうである。<sup>11)</sup>なお試験に当たり、曲げの影響の有無を確認するため、試験片中央の両面にひずみゲージを貼付した実験も行ったが、図7に示す

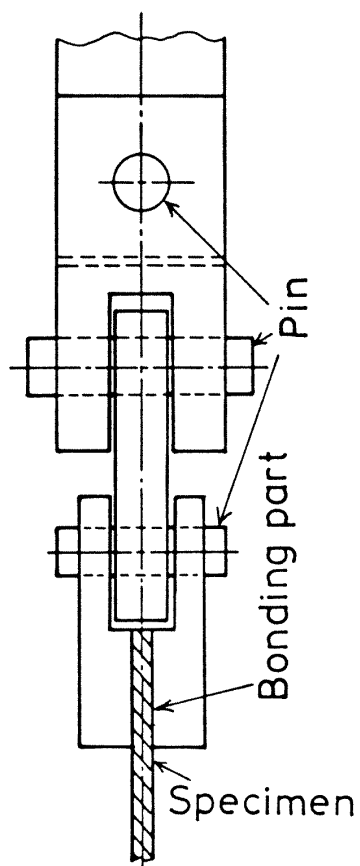


図6 引張試験

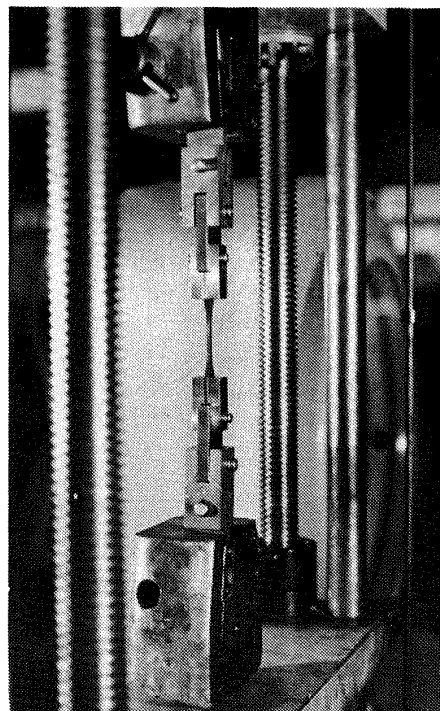


写真 I 引張試験

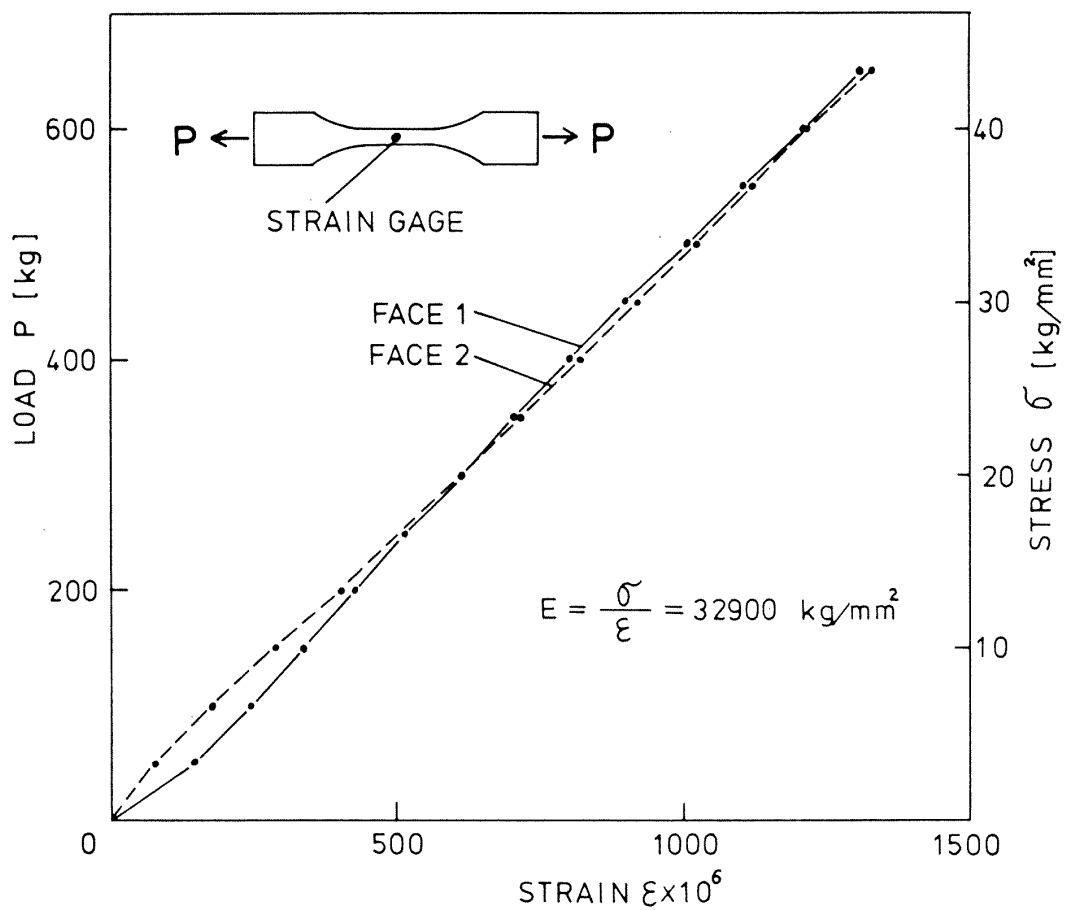


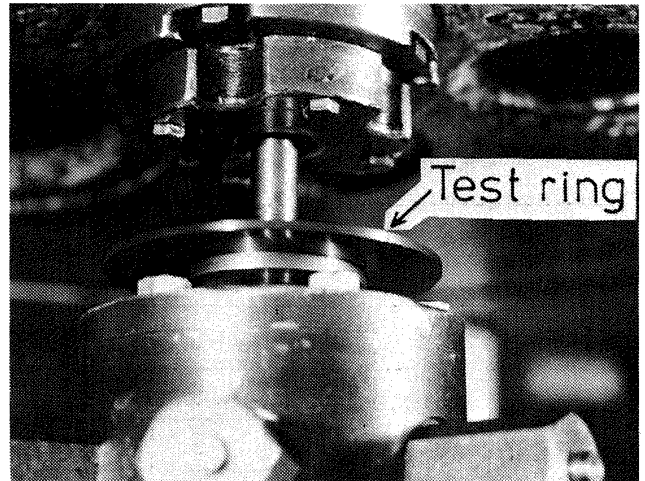
図7 応力～ひずみ線図

ように両者のひずみはほとんど一致しており破断時における両者の差は1%程度である。また得られた荷重～ひずみ線図から材料のヤング率を求めると  $3.27 \times 10^4 \text{ kg/mm}^2$  となった。この値は同材質のカタログ値<sup>12)</sup>  $3.2 \times 10^4 \text{ kg/mm}^2$  とほとんど一致している。

#### 4.2.3 回転試験

回転試験には前述の抗折試験や引張試験のように治具からの反力がなく、自身の遠心力による負荷試験であるから、セラミックスの強度試験として理想に近い結果が得られやすいと考えられる。また、回転によって生ずる円輪内の応力分布は一樣ではないが、円周方向、半径方向ともに引張応力となるので、いわゆる二軸応力下の強度試験としても有益である。

本実験では図8のように試験片を軟鋼製の段付シャフトに取り付け常温にて回転試験を行い、破壊回転数を計測した。試験片の取付状況を写真Ⅱに示す。回転試験機は空気タービンを駆動源とし、最高 10 万 r.p.m の試験ができる。試験機の内部は約 0.1 mm Hg に減圧されているので、試験片とシャフトとの間のすべりは起きにくい、なお念のため接着テー



写真Ⅱ 回転試験

プで軽く押えてすべりどめをした。試験片を取り付けたシャフトの上端には直径 5mm のロッドをピン接合し、その上部は駆動タービンと結合されており、回転系全体は吊下げられた状態になっている。そしてシャフトの下部はベアリングで支持され、そのベアリングを固定する軸受けハウジングは半径方向 6 個所からバネで押えられたいわゆるダンパー軸受の機能をもつので、回転系の軸は自動調心されるようになっている。試験片の様子は試験機上部の窓から観察できるので、回転中の振動、振れまわり等の現象を監視することができる。本実験ではほとんど振動もなく、良好な遠心破壊が行われた。破壊試験に当り破片の二次破壊防止と回収を容易にするためスピニットには、紙とフェルトを積層した緩衝材を内張りした。大部分の破片は緩衝材でキャッチされ、試験後破壊モードの理解と破面の観察に供することができた。

#### 5. 結果および考察

本研究で行った各試験の結果を表 1 に示す。表には試験の種類、試験片の寸法、個数、平均強度と最大値および最小値、標準偏差、ワイブル係数、破壊時の応力勾配および 3mm 角棒の抗折試験のワイブル係数を用いて算出した有効体積等を示した。図 9 には各試験の平均強度（黒丸印）とバラツキの範囲を示す。図中の n は試験片の個数である。ここで、ノッチ付角棒の結果は三種類の曲率半径の試験片総てについて求めた平均強度およびばらつきである。なお、各試験の破壊強度の結果を付録に示す。3mm

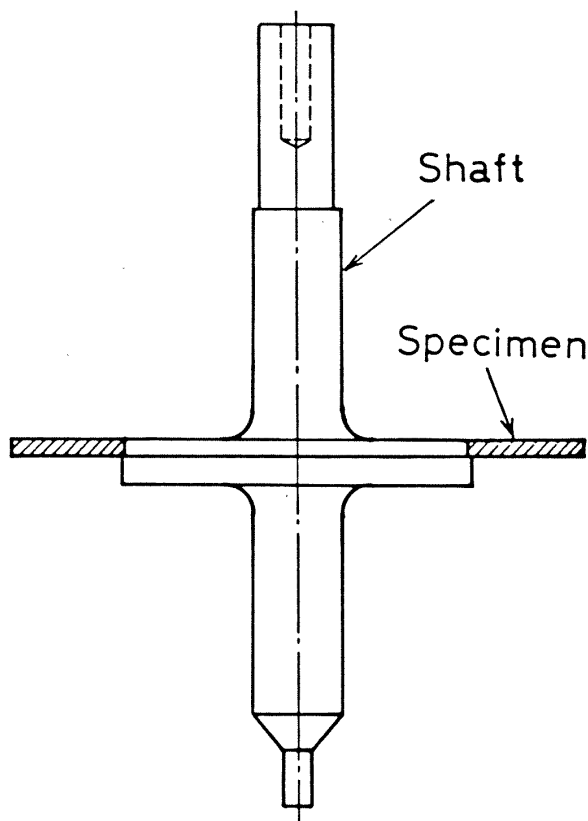


図8 回転試験

表 1 試験結果

TEST RESULTS		number of samples	fracture stress [kg/mm <sup>2</sup> ]			standard deviation	Weibull modulus	stress gradient [kg/mm <sup>2</sup> ]	effective volume	
	[mm]	n	$\bar{\sigma}$	$\sigma_{max}$	$\sigma_{min}$	$\Delta \sigma$	m	$d\sigma/dh$	$V_e$ [mm <sup>3</sup> ]	
3-Point bending	3x3 l=40	57	83.1	108.7	65.3	9.9	8.9	55.4	1.8	
	5x5 l=100	10	66.6	88.1	59.8	8.3	7.4	26.6	12.8	
4-Point bending	5x5 l <sub>1</sub> =100 l <sub>2</sub> =50	15	58.7	75.2	38.9	9.3	7.4	23.5	62.5	
4-Point bending notched bars	surface roughness 1μm	R=1	5	86.4	90.7	80.2	—	—	170.	0.2
		R=2	5	81.7	88.1	77.3	—	—	130.	0.6
		R=3	5	97.6	101.1	92.5	—	—	105.	2.2
	surface roughness 5μm	R=1	5	79.6	85.5	67.5	—	—	160.	0.2
		R=2	5	78.0	84.8	67.5	—	—	125.	0.6
		R=3	5	81.3	101.9	69.2	—	—	85.	2.2
tension	3x5 l=20	13	50.0	58.3	39.7	6.4	9.6	0.	300.	
rotation	D=110,d=60	9	45.9	54.2	32.0	6.3	8.1	1.3	2193.	

Strength of various specimens

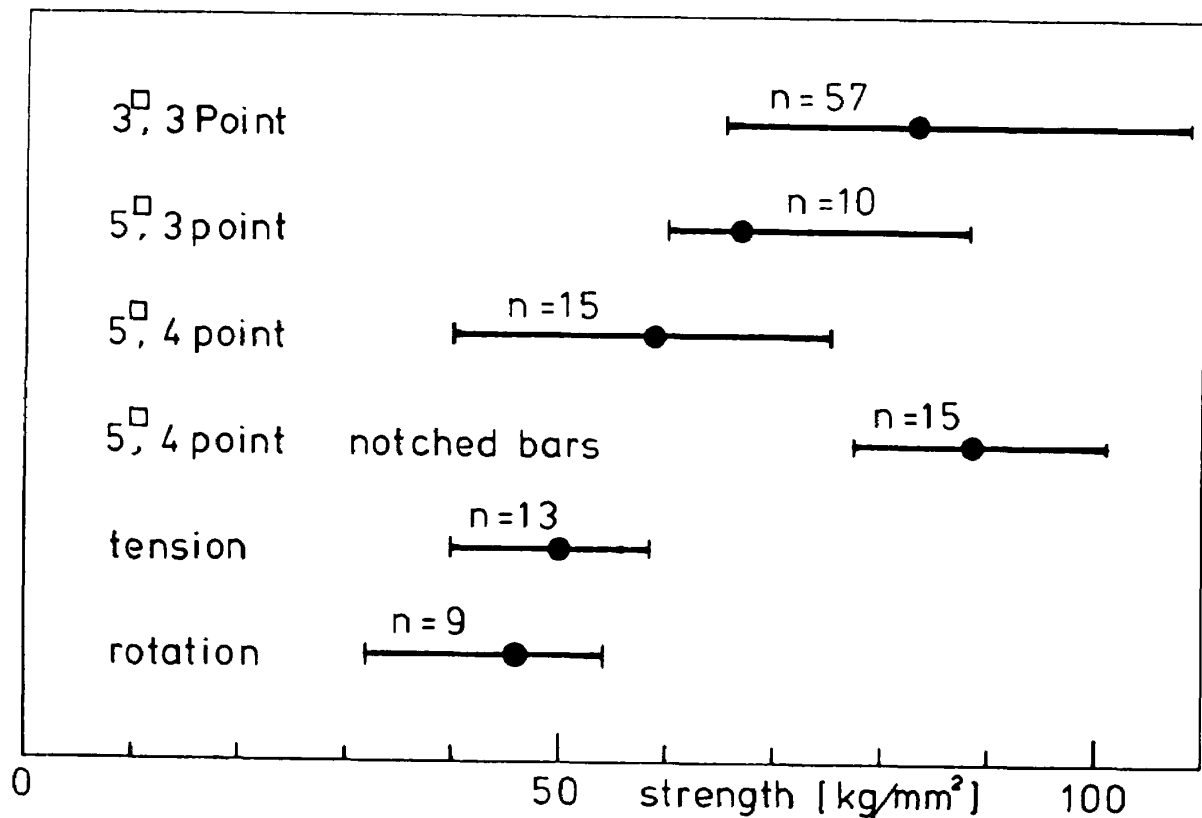


図 9 試験結果

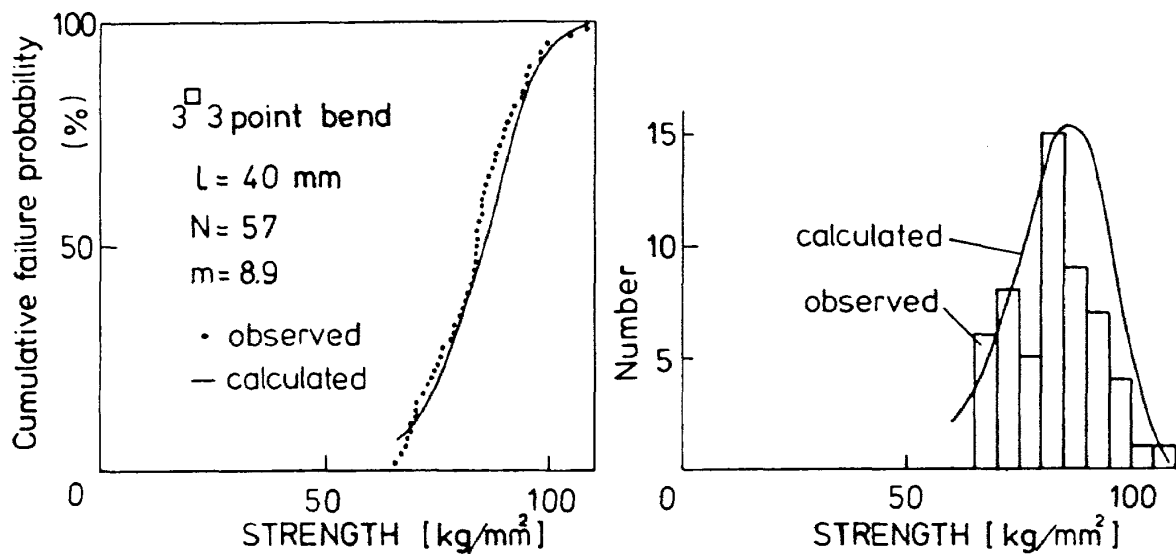


図 10 三点曲げ抗折試験の破壊確率分布

角棒の抗折試験は一般にセラミック材料の標準的な強度試験とされているので、本報でも3mm角棒の三点曲げ試験を基準試験として採用した。抗折試験で得られた結果を用いて、破壊強度の確率分布および確率密度分布を図10に示す。図中の黒丸および棒グラフは実験結果を示し、実線はワイブル分布関数を仮定して求められた理論値である。この時同時に求められたワイブル係数 $m = 8.9$ を供試材料の材料定数とみなし、かつ、抗折試験で得られた平均強度 $\bar{\sigma} = 83.1 \text{ kg/mm}^2$ を材料の基準強度として採用することとした。

### 5.1 有効体積およびワイブル係数

(5)式から明らかなように、試験で得られる破壊強度は試験片の有効体積に大いに依存する。したがって、各試験片の強度は有効体積の関数として考えることが必要である。また、(3)式に示されるように、有効体積はワイブル係数 $m$ に関係する。 $m$ と有効体積と強度の関係を定性的に述べると、以下のとおりである。まず、 $m$ が大きくなるにしたがって有効体積は小さくなる。そして有効体積の小さい試験片の強度は大きく現われる。また、有効体積は試験片の危険領域の大きさを表わしているの、 $m$ の小さいものほど、き裂の起点となり得る危険領域が広いといえる。

ところで、引張試験の有効体積は試験片の平行部

(試験領域)の応力が一様( $\sigma = \sigma_{\max}$ )となるので、この場合は平行部の体積をそのまま有効体積とみなせる。また、抗折試験の場合は、試験片内の応力が座標の関数として与えられるので、(3)式を用いて計算できる。計算の結果、三点曲げでは $V/2(m+1)^2$ となり、四点曲げでは、内・外支点間距離の比が1:2の場合には、 $V(m+2)/4(m+1)^2$ である。ただし $V$ は支点間の試験片の体積である。しかし、ノッチ付角棒や回転試験片の場合は応力分布が複雑になるので、本研究では、以前著者らが作成した有限要素法による応力計算プログラム<sup>13)</sup>の一部を改造し、これを用いて計算した。有限要素法を用いると、応力分布と有効体積の計算を同時に行うことができる。各試験片の有効体積は表1に示す。表から明らかなように、ノッチ付角棒の有効体積は極端に小さく、回転試験片では大きい。3mm角棒の抗折試験は通常広く行われる方法であるが、この試験での有効体積は実用部品の有効体積と比較すると一般に極めて小さいといえる。

ワイブル係数 $m$ は材料定数とされているが、本実験の場合には、試験片に共通の一定値とはならず若干ばらつきがある。この原因として、まず試験片の個数が少ないことによる計算精度の低下が考えられる。<sup>14)</sup>そのほか、特に本試験の場合、試験片の形状と負荷方法がそれぞれ異なるので、破壊に関与する強度因子として、表面き裂と内部き裂のいずれに強く支

配されるかによって影響を受けることも考えられる。<sup>15)</sup> また同じ原料から製作された試験片であっても、焼成中の圧力、温度、時間等の設定条件のわずかな変動によって、焼結体の機械的特性が変わることもあり得る。本報で使用した試験片のように試験片毎にロットが異なる場合は特に材料特性の相違がばらつきの原因となることが多いと考えられる。

本研究では、3mm角棒の三点曲げ試験で得られたワイブル係数の値8.9を供試材料の材料定数とみなして、他の試験片の有効体積を算出し、この有効体積を用いて平均強度を予測することとした。 $m=8.9$ を用いて算出した各試験片の有効体積を表1の $V_e$ に示した。

## 5.2 破壊強度

現象論的な破壊強度は試験片内に生ずる破壊時の巨視的な応力により決定されるのが通常である。したがって、抗折試験では試験片の引張側表面の最大応力が材料の破壊強度であり、引張試験では平行部の平均応力、回転試験では円輪内周の円周方向応力がそれぞれ破壊強度として定義される。微視的にみれば、材料表面または内部に潜在するき裂あるいは各種欠陥の近傍で応力集中が生ずるので、このような局所的な応力が巨視的な応力と一致することはないし、また、必ずしも、巨視的な応力の最

大点で破壊が起るとも限らない。本実験の中にも、最大応力点より明らかに離れた位置で破壊が生じた例もあったが、そのような場合についても特に補正せず、あくまでも、弾性計算で求めた巨視的な最大応力を破壊強度として採用した。このような最大応力点と破壊の起点とのずれは、抗折試験のように試験片内に応力勾配をもつ場合、強度評価に影響をおよぼし、最大応力として求められた破壊強度は、実際の破壊強度より大きく評価されることにもなる。一方、試験領域内で応力が一樣になる引張試験では、平行部での場所による応力差が少ないので、平均応力で表わされる強度は破壊点の強度に近い値となる。以上の議論は、抗折強度より引張強度の方が、有効体積が大きくとれるので、より有益であるとの理由のほかに、さらに得られた強度の値自身の信頼性の面からも、引張試験データの方が重要視される理由になっている。

ところで、ノッチ付角棒の抗折試験にはノッチ先端の曲率半径が三種類異なる試験片を使用した。表1および図11から明らかなように、曲率半径や有効体積に対する平均強度の関係が明確ではない。この原因として、曲率半径毎に試験片材料のロットが異なるためロット間のばらつきの影響が現われたこと、およびノッチによる応力集中が大きく、かつ有効体積が小さいので、表面研磨の微細な相違が各

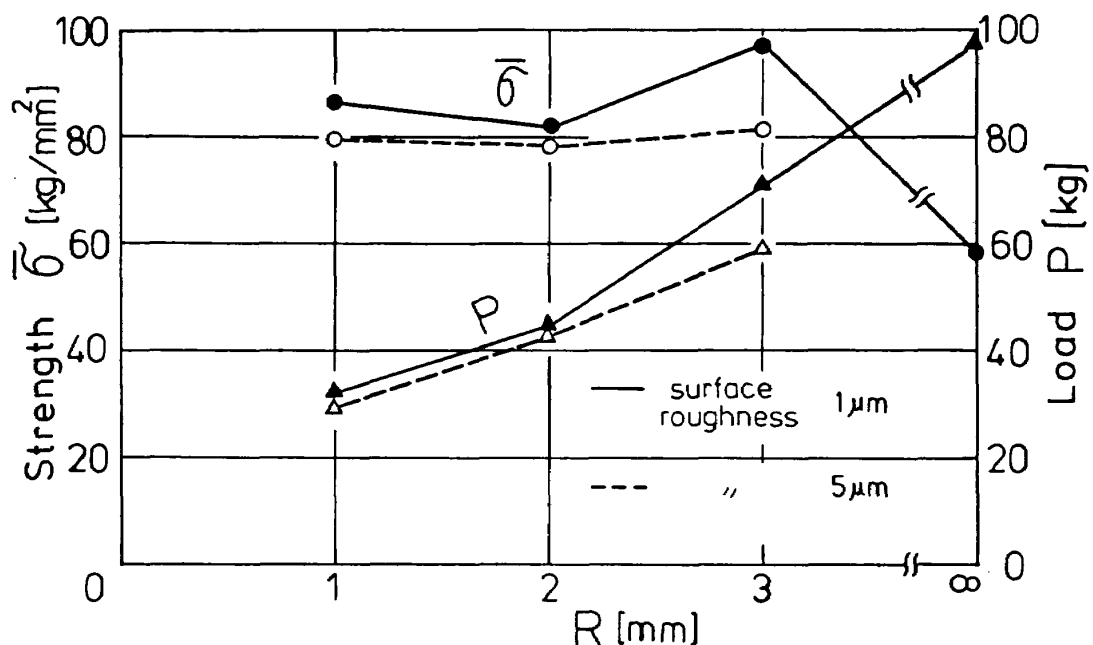


図11 ノッチ先端の曲率半径と抗折強度の関係

試験片の強度に大きく影響を及ぼしたことが考えられる。

同一ロット材から製作された回転試験片と抗折試験片の強度は図2に示すように、両者の比例関係にはばらつきがある。この図は9枚の板材からそれぞれ円輪と5本の角棒を採取し、円輪の強度を縦軸、5本の角棒の抗折強度の平均値を横軸にとり、各板材についてプロットしたものである。図中の二点鎖線は各プロットの平均値を通る線である。両者の比例関係が成立するとすればこの線上にプロットされるはずである。しかし、現実には、同一ロット材であってもかなりのばらつきを生ずる。

試験から得られる平均強度と試験片の有効体積と

の間には(5)式の関係が成立するので、両者の関係を両対数グラフに示すと図13のようになる。図中の実線は3mm角棒の三点曲げ試験の結果を用いて引いた線であり、直線の勾配は $-1/8.9 (= -1/m)$ である。したがって、この直線は3mm角棒曲げ試験の結果を用いて予測される平均強度と有効体積の関係を表わしている。図13から明らかなように、有効体積の大きい試験では試験強度は予測強度より高めになった。つまり、この場合、3mm角棒三点曲げ試験を基準試験として行われた強度評価は、他の試験にとって安全側にあるといえる。しかし、逆にノッチ付角棒のように有効体積が小さくなると強度は予測より低めになる傾向がある。このことから、あ

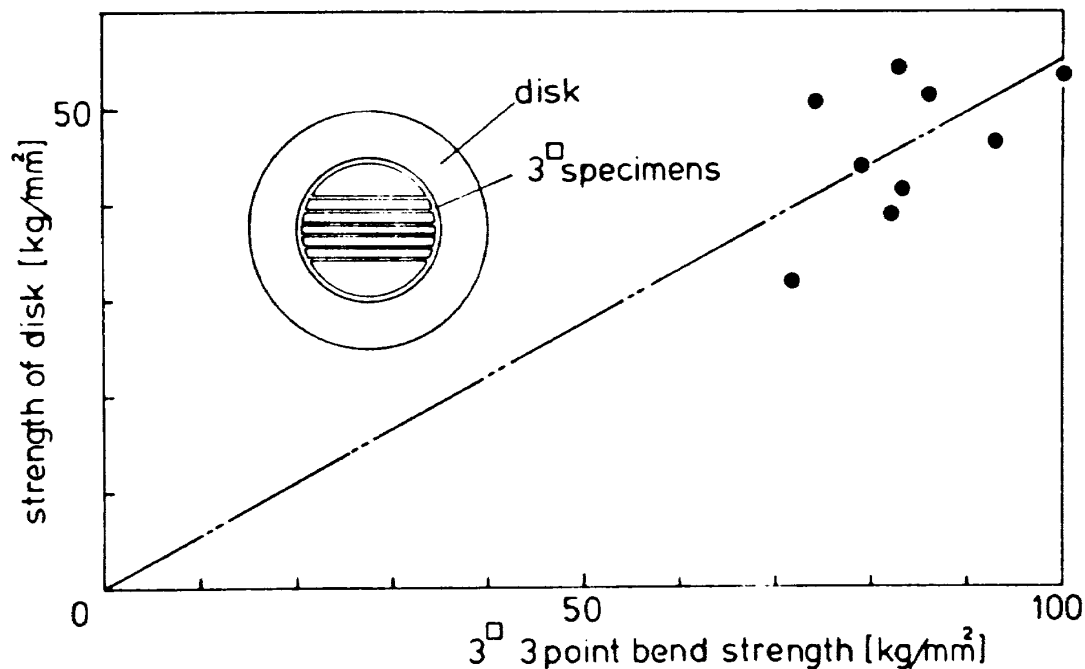


図12 抗折強度と回転強度の比較

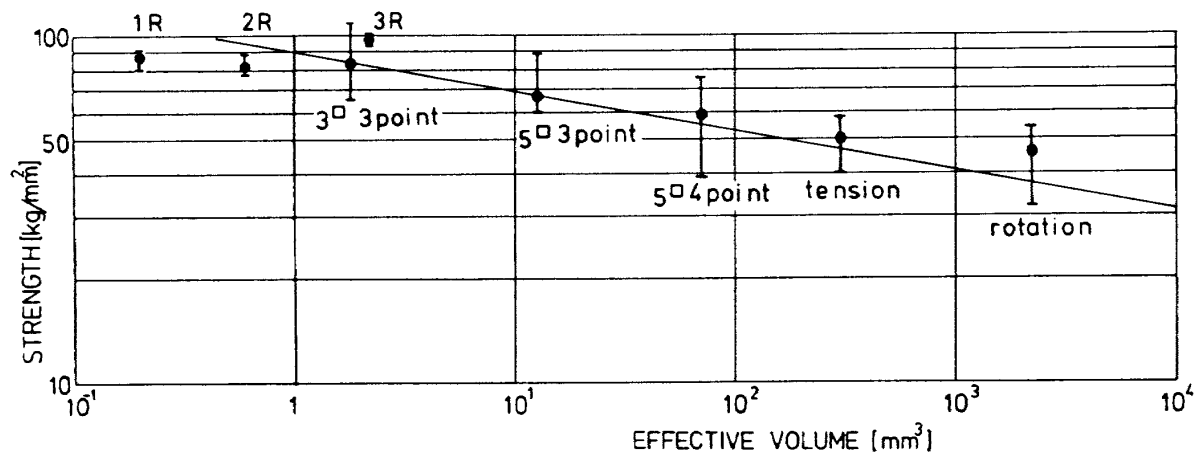


図13 破壊強度と有効体積の関係



る程度有効体積が小さくなると、それ以上有効体積を小さくしても試験強度は向上しないことが推測される。これは丁度、試験片の表面粗さと抗折強度との関係において、強度向上のための表面粗さの値に限界があるように、有効体積にも材料固有の限界値が存在することを示唆している。本試験によれば、その限界有効体積は約 $1\text{mm}^3$ と推測される。

本節で述べた強度予測云々の議論は、あくまでも平均強度の予測であって、個々の試験強度にはかなりのばらつきがあるので、強度予測が安全側にあるとの記述は、強度設計における部品の安全を保証する意味でないことは勿論である。

### 5.3 破面の観察

脆性破壊を起した材料の破面には、き裂伝播の起点となるべき何らかのこん跡が存在することが多く、これら破壊の起点から材料や機械部品の開発に重要なヒントが与えられることが多い。

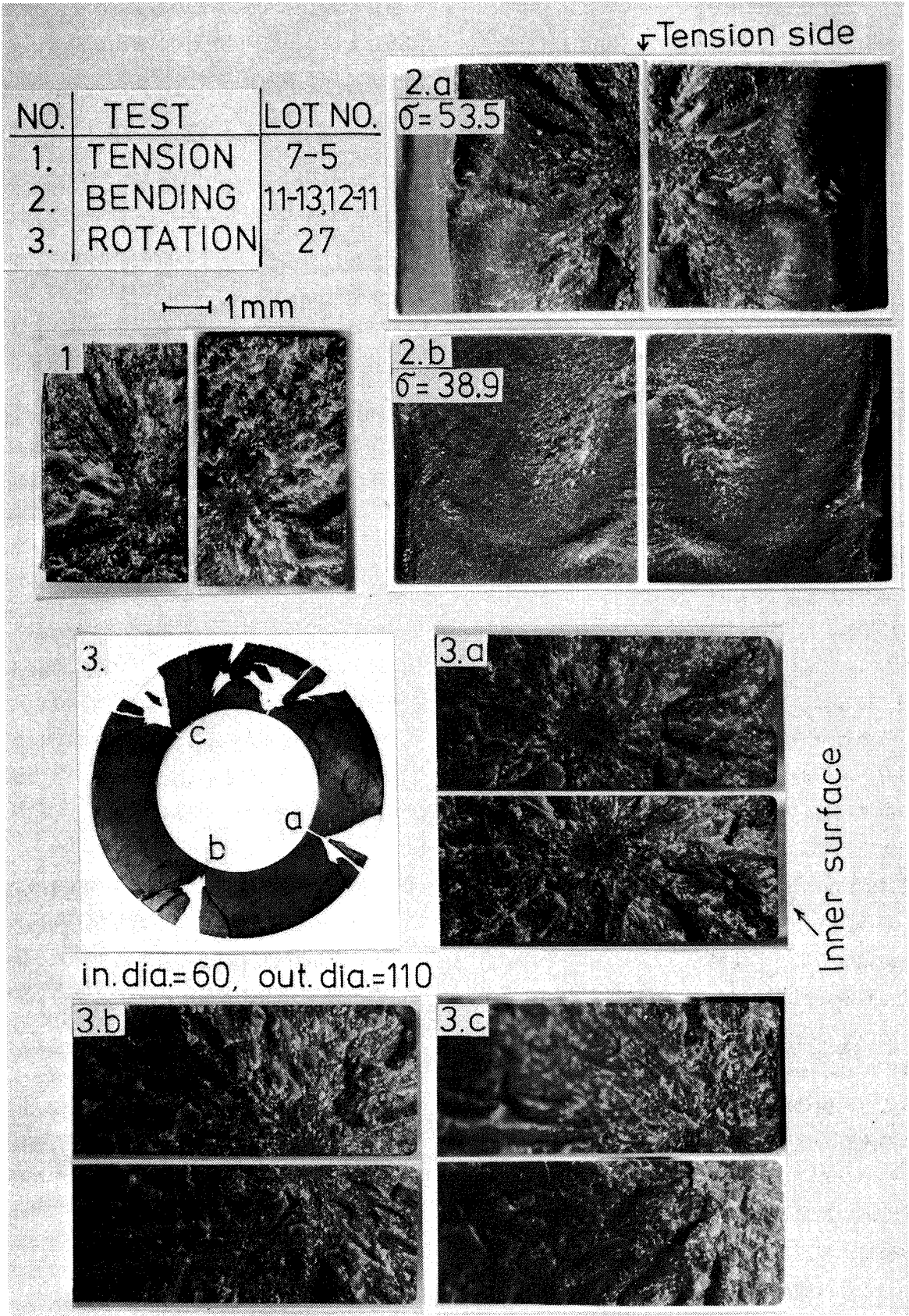
各試験で得られた破面の代表例を写真Ⅲに示す。また多数の例を参考として付録に示す。それぞれの写真は破面の両面が撮られ一対として示されている。

ほとんどの破面には破壊の起点とみられる領域が存在する。そして、この領域を中心として周囲にき裂が進行したことが推測できる。抗折試験の破壊は引張側表面の最大応力点付近に起点があり、内部に向ってき裂が進行している。その様子は、いわゆる脆性破壊の破面特有のミラー、ミストおよびハックルの破面形成から理解できる。また、破面観察から全体的な特徴として、一般に高い応力で破壊したときの破面は、面全体に凹凸がはげしく、逆に低応力の破面は比較的平坦な場合が多い。回転破壊の場合は写真Ⅲに示すように、三箇所の破面写真を示したが、いずれの破面にも破壊の起点とみられる所がある。これらの複数の起点は同時に発生したものかどうか厳密に判定できないが、二次破壊ではなさそうである。なお、回転破面写真ではそれぞれ写真の右端が円輪の内周部である。回転試験で円輪内に生ずる応力は内周で高く外周に近づくにしたがって低くなっているため、最大応力を生ずる内周付近に破壊の起点が生ずるものと予想していたが、実験の結果、内周から約 $4\text{mm}$ ほど内側に入った位置に起点が存

在する場合もあった。(写真Ⅲの3a参照)この理由として、まず第一に、円輪内の円周方向応力の勾配が小さいため、最大応力点が必ずしも破壊の起点とはならないことが考えられる。そのほか、円輪の内部では半径方向にも引張応力が生ずるので、ここでは二軸応力状態となっており、(1)式右辺の指数部で表示される破壊の危険率の局所的な値が、一軸応力を仮定した計算値より大きくなって、内周の最大応力点の危険率の値に近づくことも考えられる。

多軸応力下での破壊強度に関する研究は、Baldorf<sup>15)</sup>、松尾<sup>16)</sup>等により行なわれており、例えば、二軸均等引張応力下における破壊確率は通常一軸応力下の場合の二倍以上になることが知られている。また、Cooper等<sup>17)</sup>は円板に二軸引張りを加えた実験において、この場合円板の中心の応力が最大になるにもかかわらず、破壊の起点は円板中心からある程度ずれた位置にあり、そのずれはワイブル係数の小さい材料の方が大きくなることを示した。そしてこの理由として、円板内の局所的な有効体積を求めることによって、局所的な破壊の危険率と半径座標の関係を調べた結果、ワイブル係数が $1\sim 10$ の範囲では、円板中心の最大応力点よりもむしろ中心からいくらかずれた位置の危険率の方が大きくなることを確認して理論的な裏付けとしている。

以上のように、一般に回転円板の強さは二軸応力や局所的な有効体積によって影響を受けるが、本実験で使用した試験片は円板というよりむしろ中心孔の大きい円輪であるから、半径方向応力と円周方向応力との比は最大の位置でも約 $1/7$ と小さいので、二軸応力の影響は少ないと考えられる。また、局所的な有効体積についても、穴無円板と円輪の円周方向応力の分布を比較すると図14のように、円輪の方が応力勾配が大きい。したがって円輪の場合には、(3)式で定義される有効体積の局所的な値が応力領域よりも応力変化の方により強く支配されるので、穴無円板に対するほど局所的な有効体積の影響を受けないと思われる。図14は円板と円輪を $10\text{万 r.p.m}$ で回転したときの円周方向応力分布およびその応力のみを考慮して求めた局所的な有効体積の分布を示したものである。局所的な有効体積の算出には、対象円板を単位巾( $1\text{mm}$ )の円輪の集合体とみなし、



写真Ⅲ 破面の拡大写真

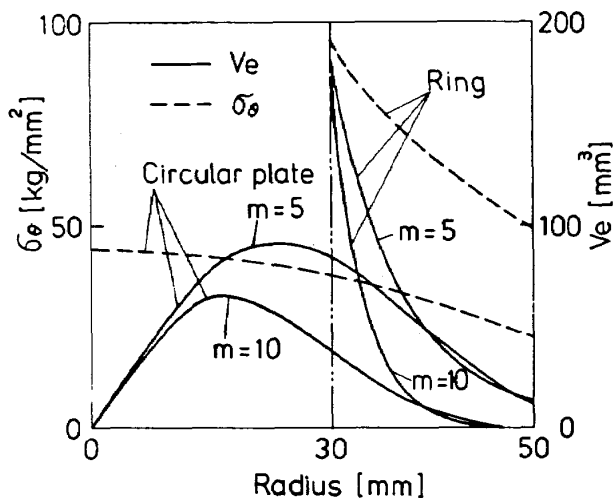


図 14 円板及び円輪の回転応力分布と有効体積の分布

各円輪の有効体積を求める方法を用いた。穴無円板の局所的な有効体積は中心よりかなりずれた位置で最大となり、その位置はワイブル係数が大きくなると中心に寄る。この傾向は前述の Cooper 等の実験と一致している。

結局、結論として、本試験による円輪の破面に存在する破壊起点の最大応力点からのずれは、前述の二軸応力や局所的な有効体積の変化による影響ではなく、単に応力勾配のゆるやかさによるものであろう。表 1 に示すように、破壊時の応力勾配は、3mm 角棒では  $55 \text{ kg/mm}^2/\text{mm}$  になるのに対し、円輪では 1.3 である。また、有効体積の大きさは破壊起点の存在可能領域の広さに比例するとみなすことができるので、両者の有効体積を用いて、破壊起点が最大応力点からずれる可能性を数値的に比較すると、抗折試験では 0.2mm、円輪では 11.7mm となる。したがって、円輪の場合は最大応力点から離れた位置に破壊の起点の生ずる確率が抗折試験の場合より高いことがわかる。

上述の応力勾配と破壊起点の存在領域の関係から以下の推論が可能である。すなわち、抗折試験あるいはノッチ付試験片のように、応力勾配の大きい試験片の強度は、破壊起点が表面付近に存在することが多いので表面粗さによって大きく影響される。しかし、引張試験や回転試験のように破壊起点が内部に存在することが多い場合には、表面よりも内部欠

陥に左右されることが多い。したがって、機械部品の製作に際しても、各部の応力勾配の大きさを算出することによって、局所的な表面研磨の必要性の有無をある程度選択できそうである。

## 6. 結 論

セラミックスの常温強度特性および強度評価法を検討するために、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  のホットプレス材の角棒の抗折試験、引張試験および回転試験等を行い以下の結果を得た。

1) 3mm 角棒の抗折試験により得られた平均強度、ワイブル係数および試験片の有効体積を用いて、他の試験で得られる強度を予測した。その結果、引張試験および回転試験で得られた平均強度は予測結果とかなり良い一致を示した。

2) 平均強度は有効体積の増加とともに減少するが、逆にノッチ付角棒の抗折試験のように有効体積が極端に小さくなると有効体積に無関係に一定の強度を示すようになり、平均強度に影響をおよぼさない限界の有効体積が存在するようである。本実験の場合、限界有効体積は約  $1 \text{ mm}^3$  であった。

3) 引張試験の方法には、試験片両端に治具を取り付け、十字ピン継手を介して負荷する方法を用いたが、特に偏心荷重の影響もなく良好な結果が得られた。

4) 回転試験はセラミック材料の強度試験法として、以下の理由で有益な方法である。

i) 試験片自身の遠心力負荷であり、治具からの反力が無く、ミスアライメントによる応力集中が少ないので、理想的な強度試験が期待できる。

ii) 試験片全体が引張応力となるので、試験の有効体積が大きくとれる。

iii) 試験円板の内部では半径、円周方向とも引張応力となるので、二軸引張試験としても有益である。

iv) 以上を総合して将来回転機械部品に適用する場合に必要なとされる多数の機械的特性の情報を少数の試験で得ることができる。

5) 破壊面の観察を行い、破面に存在する破壊起点およびき裂の進展の様子を観測した。回転試験のように有効体積の大きい試験片には、破壊の起点が

二個以上存在する場合もある。また、最大応力点と破壊の起点は必ずしも一致せず、特に破面内の応力勾配が小さい場合にはそのずれが大きい。

### 参 考 文 献

- 1) G. G. Trantina & C. A. Johnson; *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 3 (1978), 177, Plenum Press.
- 2) A. Paluszny, W. Wu; ASME Paper No. 77-GT-41 (1977).
- 3) W. Wibull; *Trans. ASME, Ser. E.*, 18, 293 (1951).
- 4) D. G. S. Davies, *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, No. 22, 1973, p. 429.
- 5) W. Duckworth, G. Bansal, *Trans. ASME, Ser. E*, Vol. 100 (1978), April, p. 260.
- 6) D. G. S. Davies, Fulmer Research Institute Research Report R. 275/5, March (1971).
- 7) 前出 4)
- 8) 松尾陽太郎, 日本機械学会論文集, Vol. 46, No. 407, (昭 55 - 7), P. 763.
- 9) M. Kawai, H. Abe, J. Nakayama; *Inter. Sympo.*, 10 (1978), Hakone.
- 10) 落合俊彦ほか, 東芝レビュー, Vol. 34, No. 9, (1979)
- 11) F. F. Lange, *J. Am. Ceram. Soc.*, Feb. (1974).
- 12) 柘植章彦ほか, 東芝レビュー, Vol. 30, No. 8, (1975)
- 13) 松末勝利ほか, 航空宇宙技術研究所, TR-390, (1974)
- 14) G. K. Bansal, W. H. Duckworth; *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 3 (1978), 189, Plenum Press.
- 15) S. B. Batdorf; *Int. J. Fract.*, Vol. 13, No. 1, Feb. (1977).
- 16) 松尾陽太郎, 前出 13) および同論文集 Vol. 46, No. 406, (昭 55 - 6), P. 605.
- 17) R. E. Cooper, M. A. Waters; *Int. J. Fract.* Vol. 13, No. 1, Feb. (1977).

## 付録 I 破壊強度データ

〔No. ; ロットナンバー及び試験片ナンバー〕  
 $\sigma$  ; 破壊強度〔kg/mm<sup>2</sup>〕  
 単位 ; (mm), 表面粗さ ; 1  $\mu$ m

〔三点曲げ試験 ; 3 × 3,  $l = 40$ 〕

No.	$\sigma$	No.	$\sigma$	No.	$\sigma$	No.	$\sigma$	No.	$\sigma$
18 - 1	83.1	6	72.4	3	70.2	5	82.2	2	83.1
2	71.6	22 - 2	75.3	4	73.1	27 - 1	94.9	3	78.2
3	82.9	3	67.8	5	90.2	2	94.0	4	89.8
4	80.2	4	74.9	25 - 1	84.0	3	95.1	5	86.9
5	70.0	5	68.2	2	65.3	4	81.8	30 - 1	104.9
6	82.9	23 - 1	86.2	3	70.0	5	99.1	2	108.7
7	91.1	2	87.3	4	74.0	28 - 1	84.9	3	97.6
21 - 1	81.3	3	84.7	5	77.8	2	93.8	4	97.8
2	76.0	4	88.9	26 - 1	83.6	3	84.7	5	92.0
3	85.8	5	68.9	2	85.1	4	83.6		
4	78.1	24 - 1	89.1	3	94.9	5	83.3		
5	79.8	2	87.8	4	68.9	29 - 1	66.7		

〔三点曲げ試験 ; 5 × 5,  $l = 100$ 〕 〔四点曲げ試験 ; 5 × 5,  $l_1 = 50, l_2 = 100$ 〕

No.	$\sigma$	No.	$\sigma$	No.	$\sigma$	No.	$\sigma$	No.	$\sigma$
10 - 1	70.8	14 - 2	62.9	10 - 2	48.6	10	63.2	12	52.6
6	62.6	5	64.8	3	58.6	11 - 11	75.2	13	64.7
7	59.8	6	60.5	4	61.4	12	54.2	13 - 11	63.4
9	88.1	9	69.1	5	50.9	13	53.5	12	65.3
13	63.1	10	64.3	8	58.8	12 - 11	38.9	13	71.8

〔四点曲げ試験 ; 5 × 5, ノッチ付,

 $l_1 = 50, l_2 = 100$ , 表面粗さ ; 1  $\mu$ m〕

( R = 1 )

( R = 2 )

( R = 3 )

No.	$\sigma$
13 - 6	80.2
7	88.8
8	90.7
9	83.4
10	89.0

No.	$\sigma$
12 - 6	79.3
7	77.3
8	88.1
9	79.1
10	85.0

No.	$\sigma$
11 - 6	94.4
7	98.0
8	100.1
9	101.1
10	92.9

R ; ノッチ先端の曲率半径

〔四点曲げ試験； $5 \times 5$ ,  $l_1 = 50$ ,  $l_2 = 100$ ,  
ノッチ付, 表面粗さ； $5 \mu\text{m}$ 〕

( R=1 )

No.	$\sigma$
13 - 1	85.5
2	83.4
3	67.5
4	77.5
5	83.9

( R=2 )

No.	$\sigma$
12 - 1	67.5
2	83.9
3	75.4
4	78.6
5	84.8

( R=3 )

No.	$\sigma$
11 - 1	69.7
2	81.8
3	69.2
4	83.7
5	101.9

〔引張試験；試験領域,  $3 \times 5 \times 20$ 〕

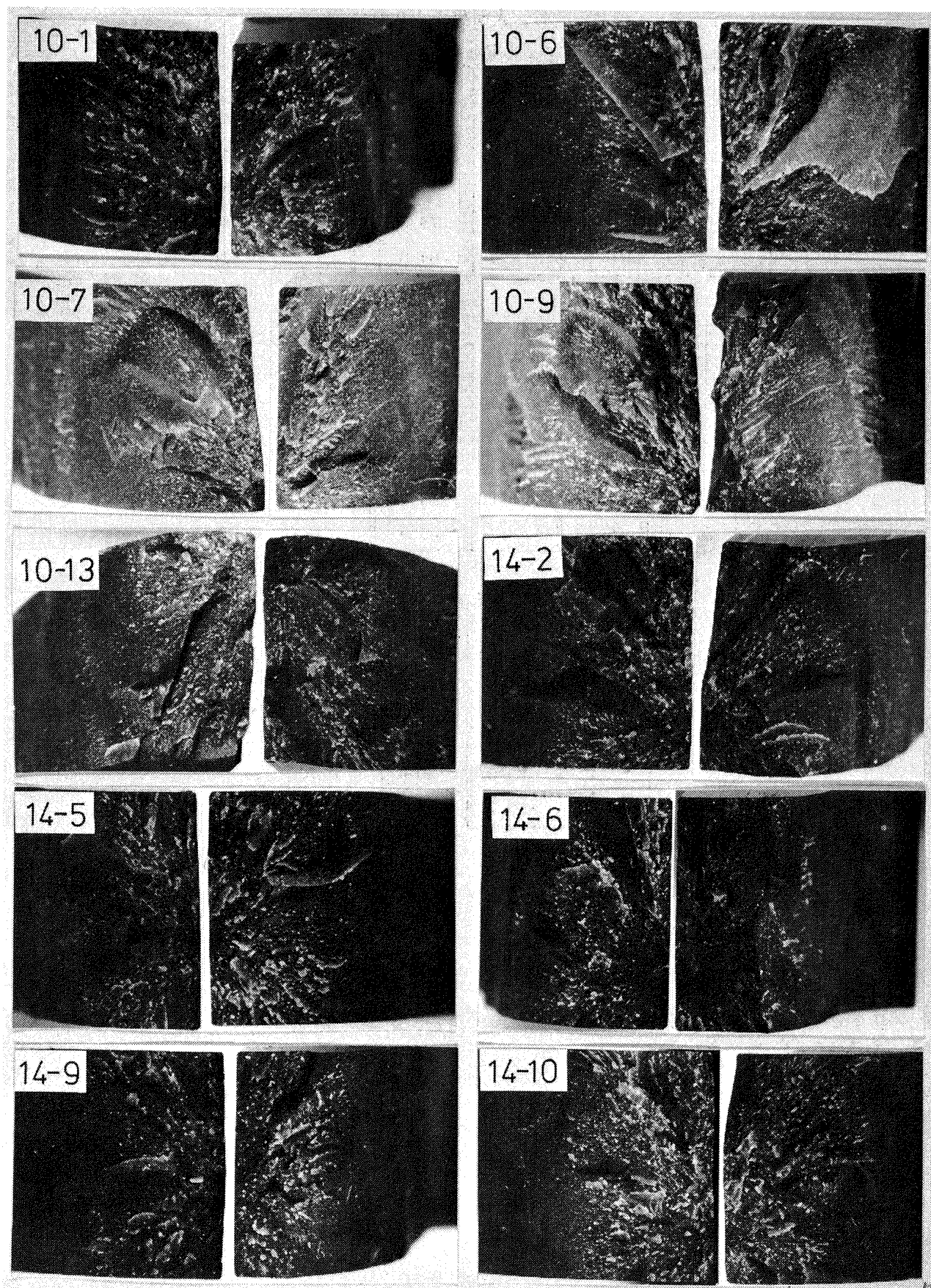
No.	$\sigma$	No.	$\sigma$	No.	$\sigma$
6 - 1	57.0	2	46.5	3	39.7
2	57.6	3	49.6	4	42.7
3	45.6	5	58.3	5	42.0
5	47.9	8 - 1	53.6		
7 - 1	53.9	2	55.5		

〔回転試験；内・外径,  $60 \cdot 110$ 〕

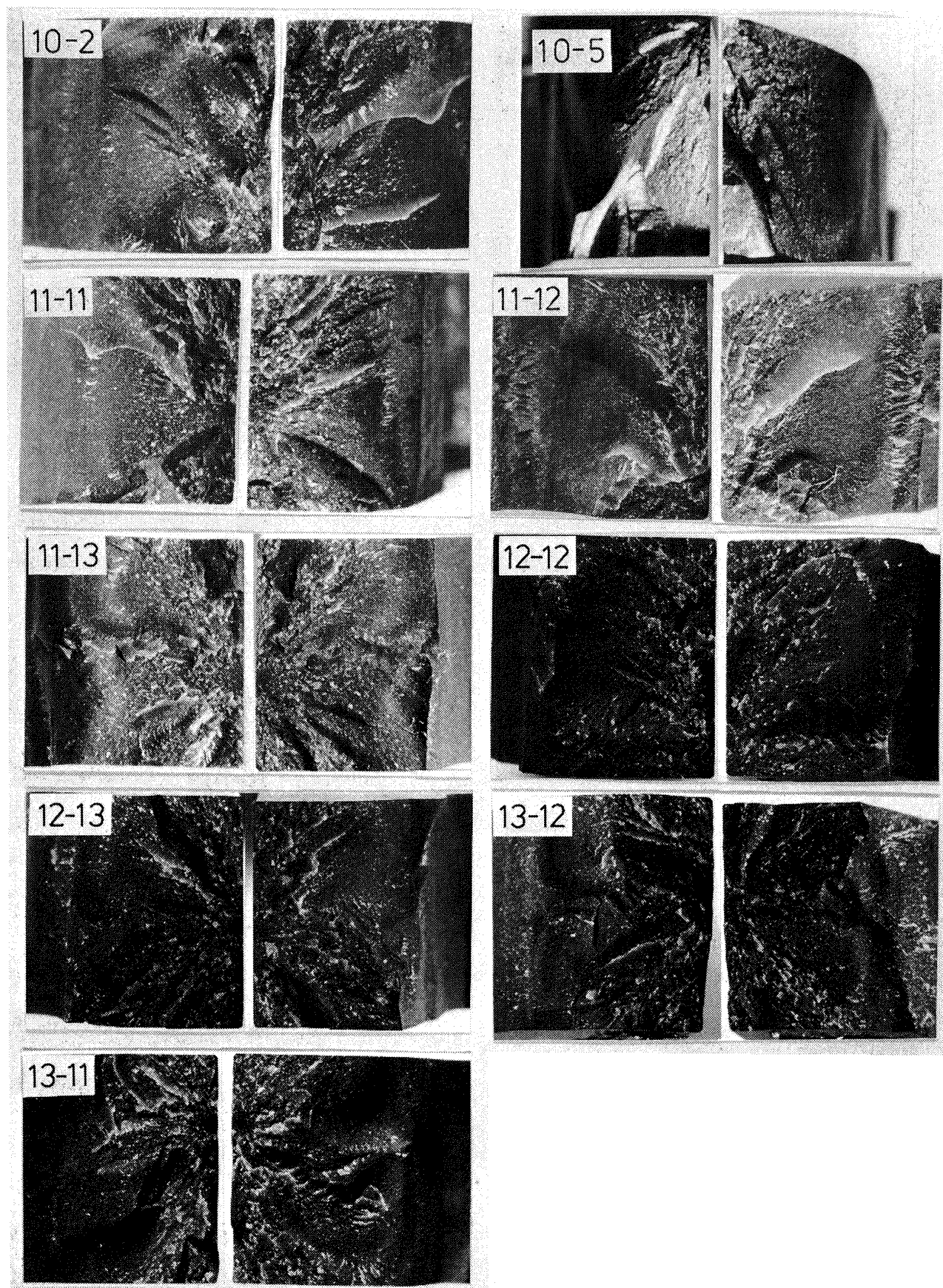
No.	$\sigma$	No.	$\sigma$
21	44.0	26	54.2
22	32.0	27	46.6
23	41.4	28	51.4
24	39.0	30	53.5
25	50.7		



## 付録Ⅱ 抗折試験（三点曲げ）

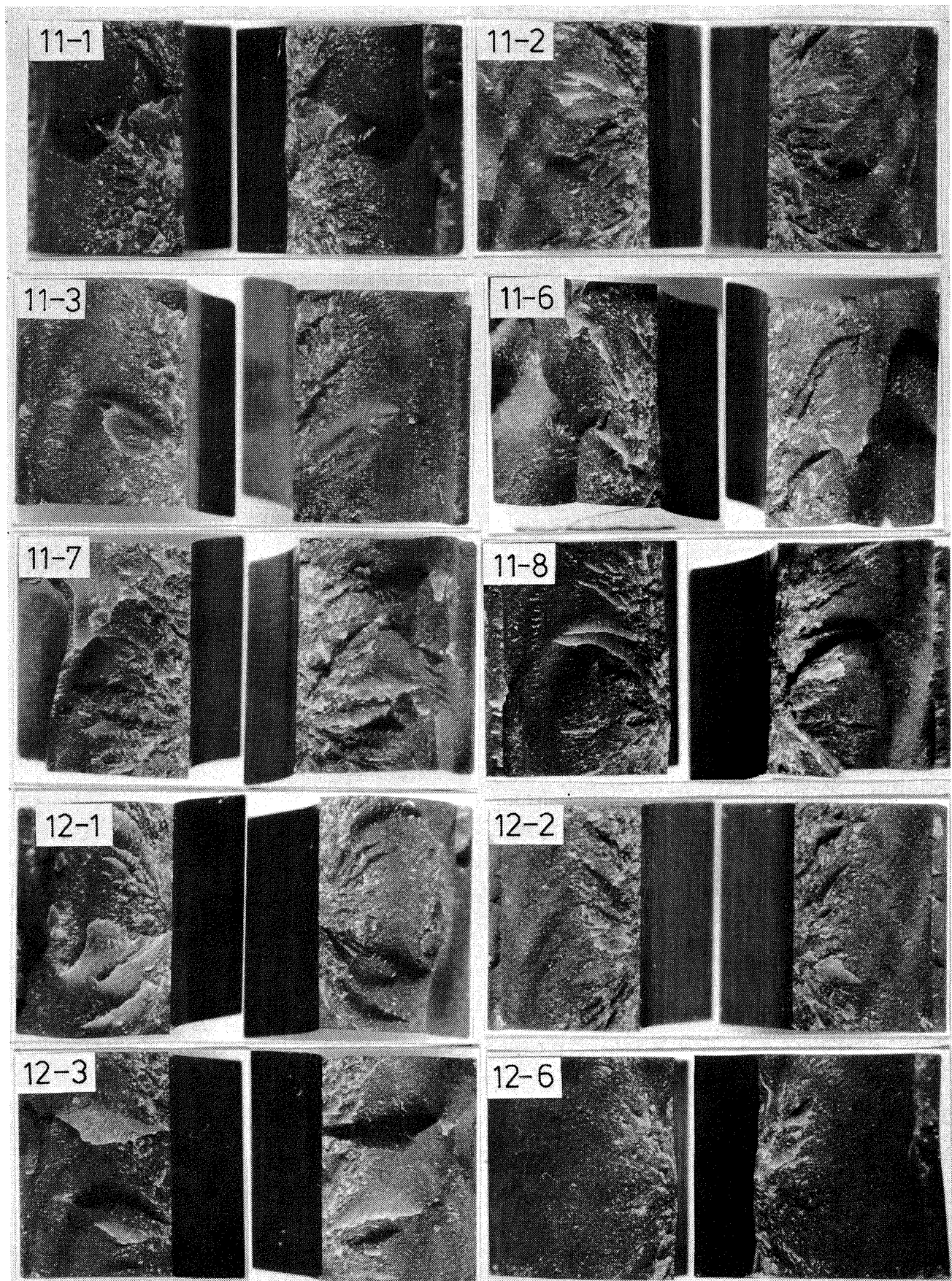


抗折試験（四点曲げ）

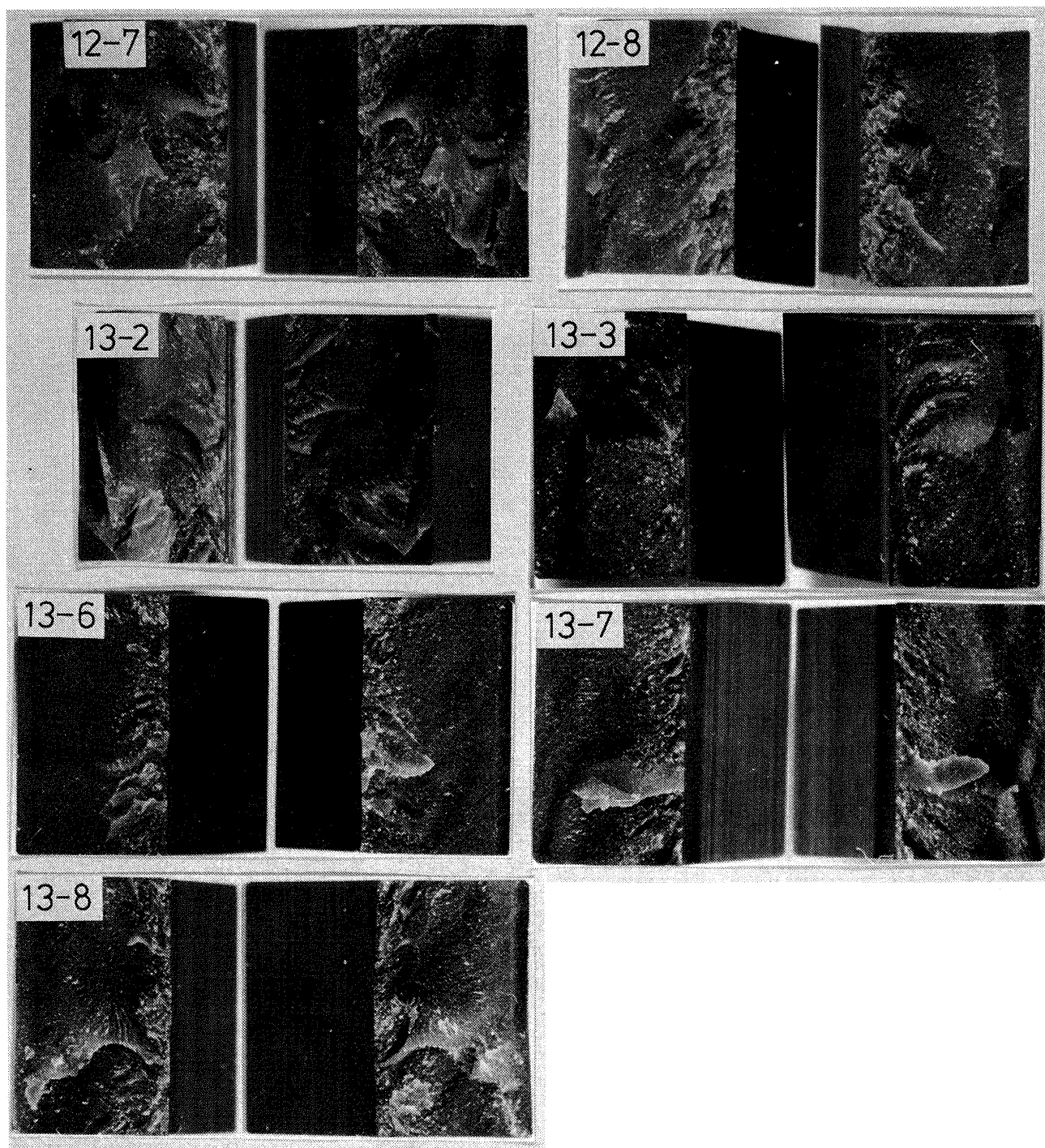




## 抗折試験（ノッチ付角棒）

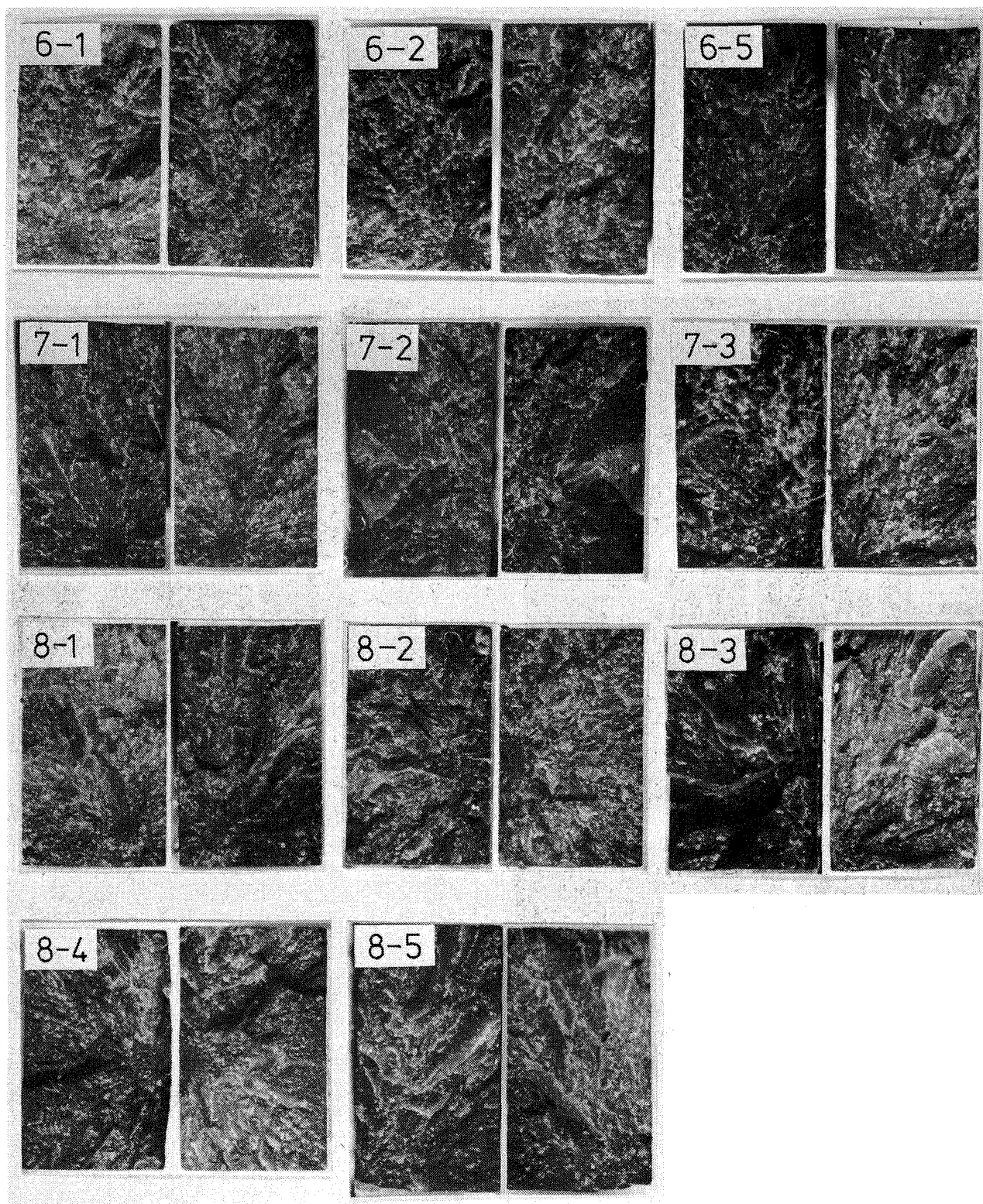


抗折試験（ノッチ付角棒）

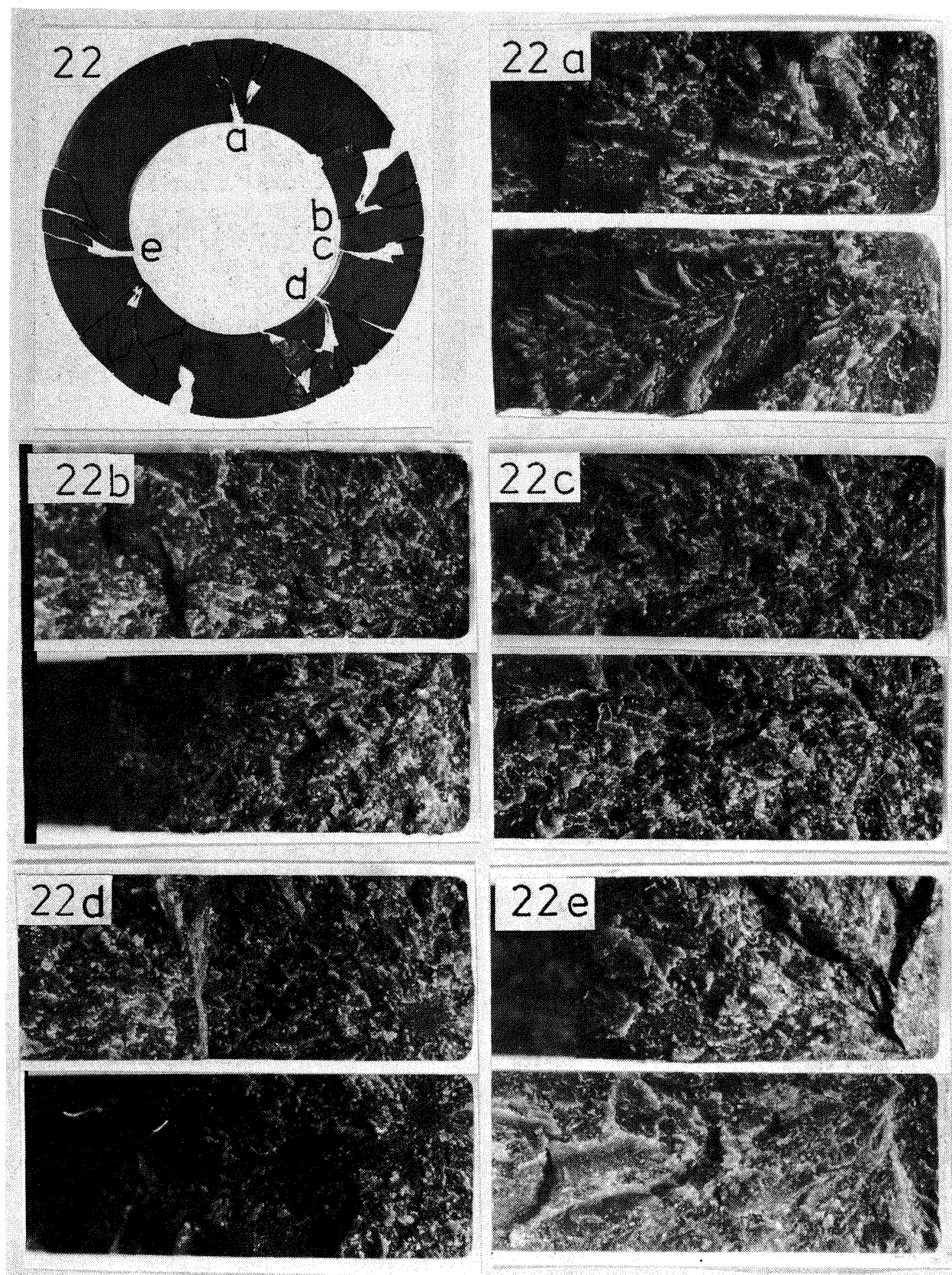




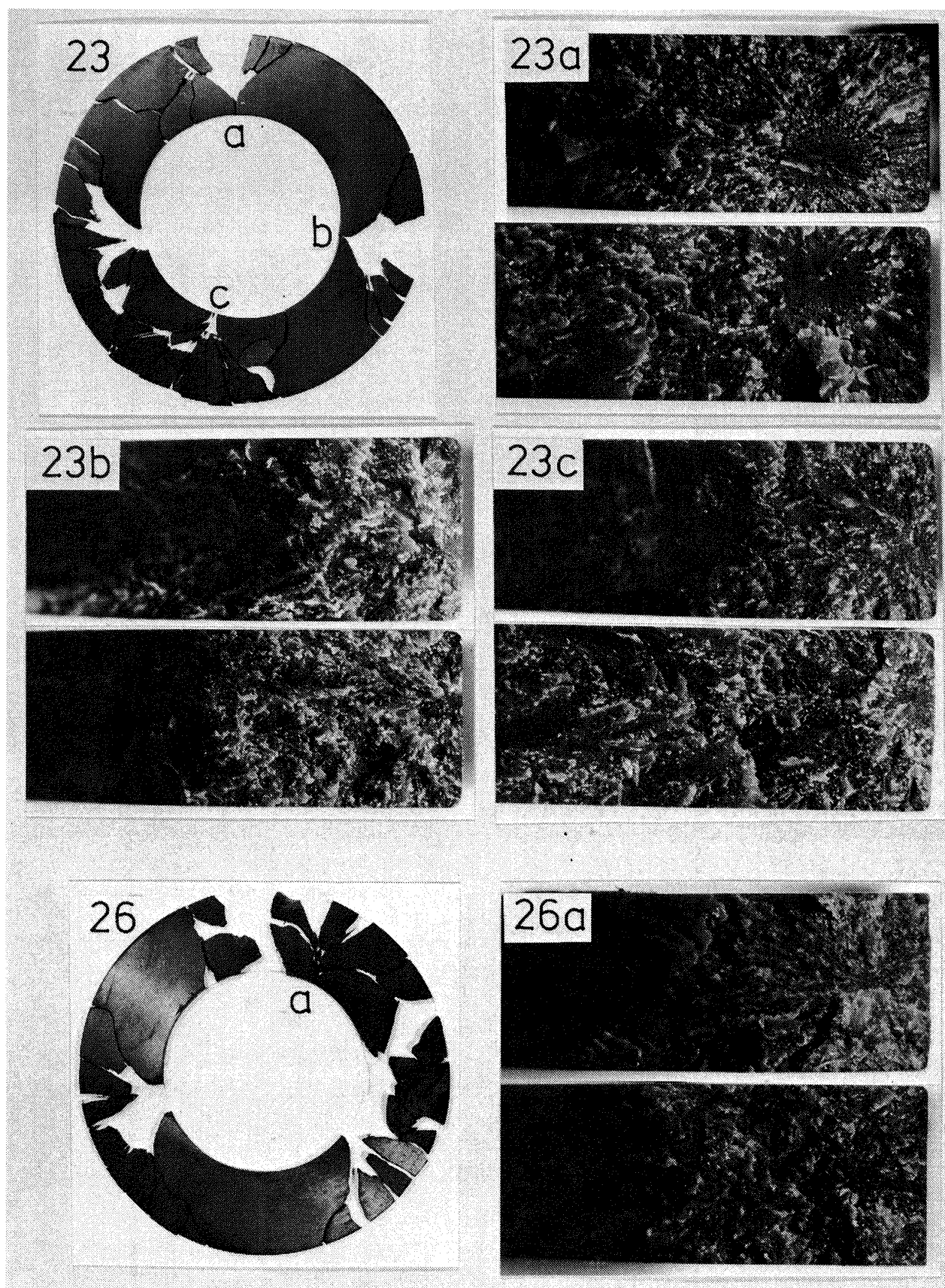
## 引張試験

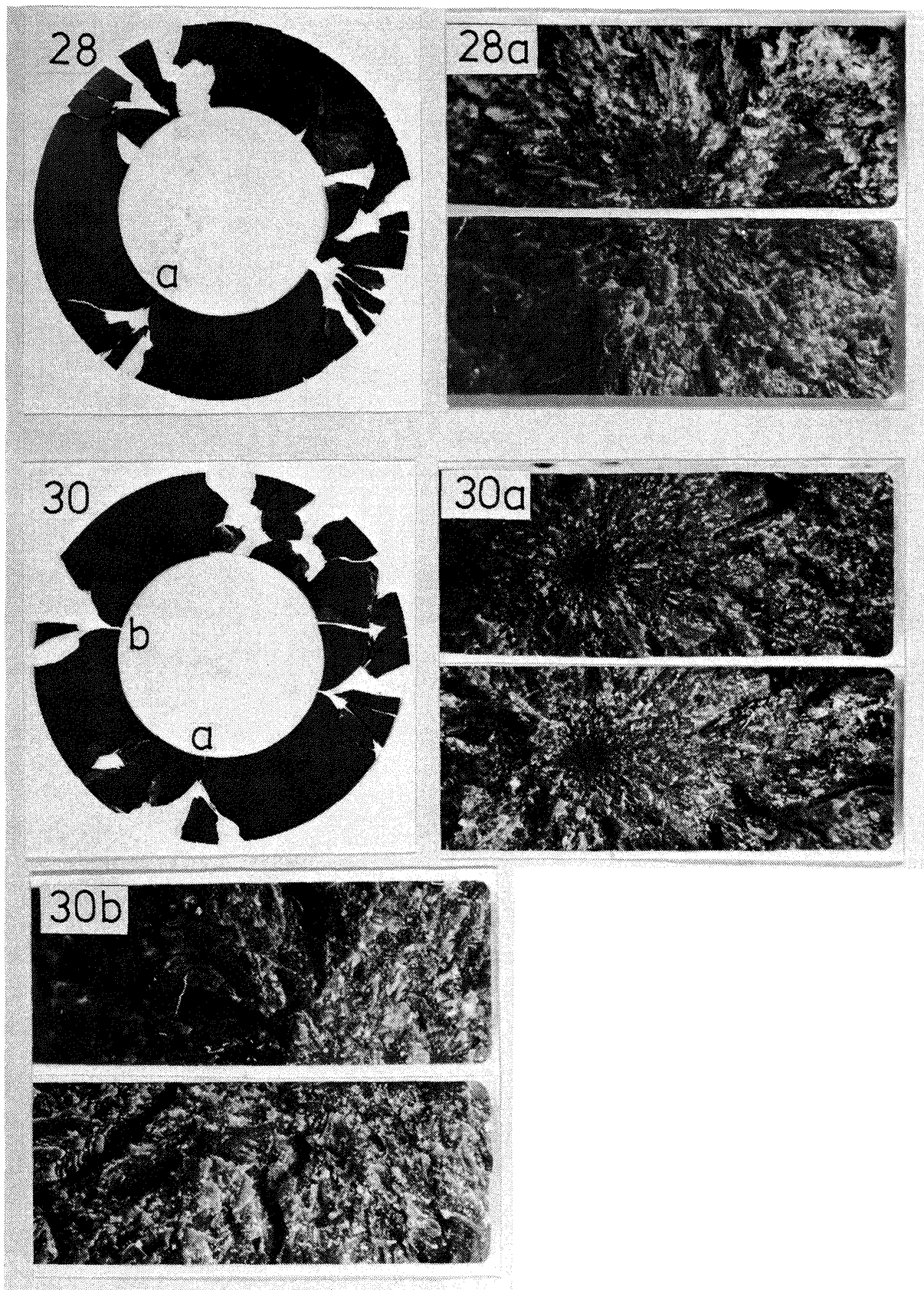


回転試験









---

## 航空宇宙技術研究所報告 676号

昭和56年7月発行

発行所 航空宇宙技術研究所  
東京都調布市深大寺町1880  
電話武蔵野三鷹(0422)47-5911(大代表)〒182

印刷所 株式会社 三興印刷  
東京都新宿区信濃町12 三河ビル

---