

ISSN 0389-4010
UDC 546.28:
620.171.3

航空宇宙技術研究所報告

TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TR-678

炭化珪素常圧焼結材及び窒化珪素反応焼結材
の常温強度評価試験

松末勝利・高原北雄・橋本良作

1981年8月

航空宇宙技術研究所
NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

炭化珪素常圧焼結材及び窒化珪素反応焼結材 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 Pressureless-Sintered SiC and Reaction-Sintered Si₃N₄ 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, spin-tests of inner-peripherally notched disks and diametrical compression tests of centrally holed disks were conducted on pressureless-sintered silicon carbide and reaction-sintered silicon nitride specimens.

The relationship between the mean strength of specimens and effective volume or effective area of specimens was examined using Weibull's theory.

1. まえがき

窒化珪素，炭化珪素，サイアロン等の高級密質のセラミック材料が，機械部品，特に高温で使用される強度部品用材料として期待され，実用化を目指す開発研究が盛んに進められている。高温部材としてのセラミックスの開発研究の目的は，各種のガスタービンエンジンの作動温度を上昇させ，高効率エンジンを実現させることのほかに，現用エンジンの高温部等に使用されている耐熱合金元素の省資源のために，資源的に恵まれている無機材料を利用することも開発の目的とされている。

以上の観点から，欧米を中心として10数年前から，基礎研究及び実用化研究が進められており，すでに，多数の論文^{1)~4)}が発表されている。その中に

は，実用化直前を思わせる発表^{5),6)}も含まれているが，現状は未だしの感がある。基礎研究には，単に材料強度の向上を計ることのみならず，部品が高温で使用されるため高温中での耐食性，耐酸化性等の調査研究も進められており，高温強度部品材料としての特性の把握及び改善等にもかなりの研究努力がそなわられている。しかし，セラミックス本来の脆性の問題があらゆる部品の実用化に極めて大きい困難をもたらし，開発研究の発展を困難にしているのが現状であろう。このような脆性材料を複雑な機械部品に適用するためには，材料自身の強度を向上させるとともに，機械部品としての利用技術の開発を進めることも極めて重要な課題であるが，現在の開発システムにはこの課題に対して真剣に取り組む体制が不備のように思われる。特に国内では，セラミック材料の開発に携わる技術者は殆んど材料研究者に占められており，ユーザ側にある機械技術者の開発へ

* 昭和56年7月23日受付

** 原動機部

の参画が極めて少ないように思われる。

以上のような状況のもとに、著者らは数年前から、セラミックスの高温中での特性、特に金属材料の溶融点以上の温度で、なおかなりの強度を保つという特性に着目し、ユーザ的立場でセラミックスの開発研究に着手することとした。これには、まず基礎的な研究、即ちセラミックスを機械部品に適用する際、材料の強度をどの程度に見込んでおけばよいのか、そして、部品の形状が複雑になった場合に、部品強度は試験片の強度とどのような関係にあるのか等、ユーザにとって最も基本的な疑問を解決するための研究を開始した。

すでに前報⁷⁾において、窒化珪素のホットプレス材から製作した試験片を用いて、曲げ、引張、回転等の強度試験を行い、その結果、比較的単純な部品の強度については、通常材料メーカーで行われる曲げ試験のデータを用いてある程度予測できることを確認した。しかし、前報で使用したホットプレス材は、高温・高圧の条件下で焼結された材料であるため、強度の高い材料は得られるが、ホットプレス法で複雑な部品を製作するためには、焼成法の技術面に困難が多く、かつ多額の製作経費を必要とする。従って、複雑な部品が低価格で製作可能な焼結法として、常圧焼結法及び反応焼結法が注目され、将来のセラミック機械部品の製法として期待されている。

本報で採用した炭化珪素 (SiC) の常圧焼結材及び窒化珪素 (Si₃N₄) の反応焼結材は複雑な機械部品用として有望な材質であり、また焼結法である。両材料の特徴としていえることは、強度的には前述のホットプレス材と比較して劣っているが、SiC は特に高温中での耐食性、耐酸化性にすぐれていること、また、Si₃N₄ の焼結に用いた反応焼結法は焼結過程で殆んど収縮しないので部品の寸法精度がよいことなどである。SiC の焼結法に用いた常圧焼結法は焼成時に 15～20% の収縮を起すが、焼結技術の向上により前述のホットプレスに匹敵する強度が得られる可能性が残されており、将来の複雑な強度部品の焼結法として期待されている。

本報では、以上の二種類の材料を用いて、抗折試験、引張試験、回転試験及びリングの圧縮試験等を行い、複雑部品に適用されたときの強度が部品の形

状及び負荷方式によってどのように変化するかを調べ、さらに、通常行われる抗折試験の結果と、引張、回転、リングの圧縮等の試験結果との関係を、ワイブルの統計解析法を用いて検討した。その結果、現在の材料開発技術の段階では、未だ強度的に十分均質な材料が得られていない状態でもあり、満足できる結果が得られたとはいえないが、将来の材料開発と機械部品への利用技術開発に対して、問題点の提起及び材料改善への指針となる考察が行えたものと思われる。

2. 供試材料及び試験片

供試材料として炭化珪素 (SiC) の常圧焼結材及び窒化珪素 (Si₃N₄) の反応焼結材を使用した。両材料の密度はそれぞれ 3.1 g/cm³ (理論密度 3.21 g/cm³, 気孔率 6.5%) 及び 2.5 g/cm³ (理論密度 3.18 g/cm³, 気孔率 21%) である。

試験片としては、3×3×50mm 及び 5×5×110mm の二種類の抗折試験片、図 1 に示す引張試験片、図 2 に示すリング内周にノッチを有する回転試験片及び図 2 のリングと同寸法でノッチの無いリングを圧縮試験片として使用した。以上の試験片の中で抗折試験片は板状の焼結体から所定の寸法に切り出し表面研磨により製作したものであるが、他の試験片は焼結前にあらかじめ焼結時に生ずる収縮を見込んだ寸法及び形状に成形し、焼結後は表面研磨のみで所定の寸法に仕上げたものである。このように試験片の製作工程が異なるため抗折試験片以外の試験片には、焼結時に生ずる収縮及び焼結条件の試験片の形状に対する影響が特に大きく入っているものと考えられる。実用機械には複雑な形状の部品が多いので実用部品を対象として強度評価を行うためには、形状の複雑さの影響を考慮することも必要である。従って、本報では、このような製作条件の異

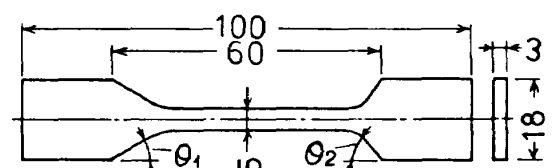


Fig. 1 Tension Specimen
($\theta_1=30^\circ$, $\theta_2=50^\circ$ and
 $\theta_1=70^\circ$, $\theta_2=90^\circ$)

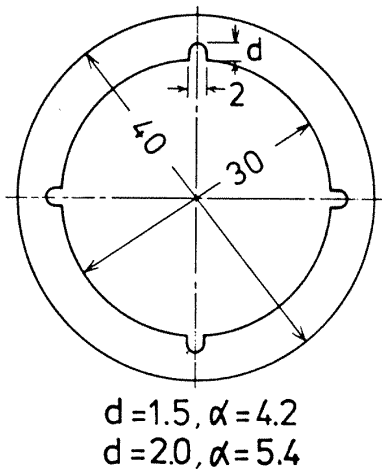


Fig. 2 Spin Test Ring (Thickness=3mm, α ; Stress concentration factor)

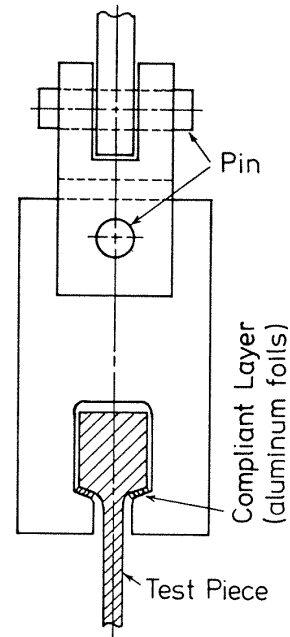


Fig. 3 Schematic of Tension Test

なる試験片を採用した。

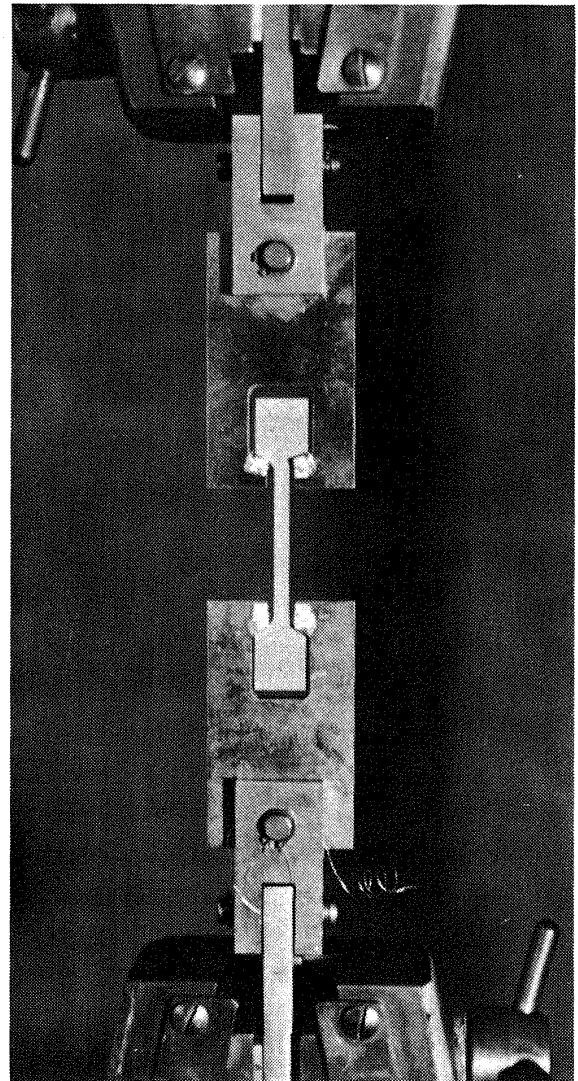
各試験片の表面粗さは $2 \sim 3 \mu\text{m}$ である。この値は本研究で使用した材料については、これ以上表面粗さを細かくしても試験強度に影響を及ぼさない限界の表面粗さである。また、試験片長手方向のエッジ部の仕上がりが破壊強度に影響を及ぼすこともあるので、各エッジ部には $0.2\text{mm} \sim 0.5\text{mm}$ の面取りをした。

3. 実験方法

抗折試験としては、 3mm 角棒の三点曲げ試験（支点間距離 30mm ）、 5mm 角棒の三点曲げ試験（支点間距離 100mm ）及び四点曲げ試験（内外支点間距離 50mm 、 100mm ）等三種類の試験をSiC及び Si_3N_4 両材料について行った。以上の試験の中で 3mm 角棒の抗折試験は材料開発の段階において素材の強度試験として多用され、最も基本的な試験法とみなされているので、本試験においても 3mm 角棒の抗折試験を標準強度試験として採用した。なお試験時の負荷速度はクロスヘッド速度として $0.05 \sim 0.1\text{mm/分}$ である。

引張試験は図3に示すように軟鋼製の治具を用い、十字ピン継手を介して負荷する方法を採用した。治具と試験片の接触部には緩衝材としてアルミ箔を用いて接触面圧を均一化し、接触部での破壊を防止した。引張試験の方法として、前報⁷⁾では、試験片両端に金属片を接着する方法を用いたが、本報で採用

Photo.1 Tension Test



した方法の方が接着法より試験の作業性が良い。しかし、治具の接触部にストレートな面を設けたので、この斜面から中央の平行部への曲辺部付近に若干の応力集中を生じる。従って強度データの整理に応力集中を考慮することが必要となった。引張試験の状況を写真1に示す。

回転試験は前報⁷⁾と同様に軟鋼製のシャフトに試験片を取り付け真空中で破壊試験を行った。試験には図2に示すノッチ付リングを使用した。破片の二次破壊の防止と回収を容易にするため、試験機の鋼槽内にはポリウレタンフォーム(スポンジ)を内張りした。

リングの圧縮試験は図4に示すようにリングを直径方向に圧縮する方法で行った。

なお、転試験には Si_3N_4 製のノッチ付リングを

用い、圧縮試験には SiC製のノッチ無しリングを用いた。

4. 実験結果及び考察

各試験の結果を一覧表にして表1に示す。表には、試験片の個数 n 、平均強度 $\bar{\sigma}_b$ 、ワイブル係数 m 、有効体積 V_e 、有効表面積 S_e 及び試験片表面の研磨方向 G. D 等を示した。なお、ワイブル係数、有効体積及び有効表面積等については、後節にて説明する。また、引張試験及びノッチ付リングの回転試験には、図1及び図2に示すように、それぞれの試験に二種類の試験片を使用した。両者の結果に殆んど差が認められなかったため、表1には、同一試験片とみなして結果を示した。試験片個々の強度結果を示した表2には、二種類の試験片を区別して示した。

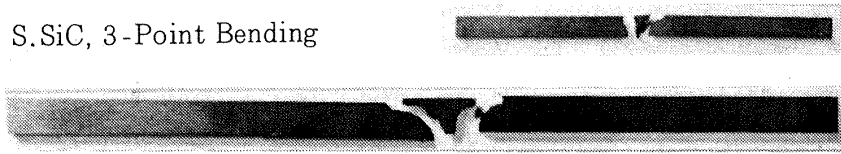
Table 1. Test Results

TESTS				G.D.	n	$\bar{\sigma}_b$	m	V_e	S_e
R.B. Si3N4	3-Point bending	3x3	$l = 40$	=	59	22.2	6.4	2.5	13.8
		5x5	$l = 100$	=	20	22.1	11.7	22.8	76.6
	4-Point bending	5x5	$l_1 = 100$	=	20	17.9	11.4	95.9	322.2
			$l_2 = 50$	=	20	17.9	11.4	95.9	322.2
tension			\perp	25	13.6	7.7	165.3	245.6	
rotation, notched ring			\perp	16	16.1	12.6	1.4	10.4	
S.SiC	3-Point bending	3x3	$l = 40$	=	59	43.4	5.3	3.4	16.6
		5x5	$l = 100$	=	20	40.1	6.4	31.5	92.0
	4-Point bending	5x5	$l_1 = 100$	=	20	31.5	5.1	115.0	335.8
			$l_2 = 50$	=	20	31.5	5.1	115.0	335.8
	tension			\perp	27	16.0	5.5	213.2	310.9
compression of ring			=	20	30.7	11.0	8.9	32.3	

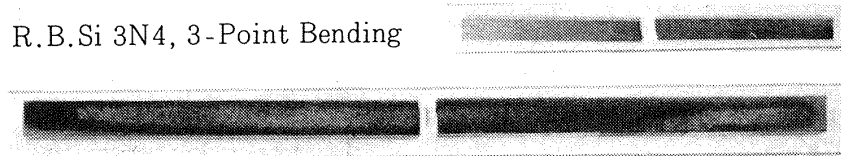
Notation S.SiC ; Pressureless-Sintered SiC, R.B.Si3N4 ; Reaction-Sintered Si3N4, l, l_1 ; Outer span[mm], l_2 ; Inner span[mm], G.D. ; Grinding direction (= ; Parallel to tensile axis, \perp ; perpendicular to tensile axis).
 n ; Number of samples, $\bar{\sigma}_b$; Mean fracture stress [kg/mm^2],
 m ; Weibull modulus, V_e ; Effective volume [mm^3], S_e ; Effective area [mm^2].

Photo.2 Specimens after fracture

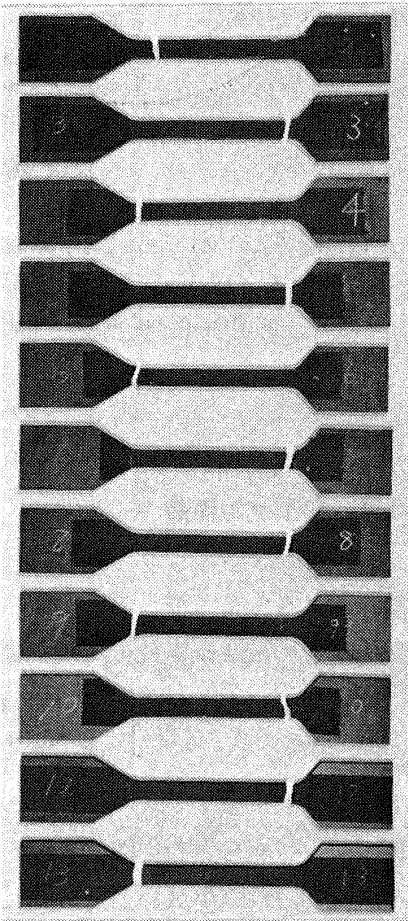
S.SiC, 3-Point Bending



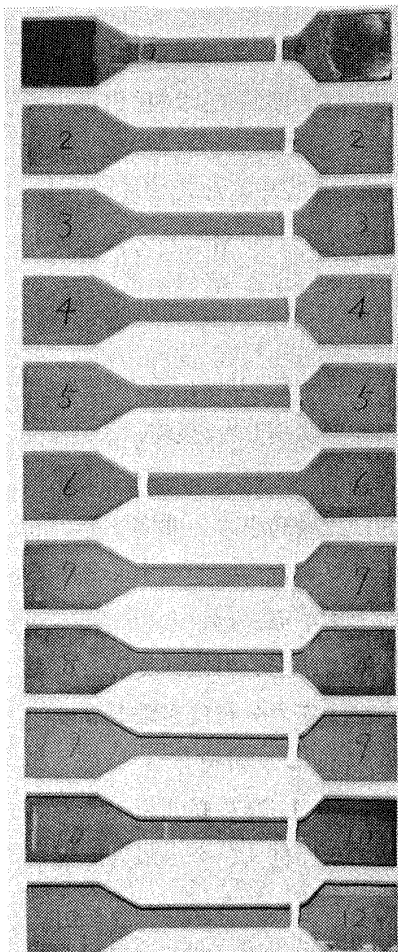
R.B.Si₃N₄, 3-Point Bending



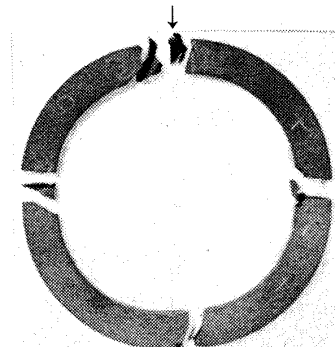
S.SiC, Tension



R.B.Si₃N₄, Tension



S.SiC, Compression load



R.B.Si₃N₄, Rotation

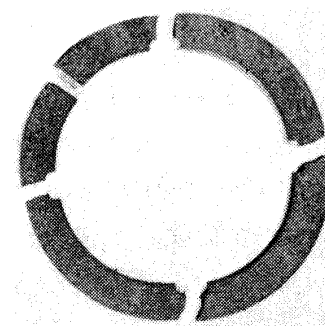


写真2に破壊後の試験片写真の代表例を示す。引張試験片の破壊は殆んど曲辺部の応力集中部付近で起ったことがわかる。写真3には各試験の破面写真の代表例を示す。写真には破面の両面を示した。それぞれの破面に、破壊の起点と思われる部分が存在する。前報のホットプレス材と比較すると、破面全体の起伏が少ない。一般にセラミック材料では、破面の起伏の大きさと材料強度は関係があり、強度の大きい材料の破面は起伏が大きい。本報で使用した材料の強度はホットプレス材と比較すると、約1/2である。従って、破面に起伏が少ないのは当然の結果と思われる。

4.1 破壊強度

各試験で得られる強度は破壊時に試験片内に生ずる巨視的な応力の最大値で与えられる。従って抗折試験で得られる強度は角棒の引張側の最大応力 $\sigma_b = M/Z$ で与えられる。ただし、 M 及び Z はそれぞれ破壊時の最大曲げモーメント及び試験片の断面係数である。

通常、引張強度は試験片中央の平行部の平均応力で与えられるが、本試験で使用した試験片には図1のように、引張試験治具との関係上、試験片の平行部とチャック部との間に比較的小さい曲率半径の曲辺部があるので、若干ではあるが応力集中が生ずる。実際の破壊も殆んど応力集中部で起ったので、本報ではこの応力集中部の最大応力を引張強度として採用した。試験片内の詳細な応力分布は有限要素法により計算した。傾斜角 θ_1, θ_2 の相違による応力集中の変化は少なく、1.25～1.30の範囲であった。

回転試験に使用したノッチ付リングの最大応力はノッチ先端に生ずる。そして、最大応力はノッチ深さ $d = 1.5 \text{ mm}$ のとき $\sigma_b = 4.2 \sigma_0$ 、 $d = 2 \text{ mm}$ のとき $\sigma_b = 5.4 \sigma_0$ の式で与えられることがわかった。ただし、 σ_0 はノッチ無しリングを回転したときのリング内周の周方向応力である。

リングの圧縮試験では、抗折試験と同様に試験片内に引張領域と圧縮領域が存在する。応力分布は有限要素法で計算した。リング内の代表的な三点の応力を図4に示す。この図は圧縮荷重 $P = 100 \text{ kg}$ のときの計算例である。最大引張応力は荷重軸上の内周に生じ、破壊強度は $\sigma_b = 0.453 P_b$ で求められる。

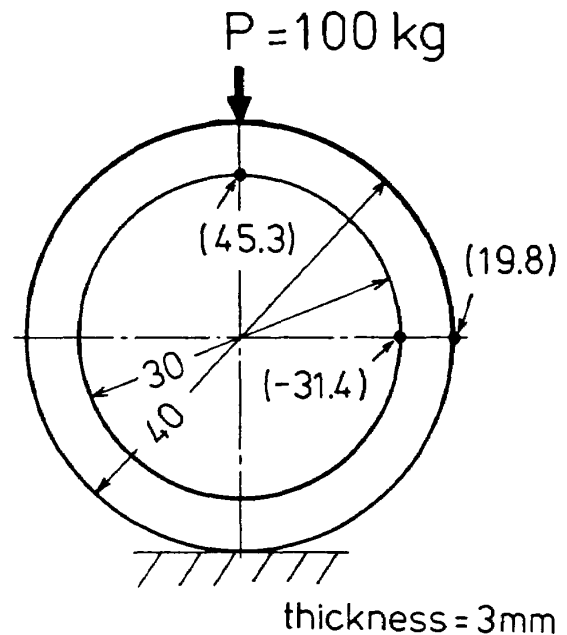


Fig. 4 Diametrical Compression test of ring (Figures in parenthesis shows calculated stresses in kg/mm^2)

ただし、 P_b は破壊時の荷重である。

4.2 ワイブル係数

セラミックスのような脆性材料の破壊強度の分布はワイブル分布に従うことが知られており、次式のワイブルの破壊確率分布関数が用いられる。⁸⁾

$$F(\sigma) = 1 - \exp \left\{ - \int \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m dv \right\} \quad \dots (1)$$

上式中係数 m をワイブル係数と称し、強度試験データのばらつきを表わす指標として用いられる。データのばらつきが小さいとき m は大きくなる。なお(1)式の詳細については、文献(7)に述べたので本報では省略する。 m の値の求め方については、ワイブル確率紙を利用する方法、最小二乗法による方法、最尤推定法で求める方法等があるが、本報では最尤推定法を用いて算出した。一般に m は材料定数と考えられており、後述するが、部品の強度予測には重要な定数である。

各試験のワイブル係数を表1の m に示す。表から明らかなように同一材料であっても試験の種類によって m は異なる値となった。セラミックスの破壊現

象は試験領域内の最も危険な欠陥が存在する点で破壊すると考えるのが一般的であるから、危険な欠陥の種類と分布状態が試験片の種類によって変化することがあるとすれば、同一材料であっても m の値はもはや材料定数とはいえない。しかし本実験で採用した試験片の種類によって製法が若干異なるので、厳密な意味で同一材質とみなすことに無理があるかもしれないが、同一原料から製造された部品であり、かつ部品強度の予測法を議論する場合、多少の疑問があるにしても、現状では、 m を材料定数とみなすことが妥当と考えられる。

試験片の個数が少ない場合には m の算出精度が低下する⁹⁾ので、本報の m のばらつきは試料個数に原因があるのかもしれない。文献(9)によれば、試料数 $n = 10$ のとき、約40%の算出誤差を生じ、 $n = 20$ のとき、30%、 $n = 50$ のときでも±20%の誤差が生ずると報告されている。

以上のように、材料内部の微構造の場所による変化と計算精度の低下が原因となって、ワイブル係数の値にばらつきを生ずるが、本報では、試験片形状が単純でしかも試験片の個数も多く用いた3mm角棒の抗折試験で得られたワイブル係数を使用材料の材料定数として採用した。

4.3 有効体積及び有効表面積

材料の破壊強さ、特にセラミックスのような脆性材料を試験したときの破壊強さは、使用する試験片の寸法によって顕著に変化することが、いわゆる寸法効果としてよく知られている。相似形の試験片の寸法効果は試験片の代表寸法または体積を用いてその効果の影響を表示できる。しかし、形状と寸法が異なり、かつ負荷方式も異なる試験片について、普遍的に寸法効果を表わすためには、相似形試験片のように代表寸法、体積等を用いて表わすことはできない。このような異形試験片または部品の寸法効果を表わす変数として、ワイブルの分布関数(4)式から⁸⁾導出された次式が提案されている。

$$V_e = \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_{\max}} \right)^m dV \quad (2),$$

$$S_e = \int_S \left(\frac{\sigma}{\sigma_{\max}} \right)^m dS \quad (3).$$

V_e 及び S_e はそれぞれ有効体積及び有効表面積と定義されている。上式中の m はワイブル係数であり、 σ 及び σ_{\max} はそれぞれ物体内の応力及び最大応力である。また、積分記号の添字 V 及び S はそれぞれ物体の内部及び表面を表わし、 dV 及び dS はそれぞれ体積要素及び面積要素である。なお、(2)、(3)式の積分範囲は $[\sigma > 0]$ の範囲についてのみ行う。負荷条件によっては、圧縮応力が極端に大きくなる場合もあり、圧縮応力で破壊する可能性もあるが、一般にセラミックスの圧縮強度は引張強度の5倍以上¹⁰⁾あるので、通常の機械部品を対象とする場合は、部品の圧縮破壊は起きないと仮定してもよいと思われる。

有効体積と有効表面積の概念の相違は、与えられた部品の強度が、物体の内部に潜在するき裂に支配されるかあるいは表面き裂に支配されるかによって区別される。強度が内部き裂に支配される場合は有効体積を変数とし、表面き裂に支配される場合には有効表面積を変数として考えれば、一応、強度評価は可能である。

部品強度を支配するき裂が内部か表面かの相違は部品内の応力分布に関係する。例えば、抗折試験やノッチ付リングの試験のように、内部から表面への応力勾配が大きい場合は表面き裂に支配され、引張試験のように応力が一様の場合には内部き裂に支配されることが多い。本報では、有効体積と有効表面積の両者を用いて強度評価を行い、両方の評価法について比較した。ところで、(2)、(3)式から明らかのように、試験片内の応力分布によって V_e 、 S_e の値は変化する。試験片内の応力が一様な場合には、 V_e 及び S_e はそれぞれ試験領域の体積及び表面積に等しい。また、応力分布が相似形であっても材料のワイブル係数が異なる場合には、それぞれの V_e 及び S_e も異なる値となる。

以上で述べた有効体積 V_e 及び有効表面積 S_e は、後節で述べるように、形状の異なる試験片が型式の異なる負荷を受けるときの破壊強度を予測する場合に、重要な特性値となる。

本試験で採用した試験片の有効体積及び有効表面積をそれぞれ表1に示した。両者の計算には(2)及び(3)式を用い、ワイブル係数 m の値としてSiC及び

Si_3N_4 それぞれの材料の 3 mm 角棒の抗折試験で得られた値 5.3 及び 6.4 を使用した。三点曲げ及び四点曲げ試験片の V_e 及び S_e は(2), (3)式から得られた次式を用いて算出した。

〔三点曲げ試験〕

$$V_e = \frac{V}{2(m+1)^2}, \quad S_e = \frac{S}{2(m+1)^2} \left(1 + \frac{bm}{h+b} \right) \quad (4)$$

〔四点曲げ試験；内外支点間距離の比 $1/2$ の場合〕

$$V_e = \frac{(m+2)V}{4(m+1)^2}, \quad S_e = \frac{(m+2)S}{4(m+1)^2} \left(1 + \frac{bm}{h+b} \right) \quad (5)$$

上式中、 V, S, h, b はそれぞれ試験片の試験領域（支点間）の体積、表面積、試験片の高さ、巾を表わす。

抗折試験片の有効体積及び有効表面積は(4)(5)式で簡単に算出できる。しかし、ノッチ付リングの回転試験、リングの圧縮試験及び本実験に使用した引張試験片のように、試験片内の応力分布が複雑になる場合は、(2)及び(3)式の積分が困難になる。従って、上記三種類の試験片については、有限要素法を用いて計算した。その結果は表 1 に示すように、3 mm 角棒の抗折試験とノッチ付リングの回転試験の V_e 及び S_e は小さく、5 mm 角棒の四点曲げ試験と引張試験の V_e, S_e は比較的大きい値となった。

4.4 強度評価

元来、セラミックスは粉末原料から製造された焼結体であるため、均質な焼結体を得るためには使用される原料の純度、粒径、焼結時の熱的条件及び焼結炉内の雰囲気、焼結時間等の制御を厳密に設定する必要があるが、現実には条件の設定が極めて困難なため製造された焼結体の内部または表面には、気孔、不純物、結晶粒間のすきま等の多数の欠陥が存在している。

ところで、このように内部欠陥が多く、かつ塑性変形も殆んど無いセラミック材料の強度評価法として、内部き裂の発生、成長等を力学的に取り扱う線型破壊力学による評価法と、材料力学から求められる最大応力で破壊強度を評価する方法の両者が用い

られる。金属材料とセラミックスの機械的性質、特に材料の強度特性について比較するとき、最も相違の大きい特性値はいわゆる破壊靱性値である。セラミックスの破壊靱性値は金属材料と比較すると、オーダーで約 2 桁小さい。ゆえにセラミックスの強度評価は破壊力学的評価法を用いるべきであるとの考え方もある。しかし、セラミックスを機械部品として利用することを目的とする場合、現在のように、材料の焼結法のみならず、部品の製造法に関しても幾多の問題点が山積し、かつ、材料内部に潜在する欠陥の検知技術が確立されていない段階では、種々の部品を製作し、材料力学的な強度試験を行い、その結果を素材原料、製造工程全般にフィードバックしながら改良を進める手法も材料開発の段階では重要であると思われる。以上の観点から本報では、材料力学的な強度評価法（静的強度評価法）を採用し、ワイブルの統計解析法を用いて試験片の強度評価を行った。

ワイブルの破壊確率分布関数(1)式を用いて、形状寸法の異なる試験片が同じ破壊確率を持つための条件から、強度 σ_b に対する寸法効果は、異なる試験片の有効体積 V_e 及び有効表面積 S_e を用いて次式で与えられる。⁸⁾

$$\frac{\sigma_{b2}}{\sigma_{b1}} = \left(\frac{V_{e2}}{V_{e1}} \right)^{1/m} \quad \text{及び} \quad \frac{\sigma_{b2}}{\sigma_{b1}} = \left(\frac{S_{e2}}{S_{e1}} \right)^{1/m} \quad (6)$$

上式中 V_e, S_e 及び σ_b の添字 1, 2 は異種試験片を表わす。

(6)式の関係は、一種類の強度試験の結果を用いて他の試験片の強度予測に用いることができる。本報では基準試験として 3 mm 角棒の抗折試験を採用した。角棒の抗折試験は、材料の強度評価試験法として多くの材料メーカーで採用されており、最も基礎的な試験法である。

(6)式から明らかなように試験片の強度は有効体積または有効表面積の $1/m$ 乗に反比例する。各試験で得られた平均強度と有効体積との関係を図 5 に示す。また、有効表面積との関係は図 6 に示す。それぞれの図には、強度の平均値（丸印）とばらつきの範囲を示した。なお、各試験片の有効体積及び有効表面積は、前節で述べたように、同材質の 3 mm 角棒の三点曲げ試験で得られたワイブル係数 (SiC ; $m =$

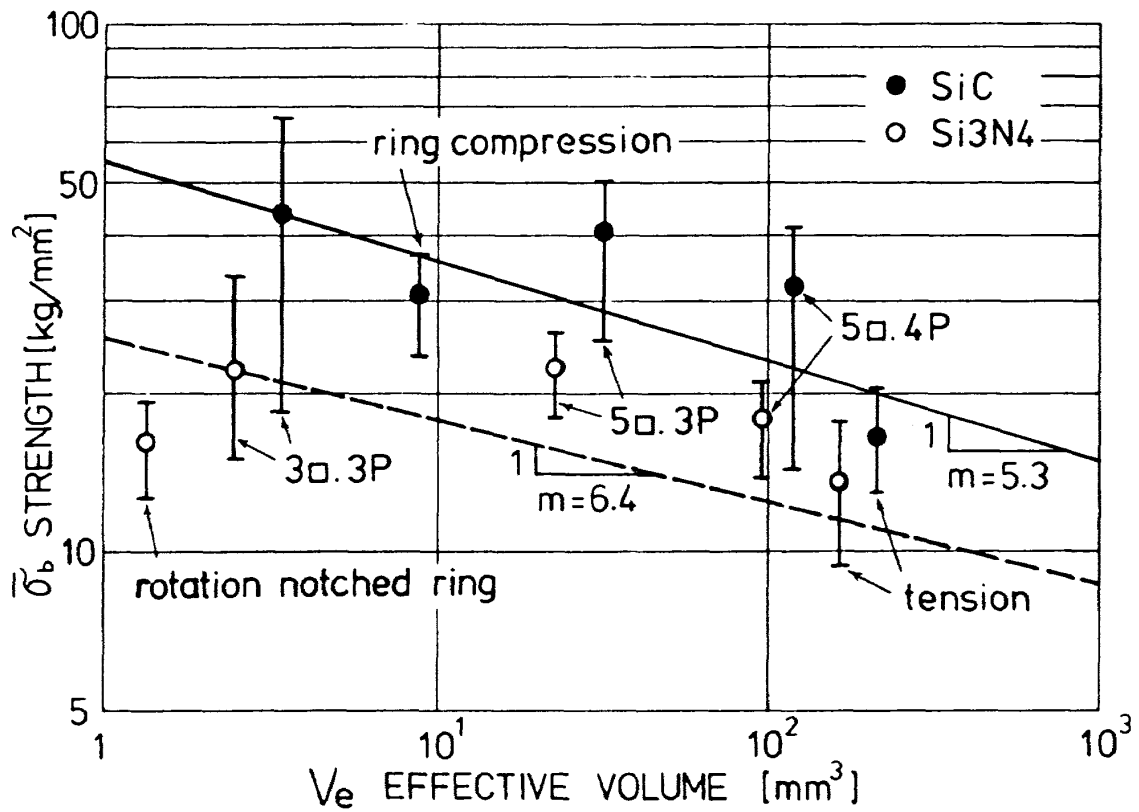


Fig. 5 Strength versus Effective Volume

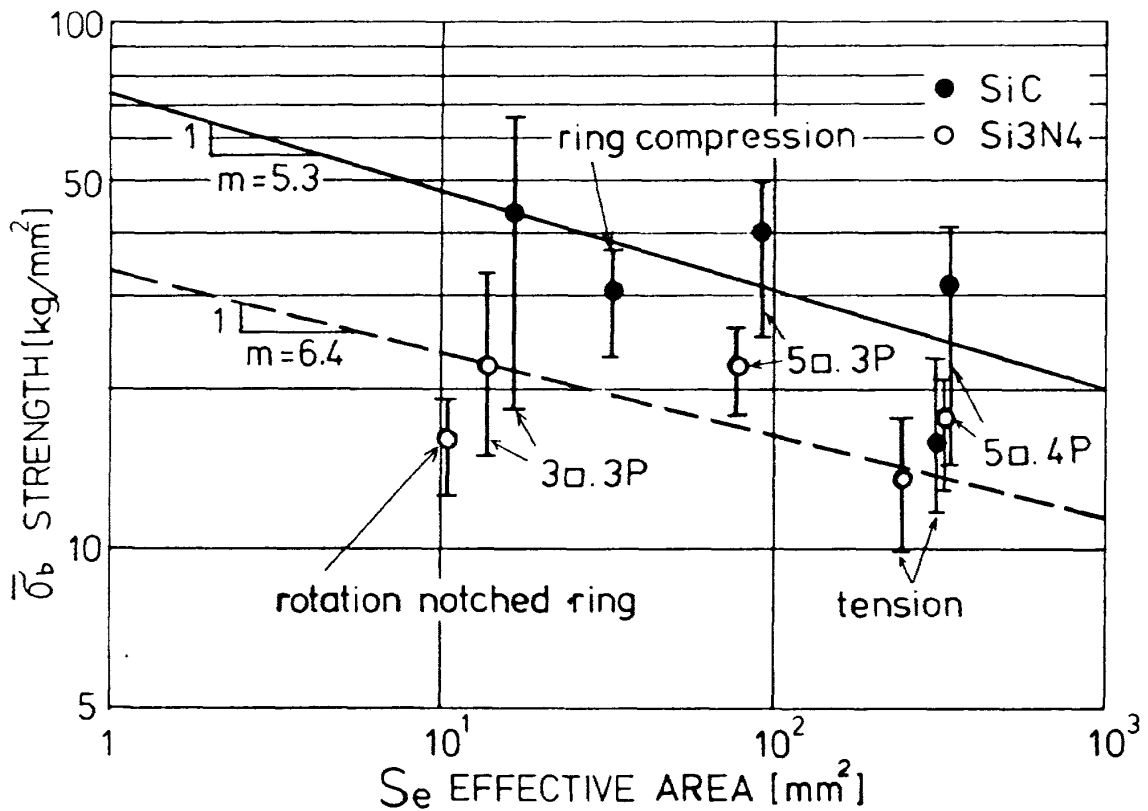


Fig. 6 Strength versus Effective Area

5.3, $S_{i3}N_4$; $m=6.4$)を用い、(2)~(5)式から計算した。図中の3口.3P及び5口.4P等の記号はそれぞれ3mm角棒の三点曲げ試験及び5mm角棒の四点曲げ試験等を表わす。また、3口.3Pの平均値を通り、 $-1/m$ の勾配をもつ斜線(実線及び点線)は両材料の3mm角棒の三点曲げ試験を基準試験として、得られた平均強度と有効体積及び有効表面積の関係を表わす線である。従って、3mm角棒の三点曲げ試験の結果を用いて行われる強度予測が可能ならば、各試験片の平均強度はこの線上にプロットされるはずである。しかし、本実験では、図5及び図6に示すように、抗折試験(5口.3P及び5口.4P)の結果は予測より高く、逆にノッチ付リングの回転試験及びリングの圧縮試験の結果は低くなり、全体としてばらつきが大きい。また、図5と図6との比較から明らかなように、5口.4Pの有効体積 V_e (図5の横軸)はtensionの V_e より小さいが、有効表面積 S_e (図6)で比較すると若干大きい。両者の強度を比較すると5口.4Pの方がはるかに大きい。従って、強度は有効体積または有効表面積の $1/m$ に反比例するとの関係(6式)が定性的に成立することを前提とすれば、本試験の結果から判断する限り、図6のような有効表面積を用いた強度予測より、図5のような有効体積を用いた強度予測の方が予測法としては若干よいといえる。しかし、全体的に見る限り、両図とも誤差が大きいので、あまり良い予測結果とはいえない。

強度予測にばらつきが生じた原因について、以下で考察する。ところで、ワイブル統計を用いて行われる強度予測法が成立するための条件として、各試験片の強度を支配するき裂の分布状態が等しいこと、即ち各試験片のき裂は同じ母集団に属するという条件を満足する必要がある。従って、母集団の母数として定義されているワイブル係数 m の値は、同一材質の試験片に共通の定数でなければならない。しかし、本報の場合は各試験片間にばらつきが生じた。これは試験片の個数が少ないことも原因と考えられるが、それ以上に、各試験片の製作法の相違により生じた材料素材のばらつきの方が、より m のばらつきを大きくした原因のように思われる。前報⁷⁾ではホットプレス材を用いて同様な試験を行ったが、各試

験片のワイブル係数にばらつきが少なく、ワイブル統計を用いた強度予測の結果は比較的良好であった。これは前報で用いたホットプレス材の試験片が、総て板材から削り出し、製作されたものであったため、試験片の材料特性にばらつきが少なかったものと考えられる。しかし、本報で用いた試験片は、抗折試験片とその他の試験片の製作法が異なるのみでなく、焼結法に関しても、常圧焼結材は焼結過程で結晶異方性収縮を起すなどの好ましくない性質をもち、また反応焼結材は部品の異形状が原因となって生ずる局所的な焼結反応速度の変化の影響を受けるなど、焼結技術の面でもホットプレス材と比較すると、均質な材料は得られ難いように思われる。

強度にばらつきを生じた別の原因として、試験片表面の研磨方向と表面粗さの影響も考えられる。各試験片の研磨方向は表1に示した。=の記号は研磨方向と主引張応力方向が平行の場合を示し、⊥の記号は直角の場合である。強度的には、一般に平行研磨の方が強度が高く現われる。しかし、本報で使用した試験片の表面粗さは強度に影響を及ぼさない程度の粗さ(2~3 μm)に研磨したので、研磨方向の影響は少ないと思われる。例えば、本報で使用したリング状試験片について考察すると、次のようになる。ノッチ付リングのノッチ部は直角研磨(⊥)であるが、圧縮試験に用いたリングは平行研磨(=)である。研磨方向が異なるにもかかわらず、両者の強度はいずれも予測強度より低い。しかし、ノッチ付リングのノッチ部は、応力勾配が極めて大きいため、他の試験片と比較して研磨方向の影響が若干大きくなることは考えられるが、総合的に見れば、本試験の場合は、研磨の影響は少ないと思われる。

5. あとがき

将来の高温強度部材の候補材料として期待される炭化珪素の常圧焼結材と窒化珪素の反応焼結材を用いて抗折試験、引張試験、回転試験及びリングの圧縮試験等を行い、各試験片の有効体積及び有効表面積と破壊強度の関係を調べた。その結果、3mm角棒の抗折試験と他の試験の強度との関係を、有効体積及び有効表面積を用いて表わす方法には、大きいばらつきを生ずることがわかった。主な原因として、

抗折試験片とその他の試験片との間に製作法の相違があること、即ち、試験片によって焼結前の形状が異なるため、焼成時の条件が異なり、そのために材質的にばらつきを生じたことが考えられる。いずれにしても、将来セラミックスが複雑な機械部品として利用されるようになるためには、抗折強度の向上も必要であるが、それ以上に、部品形状の相違によって生ずる強度のばらつきをなくし、複雑な部品の強度も抗折強度から予測できるような、形状に無関係に均質な材料を焼成する技術を確立することの方がもっと重要であると思われる。

参 考 文 献

- 1) J. J. Burku, et al., ed.; *Ceramics for High Performance Applications*, Brook Hill Pub. Co. (1974).
- 2) 同上, “ - Application II ” (1978).
- 3) Proc. of the 1977 DARPA/NAVSEA Ceramic Components for Turbine Engine Program Review, MCIC-78-36 (1978).
- 4) 5th International Symposium on Automotive Propulsion Systems, April 14-18, 1980, Michigan, CONF-800419.
- 5) Ford, *Gas Turbine World*, July, 1977.
- 6) Garrett Corp. AiResearch Manufacturing Co., *Aviation Week*, 6, 1980.
- 7) 松末勝利ほか, 窒化珪素ホットプレス材の常温強度評価試験, 航空宇宙技術研究所報告, TR. 676 (1981).
- 8) D. G. S. Davis; *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, No. 22, 1973.
- 9) R. A. Jeryan; *Ceramics for High Performance Applications*, ed., J. J. Burku, et al., Brook Hill Pub. Co. (1978), p. 35.
- 10) S. M. Broutman, et al.; *J. Amer. Cer. Soc.*, 53-12 (1970, 12), p. 649.

Table 2. Fracture stresses of various specimens

Notation NO. ; Test Piece Number, σ_b ; Fracture Stress (kg/mm²)
 l , l_1 ; Outer span (mm), l_2 ; Inner span (mm)

S. SiC 3-Point Bending (3×3 , $l = 30$ mm)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
11-1	48.7	18-2	43.0	26-1	23.0	34-1	51.2
11-2	44.5	19-1	34.0	26-2	43.0	34-2	42.7
12-1	48.7	19-2	38.0	27-1	50.5	35-1	45.7
12-2	29.7	20-1	38.7	28-1	46.7	35-2	44.7
13-1	46.7	20-2	32.8	28-2	52.3	36-1	66.3
13-2	36.5	21-1	57.5	29-1	43.3	36-2	36.2
14-1	40.7	21-2	38.2	29-2	43.3	37-1	32.8
14-2	51.7	22-1	54.3	30-1	38.2	37-2	48.2
15-1	52.5	22-2	49.7	30-2	40.8	38-1	32.5
15-2	53.8	23-1	54.3	31-1	24.8	38-2	54.0
16-1	41.0	23-2	59.2	31-2	51.5	39-1	47.5
16-2	20.2	24-1	52.3	32-1	44.5	39-2	29.3
17-1	39.7	24-2	47.7	32-2	43.0	40-1	47.2
17-2	18.3	25-1	47.8	33-1	42.0	40-2	47.5
18-1	48.2	25-2	24.8	33-2	51.7		

S. SiC 3-Point Bending (5×5 , $l = 100$ mm)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
1	33.1	6	37.8	11	46.2	16	48.5
2	40.2	7	41.4	12	44.0	17	39.1
3	25.2	8	28.0	13	48.6	18	48.4
4	37.0	9	38.4	14	32.0	19	39.1
5	49.8	10	28.1	15	49.0	20	48.6

S. SiC 4-Point Bending (5×5 , $l_1 = 100$ mm, $l_2 = 50$ mm)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
26	40.7	31	36.8	36	35.9	41	40.0
27	28.3	32	27.1	37	33.1	42	14.4
28	41.2	33	27.1	38	40.6	43	26.2
29	17.4	34	37.0	39	37.4	44	25.3
30	29.8	35	31.3	40	36.1	45	24.5

S. SiC Tension ($\theta_1 = 30^\circ$, $\theta_2 = 50^\circ$, thickness = 3mm)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
1	13.4	4	14.4	7	20.2	10	16.9
2	14.5	5	12.7	8	15.4	12	21.2
3	12.5	6	18.8	9	17.1	13	11.8
						14	12.0

S. SiC Tension ($\theta_1 = 70^\circ$, $\theta_2 = 90^\circ$, thickness = 3mm)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
1	19.5	5	18.5	9	18.5	13	15.9
2	17.3	6	7.0	10	23.1	15	16.1
3	19.0	7	12.4	11	15.5		
4	15.5	8	17.1	12	16.9		

S. SiC Compression of Ring (D = 40mm, d = 30mm, thickness = 3mm)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
1	23.5	6	33.0	11	26.4	16	33.0
2	34.4	7	33.7	12	29.3	17	34.2
3	32.0	8	32.9	13	30.9	18	27.8
4	24.1	9	34.7	14	29.2	19	31.7
5	32.8	10	30.5	15	31.8	20	36.8

R. B. Si₃N₄ 3-Point Bending (3×3, $l = 30\text{mm}$)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
1-1-1	23.3	4-5-2	24.5	6-3-1	22.2	8-1-1	21.5
1-1-2	25.3	5-1-1	21.8	6-3-2	24.0	8-1-2	19.2
1-2-1	28.7	5-1-2	22.0	6-4-1	23.3	8-2-1	18.3
1-2-2	26.5	5-2-1	21.7	6-4-2	23.2	8-2-2	22.3
1-3-1	26.3	5-2-2	23.2	6-5-1	22.7	8-3-1	20.2
1-3-2	16.3	5-3-1	25.5	7-1-1	27.3	8-3-2	18.2
2-1-1	15.0	5-3-2	33.2	7-1-2	24.5	8-4-1	16.8
2-1-2	18.2	5-4-1	19.3	7-2-1	27.0	8-4-2	20.0
2-2-1	22.2	5-4-2	21.3	7-2-2	29.0	8-5-1	26.0
2-2-2	23.8	5-5-1	18.7	7-3-1	24.0	8-5-2	24.3
4-3-1	22.0	5-5-2	19.3	7-3-2	27.0	11-3-1	18.5
4-3-2	22.8	6-1-1	25.0	7-4-1	17.0	11-3-2	19.2
4-4-1	18.8	6-1-2	27.3	7-4-2	19.3	11-5-1	21.2
4-4-2	23.7	6-2-1	17.3	7-5-1	19.5	11-5-2	20.2
4-5-1	20.2	6-2-2	17.0	7-5-2	21.5		

R. B. Si₃N₄ 3-Point Bending (5×5, $l = 100\text{mm}$)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
1-1-1	20.9	1-2-3	26.2	1-3-4	22.2	3-2-1	24.6
1-1-3	20.0	1-2-4	21.6	1-3-5	21.8	3-2-3	22.0
1-1-5	19.8	1-2-5	23.5	3-1-1	22.2	3-2-4	23.3
1-1-6	22.1	1-3-1	25.6	3-1-3	19.9	3-2-6	19.8
1-2-2	23.8	1-3-3	21.7	3-1-4	23.4	3-3-1	18.0

R. B. Si₃N₄ 4-Point Bending (5×5, $l_1 = 100\text{mm}$, $l_2 = 50\text{mm}$)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
1-4-1	16.3	2-1-2	17.2	2-2-2	19.8	2-3-1	20.5
1-4-2	18.4	2-1-3	18.2	2-2-3	16.4	2-3-2	19.1
1-4-3	17.2	2-1-4	17.1	2-2-4	14.9	2-3-3	21.0
1-4-4	17.9	2-1-5	13.8	2-2-5	19.7	2-3-4	20.5
1-4-5	17.8	2-1-6	18.2	2-2-6	17.3	2-3-6	17.3

R. B. Si 3N4 Tension ($\theta_1 = 30^\circ$, $\theta_2 = 50^\circ$, thickness = 3mm)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
1	15.5	4	13.7	7	10.7	10	15.0
2	12.6	5	14.9	8	15.8	11	19.6
3	14.2	6	13.3	9	13.1		

R. B. Si 3N4 Tension ($\theta_1 = 70^\circ$, $\theta_2 = 90^\circ$, thickness = 3mm)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
1	15.8	5	12.4	9	16.0	13	16.0
2	10.9	6	17.7	10	12.0	14	11.5
3	10.6	7	13.9	11	9.5		
4	12.9	8	12.6	12	13.6		

R. B. Si 3N4 Rotation, notched Ring (d = 1.5 mm)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
1	12.6	13	14.2	15	16.5
2	16.5	14	17.0	16	16.5

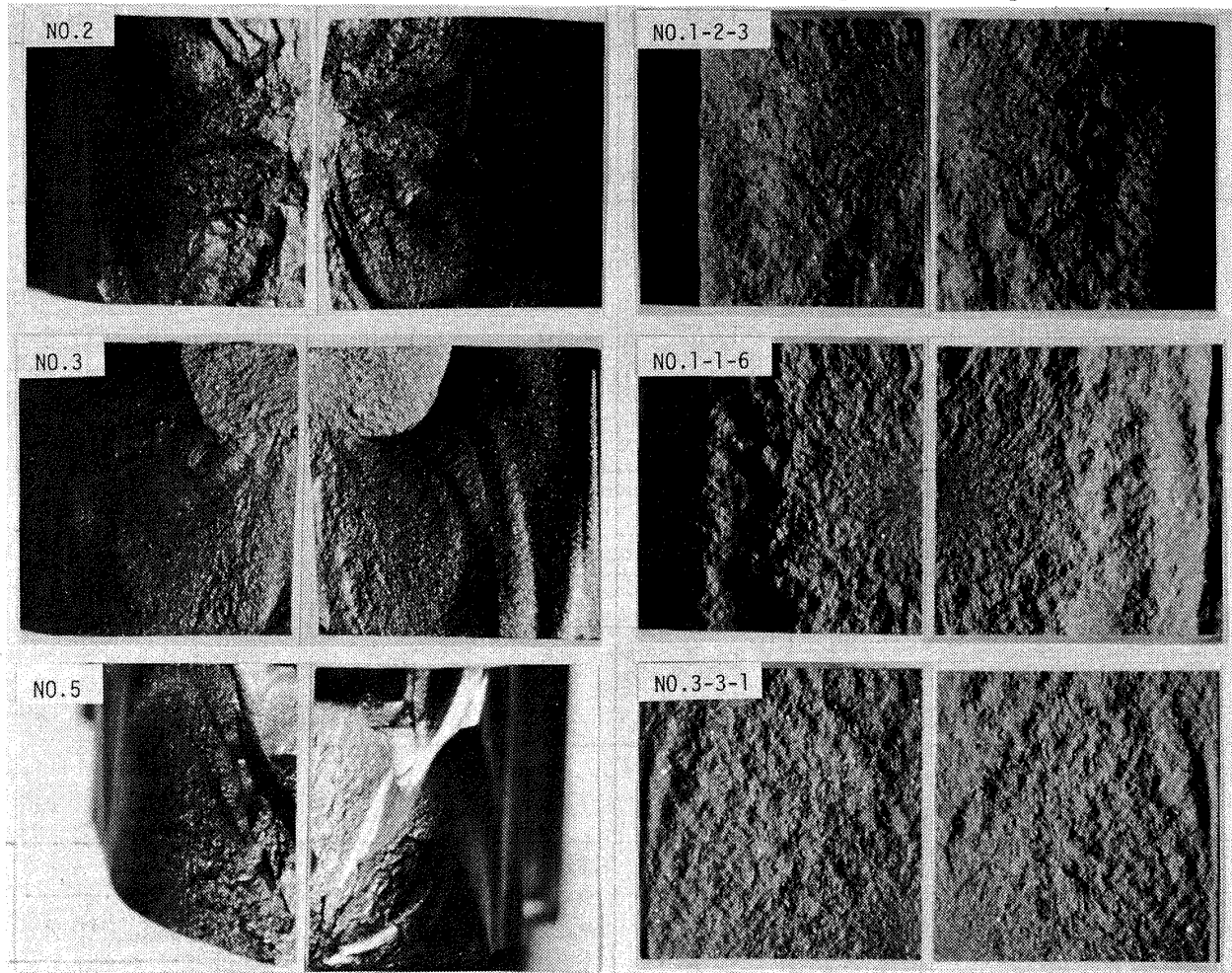
R. B. Si 3N4 Rotation, notched Ring (d = 2mm)

NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b	NO.	σ_b
3	15.4	6	16.7	9	13.8	12	19.2
4	16.3	7	15.2	10	16.1		
5	18.5	8	17.3	11	15.5		

Photo. 3 Fracture surface
3-Point bending (5×5 Specimens)

[S.SiC]

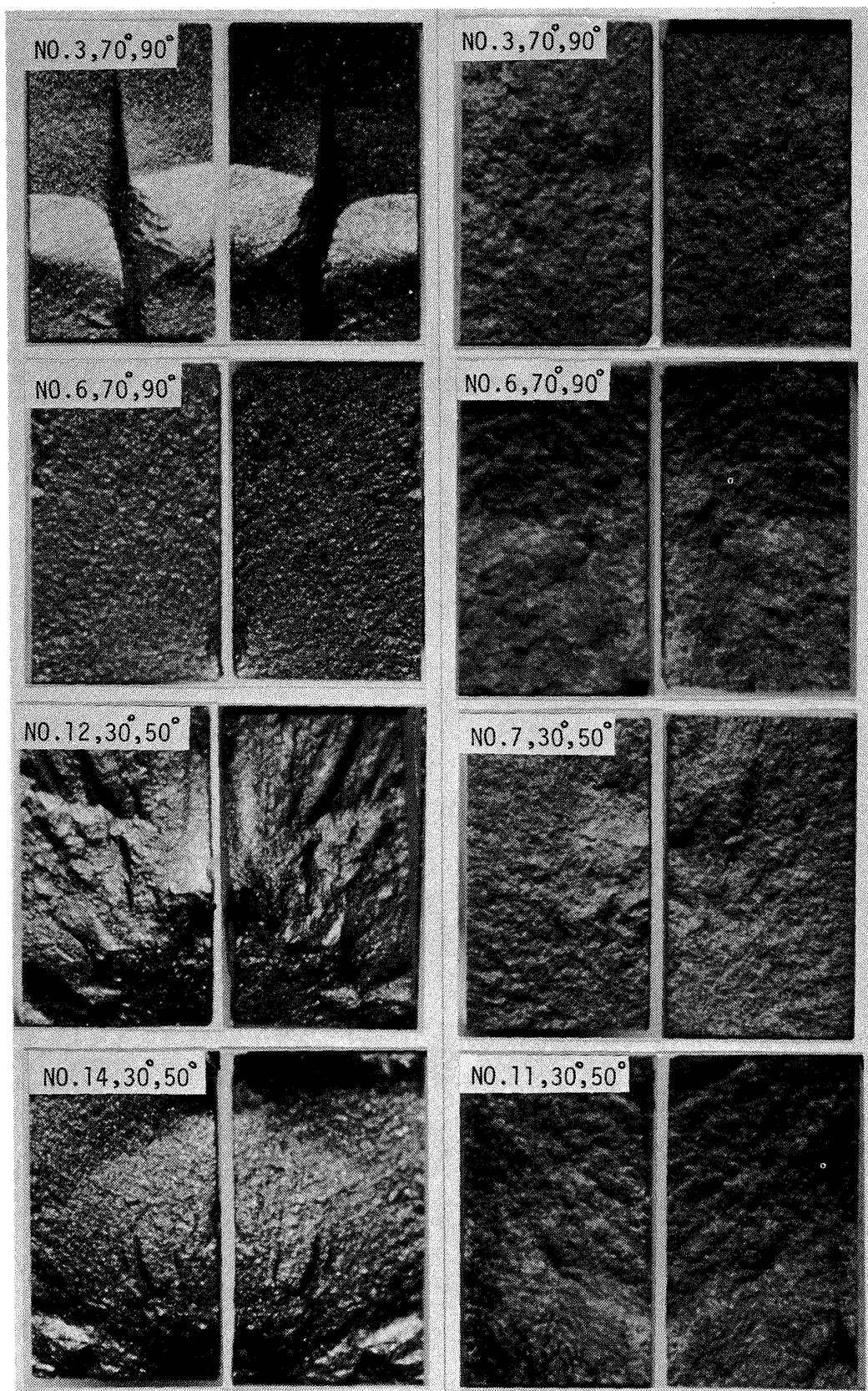
[R.B. Si₃N₄]

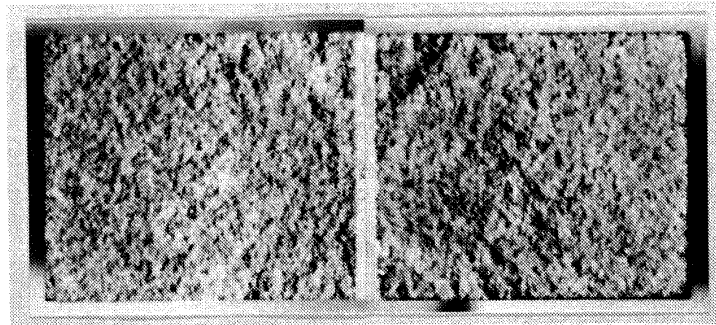


Tension

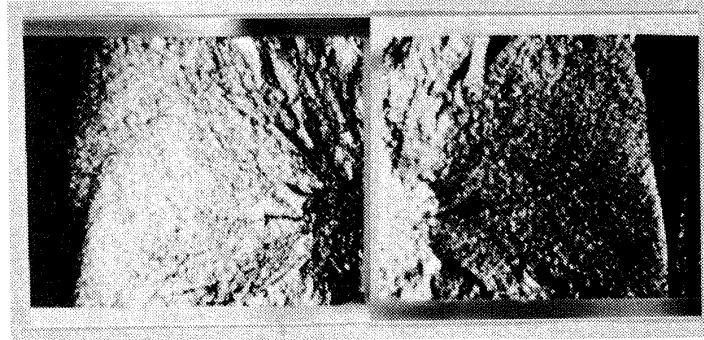
[S.SiC]

[R.B. Si₃N₄]



RotationR.B. Si₃N₄, No. 16Compression

S. SiC, No. 20



航空宇宙技術研究所報告 678号

昭和56年8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
