

NAL TR-877

ISSN 0389-4010

UDC 620.175.22

航空宇宙技術研究所報告

TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TR-877

常圧焼結窒化けい素のねじり強さ

藤 沢 良 昭 ・ 松 末 勝 利 ・ 高 原 北 雄

1985年9月

航空宇宙技術研究所
NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

常圧焼結窒化けい素のねじり強さ*

藤 沢 良 昭** 松 末 勝 利** 高 原 北 雄**

Torsional Strength of Pressureless-Sintered Silicon Nitride

Yoshiaki FUJISAWA, Katsutoshi MATSUSUE and
Kitao TAKAHARA

ABSTRACT

Torsional strength tests of pressureless-sintered silicon nitride were carried out at temperatures ranging from room temperature to 1400 °C in air. The torsional strength rapidly decreased at temperatures above 800 °C; at 1400 °C it was 15 percent of that at room temperature where a value of 349 MPa was found. Observations of the fracture mode and of the crack propagation on the fracture surfaces were made and discussed.

概 要

常圧焼結窒化けい素の強度試験の一環としてねじり強さ試験を行った。試験片の寸法に合わせて低トルクを計測可能で、かつ高温試験もできるねじり試験機を製作し、これを用いて室温から1400℃までのねじり破壊試験を行い、高温でのねじり強さ特性及び破壊機構を調べた。

1. まえがき

セラミックスを構造材料として利用する研究開発が進むにつれて、強度部品用材料としての機械的特性が注目され、各種の試験が行われるようになった。中でも、曲げ強さ試験は試料が単純な角棒状であり、試験も簡単にでき、しかも試験の方法によらず比較的信頼性の高いデータが得られることから、材料開発当初から多くの機関で行われてきた。

ところが、引張試験やねじり試験となると、試験

片の製作に手数がかかり、精度の高い試験を行うためには試験片と荷重の中心軸を正確に合わせる必要があるとなり、試験の方法が複雑になる。そのため、曲げ試験に比べて実験例が少なかった。

しかし、最近、構造材料として応用範囲が拡大し、利用者側から関心が示され、材料の引張強さ及びねじり強さ等のデータが要求されるようになっている。

一般のぜい性材料のねじり試験については、鑄鉄¹⁾²⁾、大理石³⁾、ガラス⁴⁾、チョーク⁵⁾、黒鉛⁶⁾、等を対象とした試験が既に行われており、材料の強度試験としては特に新しい試験方法ではないが、最近注目されている高緻密質の構造用セラミックスに適用された例は極めて少ない。本報では、新しい

* 昭和60年 6月25日受付

** 原動機部

高温強度材料として期待されている常圧焼結窒化けい素を用いてねじり強さ試験を行ったので、その結果について報告する。

2. 供試材料及び試験片

供試材料は常圧焼結された窒化けい素であり、焼結助剤はアルミナ (Al_2O_3) 及びマグネシア (MgO) を主成分として全体の約10%含まれている。焼結体の密度は $3.15 \sim 3.20 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ (理論密度比約95%) である。

この材料は、以前に著者等が行った室温での曲げ試験及び高温での引張試験⁷⁾に使用した材料と同一組成の焼結体である。表1に使用材料の主な物性値を示す。

試験片は図1に示すように中央に $5\phi \times 20 \text{ mm}$ の試験部をもち、両端にチャック部を有する円柱状である。試験片は所定の寸法より若干大きく焼結した材料から研削及び研磨加工により製作した。試験片の表面粗さは最大 $1 \mu\text{m}$ であり、研磨方向は長手方向と直角である。

ところで、機械部品用材料として考えられているセラミックスは従来のぜい性材料に比べて、硬度が高く、ヤング率が大きく、加工性が悪い等の特徴もっている。従って、試験片製作に際して、加工が容易な形状であり、必要な寸法精度に加工でき、かつ、試験の容易な試験片であることが要求される。過去の文献においても様々な形状の試験片が用いられているが、本報では試験片の製作コスト、寸法精度の確保のしやすさ、試験用治具の作り易さ等を考慮して、図1に示す試験片を採用した。

試験片の表面加工についてもセラミックスの場合、表面の加工きずが強さに影響を及ぼすことが多いの

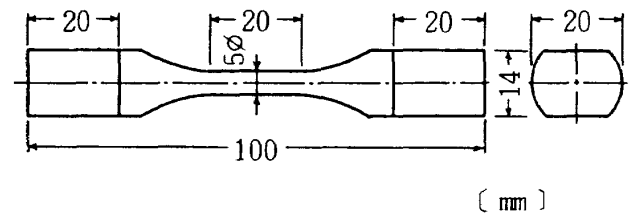


図1 ねじり試験片

で、出来るだけ滑らかに仕上げる必要がある。ねじり試験の場合は表面の応力が最も大きいので表面粗さの影響を受けやすい。従って、本試験片は強度に影響を及ぼさない表面粗さ⁸⁾である $1 \mu\text{m}$ 以下に加工することとした。

3. 試験装置及び方法

セラミックスは小型部品を対象として開発される場合が多いため、強度試験片にも比較的小さいものが多い。そのため、一般にセラミックスの強度試験には負荷容量の小さい試験機が使用される。曲げ試験や引張試験には通常の材料試験機を用いても、精度の高い実験が出来るが、ねじり試験の場合には、従来の金属材料用の試験機をそのまま使用するのには、負荷容量が大き過ぎるため、強度の測定精度が低下する恐れがある。そのため、従来の試験機はねじり負荷を掛ける道具としてのみ用い、トルクの測定には、別に設けた計測用のトルクバーを用いる場合が多い。また、セラミックスはぜい性材料のため、試験片のチャック方式にも工夫を要し、金属材料用のチャックをそのまま使用することは出来ない。従ってセラミックスのねじり試験は実験条件に合わせて、手造りの装置を必要とする場合が多い。本報でも新たに試験機を試作した。

3.1 ねじり試験装置

図2は本試験用に試作したねじり試験機の断面図である。この装置を用いる場合には既設のねじり試験機は不要である。この試験機は、試験片のチャック部、チャック棒の支持部及びトルクの負荷部から構成され、主に軟鋼材で製作されているが、チャック棒及びトルク負荷部はアルミニウム製である。また、この装置は高温での試験も行えるように加熱炉が装着できるようになっている。2個のチャック

表1 使用材料の主な物性値

密度	kg/m^3	3.19×10^3
ヤング率	MPa	2.6×10^5
線膨張係数	$1/^\circ\text{C}$	3.3×10^{-6}
熱伝導率	w/mk	10.9
比抵抗	$\Omega \cdot \text{m}$	$> 10^{12}$
破壊靱性 K_{Ic}	$\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$	5.9

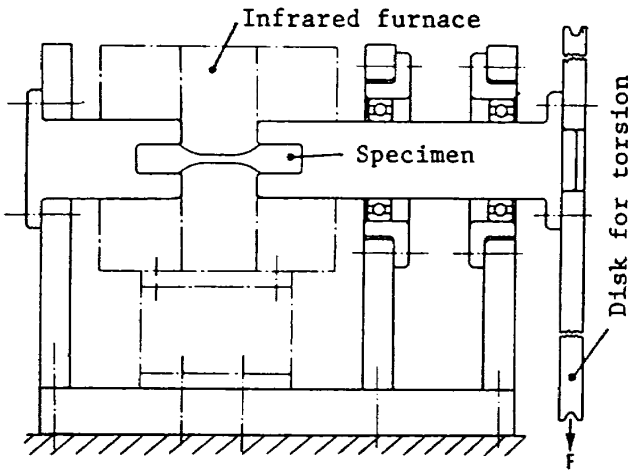


図2 ねじり試験装置(断面図)

棒の端面には試験片の端面の形状に合わせた穴(深さ20mm)が設けられており、左側のチャック棒は支持板に固定され、負荷側(右側)のチャック棒は2個のベアリングによって支持されている。そして、右側のチャック棒の右端には円板(直径40cm)を取りつけ、円板の外周にワイヤを巻きつけ、そのワイヤに荷重を加えることによって、モーメントを掛ける機構になっている。実際の荷重はワイヤの先端にポリ容器をつけ、容器に注水することによって加えている。チャック棒と試験片の結合部には0.1mm程度のすきまを設け、軸方向にもあそびをもたせた。また、右側のチャック棒は軸方向に自由に動けるようになっており、軸方向の力は加わらない。この試験機は高温試験にも使用するので、熱膨張を考慮して軸とベアリングとの間には0.1mm程度のすきまを設けた。

3.2 加熱装置

加熱炉としては前報⁷⁾と同様に赤外線を利用したイメージ炉(真空理工製)を使用した。加熱炉の断面及び使用時の概略図を図3に示す。この加熱炉は4本の赤外線ランプの光を水冷されたアルミ製の金メッキされた楕円反射面で集光し、試験片を加熱する構造になっている。中央集光部(均熱領域)は直径約10mm、長さ約30mmの範囲であり、最高温度1600℃での試験ができる。加熱炉は支持台に固定して使用した。

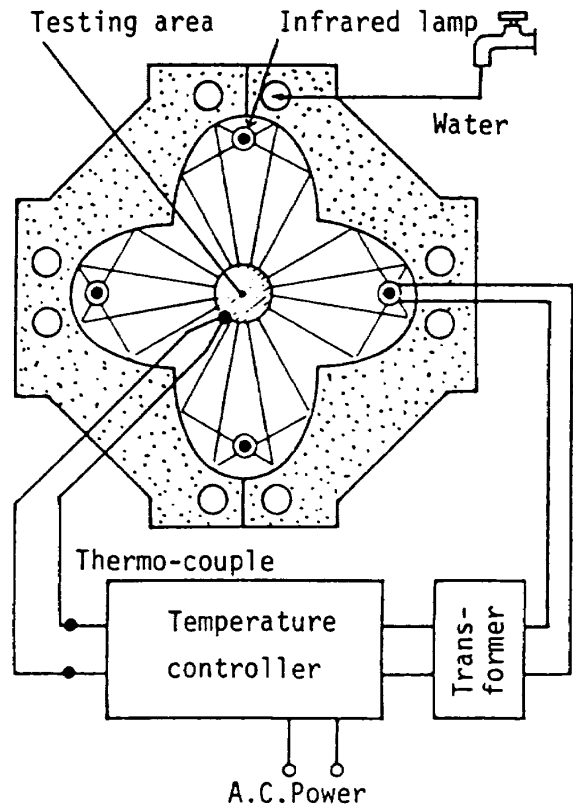


図3 加熱装置(断面図)

3.3 実験方法

試験片の温度測定は、試験片の中央に熱電対(PR13)を巻きつけて測定する方法を採用した。この方法による温度の計測精度は前報⁷⁾で検討したが、計測誤差は約1%であった。昇温速度及び試験温度等の設定は加熱装置付属の温度制御器を用いて行った。実験の際は昇温速度約300℃/minで昇温し、所定の試験温度で約30秒間保持した後、負荷を開始した。負荷は3.1節で述べたようにポリ容器に注水することにより加えた。負荷所要時間は大体3~5分であった。実験装置の概観を写真1に示す。

4. 応力分布と強度評価

ねじり試験において、直径dの試験片内には次式で表わされるせん断応力を生じる。

$$\tau = 32Tr/\pi d^4 \dots\dots\dots(1)$$

ただし、rはねじり中心軸からの距離であり、Tはねじりトルクである。そして、試験片の表面には図4に示すように軸方向及び軸と垂直の方向に次式に示す最大せん断応力 τ_0 を生ずる。

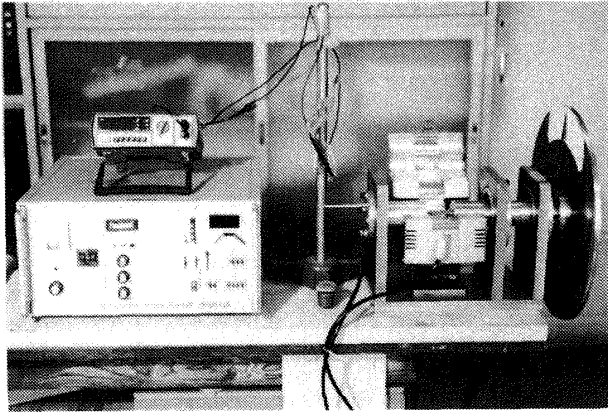


写真1 試験装置

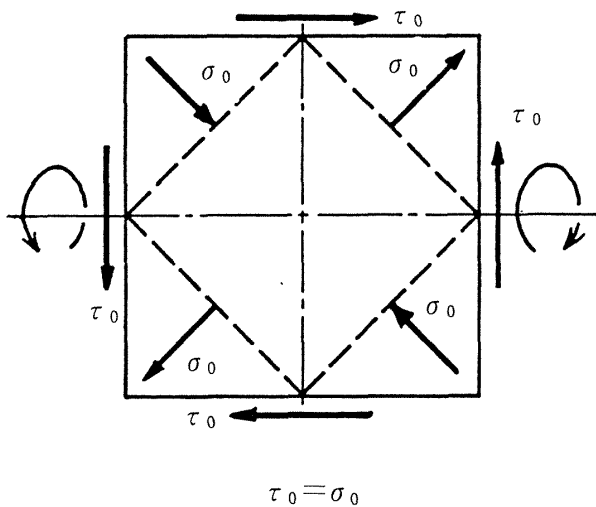


図4 ねじりにおける試験片表面微小要素の応力

$$\tau_0 = 16 T / \pi d^3 \quad \dots\dots\dots(2)$$

また、軸と $\pm 45^\circ$ の方向には絶対値の等しい引張応力と圧縮応力(σ_0)を生じ、力の釣り合いから τ_0 と σ_0 は等しい。ねじり強さは破壊時の T を用いて(2)式から求められる。

ところで、セラミックスのようなぜい性材料の破壊強さは試験片の大きさ及び負荷方式の違いによって得られる強度の結果は異なるのが普通である。このような材料の強度を適正に評価する方法として一般にワイブル統計が利用されている⁹⁾。即ち、大きさ及び負荷方式の異なる試験片に対し強度と関係する物理量として試験片の有効体積が定義されており、この有効体積が強度と1対1に対応する。そして、有効体積 V_e と強度 σ との間には次式の関係が成立する。

$$\sigma_1 / \sigma_2 = (V_{e2} / V_{e1})^{1/m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

ただし、添字1, 2は異なる試験片を表わし、 m はワイブル係数である。

ワイブル係数は統計解析に使用したワイブル破壊確率分布関数の形状パラメータとして、一連の強度データから求められ、一種の材料定数である。本材料については曲げ試験の結果⁷⁾をもとにして算出した。(3)式は一種類の試験結果から他の試験の強度結果が予測できることを示しており、機械部品の強度設計にも利用されている。一方、有効体積は次式で定義されている。

$$V_e = \int (\sigma / \sigma_0)^m dV \quad \dots\dots\dots(4)$$

ここで、 σ 及び σ_0 はそれぞれ試験片内の応力及び最大応力である。積分は $\sigma > 0$ の範囲についてのみ行う。ねじり試験片について(4)式を計算すると次式が得られる。

$$V_e = 2V / (m + 2) \quad \dots\dots\dots(5)$$

ここで、 V は試験部(中央の平行部)の体積である。ちなみに、曲げ試験(3点曲げ)の場合の有効体積は次式で与えられる。

$$V_e = V / 2 (m + 1)^2 \quad \dots\dots\dots(6)$$

5. 実験結果及び考察

表2及び図5にねじり試験の結果を示す。図5には同材質の引張試験の結果⁷⁾も併記した。表3は曲げ強さと比較するために、以前に行ったこの材料の室温での曲げ強さと本報の室温ねじり強さの結果を示す。表中の有効体積は前節の(5)及び(6)式を用いて算出した。ただし、 m は曲げ試験で得られた結果($m = 9.2$)を用いた。また、予測強度は曲げ試験の結果を基準にして(3)式から算出した。ねじり強さは予測強さとよい一致を示している。

高温でのねじり強さは図5からわかるように800℃を超えるとかなり低下している。この低下現象は材料の結晶粒界に析出した焼結助剤が高温になると軟化するためであり、現段階における窒化けい素特有の性質である。点線で示した引張試験の結果と比

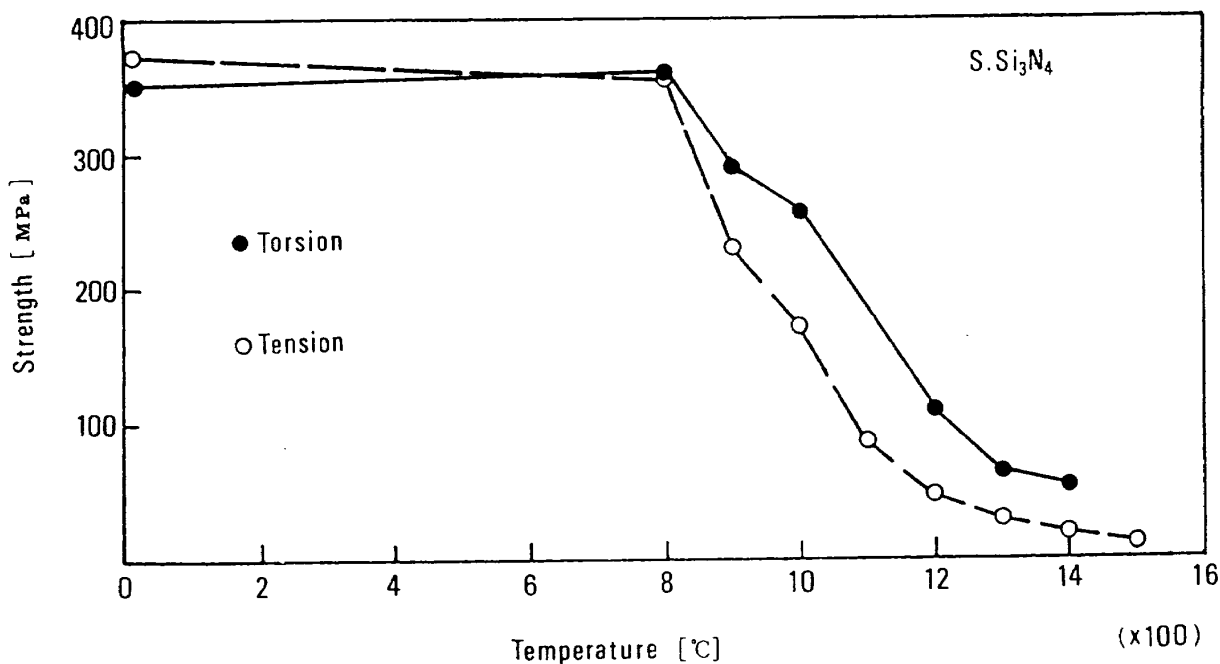


図5 試験結果

表2 ねじり試験結果

温度 (°C)	強さ (MPa)
R.T.	349
800	361
900	289
1000	257
1200	111
1300	64
1400	54

表3 曲げ強さとねじり強さの比較

試験	有効体積 (mm ³)	強さ (MPa)	予測強さ (MPa)
3点曲げ	1.3	543	—
ねじり	70.2	349	352

較してねじり試験の結果の方が高温での強度低下率は小さい。これはねじりと引張りとの負荷形式の相違及び試験片内に生ずる応力勾配の違いによるものと考えられる。なお、室温から800℃までねじりと引張りはほぼ同じ強度を示しているのは、両者の有効体積がオーダ的には同程度(70.2及び108mm³)であることから当然の結果と思われる。

室温では殆んど塑性変形をしないセラミックスにおいても、1000℃を超える高温では前述のように粒界の軟化によって若干の塑性変形を生じる。従って、ねじり試験における破壊直前の応力分布を詳細に検討すれば、試験片の表面近傍の応力は直線分布からずれて幾らかの応力緩和が起こっているはずである。このため、応力が直線分布していると仮定して求めたねじり強さは、実際の破壊強さより高めに評価したことになる。一方、引張試験の場合は、応力分布が断面内で一様であるため、塑性変形の影響としては破壊時の断面積の減少分を補正するのみでよい。従って、強度評価に及ぼす影響は極めて少ない。以上の理由によって、ねじりと引張りとの間で高温での強度低下率に差が表われたものと思われる。

同様のことを曲げ試験の場合について考察すると、曲げの場合は塑性変形の他に曲げ変形による応力分布の曲がりも考慮する必要が生ずるので両者を無視した場合はかなり高めの強度評価になるものと思われる。上述の考察に基づいて、ねじり試験及び曲げ試験の高温時の応力分布の定性的な概念図を図6に示す。図に示すように、曲げの最大応力を正確に求めるためには試験片の曲げ変形による影響分($\Delta\sigma_1$)及び塑性変形による影響分($\Delta\sigma_2$)を考慮する必要があり、同様にねじりの場合は塑性変形の影響分

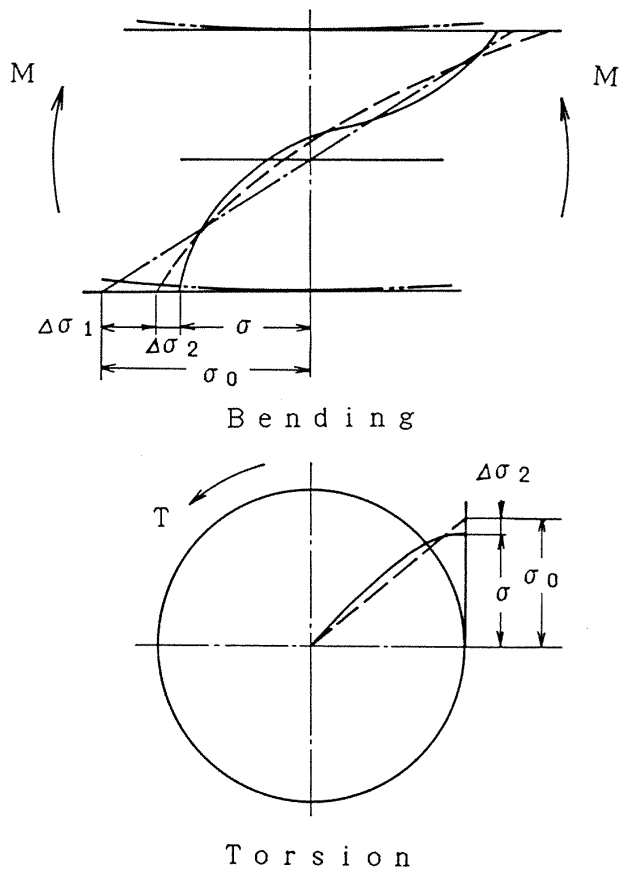


図6 曲げおよびねじり試験の高温時の応力分布
(概念図)

($\Delta\sigma_2$)を考慮する必要がある。現在公表されている高温強度データは殆どこれらの影響を無視して図の σ_0 で表示されており、実際の破壊応力 σ ではない。定量的な議論ではないので厳密な評価はできないが、曲げ試験で行われる高温強度評価はかなり高めの評価になっているものと思われる。

ねじりの破壊形式は写真2及び3に見られるように、ねじり軸と45°をなす方向(引張主応力方向と直角の方向)にき裂が入り、表面をらせん状に伝播していることがわかる。高温になるとらせんの程度が少なくなり、1400℃での破面はねじり軸と45°の角度で輪切りにされた形状に近づく。この高温と低温との破面形状の違いは、破壊直前に材料に蓄えられるひずみエネルギーの大きさに関係がある。破壊とともに開放されるひずみエネルギーが大きいほど形成される破面は大きくなり、らせん状をなすが、材料の粒界が軟化して蓄えられるひずみエネルギーが少なくなると、それが開放される時、表面エネルギーとして開放される量が少なくなるため、破面の面積は

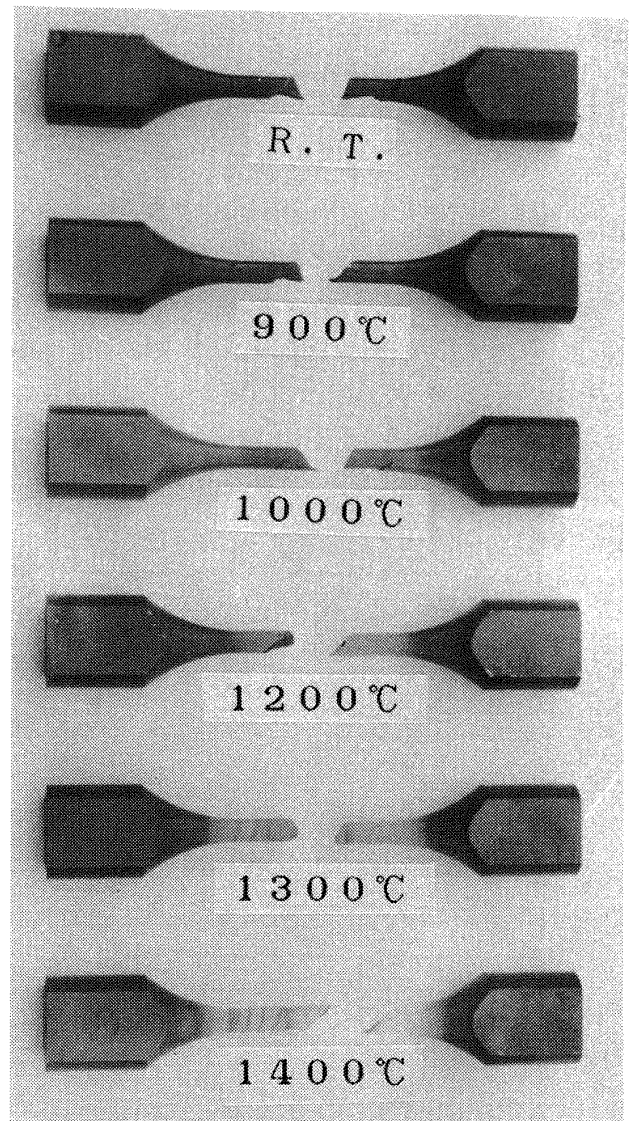


写真2 ねじり破壊後の試験片

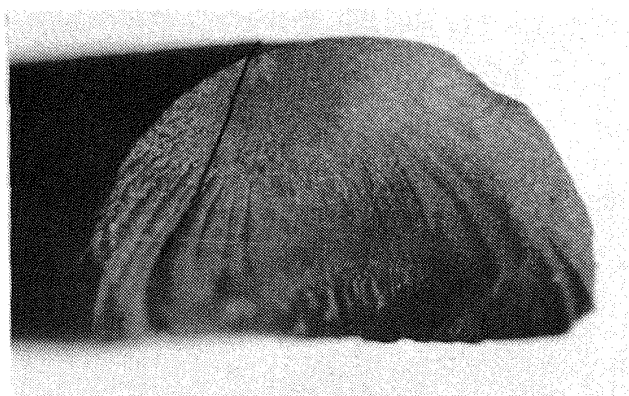
小さくなり輪切状に近づくものと思われる。

破面は低温では典型的なぜい性破面を呈し、高温ではき裂がより弱い粒界を選択的に進展するときに現われる細かい凹凸の多い破面となり、中間の温度(1200~1300℃)では非常に平坦な破面も現われる。この破面の変化も前述のひずみエネルギーの大きさに関係することが確認されている⁷⁾。試験片の表面は1000℃を超えると酸化され始め、1400℃になると白色の酸化膜に覆われる。

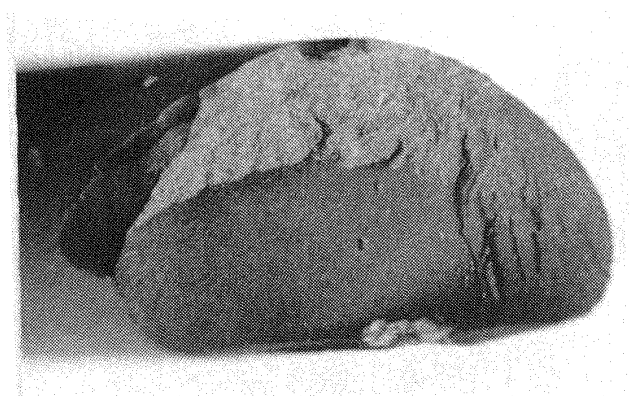
4. あとがき

常圧焼結窒化けい素を用いて室温から1400℃までのねじり強さ試験を行った。試験には低トルク計測に適したねじり試験装置を試作し実験に使用した。主な結果は以下の通りである。

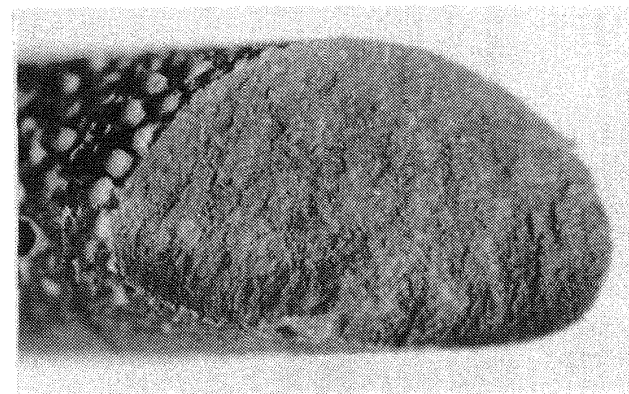
1) 室温でのねじり強さは349MPaであったが、



1000°C



1200°C



1400°C

写真3 ねじり試験の破壊断面

温度が800℃を超えると強度は急激に低下し、1400℃では54MPaになった。

2) 室温でのねじり強さは、室温曲げ試験の結果からワイブル統計を用いて予測されたねじり強さと良い一致を示した。

3) 高温における強度の低下率は引張試験の場合より小さい。この原因は応力分布の違い及びそれに基づく塑性変形の影響の相違によるものと理解できる。

4) 破壊は表面のねじり軸と45°をなす方向にき裂が入り表面をら旋状に伝播する。

5) 破面は低温では典型的なぜい性破面を呈し、高温では細かい凹凸の多い破面である。

6) 試料の表面は、1000℃を超えると酸化され始め、1400℃になると白色の酸化膜に覆われる。

ぜい性材料を対象としたねじり試験は特に目新しい方法ではなく、いわゆる材料強度の評価法に関する理論を実証する手段として古くから利用されてきたが、ファインセラミックスへの適用例は極めて少ない。今後、セラミックスが高温構造材料として実用化されるに従って、セラミックスのねじり強さに対する関心は他の曲げ強さや引張強さに対すると同様に高まるものと思われる。セラミックスは、構造材料としてはいまだ開発途上であることを考えれば、ねじり試験による強度の評価法とか破壊現象に関する研究は今後の材料開発を進める上で大いに有益であると考えられる。今後、ファインセラミックスを対象とするねじり試験が各方面で実施されることを期待したい。

本研究に使用したねじり試験機の製作に当たり、当所工作課の山崎亀義技官、坂本健技官、納谷理憲技官に多大な協力をいただいた。末尾ながら各位に謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 坂田勝, 青木繁, 機械学会論文集, 38-312 (昭47-8), p.1997.
- 2) B. Crossland, Proc. Inst. Mech. Engr., 168-40 (1954), p. 935.
- 3) 佐藤和郎, 永井文雄, 機械学会論文集, 39-325 (昭48-9), p. 2658.
- 4) 坂田勝, 青木繁, 材料, 22-237 (昭48-6) p. 532.
- 5) 佐藤和郎, 青木繁, 石川裕幸, 塑性と加工, 15-60 (1974-5), p. 413.
- 6) 佐藤和郎, 内山啓二, 機械学会論文集, 47-422 (昭56-10), p.1025.
- 7) 松末勝利, 藤沢良昭, 高原北雄, 窯業協会誌, 91-7 (1983), p. 324.

- 8) **M. Kawai, H. Abe and J. Nakayama, Proc. of Inter. Sympo. of Factors in Densification and Sintering of Oxide and Non-oxide Ceramics, 1978, Japan, P. 545.**
- 9) 例えば, 阿部弘, 川合実, セラミックス, 17-1 (1982), p. 44.

航空宇宙技術研究所報告877号

昭和60年9月発行

発行所 航空宇宙技術研究所
東京都調布市深大寺東町7丁目44番地1
電話武蔵野三鷹(0422)47-5911(大代表)〒182
印刷所 株式会社実業公報社
東京都千代田区九段南4-2-12
