

セラミックス/金属接合材の曲げ強度に及ぼす切断加工と寸法の影響*

小林英男*¹, 中村春夫*¹, 轟章*¹
朴位坤*¹, 小出孝道*², 谷合宏之*³Effects of Specimen Cut-Off and Size on Bending Strength
of Ceramic/Metal JointsHideo KOBAYASHI, Haruo NAKAMURA, Akira TODOROKI,
Wigon PARK, Takamichi KOIDE and Hiroyuki TANIAI

Bending tests were performed for Si_3N_4 -S45C (a carbon steel) joints with a copper sheet as the interlayer and with Ti-Ag-Cu as the brazing filler. To examine the size effects, some various-sized as-jointed specimens were cut into smaller specimens. Test results were interpreted in terms of residual stress due to jointing measured by the X-ray method. Redistributed residual stress after cutting is essentially similar to those of as-jointed specimens with the same dimensions. A stable crack tends to initiate at the interface between Si_3N_4 and brazing filler metal. After some growth, it advanced into Si_3N_4 , which resulted in unstable fracture. With broader specimen width, the initiation site shifts to the interface at the specimen edge and this results in the higher bending strength. In this typical type of failure, the bending strength can be successfully evaluated from the stable crack length, the fracture toughness of monolithic Si_3N_4 , and the residual stresses.

Key Words: Ceramic/Metal Joint, Bending Strength, X-Ray Stress Measurement, Residual Stress, Cut-Off Effect, Size Effect, Fracture Toughness, Stable Crack Growth

1. 序 言

セラミックス/金属接合材を四点曲げ試験する場合、曲げ強度に及ぼす試験片の切断加工と寸法の影響が懸念される。これを系統的に調べた研究はない⁽¹⁾⁽²⁾。また、セラミックス/金属接合材は高温で接合されるため、冷却時に熱膨張係数の差により残留応力が生じる。接合残留応力は接合材の曲げ強度を支配するが、やはり試験片の切断加工と寸法によって変化すると考えられる。本論文では、焼結体の接合とその切断加工によって寸法の異なる試験片を作製し、接合残留応力をX線法で実測し、残留応力に着目して曲げ強度に及ぼす試験片の切断加工と寸法の影響を明らかにした。

2. 試験片と試験方法

2.1 供試材 セラミックスには常圧焼結窒化けい素(Si_3N_4)を、金属には構造用炭素鋼(S45C)を用いた。セラミックスの表面粗さは $0.8\ \mu\text{m}$ 以下にした。なお、セラミックスはX線検査により $100\ \mu\text{m}$ 以上の

欠陥がないことを確認した。接合方法は高強度、かつ信頼性の高い活性金属法を適用し、Ti系の活性金属を用い真空中でろう付けした。また、接合残留応力の応力緩和層として接合面に無酸素銅を挿入した。材料と接合方法の詳細は文献⁽²⁾と同様であり、省略する。

2.2 試験片 焼結体の接合とその切断加工によって寸法の異なる試験片を作製した。試験片寸法と試験片番号を表1に示す。30-14試験片と15-14試験片は厚さ方向に、30-5試験片と15-5試験片は幅方向にそれぞれ1/2に切断加工し、端面に面取り加工(0.5C)を施した。残留応力に及ぼす切断加工の影響を明らかにするため、切断加工の前後で残留応力を測定した。

表1 試験片寸法(幅×厚さ×長さ)

Before cut		After cut		Cut
No.	Size (mm)	No.	Size (mm)	
30-14	30×14×110	30-7 A, B	30×6.5×110	Thickness
15-14	15×14×110	15-7 A, B	15×6.5×110	
30-5	30×5×45	15-5 A, B	14.5×5×45	Width
15-5	15×5×45	7-5 A, B	7×5×45	

* 原稿受付 平成5年7月20日。

*¹ 正員, 東京工業大学工学部 (〒152 東京都目黒区大岡山2-12-1)。*² 東京工業大学工学部。*³ 東京工業大学大学院。

2.3 X線残留応力測定 以下にX線残留応力測定条件を示す。特に、X線入射角度は6点とした。

装置：PSPC 微小部応力測定装置(理学電機)

X線源：Cu, K α

フィルタ：Ni フィルタ

管電圧：35 kV

管電流：40 mA

コリメータ： ϕ 0.5 mm

回折面： β -Si₃N₄ (3, 2, 3) $2\theta=141.7^\circ$

測定法： $\sin^2 \psi$ 並傾法

X線入射角度：0, 15, 25, 35, 40, 45°

計数時間：300 s (1 ψ 当たり)

応力定数：-806.5 MPa/deg

回折角決定法：放物線近似によるピークトップ法

全試験片について、接合界面垂直方向残留応力 (σ_x) を界面から 0.5 mm 離れた界面平行線上の 3 箇所(試験片両端部と中央部)で、界面平行方向残留応力 (σ_y) を試験片中央部のみで測定した(図 1 参照)。また、30-14試験片については、界面垂直方向残留応力 (σ_z) 分布を界面から 0.5 mm 離れた界面平行線上(3 mm 間隔)、試験片両端部線上と中央線上で測定した(図 1 参照)。一部の試験片については、再現性を確認した。

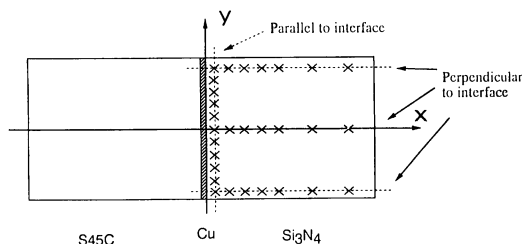


図 1 残留応力測定位置

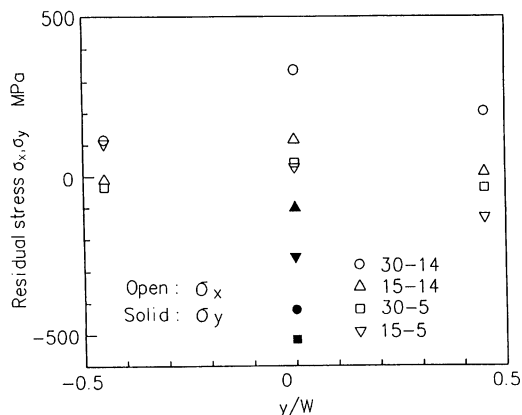


図 2 残留応力測定結果

2.4 四点曲げ試験 JIS-R1601 に準じた四点曲げ試験を行った。残留応力測定後の試験片を試験に供した。試験機はオートグラフ IS2000(島津製作所)であり、変位速度は 0.5 mm/min とした。接合界面の位置は荷重スパン中央とした。

曲げ強度(破断応力) σ_f は荷重-変位関係の最大荷重 F_{max} から以下の式で算出した。

$$\sigma_f = \frac{3F_{max}(L_1 - L_2)}{2WT^2}$$

ここで、 L_1, L_2 は荷重の外スパンと内スパン、 W, T は試験片幅と厚さである。また、30-7 A, B 試験片と 15-7 A, B 試験片には、内スパンのセラミックス、金属両方の試験片引張応力面にそれぞれひずみゲージを貼り、四点曲げ試験時のひずみを測定した。

3. 残留応力測定結果

3.1 寸法効果 切断加工前の 4 本の試験片の残留応力を測定位置別に比較した結果を図 2 に示す。いずれの試験片も界面垂直方向に引張り、界面平行方向に圧縮の残留応力が生じている。界面垂直方向応力 (σ_x) は 30-14 試験片の値がやや高いことを除けば、測定位置と試験片寸法に対して有意差は認められない。しかし、中央部の界面平行方向応力 (σ_y) は試験片幅に強く依存し、厚さと長さが同じ二組の試験片の結果を比較すれば、15 mm 幅の試験片の残留応力の絶対値は 30 mm 幅の試験片のそれのほぼ半分の値に低下している。また、厚さ(あるいは長さ)の影響も存在し、幅が同じ二組の試験片の結果を比較すれば、厚さ(あるいは長さ)の小さい試験片のほうが残留応力の絶対値は大きい。

3.2 残留応力分布 30-14 試験片について界面平行線上で測定した界面垂直方向応力 (σ_x) 分布を図 3 に示す。残留応力は全域で引張りであり、中央部で

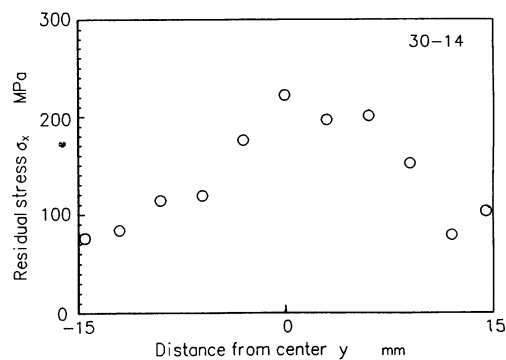


図 3 界面垂直方向応力 σ_x の y 方向分布

約 250 MPa の最大値を示し、両端部に向かって減少していく傾向を示している。同一試験片について両端部線上と中央線上で測定した界面垂直方向応力 (σ_x) 分布を図 4 に示す。中央線上の残留応力は界面から離れると急激に減少し、界面から約 6 mm で残留応力はほぼ消滅している。しかし、両端部線上の残留応力は分布の傾向が異なり、界面から約 6 mm 離れてもほぼ界面近傍の値を保っている。

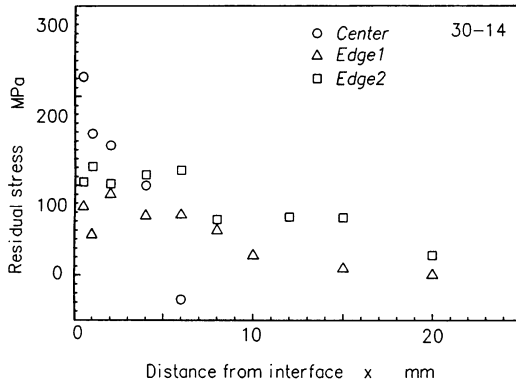


図 4 界面垂直方向応力 σ_x の x 方向分布

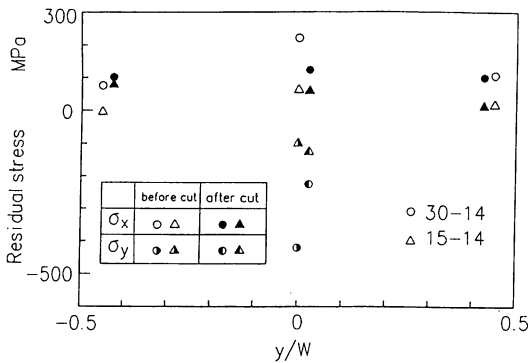


図 5 切断加工の影響(1/2 厚さ)

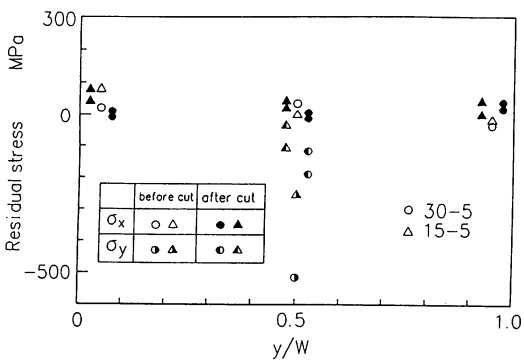


図 6 切断加工の影響(1/2 幅)

3.3 切断加工の影響 30-14 試験片と 15-14 試験片を 1/2 厚さに切断加工前後の残留応力測定結果を比較して図 5 に示す。両端部の残留応力は変化していないが、30-14 試験片では中央部の σ_x , σ_y の絶対値がともに低下している。前述したように切断加工前の結果では、厚さ(あるいは長さ)の小さい試験片のほうが残留応力の絶対値は大きい。これは厚さではなく、長さの影響であり、厚さの小さい試験片と 1/2 厚さに切断加工後の試験片では、残留応力の絶対値は低下すると考えられる。

30-5 試験片と 15-5 試験片を 1/2 幅に切断加工前後の残留応力測定結果を比較して図 6 に示す。1/2 厚さ切断加工の結果とほぼ同様であるが、いずれの試験片も中央部の σ_y の絶対値が特に低下している。

30-14 試験片について界面平行線上で測定した界面垂直方向応力 (σ_x) 分布を、切断加工前後で比較して図 7 に示す。切断加工によって中央部の最大応力は減少しているが、全体的な応力分布に切断加工の影響は認められない。同一試験片について両端部線上と中央線上で測定した界面垂直方向応力 (σ_x) 分布の結果を、

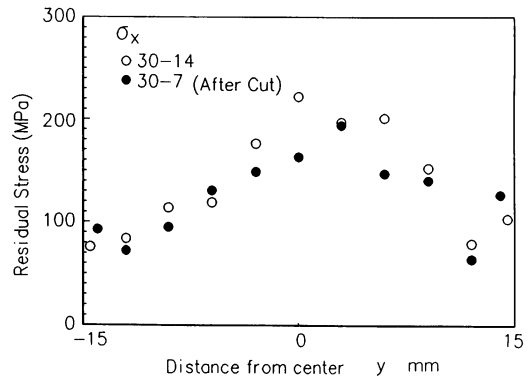


図 7 切断加工の影響(σ_x の y 方向分布)

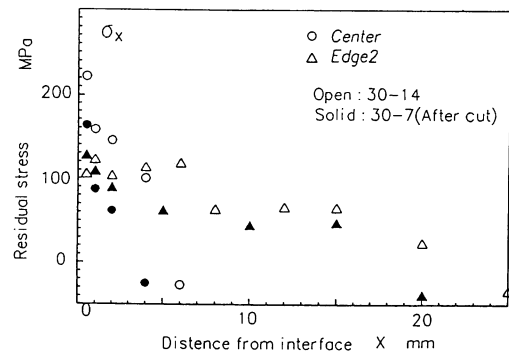


図 8 切断加工の影響(σ_x の x 方向分布)

表 2 四点曲げ試験結果

Specimen No.		30-7A	30-7B	15-7A	15-7B	15-5A	15-5B	7-5A	7-5B
Size	Thickness (mm)	30.0	30.0	15.0	15.0	14.5	14.5	7.0	7.0
	Width (mm)	6.6	6.5	6.5	6.5	5.0	5.0	5.0	5.0
	Length (mm)	110.5	110.5	110.5	110.5	44.4	44.4	44.5	44.5
	Interlayer (mm)	0.282	0.282	0.260	0.260	0.253	0.265	0.271	0.272
Max.	Load (N)	2326	1203	999	849	201	179	62	39
	Stress (MPa)	160.2	82.8	137.5	116.9	162.6	145.5	103.2	63.7
	Deflection (mm)	0.983	0.708	0.842	0.708	0.320	0.250	0.210	0.110

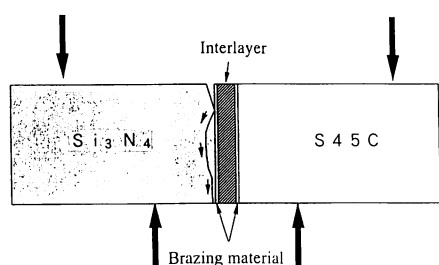


図 9 (a) の場合の破壊径路

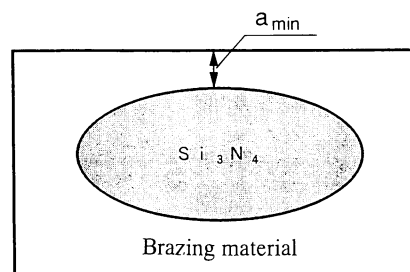


図 10 (a) の場合の S45C 側破面

切断加工前後で比較して図 8 に示す。切断加工によって中央線上の界面近傍の最大応力が減少しており、また切断加工後の分布は切断加工前の分布とほぼ同一形状であるが、全体が左方(界面方向)へ若干平行移動している。両端部の結果は最大応力と分布形状に大きな変化は認められないが、残留応力が消滅する界面からの距離が 25 mm から 20 mm に減少している。

以上の結果は有限要素法による接合残留応力の解析結果⁽³⁾と定性的に一致しており、接合材の残留応力に及ぼす切断加工の影響は、接合材(焼結体)の寸法効果と等価である。

4. 曲げ試験結果

四点曲げ試験の結果を表 2 に示す。全試験片 8 本のうちで 2 本の試験片は、極端に低強度を示した(30-7 B 試験片, 7-5 B 試験片)。30-7 B 試験片はセラミックス側破面にセラミックスが一部欠落した部分が存在するから、セラミックス内部の欠陥起点で破壊し、低強

度を示したと判断される⁽⁴⁾。同試験片は厚さ方向に切断加工した試験片で、切断加工面を引張応力面として試験した。欠陥は切断加工によって生じたと考えられる。7-5 B 試験片はほぼ全域にわたり接合不良部があり、これに起因して低強度を示したと判断される。破面にもこれを反映した特徴が認められる。これらの試験片を除くと、破壊形態は以下の二つに大別できる。

(a) 試験片中央部のセラミックス/ろう材界面を起点として界面き裂が安定成長し、セラミックス内部に進入して不安定破壊する破壊形態。図 9 と図 10 を参照して、セラミックス/金属接合材の最も一般的な破壊形態であり、セラミックスが金属側に付着した破面様相を示す⁽⁵⁾。両極端が完全なセラミックス破壊と界面破壊で、それぞれ界面き裂寸法が零と試験片厚さ T に対応し、界面き裂寸法の増大に伴い曲げ強度は低下する。15-7 A, B, 15-5 A, B と 7-5 A 試験片がこの破壊形態を示した。

(b) 試験片端部はセラミックス/ろう材界面破壊、

中央部はセラミックス破壊の破壊形態。セラミックスが湾曲した形で金属側に付着している。破壊起点はやはり界面と判断されるが、界面き裂の安定成長が(a)は厚さ方向であるのに対して、(b)は幅方向と考えられる。厚さに対して幅の大きい試験片に特徴的な破壊形態で、30-7 A 試験片がこの破壊形態を示した。

平均曲げ強度はほぼ試験片寸法に依存せず、(a)の場合が160 MPa、(b)の場合が189 MPaであり、(b)の場合のほうが相対的に高強度を示した。一例として、15-7 A 試験片の応力-ひずみ関係を図11に示す。(b)の場合の30-7 A 試験片はセラミックス、金属ともに線形を示しているが、(a)の場合の15-7 A, B 試験片はセラミックス側のひずみに非線形が認められる。したがって、この非線形挙動は界面き裂の試験片厚さ方向の安定成長によるコンプライアンス変化に起因すると考えられる。

5. 考 察

5.1 応力拡大係数 上記の(a)の場合の試験片について、界面き裂が安定成長し、セラミックス内部に進入して不安定破壊する際の応力拡大係数を計算した。図10に示したように、湾曲した界面き裂前縁の最小き裂長さをき裂長さ(a_{min})と定義し⁽⁵⁾、図12に示すように、片側貫通き裂試験片とみなせば、応力拡大

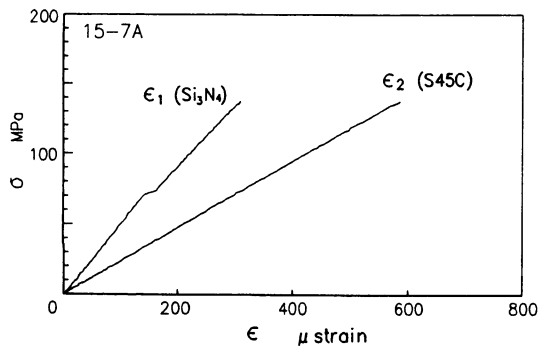


図11 応力-ひずみ曲線の非線形 (15-7 A)

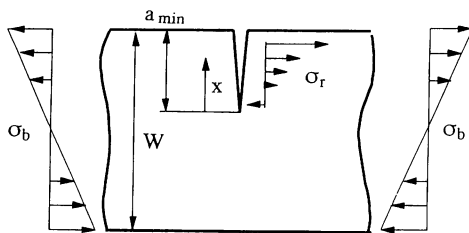


図12 片側貫通き裂試験片
(σ_b : 曲げ応力, σ_r : 残留応力)

係数は次式で与えられる⁽⁶⁾。なお、セラミックス内部にき裂が進入してから不安定破壊するから、異材の効果は無視した。

$$K = \sqrt{2x/\pi} \int_0^a F(x)M(x)dx$$

ここで、 x はき裂先端からの距離、 $F(x)$ は残留応力を含めた分布力、 $M(x)$ は次式の重み関数である。

$$M(x) = \sqrt{1/x} \{1 + m_1(x/a) + m_2(x/a)^2\}$$

$$m_1 = 0.6147 + 17.1844a^2 + 8.7822a^6$$

$$m_2 = 0.2502 + 3.2889a^2 + 70.0444a^6$$

ここで、係数 m_1, m_2 は x/a に無関係な定数で、き裂長さ比 ($a=W$) に依存する。

き裂進展方向(試験片厚さ方向)の残留応力 σ_x の分布は、有限要素法による解析結果(二次元平面ひずみ)とX線法による試験片表面の実測結果に基づき、最小二乗法により二次式近似した。

5.2 破壊靱性 (a)の破壊形態を示す試験片の応力拡大係数(破壊靱性 K_{Ic})とき裂長さ (a_{min}) の関係を図13に示す。破壊靱性は $K_{Ic} = 4 \sim 5 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ (平均

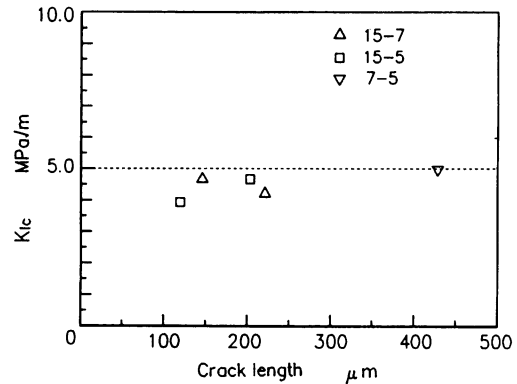


図13 破壊靱性 K_{Ic} とき裂長さ a_{min} の関係

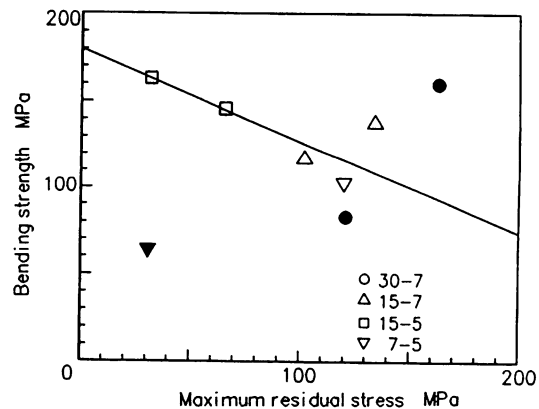


図14 曲げ強度と残留応力の関係

4.5 MPa \sqrt{m})であり、試験片寸法、き裂長さによらずほぼ一定値を示しており、この値はSi₃N₄単体の破壊靱性($K_{Ic}=5$ MPa \sqrt{m} , 図中点線)にほぼ一致している。き裂長さの小さい範囲で破壊靱性が低下する傾向は、微小き裂の特性と考えられる。

以上の結果より、(a)の破壊形態を示す試験片の曲げ強度は、界面き裂の安定成長のき裂長さとセラミックス単体の破壊靱性に支配されることが結論される。

5・3 曲げ強度と残留応力の相関 上記の結論には残留応力の効果が含まれているが、一般に曲げ強度と残留応力の直接的な対応が示されている。そこで、両者の相関を検討した。四点曲げ試験前に測定した残留応力 σ_x に対して、曲げ強度をプロットした結果を図14に示す。 σ_x は各試験片の界面から0.5 mm離れた界面平行線上の最大値である。図中の白抜き印は(a)の破壊形態を示す試験片のデータである。最小二乗法によって直線近似した結果が図中の直線である。曲げ強度 σ_f [MPa]は次式で表示できる。

$$\sigma_f = -0.53 \sigma_x + 180$$

すなわち、(a)の破壊形態を示す試験片では、引張残留応力の増加に伴い曲げ強度がほぼ直線的に低下し、その傾きは約 $-1/2$ である。

6. 結 言

Si₃N₄/S45C 接合体について、焼結体の接合とその切断加工によって寸法の異なる試験片を作製し、接合残留応力をX線法で実測し、残留応力に着目して曲げ強度に及ぼす試験片の切断加工と寸法の影響を明らか

にした。結果を要約すれば、以下のとおりである。

(1) 接合材のセラミックス側の残留応力分布を定量的に明らかにした。

(2) 接合材の切断加工によって残留応力は低下するが、その影響は接合材の寸法効果と等価である。

(3) 接合材の破壊形態は、試験片中央部のセラミックス/ろう材界面を起点として界面き裂が安定成長し、セラミックス内部に進入して不安定破壊する場合が、最も一般的である。幅の広い試験片では、試験片端部のセラミックス/ろう材界面が起点となり、高強度を示す。

(4) 一般的な破壊形態を示す試験片の曲げ強度はほぼ試験片寸法に依存せず、界面き裂の安定成長のき裂長さとセラミックス単体の破壊靱性に支配される。

(5) 一般的な破壊形態を示す試験片では、引張残留応力の増加に伴い曲げ強度がほぼ直線的に低下し、その傾きは約 $-1/2$ である。

本研究の一部はエネルギー・産業技術総合開発機構の委託により、日本溶接協会セラミック部材接合技術の試験・評価方法の開発研究委員会が実施した「セラミック部材接合技術の試験・評価方法の開発」研究の一環として行われた。関係各位に謝意を表す。

文 献

- (1) 小林, 溶接学会誌, 58-8(1989), 559.
- (2) 荒居・小林, 機論, 59-559, A(1993), 627.
- (3) 佐藤・小林・荒居, 機論, 57-540, A(1990), 1801.
- (4) 小林・荒居・永井, 機論, 57-535, A(1990), 518.
- (5) 小林・荒居・長島, 材料, 40-453(1991), 689.
- (6) Bueckner, H. F., ZAMM, 51(1971), 97.