Si₃N₄ 及び SiC ウィスカー/Si₃N₄ ホットプレス体の破壊靱性異方性の評価法依存性

趙 源丞・林 宏爾

東京大学生産技術研究所, 106 東京都港区六本木 7-22-1

Dependence of Fracture Toughness Anisotropy of Si₃N₄ and SiC Whisker/Si₃N₄ Hot-Pressed Compact on Fracture Toughness Evaluating Method

Won-Seung CHO and Koji HAYASHI

Institute of Industrial Science, The University of Tokyo, 7-22-1, Roppongi, Minato-ku, Tokyo 106

[Received August 29, 1994; Accepted January 19, 1995]

In our previous report on hot-pressed Si₃N₄ monolith and SiC whisker (SiC(w))/Si₃N₄ composite compacts, it was clarified that the fracture toughness (K_{IC}) measured by CSF method (the shape of pre-crack is semi-ellipse) were nearly the same for VV and PV specimens (VV specimen; the tensile surface and longitudinal direction of the specimen are both vertical to hot-press direction (HD), PV specimen; the tensile surface and longitudinal direction are parallel and vertical to HD, respectively); anisotropy of K_{IC} was not observed. This phenomenon was considered to be due to the fact that the average angle (θ) of the intersection or cutting direction of propagating crack to the longer axes of acicular Si₃N₄ grains and/or SiC(w) around the pre-crack is nearly the same (about 68°) for both specimens. Therefore, when SEPB method is used as a K_{IC} evaluating method where the shape of the pre-crack in the specimen is rectangle, VV and PV specimens are presumed to show different K_{IC} values, because the θ is different for both specimens (about 90° and 45°, respectively). In this study, this presumption was experimentally investigated. The result was in accordance with the presumption, and the fracture morphology (intergranular or transgranular fracture of acicular Si₃N₄ grain and/or SiC(w)) near the pre-crack supported the experimental results.

Key-words: Anisotropy, Fracture toughness, Si₃N₄, SiC whisker, Composite ceramics, Fracture toughness evaluating method

1. 緒 言

靱性向上を目的として SiC ウィスカー (以下, SiC(w) と略記) を添加した Si₃N₄ すなわち SiC(w)/Si₃N₄ 複合セラミックス^{1)~14)}は, 通常, 一軸加圧であるホットプレス法により作製される^{1)~7), 10)~14)}ことから, SiC(w) や針状の β -Si₃N₄ 粒 (以下, これらをまとめて針状粒と呼称) の長軸は, ホットプレス方向 (HD) に垂直な面内では無秩序に配列するが, HD には垂直に配向する^{3), 13)}. その結果, 図 1 に示されるような, 曲げ試片の張力面 (TS) 及び試片長手方向 (LD) と HD とがなす角度が種々異なる 3 種の試片について, 破壊靱性 (K_{IC}) を, 例えば CSF 法

(controlled surface flaw 法)¹⁵⁾により調べると, VV 試片と PV 試片とはほぼ同じ K_{IC} を示し, PP 試片の K_{IC} はこれらの VV 又は PV 試片の K_{IC} の約 70% の値となる¹³⁾.

しかし, VV 試片と PV 試片間では, 張力面上における針状粒の配向が, 図 2 (a) に示されるように異なり (後掲の図 3 も参照), したがって, 試片張力面上における予き裂の進展方向と針状粒長軸との交差・切断の平均角度 (θ) は VV 試片で約 45° (変動範囲は 0~90°), PV 試片では約 90° (変動範囲はわずか) であり, 両試片間で異なるにもかかわらず, 両試片がほぼ同じ K_{IC} を示すことは, 一見すると不思議な結果と言える. この原因は, 以下のとおりと考えられる. すなわち, CSF 法では, $3 \times 4 \times 40 \text{ mm}^3$ の試片の $4 \times 40 \text{ mm}^2$ の張力面に荷重 98 N でスプー圧痕を 1 個付け, その隅部に半円状のき裂を生じさせた後, その曲げ破壊応力 (σ) を求め, $K_{IC} = 1.03 \cdot \sigma (\pi a)^{1/2} / \Phi$ の式 (a は圧痕下き裂の深さ, Φ は $\int_0^{\pi/2} \{\sin^2 \phi + (a/c) 2 \cos^2 \phi\}^{1/2} d\phi$ であり, a/c (c は表面き裂長さの 1/2) の値 (1~

Fig. 1. Schematic illustration of three kinds of specimens (VV, PV and PP). "TS" and "LD" are "tensile surface" and "longitudinal direction of specimens", respectively. The shadowed plane is the plane vertical to hot-press direction (HD). "⊥" and "//" in the table indicate "vertical" and "parallel", respectively. The lengths of all specimens in the figure are shortened, compared with the actual shape for the sake of illustration in limited area.

Fig. 2. Schematic illustration of the average angle (θ) of intersection or cutting direction of crack to the longer axes of acicular Si_3N_4 grains and/or SiC(w) in VV and PV specimens in two kinds of K_{IC} evaluating methods; CSF method (controlled surface flaw method) and SEPB method (single edge pre-cracked beam method). The rectangular and elliptical shaded planes are the planes vertical to HD. XX' direction, XY plane and ZY plane are parallel to LD, TS and pre-crack plane, respectively.

0) に応じて1~1.57の範囲の値をとる)¹⁵⁾を用いて K_{IC} を求めたが、この式でまず a/c の値は VV 試片では0.82 ($=117 \mu\text{m}/142 \mu\text{m}$), PV 試片では0.85 ($=120 \mu\text{m}/141 \mu\text{m}$) であり、両試片間でほとんど差がなかった。また、 a 及び c の値も括弧内にその値を示したように、両試片でほとんど差がなかった。そして、 σ の値は VV 試片では0.414 GPa, PV 試片では0.416 GPa であり、両試片でほぼ同等であった。すなわち、 K_{IC} 算出式の各項のいずれもが両試片でほぼ同じであることにより、両試片間で K_{IC} に差が生じなかったと言える。 a, c 及び σ の値が両試片でいずれもほぼ同じであったのは、図2 (a)に示すように、 Y 方向における θ は VV と PV 試片でそれぞれ約45°と90°であり、 Z' 方向における θ は VV と PV 試片でそれぞれ約90°と45°であっていずれも両試片間で異なるが、予き裂が半円状であり、またその予き裂の伝ばが放射状であるため、予き裂端部全周における θ が VV と PV 両試片のいずれについても約68°(45°と90°の平均値)と同じであることによるのではないかと思われた¹³⁾(PP 試片では θ はほぼ0°であり、 $a=130 \mu\text{m}$, $c=148 \mu\text{m}$ 及び $\sigma=0.26 \text{ GPa}$)。なお、曲げ試験時における試片内の応力は、深さ方向に直線的に減少するが、圧痕周辺の a の値は試片厚さに比べて十分に小さいことから予き裂周辺部の外部応力はほぼ均一と見なせた。

したがって、 K_{IC} 評価法として、予き裂面が半円状である CSF 法の代わりに、予き裂面が長方形である SEPB 法 (single edge pre-cracked beam 法; 予き裂導入破壊試験法)¹⁶⁾を用いれば、予き裂端部全周の θ は、図2 (b)に示すように VV 試片では約90°, PV 試片では約45°で

あり両試片間で大きく異なることから、両試片間で K_{IC} は開始応力は異なり、したがって K_{IC} に差が認められるものと推察された。なぜなら、 SiC(w) を LD に一軸配向させた $\text{SiC(w)}/\text{Si}_3\text{N}_4$ 複合セラミックス試料 (押し出し法によって SiC(w) を一方向に配向させた粉末成形体をホットプレスすることによって作製、焼結時に $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 針状粒もほぼ LD に配向) についての CSF 法による K_{IC} に関する研究結果¹⁴⁾によると、 $\theta=90^\circ$ の場合に K_{IC} は最大となり、 $\theta=0^\circ$ の場合に最小となることが明らかとなっていることから、SEPB 法を用いると $\theta=90^\circ$ となる本複合セラミックスの VV 試片の K_{IC} は $\theta=45^\circ$ となる PV 試片の K_{IC} よりも大になると考えられるからである。この点は、 Si_3N_4 粒が HD 方向に対してやはりほぼ垂直で HD に垂直な面内で無秩序に配向している Si_3N_4 モノリス・ホットプレス体¹³⁾についても同様と考えられた。そこで、本研究では Si_3N_4 モノリスと $\text{SiC(w)}/\text{Si}_3\text{N}_4$ 複合セラミックスの2種のホットプレス体について、SEPB 法を用いて得られる K_{IC} については、CSF 法を用いて得られる K_{IC} と異なり、VV と PV の両試片間で差が認められるかどうか、すなわち K_{IC} の異方性が見られるかどうかを実験的に調べた。

2. 試料調製及び実験方法

原料粉末として既報¹³⁾と同じ Si_3N_4 粉 (宇部興産製、 α 型晶は95%以上、平均粒径は0.17 μm)、 Y_2O_3 粉 (0.25 μm)、 Al_2O_3 粉 (0.39 μm) 及び SiC(w) (東海カーボン製の TWS-400 型 (β 型晶、 $\phi 1.0\sim 1.4 \mu\text{m} \times L20\sim 30 \mu\text{m}$)) を用いた。これらを Si_3N_4 -8 mol% Y_2O_3 -6 mol% Al_2O_3 ($\text{Si}_3\text{N}_4+12.5 \text{ mass\% Y}_2\text{O}_3+4.2 \text{ mass\% Al}_2\text{O}_3$) の組成に配

合したものと、これに更に20 vol%のSiC(w)を添加したものの計2種を各300 g 作製した。混合は、エタノール中湿式ボールミル(ポットとボールはいずれもアルミナ製、時間は259.2 ks)により行った。ただし、ウィスカー添加試料では、ウィスカーの折損の程度を軽減することを目的として、ミル開始から252 ks後にボール量を初期の250個から125個へ減少させ、その後SiC(w)を添加し、更に7.2 ksミルした。これらの混合粉を真空乾燥・造粒した後、ホットプレスし(2073 K-7.2 ks; 15 MPa, 0.1 MPaのN₂雰囲気中)、Si₃N₄モノリス焼結体とSiC(w)/Si₃N₄複合セラミックス焼結体を得た。

得られた2種のホットプレス焼結体(45×45×40 mm³)から、ダイヤモンド・カッターにより、図1のVVとPVの2種の柱状試片(試片の厚さ、幅及び長さはいずれも約3×4×40 mm³)を切り出し、ダイヤモンド・ホイールにより研削・研磨した。まず各試料について、密度(アルキメデス法)測定により、十分緻密化していること(相対密度は99%以上)ならびにX線回折によりSi₃N₄の結晶型はα型からβ型へ変態していることを確認した。そして組織を観察し、針状粒の配向を調べた。次にK_{IC}を既報¹³⁾のCSF法¹⁵⁾、ならびにSEPB法¹⁶⁾の2種の方法により測定した。CSF法によるK_{IC}の算出は既述のとおりであり、*a*と*c*の長さは走査型電子顕微鏡(SEM)写真(×150)上で計測した。ただし、圧痕き裂の導入に伴って生じる残留応力を焼鈍又は表面の研磨により取り除くことも行われている¹⁵⁾が、前者の焼鈍によると、き裂先端が酸化して鈍化する恐れがあること、後者の研磨によっても、研磨液によってやはりき裂先端が腐食して鈍化する恐れがあることなどから、ここでは、圧痕を導入したままの試片を用いた。次に、SEPB法では、JIS R1607に準じ、張力面としては、CSF法と異なり、4×40 mm²ではなくて3×40 mm²の面を用いた。この3×40 mm²の面の中央部に98 Nの荷重で2個のビッカース圧痕を1 mm間隔で付け、圧縮治具(アンビルの溝幅は4 mm)を用いて負荷し、圧痕周囲に生じたき裂を拡大し、予き裂を作った。すなわち、pop-in き裂発生の際生じる音を探知した後、直ちに除荷した。pop-in 荷重は、モノリスのVVとPV試片ではそれぞれ約0.23 MNと約0.21 MN、複合セラミックスのVVとPV試片ではそれぞれ約0.28 MNと0.26 MNであり、VV試片の方が大であった。その後、3点曲げ試験して破断荷重(*P*)を求め、 $K_{IC} = (PS/BW^{3/2}) \{3/2 \cdot (a/W)^{1/2} \cdot Y(a/W)\}$ の式により算出した。上式において、*S*はスパン、*B*は試片厚さ、*W*は試片幅、*a*は予き裂の深さ、*Y*は形状係数で、 $Y(a/W) = 1.964 - 2.837a/W + 13.711(a/W)^2 - 23.250(a/W)^3 + 24.129(a/W)^4$ である。*a*については、規格に従って3個所の平均値を用いた。なお、いずれの方法でも、予き裂の形状がほぼ正常で、ほぼ同じK_{IC}値が得られるまで試験を繰り返したが、ばらつきは小さく、繰り返し数は一般には2回、多くとも3回であった。そして、予き裂近傍の破面組織のSEM観察を行い、K_{IC}に関する結果を考察した。

3. 実験結果及び考察

はじめに、Si₃N₄モノリスとSiC(w)/Si₃N₄複合セラミックスの両試料についてVVとPVの両試片の張力面の組織例を図3に示す。モノリス及び複合セラミックスにおけるβ-Si₃N₄粒やSiC(w)などの針状粒の長軸の多くは、既報¹³⁾の結果又は図1と図2の模式図に一致して、VV試片では張力面にほぼ平行、かつその面内では無秩序に配向しているのに対し、PV試片では、それらの長軸の多くは張力面に平行に配向していないことが分かる。

図4に、モノリスと複合セラミックスの両試料のVVとPVの両試片について、CSF及びSEPB法の2種の方法によって得られたK_{IC}値を示す。各PV試片の棒グラフ

Fig. 3. Arrangement of Si₃N₄ acicular grains in Si₃N₄ monolith (a) and of SiC(w) in SiC(w)/Si₃N₄ composite (b) for VV and PV specimens. (a) SEM micrographs of tensile surface which is polished and etched in HNO₃+HCl(×5,000). (b) Optical micrographs of polished tensile surface (×600). The orientations of acicular Si₃N₄ grains and SiC(w) are different between VV specimen and PV specimen, in accordance with schematic illustration in Figs. 1 and 2.

Fig. 4. Fracture toughness (K_{IC}) obtained by two kinds of K_{IC} evaluating methods: CSF and SEPB. The numerals over the bar for each PV specimens indicate the ratio (*R*) of K_{IC} value of PV specimen to that of VV specimen. In the measurement of K_{IC} by CSF method, annealing or surface polishing which is useful to release residual stress generated by the Knoop indentation was not conducted in order to avoid crack blunting due to these treatments.

上の数値は、VV 試片の値に対する PV 試片の値の比 (R) を示す。CSF 法では、 R は、モノリスと複合セラミックスでそれぞれ0.97と0.93であり、既報¹³⁾と同様に、VV と PV の両試片間で K_{IC} に明瞭な有意差が見られないが、SEPB 法では、 R はそれぞれ0.88と0.84であり、両試片間で明瞭な有意差が見られる。すなわち K_{IC} の異方性の発現の有無又は程度は、あらかじめ推察したとおり、用いる K_{IC} 評価法に依存することが明らかとなった。なお、CSF 法による K_{IC} 値が SEPB 法の値より低くなっているが、これは CSF 法ではヌープ圧痕を付けた後、歪除去を行っていないため残留張力の影響を受けたことによる¹⁵⁾と考えられた。歪又は残留張力の影響は VV と PV の両試片で同等と見なせることから、例えば歪がない場合でも K_{IC} は両試片間で明瞭な有意差は生じないと考えて良からう。そして例えば表面研磨により圧痕周辺の歪を除去すると、 K_{IC} 値は除去前の値に比べて約3割増加する¹⁵⁾ことから、もし本実験試料についても CSF 法による測定において表面研磨処理を行えば、得られる K_{IC} 値は図4の値よりも増加して SEPB 法の値に近づくであろう。なお、SEPB 法において VV と PV 試片の a 、すなわち予き裂の深さの平均値は、モノリスではそれぞれ1270 μm と1290 μm 、複合セラミックスではそれぞれ1300 μm と1260 μm であり、両試料とも両試片間でほとんど差がなかった。また、VV と PV 試片の破断荷重 (P) はモノリスでそれぞれ83 N

と67 N、複合セラミックスでそれぞれ108 N と90 N であり、両試料とも VV 試片の方が大であった。すなわち、両試料とも VV 試片の K_{IC} が PV 試片のそれよりも大となったのは、予想どおり、き裂伝ば開始荷重又は応力が VV 試片の方が大となったことにある。なお、両試片間で針状粒の配向が異なるにもかかわらず、 a にほとんど差が生じなかったのは、 a は主として pop-in 荷重、試片形状、予き裂拡大治具の形状によって決まってしまうためであろう。

このように、SEPB 法を用いると、CSF 法の場合と異なり、VV と PV 両試片間での K_{IC} に差が生じたこと、すなわち K_{IC} の異方性の発現の有無が K_{IC} 評価法に依存したことの原因は、既述のように、 θ すなわち Si_3N_4 や SiC(w) の針状粒に対する伝ばき裂の交差・切断の平均角度が評価法によって異なることに基づくと推察されたが、下記のように、破面観察の結果はこれを裏付けた。図5に、複合セラミックスについて CSF 法と SEPB 法による曲げ破壊によって生じた破面のうち予き裂近傍のもの（上部に示した付属の図において斜線を施した長方形で示す領域）の組織 (Si_3N_4 と SiC(w)) はいずれもほぼ同じ寸法の針状であるとともに濃淡が同じであるため、互いに見分けられないを示す。まず、CSF 法の場合、既掲の図2(a)に示したように、VV 試片の予き裂直下では、 $\theta \approx 90^\circ$ であることに対応し、針状粒の粒内破壊が多く認められた（引き抜きはほとんど認められなかった）。そして、PV 試片

Fig. 5. SEM micrographs of fracture surface near the pre-crack of the VV and PV specimens of $\text{SiC(w)}/\text{Si}_3\text{N}_4$ composite tested by CSF and SEPB methods. The fracture morphology, i.e., intergranular or transgranular fracture of acicular Si_3N_4 grains and/or SiC(w) for each specimen are shown in accordance with the presumption which is made from Fig. 2 ($\times 5,000$).

の予き裂直下では、 $\theta \approx 45^\circ$ であることに対応して、針状粒の界面破壊と粒内破壊の両方が認められた。更に VV 試片の張力面近傍の破面は、 $\theta \approx 45^\circ$ であることに対応し、PV 試片の予き裂直下 ($\theta \approx 45^\circ$) の破面に類似した針状粒の界面破壊と粒内破壊の両方が認められ、PV 試片の張力面近傍の破面は、 $\theta \approx 90^\circ$ であることに対応して、VV 試片の予き裂直下 ($\theta \approx 90^\circ$) の破面に類似した粒内破壊が多く認められた。ただし、例えば、VV 試片の張力面近傍の破壊と PV 試片の予き裂直下の破面との間では針状粒の向きは互いに異なったが、これは図 2 に示した針状粒の配向から推測されることと一致する。一方、SEPB 法の場合、図 2 (b) に示したように VV 試片の予き裂直下では、 $\theta \approx 90^\circ$ であることに対応し、CSF 法における VV 試片の予き裂直下 ($\theta \approx 90^\circ$) の破面と同様に針状粒の粒内破壊が多く認められた。そして、PV 試片の予き裂直下の破面は、 $\theta \approx 45^\circ$ であることに対応し、CSF 法における PV 試片の予き裂直下 ($\theta \approx 45^\circ$) の破面と同様に針状粒の界面破壊と粒内破壊の両方が認められた。要するに、図 2 から推察される破壊形態が実験的に確認された。

以上のように、本系セラミックスの K_{IC} の異方性は、推察どおり、評価法に依存し、SEPB 法によると VV 試片の K_{IC} は PV 試片のそれより大となることが明らかとなったが、このことは、(1) Si₃N₄ モノリスと SiC(w)/Si₃N₄ 複合セラミックスの K_{IC} に対する針状粒の寄与は、既報¹⁴⁾でも述べたとおり、き裂の屈曲効果によるものではなく、荷重負担効果によるものであること、(2) 一般の硬質材料についても、 K_{IC} の異方性を調べるに当たっては、組織 (分散粒子や母相粒など) に配向異方性があるかないかを考慮して、 K_{IC} 評価法を選定する必要があることを示す。

なお、既報¹³⁾で示したように、SiC(w)/Si₃N₄ 複合セラミックスの曲げ強さは VV と PV 両試片間でほとんど差がなく、このことの原因は十分わからなかったが、今回の K_{IC} に関する結果を考慮すると、これは、曲げ破壊が、組織的欠陥 (寸法は両試片でほぼ同じ¹³⁾) の端部からき裂が放射状に伝ば、すなわち前記の CSF 法による K_{IC} 測定時のき裂と同様に伝ばすることによって起こることに基くと考えられた。

4. 結 論

Si₃N₄ モノリスと SiC(w)/Si₃N₄ 複合セラミックスのホットプレス体の二つの試料の破壊靱性 (K_{IC}) を、CSF 法 (予き裂が半円状) を用いて調べると、既報で示したとおり、試片の張力面と長手方向のいずれもがホットプレス方向に垂直な試片 (VV 試片) は、試片の張力面と長手

方向がホットプレス方向にそれぞれ平行と垂直な試片 (PV 試片) とはほぼ同じ K_{IC} を示し、 K_{IC} に異方性が認められない。この原因は、予き裂端部全周における、Si₃N₄ 針状粒及び SiC(w) の長軸に対する予き裂の進展方向の交差・切断の平均角度 (θ) が両試片でほぼ同じ (約 68°) であることに基くと考えられた。そこで、本報では、試片の予き裂が長方形状である SEPB 法を用いると、 θ は VV と PV 試片でそれぞれ約 90° と約 45° となり両試片間で大きく異なることから、 K_{IC} に異方性が認められるものと推察し、この推察を実験的に検証することを試みた。

その結果、SEPB 法により求めた VV 試片の K_{IC} に対する PV 試片の K_{IC} 比 (R) は、それぞれ約 0.84, 約 0.88 であり、CSF 法 (R は 0.97 と 0.93) の場合と異なり、明瞭な K_{IC} の異方性が推察どおり認められた。そして、予き裂端部における破壊形態 (Si₃N₄ 針状粒及び SiC(w) の界面破壊と粒内破壊の割合) は、 K_{IC} の結果を裏付けた。また、これらの結果は、本系セラミックスに限らず、一般の硬質材料についても、 K_{IC} の異方性の有無又は大小を判定するためには、伝ばき裂端部全周における予き裂の進展方向と組織との交差・切断の平均角度を考慮して K_{IC} 評価法を選定する必要があることを示す。

文 献

- 1) 玉利信幸, 小倉 透, 木下 実, 樋端保夫, 大阪工業技術試験所技報, **33**, 129-34 (1982).
- 2) P. D. Shalek, J. J. Petrovic, G. F. Hurley and F. D. Gac, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **65**, 351-56 (1986).
- 3) S. T. Buljan, J. G. Baldoni and M. L. Huckabee, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **66**, 347-52 (1987).
- 4) T. Kandori, S. Kobayashi, S. Wada and O. Kamigaito, *J. Mater. Sci. Lett.*, **6**, 1356-58 (1987).
- 5) J. P. Singh, K. C. Goretti, D. S. Kupperman, J. L. Routhort and J. F. Rhodes, *Adv. Ceram. Mater.*, **3**, 357-60 (1988).
- 6) E. Maeda, T. Funahashi and R. Uchimura, Proc. 1st Japan Inter. SAMPE Sympo., Nov. 28-Dec. 1 (1989).
- 7) Y. Akimune, Y. Katano and K. Matoba, *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 791-98 (1989).
- 8) R. Lundberg, L. Kahlman, R. Pompe and R. Carlsson, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **66**, 330-33 (1987).
- 9) G. Pezzotti, I. Tanaka and T. Okamoto, *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**, 3039-45 (1990).
- 10) 趙 源丞, 林 宏爾, 粉体および粉末冶金, **38**, 872-78 (1991).
- 11) K. Hayashi and W. S. Cho, *J. Hard Mater.*, **3**, 325-37 (1992).
- 12) 趙 源丞, 林 宏爾, 鉄と鋼, **80**, N91-99 (1994).
- 13) 趙 源丞, 林 宏爾, *J. Ceram. Soc. Japan*, **100**, 1316-22 (1992).
- 14) 趙 源丞, 林 宏爾, 日本金属学会誌, **56**, 1087-92 (1992).
- 15) J. J. Petrovic and M. G. Mendiratta, *ASTM. STP.*, **678**, 83-102 (1979).
- 16) "JIS ハンドブック, R1607, ファインセラミックスの破壊靱性試験方法", 日本規格協会 (1990).