ホットプレス窒化ケイ素の強度異方性と破壊源の特徴

伊藤 勝・酒井清介・山内幸彦・大司達樹・兼松 渉・伊藤正治

(名古屋工業技術試験所, 462 名古屋市北区平手町 1-1)

A Study on Strength Anisotropy and the Peculiarity of the Fracture Origin of HP-Si₃N₄

Masaru ITO, Seisuke SAKAI, Yukihiro YAMAUCHI, Tatsuki OHJI,

Wataru KANEMATSU and Shoji ITO

(Government Industrial Research Institute, Nagoya, 1-1 Hirate-cho, Kita-ku, Nagoya-shi 462)

The anisotropic mechanical properties were studied in uniaxially hot-pressed silicon nitride. The flexural strength and Weibull modulus of specimens with longitudinal direction perpendicular to the hot-pressing direction were 22% and 38% higher than those of parallel specimens, respectively. The perpendicular specimens had narrower distributions of defect size and 20% higher critical rupture stress for the apparent same-sized defects than the parallel ones. These differences have been attributed to the shape and orientation of defects.

[Received October 27, 1988; Accepted December 15, 1988]

Key-words: Hot pressed silicon nitride, Anisotropic mechanical property, Flexural strength, Weibull modulus, Defect shape

1. 緒 言

窒化ケイ素, 炭化ケイ素等の構造用セラミックスは, ガスタービン用部品など, これまでにない耐熱性, 耐食性, 耐摩耗性を要求される部品材料として利用されようとしている. 中でも特に高い強度と信頼性を要求される部品にはホットプレス窒化ケイ素が用いられるが, その焼成方法が一軸圧縮過程を含むことから, 焼結体の持つ諸特性に異方性が現れることが指摘されてきた^{1), 2)}. このような異方性が, 特に強度上に現れた場合, 部品の信頼性を損なう可能性があり, 部品設計の際十分な注意が必要となる.

本報では, イットリウム, アルミナ添加ホットプレス窒化ケイ素の強度の不均一性と異方性の実体を調べるとともに, これらの破壊源の特徴との関連について調べた.

2. 実験方法

実験には Si₃N₄-Y₂O₃-Al₂O₃ (10 wt%) 系ホットプレス窒化ケイ素 (137 mm×137 mm×30 mm) のブロックを用い, 図1に示すようにプレス方向に垂直な面 (X-Y 平面) 内で X 方向を長手方向とする曲げ試験片を 66 本 (A) と, プレス方向 (Z 方向) を長手方向とする試験片を 72 本 (B) の計 138 本を切り出した. 試験片の加工は, ダイヤモンド切断砥石を用い研削代 0.3 mm を残して切断した後, 表面を粒度 400 のレジノイドボンドダイヤモンド砥石により試験片の長手方向に研削加工し, 0.8 μm R_{max} に仕上げ, 加工が強度の測定結果に及

Fig. 1. Specimens cut perpendicularly to hot-pressing direction (A) and parallel to that direction (B).

ぼす影響を除いた.

一方, 作製した試験片 (3 mm×3 mm×28 mm) の強度はスパン 20 mm の 3 点曲げ試験によって測定し, 上記のブロック内での試験片の位置や切り出し方向による強度の差を求めた. また, 強度測定後の試験片の破面観察を行い, 破壊源の位置, 寸法と強度の関係を求め, ホットプレス窒化ケイ素の強度異方性の原因について検討した.

3. 実験結果及び考察

図2は, 図1に示すブロック内での位置と強度の関係を示したものである. 図2の (A) はプレス方向に垂直な面内から切り出した試験片を 30 mm のブロック厚さ方向 (プレス方向) に 6 層に分け, 各層の 11 本の平均

Fig. 2. Relation between the strength and the position of specimens.

(A) Perpendicular specimens,
(B) Parallel specimens

Fig. 3. The flexural strength distribution of hot-pressed silicon nitride.

強度とそのばらつきの範囲を示す。また、(B)はプレス方向に切り出した試験片について切り出し位置 (X 方向) に対する強度の変化を調べたもので、各位置の強度は $Y-Z$ 面内の 6 本の平均強度とそのばらつきの範囲を示す。(A)、(B)とも強度のばらつきの大きさに比べて、平均強度の変動は極めて小さく、板厚方向、板面内方向とも試験片の切り出し位置による強度差はほとんどないと考えられる。

しかし、(A)及び(B)の各位置での強度のばらつきは試験片数を考慮すれば前者に比べて後者で大きいことが分かる。また、両者ではその強度値にかなりの差が見られる。そこでプレス方向に垂直な面内から切り出した試験片 66 本 (A)と、プレス方向に切り出した試験片 72 本 (B)をそれぞれまとめて図 3 にワイブルプロットで示す。(A)に比べて(B)の強度は、平均強度で 22%、ワイブル係数で 38% の低下が見られる。すなわち、同

一ブロックからの試験片でも切り出す方向によって強度特性はかなり異なった値を示すことになる。

このような強度低下の原因としては、ホットプレス焼結法の特徴である焼結時の一軸圧縮により、窒化ケイ素粒子の圧縮方向に垂直な面内への配向あるいは粒成長のため、この面内での粒界クラックの伝搬が容易になる可能性があること¹⁾、更に、残留応力の存在や破壊の原因となる欠陥に異方性が生じることなどが考えられる²⁾。しかし、図 1 の (B) に示すように切り出した、3 mm 角の試験片に位置による強度差がなく、試験片全体に一樣に引張り残留応力が存在する可能性は少ない。また、全体の約 93% の試験片の破壊源には潜在的な欠陥が存在することから、上記の強度特性の差を破壊源となった欠陥の特徴に求めてみた。図 4 は破面上に見られる破壊源となった欠陥寸法の光学顕微鏡による測定結果である。切り出し方向の差がかなり明瞭に現れ、(A) の場

Fig. 4. Defect size distribution of hot-pressed silicon nitride.

(A) Perpendicular specimens,
(B) Parallel specimens

Fig. 5. Depth distribution of fracture origin.

合の平均欠陥サイズ約 $30\ \mu\text{m}$ に対し、(B) では約 $45\ \mu\text{m}$ とかなりの差が見られるとともに寸法のばらつきも大きいことが分かる。また、図5は曲げ試験における最大応力面からの破壊源深さの分布を示したものである。(A) では深さ $80\ \mu\text{m}$ までの破壊が60%以上であるの 비해、(B) ではこれが約30%でかなり深い位置での破壊が多く、この点からも両者の差は大きい。すなわち (B) では欠陥サイズのばらつきが大きいので、破壊源となる欠陥が負荷点直下の最大応力部から離れた部分に存在する確率が高くなることに対応していると思われる。このように図3の平均強度とワイブル係数の差は破壊源となる欠陥寸法及びそれらのばらつきの差に起因すると考えられる。

一方、図6は破壊源深さと破壊源での破壊応力の関係を (A) と (B) の試験片を比較して示したもので、各深さでの破壊応力は (A) に比べて (B) では約20%低い。また、図7は破壊源の深さと寸法の間を示したものである。深さ $60\ \mu\text{m}$ までの欠陥サイズのばらつき $15\sim40\ \mu\text{m}$ に比べ、 $60\ \mu\text{m}$ 以上の深さの欠陥サイズは $15\sim80\ \mu\text{m}$ の範囲でばらつきが大きい。各深さ特に深さ $60\ \mu\text{m}$ までの両者の欠陥寸法にはほとんど差は認められない。すなわち、図6の各深さでの強度の差が欠陥

Fig. 6. Relation between the fracture stress and the depth of fracture origin.

Fig. 7. Relation between the defect size and the depth of fracture origin.

Fig. 8. Relation between the fracture stress and defect size.

- (a) Flexural strength,
(b) Critical rupture stress at fracture origin

寸法の差によるとは考えられない。そこで (A)、(B) の両者について欠陥寸法と強度の関係を調べた。その結果を図8に示す。(a)は縦軸を曲げ強度、また (b) はこれを破壊源の位置で補正した破壊応力として示してある。

(a)、(b)ともに欠陥寸法と破壊応力との間にある程度の相関性が認められることから、欠陥寸法の大きい (B) での平均強度の低下が考えられるが、それ以上に (A) と (B) では同一欠陥寸法でも破壊応力に20%程度の差が見られる。この傾向は (a)、(b)とも同様である。すなわち、プレス方向に切り出した試験片での破壊源は、全般的にその寸法が大きだけでなく、同一寸法の欠陥がプレス方向に直角な方向に切り出した試験片の欠陥より低応力下で破壊に至ることを示している。

欠陥サイズのばらつきや欠陥サイズと強度の関係を示すこれらの結果は、欠陥形状の異方性化を示すものと考えられる。すなわち、焼結時の一軸圧縮応力により欠陥が圧縮方向に偏平化し、圧縮軸方向の引張り応力に対しては欠陥先端の曲率半径が減少し、破壊応力が低下すると考えられる。なお、球状欠陥を仮定し、破壊応力の変化が応力集中係数の変化に対応するとすれば、上の強度低下は球状欠陥がプレス方向につぶされ27%偏平化したことを示している。

以上のように、欠陥形状に異方性を持つ可能性のあるホットプレス焼結体では負荷方向と強度特性の間には密接な関係があり、セラミック部品の設計においてはこの点が十分配慮される必要があることを示している。

4. 結 論

ホットプレス窒化ケイ素のブロックにおいて、切り出し位置、切り出し方向を異にする試験片の強度を調べ、その破面観察を行った結果、次のような結論を得た。

(1) 試験片の切り出し方向が一定であれば、すなわち負荷方向を一定にして強度を測定すれば、ブロック内の場所による平均強度値の変動はほとんど見られない。

(2) 切り出し方向がプレス方向とこれに垂直な方向

では、欠陥サイズの分布が異なるうえ、同一寸法の欠陥でも破壊に至る応力値に差があり、この結果、平均強度、ワイブル係数とも異なった値を示した。その原因としてはプレス時における欠陥の変形が考えられた。

文 献

- 1) F.F. Lange, *J. Am. Ceram. Soc.*, **56**, 10 (1973).
 - 2) 岩崎秀夫, セラミックス, **12**, 342 (1977).
-