ホットプレス成形セラミックスの引張り試験法について

川島 康・吉川昌範*・西本 廉**

(東海大学工学部動力機械工学科, 259-12 平塚市北金目 1117
* 東京工業大学工学部機械工学科, 152 東京都目黒区大岡山 2-12-1
** 東海大学工学部生産機械工学科, 259-12 平塚市北金目 1117)

A Simple Tensile Strength Test for Hot-Pressed Ceramics

Yasushi KAWASHIMA, Masanori YOSHIKAWA* and Kiyoshi NISHIMOTO**

(Department of Prime Mover Engineering, Tokai University, 1117, Kita-kaname, Hiratsuka-shi 259-12
* Department of Mechanical Engineering, Tokyo Institute of Technology, 2-12-1, Ookayama, Meguro-ku, Tokyo 152
** Department of Mechanical Production Engineering, Tokai University, 1117, Kita-kaname, Hiratsuka-shi 259-12)

A tensile strength test for hot-pressed ceramics is devised, in which a specimen is partially shaped by hot-pressing to facilitate machining. In the tensile specimen, a shallow round notch is formed in the central portion to avoid failure in the grips. The tensile strength testing for hot-pressed alumina and HIP treated alumina was carried out using this specimen. A linear relationship was found between the density and the fracture stress for hot-pressed alumina. The same relationship was also found with HIP treated alumina. It was found from the examination of the fracture surface of tensile specimens that the fracture-initiating flaws in hot-pressed alumina and HIP treated alumina were machining flaws and pores, respectively. The fracture strengths evaluated from the flaw depths and the K_{Ic} values measured so far agree well with the measured values by the testing.

[Received November 1, 1988 : Accepted January 31, 1989]

Key words : Tensile specimen, Tensile strength, Hot-pressed alumina, HIP

1. 緒 言

セラミックスの強度は、機械部品の設計には不可欠な引張り強さを用いて評価する必要があるが、試験片の製作が難しいため、主に曲げ強さにより調べられてきた。しかし近年、セラミックスが機械構造用部材として用いられるにつれて種々の引張り試験法が考案され、引張り強さについて多くの測定データが得られてきている^{1)~5)}。これらの試験法では、セラミックスが脆性材料であることから測定が荷重軸のゆがみや試験片表面の傷の影響を受けやすいため、試験片形状、引張り荷重のかけ方、試験片取り付け治具、及び研磨法などに工夫がなされている。

セラミックスの強度は、破壊の発生起点になる材料中に存在する欠陥の形状・寸法に大きく依存する。そのため測定結果のばらつきは大きく、強度を評価するためには多くの測定データが必要になる。しかしセラミックスは一般に硬くて脆いので、加工が難しいだけでなく、加工時には破断の発生起点となる亀裂が発生しやすい。特に、ホットプレス成形セラミックスは他の焼結法によるものと比較して高密度で高強度であるので、機械加工により引張り試験片を製作するのは容易ではない。

そこで、本研究では、機械加工が少なく済む製作が容易なホットプレス成形セラミックスの引張り試験片を考案した。本試験片は、ホットプレスによる成形を丸棒

の成形、丸棒両端での試験片保持部の成形・結合の三段階に分けて行い、結合部での破断防止のために円弧形環状ノッチにより丸棒中央部をくびらせて細くしたものである。この円弧形環状ノッチは機械加工が容易であるだけでなく、円弧形であるためにノッチ面研磨も簡単にできる。本試験片のノッチ底直径とノッチ曲率半径の定め方、引張り強さの算定方法、更にホットプレス法による成形法、円弧形環状ノッチの加工法、ノッチ面の研磨法、引張り試験用の治具について報告する。ついで、一例として本試験片を用いてホットプレス成形アルミナの引張り強さの測定を行い、ノッチ面の研磨による影響、密度と引張り強さの関係について検討を行い、破断面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察により破壊発生起点となった欠陥寸法を推定し、これと従来の K_{Ic} の測定データとから強度を評価し、測定値と比較検討を行った。更に、HIP 処理した試験片に対しても引張り試験を行い、HIP 処理による効果について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 引張り試験片

本試験片の形状と寸法例を図1に示す。同図に示すように、試験片は試験片保持部と円弧形環状ノッチ部とからなり、引張り荷重は保持部テーパ面に加えられる。図1に示すように、本試験片は丸棒と試験片保持部との結

Fig. 1. Tensile specimen.

合部における破断を避けるために、円弧形環状ノッチにより試験片中央部を細くしている。この円弧形環状ノッチは加工量が少なく済むだけでなく工具を移動させることなく加工でき、材料にかかる負担も小さくできる。しかし、ノッチにより試験片には応力集中が生じ、この応力集中を小さくするためには、できるだけノッチ曲率半径を大きくする必要がある。ここで、図1に示すように、できるだけノッチ曲率半径を大きくとれるようにノッチ加工は丸棒と保持部との境目まで行った。

ノッチ底直径を小さくするほど、結合部での破断の可能性は小さくなるが、加工量が多くなるだけでなく、ノッチ曲率半径は小さくしなくてはならないので、応力集中係数は大きくなる。円弧形環状ノッチによる応力集中係数は、Neuberの方法によって計算でき、図1の寸法例の場合、引張りに対する応力集中係数は1.143である。

荷重軸がゆがんだ場合には、試験片には曲げ応力も加わるので、曲げに対する応力集中係数についても考慮する必要があると考えられる。しかし、円弧形環状ノッチの曲げに対する応力集中係数は引張りに対するものよりも小さくなるのがNeuberの方法による計算式⁶⁾からわかる。したがって、ノッチ付き試験片を用いた引張り試験では、荷重軸のゆがみによる影響は、平行丸棒を引張る場合よりも大きくなるようなことはないと考えられる。例えば、Neuberの方法による計算式を用いて、図1に示す試験片の曲げに対する応力集中係数を計算すると1.096であり、これは引張りに対するものよりも4%小さいことがわかる。この差はノッチの曲率が小さくなるに従って大きくなる。

2.2 破断荷重からの引張り強さ算定法

本試験片にかかる応力はノッチの影響のために一様ではないので、引張り強さは単純に破断荷重を破断面積で割ることにより求めることができない。また、試験片の最大引張り応力は試験片中央表面で生じるが、セラミックスの強度は一様でないので、試験片は中央で破断するとはかぎらない。本試験片の引張り強さを求めるためには、まず試験片の応力分布を計算し、破断の発生起点を調べ、起点における引張り応力を求めなくてはならない。

図2は、軸対称有限要素法を用いて計算した図1に示した試験片の4分の1軸断面の最大主応力分布（引張り

Fig. 2. Principal stress distribution in the tensile specimen under a tensile load of 590 kg.

Fig. 3. Division of the axial section of the specimen for finite element analysis.

荷重：590 kg)である。ここで計算に使用した三角形分割要素を図3に示す。図2から最大主応力は試験片中央のノッチ底において最大値337 MPaを示し、これはNeuberの方法により計算される値に等しい。このことから破断の発生起点が320 MPaの等主応力面とノッチ面に挟まれた領域内にある場合は、引張り強さは引張り荷重を破断面面積で割り応力集中係数を掛けた値により約5%の精度で近似できることがわかる。

2.3 引張り試験片の製作手順

引張り試験片のホットプレスによる成形は、図4(a)及び(b)に示す二種類の押し型を用いて3段階に分けて行った。まず図4(a)の押し型を用いて丸棒を成形し、ついで図5に示すように試験片保持部を丸棒の一方の端面に図4(b)に示す押し型を用いて成形・接着させ、図4(b)の押し型の下端面を1 mm削った後、これを用いてもう一方の端面に試験片保持部を成形・接着させた。

Fig. 4. Graphite die for hot-pressing.

Fig. 5. Method of uniting three portions of the tensile specimen by hot-pressing.

更に、ダイヤモンド砥粒を用いたラッピングにより円弧形状ノッチを丸棒部中央に形成した後、ノッチ面を試験片軸方向に研磨した。図1に示した引張り試験片の製作手順を次に示す。

(1) 図4(a)の押し型を用いて直径8 mm、高さ11 mmの円柱をホットプレス成形する。

(2) 上記円柱の端面をダイヤモンド砥粒でラッピングして、洗浄した後、図4(b)の押し型を用いて試験片保持部を成形・結合する(図5参照)。

(3) (2)と同様にして、もう一方の端面に試験片保持部を成形・結合する(図5参照)。

(4) 試験片平行部中央に円弧形状ノッチを図6に示すように直径15 mmのS45C丸棒を用いて平均粒子径50 μm のダイヤモンド砥粒を使用しラッピングにより成形する。

(5) 図7に示すような方法で引張り軸方向にラッピングすることにより、(4)の加工によって生じた引張り軸に直角な方向の加工傷を除去すると同時にノッチ面を鏡面仕上げ加工する。図7の方法では、試験片を低速回転(6 r.p.m.)させながら、ダイヤモンド微粉を付着させた円筒形のフェルトパフを高速回転(1450 r.p.m.)

Fig. 6. Schematic drawing of device for forming a shallow round notch on the tensile specimen by lapping.

Fig. 7. Schematic drawing of device for mirror-finishing the notch surface.

させてノッチ面に押し付けることにより研磨を行う。研磨は、平均粒子径15, 6, 及び1/4 μm の3種類のダイヤモンド微粉を用いて、3段階に分けて行った。

2.4 引張り試験用治具

使用した引張り試験片取り付け用治具を図8に示す。同図に示すように、この治具は、円管と二つ割りの試験片保持具とからなる。円管は、試験片を試験機へ容易に装着するためのもので、図8に示すように引張り荷重を加えた後、破線で示す位置に移動させた、引張り荷重は保持具を用いて試験片テーパ面に加えられる。試験片を治具に取り付ける際には、引張り試験片と治具との間にインジウム箔を挟んで、荷重が試験片テーパ部全面に均一に加わるようにした。治具の材質は焼き入れ焼き戻したS45C鋼である。

なお、引張り試験は、インストロン社製 TT-DM-S型試験機を用いて行い、引張り速度は0.5 mm/minとした。

2.5 ホットプレス成形アルミナの試験片成形条件

試験片の製作には、ALCOA社製 A-16 SG ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, 純度 99.8 wt%, 平均粒子径 0.4 μm)の粉末を用いた。成形温度、加圧圧力及び加圧時間はそれぞれ1400°C、30 MPa、6分とした。また、HIP処理条件はアルゴンガス中、加圧圧力100 MPa、温度1360°Cで処理時間1

Fig. 8. Jig for tensile strength testing.

時間である。HIP 処理は 2.3 節の (1)~(4) の工程の後にいき、HIP 処理後 2.3 節 (5) の方法によりノッチ面を鏡面仕上げした。

3. 実験結果及び考察

3.1 環状ノッチ面研磨による影響

成形温度 1400°C、加圧圧力 30 MPa、加圧時間 6 分で成形した試験片についてノッチ面を鏡面仕上げ加工した場合としない場合の引張り強さの測定結果を図 9 に示した。同図から、鏡面仕上げにより測定結果のばらつきは小さくなり、鏡面仕上げ前の強度は仕上げ後の強度よりも大きくなるようなことはないと思われる。

3.2 密度と引張り強さの関係

図 10 は、焼成温度 1400°C、加圧圧力 30 MPa、加圧

Fig. 9. Tensile strengths of hot-pressed alumina before and after mirror-finishing.

Fig. 10. Relationships between tensile strength and density of hot-pressed alumina and HIP treated alumina.

時間 6 分でホットプレスして製作した試験片とそれを HIP 処理した試験片について引張り強さと密度の関係を示したものである。図 10 により、焼成温度 1400°C でホットプレスして得られた密度が 3.89~3.927 g/cm³ までの試験片の引張り強さは 274~354 MPa であり、更に HIP 処理した密度が 3.912~3.949 g/cm³ までの試験片の引張り強さは 309~377 MPa であることがわかる。

同じ密度の試験片についてみると、HIP 処理した試験片と処理しない試験片とでは引張り強さには大きな差がなく、HIP 処理前後の試験片の引張り強さはいずれも密度と同じ直線関係にあると推測できる。したがって、このデータからは HIP 処理が強度に及ぼす効果は密度上昇によるものだけであるように思われる。また、測定データのばらつきは HIP 処理により小さくなるように思われる。

3.3 破断面と微構造の観察

破断後の試験片の代表例を図 11 に示す。同図に示すように、いずれの場合も破断面の中央からのずれは 1 mm 以内であった。試験片の破断面写真の代表例を図 12 に示す。同図により、いずれの場合も破断の発生起点は表面かあるいは表面に極近いところに存在すると思われる。

図 13 及び図 14 の (a) と (b) にそれぞれ HIP 処理していない試験片と HIP 処理した試験片の破壊発生起点付近の表面部における破断面の電子顕微鏡写真と破断の発生起点となったと推測される欠陥の拡大写真の代表例を示す。図 13(a) の例に示されるように、HIP 処理していない試験片では、多くの場合破断はノッチ面上の加工傷に起因すると思われる。図 13(b) は、図 13(a) の加工傷のなかでも一番大きな傷の拡大写真である。同

Fig. 11. Tensile specimens after tensile fracture.

Fig. 12. Fracture surface of tensile specimens.

Fig. 13. (a) Scanning electron micrograph of flaws at the notch surface of tensile specimen which were fracture-initiating flaws. (b) The largest flaw in (a) at a higher magnification.

図に示す傷は、機械加工により結晶が引き起こされた黒い矢印で示す部分と加工時に生じたと思われる白い矢印で示すクラック部とからなると考えられる。図 13(b) によりこの傷の深さと幅はそれぞれ 33 及び 110 μm であることがわかる。

破壊応力 σ_f は破壊靱性 K_{Ic} と表面傷の深さ c を用いて次に示す (1) 式により表される⁷⁾。

$$\sigma_f = Z \cdot K_{Ic} / (Y \cdot \sqrt{c}) \quad (1)$$

ここで、 Y は亀裂の深さと試験片の形状による無次元量であり、試験片の大きさに比べて亀裂が非常に浅い場合、1.99 である⁸⁾。 Z は傷の深さと幅の比に依存するもう一つの無次元係数であり、文献 7) に与えられている。図 13(b) の傷が破断の発生起点になったと考え、 Z は 1.270 であるので、あらかじめ亀裂を入れた試験

Fig. 14. (a) Scanning electron micrograph of a pore near the notch surface of tensile specimen which was a fracture-initiating flaw. (b) The pore in (a) at a higher magnification.

片を用いた従来の K_{Ic} の測定値⁹⁾ 3.8 $\text{MN}/\text{m}^{3/2}$ を用いて、引張り強さは (1) 式により 422 MPa であると推定される。しかし、この値は測定値 354 MPa と比較して大きい。これより、試験片は図 13(b) の傷がまわりの小さな傷と結合して大きな傷に成長した後、破断したと推測される⁷⁾。

HIP 処理した試験片では、図 14(a) に示したノッチ面近くの気孔が破断の発生起点になったと思われる。この気孔と表面との間の狭い領域には大きな応力が生ずるので¹⁰⁾、まずこの領域において破断が起こり、この破断によって生じた亀裂は図 14(b) の黒い矢印で示す気孔と結合して白い矢印で示す半楕円形の欠陥に拡大され、これが試験片の破断発生起点になったものと推測される。この半楕円形欠陥の深さと幅はそれぞれ 62 μm 、

100 μm であるので、 Z は 1.635 であり、 K_{Ic} を 3.8 $\text{MN}/\text{m}^{3/2}$ とすると⁹⁾、引張り強さは (1) 式により 396 MPa と推定される。この値は測定値 377 MPa にほぼ等しい。図 14 の例でも示されるように、HIP 処理した試験片において、加工傷ではなく、気孔が破壊の発生起点となるのは、ノッチ加工の際に生じた表面欠陥が HIP 処理により消滅するかあるいは小さくなるためではないかと推測される。また、HIP 処理した試験片において破壊の発生起点となる大きな気孔は、ガス抜けできずにノッチ面近くに集積し、残留したものではないかと思われる。

破壊起点となる欠陥寸法が大きい場合や正確に起点位置を推定しにくいような場合を考慮して、試験片内の応力勾配はできるだけ小さい方が望ましい。そのためには、試験片を長くするかあるいはくびらせる量を少なくし、ノッチ曲率半径をできるだけ大きくして応力集中係数が小さくなるようにしなくてはならない。

本試験片は、材料の加工の難易、結合部強度、及び弾性定数などを考慮して、実験と有限要素法による応力解析を用い、できるだけノッチの曲率半径が小さくなるように設計される。

4. 結 論

機械加工ができるだけ少なくて済み製作の容易なホットプレス成形セラミックス用引張り試験片を考案し、これをホットプレス成形アルミナの引張り強さの測定に適用し、次のようなことがわかった。

(1) 本試験片は、機械加工が容易であるだけでなく、研磨も簡単にできる。

(2) 研磨により測定のはらつきは小さくなる。

(3) 本試験片の場合、引張り強さを求めるには、厳密には破壊発生起点を調べて、そこでの最大主応力を計算しなくてはならないが、多くの場合、破壊発生起点はノッチ底付近に生ずるので、Neuber の方法により得られる応力集中係数と引張り荷重により破壊発生起点にお

ける引張り応力は 5% の精度で算定することができると考えられる。

(4) HIP 処理した場合としない場合、密度が 3.89 ~ 3.949 g/cm^3 では強度はともに密度と同じ直線関係になると推測できるが、測定データのはらつきは HIP 処理した試験片の方が小さくなると思われる。

(5) HIP 処理していない試験片では、多くの場合加工傷が破断の発生起点となると思われる。HIP 処理した試験片では、ノッチ面近くに集積した大きな気孔が破壊の発生起点となる可能性が高いと思われる。

(6) 本試験片を用いて測定された引張り強さは、破壊発生起点となった欠陥寸法とこれまでに測定された破壊靱性 K_{Ic} の値から計算される値とほぼ一致する。

(7) 以上のことから、本試験片はセラミックスの引張り強さの測定に適している。

謝 辞 有益な御助言を頂いた東京工業大学工学部・井川博行助教授、東京工業大学工業材料研究所・吉村昌弘教授、三菱金属(株)・大橋耕三氏に深く感謝の意を表します。また、研究の遂行に御協力頂いた当時東京工業大学工学部学生・真柄卓司氏(現在：三菱電機(株))に深く感謝の意を表します。

文 献

- 1) R. Sedlacek and F.A. Halden, *Rev. Sci. Inst.*, **33**, 298-300 (1962).
- 2) R.K. Govila, *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**, 15-21 (1982).
- 3) F.F. Lange and E.S. Diaz, *J. Testing and Evaluation*, **6**, 320-23 (1978).
- 4) 松永勝利, 藤沢良昭, 高原北雄, 窯協, **91**, 324-28 (1983).
- 5) J.J. Petrovic and M.G. Stout, *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**, 656-60 (1981).
- 6) H. Neuber, "Kerbspannungslehre", Springer, Berlin (1958).
- 7) A.G. Evans and G. Tappin, *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, **20**, 275-97 (1972).
- 8) W.F. Brown and J.E. Srawley, A.S.T.M., S.T.P. **410**, 12-13 (1967).
- 9) R.F. Pabst, "Fracture Mechanics of Ceramics", Vol. 2, Ed. by R.C. Bradt et al., Plenum Press, New York-London (1974) pp.555-65.
- 10) R.D. Mindlin, *Proc. Soc. Exp. Stress. An.*, **5**, 56 (1948).