S45C/Si₃N₄/S45C 接合体の 残留応力と引張破断応力の関係*

浅見 克敏^{*1}, 白木 尚人^{*2}, 佐藤 拓哉^{*3}

Relationship between Tensile Fracture Stress and Residual Stress in S45C/Si₃N₄/S45C Bonded Joints

Katsutoshi ASAMI, Naoto SHIRAKI and Takuya SATO

Tensile tests of S45C/Si₃N₄/S45C bar-type specimens which were bonded in 1987 and 1988 by a metalizing method, were conducted at room temperature in laboratory air. Using broken specimens, the effect of bonding-induced residual stress on the tensile fracture stress was investigated in this study. The main results obtained were as follows. (1) When the length of Si₃N₄ was nearly equal to the diameter of the specimen, the analytical results based on a finite-element method showed the validity of measuring the residual stress near the interface of the unbroken side. (2) The residual stress near the interface which was measured by an X-ray diffraction method was tensile and increased monotonously toward the interface. (3) The residual stress distributions were influenced by the diameter of the specimen, the length of Si₃N₄ and the year of bonding. (4) The tensile fracture stress decreased with the increase of the interface residual stress which was extrapolated from the residual stress distribution, and a linear relationship was found between them.

Key Words: Ceramic, Residual Stress, Fracture Stress, Ceramics/Metal Joint, Silicon Nitride, Carbon Steel, Finite-Element Method(FEM), X-ray Diffraction Method

1. 緒 言

セラミックス/金属接合体の強度評価法の標準化を目的とし, Si₃N₄/S45C 接合体の共同試験が日本溶接協会「新素材接合・試験・評価研究委員会」で1987年と1988年に実施⁽¹⁾⁽²⁾され, その一環としてS45C/Si₃N₄/S45C 平滑丸棒試験片による引張試験が行われた。その結果, 破壊起点⁽³⁾は主として中間層であるCuとSi₃N₄の接合界面であり, 接合体の引張破断応力は試験片直径が大きくなるほど低下すること。そして, 同一寸法の試験片であっても接合実施年度により強度差があること, などが明らかとなった⁽³⁾⁽⁴⁾。

著者らは, このような挙動が接合残留応力に依存していると考え, 前報⁽⁴⁾では試験片直径と接合実施年度の異なる4種類の接合体それぞれ5本について, 接合界面から0.7mm離れた未破断側のSi₃N₄表面の軸方向残留応力をX線法⁽⁵⁾により測定した。その結果, 残留応力は引張りであり, その値が大きくなるほど引張

破断応力は一義的に低下することを示した。すなわち, 試験片直径や接合実施年度による引張破断応力の違いは接合残留応力の値が異なるためであり, 接合残留応力はセラミックス/金属接合体の重要な強度支配因子であることを明らかにした。

しかし, この共同試験は接合体の強度評価法の標準化を目的としていたため, 上述のように残留応力の測定は引張試験後の未破断側について行った。また, 破断応力は接合界面の残留応力に依存していると思われるが, 残留応力の測定箇所やX線の照射面積を試験片寸法によらず一定とした。そのため, 前報⁽⁴⁾の結論は力学的な厳密さにおいて不十分な点がある。

そこで本報ではまず, 図1に示した試験片について破断前後のSi₃N₄(図中斜線部)表面の残留応力分布を有限要素法を用いて解析し, 未破断側の接合界面付近の残留応力分布が破断前後で変化しないと思われる試験片の選択を試みた。そして, 未破断側の残留応力分布の測定が有効であると判断された試験片について, Si₃N₄表面の軸方向残留応力分布をX線法⁽⁵⁾により測定した。そして, この残留応力分布から外挿された接合界面近傍の残留応力と引張破断応力の関係を調べ, セラミックス/金属接合体の強度と接合残留応力の関係をさらに明確にした。

* 平成4年9月1日 「複合・接合構造の創成技術と力学的評価」シンポジウムにおいて講演, 原稿受付 平成5年12月3日。

*¹ 正員, 武蔵工業大学 (〒158 東京都世田谷区玉堤 1-28-1)。

*² 准員, 武蔵工業大学大学院。

*³ 正員, 日揮(株) (〒232 横浜市南区別所 1-14-1)。

2. 有限要素法による 破断前後の残留応力解析

2.1 解析モデルおよび解析方法 共同試験に用いられた接合体の構成材料は、セラミックスが常圧焼結窒化けい素(β -Si₃N₄: 東芝 TSN03)で、金属が機械構造用炭素鋼 S45C である。試験片は Si₃N₄ を S45C で挟み込む形で、Ti-Cu-Ag 系のろう材による活性金属法によって接合し、接合温度は 800~850°C、真空度は 10⁻⁵ Torr とした。その際、Si₃N₄ と S45C の熱膨張係数の差に起因する接合残留応力を緩和するため、両者の接合界面に厚さ 0.2 mm の無酸素銅板⁽⁴⁾を挿入した。

図 1 に示した試験片の残留応力分布を厳密に解析するには、接合界面に挿入した銅板やろう材の塑性挙動を含めて解析する必要がある。しかし、本解析の目的は、破断後の残留応力測定が有効な試験片を選択することにある。すなわち、破断によって新たに生成された自由境界が残留応力の再配分に及ぼす影響を明らかにすることである。接合時の残留応力の大きさは銅板やろう材の塑性変形の影響によって変化するが、自由境界の生成は除荷過程であり、塑性変形を伴わない。したがって、銅板やろう材を省略しても残留応力の分

布形や寸法による大小関係は変化しないと考えられるので Si₃N₄ と S45C が直接接合されているものとして弾性解析を行った。そのため、残留応力の絶対値は実際の接合体とは異なる。

なお、共同試験に用いられた平滑丸棒試験片の直径は 3 mm, 6 mm および 12 mm で、それらは銅板の厚さを除き直径 6 mm, Si₃N₄ 長さ 5.0 mm の試験片と相似形である。したがって、解析は Si₃N₄ 長さがそれぞれ 2.5 mm, 5.0 mm, 7.5 mm の直径 6 mm の試験片のみを対象とした。

解析は試験片の平行部について行い、図 2 (a) は Si₃N₄ の両側を S45C で接合した場合、図 2 (b) は Si₃N₄ の片側だけを S45C で接合した場合に相当する。すなわち、前者は引張試験前の状態を、そして後者は引張試験後の状態を想定したもので、それぞれ A モデルおよび B モデルと称する。解析は Si₃N₄ 長さの異なる 3 種類の試験片について A, B モデルの 6 タイプについて行った。なお、解析モデルの名称、形状、寸法

表 1 解析モデル一覧

Model	Diameter (mm)	Length of Si ₃ N ₄ (mm)	Shape of bonded specimen
1A	φ6	2.5	S45C/Si ₃ N ₄ /S45C
1B	φ6	2.5	S45C/Si ₃ N ₄
2A	φ6	5.0	S45C/Si ₃ N ₄ /S45C
2B	φ6	5.0	S45C/Si ₃ N ₄
3A	φ6	7.5	S45C/Si ₃ N ₄ /S45C
3B	φ6	7.5	S45C/Si ₃ N ₄

図 1 試験片形状

図 2 解析モデル

図 3 要素分割図(1A モデル)

および接合状況を表 1 にまとめて示す。

解析には 4 節点軸対称要素を用いた。1A モデルの要素分割の例を図 3 に示す。応力の集中する接合界面近傍および外表面近傍は細分割とした。

解析は、ろう材が強度を持ち始める 800 K から 300 K までを対象とした。表 2 に 300 K と 800 K における Si₃N₄ と S45C の材料特性⁽⁶⁾を示す。

2・2 解析結果および考察 各試験片の A モデルと B モデルの残留応力分布を以下に比較する。なお、き裂は中間層の銅板と Si₃N₄ の接合界面で生じ、その後 Si₃N₄ 中に進展して破断に至る。したがって、比較は破断強度に最も影響すると思われる Si₃N₄ 表面の軸方向残留応力について行った。

1A と 1B モデルおよび 2A と 2B モデルの軸方向残留応力軸方向分布を図 4、5 に示す。いずれの場合も残留応力は引張りであり、接合界面に向かって単調に増加する分布となる。なお、接合界面に最も近い点の応力が低下しているのは、要素中心の(表面から 0.03 mm 内部)の応力を図示しているため、接合界面と表面の交点近傍における応力特異場の特性を正確に表していないことによる⁽⁶⁾。

表 2 各材料の物性値

	Temp.	Si ₃ N ₄	S45C
Elastic modulus (GPa)	300K	304	206
	800K	304	188
Poisson's Ratio	300K	0.27	0.3
	800K	0.27	0.3
Thermal expansion coefficient (×10 ⁻⁶ /K)	300K	3.0	12.0
	800K	3.0	14.0

図 4 1A, 1B モデルの軸方向残留応力の軸方向分布

まず、1A と 1B モデルの場合(図 4)、未破断側の接合界面近くの残留応力をみると、破断前を想定した 1A モデルに比べて破断後を想定した 1B モデルは、破断面(自由境界)の影響により約 25% 低下している。したがって、この寸法の試験片については、破断後に未破断側の軸方向残留応力を測定するのは有効ではないと判断される。

一方、2A と 2B モデルの場合(図 5)、接合界面から 1 mm 程度までは両モデルの残留応力に差はほとんどみられない。また 3A, 3B モデルの場合も同様であり、残留応力に差のない範囲が 3 mm 程度まで広がる。したがって、これらの試験片については、破断後の残留応力測定は有効と判断される。

以上の解析結果より、中間に挟み込んだ Si₃N₄ 長さが試験片の直径程度またはそれ以上であれば、破断後に接合界面近傍の軸方向の残留応力を未破断側で測定することは有効と結論される。なお、試験片の形状が本解析と相似であれば、試験片直径によらずこの結論は適用できる。

表 3 試験片コード、試験片形状および寸法

Specimen code	Diameter (mm)	Length of Si ₃ N ₄ (mm)	Year
T-a	φ 6	5.0	1987
T-b	φ 12	10.0	1987
T-2	φ 6	5.0	1988
T-4	φ 6	7.5	1988

図 5 2A, 2B モデルの軸方向残留応力の軸方向分布

3. 引張破断応力に及ぼす 残留応力の影響

3.1 試験方法 3章で対象とする試験片は、2章の結果およびX線の照射面積(後述の表4参照)を考慮し、図1に示した試験片のうち1987年に接合された平行部直径が $\phi 6$ mmおよび $\phi 12$ mmのものと、1988年に接合されたSi₃N₄長さが5.0 mmおよび7.5 mmの $\phi 6$ 試験片とした。その試験片コード、形状および寸法を表3に示す。なお、表3中のT-4試験片を除く試験片の破断応力、残留応力分布の結果は既に報告⁽⁴⁾されているので、ここでは、T-4試験片の結果を併せて示した。

なお、測定装置の都合上、図6に示すように未破断側のS45C部分を接合界面から約10 mmところで切断したが、2章の結論からSi₃N₄中の残留応力に切断の影響はほとんどないと判断できる。残留応力の測定箇所は図6に示す9点とした。

X線法による残留応力測定の諸条件を表4に示す。残留応力としては引張破断強度に最も関与すると思われるSi₃N₄表面の軸方向の残留応力を測定した。残留応力測定には4種類の接合体に対し、引張破断応力が大きいもの、小さいもの、そして平均破断応力に近い

表4 X線測定条件

Method	Parallel beam method
Characteristic X-rays	Cu-K α
Diffraction plane	(3 2 3)
Filter	Ni
Tube voltage (kV)	40
Tube current (mA)	300
Irradiated area (mm)	0.5 $\times$ 2
Scan speed (deg/min)	2.0
Peak 2 θ (deg)	141.7
ψ angle (deg)	0, 19, 27, 33, 39, 45
Stress constant (MPa/deg)	-806.5

図6 残留応力測定箇所

ものの3本(後述の図7、図8参照)をそれぞれ採用した。

3.2 実験結果および考察 き裂発生が接合界面であった試験片について、引張破断応力の累積確率分布をワイブル確率紙にプロットしたのが図7(T-a, T-b)と図8(T-2, T-4)である。T-4試験片の一点(●)を除くと、試験片直径やSi₃N₄長さによらず引張破断応力の累積確率はワイブル確率紙上で良い直線性を示し、2母数ワイブル分布で近似可能と言える。図中には最小二乗法により求めた回帰直線も示した。なお、残留応力分布を測定した試験片に+印を付記した。

図9～図11に残留応力分布の測定点と測定点から

図7 相似形試験片における破断応力 σ_f のワイブル確率紙へのプロット

図8 Si₃N₄長さの異なる試験片における破断応力 σ_f のワイブル確率紙へのプロット

曲線近似した結果を試験片直径、接合実施年度および Si₃N₄ 長さ別に比較した結果を示す。接合界面付近傍の残留応力は引張りであり、すべて接合界面に向かって単調に増加する分布となっている。接合界面の残留応力は、接合界面近傍の 4 点の測定結果から最小二乗法により直線近似し、その σ_r 切片から求めた。

試験片直径が異なる場合(図 9)、残留応力が引張りとなる領域は直径にほぼ比例し、引張破断応力の小さい $\phi 12$ 試験片のほうが上方に位置している。残留応力分布に対する試験片直径の影響は、佐藤らにより解析された Si₃N₄/S45C 板状試験片における板幅の傾向⁽⁶⁾と一致している。

図 9 相似形試験片の残留応力分布の比較

図 10 接合実施年度が異なる試験片の残留応力分布の比較

図 11 Si₃N₄ 長さの異なる試験片の残留応力分布の比較

接合実施年度が異なる場合(図 10)、残留応力分布は接合界面から 1 mm まではほぼ平行とみなせ、引張破断強度の小さい 1988 年に接合された試験片のほうが上方に位置している。

Si₃N₄ 長さが異なる場合(図 11)、残留応力分布に試験片直径や接合実施年度でみられたほどの差異は認められず、残留応力分布は比較的一致している。佐藤らによる Si₃N₄/S45C 板状試験片の解析結果⁽⁶⁾でも試験片長さによる残留応力分布の差は少なく、本結果と一致している。しかし、本実験の場合には、残留応力分布から外挿した接合界面の残留応力は異なり、引張破断応力が小さいもののほどその値は大きい。

図 12 にその一例を示すように、同じ条件の接合体でも残留応力分布は個々の試験片で異なる。

個々の試験片における引張破断応力 σ_f と残留応力分布から外挿した接合界面の残留応力 σ_r の関係を図 13 に示す。T-4 試験片の一点(●)を除き、引張破断応力 σ_f と残留応力 σ_r の間にはかなりよい直線関係が認められる。

なお、直線関係から外れているとみなせる T-4 試

図 12 同種の試験片の残留応力分布の比較

図 13 破断応力 σ_f と接合界面の残留応力 σ_r の関係

験片の一点(●)は、図8に示した引張破断強度のワイブル分布の直線関係からも外れている。また、他のものに比べて引張破断強度も低く、引張試験の際に軸心の不一致による曲げ成分が作用したものと推定される。そこで、この点を除いた結果について最小二乗法により直線回帰すると、 σ_f と σ_r の関係は

$$\sigma_f = -0.96 \sigma_r + 386 \quad \cdots \cdots (1)$$

(相関係数 $\gamma = -0.945$, 標準偏差 $\sigma = 16.2$ MPa)

となる。ここで σ_f と σ_r の単位は MPa である。

以上の結果より、セラミックス/金属接合体の破断強度と残留応力の間には傾きがほぼ -1 の直線関係が成り立つと判断され、接合残留応力はセラミックス/金属接合体の重要な強度支配因子であると結論される。そして、この関係を利用することにより、セラミックス/金属接合体の強度を非破壊試験である X 線残留応力測定法によって評価できると判断される。

4. 結 言

S45C/Si₃N₄/S45C 接合体の平滑丸棒試験片について引張試験後に未破断側の残留応力測定を行うことが有効な試験片を有限要素法により確認した。そして、有効性が確認された試験片について X 線法による Si₃N₄ 表面の軸方向残留応力分布の測定等を行った。その結果、以下の結論を得た。

(1) 有限要素法により解析した結果、破断した試

験片の未破断側の残留応力分布は、中間に挟み込んだ Si₃N₄ 長さが試験片の直径程度またはそれ以上であれば、未破断側の残留応力分布は破断前と大差なく、引張試験後に行った未破断側での残留応力測定は有効である。

(2) Si₃N₄ 表面の軸方向残留応力は、試験片直径、接合実施年度および Si₃N₄ 長さによらず、引張残留応力が接合界面に向かって単調に増加する。しかし、残留応力分布から外挿された接合界面の残留応力の値は試験片直径、接合実施年度および Si₃N₄ 長さに影響され、また同じ条件の接合体でも個々の試験片で異なる。

(3) 個々の試験片の引張破断応力と残留応力分布から外挿した接合界面の残留応力との間には傾きがほぼ -1 の直線関係が認められ、接合残留応力はセラミックス/金属接合体の重要な強度支配因子である。

文 献

- (1) 日本溶接協会編, 「新素材接合・試験・評価研究委員会」試験・評価小委員会成果報告書(I), (1987).
- (2) 日本溶接協会編, 「新素材接合・試験・評価研究委員会」試験・評価小委員会成果報告書(II), (1988).
- (3) 浅見・新開・田中, 材料, 38-428, 490(1989).
- (4) 浅見・白木, 機論, 59-561, A(1993), 1202.
- (5) 日本材料学会編, 改著 X 線応力測定法, (1981).
- (6) 佐藤・小林・荒居, 機論, 57-540, A(1991), 1801.