常圧焼結窒化けい素製段付円板の常温および高温強度評価*

林 誠二郎^{*1}, 鈴木 章彦^{*1}Fracture Strength Evaluation of Sintered Silicon Nitride Disks
with Shoulder Fillet at Room Temperature and at 1 000°C

Seijiro HAYASHI and Akihiko SUZUKI

Bending fracture tests of sintered silicon nitride disks with shoulder fillet were performed at room temperature and at 1 000°C. The comparison of the experimental results with statistical reliability analysis showed that strength evaluation method based on the 2-parameter Weibull theory can be applied to estimate the strength of multiaxial stress stated ceramic components. It was observed that the choice of fracture criteria had little effect to the reliability analysis. The correlation of the strength of ceramic components under multiaxial stress state with uniaxial strength data was made possible using the concept of equivalent stress and effective volume.

Key Words: Ceramics, Reliability, Equivalent Stress, Weibull Theory, Fracture Mechanics

1. 緒 言

セラミックス部材の強度および信頼性評価は潜在欠陥の分布に基づいた統計的手法によって行われることが多い⁽¹⁾。この手法はコンピュータプログラムとして整備され、応力解析のポストプロセッサとしてセラミックス部材の設計のために利用されている。しかし、この手法の妥当性の検証は、比較的簡単な試験片を用いた実験によって行われることが多く、応力集中部を有し、かつ、多軸応力状態にある部材に対する実験はそれほど多くない。ここでは、応力集中を有する試験体の多軸応力試験として、常圧焼結窒化けい素製段付円板の面外曲げ試験を常温および高温において行い、強度評価手法の妥当性を検討した。

2. 実 験

2・1 材料、試験片 材料は Y₂O₃, MgO および ZrO₂ などを焼結助剤とする常圧焼結窒化けい素である。材料メーカーで測定された機械的性質を表 1 に示す。試験片の形状を図 1 に示す。試験片は構造要素に見

られる応力集中部を模擬した段付部を有しており、本研究では曲率半径(以下 R とする)が、1 mm, 3 mm, 15 mm の 3 種類の試験片を製作した。常温試験では $R=1$ mm と 3 mm の試験片をそれぞれ 8 体試験し、高温試験には、 $R=1$ mm, 3 mm, 15 mm の試験片をそれぞれ 10 体試験した。

常温用試験片と高温試験用のそれぞれの焼成ロットは異なる。試験片の焼成は 1 700°C の N₂ 中で行った。機械加工は円筒研削盤を用い、仕上げは # 800 の砥石で周方向に行った。また、機械加工の影響を除去するため機械加工終了後、1 100°C の大気中で 1 時間熱処理を行った。さらに試験開始前に、平均粒径 1 μm の炭化けい素粉で、段付部を周方向に研磨した。

なお、素材の強度分布を調べるため、それぞれのロットの焼成後の円板から JIS 試験片を切り出し、四点曲げ試験を常温および高温で行った。

表 1 機械的性質

Bend. Strength (4-pt.)	970 MPa
Young's Modulus	300 GPa
Fracture Toughness	6.4 MPa√m
Poisson's Ratio	0.27
Density	3.23 g/cc

* 原稿受付 平成 5 年 11 月 4 日。

*¹ 正員, 石川島播磨重工業(株) (〒135 東京都江東区豊洲 3-1-15)。

2・2 実験方法 荷重方法は図1に示すように、試験片の直径90 mmの円周上を単純支持し、中心に集中荷重を荷重した。試験は容量49 kNの油圧サーボ試験機を用いて行い、荷重速度はすべての試験で、0.5 mm/minとした。試験は常温および1000°C大気中で行った。1000°Cでの試験では、昇温速度を6°C/minとし、炉内温度を30分間1000°C一定に保持した後、荷重を開始した。なおジグと試験片の接触具合は、すべての試験片に常温で49 N荷重して、感圧紙により調べた。その結果片当たりはなく、支持直径は90 mmであることを確認した。

常温試験用円板から切り出したJIS試験片の四点曲げ試験では、荷重速度を0.5 mm/minおよび1 mm/minとし、それぞれの速度で20本ずつ試験した。荷重速度を2倍に変化させたのは、後述する応力解析により、段付部の応力集中係数として約2が得られたので、強度に及ぼす荷重速度の影響を調べるためである。

1000°C試験用円板から切り出したJIS試験片を用いて、四点曲げ試験を常温で30本、1000°Cで15本行った。荷重速度は0.5 mm/minとした。

素材の試験はすべて内スパン、外スパンがそれぞれ10 mmおよび30 mmで行った。

3. 実験結果

3・1 素材の強度分布 素材の四点曲げ試験結果を表2に示す。ワイブル係数は実験結果を2母数ワイ

図1 試験片形状および荷重方法

ブル分布

$$P_f = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right\} \quad \text{..... (1)}$$

σ : 応力

σ_0 : 尺度母数

m : ワイブル係数

にあてはめ、最小二乗法により求めた。

実験データをワイブル確率紙上にプロットする際、破壊確率を対称試料累積分布ランク法、すなわち、

$$P_f = \frac{i - 0.5}{n} \quad \text{..... (2)}$$

により計算した。ここで、 n : 試験片数、 i : 強度の低いほうから数えた順位である。

表中の平均強度は、次式により求めた。

$$\sigma_{av} = \sigma_0 \Gamma \left(1 + \frac{1}{m} \right) \quad \text{..... (3)}$$

ここで、 $\Gamma(\quad)$ はガンマ関数である。

常温試験用円板から切り出した素材の四点曲げ強度分布を図2に示す。図中の実線と破線は、実験結果が2母数ワイブル分布に従うものとして、最小二乗法で

表2 素材の4点曲げ試験結果

Test Temp.	Crosshead Speed (mm/min)	Average Strength (MPa)	Weibull Modulus	No. of Specimens	Remarks
R. T.	0.5	938	25.8	20	Used for analysis of disks at R. T.
	1.0	925	27.6	20	
	0.5	1020	24.1	30	Used for analysis of disks at 1000°C
1000°C	0.5	872	38.2	15

図2 素材の4点曲げ強度分布(常温)

求めたものである。載荷速度を2倍変化させた本実験の範囲では、平均強度とワイブル係数は応力速度に依存しない。

図3は、1000℃試験用円板から切り出した素材の四点曲げ強度分布である。試験は常温と1000℃で行った。常温の試験結果は、平均強度、ワイブル係数とも図2の結果とほぼ等しいことがわかる。したがって、常

温試験用円板と1000℃試験用円板は焼成ロットが異なるものの、以下においては、両円板は同一素材から製造されたものとして考察をする。なお、1000℃では強度に及ぼす載荷速度の影響を調べなかったが、常温で得られた破面と1000℃のそれは同じであること、本供試材は1000℃でクリープは生じないことから、1000℃でも強度に及ぼす載荷速度の影響は小さいものと考えられる。

3・2 段付円板の強度分布 常温および1000℃での段付円板の破壊荷重を表3～7に示す。

表中にはワイブル係数も示した。各試験片の m 値は14～21の範囲にばらついているが、試験温度が異なっても段付部曲率半径が同じであれば、ワイブル係数もほぼ同じになった。

試験片の応力解析は、構造解析用汎用プログラム NASTRAN で行った。いずれの円板も最大主応力は R エンド部の近傍に発生し、その点での周方向応力と半径方向応力の比は、 $R=1\text{ mm}$ 、 3 mm および 15 mm の試験片で、それぞれ0.53、0.45および0.50であった。応力解析から得られた破壊時の最大応力を表3～7

表3 実験結果および相当応力
($R=1\text{ mm}$, 常温)

No.	Fracture Load (N)	Fract. Stress (MPa)		Max. Equivalent Stress (MPa)
		Radial	Circum.	
1	5782	1074.9	569.7	1185.6
2	5586	1038.4	550.4	1145.5
3	4576.6	850.8	450.9	938.5
4	5292	983.8	521.4	1085.2
5	5194	965.6	511.8	1065.1
6	4802	892.7	473.1	984.7
7	5164.6	960.1	508.9	1059.0
8	5115.6	950.9	503.9	1048.9

Circum. stress/Radial stress = 0.531
Weibull modulus = 15.8

表4 実験結果および相当応力
($R=3\text{ mm}$, 常温)

No.	Fracture Load (N)	Fract. Stress (MPa)		Max. Equivalent Stress (MPa)
		Radial	Circum.	
1	6664	1049.6	471.3	1084.0
2	6027	949.3	426.2	980.4
3	6644.4	1046.5	469.9	1080.8
4	6762	1065	478.2	1099.9
5	6321	995.6	447.0	1028.2
6	5929	933.8	419.3	964.5
7	6683.6	1052.7	472.7	1087.2

Circum. stress/Radial stress = 0.449
Weibull modulus = 21.1

図3 素材の4点曲げ強度分布(1000℃)

表5 実験結果および相当応力
($R=1\text{ mm}$, 1000℃)

No.	Fracture Load (N)	Fract. Stress (MPa)		Max. Equivalent Stress (MPa)
		Radial	Circum.	
1	4949.0	920.0	487.6	1014.8
2	3675.0	683.2	362.1	753.6
3	4851.0	901.8	477.9	994.7
4	4361.0	810.7	429.7	894.3
5	4557.0	847.1	448.9	934.4
6	4459.0	828.9	439.3	914.4
7	4361.9	810.9	429.8	894.5
8	4557.9	847.3	449.1	934.6
9	4116.0	765.2	405.6	844.0
10	4459.9	829.1	439.4	914.6

Circum. stress/Radial stress = 0.531
Weibull modulus = 14.2

表6 実験結果および相当応力
($R=3\text{ mm}$, 1000℃)

No.	Fracture Load (N)	Fract. Stress (MPa)		Max. Equivalent Stress (MPa)
		Radial	Circum.	
1	5635.0	887.5	398.5	916.6
2	5145.0	810.3	363.8	836.9
3	5292.0	833.5	374.2	860.8
4	5733.0	902.9	405.4	932.6
5	5561.5	875.9	393.3	904.7
6	4949.0	779.5	349.9	805.0
7	5047.0	794.9	356.9	820.9
8	5096.0	802.6	360.4	828.9
9	5243.0	825.8	370.8	852.9
10	5684.0	895.2	401.9	924.6

Circum. stress/Radial stress = 0.449
Weibull Modulus = 21.1

に示す。最大主応力は、半径方向応力であった。なお、段付円板と同一境界条件で板厚 3 mm、直径 100 mm の円板の面外曲げを行った場合の半径方向応力を求め、各段付円板の最大主応力と同一点での比を便宜的に応力集中係数とした。その結果、最大の応力集中係数は $R=1\text{ mm}$ の段付円板で 2.2 となった。この結果に基づき素材四点曲げの载荷速度を 2 倍に変化させた。

3・3 破壊状況、破壊起点 図 4 に 1000°C の試験で得られた、曲型的な破壊状況を示す。常温の試験での破壊状況は、図 4 に示すそれと同様であった。破面を走査形電子顕微鏡により観察した結果得られた破壊起点の種類およびそれらの試験片数を表 8 に示す。

1000°C の試験では、内部欠陥が破壊起点となる傾向がある。この理由の一つとして、 1000°C 保持中に表面が改質されたことが考えられるが、詳細は不明である。

破壊は段付部の R エンド部あるいはその近傍に存在する表面欠陥あるいは内部欠陥の一点から発生した。破壊起点から発生したき裂は両側に分岐して、段付部に沿って進展しながら分岐し半径方向のき裂となる。その分岐を繰返した結果、数本の半径方向のき裂が生じたと考えられる。

表 7 実験結果および相当応力
($R=15\text{ mm}$, 1000°C)

No.	Fracture Load (N)	Fract. Stress (MPa)		Max. Equivalent Stress (MPa)
		Radial	Circum.	
1	8771.0	830.2	418.4	861.8
2	8330.0	788.4	397.4	818.5
3	9212.0	871.9	439.4	905.2
4	8575.0	811.6	409.0	842.6
5	8428.0	797.7	402.0	828.1
6	8330.9	788.5	397.4	818.6
7	8722.0	825.5	416.1	857.0
8	7595.0	718.9	362.3	746.3
9	6958.0	658.6	331.9	683.7
10	7399.0	700.3	352.9	727.0

Circum. stress/Radial stress = 0.504
Weibull Modulus = 13.7

表 8 破壊起点

Test Temp.	Fillet Radius	Fracture origin	
		surface	inner
R. T.	1 mm	3	5
	3 mm	4	4
1000°C	1 mm	5	5
	3 mm	2	8
	15 mm	3	7

4. 多軸応力場の強度評価への 相当応力の導入

多軸応力場の破壊確率は式(4)で与えられる。

$$P_f = 1 - \exp \left\{ -C \int_v \left[\frac{1}{\Omega} \frac{2}{\pi} \int_0^{\pi/2} \int_0^{\pi/2} Z^m \right. \right. \\ \left. \left. \times \sin \phi d\phi d\theta \right] dv \right\} \dots\dots\dots (4)$$

ただし、 Ω ：基準化定数、 m ：ワイブル係数、 Z ：き裂に作用する等価垂直応力である。

なお、 C は材料定数であり、式(5)で与えられる。

$$C = \left(\frac{1}{m!} \right)^m \left(\frac{1}{\sigma_{\text{ref}}} \right)^m \left(\frac{1}{V_{\text{ref}}} \right) \dots\dots\dots (5)$$

σ_{ref} , V_{ref} はそれぞれ素材の四点曲げ強度と m から換算される引張強度、引張試験片体積である。

式(4)を参照すれば多軸応力場での有効体積を、

$$V_E = \frac{1}{\Omega} \frac{2}{\pi} \int_v \int_0^{\pi/2} \int_0^{\pi/2} \left(\frac{Z}{\sigma_N} \right)^m \sin \phi d\phi d\theta dv \dots\dots\dots (6)$$

と定義できる。

従来は、式(6)右辺の σ_N として最大主応力の最大値を用いて、単軸応力状態の部材の強度と比較することが行われていた。しかし、代表応力として最大主応力を用いることの必然性がなく、式(4)において破壊を等価垂直応力 Z で評価することと首尾一貫しないことが指摘されている⁽²⁾。

これに対して、鈴木は相当応力を多軸応力場における強度評価式を単軸応力場におけるそれと同等な形式に書くための量と定義し、多軸応力場のセラミックスの破壊に対して相当応力 σ_{eq} を強度評価に導入すれば、単軸応力場の強度と多軸応力場のそれを同一レベルで比較できることを示した⁽²⁾。

すなわち、上述の定義に従えば、次式が成り立つ。

図 4 破壊状況
($R=3\text{ mm}$, 1000°C)

$$P_f = 1 - \exp \left\{ -C \int_v \sigma_{eq}^m dv \right\} \quad \dots\dots\dots (7)$$

したがって、式(4)と式(7)を比較し、

$$\sigma_{eq} = \left\{ \frac{1}{Q} \frac{2}{\pi} \int_0^{\pi/2} \int_0^{\pi/2} Z^m \sin \phi d\phi d\theta \right\}^{1/m} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式(8)により、多軸応力場の相当応力が求められる。式(8)で明らかのように、相当応力は等価垂直応力、すなわち用いる破壊則に關係する。

また、多軸応力場の有効体積は

$$V_E = \int_v \left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_{eq,N}} \right)^m dv \quad \dots\dots\dots (9)$$

図5 段付円板の強度分布と推定結果
(R=1 mm, 常温)

図6 段付円板の強度分布と推定結果
(R=3 mm, 常温)

図7 段付円板の強度分布と推定結果
(R=1 mm, 1000°C)

と定義され、代表応力として部材中の最大相当応力 $\sigma_{eq, max}$ をとれば、

$$V_E = \int_v \left(\frac{\sigma_{eq}}{\sigma_{eq, max}} \right)^m dv \quad \dots\dots\dots (10)$$

となるので、式(7)は、

$$P_f = 1 - \exp \{ -C \sigma_{eq, max}^m V_E \} \quad \dots\dots\dots (11)$$

と表すことができ、有効体積が V_{E1} および V_{E2} である部材1および部材2の同一破壊確率を与える応力をそれぞれ $\sigma_{eq, max1}$ および $\sigma_{eq, max2}$ とすると、

$$\frac{\sigma_{eq, max1}}{\sigma_{eq, max2}} = \left(\frac{V_{E2}}{V_{E1}} \right)^{1/m} \quad \dots\dots\dots (12)$$

が成立する。

多軸応力状態では相当応力を用いることで、単軸応力状態における強度と有効体積との関係と同様の関係が成立する。

5. 相当応力による強度評価

5.1 信頼性評価 4章で述べた方法により求めた、段付円板の相当破壊応力を表3~7に示す。

信頼性解析はCCPROにより行った。ここではき裂形状として円板状の内部き裂を仮定し、破壊則としてひずみエネルギー解放率説(Gクライテリオン)を用いた。また、ワイブル係数として $m=15$ を採用した。

図8 段付円板の強度分布と推定結果
(R=3 mm, 1000°C)

図9 段付円板の強度分布と推定結果
(R=15 mm, 1000°C)

図 10 平均相当応力と有効体積の関係(常温)

この値は、焼成ロットは異なるが本供試材と同じ材料の JIS 四点曲げ試験、直径 10 mm の引張試験、ねじり試験および直径 20 mm の引張試験など、有効体積で約 4 mm³ から 2×10^4 mm の範囲で行われた試験結果から求められたものである。

図 5～9 は、破壊確率と相当応力との関係をワイブル確率紙にプロットした結果である。また CCPRO で破壊確率を推定した結果を各図中に破線で示す。

図 5～9 に示す常温試験結果、1 000°Cでの試験結果とも、CCPRO による推定結果とほぼ一致していることがわかる。なお、CCPRO に用意されている他の破壊則(き裂の非共面伝ば説、修正 G クライテリオン、σクライテリオン、Shetty の実験式)で同様の計算を行ったが、破壊則が信頼性解析結果に及ぼす影響はほとんどなかった。

5・2 強度の体積依存性 図 10 および図 11 は常温試験の結果および 1 000°Cの結果を平均相当応力と有効体積の関係で示したものである。図中には、各試験片強度の最大値と最小値の範囲を示した。

図中の破線は四点曲げ強度に基づき、式(12)により各段付円板の強度を推定した結果である。常温試験の実験結果は推定結果とほぼ一致した。1 000°C試験においては、実験結果が推定値より若干低くなった。この原因は現在のところ不明であるが、高温中における材

図 11 平均相当応力と有効体積の関係(1 000°C)

料劣化が関与している可能性がある。しかし、強度データのバラツキを考慮すれば、実験値と推定値は大略一致していると言えることができる。

6. 結 論

構造要素を模擬した段付円板の面外曲げ即時破壊試験を、常温および 1 000°Cで行い、その結果を強度の推定値と比較し、以下の結論を得た。

(1) 式(4)に示される統計的手法に基づいた強度評価式は、一般的な応力状態にあるセラミックス部材に適用可能である。

(2) 段付円板面外曲げの評価においては破壊則の選択は結果にほとんど影響を与えない。

(3) 相当応力を用いた有効体積により、多軸応力場での強度を、単軸強度と関連付けることができる。

本研究は通商産業省工業技術院の次世代産業基盤技術開発制度に基づき、ファインセラミックス技術研究組合が新エネルギー・産業技術総合開発機構から委託を受けた「石炭ガス化用セラミックスタービンの要素技術開発」の一環として行われたものである。

文 献

- (1) 鈴木, 圧力技術, 29-4(1991), 218-229.
- (2) 鈴木, 機講論, No. 920-72(1992-8), 542-543.