

セラミックス/金属接合材の機械的疲労特性とき裂進展*

林 偉 平*¹, 荒居 善 雄*², 土田 栄一郎*²Cyclic Fatigue Characteristics and Crack Extension
of a Ceramic/Metal Joint

Weiping LIN, Yoshio ARAI and Eiichiro TSUCHIDA

Fatigue strength and propagation characteristics of ceramic/metal joints were investigated under cyclic bending loading. Fracture surfaces were examined by SEM and X-ray methods. Fatigue fracture occurred at the metal/interlayer interface as well as the ceramic/interlayer interface. Fatigue strength was independent of the fracture path. Fatigue crack initiate and grow on the ceramic/interlayer interface at the specimen corner. Under constant amplitude cyclic loading, the fatigue crack decelerated and finally halted. As a result of the increasing amplitude of cyclic loading, the final fracture occurred at the metal/interlayer interface. Even under cyclic compressive loading, fatigue cracks were initiated on the ceramic/interlayer interface. This study looks at the method to evaluate the fracture mechanics parameter for interface cracks on ceramic/metal joints.

Key Words: Ceramic/Metal Joint, Fatigue, Interface Mechanics, Ceramics, Residual Stress

1. 緒 言

セラミックスは、軽量、耐熱性、耐磨耗性等といった金属材料にはない優れた特性を活かし、着実に工業材料として実用化されつつある。しかし、機械構造用材料としては、高コスト、低靱性、難加工性などの短所があり、実用例は少ない。これらの短所を克服し、セラミックスと金属のそれぞれの長所を活かすために、セラミックスと金属を接合して用いる方法が提案され、これに関する研究、開発が近年、多方面で行われている⁽¹⁾⁽²⁾。

しかし、セラミックス/金属接合材の強度は接合界面の応力集中、塑性拘束、接合に起因する熱応力、残留応力、接合界面の未接合部、欠陥などの多くの因子の影響を受ける⁽³⁾。

本研究では、セラミックス/金属接合材の繰返し曲げ疲労試験と静的強度試験を実施し、破面の微視的観察および成分分析を行い、き裂発生位置および伝ば経路を調べ、接合部破壊の機構を明らかにした。また、

接合部に発生したき裂の破壊力学的評価を行うために接合材の界面き裂の応力拡大係数の評価方法を検討した。

2. 応力拡大係数の評価方法

Hutchinsonらに従って、図1(a)に示すような二次元界面端き裂の複素応力拡大係数 K を次式で定義する⁽⁴⁾。き裂先端近傍 $y-a \rightarrow +0$ において応力場は次式で表される。

$$\sigma_x - i\tau_{xy} = \frac{K(y-a)^{i\epsilon}}{\sqrt{2\pi(y-a)}}, \quad x=0 \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$K = K_1 + iK_2 \quad \dots\dots\dots(2)$$

ここで、 a は界面端き裂長さ、 i は虚数単位、 ϵ は接合された二つの材料の弾性係数から定まる異材定数であり、次式によって与えられる。

$$\epsilon = \frac{1}{2\pi} \ln \left[\left(\frac{\mu_1}{\mu_2} + \frac{1}{\mu_2} \right) / \left(\frac{\mu_2}{\mu_1} + \frac{1}{\mu_1} \right) \right] \quad \dots\dots\dots(3)$$

ここで、 μ_j は横弾性係数、 ν_j は平面ひずみ状態において $3-4\nu_j$ 、平面応力状態において $(3-\nu_j)/(1+\nu_j)$ をとる材料定数、 ν_j はポアソン比であり、記号の添字は、1,2 をとり、接合された二つの材料に対応する。

2.1 残留応力の応力拡大係数 二次元半無限境界面き裂のき裂面に初期接合残留応力場を負荷した場合

* 1996年4月4日 73期通常総会講演会において講演、原稿受付 1996年9月26日。

*¹ 准員、埼玉大学大学院(〒338 浦和市下大久保255)。

*² 正員、埼玉大学工学部。

の応力拡大係数 K^R は次式で与えられる⁽⁵⁾。

$$K^R = K_1^R + iK_2^R \dots\dots\dots (4)$$

$$K_1^R = \frac{\cosh(\pi\varepsilon)}{\pi^{1/2}} \int_0^a \left(\frac{2}{\xi}\right)^{1/2} [\sigma_x^R(\xi)\cos(\varepsilon \ln \xi) - \tau_{xy}^R(\xi)\sin(\varepsilon \ln \xi)] d\xi \dots\dots\dots (5)$$

$$K_2^R = \frac{\cosh(\pi\varepsilon)}{\pi^{1/2}} \int_0^a \left(\frac{2}{\xi}\right)^{1/2} [-\tau_{xy}^R(\xi)\cos(\varepsilon \ln \xi) - \sigma_x^R(\xi)\sin(\varepsilon \ln \xi)] d\xi \dots\dots\dots (6)$$

ここで、 $\xi = a - y$ である。界面における初期垂直残留応力 σ_x^R は、次式で仮定する。

$$\sigma_x^R = I_1^R y^{-\lambda} - c \dots\dots\dots (7)$$

ここで、 λ はき裂のない平滑な接合端の残留応力特異性の指数、 I_1^R は垂直残留応力特異性の強さを表すパラメータである⁽⁶⁾。

同様に、界面における初期せん断残留応力 τ_{xy}^R は、次式で仮定する。

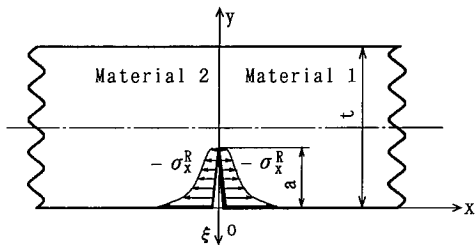
$$\tau_{xy}^R = I_2^R y^{-\lambda} - d \dots\dots\dots (8)$$

ここで、 I_2^R はせん断残留応力特異性の強さを表すパラメータ、定数 c は x 方向の力の釣り合い式から、 d はせん断応力分布の対称性から次式で表される。

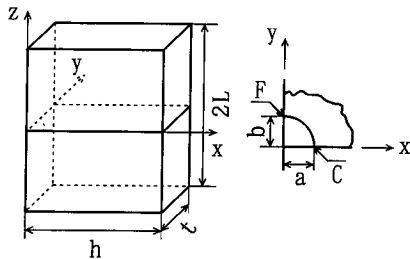
$$c = \frac{I_1^R}{1-\lambda} \left(\frac{t}{2}\right)^{-\lambda} \dots\dots\dots (9)$$

$$d = I_2^R \left(\frac{t}{2}\right)^{-\lambda} \dots\dots\dots (10)$$

2.2 外力の応力拡大係数 図1(b)に示すような均質材中のコーナき裂(引張面側の長さ a 、側面長さ b)が曲げ応力を受ける場合の応力拡大係数は次式



(a) Interface edge crack and residual stresses



(b) Configuration of corner crack

Fig. 1 Configuration of specimen with crack

で与えられる⁽⁷⁾。

$$K_I^L = \sum_{n=0}^1 A_n k_n \dots\dots\dots (11)$$

$$A_0 = 1 - \frac{2b}{t} \dots\dots\dots (12)$$

$$A_1 = \frac{2b}{t} \dots\dots\dots (13)$$

$$M_n = \frac{k_n}{\left(\frac{1}{\phi}\right)\sigma_b\sqrt{\pi b}} \dots\dots\dots (14)$$

ここで、 σ_b は曲げ応力、 ϕ は次式で与えられる。

$$\phi = \begin{cases} E(k), k = \left(1 - \frac{b^2}{a^2}\right)^{1/2} & (b \leq a) \\ \left(\frac{b}{a}\right)E(k'), k' = \left(1 - \frac{a^2}{b^2}\right)^{1/2} & (b > a) \end{cases}$$

$$E(k) = \left[1 + 1.464\left(\frac{b}{a}\right)^{1.65}\right]^{1/2} \dots\dots\dots (15)$$

側面側表面(F点)の M_n は、文献(7)の数表から、最小二乗法を用いて、次式で近似した($0.2 \leq b/a \leq 1.0$, $0.2 \leq b/t \leq 0.8$)。

$$M_0 = 1.1172 - 0.0266\left(\frac{a}{b}\right) + 0.5973\left(\frac{b}{t}\right) \dots\dots\dots (16)$$

$$M_1 = 0.4762 - 0.1999\left(\frac{a}{b}\right) + 0.9296\left(\frac{b}{t}\right) \dots\dots\dots (17)$$

引張面側表面(C点)の M_n も同様に次式で近似した($0.2 \leq b/a \leq 1.0$, $0.2 \leq b/t \leq 0.8$)。

$$M_0 = 0.4552 + 0.7319\left(\frac{a}{b}\right) + 0.5401\left(\frac{b}{t}\right) \dots\dots\dots (18)$$

$$M_1 = 0.4038 + 0.5854\left(\frac{a}{b}\right) + 0.4024\left(\frac{b}{t}\right) \dots\dots\dots (19)$$

遠方で一様な引張応力 σ を受ける無限接合板中の長さ $2a$ の二次元界面き裂の応力拡大係数 K^* は次式で与えられる⁽⁸⁾。

$$K^* = \sigma(1 + 2i\varepsilon)\sqrt{\pi a}(2a)^{-i\varepsilon} \dots\dots\dots (20)$$

本研究では、均質材の応力拡大係数に対する界面き裂の効果は、 $(1 + 2i\varepsilon)(2a)^{-i\varepsilon}$ を乗ずることで近似した。

接合材試験片のコーナに発生した界面き裂の外力の応力拡大係数は、次式で与えられる。

$$K^L = (1 + 2i\varepsilon)(2a)^{-i\varepsilon} K_I^L \dots\dots\dots (21)$$

異材界面の効果も考慮した応力拡大係数と均質材の応力拡大係数を比較して図2に示す。

なお、上述の応力拡大係数の評価方法は材料の組合せによらず用いることができるが、後述する疲労試験において、窒化けい素と中間層(銅)の界面に発生した

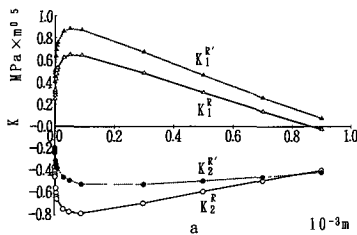
き裂は観察できたが、金属と中間層の界面に発生したき裂は観察することができなかった。そこで本研究では、材料1を窒化けい素、材料2を銅として応力拡大係数の数値計算を行った。接合残留応力の特異性の指数 $\lambda=0.25$ と特異性の強さ $I_1^R=10.39 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{\lambda}$ 、 $I_2^R=4.43 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{\lambda}$ は、本研究で用いたセラミックス/金属接合材と同様の接合材に対する弾塑性有限要素解析結果を用いた⁽²⁾。実線は異材界面の応力拡大係数(K_1^R , K_2^R , K_1^I , K_2^I)、破線は均質材の応力拡大係数(K_1^R , K_2^R , K_1^I , K_2^I)であり、図2(a)は、残留応力の応力拡大係数を、図2(b)は外力の応力拡大係数を示す。また、図2(a)において均質材の場合にも接合残留応力は、接合材と同一とし、応力拡大係数の評価式(5)、(6)のみ均質材の取扱いをした。図2(a)において、本研究の材料組合せの場合、異材界面の効果を無視すると K_1^R を過大評価し、 K_2^R の絶対値を過小評価することがわかる。図2(b)において、異材界面の効果を無視すると K_1^I を過小評価し、 K_2^I の絶対値を過小評価することがわかる。

全応力拡大係数の実部は、次式で表される。

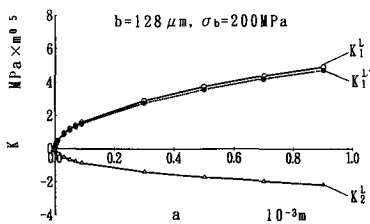
$$K_I = K_1^R + K_1^I \dots \dots \dots (22)$$

本研究では、後述するセラミックス/金属接合材の窒化けい素と銅(中間層)の界面に発生した疲労き裂の進展特性を、上記の K_I を用いて整理した。

なお、本研究の応力拡大係数の評価方法において残留応力の応力拡大係数にコーナき裂の効果を考慮していない。その理由は、初期接合残留応力特異性を考慮



(a) Residual stress intensity factor-crack length diagram



(b) External stress intensity factor-crack length diagram

Fig. 2 Stress intensity factor-crack length diagram

に入れた積分式(5)、(6)を三次元き裂に関して行うことが数値計算量の問題から不可能であったためである。また、中間層の塑性変形がき裂先端近傍セラミックス側の応力場に及ぼす影響は、未知であり、本研究では考慮していない。

3. 実験方法

3.1 供試材および試験片形状 本研究では接合時に熱膨張係数の差異によって生じる接合残留応力を緩和するために、中間層に軟質材のCuを用いたセラミックス/金属接合材を採用した。セラミックスには、常圧焼結窒化けい素(東芝製 TSN 03)を、金属にはステンレス鋼(SUS 304)を用いて活性金属法で接合を行った。各材料の材料特性を表1に、接合条件を表2に示す。試験片形状および寸法を図3に示す。

3.2 試験方法 四点曲げ強度試験の実験系統図を図4に示す。原則として、JIS-R-1601「ファイン

Table 1 Material properties

	Si ₃ N ₄	Cu	SUS304
E(GPa)	304	108	196
ν	0.27	0.33	0.30
α(×10 ⁻⁶)	3.0	17.7	15.0

Table 2 Condition of joining

Brazing filler	Ti-Ag-Cu
Temperature	1073~1123K
Atmosphere	Vacuum. 1×10 ⁻⁵ torr
Interlayer	Cu (thickness 0.2mm)

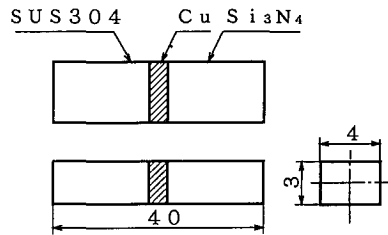


Fig. 3 Specimen configuration (unit: mm)

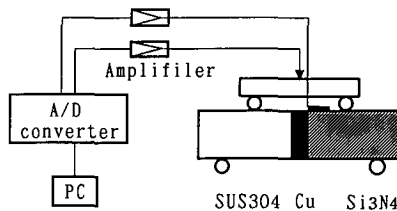


Fig. 4 Fatigue test system

セラミックスの曲げ強度試験法」に準拠して行った。荷重方法は四点曲げであり、試験片の接合部が内スパンのほぼ中央に位置するように設置した。ひずみゲージはゲージ長さ0.2 mmのものを圧縮面側のセラミックスの界面近傍に付けた。

疲労試験においては、室温、大気中において、周波数を1, 5, 10 Hz, 応力比を0.1とした。き裂進展試験においては、所定の繰返し数を負荷後、除荷し、試験片を取りはずして光学顕微鏡にて界面き裂長さを測定した。静的強度試験においては、クロスヘッド速度0.5 mm/min一定で試験片が不安定破壊するまで負荷を行った。試験片の破断面および試験前の試験片の側面において走査形電子顕微鏡観察およびX線成分分析を行った。

4. 実験結果

表3に静的強度試験結果を示す。Fracture pathの欄のICは破壊起点がセラミックスと中間層の接合部

Table 3 Result of monotonic fracture test

TP NO.	σ_c (MPa)	Fracture path	TP NO.	σ_c (MPa)	Fracture path
TP2	-	IM	TP9	251	IM
TP3	304	IM	TP10	266	IM
TP4	-	IM	TP11	277	IM
TP5	321	IM	TP12	324	IC
TP6	286	IM	TP13	-	IM
TP7	227	IM	TP14	-	IM
TP8	263	IC	TP22	397	IM

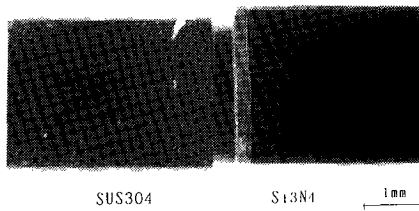


Fig. 5 Tension side view of metal-interlayer interface (TP11)

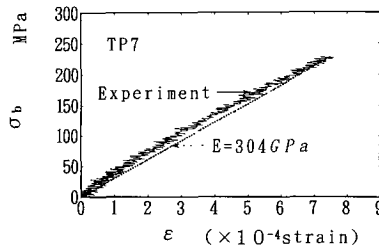


Fig. 6 Relation between bending stress and measured strain

で、き裂がセラミックス中に屈折した場合を示し、IMは破壊起点、き裂進展経路ともに金属と中間層の接合部の場合を示す。14本中12本が金属と中間層の接合部で破断し(IM形)、平均強度は297 MPaであった。破壊起点・破壊経路の相違による静的強度の相違は認められない。IM形破壊を生じた試験片の内、8本の試験片のセラミックスと中間層の接合部に停留き裂が観察された。

図5は、金属と中間層の接合部で破断したTP11の引張面写真である。破面は、金属と中間層の接合部であるが、破断する前に、セラミックスと中間層の接合部にもき裂が発生し、停留した。すなわち、き裂発生位置は二つの接合部(金属と中間層の接合部およびセラミックスと中間層の接合部)であり、接合材の強度は両接合部の内、強度の低いほうの接合部の強度で決まる。本研究の供試材では、両接合部の強度が近いため、図5に示す破壊形態が現れ、破壊起点・破壊経路の相違による静的強度の相違が現れなかったと考えられる。

図6はTP7について測定した曲げ応力とひずみの関係である。図中実線は測定結果、点線は窒化けい素の縦弾性係数 $E=304$ GPaにおける σ_b と ϵ の関係である。実験結果と計算結果はよく一致しており、良好な四点曲げ状態になっていることがわかる。応力とひずみの関係は線形関係を示し、最大応力において不安

Table 4 Result of fatigue test

TP NO.	σ_b (MPa)	N_f (cycle)	Fracture path
TP15	214	6452	IM
TP16	184	$> 10^7$	IC
TP17	245	17918	IC
TP18	257	9	IC
TP19	227	1712168	IM
TP20	214	133	IC
TP21	190	275	IM
TP23	200	16635	IM
TP24	170	1070493	IM
TP26	160	$> 10^7$	IM
TP27	200 ~ 310	1040000	IM

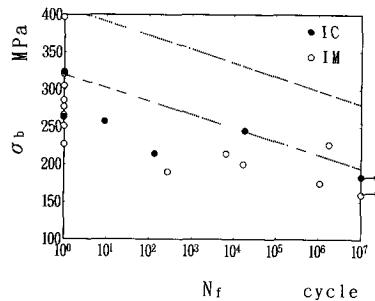


Fig. 7 Relation between maximum stress and fatigue life

定破壊を生じた。本研究のすべての試験片において同様の結果が得られ、不安定破壊に至るまでに巨視的な非線形関係は観察されなかった。なお、図6の ϵ の微小な変動は必ずみ信号用増幅器から発生しているノイズである。

表4に機械的疲労試験結果を、図7に最大曲げ応力 σ_b と疲労寿命 N_f の関係を示す。ここで、 σ_b は最大応力、図中の $N_f=10^0$ のプロットは、静的強度試験結果を、破線は同様の接合材の従来の結果の包絡線を示す⁽⁸⁾。荷重の繰返しにより静的強度以下の最大応力で破壊が生じており、従来の研究と同様にセラミックス/金属接合材が疲労破壊を生じることが確認された⁽⁸⁾。11本中7本が金属と中間層の接合部で破断し、1千万回の繰返しで疲労試験を打切った2本の試験片の最大応力は160 MPaと184 MPaであった。本研究の結果は静的強度、疲労強度ともに従来の結果よりも低い。図中の黒塗り印はIC形、白丸印はIM形の破面であったことを示す。静的強度と同様に、疲労強度もIC形とIM形の破面形態との相関は認められない。すべてのIM形破壊を生じた試験片のセラミックスと中間層の接合部に停滞き裂が観察された。

TP27において、最大応力200 MPa、繰返し数21007回で、セラミックスと中間層の接合部にコーナき裂が発生した。き裂発生・進展状態を図8に、界面き裂の光学顕微鏡写真を図9に示す。

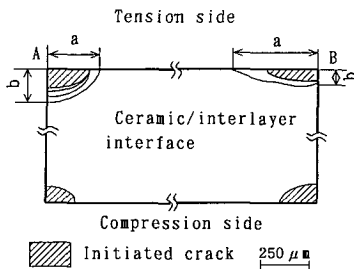


Fig. 8 Location of crack initiation and growth

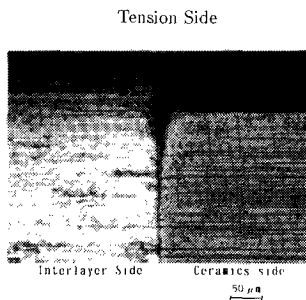


Fig. 9 Macro photograph of interface crack

一定振幅荷重の繰返しにより試験片の四つのコーナにセラミックスと中間層の界面き裂が発生し、その内一つのき裂が板厚方向に進展し、やがて停留した。引張応力のみならず、圧縮応力の繰返しによっても界面き裂が発生した。荷重方法は四点曲げであるが弾性係数の相異のため、接合界面にはせん断応力を生じ、さらに中間層の圧縮塑性変形が除荷時にセラミックスの拘束を受けて引張残留応力を生じる。これらの圧縮側界面に生じる応力の繰返しによって界面き裂が発生したと考えられるが、定量的な解析は今後の課題である。疲労き裂進展試験中、金属と中間層の接合部にはき裂は認められず、IM形破壊を生じた試験片では、常に最終段階においてのみ、この破壊が生じた。き裂進展試験結果を表5に示す。ここで ΔK_I 、 $K_{I\max}$ はき裂Aの側面長さ b_a に対する計算値である。 $N=100761$ において試験片表面を600番と1000番のエメリー紙で研磨した所、表中の*印で示すとおりき裂長さが研磨前より長く測定された。

図10にき裂長さとし繰返し数の関係を示す。き裂Aの側面長さ b_a はき裂発生後、約40 μm 進展したが、やがて停留した。その他の三つのき裂はき裂発生後、研磨するまでの約8万回で進展しなかった。その後、最大応力を10 MPa増加させて、繰返し数1万回ずつ試験を止めてき裂長さを観察し、もしき裂が進展しなかった場合、試験を続けた。同一の最大曲げ応力で繰

Table 5 Result of crack propagation test

N cycle	σ_b MPa	A (μm)		B (μm)		K_I (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	
		a	b	a	b	ΔK_I	$K_{I\max}$
20907	200	225.5	128.3	250.0	54.5	3.0661	4.2879
26661	200	225.5	151.0	250.0	54.5	3.1216	4.3283
37167	200	225.5	155.6	250.0	54.5	3.1201	4.3313
52508	200	225.5	164.9	250.0	54.5	3.1321	4.3259
100761	230	225.5	164.9	250.0	54.5	3.5173	4.8479
100761	230	225.5	274.5	747.6	77.5	4.1077	5.4380*
215303	230	225.5	274.5	747.6	77.5	4.1077	5.4380
269503	240	225.5	274.5	747.6	77.5	4.1077	5.4380
1040000	310	4000	274.5	4000	77.5	8.7461	9.7178
Compression side							
269503	240	301.5	179.0	362.5	205.1	-	-

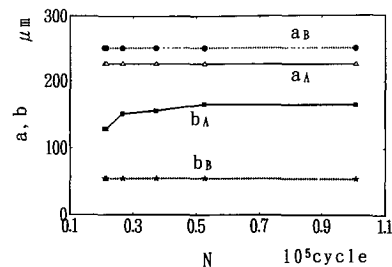


Fig. 10 Relation between crack length and number of cycle

返し数 10 万回を超えたら、最大曲げ応力をさらに 10 MPa 増加させ、試験を続けた。最後に、荷重 310 MPa で 64 700 回(総繰返し数 104 万回)で試験片は破断した。疲労き裂がセラミックスと中間層の接合部に発生・進展後、停留していたにもかかわらず破面は金属と中間層の接合部であった。試験片破断後にセラミックスと中間層の接合部を観察したところ、破断以前に停留した二つのコーナき裂は、引張面において合体し、貫通き裂となっていた。側面においては停留した二つのコーナき裂と圧縮側のき裂は、進展しなかった。

図 11 にき裂 A の側面長さ b_A に関するき裂進展速度 db/dN と最大応力拡大係数 $K_{I\max}$ (Δ 印) および応力拡大係数範囲 ΔK_I (\square 印) の関係を示す。接合界面端部のコーナ部付近に大きな応力集中が存在するため、この一部分に疲労き裂が生じたが、 $K_{I\max} < K_{Ic}(Si_3N_4)$ のため、不安定破壊することなく繰返し荷

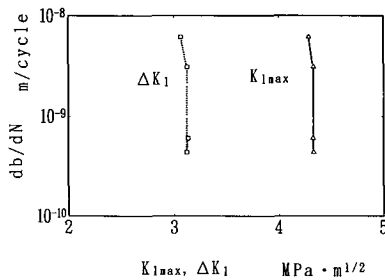
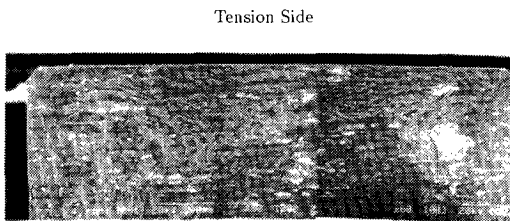
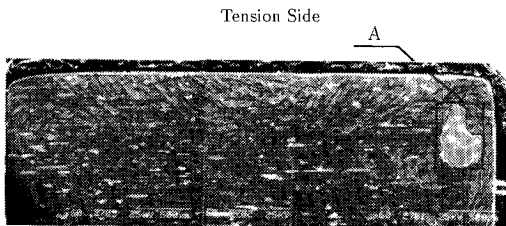


Fig. 11 Relation between crack propagation rate and maximum stress intensity factor range



(a) Monotonic fracture (TP10)



(b) Fatigue fracture (TP27)

Fig. 12 SEM fractograph of metal-interlayer fracture

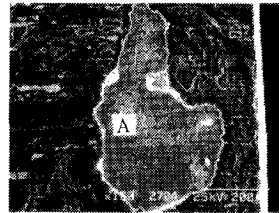
重で疲労き裂は進展した。その後、 ΔK_I または $K_{I\max}$ がほぼ一定にもかかわらず、 db/dN は減速し、停留した。

5. 破面解析および考察

5・1 破面解析結果 破面が金属と中間層の接合部(IM形破面)となった静的強度試験結果(TP 10)と機械的疲労試験結果(TP 27)を比較して以下に示す。

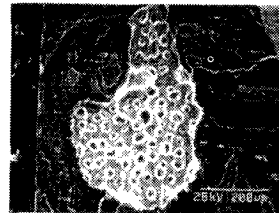
図 12(a), (b) は TP 10 と TP 27 の破面の金属側の SEM 写真である。破面は一樣で黒色部と白色部が細かく交じっている。静的破壊による破面と機械的疲労破壊による破面の形態はほぼ類似している。図 12(a), (b) の右寄りにある直径約 400 μm の島状模様 [図 12(b)中の A 部等] は、静的強度試験の IM

Tension Side



(a) Metal side

Tension Side



(b) Ceramic side

Fig. 13 Ductile fracture surface at metal-interlayer interface [TP27 region A in Fig. 12(b)]

Tension Side

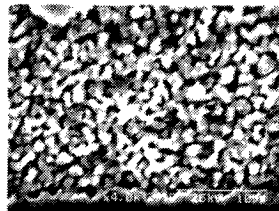
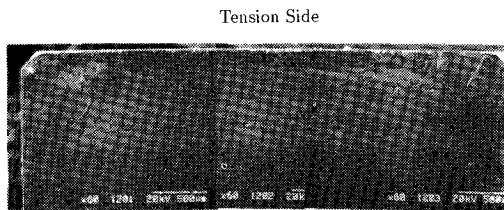


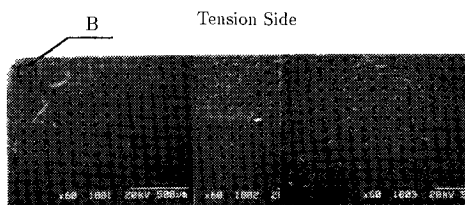
Fig. 14 SEM fractograph of metal-interlayer fatigue fracture (TP27, high magnification)

形破面 12 本中 8 本に、疲労試験の IM 形破面 7 本中 6 本に観察された。この島状模様を高倍率で観察した結果を図 13 に示す。金属側破面上 [図 13(a)] では微細化した金属組織が観察され、セラミックス側破面 [図 13(b)] では巨大化した空孔が微小空孔によって合体した破面が観察された。これは両者の間に存在した中間層/ろう材界面部が欠落したためと考えられる。図 12(b) の白い部分の拡大写真を図 14 に示す。図 14 を見ると結晶粒が微細化しており結晶粒子間のき裂が見えた。

破面がセラミックスと中間層の接合部(IC 形破面)となった静的強度試験結果(TP 12)と機械的疲労試験結果(TP 18)を比較して以下に示す。図 15(a), (b) は TP 12 と TP 18 の金属側破面の SEM 写真である。金属側破面の試験片端部に沿って金属状の破面がわずかに露出し、その内側はセラミックスである。セラミックス内のき裂の合体により生じた段差から判断して、セラミックス内への屈折は試験片幅方向中央部とコーナ部で独立に生じていると考えられる。IM 形の場合と同様に静的破壊による破面と機械的疲労破壊による破面の形態はほぼ類似している。図 15(b) の金属状の破面(左コーナ部)を高倍率で観察した結果を図 16 に示す。直径 $1\ \mu\text{m}$ 弱の窒化けい素の結晶粒が観察され、極めてわずかな窒化けい素の層が金属状の破面上におおっていることがわかる。すなわち、き裂は中間層とセラミックスの界面からわずかにセラミックス側に入った箇所が発生し、セラミックス内へ屈折する。この破壊起点の破面様相は疲労破壊と静的破壊で



(a) Monotonic fracture (TP12)



(b) Fatigue fracture (TP18)

Fig. 15 SEM fractograph of ceramics-interlayer fracture

同様であり、疲労破壊の起点にストライエーションは認められなかった⁽⁸⁾。

破面が IM 形となった TP 24 の破面の成分分析結果から、図 12 の島状模様のセラミックス側は Ag と Cu が多く、金属側は、Ti と Fe が多いこと、破面の白い部分は Ti と Fe が多く、黒い部分は Cu と Fe が多いことが明らかとなった。

破面が IC 形となった TP 18 の破面の成分分析結果から、図 15(a) の金属状の破面(左コーナ部)ではセラミックス側は Si と Ag が多く、金属側は、Ti と Si と Ag が多いこと、図 15(a) のセラミックス破面では、セラミックス側、金属側ともに Si と N が多いことが明らかとなった。

TP 27 の強度試験前の側面の成分分析結果から、セラミックスとろう材の界面は Si と Ti が多く、金属とろう材の界面金属側は、Ti, Fe が多く、金属とろう材の界面ろう材側は Cu, Ag が多いことが明らかとなった。

IM 形の破面において、図 12 の破面の白い部分は、金属とろう材界面のろう材側と考えられ、黒い部分は金属とろう材界面の金属側と考えられる。全体的に、IM 形の破面は、金属とろう材の界面であることが明らかとなった。IC 形の破面において、コーナ部の金属状破面はセラミックスとろう材の界面であることが明らかとなった。

Tension Side



Fig. 16 SEM fractograph of ceramic-interlayer fatigue fracture (TP18, region B in Fig. 17(b) high magnification)

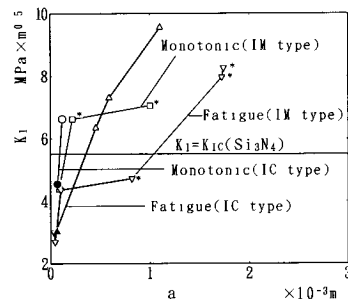


Fig. 17 Stress intensity factor-crack length diagram

5.2 接合部の破壊機構 図17にはセラミックスとろう材の界面き裂に対する不安定破壊時の応力拡大係数 K_I とき裂長さ a の関係を示す。丸印はIC形の静的強度試験結果、四角印はIM形の静的強度試験結果(セラミックスとろう材の界面停留き裂)、三角印はIC形の疲労試験結果、逆三角印はIM形の疲労試験結果(セラミックスとろう材の界面停留き裂)、*印は破面に島状模様が観察された試験片の K_I を示している。白抜き印はコーナき裂長さを、黒塗り印は貫通き裂長さを表している。IM形破面において島状模様が観察された試験片のセラミックスとろう材の界面停留き裂に対する不安定破壊時の K_I は、 Si_3N_4 の K_{Ic} よりも大きい傾向にある。疲労破壊の K_I の変動範囲は静的破壊よりも大きい。

図18に、IM形とIC形の2種類の破面を形成するに至るまでの破壊機構をまとめて示す。

まず、図18(a)、(b)の両方を参照して、セラミック/ろう材の界面が最も弱く、多くの場合、荷重の繰返し(疲労の場合)や荷重の増加(静的破壊の場合)により、最初に破壊する。

金属/ろう材の界面も弱い場合、図18(a)に示すように、セラミックとろう材の界面破壊を引き金として中間層金属側の延性引裂き破壊と、金属とろう材の界面破壊が生じる。この場合、中間層の延性破壊や金属とろう材の界面破壊がセラミック/ろう材界面き

裂先端近傍の応力を低下させ、セラミックとろう材の界面き裂の応力拡大係数は見かけの値よりも小さくなり、セラミック内へ屈折せず、停留き裂となる⁽⁹⁾。そのために最終破壊(金属/ろう材の界面破壊)時の K_I はセラミックの K_{Ic} よりも見かけ上大きい。金属/ろう材の界面が強い場合、図18(b)に示すように、セラミックとろう材の界面破壊とセラミック内へのき裂の屈折が生じる⁽¹⁰⁾。前述のとおり、静的破壊と疲労破壊の破面は同様であり、疲労強度が静的強度より低くなる原因は繰返し荷重によるセラミックとろう材の界面き裂進展にある。同様の接合材で破壊機構が図18(a)、(b)の二とおりになる原因として金属と中間層の接合強度の変動が考えられる。また、従来の結果では疲労き裂は中間層内において発生しているが、本研究ではセラミックとろう材の界面で発生している⁽⁸⁾。さらに、静的強度・疲労強度ともに、本研究の結果は従来の結果よりも約100MPa程度低い。以上より、本研究の接合材の界面強度は従来の結果よりも低いため、中間層に疲労き裂が発生する前にセラミックとろう材の界面はく離が生じたと考えられる。

6. 結 言

本研究では、セラミック/金属接合材の繰返し曲げ疲労試験と静的強度試験を実施し、破面の微視的観察および成分分析を行い、き裂発生位置および伝ば経路を調べ、接合部破壊の機構を明らかにした。また、接合部に発生したき裂の破壊力学的評価を行うために接合材の界面き裂の応力拡大係数の評価方法を検討した。得られた結果を要約すれば、以下のとおりである。

(1) 静的強度試験および機械的疲労試験の結果、両試験とも金属側と中間層の接合部で破壊する場合とセラミックと中間層の接合部で破壊する場合が生じた。この破壊起点・破壊経路の相異による静的強度および疲労強度の相違は認められない。

(2) 一定振幅荷重の繰返しにより、圧縮側を含む試験片の四つのコーナにセラミックと中間層の界面き裂が発生した。外応力(四点曲げ応力)と接合残留応力を考慮した応力拡大係数がほぼ一定にもかかわらず、き裂は減速し、やがて停留した。荷重振幅の増加に伴い、金属と中間層の接合部破壊を生じた。

(3) 破面解析の結果から、セラミックと中間層の接合部破壊の機構はセラミックとろう材界面破壊に引き続くセラミック内へのき裂の屈折と考えられる。この機構は静的破壊と疲労破壊に共通であり、疲

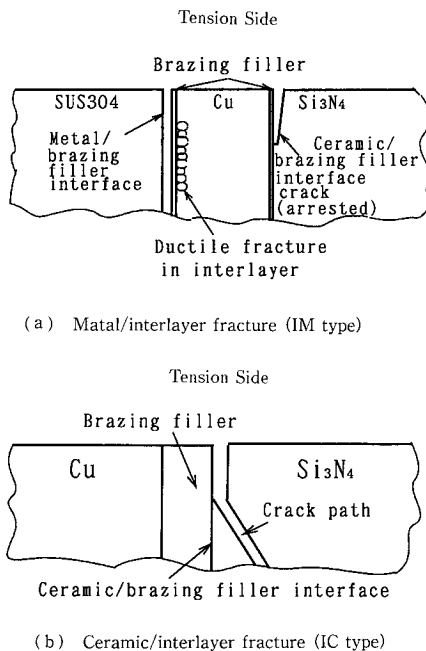


Fig. 18 Mechanism of two interface fracture

疲労強度が静的強度より低くなる原因は繰返し荷重によるセラミックスとろう材の界面き裂進展にある。

(4) 同様に破面解析の結果から、金属と中間層の接合部破壊の機構は、セラミックスとろう材界面破壊を引き金とした中間層金属側の延性引裂き破壊と、金属とろう材の界面破壊と考えられる。この場合、中間層の延性破壊や金属とろう材の界面破壊がセラミックス/ろう材界面き裂先端近傍の応力を低下させ、セラミックスとろう材の界面き裂の応力拡大係数は見かけの値よりも小さくなり、セラミックス内へ屈折せず、停留き裂となる。

(5) セラミックス/金属接合材の残留応力の特異性を考慮した界面き裂の応力拡大係数の評価方法をまとめた。

(6) セラミックスとろう材の界面停留き裂に対する不安定破壊時の K_I が大きい場合に、鳥状模様が観察される傾向がある。疲労破壊の場合の K_I の変動範囲は、静的破壊の場合よりも大きい。

本研究の一部は新エネルギー・産業技術総合開発機構の委託により、日本溶接協会セラミック部材接合技

術の試験・評価方法の研究委員会(委員長, 小林英男 東京工業大学教授)が実施した「セラミック部材接合技術の試験・評価方法の開発」の一環として行われた。関係各位に謝意を表する。

文 献

- (1) 岩本信也・須賀唯知, セラミックス接合工学, (1990), 11, 日刊工業新聞社.
- (2) 小林英男, 機論, 60-577, A(1994), 1913-1919.
- (3) 荒居善雄・土田栄一郎・内藤政克・小林英男, 機論, 61-587, A(1995), 1473-1479.
- (4) Hutchinson, J. W., Mear, M. E. and Rice, J. R., *Trans. ASME, J. Appl. Mech.*, 54 (1987), 828-832.
- (5) Rice, J. R. and Sih, G. C., *Trans. ASME, J. Appl. Mech.*, 32 (1965), 418-423.
- (6) 荒居善雄・小林英男, 機論, 59-559, A (1993), 627-633.
- (7) Murakami, Y.編, "Strees intensity factor handbook," 2 (1987), 728.
- (8) 許張旭・小林英男, 機論, 61-582, A(1995), 258-264.
- (9) Woeltjen, C., Shih, C. F. and Suresh, S., *Acta Met. Mater.*, 41-8 (1993), 2317-2335.
- (10) 小林英男・荒居善雄・長島伸夫, 材料, 40-453 (1991), 689-694.