

欠陥を含むセラミックス/金属接合材の強度評価*

小林英男*¹, 荒居善雄*², 永井 肇*³

Evaluation of Strength of Ceramics/Metal Joints with Defect

Hideo KOBAYASHI, Yoshio ARAI and Hajime NAGAI

The bending strength of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{S45C}$ joints with a Cu interlayer was examined. Some of the joints showed a relatively lower strength. The fracture mechanics approach was performed for the reduction of strength. The results obtained are as follows.

(1) The reason why the strength decreases is the existence of the defect and the tensile residual stress near the interface at the ceramic side. The strength of the joint can be evaluated by the stress intensity factor.

(2) In the case that the indentation precrack is introduced near the interface at the ceramic side, the interlayer deforms plastically and, as a result, the redistribution of residual stresses occurs and the precrack is kinked toward the interface. Thus, the indentation method is not suitable to introduce the precrack near the interface.

Key Words: Fracture Mechanics, Ceramics, Ceramic/Metal Joint, Defect, Indentation Fracture Method, Residual Stress

1. 緒言

セラミックス/金属接合材はセラミックスの長所を活かし、かつ短所を補い、構造部品への適用を拡大する手段として、将来有望な材料である。著者らは前報において、接合材の平均強度は熱膨張係数や弾性係数の相違による残留応力と応力集中に支配されていることを明らかにした⁽¹⁾。しかし、平均強度に対して異常な低強度を示す場合がある。4点曲げ強度のワイブルプロットの結果を図1に示す⁽²⁾。低強度を示す場合、平均強度のワイブル分布からはずれる傾向が明らかである。この原因は未だ明確にされておらず、実用化の大きな障害となっている。

そこで、本研究では、銅を中間層とした窒化けい素とS45Cの接合材について、特に残留応力と接合部近傍の欠陥に着目し、破壊力学的評価を行い、低強度を示す原因を検討した。

2. 接合材の破壊強度

前報における接合材の4点曲げ試験結果⁽¹⁾のうち、特に低強度を示した接合材(前報の試験片番号T-4)について、破面のSEM観察を行った。セラミックス

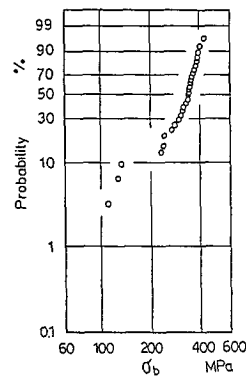


図1 4点曲げ試験結果のワイブルプロット

* 原稿受付 平成2年7月2日。

*¹ 正員, 東京工業大学工学部 (〒152 東京都目黒区大岡山2-12-1)。*² 正員, 埼玉大学工学部 (〒338 浦和市下大久保255)。*³ 東京工業大学大学院。

表1 予き裂導入位置と予き裂長さ

x (μm)	2c (μm)
105.5	514.0
112.0	518.5
310.0	311.5
323.5	298.5

側破面上で破壊起点と判断される位置に、図2に示すような表面全長0.3mm、深さ0.1mm程度の半円形の表面欠陥(A部)が観察された。この欠陥は母材に存在する欠陥よりかなり大きく、接合材の強度低下をもたらしたと考えられる。この原因として、大きな接合体から接合材試験片を切断加工する際に、残留応力と熱応力に起因して、き裂が発生、進展することが考えられる。

これを実証するために、図3(a)に示すJIS-R1601に準じた形状のSi₃N₄/S45C/Si₃N₄接合材(接合方法は前報と同じ)について、図3(b)に示すようにビッカース圧子を試験片幅方向(y方向)中央で、長手方向(x方向)に位置xを変えて押し込み、図4に示すような予き裂を導入した。圧子押し込み荷重は98Nである。各試験片の予き裂導入位置xと予き裂長さ2cを表1に示す。各試験片の予き裂導入面を引張応力側として、4点曲げ試験を行った。なお、圧子押し込み以前に試験片表面をダイヤモンドペースト4000番まで研磨し、その後、ポリッシング仕上げを行った。平均強度を示す

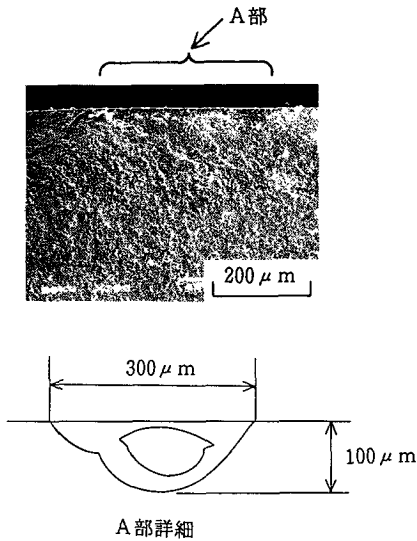
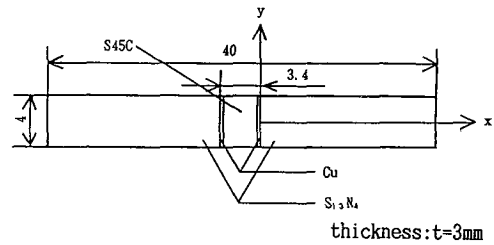
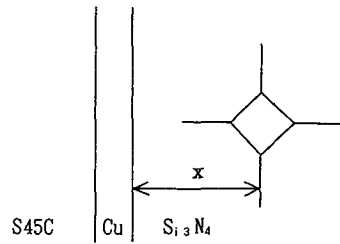


図2 破壊起点

接合材(予き裂なし)の結果(●印)、低強度を示す接合材(予き裂なし)の結果(△印)と併せて、予き裂材の曲げ強度σ_bと予き裂位置xの関係(○印)を図5に示す。予き裂を導入した結果は低強度を示す接合材の結果とはほぼ一致しており、接合材の著しい強度低下は欠陥に起因することが明らかである。また、接合界面からのき裂位置x=0.1mmのき裂の場合、x=0.3mmの場合よりもき裂寸法が大きいにもかかわらず、曲げ強度はむしろ高い。したがって、き裂寸法のみならず、接合界面からの欠陥位置が破壊強度を支配していると考えられる。実際に、低強度を示す接合材の破壊起点は、接合界面から離れた位置(x=0.16mm)にあった。



(a) 試験片形状



(b) 圧子押し込み位置

図3 試験片形状と圧子押し込み位置

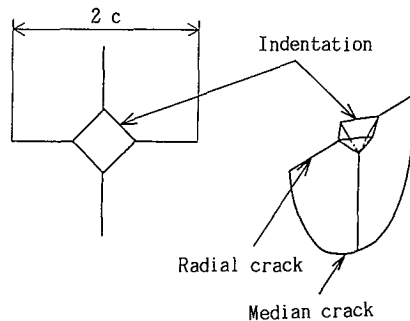


図4 予き裂形状

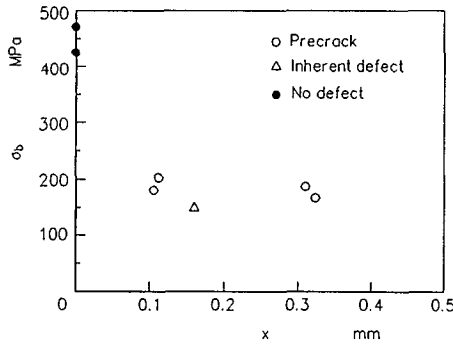


図5 曲げ強度と予き裂位置の関係

3. 破壊力学的評価

接合材に欠陥が存在する場合、破壊強度の破壊力学的評価を試みた。き裂の応力拡大係数 K は曲げ負荷の K_b 、接合残留応力の K_j 、圧子押し込み残留応力の K_p の総和であり、 $K = K_{Ic}$ (破壊靱性) が破壊条件となる。

接合残留応力がない場合、ラジアルき裂の圧子押し込み残留応力の K_{ps} (I F法の K_{Ic}) は次式で与えられる⁽³⁾。

$$K_{ps} = 0.016 (E/H)^{0.5} P / c^{1.5} \quad (1)$$

また、接合残留応力がある場合、ラジアルき裂の接合残留応力の K_{js} は次式で与えられる⁽⁴⁾。

$$K_{js} = 2 \sigma_j (c/\pi)^{0.5} \quad (2)$$

ここで、 $E = 284.4 \text{ GPa}$ は超音波パルス法 (5MHz) により測定した縦弾性係数、 H はピッカース硬度、 P は押し込み荷重、 c はラジアルき裂長さ、 σ_j は接合残留応力である。 H は測定ごとに圧痕寸法から算出した。

圧子除荷時に、圧痕周辺の残留応力場は、圧子押し込み残留応力に接合残留応力を重ね合わせた結果となる。この応力場でラジアルき裂が発生し、次式が成立する。

$$K = K_{ps} + K_{js} = K_{Ic} \quad (3)$$

K_{Ic} として接合残留応力がない場合に I F法により得た値 ($K_{Ic} = 5.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) を用いれば、式(3)から接合残留応力 σ_j が得られる。結果を図6に示す (○印)。図には他の接合材について、破壊前 (Δ 印)、破壊後 (\square 印) に位置を変えて多数の圧子押し込みを行い、式(3)から得られる σ_j の分布を併記した。破壊による残留応力解放に起因して、破壊試験片についての σ_j の測

定結果 (\square 印) は低い値となっており、I F法によって接合残留応力が測定可能であることがわかる。

一方、圧子負荷時に発生したメジアンき裂は、圧子除荷時に破壊条件を満足していない。半円形き裂を仮定して、メジアンき裂の圧子押し込み残留応力の K_{pi} 、接合残留応力の K_{ji} は、上記の K_{ps} 、 K_{js} に対して次式で与えられる⁽⁵⁾。

$$K_{pi} = (17/32) K_{ps} \quad (4)$$

$$K_{ji} = K_{js} \quad (5)$$

また、曲げ負荷の K_b は次式で与えられる⁽⁶⁾。

$$K_b = M \sigma_b (\pi a/Q)^{0.5} \quad (6)$$

ここで、 σ_b は曲げ応力、 a はき裂長さ、 Q は形状パラメーター、 M は補正係数であり、次式で与えられる。

$$Q = 1 + 1.464 (a/c)^{1.85} \quad (7)$$

$$M = H \cdot F (a/t, a/c, c/b, \phi) \quad (8)$$

H は曲げの補正係数、 F は形状の補正係数であり、 t は試験片厚さ、 $2b$ は試験片幅、 ϕ はき裂面上の位置の表面からの角度である。

曲げ負荷時に、メジアンき裂の K は次式となる。

$$K = K_b + K_{pi} + K_{ji} \quad (9)$$

K_b に曲げ試験の応力を用い、 K 、 $K_b + K_{pi}$ 、 K_b と接合界面からの位置 x の関係を図7に示す。低強度を示した接合材について同様の解析方法で求めた結果 (黒塗り印) と、窒化けい素単体についての I F法と曲げ試験の結果 (K_b : 破線、 $K = K_b + K_{pi} = K_{Ic}$: 点線) も併記した。 $K = K_{Ic}$ が破壊条件であり、 $x = 0.3 \text{ mm}$ の場合、接合材の K は窒化けい素単体の K_{Ic} とほぼ一致している。すなわち、接合界面から離れた位置に欠

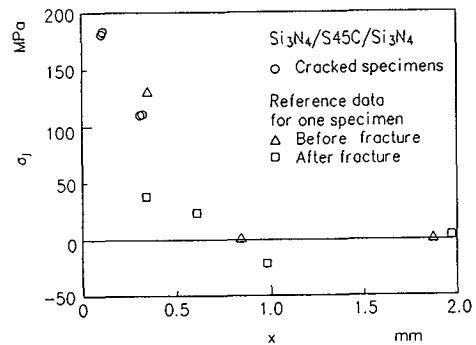


図6 残留応力分布

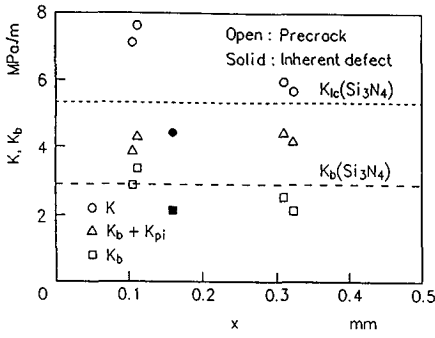
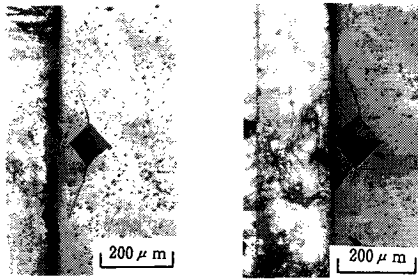


図7 応力拡大係数Kと圧痕位置xの関係



(a) $x = 0.1\text{mm}$ (b) $x = 0.07\text{mm}$

図8 界面近傍の予き裂の様相

陥がある場合、接合材であっても窒化けい素単体と同様な結果 ($K = K_{Ic}$) が成立する。

$x = 0.1\text{mm}$ の場合、 K は窒化けい素単体の K_{Ic} よりかなり大きい。 $x = 0.1\text{mm}$ の場合、予き裂の様相を図8(a)に示す。き裂は接合界面に平行に進展せず、接合界面に向けてわん曲する。 $x = 0.07\text{mm}$ の場合を図8(b)に示す。中間層の銅の塑性変形によって、銅と窒化けい素の界面がわん曲している。このようなき裂のわん曲は、接合界面近傍に圧子を押込んだすべての場合に観察された。2本のき裂が対称形でわん曲することから、圧子押し込みで銅が塑性変形し、除荷時にせん断残留応力が生じ、き裂がわん曲すると考えられる。すなわち、接合材の圧子押し込みによる予き裂導入過程において、 K_{Ic} に起因して顕著なき裂進展を生じると同時に、中間層が塑性変形し、残留応力の再配分とき裂面のわん曲に起因して真の $K (= K_b + K_{pi} + K_{Ic})$ は低下する。これを考慮しないために、見掛け上の K が過大評価になったと考えられる。接合界面近傍に固有欠陥が存在する場合、上記の圧子押し込みで生じるような

問題はなく、破壊力学的評価 ($K = K_{Ic}$) を用いることが有効と判断される。

4. 結言

本研究では、銅を中間層とした窒化けい素とS45Cの接合材について、特に残留応力と接合部近傍の欠陥に着目し、破壊力学的評価を行い、低強度を示す原因を検討した。得られた結果を要約すれば、以下のとおりである。

(1) セラミックス/金属接合材が極端に低強度を示すのは、セラミックス側の欠陥と引張りの接合残留応力が原因である。接合材強度は応力拡大係数で評価できる。

(2) 圧子押し込みによって接合界面の極く近傍に予き裂を導入した場合、中間層が塑性変形し、残留応力の再配分とき裂面のわん曲を生じる。

(3) 上記の場合、真の応力拡大係数は低下し、それを考慮しない見掛け上の K は過大評価になる。したがって、圧子押し込みによる予き裂導入は、接合界面の極く近傍に適用できない。

本研究の一部は、日本溶接協会、新素材接合・試験・評価研究委員会(委員長田中良平横浜国立大学教授)が実施した試験研究の一環として行われた。関係各位に謝意を表す。

参考文献

- (1) 小林・荒居・中村・中村, 機論, 55-512, A (平元), 750.
- (2) 新素材接合・試験・評価研究委員会成果報告書, 日本溶接協会, (昭62), 37.
- (3) G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn and D. B. Marshall, J. Amer. Ceram. Sci., 64(1980), 533.
- (4) H. Tada, P. C. Paris and G. Irwin, The Stress Analysis of Crack Handbook, 2nd Edition, (1985), 28. 1.
- (5) B. R. Lawn, A. G. Evans and D. B. Marshall, J. Amer. Ceram. Soc., 63-9/10(1980), 574.
- (6) J. C. Newman, Jr. and I. S. Raju, Engng. Fracture Mech., 15-1/2(1981), 185.