

## 7

## 新素材接合・試験・評価研究委員会

## 7.1 設置経緯

新素材開発が活発に推進される昨今、接合技術の確立なしに新素材の利用、発展は考えられない。新素材とその接合法は数多く開発されているが、それぞれの応用分野によって長短があり、データの多様性のゆえに、利用する立場からもその選択に戸惑うことが多く、かつ企業間の格差についての実像、虚像に悩まされる向きもある。

従来、日本溶接協会は関係学会業界の協力を得て、溶接を中心とした接合技術、特にその材料強度、評価に関する技術を主導的立場に立って推進してきた。次世代材料としての新素材の利用についても、接合、加工技術を中心に研究する産学共同の場を提供することの必要性を検討してきた。

このような現状にかんがみて、日本溶接協会内の各部会、委員会に関連する総合的な調査研究組織として、当委員会を設置するに至った。当委員会はメーカー、ユーザーとの密接な協調によって、新素材の普及、促進を図ることを目的とし、当面新素材のうち、セラミックス、グラファイトなど無機材料を中心に、その同種材料の接合、異種材料の接合（セラミックス／金属）など材料の接合法、接合部の強度評価、評価方法の検討、試験評価方法の標準化など、広い視野に立って、新しい

感覚から業界のための適用技術、データの蓄積に当たっている。

具体的な研究計画を以下に示す。

- ① 新素材・接合の調査
- ② 新素材・接合の試験評価
- ③ 新素材・接合の標準化
- ④ 新素材・接合のデータベース

委員会は田中良平（当時：東京工業大学→横浜国立大学）を委員長として、1985（昭和60）年10月8日に設立委員会を開催し、発足した。

当面の2年間（1985（昭和60）年度、1986（昭和61）年度）の研究計画を上記研究の①及び②に限定し、これを実施するために、それぞれ調査小委員会（主査：小林英男、東京工業大学、委員16名）及び試験・評価委員会（主査：岸輝雄、東京大学、委員23名）を設置し、活動を開始した。

2つの小委員会では、それぞれ成果報告書を作成した。その結果、③の項目の必要性が指摘され、特に強度試験技術の標準化を目指した活動を、試験・評価小委員会がさらに2年間（1987（昭和62）年度、1988（昭和63）年度）継続することとなり、試験・評価小委員会で成果報告書を作成した。

## 7.2 活動状況

### 7.2.1 調査小委員会の事業活動

調査小委員会は、セラミックス/セラミックス接合、セラミックス/金属接合を対象として、接合技術、強度試験技術、評価技術の調査と本委員会及びその所属する団体が有しているニーズ・関心の対象に関するアンケート調査によって、調査項目を絞り込み、具体的な調査を実施した。この調査結果は、1986（昭和61）年11月に発行した「新素材接合・試験・評価に関する調査（Ⅰ）成果報告書」に詳しくまとめられている。

成果報告書は全6章で構成されている。第1章は総論で、新素材の開発と試験・評価における諸問題、非酸化物セラミックスの接合技術及び新素材の強度評価とその技術的問題などがまとめられている。第2章は、接着剤法、メタライズ法、金属溶剤法、固相接合法、CVD法、溶射法などセラミックスの接合技術として適用されている手法の現状と問題点についてまとめられている。

第3章は引張、曲げ、せん断、破壊靱性、熱衝撃、硬さ、疲労などセラミックス接合材の強度試験技術について、試験方法と問題点についてまとめられている。第4章は評価技術として、組織、残留応力、X線、X線CT、超音波、AE、保証試験などを取り上げ、セラミックス接合材への適用の現状と問題点がまとめられている。

第5章はアンケート集計結果である。調査活動を実施するに当たって、各委員に対して行った結果がまとめられている。

第6章はまとめと提言である。接合を対象としたそれぞれの技術はまだ手探りの状態にあり、情報量は全体として極めて少ない状況であったことが述べられている。特に、強度試験技術、評価技術に関しては、セラミックス母材についての技術が確立していないことが大きなネックになっていると判断している。反面、接合技術に関するニーズ・関心と各技術の問題点、情報量の多少が確に浮き彫りにされている。

### 7.2.2 試験・評価小委員会の事業活動

試験・評価小委員会は、セラミックス接合材の強度試験法の標準化を目的に、調査小委員会の協力を得て、非破壊検査及び強度評価のラウンドロビン試験などを実施した。試験材は、常圧焼結窒化けい素を主対象とし、異材接合材として炭素鋼を用い、銀ろう+Ti系素材を用いる活性金属法による同種及び異種接合材である。

この成果は、1987（昭和62）年9月に発行した「セラミックス/金属接合部の強度評価（Ⅰ）成果報告書」及び1989（平成元）年10月に発行した「セラミックス/金属接合部の強度評価（Ⅱ）成果報告書」にまとめられている。

成果報告書（Ⅰ）は、全7章で構成されている。第1章では研究の目的と内容が述べられている。第2章は試験片の作成に関する項目、第3章は非破壊検査の結果、そして第4章は4点曲げ試験、第5章は引張試験、第6章はせん断試験の結果がまとめられている。第7章は全体の総括と各試験方法の意味、最適試験方法についての問題点並びに今後の課題を取りまとめている。

成果報告書（Ⅱ）は、全7章で構成されている。第1章では研究の目的と内容が述べられている。第2章は試験片の作成に関する項目、第3章は引張試験の結果、第4章は4点曲げ試験の結果、第5章はせん断試験の結果、そして第6章は残留応力測定の結果がまとめられている。第7章は全体の総括並びに今後の課題を取りまとめている。

引張及び4点曲げ試験並びに丸棒せん断試験では、比較的安定した強度が得られ、強度試験方法の標準化案の指針がほぼ明らかにされている。しかし、なかには著しく強度が低い試験片もあること、き裂の起点が試験片表面のコーナー部であることが多いことなど、接合体の強度を理解するには残留応力測定及び接合部の応力集中分布評価などの必要性が指摘されている。

さらに、超音波やX線の深傷方法などによる欠陥の非破壊的な評価方法の確立も重要であること

が指摘されている。したがって、セラミックス接合体の強度評価方法標準化に当たっては、従来の方法よりかなり詳細な点まで規格化したものが必要であり、試験目的と意義に合わせた検討をしなければならないと結論している。

### 7.2.3 標準化の事業活動

以上のように、調査小委員会と試験・評価小委員会のそれぞれの活動及び連携により、セラミックスを中心とした新素材接合・試験・評価のための標準化案の作成が順調に進められた。この過程では、セラミックス接合が適用されている工業製品があまり多くない現状から、時期尚早であるとの意見もあったが、接合技術の開発過程で強度の比較を行う上でも試験法の早期標準化は必要不可欠であると考えられた。

標準化案の作成は、対象をできるだけ絞り込み、規格化が可能な分野から進める方向になると考えられた。さらに、残留応力や非破壊検査による欠陥検出など、新素材の強度特性に大きく影響を及ぼす因子の評価法も含めた総合的な規格案の作成が必要になると考えられた。

1989（平成元）年度から1991（平成3）年度の3年間にわたり、ワーキンググループを設置し、セラミックス／セラミックス接合、セラミックス／金属接合を対象として、引張試験、4点曲げ試験及びせん断試験の標準的な試験方法の規格を制定する作業を行った。この成果はWES原案として、本協会規格委員会に提出するまでに至った。

一方、通産省工業技術院標準部からの委託事業で、(社)日本ファインセラミックス協会に「ファインセラミックス接合の曲げ強さ試験方法」のJIS原案作成委員会が設置されることになり、本委員会の成果はWES制定を経ずに、JISにそのまま反映させざるを得ないことになった。その後、「ファインセラミックス接合の引張強さ試験方法」のJIS原案作成委員会も設置され、本委員会の成果を活用して、以下のJISの制定・発行に至った。

- ファインセラミックス接合の曲げ強さ試験方法  
JIS R 1624-1995
- ファインセラミックス接合の引張試験方法  
JIS R 1630-1997

### 7.2.4 セラミック部材接合技術の試験・評価方法の研究委員会

上記の本委員会活動継続中に、ほぼ同一の目的で新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）より日本溶接協会が委託研究を受けた。NEDOの委託研究を実施するために、本委員会調査小委員会を主体として、セラミック部材接合技術の試験・評価方法の研究委員会（CJ委員会）（委員長：小林英男，東京工業大学，委員34名）を設置した。CJ委員会ではNEDOの委託研究を実施すると同時に、これを本委員会の活動・成果とし、これ以外の本委員会の活動は一時休止することとした。

NEDOの委託研究はセラミックガスタービンの研究開発の支援研究の1つであり、1989（平成元）年4月に開始して、1998（平成10）年3月に終了した。9年間にわたる調査研究と試験研究の成果は、各年度のセラミック部材接合技術の試験・評価方法の開発成果報告書（全9冊）と、1998（平成10）年5月に発行したセラミック部材接合技術の試験・評価データベース・データブックに集約されている。

以下に、各年度ごとに成果の概要を述べる。

#### (1) 1989（平成元）年度の成果の概要（残留応力）

標準的な異材接合条件を設定し（ $\text{Si}_3\text{N}_4$  / S45C，中間層Cu，活性金属法，ろう付），接合材強度の支配因子が接合残留応力と接合界面であることを明らかにした。また，X線による残留応力測定方法とIF法（圧子押し込み）による残留応力測定法を確立した。さらに，有限要素法による残留応力解析方法を確立した。

#### (2) 1990（平成2）年度の成果の概要（残留応力と強度特性の相関）

接合材の切断加工における割れの生成が，著しい強度低下をもたらすことを解明し，防止対策を確立した。また，破壊機構を解明し，接合材強度と残留応力の関連を定量的に明らかにした。さらに，残留応力の寸法効果，切断加工による再配分，界面端部における特異応力場の解析研究を行った。

#### (3) 1991（平成3）年度の成果の概要（高温強度特性）

標準的な異材接合条件を設定し（ $\text{Si}_3\text{N}_4$  / SUS304），接合材強度の温度依存性と破壊機構を解明した。また，負荷応力と残留応力の界面端部における特異応力場について，定量的な解析研究

を行った。

#### (4) 1992 (平成4) 年度の成果の概要 (熱サイクル)

高温保持後の室温・高温強度特性を調べ、温度・雰囲気・保持時間の影響を明らかにした。また、高温保持による残留応力変化、劣化機構、破壊機構を検討した。さらに、接合材の熱サイクル負荷の有限要素解析を行った。

#### (5) 1993 (平成5) 年度の成果の概要 (疲労)

熱サイクル後の室温・高温強度特性を調べ、温度・雰囲気・保持時間・熱サイクル数の影響を明らかにした。また、熱サイクル疲労と機械的疲労の特性を調べ、接合材の107回疲労強度は曲げ強度の約1/2に低下することを示した。さらに、特異応力場の解析結果に基づく接合材の強度評価方法を提案した。

#### (6) 1994 (平成6) 年度の成果の概要 (応力腐食割れ)

変位速度一定試験の曲げ強度と負荷応力一定試験の時間強度を調べ、時間依存型の応力腐食割れの特性を明らかにした。変位速度一定試験の場合、曲げ強度は変位速度の減少に伴い低下する。負荷応力一定試験の場合、曲げ強度以下の応力において時間依存型の破壊を生じ、負荷応力の低下に伴い破断時間は増大する。さらに、接合材の界面端部幾何学形状の選択に関する解析研究を行った。

#### (7) 1995 (平成7) 年度の成果の概要 (クリープ)

負荷応力と試験温度をパラメータとして、クリープ破断時間を調べ、クリープ破断曲線と破壊機構を明らかにした。また、この結果に基づきクリープ破壊機構領域図を構築した。さらに、界面に沿うき裂進展の解析研究を行った。

#### (8) 1996 (平成8) 年度の成果の概要 (疲労・クリープ)

試験温度と最大応力の保持時間をパラメータとした疲労試験を行い、疲労・クリープ相互干渉効果を明らかにした。また、応力変動と温度変動の疲労試験を行い、累積損傷効果を明らかにした。さらに、接合材の疲労の解析研究を行った。

#### (9) 1997 (平成9) 年度の成果の概要 (長時間耐久性)

前年度までに実施した耐久性試験 (疲労、応力腐食割れ、クリープ、疲労・クリープ) を継続し、長時間データを取得した。また、強度・耐久性予測の解析研究を行った。さらに、9年間の研究成果をまとめ、データベース・データブックを作成した。

データベース環境を図7.1に示す。また、曲げ強度 (全データ) のワイブル分布図を図7.2に、機械的疲労強度 (全データ) を図7.3に、クリープ強度 (全データ) を図7.4に示す (いずれも次ページ参照)。

## 7.3 今後の活動予定

CJ委員会の終了に伴い、一時休止の本委員会 (新素材接合・試験・評価研究委員会) を再開し、CJ委員会の成果を本委員会に報告すると同時に、今後の本委員会の存続の可否、活動方針を図るために、再開後の第1回本委員会を1998 (平成10) 年6月29日に開催した (委員長: 小林英男, 東京

工業大学)。

しかし、再開までに年月を経ており、出席の委員が少なかったこともあり、アンケートを実施し、その結果に基づき再度、本委員会の存続の可否と活動方針を第2回本委員会で討議することにした。アンケートの集計は完了し、現在に至っている。

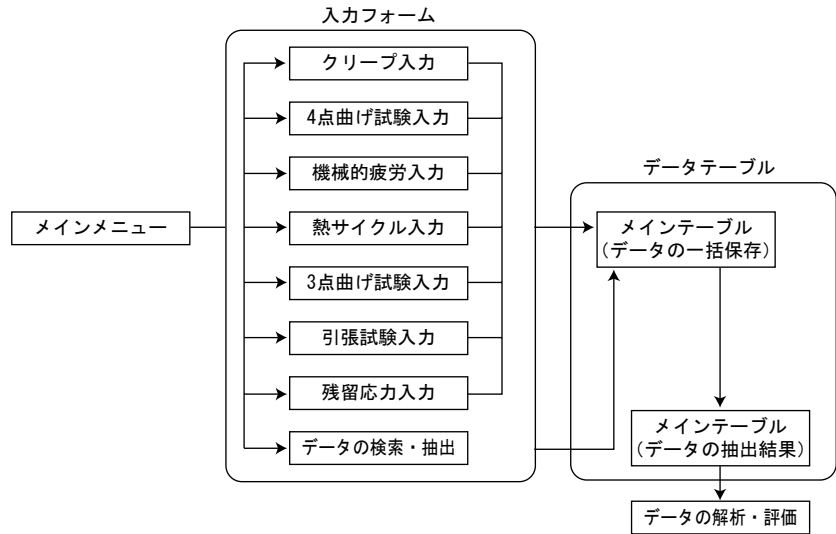


図 7.1 データベース環境

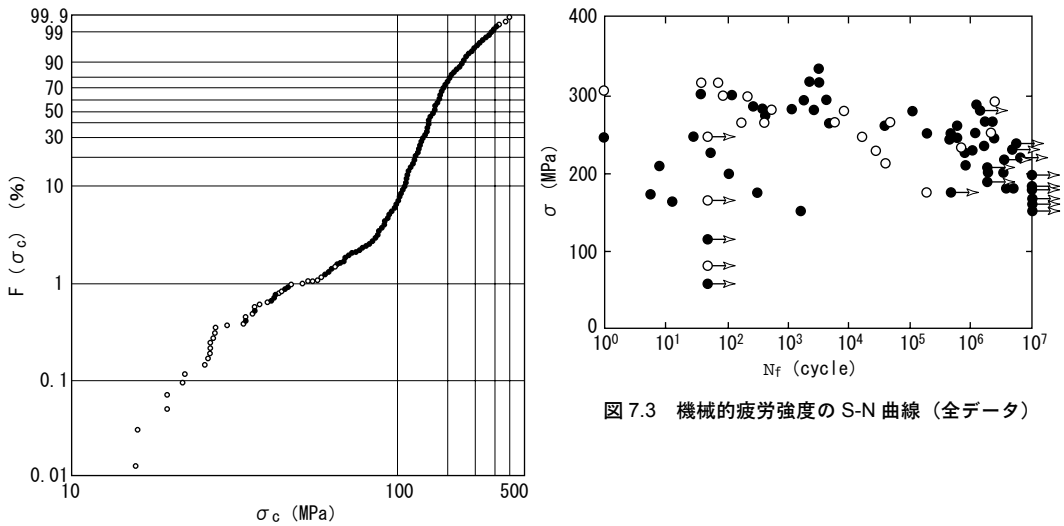


図 7.3 機械的疲労強度の S-N 曲線 (全データ)

図 7.2 曲げ強度 (全データ) のワイブル分布図

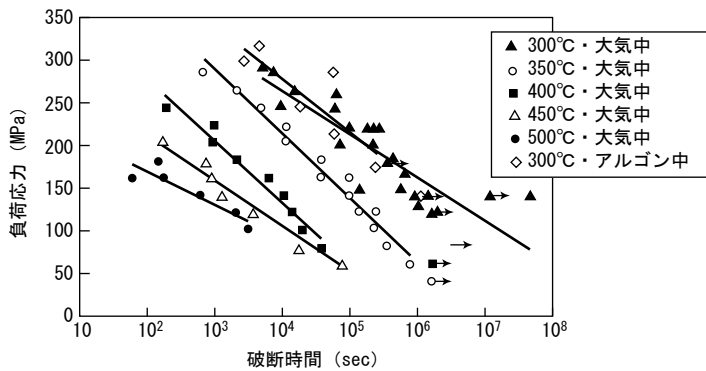


図 7.4 クリープ破断強度 (全データ)