微小圧子押し込み法及びノッチドビーム法から 求めた窒化ケイ素とジルコニアの破壊靱性値

瀬古日出男・岡田正見*・澤岡 昭**

(アイシン精機(株)
* 高丘工業(株)
** 東京工業大学 工業材料研究所)

窒化ケイ素とジルコニア系セラミックスを試料として微小圧子押し込み法及びノッチドビーム法を用いた3点曲げ強さ試験法の二つの強度評価法から機械設計をする場合に重要な要因の一つである臨界応力拡大係数, K_{Ic} , を求めて比較, 検討を行った。

その結果, 窒化ケイ素とジルコニア系セラミックスの形状因子, χ の値がほぼ0.1の値をとったときに上記の二つの強度評価法から求めた K_{Ic} の値は一致した。しかしながら, 加工によって相転移が誘起されるジルコニア系セラミックスの中には, ノッチを入れた反対側の面を研磨加工することによって, K_{Ic} の著しい低下が観察された。したがって, 部分安定化ジルコニア系セラミックスのように加工によって, 相転移を起こすような材料を使用して機能部品を設計する場合には破壊靱性が低下することに注意をする必要がある。

(1982年12月13日受付)

The K_{Ic} Values of Silicon Nitride and Zirconia Obtained by Micro-crack Indentation Method and Single-Edge Notched Beam Method

Hideo SEKO, Masami OKADA and Akira SAWAOKA

(Aisin Seiki Co., Ltd.
2-1, Asahi-machi, Kariya-shi 448
* Takaoka Kogyo Co., Ltd.
** Research Laboratory of Engineering Materials, Tokyo Institute of Technology)

K_{Ic} values obtained by the micro indentation method and the single edge notched beam method were compared for silicon nitride and zirconia ceramics. Results of our measurements demonstrate that K_{Ic} values obtained by both methods for silicon nitride and zirconia ceramics corresponded each other when χ is 0.10. K_{Ic} value of partially stabilized zirconia obtained by the single-edge notched beam method decreased upon polishing the surface of the specimen whose opposite surface had a notch.

[Received December 13, 1982]

Key-words : Fracture toughness, Micro indentation, Silicon nitride, Zirconia

1. はじめに

近年, セラミックス材料が高温構造材料として注目されているが, 現在までに実用化されている例は極めて少ない。セラミックス材料は金属材料と比較してワイブル係数が小さいことがその大きな要因の一つとして挙げられる。ワイブル係数が小さいことは強度の寸法効果が著しいことと一致する。つまり, セラミックスの機械的性質を評価する場合, その試験片から強度を求めてもそれが必ずしも実際のセラミックス部材の強度と一致しないということになり, セラミックスを実際の機械構造部材

に応用する場合に深刻な問題である。

本報告では A.G. Evans, B.R. Lawn らにより提案されたセラミックスの機械構造部材から直接的にその材料の破壊靱性を求める微小圧子押し込み法¹⁾と, 従来から強度評価法として行われている曲げ強さ試験法(本報告では曲げ強さ試験片の片側中央部にU溝形状の切れ欠きを導入するノッチドビーム法²⁾を用いた)を行い, これら二つの強度評価法から得られる値をそれぞれ比較, 検討した³⁾。

2. 実 験

2.1 試 料

実験に用いた試料は構造用セラミックスとして有望視されているジルコニア系材料及び窒化ケイ素系材料を使

Table 1. Density of specimens.

Specimen	Zirconia				Silicon nitride		
	S	A	B	C	D	E	F
Density g/cm ³	6.05	6.03	5.45	5.50	3.08	3.00	3.03

Fig. 1. Fracture photographs of sintered zirconium oxide observed by scanning electron microscopy (SEM).

Fig. 2. Fracture photographs of sintered silicon nitride observed by SEM.

用した。これらの試料はすべて国内の数社からの協力を得て入手したものである。

ここで、アルキメデス法により求めたそれぞれの材料のかさ密度を表 1、走査型電子顕微鏡による観察写真を図 1 と図 2、EPMA による試料表面のイットリウム、カルシウム及びマグネシウムの分散を図 3、図 4 及び図 5 に示した。

図 1 はジルコニア系試料破面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真である。ジルコニア系試料 S と A は結晶粒径が小さくしかも均一な組織構造を持っているが、一方

ジルコニア系試料 B と C は結晶粒がかなり成長しており、空孔も数多く観察される。ここで、注目すべきことはその空孔の形状が丸い形をしていることであり、負荷がかかった場合に応力が集中しづらい組織をもっていることである。一方、図 2 は窒化ケイ素系試料についての SEM 写真である。 α 型粉体の特徴である針状晶が窒化ケイ素系 D と F に、また β 型粉体の特徴である粒状晶が窒化ケイ素系試料 E と F にそれぞれ観察される。

次に、ジルコニア系材料の EPMA の結果からジルコニア系 S 及び A は組織上かなり類似しているのが観察されて、ジルコニア系 B におけるイットリウムの分布とはかなり様子を異にしている (図 3、図 4 及び図 5)。

2.2 実験方法

a. 微小圧子押し込み法

試料表面を Kulzer 社 (西独) 製 Technotron No. 43270 ダイヤモンドポリッシング液を用いて鏡面仕上げした後 Ten-someter 社 (英国) 製小型引っ張り試験機によりビッカース圧子に荷重を

加えて実験を行った。

また、その際の荷重負荷速度 U_P ⁵⁾ について、

- (i) $U_P=0.5$ kg/s では圧こんの回復、き裂の偏りの発生、
- (ii) $U_P=2\sim 8$ kg/s では等方的な十字形き裂 (radial-crack) の形成、

- (iii) $U_P=12$ kg/s では圧こんの破碎、表層き裂 (lateral-crack) の形成、

という結果が得られた。

したがって、本報告では $U_P=5$ kg/s の条件にて試験を行った。

ここに、き裂の導入の機構を図 6 に、また本実験においての実際の圧こんとき裂の様子を図 7 にそれぞれ示した。

一方、破壊靱性値の測定ではビッカース圧子に負荷荷重 P を加えて、その際の圧こんの対角線方向に伝ばしたき裂の長さ c を測定して次式により破壊靱性 K_{Ic} を求めた。

$$K_{Ic} = \chi \cdot P \cdot c^{-1.5} \quad (1)$$

ここで、 χ は圧子の形状そのほかにより定まる定数である。

b. ノッチドビーム法
 ファインセラミックスの曲げ強さ試験方法 JIS R 1610 に基づいて、試料寸法：全長 37 mm、幅 4 ± 0.1 mm、厚さ 3 ± 0.1 mm、表面粗さ：JIS B 0601 に規定する 0.8S 以下、及び試験片の丸め又は面取り： $r, c=0.1\sim 0.3$ mm の曲げ試験片を用いた。また、ノッチ形状は #160～#200 のダイヤモンドカッターにて注意深く試験片の片面中央部に幅 0.3 mm、深さ 0.75 mm の U 溝をつけ、スパン 30 mm、クロスヘッドスピード 0.5 mm/min の条件により実験を行った。

ここで、 K_{Ic} は次式により求めた。

$$K_{Ic} = 3 PS/2 BW^{3/2} \cdot a^{0.5} \cdot Y \quad (2)$$

ここに、 Y は形状因子

Fig. 3. EPMA photographs of fracture surfaces of ZrO_2 (S).

Fig. 4. EPMA photographs of fracture surfaces of ZrO_2 (A).

Fig. 5. EPMA photographs of fracture surfaces of ZrO_2 (B).

であり、次式により求めた。

$$Y = A_0 - A_1(d/W) + A_2(d/W)^2 - A_3(d/W)^3 + A_4(d/W)^4 \quad (3)$$

ここで、 d はU溝の深さ、 W は曲げ試験片の厚みである。本実験では $d/W=1/4$ で行った。また定数 A_0, A_1, A_2, A_3 はそれぞれ 1.972, -2.747, 13.44, -22.85, 23.86 で、松野、若井によって報告された値を使用した⁷⁾。

3. 結果と考察

微小圧子押し込み法（以下 ID 法と記す）とノッチドビーム法（以下 SENB 法と記す）から求めたそれぞれの破壊靱性値の関係を図 8 に示す。

ところで、ID 法と SENB 法との実験手順を考えると、ID 法の場合はその性格上、き裂の長さを正確

Fig. 6. Idealized deformation/fracture pattern for Vickers indentation, showing (A) initiation and (B) propagation stages of median crack development. After Lawn and Marshall¹⁰⁾.

に測定するために試料表面を鏡面仕上げにする必要があるのに対して、SENB 法の場合は必ずしも必要ではなく表面の加工については JIS の規格に適合する程度でよい。

本実験に使用したジルコニア系材料は部分安定化ジルコニアである。この材料のマトリックス中に分散している正方晶のジルコニア相は十分に安定ではなくて、表面研削や切り込みなどの加工により容易に単斜晶に相転移することが観察されており、例えば、ピッカーズ圧子によって単斜晶に相転移することが報告されている¹¹⁾。

以上のことから、研磨加工によりどの程度、破壊靱性が低下するのかを調べるために、SENB 法に使用する試験片の切り欠きを付けた反対側の面を ID 法に用いたときと同様の加工手順により鏡面仕上げを行った試験片を使用してノッチドビーム法試験を行った。

図 8 において、窒化ケイ素系試験片について切り欠き部反対面の研磨による K_{Ic} の値の変化はすべて測定誤差の範囲内にはいった。一方、ジルコニア系試験片についてはジルコニア系 A の K_{Ic} 値が研磨によって約 $3 \text{ MN}/\text{m}^{1.5}$ もの著しい低下を示した。図 8 にはジルコニア系試料 A の研磨前の K_{Ic} を点線で示した。

これら SENB 法の実験における条件の相異点は研磨加工をしたか否かであり、ID 法により求めた破壊靱性値は正方晶から単斜晶に相転移した状態の値と考えら

Fig. 7. Vickers pyramid indentation on $ZrO_2(S)$ load=20 kgf.

Fig. 8. Relationship between $K_{Ic}(ID)$ and $K_{Ic}(SENB)$ with specimens of polished surface. Dotted mark shows K_{Ic} value of ZrO_2 (A) before polishing.

れ、本報告において実験に用いたジルコニア系材料（ここでは部分安定化ジルコニア）が研磨加工により容易に相転移したと考えられる。

表 2 は研磨加工後におけるそれぞれの材料の χ の値を示したものである。ここで、ほとんどの材料について χ の値は 0.10 前後という結果が得られたが、研磨加工により著しい破壊靱性値の低下を示したジルコニア系 A の研磨加工前の χ の値は 0.14 であった。以上により一部の相転移を伴う材料を除いて、窒化ケイ素、ジルコニアセラミックスの χ の値としては、0.10 が妥当であると考えられる。

ところで、本報告では (1) 式を用いて ID 法から破壊靱性値 K_{Ic} を求めた。

一方、破壊靱性に関して、次のような関係式が報告されている⁹⁾。

$$(K_{Ic}/H \cdot a^{0.5})(H/E)^{0.5} = 0.028(c/a)^{-1.5} \quad (4)$$

ここで、 H は硬度、 a は圧こんの大きさの 1/2、 E は弾性係数である。

Table 2. χ values of the respective polished specimens.

Specimen	Type	χ
ZrO_2	S	0.10
	A	0.10*
	B	0.12
	C	0.10
Si_3N_4	D	0.10
	E	0.11
	F	0.10

* value of ZrO_2 (A) before polishing was 0.14.

これらの関係式より
$$\chi \propto (E/H)^{0.5} \quad (5)$$

が得られる。

今後、セラミックス部材から直接的に破壊靱性を測定できる微小圧子押し込み法による測定技術を確立させるためにはビッカース圧子に加える負荷荷重の効果及び弾性係数と硬度についてのデータの収集が望まれる。

謝 辞 本研究に関して有益な助言を賜った東京工業大学工業材料研究所の近藤建一助教授、野間竜男氏並びに名古屋工業技術試験所の松野外男主任研究官、同若井史博研究官に深く感謝の意を表します。

文 献

1) B.R. Lawn et al., *J. Mater. Sci.*, **10**, 2016 (1975).
2) 松野外男, 伊藤正治, 奥田 博, セラミックス, **16**, 546-53 (1981).
3) M. Majdic and G. Ziegler, *Ber. Deut. Keram. Ges.*, **57**, 143 (1980).
4) 横堀武夫, “材料強度学 第2版”, 岩波全書, 15-18 (1974).
5) 野間竜男, 私信.
6) B.R. Lawn and D.B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.*, **62**, 348 (1979).
7) 松野外男, 若井史博, 昭和 56 年窯業協会東海支部学術研究発表会前刷 (1981).
8) 福長 脩, セラミックス, **17**, 106-11 (1982).
9) G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn and D.B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**, 533-38 (1981).