539 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ 複合セラミックスの繰返し応力下における自己き裂治癒挙動と治癒温度における疲労強度特性

Crack-healing behavior of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ composite ceramics under cyclic stress and fatigue strength at healing temperature

○ 正 高橋宏治 (横浜国大) 正 安藤 柱 (横浜国大)
 中山 晋 (横浜国大院) 斎藤慎二 (日本発条㈱)

Koji TAKAHASHI, Yokohama National University. 79-5, Hodogaya, Yokohama
 Kotoji ANDO, Yokohama National University. 79-5, Hodogaya, Yokohama
 Shin NAKAYAMA, Graduate Student, Yokohama National University
 Shinji SAITO, NHK Spring Co. Ltd. 3-10 Fukuura, Kanazawa, Yokohama

Key Words : Crack-healing, $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$, Cyclic fatigue strength, Recovery of strength.

1 緒 言

構造用セラミックスの一部は、自己き裂治癒能力を示すことが知られている。著者らが焼結した、 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ ^(1,2)およびムライト/ SiC ⁽³⁾は、1300℃の大気中における1時間の熱処理により、曲げ強度を半分以下まで低下させる100μm程度のき裂を完全に治癒できる。さらに、治癒部の曲げ強度に対する耐熱限界は、 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ とムライト/ SiC でそれぞれ1300℃あるいは1200℃であり、母材部の耐熱限界と同等である。き裂の治癒には、大気からの酸素が必要であるため、内部欠陥は治癒されない。そこで、「き裂治癒+保証試験」なるセラミックス部品の品質保証法を提案し、保証応力の温度依存性を明らかにした⁽⁴⁾。

これまでの著者らの研究は、セラミックス部品の使用前の信頼性保証法に関するものである。しかし、使用開始後に、発生した表面き裂に関する信頼性保証法は未解明である。使用中に発生したき裂をその場で治癒することができ、しかも治癒部が母材部に匹敵する強度を有していれば、セラミックス部品の使用中の信頼性が向上するであろう。先の研究では、一定応力下におけるき裂治癒挙動を調査した^(5,6)。しかし、繰返し応力下におけるき裂治癒挙動は明らかではない。そこで本研究では、き裂治癒能力が優れた $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ を用いて、使用環境を想定した高温・繰返し応力下におけるき裂治癒挙動と、それぞれのき裂治癒温度における疲労強度特性を調査した。

2 供試材および実験方法

使用した材料は窒化けい素(Si_3N_4)と炭化けい素(SiC)の複合セラミックスである。 SiC 粉末の添加量は Si_3N_4 に対し20wt%とし、焼結助剤に Y_2O_3 8wt%を用いた。1800℃、2時間、窒素ガス雰囲気中、35MPaのホットプレスにより焼結体を得た。この焼結体より3×4×20mmの試験片を切り出し、引張面に鏡面研磨を施した。ビッカース法により、試験片の引張り面中央部に予き裂を導入した。予き裂は、表面長さが約100μmの半円き裂(アスペクト比0.9)である。

本研究では、800℃～1200℃の大気中において、繰返し曲げ応力下でき裂治癒を行った。繰返し曲げ応力は最大値が $\sigma_{\max}=210$ MPa、応力比が $R=0.2$ および周波数が $f=5$ Hzである。210MPaは予き裂材の室温における疲労限度にほぼ等しい値である⁽²⁾。電気炉の昇温および降温速度は10℃/minとした。無応

力下でのき裂治癒を防ぐため、繰返し応力を負荷した後、昇温を行った。き裂治癒を行った後、室温およびそれぞれのき裂治癒温度で曲げ試験を行った。続いて、き裂治癒温度において、繰返し曲げ疲労試験を行った。き裂治癒、曲げ試験および疲労試験の負荷形式は、スパン長さ16mmの三点曲げである。疲労試験は、応力比 $R=0.2$ および周波数 $f=5$ Hzで行った。本研究では、 10^6 回の繰返しに耐えた最大の応力を疲労限度(σ_{res})と定義した。破面観察には、走査型電子顕微鏡を用いた。

3 実験結果および考察

3.1 曲げ強度に及ぼすき裂治癒温度の影響 100μmの予き裂を有する試験片を用いて、800℃～1200℃の大気中で5時間、繰返し曲げ応力下でき裂治癒を行った。その後、室温で三点曲げ試験を行った。図1に、曲げ強度とき裂治癒温度の関係を示す。平滑材および予き裂材の室温における曲げ強度の平均値は、それぞれ約800MPaおよび約400MPaである。このように、約100μmの予き裂を導入することにより、曲げ強度が半分程度に低下する。図中に*印で示した試験片は破壊起点がき裂治癒部以外であったことを示している。これらの試料の破壊起点

Fig.1 Effect of crack-healing temperature on the bending strength of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ at room temperature. Data marked with an asterisk indicate that fracture occurred outside of the crack-healed zone.

は、主として焼結時に生じた微小な内部欠陥である。き裂治癒温度が 1000℃～1200℃の場合には、9 個中 8 個の試験片がき裂治癒部以外から破断しており、き裂治癒がほぼ完全であったと言える。

3.2 き裂治癒温度における治癒材の曲げ強度および疲労強度
100 μm の予き裂を有する試験片を用いて、1000℃～1200℃の繰返し応力下でき裂治癒を行った後、それぞれの治癒温度で三点曲げ試験および繰返し疲労試験を行った。図 2 に、き裂治癒温度が 1100℃の場合の試験結果を示す。図 2 の左側に、三点曲げ試験結果を示す。これらの試験片の曲げ強度は、図 1 に○印で示した平滑材の室温における曲げ強度と同等である。したがって、き裂治癒温度においても、治癒部の曲げ強度は十分に高い。本研究では、き裂治癒材の治癒温度における曲げ強度の比較として、平滑材の室温における曲げ強度を用いた。この理由は、本供試材の曲げ強度に対する耐熱限界は 1300℃程度あるため、1200℃程度までの曲げ強度は室温での曲げ強度にほぼ等しいとみなせるからである⁽¹⁾。図 2 より、1100℃き裂材の σ_{fb} は、650 MPa 程度である。疲労試験において非破断の試験片を用いて、疲労試験温度と同一温度において曲げ試験を行った。図 2 の右側に疲労試験後に行った曲げ試験の結果を示す。

図 3 に、1000℃～1200℃大気中の繰返し曲げ応力下においてき裂治癒を行い、それぞれの治癒温度において、三点曲げ試験および疲労試験を行った結果を示した。●印で示したき裂治癒材の治癒温度における曲げ強度は、平滑材の室温における曲げ強度(○印)と同等である。□印で示した疲労限度は、 $\sigma_{fb}=550\sim 650$ MPa 程度である。これらの値は、平滑材の室温における曲げ強度(約 800 MPa)の約 70～80% である。したがって、1000℃～1200℃の応力下で治癒した治癒部の曲げ強度および疲労限度は、それぞれの治癒温度においても高い値を示していることが明らかとなった。▲印で示した疲労試験で非破断の試験片の曲げ強度は、疲労試験前の治癒材の曲げ強度と同等、あるいは若干向上している。疲労試験後の試験片の曲げ強度が向上する傾向は、これまでの研究においても認められている⁽⁴⁻⁶⁾。

Fig.2 Cyclic fatigue test results of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$. Crack-healed and fatigue tested at 1200℃. Data marked with an asterisk indicate that fracture occurred outside of the crack-healed zone.

この理由の一つとして、疲労試験中に表面直下の欠陥が治癒されたことが考えられる。

4 結 言

き裂治癒能力が優れた $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ セラミックスの繰返し応力下におけるき裂治癒挙動を明らかにするため、800℃～1200℃の繰返し応力下でき裂治癒を行った。き裂治癒材の室温およびき裂治癒温度(1000℃, 1100℃および1200℃)における三点曲げ強度および繰返し曲げ疲労強度特性を明らかにした。

- (1) き裂治癒温度が 1000℃～1200℃の場合には、き裂材の疲労限度に相当する繰返し曲げ応力下($\sigma_{max}=210$ MPa)でも、5時間で100 μm 程度のき裂を完全に治癒することができる。
- (2) き裂治癒温度が 1000℃～1200℃の場合には、き裂治癒材の 10^6 回の破断繰返し数で定義した繰返し疲労限度は、550MPa～650MPa 程度である。この値は平滑材の室温における曲げ強度(約 800 MPa)の 70～80% 程度の値であり、き裂治癒部の疲労強度は十分に高いと言える。
- (3) 結論(1)および(2)より、本研究で用いた $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ は、温度、応力および環境の条件によっては、使用中に生じたき裂をその場で治癒する能力を有している。

参考文献

- (1) 安藤 柱, 秋 ミンチョル, 小林康良, 姚 斐淵, 佐藤繁美, 機論 A, **65**-633, 1132 (1999).
- (2) K.Ando, M.C.Chu, F.Yao and S.Sato, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, **22**, 897 (1999).
- (3) 安藤 柱, 辻 毅一, 平澤利和, 小林康良, 秋 ミンチョル, 佐藤繁美, 材料, **48**-5, 484 (1999).
- (4) K. Ando, Y. Shirai, M. Nakatani, Y. Kobayashi and S. Sato, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **22**-1, 121 (2002).
- (5) K.Ando, K.Houjyou, M.C.Chu, S.Takeshita, K.Takahashi, S.Sakamoto and S.Sato, *J.Eur.Ceram.Soc.*, **22**-8, 1339 (2002).
- (6) 高橋宏治, 金炳守, 秋ミンチョル, 佐藤繁美, 安藤柱, 機論 A, **68**-671, 1063 (2002).

Fig.3 Summary of the experimental results on crack-healed specimens of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ tested at each healing temperature. Data marked with an asterisk indicate that fracture occurred outside of the crack-healed zone.