自己き裂治癒能力の応用によるセラミックスの接触強度向上*

高橋 啓太^{*1}, 西尾 嘉唯^{*2}
高橋 宏治^{*3}, 安藤 柱^{*3}

Improvement of Contact Strength in Ceramics by Crack-Healing

Keita TAKAHASHI^{*4}, Yoshitada NISHIO,
Koji TAKAHASHI and Kotoji ANDO^{*4} Graduate School of Engineering, Yokohama National University,
79-5 Tokiwadai, Hodogaya-ku, Yokohama-shi, Kanagawa, 240-8501 Japan

Ceramics are expected as the structural materials but they are brittle materials. Therefore there is a possibility of rapid fracture when a contact stress intensively acts on the surface of materials. Therefore improvement of reliability is needed for ceramics used under a local contact stress. In response, the crack healing ability of ceramics is extremely effective. If the crack-healing ability of ceramics is used on structural components, great benefits can be anticipated, such as an increase in the reliability of structural ceramic members and a decrease in the inspection, machining and polishing costs of ceramic components. In the present study, the effects of the crack-healing on contact strength were investigated for $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ which was subjected to various machining process. The evaluation of contact strength was done by sphere indentation test that used acoustic emission (AE) together. As a result, the contact strength of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ was improved by crack-healing with a combination of rapping even for the material that had machining cracks induced by a heavily machining process.

Key Words: Ceramics, $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$, Crack-Healing, Contact Strength, Sphere Indentation

1. 緒 言

セラミックスは、耐摩耗性・耐食性に優れていることから、ベアリングなどの摺動部材として用いられている。また、耐熱性に優れるため、ガスタービンなどの高温構造用部材としても期待されている。しかし、セラミックスは脆性材料であるため、破壊靱性値が低いという欠点を持っている。特に、接触領域においては応力が集中的に作用するため、き裂が発生すると急速破断に至る危険性を有している。そのため、局所的な接触応力下における信頼性向上に対する要望が高い。これまでの安藤らの研究⁽¹⁾⁻⁽²⁾により、セラミックスが有する自己き裂治癒能力を活用することにより、セラミックスの曲げ強度や疲労強度を大幅に向上できることが明らかとなっている。機械加工によって導入される加工き裂、及び使用中に発生するき裂を治癒出来れば、構造用セラミックスの接触強度向上と、信頼性確保の両方が達成できるであろう。また、加工き裂の治癒は、セラミックス部材の製造コスト削減にもつながる⁽³⁾。本研究では、セラミックスの接触強度特性に対

する自己き裂治癒の効果を明らかにすることを目的とした。そのために、接触強度に対するき裂治癒効果を、アコースティック・エミッション (AE) を併用した球圧子押し込み試験によって評価した。

2. 供試材及び実験方法

2-1 供試材、加工研磨処理方法 供試材は、 Si_3N_4 に SiC 粒子を 20wt.% 複合した $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ 複合材である。焼結助剤として Y_2O_3 を 8wt.% 用いて加圧焼結し、寸法が $3 \times 4 \times 40\text{mm}$ の、JIS 規格に準じる鏡面仕上げ研磨を行った試験片を作製した。これを「平滑材」と呼ぶ。本研究では様々な表面状態での接触強度に対するき裂治癒効果を調査するために、平滑材に対して、種々の表面加工を施した。#200 砥石による粗研磨相当の「#200 加工材」、#400 砥石による中仕上げ研磨相当の「#400 加工材」、さらに、表面粗さの影響を考慮するために、#400 加工材の最表面の約 $5\mu\text{m}$ のみ粒径 $6\mu\text{m}$ のダイヤモンドスラリーでラッピング加工し、表面粗さを抑えた「#400RAP 材」を作製した。そして、それらの試験片に対して、大気中で 1300°C 、1 時間の熱処理を施し、各試験片の接触強度に対する自己き裂治癒効果を検討した。

* 原稿受付 2010 年 5 月 6 日。

^{*1} 学生員, 横浜国立大学大学院工学府 (〒240-8501 横浜市保土ヶ谷区常盤台 79-5)。^{*2} 横浜国立大学大学院工学府。^{*3} 正員, 横浜国立大学大学院工学研究院。

E-mail: ktaka@ynu.ac.jp

2・2 実験方法 表面の接触強度は、AE を併用した球圧子押し込み試験により評価した。球圧子は WC 球($\phi 4.0\text{mm}$)を用い、押し込み負荷速度は 2.0 kN/min とした。き裂発生により放出される AE 信号が、データレコーダ上で検出された時の荷重をき裂発生限界荷重 P_{max} とした。試験力は荷重が P_{max} に達した後、直ちに除荷した。図 1 に球圧子押し込み試験の概略図と AE 信号を示した。き裂発生限界荷重は、Weibull 分布で表わし、その尺度母数 β (63%破壊確率強度) を接触強度と定義して評価した。その際、サンプル数は 15、ランク法はメディアンランク法を用いた。また、三点曲げ試験による曲げ強度と触針式表面粗さ計による表面粗さの測定も行った。

Fig. 1 Schematic illustration of ring-cracks on surface and AE signal

3. 結果及び考察

3・1 接触強度の Weibull 分布 表 1 に各試験片の形状母数、尺度母数、曲げ強度及び表面粗さの値を、図 2 に、各試験片の接触強度の Weibull 分布を示した。

平滑材(○印)は、尺度母数付近より右上のプロットは、ばらつきが少なく、高い荷重域に集まり、左下のプロットは、ばらつきが大きく低い荷重域に表れている。これは、き裂の発生が、母材の強度だけでなく、既存のき裂の有無にも依存するためと考えられる。つまり、前者は、母材からのき裂発生を表し、後者は、既存き裂からの新たなき裂発生を表していると考えられる。一方、この平滑材を治癒した平滑治癒材(●印)は、平滑材(○印)に比べて形状母数と尺度母数が大幅に向上した。これは、加工き裂が治癒されたため、鏡面に残存する既存き裂からのき裂発生が少なくなったためと考えられる。

Table1 Shape parameter α and scale parameter β and bending strength and roughness of specimens

Specimens	Shape parameter α [-]	Scale parameter β [kN]	Bending strength σ [MPa]	Surface roughness R_z [μm]
Smooth	1.9	0.65	861.9	0.10
Smooth-Healed	3.8	0.93	915.4	0.66
#200	1.4	0.33	521.6	2.74
#200-Healed	1.4	0.12	900.0	2.81
#400	1.4	0.40	648.5	1.52
#400-Healed	1.1	0.30	913.7	1.82
#400-RAP	1.1	0.56	676.2	0.15
#400-RAP-Healed	3.6	1.06	856.5	1.02
#400-Healed-RAP	3.2	1.06	—	0.23

Fig. 2 Weibull distribution of crack initiation load

図 2 に示したように、#400 加工材(△印)では、形状母数、尺度母数ともに、平滑材より低い値を示した。これは、加工による既存き裂が多数存在するため、き裂発生要因の大半が既存き裂によるものであったためと考えられる。また、#400 加工材を治癒した#400 加工治癒材(▲印)の尺度母数は#400 加工材よりも低い値となった。その原因として、加工き裂は治癒されたが、加工による表面粗さが大きいため、表面の凹凸を治癒物質により完全に埋めることが出来なかったことが考えられる。しかし、表面粗さを抑えた#400RAP 材(◇印)は低荷重域を除き平滑材と同様の接触強度分布を示した。一方、#400RAP 治癒材(◆印)は平滑治癒材と同様の強度分布を示した。よって、接触強度は、き裂発生要因となる既存き裂を治癒することによって向上する

ことがわかった。また、強加工が施された部材は、接触強度が低く、治癒しても接触強度は上がらないが、表面層のみのラッピングを行い、表面粗さを抑えた後に治癒することで、接触強度が大幅に向上することがわかった。

3・2 表面粗さが曲げ強度に及ぼす影響 図3に表面粗さと曲げ強度の関係を示す。図3より、治癒していない試験片は、加工条件が厳しいものほど粗さは大きくなり、曲げ強度は低くなった。しかし、これらは、き裂治癒を施すことによって全ての試験片において、平滑材と同等またはそれ以上まで曲げ強度が向上した。よって、表面粗さによらず、全ての試験片において、既存き裂は完全に治癒されたと考えられる。⁽³⁾

Fig.3 Relationship between bending strength and surface roughness of specimens

3・3 表面粗さが接触強度に及ぼす影響 図4に表面粗さと接触強度の関係を示す。この際、接触強度は図2及び表1における尺度母数 β の値にて評価した。図4に示すように、接触強度においては、治癒前の試験片は、表面粗さの増加に伴い、強度が低下した。また、平滑治癒材と#400RAP 治癒材は、治癒により、既存き裂が完全に治癒されたため、接触強度が大幅に向上した。しかし、#400 加工治癒材と#200 加工治癒材は、既存き裂が完全に治癒されているにもかかわらず、接触強度は向上しなかった。よって、接触強度は、既存き裂だけでなく部材の表面粗さにも大きく依存すると考えられる。そこで、表面粗さが大きいために接触強度が低くなったと考えられる#400 加工治癒材に対して、最表面のみ5 μ m程度ラッピング研磨し、粗さを抑えて接触強度を測定したところ、図中▼印で示すように、大幅な接触強度向上が得られた。このことから、接触

強度は、自己き裂治癒により既存き裂を治癒し、さらに表面粗さを抑えることで大幅に向上させることが出来ることがわかった。

Fig.4 Relationship between contact strength and surface roughness of specimens

4. 結 言

製造工程における高効率な加工によって、き裂が多く生じてても、き裂治癒の前後のいずれかに最表面の粗さのみ取り除けば、窒化ケイ素/炭化ケイ素複合材の接触強度は大幅に向上するという新しい知見が得られた。この結果は、セラミックス部材の製造コスト削減や、信頼性向上に大きく貢献できるものであると言える。

謝 辞

本研究は科研費若手研究B(課題番号:20760067)の支援により実施された。ここに記して謝意を表します

文 献

- (1) Ando,K.,Chu,M.,Kobayashi,Y.,Yao,F.,Sato,S., Crack Healing Behavior and High Temperature Strength of Silicon Nitride Ceramics, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A*, vol.65,633(1999-5),pp.1132-1139
- (2) Yao,F.,Ando,K.,Chu,M.,Sato,S., Static and Cyclic Fatigue Behavior of Crack-Healed Si₃N₄/SiC Composite Ceramics, *Journal of the European Ceramics Society* vol.21(2001), pp.991-997
- (3) Jung,Y.,Nakao,W.,Takahashi,K.,Ando,K.,Saito,S., Strength Recovery of Heavily Machined Si₃N₄/SiC Composite Ceramics by Crack-Healing, *Transactions of the Japan Society of Spring Engineers* vol.52(2007),pp.98-102