

ムライト／SiC複合セラミックスの き裂治癒挙動と疲労強度特性

神奈川県立平塚高等職業技術校 古澤琴風

横浜国立大学 安藤 柱・秋 暎 桐蔭横浜大学 辻 毅一

日本発条株式会社 佐藤繁美 横浜国立大学（院生） 花形 剛

1. 緒言

ムライトは、焼結が容易であるにもかかわらず、高温強度と耐酸化性に優れている。しかし、破壊韧性値が約 $2.5\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ と低いために、欠陥感受性が高い。そのために、加工コストや検査コストが高く、しかも信頼性が高くないという欠点がある。この問題を克服する手段としては、次の二通りの方法が考えられる。

- (1) 微視組織制御や繊維強化等により、材料を高靱性にする。
- (2) 材料に欠陥治癒能力を付与し、加工時等に発生した欠陥を治癒してしまう。

ところで、構造用セラミックスに関する世界の研究動向は、上記(1)が主流であり、上記(2)に関しては、ほとんど研究が実施されていないのが実状である。安藤らは、ムライトに関する系統的な研究を実施し、ムライト単体には欠陥治癒能力がないものの、これに微細なSiC粒子を15~20vol%添加することにより優れたき裂治癒能力を発現することを明らかにしている^{1), 2), 3)}。このき裂治癒現象^{1)~14)}を合理的に利用すれば、セラミックス部品の信頼性の向上、加工コストの削減、保守管理の簡易化および機器の長寿命化に大きく貢献できるものと考えられる。

さらに、このようなセラミックス部品の信頼性保証法としては、「き裂治癒+保証試験」が有用な方法であることも示している^{14), 15)}。また、この方法を実用化するためには、き裂治癒部の強度特性を解

明し、かつその特性を向上させることが必要^{4)~8)}である。以上のような観点から、安藤らは、ムライト／SiC複合セラミックスのき裂治癒材の高温強度特性¹⁶⁾と室温での疲労強度¹⁷⁾を調査している。その結果、き裂治癒部は、約1100℃までは母材部以上あるいは母材部に匹敵する静的強度を有することが明らかとなった。また、室温での疲労試験においては、き裂治癒部が母材部に匹敵あるいはそれ以上の強度を有するために、大部分の試験片が母材部で破断した。しかしながら、高温域におけるき裂治癒部の繰返し疲労強度や静的疲労強度特性に関する研究例は見当たらない。

そこで、本論文においては、室温での疲労試験においては、何とかき裂治癒部を破損させ、その特性を調査することと、高温域におけるき裂治癒材の静的疲労強度特性を解明することを目的として研究を実施した。その結果、き裂治癒材の疲労強度特性に関して興味深い知見が得られたので、その結果を報告する。

2. 供試材および実験方法

ムライト粉末は、共立窯業製のKM101（平均粒径： $0.2\mu\text{m}$ ， Al_2O_3 含有率71.8wt%）であり、SiC粉末は、イビデン製のUltrafine（平均粒径： $0.27\mu\text{m}$ ）である。このムライト粉末にSiC粉末を15vol%配合し、アルコール中で湿式混合した。その後、エバポレータで溶媒を抽出してから、真空乾燥炉で乾燥させ、混合粉末を調整した。この粉末を窒素ガス中で、

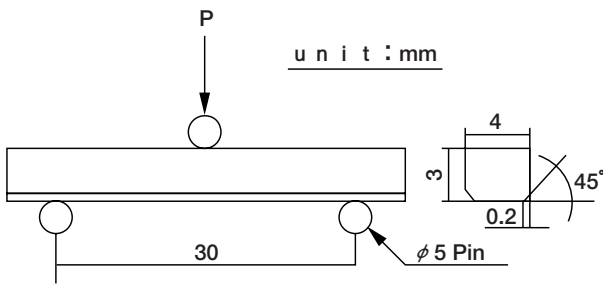
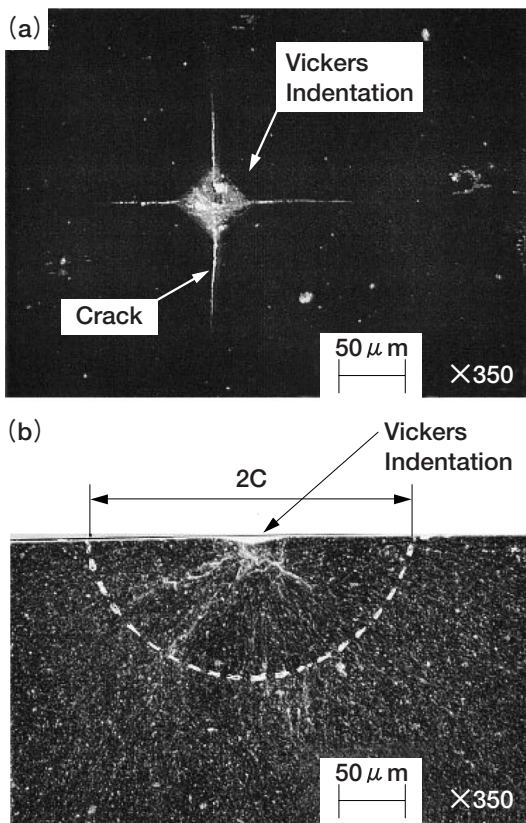


図1 試験片寸法と3点曲げ試験方法



(a) ビッカースインデンテーション法による圧痕と予き裂
(b) き裂形状

図2 予き裂とその破断面

ホットプレスして、 $5 \times 90 \times 90$ mmの焼結体を作成した。さらに図1に示すように、JIS規格¹⁸⁾に従って $3 \times 4 \times 40$ mmの曲げ試験片を作成した。曲げ強度は、JIS規格¹⁸⁾に従った3点曲げ試験で評価した。なお、曲げ試験時のクロスヘッド速度は 0.5 mm/minとした。

試験片へのき裂導入は、インデンテーション法に

よった。表面のき裂長さ $2C$ を約 $100 \sim 200 \mu\text{m}$ とするためにビッカース荷重を $9.8 \sim 29.4$ Nとした。このき裂断面の様相を、図2に示した。(a)は、予き裂を導入した試験片表面の写真である。中央の菱形は、ビッカースの圧痕であり、四方向に伸びている白い線が予き裂である。(b)は、破面の様相を示したものである。この破面からもわかるように、き裂はアスペクト比が大略 $0.8 \sim 0.9$ の半楕円形であった。

き裂を治癒させるための熱処理条件は、これまでの研究で得られた最適条件である^{16), 17)} 雰囲気：大気中、温度： 1300°C 、き裂治癒時間：1時間、昇温速度： $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 、冷却は炉冷とした。繰返し疲労試験は、応力比(R)： 0.2 、周波数： 5 Hz、荷重波形：正弦波で実施し、破断寿命 N_f を評価した。静的疲労試験は、一定荷重下で実施し、破断までの時間 t_f を評価した。破断面観察には、走査型電子顕微鏡(SEM)を使用した。

3. 実験結果と考察

3.1 完全に治癒可能な予き裂寸法の調査

完全に治癒可能なき裂の寸法は実用上重要なものである。そこで、予き裂寸法 $2C$ を、約 $100 \mu\text{m}$ から約 $225 \mu\text{m}$ まで変化させて、完全に治癒可能なき裂寸法を調査した。き裂の寸法は、前述のビッカース荷重を微調整して変化させた。その結果を図3に示した。

図中の○印は、JIS規格に従って製作された受納材の結果であり、平均曲げ強度は、約 400 MPaである。これに予き裂を導入した場合には、△印で示すように、受納材よりかなり低い値 $180 \sim 110$ MPaを示し、 $2C$ が大きくなるほど低下する傾向を示している。これに対して、●印の結果は、受納材に存在する微小なき裂を治癒した後の曲げ強度である。この場合の曲げ強度は約 580 MPaであり、受納材のそれよりかなり高い値を示している。このことは、本供試材のような低靱性な材料がSiC粒子で複合化されている場合には、例えJIS規格に従って試験片を

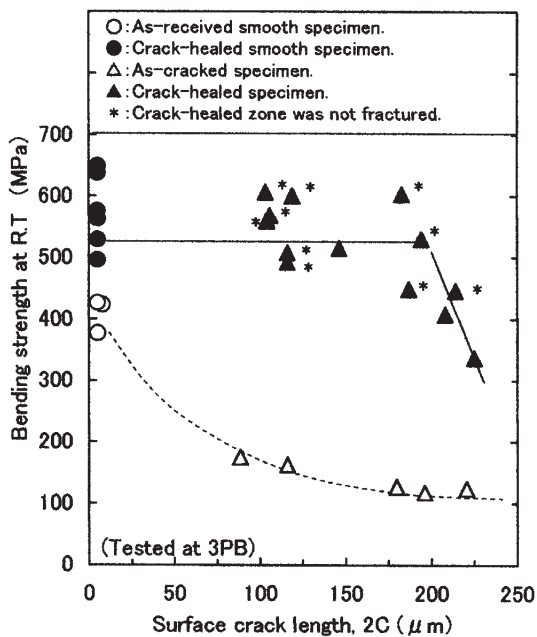
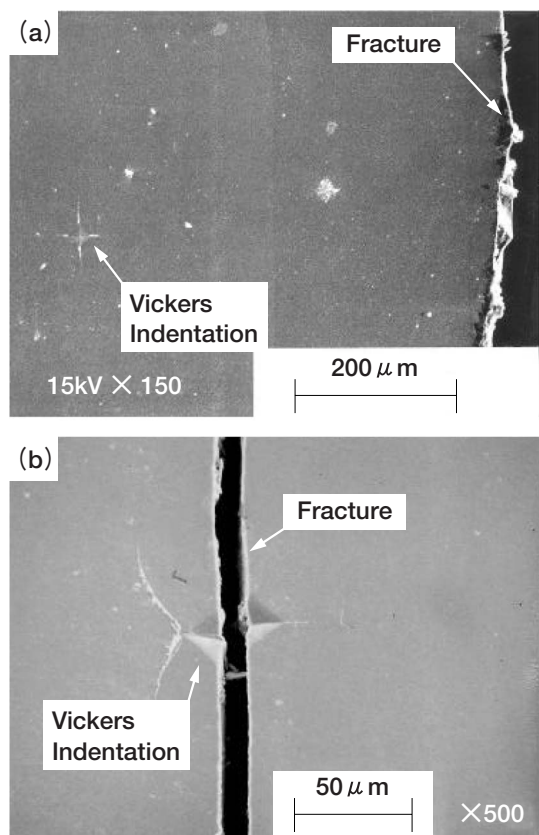


図3 予き裂寸法がき裂治癒後の室温での曲げ強度に及ぼす影響

製作したとしても、その表面部には微小なき裂が存在することを示している³⁾。

次に、▲印の結果は、前述の予き裂を導入してからそのき裂を治癒した場合の曲げ強度である。なお、図中で*印を付した結果は、3点曲げ試験であるにもかかわらず予き裂部以外で破断した例である。その破断パターンを図4に示す。

図4(a)は、圧痕部以外から破断したことを示し、き裂治癒部は母材部より高い曲げ強度を有していることを示している。また、図4(b)は、圧痕部から破断したことを示している。これらのことから、図3から明らかのように、予き裂寸法2Cが200μm以下の範囲内では、き裂治癒材は約550MPa程度の曲げ強度を示し、しかも大部分の試験片が予き裂部以外で破断している。しかし、2Cが200μm以上になると、曲げ強度が低下する傾向がうかがえる。以上より、本供試材の予き裂を、前述の条件で治癒した場合に、完全に治癒可能な予き裂寸法は、2Cが約200μm以下の半楕円き裂（アスペクト比：大略0.8～0.9）であると結論される。



(a) 圧痕部以外からの破断 (b) 圧痕部からの破断
図4 破断パターン

3.2 き裂治癒材の室温での繰返し疲労強度特性

ムライト/SiC複合セラミックスき裂治癒材の、室温における繰返し疲労強度特性を定量的に検討した。得られた実験結果を $\sigma_{max} - N_f$ の関係で整理し、図5に示した。ここで、 σ_{max} は最大荷重時の応力、 N_f は破断寿命である。また、図5の左欄、すなわち、繰返し数2サイクル以下の部分には、治癒が完全な場合における室温での静的曲げ試験の結果を示した。

図中の○印は受納材の、△印は2C = 100μmなる予き裂材の、また◇印は2C = 200μmなる予き裂材のS-N曲線である。当然のことながら、予き裂材のS-N曲線は、受納材のそれに比べて相当低い値を示している。次に、▲印は2C = 100μmの予き裂を、また◆印は2C = 200μmの予き裂を治癒した場合の結果である。図中で、*印を付した結果は、やはり予き裂部以外で破断した例であり、2C = 100μ

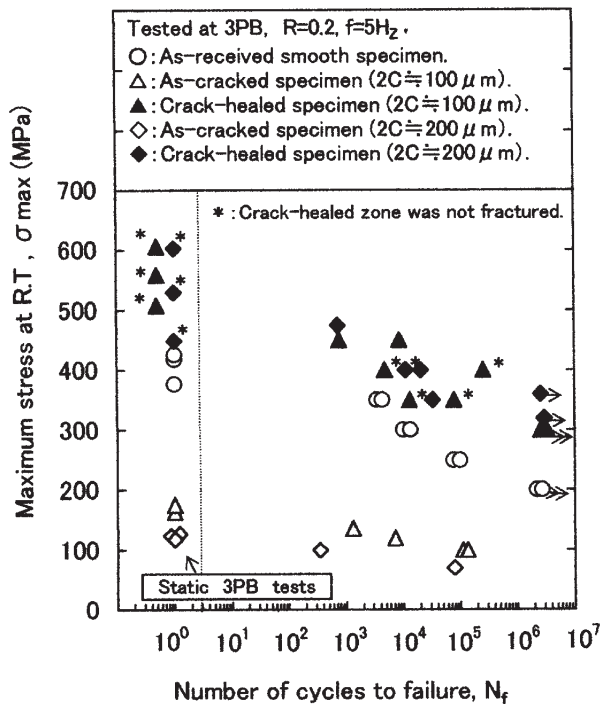


図5 室温での最大曲げ応力 (σ_{max}) と破断までの繰返し数 (N_f) の関係

mのき裂治癒材では、前報で報告したごとく¹⁷⁾、ほとんどの試験片が予き裂部以外で破断していた。このことは、前述のごとく2C=100 μmの予き裂は完全に治癒されており、しかも十分な疲労強度を有することを示している。そこで、緒言でも述べたごとく、何とか予き裂部から疲労き裂を発生させて、その場合の特性を調査するために、2C=200 μmなるき裂治癒材の疲労試験を実施した。その理由は、2C=200 μmなる試験片では、2章で述べたごとくビッカース荷重が高く、その分圧痕が大きくなっている。したがって、圧痕底部の応力集中が増大し、その部分から疲労き裂が発生することが期待されるためである。

2C=200 μmのき裂治癒材では、期待どおりに多くの試験片が予き裂部から破断した。しかし、2C=100 μmなるき裂治癒材と2C=200 μmなるき裂治癒材では、S-N曲線に顕著な差異は認められなかった。図中において、→印を付した結果は、N=(2~3) × 10⁶回の荷重負荷で破断しなかった

ために、実験を中止した結果である。以後この応力 (σ_{max}) を σ_{N0} と記すこととする。予き裂材の σ_{N0} は2Cによるものの、約50~70MPaと推定される。また受納材の σ_{N0} は約200MPaである。これに対してき裂治癒材の σ_{N0} は、2Cにあまり依存せず約300MPaであり、受納材以上に向上している。また、予き裂材に比べれば、 σ_{N0} が5~6倍に向上している。以上より、ムライト/SiCのき裂治癒現象は、繰返し荷重に対しても十分有効であると結論される。

図6に、2C=200 μmのき裂治癒材の繰返し疲労破面を示した。試験条件は、 $\sigma_{max}=350\text{MPa}$ 、 $N_f=3.35 \times 10^4$ 回である。図から明らかなように、疲労き裂は、ビッカース圧痕より発生している。破面の酸化物・性状等から、図中の白い破線内は予き裂が治癒された部分であり、その他の領域は母材部が破壊した部分であると推定される。もし、き裂治癒部が弱いと、き裂は完全に治癒部にそって伝播するはずである。しかし、本供試材の場合には、あえてき裂治癒部付近でき裂を発生させたにもかかわらず、き裂の半分ぐらいは治癒部をそって伝播している。このことから、き裂治癒部は母材部に匹敵あるいはそれ以上の疲労破壊抵抗を有していると結論される。

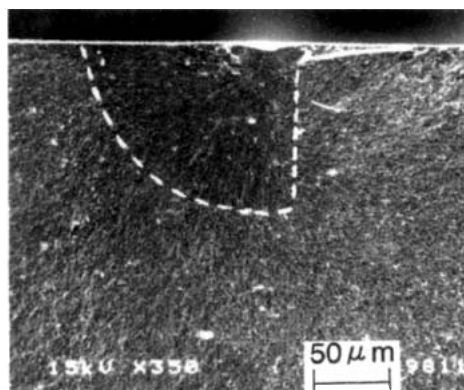


図6 繰返し疲労試験でのき裂治癒材の破断面 (2C≐200 μm, $\sigma_{max}=350\text{MPa}$, $N_f=3.35 \times 10^4$ cycle)

3.3 き裂治癒材の室温での静的疲労強度特性

き裂治癒材の室温における静的疲労強度特性を、

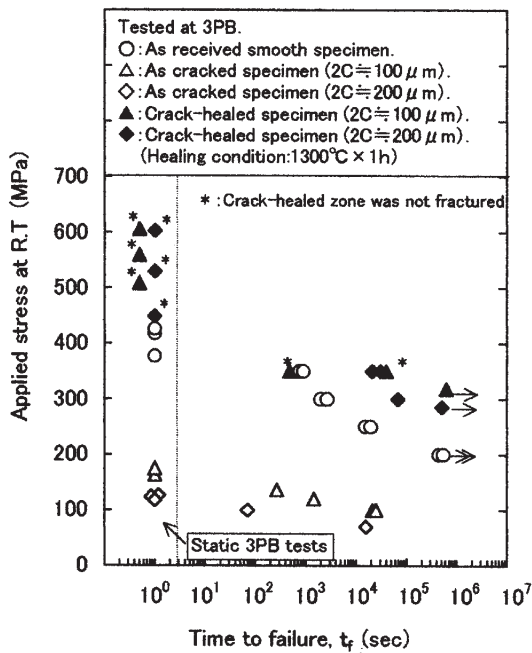


図7 き裂治癒材の室温での静的疲労試験結果

最大応力 σ_{max} と破断時間 t_f との関係で図7に示した。図の左欄、すなわち、破断時間が2秒以下の部分には、やはり治癒が完全な場合における静的曲げ試験結果を示した。○印、△印および◇印は、それぞれ受納材、 $2C = 100 \mu m$ および $2C = 200 \mu m$ の予き裂材の繰返し疲労試験結果である。これらの結果は参考までに示したものであり、破断時間 t_f は $N_f/5$ (5は試験時の周波数) として算定した。▲印および◆印は、それぞれ $2C = 100 \mu m$ あるいは $2C = 200 \mu m$ の予き裂を治癒した場合の結果である。図中で、*印を付した結果は、やはり予き裂部以外で破断した例であり、 $2C = 100 \mu m$ の予き裂治癒材では、2本の試験片が予き裂部以外で破断していた。また、→印を付した結果は、 $t = (4 \sim 6) \times 10^5$ 秒の静的疲労試験で破断しなかったために、試験を中止した場合である。以後、このときの σ_{max} を σ_{t0} と記すことにする。静的疲労試験で得られた $\sigma_{max} - t_f$ 関係は、図5に示した $\sigma_{max} - N_f$ 関係ときわめて類似した傾向を示している。すなわち、 σ_{t0} は予き裂長さにはほとんど依存せず約300MPaである。この値は、繰返し疲労試験で得られた $\sigma_{N0} = 300MPa$ ときわめて良

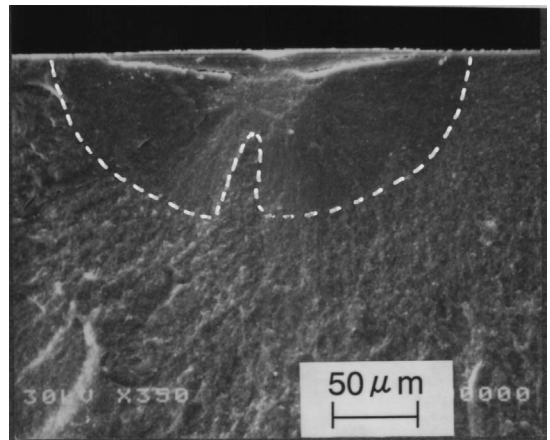


図8 き裂治癒材の室温での静的疲労破断面 ($2C = 200 \mu m$)

い一致を示している。このことから、き裂治癒部は、繰返し疲労のみならず静的疲労に対しても優れた特性を有していると結論される。

図8は、 $2C = 200 \mu m$ なるき裂治癒材の静的疲労破面である。このときの条件は、 $\sigma_{max} = 350MPa$ 、 $t_f = 3.09 \times 10^4$ 秒である。き裂は、明らかに圧痕部から発生している。図中に白い破線で示した部分が、予き裂の治癒部が破壊した領域であると推定される。

3.4 き裂治癒材の試験温度での静的疲労強度特性

き裂治癒材の静的疲労強度特性を試験温度の影響を検討した。得られた実験結果を負荷応力 σ と破断時間 t_f の関係で整理し、図9に示した。また、図9の左側の部分は、治癒が完全な場合における室温と1000℃での静的曲げ試験の結果である。図中の○印は、受納材の室温での繰返し疲労試験結果である。これらの結果は参考までに示したものであり、破断時間 t_f は $N_f/5$ (5は試験時の周波数) として算定した。 $2C = 100 \mu m$ のき裂治癒材の場合には、▲印は室温、■印は700℃、また□印は1000℃での結果である。図中で、*印を付した結果は、予き裂部以外で破断した例である。以上より、き裂治癒材の疲労限は、1000℃以下では試験温度によらず約300MPaであり、母材部に匹敵する静的疲労特性を有していると結論される。

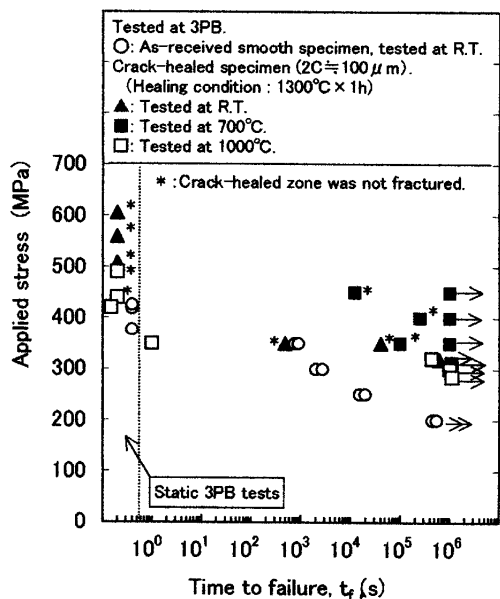


図9 き裂治癒材の室温、700°Cおよび1000°Cでの静的疲労試験結果

4. 結 言

SiC粒子を15vol%含むムライト/SiC複合セラミックスを焼結して、その受納材、予き裂材およびき裂治癒材の繰返し疲労強度特性や静的疲労強度特性を、室温～1000°Cの温度範囲で検討した。その結果、次のような結論が得られた。

- (1) 本供試材は、大気中、1300°C、1時間の条件でき裂治癒処理することにより、表面のき裂長さ $2C=200\mu\text{m}$ までの半楕円き裂（アスペクト比：大略0.8～0.9）を完全に治癒することができた。
- (2) 上記の条件で予き裂を治癒した場合には、き裂治癒材の繰返し疲労特性は、 $2C\leq 200\mu\text{m}$ の範囲内では、予き裂材あるいは受納材に比べて、疲労強度特性が著しく向上していた。
- (3) 室温、700°Cおよび1000°Cで静的疲労試験を実施した。この結果、疲労限は、ほとんど試験温度に依存せず、約300MPaであった。このことから、き裂治癒部は1000°Cまで優れた静的疲労強度特性を有することがわかった。

〈参考文献〉

- 1) 秋田徹, 佐藤繁美, 小林康良, 安藤柱: 『日本機械学会論文集』, A-60, 2829, 1994.
- 2) 佐藤繁美, 秋田徹, 小林康良, 安藤柱: 『日本機械学会論文集』, A-61, 1023, 1995.
- 3) M.C.Chu, S.Sato, Y.Kobayashi and K.Ando: Fatigue Fract.Engng.Mat.Struct., 18, 1019, 1995.
- 4) K.Ando, T.Ikeda, S.Sato, F.Yao and Y.Kobayashi: Fatigue Fract.Engng.Mat.Struct., 21, 119, 1998.
- 5) 安藤柱, 秋田徹, 佐藤繁美, 姚斐淵, 小林康良: 『日本機械学会論文集』, A-64, 1936, 1998.
- 6) 安藤柱, 秋田徹, 小林康良, 姚斐淵, 佐藤繁美: 『日本機械学会論文集』, A-65, 1132, 1999.
- 7) K.Ando, M.C.Chu, F.Yao and S.Sato: Fatigue Fract.Engng.Mat.Struct., 22, 897, 1999.
- 8) F.Yao, K.Ando, M.C.Chu and S.Sato: J.Matls. Sci. Letts., 19, 1081, 2000.
- 9) J.J.Petrovic and L.A.Jacobson: J.Am.Ceram.Soc., 59, 34, 1976.
- 10) T.K.Gupta: J.Am.Ceram.Soc., 59, 259, 1976.
- 11) 北川正樹, 大島裕二: 『材料』, 39, 569, 1990.
- 12) S.R.Choi and V.Tikare: Scripta Metallurgica et Material, 26, 1263, 1992.
- 13) J.E.Moffatt, W.J.Plumbridge and R.Hermann: British Ceramic Transactions, 95, 23, 1996.
- 14) K.Ando, S.Sato, Y.Kobayashi and M.C.Chu: Fracture From Defects, Edited by M.W.Brown, E.R.de los Rios and K.J.Miller: Engineering Materials Advisory Service, 497, 1998.
- 15) K.Ando, Y.Shirai, M.Nakatani, Y.Kobayashi and S.Sato: Fifth International Conf. On Engineering Structural Integrity Assessment Cambridge, UK, 19-21, Sept.2000.
- 16) 安藤柱, 辻穀一, 平澤利和, 小林康良, 秋田徹, 佐藤繁美: 『材料』, 48, 489, 1999.
- 17) 安藤柱, 辻穀一, 有賀真, 佐藤繁美: 『材料』, 48, 1173, 1999.
- 18) 日本規格協会: 『JIS規格』, R1601.

