

平成22年5月20日現在

研究種目：若手研究(B)
 研究期間：2008 ～ 2009
 課題番号：20760067
 研究課題名（和文） 自己き裂治癒能力の応用による構造用セラミックスの接触強度特性向上
 研究課題名（英文） Improvement of contact strength of ceramics by self-crack healing
 研究代表者
 高橋 宏治（ TAKAHASHI KOJI ）
 国立大学法人横浜国立大学・大学院工学研究院・准教授
 研究者番号：90334630

研究成果の概要（和文）：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。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、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、セラミックスの接触強度は大幅に向上した。また、ショットピーニングとき裂治癒の併用で大幅に接触強度が向上した。これらの結果は、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。

研究成果の概要（英文）：The effects of the crack-healing on the contact strength were investigated for $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ specimens subjected to various machining processes. The evaluation of contact strength was done by static 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 heavily machining processes.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	2,300,000	690,000	2,990,000
2009年度	1,000,000	300,000	1,300,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：セラミックス、自己き裂治癒、接触強度、ワイブル分布、球圧子押し込み試験

1. 研究開始当初の背景

セラミックスは、優れた耐摩耗性を有するため、ベアリングなどの摺動部材として用いられている。また、耐酸化性や優れた高温強度を有してい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。これまでの研究により、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。

近年、セラミックスにおいても、ショットピーニング（以下 SP）による圧縮残留応力の導入や、見かけの破壊靱性値の向上などの効果が報告されている。しかし、セラミックス製品への加工中および SP 中に、有害なき裂が発生した場合には、強度・信頼性低下を引き起こす要因となりうる。セラミックスの自己き裂治癒能力を有効に活用できれば、SP 効果によるセラミックスの表面の強靱化、接触強度向上と、き裂治癒による信頼性確保の両立が達成できると期待される。

2. 研究の目的

以下の(1)および(2)の重点研究項目を設定した。それぞれの研究課題の目的は以下のとおりである。

(1) 自己き裂治癒を用いた構造用セラミックスの接触強度向上

本項目では、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、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) ショットピーニングと自己き裂治癒を応用したセラミックスの接触強度特性向上

本項目では、SP と自己き裂治癒を施すことによる、セラミックスの強度・信頼性向上のための最適な表面改質条件を検討することを目的とする。

3. 研究の方法

研究項目(1)および(2)について、以下のとおりの方法で研究を実施した。

(1) 自己き裂治癒を用いた構造用セラミックスの接触強度向上

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 3×4

$\times 40\text{mm}$ の、JIS 規格に準じた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 時間のき裂治癒を施し、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。

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。球圧子は超硬合金 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を示した。き裂発生限界荷重は、ワイブル分布で表わし、その尺度母数 β (62%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

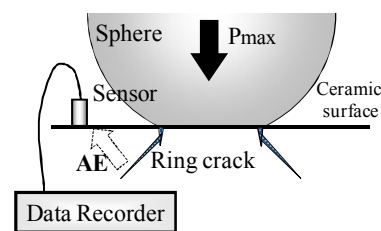


図 1 AE 法を併用した球圧子押し込み試験の概略図

(2) ショットピーニングと自己き裂治癒を応用したセラミックスの接触強度特性向上

供試材および試験片形状は、研究項目(1)と同じ $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ 複合材である。しかし、焼結時期が異なるため、機械的特性に若干の相違がある。SP は、直圧式 SP 装置を用い、投射材として ZrO_2 ビーズ(粒径 $\phi 300\mu\text{m}$ および $\phi 500\mu\text{m}$)二種類を用いた。ショット圧は、 0.1MPa 、 0.2MPa 、 0.3MPa の三条件を設定し、

Non-SP 材に対し各条件で SP 処理を施した。例えば、ショット粒径 300 μm 、ショット圧 0.1MPa で SP を施した試験片を、「300 μm ,0.1MPa -SP 材」と呼ぶ。Non-SP 材および 300 μm ,0.2MPa-SP 材は、1100 $^{\circ}\text{C}$,5h,大気中で熱処理し、き裂治癒を施した。それぞれ、「Non-SP+ 熱処理材」「300 μm ,0.2MPa-SP + 熱処理材」と呼ぶ。

残留応力を、X 線回折を用いて評価した。表面の見かけの破壊靱性値 K_{IC} は、Indentation Fracture 法により評価した。表面の接触強度は、研究項目(1)と同様に、球圧子押し込み試験により評価した。

4. 研究成果

研究項目(1)および(2)について、以下のとおりの方法で研究成果が得られた。

(1) 自己き裂治癒を用いた構造用セラミックスの接触強度向

① 接触強度のワイブル分布

図 2 に、各試験片の接触強度のワイブル分布を示した。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。

図 2 に示したように、#400 加工材(Δ 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だ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(\blacktriangle 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(\diamond 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(\blacklozenge

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。

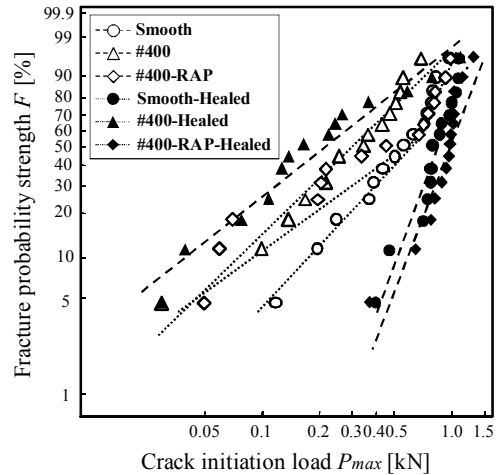


図 2 各種試験片の球圧子押し込み試験におけるき裂発生荷重のワイブル分布

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。

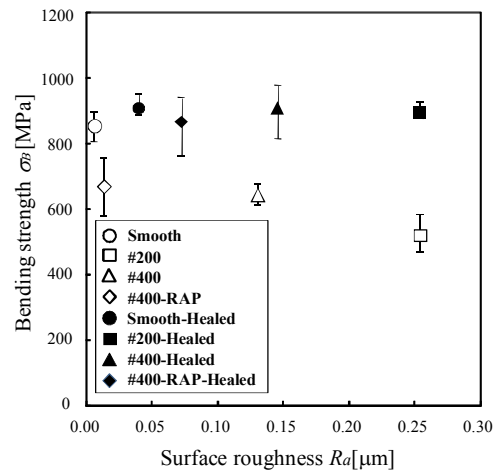


図 3 各種試験片の表面粗さと曲げ強度の関係

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。図4に示すように、治癒前の試験片は、表面粗さの増加に伴い、接触強度が低下した。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 μm 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、図中に▼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できることがわかった。

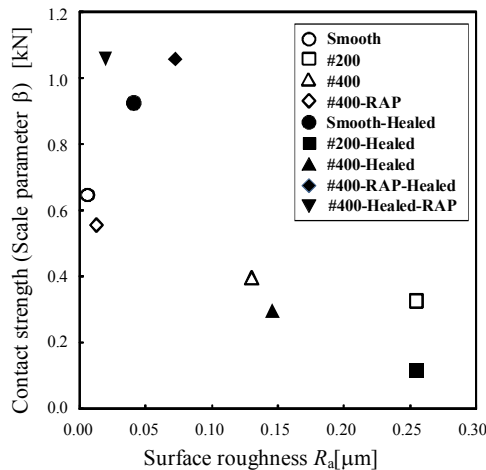


図4 各種試験片の表面粗さと接触強度の関係

(2) ショットピーニングと自己き裂治癒を応用したセラミックスの接触強度特性向上

①表面残留応力

図5に、300 μm ,0.2MPa-SP材および300 μm ,0.2MPa-SP+熱処理材における深さ方向の残留応力分布を示す。表面における残留応力は、300 μm ,0.2MPa-SP材においては-495MPaであった。また、熱処理により圧縮残留応力は減少し、300 μm ,0.2MPa-SP+熱処理材の表面の残留応力値は、-333MPaであ

った。熱処理により圧縮残留応力が30%程度減少した。また、深さ30 μm まで圧縮残留応力が導入されていた。

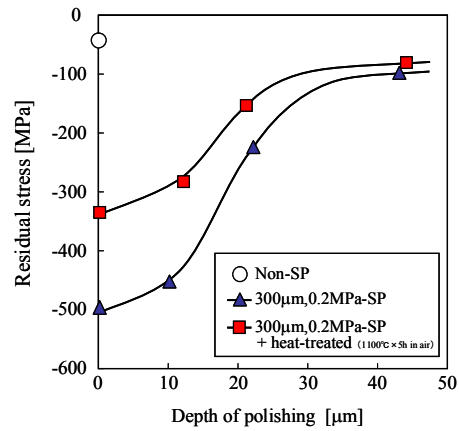


図5 ショットピーニングおよびき裂治癒を行った試験片の残留応力分布

②見かけの破壊靱性値

図6に、SPを施した試験片の見かけの破壊靱性値を示す。SPを施した全ての試験片において、見かけの破壊靱性値 K_{IC} が大幅に向上した。300 μm ,0.2MPa-SP材の K_{IC} は7.6MPa $\cdot\text{m}^{1/2}$ であり、これはNon-SP材の K_{IC} =4.2MPa $\cdot\text{m}^{1/2}$ と比較して、81%の大幅な向上であった。また、300 μm ,0.2MPa-SP+熱処理材の K_{IC} は6.6MPa $\cdot\text{m}^{1/2}$ であり、熱処理を行っても、みかけの破壊靱性値は高い値を保持していた。

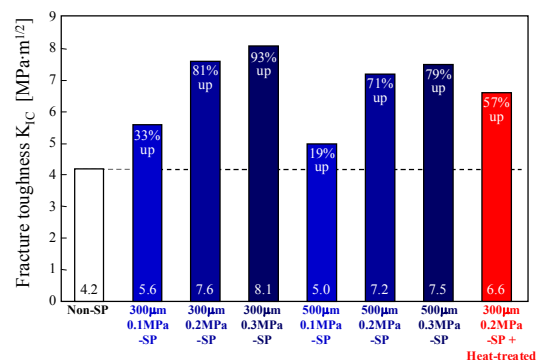


図6 各種試験片の見かけの破壊靱性値

④接触強度に対する最適SP条件

図7に、Non-SP材および、ショット粒径を300 μm とし、ショット圧を0.1~0.3MPaで変化させたSP材の接触強度のワイブル分布を

示す. Non-SP 材(○印)に比べて, SP 材(◆, ▲, ■印)は, 圧縮残留応力により高強度化している部分が存在する. しかし同時に, SP によってき裂等の欠陥が導入されるため, ばらつきが大きく, 信頼性は低い. この中で, 300 μ m, 0.2MPa-SP 材が最も高強度化されていることから, ショット圧は 0.2MPa が最適であると判断した.

また, ショット圧を 0.2MPa とし, ショット粒径を 300~500 μ m で変化させた SP 材の接触強度を調査した結果, ショット粒径は 300 μ m が最適であると分かった. 以上の結果より, 本供試材においては, 300 μ m, 0.2MPa-SP が最も有効な SP 条件であると判断した.

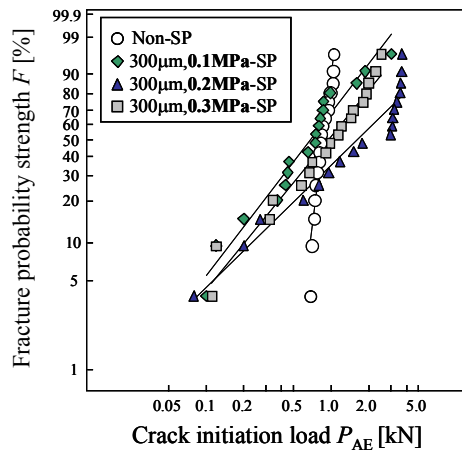


図 7 ショットピーニングを行った試験片の球圧子押し込み試験におけるき裂発生荷重のワイブル分布

⑤接触強度に対する SP と自己き裂治癒の効果

図 8 に, 300 μ m, 0.2MPa-SP+熱処理材(■印)のワイブル分布を比較材とあわせて示す. 300 μ m, 0.2MPa-SP 材と比較すると, き裂を治癒できるため, 低い荷重 (1kN 以下) でき裂の発生・進展が起こらず, 形状母数 (ばらつきの少なさ) は大幅に向上した. 一方, 強度を表す尺度母数はやや低下するが, 熱処理を施しても全ての圧縮残留応力は解放されないため, 強度の向上効果は残った.

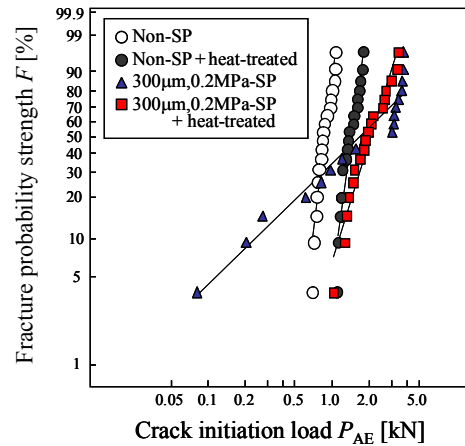


図 8 ショットピーニングおよびき裂治癒を行った試験片の球圧子押し込み試験におけるき裂発生荷重のワイブル分布

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 3 件)

- ① Koji Takahashi, Young-Soon Jung, Yasuto Nagoshi, Kotoji Ando, Crack-healing behavior of Si₃N₄/SiC composite under stress and low oxygen pressure, Materials Science and Engineering:A, 査読有, 527, 2010, 3343-3348
- ② 西尾嘉唯, 木村芳貴, 高橋宏治, 安藤柱, ショットピーニングと自己き裂治癒を応用したセラミックスの信頼性向上, 日本機械学会論文集 A 編, 査読有, 76-4, 2010, 392-394
- ③ Keiji Houjou, Koji Takahashi, Kotoji Ando, Crack-healing behaviour of ZrO₂/SiC composite ceramics, International Journal of Structural Integrity, 査読有, 1-1, 2010, 73-84

[学会発表] (計 7 件)

- ① 高橋宏治, 自己き裂治癒能力を有するセラミックスの開発とその応用, 日本材料学会, 東海支部, 第 4 回学術講演会, 基調講演, 2010 年 3 月 5 日, 名古屋市, 名古屋大学工学部
- ② 須藤駿介, 北條恵司, 高橋宏治, 安藤柱, ジルコニア/炭化ケイ素複合材のき裂治癒挙動およびき裂治癒材の強度特性, 日本材料学会, 第 14 回破壊力学シンポジウム 2009 年 10 月 24 日, 石垣市, 大濱信泉記念館
- ③ 高橋宏治, 高橋啓太, 西尾嘉唯, 安藤柱, 自己き裂治癒を用いた構造用セラミックスの接触強度向上, 日本機械学会, 日本機械学会 2009 年度年次大会, ワークショップ「知的材料システムのエネルギー維新への貢献」, 2009 年 9 月 15 日, 盛岡市, 岩手大学工学部

- ④ 西尾嘉唯, 木村芳貴, 高橋宏治, 安藤柱, ショットピーニングと自己き裂治癒を応用したセラミックスの信頼性向上, 日本機械学会、M&M2009 カンファレンス, 2009年7月25日, 札幌市, 札幌コンベンションセンター
- ⑤ 高橋啓太, 西尾嘉唯, 高橋宏治, 安藤柱, 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, 日本機械学会、M&M2009 カンファレンス, 2009年7月25日, 札幌市, 札幌コンベンションセンター
- ⑥ 高橋啓太, 西尾嘉唯, 高橋宏治, 安藤柱, セラミックスの接触強度特性に対する自己き裂治癒効果, 日本材料学会、第58期学術講演会, 2009年5月24日, 松山市, 愛媛大学工学部
- ⑦ 西尾嘉唯, 木村芳貴, 高橋宏治, 安藤柱, ショットピーニングと自己き裂治癒を応用したセラミックスの信頼性向上, 日本ばね学会 2008年度秋季定例行事ばね及び復元力応用講演会, 2008年11月14日, 京都市, 京都タワーホテル

[図書] (計1件)

- ① W. Nakao, K. Takahashi, K. Ando, WILEY-VCH, Advanced Nanomaterials, Vol.2, Chapter 17, Self-healing of Surface Cracks in Structural Ceramics, 2010, 555-593

[その他]

①上記 [学会発表] の⑦が, 日本ばね学会・最優秀ポスター賞およびベストインプレッション賞を受賞した.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

高橋 宏治 (TAKAHASHI KOJI)

国立大学法人横浜国立大学・大学院工学研究院・准教授

研究者番号: 90334630