

令和 5 年 6 月 13 日現在

機関番号：13201

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2020～2022

課題番号：20K04237

研究課題名（和文）窒化ケイ素セラミックスの圧縮下モードⅡ型き裂進展における粒子と焼結助剤の役割解明

研究課題名（英文）Effect of grains and sintering aids on Mode II crack growth of silicon nitride ceramic materials under compression

研究代表者

木田 勝之（Katsuyuki, Kida）

富山大学・学術研究部工学系・教授

研究者番号：00271031

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：リガメントは結晶粒間に存在する粒界相にき裂が発生し、結晶粒を跨いで繋がらなかった場合形成されること、不連続な表面き裂の成長はき裂先端前方の結晶粒界にき裂が発生し、それが繋がる、若しくは内部にき裂が進展し、表面に現れることで起こることも観察した。この知見も取り入れ、データを解析することができた。粒内(G_T)と粒界(G_I)2種類の破壊形態についてHutchinsonが提案した静的条件下のエネルギー開放率の考え方(G_I/G_T)が疲労下でも使われているため、データを整理した結果、窒化ケイ素粒内と焼結助剤の影響が強い粒界破壊についてG_I/G_Tとの相関は明瞭ではないことが明らかとなった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

セラミックス球に関する本研究は、従来の確率的損傷評価から、力学的損傷評価へとパラダイムシフトしている。本課題で確立したき裂先端のその場観察手法と力学解析方法は、軸受の損傷である「はく離」機構を解明するための第一歩として、窒化ケイ素球のモードⅡ型（面内せん断型）き裂進展・停留の破壊力学的解明に役立つ。風力発電機装置などの厳しい電気的環境では、回転している転動体に電気が流れ、接触表面に電気化学的腐食による損傷が発生しやすく、その故障の原因の一つとなっている。セラミックスの絶縁性はその電食を防止可能であるため、課題で確立できた研究手法は強度評価に貢献するものと思われる。

研究成果の概要（英文）：The following features of silicon nitride under cyclic fatigues in Mode I and Mode II were observed using an SEM; ligaments formed when cracks occurred between silicon nitride grain boundaries; this kind of cracks did not connect across the crystal grains; some of them grew inside and connected each other near the surface; the growths of discontinuous surface and/or subsurface cracks were caused by fracture occurring at the grain boundary in front of the crack tips. Based on these features, data under fatigue cycles was analyzed from the view point of the energy release rate under static conditions (G_I/G_T) which was proposed by Hutchinson for two types of fracture forms (intergranular and transgranular fractures). It was found that the correlation between the transgranular fractures, intergranular fractures which were affected by sintering aid around grain boundaries and the 'G_T/G_I' was not clear in silicon nitride.

研究分野：トライボロジー

キーワード：窒化ケイ素 せん断応力 モードⅡ型き裂進展 焼結助剤 粒内破壊 粒界破壊 圧縮負荷

1. 研究開始当初の背景

窒化ケイ素は、高靱性なため、機械要素への適用が検討されてきた高強度セラミックスである。鋼に比べ、軽量、高硬度であることが知られている。特に、軸受分野では、絶縁性・非磁性材料としてセラミックスに代わる材料がないことから、必要不可欠な軸受として近年の風力発電機等の高度化・省エネ化を支えている[1]。一方で、軸受では、統計的な寿命評価が研究されてきた経緯から接触応力下での損傷については、材料を問わず、理解が進んでいない。特にセラミックスでは、使用環境に合わせたケーススタディにより、設計されている場合が多い。複雑な損傷であっても、従来からのヘルツクラック(表面き裂)を用いたモデル[2]によって解釈されている。近年の代表的な研究は、Takahashi らの研究(2012)による圧力弁用球のき裂径路解析[3]、Hatfield, Wang ら研究グループのヘルツクラック連結による損傷機構(2005)[4]が大きな成果である。2010年以降、ディスクを用いた方法が提案されている[5]が、き裂が大きく、下限界挙動に関する応力拡大係数値、もしくは範囲値の一般化には至っていない。しかし、近年申請者らにより、セラミックス球のき裂安定成長が可能な実験方法が開発され、基礎的なモードⅠ型進展に関し、有効な進展データを得るとともに、この特徴から、応力比と最大応力拡大係数、応力拡大係数範囲を用いて、き裂のモードⅠ型進展には下限界値が存在し、応力比の影響を受けることが証明された[6]。次に、圧縮応力下における特有のき裂進展であるモードⅡ型進展に対しては、申請者のこれまでの研究[7]も含め、いくつかのケーススタディから、モードⅠ型とは異なる特徴を持つことが示唆されている。さらに、申請者の予備実験から、モードⅡ型進展に対しては、最大応力拡大係数が同じであっても、応力拡大係数範囲が異なれば、進展挙動が大きく異なることが示されている[8]。これは、従来からモードⅠ型で提唱されてきた「セラミックスのき裂は最大応力拡大係数に支配される」という考え方には反するものである。そこで本研究では、破壊力学的観点からセラミックス球のモードⅡ型き裂進展・停留挙動のメカニズムを明らかにする。

2. 研究の目的

本研究で、以下の3点の破壊力学的観点を通して、モードⅡ型き裂進展機構・停留の普遍的なメカニズム解明を目的とした。

1. せん断応力の特異性: 窒化ケイ素球のモードⅡ型き裂進展において、最大応力拡大係数だけでなく、応力比の影響を確かめる。
2. プロセスゾーンの特異性: き裂先端のプロセスゾーン形成に寄与する、先端前方に発生する微小き裂のモードⅡ方向(せん断方向)依存性と形成範囲の確認から、進展停留時のプロセスゾーンに及ぼす、せん断応力の影響を明らかにする。
3. 遮へい効果の特異性: 停留時におけるき裂開口量の観察により、セラミックス特有の遮へい効果がモードⅡ型で有効かどうかを確かめる。

3. 研究の方法

本研究では、任意のせん断応力と圧縮応力をき裂面に同時負荷し、下限界近傍でのき裂進展・停留挙動を評価する。具体的には、図1のように圧縮荷重を球に負荷することによって、赤道上に発生するフープストレス、 σ_{θ} を用いてき裂を進展させるものである。この手法により、せん断応力下での実験を行い、き裂停留限界を明らかにする。球試験片は市販されており、3/8規格(インチ)である。一般的な疲労試験機を用いるが、試験片チャックには、自主設計したものを用いた。すでに試験中に壊れないことは実証済である[6]。さらに、この方法では、初期き裂をビッカース試験機により、任意位置、任意方向に導入することができるため、荷重軸とき裂進展方向を自在に制御できることが特徴である。

本研究では、図2のようにき裂進展方向を変えることにより任意のせん断応力と圧縮応力をき裂面に同時負荷し、下限界近傍でのモードⅡ型き裂進展・停留挙動を評価する。例えば、モードⅡ型き裂進展に圧縮応力の影響を小さくする場合には、図中 θ_1 のように、 0° に近い値を設定し、圧縮応力の影響を大きくする場合には、図中の θ_2 のように、 θ を大きくする。また、赤道近傍の応力分布は、すでにFEM解析で評価しており[6]、本研究では、その結果に基づいて、角度 θ ・せん断応力を得るための垂直荷重Pの設定を行う。このように、「純せん断応力」、「せん断応力+圧縮/引張応力」の組み合わせでき裂を評価した。本研究では、窒化けい素球(HIP-SiN₄, 東芝(TSN-03R))を試験片とした。表1に試験片の機械的性質を示す。球径は4.762mm(3/16 inch)のものを用いた。使用した窒化けい素球はHIP(Hot Isostatic Pressing)焼結により成形されたものである。

表1 機械的性質

Bulk density [g/cm ³]	Bending strength [MPa]	Fracture toughness K _{Ic} [MPa√m]	Young's modulus [GPa]	Poisson's ratio
3.24	1067	7.3	308	0.29

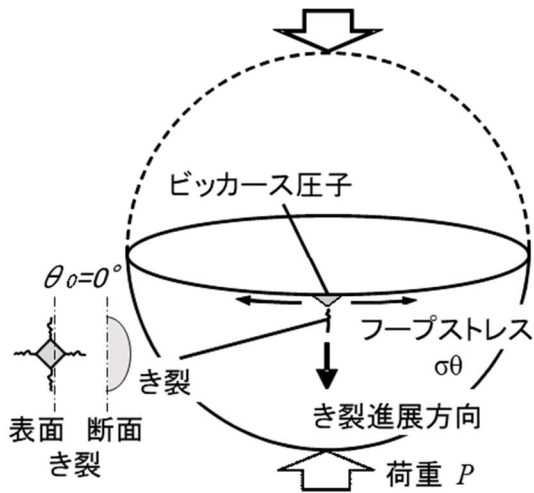


図1 き裂とフープストレス

窒化けい素は焼結後に構造部材・機械部品としての形状付与を行うことが困難な、いわゆる難加工材として位置づけられており、本研究において用いる窒化けい素球においても機械加工による予き裂の導入は困難である。そのため、本研究では平板に対してビッカース圧子を押し込むことで破壊じん性値を測定する IF (Indentation Fracture) 法 [7] と同様の手法を球に対して適用し、ビッカース試験機による予き裂 (図 3) の導入を行った。ここで、荷重の方向を基準として図 3 のように、き裂先端を T1 から T4 とした。き裂 C13 は先端が T1 と T3、C24 は T2 と T4 である。

4. 研究成果

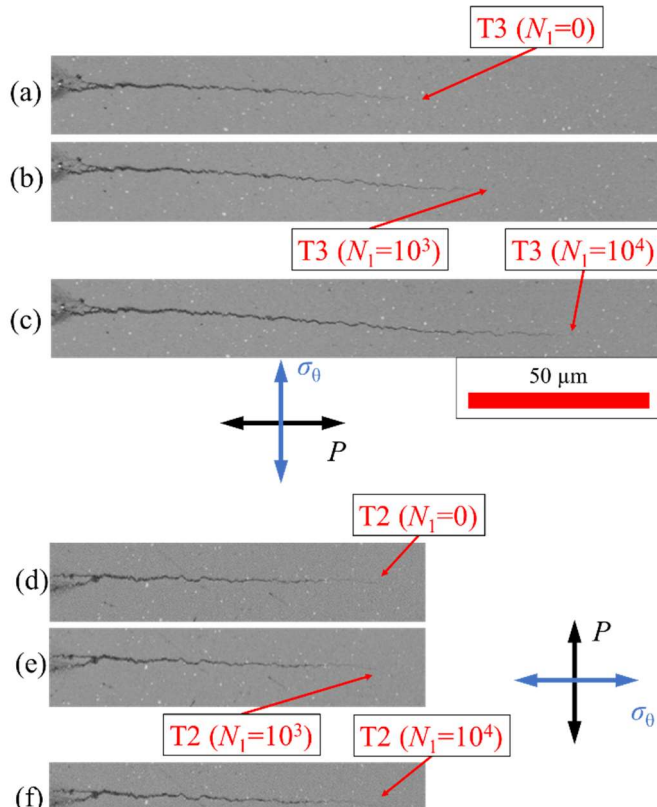


図4 フェーズ1でのき裂進展挙動 (a,b,c) T3-引張応力、(d,e,f) T2-圧縮応力

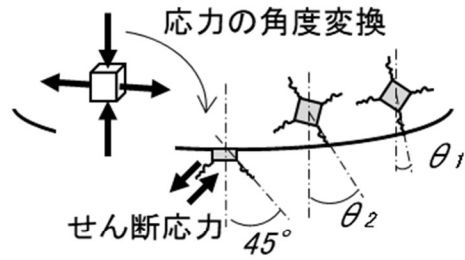


図2 せん断応力への変換とき裂

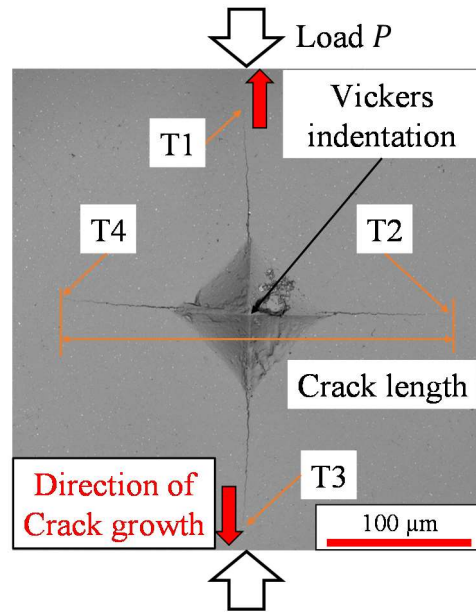


図3 予き裂

本報告書では、代表的な応力比 $R=0.1$ の場合のみをまとめた。3の目的で示した、課題2について、下記4(1)と(2)にまとめた。4(1)では、 $\theta=90$ として、圧縮がリガメントに与える影響についても新たな知見が得られたので、圧縮がき裂面に与える最大の影響を考慮した結果について考察した。4(2)では、粒界破壊と粒内破壊の観点からエネルギー開放率でき裂の進展挙動を評価した。その他の成果は「5. 主な発表論文等文献」に記した。以下では、き裂長さの単位について、 $1.0 \times 10^{-6} \text{ m}$ を「マイクロン」と表記する。

(1) 圧縮応力がリガメント(き裂進展抵抗)に与える試験

き裂 C13 の初期き裂長さは、295 ミクロン、C24 が 278 ミクロンである。図 3 の方向に応力を負荷した試験 (フェーズ 1) の後、球を 90 度回転させ、フープストレスの方向を 90 度変えた試験 (フェーズ 2) を行った。図 4 は、フェーズ 1 における引張応力負荷 (先端 T3) と圧縮応力 (先端 T2) のき裂の成長を、図 5 は、フェーズ 2 における圧縮応力負荷後におけ

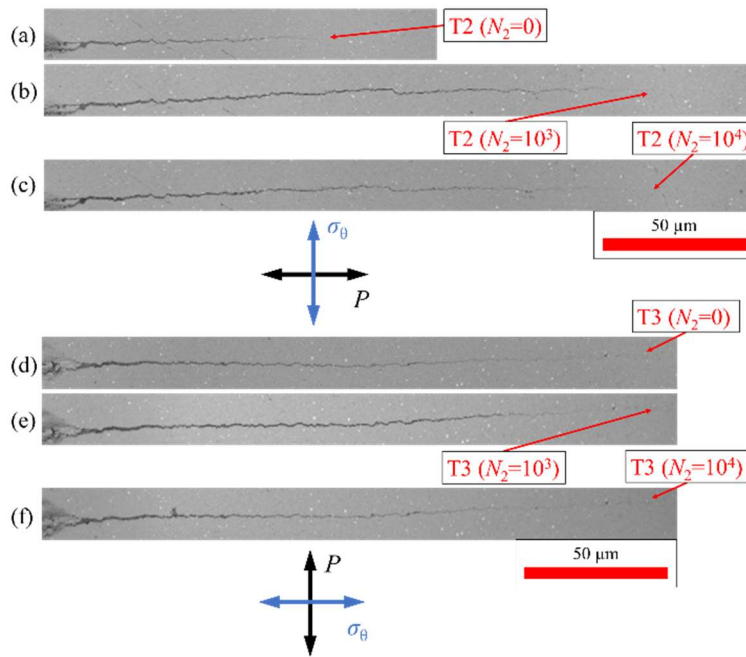


図5 フェーズ2でのき裂進展挙動
(a,b,c) T2-引張応力、(d,e,f) T3-圧縮応力

先端 T3 が 0 から 1.0×10^3 の間に安定して成長することを示している。一方、図 4(d)、(e) および(f) は、き裂先端 T2 が成長していないことを示している。これは、圧縮方向の繰返し荷重が加えられたときにき裂が成長しないことを意味する。図 5(a)、(b) および(c) は、き裂先端 T2 が $0 \sim 1.0 \times 10^3$ の間に急速に成長し、 $1.0 \times 10^3 \sim 1.0 \times 10^4$ の範囲で成長を停止することを示す。これは、き裂に周期的な圧縮応力が負荷されると、その後の引張応力で極めて初期にき裂が急速に成長することを意味する。

(2) モード I とモード II の混合モードにおける粒界 (焼結助剤) と粒内破壊のエネルギー開放率比からのき裂評価

混合モード疲労試験は、初期 C13 の初期長さが 280 ミクロン、 $K_{I\max}=0.12$ 、 $K_{II\max}=4.34$ となるように θ を 30 度に調整し、繰返し数 1.2×10^7 まで行った。図 6 はき裂 C13 の片側先端 T1 の 1.0×10^7 における観察結果の例である。図中の番号は粒子を区別するためのものであり、 α d は粒界に接触したき裂がその後粒内もしくは粒界に進展した時の、荷重軸から時計回りに測定した角度である。き裂は、この図のように、進展に従って各繰返し数で SEM により観察した。破壊形態について Hutchinson は静的条件下で以下の式を満たした際にき裂は偏向するとした^[9]。

$$\frac{G_I}{G_T} > \frac{\Gamma_I}{\Gamma_T} \quad (1)$$

ここで G_I/G_T は偏向き裂 (G_I) と面内き裂 (G_T) におけるエネルギー解放率の比であり、 Γ_I は界面 (ガラス質相) の破壊靱性値、 Γ_T は結晶粒 (Si3N4) の破壊靱性値である。 $G_I/G_T > \Gamma_I/\Gamma_T$ でき裂は偏向し、 $G_I/G_T \leq \Gamma_I/\Gamma_T$ でき裂は粒内に進展する。また、 G_I/G_T は進入き裂と粒界との角度 β に依存し以下の式 (2) で表される^[10]。 β は進入き裂と粒界との角度であり、 $0 \leq \beta \leq 90$ で定義される。

$$\frac{G_I}{G_T} = \frac{1}{16} \left[\left(3 \cos \frac{\beta}{2} + \cos \frac{3\beta}{2} \right)^2 + \left(\sin \frac{\beta}{2} + \sin \frac{3\beta}{2} \right)^2 \right] \quad (2)$$

上記の式、および $\Gamma_I/\Gamma_T = 0.37$ ($\Gamma_I = 15.8 \text{ J/m}^2$, $\Gamma_T = 42.5 \text{ J/m}^2$)^[10] に基づくと、モード I とモード II の混合モード試験において $\beta \leq 77 \text{ deg}$ の場合、き裂は粒界方向へ、 $\beta \geq 77 \text{ deg}$ の場合は粒内方向へ伝播すると考えられる。しかし、本研究で予備試験の段階で、 $\beta \leq 77 \text{ deg}$ でも粒内破壊が多数観察された。また、 $\beta \geq 77 \text{ deg}$ でも粒界破壊が観察された。そこで、走査型顕微鏡を用いて in-situ 観察を行うことで、結晶粒に対する疲労き裂の進入角度と結晶粒界との相対角度と粒内・粒界破壊の関係について考察を進めた。特に SEM による疲労き裂の反射電子像から疲労き裂進展経路上の結晶粒の形を同定した。

その結果、以下の結果が得られた。

る引張応力負荷時のき裂 (先端 T2) の成長とその逆に引張応力が負荷された後に圧縮応力が負荷されたき裂 (先端 T3) を示す。これにより、圧縮応力がリガメント (き裂進展抵抗) に働く影響を調べた。図 4(a)、(b)、(c) は引張応力が負荷された T3 のき裂先端を示し、図 4(d)、(e)、(f) は圧縮応力が負荷された T2 のき裂先端を示す。図 5(a)、(b)、(c) は図 4 の実験 (フェーズ 1) の後に引張応力が負荷された T2 のき裂先端を、図 5(d)、(e)、(f) は逆に図 4 の実験の後に引張応力が負荷された T3 のき裂先端を示す。図 4(a) および(d) は実験前、図 5(a) および(d) は図 4 の実験 (フェーズ 1) を 1.2×10^7 行った直後である。各繰返し数は、それぞれの実験における独立した繰返し数である。図 4(a)、(b) および(c) は、き裂

(結果1) リガメントは結晶粒間に存在する粒界相にき裂が発生し、発生したき裂が結晶粒を跨いで繋がらなかった場合形成され、ここから不連続な表面き裂の成長はき裂先端前方の結晶粒界にき裂が発生し、それが繋がる、若しくは内部にき裂が進展し、再度表面にき裂が現れることで起こることを観察した。

(結果2) β 等の侵入・迂回角度については、同定した結晶粒の粒界に対して侵入・迂回したき裂について荷重負荷方向を基準として整理した。き裂がコンタクトした結晶粒の角度についても整理した。ここで、任意のき裂と結晶粒が特定の角度に集中しないように、観察対象を選定した。この知見も取り入れ、データを解析した。特に、粒内(G_T)と粒界(G_I)2種類の破壊形態について Hutchinson が提案した静的条件下のエネルギー開放率の考え方 (G_I/G_T) が疲労下でも使われているため、データを整理した結果、窒化ケイ素粒内と焼結助剤の影響が強い粒界破壊について G_I/G_T の相関は明瞭ではないことが明らかとなった。

以上より、本研究で行われたモード I 及びモード I とモード II の混合モード試験における式(2)を用いて算出された G_I/G_T の値では粒内・粒界破壊を判別することはできなかった。今後、混合モード試験における新たなクライテリアの実験的な提案が必要と思われる。

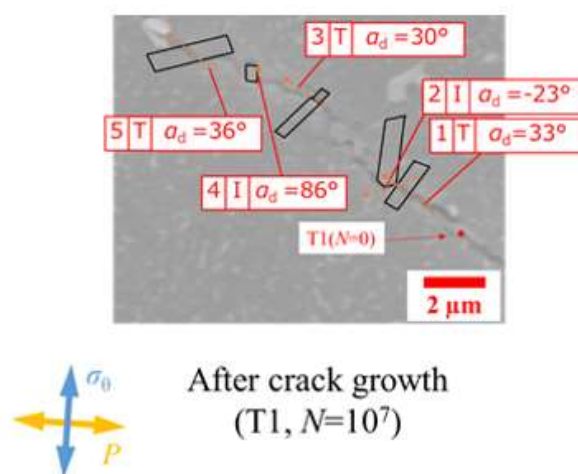


図6 粒界破壊と粒内破壊の観察結果

図中の番号は粒子を区別するためのもの。 α_d は粒界に接触したき裂がその後粒内もしくは粒界に進展した時の、荷重軸から時計回りに測定した角度。

参考文献

- [1] 木田勝之, 解説:セラミックス軸受のき裂進展, トライボロジスト, Vol.55, 2010, pp. 549-555.
- [2] Lawn B. R., Hertzian fracture in single crystals with the diamond structure, J. Applied Physics., 39(10), 1968, pp.4828-4837.
- [3] Takahashi, M., et.al., Fracture analysis for ceramic ball in backflow valve, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 35, 4, 2012, pp. 291-300.
- [4] Khan Z. A., Hadfield M., et. Al., Ceramic rolling elements with ring crack defects - A residual stress approach, Mat. Sci. and Eng. A. 404 (1-2), 2005, pp.221-226.
- [5] G. Levesque, et. al, Numerical and experimental investigation of mixed-mode fracture parameters on silicon nitride using the Brazilian disc test, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 33, 2010, pp.490-503.
- [6] K. Kida, et. Al., Crack growth and splitting failure of silicon nitride ceramic balls under cyclic pressure loads, Mechanics of Materials, Vol. 106, 2017, pp. 58-66.
- [7] K. Kida, et, al., , Flaking failure originated from a single surface crack in silicon nitride under rolling contact fatigue, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, Vol. 28, 2005, pp.1087-1097.
- [8] K. Kida, et. al., Effect of Stress Ratio on Surface Crack Growth from Small Indentations in a Silicon Nitride Square Bar under Cyclic Torsion, Materials Research Innovations, Vol. 18, Issue Supplement 5. 2014, pp. S1-S4.
- [9] J. W. Hutchinson and Z. Suo, Mixed Mode Cracking in Layered Materials, Advances in Appl. Mech., Vol. 29, 1992, p.63-191.
- [10] S.M. Taheri Mousavi et al., Dynamic crack propagation in a heterogeneous ceramic microstructure, insights from a cohesive model Acta Materialia, Vol. 88, 2015, pp. 136-146,

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 S. Matsubayashi, R. Hayashi, T. Matsui, T. Matsueda and K. Kida*	4. 巻 335
2. 論文標題 Observation of Mode I and Mode II Fatigue Crack Growth on Silicon Nitride Balls under Cyclic Compressive Loads	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Solid State Phenomena	6. 最初と最後の頁 93-100
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.4028/p-861j1i	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 S. Matsubayashi, T. Toriki, Y. Hobo, T. Matsueda, K. Mizobe and K. Kida*	4. 巻 1083
2. 論文標題 Effects of Loading Magnitude and Fatigue Crack Growth on Crack Opening-Closing Behavior on Silicon Nitride Ball under Cyclic Compression	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materials Science Forum	6. 最初と最後の頁 131-136
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.4028/p-921sx4	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Ryota Hayashi, Yasuharu Hobo, Koshiro Mizobe, Takahiro Matsueda and Katsuyuki Kida*	4. 巻 1085
2. 論文標題 Observation of Mode I Crack Growth Behavior in 4.762 mm Diameter-Silicon Nitride Ball under Compressive-Tensile Cyclic Loadings	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materials Science Forum	6. 最初と最後の頁 157-162
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.4028/p-91zhh7	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計8件（うち招待講演 5件／うち国際学会 8件）

1. 発表者名 S. Matsubayashi, R. Hayashi, T. Matsui, T. Matsueda and K. Kida*
2. 発表標題 Observation of Mode I and Mode II Fatigue Crack Growth on Silicon Nitride Balls under Cyclic Compressive Loads
3. 学会等名 The 11th International Conference on Advanced Materials and Engineering（国際学会）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 S. Matsubayashi, T. Toriki, Y. Hobo, T. Matsueda, K. Mizobe and K. Kida*
2. 発表標題 Effects of Loading Magnitude and Fatigue Crack Growth on Crack Opening-Closing Behavior on Silicon Nitride Ball under Cyclic Compression
3. 学会等名 The 5th International Conference on Mechanical Engineering and Applied Composite Materials (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Ryota Hayashi, Yasuharu Hobo, Koshiro Mizobe, Takahiro Matsueda and Katsuyuki Kida*
2. 発表標題 Observation of Mode I Crack Growth Behavior in 4.762 mm Diameter-Silicon Nitride Ball under Compressive-Tensile Cyclic Loadings
3. 学会等名 The 5th International Conference on Mechanical Engineering and Applied Composite Materials (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Katsuyuki Kida
2. 発表標題 Key Note Lecture: Fracture mechanics approach to crack growth of silicon nitride bearings under rolling contact fatigue
3. 学会等名 The 9th International Conference on Advanced Materials and Engineering Materials (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Katsuyuki Kida
2. 発表標題 Key Note Lecture: Crack growth mechanism of silicon nitride ball bearing under cyclic contact loading
3. 学会等名 The 6th International Conference on Mechanical Structures and Smart Materials (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Katsuyuki Kida
2. 発表標題 Key Note Lecture: Fracture mechanics for design of silicon nitride ball bearings
3. 学会等名 The 4th International Conference on Composite Material, Polymer Science and Engineering (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Katsuyuki Kida
2. 発表標題 Key Note Lecture: Fatigue of silicon nitride ball bearings
3. 学会等名 The 3rd International Conference on novel functional materials (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Katsuyuki Kida
2. 発表標題 Key Note Lecture: Some topics in engineering roadmaps (2010-2030) and fracture mechanics in tribology field
3. 学会等名 The 10th International Conference on Advanced Materials and Engineering Materials (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------