

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 5 月 20 日現在

機関番号：12701

研究種目：若手研究 (A)

研究期間：2010～2012

課題番号：22686013

研究課題名（和文） 自己き裂治癒の応用によるセラミックスの転がり疲労強度向上

研究課題名（英文） Improvement of rolling contact fatigue strength of ceramics by self-crack healing

研究代表者

高橋 宏治 ( TAKAHASHI KOJI )

横浜国立大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号：90334630

研究成果の概要（和文）：本研究では、セラミックスの転動疲労強度に対するショットピーニングおよび自己き裂治癒の効果の解明を試みた。窒化ケイ素( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )においては、SP により圧縮残留応力を導入することにより転動疲労強度を大幅に向上することができた。しかし、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  よりも破壊靱性値が低いアルミナ／炭化ケイ素複合材( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ )では、SP により圧縮残留応力を導入しても、き裂が存在した場合、転動疲労強度は向上しない。しかし、圧縮残留応力を残しつつ、SP によって生じたき裂を治癒すれば、転動疲労強度は大幅に向上することが明らかとなった。

研究成果の概要（英文）：Ceramics are expected as high performance bearings. So investigation of the rolling contact fatigue strength is crucially important. To evaluate the effects of the shot peening and crack-healing on the rolling contact fatigue strength, rolling contact fatigue tests were carried out on  $\text{Si}_3\text{N}_4$  and  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  composite. For  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics, the rolling contact fatigue strength was improved by shot peening. For  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  composite the rolling contact fatigue strength increased by combination of shot peening and crack-healing.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010 年度	9,700,000	2,910,000	12,610,000
2011 年度	2,100,000	630,000	2,730,000
2012 年度	1,700,000	510,000	2,210,000
年度			
年度			
総計	13,500,000	4,050,000	17,550,000

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、転動疲労強度、自己き裂治癒、ショットピーニング、残留応力

## 1. 研究開始当初の背景

近年、セラミックスの持つ優れたトライボロジー特性を活かして、軸受等の摺動部材としての応用が進められつつある。これらの摺

動部材において生じる剥離等の損傷は、繰返し転がり接触によるものが支配的である。そのため、材料に表面き裂が存在した場合には、転がり疲労強度が大幅に低下してしまう。横

浜国立大学において開発された材料のき裂治癒能力を活用することにより、表面き裂を完全に治癒することができれば、セラミック摺動部材の転がり疲労強度を大幅に向上できるとともに、加工・検査コストを大幅に低減できると考えられる。

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（J. Eur. Ceram. Soc., Vol.26, (2006), pp.2639-2645 など）。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、接触強度向上が達成できることが明らかにされている（J. Eur. Ceram. Soc., Vol.30, (2010), pp.3047-3052）。

しかし、摺動部材において実用上重要な転がり疲労強度特性に対する SP や自己き裂治癒の効果は未解明のままである。

## 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) ショットピーニングによるセラミックスの転動疲労強度向上

本項目では、セラミックスの転動強度特性に対する SP の効果を明らかにすることを目的とした。供試材を窒化ケイ素単体( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )として、SP を行った後、転動疲労試験を行った。

### (2) ショットピーニングと自己き裂治癒の併用によるセラミックスの転動疲労強度向上

本項目では、セラミックスの転動強度特性に対する SP と自己き裂治癒の併用の効果を明らかにすることを目的とした。供試材をアルミナ/炭化ケイ素複合材( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ )として、SP およびき裂治癒を行った後、転動疲労試験を行った。

## 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) ショットピーニングによるセラミックスの転動疲労強度向上

供試材には  $\text{Si}_3\text{N}_4$ （リファセラム SN1）を用いた。供試材から寸法  $4 \times 30 \times 30\text{mm}$  の転動

疲労試験片を作製した。試験片の片面には鏡面研磨を施した。これを「Non-SP 材」とする。試験片鏡面部に直圧式 SP 装置を用いて、直径が  $\phi 180\mu\text{m}$  のイットリア安定化ジルコニア (YSZ) ビーズを投射した。これを「SP 材」とする。

SP により導入された表面の残留応力は、X 線残留応力測定装置を用いて評価した。転動疲労強度は、図 1 に示すようなスラスト荷重型軸受試験機を用いて評価した。転動体として、直径  $4.0\text{mm}$  の軸受鋼球を 6 個用いた。回転速度  $n=500\text{rpm}$ 、潤滑油としてスピンドル油を用いた。荷重負荷形式は試験荷重  $P$  を  $2\text{kN}$  から回転数 10 万回毎に  $0.5\text{kN}$  ずつ増加させるステップワイズ荷重方式とした。試験片の破損は、後述のとおり表面から発生する剥離によって生じた。剥離に伴い発生する振動を加速度型振動計で検知した。破損検知時の試験荷重  $P$  および回転数  $N_R$  を、それぞれ  $P_f$  および  $N_{Rf}$  と定義した。

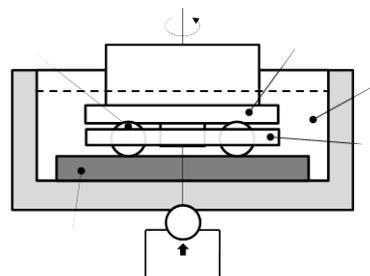


図 1 転動疲労試験機の模式図

### (2) ショットピーニングと自己き裂治癒の併用によるセラミックスの転動疲労強度向上

供試材は  $\text{Al}_2\text{O}_3/15\text{vol.}\%\text{SiC}$  複合材を用いた。寸法が  $4 \times 30 \times 30\text{mm}$  の転動疲労用試験片を作製した。試験片の片面は、鏡面加工を施した。これを「Non-SP 材」とする。Non-SP 材に対して、投射材として  $\text{ZrO}_2$  ビーズ ( $\phi 180\mu\text{m}$ ) を用いた SP 処理を施した。これら試料を、「SP 材」と呼ぶ。SP 材にき裂治癒 ( $950^\circ\text{C} \times 100\text{h}$ ) を施し、再度研磨を行ったものを「SP+治癒材」とした。

SP により導入された表面の残留応力は、研究項目(1)と同様に X 線残留応力測定装置を用いて評価した。転動疲労試験には、図 1 に示したスラスト荷重型軸受試験機を用いた。ただし、研究項目(2)ではステップワイズ式ではなく、一定荷重での転動疲労試験を実施した。

#### 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) ショットピーニングによるセラミックスの転動疲労強度向上

###### ① 圧縮残留応力の分布

図2にSPによりSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>に導入された残留応力の深さ分布を示す。SP材の最表面には、約600MPaの圧縮残留応力が導入されていた。また、圧縮残留応力は表面からの深さの増大に伴い減衰し、15μm付近で約100MPaの値を示した。SPにより生じた圧縮残留応力は、表面近傍に発生するマイクロクラックや転位の導入に起因すると考えられる。

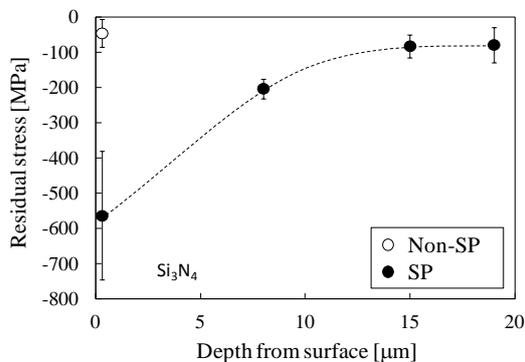


図2 SPによりSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>に導入された残留応力の深さ分布

###### ② 転動疲労試験結果

図3に、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>のSP材およびNon-SP材の転動疲労試験結果を示す。3本のNon-SP材の内、1本は試験荷重2.5kNの途中で、残り2本は試験荷重3kN負荷直後に破断した。これに対し、SP材は3本すべてが試験荷重3kNの途中で破断した。したがって、SPを施すことによりSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>の転動疲労強度が向上した。以上のような転動疲労強度向上を明らかにするため、転がり接触による磨耗や巨視的な剥離損傷と残留応力の関係について考察を行った。

図4(a)および(b)に、それぞれSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>のNon-SP材およびSP材の転動痕近傍の表面写真を示す。Non-SP材、SP材ともに転動痕中には大きさ数μmの脱粒痕と思われる凹凸が無数に観察された。SPは表面粗さを増大させるため、磨耗量の増加が懸念されたが、同等の試験荷重および回転数であるにもかかわらず、SP材の転動痕幅はNon-SP材のそれよりも狭く、磨耗量が減少していた。これは表面の圧縮残留応力の作用により、脱粒等の微

視的な破壊の蓄積による磨耗が抑制されたためであると考えられる。これは、SPによる圧縮残留応力が、脱粒等の微視的破壊の原因となる粒界割れ等のき裂の発生および進展を抑制しているためと推測される。したがって、最表面に大きな圧縮残留応力を導入することは、磨耗抑制に対して極めて効果的である。脱粒痕等の微視的損傷の蓄積は、球の接触によるHertz応力に起因するリングクラックの発生を誘発すると考えられる。また、このリングクラックは繰り返し応力の負荷により進展し、最終的には図4(a)に示すように、巨視的な剥離損傷に至る原因となる。

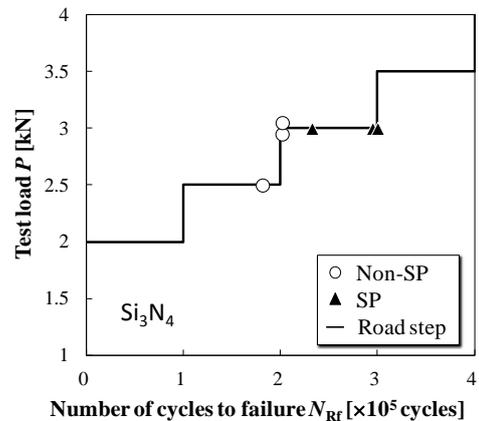


図3 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>における転動疲労試験結果

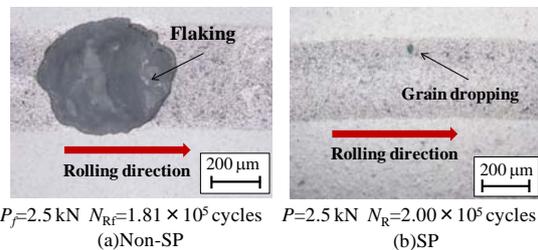


図4 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>のNon-SP材およびSP材の転動痕近傍の表面写真

図5に示すように、本研究で実施したSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>のき裂発生・進展機構は①磨耗、②き裂の発生(リングクラック)、③モードIによるき裂進展、④モードIIによるき裂進展、および⑤最終的な剥離損傷の5段階に分類できると考えられる。このようなき裂発生・進展の抑制に対し、SPによる圧縮残留応力の導入は以下のような効果をもたらしたと考えられる。まず、圧縮残留応力はき裂発生抑制に有効である。したがって、転動疲労試験時の脱粒等の微視的な破壊に起因する磨耗やリングクラック等の発生を、SPにより抑制可能であ

ったと考えられる。さらに、圧縮残留応力は、モード I のき裂進展を抑制可能であったと予想される。これらの結果より、図 7 に示すように、①摩耗、②き裂発生、③モード I のき裂進展が抑制されたため、SP 材の転動疲労強度は向上したと考えられる。

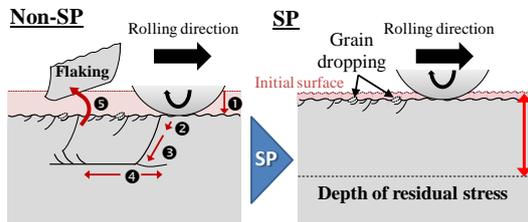


図 5 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> のき裂発生・進展機構の模式図。

## (2) ショットピーニングと自己き裂治癒の併用によるセラミックスの転動疲労強度向上

### ①圧縮残留応力の分布

図 6 に SP により Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC に導入された深さ方向の残留応力分布を示す。SP 材の表面には、約 300MPa の圧縮残留応力が導入されていることが確認された。圧縮残留応力は表面からの深さの増大に伴い減衰し、10μm 付近で約 100MPa の値を示した。SP+治癒材の表面には、約 200MPa の圧縮残留応力が導入されていることが確認された。深さ方向の圧縮残留応力は SP 材と同程度であった。このことから、熱処理 (950°C×100h) を施しても、SP による圧縮残留応力は全て解放されないと結論付けられる。

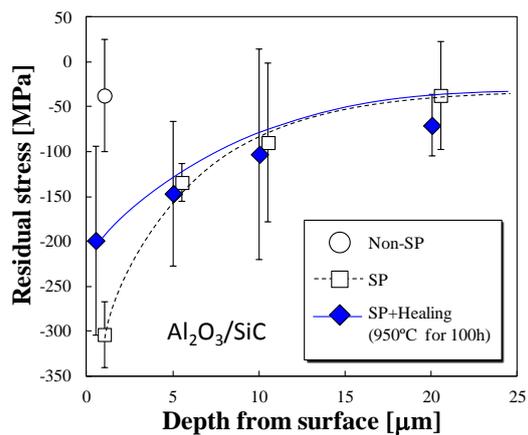


図 6 SP により Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC に導入された残留応力の深さ分布

### ②転動疲労試験結果

図 7 に Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC の転動疲労試験結果を示す。SP 材と Non-SP 材の転動疲労強度は同程

度であった。一方、SP+治癒材の転動疲労強度は Non-SP 材に比べて向上した。なお、図 7 の左側に記載されたデータは、球圧子押し込みによる静的接触強度である (J. Powder Technology, Vol.2013, 2013, Article ID 946984)。SP+治癒材の静的接触強度は、Non-SP 材および SP 材のそれよりも高い。したがって、転動疲労強度は静的接触強度と相関が有ると言える。それぞれの試験片の転動疲労強度特性について以下に述べる。

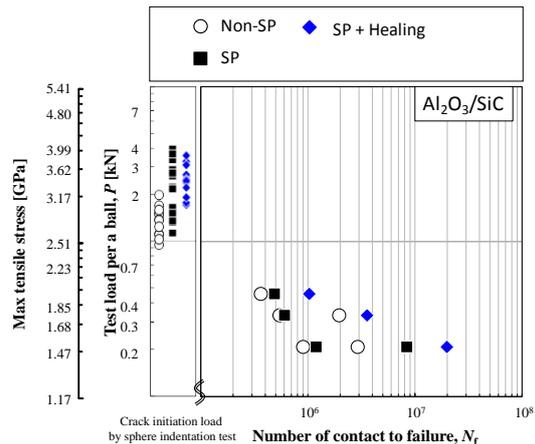


図 7 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC における転動疲労試験結果

#### (a)Non-SP 材

図 8 に試験荷重 0.21kN で行った Non-SP 材の各接触回数での表面観察写真を示す。図 8 (a)に示すように、接触回数の増加に伴い、摩耗輪の拡大が観察された。さらに、図 8 (b)に示すように、接触回数が増加すると、円弧上のき裂 (リングクラック) が観察された。最終的にこのき裂が起点となり、図 8 (c)に示すように、剥離損傷に至った。

#### (b)SP 材

図 9 に試験荷重 0.21kN で行った SP 材の各接触回数での表面観察写真を示す。Non-SP 材と SP 材で以下の二つの異なる点がある。①SP 材では Non-SP 材に観察されたリングクラックが観察されなかった。②SP 材では小さな剥離が多数観察された。①より既存の微小き裂からのリングクラックの発生は抑制されているが、②より SP によって生じたき裂からの新たなき裂の発生は抑制されなかったと考えられる。そのため、SP 材の疲労寿命は Non-SP 材のそれと同程度であったと考えられる。

(c)SP+治癒材

図 10 に試験荷重 0.21kN で行った SP+治癒材の各接触回数での表面観察写真を示す。SP 材と同様に、Non-SP 材において観察されたリングクラックは観察されなかった。これは、Non-SP 材と同様に研磨によるき裂が存在するが、圧縮残留応力により、これらのき裂進展が抑制されたため転動疲労強度が向上したと考えられる。また、SP 材で観察された小さな剥離も観察されなかった。これは、小さな剥離の起点と考えられる SP によって生じたき裂が治癒されたためであると考えられる。したがって、SP によって生じたき裂を治癒した SP+治癒材の疲労寿命は Non-SP 材に比べて向上したと考えられる。

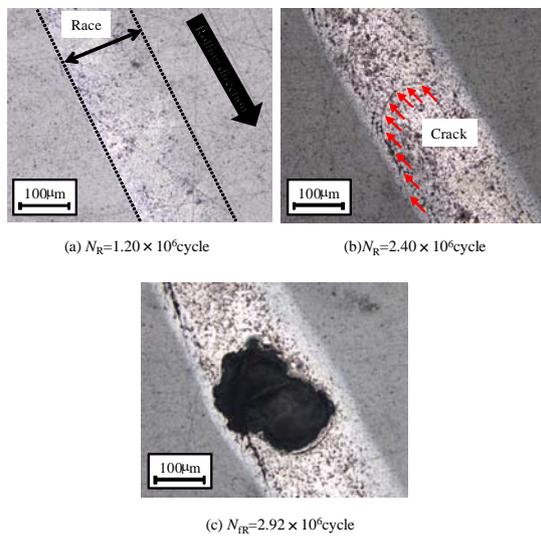


図 8  $Al_2O_3/SiC$  の Non-SP 材における表面観察結果 ( $P=0.21kN$ )

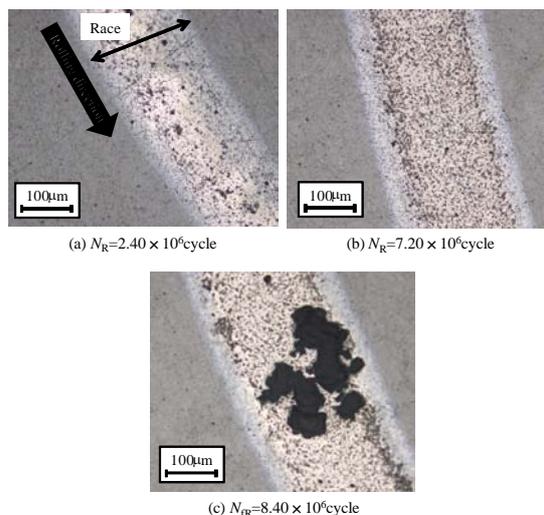


図 9  $Al_2O_3/SiC$  の SP 材における表面観察結果 ( $P=0.21kN$ )

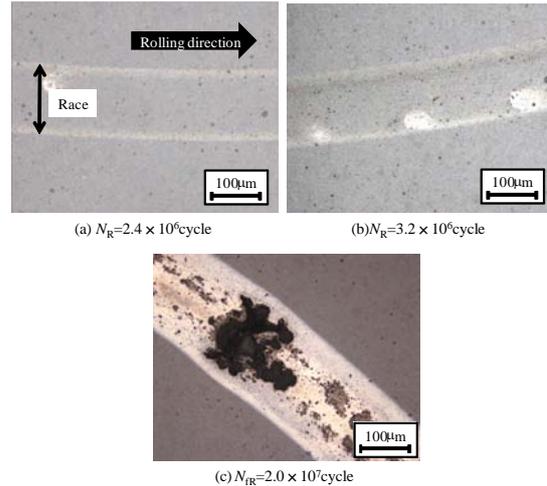


図 10  $Al_2O_3/SiC$  の SP+治癒材における表面観察結果 ( $P=0.21kN$ )

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 8 件)

- ① 山元大貴, 大木友也, 高橋宏治, 長田俊郎, ショットピーニングによる窒化ケイ素の転動疲労強度向上, 日本機械学会論文集 A 編, 査読有, 2013, 印刷中
- ② 中川郷土, 高橋宏治, 長田俊郎, 斎藤慎二, ショットピーニングによる窒化ケイ素/炭化ケイ素複合材のき裂治癒可能な限界応力の向上, 日本機械学会論文集 A 編, 査読有, 2013, 印刷中
- ③ T. Oki, H. Yamamoto, T. Osada, and K. Takahashi, Improvement of the Contact Strength of  $Al_2O_3/SiC$  by a Combination of Shot Peening and Crack-Healing, Journal of Powder Technology, 査読有, Vol.2013, 2013, Article ID 946984, 5 pages.
- ④ 長田俊郎, 高橋宏治, 自己き裂治癒能力に優れた高温構造用セラミックスの開発, 工業材料, 査読無, 61 巻 4 号, 2013, 30-33
- ⑤ 高橋宏治, 自己治癒性セラミックスの開発, 化学と工業, 査読無, 65 巻 4 号, PP. 317-319, 2012
- ⑥ K. Takahashi and Y. Nishio, Improvement of the Contact Strength of  $Si_3N_4/SiC$  by a Combination of Shot Peening and Crack-Healing, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, 査読有, Vol.3, 1, 2012, 41-52
- ⑦ K. Houjou and K. Takahashi, Crack-healing Behaviour of  $ZrO_2/SiC$  Composite

Ceramics and Strength Properties of Crack-healing Specimens, International Journal of Structural Integrity, 査読有, Vol.3, No.2, 2012, 144-153

- ⑧ K. Takahashi, Y. Nishio, Y. Kimura, K. Ando, Improvement of strength and reliability of ceramics by shot peening and crack-healing, Journal of the European Ceramic Society, 査読有, Vol. 30, No.15, 2010, 3047-3052

[学会発表] (計9件)

- ① 高橋宏治, 自己治癒性セラミックスの開発と評価, 日本化学会技術開発フォーラム「自己修復性材料開発の最前線」, 2012年11月16日, 東京都, 化学会館
- ② 中川郷士, 高橋宏治, 長田俊郎, 斎藤慎二, ショットピーニングによる窒化ケイ素/炭化ケイ素複合材のき裂治癒可能な限界応力の向上, 日本機械学会M&M2012 材料力学カンファレンス, 2012年9月24日, 愛媛大学
- ③ 山元大貴, 大木友也, 高橋宏治, 長田俊郎, ショットピーニングによるセラミックスの転動疲労強度向上, 日本機械学会M&M2012 材料力学カンファレンス, 2012年9月24日, 愛媛大学
- ④ 山元大貴, 大木友也, 高橋宏治, 長田俊郎, ショットピーニングによるセラミックスの強度向上と摺動部材への応用, 日本ばね学会 2012 年度春期ばね及び復元力応用講演会, 2012年6月7日, 東京都, 明治大学
- ⑤ 中川郷士, 高橋宏治, ショットピーニングと自己き裂治癒による高温用セラミックスにおける稼働中の信頼性向上, 日本ばね学会 2011 年度秋期ばね及び復元力応用講演会, 2011年11月24日, 東京都大田区産業プラザ
- ⑥ 大木友也, 高橋啓太, 高橋宏治, ショットピーニングと自己き裂治癒によるセラミックスの転動疲労強度向上, 日本機械学会 2011 年度年次大会, 2011年9月12日, 東京都, 東京工業大学
- ⑦ K. Takahashi, Improvement of contact strength of  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  by combination of shot peening and self-crack healing, ASME PVP2011, 2011年7月19日, 米国, ボル

チモア

- ⑧ 高橋宏治, 須藤駿介, 北條 恵司, ジルコニア/炭化ケイ素複合材のき裂治癒機構, 日本機械学会M&M2010カンファレンス, 2010年10月9日, 長岡市, 長岡技術科学大学
- ⑨ 高橋宏治, 西尾嘉唯, 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, 日本材料学会・第59期通常総会・学術講演会, 2010年5月22日, 札幌市, 北海道大学

[図書] (計2件)

- ① 高橋宏治, 自己き裂治癒能力を持つセラミックス, 第2章11節, 自己修復(キズ復元)材料の最新技術—メーカー採用のトレンド—, 技術情報協会, 2011, 90-95
- ② K. Takahashi, K. Ando, W. Nakao, Crack-Healing Ability of Structural Ceramics and Methodology to Guarantee the Reliability of Ceramic Components, Chapter 18, Advances in Ceramics - Characterization, Raw Materials, Processing, Properties, Degradation and Healing, Eds. Costas Sikalidis, In Tech, 2011, 351-370

[その他]

上記〔学会発表〕の⑤および⑦が, 日本ばね学会・優秀ポスター賞をそれぞれ受賞した。

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

高橋 宏治 (TAKAHASHI KOJI)

横浜国立大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号: 90334630