## 科学研究費助成事業

研究成果報告書



交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 2,700,000円

研究成果の概要(和文):単一熱衝撃負荷を受けた窒化ケイ素製セラミック球の巨視的割れ(熱衝撃破壊)およびリングクラック発生に対する強度信頼性を評価した.初めに,水中急冷熱衝撃試験を通じて熱衝撃破壊データを取得した.次に熱衝撃を受けたセラミック球に対する球圧子押込み試験を通じてリングクラック発生データを取得した.最後に,破面観察や破壊力学的アプローチを通じて熱衝撃破壊およびリングクラック発生メカニズムを明らかにし,それぞれの強度評価手法を提案した.

研究成果の概要(英文): Strength reliability to contact failure and macroscopic fracture (i.e. thermal shock fracture) of silicon nitride ceramic ball subjected to a single thermal shock load was estimated. First, water-quench test was conducted to obtain thermal shock fracture data. Second, spherical indentation test was conducted for the non-macro cracked fracture ceramic ball after thermal shock to obtain ring crack initiation data. The thermal shock fracture and the ring crack initiation mechanisms were characterized through fracture surface observation and fracture mechanics approach. Finally, strength estimation models to the thermal shock fracture and the ring crack initiation were proposed, respectively.

研究分野: 材料力学, 材料強度学, 破壊力学

キーワード: セラミック球 熱衝撃破壊 リングクラック 破壊力学 強度信頼性

## 1.研究開始当初の背景

窒化ケイ素(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)製のセラミック軸受球(以下, セラミック球)は,高剛性,耐焼付き性,耐摩耗 性,高比強度などの優れた特性を有する.その ため,各種工作機械,一般産業用機械への実 用化が目覚ましい、さらに高信頼性が要求され る航空機用ガスタービンの主軸のような高温環 境下で使用される機械構造物のハイエンド部品 として適用化が進んでおり、実環境で経験する 熱負荷よる損傷現象に対する強度評価技術は 必要不可欠である.その信頼性確保のためには, 実験および損傷機構解明など基礎的かつ統合 的な研究が必要不可欠である.これまで国内外 において,静的,動的負荷に対する評価として 圧砕強度試験や高温下中の転がり疲労試験に よる強度特性評価や損傷メカニズムの解明が行 われてきた、しかしながら、高温実環境下を想定 した研究は,長期熱負荷が加わることを想定し た場合に限定されており,ほとんどの研究が常 温下での評価にとどまっている.そのため,短時 間で致命的な損傷を与える熱衝撃負荷に対す るセラミック球の信頼性評価は行われていない。

研究の目的

基礎的な研究として,単一熱衝撃負荷を受けたセラミック球の巨視的割れ(熱衝撃破壊)および接触損傷に対する強度特性をそれぞれ体系的に評価する.その詳細は以下の通りである.

- (1) 水中急冷熱衝撃に対する熱衝撃破壊強度 特性および熱衝撃を受けたセラミック球のリ ングクラック発生強度特性を実験的にそれ ぞれ明らかにする。
- (2) 実験データベースを基に破面観察や FEM 解析,破壊力学的アプローチを通じて,熱 衝撃破壊およびリングクラック発生メカニズ ムを明らかにし,それぞれの強度特性を評 価する。
- 3.研究の方法
- (1) 水中急冷熱衝撃試験

試験片(処女材)として,市販されているセラミ ック球(サイズ:9/32,3/8,15/32inch)を用いた. 図1に示す装置を用いて熱衝撃試験を実施した. ワイヤーを取り付けたバスケット中に試験片をセ ットし,加熱炉の中心に吊るして加熱した.炉内 での加熱位置を揃えるために,中空棒(ステンレ ス製)をワイヤーに通した.その後,1分間で室 温から所定の温度に加熱後,処女材の温度が 一定となるように 30分間加熱したのちに冷却し た.このとき,炉内温度を熱電対で計測してプロ グラムコントローラによって管理した.冷却方法 は,自由落下にて中空棒とともにバスケットを冷 却水に投下させて急冷した.その際,加熱位置 から落下位置までの距離は JISR1648 に基づき 600mmとした.



図 2 に示すように,万能試験機(容量 5kN)を 用いてクロスヘッド速度 0.05mm/min 下で処女 材および熱衝撃を受けたセラミック球(熱衝撃材) に対して圧子(セラミック球,3/16inch)を用いて



図2 球圧子押込み試験

圧縮荷重を与えた.熱衝撃材は,デジタルマイ クロスコープによる観察検査で熱衝撃破壊が確 認されなかった球に対して実施した.このときリ ングクラック発生荷重は,AE センサにより検知 してデータロガーに記録した.

- 4. 研究成果
- (1) 熱衝擊破壊強度評価

熱衝撃破壊形態と破壊メカニズム

セラミック球の水中急冷による熱衝撃破壊の例 を図3に示す、損傷のタイプとして、表面にき裂 が分岐を繰り返しながら進展してストップしてい るタイプ1(図3(a))と破断するタイプ2(図3(b)) に分類された.破断した破片の破面を巨視的に 観察すると,表面付近を起点として深さ方向へ 放射状にき裂が進展した様相が観察された(図 3(c)).また破壊起点を走査型電子顕微鏡(SEM) により観察すると製造欠陥が観察された(図 3(d)). 既往の研究によると, 窒化ケイ素の曲げ 破壊では図 3(d)に類似した欠陥が破壊起点と なることが報告されている.一方で,フープ引張 応力を受けた脆性材料は,初めに1本の直線き |裂(または円孔き裂)が発生した後,分岐してき 裂進展することが破壊力学的観点から明らかに されている.これらの知見に基づけば,セラミック 球の極表面層に存在する介在物周りに引張熱 応力が作用し、応力拡大係数が破壊じん性値 に到達したとき初めに1本のき裂が発生する、そ の後,球形に支配されたフープ引張熱応力によ ってき裂の分岐と進展が発生して熱衝撃破壊は 起こると考えられる。

Kクライテリオンに基づく強度評価





で論じたことを検証するために, K クライテリ オンに基づき仮想等価き裂長さを考慮したモデ ルを用いて熱衝撃破壊強度と等価き裂長さの関 係に整理した、その結果を図4に示す、このとき、 窒化ケイ素の4点曲げ強度とそれに対応する等 価き裂長さのデータもプロットしている、また熱衝 撃破壊強度は,FEM 解析より推定した.解析モ デルは1/4とし,軸対象問題(図5(a))としてき裂 発生温度差にて解析した、このとき、物性値は 温度依存性が無いとして与えた。またビオ数は、 矩形形状の窒化ケイ素板の熱衝撃破壊を想定 して FEM 解析より推定し,20 として与えた.図 5(b)に FEM 解析例(X 方向の応力分布)を示す. 図4より,強度と欠陥寸法との関係は4点曲げデ ータとともにモデルを用いてよく整理できている. この結果は,セラミック球の熱衝撃破壊は,4 点 曲げ破壊と同様,初めに1本のき裂が発生して 破壊するメカニズムであることを示している.した がって先に述べた破壊メカニズムの妥当性を破 壊力学的観点から明らかにした.また,このこと からセラミック球の熱衝撃破壊強度は,基礎デ ータとなる4点曲げ試験から得られる曲げ強度と 欠陥寸法のデータから簡易に推定できることを 意味している.



図4 セラミック球の熱衝撃破壊強度および 平滑材の4点曲げ破壊強度と欠陥寸法の関係



図5 FEM 解析例(X 方向の応力分布)

## (2) リングクラック発生強度評価

リングクラック発生荷重特性と温度差 図 6 に熱衝撃材のリングクラック発生荷重  $P_f$ と 温度差  $\Delta T_i$  との関係を示す .  $P_f$  はリングクラック 発生荷重のワイブル解析を行い,得られたパラ メータから決定したワイブル分布の平均値である. また  $\Delta T_i$  は,文献(雑誌論文)を基に決定した 熱衝撃破壊発生確率が 5%および 40%に対応す る温度差である.両球径において  $P_f$  は $\Delta T_i$ の増 加に伴って低下している.処女材と比較して 3/8inch の場合は $\Delta T_i$ =770K において 280N 程 度,15/32inch の場合は $\Delta T_i$ の=700K において 520N 程度低下した.

図7に  $P_f$ のワイブル解析から得られたばらつ きを示す形状母数 m値と $\Delta T_i$ の関係を示す.処 女材と比較して熱衝撃材の形状母数は球径に よらず $\Delta T_i$ の増加に伴って低下している. 一般にセラミックスは,臨界熱衝撃温度差以 下でも繰返し熱衝撃による熱応力を受けること で SCG(slow crack growth)による微視的き裂が 累積して熱衝撃破壊することが知られている.ゆ えに,熱衝撃による高い熱応力によって発生・ 成長した微視的き裂の影響により,リングクラック 発生荷重は低下し,そのばらつきは増大したと 考えられる.

G クライテリオンによるリングクラック発生残 存強度評価

で論じたことを力学的に明らかにするために, Gクライテリオンに基づき,式(1)に示す簡易なリ ングクラック発生残存強度  $\sigma_{RC-R}$  を予測するモ デルを構築して評価した.

$$\sigma_{\rm RC-R} = \frac{Y_{\rm RC}}{Y_{\rm RC-R}} \sqrt{\sigma_{\rm RC}^2 - \sigma_{\rm th}^2}$$
(1)

ここで,  $\sigma_{\rm RC}$ は処女材のリングクラック発生強度,  $\sigma_{\rm th}$ は熱応力,  $Y_{\rm RC}$ はリングクラック発生に関与 するき裂の形状係数, YRC-R は熱衝撃後の RC 発生に関与するき裂の形状係数である.図8に  $\sigma_{\text{RC-R}} \ \epsilon \sigma_{\text{th}}$ の関係に対する実験値と予測値を 示す.このとき,  $\sigma_{\rm RC}$ はヘルツの接触理論と $P_{\rm f}$ を 用いて理論接触円半径の位置における X 方向 の公称応力として評価した.また,  $\sigma_{th}$ は FEM 解析から得られた熱衝撃を受けた温度差 ΔT; に おける X 方向の最大引張熱応力である.なお, 予測において Y<sub>RC</sub> / Y<sub>RC-R</sub> =1と仮定した. 球径 によらず,熱応力の増加に伴うリングクラック発 生強度の低下を予測できている.このことから, 熱応力による微視的損傷がリングクラック発生強 度低下の原因であることを理論的に示すことが できた.本モデルから,処女材のデータベース および FEM 解析より推定した熱応力よりリングク ラック発生残存強度を予測できる.

(3) 得られた成果の位置づけとインパクト

3ヶ年にわたる研究より,研究課題の初期の目 的はほぼ達成できたといえる.セラミック球の熱 衝撃破壊特性について最も重要な成果は,熱 衝撃破壊強度は,基礎データとなる4点曲げ試 験から得られる曲げ強度と欠陥寸法のデータか ら推定できることを力学的観点から明らかにした ことである.また熱衝撃を受けたセラミック球のリ ングクラック発生強度特性について最も重要な 成果は,熱応力による微視的損傷がリングクラッ ク発生強度低下の原因であることを理論的に示 すことができ,簡易な残存強度予測モデルを構 築できた点である.このことは,高温環境下で使 用する場合を想定した強度信頼性設計のため の基礎的知見となることが期待できる.

(4) 今後の展望

世界市場への普及を加速するためには,より 具体的な実高温環境下での運転を繰返し経験 した場合を想定した長期信頼性評価が必要が ある.そのため,変動温度差下での繰返し熱衝 撃疲労破壊問題に対する強度評価技術を確立 することは重要である.本成果は単一熱衝撃負 荷を受けたセラミック球に対する評価研究である



図6 リングクラック発生荷重と温度差の関係



図7 リングクラック発生荷重の形状母数と温度 差との関係





ため,本課題に対して申請者のデータベースの みで完全に解決することは困難を極める.ゆえ に,実環境下で経験することとして変動温度差 下での繰返し熱衝撃疲労破壊問題やそれに及 ぼす接触損傷の影響を明らかにすることが今後 の課題である.

5.主な発表論文等

[雑誌論文](計 4件) 松田伸也, 黄木景二, SCG 理論に基づく 確率論的モデルによるセラミックスの強度と 欠陥寸法の関係に及ぼす負荷速度の影響 解析,日本機械学会論文集,Vol.83, No.847 , ( 2017.3 ) DOI:10.1299/transjsme.16-00369, 查読有 Shinya Matsuda, Fracture characteristics of silicon nitride ceramic ball subjected to thermal shock. Journal of materials science. Vol.51, No.11, pp.5502-5513 (2016,3), DOI:10.1007/s10853-016-9855-1, 査読 有 松田伸也、セラミック軸受球の熱衝撃破壊 メカニズム,構造物の安全性と信頼性 JCOSSAR2015 論文集(A 論文), Vol.8, pp.408-413(2015.10), 查読有 松田伸也, ラップトップパソコンの液晶ディ スレイを光源に用いた光弾性法,日本機械 学会論文集, Vol.81, No.822, p.14-00456 2015.2 ) DOI: 10.1299/transjsme.14-00456, 査読有 [学会発表](計 6件) 中田豪,松田伸也,熱履歴を受けたセラミ ック軸受球のリングクラック発生強度特性, 日本材料学会東海支部第 11 回学術講演 会,2017年3月6日,名古屋大学環境総 合館(愛知県·名古屋市) 松田伸也,高橋学,井上聡,西田友久,脆 性破壊に対するシャルピー吸収エネルギ ーの統計的性質と確率論的モデル,日本 材料学会第 29 回信頼性シンポジウム, 2016年12月15,16日,東京理科大学森 戸記念館(東京都·新宿区) Takeshi Nakada, Shinya Matsuda, Ring crack initiation characteristics of silicon nitride ceramic ball after thermal shock. International Comference on Asia-Pacific Conference on Fracture and Strength 2016, 19-22 September 2016, Toyama (Japan) 望月達成,松田伸也,セラミック軸受球の 熱衝擊破壊特性,日本材料学会東海支部 第9回学術講演会,2015年3月4日,名 古屋大学野依記念学術交流館(愛知県・ 名古屋市) 中田豪,松田伸也,熱衝撃を受けたセラミ ック軸受球の接触損傷特性,日本材料学 会東海支部第9回学術講演会,2015年3 月4日,名古屋大学野依記念学術交流館 (愛知県·名古屋市) 松田伸也, 黄木景二, セラミックスのための 確率論的 SCG モデルと強度および欠陥寸 法の関係,日本材料学会東海支部第9回 学術講演会,2015年3月4日,名古屋大 学野依記念学術交流館(愛知県・名古屋 市)

〔産業財産権〕 出願状況(計0件) 特になし

〔その他〕 ホームページ等 特になし

6.研究組織

 (1) 研究代表者 松田伸也(MATSUDA SHINYA)
沼津工業高等専門学校·機械工学科·准教授 研究者番号:10550460

(2) 研究協力者 中田 豪(NAKADA TAKESHI)

〔図書〕(計0件) 特になし