

Si₃N₄/SiC 複合セラミックスの繰返し応力下におけるき裂治癒挙動

横浜国大[院] ○吉田祥子 横浜国大[院] 村瀬尚志

横浜国大 高橋宏治 横浜国大 安藤 柱 日本発条(株) 斉藤慎二

1 緒 言

セラミックスは耐熱性、耐食性および耐摩耗性に優れた特性を有しており、ガスタービンやエンジン部品など、高温環境中における構造部材として大きな期待が寄せられている。しかしながら、セラミックスは靱性が低いために欠陥感受性が高く、加工時や使用中にき裂が発生した場合には、大幅に信頼性が低下する可能性がある。窒化ケイ素をはじめとしたいくつかのセラミックスには、自己き裂治癒能力を示すことが知られているが、この現象を利用して使用中に生じたき裂を使用中に治癒することができれば、低靱性というセラミックスの欠点を克服し、信頼性を大幅に向上させることができる。著者らはこれまでに、主として無応力下におけるき裂治癒に関して研究してきたが、き裂治癒能力が優れた材料では、一定応力下のみならず、5Hz 程度の繰返し応力下においてもき裂を完全に治癒できることが示されている^{1), 2)}。そこで本研究では使用環境を想定し、供試材にき裂治癒能力が優れた Si₃N₄/SiC 複合セラミックスを用いて、(a)繰返し応力下でき裂治癒を行った試験片の、き裂治癒可能な繰返し応力($\sigma_{\max,ap}$)の範囲および(b)き裂治癒温度における繰返し疲労強度特性の調査を行った。

2 供試材および実験方法

使用した材料は窒化ケイ素(Si₃N₄)と炭化ケイ素(SiC)の複合セラミックスである。SiC 粉末の添加量は Si₃N₄ に対して 20wt.%とした。焼結助剤として、Si₃N₄ と SiC の混合粉末に対して、Y₂O₃ を 8wt.%添加した。1800℃、2 時間、窒素ガス雰囲気中、35MPa のホットプレスにより焼結体を製作し、得られた焼結体から寸法が 3×4×20mm の試験片を切り出した。試験片表面には鏡面研磨を施し、ビッカース圧子により試験片の引張面中央部に長さ(2c)が約 100 μm の表面き裂を導入した。

研究(a)では、1000℃および 1200℃の大気中において、最大負荷応力が $\sigma_{\max,ap}=0, 210, 300$ および 350MPa の繰返し曲げ応力下でき裂治癒を行った。応力比は $R=0.2$ 、周波数は $f=5\text{Hz}$ である。また、研究(b)では、900~1200℃の大気中において、最大負荷応力 $\sigma_{\max,ap}=210\text{MPa}$ 、応力比 $R=0.2$ および周波数 $f=5\text{Hz}$ の繰返し曲げ応力下でき裂治癒を行った。ここで、最大負荷応力 210MPa は、予き裂材の室温における疲労限度に相当する³⁾。き裂治癒は、無応力下で容易にき裂治癒が生じることを防ぐため、繰返し応力を負荷した後、電気炉を昇温させた。き裂治癒

を行った後、室温およびそれぞれのき裂治癒温度で曲げ試験を行った。続いて、き裂治癒温度において、繰返し疲労試験を行った。き裂治癒、曲げ試験および疲労試験の負荷形式は、全てスパン長さ 16mm の三点曲げとした。繰返し疲労試験は、応力比 $R=0.2$ および周波数 $f=5\text{Hz}$ で行った。

3 実験結果および考察

3.1 き裂治癒可能な繰返し応力

き裂治癒可能な繰返し応力($\sigma_{\max,ap}$)の範囲を調査するため、1000℃および 1200℃で $\sigma_{\max,ap}$ を変化させてき裂治癒を行った後、室温で 3 点曲げ試験を行った。その結果を Fig.1 に示す。Fig.1 において●、◆印はそれぞれ 1000℃および 1200℃き裂治癒材の室温曲げ強度を示している。1000℃および 1200℃き裂治癒材において、無応力下($\sigma_{\max,ap}=0\text{MPa}$)で治癒した試験片と $\sigma_{\max,ap}$ が 300MPa までの繰返し応力下で治癒した試験片の室温曲げ強度は十分高い値を示したが、 $\sigma_{\max,ap}$ が 350MPa になると、7 本中 3 本が破断し、1000℃き裂治癒材は強度が低下した。したがって、1000℃および 1200℃でき裂治癒を行う際、完全に治癒可能な繰返し応力は $\sigma_{\max,ap}=300\text{MPa}$ であることがわかる。ここで、 $\sigma_{\max,ap}=300\text{MPa}$ は、△印で示された

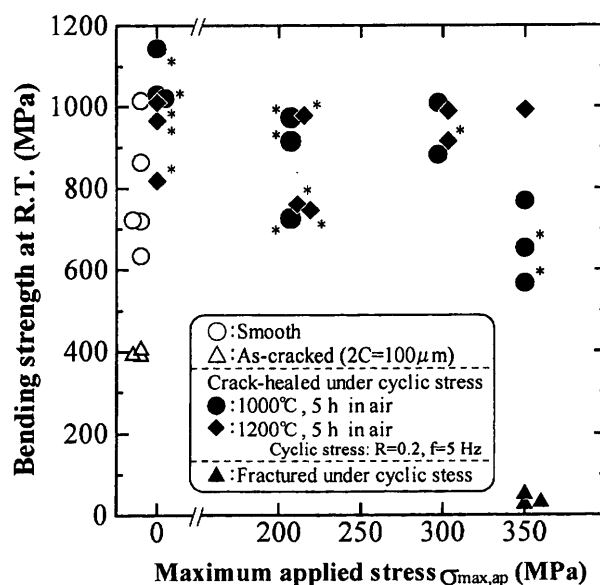


Fig.1 Effect of the applied stress during crack-healing on the bending strength at room temperature.

き裂材の曲げ強度(約 400MPa)の約 75%である。以上のことから、非常に高い応力でもき裂治癒ができる。また、 $\sigma_{\max,ap}=300\text{MPa}$ が作用した場合の半だ円き裂前縁における応力拡大係数の最大値 $K_{\max}$ をき裂治癒可能な応力拡大係数とする。Newman-Raju の解⁴⁾より $K_{\max}$ を計算した結果、 $K_{\max}=2.6\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ と得られた。

3.2 繰返し疲労強度特性

900~1200℃でき裂治癒を行った後、それぞれのき裂治癒温度において三点曲げ試験および繰返し疲労試験を行った。その結果を Fig.2 に示す。本研究では、 10^6 回の負荷において破断しなかった応力を繰返し疲労限度と定義した。Fig.2 において、●印で示したき裂治癒材のそれぞれの治癒温度における曲げ強度は、平滑材(○印)の室温における曲げ強度と同程度である。□印で示した繰返し疲労限度は、550~700MPa 程度であり、これらの値は治癒材の治癒温度における曲げ強度の平均値の約 67~86% に相当する。したがって、900~1200℃の応力下でのき裂治癒材は、それぞれのき裂治癒温度において高い繰返し疲労限度を示していることがわかる。また、■印で示した疲労試験において非破断であった試験片の治癒温度における曲げ強度は、疲労試験前の治癒材の曲げ強度とほぼ同程度であることから、疲労試験中に顕著なき裂伝播が生じなかったことを示唆している。

このように繰返し疲労限度が高くなった原因について考察する。3.1 でも述べたように、 $100\mu\text{m}$ の予き裂は、1000℃および 1200℃において、300MPa の繰返し応力下においても完全に治癒できる。そこで、3.1 で求めた応力拡大係数の最大値 $K_{\max}$ を用いて、繰返し疲労限度に相

当する繰返し応力下で治癒できるき裂長さを推定した。き裂形状はアスペクト比が 0.9 の半だ円と仮定し、 $K_{\max}=2.6\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ と $\sigma_{\max,ap}=550\sim700\text{MPa}$ を Newman-Raju の解に代入し、表面き裂長さを計算したところ、 $2c=18\sim30\mu\text{m}$ であった。このき裂長さは、本研究で用いた Si_3N_4 の平均結晶粒径($0.4\mu\text{m}$)よりもかなり大きい。以上のことから、繰返し疲労限度がかなり高い値となった理由として、繰返し疲労試験中に発生した $2c=30\mu\text{m}$ 程度までの表面き裂が治癒されていることが考えられる。

4 結 言

き裂治癒能力が優れた $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ 複合セラミックスのき裂治癒可能な繰返し応力($\sigma_{\max,ap}$)の範囲およびき裂治癒温度における繰返し疲労強度特性を明らかにするため、高温の繰返し応力下においてき裂治癒を行い、室温およびそれぞれのき裂治癒温度で三点曲げ試験、繰返し疲労試験を行った。

- 1) 1000℃および 1200℃で最大負荷応力を変化させてき裂治癒を行った試験片の室温曲げ強度は、繰返し応力 $\sigma_{\max,ap}$ が 350MPa になると、強度低下および昇温過程における破断が起きたことから、完全に治癒可能な繰返し応力は $\sigma_{\max,ap}=300\text{MPa}$ であることがわかる。
- 2) 900~1200℃の繰返し応力下においてき裂治癒を行った試験片の、それぞれの治癒温度における繰返し疲労限度は、それぞれの治癒温度における曲げ強度と比較すると、非常に高い値を示している。
- 3) 1)の結果を用いて、繰返し疲労限度について考察したところ、繰返し疲労限度がかなり高い値となった理由として、繰返し疲労試験中にも $2c=30\mu\text{m}$ 程度までの表面き裂が治癒されていることが考えられる。

参考文献

- 1) K.Ando, K.Houjyou, M.C.Chu, S.Takeshita, K.Takahashi, S.Sakamoto and S.Sato, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **22**, 1339-1346(2002).
- 2) K.Ando, K.Takahashi, S.Nakayama and S.Saito, *J. Am. Ceram. Soc.*, **85**[9], 2268-72(2002).
- 3) K.Ando, M.C.Chu, F.Yao and S.Sato, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, **22**, 897(1999).
- 4) J.C.Newman, Jr. and I. S.Raju, An Empirical Stress Intensity Factor Equation for the Surface Crack, *Engng. Frac. Mech.*, Vol.15, No.1-2 (1981), pp.185-192.

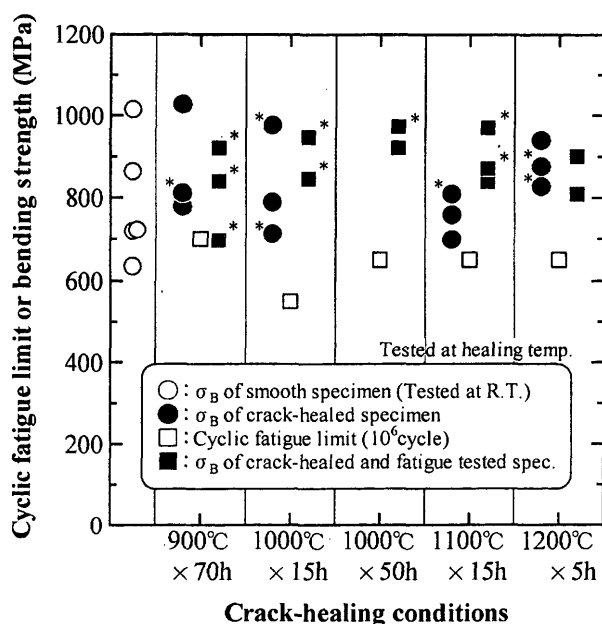


Fig.2 Summary of the experimental results on crack-healed specimens tested at each healing temperature.