

## 微小き裂を有するホットプレス窒化ケイ素の 三点曲げおよび繰返し曲げ疲労強度\*

原田昭治<sup>\*1</sup>, 野田尚昭<sup>\*1</sup>, 亀池浩行<sup>\*2</sup>  
永野光芳<sup>\*3</sup>, 故遠藤達雄<sup>\*4</sup>

### Three-Point Bending Strength and Cyclic Bending Fatigue Strength of Hot-Pressed Silicon Nitride Containing a Small Crack

Shoji HARADA, Nao-Aki NODA, Hiroyuki KAMEIKE,  
Mitsuyoshi NAGANO and Tatsuo ENDO

Three-point bending and cyclic bending fatigue tests were conducted on two kinds of hot-pressed silicon nitride. To examine the relationship between the defect size  $2c$  and the static and fatigue strength  $\sigma_F$ ,  $\sigma_w$  respectively a semicircular crack with a radius of  $70\mu\text{m}$  to  $310\mu\text{m}$  long was introduced on each specimen surface with the aid of a Knoop indentation. The result shows that up to a critical value of  $2c_c$ , both  $\sigma_F$  and  $\sigma_w$  were insensitive to  $2c$ . For  $2c > 2c_c$ , both  $\sigma_F$  and  $\sigma_w$  decreased with increasing  $2c$ . Both materials had almost the same value of  $2c_c$ . The fatigue strength of the materials with a small crack was found to be about 40% of the static bending strength.

**Key Words:** Ceramics, Bending, Fatigue, Brittle Fracture, Small Defect, Critical Crack Length

#### 1. 結 言

セラミックスの静的荷重または繰返し荷重による破壊は、材料中に存在する空孔や介在物等の欠陥や表面加工傷等が破壊発生起点となって生じることが知られている。これら微小欠陥の大きさやその分布状態には一般にかなりのばらつきがあり、これがセラミックスの強度を評価する上で大きな妨げとなっている。現在このようなセラミックスの強度のばらつきをワイブル統計を利用して処理する方法が一般によく用いられている<sup>(1)</sup>。

セラミックスの強度に及ぼす微小欠陥寸法の影響について調べた研究はこれまでもいくつかなされてお<sup>(2)</sup>り<sup>(3)~(12)</sup>、宇佐美ら<sup>(7)</sup>は、多結晶のセラミックスでは欠陥寸法の低下とともにみかけの破壊靱性値が低下することを結晶破壊モデルを用いて説明している。また、三好らは常圧焼結窒化ケイ素の表面にヌープ圧子により微小き裂を導入し四点曲げ試験を行い、 $80\mu\text{m}$ 程度

以下のき裂は、破壊発生起点となり得ないことを報告している<sup>(8)</sup>。すなわち、破壊の起点となる人工欠陥の大きさには限界寸法が存在することを示唆している。セラミックスを構造用材料として用いるには、材料に含まれる欠陥の状態を把握するとともに、どの程度の大きさの欠陥がどの程度破壊に影響するかを明らかにすることが設計上の観点からも、また材料開発の面からも重要であると考えられる。

本研究では、焼結助剤の異なる2種類のホットプレス窒化ケイ素に、ヌープ圧子押込みにより種々の寸法の微小き裂を導入し、三点曲げ試験と繰返し曲げ疲労試験を行った。そしてき裂寸法と破壊応力の関係を調べるとともに、材質および負荷形式の違いがそれによ<sup>(9)</sup>うに影響するかを比較検討した。

#### 2. 実 験 方 法

**2-1 供試材および試験片** 供試材は  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$  系の2種類のホットプレス窒化ケイ素 A 材と B 材である。両材の組織写真を図1に、常温での材料諸特性値を表1に示す。両材はともに針状結晶粒子が発達して互いにかみあった結晶組織となっているが、B材はA材に比べさらに発達した結晶組織を呈している。また、B材はA材の焼結助剤にさらにち密

\* 昭和63年10月19日 第66期全国大会講演会において講演。原稿受付 平成元年3月29日。

<sup>\*1</sup> 正員、九州工業大学工学部 (〒804 北九州市戸畑区仙水町1-1)。

<sup>\*2</sup> 学生員、九州工業大学大学院。

<sup>\*3</sup> 日本タングステン(株) (〒815 福岡市南区清水2-20-31)。

<sup>\*4</sup> 正員、九州産業大学工学部 (〒813 福岡市東区松香台2-327)。

化促進剤となる助剤を添加しているため、理論密度に対する相対密度では B 材のほうが高く、結晶のち密化による高硬度が達成されている。表 1 の曲げ強度は JIS R 1601 に基づく三点曲げ試験片 20 本の結果である [試験片寸法(幅 4 mm, 高さ 3 mm, スパン長さ 30 mm)]。

図 2 に本研究に用いた試験片の形状を示す。試験片の表面はレジソンド 240 番の砥石で長手方向に研削加工し、表面粗さは長手方向に  $R_{max}=0.7 \mu\text{m}$ 、板厚方向に  $R_{max}=2.3 \mu\text{m}$  である(表 1 の曲げ試験も同様)。試験片の角部は 0.2 mm の面取りを施した。試験片中央部にはヌープ圧子押込みにより表面長 70  $\mu\text{m}$  ~ 310  $\mu\text{m}$  の半円形き裂を導入した。圧子押込み条件は 4.9 N ~ 98 N で保持時間 30 s である。

2.2 三点曲げ試験および繰返し曲げ疲労試験

三点曲げ試験は図 3 に示すようにスパン長さ 30 mm で行った。試験機は島津万能試験機 RH-30 形を

使用し、クロスヘッド速度は約 0.3 mm/min とした。

繰返し曲げ疲労試験用の治具形状を図 4 に示す。つかみ部での応力集中による破壊を避けるための特別な対策は講じていないが、セラミックスの強度試験で通常よく行われるように、試験片のつかみ部にアルミはく(厚さ 15  $\mu\text{m}$ )を巻きつけた後、図 4 に示す治具に固定した。試験片にはすべてひずみゲージをはり、試験片取付時に初期応力の発生がないことを確認して実験を開始した。予備試験の結果によると、当然のことながら、この方法によってもなお平滑試験片は大半がつかみ部付近で破損した。そこで本研究では破壊起点が明確となる大きなヌープき裂を導入した試験片を用いて、その疲労強度を評価することに重点をおいて検討

表 1 供試材の常温での材料諸特性

Material	A	B
Density(g/cm <sup>3</sup> )	3.225~3.228	3.287~3.290
Hardness(H <sub>R</sub> A)	92.3~92.8	93.8~94.4
Flexural strength(MPa)	800~1150 (Average:950)	620~1370 (Average:810)

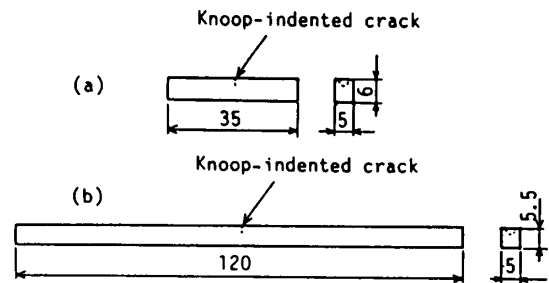
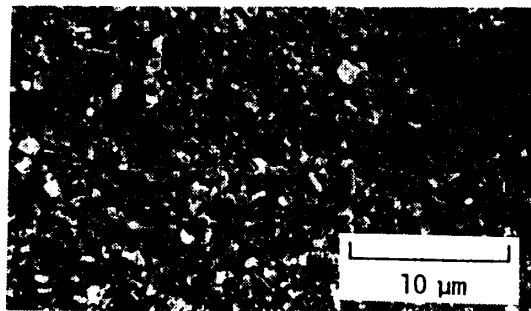
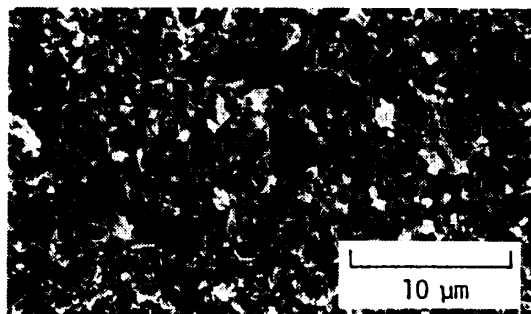


図 2 試験片形状 [(a)三点曲げ, (b)繰返し曲げ]



(a) A 材



(b) B 材

図 1 供試材の組織写真

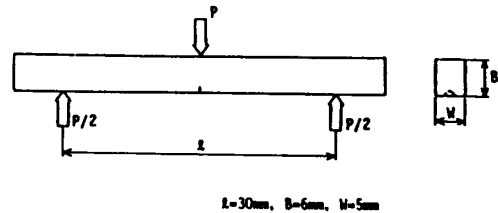


図 3 三点曲げ試験

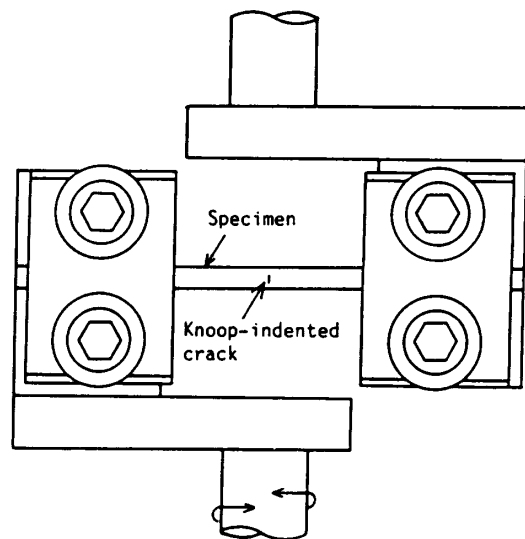


図 4 繰返し曲げ疲労試験の治具形状

した。つかみ治具間の距離は 50 mm である。試験機は島津曲げねじり疲労試験機 TB-10 形を使用した。負荷波形は 2 000 rpm の両振り正弦波である。繰返し数 10<sup>6</sup> 回を疲労限として試験を打ち切った。

3. 実験結果および考察

3.1 三点曲げ試験 図 5 と図 6 は A, B 材それぞれに導入したヌープき裂長さ 2c と三点曲げによる破壊応力  $\sigma_F$  (ヌープき裂導入部の公称応力) の関係をまとめたものである。図中△印はヌープき裂から破壊した試験片であり、▲印はヌープき裂が破壊発生起点とならず、材料にあらかじめ含まれていた欠陥から破壊した試験片であることを意味する。また No crack と記されているデータはヌープき裂を導入していない平滑試験片 20 本(寸法は図 2 と同じ)について調べた三点曲げ強度の平均値と標準偏差を示している。また、図中の○印と●印はヌープ圧子押し込み後、試験片を空气中で 1 000°C、1 時間の残留応力除去焼なまし処理を施した場合の結果<sup>(2)</sup>である。

図 5 と図 6 に示すように破壊応力  $\sigma_F$  はヌープき裂長さ 2c<sup>\*\*1</sup> に対して始めほぼ一定値をとるが、ある値 2c<sub>c</sub> を越えるとしだいに減少する。走査形電子顕微鏡による破面観察によると、 $\sigma_F$  が一定値をとる範囲で

はヌープき裂が破壊発生起点とならず、材料にあらかじめ含まれていた介在物等の欠陥や表面の加工傷等が破壊発生起点となっていることが多いようであった。破壊応力が低下し始める限界き裂長さ 2c<sub>c</sub> は焼なまし熱処理の有無にかかわらず両材ともほぼ 100 μm 程度であった。○印と△印の結果を比較するヌープき裂先端付近に存在する引張残留応力の解放に伴って、両材とも焼なまし熱処理によって破壊応力は上昇している。特に A 材に比べて B 材では破壊応力の上昇が顕著である。B 材は焼なましによって硬度が低下することが知られている<sup>(2)</sup>ので、残留応力が緩和されると同時に、き裂長さが短くなったり、き裂先端が鈍化している可能性が考えられる。

3.2 繰返し曲げ疲労試験 図 7 と図 8 は A 材, B 材にそれぞれ 4 種類の寸法のヌープき裂を導入した後、繰返し曲げ疲労試験を行い応力振幅と破断繰返し数の関係を示したものである。図中の○印, △印はヌープき裂が起点となって破断した試験片であり、●印, ▲印はヌープき裂以外から破断した試験片であることを意味する。ヌープき裂以外から破断した場合の多くは試験片つかみ部付近が破壊発生起点となっていた。

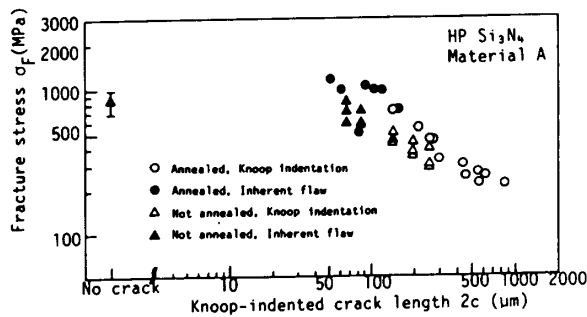


図 5 ヌープき裂長さ と破壊応力の関係(A 材)

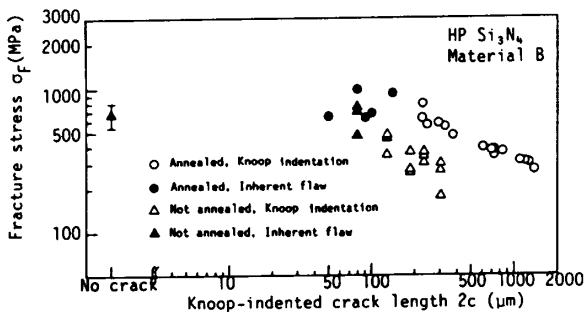


図 6 ヌープき裂長さ と破壊応力の関係(B 材)

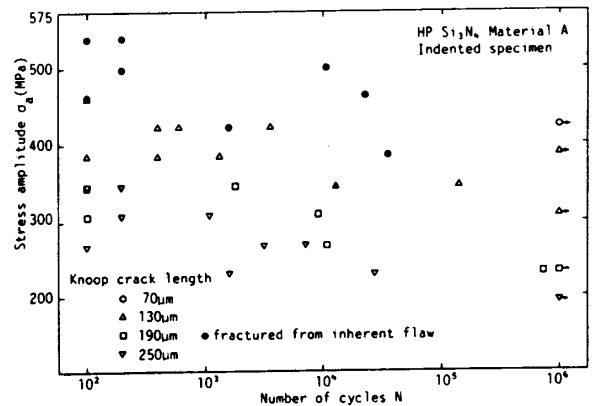


図 7 繰返し曲げ疲労試験の結果(A 材)

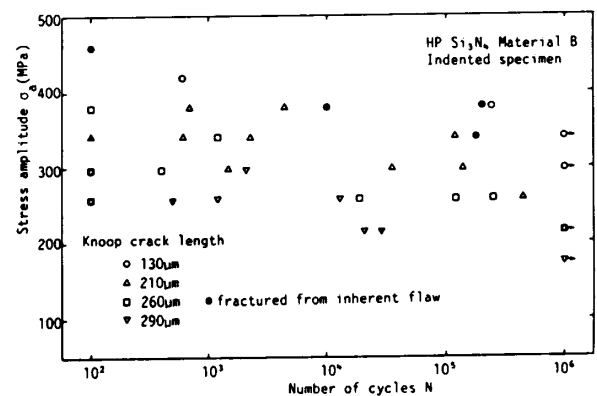


図 8 繰返し曲げ疲労試験の結果(B 材)

\*\*1 両図ともにき裂長さは試験片表面で測定したものである。また、ヌープき裂導入後焼なまし処理した試験片では、き裂がほぼ半円形に導入されていることを確認した。

疲労試験では繰返し曲げによる破面の損傷が著しく、破壊発生起点がつかみ部付近に存在する介在物等の欠陥であるが、つかみ部の応力集中によるものか同定することができなかった。このため図7と図8では便宜上ヌープき裂以外からの破壊を● inherent flaw とし示した。

図7によれば、A材の三点曲げ試験において破壊発生起点となり得なかった70 $\mu\text{m}$ 程度のヌープき裂は、繰返し曲げ疲労試験においてもやはり破壊発生起点とならないことがわかる。また、図7と図8を比較すると、130 $\mu\text{m}$ 程度のヌープき裂は、A材では1本を除いてすべて破壊発生起点となっているが、B材では約半数がヌープき裂以外から破断している。このように破壊発生起点となり得ない限界き裂長さ $2c_c$ は繰返し曲げ試験ではA材とB材にわずかの差が認められるようである。しかし、この場合にも、おおむね100 $\mu\text{m}$ 程度以下のヌープき裂は破壊起点とならない。すなわち限界き裂長さ $2c_c$ は本供試材の場合、静的三点曲げと繰返し曲げ負荷に対してほぼ同程度となり、A、B材とも $2c_c=100\mu\text{m}$ 程度である。

**3・3 静的三点曲げ強度と繰返し曲げ疲労強度の比較** 図9と図10は静的三点曲げ強度と $10^6$ 回繰返し曲げ疲労強度の比較である。三点曲げ強度を実線で、 $10^6$ 回繰返し曲げ疲労強度を○印と●印で示す。ただし、三点曲げ強度はばらつきの少ない焼なまし処理材のデータを選び、水平部は図5、図6における●印の破断応力の平均値、傾斜部は○印を最小二乗法で整理した。 $10^6$ 回繰返し曲げ疲労強度は図7、図8のデータを最小二乗法で整理して求め、●印はヌープき裂以外から破断したのことが多いことを意味する。図9と図10に示すように、A材、B材ともに $10^6$ 回繰返し曲げ疲労強度は焼なまし処理材の静的三点曲げ強度を基準とした場合、その40%前後程度まで低下している。

#### 4. 結 言

本研究ではセラミックス材料の静的三点曲げ強度ならびに繰返し曲げ疲労強度に及ぼす微小欠陥寸法の影響を調べるため2種類のホットプレス窒化ケイ素に種々の寸法の微小き裂をヌープ圧子押込みにより導入し、実験を行った。その結果、本供試材の場合、ヌープき裂が破壊発生起点となり得ない限界き裂長さ $2c_c$ は静的三点曲げと繰返し曲げ負荷に対してほぼ同程度となり、両材とも $2c_c\cong 100\mu\text{m}$ となった。また、繰返し速度2000rpmでの $10^6$ 回繰返し曲げ疲労強度は、焼

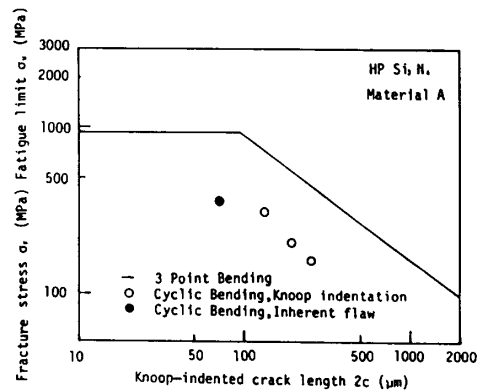


図9 三点曲げ強度と繰返し曲げ疲労強度の比較(A材)

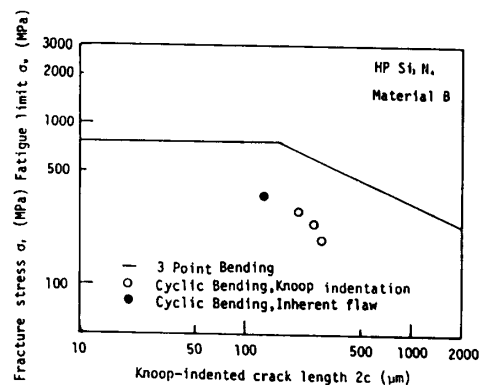


図10 三点曲げ強度と繰返し曲げ疲労強度の比較(B材)

なまし処理材の静的三点曲げ強度と比較した場合、A材、B材とも種々のき裂長さについて40%程度まで低下することが明らかとなった。

本研究は(財)九州産業技術センターの委託を受けて行った。実験を手伝っていただいた卒論生小山貴功氏、三浦善男氏に謝意を表す。

#### 文 献

- (1) 例えば、セラミックス編集委員会講座小委員会編、セラミックスの機械的性質、(1979)、21、窯業協会。
- (2) 原田・ほか3名、材料、37-419(1988)、940。
- (3) Rice, R. W., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 63-3/4(1980)、129。
- (4) 高橋・ほか4名、窯業協会誌、93-4(1985)、186。
- (5) 木本・ほか2名、機論、51-471, A(1985)、2482。
- (6) Cook, R. F., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 68-11(1985)、604。
- (7) Usami, S. ほか3名、*Eng. Fract. Mech.*, 23-4(1986)、745。
- (8) 三好・ほか2名、機論、53-486, A(1987)、267。
- (9) 町田・ほか2名、機論、53-492, A(1987)、1558。
- (10) 逆井・宮島、日本材料学会第4回破壊力学シンポジウム講演文集、(1987-6)、165。
- (11) Usami, S., ほか2名、*Eng. Fract. Mech.*, 25-4(1986)、483。
- (12) 岸本・ほか3名、材料、38-424(1989)、32。