

# 常圧焼結窒化ケイ素の耐疲労性に及ぼすイオン照射効果

高 行 男

## 1. 緒 言

1960年代半導体エレクトロニクスの分野で成功したイオン注入技術は、1970年代摩耗、腐食、酸化等に対する材料改質に応用され始めた。セラミックスに対しては、そのもろさをイオン照射によって改善しようという研究が1980年代に始められ、今日も精力的に行われている<sup>1)</sup>。イオン照射の意義は、イオン照射が新たな工業分野を確立する可能性を有するとの指摘<sup>2)</sup>からもうかがえる。

本報告は、セラミックスの耐疲労性に及ぼすイオン照射の影響について明らかにする研究の一環として、まず常圧焼結窒化ケイ素の回転曲げ疲労に関する既報の調査結果<sup>3,4)</sup>に基づき、疲労破壊起点部に及ぼすイオン照射の効果について検討したものである。本研究の背景について若干述べる。セラミックスにイオンを照射した時、セラミックスの曲げ強度と破壊靱性が増大する機構は、イオン照射量に依存し、二通り考えられている。イオン照射量が少ない領域 ( $<10^{15} N^+ \text{イオン}/\text{cm}^2$ ) では、イオン照射によって生じる欠陥によって格子が膨張し、セラミックス表面に圧縮応力が生成する機構である。さらにイオン照射量が多い領域 ( $>10^{16} N^+ \text{イオン}/\text{cm}^2$ ) では、セラミックス表面の非晶質化によるき裂の癒着や耐き裂性の向上 (き裂が生じにくいこと) が指摘されている。しかし、このようなイオン照射による効果が、セラミックスの疲労強度に及ぼす影響については調査されていない。

## 2. 実 験 方 法

### 2.1 試験片および試験機

供試素材は京セラ製の常圧焼結窒化ケイ素 (京セラ Na S N-220) である。焼結助剤は  $Y_2O_3$  と  $Al_2O_3$  である<sup>5)</sup>。試験片は、従来の研究における金属試験片と同様に、図 1 に示すような平行な中央部と左右の試験片チャック部間に曲率部を有する形状とした。試験片は軸と直角方向の研削加工を曲率部と平行部の境界において段差がないように施してある。試験片中央部の粗さは  $1 \mu\text{m}$  程度であった。

用いた試験機は小野式回転曲げ疲労試験機 ( $147\text{Nm}$ ,  $3420\text{rpm}$ ) で、常温において試験は行わ

れた。試験片は一定の曲げモーメントを受け回転するので、試験片表面には引張と圧縮の応力が繰り返される<sup>6)</sup>。試験後の破面観察には走査形電子顕微鏡 (SEM) を使用した。

## 2.2 イオン照射条件

日新ハイボルテージ社製 (400 KV, 加速エネルギー400 KeV) の装置を用い、照射イオンには  $N^+$  イオンを使用した<sup>7)</sup>。供試材である常圧焼結窒化ケイ素の回転曲げ疲労破面には、き裂が安定成長した領域と推察されるミラー状領域が観察される<sup>4)</sup>。供試材の破壊起点部に及ぼすイオン照射の影響を検討するため、図2(a)に示す斜線部のように、試験片中央部の半円周表面に Zr 金属を蒸着した後、イオンを照射した。すなわち、イオン照射後疲労試験を行い、ミラー状領域がイオン照射領域に存在するか否かによってイオン照射の効果を検討した。Zr 金属の蒸着厚さは約  $0.2\mu m$ 、照射  $N^+$  イオンは約  $5 \times 10^{16}$  イオン/ $cm^2$  である。加速エネルギーは200 KeV で、射影飛程はイオンが蒸着膜と母材 (窒化ケイ素) の界面付近となるようにした。なお、イオン照射量は、その量が少ないと付着強度が弱く、多いと蒸着膜がもろくなる。また蒸着厚さ、イオンの照射量は、図2(b)に示すように試験片を固定し図中の①、②、③の3方向から処理しているので、およその値である。

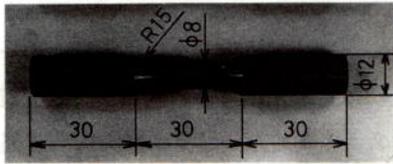


図1 試験片

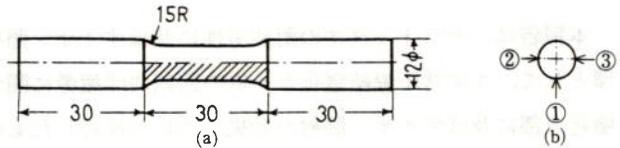


図2 蒸着およびイオン照射方法

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 疲労強度

本供試材は、既報<sup>3)</sup>の常圧焼結窒化ケイ素と類似した材料であるので、イオン照射の影響を調査するための応力レベルとして  $\sigma = 24 kg/mm^2$  を設定した。図3には既報の調査結果 (○印) に本実験結果をわあせて示したが、●印は処女材、▲印は照射材の疲労試験の結果である。図中、矢印のついているデータは破壊していないことを意味している。図より、本供試材は既報の供試材と

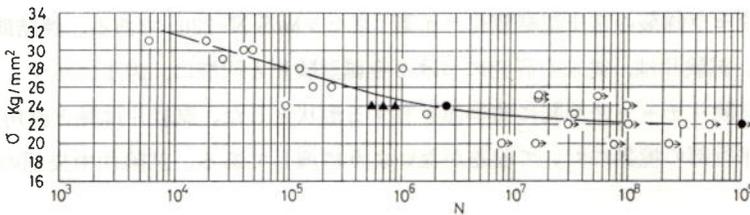


図3 疲労強度特性

類似した疲労挙動、すなわち応力振幅 $\sigma$ の低下に伴う破壊までの繰返し数 $N$ が著しく増加し、疲労限度が $N=10^8$ 以上で存在する傾向を示している。表1には、イオン照射材3本に対する疲労試験の結果を示した。

表1 イオン照射材の疲労試験結果

試験片番号	破壊までの繰返し数, $N_f$	ミラー状領域の存在箇所
1	$6.99 \times 10^5$	照射領域外
2	$8.82 \times 10^5$	照射領域の境界付近
3	$5.56 \times 10^5$	照射領域内

### 3.2 破面観察

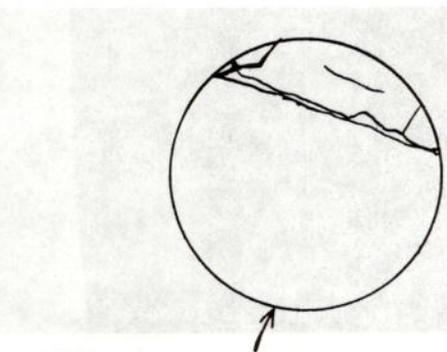
常圧焼結窒化ケイ素の回転曲げ疲労破面には、き裂が安定成長した領域と推察される破面上凹凸の少ない滑らかなミラー状領域が観察される<sup>4)</sup>。この領域は4点曲げの静的試験、静疲労試験による常圧焼結窒化ケイ素の破面にも観察されるが<sup>9)</sup>、常圧焼結アルミナの回転曲げ疲労破面にはミラー状領域は観察されなかった<sup>9)</sup>。材料の相違によるミラー状領域の出現の有無に対する定量的検討は今後の課題である<sup>10)</sup>。

本供試材の破面にはミラー状領域が観察されて破壊の起点部が推察できるので、その領域を調査することによってイオン照射領域と疲労破壊起点部との関連をみることができる。図4に、供試材の破面(図3の●印)のマクロのSEM写真を示す。破面のマクロ観察によって、図の下部に観察されるミラー状領域から図の上部へ破壊が放射状に進行している様子わかる。なお、破面のミクロ観察も行ったが、これまでの観察結果<sup>3,4,10)</sup>と異なった様相のみ指摘しておきたい。それは、図5に示すような若干溶けたようにみえるゲル状組織が本供試材において破壊起点部近傍に観察されたことであり、図6に示したSEM写真の様相と異なることがわかる。

図7-9には、イオン照射材3本(図3の▲印)の破面観察結果を示した。そして、イオン照射領域と破壊起点部との関連を調査した結果を表1に示した。表より、ミラー状領域は必ずしもイオン照射の領域外に存在しないことがわかる。このことは、 $N^+$ イオン照射により供試材の疲労



図4 破面のマクロ写真(処女材)  
破壊起点付近



破壊起点

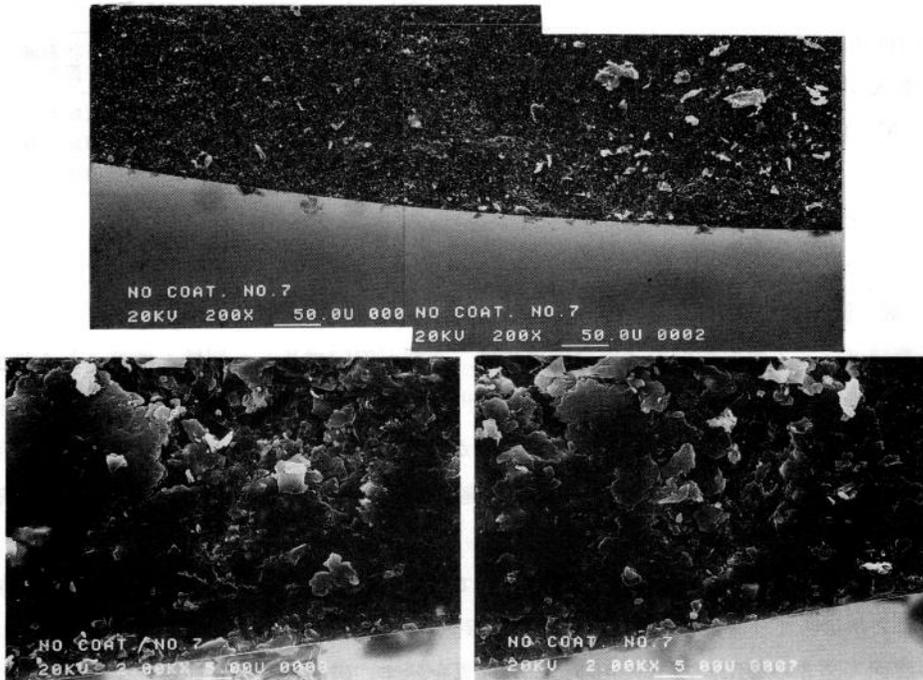


図5 破壊起点近傍のマイクロ写真(処女材)  
ゲル状組織の観察例(図6と比較)

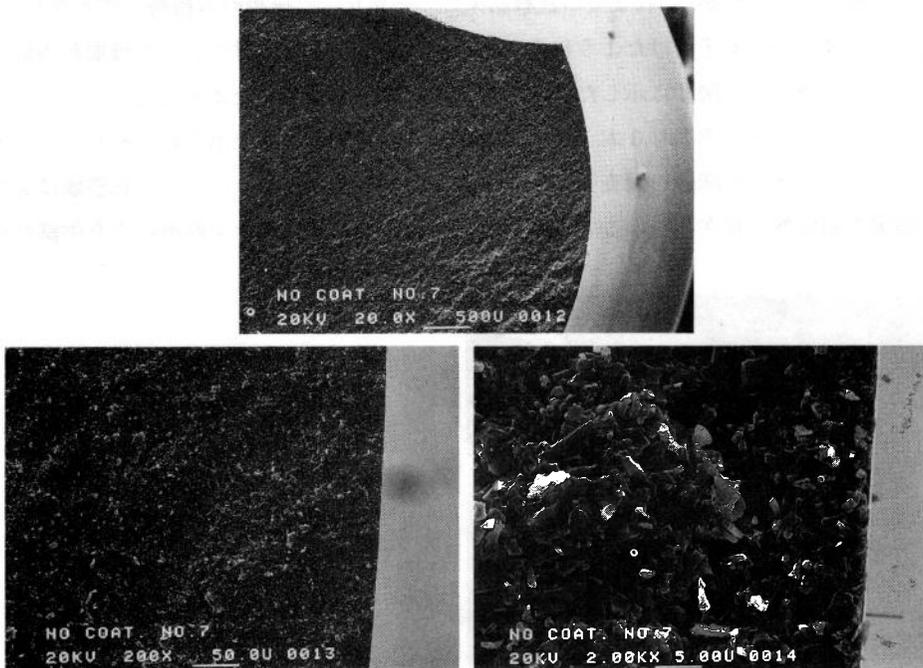


図6 破面のマイクロ写真(処女材)  
破壊起点以外の試験片端部

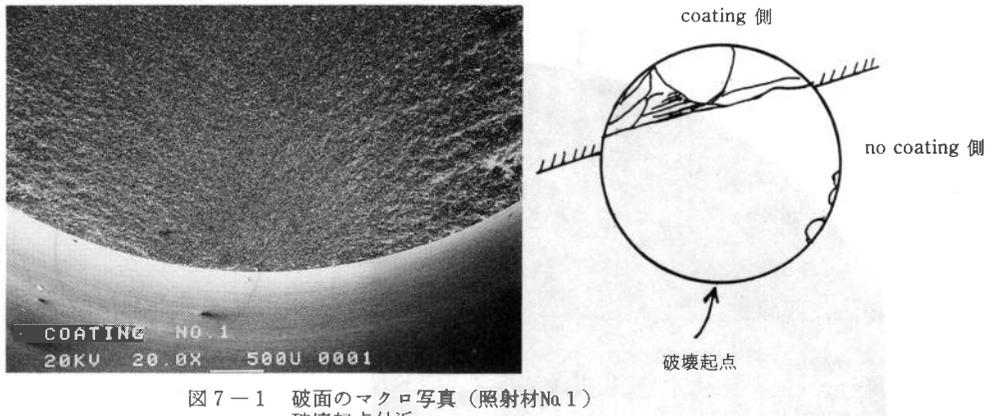


図7-1 破面のマクロ写真(照射材No.1)  
破壊起点付近

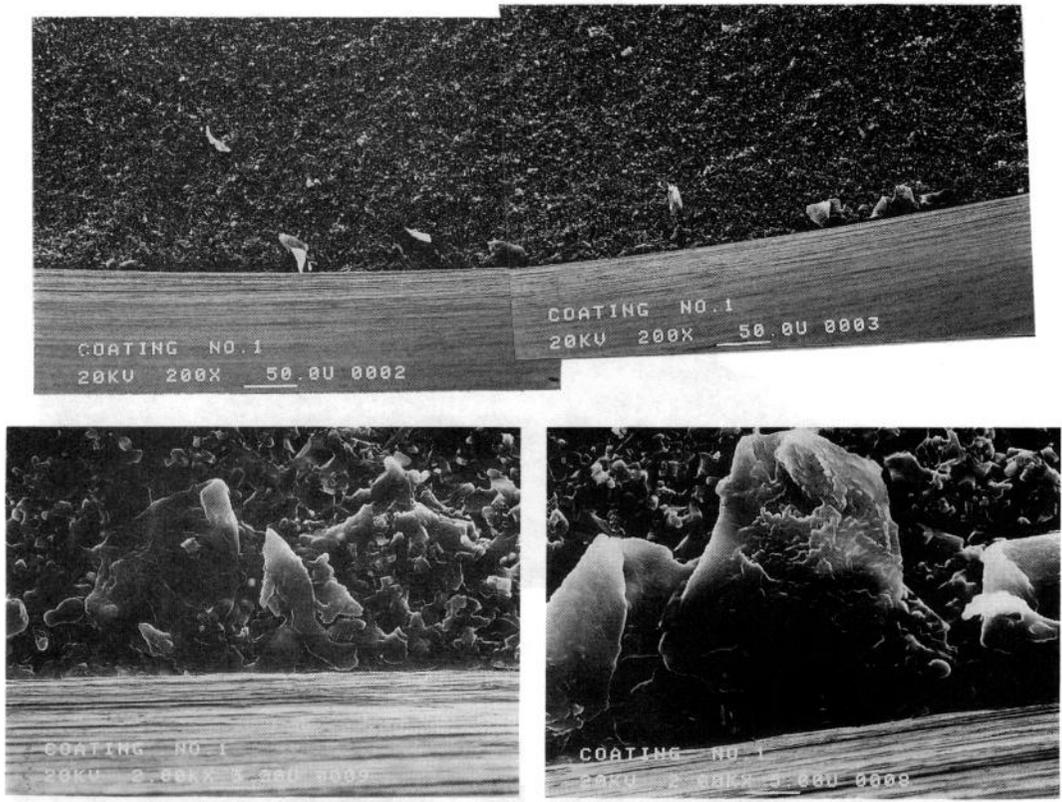


図7-2 破壊起点近傍のマイクロ写真

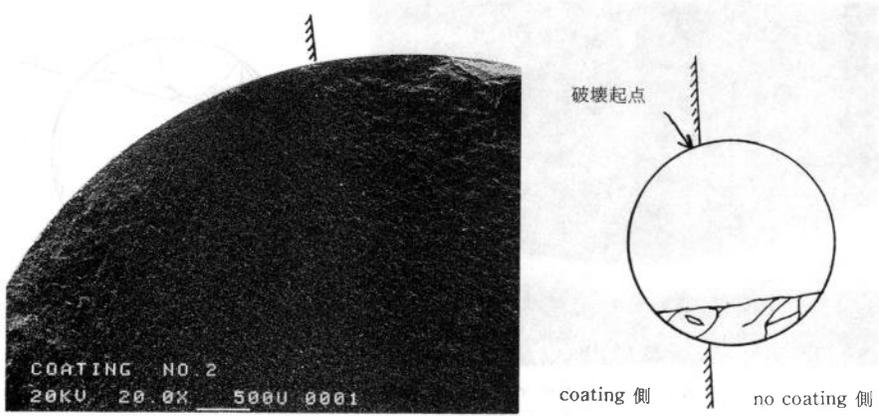


図8-1 破面のマクロ写真(照射材No.2)  
破壊起点付近

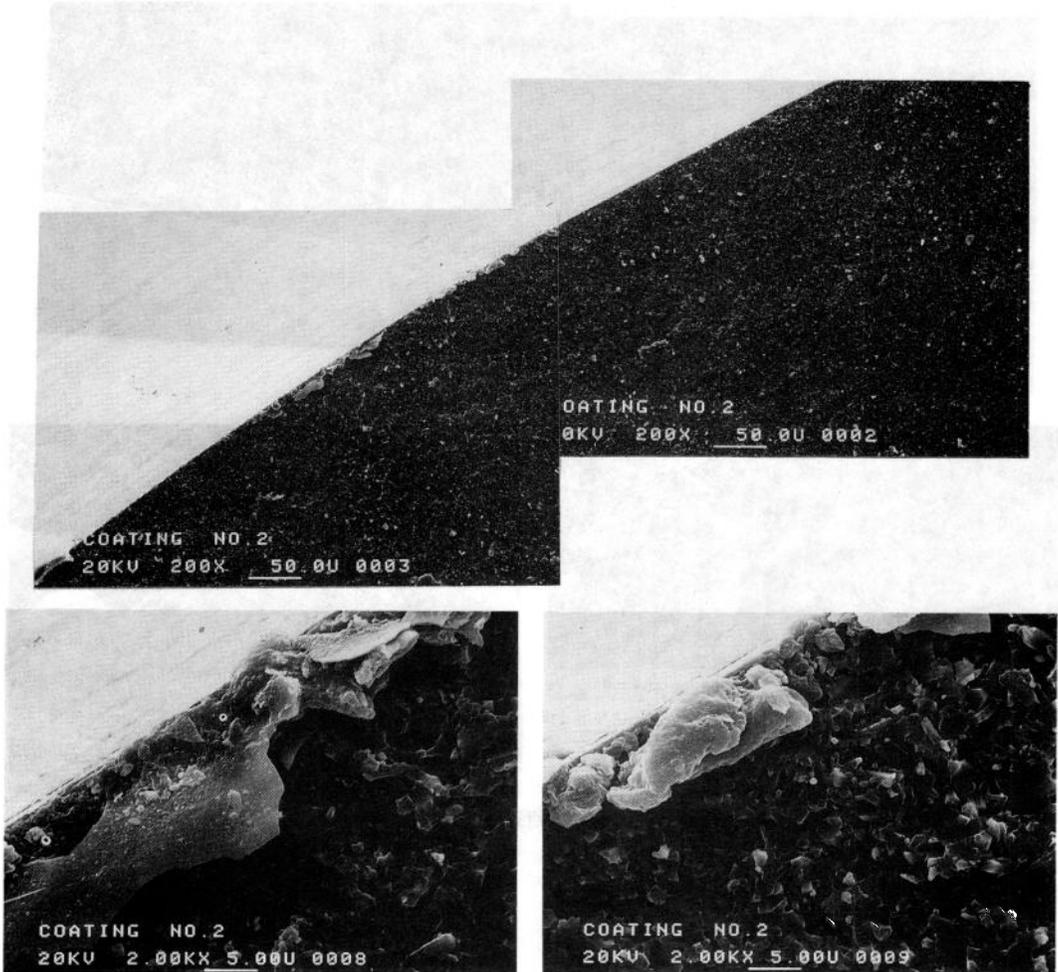


図8-2 破壊起点近傍のマイクロ写真

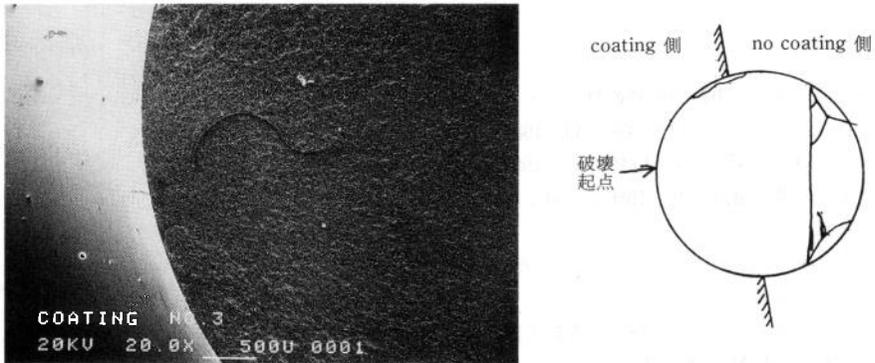


図9-1 破面のマクロ写真（照射材No.3）  
破壊起点付近

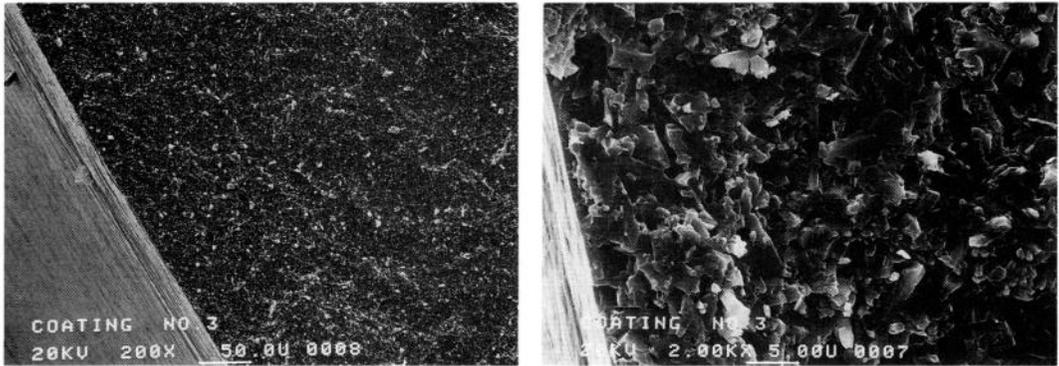


図9-2 破壊起点近傍のマイクロ写真

破壊起点部が抑制される効果は現れなかったことを示している。

#### 4. 結 言

セラミックスの繰り返し疲労挙動に及ぼすイオン照射の影響について検討するため、常圧焼結窒化ケイ素の丸棒材の半円周表面に Zr 金属を $0.2\mu\text{m}$ 蒸着した後、その上から  $N^+$ イオンを照射して常温において回転曲げ疲労試験を実施し、イオン照射領域と疲労破壊起点部の関係を調査した。その結果、疲労破壊起点部はイオン照射領域外であるとは限らないことがわかった。このことは、本供試材の回転曲げ疲労に対しては  $N^+$ イオンの照射効果が存在するとはいえないことを意味している。今後、初期欠陥、材料の微構造と照射イオンの関連も含め検討する必要がある。

終わりに、本実験を遂行するにあたり、御配慮ならびに御教示を賜りました豊田中央研究所副所長、上垣外修己博士に深謝します。

参 考 文 献

- 1) 川本淳一他, 豊田中央研究所 R & D レビュー, 22 (1987); 同 23 (1988)。
- 2) 上垣外修己, 粉体および粉末冶金, 35 (1988), 678。
- 3) H. N. KO, J. Mat. Sci. Lett., 6 (1987), 175。
- 4) 高 行男, 窯業協会誌, 94 (1986), 534; 同 95 (1987), 472。
- 5) 京セラ, 私信。
- 6) 高 行男, ファインセラミックス, 27 (1986), 128, 与野書房。
- 7) 上垣外修己, 私信。
- 8) 高 行男, 日本セラミックス協会学術論文誌, 97 (1989), 599。
- 9) H. N. KO, J. Mat. Sci. Lett., 5 (1986), 464; *ibid.*, 6 (1987), 801。
- 10) 高 行男, 内燃機関, 27 (1988), 41。