論 説

部分安定化ジルコニア薄板ばねの強度特性について*

佐藤繁美**, 安達隆介**, 東野豊之**, 小山 博**

Strength and Fatigue Properties of Thin Leaf Spring
Made of Partially Stabilized ZirconiaShigemi Sato, Ryusuke Adachi, Toyoyuki Higashino
and Hiroshi Koyama

Synopsis

Strength and fatigue life of a thin leaf spring, which was made of PSZ and was fabricated by hot-pressing, were observed to estimate the possibility of ceramics as a spring material.

Four-point bending test, cyclic bending fatigue test at room temperature and static fatigue test at 573K were carried out for the estimation of the strength. From the results of the above test, it is found that the PSZ has rather low heat resistivity and the strength of the material scattered widely. Therefore the greatest care on the effect of the temperature and the scattering of the strength are required to design a PSZ spring. The fatigue life, which is important to design a spring, can be estimated by using the crack propagation rate and Weibull distribution function.

1. 結 言

セラミックスは金属に比べて耐熱性, 耐食性, 耐摩耗性にすぐれており, とくに高温材料として脚光を浴びているものである。セラミックスの欠点は脆性な点にあるが, 近年のセラミックス製造技術の進歩に伴いかなり改善され, 窒化ケイ素, 炭化ケイ素, サイアロン, 部分安定化ジルコニア (Partially Stabilized Zirconia, 以下 PSZ と略称) などが高強度セラミックス材料として注目されるようになってきた。

とくに, PSZ は室温近傍の低温域で準安定な正方晶に応力が作用すると, き裂先端近傍の応力場で正方晶粒子が応力誘起マルテンサイト変態により安定な単斜晶になり, き裂伝播のためのエネルギーの一部を変態過程で吸収することから強靱化する¹⁾。また, 研削によっても表面近傍の正方晶が単斜晶に変態し, 変態による体積膨張により表面に圧縮残留応力層が形成され強度が向上することが知られている^{2),3)}。

本稿では, ばね材料としてのセラミックスの可能性を探ることを目的として行った PSZ 薄板ばねの強度特性評価, およびばね設計上重要な疲労寿命予測の試みについて報告する。

昭和61年 8 月 9 日 受付

*ばね技術研究会 昭和61年春季講演会にて発表

**㈱日発グループ中央研究所

2. 実験方法

2.1 供試材および試験片

東洋曹達工業製 3mol-Y₂O₃ の PSZ 粉末を用い、Fig. 1 に示す工程により各種試験片を作成した。PSZ 粉末の焼結はホットプレスで真空中、温度 1723K、保持時間 1h、加圧 29.4MPa の条件で行った。焼結体は平均粒径 0.3~0.4μm (Photo. 1)、比重 6.08、破壊靱性値 7MN/mm^{3/2} であった。

試験片は焼結体をダイヤモンドカッターで所定の幅に切断後表面仕上げして得た。試験片寸法は曲げ試験が 3×4×40mm、疲労試験が 0.8×7×75mm である。表面仕上げは加工による残留応力の強度への影響を調べるために平面研削とバフ研磨の 2 条件とした。平面研削仕上げの場合、#200

Fig. 1. Flow diagram of manufacturing process.

Photo. 1. Crystal grain size at the fracture surface of PSZ.

Fig. 2. X ray intensity vs. 2θ (Residual stress was observed from the shift of the peak position).

のダイヤモンドホイールを用い、バフ研磨仕上げの場合、同じ砥石で研削後、研削による変態層を除去するために 6μm のダイヤモンド砥粒を用い両面を 50μm 研磨した。おのおのの表面仕上げ後の表面粗さ R_{max} は平面研削の場合 0.415μm、バフ研磨の場合 0.057μm であった。

2.2 単斜晶量の測定と残留応力測定

試験片表面の単斜晶量の測定には X 線回折装置を用い(1)式によって算出した⁴⁾。

$$\text{単斜晶量}(\%) = \frac{I_m(111) + I_m(11\bar{1})}{I_m(111) + I_m(11\bar{1}) + I_c(111)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

ここで、 $I_m(111)$ 、 $I_m(11\bar{1})$ は単斜晶の (111)、および (11 $\bar{1}$) の積分強度、 $I_c(111)$ は正方晶の (111) の積分強度である。

また、残留応力の測定には X 線応力測定装置を用いて、(2)式の $\sin^2\psi$ 法で算出した。

$$\sigma = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \cot\theta_0 \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2\psi)}$$

$$K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \cot\theta_0 \cdot \frac{\pi}{180}$$

$$= -305(\text{MPa/deg}) \quad \dots\dots\dots(2)$$

ここで、縦弾性係数を 196GPa、ポアソン比を 0.28 とし、回折線は Fig. 2 に示すように $d = 1.178 \text{ \AA}$ (C_rK_α で $2\theta_0 = 152.7^\circ$) を用いた。

2.3 強度試験

強度試験として、4 点曲げ試験、静的疲労試験、繰返し疲労試験を行った。おのおの試験装置の概

Fig. 3. Schematic illustration for bending and fatigue test.

要を Fig. 3 に示すとともに、試験方法を以下にまとめた。

2.3.1 4点曲げ試験

室温から1473Kまで大気中で4点曲げにより曲げ強度を求めた。試験方法はJIS R 1 601に準じて行い、クロスヘッド速度は0.5mm/min、各温度に昇温後の保持時間は15minとした。

2.3.2 静的疲労試験

PSZは473~573Kの低温域に長時間保持されると、この温度域で準安定な正方晶が安定な単斜晶に変態し、き裂が生じ強度低下することが知られている⁵⁾。そこで、573Kの温度で静的疲労試験（締付け試験）を行い、変態促進に寄与すると考えられる負荷応力と破壊までの時間との関係を求めた。負荷方法は片持ちはり方式でスパンは20mmとした⁶⁾。

2.3.3 繰返し疲労試験

室温における両振り曲げ繰返し疲労試験には港精機研究所製薄板ばね疲労試験機を用いた。応力は $\sigma = 3 \cdot t \cdot E \sin \theta / 2L$ (t : 板厚, θ : 回転角, L : スパン, E : 縦弾性係数) より算出し、最大応力部近傍に歪ゲージを数枚貼付し応力検定も行った。 E を196GPa, θ を8°とし、 L を変えることによって応力設定をした。また、繰返し速度は716cpm一定で、 10^7 回打切りの試験である。

3. 実験結果および考察

3.1 単斜晶量と表面残留応力

Fig. 4 にX線回折プロファイルを、Table 1 に単斜晶量と表面残留応力の測定結果を示す。平面研削では表面層に単斜晶が2.49%認められ、正方晶から単斜晶への変態に伴う体積膨張により表面の

Fig. 4. Effect of surface finishing on X ray diffraction profile.

Table 1. Monoclinic content and residual stress.

Surface finishing		Grinding	Polishing
Monoclinic content(%)		2.49	0.23
Residual stress (MPa)	Longitudinal direction	-195 -246	13
	Transverse direction	-593 -317 -399	-2

圧縮残留応力が200～600MP_aになった。とくに、研削方向に直角な板幅方向で残留応力が大きい。一方、研削後50μmバフ研磨することにより変態層が除去され、表面残留応力もほぼゼロとなった。

3.2 強度試験

3.2.1 4点曲げ試験

4点曲げ試験結果をFig. 5に示す。室温近傍では高強度であるが、温度上昇に伴い急激に強度が低下し、1173K以上で約200MP_aまで低下する。これは、室温近傍では変態によって高強度化されるが、高温では正方晶が安定化し変態がおこりにくくなり強化されないためである。また、1473Kでは塑性変形したため、破断までの試験が不可能であった。

さらに、平面研削とバフ研磨の強度を比較してみると、873Kまでは平面研削の強度がバフ研磨より12～55%程度高く、圧縮残留応力の効果が現われているものと考えられる。しかし、1073K以上では両者とも同程度の強度となった。これは、正方晶の安定化と残留応力の減少によるものと考えられる。

3.2.2 静的疲労試験

573Kで片持ち曲げの静的疲労試験を行った結果をFig. 6に示す。500MP_a以上の応力ではバフ研磨の2試験片を除き、10⁶secまでに破壊し、負荷応力が高いほど短寿命となった。これは、PSZでは金属ばねのようなへたりは示さず、準安定な正方晶が安定な単斜晶へ変態し、変態に伴う膨張によりき裂が生じて破壊したのと考えられる。

Fig. 5. Four-point bending strength of PSZ at high temperature.

平面研削とバフ研磨の静的疲労寿命を比較するために両者の平均的な疲労寿命を求めた。すなわち、セラミックスのような脆性材料において、き裂伝播速度と応力拡大係数から応力 σ と破壊までの時間 t_f との間には(3)式が成立する⁷⁾。

$$\sigma^N \cdot t_f = \text{const} \cdots \cdots (3)$$

ここに、 N はセラミックスおよび試験雰囲気で定める定数。

そこで、(3)式の定数を平面研削とバフ研磨についてそれぞれ最小自乗法により求めると以下のようになり、これらの関係式をFig. 6に曲線で示した。

$$\text{平面研削 } \sigma^{8.87} \cdot t_f = 1.27 \times 10^{29}$$

$$\text{バフ研磨 } \sigma^{16.16} \cdot t_f = 2.63 \times 10^{49}$$

両曲線は応力 σ 612MP_a、破壊までの時間 t_f 2.38×10^4 sec(約6.6h)で交差し、 t_f は612MP_a以上の高応力側では平面研削が、また低応力側ではバフ研磨が長くなった。この原因は、短時間で破壊する高応力では圧縮残留応力の効果が疲労強度に大きく寄与したためであり、圧縮残留応力の大きい平面研削の寿命が長くなったものと考えられる。一方、長時間で破壊する低応力では変態に伴う劣化のほうに疲労強度に寄与したためであり、すでに加工により表面層が変態している平面研削の寿命が短くなったものと考えられる。このことから、ばねとして低応力で長時間使用する場合は平面研削を施さないほうがよいと思われる。

従来から知られているように正方晶が安定化する高温での強度低下(Fig. 5)と473～573Kの温度

Fig. 6. Static fatigue data for PSZ at 573K.

域における脆性を考え合わせると、PSZ をばねとして使用できる温度は室温に限定されるものと考えられる。

3.2.3 繰返し疲労試験

室温で両振り曲げ繰返し疲労試験を行った結果を Fig. 7 に示す。試験応力範囲に疲労限は認められず、金属に比べて非常にばらつきが大きい。

ここで、平面研削とバフ研磨の疲労寿命を比較するために両者の平均的な疲労寿命を求めた。すなわち、この繰返し疲労試験では繰返し速度を一定にして行っているのので(3)式と同様に(4)式が導き出せる。

$$\sigma^n \cdot n_f = \text{const} \quad \dots\dots\dots(4)$$

静的疲労試験の場合と同様に(4)式の定数を平面研削とバフ研磨についてそれぞれ最小自乗法により求めると以下のようになり、これらの関係式を Fig. 7 に曲線で示した。

$$\text{平面研削} \quad \sigma^{44.0} \times n_f = 10^{127.8}$$

$$\text{バフ研磨} \quad \sigma^{44.0} \times n_f = 10^{126.2}$$

両曲線はほぼ平行であり、平面研削はバフ研磨に比べ、同一応力において繰返し数が10倍で寿命が長い。これは、圧縮残留応力の効果が疲労強度に大きく寄与したためで、室温、 10^6sec (227.8h) の繰返し応力を受けた程度では変態に伴う劣化はないと考えられる。

なお、セラミックスの疲労強度は応力負荷速度の影響を受けやすく、応力負荷速度を遅くすると強度は低下する^{8),9)}。さらに、PSZ は変態が関与するため、応力負荷速度を遅くし、長時間にわたる繰返し疲労を受けた場合、変態が疲労強度低下にどの程度影響するかを今後検討する必要がある。

3.2.4 疲労寿命予測

セラミックスの静的疲労寿命予測にはき裂伝播速度と応力拡大係数より求まる前述の(3)式と SPT 線図(Strength-Probability-Time diagram)¹⁰⁾が多用されている。前者は平均的な疲労寿命を表わすもので、寿命のばらつきまでは考慮されていない。一方、後者は前者と同様にき裂伝播速度、応力拡大係数と、さらに寿命のばらつきを考慮したもので、ある一定応力における疲労寿命をもとにワイブル統計に従って破壊確率を求めるものである。そのため、今回の疲労試験のような種々の応力で試験を行い S-N 線図を求めようとしたデータには適用が困難である。そこで、こ

Fig. 7. Cyclic bending fatigue data for PSZ at room temperature.

こではこのような試験にも適用できる K.Jakus らが行った方法^{8),11),12)}を用いて疲労寿命予測の可能性を検討した。以下にその方法を述べる。

Fig. 6, 7 の疲労試験結果から明らかなように、セラミックスの疲労強度は大きなばらつきを示している。これは、強度がセラミックス中に存在する欠陥の種類、形状、大きさに依存するためである。このことから、セラミックスの強度は統計的な量として取扱われ¹³⁾、(5)式に示すワイブル分布関係が用いられている。

$$F = 1 - \exp\{- (S_i/S_o)^m\} \quad \dots\dots\dots(5)$$

ここに、 F は破壊確率、 S_i は不活性強度 (inert strength)、 S_o は規格化定数、 m はワイブル係数である。

また、セラミックスのような脆性材料において、き裂の長さ a 、その伝播速度を v とすると、(6)式が成立する¹⁴⁾。

$$v = da/dt = A \cdot K_I^N \quad \dots\dots\dots(6)$$

ここに、 A 、 N はセラミックスおよび試験雰囲気で定まる定数、 K_I は応力拡大係数で応力 σ_a と(7)式の関係にある。

$$K_I = \sigma_a \cdot Y \sqrt{a} \quad \dots\dots\dots(7)$$

ここに、 Y はセラミックスとき裂形状に依存する係数である。

応力 σ_a で破壊するまでの時間 t_f は初期き裂 a_i が成長し a_c になるまでの時間、すなわち $K_{Ii}(= \sigma_a Y \sqrt{a_i})$ から $K_{Ic}(= \sigma_a Y \sqrt{a_c})$ 、臨界応力拡大係数

Fig. 8. Weibull plot of static fatigue data for PSZ at 573K.

になるまでの時間に等しいことから(8)式が得られる。

$$t_f = B \cdot S_i^{N-2} \cdot \sigma_a^{-N} \quad \dots\dots\dots(8)$$

ここに、 $B = 2 / \{ A Y^2 (N-2) K_{Ic}^{N-2} \}$ である。また、(8)式は $K_{Ic} = S_i \cdot Y \sqrt{a_i}$ とし、 N は十分大きいとして得られたものである。

次に、(5)式の両辺を2度対数をとると(9)式となり、

$$\ln \ln(1/1-F) = m \ln(S_i/S_0) \quad \dots\dots\dots(9)$$

(8)式と(9)式より(10)式が得られる。

$$\begin{aligned} \ln t_f + N \ln \sigma_a &= \ln B_0 + \{ (N-2)/m \} \ln \ln(1/1-F) \\ \ln B_0 &= \ln B + (N-2) \ln S_0 \quad \dots\dots\dots(10) \end{aligned}$$

$\ln t_f + N \ln \sigma_a$ と $\ln \ln(1/1-F)$ とは比例関係にあり、定数 B_0 、 m 、 N を求めれば任意の応力 σ_a 、時間 t_f に対する破壊確率 F が得られる。定数 B_0 、 m は疲労試験によって得られたデータ $\ln t_f + N \ln \sigma_a$ を $\ln \ln(1/1-F)$ に対してプロットし、この傾きと切片より求める。しかし、 N は前もって求めることができないため、最小自乗法により $\ln t_f + N \ln \sigma_a$ と $\ln \ln(1/1-F)$ との相関係数が最も高くなるような N を繰返し計算によって求める必要がある。

本実験の静的疲労試験データについて N を変えて $\ln t_f + N \ln \sigma_a$ と $\ln \ln(1/1-F)$ との相関係数を求めてみた。Fig. 8は相関係数が最も高くなったときのワイブルプロットである。このときの相関係数は非常に高く、よい直線性が得られた。この

Fig. 9. Weibull plot of cyclic bending fatigue data for PSZ at room temperature.

ことから、(10)式を用いて静的疲労の寿命予測が可能であると考えられる。

次に、繰返し疲労試験についても(10)式の適用を試みた。本実験では繰返し速度を一定で行っており、繰返し数 n_f と破壊までの時間 t_f とは比例関係にある。そこで、(10)式の t_f を n_f に置換えて本実験の繰返し疲労試験データについて前述の静的疲労試験と同様な検討を行った。結果をFig. 9に示す。このときの相関係数も静的疲労試験と同様非

常に高く、繰返し速度が一定な繰返し疲労試験の寿命予測が可能であることがわかった。

ここで、破壊確率 F を5%および1%にした場合の静的疲労試験および繰返し疲労試験の寿命予測を行った結果をそれぞれ Fig. 10, Fig. 11 に示す。

Fig. 10 の静的疲労試験において、破壊確率 F を1%とし、破壊までの時間 t_f が 10^5 sec(約1.1day)の応力を求めると、平面研削で 353MP_a 、バフ研磨で 356 とほぼ同等である。さらに、 t_f を 10^7 sec(約115day)まで外そうすると平面研削が 222MP_a 、バフ研磨が 283MP_a 、と曲げ強度の $\frac{1}{4}$ 程度まで低下する。

次に、Fig. 11 の繰返し疲労試験においても破壊確率 F を1%とし、繰返し数 n_f が 10^7 回(t_f 232.8h)における応力を求めてみると、平面研削が 287MP_a 、バフ研磨が 231MP_a 、とかなり低い値となった。 10^7 回で、破壊確率 F が1%の応力を疲労限と想定して室温の曲げ強度との比を求めると $0.18\sim 0.21$ となり、金属ばねの $0.25\sim 0.40$ (この場合、疲労限/引張り強度)より低い。したがって、ばねのように動的な使われ方をする場合、PSZ の設計応力は非常に低くする必要がある。

4. 結 言

PSZ の薄板ばねを用いて強度特性評価を行うとともに、ばね設計上重要な疲労寿命予測の試みを行い以下の知見を得た。

(1) PSZ の強度特性には変態が大きな影響をおよぼし、したがってばねとして使用する場合、温度、負荷応力、時間などの要因を考慮する必要がある。

(2) 疲労寿命のばらつきが大きく、設計許容応力はきわめて低くなる。

(3) 破壊力学的手法とワイブル分布関数を用いた(10)式によれば疲労寿命は予測しうる。

今回、PSZ の材料強度的側面よりばねとしての可能性の検討を加えたが、金属ばねとの相違を改めて認識した次第である。すなわち、材料、製造技術および設計面で相互に関連した多くの問題を含んでおり、これらが解決されて初めてばねとして実用化されよう。

最後に本研究に当り御指導、御支援をいただいた日本発条株式会社大野明顧問(当研究所前取締役社

Fig. 10 Failure probability diagram for PSZ on static fatigue data at 573K.

Fig. 11. Failure probability diagram for PSZ on cyclic bending fatigue data at room temperature.

長)、当研究所高津幸弘専務取締役役に謝意を表します。

(文 献)

- 1) A.G.Evans and A.H.Heuer: J. Am. Ceram. Soc., **63** (1980), 241
- 2) D.J.Green, F.F.Lange and M.R.James: J. Am. Ceram. Soc., **66** (1983), 623
- 3) T.K.Gupta: J. Am. Ceram. Soc., **63** (1980), 117

- 4) R.C.Garvie and P.S.Nicholson: J.Am. Ceram. Soc., **55** (1972), 303
- 5) 鳥井秀雄, 沖中秀彦, 宮沢俊彦, 満田宏通: 粉体および粉末冶金, **31** (1984), 177
- 6) 薄板ばね強度委員会: ばね技研春期講演会前刷集, (1984), 33
- 7) J.E.Ritter Jr.: Fracture Mechanics of Ceramics, Vol.4, edited by R.C.Bradt, D.P. H. Hasselman and F.F.Lange, (1978), **667** [Plenum Press, New York]
- 8) K.Jakus, D.C.Coyne and J.E.Ritter Jr: J. Mater. Sci., **13** (1978), 2071
- 9) 芦塚正博, 清原秀樹, 石田英一, 桑原 誠, 窪田吉孝, 月館隆明: 窯業協会誌, **94**(1986), 432
- 10) R.W.Davidge, J.R.McLaren and G. Tappin: J.Mater. Sci., **8** (1973), 1699
- 11) K.Jakus and J.E.Ritter Jr: J.Am. Ceram. Soc., **61** (1978), 274
- 12) 田中英彦: 化学と工業, **32** (1979), 200
- 13) 松尾陽太郎: セラミックス, **20** (1985), 19
- 14) A.G.Evans: Fracture Mechanics of Ceramics, I(1976), 17[Plenum Press, New York]