アルミナセラミックスの曲げ疲労

前 川 一 郎* 小 林 朗** 柴 田 博 司*

Bending Fatigue of Al_2O_3 Ceramics

by

Ichiro MAEKAWA*, Akira KOBAYASHI** and Hiroshi SHIBATA*

In order to make clear the effect of repetition of loading on Al_2O_3 ceramics, bending fatigue experiments were carried out under pulsation or reversion of loading with the frequencies of 10Hz, 25Hz and 50Hz, and under static loading in dry atmosphere at 288K. The results are summarized as follows;

(1) Frequency dependence of fatigue life was evidently seen in the case of repetition. Time to fracture was shorter for high frequency.

(2) The fatigue life under reversion of bending was considerably shorter than the fatigue life under the pulsation of bending.

(3) For the same maximum stress level, time to fracture under a pulsation of loading was shorter than that of static loading. At the frequency of 50Hz, the fatigue life was about one tenth of the static case.

Key words : Al_2O_3 ceramics, Static fatigue, Cyclic fatigue, Cyclic frequency

1 緒 言

近年ファインセラミックスは、自動車用エンジン、タービンなどの高温機械、航空宇宙機器、工具、電子部品などへの広範囲な応用が期待され、活発な研究が行われている。これはファインセラミックスが高温強度や硬さなどの機械的性質や化学的安定性に優れ、また種々の応用につながる電気的特性を有することによる。しかしながら反面、じん性に乏しくぜい性破壊を起こし、強度のばらつきが大きく信頼性に欠けるなどの弱点があり構造用材料としては重要な問題を残している。

近年のファインセラミックスの強度に対しては破壊力学を適用した破壊じん性による強度評価の試みも行われており、静的な問題に関しては数多くの報告がなされている。しかし、動的問題に関する研究はまだ歴史も浅くいろいろの問題が残されている^{1)~6)}。また、応力の繰返しによる疲労の場合、繰返し応力の効果が存在し繰返し周波数および応力振幅への依存性が認められるとする見解と繰返し応力の効果は存在せず本質的に静疲労のメカニズムと同一であるとする見解とに分れている。このような動的荷重下での強度特性の解明は実用上重要である。

そこで、本研究ではアルミナセラミックスを用いて室温時の繰返し応力による曲げ疲労実験および一定応力による曲げ静疲労実験を負荷条件を変えて行い、疲労強度に及ぼす応力繰返しの効果と繰返し周波数の影

響を考察した。

2 実験方法

2・1 供試材料

供試材料には、メカニカルシールやケミカルポンプ用に開発された 99.8% 多結晶アルミナ焼結体を用いた。供試材料の機械的性質を Table I に示す。曲げ疲労試験片は Fig1 に示すように平板の近似平滑試験片とした。試験片の作製はラバープレス成形後に機械加工を施し、1923K で焼結した後、仕上げ研削加工により行われた。なお、4 点曲げ試験のために、上記の

Table I. Mechanical properties.

Young's modulus	320 GPa
Poisson's ratio	0.4
Bending strength	294 MPa
Compressive strength	2350 MPa

Fig. 1. Specimen geometry.

原稿受理 昭和62年7月6日 Received July 6, 1987

* 正 会 員 東北大学工学部 仙台市荒巻字青葉, Faculty of Engineering, Tohoku University, Aramaki-Aoba, Sendai

** 正 会 員 東亜燃料工業(株) 埼玉県入間郡大井町, Toa Nenryo Kogyo K.K., Ohi-machi, Iruma-gun, Saitama

試験片から幅 3 mm, 板厚 2.5 mm, 長さ 50 mm の帯板状試験片をダイヤモンドブレードを用いて切り出した。

2・2 実験装置

曲げ疲労試験機には容量 3 mmkg の CARL-SCHENCK 社製 PWON 型疲労試験機を改良して使用した。すなわち、試験機は交流同期モータからインバータを介して駆動することにした。これにより荷重繰返し速度を 3Hz から 60Hz まで連続的に変化させることができるようになった。試験片は取り付け時の破壊を防ぎかつ確実な取り付けができるように、厚さ 0.02 mm のポリエチレンシートをはさんでチャックに固定した。また、4 点曲げ試験には容量 20 kg の SHINKO 社製 TCM20 型万能引張圧縮試験機を使用した。

2・3 曲げ強度実験

試験片の曲げ強度を 4 点曲げ試験および純曲げ試験により測定した。4 点曲げ試験では長スパン 30 mm, 短スパン 10 mm とし、負荷速度 0.5 mm/min として破壊時の荷重を記録した。純曲げ試験には疲労試験片と同一寸法の試験片を用い、疲労試験機を使用して手動により試験機のロータを徐々に回転させて試験片に純曲げのモーメントを与えた。

2・4 曲げ疲労実験

繰返し疲労実験では、応力比が $r=-1$ の完全両振りと $r=0$ の片振りを負荷させて応力方向の影響を見ることとした。さらに繰返し速度の影響を見るために三つの繰返し周波数 f_r 10Hz, 25Hz, 50Hz の下で実験を行った。また、応力の繰返しの効果を明らかにするため、静疲労実験を併せて行い比較検討することにした。

静疲労実験は、疲労試験機を用いて所定の応力を負荷した後に駆動部を固定することにより一定荷重を持続的に負荷し、破壊に要する時間を測定した。

なお、繰返し疲労および静疲労実験はすべて室温で行った。また、セラミックスの強度には湿度の影響もあるといわれているため⁹⁾、湿度の変化による影響を除去するために試験片をシリカゲルを入れた袋で包装した。

3 実験結果と考察

3・1 曲げ強度

4 点曲げ強度と純曲げ強度のワイブル分布を Fig. 2 に示す。4 点曲げ試験と純曲げ試験に対して、室温における両試験法による平均静的強度は 228.6MPa および 219.5MPa であり、ワイブル係数は 17.9 および 15.3 であった。セラミックスの強度はこのようにワイブル係数が小さく、強度のばらつきが大きいので統計的処理をせざるを得ない。本実験結果は上記のいず

Fig. 2. Weibull plots for static bending strength of Al_2O_3 .

れの場合も破壊強度の分布が直線で表されるため、ワイブル統計を有効に適用できることがわかる。この図から見ると純曲げ強度の方が 4 点曲げ強度よりも低くなっている。このことは、試験片に対して曲げ応力の作用する有効体積が 4 点曲げ試験片に比べて純曲げ試験片の方で大きくなることから、最弱リンク説の考え方により理解できる。この結果から、本実験の繰返し疲労強度と静疲労強度の比較においては、応力の作用する有効体積を等しくするため同一寸法の試験片を用いた。

なお、疲労強度に関してもばらつきは大きく、ワイブル分布による統計処理を有効とする報告があるが⁷⁾、本実験では試験片数が多くなかったため疲労寿命に関する統計処理は行っていない。

3・2 静疲労寿命

応力の繰返しの効果を明らかにすることを目的として、繰返し疲労との比較のために行った静疲労強度実験の結果を Fig. 3 に示す。負荷応力は 152MPa と 162MPa の 2 条件とした。

Evans らによれば、セラミックス等のぜい性材料の静疲労に対するき裂成長速度は、内在き裂の大きさに

Fig. 3. Relation between static stress and time-to-fracture for static fatigue.

支配され式(1)で示される¹⁾。

$$\frac{da}{dt} = A \times K^n \quad (1)$$

ここで A , n は材料定数であり, a は内在き裂の長さである。また, K はき裂先端の応力拡大係数である。 a_i の初期き裂長さを有する材料が静応力 σ_s の作用を受ける場合に, 材料の静疲労寿命が式(1)で表されるようなき裂進展領域に支配され, K が材料の破壊じん性値 K_{Ic} に達したときに材料が破壊すると考えると, 材料の静疲労寿命 t_s は式(1)を積分することにより得られる。そのとき, セラミックスの n の値は一般に非常に大きいことから, K_{Ic} を含む項は無視できるため静疲労寿命 t_s は式(2)のようになる。

$$t_s = 2 \times [(n-2) \times A \times Y^n \times \sigma_s^n \times a_i^{n-2/2}]^{-1} \quad (2)$$

ここで Y はき裂を含む物体の形状係数である。式(2)によれば, 初期き裂長さ a_i が同一の場合には両対数座標上の応力-寿命線図 σ_s - t_s は直線で表現される。そして, 初期き裂長さが異なる場合の各応力-寿命線図は互いに傾きが等しく平行となる。また, 初期き裂長さ a_i が等しい場合に異なる静的応力 σ_{s1} , σ_{s2} を作用させたときの破壊時間を t_{s1} , t_{s2} とすると式(2)より式(3)が導かれる。

$$\frac{t_{s1}}{t_{s2}} = \left(\frac{\sigma_{s2}}{\sigma_{s1}} \right)^n \quad (3)$$

この式を用いて負荷応力レベルを変えた静疲労実験結果より n の値が決定される。 a_i は一般には試験片によって異なるであろうが, 実際には a_i の分布の測定が容易でないためここでは a_i を一定と仮定して, Fig. 3 に示した二つの応力レベルの各平均破壊時間から n の値を求めると 51.8 となる。セラミックスのようなぜい性材料では一般に n の値は 20 ~ 100 といわれており, 本実験結果の n の値もこの範囲内にある。よって実験点はあまり多くないが, 以下では本材料の n 値をこの値とみなして議論することにする。また, 応力-寿命線図の各応力レベルの寿命の平均値および

寿命の上限と下限をそれぞれ結ぶと直線になり, 互いにはほぼ平行である。この実験結果は上述の理論的考察と良く合致しており, 本実験で用いたアルミナ多結晶体の静疲労寿命にはき裂の安定成長に基づく理論が適用できることがわかる。

そこでつぎに, このような従来の理論が繰返し疲労に対しても適用されるかどうかを考察した。

3・3 繰返し曲げ疲労

繰返し曲げ疲労実験結果を Fig. 4 から Fig. 7 に示す。

Fig. 5. Relation between stress amplitude and cycles-to-fracture for alternated bending fatigue.

Fig. 6. Relation between maximum stress and time-to-fracture for pulsated bending fatigue.

Fig. 4. Relation between stress amplitude and time-to-fracture for alternated bending fatigue.

Fig. 7. Relation between maximum stress and cycles-to-fracture for pulsated bending fatigue.

各図はそれぞれ両振荷重および片振荷重において繰返し周波数を変えた場合の最大応力と破壊時間あるいは破壊繰返し数との関係を示している。

Fig. 4に見られるように完全両振荷重下において、応力振幅 105MPa から 145MPa の間での破壊時間にはかなりのばらつきが見られ、高応力側では特に大きくなっている。そこで、Fig. 4 に示したように繰返し周波数 25Hz と 50Hz のそれぞれの場合に対して破壊時間の上限および下限を示す直線を引いてみると、25Hz に対する方がその上限、下限共に長くなっている。一方、応力-破壊繰返し数の関係を示した Fig. 5 では 25Hz と 50Hz の双方の結果は、ほとんどすべて同一の上下限破壊繰返し数に狭まれた領域内に分布しており、周波数の違いによる破壊繰返し数の差異は明確には見られない。

繰返し応力下での疲労き裂進展速度が式 (4) で表されるとすれば、静疲労の場合と同様に応力と破壊繰返し数 N_f との間には式 (5) の関係が導かれる。

$$\frac{da}{dN} = A' \times (\Delta K)^n \quad (4)$$

$$\sigma_a \times N_f^{1/n} = \text{const.} \quad (5)$$

ここで、 A' は材料定数であり、 ΔK は応力拡大係数幅、 σ_a は繰返し応力振幅を示す。このときの応力-寿命線図は両対数座標で示せば静疲労の場合と同じく直線となり、初期欠陥の大きさに依存して寿命方向に平行に移動することになる。式 (5) を用いて Fig. 5 に示した実験結果から係数 n の値を推定すると、寿命の下限界値に対しては $n=33$ 、上限値に対しては $n=8$ となる。理論上では寿命のばらつきが初期欠陥の大きさにのみ依存するならば、寿命の上限および下限を示す直線は平行になるはずである。しかしながら、本実験で得られた応力-寿命線図では寿命の上限および下限を示すそれぞれの直線の傾きが異なっている。この原因の中には a_i のばらつきに起因するものも含まれていると考えられるが、両直線の傾斜には大きな差があり、応力レベルによって寿命の上限と下限の比がかなり異なっている。この結果から見ると、繰返し疲労の場合の寿命には初期欠陥以外の要因も関与している可能性があると考えられる。

Fig. 6, 7 は片振荷重下での疲労実験結果を示している。この結果に対しては両振荷重下の場合と同様に同一応力振幅下の破壊時間は 100 倍程度の範囲にわたってばらついている。しかしながら、両振荷重下の場合と同じく寿命の上限および下限に対して考察すれば、静的荷重下での破壊時間と破壊繰返し数で整理した結果はいずれも両振荷重下と比べて強度が相当高くなっている。最弱リンク説に基づいて考えれば両振実験では試験片の両面に交互に応力の繰返しに伴う引張

応力が作用し、同一曲げ応力作用下の有効体積が片振荷重の場合に比べて 2 倍になる。このために疲労強度の低下を招いたものと考えられる。また、セラミックスでは引張りと圧縮の繰返し応力を加えたときに圧縮応力下でマイクロクラックが発生し、引張応力下でそのマイクロクラックが進展しうることが報告されている³⁾。このような点も両振荷重の方が寿命が短くなる一因となっていると考えられる。

式 (5) で示した応力-寿命の関係式は初めから材料内にき裂が存在しており、全疲労寿命がき裂の安定成長過程であるとして導かれている。しかし、実際の疲労の過程を詳しく検討するにはき裂の成長過程のみならず発生過程についても明らかにして考慮すべきものと考えられる。セラミックスでは材料内の空孔などの欠陥をき裂とみなして解析することが多いが、これらの欠陥は最初はき裂そのものではなく応力集中源として作用し、そこからき裂が発生した後にき裂の安定成長が始まると考えられる。したがって、セラミックスの疲労現象に関しては疲労過程全体が単一の最大き裂の安定成長過程とみなすよりも、き裂の発生過程や成長過程における他欠陥との干渉や合体などがどのように影響しているのかについても検討すべきであると考えられる。そのためには欠陥の大きさや形状および分布状態等の要因に対する研究が必要となる。

つぎに、以下では静疲労と比較して繰返し周波数依存性を検討し、応力の繰返しの効果を考察する。

3・4 繰返し荷重の効果に関する考察

Fig. 8, 9 はそれぞれ片振荷重下での平均破壊時間と平均破壊繰返し数の繰返し周波数依存性を示す。ばらつきが大きいため、その範囲と平均値とを図示してある。その平均値を結ぶ滑らかな曲線を画けば、周波数依存性の傾向がわかる。Fig. 8 の繰返し周波数が 0 の点は静疲労の場合の平均寿命をプロットした。Fig.

Fig. 8. Relation between time-to-fracture and cyclic frequency for pulsated bending fatigue.

Fig. 9. Relation between cycles-to-fracture and cyclic frequency for pulsated bending fatigue.

8から同一応力振幅の下では平均破壊時間は繰返し周波数の増加と共に減少して、応力振幅の低い方ではある一定値に近づく傾向が見られる。また Fig. 9 によれば、同一応力振幅に対しては周波数の増加と共に破壊繰返し数が若干増す傾向が見られ、応力振幅が異なっても同様な周波数依存性が見られる。すなわち、周波数の影響を破壊時間で整理した場合には疲労寿命への大きな周波数依存性が存在するが、繰返し数によって整理すると著しい周波数依存性が存在しない。

したがって、実用状態では実験室と異なった周波数の負荷が作用する場合も多いことを考えれば、構造材料としての疲労寿命としては破壊時間よりも破壊繰返し数を用いて評価しておく方が大きな差異なく評価し得ることになると考えられる。

またこのような結果はセラミックスの疲労のメカニズムに関しても一つの知見を与えていると思われる。従来セラミックスの疲労に関しては、荷重の繰返しの効果がなく繰返し疲労も静疲労も本質的には同一のメカニズムによるものであるとする見解がある¹⁾。この理論によると静疲労での破壊時間 t_s と繰返し疲労での破壊時間 t_c とは同じ式 (1) により求められるからその比をとれば式 (6) のようになる。

$$\frac{t_c}{t_s} = g^{-1} \times \left(\frac{\sigma_s}{\sigma_m} \right)^n \quad (6)$$

$$g = \frac{1}{\lambda} \int_0^\lambda \left(\frac{\sigma(t)}{\sigma_m} \right)^n dt \quad (7)$$

ここで σ_s は静疲労の場合の一定応力値、 σ_m は繰返し疲労の平均応力値を示し、 n は式 (1) の場合と同様に材料定数である。また g は繰返し疲労時の応力 $\sigma(t)$ が周期 λ で与えられる場合に式 (7) で表される無次元数量である。このとき、負荷正弦応力波の平均応力および応力振幅が等しい場合には繰返し周波数が異なっ

ても g の値は一定となり、破壊時間は繰返し周波数に依らないことになる。しかし、本実験結果では両振りおよび片振りのいずれの場合も前述のように破壊時間には周波数依存性が認められたので本理論の結果と合致しない。また、式 (6) の t_c/t_s を同一最大応力における本実験条件に対する g および σ_n を求めて計算すると 12.5 となる。このとき n の値は一般に知られていないため、本静疲労実験で得られた結果から n の数値として 50 を用いた。したがって、繰返し疲労の破壊時間 t_c は静疲労の場合の t_s よりも 10 倍以上長くなるはずである。ところが、Fig. 8 に示したように応力および繰返し周波数に依らず繰返し疲労の破壊時間の方が静疲労の破壊時間よりも逆に短くなっている。これらの結果を見ると繰返し疲労と静疲労とを同一のメカニズムで扱うことが不適当であると考えざるを得ない。すなわち、セラミックスの静疲労と繰返し疲労においては破壊のメカニズムは異なり、応力の繰返しの効果が存在するものと考えらるべきであろう。

一般に金属材料の常温大気中での疲労における破壊寿命は、繰返し周波数に依存しない¹⁰⁾。しかしながら、本研究で用いたアルミナセラミックスでは寿命を破壊繰返し数および破壊時間のいずれで表しても繰返し周波数依存性が見られた。

4 破 面 観 察

3・3 節で述べたように、セラミックスの疲労には先在欠陥の分布および形状に対する研究が必要と考えられるので、材質の表面組織を調べるために試料の破壊面を走査電子顕微鏡により観察した。その結果、静疲労と繰返し疲労との破面間には明確な差異は認められなかった。いずれの場合も破面は平滑で粒内破壊と思われるものが多かった。また、静疲労および繰返し疲労ともに疲労き裂成長の明確な痕跡の判定は困難であった。しかしながら、Fig. 10 に示したように破壊起点となり得るような数種類の欠陥が観察された。破壊形態は粒径 $10\mu\text{m}$ 以上の粗大粒では粒内割れが多く、比較的小さな結晶粒の集まった部分では粒界割れが多く観察された。このような破壊形態の多様性は疲労強度のばらつきを大きくする一因をなしているものと考えられる。

5 結 言

アルミナセラミックスの室温における静疲労実験および繰返し疲労実験を行い、繰返し周波数を 10Hz, 25Hz, 50Hz とした場合についてその疲労特性を考察した。その結果を要約すると次のようになる。

(1) 繰返し疲労実験において破壊時間に明確な繰返し周波数依存性が認められ、高繰返し周波数では破壊時間は短くなった。

(2) 片振応力下および両振応力下における繰返し疲

pores in a coarse grain

A coarse pore

Fig. 10. Scanning electron micrograph of the fracture surface.

労実験を比較すると、両振応力下の方が著しく破壊時間が短くなった。

(3) 同一最大応力下では、応力および繰返し周波数

にかかわらず静疲労よりも繰返し疲労の破壊時間の方が短くなり、50Hz の繰返し周波数で約 10 分の 1 に寿命が低下した。

以上の結果、アルミナセラミックスの室温における繰返し疲労に関しては静疲労の場合のき裂の安定成長に基づく解析のみではなく、応力の繰返しの影響や材質的欠陥の形態に関する研究が今後必要になると思われる。

最後に、実験にご協力された当科学生村山浩之〔現アルプス電気(株)〕、樋口忠明〔現日本電気(株)〕両君に感謝する。

(昭和61年11月13日 第18回疲労シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) A. G. Evans and E. R. Fuller, Metall. Trans., **15**, 27 (1974).
- 2) D. R. Krohn and D. P. H. Hasselman, J. Amer. Ceram. Soc., **55**, 208 (1972).
- 3) A. G. Evans, Int. J. Fract., **16**, 485 (1980).
- 4) V. K. Kuz'menko, A. D. Sherchuc and V. G. Brobic, J. Strength of Mater., **16**, 1352 (1985).
- 5) F. Guin, J. Mater. Sci. Lett., **13**, 1357 (1978).
- 6) 山田敏郎, 星出敏彦, 古屋博章, 材料, **33**, 28 (1980).
- 7) C. P. Chen and W. J. Knapp, "Fracture Mechanics of Ceramics", Vol. 2, p. 691 (1973) Plenum Press, New York.
- 8) R. Kossowsky, J. Amer. Ceram. Soc., **56**, 531 (1973).
- 9) "セラミックスの機械的性質", chap. 4 (1979) 窯業協会
- 10) 河本 実, "金属の疲労", p. 63 (1962) 朝倉書店.