セラミックス用曲げ疲労試験機の開発と 常圧焼結窒化ケイ素による実験結果[†]

田 中 道 七* 山 元 茂*
岡 部 永 年** 中 山 英 明***

Development of Plane Bending Fatigue Testing Machine for Fine Ceramics and Experimental Results on Sintered Silicon Nitride

by

Tsuneshichi TANAKA*, Shigeru YAMAMOTO*, Nagatoshi OKABE**
and Hideaki NAKAYAMA***

To develop the design concept for a typically hard and brittle material of fine ceramics, its fatigue properties in static and cyclic loading conditions must be systematized especially from the reliability point of view. Though the number of papers on its fatigue behavior is not so many as compared with those on static strength or fracture toughness because of difficulty in conducting fatigue tests, the results obtained hitherto indicate that the scatter of fatigue life is very large presumably depending on the distribution of pre-existing defects. In order to evaluate the cyclic fatigue strength characteristics of fine ceramics systematically, a new pneumatic resonance type plane bending fatigue testing machine with a loading rate of about 80 Hz was trially manufactured. With this testing machine, statistical fatigue tests were carried out by using sintered silicon nitride thin plate specimens of simple shape. Excellent performance of the testing machine was confirmed through the experiments, and the results indicate that the distribution of the fatigue lives obeys a 3-parameter Weibull distribution function.

Key words : Silicon nitride, Cyclic fatigue, Testing machine, Fracture probability, Fractography

1 緒 言

現在、セラミックスは電磁気用部材としての使用用途がかなりの割合を占めるが、セラミックスの熱的、機械的特性に関するニーズは高く、今後構造用材料としての適用範囲は飛躍的に拡大して行くものと考えられる。安全設計および信頼性評価を念頭に置いたセラミックスの機械構造用材料としての使用を検討するためにはその強度特性、とりわけ寿命分布を含む疲労強度特性の体系的把握が不可欠である。

セラミックスの強度特性としては、特に3点曲げ負荷形式の下での静的強度については相当量のデータが得られており、これより各種セラミックスの基本的特性の相互比較を通じて、例えば材料開発の面に貢献している¹⁾。また、比較的实验が容易な破壊じん性試験も量的にはかなり多く、材料特性値として信頼し得るデータを得られる段階に至っており、セラミックスの破

壊強度が潜在欠陥の伝ば開始条件に対応すると考えられる現状において、こうしたデータは強度評価のための一定の目安を与えている。^{2)~10)}

一方、実用上の観点から繰返し荷重下でのセラミックスの疲労強度の評価が重要であるにもかかわらず、セラミックスが硬ぜい材であることに起因する種々の実験試行上の困難さから研究例は少なく、各種セラミックス間の疲労強度の相対的高低を議論し得る段階にすら至っていないのが現状である。^{11)~13)}

硬ぜい材であるセラミックスは微小欠陥に敏感であり、欠陥の分布状態に依存してその強度は大きくばらつき、特に疲労強度をS-N線図上に整理した場合にその傾向は顕著である^{14)~16)}。したがって、セラミックスの疲労現象の体系的評価に際しては、まず疲労強度の分布特性の把握および分布を支配する諸因子の検討、さらに疲労強度の整理法の確立が重要である。このため

[†] 原稿受理 平成元年6月1日 Received June 1, 1989

* 正 会 員 立命館大学理工学部 京都市北区等持院北町, Faculty of Science and Engineering, Ritsumeikan University, Tojiunkita-machi, Kita-ku, Kyoto

** 正 会 員 (株)東芝重電技術研究所 横浜市鶴見区末広町, Heavy Apparatus Engineering Laboratory, Toshiba Corporation, Suehiro-cho, Tsurumi-ku, Yokohama

*** 正 会 員 大阪産業大学短期大学部 大東市中垣内, Faculty of Junior College of Automobile Industry, Osaka Sangyo University, Nakagaito, Daito

には製作コストの低廉な簡単な形状の試験片の使用が可能で、高繰返し数までの疲労試験を迅速に遂行し得る試験機の開発が必要である。

本研究は、上述の要求を満足する試験システムとして、短冊状平板を試験片とする空気圧共振形平面曲げ疲労試験機を開発し、これを用いて行った常圧焼結窒化ケイ素試験片による一連の疲労試験結果に関するものである。

2 供試材料および試験片

本実験に使用した材料は、常圧焼結窒化ケイ素の後処理材であり、Fig. 1 に本実験に用いた二種類の試験片の形状寸法を示す。試験片は常圧焼結したあと、Fig. 1(a)(b)の形状に粒度 #600 のダイヤモンド砥石で試験片の長手方向に研削加工を行った。A 試験片は全長にわたり厚さが一様な短冊状平板の簡単な試験片であり、B 試験片はつかみ部での破損を防止する目的で A 試験片の状態に加工したあと、両端部を 10 mm 残して、同じ砥石で試験片の片面のみ板厚を 0.05 mm 薄く研削加工したものである。これによって平行部の断面係数がつかみ部よりも約 10% 小さくなる。本研究は簡単な形状の試験片による疲労強度評価法の検討も目的に含むことから、以下に述べる実験結果の大部分は A 試験片によるものであり、B 試験片の使用本数は計 7 本のみである。また、今回使用したすべての試験片には Fig. 1 の形状寸法に仕上げたあとと大気

Fig. 1. Shapes and sizes of specimens.

中にて 1000°C、48 時間の後熱処理を施している。

3 空気圧共振形平面曲げ疲労試験機の構造、特性

金属材料用疲労試験機をセラミックスにそのまま利用した場合、試験機の負荷軸精度の偏心が金属材料では問題とならない程度であっても、硬ぜい材のセラミックスでは試験片つかみ部での拘束による局所的応力によって破壊に至る場合があるなど、信頼性の高い強度データが得られない。特に、負荷方向が交互に変わる両振り試験の遂行は試験片つかみ部の機械設計の点も含めて難点があり、研究例も少ない。

本研究では、まず簡単な形状の試験片の使用とセラミックスの両振り状態における高繰返し数領域までの疲労特性を迅速に求めることを目的として空気圧共振形平面曲げ疲労試験機を試作、開発した。

疲労試験機の構成は、Fig. 2 のブロック線図に示すように空気圧源となるコンプレッサー、試験応力を制

Fig. 2. Block diagram of the testing machine.

御する圧力調整弁および試験機本体から構成されている。試験機本体の構造は、Fig. 3 に示すように 1 回転当り 8 パルスの空気圧を噴射させるためのロータリーバルブ、高精度 AC サーボモータ、試験片の支持部を兼ねた回転質量および試験片のたわみを検出する光学式変位計からなる。また、Fig. 4 に示すように平板試験片の両端に回転質量を取り付け、さらに回転質量も板バネで支持した状態にしており、試験片の中央部直下から噴射されるパルス状の圧縮空気を起振力として試験片・慣性質量よりなるバネ・質量系に共振振動を与える機構となっている。

回転質量の形状および試験片の固定状況を Fig. 5 に示す。試験片は回転質量の中心軸に設けられた溝と押え板との間にはさみ込まれ、ネジで固定するようになっている。なお、試験片と接触する軸や押え板の端面のかどは $R=0.5\text{ mm}$ と丸く仕上げてある。また、試験片両端でのつかみ部の長さは 8 mm である。

長い試験片が円弧状にたわむと回転質量の支点間距離が変化するが、支点間の拘束を軽減するため回転質量をボールベアリングで支え、このベアリングケースを 1 本のネジで板バネに支持する構造となっている。また同時に、試験片に多少の曲がりやねじれがあってもこれによる無理な拘束を生じないようにになっている。

従来の平面曲げ疲労試験機の負荷作用点は、拘束力と集中度の高い機械的な様式のものが大部分であるが、本試験機の場合は圧力調整弁で約 0.2~0.6 MPa の範

Fig. 3. Whole view of the testing machine.

囲に調整された圧縮空気が直径 2 mm のロータリーバルブの噴射口からパルス状に試験片に噴射される拘束力や集中度の小さな様式である。

応力の大きさは光学式変位計により試験片のたわみ量 δ を検出し、以下のように求めた。まず、Fig. 4 を参照して、試験片のたわみ量 δ とひずみ ε の関係は次式で与えられる。

$$\delta = \frac{t}{2\varepsilon} [1 - \cos(l\varepsilon/t)] \quad (1)$$

ここで、 t は試験片の板厚、 l は試験片支点間の弧長である。次いで、式 (1) の余弦関数の級数展開をとり、第 2 項以降の高次の微小項を無視すれば、式 (1) は次式のように近似できる。

$$\varepsilon = \frac{4t\delta}{l^2} \quad (2)$$

これより求められるひずみ ε に弾性定数として圧縮試験で得られた $E = 304 \text{ GPa}$ を用いて、応力値を算定した。また、試験片のたわみ量を測定する光学式変位計は非接触で応答性 DC ~ 250 Hz、測定範囲は $\pm 5 \text{ mm}$ であり、 $1 \text{ mV}/1 \mu\text{m}$ のアナログ出力が得られる様式のものであるが、Fig. 3 に示すように変位計をマイクロメータヘッドを介して固定し、変位計の校正や実験中の試験片のたわみ量を高精度に測定できる

Fig. 4. Principle of the pneumatic resonant system.

ようにしてある。

Fig. 6 に圧力調整弁の空気圧を一定にした条件下での常圧焼結窒化ケイ素試験片・回転質量よりなる振動系の周波数特性を示したもので、図の縦軸は試験片の最大たわみ振幅 δ である。図にみるように共振周波数の両側での減衰は著しく、共振振動の保持すなわち良好な荷重安定性を保つためには、ロータリーバルブの回転速度を高精度に制御する必要があり、このためロータリーバルブの駆動源として AC サーボモータを使用した。

Detail of A

Fig. 5. Details of specimen chucking device.

Fig. 6. Resonance characteristics of the system.

4 実験結果および考察

4・1 S-N 特性

前節においてその機構構造を説明した試験機の性能確認を兼ねて、Fig. 1 に示した二種の形状の常圧焼結窒化ケイ素試験片を用い、打切繰返し数を 10^7 回として計 5 段階の応力レベルで一連の疲労試験を行った。

Table I. Results of bending fatigue tests.

Stress σ_a (MPa)	Specimen number	Fatigue life N_f ($\times 10^4$)	Remarks
547	B-05	0.10	Used specimen
	A-31	0.20	
	A-33	0.36	
	B-03	1.49	
486	B-06	0.22	Used specimen
	A-23	0.72	
	A-06	0.80	
	A-20	0.92	
	A-26	1.82	
	A-19	3.17	
	B-07	3.95	Used specimen
	A-28	10.34	
	A-21	51.24	
	A-07	171.51	
	A-22	247.02	
	A-25	491.60	
	A-32	531.25	
	A-18	>1000	
	A-24	>1000	
	A-27	>1000	
	A-29	>1000	
426	B-04	0.76	Chuckling part
	B-02	0.77	
	A-13	3.19	
	A-11	3.59	
	A-10	3.62	Chuckling part
	A-12	11.10	
	A-17	38.77	Used specimen
	A-04	40.37	
	A-01	44.51	Used specimen
	A-14	94.08	
	A-16	230.76	Used specimen
	A-02	301.75	
	A-15	355.08	Chuckling part
	A-03	837.54	
	A-08	>1000	Used specimen
	A-09	>1000	
	B-01	>1000	
	B-03	>1000	
	B-05	>1000	to $\sigma_a=547$ MPa to $\sigma_a=547$ MPa
365	A-05	661.00	to $\sigma_a=426$ MPa to $\sigma_a=486$ MPa to $\sigma_a=486$ MPa
	A-04	>1000	
	A-06	>1000	
	A-07	>1000	
304	A-01	>1000	to $\sigma_a=426$ MPa to $\sigma_a=426$ MPa to $\sigma_a=426$ MPa
	A-02	>1000	
	A-03	>1000	

特に曲げ応力 $\sigma_a=426, 486$ MPa の 2 応力レベルにおいては 20 本程度の試験片を用い、疲労寿命分布の統計的側面についても検討を加えた。

Table I に本実験の結果をまとめて示しており、これらを S-N 線図上に示したものが Fig. 7 である。なお、図中の実線は後述の Fig. 8 に示すワイブル解析結果に基づき、使用した A, B 試験片を一括して求めた破壊確率曲線を併せて示している。ここで、表中の試験片番号に付した A, B はそれぞれ A 試験片および B 試験片による結果を意味しており、また図中では B 試験片のみ実験点の近傍に記号 B を付している。

Fig. 7 より、B 試験片による結果は低寿命側、高寿命側に分離、集中していることが観察される。しかし、後述の電顕観察結果にみるように B 試験片のいずれの場合においても破壊発生起点は試験片表面もしくはその近傍における試験片焼結時以前に生成した空孔、偏析物など各種の欠陥であり、特に他の試験片と異なる破面形態は観察されない。このことから、上述のように疲労寿命分布の評価に際しては、A, B 試験片を一括して処理した。

さらに、表中の備考欄にも示すように $\sigma_a \leq 426$ MPa の実験応力レベルでの 8 本の非破壊試験片についてはそれぞれの上位の応力レベルでの疲労試験に再使用した。これらの試験片による結果を Fig. 7 中に ● 印で区別して示しているが、図にみるように、再使用試験片による結果は、各応力レベルにおいて低寿命側に偏在することなく分布している。このことは繰返し数 10^7 回で破断を生じなかった試験片は破壊起点と想定される箇所での潜在欠陥からの損傷の進展はなく、前荷重の履歴を残留していないことと考えられる。

多数本の試験片を用いた $\sigma_a=426$ MPa での結果の内、一様厚さの A 試験片を用いた場合には、後述の Fig. 8 に明示するように、擦過損傷に起因すると思われるつかみ部破断が 4 例観察された。このような事例についてはフレッチング破損の可能性も考えられるが、特定の破断寿命領域への集中が認められなかったので、

Fig. 7. P-S-N curves.

これらの結果についても特に区別せず取り扱った。なお、B 試験片の場合にはつかみ部破断は観察されず、つかみ部板厚を 0.05 mm 厚くしたことの効果が認められる。

4・2 疲労寿命分布

Fig. 8 は疲労寿命分布を検討するために、多数本の試験片を用いた $\sigma_a=426, 486$ MPa の結果および 4 本の試験片を用いた $\sigma_a=547$ MPa の結果をワイブル確率紙上に図示したものである。図の縦軸の破壊確率 P_i は次式により求めたものである。

$$P_i = \frac{i-0.5}{n} \quad (3)$$

ここでの i は破断順位数、 n は試験片総数である。

図中に示す各曲線は、それぞれ対象とする標本に対して、式 (4) の 3 母数ワイブル分布関数を仮定し、相関係数法により母数を推定して求めた回帰曲線である。

$$F(N) = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{N-c}{b} \right)^a \right\} \quad (4)$$

ここで、 a, b, c は形状、尺度および位置母数である。図中の黒塗りの実験点 (●) は上述のつかみ部内で破断した結果であり、つかみ部破断の判定は目視による押え板による圧こん箇所との対応もしくは後述する電顕による破面観察結果によった。また、B 試験片による結果については実験点の近傍に記号 B を付

Fig. 8. Distribution of fatigue lives plotted on Weibull probability paper.

した。

さて、A 試験片の場合の破断形態としてはつかみ部での破損とつかみ部以外での破損の二種類があることから、まず、これらが破断寿命の分布特性に与える影響について吟味しておく。

Fig. 8 中の三本の実線は B 試験片の結果を含むすべての結果を対象にした寿命分布曲線である。なお、打切繰返し数を越えて破断を生じなかった試験片もいずれは破断に至る未破断試験片と考え、したがって n は使用試験片総数である。

次いで、 $\sigma_a=426$ MPa の結果の内、つかみ部破断となった結果を除外して求めた分布曲線が図中の破

Fig. 9. Fatigue fracture surface in the chucking part at $\sigma_a=426$ MPa.

Fig. 10. Micro-fractographs.

線である。 $\sigma_a = 426 \text{ MPa}$ での結果に対する二本の曲線の差異はつかみ部で破断した試験片を標本として採用したか否かであるが、図にみるように、つかみ部破断の結果が高もしくは低寿命側に偏しないことから、分布曲線の形態に基本的な影響を与えていない。

さらに、特に $\sigma_a = 426, 486 \text{ MPa}$ の2応力レベルにおける分布曲線にみるように、分布曲線は低寿命側で大きく下側に曲がり込むが、こうした現象は短寿命域のデータの集中によるものである。セラミックスの静強度特性の統計的評価に際しては、2母数ワイブル分布関数さらには正規分布関数等でよく近似できる例が多いが、本実験の結果は疲労寿命分布の評価に際しては3母数ワイブル分布が適当であることを示している。¹⁶⁾

4・3 破面観察

室温におけるセラミックスの疲労破壊の支配因子は潜在欠陥の臨界寸法までの成長に支配されていると考えられており、潜在欠陥の種類として、空孔、介在物や有害物質の偏析、加工傷などがあり、欠陥成長は潜在欠陥の大きさ、形状、場所などに支配される。以下、つかみ部破断の場合の破面の特徴およびA、B両試験片の破壊起点にみられた各種の欠陥のSEMによる観察結果について述べる。

まず、Fig. 9に示すのはつかみ部破断を生じた4本

の破面状態である。図にみるようにき裂が試験片表面の多数の箇所より発生している様子が観察され、試験片押し付け板と試験片表面の擦過により形成された多数の表面傷を起点としたき裂の生成、進展が示唆される。

次いで、つかみ部以外から破壊した試験片の破面に観察される破壊の起点は、すべて潜在欠陥からのものであり、Fig. 10にこれらの数例を示している。図中、(a)はA試験片、(b)はB試験片の場合である。図(b)の試験片番号B-06は偏析物の中に多数の空孔が集合した欠陥であるが他は1個の空孔欠陥として観察され、その寸法は30~200 μm の範囲にあった。このような欠陥は、粉末の圧縮成形過程やその焼結過程で生成されたもので、試験片の研削時にできた加工傷ではないことから、B試験片による結果が低寿命側、高寿命側に分離、集中したことは偶然の結果と考えられる。本研究の主たる目的はセラミックス用平面曲げ疲労試験機の開発にあることから、本実験で得られた破面の詳細な解析およびこれに基づく破壊力学的検討については続報に譲ることとする。

5 結 言

簡単な形状の試験片の使用とセラミックスの高繰返し数領域までの疲労特性を迅速に求めることを目的と

した空気圧共振形平面曲げ疲労試験機を試作し、これを用いて常圧焼結窒化ケイ素平板試験片の両振り平面曲げ疲労試験を実施した。得られた主な結果は次の通りである。

1) 本研究で開発した空気圧共振形平面曲げ疲労試験機は実験過程での荷重安定性等の面で良好な運転特性を有し、セラミックス用試験機として適正な機能を有していることが認められた。

2) 一様厚さの短冊状薄板試験片を用いた場合、つかみ部で破断を生じる場合があるが、つかみ部外での破断データとこれらを一括プールしても、疲労寿命分布に基本的な影響を与えない。

3) 疲労寿命をワイブル確率紙上にプロットした場合、短寿命側へのデータの集中により、寿命分布曲線は大きな曲がり込みを示し、したがって疲労寿命分布の評価に際しては、位置母数を考慮した3母数ワイブル分布関数の適用が必要である。

(昭和63年11月9日 第19回疲労シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 柳田博明, 金属, **50**, 55 (1980).
- 2) J. P. Singh, A. V. Virkir, D. K. Shetty and R. S. Gordon, Journal of American Ceramic Society, **62**, 179 (1979).
- 3) R. W. Rice, S. W. Freimen and J. J. Mecholsky, Journal of American Ceramic Society, **63**, 129 (1980).
- 4) R. W. Rice, S. W. Freimen and P. F. Becher, Journal of American Ceramic Society, **64**, 345 (1981).
- 5) 宇佐見三郎, 木本 寛, 高橋一郎, 志田 茂, 第29回破壊力学部門委員会資料, FMR-144 (1984).
- 6) R. W. Rice, "Fracture Mechanics of Ceramics", vol. 4, 849 (1978) Plenum Press.
- 7) 高橋一郎, 宇佐見三郎, 中角公明, 宮田 寛, 志田 茂, 窒業協会誌, **93**, 30 (1985).
- 8) 山田敏郎, "第31回材料強度と破壊国内シンポジウム論文集", 51 (1986).
- 9) 田中道七, 岡部永年, 境田彰芳, 中山英明, 材料, **37**, 1197 (1988).
- 10) 田中道七, 岡部永年, 境田彰芳, 中山英明, 材料, **38**, 261 (1989).
- 11) 山田敏郎, 星出敏彦, 古屋博芳, 材料, **33**, 28 (1984).
- 12) 川久保隆, 米屋勝利, 材料, **34**, 1460 (1985).
- 13) 田中道七, 境田彰芳, 日本機械学会論文集, A-53, 1566 (1986).
- 14) S. Ito, Y. Yamauchi, M. Ito and S. Sakai, Proc. 26th Japan Congr. Mater. Res., 270 (1983).
- 15) 梶田昌明, 相馬隆男, 松井 實, 小田 功, 日本セラミックス協会学術論文集, **96**, 277 (1988).
- 16) 田中道七, 岡部永年, 中山英明, 石丸 靖, 今道高志, 第19回疲労シンポジウム前刷集 (1988).
- 17) 田中道七, 山元 茂, 岡部永年, 中山英明, 福地雄介, 材料, **38**, 437 (1989).