アルミナの高温下および真空中における疲労強度特性[†]

中山 英明* 大平 和昭**

Fatigue Strength Characteristics of Alumina Ceramics at Elevated Temperatures and in Vacuum

by

Hideaki NAKAYAMA* and Kazuaki OHIRA**

In order to investigate the effects of environmental conditions, especially water vapor in the atmosphere and high temperature, on the strength behavior of alumina ceramics, fast fracture tests, static and cyclic fatigue tests were carried out in vacuum and at elevated temperatures. Cyclic fatigue tests were also carried out under three different varying load conditions to clarify the effect of load pattern on fatigue behavior. The results of cyclic fatigue tests at room temperature reveal the following fatigue behavior of alumina ceramics. The cyclic degradation is observed clearly in ordinary atmospheric environment, and the higher is the load repetition frequency the lower becomes the fatigue strength when the fatigue strength is evaluated from the view point of cumulative loading time to failure. Furthermore, the degradation disappears in vacuum. The results of high temperature cyclic fatigue tests indicate that the cyclic degradation also disappears at a certain temperature over 800°C as same as the case in vacuum. The above results indicate that the cyclic degradation in ordinary atmospheric environment results from an interaction of time-dependent degradation and cyclic-dependent one, which is assisted by water vapor in air.

Key words: Fatigue, Ceramics, Alumina, Load pattern, Cyclic degradation, Elevated temperature, Vacuum

1 緒 言

一般にセラミックスの強度はそこに介在する諸因子すなわち粗大粒子および空孔等の材料欠陥、また、水分などの環境因子の影響を受けることが知られている。^{1)~5)}

セラミックスを実用構造部材として使用する場合、個々の実働状態に対応した条件下での長時間強度信頼性に関する情報の蓄積が必要であり、特に大気環境、さらにセラミックスの特性を考える場合には高温下での長時間強度挙動の体系化が重要である。また、こうした環境因子の影響を評価するに、加速試験的な評価手法は正確な結論を与えず、したがって、実環境下での強度特性を的確に把握しておく必要がある。

本研究はアルミナセラミックスを用いて室温大気中、室温真空中および高温大気中において行われた破壊強度試験から静的および繰返し疲労試験までの一連の強度特性評価試験の結果に関するものであり、併せて繰返し疲労特性に及ぼす荷重波形の効果を調べるため、3種の異なる荷重波形のもとで繰返し疲労試験を行った。

得られた結果について、大気雰囲気および高温雰囲気の効果の観点から検討を加えたので、以下に報告する。

2 供 試 材 料

供試材料は平均粒径が約 1.6 μm の加工用アルミナ焼結体、リファセラム AL-1 (JFCC 製) であり、その化学的成分を Table I に、物理的および機械的特性値を

Table II に示す。一連の実験には JIS R1601 に準拠して作成した角柱試験片に #800 のダイヤモンド砥石で表面研磨したものを使用した。

3 実験装置および方法

大気中における静疲労試験には Fig. 1 に示す 4 点曲げ荷重装置を使用した。他の一連の実験は荷重容量 100kN の多目的電気油圧式万能試験システム (島津製作所製 EHF-ED100kNT-20L 形) を用い、高温大気中での実験には常用温度 800~1600°C の高温炉を、室温真空中での実験は磁気軸受けターボ分子ポンプ (TMP-300LM 形、ベーキング後到達圧力 10^{-8}Pa) を併用した。

一連の実験はすべて上部スパン 10mm、下部スパン 30mm の 4 点曲げ荷重下で行い、高温下での実験を行うに際しては昇温速度を 10°C/min とし、実験温度到達後 30 分間保持したのち実験を開始した。また、真空中での実験は真空ポンプ稼働後 (7~8 分で約 10^{-2}Pa) 24 時間経過したのち (平均約 $2 \times 10^{-3}\text{Pa}$) 実験を行った。

曲げ破壊試験は、荷重負荷点の移動速度を 0.5mm/min として行った。繰返し疲労試験は Fig. 2 に示す応力比 $R (= \sigma_{\min} / \sigma_{\max})$ が 0.1 の 3 種の片振曲げ荷重条件下すなわち繰返し周波数 5Hz の正弦波および最大応力保持時間が異なる 2 種の台形波 W_A および W_B のもとで打ち切り繰返し数を 10^7 回に設定して行った。なお、台形波 W_A および W_B の場合の繰返し周波数はそれぞれ 0.17Hz および 0.04Hz である。

[†] 原稿受理 平成 9 年 1 月 14 日 Received Jan. 14, 1997

* 正 会 員 学校法人大阪産業大学法人本部 〒574 大東市中垣内, School Juridical Person, Osaka Sangyo Univ., Nakagaito, Daito, 574

** 正 会 員 大阪産業大学短期大学部 〒574 大東市中垣内, Fac. of Junior College of Automobile Ind., Osaka Sangyo Univ., Nakagaito, Daito, 574

Table I. Chemical composition of the material used.

	(wt.%)					
Al ₂ O ₃	MgO	SiO ₂	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO
99.7	0.077	0.047	0.037	0.011	0.003	0.049

Table II. Physical and mechanical properties of the material used.

Density (g/cm ³) ^{*1}	3.92
Fracture toughness (MPa·m ^{1/2}) ^{*2}	4.4
Hardness (HV 10)	1670

* 1 Archimedes method

* 2 SEPB method (JIS R1607)

4 実験結果および考察

4・1 曲げ破壊強度

まず、本実験に用いたアルミナセラミックスの基本的強度特性を明らかにするために、室温大気中、高温大気中および室温真空中において4点曲げ破壊試験を行った。Fig. 3 にこれらの実験結果をまとめて示している。曲げ破壊試験は同一条件下に約10本の試験片を割り当てて行った。図中、エラーバーの中央が平均値、上下端は標準偏差の範囲を示す。

図より、曲げ破壊強度は温度の上昇に伴い強度低下率が大きくなること、および室温真空中での破壊強度は室

温大気中でのそれをかなり上回ることが観察され、また、高温側ほど破壊強度のばらつきが減少する傾向が観察される。

Fig. 3 の室温大気中および室温真空中での強度分布を正規確率紙上に示したものが Fig. 4 であり、図において縦軸の累積破壊確率 P_f は次式により求めた。すなわち、

$$P_f = \frac{i-0.5}{n} \quad (1)$$

ここで、 i は破壊強度の順位数、 n は破壊試験片総数である。なお、セラミックスの強度分布をみる場合、物理的には対数分布もしくはワイブル分布へのあてはめをもって評価する方が妥当ではあるが、ここでは簡便に平均強度およびばらつきの度合いを見るために正規確率紙を用いた。

Fig. 3 および 4 に示した各種条件下での破壊強度の統計的特性を Table III にまとめて示しており、表中には計291本の試験片を用いて得られたラウンドロビントストの結果を併せ示している。⁶⁾

Fig. 3, 4 および Table III より、高温大気中および室温真空中での強度およびそのばらつきを詳細に見ると、高温大気中では環境温度の上昇に伴い強度は連続的に低下

Fig. 1. Static 4-point bending device.

Fig. 2. Load patterns for cyclic fatigue tests.

Fig. 3. Temperature dependence of bending fracture strength.

Fig. 4. Distribution of bending fracture strength of alumina in air and in vacuum plotted on normal probability paper.

Table III. Statistical evaluation of 4-point bending fracture strength at room and elevated temperatures.

	Mean strength $\bar{\sigma}_f$, MPa	Standard deviation s, MPa	Coefficient of variation c.v.
R.T.	364	16.8	0.046
600 °C	352	13.1	0.037
800 °C	338	9.2	0.027
1000 °C	311	9.2	0.029
In vacuum			
R.T.	431	15.9	0.037
Result in Round Robin test			
R.T.	373	23.1	0.062

し、また、高温下での欠陥敏感性の低下により、そのばらつきも低下するが、ばらつきは一定温度以上では同程度の値をとること、さらに室温真空中の強度は室温大気中の強度を約 20% 上回るが、そのばらつきには室温大気中におけるそれと大差ないことが観察される。

さて、Fig. 4 にみたように室温真空中での強度は室温大気中でのそれを上回っているが、材料固有の強度は室温真空中において実現されており、大気中での強度は例えば水分等の付加因子の影響を含んでいるものと考えられる。すなわち、こうしたぜい性材料の破壊規範として応力拡大係数の臨界値がキーマパラメータとなっているとすれば、大気中においては代表寸法 a の内在欠陥の周辺に結合力を低下させる水分が内在欠陥とともに次式で与えられる代表寸法 $a + a_0$ の仮想欠陥を形成し、これが強度を支配しているものと考えられる。

$$\frac{\sigma_f \text{ in vacuum}}{\sigma_f \text{ in air}} = \sqrt{\frac{a + a_0}{a}} \quad (2)$$

ここで、 σ_f in vacuum は室温真空中での破壊強度、 σ_f in air は室温大気中でのそれである。

4・2 室温大気中および室温真空中での疲労特性

Fig. 5 は Fig. 2 に示す 3 種の繰返し荷重条件下での室温大気中および室温真空中における S-N 特性を示したものである。図より、まず室温大気中において 3 種の荷重条件下での S-N 曲線は低繰返し数域で水平部をなす部分とそれに引き続き繰返し劣化現象を示して一定の勾配を持つ部分からなることが観察される。次いで、室温大気中における繰返し疲労強度をみると同一破断繰返し数でも最大応力保持時間が長いほど繰返し劣化の程度は大きい、こうした傾向は $N > 10^5$ 回の領域では消失している。

一方、真空中においては、3 種の荷重条件下とも繰返し劣化現象は見られないことから、狭いばらつき帯の中に一括して示した。図に見るように、真空中での繰返し疲労強度は大気中でのそれを実験繰返し数全域にわたって上回っている。

Fig. 6 は横軸に荷重休止時間を含む破断までの総経過時間 t_T もしくは破断時間 t_f をとり、Fig. 5 の結果に静疲労試験結果を含めて示したものである。図より、まず大気中での静疲労試験結果を見ると、この場合においても

時間依存型の劣化現象が観察される。次いで、大気中での繰返し疲労試験結果を静疲労試験結果と対比させて見ると、総経過時間 t_T が相対的に短い範囲では繰返し疲労強度の方が静疲労強度に比して高いが、 t_T が長い範囲では繰返し疲労強度の方が低くなっている。こうした室温大気中における相対的長寿命域での繰返し疲労特性は時間依存型劣化に荷重繰返しによる劣化が相乗して生じていることを明確に示している。

このように、疲労強度を破断までの総経過時間で整理した場合、低寿命側では荷重休止は強度を上昇させるが、長寿命側では荷重繰返しによる劣化が顕著となり、繰返し疲労強度は静疲労強度を下回る。荷重波形の効果についてみると正弦波荷重下での強度が最も低く、2 種の台形波での強度はほぼ同等となっている。このことは繰返し頻度の高いほど早期に劣化を招くことを示しており、⁷⁾ また、Fig. 6 の整理結果において 2 種の台形波 W_A , W_B のもとでの疲労強度に明確な差異が見られないのは一定の荷重周波数以下では繰返し劣化現象が希薄になることを示している。なお、真空中での疲労挙動は Fig. 5 の場合と同様である。

Fig. 7 は横軸を破断までの最大応力累積負荷時間 t_h ($= t_h \cdot N$) もしくは破断時間 t_f とし、2 種の台形波の

Fig. 5. S-N curves in air and in vacuum at room temperature.

Fig. 6. S- t_T curves in air and in vacuum at room temperature.

繰返し疲労試験結果および静疲労試験結果を示したものである。

図より、2種の台形波 W_A , W_B のもとでの疲労強度の差異が Fig. 6 の場合よりも明確に観察され、 $t_h > 10^4$ 秒の範囲において静疲労試験結果が高強度を示し、繰返し頻度が高い台形波 W_A のもとでの繰返し疲労強度が最も低い強度を示している。Fig. 6 および Fig. 7 より、応力保持時間で評価した場合に長寿命側での繰返し劣化は荷重繰返し周波数に依存し、これの低いほど繰返し劣化の程度が大きいことが結論される。

一方、真空中においては静疲労および繰返し疲労の間に強度差は認められず、繰返し劣化は観察されない。こうした大気中および真空中での強度の差異は大気雰囲気中の水分の効果と考えられる。すなわち、大気中においては小振幅の応力繰返しにおいても水分による結合力の低下が内在欠陥からマイクロクラックへの成長、さらに臨界寸法までのき裂の拡大を促し、繰返し劣化が現れる。一方、真空中においては水分による欠陥拡大機能が作用しないため、小振幅応力変動の下では、破壊は発生せず、一定の応力以上の範囲において欠陥の成長が起こるものと考えられる。

4・3 高温大気中での繰返し疲労特性

本研究ではアルミナセラミックスの高温下での繰返し疲労強度を調べるため、前記の3種の繰返し条件下において室温下とともに 600℃, 800℃および 1000℃での繰返し疲労強度データを得た。これらの結果を荷重波形ごとに Fig. 8 から Fig. 10 に示している。なお、それぞれの図中には室温真空中での繰返し疲労試験結果を併せ示している。

これらの図に見られるように、いずれの荷重波形下においても疲労強度の温度依存性は類似した特徴的傾向を示している。すなわち、室温大気中において繰返し劣化現象を示すことは前節で示した通り、大気中 600℃においても繰返し劣化の開始時期は室温下に比して長寿命側に移行するものの、繰返し劣化を生じている。次いで、800℃および 1000℃での結果は狭い最大応力の範囲で破断する場合と破断しない場合が生じ、真空中におけるの

と同様の強度挙動を示しており、繰返し劣化特性は認められない。

さて、Fig. 8 から Fig. 10 より荷重波形の効果を見ると、特に室温および 600℃での S-N 曲線の低寿命域での水平部分および 800℃, 1000℃での強度順位は正弦波荷重下の場合が 2 種の台形波荷重下での結果を上回っている。こうした明確な最大応力保持時間を有する荷重条件下の方が低強度を示すという強度挙動はクリープ破壊機構の関与を示している。次いで、高温疲労特性の現れ方についてみると、800℃以上の高温においては真空中におけると同様に繰返し劣化を示さず、また、環境温度の上昇に伴い強度が低下しているが、このことは高温における粒界すべりの発生によるものと考えられる。粒界すべりの発生は温度と応力の相乗作用をもって促進されると考えられるが、ここで用いた比較的高純度のアルミナセラミックスの場合は粒界すべりを促進する焼結助剤の役割が希薄であることから、粒界すべりの発生にも応力の下限界を持ち⁸⁾したがって、Fig. 8 から Fig. 10 に見るような高温疲労特性が観察されるものと考えられる。

なお、こうした高温下での繰返し疲労特性は荷重繰返しの形態および実験繰返し数の範囲にも依存することが考えられる。すなわち、上述の高温疲労特性のうち、例えば 600℃における挙動が室温下から高温下での破壊機構の遷移に伴う過渡的現象であるのか、また、800℃および 1000℃での挙動がこうした温度のもとでの基本的特性であり、長寿命域まで持続されるものかどうかについては現段階では断定し得ない。したがって、長時間範囲で高温疲労データを得ることが容易でないセラミックスの場合には対象とする完成部品への負荷の形態およびその要求サイクル数の推定をもとにケーススタディ的な実験を行う必要があると考えられる。

また、本実験の結果得られた各種条件下での破面について SEM による詳細な観察を行ったが、破面観察からは破壊機構を議論する情報は得られなかったのでここで記述は略す。

5 結 言

加工用アルミナ焼結体リファセラム AL-1 を用い、室

Fig. 7. S - t_h curves in air and in vacuum at room temperature.

Fig. 8. S - N curves under sine wave stress pattern at room and elevated temperatures.

Fig. 9. S-N curves under trapezoidal stress pattern W_A at room and elevated temperatures.

Fig. 10. S-N curves under trapezoidal stress pattern W_B at room and elevated temperatures.

温大気中、室温真空中および高温大気中において4点曲げ荷重下での破壊試験、静的および繰返し疲労試験を行い、破壊挙動の全体的様子を調べた。

本実験で得られた主な結果は次の通りである。

(1) 大気中での曲げ破壊強度は環境温度の上昇に伴い低下し、また、高温下での欠陥敏感性の低下に依存して強度のばらつきは小さくなる。一方、室温真空中における曲げ破壊強度は水分による欠陥拡大機能が作用しないことにより、室温大気中に比して高い値をとるが、ばらつきには差異がない。

(2) 室温大気中においては明確な繰返し疲労劣化現象が観察され、最大応力累積負荷時間をパラメータとして繰返し疲労強度に及ぼす荷重波形の効果を見ると荷重繰返し周波数の高いものほど低強度となることが認められた。また、室温真空中においては繰返し劣化挙動は観察されず、室温大気中での繰返し疲労強度より高い強度を示した。

(3) 高温大気中においては環境温度 600℃では繰返し劣化開始時期が長時間側に移行するものの、室温大気中と同様の繰返し劣化が認められたが、800℃および1000℃の条件下では劣化は認められず、室温真空中における同様の水平な S-N 関係を示した。

(平成8年11月25日 日本材料学会第23回疲労シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) S. M. Wiederhorn, J. Am. Ceram. Soc., **50**, 407 (1967).
- 2) 窯業協会, “セラミックスの機械的性質”, p.36 (1979).
- 3) 町田隆志, 宇佐見三郎, 中沢哲夫, 大島正明, 日本機械学会論文集, A-**56**, 523 (1990).
- 4) 若山修一, 小路孝志, 西村 尚, 日本機械学会論文集, A-**57**, 535 (1991).
- 5) 沢木洋三, 長瀬康夫, 吉田 始, 井上彰夫, 藤原 剛, 日本機械学会論文集, A-**58**, 552 (1992).
- 6) 日本材料学会, “Ceramic Strength Database” (1996).
- 7) 前川一郎, 小林 朗, 柴田博司, 材料, **37**, 441 (1988).
- 8) 村田雅人, 高原 渉, 向井喜彦, 佐藤純一, 出口武司, 材料, **44**, 710 (1995).