常圧焼結窒化けい素の常温における曲げ疲労強度*

猿木 勝司^{*1}, 小川 一義^{*1}, 浅野 高司^{*2}

Bending Fatigue Tests of Sintered Silicon Nitride at Room Temperature

Katsushi SARUKI, Kazuyoshi OGAWA, and Takashi ASANO

For strength design of ceramic parts, static bending fatigue tests, namely delayed failure tests, and cyclic bending fatigue tests were carried out at room temperature on smooth specimens, hourglass type specimens and notched specimens of sintered Si_3N_4 . (1) Cyclic bending fatigue strength (maximum stress) at stress ratio $R=-1$ is lower than static bending fatigue strength. It is considered that this is due to the effect of cyclic stress rather than the effect of compressive stress in alternating stress and the difference of effective volume. (2) Both static bending strength and rotating bending fatigue strength of a notched specimen reduced almost at the rate of a stress concentration factor. (3) In case of cyclic fatigue, the mark made by rubbing against each other was observed on the fracture surface of some specimens.

Key Words: Fatigue, Non-Metallic Materials, Ceramics, Sintered Silicon Nitride, Bending

1. 緒 言

セラミックスを構造用材料として使用する場合は、それが長期間にわたって破壊しないことを保証するには、一定負荷による遅れ破壊強度や、繰返し負荷による疲労強度を十分把握して、設計しなければならない。遅れ破壊すなわち静疲労は、従来ガラスやアルミナを対象に研究が行われてきた⁽¹⁾⁽²⁾が、近年は、窒化けい素、炭化けい素などを対象に、しかも静疲労のみでなく、繰返し疲労の面でも、種々の研究が行われてつある^{(3)~(10)}。

しかし、これらの研究は、人工的にき裂や欠陥を導入し、き裂の伝ばを問題にしたものが多く、平滑試験片で検討したものは比較的少ない。したがって、通常の強度設計に必要な平滑材の疲労特性自体は、まだ十分明らかになっていないのが現状である。

ここでは、常圧焼結窒化けい素について、平滑試験片を用いて各種疲労試験を行い、負荷形式による強度レベルの違いを検討するとともに、切欠の影響につい

て調べた。さらに、試験後の試験片破面について、欠陥および破面様相の観察を行った。

2. 実験方法

供試材は常圧焼結窒化けい素で、A材、B材は $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ が、C材は $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-MgAl}_2\text{O}_4$ が焼結助剤として用いられている。粒径はA材、B材が $0.6\ \mu\text{m}$ 、C材が $0.4\ \mu\text{m}$ 程度である。試験片の形状は図1に示す。このうち、A材およびB材では、平行部付き平滑試験

図1 試験片形状

* 昭和62年8月21日 第65期全国大会講演会において講演、原稿受付 昭和63年4月15日。

^{*1} 正員、(株)豊田中央研究所(〒480-11 愛知県愛知郡長久手町大字長湫字横道41-1)。

^{*2} (株)豊田中央研究所。

片(i), (iii)と砂時計形試験片(ii), (iv)を用い, 静疲労, 繰返し疲労現象存在の有無を調査するとともに, 試験片の平行部の有無が試験結果にどう現れるかを調査する. C材では, 試験片(i)を用いて静曲げ, 静曲げ疲労, 回転曲げ疲労, 両振および片振平面曲げ疲労試験の各種試験を実施し, 負荷形式の違いを検討するとともに, 試験片(v), (vi)を用いて静曲げおよび回転曲げ疲労試験を実施し, 切欠の影響についても調査する. 各試験片の表面粗さは, $R_{\max}$ でA材が $0.3\mu\text{m}$, B材が $0.5\mu\text{m}$, C材が $1.5\mu\text{m}$ である.

使用した試験機は, 丸棒試験片の場合は $15\text{ N}\cdot\text{m}$ 容量の小野式回転曲げ疲労試験機と $39\text{ N}\cdot\text{m}$ 容量のシェンク式ねじり曲げ疲労試験機, 平板試験片の場合は $9.8\text{ N}\cdot\text{m}$ 容量のシェンク式ねじり曲げ疲労試験機で, 試験速度はいずれも 3000 cpm である. また, 静曲げおよび静曲げ疲労試験も負荷条件を同じにするため, 上記と同じ試験機を用いた. なお, 破断荷重はロードセルで読取った.

3. 実験結果と考察

3.1 平滑試験片と砂時計形試験片による静曲げ疲労強度と両振曲げ疲労強度の比較 A材およびB材の試験結果を図2に示す. 図の横軸は時間尺度とし, 静疲労, 繰返し疲労とも負荷開始から破断までの総時間を単純に取って示した. なお, 図の上側には, 繰返し疲労の場合の荷重繰返し数を併記して示してある. 実

験点はかなりばらついてはいるが, これらの実験点に比較的近いと思われる直線を引いた. 10^5 s 上の点は, 試験開始に当たり, 静荷重を負荷していく過程で試験片が破断したものを, 便宜的にこの位置に示したものである. この表示法は, 以下の図においても同じである.

き裂を付与しない試験片でも, 長時間の静負荷で破壊が生じることは, この図より明らかである. また実験点は少ないが, 静疲労強度に比して, 繰返し疲労強度の方が低いことも確かである. 一方, 平滑試験片と砂時計形試験片とでは, (b)および(d)図で実線と破線を比較することによって明らかなように, それらの強度レベルに顕著な違いは認められなかった.

セラミックスの強度は有効体積に支配される⁽¹¹⁾との議論がある. そこで, これらの結果と有効体積の関係について考察を加える. いま図3において, 平行部の長さを $2l_0$, 直径(板状試験片の場合は幅)を $2r_0$, 平行部とチャック部をつなぐ円弧部半径を R とし, 円弧部において断面係数が平行部より $a\%$ 大きくなる軸方向長さを l_1 , その部分の直径(板状試験片の場合は幅)を $2r$ とし, 図の斜線部を便宜的に有効体積と考える.

まず r_1 は, 丸棒試験片の場合

$$r_1 = \sqrt[3]{1 + (a/100)} r_0 \quad \dots\dots\dots (1)$$

平板試験片の場合,

$$r_1 = \{1 + (a/100)\} r_0 \quad \dots\dots\dots (2)$$

図2 静疲労と繰返し疲労試験結果の比較

表 1 有効体積とそれから計算した強度比

		Round bar specimen				Plate specimen	
		Static bending fatigue	Rotating bending fatigue	Plane bending fatigue R=-1	Plane bending fatigue R=0	Static bending fatigue	Plane bending fatigue R=-1
Plain	V, mm ³	7.5 6	6 1.5	1.5 1 3	7.5 6	11.0 1	2 2.0
	ζ	—	0.8 1 1	0.9 3 3	1.0 0 0	—	0.9 3 3
Hour-glass	V, mm ³	3.6 1	2 9.3	—	—	8.4 9	1.6 9 9
	ζ	—	0.8 1 1	—	—	—	0.9 3 3
η		1.0 7 7	1.0 7 7	—	—	1.0 2 6	1.0 2 6

R: Stress ratio $\zeta = (V_s/V)^{1/10}$ $\eta = (V_{\text{plain}}/V_{\text{hourglass}})^{1/10}$

図 3 有効体積計算のための各部寸法

となるので、これを用いて l_1 を

$$l_1 = \sqrt{R^2 - \{(R - (r_1 - r_0))^2\}} \\ = \sqrt{(r_1 - r_0)(2R - r_1 + r_0)} \quad \dots\dots\dots (3)$$

によって求める。

丸棒試験片の静曲げの場合の有効体積 V_s は、

$$V_s = 2(l_0 + l_1) \int_0^{r_0} (y/r_0)^m \\ \times 2(r_0^2 - y^2)^{1/2} \cdot dy \quad \dots\dots\dots (4)$$

m : ワイブル係数

である。後節で述べる片振平面曲げの有効体積 V_p もこれと同じである。また、両振平面曲げの有効体積 V_q はこれに 2 を乗じたものとして表される。さらに、回転曲げの場合の有効体積 V_R は、

$$V_R = 2(l_0 + l_1) \int_0^{r_0} (r/r_0)^m 2\pi r dr \\ = 2(l_0 + l_1) 2\pi r_0^2 / (m+2) \quad \dots\dots\dots (5)$$

となる。

平板試験片では、厚さを h として同様の計算をすると、静曲げの有効体積 V_s は

$$V_s = 2(l_0 + l_1) \times r_0 h / (m+1) \quad \dots\dots\dots (6)$$

両振平面曲げの有効体積 V_q は

$$V_q = 2(l_0 + l_1) \times 2r_0 h / (m+1) \quad \dots\dots\dots (7)$$

となる。これらの式で $l_0=0$ とすれば砂時計形試験片の有効体積が計算できる。なおこの場合、応力集中は小さいので無視する。

各試験片の破壊位置を試験片中心からの距離で表し頻度分布をとると、図 4 のようになる。図には $a=10$

図 4 破壊位置の頻度分布

として計算した l_0+l_1 (平行部付き) または l_1 (砂時計形) も記入したが、大略破壊位置はその範囲内に収まっている。そこで $a=10$ とし、また、常圧焼結窒化けい素のワイブル係数として、例えば田中らは $m=5.3 \sim 18$ ⁽¹²⁾、武藤らは $m=6 \sim 11$ ⁽¹³⁾ と述べているので、ここでは便宜的に $m=10$ を用いて以下検討する。表 1 には、各有効体積 V と静曲げ疲労強度に対する各々の強度比とならびに平滑試験片の強度に対する砂時計形試験片の強度比 η (強度比 ζ , η はそれぞれ有効体積比の $1/m$ 乗で求めたもの) を一括して示した。なお、式(4)は数値積分により計算した。また、この表には次節で検討する数値も併せ示した。

表中のとおり、有効体積から考えられる丸棒試験片の静曲げ疲労と回転曲げ疲労強度の違いおよび平板試験片の静曲げ疲労と両振平面曲げ疲労強度の違いは、それぞれ 19%, 7% であるが、実験値は 10^7 回相当強度でみるとそれぞれ約 30%, 20% と差があり、有効体積以外の要因も効いていることがわかる。

また、表中の η より、有効体積から求めた平滑試験

片と砂時計形試験片の強度の違いは、丸棒、平板でそれぞれ8%、3%と比較的小さく、実験値の上でも、一部差が現れたものもあるが総じて明りょうな差はないと考えられた。

3.2 負荷方法と強度の関係 試験片(i)を用いC材で実施した各種疲労試験の結果を一括して図5に示した。まず図(a)で、静曲げ疲労と回転曲げ疲労強度との間には、図2と同様明りょうな差が現れている。これらの有効体積は同じであるから、この差は応力繰返しの効果によるものと考えられる。また図(b)で、片振平面曲げと両振平面曲げとでは強度に大差がなく、今回の場合、圧縮側応力の効果は明白には現れていない。しかし、圧縮側応力が疲労強度に効果を及ぼすことも一部報告されている⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾が、その場合は初

期き裂や欠陥の状態、残留応力の発生状況などが今回の場合と異なっている可能性もある。圧縮側応力の効果の有無については、なお今後の検討に待たなければならない。次に両振平面曲げと回転曲げでも強度に大差が現れていない。表1から、両者の有効体積の差からくる強度の違いは、1割程度であるが、この程度の違いは結果に現れなかったと考えられる。このことより、静疲労強度に対する強度の低下は主として繰返し負荷の効果によるものと考えられた。

3.3 切欠と強度の関係 C材について、試験片(i),(v)および(vi)各5本の静曲げ強度 σ_s の平均値を表2に、回転曲げ疲労試験の結果を図6に示した。両切欠とも、低寿命域から高寿命域まで大略平滑試験片の関係線に平行となっている。静曲げ強度 σ_s および 10^7 回繰返し強度 σ_c について平滑試験片と切欠試験片の比を求めると、表2のようになった。三好らは、形状係数で評価すると10~20%程度のずれがあり、破壊力学による評価法を提案している⁽¹⁴⁾が、今回のずれは $K_t=3.14$ の 10^7 回繰返し強度が10数%でやや大きいほかは、5%以内で比較的形状係数に近い値を示した。セラミックスの強度のばらつきが大きいことと形状係数での評価が安全側にあることを考え

表2 切欠材の強度

Specimen	Kt	Static bending		Rotating bending fatigue	
		σ_s , MPa	ξ	σ_s , MPa	ξ
Plain	1.0	7.4	—	3.5	—
Notched A	1.72	4.2	1.8	2.1	1.7
Notched B	3.14	2.5	3.0	1.3	2.7

図5 各種疲労試験結果の比較

図6 切欠材の回転曲げ試験結果

図7 静疲労と回転曲げ疲労の破面様相

ば、今回の切欠程度では、工学的に第一近似として切欠係数は形状係数で代用しても大きな間違いはないと思われる。

3・4 破面観察 破面をSEMにて観察した結果、破壊起点に欠陥の存在するものと、明りょうな欠陥の認められないものがあった。欠陥は、空孔状でその大きさは50~100 μm 程度のものであった。欠陥の認められたものについては、いままでの各図の中の実験点にヒゲを付けて示したが、それらが必ずしも低強度、短寿命を示しているということではなく、これらの欠陥のみで強度、寿命のばらつきが説明できるとは考えられない。この辺は今後の検討課題である。また、破面には起点付近に平坦部とその周辺に凹凸の激しい部分があるが、繰返し疲労、静疲労のように負荷形式の違いにかかわらず破壊応力が高いと、平坦部は小さく周辺の凹凸度は著しい。図7には起点付近のSEM観察の結果を示す。静疲労では、破面にみられる粒は鋭く凹凸状であるが、回転曲げ疲労では、負荷の繰返しによって擦られたと思われる平坦部が認められるものがあった。

4. 結 言

常圧焼結窒化けい素の強度設計に資するために、平滑および切欠試験片について、種々の曲げ試験を実施した。得られた結果をまとめると次のようである。

(1) 両振および片振曲げ負荷を受けた時の強度は、静疲労強度より低くなる。今回の検討範囲では、有

効体積の差による効果や、負荷振幅中の圧縮応力成分の効果はあまりなく、繰返し負荷の効果が大きいと考えられた。

(2) 平行部付きと砂時計形試験片では、静疲労、繰返し曲げ疲労強度とも顕著な差は現れなかった。

(3) 切欠材では、静曲げ、回転曲げ疲労強度とも、大略形状係数にみあう強度低下が認められた。ただし、一部10数%程度ずれたものもあった。

(4) 破面には破壊応力の高低によって、平坦部、凹凸部の現れ方に違いがある。また、繰返し疲労の場合は起点付近に擦れ跡の認められるものがあった。

文 献

- (1) Wiederhorn, S. M., *J. Am. Ceram. Soc.*, 50-8 (1967), 407.
- (2) Evans, A. G., *J. Mater. Sci.*, 7 (1972), 1137.
- (3) Krohn, D. A., ほか1名, *J. Am. Ceram. Soc.*, 55-4 (1972), 208.
- (4) Chen, C. P., ほか1名, *Fract. Mech. Ceram.*, 2 (1973), 691.
- (5) Evans, A. G., ほか1名, *Met. Trans.*, 5-1 (1974), 27.
- (6) Guiu, F., *J. Mater. Sci. Letters*, 13 (1978), 1357.
- (7) 山田・ほか2名, 材料, 33-364 (昭59), 28.
- (8) 川久保・米屋, 材料, 34-387 (昭60), 1460.
- (9) 山内・ほか5名, 窯業協会誌, 94-7 (昭61), 631.
- (10) 岸本・ほか2名, 材料, 36-409 (昭62), 1122.
- (11) 伊藤・ほか3名, ファインセラミックス, 5 (昭59), 134.
- (12) 田中・境田, 材料, 34-379 (昭60), 461.
- (13) 田中・ほか2名, 材料学会第186回疲労部門委員会研究討論会資料, (昭62), 45.
- (14) 三好・ほか2名, 機論, 52-476, A (昭61), 1177.