常圧焼結窒化ケイ素の平滑材および切欠材の 1 000°Cでの静的疲労強度*

鈴木 章 彦^{*1}

Static Fatigue of Smooth and Notched Bars of Sintered Si₃N₄ under Four-Point Bending at 1 000°C

Akihiko SUZUKI

The static fatigue strength of both smooth and notched bars of sintered Si₃N₄ was investigated experimentally under four-point bending at 1 000°C. The static fatigue strength of the notched bars was greater than that of the smooth bars when they were evaluated for the maximum elastic stress value. It was shown that the static fatigue strength of the notched bars can be estimated from that of the smooth bars by the combined theories of the Weibull distribution of the strength and slow-crack-growth (SCG). But it should be noted that the results obtained by the theory are very sensitive to the material constants. The observations of fracture surfaces revealed that there is a very rough region in the fracture surface, which is thought to be formed by SCG accompanying creep deformation and crack initiations at grain boundaries, and is a characteristic feature in the static fatigue failure at high temperature.

Key Words: Engineering Ceramics, Si₃N₄, Static Fatigue, Creep, Notch Effect, Slow Crack Growth, Life Estimation

1. 緒 言

ファインセラミックスを機械・構造部材として用いるためには、その強度データを取得することが重要である。近年、これらの強度データが整備されつつあるが、実際の部品の設計の際に必要な応力集中部の強度に関するデータはまだ少ないのが現状である。特に、静的疲労強度および繰返し疲労強度など時間に関係する強度に関するデータが不足している。ここでは、常圧焼結窒化ケイ素の平滑試験片および切欠試験片を用い、1 000°Cでの四点曲げ静的疲労試験を行い、静的疲労寿命に及ぼす切欠効果について検討した結果を報告する。また、試作した変形測定装置を用いて測定した曲げクリープ変形についても簡単に述べる。

2. 静的疲労試験機

セラミックスにおいて静的疲労とは、一定の荷重のもとでセラミックス中の潜在欠陥がしだいに成長し、遂には破断に至る現象を言い、見掛け上は、金属材料におけるクリープ破断に類似している。したがって、

用いる試験機もクリープ試験機に類似したものになる。ここでは、図1に示すような重り式の静的曲げ疲労試験機を2台用いた。輻射加熱方式の電気炉により1 500°Cまでの試験が可能である。曲げ治具はSiC製で、4本のコロにより四点曲げ荷重を負荷することができる。外スパン50 mm、内スパン30 mmである。試験機ロッドから治具へはSiC球を介して圧縮荷重が伝えられる。用いた変形測定装置を図2に示す。試験片の一樣曲げモーメントを受ける部分の変形は、3本のSiC棒を用いて炉外に取り出され、測定される。

3. 試 験 片

試験片は図3に示す2種類の形状のものを用いた。試験片1は平滑試験片で平滑材の静的疲労寿命を求めるほかに、曲げクリープ曲線を求めるのに用いられた。試験片2は曲率半径 $\rho=3$ mmの半円切欠を持ち、応力集中部を持つ部材の静的疲労寿命を求める目的で用いられた。この試験片の応力集中係数は $K_t=1.40$ である。用いた材料はMgO, SrO, CeO₂を助剤として用いた常圧焼結窒化ケイ素であり、その機械的性質を表1に示す。試験片表面の仕上げは試験片1で長手方向仕上げ $R_{\max}=2.9\sim3.8$ μm 、試験片2の切欠底で長手方向仕上げ $R_{\max}=1.4\sim1.9$ μm であった。

* 平成元年7月14日 東海支部岐阜地方講演会において講演、原稿受付 平成元年1月19日。

^{*1} 正員、石川島播磨重工業(株) (〒135 東京都江東区豊洲 3-1-15)。

図1 静的疲労試験機

図2 変形測定装置

図3 試験片

4. 試験結果および考察

4.1 静的疲労寿命の分布 図4に平滑材(試験片1)および切欠材(試験片2)の静的疲労試験結果を示す。縦軸は加えた応力、横軸に静的疲労寿命を示す。応力は切欠底の弾性応力で表示し、次式で計算される。

$$\sigma = K_t \frac{M}{Z} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 M は曲げモーメント、 Z は最小断面での断面係数、 K_t は応力集中係数であり、平滑材では1.0切欠材では1.40である。図中の直線は、応力 σ と寿命 t_f が両対数グラフ上で直線関係にあるものとして最小二乗法により求めたものである。ただし、平滑材については直線のこう配が切欠材に対するものと等しいとした。これらの直線は次のように表すことができる。

$$t_f = 3.54 \times 10^{53} \sigma^{-20.5} \text{ (平滑材)} \dots\dots\dots (2)$$

$$t_f = 1.91 \times 10^{55} \sigma^{-20.5} \text{ (切欠材)} \dots\dots\dots (3)$$

(単位: s, MPa)

図より明らかなように、平滑材の寿命のバラツキは非常に大きい。切欠材のそれは比較的小さい。平滑材と

表1 材料の機械的性質

Property	Material	Sintered Silicon Nitride (Press) SN-73
Density	(g/cc)	3.20
Flexural Strength (4-Point)	(MPa)	
RT		870
800 °C		800
1000		470
1200		330
1400		110
Young's Modulus, RT	(GPa)	275
Poisson's Ratio, RT		0.27
Fracture Toughness K_{Ic}	(MN/m ^{3/2})	
RT		6.3
1200 °C		5.7
Hardness, RT	(GPa)	15.0
Knoop 300g load		
Creep Resistance	(MPa)	250
1000°C, 1000h

図4 静的疲労試験結果

切欠材の寿命のパラツキの差は、静的疲労解析に通常用いられている強度のワイブル分布と slow-crack-growth 理論 (以下 SCG 理論と略す) を組合せた理論では説明できない。この理論によると、クラックの進展則を

$$\frac{da}{dt} = AK^n \dots\dots\dots (4)$$

と表せば、寿命 t_f の分布は

$$P(t \leq t_f) = 1 - \exp \left\{ -B \sigma_N^{m'n} t_f^{m'} \right. \\ \left. \times \iiint \left(\frac{Z}{\sigma_N} \right)^{m'n} y(\sigma_R, 0) \sin \phi d\phi d\theta d\text{vol} \right\} \dots\dots\dots (5)$$

で表される⁽¹⁾。ここで、 a : クラック寸法、 t : 時間、 K : 応力拡大係数、 A, n : 材料定数、 P : 寿命 t_f までに破壊する確率、 σ_N : 公称応力、 Z : セラミックス中に仮想的に考えたクラック面に働く等価垂直応力、 σ_R : 上記クラックに働く垂直応力、 ϕ, θ : 上記クラック面の方向を表す立体角、 $y(\cdot)$: ステップ関数、 B : 定数である。また定数 m' は即時破壊強度分布のワイブル係数を m として

$$m' = \frac{m}{n-2} \dots\dots\dots (6)$$

となる。式(5)によれば、平滑材と切欠材の違いは積分の値が異なるのみで、寿命 t_f の分布は、どちらもワイブル係数 m' を持つワイブル分布となり、バラツキの程度は等しいはずであり、実験結果を説明できない。

この点についてさらに検討を行うため、破面の顕微鏡観察を行った。その結果、平滑材ではりょうの面取り加工部 (以後 C 部と略記する) の加工傷が破壊源となったケースが非常に多いことがわかった。りょう部は JIS の曲げ試験片と同様に 0.2~0.3 mm の面取り加工を施してあるが、仕上げ精度を指定しなかったため、荒く仕上げられ、これが破壊源になったものである。このような場合、初期き裂の大きさのパラツキが大きく、そのため寿命のパラツキが大きくなったものと考えられる。図5にデータを破壊源ごとに区別して示す。切欠材ではC部からの破壊が比較的少ないが、これは切欠による応力集中のため、C部の加工傷の危険度が相対的に小さくなったこと、および面取り加工の研削方向が平滑材では応力軸に対して斜めであったのに対し切欠材では平行であったためと考えられる。

図6は比較的多数のデータのある $\sigma=350$ MPa での切欠材の寿命の分布をワイブル確率紙に示したものである。それぞれのデータに対する確率 P の割り当ては対称試料累積分布ランク法⁽²⁾によった。最小二乗法

により、データをワイブル確率紙上で直線にあてはめワイブル係数 m' を求めて次の結果を得た。また、参考のため、平滑材の $\sigma=280$ MPa に対する寿命データに対しても同様な方法により、ワイブル係数 m' を求めて次の値を得た。

$$m' = 1.12 \text{ (平滑材)} \dots\dots\dots (7)$$

$$m' = 1.86 \text{ (切欠材)} \dots\dots\dots (8)$$

4.2 切欠材静的疲労寿命の推定 図4より明らかなように、切欠底の最大応力で表した静的疲労寿命は平滑材よりも切欠材のほうが大きい。これは応力集中による寿命の低下が応力集中係数 K_t より小さいことを示している。

静的疲労のメカニズムが SCG によるものであるとすると、平滑材の寿命から切欠材の寿命を、またはその逆を計算することができる。式(5)より、部材 I と部材 II の等しい破壊確率のもとでの寿命比 t_{fI}/t_{fII} は、両部材中の欠陥分布が同一の欠陥母集団に属するとした場合、

図5 静的疲労データの破壊源別の表示

図6 静的疲労寿命の分布 ($\sigma=350.1$ MPa)

$$\frac{t_{fI}}{t_{fII}} = \left\{ \frac{\int_{V_{II}} \int_0^{\pi/2} \int_0^{\pi/2} (Z_{II})^{(mn)/(n-2)} y(\sigma_R, 0) \sin \phi d\phi d\theta d \text{ vol}}{\int_{V_I} \int_0^{\pi/2} \int_0^{\pi/2} (Z_I)^{(mn)/(n-2)} y(\sigma_R, 0) \sin \phi d\phi d\theta d \text{ vol}} \right\}^{\frac{n-2}{m}} \quad \dots\dots\dots (9)$$

で表される。この式は両部材の公称応力の大きさのいかにかわらず成立する。式(9)を用いて平滑材の寿命を基に切欠材の寿命を推定した結果を図7に示す。ここで、 n の値としては式(2)および(3)より

$$n=20.5 \quad \dots\dots\dots (10)$$

を用い、ワイブル係数 m に関しては、同一ロット材のデータがないので、別ロットではあるが同一材料の大型試験片を用いて得られた値⁽³⁾

$$m=8.6 \quad \dots\dots\dots (11)$$

を用いた。推定結果は実験値よりはるかに大きな寿命を与えるが、この材料の JIS 四点曲げ試験、引張試験およびねじり試験から得られたより確からしいワイブル係数の値⁽⁴⁾

$$m=15 \sim 20 \quad \dots\dots\dots (12)$$

を用いると、実験値に近い推定結果が得られる。 $m=15$ および $m=20$ を用いた計算結果を図7に示す。この場合、推定結果は実験値に比較的良く一致し、SCG理論が適用可能と思われる。

静的疲労寿命評価に対する SCG 理論の適用可能性は、一定応力レベルでの寿命の分布からも考察できる。すなわち、式(6)に式(10)および式(12)を代入すると

$$m'=0.81 \sim 1.08 \quad \dots\dots\dots (13)$$

が得られる。これと実験値〔式(7)、(8)〕と比較すると、かなり近い値が得られていることがわかる。

上記の検討結果からだけでは、静的疲労寿命評価に対する SCG 理論の適用性について正確に論ずることはできないが、かなり有望と思われる。今後、データを増して、詳細に検討する必要がある。また、寿命予測を実際に行う場合には、正確な材料定数の値、特に m 値および n 値を求めることが大切であり、信頼性の高い材料定数決定方法についても検討しておく必要がある。

4.3 静的疲労寿命に及ぼす予熱時間の影響

図4に示すように負荷前に1000°Cで24h保持した試験片の寿命はそうでないものに比べ著しく大きくなる。これは、高温保持中に加工傷等のヒーリングが生じたためと考えられ、このような処置をセラミック部材の表面状態改善に利用できる可能性がある。

4.4 クリープ変形

平滑材を用いて得られた曲げクリープ曲線の例を図8に示す。縦軸は試験片の一樣曲げモーメントを受ける部分の表面の全ひずみを表す。応力の定義は式(1)による。図から、1000°Cにお

いてこの材料はかなり大きなクリープ変形をすることがわかる。図8は静的疲労破断せずに試験を停止した試験片に対するクリープ曲線を表しているが、金属のクリープ曲線と同様な1次クリープおよび2次クリープ曲線が現れることがわかる。早期に破断する試験片ではクリープひずみが直線的に増加して、クリープひずみがあまり大きくならないうちに破断するが、この場合のクリープ曲線は1次クリープ曲線のみからなる。また、今回の試験においては3次クリープ曲線は現れなかった。

今回の報告では検討しなかったが、静的疲労寿命予測の精度を上げるためには、クリープ変形による応力緩和も考慮する必要がある。

4.5 破面の観察

図9に破面の顕微鏡写真の例を示す。高温静的疲労破面で特徴的なものは、図9に示すような凸凹の激しいSCG破面が見られることである。これはクリープ変形による粒界割れの発生を伴いながらクラックがゆっくり成長することによって生ずるものと思われ、クリープ変形を伴わず、初期クラ

図7 寿命推定結果と実験値の比較

図8 クリープ曲線

図9 破面の様相

ックの進展によって生ずる比較的平坦なSCG破面と区別してクリープ破面と呼ぶ場合がある⁽⁵⁾。

今回の試験において見られたクリープを伴うSCGは、C部または試験部表面加工傷から発生し、SCG領域がある程度の大きさに成長後、領域境界のある一点を起点として即時破壊が生じている。SCGが内部傷から発生した例は一つのみであった。また、表面加工傷から発生する場合は、同時に多数の点から発生する場合や、発生点を特定できずある大きさの領域から発生する場合も見られた。

また破面のSEM観察により、破面がバインダの粘性流動の結果と思われるガラス状物質で覆われているのが見られた。ガラス状物質の析出は試験時間が長いほど多い。

5. ま と め

常圧焼結窒化ケイ素の平滑および切欠試験片を用い

て1000°Cでの四点曲げ静的疲労寿命の評価法について検討した。得られた主な知見は以下のとおりである。

(1) 静的疲労破壊は、表面傷その他から発生したクリープを伴うSCGによってクラックが成長し、その大きさがある限界値に達したときに生ずる。

(2) 切欠材の寿命低下は弾性応力集中係数ほど大きくなく、寿命評価はワイブル統計理論とSCG理論を組合せた理論により行うことが可能である。ただし、材料定数の値に敏感であり適用には慎重な検討を要する。

(3) この材料は、この温度でかなり大きなクリープ変形をする。したがって、寿命評価の精度向上のためには、クリープ変形による応力緩和効果も考慮する必要がある。

なお、この研究は通商産業省工業技術院の次世代産業基盤技術開発制度に基づき、ファインセラミックス技術研究組合が委託を受けた「石炭ガス化用セラミックスタービンの要素技術開発」の一環として行われたものである。

文 献

- (1) 浜中・ほか3名, 機論, 52-481, A(1986), 2187.
- (2) 下河, 材料, 30-335(1981), 829.
- (3) 昭和61年度次世代産業基盤技術委託研究開発成果説明書「石炭ガス化用セラミックスタービンの要素技術開発」(III), (1987), 21-31.
- (4) 昭和60年度次世代産業基盤技術委託研究開発成果説明書「石炭ガス化用セラミックスタービンの要素技術開発」(III), (1986), 21-5.
- (5) 樹田・ほか3名, 日本セラミックス協会学術論文集, 97-6(1989), 612-618.