

大阪大学基礎工学部 正 小 倉 敬 二, 正 三 好 良 夫, 正 西 川 出
中国電力㈱ 正 ○ 森 下 啓 司

1. はじめに

セラミックスが高温用機械材料として注目され、高温下における強度を把握することの必要性が強く求められている。しかしセラミックスの高温強度データは金属材料のそれと較べて極めて少ないのが現状である。この理由として1000℃以上の高温試験環境を実現することが容易でないこと、正確な材料特性を得るための精度の高い試験片チャッキングが難しいことなどの問題点が挙げられる。

本研究ではこれらの問題点を解決すべくセラミックス試験片用の加熱方法と安定した負荷方法を検討することにより、セラミックス用高温疲労試験機を試作することとした。試作した試験機を用いて二三の試験条件の下でアルミナセラミックスの高温疲労強度を調べるとともに、破面観察やX線解析により高温下セラミックスの破壊様相をも検討することとした。

2. 試験方法

2.1 共振型疲労試験機 本試験ではセラミックスに安定した負荷を加えることができる方法として、田中・山本ら¹⁾により基本装置の開発がなされている空気圧を利用した共振式曲げ負荷形式を採用した。特に本研究では高温試験を目指しているため負荷部に工夫を施した。試作した試験機の主要部模式図をFig. 1 に示

す。試験機の負荷を司る部分は加振力源である空気圧生成部、間欠パルスを作成するためのロータリーバルブをドライブする回転部、ロータリーバルブからの間欠パルスを受けて試験片に加振力を伝える強制力伝達部（共振部）の三つから構成されている。

まず圧力開閉型コンプレッサーで発生させた高压空気の圧力を2つの圧力調整弁により安定させ、これをロータリーバルブに導き、空気流のパルスを生成させる。このロータリーバルブは一回転あたり8パルスの空気流を噴射するが、これを回転させるために高精度ACサーボモータを使用することにより、パルス空気流の周波数を微調整できるようにしている。このロータリーバルブより噴出されたパルス空気流を噴出口の上方に配置した駆動板で受け止めることにより駆動力を得る。この駆動板は回転質量の中心軸を延長した部分に取り付けた。この駆動力により試験片・慣性質量からなるバネ・質量系を共振させる。Fig. 1 に示す回転質量と試験片で構成される系における共振運動方程式は次式で与えられる。

$$I d^2 \theta / dt^2 = -k \theta \quad (1)$$

ここで θ は円板の回転角、 k は試験片のばね定数、 I は円板の慣性モーメントである。このときの共振周波数は試験片の長さを l 、幅を b 、厚さを t 、弾性係数を E 、慣性円板の直径を D 、厚さを h 、比重量を ρ とすると次のようになる。

$$f = 1/D^2 \sqrt{4t^3 b E / (3\pi^2 I h \rho)} \quad (2)$$

この式を用いて慣性質量と試験片の形状を決定した。本研究では94Lx10Wx1Tの短冊試験片に対して直径32mm、厚さ20mmの慣性円板と直径45mm、厚さ20mmの慣性円板を作成することにより、100Hzと55Hzの共振周波数を得た。

疲労試験を行う前にまず慣性質量と試験片からなる振動系が設計した周波数で共振し、十分な変位振幅が得られるかどうかを調べることにした。圧力調整弁の空気圧を0.7kg/cm²の一定、すなわち加振力を一定とした条件の下で、パルス空気流の周波数を変化させながら試験片中央部のたわみ量を計測した。Fig. 2 に2種類の慣性円板を用いた場合の試験片中央の最大たわみ量と周波数の関係を示す。図より両振動系はともにその共振周波数付近で約0.9mmの変位振幅を示した。

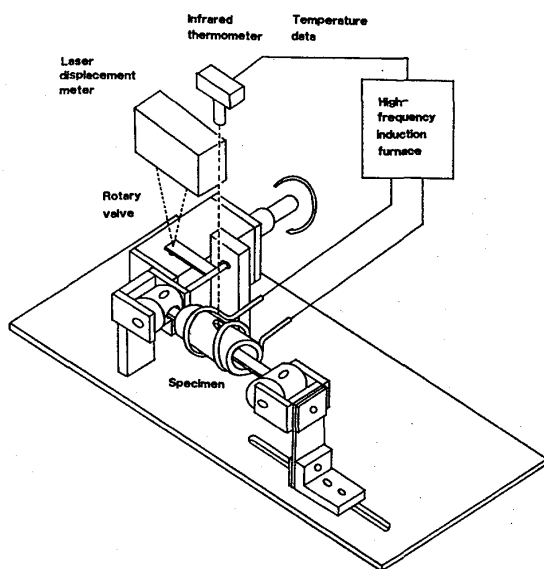


Fig. 1 Resonant-type plane-bending fatigue testing machine

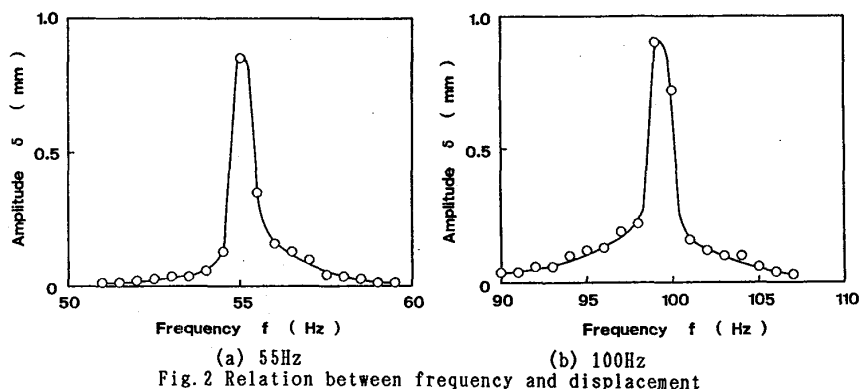


Fig. 2 Relation between frequency and displacement

また55Hz共振系では試験周波数が1Hzずれると試験片中央の振幅が0.2mmに減衰し、100Hz共振系では試験周波数が2Hzずれるとやはり振幅が0.2mmまで減衰することがわかった。このことから本試験機は共振先鋭度が高く、また共振の利用により比較的小さな加振力であっても大きな変位振幅が得られることが確認できた。

2.2 供試材および試験方法 本実験ではアルミナセラミックスとしてファインセラミックスセンター製のリファセラムと(株)日本セラテックのA9551を用いた。リファセラムの純度は99.7%であり、A9551の純度は99.5%である。それぞれの材料の室温における機械的性質に加え、1200℃の曲げ強さをまとめてTable 1に示す。

本実験で使用した試験片は前述のとおり94Lx10Wx1Tの短冊型試験片であり、粒度#170のダイヤモンドカッティング砥石で切り出し、粒度#400のダイヤモンド砥石を用いて長手方向に研削加工を行った。

高温における疲労試験を実現するために高周波誘導加熱を用いた。しかし本研究で使用するアルミナセラミックスは電氣的伝導性が極めて悪いので、誘導加熱装置により直接加熱することは困難である。そこで試験片と高周波コイルの間に導体リングを配置し、これを加熱することにより、間接的に試験片を加熱する間接加熱手法を採用した。本研究では比抵抗が $10^{-5} \Omega \text{ cm}$ と低く、かつ融点が3000℃である憐旭硝子製のホウ化物系セラミックスであるセラボレックスを使用することにした。

試験片の温度は加熱用リングに設けた温度測定用の観察窓を通して放射温度計(TR-630(ミノルタ))により

Table 1 Mechanical properties of ceramics used in this study

Material	Referceram	A9551
Tensile strength [GPa]	—	245
Bending strength (20℃)	347	480
(1000℃)	—	192
Young's modulus [GPa]	378	384
Density [g/cm ³]	3.92	3.9
Poisson's ratio	0.236	0.24
Hardness [Hv]	1590	1800

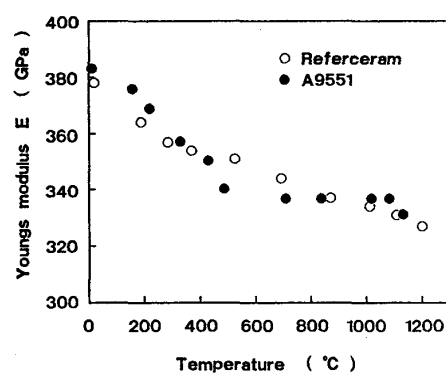


Fig. 3 Temperature dependence in Young's modulus

計測した。この測定結果を高周波加熱装置にフィードバックすることにより温度制御を行った。試験片に発生する曲げ応力はレーザ変位計で計測した試験片のたわみ量を用いて算出した。

3. 実験結果ならびに考察

3.1 セラミックスのヤング率 共振式の負荷形態においては応力計算時にヤング率を用いるので、まずこの値の正確な評価が必要となる。一般にヤング率の計測は極めて困難であるが、共振試験ではその共振周波数からヤング率の評価を容易に行うことができる。ヤング率Eは(2)式を変形することにより次式で得られる。

$$E = 3\pi^2 l h \rho D^4 f^2 / 4 t^3 b \quad (3)$$

この式を用いて各種温度下におけるリファセラムとA9551のヤング率を調べた。得られたヤング率をまとめてFig. 3に示す。図からわかるようにリファセラムとA9551のヤング率は温度の上昇とともに低下する。すなわちリファセラムの常温下におけるヤング率は378GPaであるのに対して、1000℃の高温では334GPaとなっていた。またA9551アルミナセラミックスの場合には常温下で383GPaであるのに対して、1000℃下では337GPaとなり、両材料の場合ともヤング率は1000℃の高温下では約12%低下することがわかった。

3.2 疲労試験結果ならびに考察 まず基本的データとなる常温下ならびに1000℃の高温下において両材料の疲労試験を行った。繰返し周波数は55Hzと100Hzである。リファセラムならびにA9551について得られた結果をそれぞれFig. 4, Fig. 5に示す。図よりある程度のばらつきはあるものの、リファセラム・A9551の両材料において金属材料と同様のS-N関係が得られた。破断繰返し数は周波数に依存しており、55Hzの周波数条件のものが100Hzに比べ低応力、短寿命側で破壊した。特に疲労限に関しては両試験片とも約30%低下した。このような疲労寿命の周波数依存は金属の場合にもよく観察されるが、セラミックスの高温においても、変形速度が遅い場合、まず塑性変形が生じ、その塑性

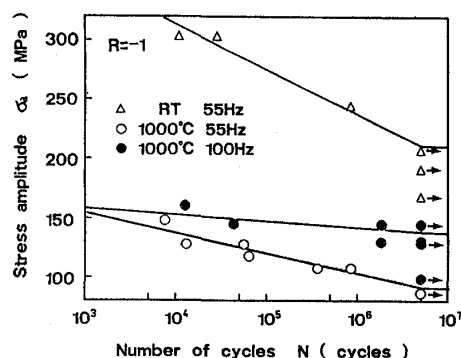


Fig. 4 Fatigue strength in Referceram at room and 1000°C

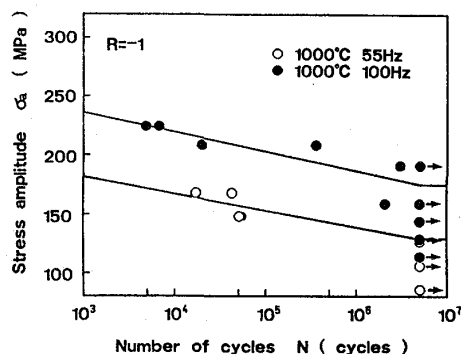
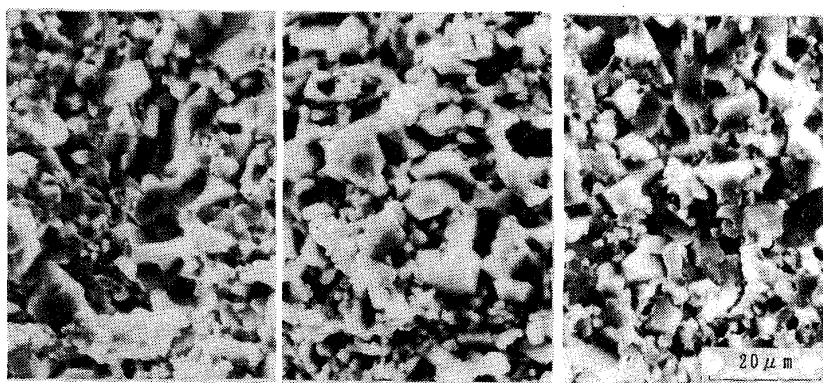


Fig. 5 Fatigue strength in A9551 at 1000°C



(a) Referceram, f=55Hz (b) Referceram, f=100Hz (c) A9551, f=100Hz
Fig. 6 SEM photograph of fracture surface (T=1000°C)

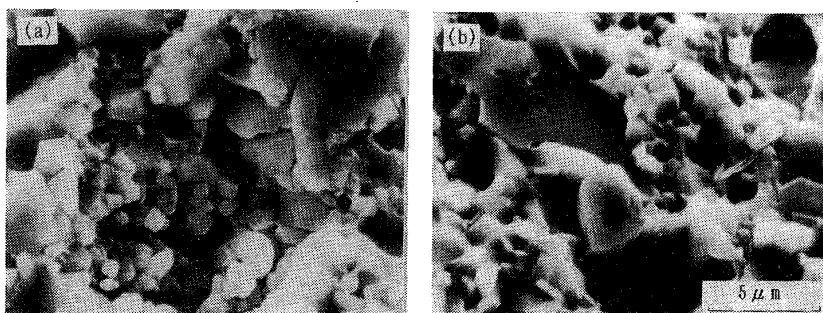


Fig. 7 Detail observation of fracture surface (Referceram, 55Hz, 1000°C)

変形の蓄積が十分行われるのに対して、変形速度が速い場合には高負荷応力であっても塑性変形の蓄積が少ないため、相対的に寿命が伸びたものと考えられる。しかし前報で報告した 20kHz の引張圧縮疲労の結果^[1]と比較すると、必ずしも疲労強度が上昇しているわけではなかった。セラミックスにおける疲労強度の周波数依存性が全般な結論と言えるかどうかはより各種の周波数下でのデータを調べる必要がある。

3.3 破面観察 疲労試験より得られたセラミックス疲労破面について SEM 観察を行った。リファセラムの 55Hz と 100Hz の両周波数で得られた破面の SEM 写真をそれぞれ Fig. 6(a), Fig. 6(b) に、また A9551 について得られた破面写真を Fig. 6(c) に示した。図よりいずれの破面においても全体的に粒界破壊が観察され、周波数や材料による破面様相の顕著な違いは認められなかった。一般に粒界破壊は、粒界に不純物や気孔が存在し、強度が弱いときに起こるとされているが、高温では特に構成粒子に比べ粒界の不純物相の塑性変形や軟化が起こりやすくなっていることが考えられる。このため本結果では粒界破壊が支配的になったものと考えられる。

55Hz 下で得られたリファセラム試験片についてさらに詳細に観察した。Fig. 7 に高倍率で得られた破面写真を示す。破壊形態は Fig. 7(a) より観察されるように粗大粒では粒内割れが多く、また Fig. 7(b) で観察され

るように小さな結晶粒の集まった結晶粒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が疲労強度のばらつきを大きくする一因となっているものと考えられる。また今回の破面観察からは疲労き裂成長の明確な痕跡を見出すことはできなかった。

3.4 X線フラクトグラフィ SEM による破面観察に加えて、さらに詳細に解析するために X 線破面解析を行った。リファセラムと A9551 のそれぞれの試験片において疲労破面上の残留応力を計測した結果、両破面においてそれぞれ 38MPa, 101MPa の引張り残留応力が計測された。破面上に引張の残留応力が計測された理由は、き裂先端における塑性域内では材料が荷重方向に引伸ばされると同時にき裂進展方向に縮むため、き裂が進行する時破面上の応力が開放され、同時に周囲の弾性域のスプリングバックにより、き裂進行方向に引張られるため塑性域内に引張応力が残留するものと考えられる。以上の X 線フラクトグラフィの結果から A9551 の方がより大きな塑性変形を伴っており、リファセラムの方はぜい性的様相を呈していることが確認された。

4. 結言 略

試験機試作に際し立命館大学田中道七教授、山元 茂助教授の御助言を頂いた。また実験遂行には阪大学生木田勝之君の協力を得た。記して謝意を表します。

[1] 田中・山本・岡部・中山, 材料, 39, 438, p. 318, (1990).

[2] 小倉・三好・西川ら, 機講論 No. 910-17, p. 1, (1991).