

破壊力学的疲労試験法による窒化ケイ素セラミックスの 疲労き裂伝ば特性の研究

下山 仁一*・後藤 徹*・菊川 眞**
金本 豊和**・遠藤 克聡****

A study on Fatigue Crack Propagation Behavior of Silicon Nitride Ceramics Using a Fracture Mechanics Fatigue Test

Toshikazu Shimoyama, Toru Goto, Makoto Kikukawa,
Toyokazu Kanemoto and Katutoshi Endo

Fatigue crack propagation tests of silicon nitride ceramics were conducted under constant K_{\max} and constant stress ratio R using double eccentric pulsating compressive loading at room temperature. The crack propagation rate da/dN could be expressed as a function of $K_{\max}^{\alpha} \cdot \Delta K^{(1-\alpha)}$. However, scatter due to bridging friction was observed in the diagram of da/dN versus $K_{\max}^{\alpha} \cdot \Delta K^{(1-\alpha)}$.

The plotting of da/dN against ΔK_{eff} reduced the influence of bridging friction on the expression of crack propagation. Also, the plotting revealed that the crack propagation under high K_{\max} is caused by static fatigue and the propagation under lower K_{\max} is by pure fatigue.

From these observation, it is suggested that ΔK_{eff} defined as the range of stress intensity factor during crack opening is close to the range of stress intensity factor at crack tip K_{tip} .

Key Words: Fatigue crack propagation, Silicon nitride ceramics, Constant K_{\max} test, Constant R test, K_{\max} , ΔK , ΔK_{eff} , Bridging friction

1. 緒言

セラミック材料は過酷環境における機械構造用材料として期待され、その実用化のために疲労強度特性に関する研究がこれまで数多くなされてきた^(1,2)。特に、室温における疲労き裂伝ばに関して得られてきた知見⁽²⁾をまとめてみると次のようである。

- (1) 破壊力学的なパラメータによる整理が有効である。
- (2) 荷重繰返し中の最大応力拡大係数 K_{\max} が大きい試験領域では、静疲労でき裂が伝ばし K_{\max} 支配の時間依存型である。
- (3) K_{\max} が大きくない試験領域では繰返し数依存型である。
- (4) しかしながら、き裂面上にできる架橋がき裂先端を保護する形でブリッジングフリクションを発生させる。そのために、荷重範囲、き裂長さおよび形状係数で定義される一般的な応力拡大係数範囲 ΔK を用

* 機械工学科教授 ** 前機械工学科教授 *** 帝国電機製作所(株)(〒679-4395 兵庫県揖保郡新宮町平野60番地)
**** 機械工学専攻大学院生

いてき裂伝ば速度の整理をすることは困難である。 ΔK のかわりに、架橋の応力遮へい効果を考慮した真のき裂先端応力拡大係数 K_{ip} による整理が有効であると思われる。

筆者の一人ら^(3,4)は、これまで、セラミックスなどのぜい性材料でもき裂を安定成長させる負荷方式として二重偏心圧縮方式を用い、荷重－き裂開口変位ヒステリシスを計測し、これからき裂長さ、き裂開閉口挙動、ブリッジングフリクションなどき裂伝ばに関する情報を抽出できる推定線形コンプライアンス法をセラミックスの疲労き裂伝ば試験法として開発してきた。本試験法の特徴の一つとして、比較的長いき裂（約50mm まで）における挙動を観察のできることがあげられる。

本研究では、上記の試験方法を用い、ガス圧焼結窒化ケイ素セラミックスを供試材にして、室温大気中雰囲気において、 K_{max} を一定にして応力比 R を上昇・下降させる試験および R 一定条件下で K_{max} を増減させる試験を行って疲労き裂伝ば挙動を観察した。以下にその結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材料及び試験片形状

本実験で使用した供試材料は、日本特殊陶業製のガス圧焼結窒化ケイ素セラミックス(EC-141 日本材料学会疲労分科会により配布された共通試料)である。表 1 に供試材料の機械的性質を示す。本実験で使用した試験片の形状・寸法を図 1 に示す。試験片中央下端にシェブロンノッチを設け初期き裂が安定して発生するようにした。また、中央両面に長方形形状のガイドグループを設け、疲労き裂が上方に極力真直に伝ばするようにした。なお、試験片に生ぜしめうる有効な最大き裂の長さは約 50mm である。

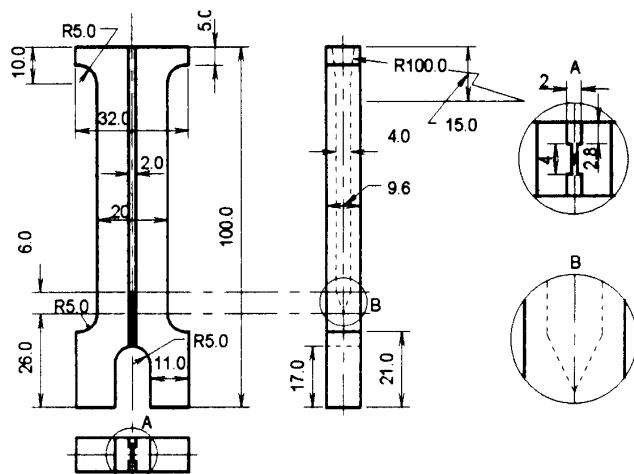


Fig.1 Shape and dimensions of specimen

Table 1 Mechanical properties of material tested

Density (Mg/m ³)	3.2
Fracture toughness* (MPa√m)	6.0
Hardness (HV30) (GPa)	14.7
Flexural strength (4 points bending) (MPa)	981
Young's modulus (GPa)	320
Poisson's ratio	0.27

* By single edge precracked beam method

2.2 負荷方式

採用した二重偏心圧縮負荷方式の原理図を図2に示す。幅 W 、厚さ B の直方体試験片を、下端中央に設けたシェブロンノッチを挟み中立軸から e だけ外側に偏心させた間隔 l の2点と上端中央の計三点で負荷 P にて圧縮し、シェブロンノッチから上方へ中心線に沿い発生し伝ばするき裂を開口させるものである。同図の右に示すように、本方法では、有効なき裂長さ内で、応力拡大係数 K_I はき裂長さ a にかかわらず一定になる。

応力拡大係数 K_I は、 I を中心線の片側の断面二次モーメント、 ν をポアソン比とすると次式で与えられる。

$$K_I = \frac{l}{\sqrt{l - \nu^2}} \cdot \frac{M}{I \cdot B} \quad \dots \dots \dots (1)$$

ただし、
$$M = \frac{P}{2}e, e = \frac{2l-W}{4}, I = \frac{1}{12} \left(\frac{W}{2} \right)^3$$

実際には、試験片の両面に図 1 に示すように設置した幅 w 、深さ t の長方形形状のガイドグループがあり、その影響を差し引いた正味厚さを B_n 、溝を差し引いた中心線の片側の断面二次モーメントを I_n 、これによる中立軸の外側への移動を s として、これらの補正をすると K_I は次式 (2) となる⁽⁴⁾。

$$K_I = \sqrt{\frac{3}{2(1-\nu^2)}} \cdot \frac{2l-W-4s}{W} \cdot \sqrt{\frac{I}{I_n}} \cdot \sqrt{\frac{B}{B_n}} \cdot \sqrt{W} \cdot \sigma_c = C \cdot \sqrt{\frac{3}{2(1-\nu^2)}} \cdot \frac{2l-W}{W} \cdot \sqrt{\frac{B}{B_n}} \cdot \sqrt{W} \cdot \sigma_c \dots \dots \dots (2)$$

$$\sigma_c = \frac{P}{W \cdot B}, C = \sqrt{\frac{I}{I_n}} \cdot \left(1 - \frac{s}{e} \right), e = \frac{2l-W}{4}, I = \frac{1}{12} \cdot B \cdot \left(\frac{W}{2} \right)^3$$

試験装置の主要部を図 3 に示すが、負荷は圧縮のみで、二組の円筒と平面との転がりの線接触を用いて偏心や摩擦の影響を除外している。

また、試験片下部の両側に測定腕を固定し、さらにその先端 に伸び計を取り付けて試験片下端両側の相対角変位 θ を取り出した。動的 P の範囲 ΔP に対する角変位の範囲 $\Delta \theta$ の動的コンプライアンスを λ とすると、き裂長さ a は P に対し K_I が一定となる試験領域では次式(3)のごとく λ の一次式となり、 λ をき裂長さの適当な二点で較正すればき裂長さが求められる。

$$a = \frac{E \cdot I_n}{e} (\lambda - \lambda_0), \quad \lambda = \frac{\Delta \theta}{\Delta P} \dots \dots \dots (3)$$

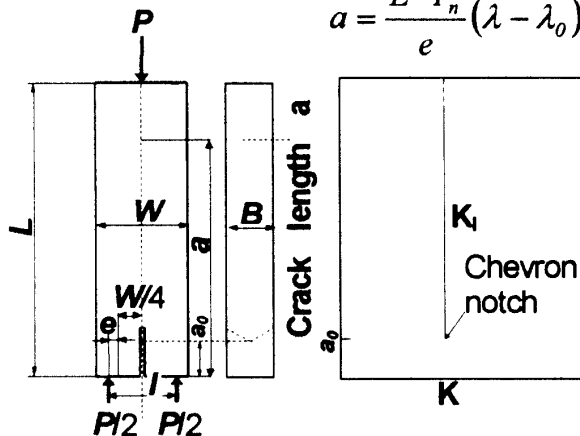


Fig.2 Double eccentric compression and the change in K -value with crack growth

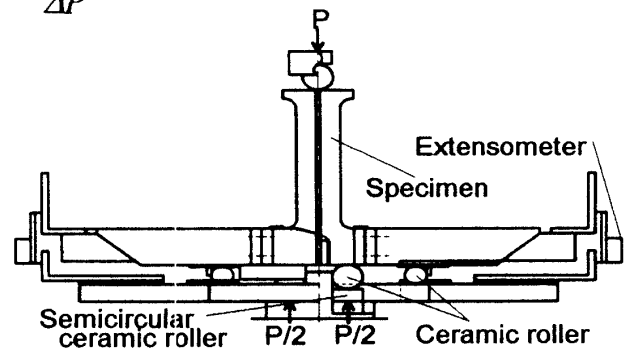


Fig.3 Main parts of testing apparatus

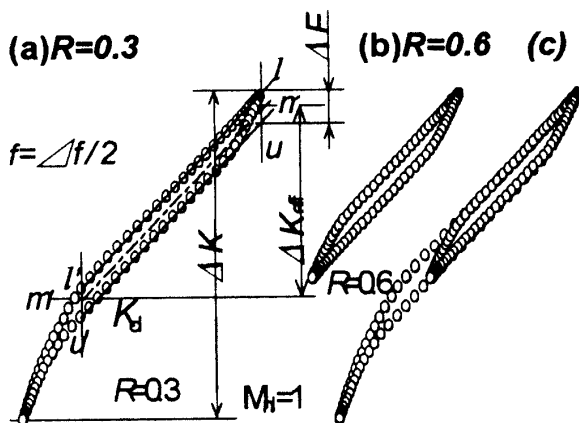


Fig.4 Examples of hysteresis loops of Si_3N_4 ceramics ($K_{\max}=5.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)

2.3 推定線形（擬弾性）コンプライアンス法

き裂伝ば時の荷重-変形ヒステリシスは、金属の場合には、変形軸方向に認められ、塑性ひずみにより生じている。一方、ガス圧焼結窒化ケイ素セラミックスの荷重-開口変位ヒステリシスの例を図 4(a) に示すが、き裂開口する範囲では負荷及び除荷初期で湾曲しその後直線部分が認められた⁽⁴⁾。

直線部分は、 $K_{\max}=5.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ として、応力比 R を同図(a)に示す 0.3 から(b)の 0.6 へ急変した時にも荷重振幅がある限界以上であれば(c)のように重なった。すなわち、この部分では摩擦力がほぼ定常になっていると

考えられる。このように、この非線形はブリッジングフリクションによる固体摩擦的なもので、荷重軸方向に表われる。

そこで、図 4(a)に示すように、その負荷及び除荷直線部の延長線 $l-l'$, $u-u'$ の垂直間隔(正負摩擦力の差)の半分 $F=\Delta F/2$ を最大荷重 P_{max} で除し、 F/P_{max} をブリッジングフリクション f と定義した。そして両者の中間線 $m-m'$ を摩擦力のない場合の推定(擬)弾性線として、その傾きの逆数をコンプライアンス λ とした。また、ヒステリシスが除荷直線部から下方へ湾曲して離れる点をき裂閉口点 K_{cl} とし、き裂が開いている間の応力拡大係数範囲を ΔK_{eff} とした。なお、1つのヒステリシスは繰返し 100 回のヒステリシスを平均して求めたものを用いた。

2.4 試験、計測システム

図 3 に示した試験計測治具の上下端に、インストロン社製の電気油圧サーボ式疲労試験機で応力比が正の動的圧縮負荷 P を加え、試験片下端の両側の測定腕の上下の変位を伸び計で測り、相対角変位 θ を得た。計測システムの詳細については、別報^(3,4)しているので、ここでは省略する。

2.5 試験条件

室温・大気中で負荷周波数を 5.12Hz 一定にし、表 2 に示す Test 1~6の六つの試験を行った。

Table 2 Test conditions

	Test piece No.	K_{max} (MPa \sqrt{m})	Stress ratio R
Test 1	1	4.67	0.1→0.6→0.1
Test 2	1	5.16	0.1→0.6→0.1
Test 3	1	5.50	0.1→0.6→0.3
Test 4	2	5.14→4.52	0.1
Test 5	2	5.05	0.1→0.6→0.1
Test 6	3	5.18→4.68	0.1

Test 1,2,3,5 は最大応力拡大係数 K_{max} 一定 R 漸減・漸増き裂伝ば試験(以降、 K_{max} 一定試験と呼ぶ)、Test 4と6は K_{max} 漸減・漸増 R 一定き裂伝ば試験(以降、 R 一定試験と呼ぶ)である。試験には 3 本の試験片を用いたが、同一試験片での試験順序は表 2 に示す通りである。

3. 試験結果

3.1 K_{max} 一定き裂伝ば試験

K_{max} 一定試験結果の一例として、表 2 の Test 5 の場合を図 5 に示す。同図は、横軸に繰返し数 N

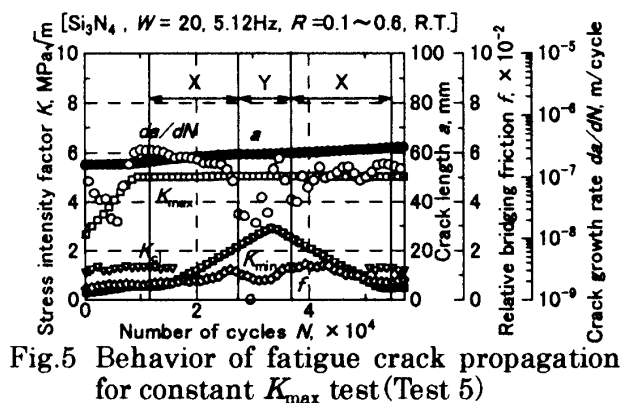


Fig.5 Behavior of fatigue crack propagation for constant K_{max} test (Test 5)

をとり、縦軸にき裂長さ a ,き裂伝播速度 da/dN , 各応力拡大係数 K_{max} , K_{min} (最小応力拡大係数, $K_{min}=R \cdot K_{max}$), K_{cl} 及びブリッジングフリクション f を一括して示している。試験では、 R を一定にして K_{max} を所定の値まで増加し、き裂伝ば速度がほぼ安定したと判断すると所定の試験を開始した。図 5 で示される XYX の領域が試験範囲であるが、 R が大きい Y 領域では、き裂伝ば速度は大きくばらついた。これは、採取された

ヒステリシスの幅が小さくなり、測定されるコンプライアンスの信頼性がなくなったためであると判断された。そこで、 Y 領域の伝ば速度は以後の検討で省略することにした。また、Test 3では、試験後半にき裂長

さが有効範囲を超えたので、 R 漸減試験の 0.3 までしかデータは得られなかった。

採用した K_{max} は $4.67 \sim 5.50 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の範囲である。なお、表 1 に示したが、本材の破壊靱性値は $6.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ であった。

3.2 R 一定き裂伝ば試験

R 一定試験結果の一例として、表 2 の Test 4 の場合を図 6 に示す。同図は、図 5 と同様の表示をし

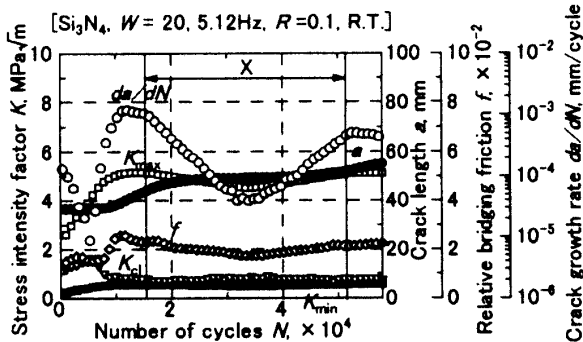


Fig.6 Behavior of fatigue crack propagation for constant stress ratio test (Test 4)

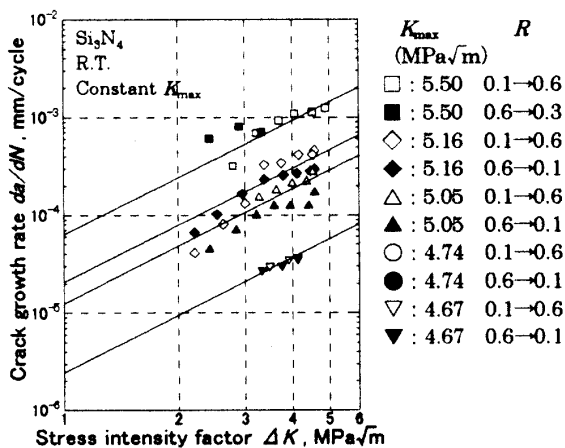


Fig.7 da/dN versus ΔK for constant K_{max} tests

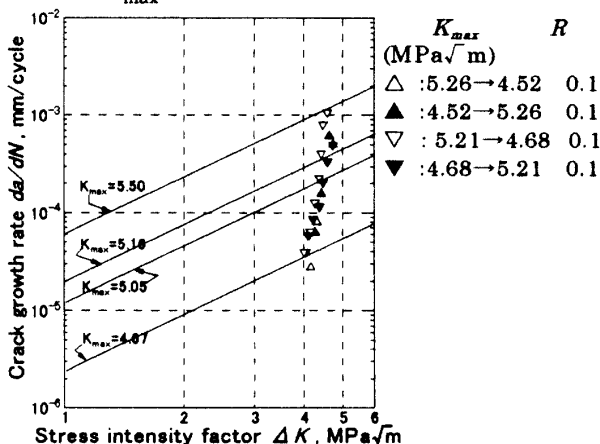


Fig.8 da/dN versus ΔK for constant R tests

R 一定試験では、 K_{max} 一定試験とは異なり、 ΔK と K_{max} が同時に変化するので $da/dN - \Delta K$ 曲線の傾きは K_{max} 一定試験のそれらと比較して大きくなっている。本図からもき裂伝播速度 da/dN は ΔK と K_{max} に依存して表示されるようである。これら結果から、伝ば速度 da/dN を ΔK と K_{max} で表示すること

ている。この場合の試験範囲を X として図中に示したが、図 5 で認められたようなき裂伝ば速度の大きくばらつく領域は存在しなかった。

なお、採用した K_{max} の範囲は K_{max} 一定試験の K_{max} 範囲内にほぼ収めた。

3.3 き裂伝播速度 da/dN と K_{max} 及び ΔK の関係

図 7 に、 K_{max} 一定き裂伝ば試験の結果を、き裂伝ば速度 da/dN を応力拡大係数範囲 ΔK に対して両対数線図上にプロットして示す。一連の試験では、前半は R が増加 (ΔK が減少) する過程であり白抜き印で、後半は R が減少 (ΔK が増加) する過程であり黒印で示されている。なお、3.1 に述べたが、両域の中間で伝ば速度が小さくなり速度のばらついた Y 領域のデータは省略されている。

図 7 で、各 K_{max} の試験についてみると、前半と後半の過程で $da/dN - \Delta K$ の関係は合致しない傾向が強

い。しかしながら、図中に示したように、全過程の平均線を直線で表わし左右に延長してみると、各直線から、 da/dN は ΔK の増加に伴い上昇する傾向があること、その直線の傾きはほぼ等しくその図中の位置は K_{max} が高いほど高くなることが認められた。即ち、 da/dN は ΔK と K_{max} に依存して表示されるようであった。

次に、図 7 の、 K_{max} 一定試験結果の表示直線を残して、 R 一定試験結果をオーバープロットした。それを図 8 に示す。白抜きの点は試験の前半を、黒印は後半を

を試みたところ、小山ら⁽⁶⁾が提案した等価応力拡大係数範囲 $K_{max}^\alpha \cdot \Delta K^{(1-\alpha)}$ を用いた次式(4)が得られた。

$$da/dN = 1.069 \times 10^{-16} \dots \dots (4)$$

$$\cdot \{K_{max}^\alpha \cdot \Delta K^{(1-\alpha)}\}^{17.703}$$

ただし, $\alpha = 0.90$

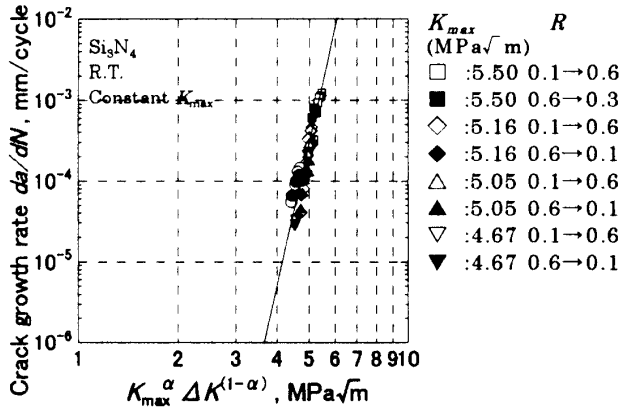


Fig.9 da/dN versus $K_{max}^\alpha \cdot \Delta K^{(1-\alpha)}$

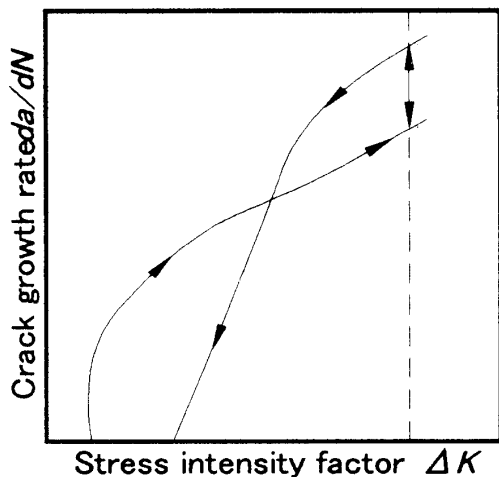


Fig.10 Illustration of da/dN — ΔK relation in a test

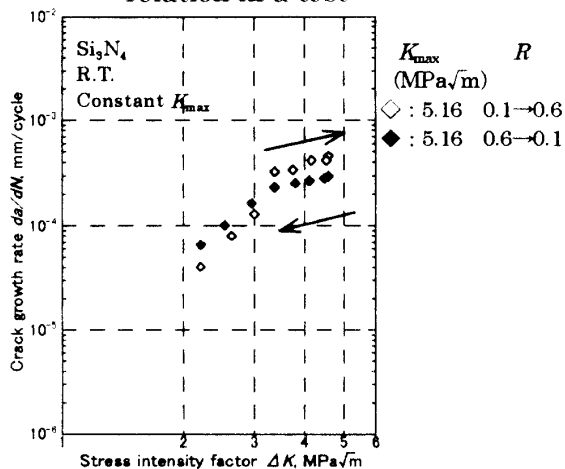


Fig.11 da/dN versus ΔK for constant K_{max} test of Test6

K_{tip} を求めることは困難であり、武藤ら⁽⁶⁾は実験的にはき裂開口端変位で求めることを提案している。

筆者らは、実験においてき裂開口変位を測定しているので、特にき裂開口が確認される領域の応力拡大

図9に da/dN を式(4)で整理した結果を示すが、 K_{max} 一定試験のき裂伝ば速度が式(4)でほぼ表示されることが認められよう。

4 検討

4.1 試験行路の影響とブリッジングフリクション

図 7 に認められるように、 K_{max} 一定試験の前半と後半の過程で da/dN — ΔK の関係は合致しない場合が多かった。その関係をモデル的に図示してみると図 10に示すようで、後半の da/dN は応力比 R の反転減少で前半の同じ ΔK でのそれよりも高い値になるが、やがて交差して逆に低い位置で ΔK の上昇とともに増加した。一例として Test 6 のみの da/dN — ΔK 線図を図 11 に示す。

その原因を調査するため、測定されたブリッジングフリクション f の試験中の変化を図 12 に示す。同図から、 f は前半(R 増加)で増加し、後半(R 減少)で減少すること、また相対的に前半よりも後半で値が高く差のあることが認められる。

文献⁽²⁾によれば、 f はき裂先端に働く有効な応力拡大係数を減少させる効果を持つとされている。すると、図 12 に示す f は相対的に試験前半よりも試験後半で値が高いことと、図 11 に示す試験後半の da/dN の低いことは傾向として合致する。しかし、 f が相対的に前半より後半の値が大きい原因はハッキリしておらず、さらに検討が必要である。

上記の検討から、本実験においても f の影響を取り除いたき裂先端の真の応力拡大係数 K_{tip} で da/dN を整理すれば試験行路の差が無くなることが期待される。

大係数範囲、すなわち ΔK_{eff} で実験結果を再整理してみた。結果を図 13 に示すが、試験行程による差はいぜんとして認められるものの、図 11 に比較すると小さくなっている。

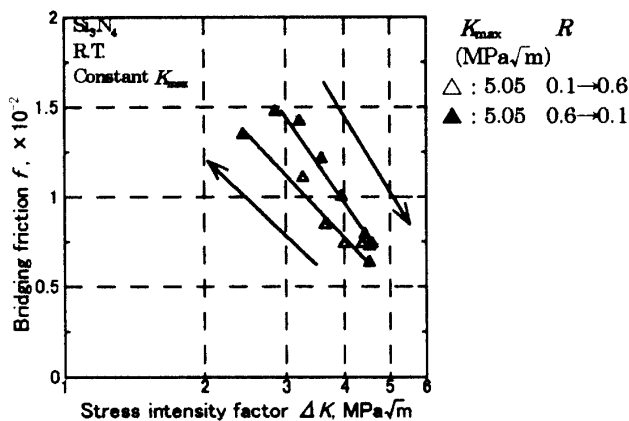


Fig.12 Bridging friction f versus ΔK for constant K_{max} test of Test 5

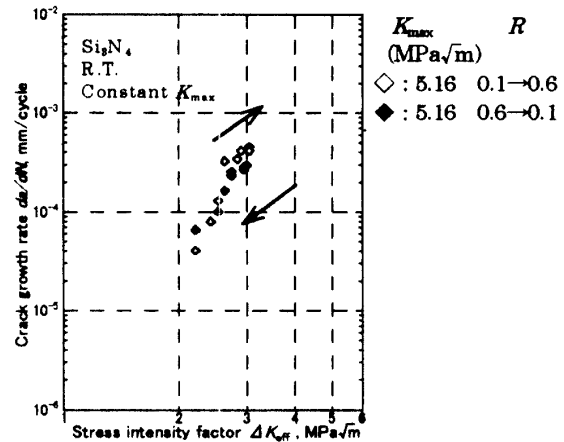


Fig.13 da/dN versus ΔK_{eff} for constant K_{max}

4.2 き裂伝播速度 da/dN の ΔK_{eff} による整理

そこで K_{max} 一定試験の全結果を da/dN - ΔK_{eff} 線図で整理しなおし図 14 に示す。

da/dN - ΔK 関係の線図を式化すると図 9 の様に整理できるが、図 14 では、プロット点は K_{max} が 5.50MPa√m の場合と 5.16MPa√m 以下の場合の二つの群に分かれる傾向が認められた。

すなわち、5.50MPa√m の場合、 da/dN - ΔK_{eff} 線図の傾きは比較的小さい (ΔK_{eff} に対する依存性が小さい) のに対して、5.16MPa√m 以下の群での傾きは大きく、また試験データにおける K_{max} の差が認め難くなっている。すなわち、 K_{max} が 5.50MPa√m の場合は応力繰返しの影響が小さく静疲労に近い領域(破壊靱性値は 6.0 MPa√m)にあり、一方 K_{max} が小さい領域ではき裂先端の応力拡大係数の繰返しのみに依存する純粋な疲労によってき裂が伝ばすることを示唆しているようである。これらは、緒言で述べた文献に認められる知見と合致している。

図 15 に、 R 一定試験の結果を K_{max} 一定試験の結果にオーバーラップして示す。プロット点は K_{max} 一定試験の 5.16MPa√m 以下の群に近い位置に存在しており、 da/dN - ΔK_{eff} 線図による整理が有効であることが認められる。

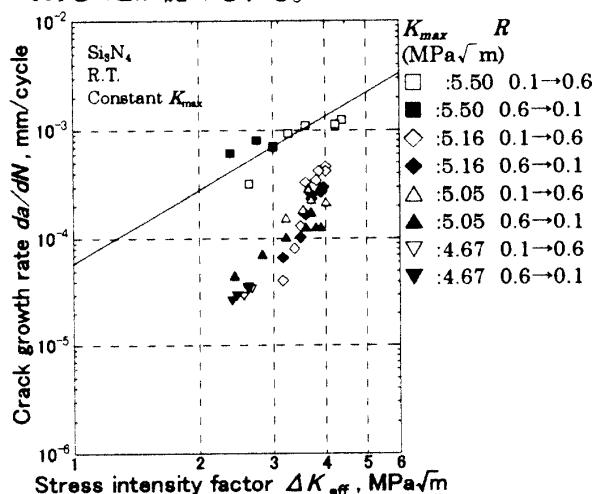


Fig.14 da/dN versus ΔK_{eff} for constant K_{max} tests

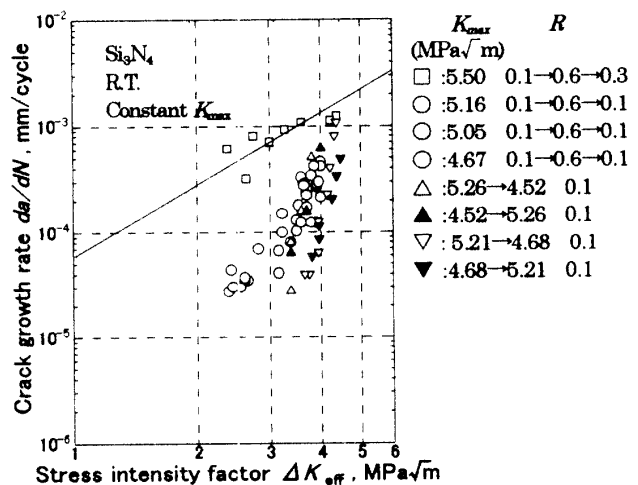


Fig.15 da/dN versus ΔK_{eff} for constant R tests with constant K_{max} tests

以上から、き裂伝播速度 da/dN を ΔK_{eff} で整理することにより、比較的明瞭に疲労き裂伝ばには異なる二つの領域があることを示し得た。また、ブリッジングフリクションの影響を取り除いたき裂先端の真の応力拡大係数 K_{tip} で da/dN を整理すれば応力履歴の影響を受けない材料固有の伝ば特性⁽⁶⁾が得られる可能性のあることが指摘できた。

しかしながら、 K_{tip} の正確な予測は極めて困難でありその使用は実用的ではなく、 ΔK と K_{max} をパラメータとする式(4)のような推定式を用いてき裂伝播速度 da/dN を推定するのが実用的であると考えられる。これには、さらに範囲を広げた実験の充足が必要である。

5. 結言

ガス圧焼結窒化ケイ素セラミックスを供試材にして、室温大気中雰囲気において、最大応力拡大係数 K_{max} を一定にして応力比 R を上昇・下降させる試験、および R 一定条件下で K_{max} を増減させる試験を行った。得られた結果をまとめると次の通りである。

(1) き裂伝播速度 da/dN は応力拡大係数範囲 ΔK 、 K_{max} および応力履歴に依存することが認められた。

(2) K_{max} 一定および R 一定条件下で行った実験から得たき裂伝播速度 da/dN は、ばらつきはあるが、等価応力拡大係数範囲 $K_{max}^\alpha \cdot \Delta K^{(1-\alpha)}$ をパラメータに用いた文中、式(4)でほぼ表示することができた。

(3) K_{max} 一定試験で da/dN — ΔK の関係に試験行路差が認められた。また、ブリッジングフリクション f にも行路差が認められ、その影響が少なく有効なき裂先端の応力拡大係数範囲に近いと考えられる ΔK_{eff} を用いると差は少なくなった。

(4) da/dN — ΔK_{eff} 線図でき裂伝播速度 da/dN は、 K_{max} に強く依存し ΔK_{eff} には依存することの少ない K_{max} が大きい領域と、 ΔK_{eff} のみに依存する K_{max} の小さい領域に分離された。前者は静疲労に近い領域であり、後者は純粋な疲労に近い領域と考えられる。

(5) ΔK_{eff} によるき裂伝ばの整理は ΔK に比較すると有効であるが、実用的ではなく、き裂伝ば予測では等価応力拡大係数範囲 $K_{max}^\alpha \cdot \Delta K^{(1-\alpha)}$ をパラメータに用いるなどの方法が不可欠と考えられるが、これには一層の実験データの充足が必要である。

文献

- (1) 講座として、星出敏彦、材料、43-490, (1994), 902-90(Ⅱ)
- (2) 講座として岸本秀弘、材料、43-491, (1994)1016-1022
- (3) Kikukawa, M. Sakaida, A. and Suzuki, Y., Cyclic Fatigue in Ceramics, Current Japanese Materials Research Series, vol.14, p.59, (1995), 59-82, Elsevier science publishers
- (4) 菊川真、下山仁一、佐藤謙士、鳥本和孝、材料、46-10, (1997)1189-1196
- (5) 小山敦弘、菅田淳、植松美彦、城野政弘、材料、46, 1409 (1997)
- (6) 例えば、宮下幸雄、武藤睦治、高橋学、植松啓三、機械学会論文集、62-601, A(1996), 1985-1992

(平成11年12月6日受理)