

窒化けい素における一定および 非定常変動振幅荷重下の疲労き裂進展挙動†

菅田 淳* 植松 美彦* 小山 敦弘**
益田 吉彦*** 城野 政弘*

Fatigue Crack Growth Behavior of Silicon Nitride under Constant and Non-Stationary Variable Amplitude Loadings

by

Atsushi SUGETA*, Yoshihiko UEMATSU*, Atsuhiko KOYAMA**,
Yoshihiko MASUDA*** and Masahiro JONO*

In order to investigate the effect of load variation on the cyclic fatigue crack growth behavior of gas-pressure-sintered silicon nitride, fatigue crack growth tests under constant amplitude loading, multiple peak overloading, Lo-Hi and Hi-Lo two-step loadings were carried out using compact type (CT) specimens. Crack length and macroscopic crack closure were measured using the unloading elastic compliance method. Grain interlocking was observed around crack wake in all fatigue test specimens by SEM. Fatigue crack growth rate, da/dn , under constant amplitude loading was controlled by not only maximum stress intensity factor, K_{max} , but also load amplitude. Crack opening stress intensity factor, K_{op} , decreased as load amplitude increased, as was concerned with breaking of grain interlocking. Overload caused the acceleration of fatigue crack growth rate, which was in contrast to the retardation observed in metallic materials. The acceleration was due to the breaking of grain interlocking by overload. The crack growth rate recovered as crack grew in a relatively short distance after overload, because grain interlocking in crack wake was reconstructed during crack growth.

Key words: Fatigue crack growth, Crack closure behavior, Gas-pressure-sintered silicon nitride, Unloading elastic compliance method, Variable amplitude loadings

1 緒 言

今日の科学技術の進歩にともない材料の使用環境や使用条件が苛酷となり、従来の金属材料では実現できないような特性が要求されるようになってきている。それらの要求に対応するべくセラミックスなどの新しい材料が注目され、セラミックスの機械構造用材料への適用が期待されている。しかし、機械構造物では静荷重以外になんらかの繰返し荷重を受けるため、長期信頼性確保の観点から繰返し荷重に対する疲労強度の把握が必要である。そのため一定振幅荷重下のき裂進展挙動について多くの研究^{1)~4)}がなされてきており、セラミックスには繰返し疲労を生じる材料と生じない材料があることが判明している。⁵⁾また、繰返し疲労を生じる材料では、静荷重下に比べて繰返し荷重下のき裂進展速度は高速となり、その程度に応力比の依存性があることなどが報告されている。²⁾しかしながら、実機に作用する実働荷重は必ずしも荷重振幅が一定とはならず、荷重振幅や平均荷重が不規則に変化する場合がほとんどである。そこで、構造用部材の設計やその健全性を評価する場合には、変動荷重下のき裂進展挙動を明らかにしておく必要がある。しかし、セ

ラミックスの変動荷重下のき裂進展挙動についての研究^{6),7)}はほとんどなされていない。

そこで本研究では、構造用材料として広く実用化されている窒化けい素を用いて、一定振幅荷重試験に加え、非定常変動荷重試験として過大荷重試験および低-高、高-低 2 段変動荷重試験を行い、疲労き裂進展挙動に及ぼす荷重変動の影響およびき裂開閉口挙動について検討を行った。

2 供試材料および試験方法

供試材料は、日本材料学会疲労部門委員会セラミックス強度分科会の共通試料である(株)日本特殊陶業製のガス圧焼結窒化けい素 (EC-141) である。主な機械的性質のカタログ値を Table I に示すが、本材の化学成分および焼結条件は公表されていない。試験には、き裂のスター

Table I. Mechanical properties of material.

Bending strength (MPa)	Fracture toughness (MPam ^{1/2})	Young's modulus (GPa)	Vickers hardness	Density (Mg/m ³)
900	6.0	320	1460	3.23

† 原稿受理 平成 8 年 11 月 22 日 Received Nov. 22, 1996

* 正会員 大阪大学工学研究科機械システム工学専攻 〒565 吹田市山田丘, Dept. of Mech. Eng. and syst., Osaka Univ., Yamadaoka, Suita, 565

** 学生会員 大阪大学大学院 〒565 吹田市山田丘, Graduate Student, Osaka Univ., Yamadaoka, Suita, 565

*** コマツ 〒540 大阪市中央区南新町, Komatsu Ltd., Chuou-ku, Osaka, 540

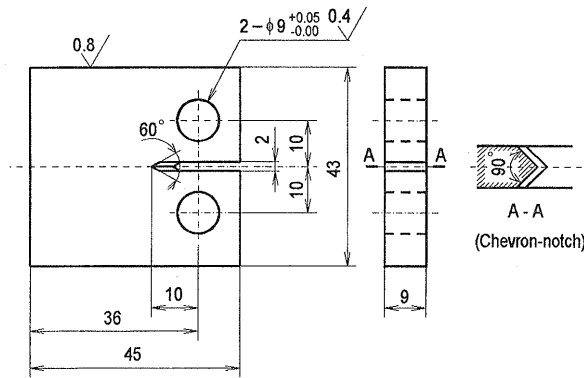


Fig. 1. Specimen configuration and dimensions (mm).

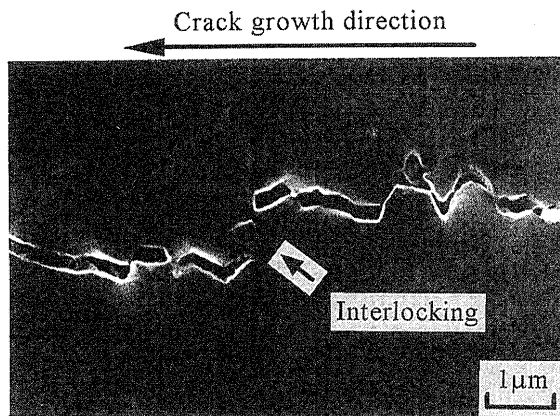


Fig. 2. SEM photograph of interlocking.

タノッチとしてシェブロンノッチを導入した Fig. 1 に示す CT 試験片を用い, き裂長さおよび開口点の測定は, 背面ひずみゲージによる除荷弾性コンプライアンス法⁸⁾によって行った. 疲労試験は容量 1960N の小型電気-油圧サーボ試験機に一定環境槽を具備し, 温度 $25 \pm 1^\circ\text{C}$, 相対湿度 $60 \pm 5\%$ 環境下にて行った. 一定振幅荷重試験は, 応力比 R が 0.1, 0.3, 0.5 の 3 種類の応力比一定試験を行うとともに, K_{max} ($= 4.8 \text{ MPam}^{1/2}$) 値を一定とし, R 値を漸減させる試験を行った. 非定常変動荷重試験としては, 過大荷重試験および低-高, 高-低 2 段変動荷重試験を行った. 過大荷重試験では, 応力比 $R = 0.1$, 過大荷重比 $\Delta P_H / \Delta P_L = 1.13$, 過大荷重の繰返し数を 10 とした. 低-高, 高-低 2 段変動荷重試験は, 低レベルでの応力比 $R_L = 0.1$, 低, 高レベルでの K 値をそれぞれ $K_{Lmax} = 4.65 \text{ MPam}^{1/2}$, $K_{Hmax} = 5.20 \text{ MPam}^{1/2}$ とし, まず K_{Lmax} 値一定でき裂を進展させた後 K_{Hmax} に上昇させ, き裂が 2mm 程度進展した後再び K_{Lmax} に低下させることによって行った. また, すべての試験において繰返し速度は $f = 1.6 \text{ Hz}$ である.

3 試験結果および考察

3.1 一定振幅荷重試験

一般に繰返し疲労を生じるセラミックスでは, き裂が結晶粒界を進展することにより, 結晶粒がき裂上下面でインターロッキングし, いわゆるき裂遮へい (シールディング) 効果が働くことが報告されている.⁹⁾したがって,

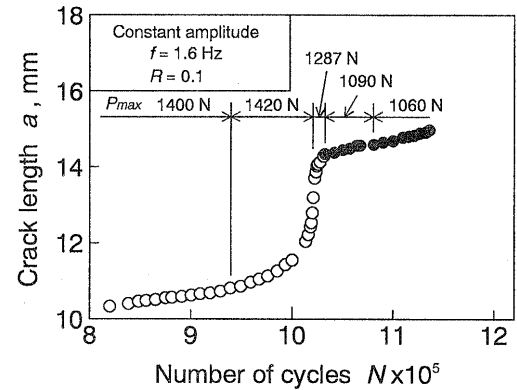


Fig. 3. Fatigue crack growth curve.

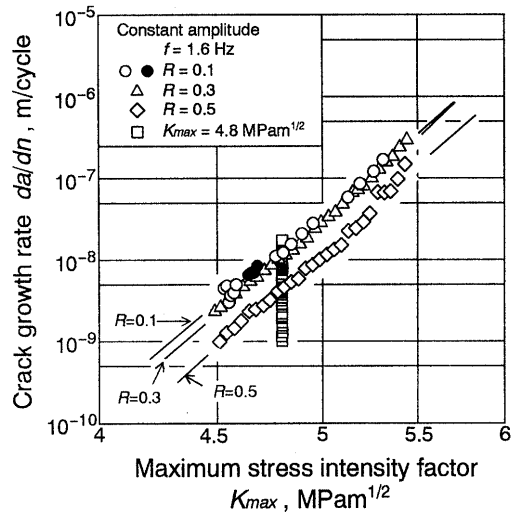
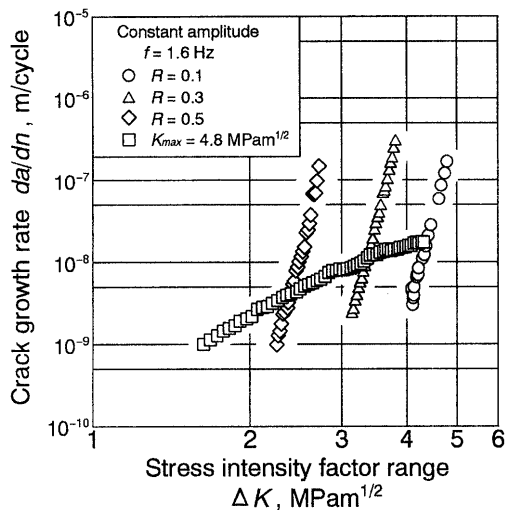
き裂先端における真の応力拡大係数 K_{tip} は, シールディング効果による遮へい応力拡大係数 K_s を考慮して次式で表される.¹⁰⁾

$$K_{tip} = K_{max} - K_s \quad (1)$$

ここで繰返し荷重が作用されると, き裂ウェイクのインターロッキング部では, 荷重軸方向にすべりが生じ, インターロッキングを起こしている結晶粒は徐々に摩耗, 破壊されシールディング効果が低下する. したがって, K_{max} 値が一定であっても K_{tip} が増加し, 静疲労による時間依存型のき裂進展を促進するというモデル¹¹⁾が提案されている. 本材においても Fig. 2 に示すように, き裂ウェイク部において結晶粒によるインターロッキングの存在が確認されている.

Fig. 3 にき裂進展曲線を示すが, $R = 0.1$ の一定振幅荷重試験では, 同一試験片で所定の K 値に達した後に荷重レベルを減少させ, 再び低い K 値レベルから一定振幅荷重試験を行うことにより, き裂長さがき裂進展挙動に影響を及ぼすかどうかを調べた. 数レベルの荷重で試験を行っているが, き裂長さが約 14.2mm で最大荷重 P_{max} を 1287N から 1090N へと最も大きく減少させている. いずれの荷重条件下においても, ほぼなめらかな下に凸のき裂進展曲線が得られた. Fig. 4 にき裂進展速度 da/dn と最大応力拡大係数 K_{max} の関係を示す. $R = 0.1$ の一定振幅荷重試験結果において, $P_{max} = 1060\text{N}$ で行ったデータを黒丸印で示すが, 白丸印で示す他のデータとの間に差は認められず, き裂進展速度に及ぼすき裂長さの影響は認められない.

Fig. 4 には他の応力比一定試験における $da/dn-K_{max}$ 関係をも示しているが, いずれの応力比においてもほぼ直線となり, その傾き m は, $R = 0.1, 0.3, 0.5$ のそれぞれで 23.1, 24.6, 25.1 と金属材料に比べて非常に大きな値となっている. また, 応力比が小さいほど進展速度は高速となっており, セラミックスのき裂進展速度の応力比依存性に関する従来の報告²⁾と一致している. K_{max} 値一定 R 漸減試験結果を图中白四角印で示すが, き裂進展速度は一定ではなく応力比依存性が見られ, 同試験結果からも da/dn は K_{max} によって一義的には決定されないことがわかる. da/dn と応力拡大係数範囲 ΔK の関係を Fig. 5

Fig. 4. Relationship between da/dn and K_{max} .Fig. 5. Relationship between da/dn and ΔK .

に示す。 K_{max} 値一定 R 漸減試験において、応力比の減少すなわち ΔK の増加にともなうき裂進展速度が上昇している。また、 R 一定試験における応力比依存性は、 $da/dn-K_{max}$ 関係に比べ $da/dn-\Delta K$ 関係のほうが顕著であり、き裂進展速度は K_{max} に強く支配されていることがわかる。

応力比 $R=0.1$ 一定試験における荷重-引算変位ヒステリシスの計測例を Fig. 6 に示す。ヒステリシスには明確な折れ曲がり認められ、セラミックスにおいてもき裂開閉口現象が起こっていることがわかる。また、図中 A で示す点を除荷弾性線が折れ曲がり始める点としてき裂開閉口点とした。 Fig. 7 に巨視的に測定されたき裂開閉口応力拡大係数 K_{op} と ΔK の関係を示す。 R 一定試験では応力比が小さいほど K_{op} は低くなっており、 K_{max} 値一定 R 漸減試験においても、応力比の減少すなわち ΔK の増加にともなう K_{op} は低下している。このような巨視的な開閉口点の低下は、応力振幅の増加にともなう、き裂上下面のインターロッキング部にかかる破面間のすり合わせによる摩擦力が大きくなり、インターロッキング部の破砕

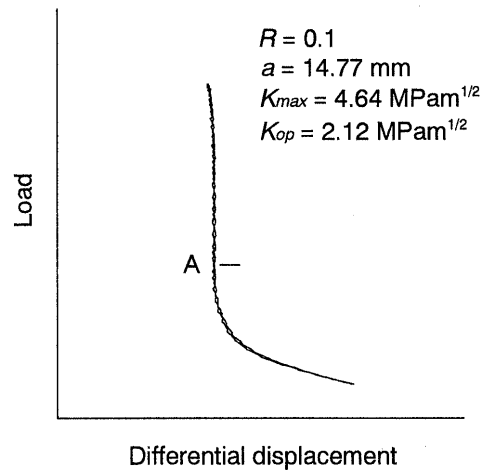
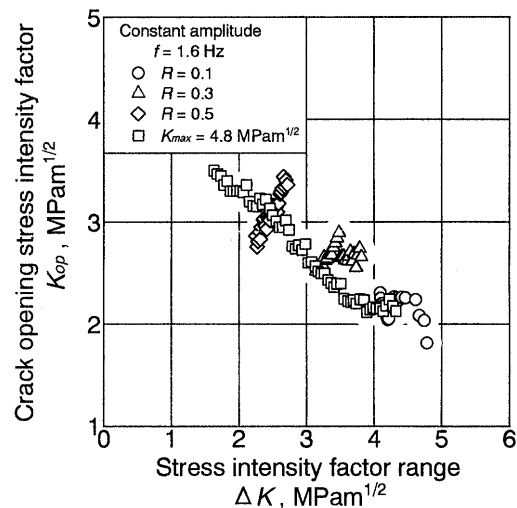


Fig. 6. Example of load-differential displacement hysteresis.

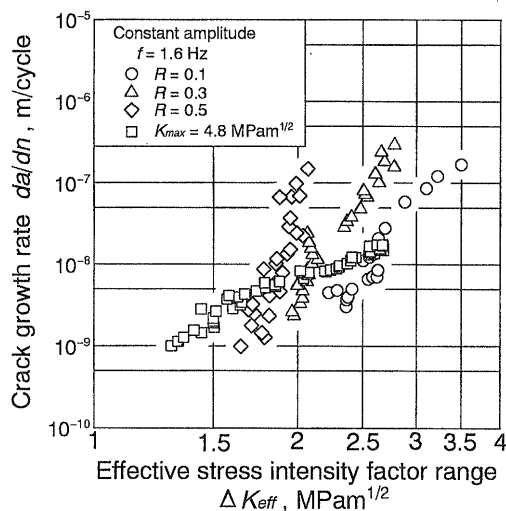
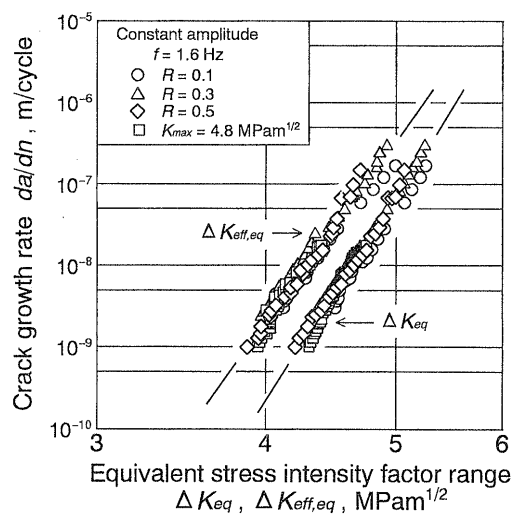
Fig. 7. Relationship between K_{op} and ΔK .

が促進されたことを示しているものと考えられる。したがって、前述のようにき裂進展が K_{max} に強く支配されているにもかかわらず、 Fig. 5 で示した K_{max} 値一定 R 漸減試験において、応力振幅の増加にともなうき裂進展速度の上昇が生じたものと考えられる。巨視的に測定されたき裂開閉口挙動を考慮した有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} により、き裂進展速度を整理したものを Fig. 8 に示すが、ばらつきが大きく従来の金属材料とは異なって ΔK_{eff} のみで応力比が異なる場合のき裂進展速度を決定できない。

北條らは FRP のき裂進展速度の評価のために等価応力拡大係数範囲 ΔK_{eq} を提案している¹²⁾が、同パラメータはセラミックス材料にも適用されている。¹³⁾ ΔK_{eq} は、き裂進展速度の K_{max} 依存性と ΔK 依存性の両者を考慮し、同一き裂進展速度に対しては、唯一に定まるように定義されたものであり、次式で表される。

$$\Delta K_{eq} = K_{max}^{\gamma} \Delta K^{(1-\gamma)} \quad (2)$$

そこで本研究では、 K_{max} と ΔK_{eff} の両者の依存性を考

Fig. 8. Relationship between da/dn and ΔK_{eff} .Fig. 9. Relationship between da/dn and ΔK_{eq} , $\Delta K_{eff,eq}$

慮した等価有効応力拡大係数範囲 $\Delta K_{eff,eq}$ による整理¹³⁾も試みた。ここで、 $\Delta K_{eff,eq}$ は次式で定義される。

$$\Delta K_{eff,eq} = K_{max} \gamma' \Delta K_{eff}^{(1-\gamma')} \quad (3)$$

ΔK_{eq} および $\Delta K_{eff,eq}$ によってき裂進展速度を整理したものを Fig. 9 に示す。図中の回帰された直線において、 $\gamma = 0.9$ 、 $\gamma' = 0.85$ であり、き裂進展速度に及ぼす影響は K_{max} が支配的ではあるが、 ΔK および ΔK_{eff} の影響を無視することはできないことがわかる。また、 $\gamma > \gamma'$ となっていることより、き裂進展速度の応力振幅依存性の評価には $\Delta K_{eff,eq}$ のほうが有効であると思われる。

Fig. 10, 11 に、それぞれ代表的な疲労破面および静的破面の SEM 写真を示す。疲労および静的破壊ともに粒界破壊が支配的であり、静的破面では柱状の結晶が抜け落ちた跡が明瞭に認められる。しかし、疲労破面においては、結晶粒の摩耗した様子が観察された。これは、繰返し荷重が負荷されたことにより、き裂上下面の破面間のすり合わせによって、インターロッキング部が摩耗したとする考察と一致している。なお、き裂進展速度域に

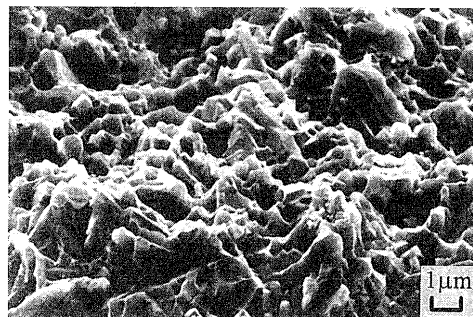


Fig. 10. SEM photograph of fatigue fracture surface.

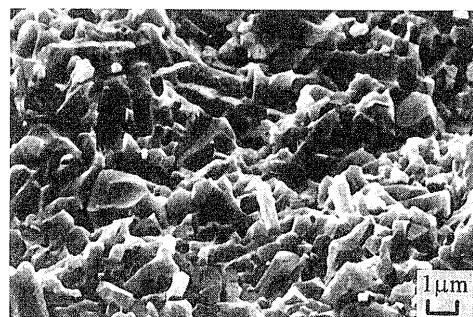


Fig. 11. SEM photograph of static fracture surface.

よる破面様相の相違は認められず、一定振幅荷重試験および後述する非定常変動荷重試験における破面様相の相違も認められなかった。

3・2 非定常変動荷重試験

3・2・1 過大荷重試験 Fig. 12 に過大荷重負荷前後のき裂進展速度をそれぞれ黒丸、白丸印で示す。図中の直線は、一定振幅荷重試験における $da/dn-K_{max}$ 関係である。過大荷重負荷直後、低レベル荷重の一定振幅荷重試験の結果に比べ、き裂進展速度は約 2 倍に加速され、その後のき裂進展とともに徐々に低下し、き裂が 50 μm 程度進展した後に定常なき裂進展速度への回復が認められた。

Fig. 13 に K_{op} と K_{max} の関係を示す。過大荷重負荷前後の値をそれぞれ黒丸、白丸印で示すが、 K_{op} は過大荷重負荷後、過大荷重負荷前に比べ一旦低下した後に上昇している。このように過大荷重は低レベル荷重での巨視的なき裂開口点を低下させる。これは過大荷重が負荷されることにより、それ以前の低レベル荷重で形成されたインターロッキング部の破碎が促進され、インターロッキングによるシールディング効果が小さくなるためであり、その結果き裂進展速度の加速が生じたものと考えられる。また、加速現象が認められる領域は過大荷重負荷後約 50 μm となっており、低レベル荷重下における比較的短いき裂進展でき裂先端近傍にインターロッキングが再形成され、 K_{op} は過大荷重負荷前の定常状態に回復したと考えられる。したがって、き裂開口挙動に影響を及ぼす過大荷重の範囲は、き裂先端のごく近傍におけるき裂ウェイクに限られることが予想される。なお、き裂進展速度の ΔK_{eff} による整理を試みたが、 da/dn と

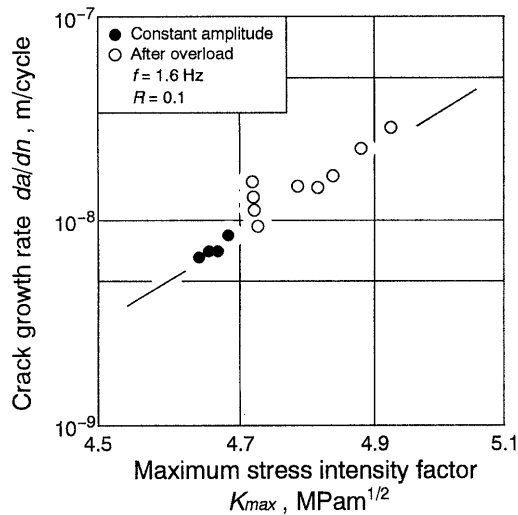


Fig. 12. Fatigue crack growth behavior under multiple peak overloading.

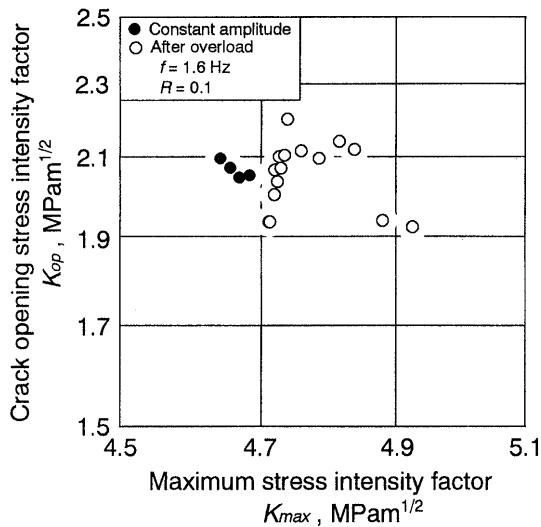


Fig. 13. Variation of K_{op} under multiple peak overloading.

ΔK_{eff} の間に良い対応関係は見られず、一定振幅荷重試験と同様に、巨視的なき裂開閉挙動を考慮するのみでは過大荷重の影響を評価できない。過大荷重試験については、 $\Delta K_{eff,eq}$ による整理も行ったが、 da/dn と $\Delta K_{eff,eq}$ の間にも良い対応関係は見られなかった。

一般に金属材料では、過大荷重はき裂進展速度の遅延を生じさせることが知られている。¹⁴⁾しかし窒化けい素においては、従来の金属材料とは異なり、き裂進展速度の加速が引き起こされることが判明した。したがって、窒化けい素を機械構造用部材に用いる場合、過大荷重負荷は危険側に作用するため、窒化けい素の工業的実用化のためには変動荷重下のき裂進展挙動の定量的評価が非常に重要であると考えられる。

3・2・2 低-高、高-低 2 段変動荷重試験 低-高、高-低 2 段変動荷重下のき裂進展速度をき裂長さに対してプロットしたものを Fig. 14 に示す。図中の一点鎖線

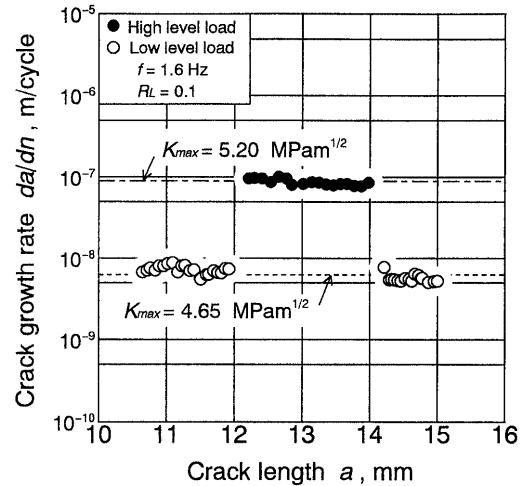


Fig. 14. Fatigue crack growth behavior under Lo-Hi and Hi-Lo two-step loadings.

および破線は、それぞれ高、低レベル荷重と等しい K_{max} 値の一定振幅荷重下におけるき裂進展速度を示している。低レベル荷重から高レベル荷重への K_{max} 値上昇直後におけるき裂進展速度は、一定振幅荷重下のき裂進展速度とほぼ同じ速度となっており、過渡的な現象は認められなかった。一方、高-低 2 段変動荷重試験においては、 K_{max} 値減少後に若干高いき裂進展速度を示しているが、直ちに低レベル荷重における定常状態へと移行している。本試験においても過大荷重試験と同様に、高レベル荷重によってインターロッキングが破砕されていることが考えられ、荷重変動直後のき裂進展速度は高速となることが予測される。過大荷重試験では約 $50 \mu\text{m}$ のき裂進展でき裂先端近傍にインターロッキングが再形成されて、定常状態へと回復しており、本試験では荷重変動後き裂が約 $200 \mu\text{m}$ 進展してから測定を開始したため、荷重変動による過渡的な現象が顕著に認められなかったと考えられる。

4 結 言

ガス圧焼結窒化けい素を供試材料に用い、一定振幅荷重および非常変動荷重試験を行い、疲労き裂進展挙動に及ぼす荷重変動の影響について調べた。以下に得られた結果の要約を示す。

(1) 一定振幅荷重下のき裂進展速度は、 K_{max} により一義的に決定されるのではなく応力振幅の影響を受け、き裂進展速度は応力比の減少すなわち応力振幅の増加にともない加速される。

(2) 背面ひずみゲージによる除荷弾性コンプライアンス法により測定された巨視的な K_{op} は、応力振幅の増加にともなって減少する。これは、応力振幅が増加することにより、き裂上下面のインターロッキング部にかかる破面間のすり合わせによる摩擦力が大きくなり、インターロッキング部の破砕が促進されたことを示唆している。しかし、従来の金属材料とは異なり、巨視的なき裂開閉挙動を考慮した ΔK_{eff} のみでき裂進展速度は決定されない。

(3) 疲労および静的破壊ともに粒界破壊が支配的であり, 静的破面では柱状の結晶の抜け落ちた跡が観察された。疲労破面においては, き裂上下面の破面間すり合わせによって, インターロッキング部が摩耗, 破壊された結晶粒が観察された。

(4) 過大荷重が負荷されることにより, その後のき裂進展速度は加速する。これは過大荷重負荷により, それ以前の低レベル荷重下で形成されたインターロッキングの破碎が促進され, き裂先端のシールド効果小さくなるためである。過大荷重負荷後の比較的短いき裂進展によりインターロッキングは再形成され, 進展速度は回復する。また一定振幅荷重試験と同様に, da/dn は ΔK_{eff} のみで評価することはできない。

参 考 文 献

- 1) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 材料, **36**, 1122 (1987).
- 2) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 朝倉幹男, 材料, **39**, 1570 (1990).
- 3) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 富田明広, 材料, **41**, 1805 (1992).
- 4) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 村澤哲也, 材料, **42**, 976 (1993).
- 5) H. Kishimoto, JSME Intern. J., Series I, **34**, 393 (1991).
- 6) R. H. Dauskardt, D. B. Marshall and R. O. Ritchie, J. Am. Ceram. Soc., **73**, 893 (1990).
- 7) R. H. Dauskardt, M. R. James, J. R. Porter and R. O. Ritchie, J. Am. Ceram. Soc., **75**, 759 (1992).
- 8) 菊川 真, 城野政弘, 田中健一, 高谷 勝, 材料, **25**, 899 (1976).
- 9) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 山中洋一, 材料, **41**, 495 (1992).
- 10) R. O. Ritchie, Mater. Sci. and Eng., **A103**, 15 (1988).
- 11) G. Grathwohl, Mat.-wiss. u. Werkstofftech., **19**, 113 (1988).
- 12) M. Hojo, K. Tanaka, C. G. Gustafson and R. Hayashi, Compos. Sci. Technol., **29**, 273 (1987).
- 13) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 藤井康義, 材料, **38**, 1212 (1989).
- 14) 例えば, 日本材料学会編, “疲労設計便覧”, p.225 (1995) 養賢堂.