ショートバー試験片を用いた常圧焼結窒化ケイ素の R 曲線の測定

岡田 明・広崎尚登・的場和夫

(日産自動車(株) 中央研究所材料研究所)

Crack Growth Resistance Curve for a Short Bar Specimen of Sintered Silicon Nitride

Akira OKADA, Naoto HIROSAKI and Kazuo MATOBA

(Materials Research Laboratory, Central Engineering Laboratories, Nissan Motor Co., Ltd.)
(1, Natsushima-cho, Yokosuka-shi 237)

The R-curve evaluation was discussed for "Fractometer", and was applied to the short bar specimens of sintered silicon nitride. The values of K_R were increased slowly with crack extension. The K_R value of crack extension less than about 2 mm could not be determined, because of the "pop in" phenomenon prior to the initiation of the stable fracture. When the increment of the applied displacement was stopped, the load relaxation due to subcritical crack growth was observed. Thus, it is concluded that the measured K_R values are likely to be the K_I values of subcritical crack growth corresponding to the crack opening displacement rate of the specimens.

[Received July 23, 1986; Accepted October 14, 1986]

Key-words : Silicon nitride, R-curve, Fracture toughness, Short bar specimen

1. 緒 言

セラミックスの脆性を評価する尺度として破壊靱性は有用な物性値と考えられているが、最近、セラミックスの破壊抵抗 (crack growth resistance) がき裂長さにより変化する現象が見いだされ^{1)~7)}、破壊力学をセラミックスに適用する場合にもその非線形性を考慮する必要があることが指摘され始めた⁸⁾。ショートバー試験片⁹⁾は、元来、破壊靱性及び破壊仕事 (work of fracture) の測定を行うために開発された経緯があり、ゆっくりとしたき裂成長速度の測定にも適用されているが¹⁰⁾、安定破壊を比較的容易に行うことができるので破壊抵抗の測定にも適した試験片形状と考えられる。そこで、常圧焼結窒化ケイ素を用いて作製したショートバー試験片について、フラクトメーターによる破壊抵抗曲線 (R 曲線) の測定法を検討した。

2. フラクトメーターによる破壊抵抗 (K_R) の解析

試験片のコンプライアンスがき裂長さの関数として変化することを利用すると、コンプライアンスの測定によりき裂長さを求めることができる。この手法を利用するとき裂の長さを直接測定する必要がないので、破壊靱性及びき裂成長速度の測定における利点は大きい。シェブロン切り欠き試験片は、き裂の伝ばに伴いき裂先端部の幅が広がるため、安定破壊が比較的容易に実現できる特徴がある。ショートバー試験片 (図1) は長手方向に導入されたシェブロン切り欠きを押し広げて破壊する方式の試験片であり、ショートロッド試験片^{11), 12)}とともにコ

ンプライアンス解析の適用が盛んに試みられている。

ショートバー試験片のコンプライアンスを C とすると、荷重 P を加えたときの応力拡大係数 K_I は次のように表される^{13), 14)}。

$$K_I = P \left[\frac{dC}{da} \frac{E/(1-\nu^2)}{2Wb} \right]^{1/2} \quad (1)$$

Fig. 1. Short bar specimen.

ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比、 W と b はそれぞれ試験片の長さとき裂先端の幅である。また、き裂長さを a とすると $\alpha = a/W$ で表される。(1) 式を用いて解析を行うためには、き裂長さとき裂進展後のこの配 M を a/B (B は試験片の幅) に対してプロットした結果を報告している。なお、この配比は初期コンプライアンスを C_0 として次の関係にある。

$$r = M/M_0 = C_0/C \quad (2)$$

これを (1) 式に代入して整理すると次式が得られる。

$$K_I = P \left[\frac{C_0 E / (1 - \nu^2)}{2} \frac{d(r^{-1})}{dS} \right]^{1/2} \quad (3)$$

ここで、 S はき裂の進展した面積である。

フラクトメーターを用いてショートバー試験片の破壊過程の解析を行うとき注意を要する点は荷重の単位が不明確であり、最大荷重が試験片の破壊靱性となるようにフラクトメーターから出力される荷重の単位が修正されていることである。すなわち、フラクトメーターの荷重出力 P_F が真荷重 P に比例し、 P が最大値に達したときの P_F が K_{Ic} 値となる。その変換定数を λ とすると、

$$P_F = P/\lambda \quad (4)$$

と表される。

試験片の破壊条件が線形破壊力学により与えられるとすれば、(3) 式における P が最大で、 $d(r^{-1})/dS$ が最小のときに $K_I = K_{Ic}$ となる。

(4) 式を (3) 式に代入して、 $K_I = K_{Ic}$ のとき $P_F = K_{Ic}$ の条件を用いて整理すると、 $d(r^{-1})/dS$ の最小値は次のように表される。

$$\begin{aligned} \chi &= [d(r^{-1})/dS]_{\min} \\ &= 2(1 - \nu^2) / \lambda^2 C_0 E \end{aligned} \quad (5)$$

(4) 式と (5) 式を (3) 式に代入して整理すると次式が得られる。

$$K_I = \chi^{-1/2} P_F [d(r^{-1})/dS]^{1/2} \quad (6)$$

この式を利用すると、フラクトメーターを用いて測定した準静的な破壊過程の P_F と r 及び Barker¹⁴⁾ の検量線とから K_R を求めることができる。なお、今回の実験に用いたショートバー試験片の χ を Barker¹⁴⁾ の検量線から計算すると $\alpha = 10.93$ mm, $r = 0.57$ のとき、

$$\begin{aligned} \chi &= [d(r^{-1})/dS]_{\min} \\ &= 7.27 \times 10^4 \text{ m}^{-2} \end{aligned} \quad (7)$$

と求められる。ただし、試験片各部の寸法 (図 1) は、 $B = 12.70$ mm, $W = 19.05$ mm, $H = 11.05$ mm, $a_0 = 6.74$ mm, シェブロン切り欠き角度 $\theta = 55.2^\circ$ であった。

3. 実験方法

イットリウムとアルミナを添加して焼結した常圧焼結窒化ケイ素を試料としてショートバー試験片を作製し、フラクトメーター 4201 (Terra Tek 製) により破壊して K_{Ic} 及び R 曲線の測定を行った。試験片の破壊は、シェブロン切り欠きに金属製の薄い袋 (フラットジャック) を差し込み、そのなかに含まれる水銀を加圧して切り欠きを押し広げる方法を用いた。また、シェブロン切り欠きの開口変位については、試験片の厚さ ($2H$) の変化を、試料ホルダーに取り付けたひずみゲージの出力の変化として測定した。先に述べたように、ショートバー法による K_{Ic} の測定はフラクトメーターが最大荷重を K_{Ic} に変換して出力する方式となっているので、その値を読み取ることによって、 R 曲線については、安定破壊の領域で除荷と負荷を繰り返して求めたこの配比と荷重とから (6) 式を用いて $K_R - \alpha$ の関係として算出した。

4. 結果と考察

ショートバー試験片を破壊するときの荷重と荷重点における開口変位の変化を図 2 に示した。試験片のシェブロン切り欠きを押し広げるに伴って荷重は直線的に上昇したのち、急速な荷重低下を伴うポップインを生じて切り欠き先端にき裂が導入される。更に変位を与え続けると、安定破壊を生じながら荷重はゆっくりと増大し、最大値を経たのち減少に転ずる。その後、不安定破壊を経て、試験片は破壊に至る。荷重の最大値から読み取った K_{Ic} の値は $5.29 \pm 0.12 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (測定は 6 回行った) であり、測定値のばらつきは比較的小さい。安定破壊曲線から求める K_R の測定は 5 回行い、ほとんど一致する結果が得られた。代表的な二つの試験片についての測定結果を図 3 に示すが、き裂の増大に伴い安定破壊過程の K_I はゆっくりと増大する。 R 曲線の測定された領域のき裂進展長さ ($\Delta a = a - a_0$) は約 2~8 mm であり、こ

Fig. 2. Load (P)-displacement (U) curve of a sintered silicon nitride. Displacement at the maximum load was denoted by $U_{\max}$.

Fig. 3. R-curves of a sintered silicon nitride.

の測定範囲では a/W に対して K_R は直線的な変化を示した。この直線からき裂進展長さをゼロに外挿して得られた K_{Ic} は $4.77 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であり Controlled Surface Flaw 法¹⁵⁾ (CSF 法) によって得られた値¹⁶⁾ とよい一致を示した。マルテンサイト型相転移及びマイクロクラッキングによるプロセスゾーンがき裂先端部に形成されるときには、初期のき裂進展に伴う K_R の急激な増加が報告されており^{17), 18)}、本実験においても、窒化ケイ素粒子と粒界ガラス相との熱膨張係数の不一致による内部応力によりき裂先端の応力場が作用してマイクロクラッキングが生ずるとすれば¹⁹⁾、き裂進展に伴う初期の K_R の急激な変化が観測されるはずである。本試験では、ポップインが生ずるため、このような領域は観察できなかったが、CSF 法による測定値はき裂進展長さが約 0.2 mm に対応し、その K_{Ic} 値がショートバーによる R 曲線の延長上に位置することは、急激な K_R の変化に対応するき裂進展長さが小さいことを示唆している。また、き裂進展長さの増加とともに K_R のゆるやかな上昇が観測された理由としては、マイクロクラッキングによることも考えられるが、繊維状窒化ケイ素粒子の引き抜き過程における摩擦力が荷重分担を果たすため、き裂先端部の応力場が低減される²⁰⁾ ことも考えられる。すなわち、き裂の進展に伴い、引き抜き過程に関与する繊維状窒化ケイ素粒子の数が増すために K_R の増大を生じた可能性がある。

ショートバー試験片を安定破壊する過程で印加している変位の増加を停止すると、ゆっくりとしたき裂の成長による荷重緩和が認められた。したがって、安定破壊が生じたときの破壊条件としては、 K_I が急速破壊点に達したと考えるより試験片の開口変位速度に相当するき裂の成長が生じ、そのゆっくりとしたき裂の成長速度に平衡した K_I の値に対応する荷重の値が測定されたと考える方が妥当であろう。ポップインが生じてから安定破壊

によるき裂の伝ぱが持続した時間は 3~5 秒間でありその間にき裂の伝ぱした長さは 6~7 mm であった。したがって、安定破壊の生ずるときのき裂の成長速度は約 $V \approx 10^{-3} \text{ mm/s}$ と推定され、この速度でき裂が成長するときの K_I が実験によって求められた K_R と考えられる。急速な破壊を生ずる条件としての厳密な意味での破壊抵抗は更に高 K_I 側に存在すると推察されるが、その値を正確に求めることは難しい。 K_R に近い領域のき裂成長速度を $V = AK^N$ で表すと、常温では N の値は一般に大きいので^{21), 22)} 安定破壊に対応する K_I と急速破壊の条件、 K_R の差異は小さいであろうが、本測定法により得られた K_R は急速破壊の生ずる K_I より、若干低く測定された可能性もある。

文 献

- 1) H. Hübner and W. Jillek, *J. Mater. Sci.*, 12, 117-25 (1977).
- 2) R. Knehans and R. Steinbrech, *J. Mater. Sci. Lett.*, 1, 327-29 (1982).
- 3) H. Wieninger and R.P. Pabst, *J. Am. Ceram. Soc.*, 66, C181-82 (1983).
- 4) R. Steinbrech, R. Knehans and W. Schaarwächter, *J. Mater. Sci.*, 18, 265-70 (1983).
- 5) A. Bornhauser, K. Kromp and R.F. Pabst, *J. Mater. Sci.*, 20, 2586-96 (1985).
- 6) M.V. Swain and R.H.J. Hannink, "Advances in Ceramics, Vol.12", Ed. by N. Claussen, M. Rühle and A.H. Heuer, The American Ceramic Society, Inc., Columbus, OH, (1984) p. 225-39.
- 7) H. Wieninger, K. Kromp and R.F. Pabst, *J. Mater. Sci.*, 21, 411-18 (1986).
- 8) 逆井基次, セラミックス, 20, 33-39 (1985).
- 9) L.M. Barker, "ASTM STP 678" (1979) p. 73-82.
- 10) R.T. Coyle and M.L. Buhl, Jr., "ASTM STP 855" (1984) p. 134-51.
- 11) L.M. Barker, *Eng. Fract. Mech.*, 9, 361-69 (1977).
- 12) L.M. Barker, "Fracture Mechanics of Ceramics, Vol.3", Ed. by R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman and F.F. Lange, Plenum Press (1978) p. 483-94.
- 13) D. Munz, R.T. Bubsey and J.E. Strawley, *Int. J. Fract.*, 16, 359-74 (1980).
- 14) L.M. Barker, *Eng. Fract. Mech.*, 17, 289-312 (1983).
- 15) J.J. Petrovic, L.A. Jacobson, P.K. Talley and A.K. Vasudevan, *J. Am. Ceram. Soc.*, 58, 113-16 (1975).
- 16) 岡田 明, 松長正治, 赤穂義明, 窯協, 93, 426-32 (1985).
- 17) R.M. McMeeking and A.G. Evans, *J. Am. Ceram. Soc.*, 65, 242-46 (1982).
- 18) A.G. Evans and K.T. Faber, *ibid.*, 67, 255-60 (1984).
- 19) R.W. Rice, K.R. McKinney, C.C. Wu, S.W. Freeman and W.J.M. Donough, *J. Mater. Sci.*, 20, 1392-406 (1985).
- 20) 岡田 明, 広崎尚登, 窯業協会第 5 回高温材料基礎討論会 (1985) p. 17-23.
- 21) S.M. Wiederhorn, *J. Am. Ceram. Soc.*, 50, 407-14 (1967).
- 22) K.D. McHenry, T. Yonushonis and R.E. Tressler, *ibid.*, 59, 262-63 (1976).