窒化ケイ素の疲労挙動に及ぼすき裂長さの影響

丹羽倫規・浦島和浩・多島 容・渡辺正一

日本特殊陶業(株) 485愛知県小牧市大字岩崎2808

Effects of Crack Size on Fatigue Behavior in Silicon Nitride

Tomonori NIWA, Kazuhiro URASHIMA, Yo TAJIMA and Masakazu WATANABE

NGK Spark Plug Co., Ltd., 2808, Iwasaki, Komaki-shi, Aichi 485

[Received August 30, 1990; Accepted January 24, 1991]

The fatigue behavior of gas pressure sintered silicon nitride ceramics at room temperature in air was investigated. Cyclic and static fatigue tests were carried out for smooth specimens and precracked specimens. Precracks were introduced by indentation at the center of the tension side surfaces. All the testing was conducted by the 3-point bending method. Smooth specimens showed no significant enhancement of the subcritical crack growth by cycling. On the other hand, enhanced fatigue was observed for precracked specimens. In addition, it is suggested that the fatigue behavior depends on the size of the precracks. Cyclic fatigue behavior was not influenced by residual stress introduced by Vickers indentation.

Key-words: Silicon nitride, Cyclic fatigue, Static fatigue, Precracked specimen, Smooth specimen, Residual stress

1. 緒 言

近年、エンジン部品や産業用部品等に窒化ケイ素が使用されるようになってきているが¹⁾、構造部品として窒化ケイ素を使用する際には疲労特性の把握が重要である。窒化ケイ素の疲労に関する研究では、種々の形状の試験片、試験条件での評価が行われており、予き裂のない試験片については時間依存型の疲労挙動^{2),3)}が報告されている一方、片振りより両振りの方が疲労劣化が大きくなるという挙動も報告されている^{4)~6)}。予き裂を有する試験片については繰り返しの影響があるという報告がいくつかあり^{7)~12)}、また、予き裂長さの影響についても研究されている^{11),12)}。

このように焼結法、助剤の種類、助剤量、気孔率などが異なる種々の窒化ケイ素を用いた疲労挙動に関する研究が盛んに行われてきているが、荷重繰り返しの効果や初期欠陥サイズの影響については、未だ不明確な部分が多くある。そこで、本研究では以前の報告²⁾と同種のガス圧焼結窒化ケイ素を試料として、室温大気中における平滑材と予き裂材の疲労挙動の研究を行い、予き裂長さ、周波数、応力比の影響を明らかにすることを目的とした。また、予き裂導入にビッカース圧子を使用したため、ビッカース圧子圧入による残留応力の影響についても検討を行った。

2. 実験方法

2.1 試験片

実験に使用した窒化ケイ素は、 Al_2O_3 、 Y_2O_3 添加系のガス圧焼結窒化ケイ素である。この特性を表1に示す。

試験片はJIS R 1601に基づく形状(厚み3 mm, 幅4 mm, 長さ40 mm)のものを使用した。試験片研削加工は#140ダイヤモンド砥石にて行い、試験片最終寸法前の200 μm からは切込み量を5 μm 程度として仕上げた。

実験には、平滑材と予き裂材の2種類の試験片を使用した。予き裂材は、平滑材中央部にビッカース圧子を圧入して予き裂を導入した。予き裂長さの影響を調査するためにビッカース荷重(P)を変えることにより、表面き裂長さ(2C)が20 μm ($P=200$ g), 40 μm ($P=500$ g), 180 μm ($P=5$ kg)の3種類の試験片を作製した。この表面き裂長さは鏡面仕上げした面にビッカース圧子を圧入して測定した値である。更にビッカース圧子圧入による残留応力が疲労挙動に影響を及ぼすか否かを調査するために、研削加工により残留応力を除いた試料も作製した。残留応力が完全に除去される除去量の決定は、以下のように行った。試料中央にビッカース荷重20 kgで圧子圧入後、50, 70, 90, 100, 120 μm と表面層を研削除去した試料を作製した。表面除去加工は、一度の切込み量を5 μm 以下にして#140ダイヤモンド砥石にて研削加工した。各々表面除去した試料を3点曲げ試験により抗折後、Raju-Newmanの式¹³⁾により破壊靱性値を求め、表面除去量と破壊靱性値の関係から、破壊靱性値が K_{IC} に回復したところを残留応力が除去された除去量と決定した。

2.2 疲労試験

静疲労試験、繰り返し疲労試験共に、スパン30 mmの3点曲げで室温大気中により行った。繰り返し疲労試験は、油圧サーボ式疲労試験機を用いて周波数10 Hzと1 Hz、応力比(R)0.1と0.5の正弦波波形で行った。静疲

Table 1. Properties of gas pressure sintered silicon nitrides (GPSSN).

Density	Young's Modulus	Vickers Hardness	Fracture Toughness by SEPB	Thermal Expansion Coefficient	Thermal Conductivity
(g/cm ³)	(GPa)	(GPa)	(MPa·m ^{1/2})	(/K)	(W/m·K)
3.23	320	14.3	6.0	2.8×10^{-6} (r.t.~800 °C)	27

労試験は、てこ比 1 : 5 の重錘式疲労試験機を用いて試験を行った。また、試験打ち切り時間は静疲労、繰り返し疲労試験共に 10^6 s とした。

3. 実験結果及び考察

3.1 平滑材の疲労挙動

平滑材の結果を有効破断時間と最大負荷応力の関係で図 1 に示す。横軸に有効破断時間をとったのは静疲労と繰り返し疲労の結果を直接比較するためである。繰り返し疲労試験結果である破断繰り返し数から有効破断時間への換算及び疲労指数 n の算出は参考文献²⁾と同じ方法で行った。図中の記号に矢印がある点は、試験打ち切り時に破断しなかった試料である。

繰り返し疲労試験において、周波数、応力比を変化させても有効破断時間で整理すると寿命に差がなくなる。また、静疲労と繰り返し疲労の寿命もほぼ一本の線上に乗る。この結果から平滑材では繰り返しの影響はなく、有効破断時間で整理可能な時間依存型疲労挙動であることが明らかとなった。大塚ら³⁾は本研究と同種のカス圧焼結窒化ケイ素丸棒試験片を用いて引張-圧縮繰り返し疲労寿命を求め、時間依存で整理できると報告しており、本研究の平滑材の結果は良い一致を示した。

3.2 予き裂材の疲労挙動

3.2.1 大きな予き裂の疲労挙動

図 2 に表面き裂長さ $2C$ が $180\ \mu\text{m}$ の予き裂を持つ予き

Fig. 1. Fatigue behavior of smooth specimens.

Fig. 2. Fatigue behavior of precracked specimens (crack length $2C=180\ \mu\text{m}$).

裂材の静疲労試験結果と繰り返し疲労試験結果を示す。静疲労と繰り返し疲労の結果を比較すると、静疲労寿命に比べて繰り返し疲労寿命が明らかに短くなっており、繰り返し疲労曲線は逆 S 字状になっている。最小二乗法により各々の疲労指数 n を求めると、静疲労試験結果が $n=96$ 、繰り返し疲労試験結果 ($10\ \text{Hz}$, $R=0.1$) では $n=27$ である。本研究結果は、繰り返し疲労寿命が静疲労寿命に比べて短くなることや繰り返し疲労曲線が逆 S 字状をしていることなど川久保ら⁷⁾の報告と同様の傾向を示している。

また、予き裂材では周波数と応力比の影響が現れている。応力比においては、 $R=0.1$ と $R=0.5$ を比較すると、応力比が小さいほど寿命が短くなっている。次に周波数においては、 $10\ \text{Hz}$ と $1\ \text{Hz}$ を比較すると、周波数が高いほど寿命が短くなっている。しかし、図 2 の横軸である有効破断時間を繰り返し数で整理すると、図 3 のようになる。図 3 は応力比 $R=0.1$ 一定で周波数が $10\ \text{Hz}$ と $1\ \text{Hz}$ の結果を整理した。 $10\ \text{Hz}$ と $1\ \text{Hz}$ の寿命は一本の線上に乗り、予き裂材の疲労挙動は繰り返し数依存型疲労挙動であると考えられる。ただし、応力比の影響は存在し、応力比が小さいほどすなわち荷重振幅が大きいほど寿命が短くなる。

このように、平滑材と大きな予き裂を持つ予き裂材とでは明らかに疲労挙動が異なることが明らかとなった。

3.2.2 残留応力の影響

前項の結果は予き裂としてビッカース圧子を圧入しているために、試料にはビッカース圧子圧入による残留応力が存在する。そこで、残留応力が疲労挙動に影響を及ぼしているか否かを調査した。

疲労試験を始める前に残留応力除去試料の表面除去量の決定を行った。図 4 に $P=20\ \text{kg}$ でビッカース圧子を圧入した試料の表面除去量と破壊靱性値の関係を示す。破壊靱性値の計算の際のき裂長さは、初期き裂を半円形として加工時にき裂は伸びないものと仮定し、各研削量でのき裂長さを初期き裂から計算により求めた。また、図中には破壊靱性値の比較として SEPB (Single Edge Pre-cracked Beam) 法により求めた K_{IC} を記入した。表面除去しない試料の破壊靱性値は $K_{IC}\sim 3.8\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ であり、表面除去量 $50\ \mu\text{m}$ では $K_{IC}\sim 5.1\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 、 $70\ \mu\text{m}$ では $K_{IC}\sim 6.0$

Fig. 3. Results of cyclic fatigue test for precracked specimens (crack length $2C=180\ \mu\text{m}$).

Fig. 4. Fracture toughness values as a function of depth removed for precracked specimens with $P=20$ kg.

$\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, $90 \mu\text{m}$ 以上になると $K_{IC} \sim 6.3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となる. この結果より表面を $90 \mu\text{m}$ 以上除去すればビッカース圧子圧入による残留応力を除去できると考えられたので, 表面除去量を $100 \mu\text{m}$ として残留応力除去試料とした. 残留応力除去試料のき裂深さ C は初期き裂形状から計算して $100 \mu\text{m}$ であり, $P=5 \text{ kg}$ でビッカース圧子を圧入したままの試料である $2C=180 \mu\text{m}$ 試料のき裂深さ $C=90 \mu\text{m}$ とほぼ同等のき裂深さの試料が得られたと考えられる.

残留応力の除去に関しては, Petrovic ら¹⁴⁾, 山内ら¹⁵⁾ はスूप圧痕深さの 3 倍, 上野ら¹¹⁾ は 7 倍程度表面除去を行うと残留応力が除去されると報告している. 本研究では圧痕深さが $23 \mu\text{m}$ 程度であり, 表面除去量 $90 \mu\text{m}$ は圧痕深さの約 4 倍である. スूप圧子とビッカース圧子では試料に及ぼす残留応力は異なるかもしれないが, 圧痕深さに対する約 4 倍の表面除去量は妥当なものと考えられる.

図 5 にビッカース圧子を打ち込んだままの試料 ($2C=180 \mu\text{m}$) と残留応力除去試料の繰返し疲労試験 (10 Hz , $R=0.1$) 結果を示す. 両者の疲労曲線は共に逆 S 字状を示し, 疲労指数 n はビッカース圧子を打ち込んだままの試料で $n=27$, 残留応力除去試料で $n=32$ であり, 破断応力値は異なるものの, 両者の疲労挙動はよく一致している. したがって, ビッカース圧子圧入による残留応力は, 疲労挙動に影響を及ぼさないことが確認された.

3.2.3 予き裂長さの影響

3.2.1 項で平滑材と $180 \mu\text{m}$ の予き裂を持った予き裂材の疲労挙動には, 明らかに差があることを示した. そこで, 予き裂長さが小さくなったときの疲労挙動を調査した. 3.2.2 項で残留応力は疲労挙動に影響を及ぼさないことを確認したため, 予き裂長さはビッカース荷重を変えることで変化させ, 上述の $180 \mu\text{m}$ から自然欠陥サイズに近くするように $40, 20 \mu\text{m}$ と小さくしていった. 破断面を走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察した結果, $180, 40, 20 \mu\text{m}$ のき裂はすべてメディアブラックであることが観察された.

図 6 に予き裂長さを変化させたときの静疲労試験結果と 10 Hz , 応力比 0.1 の繰返し疲労試験結果を示した. 40

Fig. 5. Comparison of cyclic fatigue behavior between indented-and-ground and as-indented specimens.

Fig. 6. Fatigue behavior of precracked specimens with different precrack sizes.

μm の結果は, $180 \mu\text{m}$ のときと比べて静疲労挙動と繰返し疲労挙動との差が小さくなっている. $20 \mu\text{m}$ の結果では, $40 \mu\text{m}$ のときより更に静疲労と繰返し疲労との差が小さくなっている. このように予き裂長さが $40 \mu\text{m}$, $20 \mu\text{m}$ と小さくなるにしたがって, 繰返しの影響が小さくなり静疲労挙動と繰返し疲労挙動との差が小さくなっていくことがわかる. なお, $2C=20 \mu\text{m}$ の試料の静疲労では予き裂が破壊起点とならなかったものも見られたが, そのほかの試料ではすべて予き裂が破壊起点となっていた.

予き裂長さ $2C=20, 40 \mu\text{m}$ の試料では, ほかの試料に比べ破断寿命のばらつきが大きいという結果が得られた. 本研究材料の微構造は $1 \mu\text{m}$ 程度の微細粒子と最大長さ $10 \mu\text{m}$ 程度の柱状粒子より形成されている. 図 7 に $P=500 \text{ g}$ でビッカース圧子を圧入した試料 (予き裂長さ $40 \mu\text{m}$) の反射電子像を示すが, 4 方向に伸びたき裂は試料中に分散している柱状粒子との関係でそれらの長さにばらつきがあるのが観察される. このき裂長さのばらつきの影響により, 破断寿命がばらついたと考えられる.

岸本らは小さなき裂の進展挙動は長いき裂の進展データから推定できるき裂進展挙動よりも遅く, 長いき裂と短いき裂ではき裂進展挙動が異なるであろうと報告¹¹⁾ している. 岸本らの報告は, 長い予き裂で 20 数 mm , 短い予き裂で $350 \mu\text{m}$ 程度のもので, 本研究結果は更に短い予き裂での挙動であり, 現在までの予き裂長さの影響は明確では

Fig. 7. SEM micrograph (backscattered electron image) of precracks due to Vickers indentation at $P=20$ kg.

なかったが、長いき裂、短いき裂そして平滑材では疲労挙動が異なることが明らかになってきたと考えられる。

また、各条件で疲労試験を行った破断面を SEM により詳細に観察したが、岸本ら¹⁰⁾、田中ら¹⁶⁾の報告にあるような破砕粉のかみ込みは観察されず、静疲労、繰り返し疲労破面ともに差は認められなかった。

繰り返しによる疲労の加速現象のメカニズムとしては、材料に内在する残留応力の影響¹⁷⁾、き裂面の不整合 (Indentation 損傷¹⁷⁾、結晶粒破片のかみ込み¹⁰⁾、き裂先端における非線形性プロセスゾーンの影響¹⁸⁾等が提唱されているが、本研究ではこれらの仮説を裏付ける結果は得られなかった。

一方、本研究で得られた疲労挙動の予き裂長さ依存性の結果から、別のメカニズムが働いている可能性が考えられる。すなわち、予き裂長さ依存性は R カーブ挙動と関連していることが考えられる。実際、本研究で用いたのと同種の材料で R カーブ挙動が確認されており¹⁹⁾、そのメカニズムとしてはクラックウェイクにおける粒子架橋が考えられている。繰り返し応力負荷により粒子架橋の効果が弱められ粒子の引き抜きが生ずるとすれば、静的応力下での挙動との差が説明できることとなる。今後、き裂進展挙動の研究等を通じて、本仮説の妥当性を検討する必要があると考える。

4. 結 論

ガス圧焼結窒化ケイ素の室温大気中における疲労挙動を

調査した結果、以下のような結論を得た。

(1) 平滑材と大きなき裂を持つ予き裂材の疲労挙動は、明らかに異なった。平滑材は時間依存型疲労挙動を示したのに対し、 $2C=180\ \mu\text{m}$ の予き裂材は繰り返し数依存型疲労挙動を示し応力比の影響があった。

(2) ビッカース圧子圧入 (20 kg の場合) による残留応力は、試料表面を $90\ \mu\text{m}$ 以上研削することにより除去できた。

(3) ビッカース圧子圧入による残留応力は、疲労挙動には影響を及ぼさなかった。

(4) 予き裂長さが小さくなるにしたがって、繰り返しの影響が小さくなった。

(1989年10月日本セラミックス協会第2回秋季シンポジウム発表)

文 献

- 1) 服部善憲, 機能材料, 9, 32-42 (1989).
- 2) Y. Tajima, K. Urashima, M. Watanabe and Y. Matsuo, "Ceramic Materials and Components for Engines", The Am. Ceram. Soc., Inc. (1988) pp. 719-28.
- 3) 大塚昭夫, 石原泰之, 東郷敬一郎, 昭和63年日本材料学会疲労シンポジウム予稿集 (1988).
- 4) 梶田昌明, 相馬隆雄, 松井 實, 小田 功, セラミックス論文誌, 96, 277-83 (1988).
- 5) 梶田昌明, 山田直仁, 相馬隆雄, 松井 實, 小田 功, セラミックス論文誌, 97, 520-24 (1989).
- 6) 山内幸彦, 酒井清介, 伊藤 勝, 大司達樹, 兼松 渉, 伊藤正治, 名古屋工業技術試験所報告, 35, 179-84 (1986).
- 7) T. Kawakubo and K. Komeya, *J. Am. Ceram. Soc.*, 70, 400-05 (1987).
- 8) 山内幸彦, 酒井清介, 伊藤 勝, 大司達樹, 兼松 渉, 伊藤正治, 名古屋工業技術試験所報告, 35, 325-30 (1986).
- 9) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 材料, 36, 1122-27 (1987).
- 10) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 藤井康義, 材料, 38, 1212-17 (1989).
- 11) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 森 英俊, 第5回破壊力学シンポジウム講演論文集, 6-10 (1989).
- 12) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 藤井康義, 朝倉幹男, 第5回破壊力学シンポジウム講演論文集, 16-20 (1989).
- 13) J. C. Newman, Jr. and I. S. Raju, "Analyses of Surface Cracks in Finite Plates under Tension or Bending Loads", in NASA Technical Paper, 1578 (1979).
- 14) J. J. Petrovic, R. A. Dirks, L. A. Jacobson and M. G. Mendiratta, *J. Am. Ceram. Soc.*, 59, 177-78 (1976).
- 15) 山内幸彦, 酒井清介, 伊藤 勝, 伊藤正治, 大司達樹, 兼松 渉, 名工試研究発表会予稿集, 38, 84-85 (1985).
- 16) 田中道七, 岡部永年, 石丸 靖, 材料, 38, 137-43 (1989).
- 17) 堀部 進, 鉄と鋼, 第75年第4号, 578-86 (1989).
- 18) 小林英男, 川久保 隆, 日本金属学会会報, 27, 757-65 (1988).
- 19) Yves Maniette, 逆井基次, 稲垣道夫, 日本セラミックス協会'90年年会講演予稿集, 458 (1990).