小さな表面半だ円き裂を有する常圧焼結 窒化ケイ素の疲労試験†

上 野 明* 岸 本 秀 弘* 河 本 洋**

Static and Cyclic Fatigue Tests of Sintered Si_3N_4 with Small Semi-elliptical Surface Crack

by

Akira UENO*, Hidehiro KISHIMOTO* and Hiroshi KAWAMOTO**

In order to clarify the crack size effect on fatigue strength, static and cyclic fatigue tests on sintered Si_3N_4 with a small crack were carried out. The small semi-elliptical surface crack was introduced by Knoop indentation. The residual stress attributed to indentation was eliminated by removing the surface layer. The surface removal was about 7 times of the net depth of indentation. In order to compare strictly the fatigue life with that estimated from a long crack, fatigue specimens were cut out from CT specimen with which the crack propagation rate was measured. As the fatigue life under cyclic load ($R=0.1$, $f=60$ Hz) was shorter than that under static load, it was clear that the effect of cyclic load existed. The fatigue life obtained in the present work was compared with the estimated life which was derived from crack propagation data of CT specimen. It was concluded that the fatigue life in the present work was longer than the estimated fatigue life. It was thought that the difference between these fatigue lives was attributed to the difference in crack propagation rate due to crack size. On the fracture surface, there was no debris nor wear mark which was a characteristic mark seen on the fatigue fracture surface of CT specimen. It was considered that the crack opening displacement of small semi-elliptical surface crack was too small (maximum C. O. D. was about $0.1 \mu\text{m}$) to put Si_3N_4 -crystals between the crack surfaces.

Key words: Silicon nitride, Cyclic fatigue, Static fatigue, Small crack, Long crack, Fatigue test, Crack propagation, Crack opening displacement

1 緒 言

著者らはすでに常圧焼結窒化ケイ素製の CT 試験片を用いて、繰返し荷重下におけるき裂進展速度を測定し、荷重の繰返しがりき裂進展挙動に与える種々の影響を報告した^{1)~5)}。このようなき裂進展速度はセラミックス材料の寿命評価を行う場合や、保証試験を行う場合の生き残り確率を計算する場合等で使用される。一方、実際のセラミックス材料の破壊は、材料中に含まれる微細な空孔・介在物あるいは研削傷等を起点としてき裂の SCG (Slow Crack Growth) 過程を経て生じるため、微小き裂の進展挙動に関する研究が必要である。しかし、セラミックスの場合微小き裂の導入方法に関する諸問題やき裂観察の困難さを伴うために、微小き裂の進展挙動を論じた研究はまだ少なく⁶⁾、CT 試験片等を用いて求めた長いき裂の進展挙動と空孔・介在物等の製造欠陥を起点として発生する微小き裂の進展挙動を比較研究することは、セラミックス製構造物材の

寿命予測等を行う上のみならず、セラミックスの繰返し疲労の基礎的研究を行なう上でも重要である。

以上の観点に基づき、本研究においては短いき裂と長いき裂が疲労強度に与える影響を調べた。すなわち、短いき裂に関しては、すでにき裂進展速度を測定した CT 試験片から薄板試験片を切り出し、残留応力を除去した表面半だ円き裂を導入した後に疲労試験を行った。長いき裂に関しては、CT 試験片を用いて得られているき裂進展速度を使用し破断寿命の推定を行った上で、短いき裂を有する試験片の疲労寿命と比較した。その他、両寸法のき裂の進展挙動あるいは破面形態の違いを調べ、考察を加えた。

2 実験方法

2.1 試験片準備

実験に供した材料は、 Al_2O_3 と Y_2O_3 を焼結助剤とする常圧焼結窒化ケイ素である。常温で測定した主な機械的性質は、3点曲げ強度 740 MPa、縦弾性定数

† 原稿受理 平成3年3月22日 Received Mar. 22, 1991

* 正会員 豊田工業大学機械システム工学科 〒468 名古屋市天白区久方, Dept. of Mech. Syst. Eng., Toyota Tech. Inst., Tempaku-ku, Nagoya, 468

** トヨタ自動車(株) 〒471 豊田市トヨタ町, Toyota Motor Corp., Toyota-cho, Toyota, 471

Fig. 1. Configuration and dimensions of specimen.

Fig. 2. Cutting position of specimen.

310 GPa, IF 法で新原⁷⁾の式を用いて算出した破壊じん性値の平均値は $5.57 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ である。疲労試験片形状を Fig. 1 に示す。この疲労試験片は、素材のブロックの違いが実験結果に与える影響を少なくする目的で、すでに使用した CT 試験片から Fig. 2 に示すように切り出した。一つの CT 試験片の破片から 8 枚程度の疲労試験片を採取した。疲労試験片の表面は $9 \mu\text{m}$ および $3 \mu\text{m}$ のダイヤモンドラッピングフィルムで鏡面状態で研磨した後、ダイヤモンドヌープ圧子を用いて試験片最小断面部中央に半だ円状の予き裂を導入した。圧子押し込み荷重は 98 N, 押し込み時間は 30 秒である。この状態でヌープき裂に黒インクを浸透させ、乾燥後破断させて調べたき裂形状を Fig. 3

Fig. 3. Profile of semi-elliptical surface crack.

に示す。半円に近いき裂が導入できていることがわかる。このようなき裂形状観察を多数の試料を用いて行った結果、平均き裂長さ ($2a$) は 0.380 mm , 平均き裂深さ (c) は 0.155 mm , 平均アスペクト比 (c/a) は 0.82 であった。

このようにダイヤモンド圧子を用いてき裂を導入した場合は、圧子直下に非可逆な変形層が発生する。この変形層内に圧縮の残留応力が発生するとともに、き裂の先端に引張残留応力が生じることが知られている⁸⁾。き裂先端の引張残留応力は疲労試験結果に悪影響を及ぼすため、実験に先立ち残留応力除去方法に関して検討を加えた。残留応力の除去方法としては熱処理による焼なまし法と残留応力層を除去する方法があるが、ここでは両方法の除去効果を評価するために、ヌープ圧子を有する試料表面の残留応力を X 線応力測定法を用いて直接測定した。Fig. 4 と Fig. 5 はそれぞれ焼なまし法と除去法による残留応力除去結果を示したものである。Fig. 4 は試料を図中に示す各温度で真空炉を用いて 30 分間焼なましした後残留応力を測定し

Fig. 4. Residual stress of Knoop indentation (after annealing).

Fig. 5. Residual stress of Knoop indentation (after surface removal).

Fig. 6. Configuration of testing machine.

た結果である。焼なまし温度の上昇とともに残留応力は減少するが、 1200°C で焼なましを行っても試料の残留応力は残っている。Fig. 5 は圧子を打ち込んだ試料表面をアルミナ砥粒を用いたバフ研磨によって一定量ずつ除去し、その都度測定した残留応力の値を示す。図のように試料表面を約 $40\ \mu\text{m}$ (実圧こん深さの約 7 倍、実圧こん深さは押し込み荷重 $98\ \text{N}$ の場合で約 $6\ \mu\text{m}$) 除去すると、圧子押し込みによる残留応力はほとんど除去できる。したがって、本研究では除去法を用いることとした。表面層除去後の試験片表面はき裂の観察を容易にする目的で、アルミナ砥粒でバフ研磨するとともに、試験片の角部からの破壊を避ける目的で R 部はダイヤモンドラッピングフィルムを用いて面取りした後に試験に供した。

2.2 試験装置

セラミックスの強度評価を行う場合、素材の制約上試験片寸法を大きくできない場合が多く、それに伴い小型低容量の試験機が必要となる。本研究においては、Fig. 6 に示す電磁加振型平面曲げ疲労試験機⁹⁾を製作した。本試験機は $60\ \text{Hz}$ の正弦波で加振する方式である。荷重振幅は試験機への入力電圧を調整することにより、また、平均荷重は試験機に加振軸に接続した板バネの張力を調整することにより加えた。試験片に加わる曲げ応力は、ロードセルに貼り付けた 3 組のひずみゲージの出力から得られる曲げモーメント線図から試験片の最小断面位置における曲げモーメントを求め、その部分の断面係数で除することで算出した。実験中の荷重を安定させる目的で、試験機用の電源には交流

安定化電源を用いた。さらに、電磁コイルの発熱に起因する荷重の変動を低減させる目的でコイルを強制空冷した。また、精密空気供給機で環境を温度 25°C 、相対湿度 65% に制御した。なお、一部の試験片でき裂進展量を測定した。き裂は試験機の周波数と同期させたストロボスコープを光源とし、金属顕微鏡を用いて観察した。

3 実験結果および考察

3.1 S-N 線図および K-N 線図

静荷重下および繰返し荷重下における疲労試験結果を S-N 線図にまとめて Fig. 7 に示す。図の縦座標は最大応力である。破断時間 t_f と破断繰返し数 N_f の換算は $N_f = t_f \times f$ ($f = 60\ \text{Hz}$) による。矢印付きプロットはその時点で未破断の試験片である。ヌープき裂を導入したことにより破壊起点寸法が限定されたた

 Fig. 7. Relationship between applied stress ($\sigma_{\max}$) and fatigue life (N_f or t_f).

め破断寿命のばらつきも少なくなり、明瞭な右下がりの傾向が得られている。\$R=0.5\$ の場合の寿命はばらつきが大きい、これは切り出した CT 試験片の違いに起因したものである。同一 CT 試験片から切り出した疲労試験片の寿命のばらつきは少なく、ほぼなめらかに右下がりになることを確認している。図のように繰返し荷重を加えた場合 (\$R=0.1, 0.5\$) は静荷重を負荷した場合に比べ、低い最大応力で破壊が生じていることから、荷重繰返しにより強度劣化を起こすことは明らかである。また、静荷重・繰返し荷重とも最大荷重の低下に伴い、未破断の試験片が増加することから耐久限定的な限界値も存在するようである。

Fig. 8 は負荷応力の代わりに初期応力拡大係数 \$K_{II}\$ を用いた \$K-N\$ 曲線である。\$K_{II}\$ は以下に述べる方法で算出した。試験片の表面層除去前に測定したき裂長さおよびアスペクト比をもとに、き裂の形状が半だ円形であると仮定すると、表面層除去後のき裂長さおよびき裂深さは式 (1) のように与えられる。

$$a' = a \sqrt{1 - \frac{\delta^2}{a^2 \cdot Aspect^2}} \quad (1)$$

$$c' = a \cdot Aspect - \delta$$

ここで、

\$a\$: 表面層除去前のき裂半長

\$Aspect\$: 表面層除去前のき裂のアスペクト比の平均値 (\$=0.82\$)

\$\delta\$: 表面除去量の平均値 (\$=0.055\$ mm)

\$a'\$: 表面層除去後のき裂半長

\$c'\$: 表面層除去後のき裂深さ

つぎに、式 (1) で得られるき裂寸法 (\$a'\$, \$c'\$) を Raju-Newman の式に代入し応力拡大係数を算出した。なお、表面層除去後のき裂のアスペクト比 (\$c'/a'\$) の平均値は \$0.54\$ であるが、この表面半だ円き裂に曲げ応力を負荷した場合の応力拡大係数はき裂底部で最大となる。したがって、Fig. 8 においてはき裂底における応力拡大係数を用いた。Fig. 7 と比較した場合、

Fig. 8. Relationship between initial stress intensity factor (\$K_{II}\$) and fatigue life (\$N_f\$ or \$t_f\$).

Fig. 8 における寿命のばらつきは多少なりとも減少している。これより、初期応力拡大係数 \$K_{II}\$ を決定できる場合は、セラミックスの疲労寿命を整理する上で \$K-N\$ 線図は有用であることがわかる。なお、図中の実線および破線は疲労試験片を切り出した CT 試験片で求めたき裂進展速度を用いて推定した疲労寿命であるが、その詳細は次節で述べる。

3・2 破断寿命の推定

CT 試験片で得られた長いき裂に対する進展挙動と本研究における短いき裂の進展挙動を比較するために、CT 試験片で得られたき裂進展データを用いた破断寿命の推定を行った。Fig. 9 はすでに報告した³⁾静荷重下 (破線) および繰返し荷重下 (実線: 正弦波, \$R=0.1\$, \$f=1\$ Hz) におけるき裂進展速度を最大応力拡大係数 \$K_{I\max}\$ の多項式で近似したものである。静荷重下のき裂進展速度は \$da/dt\$, 繰返し荷重下のき裂進展速度は \$da/dN\$ で表示した。通常、き裂進展速度の近似には \$da/dt = C \cdot K_{I\max}^n\$ なる指数関係が用いられるが、今回は下限値近傍の挙動も正確に表すために多項式により近似した。き裂進展速度を \$da/dt = F(K_{I\max})\$ なる関数形で表示した場合、任意の応力拡大係数におけるき裂進展量 \$\Delta a\$ は、時間の増分 \$\Delta t\$ を細分した場合式 (2) で近似的に計算可能である。

$$\Delta a = F(K_{I\max}) \cdot \Delta t \quad (2)$$

一方、表面半だ円き裂に曲げ応力を加えた場合の応力拡大係数は、き裂表面とき裂底で異なった値をとる。そこで、式 (2) にき裂表面の応力拡大係数 \$K_{I\max,s}\$ とき裂底の応力拡大係数 \$K_{I\max,b}\$ を代入し、表面におけるき裂進展量 \$\Delta a_s\$ および底におけるき裂進展量 \$\Delta a_b\$ を

Fig. 9. Crack propagation rate of long crack (CT specimen).

(a) Simulation of crack front configuration.

(b) Profile of semi-elliptical surface crack just before failure.

Fig. 10. Estimation of crack depth.

求めた。き裂は半だ円形状のアスペクト比を変化させつつ進展すると仮定し、式(2)を用いて反復計算を行い Δt の総和をとることにより破断寿命を算出した。Fig. 10(a)に上記の計算で得られたき裂形状を示す。図中の破線は表面層除去後の初期き裂の形状であり、実線は破断直前のき裂形状である。一方、Fig. 10(b)は破断直前で実験を中断し黒インクを浸透させて調べたき裂形状である。Fig. 10(a)の実線とFig. 10(b)から得られるアスペクト比はそれぞれ0.54である。両者の値が等しいことから、今回行ったき裂進展のシミュレーションは妥当であるといえる。Fig. 8中の破線および実線がそれぞれ、上述の方法で計算した静荷重下および繰返し荷重下における推定破断寿命である。

3・3 疲労寿命の比較

Fig. 8中の静荷重下の疲労寿命を破線で示した推定寿命と比較した場合、初期応力拡大係数 K_{II} が高いところでは実験結果の方が推定寿命より長寿命である。 K_{II} が低くなるにしたがい寿命差は少なくなり、 10^6 秒付近の未破断データの平均値と破線の右端を水平に延長した値を比較しても、実験結果が推定結果をわずかに上回る程度であり、差はあるがわずかである。他方、応力比0.1における繰返し荷重下の実験結果(図中の○印)は、全寿命領域において実線で示した推定結果よりも長寿命となっている。繰返し荷重下の推定寿命に関しては、き裂進展の繰返し数依存性・時間依存性に関連して周波数の影響を考慮する必要がある。

(a) Example of measurements.

(b) Example of simulation.

Fig. 11. Relationship between crack length $2a$ and number of cycles N .

^{1),3)~5)}る。すなわち、疲労試験は60 Hzで行われているのに対して、寿命推定の基になったき裂進展試験は1 Hzで行われたので、応力拡大係数が高い場合のき裂進展には時間依存性が現われることを考慮しなければならない。初期応力拡大係数 K_{II} が $4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 以上の場合、繰返し数依存性に加えて時間依存性が現われるため、真の破断寿命は $da/dt=f \times da/dN$ の換算式を用いた推定値よりも大きくなり、最大で60倍の値を与えると考えられる。 K_{II} が $4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 以上の範囲では、疲労試験結果は長いき裂による推定寿命の60倍ないしはそれ以上のため、短いき裂の方が長寿命といえる。 K_{II} が $4.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ よりも低い場合、き裂は主に繰返し数に依存して進展することから、寿命の比較には誤差が少ないと考えられるが一見して短いき裂の方が長寿命である。 $R=0.1$ の 10^7 サイクルにおける時間強度は実験結果では約 $4.1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ であるのに対し推定値は約 $3.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ であり、短いき裂の強度の方が明らかに高い。静荷重下の場合に比べて、繰返し荷重下の方がき裂長さの違いによる疲労強度の差は大きい。Fig. 11(a)は初期応力拡大係数を $4.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ に設定し、 $R=0.1$ の繰返し荷重下で測定したき裂長さ $2a$ の変化である。この試験片は 1.38×10^8 サイクルで破断したが、破断寿命の約3/4に至るまでき裂長さの変化はほとんど見られず、き裂は主に残り1/4の寿命中に進展したことがわかる。Fig.

Fig. 12. SEM micrographs of fracture surface.

11(a)と同じ長さのき裂に同じ初期応力拡大係数を与えた場合のき裂進展を、Fig. 9に示したCT試験片のき裂進展データを用いてシミュレートした結果がFig. 11(b)である。Fig. 11(a)の $a-N$ 線図は測定点数が少ないために、応力拡大係数とき裂進展速度の関係は求めている。しかし、両図の横軸を比較するとわかるように、短いき裂の進展速度は長いき裂の進展データを用いて推定した進展速度と比較して、1桁以上遅い。したがって、Fig. 8に見られた寿命の差は、長いき裂の進展速度が短いき裂の進展速度より大きいことに起因して生じたと考えられる。

3・4 破面観察結果およびき裂開口変位測定結果

破面の走査型電子顕微鏡による観察結果をFig. 12(a)~(d)に示す。Fig. 12(a)はヌープ圧こん下部、(b)はヌープ予き裂内部、(c)は繰返し荷重下($R=0.5$)でき裂が進展した部分、(d)は瞬時破断部である。各部分ともき裂は主に結晶粒界を進展している。一方、CT試験片を用いた場合、繰返し荷重下でき裂が進展

した破面上には、結晶粒の破片および磨耗こんが観察できたが、今回用いた疲労試験片の破面からは上記の破片および磨耗こんは観察できなかった。ヌープ圧こん下部(Fig. 12(a))で結晶粒が破碎されたような部分が観察できたが、これは圧子による破碎の跡であり、繰返し荷重負荷以前にできたものである。Fig. 13は残留応力除去後の試験片に曲げ応力を負荷し、電子顕微鏡内でき裂の開口量を測定した結果である。この場合のき裂底における応力拡大係数は約 $3.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

Fig. 13. Measurements of crack opening displacement.

である。図のように最大開口量は $0.1\ \mu\text{m}$ よりも少なく、本実験で使用した常圧焼結窒化ケイ素の平均結晶粒径 (約 $1\ \mu\text{m}$) の $1/10$ 以下である。すなわち、破面上で荷重繰返しを特徴付けるこん跡が観察できなかったのは、今回のき裂は長さが短くかつ3次元き裂であったために、開口量が結晶粒が脱落してき裂面内にかみ込むことができなかったが、CT試験片を用いた長いき裂の場合は、き裂先端から $0.5\ \text{mm}$ 離れた位置¹¹⁾における開口変位が $1\ \mu\text{m}$ 以上となるため、窒化ケイ素の結晶粒を容易にかみ込み得たことが原因と考えられる。3・2節で述べた結果と総合すると、今後、き裂開閉口挙動を含めた短いき裂の進展挙動に関する検討が必要である。

4 結 言

残留応力の影響のない小さな表面半だ円き裂を有する試験片を用いて疲労試験を行うとともに、CT試験片を用いて測定した長いき裂のき裂進展データから推定できる破断寿命との比較を行った。得られた主な結果は以下に示す通りである。

(1) 表面層除去法で残留応力層を取り去った小さな表面半だ円き裂を有する試験片を用いて疲労試験を行い、比較的ばらつきの少ない実験結果を得た。疲労寿命を整理する上で、初期応力拡大係数を用いた $K-N$ 線図が有用であることがわかった。

(2) (1)の実験結果とCT試験片を用いて求めた長いき裂のき裂進展データをもとに推定した破断寿命を比較すると、本研究における実験結果の方が長寿命となり、 10^7 サイクルにおける時間強度も実験結果の方が大きくなった。すなわち、今回使用した常圧焼結窒化ケイ素の疲労強度はき裂長さの影響を著しく受けることが明らかとなった。

(3) き裂進展を観察したところ、短いき裂の進展はCT試験片で求めたき裂進展データを用いてシミュレートしたき裂進展よりも遅いことがわかった。すなわち、(2)の破断寿命の違いは、短いき裂の進展速度が長いき裂の進展速度よりも遅いことに起因すると思え

られる。

(4) 本実験で用いた試験片の破面からは、荷重繰返しを特徴づける結晶粒の破片および磨耗こんは観察できなかった。これは、き裂の開口量が窒化ケイ素の結晶粒径に比べて小さいことが原因と考えられる。

本研究で使用した電磁加振型平面曲げ疲労試験機を製作するにあたり、モデル機および設計図を快くご提供いただいた立命館大学田中道七教授に深く謝意を表します。また、試験機の製作および実験にご協力いただいた当時の4年生小浦利之君 (現・ダイキン工業(株))と研究員の森英俊君 (株協豊製作所)に感謝致します。

(平成元年9月26日 第5回破壊力学シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 材料, **36**, 1122 (1987).
- 2) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 第32回材料強度と破壊総合シンポジウム論文集, **32**, 61 (1987).
- 3) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 藤井康義, 材料, **38**, 1212 (1989).
- 4) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 日本機械学会論文集, **A-56**, 50 (1990).
- 5) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 朝倉幹男, 材料, **39**, 1570 (1990).
- 6) T. Hoshide, T. Ohara and T. Yamada, Int. J. Fract., **37**, 47 (1988).
- 7) K. Niihara, R. Morena and D. P. H. Hasselman, J. Mater. Sci. Lett., **1**, 13 (1982).
- 8) J. J. Petrovic, R. A. Dirks, L. A. Jacobson and M. G. Mendiratta, J. Am. Ceram. Soc., **59**, 177 (1976).
- 9) 田中道七, 河瀬宗之, 材料, **29**, 815 (1980).
- 10) I. S. Raju and J. C. Newman, Eng. Frac. Mech., **11**, 817 (1979).
- 11) 岸本秀弘, 上野 明, 日本材料学会第5回破壊力学シンポジウム講演論文集, p. 10 (1989).