多軸応力下でのガラスセラミックスの疲労特性

—円板圧裂引張負荷による検討—†

池田 清彦* 民 秋 実**
谷川 義信*** 井 垣 久****

Fatigue Behavior of Glass Ceramics Under Multiaxial Stress States — An Examination by Diametral-Compression —

by

Kiyohiko IKEDA*, Minoru TAMIaki**, Yoshinobu TANIGAWA***
and Hisashi IGAKI****

Glass ceramic specimens having a controlled surface flaw introduced by Knoop indentation were tested under dynamic, static and cyclic loads by four-point bending of plates (uniaxial tension) and by diametral-compression of disks (tension-compression). All specimens showed a susceptibility to dynamic, static and cyclic fatigue failure. Equivalent time-to-failure obtained from the dynamic and cyclic fatigue data, using the assumption that there is no enhanced effect of cycle on the rate of subcritical crack growth, was plotted in the diagram between applied stress and time-to-failure. The crack propagation parameter, n , was estimated from the relation of time-to-failure and the maximum applied stress in the static and cyclic fatigue tests and the stressing rate dependence of the fracture strength in the dynamic fatigue tests. Consequently, it was found that the n value for diametral-compression loading became somewhat higher than that for four-point bending. The higher n value in diametral-compression could be mainly explained by the fact that a crack in a tension-compression stress state has a less freedom of motion than that in a uniaxial tension stress state, and such a strong orientation dependence for crack growth in a tension-compression stress state restrains the crack to grow around obstacles or grains.

Key words : Glass-Ceramic, Fatigue, Multiaxial stress, Subcritical crack growth,
Diametral-compression

1 緒 言

近年、セラミックスの構造材料への普及と共に、その疲労に関する研究が盛んに試みられている。しかし、これまでセラミックスの疲労特性の評価に関する研究としては、単軸引張応力下によるものが多く、多軸応力^{1),2),3)}下で行われたものは比較的少ない。二軸引張応力^{1),2)}下でのき裂進展に関するものとしては、Pletka¹⁾らがガラスセラミックスに対してき裂面に平行な方向に働く引張応力の影響について動疲労試験を用いて調べたものがあるが、き裂面に平行な方向に働く圧縮応力の疲労き裂進展に及ぼす影響について調べたものはきわめて少ない。ここでは、特にき裂面に平行な方向に働く圧縮応力が疲労特性にどのような影響を及ぼすかに着目し、引張-圧縮応力状態を発生させる方法として円

板状試験片に圧裂引張負荷を加える方法⁴⁾を採用した。この方法では、円板中央部に引張応力と共に、その3倍の大きさを持つ圧縮応力が作用し、引張-圧縮の二軸応力場を形成することができる。本研究ではガラスセラミックスから成る円板状試験片の片面中央部に、ヌープ圧子を押しつけることにより人工予き裂を導入し、き裂面と平行な方向より圧縮負荷を加えて、動疲労試験(定負荷速度試験)、静疲労試験および繰返し疲労試験を行い、四点曲げ負荷による単軸引張応力下の場合と比較することにより、疲労劣化特性に及ぼす多軸応力効果について検討した。

2 試験片および実験方法

供試材は Table I に示す化学組成を持ち、約 95% 結晶化させた結晶粒径約 1 μm の市販のガラスセラ

† 原稿受理 平成 4 年 6 月 29 日 Received June 29, 1992

* 正 会 員 宮崎大学工学部機械システム工学科 〒889-21 宮崎市学園木花台西, Dept. of Mech. Systems Eng., Miyazaki Univ., Gakuen Kibanadai, Miyazaki, 889-21

** 学生会員 大阪府立大学大学院 〒593 堺市学園町, Graduate Student, Univ. of Osaka Prefecture, Gakuen-cho, Sakai, 593

*** 正 会 員 大阪府立大学工学部機械システム工学科 〒593 堺市学園町, Dept. of Mech. Systems Eng., Univ. of Osaka Prefecture, Gakuen-cho, Sakai, 593

**** 正 会 員 大阪産業大学工学部機械工学科 〒574 大東市中垣内, Dept. of Mech. Eng., Osaka Sangyo Univ., Nakagaito, Daito, 574

Table I. Chemical composition of specimen (wt. %).

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Li ₂ O	ZrO ₂	TiO ₂	P ₂ O ₅
67.0	23.0	4.0	3.0	2.0	1.0

(a) Four-point bending.

(b) Diametral compression.

Fig. 1. Shapes and dimensions of specimens and loading conditions.

ミックス（商品名：ネオセラム N-11）であり，各試験で使用した試験片の形状，寸法および負荷方法は Fig. 1 (a), (b) に示す通りである。

試験片への人工予き裂の導入は，ヌープ圧子を用いて試験片の片面中央部に行った。その際の負荷荷重はできるだけ微小で，かつ導入した予き裂（初期き裂）より破壊が起こるとい条件より，四点曲げ試験では，49 N，30 sec とし，圧裂引張試験では 196 N，30 sec として予き裂を大きくした。これは破壊時の負荷応力を小さくし，試験片と圧子接触部での接触圧力を軽減するためである。導入直後の予き裂長さは，四点曲げ試験片で，400～430 μm ，圧裂引張試験片で，1000～1150 μm である。また，人工予き裂の導入によってき裂近傍に生じる残留応力を除去するために 850°C，2 hr の真空焼なましを行った。

以上のようにして用意した試験片を各試験装置治具に組込み，室温，大気中（相対湿度 40～60%）において，Fig. 1 (a), (b) に示したような負荷条件のもとで一定負荷速度，一定負荷および周波数 1 Hz，正弦波形の繰返し負荷を，最大引張応力がき裂面に垂直になるよう与え，破断に至るまでの時間を測定した。なお，繰返し負荷の際の応力比 $R (= \sigma_{\min}/\sigma_{\max})$ は単軸引張応力状態において $R=0.55$ ，引張-圧縮応力状態において $R=0.78$ である。

3 実験結果

3・1 動疲労試験

Fig. 2 (a), (b) は，単軸引張応力状態および引張-圧縮応力状態での動疲労試験（定負荷速度試験）による実験結果を，破壊応力 σ_f と応力速度 $\dot{\sigma}$ との関係について示したものである。両者の疲労特性を比較してみると，いずれの応力状態においても，応力速度の増加と共に破壊応力も増加する傾向がみられるが，その増加の割合は，引張-圧縮応力状態の場合の方が明らかに小さく，破壊強度の応力速度依存性に明確な多軸応力効果がみられた。また，これは Pletka^{(1), (2)} および著者ら⁽⁵⁾ がガラスセラミックスを用いて等二軸引張応力下で動疲労試験を行った結果，応力速度の増加にともなう破壊応力の増加の割合が等二軸引張応力下では単軸引張応力下よりも増大したのとは逆の傾向であった。

3・2 静疲労試験

上記の動疲労試験（定負荷速度試験）における結果は，破断時間 t_f と後述のき裂進展パラメータ n 値を用いて次式に示すように，破壊時の応力 σ_f が静的に負荷された場合，すなわち， $\sigma_i = \sigma_f$ とした場合の静疲労寿命 t_{eq} に換算することができ，これを等価時間 (Equivalent time) とよぶことにする。

$$t_{eq} = \frac{t_f}{n+1} \quad (1)$$

(a) Uniaxial tension.

(b) Tension-compression.

Fig. 2. Effect of stressing rate on fracture strength.

(a) Uniaxial tension.

(b) Tension-compression.

Fig. 3. Equivalent time-to-failure data in dynamic and static fatigue tests.

Fig. 3(a), (b) は、単軸引張応力状態および引張-圧縮応力状態での静疲労試験結果を最大負荷応力 σ_1 と疲労寿命 $t_f (= t_{eq})$ との関係について示したものである。図中には動疲労試験による破断時間 t_b を、上述の等価時間 t_{eq} で静疲労寿命に換算したのも同時にプロットされている。いずれの応力状態においても動疲労試験による破壊強度と比較して静疲労強度（時間強度）は減少しており、明らかに疲労による強度の低下がみられるが、同一最大負荷応力における疲労寿命のばらつきは予き裂を導入したにもかかわらず大きくなった。これは結晶粒界など、微細組織の不均一性による影響であると考えられる。また、動疲労試験より得られた短寿命域での疲労特性は、静疲労試験より得られた長寿命域での疲労特性とほぼ連続的につながっており、動疲労特性から静疲労特性を推察することが可能であるといえる。つぎに応力状態による疲労特性の違いを比較してみると、最大負荷応力の減少により疲労寿命が増加する割合は引張-圧縮応力状態におけるほうがわずかに大である傾向がみられた。

3.3 繰返し疲労試験

繰返し疲労試験においても繰返し疲労によるき裂進展が、静疲労と同じ応力腐食割れの機構で起こると考

(a) Uniaxial tension.

(b) Tension-compression.

Fig. 4. Equivalent time-to-failure data in dynamic and cyclic fatigue tests.

えると、静疲労時間と繰返し疲労時間との関係は、正弦波形の繰返し負荷を与えた場合、き裂進展パラメータ n 値と応力比 R を用いて次式で表される。

$$t_{eq} = t_f \sum_{r=0}^{n/2} \left\{ \frac{n!}{(n-2r)!(r!)^2} \right\} \left\{ \frac{1-R}{2(1+R)} \right\}^{2r} \left\{ \frac{1+R}{2} \right\}^n \quad (2)$$

この t_{eq} が、繰返し疲労寿命 t_f を $\sigma_1 = \sigma_{max}$ とした場合の静疲労寿命に換算した値（等価時間）となる。

Fig. 4(a), (b) は、単軸引張応力状態および引張-圧縮応力状態での繰返し疲労試験結果における繰返し疲労寿命を上述の等価時間によって静疲労寿命に換算し、最大負荷応力と疲労寿命との関係について整理したものを、動疲労試験の結果と共にプロットしたものである。応力状態の違いによる両者の疲労特性を比較してみると、静疲労試験の場合と同様にいずれの応力状態においても、最大負荷応力の減少と共に疲労寿命が増加する傾向がみられ、わずかではあるがその増加の割合は、引張-圧縮応力状態における方が大である傾向がみられた。

4 考 察

4.1 き裂進展パラメータ n 値

ぜい性材料のき裂進展速度の式より、静疲労寿命 t_f と最大負荷応力 σ_1 との関係は

Table II. Crack growth parameters n .

	Uniaxial tension	Tension-compression
Dynamic fatigue	24.5	35.7
Static fatigue	26.8	31.2
Cyclic fatigue	19.8	23.2

(a) Dynamic fatigue tests.

(b) Static fatigue tests.

(c) Cyclic fatigue tests.

Fig. 5. Regression lines for dynamic, static and cyclic fatigue tests.

$$\log t_f = \text{const.} - n \log \sigma_1 \quad (3)$$

となり、 $\log \sigma_1$ 、 $\log t_f$ をそれぞれ縦軸と横軸にとると右下がりの直線となり、そのこう配が、き裂進展パラメータ n 値を表す。同様に動疲労試験における $\log \sigma_f$ と $\log \dot{\sigma}$ の関係も

$$\log \sigma_f = \text{const.} + \frac{\log \dot{\sigma}}{n+1} \quad (4)$$

となり、 $\log \sigma_f$ と $\log \dot{\sigma}$ をそれぞれ縦軸と横軸に取ると右上がりの直線となり、そのこう配が $1/(n+1)$ と

なる。Fig. 2, 3, 4における両者の関係に最小二乗法を用いて回帰直線を引き、そのこう配よりき裂進展パラメータ n 値を求めたものを Table II に示す。

Fig. 5(a), (b), (c) は Fig. 2, 3, 4 に示した動疲労試験、静疲労試験、繰返し疲労試験の結果に回帰直線を引き、応力状態による違いを比較したものである。なお、縦軸は、それぞれの応力状態のもとで応力速度 10 MPa/s の定負荷速度試験の際に得られた破壊応力 σ_{f0} (単軸引張応力状態: $\sigma_{f0} = 58.8$ MPa, 引張-圧縮応力状態: $\sigma_{f0} = 34.3$ MPa) を基準値として破壊強度を無次元化したものである。また、Fig. 5(b), (c) の静疲労および繰返し疲労試験の結果は動疲労試験の結果を含めて評価したため、最大負荷応力および静疲労寿命(等価時間)両方の残差平方和が最小となるように、すなわち、回帰直線から各データ点に降ろした垂線の長さが最小となるように未知数を定め、回帰直線を決定した。

4.2 n 値に及ぼす多軸応力の影響

Table II に示したき裂進展パラメータ n 値により、き裂進展特性に及ぼす多軸応力の影響について検討してみると、動疲労試験においては明らかに単軸引張応力下の場合と比較して、引張-圧縮応力下での n 値の方が大きな値をとっており、静疲労および繰返し疲労を含めて評価した場合でも、引張-圧縮応力下での n 値の方が単軸引張応力下よりも大である傾向がみられる。これについては、次の二つの理由によると考える。

第一の理由は、き裂面に平行な方向より加わる圧縮応力成分が、き裂が初期き裂面に平行な方向よりそれて進展する可能性を減少させることによるものである。材料が、ガラスのような非晶質であれば、初期き裂は真っ直ぐに伝ばし、曲がりは生じないが、本研究で用いた結晶化ガラスにおいては、基組織に結晶粒界および不純物による粒界への析出物が存在し、それらがき裂進展の際、障害物として作用するため、初期き裂面に平行な方向よりそれてき裂が進展する場合がある。き裂がき裂面に平行に進展する場合においては、き裂面と平行な方向に働く応力はき裂の進展に影響を与えないが、き裂がもとのき裂面から角度 θ だけそれて

Fig. 6. Normal stress components produced in deviated crack plane under biaxial stress fields.

伝ばしようとする場合、円周方向応力 σ_θ はき裂面に平行な方向より加わる圧縮応力成分によって減少する (Fig. 6)。したがって、き裂の進展方向に結晶粒界などの障害物が存在し、それをう回してき裂が進展しようとする場合、進展方向を変更することが困難になり、そこで停留することが考えられる。これは、Pletka^{1), 2)}らおよび著者ら⁵⁾によって行われたガラスセラミックスを用いた等二軸引張応力下での動疲労試験において、等二軸引張効果によってき裂が初期き裂面に平行な方向よりそれて進展する可能性が増大したためき裂の進展が容易になったという事実に対応するものである。ただし、著者らの最近の研究で使用した、内部に雲母の単結晶を含む快削性ガラスセラミックス⁸⁾では、逆に単軸引張応力下よりも引張-圧縮応力下での n 値の方が減少しており、応力状態によるき裂が初期き裂面に平行な方向よりそれて進展する可能性の大小が n 値に及ぼす影響は、結晶粒の大きさや障害物の組成に依存すると考えられ、今後、微細組織と関連させてさらに詳細に検討していく必要がある。

第二の理由は、円板中央部に加わる圧縮応力により、き裂先端近傍に高い圧縮応力場が生じ、それによってき裂先端の幾何学的形状が変化し、Fig. 7 に示すように単軸引張応力下と比較してより広い密着領域が形成されることによるものである。Wiederhorn⁹⁾によればき裂先端近傍における高い圧縮応力場が、ガラスの剛性率に影響を及ぼし、き裂先端の幾何学的形状に変化を与えるとしており、そこに広い密着領域が形成されるならば強い原子間結合力によりき裂進展のための活性化エネルギーが減少することが考えられる。なお、著者らはガラスセラミックスを用いた 100 MPa の静水圧下での四点曲げ負荷による定負荷速度試験におい

Fig. 7. Schematic of crack tip configuration.

て、破壊強度が増加するという上記の事実の妥当性を確認している¹⁰⁾。

4・3 破面観察

各負荷方法および各応力下におけるき裂進展の違いについて調べるために、破断後、光学顕微鏡によって破面の観察を行った。Fig. 8 に繰返し疲労試験により破断した、引張-圧縮応力下での破面の一例を示す。

図中において、 $2a_i$ は初期き裂の長軸の長さ、 d は試験片表面からの深さ、 $2a_c$ は繰返し負荷によって進展した破断直前のき裂長さを表している。図中のき裂の伝ば過程においてみられる半円状縞模様は、繰返し疲労でのみ観察され、繰返し疲労において静疲労とは異なるき裂進展が断続的に起こったことを示している。

Fig. 8. An example of the fracture surface in cyclic fatigue test. ($\sigma_{\max}=24.1$ MPa, $R=0.79$, $t_f=4.21 \times 10^4$)

Fig. 9. An example of fracture surface in cyclic fatigue test.

ただしそれが疲労寿命に影響を及ぼしたか否かについては、破面から判断することはできなかった。また、応力状態による破面の違いについても明確な差は見られず、引張-圧縮応力下における、き裂先端の圧縮応力場の影響については、破面から確認することはできなかった。これは、圧縮応力場によるき裂形状の変化は非常に微少であり、また弾性変形挙動であるため、破面には形状変化に関する痕跡は残らなかったと考えた。

Fig. 9 に単軸引張応力下および引張-圧縮応力下での繰返し疲労によって破壊した試験片の、き裂先端近傍におけるき裂面表面の一例を示す。

Fig. 9(a) より単軸引張応力下においては、き裂が進展方向を変化させて伝ばしている様子がみられる。これは、単軸引張応力下においてはき裂の進展に関する拘束が小さいため、結晶粒界等の障害物をう回するために生じたものと考えた。これに対して、Fig. 9(b) の引張-圧縮応力下においては、ほぼ一直線にき裂が進展している様子がみられる。また、数カ所に単軸引張応力下ではみられなかった、き裂面の欠損がみられた。これは、引張-圧縮応力下においてはき裂が初期き裂面に平行な方向よりそれて進展する可能性が減少するため結晶粒界等の障害物をう回することができず、それらの障害物を破損してき裂が進展した際に生じたものと考えた。

5 結 言

人工予き裂を導入したガラスセラミックス試験片を用いて、圧引張負荷による引張-圧縮応力状態の多軸応力下で、動疲労（定負荷速度試験）、静疲労および繰返し疲労試験を行い、四点曲げ負荷による単軸引張応力状態と比較することにより、疲労劣化特性に及ぼす多軸応力効果について調べたところ、以下の結論を得た。

(1) 動疲労試験（定負荷速度試験）での破断時間および繰返し疲労における疲労寿命を、き裂進展過程が静疲労と同じ時間依存型であると仮定して求めた等価時間で整理し、最大負荷応力と疲労寿命（等価時間）との関係を求めたところ、いずれの応力状態においても動疲労試験による破壊強度と比較して疲労強度（時

間強度）が減少し、明らかに疲労による強度の低下がみられた。

(2) 最大負荷応力に対する疲労寿命（等価時間）の回帰直線よりき裂進展パラメータ n 値を求め、き裂進展特性に及ぼす多軸応力効果について検討した結果、動疲労試験、静疲労試験、繰返し疲労試験、いずれの負荷方法においても、圧引張負荷による引張-圧縮応力下での n 値は単軸引張応力下でのものよりも増大した。

(3) 引張-圧縮応力下での n 値の増大については、き裂面に平行な方向より働く圧縮応力によってき裂が初期き裂面に平行な方向よりそれて進展する可能性が減少するため、結晶粒界等の障害物をう回することが困難になったこと、およびき裂先端近傍に生じる圧縮応力場によってき裂先端の密着領域が増大し、き裂の伝ばが阻止されたことによると考えた。

（平成 4 年 4 月 21 日 日本材料学会第 60 回セラミック材料部門委員会にて講演）

参 考 文 献

- 1) B. J. Pletka and S. M. Wiederhorn, *Fracture Mechanics of Ceramics*, **4**, 745 (1978).
- 2) B. J. Pletka and S. M. Wiederhorn, *J. Mater. Sci.*, **17**, 1287 (1982).
- 3) D. K. Shetty, A. R. Rosenfield, G. K. Bansal and W. H. Duckworth, *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**, 1 (1981).
- 4) M. C. Shaw, P. M. Braidon and G. J. Desalvo, *Trans. ASME. J. Eng. Ind.*, **97**, 77 (1975).
- 5) 池田清彦, 井垣 久, 谷川義信, 田頭浩一郎, 日本機械学会論文集, **56**, 1116 (1990).
- 6) A. G. Evans and E. R. Fuller, *Met. Trans.*, **5**, 27 (1974).
- 7) 松尾陽太郎, “セラミックスの寿命と破壊”, p. 7 (1989) 内田老鶴園
- 8) 鈴木利哉, 池田清彦, 谷川義信, 井垣 久, 日本機械学会関西支部第 66 期定時総会講演論文集, No. 914-1, 160 (1991).
- 9) S. M. Wiederhorn and H. Johnson, *J. Am. Ceram. Soc.*, **57**, 336 (1974).
- 10) 池田清彦, 井垣 久, 谷川義信, 日本機械学会論文集, **57**, 2390 (1991).