炭化珪素ウイスカ強化窒化珪素 (SiC-Whisker/Si₃N₄) の 疲労に及ぼす荷重繰返しの影響†

森 中 泰 章* 三 宅 正 道** 藤 井 透***

Cyclic Effect on Fatigue of SiC-Whisker/Si₃N₄ Composite

by

Hiroaki MORINAKA*, Masamiti MIYAKE** and Toru FUJII***

The cyclic effect on fatigue of a SiC-Whisker/Si₃N₄ composite (CMC) was investigated. Three-point bending specimens were used for both static fatigue and cyclic fatigue tests at room and an elevated (1400°C) temperatures. The following conclusions were obtained from the experiment.

The cyclic effect on fatigue of CMC seems to exist at the both temperatures when the fatigue life under cyclic loading is compared with the static fatigue life in terms of time from a viewpoint of slow crack growth (SCG). However, the observed cyclic effect is not much appreciable. The fatigue of CMC is mostly dominated by SCG. The cyclic effect at room temperature is larger than that at 1400°C. At 1400°C, the cyclic effect becomes large with an increase in applied stress. SCG area in the fracture surface of the specimen under sustained loading is smaller than that under cyclic loading.

Key words : CMC, SiC-Whisker/Si₃N₄, Fatigue, Cyclic effect, Slow crack growth, Elevated temperature

1 緒 言

今日、優れた耐熱性から構造用材料としてのセラミックスが注目されている。しかし、セラミックス単体では破壊じん性値が低いため、他の材料との複合化によるじん性の向上が模索されている。このような状況にあって、ウイスカにより強化された CMC (セラミックス系複合材料) は実用の点から最も注目されている材料の一つである。

この材料を構造部材として用いる場合、その疲労特性を十分に把握しておく必要がある。ジルコニア等によって高じん性を図ったセラミックス以外ではもっぱら Slow Crack Growth (SCG)^{(1)~(4)} が材料の時間強度を支配していると信じられてきた。最近では疲労強度に及ぼす荷重の繰返しの効果をいくらか存在することが認められつつある^{(5)~(7)}。しかし、CMC についてこの種の研究は少なく、材料を複合することにより疲労に及ぼす荷重の繰返しの効果が現れるのか、また、その程度はどれくらいかなど不明な点が多い。

本研究の目的は、炭化珪素ウイスカ強化窒化珪素 (SiC-Whisker/Si₃N₄) について、常温および高温下で静疲労試験ならびに繰返し疲労試験を行い、疲労に及ぼす荷重繰返し効果 (疲労加速効果) があるかどうかを明らかにすることである。

2 実 験

2.1 試験片

本研究に用いた CMC の SiC ウイスカは、直径約 1 μm、長さ 200 μm 以下の柱状の結晶である。試験片はホットプレス成形により製作された円盤より切出された。したがって、円盤の面内では擬似等方性材料とみなすことができる。後述するように、3点曲げ試験により疲労試験を行った。そのため、試験片の寸法は JIS R 1601 に従った。3点曲げ治具と共に試験片の形状、寸法を Fig. 1 に示す。試験片の表面を長手方向に研磨し、試験前、目視観察により試験片の表面に有害な傷がないことを確めた。

2.2 試験方法

いずれの試験にも試験機には電気油圧サーボ式引張圧縮試験機を用いた。疲労試験は研究室雰囲気中、常

Fig. 1. Three-point bending set-up.

† 原稿受理 平成 4 年 8 月 28 日 Received Aug. 28, 1992

* 学生会員 同志社大学大学院 〒602 京都市上京区今出川烏丸, Graduate Student, Doshisha Univ., Kamigyo-ku, Kyoto, 602

** 同志社大学大学院 (現: JR 東海) 〒602 京都市上京区今出川烏丸, Graduate Student, Doshisha Univ., Kamigyo-ku, Kyoto, 602

*** 正 会 員 同志社大学工学部機械系 〒602 京都市上京区今出川烏丸, Dept. of Mech. Eng., Doshisha Univ., Kamigyo-ku, Kyoto, 602

Fig. 2. Test apparatus.

温 (23°C) および 1400°C の高温下で行った。高温試験では電気炉を用い、炉内に試験片および治具を納めてから加熱した。1 時間かけて温度を 1400°C まで上昇させ、その状態でさらに 30 分間保持した。その後、荷重を負荷した。治具の材質は SiC である。

高温下では試験片の荷重直下のたわみを直接精度良く計測できない。そこで試験機のアクチュエータに接続されたロッドの変位を計測し、試験片の曲げたわみとした。ロッドの荷重点に近い部分にアルミ円盤を取り付け、渦電流式非接触微小変位計を用いたわみ (ロッドの変位) の計測を行った。試験装置の概要を Fig. 2 に示す。

走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて破壊した試験片の表面を観察した。

2・2・1 静的強度測定試験 荷重速度一定の条件での強度試験 (静的強度測定) を行った。荷重速度は、応力速度で 9.8 MPa/sec である。

2・2・2 静疲労試験 所定の荷重まで 1 秒間で負荷する。そのまま荷重を保持し、破壊までの時間を計測する。時間の経過とともに特に高温下では試験片の曲げ変形が進む。静疲労試験でもロッド変位の時間変化を測定した。

2・2・3 繰返し荷重疲労試験 繰返し疲労試験に用いた荷重は荷重制御の三角波荷重である。応力比 R は 0.1、繰返し荷重の周波数は、室温下では 7 Hz、高温下では 10 Hz とした。次式によりロッドの変位から試験片の剛性 (見かけの曲げヤング率 E) を求めた。

$$E = \frac{\ell^3 \Delta P}{4wt^3 \Delta u} \quad (1)$$

ΔP : (最大繰返し荷重) - (最小繰返し荷重)

Δu : ロッドの変位量

ℓ : 支点間距離

w : 試験片の幅

t : 試験片の厚さ

3 実験結果および考察

3・1 静的試験

Fig. 3, 4 に荷重速度一定での曲げ試験結果 (応力-変位曲線) を示す。常温および高温下での平均静的強度はそれぞれ 1040, 355 MPa であった。常温下では応力-変位曲線は 2 本の折れ曲がった直線で表される。2 番目の直線の傾きは初期直線の傾きより大きい。一方、高温下では上に凸な曲線となる。高温下で応力-変位関係が非線形となるのは焼結助剤により形成されたガラス相の影響によると思われる。すなわち、SiC ウィスカや Si₃N₄ 母材粒子間にあるガラス相が高温で軟化し、ウィスカや母材粒子の回転、移動、ずれを容易にさせるため、応力-変位関係が非線形な曲線となったと考えられる。

3・2 疲労寿命

常温および高温下における静疲労寿命を Fig. 5, 6 に示す。図中の直線の傾きは次式より、 $-1/n$ となる。

$$\log \sigma_{\max} = -\frac{1}{n} \log t_{\text{static}} + \log C_1 \quad (2)$$

$\sigma_{\max}$: 負荷応力

n : 疲労パラメータ

t_{static} : 静疲労寿命

C_1 : 定数

静疲労寿命における疲労パラメータ n は常温では

Fig. 3. Stress-deflection curve at 23°C.

Fig. 4. Stress-deflection curve at 1400°C.

Fig. 5. Relation between stress and time to failure under sustained loading at 23°C.

Fig. 6. Relation between stress and time to failure at 1400°C under sustained loading.

$n=37$, 高温では $n=9.8$ となった。繰返し荷重下でも CMC の破壊が SCG により支配されているとした場合, 応力比 R を考慮すると, 次式より静疲労寿命 t_{static} から時間で表された繰返し荷重下での疲労寿命 $t_{\text{pre, c}}$ が推定される。

$$t_{\text{pre, c}} = \frac{(1-R)(n+1)}{(1-R^n)} t_{\text{static}} \quad (3)$$

Fig. 5 より, 常温下では,

$$t_{\text{pre, c}} = 34.2 \cdot t_{\text{static}}$$

となる。Fig. 6 より高温下では,

$$t_{\text{pre, c}} = 9.72 \cdot t_{\text{static}}$$

となった。常温および高温下における最大繰返し応力と繰返し疲労寿命の関係をそれぞれ Fig. 7, 8 (○印) に示す。縦軸は最大繰返し応力を破壊強度で除して無次元化された応力比である。上式による静疲労寿命から求められた繰返し疲労寿命の推定値についても図中 (●印) で示す。両条件下において, 繰返し荷重下での疲労寿命は推定値より短くなった。このことより荷重の繰返しにより疲労劣化が多少なりとも加速されることが想像される。すなわち, 疲労破壊に及ぼす荷重繰返しの効果が存在することが伺える。ただし, 疲労寿命に及ぼす荷重繰返しの効果は常温の方が高温下の場合より大きいようである。また, 高温下では, 高応力レベル (曲げ強度の 80~90%) での繰返し荷

Fig. 7. S-N diagram at 23°C.

Fig. 8. S-N diagram at 1400°C.

重下の疲労寿命は SCG から予想される疲労寿命より 1/2~1/5 程度短くなっているが, 応力レベルが低い場合 (曲げ強度の 40~56%), 繰返し疲労寿命の実験値と推定値の差は非常に少なくなり, 応力レベルが高い程, 荷重繰返し効果が大きいように見受けられる。

高温下での繰返し数と見かけの剛性の関係を Fig. 9 に示す。繰返し荷重の応力レベルが高い (曲げ強度の 85%) と破断時の剛性低下はわずかであり, 低応力レベル (曲げ強度の 40, 50, 56%) の場合の破断時の

Fig. 9. Modulus decay at 1400°C.

剛性低下量は大きいことがわかる。特に、 $\sigma_{\max}$ が静的強度の 40% の場合、破断時の剛性は初期の 60% にも減少する。この剛性低下は後述の破断面の SEM 写真により明らかとなるが、試験片引張面に垂直に入る主クラックにより引き起こされると考えられる。クラック深さの増加と共に試験片の実質曲げ面積、断面係数が減少するため、繰返し荷重に対する見かけの曲げ剛性が減少することになる。応力レベルが高いと SCG によるわずかなクラックの成長によりクラック先端での応力拡大係数が破壊じん性値に達し、瞬時に破壊する。そのため、疲労破壊に至る前に大きな剛性低下を記録することはない。一方、低応力レベルでは試験片の引張り面に少々深いクラックが入っても、クラック先端での応力拡大係数は破壊じん性値に達せず、十分深いクラックが入った後、破壊することになる。そのため、破断に至るまで大きな見かけの剛性低下を記録すると考えられる。しかし、常温下では応力レベルの高低、疲労寿命の長短に関わらず、破断に至るまで見かけの剛性低下はほとんど観察されず、破壊は突発的に瞬時に生じる。

高温下では静的試験においても焼結助剤より形成されたガラス相によると見られる大きな変形も観察されたが、静疲労試験においてもガラス相によると考えられるクリープ変形が観測された。Fig. 10 荷重点のたわみと時間の関係を示す。負荷が小さいと第 1 期から第 3 期までのクリープ変形域が観察される。しかし、常温では破壊が起こるまで明らかな曲げ変形の増加は観察されない。破壊は突発的に瞬時に生じる。同様なクリープ変形は高温繰返し疲労試験でも観察された。Fig. 11 は最大負荷時の荷重点の変位と繰返し数の関係を示す。比較のため、時間軸を繰返し数軸と平行に示してある。時間のオーダは異なるが、高温静疲労の場合と同様な傾向のクリープ変形が認められる。静疲労の場合と同様、常温下ではクリープ変形は認められなかった。いずれの疲労試験でも高温下では定常クリープ領域が観測されている。一般に定常クリープ領域、

Fig. 10. Creep deflection under sustained loading at 1400°C.

Fig. 11. Creep deflection under cyclic loading at 1400°C.

Fig. 12. Relation between creep velocity and applied stress at 1400°C.

すなわちクリープ変形速度が一定の状態ではそのクリープ速度 V_c (m/sec) と負荷応力 $\sigma_{\max}$ (Pa) の間に

$$V_c = C \cdot \sigma_{\max}^m$$

C : 定数

m : クリープパラメータ

の関係が成り立つ。Fig. 12 に、負荷応力 $\sigma_{\max}$ (MPa) とクリープ速度 V_c (m/sec) の関係を示す。クリープパラメータ m はこの図から直線の傾きで与えられる。静疲労と繰返し疲労を比べると、両者の直線の傾きはおおむね等しく、荷重の繰返しによってクリープパラメータが大きな影響を受けることはないと言える。すなわち、静疲労の場合と同様、繰返し疲労であっても、個々の瞬間瞬間の荷重の重ね合わせでクリープが生じており、それらが線形に重ね合わされることにならないようだ。

3・2 破面観察

3・2・1 巨視的破面観察 常温および高温下における静疲労および繰返し疲労荷重により破壊した試験片の破断面は起伏の激しい部分と滑らかな部分があった。一例として高温下での繰返し疲労荷重により破断した破断面を Fig. 13 に示す。起伏の激しい部分は繰返し数の増加に伴い徐々にき裂が進展した部分 (SCG 領域) であり、滑らかな部分は瞬時に破壊した部分

Fig. 13. Fracture surface of specimen failed under cyclic loading at 1400°C.

Fig. 14. Relation between normalized crack area and stress at 1400°C.

(ぜい性破壊した領域)である。¹⁰⁾ 引張り面から徐々にき裂が進展し、ある程度の長さには達した後、試験片は瞬時に破断したと考えられる。一方、常温下では静疲労、繰返し疲労いずれも SCG によると思われる破面はほとんど見出されず、微小なき裂から瞬時に破壊が起こっていることを裏付けている。高温静疲労および繰返し疲労での、破断した試験片の断面積に対するき裂の SCG 領域の割合を Fig. 14 に示す。両疲労荷重下において、応力レベルが高い程、SCG 領域が小さいことがわかる。静疲労と繰返し疲労を比べると高温の場合、同じ負荷に対して静疲労の方が SCG 領域が大きい。SCG 破面の面積から、不安定成長開始時の平均クラック長さを求め、静疲労と繰返し疲労の場合の破壊じん性値を次式¹¹⁾より算出した。

$$K_{Ic} = \sigma \sqrt{\pi a} F(a/t)$$

$$\sigma_0 = 6(P_{\max} \ell/4)/t^2 w$$

$$F(a/t) = 1.107 - 2.120(a/t) + 7.71(a/t)^2 - 13.55(a/t)^3 + 14.25(a/t)^4$$

a : 引張り側表面からのクラック長さ

t : 試験片の厚さ

$P_{\max}$: 最大繰返し荷重

w : 試験片の幅

静疲労の場合、 K_{Ic} の平均値は $14.2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となる。繰返し疲労の場合は $K_{Ic} = 10.2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となった。クラック長さによらず破壊じん性値が一定であるとした場合、上式を変形して算出される SCG クラック長さと応力レベルの関係は Fig. 14 の実線で与えられる。図から分かるように、繰返し疲労の場合は、クラック長さによらず、 K_{Ic} はほぼ一定と見なすことができる。一方、静疲労の場合は、クラック長さが短いところでは K_{Ic} は小さくなり、クラック長さが長くなると見かけの K_{Ic} が大きくなる。ここにも荷重繰返しの効果が認められる。

3・2・2 微視的破面観察 Fig. 15, 16 に、常温および高温下における静疲労および繰返し疲労荷重により破壊した試験片の微視的な破断面を示す。常温下では疲労に及ぼす荷重繰返しの影響がはっきり認められるにも関わらず、静疲労と繰返し疲労の破面性状に差が認められない。ウイスカが破面からわずかに飛び出ているところが見受けられるものの大きく引抜かれた様子は少ない。一方、高温下ではウイスカが引抜かれた様子を示す破面となっている。静疲労と繰返し疲労では破面性状に幾分の違いが認められる。

Fig. 17 に示すように高温下の場合、試験片の表面に多数の柱状粒子が観察された。形状からこの柱状粒子は SiC ウイスカではない。一般に、焼結助材とし

(a)

(b)

Fig. 15. SiC whisker in the fracture surface under (a) sustained loading and (b) cyclic loading at 23°C.

Fig. 16. Pull-out of SiC whisker in the fracture surface under (a) sustained loading and (b) cyclic loading at 1400°C.

Fig. 17. Si₃N₄ and whiskers in the tensile surface at 1400°C.

でイットリウムが用いられた場合、焼結時に Si₃N₄ の結晶粒子が柱状に成長するといわれている。¹²⁾ そこで今回観察された柱状粒子は Si₃N₄ 柱状粒子と考えられる。常温下の場合、この Si₃N₄ 柱状粒子は観察されなかった。試験片の表面は研磨されていたためと考えられる。高温下の場合、高温によって研磨された試験片表面からガラスが流出し、Si₃N₄ 柱状粒子が浮き出てきたため、試験片の表面でそれが観察されたと考えられる。

3・3 繰返し荷重下での SiC-Whisker/Si₃N₄ の破壊じん性値の低下

Fig. 18. Proposed mechanism for cyclic fatigue in brittle matrix-fiber composites toughened by matrix cracking and fiber pull-out; (a) unloaded fiber in matrix; (b) composite loaded to moderate stress, matrix cracks; (c) composite loaded to higher stress level, fiber-matrix interface debonds, and fiber fails at weak point; (d) at higher stress level fractured fiber is pulled from matrix, resulting, at least, in fiber damage from abrasion, (e) composite is unloaded.

3・2・1 項で、高温繰返し疲労荷重下での破壊じん性値は静的疲労のそれより低いことを指摘した。David は次に述べる疲労損傷過程 (Fig. 18 参照) を提唱した。¹³⁾ 母材内にき裂が発生し (Fig. 18 (b)), その先端が繊維に接すると、その繊維を回り込んでき裂は成長する (同図 (c))。負荷がかかると繊維の引抜きが生じる (同図 (d))。除荷されても繊維と母材間の摩擦により、その挙動は不可逆である。繰返し数の増加に伴い繊維の引抜きの長さは長くなり、その長さがある臨界値に達したとき繊維が座屈する (同図 (e))。この過程が試験片内で連続的に発生し、やがて最終破壊が生じる。このような現象が本 CMC の繰返し疲労でも生じているとすると、繰返し疲労の見かけの破壊じん性値は除荷とクラックの閉口を伴わない静疲労と比べてウイスカが損傷を受けている分、小さくなることが予測できる。

3・4 疲労に及ぼす荷重繰返し効果に関する疑問点

高温疲労でクラック長さが短い、言い換えれば、負荷時間が短い領域では静疲労から見積られた K_{Ic} は繰返し疲労での値に近い。時間寿命が短い場合には試験片のクリープ変形も少なく、静疲労と繰返し疲労とで試験片内部の、特に SCG クラック先端付近での状態に大きな違いがないとすれば、両者で SCG クラック長さ、さらには K_{Ic} の差が少なくなることは合理的に見える。しかし、疲労寿命から見た荷重繰返しの効果はむしろ疲労寿命の短い領域ではっきり認められ、この点、未解決な問題が残っている。

Fig. 8 では、高温で負荷が低い場合、疲労強度に対

する荷重繰返しの効果がむしろ僅かとなっていることを指摘した。このことは疲労破壊に関して SCG が支配的であることを示している。しかし、破面から見ると静疲労と繰返し疲労とでは SCG による破面の面積が異なっており、長時間寿命に対しては SCG 以外の他の要因、特に Fig. 11, 12 に示されるようにクリープ変形あるいはこれから類推されるガラス相の流動に伴う微視的な変形機構が関連するようと思われる。高温の場合、大きなクリープ変形を記録したことから、焼結助剤によって形成されたガラス相の流動が荷重繰返しの影響の原因となることは想像されるが、長期寿命でむしろ荷重繰返しの効果が小さくなることは必ずしも、ガラス相の流動および上述の David のモデルで疲労に及ぼす荷重繰返しの効果が説明できないことを物語っている。

常温下ではデータ数が少なく、バラツキも大きい。また、静疲労寿命直線の傾きが小さい、すなわち、疲労パラメータ n の値が大きいことから断定的に言えないが、疲労に及ぼす荷重繰返しの効果は認められる。その程度は高温下よりむしろ大きいようである。常温疲労の場合、静疲労と繰返し疲労では微視的破面観察結果に大きな違いが認められないことから、繰返し荷重下での疲労破壊は静疲労と同様、SCG が支配的であるが、その他の疲労破壊加速機構が存在するかも知れない。

4 結 言

本研究の結果、SiC-Whisker/Si₃N₄ の疲労について以下のことが明らかとなった。

- (1) 静疲労寿命と比べると疲労に及ぼす荷重繰返しの効果が認められる。
- (2) 荷重繰返しによる疲労加速はそれほど小さくなく、CMC の疲労は主として SCG に支配されている。

(3) 常温の方が高温に比べて荷重繰返しの効果が顕著である。高温下では、応力レベルが低くなれば疲労強度に及ぼす荷重繰返しの効果は小さくなる。

(4) 高温下では、破断面の SCG 領域は、静疲労荷重下の方が繰返し疲労荷重下の場合より小さい。

終わりに、試験片を提供して頂きました三菱重工(株)に、さらに本研究を遂行するにあたり献身的に協力した本学学生兼子佳久君に深く謝意を表する。

参 考 文 献

- 1) T. Kawakubo and K. Komeya, J. Am. Ceram. Soc., **70**, 400 (1987).
- 2) A. G. Evans, Fatigue in Ceramics, Int. J. Fract., **16**, 485 (1980).
- 3) M. Masuda, T. Soma, M. Matui and I. Oda, Ceram. Ing. Sci. Proc., **9**, 1371 (1988).
- 4) 大司達樹, 山内幸彦, 兼松 渉, 伊藤正治, 日本セラミックス協会学術論文誌, **98**, 1063 (1990).
- 5) R. H. Dauskardt, W. Yu and R. O. Richie, J. Am. Ceram. Soc., **70**, C248 (1987).
- 6) 川久保 隆, 後藤 昭, 材料, **36**, 1253 (1987).
- 7) 横堀寿光, 足立岳志, 日本セラミック協会学術論文誌, **98**, 957 (1990).
- 8) Carl Zweben, Ceram. Eng. Sci. Proc., **8**, 499 (1985).
- 9) 西田俊彦, 安田榮一, “セラミックスの力学的特性評価”, p. 185 (1986) 日刊工業新聞社
- 10) 上野 明, 材料, **39**, 716 (1990).
- 11) 國尾 武, 中沢 一, 林 郁彦, 岡村弘之, “破壊力学実験”, p. 241 (1984) 朝倉書店
- 12) 奥田 博, “ファインセラミックス”, p. 16 (1989) 日本規格協会
- 13) D. Lewis, Ceram. Eng. Sci. Proc., **4**, 874 (1983).