Si₃N₄ の繰返し混合モード荷重下でのき裂伝ば挙動†

河 本 忠 良* 片 山 剛之丞**

岡 部 卓 治*** 木 戸 光 夫***

Crack Propagation Behavior of Si₃N₄ Ceramic Under Cyclic Mixed-Mode Loading

by

Tadayoshi KOHMOTO*, Gohnjoh KATAYAMA**, Takuji OKABE***
and Mitsuo KIDO***

Fracture behavior of Si₃N₄ ceramic was investigated under cyclic mode I/mode II mixed-mode loading in various environments. The crack propagation rate was higher than that for cyclic mode I loading, and it was higher in water than in nitrogen gas. The fretting and hydration reaction seemed more active than those for cyclic mode I loading, and therefore even if the stress shielding effects by particle bridging and wedging exist, those effects were easily decreased, and the effective stress intensity factor range ΔK_{tip} was increased. When the debris was accumulated by the fretting between the crack surfaces, the substantial effective stress intensity factor for mode II was increased. Therefore, it was suggested that in the case that K_I was decreased by the particle bridging and K_{II} was increased by the fretting the fracture morphology became transgranular fracture rather than intergranular fracture.

Key words : Silicon nitride, Mixed-mode loading, Cyclic fatigue, Wedging effect, Particle bridging effect

1 緒 言

アルミナ、ジルコニア、窒化けい素、炭化けい素等に代表される構造用セラミックスを実用化に向けて指向する場合、繰返し荷重下での強度特性を知ることは重要である。すでに疲労き裂伝ば速度に及ぼす応力比^(1),2)、繰返し速度⁽³⁾、き裂長さおよびき裂開口挙動^(4),5)などの影響が調べられており、また Ritchie⁽⁶⁾は、各種セラミックスの S-N 曲線およびき裂伝ば挙動を幅広い観点から詳細に調べている。それらはいずれもモード I 荷重の場合について調べたものである。ところが実際に機械部品等に加わる荷重は、一般に複雑な状態にあり、混合モード荷重の場合が多いが、これについてはあまり調べられていないようである。そこで本研究では、常圧焼結窒化けい素を用い、モード I / モード II の繰返し混合モード荷重下での疲労き裂伝ば挙動を室温純水および窒素ガス中で調べ、その破壊メカニズムについて検討した。

2 実験方法

供試材は常圧焼結窒化けい素 (Si₃N₄) で、その常温

下での材料特性値を Table I に示す。試験片形状は、前報と同様、3×4×40 mm および 5×10×50 mm の曲げ試験片であり、表面を粒度 #2000 のダイヤモンド砥粒で鏡面仕上げした後、試験片中央にビッカース圧痕をつけ、BI 法により 2~4 mm の予き裂を導入した。その後、予き裂を導入する際の残留応力を除去するため、大気中で熱処理 (973K, 19.0×10⁴ s) を施し、さらにアセトン中で 1.2 ks 間超音波洗浄を行い、実験に供した。疲労試験は、既報^(7),8)のバイモルフ式疲労試験機を用い、非対称 4 点曲げにより行った。なお応力拡大係数 K_I , K_{II} の算出には、Gao⁽⁹⁾の式を用いた。

本実験では、繰返しモード I 形荷重 ΔK_I を一定とし、それに種々の大きさの繰返しモード II 形荷重 ΔK_{II} を重畳させたときの破断繰返し数およびき裂伝

Table I. Material properties.

Material	Density ρ (g/cm ³)	Young's modulus E (MPa)	Poisson's ratio ν	Grain size ϕ (μ m)
Si ₃ N ₄	3.3	2.7×10 ⁵	0.3	1.5

† 原稿受理 平成 5 年 10 月 1 日 Received Oct. 1, 1993

* 学生会員 広島工業大学大学院 〒731-51 広島市佐伯区三宅, Graduate Student, Hiroshima Inst. of Tech. Univ., Saeki-ku, Hiroshima, 731-51

** 広島工業大学工学部機械工学科 〒731-51 広島市佐伯区三宅, Dept. of Mech. Eng., Hiroshima Inst. of Tech. Univ., Saeki-ku, Hiroshima, 731-51

*** 正会員 広島工業大学工学部機械工学科 〒731-51 広島市佐伯区三宅, Dept. of Mech. Eng., Hiroshima Inst. of Tech. Univ., Saeki-ku, Hiroshima, 731-51

ば速度を求めた。なお試験環境は温度 $293 \pm 5\text{ K}$ の純水および窒素ガス中とし、き裂長さは 200 倍の読取り顕微鏡（最小目盛り $10\text{ }\mu\text{m}$ ）によって測定した。

3 実験結果および考察

3.1 繰返し混合モード荷重下での破断繰返し数とき裂伝ば速度

ΔK_I を一定 ($1.8\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) とし、それに種々の大きさの ΔK_{II} を重畳させたときの両者の比 $\Delta K_{II}/\Delta K_I$ (以下モード比 ϕ と略称する) と破断繰返し数 N の関係を純水中で調べた。その結果を Fig. 1 に示す。ただし、 ΔK_I および ΔK_{II} は実験開始時の値 (初期値) である。なお図中には傾向をよりわかりやすくするために、結果をバラツキ帯で表してある。またモード比 $\phi=0$ のところの繰返し数は、 ΔK_I のみ ($\Delta K_{II}=0$) の破断繰返し数を示している。図より、モード比 ϕ が大きくなるにつれて破断繰返し数 N は減少しているのがわかる。一方、データは省略しているが、窒素ガス中では 10^7 回繰返しても破断しなかったが、水中では約 10^6 回以下でほとんど破断している。このことより、疲労破壊に対して水分子が大きく影響していることがわかる。

Fig. 2 は繰返し速度 $f=300\text{ Hz}$ 、応力比 $R=0.52$ としたときの、き裂伝ば速度 da/dt と最大応力拡大係数 $K_{I\text{max}}$ の関係である。ここで、 ΔK_I 、 ΔK_{II} および R はいずれも実験開始時の値であり、 $K_{I\text{max}}$ はき裂伝ば中のそれぞれ瞬時の値である。ただし、そのき裂長さは予き裂延長線上への投影長さとした (なお、本混合モード試験の場合のき裂伝ばは、その開始直後は、予き裂延長線に対してわずかに角度をもち、徐々に増加しながら伝ばし、最終破断に至る (最終破断部の角度はせいぜい 15° 以下で、長さは予き裂長さを含めて約 4.5 mm であった)。なおその伝ば様相は、わずかに弓状をなす直線き裂であった)。これより、定常状態でのき裂の伝ば速度は、モード I より混合モードの方が速くなっている。また、両モードとも、水中の方が窒

Fig. 1. Relation between stress intensity factor ratio $\Delta K_{II}/\Delta K_I$ and number of cycles to fracture N .

Fig. 2. Relation between crack propagation rate da/dt and maximum stress intensity factor $K_{I\text{max}}$.

素ガス中より速度は速くなっており、とくにモード I の場合、窒素ガス中では 10^8 回繰返してもき裂は伝ばしなかった。

以上のことから、モード I / モード II の混合モードの方がモード I よりき裂伝ば速度は速いこと、しかも水中の方が窒素ガス中よりき裂伝ば速度は速くなるのがわかる。以下これらの原因について検討する。

3.2 き裂伝ば速度に影響を与える諸因子

初めに、き裂伝ば角度 θ とモード比 $\phi (= \Delta K_{II}/\Delta K_I)$ の関係を調べた。その結果を Fig. 3 に示す。ただし、角度 θ は、き裂伝ば開始直後の繰返し疲労を行った部分 (予き裂先端から約 0.5 mm のところ) での値である。なお図中三角形 (Δ) は鶴田ら¹⁰⁾によって行われた実験結果である。また、図中にはひずみエネルギー密度説^{11)~13)}、最大主応力説^{11), 12), 14)}、ひずみエネ

Fig. 3. Relation between crack propagation angle θ and stress intensity factor ratio $\Delta K_{II}/\Delta K_I$.

ルギー解放率説 ($G_{\max}^{11}$) の各説によって計算した結果も示してある。これより、本実験範囲内 (モード比 $\phi \leq 0.25$) では、どの説にも良く当てはまっており、大差はないことがわかる。

ところで、繰返し疲労の際のき裂開閉口挙動は、き裂伝ばにとって重要である。そこで、試験片の表面にき裂をまたぐようにしてひずみゲージ (ゲージ長さ 5 mm) を貼付け、負荷→除荷過程でのき裂の開口変位 (COD) を測定した。その結果を Fig. 4 に示す。ここで、実線は予き裂のない試験片を用いて同様の方法により測定した結果である。これによると、き裂は負荷過程では約 60 N で開口し始め、約 130 N で完全に開口している。また除荷過程では、約 130 N で閉口し始め、約 55 N で完全に閉口している。Elber¹⁵⁾ は、Al を用いた実験から、き裂はき裂面が完全に開いている荷重繰返しの間のみ伝ばすると考え、次式で表される有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} を提案し、き裂伝ば速度はこの ΔK_{eff} に影響されるとしている。

$$\Delta K_{\text{eff}} = K_{\max} - K_{\text{op}} \quad (1)$$

ここで、 K_{op} はき裂が完全に開口するときの応力拡大係数である。Si₃N₄ を用いた本実験結果 (Fig. 4) から、き裂の開閉口挙動が認められ、($P_{\max} - 130$) N が ΔK_{eff} の荷重に相当する。いま、き裂先端近傍の実質的な有効応力拡大係数範囲 ΔK_{tip} が ΔK_{eff} に直線的に比例するものと仮定すると、

$$\Delta K_{\text{tip}} = \alpha \Delta K_{\text{eff}} \quad (2)$$

ここで、 α は材料定数である。式 (1), (2) より、

$$\Delta K_{\text{tip}} = \alpha (K_{\max} - K_{\text{op}}) = K_{\max} - K_s \quad (3)$$

ここで、 K_s は応力遮へい効果による K 値である。したがって、 K_{op} は応力遮へい効果の影響項である K_s をほぼ具現化したものと考えることができる。ところ

Fig. 4. Relation between load P and displacement u .

で一般に、 K_s を左右する主な因子としては、くさび効果、粒子架橋効果およびフレッティング効果等が考えられるが、以下これらの因子について検討する。

Fig. 5 はき裂側面の SEM 写真である。き裂伝ばにともなって破面から脱落したと思われる粒子や摩耗粉が観察される (これらが、脱落粒子であることについては EPMA 成分分析により確認してある)。このような粒子は Fig. 6 に見られるように、COD の大きい

Fig. 5. SEM observation of the side of crack surface for (a) mode I loading and (b) mode I/mode II mixed-mode loading.

Fig. 6. SEM observation of crack growth behavior.

Fig. 7. Mesh patterns of FEM model.

き裂面間にかみ込んだ状態となり, いわゆるくさび効果を生じさせるものと考えられる. そこで, こうしたくさび効果による応力拡大係数の変化を調べるため, 有限要素解析 (FEM) を行った.

FEM は, Fig. 7 に示すような板幅 40 mm, $2a=20$ mm のき裂を有する CCT 試験片の 1/4 モデルを用い, モード I, モード II を別々に解析し, その結果を重ね合わせることに by 行った. このモデルは, 本き裂伝ば試験に用いた曲げ試験片とは異なるが, かみ込みの效果に大きな違いはないと判断し, かつ計算を簡略化するために用いた. 解析には三角形の 6 節点二次要素を用いた. 解析方法は, まず最大荷重を加えたときの COD を求め, 粒子の大きさを仮定することによって強制変位の決定を行った. つぎにき裂中央からき裂長さの約 60% まで粒子のかみ込みを仮定し, かみ込み範囲内の節点に強制変位を与え, 荷重を少しずつ除荷したときの応力拡大係数 K_I を直接応力法により求めた.

得られた結果を Fig. 8 に示す. 図中実線および一点鎖線はかみ込みのない場合であり, それぞれモード I および混合モードの場合を示す. また図中記号 ○ および △ はかみ込みのある場合であり, それぞれモード I および混合モードの場合を示す. これより, 除荷過程においてモード I, 混合モード共に, かみ込みのある方が K_I が大きくなっているのがわかる. このことは, すなわち, 応力繰返しの場合, 粒子のかみ込

Fig. 8. Results of FEM analysis.

みが生じることによって, 最小応力拡大係数が底上げされ, 実際の応力拡大係数幅 ΔK_{tip} が減少することを意味している. なおモード I と混合モードの応力拡大係数に差が認められるが, これは混合モードによる増加分に起因する.

かみ込みの影響をより分かりやすくするため, それぞれの場合についての ΔK_{tip} を計算した. その結果を Fig. 9 に示す. 結果は荷重比 ($P/P_{max}=0.2, 0.5, 0.8$) で示しているが, いずれの荷重比においてもまたモード I, 混合モードの両方共, かみ込みによって ΔK_{tip} は減少しているのがわかる. 一方, かみ込んだ場合の ΔK_{tip} の値は, 混合モードの方が若干小さくなっている. このように, 脱落粒子などによるかみ込みは, き裂先端の有効応力拡大係数範囲 ΔK_{tip} を減少させる.

Fig. 10 はき裂先端付近の COD の小さい不連続き裂を示す. き裂面間は粒子によって架橋されており, そ

Fig. 9. Influence of gripped debris on effective stress intensity factor range ΔK_{tip} .

Fig. 10. SEM observation of crack growth behavior.

のためき裂の開閉口は抑制されるものと考えられる。すなわち、粒子架橋によってき裂先端近傍の応力遮へい効果が増加し、 ΔK_{tip} は減少するものと考えられる。もちろん、こうした粒子架橋の他に、破面間のアスペリティによるインターロッキングやき裂の偏向も ΔK_{tip} の減少因子になるものと思われる。

上述したくさびおよび架橋効果は、応力遮へい効果 (K_s) を増加させ、き裂先端近傍の実質的な有効応力拡大係数範囲 ΔK_{tip} を減少させる効果があり、この効果は明らかにき裂伝ば速度を低下させる。したがって、これらの効果だけでは本実験結果 (Fig. 2) を説明できない。一方、本実験のような水中繰返し疲労では、架橋部位において繰返し荷重によるフレッシング摩耗が進み、さらに水和反応も促進されるものと思われる。したがって、これらの効果が K_s の減少因子として大きく作用し、前述のくさび効果や架橋効果による K_s の増加因子を大きく上回れば、 ΔK_{tip} は増加し、伝ば速度が速くなることは十分考えられる。

Fig. 11 は別の目的で行った試験片 (6N-H₂SO₄ 水溶液に浸漬させた試験片) の SEM 写真である。ただし、同図 (a) は浸漬時間 $t_i=0$ s, (b) は $t_i=8.64 \times 10^4$ s, (c) は $t_i=6.05 \times 10^5$ s の結果である。これらより、浸漬により粒界相が溶出し、結晶粒界が鮮明になっており、その程度は浸漬時間が長いほど著しいことがわかる。このように、粒界が溶出することにより、粒子は個々に分離しやすい状態になる。このことはすなわち、程度こそ違え本実験で行った水と粒界面にも、似たような現象によって粒界弱化が生じているものと考えられる。したがって、水分子の存在は、粒界割れや柱状晶粒子の引抜きなどを容易にし、結果き裂伝ば速度を加速させるものと考えられる。またこれらの反応の駆動力として、力学的因子 (繰返し荷重) が寄与するが、それはモード I / モード II の混合荷重の方がモード I 荷重より大きいものと思われる。

Fig. 11. SEM observations after immersion tests in 6N-H₂SO₄. t_i : Immersion time.

Fig. 12 は、破面を側面方向から観察したものである。モード I の場合は、図のように表面状態の凹凸が激しく、柱状晶粒子の引抜きも多数見られるが、混合モードの場合のそれは比較的平坦である。したがって、フレッシング摩耗の程度は、モード I よりも混合モードの方が大きいものと予想され、そのことも混合モード荷重下でき裂伝ば速度が高くなった一因と思われる。ところで、破面様相 (SCG 領域) を詳細に観察してみると、Fig. 13 に示すように、モード I の場合はほとんど粒界割れであるのに対し、混合モードの場合は粒内割れが所々に見られる。このように、混合モ

Fig. 12. SEM observation of asperity of fracture surface for (a) mode I loading and (b) mode I/mode II mixed-mode loading.

ードで粒内割れが多く観察される原因の一つとして、フレッティングによって破面間のアスぺリティが減少し、そのために K_{II} が増加するものと考えられるが、以下これについて若干考察する。

Fig. 14 は粒子架橋効果を受けている表面欠陥（ベニー状き裂）に脱落粒子や摩耗粉が堆積している状態を模式的に示してある。粒子架橋は、き裂先端近傍の実質的なモード I 有効応力拡大係数 $K_{I\text{tip}}$ を減少させ

Mode I loading Mixed mode loading

Fig. 13. Fracture surface observed by SEM for mode I/mode II mixed-mode loading.

Fig. 14. Model of fracture mechanism under mode I/mode II mixed-mode loading.

る。一方、モードⅡ有効応力拡大係数 $K_{II\text{up}}$ は、Petrovic¹⁶⁾によると、次式で与えられる。

$$K_{II\text{up}} = \frac{4}{\pi^{1/2}(2-\nu)} \cdot \frac{8(1-\nu^2)\sigma c}{\pi E d} \cdot \tau c^{1/2} \quad (4)$$

ここで、 σ : 垂直応力、 τ : せん断応力、 c : ペニー状欠陥の半径、 E : 縦弾性係数、 ν : ポアソン比、 d : 粒径や表面凹凸の高さである。フレットング摩耗によって摩耗粉などが堆積すると、Fig. 14の s が実験的に小さくなるが、これは式(4)の d が小さくなることに相当する。したがって、粒子架橋による $K_{I\text{up}}$ の減少と同時に、フレットング摩耗粉の堆積によるアスペリティの減少が $K_{II\text{up}}$ を増大させることとなり、相対的にモードⅡ成分が大きくなるものと考えられる。そのため、き裂が粒子に突き当たった場合、粒界よりはむしろ粒内を優先的にき裂が伝ばすることなどにより、結果的に粒内割れが多く観察されたものと思われる。

4 結 言

常圧焼結窒化けい素の予き裂付曲げ試験片を用い、モードⅠ/モードⅡ混合荷重下での繰返し疲労試験を純水中および窒素ガス中で行い、そのときのき裂の伝ば速度を調べた。さらに、き裂伝ばの破面様相をSEMで観察し、混合モード荷重下での疲労き裂伝ばメカニズムの検討を行った。得られた結果は以下のとおりである。

(1) ΔK_I に ΔK_{II} を重畳した場合のき裂の伝ば速度は、 ΔK_I のみの場合よりもかなり速くなる。さらに、窒素ガス中より純水中の方がき裂伝ば速度は速い。

(2) フレットングや水和反応は繰返し混合モード荷重の方が、繰返しモードⅠ荷重のみの場合よりも活

発に生じるものと予想される。そのため、粒子架橋効果、くさび効果およびインターロッキング等による応力遮へい効果が存在しても容易にその効果を減少させ、き裂先端近傍の実質的な有効応力拡大係数範囲 $\Delta K_{I\text{up}}$ を増加させるものと思われる。

(3) フレットングなどによって生じた摩耗粉がき裂面間に堆積すると、き裂先端の実質的なモードⅡ有効応力拡大係数は増加する。したがって、粒子架橋効果等により K_I が減少し、フレットングにより K_{II} が増加した場合の破壊形態は、粒界割れよりは、粒内割れになり易いものと考えられる。

(平成5年9月22日 日本材料学会第7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, 国内第32回材料強度と破壊総合シンポジウム論文集, **32**, 61 (1987).
- 2) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 材料, **36**, 1122 (1987).
- 3) 大塚昭夫, 菅原宏人, 齋 成根, 材料, **41**, 1279 (1992).
- 4) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 朝倉幹夫, 材料, **39**, 1570 (1990).
- 5) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 山中洋一, 材料, **41**, 495 (1992).
- 6) R. O. Ritchie and R. H. Dauskardt, 日本セラミックス協会学術論文誌, **99**, 1047 (1991).
- 7) 横垣 剛, 岡部卓治, 木戸光夫, 材料, **42**, 1083 (1993).
- 8) 宮原健志, 力石哲也, 木戸光夫, 上野 学, 材料, **40**, 1049 (1991).
- 9) Gao Hua, M. W. Brown, K. J. Miller, Fat. Eng. Mater. and Struc., **5**, 1 (1982).
- 10) 鶴田英芳, 山田直仁, 中筋善淳, 榊田昌明, 松井 實, 日本セラミックス協会学術論文誌, **99**, 574 (1991).
- 11) G. C. Sih and B. C. K. Cha, Engng. Fract. Mech., **6**, 699 (1974).
- 12) 上田幸雄, 池田一夫, 八尾哲也, 青木 満, 柴崎俊一, 日本造船学会論文集, **144**, 412 (1979).
- 13) 向後保雄, 香川 豊, 八田博志, 日本金属学会誌, **56**, 770 (1992).
- 14) F. Erdogan and G. C. Sih, J. Basic Engng., **85**, 519 (1963).
- 15) W. Elber, ASTM STP, **486**, 1 (1971).
- 16) J. J. Petrovic, J. Am. Ceram. Soc., **68**, 348 (1985).