極高温領域を含みセラミックスを安定き裂進展させる 破壊力学的疲労試験計測方法と二、三の繰返し疲労挙動†

菊川 眞* 下山 仁一**
佐藤 謙士*** 鳥本 和孝***

Fracture Mechanics Fatigue Testing Technique for Measuring Stable Crack Growth in Ceramics at Very High Temperatures

by

Makoto KIKUKAWA*, Toshikazu SHIMOYAMA**, Kenji SATOH***,
and Kazutaka TORIMOTO***

The fracture mechanics fatigue testing technique for ceramics which had been developed by the authors was examined to improve the dynamic instability caused by relaxation of crack tip stress concentration at high temperatures. Double eccentric pulsating compressive loading applied by a computer controlled fatigue testing machine was combined with negative double cantilever loading by soft springs. The testing conditions were extended to include the negative R -ratio of K -value, and the stability of crack growth was statically increased. For measuring the crack growth by the quasi-elastic compliance method and controlling the crack growth rate, an on-line computer software was newly developed, which increased the dynamic stability of testing. Consequently, the fracture mechanics fatigue testing for stable crack growth in silicon nitride became possible beyond 1300K.

Key words: Silicon nitride, Alumina, Cyclic fatigue, Fracture mechanics, Testing method, Fatigue crack growth, Quasi-elastic compliance method, Crack growth rate control, Very high temperatures

1 緒 言

セラミックスは、高強度、高硬度で、高温領域を含む過酷な環境に耐える優れた特性を持つが、そのぜい性のために、実用的な検出限界以下の初期欠陥により強度、寿命に大きいばらつきを生ずることが、強度部材としての信頼性を損ない、その実用化を直接妨げている。しかし、高温環境を含み、静疲労、動疲労、繰返し疲労、クリープなど複雑で、また実用化には避けられないブルーパルスを含む実働負荷の問題もある、広義の疲労強度特性の把握や機構の解明を著しく困難にするこのばらつきの間接の影響もまた無視できない。近年多くの研究が行われている¹⁾が十分とは言えず、さらに1300Kを超える極高温領域では、試験、計測の困難さに、クリープに起因する後述の高温特有の動的不安定、顕著な負荷履歴の影響の問題も加わり、なお解決にはほど遠いと考えられる。

著者らは初期欠陥によるばらつきの影響を避けて様々な条件下での繰返し疲労き裂進展特性、さらにこれよりその機構を調べる目的で、破壊力学的疲労試験による研究を進めてきた。セラミックスなどぜい性材料でもき裂を安定成長させる負荷方式として、初めに偏心圧縮²⁾ついで二重偏心圧縮³⁾ともいうべき方式を用い、荷重-変形ヒステリシスを計測し、これからき裂進展量、き裂開

閉口挙動、ブリッジングフリクションなどき裂進展に関する情報を抽出する、金属におけるいわゆる除荷弾性コンプライアンス法^{4), 5)}をセラミックス用に修正発展させ、高精度化した推定線形(擬弾性)コンプライアンス法ともいうべき方法を開発した。

しかし、高温環境下では、き裂進展速度は、いったん減少し始めるとクリープ変形によりき裂先端の応力集中が緩和して、さらに減少し進展が停止してしまい、増加し始めるとさらに加速し破断に到するという高温特有の動的不安定性を持つ。これに対し、二重偏心圧縮負荷に、き裂進展に静的安定性を加える負の二重片持梁に相当する補助静負荷を加えることと、擬弾性コンプライアンスの増加速度をフィードバックし、動的安定性を加える二重の対策をすることによりほぼ所期の目的を達し若干の成果を得たので報告する。

2 負 荷 方 式

原理図 Fig. 1 に示すように、二重偏心圧縮負荷方式は、幅 W 、厚さ B の直方体試験片を、下端中央に設けたシェブロンノッチを挟み中立軸から e だけ外側に偏心させた間隔 l の二点と上端中央の三点で負荷 P で圧縮し、シェブロンノッチから上方へ中心線に沿い、き裂を進展成長させるものである。試験片の両端の影響のなくなった中央の試験領域では、応力拡大係数 K_{Ip} はき裂が進展

† 原稿受理 平成9年1月10日 Received Jan. 10, 1997

* 名誉会員 〒606 京都市左京区下鴨松ノ木町6-1, Sakyo-ku, Kyoto, 606

** 正会員 福井工業大学工学部機械工学科 〒910 福井市学園, Dept. of Mech. Eng., Fukui Univ. of Tech., Gakuen, Fukui, 910

*** 福井工業大学大学院工学研究科機械工学専攻 〒910 福井市学園, Graduate Student, Fukui Univ. of Tech., Gakuen, Fukui, 910

しても長さ a にかかわらず一定となり, I を中心線の片側の断面二次モーメント, ν をポアソン比とすると式 (1) で与えられる.

$$K_{IP} = \frac{1}{\sqrt{1-\nu^2}} \cdot \frac{M}{\sqrt{I \cdot B}} \quad \text{ただし } M = \frac{P}{2} e, e = \frac{2l-W}{4} \quad (1)$$

実際には, き裂が中心線上を安定して直進するように, 試験片の両面に Fig. 2 に示すように幅 w , 深さ t の長方形のガイドグループを設けた. これを差し引いた正味厚さを B_n , 溝を差し引いた中心線の片側の断面二次モーメントを I_n , これによる中立軸の外側への移動を s とし, 溝による補正をすると K_{IP} は式 (2) となる.³⁾

$$K_{IP} = \sqrt{\frac{3}{2(1-\nu^2)}} \cdot \frac{2l-W-4s}{W} \cdot \sqrt{\frac{I}{I_n}} \cdot \sqrt{\frac{B}{B_n}} \cdot \sqrt{W} \cdot \sigma_c$$

$$= C \cdot \sqrt{\frac{3}{2(1-\nu^2)}} \cdot \frac{2l-W}{W} \cdot \sqrt{\frac{B}{B_n}} \cdot \sqrt{W} \cdot \sigma_c \quad (2)$$

$$\sigma_c = \frac{P}{W \cdot B}, C = \sqrt{\frac{I}{I_n}} \cdot \left(1 - \frac{s}{e}\right), e = \frac{2l-W}{4}, I = \frac{1}{12} B \cdot \left(\frac{W}{2}\right)^3$$

例えば, $B=10$, $w=2$, $t=3$, $l=26\text{mm}$ の時 $W=20$, 24, 30mm における補正係数はそれぞれ $C=1.049$, 1.030, 0.994 となる. この方式では, き裂進展は中立の静的安定性を持ち, 室温においてはき裂は安定に進展し, 負荷と同じ応力比 R が正の範囲で試験, 計測することができる. また負荷が圧縮のみで, Fig. 3 に示すような二組の円筒と平面との転がりの線接触で偏心や摩擦の影響を容易に除去できる. この試験片は, CT 試験片等と比べ穴あけ加工が不要, 試験領域が長く取れる等, 特に高硬度ぜい性材料に適している. さらに試験領域のみを高周波間接加熱し, 負荷, 計測治具を炉外に置けるので極高温領域の試験, 計測が容易な利点がある.

しかし前述の高温特有の動的不安定に対処し, 併せて負の応力比での試験を可能にするため前述の主な圧縮動負荷 P の他に Fig. 3 に示すような簡単な治具で柔らかいバネにより, 試験片下部の両側に Fig. 1 に示す補助圧縮静負荷 Q を加えた. 式 (3) のごとく試験片の応力拡大係数 K_I は, 正の応力比の動的 K_{IP} に, 負の二重片持梁に相当し, き裂長さ a とともに線形に絶対値が増す負の静的 K_{IQ} が加わり, Fig. 1 に示すようにき裂進展に静的安定性

が加わるとともに試験のできる K 値の応力比 R を負の範囲まで広げることができる.

$$K_I = K_{IP} + K_{IQ} \quad (3)$$

この補助負荷による K_{IQ} は式 (4) で与えられる.^{6), 7)}

$$K_{IQ} = -2\sqrt{3} \cdot \frac{1}{\sqrt{1-\nu^2}} \cdot \frac{Q}{B\sqrt{W/2}} \cdot \left(\frac{a-a_0}{W/2} + 0.67 \right) \quad (4)$$

a_0 は試験片下端から Q の荷重点までの距離で 12mm である. ガイドグループを設けたことによる補正を行うと式 (5) となる.

$$K_{IQ} = -2\sqrt{3} \cdot \frac{1}{\sqrt{1-\nu^2}} \cdot \frac{Q}{B\sqrt{W/2}} \cdot \frac{a-a_0}{W/2} \cdot \left(1 + 0.67 \cdot \frac{W/2 + w_0}{a-a_0} \right) \cdot \sqrt{\frac{I}{I_n}} \cdot \sqrt{\frac{B}{B_n}} \quad (5)$$

ここに w_0 は試験片, ガイドグループの寸法で定まり, 材料力学的な方法で概略計算⁷⁾すると前記の寸法の範囲ではほぼ 3.6mm としてよい.

動的負荷 P の振幅 ΔP に対する試験片下端両側の相対角変位 θ の振幅 $\Delta \theta$ の動的コンプライアンス λ は線形の範囲では, 静的な補助負荷 Q には関係なく, き裂長さ a は P に対し K_{IP} が一定となる試験領域では式 (6) のごとく λ の一次式となり, λ を計測し両端もしくは適当

Fig. 2. Shape and size of test specimen.

Fig. 1. Double eccentric compression combined with negative double cantilever loading and the change in K -value with crack growth.

Fig. 3. Setup of testing apparatus double eccentric compression loading combined with negative double cantilever.

な二点で較正すればき裂長さ、き裂進展速度が求まる。

$$a = \frac{E \cdot I_n}{e} (\lambda - \lambda_0), \lambda = \frac{\Delta \theta}{\Delta P} \quad (6)$$

しかし、この方法でも主負荷と補助負荷を連動し試験中に安定度を調節するのは難しく、高温時の安定な試験にはなお不十分で、さらにき裂進展速度をオンラインに計測して荷重をフィードバック制御し対処した。

3 推定線形（擬弾性）コンプライアンス法

き裂進展時の荷重-変形ヒステリシスは、金属の場合には、開口範囲の非線形は変形軸方向の塑性ひずみによる。この場合は、除荷時の逆降伏域は小さく除荷後半に生ずるので、弾性線はこれの無視できる除荷前半の直線部と平行と推定し、このいわゆる除荷弾性コンプライアンスからき裂長さ、き裂進展速度を求める。ヒステリシス幅や閉口による湾曲が小さい時は、除荷弾性線を差し引いた非線形部分を変形軸方向に拡大し、開閉口、塑性変形など非線形挙動を調べることができた。

これに対しセラミックス（後述のガス圧焼結窒化ケイ素 C 材）では、Fig. 4 に示すように固体摩擦形のヒステリシスを示す。き裂の開口する範囲では負荷および除荷曲線の後半に直線部が認められ、この部分は応力比を例えば Fig. 4 に示すように (a) の $R=0.3$ から、(b) の $R=0.6$ へ急変した時にも荷重振幅がある限界以上であれば (c) のように重なり、この部分では摩擦力がほぼ定常になったことを示し、この非線形はブリッジングフリクションによる固体摩擦的な荷重軸方向のものと思われる。

そこで負荷および除荷直線部の延長線 $l-l'$ 、 $u-u'$ の垂直間隔（正負摩擦力の差）の半分でブリッジングフリクションを評価し、両者の中間線 $m-m'$ を摩擦力のない場合の推定（擬）弾性線と考える。この推定線形（擬弾性）コンプライアンスともいうべきものは、応力比を急変し

Fig. 4. Examples of hysteresis loops of ceramics ($\text{Si}_3\text{N}_4\text{-C}$, 5Hz, R.T.).

Fig. 5. Examples of hysteresis loops of ceramics ($\text{Si}_3\text{N}_4\text{-C}$, 5.12Hz, 1400K).

Fig. 6. Examples of hysteresis loops of ceramics ($\text{Si}_3\text{N}_4\text{-B}$, 5.12Hz, 1348K~1543K, $R=0.1$).

ても荷重振幅が上記限界以上であれば連続になり、これからき裂長さを求め、さらにき裂進展速度を求める。ブリッジング力の非摩擦成分もコンプライアンスに影響するが、⁸⁾摩擦成分と同程度の大きさで、そのき裂進展速度の計測への影響は、所要精度に比べ小さく、き裂長さに対しては適当な2点での較正で軽減される。

これらの荷重振幅が上記限界以下になる時にはき裂進展に影響しないよう最大荷重を下げ、振幅を増した少頻度の計測用の負荷を加えるなどの方法をとる必要がある。ブリッジングフリクションの影響の定量的評価には最大荷重 $P_{\max}$ ($K_{\max}$) に対しては、これに対応する ΔF として l, u の荷重軸方向間隔から求めた $F = \Delta F/2$ ($f = F/P_{\max}$) を考え、有効振幅 ΔP_{eff} (ΔK_{eff}) は、 m, m' の荷重軸方向の間隔から求めた。また、 m' は、き裂閉口点 u' を通る垂直線上に定めた。Fig. 4 には試験片の幅 (32mm)、き裂長さが大きく ($>60\text{mm}$) ブリッジングフリクション、閉口現象の特に著しい例を示したが、一般には荷重軸方向に擬弾性線を差し引いた非線形部分を所要倍数 (M_{ni}) 拡大してブリッジングフリクションやヒステリシスの挙動を明瞭にし、ヒステリシスが下方へ湾曲して直線を離れる点でき裂閉口点 u' を定める。

Fig. 5 は試験片幅 20mm の同じくガス圧焼結窒化ケイ素 C 材の応力比を急に下げた高温 (1400K) の場合で、そのままの (a) では明確でないが、6 倍拡大した (b) を見ると長時間ではクリープの影響があり、閉口点が深く圧縮側の下がっているが、短時間の繰返し変形 (5.12 Hz) に対するヒステリシスは固体摩擦形で、クリープの影響がまだあまりないことが認められる。

Fig. 6 (a) は常圧焼結窒化ケイ素 (B 材後述) で、やや低い 1348K から繰返しクリープの影響でだ円状の膨らみが認められるが、ヒステリシスの変形軸の位相を荷重軸に対し適当量 δ 進めると、(b) のように固体摩擦形となり、繰返しクリープの影響が焼結助剤を含む粒界のガラス質によると思われるこの領域では、近似的には線形粘弾性として分離し処理できることがわかる。

4 試験, 計測システム

Fig. 3 に示した試験計測治具の上下端に, インストロン社製の電気油圧サーボ式疲労試験機で応力比が正の動的圧縮負荷 P を加え, 試験片下端の両側の測定腕の上下の変位を伸び計で測り, 相対角変位を得た. 高温試験には付設の 20kW 高周波間接加熱炉を用いた. 試験機は最大荷重 $\pm 50\,000\text{N}$ (最小レンジ $\pm 2\,500\text{N}$), 最大ストローク $\pm 50\text{mm}$, 最大繰返し速度 100Hz で, 伸び計は最大 $\pm 1\text{mm}$ (最小レンジ $\pm 0.05\text{mm}$), 炉は最高使用温度 $1\,773\text{K}$, 高さ約 50mm の前半分を分割して取り外せる円筒状で, 厚さ 10mm , 幅最大 32mm , 長さ 100mm 以上の試験片の上下端を負荷, 計測のため炉外に出し, 中央の試験領域のみ加熱する. 炉内に等間隔に 6 点設けた Pt-PtRh 熱電対により温度を計測し, 前後とともに上下にも二分割したスーパーカントルの発熱体の高さとして上下の位置で温度分布を調節し, ほぼ 20mm の $\pm 10^\circ\text{C}$ 程度の試験領域が得られた.

試験機には荷重, 変位, 伸び計のアナログ式のフィードバックコントローラがある. このアナログ信号入出力から A/D, D/A コンバータボードを経てパーソナルコンピュータに接続し, Fig. 7 に示すようなシステムで試験片取り付け以後のすべての試験, 計測を行った.

パソコン上で稼働する試験機制御ソフトウェアは, 負荷波形信号の出力, 伸び計の動ひずみ信号, 負荷荷重信号のサンプリング, データの圧縮, 記録, オンライン処理と試験条件の記録などを含み, 試験中の試験機の制御・計測を行う. またオンラインでコンプライアンス値やヒステリシスの形状が確認でき, 様々な負荷荷重条件の設定, 1 サイクル以上遅れるが, デジタルなフィードバックが可能である. 試験周波数は 5.12Hz を中心に, 0.64Hz から 21.33Hz まで設定可能で, サイン波のほか数種類の波形が設定できる. 試験中は連続して負荷波形信号の出力を続ける機能を持つ.

動ひずみ信号, 負荷荷重信号のサンプリングも出力負荷波形信号に同期して, 1 サイクル 100 点 (最大 400 点) 試験中連続して行なうが, 1 サイクルで得るデータは膨大で, 有意なコンプライアンス値, ヒステリシスの変化は微小なため, 機械・電気ノイズをできる限り除くために, まずオンラインで通常 100 サイクルまで, さらにき裂進展速度, ヒステリシスの変化とノイズを比較考慮して, 必要ならばオフラインで最大数千サイクルまで連続した同位相の計測値を加算平均して圧縮し, 荷重周期に同期しないノイズを除去し精度を高める. さらに荷重周期にはほぼ同期した 10 次, 数 10Hz 程度以上のノイズは, Savitzky らの平滑化の方法⁹⁾で必要に応じヒステリシスの形状を崩さぬ範囲でオフラインで除去し, き裂進展速度などすべての情報を抽出した.

最大荷重, 応力比の増減, 漸増漸減の速度, 試験周波数の変更など試験条件の設定, 変更はオンラインで可能で, 特にき裂進展速度に敏感な最大荷重については応力比, 周波数の変更に伴うアナログフィードバックの誤差

を, デジタルに制御して自動修正し, これらの影響を高精度に調べられるようにした.

最大, 最小, 平均荷重の変化率 (単位時間当たり), き裂進展速度の制御特性曲線の中心位置 (進展速度の設定値) のプログラムの設定を, 経過サイクル数, 最大荷重, コンプライアンス値 (き裂長さ) を切替要因として 5 ステップまででき, 一定サイクル毎に試験機の状態をログファイルに記録する, 自動運転機能を持たせた.

5 擬弾性コンプライアンス法によるき裂進展速度制御

高温になると, 補助負荷方式によるき裂進展の静的安定性のみでは前述の高温特有の動的不安定には不十分のようで, 負荷 P を漸増していくとき裂進展がいったん停止し, かなり負荷が大きくなってからある距離を急進展するという不安定現象を生じ, 安定なき裂進展が得られない. この現象はかなり長い時定数を持つクリープに起因し, 負荷制御の応答速度に対する要求は必ずしも厳しくはないと考えられる. そこでオンラインでも調節可能な自由度の高さを考え, 試験機制御ソフトウェアで擬弾性コンプライアンスの増加率を荷重にフィードバックし, き裂進展速度の制御を試みた. 問題はサイクルごとのき裂進展に対するコンプライアンス値の有意な増加が微小なため, 各入力信号中の機械的, 電気的ノイズの中から許容される時間遅れ, 計算量で抽出することが難しい点にある.

そこで, 最も簡単な式 (7) の演算でサイクル毎のコンプライアンス値の増分 $\Delta C_p(n)$ から過去の値に適当な 1 以下の減衰比 r で等比級数の重みを付けて最小限時間平均しノイズの残った $\Delta C_p(n)$ を求める.

$$S(n) = \Delta C_p(n) + r \cdot S(n-1), \quad \overline{\Delta C_p(n)} = S(n) \cdot (1-r) \quad (7)$$

その頻度分布を設定した Fig. 8 のような特性曲線 (折れ線) の重みを付けて積算して, コンプライアンス値の増分の偏差を検出し, 積算値が適宜設定できるしきい値を超えた時に負荷信号を 1 デジット増減し, フィードバックした. 特性曲線はき裂進展速度に対応するだけずらした位置を中心に, 適当な不感帯, 比例定数, 飽和値をもつよう定めるが, これらの諸設定値は諸変数を監視

Fig. 7. Block diagram of testing system.

しながらオンラインで調節可能にした。

6 試験, 計測結果と考察

このような試験, 計測方法で得られた若干の実験結果につき前に報告した結果³⁾とも比べ以下に述べる。

供試材料はさきと同じの常圧焼結窒化ケイ素 (仮に B 材と名付け $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-B}$ と略記), 日本特殊陶業製のガス圧焼結窒化ケイ素 EC-141 (仮に C 材と名付け $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-C}$ と略記) と新たに日本ファインセラミックセンター製のリファセラム Al-1 ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-A1}$ と略記) で, 後の二つは日本材料学会疲労部門委員会セラミックス強度分科会の共通試験材料である。機械的性質を Table I に示す。試験条件は各図に [材料, 試験片幅 mm, (試験番号), 試験周波数 Hz, 応力比, 試験温度] の形で示す。

セラミックスの疲労の主因は静疲労で, 繰返し疲労はこれを妨げるウェイクのブリッジングフリクションの繰返しに伴う減耗によるとの Ritchie らの説¹⁰⁾が定説とされ, その後も他に明確な解明はなされていないようである。

著者らはさきにブリッジングフリクションの計測を伴う常圧焼結窒化ケイ素の試験で, 応力比 0.3 で K 値を緩やかに漸増させ, 10 万サイクル以上でき裂を数 mm 以上進展させた場合には, ブリッジングフリクション f の増加によりき裂進展速度が減少し, $K_{\max}$, ΔK 値と対応しなくなるが, より速やかに増減した場合には, それらは

対応し, サイクル当たりき裂進展 da/dN - $K_{\max}$ 両対数線図上で増減が重なった。³⁾

また, Fig. 9 は, ガス圧焼結窒化ケイ素を使用した新システムによる応力比 0.1 一定で負荷を漸減漸増した追試験例で, da/dN - $K_{\max}$ 両対数線図上で増減が重なり, 閉口点, ブリッジングフリクションの有意な変化は認められなかった。

ガス圧焼結窒化ケイ素で試験周波数を 2.5Hz から 20Hz に変えても da/dN - $K_{\max}$ 両対数線図上で両者は重なるが, 応力比を 0.1 から 0.6 に変えると平行移動し重ならない。常圧焼結窒化ケイ素で $K_{\max}$ を一定に保ち応力比をステップ状に変えると, き裂進展速度には ΔK , ΔK_{eff} に即応した対応が認められた。³⁾

これらのことから窒化ケイ素では 1.2 万サイクル 1.2mm では閉口点, ブリッジングフリクションの有意な変化は認められず, さきにも³⁾記したごとくこれらによらない繰返し依存のき裂進展があると考えられる。

今回は, まず常温の試験は,ブリッジングフリクションが大きいと言われるアルミナ (A1 材) について行った。Fig. 10 は上記同様, 応力比 0.1 一定で負荷を漸減漸増したもので, da/dN - $K_{\max}$ 両対数線図上で漸減 (図 (b) に白丸で示す。) は 10^{-10} m/cycle ぐらいまでほぼ直線にのるが, 漸増 (図 (b) に薄墨色で示す。) は 10^{-9} m/cycle ぐらいで戻り, これ以上では重なるが, これ以下のシュレissホルド付近では閉口点 K_d とフリクション f に変化は認められないが, 履歴があるようである。直線部の指

Fig. 8. Feedback of compliance rate (crack propagation velocity).

Table I. Mechanical properties of material.

	$\text{Al}_2\text{O}_3(\text{A1})$ [AL1]	$\text{Si}_3\text{N}_4(\text{B})$	$\text{Si}_3\text{N}_4(\text{C})$ [EC-141]
Density (Mg/m^3)	3.92	—	3.23
Fracture toughness* ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	4.4	—	6.0
Hardness (GPa)	16.4 (HV10)	15 (HV10)	14.7 (HV30)
Flexural strength (4points bending)(MPa)	372	810	981
Young's modulus (GPa)	380	—	320
Poisson's ratio	0.24	—	0.27

* Single Edge Precracked Beam (SEPB) method

Fig. 9. Behavior of fatigue crack growth under the K -decreasing and increasing conditions of silicon nitride (R.T.).

Fig. 10. Behavior of fatigue crack growth under the K -decreasing and increasing conditions of alumina (R.T.).

Fig. 11. Behavior of fatigue crack growth under the stress ratio-increasing and decreasing conditions of alumina (R.T.).

数は約16であった。

Fig. 11は K_{max} を一定にし応力比を0.1から0.76まで漸減, 漸増 (b) 図中では白抜き, 薄墨色でそれぞれ示す.) したもので, da/dN - ΔK_{eff} 両対数線図上での傾斜は緩く, 指数は3~7と金属なみで, ばらつきも, 履歴も大きいがほぼ重なりアルミナでも ΔK , ΔK_{eff} に支配され, フリクション f に対応しない繰返し振幅に依存し, そのシュレシホールドが存在するき裂進展があることがわかる。

Fig. 12は K_{max} を一定にし応力比を0.1と0.5の間でステップ状に変えた場合で f はほとんど変わらないのにき裂進展速度はほぼ即応している。

Fig. 13は, K_{max} と応力比を0.1と一定にし, 試験周波数を4倍 (1.28, 2.56, 5.12 Hz) までステップ状に上下させ, き裂進展速度を da/dN , da/dt の両方で整理したもので, ステップの点で da/dN が連続で da/dt が不連続になることから, K_{cl} , f が漸変しているにもかかわらず繰返し数依存型であることがわかる。

高温ではガス圧焼結窒化ケイ素 (C 材) の実験を進めた。Fig. 14は温度1440K, 周波数5.12Hz, 応力比を負の範囲で, ΔK を一定にした場合で, da/dN - K 曲線 (b) を見ると ΔK_{eff} が3MPa $\sqrt{\text{m}}$ 程度以上ある場合, K_{max} は1MPa $\sqrt{\text{m}}$ 前後の低い値でも, き裂は 10^{-6}m/cycle 程度に進展した。高温環境下では常温とは違い, 応力比を負にすると K_{cl} は負になり (Fig. 3 参照), K_{max} より ΔK_{eff} は大きくでき, K_{max} が小さくても ΔK_{eff} が大きければき裂が進展する。つまり静疲労型ではない繰返し依存型の進展があると考えられる。また Fig. 14 (b) に見るように, da/dN - K_{max} 曲線が左回りの円を描いている。これは進展速度への K_{max} の変化の影響が遅れていることを示し, クリープによる応力緩和によりき裂進展に前の履歴が大きく影響することがわかる。

Fig. 15は, ガス圧焼結窒化ケイ素において, 1473Kの高温で5.12, 2.56, 1.28, 5.12Hzと周波数をステップで変化した場合の試験結果を示す。横軸は時間を基準にし, また, き裂進展速度は, da/dN (a) 図中白丸)

とともに、これと 5.12Hz で一致させた尺度で da/dt (薄墨色) を示している。 K_{max} が増加しているのにもかかわらず、しだいに速度が遅くなっているのは、応力緩和により前の履歴の影響を受けているためと思われる。

周波数をステップ状に急減した場合、 da/dN は減少してはいるもののその変化は連続的であるが、 da/dt には周波数の変化に対応した速度の減少がはっきりと表れていることから、前述のき裂の進展が繰返し数依存で行

われていることを示す。

なお、1400K 付近の高温では、疲労き裂進展は動的に不安定で停止しやすく、いったんき裂進展が停止し負荷を増加していった試験片は、再負荷した場合に、室温でも高温でも極めて強くなるようである。具体例としては、 K_{IC} が約 $6\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ の窒化ケイ素で応力比 0.1、周波数 5.12Hz で 10 分前後で破断するよう K 値を増加させた室温での試験で、破断時の K_{max} は $6.3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ であった

Fig. 12. Effect of sudden change in stress ratio on fatigue crack growth behavior of alumina (R. T.).

Fig. 13. Effect of change in frequency on fatigue crack growth behavior of alumina (R. T.).

Fig. 14. Fatigue crack growth rate and behavior of silicon nitride (1440K).

Fig. 15. Effect of change in frequency on fatigue crack growth behavior of silicon nitride (1473K).

のに対し, 1400K の高温試験でき裂が停止した試験片を, 室温で再試験した場合, 破断時の $K_{\max}$ は $15\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, 最初と同じ高温で再試験した場合には $9.7\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, 最初より 100 度下の温度で再試験した場合には $13\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ となった.

7 結 言

(1) き裂を安定成長させ荷重-変形ヒステリシスを計測し, 推定線形 (擬弾性) コンプライアンス法によりき裂進展量, き裂開閉口挙動, ブリッジングフリクションなどき裂進展に関する情報を抽出し, 初期欠陥の影響を避けて様々な条件下でのき裂進展特性, 機構を調べる破壊力学的疲労試験において, 二重偏心圧縮負荷に, 負の二重片持梁に相当する補助負荷を加え, き裂進展に静的安定性に加え, 擬弾性コンプライアンスの増加速度をフィードバックし動的安定性をも加える, 二段の対策をした新しいシステムによりほぼ高温特有の動的不安定性にも対応し 1400K 付近の極高温領域での試験ができた.

(2) 常温での実験例として, ブリッジングフリクションの影響が大きいとされているアルミナでも, 窒化ケイ素と同様, 少なくともウェイクのブリッジングフリクションの減耗以外の繰返しき裂進展効果の存在が認められた. 即応的でウェイクでなく, おそらくプロセスゾーンか, き裂先端に直接関係する繰返し疲労機構の存在が示唆される. しかしその da/dN - ΔK , ΔK_{eff} の両対数線図上での傾斜は, $K_{\max}$ の場合の数分の一, 金属と同程度と思われる.

(3) 窒化ケイ素で 1400K 付近の高温では $K_{\max}$ が小さくても ΔK_{eff} によりき裂が進展する繰返し依存型の進展がありこれに対する $K_{\max}$ の支配には, クリープによる応力緩和によりき裂進展に前の履歴が大きく影響する.

(4) 高温特有の不安定で, 一度き裂が停止すると再進展には高い K 値が必要となり, 室温, 高温で再試験した場合にも破断時の K 値が非常に高くなる.

(5) セラミックス等ぜい性高強度材料のクリープのかかわる高温強度特性は, 前歴の影響が大きく, これを考えれば, 試験にも評価にも実際には非常に困難な点がある.

終わりに本研究に使用した電気油圧サーボ試験機, 高周波間接加熱装置は昭和 63 年度私立学校施設整備費補助金, 研究費の一部は, 平成 5 年度科学研究費一般研究 C の補助を受けたことを記し謝意を表す.

(平成 8 年 11 月 25 日 日本材料学会第 23 回疲労シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 例えば Current Japanese Materials Research Series, Vol. 14, "Cyclic Fatigue in Ceramics" (1995) Elsevier Science Publishers B. V..
- 2) 菊川 眞, 南保貴之, 畑中正数, 材料, **39**, 1443, (1990).
- 3) M. Kikukawa, A. Sakada and Y. Suzuki, Current Japanese Materials Research Series, Vol.14, "Cyclic Fatigue in Ceramics" p.59 (1995) Elsevier Science Publishers B. V..
- 4) 菊川 眞, 城野政弘, 田中健一, 高谷 勝, 材料, **25**, 899 (1976).
- 5) M. Kikukawa, M. Jono and K. Tanaka, Proc. 2nd I. C. M., 716 (1976).
- 6) R. M. L. Foote and V. T. Buchwald, Int. J. Fract., **29**, 125 (1985).
- 7) M. F. Kanninen, Int. J. Fract., **9**, 83 (1973).
- 8) 上野 明, 岸本秀弘, 桶谷幸之, 日本材料学会第 45 期學術講演会論文集, p.71, (1996).
- 9) A. Savitzky and M. J. E. Golay, Analytical Chem., **36**, 1627 (1964).
- 10) R. H. Dauskardt, W. Yu and R. O. Ritchie, J. Mater. Sci., **70**, C-248 (1987).