セラミックスの疲労寿命分布からのき裂進展速度の推定*

小笠原 俊夫^{*1}, 穂 場 亨^{*1}, 秋 宗 淑 雄^{*1}The Estimation of Fatigue Crack Growth Velocity
from Fatigue Lifetime Distribution of Ceramics

Toshio OGASAWARA, Tohru AKIBA and Yoshio AKIMUNE

A statistical method for lifetime prediction is important for determination of the fatigue behavior of ceramics, because the lifetime data of ceramic materials are scattered. In this study, the lifetime data of silicon nitride ceramics were obtained using piezo bimorph fatigue equipment with stress ratio $R=0.1$ and frequency $f=150$ Hz (sine wave). A statistical method for estimating the relationship between the initial applied stress intensity factor ($K_{I\max}$) and the fatigue lifetime (N_f) was proposed. By this method, a single $K_{I\max}$ - N_f diagram was obtained even if the maximum applied stress levels had been different in cyclic fatigue testing. It was proved that the distribution of the fatigue lifetime was determined by the distribution of initial cracks. The crack growth rate (K_I - V) diagram was estimated using Fett's method from the $K_{I\max}$ - N_f diagram. Acceleration of the crack growth rate in natural cracks was observed in the region of lower applied stress intensities.

Key Words: Fatigue, Crack Propagation, Statistical Treatment, Ceramics, Weibull Distribution
Silicon Nitride

1. 緒 言

セラミックスの強度は大きくばらつくため、破壊力学とワイブル統計に基づいた信頼性評価が適用されている。セラミックスにおける強度のばらつきは、多くの場合、破壊起点となる欠陥寸法の分布によるものであり、このことは、必然的に疲労寿命も大きなばらつきを有することを意味している。セラミックの寿命予測に関しては、定荷重下における遅れ破壊(静疲労)に関する研究が最も広く適用されている。これは、基本的には応力腐食割れ(Stress Corrosion Cracking: SCC)に起因したゆっくりしたき裂成長(Subcritical Crack Growth: SCG)を疲労メカニズムとした解析であり、ガラスや陶器、一部のセラミック材料において寿命予測を行なうことが成功している⁽¹⁾⁻⁽³⁾。また、これらの考え方は保証試験後の強度分布や寿命分布の見積りにも適用されている⁽⁴⁾⁻⁽⁷⁾。

ところが、最近の研究によればSCG理論による寿命予測が必ずしも適用できない例が、特に繰返し疲労に

おいて多く報告されている。例えば、Dauskardtら⁽⁸⁾、岸本ら⁽⁹⁾⁻⁽¹²⁾、Reeceら⁽¹³⁾、Horibeら⁽¹⁴⁾による窒化珪素やジルコニアの疲労き裂進展に関する研究や、川久保ら⁽¹⁵⁾、丹羽ら⁽¹⁶⁾による窒化ケイ素の平滑材もしくは微小予き裂材の疲労寿命に関する研究によれば、繰返し荷重によるき裂進展速度の加速効果が認められている。また、枅田ら⁽¹⁷⁾、著者ら⁽¹⁸⁾は、内部欠陥からの疲労破壊を、Sureshら⁽¹⁹⁾は、圧縮・圧縮負荷におけるき裂進展を観察しており、これらの事実はSCCによらない疲労き裂進展メカニズムの存在を示唆している。

セラミックスの応力-寿命線図(SN線図もしくはST線図)から、その疲労特性を正しく評価することは、特に、セラミックス部品の実体疲労試験による寿命予測において重要である。しかしながら、セラミックスの疲労寿命は一般に大きくばらつき、SN線図からの単純な外挿等によって疲労挙動を把握することは困難である。そのため、即時破壊強度と同じように統計的な取り扱いとして、前述したSCGによる寿命予測理論とワイブル分布をもとに、セラミックスの疲労寿命分布式が導出されている⁽²⁰⁾⁻⁽²²⁾。また、松尾ら⁽²²⁾、著者ら⁽¹⁸⁾は、これらの疲労寿命分布式を用いてアルミナや窒化ケイ素の疲労寿命挙動を良く説明できることを示

* 原稿受付 平成4年3月23日。

*¹ 正員、日産自動車(株)総合研究所(〒237 横須賀市夏島町1)。

している。

セラミックスの疲労寿命分布は、初期欠陥寸法の分布によるものと推定される。このことは、疲労寿命分布が初期欠陥分布もしくは初期強度分布に1対1対応することを示唆している。セラミックスに固有なこのような特徴を利用することにより、疲労寿命分布から疲労き裂進展挙動を推定できるものと考えられる。そこで本研究では、セラミックス平滑材の疲労寿命分布からき裂進展速度 (K_I - V 線図) を推定する方法について提案し、平滑試験片を用いた窒化ケイ素の疲労データに対して疲労き裂進展挙動を推定した。

2. 実験方法

実験に使用した材料は、アルミナとイットリアを焼結助剤とする常圧焼結窒化ケイ素であり、その機械的特性の概要を表1に示す。破壊靱性値は、JIS-R1607に準じて、0.2mm幅のノッチをスタートとするSEP法によって測定した。ビッカース硬度の測定は、印加荷重1kgfで行った。曲げ強度はJIS-R1601に準じ、試験片寸法 $3 \times 4 \times 40$ mm、スパン幅 30mmの3点曲げで実施した。得られた強度データはメジアンランク法によってワイブルプロットし、最小2乗法によるワイブルパラメータの推定を行なった。ヤング率はJIS-R1602に準じて曲げ試験片の引張り面にひずみゲージを貼付し、4点曲げ負荷を行うことによって測定した。き裂進展パラメータ n は強度の負荷速度依存性を利用する動疲労法によって測定した⁽²⁾。クロスヘッド速度を0.005, 0.05, 0.5, 5.0 mm/minとし、JIS-R1601に準じた試験片を用いて実験を行った。

繰り返し疲労試験は、図1に示すような圧電バイモルフをアクチュエータとする高サイクル疲労試験機を用いて実施した⁽²³⁾。この試験機では、最大荷重の精度

を向上するためパソコンを用いたフィードバック制御を行い、最大荷重の制御精度は1%以下である。ただし、最大荷重のみを制御しているため、応力比については最大0.05程度の変動がある。疲労試験は、試験片寸法 $3 \times 4 \times 40$ mm、スパン幅 30 mm の3点曲げで実施し、試験周波数 $f=150$ Hz、応力比 $R=0.1$ の条件で実施した。実験はまず平均荷重をハンドルにて負荷した後、バイモルフアクチュエータを駆動することによってサイン波形の繰り返し荷重を負荷した。バイモルフの振幅が所定値に達するまでに、約10秒程度必要であるため、疲労寿命が短い場合には誤差が大きく、これらは破断回数3000サイクル未満の初期破断データとして一律に取り扱った。また、所定荷重に達する前に破断したデータは破断回数1サイクルとして取り扱った。

なお、一般に疲労といえば繰り返し疲労を意味するわけであるが、本論文ではセラミックスの分野で一般に用いられている用語にならない、一定荷重下でのき裂

表1 常圧焼結窒化ケイ素の機械的特性

Density (g/cm ³)	3.36
K_{Ic} (MPa $\sqrt{m}$)	5.3
Bending Strength (GPa) (Standard Dev.)	1.01 (0.11)
Weibull Parameter	m
	σ_0 (MPa)
Vickers Hardness (GPa)	13.1
Young's Modulus (GPa)	293

図1 圧電バイモルフ型繰り返し疲労試験機

図2 曲げ強度に及ぼす負荷速度の影響

進展（遅れ破壊）を静疲労、定負荷速度下でのき裂進展を動疲労、繰り返し荷重下でのき裂進展を繰り返し疲労と定義し、これを用いた。

3. 実験結果

動疲労試験の結果を図2に示す。試験片本数は、クロスヘッド速度 0.5 mm/min は17本、その他の場合には各9本である。またエラーバーは、土標準偏差を示している。セラミックスの静疲労き裂進展速度が、負荷応力拡大係数 K_I の n 乗則すなわち、

$$da/dt = A K_I^n \quad (K_I = Y \sigma \sqrt{\pi a}) \quad (1)$$

で表わされるとすれば、負荷速度とき裂進展パラメータ n との間には、以下の関係が成立する⁽²⁾。

$$\log \sigma_f = \frac{1}{(n+1)} \log \dot{\sigma} + \frac{1}{(n+1)} \log B \quad (n+1) \sigma_{inert}^{n+2} \quad (2)$$

$$B = \frac{2}{(n-2) A Y^2 K_{Ic}^{n+2} \pi}$$

ここで、 A, n は疲労パラメータ、 σ_f は強度、 $\dot{\sigma}$ は負荷速度、 σ_{inert} は不活性強度、 K_{Ic} は破壊靱性値、 Y は荷重条件・き裂形状および試験片形状に関係する定数である。なお、 K_{Ic} はき裂長さに依存しない値として以下取り扱っている。式(2)より、曲げ試験時の負荷速度と曲げ強度を両対数でプロットしたときの直線の傾きから、き裂進展パラメータ n を推定できることがわかる。データは若干ばらついてはいるものの右上がりの傾向を示し、最小2乗法によって推定されたき裂進展パラメータの値は、 $n = 54$ となった。

クロスヘッド速度 (CHS) 0.5 mm/min における強度データのワイブルプロットを図3に示す。一般に、セラミックスの即時破壊強度を σ_i としたとき、2母数のワイブル分布は次式で与えられる。

$$F(\sigma_i) = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0} \right)^m A_{eff} \right\} \quad (3)$$

$$A_{eff} = \int_A g(r)^m dA$$

ここで $F(\sigma_i)$ は破壊確率、 m と σ_0 はそれぞれワイブルの形状母数・尺度母数、 A_{eff} は有効表面積である。

$g(r)$ は、部材内の最大応力で規格化した応力分布の関数であって、物体中の位置ベクトル r における応力分布を表し、 $0 < g(r) < 1$ である。なお、ここでは多軸応力の影響については考慮していない。これより形状係数 $m = 9.34$ 、尺度母数 $\sigma_0' = \sigma_0 / A_{eff}^{1/m} = 1061$ (MPa) を得た。図2からも明らかなように、本材料の即時破壊強度は、ワイブルプロット上でほぼ直線となり、2母数のワイブル分布でよく記述できるものと考えられる。

次に、繰り返し疲労試験の実験結果を図4に示す。ここで、▲は疲労寿命3000未満の初期破断データ、●は破断データ、○は疲労寿命 4×10^7 における打ち切りデータを示している。疲労寿命は大きくばらついており、SN線図から直接に疲労挙動を把握することは困難であり、データ整理のためには統計的な取扱いが必要であることがわかる。

セラミックスの即時破壊強度が2母数のワイブル分布に従い、き裂進展則として応力拡大係数 K_I の n 乗則があてはまると仮定すると、疲労寿命分布は次式で記述される⁽²²⁾。

$$F(N_f) = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{N_f}{N_0} \right)^M A_{eff}' \right\} \quad (4)$$

ここで、

$$N_0 = \frac{B}{\sigma_0^{n+2}}, \quad M = m/(n-2)$$

$$\sigma_{max}^n \int_0^{2\pi\omega} [h(\omega t)]^n dt$$

図3 即時強度分布のワイブルプロット
(JIS-R1601 に準拠、CHS=0.5mm/min)

図4 SN線図 (150Hz, R=0.1)

$$A_{eff} = \int_A g(r)^m dA, \quad m' = \frac{n-m}{n-2}$$

であり、 $h(\omega t)$ は繰返し応力の周期関数を示している。セラミックスの曲げ疲労試験では、ほとんどの破壊起点は最大応力発生部位である表面である。また、セラミックスの疲労き裂進展は、一般に応力腐食の影響が極めて大きいと言われており、内部欠陥より表面欠陥のき裂進展が支配的であると考えられる。以上の理由により、本論文では、有効体積でなく有効表面積を考慮した取り扱いをしているが、有効体積を用いた場合でも基本的には同一である。

図5は、各応力レベルにおける疲労寿命のワイブルプロットを示したものである。いずれの応力レベルにおいてもワイブルプロットは直線とはならず、下に凸の屈曲が生じているようである。また、表2はそれぞれの応力レベルにおける疲労寿命のワイブルパラメータの値を示したものである。前述したように、セラミックスの疲労破壊が、潜在欠陥からの疲労き裂進展によって発生し、かつ疲労き裂進展が応力拡大係数の n 乗則に従うと仮定すれば、尺度母数 N_0 と最大応力 σ_{max} の両対数プロットは直線となり、かつその傾きは $1/n$ に等しくなる。このようにしてき裂進展パラメータを求めると $n=43$ が得られた。また、(4)式より疲労寿命のワイブル形状係数 M と即時破壊強度のワイブル

表2 疲労寿命分布のワイブルパラメータ

Maximum Stress (MPa)	Weibull Scale Param. N_0	Parameter, n estimate by $\sigma_{max} - N_0$ method	Weibull Shape Param. M	Parameter, n estimate by $M-m$ method
796	1.66E+07	43.0	0.26	38.1
858	1.98E+06		0.20	48.6
919	5.25E+04		0.21	47.2

図5 疲労寿命分布のワイブルプロット

形状係数 m の間には、 $M = m / (n - 2)$ の関係が成り立つことがわかる。この関係から得られるき裂進展パラメータ n の値を表2に併せて記したが、応力拡大係数が小さいと疲労パラメータが大きくなる傾向が認められている。また、疲労寿命のワイブルプロットが直線とならないことは、式(4)が単純には成立しないことを示唆している。

4. 考 察

Fettら⁽²⁴⁾は、Ritterら⁽³⁾の解析に基づいて、疲労寿命から初期き裂進展速度を推定する方法を提案し、さらに統計的な取り扱いによって自然欠陥の疲労き裂進展挙動を推定する方法についても解析した⁽²⁵⁾。本節ではFettらの方法に対して、各々の試験片に対応する初期応力拡大係数を統計的な手法によって推定可能にする一般式を導出し、これを用いて本実験結果の考察を行う。

いま、同一の繰返し応力（最大応力 σ_{max} ）において複数の試験片による疲労試験を実施することを考える。疲労寿命が N_f である試験片の即時破壊強度 σ_i は、疲労破壊確率 $F_f(N_f)$ と即時破壊確率 $F(\sigma_i)$ が一致することから次式で与えられる。

$$F_f(N_f) = F(\sigma_i) = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0} \right)^m A_{eff} \right\} \quad (5)$$

これを σ_i について解くと、

$$\sigma_i = \sigma_0 \left[- \ln \{ 1 - F_f(N_f) \} / A_{eff} \right]^{1/m} \quad (6)$$

破壊起点となる欠陥の形状係数が近似的に同じであると考え、破壊強度 σ_i のときの欠陥寸法は次式で表される。

$$a_i = (K_{Ic} / \sigma_i Y \sqrt{\pi})^2 \quad (7)$$

さきほどの繰返し応力状態において試験片には最大繰返し応力 σ_{max} が負荷されていることから、初期応力拡大係数 $K_{I, max}$ は

$$K_{I, max} = \sigma_{max} Y \sqrt{\pi a_i} = \sigma_{max} K_{Ic} / \sigma_i \quad (8)$$

であらわされる。(8)式を(6)式に代入して整理すると次式が得られる。

$$K_{I, max} = \frac{\sigma_{max} K_{Ic}}{\sigma_0 \left[- \ln \{ 1 - F_f(N_f) \} / A_{eff} \right]^{1/m}} \quad (9)$$

この式は、最大応力 σ_{max} の繰返し条件下における疲労寿命が N_f である試験片の、初期応力拡大係数 $K_{I, max}$ を示している。

図6は、式(9)で計算した初期応力拡大係数と疲労寿命の関係を示したものである。ここで $F_f(N_f)$ は、各々同一試験条件の疲労データから次式に示すメジアンランク法によって計算した。

$$F_f(N_f) = \frac{(\text{疲労破壊の順序数} - 0.3)}{(\text{全試験片数} + 0.4)} \quad (10)$$

疲労試験時の最大荷重が異なるデータにもかかわら

ず、これらの結果は統一的に整理されており、このことはセラミックスの疲労寿命のばらつきが、本質的に潜在欠陥のばらつきに起因していることを示している。このようにして得られた初期応力拡大係数と疲労寿命の関係は直線とはならず、上に凸の曲線で表されるようである。

次に、Fettらの方法⁽⁹⁾を用いて、 $K_{I\max}$ - N_f 線図から K_I - V 線図を推定する。いま、き裂進展速度を $V(K_I)=da/dN$ とすると、疲労寿命 N_f は次式で表わされる。

$$N_f = \frac{2}{Y^2 \sigma_{\max}^2 \pi} \int_{K_{II}}^{K_{IC}} \frac{K_I}{V(K_I)} dK_I \quad (11)$$

ここで初期応力拡大係数 K_{II} に関する微分をとると、

$$dN_f / dK_{II} = - \frac{2 K_{II}}{Y^2 \sigma_{\max}^2 \pi V(K_I)} \quad (12)$$

となる。 $N_f d(\log N_f) = dN_f$ および $K_{II} d(\log K_{II}) = dK_{II}$ であることから、結局初期き裂進展速度は次式で表される。

図6 初期応力拡大係数 - 疲労寿命線図

図7 疲労寿命分布から推定された K_I - V 線図
(き裂進展速度 da/dN)

$$V(K_{II}) = - \frac{2K_{II}^2}{Y^2 \sigma_{\max}^2 \pi N_f} \frac{d(\log K_{II})}{d(\log N_f)} \quad (13)$$

すなわち、初期応力拡大係数 K_{II} ($=K_{I\max}$) と疲労寿命 N_f の両対数プロットにおける傾きから、初期き裂進展速度を推定できることがわかる。

そこで図6の曲線を $10^3 < N_f$ の範囲で3次関数近似し、(13)式の $d(\log K_{I\max})/d(\log N_f)$ を計算し、き裂形状として表面2次元縁き裂 ($Y=1.12$) を仮定することによって推定された K_I - V 線図を図7に示す。この結果より、 K_I - V 線図において疲労き裂進展速度は直線とはならず、 $K_{I\max}=4.5 \text{ MPa m}^{1/2}$ 前後で屈曲が生じていることがわかる。負荷応力拡大係数の大きい領域では $n=57$ であり、これは定負荷速度法で推定したき裂進展パラメータ $n=54$ とほぼ一致している。

そこで繰返し疲労き裂進展速度をSCGに基づくEvansの方法を用いて da/dN を da/dt に変換し、動疲労法の結果との比較することを試みた。疲労き裂進展速度 da/dN から da/dt の変換は、次式で与えられる⁽⁹⁾。

$$da/dt = g^{-1} da/dN \quad (14)$$

ここで、

$$g = \int_0^{2\pi/\omega} [h(\omega t)]^n dt$$

$$h(\omega t) = \frac{(1+R) + (1-R) \sin(\omega t)}{2}$$

である。得られた結果を図8に示す。図中の直線は動疲労法の結果から、不活性強度 $\sigma_i=1125 \text{ MPa}$ 、き裂の形状係数 $Y=1.12$ と仮定したときの静疲労き裂進展速度を示している。静疲労き裂進展速度と、 $f=150 \text{ Hz}$ 、 $R=0.1$ における繰返し疲労き裂進展速度は、負荷応力拡大係数の大きな領域でよい一致を示しており、この領域でのき裂進展はSCCによるものが支配的であると

図8 疲労寿命分布から推定された K_I - V 線図
(き裂進展速度 da/dt : Evansらの g 関数による変換後)

推定される。

一方、 $K_{I\max}$ の小さな領域では、 $n = 19$ と小さな値となり、繰返しによる疲労き裂進展の可能性が示唆された。一般に窒化ケイ素の静荷重下における K_I - V 線図は直線であり、このような屈曲は見られず⁽²⁰⁾、これは繰返し負荷の影響であると考えられる。セラミックスの繰返しき裂進展メカニズムとしては、繰返し負荷によるプロセスゾーンウェイクの破壊（具体的にはブリッジング領域のフレッティングなど）により、き裂先端の応力遮蔽効果が低下することが考えられる。この疲労メカニズムは、現在のセラミックスの繰返し疲労に関する主流的なものであり、実験的な検証も多く行なわれている⁽⁸⁾⁽¹²⁾⁽²⁷⁾⁽²⁸⁾。しかしながら予き裂を導入していない平滑試験片においても負荷応力拡大係数の小さな領域で疲労き裂進展の繰返し負荷による加速が引き起こされた要因については、現在のところ不明であり、今後その詳細を明らかにしていく必要がある。

5. 結 言

本研究ではアルミナ・イットリア系常圧焼結窒化ケイ素に対して、試験周波数 150Hz、応力比 0.1 のサイン波にて疲労試験を実施し、得られたデータを統計的に整理することによって、その疲労き裂進展挙動を推定する方法について示した。得られた結果を総括すると以下の通りである。

(1) 最大負荷応力 $\sigma_{\max}$ の異なる疲労寿命データからワイブル統計に基づいて各試験片の最大負荷応力拡大係数 $K_{I\max}$ を計算する方法を示した。この手法により、最大負荷応力のそれぞれ異なる疲労寿命データを、統一的に整理できることがわかった。これより、セラミックスにおける疲労寿命のばらつきは、本質的に潜在欠陥のばらつきに起因するものであることを定量的に証明した。

(2) Fettらの方法に従って、疲労寿命データから疲労き裂進展線図 (K_I - V 線図) を推定した。その結果、 K_I - V 線図に屈曲が生じていることがわかった。応力拡大係数の大きな領域においては、動疲労法によって測定した静疲労き裂進展速度に近い値となり、SCGの影響が大きいものと推測された。一方、応力拡大係数の小さな領域では、繰返し効果によるものと思われるき裂進展の加速挙動が認められた。

文 献

- (1) Wiederhorn, S.M., *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol.2, Ed. by R.C.Bradt et al., Plenum, New York, (1974), 613.
- (2) Evans, A.G., *Int. J. Fract.*, 16, (1980), 485.
- (3) Ritter, J.E.Jr. and Meisel, J.A., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 59, (1976), 478.
- (4) Ritter, J.E.Jr., *Fracture Mechanics of Ceramics*, vol.4, Ed. by R.C.Bradt et al., Plenum, New York, (1978), 667.
- (5) Evans, A.G. and Wiederhorn, S.M., *Int. J. Fract.*, 10, (1974), 379.
- (6) 市川, 機論, 53-496, A (1987), 2216.
- (7) 星出・ほか2名, 機論, 56-522, A (1990), 212-および220-.
- (8) Dauskardt, R.H. et al., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 73, (1990), 893.
- (9) 岸本・ほか2名, 材料, 36, (1987), 1122.
- (10) 岸本・ほか3名, 材料, 38, (1989), 1212.
- (11) 岸本・ほか2名, 機論, 56-521, A (1990), 50.
- (12) 上野・ほか3名, 機論, No.910-62, A (1991), 473-475.
- (13) Reece, M.J. et al., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 72, (1989), 348.
- (14) Horibe, S., *Acta Metall.*, 39, (1991), 1309.
- (15) 川久保・米屋, 材料, 34, (1985), 1460.
- (16) 丹羽・ほか3名, セラミックス論文誌, 99, (1991), 296.
- (17) 栢田・ほか3名, セラミックス論文誌, 96, (1988), 277.
- (18) 小笠原・ほか2名, セラミックス論文誌, 99, (1991), 489.
- (19) Suresh, S. and Brockenbrough, J.R., *Acta metall.*, 36, (1988), 1455.
- (20) Jakus, K. et al., *J. Mater. Sci.*, 13, (1978), 2071.
- (21) Helfinstine, J.D., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 63, (1980), C113.
- (22) 松尾・ほか4名, セラミックス論文誌, 97, 136, (1989).
- (23) 大矢・小倉, 材料, 38, (1989), 44.
- (24) Fett, T. and Munz, D., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 68, (1985), C213.
- (25) Fett, T. et al., *J. Mater. Sci.*, 26, (1991), 3320.
- (26) Okada, A. et al., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 73, (1990), 2095.
- (27) Lathabai, S. et al., *J. Amer. Ceram. Soc.*, 74, (1991), 1340.
- (28) 小川, 機論, 57-535, A (1991), 492.