複数表面き裂を有するガラスセラミックスの静疲労特性*

吉川 晃^{*1}, 海津 浩一^{*2}, 池田 清彦^{*2}
足立 勝重^{*1}, 井垣 久^{*1}

Static Fatigue Behavior of Glass Ceramics with Multiple Surface Cracks

Akira YOSHIKAWA, Koichi KAIZU, Kiyohiko IKEDA,
Katushige ADACHI and Hisashi IGAKI

In order to study the effect of the interaction and coalescence of multiple surface cracks on the static fatigue behavior of brittle materials such as glass and ceramics, a single crack and three collinear cracks were introduced on the surfaces of plate specimens of glass ceramics by Vickers microhardness indentation, and these specimens were subjected to a constant four-point bending load. It was found that the time-to-failure for a given applied stress significantly decreased with a decrease in the distance between the centers of the indentation cracks. Therefore, the effect of interaction and coalescence of multiple cracks was shown to be significant. On the basis of the crack growth parameters for the double torsion test, the time-to-failure for multiple cracks was predicted by taking the interaction and coalescence into consideration. It was demonstrated that the proposed multiple cracks coalescence model gives good predictions.

Key Words: Glass Ceramics, Static Fatigue, Crack Propagation, Crack Coalescence, Fatigue Lifetime

1. 緒 言

脆性材料であるセラミックスは、切削または研削加工時において、条痕に沿って加工面に垂直に入る多数のメディアンクラックが破壊の原因となり、強度の低下を引き起こす^{(1)~(4)}。特に最終破断に至るまでにサブクリティカルなき裂成長(SCG)を伴うセラミック材においては、個々のき裂から発生・伝ばした SCG が、隣接したき裂と連結して新たな破壊源となって破壊に至ることが予測されており^{(5)~(8)}、そこでは単一き裂からのき裂進展による破壊とは異なった様相となることが考えられる。

以上のことから、本研究では、疲労寿命に及ぼすき裂間の干渉と合体の影響に着目し、インデンテーション法を用いてき裂間隔を変化させた複数表面き裂(等長3き裂)を導入したガラスセラミックス試験片を作成し、四点曲げ負荷による静疲労試験を行った。さらに、実験結果から得られた静疲労寿命をき裂間の干渉と合体を考慮して導出した静疲労寿命予測線図と比較することにより、疲労劣化特性に及ぼす複数表面き裂

のき裂間の干渉と合体の影響を検討した。

2. 試験片および実験方法

供試材は約76%結晶化させた結晶粒径0.05 μm の市販のガラスセラミックス(商品名:ネオセラム N-0)である。その化学組成を表1に示す。また、図1に試験片の形状、寸法、負荷方法を示す。試験片への人工予き裂の導入は、図1に示すように試験片の片面中央部にき裂が無制限遠方引張応力(σ_a)に対して垂直に並ぶように3箇所とし、ある一定の間隔($2b=150, 200, 260, 350 \mu\text{m}$)において、ビッカース圧子を荷重9.8 N、保持時間30 s押し込むことにより行った。なお、比較のため単一き裂を導入した試験片も用意した。以下では、このようにして作成した単一および複数き裂試験片をそれぞれ、単一き裂、等長3き裂試験片と呼ぶことにする。表2にそれぞれの試験片の初期表面き裂長さの半分 a_N ($N=1, 2, 3$)の平均値と標準偏差を示す。ここでは、同一のき裂間隔を有する試験片については、き裂長さがほぼ一定であったことから、き裂間隔を表すパラメータとして、初期き裂長さとき裂間隔の比 $\lambda=a_N/b$ を定義する。このことより、上記のき裂間隔 $2b$ に対応する値は $\lambda=1.07, 0.79, 0.60, 0.42$ となり、単一き裂の場合は $\lambda=0$ と表せる。また、表2

* 原稿受付 1996年3月21日。

^{*1} 正員、大阪産業大学工学部 (〒574 大東市中垣内3-1-1)。^{*2} 正員、宮崎大学工学部 (〒889 21 宮崎市学園木花台西1-1)。

より圧子押し込み荷重が同一であるにもかかわらず、 λ の増加とともに初期き裂長さはわずかに増大する傾向がみられた。これは、圧子押し込みの際に、すでに隣接したき裂間の干渉による影響が存在していることを示す。なお、 $\lambda=1.07$ では $a_N/b \geq 1$ となり、初期き裂導入の際にすでに3個のき裂は表面で連結していることになる。さらに、圧子押し込みによって生じたき裂近傍の残留応力を除去するために、前報の結果⁽⁹⁾をもとにして、850°C、2時間の真空焼なまし処理を行った。以上のように用意した試験片を、室温、大気中(相対湿度50~80%)において、図1に示した負荷条件のもとで一定負荷を与え、破断に至るまでの時間を測定し、これを静疲労寿命 t_f とした。なお、実験の打ち切り時間については 10^5 sとした。

3. 実験結果および考察

3.1 静疲労寿命に及ぼす複数表面き裂の影響

まず、複数表面き裂による干渉の影響を調べるために次式に示す初期応力拡大係数 $K_{Is}^{(10)}$ によって静疲労寿命を整理する。

$$K_{Is} = M_e \sigma_a (\pi a_N / Q)^{1/2} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 σ_a は負荷応力であり、 a_N は前述の初期き裂長さの半分、 M_e および Q はき裂のだ円形状と有限厚さを補正する係数である。なお、この場合の K_{Is} には隣接したき裂による干渉係数は含まれていない。また、定負荷速度試験(動疲労試験)による破壊強度も破壊時の応力拡大係数の $K_{If} = M_e \sigma_f (\pi a_N / Q)^{1/2}$ (σ_f :破壊応力)によって整理する。表3は等長3き裂の場合

Table 1 Chemical composition of test material

(wt. %)					
SiO ₂	Al ₂ O ₃	Li ₂ O	TiO ₂	ZrO ₂	P ₂ O ₅
67	23	4	2	3	1

Fig. 1 Specimen and indentation cracks

にほぼ一定の応力速度のもとで得られた λ に対する K_{If} の平均値を示したものである。明らかに K_{If} は λ の増加とともに、すなわちき裂間隔の減少とともに低下し、特に $\lambda=0.60, 0.79$ においてその低下の程度は大であった。なお、 $\lambda=1.07$ の場合は初期き裂の導入の段階ですでに3個のき裂が表面で連結していたので単一き裂として取り扱った。この場合は、 $\lambda=0$ の単一き裂の場合よりもわずかに高強度側となり、3個のき裂が合体しても完全な単一き裂を形成しなかったことが考えられる。

図2は、静疲労試験において得られた初期応力拡大係数 K_{Is} と静疲労寿命 t_f との関係と、定負荷速度試験によって得られたそれぞれ8枚の試験片の破壊強度を、各き裂間隔を有する等長3き裂試験片に対して示したものである。なお、定負荷速度試験で得られた破壊強度に対する静疲労寿命は破断までの時間 t_d を静疲労寿命 $t_f = t_d / (n+1)$ に換算して、図中にプロットしてある。ここで、 n はき裂進展速度 V と応力拡大係数 K_I の間の関係を材料定数 A を用いて $V = AK_I^n$ と表したときのき裂進展パラメータであり、初期応力拡大係数 K_{Is} と静疲労寿命 t_f を両対数上にプロットし、その直線のこう配より求めることができる。また、図中の直線は、各データに対して最小二乗法を適用し

Table 2 Artificial crack size

	Initial crack length a_N (Std. dev.) μm
$\lambda = 0$	72.3 (1.6)
$\lambda = 0.42$	73.4 (3.5)
$\lambda = 0.60$	77.6 (2.4)
$\lambda = 0.79$	79.0 (3.1)
$\lambda = 1.07$	80.6 (3.1)

Table 3 Results of constant loading rate test

	Stress intensity factor K_{If} MPa $\cdot m^{1/2}$	Loading rate MPa/s
$\lambda = 0$	0.924	14.9
$\lambda = 0.42$	0.850	11.2
$\lambda = 0.60$	0.809	9.5
$\lambda = 0.79$	0.808	10.0
$\lambda = 1.07$	0.954	10.4

て求めた回帰直線を示す。いずれのき裂間隔の場合においても、破壊強度から負荷応力が減少するにつれて静疲労寿命 t_f は増大する傾向があり、明らかに疲労劣化現象がみられた。また、 $\lambda=0$ から 0.79 と、き裂間隔が減少するにつれて、明らかに同一の K_{Is} に対する疲労寿命が低下していることがわかる。なお、 $\lambda=1.07$ においては定負荷速度試験と同様に初期き裂の導入の段階ですでに 3 個のき裂が表面で連結していたので単一き裂として取り扱った。この場合も、 $\lambda=0$ の単一き裂の場合よりも長寿命側となり、3 個のき裂が合体していても完全な単一き裂を形成しなかったこと

によるものと考えられる。また、図 3 に表 2 で示した初期き裂長さの影響を含む最大負荷応力で整理した結果を示す。図 3 から、 λ が大きくなるに従って明らかに疲労寿命が低下することがわかる。

初期応力拡大係数 K_{Is} と静疲労寿命 t_f を両対数軸上にプロットすると、その直線のご配より、き裂進展パラメータ n 値を求めることができる。表 4 は図 2 の各データの回帰直線の傾きより求めた n 値を示したものである。き裂進展パラメータ n 値は、単一き裂である $\lambda=0$ の場合と $\lambda=0.42, 0.60, 0.79$ はほぼ一致しているが、き裂が表面で連結した $\lambda=1.07$ の場合はやや高い値となっていることがわかる。

上記のようなき裂数の増大およびき裂間隔の減少による破壊強度および疲労寿命の低下は明らかにき裂間の干渉効果の存在を示している。新たに、初期応力拡大係数に初期干渉係数を導入した次式の K_{Iz} によって実験結果を再整理する。

Fig. 2 Relations between initial stress intensity factor K_{Is} and time-to-failure t_f

Table 4 Crack propagation parameter n value

	n	Std. dev.
$\lambda = 0$	35.8	7.1
$\lambda = 0.42$	36.1	4.4
$\lambda = 0.60$	28.1	4.8
$\lambda = 0.79$	32.2	4.0
$\lambda = 1.07$	45.7	7.2

Fig. 3 Relations between peak applied stress σ_a and time-to-failure t_f

Fig. 4 Relations between initial stress intensity factor K_{Iz} and time-to-failure t_f

$$K_{I2} = Z_I M_e \sigma_a (\pi a_N / Q)^{1/2} \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 Z_I は一列に並ぶ二つの表面き裂の干渉係数であり、Murakami⁽¹¹⁾ の解析結果を最小二乗法により近似した次式を用いた。

$$\begin{aligned} Z_I &= 1.0 + 0.032\,376\,3\lambda, \quad 0 < \lambda < 0.5 \\ Z_I &= 1.0 - 0.726\,63\lambda + 3.134\,82\lambda^2 - 3.571\,49\lambda^3 \\ &\quad - 0.294\,76\lambda^4 + 1.940\,98\lambda^5, \quad \lambda \geq 0.5 \end{aligned} \dots\dots\dots (3)$$

なお、この式(3)は、後述するき裂のアスペクト比 $Ar=0.886$ に対して有効な式である。

図4は干渉係数を導入して修正した初期応力拡大係数と静疲労寿命 t_f との関係を示したものである。いずれの実験データもほぼ同一直線上にのっており、干渉効果を考慮した初期応力拡大係数によってよく整理できることを示している。

3・2 複数表面き裂を有するセラミック材の静疲労寿命予測 次に、干渉のみならず、き裂進展過程における合体の影響を考慮した静疲労寿命を求めてみる。なお、静疲労寿命を導出するにあたって以下の仮定をおく。

(1) き裂の合体は隣接するき裂の表面部分が接したとき、すなわち $\lambda = a_N/b = 1$ のときとする。き裂が合体する時点までは、それぞれのき裂は一定のアスペクト比 c_i/a_i (ここで、 a_i はき裂長さの半分、 c_i はき裂深さである) を保ちながら一様に成長する。なお、き裂の干渉係数 Z_I は前述の式(3)を用いる。

(2) き裂が合体すると、長軸が $2Nb$ および短軸が合体時の c_i であるアスペクト比の小さいへん平な半だ円状き裂を形成する⁽¹²⁾。ここで N はき裂数である。

(3) これまでの複数表面き裂の合体・成長に関する研究⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾ をもとに、き裂が合体した後は、主として内部が成長し、規定したアスペクト比 c_i/a_i になるまで単一の半だ円状き裂として成長する。

(4) 応力拡大係数 K_I が臨界値 K_{IC} に到達したときを最終破断とする。

一定の応力 σ_a を試験片に作用させたときのき裂長さの半分が a_i の段階における時間 t_f は次式で表される⁽⁶⁾。

$$\begin{aligned} t_f &= \sum_{i=1}^m \frac{2}{B(n-2)} \left(\frac{K_{IC}}{Y\sigma_a} \right)^n \left(\frac{1}{Z_{i+1/2}} \right)^{n-2} \\ &\quad \times \left[\left(\frac{1}{a_i} \right)^{(n-2)/2} - \left(\frac{1}{a_{i+1}} \right)^{(n-2)/2} \right] \dots\dots\dots (4) \end{aligned}$$

ここで、 $Z_{(i+1/2)}$ は $i+1/2$ の段階のき裂間の干渉係数、 K_{IC} は臨界応力拡大係数、 a_i は i の段階におけるき裂長さの半分、 Y は形状係数、 B はき裂進展則 $V = AK^n$ において、 K_I が臨界値 K_{IC} に達したときのき裂

Fig. 5 Flow chart for calculated static fatigue lifetime

進展速度である。上記の仮定をもとに、各応力下での静疲労寿命を予測する手順を図5のフローチャートにより説明する。まず、き裂数 N のき裂同志が合体しているかどうかを判定し、次にき裂長さの半分 a_i 、き裂深さ c_i を決定する。その際、合体前は仮定(1)に従って、 a_i を初期き裂長さの半分 a_N から微小長さ Δa_i を $1\mu\text{m}$ ずつ段階的に増加させ、 c_i については a_i の増加に従って、初期き裂深さ c_N より一定のアスペクト比 Ar で増加させた。なお、ここで用いたアスペクト比は $Ar=0.886$ である。き裂の合体後は仮定(3)により、き裂の表面部分の応力拡大係数 K_{i1} と最深部分の応力拡大係数 K_{i2} を比較し、 K_{i1} が大きいときは a_i を $\Delta a_i=1\mu\text{m}$ ずつ進展させ、 c_i は $(K_{i2}/K_{i1})^n \times \Delta a_i$ ずつ進展させる。また、 K_{i2} が大きい場合には、 c_i を微小長さ Δc_i を $1\mu\text{m}$ ずつ進展させ、 a_i は $(K_{i1}/K_{i2})^n \times \Delta c_i$ ずつ進展させる。各段階におけるき裂間の干渉係数 Z_i は式(3)を用い、合体後は $Z_i=1$ とした。このような手順により式(4)から求めた各段階のき裂成長時間 Δt_f を、応力拡大係数 K_{i1} または K_{i2} が臨界値 K_{ic} に到達するまで加算し、それを求める静疲労寿命 t_f とした。なお、き裂進展パラメータ n および B の値については、正確な n 値を得ることのできるダブルトーション法⁽¹⁵⁾ により得られた値 ($n=35.0$, $B=0.44\text{ m/s}$) を用い、破壊靱性値 K_{ic} については真空中不活性環境下における破壊試験より求められた $1.1\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ を採用した。

図6は以上のようにして求めた静疲労寿命直線を初期応力拡大係数 K_{is} と疲労寿命 t_f との関係で表し、

Fig. 6 Calculated time-to-failure based on crack growth model

実験値と比較したものである。予測した疲労寿命は実験値とほぼ一致しており、ここで提案した複数表面き裂の成長と合体を考慮した疲労寿命予測法の妥当性が示されているものと考えられる。

3.3 破面観察 図7に疲労試験によって破断した試験片破面の一例を示す。なお、右側の模式図の矢印の示す実線は初期き裂を、破線はSCGの痕跡を示している。他のいずれの場合も、初期き裂の周囲に明確なSCGの痕跡が観察され、き裂が応力腐食割れにより進展した後、破断に至ったことを示している。図7のように、き裂間隔が密接している場合、負荷初期の段階ですでに3個のき裂が合体して新たな破壊源である単一き裂を形成し、それをもとに破壊が起こったことを示している。また、上記のような破線で示した臨界き裂の大きさと負荷応力をもとに破壊時における応力拡大係数 K_{ic} を算出したところ、いずれの場合もほぼ $1.0\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ の一定値をとっており、合体後のき裂に対する応力拡大係数 K_i が臨界値に到達することによって破壊したことを示している。

4. 結 言

脆性材料の静疲労特性に及ぼす複数表面き裂の干渉と合体の効果について検討するために、一直線上に導入した等長3き裂を有するガラスセラミックス試験片に対して、四点曲げ負荷により静疲労試験を行った。さらに、き裂の干渉と合体を考慮した疲労寿命予測を行い、実験結果と比較を行った。得られた結論は以下のとおりである。

- (1) 定負荷速度試験による破壊強度、および静疲労での初期応力拡大係数と疲労寿命との関係より求めた同一初期応力拡大係数に対する疲労寿命は、き裂間隔の減少とともに減少しており、複数表面き裂の干渉の影響が確認された。
- (2) き裂間の初期干渉効果を考慮した初期応力拡大係数によって複数表面き裂の疲労寿命をよく整理することができた。
- (3) き裂間の干渉効果とき裂同志の合体を考慮し

$\lambda=1.07(\sigma_a=52.0\text{ MPa}, t_f=51\text{ s}, K_{ic}=1.01\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2})$

Fig. 7 Example of fracture surface

て導出した疲労寿命予測線図は実験値とよく一致しており、ここで提案した複数表面き裂の成長と合体を考慮した疲労寿命予測法の妥当性が示されたものと考えられる。

文 献

- (1) Veldkamp, J. D. B., Hattu, N. and Sniders, V. A. C., *Fracture Mechanics of Ceramics*, **3** (1978), 293, Plenum New York.
- (2) 伊藤正治, 最新ファインセラミックス技術, (1983), 219, 工業調査会.
- (3) Evans, A. G., *Materials Research Society Symposia Proceedings*, **64** (1984), 63, North-Holland.
- (4) Yoda, M. and Yosikawa, Y., *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**-11 (1987), C-301-C-302.
- (5) Okada, T., Sines, G. and Green, D., *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**-5 (1982), C-64-C-65.
- (6) Okada, T. and Sines, G., *J. Am. Ceram. Soc.*, **66**-1 (1983), 719-725.
- (7) Okada, T. and Sines, G., *Fracture Mechanics of Ceramics*, **7** (1986), 297, Plenum New York.
- (8) Jouin, J. M., Chermant, J. L. and Osterstock, F., *Fracture Mechanics of Ceramics*, **8** (1986), 363, Plenum New York.
- (9) 池田清彦・ほか3名, 機論, **56**-525, A (1990), 1116-1121.
- (10) Newman, J. C. and Raju, I. S., *Eng. Fract. Mech.*, **15**-1, 1 (1981), 185-192.
- (11) Murakami, Y., *Stress Intensity Factors Handbook*, (1987), 822, Pergamon Press.
- (12) 飯田國廣・ほか2名, 日本造船学会論文集, 148 (1980), 284-293.
- (13) 北川英夫・ほか3名, 機講論, No. 790-9 (1979-7), 25.
- (14) 飯田國廣・高允宝, 日本造船学会論文集, 147 (1980), 203-210.
- (15) 池田清彦・ほか3名, 機講論, No. 95-10, (1995-9), 431-432.