OUKA
Osaka University Knowledge Archive

Title	窒化けい素および窒化けい素一窒化ほう素複合焼結セラミックスにおける一定および変動荷重下の疲労き裂進展挙動に関する研究
Author(s)	小山, 敦弘
Citation	大阪大学, 2000, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.11501/3169394
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

Osaka University

窒化けい素および
窒化けい素—窒化ほう素複合焼結セラミックス
における一定および変動荷重下の
疲労き裂進展挙動に関する研究

1999年12月

小山　敦弘

目次

第1章　緒論　1
参考文献　8

第2章　疲労き裂進展試験装置および試験方法　10
2.1　疲労試験装置および疲労試験装置制御回路　10
2.2　き裂長さおよびき裂開閉口挙動の測定法　18
2.2.1　除荷弾性コンプライアンス法および測定回路　18
2.2.2　荷重信号検出法　21
2.2.3　背面ゲージからの変位の検出法　24
2.2.4　直流増幅器および測定用電源回路　26
2.2.5　定電圧電源　28
2.2.6　き裂長さの較正　29
2.3　コンピュータによる試験機制御システム　32
2.3.1　マイクロコンピュータおよびA/D，D/A変換器　33
2.3.2　荷重信号の発生および
荷重－引算変位ヒステリシスの保存　34
2.4　応力拡大係数Kの計算および開口比Uの定義　35
2.5　2段繰返し変動荷重下の疲労き裂進展速度の
推定法と評価法　36
参考文献　38

第3章　窒化けい素の一定振幅荷重下の疲労き裂進展挙動　39
3.1　緒言　39
3.2　供試材料，試験片形状および寸法　40
3.3　試験方法　42
3.4　試験結果　42
3.5　き裂進展挙動の微視的観察　49
3.6　き裂開閉口挙動　57

3.7　等価応力拡大係数を用いたき裂進展速度の整理　60
3.8　結言　66
参考文献　68

第4章　窒化けい素の変動荷重下の疲労き裂進展挙動　69
4.1　緒言　69
4.2　非定常変動荷重試験　70
4.2.1　過大荷重試験　70
4.2.2　低－高，高－低2段変動荷重試験　84
4.3　定常変動荷重試験　87
4.3.1　試験方法　87
4.3.2　*Kmax*値をそろえた2段繰返し変動荷重試験　89
4.3.2.1　荷重振幅比の影響　89
4.3.2.2　荷重繰返し頻度の影響　96
4.3.3　*Kmin*値をそろえた2段繰返し変動荷重試験　100
4.3.3.1　過大荷重比の影響　100
4.3.3.2　荷重繰返し頻度の影響　105
4.4　結言　108
参考文献　110

第5章　窒化けい素－窒化ほう素複合焼結セラミックスの
疲労き裂進展挙動　111
5.1　緒言　111
5.2　供試材料　112
5.3　試験方法　117
5.4　一定振幅荷重下の疲労き裂進展挙動　118
5.5　等価応力拡大係数による整理　127
5.6　変動荷重下のき裂進展挙動　136
5.7　結言　146
参考文献　148

第6章　結論　149

謝辞　152

関連発表論文　153

第 1 章　緒論

第二次世界大戦後，日本やアジア諸国における著しい経済発展に象徴されるように，自動車産業，原子力産業，宇宙開発などは世界的規模で発展を続けてきた．これらの分野における技術発展は，機械構造材料の使用環境，使用条件をより苛酷なものとしてきた．特に耐摩耗性，耐熱性，耐食性などの特性に対する要求は年々厳しいものとなってきており，鉄鋼に代表される従来の金属材料では実現できない特性を持つ材料の登場が期待されるようになった．このような新しい要求に対応するべく高分子材料，複合材料およびセラミックスなどの先進材料が注目を浴び，研究，開発されてきた．

これらの先進材料の中でも特に，セラミックスは優れた特性を数多く有しており，軽量で耐熱性に優れるといった点に注目され，スペースシャトルの船体外面を覆う耐熱タイルとして利用された．1981 年 4 月に打ち上げられたコロンビア号は，耐熱タイルの一部がはがれながらも大気圏再突入という困難を克服し，地球に帰還するという歴史的大事業を見事に成功させた．このことは世間一般の人々にセラミックスへの関心を抱かせることとなった．

このようにセラミックス材料への期待と必要性が高まり，構造用部材への適応が試みられるようになり，研究が進められてきた．しかし，このような構造用部材への適応を考えた場合，スペースシャトル用耐熱タイルなどとは異なり，連続的な荷重負荷を分担する必要があるため，構造用セラミックスには長期信頼性，安全性の確保が要求される．そのため，繰返し荷重下における強度特性の把握が必要である．

1970 年代，初期のセラミックスの疲労に関する研究[1),2)]では，主としてアルミナが用いられた．これらの研究は，静的荷重下での疲労現象について調べており，さらに静的荷重下の疲労，いわゆる静疲労(static fatigue)と繰返し荷重下の疲労，いわゆる繰返し疲労(cyclic fatigue)の比較も行っている．

Evans[3]はセラミックスの疲労に関する総説の中で，磁器とガラスを用いた試験結果から，静荷重下のき裂進展速度と繰返し荷重下のき裂進展速度の比較を行い，セラミックスには荷重繰返しによる強度劣化はないと報告した．一方，Guiu[2]はアルミナにおいて，荷重繰返し効果が認められたと報告している．その後，構造用セラミックスとして，アルミナ，部分安定化ジルコニア，炭化けい素，窒化けい素などの開発が進められ，構造用セラミックスは急速な発展を遂げるとともに，多くの研究者が構造用セラミックスの疲労に関する研究を行うようになった．

山田ら[4), 5)]は，窒化けい素における繰返し疲労について調べ，繰返し速度 f=43.3Hz，応力比 R=-1 において荷重繰返し効果による強度劣化が確認されたことを報告している．また川久保ら[6)~9)]は，アルミナ，炭化けい素，窒化けい素，部分安定化ジルコニアを取り上げ，圧痕による初期き裂を導入した試験片を用い，繰返し速度 f=10Hz，応力比 R=0 の条件下で静疲労に対して繰返し荷重による強度劣化があるかを調べている．その結果，繰返し荷重による強度劣化の影響の程度は，ジルコニアがもっとも顕著であり，アルミナ，窒化けい素，炭化けい素の順となっており，炭化けい素では荷重繰返し効果は認められないと報告している．また，粒界割れを生じるセラミックスは，繰返し荷重負荷により静荷重下に比べ短時間で破壊に至り，粒内割れを生じるものは破壊までの時間が変わらないと報告している．Horibe ら[10)]も炭化けい素には荷重繰返し効果はないと報告している．これらの多くの研究から，応力－破断時間および応力－破断繰返し数関係をベースにした疲労強度特性について多くのことが明らかにされてきている．しかしながら，セラミックスの疲労寿命に関する研究だけでは，荷重繰返し効果を受けるセラミックスとそうでないものとの疲労現象の相違を明らかにすることは困難であり，疲労き裂進展挙動も明らかにする必要がある．

セラミックスのき裂進展挙動に対する研究は，主にアルミナ，窒化けい素，ジルコニアを対象として，検討されている．Reece ら[11)]

は，アルミナのき裂進展挙動を調べ，繰返し荷重下のき裂進展速度が静荷重下の進展速度より速い，すなわち荷重繰返し効果が存在することを報告している．また，玉井ら[12]もアルミナのき裂進展挙動について調べ，Reece らと同様に荷重繰返し効果の存在を報告している．その他，アルミナのき裂進展挙動に関しては，Li ら[13), 14)]，Gilbert ら[15)]，Ewart ら[16), 17)]など多くの研究者が取り上げている．Dauskardt ら[18), 19)]はジルコニアのき裂進展挙動について調べている．その結果，荷重繰返しによってき裂進展速度が速くなること，応力比が小さいほど加速の程度が顕著になること，繰返し速度依存性がないことなどを報告している．

これらの多くの研究により，セラミックスのき裂進展挙動の特徴が明らかにされてきており，窒化けい素，アルミナおよびジルコニアなどの粒界破壊を呈するセラミックスのき裂進展メカニズムとして以下のようなモデルが提案されている．

き裂が粒界を進展する場合，き裂上下面に粒子によるブリッジングが生じることが多くの研究者により報告されている[20)]．このブリッジングに着目し，Grathwohl[21)]は Fig. 1-1 に示す grain bridging degradation モデルを提案した．同モデルによれば，繰返し荷重負荷によってブリッジング部が摩耗，破壊されるためにき裂が進展するとしている．このブリッジングによる遮へい力を考慮し，Ritchie[22)]はき裂進展駆動力として，式(1-1)を提案している．

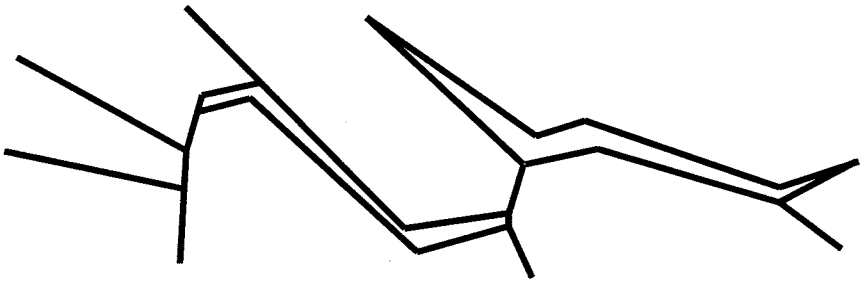
$$Ktip = Kmax - Ks \qquad (1\text{-}1)$$

ここで，$Ktip$ はき裂先端での応力拡大係数である．Ks はブリッジングの応力遮へい効果による応力拡大係数である．繰返し荷重が負荷されると，荷重を分担していたブリッジング部が荷重軸方向へすべるため，ブリッジングを生じている粒子は摩耗，破壊すると考えられる．そのため，$Kmax$ 一定条件下においても Ks が減少し，き裂先端にかかるき裂駆動力が増大し，き裂が進展すると考えている．こ

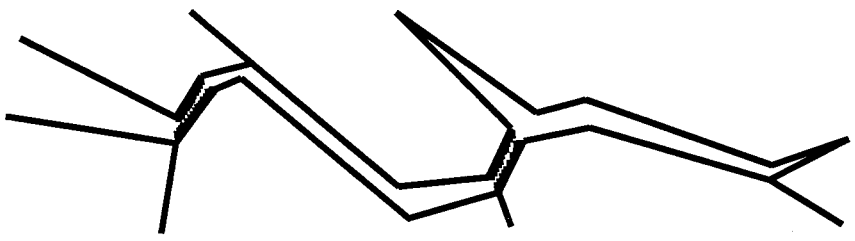
の疲労き裂進展モデルは，実験事実に基づくセラミックスの疲労き裂進展挙動をうまく説明でき，多くの研究者から支持を得ている[23]．さらに，*Ktip* を求めることを目的とした研究[19), 24)~29)]が行われてきている．これらの研究からき裂先端遮へいのメカニズムについて多くの報告がなされているものの，ブリッジングによる遮へい効果を定量化することは困難であり，疲労き裂進展挙動を解明できたとは言い難いのが現状である．

また，その他のき裂進展モデルとして以下のようなものがある．き裂上下面の破面接触によって，繰返し荷重の除荷過程においてき裂先端近傍にラテラルクラックが生じ，き裂の進展が促進されるとするモデル[3), 30)]や，き裂上下面の破面接触によるウェッジ効果が働くことによって除荷時にき裂開口変位が比較的大きなレベルで維持され，き裂の進展が促進されるというモデル[3), 31)]などである．

上述したような粒界進展型のセラミックスである窒化けい素は，構造用セラミックスの中でも，他のセラミックスに比べ強度，破壊



(a)　static loading.



(b)　cyclic loading.

Fig. 1-1　Grain bridging degradation model[21].

じん性が高く，最も実用化が進んでおり，多くの研究が行われてきている．岸本ら[32)~34)]は，応力比，繰返し速度および応力波形を変えて疲労き裂進展試験を行い，以下のことを報告している．窒化けい素では荷重繰返し効果によりき裂進展速度は速くなり，その加速程度は応力比が小さいほど顕著になる．また，繰返し速度が増加するほどき裂進展速度は速くなり，その傾向はき裂進展速度の遅い領域ほど顕著となる．さらに，応力波形については正弦波よりも矩形波のほうがき裂進展速度を加速させる．田中ら[35)]も同様に，応力比および繰返し速度を変化させ疲労き裂進展試験を行い，岸本らと同様に荷重繰返し効果を認めている．また，き裂進展速度は応力拡大係数範囲ΔKと平均応力拡大係数Kmの両者の影響を受け，進展速度の遅い領域ではΔK依存性が大きく，速い領域では$Kmax$依存性が大きくなる．窒化けい素の疲労き裂進展挙動は，き裂開閉口挙動を考慮した有効応力拡大係数範囲$\Delta Keff$と有効平均応力拡大係数Km,effによって決まると考えられることなどを報告している．菅原ら[36)]もき裂進展試験を行い，荷重繰返し効果により進展速度が加速することを報告している．Choi[37)]は，$Kmax$とΔKの両者を考慮すると，き裂進展速度をべき乗則で表すことができること，ΔKの代わりにき裂開閉口挙動を考慮した$\Delta Keff$を用いると，$Kmax$値一定条件下で見られた応力振幅の効果を説明できることなどを報告している．

以上のように，窒化けい素の疲労き裂進展挙動やその疲労メカニズムなど多くの知見が得られてきているものの，これらの研究はほとんど一定振幅荷重下に対するものである．しかしながら，実機に作用する荷重は必ずしも荷重振幅が一定となることはなく，荷重振幅や平均荷重が変動する場合が多い．したがって，構造用部材の設計を行う場合や健全性の評価を行う場合には，部材に実際負荷される変動荷重下の疲労き裂進展挙動を把握しておくことが必要不可欠である．

Ritchie ら[19), 38), 39)]は部分安定化ジルコニア[19)]，SiC ウィスカ強化アルミナ[38)]および窒化けい素[39)]について高－低および低－高 2 段変

動荷重下の疲労き裂進展挙動について調べている．ジルコニアでは高レベル荷重から低レベル荷重への荷重変動後，一時的なき裂進展速度の遅延が生じ，その後低レベル荷重の定常状態に達するまで徐々にき裂進展速度は増加する．また，低レベル荷重から高レベル荷重への荷重変動後には，高レベル荷重における定常状態の速度になるまで一時的な加速が生じ，相変態による領域遮へいを起こすジルコニアでの荷重変動後の過渡的応答は，金属材料のそれに類似するものであることを報告している．また，ウィスカのブリッジングによって遮へい効果を生じるSiCウィスカ強化アルミナではそのような挙動は示さないこと，窒化けい素においては荷重変動の影響が見られないことを報告している．一方，Choiら[40]も窒化けい素を用いて，低－高および高－低2段変動荷重下の疲労き裂進展挙動について調べている．その結果，Ritchieらがおこなった窒化けい素[39]のき裂進展挙動とは異なる結果を報告しており，Ritchieらがおこなったジルコニア[19]における試験結果や金属材料に見られるものと同様に，低レベル荷重から高レベル荷重への荷重変動後，一時的に進展速度の加速が生じ，高レベル荷重から低レベル荷重への荷重変動により進展速度の遅延が認められることを報告している．このように変動荷重下の疲労き裂進展挙動に関する研究は行われているものの，その数は少ない．また，窒化けい素を用いた結果において研究者によって異なった報告がなされているように，変動荷重下のき裂進展挙動についてはほとんど明らかにされていないのが現状である．

そこで本研究では，主に，現在構造用材料として最も実用化の進んでいる窒化けい素を取り上げ，一定振幅荷重試験および変動荷重試験を行い，疲労き裂進展挙動を調べるとともに，き裂開閉口挙動について検討を加える．また，窒化けい素と窒化ほう素の複合焼結セラミックスについても疲労き裂進展挙動を調べる．これらの結果から，変動荷重下のき裂進展挙動を明らかにすることを目的とする．

本論文は6章構成となっており，第1章は緒論であり，本研究の

目的について述べる．

第2章では，本研究で用いる疲労き裂進展試験装置およびき裂開閉口挙動の測定方法を述べ，次に本論文で用いる破壊力学パラメータである応力拡大係数Kの算出法とき裂進展速度の推定法と評価法について述べる．

第3章では，窒化けい素の一定振幅荷重下における疲労き裂進展挙動を明らかにするため，応力比一定試験，最大応力拡大係数$Kmax$一定試験および応力拡大係数範囲ΔK一定試験を行うとともに，き裂開閉口挙動についても調べる．さらに，一定振幅荷重下のき裂進展速度の整理法についても検討する．

第4章では，窒化けい素の変動荷重下のき裂進展挙動を明らかにするため，過大荷重試験，低－高，高－低2段変動荷重試験および2段繰返し変動荷重試験を行い，き裂進展挙動に及ぼす荷重変動の影響について調べ，変動荷重下のき裂進展速度の推定法について検討する．

第5章では，窒化けい素と窒化ほう素の複合焼結セラミックスの一定振幅荷重下および変動荷重下の疲労き裂進展挙動について調べ，き裂開閉口挙動についても検討する．

第6章は結論であり，本研究で得られた結果をまとめる．

参考文献

1) D. A. Krohn and D. P. H. Hasselman, J. Am. Ceram. Soc., **55**, 208(1972).

2) F. Guiu, J. Mater. Sci. Letters, **13**, 1357(1978).

3) A. G. Evans, Int. J. Fract., **16**, 485(1980).

4) 山田敏郎，星出敏彦，古屋博章，材料，**33**，28(1984).

5) T. Hoshide, T. Ohara and T. Yamada, Int. J. Fract., **37**, 47(1988).

6) 川久保隆，米屋勝利，材料，**34**，1460(1985).

7) 川久保隆，後藤　昭，材料，**36**，1253(1987).

8) T. Kawakubo and K. Komeya, J. Am. Ceram. Soc., **70**, 400(1987).

9) 川久保隆，後藤　昭，材料，**37**，939(1988).

10) S. Horibe, M. Sumita, J. Mater. Sci., **23**, 3305(1988).

11) M. J. Reece, F. Guiu and M. F. R. Sammur, J. Am. Ceram. Soc., **72**, 348(1989).

12) 玉井富士夫，平野一美，日本機会学会論文集，**A-60**，1150(1994).

13) M. Li and F. Guiu, Acta Metal. Mater., **43**, 1857(1995).

14) M. Li and F. Guiu, Acta Metal. Mater., **43**, 1871(1995).

15) C. J. Girbert and R. O. Ritchie, Fatigue Fract. Engng Mater. Struct., **20**, 1453(1997).

16) L. Ewart, S. Suresh, J. Mater. Sci. Letters, **5**, 774(1986).

17) L. Ewart, S. Suresh, J. Mater. Sci., **22**, 1173(1987).

18) R. H. Dauskardt, W. Yu and R. O. Ritchie, J. Am. Ceram. Soc., **70**, 248(1987).

19) R. H. Dauskardt, D. B. Marshall and R. O. Ritchie, J. Am. Ceram. Soc., **73**, 893(1990).

20) 例えば，上野　明，岸本秀弘，河本　洋，山中洋一，材料，**41**，495(1992).

21) Grathwohl, Mater.-Wiss. u. Werkstofftech., **19**, 113(1988).

22) R. O. Ritchie, Mater. Sci. Engng., **A103**, 15(1988).

23) 例えば，S. Lathabai, J. Rodel and B. R. Lawn, J. Am. Ceram. Soc.,

74, 1340(1991).

24) J. W. Hutchinson, Acta Metall., **35**, 1605(1987).

25) J. Rodel, J. F. Kelly and B. R. Lawn, J. Am. Ceram. Soc., **73**, 3313(1990).

26) R. H. Dauskardt, W. C. Cater, D. K. Veirs and R. O. Ritchie, Acta Metall. Mater., **38**, 2327(1990).

27) B. N. Cox, Acta Metall. Mater., **39**, 1189(1991).

28) X. Hu and Y. -W. Mai, J. Am. Ceram. Soc., **75**, 848(1992).

29) T. Liu and Y. -W. Mai, J. Am. Ceram. Soc., **76**, 2601(1993).

30) S. Horibe and R. Hirahara, Acta Metall. Mater., **39**, 1309(1991).

31) M. Okazaki, A. J. Mcevily and T. Tanaka, Metall. Trans., **22A**, 1425(1991).

32) 岸本秀弘，上野　明，河本　洋，材料，**36**，1122(1987).

33) 岸本秀弘，上野　明，河本　洋，藤井康義，材料，**38**，1212(1989).

34) 上野　明，岸本秀弘，河本　洋，朝倉幹男，材料，**39**，1570(1990).

35) 田中道七，岡部永年，石丸　靖，材料，**38**，137(1989).

36) 菅原宏人，大塚昭夫，天野岳彦，材料，**40**，1491(1991).

37) G. Choi, Acta Metall. Mater., **43**, 1489(1995).

38) R. H. Dauskardt, M. R. James, J. R. Porter and R. O. Ritchie, J. Am. Ceram. Soc., **75**, 759(1992).

39) C. J. Girbert, R. H. Dauskardt and R. O. Ritchie, J. Am. Ceram. Soc., **78**, 2291(1995).

40) G. Choi, S. Horibe and Y. Kawabe, Acta Metall. Mater., **42**, 1407(1994).

第２章　疲労き裂進展試験装置および試験方法

本章では，まず初めに，疲労試験装置，除荷弾性コンプライアンス法[1)]によるき裂長さおよびき裂開閉口挙動の測定方法，マイクロコンピュータを用いた一定振幅および変動荷重下の荷重－引算変位ヒステリシスの計測など，疲労き裂進展試験における試験方法全般について述べる．次に，本論文で用いる破壊力学パラメータである応力拡大係数 K の算出法とき裂進展速度の推定法について述べる．

2.1　疲労試験装置および疲労試験装置制御回路

本研究では，容量 1960N の CT 試験片用小型電気油圧サーボ疲労試験機を用いた．電気油圧サーボ疲労試験機は，エネルギ伝達媒体として油圧，信号伝達媒体として電気量を用い，命令信号が正しく実行されていることを確認するための測定器として，高精度のアナログ検出器を使用している．この三者をクローズドループに編成し，命令信号と測定量が等しくなるように動作するものであり，荷重信号をアクチュエータに取り付けられたサーボバルブに伝達することによって，油圧アクチュエータに流入する圧油の方向ならびに流量を制御して，アクチュエータのピストンロッドに往復運動を与えて

Table 2-1　Hydraulic source specifications.

Maximum pressure	21　(MPa)
Maximmum flow	106　(ℓ/min)
Electric input power	220　(V) 45　(kW)
Hydraulic fluid	DTE24
Pump	Variable displacement type axial piston pump
	Hydraulic balancer type vane pump
Motor	Three phase induction motor

荷重を発生させるものである．本研究で用いた油圧源の仕様をTable 2-1に，油圧回路ブロック線図をFig. 2-1に示す．

本油圧回路においては，ラインフィルタ前後のリリーフバルブによって油圧回路の使用最高圧を設定しており，その後パイロット弁付きのリデューシングバルブにより減圧を行う方法を用いている．本試験装置はFig. 2-1中の ACT V に接続され，圧力はリデューシングバルブにより 4.9MPa に減圧されている．リデューシングバルブとアクチュエータの間にはアキュームレータ N210-5D ((株)日本アキュームレータ製)を設け，油圧源からの圧油の脈動および干渉を防いでいる．

アクチュエータの仕様をTable 2-2に，またサーボバルブ((株)日本ムーグ製)の仕様をTable 2-3に示す．

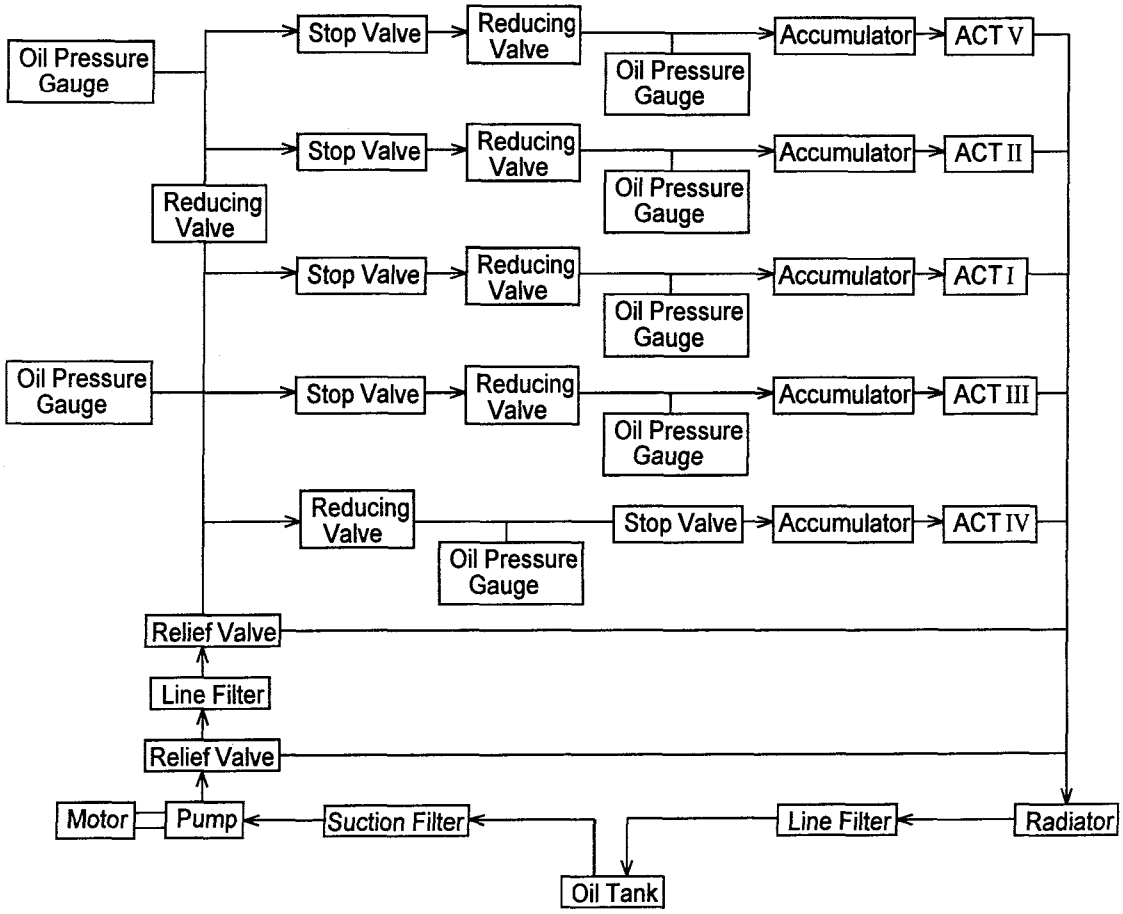


Fig. 2-1 Block diagram of oil pressure circuit.

Table 2-2 Actuater specifications.

Effective stroke	14 (mm)
Inside diameter of cylinder	32 (mmϕ)
Outside diameter of piston rod	12.7 (mmϕ)
Effective section area of piston	680 (mm^2)

Table 2-3 Servo valve specifications.

Type No.	J030-105A
Rated current	5.0 (mA)
Rated flow	6.4 (ℓ/min)
Coil resistance	1000 (Ω/coil)

試験片取付け部の概略をFig. 2-2に，試験装置外観をFig. 2-3に示す．Fig. 2-2のロードセルは円盤型にし，上下のクレビスには面外方向の曲げを逃すために曲げ逃し板を設けている．また，上下クレビスの取り付けには，上下のクレビスの中心軸を一致させた状態で上部クレビスをロードセルに固定し，ピストンロッドに取り付けた加熱用ポットを変位制御により上昇させ，ポットを蒸気で加熱し低融点合金であるウッドメタルをポット内に流し込み自然冷却することで，下部クレビスを固定することによって軸合わせを行った．この結果，試験片の両側面においてき裂長さの差は，試験期間中を通じてほとんど無視しうる程度となっている．

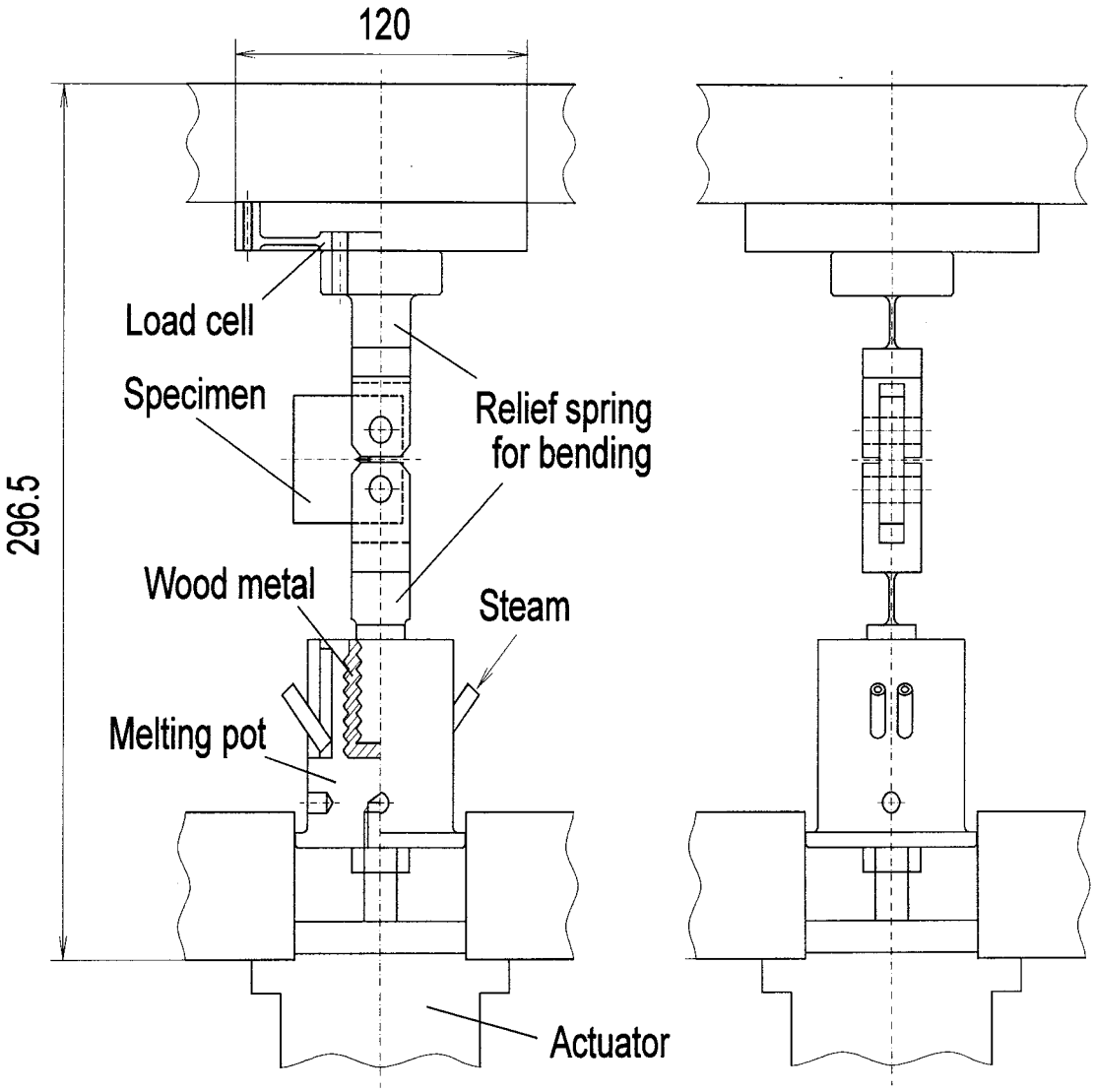


Fig. 2-2 Mounting position outline of test specimen.

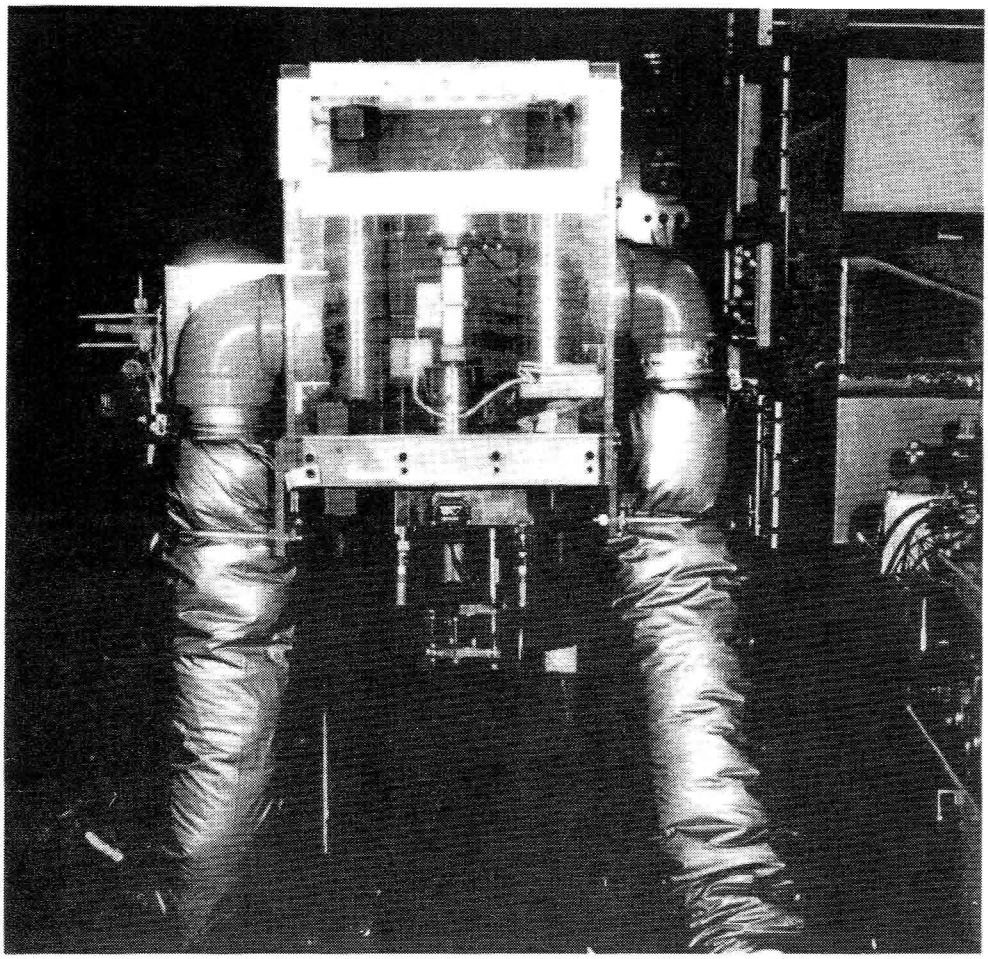


Fig. 2-3　Testing machine apparatus.

セラミックスの疲労特性は，試験環境に大きく影響されることが報告されている[2)~9)]．本研究では，試験環境による影響を取除くために，すべての試験をFig. 2-3に示すアクリル板を用いて製作した一定環境槽中で行った．試験装置の環境槽内部分には，シリコンスポンジシートを貼付し，断熱性を高めた．環境制御はTable 2-4に仕様を示す精密空気供給装置((株)タバイ　エスペック社製)を用いて行い，槽中の温度を 25±1℃，相対湿度 60±5%に保った．精密空気供給装置の外観をFig. 2-4に示す．

Table 2-4 Precision air supply unit specifications.

Type No.	CAU-211	
Specifications	Temperature range	+10~+70 (°C)
	Humidity range	45~95 (%RH)
	Freezing capacity	400 (kcal/h)
	Heating capacity	1720 (kcal/h)
Maximum air volume	5 (m^3/min)	
Dry bulb temperature regulator	Control action	Time propotional control action
	Detecting terminal	Thermocouple
Wet bulb temperature regulator	Control action	Time propotional control action
	Detecting terminal	Thermocouple

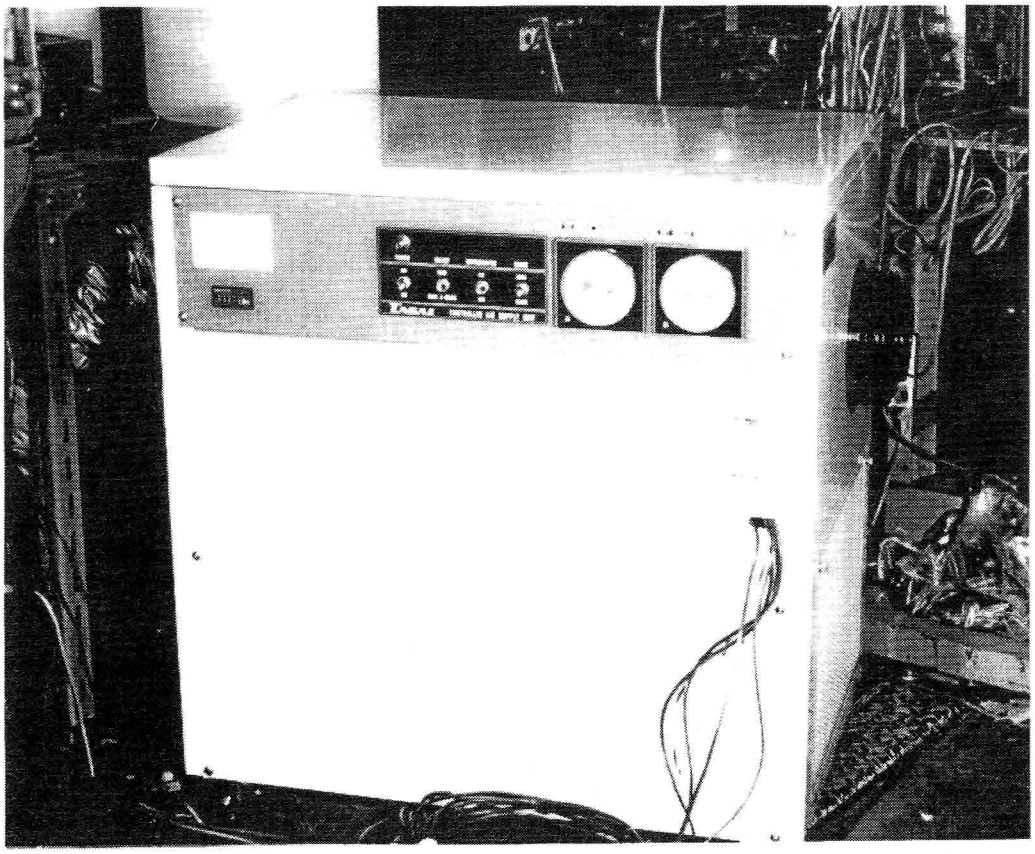


Fig. 2-4 Precision air supply unit apparatus.

制御回路およびその外観をそれぞれFig. 2-5およびFig. 2-6に示す荷重制御信号はマイクロコンピュータに装着された D/A 変換器から発生させ，Fig. 2-5の SIGNAL 端子に入力されている．この信号を増幅器で増幅した後サーボバルブに入力している．回路の素子には，サーボバルブ入力信号を安定させるためドリフトの少ない OP アンプを用いている．またサーボバルブのスプールを円滑に動作させるために 300Hz 小振幅の DITHER 信号を入力している．Fig. 2-5 の LOAD 端子および DISP 端子にはフィードバック信号が入力される．変位制御は試験片取付時のみに行った．疲労き裂進展試験は荷重制御で行っており，試験中は DISP 端子のゲインを 0 に絞り，変位フィードバック信号が入力されないようにした．

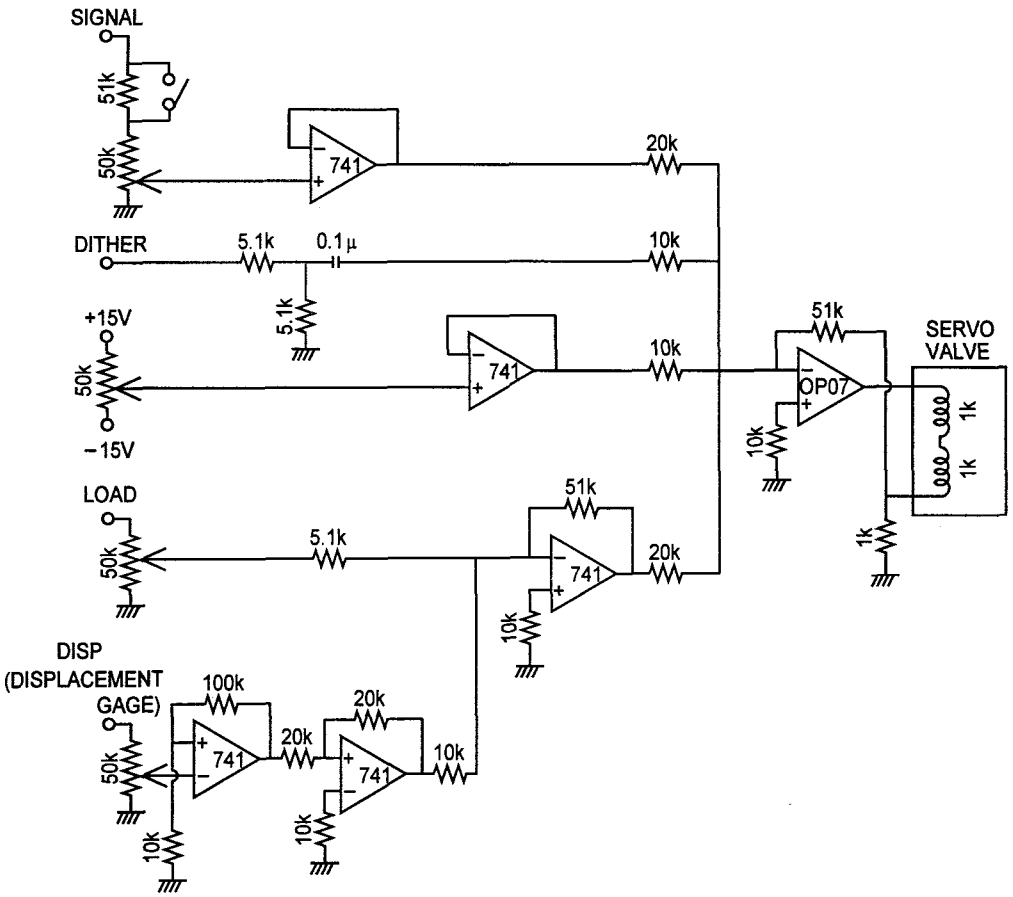


Fig. 2-5 Control circuit.

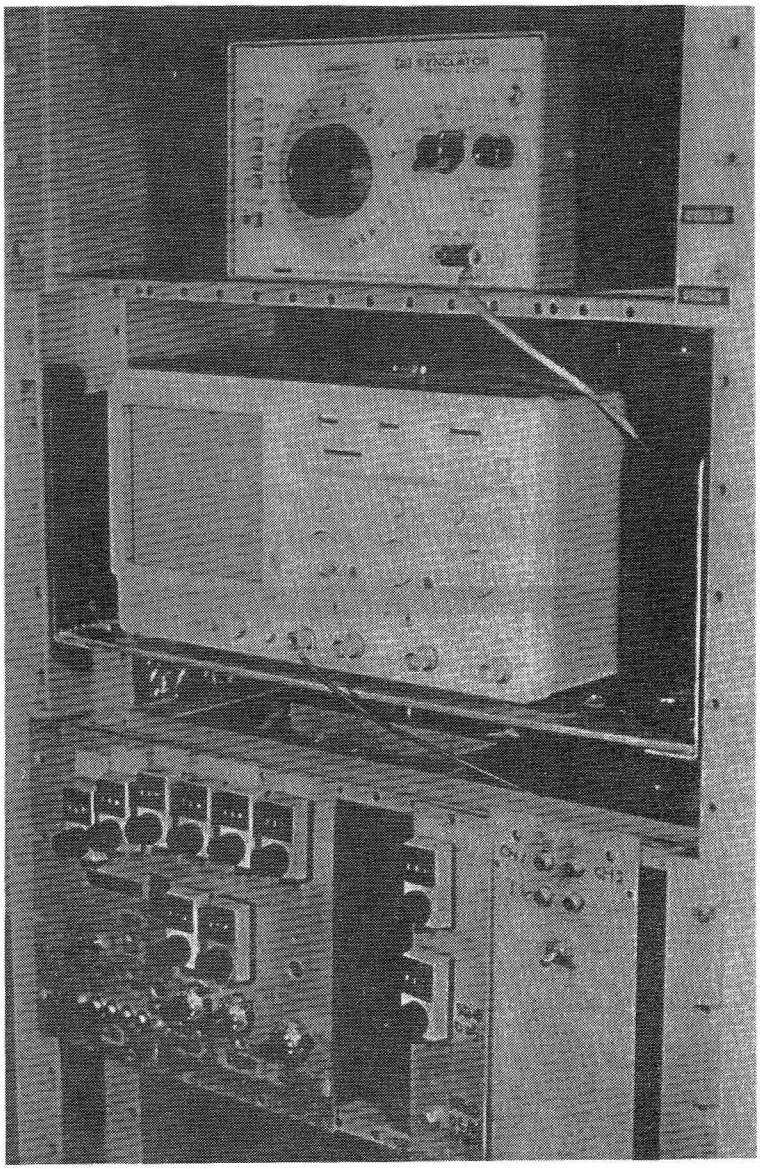


Fig. 2-6 Control circuit apparatus.

2.2　き裂長さおよびき裂開閉口挙動の測定法

2.2.1　除荷弾性コンプライアンス法および測定回路

き裂長さおよびき裂開閉口挙動の測定には，除荷弾性コンプライアンス法[1)]を用いた．以下，除荷弾性コンプライアンス法について説明する．

き裂を含む試験片の変位と負荷荷重とのヒステリシスを描くと，き裂が開口している状態では，試験片のリガメント面積に応じて開口していない状態よりもコンプライアンスは大きくなるため，Fig. 2-7(a)で示すようにある荷重レベル以上でヒステリシスは折れ曲がる．しかしながら，この折れ曲がりはごくわずかであるため，き裂が完全に開口するレベル，すなわちき裂開口点に対応する折れ曲がり点は不明瞭である．そこで，Fig. 2-8に示すような引算回路を用いて，ヒステリシスのき裂開口範囲の除荷弾性線を荷重軸と平行となるように，変位信号から荷重信号に比例する弾性成分を引算し，その後，増幅した引算変位と荷重とのヒステリシスを描くと，Fig. 2-7(b)に示したようにき裂開口点におけるヒステリシスの折れ曲がりが明瞭となり，き裂開口点(図中 A 点)の測定精度が向上する．また，き裂進展にともないき裂が開口している荷重範囲の弾性コンプ

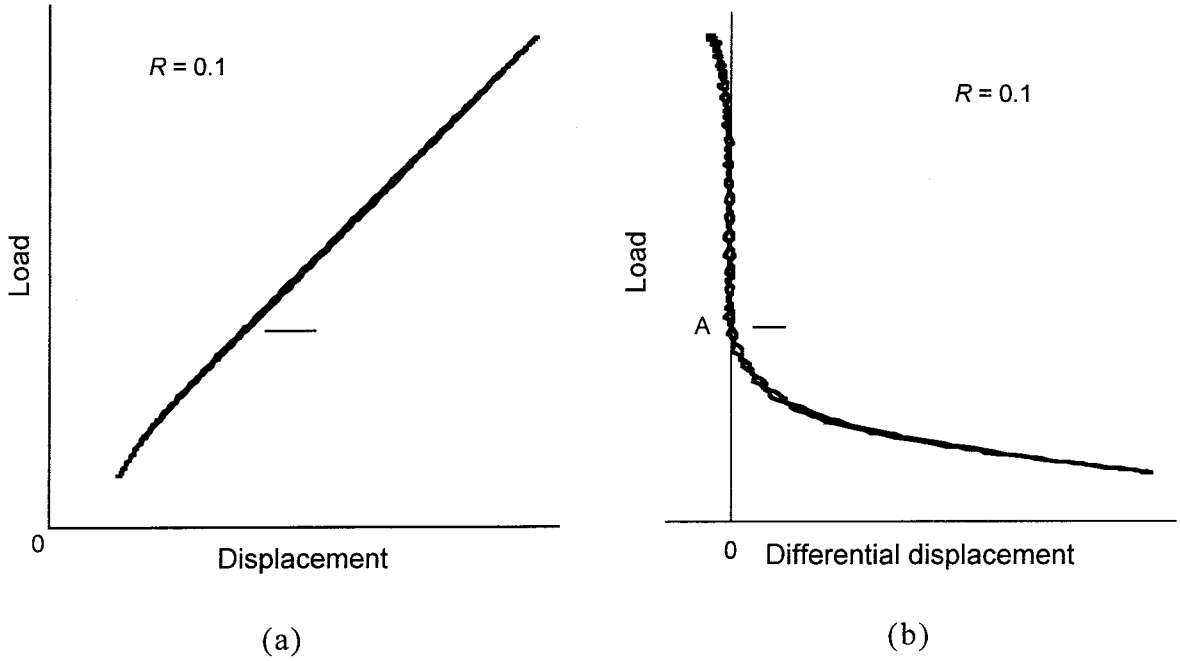


Fig. 2-7　Load-differential displacement hysteresis loops.

ライアンスが増加し，除荷弾性線が傾いていく．そこで，Fig. 2-8の引算回路のポテンショメータ B により変位信号のゲインを絞り，弾性コンプライアンスの増加分を相殺し，除荷弾性線を荷重軸と平行にする．このとき，ポテンショメータの目盛りとき裂長さを予め較正しておくと，き裂開閉口挙動の測定と同時に，き裂長さを連続的に測定することができる．き裂長さとポテンショメータの較正法については，2.2.4 節で述べる．

なお，引算回路Fig. 2-8中のポテンショメータ A は，試験片にき裂が入っていない状態で，引算変位が荷重軸と平行になるように荷重，変位のゲインを調節するためのアッテネータである．

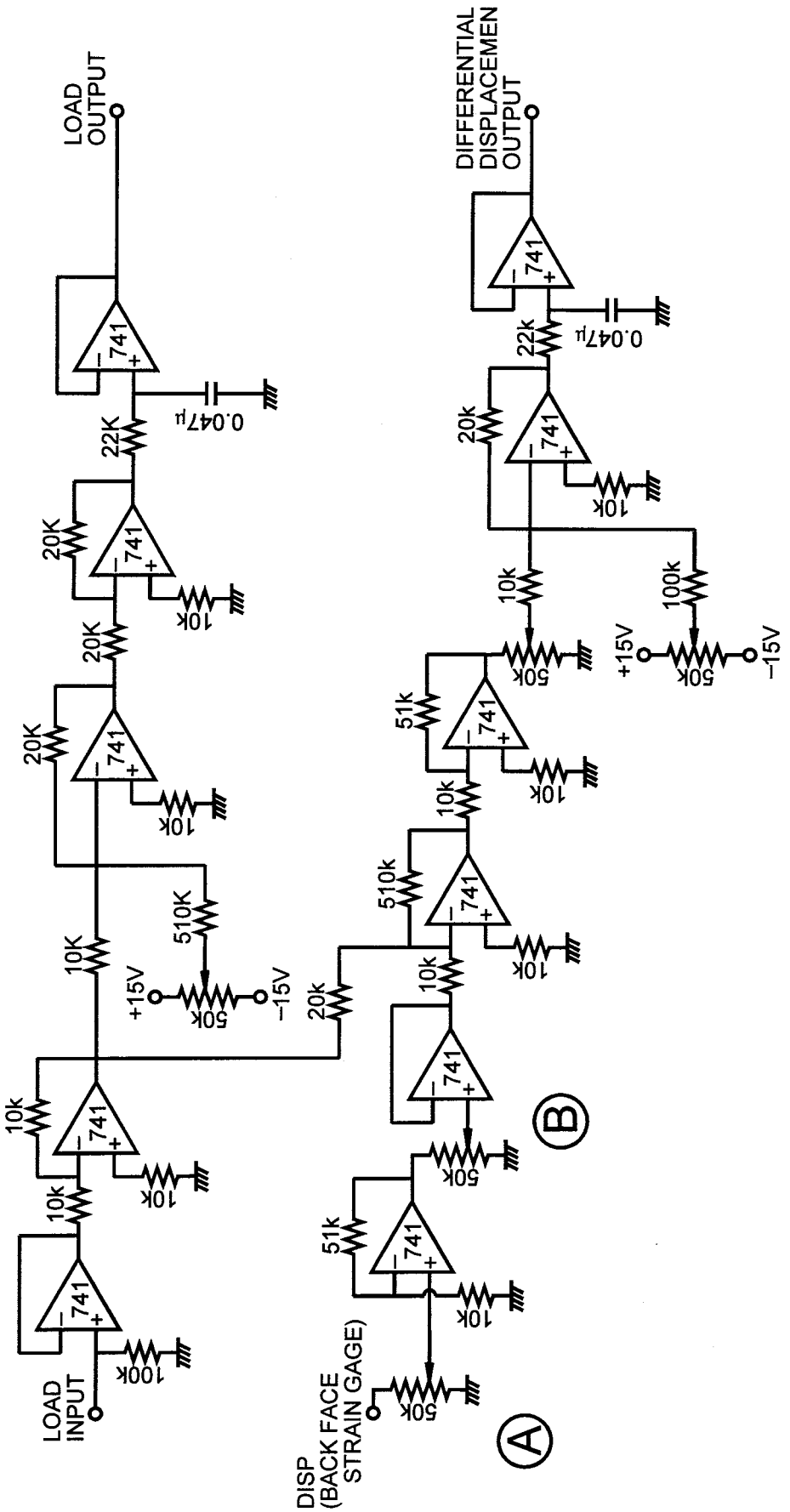


Fig. 2-8 Subtraction circuit.

2.2.2　荷重信号検出法

小荷重を精度よく測定するため，2.1 節で述べたようにロードセルは円盤型にしている．Fig. 2-9にロードセル形状およびひずみゲージ貼り付け位置を示す．CT 試験片に負荷される荷重は，円盤型のロードセルの薄肉部に貼り付けたひずみゲージにより検出されるひずみゲージには箔フェステルひずみゲージ KFG-2-500-C1-11 ((株)共和電業製，ゲージ長 2mm，抵抗 500Ω)を 8 枚用い，全てア

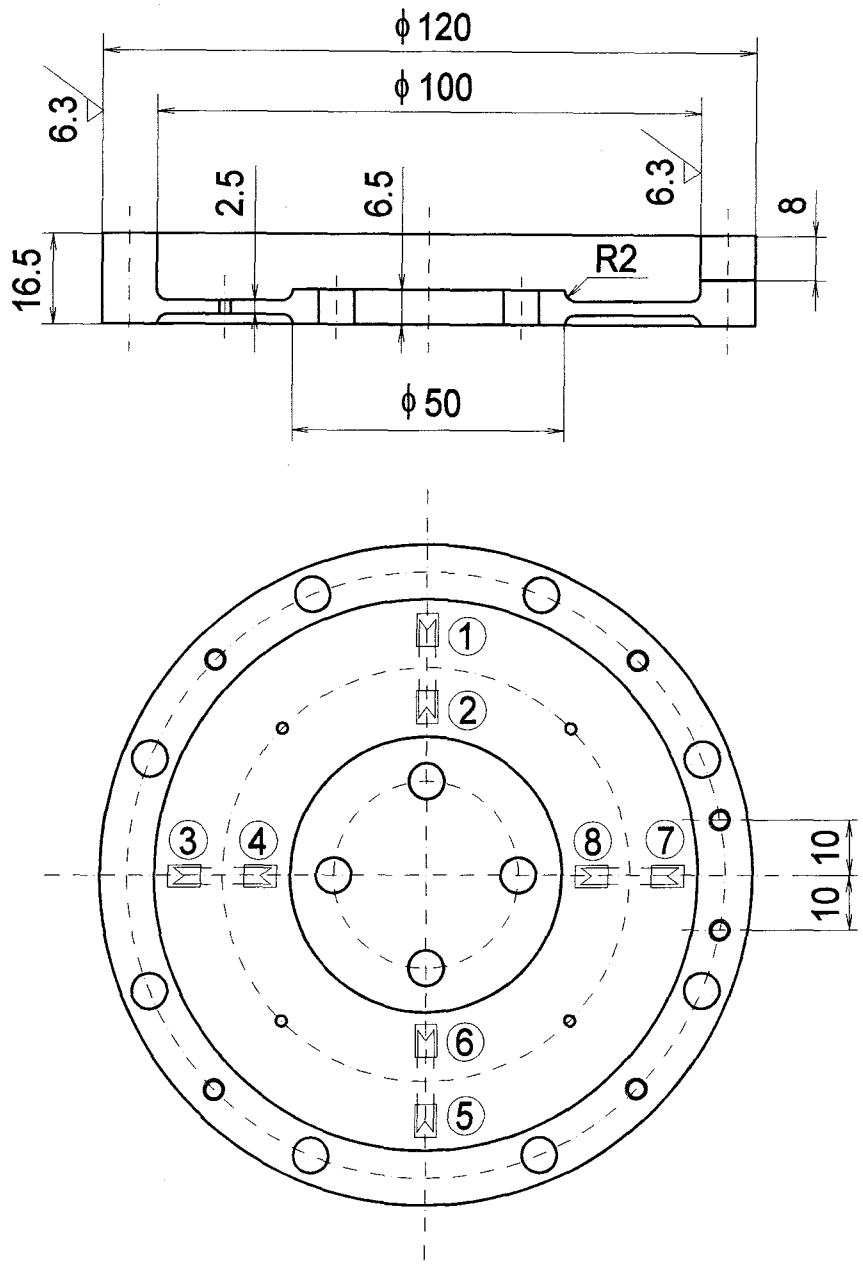


Fig. 2-9　Shape of load cell and position of strain gages.

クティブゲージとし，±12V の直流電圧を印加してFig. 2-10に示すブリッジ回路を構成している．

ロードセルの較正は，環状ばね型力計 ((株)東京試験機製作所製)を用いて行った．この検定器における荷重とループ変位との関係をFig. 2-11に示す．またロードセルの直流増幅器の出力とループ変位の関係をFig. 2-12に示す．直流増幅器については 2.2.4 節で述べる．これらの図から円盤型ロードセルの出力はロードセルの容量(1960N) 内で十分に線形性があることがわかる．この 2 直線から計算される直流増幅器の出力と荷重の関係は直流増幅器の出力 1V 当たり 575N となっている．また A/D 変換器に入力される荷重信号と荷重の関係は荷重信号 1V あたり 289N となっている．

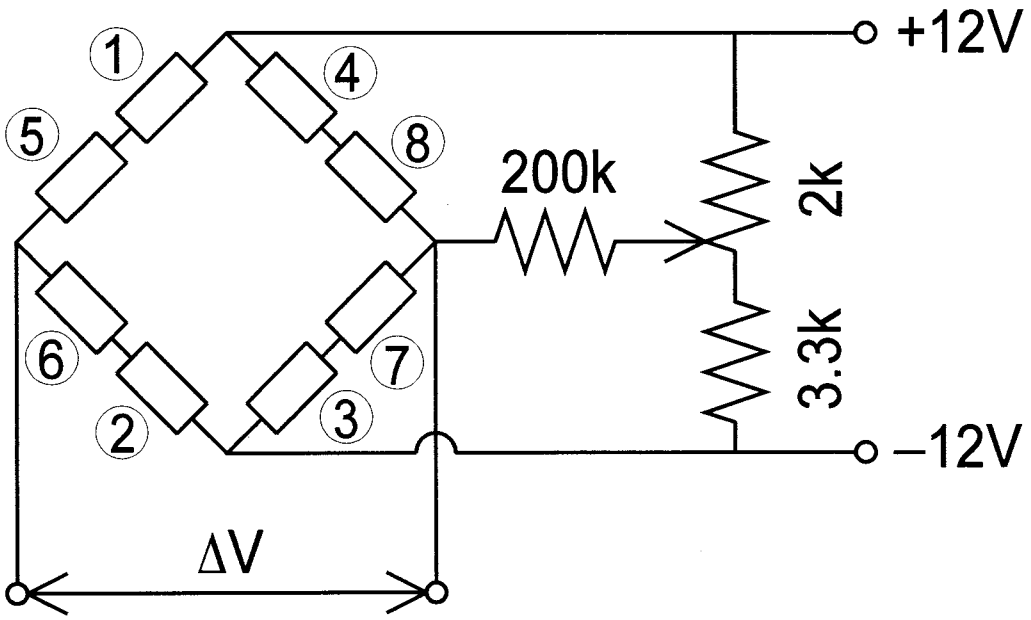


Fig. 2-10 Bridge circuit to detect load.

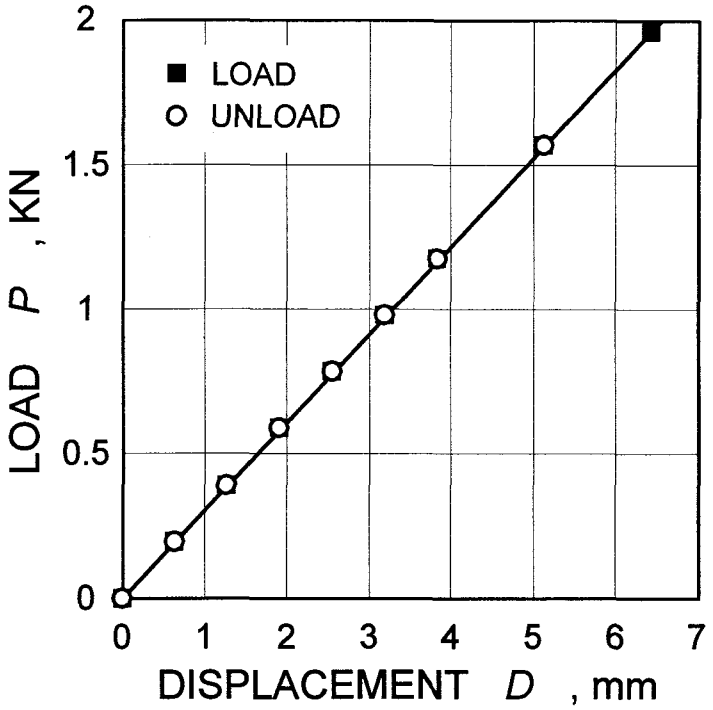


Fig. 2-11 Relationship between load and loop displacement.

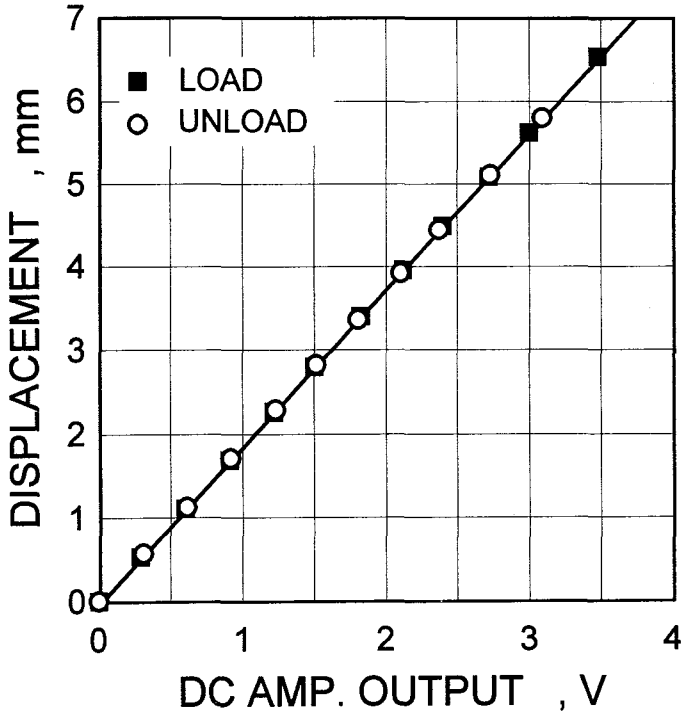


Fig. 2-12 Rerationship between DC amplifier output and loop displacement.

2.2.3　背面ゲージからの変位の検出法

2.2.1 節で述べた除荷弾性コンプライアンス法を用いて，き裂長さおよびき裂開口点を測定するため，変位の検出が必要となる．変位の検出は，CT 試験片の背面に貼ったひずみゲージ KFG-2-1K-C1-11 ((株)共和電業製，ゲージ長 2mm，抵抗 1KΩ)により行った．Fig. 2-13にひずみゲージ貼り付け位置を，Fig. 2-14にブリッジ回路の構成を示す．背面での変位出力は小さいため，ここでは抵抗値の大きい 2 枚のゲージをアクティブゲージとして用い，0-15V の印加電圧を加えている．

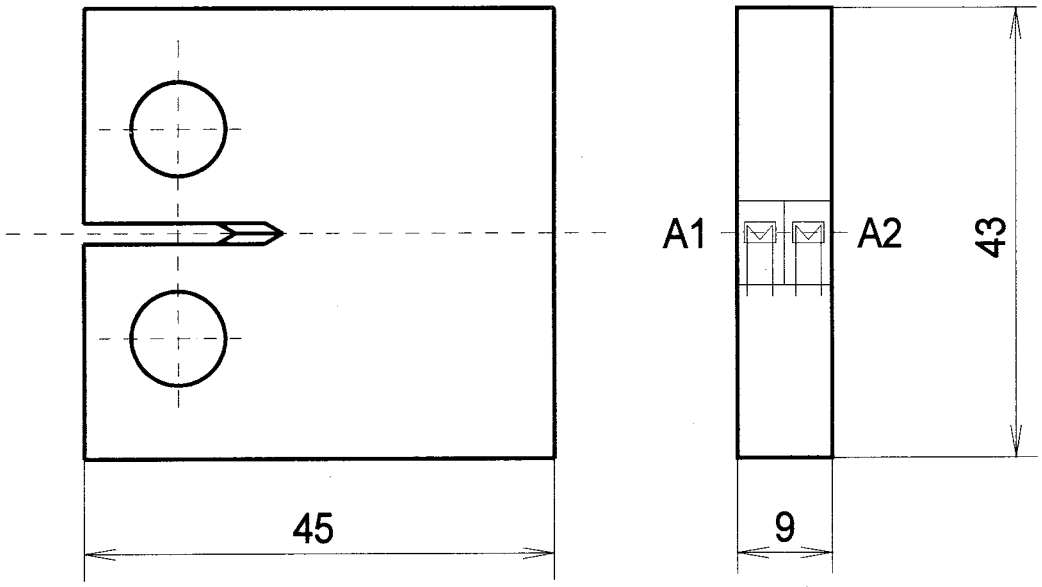


Fig. 2-13　Position of strain gages.

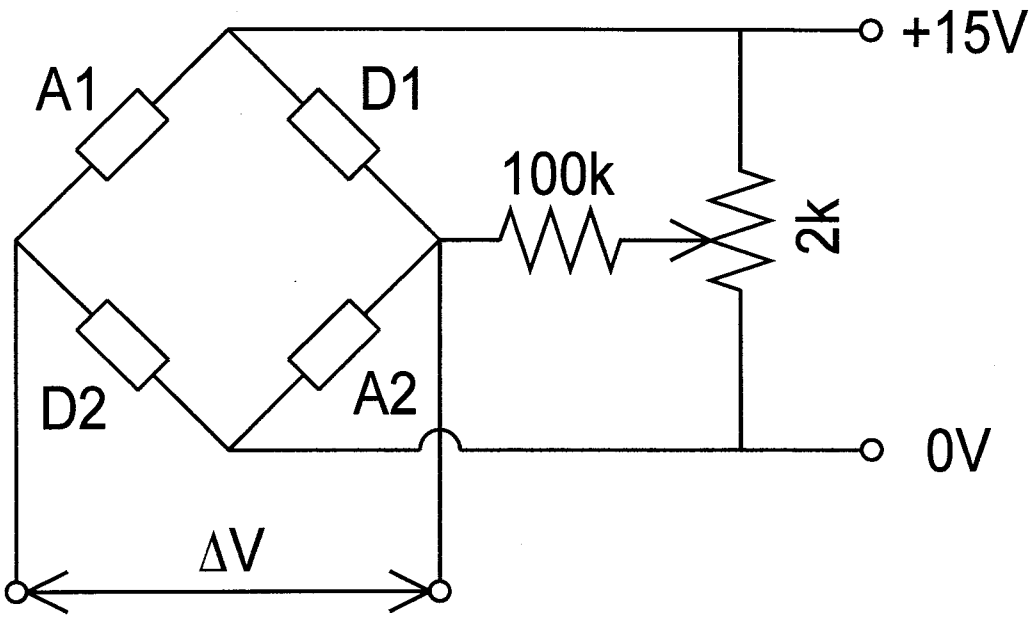


Fig. 2-14 Bridge circuit to detect displacement.

2.2.4　直流増幅器および測定用電源回路

荷重および変位のブリッジ回路からの出力は，それぞれFig. 2-15, Fig. 2-16に示す直流増幅器により増幅している．増幅は2段で行い，前段は入力換算ノイズを小さくするため OP27(PMI 社製)を用いた平衡入力としゲインを高くしている．後段は OP10(PMI 社製)を用い不平衡出力としている．抵抗には超精密抵抗(抵抗値精度 0.05%)を用い，増幅器のゲインの安定性をよくしている．Fig. 2-15の増幅器のゲインは 47.3dB(232.5 倍)，Fig. 2-16の増幅器のゲインは 53.3dB(465 倍)である．

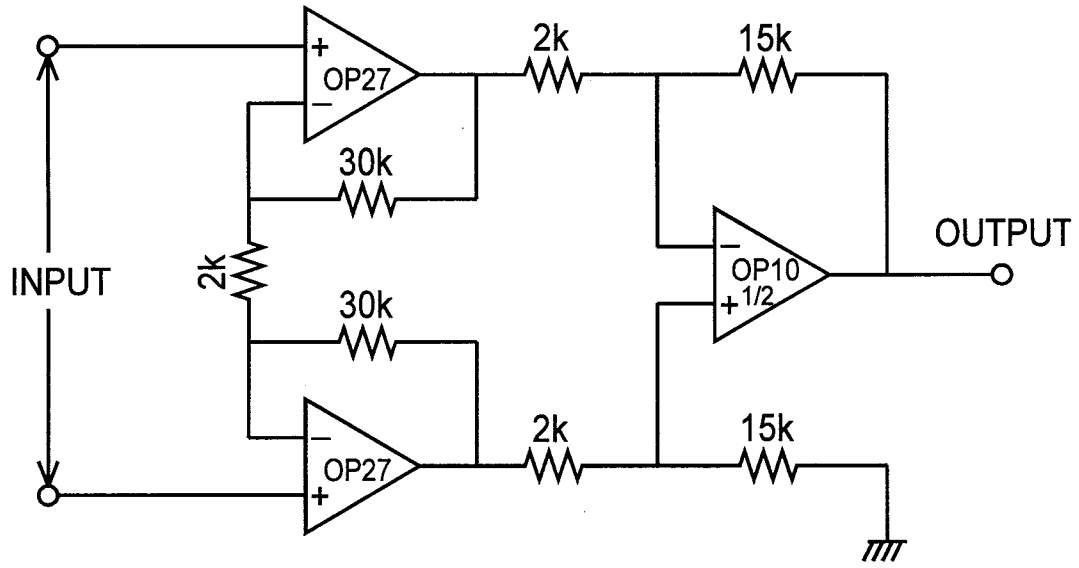


Fig. 2-15　DC amplifier to detect load.

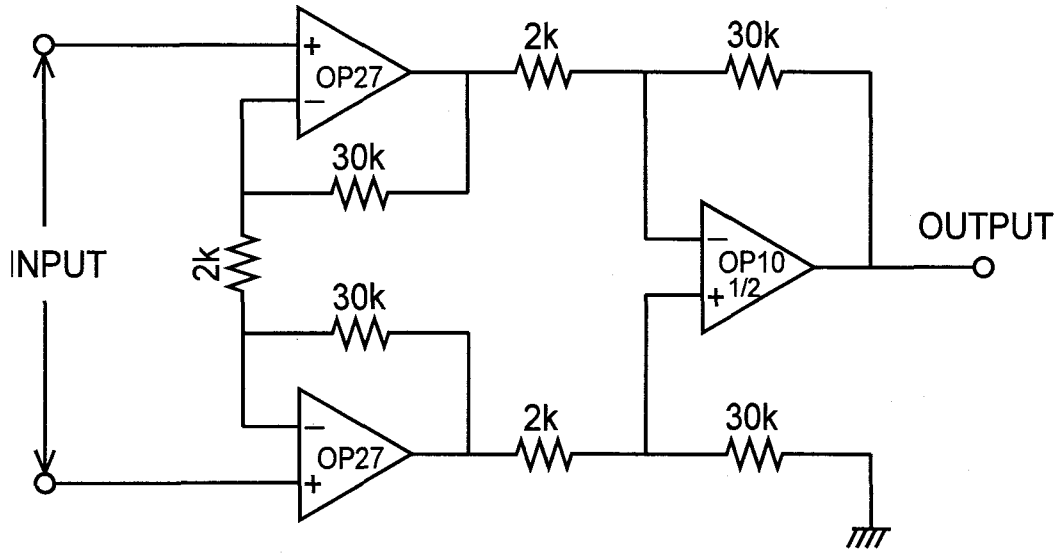


Fig. 2-16 DC amplifier to detect displacement.

2.2.5　定電圧電源

制御回路，直流増幅器等の OP アンプ電源およびブリッジ回路の印加電圧として用いた±15V の直流定電圧電源をFig. 2-17に示す．この直流定電圧電源には電圧の安定化を図るため，IC レギュレータ(μA7815, μA7915)が使用されている．またFig. 2-18にロードセルブリッジ回路に印加する±12V 用の電源電圧回路を示す．

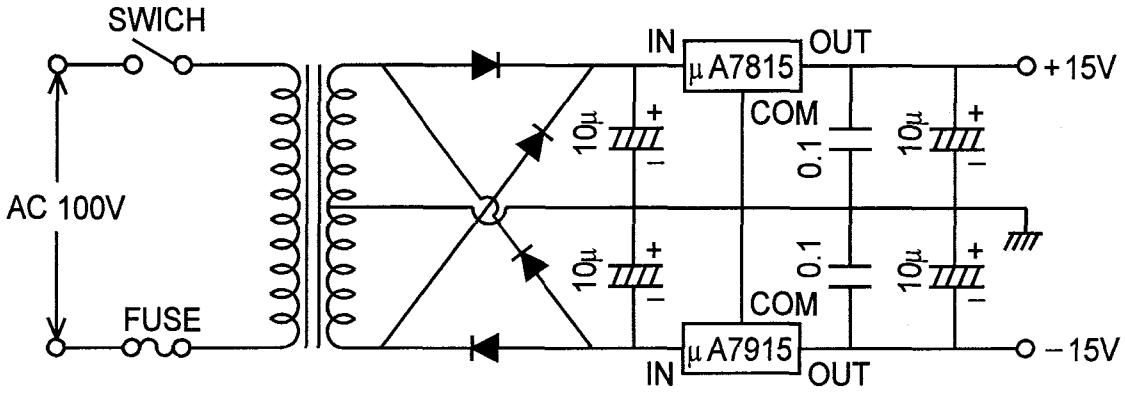


Fig. 2-17　±15V constant voltage power supply circuit.

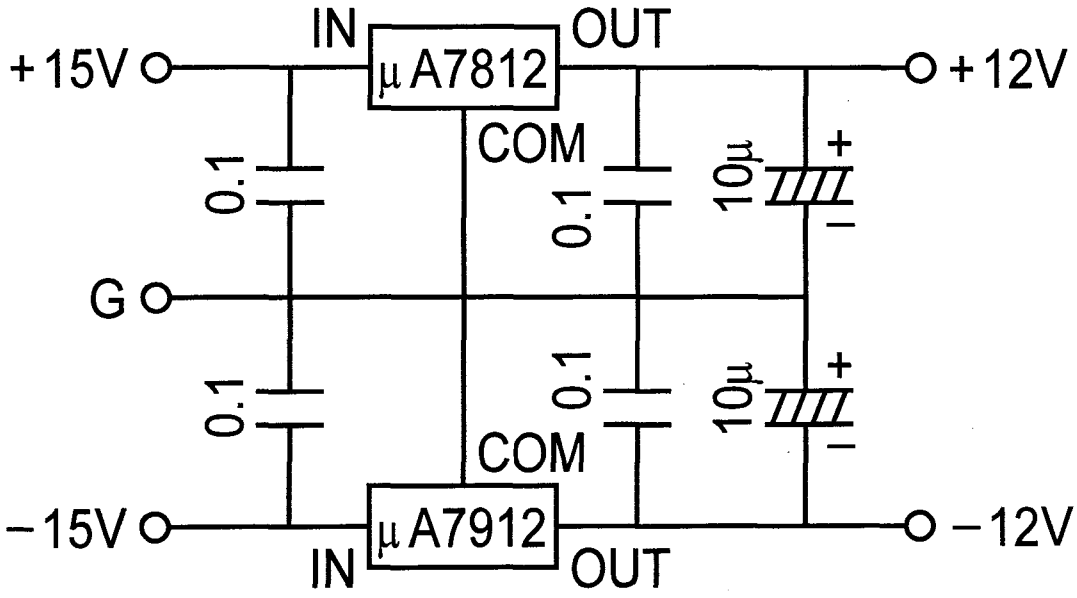


Fig. 2-18　±12V constant voltage power supply circuit.

2.2.6 き裂長さの較正

除荷弾性コンプライアンス法によってき裂長さを測定するためには予め引算量を調節するためのポテンショメータの目盛りとき裂長さを較正しておく必要がある．以下，き裂長さの較正について述べる．

き裂長さの較正試験は窒化けい素の CT 試験片と，同寸法・同形状をもつアルミニウム合金 2014-T651 材で製作したダミー試験片の両方で行った．較正試験はまず，き裂が発生していない状態で引算回路(前述のFig. 2-8)のポテンショメータ B の目盛りを初期値 P_0 = 995.0 に設定し，アッテネータ A を調節して除荷弾性線を荷重軸と平行にする．以後アッテネータ A のゲインは固定する．次に疲労き裂進展試験を行い，き裂の進展にともないポテンショメータ B の目盛り P と試験片の両表面き裂の長さを測定する．ここでのき裂長さの測定は XYZ 方向に移動可能なスタンドに 8 倍のレンズのついた CCD カメラを取付け，カメラでみた画面の定位置に常にき裂の先端がくるようにスタンドを移動し，スタンドの移動量をマイクロメータで測定することによって行った．き裂長さは両側面の表面き裂長さの平均値を採用した．較正曲線は P とき裂長さをそれぞれの初期値を用いて無次元化した P/P_0 と $(W- a)/(W- a_0)$ [W : 試験片幅，a : 荷重点からのき裂長さ， a_0 : 初期き裂長さ] を最小二乗法により 5 次多項式で近似して用いた．窒化けい素の試験片を用いた測定では，き裂長さが長い領域のデータが取れなかったため，ダミー試験片を用いた時の較正曲線と異なっている．しかし，窒化けい素で行った測定範囲においては，窒化けい素を用いた較正曲線とダミー試験片を用いたものはほぼ同じ形状となっていたことから，ダミー試験片を用いて得られた較正曲線を最終的な較正曲線とした．ダミー試験片，窒化けい素の試験片の較正曲線をFig. 2-19に示す．

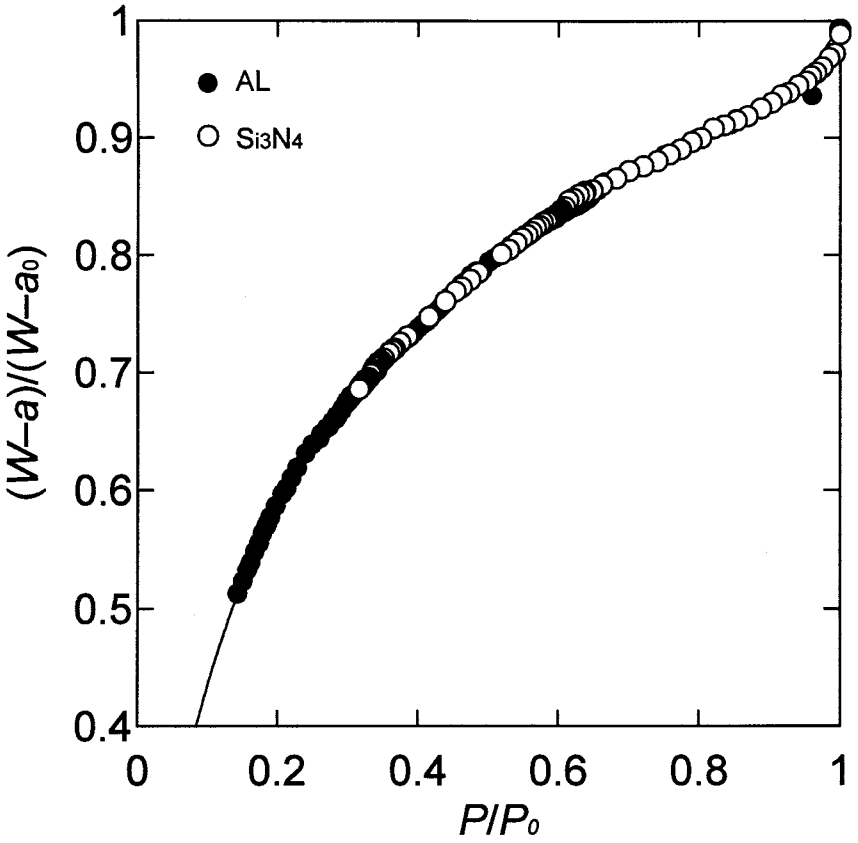


Fig. 2-19 Calibration curve.

較正曲線の近似多項式を式(2-1)に示す.

$$\frac{W-a}{W-a_0} = A_5X^5 + A_4X^4 + A_3X^3 + A_2X^2 + A_1X + A_0 \qquad (2\text{-}1)$$

$A_0 = 0.1375$　　$A_3 = 22.92$
$A_1 = 3.989$　　$A_4 = -21.18$　　$X = \frac{P}{P_0}$
$A_2 = -12.48$　　$A_5 = 7.606$

き裂進展速度は，一定振幅荷重試験においては，Fig. 2-20に示すように繰返し数 n_i に対してき裂長さ a_i を測定し，3 点(i = P-1 , P , P+1)を通る 2 次曲線を放物線で近似し，点 P での接線の傾きをその点での疲労き裂進展速度とした．変動荷重試験の場合には，1 ブロック当たりのき裂進展量を測定し，それを全繰返し数で除し，平

均き裂進展速度を求めた.

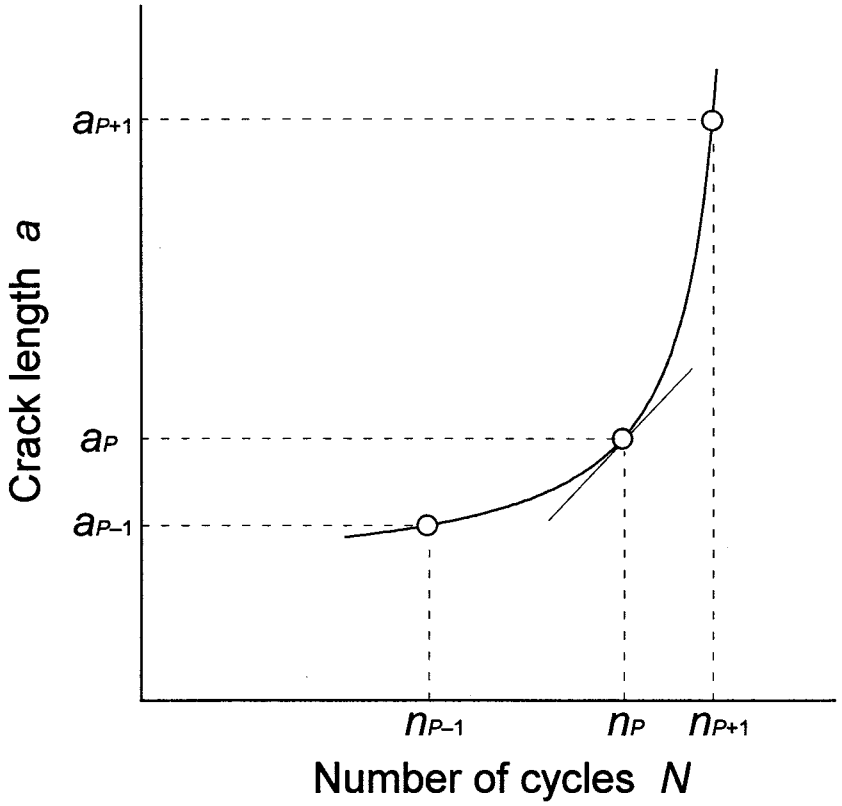


Fig. 2-20 Fatigue crack growth curve.

2.3 コンピュータによる試験機制御システム

変動荷重下の疲労き裂進展試験を行うためには，所定の変動荷重パターンの荷重信号を作成して試験機を駆動し，それと同期して負荷荷重値や荷重—引算変位ヒステリシスを計測する必要がある．そこで，本研究ではパーソナルコンピュータ，A/D および D/A 変換器を用いて，試験機制御を行うとともに，負荷荷重値，引算変位信号の計測を行った．Fig. 2-21に電気油圧サーボ疲労試験機を中心とした試験システム全体のブロック線図を示す．

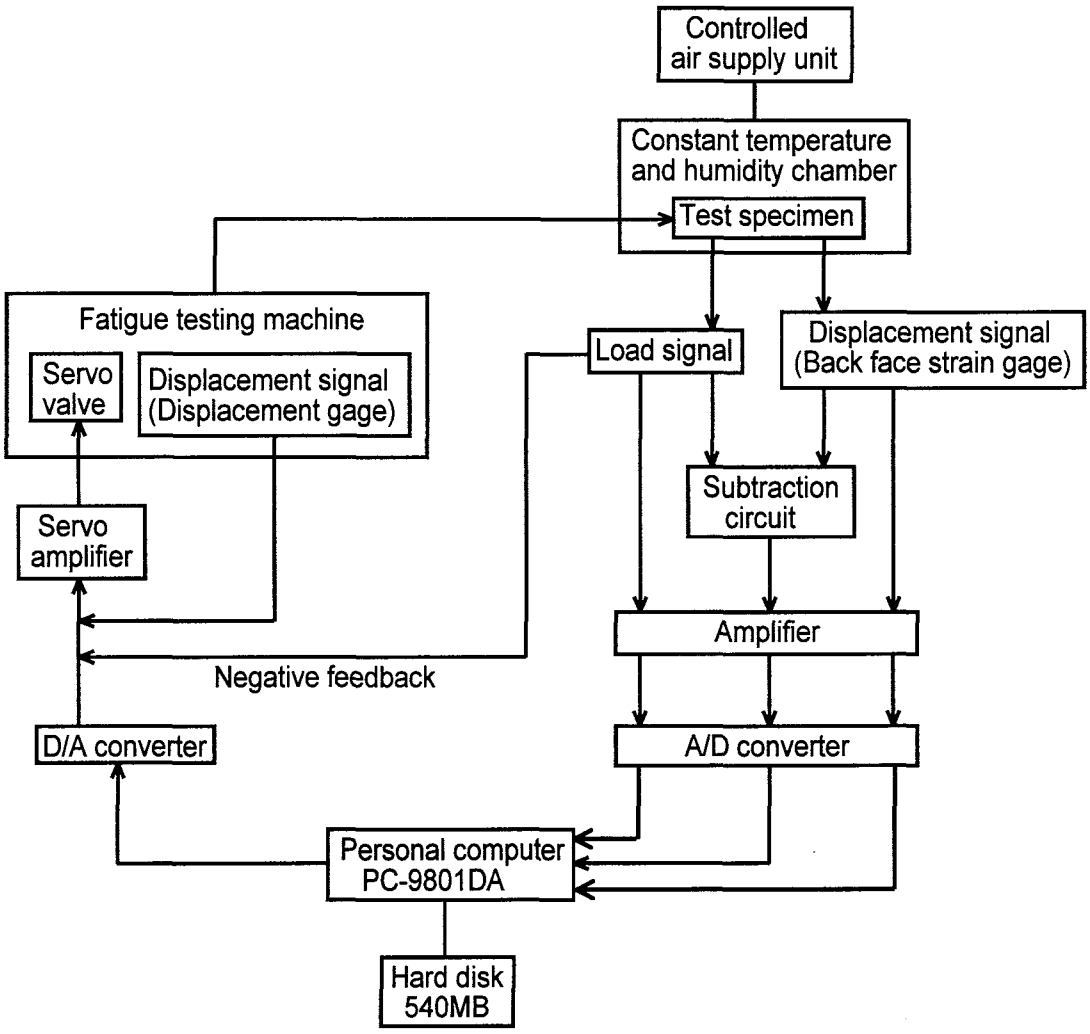


Fig. 2-21 Block diagram of fatigue testing system.

2.3.1　マイクロコンピュータおよびA/D，D/A変換器

試験装置の制御，荷重－引算変位ヒステリシスの保存等には32bit パーソナルコンピュータ PC－9801DA((株)NEC 製)を使用した．外部記憶装置として，540MB のハードディスクドライブおよび5インチフロッピーディスクドライブが2台装備されている．その外観と仕様をそれぞれFig. 2-22とTable 2-5に示す．

OSにはMS-DOSを，プログラミング言語にはCを使用した．

また，A/D，D/A変換器はADA12-8/2(98)((株)CONTEC 製)を使用した．その仕様をTable 2-6に示す．

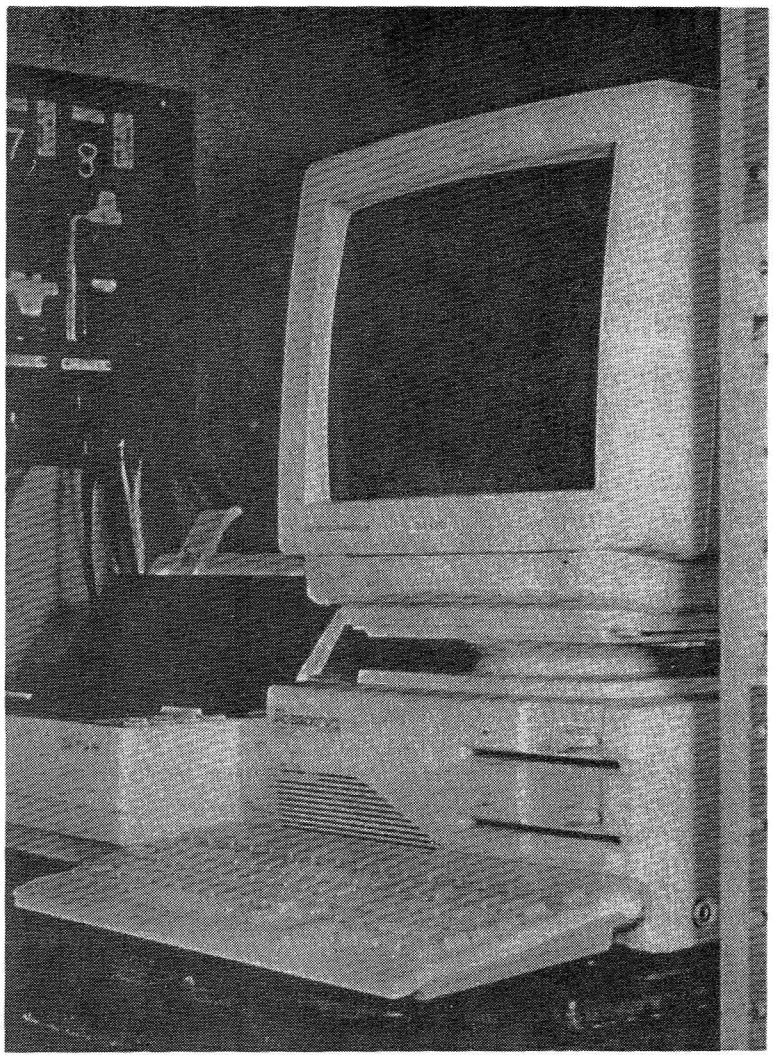


Fig. 2-22　Personal computer apparatus.

Table 2-5 Personal computer specifications.

Type No.	PC-9801DA2
CPU	80386
CLOCK	20 (MHz)
User's memory	1.6(Mbyte)
Text VRAM	12 (Kbyte)
Graphic VRAM	256 (Kbyte)

Table 2-6 A/D, D/A converter specifications.

Type No.	ADA12-8/2 (98)	
A/D specifications	Operation rate	12 (μsec)
	Resolving power	12 (bit)
	Number of input levels	4/8 (ch)
	Input level	±10 (V)
	Input impedance	10 (MΩ)
D/A specifications	Operation rate	3 (μsec)
	Resolving power	12 (bit)
	Number of output levels	2 (ch)
	Output level	±10 (V)

2.3.2 荷重信号の発生および荷重－引算変位ヒステリシスの保存

荷重信号の発生は以下に示すように行った．一定振幅荷重試験では，余弦波のデータを1波当たり400分割でプログラム起動時に計算しておき，メモリ上に記憶しておく．タイマ割込みがかかると逐次メモリから読み出し，D/A変換器を通して出力する．繰返し速度はタイマ割込みのタイミングを変えることで変更することができる．また，変動荷重試験では，変動荷重波形1ブロックに含まれる各段に対応する大きさの異なる余弦波のそれぞれ1サイクル分400点のデータとその頻度をメモリ上に記憶しておく．各段の頻度数分のサイクル数を出力し，最終段までいくと再び先頭から繰返すようにした．また，ヒステリシスはA/D変換器を通して荷重信号と引算変位信号を取り込むことによりメモリ上に保存され，最終的にハードディスクドライブに保存される．ランダムノイズを除去する目的でヒステリシスのデータは，位相を合わせて加算して取り込むことが可能となっている．

2.4 応力拡大係数 K の計算および開口比 U の定義

CT 試験片に対する K 値は ASTM[10]に準じ，式(2-2)により計算した．

$$K=\frac{P}{B\sqrt{W}}\frac{(2+\alpha)}{(1-\alpha)^{3/2}}(0.886+4.64\alpha-13.32\alpha^2+14.72\alpha^3-5.6\alpha^4) \tag{2-2}$$

ただし，$\alpha=\frac{a}{W}$

P：負荷荷重

B：試験片板厚

W：荷重点からの試験片幅

a：荷重点からのき裂長さ

また，き裂開口比 U は式(2-3)のように定義される．

$$U=\frac{\Delta Keff}{\Delta K}=\frac{Kmax-Kop}{Kmax-Kmin} \tag{2-3}$$

$Kmax$：最大応力拡大係数

$Kmin$：最小応力拡大係数

Kop：き裂開口応力拡大係数

$\Delta Keff$：有効応力拡大係数範囲

ΔK：応力拡大係数範囲

2.5　2段繰返し変動荷重下の疲労き裂進展速度の推定法と評価法

本研究では，変動荷重下のき裂進展速度を以下に示すような方法により推定を行った．2段繰返し変動荷重の高，低各レベル荷重下でのき裂進展量は微小であり，それぞれを分離して測定することは困難であるため，低レベル荷重下のき裂進展速度$\left(\frac{da}{dn}\right)_L^{\star}$をき裂進展量の線形加算則を仮定して次式より求めた．

$$\left(\frac{da}{dn}\right)_L^{\star}=\left\{\frac{da}{dn}\times\left(N_H+N_L\right)-\left(\frac{da}{dn}\right)_H^{\star}\times N_H\right\}/N_L \qquad (2\text{-}4)$$

$\frac{da}{dn}$：2段繰返し変動荷重試験における平均き裂進展速度

$\left(\frac{da}{dn}\right)_H^{\star}$：一定振幅荷重下でのき裂進展速度の近似式から求めた高レベル荷重に対するき裂進展速度

N_H：高レベル荷重の1ブロック中の繰返し数

N_L：低レベル荷重の1ブロック中の繰返し数

このようにして計算される$\left(\frac{da}{dn}\right)_L^{\star}$と一定振幅荷重下のき裂進展速度を比較することによって線形加算則の妥当性について検討を行う．

また，実際のき裂進展量と推定き裂進展量との比較，いわゆるき裂進展量比を用いたき裂進展速度推定法の妥当性の検討も行った．ここで，き裂進展量比とは実際の変動荷重1ブロックのき裂進展量Δaと推定法による予想進展量$\Delta a^{\star}$との比で，次式のように定義される．

$$\lambda = \frac{\Delta a}{\Delta a^{\star}} \qquad (2\text{-}5)$$

本研究では，き裂進展量の推定には，後述する da/dn-ΔK_{eq} 関係および da/dn-$\Delta K_{eff,eq}$ 関係を用いた2種類の推定を行った．

ここで，da/dn-ΔK_{eq} 関係に基づくき裂進展速度の線形加算則により求めた$\Delta a^{\star}$を用いたものをλ_{Keq}，da/dn-$\Delta K_{eff,eq}$ 関係を用いたものを$\lambda_{Keff,eq}$と定義した．

参考文献

1) 菊川 眞，城野政弘，田中健一，高谷 勝，材料，**25**，899(1976).
2) S. M. Wiederhorn, J. Am. Ceram. Soc., **50**, 407(1967).
3) S. M. Wiederhorn, E. R. Fuller Jr. and R. Thomson, Metal Sci., 450(1980).
4) T. A. Michalske and S. W. Freiman, J. Am. Ceram. Soc., **66**, 284(1983).
5) T. A. Michalske and B. C. Bunker, J. Appl. Phys. **56**, 2686(1984).
6) T. A. Michalske and B. C. Bunker, J. Am. Ceram. Soc., **69**, 721(1986).
7) 塩野剛司，大田陸夫，曽我直弘，材料，**32**，1254(1983).
8) 若井史博，桜本 久，坂口修司，松野外男，材料，**35**，898，(1986).
9) 岸本秀弘，上野 明，藤原勇一，近藤拓也，小湊郁麿，日本機会学会論文集，**A-59**，2228(1993).
10) ASTM Standards E647-91(1992).

第3章　窒化けい素の一定振幅荷重下の疲労き裂進展挙動

3.1　緒言

近年，多くの優れた特性を持つセラミックスが，構造用部材として期待され，研究，開発が行われてきている．中でも，窒化けい素は他のセラミックスに比べ強度，破壊じん性が高く，構造用セラミックスとして最も期待されており，繰返し荷重下の疲労特性を明らかにするために多くの研究が行われている．

これまでの窒化けい素に対する研究により，荷重繰返し効果のために強度劣化が起きることが明らかにされ[1)~6)]，き裂進展挙動における荷重繰返し効果の存在についても報告されている[7)~13)]．

山田ら[1), 2)]や川久保ら[3)~6)]は，窒化けい素における繰返し疲労について調べ，荷重繰返し効果による強度劣化が確認されたことを報告している．岸本ら[7)~9)]は応力比，繰返し速度および応力波形を変えて疲労き裂進展試験を行い，荷重繰返し効果によりき裂進展速度が加速すること，その加速程度は応力比が小さいほど顕著になることを報告している．また，繰返し速度が大きいほどき裂進展速度は加速し，その傾向はき裂進展速度の遅い領域ほど顕著となること，正弦波よりも矩形波のほうがき裂進展速度を加速させることなども報告している．田中ら[10)]も岸本らと同様に荷重繰返し効果が認められることを報告している．また，き裂進展速度は応力拡大係数範囲ΔKと平均応力拡大係数 Km 両者の影響を受け，進展速度の遅い領域ではΔK 依存性が大きく，速い領域では最大応力拡大係数 $Kmax$ 依存性が大きくなること，き裂開閉口挙動を考慮した有効応力拡大係数範囲$\Delta Keff$と有効平均応力拡大係数 Km,effによって決まることなども報告している．Choi[12)]は，$Kmax$とΔKの両者を考慮すると，き裂進展速度をべき乗則で表すことができること，ΔKの代わりにき裂開閉口挙動を考慮した$\Delta Keff$を用いると，$Kmax$値一定条件下で見られた応力振幅の効果を説明できることなどを報告している．以上のように，窒化けい素の疲労き裂進展挙動についていくつかの知見が得られてきて

いる．しかし，窒化けい素は脆性材料であり，これまでに行われてきた研究結果はばらつきの多いものとなっており，窒化けい素の疲労き裂進展挙動を十分に評価できたとは言い難い．

そこで本章では，供試材料として他の窒化けい素に比べて極度に欠陥の少ないガス圧焼結窒化けい素を選び，一定振幅荷重下の疲労き裂進展挙動を明らかにするため，測定精度の高い試験機を用い，応力比一定試験，K_{max} 値一定試験およびΔK 値一定試験を行った．また，巨視的に測定したき裂開閉口挙動についても検討した．

3.2 供試材料，試験片形状および寸法

本研究では供試材料として(株)日本特殊陶業製のガス圧焼結窒化けい素(EC-141)を用いた．この材料の化学成分および焼結条件の詳細は公表されていないが，主な機械的性質のカタログ値をTable 3-1に示す．EC-141 は他の窒化けい素に比べて極度に欠陥が少ない優れた材料とされている．EC-141 の素材は約 100mm×100mm×10mm に焼結されたものでこれからFig. 3-1に示される CT 試験片を 4 枚切り出した．試験片の形状および寸法は ASTM E647-91[14]に準じた．セラミックスはじん性が低く，予き裂導入が困難なためノッチにはFig. 3-1に示したシェブロンノッチを用いた．またその加工にはダイアモンドカッタを使用した．一般にセラミックスの穴あけにはダイアモンドコアが使われるが一方向のみの加工で貫通させると円周に欠けを生じるため，貫通させずに厚さ方向の中央まで加工してから工作物を裏返し，反対側からも同じ工程を施して穴をあけるという方法を採っている．しかし，この方法では裏返したときに位置を精度良く合わせることが難しく，ピンのあたりが荷重軸と垂直にならず面外方向の曲げを生じることになる．そこで最終工程としてもう一度一方向からダイアモンドコアを貫通させ，ピンが試験片の厚さ方向に対して全面であたるようにした．

Table 3-1 Mechanical properties of material.

Material	Bending strength (MPa)	Fracture toughness ($MPam^{1/2}$)	Young's modulus (GPa)	Vickers hardness (GPa)	Density (Mg/m^3)
Si_3N_4	900	6.0	320	15.0	3.23

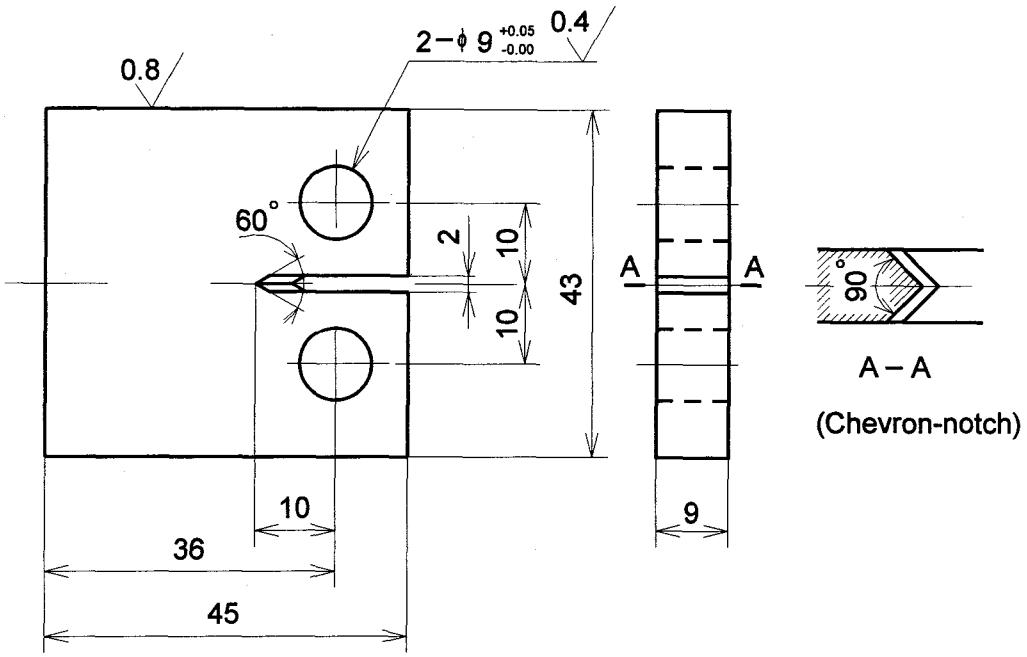


Fig. 3-1 Specimen configuration and dimensions (mm).

3.3 試験方法

一定振幅荷重試験は，応力比一定，$Kmax$ 値一定およびΔK 値一定の 3 種の条件で行った．応力比一定試験については，R=0.1，0.3 および 0.5 で荷重振幅を一定とした試験，さらに R=0.1 において初期 $Kmax$ 値を 4.66MPam$^{1/2}$，$Kmax$ 漸減率を $\frac{dKmax/da}{Kmax} = -0.08\,\mathrm{mm}^{-1}$ として，き裂進展の下限界値を求める $Kmax$ 漸減試験も行った．ここで，R=0.1 の応力比一定試験では，き裂がおよそ 80μm 進展するごとに，他の試験においては，き裂が 0.1mm 進展するごとにデータの採取を行った．$Kmax$ 値一定ΔK 漸増試験については，$Kmax$ 値を 4.80 MPam$^{1/2}$，初期応力比を 0.66 として，き裂が 0.1mm 進展するごとに応力比を 0.01 ずつ減少させることによって，ΔK 値を 1.6～4.3 MPam$^{1/2}$ の範囲で漸増させて行った．また，ΔK 値一定 $Kmax$ 漸増試験は，き裂が 0.1mm 進展するごとに荷重振幅を調節することにより，ΔK=2.5 MPam$^{1/2}$ 一定に保ち，$Kmax$ 値を 4.5～5.4 MPam$^{1/2}$ (R=0.45～0.54)の範囲で漸増させて行った．窒化けい素の疲労き裂進展挙動は，繰返し速度の影響を受けることが報告されている[15), 16)]ので，本研究では試験はすべて繰返し速度 f=1.6Hz の余弦波応力波形を用いて行い，繰返し速度によるき裂進展挙動への影響を取り除いた．

3.4 試験結果

Fig. 3-2に応力比 R=0.1 に固定した一定振幅荷重試験におけるき裂進展曲線を示す．本試験では，き裂長さが及ぼすき裂進展挙動への影響を調べるため，同一試験片上で所定の K 値に達した後に荷重レベルを減少させ，再び低い K 値レベルから一定振幅荷重試験を行った．それぞれの設定荷重を図中に示しているが，き裂長さが 14.2mm に達したときに，最大荷重 $Pmax$ を 1287N から 1090N へもっとも大きく荷重を減少させているため，き裂進展曲線の傾きは大きく異なっている．しかし，いずれの荷重条件下においても，同一荷重振幅範囲内では，ほぼなめらかな下に凸のき裂進展曲線となっている．

このことより，それぞれの荷重レベルにおいて疲労き裂は安定に進展していると考えられる．その他の一定振幅荷重試験においても同様に，き裂進展曲線は下に凸のなめらかな曲線となっていることを確認している．

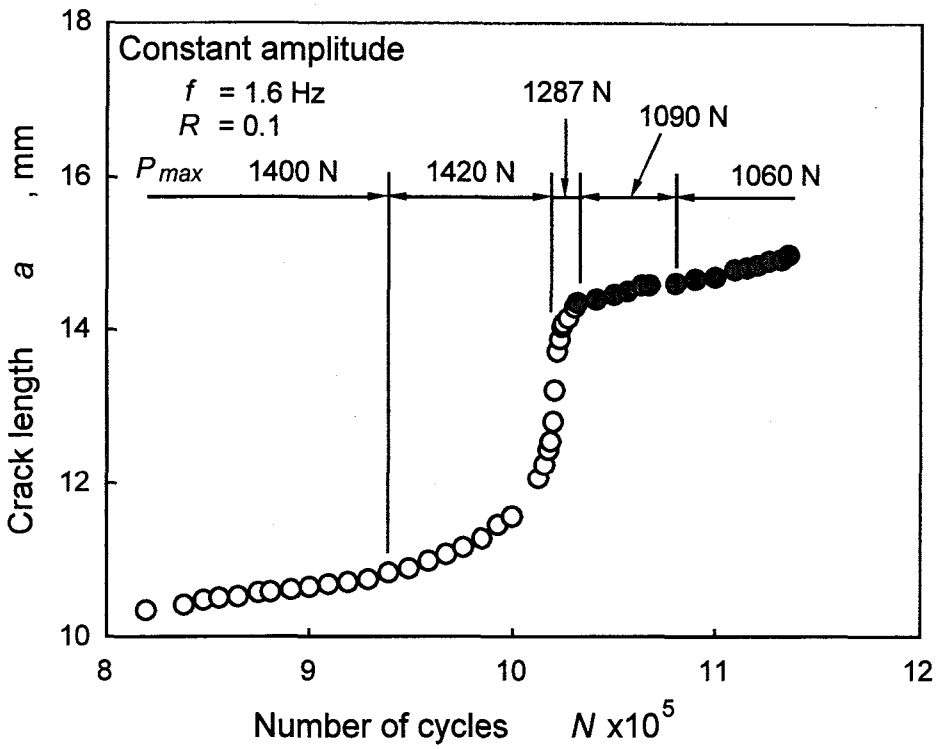


Fig. 3-2　Fatigue crack growth curve.

Fig. 3-3に R=0.1 でのき裂進展速度 da/dn と最大応力拡大係数 K_{max} の関係を示す. き裂長さが 14.6～15.0mm の範囲で行った P_{max}=1060N の試験データ(図中灰色印) は，き裂長さ 10.9～13.9mm の範囲で行った P_{max}=1420N の試験データ(図中白丸印) に重なっており，試験を行った範囲ではき裂進展速度に及ぼすき裂長さの影響はないと考えられる．また，初期 K_{max} 値を $K_{max,i}$=4.66MPam$^{1/2}$ とした R=0.1 の K_{max} 漸減試験の試験結果は，異なる試験片で行った P_{max}=1420N の応力比一定試験のデータと図中 A で示した K_{max}= 4.53～4.66MPam$^{1/2}$ の範囲で重なっており，本材においては試験片間の差もほとんど無いものと考えられる．また，R=0.1 におけるき裂進展の下限界応力拡大係数は，約 3.8MPam$^{1/2}$ であった．

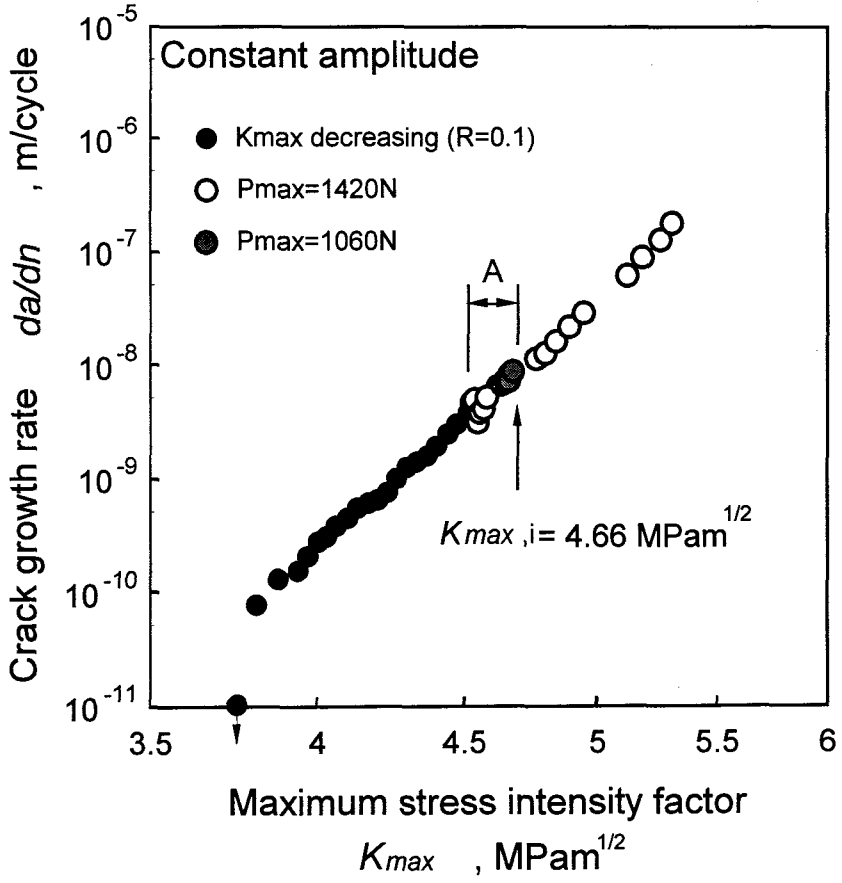


Fig. 3-3 Relationship between da/dn and K_{max} (R=0.1).

Fig. 3-4に応力比一定試験，$Kmax$ 値一定試験およびΔK 値一定試験の da/dn-$Kmax$ 関係を，Fig. 3-5に da/dn-ΔK 関係を示す．

応力比一定試験における da/dn-$Kmax$ 関係は，それぞれの応力比において両対数線図上でほぼ一本の直線で表され，これらを次式で近似すると，C および m の値はTable 3-2に示すようになる．

$$\frac{da}{dn} = C \cdot Kmax^{m} \qquad (3\text{-}1)$$

Table 3-2に示したように，R=0.1，0.3，0.5 での傾き m は，それぞれ 23.4，24.6，25.1 となっており，従来の金属材料の場合，m=2～4であるのに対して，本材料では非常に大きな値となっている．また，応力比が小さいほど，すなわち応力振幅が大きいほど，同一 $Kmax$ 値

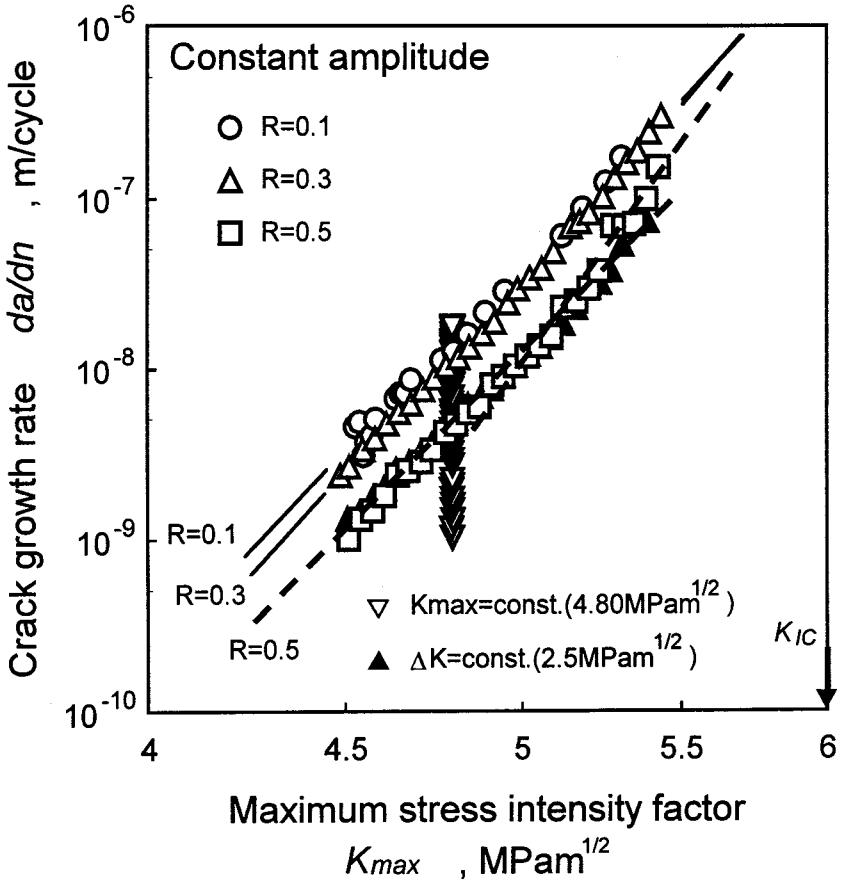


Fig. 3-4　Relationship between da/dn and $Kmax$.

Table 3-2　Coefficient of Eq. (3-1).

Stress ratio	C	m
0.1	1.57×10^{-24}	23.4
0.3	1.83×10^{-25}	24.6
0.5	3.44×10^{-26}	25.1

Table 3-3　Exponent m.

Stress ratio	da/dn<10^{-8}m/cycle	da/dn>10^{-8}m/cycle
0.1	23.4	25.0
0.3	23.3	26.2
0.5	22.7	31.0

に対するき裂進展速度は速くなっており，窒化けい素のき裂進展速度の応力比依存性に関する他の報告[7), 8), 12)]と一致している．ここで，R=0.5 の試験結果を詳細に見ると，da/dn=10^{-8}m/cycle 付近で da/dn-$Kmax$ 関係に折れ曲がりが認められる．そこで，da/dn=10^{-8} m/cycle より遅い領域と速い領域に分けて，式(3-1)による近似を行ったところ，Fig. 3-4の破線で示したようになり，da/dn-$Kmax$ 関係の傾き m は，き裂進展速度の速い領域および遅い領域で，それぞれ 31.0 および 22.7 となった．同様に R=0.1 および 0.3 の応力比一定試験においてもき裂進展速度の速い領域と遅い領域に分けて，m を求めた．その結果をまとめてTable 3-3に示す．き裂進展速度の遅い領域では，応力比によらず m はほぼ同じ値となっているものの，進展速度の速い領域では，応力比が大きいほど m は大きくなっている．そのため，進展速度の遅い領域，すなわち $Kmax$ 値が小さい領域では応力比依存性が顕著であり，応力比が小さいほど同一 $Kmax$ 値に対するき裂進展速度は速くなるが，き裂進展速度の速い領域，すなわち $Kmax$ 値が大きい領域では，$Kmax$ の増加にともなって応力比依存性は減少し，応力比によらず進展速度は一致する傾向を示した．このことより，$Kmax$ 値が小さいほど，応力振幅の影響が強くなることがわかる．

また，Fig. 3-5より，ΔK の増加にともなってき裂進展速度が速くなっていることがわかる．さらに，K_{max} 値一定ΔK 漸増試験の結果(図中白逆三角印)より，K_{max} 値一定条件下において，ΔK の増加にともなってき裂進展速度が速くなっており，き裂進展速度は応力振幅の影響を受け，K_{max} だけで一義的に決定することができないことがわかる．しかし，da/dn-ΔK 関係において応力比一定試験における応力比依存性は，da/dn-K_{max} 関係に比べ顕著になっており，き裂進展速度はΔK に比べ，K_{max} に強く依存していることがわかる．また，R=0.1の応力比一定試験で K_{max}=4.8MPam$^{1/2}$ のとき，き裂進展速度はおよそ 1.23×10^{-8}m/cycle であり，K_{max} 値一定試験において R=0.1 のとき，き裂進展速度はおよそ 1.74×10^{-8}m/cycle であった．このように若干の誤差はあるものの，試験条件が異なっていても荷重条件が同一であ

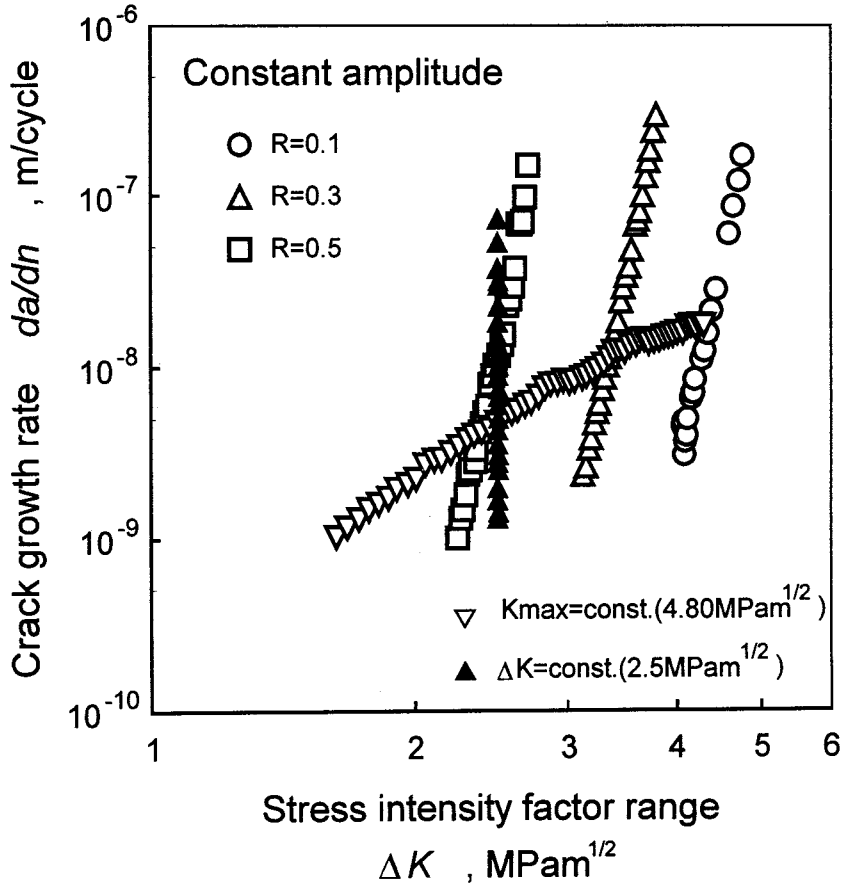


Fig. 3-5　Relationship between da/dn and ΔK.

ればほぼ同じ進展速度を示している．同様に，R=0.3 および 0.5 の応力比一定試験で $Kmax$=4.8MPam$^{1/2}$ のときの進展速度と，$Kmax$ 値一定試験における R=0.3 および 0.5 のときの進展速度についても，それぞれほぼ同じ進展速度となっていたことを確認している．したがって，一定振幅荷重下のき裂進展速度は，試験条件が異なっていても，最大応力拡大係数と応力比が同じであれば，進展速度はほぼ同じになることが判明した．

3.5　き裂進展挙動の微視的観察

本材料のき裂経路のSEM観察例をFig. 3-6に示す．き裂は結晶粒界を進展するため屈曲しており，図中白矢印で示したようにき裂上下面において破面のかみ合い，いわゆるインターロッキングが観察された．一般に，このようなインターロッキングを生じるセラミックスでは，インターロッキングによる遮へい効果が働くことが報告[17]されており，き裂先端に作用する応力拡大係数 *Ktip* は，シールディング効果による遮へい応力拡大係数 *Ks* を考慮し，次式で表される．

$$Ktip = Kmax - Ks \qquad (3\text{-}2)$$

ここで，繰返し荷重が負荷されると，き裂ウェイクのインターロッキング部では，荷重軸方向にすべりが生じ，インターロッキングを起こしている結晶粒は徐々に摩耗，破壊されシールディング効果が低下する．したがって，*Kmax* 値が一定であっても荷重の繰返しにともなって *Ktip* は増加し，静疲労による時間依存型のき裂進展を促進するというモデル[18]が提案されている．そこで，本材料のき裂ウェイク部に形成されたインターロッキングの繰返し荷重 1cycle 中の挙動を詳細に調べた．Fig. 3-7に SEM 観察の結果を示す．き裂の観察は，荷重を保持した状態で行っており，Fig. 3-7 (a)，(b)，(c)の保持荷重はそれぞれ 1600，700，160N である．また，観察を行ったときのき裂長さは 10.5mm であり，観察部はき裂先端後方約 40μm に形成されたインターロッキング部である．図中 A で示したき裂の開口量は，(a)ではおよそ 0.3μm，(b)では 0.13μm，(c)では 0.07μm と荷重が小さくなるにつれて小さくなっている．また，図中 B で示した上下破面の接触面は，保持荷重の大，小によらず接触している．このことから，図中 B で示したき裂上下面のかみ合い部の結晶粒では，繰返し荷重が負荷されることによって，すべりが生じていると考えられる．

Fig. 3-8およびFig. 3-9に，疲労破面および静的破面の代表例を示す．

疲労および静的破壊ともに粒界破壊が支配的であり，静的破面にはFig. 3-9中のAで示されるようなβ-Si_3N_4の柱状晶やBで示されるような柱状晶の抜け落ちた跡が多数観察される．また，柱状晶や柱状晶の抜け落ちた跡の形状は，非常に明瞭である．それに対して疲労破面では，Fig. 3-8のAで示すように結晶粒は丸みを帯びた形状となっており，結晶粒が互いにこすり合わされ，摩耗していることがわかる．以上のき裂経路および破面観察から，繰返し荷重が負荷されることにより，き裂上下面の破面間のすり合わせによって，インターロッキング部で摩耗，破砕が生じることがわかった．

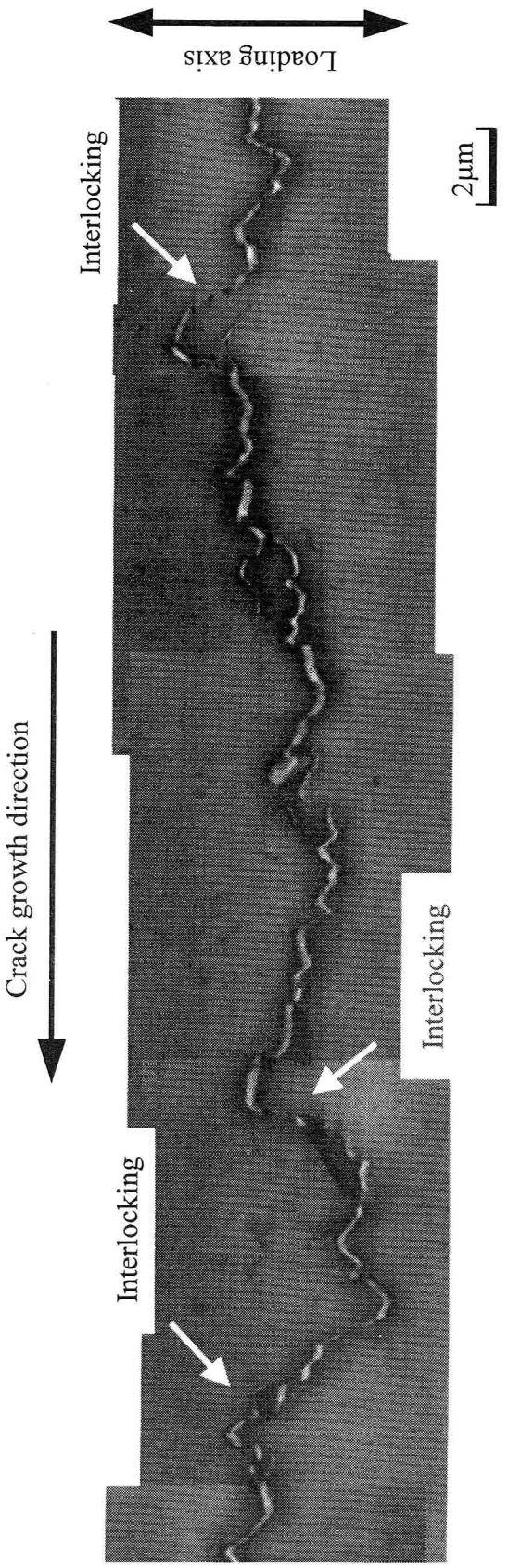
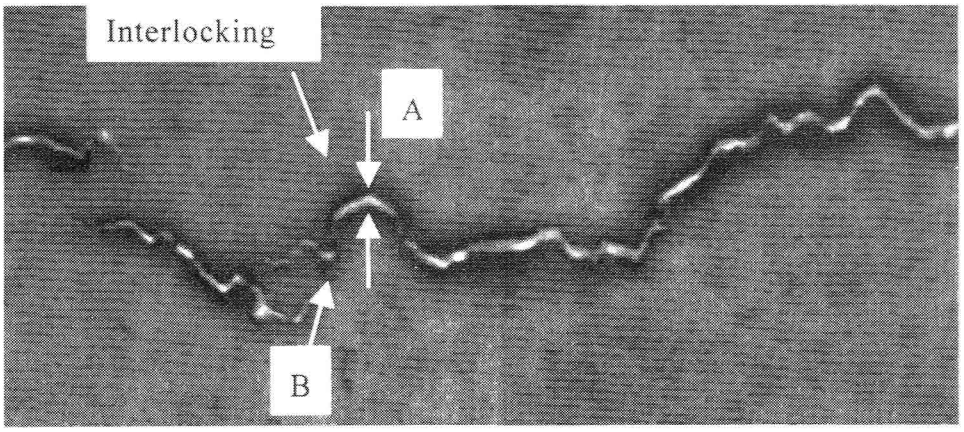
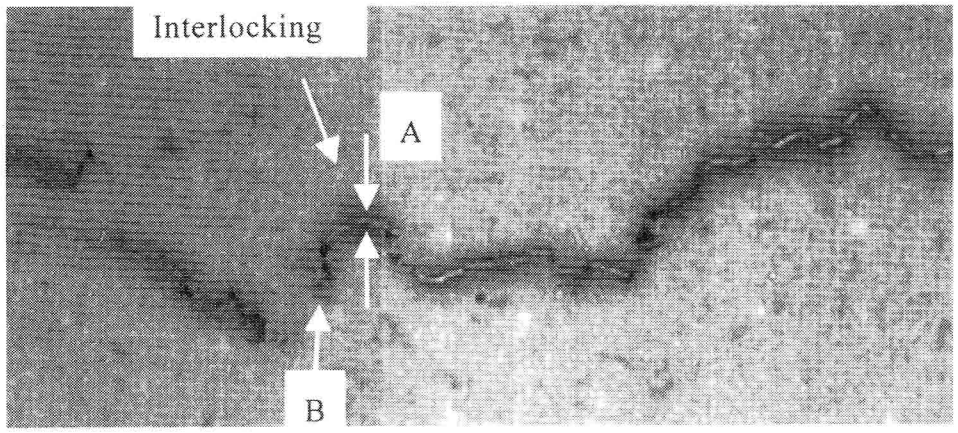


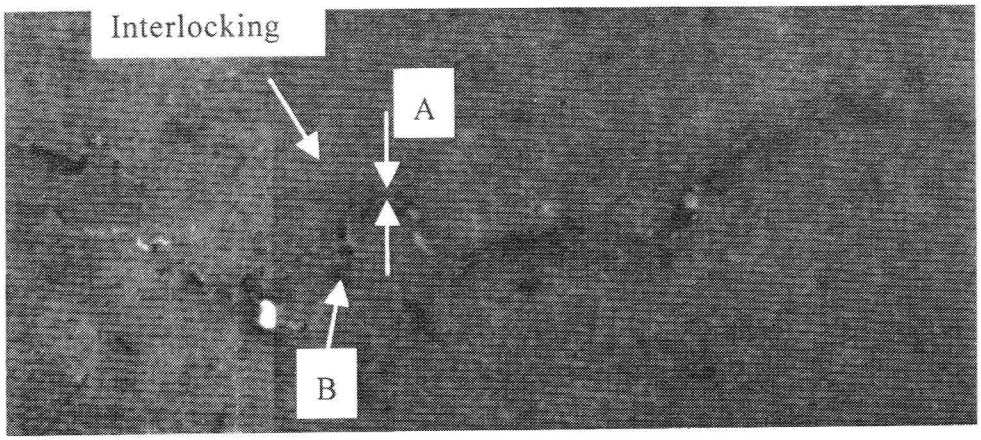
Fig. 3-6 SEM photograph of crack path (a=10.5mm, P=700N).



(a) P=1600N 5μm



(b) P=700N 5μm



(c) P=160N 5μm

Fig. 3-7 SEM photographs of interlocking (a=10.5mm).

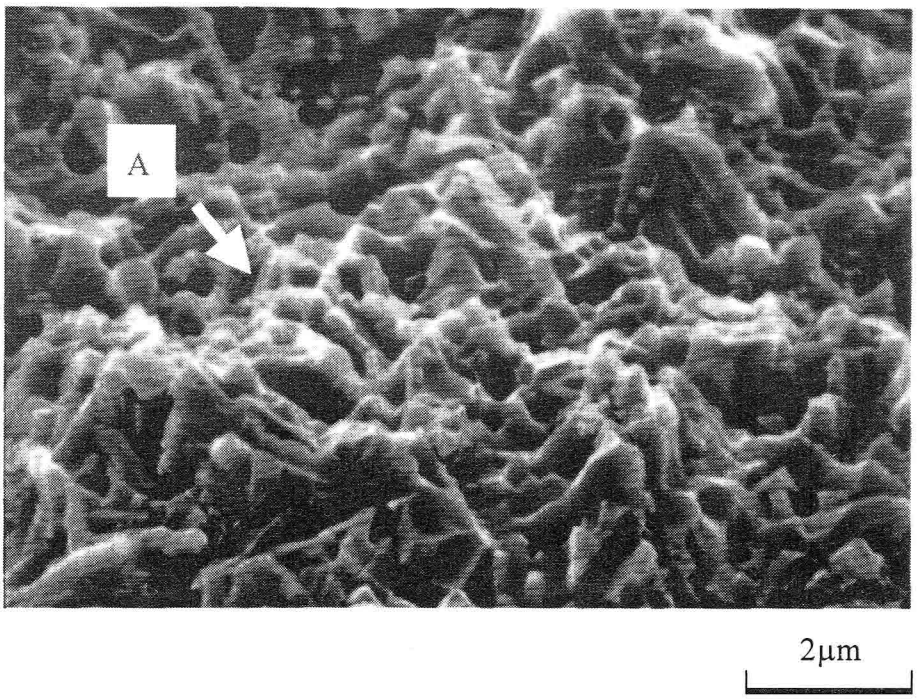


Fig. 3-8 SEM photograph of fatigue fracture surface.

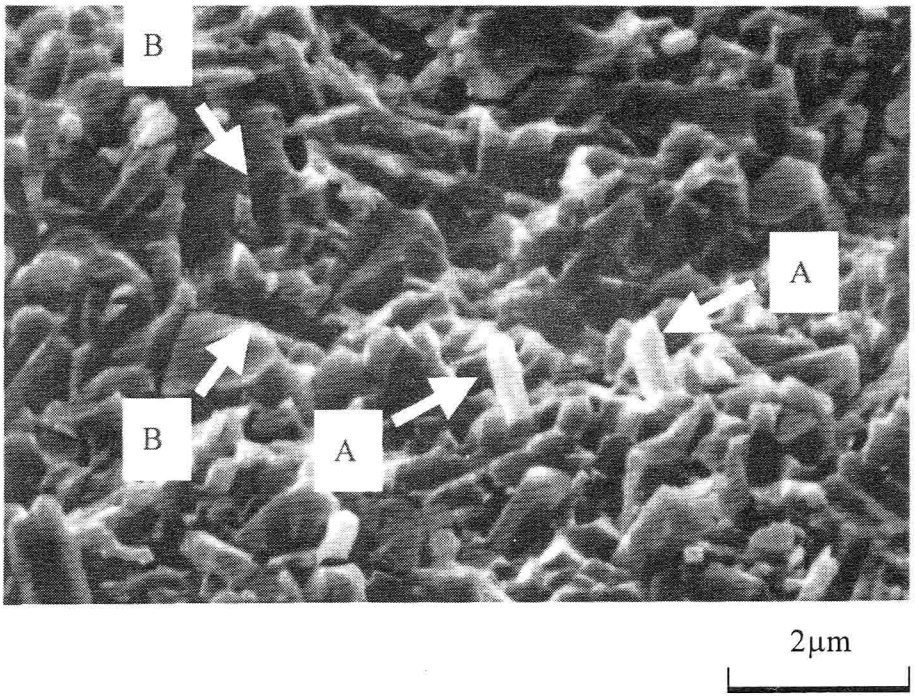


Fig. 3-9 SEM photograph of static fracture surface.

次に，き裂進展挙動の観察を行うために，R=0.1，K_{max}=4.65 MPam$^{1/2}$の一定振幅荷重下でき裂を 10.8mm まで進展させた後，最大荷重でのき裂経路の観察を，数サイクルの荷重繰返しごとに行った．き裂長さ a=10.8mm のとき，巨視的に測定したき裂進展速度は da/dn=8.7×10^{-9}m/cycle であった．観察を行ったき裂経路のき裂先端近傍のみを取り出したものをFig. 3-10に示す．図中，き裂は白い線で表されており，白矢印はき裂先端を示している．また，(a)から(d)までの観察を行うにあたり負荷した荷重の繰返し数もそれぞれ示している．(a)から(b)までの間，荷重を 115cycle 繰返したにもかかわらず，き裂の進展は認められず停留していた．しかし，(b)から(c)への25cycle の荷重繰返しによってき裂はおよそ 16μm 進展している．さらに，(c)の 100cycle 後の観察結果を(d)に示しているが，新たなき裂の進展は認められなかった．このように，試験片表面で観察されるき裂は，繰返し荷重 1cycle ごとに進展するのではなく，停留と進展を繰返しながら進展する，いわゆる不連続進展となることが観察された．ここで観察を行った 240cycle の荷重繰返しに対して，16μm のき裂進展から局所的なき裂進展速度を算出すると，6.7×10^{-8}m/cycle となり，巨視的に測定した進展速度に比べ，非常に大きくなっている．これは，(a)以前および(d)以降のき裂経路観察を行っていないことや荷重を保持した状態でき裂経路の観察を行っていること，さらに試験片表面の局所的なき裂進展を観察したことによるために生じた相違であると考えられる．

このように局所的に見ると，本材料ではき裂の進展は不連続である．しかしながら，前述したように巨視的に測定したき裂進展挙動は安定に進展しているように観測された．これは，き裂経路の観察は荷重を保持した状態で行っており，荷重保持による効果が存在する上，試験片表面のみを観察しているため，必ずしも試験片内部でのき裂進展挙動を表しているとはいえない．一方，前節で述べた除荷弾性コンプライアンス法を用いた一定振幅荷重下のき裂進展挙動の測定は，試験片全体の挙動を試験片板厚方向に平均化された結果

であり，さらに測定間隔が 80μm 程度と比較的長い間隔で測定しているため，安定な進展をしているように観測されたものと考えられる．したがって，本材料のき裂進展は局所的には不連続な進展をするものの，巨視的に見た場合，試験片全体の挙動を平均化したものとなり，安定なき裂進展挙動を示したものと考えられる．

以上のことから，き裂進展挙動を測定する場合，き裂経路の観察のみでは試験片全体の挙動を調べることは困難であり，き裂進展挙動を定量的に評価することはできないため，き裂開閉口挙動は巨視的に測定することとした．

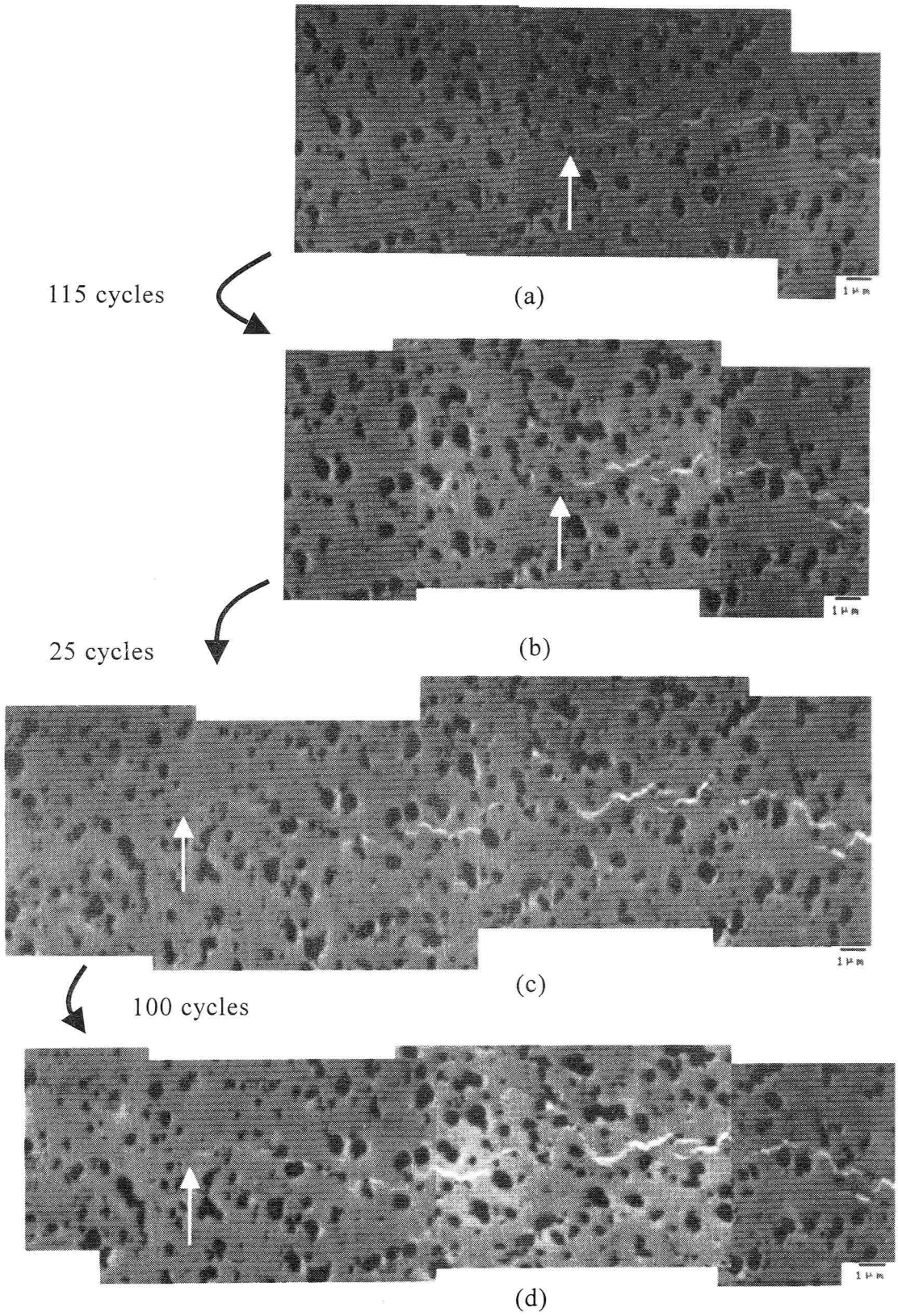


Fig. 3-10 SEM photographs of crack path near crack tip (a=10.8mm, K_{max}=4.65MPam$^{1/2}$).

3.6　き裂開閉口挙動

巨視的に測定したき裂開口応力拡大係数 K_{op} を K_{max} およびΔK で整理したものをそれぞれFig. 3-11およびFig. 3-12に示す．Fig. 3-11において，K_{op}-K_{max} 関係はばらつきはあるものの，応力比一定試験の結果を比べると，同一 K_{max} 値に対する K_{op} は，応力比が小さいほど低くなっている．これは，K_{max} 値が同じであっても応力振幅が大きいほど，荷重繰返しによるインターロッキング部のすべりが大きくなり，インターロッキングの摩耗，破砕が促進されたためと考えられる．また K_{op} は，同一の K_{max} および R となる試験データを比較すると概ね一致していた．

Fig. 3-11の▲印で示すΔK 値一定試験において，K_{max} の増加にともない K_{op} は上昇している．それに対して，Fig. 3-12の▽印で示す K_{max} 値一定試験においては，ΔK の増加にしたがって，K_{op} が低下してい

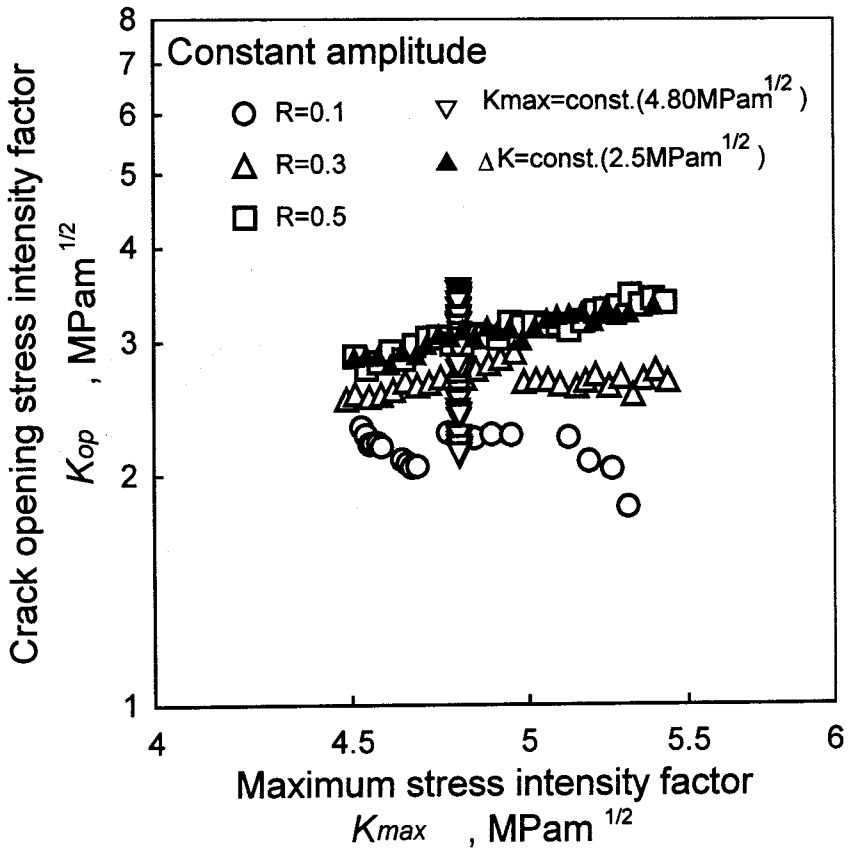


Fig. 3-11　Relationship between K_{op} and K_{max}.

る．このことから，*Kmax* の増加は *Kop* を上昇させ，Δ*K* の増加は *Kop* を低下させることがわかる．そのため，応力比一定試験では，*Kmax* の増加による *Kop* の上昇とΔ*K* の増加による *Kop* の低下の両者が生じていると考えられる．それぞれの応力比一定試験において，試験を行った *Kmax* 値の範囲は同じであるため，*Kmax* による *Kop* の上昇は同じ程度生じていると考えられるが，Δ*K* の範囲は大きく異なり，応力比が最も小さい *R*=0.1 では，Δ*K* の増加による *Kop* の低下量は最も大きく，*R*=0.5 ではΔ*K* の増加による *Kop* の低下量は小さくなる．そのため，*Kmax* とΔ*K* の両者の影響を受ける応力比一定試験では，*Kmax* の小さい領域では，*Kop* における試験条件間の差は小さく，*Kmax* の大きい領域では，試験条件間の差が大きくなったものと考えられる．

また，*Kmax* 値一定条件下におけるΔ*K* の増加にともなう *Kop* の低下傾向と，前述の *da/dn*-Δ*K* 関係で見られた *Kmax* 一定条件下における

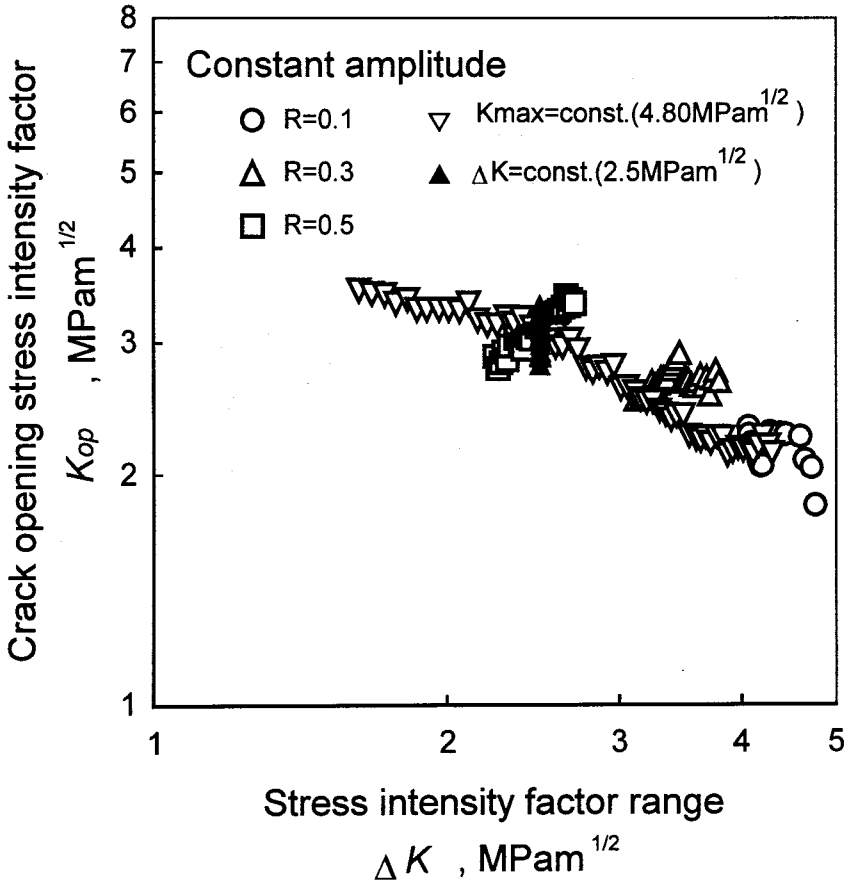


Fig. 3-12　Relationship between *Kop* and Δ*K*.

ΔKの増加にともなうき裂進展速度の上昇傾向が一致している．このことから，Kopの低下がき裂進展抵抗の低下の一因であると考えられる．

そこで，巨視的に測定したき裂開閉口挙動を考慮できる有効応力拡大係数範囲$\Delta Keff$によるき裂進展速度の整理を試みた．Fig. 3-13にda/dn-$\Delta Keff$関係を示す．各試験条件間でき裂進展曲線に大きな差が認められ，従来の金属材料とは異なり，$\Delta Keff$のみではき裂進展速度を整理できないことがわかる．しかし，da/dn-ΔK関係に比べると，応力比依存性は小さくなっていることから，き裂進展速度はΔKに比べると，$\Delta Keff$に依存していることがわかる．

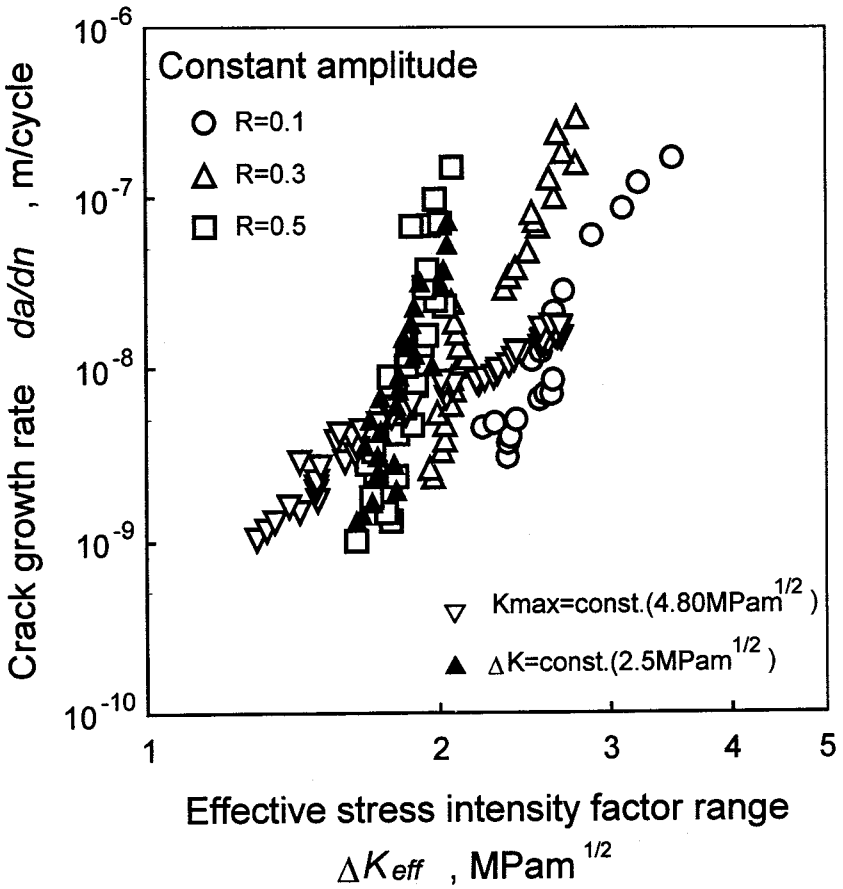


Fig. 3-13　Relationship between da/dn and $\Delta Keff$.

3.7 等価応力拡大係数を用いたき裂進展速度の整理

前節では，巨視的な破壊力学パラメータ(K_{max}，ΔKおよびΔK_{eff})によるき裂進展速度の整理を試みた．その結果，き裂進展速度は，K_{max}にもっとも強く依存するものの，一義的には決定されず，ΔKおよびΔK_{eff}にも依存することが明らかになった．そこで，Hojo ら[19]がFRP のき裂進展速度の評価のために提案した等価応力拡大係数範囲ΔK_{eq}をセラミックス材料のき裂進展速度の評価に適応することがなされている[8]ので，本研究においても等価応力拡大係数による整理を試みた．ここでΔK_{eq}は，き裂進展速度のK_{max}依存性とΔK依存性の両者を考慮し，同一進展速度に対しては，唯一に定まるように定義されたものであり，次式で表される．

$$\Delta K_{eq} = K_{max}^{\gamma} \Delta K^{(1-\gamma)} \tag{3-3}$$

ここで，指数γおよび(1-γ)は，それぞれK_{max}およびΔKがき裂進展速度に寄与する割合を示している．また，上式においてΔKの代わりにΔK_{eff}を用い，K_{max}とΔK_{eff}の両者の依存性を考慮した等価有効応力拡大係数範囲$\Delta K_{eff,eq}$による整理も試みた．ここで，$\Delta K_{eff,eq}$は次式で定義される．

$$\Delta K_{eff,eq} = K_{max}^{\gamma'} \Delta K_{eff}^{(1-\gamma')} \tag{3-4}$$

ここで，指数γ'および(1-γ')は，それぞれK_{max}およびΔK_{eff}がき裂進展速度に寄与する割合を示している．

式(3-3)および(3-4)中のγおよびγ'はき裂進展速度に依存することが報告[8]されており，本研究で行った数種の一定振幅荷重試験の結果から，γおよびγ'を求め，き裂進展速度で整理したものをFig. 3-14に示す．き裂進展速度が遅くなるにつれて，γおよびγ'ともに小さくなっている．またγとγ'を比べると，進展速度の速い領域で一致するものの，それ以外の進展速度領域では，γのほうが大きな値となっており，

その傾向は進展速度の遅い領域ほど顕著となっている．ここで，γおよびγ'を直線近似すると，それぞれ以下のようになる．

$$\gamma = 1.06 + 1.85\times10^{-2} \cdot \log(da/dn) \qquad (3\text{-}5)$$

$$\gamma' = 1.20 + 4.19\times10^{-2} \cdot \log(da/dn) \qquad (3\text{-}6)$$

き裂進展速度が遅いほど，γおよびγ'が小さくなっていることから，進展速度の遅い領域，すなわち負荷荷重が小さいほど，き裂進展速度の応力振幅依存性が強いことを示している．進展速度が遅い，すなわち負荷荷重が小さい場合，式(3-1)において K_{max} が小さくなり，き裂先端にかかる応力拡大係数 K_{tip} がある程度以上大きくなるためには，K_s で表される遮へい力が低下する必要がある．ここで，応力

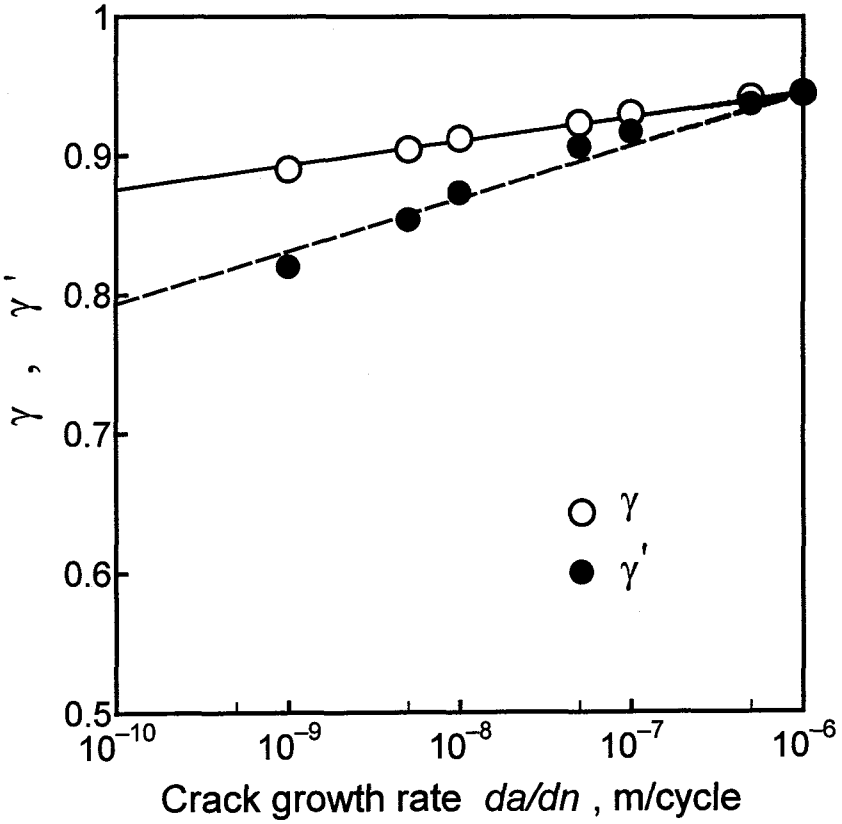


Fig. 3-14　Relationship between γ, γ' and *da/dn*.

振幅が大きいほど，遮へい効果を生じているインターロッキング部の破砕が促進され，遮へい力の低下が促進されやすいと考えられる．したがって，進展速度が遅い領域では，負荷荷重が小さいため，遮へい力の低下がより必要であることから，き裂進展速度の応力振幅依存性が顕著となったと考えられる．これに対して，き裂進展速度が速い，すなわち負荷荷重が大きい領域では，遮へい力の低下は少なくてよいため，き裂進展速度の応力振幅依存性が小さくなったものと考えられる．また，γとγ'を比べると，本研究で行った進展速度領域では，全領域にわたってγのほうが大きくなっている．このことより，き裂進展速度に及ぼす影響はΔK に比べΔK_{eff} のほうが大きいことがわかる．

式(3-5)および(3-6)を用いて，それぞれΔK_{eq} および$\Delta K_{eff,eq}$ を求め，き裂進展速度を整理したものをFig. 3-15およびFig. 3-16に示す．それ

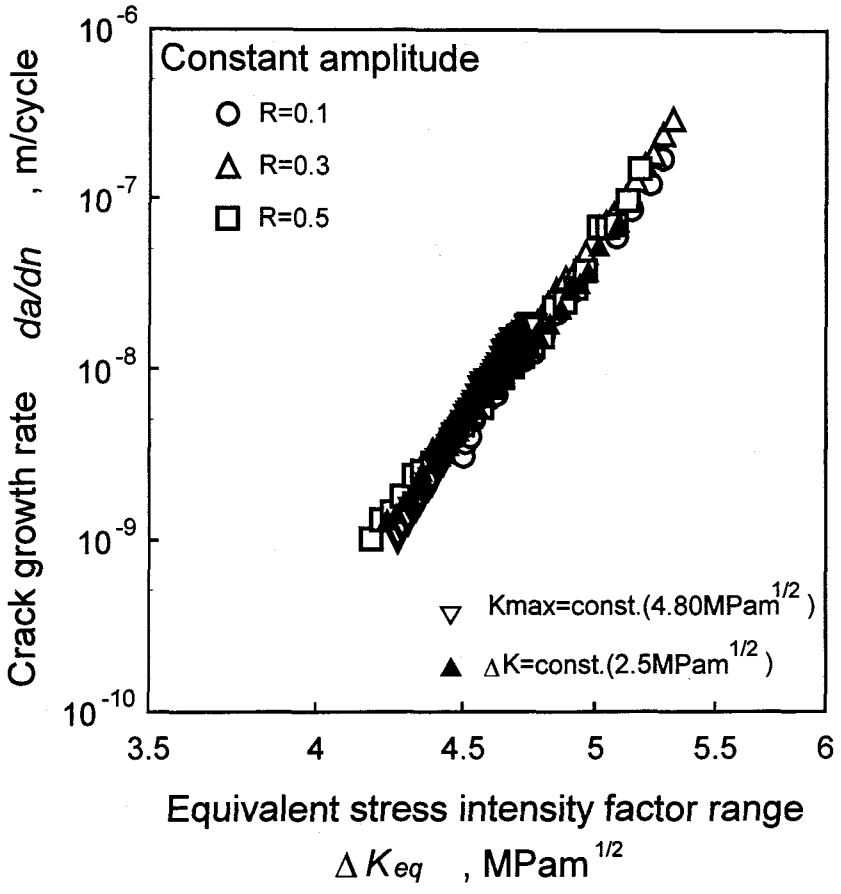


Fig. 3-15　Relationship between *da/dn* and ΔK_{eq}.

ぞれ一定振幅荷重下のき裂進展速度をほぼ一本の直線で表すことができており，一定振幅荷重下のき裂進展速度を整理する方法として，等価応力拡大係数を用いることは有効であると考えられる．

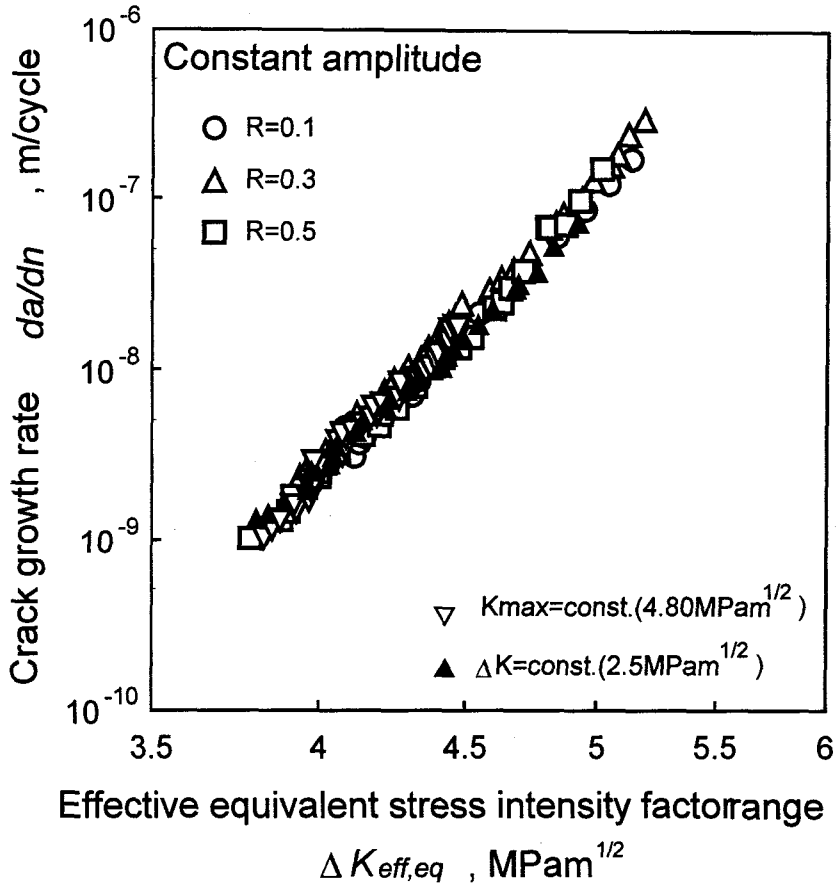


Fig. 3-16　Relationship between *da/dn* and $\Delta K_{eff,eq}$.

しかし上記の方法では，適切なγおよびγ'を求め，等価応力拡大係数を算出し，き裂進展速度を求めるためには，複雑な計算を行う必要がある．そこで，簡単な計算で，等価応力拡大係数とき裂進展速度の関係を求められるようにするため，γおよびγ'を一定値に固定した場合について検討した．ここで，γおよびγ'は以下のようにして求めた．まず，Fig. 3-14より，γおよびγ'は，0.8～1 の範囲の値となると考えられるため，γおよびγ'を 0.8～1 のある一定値と仮定し，数種の一定振幅荷重試験の試験結果から，式(3-3)および式(3-4)を用いて，それぞれΔKeqおよび$\Delta Keff,eq$を求める．求めたΔKeqおよび$\Delta Keff,eq$を用いてき裂進展速度を整理し，試験を行った全進展速度領域において，da/dn-ΔKeq関係およびda/dn-$\Delta Keff,eq$関係がほぼ 1 本の直線となるときのγおよびγ'を調べる．このようにしてγおよびγ'を求めたところ，γおよびγ'はそれぞれ 0.90 および 0.85 となった．これらの値を用いたときのda/dn-ΔKeq関係，da/dn-$\Delta Keff,eq$関係をそれぞれFig. 3-17およびFig. 3-18に示す．γおよびγ'が一定値と仮定した場合においても，da/dn-ΔKeq関係およびda/dn-$\Delta Keff,eq$関係はそれぞれ式(3-7)および(3-8)のように，ほぼ 1 本の直線で表すことができ，一定振幅荷重下のき裂進展速度を整理することが可能である．

$$\frac{da}{dn} = 2.02\times10^{-25}\cdot\Delta Keq^{25.1} \qquad (3\text{-}7)$$

$$\frac{da}{dn} = 5.55\times10^{-23}\cdot\Delta Keff,eq^{22.6} \qquad (3\text{-}8)$$

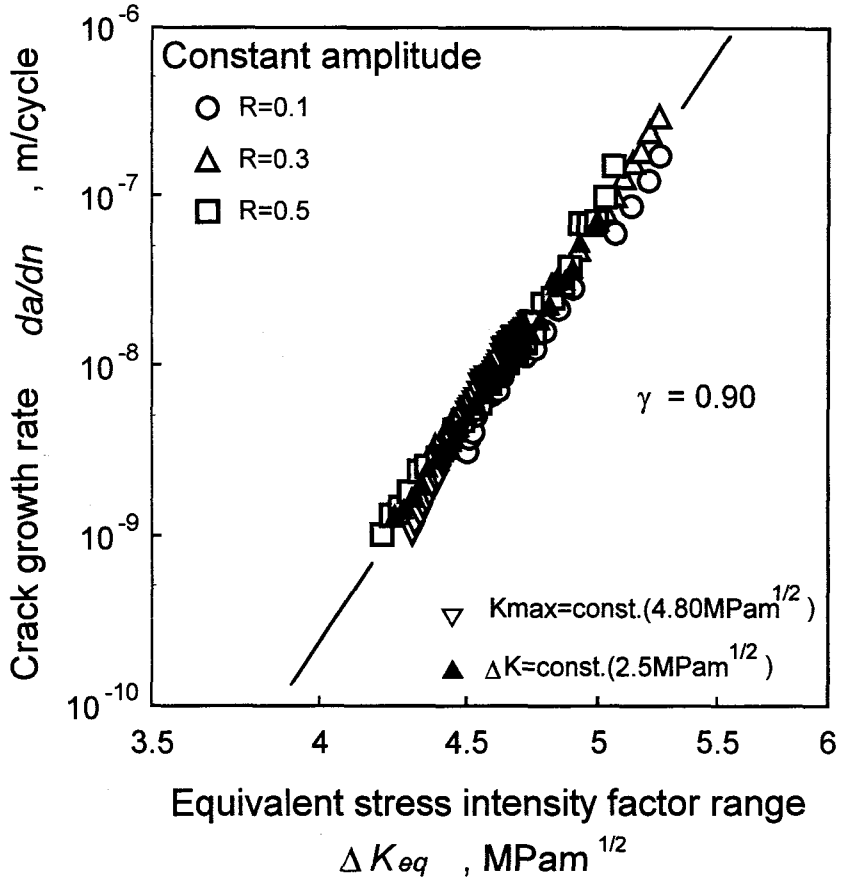


Fig. 3-17 Relationship between da/dn and ΔK_{eq} (γ=0.90).

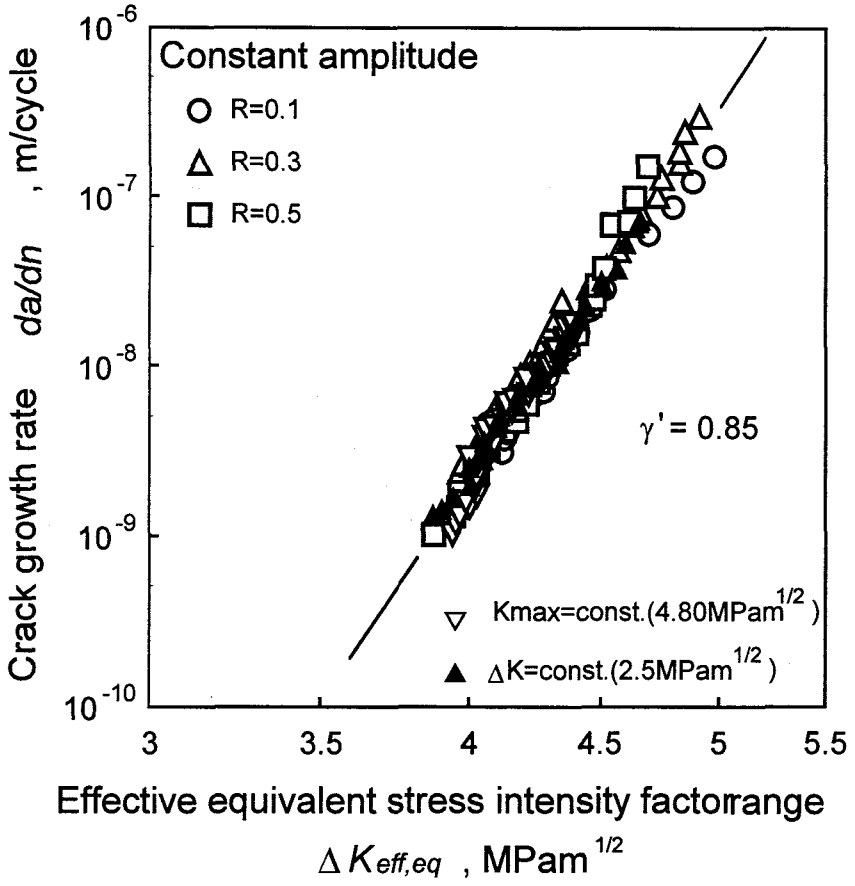


Fig. 3-18 Relationship between *da/dn* and $\Delta K_{eff,eq}$ (γ'=0.85).

3.8 結言

ガス圧焼結窒化けい素を供試材料に用い，数種の一定振幅荷重試験を行い，疲労き裂進展挙動およびき裂開閉口挙動について検討した．以下に得られた結果の要約を示す．

(1) き裂進展経路の観察から，き裂上下面での結晶粒子によるインターロッキングが認められた．また破面観察から，疲労破壊および静的破壊ともに粒界破壊が支配的であり，静的破面では引き抜かれたβ-Si3N4 の柱状晶や柱状晶の抜け落ちた跡が明瞭に見られた．それに対して疲労破面では，丸みを帯びた結晶粒が見られ，き裂上下面の破面間すり合わせによる結晶粒の摩耗が観察された．これは，荷重繰返しによるインターロッキングの摩耗，破壊を示唆している．

(2) 一定振幅荷重下のき裂進展速度は，最大応力拡大係数 *Kmax* に最も強く依存しているものの，*Kmax* のみで一義的に決定されるのではなく応力振幅の影響を受ける．また，同一 *Kmax* 値に対するき裂進展速度は，応力比の減少すなわち応力振幅の増加にとも

ない加速される．

(3) 背面ひずみゲージによる除荷弾性コンプライアンス法により測定された巨視的なK_{op}は，K_{max}値一定条件下では応力振幅の増加にともなって低下する．これは，応力振幅が増加することにより，き裂上下面のインターロッキング部にかかる破面間のすり合わせによる摩擦力が大きくなり，インターロッキング部の破砕が促進されたことを示唆している．しかし，従来の金属材料とは異なり，巨視的なき裂開閉口挙動を考慮したΔK_{eff}のみではき裂進展速度は決定されない．

(4) 一定振幅荷重下のき裂進展速度の応力振幅依存性は，き裂進展速度の遅い領域で顕著となる．また，進展速度領域によらず，ΔKに比べるとΔK_{eff}のほうがき裂進展速度に及ぼす影響は強い．

(5) 一定振幅荷重下のき裂進展速度は，等価応力拡大係数範囲$\Delta K_{eq} = K_{max}^{\gamma}\ \Delta K^{(1-\gamma)}$および等価有効応力拡大係数範囲$\Delta K_{eff,eq} = K_{max}^{\gamma'}\Delta K_{eff}^{(1-\gamma')}$を用いることで整理することができる．このとき，指数γおよびγ'はき裂進展速度依存性があり，き裂進展速度が遅いほど，γおよびγ'は小さくなる．また，γおよびγ'を一定値と仮定した場合についても，一定振幅荷重下のき裂進展速度を整理することが可能である．

参考文献

1) 山田敏郎，星出敏彦，古屋博章，材料，**33**，28(1984).

2) T. Hoshide, T. Ohara and T. Yamada, Int. J. Fract., **37**, 47(1988).

3) 川久保隆，米屋勝利，材料，**34**，1460(1985).

4) 川久保隆，後藤　昭，材料，**36**，1253(1987).

5) T. Kawakubo and K. Komeya, J. Am. Ceram. Soc., **70**, 400(1987).

6) 川久保隆，後藤　昭，材料，**37**，939(1988).

7) 岸本秀弘，上野　明，河本　洋，材料，**36**，1122(1987).

8) 岸本秀弘，上野　明，河本　洋，藤井康義，材料，**38**，1212(1989).

9) 上野　明，岸本秀弘，河本　洋，朝倉幹男，材料，**39**，1570(1990).

10) 田中道七，岡部永年，石丸　靖，材料，**38**，137(1989).

11) 菅原宏人，大塚昭夫，天野岳彦，材料，**40**，1491(1991).

12) G. Choi, Acta Metal. Mater., **43**, 1489(1995).

13) C. J. Girbert, R. H. Dauskardt and R. O. Ritchie, J. Am. Ceram. Soc., **78**, 2291(1995).

14) ASTM Standards E647-91(1992).

15) 岸本秀弘，上野　明，河本　洋，材料，**36**，1122(1987).

16) 岸本秀弘，上野　明，河本　洋，藤井康義，材料，**38**，1212(1989).

17) H. Kishimoto, JSME Int. J., **34**, 393(1991).

18) Grathwohl, Mater.-Wiss. u. Werkstofftech., **19**, 113(1988).

19) M. Hojo, K. Tanaka, C. G. Gustafason and R. Hayashi, Compos. Sci. Technol., **29**, 273(1987).

第4章　窒化けい素の変動荷重下の疲労き裂進展挙動

4.1　緒言

窒化けい素を構造用材料として使用する場合，繰返し荷重下の疲労特性について検討することは必要不可欠であり，前章では一定振幅荷重下での疲労き裂進展挙動を明らかにした．しかし，機械構造物に負荷される荷重は，必ずしも荷重振幅や平均荷重が一定ではなく，むしろ変動するほうが多い．そのため，窒化けい素を構造用部材に適応するためには，変動荷重下での疲労特性を明らかにしておく必要がある．

Ritchie ら[1]は窒化けい素について高－低および低－高 2 段変動荷重下の疲労き裂進展挙動について調べ，高レベルから低レベル荷重への荷重変動時および低レベルから高レベル荷重への荷重変動時ともに，荷重変動による過渡的な応答は認められないと報告している．一方，Choi ら[2]も窒化けい素を用いて，低－高および高－低 2 段変動荷重下の疲労き裂進展挙動について調べており，Ritchie ら[1]が報告した窒化けい素の変動荷重下のき裂進展挙動とは異なる報告をしている．Choi ら[2]は，低レベル荷重から高レベル荷重への荷重変動後，一時的に進展速度の加速が生じ，高レベル荷重から低レベル荷重への荷重変動により進展速度の遅延が認められると報告しており，このようなき裂進展挙動は Ritchie らがおこなったジルコニア[3]における試験結果や金属材料に見られるものと同様である．このように，窒化けい素の変動荷重下の疲労き裂進展挙動に関して，異なる結果が報告されており，荷重変動がき裂進展挙動に及ぼす影響については明らかにされていない．

また 3 章において，一定振幅荷重試験を行った結果，応力振幅が大きいほど，インターロッキングの破砕が促進され，き裂進展速度が速くなることを明らかにした．このことから応力振幅の大きな変動荷重が負荷されると，インターロッキングの破砕がより促進され，き裂進展速度は加速すると予測される．

そこで本章では，3 章で用いたものと同じガス圧焼結窒化けい素を供試材料に用い，変動荷重下の疲労き裂進展挙動を明らかにするために，過大荷重試験，低－高および高－低 2 段変動荷重試験および2段繰返し変動荷重試験を行った．さらに，巨視的に測定したき裂開閉口挙動についても検討を加えた．

4.2 非定常変動荷重試験

4.2.1 過大荷重試験

過大荷重試験は，応力比 R=0.1 の一定振幅荷重下でき裂を進展させ，き裂長さ a=14.9mm，K_{max}=4.68MPam$^{1/2}$ に達したとき，過大荷重比$\Delta P_H/\Delta P_L$=1.13 となるように，高レベル荷重を負荷した．ここで，過大荷重の繰返し数は 10，繰返し速度は f=1.6Hz とした．

Fig. 4-1に過大荷重試験におけるき裂進展速度 da/dn と最大応力拡大係数 K_{max} の関係を示す．図中黒および白丸印は，それぞれ過大荷重負荷前後の低レベル荷重におけるき裂進展速度を示している．また図中の直線は，R=0.1 の一定振幅荷重試験における da/dn-K_{max} 関係である．図中 A で示した過大荷重負荷直後の低レベル荷重のき裂進展速度は，一定振幅荷重試験の結果に比べ加速していることがわかる．その後，き裂の進展にともなって徐々に加速程度は小さくなり，約 50μm のき裂進展で定常なき裂進展速度へと回復した．一般に金属材料では，過大荷重はき裂進展速度の遅延を生じさせる[4]ことが知られている．しかし本材料においては，従来の金属材料とは異なり，過大荷重負荷はき裂進展速度の加速を引き起こすことが判明した．過大荷重比が 1.13 と比較的小さいにもかかわらず，過大荷重負荷直後に約 2 倍の加速が生じている．これは 3 章で示した da/dn-K_{max} 関係の指数 m が 23.4 と非常に大きな値になっているため，わずかな荷重変動であっても，き裂進展挙動が大きく変化したものであり，セラミックスを構造部材として使用する場合，荷重変動の影響について十分注意する必要があることを示唆している．

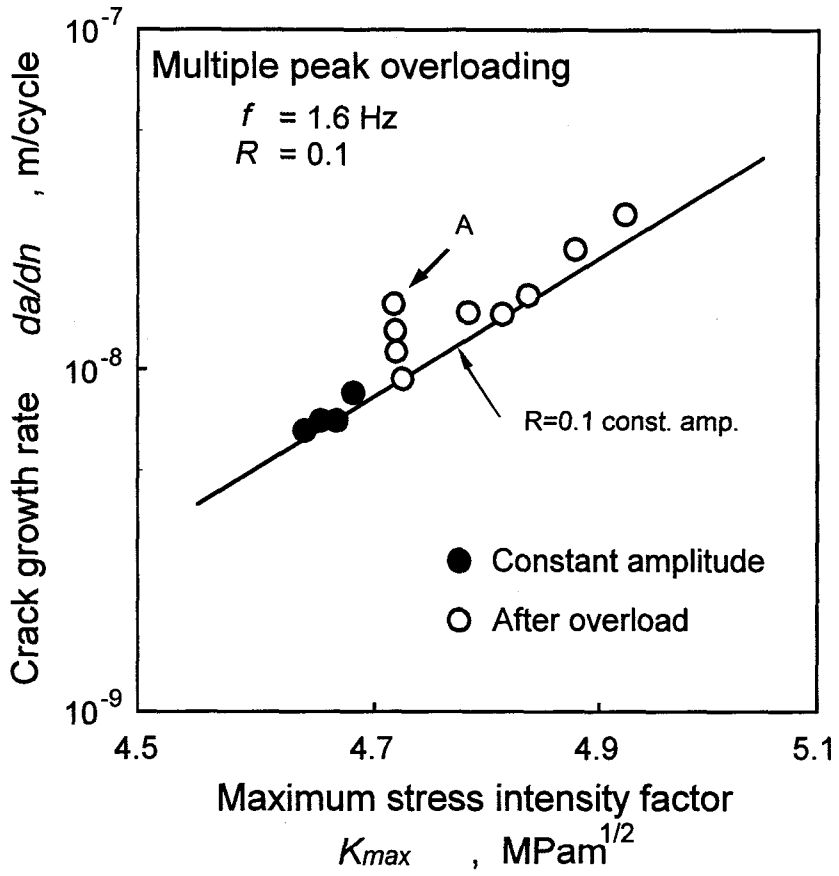


Fig. 4-1 Fatigue crack growth behavior under multiple peak overloading.

Fig. 4-2にき裂開口応力拡大係数 K_{op} と K_{max} の関係を示す．図中，過大荷重負荷前後の低レベル荷重における K_{op} をそれぞれ黒および白丸印で示している．K_{op} は過大荷重負荷後，過大荷重負荷前に比べ一旦低下した後，き裂進展にともなって徐々に上昇していく傾向が見られた．このように過大荷重負荷は低レベル荷重での巨視的に測定されるき裂開口点の低下を引き起こす．これは過大荷重が負荷されることにより，それ以前の低レベル荷重で形成されたインターロッキング部の破砕が促進され，インターロッキングによるシールディング効果が小さくなるためと考えられる．このような過大荷重負荷による K_{op} の低下傾向と前述したき裂進展速度の加速傾向が一致していることから，き裂開閉口挙動を考慮した有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} による進展速度の整理を試みた．

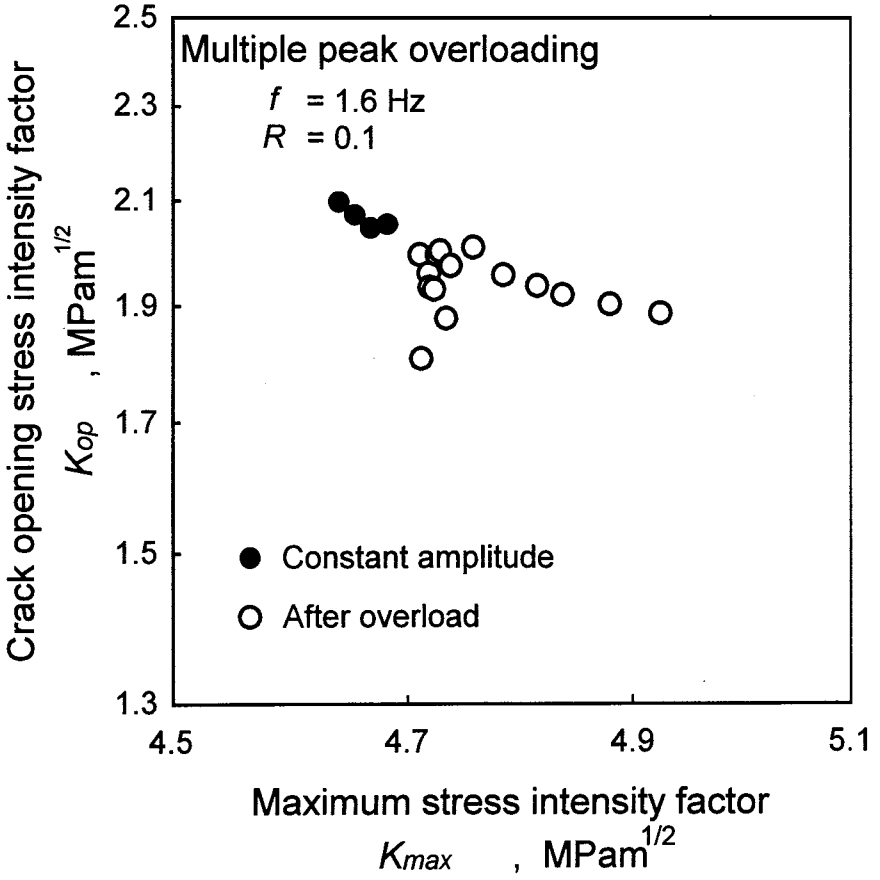


Fig. 4-2　Variation of K_{op} under multiple peak overloading.

Fig. 4-3に *da/dn*-Δ*Keff* 関係を示す．過大荷重負荷後のき裂進展速度と一定振幅荷重試験データを比較すると，*da/dn*-*Kmax* 関係に比べて，き裂進展速度の差は小さくなっており，過大荷重負荷後のき裂進展速度の整理にはき裂開閉口挙動を考慮することが有効であると考えられる．しかしながら，一定振幅荷重下のき裂進展速度に対して，過大荷重負荷後のき裂進展速度は約 1.4 倍に加速しており，*da/dn*-*Kmax* 関係に比べて，差は小さくなっているものの一致してはおらず，Δ*Keff* のみでは，過大荷重負荷によるき裂進展速度の加速を定量的に評価することはできないようである．

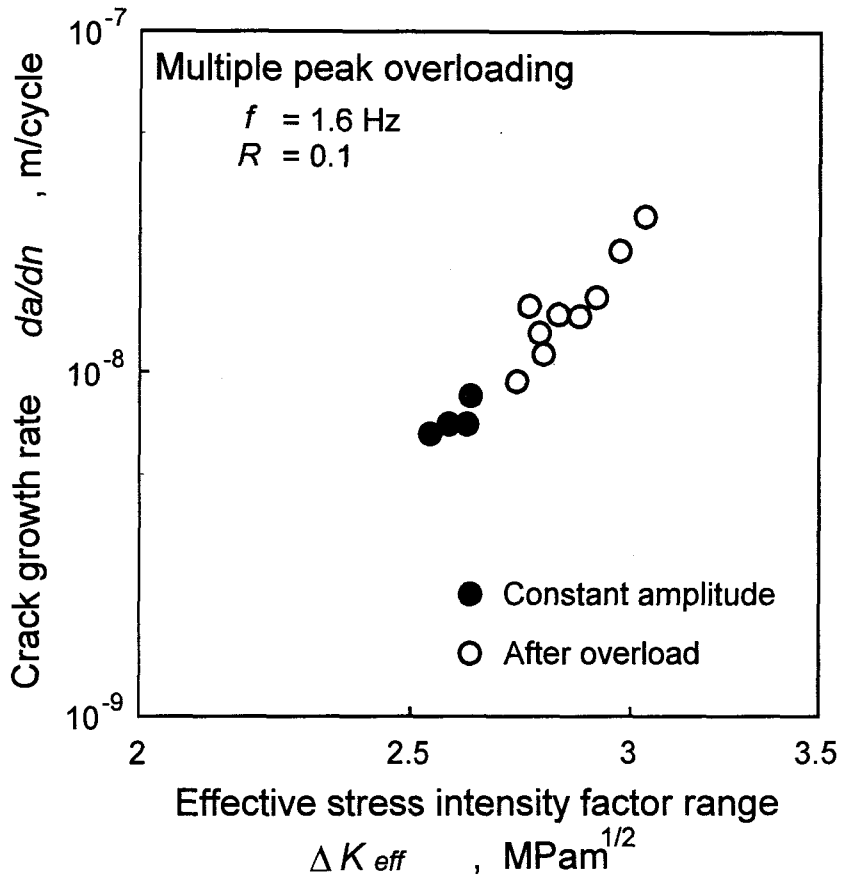


Fig. 4-3 Relationship between *da/dn* and Δ*Keff* under multiple peak overloading.

そこで，過大荷重負荷によりき裂先端近傍には，巨視的に測定したき裂進展挙動には反映されない効果が生じていると考えられるため，き裂先端の微視的観察を行うこととした．

R=0.1，K_{max}=4.65MPam$^{1/2}$ でき裂を a=10.8mm まで進展させた後，前述した過大荷重試験と同じ過大荷重比$\Delta P_H/\Delta P_L$=1.13 となるように高レベル荷重を負荷した．き裂経路の観察は，Fig. 4-4の黒丸で示した数レベルの荷重に保持した状態で行った．Fig. 4-5に低および高レベル荷重ともに最大荷重で保持した状態の観察結果を示す．このとき低および高レベル荷重の保持荷重は，それぞれ P_{Lmax}=1410N および P_{Hmax}=1570N である．SEM 写真中の白矢印は，観察を行ったときのき裂先端を表している．また，高レベル荷重負荷直前の低レベル荷重での観察点を Point　0 とし，その後の高レベル荷重の 1，2，3，5，7，9，10cycle 目をそれぞれ Point　Hi　1，2，3，5，7，9，10 とし，さらに高レベル荷重負荷後の低レベル荷重の 1，50，125，150，250cycle 目をそれぞれ Point　Low　1，50，125，150，250 と荷重繰

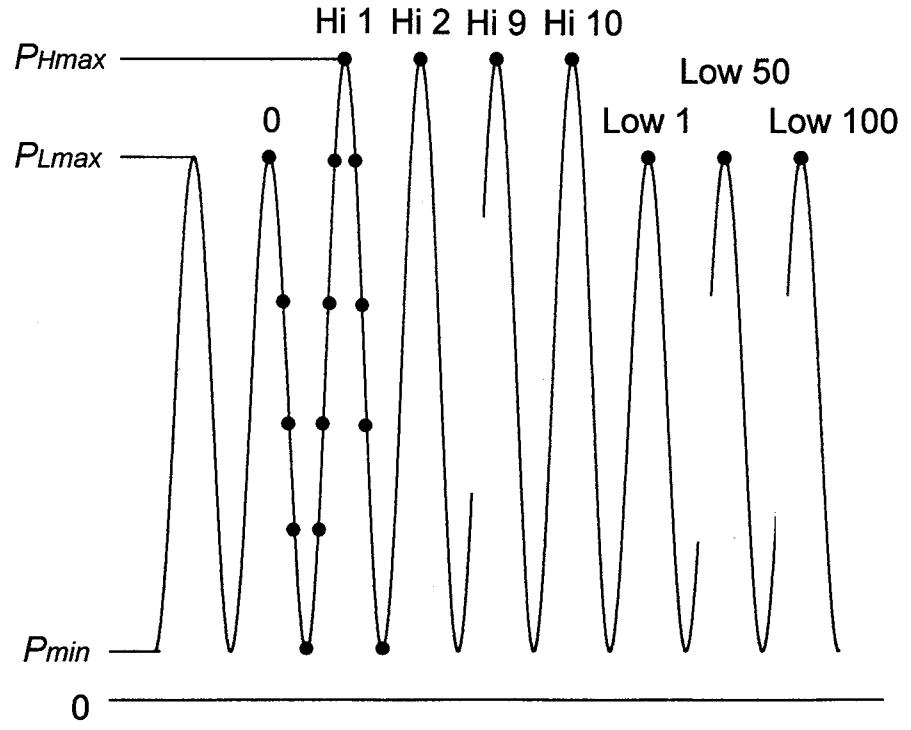


Fig. 4-4　Sampling point for SEM observation.

返し数と対応させることとする．低レベル荷重から高レベル荷重への荷重変動時(Point　0 から Hi　1)に，き裂はおよそ 12μm 進展し，その後，高レベル荷重の繰返し 1cycle ごと(Point　Hi　1 から Hi　10)にき裂が進展する様相が観察された．それに対し，高レベル荷重から低レベル荷重への荷重変動後，低レベル荷重を 125cycle 繰返しても(Point　Hi　10 から Low　125)き裂の進展は認められず，Point Low　125 から Low　150 の間の 25cycle でき裂はおよそ 10μm 進展し，その後(Point　Low　150 から Low　250)き裂は停留しているのが観察された．

高レベル荷重負荷開始時のき裂長さに対するき裂進展増分を高レベル荷重の繰返し数で整理したものをFig. 4-6に示す．さらに，高レベル荷重負荷後の低レベル荷重でのき裂進展増分もまとめたものをFig. 4-7に示す．き裂経路の観察から計測したき裂進展量と荷重繰返し数からき裂進展速度を算出すると，高レベル荷重下での平均進展速度はおよそ 6.0×10^{-6}m/cycle であり，過大荷重負荷後の低レベル荷重下での平均進展速度はおよそ 2.8×10^{-8}m/cycle となった．前章の *da/dn-Kmax* 関係から算出した高および低レベル荷重の一定振幅荷重下のき裂進展速度は，それぞれ 1.5×10^{-7} および 6.5×10^{-9}m/cycle である．き裂経路の観察から求めた平均進展速度と一定振幅荷重試験の *da/dn-Kmax* 関係から算出した進展速度を比べると，高および低レベル荷重下での進展速度は経路観察から求めたものの方が速く，それぞれおよそ 40 および 4.3 倍となった．前述の過大荷重試験の結果から，過大荷重負荷後のき裂進展速度は約 2 倍に加速されることを述べており，経路観察から求めた加速程度と巨視的に測定した進展速度の加速程度は一致せず，経路観察から求めた加速程度のほうが大きくなっている．このように，経路観察から求めたものが大きくなったのは，き裂経路の観察は荷重保持状態で行ったため，荷重を保持したことによる時間依存型のき裂進展が生じた可能性があること，経路観察は試験片表面のみの局所的な観察であり，観察したき裂が不連続に進展しているため，平均進展速度が誤差を含んでおり，必

ずしも試験片全体の挙動を表していないことなどが考えられる．

以上のことから，試験片表面のみの局所的なき裂経路の観察では，試験片全体の挙動を調べることは困難であり，き裂進展速度の加速現象を定量的に評価することはできなかったが，荷重変動によるき裂進展速度の加速は微視的な観察でも確認できた．なお，微視的観察からの定量的評価は出来ないことがわかったので，以降の定量的な検討については，保持のない連続的な繰返し荷重に対し，き裂進展挙動を巨視的に測定し，評価することとする．

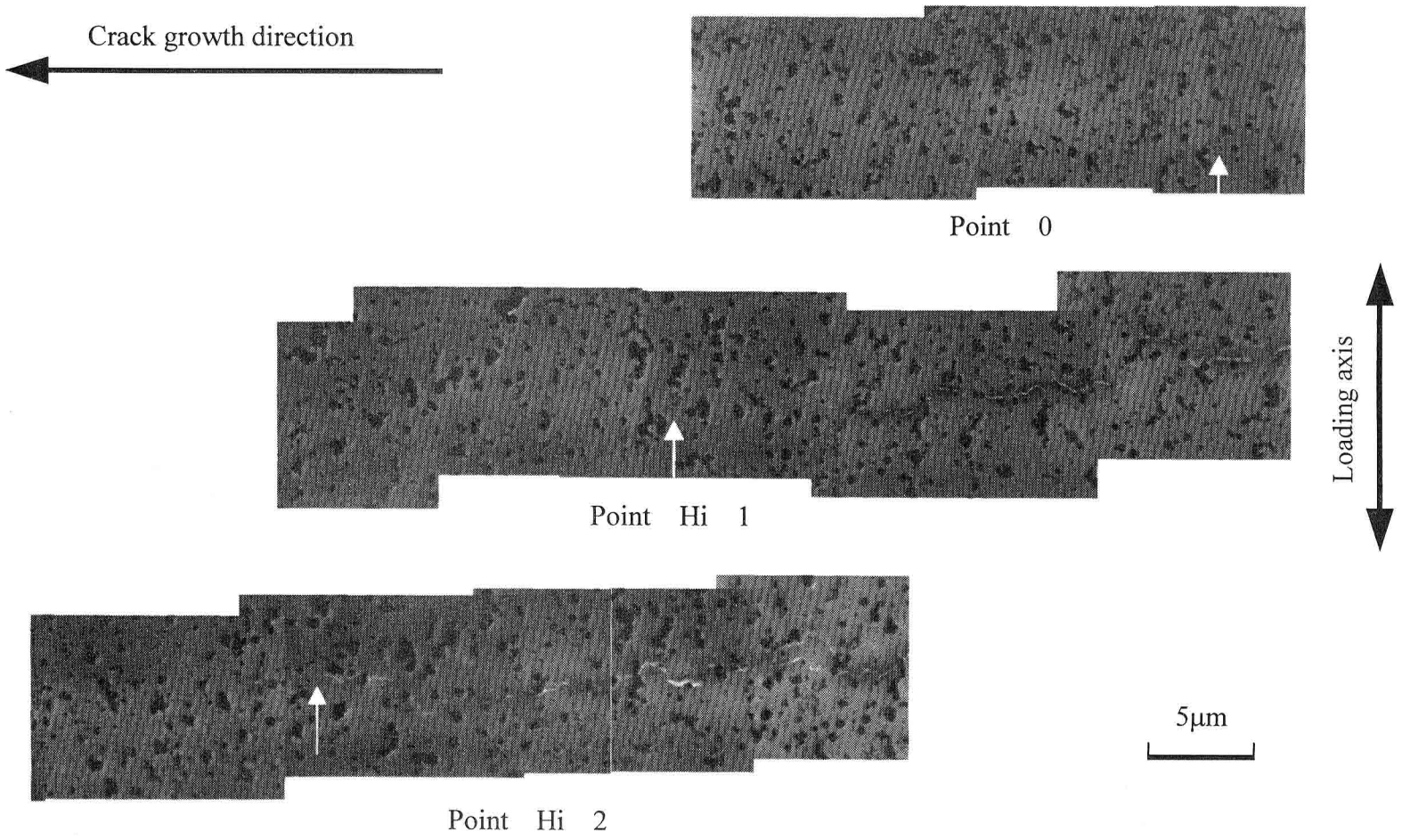


Fig. 4-5 SEM observation near crack tip (a=10.8mm).

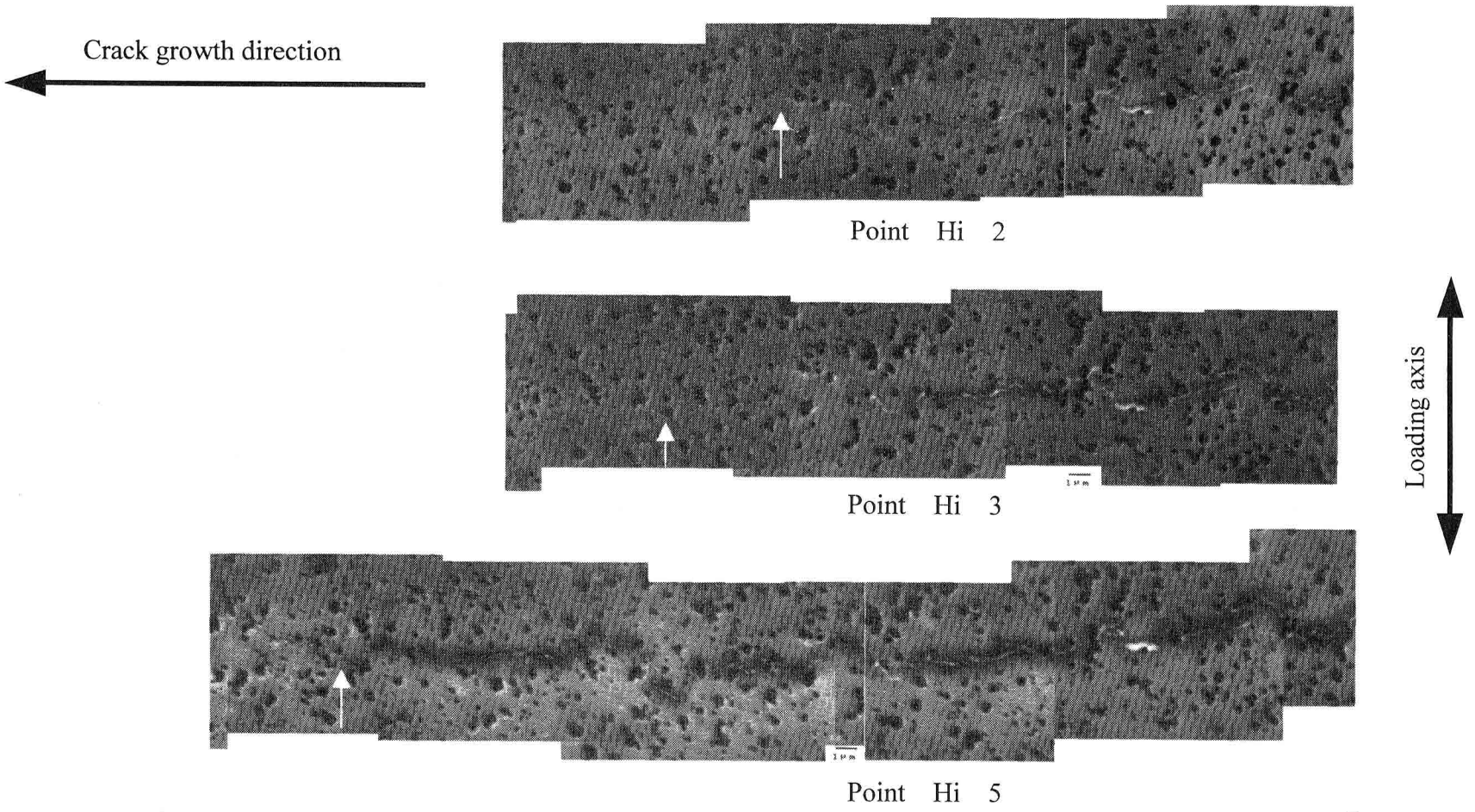


Fig. 4-5 Continued.

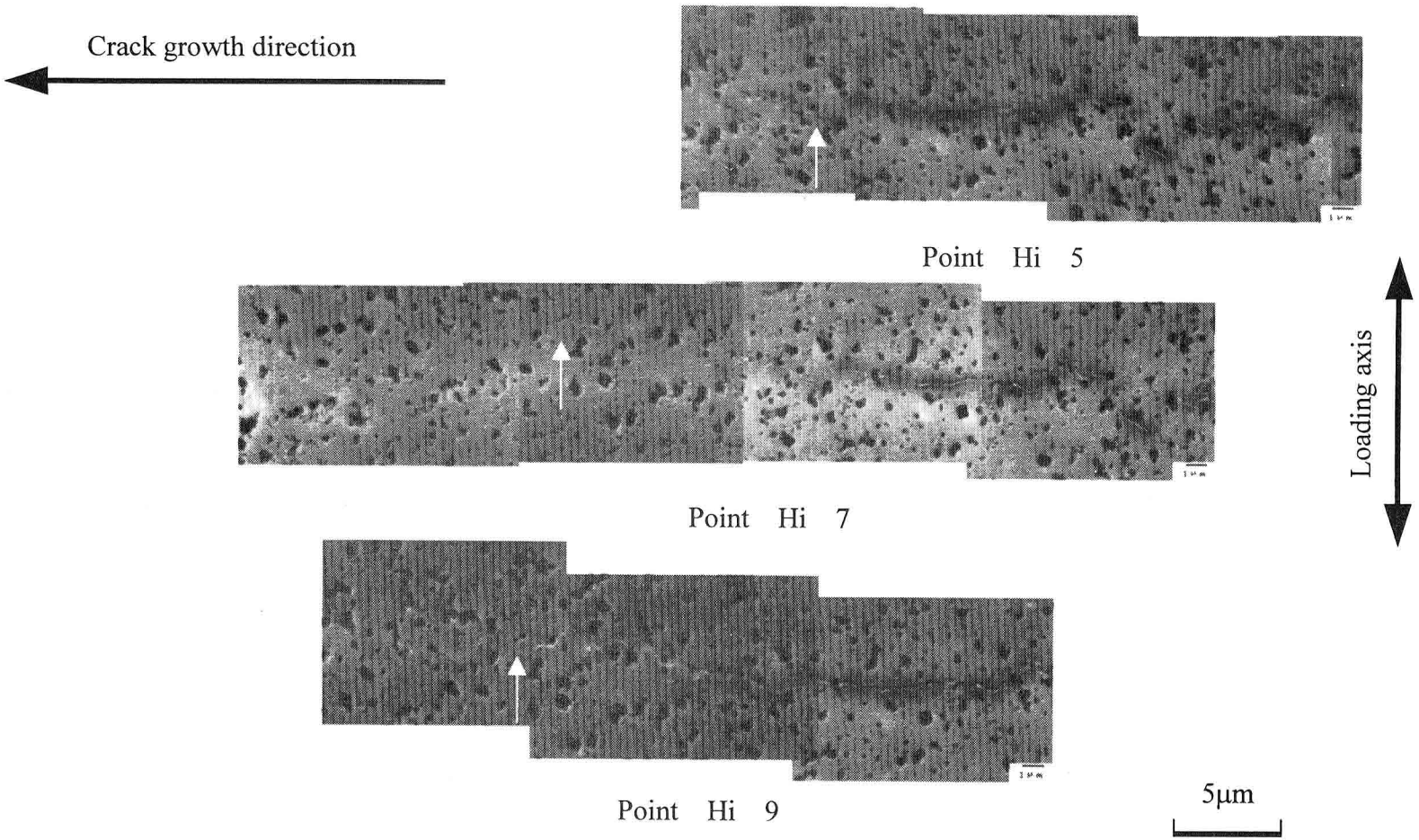


Fig. 4-5 Continued.

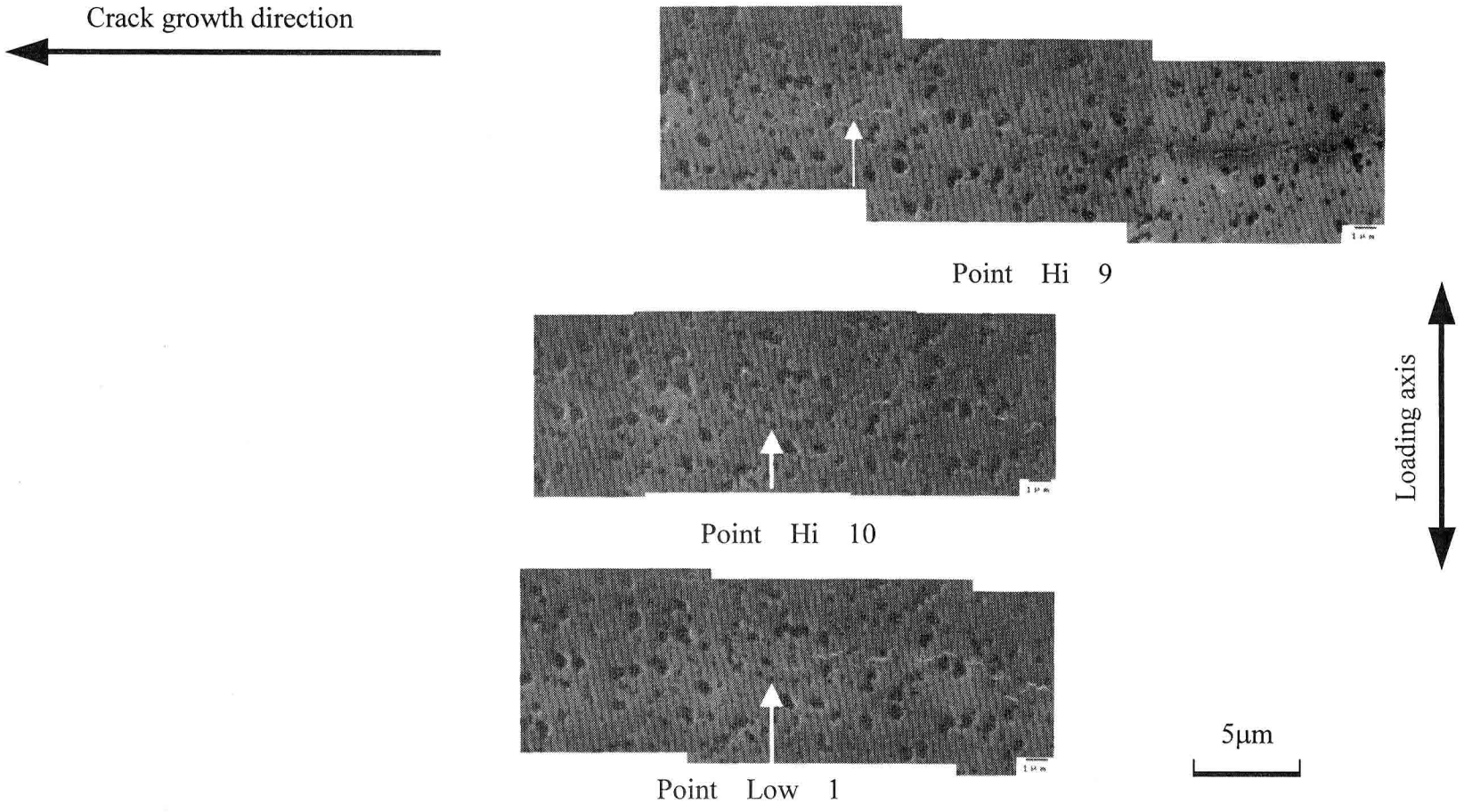


Fig. 4-5 Continued.

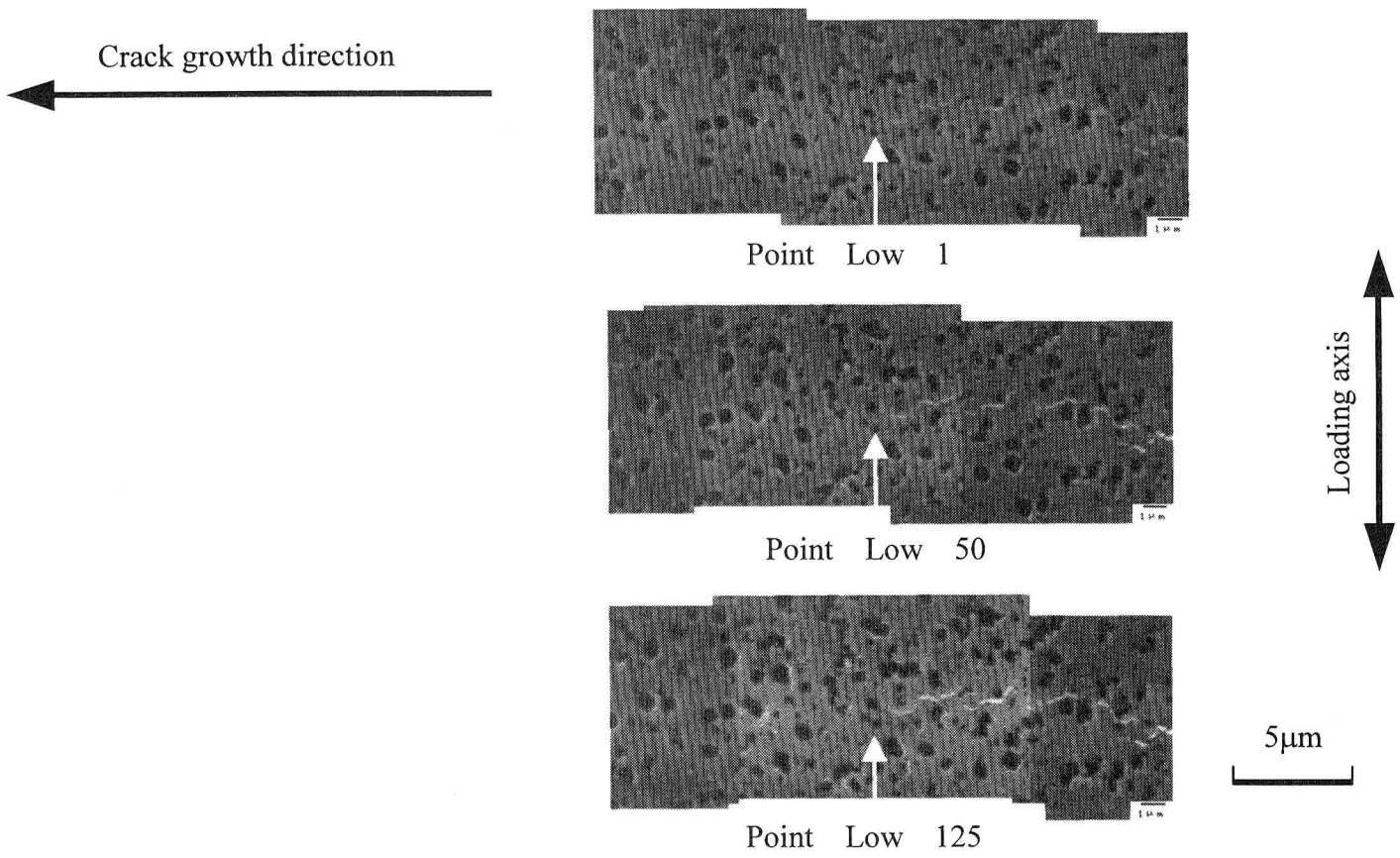


Fig. 4-5 Continued.

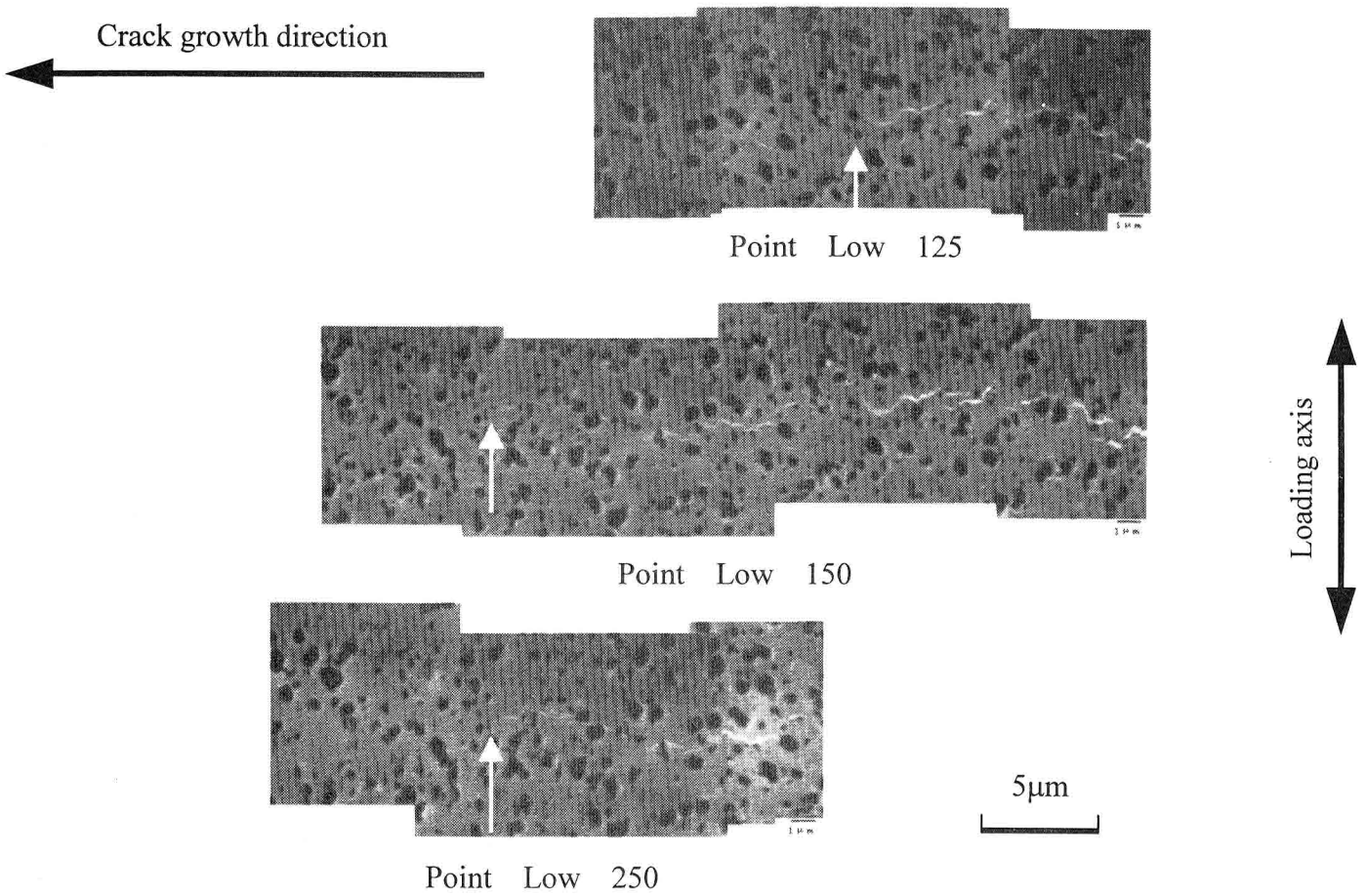


Fig. 4-5 Continued.

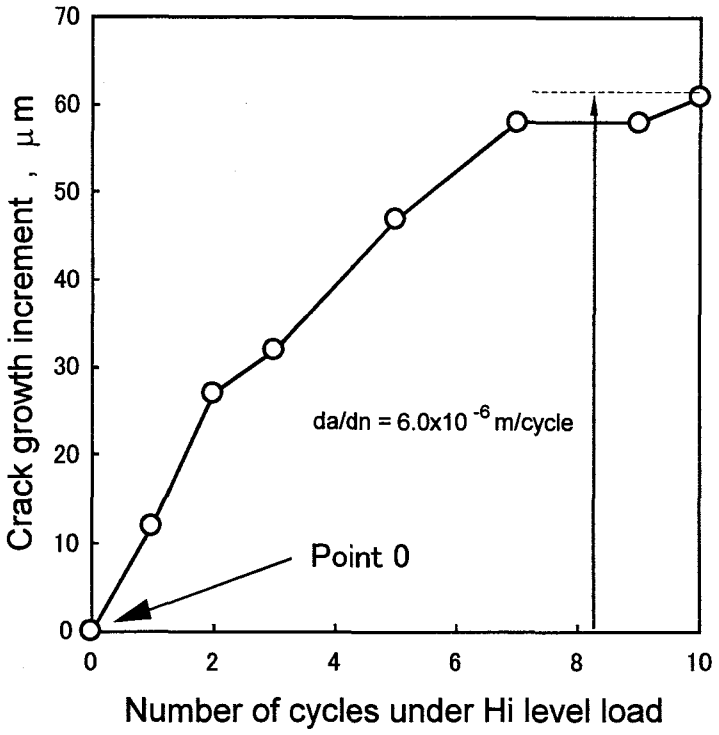


Fig. 4-6 Relationship between crack growth increment and number of cycles under Hi level load.

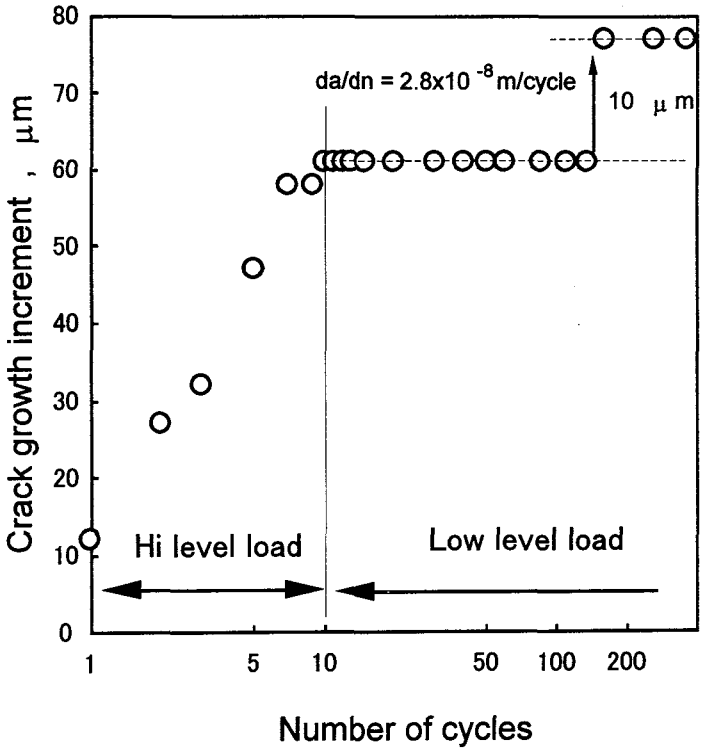


Fig. 4-7 Relationship between crack growth increment and number of cycles.

4.2.2　低－高，高－低 2 段変動荷重試験

低－高，高－低 2 段変動荷重試験は，低レベルの応力比 R_L=0.1，低，高レベルの最大応力拡大係数 K_{max} 値をそれぞれ K_{Lmax}=4.65 MPam$^{1/2}$，K_{Hmax}=5.20MPam$^{1/2}$ とし，まず K_{Lmax} 値一定でき裂を進展させた後 K_{Hmax} に上昇させ，き裂を 2mm 程度進展させ，高レベル荷重下で定常状態になったことを確認した後，再び K_{Lmax} に低下させることによって行った．繰返し速度は f=1.6Hz とした．

低－高，高－低 2 段変動荷重下のき裂進展速度をき裂長さに対してプロットしたものをFig. 4-8に示す．図中の破線および実線は，それぞれ高および低レベル荷重と等しい K_{max} 値の一定振幅荷重下におけるき裂進展速度を示している．低レベル荷重から高レベル荷重への K_{max} 値上昇直後におけるき裂進展速度は，一定振幅荷重下のき裂

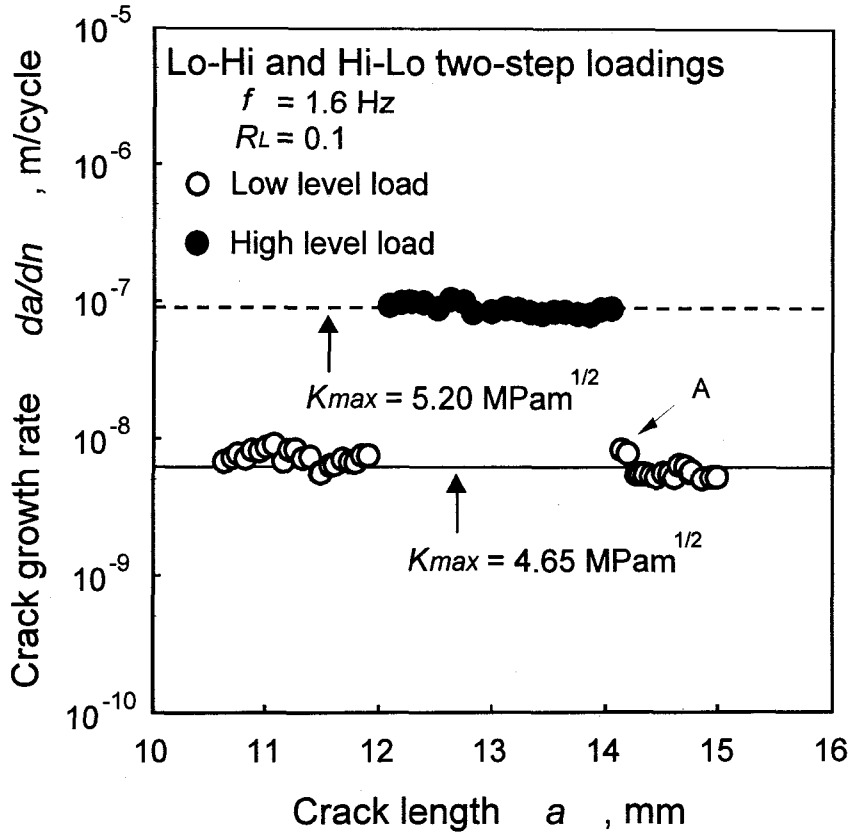


Fig. 4-8　Fatigue crack growth behavior under Low-Hi and Hi-Low two-step loadings.

進展速度とほぼ同じ速度となっており，過渡的な応答は認められない．一方，高－低2段変動荷重試験において，Fig. 4-8中のAで示したデータは，その後の定常なき裂進展速度に比べると，若干高い進展速度を示しており，前述の過大荷重試験の高レベル荷重から低レベル荷重への荷重変動時に見られたき裂進展速度の加速現象と同様な傾向が認められる．本試験では，荷重変動後き裂が約200μm進展した後のき裂進展速度しか測定できなかったため，荷重変動直後の過渡応答は測定できなかった．しかしながら，高レベル荷重から低レベル荷重への荷重変動後の進展速度の加速が認められており，荷重変動後およそ230μmのき裂進展で，低レベル荷重下の進展速度に回復していることより，き裂進展速度の加速が生じる領域は比較的短いと考えられる．

以上のことから，低－高2段変動荷重試験におけるき裂進展挙動は，Ritchieら[1)]が報告した結果と同様に，過渡応答が認められなかったものの，高－低2段変動荷重試験においては，Ritchieら[1)]が報告した結果と異なり，高レベル荷重から低レベル荷重への荷重変動によりき裂進展速度は加速することが判明した．

K_{op}の変化をき裂長さに対してプロットしたものをFig. 4-9に示す．図中Aで示す高レベル荷重から低レベル荷重への荷重変動後のK_{op}は，その後の定常な状態に至った低レベル荷重下でのK_{op}に比べると低くなっている．過大荷重試験と同様に，高レベル荷重から低レベル荷重への荷重変動後のK_{op}が，その後の定常な低レベル荷重でのK_{op}に比べ，低くなっており，そのためき裂進展速度の加速が生じたものと考えられる．

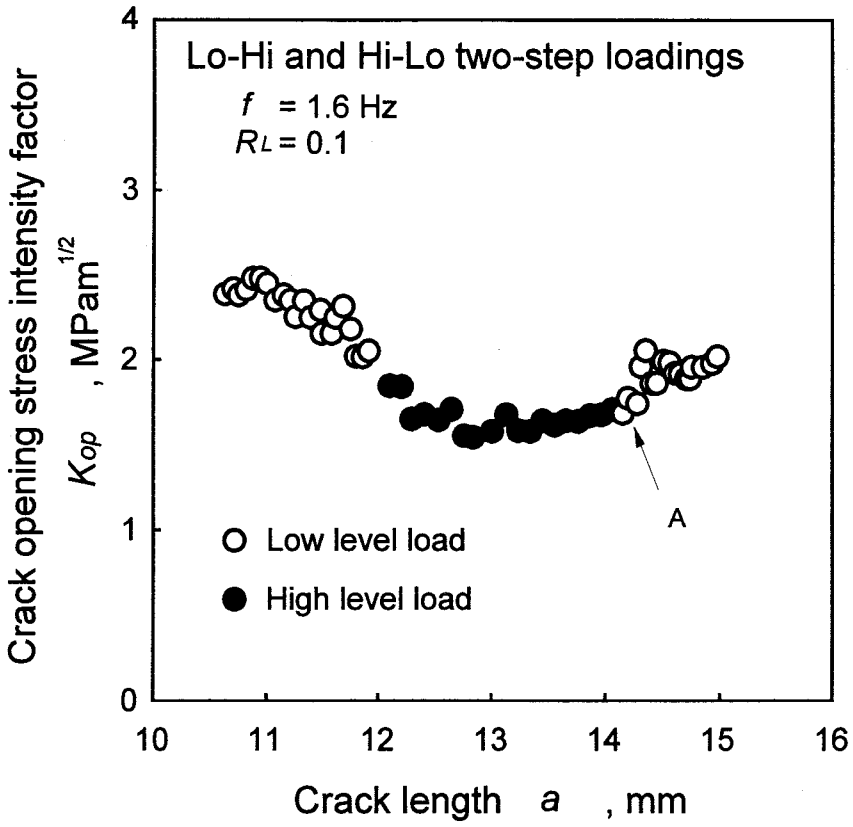
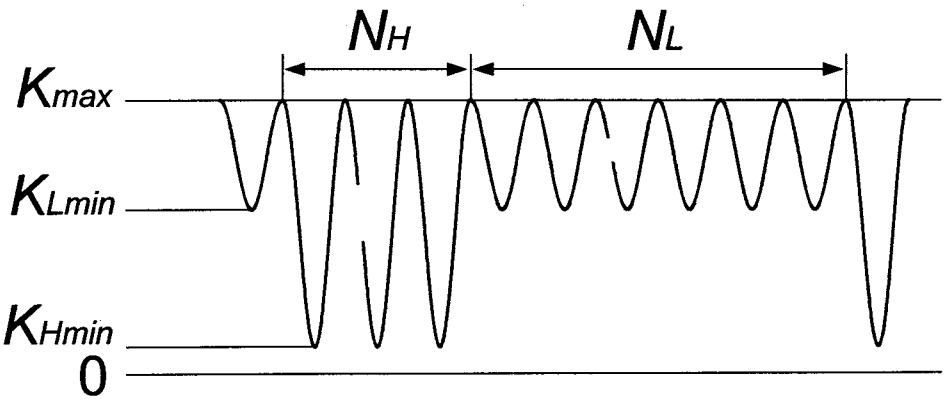


Fig. 4-9 Variation of *Kop* under Low-Hi and Hi-Low two-step loadings.

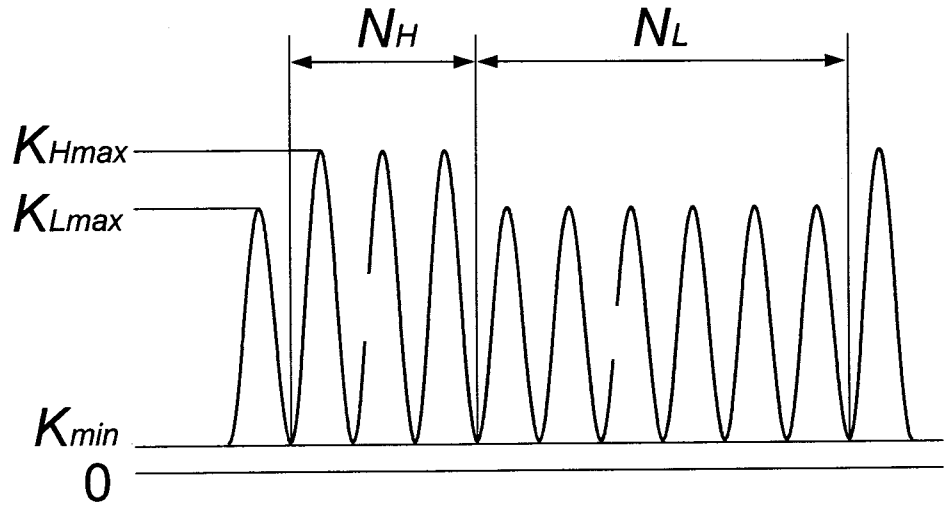
4.3 定常変動荷重試験

4.3.1 試験方法

定常変動荷重試験として2種類の荷重波形を用いた2段繰返し変動荷重試験を行った．荷重波形をFig. 4-10に示す．まず，Fig. 4-10(a)に示したように低レベル振幅荷重に引張平均荷重を負荷し，K_{max} 値を一定にそろえた荷重波形(Loading pattern Ⅰ)を用いることにより，応力振幅の変動がき裂進展挙動に及ぼす影響を調べた．また，Fig. 4-10(b)に示すような最小応力拡大係数 K_{min} 値をそろえた荷重波形



(a) Loading pattern Ⅰ



(b) Loading pattern Ⅱ

Fig. 4-10 Repeated two-step loading patterns.

(Loading pattern Ⅱ)を用いて，過大荷重がき裂進展挙動に及ぼす影響について検討した．Fig. 4-10(a)および(b)の荷重波形を用いた試験条件の詳細をそれぞれTable 4-1およびTable 4-2に示す．なお，Test Ⅰ-1~Ⅰ-3 およびⅡ-1~Ⅱ-4 は，それぞれ同一試験片を用いて行い，Test Ⅰ-3，Ⅰ-4 およびⅡ-3，Ⅱ-5 を同一条件とし，各試験片を採取したプレート間のばらつきについても検討した．2 段繰返し変動荷重試験はすべて，繰返し速度 f=1.6Hz で行った．

Table 4-1　Test condition for loading pattern Ⅰ.

Test number	K_{max} (MPam$^{1/2}$)	R_H	R_L	$\frac{\Delta K_H}{\Delta K_L}$	$N_H : N_L$
Test Ⅰ-1	4.80	0.5	0.6	1.25	1:100
Test Ⅰ-2		0.3		1.75	
Test Ⅰ-3		0.1		2.25	
Test Ⅰ-4	4.80	0.1	0.6	2.25	1:100
Test Ⅰ-5					10:1000

Table 4-2　Test condition for loading pattern Ⅱ.

Test number	K_{Hmax} (MPam$^{1/2}$)	K_{Lmax} (MPam$^{1/2}$)	K_{min} (MPam$^{1/2}$)	$\frac{\Delta K_H}{\Delta K_L}$	$N_H : N_L$
Test Ⅱ-1	5.00	4.65	0.465	1.084	1:100
Test Ⅱ-2	5.10			1.108	
Test Ⅱ-3	5.20			1.131	
Test Ⅱ-4	5.30			1.155	
Test Ⅱ-5	5.20	4.65	0.465	1.131	1:100
Test Ⅱ-6					10:1000

4.3.2　*Kmax* 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重試験

4.3.2.1　荷重振幅比の影響

Test I -1~3 での低レベル振幅荷重でのき裂進展速度$\left(\frac{da}{dn}\right)_L^{\star}$を次式により算出し，き裂長さで整理したものをFig. 4-11に示す.

$$\left(\frac{da}{dn}\right)_L^{\star}=\left\{\frac{da}{dn}\times(N_H+N_L)-\left(\frac{da}{dn}\right)_H^{\star}\times N_H\right\}/N_L \qquad (4\text{-}2)$$

ここで，*da/dn* は 2 段繰返し変動荷重試験における平均き裂進展速度であり，$\left(\frac{da}{dn}\right)_H^{\star}$は一定振幅荷重試験の *da/dn*-Δ*Keq* 関係から推定した

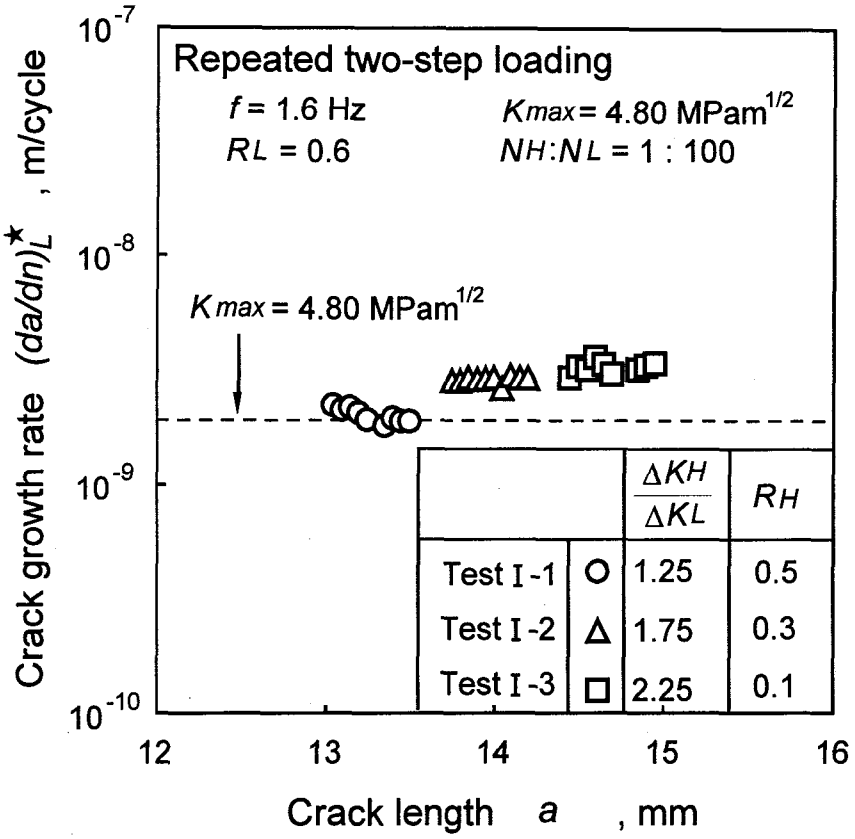


Fig. 4-11　Fatigue crack growth rate under loading pattern　I (Test I -1 ~ 3).

高レベル振幅荷重のき裂進展速度である．また，N_H，N_Lはそれぞれ高および低レベル振幅荷重の繰返し数である．この推定法では$\left(\frac{da}{dn}\right)_H^{\star}$の推定精度により，$\left(\frac{da}{dn}\right)_L^{\star}$は影響を受けることになる．しかしながら，本試験条件では高および低レベル振幅荷重の繰返し数を1:100に設定しており，最も荷重振幅比の大きい条件においても，高および低レベル振幅荷重のき裂進展量の比が1:20程度となるため，高レベル振幅荷重の推定精度の影響はほとんど現われないと考えてよい．Fig. 4-11中の破線は，低レベル振幅荷重と等しい$Kmax$値および応力比Rをもつ一定振幅荷重下のき裂進展速度を表している．高レベル振幅荷重の応力比R_Hが0.5の条件（丸印）では，一定振幅荷重下との差は認められないが，R_Hが0.3（三角印）および0.1（四角印）の場合には，き裂進展速度の加速現象が現れており，R_Hが小さい，すなわち応力振幅が大きいほど，より顕著な加速が見られる．このように，最大荷重一定で応力振幅のみが変動するような2段繰返し変動荷重下の場合においても，4.2.1節で示した過大荷重試験と同様に，き裂進展速度は一定振幅荷重試験より予想されるき裂進展速度に比べ加速することがわかる．

最も顕著な加速現象が認められた荷重振幅比が2.25(Test I -3)における1ブロック内での荷重－引算変位ヒステリシスと開口点の変化をFig. 4-12に示す．変動荷重試験ではヒステリシスの加算処理によるノイズ除去を行うことができないため，ヒステリシスが乱れているが，横軸を拡大することにより折れ曲がりを顕著にし，開口点を測定した．測定された開口点を図中短線で示している．開口点は，高レベル振幅荷重が負荷されることにより低下し，その後徐々に上昇する傾向が認められる．このような高レベル振幅荷重負荷後の開口点の低下は，高レベル振幅荷重負荷により，き裂先端近傍のき裂ウェイクに形成された結晶粒によるインターロッキングが破砕されたためと考えられる．また，その後開口点が上昇するのは，低レベル振幅荷重の繰返しによってき裂が進展し，き裂先端近傍に新たにイ

ンターロッキングが形成されたためと考えられる．荷重－引算変位ヒステリシスの観察例は省略するが，荷重振幅比が 1.75(Test Ⅰ-2)においても同様の傾向が認められた．

この荷重－引算変位ヒステリシスより得られる 1 ブロック内での K_{op} と 1 ブロック内での繰返し数 n の関係をFig. 4-13に示す．図中の黒四角印は，高レベル振幅荷重下の K_{op} を表しており，灰色および白四角印はそれぞれ高レベル振幅荷重負荷前後における低レベル振幅荷重下の K_{op} を示している．また，低レベル振幅荷重の一定振幅荷重下での K_{op}(=3.3MPam$^{1/2}$)を一点鎖線で示している．高レベル振幅荷重負荷直後の荷重－引算変位ヒステリシスの除荷弾性線に折れ曲がりが認められなかったため，Fig. 4-13の破線で示す低レベル振幅荷重の最小応力拡大係数の値(K_{Lmin}=2.88MPam$^{1/2}$)にプロットした．高レベル振幅荷重下での K_{op} は，直前の低レベル振幅荷重下の K_{op} に比べ，大きく低下している．また，高レベル振幅荷重負荷直後の低

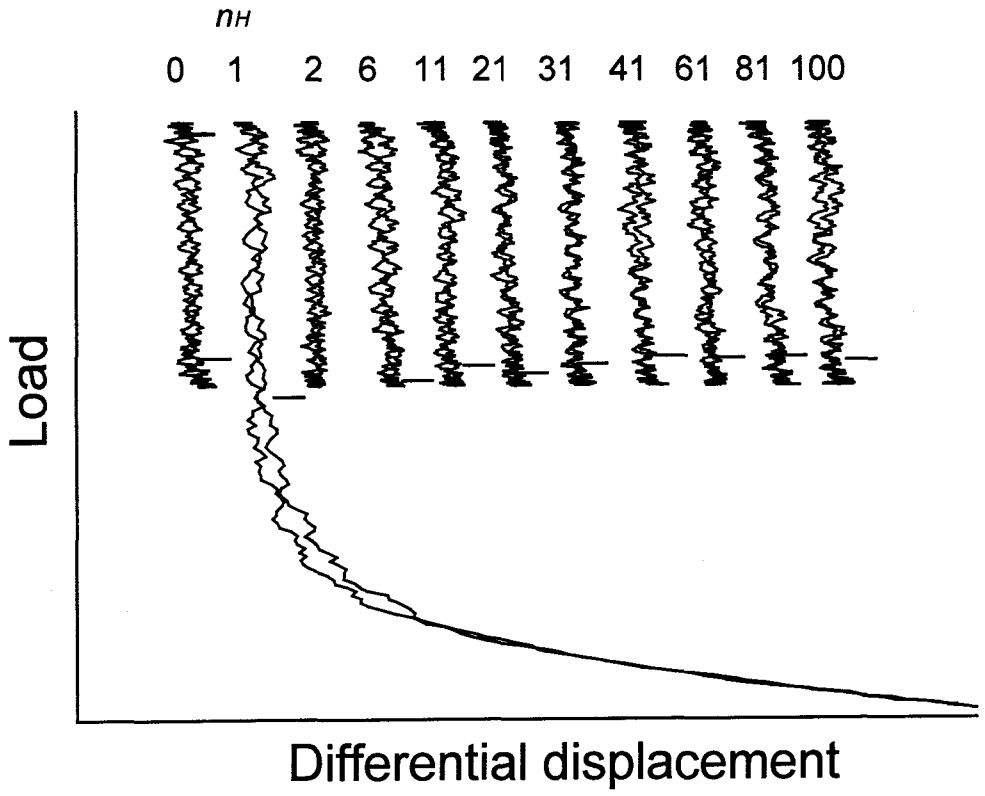


Fig. 4-12　Hysteresis in one block (Test Ⅰ-3).

レベル振幅荷重下の K_{op} も高レベル振幅荷重負荷直前の低レベル振幅荷重下の K_{op} に比べて低下している．その後，数十 cycle の低レベル振幅荷重の繰返しの後に，K_{op} は高レベル振幅荷重負荷直前の値に回復している．この 2 段繰返し変動荷重の低レベル振幅荷重下の定常な K_{op} と低レベル振幅荷重と等しい K_{max} および R を持つ一定振幅荷重下の K_{op}(一点鎖線)を比べると，2 段繰返し変動荷重下の K_{op} の方が低下していることがわかる．

このような低レベル振幅荷重下の K_{op} の全体的な低下は，一定振幅荷重下の高い開口点に回復する以前に引き続き高レベル振幅荷重が負荷されることで段階的に開口点が引き下げられた結果と考えられる．

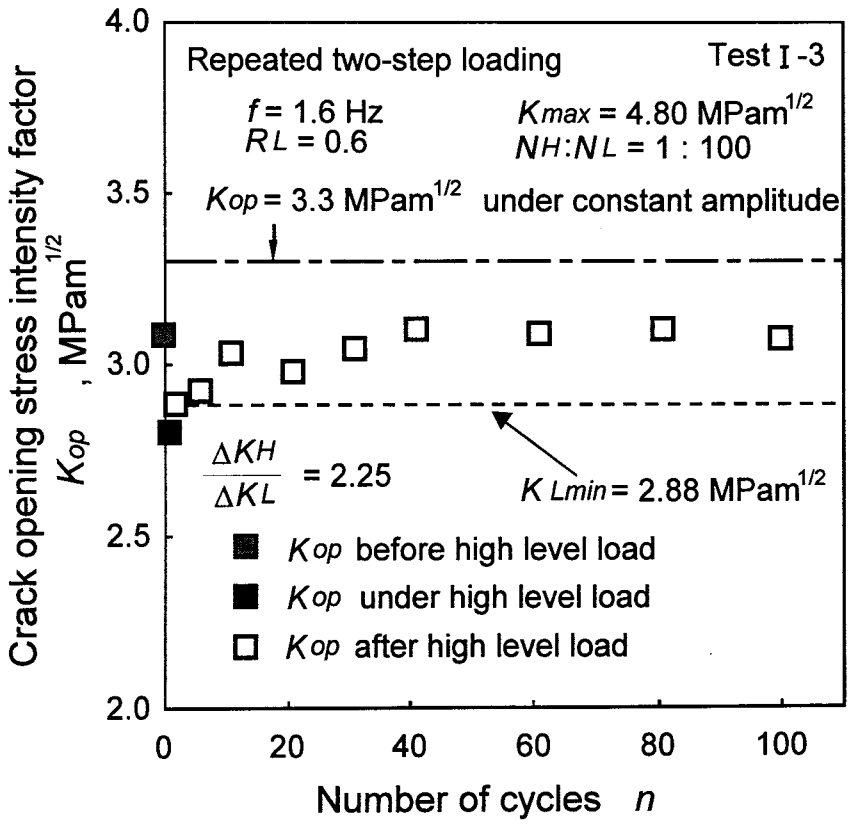


Fig. 4-13　Variation of K_{op} in one block (Test I -3).

Fig. 4-14に Test I -1~3 の試験条件における1ブロック内の K_{op} の変化をまとめて示す．図中，それぞれの試験条件における高レベル振幅荷重での K_{op} を黒印で示している．荷重振幅比が 1.25(Test I -1) においては，高レベル振幅荷重下の K_{op} は若干低下しているものの，低レベル振幅荷重下の K_{op} に大きな変化は認められず，低レベル振幅荷重の一定振幅荷重下での K_{op} とほぼ同じ値となっている．それに対して荷重振幅比が大きい Test I -2 では，前述の Test I -3 の結果と同様に，低レベル振幅荷重の一定振幅荷重下の K_{op} に比べ，2段繰返し変動荷重の低レベル振幅荷重下の K_{op} は低下しており，さらにこの K_{op} の低下傾向は荷重振幅比が大きいほど顕著となっている．この荷重振幅比の増加にともなう K_{op} の低下が，荷重振幅比の増加にともなうき裂進展速度の加速程度の上昇を引き起こしたものと考えられる．

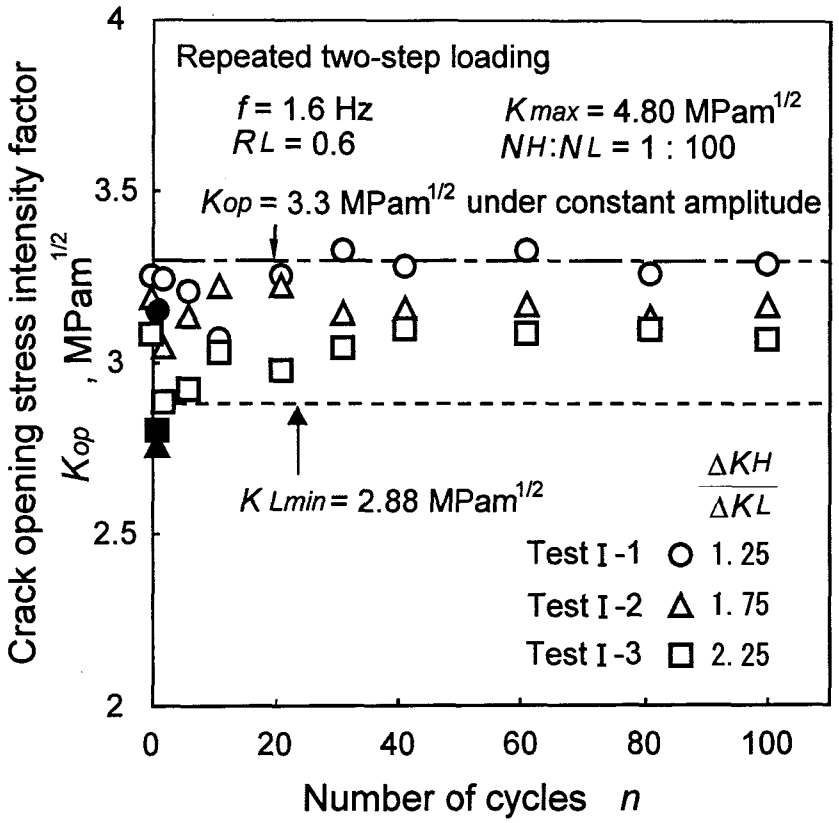


Fig. 4-14 Variation of K_{op} in one block (Test I -1~3).

3 章で述べたように，一定振幅荷重下のき裂進展速度は，$Kmax$, ΔK および$\Delta Keff$ のような巨視的に測定される破壊力学パラメータのみでは整理できなかった．しかし，等価応力拡大係数範囲ΔKeq あるいは等価有効応力拡大係数範囲$\Delta Keff,eq$ を用いることにより，応力比によらず da/dn はΔKeq あるいは$\Delta Keff,eq$ の一価関数で表すことができた．ここでΔKeq は，き裂進展速度の $Kmax$ 依存性とΔK 依存性の両者を考慮し，同一き裂進展速度に対しては，唯一に定まるように定義されたものであり，次式で表される．

$$\Delta Keq = Kmax^{\gamma}\Delta K^{(1-\gamma)},\ \gamma=0.9 \qquad (4\text{-}3)$$

また$\Delta Keff,eq$ は，$Kmax$ 依存性と$\Delta Keff$ 依存性の両者を考慮したものであり，次式で定義される．

$$\Delta Keff,eq = Kmax^{\gamma'}\Delta Keff^{(1-\gamma')},\ \gamma'=0.85 \qquad (4\text{-}4)$$

そこで，da/dn とΔKeq の関係あるいは da/dn と$\Delta Keff,eq$ の関係に基づくき裂進展速度の線形加算則により予測される進展量$\Delta a^{\star}$と実際の進展量Δa の比，すなわちき裂進展量比$\lambda(=\Delta a/\Delta a^{\star})$により，き裂進展量の推定の妥当性を検討することとした．da/dn-ΔKeq 関係および da/dn-$\Delta Keff,eq$ 関係より求められたものをそれぞれλKeq, $\lambda Keff,eq$ とする．Fig. 4-15に Test I -1~3 の試験条件におけるλとき裂長さの関係を示す．図中の白印および黒印は，それぞれλKeq および$\lambda Keff,eq$ を示している．荷重振幅比が 1.75(Test I -2)および 2.25(Test I -3)において，λKeq は 1 以上の値であり，また荷重振幅比が大きいほどλKeq は大きくなる傾向を示した．このように，実際のき裂開閉口挙動を考慮しないλKeq は危険側の予測を与えることがわかる．一方，最大応力拡大係数とき裂開閉口挙動の両者を考慮することにより得られた$\lambda Keff,eq$ は，λKeq とは異なり，高レベル振幅荷重の応力振幅によらず，およそ 0.7～0.9 のほぼ一定の値となっており，荷重振幅比の影響は

認められない．このように最大応力拡大係数と巨視的に測定されたき裂開閉口挙動の両者を考慮することによって，高レベル振幅荷重の応力振幅によらず，*Kmax* 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重下のき裂進展速度を安全側に予測できる．

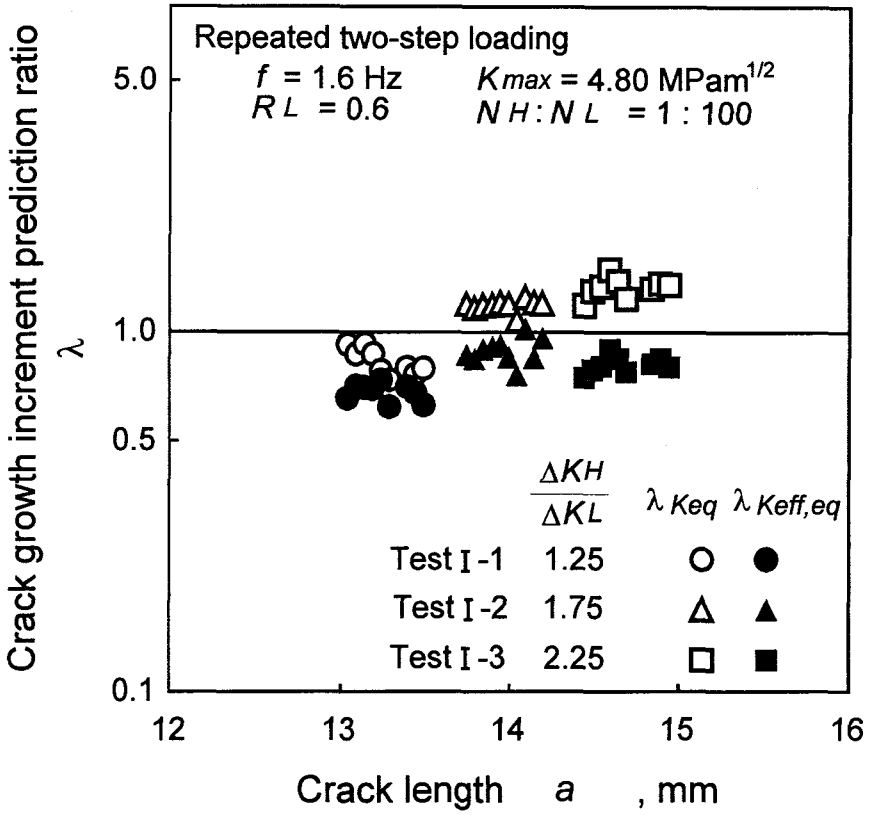


Fig. 4-15 Crack growth increment prediction ratio for loading pattern I (Test I -1~3).

4.3.2.2　荷重繰返し頻度の影響

荷重繰返し頻度の影響について調べるために，前項において最も加速程度の大きくなった荷重条件(R_H=0.1，R_L=0.6，$\frac{\Delta K_H}{\Delta K_L}$=2.25)で，頻度比の値は一定とし，高レベル振幅荷重の繰返し数を変化させることとした．Test I -4 および I -5 の低レベル振幅荷重でのき裂進展速度 $\left(\frac{da}{dn}\right)_L^{\star}$ をき裂長さで整理したものをFig. 4-16に示す．図中には低レベル振幅荷重と等しいK_{max}値および応力比Rをもつ一定振幅荷重下のき裂進展速度を破線で示している．なお，前項の荷重振幅比が2.25(Test I -3)と同じ試験条件で試験を再度行うことにより，試験片を採取したプレート間の差を調べることとした．これらの試験結果

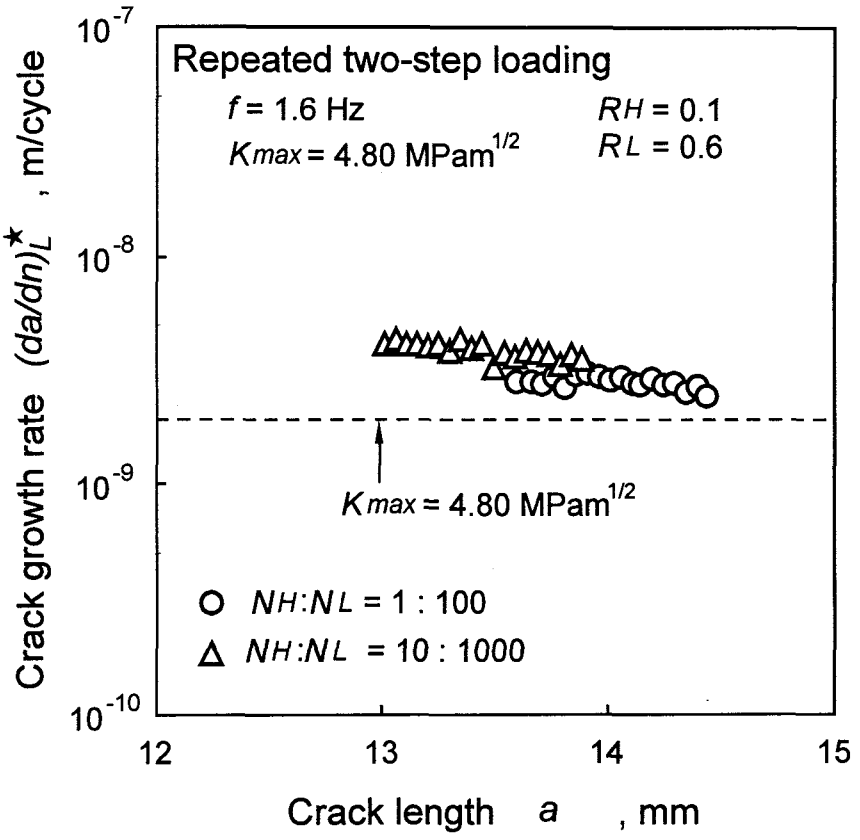


Fig. 4-16　Fatigue crack growth rate under loading pattern I (Test I -4, 5).

はほぼ同一となっており，試験片を採取したプレート間の差異は認められなかった．高レベル振幅荷重の繰返し数が異なる場合においても，前項で示した結果と同様に低レベル振幅荷重でのき裂進展速度は加速している．また，高レベル振幅荷重の繰返し数が多いほど，き裂進展速度の加速現象が顕著になっている．

Fig. 4-17に高レベル振幅荷重の繰返し数が 10 のときの 1 ブロック内での K_{op} の変化を，Fig. 4-18に高レベル振幅荷重の繰返し数が 1 および 10 のときの K_{op} の変化をまとめたものを示す．高レベル振幅荷重の繰返し数によらず，高レベル振幅荷重下の K_{op} は高レベル振幅荷重負荷直前の低レベル振幅荷重下の K_{op} より低下し，その後低レベル振幅荷重の繰返しとともに回復する傾向が見られる．さらに，高レベル振幅荷重の繰返し数が 10 の場合，高レベル振幅荷重下での K_{op} は高レベル振幅荷重の繰返しとともに低下している．また，高レ

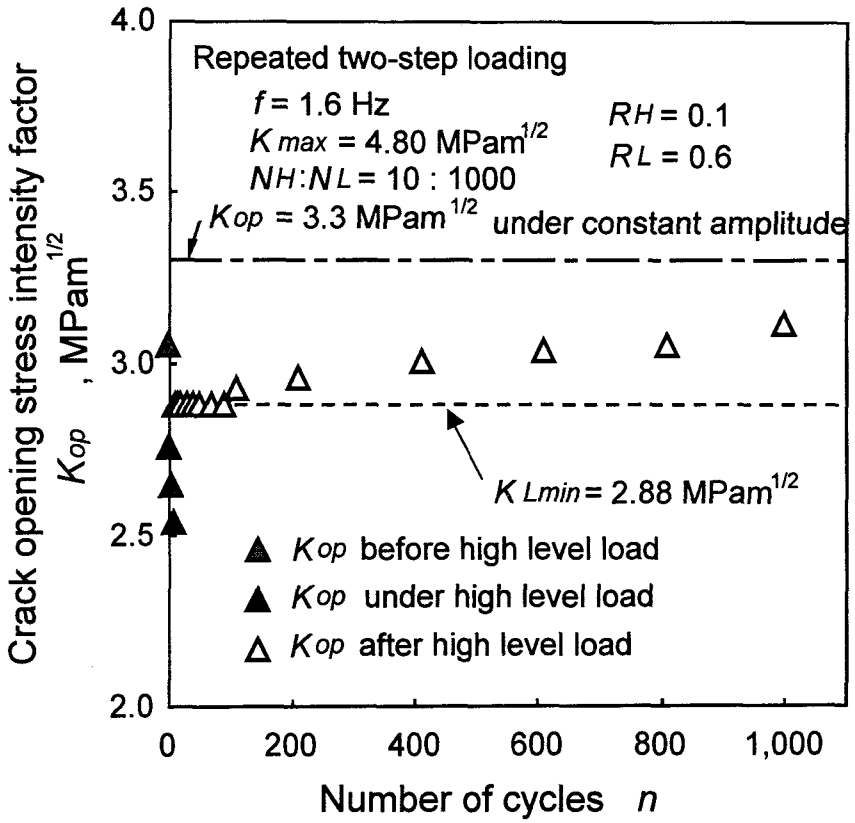


Fig. 4-17　Variation of K_{op} in one block (Test Ⅰ-5).

ベル振幅荷重の繰返し数が 1 のとき，数十 cycle の低レベル振幅荷重の繰返しにより，*Kop* は高レベル振幅荷重負荷直前の値に回復しているのに対して，高レベル振幅荷重の繰返し数が 10 の場合，回復するまでに数百 cycle の荷重繰返しを必要としている．このことより，高レベル振幅荷重の繰返し数が多いほど，高レベル振幅荷重負荷後の低レベル振幅荷重の *Kop* が低下した状態が長く続くことになる．そのために，高レベル振幅荷重の繰返し数が多いほうが，き裂進展速度の加速現象がより顕著になったものと考えられる．

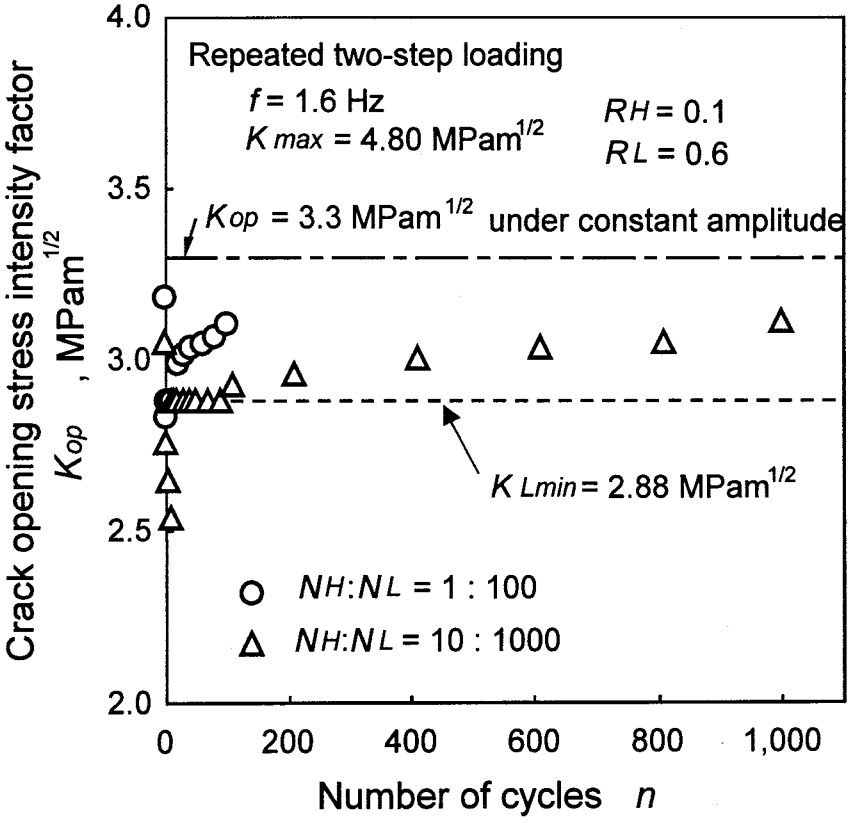


Fig. 4-18　Variation of *Kop* in one block (Test I -4, 5).

Fig. 4-19にλとき裂長さの関係を示す．高レベル振幅荷重の繰返し数にかかわらず，図中白印で示したλ*Keq* は 1 以上の値となり，危険側の予測となる．一方，λ*Keff,eq* はいずれの場合においても 0.7~1.0 程度であり，高レベル振幅荷重の繰返し数によらず，λ*Keff,eq* はき裂進展速度を安全側に予測できる．

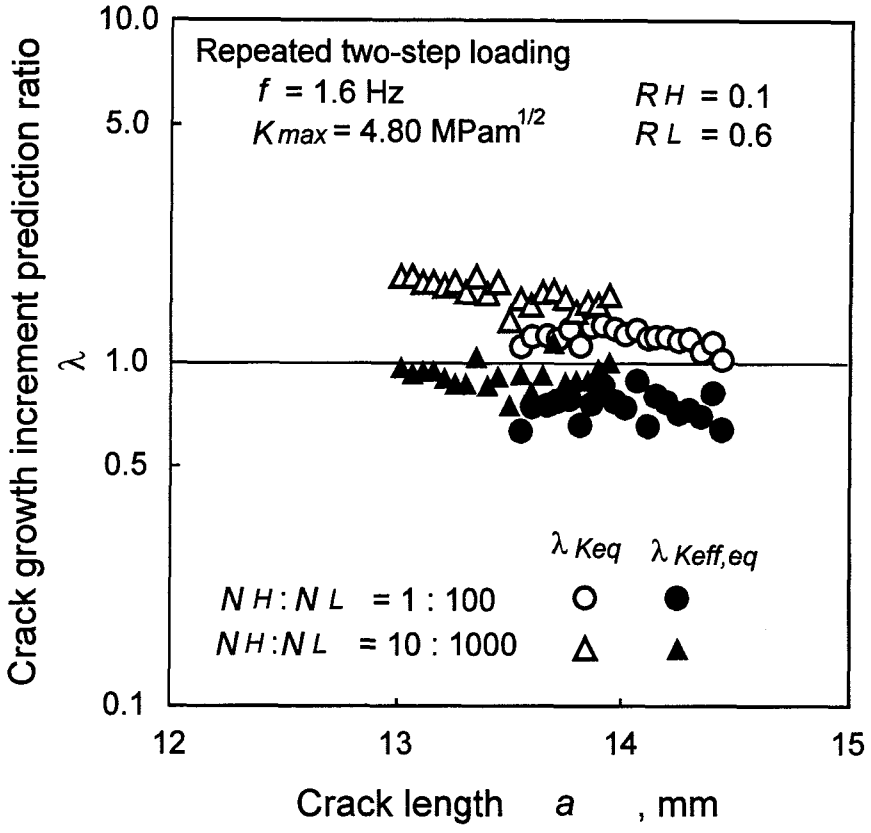


Fig. 4-19 Crack growth increment prediction ratio for loading pattern I (Test I -4, 5).

4.3.3 K_{min}値をそろえた2段繰返し変動荷重試験

4.3.3.1 過大荷重比の影響

Fig. 4-20にTestⅡ-1~4の低レベル荷重でのき裂進展速度$\left(\frac{da}{dn}\right)_L^*$をき裂長さで整理したものを示す．図中には低レベル荷重と等しいK_{max}値および応力比Rをもつ一定振幅荷重下のき裂進展速度を破線で示している．低レベル荷重の一定振幅荷重下のき裂進展速度に比べ，2段繰返し変動荷重の低レベル荷重でのき裂進展速度は加速している．このように，過大荷重負荷が繰返されるような2段繰返し変動荷重下においても4.2.1節の過大荷重試験と同様に，き裂進展速度の加速が認められた．また，K_{max}値をそろえた2段繰返し変動荷重試験と同様に，過大荷重比の増加にともない，進展速度の加速は顕著にな

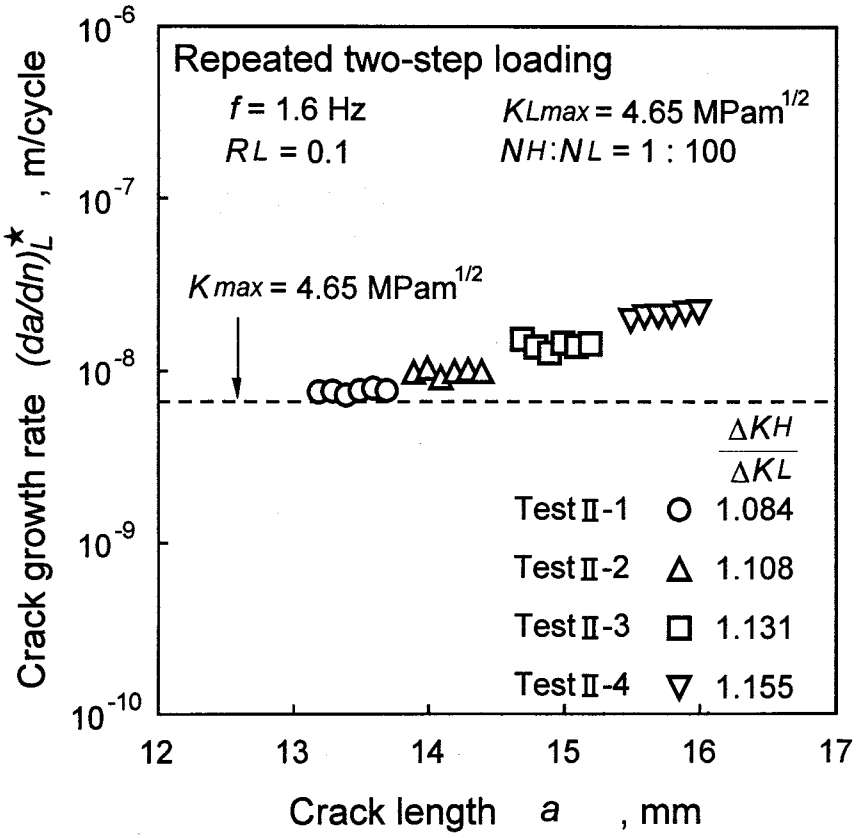


Fig. 4-20 Fatigue crack growth rate under loading pattern Ⅱ (TestⅡ-1~4).

っている．

Fig. 4-21に過大荷重比が 1.131 (TestⅡ-3) のときの 1 ブロック内での荷重ー引算変位ヒステリシスと開口点の変化を示す．また，荷重ー引算変位ヒステリシスから測定した 1 ブロック内での K_{op} の変化をFig. 4-22に示す．K_{max} 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重下の K_{op} と同様に，高レベル振幅荷重負荷後の低レベル振幅荷重下の K_{op} は低下し，その後徐々に上昇する傾向が認められた．このような K_{op} の変化は，K_{max} 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重下と同様に高レベル振幅荷重負荷によるインターロッキングの破砕のためと考えられる．また，Fig. 4-23に TestⅡ-1～4 における K_{op} の変化をまとめて示す．Fig. 3-11 で示したような K_{op} のばらつきのため，過大荷重比のもっとも小さい試験(TestⅡ-1)では，低レベル荷重の一定振幅荷重試験におけるき裂開口応力拡大係数(K_{op}=2.2MPam$^{1/2}$)に比べ，K_{op} が大

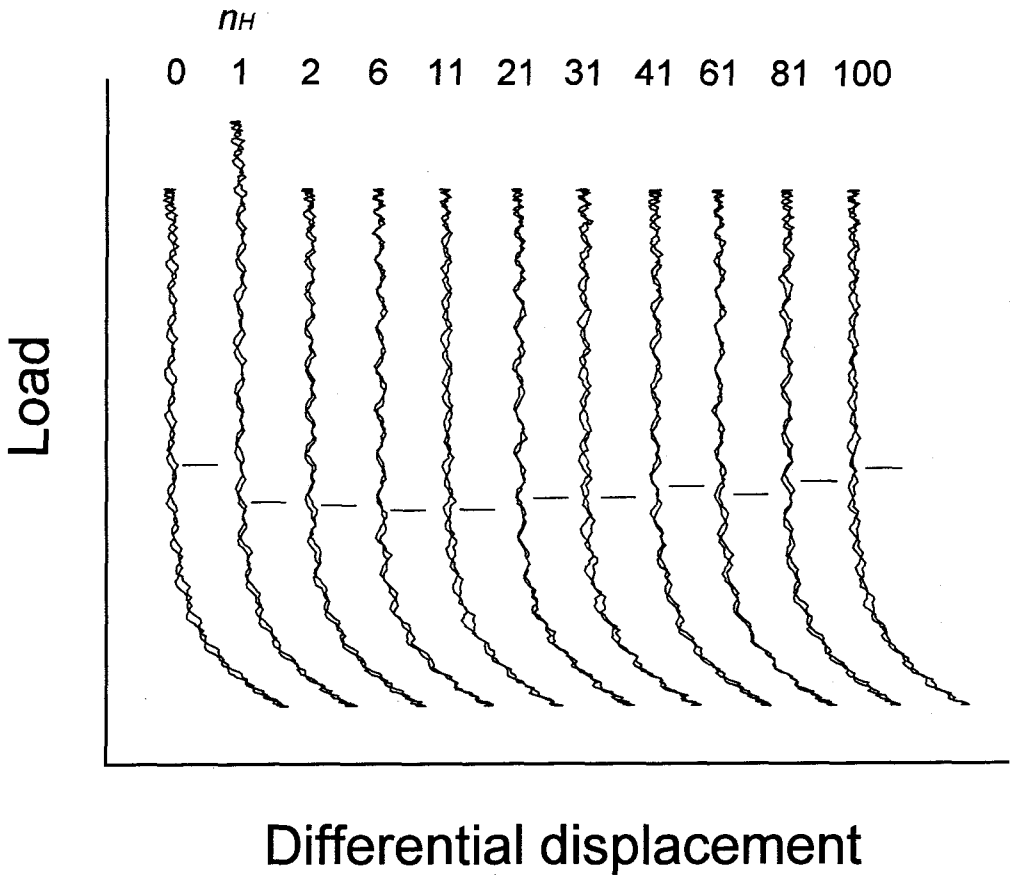


Fig. 4-21　Hysteresis in one block (TestⅡ-3).

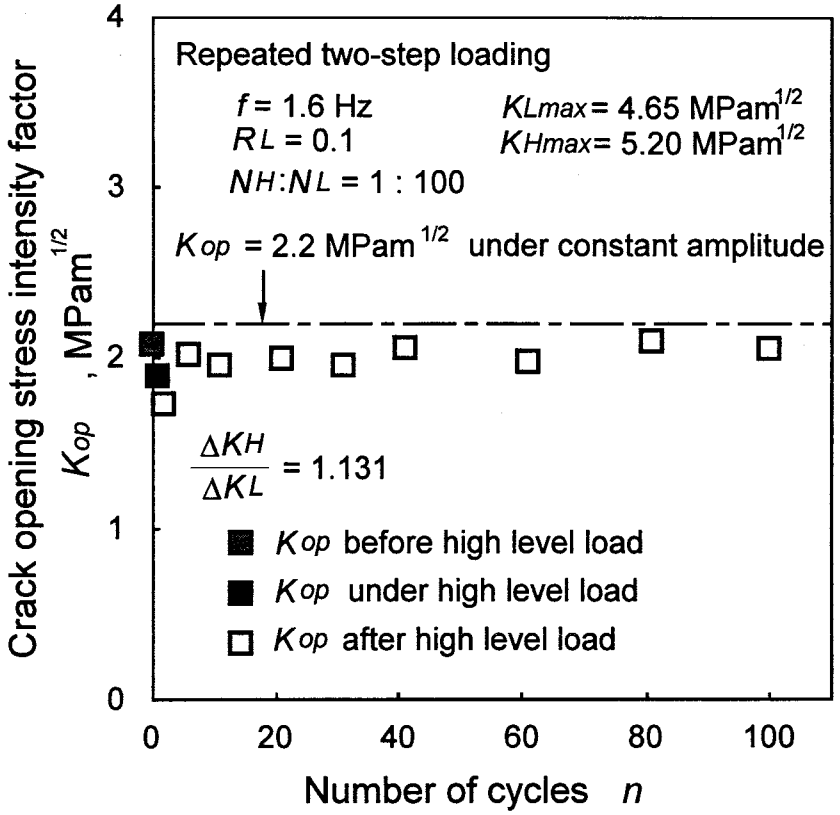


Fig. 4-22 Variation of *Kop* in one block (Test II -3).

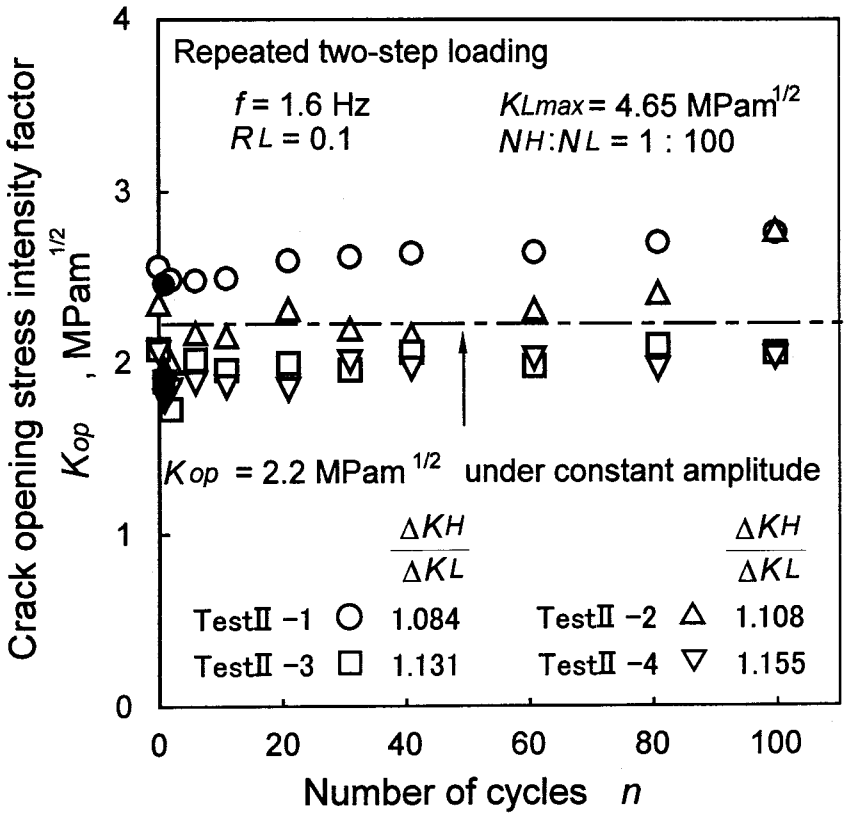


Fig. 4-23 Variation of *Kop* in one block (Test II -1~4).

きくなっているものの，K_{max}値をそろえた2段繰返し変動荷重下と同様に，過大荷重比が大きくなるにつれて，K_{op}は低下している．このことから，K_{min}値をそろえた2段繰返し変動荷重試験においても，K_{op}の低下が進展速度の加速を引き起こしたものと考えられる．

Fig. 4-24にλとき裂長さの関係を示す．図中白印で示したλ_{Keq}は過大荷重比が大きくなるにしたがって大きくなり，1以上の値となっている．このことから，K_{max}値をそろえた2段繰返し変動荷重試験と同様に，da/dn-ΔK_{eq}関係に基づくλ_{Keq}は危険側の予測を与えることがわかる．一方，$\lambda_{Keff,eq}$は過大荷重比によらずほぼ一定の値となっており，巨視的に測定されたき裂開閉口挙動を考慮することによって，過大荷重比の影響がほぼ消失していることがわかる．しかしながら，$\lambda_{Keff,eq}$は1.5程度となっており1より大きな値を示している．このように，K_{min}値をそろえた2段繰返し変動荷重下においては，巨視的に測定されたき裂開閉口挙動を考慮しても危険側の予測を与えることとなった．この原因としては，以下のことが考えられる．K_{min}値をそろえた2段繰返し変動荷重下では，高レベル振幅荷重の応力振幅に加えて最大荷重の両者が変動する．3.6節で述べたように最大荷重が大きくなるとK_{op}は上昇するが，応力振幅が大きくなるとK_{op}は低下する．したがって，最大荷重と応力振幅の両者が変動するような場合，K_{op}の上昇傾向と低下傾向が合わさり，巨視的に測定したK_{op}では精度よく測定できていない可能性がある．さらに，3章で述べたようにda/dn-$\Delta K_{eff,eq}$関係の指数mは22.6と非常に大きな値であるため，K_{op}の測定誤差が拡大され，$\lambda_{Keff,eq}$は定量的な評価を行えるまでには至らなかったものと考えられる．

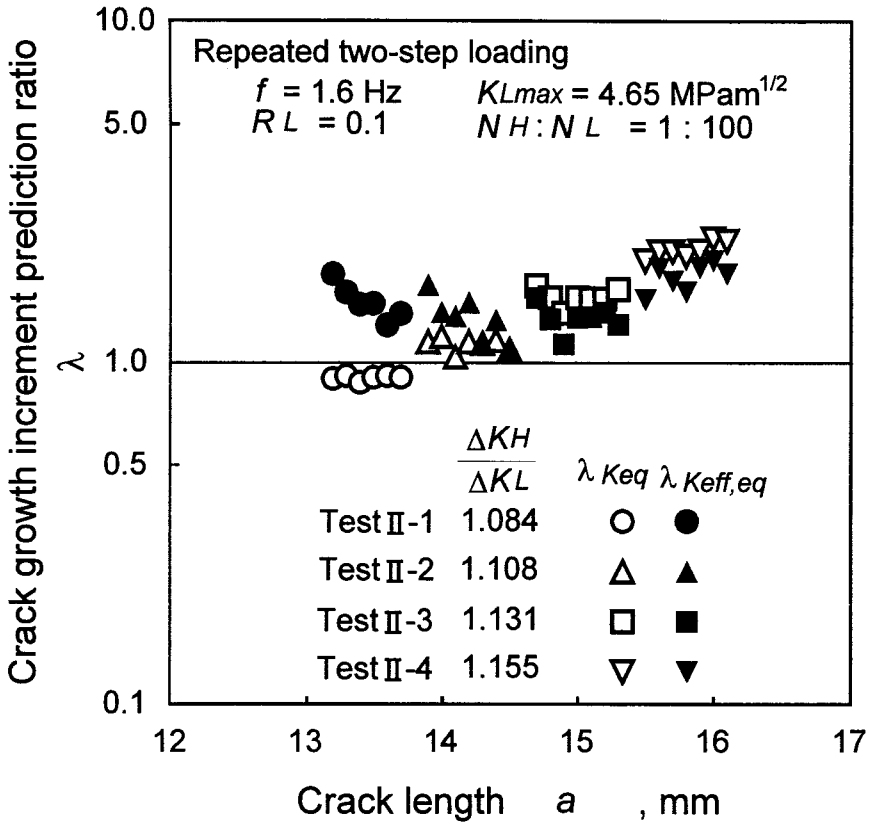


Fig. 4-24 Crack growth increment prediction ratio for loading pattern Ⅱ (Test Ⅱ-1~4).

4.3.3.2　荷重繰返し頻度の影響

Fig. 4-25に TestⅡ-5 およびⅡ-6 の低レベル荷重でのき裂進展速度 $\left(\frac{da}{dn}\right)_L^{\star}$ をき裂長さで整理したものを示す. 高レベル荷重の繰返し数によらず, 2 段繰返し変動荷重下ではき裂進展速度は加速することがわかる. また, 高レベル荷重の繰返し数が 1 および 10 の範囲内では, き裂進展速度に及ぼす高レベル荷重の繰返し数の影響は特に認められなかった. なお, K_{max} 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重試験と同様に, 同一試験条件となる過大荷重比が 1.131 の試験(TestⅡ-3 およびⅡ-5)を行ったが, 試験片間の差異は認められなかった.

Fig. 4-26に高レベル荷重の繰返し数が 1 および 10 のときの K_{op} の変化をまとめて示す. 高レベル荷重の荷重繰返し数によらず, K_{op}

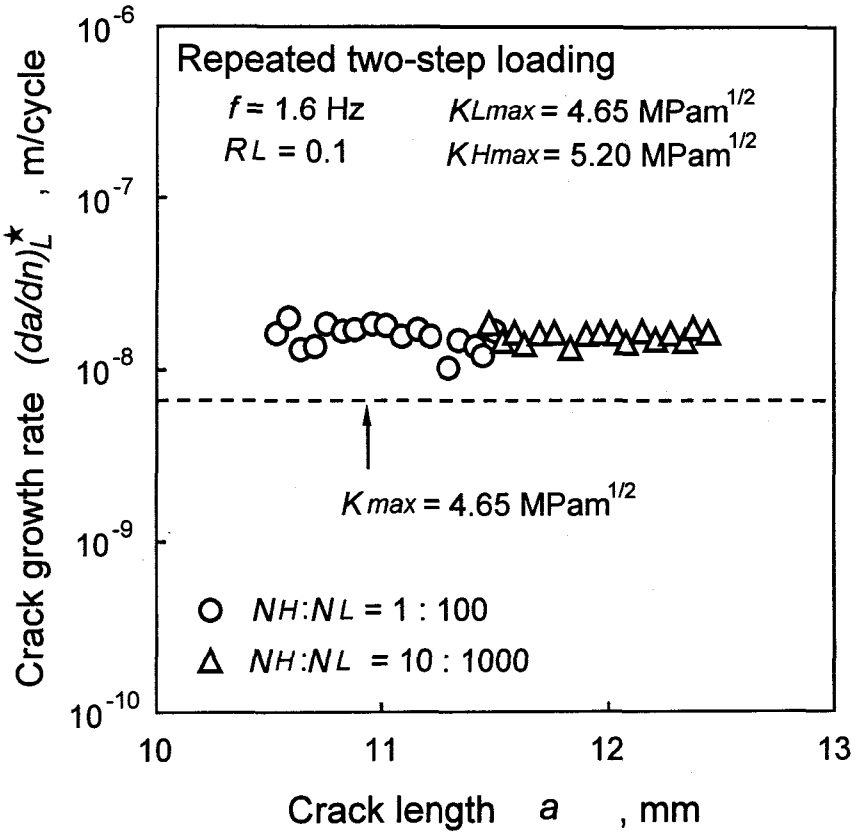


Fig. 4-25　Fatigue crack growth rate under loading pattern Ⅱ (TestⅡ-5, 6).

は高レベル荷重負荷後一旦低下し，その後上昇する傾向が見られる．また，K_{max} 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重試験の結果とは異なり，K_{min} 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重下では，高レベル荷重の繰返し数によらず，高レベル荷重負荷直前の K_{op} に回復するまでの低レベル荷重の繰返し数は同じであった．

Fig. 4-27にλとき裂長さの関係を示す．前項と同様に，λ_{Keq} は 1 以上の値となり，高レベル荷重の繰返し数によらず，危険側の予測を与えることがわかる．また，最大応力拡大係数と巨視的に測定されたき裂開閉口挙動の両者を考慮した$\lambda_{Keff,eq}$ も，1 以上の値となった．前項と同様に，$\lambda_{Keff,eq}$ は K_{min} 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重下のき裂進展速度を定量的に評価することはできなかった．

以上より，高レベル荷重負荷によるき裂開閉口挙動を考慮しない ΔK_{eq} に基づくき裂進展速度の予測は，荷重波形によらず危険側の予

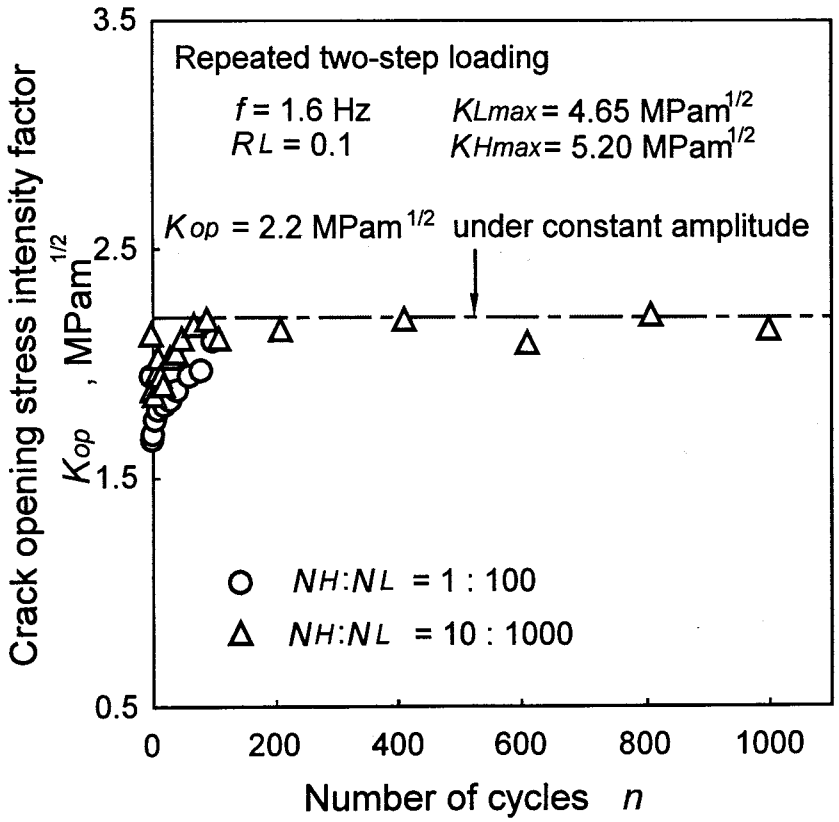


Fig. 4-26　Variation of K_{op} in one block (Test Ⅱ-5, 6).

測を与え，過大荷重比が大きくなるほど危険側の予測になることが判明した．

一方，$\Delta K_{eff,eq}$ に基づくき裂進展速度の予測は，K_{max} 値をそろえた2段繰返し変動荷重下のように，高レベル振幅荷重の応力振幅の影響のみを受ける場合，高レベル振幅荷重の繰返し数および応力比によらず，き裂先端近傍のインターロッキングの破壊は巨視的に測定したき裂開閉口挙動によって評価でき，$\Delta K_{eff,eq}$ に基づくき裂進展速度の線形加算則により，ほぼ安全側の予測ができる．さらに，K_{min} 値をそろえた2段繰返し変動荷重下のように，高レベル振幅荷重の応力振幅に加え，高レベル振幅荷重の最大値も変動するような場合，$\Delta K_{eff,eq}$ に基づく $\lambda K_{eff,eq}$ は危険側の予測となるものの，$\lambda K_{eff,eq}$ はほぼ一定の値となり，荷重条件によらないことがわかる．したがって，2

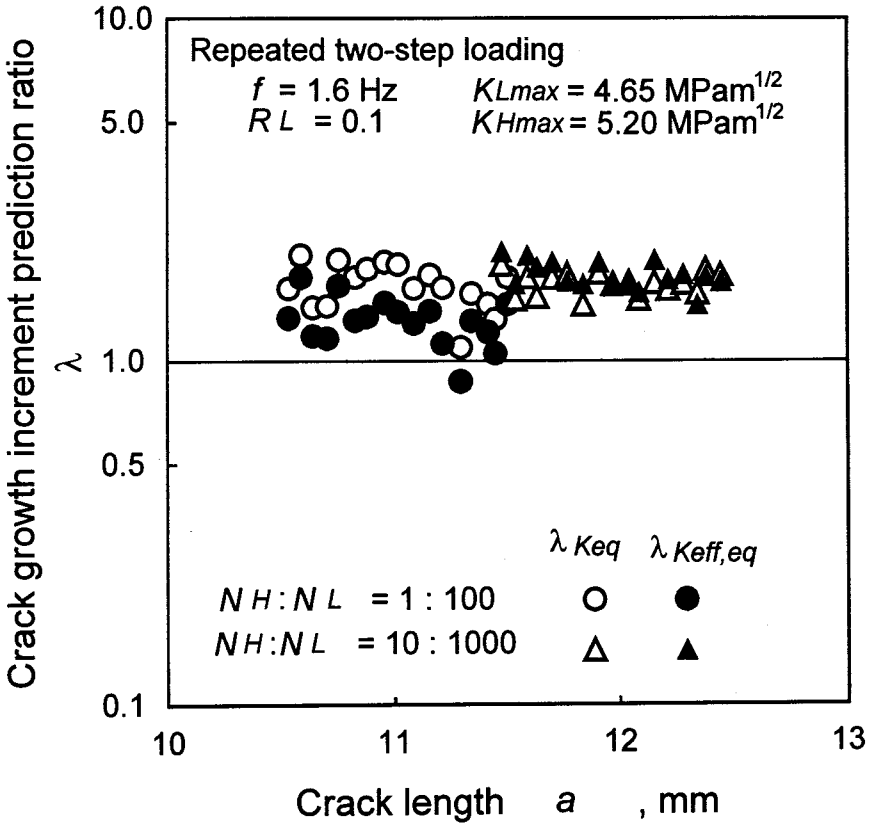


Fig. 4-27 Crack growth increment prediction ratio for loading pattern Ⅱ (Test Ⅱ-5, 6).

段繰返し変動荷重下のき裂進展速度を評価する場合，最大応力拡大係数と巨視的に測定したき裂開閉口挙動の両者を考慮した$\Delta K_{eff,eq}$に基づくき裂進展速度の予測が有効であるといえる．

4.4 結言

ガス圧焼結窒化けい素を供試材料に用いて，変動荷重試験を行い，変動荷重下の疲労き裂進展挙動について検討した．以下に得られた結果の要約を示す．

(1) 窒化けい素のき裂進展速度は，過大荷重が負荷されることにより加速する．また，過大荷重負荷によるき裂進展速度の加速は，比較的短いき裂進展で回復する．

(2) 2 段繰返し変動荷重下におけるき裂進展速度は荷重条件によらず，一定振幅荷重試験の結果から予想されるき裂進展速度に比べ加速する．また，高レベル振幅荷重が大きくなるにつれて，加速は顕著になる．

(3) 荷重変動によるき裂進展速度の加速現象は，高レベル荷重が負荷されたことによって，き裂ウェイクに形成されていたインターロッキングの破砕が促進され，応力遮へい効果が低下したために生じたものと考えられる．

(4) 2 段繰返し変動荷重下のき裂進展速度の予測を行う場合，最大応力拡大係数 K_{max} と応力拡大係数範囲ΔK の両者を考慮した等価応力拡大係数範囲ΔK_{eq} ($= K_{max}^{\gamma}\Delta K^{(1-\gamma)}$)とき裂進展速度 da/dn の関係に基づくき裂進展速度の線形加算則による予測は，荷重条件によらず危険側の予測を与える．

(5) K_{max} 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重下のように，高低両応力レベルの K_{max} 値が一定で応力振幅のみが変動するような場合，き裂先端近傍のインターロッキングの破砕は，巨視的に測定したき裂開閉口挙動によって評価でき，K_{max} と有効応力拡大係数範囲ΔK_{eff} の両者を考慮した等価有効応力拡大係数範囲$\Delta K_{eff,eq}$ ($= K_{max}^{\gamma'}\Delta K_{eff}^{(1-\gamma')}$)と da/dn の関係に基づくき裂進展速度の線

形加算則により，ほぼ安全側の予測ができる．

(6) 最小応力拡大係数 K_{min} 値をそろえた2段繰返し変動荷重下のように，応力振幅の変動に加え K_{max} 値も変動するような場合，da/dn-$\Delta K_{eff,eq}$ 関係に基づくき裂進展速度の線形加算則による予測は危険側の予測となる．しかしながら，最大応力拡大係数と巨視的に測定したき裂開閉口挙動の両者を考慮することにより過大荷重比および荷重繰返し頻度の影響が消失し，荷重条件によらないき裂進展速度の評価ができる．

参考文献

1) C. J. Girbert, R. H. Dauskardt and R. O. Ritchie, J. Am. Ceram. Soc., **78**, 2291(1995).

2) G. Choi, S. Horibe and Y. Kawabe, Acta Metall. Mater., **42**, 1407(1994).

3) R. H. Dauskardt, D. B. Marshall and R. O. Ritchie, J. Am. Ceram. Soc., **73**, 893(1990).

4) 例えば，日本材料学会編，“疲労設計便覧”，p.225 (1995) 養賢堂.

第 5 章　窒化けい素－窒化ほう素複合焼結セラミックスの疲労き裂進展挙動

5.1　緒言

構造用材料として最も期待されている窒化けい素(Si_3N_4)は，他のセラミックスに比べ，強度，耐摩耗性に優れ，高じん性であるなどの優れた特性を有しており，窒化けい素の疲労特性については 3 および 4 章で述べてきた．しかし，窒化けい素は優れた特性を有しているものの，難加工材であることから機械構造物への適応が難しい．一方，機械加工性に優れたセラミックスとして，窒化ほう素(BN)が挙げられる．窒化ほう素はその他にも耐熱性，耐熱衝撃性，電気絶縁性といった特性に優れている．しかし窒化ほう素は，窒化けい素に比べると強度や耐摩耗性が劣るため，構造用部材としては適していない．そこで窒化けい素と窒化ほう素を複合し，両者の優れた機械的特性と機械加工性を合わせ持つ複合セラミックスの開発が試みられている[1)]．

窒化ほう素と複合させるセラミックスには，窒化けい素の他にも窒化アルミニウム，アルミナ，ジルコニアなどがあるが，いずれの場合にも窒化ほう素の含有量が増加するほど耐熱衝撃温度が上昇するものの，曲げ強度が低下することが報告されている[2)]．これらの複合セラミックスの中で，窒化けい素と複合した場合，他の材料よりも曲げ強度が比較的高く，また，窒化けい素単体では難しい超硬工具による切削加工が可能となる．そのため，機械構造物への適用が比較的容易であり，窒化ほう素との複合セラミックスの中では構造用材料として適していると考えられる．同材の構造用部材への適応を考えた場合，繰返し荷重下の疲労特性を把握する必要があるものの，同材の疲労に関する研究はほとんど行われておらず，その疲労特性は明らかにされていない．

そこで本章では，窒化ほう素含有量の異なる 3 種の窒化けい素－窒化ほう素複合焼結セラミックスを供試材料に用い，一定振幅荷重

試験および 2 段繰返し変動荷重試験を行い，疲労き裂進展挙動を調べ，さらにき裂開閉口挙動についての検討も加えた．

5.2 供試材料

供試材料として(株)川崎製鉄製の Si_3N_4-BN 複合焼結体(以下 SNB 焼結体と略称する)を用いた．SNB 焼結体の製造に用いた Si_3N_4 および BN の原料粉末の特性をTable 5-1に，SNB 焼結体の製造方法をFig. 5-1に示す．SNB 焼結体の作成は以下のようにして行われた．粉末全体に対して BN の含有量を 20，30，40mass%配合し，さらに焼結助剤として Al_2O_3，Y_2O_3 粉末を添加して，水とともにボールミル中で均一混合した高濃度水スラリーを調整する．この水スラリーを成形する石膏型に注入して成形体を得て，乾燥，脱脂後 1800℃，9×10^5 Pa N_2 中で焼成する事によって作成されている． BN 含有量の異なる 3 種の SNB 焼結体の機械的性質をTable 5-2に示す．BN 含有量の増加にともなって曲げ強度，ヤング率，破壊じん性値などは低下している．それに対して，耐熱衝撃温度は BN 含有量の増加にともない上昇している．ここで，それぞれの材料の破壊じん性値は，CT 試験片を用いて行った破壊じん性試験により測定した結果であり，破壊じん性試験に用いた試験片枚数は，各材料につき 1 枚である．

これら 3 種の SNB 焼結体の代表的な静的破面の SEM 観察写真をFig. 5-2に示す．本章で用いた SNB セラミックスの比較材として，Fig. 5-2(d)に 3 章，4 章で用いた窒化けい素(EC-141)の静的破面を合わせて示している．SNB20 では，(d)に示した窒化けい素単体で見られる β-Si_3N_4 の柱状晶(図中 A)の発達が認められるが，BN 含有量が多くなるにつれて柱状晶の発達が低下し，SNB40 では柱状晶はほとんど認められない．一方，窒化けい素単体では存在しないりん片形状の BN 粒子の集合体と考えられる凝集粒(図中 B)が，BN 含有量の増加にともなって顕著になっていることが確認できる．

Table 5-1 Properties of Si_3N_4 and BN powder.

		Si_3N_4	BN
$\alpha/(\alpha+\beta)\times100$ (%)		93	—
Impurities	Fe (ppm)	1800	60
	Al (ppm)	1500	<10
	Ca (ppm)	1800	<10
	Mg (ppm)	<100	<10
Specific surface area (m^2/g)		7	50～60
Particle size (D_{50} : μm)		1.2	0.1

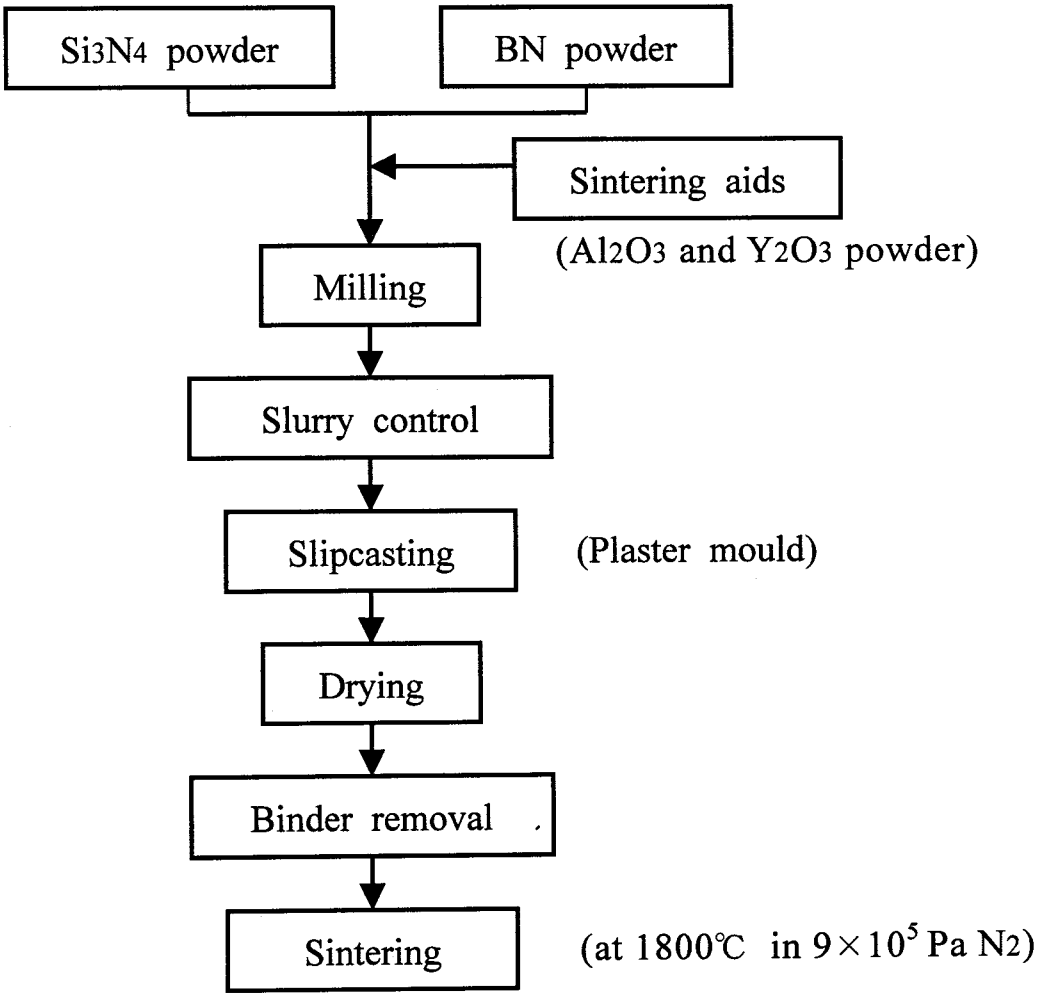
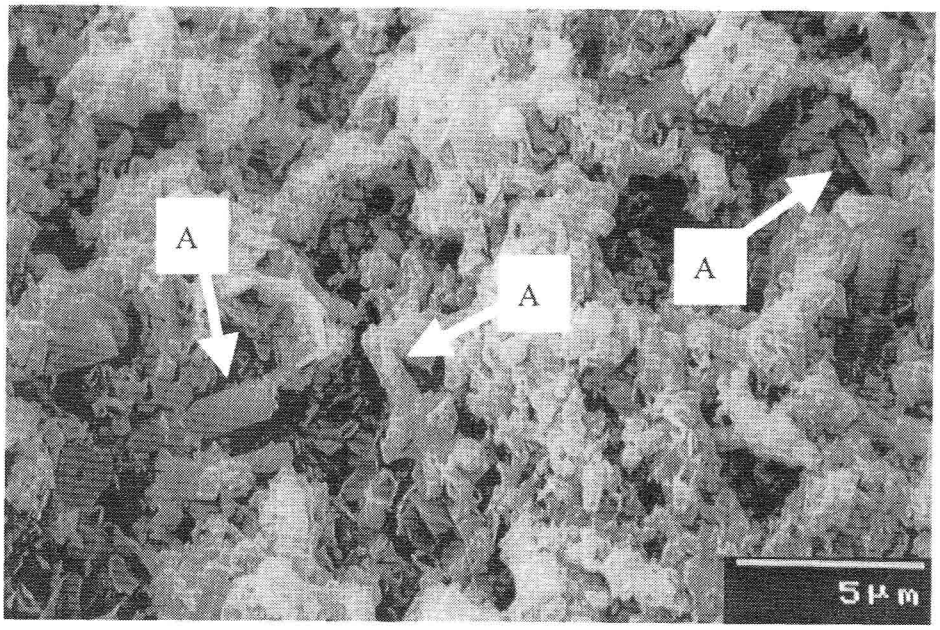


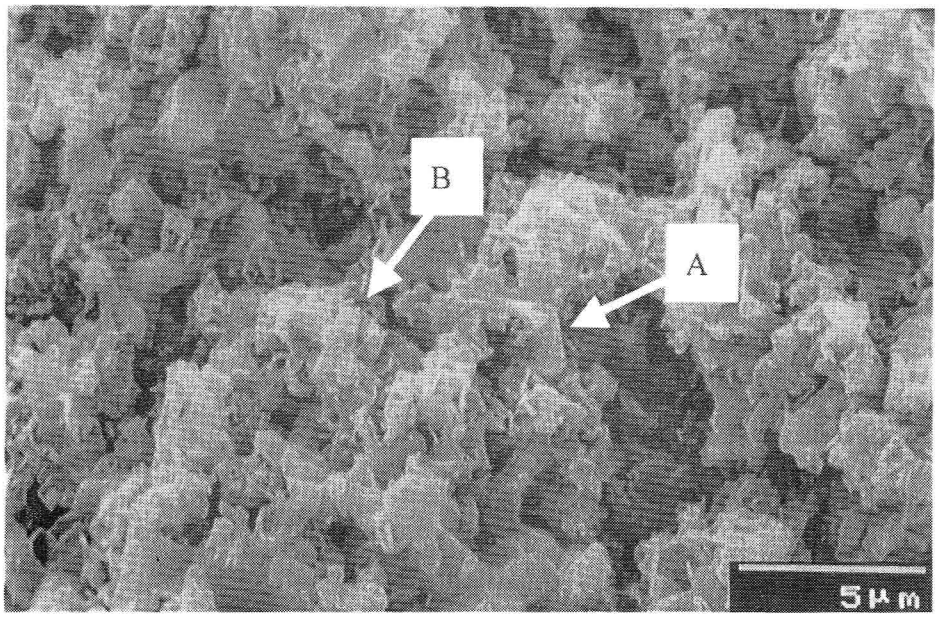
Fig. 5-1 Manufacturing process.

Table 5-2 Mechanical properties of materials.

Materials	Bending strength (MPa)	Young's modulus (GPa)	Shore hardness	Fracture toughness ($MPam^{1/2}$)	Thermal shock resistance (℃)
SNB20	206	58.9	25	2.1	760
SNB30	108	34.1	15	1.5	810
SNB40	59	17.1	12	0.96	850

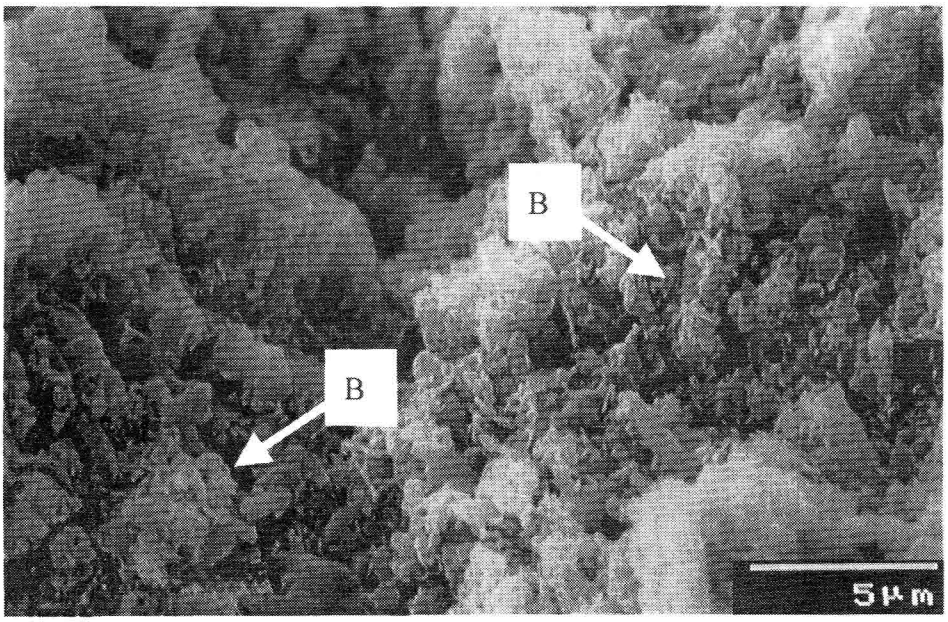


(a) SNB20

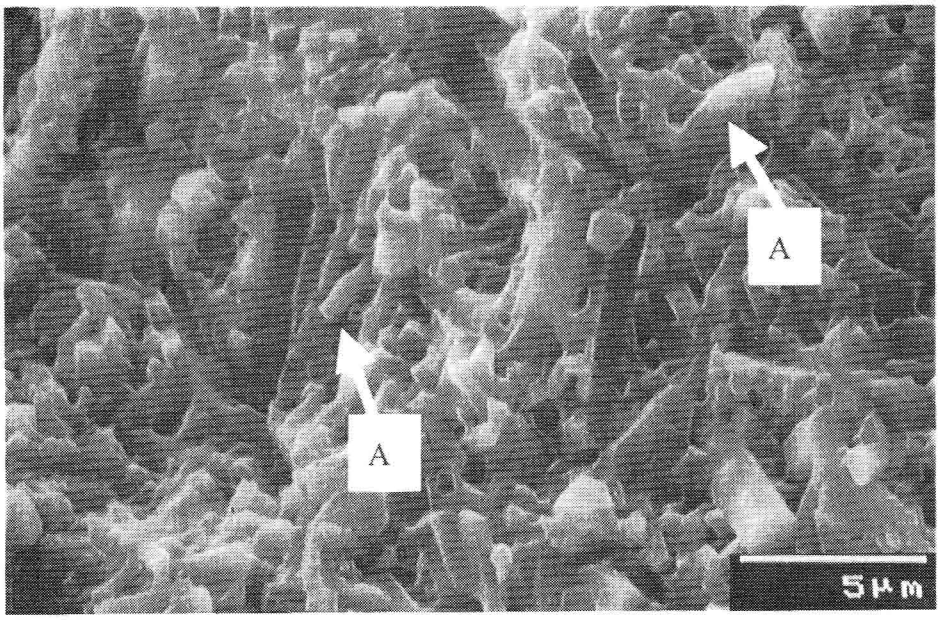


(b) SNB30

Fig. 5-2 SEM photographs of static fracture surface.



(c) SNB40



(d) Si_3N_4 (EC-141)

Fig. 5-2 Continued.

5.3　試験方法

一定振幅荷重試験は，各材料ともに応力比を R=0.1 および 0.3 とした応力比一定試験を行った．また，荷重変動の影響を調べるために，Fig. 5-3に示す荷重波形を用い，Table 5-3に示す試験条件で 2 段繰返し変動荷重試験を行った．各材料とも，2 段繰返し変動荷重試験を行う前に，同一試験片上で低レベル荷重と同一の荷重条件で一定振幅荷重試験を行っている．なお，すべての試験において，繰返し速度 f=1.6Hz である．また，試験片形状および寸法は 3 章で示した CT 試験片と同一形状のものを用いている．

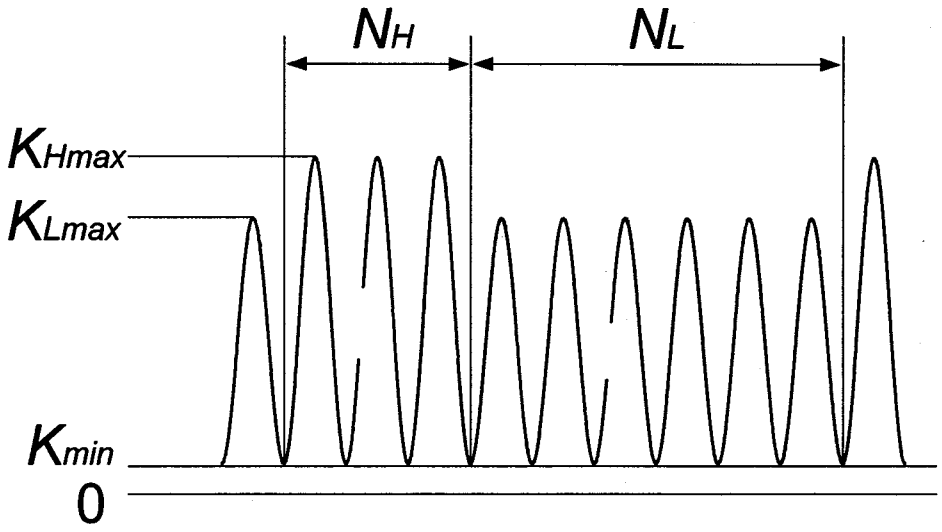


Fig. 5-3　Repeated two-step loading pattern.

Table 5-3　Repeated two-step loading test condition.

Material	R_L	K_{Lmax}	K_{Hmax}	$\frac{\Delta K_H}{\Delta K_L}$	$N_H : N_L$
SNB20	0.1	1.52	1.64	1.08	1 : 100
			1.67	1.11	
			1.70	1.13	
			1.74	1.16	
SNB30		1.11	1.24	1.13	
SNB40		0.72	0.81	1.13	

5.4　一定振幅荷重下の疲労き裂進展挙動

Fig. 5-4に SNB20，30，40 の R=0.1 および 0.3 におけるき裂進展速度 da/dn と最大応力拡大係数 K_{max} の関係を示す．Fig. 5-4中の黒印および白印はそれぞれの材料で行った R=0.1 および 0.3 の応力比一定試験の結果である．また，灰色印で示した試験結果も R=0.1 の一定振幅荷重試験の結果であるが，黒印で示した R=0.1 の一定振幅荷重試験を行った試験片とは異なる試験片で行った結果である．黒および白印の応力比一定試験の結果を見ると，SNB セラミックスのいずれの材料においても，R=0.1，0.3 ともに da/dn-K_{max} 関係はほぼ直線関係となっている．また各材料とも，同一 K_{max} 値に対するき裂進展速度は，R=0.3 に比べ R=0.1 のほうが若干速くなっており，進展速度の応力比依存性が見られる．また，黒印と灰色印を比べると，同じ R=0.1 の試験結果であるにもかかわらず，灰色印の試験結果は黒色で示し

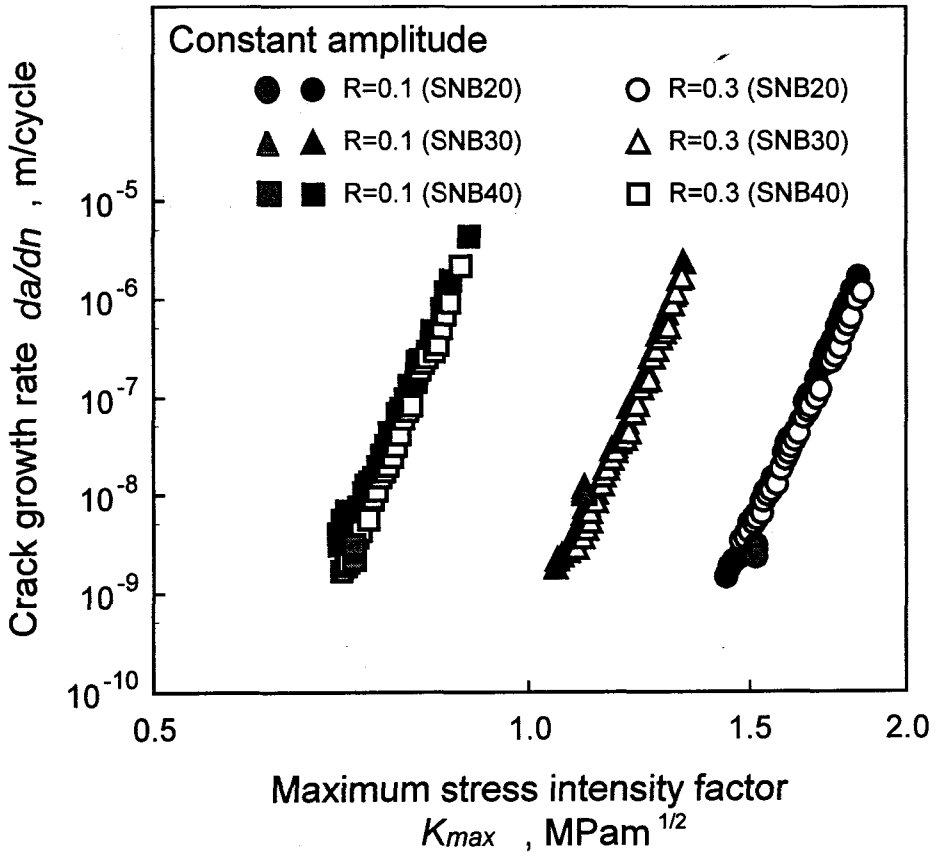
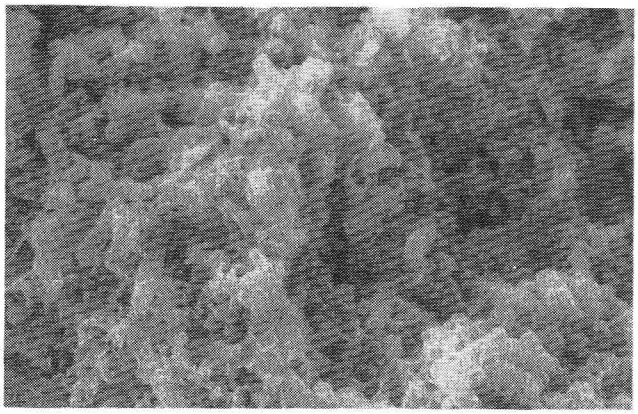


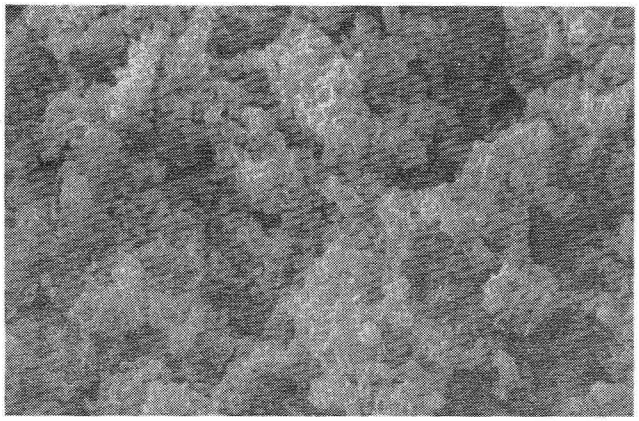
Fig. 5-4　Relationship between da/dn and K_{max} (SNB).

た応力比一定試験のデータに重なっていない．このように，3 章で述べた窒化けい素(EC-141)では見られなかった試験片間の差が，SNB セラミックスでは存在することがわかる．

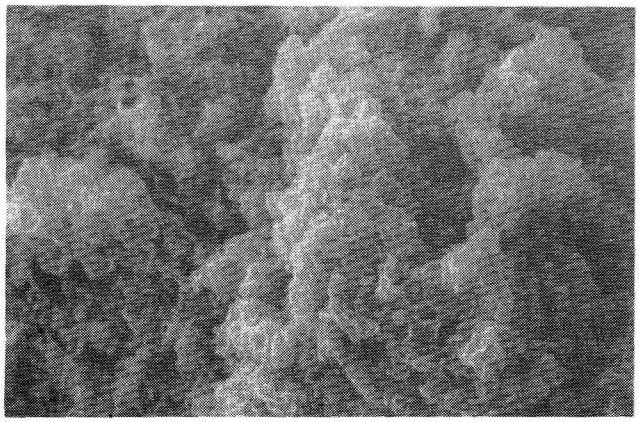
各材料の代表的な疲労破面の SEM 写真をFig. 5-5に示す．各材料ともに破面は粗くなっており，き裂が屈曲しながら進展したことがわかる．このように，破面が粗いためにき裂上下面においてき裂面がかみ合い，インターロッキングによる応力遮へい効果が生じていると考えられる．そのため，同一 K_{max} 条件下において，応力比が小さいほど，すなわち応力振幅が大きいほど，インターロッキング部での粒子の摩耗，破砕が生じやすいため，da/dn は高速になったと考えられる．このように，各材料とも一定振幅荷重下における窒化けい素の結果と同様に，da/dn は K_{max} のみによって一義的に決定されない．



(a) SNB20 5μm



(b) SNB30 5μm



(c) SNB40 5μm

Fig. 5-5 SEM photographs of fatigue fracture surface.

比較材として3および4章で用いたEC-141の結果を合わせたものをFig. 5-6に示す．各材料において，同一進展速度に対する K_{max} 値を比べると，BN 含有量が増加するにともなって，K_{max} 値は低下する傾向が見られた．この進展速度曲線における BN 含有量の増加にともなう進展抵抗の低下は，Table 5-2に示したヤング率(E)および破壊じん性値(K_{IC})の低下傾向と一致している．そこで，K_{max} を E および K_{IC} でそれぞれ正規化した K_{max}/E および K_{max}/K_{IC} で da/dn を整理しなおしたものをFig. 5-7およびFig. 5-8に示す．一般に金属材料では，ヤング率が疲労き裂進展における材料支配因子であることが知られており，材料によらず疲労き裂進展速度は応力拡大係数をヤング率で正規化したもので整理できる[3]と報告されている．しかし本材では，Fig. 5-7に示されるように，き裂進展速度曲線は一致せず，傾向が逆転しており，ヤング率の低下ほど進展抵抗は低下しないようである．

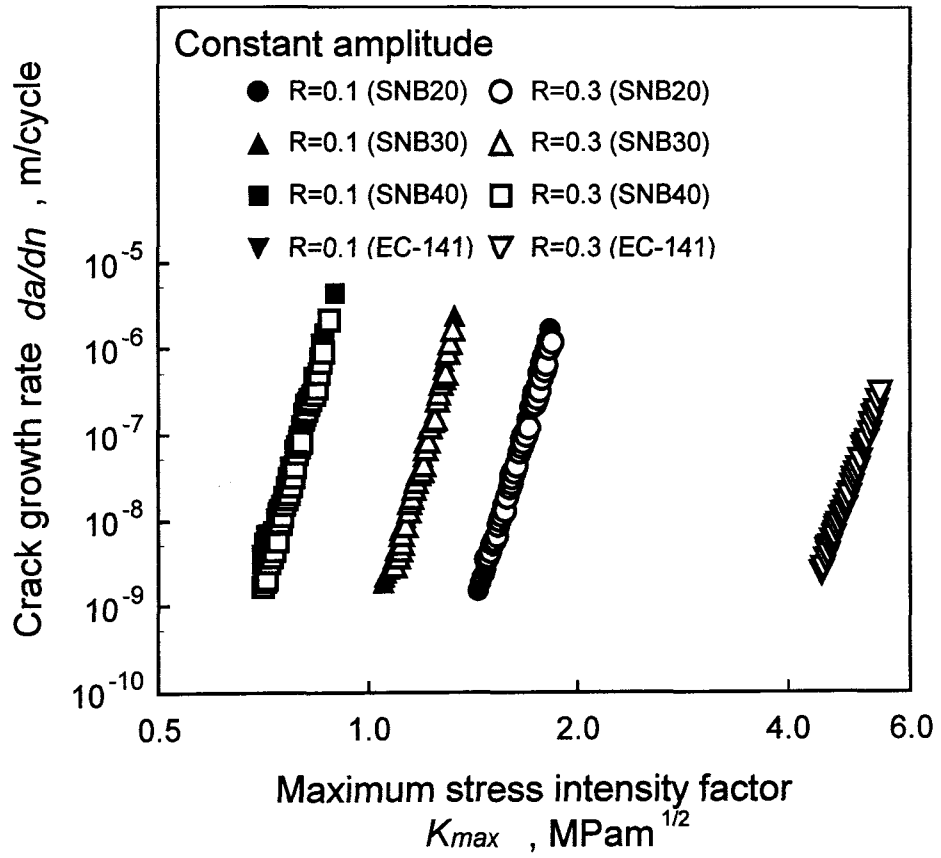


Fig. 5-6　Relationship between da/dn and K_{max}.

それに対して，Fig. 5-8に示した破壊じん性値で正規化したものは材料間の差がほぼ消失している．このことより，破壊じん性値の低下が進展抵抗の低下の主な要因であると考えられる．

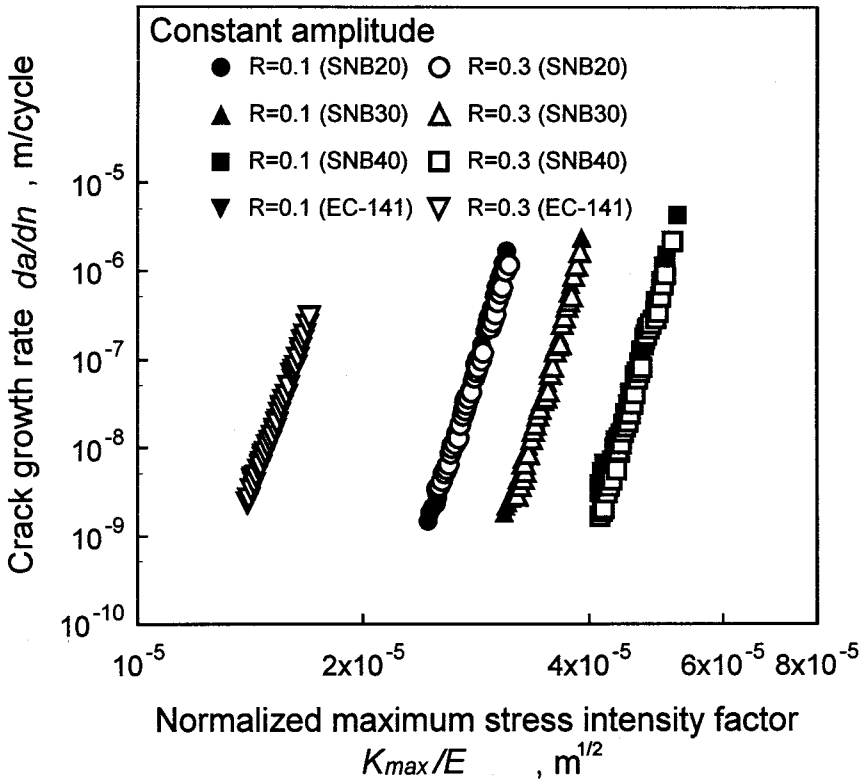


Fig. 5-7　Relationship between *da/dn* and *Kmax/E*.

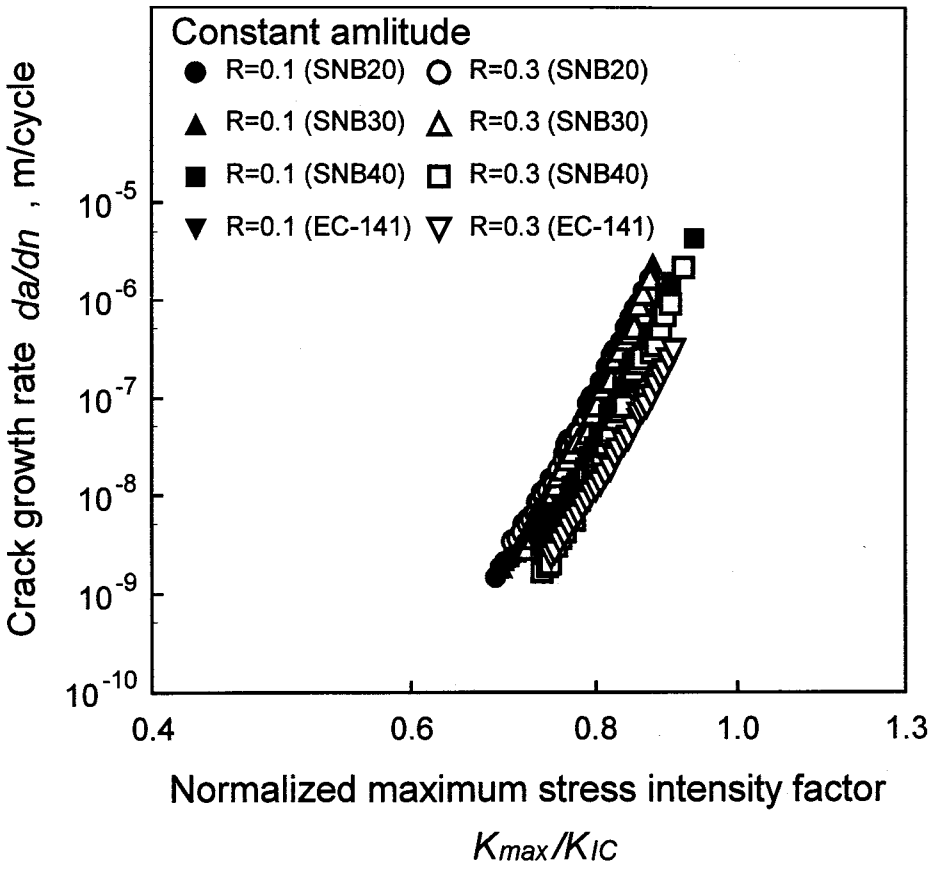


Fig. 5-8 Relationship between *da/dn* and *Kmax/KIC*.

応力拡大係数範囲ΔK によりき裂進展速度を整理したものをFig. 5-9に示す．各材料とも窒化けい素の結果と同様に，*da/dn-Kmax* 関係に比べ応力比依存性が顕著となっており，き裂進展速度はΔK に比べ *Kmax* に強く依存していることがわかる．

巨視的に測定したき裂開口応力拡大係数 *Kop* を *Kmax* で整理したものをFig. 5-10に，き裂開口比 *U* を *Kmax* で整理したものをFig. 5-11に示す．各材料とも応力比が小さいほど，同一 *Kmax* に対する *Kop* および *U* は小さくなっており，応力比の影響を受けている．これは，応力比が小さい，すなわち応力振幅が大きいほど，き裂上下面に生じた破面のかみ合い部の破砕が，より促進されたことを示唆しているものと考えられる．また，各材料とも応力比一定条件下では *Kmax* の増加にしたがって *Kop* は大きくなり，*U* はほぼ一定値をとる傾向が見られた．

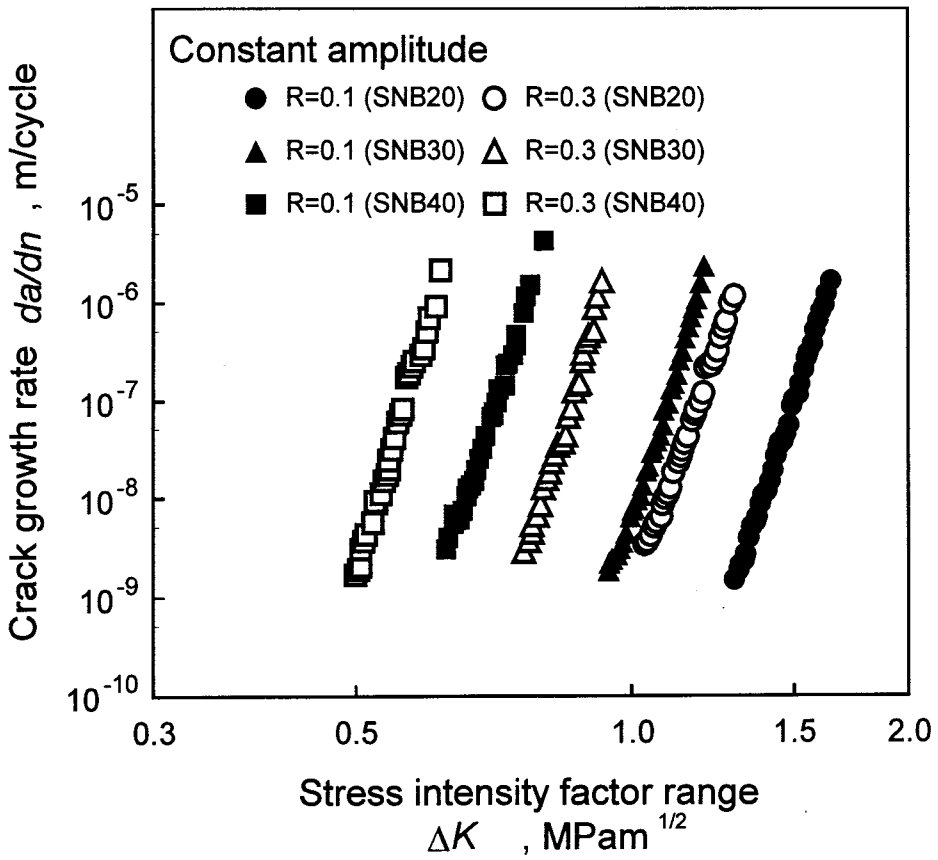


Fig. 5-9　Relationship between *da/dn* and ΔK.

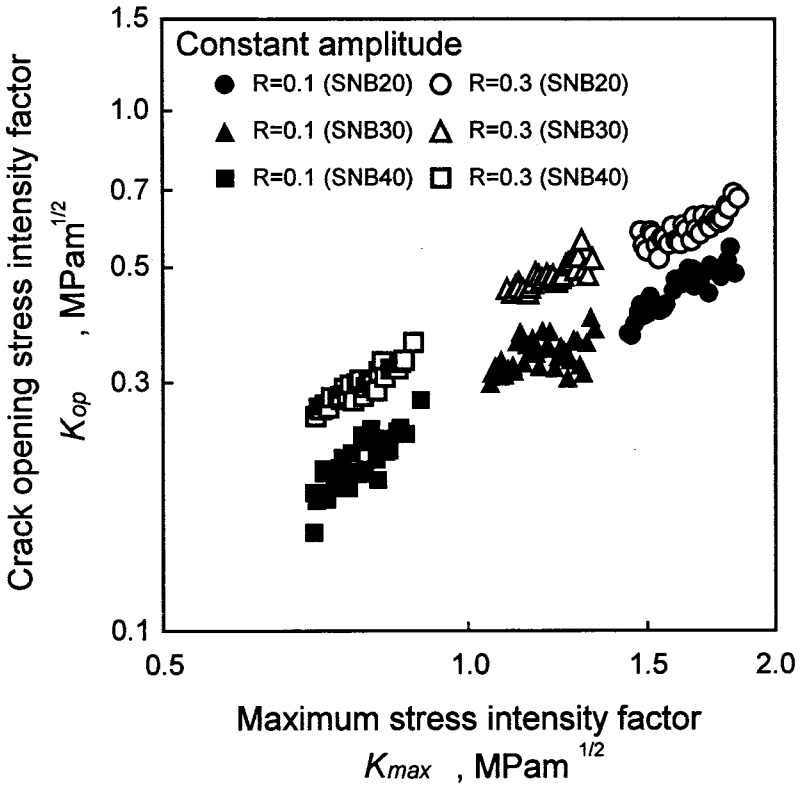


Fig. 5-10 Relationship between *Kop* and *Kmax*.

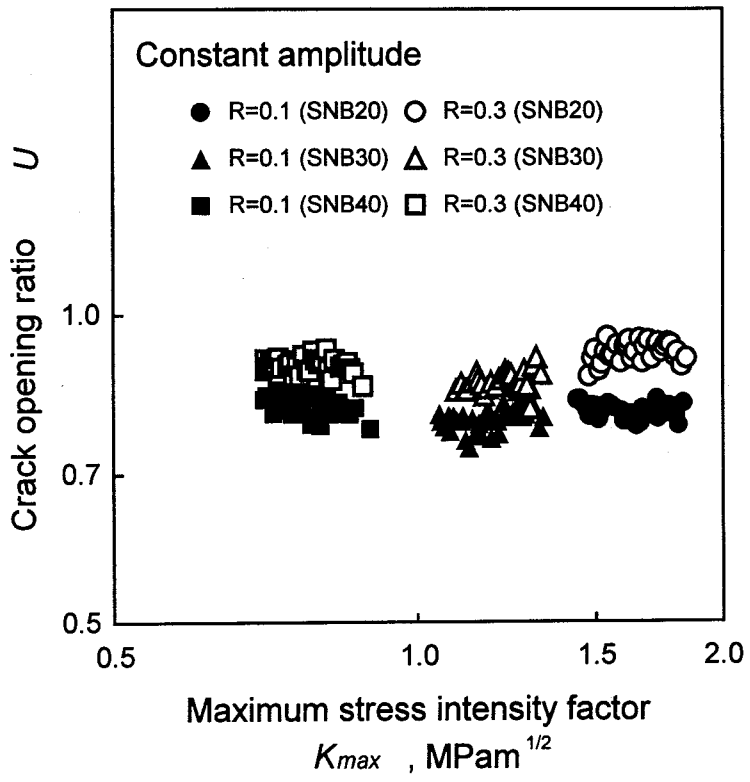


Fig. 5-11 Relationship between *U* and *Kmax*.

Fig. 5-12に有効応力拡大係数範囲ΔK_{eff}でき裂進展速度を整理した結果を示す．各材料とも，da/dn-ΔK 関係に比べ，応力比依存性は小さくなっているものの，da/dn-K_{max} 関係に比べると顕著に見られる．このことより，窒化けい素と同様に，SNB セラミックスにおいてもき裂進展速度をΔK_{eff} のみで応力比の効果を説明することはできない．

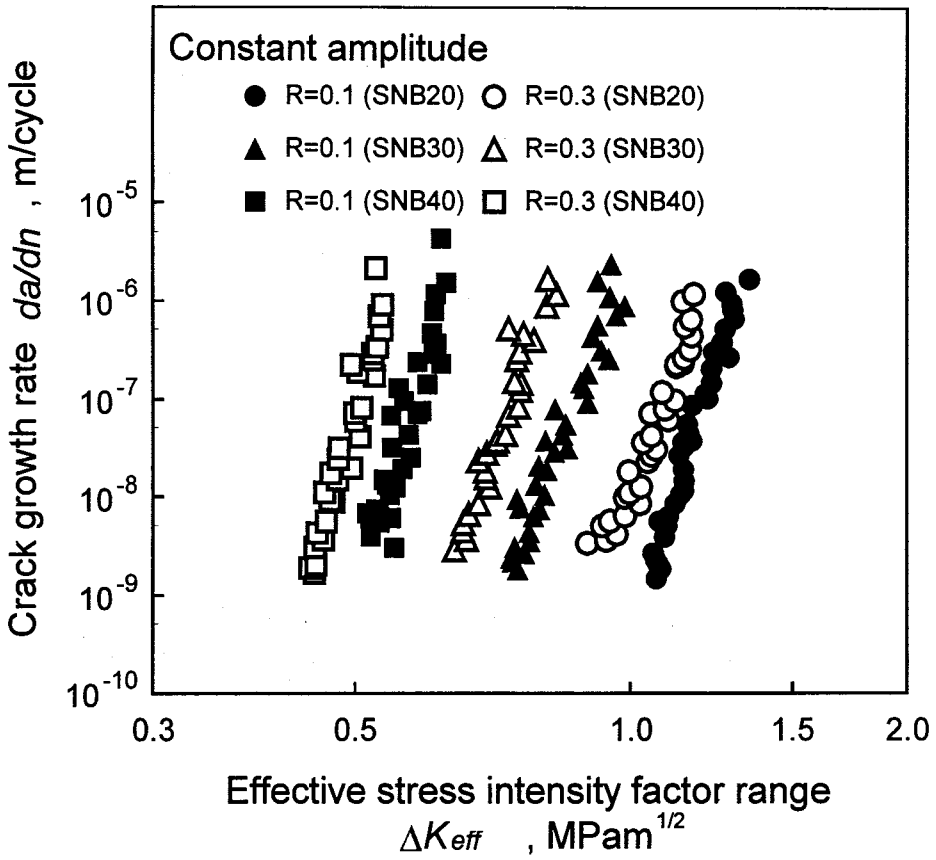


Fig. 5-12　Relationship between da/dn and ΔK_{eff}.

5.5 等価応力拡大係数による整理

3章で示した窒化けい素と同様に，本材においても $Kmax$，ΔK および$\Delta Keff$ といった破壊力学パラメータでは，き裂進展速度を一価関数で表すことはできなかった．そこで本材においても，等価応力拡大係数を用いた整理を試みた．等価応力拡大係数範囲ΔKeq および等価有効応力拡大係数範囲$\Delta Keff,eq$ はそれぞれ式(5-1)および(5-2)で表される．

$$\Delta Keq = Kmax^{\gamma}\Delta K^{(1-\gamma)} \tag{5-1}$$

$$\Delta Keff,eq = Kmax^{\gamma'}\Delta Keff^{(1-\gamma')} \tag{5-2}$$

それぞれの材料における，γおよびγ'をき裂進展速度で整理したものをFig. 5-13に示す．ここで，γおよびγ'をそれぞれ進展速度で表すと以下のようになる．

$$\gamma = a + b\times\log(da/dn) \tag{5-3}$$

$$\gamma' = c + d\times\log(da/dn) \tag{5-4}$$

ここで，各材料における式(5-3)および(5-4)中の係数 a, b, c, d をTable 5-4に3章の窒化けい素の結果を合わせて示す．Fig. 5-13より SNB セラミックスにおいても3章の窒化けい素と同様に，γおよびγ'ともにき裂進展速度に依存していることがわかる．また，き裂進展速度に対するγおよびγ'の傾向は，SNB20 を除けば，窒化けい素の場合と同様になっており，き裂進展速度の遅い領域では応力振幅の影響が大きいことが判明した．ここで，SNB20 は他の材料と異なった傾向を示しているが，これは行った試験が R=0.1 と 0.3 の2種類の応力比一定試験だけであり，R=0.1 と 0.3 におけるき裂進展速度の差は非常に小さかったために測定誤差や試験片間の差異によるものと考えられ

る．またγとγ'を比べると，材料によらず測定した全き裂進展速度領域にわたって，γのほうが大きくなっており，き裂進展速度に及ぼす影響はΔKに比べΔK_{eff}のほうが大きいことがわかる．

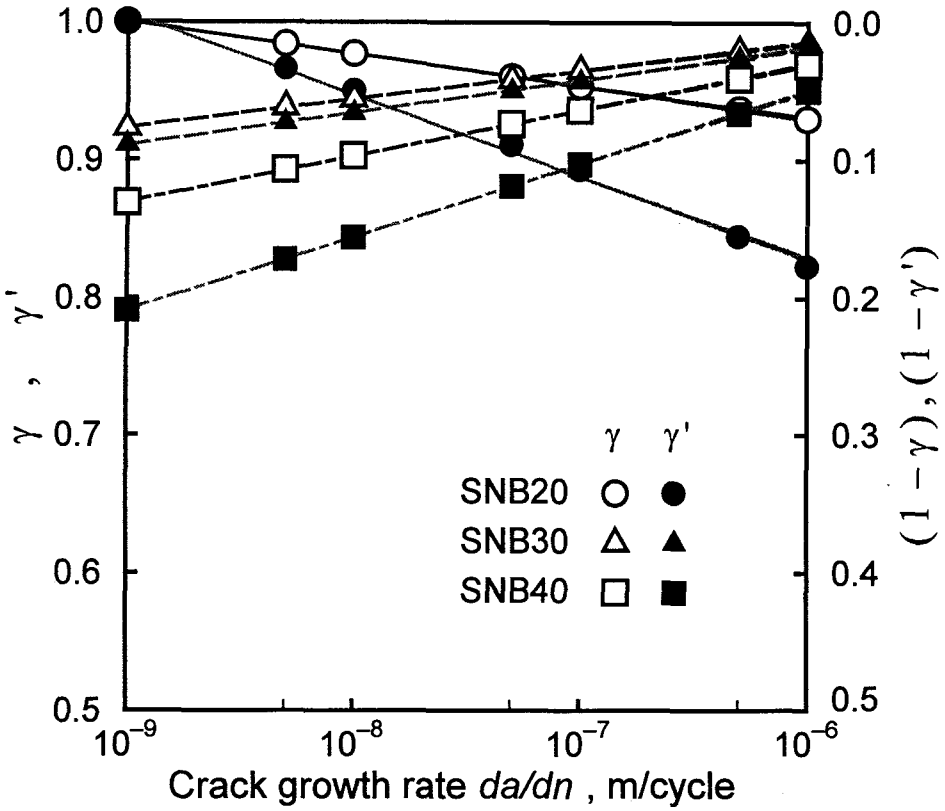


Fig. 5-13 Relationship between γ, γ' and *da/dn*.

Table 5-4 Coefficient of Eq.(5-3) and (5-4).

	γ		γ'	
	a	b	c	d
SNB20	0.79	-2.34×10^{-2}	0.48	-5.89×10^{-2}
SNB30	1.11	2.06×10^{-2}	1.12	2.36×10^{-2}
SNB40	1.17	3.32×10^{-2}	1.27	5.30×10^{-2}
Si_3N_4	1.06	1.85×10^{-2}	1.20	4.19×10^{-2}

Fig. 5-14に式(5-3)を用いて算出したΔK_{eq}によりき裂進展速度を整理したものを，Fig. 5-15に式(5-4)を用いて算出した$\Delta K_{eff,eq}$によりき裂進展速度を整理したものを示す．窒化けい素の場合と同様に，K_{max}とΔKもしくはΔK_{eff}の両者を考慮することにより，SNBセラミックスのき裂進展速度を整理することができることがわかる．

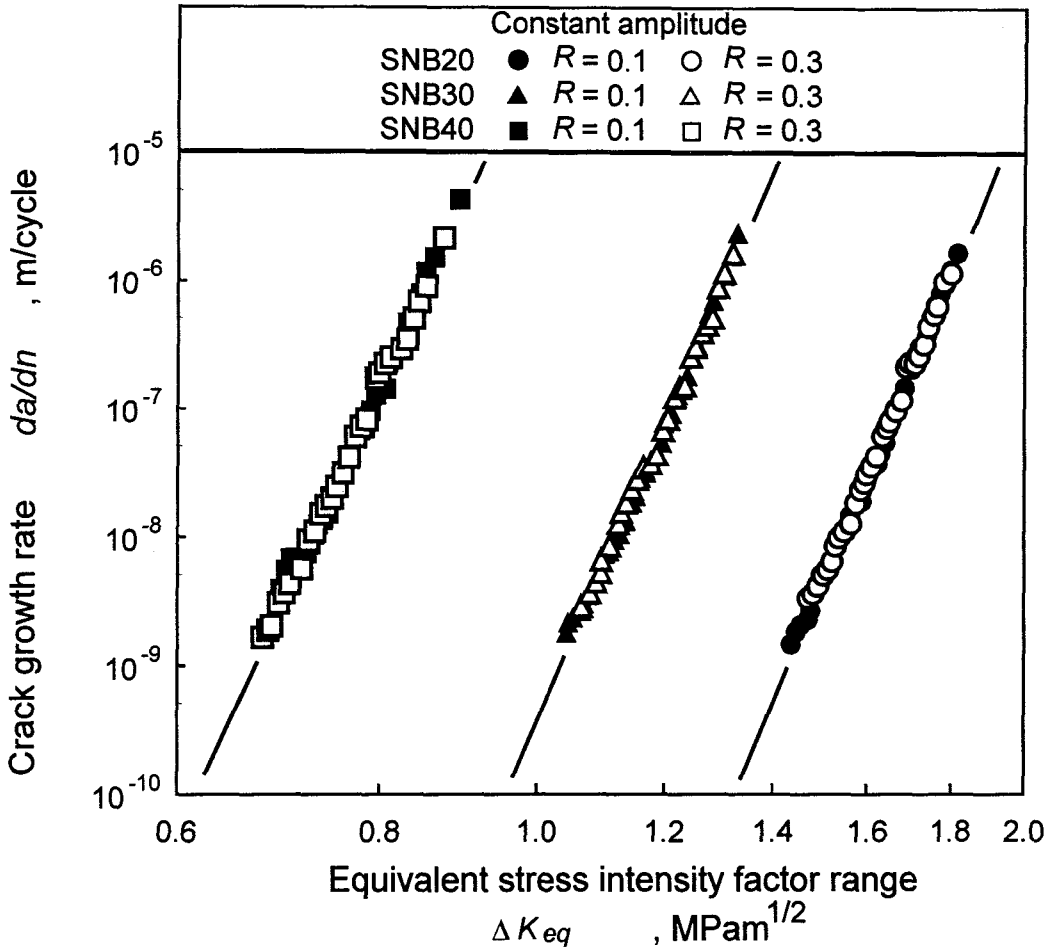


Fig. 5-14 Relationship between da/dn and ΔK_{eq}.

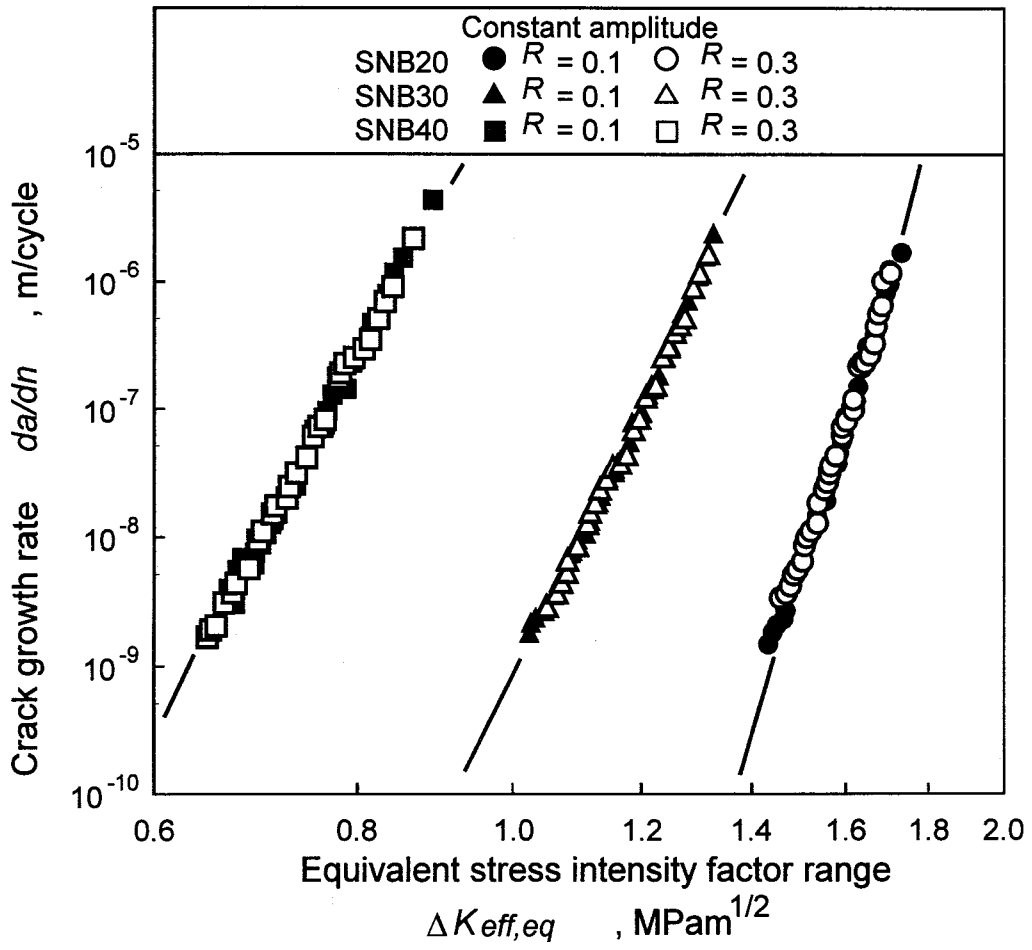


Fig. 5-15 Relationship between *da/dn* and $\Delta K_{eff,eq}$.

3章で述べたように，上述のき裂進展速度整理法では，真のき裂進展速度の計算を行うためには，複雑な計算を行う必要がある．そこで比較的容易な計算で，等価応力拡大係数とき裂進展速度の関係を求められるようにするため，窒化けい素の場合と同様に，γおよびγ'を一定値と仮定した場合について検討した．ここで，各材料のγおよびγ'をTable 5-5に示す．表中には窒化けい素の場合の値も合わせて示している．γとγ'を比べると，γおよびγ'を一定値と仮定した場合においても，すべての材料でγのほうが大きくなる結果が得られた．また，SNB セラミックスでは，SNB20 および SNB30 に比べると，SNB40 におけるγは小さい．このことから，き裂進展速度の応力振幅依存性は SNB40 がもっとも強いことがわかる．

これらの一定値を用いたときの *da/dn*-Δ*Keq* 関係，*da/dn*-Δ*Keff,eq* 関係をそれぞれFig. 5-16およびFig. 5-17に示す．SNB 材においても，γおよびγ'を一定値と仮定した *da/dn*-Δ*Keq* 関係および *da/dn*-Δ*Keff,eq* 関係はそれぞれ，ほぼ 1 本の直線で表すことができることが判明した．それぞれの回帰式を式(5-5)から(5-10)に示す．

Table 5-5　Value of γ and γ'.

	γ	γ'
SNB20	0.97	0.93
SNB30	0.98	0.97
SNB40	0.93	0.89
Si_3N_4	0.90	0.85

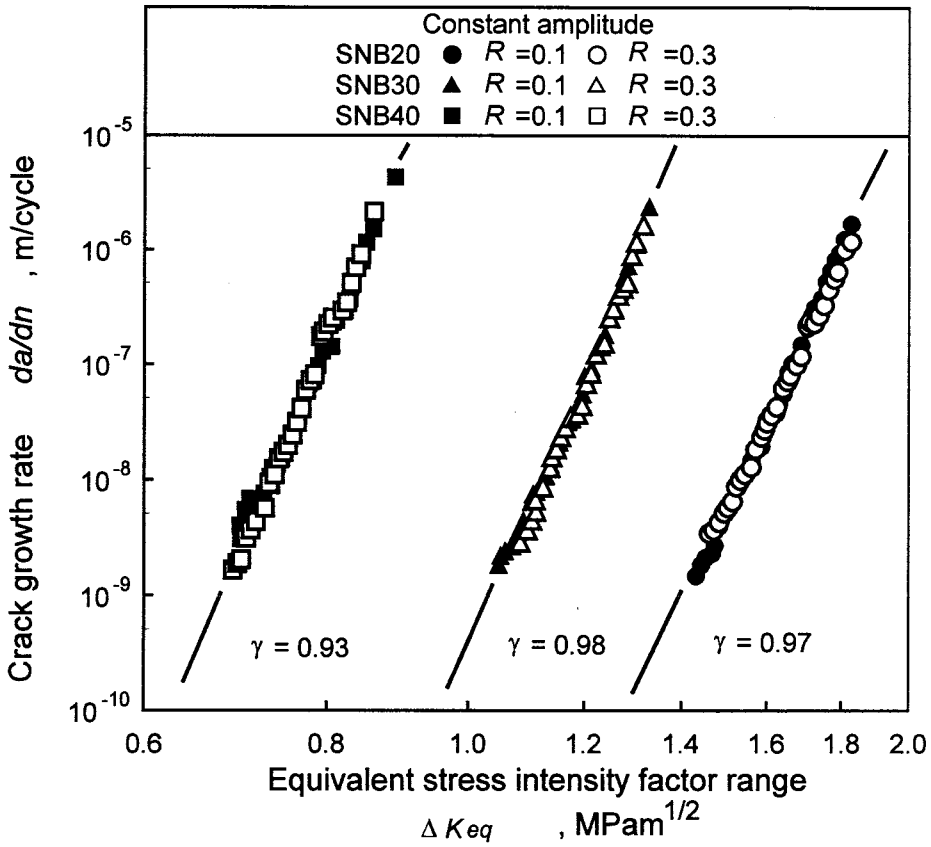


Fig. 5-16 Relationship between da/dn and ΔKeq (γ=const.).

SNB20 $$\frac{da}{dn} = 7.88\times10^{-14}\cdot\Delta Keq^{27.2} \quad (5\text{-}5)$$

SNB30 $$\frac{da}{dn} = 1.77\times10^{-10}\cdot\Delta Keq^{32.3} \quad (5\text{-}6)$$

SNB40 $$\frac{da}{dn} = 2.11\times10^{-4}\cdot\Delta Keq^{32.3} \quad (5\text{-}7)$$

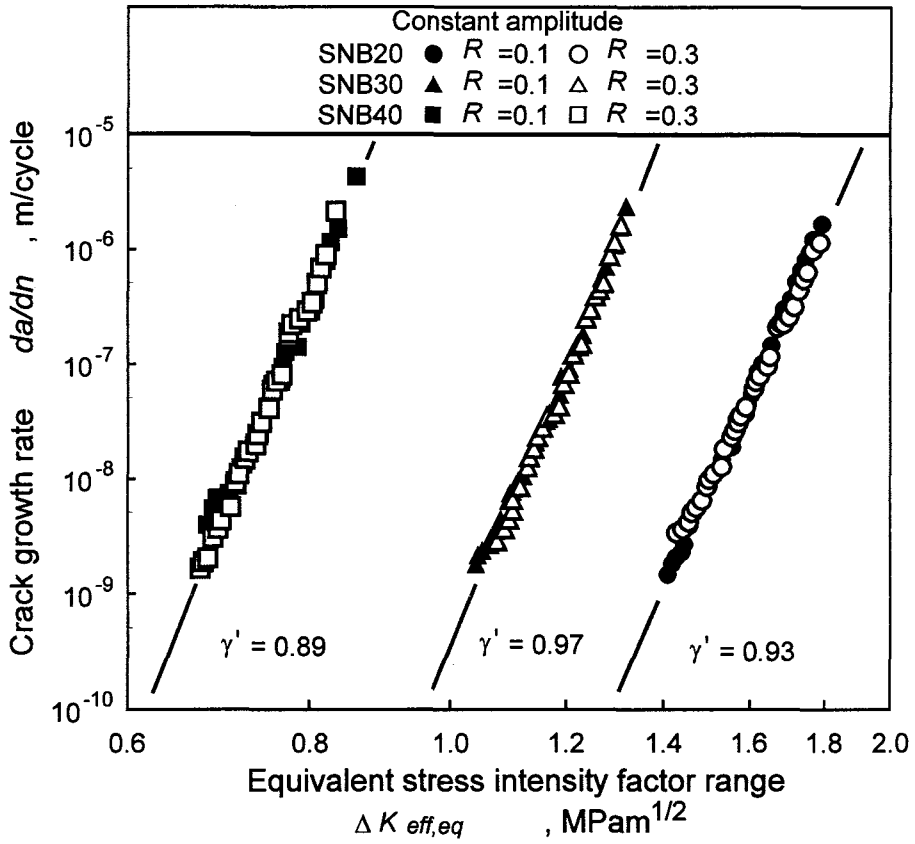


Fig. 5-17 Relationship between da/dn and $\Delta Keff,eq$ (γ'=const.).

SNB20 $$\frac{da}{dn} = 1.50 \times 10^{-13} \cdot \Delta Keff,eq^{27.0} \quad (5\text{-}8)$$

SNB30 $$\frac{da}{dn} = 2.36 \times 10^{-10} \cdot \Delta Keff,eq^{32.1} \quad (5\text{-}9)$$

SNB40 $$\frac{da}{dn} = 5.47 \times 10^{-4} \cdot \Delta Keff,eq^{32.6} \quad (5\text{-}10)$$

次に，前述したように *da/dn-Kmax* 関係においては，*Kmax* を K_{IC} で正規化したところ材料間の差が小さくなった．そこで，等価応力拡大係数を K_{IC} で正規化することによって材料によらずき裂進展速度を整理することができるか検討した．Fig. 5-18およびFig. 5-19にそれぞれ *da/dn*-$\Delta K_{eq}/K_{IC}$ 関係および *da/dn*-$\Delta K_{eff,eq}/K_{IC}$ 関係を示す．両図ともに，材料間の差はほぼ消失しているものの材料間の差が見られ，材料によらずき裂進展速度を一義的に決定することはできなかった

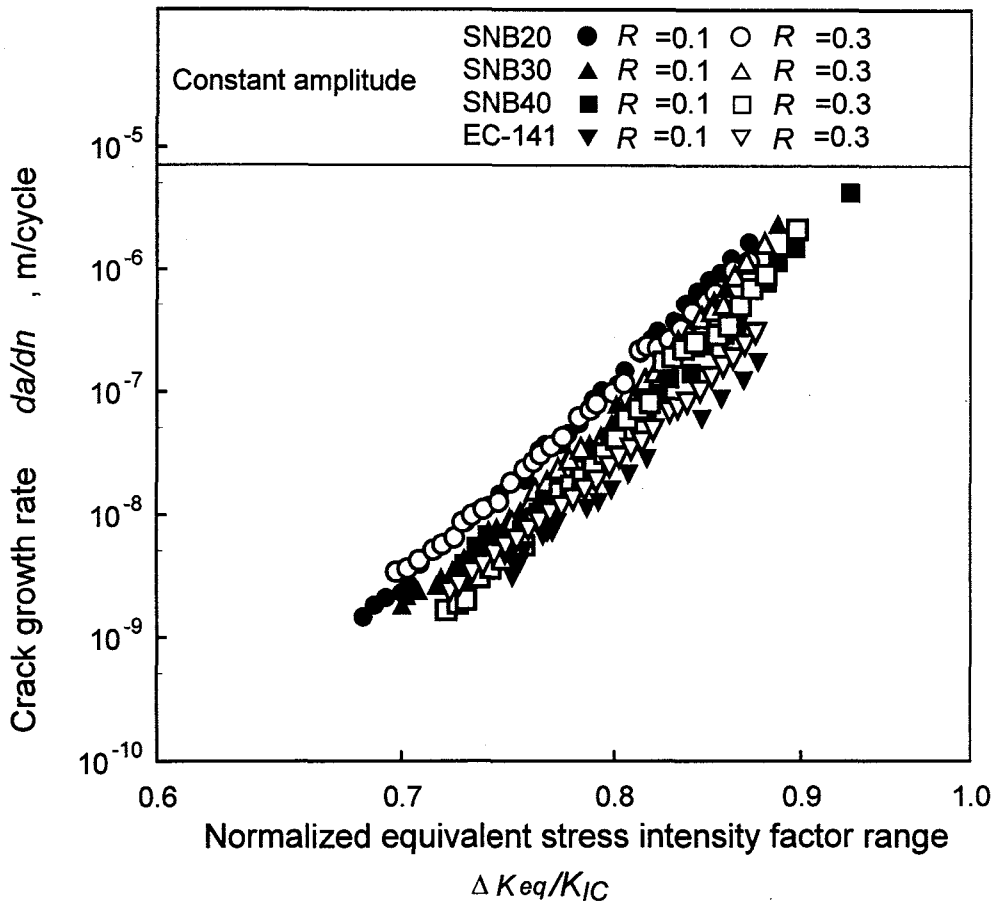


Fig. 5-18　Relationship between *da/dn* and $\Delta K_{eq}/K_{IC}$.

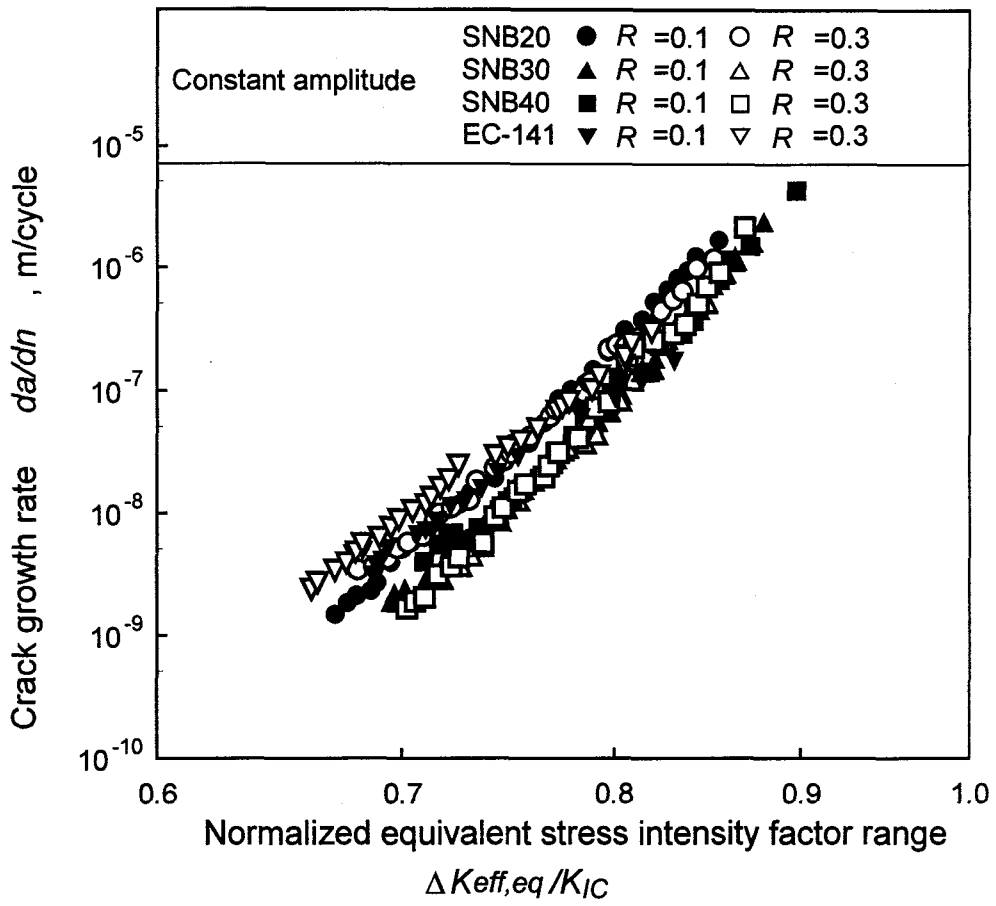


Fig. 5-19 Relationship between da/dn and $\Delta K_{eff,eq}/K_{IC}$.

5.6 変動荷重下のき裂進展挙動

SNB20 における低レベル荷重でのき裂進展速度$\left(\frac{da}{dn}\right)_L^{\star}$を式(5-11)を用いて算出した結果をき裂長さで整理したものをFig. 5-20に示す.

$$\left(\frac{da}{dn}\right)_L^{\star}=\left\{\frac{da}{dn}\times\left(N_H+N_L\right)-\left(\frac{da}{dn}\right)_H^{\star}\times N_H\right\}/N_L \qquad (5\text{-}11)$$

図中の実線は, R=0.1 の一定振幅荷重試験の結果から求めた低レベル荷重と同じ $Kmax$ 値でのき裂進展速度である. また, 灰色丸印で示したデータは, 2 段繰返し変動荷重試験を行う前に, 同一試験片上で行った低レベル荷重と同じ $Kmax$ および R 値の一定振幅荷重下での

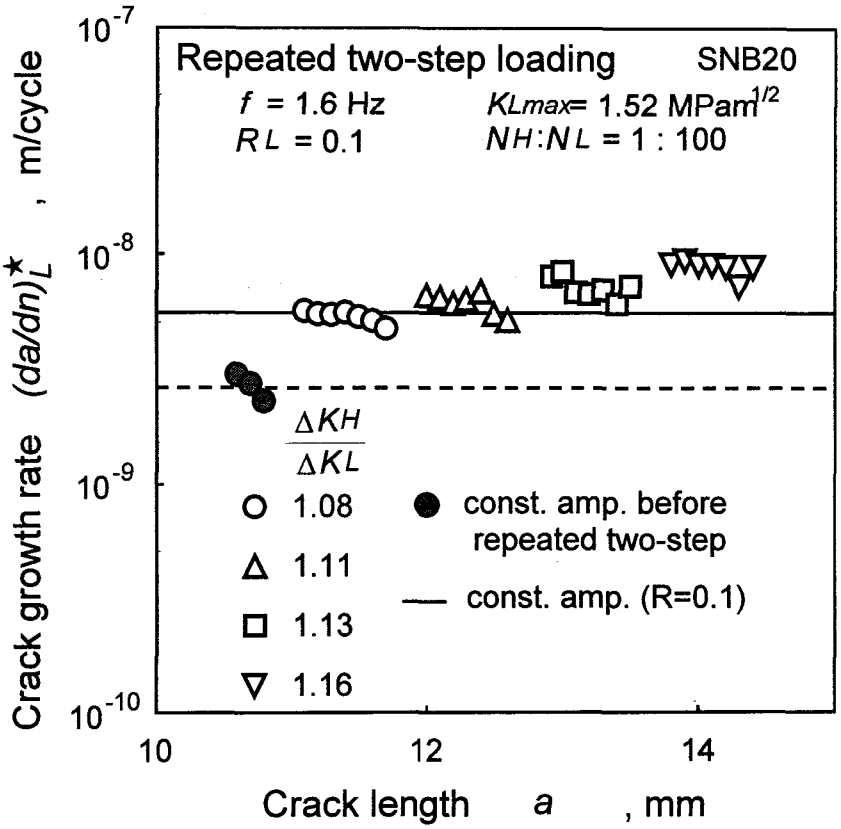


Fig. 5-20 Fatigue crack growth rate under repeated two-step loading (SNB20).

き裂進展速度の結果であり，その平均進展速度を破線で示している．Fig. 5-20からわかるように，同じ $Kmax$ および R 値であるにもかかわらず，実線と破線で示した進展速度は一致していない．これは，5.4節で述べたようにSNBセラミックスでは，試験片間に差があるためである．そこで試験片間の差を考慮して，以下に述べる方法を用いて，$\left(\frac{da}{dn}\right)_L^*$ を算出した．式(5-11)中の $\left(\frac{da}{dn}\right)_H^*$ で表される高レベル荷重の進展速度の求め方について，模式図をFig. 5-21に示す．応力比一定試験で得られた結果(図中の実線)を，2段繰返し変動荷重試験の前に行った一定振幅荷重試験の結果(図中の白丸)と重なるように平行移動したもの(図中の破線)から，高レベル荷重の一定振幅荷重での進展速度を推定した．この結果を用い，進展速度の線形加算則から $\left(\frac{da}{dn}\right)_L^*$ を算出した．

同一試験片での結果を比べると，過大荷重比によらず，一定振幅

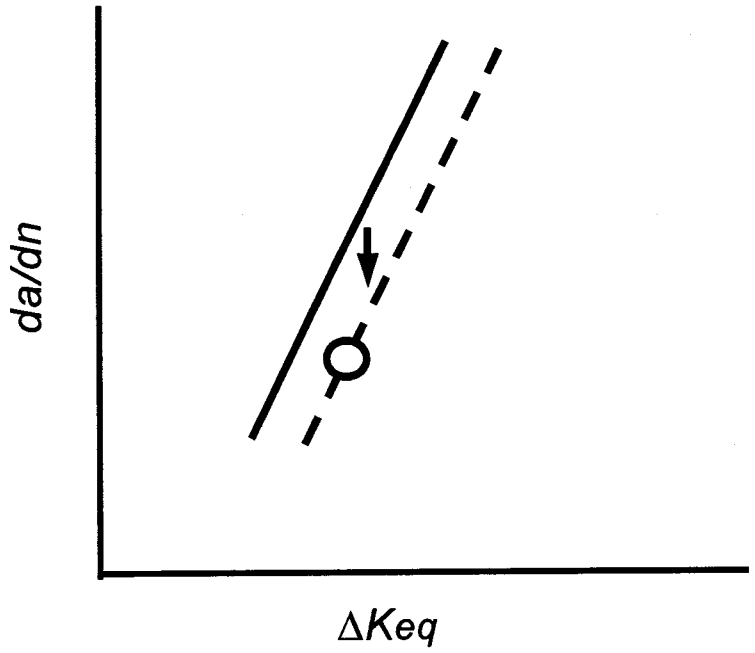


Fig. 5-21　Schematic diagram of crack growth rate under high level load.

荷重下のき裂進展速度に比べ，低レベル荷重でのき裂進展速度は加速している．また，過大荷重比が大きくなるにつれて加速程度も大きくなる傾向が見られた.4章で述べた窒化けい素の場合と同様に，SNB20においても，荷重の変動はき裂進展速度の加速を生じさせることがわかった.

過大荷重比が1.13の試験条件における1ブロック内での荷重－引算変位ヒステリシスと開口点の変化をFig. 5-22に示す.測定された開口点は，図中短線で示している．また，Fig. 5-23に1ブロック内でのき裂開口応力拡大係数 K_{op} の変化を示す．SNBセラミックスでは，窒化けい素の場合と異なり，ヒステリシスのループが顕著になっている．また，負荷時には直線部が明瞭でなかったため，除荷時の弾性線からの折れ曲がりを開口点として測定した.Fig. 5-22からわかるように，SNB20では，き裂開口点の変化は小さく，またばらつきがあるため，1ブロック内での変化が判り難い．そこで，開口点の変化が大きく反映される U の挙動を調べることとし，Fig. 5-24に1ブロック内でのき裂開口比 U の変化を示す．図中破線で示しているのは，2段繰返し変動荷重試験の前に行った一定振幅荷重試験での U の平均値を示している．また，異なる試験片で行った低レベル荷重と同じ K_{max} および R 値の一定振幅荷重下での U を実線で示している．破線と実線で示した U は，それぞれ同じ荷重条件の一定振幅荷重下の結果であるにもかかわらず，およそ0.1の違いが生じている．一方，同一試験片上で行った一定振幅荷重試験と2段繰返し変動荷重試験の結果を比べると，過大荷重比によらず2段繰返し変動荷重下の U は，一定振幅荷重下に比べて高くなっている．これは高レベル荷重負荷によって，一定振幅荷重下に比べき裂上下面に生じていたインターロッキング部の破砕がより促進され，き裂開口点が低下したためと考えられ，この U の上昇がき裂進展速度の加速を引き起こす要因であると考えられる．また，過大荷重比が大きくなるにつれて，U が大きくなっていることより，過大荷重比が大きいほど，すなわち高レベル荷重が大きいほど，インターロッキング部の破砕がより促進され，

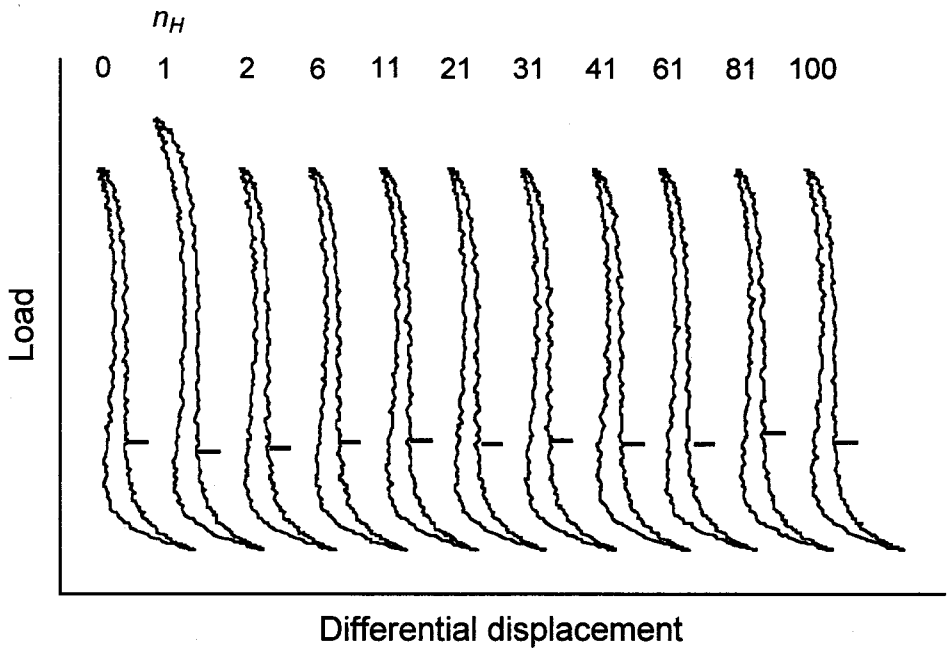


Fig. 5-22 Hysteresis in one block (SNB20, $\frac{\Delta K_H}{\Delta K_L}$=1.13).

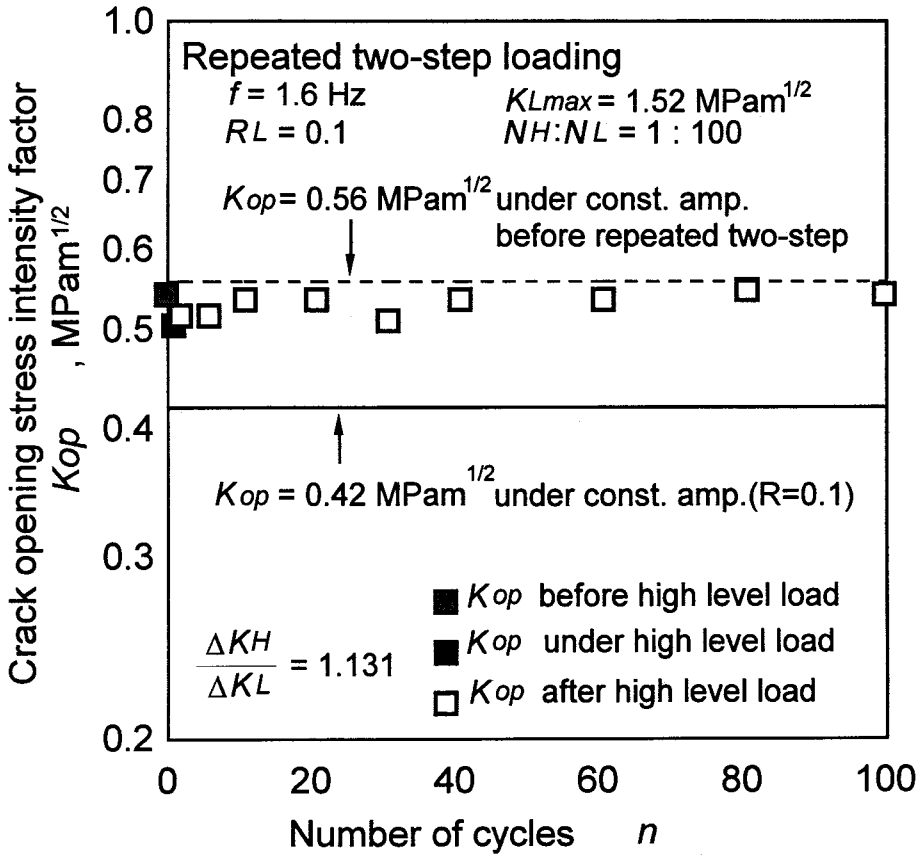


Fig. 5-23 Variation of *Kop* in one block (SNB20).

過大荷重の増加にともなうき裂進展速度の加速程度の増加が生じたものと考えられる.

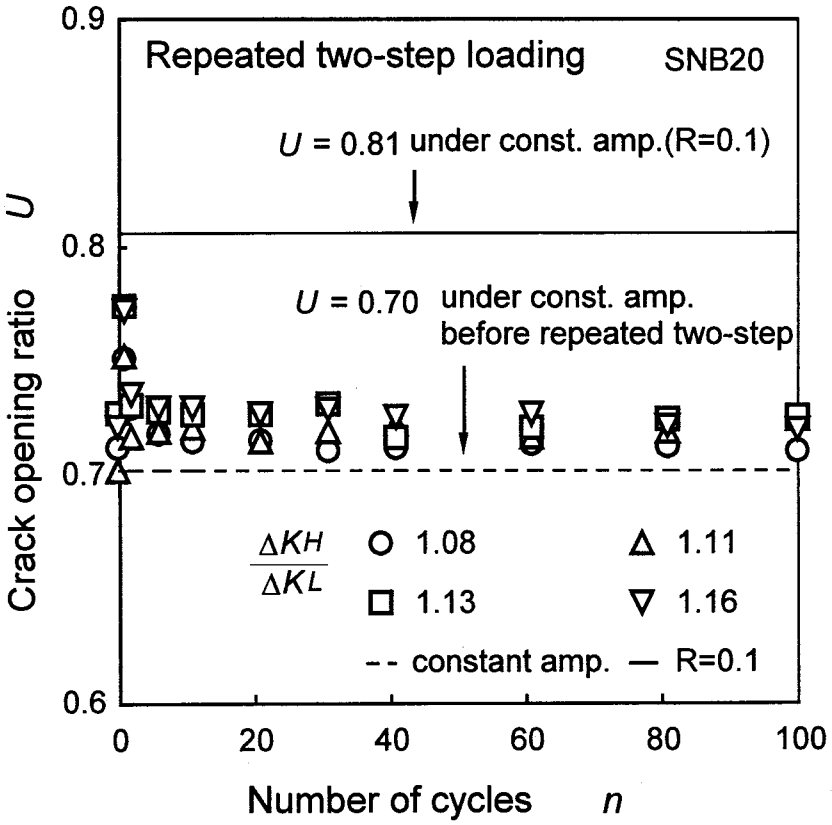


Fig. 5-24 Variation of U in one block (SNB20).

Fig. 5-25に同一の過大荷重比(=1.13)で行ったSNB30および40での低レベル荷重下のき裂進展速度をSNB20の結果と合わせて示す．ここで，SNB30および40においても試験片間の差異が認められたため，SNB20と同じ方法を用いて，試験片間の差を考慮して低レベル荷重下の進展速度を求めている．図中，黒印で示しているのは，それぞれ2段繰返し変動荷重試験の前に行った同一試験片上での一定振幅荷重下のき裂進展速度を示している．SNB20と同様にSNB30および40においても，一定振幅荷重下のき裂進展速度に比べ，2段繰返し変動荷重下のき裂進展速度は加速している．加速程度はSNB20, 30, 40でそれぞれ2.6, 2.0, 4.0倍となった．5.5節で述べたように，SNB20およびSNB30に比べて，SNB40はき裂進展速度の応力振幅依存性が強い．そのため，同じ過大荷重比であっても，SNB20およびSNB30

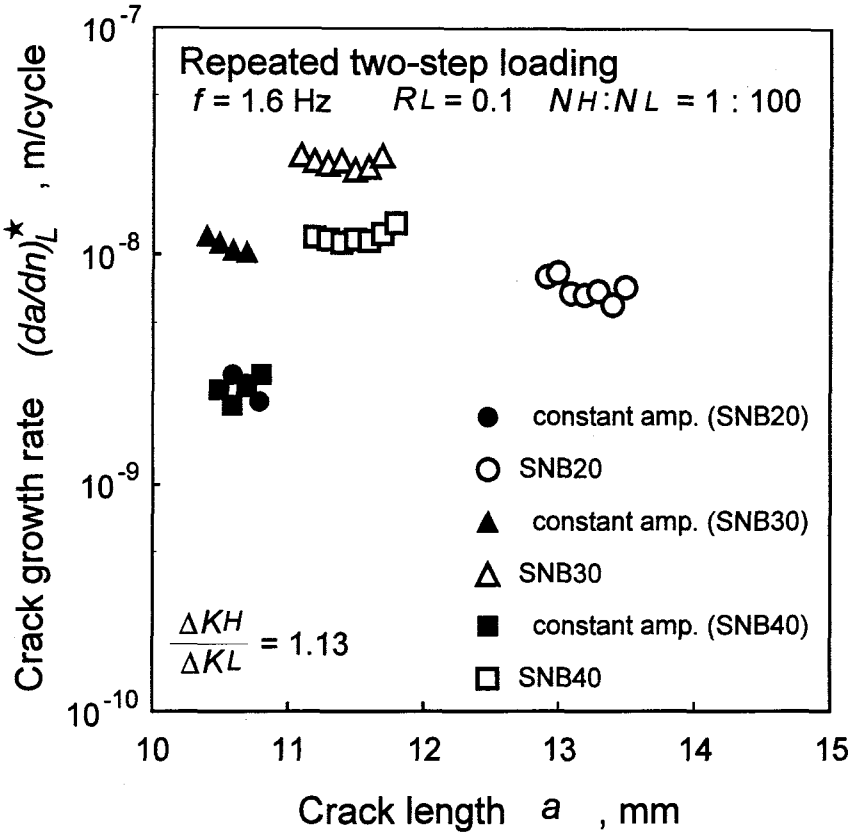


Fig. 5-25 Fatigue crack growth rate under repeated two-step loading ($\frac{\Delta K_H}{\Delta K_L}$=1.13).

に比べて，SNB40 は応力振幅の変動の影響を強く受け，き裂進展速度の加速程度が大きくなったものと考えられる．

過大荷重比が 1.13 の試験条件で行った SNB30 および 40 の 1 ブロック内での荷重－引算変位ヒステリシスと開口点の変化をそれぞれ Fig. 5-26およびFig. 5-27に示す．測定された開口点は，図中短線で示している．また，Fig. 5-28に同一の過大荷重比(=1.13)で行った SNB30 および 40 での 1 ブロック内でのき裂開口比 U の変化を SNB20 の結果と合わせて示す．SNB20，30，40 において，2 段繰返し変動荷重試験を行う前に同一試験片上で行った低レベル荷重と同じ荷重条件での一定振幅荷重下の U をそれぞれ実線，破線，一点鎖線で示している．それぞれの材料ごとに見ると SNB30 および 40 においても，同一試験片上で行った一定振幅荷重試験の結果に比べると，2 段繰返し変動荷重試験での U は大きくなっている．このことから，SNB30 および 40 においても，高レベル荷重負荷によるインターロッキングの破砕の促進が生じ，き裂進展速度を加速させたものと考えられる．

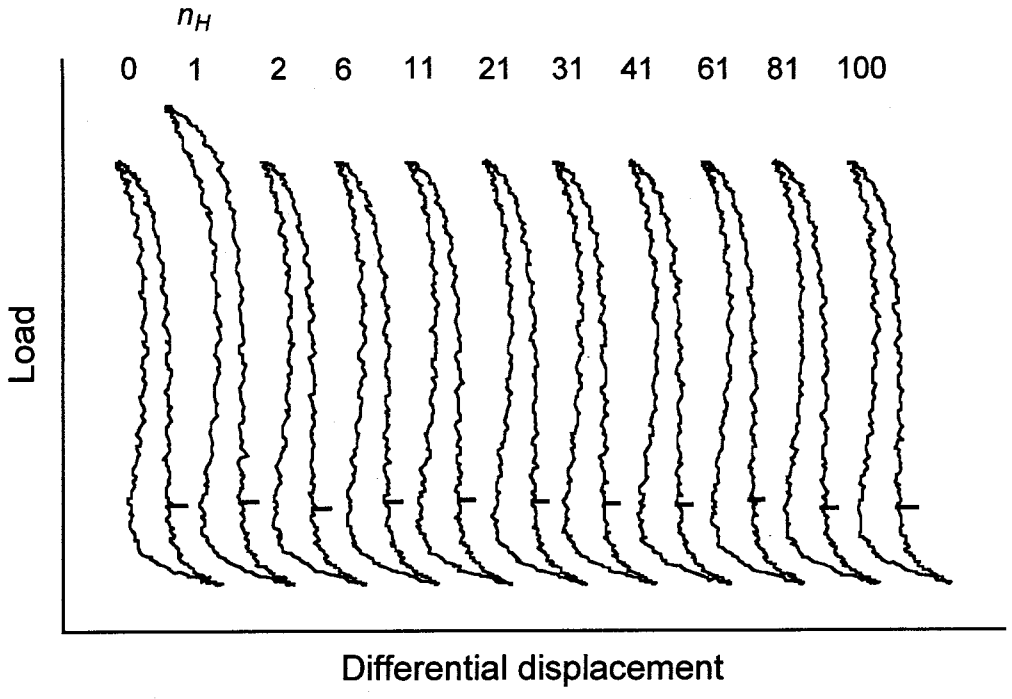


Fig. 5-26　Hysteresis in one block (SNB30, $\frac{\Delta K_H}{\Delta K_L}$=1.13).

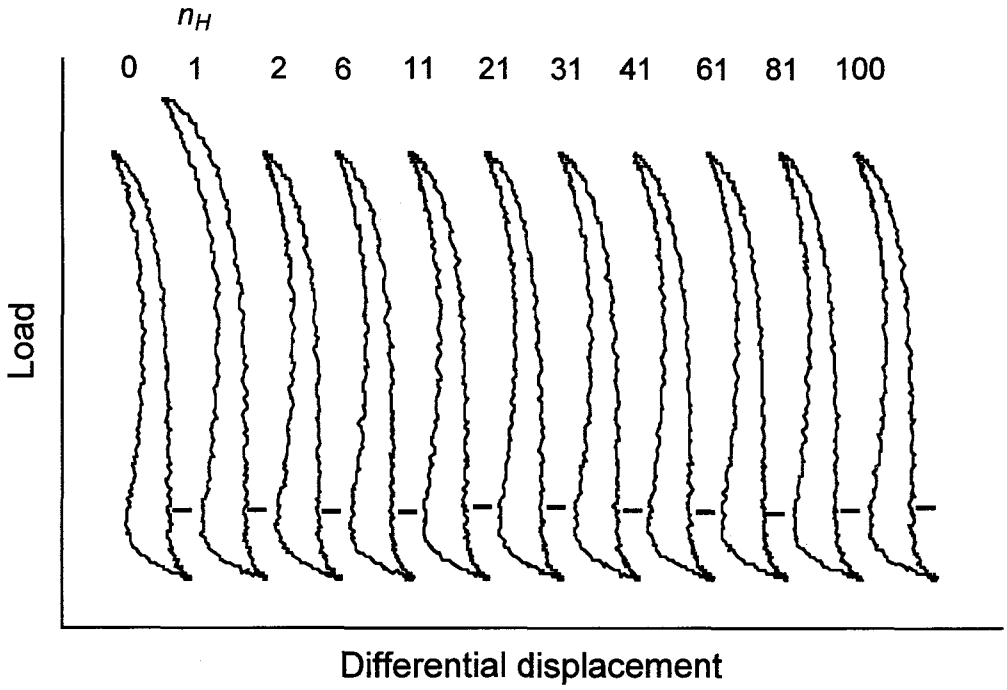


Fig. 5-27 Hysteresis in one block (SNB40, $\frac{\Delta K_H}{\Delta K_L}$=1.13).

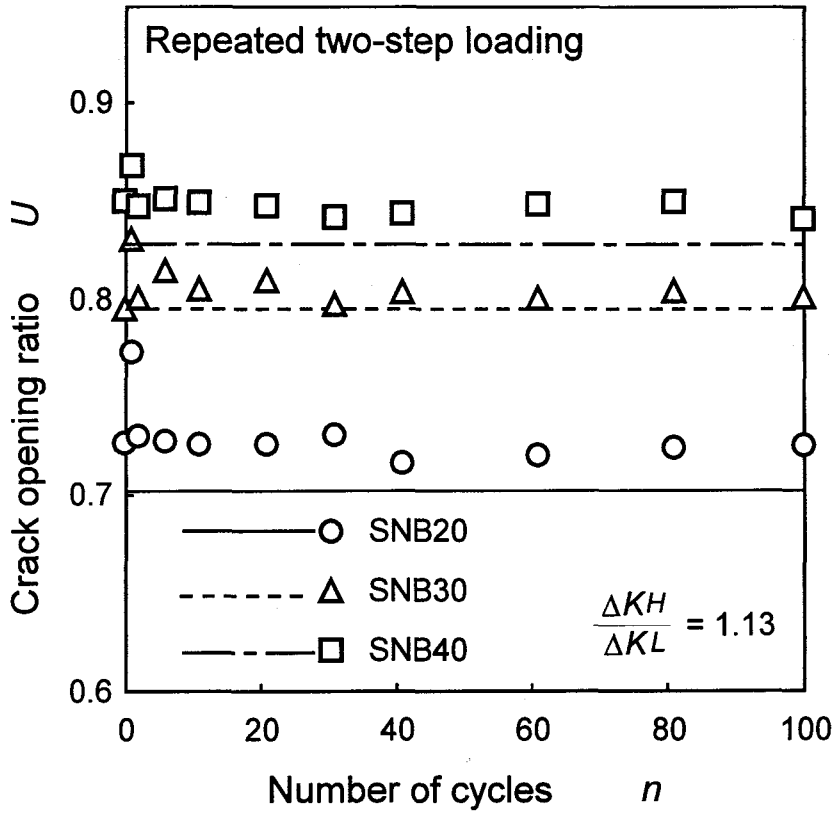


Fig. 5-28 Variation of U in one block.

前節で検討した等価応力拡大係数によるき裂進展速度の整理結果を用いて，き裂進展量の予測について検討した．各材料ともに試験片間の差があるため，Fig. 5-21に示したように一定振幅荷重試験から得られた等価応力拡大係数によるき裂進展速度の整理結果を 2 段繰返し変動荷重試験の前に行った一定振幅荷重試験結果に重なるように修正したものを用いて予測を行っている．SNB20 における 2 段繰返し変動荷重試験でのき裂進展量比をFig. 5-29に，各材料において過大荷重比が 1.13 としたときの結果をFig. 5-30に示す．材料および荷重条件によらず，ΔK_{eq} に基づくき裂進展量比λ_{Keq}は，1 以上の値となっており，危険側の予測となることがわかる．一方 SNB40 の結果を除くと，き裂開閉口挙動を考慮することにより得られた$\lambda_{Keff,eq}$はおよそ 0.6～1 となり，き裂進展速度を安全側に予測できている．また，SNB40 においては，$\lambda_{Keff,eq}$はλ_{Keq}に比べると安全側の予測とな

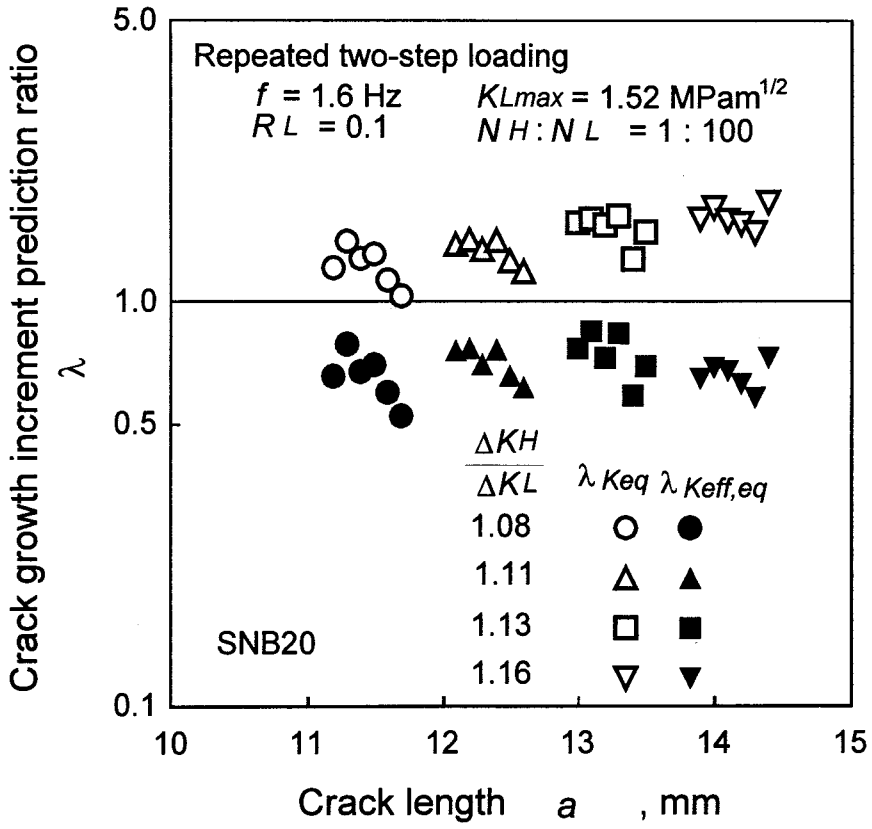


Fig. 5-29　Crack growth increment prediction ratio (SNB20).

っている．したがって，き裂進展速度を予測する場合，き裂開閉口挙動を考慮した$\lambda_{Keff,eq}$を用いるほうがよいことがわかる．しかしながら，SNB40では$\lambda_{Keff,eq}$は1以上の値となっており，き裂進展速度の予測は，定量評価には至らなかった．

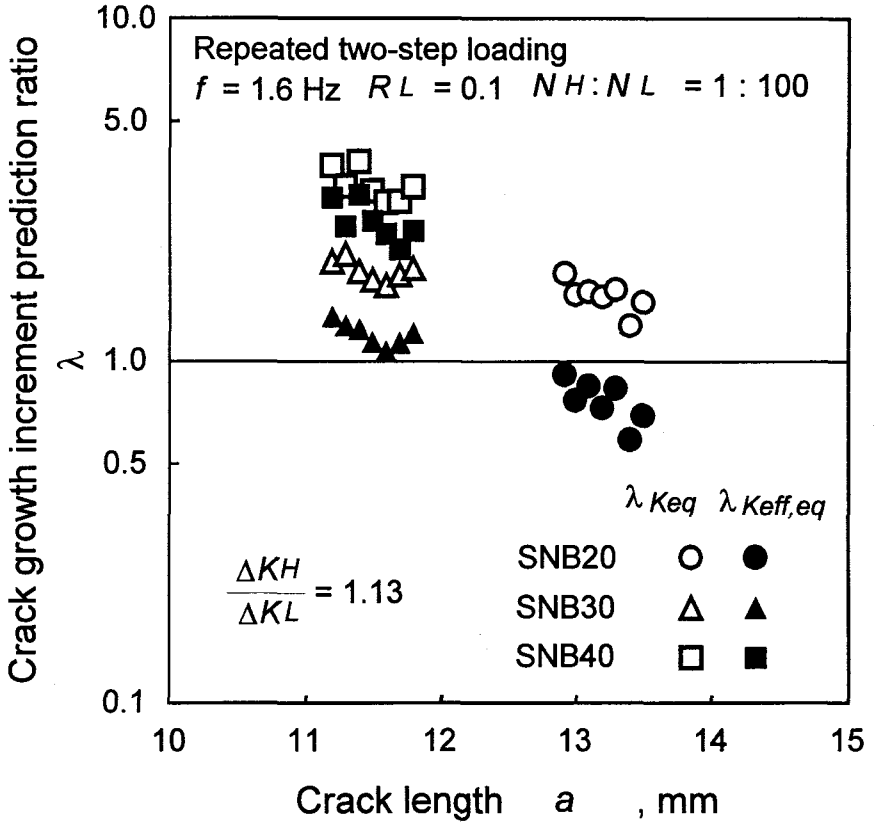


Fig. 5-30 Crack growth increment prediction ratio ($\frac{\Delta K_H}{\Delta K_L}$=1.13).

5.7 結言

窒化けい素(Si_3N_4)－窒化ほう素(BN)複合焼結セラミックス(SNB)を供試材として，一定振幅荷重および2段繰返し変動荷重試験を行い，き裂進展挙動に及ぼす荷重変動の影響について調べるとともにBN含有量についても調べた．得られた結論を以下に示す．

(1) 各材料とも，応力比一定条件下ではき裂進展速度 da/dn と最大応力拡大係数 K_{max} の関係はほぼ直線関係となることが判明した．また，同一進展速度に対する K_{max} 値はBN含有量の増加にともなって低下する．これは，BN含有量の増加にともなう破壊じん性値 K_{IC} の低下のためである．また，各材料とも応力比が小さいほど，同一 K_{max} 値に対するき裂進展速度は速くなる．これは，応力比が小さい，すなわち応力振幅が大きいほど，インターロッキングによる応力遮へい効果の低下が促進されるためであると考えられる．

(2) da/dn は K_{max} に強く依存しているが，応力拡大係数範囲ΔKおよび有効応力拡大係数範囲ΔK_{eff}の影響も受ける．また，ΔK に比べΔK_{eff}の方が da/dn に及ぼす影響は大きい．また，き裂進展速度の応力振幅依存性は，SNB20およびSNB30に比べ，SNB40がもっとも強い．

(3) SNB20において，2段繰返し変動荷重下のき裂進展速度は，一定振幅荷重下のき裂進展速度に比べ加速する．また，過大荷重比が大きくなるにつれて，き裂進展速度の加速程度は大きくなる．このような2段繰返し変動荷重下のき裂進展速度の加速現象は，き裂上下面に生じていたインターロッキングが高レベル荷重負荷により破砕されるために生じるものと考えられる．そのため，過大荷重比が大きいほど，インターロッキングの破砕がより促進され，加速程度が大きくなったものと考えられる．

(4) BN含有量によらず，2段繰返し変動荷重下のき裂進展速度は一定振幅荷重下のき裂進展速度に比べ加速する．その加速程度は，SNB40が最も大きい．SNB40のき裂進展速度の応力振幅依

存性は大きいため，荷重変動の影響を強く受け，加速程度が大きくなったものと考えられる．

(5) 材料および過大荷重条件によらず，K_{max} と ΔK の両者を考慮した等価応力拡大係数範囲 $\Delta K_{eq}(= K_{max}^{\gamma}\Delta K^{(1-\gamma)})$ に基づくき裂進展量比 λ_{Keq} は，危険側の予測となる．一方，SNB40 を除くと，K_{max} とき裂開閉口挙動の両者を考慮した等価有効応力拡大係数範囲 $\Delta K_{eff,eq}(= K_{max}^{\gamma'}\Delta K_{eff}^{(1-\gamma')})$ に基づく $\lambda_{Keff,eq}$ は，き裂進展速度を安全側に予測できる．また SNB40 においても，λ_{Keq} に比べると $\lambda_{Keff,eq}$ は安全側の予測となることから，き裂進展速度の予測には，最大応力拡大係数とき裂開閉口挙動の両者を考慮した $\lambda_{Keff,eq}$ を用いるほうがよい．

参考文献

1) 船橋敏彦，磯村敬一郎，小笠原一紀，金属臨時増刊号，**10**，25(1989).

2) 磯村敬一郎，福田利明，小笠原一紀，船橋敏彦，内村良治，鉄と鋼，**75**，1612(1989).

3) 例えば，日本材料学会編，“疲労設計便覧”，p.163(1995)養賢堂.

第6章　結論

本研究では，構造用材料としての実用化が期待されている窒化けい素を用いた一定振幅荷重試験および変動荷重試験を行い，疲労き裂進展挙動について調べるとともに，き裂開閉口挙動についても検討し，疲労き裂進展特性を明らかにした．さらに，窒化けい素－窒化ほう素複合焼結セラミックスの疲労き裂進展挙動についても調べ，窒化ほう素含有量の影響について検討を加えた．

得られた結論は各章ごとに示しているが，ここではそれらの結果を要約して以下に示す．

窒化けい素および窒化けい素－窒化ほう素複合焼結セラミックス(SNB)の疲労き裂進展機構は以下のように考えられる．これらのセラミックスのき裂は結晶粒界を進展するため，き裂経路は屈曲し，き裂上下面に結晶粒子によるかみ合い，いわゆるインターロッキングが形成され，遮へい効果が生じる．繰返し荷重が負荷されると，遮へい効果を生じていたインターロッキング部は荷重軸方向にすべり，摩耗，破壊する．そのため，インターロッキングによる遮へい効果が弱まり，負荷荷重の大きさが同じであっても，き裂先端にかかる荷重が大きくなり，き裂の進展が促進される．その後，き裂が進展することによって新たなインターロッキングが形成される．このようなインターロッキングの形成，破砕を繰返しながら疲労き裂は進展すると考えられる．

一定振幅荷重下の疲労き裂進展挙動について要約すると以下のようになる．各材料とも，一定振幅荷重下のき裂進展速度 da/dn は，最大応力拡大係数 K_{max} に最も強く依存している．しかし，K_{max} のみで一義的に決定されるのではなく応力振幅の影響も受ける．また，同一 K_{max} 値に対するき裂進展速度は，応力比の減少すなわち応力振幅の増加にともない加速される．これは，応力比が小さい，すなわち応力振幅が大きいほど，インターロッキングによる応力遮へい効果の低下が促進されるためであると考えられる．さらに，同一進展速度に対する K_{max} 値は BN 含有量の増加にともなって低下する．これは，BN 含有

量の増加にともなう破壊じん性値 K_{IC} の低下のためである．各材料とも，従来用いられる巨視的な破壊力学パラメータによる整理では，一定振幅荷重下の疲労き裂進展速度を十分に評価できなかったが，等価応力拡大係数範囲$\Delta K_{eq} = K_{max}^{\gamma} \Delta K^{(1-\gamma)}$および等価有効応力拡大係数範囲$\Delta K_{eff,eq} = K_{max}^{\gamma'} \Delta K_{eff}^{(1-\gamma')}$を用いることで整理することができる．

き裂進展挙動に及ぼす荷重変動の影響については，以下のように要約できる．各材料とも，2 段繰返し変動荷重下のき裂進展速度は，荷重条件によらず一定振幅荷重下のき裂進展速度に比べて加速する．また，過大荷重比が大きくなるにつれて，加速程度は大きくなる．このような荷重変動によるき裂進展速度の加速現象は，き裂上下面に生じていたインターロッキングが高レベル荷重負荷により破砕されるために生じるものと考えられる．そのため，過大荷重比が大きいほど，インターロッキングの破砕がより促進され，加速程度が大きくなったものと考えられる．

変動荷重下のき裂進展速度の予測について得られた知見を要約すると以下のようになる．一定振幅荷重試験から得られた da/dn-ΔK_{eq} 関係に基づくき裂進展速度の線形加算則による予測は，材料および荷重条件によらず危険側の予測を与えることから，変動荷重下のき裂進展速度の予測に用いることはできない．それに対して，巨視的に測定したき裂開閉口挙動を考慮した da/dn-$\Delta K_{eff,eq}$ 関係に基づくき裂進展速度の線形加算則による予測では，K_{max} 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重のように荷重振幅のみが変動する場合のき裂進展速度は評価することができる．一方，K_{min} 値をそろえた 2 段繰返し変動荷重のように荷重振幅に加え，最大荷重も変動するような場合のき裂進展速度を予測すると，過大荷重比や荷重繰返し頻度の影響は消失し，ほぼ一定の値となるものの，危険側の予測となることがあり，定量的には評価できない．しかしながら，荷重波形によっては定量的に評価することができるのに加え，定量評価に至らない場合においても，過大荷重比や荷重繰返し数の影響が消失し，ほぼ一定の値となることから，変動荷重下のき裂進展速度の予測を行う場合，き裂開閉口挙動を考慮した

da/dn-$\Delta K_{eff,eq}$ 関係に基づくき裂進展速度の線形加算則による予測を用いるほうがよいと考えられる.

謝辞

本論文を終えるにあたり，終始ご指導を頂きました大阪大学　城野政弘教授に心から感謝の意を表します．

本論文作成にあたり，御校閲をいただいた大阪大学　久保司郎教授，澁谷陽二教授，菅田　淳助教授に対し深く感謝致します．また，大阪大学　植松美彦助手に心より感謝致します．さらに，多方面にわたり種々のご助力を頂きました元大阪大学　安井一雄助手，本研究を遂行するにあたり，ご助力を頂きました大阪大学　崎原雅之技官に深く感謝致します．

本研究の共同研究者として，ともに研究を行っていただいた益田吉彦，竹内　修，大谷和志，田村憲也，山田景子，藤田修平，本間芳則氏ならびに，様々な形でご協力頂いた本研究室の諸兄に対し心より感謝いたします．

最後に，精神面，生活面において支えていただいた両親に心より感謝いたします．

関連発表論文

学会誌発表論文

・菅田　淳，植松美彦，小山敦弘，益田吉彦，城野政弘，
「窒化けい素における一定および非定常変動振幅荷重下の疲労き裂進展挙動」，
材料，**46**，1077(1997).　(第 3 章および第 4 章)

・小山敦弘，菅田　淳，植松美彦，城野政弘，
「窒化けい素の 2 段繰返し変動荷重下における疲労き裂進展挙動」，
材料，**46**，1409(1997).　(第 4 章)

・A. Koyama, A. Sugeta, Y. Uematsu and M. Jono,
"FATIGUE CRACK GROWTH BEHAVIOR IN SILICON NITRIDE UNDER CONSTANT AND VARIABLE AMPLITUDE LOAD SEQUENCES",
Materials Science Research international, JSMS, 投稿中.
(第 3 章および第 4 章)

国際会議発表論文

・A. Sugeta, M. Jono and A. Koyama,
"Fatigue Crack Growth Behavior under Variable Amplitude Loadings in Silicon Nitirde",
Proceedings of The Sixth International Fatigue Congress, Fatigue '96, VolumeⅢ, 1663(1996).　(第 3 章および第 4 章)