窒化ケイ素の疲労に及ぼす大気中水分及び繰り返し負荷条件の影響

小笠原俊夫・馬淵 豊・広崎尚登

日産自動車(株)総合研究所, 237 神奈川県横須賀市夏島町 1

Effect of Humidity and Cyclic Loading Condition on Fatigue Behavior of Silicon Nitride

Toshio OGASAWARA, Yutaka MABUCHI and Naoto HIROSAKI

Nissan Research Center, Nissan Motor Co., Ltd., 1, Natsushima-cho, Yokosuka-shi 237

[Received May 13, 1993; Accepted July 13, 1993]

Fatigue behavior of silicon nitride ceramics under cyclic loading was evaluated by using smooth specimens. Based on the statistical method proposed by Fett and Munz, the fatigue crack growth rates (da/dN) were calculated from the fatigue lifetime distribution. The crack growth rate was accelerated by humidity of ambient air. In a dry nitrogen, the crack growth rate did not depend on the frequency, however, it was retarded by small stress amplitude. According to the fracture toughness data measured by a controlled surface flaw method, the bridging effect in smooth specimens was not significant. It is deduced that stress corrosion cracking (SCC) is one of the important mechanism in fatigue crack growth of silicon nitride ceramics. It is supposed that the cyclic loading in silicon nitride ceramics causes damage to bridging zone and/or other fatigue crack growth mechanism such as initiation and coalescence of microcracks.

Key-words : Fatigue, Statistical analysis, Weibull distribution, Silicon nitride, Fracture toughness

1. 緒 言

窒化ケイ素の疲労き裂進展挙動に関しては、破壊力学試験片によるき裂進展試験を中心として多くの報告がなされている。なかでも岸本らは、CT試験片を用いた繰り返し疲労試験を詳細に行い、窒化ケイ素の疲労き裂進展は基本的に応力腐食割れ (Stress Corrosion Cracking: SCC) に基づくものであり、繰り返し荷重による粒子架橋領域の損傷が SCC による疲労き裂進展を加速していることを明らかにした^{1)~5)}。同様の実験結果は、高橋ら^{6),7)}、田中ら^{8),9)}、著者ら¹⁰⁾によっても報告されている。また、小川^{11)~13)}、Lathabai ら¹⁴⁾、Dauskardt ら^{15)~16)}は、マグネシア、部分安定化ジルコニア、アルミナ、SiC ウィスカー強化アルミナなどのセラミックスにおいても、繰り返し荷重による粒子架橋領域の損傷が疲労き裂進展挙動に大きな影響を及ぼすことを報告している。これらの研究は、数 mm 単位の長いき裂を用いた試験片によるものであるが、数百 μm 単位の微小き裂の場合にも、同じ機構による疲労き裂進展が報告されている^{4),16)~18)}。

セラミック部品の寿命予測に際しては、予き裂を導入していない平滑試験片の疲労寿命挙動を把握することが必要

である。セラミックスの疲労寿命は一般に大きくばらつくため、疲労寿命データから疲労挙動を推定する際には、統計的な取り扱いを行うことが不可欠である。例えば、Jakus ら¹⁹⁾、松尾ら²⁰⁾は、SCC による寿命予測とワイブル分布をもとに、セラミックスの疲労寿命分布式を導出している。しかしながら、疲労データを統計的に整理するためには多量の疲労試験を実施する必要があり、円筒の内圧試験²⁰⁾や回転曲げ疲労試験^{21),22)}など、報告されている研究は限られている。

セラミックスの疲労寿命分布は、初期欠陥寸法の分布によるものである。このことは、疲労寿命分布が初期欠陥分布もしくは初期強度分布に 1 対 1 対応することを示唆している。Fett らはセラミックスに固有なこのような特徴を利用することにより、疲労寿命分布から疲労き裂進展挙動を推定できることを示した^{23),24)}。また、著者らはこの手法を用いて、常圧焼結窒化ケイ素の繰り返し疲労寿命データを整理し、平滑試験片の疲労挙動を考察する上において有効な手法であることを示した²⁵⁾。

本研究では、焼結助剤量が異なる 2 種類のガス圧焼結窒化ケイ素を同じ条件で焼結し、これらの平滑試験片を用いた繰り返し疲労試験を行った。得られた疲労寿命データを Fett らの方法によって整理し、窒化ケイ素の繰り返し疲労挙動に及ぼす繰り返し負荷条件の影響や試験雰囲気中の水分の影響について調べた。また実験結果をもとに、窒化ケイ素平滑試験片の疲労き裂進展機構について考察した。

2. セラミックスの疲労寿命分布からのき裂進展速度推定法

本章では、Fett らが導出したセラミックスの疲労寿命分布から疲労き裂進展速度を推定する方法について概説する^{23)~25)}。セラミックスの寿命予測に関しては、定荷重下における遅れ破壊 (静疲労) に関する研究が最も広く適用されている。応力腐食割れ (SCC) による疲労き裂進展速度 (da/dt) は、以下に示す応力拡大係数 K_I の n 乗則で近似される^{26),27)}。

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

ここで、 a はき裂の代表寸法、 Y はき裂の形状係数、 σ は代表応力、 A 、 n は SCC による疲労き裂進展パラメータで

ある。一方、多くの場合、セラミックスの強度分布は、以下に示す2母数のワイブル分布に従う。

$$F(\sigma_i) = 1 - \exp \{ -(\sigma_i/\sigma_0)^m A_{\text{eff}} \} \quad (2)$$

ここで σ_i は破壊強度、 $F(\sigma_i)$ は破壊確率、 m と σ_0 はワイブルの形状母数と尺度母数、 A_{eff} は有効表面積である。

(2)式では多軸応力の影響については考慮していない。また、セラミックスの曲げ試験では、ほとんどの破壊起点は最大応力発生部位である表面であることから、表面欠陥を起点とする強度分布を取り扱っている。

次に、同一の繰り返し試験条件（最大応力 σ_{max} ）において複数の試験片による疲労試験を実施することを考える。疲労寿命が N_f である試験片の即時破壊強度を σ_i とすると、疲労破壊確率 $F_f(N_f)$ と即時破壊確率 $F(\sigma_i)$ が一致することから、

$$F_f(N_f) = F(\sigma_i) = 1 - \exp \{ -(\sigma_i/\sigma_0)^m A_{\text{eff}} \} \quad (3)$$

が成立する^{23)~25)}。これを σ_i について解くと、次式が得られる。

$$\sigma_i = \sigma_0 [-\ln \{ 1 - F_f(N_f) \} / A_{\text{eff}}]^{1/m} \quad (4)$$

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

$$a_i = (K_{\text{IC}}/\sigma_i Y \sqrt{\pi})^2 \quad (5)$$

前述の繰り返し応力状態において試験片には最大応力 σ_{max} が負荷されていることから、試験開始時の最大応力拡大係数 $K_{\text{I max}}$ は、

$$K_{\text{I max}} = Y \sigma_{\text{max}} \sqrt{\pi a_i} \quad (6)$$

で表される。(4)式、(5)式を(6)式に代入して整理すると次式が得られる。

$$\frac{K_{\text{I max}}}{K_{\text{IC}}} = \frac{\sigma_{\text{max}}}{\sigma_0 [-\ln \{ 1 - F_f(N_f) \} / A_{\text{eff}}]^{1/m}} \quad (7)$$

この式は、最大応力 σ_{max} の繰り返し条件下における疲労寿命が N_f である試験片の、初期応力拡大係数と破壊靱性値の比 ($K_{\text{I max}}/K_{\text{IC}}$) を示している。 $F_f(N_f)$ は、各々同一試験条件の疲労データから、次式に示すメジアンランク法によって計算できる。

$$F_f(N_f) = (\text{疲労破壊の順序数} - 0.3) / (\text{全試験片数} + 0.4) \quad (8)$$

次に、き裂進展速度を $V(K_{\text{I}}/K_{\text{IC}})$ とすると、疲労寿命 N_f は次式で表される²⁷⁾。

$$N_f = \frac{2}{\pi Y^2 \sigma_{\text{max}}^2} \int_{K_{\text{II}}}^{K_{\text{IC}}} \frac{K_{\text{I}}/K_{\text{IC}}}{V(K_{\text{I}}/K_{\text{IC}})} dK_{\text{I}} \quad (9)$$

初期応力拡大係数 K_{Ii} に関する微分をとると、

$$dN_f/dK_{\text{II}} = - \frac{2(K_{\text{II}}/K_{\text{IC}})}{(Y \sigma_{\text{max}})^2 V(K_{\text{II}}/K_{\text{IC}}) \pi} \quad (10)$$

となる。 $N_f d(\log N_f) = dN_f$ 及び $K_{\text{Ii}} d(\log K_{\text{Ii}}) = dK_{\text{Ii}}$ であることから、初期き裂進展速度は次式で表される^{23),24)}。

$$V(K_{\text{II}}/K_{\text{IC}}) = - \frac{2(K_{\text{II}}/K_{\text{IC}})^2 d(\log(K_{\text{II}}/K_{\text{IC}}))}{(Y \sigma_{\text{max}})^2 \pi N_f d(\log N_f)} \quad (11)$$

(11)式を用いることによって、初期応力拡大係数 $K_{\text{Ii}}/K_{\text{IC}}$ と疲労寿命 N_f の両対数プロットにおける傾きから、き裂進展速度を推定することができる。なお、初期応力拡大係

数は、(6)式で定義される試験開始時の最大応力拡大係数 $K_{\text{I max}}$ と等しいことから、 $K_{\text{Ii}}/K_{\text{IC}} = K_{\text{I max}}/K_{\text{IC}}$ となる。

3. 実験方法

3.1 窒化ケイ素の焼結と機械的特性の測定

実験に使用した材料は、等モル比の Al_2O_3 と Y_2O_3 を焼結助剤とする2種類の焼結窒化ケイ素である。窒化ケイ素原料は宇部興産製、SN-E10であり、所定量の焼結助剤を秤量、ボールミル混合後、スプレードライ法によって造粒した。金型によって $6 \times 6 \times 50$ mm 形状に成形したグリーン体を、更に 4 ton/cm^2 の圧力で静水圧プレスした。焼結は $1900^\circ\text{C} \times$ 窒素9気圧 $\times$ 4時間のガス圧焼結によって、各200本の試験片を同時に実施した。各材料の記号は、AYが Al_2O_3 と Y_2O_3 を、数字は焼結助剤総量のモル比 (5, 10 mol%) を意味している。焼結体の組織観察は、表面にプラズマエッチングを施すことによって行った。

3点曲げ強度はJIS R1601に準じて、恒温室中（温度 23°C 、露点 $\text{DP} = \text{約} 10^\circ\text{C}$ ）及び乾燥窒素雰囲気中（温度 23°C 、露点 $\text{DP} < -20^\circ\text{C}$ ）にて測定した。試験片本数は、各材料、各環境につき各々20本である。得られた強度データはメジアンランク法によってワイブルプロットし、最小二乗法によるワイブルパラメータの推定を行った。

破壊靱性値は、SEPB (Single Edge Precracked Beam) 法 (JIS R1607)、及びCSF (Controlled Surface Flaw) 法²⁸⁾によって測定した。SEPB法は、幅0.2 mm、深さ0.5 mmのノッチをスタータとして予き裂を導入し、前述した恒温室中及び乾燥窒素中にて各5本実施した。

CSF法では曲げ試験片の引張り面中央に196 Nの荷重でスラップ予き裂を導入し、残留応力を除去するため100~200 μm の表面ラッピングを行って、各6本の試験片を準備した。恒温室中（温度 23°C 、露点 $\text{DP} = \text{約} 10^\circ\text{C}$ ）において、JIS R1601に準じて4点曲げ強度を測定した後、走査型電子顕微鏡 (SEM) によって破壊起点の深さ (a) と表面寸法 ($2b$) を測定し、Newman と Raju の式²⁹⁾によって破壊靱性値を算出した。

3.2 繰り返し疲労試験

繰り返し疲労試験は、図1に示すような圧電バイモルフをアクチュエータとする疲労試験機を用いて実施した³⁰⁾。パソコンを用いたフィードバック制御により、最大荷重の設定精度は99%以上となっているが、応力比については最大0.05程度の変動がある。疲労試験は、試験片寸法 $3 \times 4 \times 40$ mm、スパン幅30 mmの3点曲げ法で実施し、試験周波数 $f = 152$ Hz 及び390 Hz、応力比 $R = 0.1$ 及び0.4の諸条件で実施した。実験は、乾燥窒素ガス（露点 $\text{DP} < -20^\circ\text{C}$ ）もしくは露点調整した加湿窒素ガス ($\text{DP} = \text{約} 10^\circ\text{C}$) を約50 cc/分の流量で試験片表面に吹き付けながら行った。

疲労試験はまず平均荷重をハンドルにて負荷した後、バイモルフを駆動することによってサイン波形の繰り返し荷重を負荷した。バイモルフの振幅が所定値に達するまでに、10秒程度必要であるため、疲労寿命が短い場合には誤差

Fig. 1. Schematic representation of cyclic fatigue testing device using a piezoelectric bimorph actuator.³⁰⁾

が大きく、これらは破断回数3000サイクル未満の初期破断データとして一律に取り扱った。試験の打ち切り回数は、 4×10^7 とした。疲労試験は通常の方法とは異なり、それぞれの疲労試験条件に対して、一定の最大応力 ($\sigma_{\max}$) のもとで行った。各試験条件 (周波数, 応力比, $\sigma_{\max}$, 試験片本数, 試験環境) を表 1 に示す。

4. 実験結果

4.1 微構造と機械的性質

焼結した窒化ケイ素の機械的特性を表 2 に、微構造の SEM 写真を図 2 に示す。微構造は、ともに β 窒化ケイ素の粗大柱状粒子が発達した in-situ 複合組織をなしており、助剤量が多い AY10H の方が平均粒径、最大粒径とも大きくなっている。

乾燥窒素中の曲げ強度は、恒温室中に比較して、AY05H で 8.2%, AY10H で 13.2%, それぞれ大きな値と

Fig. 2. Scanning electron micrographs of silicon nitride ceramics: (a) AY05H, (b) AY10H. Surfaces were finished by plasma etching technique.

なっている。これは大気中水分による SCC の影響と考えられる。強度差は助剤量が多いほど顕著である。曲げ強度データから最小二乗法によって推定されたワイブル係数 (m, σ_0) を表 2 に示す。強度分布は、ワイブルプロット上ではほぼ直線となり、2 母数のワイブル分布で良く表現できることが確認された。いずれの雰囲気中においても、曲げ強度は AY05H が低く、Weibull 形状係数も小さい。

図 3 は、CSF 法及び SEPB 法によって得られた大気中での破壊靱性 K_{IC} を、予き裂長さ (a) の関数としてプロットした結果である。き裂長さが $200 \mu\text{m}$ 以下の範囲では、破壊靱性はき裂長さとともに大きくなっている。SEPB 法で測定された各材料の破壊靱性は、 $6.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度ではほぼ同じ値であるが、短いき裂では AY10H の方が靱性が大きく、微構造を反映した結果となっている。図 3 より、自然欠陥の寸法に対応する $20 \mu\text{m}$ 以下の領域では、破壊靱性値は SEPB 法の結果と比較して著しく小さく、 $2 \sim 3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度であると推定される。なお、SEPB 法による破壊靱性値に及ぼす大気中水分の影響は、強度ほど顕著には認められなかった。

Table 1. Cyclic loading condition and estimated fatigue crack growth parameters.

Material	Frequency (Hz)	Stress Ratio	$\sigma_{\max}$ (MPa)	Number of samples	Fatigue Parameter		Atmosphere (Dew point)
					n	A' [m/cycle]	
AY05H	152	0.1	796	24	35.5	3.09E-09	Dry N ₂ (DP < -20°C)
AY10H	152	0.1	980	19	32.2	3.69E-10	Dry N ₂ (DP < -20°C)
	152	0.1	956	16	36.4	9.72E-09	Wet N ₂ (DP $\approx$ 10°C)
	390	0.1	980	16	29.4	2.59E-10	Dry N ₂ (DP < -20°C)
	152	0.4	1054	18	42.0	3.13E-10	Dry N ₂ (DP < -20°C)

Table 2. Mechanical properties of silicon nitride materials.

Material	Density (g/cc)	Weibull Parameter		Bending Strength (MPa)		K _{IC} (MPa√m)		Atmosphere (Dew point)
		m	σ_0	Average	Std.Dev.	Average	Std.Dev.	
AY05H	3.24	8.58	974	921	113	6.26	0.07	Ambient ($\approx$ 10°C)
AY10H	3.28	12.3	1041	1000	87	6.24	0.09	
AY05H	3.24	10.8	1041	996	93	6.09	0.27	Dry N ₂ (< -20°C)
AY10H	3.28	16.1	1159	1124	75	6.57	0.04

Fig. 3. Fracture toughness (K_{IC}) data of silicon nitrides, AY05H (○) and AY10H (●) as a function of crack length, measured by CSF (controlled surface flaw) method with Knoop indentation crack (load 196 N) and SEPB (single edge precracked beam) method. Residual stress caused by indentation was released by surface lapping in CSF method.

4.2 助剤量の異なる窒化ケイ素の繰り返し疲労挙動

応力比 $R=0.1$, 周波数 $f=152$ Hz, 乾燥窒素 ($DP<-20^{\circ}\text{C}$) 中にて AY05H と AY10H の疲労試験を行ったときの, 疲労寿命分布のワイブルプロットを図 4 に示す. 疲労試験の最大応力 ($\sigma_{\max}$) は, AY10H では 980 MPa, AY05H では 796 MPa である. 乾燥窒素中での即時強度のワイブル係数, 疲労試験の最大応力, 疲労破壊確率, 疲労寿命の各データから, (7) 式, (8) 式をもとにして, 各試験片における初期最大応力拡大係数 $K_{I\max}$ と破壊靱性 K_{IC} との比率 ($K_{I\max}/K_{IC}$) と, 疲労寿命 N_f の関係を計算した結果を図 5 に示す. 有効面積については, 即時強度試験と疲労試験をとともに同じ条件で実施したため, 陽には取り扱っていない. 図 5 に示した $K_{I\max}/K_{IC}-N_f$ 線図は, 応力拡大係数 $K_{I\max}/K_{IC}$ で表した 1 種の $S-N$ 線図と考えることができる.

図 6 は, き裂形状として表面 2 次元縁き裂 ($Y=1.12$)

Fig. 4

Fig. 5

Fig. 6

Fig. 4. Weibull plot of fatigue distribution data in cyclic fatigue testing of AY05H and AY10H. The cyclic fatigue testing condition was $f=152$ Hz, $R=\sigma_{\min}/\sigma_{\max}=0.1$. The experiments were done in dry N_2 atmosphere (Dew point $<-20^{\circ}\text{C}$) for AY05H (田) and AY10H (○), in wet N_2 (Dew point $\approx 10^{\circ}\text{C}$) atmosphere for AY10H (●).

Fig. 5. Fatigue lifetime data of AY05H (田) and AY10H (○) as a function of $K_{I\max}/K_{IC}$ calculated by Eq. (7) and Eq. (8). The cyclic fatigue testing condition was $f=152$ Hz, $R=\sigma_{\min}/\sigma_{\max}=0.1$ in dry N_2 atmosphere (Dew point $<-20^{\circ}\text{C}$). The fast fracture strength data measured in dry N_2 atmosphere were used for the calculation.

Fig. 6. Fatigue crack growth diagram ($da/dN-K_{I\max}/K_{IC}$ diagram) calculated by the method of Fett and Munz.²³⁾ The straight through surface crack ($Y=1.1215$) was assumed for the calculation. The fatigue testing condition is $f=152$ Hz, $R=0.1$ in dry N_2 atmosphere.

を仮定し, 図 5 の $K_{I\max}/K_{IC}-N_f$ 線図と (11) 式を用いて推定したき裂進展線図 ($K_{I\max}/K_{IC}-da/dN$ 線図) である. なお, (11) 式中の $d(\log K_{I\max}/K_{IC})/d(\log N_f)$ は, 図 5 の結果を 3 次関数で近似し, これを微分することによって計算した. 得られたき裂進展線図は両対数プロットにおいてはほぼ直線となることから, き裂進展速度の実験式として,

$$da/dN = A' (K_{I\max}/K_{IC})^n \quad (12)$$

を仮定した場合に得られた疲労パラメータの値を表 1 に示す. き裂進展速度は, AY05H の方が若干大きい, 疲労き裂進展パラメータはそれぞれ $n=36$ 及び 32 であり, 助剤量や微構造による疲労挙動の相違は, 顕著には認められなかった.

4.3 窒化ケイ素の繰り返し疲労挙動に及ぼす大気中水分の影響

前章で述べたように, 本実験で使用した窒化ケイ素の曲げ強度は, 大気中水分による SCC の影響が認められた. そこで, AY10H に対して, 露点 10°C に調整した窒素ガスを試験片に吹き付けながら, 応力比 $R=0.1$, 周波数 $f=152$ Hz の条件で疲労試験を実施した. 疲労寿命分布のワイブルプロットを図 4 に, 前節と同じ方法によって計算されたき裂進展線図を図 7 に示す. 乾燥窒素雰囲気と比較して, 疲労き裂進展速度は 1 けた以上加速されており, 大気中水分の影響が顕著であることが認められた.

4.4 窒化ケイ素の繰り返し疲労挙動に及ぼす負荷条件の影響

時間依存型の SCC が支配的な場合, 疲労き裂進展は繰り返し周波数に依存し, 周波数が低いほどき裂進展速度 (da/dN) が大きくなる. そこで, AY10H に対して, 乾燥窒素中, 応力比 $R=0.1$, 周波数 $f=390$ Hz の条件で疲労試験を実施した. 得られた疲労寿命のワイブルプロットを図 8 に, き裂進展線図を図 9 に示す. 疲労挙動に及ぼす

Fig. 7. The effect of humidity on fatigue crack growth rate of AY10H material under $f=152$ Hz and $R=0.1$. The dew point of wet- N_2 was approximately 10°C .

繰返し周波数の影響は、この範囲では認められなかった。

また、AY10H に対して、乾燥窒素中、応力比 $R=0.4$ 、周波数 $f=152$ Hz の条件で疲労試験を行ったときの疲労寿命のワイブルプロットを図 8 に、計算されたき裂進展線図を図 10 に示す。応力振幅が小さくなると疲労き裂進展速度は低下しており、疲労パラメータは $n=43$ と若干大きな値となった。

5. 考 察

本実験では、大気中水分による強度の低下や、疲労き裂進展速度の加速が認められているが、これは従来から報告されている、粒界ガラス相での SCC の影響と考えられる^{31),32)}。一方、乾燥窒素中において、周波数の影響が観察されないこと、応力比が大きい方がき裂進展が遅くなることは、時間依存型き裂進展機構である SCC に加えて、繰返し依存型のき裂進展機構の存在を示唆している。

長いき裂を有する窒化ケイ素の疲労き裂進展は、繰返し負荷による粒子架橋領域のフレッティング摩耗などにより、き裂先端の応力遮蔽効果が低下し、SCC を加速していることが明らかになっている^{3)~10)}。これは SCC と独立

したき裂進展機構ではなく、繰返し荷重による SCC の加速を考えた“繰返し SCC 機構”である。Ritchie と Dauskardt は、ウェイクでの現象を extrinsic 機構、フロントアルプロセスゾーンでの現象を intrinsic 機構と呼んで区別しているが³³⁾、長いき裂を有する窒化ケイ素では、粒子架橋領域の損傷という extrinsic 機構によって SCC を加速する形の疲労き裂進展が生じていると考えられる。

一方、平滑試験片では、破壊靱性値から予測されるき裂長さは $20\text{ }\mu\text{m}$ 以下であり、これが数 μm 進展することによって $K_I > K_{IC}$ という破壊条件を満たすことになる。このような微小き裂に対して、従来報告されているような長いき裂の進展挙動機構が適用できるかどうかは疑問である。最も大きな理由は、長いき裂では粒子架橋効果（き裂進展過程では粗大粒子の Debonding や Pull out 効果）による高靱化が実現している点である^{34),35)}。図 3 から明らかなように、本実験で使用了窒化ケイ素 (AY10H, AY05H) の破壊靱性値は、SEPB 法で測定された長さ約 $1\sim 1.5\text{ mm}$ のき裂に対しては $6\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度であるが、CSF 法で測定された長さ約 $50\text{ }\mu\text{m}$ のき裂に対しては $3\sim 4\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度と著しく小さくなっている。そのため、十数 μm 程度の代表寸法を持つ自然欠陥では粒子架橋機構が関与する高靱化機構はほとんど発現していないと考えられる。このことは、平滑材の疲労挙動に関しては、粒子架橋領域の損傷モデルとは異なる繰返しき裂進展機構もしくは SCC 加速機構が存在している可能性を示唆する。このき裂進展機構は、本実験結果から明らかなように、繰返し数依存型であり、応力振幅が大きい（応力比が小さい）ほど顕著な機構である。

繰返し荷重によるき裂進展機構としては、粒子架橋領域の損傷による SCC の加速効果のほかに、圧縮繰返し荷重下におけるノッチ底近傍での微小き裂の発生と成長³⁶⁾、き裂面の Asperity に起因したき裂先端での微小き裂の発生と成長^{37),38)}、粒子の突出し現象³⁹⁾などが報告されている。窒化ケイ素は、窒化ケイ素粒子と粒界ガラス相

Fig. 8

Fig. 9

Fig. 10

Fig. 8. Weibull plot of fatigue distribution data in cyclic fatigue testing of AY10H. The cyclic fatigue testing conditions were $f=152$ Hz, $R=\sigma_{\min}/\sigma_{\max}=0.1$. $\sigma_{\max}=980\text{ MPa}$ for $\circ$, $f=390$ Hz, $R=0.1$, $\sigma_{\max}=980\text{ MPa}$ for $\blacktriangle$, and $f=152$ Hz, $R=0.4$, $\sigma_{\max}=1054\text{ MPa}$ for $\triangle$, respectively. The experiments were done in dry N_2 atmosphere (Dew point $< -20^\circ\text{C}$).

Fig. 9. The effect of loading frequency on fatigue crack growth rate of AY05H material under $R=0.1$ and dry N_2 atmosphere.

Fig. 10. The effect of stress rate (R) on fatigue crack growth rate of AY10H material under $f=152$ Hz in dry N_2 atmosphere. The crack growth rate is retarded at smaller stress amplitude.

からなる複合組織であり、弾性不均一性による応力集中、残留応力の緩和、粒子間での摩擦などに起因した微小き裂の生成やき裂先端での微小き裂成長などが、粒界で発生する可能性が十分に考えられる⁴⁰⁾。

本実験から得られたき裂進展速度は、1000サイクル当たり0.1 nm~1 μ m というき裂進展速度となるが、物理的に考えればこのような格子定数レベルでの連続的なき裂進展ということとはありえない。この事実も、窒化ケイ素の疲労き裂進展機構は単純な SCC ではなく、不連続な微小損傷（微小き裂の生成や合体など）の影響が大きいことを示唆している。

以上のことから、窒化ケイ素平滑試験片の疲労挙動は、長いき裂に対して従来考えられている粒子架橋領域の繰り返し荷重による損傷が起因する SCC の加速効果（繰り返し SCC 機構）ばかりではなく、これとは独立した繰り返し荷重による微小き裂発生・進展機構、もしくは SCC の加速機構を考慮したモデルも、併せて考察する必要があると思われる。

6. 結 言

助剤量の異なる2種類のガス圧焼結窒化ケイ素を試作し、平滑試験片を用いた繰り返し疲労試験を実施した。疲労寿命データを Fett らによる方法によって整理し、疲労寿命分布から疲労き裂進展速度を推定した。得られた結果をまとめると以下のとおりである。

(1) 微構造や助剤量の相違による疲労挙動の差は、顕著には見られない。

(2) 乾燥窒素雰囲気では、繰り返し周波数の影響は見られないが、応力比が大きいほどき裂進展は減速される。

(3) 大気中の水分が多いほど、疲労き裂進展速度が加速される。

(4) CSF 法による破壊靱性試験の結果から推定すると、平滑試験片の欠陥寸法領域では、窒化ケイ素の高靱化機構はほとんど発現していない。

以上の実験結果より、窒化ケイ素平滑材の疲労寿命は、従来報告されているように SCC に大きく影響されるが、繰り返し荷重の影響に関して言えば、長いき裂のき裂進展機構である粒子架橋領域の損傷が起因する繰り返し SCC 機構だけではない可能性が示唆された。

謝 辞 サンプルへのプラズマエッチングに当たってご協力を頂きました、無機材質研究所・三友 護博士に感謝致します。また、試験片の試作にご協力頂きました、日産自動車(株)総合研究所・浦本清弘氏、堀 年雄氏に感謝致します。

文 献

- 1) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 材料, **36**, 1122-27 (1987).
- 2) A. Ueno, H. Kishimoto, H. Kawamoto and M. Asakura, *Eng. Fract. Mech.*, **40**, 913-20 (1991).
- 3) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 日本機械学会論文集, **A58**, 2011-17 (1992).
- 4) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 山中洋一, 材料, **41**, 495-501 (1992).
- 5) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 材料, **41**, 253-59 (1992).
- 6) 高橋 学, 武藤睦治, 岡本寛巳, 老川恒夫, 材料, **40**, 588-94 (1991).
- 7) 高橋 学, 武藤睦治, 日本機械学会論文集, **A57**, 2615-21 (1992).
- 8) T. Tanaka, N. Okabe, H. Nakayama and Y. Ishimaru, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, **15**, 643-53 (1992).
- 9) M. Okazaki, A. J. Mcevil and T. Tanaka, *Metall. Trans.*, **22A**, 1425-34 (1991).
- 10) 小笠原俊夫, 安田榮一, *J. Ceram. Soc. Japan*, **101** [11] (1993) 印刷中.
- 11) 小川武史, 日本機械学会論文集, **A57**, 492-99 (1991).
- 12) 小川武史, 材料, **40**, 1479-84 (1991).
- 13) 小川武史, 日本機械学会論文集, **A58**, 639-46 (1992).
- 14) S. Lathabai, J. Rodel and B. R. Lawn, *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 1340-48 (1991).
- 15) R. H. Dauskardt, D. B. Marshall and R. O. Ritchie, *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**, 893-903 (1990).
- 16) R. H. Dauskardt, M. R. James, J. R. Porter and R. O. Ritchie, *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**, 759-71 (1992).
- 17) A. A. Steffen, R. H. Dauskardt and R. O. Ritchie, *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 1259-68 (1991).
- 18) 飯尾 聡, 丹羽倫規, 多島 容, 渡辺正一, *J. Ceram. Soc. Japan*, **100**, 117-21 (1992).
- 19) K. Jakus, D. C. Coyne and J. E. Ritter, Jr., *J. Mater. Sci.*, **13**, 2071-80 (1978).
- 20) 松尾陽太郎, 大井田俊彦, 神保勝久, 安田公一, 木村脩七, セラミックス論文誌, **97**, 136-42 (1989).
- 21) 酒井達雄, 藤谷景三, 材料, **35**, 1371-77 (1986).
- 22) 小笠原俊夫, 秋宗淑雄, 米田孝治, セラミックス論文誌, **99**, 489-94 (1991).
- 23) T. Fett and D. Munz, *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**, C213-15 (1985).
- 24) T. Fett, G. Martin, D. Munz and G. Thun, *J. Mater. Sci.*, **26**, 3320-28 (1991).
- 25) 小笠原俊夫, 穠場 亨, 秋宗淑雄, 日本機械学会論文集, **A59**, 1256-61 (1993).
- 26) A. G. Evans, *Int. J. Fract.*, **16**, 485-98 (1980).
- 27) J. E. Ritter, Jr., "Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 4", Ed. by R.C. Bradt et. al., Plenum, New York (1978) pp. 667-86.
- 28) J. J. Petrovic, L. A. Jacobson, P. K. Talty and A. K. Vasudevan, *J. Am. Ceram. Soc.*, **58**, 113-16 (1975).
- 29) J. C. Newman, Jr. and I. S. Raju, *Eng. Fract. Mech.*, **15**, 185-92 (1981).
- 30) 大矢寛二, 小倉幸治, 材料, **38**, 44-48 (1989).
- 31) S. Horibe and R. Hirahara, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, **14**, 863-70 (1991).
- 32) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 小湊郁磨, 日本機械学会講演論文集, No. 910-62A, 470-72 (1991).
- 33) R. O. Ritchie and R. H. Dauskardt, セラミックス論文誌, **99**, 1047-62 (1991).
- 34) C.-W. Li, D.-J. Lee and S.-C. Lui, *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**, 1777-85 (1992).
- 35) Y. Maniette, M. Inagaki and M. Sakai, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **7**, 255-63 (1991).
- 36) S. Suresh and J. R. Brockenbrough, Jr., *Acta Metall.*, **36**, 1455-70 (1988).
- 37) S. Horibe, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **6**, 89-95 (1990).
- 38) S. Horibe and R. Hirahara, *Acta Metall.*, **39**, 1309-17 (1991).
- 39) Y. Matsuo, H. Nakamura, K. Jinbo, K. Yasuda and S. Kimura, Proc. of the 1st Int. Symp. on the Science of Engineering Ceramics, Ed. by S. Kimura and K. Niihara, Ceramics Society of Japan (1991) pp. 507-13.
- 40) 高津 学, 大矢寛二, 安藤雅史, セラミックス論文誌, **98**, 490-98 (1990).