粒子架橋機構によって高靱化されたセラミックスの疲労特性の評価

山内幸彦・宮島達也・伊藤正治・久保勝司

名古屋工業技術研究所, 462 名古屋市北区平手町 1-1

Evaluation of Fatigue Behavior of Ceramics Toughened by Grain Bridging Mechanism

Yukihiko YAMAUCHI, Tatsuya MIYAJIMA, Shoji ITO and Katsushi KUBO

National Industrial Research Institute of Nagoya, 1-1, Hirate-cho, Kita-ku, Nagoya-shi 462

[Received September 8, 1993; Accepted February 16, 1994]

Rotary bending fatigue and static fatigue tests were carried out for silicon nitride and silicon carbide ceramics at room temperature, with determining the fracture toughness values by SEVNB and SEPB methods. Two of the silicon nitride ceramics exhibit the great difference between the toughness values obtained from two methods, suggesting that there is a strong traction force in the propagating crack interface. From the observation of crack extension path, mechanisms of grain bridging and crack surface interlocking are concluded to be responsible for the strong traction. Materials, having a much greater SEPB toughness than that of SEVNB, exhibited considerable degradation in fatigue strength due to cyclic loads during rotary bending tests. This suggests that the damage in the crack surface causes degradation in fatigue strength. Analysis, assuming that cyclic loads affect the *R*-curve behavior, was consistent with the measured rotary bending fatigue behavior.

Key-words: Silicon nitride, Silicon carbide, Rotary bending fatigue, Rising *R*-curve, Cyclic effect, Effective volume

1. 序

セラミックスを構造材料として利用するには、その疲労機構を解明し、部材寿命保証の手段を確立することが重要である。セラミックスの疲労機構については、塑性変形を生ずる金属材料とは異なり、応力腐食を原因とする潜在欠陥の進展 (K_I - V 特性) に基づくと考えられてきた¹⁾。しかし、アルミナ、ジルコニア及び窒化ケイ素系セラミックスにおいては、繰返し応力による寿命の短縮、き裂進展の加速という従来の K_I - V 特性に基づく解析では説明困難な現象も数多く報告されている^{2)~19)}。繰返しの効果が発現される機構としては格子欠陥の生成、発熱による応力腐食割れの加速²⁾、粒子と粒界との弾性的な不整合や残留応力による微小き裂の発生^{7),8),11)}、脱落粒子のかみ込みや、き裂面の不整合による cantilever 効果^{5),6),9),10),12),14),16)}、架橋粒子のき裂閉口時や圧縮応力時における破壊とそれに起因するき裂先端での応力遮蔽効果の低下^{13),15),17)~19)}などが提案されている。

最近では、高靱化セラミックスにおいて顕著な繰返し効果が現れることから、高靱化機構と疲労現象の関連が注目されており^{12),20)}、窒化ケイ素セラミックスでは粒子架

橋領域の損傷による応力遮蔽効果の低下が疲労あるいはき裂進展の加速機構と推察されている²⁰⁾。しかし、このような機構は自然欠陥からのき裂進展のようなき裂進展量が僅かな場合にも現れるとは考え難いために、平滑材の疲労寿命における繰返しの効果はこれとは異なる機構によることを示唆する報告²¹⁾もあり、セラミックスの疲労機構についてはまだ十分に解明されていない。

そこで、自然欠陥を起点として疲労破壊するときの粒子架橋と繰返しの効果の関係を調べるために、粒子架橋効果については SEVNB と SEPB 法で測定した破壊靱性値を、繰返しの効果については静疲労及び両振り繰返し疲労試験結果を比較して評価した。更に、繰返し応力により破壊抵抗が一定の割合で低下するというモデルを用いて、繰返し荷重による応力遮蔽効果の低下率を推定することを試みた。

2. 試験方法

2.1 供試材及び試験片

本研究の目的は、自然欠陥を起点とする場合の繰返しの効果が粒子架橋領域の損傷に起因している可能性を調べることにある。その観点から5種類の構造用セラミックスを供試材として選択した。具体的には日本ガイシ製常圧焼結窒化ケイ素 (N1)、東芝製常圧焼結及びホットプレス窒化ケイ素 (N2, N3)、日本鋼管製 HIP 処理窒化ケイ素 (N4)、日本特殊陶業製ホットプレス炭化ケイ素 (C1) である。試料の化学成分分析結果²²⁾や文献²³⁾によれば、N1 には MgO , CeO_2 , SrO , ZrO_2 が、N2~N4 には Al_2O_3 と Y_2O_3 が、C1 には B と C が焼結助材に用いられている。N4 以外については室温における定負荷速度試験結果が報告されており²²⁾、N1 から N3 は室温において粒界ガラス相の応力腐食によってき裂成長を起こすこと、C1 は長時間負荷を加え続けてもき裂成長を起こさないことが確認されている。また、N4 は破壊靱性を向上させるために粗大長柱状粒子を数多く含むため、き裂面に粒子架橋が生じやすい²³⁾。

これらの材料の室温破壊靱性値を SEVNB 法と SEPB 法で測定するとともに、室温静疲労及び回転曲げ疲労試験を実施した。試験片形状は破壊靱性値測定用が幅 3 mm、厚さ 4 mm、長さ 40 mm、疲労試験用がつかみ部径 6

Fig. 1. Geometry and dimensions of specimens.

mm, 平行部径 3 mm, 長さ 60 mm である。試験片は、各材料ともに同一バッチで製造された数枚の焼結体ブロックから切り出し、#400 のダイヤモンド砥石により研削加工して作製した。研削方向については破壊靱性試験片に対しては試験片長手方向、疲労試験片に対しては円周方向とした。また、SEVNB 試験片中央部には深さ 2 mm, 先端半径 30 μm 以下の V ノッチを、SEPB 試験片中央部には開始き裂として深さ 0.3 mm, 幅 100 μm のストレートノッチを試験片長手方向と直角に導入した。それぞれの最終試験片形状を図 1 に示す。

2.2 破壊靱性試験

破壊靱性値の測定は、破面間に粒子架橋が存在する場合にその影響が小さい SEVNB 法²⁴⁾と、影響を受けやすい SEPB 法^{25), 26)} 2 種類で行った。SEPB 法における予き裂導入は水中で行い、き裂発生後も一定荷重(き裂発生荷重)を 10 分間加え続けた。破壊応力の測定は MTS 製 808 型材料試験機を用い、クロスヘッド速度 5 mm/min の負荷条件で外部スパン 30 mm, 内部スパン 10 mm の 4 点曲げ試験により行った。測定雰囲気は室温の大气である。破壊靱性値 K_{IC} は破壊応力 σ_f とき裂(ノッチ)深さ a から次式²⁷⁾によって計算した。

$$K_{IC} = Y \cdot \sigma_f \cdot \sqrt{a} \quad (1)$$

$$Y = 1.99 - 2.47\alpha + 12.97\alpha^2 - 23.17\alpha^3 + 24.8\alpha^4$$

$$\left(\text{ただし } \alpha = \frac{a}{W} \right) \quad (2)$$

ここで、 W は試験片厚さである。また、試験片数は両試験方法ともに 10 本とした。

2.3 静疲労試験及び回転曲げ疲労試験

疲労試験は両振り応力を比較的簡単に発生することができる回転曲げ^{28)~38)}によって行った。試験機は島津製作所製 CRB-1 型回転曲げ疲労試験機、試験雰囲気は室温の大气である。試験片はコレットチャックを介して試験機に装着され、駆動モーターにより試験片円周方向の回転が与えられる。曲げモーメントは重錘による一定荷重をスパン 100 mm の内部支点に加えることにより発生させた。外部支点のスパンは 300 mm であり、その荷重方向に対する位置は固定されている。疲労試験の負荷周波数は 60 Hz を基本としたが、N3 及び N4 に対しては 10 Hz でも試験を行った。

C1 以外の試料に対して、試験片を回転させずに破断寿命を測定する静疲労試験も比較のために実施した。これに用いた試験機は回転曲げ疲労試験に用いたものと同一である。

3. 疲労試験における有効応力

静疲労試験と回転曲げ疲労試験では負荷波形や試験片応力分布が異なるために、両結果を直接比較することは難しい。そこで、負荷波形効果及び試験片寸法効果¹⁾を考慮して、疲労試験における最大負荷応力値 $\sigma_{\max}$ の補正を行った。負荷波形効果を表す補正係数を β_1 、試験片寸法効果を表す補正係数を β_2 とすると、補正後の有効応力 $\sigma_{\max}^*$ は

$$\sigma_{\max}^* = \beta_1 \cdot \beta_2 \cdot \sigma_{\max} = \beta \cdot \sigma_{\max} \quad (3)$$

と表せる。以下に β_1 , β_2 それぞれの補正係数の計算方法を示す。

3.1 負荷波形効果

R 曲線挙動を考慮しないときの疲労特性に対する負荷波形効果の補正は、Evans と Fuller が提案した g パラメーター¹⁾によって行うことができる。ここでは粒子架橋による応力遮蔽効果が存在する場合を想定しているので、試料が上昇型 R 曲線挙動を示す場合の補正について考える。

セラミックスの疲労破壊が潜在欠陥の引っ張り応力による成長に起因しており、 R 曲線挙動が存在する場合のゆっくりとしたき裂の伝搬速度が(4)式で表されると仮定する³⁹⁾。

$$V = \frac{da}{dt} = v_0 \cdot \left(\frac{K_I}{K_R} \right)^n \quad (4)$$

ここでは t は負荷時間、 n は材料によって決まる疲労指数、 v_0 は定数、 a はき裂長さ、 K_I は応力拡大係数、 K_R はき裂進展量 Δa の関数として与えられる試料の破壊抵抗である。負荷応力の時間変化を $\sigma(t)$ とすれば、応力拡大係数 K_I は Y をき裂形状係数として

$$K_I = Y \cdot \sigma(t) \cdot \sqrt{a} \quad (5)$$

と書ける。負荷波形として

$$\sigma(t) = \sigma_{\max} \cdot F(t) \quad (6)$$

で表される周期関数を考える。ここで、静疲労試験では $F(t) = 1$ 、回転曲げ疲労試験では周波数を f として $F(t) = \sin(2\pi ft)$ となる。最大負荷応力 $\sigma_{\max}$ と寿命 t_f の関係は(4)~(6)式から

$$\left\{ \left(\frac{\int_0^{2\pi} F^n(x) dx}{2\pi} \right)^{1/n} \cdot \sigma_{\max} \right\}^n \cdot t_f = \frac{1}{v_0 \cdot Y^n} \cdot \left(\int_{a_0}^{a_c} K_R^n \cdot a^{-n/2} da \right) \quad (7)$$

と計算される。ここで $x = 2\pi ft$, a_c は破壊時の臨界欠陥寸法である。また、き裂成長は引っ張り応力のみによって生じると仮定し、(7)式左辺の積分は引っ張り応力が負荷される期間についてのみ計算する。

a_0 が試験片ごとに変化せず、試験片の破壊が常に最大応力負荷時に起こるならば、 a_c は負荷波形に関係なく破壊条件

$$K_R = Y \cdot \sigma_{\max} \cdot \sqrt{a_c} \quad (8)$$

によって決まる。(8)式における K_R 値は、き裂進展量が $a_c - a_0$ のときの破壊抵抗値である。その結果、(7)式右辺の積分項は負荷波形の影響を受けず、疲労特性における負荷波形効果は Evans と Fuller が示した結果¹⁾と同じ

$$\beta_1 = \left\{ \left(\int_0^{2\pi} F^n(x) dx \right) / (2\pi) \right\}^{1/n} \quad (9)$$

で表せる。これが有効応力を求めるための負荷波形効果に対する補正係数である。本実験の場合、静疲労試験では $\beta_1 = 1$ 、回転曲げ疲労試験では

$$\beta_1 = \left\{ \left(\int_0^{\pi} \sin^n x dx \right) / (2\pi) \right\}^{1/n}$$

となる。

3.2 寸法効果

セラミックスの疲労破壊が潜在欠陥の進展によって起こるならば、試験片寸法や負荷応力分布の違いに起因する疲労特性の寸法効果はワイブル統計の有効体積の概念を用いて整理できる⁴⁰⁾。すなわち、基準となる有効体積を V 、疲労試験における有効体積を V_{fat} とすると、疲労試験における応力値に

$$\beta_2 = \left(\frac{V_{\text{fat}}}{V} \right)^{1/m} \quad (10)$$

を乗ずれば、試験片寸法効果は補正される。静疲労試験の有効体積 V_{sta} と回転曲げ疲労試験の有効体積 V_{rot} は、試験片平行部の長さを L 、断面の半径を R 、試料のワイブル係数を m とすると、それぞれ(11)、(12)式で計算される。ただし、ここでは均一な曲げモーメントが加わる試験片の断面各点の応力値は中立軸からの距離に比例すると仮定し、引っ張り応力のみを考慮して計算した。また、回転曲げ疲労試験の場合には各点の応力値が時間とともに変動するが、その最大値を各点での応力値とした。

$$V_{\text{sat}} = \int_0^R \int_0^{2\pi} \int_0^L \left(\frac{r \cdot \sin \theta}{R} \right)^m \cdot r dl d\theta dr = \frac{LR^2 I}{m+2} \quad (11)$$

$$V_{\text{rot}} = \int_0^R \int_0^{2\pi} \int_0^L \left(\frac{r}{R} \right)^m \cdot r dl d\theta dr = \frac{2\pi LR^2}{m+2} \quad (12)$$

ここで、(11)式中の I は

$$I = \int_0^{\pi} \sin^m \theta d\theta \quad (13)$$

で与えられる。基準となる有効体積を静疲労試験の値とすると、(10)～(12)式より静疲労試験の補正係数は $\beta_2 = 1$ 、回転曲げ疲労試験の補正係数は $\beta_2 = (2\pi/I)^{1/m}$ となる。

4. 結果と考察

4.1 破壊靱性値に及ぼす粒子架橋の影響

各試料の室温破壊靱性値を SEVNB 及び SEPB 法で測定した結果(10本の平均値)を図2に示す。窒化ケイ素セラミックスの高靱化機構は主に粒子架橋によると考えられるが^{17),23),41)}、SEVNB 法では、き裂がほとんど進展せずに破壊荷重に達するために、破壊靱性値に粒子架橋の影響がほとんど含まれない。一方、SEPB 法の場合には開始き裂であるノッチから更に1.5 mm 程度き裂を進展させて

Fig. 2. Fracture toughness values determined by SEVNB and SEPB methods.

強度測定を行うために、粒子架橋が生じたときには破壊靱性値が大きくなる。このように、粒子架橋の効果の定性的な評価はこれらの方法で測定した破壊靱性値の比較により可能であるが、定量的な評価については問題があると考えられる。なぜならば、粒子架橋の形成がき裂進展速度の影響を受ける場合には、比較的高速でき裂を進展させる SEPB 法ではその効果が小さく評価される可能性があるうえに、SEPB 法では予き裂長を変化させない限り粒子架橋領域が十分に形成されたことを確認できないからである。

以上の観点から図2を見ると、C1, N1 及び N2 の破壊靱性値は両手法でほぼ同じ値が得られたので、これらの材料ではき裂成長領域における粒子架橋はほとんど形成されていないと考えられる。これに対し、N3, N4 では SEPB 法による測定結果の方が大きく、特に N4 においてはその値が SEVNB での結果に比べて1.6倍以上となっていた。したがって、これらの試料では粒子架橋による高靱化が達成されたものと考えられる。図3に N4 の SEPB 試験片に導入した予き裂先端付近の SEM 写真を示す。ここには N3 で観察されたもの⁴²⁾と同様の粒子(群)架橋や破面のかみ合いが見られる。しかし、N2 ではこのような架橋粒子が認められず、き裂はほぼすべての領域で開口していた⁴²⁾。この観察結果も、N3 や N4 でき裂進展面に粒子架橋領域が形成されたことが SEVNB 法と SEPB 法で測定した破壊靱性値の異なった理由であることを示唆している。

4.2 有効応力による疲労特性の評価

表1に回転曲げ疲労試験における有効応力の計算に必要な補正係数を各試料ごとに計算した結果を示す。補正係数の計算に必要な各材料の疲労指数は、N1, N2, N3 に

Fig. 3. A scanning electron micrograph of a pop-in crack introduced on a material N4.

Table 1. Normalization Factors to Correct Stress Levels in Rotary Bending Fatigue Tests

	N1	N2	N3	N4
Fatigue parameter	76	53	110	70
Weibull modulus	15	15	15	26
β_1	0.9602	0.9466	0.9707	0.9574
β_2	1.1649	1.1649	1.1649	1.1034
β	1.1185	1.1027	1.1308	1.0564

については室温定負荷速度試験結果²²⁾から求めた値を用いた。N4については定負荷速度試験を行っていないが、同じ Al_2O_3 、 Y_2O_3 添加系であるN2、N3及び日本特殊陶業製窒化ケイ素の室温疲労指数の平均値が70程度であったので²²⁾、 $n=70$ を用いた。ワイブル係数については、文献あるいは実測データから、N1、N2、N3では $m=15$ 、N4では $m=26$ とした^{41),43)}。静疲労試験の補正係数は寸法効果における基準有効体積を静疲労試験の有効体積としたために、すべての試料において β_1 、 β_2 共に1である。

図4～図8に各試料の室温静疲労及び回転曲げ疲労試験結果を示す。図4～図7については縦軸を(3)式及び表1の各補正係数で計算される有効応力 $\sigma_{\max}^*$ で表した。炭化ケイ素セラミックスの結果をみると(図8、回転曲げ疲労試験結果のみ)、負荷直後に破壊する試験片と 10^6 秒まで破壊しない試験片の2種類に分かれ、疲労破壊は認められない。この材料は定負荷速度試験において長時間負荷によるき裂進展が認められず²²⁾、4点曲げ疲労試験でも疲労破壊を生じなかった⁴²⁾。これに対して、窒化ケイ素セラミックスは試験したすべての材料に疲労破壊が認められる。それぞれの回転曲げ疲労試験結果と静疲労試験結果を比較すると、N1及びN2では両者はほぼ同じ範囲にデータが存在しており、顕著な差は認められない(図4及び図5)。しかしN3の結果においては、静疲労試験で設定応力550 MPa未満の領域に疲労破壊が認められないが、回転曲げ疲労試験では450 MPaでも疲労破壊する試験片が存在する(図6)。このような傾向はN4についても同様であり、静疲労試験では500 MPa未満で疲労破壊しないが、回転曲げ疲労では450 MPaでも破壊する試験片が

Fig. 4. Static and rotary bending fatigue tests for sintered silicon nitride (N1).

Fig. 5. Static and rotary bending fatigue tests for sintered silicon nitride (N2).

Fig. 6. Static and rotary bending fatigue tests for hot-pressed silicon nitride (N3).

Fig. 7. Static and rotary bending fatigue tests for sintered silicon nitride (N4).

Fig. 8. Rotary bending fatigue test for hot-pressed silicon carbide (C1).

ある (図 7)．疲労試験における応力レベルは (3) 式で示される係数により補正しているから、N3 及び N4 で認められた静疲労特性と回転曲げ疲労特性の相違は繰り返し応力による特性劣化を示していると考えられる。

以上の結果をまとめると、長時間負荷によりき裂進展を起こさない C1 では疲労破壊も認められず、き裂進展面に粒子架橋領域が形成され難いと考えられる N1 と N2 には疲労寿命に対する繰り返しの効果が認められない。これに対して粒子架橋が存在すると考えられる N3, N4 で両振り応力による寿命低下が観察されることから、繰り返しの効果はき裂進展領域に架橋粒子が存在するときに現れると考えられる。

N2 と N3 については回転曲げ疲労試験を負荷周波数 60 Hz と 10 Hz で行った。岸本らによると、セラミックスのき裂成長は基本的には時間依存型であるが、繰り返し応力によりき裂進展が加速される場合には、その特性に繰り返し数依存性が認められることを報告している⁴⁴⁾。しかし、図 5, 図 6 の回転曲げ疲労試験結果では、負荷周波数が違ってほぼ同じ領域に寿命が存在しており、両材料共に疲労寿命に対する顕著な負荷周波数の影響は認められない。周波数依存性が認められなかった理由の一つにデータのばらつきが大きいことが考えられる。本試験では負荷周波数を高々 6 倍しか変動させていないが、同一負荷レベルにおける疲労寿命のばらつきは 3~4 けたもある。この大きなばらつきのために、両振り応力下で繰り返し数依存型の疲労破壊が生じていたとしても、それを検出することは難しかったものと考えられる。

4.3 R 曲線挙動を示すときの疲労寿命の解析

疲労試験の結果では、繰り返し応力による特性の劣化と破面に形成される粒子架橋の間に関係があり、平滑材においても粒子架橋領域の損傷が支配的な疲労機構であると推察された。すなわち、粒子架橋領域の損傷によりき裂先端での応力遮蔽効果が低下し、結果としてき裂の成長を加速させる^{39), 45)}ことが疲労機構として考えられた。この機構に基づく疲労挙動は、R 曲線挙動とそれに対する繰り返し応力の影響を解析することによって説明することができる^{39), 46)}。また、R 曲線挙動に対する繰り返し応力の影響については、静疲労特性と回転曲げ疲労特性の相違から見積もることができると考えられる。そこで、阪口が測定した N4 の室温 R 曲線挙動⁴⁷⁾と図 7 の疲労試験結果から、繰り返し応力による R 曲線挙動の低下率の推定を試みる。

阪口は、試料 N4 の破壊抵抗がき裂進展のない状態では約 $5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であるが、き裂進展に伴い破壊抵抗も上昇して、進展量 Δa が 0.6 mm で $K_R = 10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ に飽和することを報告している⁴⁷⁾。この N4 の実測 R 曲線挙動と (4), (5) 式を用いて、計算機でき裂の進展を追跡することにより、N4 の疲労特性を予測する。まず最初に試料 N4 における初期欠陥寸法 a_0 を確定することを目的に、 a_0 をパラメーターとした静疲労特性の推定を行う。計算機シミュレーションによる疲労特性の推定手順を以下に示すとともに、その流れ図を図 9 に示す。

Fig. 9. Flow chart of the fatigue simulation.

(I) 疲労指数 $n=70$, $v_0=10^{-5} \text{ m/s}$, き裂形状係数 $Y=1.16$ ⁴⁸⁾と置く。

(II) 初期き裂長さ a_0 を適当な値に決め、き裂進展量 $\Delta a=0$, き裂長さ $a=a_0$ と置く。

(III) 負荷応力 $\sigma_{\max}$ を実際の疲労試験で設定したレベルの中から選択する。

(IV) 積算時間 $t=0$ と置く。

(V) そのときの Δa に対する破壊抵抗 K_R を求める。

K_R と Δa の関係は、阪口の測定結果を次のように六つの領域に分割し、それぞれの領域ごとに直線で近似する。

$0 \leq \Delta a < 34 \mu\text{m}$ のとき

$$K_R = 58.5 (\Delta a) + 5.04 \quad (\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2})$$

$34 \mu\text{m} \leq \Delta a < 112 \mu\text{m}$ のとき

$$K_R = 15.3 (\Delta a) + 6.51 \quad (\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2})$$

$112 \mu\text{m} \leq \Delta a < 200 \mu\text{m}$ のとき

$$K_R = 6.8 (\Delta a) + 7.46 \quad (\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2})$$

$200 \mu\text{m} \leq \Delta a < 400 \mu\text{m}$ のとき

$$K_R = 4.0 (\Delta a) + 8.02 \quad (\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2})$$

$400 \mu\text{m} \leq \Delta a < 600 \mu\text{m}$ のとき

$$K_R = 1.9 (\Delta a) + 8.86 \quad (\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2})$$

$600 \mu\text{m} \leq \Delta a$ のとき

$$K_R = 10.0 \quad (\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2})$$

(VI) (5) 式により K_I 値を計算し、その値が K_R 値を超えた場合には破壊が生じたと判断してそれまでの積算時間を疲労寿命 t として計算を終了する。超えない場合には (VII) へ進む。

(VII) (4) 式及び (VI) で計算した K_I 値を用いてき裂進展速度 V を計算し、この速度でき裂が $0.1 \mu\text{m}$ 進展する時間 Δt を求めて t に積算する。

(VIII) Δa 及び a に $0.1 \mu\text{m}$ を加えて (V) へ戻る。

(K) 以上の計算を各応力レベルで行い、 $\sigma_{\max}$ と t_f の関係を求める。

以上のようにして求めた種々の a_0 に対する静疲労特性を図7の実測静疲労特性と比較し、最小二乗法により最適 a_0 値を決定した。各 a_0 値に対する実測寿命と推定寿命の標準偏差値を図10(a)に示す。 $a_0=60\ \mu\text{m}$ のときに標準偏差が最小となっており、この図から N4 の初期欠陥寸法を $60\ \mu\text{m}$ と推定した。

次に、繰返し応力下では粒子架橋による破壊抵抗の増加が一定比率で低下することを仮定して、回転曲げ疲労特性を同様の手法で推定した。ここで、繰返し応力の影響に関する仮定は、次のように表すことができる。

静的な反応下での R 曲線挙動 K_R^{sta} は初期値である K_0 と、き裂成長に伴う増加分 ΔK_R の和で表現される。

$$K_R^{\text{sta}} = K_0 + \Delta K_R \quad (14)$$

繰返し応力下ではこの ΔK_R が一定割合で低下すると考え、 R 曲線挙動 K_R^{cyc} を

$$K_R^{\text{cyc}} = K_0 + (1-\eta) \cdot \Delta K_R \quad (15)$$

で与える。但し η は繰返し応力による ΔK_R の低下率である。

回転曲げ疲労特性の推定においては、(4)式の K_R に(15)式で与えられる K_R^{cyc} を用いた。疲労指数等その他のパラメータは静疲労特性予測の場合と同じであり、初期欠陥寸法には静疲労試験結果を用いて推定した $60\ \mu\text{m}$ を用いた。

Fig. 10. Standard deviations in calculated fatigue lifetime against those of material N4. (a) Effects of initial crack length on the lifetime in static fatigue tests. (b) Effects of damage parameter, η , on the lifetime in cyclic fatigue tests. The initial crack length of $60\ \mu\text{m}$ was assumed for the calculation.

Fig. 11. Predicted lifetime in cyclic fatigue tests and measured fatigue behavior of the material N4. The lifetime was predicted from the static fatigue data and static R -curve with a damage parameter, η .

以上の条件下で η を変動させて疲労特性の予測を行い、実測回転曲げ疲労寿命との比較から最小二乗法により最適 η を決定した。各 η に対する推定寿命と実測寿命の標準偏差値を図10(b)に示す。標準偏差値は $\eta=0.4$ のときに最小となっており、上述の損傷モデルを仮定すると、繰返し応力下でのき裂進展に伴う破壊抵抗の増加 ΔK_R は静的な応力下と比べて60%程度に低下すると考えられる。図11に $\eta=0, 0.4$ 及び 1.0 の場合の推定回転曲げ疲労特性を図7の実測データとともに示す。

き裂進展挙動や疲労特性に顕著な繰返し効果が見られるとする報告は人工欠陥など比較的長いき裂を用いて測定した場合が多く、しかも初期欠陥寸法が小さければ疲労特性における繰返しの効果も小さくなることが指摘されている¹⁵⁾。これは、疲労機構として粒子架橋領域の損傷を想定すると、き裂が十分に成長しなければ繰返しの効果も現れないと予想されることが原因と考えられる。また、一方では平滑材の疲労特性においても顕著な繰返し効果が認められていることから^{2)~5),7)}、平滑材における疲労現象は粒子架橋領域の損傷とは異なる機構によるものと考えが示されていた²¹⁾。しかし、今回の試験結果では自然欠陥しか持たない試験片においても疲労特性における繰返しの効果と粒子架橋の存在との間に関係があり、繰返し応力により破壊抵抗の上昇率が低下するモデルによって静疲労特性と回転曲げ疲労特性の相違を整理することができた。したがって、粒子架橋等で高靱化を図った窒化ケイ素の場合には、平滑材であっても粒子架橋領域の損傷が疲労現象の原因と考えられ、静的な応力下で測定したき裂進展特性と、繰返し応力下で測定した R 曲線挙動から疲労特性の推定が可能であることが示された。本論文では供試材の R 曲線挙動を評価しなかったが、 $\eta=0.4$ の条件下での(15)式及び阪口が実測した静的な応力下での R 曲線挙動を用いると、試料 N4 の両振り繰返し応力下での破壊抵抗値は、き裂進展量 $0.6\ \text{mm}$ 付近で約 $8\ \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ に飽和すると推察される。

5. 結 論

セラミックスの繰返し応力下での寿命短縮とき裂成長面に形成される粒子架橋の関連を明らかにするために、粒子架橋効果の強さと、き裂進展特性が異なる5種類の窒化ケイ素、炭化ケイ素セラミックスの室温静疲労及び回転曲げ疲労試験を実施した。その結果、静疲労寿命に比較して回転曲げ疲労寿命が短い材料では粒子架橋効果による高靱化の寄与が大きいことが認められた。

粒子架橋領域の損傷により破壊抵抗値の上昇率が一定の割合で低下するモデルを用いて、高靱化窒化ケイ素セラミックスの静疲労特性から回転曲げ疲労特性を推定することを試み、低下率を 0.4 としたときに推定寿命と実測データが一致することを見いだした。

これらの結果から、高靱化窒化ケイ素の場合には平滑材であっても粒子架橋領域の損傷によって疲労が加速されており、疲労寿命を静的な応力下で測定したゆっくりとしたき

裂伝搬速度と、繰り返し応力下で測定した R 曲線挙動から予測できることが考えられる。

文 献

- 1) A. G. Evans and E. R. Fuller, *Metall. Trans.*, **5**, 27-33 (1974).
- 2) D. A. Krohn and D. P. H. Hasselman, *J. Am. Ceram. Soc.*, **55**, 208-11 (1972).
- 3) C. P. Chen and W. J. Knapp, "Fract. Mech. Ceram., Vol. 2", Ed by R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York (1974) pp. 691-707.
- 4) F. Guiu, *J. Mater. Sci.*, **13**, 1357-61 (1978).
- 5) Y. Yamauchi, S. Sakai, M. Ito and S. Ito, Proc. 27th Jpn. Cong. Mater. Res., Soc. Mater. Sci. Jpn. (1984) pp. 235-40.
- 6) 川久保 隆, 後藤 昭, 材料, **37**, 939-44 (1988).
- 7) 榊田昌明, 相馬隆雄, 松井 實, 小田 功, セラミックス論文誌, **96**, 277-83 (1988).
- 8) S. Suresh and J. R. Brockenbrough, *Acta Metall.*, **36**, 1455-70 (1988).
- 9) 田中道七, 岡部永年, 石丸 靖, 材料, **38**, 137-43 (1989).
- 10) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 藤井康義, 材料, **38**, 1212-17 (1989).
- 11) S. Horibe, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **6**, 89-95 (1990).
- 12) 高津 學, 大矢寛二, 安藤雅史, セラミックス論文誌, **98**, 490-98 (1990).
- 13) 小川武史, 日本機械学会論文集, **57-A**, 492-99 (1991).
- 14) 岸本秀弘, 上野 明, 材料, **40**, 695-99 (1991).
- 15) 丹羽倫規, 浦島和浩, 多島 容, 渡辺正一, セラミックス論文誌, **99**, 296-99 (1991).
- 16) 上野 明, 岸本秀弘, 河本 洋, 山中洋一, 材料, **41**, 495-501 (1992).
- 17) 飯尾 聡, 丹羽倫規, 多島 容, 渡辺正一, *J. Ceram. Soc. Japan*, **100**, 117-21 (1992).
- 18) 大塚昭夫, 菅原宏人, 畠 成根, 材料, **41**, 1279-84 (1992).
- 19) 森中泰章, 三宅正道, 藤井 透, 材料, **42**, 574-80 (1993).
- 20) K. Urashima, Y. Tajima and M. Watanabe, "Fract. Mech. Ceram., Vol. 9", Ed. by R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York (1992) pp. 235-49.
- 21) 小笠原俊夫, 馬淵 豊, 広崎尚登, *J. Ceram. Soc. Japan*, **101**, 1153-58 (1993).
- 22) 山内幸彦, 酒井清介, 伊藤 勝, 大司達樹, 兼松 渉, 伊藤正治, セラミックス論文誌, **96**, 885-89 (1988).
- 23) 川島 健, 岡本寛巳, 山本秀治, 北村 昭, セラミックス論文誌, **99**, 320-23 (1991).
- 24) 淡路英夫, 渡部忠男, 山田達也, 坂井田喜久, 田宮博道, 中川平三郎, 日本機械学会論文集, **56-A**, 1148-53 (1990).
- 25) 貞廣孟史, 日本金属学会誌, **45**, 291-95 (1981).
- 26) T. Nose and T. Fujii, *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**, 328-33 (1988).
- 27) W. F. Brown Jr. and J. E. Srawley, ASTM STP 410, ASTM, Philadelphia (1966).
- 28) 酒井達雄, 藤谷景三, 材料, **35**, 1371-77 (1986).
- 29) H-N. Ko, *J. Mater. Sci. Lett.*, **5**, 464-66 (1986).
- 30) H-N. Ko, *J. Mater. Sci. Lett.*, **6**, 175-77 (1987).
- 31) 高 行男, 窯協, **95**, 472-75 (1987).
- 32) 田中道七, 境田彰芳, 日本機械学会論文集, **53-A**, 1566-73 (1987).
- 33) 猿木勝司, 小川一義, 浅野高司, 日本機械学会論文集, **54-A**, 2082-86 (1988).
- 34) 高 行男, 材料, **39**, 1385-90 (1990).
- 35) 高 行男, セラミックス論文誌, **99**, 533-37 (1991).
- 36) 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).
- 37) 北條 浩, 猿木勝司, 山田 明, 材料, **41**, 61-67 (1992).
- 38) H-N. Ko, "Fract. Mech. Ceram., Vol. 9", Ed. by R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York (1992) pp. 517-33.
- 39) A. Okada and T. Ogasawara, "Fract. Mech. Ceram., Vol. 9", Ed. by R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York (1992) pp. 439-54.
- 40) 岡部永年, 平田英之, 村松正光, 浜田晴一, 材料, **38**, 783-88 (1989).
- 41) 川島 健, 岡本寛巳, 山本秀治, 北村 昭, "新素材シリーズ 窒化珪素セラミックス2", 三友 護, 宗宮重行編, 内田老鶴園 (1990) pp. 135-46.
- 42) Y. Yamauchi, T. Ohji, W. Kanematsu, S. Ito and K. Kubo, "Fract. Mech. Ceram., Vol. 9", Ed. by R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York (1992) pp. 465-80.
- 43) 平成4年度通商産業省工業技術院委託石油代替電源用新素材の試験・評価方法の標準化に関する調査研究報告書, 日本ファインセラミックス協会 (1993) pp. 52-87.
- 44) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 材料, **36**, 1122-27 (1987).
- 45) A. Ueno, H. Kishimoto and H. Kawamoto, "Fract. Mech. Ceram., Vol. 9", Ed. by R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York (1992) pp. 423-38.
- 46) Y-W. Mai, X. Hu, K. Duan and B. Cotterell, "Fract. Mech. Ceram., Vol. 9", Ed. by R. C. Bradt et al., Plenum Press, New York (1992) pp. 387-422.
- 47) 阪口修司, 東海若手セラミスト懇話会第2回夏季セミナー予稿集 (1993) pp. 112-13.
- 48) "Stress Intensity Factors Handbook Vol. 2", Ed. by Y. Murakami et al., Pergamon Press (1987) pp. 692-97.