論 文

Al₂O₃ 及び Al₂O₃ 系複合焼結体の微細組織による 繰り返し疲労特性の変化

神谷 秀博・高津 學・大矢 寛二*・安藤 雅史・服部 晃好

(名古屋工業大学材料工学科, 466 名古屋市昭和区御器所町)
* 日本特殊陶業 (株), 467 名古屋市瑞穂区高辻町

Effect of Microstructure on Cyclic Fatigue Properties of Al₂O₃ Ceramics and Al₂O₃ Composites

Hidehiro KAMIYA, Manabu TAKATSU, Kanji OHYA*, Masashi ANDO and Akiyoshi HATTORI

(Nagoya Institute of Technology, Gokiso-cho, Showa-ku, Nagoya-shi 466
* R/D NTK Technical Ceramics Div. of NGK Spark Plug Co., Ltd., Takatsuji-cho, Mizuho-ku, Nagoya-shi 467)

The cyclic fatigue properties of three kinds of toughened Al₂O₃ composites doped with SiC whisker, TiC and partially stabilized ZrO₂ particle were compared with results of four kinds of Al₂O₃ ceramics with different purities. The effects of stress amplitude and initial crack size on fatigue properties were investigated by using polished and pre-cracked samples. Furthermore, the accelerated phenomena on initiation and propagation velocities of fatigue crack under cyclic loading condition were quantitatively assessed by the estimation method using an experimental relation based on subcritical crack growth velocity and static fatigue data. As results, in the case of polished sample, the accelerated effect on fatigue that 99.99% and 99% Al₂O₃ ceramics typically showed was restrained in Al₂O₃ composites. The cyclic fatigue properties of Al₂O₃ composites used in this paper can be successfully estimated under wider condition of stress application from the data on static fatigue than the case of Al₂O₃ ceramics. On the condition that a sample was pre-cracked by Knoop indenter, Al₂O₃ composites hindered the accelerated effect on fatigue crack propagation under cyclic loading as well. Especially, the cyclic fatigue data of pre-cracked ZrO₂/Al₂O₃ composite agreed well with the estimated value from static fatigue properties.

[Received October 24, 1989; Accepted January 25, 1990]

Key-words : Cyclic fatigue, SiC whisker Al₂O₃ composite, TiC/Al₂O₃ composite, ZrO₂/Al₂O₃ composite, Al₂O₃, Ceramics

1. 緒 言

SiC, Si₃N₄, Al₂O₃ 等の強靱化, 高強度化を目的に微粒子^{1)~3)}やウイスキー⁴⁾を分散した各種複合セラミックスが活発に開発, 研究されている。しかしこれらのセラミックスの評価は破壊靱性や強度に着目したものが多く, 実際に構造材料として利用する際に必要な繰り返し疲労特性や耐熱衝撃性などを検討した研究は少ない。特に疲労特性については, 分散した粒子等が繰り返し負荷による疲労クラックの発生源になる可能性が予測される。実際複合化により破壊靱性は向上するが強度増加につながらない場合¹⁾もあり, 複合焼結体の機械的性質の評価には多面的検討が必要である。

本報では複合化により強度, 破壊靱性が著しく向上する SiC ウイスキー, 及び部分安定化 ZrO₂ 粒子, TiC 粒子を分散した 3 種類の複合 Al₂O₃ セラミックス, 及び複合強化していない各種純度の Al₂O₃ セラミックスを

対象に, 550 Hz の片振り繰り返し疲労試験を行った。実験は繰り返し負荷応力条件の影響をみるため負荷応力振幅を変化させて行った。また初期クラック寸法の影響も検討するため表面を鏡面研磨した平滑材のほか, スープ圧子により予亀裂を導入した材料と比較を行った。更に既報⁵⁾で提案したクラック伝播速度に関する経験式に基づいた解析を行い, 複合セラミックスの片振り繰り返し疲労挙動の定量的考察を試みた。

2. 実 験

2.1 実験装置及び実験方法

繰り返し疲労試験は既報⁵⁾で詳細を報告した圧電セラミックスを駆動源に用いたバイモルフ型試験装置により行った。この装置は片持ち梁状の金属板の上下に張り付けた圧電セラミックスに系の共振周波数に等しい交番電圧を印加して金属板を振動させ, 自由端に取り付けた 3

点曲げ治具を介してセラミックスサンプルに繰り返し応力を負荷する仕組みである。実験条件として負荷応力周波数は 550 Hz に固定し、正弦波でほぼ近似できる負荷応力波形を用いた。最大負荷応力 $\sigma_{\max}$ に対する最小負荷応力 $\sigma_{\min}$ の比、すなわち負荷応力比 R は 0.1 のほぼ完全片振り条件から 1.0 の静疲労試験の範囲で数点選んで行った。10⁵ 秒以上疲労試験を行っても破壊しないサンプルは繰り返し負荷を終了し、曲げ強度を測定した。

2.2 疲労試験サンプルの機械的性質

実験に用いた 3 種類の複合化 Al₂O₃ セラミックスのうち、SiC ウィスカー及び TiC 粒子分散 Al₂O₃ はいずれも分散剤の組成が 30 vol% で、ホットプレス焼結品である。ZrO₂/Al₂O₃ セラミックスは分散剤の組成は 40 vol% で、ZrO₂ は 3 mol% Y₂O₃ 部分安定化 ZrO₂ (第一稀元素製, HSY-3.0), Al₂O₃ は 99.99% 高純度 Al₂O₃ (大明化学製, TM-D) を用い 1450°C 常圧焼結品である。比較のため 4 種類の純度の異なる Al₂O₃ セラミックスでも繰り返し疲労試験を行った。2 種類は複合化セラミックスのマトリックスとして用いた純度 99.6% (昭和軽金属製, AL 160 SG) 及び 99.99% (大明化学製, TM-D) の Al₂O₃ 原料粉末を CIP 成形後それぞれ 1550°C 及び 1350°C で常圧焼結したもの、他の 2 種類は純度 97, 92% の Al₂O₃ 焼結体市販品を用いた。不純物は EDAX により分析した結果、粒界に Mg, Si 等が認められた。

各サンプルは 3×4×50 mm の棒状試験片に切削し、面取り後鏡面研磨を施した。この試験片を用いてスパン 30 mm, クロスヘッド速度 1.6 μ m/s の条件で 3 点曲げ試験、圧入荷重 98 N でビッカース硬度及び臨界応力拡大係数を測定した。硬度等については表 1 に、曲げ強度分布については図 1(a) に一括して示した。Al₂O₃ セラ

ミックスは高純度品ほど強度、硬度が増加する傾向があるが、破壊靱性及び強度分布については高純度化により若干悪化する傾向がある。一方複合化セラミックスは強度、破壊靱性は複合化していない Al₂O₃ よりかなり増加し、複合効果が確認される。しかし強度分布は Al₂O₃ セラミックスより若干悪化する傾向がある。

更に本報では初期クラック寸法の影響を見るため、表面を鏡面研磨した平滑材に圧入荷重を変えてヌープ圧子を打ち込んだ予亀裂材についても一部繰り返し疲労試験を行った。図 1(b) に実験を行った材料の圧入荷重と曲げ試験を行った際の破壊時の引っ張り応力の関係を示した。99% Al₂O₃ セラミックス、ZrO₂/Al₂O₃ セラミックスに比べ TiC/Al₂O₃ セラミックスは圧子圧入により強度劣化が著しく、99% Al₂O₃ セラミックスと同程度の強度となっている。実際に TiC/Al₂O₃ セラミックスは平滑材でも表面欠陥から破壊する場合には強度低下を起こ

Table 1. Mechanical properties of Al₂O₃ ceramics and Al₂O₃ composite.

(a) Al₂O₃ ceramics, (b) Al₂O₃ composites.

(a) Al₂O₃ ceramics

Al ₂ O ₃ content [%]	density ρ [g/cm ³]	Vicker's hardness Hv [GPa]	fracture toughness K _{IC} [MNm ^{-3/2}]	bending strength S _r [MPa]	Weibull's modulus n [-]
99.99	3.96	17.8	2.7	474	6.5
99	3.93	18.0	3.3	375	16.2
97	3.69	12.2	2.8	317	10.9
92	3.49	10.1	2.7	325	13.3

(b) Al₂O₃ composites

additive name	density ρ [g/cm ³]	Vicker's hardness Hv [GPa]	fracture toughness K _{IC} [MNm ^{-3/2}]	Young's modulus E [GPa]	bending strength S _r [MPa]	Weibull's modulus n [-]
SiC(w)	3.74	21.9	7.0	428	871	8.1
TiC(p)	4.25	18.2	5.4	429	631	5.8
ZrO ₂ (p)	4.68	14.9	4.7	305	748	7.3

Fig. 1. (a) Weibull's distribution of bending strength on toughened Al₂O₃ composites used SiC whisker, TiC and ZrO₂ particle and different purity Al₂O₃ ceramics, (b) Dependence of Knoop indented load on bending fracture stress for pre-cracked samples.

すため、表面欠陥が破断面に認められたデータについては除外して検討を行った。

3. 結果

3.1 平滑材での繰り返し疲労試験結果

最初に比較のため行った各種純度の Al_2O_3 セラミックスの繰り返し疲労試験結果を図2に示した。この図は縦軸に最大応力 ($\sigma_{\max}$)、横軸に負荷開始から破壊までの時間 (t_f) を与え、負荷応力比 (R) をパラメーターにして示してある。左端の縦軸に付したデータ及び範囲は、事前に測定した平均曲げ強度とその標準偏差の範囲を示している。また横軸の値 1 秒付近の左向き矢印を付けたデータはほぼ設定応力に達した瞬間に破壊したデータである。更に 10^5 秒付近の右向きの矢印を付けたデータは、この時間まで繰り返し疲労試験を行っても破壊しなかったデータを示している。また図中の直線は負荷応力比 $R=1$ の静疲労試験結果のデータを直線近似した結果である。

各純度の最大応力 ($\sigma_{\max}$) と寿命 (t_f) の傾きはほぼ同程度になっており、平均曲げ強度が大きい高純度のサンプルほど応力-寿命関係は上方に分布している。応力-負荷条件の影響について考えると、純度 99 及び 92% の Al_2O_3 セラミックスの場合には、 R 値を変化させても $R=1$ の結果を近似した直線付近にデータが分布している。しかし 99.99% の Al_2O_3 ではほぼすべての繰り返し疲労試験のデータが $R=1$ のデータを近似直線より下方に分布し、同じ $\sigma_{\max}$ 値に設定すると繰り返し疲労の方が早い時間で破壊することを示している。

次に3種類の複合化 Al_2O_3 について、図3(a) に SiC ウィスカー、(b)、(c) にそれぞれ TiC 及び ZrO_2 粒子分散の結果を示した。純度の異なる Al_2O_3 セラミックスの場合と同様に最大応力 ($\sigma_{\max}$) と寿命 (t_f) の関係で整理してある。各セラミックスとも平均曲げ強度が高いため、応力-寿命関係は複合化していない場合より上方

Fig. 2. Effect of stress ratio (R) on relation between maximum loading stress and fatigue failure life of polished different purity Al_2O_3 ceramics.

Fig. 3. Effect of stress ratio (R) on relation between maximum loading stress and fatigue failure life of polished Al_2O_3 composites. (a) SiC whisker-toughened Al_2O_3 , (b) TiC-toughened Al_2O_3 , (c) ZrO_2 -toughened Al_2O_3 .

に存在している。また傾きも小さく、複合化していない場合と比べ疲労限度が曲げ強度に近い可能性がある。

負荷応力振幅の影響をみると、どの材料でも応力-寿命関係は R 値によらずほぼ同じ位置に分布し、99.99% Al_2O_3 のような繰り返し疲労のデータが静疲労のデータより短寿命側にシフトするような結果は得られていない。特に (c) の ZrO_2 粒子分散系の場合、マトリックスは 99.99% Al_2O_3 であることから、 Al_2O_3 単組成の際に見られた繰り返しによる疲労促進効果も複合化により防止できることが予測される。したがって平滑材の場合には複合化が片振り繰り返し疲労特性についても有効であると考えられる。次に予亀裂材の場合について同様の検討を行う。

3.2 ヌープ圧子により予亀裂を導入した材料の繰り返し疲労試験結果

最初に比較のため行った 99% Al_2O_3 の結果を図4に示した。平滑材の結果と同様に縦軸は最大負荷応力 $\sigma_{\max}$ 、横軸は寿命値 t_f を与え、ヌープ圧子圧入荷重を 9.8, 98 N と変化させ予亀裂を導入した材料の疲労試験結果を示してある。圧入荷重 0 N のデータは平滑材の実験結果である。予亀裂材のデータに付けた直線また破線はそれぞれ $R=1$ 及び $R=0.1$ のデータを近似した直

Fig. 4. Effect of Knoop indented load on relation between maximum loading stress and fatigue failure life of 99% Al₂O₃ ceramics.

Fig. 5. Relation between maximum loading stress and fatigue failure life of pre-cracked Al₂O₃ composite used Knoop indenter. (a) TiC-toughened Al₂O₃, (b) ZrO₂-toughened Al₂O₃.

線である。縦軸の左端に範囲とともに示したデータは事前に行った各圧入条件での材料の平均曲げ強度とその標準偏差である。平滑材の場合には最大負荷応力と寿命の関係で整理すると $R=1$ の静疲労試験結果と繰返し疲労試験結果はほぼ同じ位置に分布した。しかし予亀裂材の場合には 9.8, 98N の場合とも繰返し疲労試験結果が静疲労試験結果より低い最大負荷応力で疲労破壊を起こし、傾斜が大きくなっている。実験条件の影響をみると圧入荷重 9.8, 98N とともに傾きはほぼ同程度である。しかし圧入荷重 98N の条件で負荷応力比 R を変化させた

結果をみると、傾斜は R 値を低下させるに従い大きくなっており、本報の範囲では n 値への影響は初期クラック寸法より R 値の方が大きいと考えられる。予亀裂材で繰返し負荷による疲労加速効果が平滑材よりかなり顕著になる現象は Si₃N₄ でも観察されている⁶⁾。既往の平滑材による試験結果^{7), 8)}と予亀裂材による試験結果^{9), 10)}の比較でも Al₂O₃, Si₃N₄ 等では予亀裂材の方が繰返しによる疲労の加速効果が顕著に認められる。

複合セラミックスについて検討するため、TiC 及び ZrO₂ 粒子を分散させた Al₂O₃ について同じ実験を行った結果を図 5(a), (b) に示した。図 5(a) の TiC 粒子分散 Al₂O₃ の場合、複合化していない Al₂O₃ と傾向は良く似ている。しかもスープ圧子により予亀裂を導入すると 99% Al₂O₃ と同程度まで強度が低下するため予亀裂材の応力-寿命関係も 99% Al₂O₃ とほぼ同じ位置にある。しかし予亀裂材の $R=0.1$ の条件での繰返し負荷データを近似した破線の傾きは、99% Al₂O₃ に比べるとかなり緩やかになっており予亀裂材の場合にも複合化により繰返し負荷による疲労加速効果を抑制している。

更に ZrO₂ 粒子分散 Al₂O₃ の結果を示した図 5(b) の場合、静疲労の結果を近似した実線よりも繰返し疲労の結果を近似した破線が上方にシフトする結果になっている。予亀裂材の場合に、繰返し疲労の応力-寿命関係が静疲労の応力-寿命関係より長寿命側にシフトする結果は、窒化ケイ素などを含めても他のセラミックス材料では観察されておらず ZrO₂/Al₂O₃ 系のみに見られる現象で興味深い。

本報で用いた複合焼結体では、平滑材、予亀裂材とも複合化が片振り条件下での繰返し疲労特性の改善に有効であることが定性的に確認された。しかし特に平滑材の場合には寿命のばらつきが大きく、複合化による効果を定量的に評価するのはこのままでは困難である。そこで次に前報⁵⁾で求めた Subcritical crack growth (以下 S.C.G. と略す) におけるクラック伝播速度 ($V=da/dt$) と応力拡大係数 (K_I) の定数 A , n を用いた関係式¹¹⁾ ($V=AK_I^n$) に基づく解析をこの実験結果に施し定量的考察を試みる。

4. 考 察

S.C.G. に関する関係式を積分、整理することにより繰返し疲労特性は次式で整理される。

$$\log \left(\frac{\sigma_{\max}}{S_f} \right) = \frac{-1}{(n+1)} \log (g^{-1} \cdot t_f) + B \quad (1)$$

ここで g^{-1} は (2) 式⁵⁾で与えられる負荷応力波形に関する項で、 B はほぼ定数として扱える。 S_f は前報⁵⁾の方法で推定した各疲労試験サンプルの曲げ強度である。

$$g^{-1} = \int_0^{\lambda} |\sigma(t)/\sigma_{\max}|^n / \lambda dt \quad (2)$$

Fig. 6. Analysis of cyclic fatigue properties on polished different purity Al_2O_3 ceramics by estimated method based on experimental equation (1) of subcritical crack growth.

(a) 99.99% Al_2O_3 ceramics, (b) 99% Al_2O_3 ceramics, (c) 97% Al_2O_3 ceramics, (d) 92% Al_2O_3 ceramics.

(a) 99% Al_2O_3

(b) 92% Al_2O_3

Fig. 7. Examples of microstructure on Al_2O_3 ceramics.

(a) 99% Al_2O_3 ceramics, (b) 92% Al_2O_3 ceramics.

また λ は負荷応力波形 1 周期分の時間である。

定数 n , A が負荷応力条件によらず一定であると仮定すれば最も単純な負荷応力比 (R) を 1 にした静疲労試験データから繰り返し疲労試験結果を (1) 式により推定できる。この仮定は純度が比較的低い Al_2O_3 などで、 R 値が 1 に近い場合には成立することが確認されている¹¹⁾。本報では複合焼結体及び高純度 Al_2O_3 で R 値を片振り条件で最大限変化させた場合にこの仮定が成立するか検討を行う。

まず 4 種類の Al_2O_3 について (1), (2) 式及び前報⁵⁾の方法で各疲労データを解析し、定数 n , B 及び曲げ強度 S_r を推定し整理した結果を図 6(a) から (d) に示した。(a) は 99.99% Al_2O_3 で、(b) から (d) は 99, 97, 92% Al_2O_3 の結果である。各図の縦軸、横軸は (1) 式の左辺及び右辺第一項を与え、図中の実線及び破線は基準として行った $R=1$ の静疲労の結果を近似した直線と

標準偏差の範囲を示している。繰り返し疲労の場合も n , A が変化しなければデータはこの直線付近に分布する。

図 6(a) の 99.99% の場合には $R=0.7$ の比較的振幅の小さな場合でも実験データが推定直線から左方にシフトしており n , A が一定と仮定して寿命推定を行うと寿命を長く見積もることになる。99%, 97% と純度が低下するにつれ小さな R 値でも推定直線に一致するようになる。特に (c) の 97% の場合には $R=0.1$ の完全片振りに近い条件を除きほぼ推定直線に一致している。しかし 92% の結果を示した (d) では、(a) と同様の R 値でも推定直線と一致していない。

静疲労試験結果から求めた推定直線と繰り返し負荷試験結果が一致せず繰り返しによる疲労の加速効果が認められる原因として、岸本、上野ら¹²⁾はクラック先端での非線形性破壊により除荷時にクラックが片振り条件でも

完全に閉口せず、クラック両面の接触により生じる応力によりクラック伝播が促進されると説明している。更に川久保¹³⁾は伝播するクラックの屈曲が大きいほどこの効果は大きいと考え、粒径が大きく粒内破壊しやすい場合や粒界ガラス相が厚い場合にはクラックが直進しやすいため(1)式による推定結果と繰り返し疲労試験結果が比較的良好一致するとしている。

そこで4種類の平滑材を用いた本研究の結果を比較するため、使用した Al₂O₃ の組織写真の一例として図7(a)に99%, (b)に92% Al₂O₃ のSEM観察結果を示した。いずれも表面を鏡面研磨後、1300°Cで20分間熱エッチングしてある。写真より求めた平均結晶粒径を表2に示した。(a)の99%に比べ(b)の92%では粒界が厚く熱エッチング操作により粒界相が空孔となっている。また結晶粒径は99.99%が1.2 µmで小さく他の3種類はいずれも約4 µmと若干大きい。セラミックス組織と解析結果を比較する。粒径が小さく粒界相も薄い99.99% Al₂O₃ ではすべての R 値で繰り返し疲労試験結果が推定結果より早く疲労破壊し、川久保の仮説¹³⁾と一致して

Table 2. Mean grain size of Al₂O₃ ceramics.

Al ₂ O ₃ content [%]	99.99	99	97	92
crystal size d [µm]	1.2	4.8	3.7	4.7

Fig. 8. Analysis of cyclic fatigue properties on polished Al₂O₃ composite by estimated method based on experimental equation (1) of subcritical crack growth. (a) SiC whisker-toughened Al₂O₃, (b) TiC-toughened Al₂O₃, (c) ZrO₂-toughened Al₂O₃.

いる。粒径が大きく99%, 97%と粒界ガラス相が厚くなるに従い推定直線と一致する範囲が広がるが、最も粒界が厚くなる92%では逆に99.99%と同様に推定直線に比べすべての繰り返し疲労試験結果が短寿命側にシフトしている。平滑材の場合には不純物相などの破壊源を起点とした微視的なクラックの発生過程が伝播過程の前に存在する。純度があまり低下すると繰り返し負荷によりアルミナ相との境界に応力を生じるような不純物相の濃度が増加し、微視的なクラックの発生過程が加速されることが予測される。そして純度の向上に伴い微視的なクラック発生源が減少し、最も広い負荷応力条件で推定直線と実測値が一致する組成が存在するが、更に純度を上げるとクラックの伝播過程がクラックの屈曲により加速されるものと考えられる。

次に複合焼結体での解析結果を図8(a)から(c)に示した。縦軸、横軸及び図中の直線、破線は図6と同様である。図8(a)のSiC whisker強化 Al₂O₃では、 $R=0.1$ の完全片振りに近い条件を除きほぼ $R=1$ のデータを近似した直線付近にデータが分布している。更に図8(b), (c)のTiC, ZrO₂粒子分散 Al₂O₃では $R=0.1$ の場合も含め近似直線と比較的良好一致している。

以上の結果を複合化していない Al₂O₃ の場合と比較するため、図6, 8の各 R 値でのデータに最小二乗法を施し傾きから n 値を求め、更に縦軸 ($\sigma_{\max}/S_f$) の値0.9における横軸 $t_f \cdot g^{-1}$ の値を計算し負荷応力比に対して図9(a), (b)に示した。図9(b)の $t_f \cdot g^{-1}$ 値は各 R 値での値を $R=1$ の値で無次元化したため、縦軸の値が1に近ければ推定直線に一致し、小さくなるほど繰り返し負

Fig. 9. Estimated value of parameter n in Eq. (1) and $t_f \cdot g^{-1}$ at $\sigma_{\max}/S_f=0.9$ to analyze cyclic fatigue data in Figs. 6, 8.

(a) parameter n , (b) $t_f \cdot g^{-1}$ at $\sigma_{\max}/S_f=0.9$.

Fig. 10. Examples of microstructure on Al_2O_3 composite.
(a) $\text{TiC(p)}/\text{Al}_2\text{O}_3$, (b) $\text{ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Fig. 11. Analysis of cyclic fatigue properties on pre-cracked $\text{ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ composite used Knoop indenter by estimated method based on experimental equation (1) of subcritical crack growth.

荷による疲労加速効果が顕著であることを示す。まず図9(a)の n 値は複合化した Al_2O_3 の方が複合化しない場合より大きい傾向があり、特に $R=0.1$ の完全片振りに近い条件では TiC 、 ZrO_2 粒子分散 Al_2O_3 で極端な n 値の増加が観察される。しかしそのほかの条件では n 値に及ぼす R 値の影響は小さく、応力-寿命関係の傾きは繰り返し負荷条件によらずほぼ一定である。したがって図9(b)で整理した $\sigma_{\max}/S_r=0.9$ における $t_r \cdot g^{-1}$ を検討すれば、繰り返し疲労時の推定値からの逸脱の度を比較検討できる。この図で複合化していない Al_2O_3 の場合、細線で示した99.99%の結果のように $R<1$ の繰り返し疲労の場合には推定値より短寿命になる。これに対し複合化した場合には $\text{SiC(W)}/\text{Al}_2\text{O}_3$ の $R=0.1$ のデータを除きほぼ推定直線付近に実測値が存在する。本報で用いた複合焼結体のマトリックスの Al_2O_3 は複合化しない場合には推定直線と繰り返し疲労試験結果があまり一致しない99.99%、99%の高純度のものを用いている。したがって複合化により繰り返し負荷による疲労の加速効果が現れにくくなり、(1)式により寿命推定が可能な負荷応力条件が拡大されている。

複合化によるセラミックスの強化機構として分散粒子によるクラックの停止、屈曲、分岐^{(14),(15)}、ウイスカーでは引き抜き効果⁽¹⁶⁾等の機構が提案されている。複合粒子

により疲労クラックの屈曲が増加すると仮定すれば、川久保⁽¹³⁾のモデルから複合化により加速効果が顕著になると予測される。粒子分散系に比べると SiC ウイスカー分散系で完全片振りに近い条件で加速効果がはっきり認められ、クラックの屈曲による影響も考えられる。しかし粒子分散系では加速効果は減少する。この原因を考察するため TiC 、 ZrO_2 粒子分散 Al_2O_3 の組織観察結果を図10(a)、(b)に示した。両写真とも暗い部分が Al_2O_3 であるが、両者とも平均結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の微細構造である。使用した分散粒子が高硬度の TiC 及び高靱性の ZrO_2 でクラックの伝播を妨害しやすいことも加味して考えれば、クラック伝播が直進しやすいというモデルで複合化アルミナの繰り返し負荷による疲労加速効果の抑制を説明するのは困難である。したがって複合化により非線形破壊の緩和あるいは分散系による疲労クラック生成の妨害などの別の機構が働き繰り返し負荷による疲労加速効果が抑制されるものと考えられる。

最後に予亀裂材の結果を考察する。ヌーブ圧子により予亀裂を導入した場合の疲労挙動については繰り返し負荷により疲労の加速効果が顕著に現れるため、複合化していない材料では(1)式による解析が有効でないことは明らかである。しかし $\text{ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 系では繰り返し疲労の応力-寿命関係が静疲労の場合より長寿命側へシフトすることから(1)式による解析が有効であることが期待される。解析結果を図11に示した。 $R=1$ のデータを近似した直線と繰り返し疲労試験結果は良く一致しており、 ZrO_2 粒子分散 Al_2O_3 の場合には予亀裂材でも繰り返し負荷によるクラック伝播加速効果が認められないことが確認された。複合化による疲労クラックの生成、伝播の抑制機構の解明は今後の課題である。

4. 結 言

3種類の複合化 Al_2O_3 及び4種類の純度の異なる Al_2O_3 焼結体の平滑材及び予亀裂材を対象に、片振り条

件で応力振幅を変えて 550 Hz の繰返し疲労試験を行った結果以下の結論を得た。

(1) 表面研磨を施した平滑材では疲労試験結果を最大負荷応力-寿命関係で整理すると 7 種類の材料とも負荷応力比 (R) の影響はわずかしき認められなかった。しかし S. C. G. に関する経験式により繰返し負荷による疲労の加速効果を解析すると、Al₂O₃ 焼結体では純度、組織により現れ方が複雑に変化するのに対し、複合焼結体ではどの材料でも繰返し負荷による疲労の加速効果が現れにくくなることが確認された。

(2) 複合化していない材料では顕著に認められる予亀裂材での繰返し負荷によるクラック伝播加速効果は粒子分散系複合化 Al₂O₃ では抑制され、特に ZrO₂/Al₂O₃ 複合焼結体では予亀裂材でもほとんど加速効果は認められず S. C. G. に関する経験式より推定した結果と繰返し疲労試験結果が良く一致した。

(第 27 回セラミックス基礎科学討論会 (1989 年 1 月, 東京) で一部発表)

文 献

- 1) N. Claussen, J. Steeb and R. F. Pabst, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **56**, 559-62 (1977).
- 2) R. P. Wahi and B. Ilschner, *J. Mater. Sci.*, **15**, 875-85 (1980).
- 3) 新原皓一, 中平 敦, 日本セラミックス協会昭和 63 年度年会講演要旨集 (1988) p. 169.
- 4) P. F. Becher and G. C. Wei, *ibid.*, **63**, C267-69 (1984).
- 5) 高津 學, 神谷秀博, 大矢寛二, 小倉幸治, 木下寿治, セラミックス論文誌, **96**, 990-96 (1988).
- 6) 大矢寛二, 高津 學, 神谷秀博, 服部晃好, 日本セラミックス協会東海支部学術研究発表会予稿集 (1988).
- 7) 山田敏郎, 星出敏彦, 古屋博章, 材料, **33**, 28-33 (1984).
- 8) 栢田昌明, 相馬隆雄, 松井 實, 小田 功, セラミックス論文誌, **96**, 277-83 (1988).
- 9) T. Kawakubo and K. Komeya, *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**, 400-05 (1987).
- 10) 山内幸彦, 酒井清介, 伊藤 勝, 大司達樹, 兼松 渉, 伊藤正治, 名古屋工業技術試験所報告, **35**, 325-31 (1986).
- 11) A. G. Evans and E. R. Fuller, *Met. Trans.*, **5**, 27-33 (1974).
- 12) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋, 材料, **36**, 1122-27 (1987).
- 13) 川久保 隆, 学位論文, 東京工業大学 (1988).
- 14) K. T. Faber and A. G. Evans, *Acta. Metall.*, **31**, 565-76 (1983).
- 15) F. F. Lange, *Phil. Mag.*, **22**, 982-92 (1970).
- 16) A. Kelly, *Roy. Soc. Lon. A*, **319**, 95-116 (1970).