

© 1989 ISIJ

解説

セラミックスの繰返し疲労

堀 部 進*

Cyclic Fatigue of Ceramic Materials

Susumu HORIBE

1. はじめに

セラミックスは目覚ましい製造技術の進歩に伴い、機能材料としてのみならず、金属材料と相補完する構造材料としての地盤も固めつつある。今後、構造材料としての地位を揺ぎないものとしていくには、静的な特性（遅れ破壊やクリープ）と同時に動的特性である繰返し疲労（Cyclic fatigue）[†] に対して深い理解と精確な評価が不可欠と考えられる。しかしながら遅れ破壊やクリープの研究に比べて繰返し疲労に関する研究は少なく、セラミックスの分野では「疲労」と言うともむしろ静疲労（Static fatigue）[†] を思い浮かべる人の方が多いようである。最近ようやくセラミックスの繰返し疲労に関する研究も活性化し始め、損傷機構もいくつか提案されてきてはいるものの、それらにより個々の材料の損傷が合理的に説明できるという段階には到底至っておらず、混沌とした未知の世界は解明の手の差し伸べられるのを待ち侘びているようにすら見える。

脆性材料のき裂成長は応力腐食による Slow crack growth 機構で生ずることが多く、き裂伝播速度 V は応力拡大係数 K_I との間に

$$V = \frac{da}{dt} = A \cdot K_I^n \dots \dots \dots (1)$$

なる関係がある。ここで係数 A と指数 n は材料定数であり、 K_I は $K_I = Y\sigma\sqrt{a}$ (σ : 負荷応力, a : き裂長さ, Y : 形状係数) で表される。したがって $\sigma = \sigma_s$ (一定) の条件下の静疲労寿命 t_s は (1) 式を積分して近似的に

$$t_s \cong \frac{2}{(n-2)AY^2\sigma_s^2 K_{I_s}^{n-2}} \dots \dots \dots (2)$$

で与えられる¹⁾。ここで K_{I_s} は負荷開始時の応力拡大係

数である。一方、繰返し疲労の場合、応力繰返しは付加的な損傷を与えず、静疲労と同様の機構でのみ損傷を受けると考えると、繰返し疲労寿命 t_c は次の近似式で表される¹⁾。

$$t_c \cong g^{-1} t_s \left(\frac{\sigma_s}{\sigma_a} \right)^n \dots \dots \dots (3)$$

ここで σ_a は繰返しの平均応力, g は応力サイクルの種類に依存して規定される Factor である¹⁾²⁾。

繰返し疲労寿命の測定値が (3) 式の値と一致すれば「荷重繰返しの効果」は存在しないわけであり、繰返し疲労の研究はそこで必要性を失う。事実、変動荷重下の疲労寿命は (3) 式で十分予測できるという報告がかなりある。また一方、この式では説明できず、荷重繰返しが何らかの付加的な損傷を生じさせているという報告もあり、見解を異にする両報告の存在がすでにセラミックスの疲労と金属の疲労との間に大きな隔たりを感じさせるのである。

ここで注意すべきは、(2) 式や (3) 式には重要な前提が置かれており、常に利用できるわけではない点である。すなわち、「損傷はき裂の伝播により支配され、そのき裂伝播は K の概念で整理できる」という前提条件である。一見無理のない前提にも見えるが、セラミックス材料で繰返し過程にき裂発生は起こらないという証拠もなければ、 K の概念が万能であるはずもない。

本稿では、まずセラミックスに対して用いられている疲労試験法を概観することから始め (第2章)、次に繰返し荷重下での考えられる損傷メカニズムを整理し (第3章)、最後に代表的セラミックス材料の繰返し疲労特性についてまとめてみる (第4章) ことにしたい。

2. 疲労試験の方法

原理的には金属材料の疲労試験方法がそのままセラミックス材料の疲労試験にも適用でき、またそうするこ

[†] セラミックスの分野では、一定荷重下の破壊挙動を静疲労、荷重が変化する場合の破壊挙動を動疲労 (一般には応力速度依存型の損傷を指す) と呼び、とくに周期的変動荷重下のそれを繰返し疲労と称している。

昭和 63 年 9 月 5 日受付 (Received Sep. 5, 1988) (依頼解説)

* 金属材料技術研究所筑波支所主任研究官 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Tsukuba 305)

Key words : cyclic fatigue ; static fatigue ; ceramics ; plastic deformation ; stress intensity factor ; indentation ; residual stress ; lateral crack ; slow crack growth.

とが、測定パラメーターを金属とセラミックスとの間で比較する際にも便利なので、好ましい。

金属材料の場合、通常、軸荷重の Push-Pull 方式の疲労試験が引張り/圧縮の最も基本的データを与え、機械構造物の設計にもそのデータはそのまま使えるため最も一般的な試験法とされている。しかしながら、セラミックスのような脆性材料にこの方式を用いる際、試験片の加工精度が低かつたり、試験片の治具への装着時の Alignment 調整が不十分であつたりすると曲げモーメントを生じやすく、低負荷の段階で破断してしまうので細心の注意を要する。高精度で軸荷重負荷が可能な治具機構（繰返し引張り）の開発改良も行われている³⁾⁴⁾が、ばらつきの少ない単軸の引張り/圧縮疲労試験結果の報告は非常に少ない⁵⁾⁶⁾。

現在行われているセラミックスの疲労試験では、4点曲げ負荷方式がよく採用されている。これは試験片（JIS R 1601 の曲げ強さ試験片の形状寸法に準じたものが用いられることが多い）の加工が容易であり、比較的良好なデータが得られる。本方式では片振り応力の試験に限定されるため、両振り曲げ用の治具も考案されている⁷⁾。両振り曲げ方式は軸荷重方式の場合と同様に試験片の治具（または附属装置）への固定を余儀なくされるため、不要な応力発生を防ぐことは難しく、平滑材での疲労寿命のばらつきはかなり大きい⁷⁾⁸⁾。回転曲げ疲労も両振り試験として便利である⁹⁾¹⁰⁾が、同様の理由である程度のデータのばらつきは避けられない。従つてこのような試験法を採用する場合には何らかの統計的処理の併用の検討も必要である。

最近、筆者らの考案した Fig. 1 に示した C 型試験片による試験法¹¹⁾は両振り疲労でありながら試験片と治具とを固定する必要がないので不要な応力の発生を防ぎ、極めてばらつきの少ないデータが得られる。

き裂材の疲労寿命あるいはき裂伝播速度を求めるには、Vickers indentation により材料に予き裂を導入後、繰返し 4 点曲げ試験を行う方法¹²⁾¹³⁾かあるいは予き裂試験片にコの字型ブリッジを介してき裂部に引張応力を繰返し作用する方法¹⁴⁾が便利である。しかしながら、圧痕き裂前方の残留応力分布を精確に評価することはかなり難しい。定性的には、負荷を受ける物体のき裂先端の応力拡大係数 K は残留応力に起因するもの K_r と外力によるもの K_a の和であり¹⁵⁾、き裂長さ a の関数として Fig. 2 のように表される。このような K の変化は、材料の K_{ISCC} 以下での繰返し効果の判定評価に極めて都合がよい¹³⁾。 K_{IC} と K_{ISCC} が図中に示されたレベルにそれぞれあるとすると、一定応力 σ を十分な時間材料に付与するだけで静疲労によりき裂は I' から A まで進展し、そこで停止する。次に σ 値を最大応力とする荷重繰返しを行い、き裂進展挙動を観察すれば、 K_{ISCC} 以下での繰返し効果の有無が容易に判定できる¹³⁾¹⁶⁾。

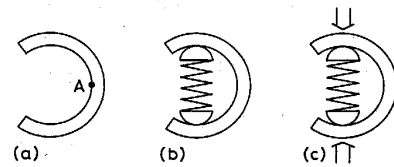


Fig. 1. C-type reversed fatigue testing method. Tension-compression fatigue testing can be conducted by external loading cycle of zero-tension. The maximum tensile stress is produced at point A in (b) and the maximum compressive stress is produced at the same point in (c).

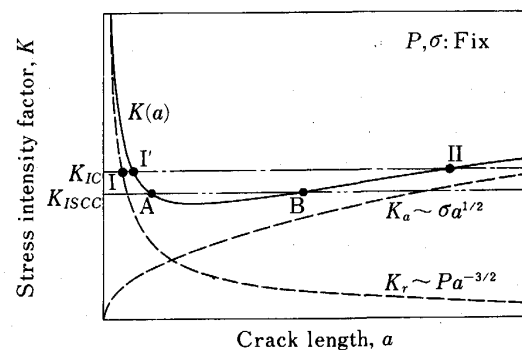


Fig. 2. Configuration of stress intensity factor K in the function of crack length a .

最近、CT 試験片¹⁷⁾¹⁸⁾や WOL 試験片¹⁹⁾等を用いた試験結果も報告されるようになってきた。これらは予き裂導入のために Chevron notch を加工するなど若干の工夫を要するが、いずれも非常に良好なデータが得られている。

その他、Vickers indentation を試験片に繰返し作用する Indentation fatigue 法²⁰⁾も興味深い試験法である。これは疲労損傷メカニズムと深く関わる試験法であるため第 3 章で述べることにする。

3. セラミックスの疲労損傷メカニズム

セラミックスの繰返し疲労損傷に関する実験データは不十分ながらも徐々に蓄積されてきているが、それらに対する解釈は定量的にはもとより定性的にも満足のいくものではない。従つてこれまでに提案されている疲労損傷メカニズムはいずれも推測の域を出ないわけであるが、ここで一度それらを整理してみることにしよう。

[I] 転位運動に起因する不可逆的塑性変形

転位による不可逆的塑性変形は金属疲労の基本メカニズムである²¹⁾。セラミックス材料においても、とくにイオン結合性の強い材料で、あるいは比較的高温下の疲労では十分可能性の高いメカニズムである。

またこのような転位運動がき裂先端で生ずると絶えず新生面が出現するとともに多数の空孔等格子欠陥が発生

し高エネルギー状態となり、応力腐食反応を促進することも考えられる^{22)~24)}。すなわち繰返し塑性変形により静疲労の加速が生ずる¹⁷⁾²⁴⁾もので、金属材料では繰返し SCC と呼ばれている。

転位運動を基本過程とするメカニズムの実証には疲労箇所の転位組織の直接観察が最も説得力に富むが、疲労損傷はき裂先端周囲の微小領域に限定されると考えられ、これまで構造用セラミックス材料でこの種の観察に成功した例は見られない。しかしながら Vickers 圧子等による Indentation により常温で形成された塑性変形域についても炭化けい素や窒化けい素といった非酸化物系セラミックスに対しても透過電顕観察が行われており^{25)~27)}、マイクロクラックとともに多数の転位が認められる場合があり²⁶⁾²⁷⁾、セラミックスの疲労過程における転位の役割は決して無視できる要因ではない。

[II]非線形変形に伴う発熱¹²⁾

材料の非線形変形は発熱現象を引き起こし、材料の損傷を加速する²⁴⁾。発熱速度および温度上昇は、後述のメカニズム [III] の場合も含めて、周波数の関数である。このメカニズムは脆性材料では考えにくい、高応力繰返しを受けるき裂先端部においては必ずしも否定し難い過程である。

[III]摩擦・摩耗

(a)発熱現象

き裂先端部での破面の摩擦・摩耗によっても [II] とは異なる機構による発熱が考えられ、損傷の一要因として留意すべきである¹⁴⁾²⁴⁾。例えば、粒界ガラス相を含む多結晶体においてき裂先端が位置するガラス相の局部的発熱は強度低下を招き、粒界破壊を促進することが考えられる²⁴⁾。

(b)マイクロクラックの連結促進

Fig. 3¹⁴⁾ に示すように繰返し荷重に伴う摩擦や摩耗によりマイクロクラックの連結が促進され、 K の増大が生ずる。この過程は直観的に理解できるがその力学的過程の詳細までは議論されていない。

[IV]材料に内在する残留応力

材料製造時の熱収縮により粒界部には局部的な引張残留応力を生ずる²⁸⁾ことが多いが、繰返し荷重下ではこれが直接または間接的に作用し、き裂進展が促進される。

(a)残留応力が直接き裂進展を導く場合 (Fig. 4)²⁹⁾³⁰⁾

材料は無負荷状態で Fig. 4 (a) の残留応力分布をもつと考える。材料に引張応力が作用すると粒界 1 で Mode I の破壊が生ずると同時に残留応力分布は Fig. 4 (b) へと変わる。除荷過程 (Fig. 4 (c)) において粒界 2 には大きな剪断応力が作用し Mode II のき裂進展が生ずる。再び引張りの外力が作用すると粒界 3 が

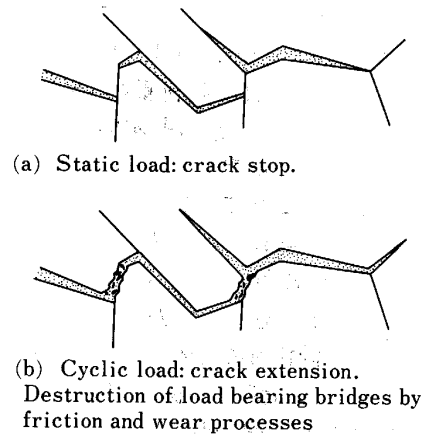


Fig. 3. Crack extension by sequential loss of interacting forces between crack edges (After GRATHWOHL¹⁴⁾).

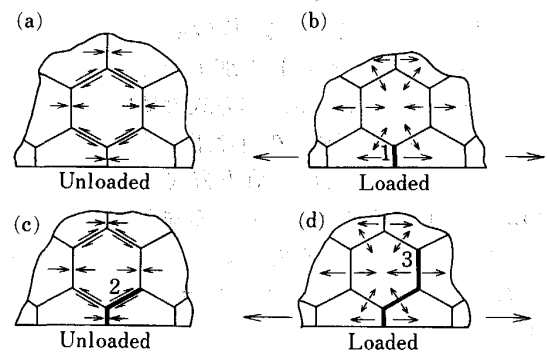


Fig. 4. Schematic of cyclic fatigue with mode I fracture during loading and mode II fracture on unloading (After LEWIS and RICE²⁹⁾).

Mode I 破壊することになる (Fig. 4 (d)). すなわち、このモデルでは引張過程の Mode I 破壊と除荷過程の Mode II 破壊の繰返しが基本メカニズムとされる。

(b)残留応力が間接的にき裂進展を導く場合 (Fig. 5)²⁹⁾³⁰⁾

Fig. 5 (a) に示された残留応力分布をもつ材料において、最初の引張応力の作用で粒界 1 と粒界 2 が破断したとする (Fig. 5 (b)). この破壊により隣接粒の残留応力は解放され、その結晶粒は除荷過程で元の位置に戻れず (Misfit), その結果、周辺の粒子に新たな引張応力や剪断応力が生ずる。このような新たな応力分布が再び粒界破壊を生じさせる (Fig. 5 (c)) 原因となると考えるものである。

[V]き裂面の凹凸 (Asperities)

セラミックス材料はき裂面に種々の Asperities を生じやすい。これは前述のメカニズム [III] の摩擦や [IV] の残留応力が主原因と推定されるほか、PSZ などの材料で生ずるき裂周辺の相変態も一因とされる¹⁴⁾。またき裂面に腐食生成物が形成された際にも同様の効果が生

¹²⁾ このメカニズムは [I] に含めて論じてよいが、 [I] は金属の疲労損傷の本質的基本過程であるので、それとは独立させて記述することにした。

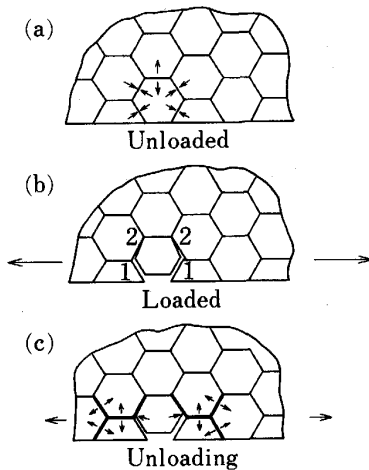


Fig. 5. Schematic for cyclic fatigue by successive fracture on loading, stress relief and distortion in grains adjacent to the crack, and stable crack propagation from misfit stresses during the unloading cycle (After LEWIS and RICE²⁹).

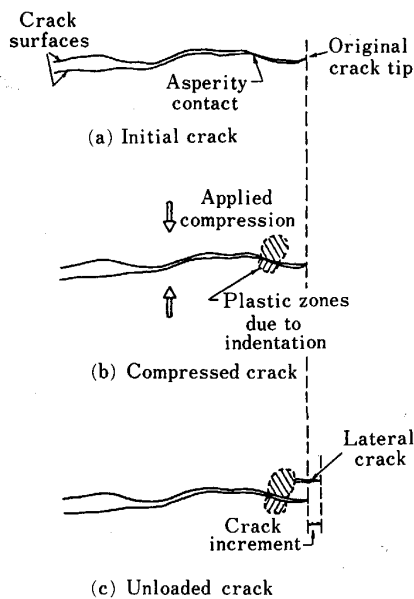


Fig. 6. The formation of lateral cracks due to the indentation at crack surface asperities (After EVANS³²).

じると考えられる³¹). このき裂面の Asperities は材料に対して Indentation 損傷と Wedge 効果の二つの影響を与えると考えられる³²)ため重要である。

(a) Indentation 損傷 (Fig. 6)³²)

繰返しの圧縮過程に Asperity ではとくに大きな応力が発生し、そこでいわゆる「Indentation 損傷」が生ずるとされる。これは圧縮で生じた局部的塑性変形が除荷時に Lateral crack の形成を導き、主き裂の進展の一部を担うと考えるものである。圧縮-除荷の1サイクルにおける Indentation 損傷は Fig. 6 により定性的に理解で

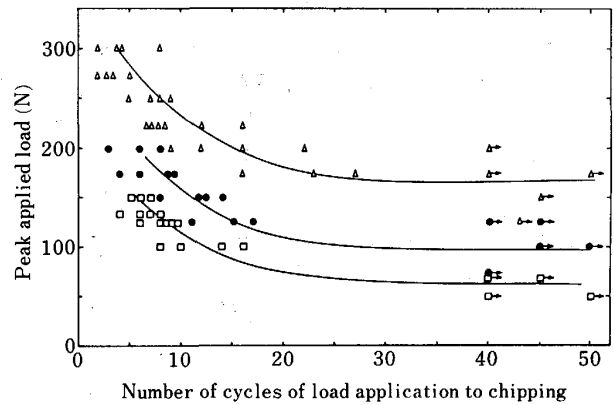


Fig. 7. The dependence of chipping on applied indenter load for pre-indentation load of (Δ) 300 N, (\bullet) 200 N and (\square) 150 N (After GUIU *et al.*⁶⁾²⁰⁾).

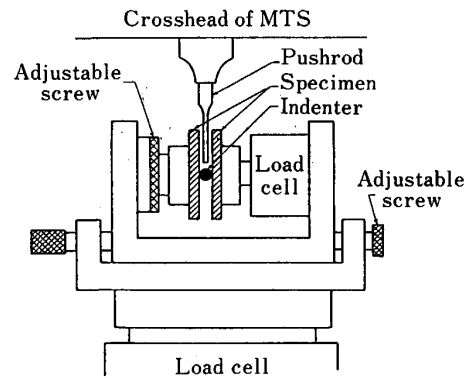


Fig. 8. Schematic of test device for cyclic tangential loading (After LIU and EVANS³⁴).

きるが、繰返し過程における Indentation の作用についてはこれまで明確でなかった。最近、GUIU ら⁶⁾²⁰⁾³³⁾はアルミナ系材料を用い、Vickers indentation を繰返し作用することにより、試料表面上に形成された Median/Radial crack と Lateral crack のうち後者のみが進展し、ある繰返し数後に部分剥離 (Chipping または Spalling) する事実を見出した。Indentation 荷重と Chipping までの繰返し回数との関係 (Fig. 7) はあたかも S-N 曲線の形態を呈している。やはり最近、LIU と EVANS³⁴) により、興味深い研究が報告されている。Fig. 8 に試験方法の概要が示されているが、ガラスの試験片で強くはさみ込まれた球状の Indenter に上方から負荷を加え、試験片表面に接線方向の力を繰返し作用している。この繰返しによりストライエーション形成を伴うき裂の進展が生じ、ストライエーションの数と繰返し回数は一致すると報告されている³⁴)。この実験結果は、後述のように通常繰返し疲労を起こさないとされるガラスでもある種の Indentation が作用すれば損傷の累積が生ずることを意味しており、注目すべき知見である。

(b) Wedge 効果

Asperities による Wedge 効果はき裂の Closure に影響を与える³²⁾。金属材料では、Wedge 効果は有効応力拡大係数幅を減少させるため、Wedge 効果の増加に伴い繰返しの効果は減少するのが普通である。しかしながらこのメカニズムでは、Wedge 効果により引張後の除荷過程あるいは圧縮過程で COD が比較的高レベルに維持されることによる静疲労の促進を想定している。除荷-圧縮過程での応力拡大係数 $K_{U,C}$ が引張過程のそれ K_T を超えなければ ($K_{U,C} \leq K_T$)、荷重繰返しの本質的な効果があるとは言えないが $K_{U,C} > K_T$ 状態が実現すれば、過大な損傷が当然予測される。

以上、これまでに提案されているメカニズムやモデルを五つに分類し整理してみた。おのおのは必ずしも独立ではなく、むしろ密接な依存関係にあるものもあり、その依存性は材料によって大きく異なるように思われる。これこそがセラミックスの疲労現象の解釈をより困難なものにしているのである。

● 応力比依存性と圧縮応力の効果

セラミックス材料の疲労挙動に及ぼす応力比 R の影響は金属材料の場合のそれとは異なる意味をもつであろうことは上述のメカニズムからも推定される。

片振り引張り ($R \geq 0$) の際のき裂進展挙動に関しては、セラミックスは金属材料と類似した R 依存傾向を示すものが多い¹⁶⁾¹⁷⁾。片振りと両振りの疲労寿命を比較すると、平滑材⁷⁾³⁵⁾でも予き裂材⁷⁾でも両振りの場合の方が片振りの場合より短寿命となる実験結果も報告されており、セラミックス材料における圧縮過程の損傷の重要性が改めて認識される。圧縮荷重下では、き裂先端における引張モード (Mode I) の存在は通常考えにくい。負荷方向と傾きをもつ粒界き裂に Mode II の負荷形態の力が作用した結果として Fig. 9³⁶⁾ に示されるようなき裂を想定すれば⁶⁾、き裂の開口作用も定性的には理解できる。

また SURESH らは繰返し圧縮荷重下での切欠き底からのき裂進展挙動を調べ、アルミナ³⁷⁾³⁸⁾、窒化けい素³⁹⁾、Mg-PSZ³⁹⁾ 等のセラミックス材料においても Mode I のき裂進展が生ずることを示した (Fig. 10)。Mode I き裂進展の駆動源は、圧縮荷重作用後の除荷過程で切欠き底に生ずる引張残留応力であり、圧縮過程の非線形変形がマイクロクラッキングであつても、相変態であつても、また転位による塑性変形であつても、とにかく除荷時に永久歪みが残れば切欠き底に引張残留応力が作用する領域が形成される³⁹⁾。このような繰返し圧縮荷重下ではき裂進展に伴い Crack closure 効果が増大するため、き裂進展速度はしだいに減少し、最終的にき裂は停留する傾向を有する。また一方、き裂面に Debris 粒子が入り込みやすい材料ではメカニズム [V]-(b) で述べたように圧縮荷重下での Wedge 効果によるき裂進展の加速も

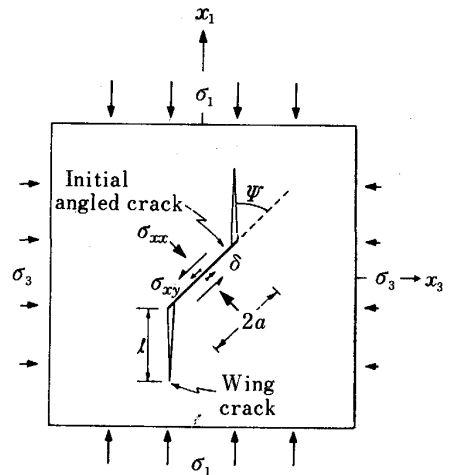


Fig. 9. Schematic of wing crack growth from an angled crack under a compressive stress σ_1 . (After ASHBY and HALLAM³⁶⁾).

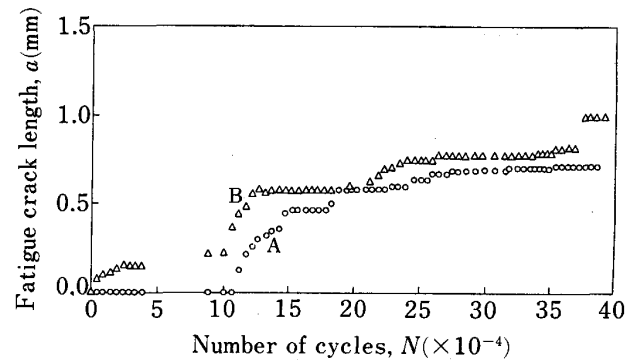


Fig. 10. Variation of fatigue crack length measured from the notch-tip, as a function of the number of compression cycles in AD995 Al_2O_3 . A and B refer to the crack length values optically measured on the two side surfaces of the specimen (After EWART and SURESH³⁷⁾).

一つの可能性として考えられ、REECE ら¹⁹⁾ もこの効果を強調しているが、これには繰返し引張り/圧縮の作用が必要なようであり、繰返し圧縮条件下の実験結果はいずれも繰返しに伴うき裂進展速度の低下を示し、損傷の加速は生じていないようである³⁷⁾⁻³⁹⁾。

き裂進展の度合いは別にしても、本来圧縮荷重下では強いと考えられているセラミックス材料が応力集中箇所を有する場合、その圧縮強さよりもはるかに小さな圧縮応力の繰返しでき裂進展が生じ得ることは無視できぬ重要な知見である。

4. 種々のセラミックスの繰返し疲労特性

本章では代表的なセラミックス材料について個々の疲労特性を、とくに応力繰返しの効果の存在の有無に着目しながら概観してみることにする。

4.1 窒化けい素

窒化けい素は高温用機械構造材料として最も有望視されているため、繰返し疲労試験も比較的多く行われている。常温大気中での窒化けい素の疲労損傷は、その製造法（常圧焼結、ホットプレス、反応焼結）を問わず、静疲労だけでは説明できず、現象的に金属材料の場合と類似した荷重繰返しの効果が存在することが実証されている¹²⁾¹⁶⁾¹⁷⁾⁴⁰⁾。Fig. 11¹⁶⁾はFig. 2で述べた方法で求めた常圧焼結窒化けい素の疲労き裂進展曲線を示しており、 K_{ISCC} 以下での荷重繰返しの効果が明白である。なお常圧焼結体でもホットプレス体でも疲労き裂は主として粒界を伝播する傾向¹²⁾¹⁶⁾¹⁷⁾が認められている。

1000°C以上の高温における疲労データもいくつか報告されている。高温繰返し疲労は定荷重下の疲労挙動と同様に Slow crack growth により決まり、繰返し疲労寿命は静疲労データから予測されるものに等しいとする報告が多い^{41)~44)}。しかしながら、塑性変形が起こり始める1200°Cでの寿命は静疲労データからの予測値より短いという報告（常圧焼結体）⁴⁵⁾と逆に長くなるという報告（ホットプレス体）⁴⁶⁾があり、これらは相反する傾向ではあるが、この温度条件下での荷重繰返しによる何らかの効果の存在が暗示されている（後者では粒界ガラス相の挙動が静的な場合と繰返しの場合とで異なると考えている⁴⁶⁾）。また同じ1200°Cでの繰返し引張疲労試験でコーキシング（Coaxing）効果や塑性歪みのラチェッティング（Ratcheting）が認められたとする報告⁴⁷⁾もあり、この試験条件は窒化けい素焼結体にとってさまざまな情報の秘められた宝庫とも言える。反応焼結窒化けい素は助剤を含まないため機械的性質は一般に高温まで損われぬ。高温の繰返し荷重下でも比較的安定とされる⁴⁸⁾⁴⁹⁾が、残留シリコンは高温下で酸化されSiOを生ずることがある⁵⁰⁾。疲労寿命はSiO粒界層厚さに依存

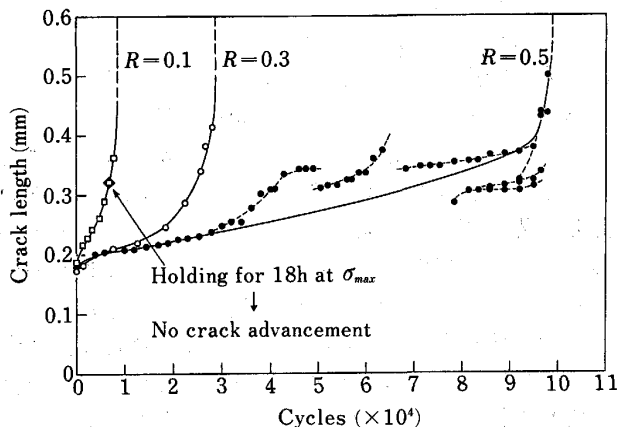


Fig. 11. Variation of fatigue crack length from the indentation flaw, as a function of the number of cycles in sintered Si_3N_4 ($\sigma_{max} = 270 \text{ MPa}$, $f = 1 \text{ Hz}$) (After HORIBE¹⁶⁾).

し、この厚さは疲労過程の振動振幅に影響されるという報告⁵¹⁾もある。

4.2 炭化けい素

炭化けい素は窒化けい素と並び高温構造材料としての利用が期待されているが、靱性や耐衝撃性において窒化けい素に劣るため実用化へ一歩立ち遅れている感は否めない。炭化けい素の静疲労や動疲労についてはかなり詳しく調べられているが、繰返し疲労に関する研究は少なく^{13)45)52)~54)}、繰返しの効果の存在の有無を論じたものは数報に限られる。しかしながら、常圧焼結炭化けい素を用いた筆者らの研究¹³⁾や KAWAI らの研究⁴⁵⁾によれば、常温から高温に至る広い温度範囲で荷重繰返しの効果は存在しないと考えられる。常圧焼結炭化けい素は粒界相をもたず、また静的な破壊は粒内型で生ずるなど、組織や破壊形態において常圧焼結窒化けい素といくつかの相異点を有するが、繰返しの効果の有無が両材料で完全に分かれる事実は工学的観点からだけでなく基礎物性の面からも今後十分に解明されるべき興味深い課題を与えている。

4.3 アルミナ

KROHN と HASSELMAN²⁴⁾はアルミナの疲労特性を周波数依存性に着目して詳しく調べた。その結果、破断時間は4~20 Hzの範囲で周波数に依存し、周波数が高いほど短時間で破断する傾向があり、この傾向は高振幅（最大応力一定の実験）ほど強く表れることを見出した。これらの結果は、取りも直さず荷重繰返し効果の存在を意味している。彼らはこの現象に対して複数のメカニズムを挙げ、必ずしも明確な解釈を与えてはいないが、アルミナでは繰返しに伴うき裂先端部での格子欠陥の形成→静疲労の促進（メカニズム [I]）の可能性が高いと述べている²⁴⁾。アルミナの繰返し疲労の環境依存性は SARKER と GLINN⁵⁵⁾により調べられている。彼らは大気、Dry Ar ガスおよび液体窒素中で片振り曲げ疲労試験を行い、疲労寿命は液体窒素中で最も長く、大気中で最短となることを示した。その後、GUIU⁵⁾によりアルミナの Push-Pull 疲労試験が行われ、初めて最も基本となる引張り/圧縮両振りの S-N 曲線 (Fig. 12) が求められるに至ったが、この S-N 曲線は SARKER らによる片振り曲げ疲労の S-N 曲線⁵⁵⁾と同一形状（逆 S 字形）を有し、それを低応力側に平行移動した位置にある点は興味深い。S-N 曲線の形状が物理的に意味するところや負荷方法による寿命の差異についても今後解明されていかねばならない。またき裂の進展挙動に着目した最近の研究¹⁹⁾でもアルミナにおける繰返しの効果の存在は明らかかなようである。

疲労破面に関しては、粒内破壊が主体であるとする報告⁹⁾⁵⁶⁾と粒界破壊が主体とする報告⁵⁾¹⁹⁾³⁸⁾⁵⁴⁾に分かれるが、これは化学組成や製造法およびその結果としての結晶粒径に依存して決まるようである。いずれの場合も

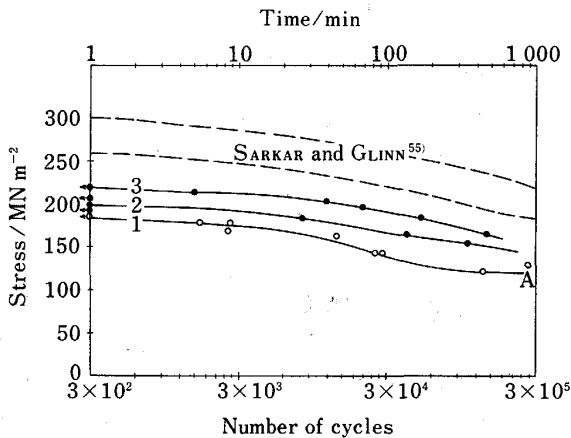


Fig. 12. Peak stress, or constant stress, against both the number of cycles to fracture and time to fracture. Curve 1 is the cyclic fatigue curve. Curves 2 and 3 are static fatigue curves (After GUIU⁵⁵).

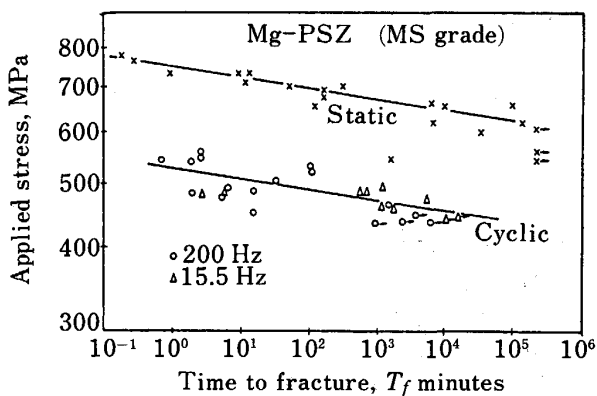


Fig. 13. Comparison of lifetime data for static and cyclic fatigued Mg-PSZ specimens (After SWAIN⁵⁸).

静疲労の場合と大差のない破面形態を示している。

96% アルミナの疲労寿命の温度依存性 (常温~359°C) が CHEN と KNAPP⁵⁷) により調べられている。それによると、常温から 200°C までは温度上昇に伴い、静疲労および繰返し疲労の寿命はいずれも短くなるが、200°C 以上では逆に長くなる。これは粒界のシリケートガラス相が 200°C 近傍で応力腐食による損傷を最も強く受けることによると考えられている。また寿命に及ぼす荷重繰返しの効果があるのは 200°C 以下であり、それ以上の温度ではこの効果はなくなるとされる⁵⁷。

4.4 ジルコニア

SWAIN⁵⁸) は Mg-PSZ の繰返し疲労を調べ、この材料の場合にも (3) 式では繰返し疲労損傷は整理できないことを示した (Fig. 13)。このような繰返しによる寿命低下は、正方晶から単斜晶への相変態に起因する非線形の応力-歪み挙動⁵⁹) と関係するとしている。また PARST

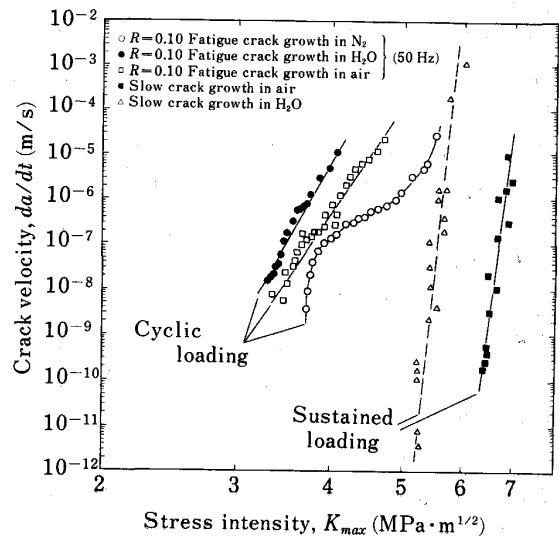


Fig. 14. Subcritical crack growth behavior in Mg-PSZ showing a comparison of cyclic crack velocities with sustained-load cracking data. Note how cyclic fatigue-induced crack growth ($f=50$ Hz) is much faster than environmentally assisted crack growth under monotonic loading conditions (After DAUSKARDT *et al.*¹⁸).

ら⁶⁰) は正方晶の体積率が異なる ZrO₂ 系セラミックスの繰返し疲労を静疲労との関係で調べている。それによると、やはり応力繰返しの効果が認められ、また相変態と n 値の関係なども議論されている。最近、DAUSKARDT ら¹⁸) は CT 試験片を用いて Mg-PSZ の繰返し荷重下のき裂進展挙動をかなり詳細に調べた。その結果、 K_{ISCC} 値よりはるかに小さい応力拡大係数の繰返し条件下でも粒内型のき裂進展が認められ、 ΔK vs. da/dN 関係は両対数グラフ上で直線で表されること、周波数依存性がないことなどが明らかにされ、この材料の繰返し疲労き裂進展は単なる静疲労損傷の加速ではないことが実証されている (Fig. 14)^{18)†3}。

以上のように準安定相を含むジルコニア系セラミックスには荷重繰返しの効果が存在することに異論はないようであるが、相変態挙動に対して繰返し負荷が一方方向負荷とどのように異なる影響を与えているかについてはまだ言及されていない。準安定相の疲労は、a) 応力繰返し過程の相変態現象と b) その変態を介しての損傷過程を併せて理解することが重要である。金属材料の例をとると、オーステナイト鋼の場合⁶¹)、高応力振幅下の疲労では準安定相は安定相より短寿命となるが、低応力振幅下では逆の傾向を示す。準安定相では振幅に依存する変態挙動 (とくに変態速度) が疲労き裂の発生伝播経路にも影響を及ぼすことがわかっている⁶¹)。部分安定相を有するセラミックス材料においてもこのような観

†3 原論文¹⁸)中の本図には誤りがあるため、Fig. 14. にはその著者より送付された修正図を用いている。

点からの研究が大いに期待される。

4.5 シリカガラス

一般に非晶質のガラスは静疲労を生ずるが繰返し疲労は起こらず、したがって繰返し荷重下の疲労特性は静疲労データから予測できる¹⁾と考えられている。シリケートガラスに対して周波数範囲を大きく変えて行つた EVANS と LINZER⁶²⁾ の実験 (1~600 Hz) でもこの材料は常温での繰返しの効果はないと判断してよい。WHITE と ASHBEE⁶³⁾ は 80% 結晶体のガラスセラミックスの繰返し疲労特性を調べている。常温近傍の比較的低温域では温度上昇に伴い腐食作用が増大し、破断繰返し数は減少する。しかしながらこれもむしろ静疲労の効果と考えた方がよい。さらに温度が上昇するとこの効果は消失し、620°C 付近で疲労寿命は最大となる。この温度が塑性の開始点にあたり、それ以上では温度上昇に伴い再び寿命は低下する。高温域では周波数依存性が強く、高周波数ほど低寿命となる。彼らはこの挙動に対して 2 相材料の「Thixotropy」の概念を用いて説明を試みているが、他に高温での熱伝導率が低いことによる発熱現象も一要因と考えている⁶³⁾。

5. おわりに

本稿ではセラミックスの繰返し疲労に関する研究の現状が簡潔に理解できるように心がけた。しかしながら、体系的記述に欠け、不備な点も多々あると思われるが、歴史の浅い研究分野であるということで御容赦願いたい。

セラミックスの疲労は、現象的には金属の疲労と酷似した挙動として現れることが多いが、本質的にはかなり異なるものである。これまで長年にわたり金属材料を対象にして蓄積されてきた疲労研究の成果は膨大であり、たいへん貴重なものである。今、そのどれがセラミックスの疲労にも適用でき、どれが適用できないかを知ることこそが最も重要な課題であると筆者は考える。例えば、き裂開閉口挙動-有効応力拡大係数の概念はいかがであろうか、またもし転位による塑性変形がセラミックス疲労の基本過程でないとすると転位論に立脚したあらゆるき裂発生・伝播モデルはセラミックスに対してことごとく無用なものとなってしまうのか、等々である。

これまでのセラミックス疲労の研究報告は「セラミックス材料の研究者」によるものと「金属疲労の研究者」によるものとに大別できるが、後者の手による研究は前者によるものに比べ、数においてはるかに少ない。言い換えると、疲労の専門家はまだこの分野にほとんど入り込んできていない。「金属疲労」という言葉が万人の知る常識語となつているように、材料の疲労研究の本家は金属疲労の専門家のはずである。もつと多くの金属疲労の研究者の参入が今大いに期待される。このような時期に本稿執筆の機会を与えて下さつた金属材料技術研究所

力学特性研究部長河部義邦博士に心より感謝申し上げ、本稿を終えることにしたい。

文 献

- 1) A. G. EVANS and E. R. FULLER: Metall. Trans., 5 (1974), p. 27
- 2) J. MENCIK: J. Am. Ceram. Soc., 67 (1984), C-37
- 3) K. C. LIU and C. R. BRINKMAN: Proc. of 23rd Automotive Technology Development Contractor's Coordination Meeting, Michigan (1985) Oct., p. 279
- 4) K. C. LIU and C. R. BRINKMAN: Proc. of 24th Automotive Technology Development Contractor's Coordination Meeting, Michigan (1986) Oct., p. 191
- 5) F. GUIU: J. Mater. Sci., 13 (1978), p. 1357
- 6) F. GUIU and D. A. J. VAUGHAN: Proc. of Advanced Ceramics, ed. by J. S. MOYA and S. de AZA, Madrid (1986), p. 217
- 7) 山内幸彦, 酒井清介, 伊藤 勝, 大司達樹, 兼松 涉, 伊藤正治: 窯業協会誌, 94 (1986), p. 631
- 8) 山田敏郎, 星出敏彦, 古屋博章: 材料, 33 (1984), p. 28
- 9) H. N. KO: J. Mater. Sci. Letters, 5 (1986), p. 464
- 10) H. N. KO: J. Mater. Sci. Letters, 6 (1987), p. 175
- 11) 堀部 進, 平原竜平: 日本金属学会講演概要, 秋期大会 (1988), p. 669
- 12) 川久保隆, 米屋勝利: 材料, 34 (1985), p. 1460
- 13) S. HORIBE and M. SUMITA: J. Mater. Sci., 23 (1988), p. 3305
- 14) G. GRATHWOHL: Mat. -wiss. u. Werkstofftech., 19 (1988), p. 113
- 15) D. B. MARSHALL and B. R. LAWN: J. Am. Ceram. Soc., 63 (1980), p. 532
- 16) S. HORIBE: J. Mater. Sci. Letters, 7 (1988), p. 725
- 17) 岸本秀弘, 上野 明, 河本 洋: 材料, 36 (1987), p. 1122
- 18) R. H. DAUSKARDT, W. YU and R. O. RITCHIE: J. Am. Ceram. Soc., 70 (1987), C-247
- 19) M. J. REECE, F. GUIU and M. F. R. SAMMUR: J. Am. Ceram. Soc., 72 (1989), 印刷中
- 20) D. A. VAUGHAN, F. GUIU and M. R. DALMAN: J. Mater. Sci. Letters, 6 (1987), p. 689
- 21) 例えば, M. KLESNIL and P. LUKÁŠ 著, 荒木 透, 堀部 進 訳: 金属疲労の力学と組織学 (1984) [養賢堂]
- 22) S. M. WIEDERHORN: Environment-Sensitive Mechanical Behavior of Materials, ed. by A. R. C. WESTWOOD and N. S. STOLOFF (1966), p. 293 [Gordon and Breach, Science Publishers Inc.]
- 23) S. M. WIEDERHORN and L. H. BOLZ: J. Am. Ceram. Soc., 53 (1970), p. 543
- 24) D. A. KROHN and D. P. H. HASSELMAN: J. Am. Ceram. Soc., 55 (1972), p. 208
- 25) B. R. LAWN, B. J. HOCKEY and S. M. WIEDERHORN: J. Mater. Sci., 15 (1980), p. 1207
- 26) M. H. LEWIS, R. FUNG and D. M. R. TAPLIN: J. Mater. Sci., 16 (1981), p. 3437
- 27) H. MAKINO, N. KAMIYA and S. WADA: J. Mater. Sci. Letters, 7 (1988), p. 475
- 28) A. G. EVANS: Acta Metall., 26 (1978), p. 1845
- 29) D. LEWIS and R. W. RICE: Ceram. Eng. Sci. Proc., 3 (1982), p. 714
- 30) D. LEWIS III: Ceram. Eng. Sci. Proc., 4 (1983), p. 874
- 31) L. S. WILLIAMS: Fatigue and Ceramics, Ch. 18 in "Mechanical Properties of Engineering Ceramics", ed. by W. W. KRIEGL and H. PALMOUR III (1961) [Interscience Publishers]
- 32) A. G. EVANS: Int. J. Fracture, 16 (1980), p. 485

- 33) D. A. VAUGHAN and F. GUIU: *Engineering with Ceramics 2*, Br. Ceram. Proc., ed. by R. FREER, S. NEWSAM and G. SYERS (1987) Dec., p. 101 [The Inst. of Ceramics]
- 34) M-C. LIU and A. G. EVANS: *J. Am. Ceram. Soc.*, **68** (1985), p. 505
- 35) 川久保隆, 天野景隆: 材料強度と破壊総合シンポジウム論文集, **32** (1987), p. 1
- 36) M. F. ASHBY and S. D. HALLAM: *Acta Metall.*, **34** (1986), p. 497
- 37) L. EWART and S. SURESH: *J. Mater. Sci. Letters*, **5** (1986), p. 774
- 38) L. EWART and S. SURESH: *J. Mater. Sci.*, **22** (1987), p. 1173
- 39) S. SURESH and J. R. BROCKENBROUGH: *Acta Metall.*, **36** (1988), p. 1455
- 40) F. PORZ, G. GRATHWOHL and F. THÜMLER: *Proc. Br. Ceram. Soc.* (1981) **31**, p. 157
- 41) R. KOSSOWSKY: *J. Am. Ceram. Soc.*, **56** (1973), p. 531
- 42) R. KOSSOWSKY: *Army Mater. Technol. Conf.*, **2** (1974), p. 347
- 43) A. G. EVANS, L. R. RUSSEL and D. W. RICHARDSON: *Metall. Trans. A*, **6** (1975), p. 707
- 44) Y. MATSUO, Y. HATTORI, Y. KATAYAMA and I. FUKUURA: *Progress in Nitrogen Ceramics* (1983), p. 515 [Martinus Nijhoff Publishers]
- 45) M. KAWAI, H. FUJITA, Y. KANKI, H. ABE and J. NAKAYAMA: *Proc. Int. Symp. on Ceramic Components for Engine, Japan* (1983), p. 269
- 46) T. FETT, G. HIMMELT and D. MUNZ: *Advanced Ceramic Materials*, **1** (1986), p. 179
- 47) K. C. LIU and C. R. BRINKMAN: *Proc. of 25th Automotive Technology Development Contractor's Coordination Meeting, Michigan* (1987) Oct., p. 189
- 48) T. M. YONUSHONIS and K. E. HOFER: *Ceram. Gas Turbine Demonst. Engine Program Rev.* (1978), p. 235
- 49) H. HEIGL and K. HECKEL: *Ceram. Forum Int.*, **60** (1983), p. 69
- 50) M. BOUSSUGE, D. BROUSSAUD and J. LAMON: *Proc. Br. Ceram. Soc.*, **32** (1983), p. 205
- 51) P. BARLIER and J. P. TORRE: *Ann. Chim. Sci. Mater.*, **5** (1980), p. 701
- 52) S. C. SANDAY: *Int. Congr. Combust Engines*, **12** (1977), p. 2543
- 53) US DOE Rep., FP-1060, Columbia Univ., New York (1979)
- 54) 川久保隆, 後藤 昭: *材料*, **36** (1987), p. 1253
- 55) B. K. SARKAR and T. G. J. GLINN: *Trans. Br. Ceram. Soc.*, **69** (1970), p. 199
- 56) 前川一郎, 小林 朗, 柴田博司: *材料*, **37** (1988), p. 441
- 57) C. P. CHEN and W. J. KNAPP: *Fracture Mechanics of Ceramics* (1973), p. 691 [Plenum Press]
- 58) M. V. SWAIN: *Materials Forum*, **9** (1986), p. 34
- 59) M. V. SWAIN: *Acta Metall.*, **33** (1985), p. 2083
- 60) R. F. PABST, I. BOGNAR and J. B. ZWISSLER: *Ber. Dt. Keram. Ges.*, **57** (1980), p. 13
- 61) 堀部 進, 関 勇一, 藤田利夫, 荒木 透: *鉄と鋼*, **64** (1978), p. 278
- 62) A. G. EVANS and M. LINZER: *Int. J. Fracture*, **12** (1976), p. 217
- 63) D. WHITE and K. H. G. ASHBEE: *J. Mater. Sci.*, **9** (1974), p. 895