窒化ケイ素及びガラスセラミックスの高温でのき裂進展 (SCG) 特性とクリープ変形

小川武史・広瀬素尚・阿部真也・中野典彦

岐阜大学工学部機械工学科, 501-11 岐阜市柳戸 1-1

Subcritical Crack Growth and Creep Deformation at Elevated Temperatures in Silicon Nitrides and Glass Ceramics

Takeshi OGAWA, Motohisa HIROSE, Masaya ABE and Norihiko NAKANO

Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Gifu University, 1-1, Yanagido, Gifu-shi 501-11

[Received March 1, 1995; Accepted August 24, 1995]

Subcritical crack growth (SCG) and creep deformation at elevated temperatures were investigated in three types of silicon nitrides and glass ceramics under quasi-static and cyclic loading conditions. The SCG behavior was observed at lower temperature in the silicon nitrides which has lower flexural strength at elevated temperatures. The critical stress intensity factor for SCG in glass ceramics showed similar temperature dependence to the structural ceramics having grain boundary glass phase. The results revealed that the high temperature SCG behavior, caused by the softening of the grain boundary glass phase, was time-dependent under cyclic loading condition, which suggested the creep crack growth mechanism. The observation of the creep deformation under cyclic loading condition indicated that unidirectional creep deformation was much more remarkable than cyclic creep deformation where the direction of the creep deformation is reversed due to load reversals.

Key-words : Subcritical crack growth, Fatigue, Creep, Elevated temperature, Silicon nitride, Glass ceramics

1. 緒 言

著者らは前報^{1),2)}において、破面解析と試験系のコンプライアンス変化に基づき、き裂長さを間接的に求める簡便な試験方法を提案し、3種類のセラミックスの高温安定き裂進展 (SCG) 特性を準静荷重下と繰返し荷重下の比較のもとに評価した。その結果、粒界ガラス相を多く含むアルミナ及び窒化ケイ素の場合、特定の温度以上で粒界ガラス相の軟化が生じ、高温 SCG は主き裂先端前方のクリープ損傷域に形成される微視き裂との合体によって生じることが示した。また、試験温度や力学的条件に依存して、クリープ損傷域が拡大すると、大規模クリープ状態となるが、線形破壊力学を用いた評価や上記のコンプライアンス法を適用する前提条件として、小規模クリープ状態 (き裂先端のクリープ損傷域がき裂や試験片に対して十分に小さい状態) が重要であることを指摘した。

繰返し荷重下の高温 SCG 特性は、静荷重下のき裂進展速度 da/dt と応力拡大係数 K の関係を繰返し荷重下

の K について積分して予測した繰返し荷重下のき裂進展速度 da/dN との比較のもとに検討されてきた^{3)~5)}。その結果、高温 SCG 特性は結晶粒のアスペクト比に強く依存しており、アルミナなどのようにアスペクト比が 1 に近い材料では、実測された da/dN のほうが予測結果よりも低い。一方、窒化ケイ素などのように柱状結晶粒によって構成されている材料では、実測された da/dN のほうが予測結果よりも高い^{1),4),5)}。後者の場合、き裂面間の顕著な架橋が除荷によって減少する効果が強い^{6),7)}。また、炭化ケイ素ウイスカー強化アルミナ複合材料の場合、き裂先端近傍の炭化ケイ素ウイスカーは、繰返し荷重によって破壊されることが、透過型電子顕微鏡 (TEM) によって観察されている⁸⁾。

一方、平滑材の高温疲労強度に関しても、静荷重下の破断寿命 t_f と負荷応力 σ の関係から da/dt - K 関係を導き、その線形加算則から繰返し荷重下の破断寿命 N_f と σ の関係を予測し、実測結果との比較が行われている^{9)~14)}。これらの研究では窒化ケイ素が多用されているが、繰返し荷重下の実測結果は静荷重下の結果に基づく予測よりも高強度側となる。また、窒化ケイ素について繰返し応力漸増試験を行った場合、静的引張り強度をはるかに超える最大応力 σ_{max} を加えても試験片が破断しないという極めて特異な現象も報告されている¹⁵⁾。これらの結果は、前述した高温 SCG 特性の実験結果とは明らかに矛盾している。一方、繰返し荷重下の実験結果が静荷重下の結果に基づく予測よりも低強度側となる場合もある¹⁶⁾。著者らの研究^{1),2)}に基づけば、静荷重下のクリープ変形規模 (き裂先端のクリープ損傷域とき裂や試験片の相対的な寸法の大小関係) は繰返し荷重下よりもかなり大きくなることが示唆されている。静荷重下の試験において大規模クリープ状態となっているならば、線形破壊力学に基づく寿命予測を行うことは意味を持ち得ない。

これらの実験結果に系統的な解釈を与えるためには、以下の内容を明らかにする必要がある。

(I) クリープ変形規模に依存する高温 SCG 駆動力の力学的取り扱い。

(II) 静荷重下と繰返し荷重下のクリープ変形の相

違.

(Ⅲ) 静荷重下と繰り返し荷重下の高温 SCG 機構の相違.

(Ⅳ) 高温 SCG 特性の影響因子.

本研究では, これらの中で長いき裂を有する試験片の (Ⅱ) 及び (Ⅳ) に着目して, 高温強度の異なる 3 種類の窒化ケイ素及びモデル材料としてガラスセラミックスを用い, 準静荷重下及び繰り返し荷重下の高温 SCG 特性とクリープ変形を調べた.

2. 材料及び実験方法

供試材は, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ 系の焼結助剤を用いガス圧焼結した日本特殊陶業製の窒化ケイ素 EC-141 (AY 材と略記), $\text{La}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ 系及び $\text{Nd}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ 系の焼結助剤を用いてホットプレス焼結したノリタケカンパニーリミテド製の窒化ケイ素 (それぞれ LY 材及び NY 材と略記), 及びコーニング製のマイカ・ガラスセラミックス Macor である. 供試材の機械的性質を表 1¹⁷⁾ に示す. AY 材及び LY 材の結晶粒界には非晶質のガラス相が存在するが, NY 材の場合, 粒界ガラス相を結晶化させて高温強度が高められている. 一方, Macor の場合, ランダムに配向した雲母結晶とガラス (体積比約 45%) によって構成されている. アルミナや窒化ケイ素などの構造用セラミックスの高温 SCG 挙動をモデル試験するために, ガラスセラミックスを用いることには疑問があるが, 高温において類似した変形挙動の生じることを示唆する結果も報告されている¹⁸⁾.

実験には, 幅 $W=25$ mm, 厚さ $B=5$ mm, 切欠き深さ $a_n=9$ mm のコンパクト試験片を用いた. 切欠き先端をカッターナイフとダイヤモンドペーストによって研磨し, 曲率半径を $30\text{ }\mu\text{m}$ 程度とした. 高温の試験に先立ち, 室温において予き裂を導入した. 窒化ケイ素の場合, 応力比 $R=10$, 繰り返し速度 $f=30$ Hz の繰り返し圧縮荷重を漸増させ, 切欠き先端にき裂を発生させた¹⁹⁾. Macor の場合, $R=0.1$, $f=1$ Hz の繰り返し引張り荷重を漸増させ, 切欠き先端にき裂を発生させた.

試験機及び試験方法は基本的に前報^{1), 2)} と同一である. すなわち, 最高使用温度 1500°C の電気炉を装着した容量 4.9 kN の電気油圧式疲労試験機を用いて大気中, 荷重制御で実験を行った. また, 準静的に荷重を漸増させる (応力拡大係数の増加勾配 $dK/dt=1.5\times 10^{-4}$ MPa $\sqrt{\text{m/s}}$) 単調荷重増加試験及び $R=0.1$, $f=1$ Hz (一部 0.1 Hz) の繰

り返し荷重を漸増させる繰り返し荷重試験を行った. き裂長さ及びクリープ変形を求めるために, 試験機のピストン変位を測定した.

3. 実験結果

3.1 窒化ケイ素

3 種類の窒化ケイ素について行った繰り返し荷重試験の温度 T , 最大応力拡大係数 K_{max} の漸増勾配 dK_{max}/dt , 高温 SCG の下限界値 K_{ISCG} 及び上限界値 K_{CSCG} を表 2 に示す. ここで, AY 材の $T=1200^\circ\text{C}$, $dK_{\text{max}}/dt=1.5\times 10^{-4}$ MPa $\sqrt{\text{m/s}}$ の結果は前報¹⁾ において報告したものである. また, 室温の結果は SEPB 試験片に対して求めたものである²⁰⁾. 試験片の巨視的な破面様相を図 1 に示す. AY 材の $T=1200^\circ\text{C}$ の場合, いずれの dK_{max}/dt においてもピストン変位 d の変動範囲 Δd と荷重範囲 ΔP の非線形性から高温 SCG の開始を検出できた. しかし, AY 材の $T=1150^\circ\text{C}$ 及び LY 材の $T=1300^\circ\text{C}$ の場合, 高温 SCG によるき裂進展増分 Δa が小さく, Δd と ΔP の非線形関係は明瞭でなかった. 一方, LY 材の $T=1200^\circ\text{C}$ 及び NY 材の $T=1200$ 及び 1300°C の場合, 高温 SCG は認められず, 予き裂先端から急速破壊が開始している.

表 2 及び図 1 の結果を表 1 の曲げ強度と比較すると, 高温における曲げ強度の低下を起こしやすい材料, すなわち粒界ガラス相の高温強度が低い材料ほど高温 SCG を生じやすいことが分かる. また, 高温 SCG が生じる条件で

Table 2. Test Conditions and the Values of K_{ISCG} and K_{CSCG} of Silicon Nitrides in the Cyclic Load Tests

Material	Temperature °C	dK_{max}/dt MPa $\sqrt{\text{m/s}}$	K_{ISCG} MPa $\sqrt{\text{m}}$	K_{CSCG} MPa $\sqrt{\text{m}}$
AY (EC-141)	R.T.	2×10^{-6}	$3.7\sim 3.9^\dagger$	$5.02\sim 5.36^\dagger$
	1150	1.5×10^{-4}	—*	5.32
	1200	1.5×10^{-4}	4.78	9.75
	1200	3.0×10^{-5}	4.82	7.48
LY	R.T.	2×10^{-6}	$3.7\sim 3.9^\dagger$	$4.47\sim 7.12^\dagger$
	1200	1.5×10^{-4}	—	5.43
	1300	1.5×10^{-4}	—*	7.56
NY	R.T.	2×10^{-6}	$3.7\sim 3.9^\dagger$	$4.61\sim 7.63^\dagger$
	1200	1.5×10^{-4}	—	6.40
	1300	1.5×10^{-4}	—	5.12

* Initiation of SCG could not be detected by $P-\Delta d$ curve.

† SEPB specimen ($3\times 4\times 40$ mm)²⁰⁾

Table 1. Mechanical Properties of Silicon Nitrides

Material	Young's modulus E / GPa	Poisson's ratio ν	Vickers hardness H_v	Flexural strength σ_f / MPa				
				R.T.	800 °C	1000 °C	1200 °C	1350 °C
Macor	65.7	—	230	98.1* ¹	37.3* ¹	—	—	—
AY(EC-141)	320	0.25	1541	1093* ²	826* ²	618* ²	429* ²	—
LY	—	0.24	1531	1115* ³	—	—	893* ³	806* ³
NY	—	0.24	1633	1169* ³	—	—	876* ³	837* ³

*1: 4 point bending *2: 4 point bending¹⁷⁾ *3: 3 point bending

Fig. 1. Macroscopic appearances of fracture surfaces of silicon nitrides tested in the cyclic load tests at 1 Hz.

- (a) AY-material, 1150°C, $dK_{\max}/dt = 1.5 \times 10^{-4} \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}/\text{s}$,
- (b) AY-material, 1200°C, $dK_{\max}/dt = 3.0 \times 10^{-5} \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}/\text{s}$,
- (c) LY-material, 1200°C, $dK_{\max}/dt = 1.5 \times 10^{-4} \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}/\text{s}$,
- (d) LY-material, 1300°C, $dK_{\max}/dt = 1.5 \times 10^{-4} \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}/\text{s}$,
- (e) NY-material, 1200°C, $dK_{\max}/dt = 1.5 \times 10^{-4} \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}/\text{s}$,
- (f) NY-material, 1300°C, $dK_{\max}/dt = 1.5 \times 10^{-4} \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}/\text{s}$.

は、き裂先端の非線形変形が生じ、 K_{CSG} の値が増大している。

AY 材の $T=1200^\circ\text{C}$, $dK_{\max}/dt=3.0 \times 10^{-5} \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}/\text{s}$ の試験における d の最大値 $d_{\max}$, 最小値 $d_{\min}$ 及び Δd と時間 t の関係を図 2 に示す。横軸には予き裂長さと最大荷重 $P_{\max}$ から求めた見掛けの $K_{\max}$ を併記した。 $d_{\max}$ 及び $d_{\min}$ は試験機や治具の熱膨張などを含んでいるので、変動が大きい。すなわち繰返し荷重の漸増に比例して増大している。繰返し荷重が $R=0.1$ で負荷されていることを考慮すれば、除荷時の d は $d_{\min}$ よりも少し小さい値となっている。したがって、 $d_{\max}$ 及び $d_{\min}$ の増大には試験片や治具の接触部を含む方向クリープ変形の寄与が大きいと考えられる。一方、 Δd - t 関係においては、 $d_{\max}$ と $d_{\min}$ の変動が相殺され、初期に線形関係を示し、その後非線形関係を示していることが分かる。前述したように、この試験条件では高温 SCG が認められており、 Δd - t 関係の非線形は高温 SCG による試験片のコンプライアンスの増大に起因している。

荷重 P と d のヒステリシスループを図 3 に示す。それぞれの t 近傍の数サイクルを図に示した。いずれの t においても負荷過程と除荷過程の結果は一致しないが、ヒステリシスループ幅に変化はなく、非線形挙動は荷重が反転する最大及び最小荷重の近傍に限定されている。したがって、負荷過程と除荷過程の不一致の原因は、試験片と治具の接触点の滑りに基づくと考えられる。

Fig. 2. Variations of piston displacements for the cyclic load test (1 Hz, 1200°C, $dK_{\max}/dt = 3.0 \times 10^{-5} \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}/\text{s}$) for AY-material.

Fig. 3. Relationships between piston displacement and load for the cyclic load test (1 Hz, 1200°C, $dK_{\max}/dt = 3.0 \times 10^{-5} \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}/\text{s}$) for AY-material.

LY 材及び NY 材の結果は省略するが、 Δd - t 関係及び P と d のヒステリシスループは図 2 及び図 3 と同様の傾向を示した。すなわち、本研究で行った窒化ケイ素の実験では、繰返しクリープ変形の寄与は小さい*1。

破面解析と試験系のコンプライアンス変化に基づいて求めた da/dN と $K_{\max}$ の関係を図 4 に示す。前報¹⁾で示した $dK_{\max}/dt = 1.5 \times 10^{-4} \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}/\text{s}$ の結果のばらつきが大きい。したがって、 da/dN と $K_{\max}$ の関係は $dK_{\max}/dt$ に依存しないことが分かる。得られたデータ点の近似式を図中に示す。

3.2 ガラスセラミックス

単調荷重増加試験で測定された d と t の関係を図 5 に示す。横軸には予き裂長さと P から求めた見掛けの応力拡大係数 K を併記した。 $T=500^\circ\text{C}$ の d と t は線形関係を示すが、 $T \geq 550^\circ\text{C}$ の結果は線形関係を示した後、非線形関係となる。非線形関係の認められた試験片には高温 SCG 領域が観察された。非線形関係が開始する K 値 (K_{ISCG}) は、 $T=550^\circ\text{C}$ において最大値を示し、 T の上昇に伴って低下している。

*1 繰返し荷重下の一方方向クリープ変形を「繰返しクリープ」と称する場合もあるが、本研究では繰返し塑性変形との類推から、クリープ変形方向が荷重反転に伴って変化する変形挙動を「繰返しクリープ」と称することにする。

Fig. 4. Crack growth characteristics of silicon nitride under cyclic loading condition.

Fig. 5. Variations of piston displacements for the continuous load-increasing tests ($dK/dt = 1.5 \times 10^{-4} \text{ MPa} \sqrt{\text{m/s}}$) for glass ceramics.

Fig. 6. Variations of piston displacements for the cyclic load test (0.1 Hz, 700°C, $dK_{\text{max}}/dt = 1.5 \times 10^{-4} \text{ MPa} \sqrt{\text{m/s}}$) for glass ceramics.

$T = 700^\circ\text{C}$, $f = 0.1 \text{ Hz}$ の繰り返し荷重試験における d_{max} , d_{min} 及び Δd と t の関係を図 6 に示す. 横軸には予き裂長さと P_{max} から求めた見掛けの K_{max} を併記した. d_{max} , d_{min} 及び Δd は t すなわち繰り返し荷重の漸増に伴って増大する. 図 2 に示した窒化ケイ素の場合と同様に, d_{max} 及び d_{min} の増大は一方方向クリープ変形の寄与と考えられる.

図 6 に示した試験の $t = 5 \times 10^3 \text{ s}$ における d 及び P の変

化を t に対して図 7 に示す. P と比較して d の位相は明らかに遅れている. この挙動はき裂先端近傍の繰り返しクリープ変形を示唆している. P と d のヒステリシスループを図 8 (a) に示す. 負荷過程と除荷過程の不一致は, t すなわち繰り返し荷重の漸増に伴って増大している. また, ヒステリシスループは t の増加に伴って引張り方向に移動している. 前者は繰り返しクリープ, 後者は引張り方向の一方方向クリープ変形に起因している. d の位相を P よりも約 18° 進めて位相補正したヒステリシスループを図 8 (b) に示す. この場合, P と d は線形関係を示している.

Fig. 7. Variations of piston displacement and load with time showing the phase delay due to cyclic creep.

Fig. 8. Relationships between piston displacement and load for the cyclic load test (0.1 Hz, 700°C, $dK_{\text{max}}/dt = 1.5 \times 10^{-4} \text{ MPa} \sqrt{\text{m/s}}$) for glass ceramics. (a) Phase uncorrected, (b) Phase corrected.

$T=700^{\circ}\text{C}$, $f=1\text{ Hz}$ における P と d のヒステリシスループを図9に示す. 図9 (b)の場合, d の位相を P よりも約 24° 進めた. 図8の $f=0.1\text{ Hz}$ の結果と比較すると, 位相差やヒステリシスループの傾向に顕著な差異は認められない. すなわち, 位相の時間遅れは約 $1/8$ となっている. したがって, $f=1\text{ Hz}$ の繰り返しクリープ変形は $f=0.1\text{ Hz}$ の場合よりも小さいと考えられる.

$T=700^{\circ}\text{C}$, $f=0.1\text{ Hz}$ の繰り返し荷重試験を行った試験片の巨視的な破面様相を図10(a)に, 高温 SCG 領域の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真を図10(b)に, 急速破壊領域の SEM 写真を図10(c)に示す. 高温 SCG 領域の破面は軟化したガラスに覆われており, 破壊機構は粒界ガラス相の

Fig. 9. Relationships between piston displacement and load for the cyclic load test (1 Hz, 700°C , $dK_{\max}/dt=3 \times 10^{-5}\text{ MPa}\sqrt{\text{m/s}}$) for glass ceramics. (a) Phase uncorrected, (b) Phase corrected.

Fig. 10. Fracture surface appearances. (a) Macroscopic observation, (b) SEM micrograph of SCG region, (c) SEM micrograph of fast fracture region.

軟化によって生じるアルミナや窒化ケイ素の高温 SCG 機構と類似している. 急速破壊領域と室温で導入した予き裂の破面様相は類似していた. これらの領域では, 破面は雲母結晶のへき開面によって構成されている. 結果は省略するが, 単調荷重増加試験における高温 SCG 及び急速破壊領域の破面様相は, 図10に示した繰り返し荷重下の結果と同様であった.

dK/dt 又は $dK_{\max}/dt=1.5 \times 10^{-4}\text{ MPa}\sqrt{\text{m/s}}$ の単調荷重増加試験及び繰り返し荷重試験で得られた K_{ISCG} 及び K_{CSCG} の温度依存性を図11に示す. 単調荷重増加試験の場合, $T \leq 500^{\circ}\text{C}$ では高温 SCG 挙動が生じず, 室温の特性とほぼ一致している. $T=500^{\circ}\text{C}$ を超えると, T の上昇に伴って K_{CSCG} が急激に増加し, その後低下している. T の絶対値は材料によって異なるが, 類似した破壊抵抗の温度依存性が構造用セラミックスに対して報告されている^{1),21)~23)}. したがって, 高温 SCG 特性を検討するうえで, Macor を粒界ガラス相を含む構造材料のモデル材料として用いることができると考えられる. 繰り返し荷重試験の場合, $T \leq 600^{\circ}\text{C}$ では高温 SCG 挙動が生じず, 室温のき裂進展抵抗とはほぼ一致している. 高温 SCG は $T=700^{\circ}\text{C}$ においてのみ認められた.

$T=700^{\circ}\text{C}$ の繰り返し荷重試験における $da/dN-K_{\max}$ 関係を図12に示す. 1 Hz の結果は $dK_{\max}/dt$ によらず一致しており, 図4に示した窒化ケイ素の場合と同様である. 一方, 0.1 Hz の da/dN は同一の $K_{\max}$ に対する 1 Hz の結

Fig. 11. Temperature dependence of K_{ISCG} and K_{CSCG} of glass ceramics under quasi-static and cyclic loading conditions.

Fig. 12. Crack growth characteristics of glass ceramics under cyclic loading condition.

果よりも10倍程度加速されている。したがって、両者を da/dt によって比較すると、ほぼ一致するようになる。ただし、0.1 Hz の高温 SCG は、1 Hz の結果よりも高 $K_{\max}$ 領域まで継続し、 K_{CSCG} の値が高くなる。この挙動は、き裂先端の繰り返しクリープ変形が f の低下により増大したことによると考えられる。

4. 考 察

4.1 高温 SCG 特性の繰り返し速度依存性

3.2節で述べたように、ガラスセラミックスの準静荷重下と繰り返し荷重下の破面観察結果に顕著な差異は認められなかった。これは前報^{1),2)}に示したアルミナの場合と同様である。また、窒化ケイ素やウイスキー強化材のように柱状結晶を含む材料の場合、除荷による柱状結晶の破壊が生じて、き裂面間の遮断効果が減少するが、粒界ガラス相の軟化を伴う粒界破壊である点はアルミナと同様である。一方、図12に示したように、 da/dN は繰り返し速度に依存しており、高温 SCG の進展速度は時間依存型の傾向を示していた。同様な傾向は、アルミナ⁴⁾、ウイスキー強化アルミナ⁸⁾、窒化ケイ素及びウイスキー強化窒化ケイ素⁵⁾などの構造用セラミックスにおいても認められている。これらの結果から、繰り返し荷重下の高温 SCG 挙動は、基本的に静荷重下と同様であり、時間依存型のクリープき裂進展機構に基づいていると考えられる。

4.2 高温 SCG 特性の負荷速度依存性

図4及び図12の結果から、繰り返し荷重試験に対する本研究の実験条件では、 $dK_{\max}/dt$ は高温 SCG 特性に影響を及ぼしていなかった。しかし、イットリアを焼結助剤として含む窒化ケイ素の1350°C以上の温度における準静的な単調荷重増加条件では、 K_{ISCG} 及び K_{CSCG} に負荷速度依存性の存在することが報告されている²³⁾。この場合、負荷速度が高ければ ($dP/dt=100$ N/s)、き裂先端のクリープによる非線形変形が小さく、破壊挙動は脆性的となっている (K_{ISCG} と K_{CSCG} が一致)。しかし、負荷速度が低ければ、著者らの行っている単調荷重増加試験や繰り返し荷重試験と同様な高温 SCG 特性に支配された破壊挙動を示すようになる。一方、高温における一定荷重試験 (静疲労試験) において、高温 SCG から急速破壊に移行したき裂長さや荷重から求めた応力拡大係数は、破断に至るまでの時間に依存せず、ほぼ一定値を示すことが報告されている²⁴⁾。この応力拡大係数は K_{CSCG} に相当している。これらの報告から、負荷速度がある程度低く、高温 SCG 特性 (クリープき裂進展) が支配的となる場合、破壊挙動の負荷速度依存性は小さいと考えられる。

4.3 クリープ変形挙動

図2及び図6から分かるように、片振り引張り繰り返し荷重下では、繰り返しクリープ変形に比較してかなり大きな一方向クリープが生じていた。したがって、き裂先端には大きな一方向クリープ変形域の中に繰り返しクリープ変形域が形成されていると考えられる。本研究ではそれぞれの寸法を求めているが、今後の課題と考える。

ところで、セラミックスのクリープ変形は、金属材料と同様な構成式によって表される²⁵⁾。したがって、高温 SCG 駆動力を表示する破壊力学パラメーターに関して、金属材料のクリープき裂進展に関する知見^{26),27)}が有効であると考えられる。これらの結果によれば、繰り返し荷重下のクリープ-疲労の相互作用は、単純な線形加算によって表すことができない。破壊機構との関連のもとに、今後の詳細な検討が望まれる。

5. 結 言

本研究では、高温強度の異なる3種類の窒化ケイ素及びモデル材料としてガラスセラミックスを用い、準静荷重下及び繰り返し荷重下の高温 SCG 特性とクリープ変形を調べた。得られた結果を要約すれば、以下のとおりである。

(1) 窒化ケイ素の場合、高温における曲げ強度の低下を起こしやすい材料、すなわち粒界ガラス相の高温強度が低い材料ほど高温 SCG を生じやすい。また、高温 SCG が生じる条件では、き裂先端に非線形変形が生じ、高温 SCG の上限界値 K_{CSCG} が増大する。

(2) ガラスセラミックスの K_{CSCG} は、典型的な構造用セラミックスと類似した温度依存性を示し、高温 SCG 機構にも類似した傾向が認められた。したがって、温度の絶対値は異なるが、破壊挙動を検討するために、ガラスセラミックスを粒界ガラス相を含む構造用セラミックスのモデル材料として用いることができる。

(3) 本研究で用いた繰り返し荷重の漸増勾配 $dK_{\max}/dt$ 条件では、高温 SCG 特性に $dK_{\max}/dt$ 依存性は認められない。

(4) 繰り返し荷重下の高温 SCG 挙動は、繰り返し速度に依存しており、時間依存型のクリープき裂進展機構に基づいている。

(5) 片振り引張り繰り返し荷重下では、繰り返しクリープ変形に比較してかなり大きな一方向クリープ変形が生じる。

謝 辞 本研究では、日本特殊陶業(株)及び(株)ノリタケカンパニーリミテドより窒化ケイ素の試験片をご提供頂いた。記して謝意を表す。また、本研究に卒業研究として協力された松井順君に感謝する。

文 献

- 1) 小川武史, 林 恭正, 広瀬素尚, 戸梶恵郎, 日本機械学会論文集(A), **59**, 2844-51 (1993).
- 2) 小川武史, 広瀬素尚, 戸梶恵郎, *J. Ceram. Soc. Japan*, **102**, 494-98 (1994).
- 3) A. G. Evans and E. R. Fuller, *Metallurg. Trans.*, **5**, 27-33 (1974).
- 4) L. Ewart and S. Suresh, *J. Mater. Sci.*, **27**, 5181-91 (1992).
- 5) U. Ramamurty, T. Hansson and S. Suresh, *J. Am. Ceram. Soc.*, 投稿中.
- 6) T. Ogawa, M. Hirose and K. Tokaji, "Plastic Deformation of Ceramics", Ed. by R. Bradt et al., Plenum Press (1995) pp. 643-52.
- 7) 山内幸彦, 宮島達也, 伊藤正治, 久保勝司, *J. Ceram. Soc. Japan*, **102**, 364-67 (1994).

- 8) L. X. Han and S. Suresh, *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 1233-38 (1989).
- 9) 梶田昌明, 相馬隆雄, 松井 実, 小田 功, セラミックス論文誌, **97**, 612-18 (1989).
- 10) 大司達樹, 山内幸彦, 兼松 涉, 伊藤正治, *Seramikkusu Ronbunshi*, **98**, 1063-69 (1990).
- 11) C. J. Lin and D. F. Socie, *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 1511-18 (1991).
- 12) M. Masuda, T. Makino, Y. Nakasuji and M. Matsui, "Fract. Mech. Ceram.", Vol. 9, Ed. by R. Bradt et al., Plenum Press (1992) pp. 481-91.
- 13) 北條 浩, 山田 明, 猿木勝司, 材料, **44**, 128-32 (1995).
- 14) M. G. Jenkins, M. K. Ferber and C. J. Lin, *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**, 788-92 (1993).
- 15) 幡中憲治, 西村 仁, 勝山将司, 日本機械学会論文集(A), **60**, 1129-36 (1994).
- 16) 森中泰章, 三宅正道, 藤井 透, 材料, **42**, 574-80 (1993).
- 17) 越智保雄, 原口光司, 石井 明, 第22回疲労シンポジウム前刷集, 日本材料学会 (1994) pp. 21-24.
- 18) 伊藤明俊, 三輪敬之, 日本機械学会論文集(A), **60**, 2150-56 (1994).
- 19) L. Ewart and S. Suresh, *J. Mater. Sci.*, **22**, 1173-92 (1987).
- 20) 竹田俊則, 小川武史, 戸梶恵郎, 岩田美佐男, 富田秀幸, 第7回破壊力学シンポジウム講演前刷集, 日本材料学会 (1993) pp. 177-81.
- 21) 中村春夫, 小林英男, 田中 敦, 岡部永年, 平田秀之, 材料, **43**, 1578-83 (1994).
- 22) T. Miyajima, T. Ohji and Y. Yamauchi, *Trans. Mater. Res. Soc. Japan*, **14A**, 437-40 (1994).
- 23) T. Hansson, U. Ramamurty, C. Bull, S. Suresh and R. Warren, *J. Mater. Sci. Eng.*, 印刷中.
- 24) 窪田吉孝, 芦塚正博, 石田英一, *J. Ceram. Soc. Japan*, **102**, 805-09 (1994).
- 25) 例えば, W. R. Cannon and T. G. Langdon, *J. Mater. Sci.*, **18**, 1-50 (1983).
- 26) K. Ohji and S. Kubo, CJMR 3, High Temperature Creep-Fatigue, Elsevier (1988) pp. 91-113.
- 27) R. Ohtani and T. Kitamura, CJMR 3, High Temperature Creep-Fatigue, Elsevier (1988) pp. 65-89.