論文

セラミックスの疲労 (第4報)

——常圧焼結窒化ケイ素の引張応力下の静的疲労挙動——

梶田昌明・松井 實

(日本ガイシ(株), 名古屋市瑞穂区須田町 2-56)

Fatigue in Ceramics (Part 4)

——Static Fatigue Behavior of Sintered Silicon Nitride under Tensile Stress——

Masaaki MASUDA and Minoru MATSUI

(NGK Insulators, Ltd., 2-56, Suda-cho, Mizuho-ku, Nagoya-shi 467)

The slow crack growth and creep characteristic of two sintered silicon nitride ceramics under tensile stress were studied. The static fatigue strength degraded with increasing temperature due to the slow crack growth and the creep deformation. In slow crack growth failure without creep deformation, the power law for crack growth rate controlled the strength degradation under constant stress and/or constant stress rate. The modified Larson-Miller parameter was applicable to life prediction under static stress in creep deformation regime. The static fatigue behavior was mainly dominated by the grain boundary nature at elevated temperature. Crystallized phases at grain boundary inhibit not only slow crack growth by stress corrosion cracking but also cavity formation during creep deformation.

[Received July 27, 1989; Accepted October 3, 1989]

Key-words: Static fatigue, Slow crack growth, Creep, Silicon nitride, Tensile creep test, Life prediction, Microstructure analysis

1. 緒 言

窒化ケイ素は高温強度が優れているため、ターボチャージャーロータ¹⁾、コンプレックスロータ²⁾及びピストンヘッド³⁾等のエンジン部品及び動翼⁴⁾及び静翼⁵⁾等のガスタービン部品等高温構造材料としての開発が進められている。窒化ケイ素が高温機械部品として使用される場合、材料の疲労特性は重要である。セラミックスの部品設計においても、即時破壊強度とともに疲労破壊強度を考慮する必要がある。Slow Crack Growth (SCG) を考慮したセラミック部品の設計が行われ、ワイプルの破壊確率と亀裂進展速度式を基に部品の寿命予測が行われている⁶⁾。窒化ケイ素の静的応力下の疲労試験に関する研究は既にいくつか報告されているが、即時破壊強度の研究例と同様に多くは曲げクリープ試験結果であり^{7), 8)}、実用上重要な引張応力下のクリープ試験の例は少ない^{9), 10)}。また、部品設計に有効なセラミックスのクリープ破壊に関する破壊クライテリアは確立されておらず、部品設計でクリープ変形の寄与を考慮した例は少ない¹¹⁾。本研究では、セラミックスの高温における引張応力下での静的疲労破壊機構を明らかにするため、試験部の直径が6 mmのボタンヘッド型丸棒引張試験片を用いたセラミックスの引張クリープ・ラプチャー試験方法を

開発し、高温強度特性の異なる2種類の常圧焼結窒化ケイ素(SSN)の静的疲労破壊挙動を引張応力下で評価し、静的疲労データを集積した。

2. 実験方法

2.1 試験片

本研究には焼結助剤が異なるSSN-A及びSSN-Bの2種類のSSNを用いた。主な機械的特性を表1に示す。SSN-Aには焼結助剤としてSrO, MgO, CeO₂, ZrO₂を、SSN-BにはY₂O₃, MgO, ZrO₂が各々用いられている。図1はSSN-A及びSSN-Bの高温引張強度である。いずれも0.5 mm/minのクロスヘッド速度で試験を行った結果である。SSN-Aが800°C以上で引張強度が低下し、1000°Cで室温強度の60%, 1200°Cで25%に低下

Table 1. Mechanical properties of sintered Si₃N₄.

Material	Density (g/cm ³)	4-point bending strength*1 (MPa)			Fracture toughness**2 (MN/m ^{3/2})	Young's modulus (GPa)	Hardness**3 (GPa)
		RT	1000°C	1200°C			
SSN-A	3.28	860	480	285	6.2	275	14
SSN-B	3.25	970	890	870	6.1	300	17

*1 According to JIS R-1601

*2 Chevron notch method

*3 Knoop 300g loading

Fig. 1. Changes of tensile strength of SSN-A and SSN-B as functions of temperature.

するのに対し、SSN-Bは1000°、1100°、1200°Cの引張強度の低下は小さく、SSN-Aに比べSSN-Bの高温強度特性は優れている。試験片は両者ともラバープレスにより成形し、N₂雰囲気下で焼成した。引張クリープ・ラプチャー試験には標準引張試験片¹²⁾と同一形状の直径が6 mm、長さが24 mmの試験片平行部を有するボタンヘッド型丸棒引張試験片を用いた。引張応力下でのクリープ歪を測定する試験には、胴径が6 mmの試験片平行部に間隔が25 mmのつばを持つつば付引張クリープ試験片¹³⁾を用いた。試験片平行部は#600のダイヤモンド砥石を用い最終仕上げを行った。

2.2 引張クリープ・ラプチャー試験

本研究では、調心球座付スラストベアリングを用いたコレットチャック方式を採用し、袋ナットによる締め付けにより試験片保持部を荷重軸に固定した。すべての疲労試験片の平行部中央には3枚の歪ゲージを貼付し、試験片取り付け時及び応力荷重時に5%以上の曲げ歪が試験片に生じないことを確認した。

引張クリープ・ラプチャー試験には最大5 tまで荷重可能なレバー式引張クリープ・ラプチャー試験装置を用いた。加熱装置には赤外線イメージ加熱炉と発熱体に二ケイ化モリブデンを用いた薄型加熱炉を使用した。両者とも大気中で1500°Cまで昇温可能な加熱炉であるが、主に100時間以内の短時間試験には前者を、長時間の耐久試験には後者を用いた。800°Cから1300°Cの温度範囲で引張クリープ・ラプチャー試験を行い、2種類のSSNの引張応力下における静的疲労挙動の違いを検討した。

引張応力下のクリープ歪測定は直接変位測定と治具間変位測定を行った。直接変位測定は、つば付試験片の2か所のつば部にSiC製治具を装着し、SiC治具に取りつけたAl₂O₃検出棒を介して差動トランスで検出した。

治具間変位測定は、試験片を固定する水冷袋ナットを取りつける水冷筒間の変位を差動トランスで検出した。3台の引張クリープ・ラプチャー試験機で検出したクリープ歪は、1台のパーソナルコンピュータでデータ集積を行った。集積されたデータの解析はネットワークインターフェイスを介して別のパーソナルコンピュータで行い、測定とデータ解析が同時に行えるシステムを本研究では使用した¹³⁾。

3. 結果

3.1 引張応力下での静的疲労破壊挙動

図2(a)及び(b)にSSN-A及びSSN-Bの破断時間と荷重応力の関係を各々示す。SSN-Aの800°Cでは350 MPa以上で静的疲労破壊が起きるが、300 MPaでは1000時間以上の試験でも静的疲労破壊は起きなかった。一方、1000°Cでは150 MPa以上で静的疲労破壊が

Fig. 2. Results of static fatigue test under tensile stress.

(a) SSN-A at 800°, 1000° and 1100°C.

(b) SSN-B at 1000°, 1100° and 1200°C.

Left sided arrows indicate that specimen fractured at the onset of loading, and right sided ones indicate that the test were suspended at that time without failure of the specimen.

起き、1000 時間以上の静的疲労試験で疲労破壊が起きない応力は 100 MPa であった。これに対し、SSN-B は 1000°C で 500 MPa と 450 MPa で各々 1000 時間及び 2000 時間以上の試験で疲労破壊が起きず終了したものと、負荷後即破断するものがあり、1000°C では on-off 的挙動を示した。1100°C では 500 MPa が 350 時間、400 MPa が 2270 時間で各々静的疲労破壊が生じた。しかし、SSN-B の 1100°C の静的疲労特性は SSN-A の 800°C より優れており、高温強度特性と同様に SSN-B の静的疲労強度は SSN-A に比べ高い。SSN-B の 1200°C の引張強度は 1100°C に比べ 5 % の低下であるのに対し、1200°C での静的疲労破壊は 400 から 150 MPa で起き、1000 時間以上の試験で静的疲労破壊が起きない応力は 100 MPa である。

3.2 引張応力下の静的疲労寿命と変形挙動の関係

SSN-A 及び SSN-B の長時間静的疲労試験時における治具間変位測定法によって得たクリープ歪曲線の代表的な例を図 3 に示す。荷重負荷後数時間の間に 0.1 から 0.2 % 程度の変形が起きたあとは変形量がほとんど増加せず破壊に至る結果と、時間とともにクリープ変形量が増大し、治具間変位ではあるが 0.5 % 以上のクリープ歪を伴って破壊に至る結果に分けられる。変形挙動の境界は SSN-A 及び SSN-B ともに 1000°C と 1100°C の間と考えられる。SSN-A の 800°C 及び 1000°C では 200 時間以上の長時間試験を行っても変形量の増大は観察されず、静的疲労破壊が起きている。1000°C 以下のクリープ変形を伴わない破壊領域では既存欠陥からの亀裂成長により欠陥の大きさが臨界サイズに達し、破壊に至ったと考えられる。SSN-B の 1100°C では図 2 (b) に示したように 500 MPa で 350 時間、400 MPa で 2270 時間で破壊したが、前者が約 1 %、後者が 1.6 % のクリープ破断歪が治具間変位測定で観察された。1100°C 以上での静的疲労破壊はクリープ変形によると考えられる。1200°C になると SSN-B のクリープ速度は 1100°C に比べ著しく速くなる。引張強度の低下が 1200°C で小さいのに対し、静的疲労強度の低下度合いが大きい原因は、

Fig. 3. Creep strain curves measured across the load train.

温度上昇によるクリープ速度の急激な増大が原因であると考えられる。図 2 に示したように SSN-A の 1000°C と SSN-B の 1200°C では 1000 時間の疲労強度はほぼ等しいと推定されるが、変形挙動は全く異なり、疲労機構も異なると考えられる。

3.3 つば付引張クリープ試験片によるクリープ歪測定

直接変位測定法で得られたつば付引張クリープ試験片の引張クリープ歪測定結果の代表例を図 4 に示す。数十時間の測定結果を (a) に、数分の比較的短い寿命の結果を (b) に各々示した。SSN-A 及び SSN-B ともに高温になるに伴いクリープ曲線の傾きすなわちクリープ速度は大きくなるが、クリープ曲線の両者の形態は異なる。SSN-A の場合、低い応力条件である 1200°C、50 MPa では遷移、定常及び加速クリープに領域を分けることができる一般的なクリープ曲線を示す。1100°C、100 MPa では定常クリープ領域が短くなり、更に 1200°C、100 MPa ではいきなり加速クリープ領域になる。高応力及び高温になるに伴いクリープ曲線の遷移及び定常クリープ領域が短くなり、加速クリープが顕著になる現象は耐熱超合金の高温引張クリープ試験¹⁴⁾と同様の傾向である。一方、図 4 (a) に示した SSN-B は 1150°C、400 MPa 及び 1200°C、250 MPa は遷移及び定常クリープ領域が観察され、定常クリープで破壊して

Fig. 4. Results of measured creep strain directly across the gauge length of tensile creep specimen. (a) SSN-A at 1100°C 100 MPa and 1200°C 50 MPa, SSN-B at 1150°C 400 MPa and 1200°C 250 MPa. (b) SSN-A at 1200°C 100 MPa, SSN-B at 1200°C 400 MPa and 1300°C 200 MPa.

Fig. 5. Typical fracture surfaces of static fatigue specimens of SSN-A.

(a) The neighborhood fracture origin tested at 800°C and 350 MPa. Arrows indicate the possible region of crack initiation and the associated slow crack growth region. (b) A magnified view of the slow crack growth region in (a). (c) A high magnification view of (b). (d) The neighborhood fracture origin tested at 1000°C and 100 MPa. Arrows indicated the crack growth region with creep deformation. (e) A magnified view of the creep deformation region in (d).

いる。図4(b)に示した1200°C、400 MPaでは引張強度に近い応力のため破断歪が小さく、遷移クリープから定常クリープへ移る過程で破壊していると考えられる。1300°C、200 MPaではSSN-Aの1200°C、50 MPaと同様に加速クリープ領域が観察され、一般的なクリープ曲線が得られている。

3.4 引張クリープ・ラプチャー試験後の破面

SSN-A及びSSN-Bの引張クリープ・ラプチャー試験後の破面の代表例を図5及び6に各々示す。図5(a)

及び図6(a)に示すようにSSN-A及びSSN-Bともに低い温度では成形、焼結過程で発生した気孔及び異物等の既存欠陥から破壊が生じたと考えられる破面を示す。既存欠陥の周囲には亀裂成長領域が観察された。高温では図5(d)及び図6(d)に示すように大きな凹凸を有す比較的大きな領域が破面に観察された。凹凸の大きい領域は応力が低くなるに伴い大きくなる。

SSNの室温の破面は柱状の Si_3N_4 粒子が比較的明確にわかる粒界割れが多く存在し、破面の微構造は脆性破

Fig. 6. Typical fracture surfaces of static fatigue specimens of SSN-B.

(a) The neighborhood fracture origin tested at 1100°C and 500 MPa. (b) A magnified view of the slow crack growth region in (a). (c) A high magnification view of (b). (d) The neighborhood fracture origin tested at 1200°C and 150 MPa. (e) A magnified view of the creep deformation region in (d). (f) The neighborhood fracture origin tested at 1000°C and 500 MPa.

壊を示唆している¹⁵⁾。図 5 (b) 及び (c) に示すように SSN-A の 800°C の破面では既存欠陥から亀裂が成長したと考えられる SCG 領域で、柱状の β 粒子が観察され、粒界を選択的に亀裂が進展したと考えられる。SSN-A の 1000°C 以上で観察される凹凸の大きな領域では図 5 (e) に示すように、破面は濡れた状態を示し、数 μm のキャビテーションも観察されるが、柱状の Si_3N_4 粒子は同定できない。

1000°C で平均引張強度より低い負荷応力で負荷と同

時に破壊した SSN-B の試験片はいずれも図 6 (f) に示すように表面加工傷から破壊が生じていた。1000°C で平均引張強度より低い応力で破壊したのは今回試験に用いた試験片の表面加工状態に問題があったと考えられた。SSN-B の 1100°C で既存欠陥から破壊した試験片の破面には図 6 (b) 及び (c) に示すように、柱状の Si_3N_4 粒子は観察されるが、室温の破面に比べると粒子エッジの鋭さがなくなる傾向にある。1200°, 1300°C と温度が上昇するに伴い、図 6 (e) に示すように、破面は

巨視的には凹凸が大きくなるが、微視的な破面状態は凹凸のない濡れた状態を示し、脆性破壊的な室温の破面と異なる。

ただし、今回観察した試験片の破面はいずれも破壊後炉冷状態で大気中にさらされているため、表面が酸化されている。破面の濡れた状態は酸化のためとも考えら

Fig. 7. The relationship between the deformation behavior and fractography of static fatigue specimen, (a) SSN-A and (b) SSN-B.

れ、不活性雰囲気下で静的疲労破壊した破面と比較する必要がある。

4. 考 察

4.1 変形挙動と破面形態からの静的疲労機構の比較

引張応力下の静的疲労破壊には図3に示したようにクリープ変形を伴わない破壊と、比較的大きなクリープ変形を伴う破壊の2種類があり、温度と応力の条件で破壊形態の領域が分けられる。また破面状態には図5及び6に示したように、気孔、異物等既存欠陥からSCGにより亀裂が成長した領域を持つ破面と、既存欠陥は観察されずクリープにより亀裂が成長したと考えられる大きな凹凸を有す領域が存在する破面の2種類があり、温度と応力の条件で破面形態の領域が分けられる。SSN-A及びSSN-Bの変形挙動と破面形態の関係を温度と応力で整理し図7(a)及び(b)に示した。図7では1000時間までの試験において治具間変形量として測定した荷重負荷後の塑性変形量が約50 μm 以下、すなわち歪量が約0.2%以下で疲労破壊した試験片、0.2から2%のクリープ変形が観察された試験片及び500 μm 以上の変形、すなわち2%以上の比較的大きなクリープ変形が観察された試験片に類別して示した。SSN-Aの場合、800°Cから1000°Cにかけてクリープ変形を伴わない破壊形態を示すSCG破壊が広い応力領域で存在し、クリープ変形を伴って破壊する領域は1100°C以上の低応力の領域にわずかに存在するだけである。一方、SSN-Bでは変形量の小さいSCG破壊は1000°Cから1100°Cの高応力側にわずかに存在するのみで、1100°Cから1300°Cにかけてクリープ変形破壊が広い応力領域で存在する。

また破面形態とクリープ変形挙動を比較すると、SSN-A及びSSN-Bともにクリープ変形を伴わないSCG破壊領域では既存欠陥からの亀裂成長領域を持つ破面を示し、クリープ変形破壊領域では既存欠陥が観察されない凹凸の大きな亀裂成長領域を持つ破面を示す傾向にある。しかし破面形態の境界とクリープ変形挙動の境界は必ずしも一致はしない。

図7(a)及び(b)に示した結果から、SSN-A及びSSN-Bの高温における強度低下機構は前者がSCG、後者はクリープ変形によると考えられる。強度低下機構の違いは両者の微構造特性の差によると考えられる。SSN-Aは粒界がガラス相で構成されているのに対し、SSN-Bの粒界はJCPDSカード32-1451に示される $\text{Y}_6\text{Si}_4\text{N}_{10}\text{O}_{14}$ が主である結晶相で構成されている。このため、SSN-Bの場合低い温度での粒界相の軟化が起きにくく、SCGが抑制され、粒界結晶相の変形が生じる高温領域まで強度低下が起きないと考えられる。

4.2 引張応力下での静的疲労寿命予測

(1) Slow Crack Growth を考慮した寿命予測

セラミックスの静的応力下の疲労寿命予測はべき乗則^{16), 17)}及び指数則^{18), 19)}の亀裂進展速度式を用いて行われているが、材料及び環境条件等で適する寿命予測の手法が異なるのが現状である。SSNの場合も高温における強度低下機構が温度、応力及び微構造特性により異なるため、各条件で最も適する疲労寿命予測方法を用いる必要がある。セラミックスの一定応力速度下での破壊強度低下及び静的応力下の寿命予測に広く用いられるのは亀裂進展速度 da/dt が応力拡大係数 K_I の n 乗に比例するべき乗則の次式である。

$$\frac{da}{dt} = AK_I^n \quad (1)$$

ここで、 A は材料定数である。応力拡大係数 K_I は応力 σ と亀裂長さ a により次式で与えられる。

$$K_I = Y\sigma(a)^{1/2} \quad (2)$$

ここで Y は亀裂に対する形状係数である。(1)及び(2)式から静的応力下の寿命 t_s は次式で与えられる。

$$t_s = C_s \sigma^{-n} \quad (3)$$

$$C_s = \frac{2 \sigma_i^{n-2}}{(n-2) A Y^2 K_{Ic}^{n-2}}$$

ここで、 σ_i は初期亀裂長さに対する不活性強度である。また応力速度 $\dot{\sigma}$ を一定にして得られた引張強度 σ_a と応力速度の関係は(1)及び(2)式から次式で与えられる。

$$\sigma_a^{n+1} = (n+1) C_s \dot{\sigma} \quad (4)$$

(3)及び(4)式から引張試験時に要した破断時間 t_f は静的疲労に対する寿命に換算した等価時間 t_{eq} として次式で与えられる。

$$t_{eq} = \frac{1}{(n+1)} t_f \quad (5)$$

SSN-Aの1000°C及びSSN-Bの1200°Cの静的疲労

Fig. 8. Strength degradations of SSN-A at 1000°C and SSN-B at 1200°C based on power law crack growth formulation.

試験結果と等価時間で表した引張強度試験結果を比較して図8に示した。SSN-A及びSSN-Bの引張強度の等価時間は(4)式から得られた n 値11と17を用い各々求めた。等価時間で表したSSN-Aの1000°Cの引張強度と静的疲労寿命は多少データのばらつきはあるものの比較的良く一致した。一方クリープ変形を伴って破壊が生じたSSN-Bの1200°Cの静的疲労試験結果と引張強度は高応力側と低応力側で2本の直線で表される。高応力側は既存欠陥からのSCGによる亀裂成長を考えた(3)式の適用が可能である。しかしクリープ変形を伴う低応力長寿命側を即時破壊強度を支配する既存欠陥からのSCGによる亀裂成長で寿命予測を行うと危険側に予測する。このため、クリープ変形領域では別の寿命予測法を適用する必要がある。

(2) クリープ変形による強度低下を考慮した寿命予測

金属材料ではクリープ変形する材料の破断寿命予測は次式のLarson-Millerパラメーター P が広く用いられる。

$$P = T(C + \log t_c) \quad (6)$$

T は絶対温度、 t_c はクリープ破断時間、 C は定数である。SSN-Bの静的疲労試験結果を(6)式を用い C 値に金属材料で広く用いられている値20を用い、横軸に P をとり縦軸に応力の対数をとって図9(a)に示した。(6)式の定数に $C=20$ を用いると、明らかに温度依存性が現れる。温度依存性が認められることに対しては(6)式の C 値が適さないことが考えられる。図9(b)は C 値に44を用い、Larson-Millerパラメーターを修正し、縦軸に応力値そのものであらわした図である。図9(a)で認められた温度依存性はなくなり、クリープ変形が観察された1100°C、500 MPaから1300°C、150 MPaまでのデータが一本の直線で表された。低応力長寿命側を予測するには縦軸を応力の対数でとるよりも、そのものであらわすほど、より安全側に推定することになり、信頼性の高い寿命予測が行える。

4.3 引張応力下のクリープ挙動

クリープ変形挙動は遷移クリープ、定常クリープ及び加速クリープ領域に通常分けられる、各々の領域で粘弾性成分、拡散成分及びキャビテーション成分が主要因となると言われている²⁰⁾。しかし、セラミックスの場合、引張クリープは試験が困難であり、データの蓄積が少ない。一方曲げ試験によるクリープでは試験片に応力勾配がつくため、クリープ曲線には三つのクリープ領域が明確に現れない⁷⁾。本研究では、セラミックスの引張試験時のクリープ歪を直接検出する手法を用いたため、窒化ケイ素の高温での引張クリープ曲線を得ることができた。以下に常圧焼結窒化ケイ素の引張応力下のクリープ挙動を考察する。

Fig. 9. Creep rupture properties described using Larson-Miller parameter, $P = T(C + \log t_c)$, (a) $C=20$ and (b) $C=44$.

SSN-Aのクリープ曲線は低い応力である50 MPaでは1200°Cで一般的な遷移、定常、加速クリープが観察されるが、100 MPaになると1100°C及び1200°Cともに下に凸な顕著な加速クリープ曲線を示す。耐熱超合金でこのようなクリープ曲線が観察される条件では、クリープ変形により構造変化が起きていると言われている。SSNのクリープ変形には粒界でのキャビテーションの生成が伴うことをSomaら²¹⁾は報告している。SSN-Aも1100°C以上では粒界ガラスと Si_3N_4 粒子の界面にキャビテーションが多く導入され、クリープ速度が急激に増大したものと考えられる。

Fig. 10. The dependence of the steady state creep rate for SSN-B on (a) applied stress at 1200°C and (b) temperature at stress indicated.

SSN-Bは高温でもSSN-Aに比べ粒界相の軟化が起こりにくく、このため 1300°C まで顕著な加速クリープが観察されなかったと考えられる。ただし、SSN-Bも 1300°C を超えると粒界でのキャビテーションの発生が著しくなり、SSN-Aの 1100°C 以上で観察された現象がSSN-Bでも起こると予測される。

SSN-Bの定常クリープ速度の応力依存性及び温度依存性を図10(a)及び(b)に各々示す。定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}$ 、応力 σ 及び絶対温度 T の関係は次式で表される²²⁾。

$$\dot{\epsilon} = K \sigma^m \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (7)$$

ここで、 K は定数、 m は応力指数、 Q は活性化エネルギー、 R は気体定数である。クリープ速度と応力及び温度の関係から(7)式より求めた活性化エネルギーはいずれの応力レベルでも1200から1300 kJ/mol、応力指数は3.5であった。既に報告されている圧縮及び曲げクリープ速度から求められた活性化エネルギーは500から700 kJ/molであり、今回得られた値は2倍高い値である。値が大きく異なった理由として以下の2点が考えられる。

- (1) 応力モードの違い
- (2) 粒界相の特性差

若井らは Y_2O_3 -TZPの超塑性変形で引張応力下では590 kJ/mol²³⁾、圧縮応力下では380 kJ/mol²⁴⁾の活性化エネルギーを得ている。引張クリープ試験では圧縮応力下と比べ、クリープ変形による亀裂生成の寄与が大きく、亀裂生成の度合いが活性化エネルギーの違いに現れたと考えられる。また曲げクリープ試験では試験片に応力勾配が存在するため、引張クリープ試験ほど亀裂生成の影響を受けないと推定される。また、SSN-Bがクリープ特性に優れた粒界相を有することが高い活性化エネルギーを与えたとも考えられる。

拡散クリープでの応力指数は1、粒界すべりは2であり、SSN-Bの1200°Cの3.5はこれに比べ高い値である。今回用いた窒化ケイ素は粒界結晶相の母相中に柱状の Si_3N_4 粒子が絡みあった複合的の微構造を有するため、窒化ケイ素特有のクリープ変形機構が存在する可能性があり、クリープ変形が起きる各温度で応力指数を求める必要がある。

5. 結 論

(1) 温度の上昇に伴い、常圧焼結窒化ケイ素の静的疲労強度の低下は大きくなるが、クリープ変形を伴わず既存欠陥からの亀裂成長(SCG)により破壊する領域とクリープ変形により破壊する領域が存在した。

(2) クリープ変形を伴わないSCG破壊領域では、べき乗則のクラック進展速度式により寿命予測が可能であった。またクリープ変形を伴う破壊領域では、ラーソン・ミラーパラメーターを修正することにより寿命予測が行えると考えた。

(3) 常圧焼結窒化ケイ素の静的応力下の強度低下は、粒界相の特性に左右され、粒界がガラス相のSSNに比べ、 $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{N}_4\text{O}_{14}$ 等の結晶相が粒界に存在するSSNは低温での粒界亀裂成長を抑制するだけでなく、クリープ変形時のキャビテーションの生成も起こりにくい。

謝 辞 本研究の一部は、通産省工業技術院の次世代産業

基盤技術開発制度に基づきファインセラミックス技術研究組合が委託を受けた「石炭ガス化用セラミックスタービンの要素技術開発」の一環として行われたものである。

文 献

- 1) H. Matubara, K. Miyashita, Y. Iguchi, S. Tanaka, K. Akiyama and F. Nakamura, SAE 890455, International Congress and Exposition, Detroit, Michigan, Feb. 27-Mar. 3, 1989.
- 2) A. Mayer, I. Oda, K. Kato, W. Haase and R. Fried, SAE 890425, International Congress and Exposition, Detroit, Michigan, Feb. 27-Mar. 3, 1989.
- 3) Y. Miyairi, T. Matsuhisa, T. Ozawa, H. Oikawa and N. Nakashima, SAE 890141, International Congress and Exposition, Detroit, Michigan, Feb. 27-Mar. 3, 1989.
- 4) T. Ozawa, T. Matsuhisa, Y. Kobayashi, E. Matsuo, and T. Inagaki, SAE 890427, International Congress and Exposition, Detroit, Michigan, Feb. 27-Mar. 3, 1989.
- 5) A. Ohkoshi, N. Watanabe, I. Tsuji, K. Tsukagoshi, and H. Kawai, Proceeding of the 1987 Tokyo International Gas Turbine Congress, Vol. 1, I-169-75 (1987).
- 6) 片山 薫, 山崎慎一, 日本機械学会論文集(A編), 52[481], 2182-86 (1986).
- 7) T. Soma, M. Matsui and I. Oda, "Deformation of Ceramic Materials II", Ed. by R. E. Tressler and R. C. Bradt, Plenum Press (1984) pp. 379-90.
- 8) H. Cohrt, G. Grathwohl and F. Thummler, *Res. Mechanica*, 10, 55-71 (1984).
- 9) S. M. Wiederhorn, D. E. Roberts, T. J. Chuang and L. Chuck, *J. Am. Ceram. Soc.*, 71, 602-08 (1988).
- 10) F. F. Lange, E. S. Diaz and C. A. Andersson, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 58, 845-48 (1979).
- 11) T. Soma, Y. Ishida, M. Matsui and I. Oda, *Advanced Ceramic Materials*, 2, 809-12 (1987).
- 12) 小田 功, 松井 實, 相馬隆雄, 榊田昌明, 山田直仁, セラミックス論文誌, 96, 539-45 (1988).
- 13) 榊田昌明, 相馬隆雄, 松井 實, 小田 功, 「ファインセラミックス 次世代研究の歩み」, ファインセラミックス技術研究組合編集発行 (1988) pp. 624-32.
- 14) A. E. Cers and A. A. Blatherwick, WADD Technical Report 60-426 (1960).
- 15) I. Oda, M. Matsui and T. Soma, Proceeding of the 1987 Tokyo International Gas Turbine Congress, Vol. 1 I-149-54 (1987).
- 16) A. G. Evans, *Int. J. Frac.*, 10, 251-59 (1974).
- 17) 榊田昌明, 相馬隆雄, 松井 實, 小田 功, セラミックス論文誌, 97, 612-18 (1989).
- 18) G. G. Trantina, *J. Am. Ceram. Soc.*, 62, 377-80 (1979).
- 19) T. Ohji, 第五回省エネルギー技術に関する日仏専門家会議論文集, E-1-17 (1989).
- 20) F. F. Lange, D. R. Clarke and B. I. Davis, *J. Mater. Sci.*, 15, 611-15 (1980).
- 21) T. Soma, M. Matsui and I. Oda, "Progress in Nitrogen Ceramics", Ed. by F. L. Riley, Martinus Nijhoff Publishers (1983) pp. 501-06.
- 22) F. F. Lange and B. I. Davis, *J. Mater. Sci.*, 17, 3637-40 (1982).
- 23) F. Wakai, S. Sakaguchi and Y. Matsuo, *Advanced Ceramic Materials*, 1, 259-63 (1986).
- 24) 若井史博, 阪口修司, 加藤英純, 窯協, 94, 721-25 (1986).