Si₃N₄/Cu/SUS304 接合材の引張強さにおよぼす Si₃N₄ 特性の影響*

中橋 昌子**, 安田 祐司***, 伊藤 敏明***, 岡部 永年****

Influence of Silicon Nitride Properties on Bonding Strength of Silicon Nitride and Stainless Steel Braze Joints*

By NAKAHASHI Masako**, YASUDA Yuj***, ITO Toshiaki*** and OKABE Nagatoshi****

To develop a new airtight seal parts for BWR in-core detector, brazing of silicon nitride and a metal (SUS304) was examined. In this paper, to clarify the relation between material properties of silicon nitride and bonding strength of the seal parts, tensile test of the seal parts specimen using various kind of silicon nitride was carried out. Cone shaped silicon nitride was applied at a center of the specimen and a copper interlayer which edge was tapered to 40° was inserted between silicon nitride and a metal (SUS304). Copper-titanium brazing alloy was used for brazing.

The relation between mechanical properties of the silicon nitride and tensile strength of the joints indicated that the silicon nitride fracture toughness is more important than silicon nitride bending strength for determining over all joint strength.

It is clarified that to obtain high tensile strength of the silicon nitride and stainless steel joints, that is to obtain highly reliable seal parts, it is necessary to use high fracture toughness silicon nitride in addition to an appropriate interlayer shape.

Key Words: Silicon Nitride, Material Properties, Fracture Toughness, Brazing, Tensile Test, Joint Strength

1. 緒 言

LPRM (Local Power Range Monitor) は, BWR の炉内で局所出力を監視する目的で用いられる中性子検出器である. この検出器では, 検出部とケーブル部間の気密性および電氣的隔離を目的として, セラミックスを隔壁とした金属との接合体が気密シール部品として用いられている. 現用品では, セラミックスとして円筒形状の Al₂O₃ が用いられている. しかし, 使用中に Al₂O₃ が中性子照射によりスウェリングと呼ばれる体積膨張を生じ, その結果, 金属との接合部で残留応力が増加し気密不良を生じる場合がある. そのため, 長寿命な気密シール部品の開発が求められている. 筆者らは, スウェリング量が Al₂O₃ の半分程度¹⁾ でかつ電気絶縁性に優れる Si₃N₄ を適用した気密シール部品の開発を進めてきた. 前報²⁾ では, Fig.1 に示した基本接合構造について検討した. その結果, 紡錘形状の Si₃N₄ の適用は, 接合部ろう材の残留量低減とろう材層厚さの均一化に効果的で応力発生源になり易いろう溜りの生成を抑制した. また, Cu 中間層は応力緩和に効果があり, 特に, 中間層端部に傾斜などを設けることでさらに応力緩和が良好に得られることを示した.

ところで, これまで Si₃N₄ と金属の接合強度に関して多く

Fig.1 Joint structure of the seal parts.

の報告^{例え3) 4) 5)} がなされているが, 接合強さにおよぼす Si₃N₄ の材料特性の影響について検討した報告はほとんど見あたらない. そこで, 本報告では, Fig.1 の接合構造を有するシール部品の信頼性をさらに向上することを目的として, Si₃N₄ の材料特性の影響について検討を行った.

* 原稿受付 平成 14 年 11 月 27 日 平成 13 年度秋季全国大会フォーラムで一部発表

** 正 員 (株)東芝, 電力システム社 Member, TOSHIBA Corporation, Power Systems & Services Company
*** (株)東芝, 電力システム社 TOSHIBA Corporation, Power Systems & Services Company
**** 愛媛大学 工学部 EHIME University

2. 実験方法

2.1 供試材料

Table 1 に実験に用いた 4 種類の Si_3N_4 (S1, S2, S3, S4) の物性値を示す。いずれも、 Al_2O_3 , Y_2O_3 を主焼結助剤とした常圧焼結材 3 種類とホットプレス材 (S2) 1 種類である。 Si_3N_4 の材料特性は、JIS 規格 (JIS ハンドブック 35 セラミックス 2001, 日本規格協会) に基づく評価方法にて求めた。硬さは、マイクロビッカース法により、破壊靱性値の測定は IF (Indentation Fracture) 法を用いて行った。曲げ強度は 4 点曲げ試験により求めた。

Si_3N_4 のミクロ組織観察は、粒界相あるいは Si_3N_4 粒子を選択エッチングした試験片を用いて SEM-EDX にて行った。前者は、 NaOH-KOH 溶解液中での浸漬処理により、また後者は、フッ素系ガスを用いてエッチングを行った。 Si_3N_4 粒子の形態評価は、SEM 画像から粒子の平均面積 (mean grain size) および粒子のアスペクト比を画像処理システム (商品

Fig2 Schematic of tensile test piece configuration.

名: AnalySYS) を用いて求めて行った。

2.2 接合試験片

本研究で用いた接合試験片の構造を Fig.2 に示す。中央に紡錘形状の Si_3N_4 を配し、両端に SUS304 部品を接合した。それらの中間には、両者の熱膨張係数差に起因する熱応力緩和を目的として Cu の中間層を挿入した。 Si_3N_4 の形状は、最大径約 4mm 弱の紡錘形状で、中心に信号線を通すための細径の貫通孔が設けてある。 Si_3N_4 を紡錘形状にすることで、接合時に軸方向に均一に加圧されて接合部が良好に密着し、また軸の傾きが抑制された。

ろう材として、Ag を含まない Cu-Ti 系活性金属ろう材を用いた。Ag は原子炉内で核変換して蒸気圧の高い Cd を生成しシール部品の気密性を低下させる可能性があるため使用しなかった。また、接合部は Si_3N_4 が紡錘形状なので円錐面となり、また部品寸法が小さいため箔や粉末ろう材などの挿入が困難であった。そこで、Cu 中間層の内外面にイオンプレATINGにより Ti 薄層を 20 μm 以下の厚さに形成し、ろう材として用いる方法を適用した。接合部の構成は、Fig.3 に示した模式図のようになる。Cu と Ti は、約 72mass % Cu-Ti 組成で共晶組成を有し、したがって共晶温度である 1153K 以上に加熱すると Ti 層と Cu 中間層の一部の相互拡散により Cu-Ti 共晶合金液相が生成し、これがろう材となって Si_3N_4 と Cu 中間層および Cu 中間層と SUS304 の接合が期待できる。

Table 1 Material Properties.

(a) Silicon nitrides

SN Type	Fracture Toughness MPa·m ^{0.5}	Hardness Hv	4-Point Bending Strength MPa	Young's Modulus GPa	Density g/cm ³
S1	5.9	1550	716	284	3.23
S2	5.7	1590	921	290	3.27
S3	4.6	1670	1009	294	3.21
S4	4.9	1740	1040	291	3.24

(b) Metals

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
Metal JIS G4303 SUS304	≤0.08	≤1.00	≤2.00	≤0.045	≤0.03	8.00	18.00	Bal.
						~10.50	~20.00	
	Cu	Pb	Zn	Bi	Cd	Hg	O	
Interlayer JIS H3510 C1011	≥99.99	≤0.001	≤0.0001	≤0.001	≤0.0001	≤0.0001	≤0.001	
(mass%)				P	S	Se	Te	
				≤0.0003	≤0.0018	≤0.001	≤0.001

Fig.3 Configuration of joint composition.

Fig.4 Tensile test piece.

接合は、部品を SUS304/Cu/Si₃N₄/Cu/SUS304 の順番に重ねて 10⁻¹ mPa の真空炉中にて加熱・加圧して行った。加熱条件は、ろう材の融点約 1153K より 50K 以上高温とした。

2.3 引張試験

引張試験片は、2.2 項で述べた Si₃N₄ と SUS304 接合試験片の両端に引張試験のための継手を溶接して作製した。溶接に際しては、接合部への熱影響を最小にするため入熱量の小さい YAG レーザを用いた。引張試験片を Fig.4 に示す。引張試験は、インストロン型の引張試験機 (T-84 T355) を用いて常温から 873K の温度で行った。クロスヘッド速度は 8.3 μm/s である。

3. 実験結果

3.1 Si₃N₄の材料特性

Table 1 に示したように、本報告で用いた 4 種類の Si₃N₄ (S1, S2, S3, S4) は、平均曲げ強さが、716MPa ~ 1040MPa であった。また硬さは、1550Hv ~ 1740Hv であった。曲げ強さの大きい材料は、硬さも大きい傾向を示した。曲げ強さの順番は、S1 < S2 < S3 < S4 であった。一方、破壊靱性値は、曲げ強度の大きい材料が小さな値となる傾向を示した。破壊靱性値の大きさの順番は、曲げ強さとはほぼ逆の、S1 > S2 > S4 > S3 であった。ヤング率や密度に大きな差は見られなかった。

各材料の、Si₃N₄ 粒子を残してエッチングした組織を Fig.5 に、粒界相を残してエッチングした組織を、Fig.6 に示す。いずれの方法でエッチングした場合も Si₃N₄ 粒子は、同様の

Fig.5 Microstructure of silicon nitrides after etched by molten NaOH-KOH.

Fig.6 Microstructure of silicon nitrides after etched by fluorine containing gas.

Table 2 Morphological analysis of Si₃N₄ grain.

Sample No	Grain Area μm ²	Aspect Ratio
S1	0.80	2.03
S2	1.03	1.89
S3	0.70	1.97
S4	0.67	2.18

形態に観察された。S1, S2 は比較的大い粒子が、S3, S4 は細い粒子が観察された。さらに、粒子の平均粒面積とアスペクト比を解析した結果を Table 2 に示した。数値的にも S1, S2 の平均粒面積が大きいことが分かった。アスペクト比は、材料によらず同等の値を示した。したがって、S1, S2 の Si₃N₄ 粒子は、幅も長さも S3, S4 より大きい粒子で構成

されていることが分かった。

3.2 各種接合材の引張試験結果

3.2.1 試験温度と接合材の引張強さ

S1～S4の各種 Si_3N_4 を用いた接合材の試験温度と接合材の引張強さの関係をFig.7に示す。強さの値にばらつきはあるが、傾向としていずれも常温より試験温度が高くなるにしたがって接合強さが向上する傾向が見られた。しかし、773K程度まで高くなると接合強さが低下した。試験温度が高くなると共に引張強さが向上した理由は、接合時に発生し、常温で最大となっていた残留応力が温度の上昇にしたがって緩和されたためと考えられる。773Kの高温になるとCu中間層の強度が低下して、引張強さが低下したと考えられる。代表的破断部の写真を、Fig.8に示した。試験温度573Kまでは、全て Si_3N_4 部で破断した。773K試験では、ほとんどの試験片で中間層とSUS304の界面近傍で破断が生じていた。

3.2.2 Si_3N_4 の曲げ強さと接合材の引張強さ

各種 Si_3N_4 を用いた接合材の引張強さと Si_3N_4 の4点曲げ強さの関係を、Fig.9に示した。曲げ強さの大きい Si_3N_4 を

Fig.7 Relation between tensile strength of the joints and test temperature.

Fig.8 Bonded joints after tensile test.

用いた接合材の引張強さが小さくなる傾向を示した。常温、573K試験のいずれも同じ傾向であった。したがって、曲げ強さの大きい Si_3N_4 を用いて接合材を作製しても、大きな接合強さが得られず、逆に曲げ強さの小さい Si_3N_4 を用いた接合材で大きな引張強さが得られることが分かった。 Si_3N_4 の曲げ強さがさらに小さい場合、より大きい引張強さが得られるかどうか不明であるが、S1とS2では、あまり大きな差異が見られずある程度以上の曲げ強さでは引張強さが飽和する傾向を示した。

3.2.3 Si_3N_4 の破壊靱性値と引張強さ

各種 Si_3N_4 を用いた接合材の引張強さと Si_3N_4 の破壊靱性値の関係を、Fig.10に示した。破壊靱性値の大きい Si_3N_4 を用いた接合材で、引張強さが大きくなる傾向を示した。破壊靱性値でも、ある程度以上の値では、引張強さが飽和する傾向が見られた。S3とS4は、強さが逆転しており、 $S1 > S2 > S4 > S3$ の順番であった。

これより、接合材の引張強さの観点からは、大きな破壊靱性値を有する Si_3N_4 を用いた方が、高い接合強さが得られることが分かった。

Fig.9 Relation between tensile strength of the joints and the bending strength of the silicon nitrides.

Fig.10 Relation between tensile strength of the joints and the fracture toughness of the silicon nitrides.

3.2.4 Si_3N_4 の粒形態と材料特性の関係

Fig.11に各種 Si_3N_4 の平均粒面積と破壊靱性値の関係を示す。平均粒面積と破壊靱性値には若干の比例関係が見られた。しかし、アスペクト比と破壊靱性値の関係には、顕著な相関は見られなかった。大きな破壊靱性値の材料では、粒面積（粒の幅と長さ）の大きな粒子から構成される傾向が見られた。

3.2.5 ビッカース硬さと破壊靱性の関係

Fig.12に各種 Si_3N_4 のビッカース硬さ H_V と破壊靱性値 K_{IC} の関係を示す。ビッカース硬さ H_V の増大とともに破壊靱性値 K_{IC} は低下傾向を示した。これは破壊靱性値 K_{IC} を測定する際のインデンティションき裂（巨視き裂）の進展抵抗がビッカース硬さ H_V の低いほど大きいことを示している。すなわち、巨視き裂の先端に分岐微視き裂の発生により応力緩和が生じていると考えられる。このように分岐微視き裂の発生しやすい微視構造を有することがビッカース硬さ H_V の低いことに関連すると推察される。

Fig.11 Relation between the fracture toughness of the silicon nitrides and the mean grain size of the silicon nitrides.

Fig.12 Relation between fracture toughness and the hardness of the silicon nitrides.

4. 考 察

4.1 試験温度と接合材の引張強さの関係

試験温度と接合材の引張強さの関係は、いずれの Si_3N_4 を用いた結果も同様の結果であった。すなわち、室温での引張強さと比較して試験温度が高くなると引張強さ、すなわち接合強さが大きくなった。この理由は、加熱接合後の冷却時に発生した接合残留応力が昇温により解放されて減少したためと考えられる。同様の傾向が、板状試験片の引張試験結果でも報告⁶⁾されている。

注目すべき結果は Fig.7 に示したように Si_3N_4 の種類によって引張強さに顕著な差が見られたことである。S1, S2を用いた接合材の接合強さがS3, S4を用いたものより大幅に高かった。常温試験での平均引張強さは、S1が134MPa, S2が126MPa, S3が68.5MPa, S4が49MPaでS1はS4の2.7倍の強さを示した。この関係は、試験温度が高くなっても見られたが、 Si_3N_4 の種類の違いによる差が温度の増加と共に減少していた。最も高温の773K試験では、34MPaの差に減少していた。破断は、773K試験材の一部以外は Si_3N_4 部分から生じており、その箇所は、接合部の弾塑性解析により求めた²⁾ Si_3N_4 の最も残留応力の集中している部分に一致していた。したがって773K未満の試験温度での引張強さは、これは本シール部品の使用温度に想定されている577Kを含む温度であるが、 Si_3N_4 の材料特性に関連していると考えられる。ただし、773Kになると、接合界面から破断しており、界面強度により接合強度が律速されることが分かった。しかし、S4やS3の Si_3N_4 を用いた接合材では、常温と573Kの引張強さの差が平均60MPa程度であることに対して、S1やS2の Si_3N_4 を用いた接合材では、試験温度の違いによる強さの差が20MPa程度で小さかった。したがって、S1, S2は比較的残留応力の影響を受けにくい特性を有している材料であると考えられる。さらに、 Si_3N_4 の種類により常温での引張強さは100MPa以上の差があったことに対して、残留応力の影響が小さい600K前後での引張強さは、40MPa程度差に減少していた。 Si_3N_4 の種類による熱膨張係数の違いは殆どないことから、発生する残留応力の値は、 Si_3N_4 の種類により殆ど違いがないと考えられる。これより、引張強さに影響をおよぼす Si_3N_4 の材料因子と残留応力に影響をおよぼす Si_3N_4 の材料因子が異なることを示唆していると考えられる。すなわち、いずれの Si_3N_4 でも接合部に生じる急峻な応力勾配を持つ残留応力分布は変わらないが、破壊起点となる潜在欠陥に差がありビッカース硬さ H_V の低い Si_3N_4 ほど見かけ上の欠陥（相当き裂）のサイズが大きいと推察できる。

4.2 Si_3N_4 の特性と接合強さの関連

常温での引張強さと Si_3N_4 の曲げ強さや破壊靱性値との関係を求めた Fig.9, 10 から、破壊靱性値の大きい Si_3N_4 を用

いた接合材が大きな引張強さを示すことが分かった。曲げ強さの大きな Si_3N_4 は、逆に引張強さが小さかった。したがって、本報告で用いた構造の Si_3N_4 と SUS304 の接合材において、高い接合強さ（引張強さ）を得るためには、破壊靱性値の大きい Si_3N_4 を用いることが効果的であることを見出した。

これは、 Si_3N_4 の曲げ強さに影響をおよぼす材料因子と破壊靱性値に影響をおよぼす材料因子が異なり、接合強さ（引張強さ）を支配する材料因子と破壊靱性値に影響をおよぼす材料因子が近い関係であるためと考えられた。そこで Si_3N_4 のミクロ組織と破壊靱性値との関連を検討し破壊靱性値の大きな Si_3N_4 を作製する指針を得るため、 Si_3N_4 粒子の形態と破壊靱性値の関係を調べた。しかし Fig.11, 12 の結果から分かるように、平均粒面積が大きい場合若干破壊靱性値が大きい傾向が見られたものの顕著な相関とはいいいにくく、またアスペクト比などは特に相関が見られなかった。

これより SEM 観察によるミクロ組織調査からは破壊靱性値との明らかな相関を得るには至らなかった。次にセラミックス自身の曲げ強度や破壊靱性値と接合強度の関連についてさらに考察する。

セラミックスの破壊は、セラミックス内に存在する潜在欠陥の一つが起点になると報告⁷⁾ されている。また、接合材の冷却過程において残留応力が発生すると潜在欠陥には多軸応力が作用し、欠陥を円板き裂とするとそれに対する等価垂直応力は、式 (1)⁷⁾ のようになる。引張試験では、等価垂直応力と同じ軸方向に応力が作用する。

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\sigma^2 + \frac{4}{(2-\nu)^2} \tau^2} = K_{IC} \sqrt{2\sqrt{a_c} \pi} \quad \dots\dots\dots (1)$$

σ_{eq} : 等価垂直応力, σ : 円板き裂に垂直な応力,
 ν : ポアソン比, τ : き裂に平行なせん断応力
 a_c : 円板き裂の直径

したがって、同一長さのき裂に対しては、破壊靱性値 K_{IC} の大きいセラミックスを用いた場合、破壊が生じる応力も大きくなる。本接合材は 773K 以下の温度領域では Si_3N_4 で破断が生じたことから、破壊靱性値の大きな Si_3N_4 を用いた接合材が高い引張強さを示したことは妥当な結果と考えられる。

また、岡部らはセラミックスの破壊強度がセラミックス中に存在する欠陥サイズに関連することを指摘⁸⁾ している。破壊靱性値と欠陥サイズには、式 (2) の関係があると述べている。この式を用いて、 $M=1$ と仮定して各種 Si_3N_4 の欠陥サイズを算出した結果、相当表面半円き裂の半径として $6.6 \mu\text{m} \sim 21.6 \mu\text{m}$ の値が得られ、大きさの順番は、 $S1 > S2 > S4 > S3$ となった。

$$K_{IC} = M\sigma\sqrt{\pi a_c} \quad \dots\dots\dots (2)$$

K_{IC} : 破壊靱性値 σ : 4 点曲げ強度
 M : 曲げ応力分布係数 a_c : 欠陥の長さ

Fig.13 Relation between fracture toughness and the defect size of Si_3N_4 .

Fig.14 Relation between tensile strength of the joints and the defect size of Si_3N_4 .

上記の結果をもとに、欠陥サイズと破壊靱性値の関係を Fig.13 に示した。欠陥サイズと破壊靱性値は、良い相関を示した。次に欠陥サイズと接合材の平均引張強さの関係を Fig.14 に示した。この場合も両者は良い相関を示し、破壊靱性値で整理した Fig.10 で見られた S3 と S4 の逆転の差も小さくなった。これより、接合材の引張強さと欠陥サイズは、破壊靱性値で整理するかあるいは (2) 式で得られる欠陥サイズで整理しても良い相関が得られることが分かった。Fig.10 は、曲げ強度の大きい Si_3N_4 は、欠陥サイズが小さいことも示唆している。

岡部らは、さらに破壊に影響する欠陥サイズ概念⁸⁾ をまとめている。セラミックスが破壊にいたる強度はピーク応力値でなく応力分布を考慮した応力拡大係数による評価が必要であり、残留応力から求めた相当応力拡大係数 K_{Ieq} が破壊靱性値 K_{IC} を上回ると破壊が生じる⁸⁾ と述べている。本接合材に対する FEM による熱残留応力解析結果から求めた接合界面からの残留応力分布を Fig.15 に示した。界面近傍で高い残留応力は、界面からの距離の増大とともに急速に低下している。この残留応力分布における界面からのき裂長さ a_c と相当応力拡大係数 K_{Ieq} の関係を求めた結果を Fig.16 に示した。相当応力拡大係数 K_{Ieq} はこの界面からのき裂長さ a_c が長くても、本研究で用いた Si_3N_4 の破壊靱性値

Fig.15 Distribution of residual stress.

Fig.18 Behavior of stress intensity factor by compulsion displacement.

Fig.16 Behavior of stress intensity factor by compulsion displacement.

Fig.19 Effect of Si_3N_4 properties to bonding strength of the Si_3N_4 /metal joints.

Fig.17 Distribution of residual stress and total stress.

K_{IC} より十分小さい、したがって、いずれの接合試験片も接合時の残留応力では破壊しないことが予測される。事実、S1～S4の全ての Si_3N_4 を用いた試験片は、接合時に破壊することなく、常温での引張試験でも引張強さを有した。次に、引張試験により接合材に0.17%の伸び変位が生じたときの負荷応力と接合残留応力との重畳応力の分布および残留応力を界面からの分布としてFig.17に示した。これらの両応力分布における界面からのき裂長さ a_c と相当応力拡大係数 K_{Ieq} の関係を求めた結果をFig.18に示す。 K_{IC} が5.9 MPaから4.6 MPaの範囲にある Si_3N_4 (S1, S2, S3, S4)では、この図から推察できるように、破壊靱性値の小さい Si_3N_4 を用いた場合、小さな引張変位で破壊し、それだけ引張強さが低くなることが予測される。これより、接合材で大きな引張強さを得るためには、破壊靱性値の大きな Si_3N_4 を適用することが重要で、曲げ強度が高くても、急峻な応力分布の接合残留応力の影響を受け、小さなサイズ欠陥が破壊起点になる接合材の破壊強度を考える場合、欠陥サイズの小さい Si_3N_4 では大きな引張強さが得られないことが推察され

た。

しかし、 Si_3N_4 の破壊靱性値さえ大きければ、曲げ強さがどれほど小さくても大きな引張強さが得られるとは考えにくい。また逆に、破壊靱性値が小さくなっても、Fig.10で兆候が見られるように引張強さが飽和する傾向がある。

最後に、接合強さ（引張強さ）と Si_3N_4 の各種の材料特性の関係を相対的にまとめてFig.19に示した。接合強さの向上に有効と考えられるのは破壊靱性値であるが、曲げ強さがある程度は必要と推測されることから、交差部分に最大値が得られる可能性があると考えられる。

以上の結果、用いる Si_3N_4 の種類により得られる接合材の引張強さが影響を受けることは明らかで、したがって、高い引張強さが必要とされる接合部品を得るためには、適切な接合構造に加え、相反する傾向のある破壊靱性と曲げ強さとを総合的に考慮した適切な Si_3N_4 の種類を選択する必要があることが明らかとなった。

5. 結 言

Si_3N_4 の材料特性と接合強度の関連を検討する目的で、各種 Si_3N_4 の材料特性を調査し、Cuを中間層としたSUS304との接合材について、引張強さを行って検討した結果、以下の知見を得た。

- (1) いずれの Si_3N_4 を用いた接合材でも、試験温度と引張強さには同様の相関が見られ、常温での引張強さより残留応力の緩和される高温で高い引張強さが得られた。
- (2) 試験温度773K未満では Si_3N_4 から破断が生じており、引張強さが Si_3N_4 の材料特性で主に影響を受ける。
- (3) 同じ接合部構造の接合材を用いても、引張強さは、 Si_3N_4 の種類により異なり、 Si_3N_4 の破壊靱性値が大きい Si_3N_4 を用いた接合材で、高い引張強さが得られる。
- (4) 接合材の引張強さは急峻な応力分布を示す接合残留分布に大きく依存し、その強度評価には接合残留応力と引張試験応力の重畳応力の分布および欠陥サイズを考慮し

た応力拡大係数に基づく評価が必要である。

- (5) Si_3N_4 とSUS304の信頼性の高い接合を行うために、適切な接合構造に加え、適切な Si_3N_4 の種類を選ぶ必要がある。

謝 辞

本研究は、H11年終了した、旧通産省資源エネルギー庁から委託を受けた技術研究組合、原子力次世代機器開発研究所（ANERI）研究の一環として実施したものである。

参 考 文 献

1. T. Ooya, W. Okazaki, Y. Yasuda, T. Ito, K. Fukuya, M. Nakahashi : Development of Advanced Seal Parts with Ceramics for BWR In-Core-Detector, J. Thermal and Atomic Power Generation Technology, 50-4(1999), 68-74.
2. M. Nakahashi, Y. Yasuda, T. Ito and N. Okabe : Design of Silicon Nitride and Stainless Steel joint for Airtight Seal Parts of In-Core Detectors, J. JWS, 投稿中.
3. S. D. Peteves and G. Michael and G. Nicholas, Evaluation of Brazed Silicon Nitride Joints : Microstructure and Mechanical Properties, J. Am. Ceram. Soc., 79[6] 1553 - 1562 (1996).
4. M. Nakahashi, T. Fuse, Y. Yasuda, Y. Morishima, T. Ito and N. Okabe : Prep. Nat. Meet. JIM, 124(1999), 135.
5. M. Nakahashi, T. Fuse, Y. Yasuda, Y. Morishima, T. Ito and N. Okabe : Prep. Nat. Meet. JIM, 125(1999), 450.
6. M. Nakahashi, M. Shirokane and H. Takeda : Characterization of Nitride Ceramic-Metal Joints Brazed with Titanium Containing Alloys, Engineering with Ceramics 2, p25(1987), The Institute of Ceramics.
7. N. Okabe, X. Zhu, K. Hirobe and M. Nakahashi : Estimation of Strength Reliability for Ceramic/Metal Joining structure-The Basic Study of Thermal Stress and Residual Stress Behavior during Ceramic/Metal Joint Process-, J. Soc. Mater. Sci. Japan, 49(2000), No.4, 461-467.
8. N. Okabe : Application technique and Evaluation for Functional and Structural Design, J. Ceram. Soc. Japan, 109 (2001) No.12, 135-143.