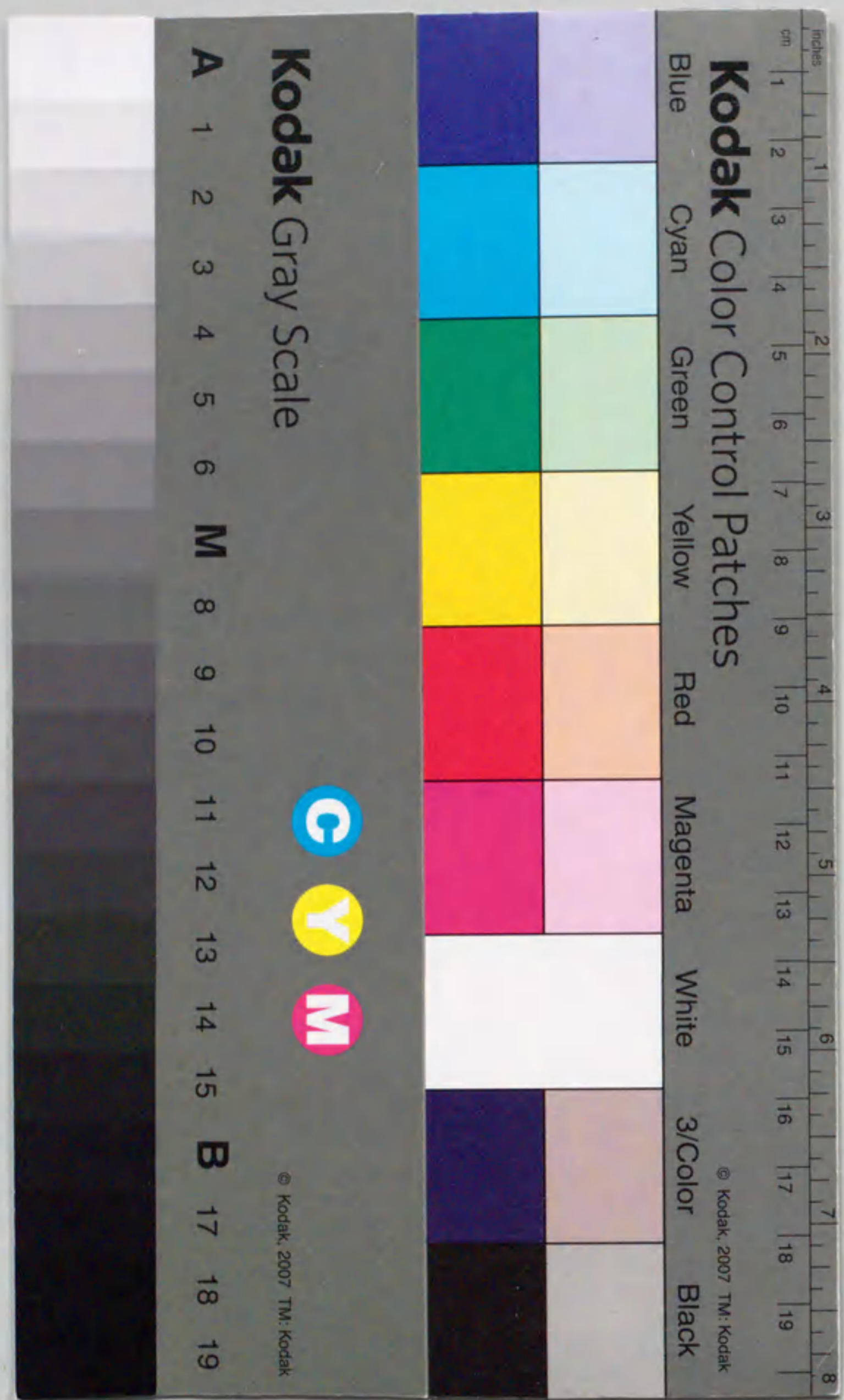


製件番号 乙 4489 号

セラミックスのX線残留応力測定と
強度評価に関する研究

鈴木賢治



①

セラミックスのX線残留応力測定と
強度評価に関する研究

鈴木賢治

目次

第1章 緒論	1
1.1 構造用セラミックスの発展と課題	1
1.2 セラミックスのX線応力測定	3
1.3 セラミックスへの破壊力学の適用	6
1.4 本論文の内容	8
参考文献	10
本論文で使用する主な記号	17
第2章 アルミナのX線残留応力測定	25
2.1 緒言	25
2.2 X線応力測定の方法	26
2.2.1 X線応力測定の原理	26
2.2.2 X線の弾性定数	30
2.3 実験方法	32
2.3.1 材料および試験片	32
2.3.2 X線回折条件およびX線の弾性定数の測定	33
2.4 実験結果および考察	35
2.4.1 X線の弾性定数の決定	35
2.4.2 X線の弾性定数と純度の関係	41
2.4.3 X線の弾性定数の回折依存性と機械的弾性定数の関係	43

2.5	結言	46
	参考文献	46
第3章	ジルコニアのX線残留応力測定	49
3.1	緒言	49
3.2	実験方法	50
3.2.1	材料および試験片	50
3.2.2	X線応力測定の方法	51
3.2.3	X線の弾性定数の測定	52
3.2.4	残留応力測定	54
3.2.5	半価幅および単斜晶量の測定	54
3.3	実験結果および考察	57
3.3.1	X線の弾性定数	57
3.3.2	機械加工面の残留応力測定	62
3.3.3	機械加工面の半価幅と単斜晶量	65
3.4	結言	66
	参考文献	67
第4章	研削した窒化ケイ素およびアルミナの研削平行方向の曲げ強度	69
4.1	緒言	69
4.2	実験方法	70
4.2.1	材料および試験片	70
4.2.2	X線応力測定	72
4.2.3	応力拡大係数	73
4.3	実験結果および考察	75
4.3.1	研削加工材の表面状態、残留応力と曲げ強度	75
4.3.2	研削残留応力の表面下の分布	77

4.3.3	破面観察	81
4.3.4	曲げ強度と欠陥寸法の関係	84
4.3.5	仮想き裂モデルによる強度評価	86
4.4	結言	92
	参考文献	93
第5章	研削した窒化ケイ素の研削垂直方向の曲げ強度	97
5.1	緒言	97
5.2	実験方法	98
5.2.1	材料および研削加工	98
5.2.2	残留応力測定	99
5.2.3	曲げ試験および応力拡大係数	100
5.3	実験結果および考察	100
5.3.1	曲げ強さおよび残留応力	100
5.3.2	標準材の等価き裂長さとは有効き裂長さ	101
5.3.3	研削による実在欠陥の評価	109
5.3.4	研削表面の除去による効果	113
5.4	結言	115
	参考文献	116
第6章	研削したジルコニアの曲げ強度	119
6.1	緒言	119
6.2	実験方法	120
6.2.1	材料および研削加工	120
6.2.2	X線応力測定および変態量の測定	121
6.2.3	曲げ試験および応力拡大係数	122
6.3	実験結果および考察	124

6.3.1	研削による曲げ強さ, 残留応力, 変態量	124
6.3.2	残留応力および回折線幅の分布	127
6.3.3	微小欠陥からの破壊	127
6.3.4	研削残留応力による信頼性の向上	132
6.4	結言	136
	参考文献	137
第7章	急冷したアルミナの曲げ強度	139
7.1	緒言	139
7.2	実験方法	140
7.2.1	材料および試験片の熱処理	140
7.2.2	X線応力測定	141
7.2.3	曲げ試験および破面観察	142
7.3	実験結果および考察	143
7.3.1	表面残留応力および曲げ強度	143
7.3.2	残留応力の深さ方向分布	147
7.3.3	急冷残留応力による強化	149
7.3.4	微視的残留応力の曲げ強度への影響	152
7.4	結言	154
	参考文献	156
第8章	R曲線法によるセラミックスの強度評価	159
8.1	緒言	159
8.2	R曲線法	160
8.2.1	R曲線の形状	160
8.2.2	R曲線法におけるき裂進展条件	162
8.2.3	R曲線パラメータの決定	162

8.3	破壊強度の予測と検討	166
8.3.1	円き裂からの破壊	166
8.3.2	だ円欠陥からの破壊	168
8.3.3	球形ボイドからの破壊	170
8.3.4	だ円孔からの破壊	171
8.4	モンテカルロ・シミュレーション	173
8.4.1	シミュレーションの方法	173
8.4.2	シミュレーション結果	175
8.5	結言	178
	参考文献	179
第9章	結論	183
	謝辞	189

第 1 章

緒論

1.1 構造用セラミックスの発展と課題

セラミックスの歴史は古く石器や土器にはじまり、陶磁器や瓦など多くの場で利用されてきた。近代に至り重工業の発展とともに耐火材、断熱材としてセラミックスの工業生産の場での活用が広がっていった。そして、セラミックスが力を受け持つところの構造材料として注目を集めたのは、1933年にドイツのジーメンス社が自動車のスパークプラグとしてアルミナを採用したことに始まる [1]。これは、高温高圧に耐えてしかも電氣的絶縁性に優れたセラミックスの典型的利用方法であった。その後、切削工具やICパッケージとして利用を広めながらセラミックスの工業的利用が進んでいった。

一方、金属材料では限界に近づいていた耐熱性、高温強度、耐摩耗性、耐腐食性を打破する新しい材料が求められ、金属結合よりも共有結合をしている無機材料に期待が集まった。しかし、そのためには従来のセラミックスを越える耐熱衝撃性、破壊強度、破壊じん性などの特性が要求された。その結果、非酸化物系セラミックスの代表としての窒化ケイ素、炭化ケイ素などが有力視されるようになった。その後、高純度の微粉体製造技術、造粒・成形・焼結などのプロセス技術の進歩に支えられ、高温高圧でセラミックスが焼結できるようになり、今日のセラミックス材料の基礎が作られた。

これらの結果としてセラミックスの利用が活発になり、セラミックス材料も構造材料として認識されるようになった。たとえば、1970年代にエネルギー問題

の関連からアメリカを中心にエンジンの高効率化を目的として、セラミックス材料を取り入れた断熱エンジンおよびガスタービンの開発がはじまった[2]-[4]。初期においては、セラミックスの強度が低いためにセラミックスエンジンが破壊することがしばしばあり、断熱エンジンの性能すら確認できない状態であったが、1980年代後半にはある程度の期待がもてるところまでにいたっている。また、セラミックスの低比重の特性から、工作機械をはじめ主軸の高速化による転動体の遠心力の低減のためにセラミックスベアリングを採用したり[5]、ターボチャージャなどの低慣性による高性能化にもセラミックスが利用されている[6]。セラミックスエンジンの開発の教訓として Timoney [7] は、セラミックス中の欠陥や微小なき裂の対策と表面加工の仕上げが特に重要であること、またセラミックス材料の評価試験の標準化が必要であることを総括している。

さて、セラミックス部品は焼結成形されが、たとえばアルミナの焼結による収縮はおよそ25%になる[8]。このため寸法精度を得るためには、焼結後に通常ダイヤモンド砥石による研削加工を必要とする。セラミックスの研削加工は、1) 製造コストの増大、2) 研削欠陥導入による強度低下、3) 研削残留応力の発生、など製品の品質とコストに関わる重要な意味をもっている。セラミックスの実用化においては、強度信頼性の向上と製造コストの低減が必要であり、このうち加工コストは製造トータルコストの半分を占めると言われている[9]。このため加工部品の強度信頼性を考慮した研削加工の最適化が望まれている。

セラミックスの研削加工面には加工損傷としての研削欠陥とともに残留応力が導入されるが、研削欠陥の発生しないように精密研削をすることは、加工能率の悪化を招きセラミックスの加工として得策ではない。ゆえに、研削により生じる欠陥と残留応力を正確に把握し、それらが研削されたセラミックスの強度に与える影響を評価しながら加工対策を検討することが必要である。特に、セラミックスはぜい性材料であるため破壊じん性値が金属材料に較べて小さく、加工による微小な欠陥でも強度に影響し、研削残留応力も研削欠陥との関わり

で強度評価にとって重要となる。これらの微小な研削欠陥と残留応力の関係については明確な研究がなされておらず、その実態の把握がセラミックスの強度評価の急務になっている。

1.2 セラミックスのX線応力測定

残留応力測定方法は、機械的測定法として破壊法およびそり変形法、物理的方法としてX線応力測定法、中性子回折法、超音波法、音弾性法、磁気ひずみ、バルクハウゼンおよびレーザーラマン分光法などがある[10]。これらの方法は、それぞれの特徴を生かしながら広く利用されている。X線応力測定法は、結晶の回折を利用するため結晶材料であるセラミックスにも適用でき、以下のような特徴をもっている。

- 1) 非破壊的測定である
- 2) 残留応力が測定できる
- 3) 各相の応力が分離して測定できる
- 4) 微小領域の測定ができる
- 5) 微視的残留応力が測定できる
- 6) 結晶の微視組織の状態を知ることができる
- 7) 非接触で測定できる

また、欠点としては、

- 1) 測定装置が大きく、高価である
- 2) 時間がかかる
- 3) 測定精度が場合によっては悪い

などがあげられるが、他の方法にないこれら優位性によりセラミックスの残留応力測定方法として期待できる。ここでは、X線法の発達とセラミックスへの適用の経緯を述べ、セラミックスの残留応力測定の課題を明確にする。

1885年にレントゲンによりX線が発見され、1912年にはラウエの理論指導の

もとに結晶によるX線の回折が発見された。その翌年にはブラック父子によるブラッグの条件を提案し、それを活用してX線回折による結晶材料の研究が発展することになる。

結晶のX線回折を利用して応力を測定しようとした最初の研究は、1925年にLesterらの研究[11]-[14]であろう。それはX線回折を利用して結晶の面間隔を測定し負荷による面間隔のひずみを求めた、素朴かつ直接的な方法であった。一方、SachsによりX線による応力測定の見聞がなされ[15][16]、それに続いてGlockerらによる応力測定の基本式が提案された[17][18]。その後、 $\sin^2\psi$ 法による応力測定法[19]の確立とわが国で開発された平行ビーム法[20]の採用により現在のX線応力測定が普及した。現在では、X線応力測定法は体系化され著書としてまとめられており[21]-[22]、日本でもフェライト系およびオーステナイト系鉄鋼材料のX線応力測定法標準が作られている[23]。

今日のX線応力測定法が利用されたのは、主に鋼を中心とした残留応力の測定であった。材料の残留応力と強度の関係を中心とした研究から、やがて疲労強度と残留応力の関係、傷や疲労過程での残留応力の変化などを研究する段階までに至った。残留応力測定に加え、レールの損傷検出および転がり接触疲労への利用[24]、タービンローターの疲労寿命の評価[25]、軸受けの余寿命予測[26]など、品質管理や損傷のモニタリングへの活用も積極的に行われている。

結晶材料であるセラミックスの残留応力測定にX線を用いたのは、古川らの切削工具用アルミナの強度評価の研究が最初であろう[27]。その研究では、焼結アルミナの残留応力測定を目的としてX線回折写真を撮り、回折角および半価幅を測定した。しかし、X線応力測定法の技術が正しく理解されておらず、 $\sin^2\psi$ 法を使って応力値を求めていないために、セラミックスの定量的な検討がなされず不十分なものとなっている。

セラミックスのX線応力測定法による定量的なアプローチは、構造用セラミックスの開発が飛躍的に進められた1980年代からであり、Jamesらによるアルミ

ナの研削残留応力測定[28]にはじまる。その後、Prümmerら[29]による炭化ケイ素、窒化ケイ素のX線残留応力測定およびJamesら[30]によるアルミナ・ジルコニア複合セラミックスのアルミナ相の残留応力測定がなされ、セラミックスの残留応力測定が活発となり、これが契機となりセラミックスの応力測定が、多くの材料に広がって行った[31]-[38]。

一般に、セラミックスのX線応力測定には、鉄鋼材料と比較して以下のような困難性がある。

- 1) 高面指数のため回折強度が弱い
- 2) 高回折角かつ高強度の孤立ピークが得にくい
- 3) 弾性定数が高いため同一応力に対するひずみ感度が小さい
- 4) 製造プロセスごとに弾性定数など機械的性質が異なる

これらの研究では、セラミックスのX線的弾性定数の測定からはじまり、ここでは鉄鋼材料で確立されたX線応力測定の手法を正しくセラミックスのX線応力測定に適用しながら、セラミックスの残留応力測定に適した特性X線と回折の選択を検討し、これらの問題を解決してセラミックスの応力測定が確立しつつある。その他、より高強度の単色光を用いてセラミックスのX線応力測定の精度を上げるために、シンクロトロン放射光を利用した残留応力の測定[39]などの新しい試みなども見受けられる。

さらに、セラミックスと他の材料の接合には熱ひずみによる残留応力が生じるため、強度評価のうえで残留応力を知る必要がある。有限要素法などの数値計算は予測であり、現実の製品の評価に対してはX線応力測定法に頼るしかない。そのためのX線残留応力測定の薄膜や被覆膜への応用[40]や接合材への応用[41]も同様に進められている。また、各相の応力測定が可能なることから、複合セラミックスへのX線応力測定法の応用もはじまっており、アルミナ・ジルコニア複合セラミックスのアルミナ相とジルコニア相の相応力と巨視的応力の関

係が明らかにされている [42]-[44].

以上のように、セラミックスの強度評価の必要性から X 線残留応力測定法により研削表面残留応力やその分布などが調べられているが、残留応力を有するセラミックスの微小欠陥およびき裂からの破壊強度解析については不十分である。残留応力と破壊強度の影響をき裂からの破壊に取り入れる研究としては、たとえば星出らの研究 [45] がある。星出らは研削残留応力が研削表面の圧こんき裂の長さに影響を与えることから、それを見かけの破壊じん性値として研削残留応力の効果を破壊強度の評価に取り入れることを試みているが、残留応力は実測されていない。X 線応力測定法で測定した残留応力をセラミックスの強度解析に取り入れていくことが、セラミックスの破壊強度にとって重要である。

1.3 セラミックスへの破壊力学の適用

高強度のセラミックスの開発がなされるなかで、まずセラミックスの機械的性質の評価が必要となった。特に、セラミックスは硬くかつ脆いために、金属材料のような引張り試験が困難であるため、試験片の加工が簡単で寸法も小さい曲げ試験の標準化が、先行して 1981 年に JIS に制定された [46].

セラミックスはぜい性材料であり、金属のように疲労き裂を導入することが困難であるため、金属材料のような破壊じん性試験は利用できない。疲労き裂が作製し難いので鋭い切欠きを予き裂とみなして破壊じん性試験を行うことから始まり、圧こんき裂を用いる IF (Indentation flaw) 法などが検討された [47]. しかし、圧こん予き裂では形状の整った長い予き裂を作製するのが困難であり、破壊じん性試験としては十分なものではなかった。やがて、貞廣ら [48] によりセラミックスなどの高硬度材に予き裂を入れる方法が考案された。これはピッカース予き裂を導入した面を溝のあるアンビルに置き、圧縮してポップインき裂を成長させて片側予き裂材とする方法である。この方法により、長い予き裂からの破壊じん性試験が可能になり、破壊じん性試験も JIS に制定された [49].

ぜい性材料であるセラミックスの長いき裂からの破壊は、線形破壊力学が適用できる。しかし、セラミックスは破壊じん性値が金属材料に比較して非常に小さい。そのために、現実には長いき裂の強度問題よりも小さい欠陥からの破壊が強度評価において重要な問題となる。この場合、破壊力学上の課題は二点に絞られる。

一つは、微小欠陥からの破壊起点は、気孔、粗粒または微小き裂などであり、破壊起点の位置もセラミックスの表面や内部と異なるために、欠陥寸法と強度を統一的に取り扱う方法をどうするかである。もう一点は、欠陥が小さくなるに従い破壊じん性値が小さくなり、長いき裂でいわれる破壊じん性値一定の破壊力学が成立しない問題、すなわち破壊じん性一定の基準が成立しない微小欠陥からの破壊基準である。

セラミックスの種々の破壊欠陥に対するき裂寸法の考えとしては、欠陥を含む半円や半楕円で近似して表面き裂とみなし、その代表寸法を使って整理する方法なども提案された [50]. この破壊力学的取扱いは比較的良好に行えるが、同一破壊様式での狭い範囲の整理には有効であるが、異なった試験形態および破壊起点には適用しにくく、限界がある。そのため等価き裂長さによる方法 [51] が提案され、広い範囲で欠陥寸法の統一的な整理が可能となった。

一方、微小欠陥からの破壊モデルとして、平均応力モデル、点応力モデル、仮想き裂長さモデルが金属材料の疲労の分野で提案されている [52]. セラミックスにおいても同様のアプローチがなされ、き裂先端からのある領域内の平均引張り応力が材料の固有の値に達したときに破壊すると仮定する平均応力モデル

[53], き裂先端からある特定の位置の応力が特定の値に達したときに破壊すると仮定する点応力モデル [54], き裂の先端に潜在き裂を考え、両者を加算した長さの仮想き裂の応力拡大係数が破壊じん性値に達したときに破壊するとする仮想き裂モデル [55] [56] が提案され、微小欠陥から破壊するセラミックスの特徴をよく説明している。これらの破壊じん性が寸法依存性をもつセラミック

スの微小欠陥からの破壊モデルを残留応力のあるケースについて適用している研究は少ない。

このことから、残留応力が存在するセラミックスに対して微小欠陥からの破壊力学モデルをどのように適用していくのか、またセラミックスの研削欠陥のように破壊起点が同定し難くかつ、残留応力が存在するような場合に破壊力学をどのように適用していくのかは、セラミックスへの破壊力学の適用として重要である。

1.4 本論文の内容

本論文の第2章、第3章ではセラミックスの高精度X線残留応力測定を扱い、第4章から第8章では残留応力を考慮したセラミックスの強度評価法を検討した。

第2章 [57] では、各純度の粉末から常圧焼結されたアルミナのX線弾性定数を測定し、セラミックスのかさ密度とX線的弾性定数の関係を明らかにした。それをもとに、理論的弾性定数と機械的弾性定数からX線的弾性定数を求める簡便式を提案した。また、アルミナのX線応力測定に適した精度の高い回折条件の検討も行った。

第3章 [58] では、各種機械加工を受けたイットリア部分安定化ジルコニアの残留応力測定と変態量のX線測定を行った。研削加工の切込みや砥石の粒度の違いによる残留応力の特徴を明らかにした。また、正方晶ジルコニアのX線応力測定の高精度の回折条件と特性X線の検討も行った。

第4章 [59] [60] では、常圧焼結されたアルミナおよび窒化ケイ素の試験片軸方向に対し平行に研削加工を施し研削残留応力を導入し、研削残留応力と曲げ強度の関係を明らかにした。また、仮想き裂長さモデルを基礎にして研削残留応力による強度向上について破壊力学的に検討した。

第5章 [61] [62] では、研削により曲げ強度が最も損なわれる場合として、常圧焼結窒化ケイ素の試験片軸方向に対し垂直に研削加工を施した。研削欠陥に

よる曲げ強度の弱化和研削残留応力を明らかにして、研削欠陥の同定が困難なことから、研削残留応力と曲げ強度から有効き裂長さを求め、これと潜在き裂長さから研削欠陥を評価する方法について検討し、それを確認する実験も合わせて行った。

第6章 [63] では、研削されたイットリア部分安定化ジルコニアの強度評価について検討した。部分安定化ジルコニアは、正方晶から単斜晶へ加工誘起変態により強化するため研削加工による欠陥が生じにくい。そのため研削残留応力による強化の純粋な効果をみることができる。研削欠陥が破壊起点とならないで研削残留応力を導入した場合に信頼性が向上することを実験と破壊力学から考察した。また変態強化においては、長いき裂よりも微小欠陥から破壊する方が、破壊じん性値が大きくなることをX線マイクロアナライザーによる面分析から明らかにした。

第7章 [64] [65] では、前章までの研究を応用して、研削残留応力のように薄い圧縮残留応力層ではなく、容易に塑性変形をする高温からアルミナを焼入れすることにより、厚い圧縮残留応力層を形成した。この急冷残留応力層により表面欠陥を包込みセラミックスを強化する方法を検討し、それを実証した。また、焼鈍温度の異なるアルミナの曲げ強度の違いをX線回折法により測定した微視的残留応力により説明した。

第8章 [66] [67] では、微小欠陥からのセラミックスの破壊を説明してきた前章までの仮想き裂モデルよりも物理的根拠の強いR曲線モデルの有効性について破壊力学的に検討した。種々のタイプの形状の欠陥から破壊する場合に対してR曲線モデルを適用し、その有効性を証明した。また、R曲線モデルを用いてセラミックスの曲げ試験のモンテカルロシミュレーションを行い、実際の曲げ試験とよく対応することを示した。

最後に本研究で得られた主要な結論をまとめた。

参考文献

- [1] 小泉光恵, 柳田博明編, ファインセラミックスの基礎, p.7 (1987), オーム社.
- [2] 河村英男, セラミックターボコンパウンドエンジンの開発, 自動車技術, **39-9**, pp.1056-1061 (1985).
- [3] 和田重孝, DOE 契約者会議とセラミックガスタービン, 日本ガスタービン学会誌, **11-44**, pp.43-47 (1984).
- [4] 岡部武尚, 林茂, セラミックガスタービンの開発動向, 日本ガスタービン学会誌, **11-46**, pp.3-14 (1984).
- [5] 六角和夫, 西田勝利, セラミック転がり軸受, 精密工学会誌, **54-7**, pp.1240-1244 (1988).
- [6] エンジニアリング・セラミックス, p.34 (1987), 日経マグロウヒル.
- [7] S. G. Timoney, Engine Rig for Screening Ceramic Materials, Society of Automotive Engineers, Technical Paper, No.840433, pp.71-78 (1984).
- [8] 窯業協会編, セラミックスの機械的性質, p.147 (1986).
- [9] 辻郷康生, 宮谷孝, エンジニアリング・セラミックス, p.90 (1987), 日経マグロウヒル.
- [10] 田中啓介, 最近の残留応力測定法とその応用, 塑性と加工, **33-381**, pp.1107-1112 (1992).
- [11] H. H. Lester and R. H. Aborn, The Behavior Under Stress of the Iron Crystals in Steel, Part I, Army Ordnance, **6**, pp.120-127 (1925).
- [12] H. H. Lester and R. H. Aborn, The Behavior Under Stress of the Iron Crystals in Steel, Part II, Army Ordnance, **6**, pp.200-207 (1925).
- [13] H. H. Lester and R. H. Aborn, The Behavior Under Stress of the Iron Crystals in Steel, Part III, Army Ordnance, **6-34**, pp.283-287 (1926).
- [14] H. H. Lester and R. H. Aborn, The Behavior Under Stress of the Iron Crystals in Steel, Part IV, Army Ordnance, **6-35**, pp.364-369 (1926).
- [15] G. Sachs and J. Weerts, Elastizitätsmessungen mit Röntgenstrahlen, Z. Phys., **60**, pp.344-358 (1930).
- [16] G. Sachs and J. Weerts, Die Gitterkonstanten der Gold-Silberlegierungen, Z. Phys., **60**, pp.481-490 (1930).
- [17] R. Glocker, Röntgenographische Messung von elastischen Spannungen, Z. Metallk., **27-9**, pp.196-198 (1935).
- [18] F. Giesen, R. Glocker and E. Osswald, Einzelbestimmung von elastischen Spannungen mit Röntgenstrahlen II, Z. Tech. Physik., **17-5**, pp.145-155 (1936).
- [19] 日本材料学会編, X線応力測定法, p.54 (1981), 養賢堂.
- [20] 日本材料学会編, X線応力測定法, p.89 (1981), 養賢堂.
- [21] 日本材料強度学会編, X線材料強度学(基礎編, 実験編), (1973), 養賢堂.
- [22] SAE, Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction, SAE J784a, (1971).
- [23] 日本材料学会 X線材料強度部門委員会, X線応力測定法標準, (1982).

- [24] 井上靖雄, 佐藤幸雄, 柏谷賢治, 在来線レールの転がり接触疲労破壊特性, 材料, **40**-454, pp.797-803 (1991).
- [25] 後藤徹, 小西隆, 春木仁朗, 生野健, 山本証道, Cr-Mo-V 高温ロータ材の X 線回折による疲労寿命評価法, 材料, **39**-441, pp.608-613 (1990).
- [26] 山田博, 前田喜久男, 対馬全之, X 線測定による軸受の余寿命推定について(主に耐熱鋼軸受の場合), 第 23 回 X 線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 日本材料学会, pp.99-104 (1986).
- [27] 古川満彦, 小川一樹, 杉田忠彰, 焼結アルミナの強さ(第 2 報) 焼鈍による残留応力と微視的き裂の変化, 精密機械, **36**-2, pp.21-26 (1970).
- [28] F. F. Lange, M. R. James, and D. J. Green, Determination of Residual Surface Stresses Caused by Grinding in Polycrystalline Al_2O_3 , J. Am. Ceram. Soc. **66**, pp.C16-C17 (1983).
- [29] R. Prümmer and H. W. Pfeiffer-Vollmar, Determination of Surface Stresses of High Temperature Ceramic Materials, Proc. Brit. Ceram. Soc., **34**, pp.89-98 (1984).
- [30] M. R. James, D. J. Green and F. F. Lange, Determination of Residual Stress in Transformation-Toughened Ceramics, Adv. X-ray Anal., **27**, pp.221-228 (1984).
- [31] C. O. Ruud and C. P. Gazzara, Residual Stress Measurements in Alumina and Silicon Carbide, Comm. Am. Ceram. Soc., **68**-2, pp.C67-C68 (1985).
- [32] 田中啓介, 松井英治, 秋庭義明, 焼結アルミナの X 線応力測定, 材料, **35**-394, pp.749-754 (1986).
- [33] D. Johnson-Walls, A. G. Evans, D. Marshall, and M. R. James, Residual Stresses in Machined Ceramic Surfaces, J. Am. Ceram. Soc., **69**-1, pp.44-47 (1986).

- [34] 岸本秀弘, 上野明, 河本洋, 近藤真司, 常圧焼結 Si_3N_4 の X 線による残留応力測定, 材料, **36**-407, pp.810-816 (1987).
- [35] 田中啓介, 栗村隆之, 松井英治, 秋庭義明, 常圧焼結窒化ケイ素の X 線残留応力測定, 材料, **36**-407, pp.817-822 (1987).
- [36] W. Grellner, K. A. Schwertz, W. Pfeiffer, and R. Prümmer, Investigations of Residual Stresses in Ceramic Components, Residual Stress in Science and Technology, Edited by E. Macherauch and V. Hauk, pp.531-537 (1987).
- [37] 英崇夫, 藤原晴夫, 藤本芳樹, 常圧, ホットプレスおよびHIP 成形した Si_3N_4 セラミックスの X 線応力測定, 材料, **37**-413, pp.204-209 (1988).
- [38] 英崇夫, 藤原晴夫, 藤本芳樹, ホットプレスした Si_3N_4 セラミックスの研削加工層の残留応力とその熱的安定性, 材料, **37**-413, pp.210-215 (1988).
- [39] 田中啓介, 松井英治, 秋庭義明, 吉岡靖夫, シンクロトロン放射光によるセラミックスの X 線応力測定, 日本機械学会論文集(A 編), **53**-491, pp.1267-1272 (1987).
- [40] K. Suzuki and K. Tanaka, X-Ray Measurement of Residual Stress in CVD coating of TiC-SiC Composite, Proc. of Inter. Sympo. on Nondestructive Testing and Stress Strain Measurement, Vol. II, pp.412-417 (1992), Japanese Society for Non-Destructive Inspection.
- [41] S. Tanaka, Measurement of Residual Stress Distribution around a Si_3N_4 /Steel Joined Interface Using a Collimated X-ray Beam, Residual Stresses-III Science and Technology, Ed. by H. Fujiwara, T. Abe, and K. Tanaka, Vol. 2, pp.887-892 (1992), Elsevier Applied Science.

- [42] 田中啓介, 山本雄司, 鈴木賢治, 栗村隆之, ジルコニア・アルミナ複合セラミックスのX線の弾性定数, 材料, **38**-430, pp.840-846 (1989).
- [43] 田中啓介, 山本雄司, 峰典明, 鈴木賢治, 中川平三郎, ジルコニア・アルミナ複合セラミックスの相応力のX線測定, 日本機械学会論文集 (A編), **56**-523, pp.402-410 (1990).
- [44] 田中啓介, 峰典明, 鈴木賢治, ジルコニア・アルミナ複合セラミックスの弾性変形のX線的研究, 材料, **39**-444, pp.1235-1241 (1990).
- [45] 星出敏彦, 奥村和雅, 井上達雄, 窒化ケイ素の曲げ強度に及ぼす研削加工の影響に関する実験的検討と数値シミュレーション, 材料, **40**-449, pp.217-223 (1991).
- [46] 日本工業規格, ファインセラミックスの曲げ強さ試験方法, JIS R1601 (1981).
- [47] G. R. Anstis, P. Chantikul, and D. B. Marshall, A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements, J. Am. Ceram. Soc., **64**-9, pp.553-538 (1981).
- [48] T. Sadahiro and S. Takatsu, A New Pre-cracking Method for Fracture Toughness Testing of Cemented Carbides, Modern Developments in Powder Metallurgy, Ed. by H. H. Hauser, H. W. Antes, and G. D. Smith, **14**, pp.561-572 (1981), Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ.
- [49] 日本工業規格, ファインセラミックスの破壊靱性試験方法, JIS R1607 (1990).
- [50] 三好俊郎, 海老原理徳, 佐々正, 微小き裂を有する構造用セラミックスの強度, 日本機械学会論文集 (A編), **35**-486, pp.267-270 (1987).
- [51] T. Hoshide, H. Furuya, Y. Nagase, and Y. Yamada, Fracture Mechanics Approach

- to Evaluation of Strength in Sintered Silicon Nitride, Int. J. Fract., **26**, pp.229-239 (1984).
- [52] K. Tanaka, Engineering Formulae for Fatigue Strength Reduction due to Crack-Like Notches, Int. J. Fract., **22**, pp.R39-R46 (1983).
- [53] 宮田寛, 中門公明, 木本寛, 構造用セラミックスの破壊強度と微小損傷, 日本材料強度学会誌, **21**-2, pp.45-59 (1986).
- [54] S. Usami, H. Kimoto, I. Takahashi, and S. Shida, Strength of Ceramic Materials Containing Small Flaws, Eng. Fract. Mech., **23**-4, pp.745-761 (1986).
- [55] 鈴木賢治, 田中啓介, 山本雄司, 中川平三郎, セラミックスの曲げ強度に及ぼす研削残留応力の影響, 材料, **38**-429, pp.582-588, (1989).
- [56] 北住順一, 谷口佳文, 星出敏彦, 山田敏郎, 各種セラミック材料における強度特性およびその欠陥寸法分布との関係, 材料, **38**-434, pp.1254-1260 (1989).
- [57] 鈴木賢治, 田中啓介, 焼結アルミナのX線の弾性定数に及ぼす純度の影響, 材料, **37**-417, pp.586-591, (1988).
- [58] 田中啓介, 栗村隆之, 秋庭義明, 鈴木賢治, 中川平三郎, イットリア部分安定化ジルコニアのX線残留応力測定, 日本機械学会論文集 (A編), **55**-510, pp.318-325 (1989).
- [59] 鈴木賢治, 田中啓介, 山本雄司, 中川平三郎, セラミックスの曲げ強度に及ぼす研削残留応力の影響, 材料, **38**-429, pp.582-588 (1989).
- [60] K. Tanaka, K. Suzuki, and Y. Yamamoto, Residual-Stress Effect on Fracture Strength of Ceramics, Proceedings of International Conference on Residual Stresses II, Ed. by G. Beck, S. Denis, and A. Simon, pp.15-27 (1989), Elsevier Applied Science.

- [61] 鈴木賢治, 田中啓介, 研削された窒化ケイ素の残留応力と欠陥, 材料, 40-454, pp.818-824 (1991).
- [62] K. Suzuki and K. Tanaka, Bending Strength of Ground Ceramics, Residual Stresses-III, Science and Technology, Ed. by H. Fujiwara, T. Abe, K. Tanaka, pp.620-625 (1992), Elsevier Applied Science.
- [63] 鈴木賢治, 田中啓介, 坂井田喜久, 小島学, 研削された部分安定化ジルコニア (Y-TZP) の曲げ強度, 日本機械学会論文集 (A 編), 59-561, pp.1353-1359 (1993).
- [64] 鈴木賢治, 田中啓介, 峰典明, 山本雄司, 急冷残留応力によるセラミックスの強化, 材料, 39-441, pp.590-595 (1990).
- [65] K. Suzuki and K. Tanaka, Effect of Residual Macrostress and Microstress on Bending Strength of Quenched Alumina, Proceedings of 6th International Conference on Mechanical Behaviour of Materials, ICM6, Ed. by M. Jono and T. Inoue, pp.545-550 (1991), Pergamon Press.
- [66] K. Tanaka, K. Suzuki, and H. Tanaka, Evaluation of Critical Defect Size of Ceramics Based on R-Curve Method, Fracture Mechanics of Ceramics 9, Ed. by R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman, D. Munz, M. Sakai, and V. Ya. Shevchenko, pp.289-304 (1992), Plenum Press.
- [67] 鈴木賢治, 田中啓介, 田中拓, セラミックスの微小欠陥からの破壊強度の R 曲線法による評価, 日本機械学会論文集 (A 編), 59-561, pp.1292-1299 (1993).

本論文で使用する主な記号

第 2 章 アルミナの X 線残留応力測定

a_0, c_0	: 格子定数
c_{ij}	: 単結晶の弾性ステイフネス
d	: 格子面間隔
d_0	: 無ひずみ状態での格子面間隔
E	: ヤング率
$G_{X(h,k,l)}$: 任意のかさ密度における X 線の横弾性係数
G_M	: 任意のかさ密度における機械的横弾性係数
$G_{XR(h,k,l)}$: Reuss モデルによる理論的 X 線の横弾性係数
G_{XM}	: Reuss モデルによる機械的横弾性係数
M	: $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の傾き
S	: 応力定数
s_1, s_2	: X 線のコンプライアンス
s_{ij}	: 単結晶の弾性コンプライアンス
u, v, w	: 結晶直交座標系に対する方向余弦
$\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$: 主ひずみ
$\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z$: ひずみ
θ_0	: 無ひずみの回折角
$2\theta_{\psi=0}$: $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の 2θ 軸切片の値
ν	: ポアソン比
ρ	: かさ密度
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$: 主応力
σ_M	: 負荷応力
σ_X	: X 線の応力
σ_x, σ_y	: 応力
φ	: 主応力 σ_1 の方向と x 軸の角度
ψ_0	: X 線入射角
ψ	: 試料面法線と回折面法線との角度 (ψ 角)

第 3 章 ジルコニアの X 線残留応力測定

a_0, c_0	: 格子定数
d_0	: 無ひずみ状態での格子面間隔
E	: ヤング率
F_n	: 研削砥石の背分力
F_t	: 研削砥石の接線力
I_c	: 立方晶の積分強度
I_m	: 単斜晶量の積分強度
I_t	: 正方晶量の積分強度
M	: $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の傾き
R_a	: 中心線平均粗さ
S	: 応力定数
s_1, s_2	: X線のコンプライアンス
X_m	: 単斜晶重量百分率
Δ	: 研削砥石の切り込み量
ε_a	: 負荷ひずみ
θ_0	: 無ひずみの回折角
$2\theta_{\psi=0}$: $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の 2θ 軸切片の値
ν	: ポアソン比
ρ	: かさ密度
σ_M	: 負荷応力
σ_R	: 残留応力
ψ	: 試料面法線と回折面法線との角度 (ψ 角)
ψ_0	: X線入射角

第4章 研削した窒化ケイ素およびアルミナの研削平行方向の曲げ強度

a	: だ円き裂の短径
B	: 回折線幅
b	: だ円き裂中心と試験片引張り表面との距離
c	: だ円き裂の長径
d	: 試験片表面からの深さ
E	: ヤング率

F	: 応力拡大係数の修正係数
h	: 残留応力層の深さ
K	: 応力拡大係数
K_0	: 一様引張下の半だ円の応力拡大係数
K_{app}	: 負荷応力拡大係数
K_C	: 破壊じん性値
K_{res}	: 残留応力よる応力拡大係数
k	: だ円積分の母数
k'	: だ円積分の補母数
l	: 等価き裂長さ
l_0	: 潜在き裂長さ
M_B, M_L, M_T	: 修正係数
S	: 応力定数
T	: 試験片の初期板厚
t	: 試験片板厚の半長
u_0	: 一様引張下の半だ円のき裂開口変位
z_1	: 試験片表面除去深さ
ν	: ポアソン比
ρ	: かさ密度
σ	: 試験片の表面での応力
σ_B	: 曲げ強さ
σ_b	: 曲げ応力成分 ($= \sigma - \sigma_t$)
σ_R	: 残留応力
σ_{R0}	: 表面残留応力
σ_{Rm}	: 除去面で測定された残留応力
σ_{res}	: 分布残留応力
σ_t	: き裂最深点の引張り応力
Φ_1	: 第一種完全だ円積分
Φ_2	: 第二種完全だ円積分
ψ	: 試料面法線と回折面法線との角度 (ψ 角)

第5章 研削した窒化ケイ素の研削垂直方向の曲げ強度

a : だ円き裂の短径
 a_{eff} : 有効き裂長さ
 a_{real} : 実在き裂長さ
 $B_{1/2}$: 回折線幅 (半価幅)
 c : だ円き裂の長径
 d : 試験片表面からの深さ
 E : ヤング率
 F : 応力拡大係数の修正係数
 h : 残留応力層の深さ
 K : 応力拡大係数
 K_{app} : 負荷応力拡大係数
 K_C : 破壊じん性値
 K_{res} : 残留応力よる応力拡大係数
 l : 等価き裂長さ
 l_0 : 潜在き裂長さ
 S : 応力定数
 ν : ポアソン比
 ρ : かさ密度
 σ : 試験片の表面での応力
 σ_B : 曲げ強さ
 σ_R : 残留応力
 ψ : 試料面法線と回折面法線との角度 (ψ 角)

第6章 研削したジルコニアの曲げ強度

a : 無限体中の円き裂の半径
 $B_{4/5}$: 回折線幅 (4/5 価幅)
 b : 無限体中の円き裂の中心と一対の集中力の作用位置との距離
 d : 試験片表面からの深さ
 E : ヤング率
 F_S : 表面の影響係数
 K : 応力拡大係数
 K_0 : 無限体中の円き裂に一対の集中力が負荷されたときの応力拡大係数

K_C : 破壊じん性値
 l : 等価き裂長さ
 P : 無限体中の円き裂に作用する集中力
 r_0 : 集中力作用位置と円き裂半径との比 (b/a)
 S : 応力定数
 x : 表面から円き裂中心までの距離
 θ : 無限体中の円き裂に作用する集中力の開き角
 ν : ポアソン比
 ρ : かさ密度
 σ : 試験片の表面での応力
 σ_R : 残留応力
 σ_B : 曲げ強さ
 ψ : 試料面法線と回折面法線との角度 (ψ 角)

第7章 急冷したアルミナの曲げ強度

a : だ円き裂の短径
 $B_{4/5}$: 回折線幅 (4/5 価幅)
 c : だ円き裂の長径
 D : き裂密度
 d : 試験片表面からの深さ
 E : ヤング率
 K : 応力拡大係数
 K_C : 破壊じん性値
 l : 等価き裂長さ
 l_0 : 潜在き裂長さ
 p : 結晶粒径
 S : 応力定数
 β : 積分幅
 ε : 微視的残留ひずみ
 θ : 回折角
 λ : 特性 X 線の波長
 ν : ポアソン比

- ρ : かさ密度
- σ : 試験片の表面での応力
- σ_B : 曲げ強さ
- σ_R : 残留応力
- ψ : 試料面法線と回折面法線との角度 (ψ 角)

第 8 章 R 曲線法によるセラミックスの強度評価

- c_1 : き裂のしゃへい効果を開始するき裂進展長さ
- c_2 : き裂のしゃへい効果のほぼ一定となるき裂長さ
- c : き裂進展長さ
- d : 結晶粒径
- E : ヤング率
- $E(k)$: 第二種完全だ円積分
- F : 修正係数
- f : 初期シンプレックス寸法
- G : 累積分布関数
- K : 応力拡大係数
- K_0 : 単結晶の破壊じん性値
- K_∞ : 長いき裂の破壊じん性値
- K_m : 微視組織効果または微視的残留応力による応力拡大係数
- K_R : き裂進展抵抗
- K_s : き裂のしゃへい効果による応力拡大係数
- K_t : 応力集中係数
- k : だ円積分の母数
- l : だ円の長径
- t : 欠陥代表寸法 (だ円の短径, ボイド半径, だ円切欠き半長)
- t_{eq} : 等価欠陥寸法
- V : シンプレックスベクトル
- β : シンプレックスベクトルの修正係数
- γ : 欠陥密度
- ν : ポアソン比
- ρ : 曲率半径

- σ_1 : き裂の安定成長開始応力
- σ_2 : 破壊強度

第 2 章

アルミナの X 線残留応力測定

2.1 緒言

セラミックスの強度評価のために残留応力測定の必要性が指摘され、X 線残留応力測定によりセラミックスの残留応力特性が把握されつつある。これまでに、アルミナの X 線残留応力測定 [1]-[5]、窒化ケイ素の X 線残留応力測定 [6]-[9]、炭化ケイ素の X 線残留応力測定 [5] [9] が行われている。また、ジルコニア・アルミナ複合セラミックスのアルミナ相の X 線残留応力も測定されている [10]。しかし、個別のセラミックスの残留応力測定を行うだけでなく、X 線残留応力測定においてはセラミックス焼結体の X 線的弾性定数が材料の気孔などによってどのように異なるのかを明確にしておく必要がある。

一般に X 線応力測定で使用する X 線的弾性定数と機械的弾性定数とは異なり、正確な応力値を求めるためには、実際に測定対象とするセラミックスの X 線的弾性定数を求めておく必要があり、X 線的弾性定数の精度は直接に X 線応力測定の精度を左右する。純度 99% アルミナを中心として Cr-K α 線による 1.0.10 回折、2.2.0 回折、Cu-K α 線による 1.4.6 回折、4.0.10 回折の弾性定数を測定するとともに、Voigt および Reuss モデルによる理論計算と比較した結果 [2]-[4] があり、その研究においては、X 線的弾性定数は材料中の異相の存在に大きく左右されることが示唆されている。

このことから、焼結セラミックスの X 線的弾性定数は回折依存性を有するだけでなく、焼結体に含まれる気孔、ガラス質、不純物の影響を受けて変化する

ものと予測される。つまり、アルミナの焼結粉末の純度の低下によって気孔率が増加して、そのためにかさ密度が減少する。気孔率の差により焼結体の機械的弾性定数が変化することも報告 [11] されているが、同様なことがX線の弾性定数にもいえる。このことからX線弾性定数は、回折依存性と焼結体の機械的弾性定数依存性も考慮しなければならない。したがって、エンジニアリングセラミックスを対象として、X線応力測定を実用的技術として確立するためには、X線の弾性定数に及ぼすこれらの影響を検討する必要がある。

本章では、純度 99%, 96%, 92% の粉末から焼結したアルミナを用いて、そのX線の弾性定数に及ぼすかさ密度の影響について検討する。回折として、従来の研究 [4] において検討された回折の中で測定精度の高かった Cu-K α 線による 146 回折の他に、新たに高回折角、孤立ピーク、高回折強度とX線応力測定に適していると考えられる Fe-K α 線による 2.1.10 回折を追加し、常圧焼結アルミナのX線の弾性定数の測定を行った。ついでX線の弾性定数に及ぼす回折および純度の影響について考察し、かさ密度の異なるセラミックスのX線応力測定をする場合に、X線の弾性定数を簡便に算出する方法を提案する。

2.2 X線応力測定の方法

2.2.1 X線応力測定の原理

図 2-1 に示すように波長 λ の X 線を結晶に入射すると結晶からは Bragg の回折条件の式

$$2d \sin \theta = \lambda \quad (2-1)$$

に従い、面間隔 d をもつ格子面で X 線を回折する。ただし、 θ は回折角である。ここで、応力により面間隔が d_0 から $d_0 + \Delta d$ に変化したとする。このとき入射 X 線の波長 λ が一定として上式を微分すると

$$\Delta \theta = \theta - \theta_0 = \left(\frac{\Delta d}{d_0} \right) \tan \theta_0 = -\varepsilon \tan \theta_0 \quad (2-2)$$

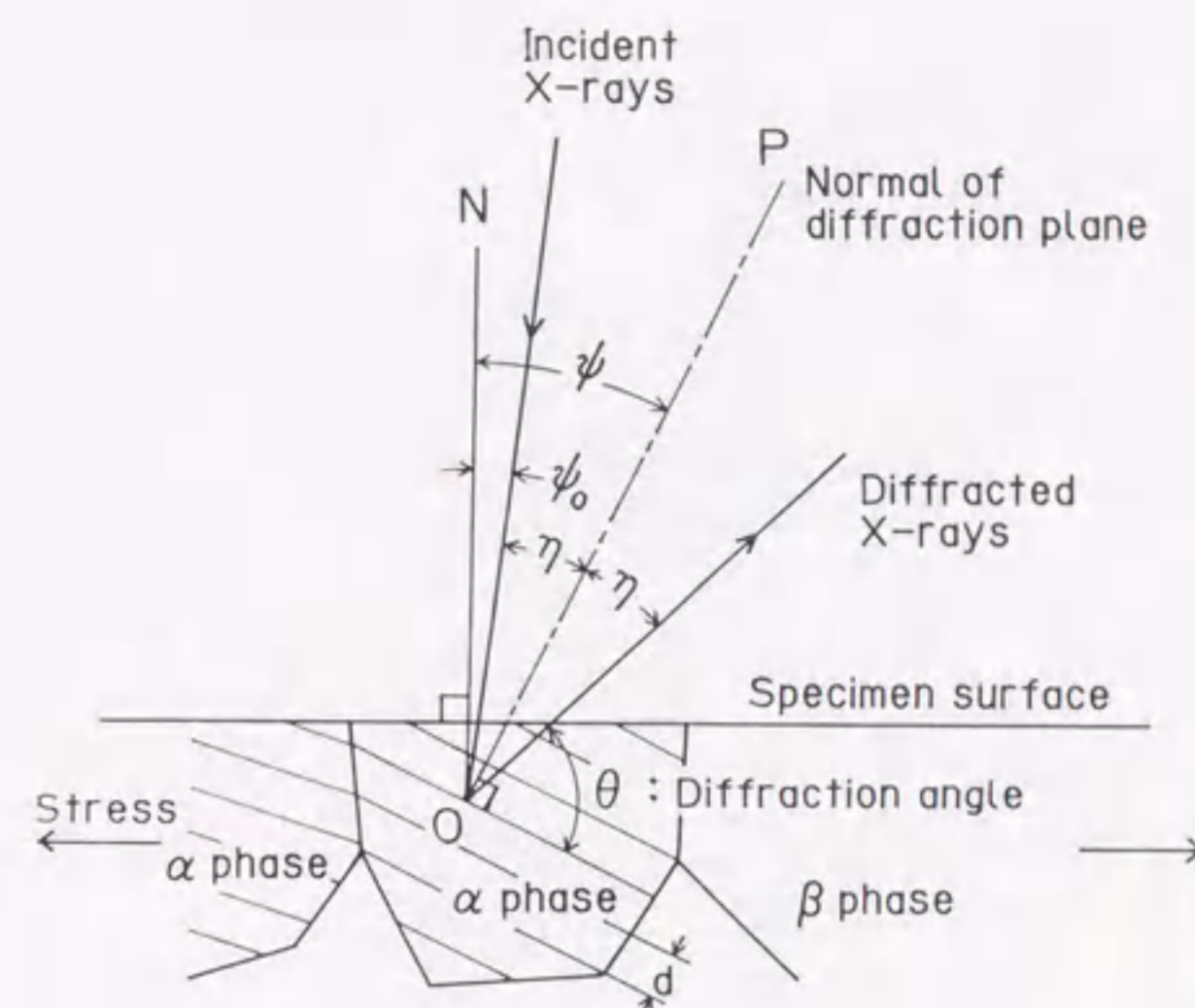


図 2-1 応力を受けた結晶からの X 線回折

となり、回折角の変化 $\Delta \theta$ を測定することにより格子ひずみ $\Delta d/d_0$ が求められる。ただし、 θ_0, d_0 は無ひずみの回折角ならびに面間隔である。

さて、図 2-2 での試料の応力測定面の位置 O での主応力を $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ とし、同様に主ひずみを $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$ とする。これと同一位置 O において互いに直交する 2 方向の応力を σ_x, σ_y とし、対応するひずみを $\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z$ とし平面応力を仮定すれば、以下の関係が成り立つ。

$$\varepsilon_x = \frac{\sigma_x - \nu \sigma_y}{E} \quad (2-3)$$

$$\varepsilon_y = \frac{\sigma_y - \nu \sigma_x}{E} \quad (2-4)$$

$$\varepsilon_z = \varepsilon_3 = -\frac{\nu}{E}(\sigma_x + \sigma_y) = -\frac{\nu}{E}(\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2-5)$$

図 2-2 で OP 方向のひずみ $\varepsilon_{\varphi\psi}$ は主ひずみで以下のように表すことができる。

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi\psi} &= \varepsilon_1 \cos^2 \varphi \sin^2 \psi + \varepsilon_2 \sin^2 \varphi \sin^2 \psi + \varepsilon_3 \cos^2 \psi \\ &= (\varepsilon_1 \cos^2 \varphi + \varepsilon_2 \sin^2 \varphi) \sin^2 \psi + \varepsilon_3 (1 - \sin^2 \psi) \end{aligned} \quad (2-6)$$

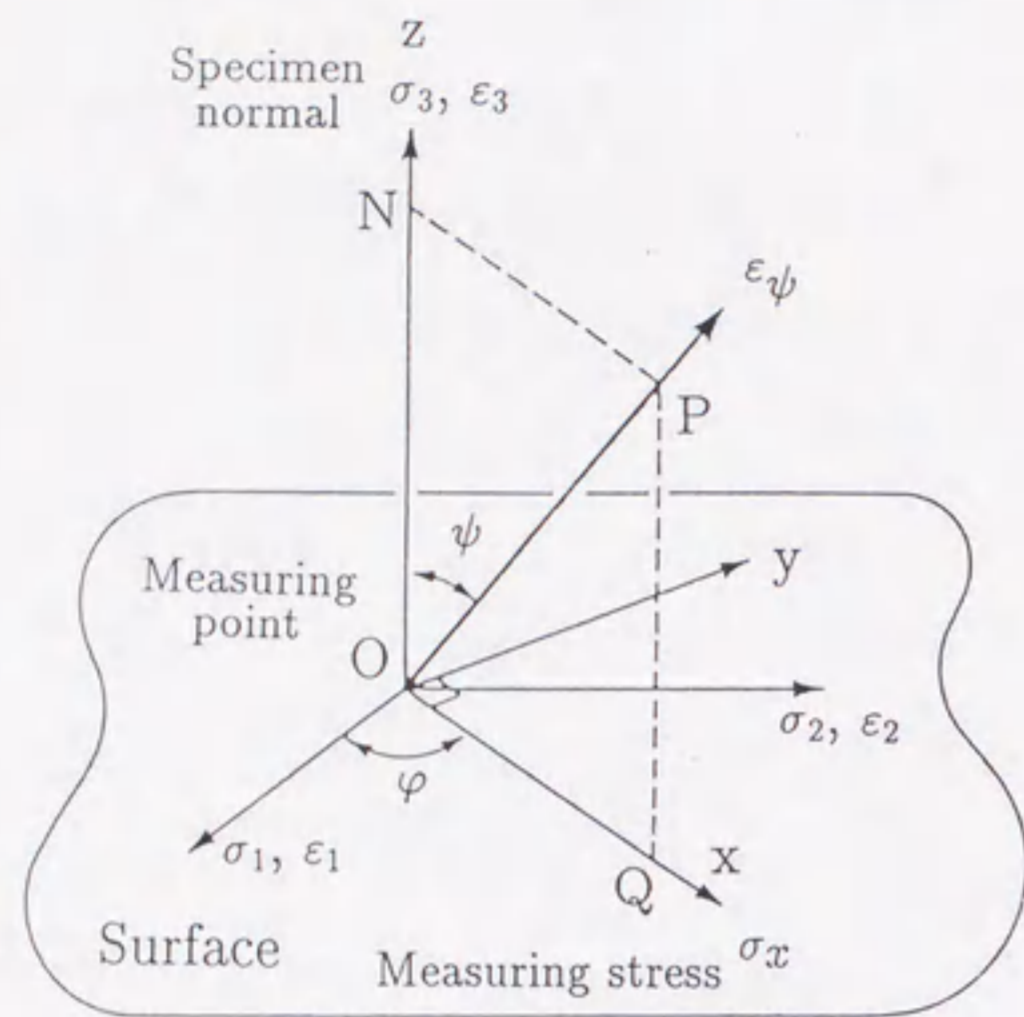


図 2-2 応力とひずみの方向

ここで

$$\varepsilon_x = \varepsilon_1 \cos^2 \varphi + \varepsilon_2 \sin^2 \varphi \quad (2-7)$$

であるから、式(2-6)は

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \varepsilon_x \sin^2 \psi + \varepsilon_3 (1 - \sin^2 \psi) \quad (2-8)$$

となる。右辺の $\varepsilon_x, \varepsilon_3$ に式(2-3)および式(2-5)を用いると次式が得られる。

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_x \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2-9)$$

いま、ひずみの測定方向を φ としているので $\varepsilon_{\varphi\psi} = \varepsilon_\psi$ と略して

$$\varepsilon_\psi = \frac{1+\nu}{E} \sigma_x \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2-10)$$

とする。一方、式(2-2)の関係から

$$\varepsilon_\psi = \frac{d_\psi - d_0}{d_0} = -\cot \theta_0 \Delta \theta \quad (2-11)$$

となり、これを式(2-10)に代入して

$$2\theta = 2\theta_0 - \frac{2(1+\nu)}{E} \sigma_x \tan \theta_0 \sin^2 \psi + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2-12)$$

となり、これがX線応力測定の基本式となる。上式を $\sin^2 \psi$ で偏微分すれば

$$\sigma_x = -\frac{E \cdot \cot \theta_0}{2(1+\nu)} \cdot \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \psi} = S \cdot M \quad (2-13)$$

が得られる。ただし

$$S = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \cot \theta_0 \quad (\text{MPa/deg}) \quad (2-14)$$

$$M = \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \psi} \quad (\text{deg}) \quad (2-15)$$

ゆえに、応力 σ_x は測定する材料の応力定数 S をあらかじめ求めて、 $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図(図2-3)から傾き M を求めることにより得られる。

実際のX線応力測定におけるX線入射方向とX線検出器の走査方向の関係を図2-4に示す。図2-4(a)は並傾法といわれ、傾斜角 ψ の面とX線検出器の走査

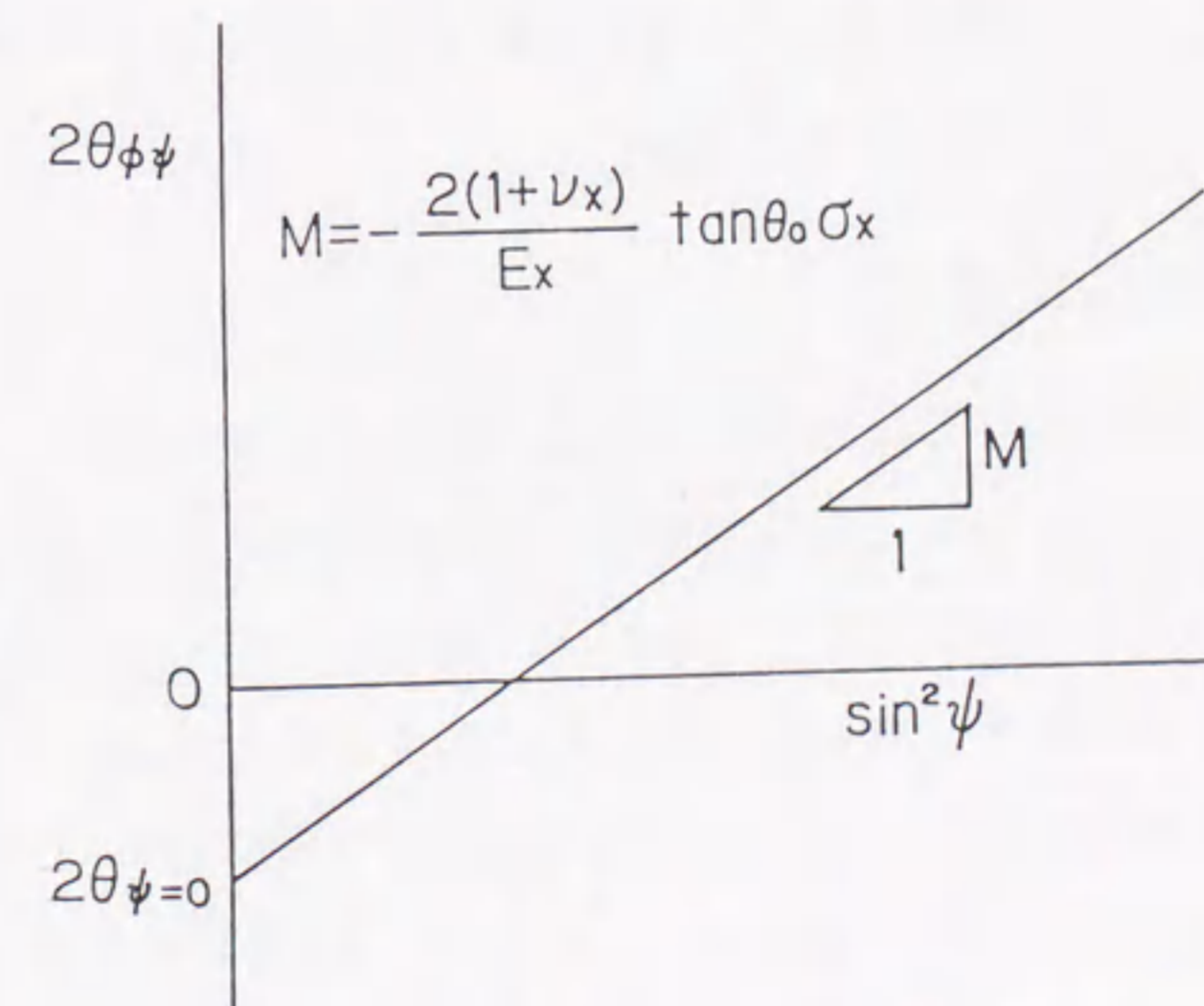
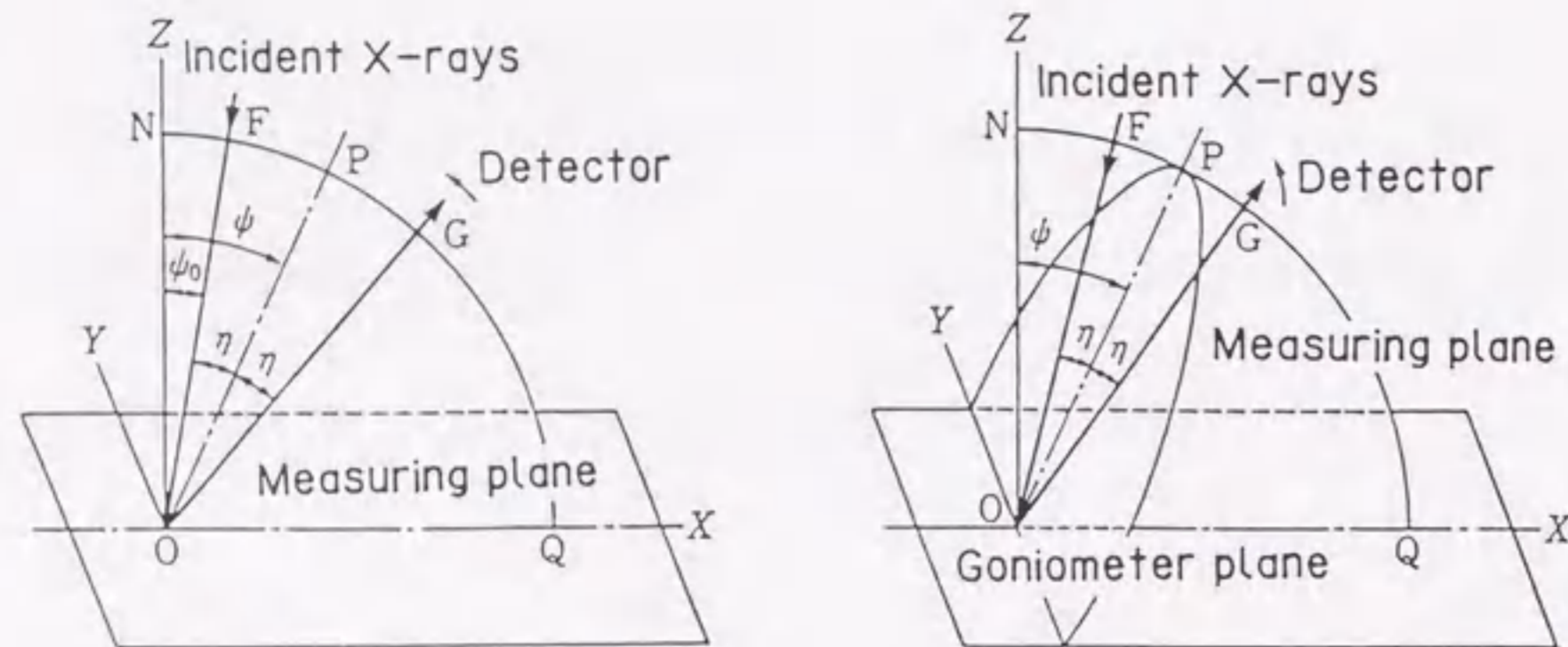


図 2-3 $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図



(a) 並傾法

(b) 側傾法

図 2-4 X線入射方向とX線検出器の走査方向

面が一致している。図 2-4 (b) は側傾法といわれ、傾斜角 ψ の面と X 線検出器の走査面が直交している。回折強度の測定においては、入射 X 線角度 ψ_0 を固定して検出器を走査する ψ_0 一定法と入射 X 線角度と検出器とを同時に操作させて回折面法線の角度 ψ を一定とする ψ 一定法がある。 ψ 一定法のほうが、回折ピークの測定中において同一の結晶からの回折を測定することができるので、回折強度曲線の乱れが少ない利点がある。

2.2.2 X線の弾性定数

X 線応力測定は回折条件に従う特定の結晶の回折を利用するので、X 線応力測定の基本式 (2-12) に含まれる弾性定数は、機械的弾性定数と一致せず、回折依存性を示すため X 線の弾性定数といわれる。高精度の X 線応力測定を期すには、測定試料の X 線の弾性定数をあらかじめ実測することが必要である。

実験的に X 線の弾性定数を測定するには、試験片に単軸応力 ($\sigma_1 = \sigma_M, \sigma_2 = 0$) を機械的に負荷して $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図を求めると、式 (2-13) の関係から負荷応力 σ_M に対する $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図の傾き M の変化率を求めると X 線のコンプライア

ンス s_2 が求められる。

$$s_2 = \frac{2(1+\nu)}{E} = -\cot \theta_0 \cdot \frac{\partial M}{\partial \sigma_M} \quad (2-16)$$

一方、 $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図の縦軸との交点 $2\theta_{\psi=0}$ の σ_M に対する変化から X 線のコンプライアンス s_1 が求められる。

$$-s_1 = \frac{\nu}{E} = \frac{\cot \theta_0}{2} \cdot \frac{\partial(2\theta_{\psi=0})}{\partial \sigma_M} \quad (2-17)$$

他方、単結晶の弾性定数を用いて理論的に X 線弾性定数を求めることも可能である。多結晶の弾性変形の代表的モデルとして、Reuss モデル [12] と Voigt モデル [13] がある。Reuss モデルは各結晶の応力が巨視的応力に等しいとする応力一定のモデルであり、Voigt モデルは各結晶のひずみが巨視的ひずみに等しいとするひずみ一定のモデルである。三方晶の構造のアルミナ多結晶体に関して、これらのモデルで計算された hkl 回折の X 線の弾性定数は次のようになる [4]。

Reuss モデル

$$\left(\frac{1+\nu}{E}\right)_X = \frac{1}{2}(2s_{11} - s_{12} - s_{13}) - \frac{1}{2}(5s_{11} - s_{12} - 5s_{13} + s_{33} - 3s_{44})w^2 + \frac{3}{2}(s_{11} - 2s_{13} + s_{33} - s_{44})w^4 + 3s_{14}vw(3u^2 - v^2) \quad (2-18)$$

$$-\left(\frac{\nu}{E}\right)_X = \frac{1}{2}(s_{12} + s_{13}) + \frac{1}{2}(s_{11} - s_{12} - s_{13} + s_{33} - s_{44})w^2 - \frac{1}{2}(s_{11} - 2s_{13} + s_{33} - s_{44})w^4 - s_{14}vw(3u^2 - v^2) \quad (2-19)$$

ただし、 s_{ij} は弾性コンプライアンスであり、 (u, v, w) は結晶直交座標系に対する方向余弦であり、回折面指数 hkl との関係は次式で与えられる。

$$(u, v, w) = \frac{2}{[4\gamma^2(h^2 + hk + k^2) + 3l^2]^{1/2}} \left(\frac{\sqrt{3}}{2}\gamma h, \gamma k + \frac{\gamma k}{2}, \frac{\sqrt{3}}{2}l \right) \quad (2-20)$$

ただし、 γ は三方晶の c 軸と a 軸の格子定数の比 c_0/a_0 である。

Voigt モデル

$$\frac{1+\nu}{E} = \frac{15}{7c_{11} + 2c_{33} - 5c_{12} - 4c_{13} + 12c_{44}} \quad (2-21)$$

$$-\frac{\nu}{E} = \frac{3(4c_{44} - c_{11} - c_{33} - 5c_{12} - 8c_{13})}{(2c_{11} + c_{33} + 2c_{12} + 4c_{13})(7c_{11} + 2c_{33} - 5c_{12} - 4c_{13} + 12c_{44})} \quad (2-22)$$

ただし、 c_{ij} は単結晶のステイフネスである。

Voigt モデルは、理論的弾性定数に関しては X 線的弾性定数と機械的弾性定数は等しいが、Reuss モデルにおいては両者が異なる。Reuss モデルによる機械的弾性定数は、式 (2-18) および (2-19) を (u, v, w) の全方位について平均して

$$\left(\frac{1+\nu}{E}\right)_M = \frac{1}{2}(2s_{11} - s_{12} - s_{13}) - \frac{1}{6}(5s_{11} - s_{12} - 5s_{13} + s_{33} - 3s_{44}) + \frac{3}{10}(s_{11} - 2s_{13} + s_{33} - s_{44}) \quad (2-23)$$

$$-\left(\frac{\nu}{E}\right)_M = \frac{1}{2}(s_{12} + s_{13}) + \frac{1}{6}(s_{11} - s_{12} - s_{13} + s_{33} - s_{44}) - \frac{1}{10}(s_{11} - 2s_{13} + s_{33} - s_{44}) \quad (2-24)$$

となる。

2.3 実験方法

2.3.1 材料および試験片

実験材料は、粉末を焼結助剤と混合し 98MPa (1000kgf/cm²) の加圧成形後、1600°C で常圧焼結したアルミナ (α -Al₂O₃) である。X 線的弾性定数に与えるかさ密度の影響をみるために、アルミナ粉末の純度は 99%、96%、92% の 3 種類のものを用いた。X 線的弾性定数測定に供した試験片の X 線照射面にはラップ仕上げを施した。最終的な試験片寸法は高さ 3.6mm、幅 8.8mm そして長さ 54mm の長方形断面の角材とした。

表 2-1 各純度の焼結アルミナの機械的弾性定数とかさ密度

Purity	99%	96%	92%
Bulk density ρ (g/cm ³)	3.80	3.70	3.58
Young's modulus E (GPa)	359	324	285
Poisson's ratio ν	0.220	0.216	0.222
$E/(1+\nu)$ (GPa)	294	266	233

一方、各純度粉末から焼成した試験片の機械的弾性定数を測定するために、試験片にひずみゲージを貼り 4 点曲げ試験を行い、ヤング率およびポアソン比を求めた。各純度の試験片のかさ密度および機械的弾性定数の測定結果を表 2-1 に示す。粉末の純度の低下とともにかさ密度が小さくなり、またヤング率も低下するが、ポアソン比はあまり変わらない。

2.3.2 X 線回折条件および X 線的弾性定数の測定

本実験に使用した焼結アルミナの回折は Fe-K α 線による 2.1.10 回折、Cu-K α 線による 1 4 6 回折の 2 種類である。X 線応力測定は sin² ψ 法を用いた。回折角 2θ の決定方法は、2.1.10 回折、1 4 6 回折とも半価幅法を用いた。また、測定し

表 2-2 X 線応力測定のための X 線条件

Method	Parallel beam method	
	Fe-K α	Cu-K α
Characteristic X-ray	Fe-K α	Cu-K α
Diffraction plane	2.1.10	1 4 6
Diffraction angle	152.34 deg	136.36 deg
Filter	Mn	Ni
Tube voltage	30 kV	
Tube current	10 mA	
Divergent angle	0.46 deg	
Irradiated area	4 × 8 mm ² , rectangle	
Scanning speed	1 deg/min	
Time constant	16 sec	

た測定したX線入射角 ψ_0 は, Fe-K α 線による 2.1.10 回折の場合は $-10^\circ \sim 35^\circ$, Cu-K α 線による 1 4 6 回折の場合は $-10^\circ \sim 25^\circ$ までの範囲をそれぞれ 5° 間隔で設定してX線回折の測定を行った。

表 2-2 に X 線回折条件を示す。X 線回折プロファイルの計測には X 線応力測定装置 (島津, SMX-50) を使用した。スリット系は平行ビーム法, 応力測定は並傾法で行った。試験片に既知の機械的ひずみを与え, そのもとで X 線応力測定を行い, X 線の弾性定数を決定する。なお, 本実験において機械的ひずみは試験片に貼ったひずみゲージにより計測した。この負荷ひずみに表 2-1 に示される機械的ヤング率を乗じて機械的負荷応力 σ_M とした。試験片に負荷ひずみを与えるための 4 点曲げ治具を図 2-5 に示す。内側の負荷部は 2 軸のまわりの回転

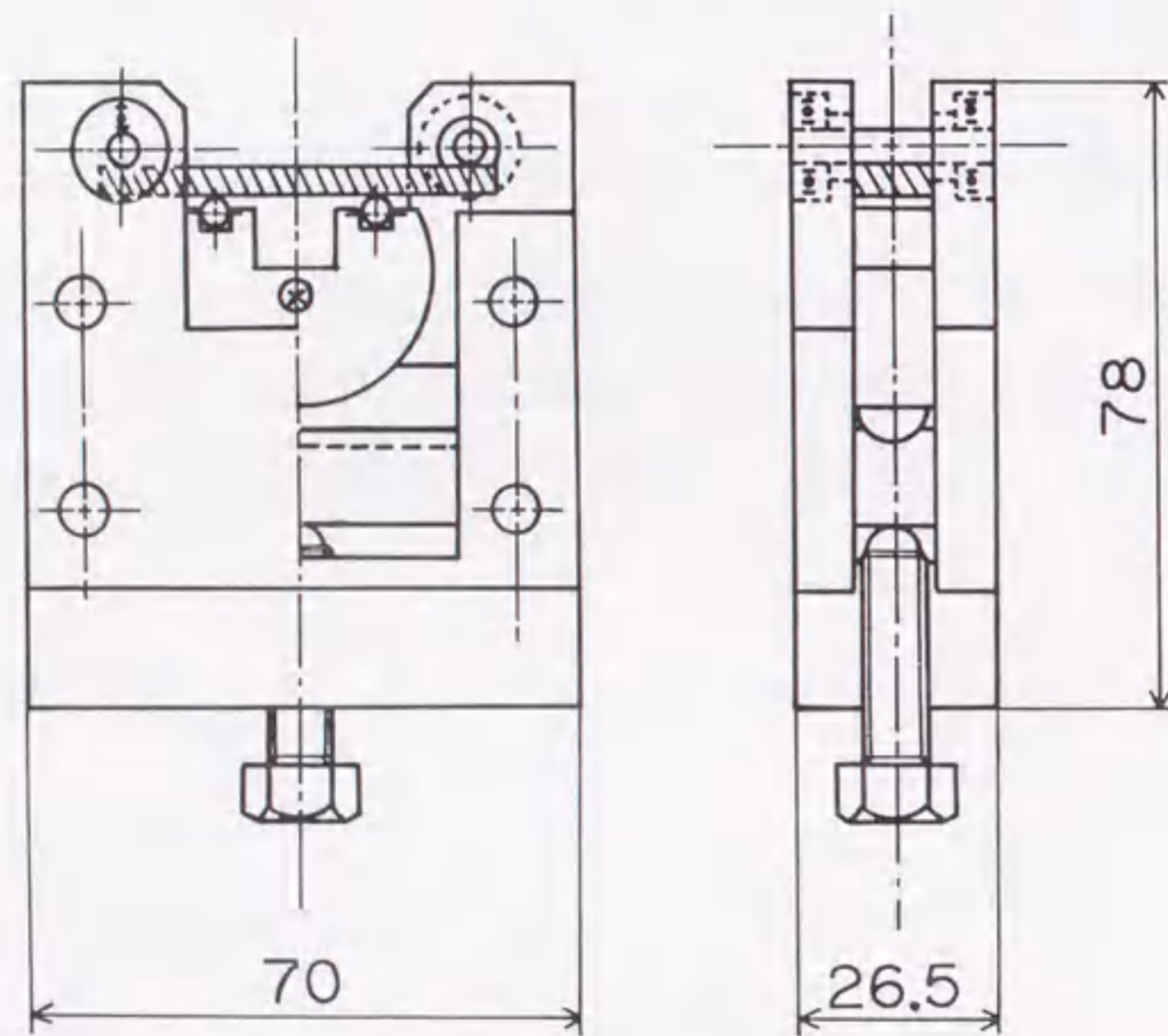


図 2-5 X 線の弾性定数を測定するための負荷治具

を自由にして, 内側ピンの片当りを防いでいる。またピンそのものも回転可能である。一方, 外側ピンはベアリングを介してフレームに固定されており回転

自由とし, 軸荷重のかかるのを防いでいる。試験片に与える負荷ひずみは, 0, 100, 200, 300, 400×10^{-6} の 5 段階とした。回折角 2θ の値は, 負荷ひずみが 0 および 400×10^{-6} では 5 回測定したものの平均値, その他のひずみでは 3 回測定したものの平均値を用いて決定した。

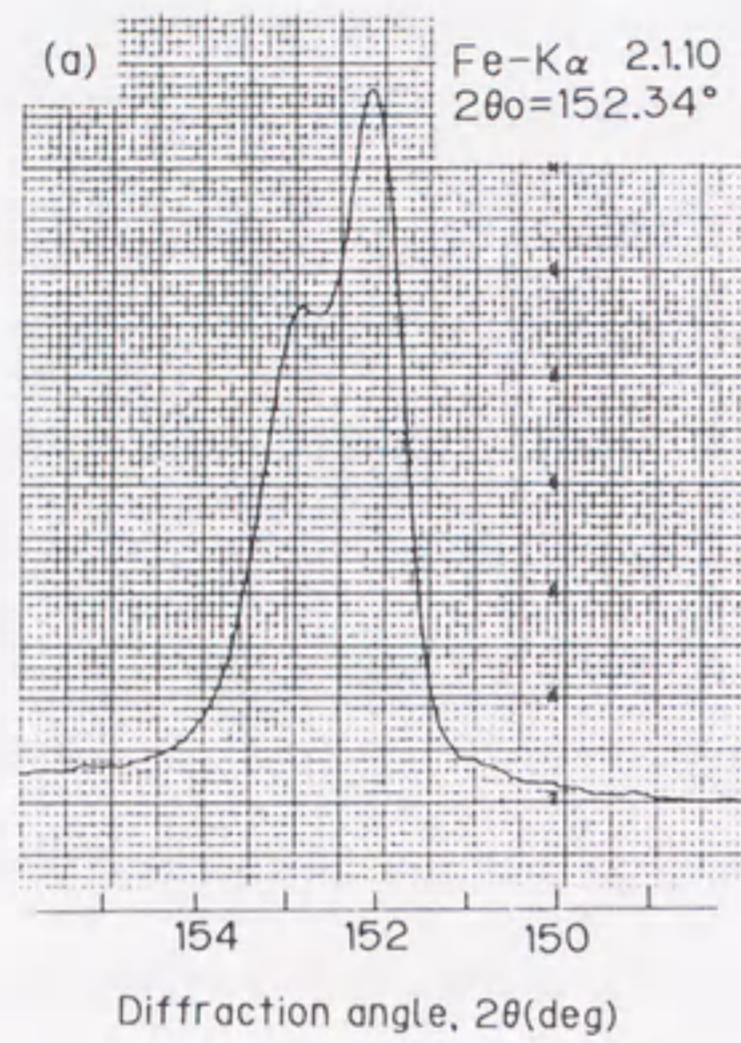
以上の実験方法によって得られた各負荷ひずみにおける $2\theta\text{-}\sin^2\psi$ 線図の傾き M および 2θ 軸切片の値 $2\theta_{\psi=0}$ の値を測定し式 (2-16), (2-17) から X 線の弾性定数が求められる。なお, X 線の弾性定数を求める際に使用したアルミナの無ひずみ状態における回折角 $2\theta_0$ は, 三方晶アルミナの格子定数として JCPDS ファイルのデータ (No.10-173) の値 $a_0 = 0.4758\text{nm}$, $c_0 = 1.2991\text{nm}$ から計算したものをを用いた。Fe-K α 線による 2.1.10 回折の場合の回折角 $2\theta_0$ は 152.34° , Cu-K α 線による 1 4 6 回折の場合は 136.36° となる。

2.4 実験結果および考察

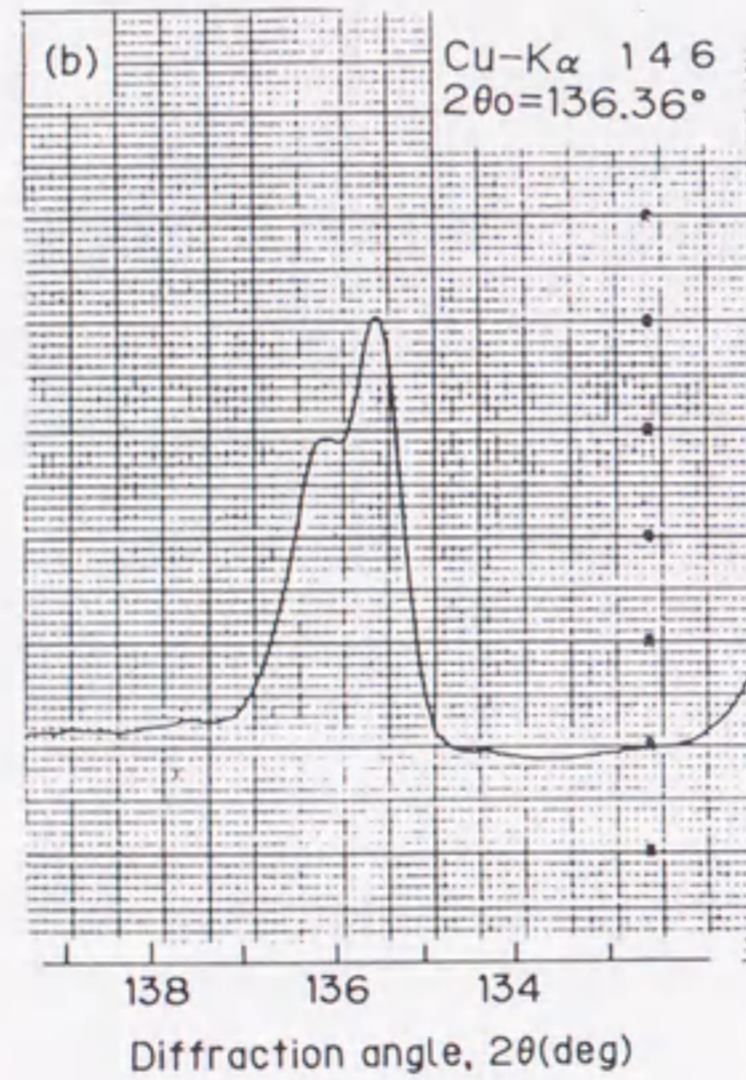
2.4.1 X 線の弾性定数の決定

図 2-6 (a) に 96% 純度の粉末から得られたアルミナの Fe-K α 線による 2.1.10 回折のプロファイルを, 図 2-6 (b) に Cu-K α 線による 1 4 6 回折のプロファイルをそれぞれ示す。これらの回折線プロファイルの横軸の角度は実測値を示しており, 図中の $2\theta_0$ は前述のように計算で求められたものである。両回折とも孤立ピークであるが, 2.1.10 回折のほうが 1 4 6 回折に比べて回折強度が大きく, かつバックグラウンドも明瞭で, ピーク位置の決定がより正確に行える。また, 図 2-7 (a), (b) に示されるように, 回折角 2θ の位置についても 2.1.10 回折は 1 4 6 回折より高回折角側にある。なお, 同一回折での各純度における回折強度を比較すると, 純度の高い粉末より焼結された試験片のほうがより強い回折強度が得られた。

図 2-7 に純度 96% の粉末から焼結されたアルミナ試験片における 2.1.10 回折の $2\theta\text{-}\sin^2\psi$ 線図を示す。各負荷ひずみで, 2θ と $\sin^2\psi$ の間には直線関係が成立



(a) Fe-K α による 2.110 回折



(b) Cu-K α による 146 回折

図 2-6 アルミナの回折プロフィール

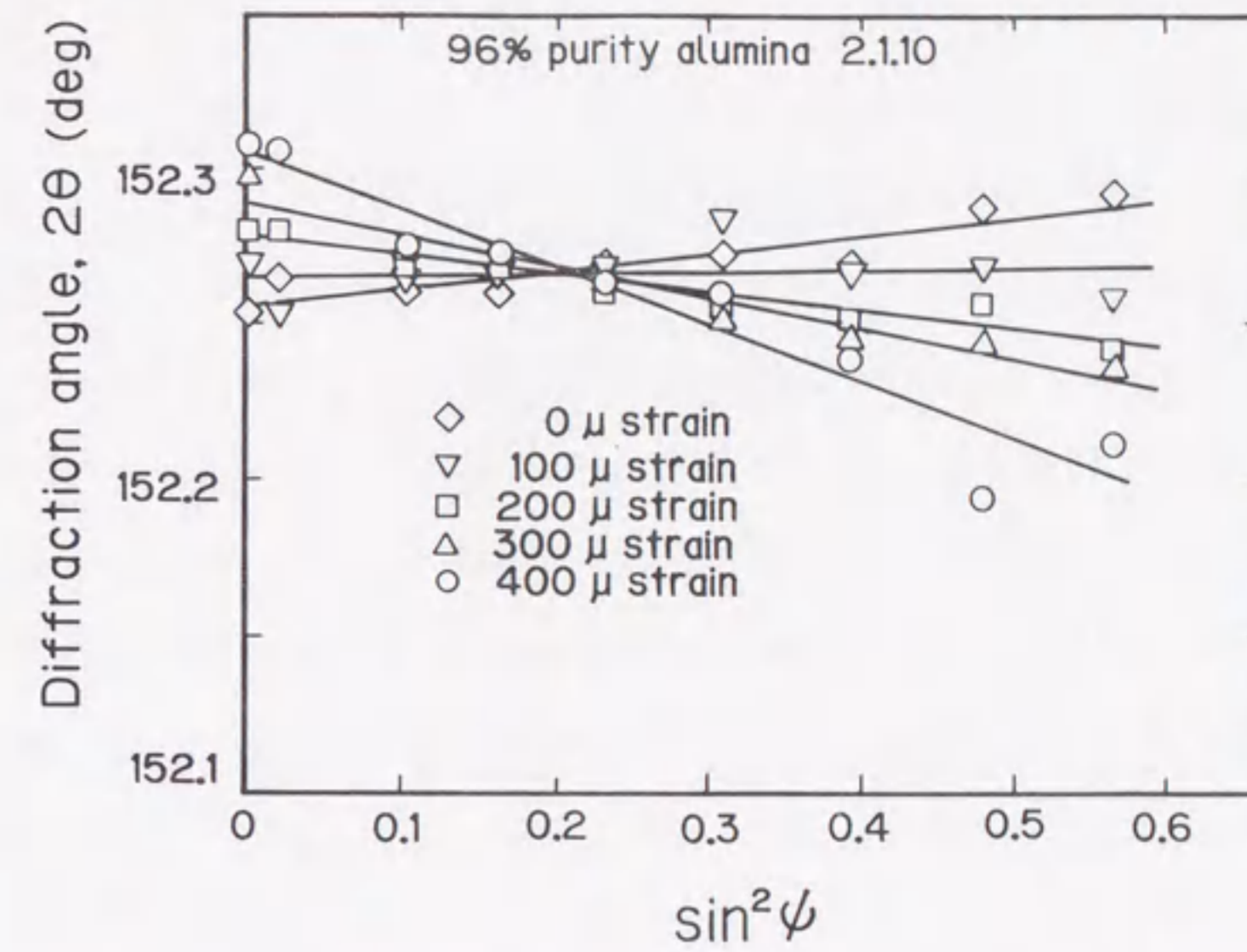


図 2-7 2.110 回折の 2θ - $\sin^2\psi$ 線図

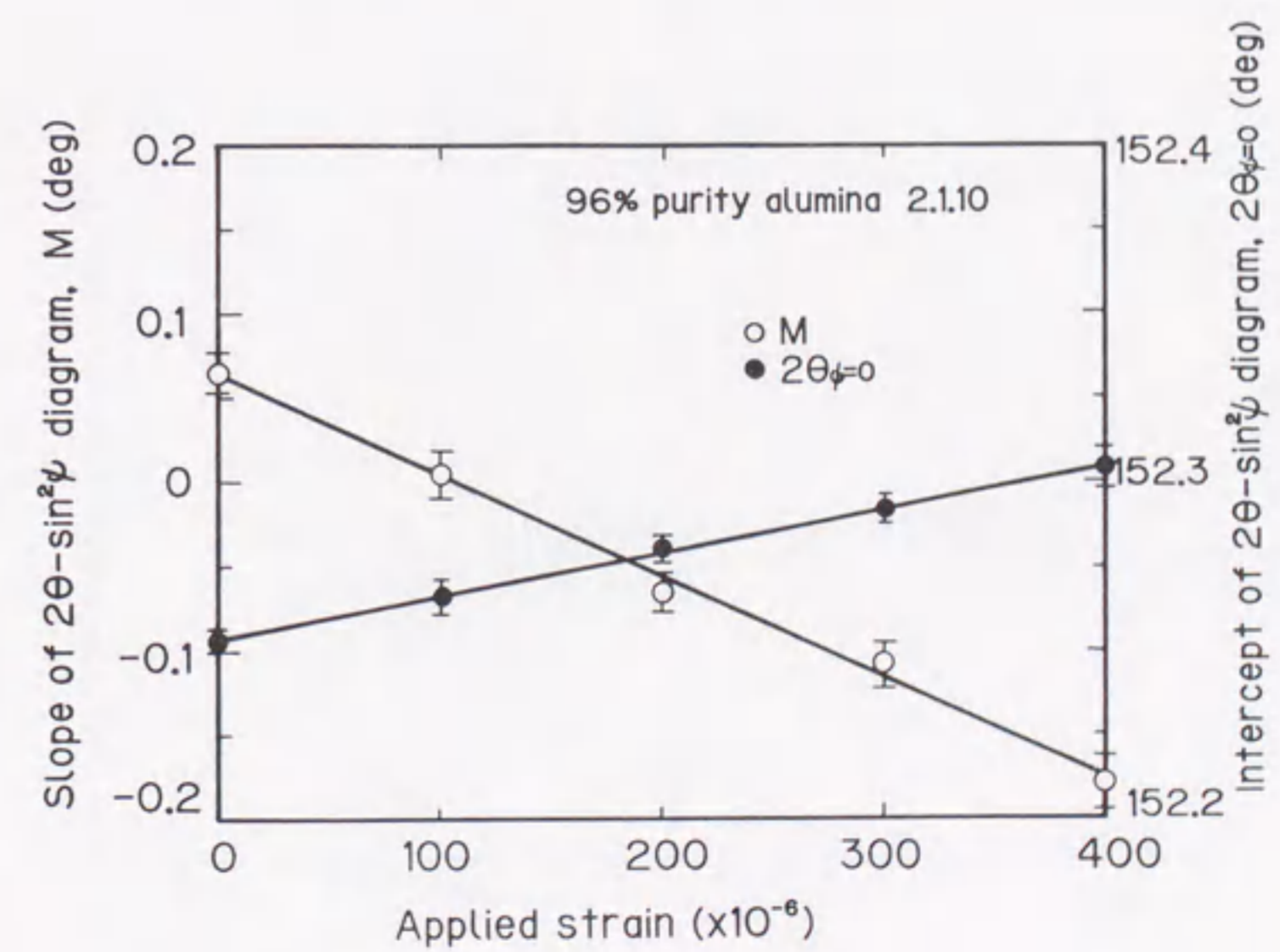


図 2-8 負荷ひずみに伴う傾き M および縦軸切片 $2\theta_{\psi=0}$ の変化

し、最小二乗法を用いて回帰直線を求めた。負荷ひずみ 0 における傾き M が正であることから、ラッピング面には圧縮残留応力が存在していることがわかる。

図 2-8 に純度 96% の粉末から焼結されたアルミナの 2.1.10 回折の $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図における傾き M と負荷ひずみの関係を示す。各実験点のプロットには 68.3% 信頼限界を併せて示してある。この図から、傾き M と負荷ひずみには直線近似が成立することがわかる。最小二乗法により直線近似した結果も図中に示す。図 2-8 に併せて、同材料の 2.1.10 回折の $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図の $\psi=0$ における 2θ の値 $2\theta_{\psi=0}$ と負荷ひずみの関係を示す。各実験点のプロットには、68.3% 信頼限界を併せて示してある。同様に最小二乗法により直線近似した結果も図中に示す。このようにして得られた $\partial M/\partial\sigma_M$ と $\partial(2\theta_{\psi=0})/\partial\sigma_M$ とを式 (2-16), (2-17) に代入して $(1+\nu)/E$ と ν/E を定めた。なお、Cu-K α 線による 146 回折の $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図を図 2-9 に示す。図 2-7 の 2.1.10 回折と比較して 146 回折のほうが、データのばらつきがみられる。

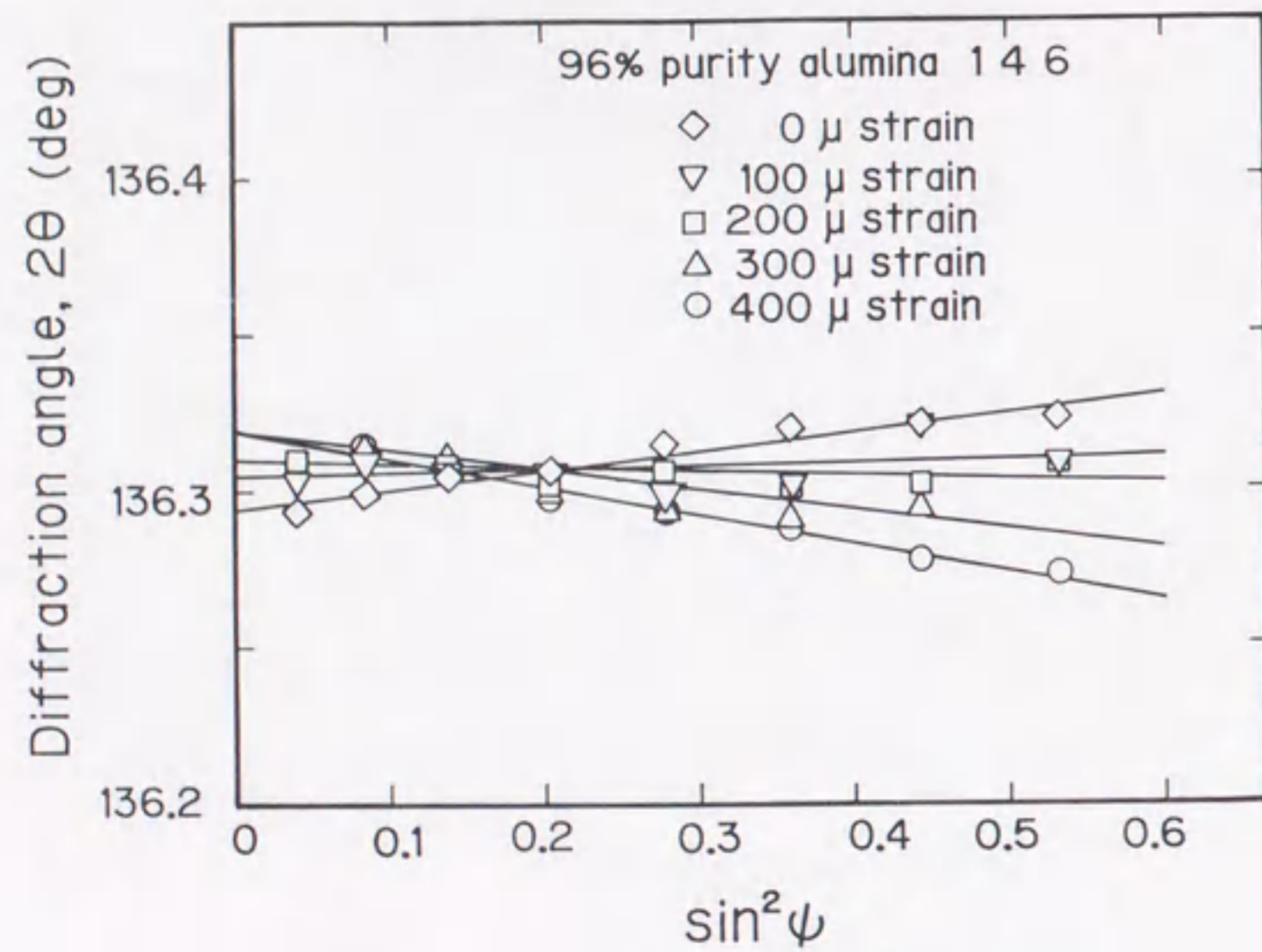


図 2-9 146 回折の $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図

表 2-3 アルミナの X 線の弾性定数の実験値

Diffraction	2.1.10			146		
	99%	96%	92%	99%	96%	92%
Purity						
$(1+\nu)/E$ ($\times 10^{-3}/\text{GPa}$)	3.57 ± 0.342	3.97 ± 0.274	4.75 ± 0.789	3.08 ± 0.136	3.20 ± 0.976	4.16 ± 0.283
ν/E ($\times 10^{-4}/\text{GPa}$)	7.42 ± 1.86	8.44 ± 0.259	6.86 ± 1.73	6.82 ± 1.43	4.63 ± 2.08	6.91 ± 1.75
$E/(1+\nu)$ (GPa)	280	252	211	324	312	240
Young's modulus E (GPa)	353	321	246	416	365	288
Poisson's ratio ν	0.262	0.271	0.169	0.284	0.169	0.199
Stress constant S (MPa/deg)	-601	-541	-453	-1132	-1090	-834

本実験によって得られたX線の弾性定数の結果をまとめて表2-3に示す。表中には $(1+\nu)/E$ と ν/E の測定値の68.3%信頼限界も示した。各純度においてX線の弾性定数 $E/(1+\nu)$ は、2.1.10回折のほうが146回折よりも小さい結果が得られた。 $E/(1+\nu)$ および E の値は純度の低下とともに減少する。一方、 ν/E は $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図の $2\theta_{\psi=0}$ の値と負荷応力の関係から導かれる。それゆえ、 $2\theta_{\psi=0}$ の値は $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図の近似直線の傾きおよび上下の両方の誤差が要因となり、 ν/E の値に影響を及ぼしてくる。それに対して $(1+\nu)/E$ は、 $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図の傾きのみを用いるので ν/E よりばらつきが少ない。

さて、2.1.10回折の応力定数 S は146回折より小さいことおよび回折強度も強く孤立ピークであることを考え合わせると、2.1.10回折はX線応力測定精度の高い特性X線と回折の組み合わせであると結論される。なお、Fe-K α 特性X線はCu-K α 特性X線よりもアルミナへのX線の侵入深さが浅いので、薄い残留応力層の応力測定に対しても有利である。

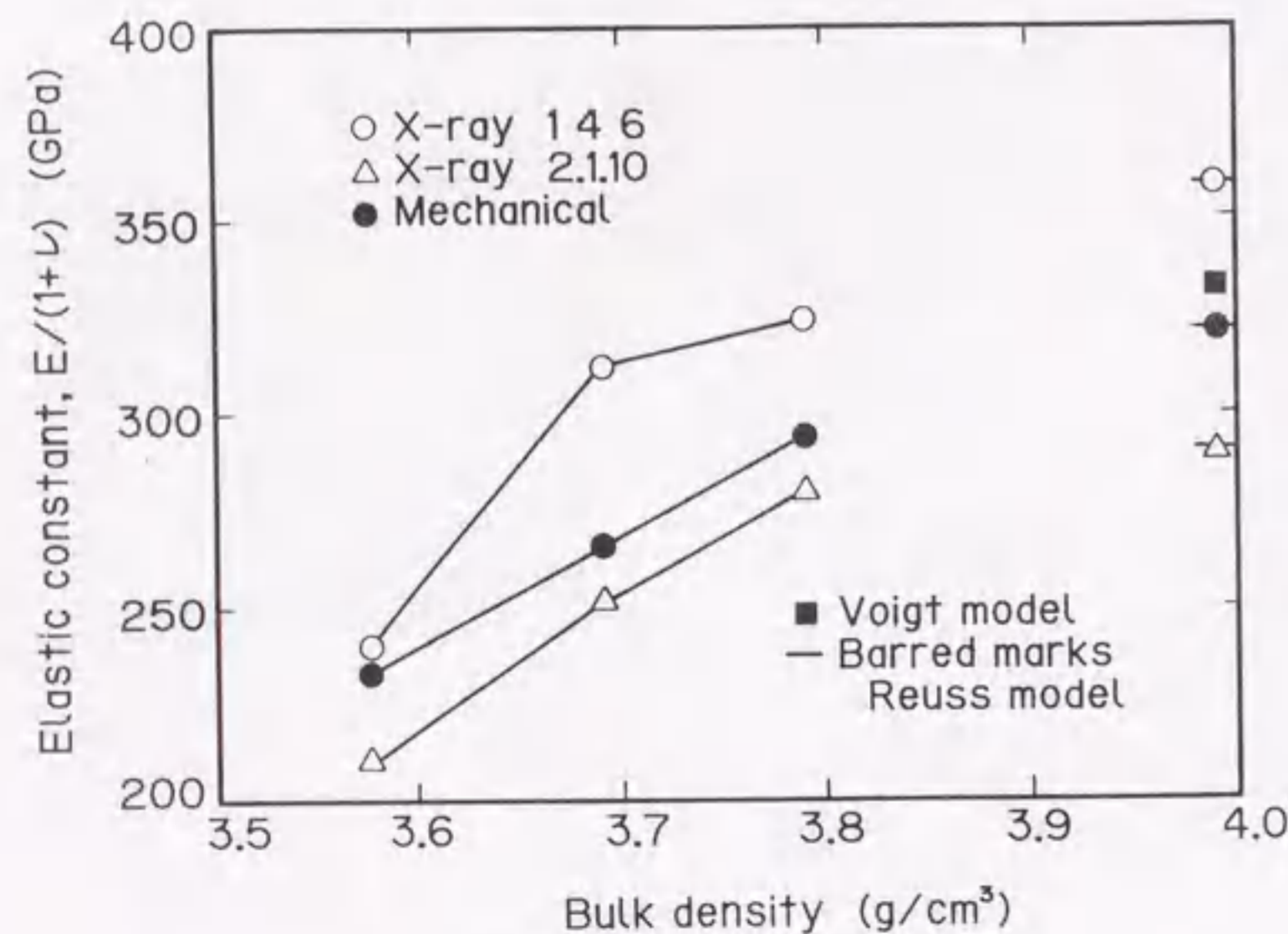


図2-10 かさ密度によるX線の弾性定数 $E/(1+\nu)$ 変化

2.4.2 X線の弾性定数と純度の関係

粉末の純度が焼結アルミナの弾性定数を直接的に左右するのではなく、アルミナ粉末の純度が焼結されるアルミナのかさ密度に影響を及ぼし、その結果、かさ密度が弾性定数に影響を及ぼすものと考えられる。厳密には、焼結アルミナはアルミナ相、ガラス相（不純物）および気孔の3相から構成されている。ここで、各純度の粉末から焼結されたアルミナのかさ密度をパラメータとしてX線の弾性定数の変化について検討する。

表2-1から得られた機械的弾性定数 $E/(1+\nu)$ と表2-3のX線の弾性定数 $E/(1+\nu)$ のかさ密度に対する変化を図2-10に示す。また、後に述べるVoigtモデル、Reussモデルによる弾性定数(理論密度 3.99 g/cm^3)も併せて示す。この図から、かさ密度の減少に伴いX線の弾性定数および機械的弾性定数も、同様に減少していることがわかる。多結晶体として利用される焼結アルミナは、気孔やガラス層が結晶と混在している組織構造を有している。そのため、理論密度をもったアルミナの弾性定数と比較すると、かさ密度が小さく気孔を含む焼結アルミナの場合は、各結晶粒が受け持つ実際の応力が大きくなるために見かけの負荷応力に対応するひずみが大きくなり、その結果として弾性定数が減少する傾向を示す。かさ密度の減少に伴うX線の弾性定数 $E/(1+\nu)$ の低下は、2.1.10回折でも146回折でも同様な傾向にある。

図2-11にかさ密度の変化に伴うX線の弾性定数 E の変化を示す。ここでもかさ密度の減少に対して、X線の弾性定数および機械的弾性定数も同様に減少することがわかる。

以上のことから、焼結アルミナのX線の弾性定数および機械的弾性定数は、気孔などを含むために、理論密度におけるものと異なった値を示す。また、かさ密度の減少に伴う弾性定数の変化は、機械的およびX線的なものも同じ傾向で減少するが、2.1.10回折、146のX線の弾性定数および機械的弾性定数のそれぞれのかさ密度での相対的關係が変わらないことから、かさ密度が変化して

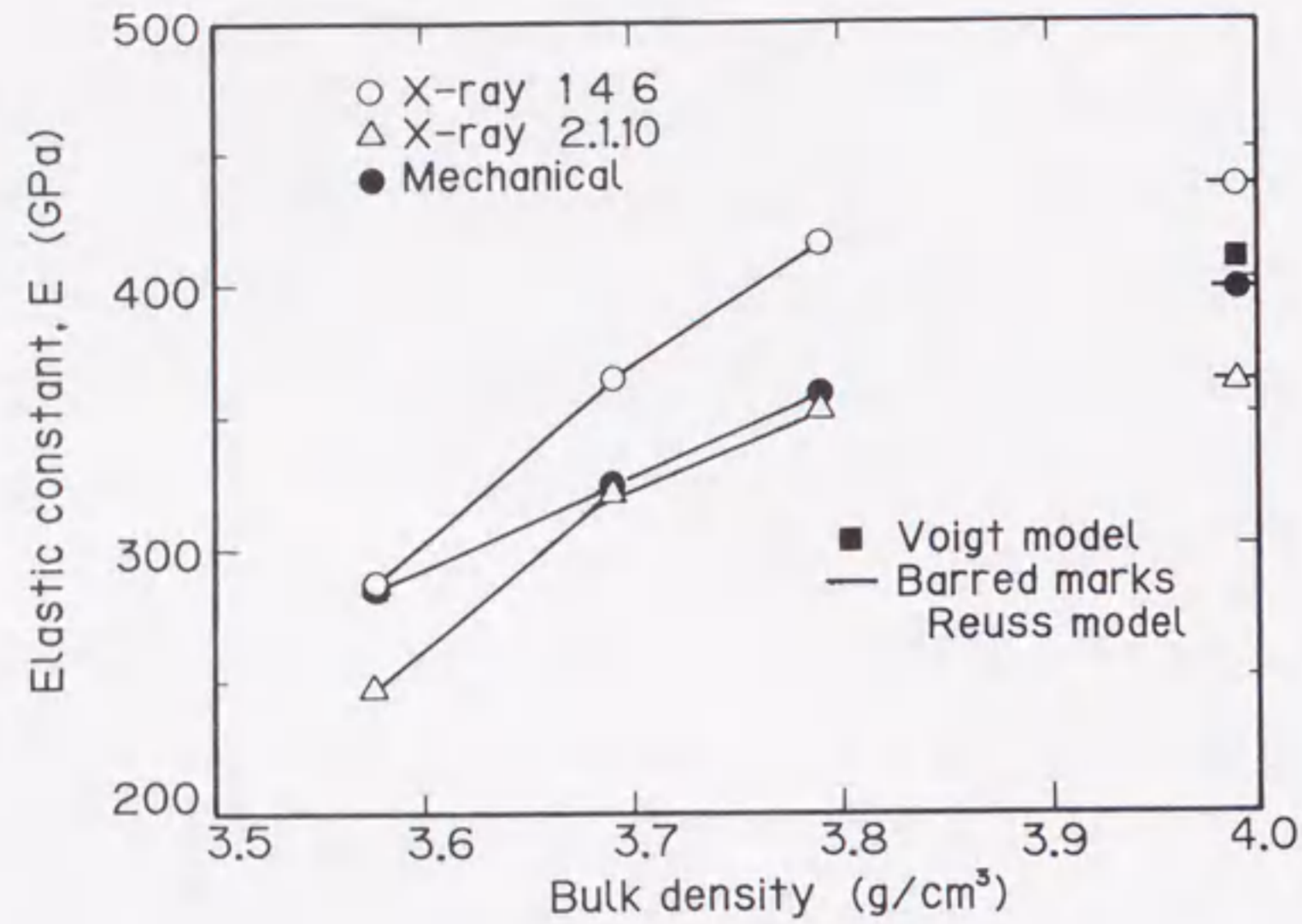


図 2-11 かさ密度による X 線の弾性定数 E 変化

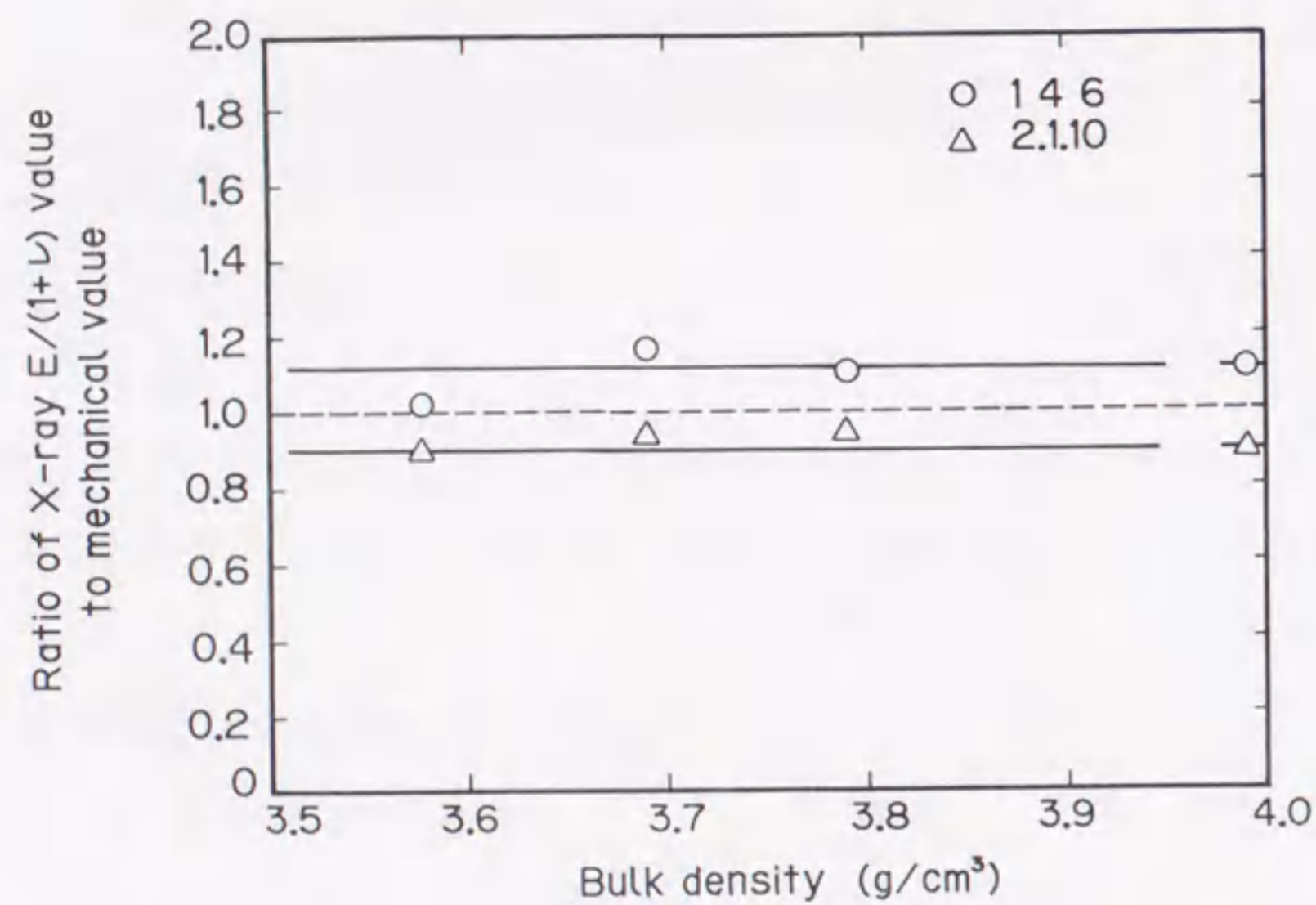


図 2-12 かさ密度にともなう X 線の弾性定数と機械的弾性定数 $E/(1+\nu)$ の比

も回折依存性は保たれている。

2.4.3 X 線の弾性定数の回折依存性と機械的弾性定数の関係

前述の結果から回折により X 線の弾性定数が異なることが示された。これは、結晶の弾性異方性と X 線が特定の方位の結晶を選択的に回折することによる [14]。ここでは、焼結アルミナの X 線の弾性定数の実験結果と理論計算結果を合わせて、回折依存性に対するかさ密度の影響について検討する。

表 2-4 アルミナの理論的弾性定数

	Mechanical value		X-ray value Reuss	
	Voigt	Reuss	2.1.10	146
$E/(1+\nu)$ (GPa)	332	321	290	359
E (GPa)	409	398	363	437
ν	0.232	0.246	0.253	0.217

多結晶体の弾性変形モデルのひずみ一定の Voigt モデル および応力一定の Reuss モデルに対し 2.1.10 回折, 146 回折の X 線の弾性定数および機械的弾性定数を式 (2-18) から式 (2-24) を用いて計算した結果を表 2-4 に示す。アルミナの単結晶の弾性定数は、他の実験で求められた値 [15] を使用した。さて、かさ密度の減少に対する X 線の弾性定数 $E/(1+\nu)$ および機械的弾性定数の変化を図 2-10 に示したが、これをもとにして同一かさ密度での 2.1.10 回折, 146 回折の X 線の弾性定数 $E/(1+\nu)$ に対する機械的弾性定数 $E/(1+\nu)$ の比を図 2-12 に示す。理論密度における値は、Reuss モデルの値について得られた比を用いている。この図より、機械的弾性定数に対する X 線の弾性定数の比は、かさ密度の変化に対してほぼ不変である。すなわち、かさ密度の減少に伴い X 線の弾性定数および機械的弾性定数は減少するが、X 線の弾性定数の回折依存性はそのまま保たれている。

このことを明確に表示するために、アルミナの結晶格子の c 軸を縦軸として、

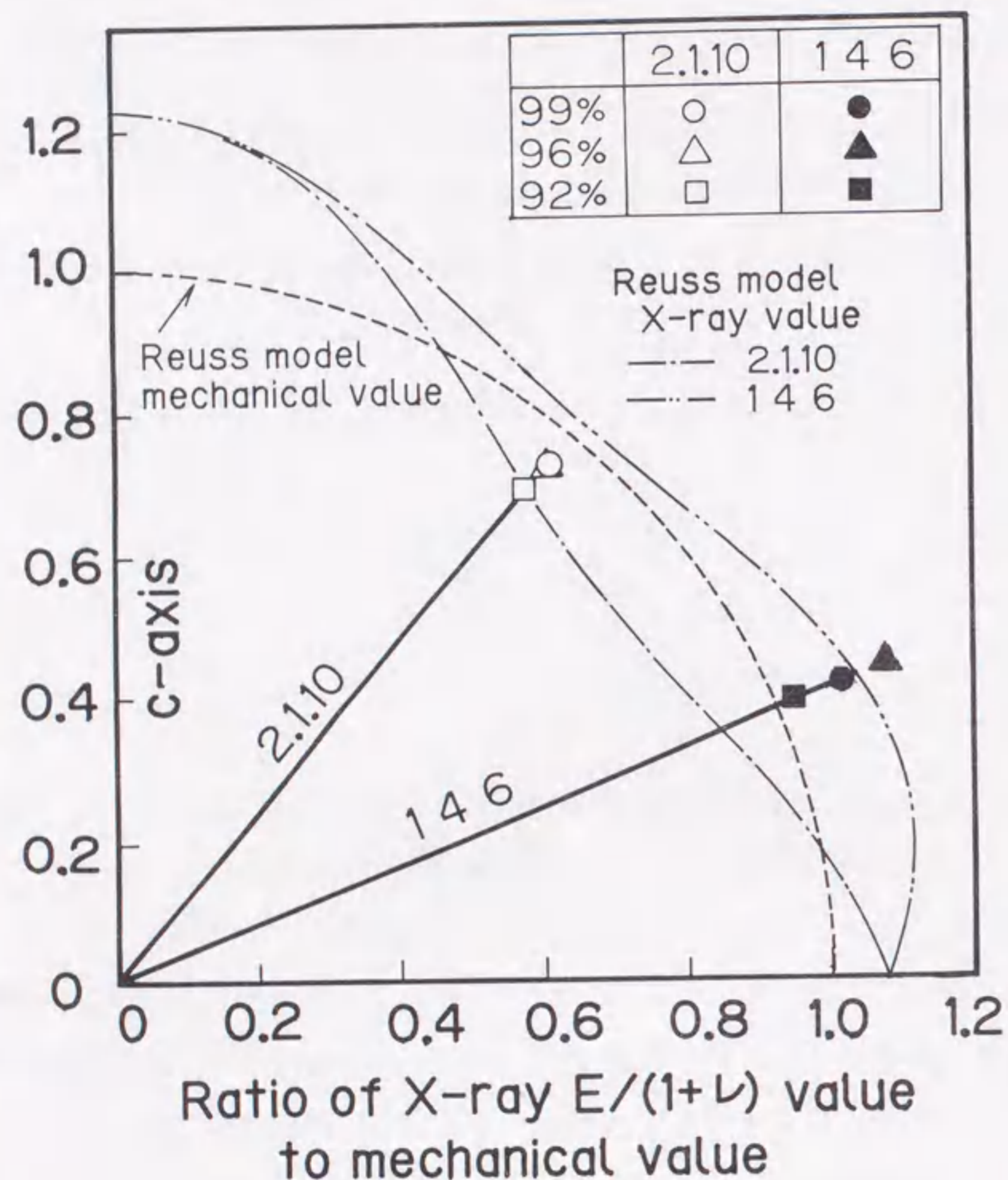


図 2-13 X 線の弾性定数 $E/(1+\nu)$ の回折依存性

Reuss モデルによる X 線の弾性定数 $E/(1+\nu)$ の値と Reuss モデルによる機械的弾性定数の比を動径長とし、c 軸とその回折の法線とのなす角を縦軸から時計方向回りに極座標表示してまとめた図を図 2-13 に示す。この図には、実験によって得られた各かさ密度での 2.1.10, 146 回折の X 線の弾性定数と機械的弾性定数の比についても同様に示した。この図において、Reuss による X 線の弾性定数の機械的弾性定数に対する比はかさ密度に依存しない。また、2.1.10 回折は弾性定数の比較的小さい回折であり、146 回折は弾性定数の大きいほうに位置する回折である。このことは、2.1.10 回折が 146 回折に比較して高回折角側にあるだけでなく X 線の弾性定数も小さい回折であり、応力定数の絶対値が小さく、この意味でも X 線の弾性定数に適していることを示している。

以上のことから、種々のかさ密度を持つ焼結アルミナの X 線の弾性定数は、その材料と同じかさ密度の機械的弾性定数を求め、それに Reuss モデルによる X 線の弾性定数と機械的弾性定数との比の計算値を乗ずることにより得られることを意味し、X 線の弾性定数の予測法として有用な結論である。

上記のことを実験式で表すと、X 線の横弾性係数 $G (= E/2(1+\nu))$ をかさ密度 ρ の関数と仮定することにより、任意のかさ密度 ρ における h k l 回折の X 線の横弾性係数 $G_{X(h.k.l)}(\rho)$ は、

$$G_{X(h.k.l)}(\rho) = G_M(\rho) \frac{G_{XR(h.k.l)}}{G_{MR}} \quad (2-25)$$

なる関係で与えられる。ただし、添字の X は X 線の横弾性係数、M は機械的横弾性係数、R は Reuss モデルによる値を意味する。機械的弾性定数の測定は容易であり、さらに気孔率と機械的弾性定数の関係については、多くの実験式や理論式が報告されている [11] [16] [17] ので、これらの結果を用いることも可能である。つまり、Reuss モデルを使って機械的横弾性係数 G_{MR} と応力測定する回折の X 線の横弾性係数 $G_{XR(h.k.l)}$ を計算し、実際に測定したいアルミナの機械的横弾性係数 $G_M(\rho)$ を求めれば、実際の X 線の横弾性係数が簡便に得ることがで

きる。

2.5 結言

(1) 146回折に比較して、2.1.10回折は回折強度が強く、孤立ピーク、高回折角であり、さらに応力定数の絶対値も小さいためにX線応力測定の高い。

(2) 焼結アルミナのX線的弾性定数は、かさ密度の減少に対して機械的弾性定数と同様に減少する。このとき回折によるX線の弾性定数の相対的な比率はかさ密度に依存しない。回折依存性を保ちながら減少する。また、X線の弾性定数は、機械的弾性定数と同様に密度の減少に対して減少する。

(3) ReussモデルによるX線の弾性定数と機械的弾性定数との比の計算値をそのかさ密度での機械的弾性定数の測定値に乗ずることから、任意のかさ密度でのX線の弾性定数が求められる。

参考文献

- [1] F. F. Lange, M. R. James, and D. J. Green, Determination of Residual Surface Stresses Caused by Grinding in Polycrystalline Al_2O_3 , *J. Amer. Ceram. Soc.*, **66**, pp.C16-C17 (1983).
- [2] 田中啓介, 松井英治, 秋庭義明, 焼結アルミナのX線応力測定, *材料*, **35**-394, pp.749-754 (1986).
- [3] 田中啓介, 松井英治, 秋庭義明, 吉岡靖夫, シンクロトン放射光によるセラミックスのX線応力測定, *日本機械学会論文集 (A編)*, **53**-491, pp.1267-1272 (1987).
- [4] 田中啓介, 松井英治, 栗村隆之, 秋庭義明, 焼結アルミナのX線の弾性定

数, *材料*, **36**-407, pp.792-798 (1987).

- [5] C. O. Ruud and C. P. Gazzara, Residual Stress Measurements in Alumina and Silicon Carbide, *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**-2, pp.C67-C68 (1985).
- [6] 英崇夫, 藤原晴夫, 藤本芳樹, ホットプレスした Si_3N_4 セラミックスの研削加工層の残留応力とその熱的安定性, *材料*, **37**-413, pp.204-209 (1988).
- [7] 岸本秀弘, 上野明, 河本洋, 近藤真司, 常圧焼結 Si_3N_4 のX線による残留応力測定, *材料*, **36**-407, pp.810-816 (1987).
- [8] 田中啓介, 栗村隆之, 松井英治, 秋庭義明, 常圧焼結窒化ケイ素のX線残留応力測定, *材料*, **36**-407, pp.817-822 (1987).
- [9] W. Grellner, K. A. Schwetz, W. Pfeiffer, and R. Prümmer, Investigations of Residual Stresses in Ceramic Components, *Residual Stresses in Science and Technology*, Ed. by E. Macherauch and V. Hauk, pp.531-537 (1987), Elsevier Applied Science.
- [10] M. R. James, D. J. Green, and F. F. Lange, Determination of Residual Stresses in Transformation-Toughened Ceramics, *Adv. X-Ray Analysis*, **27**, pp.221-228 (1983).
- [11] R. M. Spriggs, Expression for Effect of Porosity on Elastic Modulus of Polycrystalline Refractory Materials, Particularly Aluminum Oxide, *J. Amer. Ceram. Soc.*, **44**-11, pp.628-629 (1961).
- [12] A. Reuss, Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle, *Zeit. ang. Math. Mech.*, **9**-1, pp.49-58 (1929).
- [13] W. Voigt, "Lehrbuch der Kristallphysik", pp.962-964 (1928), Teubner, Berlin.
- [14] 日本材料学会編, "X線応力測定法", p.129 (1981), 養賢堂.

- [15] J. B. Watchman, Jr., W. E. Tefft, D. G. Lam, Jr., and R. P. Stinchfield, Elastic Constants of Synthetic Single Crystal Corundum at Room Temperature, J. Res. Nat. Bur. Stand., **64A**-3, pp.213-228 (1960).
- [16] D. P. H. Hasselman, On the Porosity Dependence of the Elastic Moduli of Polycrystalline Refractory Materials, J. Amer. Ceram. Soci., **45**-9, pp.452-453 (1962).
- [17] W. A. Fate, High-Temperature Elastic Moduli of Polycrystalline Silicon Nitride, J. Appl. Phys., **46**-6, pp.2375-2377 (1975).

第3章

ジルコニアのX線残留応力測定

3.1 緒言

セラミックスあるいはセラミックス被覆材や接合材などに存在する残留応力の把握は、材料強度の評価の上で不可欠のものと考えられ、この非破壊的測定法としてX線応力測定法が使用されている[1]-[10]。前章では焼結アルミナに関して検討したが、その他に常圧焼結窒化ケイ素[8]-[9]、炭化ケイ素[10]のX線的弾性定数を決定されており、また機械的加工面などのX線残留応力測定が行われている。一方、部分安定化ジルコニアはGarvieら[11]によって、研削加工による正方晶から単斜晶への加工誘起マルテンサイト変態が報告されており、残留応力は変態量に影響される。ジルコニアのX線残留応力測定は佐藤ら[3]によってCr-K α 線を使用した結果が報告されているが、X線的弾性定数の検討は十分ではない。一方、Jamesら[1]はアルミナとジルコニアの複合材の研削残留応力測定をアルミナ相に対して行っているが、ジルコニア相については測定していない。セラミックスは研削加工により仕上げられることが多く、加えて部分安定化ジルコニアは研削により変態を生じるために、研削された部分安定化ジルコニアのX線応力測定法を確立することは重要な課題である。

本章では、2.5mol%イットリア(Y₂O₃)を添加した部分安定化正方晶ジルコニア(Y-TZP: Yttria-tetragonal zirconia polycrystal)の常圧焼結(PLS: Pressureless sintered)材、および3mol% Y₂O₃を添加したY-TZPの熱間静水圧焼結(HIP: Hot isostatic pressed)材を使用した。平均結晶粒径はいずれも0.5 μ mである。特性X

線として Cr-K α 線と Cu-K α 線を用い、回折としては前者では正方晶ジルコニアの 133 回折、後者では 026 回折を採用した。まず実験によってこれら回折の X 線の弾性定数を測定した。ついで、ダイヤモンド砥石 200 番で切込み量をかえて研削加工した 2 種類と 600 番の研削加工面、ラップ仕上げおよびバフ研磨面の計 5 種類の加工面について残留応力を測定した。さらに表面の加工条件の違いによる X 線回折線半価幅と、単斜晶への変態量の変化を検討した。なお、X 線の侵入深さは Cr-K α 線 133 回折で 2~3 μm 、Cu-K α 線 026 回折で 6~10 μm である。

3.2 実験方法

3.2.1 材料および試験片

実験材料は、2.5mol%の Y₂O₃ を含むジルコニアの常圧焼結 (PLS) 材および 3mol%の Y₂O₃ を含むジルコニアの熱間静水圧成形 (HIP) 材である。PLS 材は常温で 98MPa にて成形後 1500°C、2h で焼結し炉冷した。一方、HIP 材は 1400°C で 203MPa の圧力にて 90min 焼結した。かさ密度はそれぞれ 5.96g/cm³ (PLS 材)、6.02g/cm³ (HIP 材) である。試験片は PLS 材では幅 9.5mm、高さ 4.9mm の長方形断面を持つ長さ 71mm の角材、HIP 材では幅 8.0mm、高さ 2.9mm の長方形断面を持つ長さ 55mm の同じく角材である。機械的ヤング率は、PLS 材では 198GPa、HIP 材では 214GPa で、ポアソン比はそれぞれ 0.28 および 0.31 であった。

PLS 材についてはラップ仕上げを施したが、そのときの中心線平均粗さは $R_a = 0.11\mu\text{m}$ であった。一方、HIP 材は表 3-1 に示す各種の条件で研削加工した。砥石周速度は 1800m/min、工作物速度は 18m/min である。研削方式はプランジ研削で上向き研削のみで行った。使用砥石は SDC200N100B および SDC600N75B である。ドレッシングは 200 番砥石用には GC# 200 遊離砥粒で、600 番砥石用には GC# 600 遊離砥粒で行った。研削液はソルブルタイプ JIS W2-1 で毎分 20l に

表 3-1 機械加工条件

Grinding condition	Grinding wheel	Cutting depth Δ (μm)	Normal force	Tangential force	Surface roughness R_a (μm)	
			F_n (N/mm)	F_t (N/mm)	Parallel direction	Perpendicular direction
Heavy ground	# 200	25	8.3	4.3	0.207	0.736
Light ground	# 200	5	2.4	1.2	0.210	0.690
Fine ground	# 600	1	—	—	0.085	0.262

て注液した。切込み量、研削背分量、研削接線力、加工面の中心線平均粗さを表 3-1 にまとめる。さらに HIP 材ではラップ面およびそれをバフ研磨した面の X 線測定を行ったが、それらの中心線平均粗さは、ラップ面で $R_a = 0.015\mu\text{m}$ で、バフ研磨面で $R_a = 0.018\mu\text{m}$ であった。なお、バフ研磨ではダイヤモンドペースト (Struers, DP-B1) を研磨剤として用いた。

3.2.2 X 線応力測定の場合

X 線回線プロファイルの計測には、平行ビーム法の X 線応力測定装置 (島津, SMX-50) を使用した。表 3-2 に X 線観察条件をまとめる。正方晶ジルコニアの格子定数 a_0, c_0 は安定化剤のイットリアの量により変化する。安定化剤の含有量が増えるに従い格子定数 a_0, c_0 の値が等しくなり、立方晶ジルコニア (安定化ジルコニア) となる。そのため、部分安定化ジルコニアの X 線応力測定の場合には、格子定数の測定をしなければならない。本材料については、Cr-K α 線を用いて、正方晶の 200 回折と 400 回折の回折角より決定した。その結果、イットリアを 2.5mol% および 3mol% 添加した正方晶ジルコニアの格子定数として、 $a_0 = 0.510\text{nm}$ 、 $c_0 = 0.519\text{nm}$ を使用した。この値は概ね Scott の測定値 [12] と一致している。

表 3-2 X線応力測定条件

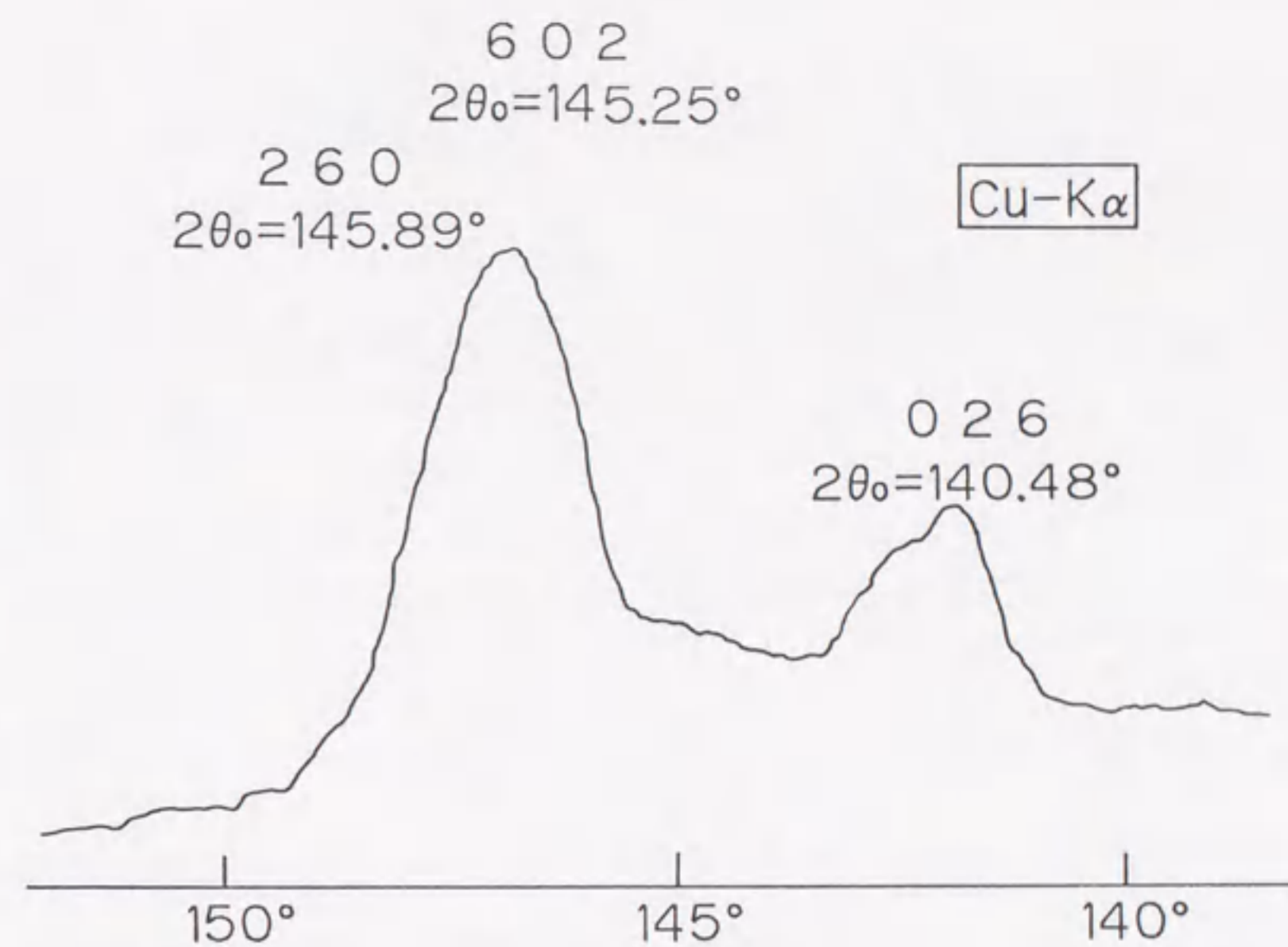
Method	Parallel beam method	
	Characteristic X-ray	Cr-K α
Diffraction	ZrO ₂ 1 3 3	ZrO ₂ 0 2 6
Diffraction angle (deg)	152.35	140.48
Filter	V	Ni
Tube voltage	30 kV	
Tube current	10 mA	
Divergent angle	0.46 deg	
Irradiated area	4 × 8 (HIP), 4 × 9.5 (PLS)	
Scanning speed	1 deg/min	
Time constant	16 sec	

図 3-1 (a) に Cu-K α 線で回折角 2θ を $138^\circ \sim 152^\circ$ の範囲で走査したときの PLS 材ラップ面からのプロフィールを示す。高角度側のピークは強度が強く X 線応力測定に適しているように見えるが、602 回折と 260 回折とが重なっており、測定には適さない。測定には孤立ピークの 026 回折を使用した。なお、回折角 150° 以上には孤立ピークはない。図 3-1 (b) に Cr-K α 線で回折角 2θ を $149^\circ \sim 162^\circ$ の範囲で走査したときの PLS 材のプロフィールを示す。133 回折と (331) 回折の回折ピークの裾が多少重なっているが、X 線応力測定上は問題がないので、回折強度の強い 133 回折を測定した。なお、 160° 以上の高角度側で孤立ピークはない。

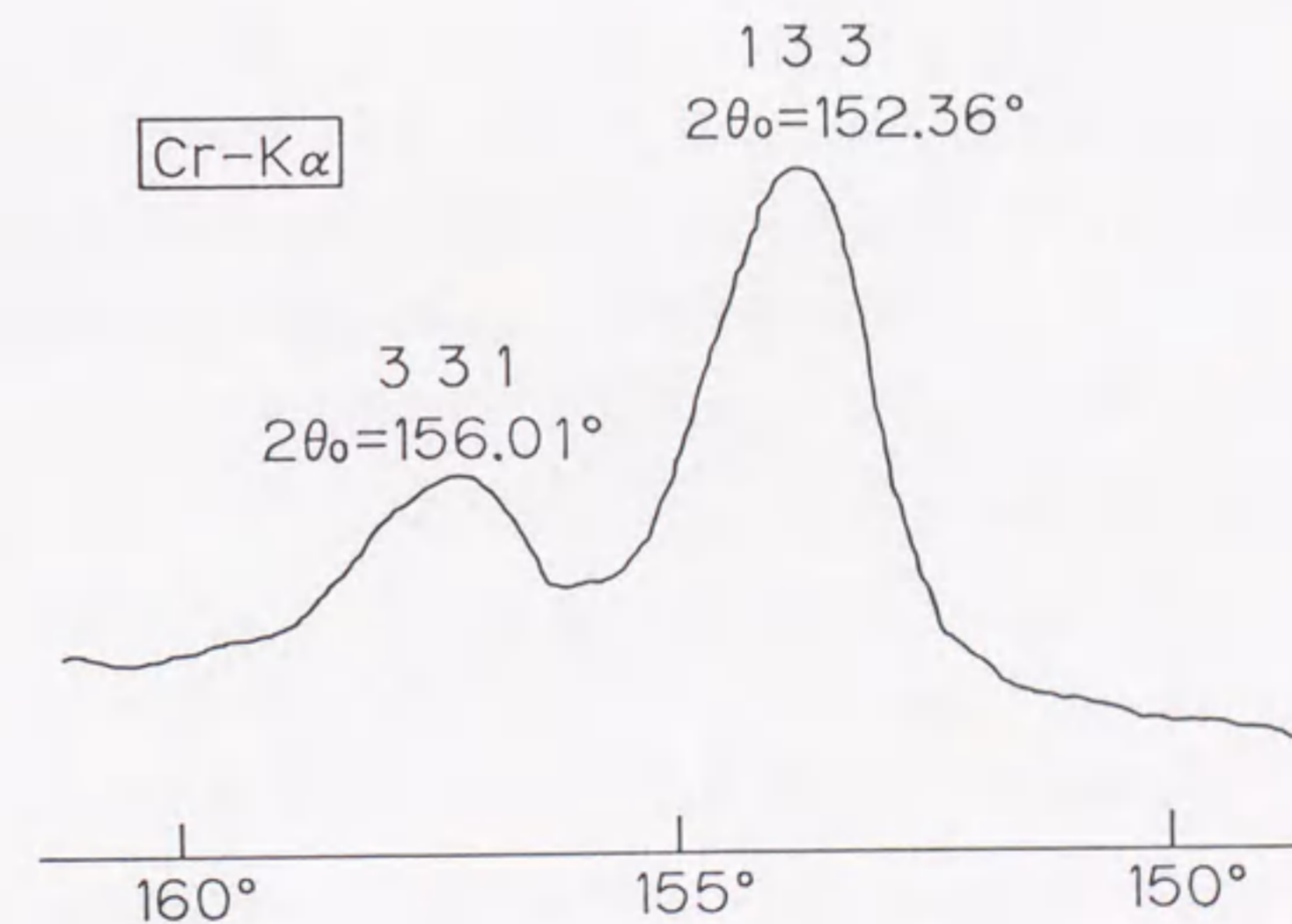
X 線光学系は並傾法で、 $\sin^2\psi$ 法により応力測定を行った。X 線入射角 ψ_0 として 026 回折では $-10^\circ \sim 30^\circ$ の間で 5° 間隔 9 点を、133 回折では $-10^\circ \sim 35^\circ$ の間で 5° 間隔 10 点を基本とした。

3.2.3 X 線的弾性定数の測定

X 線応力定数の測定は前章の焼結アルミナの場合と同様に、既知の応力 σ_M を機械的に加え、そのときの $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の傾き M を求めれば、 $M - \sigma_M$ の



(a) Cu-K α



(b) Cr-K α

図 3-1 部分安定化ジルコニアの回折線プロフィール

直線の傾きを用いて次式より応力定数 S が決定できる [13].

$$S = \frac{1}{(\partial M / \partial \sigma_M)} = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cot \theta_0 \quad (3-1)$$

ついで X 線のコンプライアンス $s_2 = 2(1+\nu)/E$ が求められる.

$$s_2 = \frac{2(1+\nu)}{E} = -\frac{\cot \theta_0}{S} = -\cot \theta_0 \frac{\partial M}{\partial \sigma_M} \quad (3-2)$$

また, $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図の縦軸との交点 $2\theta_{\psi=0}$ の σ_M に対する変化率より, $-s_1 = \nu/E$ が定められる.

$$-s_1 = \frac{\nu}{E} = \frac{\cot \theta_0}{2} \cdot \frac{\partial 2\theta_{\psi=0}}{\partial \sigma_M} \quad (3-3)$$

X 線弾性定数は PLS 材のラップ面および HIP 材のラップ面, 研磨面, 200 番重研削面について求めた. なお, 負荷応力 σ_M は測定したひずみ ε_a に機械的ヤング率を掛けて求めた.

3.2.4 残留応力測定

残留応力測定は, HIP 材で表 3-1 に示した 3 種の条件の研削面とラップ面および研磨面について行った. 研削面については, 研削方向で傾斜角のプラス ψ 側 (砥石進行方向へ ψ 角を傾ける場合) とマイナス ψ 側, およびそれに垂直な方向の測定を行った. 残留応力 σ_R は, 実測した応力定数 S を用い, $2\theta - \sin^2 \psi$ 線図の傾き M より次式で求められる.

$$\sigma_R = S \cdot M \quad (3-4)$$

3.2.5 半価幅および単斜晶量の測定

半価幅の測定には集中ビーム法の X 線ディフラクトメータ (島津, XD-3A) を使用した. 表 3-3 に測定条件をまとめる. HIP 材の 3 種類の研削面とラップ面および研磨面について半価幅を測定した. なお, 研削面では研削に垂直な方向に検出器を走査したときの $\psi = 0^\circ$ に対する半価幅を測定した. 半価幅測定は Cr-K α

表 3-3 半価幅および単斜晶量測定のための X 線条件

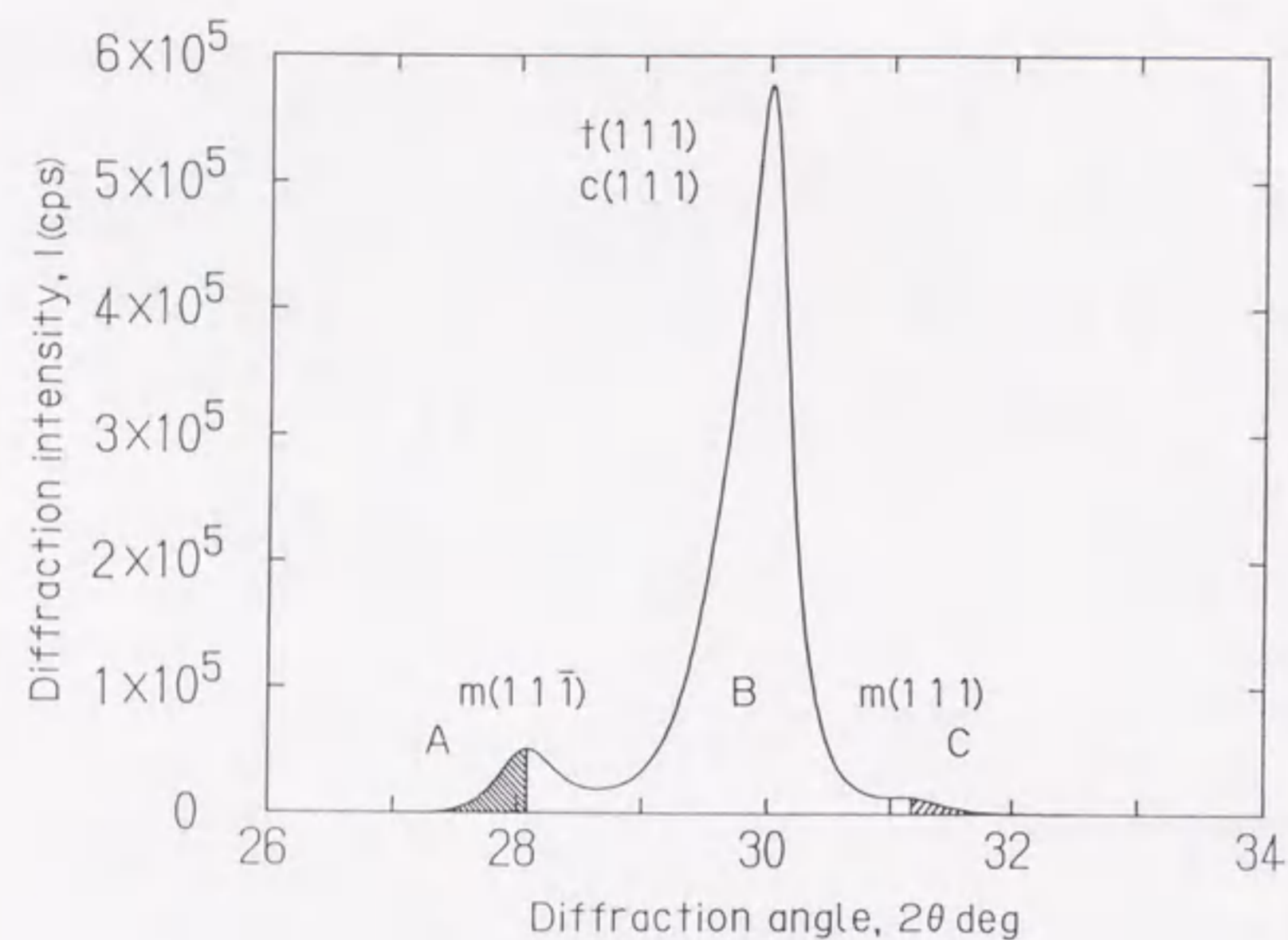
X-Ray parameter	Full width at half maximum	Monoclinic content
Method	Focusing beam method	
Characteristic X-ray Diffraction	Cr-K α t(1 3 3)	Cu-K α t(1 1 1), m(1 1 $\bar{1}$) m(1 1 1), c(1 1 1)
Filter	V	Ni
Tube voltage	30 kV	40 kV
Tube current	40 mA	40 mA
Divergent slit	1.0 deg	1.0 deg
Scattering slit	1.0 deg	1.0 deg
Receiving slit	0.3 mm	0.3 mm
Scanning condition	0.5 deg/min Time constant 10sec	0.01 deg/step Preset time 2sec
Irradiated area	4mm \times 8mm (HIP), 4mm \times 9.5mm (PLS)	

線を用いた 1 3 3 回折について行った. ピーク高さの 1/2 のところでの K α_1 線, K α_2 線二重線の分離はみられないので, そこでの全幅を半価幅とした.

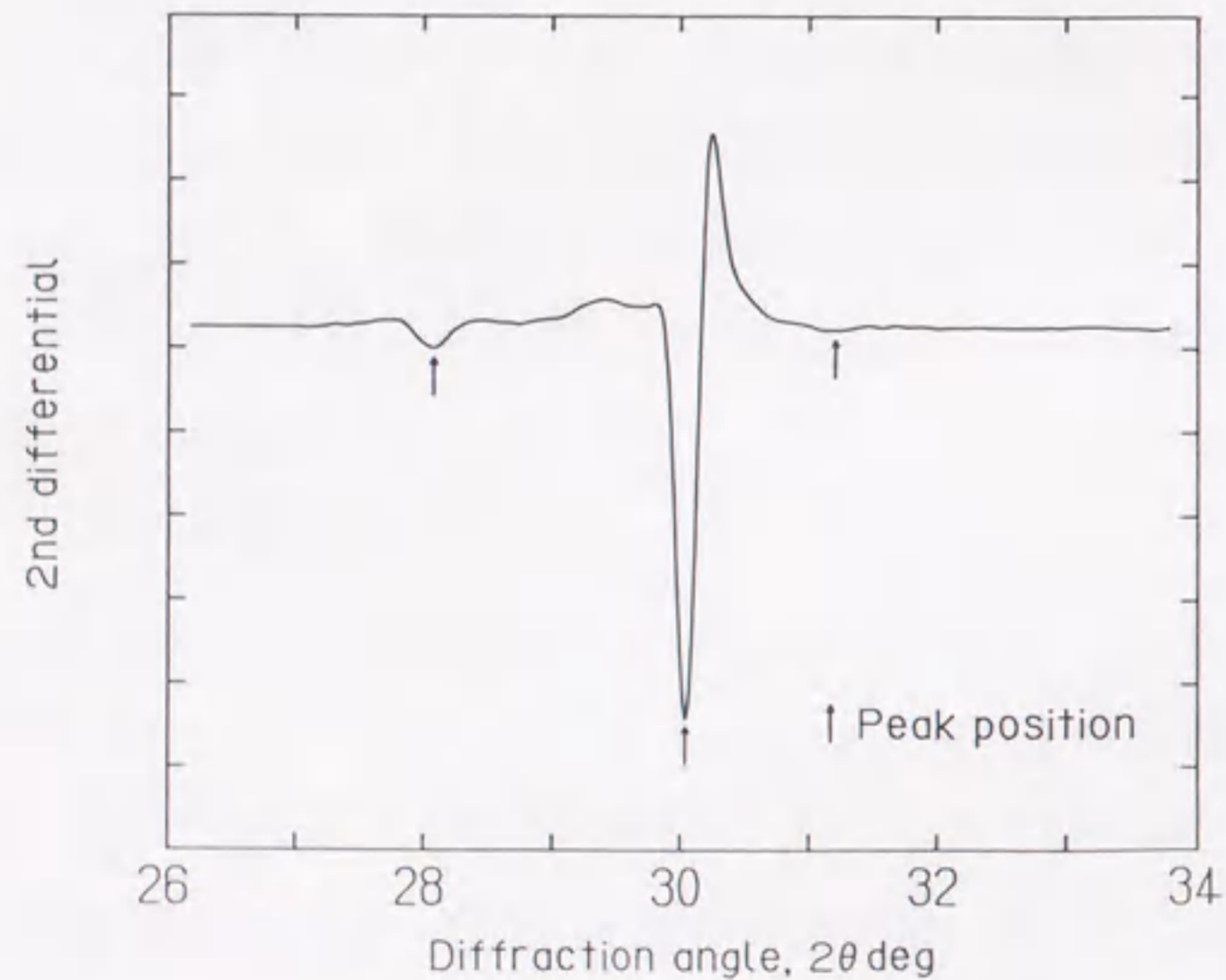
単斜晶量の定量は同じディフラクトメータで, Cu-K α 線を使用し表 3-3 に示す条件で回折角 26° から 34° までをステップスキャンした. Garvie ら [14] に従って単斜晶重量分率を次式で求めた.

$$X_m = \frac{I_{m(1\ 1\ \bar{1})} + I_{m(1\ 1\ 1)}}{I_{m(1\ 1\ \bar{1})} + I_{m(1\ 1\ 1)} + I_{t(1\ 1\ 1)} + I_{c(1\ 1\ 1)}} \quad (3-5)$$

ただし, 式中の $I_{m(1\ 1\ \bar{1})}$, $I_{m(1\ 1\ 1)}$ はそれぞれ単斜晶の (1 1 $\bar{1}$) 回折ピーク, (1 1 1) 回折ピークの積分強度, $I_{t(1\ 1\ 1)}$, $I_{c(1\ 1\ 1)}$ はそれぞれ正方晶, 立方晶の (1 1 1) 回折ピークの積分強度である. なお, PLS 材の立方晶の量は約 20wt% であり, HIP 材では約 4wt% であった. 実際の測定では, 得られた回折強度曲線をローレンツ偏光因子の補正をした後, Savitzky-Golay の方法 [15] で 9 点の 2, 3 次近似曲線による平滑化と 9 点の移動平均法とを交互に 3 回行った. 図 3-2 (a) に平滑化後バックグラウンドを除いた HIP 材 200 番重研削面からの回折プロフィールを示す.



(a) 回折プロフィール



(b) 2階差分

図 3-2 単斜晶量の測定

回折ピーク位置は2階差分の極小値の位置により求めた[16]. 図 3-2 (b) は2階差分値の分布で, 極小値の位置(図中矢印)は Savitzky-Golay の平滑化差分[15]で決定した.

図 3-2 (a) から見てもわかるように, 各回折ピークの裾が重なっているので, 式(3-5)の計算は図 3-2 (a) 中に示した単斜晶の(111)回折のピークより低角度側の面積 A と単斜晶(111)回折のピークより高角度側の面積 C の和を2倍したものを分子としプロファイルの全面積を分母として, 式(3-6)を用いて行った[17].

$$X_m = \frac{2(A+C)}{A+B+C} \quad (3-6)$$

3.3 実験結果および考察

3.3.1 X線の弾性定数

X線の弾性定数の測定にはラップ仕上げ材を用いた. 負荷ひずみ ϵ_a が 0, 400, 800, 1200, 1600 $\times 10^{-6}$ の5段階で, $2\theta - \sin^2\psi$ 線図を求めた. $\epsilon_a=0, 1600 \times 10^{-6}$ では, 5回測定を繰り返し, 各 ψ_0 での5点の測定値の平均を回折角とした. その他の ϵ_a では3回測定し, 同様な平均操作を行った.

図 3-3 では PLS 材の 133 回折の $\epsilon_a=0, 800, 1600 \times 10^{-6}$ での $2\theta - \sin^2\psi$ 線図である. 図中系統的な非直線性は認められず, いずれも最小二乗法によって回帰直線を求めた. 図中の直線がそれで, $\epsilon_a=0$ では右上がり圧縮応力であった直線が, $\epsilon_a=800, 1600 \times 10^{-6}$ と右下がり引張応力となる. これらの直線の傾き M は ϵ_a とともに低下し, 縦軸切片 ($2\theta_{\psi=0}$) は大きくなる. また, これらの直線はほぼ一点で交わっている. M および $2\theta_{\psi=0}$ と ϵ_a との関係それぞれ図 3-4 (a), (b) に示す. 図中の縦棒は $2\theta - \sin^2\psi$ 線図での最小二乗近似の 68.3% 信頼限界を示す. いずれも直線近似が可能で, 最小二乗回帰直線の傾きを式(3-2), (3-3)に代入して求めた $(1+\nu)/E$, ν/E の値とそれらの 68.3% 信頼限界を表 3-4 にまとめる. また, これらから E , ν , S を計算した.

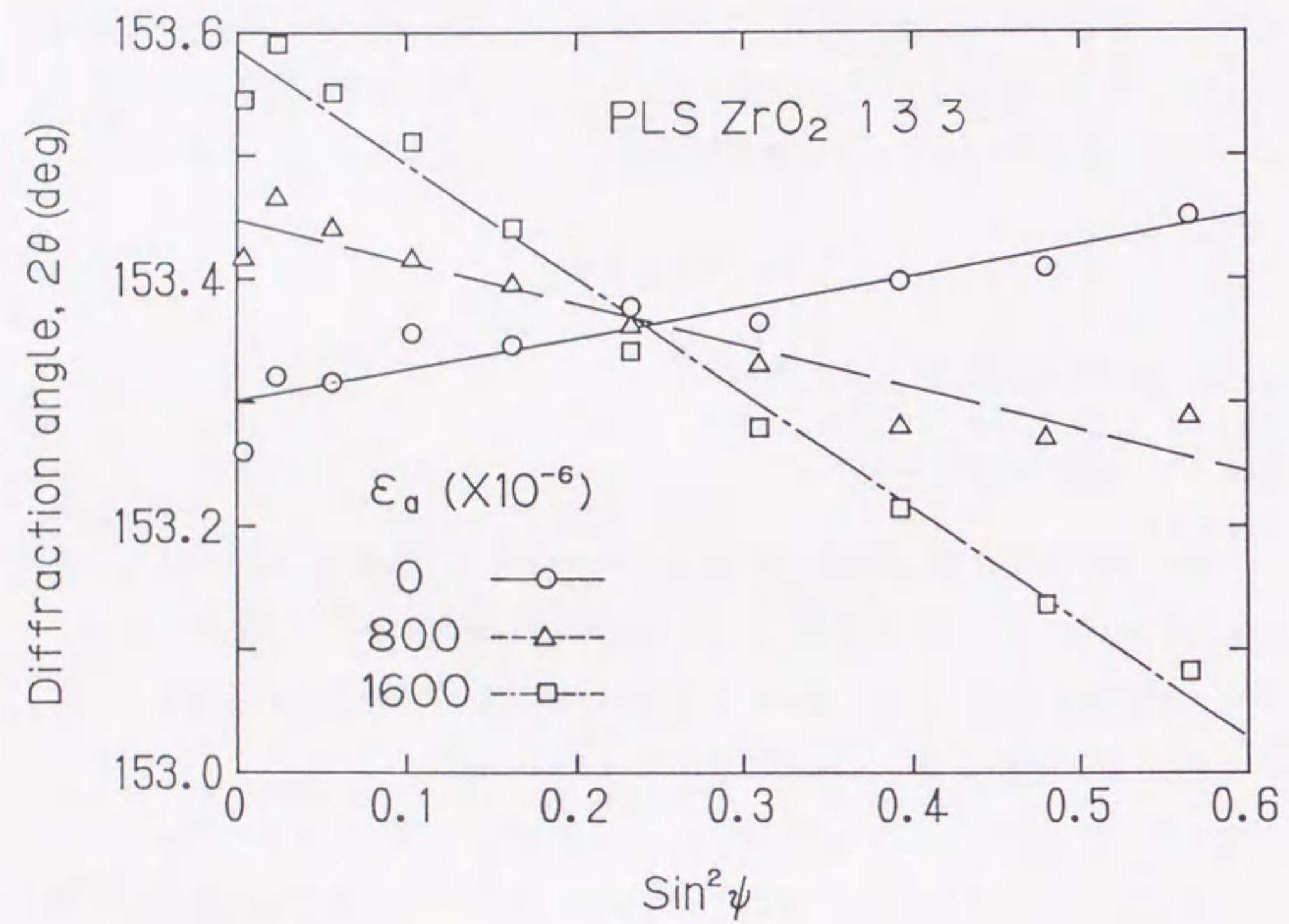
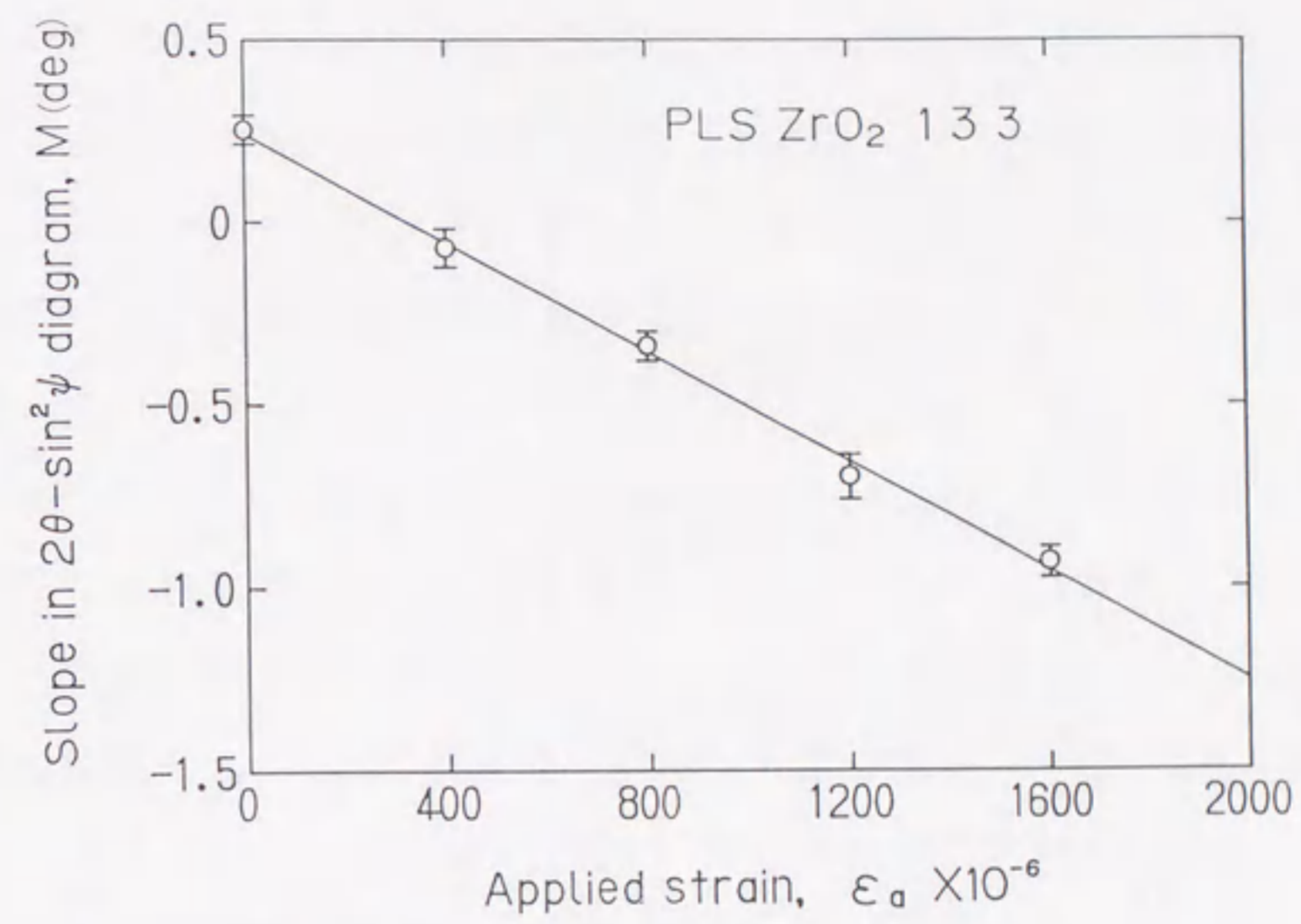
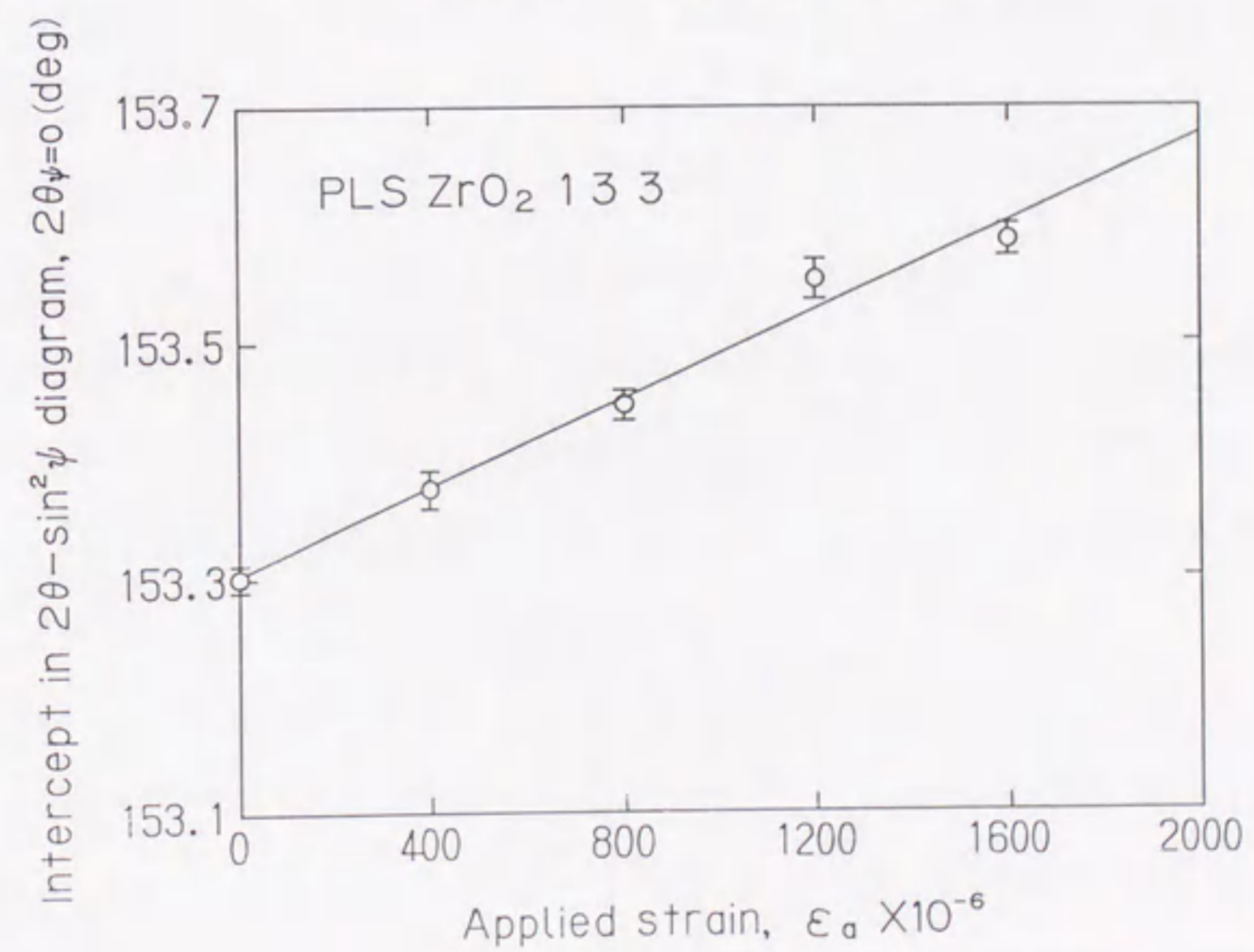


図 3-3 ZrO₂ 133 回折の $2\theta - \sin^2\psi$ 線図 (PLS 材ラップ面)



(a) 傾きと負荷ひずみの関係



(b) 縦軸切片と負荷ひずみの関係

図 3-4: ZrO₂ 133 面の X 線的弾性定数の測定 (PLS 材ラップ面)

表 3-4 ジルコニアの X 線の弾性定数および応力定数

Material condition	Diffraction	X-Ray compliance		X-Ray elastic constant		Stress constant
		$(1+\nu)/E$ ($10^{-3}/\text{GPa}$)	ν/E ($10^{-4}/\text{GPa}$)	$E/(1+\nu)$ (GPa)	E (GPa)	S (MPa/deg)
PLS Lapped	0 2 6	5.72 ± 0.37	8.36 ± 2.13	175	205	-548
PLS Lapped	1 3 3	8.10 ± 0.32	20.25 ± 1.87	124	165	-265
HIP Lapped	0 2 6	5.02 ± 0.76	11.88 ± 2.62	199	261	-625
HIP Lapped	1 3 3	7.76 ± 0.27	18.55 ± 1.06	129	169	-277
HIP Buffered	1 3 3	7.60 ± 0.16	19.05 ± 0.46	132	176	-283
HIP Heavy ground	1 3 3	6.67 ± 0.61	19.62 ± 2.95	150	213	-322

一方、026回折の場合も同様に $2\theta - \sin^2\psi$ 線図は直線近似され、同様にして E, ν, S を求め、その結果も表 3-4 に示す。表において弾性定数 E は 133 回折の方が小さく、応力定数 S の絶対値も 133 回折の方が小さい。さらに 133 回折の方が回折強度が強く測定誤差も小さいことから 026 回折よりも測定に適している。

HIP 材のラップ面についても同様に 026 回折および 133 回折に対して X 線の弾性定数を測定した。この場合も同様に $2\theta - \sin^2\psi$ 線図はほぼ直線近似された。測定結果を表 3-4 にまとめる。ヤング率 E の値および X 線線応力測定 S の絶対値はともに 133 回折の方が小さく PLS 材と同様測定に適する。HIP 材のヤング率 E は PLS 材の値よりもやや大きめであるが大差はない。

機械加工が X 線線の弾性定数に及ぼす影響を検討するためバフ研磨面および 200 番砥石による重研削面に対して測定精度のよい 133 回折の測定を行った。バフ研磨面の $2\theta - \sin^2\psi$ 線図も直線で近似でき、表 3-4 中に示すように、ラップ面の場合より $(1+\nu)/E, \nu/E$ の測定値のばらつきは小さくかつ E, ν, S の値もラップ面とほとんど変わらない。

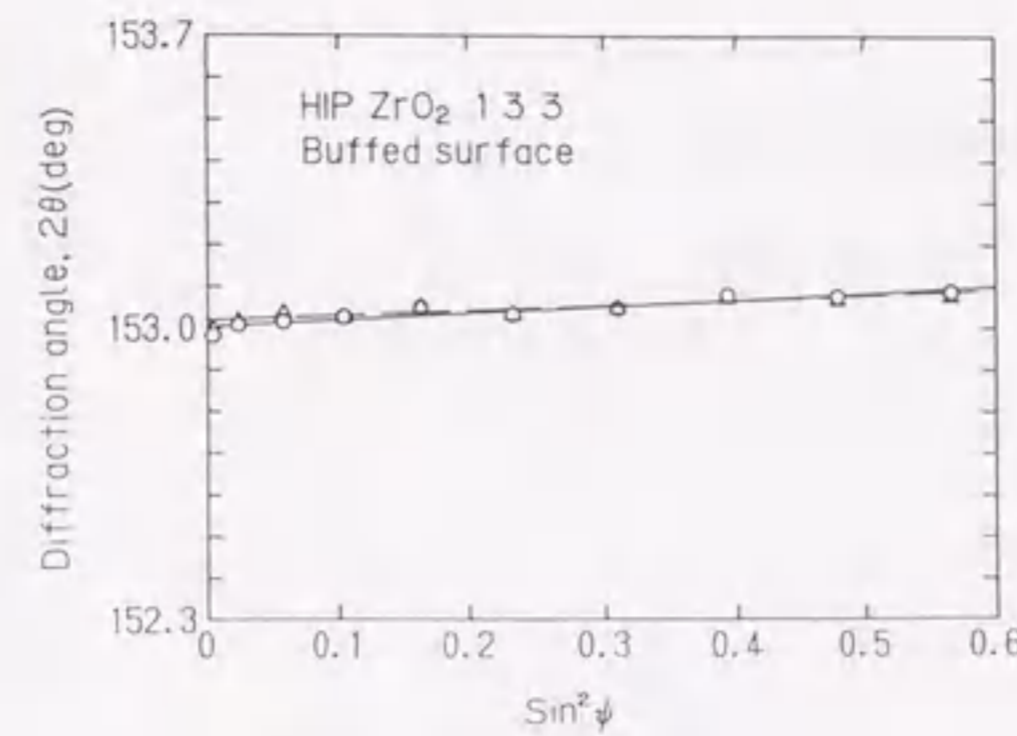
一方、これに対して重研削面では後述のように傾斜角 ψ の方向により $2\theta - \sin^2\psi$ 線図が異なる ψ スプリットが認められているが、ここでは研削加工進行方向側 (プラス ψ 側) を測定し、直線近似した。ばらつきは大きくなるが $M - \varepsilon_a, 2\theta_{\psi=0} - \varepsilon_a$ 関係とも直線近似した。ラップ面や研磨面材の値と比べて $E/(1+\nu), E, \nu, S$ はともに重研削面の方が大きくなっている。後述のように加工面の単斜晶量はバフ研磨面が最も小さく 1.4% 程度で、ラップ面が 6.4%, 200 番重研削面が 8.3% となっており、 $E/(1+\nu), E, \nu$ の変化と単斜晶量とは対応しない。重研削面でこれらの値が大きく測定されたのは、 ψ スプリット現象などに起因する測定誤差によるものと考えられ、詳細については ψ スプリットの厳密な解析が必要であろう。

3.3.2 機械加工面の残留応力測定

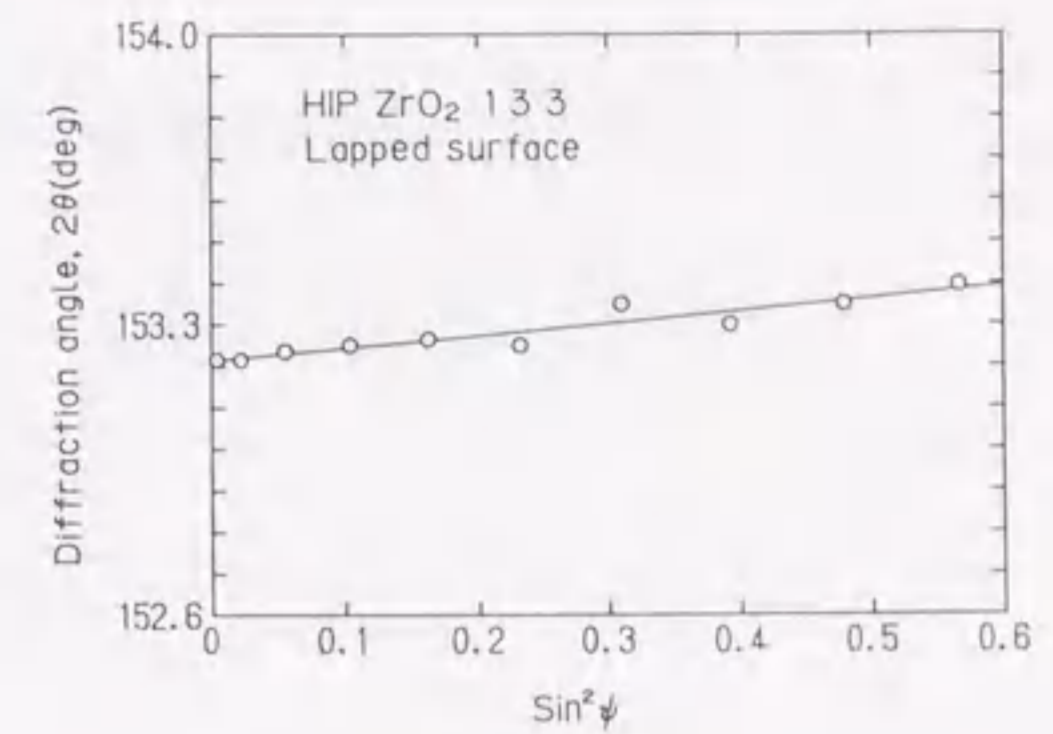
Cr-K α 線による $2\theta - \sin^2\psi$ 線図を図 3-5 に示す. 図 3-5 (a) のバフ研磨面は傾斜角 $+\psi$ と $-\psi$ の 2 方向の測定を行ったが, 両者ではほとんど差がなく右上がりの直線近似が可能であり, 小さな残留応力が認められる. 図 3-5 (b) のラップ面でも同様に右上がりの直線近似が可能である. 一方, 図 3-5 (d), (e) の 200 番研削面では, 研削方向の $2\theta - \sin^2\psi$ 線図が ψ の傾ける方向により異なっておりいわゆる ψ スプリットが認められ, しかもデータに系統的なうねりが認められる. 図中には ψ のプラス側とマイナス側のデータを直線回帰したときの直線を示す. また研削垂直方向はこれよりも大きな勾配となる. また図 3-5 (c) の 600 番研削面ではスプリットの程度は非常に小さい.

ψ スプリット現象は, 鉄鋼材料について研削面や転動面において認められており, 応力の三軸性に起因している [18]-[20]. これまで, アルミナ [6], 窒化ケイ素 [4][5][9] および炭化ケイ素 [10] の研削面では認められずジルコニア特有の現象であろう. また鉄鋼材料の研削面で ψ スプリットしたときの $2\theta - \sin^2\psi$ 線図はだ円形に近く, うねりは大きくない [19][20]. ジルコニアのうねりは, X 線侵入深さ内での残留応力の急勾配に起因するもの [18] と考えられ今後の厳密な解析が望まれる.

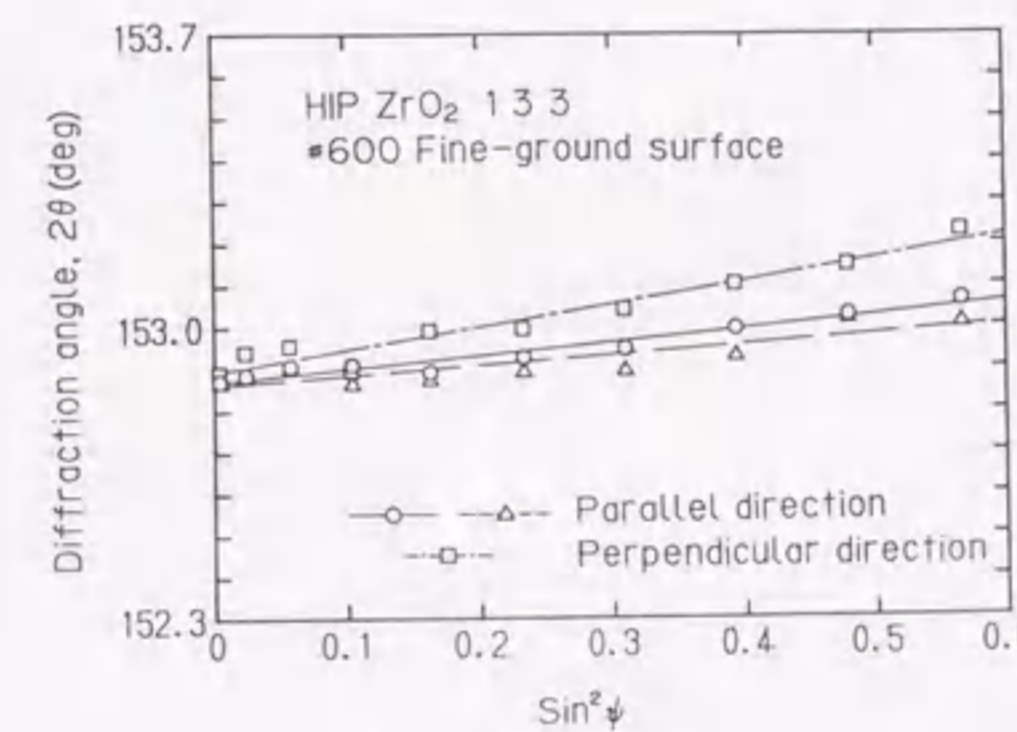
以下では簡単のため系統的な非直線性が認められる場合も含めて, $2\theta - \sin^2\psi$ 線図において最小二乗法直線近似により傾き M およびその 68.3% 信頼限界を求め, 式 (4) に代入して残留応力値およびその信頼限界を求めた. ここで応力定数 S としては, 表 3-4 のラップ面の実測値を使用し研削面では $+\psi$ 側と $-\psi$ 側の二方向の応力を測定し, その平均を示した. さらに試験片のばらつきを検討するために, ラップ面, 研削面, 研磨面それぞれ 3 本の試験片に対して測定を行った. これらの結果を表 3-5 にまとめる. 表中の平均は 3 本の測定の平均値で測定値の 63.8% 信頼限界とともに示す. 導入された残留応力はすべて圧縮である. 研削垂直方向の残留応力は研削平行方向の残留応力に比較して 2 倍ほど



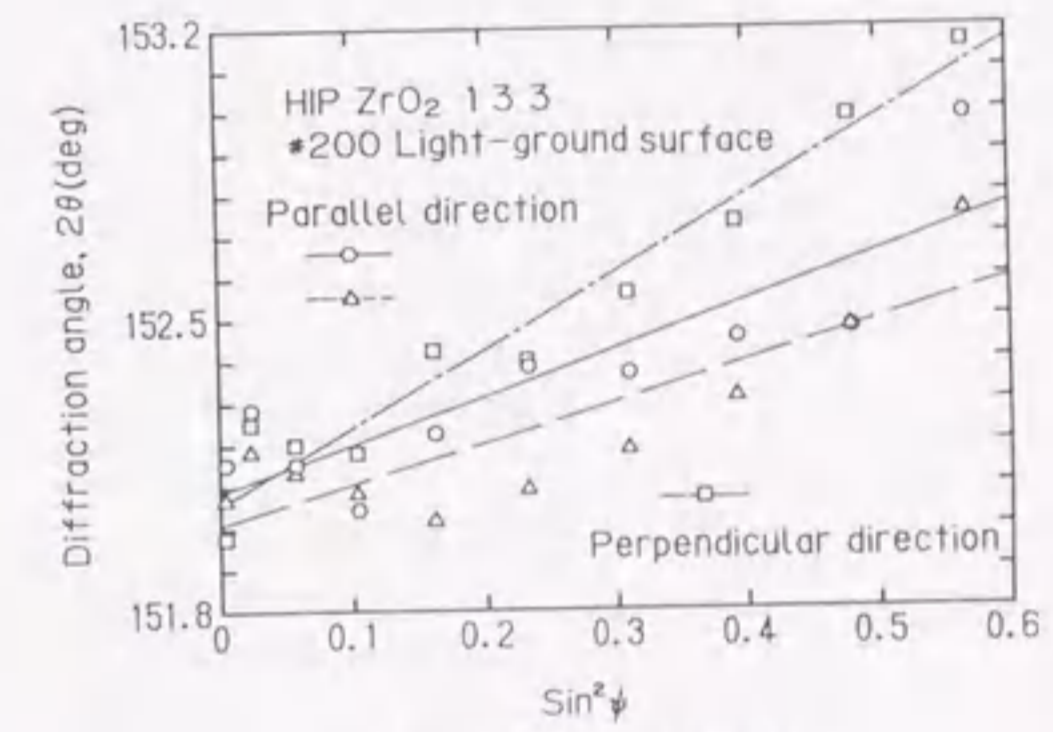
(a) バフ研磨面



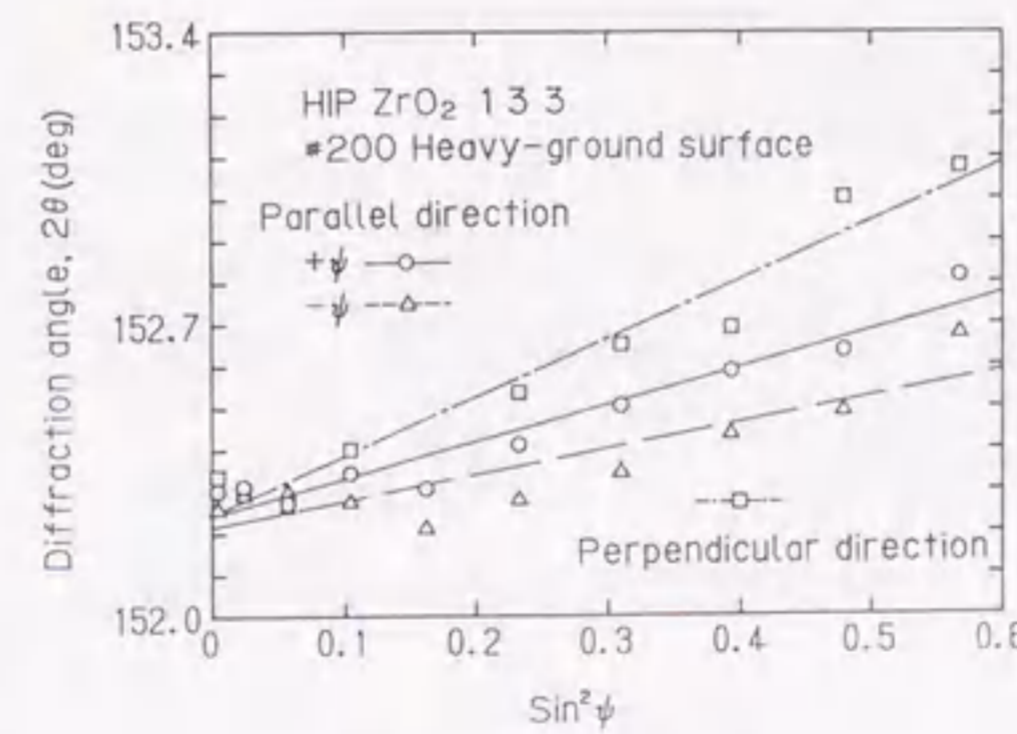
(b) ラップ面



(c) 600 番研削面



(d) 200 番軽研削面



(e) 200 番重研削面

図 3-5 ZrO₂ 1 3 3 回折の X 線的弾性定数の測定 (PLS 材ラップ面)

表 3-5 機械加工面の残留応力 (HIP 材)

Surface condition	Specimen number	Residual stress (MPa)	
		Parallel direction	Perpendicular direction
Heavy ground (# 200)	12	-196 ± 44	-369 ± 68
	13	-194 ± 30	-401 ± 50
	14	-208 ± 30	-531 ± 23
	mean	-199 ± 6	-433 ± 65
Light ground (# 200)	15	-292 ± 67	-404 ± 65
	16	-247 ± 52	-547 ± 55
	17	-253 ± 54	-513 ± 43
	mean	-264 ± 19	-489 ± 56
Fine ground (# 600)	18	-77 ± 11	-148 ± 18
	19	-86 ± 9	-149 ± 15
	20	-60 ± 9	-151 ± 27
	mean	-74 ± 10	-149 ± 1
Lapped	2	-98 ± 16	—
	5	-83 ± 11	—
	6	-96 ± 21	—
	mean	-92 ± 6	—
Buffed	2	-47 ± 10	—
	3	-67 ± 5	—
	6	-33 ± 6	—
	mean	-49 ± 13	—

大きい。同様な研削残留応力の方向性は、窒化ケイ素 [4][8]、炭化ケイ素 [10] についても報告されている。また 200 番で研削したものは切込み量を変えても残留応力値に大きな違いはなく、600 番で研削したもの、研磨したものの順に圧縮の残留応力が小さくなっている。ここでラップ面の残留応力が 600 番で研磨したものよりも大きくなっているのはラップの前に行われた研削により導入された変態層が十分に除去されていなかったものと考えられる。

以上の結果より残留応力の大きさは切込み量ではなく砥粒の大きさに依存しているものと考えられる。このことは、窒化ケイ素に関する Johnson-Walls [2]

表 3-6 機械加工面の回折線幅と単斜晶量 (HIP 材)

Surface condition	Specimen number	Full width at half maximum $B_{1/2}$ (deg)	Monoclinic content (wt%)
Heavy ground (# 200)	12	2.531	8.01
	13	2.195	8.36
	14	2.095	8.59
	mean	2.274 ± 0.174	8.32 ± 0.22
Light ground (# 200)	15	2.357	9.23
	16	2.328	8.93
	17	2.393	9.46
	mean	2.359 ± 0.025	9.21 ± 0.20
Fine ground (# 600)	18	1.558	4.49
	19	1.546	4.69
	20	1.545	5.32
	mean	1.550 ± 0.006	4.83 ± 0.33
Lapped	2	1.476	5.11
	5	1.478	7.40
	6	1.473	6.80
	mean	1.476 ± 0.002	6.44 ± 0.91
Buffed	2	1.395	1.74
	3	1.377	1.74
	6	1.384	1.34
	mean	1.385 ± 0.007	1.41 ± 0.23

らの結果と一致する。

3.3.3 機械加工面の半価幅と単斜晶量

表 3-6 に回折線半価幅の測定結果を示す。ここで 3 種類の研削面と研磨面、ラップ面について各 3 本のずつのデータとその平均値と 68.3% の信頼限界とともに示す。切込み量を変えて 200 番砥石で研削した 2 種類の試料の半価幅はあまり差がなく、600 番研削面、研磨面の順に値は小さくなる。すなわち、半価幅は砥石の粒度に依存しており、切込み量にあまり依存していない。ここで、ラップ面の半価幅が 600 番研削面とあまり変わらないのは、前述のようにラップ仕

上げの前に行われた200番による研削が導入した変態層が十分に除去されていなかったものと考えられる。

表3-6に単斜晶量の測定結果も同様に示す。3種類の研削面と研磨面、ラップ面について各3本ずつのデータとその平均値と68.3%の信頼限界とともに示す。単斜晶量は切込み量を変えて200番砥石で研削した2種類の試料であまり差がなく、600番研削面、研磨面の順に値は小さくなる。ラップ面での変態量が600番研削面よりも大きくなっている。これも上述と同様の理由によるものと考えられる。以上より変態量も同様に切込み量よりも砥石の粒度に依存していることがわかる。

3.4 結言

(1) Cu-K α 線による026回折およびCr-K α 線による133回折のX線の弾性定数を求めた。各回折のX線の弾性定数 $E/(1+\nu)$ (E : ヤング率, ν : ポアソン比) の値はPLS材, HIP材でほぼ等しくかつ133回折のほうが小さい応力定数の絶対値は133回折のほうが低く, 測定精度も高く, 応力測定に適している。

(2) 研削面, ラップ面, 研磨面のX線残留応力の測定値はすべての場合において圧縮で, 研磨面, 研削平行方向, 研削垂直方向と大きな圧縮となる。研削残留応力は切込み量によって大差なく, 粗い砥石で研削したほうが大きい圧縮が研削面に導入される。研削面では ψ スプリットが認められるが, ラップ面, 研磨面では認められない。

(3) 半価幅および変態量は砥石の粒度が粗いほど大きくなり, とともに切込み量によって大きく変わらない。また, 半価幅によってジルコニアの塑性変形の程度を評価することが可能である。

参考文献

- [1] M. James, D. J. Green and F. F. Lange, Determination of Residual Stresses in Transformation-Toughened Ceramics, *Adv. X-Ray Anal.*, **27**, pp.221-228 (1984).
- [2] D. Johnson-Walls, A. G. Evance, D. B. Marshal, and M. R. James, Residual Stresses in Machined Ceramics Surfaces, *J. Am. Ceram Soc.*, **69-1**, pp.44-47 (1986).
- [3] 佐藤繁美, 安達隆介, 東野豊之, 小山博, 部分安定化ジルコニア薄板ばねの強度特性について, *電気製鋼*, **57-4**, pp.271-278 (1986).
- [4] 岸本秀弘, 上野明, 河本洋, 近藤真司, 常圧焼結Si₃N₄のX線による残留応力測定, *材料*, **36-407**, pp.810-816 (1987).
- [5] 英崇夫, 藤原晴夫, 藤本芳樹, 常圧, ホットプレスおよびHIP成形したSi₃N₄セラミックスのX線応力測定の基礎, *材料*, **37-417**, pp.204-209 (1988).
- [6] 田中啓介, 松井英治, 秋庭義明, 焼結アルミナのX線応力測定, *材料*, **35-394**, pp.749-754 (1986).
- [7] 田中啓介, 松井英治, 栗村隆之, 秋庭義明, 焼結アルミナのX線の弾性定数, *材料*, **36-407**, pp.792-798 (1987).
- [8] 田中啓介, 松井英治, 秋庭義明, シンクロトロン放射光によるセラミックスのX線応力測定, *日本機械学会論文集(A編)*, **53-491**, pp.1267-1272 (1987).
- [9] 田中啓介, 栗村隆之, 松井英治, 秋庭義明, 常圧焼結窒化ケイ素のX線残留応力測定, *材料*, **36-407**, pp.817-822 (1987).

- [10] K. Tanaka, Y. Yamamoto, N. Mine, and K. Suzuki, X-Ray Residual Stress Measurement of Sintered Silicon Carbide, Proceeding of the 32nd. Japan Congress on Materials Research, pp.199-205, (1989).
- [11] R. C. Garvie, R. H. Hannink, and R. T. Pascoe, Ceramic Steel?, Nature (London), 258-12, pp.703-704 (1975).
- [12] H. G. Scott, Phase Relationships in the Zirconia-Yttria System, J. Mater. Sci., 10-9, pp.1527-1535 (1975).
- [13] 日本材料学会編, X線応力測定法, p.54 (1981) 養賢堂.
- [14] R. C. Garvie and P. S. Nicholson, Phase Analysis in Zirconia Systems, J. Am. Ceram. Soc., 55-6, pp.303-305 (1972).
- [15] A. Savitzky and M. J. E. Golay, Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures, Anal. Chem., 36-8, pp.1627-1639 (1964).
- [16] S. V. N. Naidu and C. R. Houska, Profile Separation in Complex Powder Patterns, J. Appl. Cryst., 15, pp.190-198 (1982).
- [17] H. K. Schmid, Quantitative Analysis of Polymorphic Mixes of Zirconia by X-ray Diffraction, J. Am. Ceram. Soc., 70-5, pp.367-376 (1987).
- [18] W. Lode and A. Peiter, Numerik röntgenographischer Eigenspannungsanalysen oberflächennaher Schichten, Härte. Tech. Mitt., 32-5, pp.235-240 (1977).
- [19] H. Dölle, The Influence of Multiaxial Stress States, Stress Gradients and Elastic Anisotropy on the Evaluation of (Residual) Stresses by X-rays, J. Appl. Cryst., 12-6, pp.489-501 (1979).
- [20] 英崇夫, 藤原晴夫, 有向性加工層のX線応力測定における ψ スプリットと微視的残留応力について, 材料, 31-342, pp.227-233 (1982).

第4章

研削した窒化ケイ素およびアルミナの 研削平行方向の曲げ強度

4.1 緒言

セラミックス材料は焼結プロセスにより製造されるので、寸法精度を確保するために研削加工を受けて機械部品として使用される場合が多い。またセラミックスは高硬度材であるためダイヤモンド砥石により研削されるが、その場合に研削加工層が形成され、セラミックスの強度は研削欠陥や残留応力などに影響される。実際には粗さなどに注意を払いながら研削が行われるが、残留応力についてはまだ十分な検討がなされていない。研削による損傷と残留応力の発生についてはかつてより指摘されている。たとえば、BernalらはMgOを研削して、その残留応力を光弾性法を用いて測定している[1]が、強度については言及していない。また、Kirchnerらは、ホットプレスした窒化ケイ素にダイヤモンドにより一条の筋をつけて、その強度変化から残留応力の影響を検討している[2]。同様に、Cookらは研削材にビッカース圧こんき裂を入れて研削表面の除去による強度変化から残留応力の影響を検討している[3]。しかし、研削されたセラミックスの強度を明らかにするには、研削残留応力の大きさと分布を正確に把握し、それと破壊欠陥の関係を破壊力学的に検討する必要がある。

一方、残留応力の非破壊的測定方法としてX線応力測定法がセラミックスに応用され、種々の研削加工表面において残留圧縮応力が測定されている[4]-[9]。

この種の研削残留応力の特徴について、定量的検討はなされていない。研削残留応力の特徴と曲げ強度への影響を破壊力学的に明らかにすることができれば、構造物材料セラミックスの研削方法と強度評価についての明確な指標が得られる。

研削方向とセラミックスの曲げ強度は大きな関係をもつので、本章では研削による欠陥の導入が少なく、研削による弱化の少ない方向、つまり試験片長手軸方向と平行に研削を行い、曲げ方向と研削方向を平行とする。常圧焼結されたアルミナおよび窒化ケイ素セラミックスに研削加工を行ない、その加工面近傍の残留応力分布をX線応力測定法を用いて測定した。ついで研削加工した試験片の曲げ破壊試験を行ない、破面の走査型電子顕微鏡観察より破壊起点を同定し、研削加工あるいはラップ加工後焼鈍した試験片に関する結果と比較することから残留応力の効果を抽出し、残留応力および研削加工欠陥が曲げ強度に及ぼす影響を破壊力学的に考察する。

4.2 実験方法

4.2.1 材料および試験片

試験片材料としては純度99%の常圧焼結アルミナおよび常圧焼結窒化ケイ素の二種類を用いた。アルミナの結晶粒径は $3\mu\text{m}$ の等軸晶で、窒化ケイ素は $0.5\sim 1\mu\text{m}$ 直径で長さ $10\mu\text{m}$ 程度の柱状晶である。両材料の機械的性質を表4-1に示す。これらの試料に対して施した研削加工の条件および表面あらさを表4-2

表4-1 アルミナおよび窒化ケイ素試験片の機械的性質

Material	Bulk density ρ (g/cm ³)	Young's modulus E (GPa)	Poisson's ratio ν
Al ₂ O ₃	3.80	359	0.220
Si ₃ N ₄	3.25	272	0.259

表4-2 試験片の研削条件

Material	Grinding wheel	Setting depth Δ (μm)	Normal force F_n (N/mm)	Tangential force F_t (N/mm)	Surface roughness R_a (μm)	
					Parallel	Perpendicular
Al ₂ O ₃	200HG	25	10.6	2.8	0.56	1.00
	80HG	40	25.5	5.8	0.63	1.15
Si ₃ N ₄	200HG	25	16.9	5.3	0.35	1.10
	80HG	40	56.3	14.3	0.43	0.9

#200=SDC200N100B, #80=SDC80R100B

に示す。研削加工は、砥石の粒度 80 番, 200 番による重研削加工 (以下この章では、これらの研削をそれぞれ 80HG, 200HG とする) を試験片の長手方向に沿って Up-cut の一方向研削を施した。この他、両材料について比較試料としてラップ仕上げ材および 200HG 研削材を焼鈍した。また、ラップ材にビッカース圧子により予き裂を導入した後、真空中で焼鈍を施し残留応力を取り除いた予き裂材を用意した。さらに、アルミナの場合は、80HG により試験片のかどの欠けがみられたので、80HG 後に両側面を研削して欠けを除去したもの (80HG-SG) も用意した。窒化ケイ素の場合は 80HG 後に焼鈍した試験片を用意した。なお、以上の試験片の焼鈍はアルミナおよび窒化ケイ素ともすべて真空中、1200°C、2hr で行なった。

これらの試験片の寸法は、最終的に高さ 3.4mm, 幅 4mm, 長さ 54mm の角材に仕上げられ、X 線による残留応力測定後、4 点曲げ試験を行った。

4.2.2 X 線応力測定

試験片の X 線応力測定条件を表 4-3 に示す。焼結アルミナは Fe-K α 特性 X 線による 2.1.10 回折、窒化ケイ素は Cr-K α 特性 X 線による 4 1 1 回折をそれぞれ用いて X 線応力測定を行った。応力測定の方法は、平行ビームスリット系による並傾法で回折面法線角 ψ 一定法によった。 ψ の設定は 0° から 45° まで 5° 間隔とした。

X 線応力測定装置は、汎用の X 線ディフракトメータ (島津, XD-3A) に ψ コントローラを試作し、ディフракトメータと ψ コントローラとをパーソナルコンピュータ (NEC, PC-9801) から W-BUS を介して制御し、回折角度および回折強度をパソコンのフロッピーディスクに記録した。この回折強度データは Savitzky-Golay 法 [10] による 9 点の 2, 3 次平滑化および 9 点移動平均法による平滑化処理をされて、バックグランド処理, ローレンツカタより因子処理 [11] を施された。

表 4-3 応力測定のための X 線条件

Method	Parallel beam method	
	Al ₂ O ₃	Si ₃ N ₄
Characteristic X-ray	Fe-K α	Cr-K α
Diffraction	2.1.10	4 1 1
Diffraction angle	152.01 deg	125.58 deg
Filter	Mn	V
Tube voltage	40 kV	50 kV
Tube current	30 mA	30 mA
Divergent angle	0.64 deg	0.64 deg
Irradiated area	4 × 4 mm ²	4 × 4 mm ²
Scanning speed	1 deg/min	1 deg/min
Preset time	2 sec	2 sec
Stress constant	-601 MPa/deg	-1106 MPa/deg

ピークの決定において、アルミナの場合は K $\alpha_{1,2}$ 二重線による回折線が分離しているので K α 線の 2/5 価幅中点法を用いた。窒化ケイ素のピーク決定は、半価幅中点法を採用した。各 ψ における回折角度 2θ より $2\theta \cdot \sin^2 \psi$ 線図の傾きを求め、これに応力定数をかけて残留応力を求めた。なお、残留応力の測定は試験片長手方向 (研削方向と平行) の応力について行った。本研究における X 線応力測定に用いた応力定数は、それぞれの材料の実測値を用いた。焼結アルミナの応力定数は第 2 章で求めた -601 MPa/deg, 窒化ケイ素の場合は -1106 MPa/deg [6] を用いた。

4.2.3 応力拡大係数

破壊の起点は図 4-1 に示すように破壊の起点が試験片内部, 表面, かどであった。破壊力学的整理を行うには、曲げ強さと破壊起点における欠陥の形状を測定しなければならない。欠陥の形状は複雑であるので応力拡大係数の算出では、表面欠陥の場合は欠陥を含む半だ円表面き裂, 内部欠陥の場合は欠陥を含むだ円き裂, および角から破壊した場合は 1/4 だ円き裂で近似した。これらの方法に

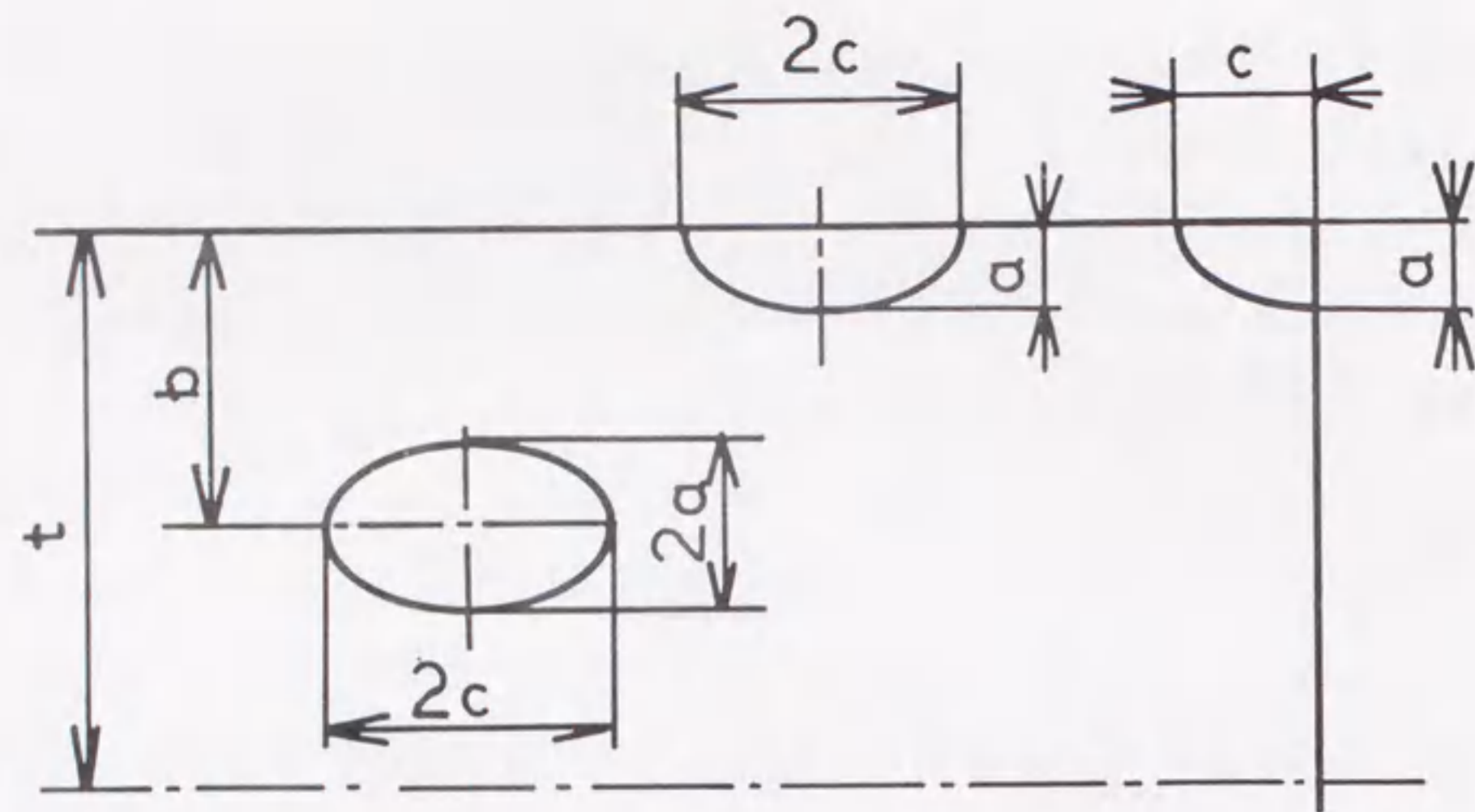


図 4-1 破壊起点の位置と形状

よる応力拡大係数 K は表面での曲げ応力 σ を用いて次のような式に表わせる.

$$K = \sigma \sqrt{\pi a} F \quad (4-1)$$

ただし, F は修正係数で欠陥の破壊形態によって以下のように定めた [12]-[13].
だ円内部き裂の場合

$$F = \frac{1}{\Phi_2(k)} \left\{ \frac{t - (a+b)}{t} M_T + \frac{a}{t} M_L \left[1 + \frac{k^2 \Phi_2(k)}{(1+k^2)\Phi_2(k) - k'^2 \Phi_1(k)} \right] \right\} \quad (4-2)$$

半だ円表面き裂の場合

$$F = \frac{1}{\Phi_2(k)} M_B \quad (4-3)$$

1/4 だ円き裂の場合

$$F = \frac{1}{\Phi_2(k)} \sqrt{\frac{a}{c}} \cdot \frac{1.3\sigma_t + 0.4\sigma_b}{\sigma} \quad (4-4)$$

となる. ただし, $k = \sqrt{1 - (a/c)^2}$, $k' = \sqrt{1 - k^2}$, $\Phi_1(k)$ は第一種完全だ円積分, $\Phi_2(k)$ は第二種完全だ円積分である. また, M_B, M_L, M_T は Shah ら [12] によって与えられている. さらに, σ_t はき裂最深点における引張り応力, σ_b は $\sigma - \sigma_t$ である.

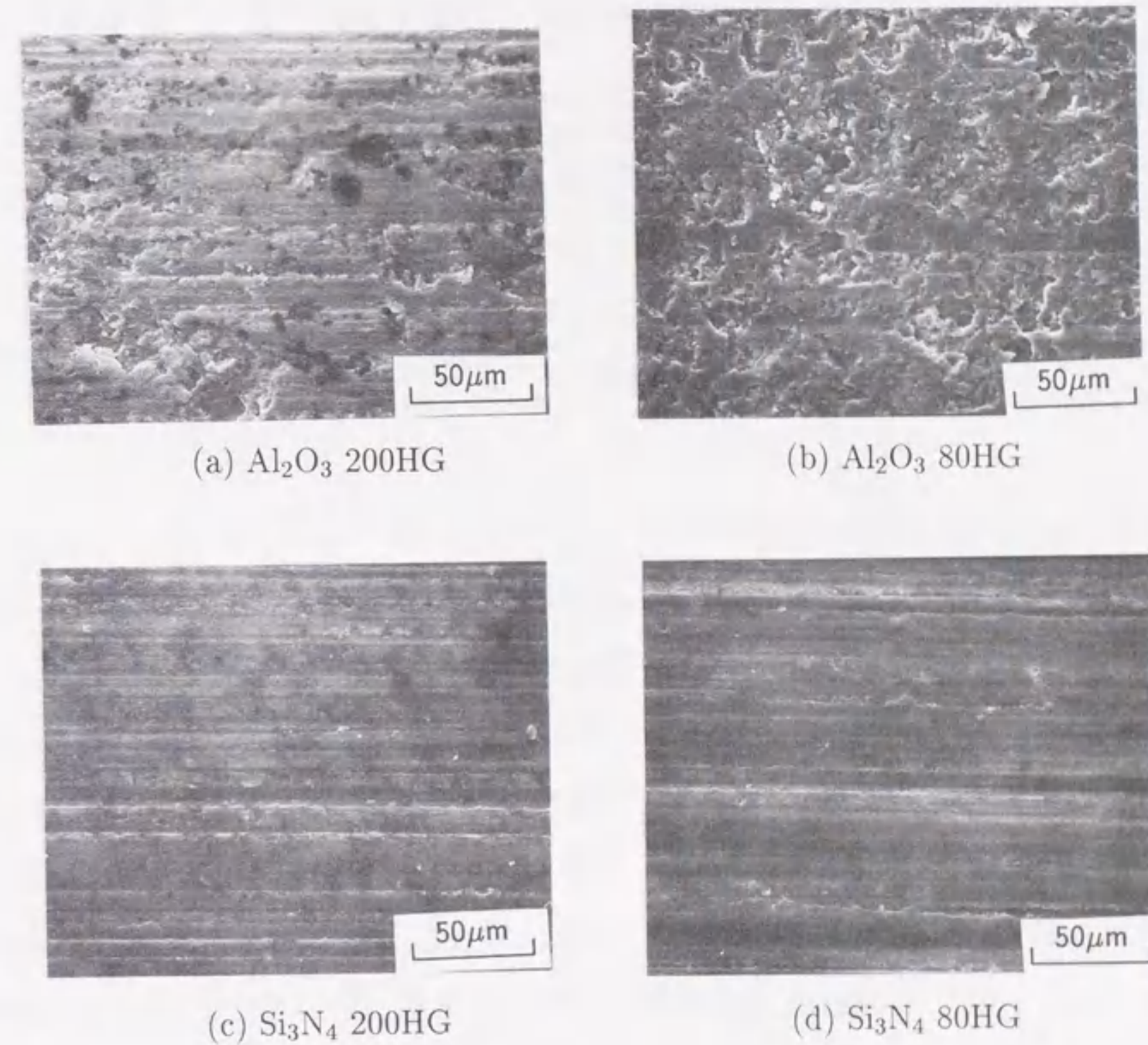


図 4-2 研削面の走査電子顕微鏡写真

4.3 実験結果および考察

4.3.1 研削加工材の表面状態, 残留応力と曲げ強度

図 4-2 にアルミナおよび窒化ケイ素の 200HG, 80HG 材の表面の走査電子顕微鏡写真を示す. アルミナの場合, 200HG 材と 80HG 材とを比較すると 80HG 材表面は重研削により加工層の一部がはく離したような様子を呈している. 窒化ケイ素の場合は, アルミナと異なり研削面のはく離は顕著にみられない. このことは, 表 4-2 にあるように窒化ケイ素の研削方向に平行な表面あらさが小

表 4-4 Al₂O₃ の曲げ強度, 表面残留応力および回折線幅の平均と標準偏差

Material Condition	Al ₂ O ₃			
	Number of specimen	Residual stress σ_R (MPa)	2/5 value breadth $B_{2/5}$ (deg)	Bending strength σ_B (MPa)
Annealed	5 (0)	-4.3 ± 5.3	1.622 ± 0.003	337 ± 6
200HG	5 (2)	-63.1 ± 5.6	1.706 ± 0.005	379 ± 10
200HG-annealed	4 (0)	-12.8 ± 6.0	1.593 ± 0.003	321 ± 9
80HG	5 (2)	-103.2 ± 4.9	1.756 ± 0.006	336 ± 10
80HG-side ground	4 (2)	-90.4 ± 9.3	1.751 ± 0.006	341 ± 12

() indicates the number of specimens fractured from internal cracking

さくなっていることと対応している。

アルミナの残留応力, 2/5 価幅および曲げ強さを表 4-4 に示す。表の数値は各条件での 4~5 本の試験片の平均値と標準偏差を示してある。また, 試験片数の欄の中でかっこで示す数値は, 後述の破面観察で求めた内部欠陥より破壊した数で, 他は表面欠陥が破壊起点となる。曲げ強さは 4 点曲げ試験により行い, クロスヘッドの速度は 0.5mm/min, 内スパン間隔は 20mm である。

焼鈍したアルミナでは残留応力がほとんど存在しないことがわかる。また, 200HG, 80HG と研削の砥石の粒度が大きくなるにしたがい, 表面の圧縮残留応力が大きくなる。なお, 同じ粒度の砥石で研削時の切込みを変えても残留応力の値には影響しないことは確かめている。200HG 材を焼鈍したものは, 焼鈍により残留応力が大きく減少していることもわかる。ここで示されている 2/5 価幅の値は ψ が 0° から 45° までの 10 個のプロファイルから得られたものの平均を各試験片の 2/5 価幅としている。ピッカース圧こんを打った試験片の表面はラッピングした後, バフ研磨したものである。2/5 価幅値は, ほぼ残留圧縮応力の大きいものほど大きい。曲げ強度に関しては, 焼鈍材と 200HG 材とを比較すると圧縮残留応力の大きい 200HG 材のほうが, 曲げ強度が大きくなっている。一方, 80HG 材では圧縮残留応力が大きいにも関わらず, 曲げ強度が焼鈍材よりも大きくなる。このことは, 80HG 材では圧縮残留応力そのものは大きい

表 4-5 Si₃N₄ の曲げ強度, 表面残留応力および回折線幅の平均と標準偏差

Material Condition	Si ₃ N ₄			
	Number of specimen	Residual stress σ_R (MPa)	Half value breadth B (deg)	Bending strength σ_B (MPa)
Annealed	5 (1)	-39.4 ± 5.2	1.116 ± 0.007	550 ± 17
200HG	5 (3)	-192.2 ± 13.0	1.307 ± 0.008	620 ± 5
200HG-annealed	4 (1)	-40.0 ± 4.6	1.224 ± 0.009	609 ± 18
80HG	5 (5)	-540.7 ± 29.1	1.534 ± 0.025	582 ± 9
80HG-annealed	4 (0)	-164.8 ± 39.3	1.300 ± 0.010	458 ± 55

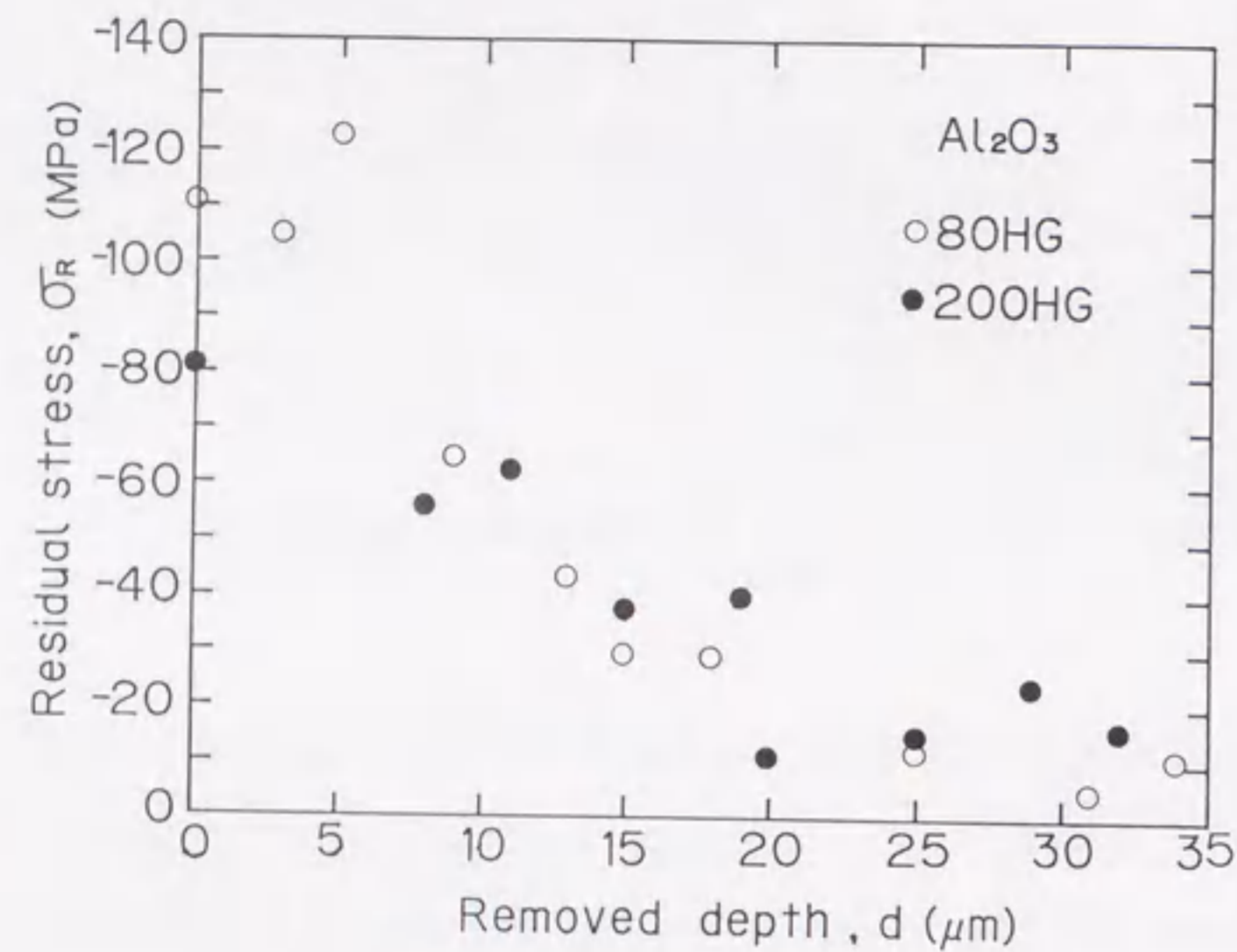
() indicates the number of specimens fractured from internal cracking

としても, 後述のように強い研削加工を受けた際に大きな欠陥が導入されていることを示唆している。

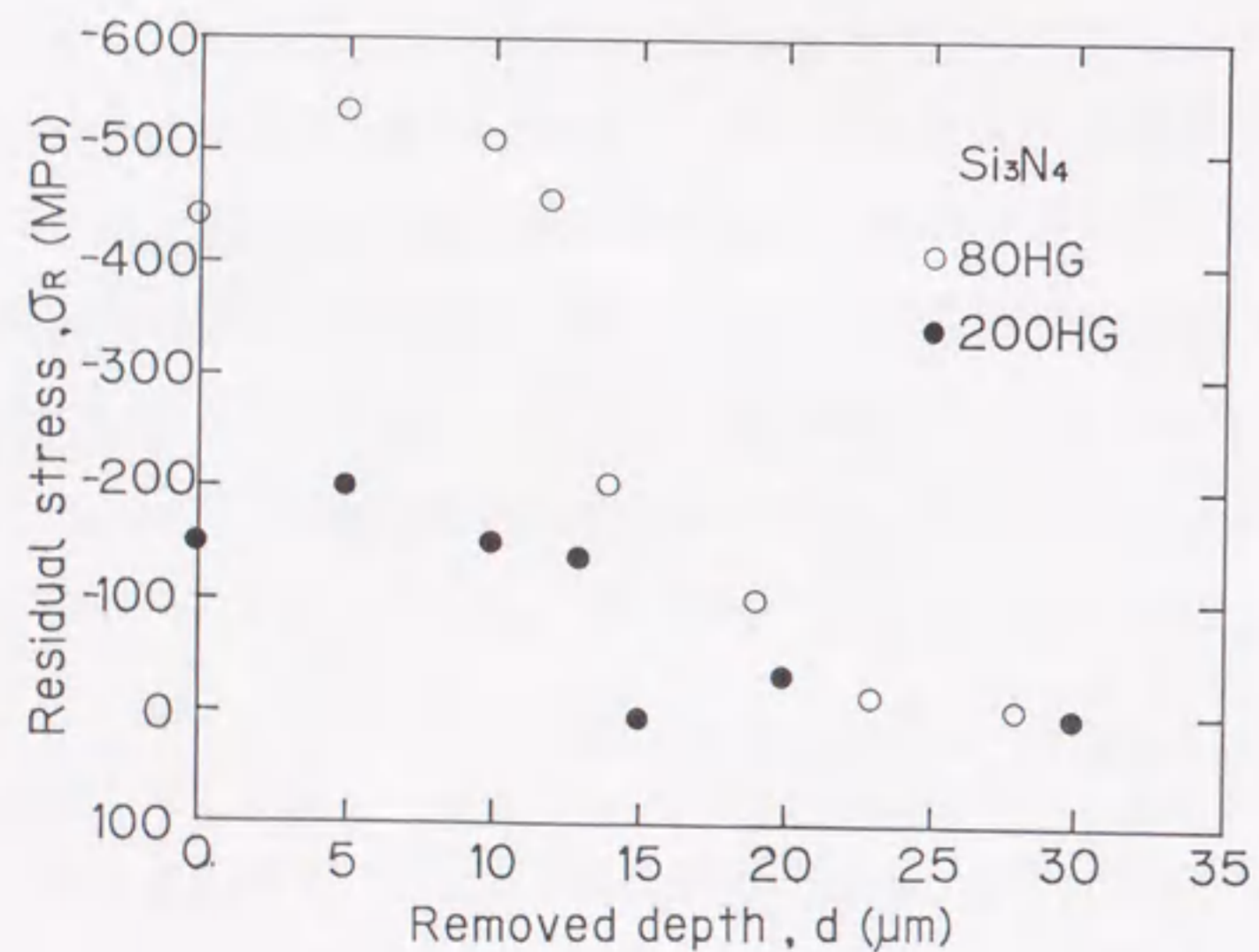
窒化ケイ素の各条件での 4~5 本の試験片の残留応力, 半価幅および曲げ強度の平均値と標準偏差を表 4-5 に示す。窒化ケイ素についてもアルミナの場合とほぼ同様の傾向がみられる。ここでも研削砥石の粒度が大きくなると圧縮の残留応力が大きくなっている。曲げ強さについては, 残留応力の効果は 200HG 材では曲げ強さの向上に現れているが, 80HG 材では曲げ強さの向上がみられないことから, アルミナの場合と同様に欠陥の寸法が大きくなっているものと考えられる。焼鈍材の残留応力および半価幅と 80HG 材の焼鈍材を比較すると 1200°C, 2hr の焼鈍によっては残留応力を十分に減衰させることはできないことがわかる。英ら [9] は窒化ケイ素の場合, 残留応力の消失には 1500°C の焼鈍が必要であるとしている。

4.3.2 研削残留応力の表面下の分布

残留応力値の深さ方向の分布を調べるために, バフ研磨により逐次表面層を除去し X 線応力測定を行った。さらに, 測定された残留応力の値を表面からの除去による残留応力の再配分の効果で補正した [14]。表面除去による残留応力



(a) Al₂O₃



(b) Si₃N₄

図 4-3 研削表面下の残留応力の分布

の変化の補正をされた残留応力 σ_R は,

$$\sigma_R(z_1) = \sigma_{Rm}(z_1) + 2 \int_{z_1}^T \frac{\sigma_{Rm}(z)}{z} dz - 6z_1 \int_{z_1}^T \frac{\sigma_{Rm}(z)}{z^2} dz \quad (4-5)$$

で表される。ただし、 z_1 は除去されたところの試験片板厚、 T は初期の試験片板厚、 σ_{Rm} は測定された残留応力である。式(4-5)の補正項である右辺 2, 3 項の被積分関数を表面の値 $z = T$ について Taylor 級数で表して定積分すると

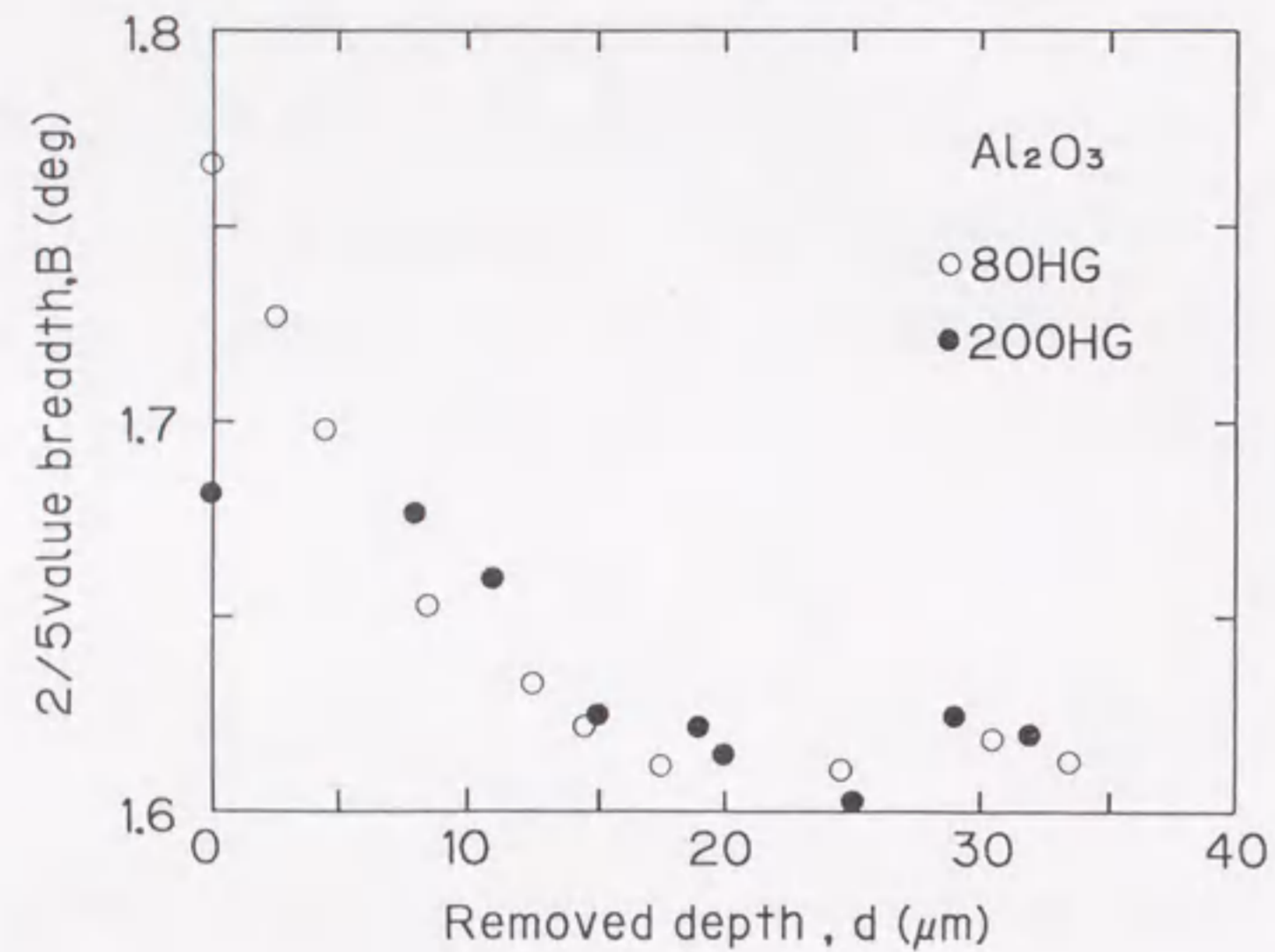
$$\begin{aligned} 2 \int_{z_1}^T \frac{\sigma_{Rm}(z)}{z} dz - 6z_1 \int_{z_1}^T \frac{\sigma_{Rm}(z)}{z^2} dz &= -4\sigma_{Rm}(T) \left(\frac{T - z_1}{T} \right) \\ &+ [\sigma_{Rm}(T) + 2H\sigma'_{Rm}(T)] \left(\frac{T - z_1}{T} \right)^2 \\ &+ \dots \end{aligned} \quad (4-6)$$

となる。研削残留応力層は試験片の板厚に対して小さいので、高次の項を省略して右辺の第 1 項を式(4-5)に代入して

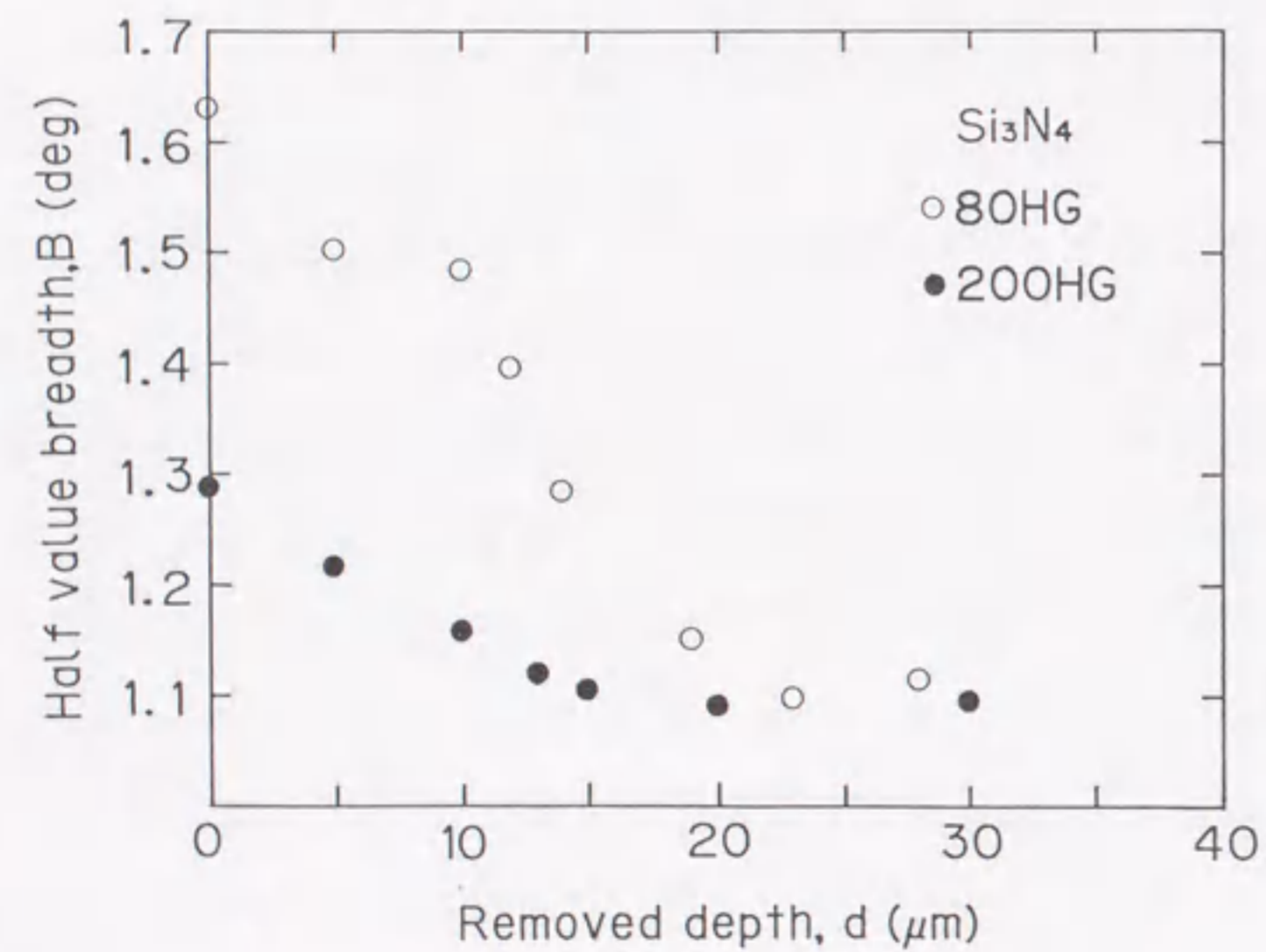
$$\sigma_R(z_1) = \sigma_{Rm}(z_1) - 4\sigma_{Rm}(T) \frac{T - z_1}{T} \quad (4-7)$$

となる。上式を用いて深さ方向の残留応力分布を求めた。

図 4-3 (a) にアルミナの 80HG, 200HG の残留応力の深さ方向の分布を示す。図 4-3 (b) には同様に窒化ケイ素の場合を示す。アルミナおよび窒化ケイ素ともに $5\mu\text{m}$ の深さで最大圧縮残留応力を示し、深さ $20\sim 30\mu\text{m}$ 付近で研削加工による残留応力が減衰している。なお、これらの図の残留応力分布には表面層除去に使用したバフ研磨による小さな圧縮残留応力が重畳している。この傾向は 80HG 材, 200HG 材に関わらずほぼ一致しているが、80HG 材の方が 200HG 材より高い残留応力分布を示している。X 線侵入深さは、アルミナでは Fe-K α による 2.1.10 回折の場合 $21\sim 14\mu\text{m}$ であり、窒化ケイ素では Cr-K α による 4 1 1 回折で $11\sim 6\mu\text{m}$ である。測定した残留応力は X 線侵入深さ内での平均的応力となるので、異なった回折面, 材料, X 線での残留応力値を単純に比較はできないが、窒化ケイ素の 80HG 材での圧縮残留応力はとりわけ大きく、200HG の場合に比較して 2~3 倍である。アルミナの圧縮残留応力は窒化ケイ素に比して小さい。



(a) Al₂O₃



(b) Si₃N₄

図 4-4 研削表面下の回折線幅の分布

研削面から深さ方向へのアルミナの2/5価幅および窒化ケイ素の半価幅の分布をそれぞれ図4-4(a)および(b)に示す。アルミナおよび窒化ケイ素ともに表面から深くなるにしたがい回折プロファイルの広がりが小さくなり、残留応力が零に近くなる付近でプロファイルの広がりもほぼ一定となる。回折プロファイルの広がりの分布は残留応力の分布とほぼ同様の傾向を示すが、残留応力は深さ5μmのところで最大を示す。これは表面から5μmの範囲では研削による凹凸があり、このため残留応力の一部が解放されて表面での残留応力が減少したものであろう。

4.3.3 破面観察

アルミナのラップ材の走査電子顕微鏡写真を図4-5に示す。図4-5(a)は破面の全体像である。写真上方の引張り側のほうから放射状の模様が破壊進展方向に向かって広がっている。この放射状の模様を引張り側にたどることにより破壊の起点がわかる。図4-5(b)に示すように焼結アルミナには気孔(pore)が存在しており、気孔が破壊起点になる場合が多かった。図4-5(c)は(b)の破壊起点近傍を拡大したものである。写真からわかるように破壊起点の近傍は粒内破壊が支配的であるが、図4-5(d)に示すように起点から離れたところでは粒界破壊が支配的になっている。

破壊起点の位置は、焼鈍材では表面が支配的であった。200HG材では表面と内部起点破壊の両方がみられ、200HG材を焼鈍したものはすべて表面破壊であった。80HG材(80HG-SG材4本を含む)では表面起点破壊が一例みられたが、その他は内部起点破壊および試験片のかどが研削時に損傷を受けてき裂が入り、そこから破壊したものであった。なお、表4-4中に内部起点の試験片数をかっこで示した。

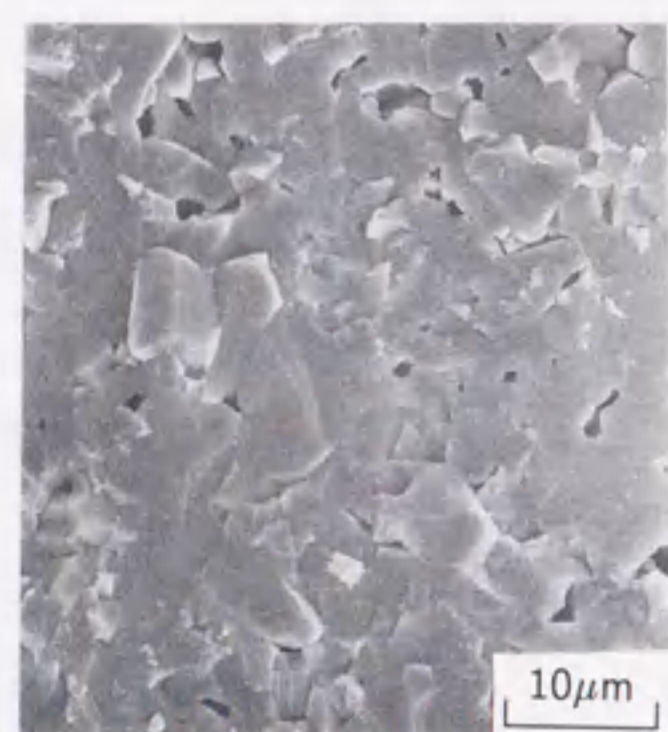
図4-6に窒化ケイ素の80HG材の走査電子顕微鏡写真の例を示す。図4-6(a)は破面の全体写真であり、(b)は破壊起点のところである。この場合は表面圧縮



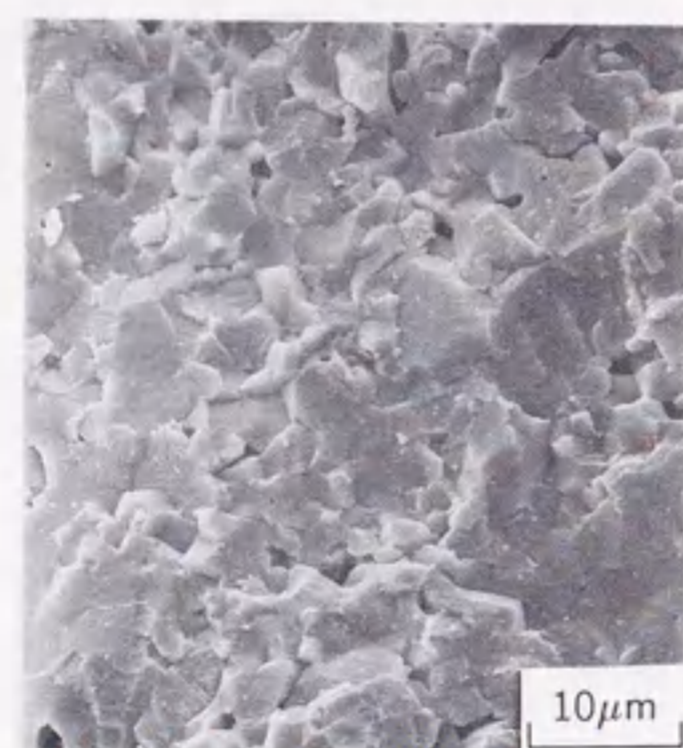
(a) 破面



(b) 破壊起点

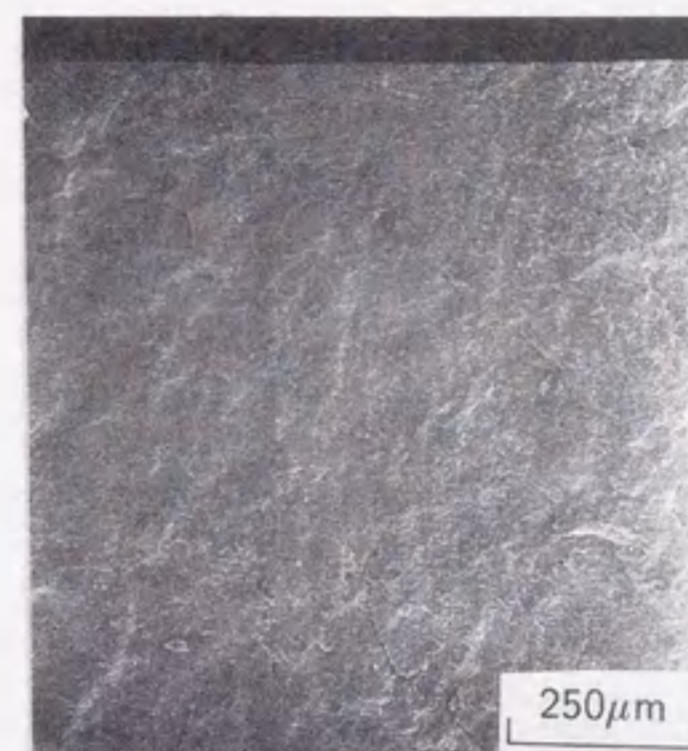


(c) 起点付近



(d) 起点遠方

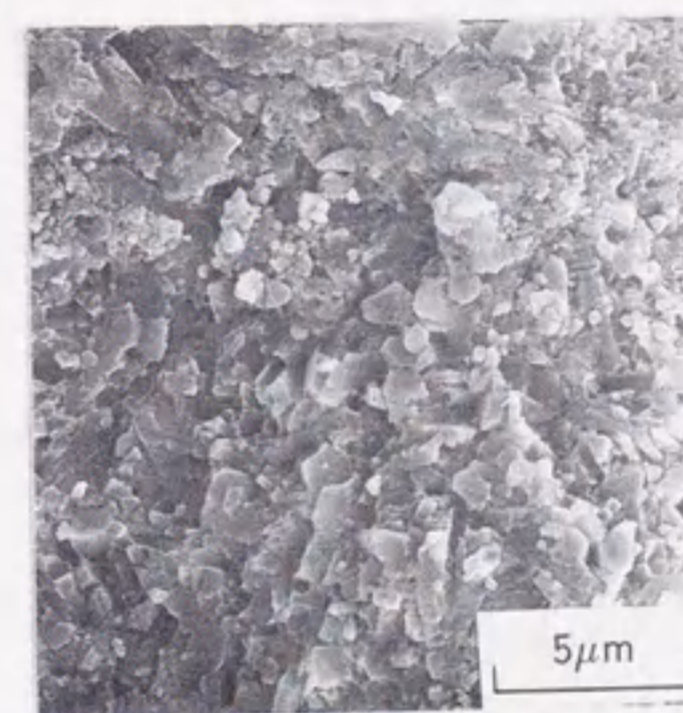
図 4-5 アルミナの破面写真



(a) 破面



(b) 破壊起点



(c) 起点付近



(d) 起点遠方

図 4-6 窒化ケイ素の破面写真

残留応力の影響で内部の気孔が破壊起点となっている。窒化ケイ素で観察された破壊形態および破壊起点の位置関係は、アルミナとほぼ同様であった。200HG材では5本のうち3本が内部破壊、他は表面破壊であった。さらに、80HG材では5本の試験片すべて内部の欠陥から破壊した。これらを焼鈍すると、破壊起点は200HGの一例を除いて、すべて表面欠陥であった。(表4-5中のかっこ内の試験片数参照)。

図4-6(c)は破壊起点近傍の拡大写真である。破面の様相の変化はアルミナの場合と同様であり、破壊起点付近では粒内破壊が支配的であり、(d)破壊起点から十分に離れたハックル(hackle)のところでは、粒界破壊が支配的である。

4.3.4 曲げ強度と欠陥寸法の関係

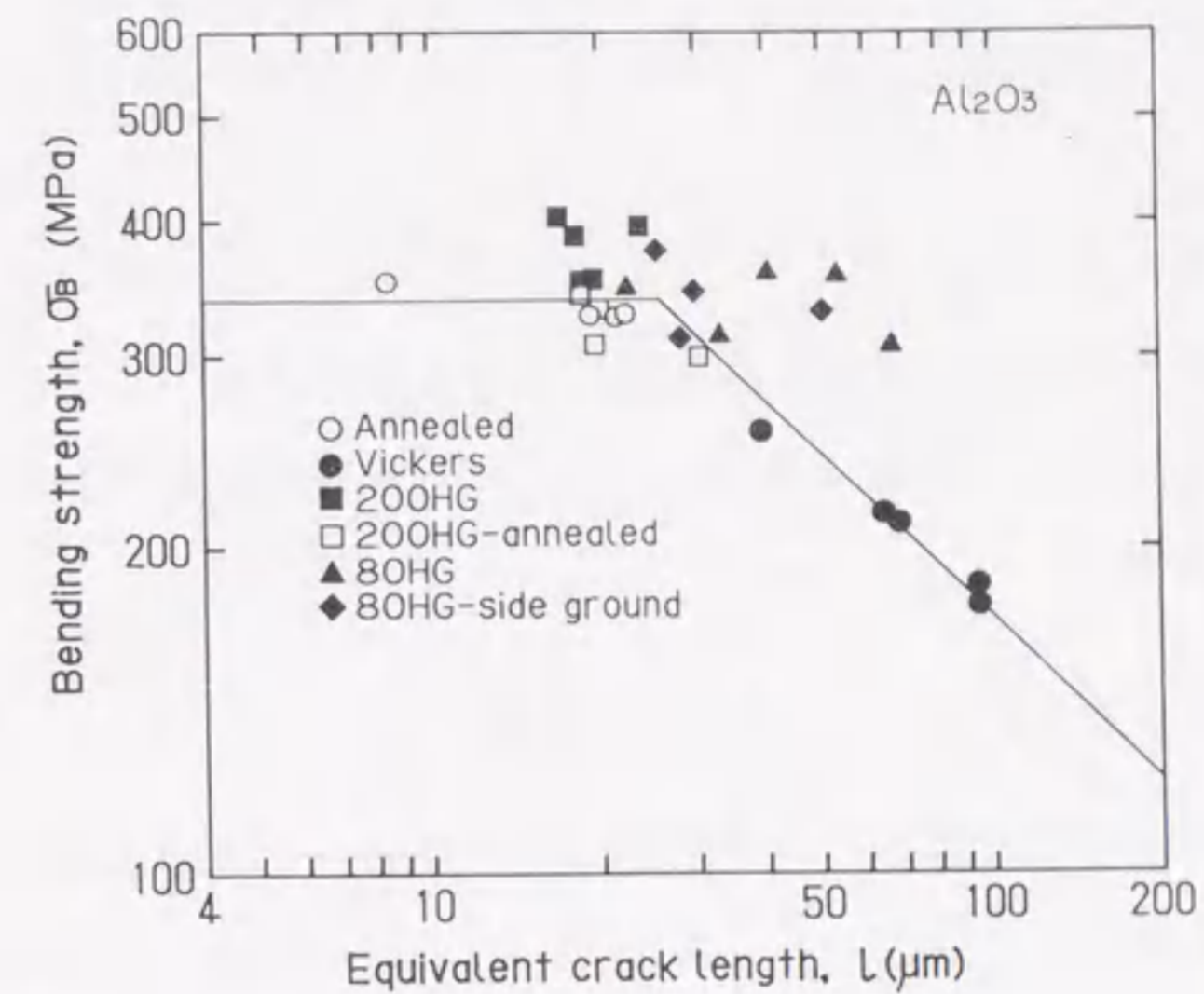
走査電子顕微鏡写真上から破壊起点欠陥を求め、そのときの応力拡大係数 K から等価き裂長さ l を次式で求めた[15]。

$$l = \left(\frac{K}{\sigma}\right)^2 / \pi = a \cdot F^2 \quad (4-8)$$

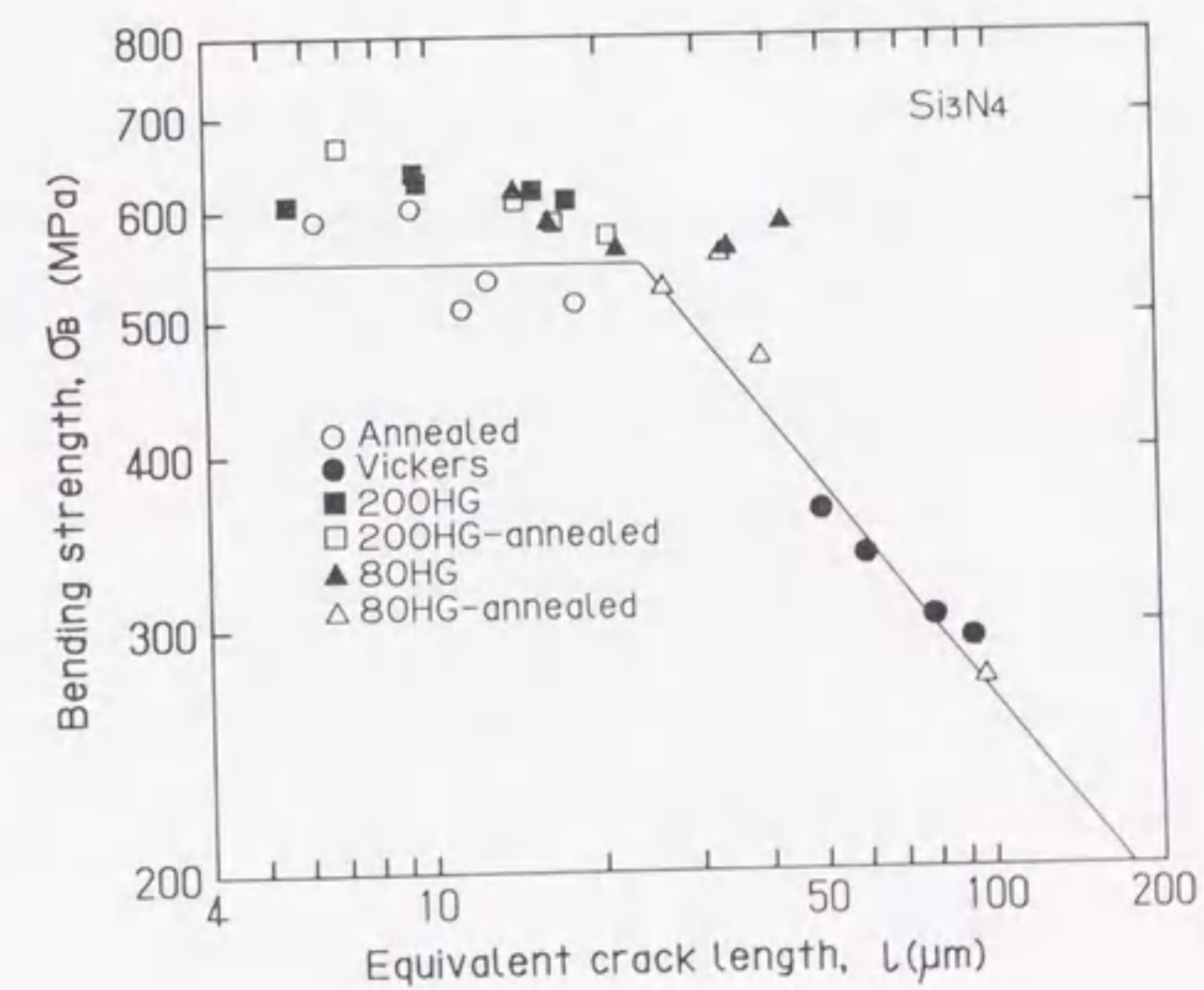
ここで、 F は式(4-1)にある補正係数である。セラミックスの破壊起点は表面や内部などの位置の違いと欠陥の形状が異なるので、そのまま強度や欠陥寸法を比較することは困難である。そこで、個々の欠陥寸法を一様引張り下の無限板中の直線き裂に変換したものが、等価き裂長さである。

式(4-7)より得られた l と曲げ強さ σ_B の関係をアルミナおよび窒化ケイ素について、それぞれ図4-7(a), (b)に示す。図中には焼鈍材の曲げ強度の平均値の線、および予き裂材から得られた破壊じん性値 K_C による線を示してある。なお、アルミナの K_C は $3.04\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、窒化ケイ素の K_C は $4.73\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ であった。

アルミナおよび窒化ケイ素ともに200HG, 80HG材は同一等価き裂長さに対して残留応力のないものよりも大きい曲げ強さを有している。また、80HG材では研削により欠陥寸法が大きくなっていることもわかる。アルミナに比べて窒化ケイ素の200HG材は、 l が大きくなっていないことから200HGによる重研削



(a) Al_2O_3



(b) Si_3N_4

図4-7 等価き裂長さと曲げ強さの関係

削加工の損傷が小さかったと考えられる。窒化ケイ素の場合は、1200°C、2hrの焼鈍では残留応力が完全に消失せず不十分であったため、焼鈍材よりはやや高強度となっている。

ところで、等価き裂長さが短くなるにつれて、 K_C 一定の線から実験点が外れてくる。このため微小な等価き裂長さの強度を等価き裂長さに対する応力拡大係数で整理することは困難である。次節では、仮想き裂長さの概念を適用した破壊力学的検討を行う。

4.3.5 仮想き裂モデルによる強度評価

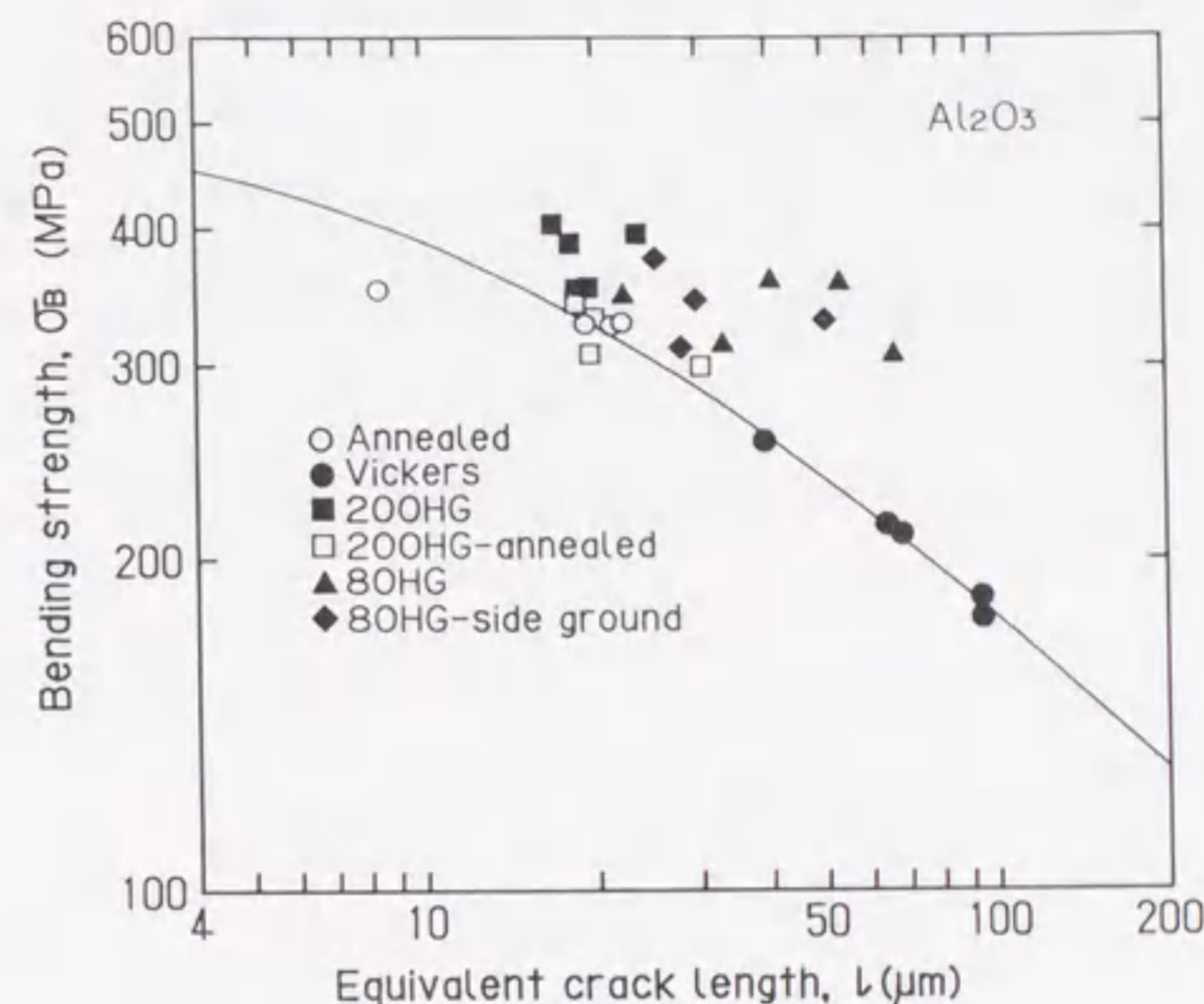
長いき裂の破壊強度は破壊じん性値が一定の値を示すが、き裂長さが短くなるにしたがい破壊じん性値が小さくなる。このような破壊じん性値に対するき裂の寸法効果を説明するモデルとして、破壊の生じているある領域における平均的な応力によって支配されていると考える平均応力モデル [16]、またき裂先端からある特定の距離の応力値が破壊強度を決定するという点応力モデル [17]がある。これらのモデルに対し、ここでは仮想き裂長さの概念によってモデル化する。いま、半長 l のき裂があるとき、それに潜在き裂長さ l_0 を加えた仮想き裂に対する応力拡大係数が一定値 K_C になると破壊する [18]。つまり破壊応力 σ は次式で定められる。

$$K_C = \sigma \sqrt{\pi(l + l_0)} \quad (4-9)$$

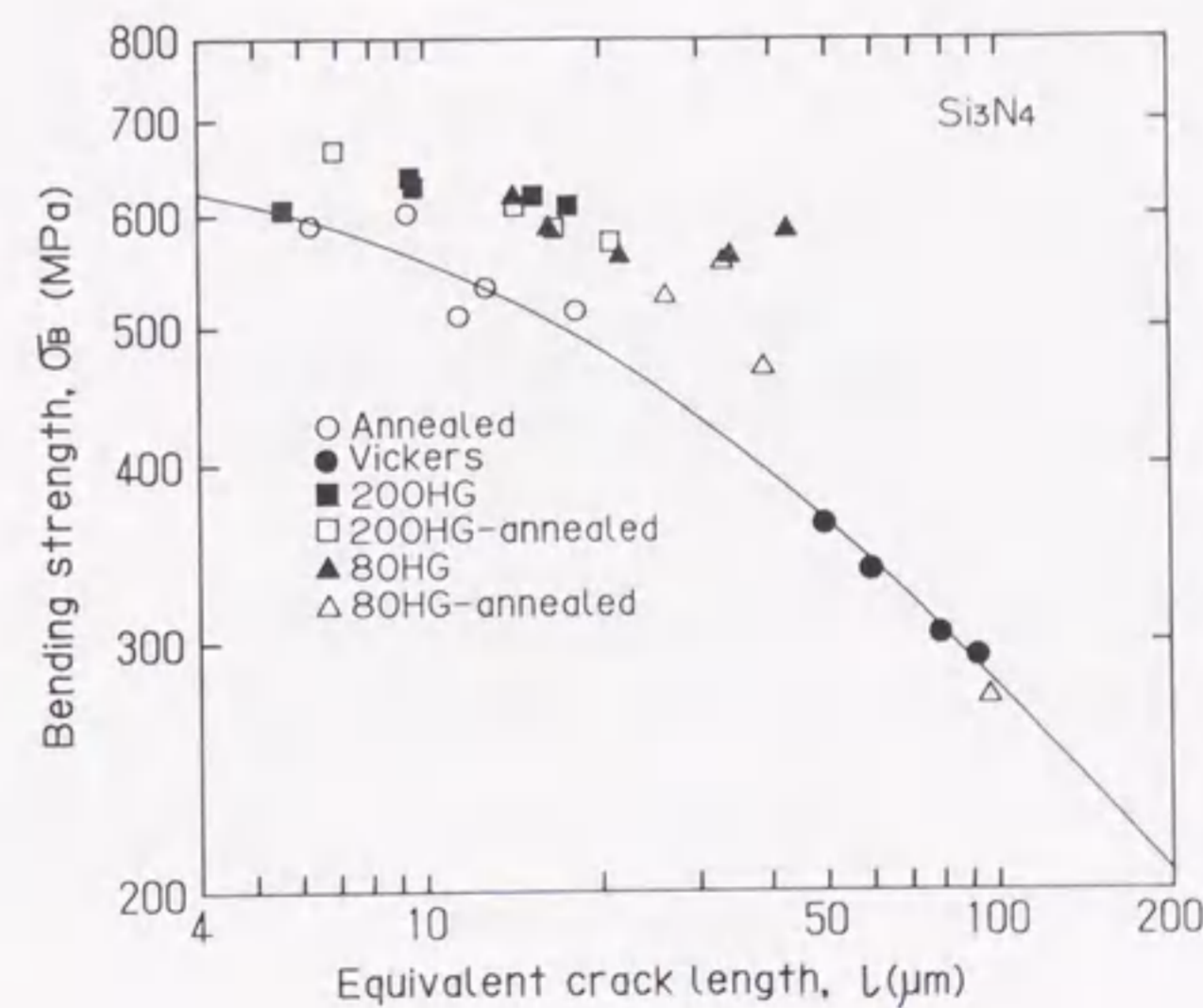
図 4-8 は、曲げ強度と等価き裂長さの関係を示すが、ここで上式の l_0 、 K_C は焼鈍材およびビッカース圧こんによる予き裂材の結果から最小自乗法により求められる。図中の実線が最小自乗曲線で、焼鈍したアルミナおよび窒化ケイ素の実験結果とよい一致がみられる。また $l=0$ のときの強度を σ_T とすると、

$$K_C = \sigma_T \sqrt{\pi l_0} \quad (4-10)$$

となり、 l_0 は無欠陥材の場合の潜在き裂長さである。アルミナの l_0 は $13.1\mu\text{m}$ 、 K_C は $3.34\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、窒化ケイ素の l_0 は $20.2\mu\text{m}$ 、 K_C は $5.42\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ であった。ア



(a) Al_2O_3



(b) Si_3N_4

図 4-8 曲げ強さと等価き裂の関係

ルミナ、窒化ケイ素ともに l_0 の寸法が平均粒径よりもかなり大きく、結晶粒径よりも気孔の径に近いようであるが、今後の研究が必要である。

次いで仮想き裂長さモデルを用いて、特徴寸法 a のき裂を含む材料の曲げ強度に及ぼす残留応力の影響を検討する。仮想き裂に対する負荷応力による応力拡大係数を K_{app} 、残留応力による応力拡大係数を K_{res} とすると、この応力拡大係数の和が K_C になったときに破壊が起こると仮定する。つまり、

$$K_C = K_{res} + K_{app} \quad (4-11)$$

とする。式(4-1)を使って K_{app} を表すと

$$K_C = K_{res} + \sigma \sqrt{\pi(a+a_0)} \cdot F(a+a_0) \quad (4-12)$$

$$\sigma = \frac{K_C}{\sqrt{\pi(a+a_0)} F(a+a_0)} \left(1 - \frac{K_{res}}{K_C} \right) \quad (4-13)$$

となる。 $a=0$ のとき、 $\sigma = \sigma_T$ として

$$K_C = \sigma_T \sqrt{\pi a_0} F(a_0) \quad (4-14)$$

となる。式(4-13)を式(4-12)に代入して整理すると

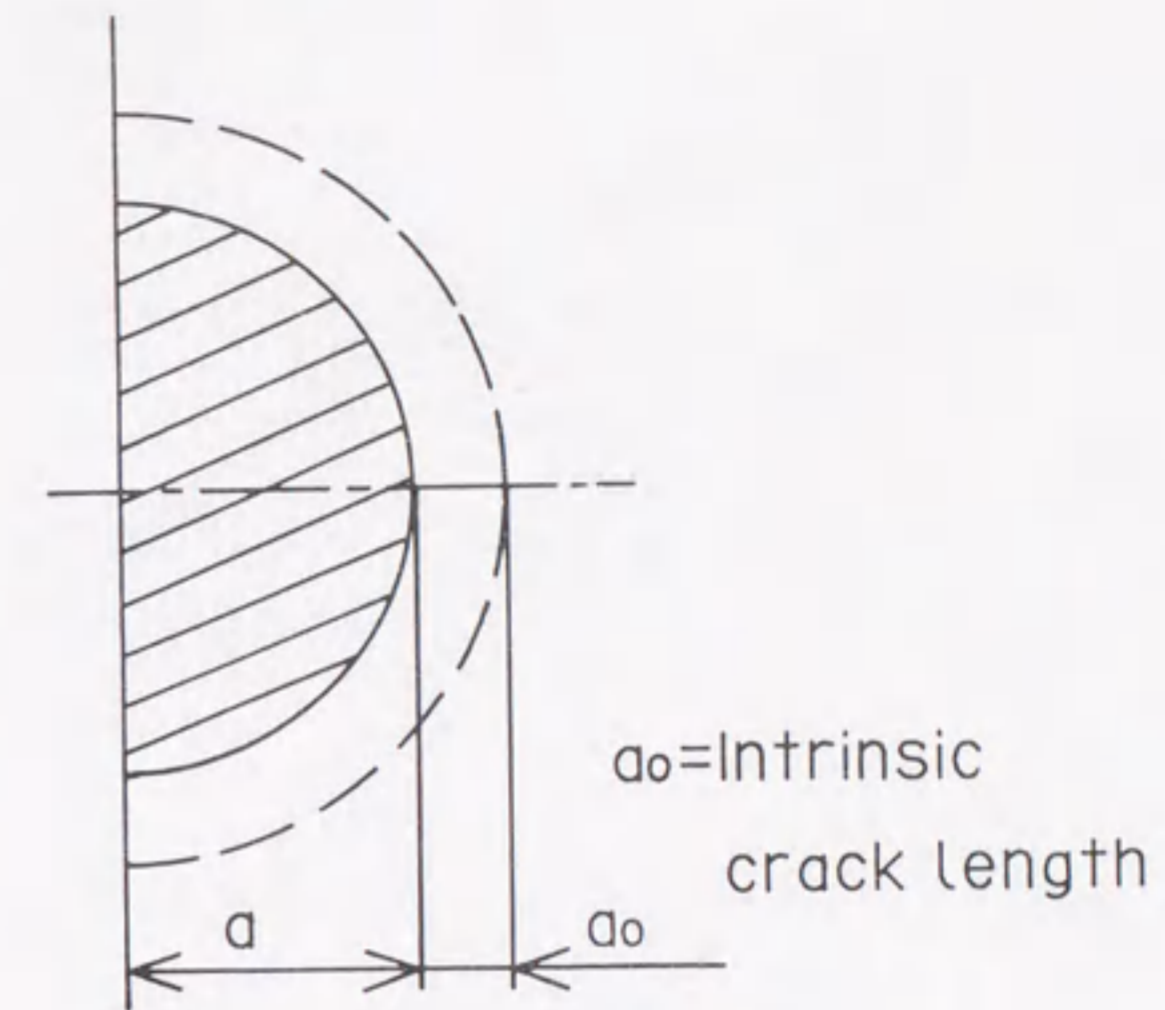
$$\frac{\sigma}{\sigma_T} = \sqrt{\frac{a}{a+a_0}} \cdot \frac{F(a_0)}{F(a+a_0)} \left(1 - \frac{K_{res}}{K_C} \right) \quad (4-15)$$

となる。

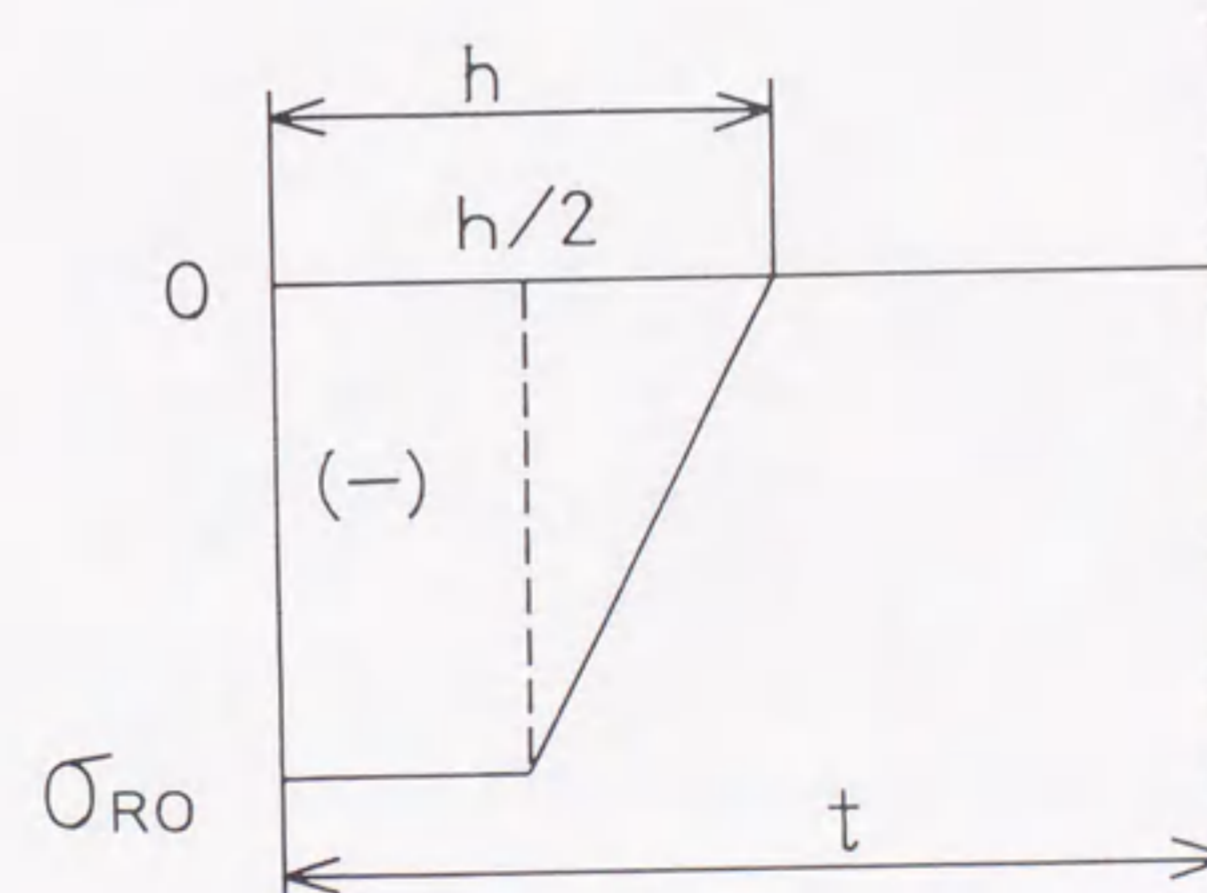
研削残留応力が欠陥の強度に及ぼす影響を検討するために、図4-9(a)のような半だ円表面き裂と潜在き裂を仮定する。また、研削残留応力は図4-9(b)に示すような分布をとるものとする。残留応力分布 σ_{res} による応力拡大係数 K_{res} は、次式で示す重み関数法[19]により求められる。

$$K_{res} = \frac{1-\nu^2}{E} \cdot \frac{1}{K_0} \int_0^a \sigma_{res} \frac{\partial u_0(a,x)}{\partial a} dx \quad (4-16)$$

ただし、 K_0 、 u_0 はある応力分布下の応力拡大係数とそのき裂開口変位である。ここでは、一様引張り下の半だ円き裂の応力拡大係数を K_0 とし[20]、そのとき

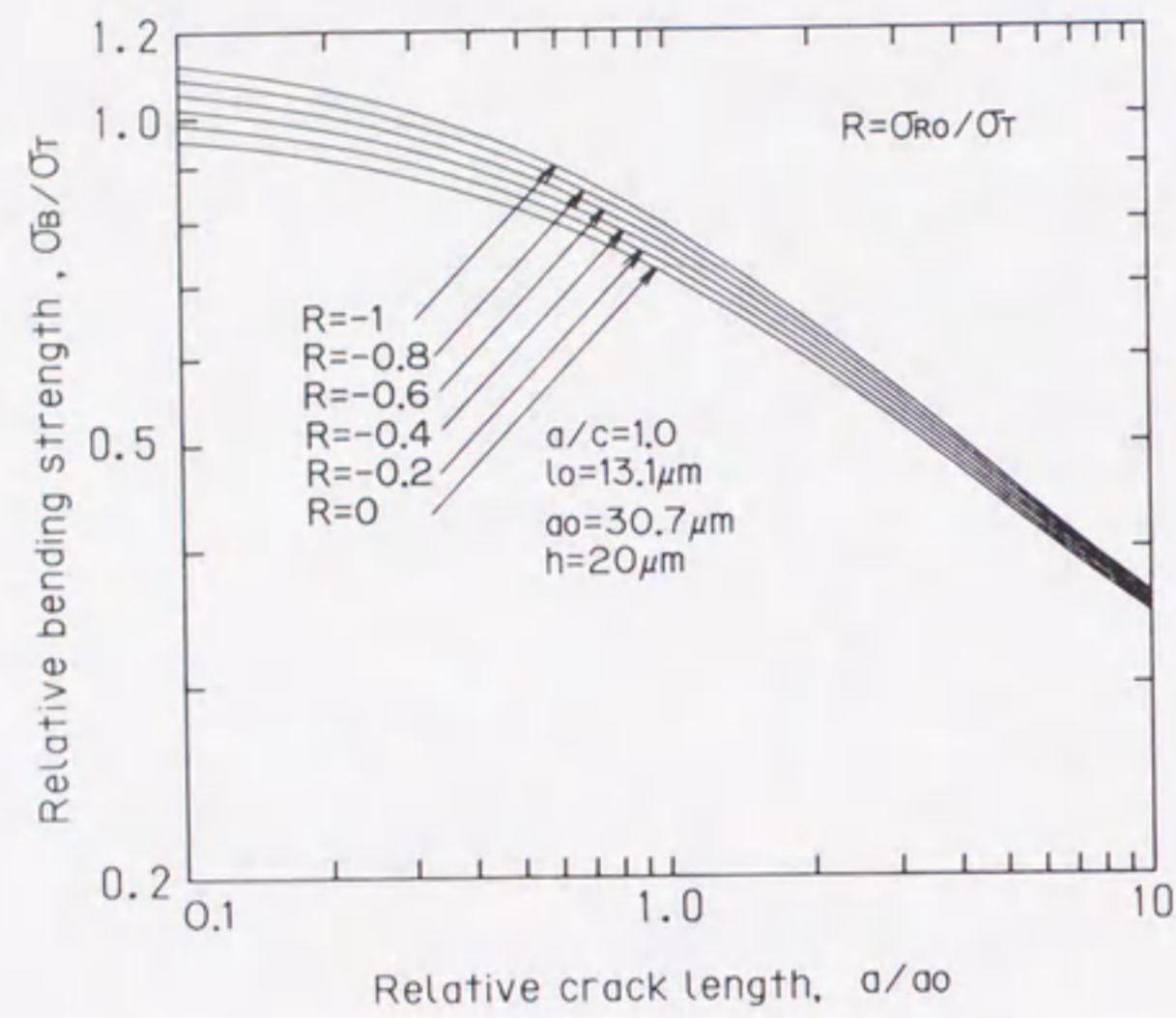


(a) 半楕円表面欠陥

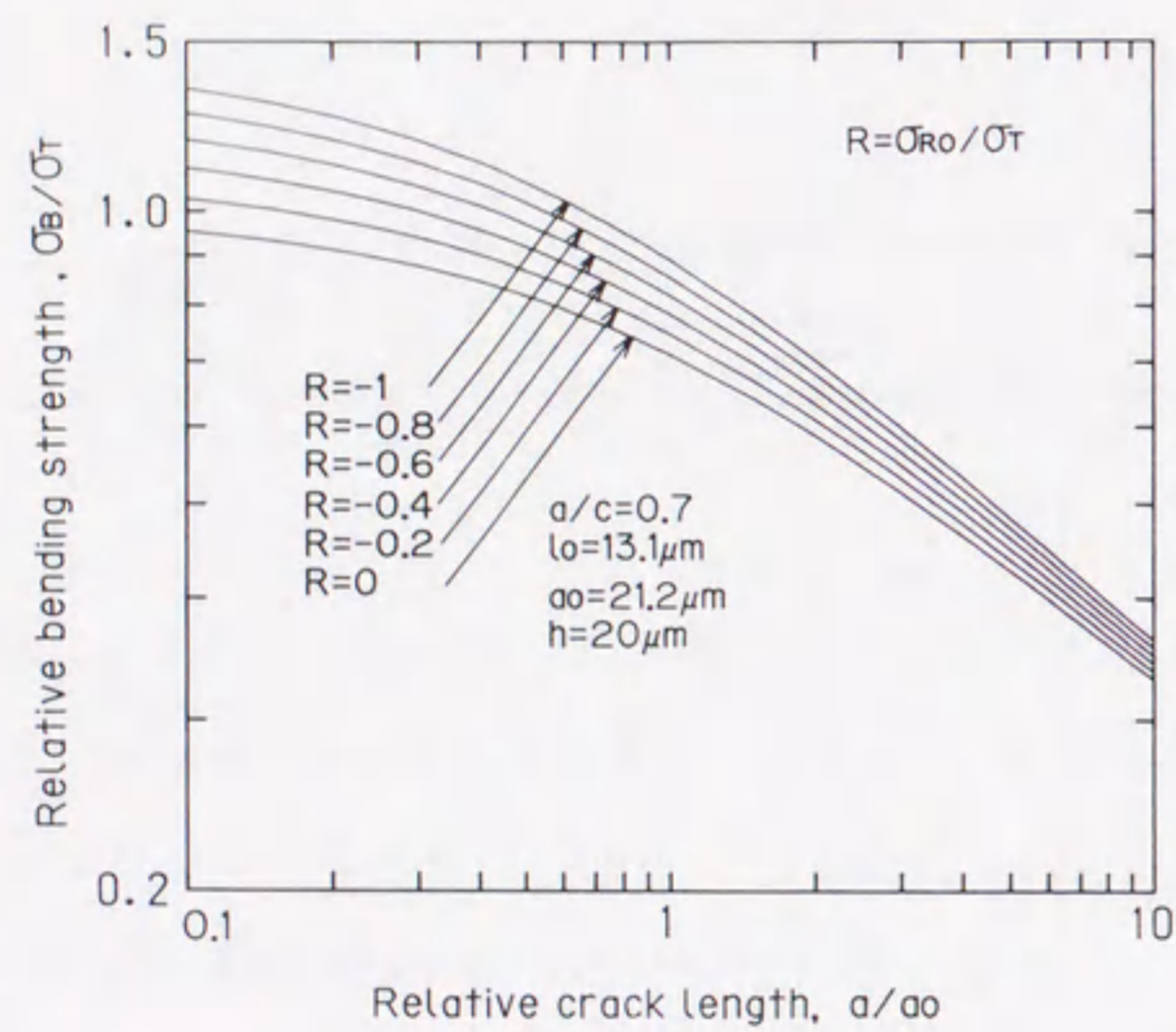


(b) 残留応力の分布

図4-9 残留応力下の曲げ強度予測のためのモデル

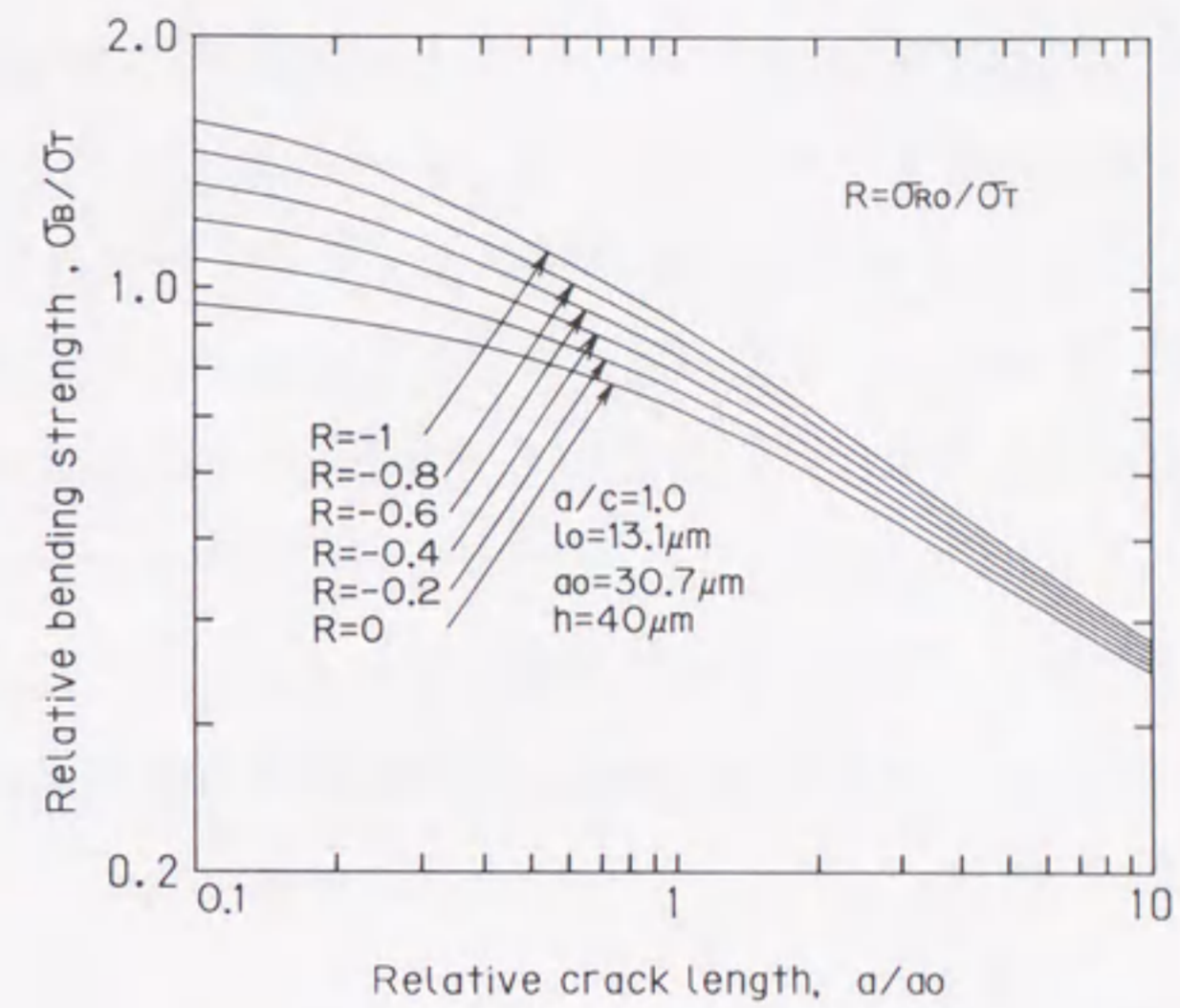


(a) $a/c = 1.0, h = 20\mu\text{m}$ の場合

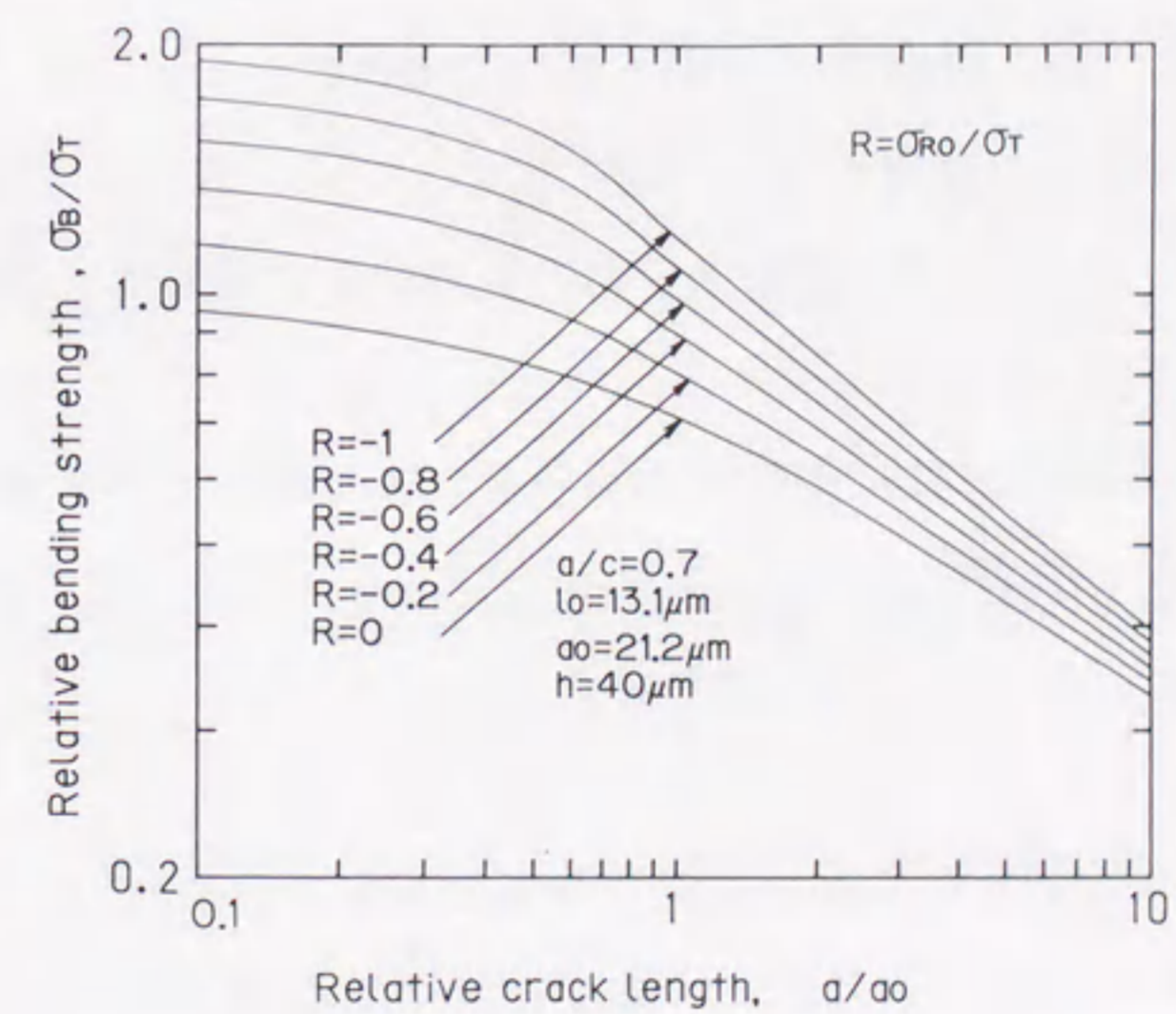


(b) $a/c = 0.7, h = 20\mu\text{m}$ の場合

図 4-10 研削残留応力によるの曲げ強さの向上



(a) $a/c = 1.0, h = 40\mu\text{m}$ の場合



(b) $a/c = 0.7, h = 40\mu\text{m}$ の場合

図 4-11 研削残留応力によるの曲げ強さの向上

の開口変位を u_0 とした [21]. 焼結アルミナ の材料値を用いて計算した例を図 4-10 (a), (b) に示す. 圧縮残留応力 σ_{R0} が大きくなるに従い曲げ強さが向上している. また, 欠陥 a が残留応力層よりも大きくなるに従い K_{res} の効果が小さくなる.

これに対し, $h = 40\mu\text{m}$ と残留応力層の深さを大きくした場合の計算結果を図 4-11 に示す. 厚い残留応力に欠陥が包み込まれる範囲での圧縮残留応力による強化の効果が顕著に現れる. このことから, セラミックスの研削残留応力による強化が期待できるようにするには, 研削残留応力を大きくすること, 研削残留応力層を欠陥寸法よりも深くすることが必要である. また逆に欠陥の面からは, 欠陥寸法が小さいければ小さいほど, 研削残留応力の効果が顕著に表れることが予測される.

4.4 結言

(1) 常圧焼結アルミナおよび常圧焼結窒化ケイ素の研削加工残留応力を X 線応力測定した結果, 加工表面近傍には大きな圧縮残留応力が形成され, その圧縮残留応力は研削砥石の粒度が大きいほど大きく, かつ窒化ケイ素の方がアルミナよりも大きい. 一方, その圧縮残留応力層の深さはいずれも $20\sim 30\mu\text{m}$ 程度であった.

(2) 研削による表面圧縮残留応力はセラミックスの曲げ強度を向上させるが, 砥石の粒度が 80 番と大きくなると, 欠陥寸法が大きくなり, 逆に強度を低める場合もある. 粒度が 200HG の研削の場合, アルミナ, 窒化ケイ素に関わらず曲げ強度の向上がみられた.

(3) 破面の電顕観察をもとに破壊欠陥の等価き裂長さを定め, 曲げ強度との関係を求めることから欠陥と残留応力の強度に及ぼす影響を定量的に検討した.

(4) 残留応力場中の欠陥からの破壊強度を, 仮想き裂長さの概念を用いて破壊力学的に予測するモデルを提案した. また, 同モデルにより計算を行い研削残留応力が曲げ強度に及ぼす効果を検討した. その結果, 表面圧縮の残留応力

層の厚さよりも欠陥寸法が大きくなるに従い, 残留応力による強化の効果が小さくなる. また半だ円表面き裂のアスペクト比が小さいものほど研削残留応力に影響される.

参考文献

- [1] E. Bernal and B. G. Koepke, Residual Stresses in Machined MgO Crystals, J. Am. Ceram. Soc., **56**-12, pp.634-639 (1973).
- [2] H. P. Kirchner and E. D. Isaacson, Residual Stresses in Hot-Pressed Si_3N_4 Grooved by Single-Point Grinding, J. Am. Ceram. Soc., **65**-1, pp.55-60 (1982).
- [3] R. F. Cook, B. R. Lawn, T. P. Dabbs, and P. Chantikul, Effect of Machining Damage on the Strength of a Glass-Ceramic, J. Am. Ceram. Soc., **64**-9, pp.C121-C122 (1981).
- [4] D. Johnson-Walls, A. G. Evance, D. B. Marshal, and M. R. James, Residual Stresses in Machined Ceramics Surfaces, J. Am. Ceram Soc., **69**-1, pp.44-47 (1986).
- [5] 田中啓介, 松井英治, 秋庭義明, 焼結アルミナの X 線応力測定, 材料, **35**-394, pp.749-754 (1986).
- [6] 田中啓介, 栗村隆之, 松井英治, 秋庭義明, 常圧焼結窒化ケイ素の X 線残留応力測定, 材料, **36**-407, pp.817-822 (1987).
- [7] 岸本秀弘, 上野明, 河本洋, 近藤真司, 常圧焼結 Si_3N_4 の X 線による残留応力測定, 材料, **36**-407, pp.810-816 (1987).

- [8] 水谷勝己, 村田一夫, 田中芳雄, 部分安定化ジルコニア薄板の研削による残留応力と曲げ変形, 精密工学会誌, **55**-4, pp.703-708 (1989).
- [9] 英崇夫, 藤原晴夫, 藤本芳樹, ホットプレスした Si_3N_4 セラミックスの研削加工層の残留応力とその熱的安定性, 材料, **37**-413, pp.210-215 (1988).
- [10] A. Savitzky and M. J. E. Golay, Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures, Anal. Chem., **36**-8, pp.1627-1639 (1964).
- [11] B. D. Cullity, 村松源太郎訳, X線回折要論, p.119 (1980), アグネ.
- [12] R. C. Shah and A. S. Kobayashi, Stress Intensity Factor for an Elliptical Crack Approaching the Surface of a Plate in Bending, ASTM STP 513, pp.3-21 (1972).
- [13] A. S. Kobayashi and A. N. Eneanya, Stress Intensity Factor of a Corner Crack, ASTM STP 590, pp.477-495 (1974).
- [14] SAE, Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction, SAE J784a, pp.62-65 (1971).
- [15] T. Hoshide, H. Furuya, Y. Nagase, and Y. Yamada, Fracture Mechanics Approach to Evaluation of Strength in Sintered Silicon Nitride, Int. J. Fract., **26**, pp.229-239 (1984).
- [16] H. Neuber, Kerbspannungslehre, 2Aufg, pp.164-175 (1958), Springer.
- [17] T. Isibasi, On the Fatigue Limits of Notched Specimens, Memoirs of Fac. Eng. Kyushu Univ., **11**, pp.1-31 (1949).
- [18] K. Tanaka, Engineering Formulae for Fatigue Strength Reduction due to Crack-like Notches, Int. J. Fract., **22**, pp.R39-R46 (1983).

- [19] J. R. Rice, Some Remarks on Elastic Crack-Tip Stress Field, Int. J. Solids Structures, **8**, pp.751-758 (1972).
- [20] J. C. Newman, Jr. and L. S. Raju, An Empirical Stress-Intensity Factor Equation for the Surface Crack, Eng. Fract. Mech., **15**-1, pp.185-192 (1981).
- [21] C. Mattheck, P. Morawietz and D. Munz, Stress Intensity Factor at the Surface and at the Deepest Point of a Semi-Elliptical Surface Crack in Plates under Stress Gradients, Int. J. Fract., **23**, pp.201-212 (1983).