

第 5 章

研削した窒化ケイ素の研削垂直方向の 曲げ強度

5.1 緒言

セラミックスの研削加工により導入された残留応力と研削欠陥はセラミックスの強化および弱化の要因として作用し、これらのバランスにより研削されたセラミックスの強度は決定される。これまでの研削されたセラミックスの強度に関する研究は、研削欠陥による強度低下 [1] [2] やその統計的性質 [3] について検討されている。これらの研究では、研削による欠陥の寸法や強度の低下に主眼がおかれており、研削残留応力を明確にしていない。しかし、研削されたセラミックスの強度を論ずるには、研削により導入される欠陥の大きさとともに研削残留応力の分布も把握して検討することが必要である。特に、研削による残留応力層が破壊強度に影響することは無視できない。Samuel ら [4] は研削したセラミックスの残留応力の分布と曲げ強さから欠陥寸法を計算しているが、微小欠陥に対する検討を行なっておらず、具体的な実験との対応も求められていない。その他、研削残留応力と強度の関係について検討されている [5] [6] が、微小き裂の破壊については考慮されていないために巨視的き裂の破壊力学を用いている。また研削残留応力が破壊強度の統計的性質に与える影響について検討されている [7] が、研削欠陥については触れられていない。

一般にセラミックスにおいては、研削砥石により最も大きな研削欠陥が導入

されるのは研削方向のメデイアンき裂 (median crack) であり, その結果として研削垂直方向の曲げ強度は, 著しく低下する. しかも, 研削欠陥により破壊する場合は破壊起点の同定がむずかしく, 研削欠陥の導入形態や形状については不明な点が多い.

前章においては, 研削方向に対して平行方向の曲げ強度に対する圧縮残留応力による強化について論じたが, 本章では研削欠陥が最も大きな影響を与える研削垂直方向の曲げ強度と残留応力について検討する. さらに, 同定の困難な研削欠陥の寸法を走査電子顕微鏡による観察および有効き裂と潜在き裂を用いた破壊力学モデルの両面から検討する. このようにして得られた研削による実在き裂寸法を求め, それと研削による欠陥寸法を比較する.

5.2 実験方法

5.2.1 材料および研削加工

本実験に用いた材料は, 常圧焼結された窒化ケイ素である. 前章で使用した窒化ケイ素とは異なるので, 本章での窒化ケイ素は $\text{Si}_3\text{N}_4(\text{II})$ と表す. 本材料の機械的性質およびかさ密度を表 5-1 に示す. 試験片は 800 番のダイヤモンド砥石で研削した後, 表面をバフ仕上げをして高さ 3mm, 幅 4mm, 長さ 40mm の JIS 試験片の形状に仕上げられた. この試験片を研削材と比較するための標準材とした.

一方, 標準材に 170/200 番のダイヤモンド砥石による研削加工を施して研削材とした. 研削方向は試験片長手方向に対し垂直とした. 研削加工条件を表

表 5-1: $\text{Si}_3\text{N}_4(\text{II})$ の機械的性質およびかさ密度

Young's modulus E (GPa)	Poisson's ratio ν	Bulk density ρ (g/cm^3)
298	0.268	3.22

表 5-2 $\text{Si}_3\text{N}_4(\text{II})$ 研削条件

Method	Up-cut, Non-spark-out
Grinding wheel	SDC170/200 N 100B
Circumferential speed	2000 m/min
Work speed	10 m/min
Cutting depth	20 μm

5-2 に示す. また, 標準材に BI (Bridge indentation) 法 [8] により予き裂を導入した片側予き裂材 (SEPB 材) も用意した. 試験片の本数は標準材 5 本, 研削材 5 本, SEPB 材 5 本, そのほか研削材 12 本を表面除去に使用した.

5.2.2 残留応力測定

X線回折法により試験片の表面残留応力および研削材の深さ方向への残留応力分布を測定した. ここでの測定応力は試験片長手方向 (研削垂直方向) である. 残留応力の分布を測定するために逐次バフ研磨により表面層を除去し, X線応力測定を繰り返し残留応力を求めた. X線応力測定条件を表 5-3 に示す.

表 5-3 応力測定のための X線条件

Method	Parallel beam method
Characteristic X-ray	Cr-K α ($\lambda=0.229100\text{nm}$)
Diffraction	4 1 1 ($d=0.128826\text{nm}$)
Diffraction angle	125.54 deg
Tube voltage	40 kV
Tube current	30 mA
Filter	V
Scanning speed	1 deg/min
Preset time	2 sec
Divergent angle	0.64 deg
Irradiated area	4 \times 4 mm^2
Stress constant	-1031 MPa/deg

応力測定法は、平行ビーム系による並傾法である。Cr-K α 特性 X 線による 411 回折の X 線の弾性定数は、本試料について第 2 章で報告したのと同様の方法により測定したが、その実測値は $E/(1+\nu) = 230$ (GPa)、また応力定数 $S = -1031$ (MPa/deg) であった。ただし、 E はヤング率、 ν はポアソン比である。回折角の決定は半価幅中点法によった。応力の決定は $2\theta - \sin^2\psi$ 法に従った。また、 $\sin^2\psi$ は 0 から 0.6 までの 0.1 間隔の 7 点を設定した。

5.2.3 曲げ試験および応力拡大係数

試験片の曲げ試験は 4 点曲げにて行った。クロスヘッドスピード 0.5 mm/min、内スパン間隔 20mm、外スパン間隔は 36mm とした。標準材の試験片の破面の SEM 写真に対して、破壊起点欠陥を含むだ円により近似して、第 4 章と同様の方法により応力拡大係数を算出した [9] [10]。また SEP 材については、予き裂面に油性インクを浸透させ、インクの浸透した予き裂前縁を 4 等分したときの 3 内点のき裂長さの平均値をき裂長さとし、Brown の式 [11] によって応力拡大係数を求めた。

5.3 実験結果および考察

5.3.1 曲げ強さおよび残留応力

曲げ試験および X 線応力測定した結果を表 5-4 に示す。表中には、それぞれの平均と標準偏差も併せて示している。研削材の曲げ強さは標準材に比較して小さくなっており、研削加工により欠陥が導入されたことがうかがえる。また、研削面に圧縮残留応力も形成されている。標準材の方も小さいながら圧縮残留応力が測定された。研削材の回折線の半価幅は、研削により標準材より大きいものとなっており、研削による塑性変形などの非弾性変形の導入に対応している。

図 5-1 に曲げ強さのワイブル分布を示す。二母数ワイブル分布の場合のワイブル係数 m の値および尺度母数 α の値は、標準材では $m = 10.7$ 、 $\alpha = 779$ (MPa)、

表 5-4 Si₃N₄ (II) の曲げ強さ、研削残留応力および回折線幅

Condition	No.	Bending strength σ_B (MPa)	Residual stress σ_R (MPa)	Broadening $B_{1/2}$ (deg)
Buffed	S006	826.9	-45.0	0.9044
	S007	792.9	-85.2	0.9389
	S008	720.5	-75.0	0.9286
	S009	712.3	-77.4	0.9438
	S010	689.5	-93.4	0.9264
	mean	748.4 \pm 52.3	-75.2 \pm 16.4	0.9284 \pm 0.0136
Ground #170/200	B3-06	530.8	-217.1	1.0574
	B3-16	546.3	-171.9	0.9713
	B3-30	662.6	-246.4	0.9789
	B3-31	591.1	-176.6	1.0133
	B3-32	604.8	-195.9	0.9862
	mean	587.1 \pm 46.6	-201.6 \pm 27.5	1.0014 \pm 0.0314

研削材では $m = 9.73$ 、 $\alpha = 614$ (MPa) であった。

また、研削残留応力の分布を調べるために表面をバフ研磨して表面を除去し、逐次 X 線応力測定を行った。これらの値は、第 4 章と同じように除去による応力の再分布を考慮して補正した [12]。研削材の表面からの残留応力の分布と半価幅の分布を図 5-2 に示す。残留応力は表面から少し入ったところで最大圧縮応力を示し、その後減少し、約 20 μ m 深さで零に近づく。半価幅は、表面で最大であり、残留圧縮応力がなくなる 20 μ m 深さでほぼ一定値となる。これらの傾向は第 4 章での研削平行方向の結果と同様である。

5.3.2 標準材の等価き裂長さと有効き裂長さ

標準材を 4 点曲げ試験にて破断した後、SEM 観察により破壊起点を求めた。標準材の破面を図 5-3 に示す。図 5-3 (a) は破面の全体の様相である。放射状条痕が広がり、それをたどっていくことにより破壊起点の位置がわかる。その起

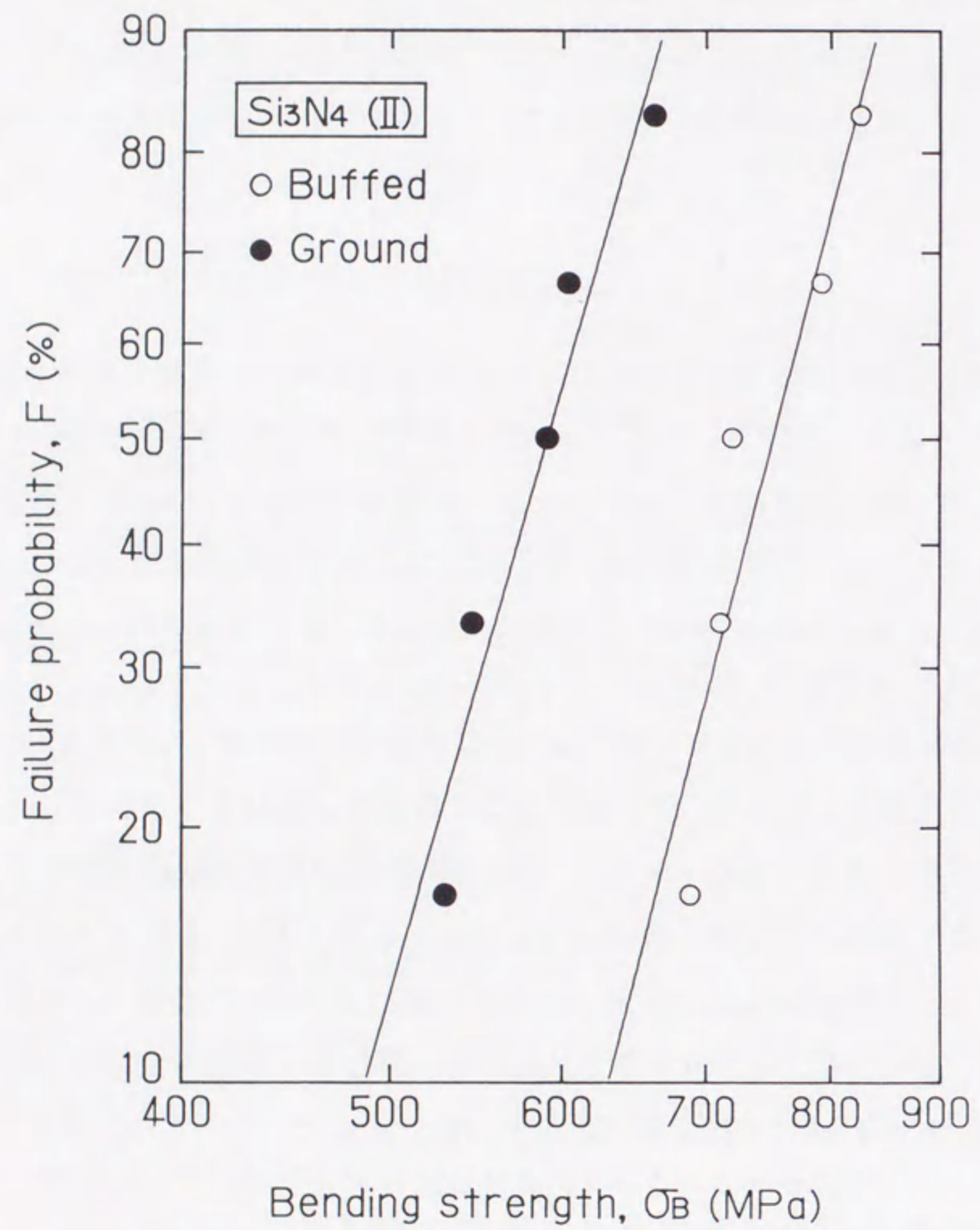
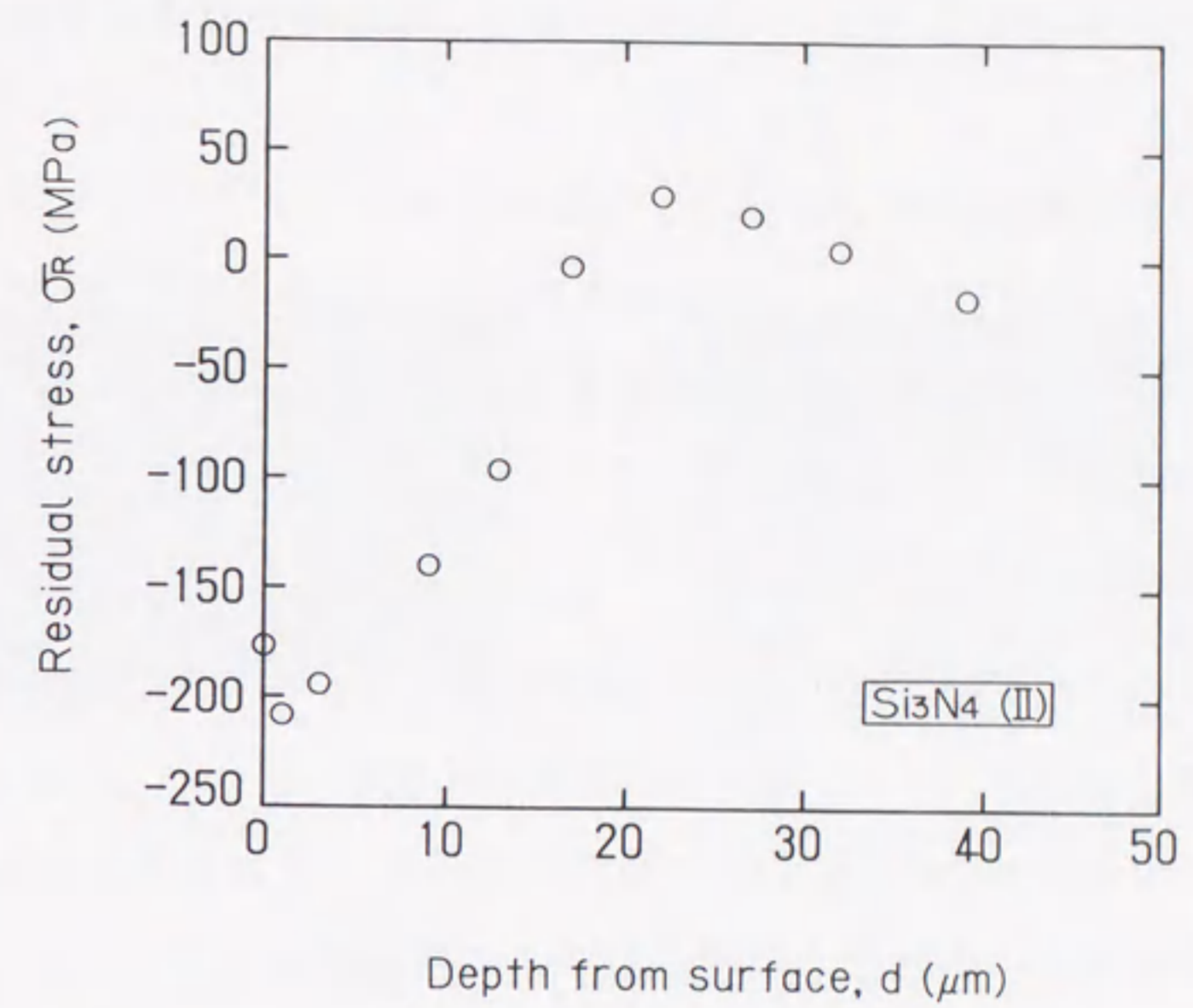
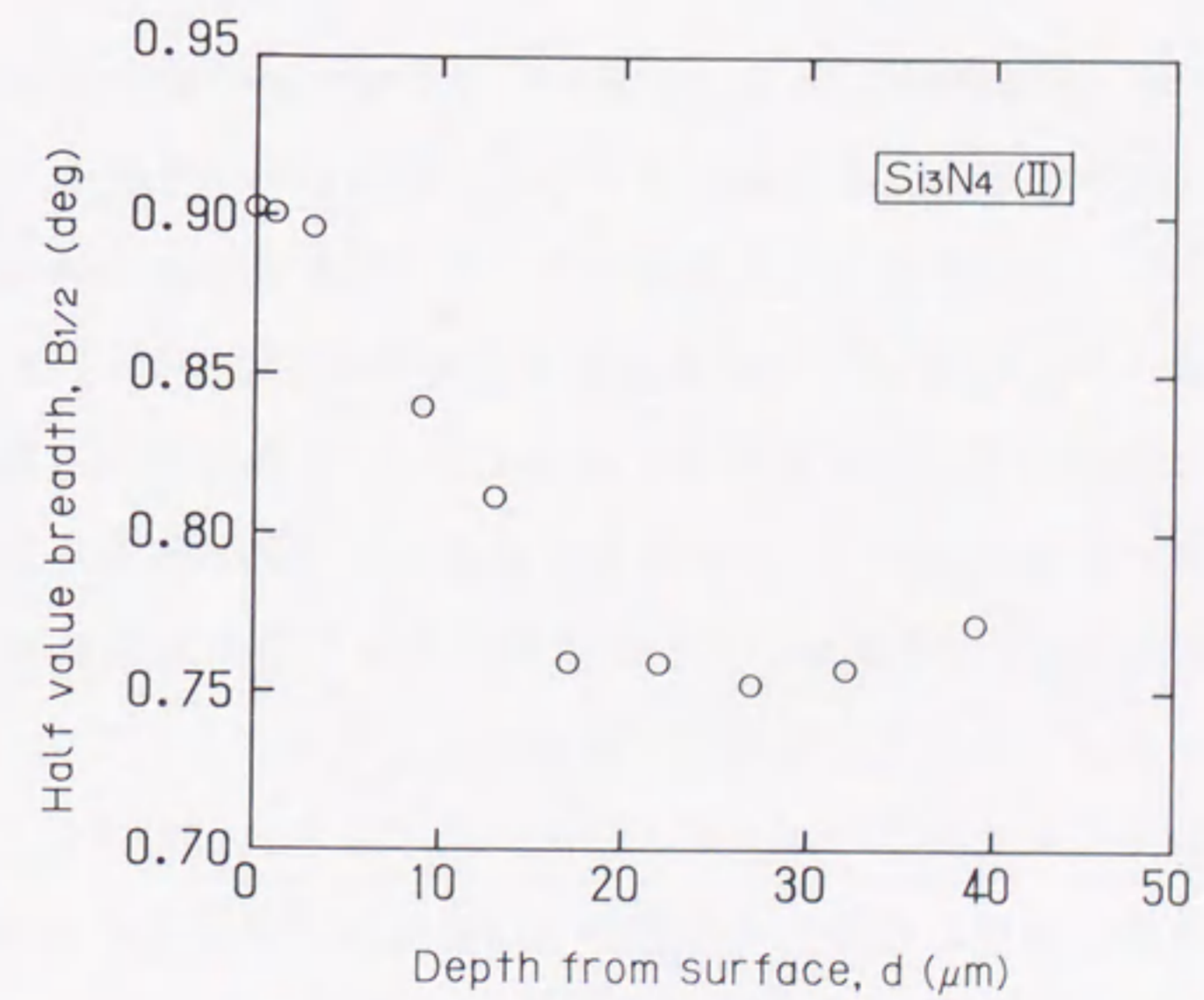


図 5-1 Si_3N_4 (II) の曲げ強さのワイブル分布



(a) 残留応力



(b) 回折線幅

図 5-2 残留応力と回折線幅の深さ方向への分布

点を拡大すると図5-3 (b) のように気孔がある。本実験の標準材の破壊起点は全部が気孔であった。

各試験片の破壊起点が異なる場合、一様に比較はできないので等価き裂を使って整理する。曲げ試験によって得られた K は、表面の曲げ応力を σ 、き裂寸法を a として、破壊時の応力拡大係数を求め、前章と同様に次式により等価き裂長さ l を求めた。

$$l = a \cdot F^2 = \left(\frac{K}{\sigma}\right)^2 / \pi \quad (5-1)$$

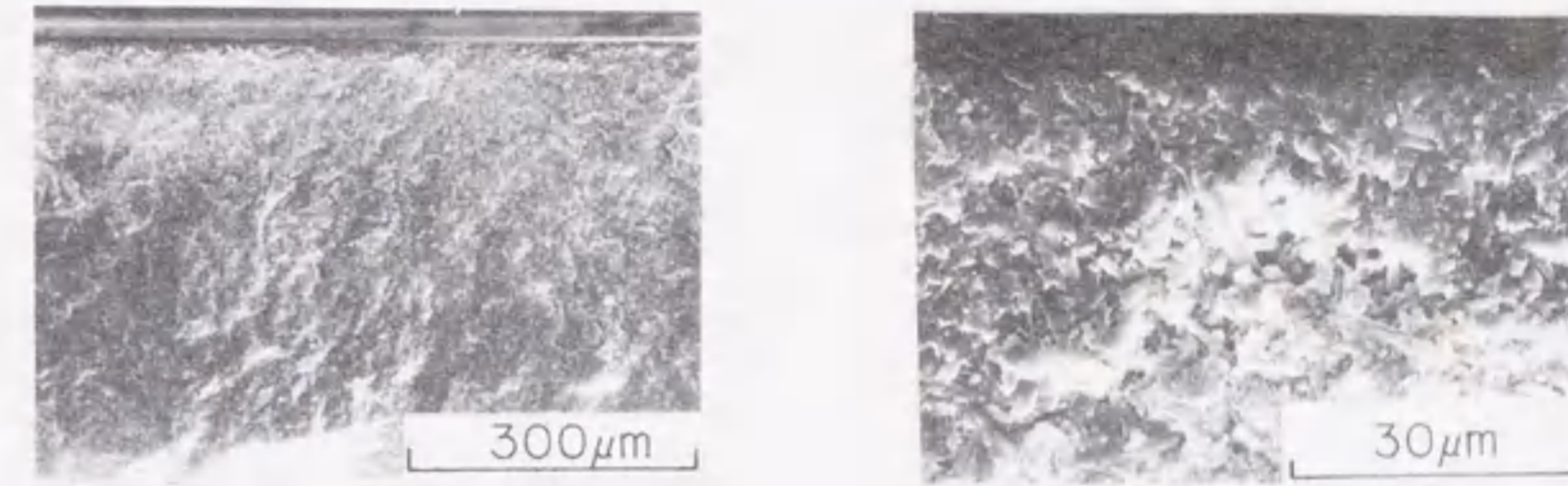
等価き裂長さにて曲げ強さを整理した結果を図5-4に示す。図中の直線は曲げ強さの平均値と SEPB によって得られた破壊じん性値 $K_C (= 6.56 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}})$ による線である。ついで、等価き裂長さに潜在き裂長さ l_0 を加えたき裂長さが微小き裂の破壊に有効であるとする仮想き裂長さの概念の式

$$K_C = \sigma \sqrt{\pi(l+l_0)} \quad (5-2)$$

を適用して、最小二乗法にて l_0 と K_C を求めた。 $l_0 = 11.7 \mu\text{m}$, $K_C = 6.59 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ が得られ、その結果を図5-5の曲線に示した。この図からわかるように標準材の結果に対しては、仮想き裂長さの考え方により平滑材とき裂材の結果が統一的に説明できる。ここで $(l+l_0)$ は破壊に対する有効き裂と見なし得る。

詳細に関しては後述するが、研削材については SEM 観察による研削欠陥寸法の同定は非常に困難であった。この問題を解決するために残留応力と破壊力学を適用した研究 [4]-[6] があるが、それらは長いき裂の破壊力学を用いており、微小き裂からの破壊に対しての有効性が疑問として残る。ここでは、前章で提案した仮想き裂モデルをセラミックスの研削欠陥の同定に応用することを検討する。試験片の曲げ強度と破壊じん性値から研削欠陥寸法を逆に求めることができれば、研削材の強度評価が可能となる。

すなわち、図5-6に示すような残留応力分布形態 (Type 1) と欠陥の形状をあらかじめ仮定する。実験結果から曲げ強さと表面残留応力が得られると、負荷



(a) 破面

(b) 破壊起点

図5-3 標準材の破面の走査電子顕微鏡観察

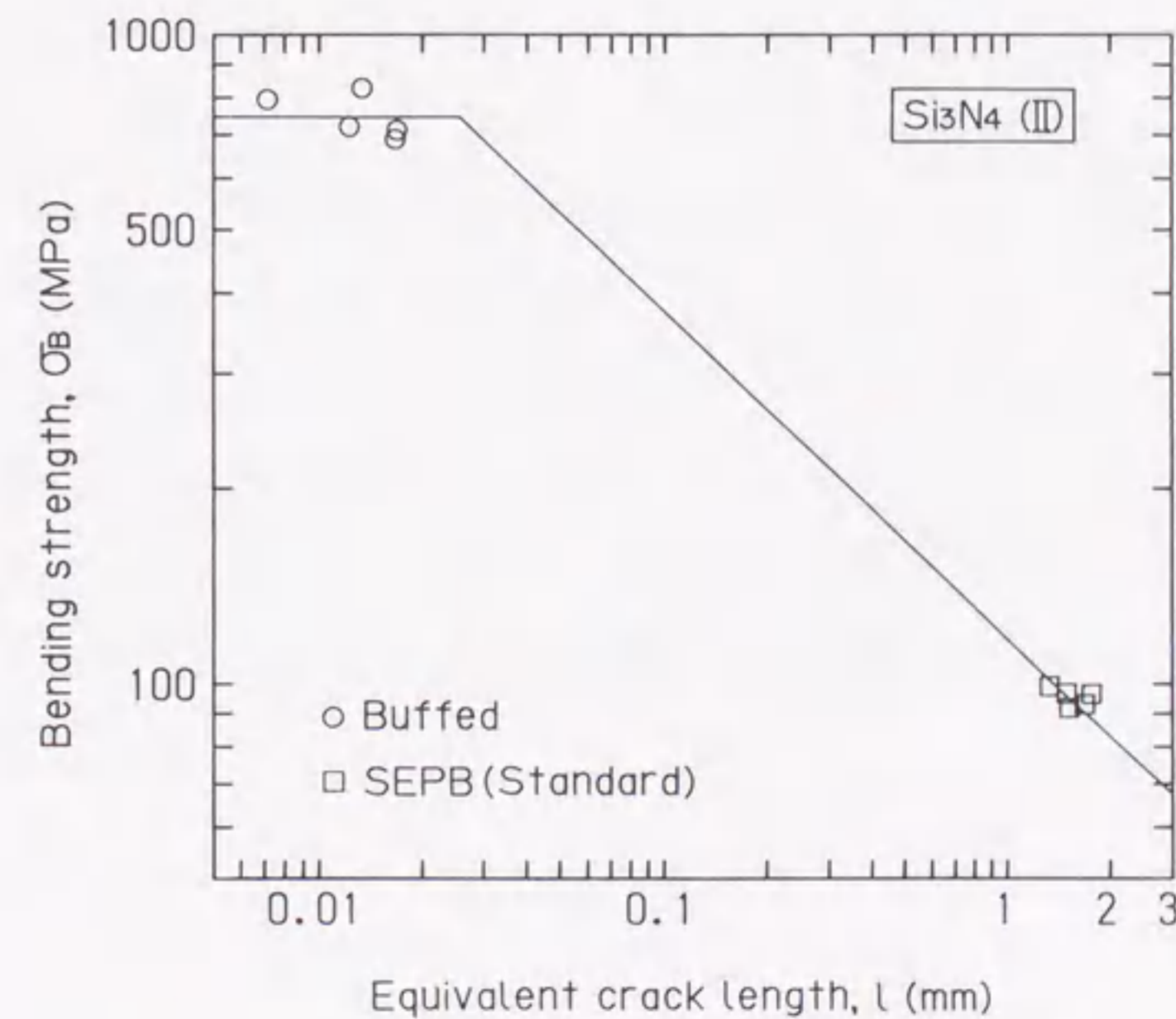


図5-4 等価き裂と曲げ強さの関係

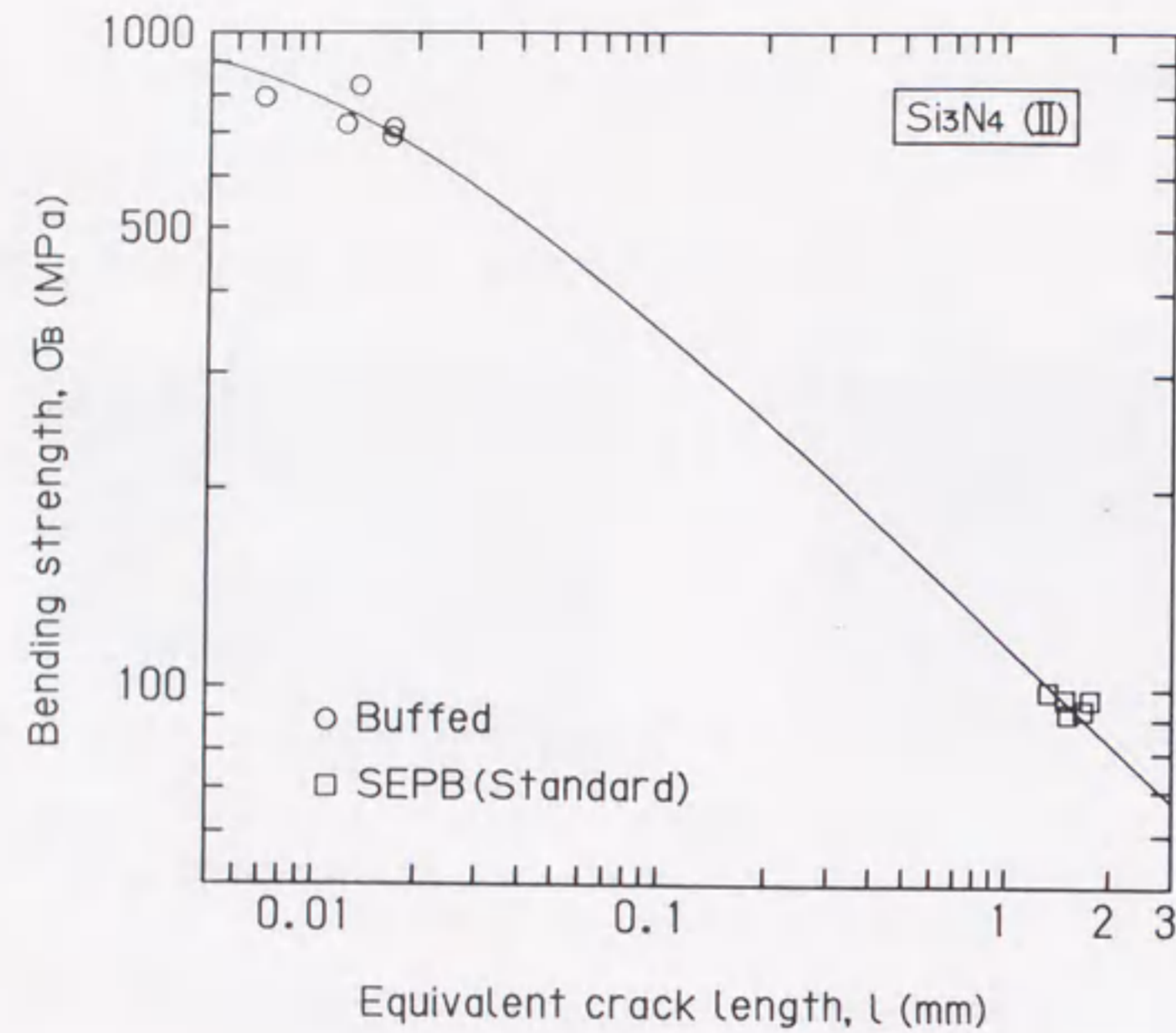


図 5-5 等価き裂と曲げ強さの関係

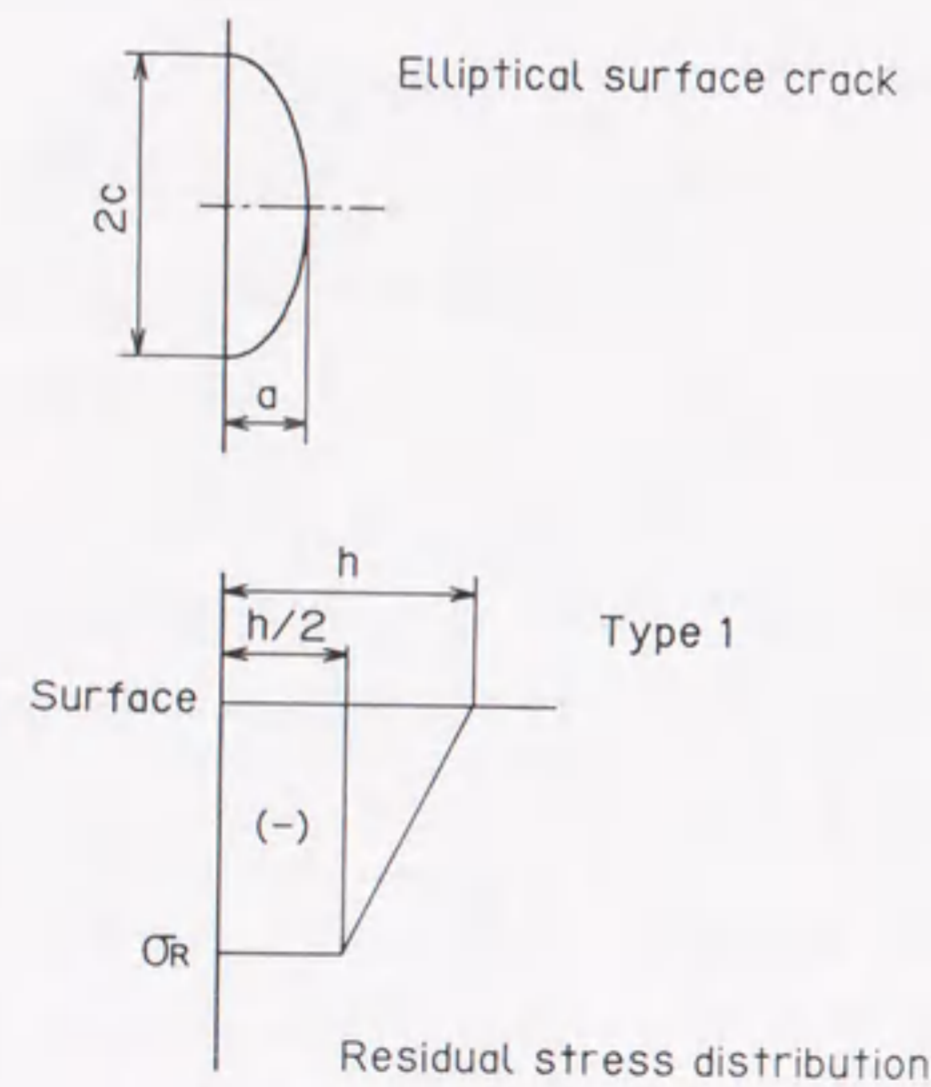


図 5-6 有効き裂長さを求めるための欠陥形状と残留応力分布

による応力拡大係数 K_{app} と圧縮残留応力による応力拡大係数 $K_{res} (< 0)$ が得られる。両者の K 値の和が破壊じん性値 K_C に達したとき、研削されたセラミックスが破壊すると仮定すると、次式が成り立つ。

$$K_C = K_{app} + K_{res} \quad (5-3)$$

$$K_{app} = K_C - K_{res} \quad (5-4)$$

式(5-4)を具体的に表現すると次のようになる。

$$\sigma_B = \frac{K_C - K_{res}}{\sqrt{\pi a} F(a)} \quad (5-5)$$

実験結果で得られた曲げ強さと表面残留応力から上式を満たす a が求められる。この a が有効き裂長さ a_{eff} である。たとえば、表面残留応力 -202 MPa、圧縮残留応力層の深さ $h = 20 \mu\text{m}$ 、だ円き裂のアスペクト比 $a/c = 0.65$ 、破壊じん性値 $K_C = 6.59 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の研削されたセラミックスがあるとするとき式(5-5)の関係から図 5-7 の線が得られる。ただし、破線は $K_{res} = 0$ の場合で、研削材は圧縮残留応力により強化されている。その研削材の曲げ強さに対応するき裂長さをこの線から求めたものが有効き裂長さ a_{eff} である。

一方図 5-5 に示したように、セラミックスの曲げ強さとき裂長さの関係は、有効き裂長さにより非常によく整理される。それゆえ、式(5-5)で求めた有効き裂長さ a_{eff} は、潜在き裂長さ a_0 を含んだ長さと考えられる。したがって、次式で示される実在き裂長さ a_{real} が、研削による実際の欠陥寸法を与えることを意味する。

$$a_{real} = a_{eff} - a_0 \quad (5-6)$$

ここで、式(5-1)から l_0 と a_0 との間には次の関係が成り立つ。

$$l_0 = a_0 F^2 \quad (5-7)$$

各研削試験片について計算された有効き裂長さを表 5-5 に示す。有効き裂

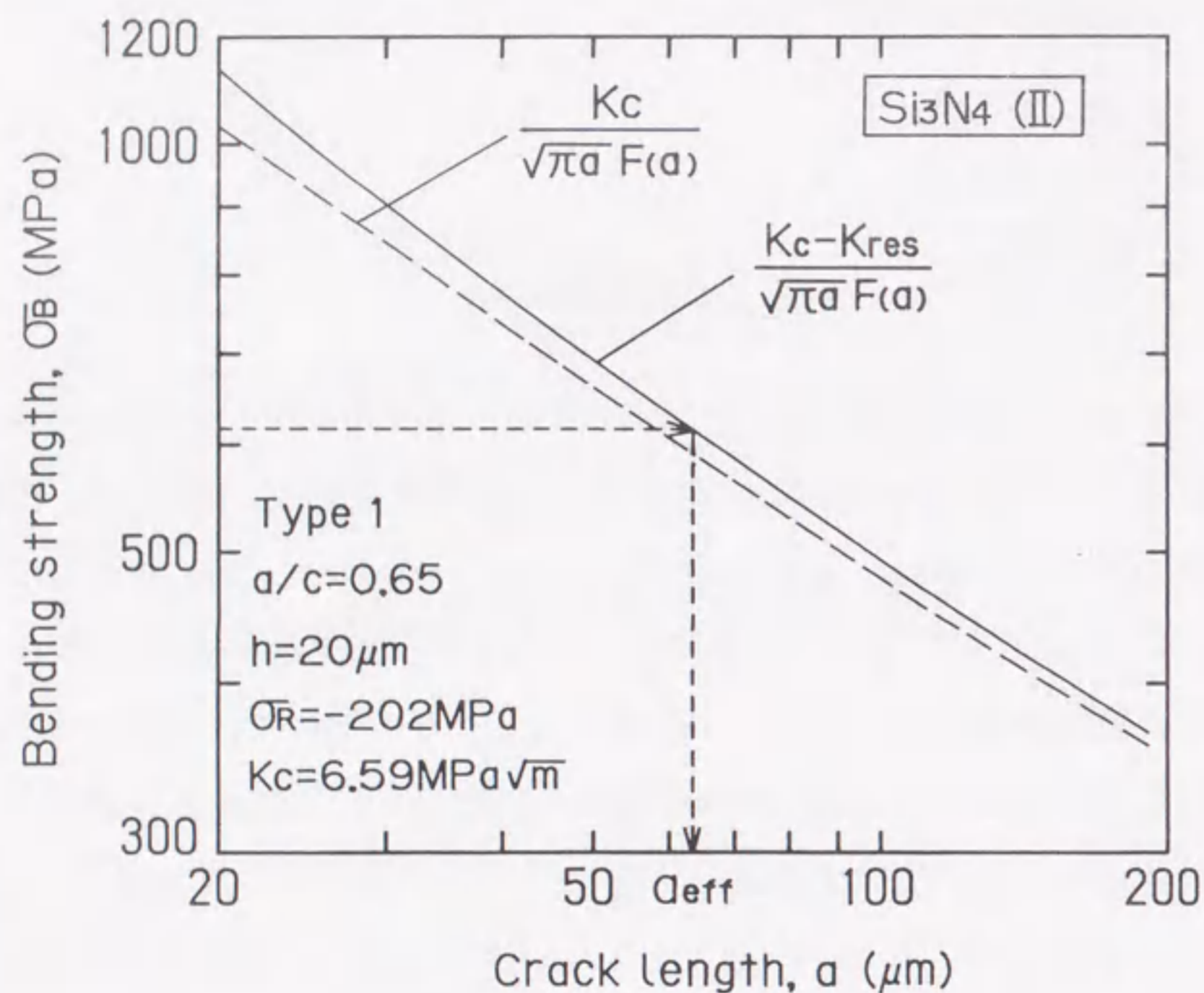


図 5-7 有効き裂長さと曲げ強さの関係

表 5-5 有効き裂モデルによるき裂長さの評価

Specimen		B3-06	B3-16	B3-30	B3-31	B3-32	Mean
Fracture origin		surface	surface	surface	surface	corner	
Ground	a_{eff} (μm)	80.2	74.7	53.1	64.3	—	68.1
type 1	a_0 (μm)	18.0	18.0	18.0	18.0	—	18.0
a/c=0.65	a_{real} (μm)	62.2	56.7	35.1	46.3	—	50.1
Ground	a_{eff} (μm)	67.7	62.8	45.3	54.1	—	57.5
type 1	a_0 (μm)	14.8	14.8	14.8	14.8	—	14.8
a/c=0.50	a_{real} (μm)	52.9	48.0	30.5	39.3	—	42.7
Depression	a (μm)	47.4	137.0	40.0	62.5	52.9	68.0
size	c (μm)	157.9	137.0	73.3	78.1	75.6	104.4

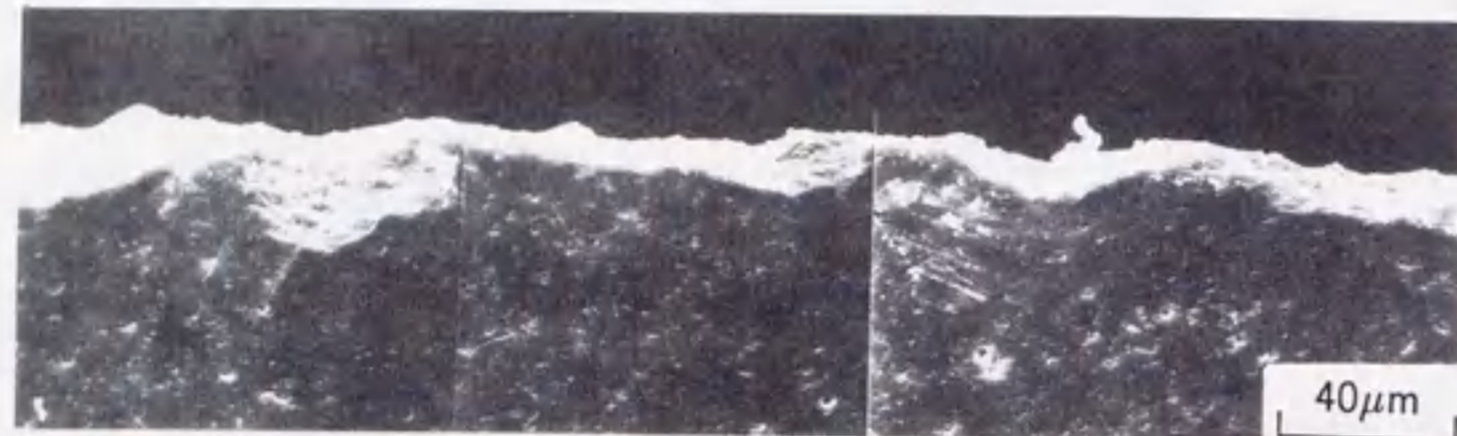
長さの計算において、図 5-6 の Type 1 の残留応力分布で深さを $h = 20\mu\text{m}$ 、 $K_C = 6.59\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ として a_{real} を計算した。アスペクト比 a/c は後述のくぼみ域の SEM 観察の結果から得られた平均として 0.65 になったが、その他に 0.5 の場合も加えた。試験片番号 B3-32 のように角から破壊した場合については、仮定と異なるので有効き裂は求めていない。

5.3.3 研削による実在欠陥の評価

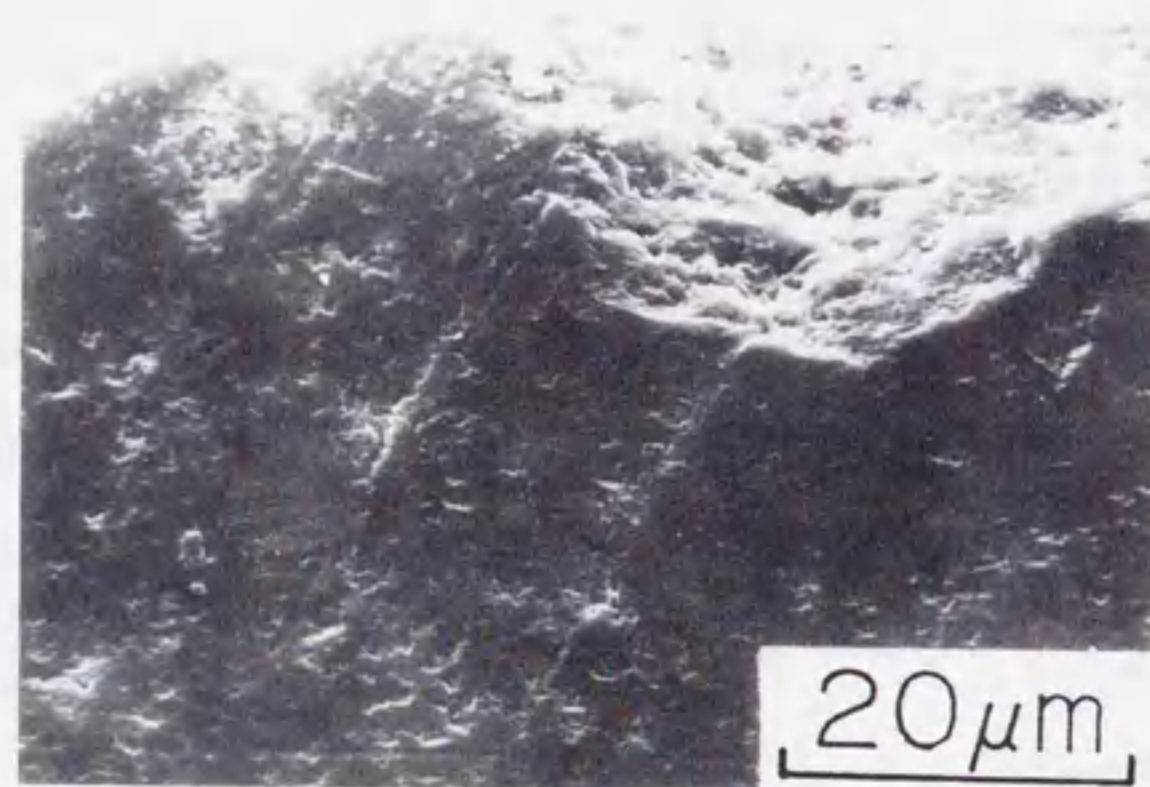
前節で述べた有効き裂モデルから得られる有効き裂長さと実在き裂長さが、実際の研削されたセラミックスの破壊欠陥とどのように対応しているかを明確にしなければならない。そのために、研削材の SEM 観察による研削欠陥の特徴を明らかにすること、また計算された実在欠陥寸法と研削欠陥寸法の比較をすることが必要である。

図 5-8 (a) に砥石の入側から研削面をみた SEM 写真を示す。研削面下に多数のき裂がみられ、その形態も研削面下に褶曲したようなき裂などもみられる。この研削面下をさらに拡大したのが図 5-8 (b) である。研削面下に微小き裂が存在していることがわかる。またこの写真では、き裂の方向も深さ方向に対して傾きをもっている。堀川らの透過電子顕微鏡観察によれば、研削面下には表

Ground surface



(a) 砥石の入り側



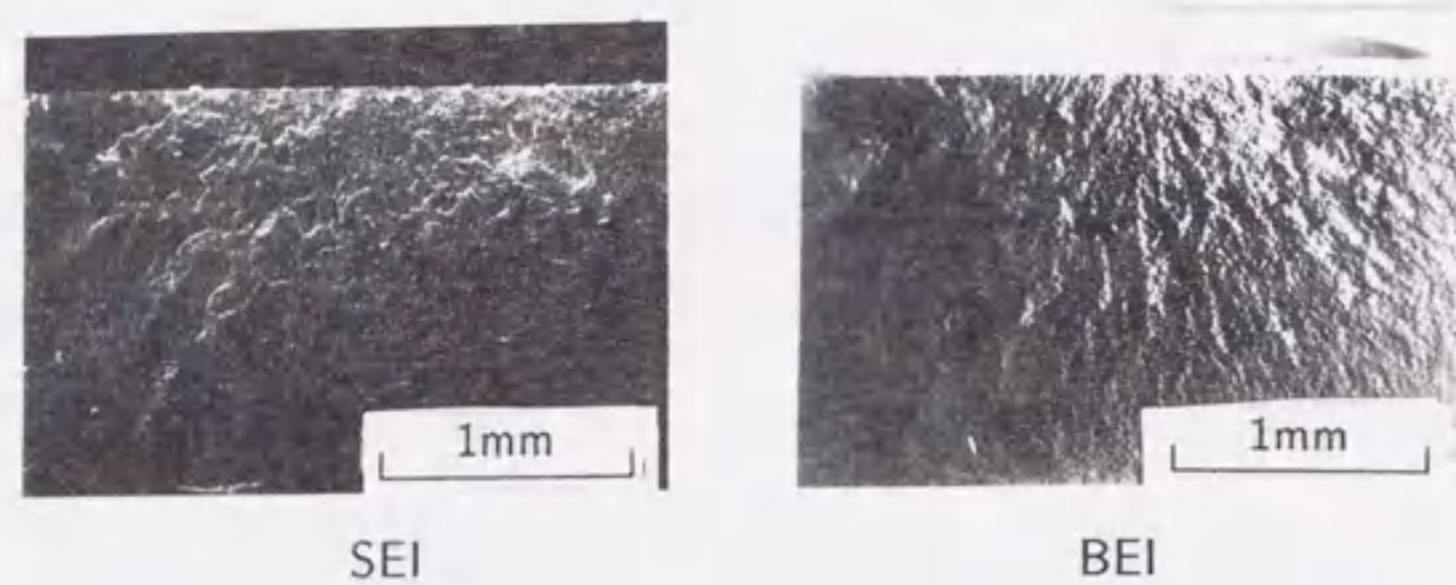
(b) 微小き裂 (aの拡大)

図 5-8 研削した試験片の側面からの観察

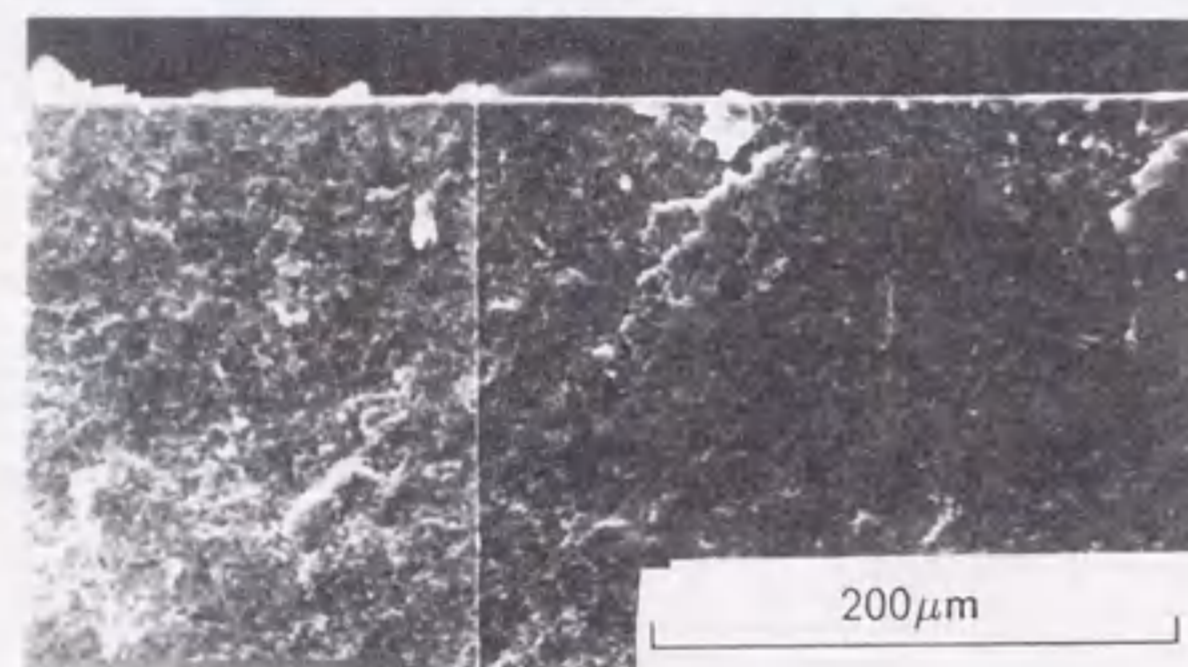
面に対し浅い角度をなしたき裂がみられると報告されているが[13], 本章での SEM 観察の結果も堀川らと同様である.

研削材の破面の SEM による 2 次電子線像 (SEI) と反射電子線像 (BEI) を 図 5-9 (a) に示す. SEI は破壊起点が不明確であるが, BEI は放射状条痕が明瞭に現れ破壊起点位置が検出できる. BEI を頼りにして放射状条痕をたどり, 破壊起点付近を拡大したものが 図 5-9 (b) である. そこには標準材の場合とは異なり気孔が認められず, さらに破壊起点となった欠陥形状の同定も困難である. 図 5-8 (b) に示されるように研削欠陥が破面に対して傾いていることから, 試料を傾けて SEM 観察すると 図 5-9 (c) に示されるように, 研削面下にくぼみのような研削欠陥がみえる. このくぼみの寸法 (Depression size) を測定した. この結果を表 5-5 にまとめた. この領域は前項で求めた実在欠陥寸法よりもやや大きい値となっている. 図 5-8 のようにして試験片側面から研削き裂の深さを SEM 観察によって測り, 各試験片での最大のを平均すると $38.9 \mu\text{m}$ となる. 研削材のほとんどが表面中央から破壊していることから, 角からの深さ $38.9 \mu\text{m}$ よりも大きくなるはずである. 表 5-5 の $a/c = 0.65$ の実在欠陥寸法 a_{real} の平均値は $50.1 \mu\text{m}$ であり, $38.9 \mu\text{m}$ より大きい結果を与えているが, $a/c = 0.50$ の場合の a_{real} の平均値は $42.7 \mu\text{m}$ であり, 試験片側面からの研削き裂深さとよい一致をみた. 側面のき裂と半だ円表面き裂とは形態が異なり仮定と完全に一致するとは言えないが, 本研削加工による欠陥の最大のものとしてアスペクト比 0.50, 深さ $45 \mu\text{m}$ 相当の半だ円表面欠陥が導入されたことが予測できる.

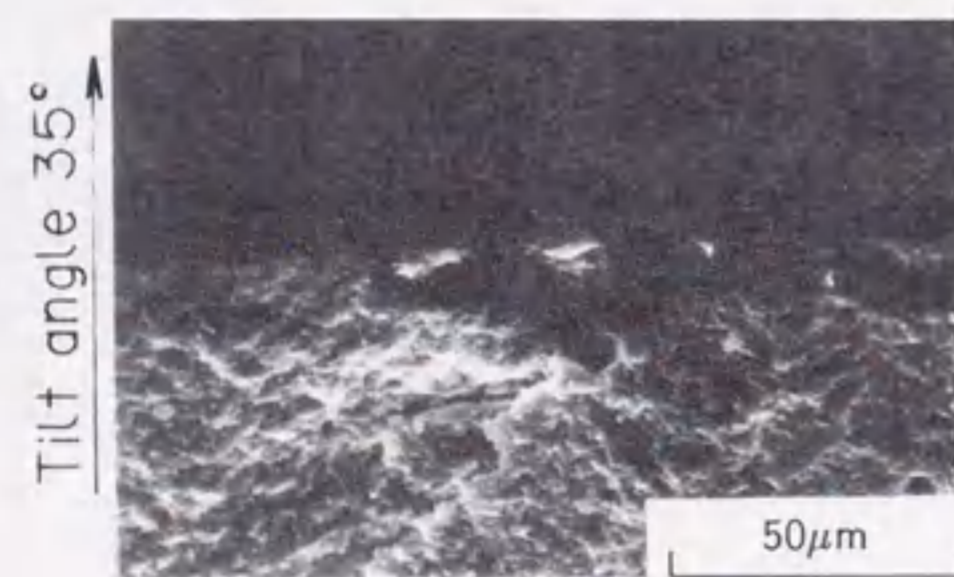
以上のことから有効き裂長さと潜在き裂を用いて得られる実在欠陥寸法は, 研削欠陥寸法の予測値として妥当であるといえる. この有効き裂の手法を用いれば, 研削による欠陥寸法を SEM 観察から求められなくても, 曲げ強度から評価できる.



(a) 破面観察



(b) (a) の SEI の拡大



(c) 破壊起点

図 5-9 研削材の破面観察

5.3.4 研削表面の除去による効果

Cook らは表面除去にともなう強度変化を求めて研削残留応力の影響を調べている [14] が、この方法により研削欠陥寸法および残留応力の程度を知ることができる。そこで、研削材の表面を種々の深さにバフ研磨にて除去し、曲げ試験を行なった。その結果を図 5-10 に示す。図中に示される線は、研削材の表面除去にともない研削残留応力と初期の研削欠陥が除去されるものとして数値計算した結果である。ここでは、図 5-11 に示すように研削表面き裂を考え、表面が除去されるに従い研削欠陥が減少し、き裂のアスペクト比も小さくなって行くとした。一方、研削欠陥と同様の応力状態下に、気孔による欠陥に相当する半円表面き裂を仮定してある。この両者の欠陥による強度の低い方で破壊するとして計算した。初期の表面の研削残留応力は、研削材の平均値である -202 MPa を用いた。残留応力分布は図 5-6 の Type 1、破壊じん性値は本材料の測定結果の $5.69 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ を用いた。負荷および残留応力による応力拡大係数の計算は重み関数法 [15] に従って計算した。参照応力拡大係数 K_0 は一様引張下の半だ円き裂の近似式 [16] を用いた。その時のき裂開口変位 u_0 は Mattheck ら [17] のものを利用した。研削欠陥および気孔による欠陥の実在き裂長さ、潜在き裂長さおよびアスペクト比については図 5-11 に示してある。

図 5-10 の各点によって試験片が異なるため実験結果はばらついているが、表面除去にともない曲げ強さが標準材の値に回復しており、ほぼ $50\mu\text{m}$ の除去量で標準材の曲げ強さになっている。数値計算の結果は、実験結果とほぼ一致している。図中の破線は表面残留応力のない場合であり、破線と実線と比較すると除去量 $20\mu\text{m}$ までは圧縮残留応力による強化の効果を得られている。このように研削表面除去による曲げ強度の回復についての検討からも、有効き裂長さモデルで求めた研削欠陥の寸法、すなわちアスペクト比 0.5 深さ $45\mu\text{m}$ 相当の研削欠陥は妥当な数値と言える。

一般に研削加工により欠陥が導入されて曲げ強さが減少するのを避けるた

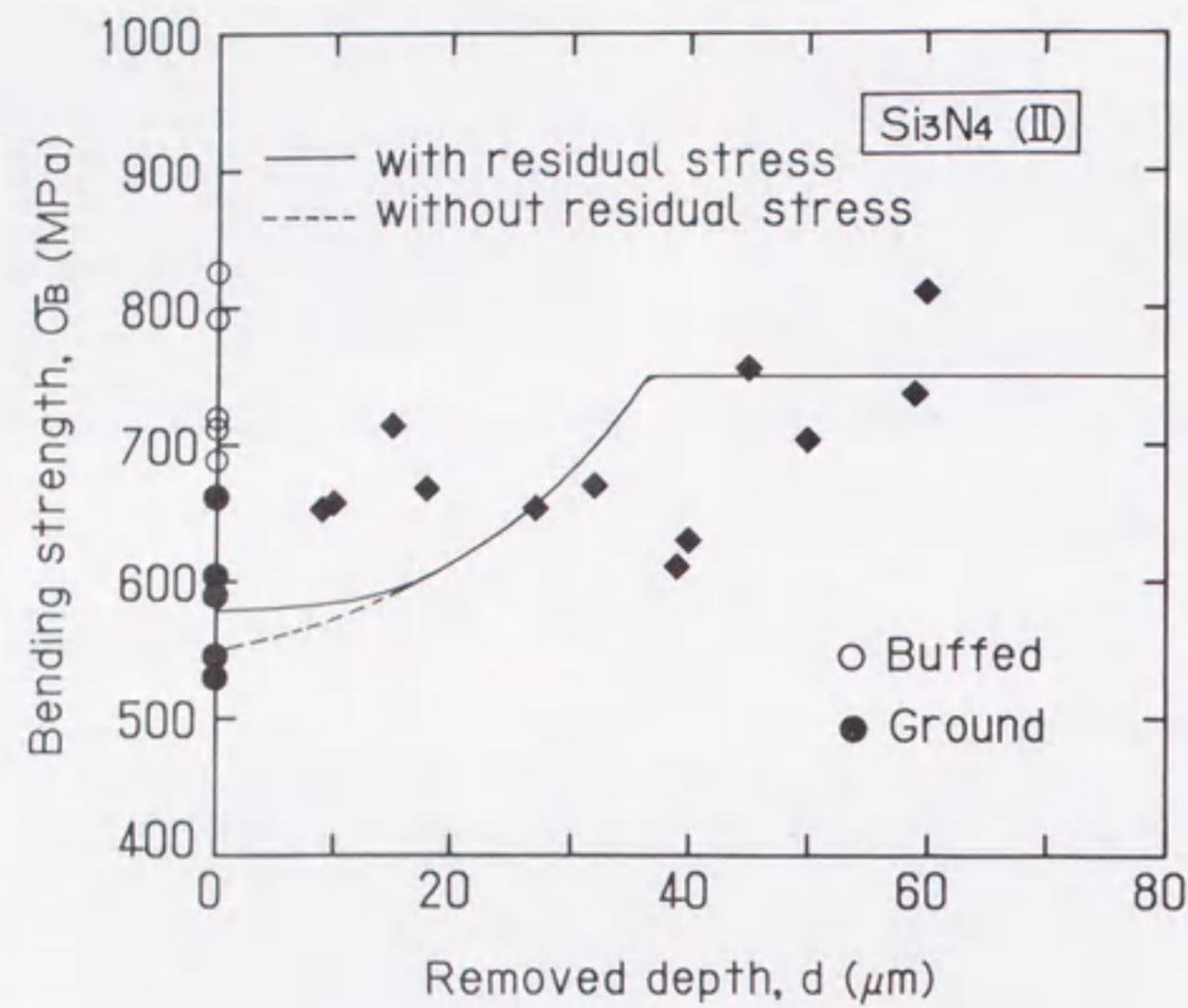


図 5-10 研削表面除去による曲げ強さの回復

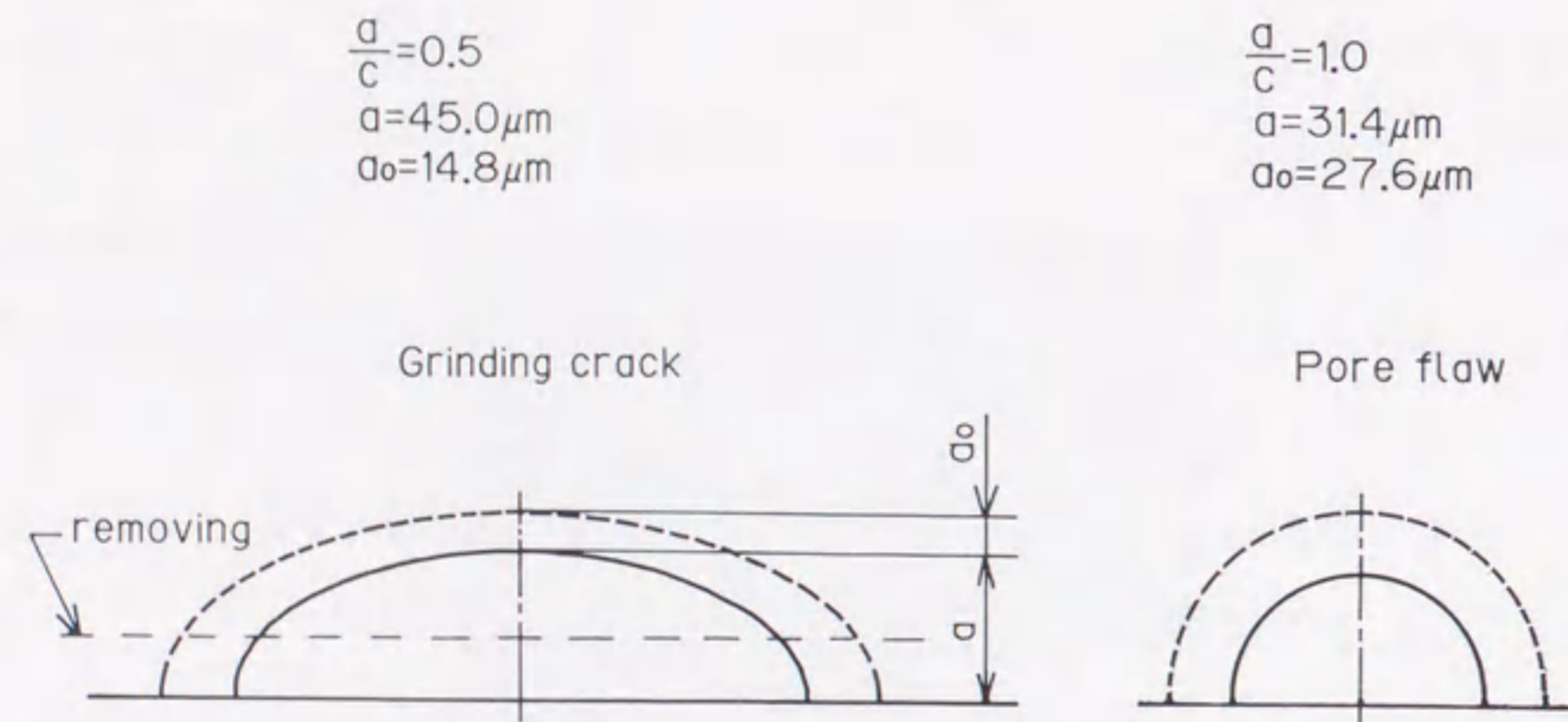


図 5-11 研削面除去効果の計算に用いたき裂の形状

め、仕上げ研削が行なわれる。そのような場合には、研削材の曲げ強さ結果から、有効き裂モデルを用いて研削欠陥寸法を同定し、同様の数値計算を行うことにより、曲げ強度が標準材と同じになるところまでの仕上げ研削の深さ Δd を求めることができる。つまり、 Δd の精密研削を行えば研削による強度減少を回復することができる。また、研削圧縮残留応力の深さ h の方が Δd より大きい場合には、曲げ強度の向上も期待できる。前章で報告した研削平行方向の曲げ強度の上昇は、このような場合に相当する。

5.4 結言

- (1) 研削加工により研削面には圧縮残留応力が導入され、その深さは $20\mu\text{m}$ であった。また、この圧縮域では X 線回折線の半価幅の増大がみられた。
- (2) 研削垂直方向の曲げ強度は、表面圧縮残留応力にもかかわらず、研削欠陥寸法が大きいことにより減少した。
- (3) 研削残留応力下に存在する欠陥寸法を評価するために、有効き裂モデルを提案した。有効き裂長さから研削により導入された欠陥寸法の大きさを求めると、アスペクト比 0.5、深さ $45\mu\text{m}$ 相当の表面だ円欠陥が、研削面に導入されることが予測できた。
- (4) 表面除去に伴う研削材の曲げ強さの回復について必要な研削深さを求める方法を提案し、実験結果とよい一致が得られた。

参考文献

- [1] R. W. Rice, J. J. Mecholsky, Jr., and P. F. Becher, The Effect of Grinding Direction on Flaw Character and Strength of Single Crystal and Polycrystalline Ceramics, *J. Materials Science*, **16**, pp.853-862 (1981).
- [2] A. Krell and K. Lippmann, Response of Polycrystalline Al_2O_3 to Diamond Grinding, *Wear*, **97**, pp.203-207 (1984).
- [3] Y. Matsuo, T. Ogasawara, S. Kimura, and E. Yasuda, Statistical Analysis of the Effect of Surface Grinding on the Strength of Alumina Using Weibull's Multimodal Function, *J. Materials Science*, **22**, pp.1482-1488 (1987).
- [4] R. Samuel and S. Chandrasekar, Effect of Residual Stresses on the Fracture of Ground Ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.*, **72-10**, pp.1960-1966 (1989).
- [5] 松尾陽太郎, 小笠原俊夫, 木村脩七, 佐藤繁美, 安田榮一, アルミナの研削加工損傷に及ぼす焼鈍処理の影響, *日本セラミックス協会学術論文誌*, **99-5**, pp.384-389 (1991).
- [6] 森要, 吉成宏巳, 稔野宗次, 横堀武夫, アルミナセラミックスの曲げ強度における平面研削加工の影響, *材料*, **41-467**, pp.1268-1272 (1992).
- [7] M. M. Tojek and D. J. Green, Effect of Residual Surface Stress on the Strength Distribution of Brittle Materials, *J. Am. Ceram. Soc.*, **72-10**, pp.1885-1890 (1989).
- [8] T. Sadahiro and S. Takatsu, A New Precracking 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.
- [9] 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).
- [10] A. S. Kobayashi and A. N. Enetanya, Stress Intensity Factor of a Corner Crack, *ASTM STP 590*, pp.477-495 (1974).
- [11] W. F. Brown, Jr. and J. E. Srawley, Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials, *ASTM STP 410*, pp.1-65 (1966).
- [12] SAE, Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction, *SAE J784a*, p.62 (1971).
- [13] 堀川武, 浦部和順, 中村宏, アルミナセラミックスの表面性状と強度, *材料*, **41-466**, pp.1095-1100 (1992).
- [14] 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).
- [15] J. R. Rice, Some Remarks on Elastic Crack-Tip Stress Field, *Int. J. Solids Structures*, **8**, pp.751-758 (1972).
- [16] 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).
- [17] 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).

第 6 章

研削したジルコニアの曲げ強度

6.1 緒言

部分安定化ジルコニアは、応力誘起による変態を生じ、そのために高じん性ならびに高強度が得られる [1]。その変態機構と応力の関係を明らかにするために、負荷応力と変態量の関係 [2] および熱処理や研削による単斜晶量を測定して変態挙動を解明するなどの研究 [3] [4] が行われている。さらに、強度評価の重要性から変態量だけでなく残留応力の測定も検討されている。また、研削残留応力や変態の測定を研削加工および研削機構の解明に利用する研究も進められている [5]-[8]。

一方、Sung らは部分安定化ジルコニアの破面観察から破壊起点を同定して欠陥を分類し、破壊起点の原因物質を取り除くためのプロセスを検討して強度を改善し、破壊力学的検討を行った [9]。しかし、残留応力や変態の検討がなされていない。そもそも部分安定化ジルコニアの破壊強度の評価を行うには、研削残留応力、変態量に加えて欠陥寸法やその位置と安定化剤の分布などを総合的に検討する必要がある。

アルミナや窒化ケイ素などのセラミックスの研削では研削欠陥が破壊起点となり、曲げ強度に対して研削残留応力と破壊欠陥との影響がみられた。変態により強化される部分安定化ジルコニアでは、研削加工による欠陥の影響よりも残留応力の効果が大きく現れる可能性がある。

本章では試験片長手方向に対して平行および垂直方向に研削加工を施した

表 6-1 ジルコニアの研削条件

Method	Up-cut
Grinding wheel	SDC 200/230 N 75B
Circumferential speed	2000 m/min
Work speed	10 m/min
Cutting depth	20 μm /pass

3mol% イットリア (Y_2O_3) 部分安定化正方晶ジルコニア (Y-TZP) について同様に残留応力分布および変態量の測定を行うとともに、曲げ強度ならびに信頼性について残留応力と微小欠陥の観点から破壊力学的に取り扱う。また、微小欠陥から破壊する場合の欠陥近傍領域の安定化剤の量についても測定し、曲げ強度との関連についても検討する。

6.2 実験方法

6.2.1 材料および研削加工

本章の実験に用いた材料は、3mol% Y_2O_3 により部分安定化した ZrO_2 (Y-TZP) である。材料は $1 \text{ ton}/\text{cm}^2$ にて CIP した後、 1500°C 、3 時間、大気中にて焼結したものである。その後、焼結体から切り出し、研削加工して試験片の素材とした。この素材の切出しおよび研削での加工変質層を取り除く目的で、焼鈍 (1500°C 、3 時間、大気中) を行った。その後、所定の研削加工を試験片に施した。試験片の寸法は高さ 4mm、幅 4mm、長さ 50mm の角材である。研削方向は、試験片の長手軸方向に対して垂直および平行の二種類である (以下、それぞれ垂直方向試験片、平行方向試験片と称する)。研削加工の条件を表 6-1 に示す。研削材と比較するために研削加工の影響のないラップ材も準備した。ラップ材は焼鈍材から $0.5\mu\text{m}$ のダイヤモンドスラリーを用いて仕上げられた。

試験片の機械的性質を表 6-2 に示す。試験片のヤング率およびポアソン比は、

表 6-2 試験片の機械的性質とかさ密度

Young's modulus E (GPa)	Poisson's ratio ν	Bulk density ρ (g/cm^3)
216	0.302	6.06

表 6-3 X線応力測定条件

Method	Parallel beam method
Characteristic X-ray	Cr-K α
Diffraction	1 3 3, $d=0.117789\text{nm}$
Diffraction angle	153.065 deg
Tube voltage	40 kV
Tube current	30 mA
Filter	V
Scanning speed	1 deg/min
Preset time	2 sec
Divergent angle	0.64 deg
Irradiated area	$4 \times 4 \text{ mm}^2$
Stress constant S	-294 MPa/deg

4 点曲げ試験片の表面にひずみゲージを貼り付けて測定した。また、本試験片の結晶の平均粒径は $0.44 \mu\text{m}$ であった。

6.2.2 X線応力測定および変態量の測定

X線を用いて部分安定化ジルコニアの残留応力や単斜晶量を測定する際には、 Y_2O_3 の含有量により格子定数が変化するので実測する必要がある。本実験では $t\text{-ZrO}_2$ の 2 6 0, 6 0 2, 4 4 0, 4 0 4, 2 4 2, 2 2 4, 0 2 4, 2 4 0 の回折を使い、 $\cos^2\theta$ 法 [10] により精密に格子定数を決定した結果、 $a_0=0.50966 \text{ nm}$ 、 $c_0=0.51772 \text{ nm}$ を得た。

X線応力測定法により研削面の残留応力を測定した。測定には Cr-K α 特性 X線による $t\text{-ZrO}_2$ の 1 3 3 回折を用いた。応力値の決定は $2\theta - \sin^2\psi$ 法を使用

表 6-4 変態量の測定条件

Method	Focusing beam method
Characteristic X-ray	Cu-K α
Diffraction plane	t(1 1 1), m(1 1 $\bar{1}$), m(1 1 1), c(1 1 1)
Filter	Ni
Tube voltage	40 kV
Tube current	30 mA
Step width	0.01 deg/step
Preset time	2 sec
Divergent slit	1.0 deg
Scattering slit	1.0 deg
Receiving slit	0.1 mm

した。応力定数 S は試験片の X 線弾性定数の測定を行い、実測した値である。残留応力の測定条件を表 6-3 に示す。ピーク位置の決定は、研削により回折線幅が広がり $t-ZrO_2$ の 1 3 3 回折と 3 3 1 回折のプロファイルとが少し重なるので 4/5 の高さでの幅中点法を用いた。

研削面等の単斜晶量の測定は、Garvie らの方法 [11] に従って行った。単斜晶量の測定の X 線条件を表 6-4 に示す。その他、単斜晶量測定に対する手続きは、前章と同様に行った。

6.2.3 曲げ試験および応力拡大係数

試験片の曲げ強度は、四点曲げ試験にて測定した。曲げ試験にて破壊した後、フラクトグラフィにより破壊起点を同定して、破壊欠陥を含むだ円で近似した欠陥寸法 a と曲げ強度 σ_B により破壊時の応力拡大係数 K を求めた。応力拡大係数の算出式は、第 4 章と同様である。これらにより破壊起点の等価き裂長さ l を次式により定めた。

$$l = \left(\frac{K}{\sigma_B} \right)^2 / \pi \quad (6-1)$$

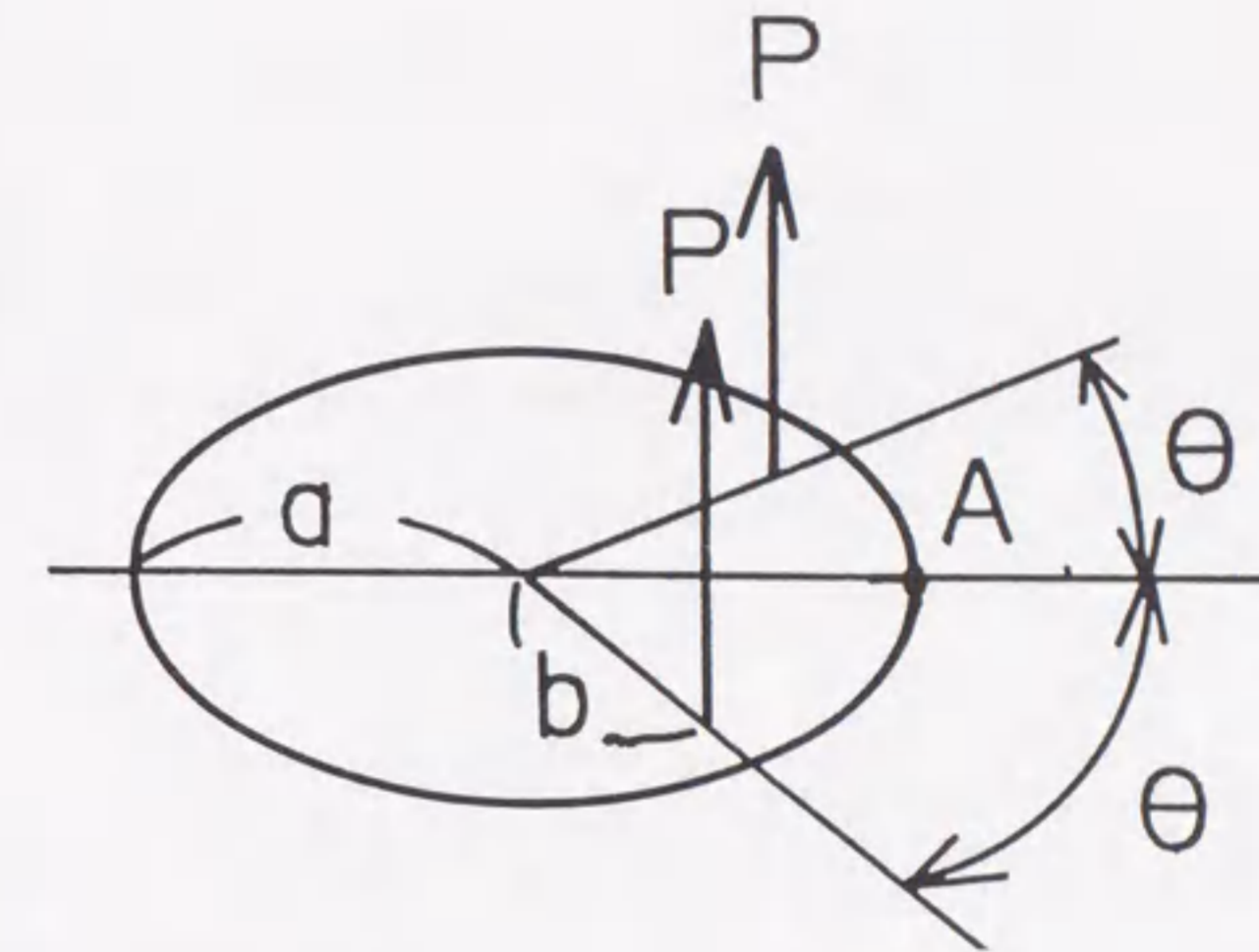


図 6-1 一对の集中力を受ける無限板中の円き裂

また、長いき裂の破壊じん性値は SEP8 材より求めた。破壊じん性値の決定方法は、JIS R1607 に従った。

一方、残留応力下の内部円き裂の応力拡大係数を以下のような方法により算出した。無限体中の半径 a の円き裂内に一对の集中力 P が作用する場合 (図 6-1 参照) の A 点の応力拡大係数 K_0 は次式 [12] で表される。

$$K_0 = \frac{2P}{(\pi a)^{3/2} \sqrt{1-r_0^2}} \left(1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} r_0^n \cos \theta \right) \quad (6-2)$$

ただし、 $r_0 = b/a$ である。これを变形して簡略にすると次式になる。

$$K_0 = \frac{2P}{(\pi a)^{3/2}} \left(\frac{\sqrt{1-r_0^2}}{1-2r_0 \cos \theta + r_0^2} \right) \quad (6-3)$$

石田らは、一様引張りを受ける半無限体中の表面近傍のだ円き裂の応力拡大係数を体積力法により計算している [13]。その応力拡大係数の自由表面の影響を円き裂の場合について多項式近似を行い、表面の影響係数 F_S として次式を得た。

$$F_S = 0.7010198 a^4 - 0.5113034 a^3 + 0.1538191 a^2$$

$$-8.3310800 \times 10^{-3} \alpha + 1.000197 \quad (6-4)$$

$$\alpha = a/x \quad (0 \leq \alpha \leq 0.8) \quad (6-5)$$

ただし, x は表面から円き裂の中心までの距離である. この表面の影響係数 F_S と集中力の作用する応力拡大係数 K_0 を組み合わせて, 任意の微小領域に負荷のある場合の応力拡大係数 dK を次式により求めた.

$$dK = K_0 \cdot F_S \quad (6-6)$$

任意応力分布下の K の値は dK を重ね合わせるにより得られる. つまり, 試験片表面から深さ方向へ, き裂面を各微小区間に分割して, その区間に分布している残留応力を集中力 P に置き換えて, dK をき裂面全体にわたり数値積分して K を求めた.

6.3 実験結果および考察

6.3.1 研削による曲げ強さ, 残留応力, 変態量

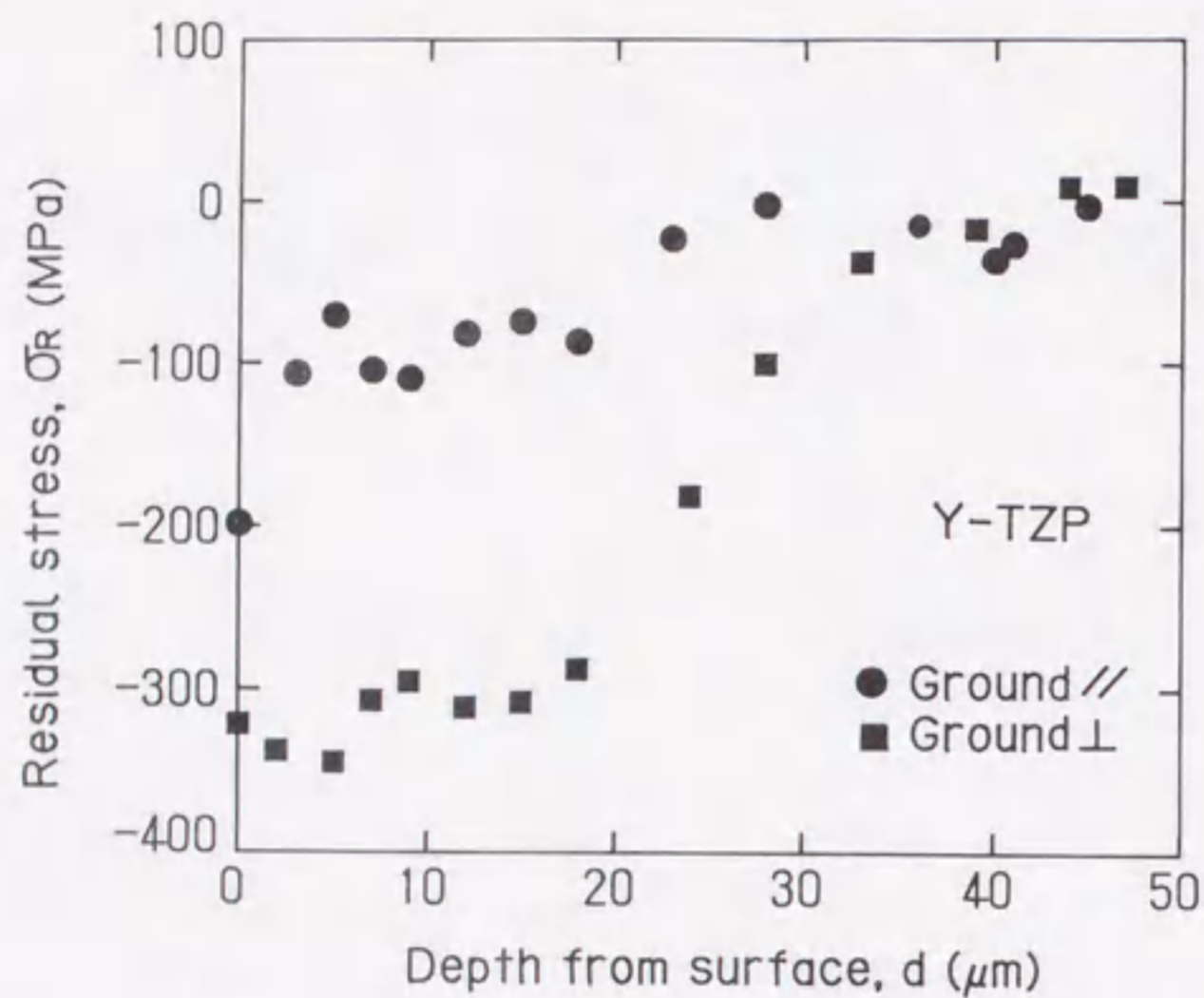
ラップ材, 平行および垂直方向試験片の曲げ強さ, 表面の残留応力, 回折線幅および変態量を測定した結果を表6-5にまとめる. ここで, 残留応力は曲げ応力を加えた方向の応力を意味する. 研削加工された試験片は, 平行方向および垂直方向試験片ともラップ材より曲げ強度は向上した. これは, 研削による表面圧縮残留応力によるものである. 窒化ケイ素などのセラミックスの研削の例では, 研削垂直方向で研削欠陥の影響で弱化するが, 部分安定化ジルコニアの場合は変態強化により研削垂直方向においても曲げ強さが大きくなる特徴をもっている. しかし, 垂直方向試験片の曲げ強さは, 平行方向試験片よりもやや低い. 垂直方向試験片の研削残留応力は, 平行方向試験片よりも大きく, 前章までの傾向と一致している. ラップ材には圧縮残留応力が少々みられる. 平行方向試験片と比較して, 垂直方向試験片は圧縮残留応力が大きいにもかかわらず, 曲げ強度が少し低い.

表6-5 曲げ強さ, 研削残留応力, 回折線幅および変態量

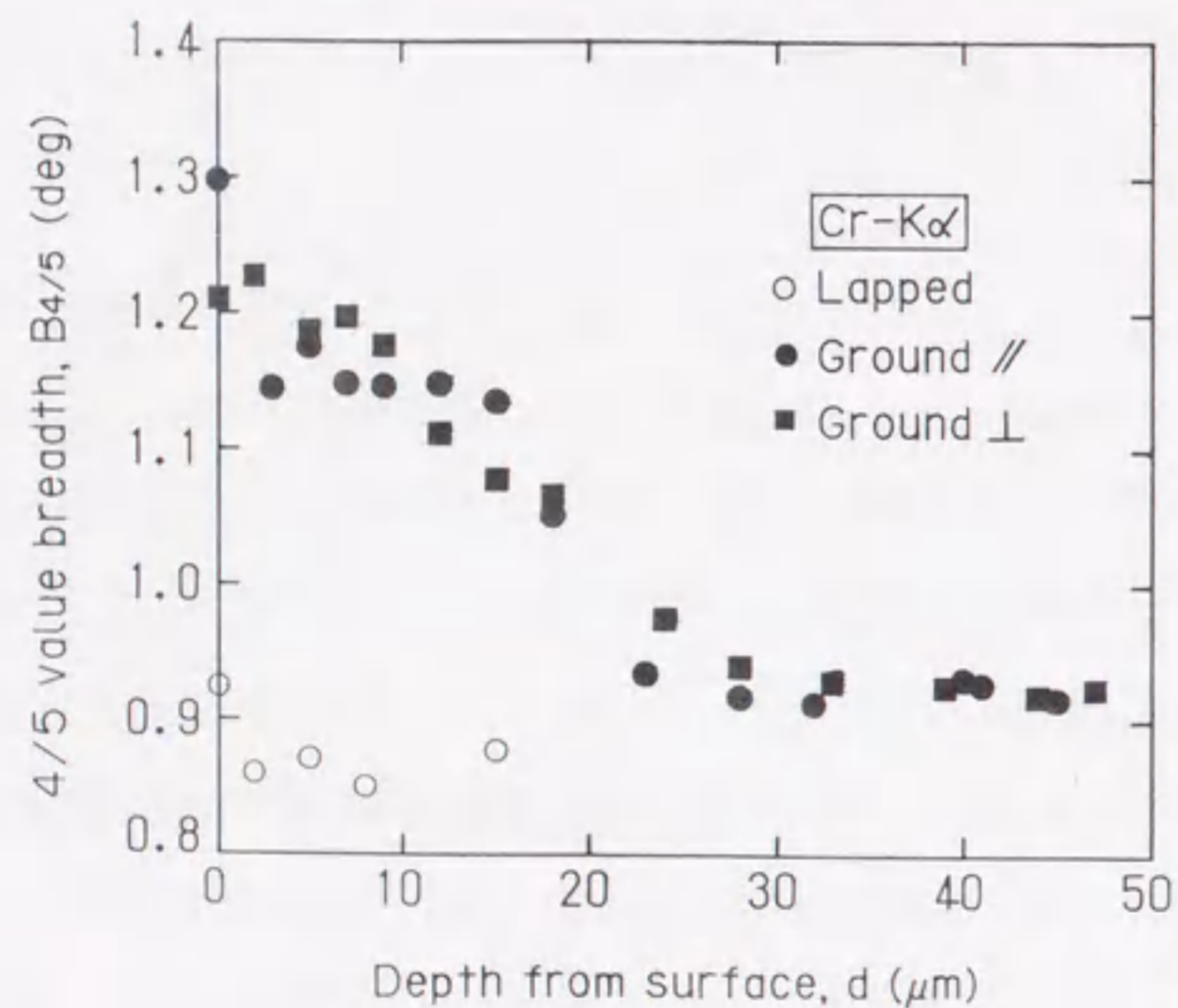
Condition	Secimen number	Bending strength σ_B (MPa)	Residual stress σ_R (MPa)	4/5 value breadth $B_{4/5}$ (deg)	Monoclinic content (wt%)
Lapped	L-1-1	783	-28.5	0.860	0.89
	L-2-1	863	-23.2	0.860	0.71
	L-3-2	1079	-9.7	0.860	1.00
	L-4-2	1028	-16.8	0.889	0.66
	L-5-3	1090	-25.6	0.871	0.71
	Mean	969 ± 138	-20.8 ± 6.7	0.868 ± 0.011	0.79 ± 0.13
Ground (Parallel direction)	G//-1-1	1257	-133.8	1.081	7.80
	G//-2-1	1246	-198.5	1.002	8.01
	G//-3-2	1297	-109.7	1.051	8.59
	G//-4-2	1229	-99.4	0.971	7.33
	G//-5-3	1135	-173.8	0.866	7.76
	Mean	1233 ± 60	-143.0 ± 37.7	0.994 ± 0.075	7.90 ± 0.41
Ground (Perpendicular direction)	G⊥-1-1	1051	-200.5	1.036	6.59
	G⊥-2-2	1209	-246.1	1.106	7.22
	G⊥-3-2	1192	-297.5	1.068	6.64
	G⊥-4-3	1243	-296.4	1.049	7.65
	G⊥-5-4	1148	-233.1	1.160	7.11
	Mean	1169 ± 74	-254.7 ± 37.5	1.084 ± 0.045	7.04 ± 0.40

回折線幅は, 研削により広がるが, 広がりは平行方向と垂直方向試験片で大差がなく, ばらつきの範囲内である. 変態量についても平行方向と垂直方向試験片では, 明確な差は認められない.

破壊起点については, 垂直方向は5本の試験片中すべてが内部破壊であったが, 平行方向では5本中4本までが表面破壊であった. ラップ材は, すべて表面破壊であった.



(a) 研削材の残留応力分布



(b) 回折線幅の分布

図 6-2 残留応力および回折線幅の深さ方向分布

6.3.2 残留応力および回折線幅の分布

研削面からの残留応力の深さ方向への分布を調べるために、表面をバフ研磨により除去し、X線応力測定を繰り返した。図 6-2 (a) に平行方向 (//) および垂直方向 (\perp) 試験片の研削残留応力の分布、また図 6-2 (b) に回折線幅の分布を示す。図中の残留応力値は、バフ研磨により若干の残留応力が重畳していると考え、その応力 (-35.7 MPa) を測定残留応力から差し引いた後、表面除去による残留応力の再分布の補正 [14] を行った。研削による圧縮残留応力層の厚さは、平行方向および垂直方向ともに約 $30\mu\text{m}$ の深さをもっている。部分安定化ジルコニアの圧縮残留応力層は、アルミナ、窒化ケイ素の約 $20\mu\text{m}$ より厚くなる傾向がある。

回折線幅の分布は、表面での試験片のばらつきがあるが、内部方向での分布は平行方向および垂直方向ともほぼ同様であった。ラップ材では、内部方向に向かってほとんど変化がない。

6.3.3 微小欠陥からの破壊

破壊起点をだ円にて近似して、式 (6-1) の等価き裂長さにて曲げ強度を整理した結果を図 6-3 に示す。図中には、平行・垂直方向研削材、ラップ材、SEPB 材の結果を示している。図中の直線は、SEPB 材による破壊じん性値およびラップ材の曲げ強さの平均値を表している。なお、SEPB 材から得られた破壊じん性の平均値 K_{IC} は $4.56 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ であった。

ラップ材の曲げ強さと比較すると、研削材は圧縮の研削残留応力により強化されている。また走査電子顕微鏡の観察から、研削材は垂直および平行方向の両方とも研削欠陥からの破壊ではなく、気孔または粗粒によるものであった。このことは、変態強化機構をもつ部分安定化ジルコニアでは研削欠陥が生じないか、あるいは生じても破壊起点とはならないで、研削仕上げによる圧縮の残留応力が、曲げ強さの上昇として作用する。

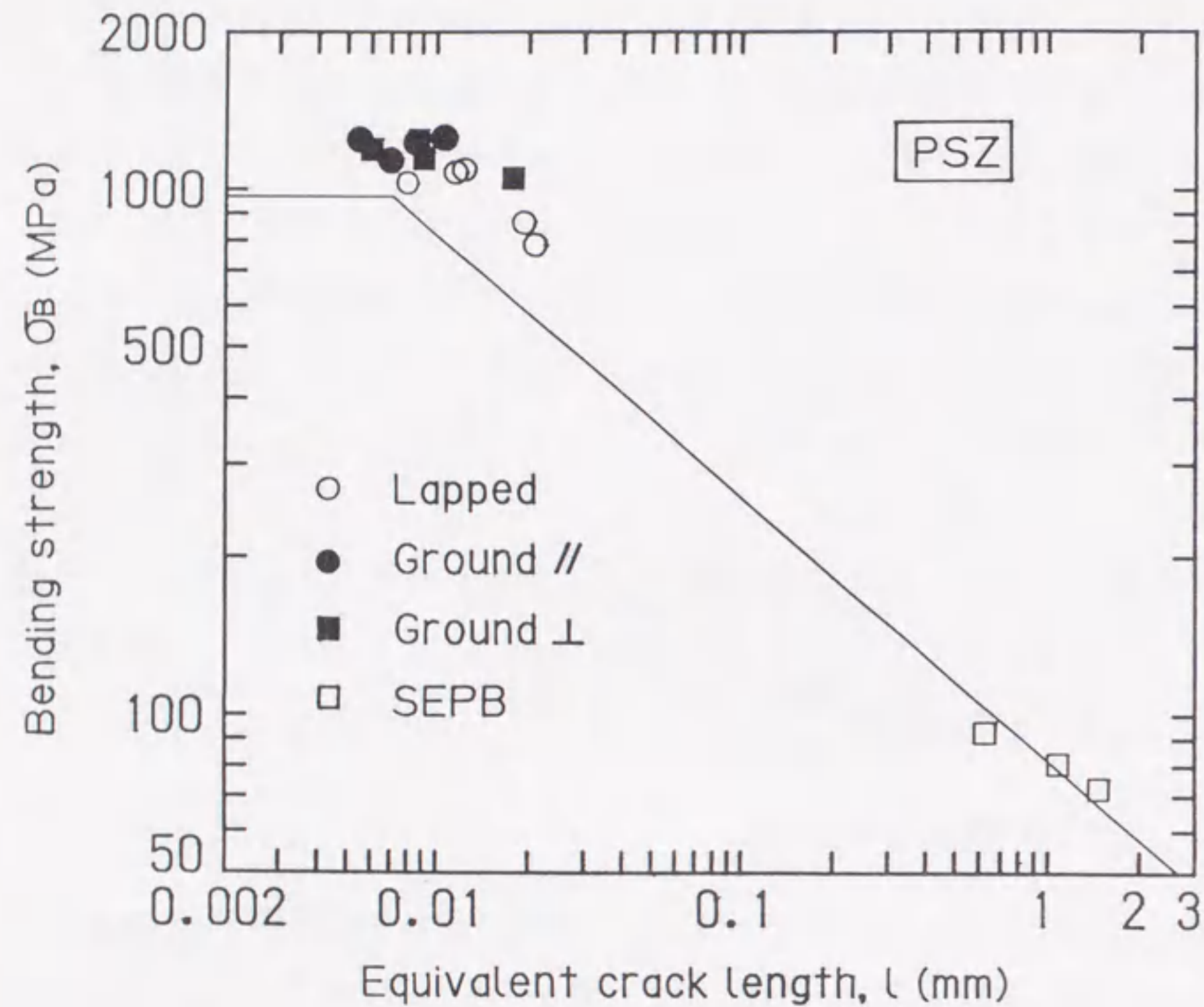
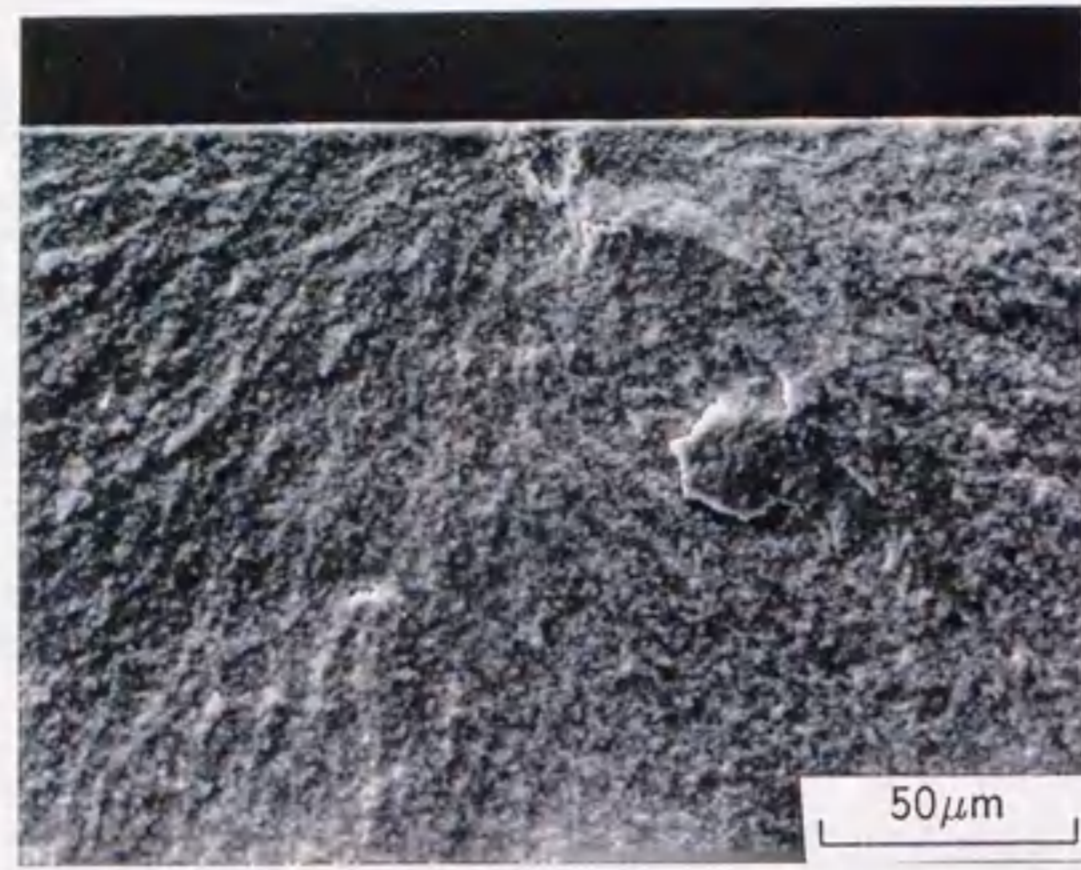


図 6-3 等価き裂と曲げ強さの関係

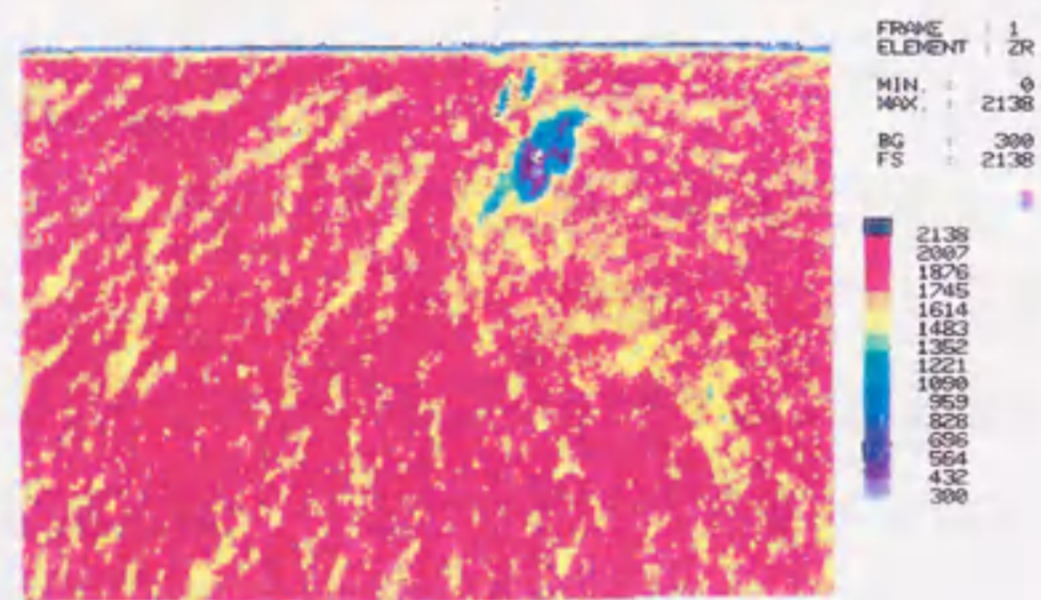
図からわかるように、ラップ材のプロット点は $K_{IC} = 4.56 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の線よりも上にある。一般のセラミックスの曲げ強さと欠陥寸法の関係は、欠陥寸法が小さくなるに従い破壊じん性値一定の線はずれ、曲げ強度が低下する。しかし、本研究のラップ材は表面圧縮残留応力がないにも関わらず大きな曲げ強度となり、長い予き裂をもった SEPB 材よりも大きな破壊じん性値を示しているようにみえる。これは何らかの原因により、ラップ材について強じん化が起こったのではないかと考えられる。ここで、SEPB 材のような長いき裂は、材料の平均的な破壊じん性値になるが、気孔や粗粒などの微小な破壊起点から破壊するラップ材では、起点周辺の微小領域の状態の影響を大きく受けるはずである。本材料の安定化剤としての Y_2O_3 の含有量は 3mol% である。たとえば、安定化剤が少なくて変態しやすい 2.5mol% Y_2O_3 のほうが、より高い破壊じん性値を示す [15]。ゆえに、ラップ材の破壊起点まわりが Y_2O_3 の少ない領域であれば、高い破壊じん性値を示すことになる。

以上のことを確認する目的で、破壊起点の Zr および Y 量の面分析を行った。図 6-4 にラップ材の破壊起点位置での走査子顕微鏡 (SEM) 写真と X 線マイクロアナライザー (EPMA) により Zr と Y の量を分析した結果を示す。図 6-4 (b) で示すように、破壊起点の気孔のところでは Zr 量が極端に少なくなっており、高い Y 量になっている。図 6-4 (c) をみると、破壊起点付近の引張り表面側 (図の上側) は Y 量の少ない領域になっている。この結果、破壊起点まわりでは安定化剤の量が少なく変態しやすいために、高い破壊じん性値を示したものと考えられる。なお、試験片断面を研磨して引張り表面側を同様に EPMA にて観察した Y 量を図 6-5 に示すが、表面から試験片内部への Y 量の勾配は見られないので、表面で特に Y_2O_3 量が少ないということは考えられない。

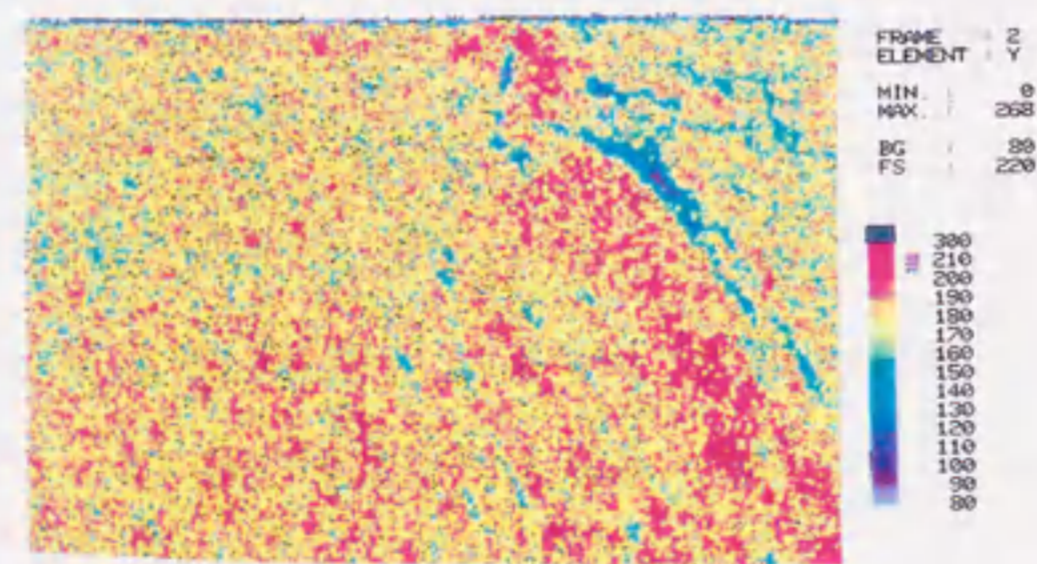
以上のことから、図 6-6 に示すようにラップ材の曲げのように微小欠陥から破壊するときは、その起点は気孔や介在物などであり、起点では ZrO_2 および Y_2O_3 の量に偏りがみられること、微小破壊起点では Y_2O_3 の減少している低安



(a) ラップ材の破面写真



(b) Zr の EPMA 画像



(c) Y の EPMA 画像

図 6-4 ラップ材の破壊起点

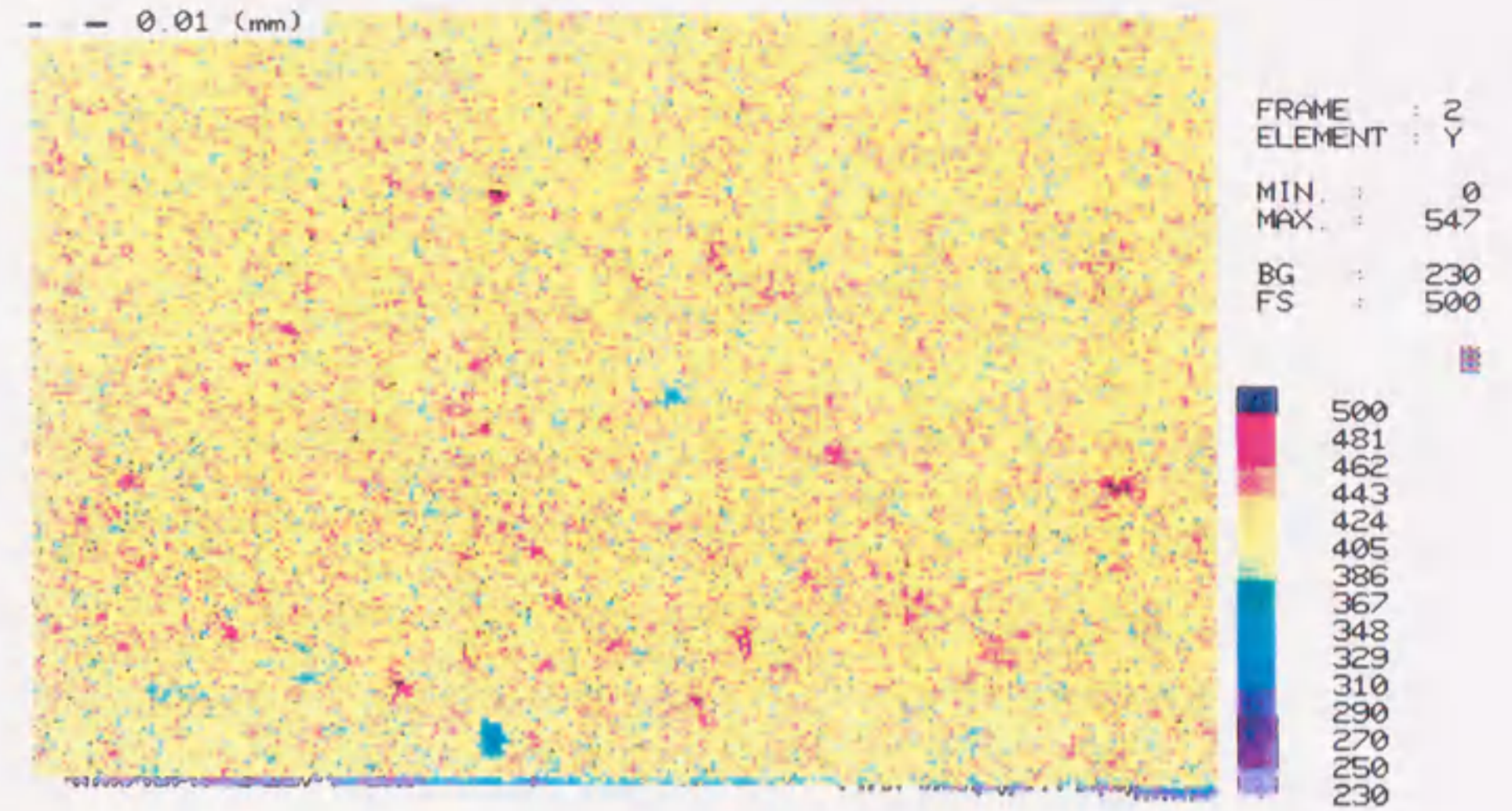
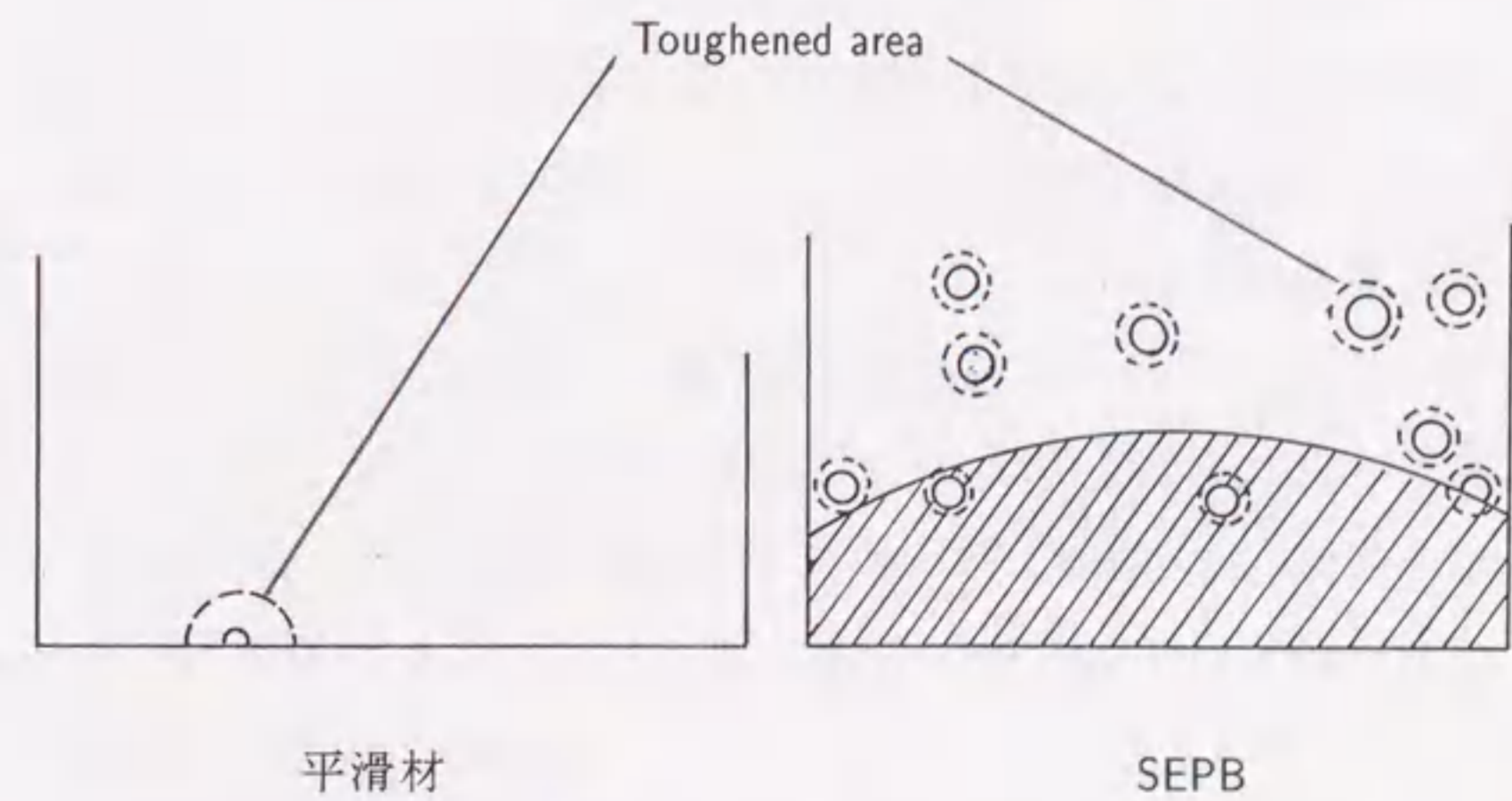


図 6-5 試験片切断面での Y 量の分布



平滑材

SEPB

図 6-6 Y-TZP の Y_2O_3 の偏在による強化

表 6-6 各試験片のワイブルパラメータ

Condition	Weibull modulus	Scale parameter
	m	α (MPa)
Lapped	5.71	1040
Ground //	17.1	1265
Ground \perp	13.3	1207

定化剤領域がある。そのために起点のまわりには強化域が形成されており、破壊じん性を向上させたものと理解される。それに対して、SEPB材のように人工的にき裂を導入した場合は、そのような強化域とは関係なくき裂が作られ、しかも長いき裂前縁を取り囲むように強化域が存在することはないので、平均的な破壊じん性値が得られる。

6.3.4 研削残留応力による信頼性の向上

図 6-7 にラップ材および各研削材のワイブル分布を示す。また、2母数ワイブル分布で得られたパラメータを表 6-6 に示す。ラップ材に較べて、平行方向および垂直方向の研削材は曲げ強度が向上しただけでなく、ワイブル係数も大きくなり信頼性が向上している。これは、部分安定化ジルコニアの研削加工では、破壊起点となる欠陥が導入されることなく表面に圧縮残留応力が形成されることによる効果である。

一般に、セラミックスの曲げ強度は欠陥の位置と大きさによって決定される。研削残留応力のように残留応力が分布をもつ場合は欠陥の寸法だけでなく、破壊起点の位置も曲げ強度に対して大きい影響をもつ。この点で研削による表面での圧縮残留応力が、信頼性向上のメカニズムに大きく関わっているものと考えられる。しかも、部分安定化ジルコニアでは研削による欠陥が導入されていないのであれば、欠陥寸法の分布（位置と大きさ）は研削材でもラップ材でも同様とみなすことができる。ゆえに、研削残留応力の効果により破壊欠陥の位

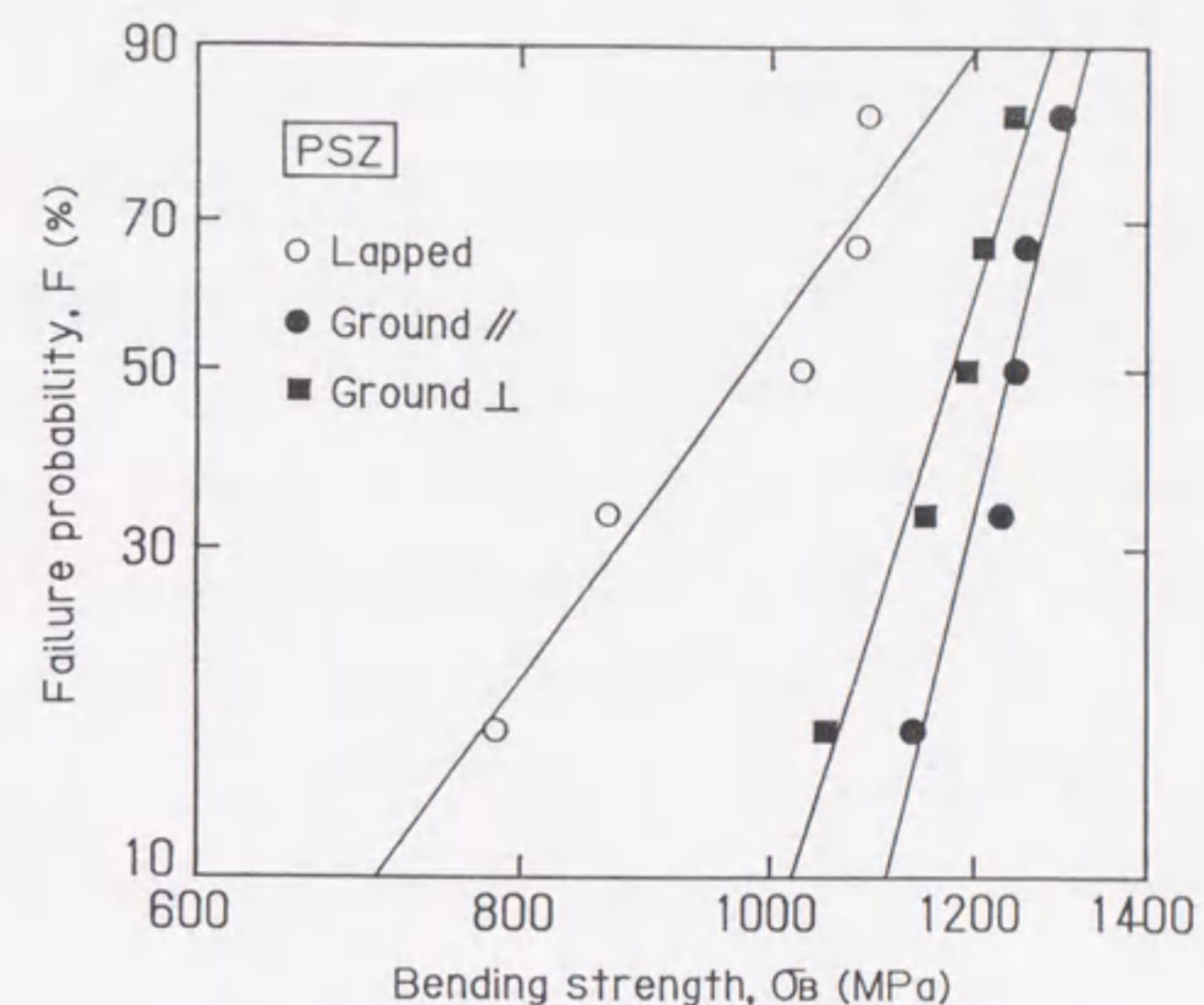


図 6-7 曲げ強さのワイブル分布

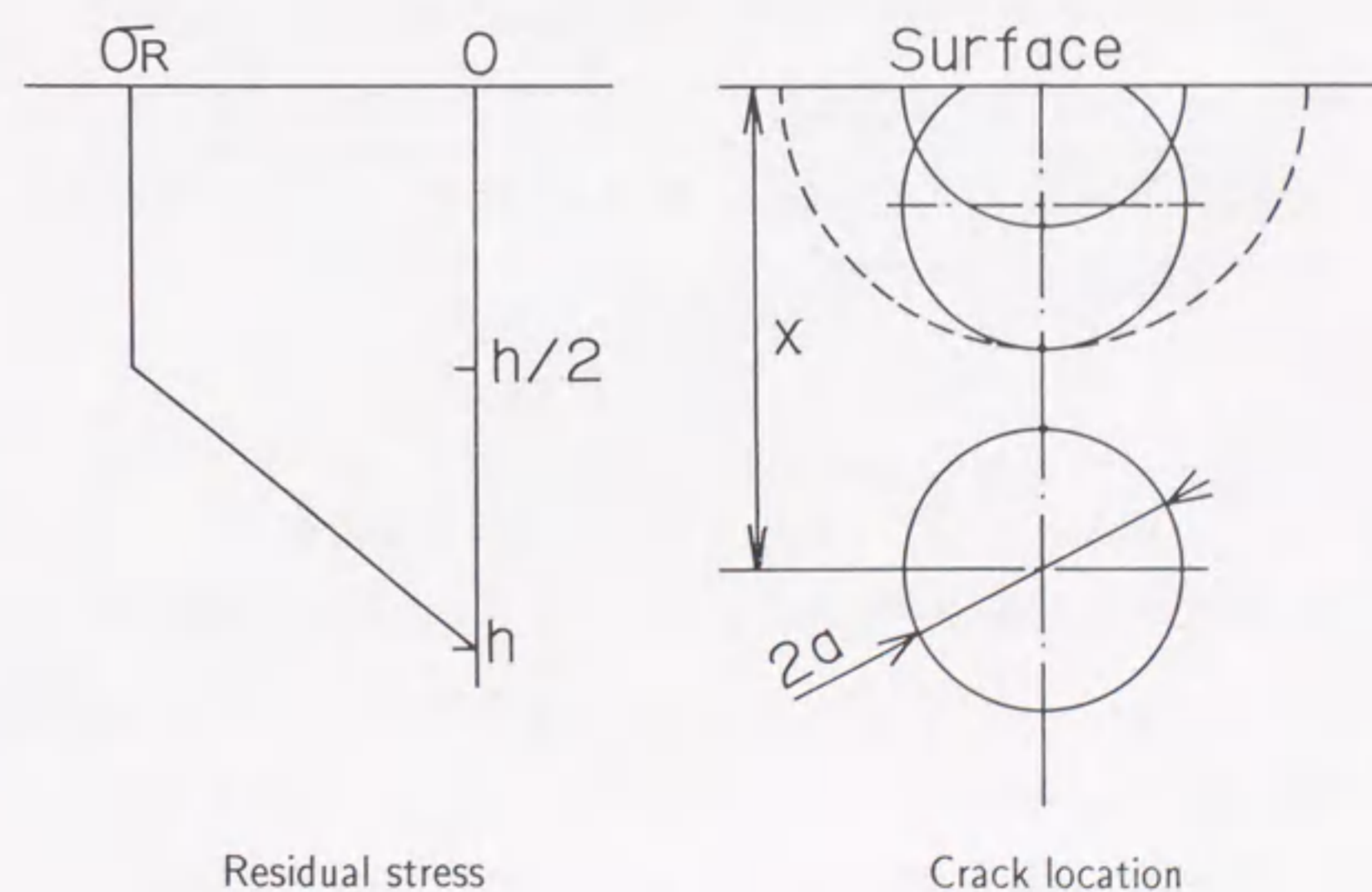


図 6-8 残留応力下の円き裂

置が変化したことが、信頼性の向上に寄与したと考えなければならない。

たとえば、図 6-8 のような研削残留応力下に半径 a の円き裂を仮定する。実際の破面のき裂は、表面にある場合と内部にある場合との二種で近似するが、その中間に位置する場合もあり得る。このとき、表面近くの内部円き裂では大きな応力拡大係数になるために小さな曲げ強さでき裂が進展し、やがて欠陥を含む大きな表面半円き裂 (図 6-8 の破線) で最大の曲げ強度を示した後、最終破断にいたると仮定する。このような円き裂が、表面から内部にまで種々の位置にあるときの曲げ強さについて検討する。さらに研削残留応力が重なわさっている場合についても検討する。

前章と同様に破壊強度の評価としては、仮想き裂モデルを用いる。

$$K = \sigma \sqrt{\pi(a+a_0)} F(a+a_0) \quad (6-7)$$

これは、半径 a の円き裂前縁に潜在き裂長さ a_0 が加わると仮定するモデルである。ただし、 F は曲げ応力を受ける円き裂の修正係数である。内部円き裂の場合の K 値は本章の 2.3 節に従って求め、表面き裂の場合は重み関数法 [16] を使って数値積分により求めた。破壊発生の条件は、負荷応力拡大係数 K_{app} と残留応力による応力拡大係数 K_{res} が破壊じん性値 K_C に達したときに破壊するものとする。ゆえに、破壊時の曲げ強さ σ_B は次式

$$\sigma_B = \frac{K_C - K_{res}}{\sqrt{\pi(a+a_0)} F(a+a_0)} \quad (6-8)$$

で表現できる。以上のような場合について計算した結果を示すと、図 6-9 の曲げ強さと欠陥位置の関係が得られる。ここでは研削残留応力を模擬した表面圧縮の残留応力 ($\sigma_R = -255 \text{ MPa}$) を与えた場合とラップ材のように表面残留応力のない場合 ($\sigma_R = 0 \text{ MPa}$) について計算した。

ラップ材の場合は、表面から表面近傍に向かって曲げ強さが急激に低下し、内部破壊に遷移した後、深さ $8 \mu\text{m}$ あたりから曲げ強さを回復する。表面から深さ $15 \mu\text{m}$ までが、ラップ材の破壊発生領域となる。研削材の場合は、表面付近で曲

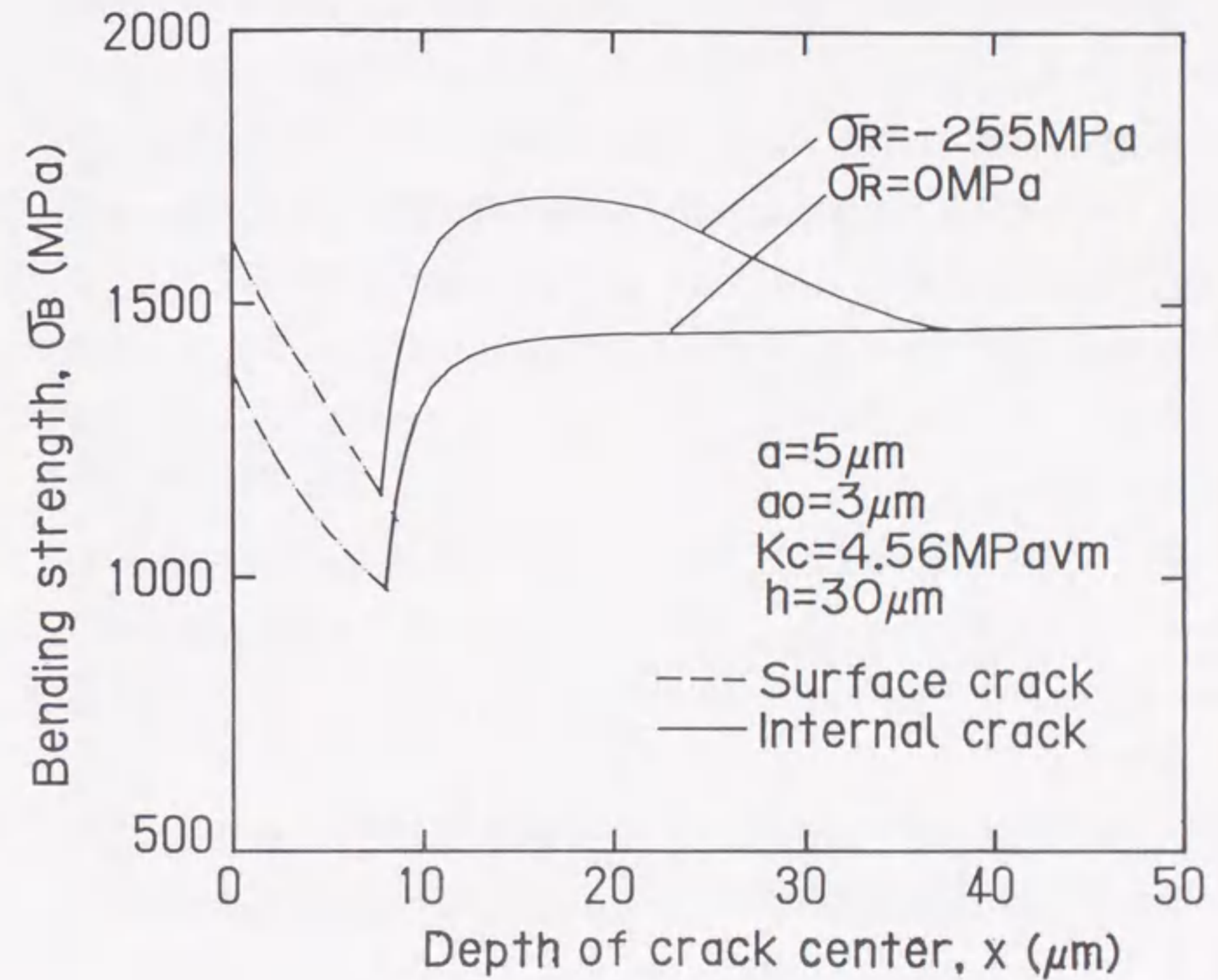


図 6-9 円き裂の深さと曲げ強さの関係

げ強度が低下する挙動はラップ材と同様であるが、圧縮残留応力の効果により曲げ強度そのものが大きくなっている。そのために、破壊発生領域は内部破壊に遷移する付近か、または圧縮残留応力層を過ぎたところとなる。ラップ材と研削材の両試験片の破壊発生領域での曲げ強さの変化の差を比較すると、ラップ材の方が大きい。

つまり、研削残留応力の作用する領域は、表面破壊起点から内部破壊起点に変わる前後での曲げ強度の急激な低下がみられる位置である。研削圧縮残留応力は、表面起点から内部起点へ遷移する付近での曲げ強度を特に向上させ、破壊起点を内部にする効果をもつ。そのため、研削材では曲げ強さの小さい破壊様式の遷移するところの強度が特に上昇しているために、図 6-6 の研削材の信頼性の向上がみられた。

次章で詳しく述べるが、急冷により表面に圧縮残留応力を形成した場合は、表面近傍層の圧縮残留応力ではなく、深いところまで残留応力層が形成されている。そのために曲げ強度そのものは向上しているが、ワイブル係数そのものは大きく変化しない。

ゆえに、研削欠陥が導入されずに大きい研削残留応力が生じる場合は、表面近傍での急激な圧縮の研削残留応力により低い曲げ強さの位置での強化がなされ、低い曲げ強さの改善により信頼性が向上する。このことが、ジルコニアの研削加工による曲げ強さの信頼性向上の理由であろう。

6.4 結言

(1) 研削加工により表面に圧縮残留応力が形成され、その大きさは研削垂直方向試験片のほうが、平行方向よりも大きかった。また両者の圧縮残留応力層は、ともに $30\mu\text{m}$ であった。

(2) 微小欠陥から破壊するラップ材の破壊じん性値は、長いき裂 (SEPB) から得られた破壊じん性値よりも大きい。これは欠陥のまわりに Y_2O_3 の少ない低

安定化剤領域があり、これにより微小欠陥近傍で強じん化したためであろう。

(3) 研削残留応力により研削平行方向および垂直方向試験片の曲げ強さと信頼性が向上した。また、研削材の破壊起点は、ラップ材と同様に気孔ないしは粗大粒であり、研削欠陥は破壊起点とはならない。

(4) Y-TZP の場合は研削表面に破壊起点となる研削欠陥が導入されないので、研削表面の圧縮残留応力の効果により、表面近傍での破壊強度の向上ならびに表面近傍位置での破壊発生の抑制があり、曲げ強度の信頼性が向上した。

参考文献

- [1] R. C. Garvie, R. H. J. Hannink, and R. T. Pascoe, Ceramic Steel?, Nature (London), **258**-557, pp.703-704 (1975).
- [2] D. B. Marshall and M. R. James, Reversible Stress-Induced Martensitic Transformation in ZrO_2 , J. Am. Ceram. Soc., **69**-3, pp.215-217 (1986).
- [3] Y. Kitano, Y. Mori, and A. Ishitani, Structural Changes by Mechanical and Thermal Stresses of 2.5-mol%- Y_2O_3 -Stabilized Tetragonal ZrO_2 Polycrystals, J. Am. Ceram. Soc., **71**-8, pp.C382-C383 (1988).
- [4] M. V. Swain and R. H. Hannink, Metastability of the Martensitic Transformation in a 12 mol% Ceria-Zirconia Alloy: II, Grinding Studies, J. Am. Ceram. Soc., **72**-8, pp.1358-1364 (1989).
- [5] 近藤祥人, 黒島泰幸, 橋塚豊, 佃昭, 岡田昭次郎, Y-TZP の研削加工面, 窯業協会誌, **96**-12, pp.1223-1225 (1987).

- [6] 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).
- [7] 水谷勝己, 村田一夫, 田中芳雄, 薄膜X線回折法によるセラミックスの研削加工層の解析, 精密工学会誌, **55**-11, pp.2024-2029 (1989).
- [8] 村田一夫, 水谷勝己, 田中芳雄, セラミックス研削面残留応力の大きさと存在深さに関する材料除去現象をもとにした一考察, 材料, **41**-464, pp.624-630 (1992).
- [9] J. Sung and P. S. Nicholson, Strength Improvement of Yttria-Partially-Stabilized Zirconia by Flaw Elimination, J. Am. Ceram. Soc., **71**-9, pp.788-795 (1988).
- [10] 村松源太郎訳, B. D. Cullity 著, X線回折要論, p.322 (1980), アグネ.
- [11] R. C. Garvie and P. S. Nicholson, Phase Analysis in Zirconia Systems, J. Am. Ceram. Soc., **55**-6, pp.303-305 (1972).
- [12] F. W. Smith, A. S. Kobayashi and A. F. Emery, Stress Intensity Factors for Penny-Shaped Cracks Part 1-Infinite Solid, Trans. ASME, Ser E, J. Appl. Mech., **34**-4, pp.947-952 (1967).
- [13] M. Ishida and H. Noguchi, Tension of a Plate Containing an Embedded Elliptical Crack, Eng. Fract. Mech., **20**-3, pp.387-408 (1984).
- [14] SAE, Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction, SAE J784a, pp.62-65 (1971).
- [15] T. Masaki, Mechanical Properties of Toughened $ZrO_2 - Y_2O_3$ Ceramics, J. Am. Ceram. Soc., **69**-8, pp.638-640 (1986).
- [16] J. R. Rice, Some Remarks on Elastic Crack-Tip Stress Field, Int. J. Solids Structures, **8**, pp.751-758 (1972).

第7章

急冷したアルミナの曲げ強度

7.1 緒言

エンジニアリング・セラミックスの実用化が進む中で, セラミックスの高じん性化とともに高い熱衝撃性が望まれている。これは耐熱材料としてのセラミックスとしては当然のことである。そのため, 急冷による熱衝撃に伴うセラミックスの強度低下について多くの研究がなされている [1]-[7]。

しかし, それらの温度域を越えてセラミックスの融点の半分を越す高い温度域では, セラミックスの塑性変形が大きくなる [8]。そのような高温域からの熱衝撃においては, 逆にセラミックスが強化されることも報告されている [9]-[12]。このような現象は, 材料が弱化する熱衝撃というよりは, 急冷あるいは焼入れ強化というほうがふさわしい。たとえば, ガラス製品ではテンパー処理と称して, 空冷により表面圧縮の残留応力を形成させて, 強化ガラスを作ることが広く行われている。

さて, この高温強化域からの急冷による強化について Kirchner ら [9] は, アルミナを用いて多種類の冷却剤および加熱温度について強化の程度を検討して, 高温からの急冷によるセラミックスの強化の主な原因は, 急冷により材料中に導入される残留応力の効果によるものとされている。しかし, この高温域から急冷したときに生じる残留応力の測定やその強度との関係については十分な検討がされていない [13] - [17]。

セラミックス中の残留応力の非破壊測定方法としてX線応力測定を用いるこ

とにより、セラミックスの高温からの急冷によるセラミックスの残留応力と強度との関係について定量的な検討をすることが可能となる。また前章までに検討した研削残留応力は、欠陥寸法に対して表面圧縮の残留応力層がそれほど大きくないが、熱応力を使った急冷による表面圧縮の残留応力層は表面欠陥に比較して深くまで達するものと考えられる。ゆえに、セラミックスの強化に残留応力を利用するには優れた方法と考えられる。

本章では、セラミックスの急冷強化のメカニズムを明らかにするとともにその方法の確立を目的として、常圧焼結アルミナをシリコン油中に急冷した場合の曲げ強度の向上について、X線応力測定法で測定された残留応力の観点から強度評価を行った。また、焼鈍温度の曲げ強度への影響については微視的残留応力の立場から検討を加えた。

7.2 実験方法

7.2.1 材料および試験片の熱処理

本実験に用いた材料は純度 92% の粉末から常圧焼結されたアルミナ (α - Al_2O_3) である。アルミナ焼結体を切断、研削およびバフ研磨して幅 4.0mm、高さ 3.6mm、長さ 55mm の試験片に仕上げた。試験片のかさ密度および機械的弾性定数を表 7-1 に示す。

仕上げをした試験片に焼入れ残留応力を形成するために、試験片をカンタルスーパー炉に入れ、大気中 1500°C で昇温した後 15 min 保持して、焼入れ処理を行った。冷却剤としては、粘度が 1cs, 100cs, 10000cs の 3 種類のシリコン油を

表 7-1 Al_2O_3 の機械的性質とかさ密度

Bulk density ρ (g/cm ³)	Young's modulus E (GPa)	Poisson's ratio ν
3.58	285	0.222

用いた。焼入れ材の表面は、1cs のシリコン油を除いてスケールが付くので、すべてバフにて研磨した。一方、焼入れ材との比較するために真空中で 1200°C, 2hr 保持後炉冷した焼鈍材および大気中で 1500°C, 15min 保持後炉冷した焼鈍を準備した。焼鈍材に対しては BI 法による予き裂を導入した片側予き裂材 SEP [18] を用い、曲げにより長いき裂の破壊じん性値を決定した。なお、第 4 章のようにコントロール表面き裂 (Controlled surface flaw) 法としてピッカーズ圧こんによる予き裂を導入後 1200°C, 2hr で焼鈍した場合、圧こん予き裂面のゆ着が生じて予き裂から破壊しないために、長いき裂の破壊じん性値が求められなかった。純度の高いアルミナ試験片では圧こん予き裂面がゆ着しないのに、純度 92% でゆ着が生じたのは、純度が低いためにガラス層が多く、き裂面のゆ着が生じ易いためと考えられる。

7.2.2 X線応力測定

試験片の残留応力の測定法として X 線応力測定を用いた。X 線応力測定の条件を表 7-2 に示す。測定に用いた特性 X 線は Fe-K α 線で、 Al_2O_3 の 2.1.10 回折を応力測定に用いた。X 線応力測定法は ψ 一定の並傾法である。 ψ 角の設定は、

表 7-2 応力測定のための X 線条件

Method	Parallel beam method
Characteristic X-ray	Fe-K α
Diffraction	2.1.10
Diffraction angle	152.01 deg
Filter	Mn
Tube voltage	40 kV
Tube current	30 mA
Divergent angle	0.64 deg
Irradiated area	4 × 4 mm ²
Scanning speed	1 deg/min
Preset time	2 sec

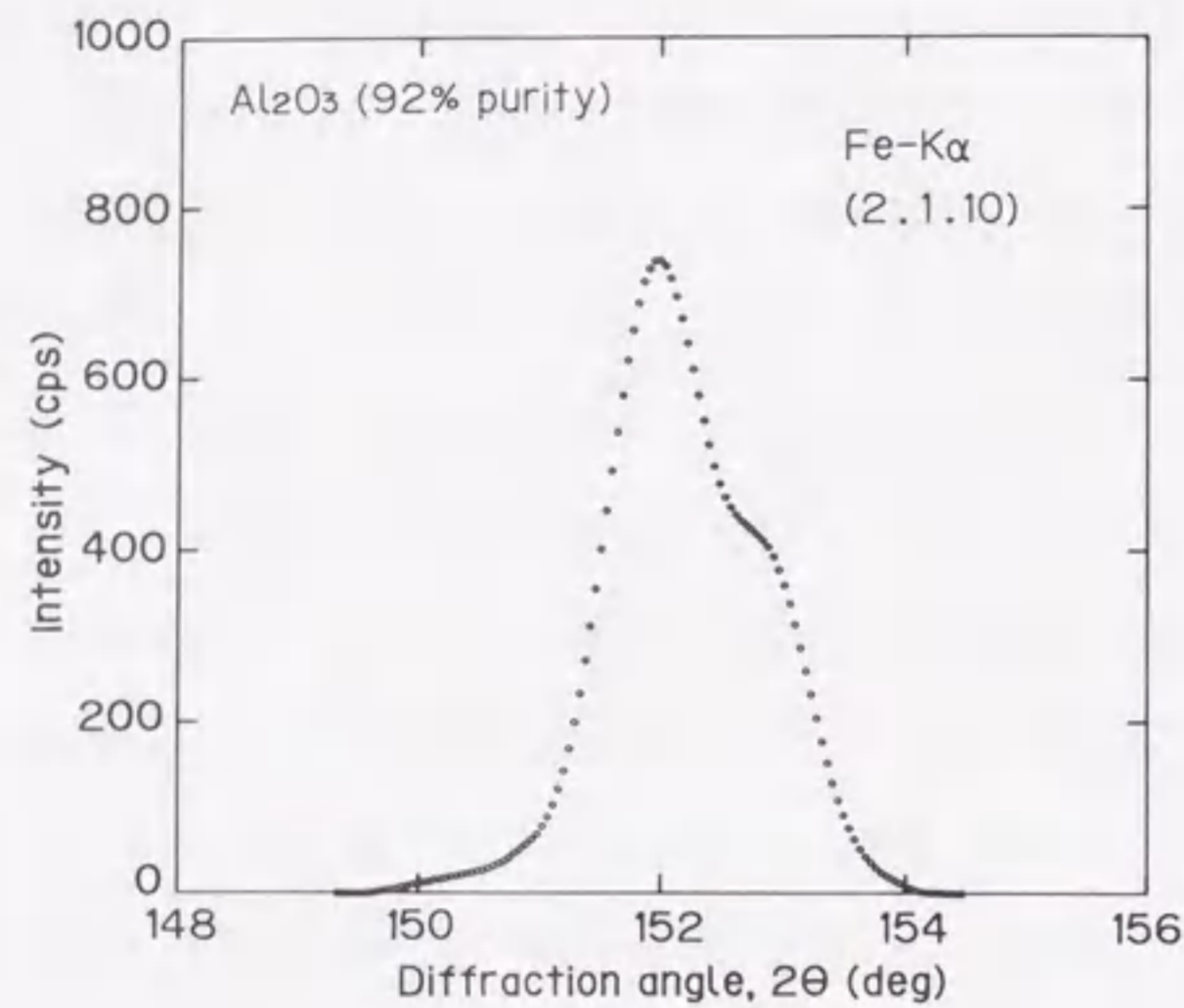


図 7-1 92% Al₂O₃ の回折プロフィール

$\sin^2 \psi$ が 0 から 0.1 間隔で 0.7 までの 8 点とした。回折角の決定は、図 7-1 に回折プロフィールを示すように半価幅の位置の近くに Fe-K α_2 線のピークがあるので、Fe-K α_1 線のピークの 4/5 価幅中点法によった。回折角 2θ は各 ψ で 3 回測定したものの平均値とした。応力値の決定は 2θ - $\sin^2 \psi$ 法を用いた。応力定数は第 2 章で実測した本材料の値 $S = -458$ MPa/deg を用いる。

7.2.3 曲げ試験および破面観察

曲げ試験は、4 点曲げにより行った。クロスヘッドの変位速度は 0.5mm/min とした。内スパン間隔は 20mm、外スパン間隔は 44mm である。

また、49N(5kgf) の荷重で等間隔に 5 点のビッカース圧こん予き裂を導入した後、BI 法により予き裂を作って SEPB 材とした。BI 法のき裂進展の確認は、アコースティックエミッション (AE) モニターと光学顕微鏡による観察の両方を用いた。SEPB 材の予き裂長さの測定は、油性インクを予き裂面に浸透させ、曲げ試験による破壊じん性試験後、インクで着色された予き裂面を 4 等分した内 3

点を平均したものを用いた。焼鈍材の BI 法による予き裂材の応力拡大係数は SEPB 材の 4 点曲げの Brown ら [19] の式を用いて算出した。

平滑材は曲げ試験後、破面の走査電子顕微鏡写真上から破壊起点を同定した。この破壊起点欠陥を含むだ円き裂により近似して、その寸法より破壊時の応力拡大係数を計算した。応力拡大係数の計算式は、第 4 章で述べたものと同じである。

曲げ試験で得られた応力拡大係数 K と表面応力 σ から等価き裂長さ l を次式によって求めた。

$$l = \left(\frac{K}{\sigma}\right)^2 / \pi \quad (7-1)$$

7.3 実験結果および考察

7.3.1 表面残留応力および曲げ強度

焼鈍材、焼入れ材の表面の残留応力、X 線回折線の 4/5 価幅および曲げ強さの平均値と標準偏差を表 7-3 に示す。表には試験片の個数も示す。なお、かっこ内の数は後述の破面観察で破壊起点が内部と認められたものである。表に示さ

表 7-3 残留応力、回折線幅および曲げ強さの平均値および標準偏差

Heat treatment condition (s.o.= silicon oil)	Number of specimens	Residual stress σ_R (MPa)	4/5 Value breadth $B_{4/5}$ (deg)	Bending strength σ_B (MPa)
Annealed at 1500°C for 15min	5(0)	1.1± 5.3	0.477± 0.002	372± 7.8
Annealed at 1200°C for 2hr	8(0)	-6.1± 23.2	0.670± 0.022	282± 16.6
Quenched into 1cs s.o.	5(0)	-155.8± 9.5	0.595± 0.003	531± 38.0
Quenched into 100cs s.o.	5(2)	-137.2± 17.3	0.584± 0.010	498± 46.7
Quenched into 10000cs s.o.	6(3)	-94.3± 31.6	0.567± 0.014	460± 76.5

() indicates the number of specimens fractured from internal cracking
Material: Alumina with 92% purity

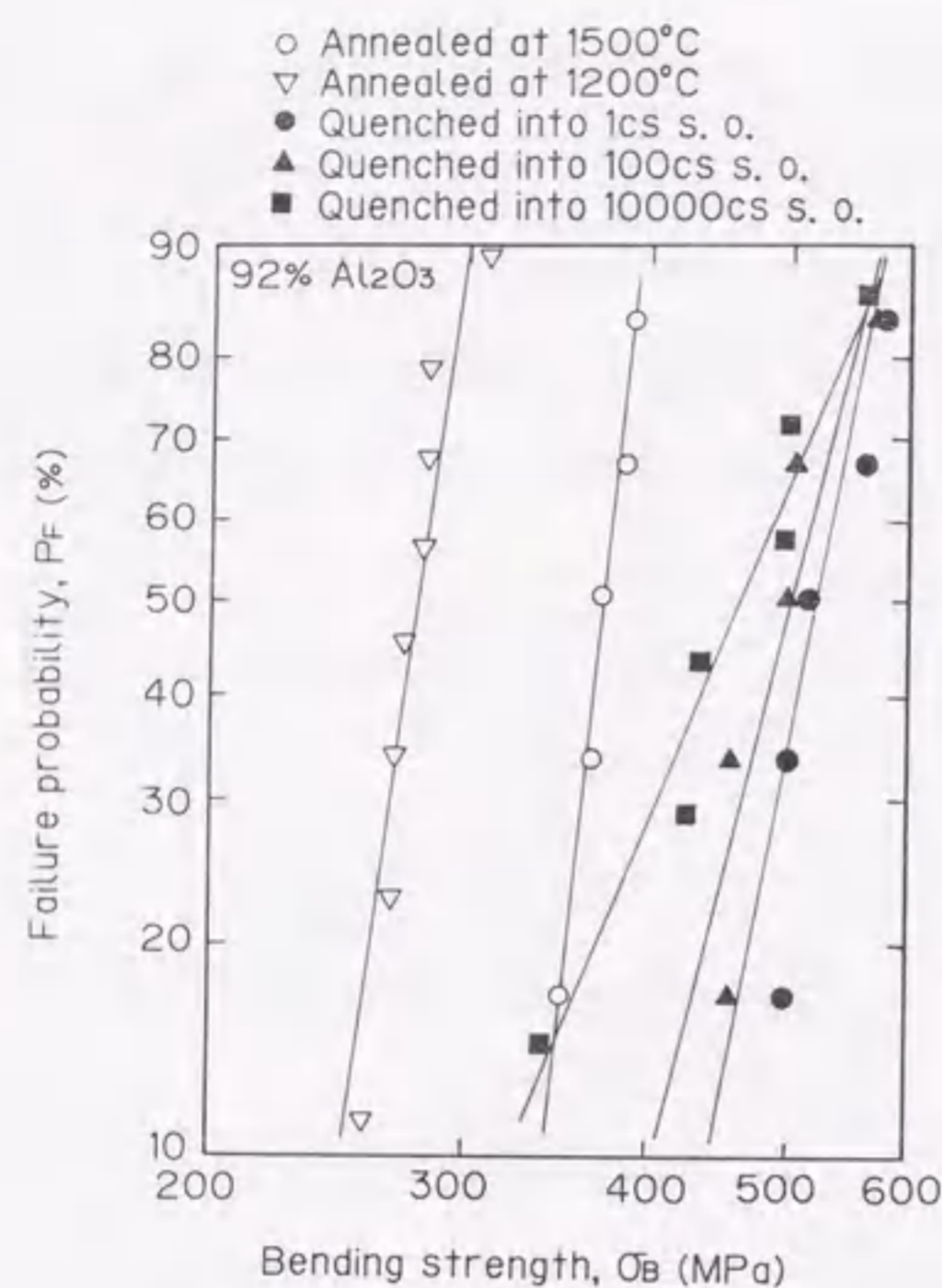


図 7-2 曲げ強さのワイブルプロット

れているように、焼入れにより表面には圧縮残留応力が形成される。表面圧縮残留応力は、1cs が一番大きく 100cs, 10000cs の順に小さくなる。また、粘度の高いほうが、表面残留応力の値のばらつきが大きくなっている。これは、粘性が高いために試験片へのシリコン油の回り込みがうまくいかなかったためと考えられる。

焼入れ材の回折線の 4/5 価幅は、焼入れ条件にかかわらずほぼ同じ値となっている。焼鈍材に関しては、焼鈍温度が 1500°C の方が 1200°C の場合より回折線の 4/5 価幅が小さい。焼入れ材の回折線幅は、1500°C による焼鈍材よりやや大きい、1200°C 焼鈍材よりは小さい。

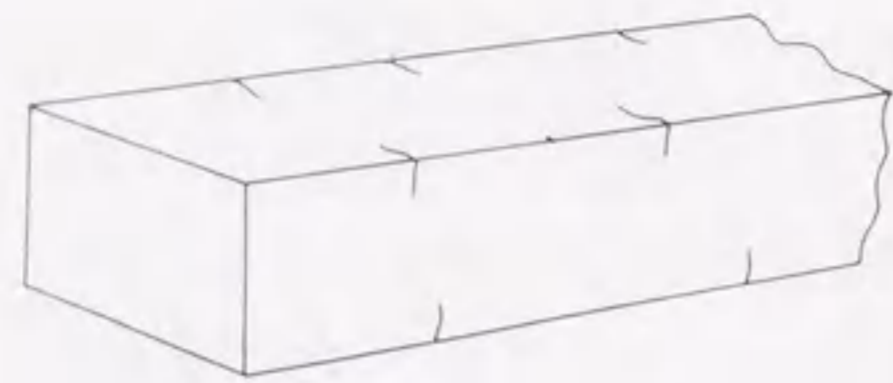
焼鈍材と焼入れ材の曲げ強度を比較すると、焼入れ残留応力の効果により焼入れ材は著しく曲げ強度が向上している。一方、1500°C と 1200°C での焼鈍材

では、1500°C による焼鈍材の方が曲げ強度が高い。なお、1500°C, 15min の焼鈍によりかさ密度は 3.83g/cm³ になり 7% の増加がみられた。

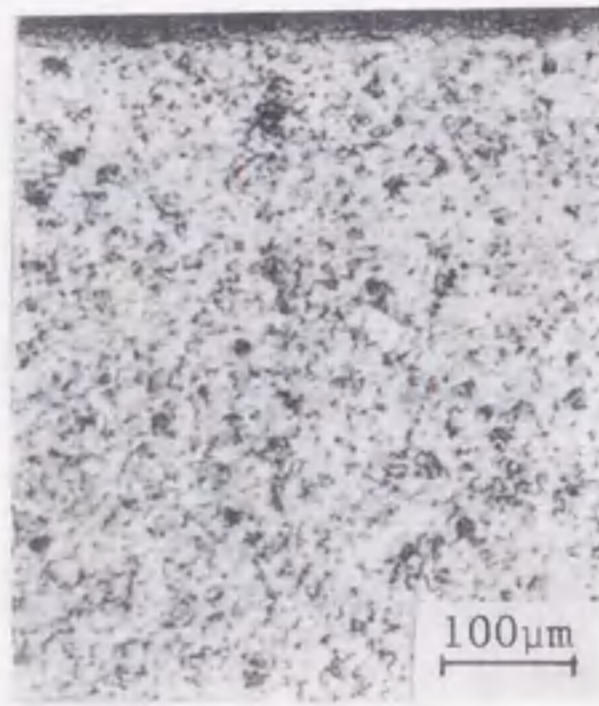
図 7-2 に各熱処理材の曲げ強度のワイブル分布を示す。破壊確率は平均値ランク法を用いた [20]。プロットデータから最小自乗近似を行い、ワイブル係数 m を求めると、1500°C での焼鈍材が $m = 21.1$ で最も大きく、かつ最も信頼性があり、ついで 1200°C での焼鈍材が $m = 16.1$ で、1cs のシリコン油による焼入れ材が $m = 11.3$ である。また、100cs では $m = 8.82$, 10000cs では $m = 5.18$ であった。

また、100cs, 10000cs により焼きを入れた試験片は、表面に熱衝撃割れが観察された。焼入れにともない発生した熱衝撃き裂は、試験片の軸方向に沿ったき裂が一部に観察されたほかは、図 7-3 (a) に示すようにすべて試験片の角に発生したものであった。長さはせいぜい 1mm 程度である。しかし、焼入れ材の曲げ破壊の起点は熱衝撃き裂ではなかった。図 7-3 (b) は超音波顕微鏡 (オリンパス UH3) による周波数 400MHz での表面写真であり、き裂が認められるが、観察は容易でない。熱衝撃き裂は、き裂面のゆ着が起こっているためインクなどの着色剤が浸透して行かないので、アルミナ中の散乱光を利用する方法を用いてき裂の観察を行った。図 7-3 (c) に熱衝撃き裂の一例を示す (図 7-3 (b) と同一き裂ではない)。この方法により、試験片の角に発生した熱衝撃き裂の数を数えて、き裂密度 D (角の単位長さ当りのき裂の本数) を求めた。10000cs の場合は $D = 0.033$ (/mm), 100cs の場合は $D = 0.393$ (/mm) であった。なお、1cs による焼入れでは、熱衝撃割れは発生しなかった。1cs のシリコン油は 100cs, 10000cs のシリコン油に比較して揮発性が高く、焼入れと同時に試験片の回りは気化したシリコン油のガスに覆われる。一方、100cs と 10000cs に焼入れた試験片の回りには、シリコン油が粘り付いて焦げてしまい試験片の表面にスケールができる。このような急冷材の挙動の差が熱衝撃き裂の発生に影響を及ぼしていると考えられる。

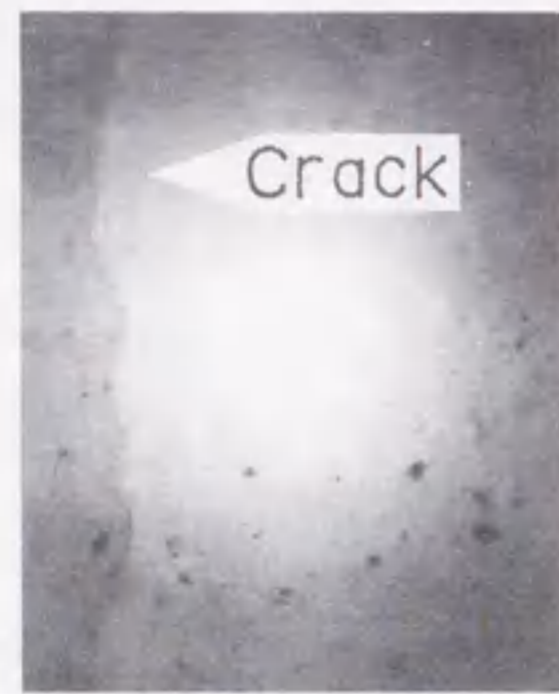
以上の結果から焼入れによる強化としては、1cs のシリコン油による焼入れ



(a) 熱衝撃き裂のスケッチ



(b) 超音波顕微鏡による熱衝撃き裂



(c) 顕微鏡による熱衝撃き裂

図 7-3 100cs シリコンオイルに焼入れした熱衝撃き裂

が、表面圧縮残留応力が大きく、損傷もなく、曲げ強度も大きく、信頼性も高いと結論される。

7.3.2 残留応力の深さ方向分布

残留応力によりセラミックスの強化を行う場合は、表面の残留応力値に注目するだけでなく、試験片の深さ方向へ残留応力がどのような分布をもっているかが、曲げ強度を支配する要因となる。すなわち、表面の圧縮残留応力層が破壊起点の寸法に対して十分に厚い場合は、圧縮残留応力層が表面欠陥を包み込み曲げ強度の向上に大きく寄与するが、研削残留応力層のように薄い場合は曲げ強度の向上に大きい影響を与えることは期待できない。

以上のことから、表面層をバフ研磨により除去して逐次X線応力測定を行い、残留応力の深さ方向の分布を測定した。除去による効果を考慮して補正された残留応力[21]の深さ方向への分布を図7-4に示す。表面から0.7mmの付近まで圧縮残留応力層が存在する。また、焼入れ残留応力は研削残留応力に比較して圧縮層が厚いだけでなく、表面での勾配も少ないのが特徴である。このことから焼入れによる圧縮残留応力層は、試験片の深いところまで形成され、アルミナの表面部分の欠陥を十分に包み込んでおり、曲げ強度の向上に有効に作用することが期待できる。なお、残留応力の分布の傾向は、1cs, 100cs, 10000csで同様である。

図7-5に100csの回折線の4/5価幅の深さ方向への分布の例を示す。表面から内部に向かって、回折線の4/5価幅はほとんど変化しない。この傾向は他の焼入れ条件の試験片でも同様の結果であった。このことから、焼入れによる残留応力の形成によっては、回折線幅の広がりほとんど起こらないことがわかる。これは、研削残留応力の場合に回折線幅が広がるのと異なり、焼入れによる回折線幅の特徴である。ただし、焼入れ材の4/5価幅が表7-3の1500°C焼鈍材の値と比較して少し大きい原因としてバフ研磨の影響が含まれているものと考え

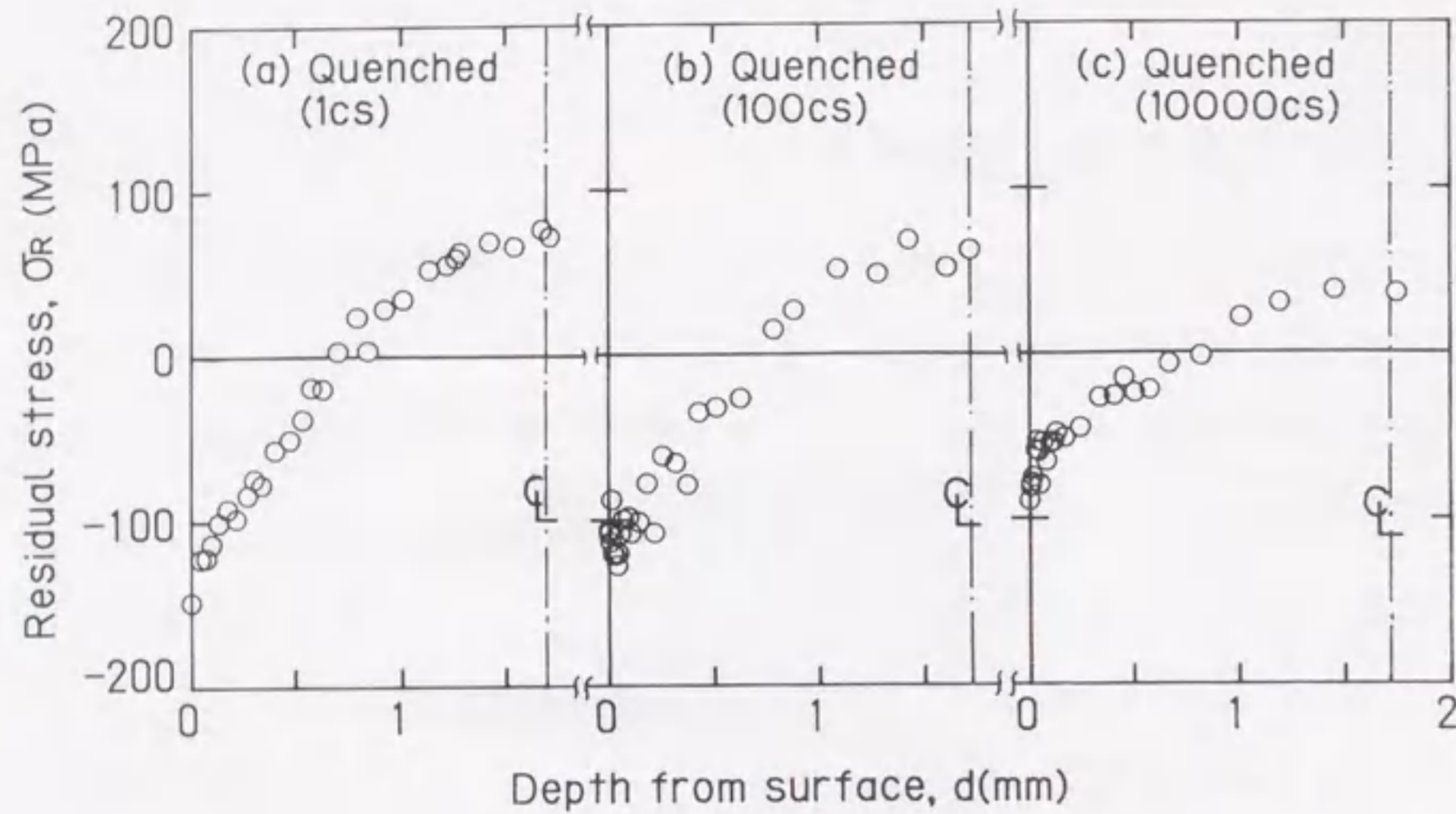


図 7-4 深さ方向への残留応力の分布

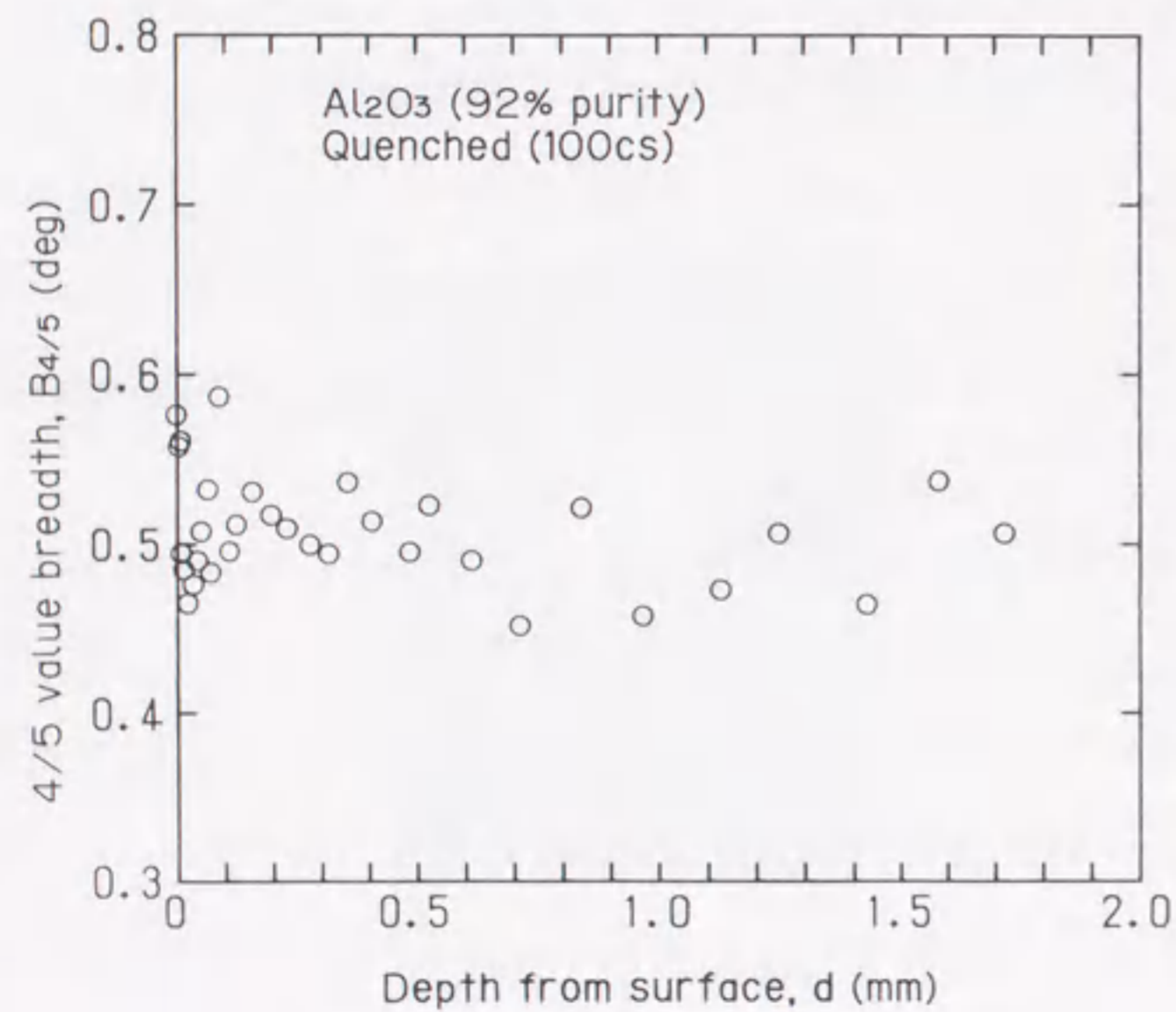


図 7-5 深さ方向への回折線幅の分布

られる。

7.3.3 急冷残留応力による強化

等価き裂長さと曲げ強さとの関係を求めた結果を図 7-6 に示す。なお、図中の横線は 1200°C および 1500°C の焼鈍材（平滑材）の曲げ強度の平均値の線で、斜めの線は SEPB 法による破壊じん性値 $K_C = 3.80 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ である。 K_C の値は両材料とも同一であった。

欠陥寸法が小さい場合 K_C 一定の破壊条件は適用できないので、この結果を整理する一つの工学的手法として仮想き裂の考え方を第 4 章では使用した。これは、曲げ強度 σ_B と欠陥寸法の関係を次式で与える。

$$K_C = \sigma_B \sqrt{\pi(l + l_0)} \quad (7-2)$$

ただし、 l_0 は仮想き裂長さ、 K_C は破壊じん性値である。

それぞれ 1200°C と 1500°C の焼鈍材に対して平滑材と SEPB より得られた結果より最小自乗法を使って仮想き裂長さ l_0 とじん性値 K_C を決定した。その結果を図 7-7 中に実線で示す。本実験から得られた結果は、1200°C 焼鈍材では $K_C = 3.80 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $l_0 = 40.8 \mu\text{m}$ 、1500°C 焼鈍材では $K_C = 3.77 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $l_0 = 14.7 \mu\text{m}$ であった。起点位置に関する破面観察結果は、内部起点は 10000cs で 3 個、100cs で 2 個であった。内部起点破壊したものは横棒をプロットに付加して図中に示した。その他はすべて表面起点破壊である。

焼入れ材の結果は 1500°C 焼鈍材に対する曲線を上回り焼入れ残留応力による曲げ強度向上の効果が明白に示されている。重研削による残留応力の場合、大きな残留応力を形成するが、等価き裂長さの増大がみられ、さらに表面圧縮残留応力層が薄いために曲げ強度向上への効果があまりみられなかった。これに対し焼入れ残留応力の場合、欠陥寸法が大きくなり、かつ十分な表面圧縮残留応力層が形成されることから著しい曲げ強度向上の効果が認められた。

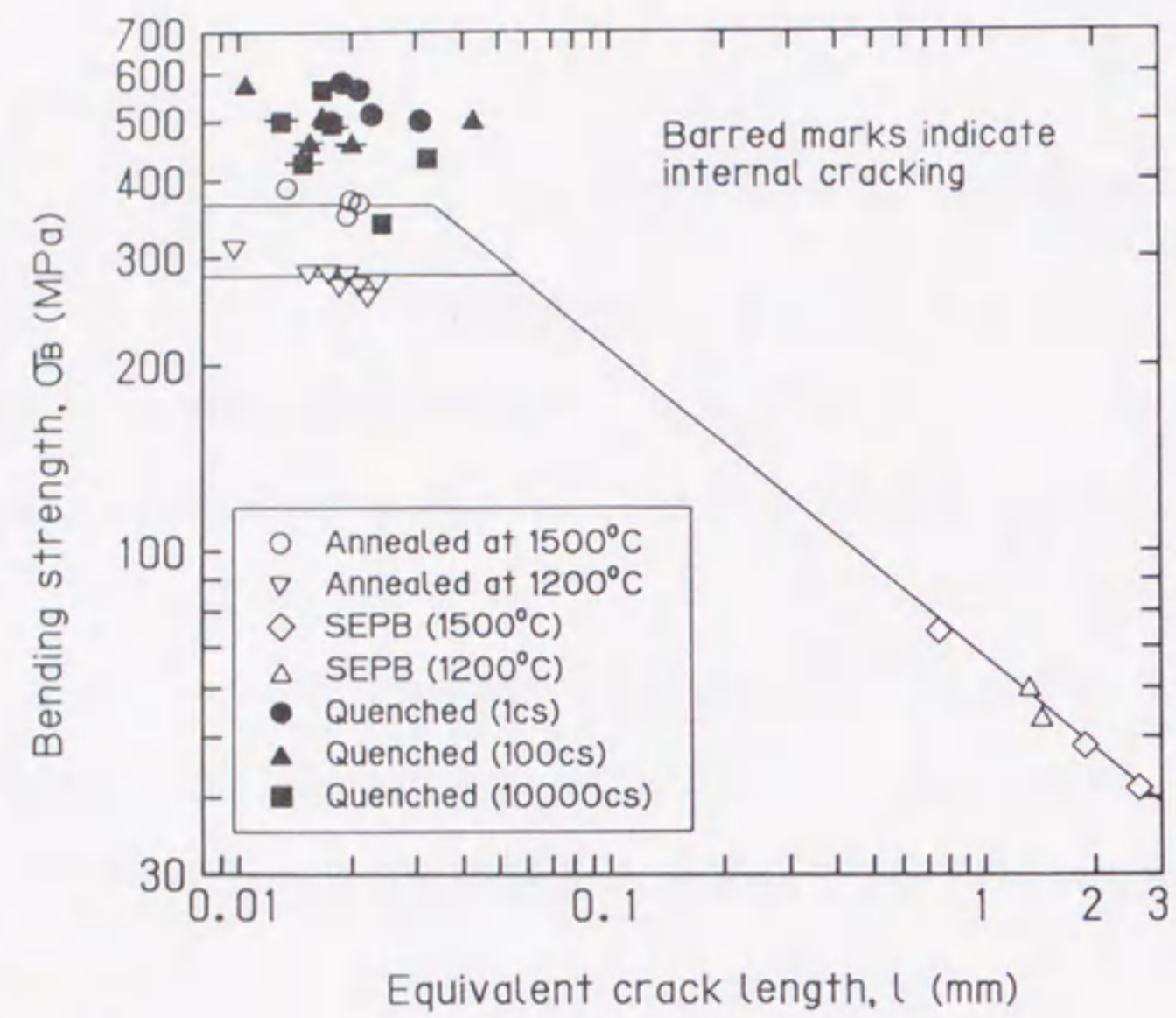


図 7-6 等価き裂長さと曲げ強さの関係

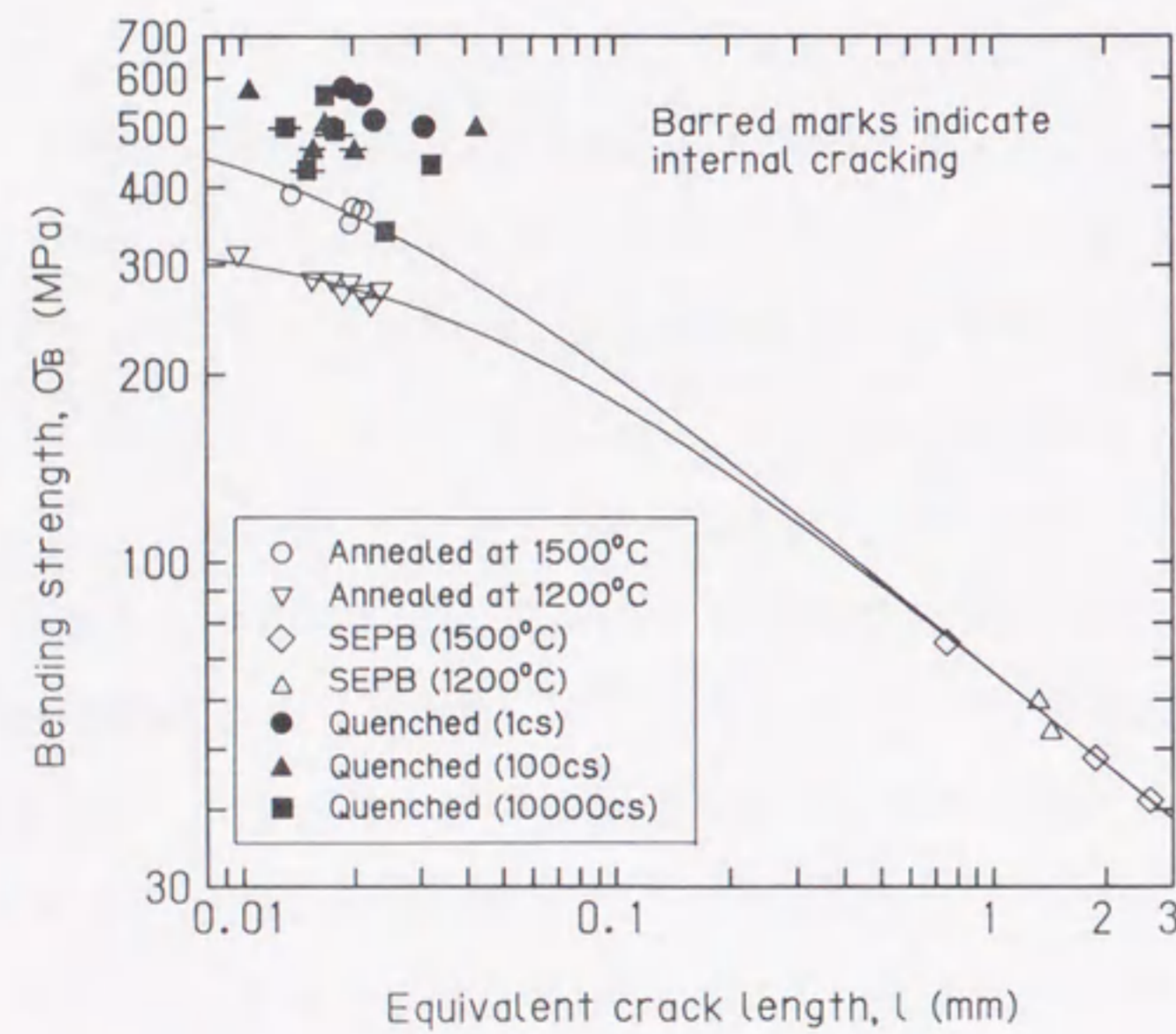


図 7-7 等価き裂長さと曲げ強さの関係

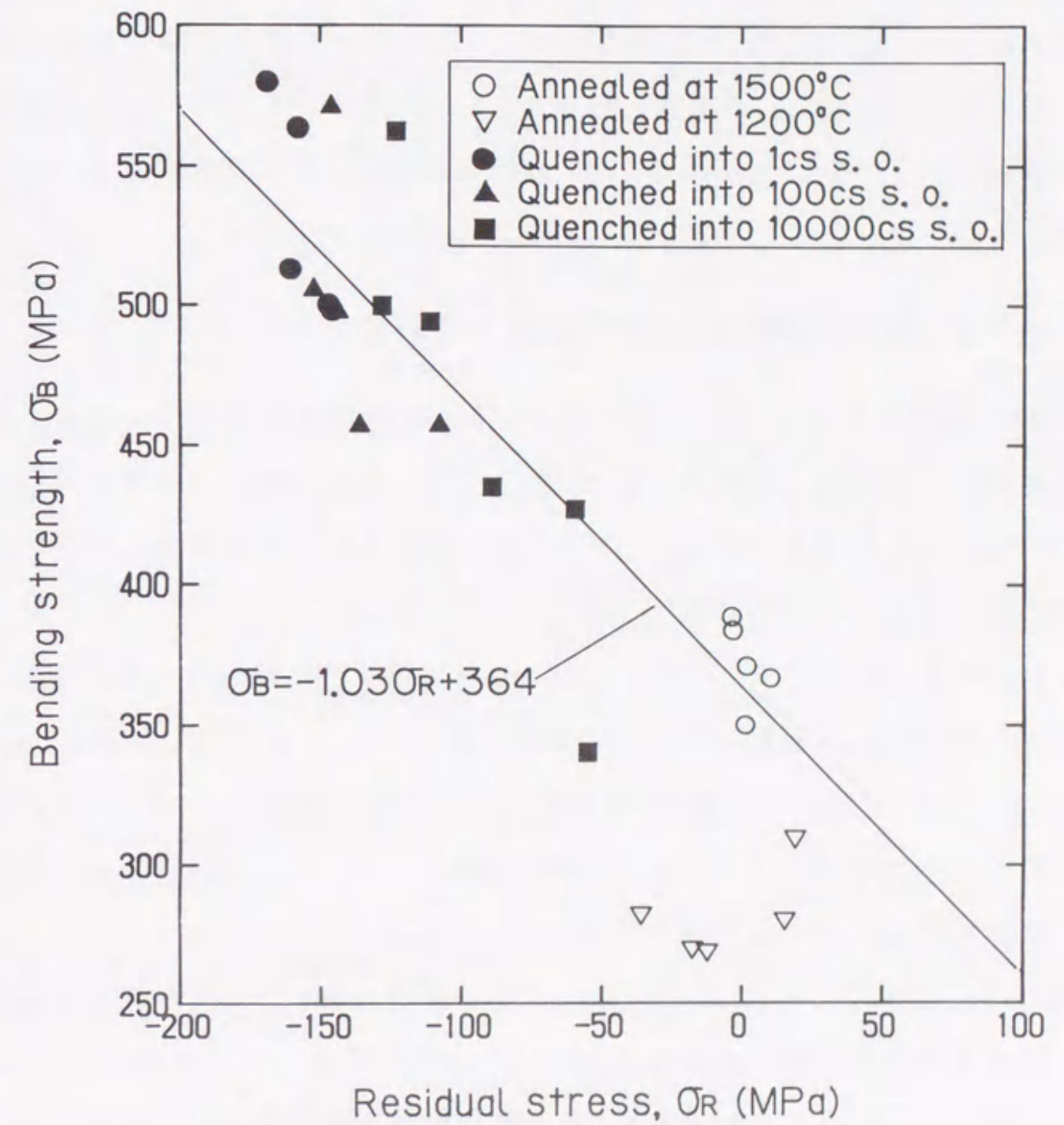


図 7-8 表面残留応力と曲げ強さの関係

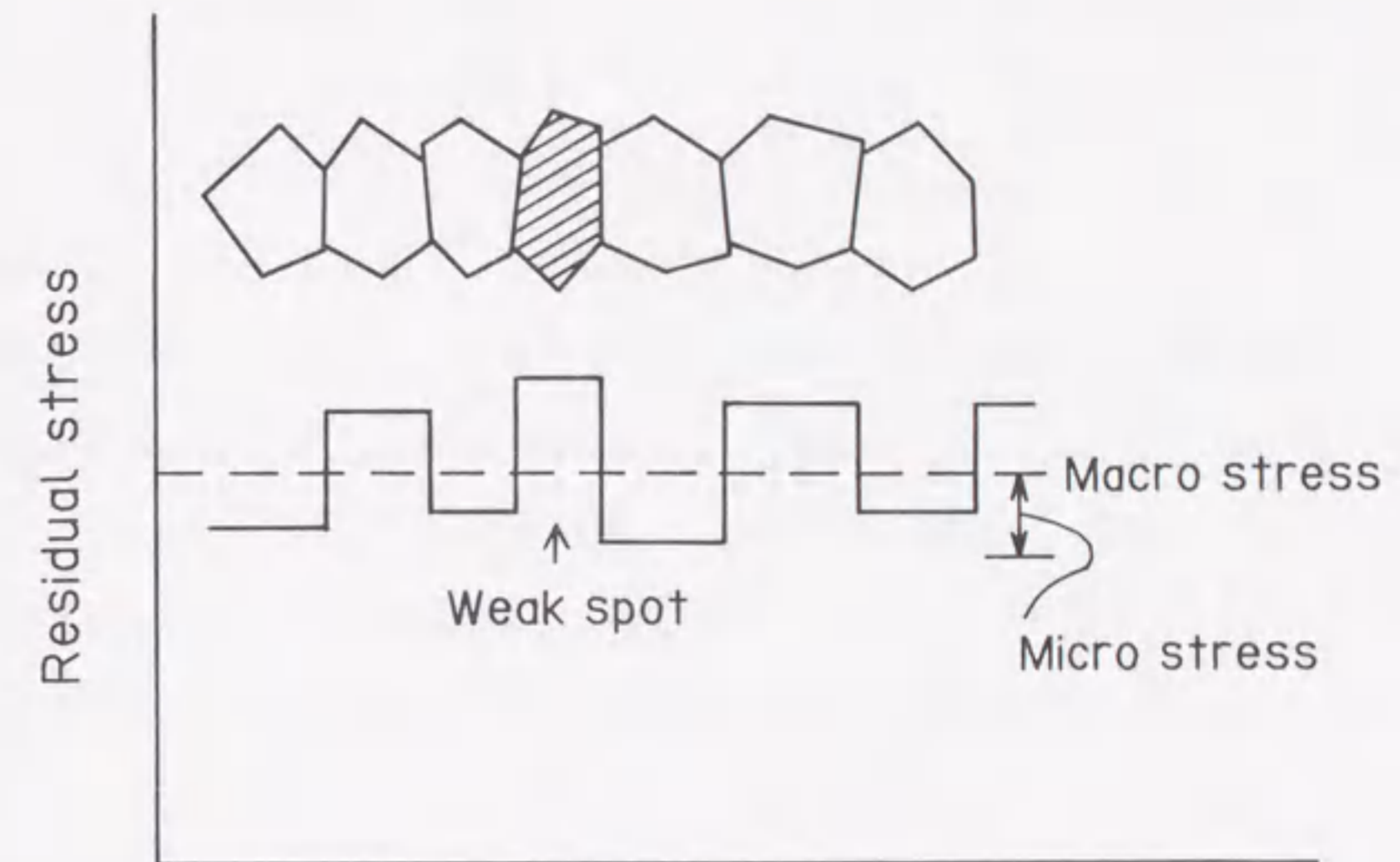
図7-8に圧縮の表面残留応力と曲げ強さの関係を示す。図中に示す直線は、各焼入れ材と1500°Cにおける焼鈍材のデータを用いて最小自乗法により直線近似したものである。この直線の傾きが-1.03であることから、圧縮残留応力層が表面欠陥を十分に包み込めるだけ深ければ、表面の圧縮残留応力の増大にほぼ比例した曲げ強度の上昇が得られることが確かめられた。

7.3.4 微視的残留応力の曲げ強度への影響

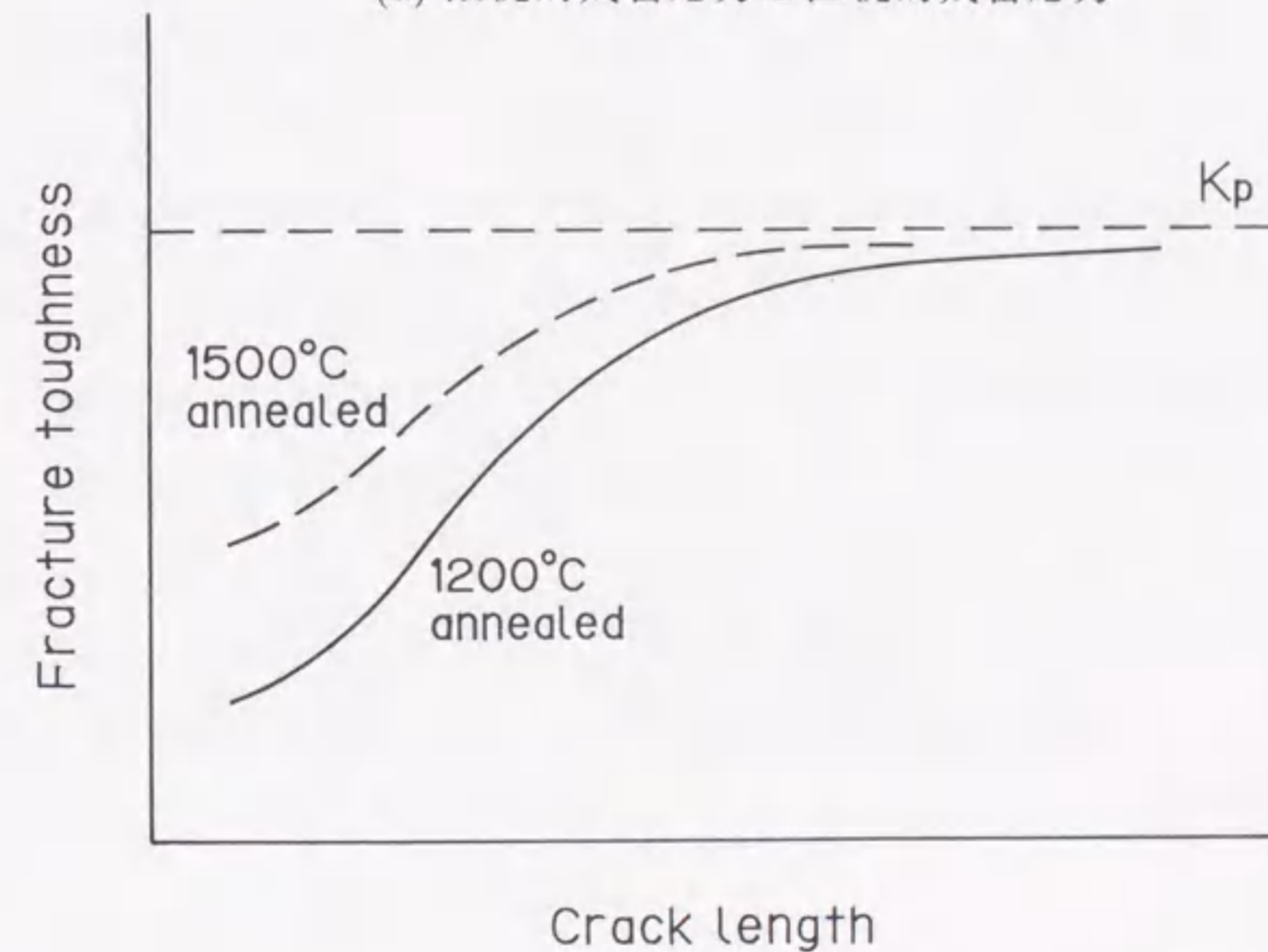
1200°C 焼鈍材および1500°C 焼鈍材では、長いき裂から破壊するSEPB法で求めた両者の破壊じん性値 K_C はほぼ等しいが、微小欠陥から破壊する平滑材の曲げ強度には明確な差が現れている。その結果として焼鈍温度の異なる材料の、仮想き裂長さ l_0 が異なる。

これは、図7-6で示されるように破壊起点欠陥寸法に差がないことより、以下に述べるように微視的残留応力の影響によるものと考えられる。すなわち、表7-3で1500°C 焼鈍材と1200°C 焼鈍材との $B_{4/5}$ を比較すると1200°C 焼鈍材は1500°Cに比べて大きい。このように回折線幅が大きいことは微視的残留応力が大きいことを示している[22]。

図7-9(a)に示すように $B_{4/5}$ の大きい1200°C 焼鈍材では、巨視的残留応力のほかに結晶粒相互の微視的残留応力のばらつきが大きいことを意味している。そのため小さい欠陥から破壊するとき、微視的残留応力のばらつきの分だけ強度が低下することになる。つまり、表面の巨視的残留応力が同じでも微視的残留応力により等価き裂長さの小さい領域での曲げ強度が低下することが予想される。このことは1200°C 焼鈍材の微視的残留応力のばらつきが大きいことを示している。たとえば図7-9(b)に示すように、微小な欠陥から破壊する場合は、この微視的残留応力が大きく影響し、SEPB法における予き裂材のように巨視的寸法をもつき裂(本実験では0.76~2.64mm)からの破壊の場合は、微視的残留応力の効果が平均化されて小さくなると考えられる。



(a) 微視的残留応力と巨視的残留応力



(b) 欠陥寸法に対する微視的残留応力の影響

図7-9 微小欠陥から破壊するときの微視的残留応力の影響

X線の回折線の広がり、微視的残留応力と結晶粒の寸法に依存する。その関係についてはHallにより次式のように表される [23].

$$\beta \frac{\cos \theta}{\lambda} = 2\varepsilon \frac{\sin \theta}{\lambda} + \frac{1}{p} \quad (7-3)$$

ただし、 β は積分幅、 θ は回折角、 λ は特性X線の波長、 p は結晶粒径、 2ε は微視的残留応力の範囲である。この関係式よりそれぞれ $\beta \cos \theta / \lambda$ と $\sin \theta / \lambda$ の関係を求めると、その傾きから微視的ひずみ ε を得ることができる。

式(7-3)に従い1200°Cおよび1500°Cで焼鈍した試験片をCo-K α 特性X線を用いて多数の回折面での積分幅 β (rad)を測定した。800°C、2hrの条件で焼鈍し微視的残留応力のない石英の粉末から得られたX線回折装置自身のもつ回折線の広がりを求め、これを積分幅の測定で得られた値から差し引いて補正した結果を図7-10に示す。図の結果より得られた1200°C焼鈍材の傾き 2ε は 1.378×10^{-3} 、1500°Cの場合は 0.714×10^{-3} であった。得られた微視的ひずみ ε に機械的ヤング率を乗じて微視的残留応力を計算すると、1200°Cでは198MPa、1500°Cでは102MPaとなり、両者の差は96MPaとなる。表7-3における各焼鈍材の曲げ強さの差が90MPaであることを考えると、微視的残留応力の差と各焼鈍材の曲げ強度の差がほぼ等しくなる。このことは、長いき裂からの破壊とは異なり、微小なき裂から破壊するときは微視的な残留応力が大きく影響することを示している。

以上のように微小欠陥からの破壊強度に対しては微視的残留応力が大きな影響を有しており、この微視的残留応力の測定方法としてX線回折法が有力な手段として利用できる。

7.4 結言

(1) 焼入れにより材料中に導入される残留応力は、表面圧縮で中央部で引張りの典型的な熱残留応力分布となっている。表面残留応力は、粘度の小さい1cs

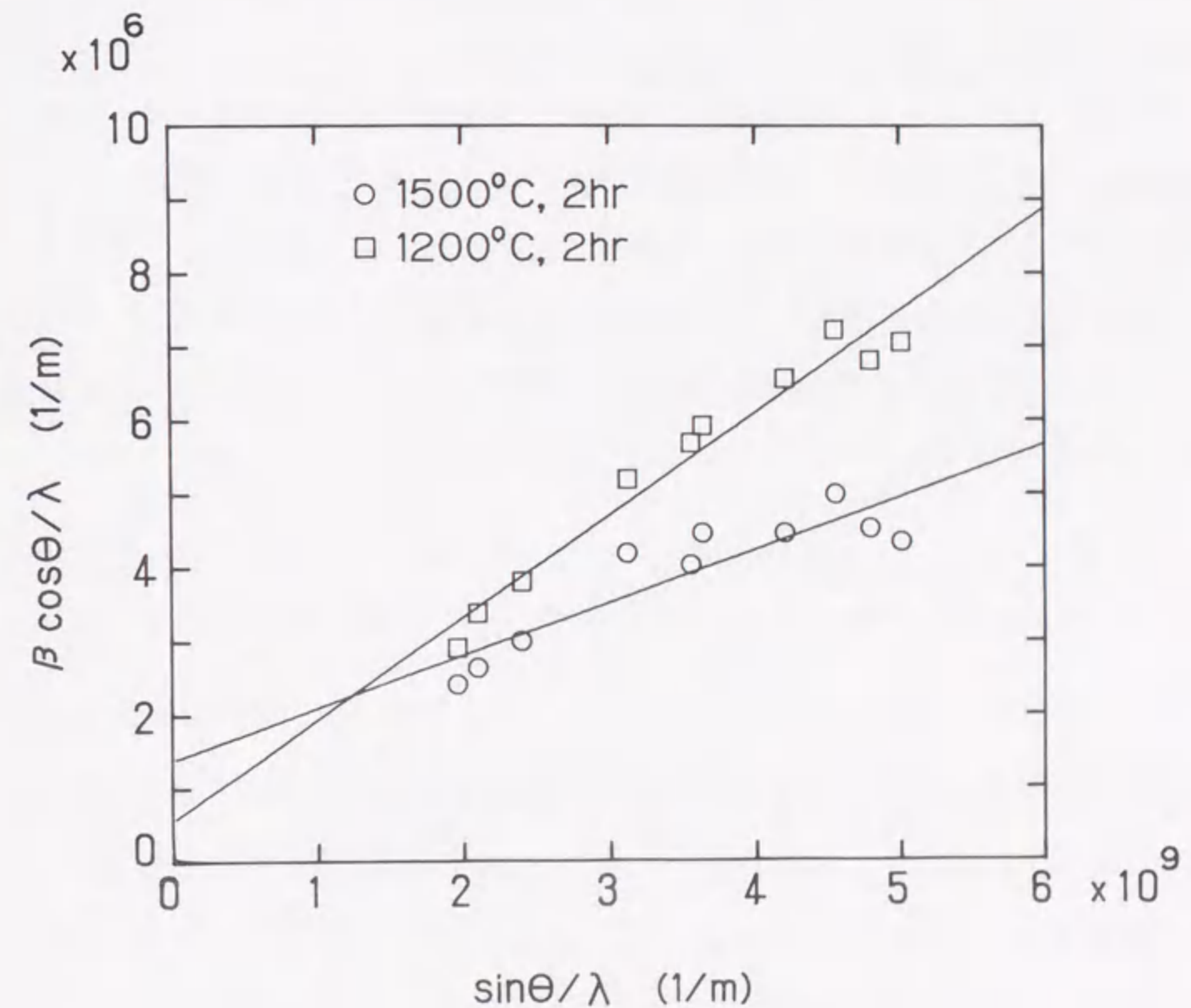


図7-10 アルミナ焼鈍材のHallプロット

に焼入れたものが最も大きく -160MPa 近くになり、粘度の増大とともに圧縮残留応力が小さくなる。

(2) アルミナの焼入れによる表面圧縮残留応力は曲げ試験での破壊起点欠陥に比べて十分内部まで及び、曲げ強度の増加は表面の圧縮残留応力に比例し、焼鈍材の最高曲げ強度の1.4倍の強化がなされた。

(3) 粘度1csのシリコン油への焼入れでは、熱衝撃き裂の発生もなく、表面圧縮残留応力が大きく、かつ曲げ強度の向上が最も大きく、しかもワイブル係数が高いことより、本実験条件中では最上の強度向上が得られた。

(4) 微視的残留応力のばらつきの程度は回折線幅の広がりに対応し、大きなき裂から破壊する場合は微視的残留応力の影響は少ないが、微小欠陥からの破壊では大きな効果をもつ。

参考文献

- [1] D. P. H. Hasselman, Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.*, **52**-11, pp.599-604 (1969).
- [2] T. K. Gupta, Strength Degradation and Crack Propagation in Thermally Shocked Al_2O_3 , *J. Am. Ceram. Soc.*, **55**-5, pp.249-253 (1972).
- [3] B. E. Bertsch, D. R. Larson, and D. P. H. Hasselman, Effect of Crack Density on Strength Loss of Polycrystalline Al_2O_3 Subjected to Severe Thermal Shock, *J. Am. Ceram. Soc.*, **57**-5, pp.235-236 (1974).
- [4] C. L. Ammann, J. E. Doherty, and C. C. Nessler, Failure Prediction of Thermal Fatigue of Silicon Nitride, *J. Am. Ceram. Soc.*, **58**-11-12, pp.513-516 (1975).
- [5] K. T. Faber, M. D. Huang, and A. G. Evans, Quantitative Studies of Thermal Shock in Ceramics Based on a Novel Test Technique, *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**-5, pp.296-301 (1981).
- [6] J. R. Brockenbrough, L. E. Forsythe, and R. L. Rolf, Reliability of Brittle Materials in Thermal Shock, *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**-8, pp.634-637 (1986).
- [7] W. P. Rogers, A. F. Emery, R. C. Bradt, and A. S. Kobayashi, Statical Study of Thermal Fracture of Ceramic Materials in the Water Quench Test, *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**-6, pp.406-412 (1987).
- [8] M. L. Kronberg, Dynamical Flow Properties of Single Crystals of Sapphire, I, *J. Am. Ceram. Soc.*, **45**-6, pp.274-279 (1962).
- [9] H. P. Kirchner, R. E. Walker, and D. R. Platts, Strengthening Alumina by Quenching in Various Media, *J. Appl. Phys.*, **42**-10, pp.3685-3692 (1971).
- [10] J. Gebauer, D. A. Krohn, and D. P. H. Hasselman, Thermal-Stress Fracture of a Thermomechanically Strengthened Aluminosilicate Ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.*, **55**-4, pp.198-201 (1972).
- [11] H. P. Kirchner, R. R. Gruver, and R. E. Walker, Strengthening of Hot-Pressed Al_2O_3 by Quenching, *J. Am. Ceram. Soc.*, **56**-1, pp.17-21 (1973).
- [12] R. M. Gruver and H. P. Kirchner, Effect of Surface Damage on the Strength of Al_2O_3 Ceramics with Compressive Surface Stresses, *J. Am. Ceram. Soc.*, **56**-1, pp.21-24 (1973).
- [13] W. R. Buessem and R. M. Gruver, Computation of Residual Stresses in Quenched Al_2O_3 , *J. Am. Ceram. Soc.*, **55**-2, pp.101-104 (1972).

- [14] R. Prümmer, Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung von keramischen Werkstoffen durch Oberflächen-Druckeigenstress, *Keramische Zeit.*, **38-9**, pp.512-515 (1986).
- [15] R. Prümmer, Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung von keramischen Werkstoffen durch Oberflächen-Druckeigenstress, *Keramische Zeit.*, **38-11**, pp.686-688 (1986).
- [16] D. J. Snoha, C. O. Ruud, and H. D. Cassel, Comparison of Residual Stress Measurement and Breaking Strength on Alumina Rods, *Advance in X-Ray Analysis*, **29**, pp.43-48 (1986).
- [17] H. Ohira and R. C. Bradt, Strength Distributions of Quench-Strengthened Aluminosilicate Ceramics, *J. Am. Ceram. Soc.*, **71-1**, pp.35-41 (1988).
- [18] T. Nose and T. Fujii, Evaluation of Fracture Toughness for Ceramics by Single Edge Precracked-beam Method, *J. Am. Ceram. Soc.*, **71-5**, pp.328-333 (1988).
- [19] N. E. Brown, Jr. and J. Srawley, Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials, *ASTM STP 410*, pp.1-65 (1966).
- [20] 日本機械学会編, "機械構造物の安全性", p.13 (1988), 丸善.
- [21] SAE, Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction, *SAE J784a*, pp.62-65 (1971).
- [22] 仁田勇監修, *X線結晶学(下)*, p.611 (1980), 丸善.
- [23] W. H. Hall, X-Ray Line Broadening in Metal, *Proc. Phys. Soc.*, **A62**, pp.741-743 (1949).

第 8 章

R 曲線法によるセラミックスの強度評価

8.1 緒言

セラミックスの破壊じん性値は、金属材料に比較して十分の一以下となるため、一般に限界破壊欠陥寸法も約 0.1mm 以下と小さく、長いき裂の破壊力学はそのまま適用できない場合が多い。このき裂寸法効果を説明するモデルとして、欠陥先端よりある距離の平均応力が重要とする平均応力モデル (Mean stress model) [1], 欠陥先端よりある距離の点の応力が重要であるとする点応力モデル (Point stress model) [2], あるいは実際のき裂よりも少し長いき裂を考える仮想き裂モデル (Fictitious crack model) [3] の三種類がよく用いられており [4], これらのモデルはセラミックスの欠陥寸法と強度の関係をうまく表現しているが、破壊の物理過程とは直接結びついてはいない。

第 4, 5, 6 章では、仮想き裂モデルを基礎としてセラミックスの強度を破壊力学的に取り扱った。仮想き裂モデルは、材料値を決定し易く、強度評価には便利なモデルであるが、その物理的根拠が十分でない。一方、セラミックスの破壊過程の観察などによれば、セラミックスの破壊においては微視組織の影響やき裂後方のウェイクの発達によりき裂進展抵抗が上昇する場合が多く、限界欠陥寸法の評価にも R 曲線 (Resistance curve) の特性を考慮することが必要である。

本章では、R 曲線をもとにして、種々の欠陥から破壊するセラミックスの強

度を予測する方法を提案する。まず、窒化ケイ素の強度と欠陥寸法の関係をもとにR曲線の形状を決定し、それをもとに種々の欠陥の形状寸法が破壊強度に及ぼす影響を検討する。さらにR曲線を用いてセラミックスの欠陥からの破壊のモンテカルロ・シミュレーションを行い、セラミックスの曲げ強度の統計的性質について検討する。

8.2 R 曲線法

8.2.1 R 曲線の形状

き裂の進展にともなう破壊抵抗の増加を次のような式で表す。

$$K_R = K_0 + K_m + K_s \quad (8-1)$$

ここで、 K_0 はセラミックスの単結晶の破壊じん性値、 K_m は微視組織効果あるいは微視的応力の効果 [5][6] であり、 K_s はき裂のしゃへい効果であり、Lawnら

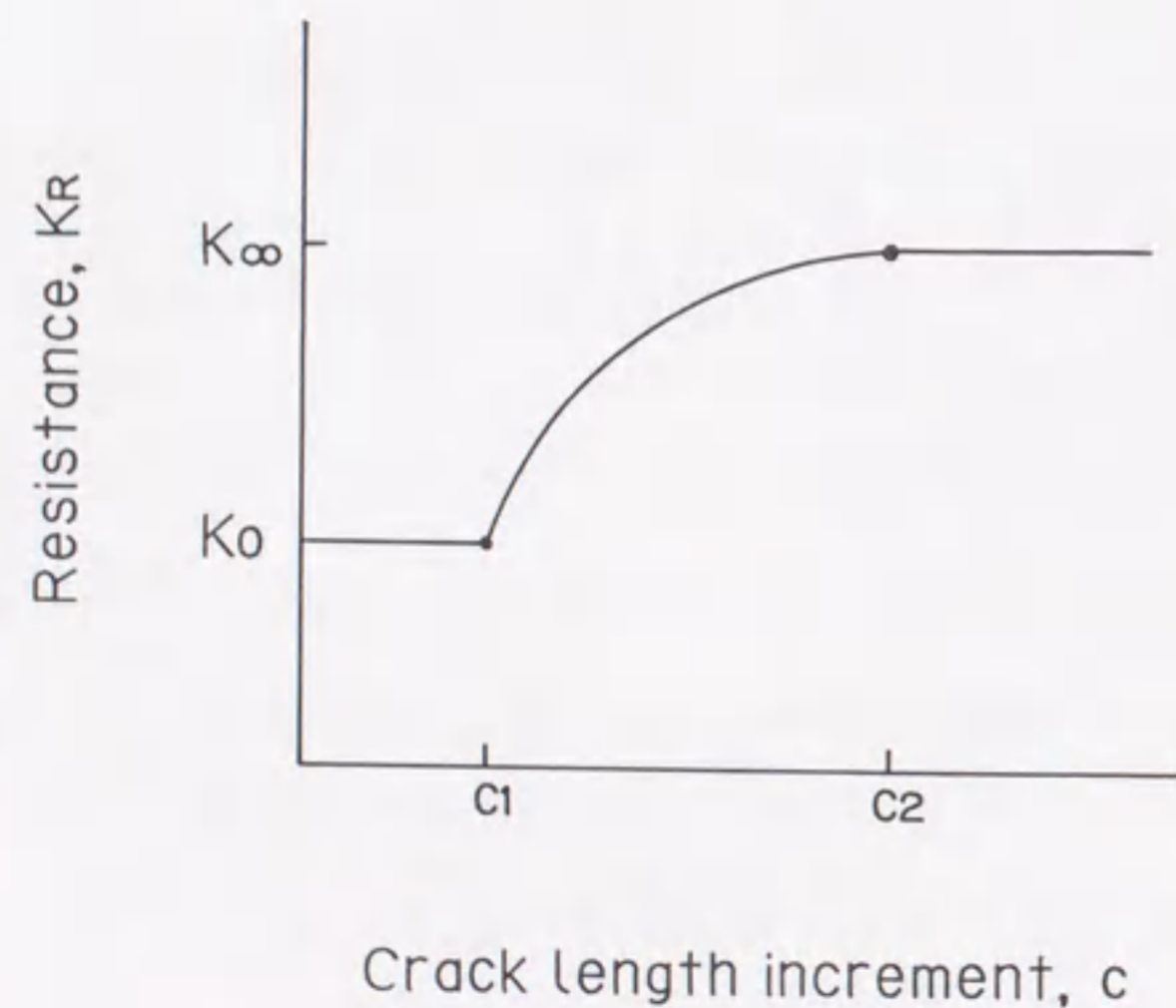


図 8-1 R 曲線

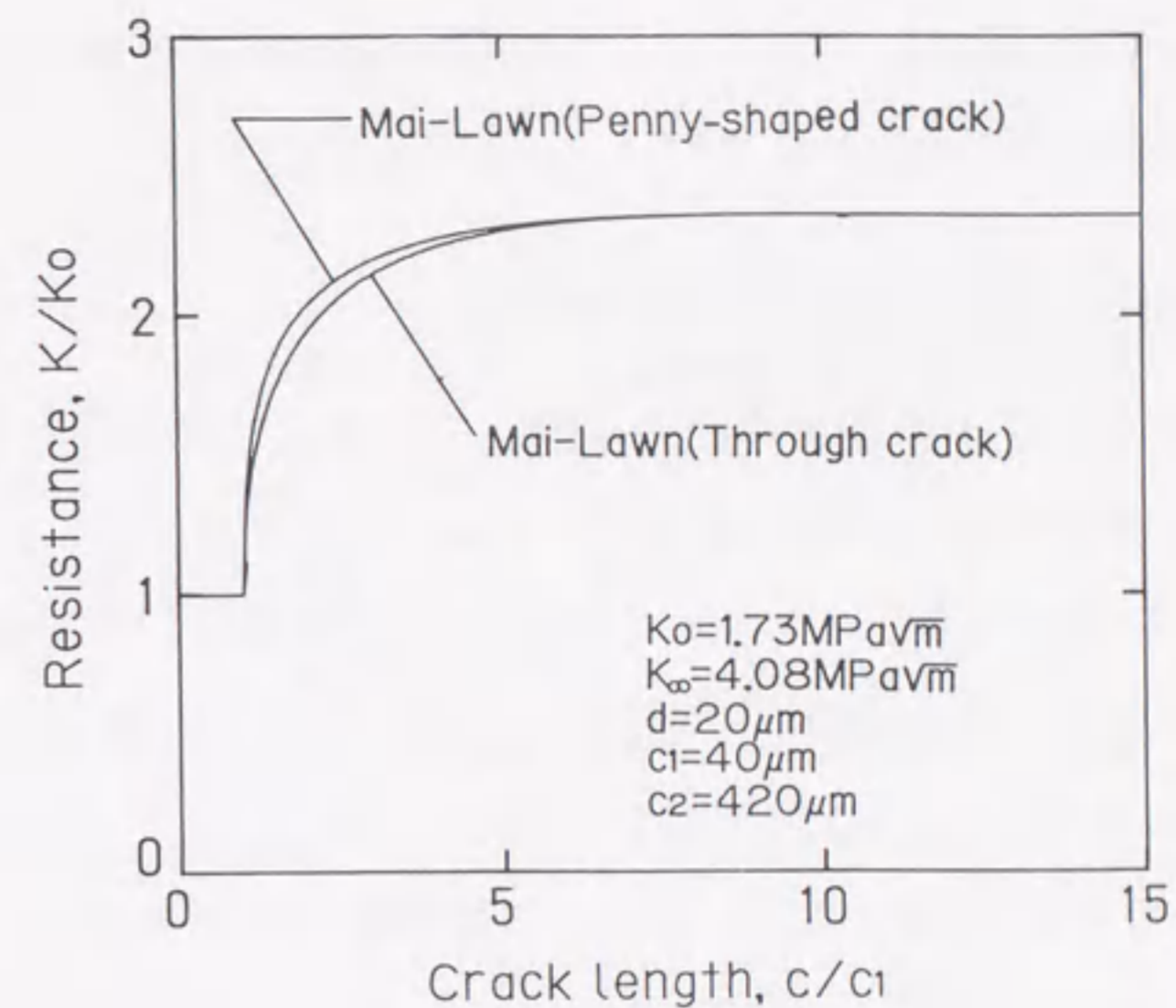


図 8-2 種々の R 曲線の式

によるき裂後方のウェイクでのブリッジング [7], Evans らの微視的割れ [8] や変態 [9] などがその原因となる。

いま K_m を考えないとき、R 曲線は図 8-1 のように表されるであろう。図に示されるように R 曲線は、き裂進展量 c が c_1 までは一定値 K_0 であり、さらなるき裂進展にともない K_s が大きくなるが、やがて c_2 よりも大きくなるとしゃへい効果がき裂長さによらず定常となり一定値 K_∞ になるモデルである。この R 曲線の代表的な式を次に示す。

$$K_R = K_0 + (K_\infty - K_0) \left\{ 1 - \left[1 - \left(\frac{c_2(c^2 - c_1^2)}{c(c_2^2 - c_1^2)} \right)^{1/2} \right]^3 \right\} \quad (8-2)$$

$$K_R = K_0 + (K_\infty - K_0) \left\{ 1 - \left[1 - \left(\frac{c - c_1}{c_2 - c_1} \right)^{1/2} \right]^3 \right\} \quad (8-3)$$

式 (8-2), (8-3) は Mai らによって粒架橋 (Grain bridging) を説明するために提案された式で、式 (8-2) は 3 次元き裂 [10], 式 (8-3) は 2 次元き裂の場合 [11] である。ここで、Cook ら [10] の報告による多結晶アルミナの粒径 $d = 20\mu\text{m}$, $c_1 = 40\mu\text{m}$,

$c_2 = 420\mu\text{m}$, $K_0 = 1.73\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, $K_\infty = 4.08\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ の場合の材料値を使って各 R 曲線の形を図 8-2 に示す. c が c_1 以下では K_0 一定とした.

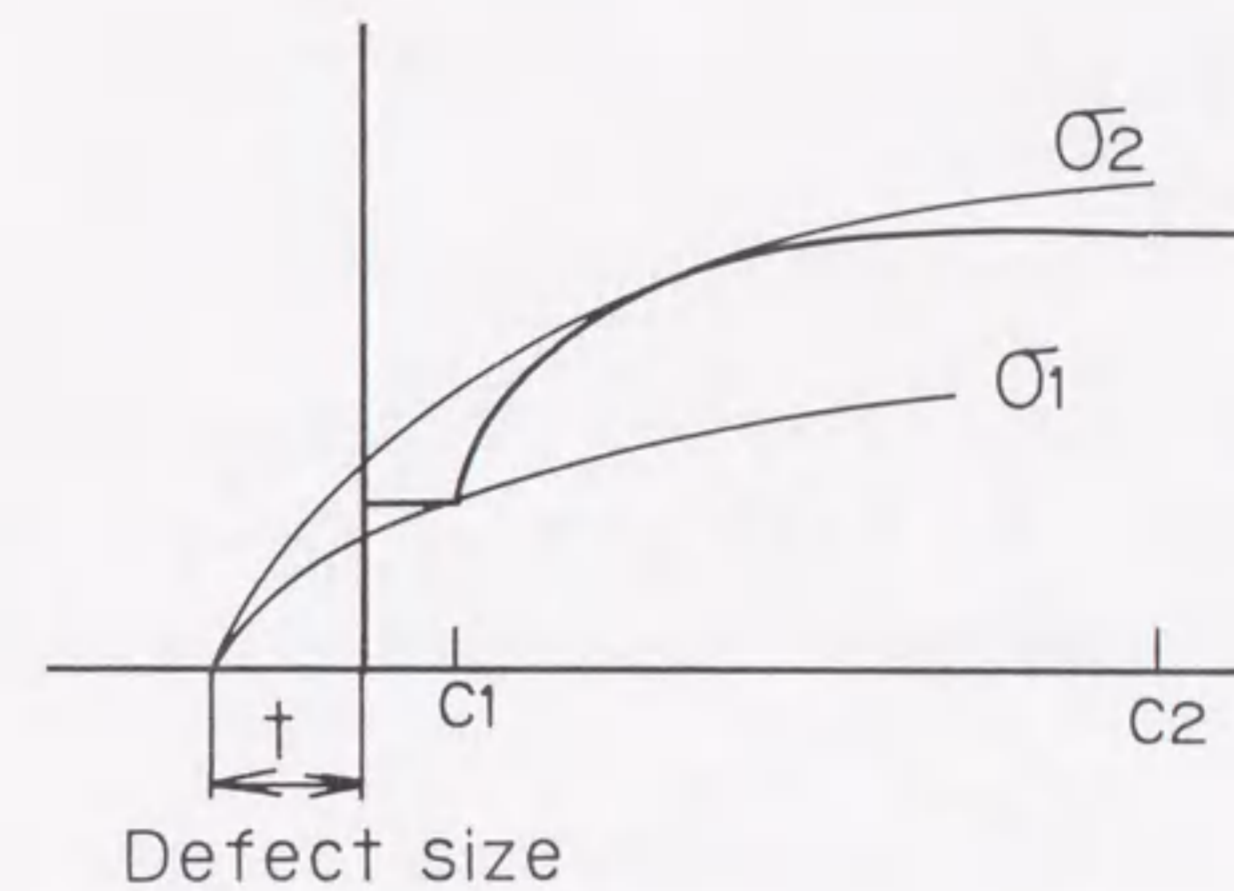
8.2.2 R 曲線法におけるき裂進展条件

限界欠陥寸法およびき裂の進展の評価に際して, 本章ではき裂進展力が K_R を越えたときに, き裂の進展が起こるものとする. たとえば, 図 8-3 (a) のように, 長さ t の初期欠陥があり, そこからき裂 c が c_1 まで進展している場合を考える. ここで, 初期欠陥には架橋がないものとする. この時, き裂が進展するための最小応力は σ_1 となる. さらに応力が増加するにしたがいき裂は安定成長を続け, 負荷応力が σ_2 に達すると, もはやき裂進展抵抗の増分よりも負荷応力拡大係数 K_A の増分の方が大きくなり ($dK_R/dc \leq dK_A/dc$), 不安定破壊が発生する. この σ_2 が破壊強度であり, R 曲線と σ_2 の接点の c が限界欠陥寸法を与える. 図 8-3 (b) は初期欠陥にき裂しゃへいがある場合であり, R 曲線は欠陥寸法の位置から始まり, 同様に σ_1, σ_2 が決定される.

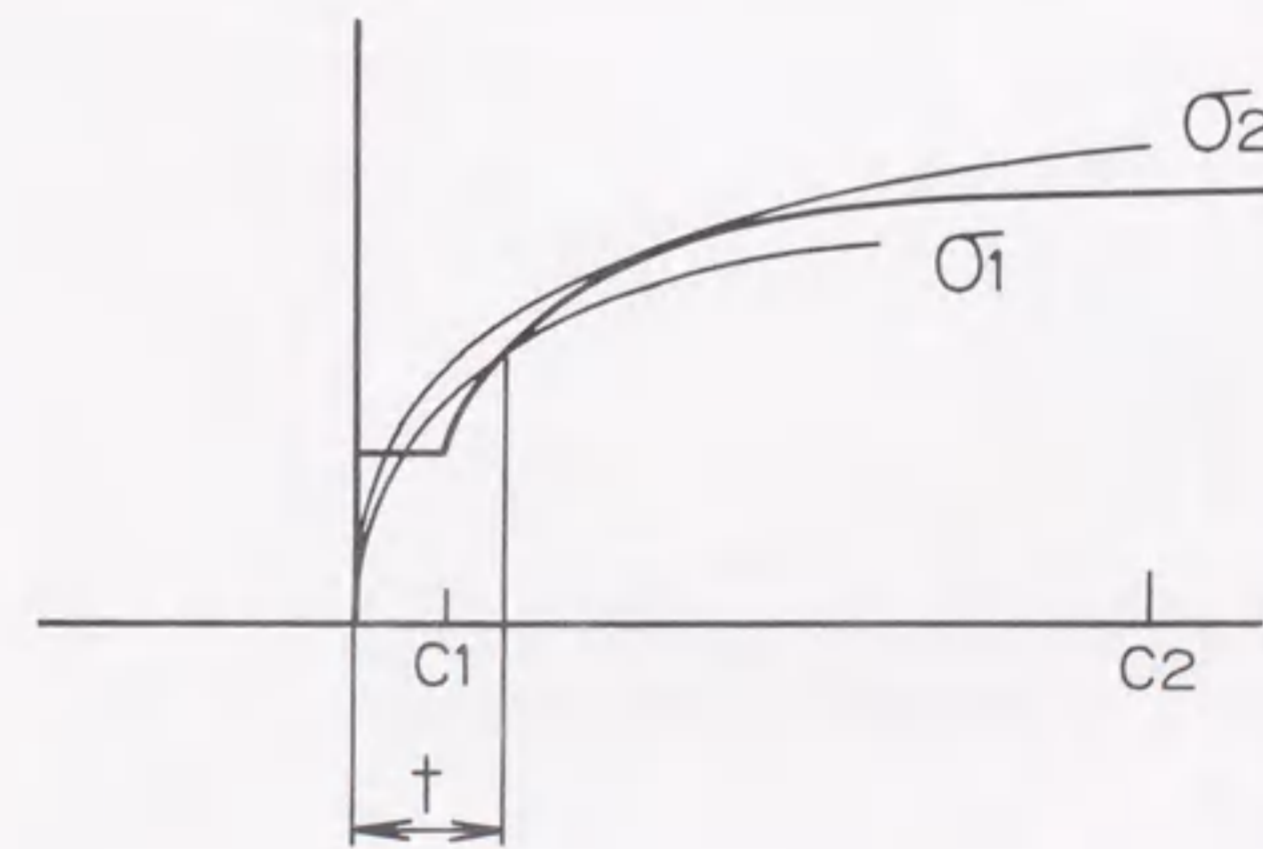
8.2.3 R 曲線パラメータの決定

式 (8-2), (8-3) に示される R 曲線の式のパラメータは, c_1, c_2, K_0, K_∞ の計 4 個になる. これらのパラメータをすべて実験から直接的に決定することは, 現段階では困難であり, 今後多くの研究を待たなければならない. しかし, K_∞ は SEPB (Single edge pre-cracked beam) 材による破壊じん性値を用いることができるであろうし, 残りのパラメータについては, 等価き裂長さと曲げ強さの実験結果から最適値を探索することにより, 実験結果に合致した値を求めることができる.

まず, 表 8-1 に示される機械的性質をもった常圧焼結窒化ケイ素から高さ 3mm, 幅 4mm, 長さ 40mm の四点曲げ試験片を製作した. 試験片の引張り面はラップ研磨にて仕上げた. 結晶粒は, 粒径 $1.2\mu\text{m}$ の針状晶であった. これらの試験片のうち 5 本を曲げ試験片として曲げ強さを求めた. そして破面観察により欠陥を



(a) 初期欠陥にき裂しゃへいがない場合



(b) 初期欠陥にき裂しゃへいがある場合

図 8-3 R 曲線法によるき裂進展の条件

表 8-1 窒化ケイ素の機械的性質

Young's modulus E (GPa)	Poisson's ratio ν	Bulk density (g/cm^3)
298	0.268	3.22

同定し、第4章と同様に破壊起点を含む円にて応力拡大係数を求め等価き裂長さを計算した。残りの5本からSEPB材を作製し、破壊じん性値を求めた。その結果、曲げ強さの平均値は748.5 MPa、破壊じん性値の平均値は6.59MPa $\sqrt{\text{m}}$ であった。

つぎに、窒化ケイ素のラップ材およびSEPB材の曲げ試験結果から、シンプレックス法 [12] により最適な材料値を得る方法について述べる。R曲線の形は決まっていないので、窒化ケイ素のR曲線としては三次元の式(8-2)を用いた。応力拡大係数の計算は、半円表面き裂の曲げ試験と仮定した。 K_∞ の値はSEPB材の破壊じん性値の平均値を使用して、残りのR曲線パラメータは c_1, c_2, K_0 となる。成分 c_1, c_2, K_0 から任意に作られた初期シンプレックスベクトル V_i ($i=1\sim 4$)を次式のように定義する。

$$\begin{bmatrix} V_1 \\ V_2 \\ V_3 \\ V_4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 1+f & 1 & 1 \\ 1 & 1+f & 1 \\ 1 & 1 & 1+f \end{bmatrix} \begin{bmatrix} c_1 \\ c_2 \\ K_0 \end{bmatrix} \quad (8-4)$$

ただし、ここでは $f=0.3$ とした。(a) これらの V_i により得られたR曲線と実験結果の誤差 R_i を求める。(b) 誤差の大きい順に V_1 から V_4 と並び替える。(c) 誤差の大きい V_1 を他のシンプレックスベクトルによって作られる多角形の重心を通る線上で入れ換え、より最適な値 V'_1 を得る(図8-4)。

$$V'_1 = V_1 + \beta(V_G - V_1) \quad (8-5)$$

ただし、 β についてはその都度、鏡像($\beta=2$)、縮小($\beta=1.5$)、拡大($\beta=2.5$)の場合における誤差を計算して最も誤差の少ない β を選択する。ここで得られた

$$V_i = (c_1, c_2, K_0)$$

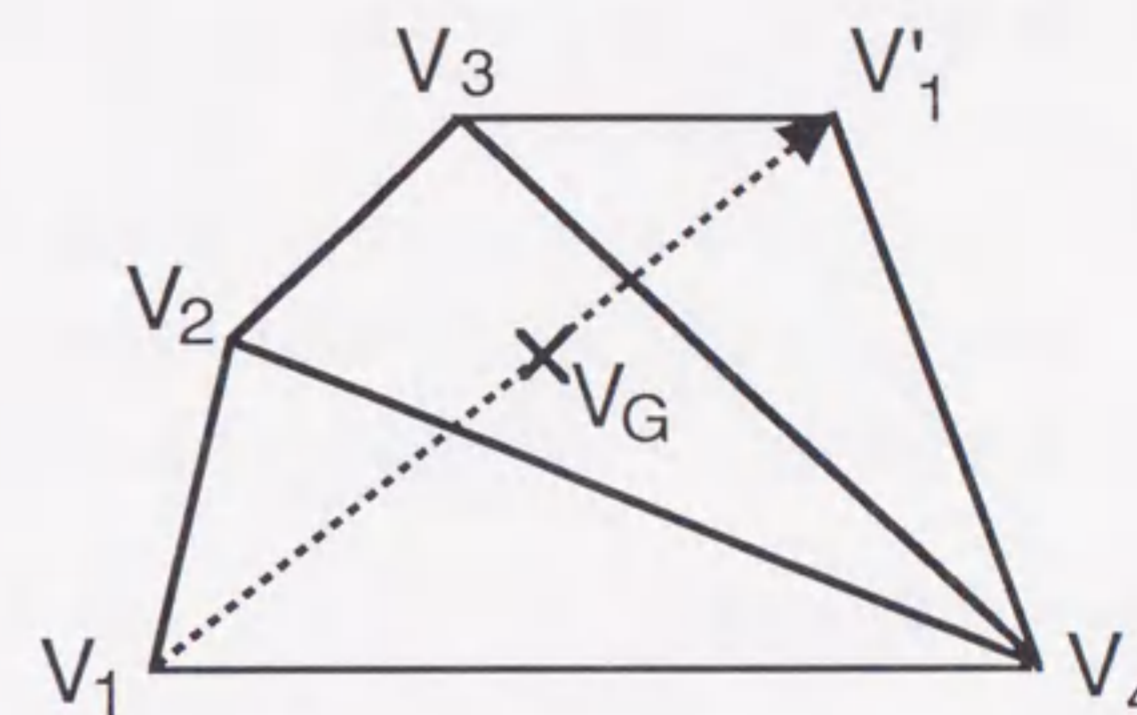


図 8-4 シンプレックスベクトル

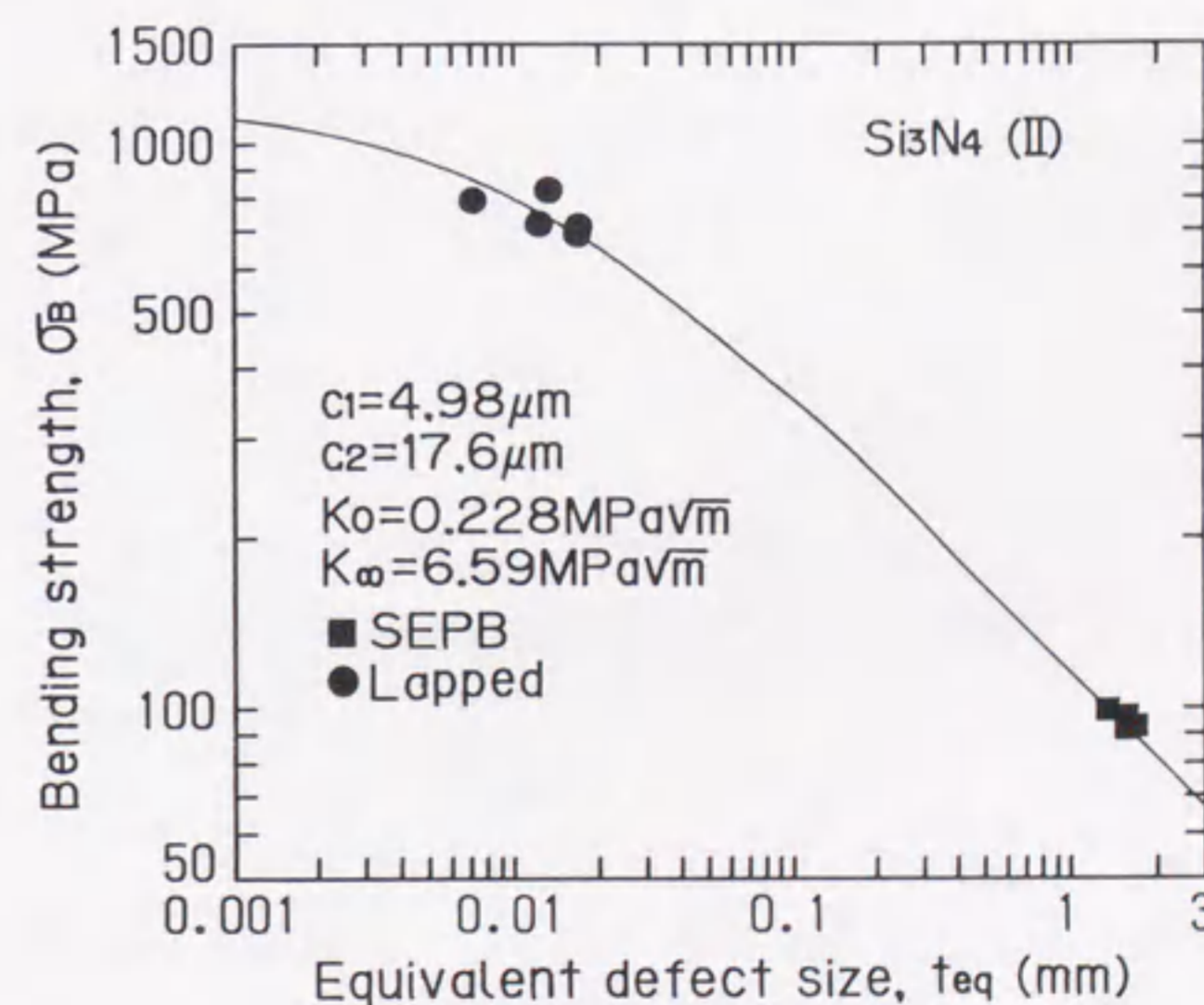


図 8-5 R曲線パラメータの決定

V_1' を新たな V_1 として、以上の (a)~(c) の手続きを繰り返すことにより、パラメータが最適値に近づいて行く。その結果、 $K_0 = 0.228 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $K_\infty = 6.59 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、 $c_1 = 4.98 \mu\text{m}$ 、 $c_2 = 17.6 \mu\text{m}$ が得られた。

以上により得られた実験結果とシンプレックス法により得られたパラメータによる R 曲線による曲げ強さを図 8-5 にあわせて示す。図中の点が実験結果であり、曲線が得られた R 曲線パラメータにより半円表面き裂の場合について計算される結果である。実験結果と R 曲線による曲げ強度の予測がよく一致している。以下では、この材料値を基礎にして種々の欠陥からの破壊強度を予測する。

8.3 破壊強度の予測と検討

8.3.1 円き裂からの破壊

一様引張り応力 σ 下の無限体中の半径 t の円き裂欠陥からの破壊を考えよう。この時の応力拡大係数は

$$K = \sigma\sqrt{\pi t} F \quad (8-6)$$

で与えられる。ただし、円き裂の修正係数は $F = 2/\pi$ となる。等価欠陥寸法 t_{eq} は以下の関係から求められる。

$$K = \sigma\sqrt{\pi t_{eq}} = \sigma\sqrt{\pi t} F \quad (8-7)$$

$$t_{eq} = t \cdot F^2 \quad (8-8)$$

また、不安定破壊するときの応力拡大係数 K_C は次式にて表される。

$$K_C = \sigma_B\sqrt{\pi t} F \quad (8-9)$$

先ほど求めた材料値を使い具体的に等価欠陥寸法と破壊強さを計算した結果を図 8-6 に示す。図中の d は実験に用いた窒ケイ素の結晶粒径である。ここでは、初期欠陥がき裂のしゃへいに寄与する場合 [13] とそうでない場合について計算

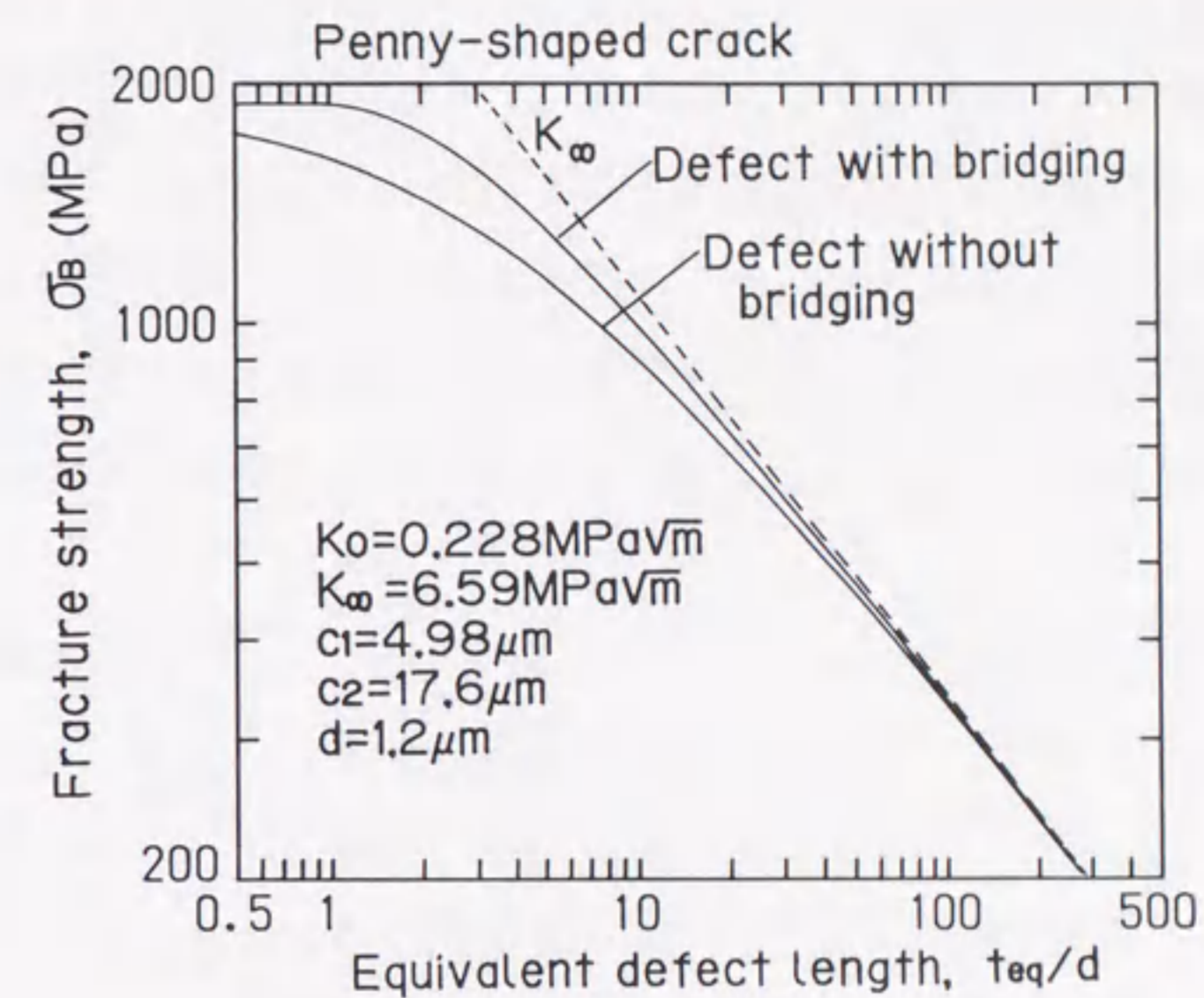


図 8-6 円き裂の破壊強度

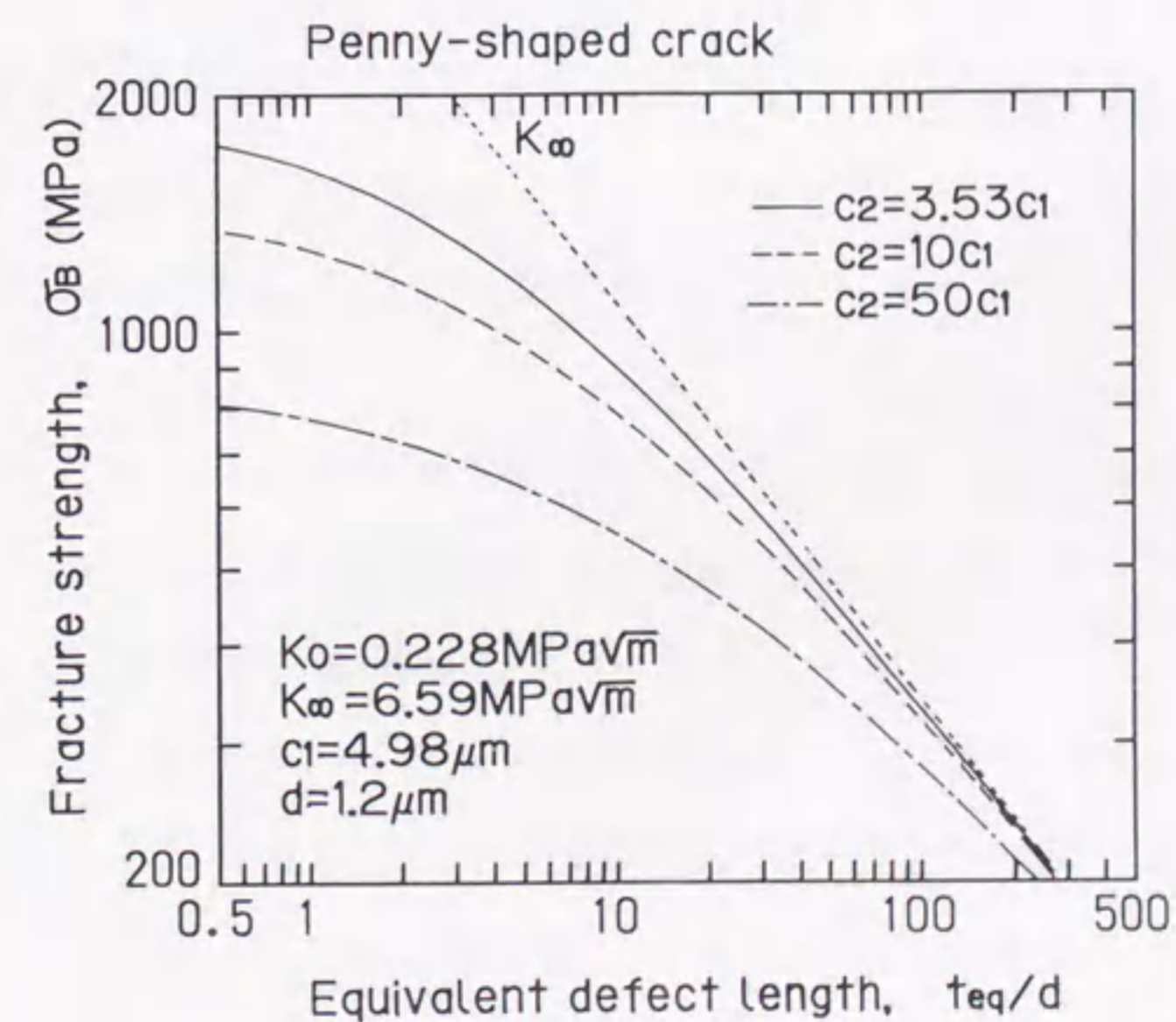


図 8-7 c_2 と破壊強度の関係

した。初期欠陥がR曲線特性に寄与する場合は、初期欠陥内でのしゃへい効果があるので、寄与しないときよりも微小欠陥での破壊強度が大きくなる。いずれの場合も等価き裂で長さが短くなるに従い、長いき裂の $K_C = K_\infty$ の関係からはずれ、微小欠陥から破壊するセラミックスの破壊強度の特徴と一致している。また、初期欠陥をき裂のしゃへい効果に含めた場合は、小さな欠陥については c_1 でのき裂進展とともに不安定破壊が生じてしまう結果、破壊強度が一定になっている。

R曲線における c_2 の影響をみるために、種々の値に c_2 を変化させた場合の計算結果を図8-7に示す。ここでは初期欠陥はき裂しゃへいがないものとしている。 c_2 が大きくなると、小さな初期欠陥における破壊強度が小さくなることがわかる。さらに、長いき裂の K_∞ に一致する欠陥寸法は大きくなる。

8.3.2 だ円欠陥からの破壊

無限体中にある一様応力下のだ円き裂について、だ円のアスペクト比 t/l (短軸方向き裂半長 t , 長軸方向き裂半長 l) を変えながら、引張強度と等価欠陥寸法の関係を求めた。その結果を図8-8に示す。応力拡大係数の算出に際して $F = 1/E(k)$ とした。ただし、 $E(k)$ は第二種完全だ円積分、 $k = \sqrt{1 - (t/l)^2}$ である。

ここでは、長軸方向と短軸方向の応力拡大係数を比較しながら、大きい方を独立に逐次進展させている。だ円欠陥寸法を等価き裂長さで整理した場合、図8-8に示されるようにアスペクト比が0.3~1.0の範囲で破壊強度と等価欠陥寸法の関係に対して、アスペクト比は影響を与えない。このことは、セラミックスの破壊強度を破壊起点を含むだ円で近似して、等価き裂長さで整理することの有効性に対する理論的根拠を与えるものである。

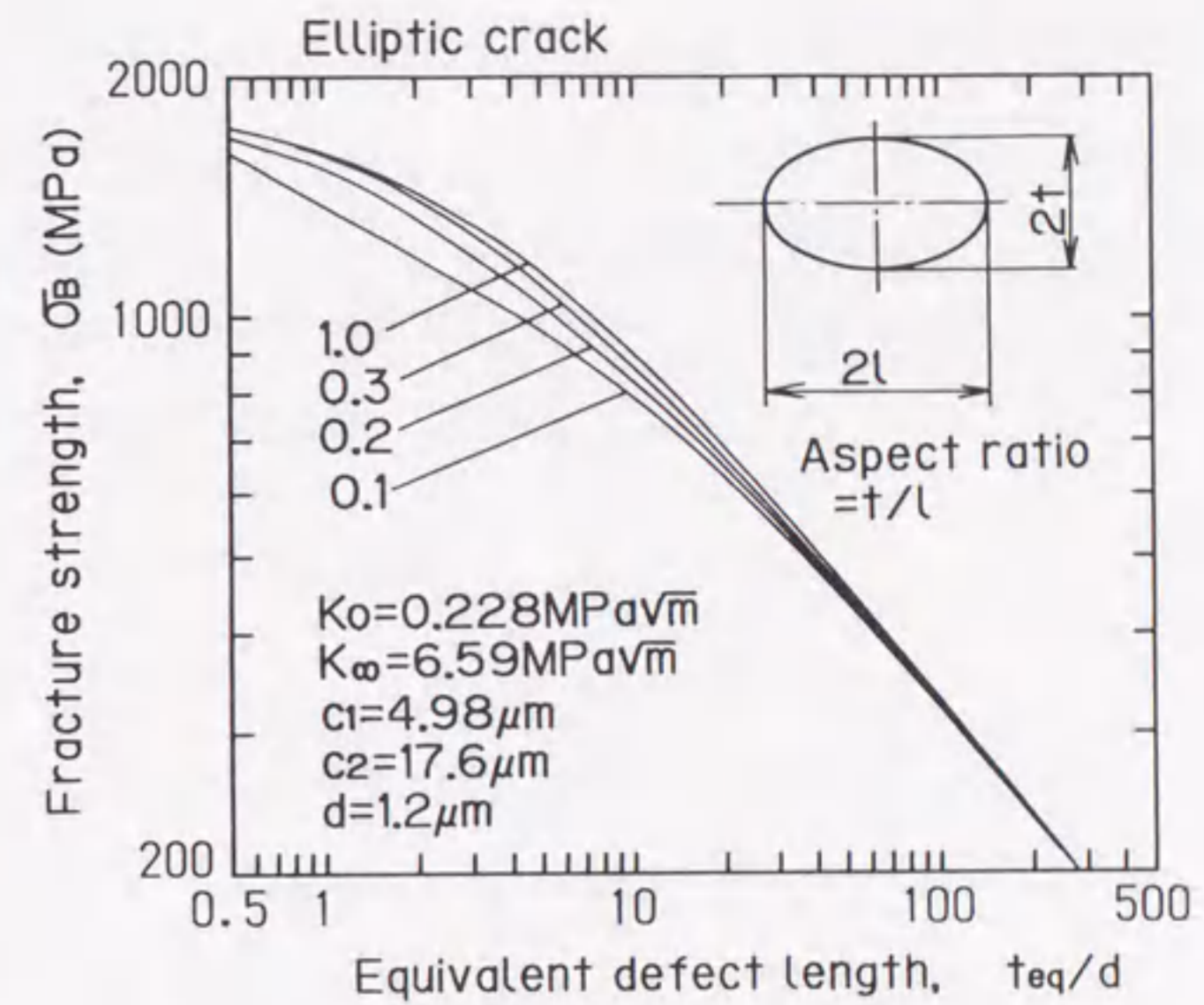


図8-8 だ円欠陥からの破壊

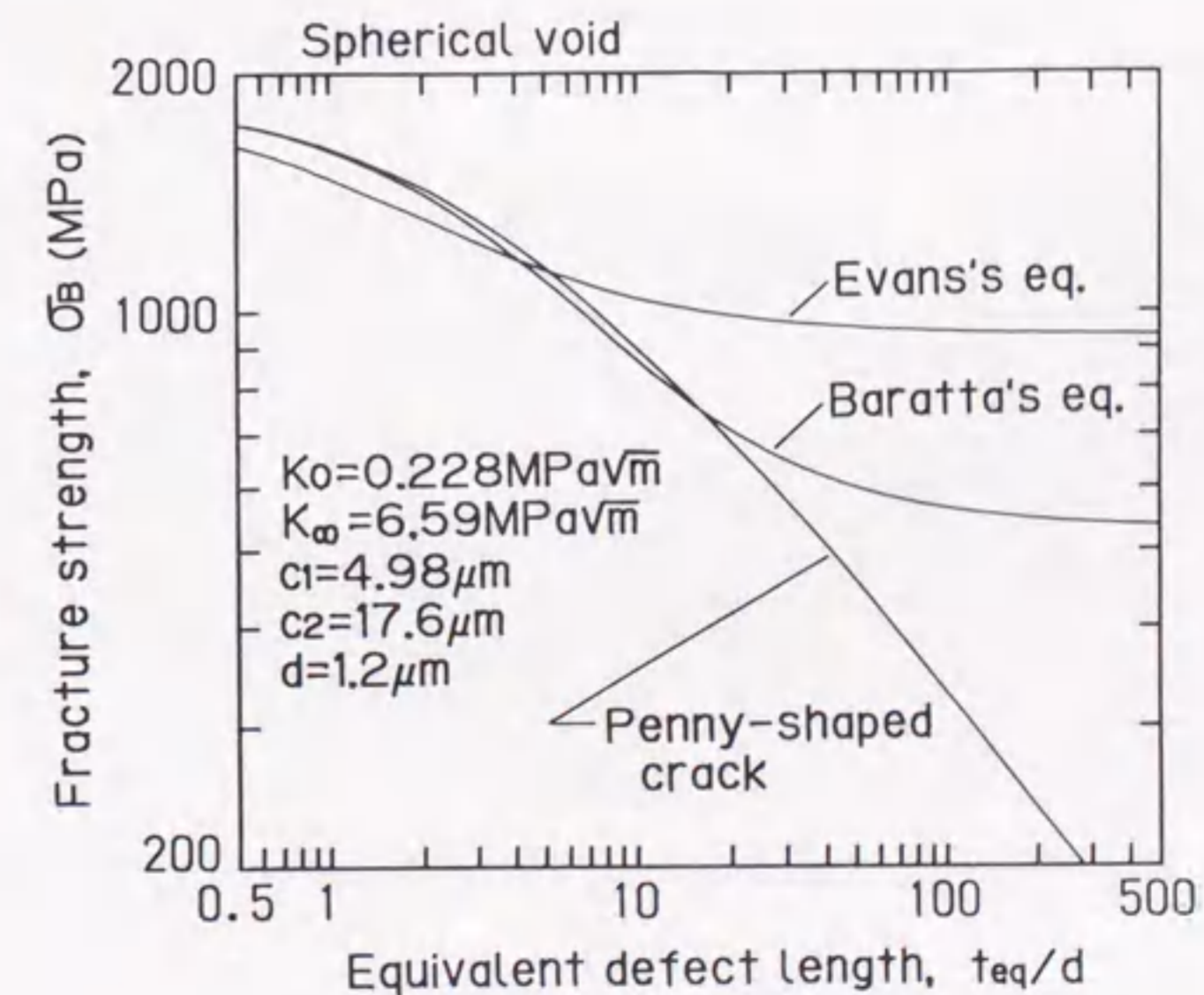


図8-9 球形ボイドからの破壊

8.3.3 球形ポイドからの破壊

R曲線法による破壊基準を球形ポイドからの破壊に応用する。無限体の一様応力 σ において球形のポイドの赤道に環状き裂がついている場合の応力拡大係数は、Barattaら [14] によって次式で与えられている。

$$K = \sigma\sqrt{\pi c} \left[1.12 - 0.31 \tan^{-1} \left(\frac{c}{t} \right) \right] \left\{ 1 + \frac{1}{2(7-5\nu)} [(4-5\nu)p^3 + 9p^5] \right\} \quad (8-10)$$

$$p = \frac{1}{1+c/t} \quad (8-11)$$

ただし、 t は球形ポイドの半径であり、 c は環状き裂の長さである。

また、同様に球形ポイド赤道に半円き裂がついている場合の応力拡大係数は、Evansら [15] によって与えられている。

$$K = \sigma\sqrt{\pi c} \frac{2}{\pi} \left[1 + (K_t - 1) \frac{1}{1+c/t} \right] \quad (8-12)$$

ただし、 K_t は球形ポイドの応力集中係数であり、ポアソン比 ν の関数である。

$$K_t = \frac{27-15\nu}{14-10\nu} \quad (8-13)$$

球形ポイドから成長するときの等価欠陥寸法は、ポイドの半径を t として $t_{eq} = tF^2$ とした。修正係数 F は円き裂のもの($F=2/\pi$)を用いた。なお、計算では $\nu=0.268$ としたが、このとき $K_t=2.03$ となる。

これらの計算結果を図8-9に示す。セラミックスではポイドを起点として破壊が発生する場合が多い。このときのポイド起点からのき裂発生の様式は、ポイド寸法の大きさによるものと考えられる。すなわち、小さいポイドからの破壊では、ポイドに比べて限界き裂寸法が大きくなるので、Barattaの式に近くなる。それに対して大きいポイドでは、ポイドに比べて限界き裂長さが小さいの

でEvansの式に近くなる。図からわかるように球形ポイドが小さい場合は、円き裂からの破壊にほぼ等しい。またポイドが大きくなるにしたがい、Barattaの式による破壊はポイドのない表面からのき裂成長に近づき、Evansの式による破壊は球の応力集中部にあるき裂に相当する結果を与える。大きいポイドからの両者の破壊強度の比は、 K_t に近づいて行く。

8.3.4 だ円孔からの破壊

だ円切欠き底からき裂が発生して破壊する問題について検討する。一様応力下の無限板中に存在する貫通だ円孔からき裂が進展して破壊するものとする。切欠きから成長したき裂 c が、短い場合は切欠き半径 ρ の影響を考慮して [16]

$$K_A = \sigma\sqrt{\pi c} \frac{1.122K_t}{\sqrt{1+4.5c/\rho}} \quad (8-14)$$

を用いた。ここで σ は遠方応力、 K_t は応力集中率である。また、き裂 c が長い場合はき裂半長を $c+t$ とした次式のき裂の解を使用した。

$$K_B = \sigma\sqrt{\pi(c+t)} \quad (8-15)$$

実際には、 $K_A = K_B$ になる最小のき裂長さ c^* として、 $c < c^*$ のとき K_A を使用し、 $c > c^*$ のとき K_B を使用した。これらの応力拡大係数の式を使って破壊強度をR曲線法により評価した。図8-10に破壊時の応力拡大係数に与える切欠きの曲率半径 ρ の影響を示す。この場合の応力拡大係数 K_ρ の計算は、切欠き長さをき裂として次式で評価した。

$$K_\rho = \sigma_B\sqrt{\pi t} \quad (8-16)$$

なお、だ円孔の半長 t は10mmとした。 $\sqrt{\rho/d}$ が小さくなると、 K_ρ は破壊じん性値に近づいて行く。このように切欠きが鋭くなるにしたがい破壊じん性値が一定値に近づくことは、実験結果 [2] [17] でも示されている。また c_2 が大きいほど、 K_ρ 一定値となる切欠き半径の領域が大きくなる。

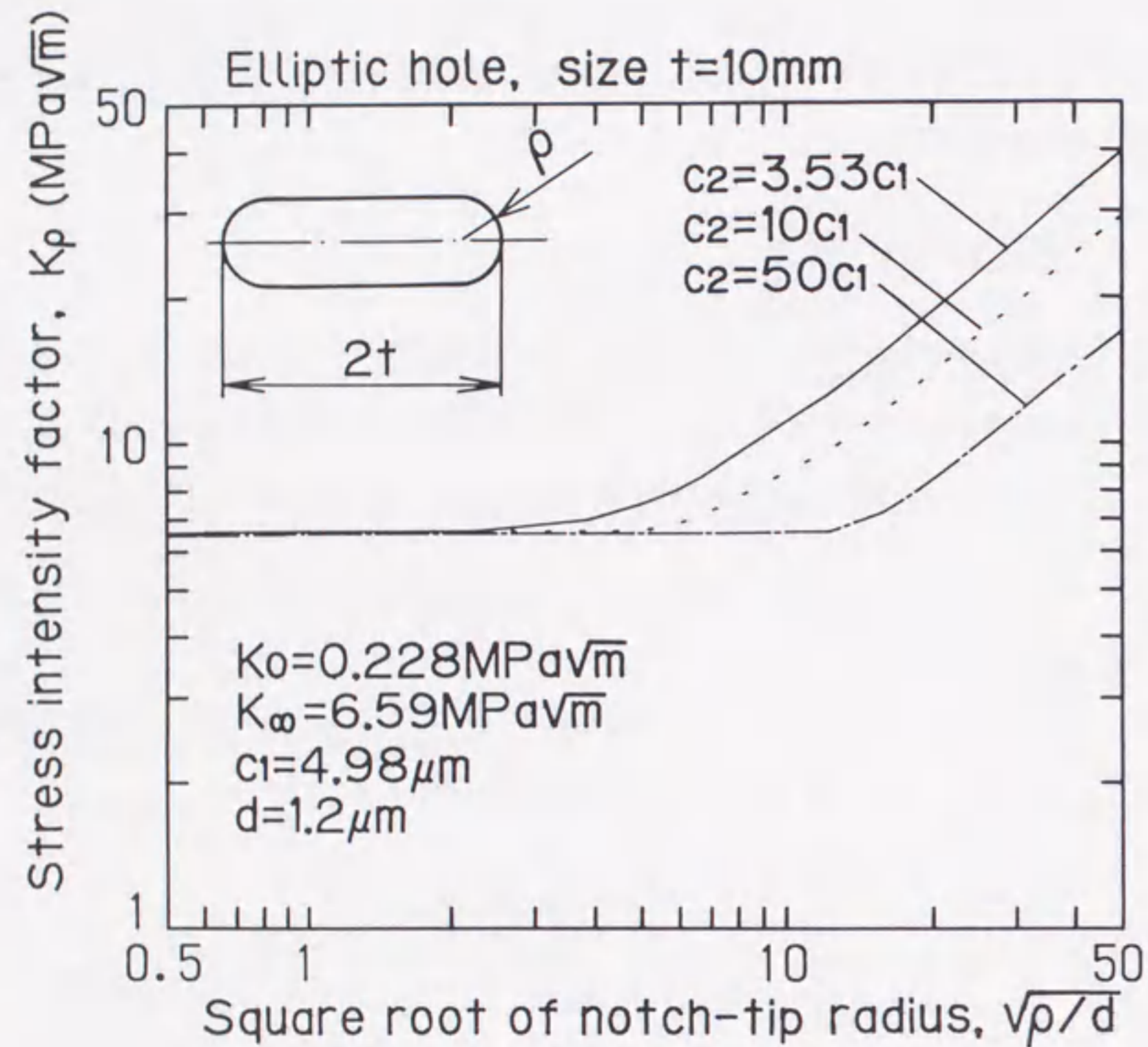


図 8-10 だ円孔からの破壊

8.4 モンテカルロ・シミュレーション

8.4.1 シミュレーションの方法

谷口ら [18] の曲げ強度のモンテカルロ・シミュレーションの方法にならない、R 曲線法の破壊基準による窒化ケイ素のシミュレーションを行った。本章では、初期欠陥の形状は円き裂とし、その半径 t を次のような累積分布関数 [19] に従うものとした。

$$G(t) = 1 - \left(\frac{t}{t_0}\right)^{-w} \quad (8-17)$$

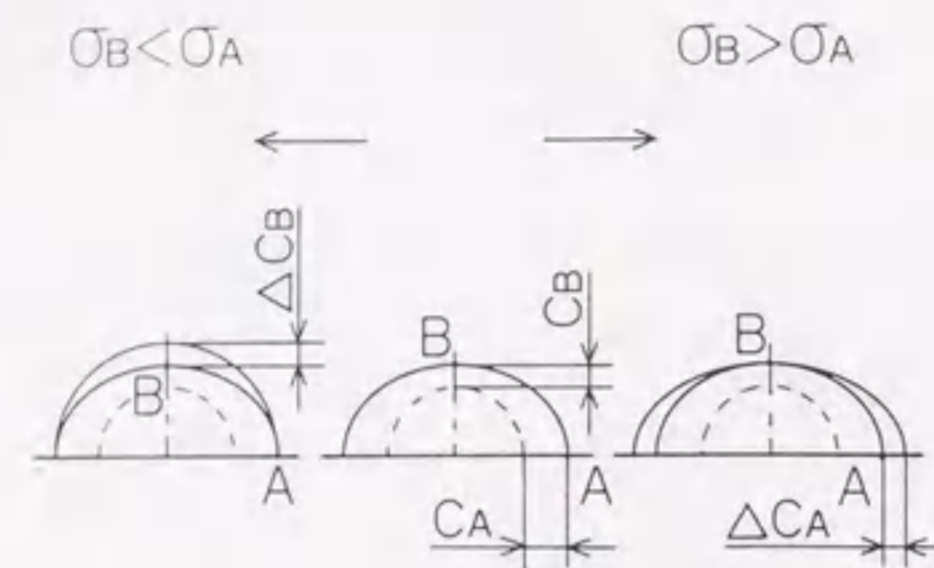
この累積分布関数 $G(t)$ に対して逆変換法により欠陥寸法を与えた。つまり、0 から 1 の範囲で一様乱数を発生させ、その乱数に相当するき裂半径 t の値を式 (8-17) の関係から求めた。

初期欠陥の累積分布関数 $G(t)$ のパラメータ w, t_0 および欠陥密度 γ は、材料の欠陥分布についての正確な与え方がないので、とりあえず経験的に決定した。はじめに $t_0 = 8\mu\text{m}$, $\gamma = 3/\text{mm}^3$ として $w = 2 \sim 6$ の範囲で w を 1 おきに変化させワイブル分布および曲げ強さと等価き裂長さの関係から窒化ケイ素の曲げ試験に近い $w = 4$ を選んだ。次に $w = 4$, $\gamma = 3/\text{mm}^3$ として $t_0 = 6 \sim 10\mu\text{m}$ の範囲で $1\mu\text{m}$ おきに変化させてシミュレーションを行い、実験結果に近い $t_0 = 7\mu\text{m}$ を得た。最後に、 $t_0 = 7\mu\text{m}$, $w = 4$ として $\gamma = 3, 5, 8/\text{mm}^3$ についてシミュレーションを行い、 $t_0 = 7\mu\text{m}$, $w = 4$ および欠陥密度 $\gamma = 5/\text{mm}^3$ とした。

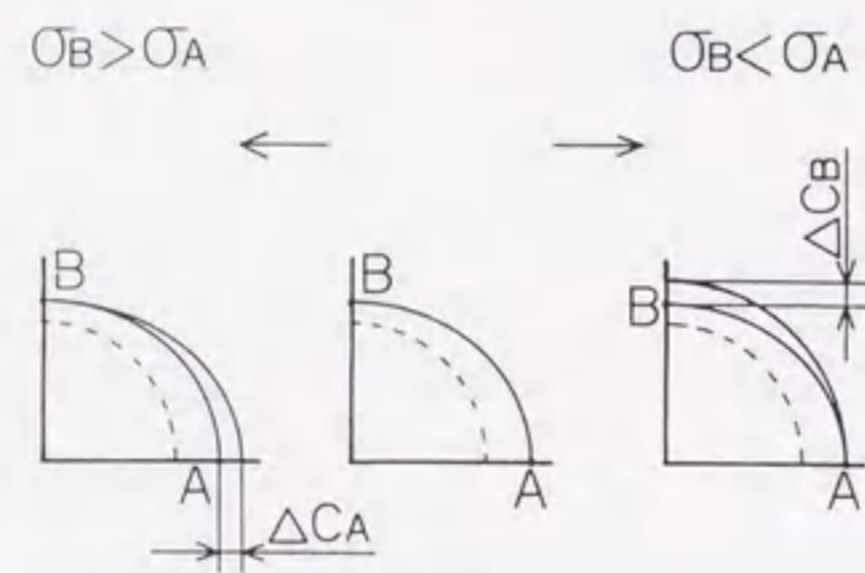
試験片は四点曲げ試験されたものとして、内側スパン間隔 20mm、高さ 3mm、幅 4mm の空間に欠陥の座標位置を設定し、 x, y, z 方向の座標は一様乱数により決定した。

欠陥の位置と大きさの関係から初期欠陥を含む円で近似した後、表面き裂、内部き裂、角き裂の三種類の破壊モードで応力拡大係数 K を算出した。 K の算出方法は第 4 章と同じ方法を用いた。

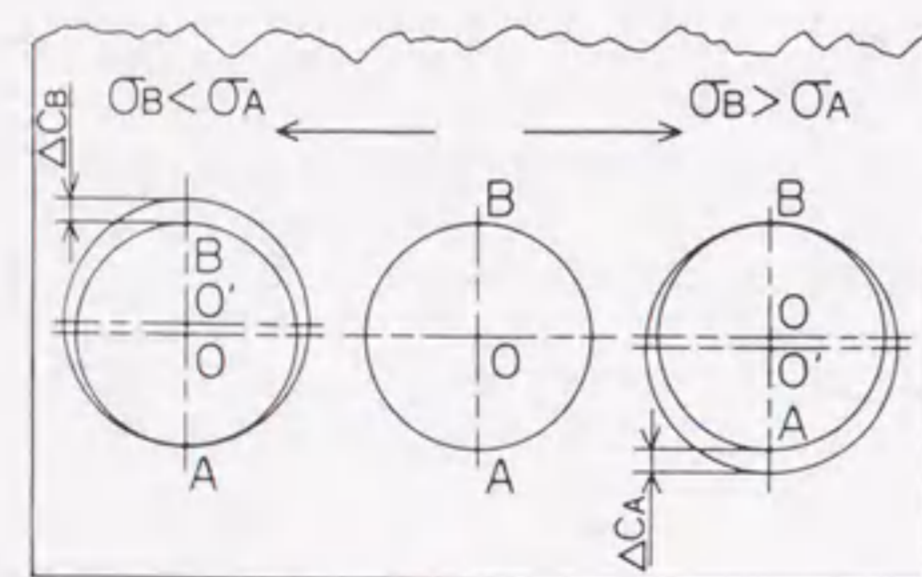
初期欠陥は R 曲線特性には含めないものとした。表面、角の欠陥からのき裂



Surface crack



Corner crack



Surface

Inside crack

図 8-11 き裂進展の評価

進展は、図 8-11 に示される A と B の位置のき裂進展に必要な応力を比較して小さい方を微小進展させて、き裂のアスペクト比を変更させながら逐次安定成長させた。また内部き裂の場合は、円き裂の A と B のき裂進展に必要な応力を比較して小さい方へ、円の形状を保ちながらき裂を安定成長させた。内部欠陥が表面に達した場合、それを含む半円表面き裂として扱い、継続して安定成長させた。このようにして欠陥から進展する中で、最大の曲げ強さをその欠陥から破壊するときの曲げ強さとした。これらの曲げ強さの計算を各欠陥で行い、その試験片の中で、最小の曲げ強さの欠陥から試験片の破壊が起こるものとした。

窒化ケイ素の R 曲線法の材料値としての K_{∞} は、SEPB 材の実験値を用いた。その他の c_1, c_2 および K_0 については、前述のように窒化ケイ素のラップ材の曲げ試験の実験結果をもとにしてシンプレックス法によりより決定した最適値を用いた。

8.4.2 シミュレーション結果

欠陥分布とシミュレーションの例を図 8-12 に示す。乱数により欠陥の位置と大きさを与えたが、図では欠陥はすべて試験片の長手方向に投影した。圧縮側は破壊に寄与しないので図では初期欠陥の位置のみを表示している。実線による円が初期欠陥であり、破線は安定成長後に不安定破壊したときのき裂を示している。なお欠陥を見やすくするために、欠陥については 2.2 倍に拡大してある。そのために、表面近くの欠陥の表示が試験片の断面からはみ出している。この試験片の破壊起点は、表面に近い内部欠陥であったが、安定成長して表面き裂になってから破壊している様子が見える。

以上のようなモンテカルロ・シミュレーションを 25 本の試験片について行った結果が図 8-13 である。図中には窒化ケイ素のラップ材と SEPB 材による実験データもあわせて示している。また、R 曲線の材料値を用いた曲げ強度の予測線を実線にて示している。この図からわかるように、実験結果、予測線および

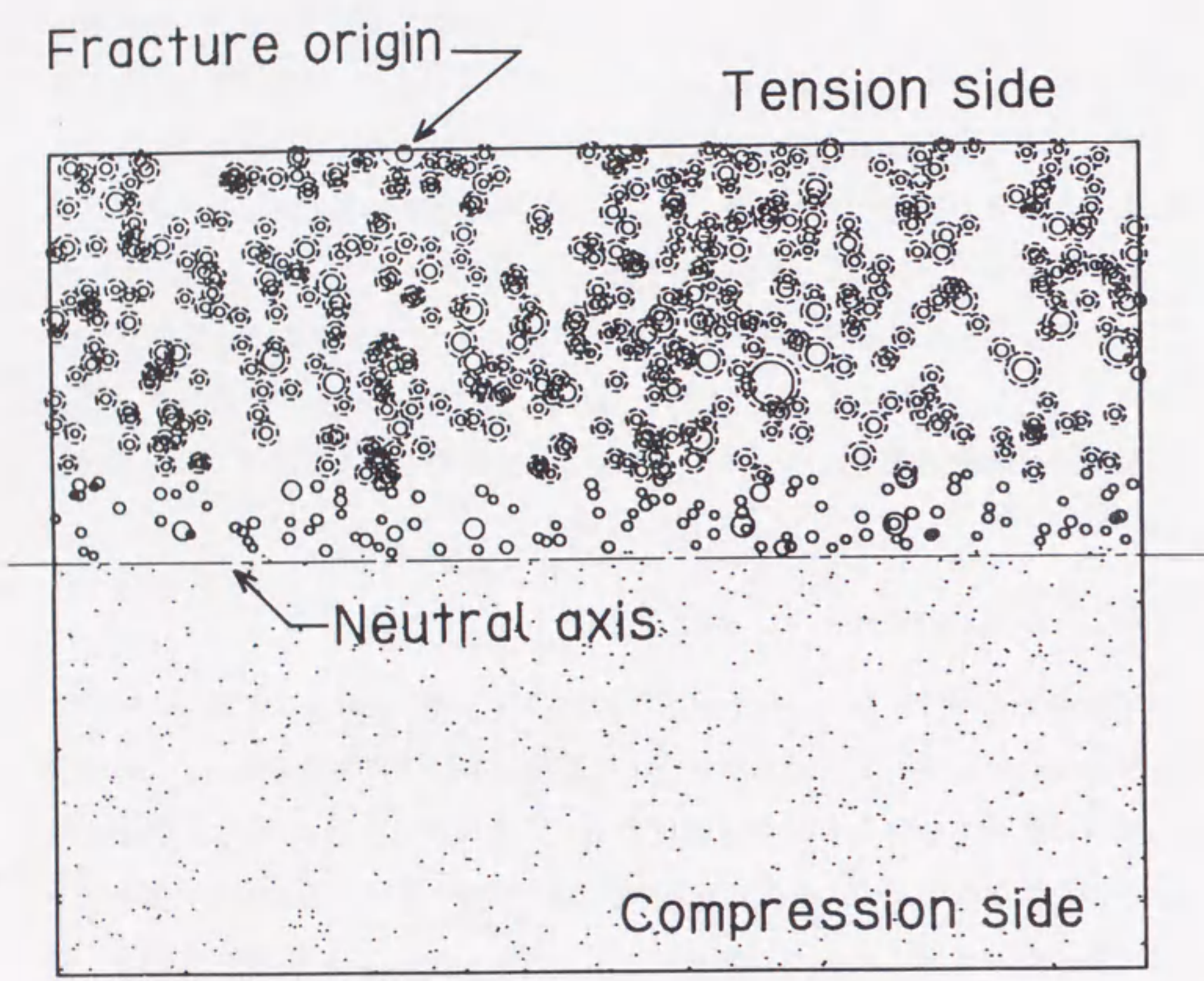


図 8-12 モンテカルロ・シミュレーション例

(欠陥は試験片寸法に対して 2.2 倍に拡大して示している.)

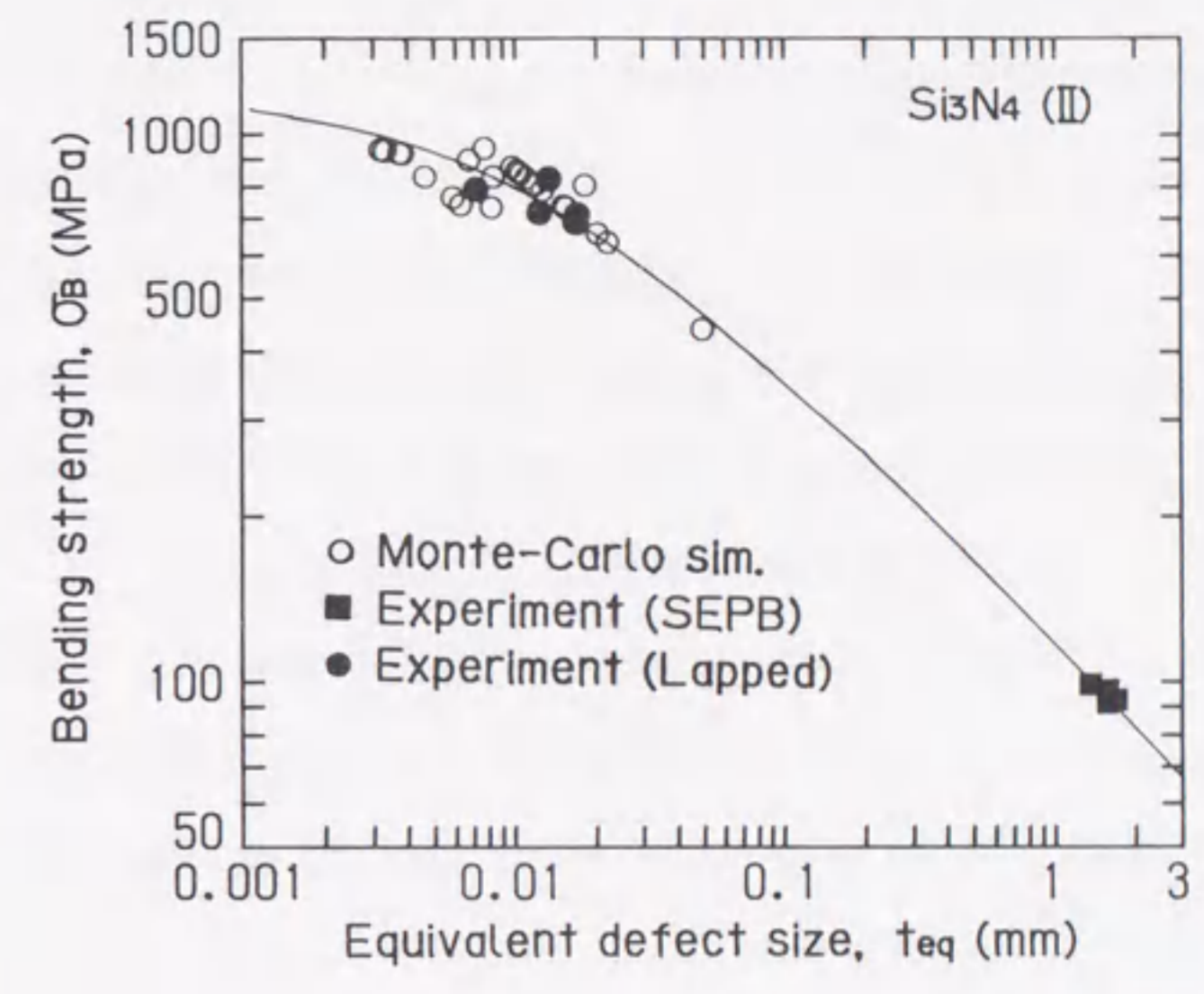


図 8-13 曲げ試験とシミュレーション

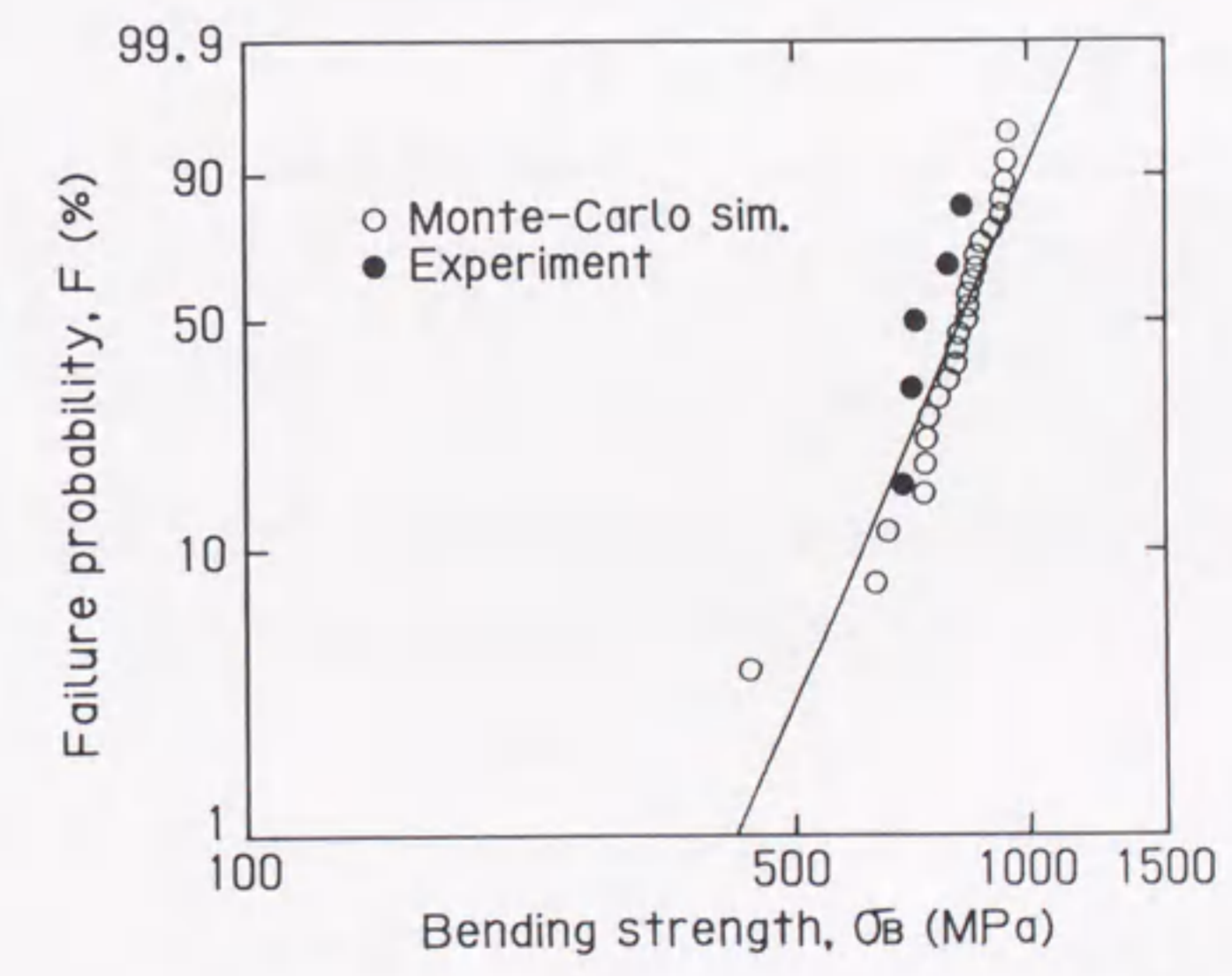


図 8-14 ワイブル分布

シミュレーション結果がよく一致しており、R曲線法の破壊基準によりセラミックスの曲げ強度と等価き裂長さの関係を説明できた。

図8-14にワイブル分布を示す。図中の黒丸は窒化ケイ素の実験点であり、白丸がモンテカルロ・シミュレーション結果である。ワイブル係数 $m = 6.41$ 、尺度母数 $\alpha = 866$ MPaであった。大きな表面欠陥による低い曲げ強さのデータが一個あり、ワイブル係数が小さくなっている。最も曲げ強さの小さい曲げ試験データははずすと、 $m = 10.2$ 、尺度母数 $\alpha = 860$ MPaとなる。

実験結果のサンプル数は5本であるので、直接的に比較はできないが、窒化ケイ素の実験結果では $m = 10.7$ 、尺度母数 $\alpha = 779$ MPaであり、ワイブル係数は最も低い曲げ強さのデータを除いたものと等しい。尺度母数に少し違いがあり、さらに検討を加える必要がある。

他の多数のサンプルによる窒化ケイ素曲げ試験のワイブル分布の特徴では、平均曲げ強さに較べて非常に低い曲げ強度のものがあること、それにより低強度の部分ではワイブル分布から外れること、が指摘されている [20]。今回の低い曲げ強さのデータもこれらの特徴と一致している。

なお、モンテカルロ・シミュレーション結果の破壊起点を整理したところ、表面破壊13個、内部起点から安定成長して表面破壊したもの5個、内部破壊7個であった。実験による窒化ケイ素は5本のうち3本が表面破壊、2本が内部破壊であった。

本章では静疲労によるき裂進展は考慮しなかったが、この場合も本章でのR曲線法を拡張することによって取扱うことが可能であると考えられる。

8.5 結言

(1) 円状予き裂からの破壊において、大きい欠陥では破壊じん性値一定となり、微小欠陥では曲げ強さが一定になるセラミックスの破壊特徴が導かれた。また、だ円欠陥のアスペクト比を変化させながら破壊強度と等価き裂長さの関

係を検討したところ、アスペクト比 1.0~0.3 の範囲においてアスペクト比による破壊強度の差がほとんどなく、破壊起点をだ円近似する等価き裂長さの整理の妥当性を証明できた。

(2) 球形ボイドからの破壊を検討した。その破壊機構は、小さいボイドでは円き裂からの破壊に近くなり、大きいボイドでは欠陥のない場合の応力集中部からの破壊に近づく。また、平板中の貫通だ円孔からの破壊については、切欠きが鋭くなるにしたがい破壊じん性値が一定値に近づいた。

(3) 窒化ケイ素の曲げ試験データからシンプレックス法によりR曲線のパラメータの最適値を求め、それをもとにモンテカルロ・シミュレーションを行った。曲げ強さと等価き裂長さの関係および曲げ強度の統計的性質について、計算結果と実験結果はよく一致した。

参考文献

- [1] 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).
- [2] 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).
- [3] T. Hoshide and T. Inoue, Simulation of Anomalous Behavior of a Small Flaw in Strength of Engineering Ceramics, Eng. Fract. Mech., **38-4-5**, pp.307-312 (1991).
- [4] K. Tanaka, Engineering Formulae for Fatigue Strength Reduction due to Crack-Like Notches, Int. J. Fract., **22**, pp.R39-R46 (1983).

- [5] R. W. Rice, S. W. Freiman, and J. J. Mecholsky, Jr., The Dependence of Strength-Controlling Fracture Energy on the Flaw-Size to Grain-Size, *J. Am. Ceram. Soc.*, **63**-3-4, pp.129-136 (1980).
- [6] A. G. Evans, A Dimensional Analysis of Grain-Size Dependence of Strength, *J. Am. Ceram. Soc.*, **63**-1-2, pp.115-116 (1980).
- [7] P. L. Swanson, C. J. Fairbanks, B. R. Lawn, Y. -W. Mai, and B. J. Hockey, Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: I, Experimental Study on Alumina, *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**-4, pp.279-289 (1987).
- [8] A. G. Evans and K. T. Faber, Crack-Growth Resistance of Microcracking Brittle Materials, *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**-4, pp.255-260 (1984).
- [9] M. V. Swain, and L. R. F. Rose, Strength Limitations of Transformation-Toughened Zirconia Alloys, *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**-7, pp.511-518 (1986).
- [10] R. F. Cook, C. J. Fairbanks, B. R. Lawn, and Y. -W. Mai, Crack Resistance by Interfacial Bridging: Its Role in Determining Strength Characteristics, *J. Mater. Res.*, **2**-3, pp.345-356 (1987).
- [11] Y. -W. Mai and B. R. Lawn, Crack-Interface Grain Bridging as a Fracture Resistance Mechanism in Ceramics: II, Theoretical Fracture Mechanics Model, *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**-4, pp.289-294 (1987).
- [12] J. A. Nelder and R. Mead, A Simplex Method for Function Minimization, *Comput. J.*, **7**, pp.308-313 (1965).
- [13] S. J. Bennison and B. R. Lawn, Role of Interfacial Grain-Bridging Sliding Friction in the Crack-Resistance and Strength Properties of Nontransforming Ceramics, *Acta Metall.*, **37**-10, pp.2659-2671 (1989).

- [14] F. I. Barrata and A. P. Parker, Mode I Stress Intensity Factor Estimates for Various Configurations Involving Single and Multiple Cracked Spherical Voids, *Fracture Mechanics of Ceramics 5*, pp.543-567 (1983).
- [15] A. G. Evans, D. S. Biswas, and R. M. Fulrath, Some Effects of Cavities on the Fracture of Ceramics: II, Spherical Cavities, *J. Am. Ceram. Soc.*, **62**-1-2, pp.101-106 (1979).
- [16] P. Lukáš and M. Klesnil, Fatigue Limit of Notched Bodies, *Mater. Sci. Eng.*, **34**, pp.61-66 (1978).
- [17] H. Awaji and Y. Sakaida, V-Notch Technique for Single-Edge Notched Beam and Chevron Notch Methods, *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**-11, pp.3522-3523 (1990).
- [18] 谷口佳文, 北住順一, 山田敏郎, 計算機実験によるセラミックスの強度分布と寸法効果, *材料*, **38**-435, pp.1428-1433 (1989).
- [19] 市川昌弘, 多軸応力下でのセラミックスの信頼性解析に関する研究 (第1報, 2母数ワイブル分布の適用検討), *日本機械学会論文集 (A編)*, **51**-470, pp.2368-2376 (1985).
- [20] 伊藤正治, 酒井清介, 伊藤勝, ホットプレス窒化珪素の曲げ強度, *材料*, **30**-337, pp.1019-1024 (1981).

第9章

結論

本研究では、まず構造用セラミックス残留応力の測定方法としてのX線応力測定法を確立することを目的とした。ついで、セラミックスの研削加工において強度を大きく左右する研削残留応力の測定にX線残留応力測定を応用し、仮想き裂モデルを使用して研削されたセラミックスの強度評価を検討した。さらに、アルミナセラミックスの焼入れ強化について残留応力の観点より検討した。また、セラミックスの強度評価モデルとして物理的根拠の有望視されるR曲線法の有効性を理論計算の面およびシミュレーションの面から検討を行った。ここで各章において得られた主な結果を述べ本論文の概略をまとめる。

第2章では、アルミナ粉末の純度を変えてかさ密度の違う三種類の常圧焼結アルミナを用意して、機械的およびX線の弾性定数を比較・検討した。X線の弾性定数については、X線の弾性定数の回折依存性も検討するために、Fe-K α 線によるAl₂O₃の2.1.10回折とCu-K α 線によるAl₂O₃の146回折の二つを用いてX線の弾性定数を測定した。その結果から、かさ密度の差が機械的弾性定数およびX線の弾性定数の両者に影響を及ぼすことを明らかにした。また、かさ密度が変化してもX線の弾性定数の回折依存性が保たれていることに注目し、機械的弾性定数とX線の弾性定数の関係から、任意のかさ密度でのX線の弾性定数を機械的弾性定数と理論的弾性定数から求める以下の簡便式を提案した。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

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

となる。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 モデルによる理論的横弾性係数を意味する。

また、アルミナの X 線応力測定には、Fe-K α 線による Al₂O₃ の 2.1.10 回折が適していることも明らかにした。

第 3 章では、常圧焼結および HIP した部分安定化ジルコニアの研削残留応力を X 線法により測定し、研削残留応力の特徴を調べた。さらに、Cu-K α 線による ZrO₂ の 0.2.6 回折と Cr-K α 線による ZrO₂ の 1.3.3 回折を比較した。部分安定化ジルコニアの研削残留応力は常に圧縮であった。その圧縮残留応力は、砥石の粒度に大きく左右され、大きい粒度になるほど大きな圧縮残留応力が生じ、かつ同じ粒度では切込みによる残留応力の差はないなどの特徴が明らかとなった。また研削方向による残留応力の大きさは、研削方向と平行方向よりも垂直方向のほうが大きな圧縮を生じることも示した。

また、回折線の幅および変態量も表面の研削圧縮残留応力と同様の傾向を示すこと、応力測定には、Cr-K α 線による ZrO₂ の 1.3.3 回折が適していることも明らかにした。

第 4 章では、常圧焼結アルミナおよび窒化ケイ素の研削加工と曲げ強度の関係を検討した。ここでは、研削方向と平行の残留応力と曲げ強さについて検討した。研削加工による圧縮の残留応力の測定結果は、砥石の粒度が大きくなるにしたがい圧縮の残留応力が大きくなり、残留応力層の深さは粒度にはあまり影響されないことを明らかにした。また、アルミナおよび窒化ケイ素とも残留応力層は 20 μ m 程度であった。回折線幅の傾向も残留応力と同様な傾向を示した。

曲げ強度は、研削による圧縮残留応力の影響で強化されるが、焼鈍により除去すると研削欠陥の影響で弱化する事もわかった。曲げ強度を破壊力学的に取り扱うために、等価き裂長さ l ,

$$l = \left(\frac{K}{\sigma} \right)^2 / \pi = aF^2$$

を利用して整理した後、セラミックスの微小欠陥から破壊強度が長いき裂の破壊じん性値よりも小さくなることから、微小欠陥からの破壊を含めた破壊強度モデルとして、次式で示す仮想き裂モデルを提案した。

$$K_C = \sigma \sqrt{\pi(l+l_0)}$$

ただし、 l_0 は潜在き裂長さである。このモデルにより微小欠陥から長いき裂までの範囲でセラミックスの曲げ強度が評価できた。また、このモデルに研削残留応力の効果を取り入れた破壊基準

$$K_C = K_{app} + K_{res}$$

により、研削残留応力の曲げ強度への効果を検討した。ただし、 K_{app} は負荷応力拡大係数、 K_{res} は残留応力による応力拡大係数である。その数値計算結果から、研削残留応力により十分に強化するには、欠陥寸法よりも厚い残留応力層が必要であることがわかった。

第 5 章では、第 4 章で研削方向に対して平行方向の残留応力と曲げ強さを検討したのに対して、常圧焼結窒化ケイ素を用いて研削方向に対して垂直方向の残留応力と曲げ強さを検討した。その結果、研削平行方向と異なり、研削残留応力よりも研削欠陥が大きく曲げ強さに影響して曲げ強さの低下がみられた。

研削欠陥からの破壊起点を走査電子顕微鏡で同定することは困難であったことから、X 線残留応力測定により研削残留応力の分布を測定し、第 4 章で提案した仮想き裂モデルを適用し、曲げ強度から有効き裂長さ a_{eff} を求め、

$$a_{real} = a_{eff} - a_0$$

により、研削により導入された実在き裂長さ a_{real} を評価した。この評価を確認するために、研削表面を除去して研削欠陥を少しずつ除去しながら曲げ強度が回復する実験と予測を比較した。その結果、実験と予測ではよい対応を示し、研削されたセラミックスの強度評価の予測の有効性が実証された。

第6章では、研削による変態強化の特性をもつ 3mol% Y_2O_3 による部分安定化ジルコニア (Y-TZP) の研削を行い、第3章でのX線残留応力測定の方法を用いて、研削方向垂直および平行方向の残留応力、変態量、曲げ強度について検討した。第4,5章での変態しないセラミックスの曲げ強さの結果とは異なり、部分安定化ジルコニアでは両研削方向で曲げ強さの向上がみられた。

変態強化機構をもつ部分安定化ジルコニアでは、破壊起点が研削欠陥ではなくすべて気孔または粗粒によるものであった。そのため研削欠陥の影響がなく、表面の薄い研削残留応力層が表面欠陥からの曲げ強度の向上に寄与するため、研削材では信頼性がラップ材よりも高くなった。このことを仮想き裂モデルを使って破壊力学的に検討した結果、曲げ強度が最も低いところの表面破壊に対して、研削残留応力の効果により強化されるため信頼性が向上することが明らかにされた。

また、窒化ケイ素およびアルミナなどの変態しないセラミックスでは、第4,5章で示されたように破壊欠陥の寸法が小さくなると破壊じん性値一定の関係からはずれ曲げ強度が低下する。しかし、部分安定化ジルコニアでは微小欠陥からの破壊が、長いき裂からの破壊よりも破壊じん性値が大きく、前章までのセラミックスの破壊特徴とは異なる傾向を示すことの原因を検討した。X線マイクロアナライザーによる面分析の結果から、微小破壊起点のまわりには安定化剤の含有量の低い領域があり、その所は変態し易く高じん化すると考えられた。

第7章では、急冷残留応力による常圧焼結アルミナの強化について検討した。前章までの研削加工による残留応力層は、表面下の浅い範囲のために表面欠陥を残留応力層で包み込んでいないため、残留応力が強化に十分に働いていなかった。その改善のために欠陥を包み込むだけの厚い圧縮残留応力層を形成する方法として、急冷残留応力を利用した。急冷残留応力は、試験片の内部まで達し、表面圧縮残留応力相当の曲げ強度の向上が得られた。

また、焼鈍温度が 1200°C と 1500°C の二種類では、曲げ強度が 1500°C のほう

が高いが、長いき裂の破壊じん性値は等しいことについて、微視的残留応力の立場から検討を加えた。これはX線回折線の広がりや結晶粒間の相互のひずみを表すことを使って、それぞれの焼鈍温度のアルミナの微視的残留応力を計算したところ、各焼鈍材の曲げ強さの差にはほぼ等しいことが示された。このことから、微小欠陥からの破壊は巨視的応力に加えて微視的応力の影響に敏感であり、長いき裂では巨視的応力のみが支配的であると考えられた。

第8章では、セラミックスの破壊モデルとして物理的根拠のより明確なR曲線法について検討した。第4,5,6章で使用した仮想き裂モデルは破壊過程に物理的根拠が弱い面を有している。それに対してR曲線法は、き裂後方のウェイクによるき裂進展抵抗の増加に破壊特徴をもち、セラミックスの破壊強度の特徴を説明できる有力な方法である。

そこでR曲線法を使って、だ円欠陥、だ円孔切欠き、球形ポイドなどの微小欠陥からの破壊を予測した。その特徴は、実際のセラミックスの破壊特徴とよく一致し、R曲線法の有効性が確認された。だ円欠陥からの破壊では、だ円欠陥のアスペクト比による破壊強度の差異が少ないことが示され、等価き裂長さによる破壊強度の整理の有効性に理論的根拠を与えた。

またR曲線法の材料値を求めるために、窒化ケイ素の曲げ試験結果から最適値を決定した。この材料値をもとにしてR曲線法を用いて、窒化ケイ素の曲げ強度のモンテカルロ・シミュレーションを行った。その結果は窒化ケイ素の曲げ強度の実験値とよい対応を示し、R曲線法の有効性がこの点でも示された。

以上のように本研究では、セラミックスのX線残留応力測定法を確立するとともに残留応力や微小欠陥が曲げ強度に与える影響を破壊力学的に定量評価した。微小欠陥からの破壊を特徴とするセラミックスの場合は、局所領域の残留応力の効果を受けることが示された。研削による薄い残留応力層であれ、また微視的残留応力であれ、微小欠陥からの破壊はその影響を受ける。外力のみならずこれらの残留応力も含めて、セラミックスの破壊強度を評価することが必

要である。

近年は単相セラミックスの低い破壊じん性を克服するため複合セラミックスあるいは異種材料への被覆や接合の技術が開発・利用されようとしている。このような場合、熱膨張係数差に起因する残留応力は不可避であり、その評価が大きな問題となっている。電子部品などにおいても、残留応力は製品の強度のみならず機能性および信頼性を支配する大きな因子として認識されている。これらの微視的および巨視的残留応力の強度への影響を評価するモデルとしては、本研究で指摘した仮想き裂モデルが簡便であり利用価値も大きい。さらに、物理的根拠の明確なものとしてR曲線法による方法が有力と考えられ、このモデルの実験的および理論的展開が望まれる。

謝辞

本研究の遂行にあたり、御指導を賜りました名古屋大学工学部田中啓介教授に、心より感謝の意を表します。研究の指導にととまらず、田中先生からは有形・無形の援助と励ましをいただき、この研究が完成することができました。また、躓きながらも真理探求のすばらしさと苦しさの一端を学ぶことができたことも、田中先生の学識とお心遣いを抜きには考えられませんでした。

名古屋大学工学部村上澄男教授、神谷紀生教授には、本論文の内容について、多くの有益な御助言と御教示を賜りました。ここに厚く御礼申し上げます。

新潟大学工学部井口宏助教授（現東京ロストワックス工業社長）には、この道に進む端緒を与えていただくと共に、多くの教えをいただきました。また、古川徹新潟大学名誉教授には、親切な御指導と御援助をいただきました。ここに、両先生に対し深く感謝いたします。

新潟大学教育学部技術科の土田四郎教授、谷口麟教授、荒木一郎助教授には多くの御援助をいただくと同時に、我侬を許していただきました。また、新潟大学工学部渡辺健彦教授、小沼静代助手には実験の御援助をいただきました。ここに深く感謝いたします。

私の研究室の卒業生には、実験の御協力をいただきました。また文部省の在在研究員として、京都大学工学部物理工学教室材料強度学研究室にお世話になりました。同研究室の大谷隆一教授をはじめ、院生および学生に御援助をいただきました。特に、院生の栗村隆之氏（現三菱重工(株)）、山本雄司氏（現(株)東芝）の諸氏には実験に御協力していただきました。鳥取大学教育学部中川平

三郎教授、ファインセラミックスセンターの坂井田喜久研究員の両氏には、セラミックスの加工をはじめ多大な御協力をいただきました。名古屋大学工学部秋庭義明助教授、細野喜久雄助手、田中拓助手には、御協力と励ましをいただきました。ここに、多くの皆様に改めて深く感謝いたします。

最後に、あたたかい励ましと理解を忘れなかった妻と、家族を支えていただいた地域の方々に深く感謝いたします。

