



Title	セラミックスの研削加工損傷に関する研究
Author(s)	兼松, 渉
Citation	大阪大学, 1995, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.11501/3108055
rights	
Note	

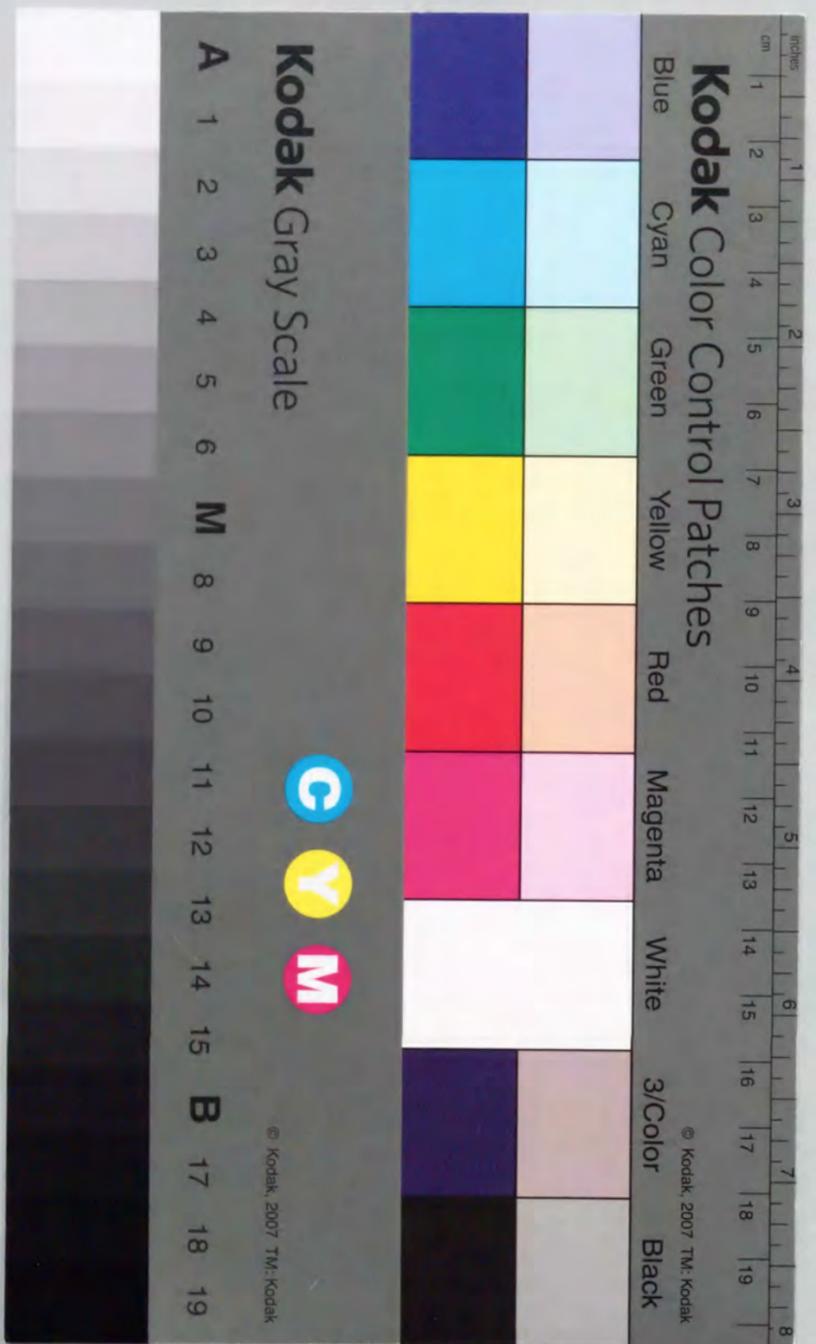
The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

セラミックスの研削加工損傷に関する研究

兼松 渉



①

セラミックスの研削加工損傷に関する研究

兼 松 渉

第1章 緒論

1. 1 序	1
1. 2 セラミックスの加工損傷に関する研究経過と問題点	2
1. 3 本論文の目的と構成	4

第2章 研削加工材強度のモデル化

2. 1 緒言	6
2. 2 研削加工材強度特性の定式化	7
2.2.1 最大砥粒切込み深さ	7
2.2.2 研削加工材強度	10
2.2.2.1 砥粒一個あたりの法線抵抗	12
2.2.2.2 加工によるメディアンき裂深さ	14
2.2.2.3 研削加工材強度および強度低下を生じない加工条件	15
2. 3 強度に対する残留応力および砥粒の摩耗・破砕による 最大砥粒切込み深さの変動についての取り扱い	16
2.3.1 残留応力	16
2.3.2 砥粒の摩耗・破砕による最大砥粒切込み深さの変動	18
2. 4 結言	21

第3章 研削加工材強度に関する実験的検証

3. 1 緒言	22
3. 2 実験方法	22
3. 3 結果と考察	25
3.3.1 室温強度による強度モデルの実験的検証	25
3.3.2 研削抵抗による強度モデルの実験的検証	28
3.3.3 高温強度の推定	30
3.3.3.1 高温強度表示式	30

3.3.3.2	炭化ケイ素および窒化ケイ素の高温強度	3 0
3.3.3.3	酸化の影響がある場合の高温強度	3 2
3. 4	結言	3 5
第4章 耐加工損傷性とその影響因子		
4. 1	緒言	3 7
4. 2	実験方法	3 8
4.2.1	供試材料	3 8
4.2.2	硬さ試験による押し込み抵抗の測定	4 3
4.2.3	研削加工条件	4 5
4. 3	結果と考察	4 5
4.3.1	供試材の力学的特性が限界最大砥粒切込み深さに及ぼす影響	4 5
4.3.2	耐加工損傷性の向上に有効な強靱化機構	5 0
4.3.3	限界最大砥粒切込み深さの温度依存性	5 6
4. 4	結言	5 8
第5章 研削加工部材の信頼性評価		
5. 1	緒言	6 0
5. 2	研削加工材の強度分布	6 1
5.2.1	強度分布モデル	6 1
5.2.2	強度分布シミュレーション	6 4
5. 3	結果と考察	6 6
5. 4	結言	6 8
第6章 疲労特性に及ぼす研削加工損傷の影響		
6. 1	緒言	7 1
6. 2	実験方法	7 2

6.2.1	室温動疲労試験	7 3
6.2.2	高温動疲労試験	7 5
6. 3	結果と考察	7 6
6.3.1	室温疲労特性	7 6
6.3.1.1	研削加工によるn値の変化	7 6
6.3.1.2	n値低下の原因	7 6
6.3.1.3	n値の低下を生じない加工条件	8 3
6.3.1.4	研削加工材の室温疲労寿命	8 3
6.3.2	高温疲労特性	8 6
6.3.2.1	高温疲労破面の観察	8 6
6.3.2.2	加工き裂モデル	8 9
6.3.2.3	高温き裂進展シミュレーション	9 2
6.3.2.4	高温におけるn値の低下とき裂進展機構	9 4
6.3.2.5	高温静疲労寿命の見積	9 9
6. 4	結言	1 0 1

第7章 酸化特性に及ぼす研削加工損傷の影響

7. 1	緒言	1 0 2
7. 2	実験方法	1 0 3
7. 3	結果と考察	1 0 7
7.3.1	酸素侵入深さの測定	1 0 7
7.3.2	研削加工条件による酸素侵入深さの変化	1 0 9
7.3.3	酸化温度および酸化時間による酸素侵入深さと高温即時破壊強度の変化	1 1 4
7. 4	結言	1 1 7

第8章	結論	1 2 0
-----	----	-------

参考文献	1 2 6
付録 砥粒保持剛性が研削加工材強度特性に及ぼす影響	1 3 2
謝辞	1 3 9

第1章 緒論

1. 1 序

セラミックスは、高温強度、耐摩耗性、耐食性などに優れることから、例えばガスタービン部材のような高温の腐食性雰囲気の下で用いられる構造部材や、宇宙空間のような潤滑剤の使用が困難な条件下で使用される摺動部材などへの適用が期待されている。一般にセラミックスは圧密性が悪いので、原料粉体に油脂などを混練して可塑性を与え、一次成形を行った後、千数百℃以上の高温下で焼結し粒成長を生じさせることによって緻密化させ所要の強度を得る。しかしながら、焼成時の体積収縮が避けられないため、寸法・形状を正確に制御することが困難となっている。したがって、機械・構造用部材の組立などで必要となるような高精度な寸法・形状の制御を行うためには、焼成後に機械加工などによる二次的な成形が不可欠となっている。

現在最も多用されているセラミックスの加工法は、ダイヤモンド砥石による研削加工であるが、高強度・高硬度である反面、極めて靱性が低いというセラミックス特有の性質のため、加工傷による強度劣化の問題がセラミックスの実用化に向けての大きな障害となっている。つまり、セラミックスは高硬度であるため、研削加工を行うには工具である砥石を大きな力で材料に押し込む必要がある。そのうえ靱性が低いために、この押し込み力によって被加工材表面に微小き裂が発生する。このき裂が加工後に残留すると、強度および寿命をはじめとする力学的特性の劣化の原因となり、部材の強度特性に悪影響を及ぼすことが知られている。

通常、構造用部材の設計においては、使用する材料固有の特性を基礎にして許容応力、寿命などが算定される。セラミックスの場合、上述のような加工傷による強度劣化の問題があるので、最終的に部材として供されたときの強度特性を基に設計を行う必要がある。これには、二つのアプローチが考え

られる。一つは、加工能率を犠牲にしても強度特性の劣化を引き起こさないような加工を行うという考え方、他の一つは加工能率を優先し、強度特性の劣化の程度に応じて部材の使用条件を制限するという考え方である。いずれの場合も強度が低下しない加工限界を明らかにしなければならない。後者の場合はさらに、加工限界よりも厳しい加工条件下で、どのように強度特性が劣化するかをも把握しておく必要がある。

研削加工においては加工条件を定めるための作業条件が多岐にわたり、部材の強度特性と加工条件との関係について体系的な知識は得られていない。部材として供された状態での強度特性を正確に把握するには、部材の強度特性と加工条件との定量的関係を整理し、これをできるだけ簡単な形で定式化することが必要と考えられる。さらに、得られた部材の強度特性を基に、セラミック部材特有の設計のあり方について検討することは今後のセラミックスの適用範囲の拡大に寄与すると期待できる。

1. 2 セラミックスの加工損傷に関する研究経過と問題点

脆性材料の研削加工損傷に関する研究は、大きく二つに分けることができる。一つは、研削加工のモデル化実験である引っかけ試験におけるき裂や加工変質層の直接観察を行うことにより、加工メカニズムを解明しようとするもの、他の一つは、実際に研削加工を行った場合の加工条件と部材の特性変化との関係を調べるものである。

前者の研究では、ガラスの押し込み試験における破壊現象に関する研究¹⁾を基礎として、球状圧子²⁾あるいは、円錐およびVickers圧子³⁾による準静的な引っかけ試験において発生するき裂の大きさが、硬さ試験時のそれと同様に、押し込み荷重の関数として表されることが明らかにされた。その後、酸化物、あるいは非酸化物セラミックスを対象に、通常の研削盤を用いた高

速引っかけ試験手法が開発され^{4), 5)}、条痕直下に発生する加工変質層の直接観察も行われている^{6), 7)}。

一方、後者の研削加工条件と加工材の強度特性の変化との関係に関する研究は、セラミックスの構造用部材への適用が検討され始めた1970年代から本格的に行われるようになった。Anderssonら⁸⁾は、研削加工材の強度分布のワイブル統計処理を行うことによって、砥石粒度および、研削方向の影響を調べ、粒度が粗いほど平均強度は低下するが、ばらつきは小さくなること、研削方向と応力負荷方向が直角の場合は、平行の場合よりも平均強度が低くなることなどを明らかにしている。伊藤ら⁹⁾も同様の結果を得ている。この研削加工方向によって強度が変化することについて、Riceら¹⁰⁾は破面観察を行い、平行の場合と垂直の場合とでは、き裂形状が異なることを報告している。また松尾ら¹¹⁾は、破壊原因が競合する場合の強度分布モデルを提案し、これを用いて研削方向の影響を説明している。テーブル速度、砥石切込みなど種々の加工条件と研削加工材強度との関係についてはいくつかの報告¹²⁾⁻¹⁵⁾がなされている。中村ら^{13), 16)}山内ら¹⁷⁾は、加工き裂の分布形態モデルの提案を行っている。供試材の特性と加工損傷との関係に関しては、結晶粒径と加工き裂深さとの相関¹⁸⁾、気孔率と研削加工材強度との関係¹⁹⁾、破壊靱性と研削加工材強度との関係²⁰⁾などについて報告がある。加工機特性と加工損傷との関係に関する研究は、表面粗さなどの表面性状との関係を調べたものが主で、主軸剛性との関係^{21), 22)}、砥石結合材の影響²³⁾についての報告がある。江田²⁴⁾は研削時のAE波形と砥石弾性率との関係について検討し、弾性率が低いほど、AEエネルギーの実効値が小さくなることから、加工き裂を小さくできるとしている。

上述のように、加工損傷の程度に影響する個別の因子に関する知見をまとめた研究が中心であり、研削加工部材の強度特性の面から研削加工の最適化

を図ることを目的とした研究^{25) - 27)}は少ない。以下に、研削加工損傷に関する研究における問題点を述べる。

研削加工部材の強度特性を基準として加工条件の最適化を行おうとする場合、まず第一に最も基本的な強度特性である即時破壊強度すなわち、短時間負荷に対する挙動を正確に把握することが不可欠である。そのためには加工条件や材料特性との関係についての知識を体系的に収集、整理し、簡単な式で表現できることが望ましい。また、研削加工損傷が実使用条件下において、部材特性にどのような影響を及ぼすかについても知る必要があるが、これらに関する研究は極めて少ない。例えば、セラミック部材は高温腐食性雰囲気下での使用が最も期待されているところであるが、研削加工損傷が、このような環境下で強度^{28) - 30)}、酸化特性などに及ぼす影響についてはほとんど知られていない。また、部材の寿命を見積るためには、その疲労特性を知ることが不可欠となるが、疲労挙動に及ぼす加工損傷の影響³¹⁾に関する研究はほとんど行われていない。

1. 3 本論文の目的と構成

本研究は研削加工損傷がセラミック部材の特性に与える影響を明らかにし、研削加工の最適化を図る技術の確立を目的とする。すなわち、研削加工によって部材表面に発生するき裂に注目し、加工条件および材料特性と部材強度との関係を定式化するとともに、加工損傷が疲労特性、高温酸化特性に及ぼす影響についても調べ、最適加工条件を明らかにする。本論文は8章から構成されており、第2章以下の概要は以下の通りである。

第2章では、研削加工材強度 σ_f は、研削加工によって発生したメディアンき裂によって支配されると仮定し、加工条件と σ_f との関係の定式化を行う。具体的には、メディアンき裂深さと砥粒一個あたりの研削抵抗との間に、圧

子押し込みにおけるメディアンき裂深さと押し込み力との関係と同様の関係則が成り立つと仮定し、 σ_f を、砥石仕様と研削作業条件によって一意的に定まるパラメータ、最大砥粒切込み深さ g の関数として表すことを試みる。

第3章では、第2章で提案した定式化手法の妥当性について、窒化ケイ素および炭化ケイ素セラミックスを供試材として、室温および高温において実験的な検証を行う。

第4章では、材料の耐加工損傷性の指標となる限界最大砥粒切込み深さ g_{cr} と供試材の機械的特性との間の関係を導くとともに、その妥当性を実験的に検証する。次に、in situ複合化窒化ケイ素および高靱性の炭化ケイ素セラミックスを対象として、耐加工損傷性の向上に有効な靱性強化機構について検討を行う。

第5章では、最大砥粒切込み深さ g と研削加工材の最低保証強度との関係を明らかにするために、加工欠陥の分布をKnoop圧子圧入により発生するき裂の分布で近似した研削加工材強度分布モデルを提案する。またこのモデルを用いて、強度分布特性の計算機シミュレーションを行い、その実験的検証を行う。

第6章では、動疲労試験すなわち、定負荷速度試験により、き裂進展速度を表すパラメータである疲労指数 n を求め、室温および高温において、研削加工損傷がセラミック部材の疲労挙動、寿命に及ぼす影響について調べるとともに、その原因について検討を行う。

第7章では、二次イオン質量分析器を用いて高温酸化された試験片表面の酸素侵入深さを調べ、加工損傷の度合いと酸化との関係について検討するとともに、100時間までの長時間の酸化試験を行い、酸化時間と、即時破壊強度および酸素侵入深さとの関係についても調べる。

第8章では、以上の研究成果の総括を行う。

第2章 研削加工材強度のモデル化

2.1 緒言

構造用部材の設計においては、疲労特性、耐酸化性、強度の統計学的取り扱いから導かれる最低保証強度などの力学的データが必要となるが、本章では最も基本的な特性である短時間負荷に対する強度すなわち、即時破壊強度について検討を行う。よく知られているように、研削加工されたセラミックスの即時破壊強度（以下、研削加工材強度と略記する）は研削加工損傷の全くない材料（平滑材）のそれよりも低くなる¹⁾。ガラスやセラミックスのような脆性材料の強度は材料中の最も弱い部分すなわち、最大欠陥に支配されることから、この場合、研削加工材強度は材料の潜在欠陥よりも大きな加工き裂によって支配されていると考えられる。脆性材料を研削加工した場合、加工中に発生する最も大きなき裂は、砥粒進行方向とほぼ平行な面内に発生するメディアンき裂であることがいくつかの研究で明らかにされている²⁾⁻⁴⁾。

本章では、研削加工材強度 σ_f は、研削加工によって発生したメディアンき裂の寸法によって支配されると仮定し、加工条件と σ_f との関係の定式化を行う。具体的には、メディアンき裂深さと砥粒一個あたりの研削抵抗との間に、圧子押し込みにおけるメディアンき裂深さと押し込み力との関係と同様の関係が成り立つと仮定し、 σ_f を最大砥粒切込み深さ g の関数として表すことを試みる。ここで、 g は個々の砥粒の除去量の大小を表すパラメータで、砥石仕様と研削作業条件によって一意的に定まる。ただ、実際の砥粒分布は砥粒の摩耗・破碎などによって時々刻々変化していると考えられ、最大砥粒切込み深さの値もそれに応じて変化している可能性がある。このことについては、 g に対する研削加工材強度の分布から考察する。

2.2 研削加工材強度特性の定式化

2.2.1 最大砥粒切込み深さ

研削加工は、単一の砥粒による切削の集積としてとらえることができるので、研削加工材の損傷の度合いは、個々の砥粒の一回の切削における材料除去量の大小によって変化すると考えられる。そこで、砥粒による材料除去量を表すパラメータとして、砥粒と被削材の幾何学的干渉量、すなわち最大砥粒切込み深さ g を用いることとした。図2-1に模式的に示すように、 g は砥粒切れ刃によって削り取られる切りくずの最大厚さを表し、その値が大きいほど一回の切削で砥粒が削り取る量が大きくなることを意味する。先行する切れ刃とこれに後続する切れ刃の間隔いわゆる連続切れ刃間隔が大きいほど、 g は大きくなる。ここでは、ある切れ刃によって形成された切削痕を次に通過する切れ刃が完全に削り取る場合、これら二つの切れ刃を連続切れ刃と定義した⁵⁾。図2-2は砥石中心軸を含み砥粒進行方向に垂直な断面を表す。切れ刃の断面形状を頂角 2γ の相似三角形と仮定したとき、後続する切れ刃先端が $\triangle CDE$ の中を通過するとき先行する切れ刃によって形成された切削痕は完全に除去されることとなる。このとき、底面が $\triangle CDE$ 、高さが連続切れ刃間隔の三角柱の中に切れ刃が一個しか含まれないことが必要となる。特に後続する切れ刃の先端が三角形 CDE の底辺 DE を通過するとき、線分 CF の長さに相当する最大砥粒切込み深さ g が得られる。平面研削の場合 g は幾何学的解析により次式⁵⁾で与えられる^註。

$$g = 1.26t_0^{\frac{1}{3}} \left(\frac{6V_s \tan \gamma}{\pi d_0^3} \right)^{-\frac{1}{3}} \left(\frac{v}{V} \right)^{\frac{1}{3}} \left(\frac{1}{D} \right)^{\frac{1}{6}} \quad (2-1)$$

ここで、 t : 砥石切込み、 v : テーブル速度、 V : 砥石周速、 D : 砥石径、 d_0 :

^註 砥粒分布を一様分布と仮定した確率論的解析が提案されているが、式(2-1)とほぼ同様の結果が得られている⁶⁾。

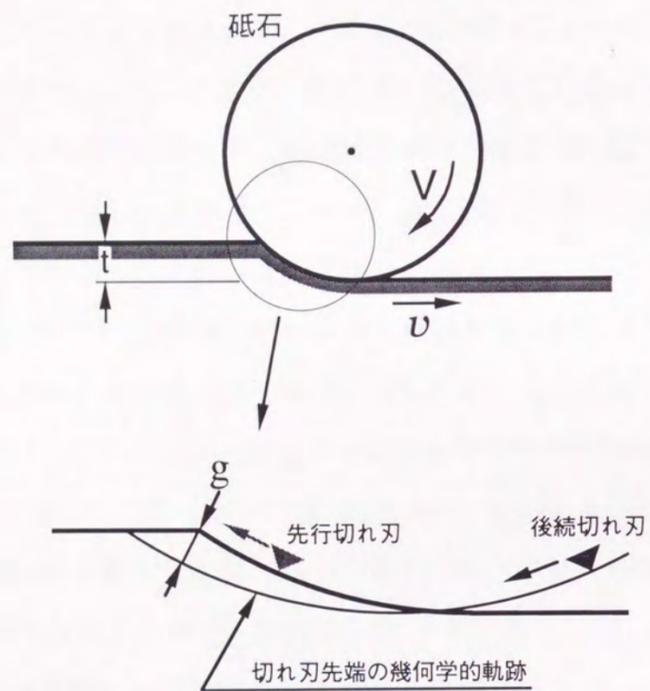


図 2 - 1 最大砥粒切込み深さ

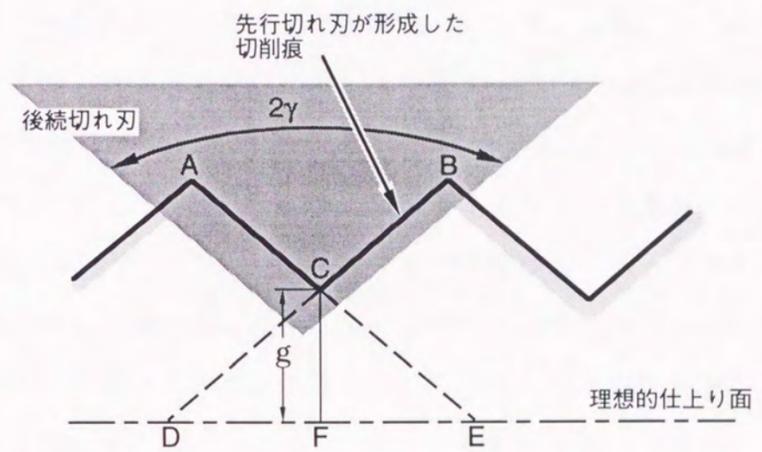


図 2 - 2 先行切れ刃と後続切れ刃との関係

砥粒粒径, V_g : 砥石中に占める砥粒の容積比 (砥粒率), γ : 切れ刃先端形状を円錐と仮定したときの半頂角である. 式 (2-1) は砥石仕様および主要な研削作業条件で与えられていることから, g を用いることにより容易に加工条件の相互比較ができる. なお, d_0 および V_g は砥石仕様として与えられる数値から換算することができる.

2.2.2 研削加工材強度

前述のように, ガラスやセラミックスのような脆性材料の強度は最大欠陥に支配されること (最弱リンク説) が知られている. この最弱リンク説を基にすると, 研削加工材の強度を支配する最大欠陥は, 表面から最も深い位置まで達するき裂と考えられる. 研削加工時に発生するき裂の形態については, 一般に図 2-3 に模式的に示すように, メディアン, ラディアル, ラテラルの 3 種類に分類できることが知られているが, Swain²⁾, Kirchnerら³⁾, 張ら⁴⁾ は, 引っかき試験および単粒研削によるモデル化実験で, 砥粒進行方向とほぼ平行に発生するメディアンき裂が表面から最も深い位置まで達することを確認している. つまり, 強度を支配する最大欠陥はメディアンき裂と仮定できる.

Swain²⁾ は, Lawnら⁷⁾ の Vickers 圧子押し込みによるメディアンき裂深さの表示式を参考にして, 円錐圧子引っかきによるメディアンき裂深さが押し込み力のべき関数となることを示した. 本章では, 研削加工材強度 σ_f は, 研削加工によって発生したメディアンき裂によって支配されるものとし, 研削加工条件と σ_f との関係, 以下のような仮定の下に定式化を行う. (ア) 切れ刃先端形状は粒径に依存せず同一形状とし, 加工中変化しない. 式 (2-1) における γ の値は, 75° とする⁸⁾. (イ) セラミックスの研削加工における法線研削抵抗 (以下, 法線抵抗と略記する) は接線研削抵抗に比べ数倍以上大きくなる⁹⁾. 加工表面に生じるメディアンき

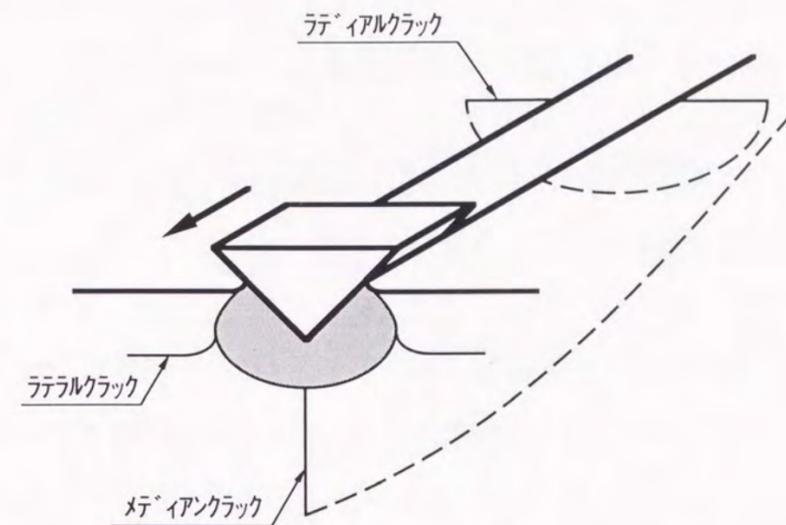


図 2-3 研削加工によるき裂モデル

裂の深さは、圧子押し込みの場合⁷⁾と同様に一個の砥粒によって研削加工材表面に垂直方向に加えられる力すなわち、砥粒一個あたりの法線抵抗によって定まる。

2.2.2.1 砥粒一個あたりの法線抵抗

図2-4に示すように、切れ刃先端形状を頂角 2γ の円錐で近似し、接触面での摩擦は小さく無視できるものとして、その面に垂直な力のみが作用すると仮定する。接触面を微小要素に分割したとき各要素に加わる垂直方向の力 dp は、各要素の砥粒進行方向に垂直な面上への投影断面積に、単位切りくず断面積あたりの研削抵抗 R_s を乗じたものと考ええる。 dp の法線方向の成分 df_n は $df_n = dp \sin \gamma$ であるので、これを接触領域全域にわたって積分すると、砥粒一個あたりの法線抵抗 f_n は幾何学的関係から

$$f_n = R_s g^2 \sin \gamma \tan \gamma \quad (2-2)$$

で表される¹⁰⁾。ところで砥粒は結合材によって弾性支持されており、その砥粒の集合体である砥石は同じく弾性支持される研削盤主軸に取り付けられている。つまり、砥粒は直列結合された二つのバネの先端に取り付けられている状態にモデル化できる。一方、通常の研削加工においては、供試材を取り付けたテーブルを鉛直方向に移動させ、その移動量を設定切込みとする。そのため、上述のバネ-砥粒系は定常状態では押し縮められた状態になり、設定砥石切込みに対してある大きさの切り残しを生じると考えられる。したがって、設定切込みから算出される法線抵抗に、切り残しに相当する分だけの法線抵抗の増分を加算する必要がある。そこで、法線抵抗の増加分を表すために g の補正項を α_n とし、 f_n を次のように表すこととした。

$$f_n = \xi R_s (g + \alpha_n) \quad (2-3)$$

ここで ξ は式(2-2)の定数項である。なお α_n の影響因子としては、上述の砥石-研削盤主軸系の剛性が第一に挙げられるが、供試材による砥粒の摩

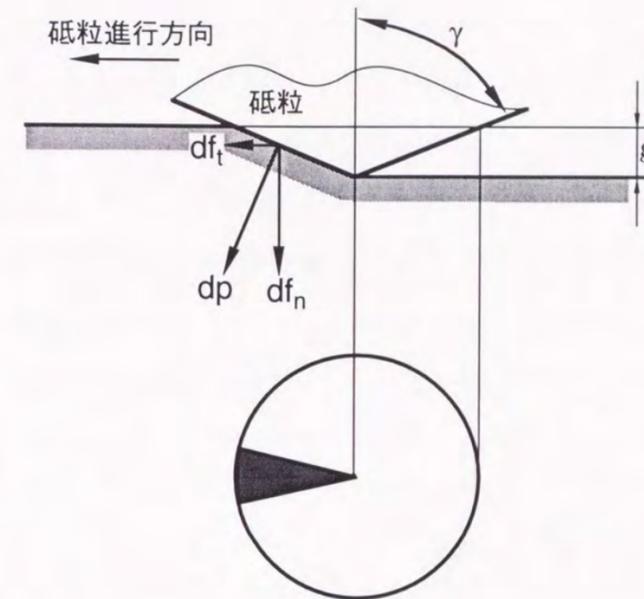


図2-4 砥粒と加工材との接触面上の微小要素に加わる力

耗特性の変化によっても影響も受けると考えられる。すなわち、砥粒の摩耗が著しい場合には、上述の切り残しに起因するバネ-砥粒系の変位が緩和され α_n は小さくなると考えられる。

2.2.2.2 加工によるメディアンき裂深さ

加工表面に生じるメディアンき裂の深さ c は、砥粒一個あたりの法線抵抗 f_n によって定まり、 c と f_n との間に圧子押し込みの場合と同様の関係が成り立つと仮定する。ところで、脆性材料に対してVickers圧子を押し込んだ場合、圧子直下にメディアンき裂が発生することがよく知られている。圧子と材料との間の摩擦を無視し、き裂進展により解放されるひずみエネルギーがすべて、表面エネルギーの増加すなわち、新たなき裂面の生成に消費されるとすると、下記のような関係が導かれる⁷⁾。荷重 P によって生じるメディアンき裂深さ c_i は

$$c_i = \chi \left(\frac{P}{K_{Ic}} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (2-4)$$

で表される。ここで、 K_{Ic} ：静的な負荷に対する破壊靱性^{註2}、 χ ：圧子先端角などを考慮した補正係数である。

研削加工材のき裂深さ c は、式(2-4)における圧子押し込み荷重 P を、法線抵抗 f_n と置き換え、さらに式(2-3)を代入することにより、次式のような g の関数として表される。

$$c = \zeta \left(\frac{f_n}{K_{Ic}} \right)^{\frac{2}{3}} = AK_{Ic}^{-\frac{2}{3}} (g + \alpha_n)^{\frac{4}{3}} \quad \left(A = \zeta (\xi R_s)^{\frac{2}{3}} \right) \quad (2-5)$$

^{註2} 個々の砥粒による切削は非常に高速な現象であり、材料の機械的特性は厳密には動的な負荷に対する値を用いる必要がある。現状では、セラミックスの動的破壊現象に関して十分な知見が得られているとは言い難いが、例えば破壊靱性については、動的負荷に対する破壊靱性 K_{Ic} は、静的な負荷に対する破壊靱性 K_{Ic} よりも大きくなる傾向のあることが報告されている¹¹⁾。したがって、き裂深さなどについては K_{Ic} を用いて評価しても、安全側の評価となる。

ここで ζ は、式(2-4)中の χ と同じ意味の比例定数であるが、切れ刃先端形状などに依存するので別の比例定数とした。

2.2.2.3 研削加工材強度および強度低下を生じない加工条件

き裂寸法が c である部材の破壊強度 σ_f は、部材使用温度における破壊靱性 $(K_{Ic})_H$ およびき裂の形状係数 Y を用いて、次式のように表される。

$$\sigma_f = \frac{(K_{Ic})_H}{Y\sqrt{\pi c}} \quad (2-6)$$

上式に式(2-5)を代入すると

$$\sigma_f = \frac{(K_{Ic})_H \cdot K_{Ic}^{\frac{1}{3}}}{Y\sqrt{\pi A}} (g + \alpha_n)^{\frac{2}{3}} \quad (2-7)$$

のように表される。試験片寸法に対してき裂寸法が十分小さければ、き裂寸法による Y の変動は無視できるほど小さいので、これを一定と考えると式(2-8)の係数項は定数となり、 σ_f は g のみの関数となる。

室温においては、 $(K_{Ic})_H$ は材料固有の破壊靱性 K_{Ic} と同一と考えられるので

$$\sigma_f = \frac{K_{Ic}^{\frac{4}{3}}}{Y\sqrt{\pi A}} (g + \alpha_n)^{\frac{2}{3}} \quad (2-8)$$

と表される。

研削加工材強度が式(2-7)のような g の増加に対して単調に減少するべき関数で表されることから、強度低下を生じない限界の加工条件が存在する。このときの最大砥粒切込み深さ(以下、限界最大砥粒切込み深さ g_{cr} と呼ぶ)は加工き裂の全くない平滑材の強度を σ_0 とすれば、次式で表される。

$$g_{cr} = \left(\frac{(K_{Ic})_H \cdot K_{Ic}^{\frac{1}{3}}}{Y\sigma_0\sqrt{\pi A}} \right)^{\frac{3}{2}} - \alpha_n \quad (2-9)$$

2. 3 強度に対する残留応力および砥粒の摩耗・破碎による

最大砥粒切込み深さの変動についての取り扱い

ここまでの議論で考慮しなかった因子の中の主なものとして、残留応力と砥粒の摩耗・破碎による最大砥粒切込み深さの変動の影響について以下で検討を行う。

2.3.1 残留応力

2.2.2項で述べたように本研究においては、法線抵抗によって発生するメディアンき裂のみに注目し、残留応力の影響について特に考慮はしていない。一般にダイヤモンド、CBNなどの超高硬度の砥粒（超砥粒）を用いて加工を行った場合、砥粒の熱伝導率が高いので、切削によって発生する熱エネルギーは切削点近傍にはほとんど留まらない。そのため、加工表面層の応力分布に及ぼす加工熱の影響は小さく、残留応力は、主に切削点近傍の塑性流動的な変形に起因する¹²⁾。加工表面層の残留応力分布は、図2-5に示すような、表面あるいは表面直下において圧縮応力が最大で、内部に向かうにつれて急激に減少し、低レベルの引張り応力領域がさらに内部に向かって分布するような形態を取ることが知られている¹³⁾。したがって、研削加工材表面において残留応力が検出されなければ、強度に及ぼす残留応力の影響は無視できるものと考えられる。

次にX線応力測定装置による加工表面層の応力測定を行った。供試材は常圧焼結炭化ケイ素（以下SC1材とする）で、曲げ試験片の研削は、横軸平面研削盤を用い、予め厚さ3.1mm、幅4mm、長さ38mmに粗加工した後で、下部スパン側表面を、長手方向に対して直角方向に再研削し、最終的に厚さ3mmとした。図2-6に、研削加工材表面におけるCr-K α 線によるX線入射角 ψ と回折角 θ との関係（ 2θ - $\sin^2\psi$ 線図）を示す。（116）面（ $2\theta=121.34^\circ$ ）からの回折線を用い、ピーク位置は、半価幅中線法により決定した。図に示

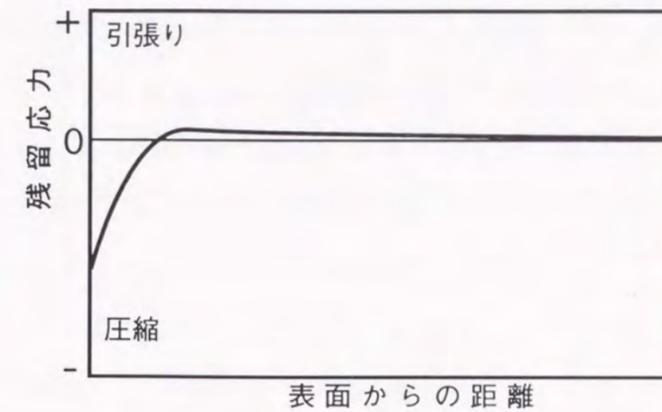


図2-5 研削加工による残留応力分布モデル

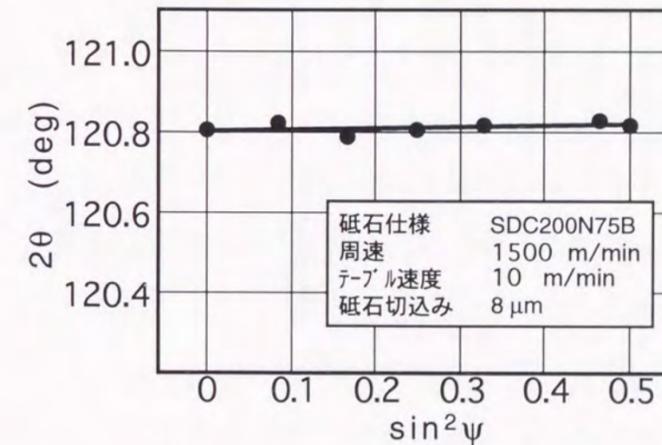


図2-6 研削加工材表面（常圧焼結炭化ケイ素）におけるX線回折角

すように $\sin^2 \psi$ に対して、ほとんど回折角に変化がなく表面層に顕著な残留応力は検出されなかった。図中に示す加工条件は試験片加工などにおいて粗加工の段階で用いる条件であることから、通常の場合、仮定のように研削加工材の強度に及ぼす残留応力の影響は無視できると考えられる。

2.3.2 砥粒の摩耗・破碎による最大砥粒切込み深さの変動

2.2.1で述べたように、最大砥粒切込み深さは砥石仕様と研削作業条件によって一意的に定まる。しかしながら実際には砥粒分布は砥粒の摩耗・破碎などによって時々刻々変化していると考えられ、現実の最大砥粒切込み深さの値もそれに応じて変動している可能性がある。砥粒の平均粒径が数十～百 μm のオーダーであることを考えると、砥石表面を研削盤に取り付けられた状態で直接観察することは極めて難しい。そこで以下に示すように、最大砥粒切込み深さ g の変動の有無を強度分布から推定することを試みた。

まず、一定の欠陥分布を有する場合の基準として、上述のSC1材に対し、Knoop圧子を荷重49N、保持時間15secで圧入した試験片を用意した。なお、残留応力の影響を取り除くため圧入後、表面層を30 μm 除去した¹⁴⁾。破壊強度はJIS R1601にしたがって4点曲げ試験により測定した。一般に、脆性材料にKnoop圧子を圧入した場合、圧痕の直下には半楕円状のき裂が発生することが知られている。したがって同一荷重で圧入した場合、圧入後の曲げ強度のばらつきは、圧痕近傍の材料特性のばらつきを表しているものと考えられる。破壊確率分布を次式で表される二母数ワイブル分布で近似した。

$$F = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma}{\xi}\right)^m} \quad (2-10)$$

ここで、 σ は負荷応力、 m は形状母数(ワイブル係数)、 ξ は尺度母数である。この場合、データのばらつきの程度を示すワイブル係数 m の値は32.5、 ξ は174 MPaとなった。

ところでワイブル係数自体、統計学的性質を持ち、対象とするサンプルの

数によってそのばらつきの程度が影響を受けることが知られている¹⁵⁾。今回の測定値を真値とし、30本の試験片を用いて測定した場合、ワイブル係数がどの程度ばらつくかをシミュレーションにより見積った。シミュレーションの手順を以下に示す。

(1) まず、30個の乱数を発生させる。

(2) これを仮の破壊確率 F' として次式に代入し破壊応力を算出する。

$$\sigma = \xi \left(\ln \left(\frac{1}{1-F'} \right) \right)^{\frac{1}{m}} \quad (2-11)$$

(3) 破壊応力の昇べきの順に並べ替える。

(4) 破壊確率は次式で表される対称試料累積分布法¹⁶⁾を用いて計算する。

$$F = \frac{i-0.5}{n} \quad (2-12)$$

ここで、 i は昇べきの順に並べたときの順序数、 n はサンプル数である。

(5) 最後に、(4)で求めた破壊確率分布が二母数ワイブル分布にしたがうと仮定し、ワイブル係数 m を求める。

(1)から(5)の手順を5000回繰り返した結果、正規分布に近い分布が得られ、平均値は32.5、標準偏差は5.9であった。ワイブル係数の測定においては、サンプル数30では、平均値は真値に近い値に収束するが、測定の度によりかなり変動する可能性のあることを意味する。

一方、研削加工の場合、圧入荷重に相当する砥粒一個あたりの法線抵抗は、2.2.2で述べたように g の二乗に比例することから、 g の変動がなければ研削加工材強度のばらつきは同一荷重でKnoop圧子を圧入した場合と同様に材料特性のばらつきを反映したものになると考えられる。そこで、上述の残留応力測定用試験片と同様にSC1材を供試材として、試験片長手方向と直角方向に研削加工した試験片を用意し、破壊確率分布を二母数ワイブル分布で近似し、比較検討することとした。表2-1に示すような条件で、1ロット30

表 2-1 加工条件

砥石	SDC200N75B	
砥石周速	1500	m/min
テーブル速度	3	m/min
砥石切込み量	8	μm
トラバース量	5	mm/pass

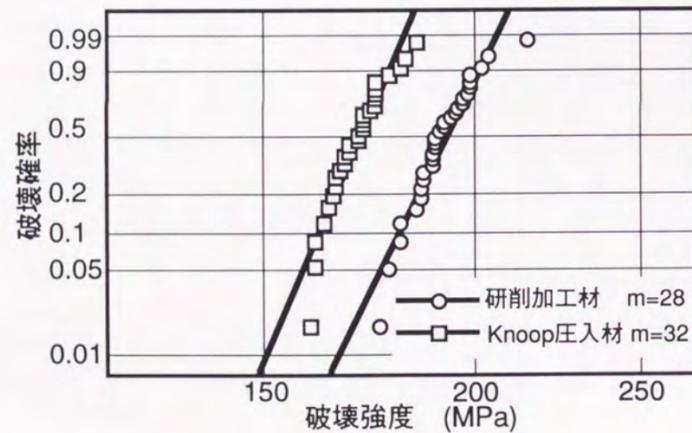


図 2-7 研削加工材とKnoop圧子圧入材の強度分布の比較

本として3ロットの試料の加工を行った。

図 2-7 に示すように、研削加工材の強度分布は、Knoop 圧入材のそれと同様に二母数ワイブル分布でよく近似できることが分かる。また、3ロットの研削加工材のワイブル係数はそれぞれ 28.3, 26.5, 22.3 となった。いずれの場合も Knoop 圧入材のワイブル係数の平均値 32.5 に対する偏差は標準偏差の 2 倍以内であり、両者のばらつきは、ほぼ同程度と見なすことができる。したがって、同一加工ロット内での g の変動はほとんどないことが明らかとなった。

2.4 結言

研削加工材強度 σ_f は、研削加工によって発生したメディアンき裂によって支配されると仮定し、研削加工条件と σ_f との関係の定式化を試みた。すなわち、メディアンき裂深さと砥粒一個あたりの研削抵抗との間に、圧子押し込みにおけるメディアンき裂深さと押し込み力との関係と同様の関係が成り立つと仮定し、 σ_f を最大砥粒切込み深さ g のべき関数の形として表せることを示した。また、研削加工材強度のばらつきと Knoop 圧子圧入によるき裂を導入した試料の強度のばらつきを比較することによって、同一加工条件下においては g の変動をほとんど無視できることを明らかにし、 g は加工条件に対して一意的に定まることをシミュレーションにより確認した。

第3章 研削加工材強度に関する実験的検証

3.1 緒言

第2章においては、砥石仕様や研削作業条件の組み合わせとして与えられる加工条件を最大砥粒切込み深さ g を用いて統一的に表すことによって、加工部材の強度を定式化する手法について提案した。すなわち、研削抵抗が g の二次関数で表されるとともに、加工表面に発生する微小き裂は圧子圧入の場合に生じるメディアンき裂と同様の力学モデルで説明できると仮定することによって、研削加工材強度を g のべき関数として与えた。この強度の表示式には、部材としての使用条件下における破壊靱性が材料定数として含まれている。したがって、研削加工によって生じたき裂の寸法・形状が部材の使用雰囲気によって変化しなければ、この表示式は種々の使用条件の下で適用することができる。

本章では第2章で提案した定式化手法の妥当性について、窒化ケイ素および炭化ケイ素セラミックスを供試材として室温において実験的な検証を行う。次に、セラミックスが構造材料としての利用を期待されている1200℃以上の高温下における本手法の適用性について検証する。

3.2 実験方法

本実験における供試材は、第2章で用いたものと同じの常圧焼結炭化ケイ素（SC1材）およびホットプレス窒化ケイ素（HP SN材）である。一般にセラミックスの高温における強度特性は、粒界相に析出する添加物（焼結助剤）の影響を受ける。上記の材料の主な添加元素を表3-1に示す。

研削時の加工損傷が強度に及ぼす影響および研削抵抗を調べるにあたっては、砥石の研削性能をほぼ一定に整えることが重要である。本実験では毎回の測定に先立ち、まずグリーンカーボラダム（GC）のスティック砥石を

研削することによって、ダイヤモンド砥石のドレッシングを行った。表3-2にドレッサーとするGC砥石の粒度およびダイヤモンド砥石単位幅あたりの研削除去体積すなわち、ドレッシング量を示す。さらに各砥石はドレッシング後、その研削性能を安定化させるため、常圧焼結窒化ケイ素ブロックを一定量研削し実験に供した。

曲げ試験片の研削は、横軸平面研削盤を用い、厚さ3.1mm、幅4mm、長さ38mmに予め加工した試料の下部スパン側表面を、長手方向に対して直角方向に表3-3に示すような条件で再研削し、最終的に厚さ3mmとした。その際、砥石粒度に応じ、砥石主軸の鉛直方向の移動量すなわち砥石切込みと、テーブルスピードを調節して g を変化させた。なお、表3-3に示す加工条件は、通常の強度測定用試験片の加工などにおける粗加工から仕上げまでの加工条件を含むように設定した。これらの研削加工により仕上げられた試験片は加工損傷を含むものであるが、比較対象として加工損傷のない平滑材試験片を用意した。平滑材の引張り応力負荷面は、粒度600の砥石で試験片長手方向に研削加工した後、ラッピングにより表面を30 μ m以上除去し、加工の影響を取り除いた。

4点曲げ強度は、負荷速度0.5 mm/minで測定し、試験雰囲気はいずれも大気中とした。試験温度はSC1材については室温、1200℃および1500℃、HP SN材については室温および1200℃とし、高温下の試験では試験治具まわりの温度を定常状態とするため、設定温度に15分間保持した後に試験を行った。曲げ試験に供する試験片は、5本1組として同時加工を行い、各加工条件で1組から5組の試験片を用いた。

研削抵抗の測定は、曲げ試験片の研削の場合とほぼ同一の加工条件で行った。ただし、試験片は幅3mm長さ100mmの帯板を用い、クロスフィードをかけないで加工を行うプランジカット研削を行った。法線抵抗は圧電式動力計

表3-1 供試材の主な添加元素

	添加量 (wt%)				
	Al	Y	Fe	B	C
SC1	0.040		0.197	0.570	3.030
HPSN	1.45	2.92			

表3-2 ドレッシング条件

砥石	ドレッサー	ドレッシング体積 (mm ³ /mm)
SDC100N75B	GC120H	750
200	120H	750
400	220H	670
600	500H	500

表3-3 加工条件

砥石周速	1500	m/min
テーブル速度	0.05 ~ 20	m/min
砥石切込み量	12	μm(#100)
	4, 8	μm(#200)
	4	μm(#400)
	2	μm(#600)
トラバース量	5	mm/pass

で測定した。

破壊靱性は JIS R1607 および R1617 に準じ、SEPB (Single Edge Pre-cracked Beam) 法を用いて測定を行った。試験温度は SC1 材については室温、1200℃ および 1500℃ の 3 水準、HPSN 材については室温および 1200℃ の 2 水準とし、試験片本数は各 5 本とした。

3.3 結果と考察

3.3.1 室温強度による強度モデルの実験的検証

第2章で述べたように室温においては、研削加工材強度 σ_f は第2章の式(2-8)で示したように、次式のような g のべき関数で表される。

$$\sigma_f = \text{const.} (g + \alpha_n)^{\frac{2}{3}} \quad \left(\text{const.} = \frac{K_{Ic}^{\frac{4}{3}}}{Y\sqrt{\pi A}} \right) \quad (3-1)$$

ここで、 K_{Ic} は破壊靱性、 Y は形状係数、 c はき裂長さ、 α_n は加工系の剛性などの影響を表す定数である。図3-1は、 g に対する SC1 材の4点曲げ強度の平均値の変化を示すもので、実験点を通る線分の上下端がそれぞれ最大、最小値を示す。本実験では粒度100, 200, 400, 600の4種類の砥石を用いているが、 σ_f は図3-1に示すように、同一の g に対しては、ほぼ同じ値を示し、広い範囲で式(3-1)に示す関数形の回帰曲線

$$\sigma_f = 425(g + 0.772)^{\frac{2}{3}} \quad (\text{MPa}) \quad (3-2)$$

によってよく近似できることが明らかになった。ここで g の単位は μm である。同様に図3-2は g に対する HPSN 材の4点曲げ強度の平均値の変化を示す。 σ_f と g の関係を表す回帰式として次式が得られた。

$$\sigma_f = 356(g + 0.075)^{\frac{2}{3}} \quad (\text{MPa}) \quad (3-3)$$

上述のように、第2章で提案した g による破壊強度 σ_f の定式化手法を用いることによって、実際に、研削加工による強度低下の傾向を表すことができることが明らかとなった。特に、両材料とも g の小さい領域で σ_f は g の増加

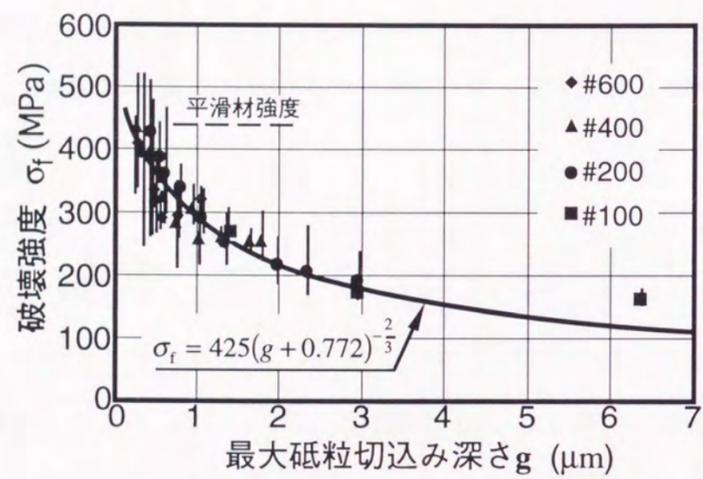


図3-1 炭化ケイ素セラミックス (SC1材) の研削加工による強度低下

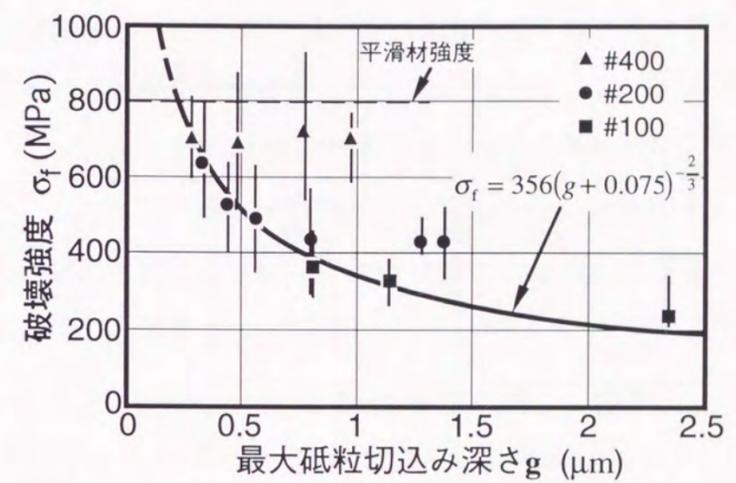


図3-2 窒化ケイ素セラミックス (HPSN材) の研削加工による強度低下

に対して急激に低下したが，式（3-2）および（3-3）で表される回帰曲線はこの傾向をよく表すことができた。

式（3-2）と（3-3）とを比較すると，式（3-1）に示すように両式の係数項は破壊靱性によって影響されるはずであるが，実際は必ずしも対応していない。この原因としては以下のようなことが挙げられる。第4章で詳しく述べるように，加工き裂のような短いき裂に対するき裂進展抵抗は破壊靱性試験で測定される値よりも小さい場合があり，実際のHP S N材の破壊靱性が表3-5に示す値よりも小さい可能性がある。また，S C 1材と比較し砥粒が摩耗が進みやすくと，切れ刃先端角度が大きくなる可能性がある。この場合，式（2-2）から分かるように法線抵抗は増加し，式（2-7）における定数Aの増大すなわち，係数項の減少につながる。

3.3.2 研削抵抗による強度モデルの実験的検証

第2章では砥粒一個あたりの法線抵抗 f_n は g の二次関数で近似できると仮定した。この f_n に研削加工に参与する砥粒数 n_s を乗ずることで砥石全体に加わる法線抵抗 F_n は

$$F_n = n_s \xi R_s (g + \alpha_n)^2 = k_n (g + \alpha_n)^2 \quad (3-4)$$

のように表される。ここで， ξ は切れ刃先端形状によって定まる係数である。図3-3に，S C 1材を供試材とした場合の g に対する F_n の変化を示す。なお，研削抵抗は砥石単位幅あたりの値を用いて表した。図中の実線は各々の粒度についての実験結果の式（3-4）の形の回帰曲線を表す。ただし， α_n の値については式（3-2）における値 ($\alpha_n = 0.772$) を用いた。法線抵抗はいずれの粒度の砥石を用いた場合においても広い範囲で g の二次関数で比較的よい近似が得られ，研削抵抗の面からも第2章で提案した関数形の妥当性が確認された。

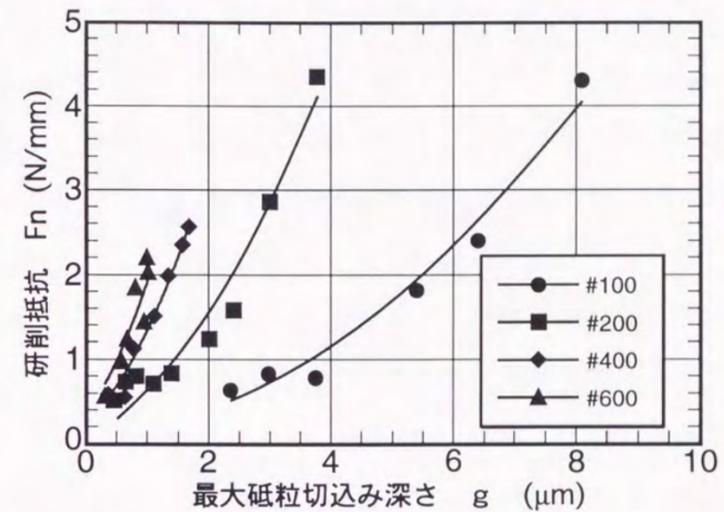


図3-3 最大砥粒切込み深さに対する法線研削抵抗の変化 (S C 1材)

3.3.3 高温強度の推定

3.3.3.1 高温強度表示式

研削加工材の強度 σ_f は、高温において酸化などを原因とするき裂の寸法・形状の変化がないとすると、式(2-6)に示したように次式で表すことができる。

$$\begin{aligned}\sigma_f &= \frac{(K_{Ic})_H}{Y\sqrt{\pi c}} \\ &= \frac{(K_{Ic})_H}{K_{Ic}} \cdot \frac{K_{Ic}^{\frac{4}{3}}}{Y\sqrt{\pi A}} (g + \alpha_n)^{-\frac{2}{3}}\end{aligned}\quad (3-5)$$

式(3-5)は式(2-8)に、室温における破壊靱性に対する部材使用温度における破壊靱性の比を乗じたものであり、研削加工材の高温強度は、室温強度と破壊靱性の温度依存性から予測可能であることが分かる。

3.3.3.2 炭化ケイ素および窒化ケイ素の高温強度

表3-4は炭化ケイ素SC1材の破壊靱性の測定結果を示す。1200℃および1500℃における破壊靱性は、室温における平均値に対しそれぞれ約30%および40%の上昇を示した。また1200℃および1500℃における平滑材強度は、それぞれ505MPa、398MPaであった。図3-4は1200℃における研削加工材強度の加工条件 g に対する変化を示す。図中のハッチング部分は、式(3-5)による強度の予測値を、同じく一点鎖線は室温における研削加工材強度を示すものである。高温強度は、室温強度と同様に g の増加に対してべき関数的に低下するが、その応力レベルは室温強度よりも高い。予測値は、 g の広い範囲で実験結果とほぼ一致している。これらのことから、研削加工材の高温強度が室温強度と破壊靱性の温度依存性から十分予測できることが確認された。なお、平均値を基に求めた研削加工材高温強度の回帰式は次式のようになった。

$$\sigma_f = 550(g + 0.772)^{-\frac{2}{3}}\quad (3-6)$$

表3-4 破壊靱性 (常圧焼結炭化ケイ素)

	室温	1200℃	1500℃
K_{Ic} (MPa \cdot m $^{1/2}$)/SD	1.91/0.02	2.47/0.26	2.74/0.10

SD: 標準偏差

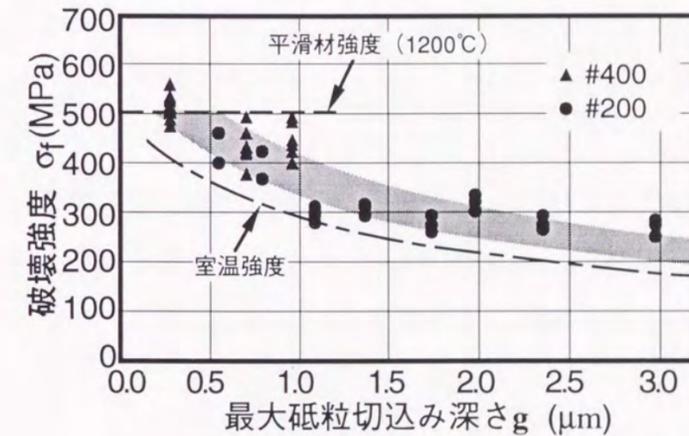


図3-4 炭化ケイ素セラミックス (SC1材) の1200℃における強度予測

一方、室温および1200℃における窒化ケイ素HPSN材の破壊靱性の測定結果を表3-5に示す。1200℃における破壊靱性は室温における平均値に対し+5%から-12%までとばらつきはあるが、平均値を見ると温度上昇に対して若干低下する傾向となった。図3-5は1200℃における研削加工材強度のgに対する変化を示す。図中の各実験点は図3-2の室温の場合と同様に3組15本の試験片の平均値を表し、実験点を通る線分の上端下端はそれぞれ最大、最小値を表す。平滑材強度は図の破線に示すように622MPaであった。図中の帯状のハッチング部分は、式(3-5)による強度の予測値を示し、その幅は1200℃における破壊靱性が平均値を中心に標準偏差分だけ変化した場合の強度の変動量を表す。予測値はSC1材の場合に比べると多少差はあるが、一点鎖線で示す室温強度と同様に、実験値の定性的な傾向をよく表していると言える。

3.3.3.3 酸化の影響がある場合の高温強度

高温構造用セラミック部材には、耐クリープ変形能の点から非酸化物系セラミックスが用いられることが多い。これらのセラミックスにはほとんどの場合、焼結助剤として既に酸化物が含まれているため、新たな酸化が強度に直接影響を及ぼすことはないことから、上述の高温強度の推定手法は適用できると考えられる。しかし、今回用いたSC1材は粒界に酸化物相がほとんどなく、強度に及ぼす酸化の影響は大きいと推測される。研削加工材の酸化特性については第7章で詳しく論じるが、ここでは、強度に影響を及ぼす表面の酸化という観点から以下のような考察を試みた。

1500℃における測定結果を図3-6に示す。図中のハッチング部分は式(3-5)による強度の予測値を示す。両者は定性的には同じ傾向にあるが、定量的に見るとgの小さい領域において実験値の方が予測値よりもやや低いことが認められる。この低下がき裂に起因するものと仮定すると、浅いき裂

表3-5 破壊靱性 (ホットプレス窒化ケイ素)

	室温	1200℃
K_{Ic} (MPa \cdot m $^{1/2}$)/SD	5.38/0.44	5.20/0.46

SD: 標準偏差

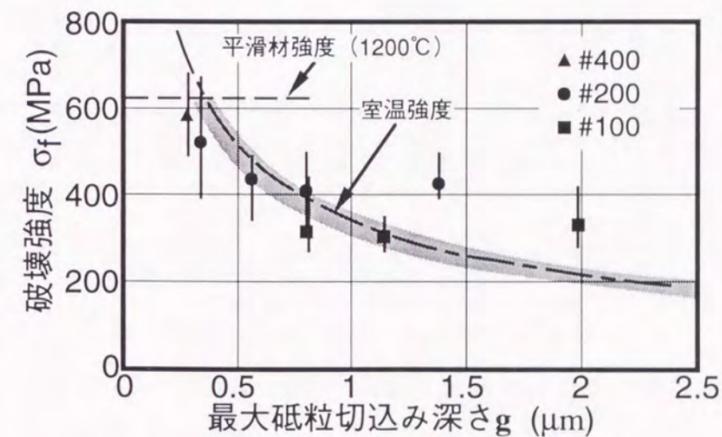


図3-5 窒化ケイ素セラミックス (HPSN材) の1200℃における強度予測

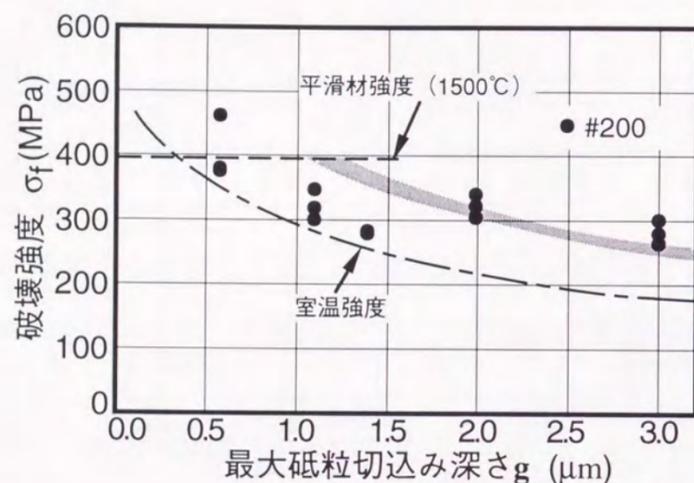


図3-6 酸化による強度低下が考えられる炭化ケイ素セラミックス (S C 1 材) の1500°Cにおける強度

ほど、つまり、 g の小さい領域ではき裂先端まで酸素が侵入しやすく、酸化による劣化の確率が高くなることが予想される。

ところで、炭化ケイ素の酸化は一般に表面にシリカ層が形成されて重量増加の生じるいわゆるpassive酸化であるが、本供試材のように焼結助材として炭素Cを含む場合には、シリカ層中の酸素の拡散によって母材中に含まれるCが酸化され、顕著な場合にはCOガスが発生して欠陥が形成される¹⁾⁻³⁾ことが知られている。したがって、酸化によって強度を支配するき裂の形状・寸法に変化が生じることが考えられるが、その形態としては以下の二つが挙げられる。(ア)加工き裂とは独立に強度を支配する欠陥が酸化によって新たに形成される、(イ)加工き裂先端近傍が酸化によって損傷を受け、等価的にき裂が進展した状態となる。しかし、図3-6においては強度と g の間に明らかに相関関係があることから、後者のような考え方が妥当と考えられる。このような場合、本手法を適用するには、き裂寸法に対し、これを増加させる方向に補正を加える必要があると考えられる。たとえば、研削加工材のき裂深さを表す式(2-5)において、定数 ζ を大きくすれば、式(3-5)における定数Aが増加し、図3-6の予測曲線は下方へ平行移動し、実験値の傾向に近づくこととなる。

3.4 結言

第2章で提案した、研削加工部材の室温強度を最大砥粒切込み深さ g のべき関数として定式化する手法について、常圧焼結炭化ケイ素およびホットプレス窒化ケイ素を供試材として実験的検討を行った。その結果、以下のことが明らかとなった。

g の増加に対して上記の2種類の材料とも σ_f はべき関数的に低下し、特に g の小さい領域において加工前の強度から急激に低下する傾向を示した。こ

これらの傾向は、 g による表示式でよく表すことができた。次に、本手法の適用範囲を高温にまで拡張することを試み、上記の2種類のセラミックスを供試材として実験的に検討した結果、基本的には、破壊靱性の温度依存性を考慮することで拡張可能であることを明らかにした。なお、炭化ケイ素セラミックスのように酸化による強度変化が認められる場合には、本手法をそのまま適用することはできず、き裂寸法の補正が必要となる。

第4章 耐加工損傷性とその影響因子

4.1 緒言

近年、材料開発技術の進歩によって従来よりも強靱なセラミックスの開発が可能となりつつある^{1) - 3)}。例えば長柱状の結晶粒を発達させた組織を形成させ、き裂面間の粒子架橋などを利用してき裂進展抵抗を高めた (in situ 複合化) 窒化ケイ素セラミックスにおいては、市販の窒化ケイ素セラミックスの場合 $5 \sim 6 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ である破壊靱性が $10 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ を越える例も報告されている⁴⁾。しかし、セラミック部材の信頼性向上には、材料が外部から損傷を与えられても本来の特性を維持する能力すなわち、耐加工損傷性をより一層向上させることが不可欠であるが、これと破壊靱性をはじめとする材料の機械的特性との関係は未だ明らかではない。両者の関係を明らかにすることによって、材料開発において、どの機械的特性をどのように制御すべきか、それを実現するためにはどのような微構造が望ましいかなどを知ることができる。

ところで第2章においては、研削加工材強度が最大砥粒切込み深さ g のべき関数で表されることを導き、この関数が g の増加に対して単調に減少することから、強度低下を生じない限界の加工条件すなわち、限界最大砥粒切込み深さ g_{cr} が存在することを示した。つまり g_{cr} が大きいほど、強度低下を生じることなく研削加工できる範囲が広がり、その材料の耐加工損傷性は優れていると言える。この g_{cr} は、材料の破壊靱性、平滑材強度などの関数として与えられるので、本章では g_{cr} を耐加工損傷性の指標として用いることとした。まず、 g_{cr} と供試材の機械的特性との間の関係を導くとともに、微構造および機械的特性が異なる7種類の材料について g_{cr} を実験的に求めることによって、その妥当性の検証を行う。次に、上述の in situ 複合化窒化ケイ素および高靱性の炭化ケイ素セラミックスを対象として、耐加工損傷性の向上

に有効な靱性強化機構について検討を行う。

セラミックスは高温強度特性に優れる材料であるが、1000℃以上の高温では破壊靱性、平滑材強度などの機械的特性が温度によって変化する場合があります。これらの関数として表される g_{cr} は、同一材料でも部材の使用温度によって変化する事となる。つまり、室温で強度低下を生じない条件で加工を行っても、部材の使用温度において強度低下を生じる場合がある。そこで本章では、供試材の機械的特性の温度依存性と g_{cr} との関係についても検討を行う。

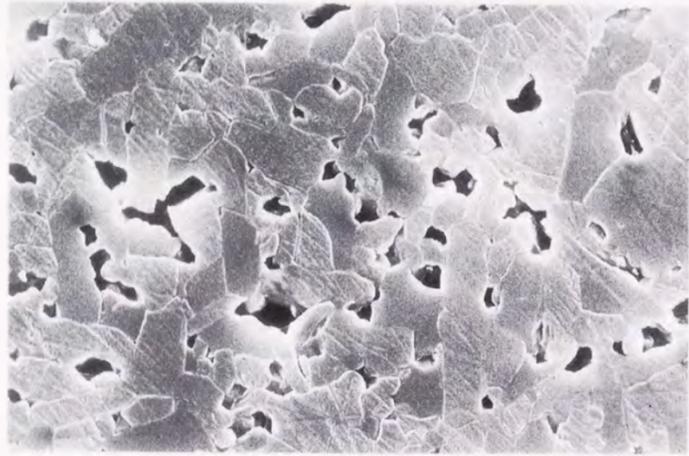
4. 2 実験方法

4.2.1 供試材料

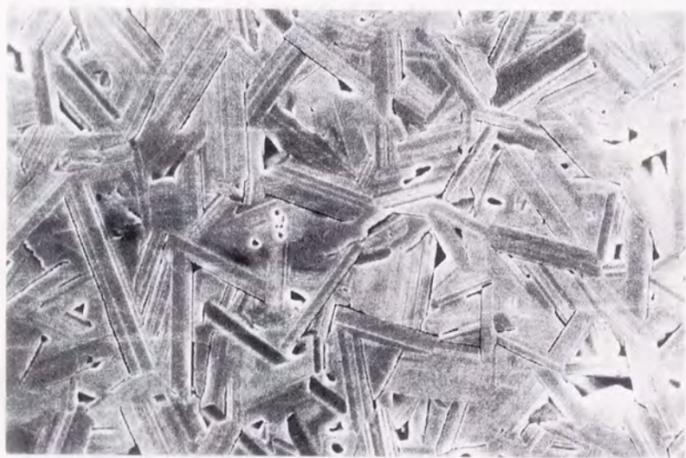
本章では第3章で用いた常圧焼結炭化ケイ素 (SC1材)、ホットプレス窒化ケイ素 (HPSN材) に、新たに常圧焼結炭化ケイ素 (SC2材)、常圧焼結窒化ケイ素 (SSN材)、in situ複合化窒化ケイ素 (iSN材)、常圧焼結アルミナ (A材)、炭化ケイ素粒子分散強化アルミナ (ASC材) の5種類を加え、合計7種類の材料を用いた。図4-1は走査型電子顕微鏡 (SEM) により各材料の微構造を観察した結果である。粒子形態の観察を容易にするため鏡面研磨した試料に化学エッチングまたはサーマルエッチングを行っている。表4-1に各材料の破壊靱性、平滑材強度をまとめて示す。破壊靱性については第3章で用いたSEPB法により測定した。本実験では炭化ケイ素、窒化ケイ素、アルミナの3種類の材料系を用いているが、それぞれの材料系の中では以下のような組織、特性に違いのあるものを選んだ。炭化ケイ素系では、短い針状晶が主体のSC1材 (図4-1(a)) と、アルミナを焼結助剤として添加して板状の結晶を析出させ、SC1材に比べ破壊靱性を約3倍に向上させたSC2材 (同図(b)) を用いた。窒化ケイ素系では、微細な針状晶を発達させ高強度を実現したHPSN材 (同図(c)) と、微細な

表4-1 供試材の破壊靱性および平滑材強度 (室温)

	SC1	SC2	HPSN	SSN	iSN	A	ASC
破壊靱性 (MPa·m ^{1/2})	1.91	5.89	5.38	4.65	10.40	3.00	3.35
平滑材強度 (MPa)	440	413	800	498	639	493	713

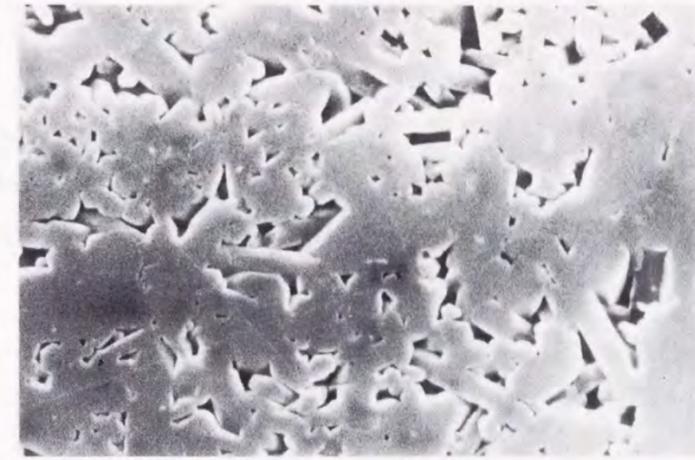


(a) SC1材 $5\mu\text{m}$



(b) SC2材 $5\mu\text{m}$

図4-1 供試材の微構造



(c) HPSN材 $1\mu\text{m}$

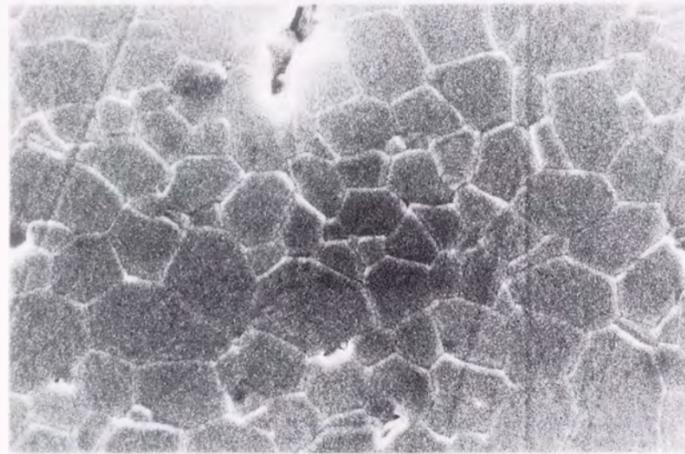


(d) SSN材 $1\mu\text{m}$



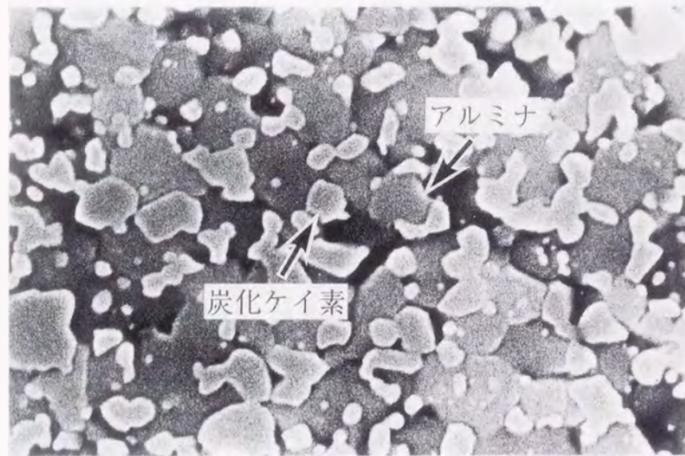
(e) iSN材 $10\mu\text{m}$

図4-1 供試材の微構造 (つづき)



(f) A材

1μm



(g) ASC材

1μm

図4-1 供試材の微構造 (つづき)

針状晶の中にやや太い柱状晶を析出させ、HPSSN材と同程度の破壊靱性としたSSN材(同図(d))および、マトリクス相に比べて非常に太くて長い柱状晶を成長させることによって粒子架橋効果を発揮させ、き裂進展抵抗を著しく向上させたiSSN材(同図(e))を用いた。アルミナ系では図4-1(f)に示すような、粒子形状が等方的な高純度アルミナセラミックス(A材)と、A材と同程度の粒径のアルミナマトリクス中に炭化ケイ素粒子を分散させたASC材(同図(g))を用いた。ASC材はA材に対し、破壊靱性を約10%、平滑材強度を約1.5倍に向上させたものである。

ところで、表4-1に示すようにiSSN材は、本研究の供試材の中では破壊靱性が飛び抜けて大きい。そこで、iSSN材については粒子架橋効果の影響の程度を明らかにするため、き裂進展量に対するき裂進展抵抗の変化(Rカーブ挙動)を修正AM-DCB (Applied Moment - Double Cantilever Beam)法⁵⁾により測定した。この方法は、き裂進展抵抗 K_R がき裂長さに依存しない⁶⁾ため、き裂寸法を測定することなく、負荷荷重を直ちに K_R に換算できる簡便さを有するとともに、き裂を大きく成長させることができるので定常状態の K_R の値を測定できるという特徴を有する。

4.2.2 硬さ試験による押し込み抵抗の測定

砥粒が材料を除去するときの研削抵抗 R_s を、Vickers硬さ試験における圧子押し込み抵抗で表すこととした。本研究では R_s を、図4-2に示すように、圧子押し込み荷重と圧子の変位との関係から求められる投入仕事(OABの面積)を、最大荷重時の圧子変位から算出されるくぼみの体積で除したものと定義した。最大荷重は1.96Nで一定とした。表4-2に本実験で用いた7種類の供試材の R_s を示す。材質による R_s の変化は比較的小さく、最も大きいASC材の場合(14.3 GPa)でも最も小さいHPSSN材の場合(10.3 GPa)に対して約40%大きいにすぎないことが分かる。

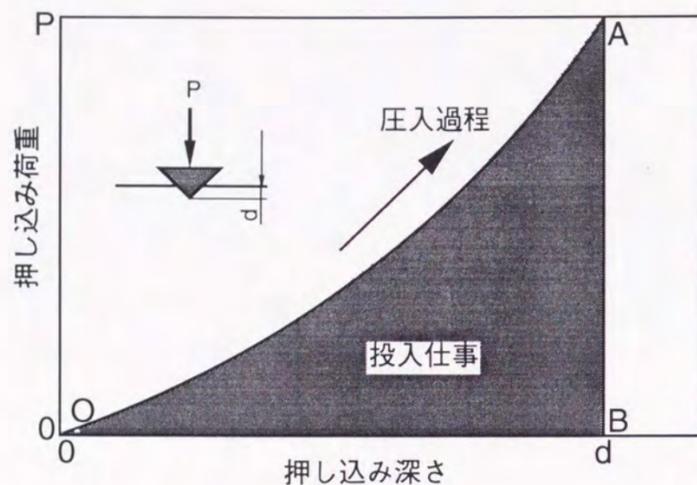


図4-2 Vickers硬さ試験による押し込み抵抗の測定

表4-2 供試材の押し込み抵抗

	SC1	SC2	HPSN	SSN	iSN	A	ASC
R_s (GPa)	14.0	14.0	10.3	10.5	10.9	12.7	14.3

4.2.3 研削加工条件

砥石の準備条件，試験片寸法などは第3章と同一である．加工条件についても第3章と同様に砥石粒度に応じ，砥石切込みと，テーブルスピードを調節して g を変化させた．なお，本章では第3章で用いた粒度100，200，400，600の4種類の砥石に加え，iSN材の加工においては粒度60の砥石を用いた．

4.3 結果と考察

4.3.1 供試材の力学的特性が限界最大砥粒切込み深さに及ぼす影響

図4-3は最大砥粒切込み深さ g に対する研削加工材強度 σ_f との関係を示し，図中の曲線は実験結果の回帰曲線を表す．ただし，縦軸はそれぞれの材料の平滑材強度 σ_0 で無次元化している．回帰式， σ_0 および g_{cr} を表4-3にまとめて示す．なお，A材については，補正項 α_n が計算上，負の値となったが絶対値が0.002と小さいので近似的に0とした．図4-3からは， g_{cr} が材料によって変化し，同じ材料系であっても大きな差を生じていることが分かる．例えばSC2材の g_{cr} はSC1材のそれに比べ一桁大きな値となる．一方，ASC材はA材に対して破壊靱性の増加は10%程度であるが，平滑材強度のそれは約50%で， g_{cr} は低下している．次に，このような材料特性による g_{cr} の変化について検討する．

供試材の力学的特性と g_{cr} との関係について，まず第2章で述べた研削加工材強度と g との関係式を基に考察してみる．セラミックスの場合，一般に破壊靱性は1000℃以上の高温でなければ温度依存性を有しない．そのため室温では，式(2-9)で示される g_{cr} は，部材使用温度における破壊靱性 $(K_{Ic})_H$ と室温での破壊靱性 K_{Ic} を等置することにより，次式で表されること

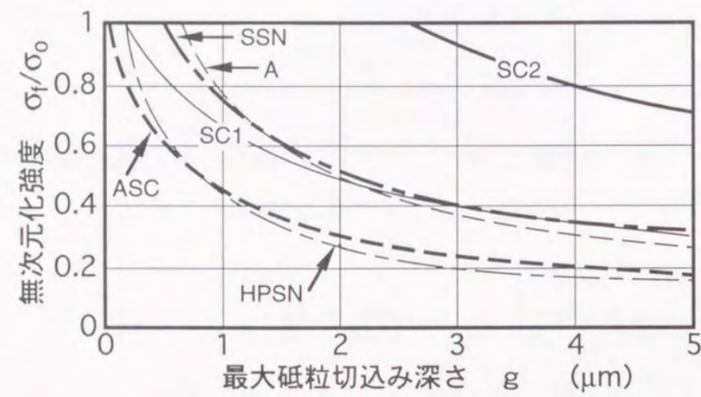


図4-3 研削加工材無次元化強度と最大砥粒切込み深さとの関係

表4-3 研削加工材強度の回帰式, 平滑材強度および, 限界砥粒切込み深さ g_{cr}

	回帰式	σ_o (MPa)	g_{cr} (μm)
SC1	$\frac{\sigma_f}{\sigma_o} = 0.966(g + 0.772)^{\frac{2}{3}}$	440	0.17
SC2	$\frac{\sigma_f}{\sigma_o} = 2.34(g + 0.969)^{\frac{2}{3}}$	413	2.61
HPSN	$\frac{\sigma_f}{\sigma_o} = 0.445(g + 0.075)^{\frac{2}{3}}$	800	0.26
SSN	$\frac{\sigma_f}{\sigma_o} = 0.922(g + 0.356)^{\frac{2}{3}}$	498	0.59
A	$\frac{\sigma_f}{\sigma_o} = 0.763g^{\frac{2}{3}}$	493	0.67
ASC	$\frac{\sigma_f}{\sigma_o} = 0.536(g + 0.330)^{\frac{2}{3}}$	713	0.07

となる。

$$g_{cr} = const. \left(\frac{K_{Ic}^{\frac{4}{3}}}{\sigma_o R_s^{\frac{1}{3}}} \right)^{\frac{3}{2}} - \alpha_n \quad (4-1)$$

式(4-1)の各項の指数の大きさから分かるように、 g_{cr} に対しては、 K_{Ic} の影響が最も大きく、 R_s の影響は小さい。また、表4-3に示したように材料による R_s の変化が小さいことから、 g_{cr} は主に破壊靱性と、平滑材強度に依存すると考えられる。

次に、 g_{cr} と供試材の機械的特性との関係について実験的に検討した。図4-4は式(4-1)を用いて($g_{cr} + \alpha_n$)と破壊靱性、平滑材強度、押し込み抵抗との関係を両対数グラフ上に整理したものである。全体として、右上がりの傾向にあり、同じ材料系のSC1とSC2、HPSNとSSN、AとASCで比較をすると、実線で示す傾き3/2の直線にほぼ沿って変化することが分かる。上述のように破壊靱性の向上が g_{cr} の増加に最も効果的であるが、実際、平滑材強度、押し込み抵抗は同程度であるSC1材とSC2材を比較すると、破壊靱性が約3倍に向上することによって $g_{cr} + \alpha_n$ が約4倍に、 g_{cr} は約15倍に増加していることが分かる。

以上のことから、式(4-1)で表される関係が実際にもほぼ成り立つと考えられる。したがって、破壊靱性、平滑材強度、押し込み抵抗の三つの材料特性が分かれば、以下に示すような方法により、その材料の g_{cr} および任意の加工条件における研削加工材強度の見積が可能となる。

- (1) まず上記の三つの材料特性値から式(4-1)右辺第1項の括弧内の値を計算し、 α_n として同一材料系の既知の値を代入すれば、図4-4から g_{cr} のおよその値が分かる。
- (2) 次に式(2-8)を平滑材強度 σ_o および限界最大砥粒切込み深さ g_{cr} を用いて無次元化した次式により任意の g における研削加工材強度と

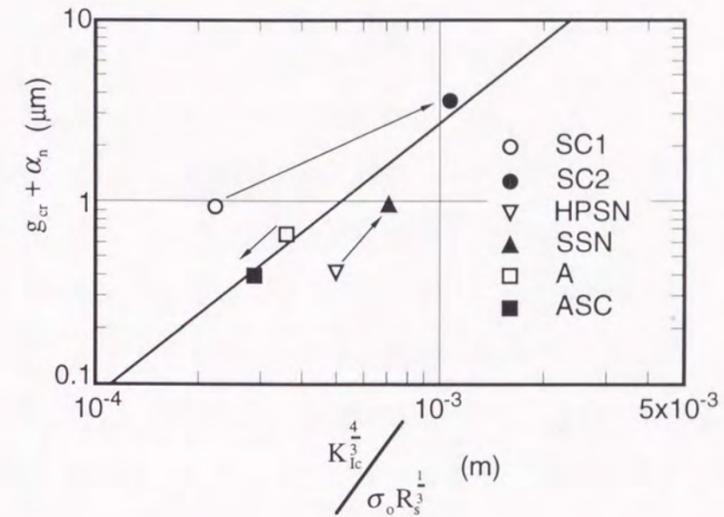


図4-4 供試材の機械的特性による限界最大砥粒切込み深さの変化

平滑材強度との比が分かる。

$$\frac{\sigma_f}{\sigma_0} = \left(\frac{g + \alpha_n}{g_{cr} + \alpha_n} \right)^{\frac{2}{3}} \quad (4-2)$$

(3) 研削加工材強度 σ_f は、これに平滑材強度 σ_0 を乗じることにより得られる。

4.3.2 耐加工損傷性の向上に有効な強靱化機構

前項で述べたような手法を用いて、i S N材を対象に研削加工材強度の見積を行った。4.2.1で述べたようにi S N材は粒子架橋効果の影響が大きく、正確な意味での破壊靱性を測定することが既存の方法では難しい。図4-5は、修正AM-DCB法によりき裂進展量に対するき裂進展抵抗 K_R の変化 (Rカーブ) を調べたものである。き裂進展開始直後の進展抵抗 K_{Ri} は約 $6.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であるが、進展量の増加に対して K_R は増加し、約 $11.4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ で飽和する。この飽和値を K_{Rm} とする。図4-6の2本の実線は、 K_{Ri} と K_{Rm} に対応して g と研削加工材強度との関係を予測したものである。 K_{Ri} と K_{Rm} に対応する $(g_{cr} + \alpha_n)$ の値はそれぞれ $2.27 \mu\text{m}$ と $7.47 \mu\text{m}$ である。なお、 α_n は S S N と H P S N のその平均をとり、 $\alpha_n = 0.24 \mu\text{m}$ とした。一方、図中の (●) は実際に粒度60の砥石で研削加工を行った試料の強度を示し、エラーバーの両端は最大値と最小値に対応する。強度は g の増加に対して低下し、他の材料と同様の傾向が見られるが、実験点は2本の予測曲線に挟まれた領域に分布し、 g が小さくなるにつれて K_{Ri} に対応する予測曲線に近付き、 g_{cr} は K_{Ri} から予測される値に近いことが分かる。これは、粒子架橋によるき裂進展抵抗の増大が、耐加工損傷性の向上には有効でないことを示している。すなわち、粒子架橋効果は、き裂先端よりも後方の破面に作用するので、これによってき裂進展抵抗が上昇するには、図4-5に示したように、ある程度き裂が進展する必要がある。これに対して、一般に研削加工によって生じる表面き

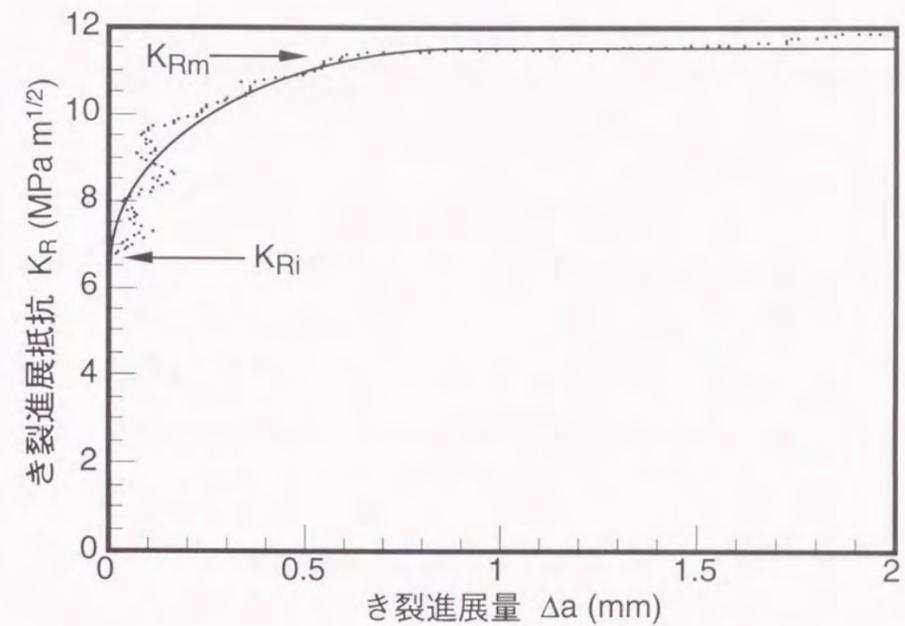


図4-5 修正AM-DCB法によるRカーブの測定 (i S N材)

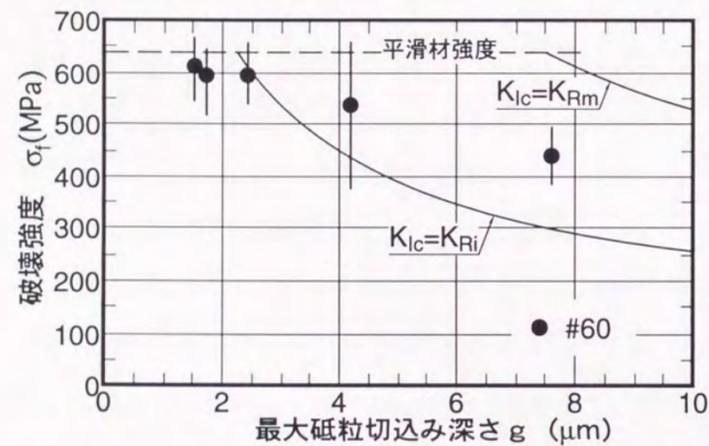


図4-6 き裂進展抵抗曲線を基にした
研削加工材強度の予測 (i SiN材)

裂の寸法は、第5章で示すように数十 μm 程度と小さいため、き裂進展抵抗にはほとんど影響を及ぼさないと考えられる。

次に耐加工損傷性の向上にはどのような強靱化機構が有効であるかについて考察してみる。セラミックスの強靱化機構モデルについてはいくつか提案されている⁷⁾⁻¹⁰⁾が、それらは大きく二つに分けることができる。き裂が進展することによって誘起されるものと、材料そのものに内在する特性に依存し、き裂先端前方で作用するものの二つである。前者の代表としては、これまで述べてきたような粒子架橋効果⁷⁾や、正方晶ジルコニア多結晶体に見られる、応力誘起変態⁸⁾に起因する、き裂先端よりも後方での圧縮残留応力の効果などが挙げられる。また後者の例としてはき裂先端近傍での微小き裂発生によるエネルギー散逸の効果やき裂が偏向して進展する効果⁹⁾、局所的な圧縮残留応力による遮蔽効果¹⁰⁾などが挙げられる。ここでは、実際に耐加工損傷性がSC1材に比べ大きく向上しているSC2材を例に、その強靱化機構について検討した。

表4-4はSC2材について、室温と1400 $^{\circ}\text{C}$ において破壊靱性および平滑材の強度の比較を行った結果である。なお破壊靱性は、SENB法の一種で先端半径が20 μm 以下の非常に鋭い切り欠きを導入するSEVNB (Single Edge V-Notched Beam) 法¹¹⁾により測定した。本手法は予き裂を導入しないことから粒子架橋効果によるき裂進展抵抗の増加はほとんど無視することができる。

表4-4に示す室温におけるSEVNB法の結果と、表4-1に示すSEPB法の結果との差は、数%程度に止まっている。また、図4-1に示すようにSC2材(同図(b))の微構造はSC1材(同図(a))と比較して粒子架橋効果の発現に有効と考えられる、大きな板状結晶が特に多いというわけではない。これらのことから、SC2材においては、粒子架橋効果の影響は小

表4-4 SC2材の室温および1400℃における破壊靱性と平滑材強度

	室温	1400℃
破壊靱性 (MPa·m ^{1/2})	5.44	3.95
平滑材強度 (MPa)	413	350

さく、き裂先端前方で作用する強靱化機構の影響が大きいということが出来る。次に、局所的な圧縮残留応力の効果について検討してみる。

残留応力は、同一面内における積分値が0となるような分布となるので、圧縮応力領域が存在すればそれに対応する形で引張り応力領域が存在する。ところで、残留応力の存在は、何らかの方法でこれを解放し、そのときの破壊靱性の変化を調べれば確認できる。一般に焼結体中の内部残留応力は熱膨張係数の不均一に起因する¹²⁾ものと考えられ、高温に加熱することによって解放される。表4-4に示すように、1400℃においては破壊靱性が室温における値に比べ約30%低下する。同じく1400℃における平滑材強度は350MPaで約14%の低下となった。本材料は焼結助剤としてアルミナが添加されているが、その多くは粒界三重点に存在し、結晶粒界ではほとんど見られないことが知られている¹³⁾。したがってガラス相が存在するとしても、このアルミナ粒子の周囲に限定され、通常の窒化ケイ素セラミックスで見られるようなガラス相の軟化による破壊靱性の低下は生じにくいと考えられる。平滑材強度の低下量が破壊靱性の低下量に比べて小さいことから、ガラス層の軟化はむしろ、き裂先端の鈍化などを引き起こし、き裂進展を抑える方向に作用していると考えられる。これらのことから、引張り残留応力領域が存在するにしてもその絶対値は小さく、SC2材における強靱化に対しては、圧縮残留応力の影響が大きいことが示唆される。

以上のような議論から、研削加工によって生じるような短いき裂に対しては、粒子架橋効果のようなき裂先端後方で作用するタイプの強靱化機構は有効ではないことが明らかとなった。また、耐加工損傷性の向上に対しては材料内部の局所的な圧縮残留応力のような、き裂先端前方で作用するタイプの強靱化機構が望ましいことが示唆された。

4.3.3 限界最大砥粒切込み深さの温度依存性

前項において限界最大砥粒切込み深さ g_{cr} は、主に材料の破壊靱性および平滑材強度に影響されることを明らかにした。この二つの強度特性が温度依存性を有する場合、 g_{cr} も温度によって変化すると考えられる。平滑材の部材使用温度における強度を $(\sigma_o)_H$ とすれば、式 (3-5) より、研削加工材の部材使用温度における限界最大砥粒切込み深さ $(g_{cr})_H$ は

$$(g_{cr})_H = \left(\frac{K_{Ic}}{Y\sqrt{\pi A}} \right)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{(K_{Ic})_H}{K_{Ic}} \right)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{1}{(\sigma_o)_H} \right)^{\frac{3}{2}} - \alpha_n \quad (4-3)$$

で表される。式 (4-3) および (2-9) の右辺第2項を移項し両者の比をとると次式が得られる。

$$\frac{(g_{cr})_H + \alpha_n}{g_{cr} + \alpha_n} = \left(\frac{(K_{Ic})_H}{K_{Ic}} \right)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{(\sigma_o)_H}{\sigma_o} \right)^{\frac{3}{2}} \quad (4-4)$$

上式は、部材使用温度と室温における破壊靱性の比が、平滑材強度の比よりも大きいとき g_{cr} が増大することを示している。これを図示すると、図4-7のようになる。例えば、SC1材は第3章で示したように、破壊靱性および平滑材強度が両者とも温度上昇とともに増大するという特徴を有する。破壊靱性および平滑材強度の変化率、1.29と1.15とから式 (4-4) 右辺の値は、1.19となる。一方、実際の室温および1200℃における限界最大砥粒切込み深さは、式 (3-2) および (3-6) にそれぞれの温度における平滑材強度の値を代入することで求められ、その値はそれぞれ0.17、0.36 μm となる。 $(g_{cr} + \alpha_n)$ の変化率は1.2となり、図中の (○) に示すように上記の計算値とほぼ一致する。

式 (2-1) に示した g の定義から分かるように、 g_{cr} を2倍にできるということは、研削作業条件のうち例えば、テーブル速度のみを変化させるとす

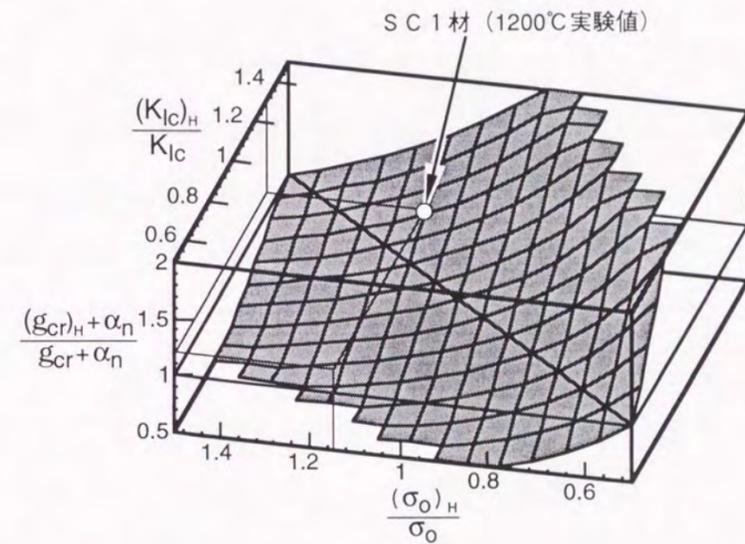


図4-7 温度上昇による破壊靱性および平滑材強度の変化率と限界砥粒切込み深さとの関係

ると、これを8倍に増加させることを意味し、部材使用温度における強度を基準に加工条件を定めることにより、加工能率を大きく向上させ得ることとなる。

次にSC2材の場合について考えてみる。4.3.2項で述べたように1400℃において、破壊靱性は室温における値より約30%低下するが、平滑材強度は350MPaと14%程度の低下にとどまる。式(4-3)より g_{cr} は、約25%減少することが予想される。したがって、この場合、SC1材とは逆に、部材使用温度の上昇に対しては加工能率を低くしなければならない。

4.4 結言

本章では、第2章において示した、限界最大砥粒切込み深さ g_{cr} が破壊靱性、押し込み抵抗、平滑材強度など、材料の機械的特性の関数として与えられることを導き、炭化ケイ素、窒化ケイ素、アルミナの3種類の材料系の、合計6種類の材料を用い、その実験的検証を行った。その結果 g_{cr} は、主に破壊靱性および平滑材強度に影響されることが明らかとなった。

また、この g_{cr} と材料の機械的特性との関係を用いて、in situ複合化窒化ケイ素の研削加工による強度劣化を、そのき裂進展抵抗曲線(Rカーブ)を基に見積を行った。その結果、 g_{cr} はき裂が進展し始める時点でのき裂進展抵抗 K_{Ri} から予測される値とほぼ等しく、本材料において支配的な強靱化機構である粒子架橋効果が、耐加工損傷性の向上には有効でないことが明らかとなった。これは、一般に研削加工によって生じる表面き裂の寸法は小さく、き裂先端よりも後方の破面に作用する粒子架橋効果によって、き裂進展抵抗が上昇するために十分な長さに達しないことに起因すると考えられた。さらに、高靱性の常圧焼結炭化ケイ素について、その強靱化機構について検討した結果、耐加工損傷性の向上に対しては、材料内部の局所的な圧縮残留応力

のような、き裂先端前方で作用するタイプの強靱化機構が望ましいことを明らかにした。

最後に、破壊靱性および平滑材強度が高温下で温度依存性を有する場合の、 g_{cr} の変化率について検討を行い、高温と室温における破壊靱性の比が、平滑材強度の比よりも大きいとき g_{cr} が増大することを導き、実験結果ともほぼ一致することを明らかにした。

5.1 緒言

一般に、セラミックスなどの脆性材料の強度は最弱リンク説に従い、部材中の最も弱い部分の強度すなわち、部材中に含まれる最も大きな欠陥の大きさによって支配される。そのため、強度は欠陥の大きさの分布特性に依存したばらつきを持つこととなり、統計学的取り扱いが必要で、一般にはワイブル統計理論が用いられることが多い¹⁾。本来ワイブル分布は1種類の原因による破壊への適用を想定した分布モデルであるが、複数の破壊原因による破壊に対して適用可能な修正モデルもいくつか提案されている^{2), 3)}。

このように強度にばらつきのある材料を用いて部材設計を行う場合、平均強度だけを用いて部材に負荷できる応力を決定することは極めて危険となる。例えば、市販のセラミックスとして一般的な二母数ワイブル分布で近似したときのワイブル係数が10程度の材料について考えると、平均強度の80%の応力においてさえ破壊確率が約8%に達し、実用的には無視できない危険度となる。したがって部材の信頼性を考えるうえでは、平均強度を代表値とするよりも、むしろ、それ以下では絶対に破壊しない応力（最低保証強度）の方が重要となる。しかしながら現状ではセラミックスにおいて最低保証強度が存在するかどうかは明確ではないため、予め一定の負荷を加えて、ある強度よりも弱いものを除去する保証試験を行うか、あるいは十分低い破壊確率における破壊応力を最低保証強度の代用とすることが多い⁴⁾。

ところで、平滑材の場合には、強度は材料に内在する欠陥（自然欠陥）によって支配されるが、研削加工材ではこれに加えて、加工によって生じた欠陥（加工欠陥）が強度に影響を及ぼすこととなる。研削加工材の強度はこれまで述べてきたように最大砥粒切込み深さ g の関数として与えられる。第2章において示したように、加工中の砥粒の摩耗などによる g の変動はほとん

ど無視できる。したがって研削加工材においては、材料に内在する自然欠陥と加工条件によって決まる加工欠陥の二つの破壊原因が競合する状態にあると考えられる。

本章では、最大砥粒切込み深さ g と研削加工材の最低保証強度との関係を明らかにするために、加工欠陥の分布を、Knoop圧子圧入により発生するき裂の分布で近似した研削加工材強度分布モデルを提案するとともに、モデルを利用した強度分布特性の計算機シミュレーションを行い、その実験的検証を行う。

5.2 研削加工材の強度分布

5.2.1 強度分布モデル

研削加工材強度は加工条件すなわち g によって、その平均値が変化するとともに、ばらつきの程度も変化する。図5-1は、SC1材について平滑材および粒度200の砥石による研削加工材($g=0.57, 1.10, 1.99\mu\text{m}$)の破壊確率分布を第2章の場合と同様に次式で表される二母数ワイブル分布に従うと仮定し、ワイブル確率紙上に表したものである。

$$F = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma}{\xi}\right)^m} \quad (5-1)$$

ここで、 m は形状母数（ワイブル係数）、 ξ は尺度母数である。 g が小さく強度が平滑材強度に近いほど、研削加工材強度のワイブル係数は小さくなり、平滑材のワイブル係数に近づくことが分かる。すなわち、加工欠陥が小さくなればなるほど自然欠陥に強度が支配される割合が高くなることを示している。そこで本研究では、図5-2に模式的に示すような強度分布モデルを用いることとした。まず、図に示すように自然欠陥によって支配される強度分布（分布1）と、加工欠陥によって支配される強度分布（分布2）を考える。分布1は平滑材の強度分布から求めることができる。一方、第2章で示した

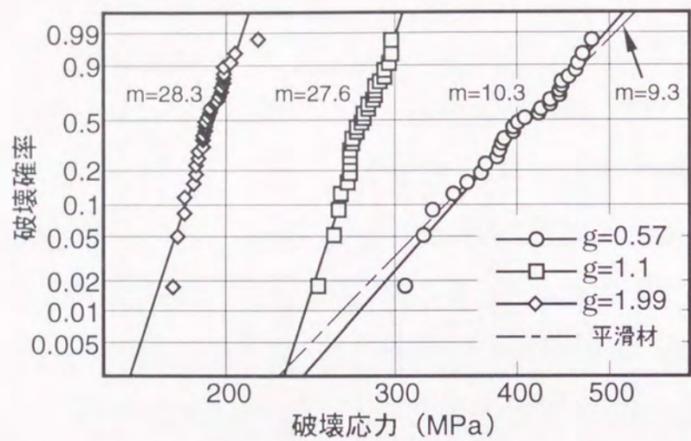


図5-1 加工条件による強度分布の変化 (SC1材)

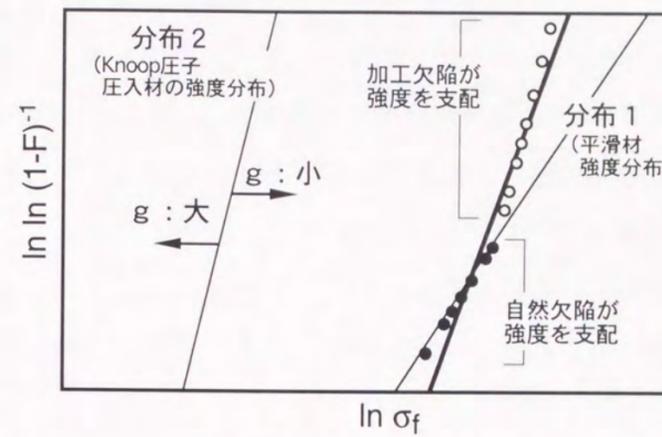


図5-2 研削加工材の強度分布モデル

ように、ほとんどすべての試験片の強度が加工欠陥によって支配されると考えられる g の大きい加工条件の下では、強度のばらつきは小さく、Knoop圧子圧入材とはほぼ同程度である。したがって、加工欠陥によって支配される分布 2 は Knoop 圧子圧入材の強度分布で近似することとした。分布 2 は g によって分布の形が変化することはない、平均値のみが変化するものとする。つまり、 g が大きくなれば左へ、 g が小さくなれば右へ、X 軸方向に平行移動すると考える。前述のように研削加工材の強度は加工欠陥と自然欠陥との競合すなわち、大きい方の欠陥によって支配されるので、分布 1 を表す曲線と分布 2 を表す曲線との交点よりも上では加工欠陥に、交点よりも下では自然欠陥によって強度が支配される。交点の位置は g が十分小さい場合には上方へ移動し、実質的には強度は自然欠陥に支配され、 g の十分大きい場合には下方に移動し、加工欠陥に支配される割合が大きくなる。

5.2.2 強度分布シミュレーション

上述のような強度分布モデルを基にして、計算機シミュレーションにより研削加工材の強度分布を求めた。初期値として用いる強度分布特性は、第 2、3 章で用いたものと同じの炭化ケイ素セラミックス (SC 1 材) のそれを用いることとし、分布 1 の特性は平滑材の 4 点曲げ試験結果 (試験片本数 120 本, $m_1=9.3$, $\xi_1=427\text{MPa}$) を用いた。また分布 2 のワイブル係数は、第 2 章で示した Knoop 圧子圧入材の強度分布のそれ (試験片本数 30 本, $m_2=32.5$) を用いた。

シミュレーションの手順を以下に示す。ここでは試験片本数 30 本の場合について計算を行った。

- (1) まず、図 5-2 における分布 2 の位置を決めるため、平均強度 μ_2 を仮定し、尺度母数 ξ_2 を次式⁵⁾ から算出する。

$$\xi_2 = \frac{\mu_2}{\Gamma\left(1 + \frac{1}{m_2}\right)} \quad (5-2)$$

ここで、 Γ はガンマ関数である。

- (2) 次に、30 個の乱数を発生させてこれを仮の破壊確率 F_i' とし、次式より分布 1 および 2 の破壊応力 σ_1 , σ_2 を算出する。

$$\sigma_i = \xi_i \left(\ln \left(\frac{1}{1-F_i'} \right) \right)^{\frac{1}{m_i}} \quad (i=1,2) \quad (5-3)$$

- (3) σ_1 , σ_2 をそれぞれ昇べきの順に並べ替え、同じ順序数同士で大小比較を行い、小さい方を選択して、30 本の強度を定める。

- (4) 破壊確率 F は次式で表される対称試料累積分布法⁶⁾ を用いて計算する。

$$F = \frac{i-0.5}{n} \quad (5-4)$$

ここで、 i は昇べきの順に並べたときの順序数、 n はサンプル数である。

- (5) 最後に強度の算術平均 σ_m (以下、平均強度と呼ぶ)、ワイブル係数 m および、尺度母数 ξ を算出する。

上記の (1) ~ (5) の手順を繰り返し、 σ_m および m の 500 回の試行における平均値を求める。このようにして求めた平均強度から、下記のような SC 1 材の研削加工材強度の回帰式、式 (3-2) を用いて g を算出する。

$$\sigma_i = 425(g+0.772)^{\frac{2}{3}}$$

分布 2 の平均強度をランダムに変化させ、上記の手順に従って σ_m および m を求めることにより、これらの g に対する変化を調べることができる。

また本研究では、最低保証強度を破壊確率 0.01% における破壊強度と定義し、これをシミュレーションにより求めた m および ξ を用いて算出した。

5.3 結果と考察

図5-3は上述のようなシミュレーションにより、 g に対する m の変化を調べた結果である。研削加工材強度の平均強度が平滑材強度すなわち、分布1の平均強度にはほぼ等しくなる $g=0.3$ において m は約9となり、分布1のそれとほぼ等しい値となる。一方 g が1.5よりも大きい領域では、ほぼ一定値を示し分布2のワイブル係数32.5とほぼ同一の値となっている。 g の増加に対する m の変化を見ると、分布1の値から分布2の値に連続的に変化することが分かる。

図5-4は、同じく g に対する破壊確率0.01%における破壊強度すなわち、本研究で定義した最低保証強度の変化をシミュレーションにより調べたものである。図中の実線は平均強度を示し、(○)は、最低保証強度を示す。最低保証強度は g の増加に対して一旦増加した後、減少に転じ極大値が存在することが分かる。この極大値の存在の意味について最適加工条件を定める立場から考えてみる。平均強度は g の増加に対して単調に低下するので、強度を低下させない条件の中で加工能率が最も高いという意味では g_{cr} が最適加工条件となる。一方、最低保証強度を基準にすると、これが極大となる点がまさしく最適加工条件であり、しかも g_{cr} よりも高い能率での加工が可能となる。

次に、上述のシミュレーション結果と研削加工材の実際の強度分布との比較を行った。曲げ試験片の加工は3章で示したものと同様の手法を用いた。ただし同時に加工する試験片本数は30本とし、加工条件は $g=0.64, 1.10, 1.99, 2.97\mu\text{m}$ の4種類とした。各加工条件における強度分布の回帰式から計算した最低保証強度および平均強度をそれぞれ、図5-4の(●)および(■)で表す。シミュレーション結果は実験結果と比較的よく一致しており、本章で用いた強度分布モデルが実際にほぼ適合していることが分かる。

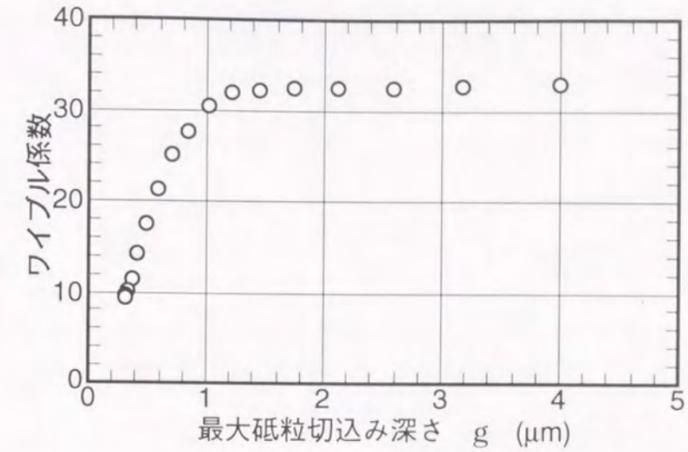


図5-3 加工条件によるワイブル係数の変化

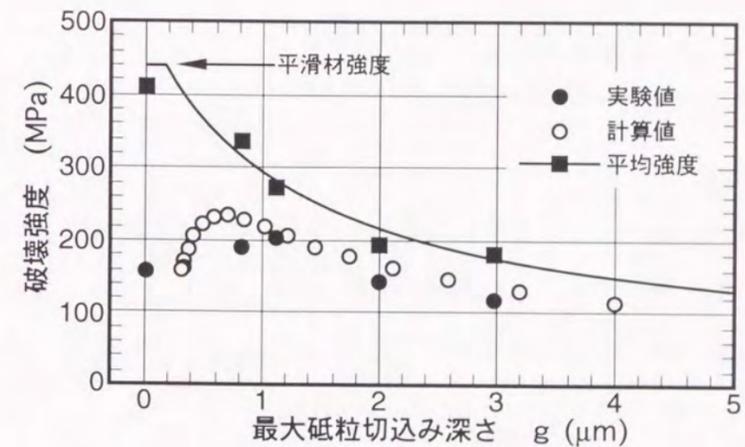


図5-4 最大砥粒切込み深さに対する最低保証強度 (破壊確率0.01%における強度) の変化

上述のように、研削加工材の最低保証強度をシミュレーションにより予測することができる。また、第2章、第3章および、第4章において述べたように、研削加工材の即時破壊強度は最大砥粒切込み深さ g のべき関数として定式化でき、しかも供試材の破壊靱性、平滑材強度、押し込み抵抗が分かれば破壊強度の見積ができる。

これらを一連の手順としてまとめると、図5-5に示すようになる。すなわち、供試材の機械的特性および、平滑材とKnoop圧子圧入材のワイブル分布特性が与えられたとき、

- (1) まず式(4-1)を用い、 α_n を仮定することにより g_{cr} を求める。
- (2) $g=g_{cr}$ で $\sigma_f=\sigma_0$ の条件をみたす、式(2-8)に示す関数形の強度表示式を求める。
- (3) 5.2.2項に示したようなシミュレーション手法により平滑材とKnoop圧子圧入材のワイブル分布特性とから、 g と最低保証強度との関係を求める。

上述の手順により、加工条件と供試材の機械的特性および、平滑材とKnoop圧子圧入材のワイブル分布特性が分かれば、研削加工材の最低保証強度を基準としたときの最適加工条件を推定することができる。

5.4 結言

研削加工材強度分布のシミュレーションを行い、最大砥粒切込み深さ g と強度分布特性との関係について検討した。シミュレーションを行うにあたって、加工欠陥に支配される場合の強度分布をKnoop圧子圧入によりき裂を導入した場合の強度分布で近似した。

その結果、ワイブル係数は g の増加に対して、平滑材の値からKnoop圧子圧入材の値に連続的に変化し、 g が $1.5\mu\text{m}$ よりも大きい領域では、ほぼ一定

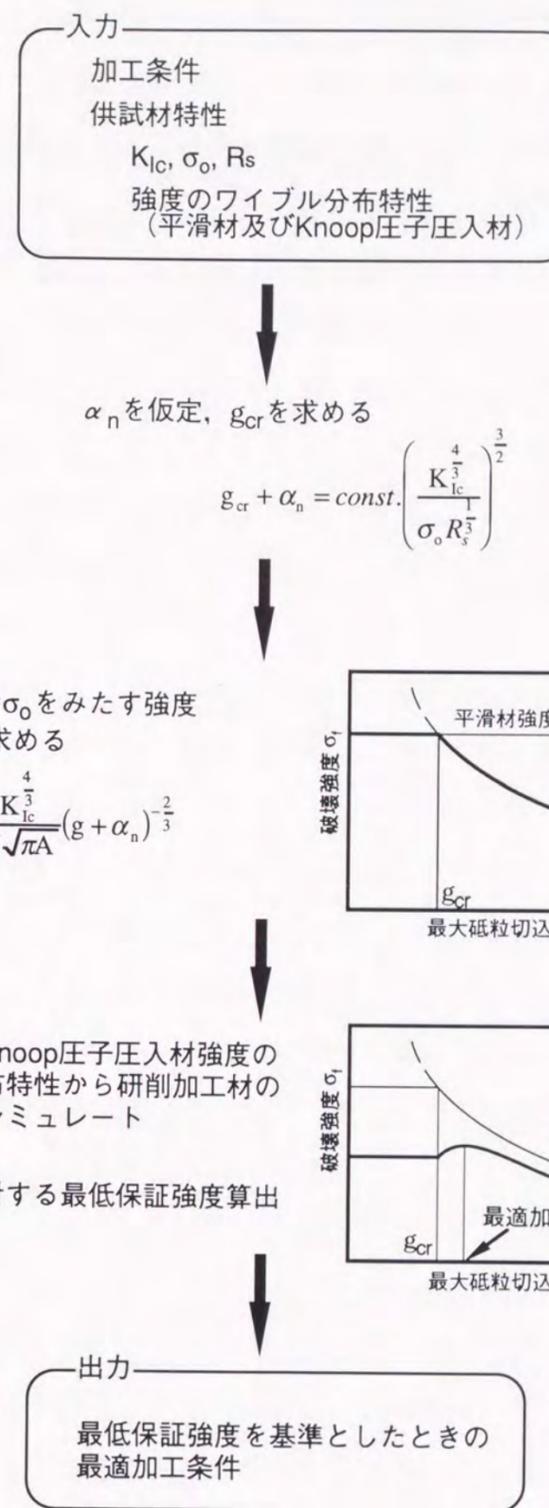


図5-5 最低保証強度を基準とする最適加工条件の見積方法

となった。また、最低保証強度は g の増加に対して極大値が存在する。このことから、最低保証強度を基準に考えると、最適加工条件が存在し、しかも、その条件下では平均強度が低下しない加工限界よりも高能率な加工が可能であることが明らかとなった。

炭化ケイ素セラミックス (SC1 材) を供試材として実験的検証を行った結果、シミュレーション結果は実験結果と比較的よく一致することを確認した。

第6章 疲労特性に及ぼす研削加工損傷の影響

6.1 緒言

これまで第2章から第5章においては、即時破壊強度すなわち、短時間の応力負荷に対する材料の挙動について議論してきた。しかし、セラミック部材に求められているのは、金属材料では耐えられないような厳しい高負荷応力あるいは腐食性雰囲気の下で、その優れた特性を長期間、発揮し続けることである。例えば、実用化が期待されている産業用ガスタービン部材では、数カ月から一年単位の連続運転に耐えることが必要とされている¹⁾。したがって、セラミック部材の特性評価においては、想定される応力条件の下で使用期間中に破壊しないだけの信頼性を確保するために、部材の疲労特性を正確に把握することが不可欠となる。

一般にガラスの室温における疲労挙動は、大気中の水分を腐食種とする、応力腐食によるゆっくりとしたき裂進展 (スロークラックグロース) に起因すると考えられている²⁾。セラミックスの場合においても、アルミナなどの酸化物セラミックスやガラス相を含む非酸化物セラミックスに関して、同様の応力腐食によるき裂進展が観察されることが報告されている³⁾。また、高温におけるセラミックスの疲労挙動は、温度上昇に伴う粒界ガラス相の軟化が主因と考えられている⁴⁾。それぞれメカニズムは異なるが、室温、高温のいずれにおいても、セラミックスの疲労挙動は、材料に潜在するき裂のスロークラックグロースによって引き起こされる。

第2章および第3章においては、研削加工条件とその加工損傷の程度について検討を加え、研削加工材表面に残留するき裂によって部材強度が支配されることを明らかにした。このようなき裂は、材料に内在する欠陥とは形状、寸法、分布密度などが異なるものであり、き裂進展速度に何らかの影響を与える可能性がある。本章では、定負荷速度試験 (動疲労試験) により、き裂

進展速度を表すパラメータである疲労指数 n (以下 n 値とする) を求め、室温および高温において、研削加工損傷がセラミック部材の疲労挙動、寿命に及ぼす影響について調べるとともに、その原因について検討を行う。

6.2 実験方法

動疲労試験は応力速度 $\dot{\sigma}$ と破壊強度 σ_f との関係を調べることによりき裂進展挙動を評価する手法の一つである。スロークラックグロースが観察される場合のき裂進展速度に関しては、特に、応力腐食が主因と考えられている室温での現象に対して反応速度論的な解析も行われているが、一般には、数学的取り扱いの簡単な、べき乗則と呼ばれる次式で表せることが経験的に知られている⁵⁾。

$$\frac{dc}{dt} = AK_1^n \quad (6-1)$$

ここで c はき裂長さ、 A は定数である。また、 K_1 はモード I の応力拡大係数で

$$K_1 = Y\sigma\sqrt{\pi c} \quad (6-2)$$

で与えられる。 Y はき裂の形状係数、 σ は負荷応力である。負荷開始からの経過時間 t における応力 $\sigma(t)$ は次式で与えられる。

$$\sigma(t) = \dot{\sigma} t \quad (6-3)$$

式 (6-2) と (6-3) を式 (6-1) に代入し、 t について積分を行い、破壊強度 σ_f と破壊までの経過時間 t_f との関係

$$\sigma_f = \dot{\sigma} t_f$$

を用いると、次式のような $\dot{\sigma}$ と σ_f との関係式が得られる。

$$\sigma_f = C\dot{\sigma}^{\frac{1}{n+1}} \quad (C=\text{const.}) \quad (6-4)$$

σ_f と $\dot{\sigma}$ との関係は両対数グラフ上で直線で表されることとなり、 n 値は直線

の傾きとして最小二乗法により求められる。また通常、セラミックスは室温において弾性変形領域から破壊に至るので応力速度は試験機のクロスヘッド速度 w に比例するとして、式 (6-4) は次のように書き直すことができる。

$$\sigma_f = C' w^{\frac{1}{n+1}} \quad (C'=\text{const.}) \quad (6-5)$$

一方、一定負荷応力 σ の下での寿命すなわち、静疲労寿命 t_f' は次のように導かれる。まず、式 (6-2) を t で微分し、式 (6-1) を用いて整理する。これを K_1 について積分し、整理すると次式のように表される。

$$t_f' = \frac{1}{n+1} C^{n+1} \sigma^{-n} \quad (6-6)$$

この式から分かるように、 n が小さいほど応力-寿命線図における直線の傾きが大きくなり、同じ応力レベルでの寿命は短いすなわち、き裂進展速度は増加する。

6.2.1 室温動疲労試験

本実験においては破壊応力は上部スパン10mm、下部スパン30mmの4点曲げ試験により測定を行い、クロスヘッド速度は0.5, 0.05, 0.005, 0.0005 mm/minの4段階とした。各速度における試験片本数は3~5本とした。試験は室温大気中で行い、一部については真空中(10^{-5} Torr)でも行った。また、一定負荷応力の下での寿命を調べる静疲労試験も行った。

供試材は第3章および第4章で用いたものと同じのホットプレス窒化ケイ素 (HP SN材) と、常圧焼結アルミナ (A材)、常圧焼結窒化ケイ素 (SSN材)、常圧焼結炭化ケイ素 (SC2材) の4種類である。後二者の主な添加元素を表6-1に示す。なお、A材は不純物として0.16wt%のマグネシウムを含む。

表6-2に研削加工条件を示す。第3章の場合と同様に厚さ3.1mm、幅4mm、長さ38mmに予め加工したものの下部スパン側表面を、長手方向に対

表6-1 供試材の主な添加元素

	添加量 (wt%)	
	Al	Y
SSN	3.4	6.7
SC2	2.2	

表6-2 加工条件

砥石周速	1500	m/min
テーブル速度	0.2 ~ 10	m/min
砥石切込み量	12	μm(#100)
	8	μm(#200)
	4	μm(#400)
	2	μm(#600)
トラバース量	5	mm/pass

して直角方向に、再研削した。ところで、最大砥粒切込み深さ g はその値が大きいほど研削加工材の強度低下量は大きくなり、損傷の程度がひどくなることを表すが、その定義式(2-1)が示すように、 g の増減に対しては砥粒粒径すなわち砥石粒度が最も影響することが分かる。そこで、まず砥石粒度が n 値に及ぼす影響について調べた。このときテーブルスピードは10 m/min に固定した。次に、テーブルスピードを調節して g を細かく変化させ g と n 値との関係について調べた。加工損傷の全くない平滑材の特性は、第3章の場合と同様にラッピング仕上げを行った試験片を用い測定した。

Knoop圧子の圧入により表面き裂を導入した試験片を準備し、その動疲労特性についても調べた。圧入荷重は49Nで、保持時間は15秒とした。残留応力の影響を取り除くために圧入後に表面を30μmラッピングにより除去した⁶⁾。

また、研削加工によって生じるき裂の深さの指標として、強度を平滑材強度に回復させるのに必要な表面除去厚さを測定した。表面除去はラッピングにより行った。

6.2.2 高温動疲労試験

供試材は室温動疲労試験で用いたものと同じのH P S N材で、研削加工材と平滑材を用意した。研削加工は粒度200の砥石を用い、テーブルスピードは10m/minの条件で行った。他の加工条件や試験片の寸法、加工方法などは室温の場合と同一である。試験温度は1100℃とし、高温酸化の影響のない条件下で試験を行うために、試験雰囲気は真空中とした。クロスヘッド速度は室温の場合と同一で、各速度における試験片本数は5本とした。なお、高温ではスロークラックグロースによるき裂進展量が室温に比べ大きく、各試験片毎のばらつきも大きいため、試験時の荷重-変位曲線から応力速度を求め、これと破壊強度との関係から n 値を求めた。

6.3 結果と考察

6.3.1 室温疲労特性

6.3.1.1 研削加工による n 値の変化

図6-1はHPSN材の動疲労試験におけるクロスヘッド速度と破壊強度との関係を示す。砥石粒度は100から600の4種類とした。粒度100, 200および400の砥石を用いた場合、平滑材に比べ強度レベルが低下するとともに、近似直線の傾きがわずかに大きいことが分かる。研削加工材のn値は60前後で、平滑材の値の約90よりも明らかに低下している。一方、粒度600の砥石を用いた場合、n値は低下していないことから、粗い砥石を用いると加工損傷により疲労特性が劣化すると考えることができる。このようなn値の低下は、図6-2(a)~(c)に示すように、代表的酸化物セラミックスであるA材、HPSN材と種類は異なるが焼結助剤としての酸化物を含むSSN材、SC2材のいずれについても見られた。

6.3.1.2 n 値の低下の原因

前述のように、セラミックスの室温における疲労挙動は、材料に潜在的に存在するき裂が大気中の水分によって応力腐食を受け、スロークラックグロースを生じることに起因する。そのため、疲労挙動を示すかどうかは、強度を支配するき裂先端に水分が存在するか否かによって決まると考えられる。図6-3はHPSN材の真空中における動疲労試験の結果を示すもので、比較のために大気中の結果(図6-1)を一点鎖線で示している。真空中での破壊強度には、速度依存性が見られないことから、スロークラックグロースが生じていないと考えられる。これらのことから、研削加工材のn値の低下は主にき裂先端の応力腐食の程度に依存することが示唆される。このほかn値に影響を及ぼす因子としては、強度を支配するき裂の寸法や加工損傷層中の微小き裂などが挙げられる。次にこれらについて検討を行った。

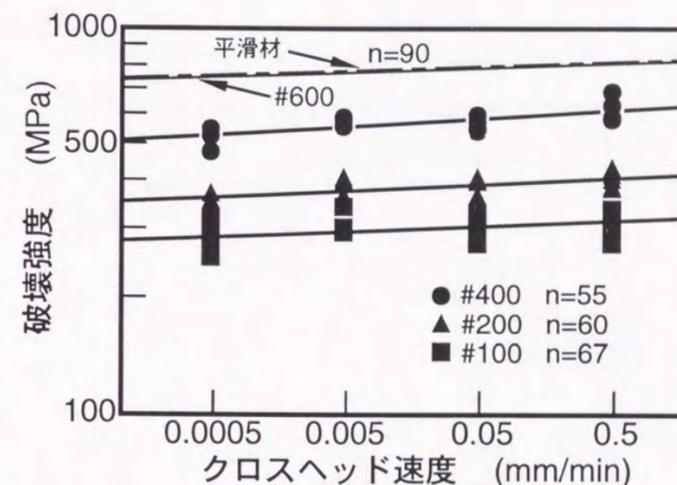
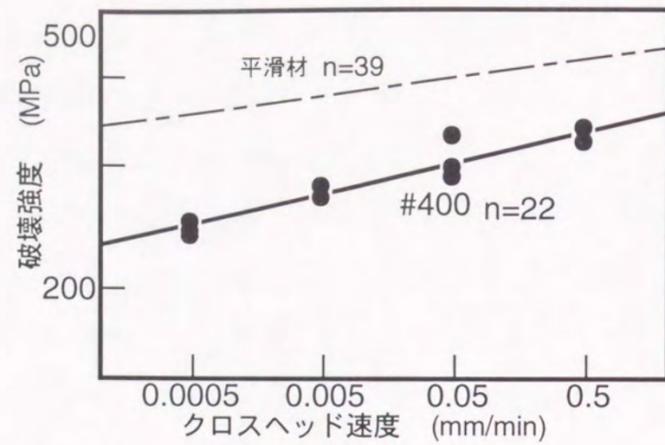
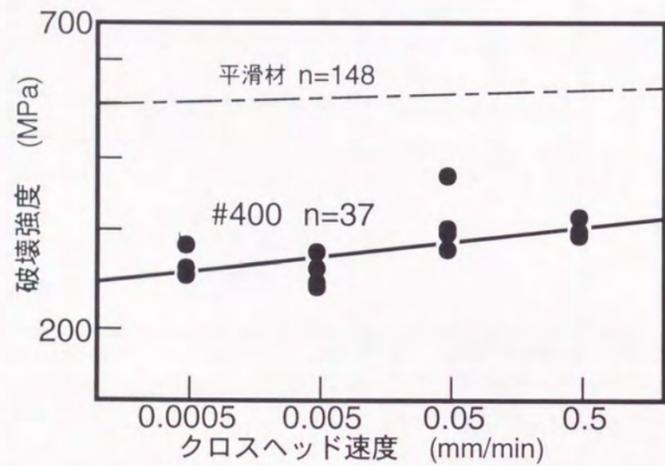


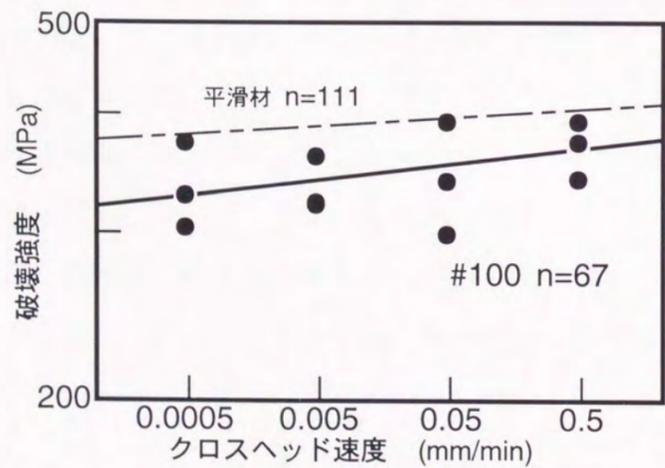
図6-1 ホットプレス窒化ケイ素 (HPSN材) の研削加工による n 値の低下



(a) 常圧焼結焼結アルミナ (A材)



(b) 常圧焼結窒化ケイ素 (SSN材)



(c) 常圧焼結焼結炭化ケイ素 (SC2材)

図6-2 研削加工によるn値の低下

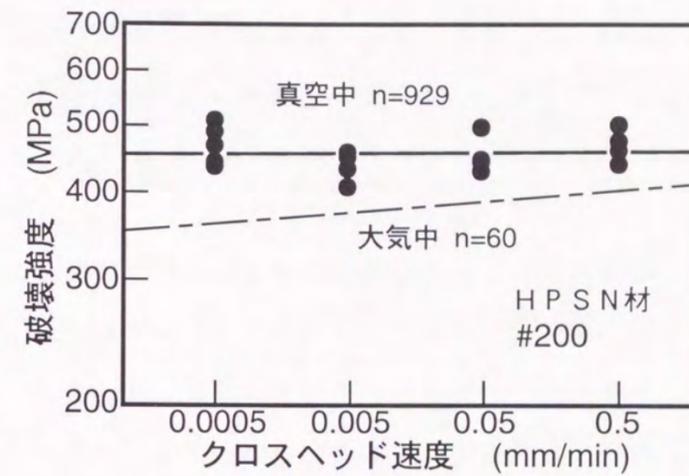


図6-3 研削加工材のn値に及ぼす雰囲気の影響

図6-1に示したように、 n 値の低下量は粒度400よりも粗い砥石では $n=60$ 前後ではほとんど変化がなく、砥石粒度すなわち加工損傷の度合いには依存しない。よく知られているように研削加工材の表面層には加工によるき裂が分布している。本研究では研削加工によるき裂深さの指標として、強度を平滑材強度に回復させるのに必要な表面除去厚さを測定した。図6-4は粒度200の砥石で加工した研削加工材の、ラッピングによる表面除去厚さと除去後の破壊強度との関係を示している。この場合、強度回復に必要な除去厚さは約17 μm と見積られる。粒度100および400の砥石による研削加工材についても同様な測定を行った。表6-3は砥石粒度による表面除去厚さと n 値の変化を示す。粒度が粗くなるに従って強度回復に必要な表面除去厚さは増大するが、 n 値はほとんど変化しないことから、 n 値の低下量はき裂深さには依存しないと言える。

第3章では、研削加工によって損傷を受けたセラミックスの強度と最大砥粒切込み深さ g との関係を示す。強度が単一のメディアンき裂によって支配されると仮定することによって定式化した。ただ、実際は大きなメディアンき裂だけではなく、微小なき裂も生じるものと考えられる。例えば、研削加工のモデル化実験である単粒研削においても、その条痕下に微小なき裂の分布する層が存在することが確認されている⁷⁾。したがって、研削加工材のき裂進展特性がこのような微小なき裂の影響を受ける可能性についての検討が必要となる。

ここでは、検討の方策として脆性材料にKnoop圧子を圧入した場合半楕円状のき裂が発生すること⁸⁾を利用した。すなわち、このき裂が潜在欠陥よりも大きければ材料の強度を支配すると考えて、微小なき裂の影響を受けない場合とし、研削加工材の結果との比較を行った。図6-5に示すように、Knoop圧子を圧入した場合の n 値は、研削加工材のそれに非常に近い値と

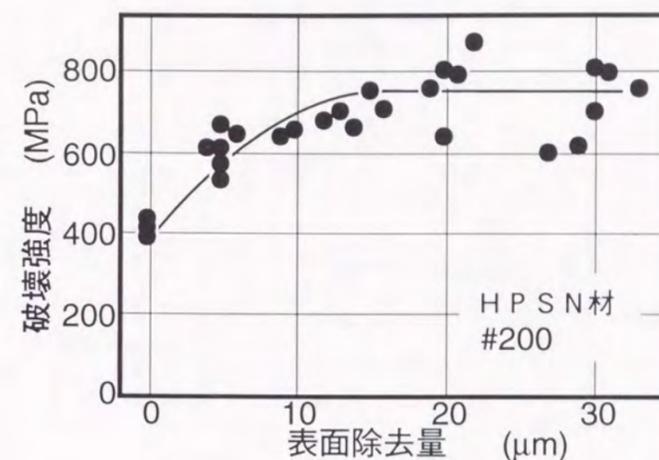


図6-4 研削加工材の強度回復に必要な表面除去量

表6-3 研削加工材の強度回復に必要な表面除去厚さと n 値との関係 (HPSN材)

砥石粒度 (粒度番号)	400	200	100
表面除去厚さ (μm)	17	24	77
n 値	55	60	67

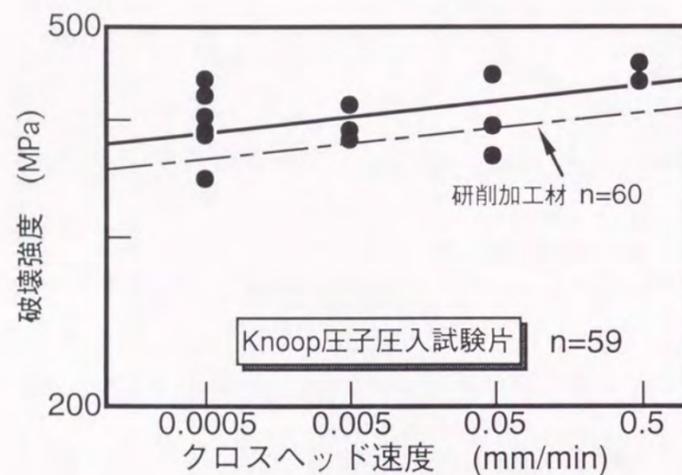


図6-5 Knoop圧子圧入によるき裂を導入した場合のn値
(HPSN材, 圧入荷重: 49N, 研削加工材は図6-1
砥石粒度200のデータ)

なった。即時破壊強度（クロスヘッド速度 $w=0.5$ m/min における値）が平滑材強度の約 $1/2$ まで低下していることから、強度はKnoop圧子圧入によるき裂のみによって支配されていると考えることができる。このことから、研削加工材におけるn値の低下は、強度と同様に単一のメディアンき裂によって支配されると仮定でき、微小き裂の影響は受けないと考えられる。

以上のような議論から、n値の低下は主にき裂先端の応力腐食の程度に依存するものと言える。大気中の水分は内部き裂よりも表面き裂の方がその先端へ到達し易いことを考えると、平滑材の強度を支配する欠陥は、表面欠陥と内部欠陥の両方を含むので、すべての欠陥が一樣に応力腐食の影響を受けるわけではない。一方、研削加工材の強度は加工によって発生した表面き裂に支配されるので、水分は強度を支配するすべてのき裂先端に到達すると考えられる。その結果、同じ応力速度においては、研削加工材強度は平滑材強度に比べ低くなり、n値は低下することとなる。

6.3.1.3 n値の低下を生じない加工条件

第3章において、研削加工によって損傷を受けたセラミックスは強度が低下するが、加工の際、最大砥粒切込み深さ g をある限界の値 g_{cr} よりも小さくなるように加工条件を選ぶことで強度低下を避けられることを明らかにした。図6-6は、強度の場合と同様に g に対するn値の変化を示している。 g が $1\mu\text{m}$ 以上の領域では g に無関係でほぼ一定の値を示すが、 g が $1\mu\text{m}$ 以下の領域ではn値は60から110の間で変動しながら急激に平滑材のレベルまで近づく傾向が見られ、n値に関しても、その低下を生じない限界の値 $(g_{cr})_f$ が存在することが示唆される。

6.3.1.4 研削加工材の室温疲労寿命

研削加工材の寿命に対する加工損傷の影響を、図6-7に模式的に示す。S-N曲線の下方への平行移動は加工による強度低下を示す。また、n値の

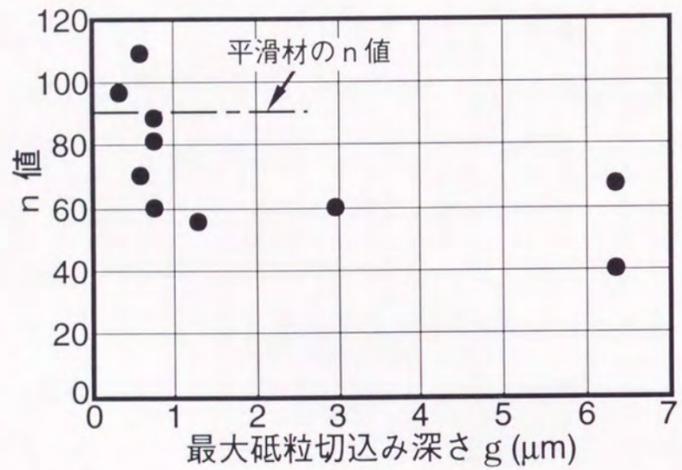


図6-6 加工条件による n 値の変化 (HPSN材)

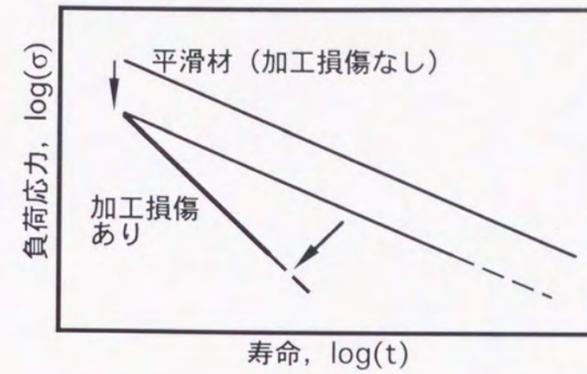


図6-7 寿命に及ぼす研削加工損傷の影響 (模式図)

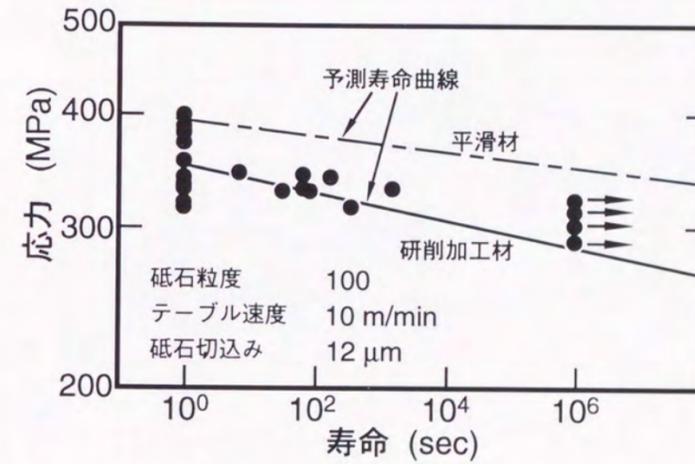


図6-8 研削加工損傷による寿命の低下 (SC2材, 寿命予測曲線は, 図6-2 (c) に示す動疲労試験の結果から算出)

低下はき裂進展速度の上昇を意味し、同じ応力レベルにおいては研削加工材の寿命は平滑材のそれに比べ短くなる。その結果、研削加工材のS-N曲線は両対数グラフ上で平滑材のそれよりも大きい傾きを持つこととなる。したがって、研削加工を行うセラミック部材の強度設計においては、即時破壊強度低下とともに寿命が短くなることに注意しなければならない。

研削加工されたSC2材の静疲労試験における応力-寿命の関係を図6-8に示す。図中の実線は図6-2(c)に示す動疲労試験の結果を用いて式(6-4)から求めた予測値を示す。両試験では同一加工ロットの試験片を用いている。また、図中の一点鎖線は平滑材の寿命の予測値を、矢印は負荷時間 1×10^6 秒においても破壊しなかったことを示している。研削加工による強度低下は平滑材に比べ約10%程度と小さいが、寿命は明らかに低下することが分かる。実験点はほぼ予測線に沿って分布しており、動疲労試験によって静的な負荷が加わる場合の疲労寿命を見積ることができることを示している。

6.3.2 高温疲労特性

6.3.2.1 高温疲労破面の観察

図6-9は、応力速度0.0242MPa/sの場合(同図(a))と25.0MPa/sの場合(同図(b))の破面を比較したものである。図中の白っぽく見える半楕円形の部分の大きさは0.0242MPa/sの場合の方が25.0MPa/sの場合よりも大きいことが分かる。図6-10は、図6-9(a)の試料の白っぽく見える半楕円形の内部(a)およびその外側の領域(b)を拡大して観察した結果である。図6-10(a)に示す領域では、凹凸が激しく、図中に矢印で示す結晶粒の引き抜けの跡などが観察され、粒界破壊が支配的であるのに対して、同図(b)に示す領域では、比較的凹凸が小さく粒内破壊が支配的となっている。したがって、白っぽく見える半楕円形の領域はスロークラックグロースによりき裂

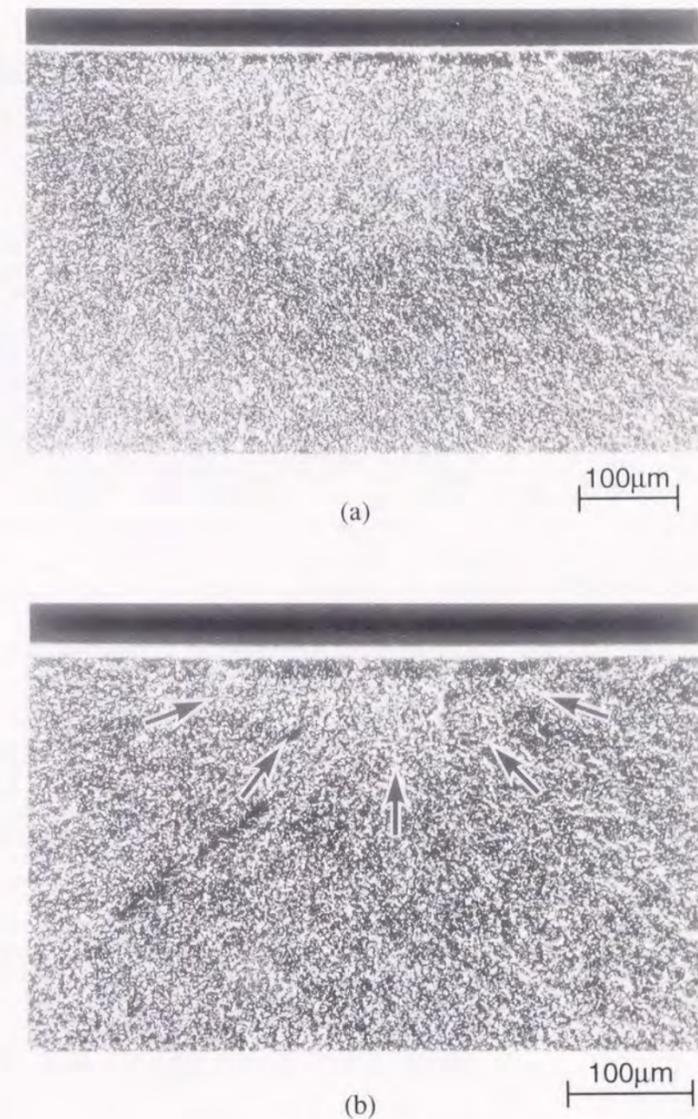


図6-9 研削加工材(HPSN材, 砥石粒度200, テーブル速度10m/min, 砥石切込み8mm)の高温疲労破面(1100°C)
応力速度:(a) 0.0242 MPa/s (b) 25.0 MPa/s

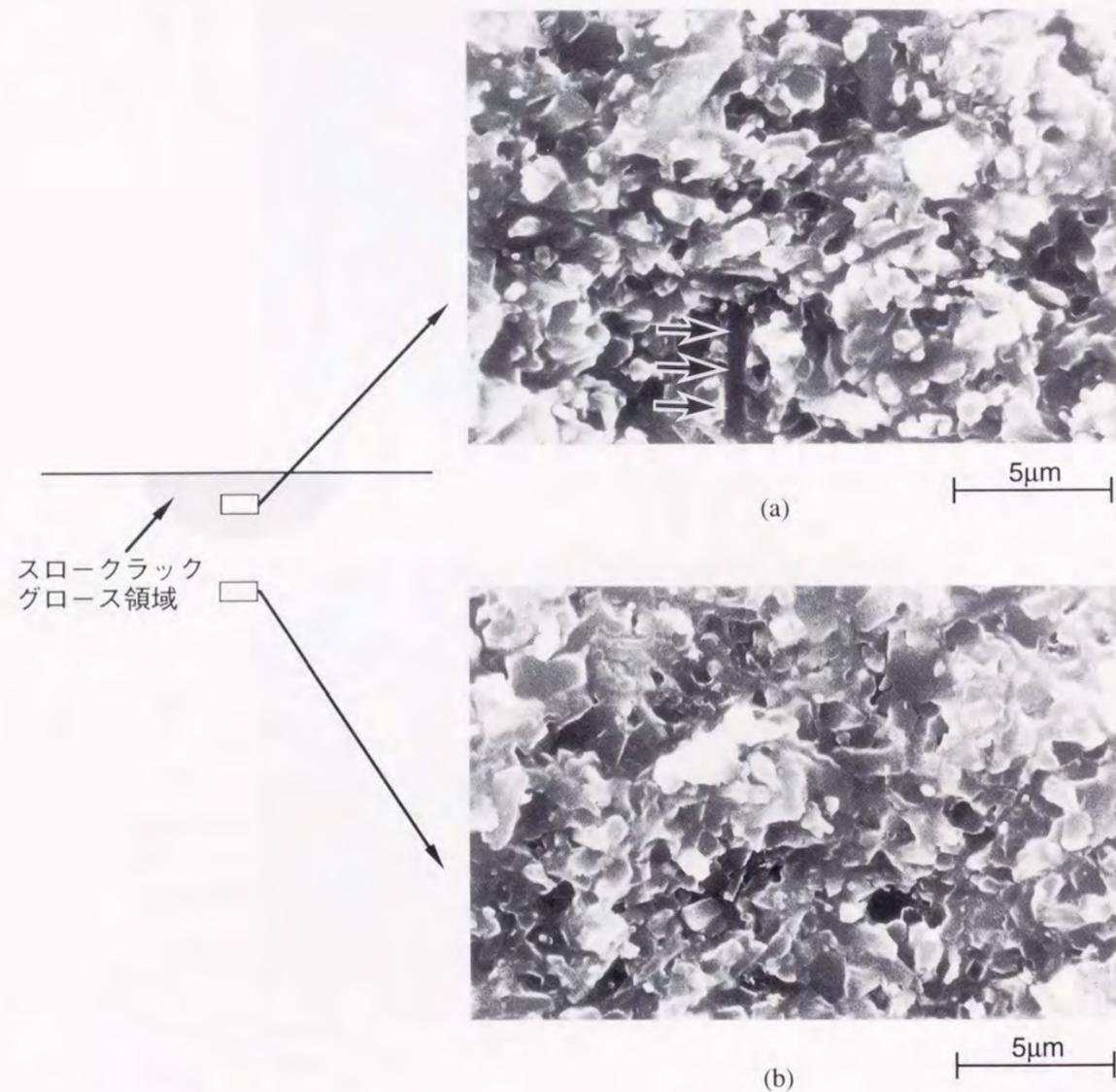


図6-10 研削加工材の高温疲労破面
 図6-9(a)におけるスロークラックグロース領域の
 (a)内側と、(b)外側

進展が生じた領域（SCG領域）で、その外側に急速破断した領域が広がっていると考えられる。前述のように応力速度が低い場合は、高い場合に比べて、SCG領域が大きいすなわち、き裂進展量が大きいため破壊強度が低下すると考えられる。

また図6-11に図6-9(a)の試験片表面近傍を拡大して観察した結果を示す。図から、試験片表面近傍には扁平な半楕円状に広がる粒内破壊の支配的な領域が観察される。このような領域は、研削加工材の場合、すべての試験片で複数観察されたが、平滑材においては全く観察されなかった。ところで、脆性材料にKnoop圧子を圧入した場合、圧痕直下に半楕円状のき裂が発生することはよく知られているが、本供試材の場合、このき裂は粒内破壊によって形成されることを確認している。したがって上述の粒内破壊領域は圧入試験と同様に、砥粒が供試材に押し込まれたときに形成されたと推定される。さらに、図6-12は、この粒内破壊領域の深さの分布を調べたものであるが、分布範囲が20μm前後で非常に狭いことが分かる。これは、第5章で示したように、加工損傷の程度のばらつきが小さく、研削加工材の強度のばらつきが小さいことと対応しているものと考えられる。以上のことから、研削加工材表面の粒内破壊領域は、加工によって生じた表面き裂（加工き裂）あるいは、その一部と見なし得る。加工き裂の形状・寸法などについては次項で詳しく検討する。

6.3.2.2 加工き裂モデル

研削加工材の疲労き裂進展における初期欠陥は、加工き裂と考えることができる。SCG領域の形がほぼ半楕円であることから、き裂が連続的に成長することを考慮すると初期欠陥である加工き裂の形も、半楕円であると推定できる。ここではまず、加工き裂の幅について検討する。

スロークラックグロースの初期き裂の形状・寸法は、理想的には真の意味

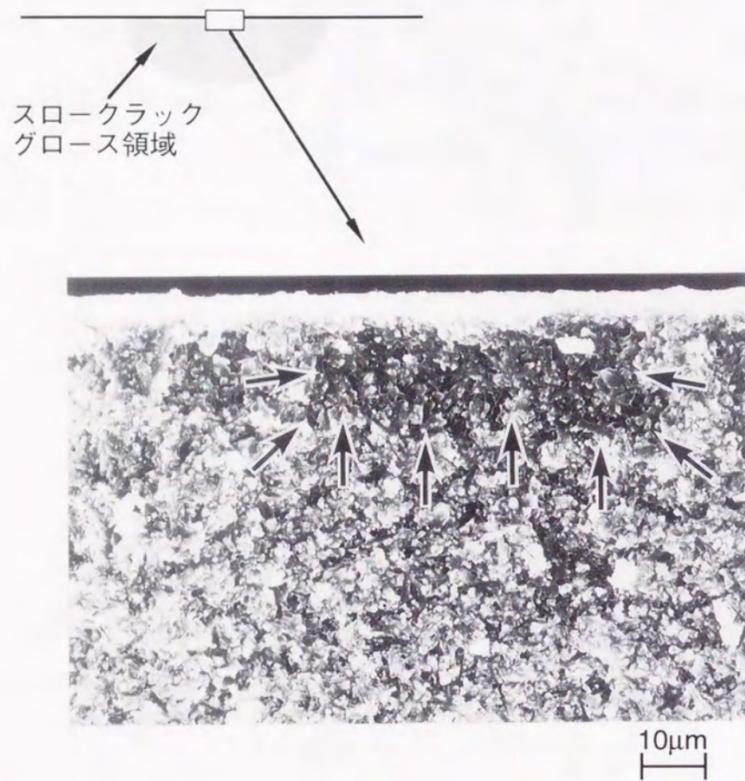


図6-11 研削加工によって生じた表面き裂

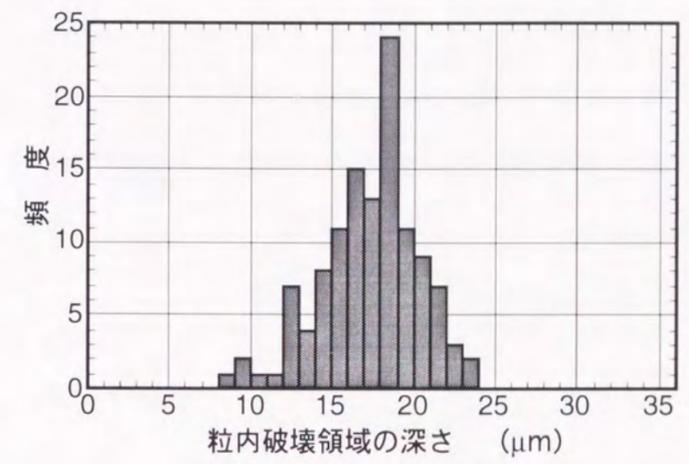


図6-12 粒内破壊領域深さの分布

での即時破壊すなわち、スロークラックグロースの全く生じない、十分応力速度の大きい条件の下で破壊させた場合の破面から求めることができる。しかし、通常の静的材料試験機で用いられる荷重検出器の周波数特性では高速の荷重変化には追従できない⁹⁾ため、一般的には、クロスヘッド速度で0.5 mm/min前後の荷重速度条件で測定した強度を、即時破壊強度としている。そこで、本研究ではクロスヘッド速度0.5mm/minの場合の破面観察から、加工き裂の形状・寸法について推定を行うこととした。

破面観察の結果、粒内破壊領域はSCG領域の幅方向全体に分布していた。狭い間隔で直列に複数並んだ同一形状のき裂はこれらに内接する一つのき裂で近似できる¹⁰⁾ことから、加工き裂を図6-13に示すような半楕円と仮定し、その幅AA'を加工き裂の幅とした。本実験における平均値は176μmであった。

次に加工き裂深さについて考察する。き裂深さは、等価き裂長さの考え方を用いて見積ることができる。すなわち、1100℃における即時破壊強度418 MPaと破壊靱性5.14MPa·m^{1/2}とから、研削加工材の等価き裂長さc_{eq}は48μmとなる。これと等価な表面半楕円き裂の深さを逆算すると51μmとなった。この計算には表面半楕円き裂を有する曲げ試験片の応力拡大係数の計算式としてよく知られている下記のNewman-Rajuの式¹¹⁾を用いた。

$$K = \sigma Z \left(\frac{\pi b}{Q} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (6-7)$$

ここで、σは負荷応力、Zは曲げ応力の分布と自由表面の効果考慮した補正係数、bはき裂深さすなわち半楕円き裂の短径、Qは第二種完全楕円積分である。

6.3.2.3 高温き裂進展シミュレーション

加工き裂の形状・寸法を前項で述べたように仮定したとき、動疲労試験においてどのような挙動を示すかについて計算機シミュレーションを行った。

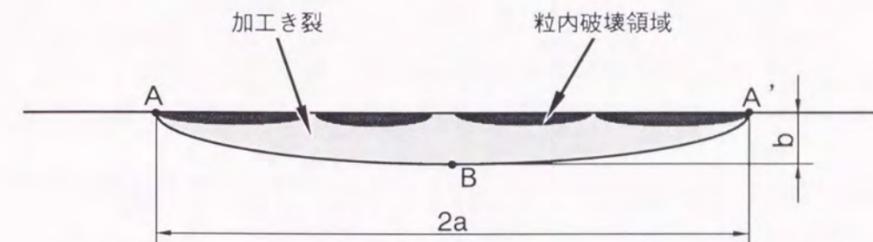


図6-13 加工き裂モデル

き裂進展特性を表す式は、式(6-1)を用い、その定数項に関しては平滑材の動疲労試験で得られたものを用いる。き裂先端における応力拡大係数の計算には、上述のNewman-Rajuの式¹¹⁾を用いることとした。また、動疲労試験中の負荷開始からの経過時間 t における負荷応力は式(6-3)で表すように応力速度と t の積で表される。シミュレーションの手順を以下に示す。

- (1) まず、初期値として半楕円き裂の長径 a および短径 b と応力速度 $\dot{\sigma}$ の値を与える。
- (2) 次に、 Δt 秒後の負荷応力を式(6-3)により算出する。
- (3) 式(6-7)を用いてき裂前線と長軸および単軸との交点(図6-13の点AおよびB)における応力拡大係数 K_A , K_B を算出する。
- (4) この K_A , K_B を式(6-1)に代入し、 Δt 秒間の横および深さ方向のき裂進展量を算出し、進展後の長径および短径を求める。
- (5) 長径および短径の値を式(6-7)に代入し進展後の K_A , K_B を求める。
- (6) 再び、次の Δt 秒後の負荷応力、き裂の長径および短径を算出し、式(6-7)から K_A , K_B を求める。

以上の手順を K_A または K_B が K_{Ic} を越えるまで繰り返すことによって破壊応力、き裂の長径および短径を求めることができる。

6.3.2.4 高温における n 値の低下とき裂進展機構

図6-14は、HPSN材の1100℃での動疲労試験における応力速度と破壊強度との関係を示す。研削加工材は、平滑材に比べ強度レベルが低下するとともに、回帰直線の傾きが大きくなっている。すなわち、 n 値の大きさが約25と、平滑材の値の約50よりも明らかに低下しており、研削加工損傷によってき裂進展速度が大きくなっていることが分かる。

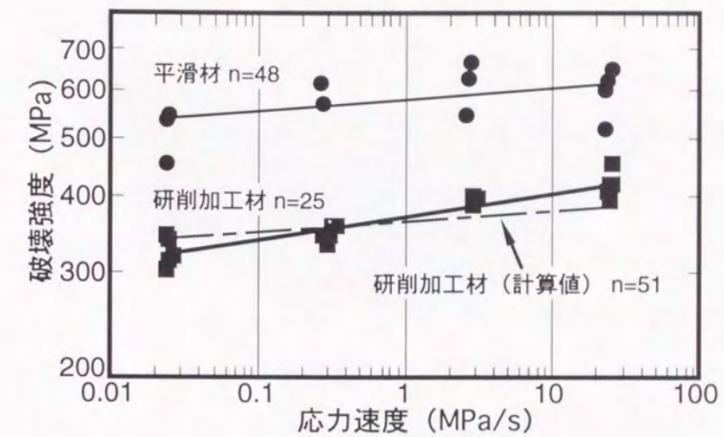


図6-14 高温における研削加工材の n 値の変化

しかしながら，前項のようなシミュレーションを行った結果，図6-14の一点鎖線で示すように，回帰直線の傾きは平滑材のそれとほぼ同一でn値は51となり，加工き裂は理論上，き裂進展速度に影響を与えないことが示された。

そこで上述のような実験とシミュレーションとの差異について，き裂の形状変化から検討を加えた。図6-15は，シミュレーション結果に基づき，応力速度と破断時のSCG領域の大きさとの関係を示したものである。図中の応力速度は実験における平均値に対応している。この図からスロークラックグロースは，以下のような過程を経るものと考えられる。き裂進展量の小さい，応力速度の高い場合には，加工き裂が非常に扁平であるために，横方向に比べ深さ方向の成長速度が非常に大きくなり，半円形に近付こうとする。そして応力速度が低く，き裂進展量が大きくなって半円形に近くなると，今度はその形状をほぼ維持しながら成長する。

一方，図6-16は，破面のSEM観察結果を基に，SCG領域を半楕円で近似し，短径と長径との関係を調べたものである。SCG領域は加工き裂（シミュレーションにおける初期値を図中の○）から成長を始める。応力速度が小さくなるほど成長量が大きくなるので，図の右上の方向へ移動することとなる。なお，図中の一点鎖線は短径と長径との比が1すなわち，半円であることを示している。図中のハッチング領域で示すように，実際のSCG領域の大きさは，ばらつきは大きいものの，全体として深さ方向へのき裂進展速度が大きい傾向はシミュレーションと同様である。しかし，シミュレーションでは，図中の実線で示すように，応力速度の大きい場合には横方向への進展はほとんどないのに対して，実際は加工き裂よりも右側へのシフトすなわち，横方向への進展が見られる。また，応力速度の低い0.025MPa/sにおけるSCG領域の形状は，シミュレーションではほぼ半円と

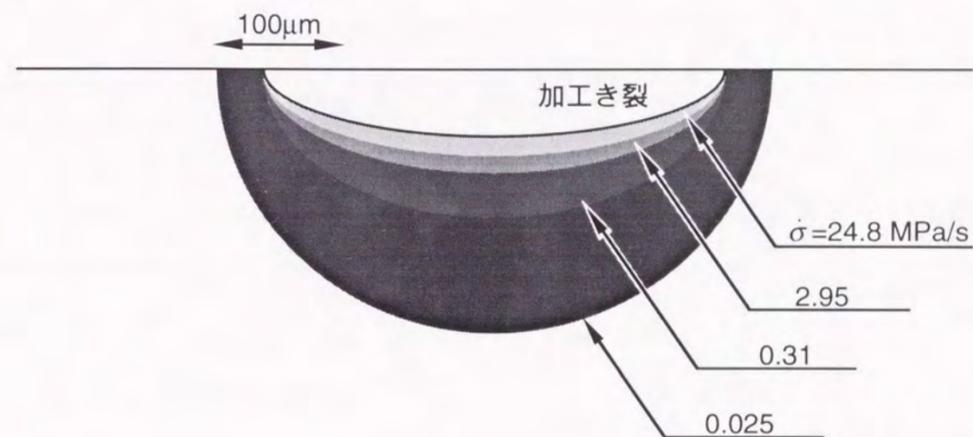


図6-15 スロークラックグロース領域の形状変化に及ぼす応力速度の影響（平滑材のき裂進展特性を用いたシミュレーション）

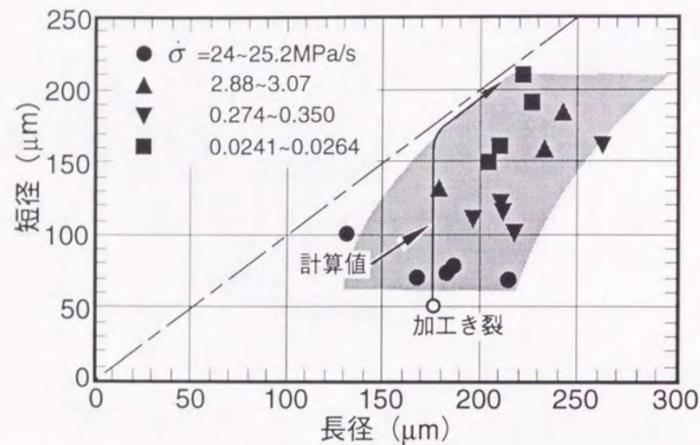


図6-16 応力速度によるスロークラックグロース領域の形状変化

なったが、実際は長径に対する短径の比が0.8程度の楕円となった。

これらのことから、研削加工材のき裂進展においては試験片表面近傍での横方向へき裂を進展させる要因が存在し、これが図6-14に見られるようなn値の低下を招くものと考えられる。この要因として以下のようなことが挙げられる。

図6-17に模式的に示すように、スロークラックグロースの初期き裂となる加工き裂と同一面内には、これと近接して他の加工き裂が存在すると推定される。このような場合、き裂間隔が小さくなると双方の加工き裂ともに長径端での応力拡大係数が、独立に存在する場合よりも大きくなることは、数値解析により明らかにされている¹²⁾。室温ではき裂進展速度が小さいためスロークラックグロースによりき裂が連結する前に破壊に至るが、高温では隣接するき裂同士が連結し、横方向へのき裂進展速度が見かけ上、大きくなると考えられる。

6.3.2.5 高温静疲労寿命の見積

図6-14に示した研削加工材の動疲労試験の結果から、静疲労寿命について見積を行った。図6-18に示すように研削加工材の寿命は、同一応力レベルでの平滑材のそれに比べ著しく短くなり、低応力レベルほどその差が開くことが分かる。これは、実用的には次のようなことを意味する。加工き裂を有するセラミック部材を用いる場合、特に高温においては負荷応力を即時破壊強度に比べかなり小さく設定する必要がある。例えば本実験の場合、研削加工材では、即時破壊強度の半分程度の負荷応力でも寿命は300日程度であるが、強度のばらつきなどを考えると、実用上、これと同程度の寿命を得るにはさらに負荷応力は小さくしなければならない。これに対して平滑材では、即時破壊強度の7割程度でほぼ同じ寿命が得られる。

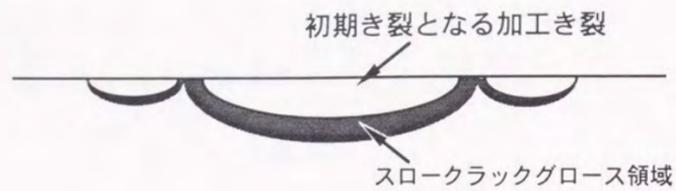


図6-17 隣接する加工き裂の連結に起因する横方向へのき裂進展速度の見かけ上の増大

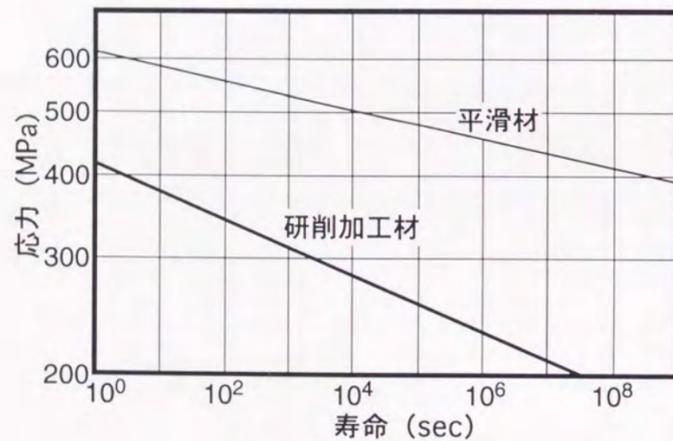


図6-18 動疲労試験結果による静疲労寿命の予測

6.4 結言

室温および高温における動疲労試験により、き裂進展速度を表すパラメータである n 値を求め、研削加工損傷がき裂進展特性に与える影響について検討した結果、以下のことが明らかとなった。

まず室温においては、ガラス相を含む窒化ケイ素2種類、炭化ケイ素およびアルミナの合計4種類を供試材とした。いずれの材料も、研削加工材の n 値は平滑材のそれに対して明らかに低下した。このような n 値の低下は主にき裂先端の応力腐食の程度に依存するものと考えられた。すなわち、大気中の水分は内部き裂よりも表面き裂の方がその先端へ到達しやすいが、平滑材の強度を支配する欠陥は、表面欠陥と内部欠陥の両方を含むので、すべての欠陥が一様に応力腐食の影響を受けるわけではない。一方、研削加工材の強度は加工によって発生した表面き裂に支配されるので、水分は強度を支配するすべてのき裂先端に到達すると考えられる。その結果、同じ応力速度においては、研削加工材強度は平滑材強度に比べ低くなり、 n 値は低下することとなる。

次に、上記の4種類の材料のうちの一つであるホットプレス窒化ケイ素を供試材とし、真空中、1100℃において動疲労試験を行った。この場合も研削加工材の n 値は平滑材のそれに対して明らかに低下した。破面観察およびき裂進展シミュレーションの結果から、 n 値低下の原因は室温とは異なり、試験片表面近傍での横方向へのき裂進展速度が大きくなるためと考えられた。き裂進展速度増加の原因は、初期き裂となる加工き裂がスロークラックグロースにより、同一面内に隣接する他の加工き裂と連結するためと推定された。

第7章 酸化特性に及ぼす研削加工損傷の影響

7.1 緒言

セラミックスは1000℃以上の高温においても、その高い強度を維持するとともに優れた耐食性を有するため高温構造部材としての利用が期待されている。しかしながら、セラミックスと言えども高温酸化雰囲気下においては酸化による損傷が問題となる。第3章では、酸化の影響でき裂の形状・寸法が変化し強度劣化を引き起こす可能性があることを示した。また、ガスタービン部材などでは燃焼ガスに接する部材表面が局部的に酸化され、表面が剥離したり、強度特性が劣化することが問題となっている¹⁾。

これまでセラミックスの高温酸化に関しては、焼結体の粒界特性や微構造などの材料特性と酸化増量や組織の変化などの酸化特性との関係を中心に論じられてきており²⁾、最近では、酸化後の破壊挙動についても検討が行われている³⁾。しかし酸化特性は、材料特性だけではなく、酸素分圧⁴⁾、温度、湿度⁵⁾など雰囲気の影響を受けるものであり、部材のそれを論じる場合には、雰囲気に接触する部材表面の状態すなわち、表面に分布するき裂、表面粗さなどの影響を考慮すべきものと考えられる。

これまで述べてきたように、部材表面の状態は加工の影響を受ける。第2章および第3章においては、研削加工とその加工損傷の度合いについて検討を加え、研削加工面にはき裂が残留し、そのき裂寸法が部材強度を支配することを明らかにした。本章では、第3章において高温強度を測定した試験片を対象に、二次イオン質量分析器(SIMS)を用いて酸素侵入深さを調べ、加工損傷の度合いと酸化との関係について検討するとともに、新たに100時間までの長時間の酸化試験を行い、酸化時間と、即時破壊強度および酸素侵入深さとの関係についても調べる。

7.2 実験方法

供試材は第3章で用いたものと同じの常圧焼結炭化ケイ素セラミックス(SC1材)である。試験片寸法、研削加工条件は第3章と同一で、各作業条件の組み合わせにより最大砥粒切込み深さを変化させることにより、加工損傷の度合いに違いを与えた。本材料は0.3%弱の酸素を含有しているが、粒界での酸化物相の偏析がほとんどないので、酸素侵入深さの測定が容易となる。

試験片の加熱は大気雰囲気中で行い、酸化温度は1200℃および1500℃とした。昇温パターンは図7-1に示すように加熱時間が同一となるように200℃からの昇温速度を調節し、酸化時間は15分を標準としたが、酸素侵入深さおよび高温強度の酸化時間依存性を調べるため、1200℃において2、12、100時間保持した試料も準備した。

炭化ケイ素の酸化は一般に、比較的高い酸素分圧の雰囲気中では、表面にシリカSiO₂の保護膜が形成されるpassive酸化であることが知られている⁶⁾。上述のように本材料は粒界に酸化物相がほとんどないと考えられるので、炭化ケイ素の構成元素であるシリコンSiに対する酸素Oの相対濃度分布を測定すれば酸素侵入深さが推定できる。本研究では、この濃度分布の測定にSIMSを用いることとした。

SIMSとは、数keV～十数keVのエネルギーを持ったイオンビームを試料面に照射し、イオンが試料面に衝突することによって発生する二次イオン強度を測定する表面分析法の一種である。本法は検出感度が他の分析法に比べ高く、イオンビーム径を絞ることによって局所的な元素分布の測定が可能である、等の特徴を有する⁷⁾。SIMSによる測定は図7-2に示すような方法で行った。曲げ試験片の引張り応力面に対して傾斜角 θ で斜め研磨を行った試料を用意し、研磨面上を約30 μ m間隔でイオンビームを照射して、SiとOの

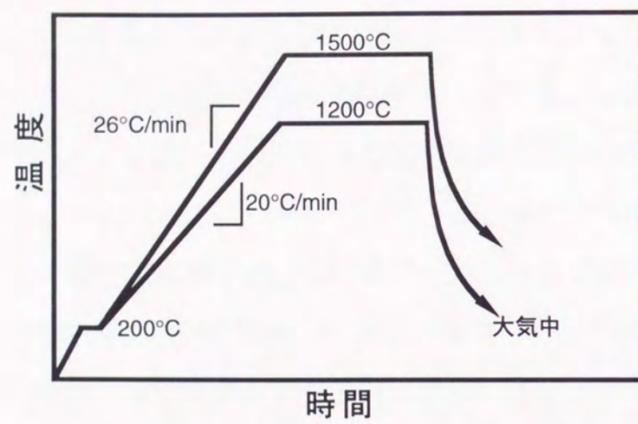


図 7-1 高温酸化試験における昇温パターン

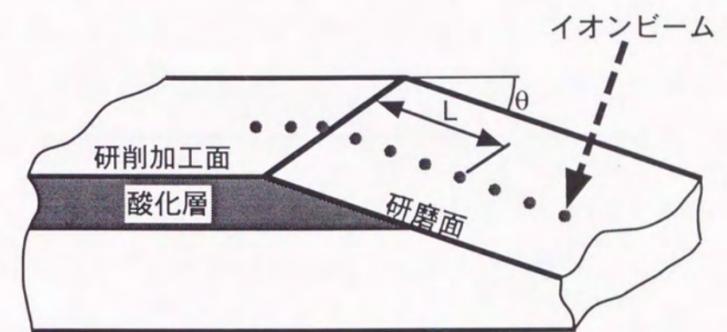


図 7-2 SIMSを用いた深さ方向酸素濃度分布測定概念図

表7-1 SIMS 測定条件

一次イオン	
イオン種	Ar
加速電圧	8.0~8.1 keV
試料電流	50 nA
イオンビーム径	5 $\mu\text{m}\phi$
二次イオン	
極性	正
測定時間	1 sec

二次イオン強度を測定する。測定位置の表面からの深さは θ と研磨面上での表面からの距離 L から算出する。 θ は、研磨した試料を表面粗さ測定装置を用いて測定した結果、1.5~1.9度の範囲にあった。なお、SIMS (Cameca社 IMS-3F) の設定条件は表7-1に示す。約8keVの加速電圧を加えたアルゴンイオンビームを直径5 μm まで絞り試料電流を50nAとした。二次イオン種は正イオンを対象とし、エネルギー幅は60eV、測定時間は一点あたり1秒とした。

加工による表面き裂深さは、第6章で述べたように、き裂の幅が分かると、き裂の形状を半楕円と仮定することによって、破壊強度から逆算することができる。しかしながら、SC1材の場合は粒界にほとんどガラス相が存在しないことからスロークラックグロースが観察されず、加工き裂領域が明確には判別できない。そのため本実験では、試験片の最大引張り応力面をラッピングにより除去しながら逐次、4点曲げ強度を測定し、き裂深さの推定を行うこととした。ここで加工によるき裂深さは、平滑材の強度に回復させるのに必要な除去厚さに、潜在的なき裂深さを加えたものと定義し、平滑材強度と破壊靱性から算出できる、いわゆる等価き裂長さを潜在的なき裂深さとした。本実験における供試材の潜在的なき裂深さは約6 μm となる。

7.3 結果と考察

7.3.1 酸素侵入深さの測定

図7-3は高温下で酸化した研削加工材の深さ方向の酸素濃度分布を示すもので、縦軸は ^{30}Si の二次イオン強度に対する ^{16}O のその比(以下、イオン強度比と呼ぶ)を片対数グラフ表示している。イオン強度比が表面に近いほど高くなっているのは酸素の侵入によるものと考え、イオン強度比がバックグラウンドレベルに減少するまでの深さを加工損傷による酸素侵入深さ

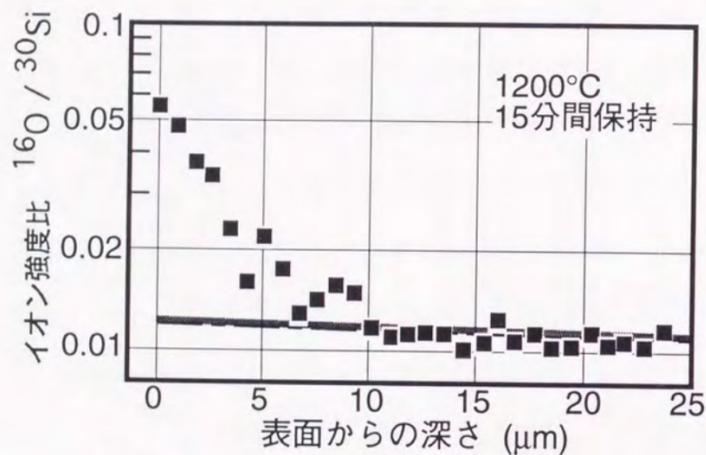


図7-3 研削加工材の高温酸化による深さ方向の酸素濃度分布
(最大砥粒切込み深さ, $g=1.39\mu\text{m}$)

d_{ox} とした。その判定には次のような基準を用いた。イオン強度比の変化が小さくなる領域を直線近似し、測定値と近似値との差の標準偏差(図7-3のハッチング部分の幅)を求める。測定値と近似値との差が、この標準偏差よりも大きくなる深さを d_{ox} とした。

なお、長時間の応力負荷では酸化の度合いが負荷応力の影響を受けることが報告されている⁸⁾が、本研究は即時破壊強度を測定したものであるため負荷時間が短くその影響は小さいと考えられる。実際、同一試験片の最大応力が加わる部分と無負荷部分との d_{ox} を比較した結果、両者にはほとんど差が見られなかった。ここでは、酸素侵入深さの負荷応力による影響はほとんど無視できるものとした。

7.3.2 研削加工条件による酸素侵入深さの変化

研削加工材表面のき裂としては、砥粒進行方向に平行に進展するメディアンき裂と、これと垂直方向に進展するラディアルき裂があるが⁹⁾、部材強度への影響が大きいのは、き裂深さの大きい前者である。第2章で示したように、研削加工によって発生するメディアンき裂が圧子押し込みの場合と同様の力学モデル¹⁰⁾で説明できるとすると、き裂深さ c は最大砥粒切込み深さ g の関数として次式で与えられる。

$$c = AK_{\text{ic}}^{-\frac{2}{3}}(g + \alpha_n)^{\frac{4}{3}} \quad (7-1)$$

ここで A は定数で、 c , g の単位は μm である。

酸素侵入深さがき裂深さに比例すると仮定すると式(7-1)より、次式が得られる。

$$d_{\text{ox}} = a(g + \alpha_n)^{\frac{4}{3}} + b \quad (7-2)$$

ここで d_{ox} の単位は μm , a , b は定数である。図7-4は7.3.1項の方法で求めた酸素侵入深さ d_{ox} と g との関係を表したもので、両者の関係を式(7-2)の形で近似すると、図中の実線で示す次式が得られる。

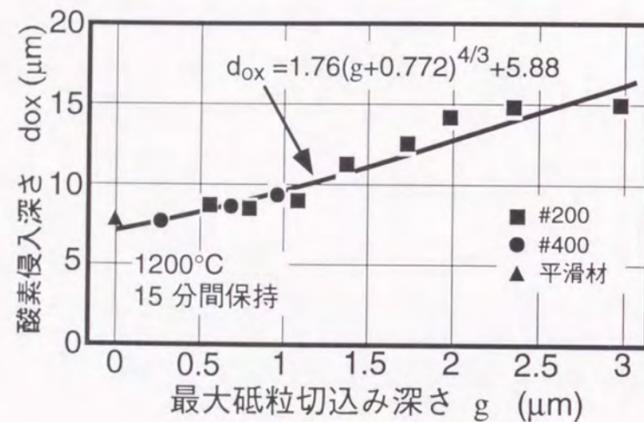


図7-4 最大砥粒切込み深さによる酸素侵入深さの表示

$$d_{ox} = 1.76(g + 0.772)^{4/3} + 5.88 \quad (7-3)$$

ここで α_n は第3章で求めた値を用いた。g は砥石切込み、テーブル速度などの研削作業条件および砥石粒度、砥粒含有率などの砥石仕様の関数として与えられるので、式(7-3)を用いることにより加工条件から酸素侵入深さを見積ることができる。

次に、き裂深さと d_{ox} との関係について検討した。図7-5は、き裂深さを実験的に求めるために、ラッピングによる表面除去厚さと、表面除去を行った試験片の強度との関係の一例を示したものである。図は粒度200の砥石を用い、 $g = 1.99 \mu\text{m}$ とした場合である。本研究では、破壊強度が平滑材強度とほぼ等しいレベルに達する除去厚さを、強度が平滑材の強度に回復するまでに必要な表面除去厚さとした。この場合は、表面除去厚さを $25 \mu\text{m}$ とした。したがって潜在的なき裂深さ $6 \mu\text{m}$ を加えると、き裂深さは $31 \mu\text{m}$ となる。図7-4に示す $g = 1.99 \mu\text{m}$ における酸素侵入深さは、このき裂深さの推定値に比べかなり小さく、き裂先端まで酸化層が形成されていないことを示唆している。このような現象を説明するモデルとして以下の二つが考えられる。(ア) 図7-6(a)に示すように、き裂開口部において比較的短時間に SiO_2 リッチの膜が形成され新たな酸素の侵入が困難となる(イ) 同図(b)に示すように研削加工によって発生した開口き裂が、圧縮残留応力や摩擦熱などの原因で砥粒通過後に閉じられる¹¹⁾ため、酸素の侵入が困難となる。しかし、以下のような理由から前者のモデルが妥当と考えられる。

第6章において加工損傷を有するHP-SN材(ホットプレス窒化ケイ素)に対し、室温大気中で一定応力速度で負荷をかける動疲労試験を行い、その破壊強度は応力速度が小さくなるにつれて低下することを示した。これは大気中の水分による粒界ガラス相の応力腐食¹²⁾によるものと推定された。すなわち、応力負荷中は、き裂は開口状態にあり、水分がき裂先端まで到達し

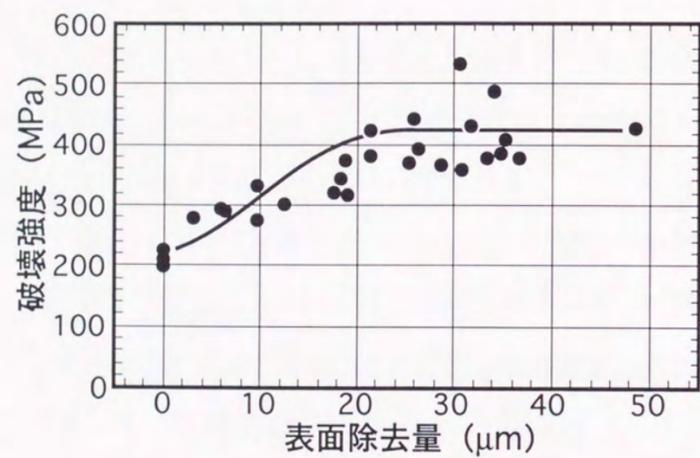


図7-5 強度回復に必要な表面除去量
(#200砥石で加工, $g=1.99\mu\text{m}$)

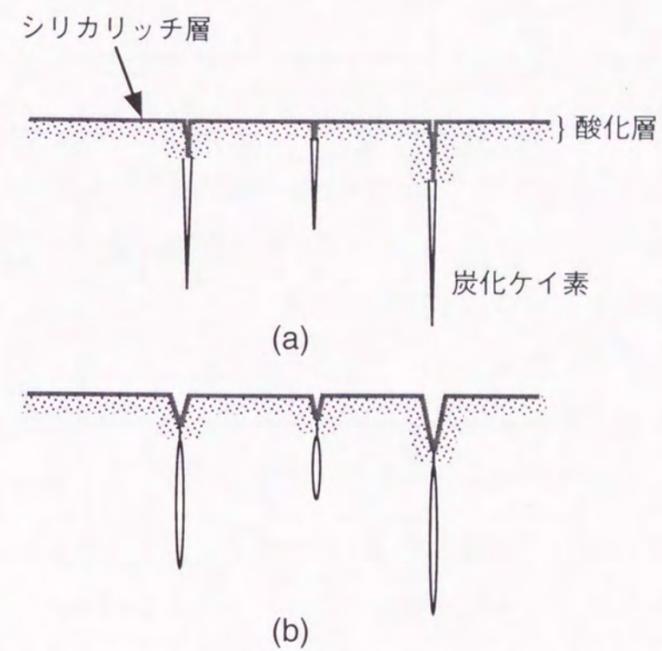


図7-6 研削加工材の高温酸化モデル

得ることを示している。本章における供試材は上述のように粒界にガラス相をほとんど持たないが、これによってき裂発生形態に大きな差は生じないと考えられる。したがって、本研究のように応力を負荷された条件下の酸化では、図7-6(b)で想定している閉口き裂の酸化においても、同図(a)と同様の結果が得られると推定される。

7.3.3 酸化温度および酸化時間による酸素侵入深さと

高温即時破壊強度の変化

図7-7は1500℃における d_{ox} の g に対する変化を示す。図中の一点鎖線で示す1200℃における近似直線と比較すると、温度上昇によって酸素侵入深さ d_{ox} は大きくなること分かる。しかし、温度上昇による d_{ox} の増加量は、 g の大きさすなわち、き裂深さによらずほぼ一定で、相対的に浅いき裂ほどその先端で酸化の影響を受ける可能性が高くなることを示している。第3章の図3-6において、高温強度の予測値と実験値との比較から、浅いき裂ほど酸化の影響を受けやすくなることを述べたが、図7-7に示す結果は、これを裏付けるものとなっている。また、温度上昇によって酸素侵入深さ d_{ox} が大きくなる原因としては以下のようなメカニズムが推定される。前項で述べたように試験片表面には短時間でシリカリッチの膜ができ、大気と母材との接触が困難となる。しかし、1500℃では、絶対温度の指数関数で表される拡散係数は温度上昇により大きくなるので、酸素が拡散により膜の中を通過して母材中に侵入すると考えられる。

次に、酸化時間の影響について検討した。一般にセラミックスのような脆性材料の強度は最弱リンク説に支配されるため、き裂先端まで酸素が侵入しない限り強度への酸化の影響は小さいと考えられる。7.3.2項で述べたように d_{ox} は c に比べ小さく、しかも図7-8に示すように、酸化時間の増加に対してほとんど変化は見られなかった。したがって、酸化温度1200℃において

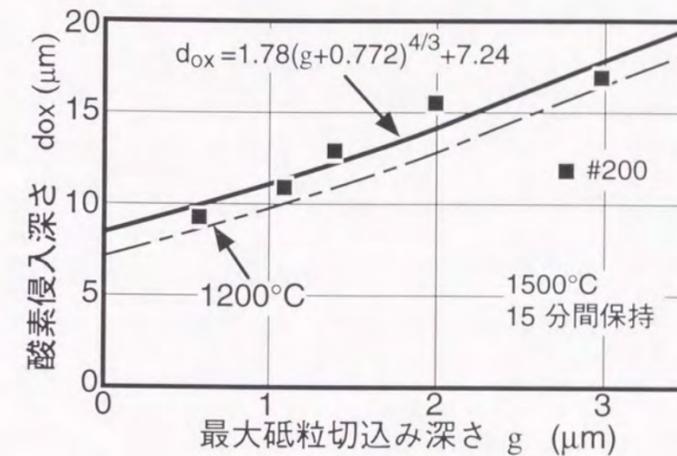


図7-7 酸化温度による酸素侵入深さの変化

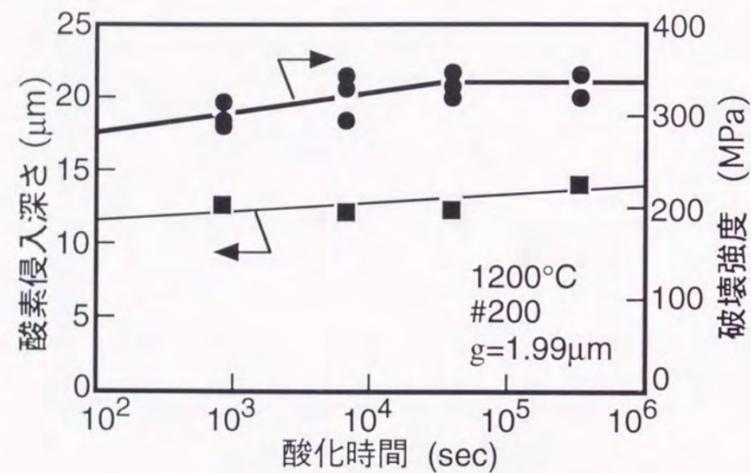


図7-8 酸素侵入深さおよび即時破壊強度に及ぼす酸化時間の影響

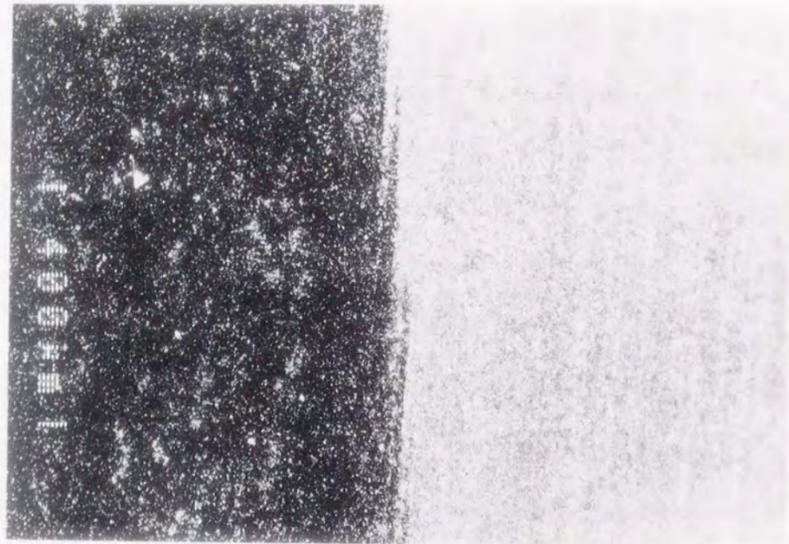
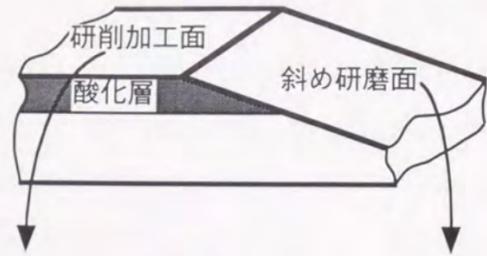
は高温強度に対する酸化の影響は小さいと考えられる。また図中の太い実線に示すように、酸化後の強度は酸化時間の増加に伴って若干上昇する傾向が見られるが、100時間酸化した後でもその上昇率はわずかであった。

なお、100時間酸化した試料では、深さが1μmよりも浅い測定点でイオン強度比が1を越える値を示した。このことは、表面層がほとんどシリカに変化していることを示唆している。図7-9は斜め研磨面を光学顕微鏡を用い、偏向フィルタを通して観察した結果である。同図(a)の酸化時間15分の場合に比べ、同図(b)の酸化時間100時間の場合、表面直下に母材とは異なる組織が形成されていることがわかる。斜め研磨面の傾斜角から、この部分の厚さは1μm程度と換算されることから、上記の組織がシリカ層に相当するものと考えられる。このことから、酸化温度が1200℃の場合酸化時間の増加によって酸素侵入深さはほとんど変化しないが、表面近傍の酸化が進み、母材である炭化ケイ素のほとんどがシリカに変わるものと推定された。シリカは高温では粘性流動を起こすことが知られており¹³⁾、炭化ケイ素との界面強度は母材強度に比べ弱いと考えられる。したがって高速の燃焼ガスが吹き付けるような実際の使用条件下では、部材表面において酸化膜の形成、その脱落が繰り返されることによって損傷がひどくなることが予想される。

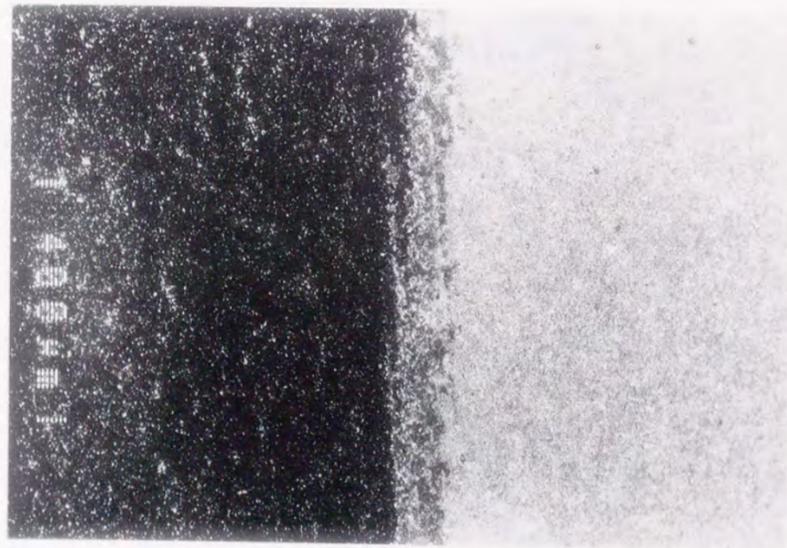
7.4 結言

粒界相に酸化物をほとんど含まない炭化ケイ素セラミックス (SC1材) を供試材として、研削加工されたセラミックスの、高温大気中での酸化の度合いと加工損傷との関係について検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

酸素侵入深さ d_{ox} が研削加工によるメディアンき裂深さ c と比例すると仮定することにより、最大砥粒切込み深さ g のべき関数として表されることを



(a) 保持時間 15 分



(b) 保持時間 100 時間

図 7-9 長時間酸化による表面層の変化

導き、これを、二次イオン質量分析器を用いて d_{ox} を測定することによって確認した。酸化温度 1200°C においては d_{ox} は c に比べかなり小さく、しかも酸化時間の増加に対してほとんど変化しなかったことから、き裂先端までは酸素が侵入しておらず、強度に対する酸化の影響は小さいと考えられた。その原因としては比較的短時間に表面にシリカリッチの膜が形成され、酸素の侵入が困難となるためと考えられた。また、酸化時間の増加によって表面近傍の酸化が進み、母材である炭化ケイ素のほとんどがシリカに変化した。酸化温度が 1500°C に上昇すると拡散係数の増大によってシリカリッチの膜を通しての母材中への酸素の拡散が顕著になるため d_{ox} は 1200°C の場合に比べ若干増加した。

第8章 結論

本論文は、研削加工によって部材表面に発生するき裂に注目し、加工条件および材料特性と部材強度との関係を定式化するとともに、加工損傷が疲労特性、高温酸化特性に及ぼす影響についても調べ、最適加工条件を明らかにすることを目的としたものである。各章で得られた成果を要約すると次のようになる。

第1章では、セラミックスの研削加工損傷に関する研究の経緯と、本研究の目的について述べた。

第2章では、研削加工材強度 σ_f が研削加工によって発生したメデアンき裂によって支配されると仮定し、研削加工条件と σ_f との関係の定式化を試みた。すなわち、メデアンき裂深さと砥粒一個あたりの研削抵抗との間に、圧子押し込みにおけるメデアンき裂深さと押し込み力との関係と同様の関係則が成り立つと仮定し、 σ_f を最大砥粒切込み深さ g のべき関数の形として表せることを示した。また、研削加工材強度のばらつきとKnoop圧子圧入によるき裂を導入した試料の強度のばらつきの比較によって、同一加工条件下においては g の変動をほとんど無視できることを明らかにし、 g は加工条件に対して一意的に定まることを確認した。

第3章では、第2章で提案した研削加工材強度を、最大砥粒切込み深さ g のべき関数として定式化する手法の室温および高温における適用性について、常圧焼結炭化ケイ素およびホットプレス窒化ケイ素を供試材として実験的検討を行った。その結果、本手法は室温における実験結果をよく表すことができ、基本的には、破壊靱性の温度依存性を考慮することで適用範囲を高温にまで拡張することができることを明らかにした。なお、酸化による強度変化が認められる場合には、本手法をそのまま適用することはできず、き裂寸法の補正が必要となる。

第4章では、第2章において示した、研削加工によって強度低下を生じない限界の最大砥粒切込み深さ g_{cr} が破壊靱性、硬さ試験における押し込み抵抗、平滑材強度など、材料の機械的特性の関数として与えられること、その結果 g_{cr} は温度依存性を有することを導いた。炭化ケイ素、窒化ケイ素、アルミナの3種類の材料系の、合計6種類の材料を用い、 g_{cr} は、主に破壊靱性および平滑材強度に影響されることを実験的に明らかにした。また、この g_{cr} と材料の機械的特性との関係を用いて、in situ複合化窒化ケイ素の研削加工による強度劣化を、そのき裂進展抵抗曲線（Rカーブ）を基に見積を行った。その結果、 g_{cr} はき裂が進展し始める時点でのき裂進展抵抗から予測される値とほぼ等しく、本材料において支配的な強靱化機構である粒子架橋効果が、耐加工損傷性の向上には有効でないことが明らかとなった。これは、一般に研削加工によって生じる表面き裂の寸法は小さく、き裂先端よりも後方の破面に作用する粒子架橋効果によってき裂進展抵抗が上昇するために十分な長さには達しないことに起因すると考えられた。さらに、高靱性の常圧焼結炭化ケイ素について、その強靱化機構について検討した結果、耐加工損傷性の向上に対しては、材料内部の局所的な圧縮残留応力のような、き裂先端前方で作用するタイプの強靱化機構が望ましいことを明らかにした。

第5章では、加工欠陥の分布を、Knoop圧子圧入によるき裂のそれで近似した研削加工材の強度分布モデルを提案し、これを用いたシミュレーションにより、最大砥粒切込み深さ g と強度分布特性との関係について検討した。その結果、ワイブル係数は g の増加に対して、平滑材の値からKnoop圧子圧入材の値に連続的に変化し、 g が $1.5\mu\text{m}$ よりも大きい領域では、ほぼ一定となった。また、最低保証強度は g の増加に対して極大値が存在する。このことから、最低保証強度を基準に考えると、最適加工条件が存在し、しかも、その条件下では平均強度が低下しない加工限界よりも高能率な加工が可能で

あることが明らかとなった。また、破壊確率0.01%における破壊強度を最低保証強度とした場合、最低保証強度は g の増加に対して極大値が存在する。このことから、最低保証強度を基準に考えると、最適加工条件はこの極大値の得られる点での g であり、しかも、その条件下では平均強度が低下する条件 g_{cr} よりも高能率な加工が可能であることが明らかとなった。常圧焼結炭化ケイ素セラミックスを供試材として実験的検証を行った結果、シミュレーション結果は実験結果と比較的よく一致することを確認した。

第6章では、室温および高温における動疲労試験により、き裂進展速度を表すパラメータである n 値を求め、研削加工損傷がき裂進展特性に与える影響について検討した結果、以下のことを明らかにした。まず室温においては、ガラス相を含む窒化ケイ素2種類、炭化ケイ素およびアルミナの合計4種類を供試材とした。いずれの材料も、研削加工材の n 値は平滑材のそれに対して明らかに低下した。このような n 値の低下は主にき裂先端の応力腐食の程度に依存するものと考えられた。すなわち、大気中の水分は内部き裂よりも表面き裂の方がその先端へ到達しやすいが、平滑材の強度を支配する欠陥は、表面欠陥と内部欠陥の両方を含むので、すべての欠陥が一樣に応力腐食の影響を受けるわけではない。一方、研削加工材の強度は加工によって発生した表面き裂に支配されるので、水分は強度を支配するすべてのき裂先端に到達すると考えられる。その結果、同じ応力速度においては、研削加工材強度は平滑材強度に比べ低くなり、 n 値は低下することとなる。

次に、上記の4種類の材料のうちの一つであるホットプレス窒化ケイ素を供試材とし、真空中、1100℃において動疲労試験を行った。この場合も研削加工材の n 値は平滑材のそれに対して明らかに低下した。破面観察およびき裂進展シミュレーションの結果から、 n 値低下の原因は室温とは異なり、試験片表面近傍での横方向へのき裂進展速度が大きくなるためと考えられた。

このき裂進展速度増加の原因は、初期き裂となる加工き裂がスロークラックグロースにより、同一面内に隣接する他の加工き裂と連結するためと推定された。

第7章では、粒界相に酸化物をほとんど含まない常圧焼結炭化ケイ素セラミックスを供試材として、研削加工されたセラミックスの、高温大気中での酸化の度合いと加工損傷との関係について検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。酸素侵入深さ d_{ox} が研削加工によるメディアンき裂深さ c と比例すると仮定することにより、最大砥粒切込み深さ g のべき関数として表されることを導き、これを、二次イオン質量分析器を用いて d_{ox} を測定することによって確認した。酸化温度1200℃においては d_{ox} は c に比べかなり小さく、しかも酸化時間の増加に対してほとんど変化しなかったことから、き裂先端までは酸素が侵入しておらず、強度に対する酸化の影響は小さいと考えられた。その原因としては比較的短時間に表面にシリカリッチの膜が形成され、酸素の侵入が困難となるためと考えられた。また、酸化時間の増加によって表面近傍の酸化が進み、母材である炭化ケイ素のほとんどがシリカに変化した。酸化温度が1500℃に上昇すると拡散係数の増大によってシリカリッチの膜を通しての母材中への酸素の拡散が顕著になるため d_{ox} は1200℃の場合に比べ若干増加した。

以上の結果から本論文における結論は以下のようにまとめられる。

研削加工材強度がメディアンき裂で支配されると仮定すると、加工条件を最大砥粒切込み深さ g で表すことによって、強度は g のべき関数で表すことができる。この手法は基本的には破壊靱性の温度依存性を考慮することによって高温強度に対しても適用できる。研削加工によって強度低下を生じない限界の最大砥粒切込み深さ g_{cr} は、破壊靱性、平滑材強度、硬さ試験における押し込み抵抗など、供試材の機械的特性の関数として与えられる。この関係

を用いて任意の加工条件における強度の予測が可能となる。耐加工損傷性の向上に対しては、き裂進展抵抗の大幅な増加をもたらす粒子架橋効果は有効ではなく、材料内部の局所的な圧縮残留応力のような、き裂先端前方で作用するタイプの強靱化機構が望ましい。研削加工材の最低保証強度は g の増加に対して極大値が存在する。このことから、最低保証強度を基準に考えると、最適加工条件が存在し、しかも、その条件下では平均強度が低下しない限界の加工条件よりも高能率な加工が可能である。加工損傷は、室温、高温のいずれにおいても、き裂進展速度を加速させ、疲労特性に悪影響を及ぼす。高温酸化における酸素侵入深さは g のべき関数で表される。

本論文で得られた知見は、即時破壊強度、最低保証強度、疲労特性などの所要の部材特性を得るための加工条件を選定する適切な指針となる。特に、即時破壊強度と加工条件との関係に関しては、加工条件の関数として表される最大砥粒切込み深さ g のべき関数で表しているので、最適加工条件の選定を極めて容易にしている。

本論文においては、研削加工における材料の破壊条件は、圧子圧入時のそれと同様の関係則が成り立つと考え、加工き裂としては単純なメディアンき裂を仮定している。このような仮定は、結晶粒の大きさが、加工によって導入されるき裂に対して相対的に十分小さく、等方・均質と見なせる材料に対しては成り立つと考えられるが、今後開発が進められるであろう、異方性が強く不均質な材料では、粒子形状や配向方向、粒子と粒界相との間の界面特性などの影響を受け、き裂形状はより複雑なものとなると考えられる。もちろん、このような場合、等方・均質体であることが前提条件の破壊力学は、その適用性に問題が生じる。今後は、上記のような微小な領域での材料特性と破壊現象との関係に関して得られるであろう新たな知見を基に、研削加工における材料の破壊条件について精緻に検討を行う必要があると考える。こ

のような研究は、加工き裂の発生を回避するための加工限界に関する情報を与えるだけでなく、耐加工損傷性に優れた材料の開発に資するところが大きいと期待される。

参考文献

第1章

- 1) F.C.Frank and B.R.Lawn, Proc.R.Soc.Lond. A, 299, 291-306(1967)
- 2) B.R.Lawn, Proc.R.Soc.Lond. A, 299, 307-16(1967)
- 3) M.V.Swain, Proc.R.Soc.Lond. A, 366, 575-97(1979)
- 4) H.P.Kirchner and E.D.Isaacson, "Fracture Mechanics of Ceramics, vol.5", Ed.by R.C.Bradt, Plenum Press(1983), pp423-48
- 5) H.P.Kirchner, J.Am.Ceram.Soc., 67, 127-32(1984)
- 6) 張 璧, 戸倉 和, 吉川昌範, 精密工学会誌, 53, 826-32(1987)
- 7) 張 璧, 戸倉 和, 吉川昌範, 精密工学会誌, 54, 587-93(1988)
- 8) C.A.Andersson and R.J.Bratton, The Science of Ceramic Machining and Surface Finishing II(1979), NBS Special Publication 562, pp463-81
- 9) 奥田博, 伊藤正治, 材料, 32, 823-29(1983)
- 10) R.W.Rice and J.J.Mecholsky, Jr., The Science of Ceramic Machining and Surface Finishing II(1979), NBS Special Publication 562, pp351-78
- 11) 松尾陽太郎, 小笠原俊夫, 木村脩七, 安田榮一, 材料, 36, 166-72(1987)
- 12) R.Sedlacek, F.A.Halden and P.J.Jorgensen, The Science of Ceramic Machining and Surface Finishing(1972), NBS Special Publication 348, pp391-98
- 13) 中村守, 平井幸男, 久保勝司, 窯業協会誌, 94, 683-86 (1986)
- 14) H.Miyasato, H.Okamoto, S.Usui, A.Miyamoto and Y.Ueno, ISIJ International, 29, 726-33(1989)
- 15) 金富安, 関忠裕, 安藤柱, 日本機械学会論文集, 58-548, A, 627-33(1990)
- 16) 中村守, 平井幸男, 伊藤正治, 久保勝司, 精密工学会誌, 53, 117-23(1987)
- 17) 山内幸彦, 酒井清介, 伊藤勝, 大司達樹, 兼松 渉, 伊藤正治, 窯業協会誌, 95, 1125-27 (1987)
- 18) R.W.Rice, Machining of Advanced Materials(1993), NIST Special Publication 847, pp185-204
- 19) R.W.Rice, J.Am.Ceram.Soc., 77, 2232-36(1994)
- 20) 浦島和浩, 渡辺正一, 日本セラミックス協会第12回高温材料基礎討論会予稿集,

48-51(1992)

- 21) 由井明紀, 渡部武弘, 吉田嘉太郎, 日本機械学会論文集, 53-495, C, 2396-99(1987)
- 22) 工作機械技術振興財団, 加工性能に及ぼす工作機械特性の影響に関する研究 (フェインセラミックスの精度と工作機械特性) (1990)
- 23) 渡邊政嘉, 張 璧, 戸倉 和, 吉川昌範, 精密工学会誌, 55, 1066-72(1989)
- 24) 江田弘, 精密工学会誌, 56, 1865-70(1990)
- 25) S.Malkin and J.E.Ritter, J.Eng.for Industry, 111, 167-74(1989)
- 26) 太田稔, 宮原克敏, セラミックスの加工と研究 第22回資料, セラミックス加工研究会(1989), pp26-36
- 27) J.E.Mayer, Jr. and G.P.Fang, Machining of Advanced Materials(1993), NIST Special Publication 847, pp205-22
- 28) 伊藤正治, セラミックスの加工と研究 第17回資料, セラミックス加工研究会 (1988), pp11-18
- 29) 岸和司, 梅林正気, J.Ceram.Soc.Japan, 99, 1250-54(1991)
- 30) 大司達樹, 酒井清介, 伊藤勝, 伊藤正治, 第36回名古屋工業技術試験所研究発表会予稿集, 89-90(1984)
- 31) 高橋学, 武藤睦治, 井原郁夫, 岡本寛己, 老川恒夫, 日本材料学会第39期通常総会学術講演会論文集, 265-67(1990)

第2章

- 1) 伊藤正治, セラミックス, 18, 479-85(1983)
- 2) M.V.Swain, Proc.R.Soc.Lond. A, 366, 575-97(1979)
- 3) H.P.Kirchner, R.M.Gruver and D.M.Richard, The Science of Ceramic Machining and Surface Finishing II(1979), NBS Special Publication 562, pp23-42
- 4) 張 璧, 戸倉 和, 吉川昌範, 精密工学会誌, 54, 587-93(1988)
- 5) 長尾高明, 砥粒加工学会誌, 33, 2-7(1989)
- 6) 松井正巳, 精密機械, 46,298-304(1980)
- 7) B.R.Lawn and E.R.Fuller, J.Mat.Sci, 10, 2016-24 (1975)

- 8) 田牧純一, 松井正巳, 精密工学会誌, 55, 185-90 (1989)
- 9) 杉田忠彰, "セラミックスの機械加工", 養賢堂(1985), pp121-24
- 10) 河村末久, 矢野章成, 樋口誠宏, 杉田忠彰, "研削加工と砥粒加工", 共立出版(1984), p38-43
- 11) 山田達也, "ファインセラミックス 次世代研究開発の軌跡と成果", ファインセラミックス技術研究組合(1993), pp1801-22
- 12) 石川忠幸, 第2回グライディングアカデミーテキスト, 23-30(1989)
- 13) 例えば岸本秀弘, 上野明, 河本洋, 近藤真司, 材料, 36, 810-16(1991)
- 14) 山内幸彦, 酒井清介, 伊藤勝, 大司達樹, 兼松 渉, 伊藤正治, 窯業協会誌, 94, 631-35 (1986)
- 15) 材料強度確率モデル研究会編, "材料強度の機械的性質", 養賢堂(1992), p272
- 16) 西田俊彦, 安田榮一編著, "セラミックスの力学的特性評価", 日刊工業新聞社(1986), p50

第3章

- 1) Diane M. Mieskowski, T.E.Mitchell, and A.H.Heuer, J.Am.Ceram.Soc., 67, C17-18(1984)
- 2) 前田穰, 中村和雄, 東伸行, J.Ceram.Soc.Japan, 96, 795-98 (1988)
- 3) 山内幸彦, 酒井清介, 伊藤勝, 大司達樹, 兼松渉, 伊藤正治, J.Ceram.Soc.Japan, 98, 250-56 (1990)

第4章

- 1) E.Tani, S.Umebayashi, K.Kishi, K.Kobayashi, and M.Nishijima, Am.Ceram.Soc.Bull., 65, 1311-15(1986)
- 2) M.Mitomo, and S.Uenosono, J.Am.Ceram.Soc., 75, 103-108(1992)
- 3) N.Hirosaki, Y.Akimune, and M.Mitomo, J.Am.Ceram.Soc., 76, 1892-94(1993)
- 4) K.Hirao, T.Nagaoka, M.E.Brito, and S.Kanzaki, J.Am.Ceram.Soc., 77, 1857-62 (1994)
- 5) 宮島達也, 山内幸彦, 兼松渉, 大司達樹, 伊藤正治, 日本セラミックス協会第5回秋期シンポジウム予稿集, (1992)

- 6) S.W.Freiman, D.R.Mulville, and P.W.Mast, J.Mat.Sci, 8, 1527-33 (1973)
- 7) P.L.Swanson, C.J.Fairbanks, B.R.Lawn, Y.Mai, and B.J.Hockey, J.Am.Ceram.Soc., 70, 279-89(1987)
- 8) F.F.Lange, J.Mat.Sci, 17, 235-39(1982)
- 9) 宮田昇, セラミックス, 21, 605-12(1986)
- 10) 安田公一, 松尾陽太郎, 木村脩七, J.Ceram.Soc.Japan, 100, 1332-37(1992)
- 11) 鈴木弘茂, 井関孝善共訳, "セラミックスの強度と破壊", 共立出版(1982), p88
- 12) 淡路英夫, 渡部忠男, 山田達也, 坂井田喜久, 田宮博道, 中川平三郎, 日本機械学会論文集, 56-525, A, 1148-53(1990)
- 13) 田中紘一, 石崎幸三編, "新素材焼結", 内田老鶴圃(1987), p113

第5章

- 1) 材料強度確率モデル研究会編, "材料強度の機械的性質", 養賢堂(1992), p270
- 2) 西田俊彦, 安田榮一編著, "セラミックスの力学的特性評価", 日刊工業新聞社(1986), p46
- 3) 松尾陽太郎, 小笠原俊夫, 木村脩七, 安田榮一, 材料, 36, 166-72(1987)
- 4) 材料強度確率モデル研究会編, "材料強度の機械的性質", 養賢堂(1992), p300
- 5) 岡村弘之, 板垣浩, "強度の統計的取り扱い", 培風館(1979), p38
- 6) 西田俊彦, 安田榮一編著, "セラミックスの力学的特性評価", 日刊工業新聞社(1986), p50

第6章

- 1) 杉本隆雄, 日本ガスタービン学会誌, 20, 71-74(1992)
- 2) S.M.Wiederhorn, J.Am.Ceram.Soc., 50, 407-14(1967)
- 3) 例えば, 若井史博, 桜本 久, 阪口修司, 松野外男, 材料, 35, 898-903(1986)
- 4) 例えば, A.G.Evans and W.Blumenthal, "Fracture Mechanics of Ceramics, vol.6", Ed.by R.C.Bradt, Plenum Press(1981), pp423-48
- 5) R.J.Charles, J.Appl.Phys., 29,1549-1553(1958)
- 6) 山内幸彦, 酒井清介, 伊藤勝, 大司達樹, 兼松 渉, 伊藤正治, 窯業協会誌, 94,

631-35(1986)

- 7) 張 璧, 戸倉 和, 吉川昌範, 精密工学会誌, 54, 587-93(1988)
- 8) J.J.Petrovic and M.G.Mendiratta, "Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials", S.W.Freiman, ed., ASTM STP 678, ASTM, Philadelphia(1979), pp83-102
- 9) 村山宣光, 阪口修司, 若井史博, 第49回名古屋工業技術試験所研究発表会予稿集, 26-27(1990)
- 1 0) Y.Murakami Ed., "Stress Intensity Factors Handbook", Pergamon Press(1987), p863
- 1 1) J.C.Newman, Jr. and I.S.Raju, "Computational Methods in the Mechanics of Fracture", Ed.by S.N.Atluri, Elsevier Science Publishers(1986), pp312-334
- 1 2) Y.Murakami Ed., "Stress Intensity Factors Handbook", Pergamon Press(1987), pp856-62

第7章

- 1) 阿部俊夫, 久松 暢, 石川 浩, 宮田 寛, 飯島史郎, 大島亮一郎, 日本ガスタービン学会誌, 14, 20-25(1986)
- 2) 例えば, 前田 稔, 中村和雄, 東 伸行, 日本セラミックス協会学術論文誌, 96, 795-98(1988)
- 3) 河本 洋, 近藤卓也, 機論, 58-556, 2321-27(1992)
- 4) Takayuki Narushima, Takashi Goto, and Toshio Hirai, J. Am. Ceram. Soc., 72, 1386-90(1989)
- 5) Takayuki Narushima, Takashi Goto, Yasutaka Iguchi, and Toshio Hirai, J. Am. Ceram. Soc., 73, 3580-84(1990)
- 6) 阿部 弘, 川合 実, 菅野隆志, 鈴木恵一朗, エンジニアリングセラミックス, 技報堂出版(1984), p161
- 7) 染野 檀, 安盛岩雄, 表面分析, 講談社サイエンティフィク(1976), p21
- 8) J.A. Costello and R.E. Tressler, Ceramics International, 11, 39-44(1985)
- 9) 張 璧, 戸倉 和, 吉川昌範, 精密工学会誌, 54, 1537-43(1988)
- 1 0) B.R. Lawn and E.R. Fuller, J. Mater. Sci., 10, 2016-24(1975)
- 1 1) 中村 守, 平井幸男, 久保勝司, 窯業協会誌, 94, 683-88(1986)
- 1 2) 阿部 弘, 川合 実, 菅野隆志, 鈴木恵一朗, エンジニアリングセラミックス,

技報堂出版(1984), p141

- 1 3) 小松和藏ら共訳, セラミックス材料科学入門, 内田老鶴圃(1981), p728

付録. 砥粒保持剛性が研削加工材強度特性に及ぼす影響

本論文では研削加工材の強度が最大砥粒切込み深さ g のべき関数で表されることを示した. この表示式の中で, g を定める研削加工条件以外の, 主軸剛性, 砥粒の保持剛性などの影響を包括して加工系の剛性の影響と呼び, これを補正項 α_n で表した. ここでは, 系全体の剛性に大きな影響を及ぼすと考えられる主軸静剛性, 砥粒保持剛性に注目する.

このとき, 砥粒は図 A-1 に示すように直列に結合された二つのバネの一端に取り付けられている状態にモデル化できる. バネの一方は, 主軸静剛性, 他方は砥粒保持剛性に対応する. つまり, 両者の弱い方が全体の剛性により大きな影響を及ぼすこととなる. 本研究で用いた研削盤は汎用のもので, その主軸静剛性は約 $30\text{N}/\mu\text{m}$ であった. 一方, ダイヤモンド砥粒の結合材としては一般に, 有機質のレジノイド結合材, ガラス質のビトリファイド結合材, 銅などの金属粉末を焼結したメタル結合材の 3 種類が用いられる. 図 A-2 は, レジノイドボンドダイヤモンド砥石表面の SEM 写真であるが, 砥粒は細かな結合材粒子の中に埋め込まれるような形で保持されている. しかも, これら結合材の弾性率は鉄鋼材料に比べ数分の一程度であることから, 砥粒保持剛性は主軸静剛性に比べるとかなり小さいと考えられる. したがって, 系全体の剛性に対しては, 主軸静剛性よりも砥粒保持剛性の方が影響が大きいと言える.

一般に砥粒保持剛性は, 砥粒を保持する結合材の材質や, 砥粒と砥粒を結ぶ結合材の太さを決める砥粒の含有率等の影響を受けるが, セラミックスの研削に用いるダイヤモンド砥石は砥粒含有率が高々十数%と非常に低いので, 結合材の材質によって最も大きな影響を受けると考えられる. 本研究では, 最大砥粒切込み深さ g に影響を及ぼす集中度と砥石粒度を同一に保ったまま, 結合材のみを変化させた砥石を用意し, 砥粒保持剛性が研削加工損傷による

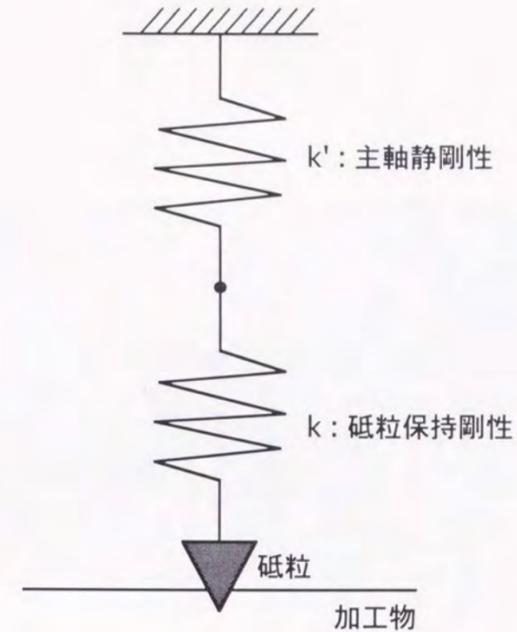


図 A-1 加工系剛性の力学的モデル



図A-2 砥粒の保持状態 (レジノイドボンド砥石)

強度劣化に及ぼす影響について検討した。結合材はレジノイド、ビトリファイド、メタルの3種類とし、集中度は75、粒度は200とした。砥粒保持剛性を表すパラメータは今のところ規格化されておらず、相関のあると考えられている特性を用いて評価されている。表A-1に、それぞれの砥石の曲げ強度及び弾性率を示す。弾性率はレジノイド、ビトリファイド、メタルの順に大きくなる。また、一般に砥石は硬脆材料である砥粒や、気孔などを多く含むので脆性材料として扱われる。そのため3点曲げ強度は、欠陥として作用する気孔などの大きさを反映したものであるということができ、実際、気孔率の高いビトリファイド砥石が著しく低い値となっている。このことは、砥粒に大きな力が加わった場合、結合材の破壊によって砥粒が脱落しやすいことを意味する。

砥石の準備条件、研削加工方法は第3章などと同様である。なお、メタルボンド砥石のドレッシングにはボンドダイヤモンドドレッサを用いた。供試材は炭化ケイ素セラミックス (SC1材) である。図A-3は結合材による研削加工材強度の劣化の程度を、レジノイドボンド砥石の場合を基準として比較したもので、図中の曲線は実験結果の回帰曲線を示す。基準となるレジノイドボンド砥石の結果は、第3章で得られた式(3-2)を用いた。細かい実線で示すビトリファイドボンド砥石の場合は、 g の増加に対する強度劣化の傾向がレジノイドボンド砥石とほとんど変わらないが、メタルボンド砥石の場合は g の増加に対して、より急激に強度が低下する傾向が見られる。その回帰式として次式が得られた。

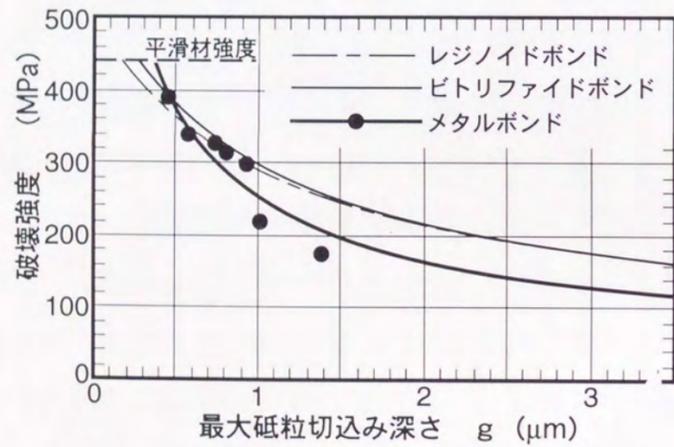
$$\sigma_f = 259(g + 0.120)^{-\frac{2}{3}}$$

式(3-2)と比較すると係数項、補正項 α_n ともに小さくなっている。これらの変化は定性的には次のように説明できる。 α_n の減少は砥粒保持剛性の増加により砥粒の切削における切り残しが小さくなることに対応していると

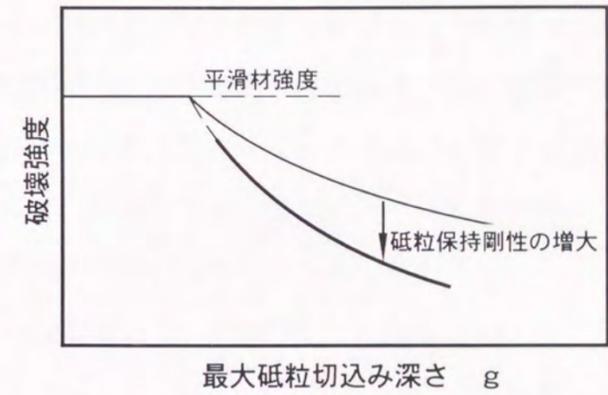
表A-1 結合材の曲げ強度および弾性率

結合材	三点曲げ強度* (MPa)	弾性率 (GPa)
レジノイドボンド	142	2.3
ビトリファイドボンド	47	4.7
メタルボンド	421	5.1

*JIS K6911に準拠



図A-3 研削加工材強度に及ぼす砥石結合材の影響



図A-4 研削加工材強度に及ぼす砥粒保持剛性の影響

考えられる。また、係数項の減少は砥粒先端の摩耗によって先端が鈍くなったことに対応していると考えられる。

以上のことから、砥粒保持剛性と研削加工損傷による強度劣化との関係は、図 A-4 に模式的に示すように保持剛性が大きくなるほど g の増加に対する強度の低下率が大きくなると考えられる。

謝辞

本論文をまとめるにあたり、終始懇切なる御指導を賜りました大阪大学基礎工学部小倉敬二教授、適切なる御助言、御批評を賜りました大阪大学基礎工学部小坂田宏造教授、平尾雅彦教授に深甚なる感謝の意を表します。

また、本研究の遂行にあたり、ひとかたならぬ御指導、御鞭撻を賜りました元名古屋工業技術研究所構造プロセス部長（現 摂南大学教授）久保勝司氏に厚く御礼申し上げます。

さらに、本研究における種々の実験に関し多大なご協力をいただきました元名古屋工業技術研究所主任研究官の酒井清介氏、伊藤勝氏、研究を進めるうえで常に適切な助言をいただきました構造プロセス部伊藤正治氏、山内幸彦氏、大司達樹氏、宮島達也氏、セラミックス基礎部中村守氏をはじめ、名古屋工業技術研究所の皆様から心から感謝いたします。

