各種 Si_3N_4 セラミックスの被研削加工特性

西岡隆夫・田中芳雄*・山川 晃・三宅雅也

住友電気工業(株)伊丹研究所, 664 兵庫県伊丹市昆陽北 1-1-1

*大阪府立大学機械システム工学科, 593 大阪府堺市学園町 1-1

Grindability of Various Silicon Nitride Ceramics

Takao NISHIOKA, Yoshio TANAKA*, Akira YAMAKAWA and Masaya MIYAKE

Itami Research Laboratories, Sumitomo Electric Industries, Ltd., 1-1-1, Koya-Kita, Itami-shi, Hyogo 664

*Department of Mechanical Systems Engineering, Osaka Prefecture University, 1-1, Gakuen-cho, Sakai-shi, Osaka 593

The grindability of various silicon nitride ceramics ground using different diamond grinding wheels was evaluated in terms of specific grinding energy and strength degradation. Main results are summarized below. (1) Specific grinding energy increases with increasing hardness of the workpiece material using a grinding wheel of small grain size under the condition of small wheel depth of cut. (2) Strength degradation increases with a grinding wheel of large grain size. Degradation increases with a smaller material constant of the critical indentation radius: $E \cdot K_{Ic}^2 / H_v^3$ (E : Young's modulus, K_{Ic} : fracture toughness, H_v : Vickers hardness). (3) The degradation increases with increasing mean value of maximum grain depth of cut. The strength in the region of a large mean value of maximum grain depth of cut decreases with a larger material constant of crack extension length: $H_v^{1/4} / K_{Ic}$.

[Received June 1, 1995; Accepted September 14, 1995]

Key-words: Silicon nitride ceramics, Specific grinding energy, Strength degradation, Maximum grain depth of cut, Critical indentation radius, Crack extension length

1. 緒 言

Si_3N_4 セラミックスは耐熱性、耐摩耗性、高剛性等の優れた特性をもち、構造材料としての期待が大きい材料である。 Si_3N_4 セラミックスを構造材料として用いる場合、焼結体の寸法精度が不十分であり、2 次的な機械加工が行われるが、ダイヤモンド砥石による研削加工は加工精度、加工能率に優れ、最も重要な加工方法である。

一方、近年 Si_3N_4 セラミックスは工業的な実用化を目的とし、 Si_3N_4 及びサイアロン結晶相の複合化や結晶粒径の制御により著しく特性の向上が図られており^{1)~3)}、その被研削特性に関する研究がこれらのセラミックスを応用するうえで重要と考えられる。

セラミックスの被研削特性に関する研究はこれまでも多くなされておられ、ジルコニアやアルミナなどのセラミックス^{4),5)}や、またここで取り上げる Si_3N_4 セラミックスでも常圧焼結を行った比較的機械的特性の低い材料^{6),7)}などが対象となっている。しかしながらこれらの報告ではそれぞれの材料について、研削条件を変えたときの研削抵抗や比研削エネルギーの変化に関する実験的な検討が主として行われており、材料の微細構造や物性値の差異が被研削特性に及ぼす影響を統一的に検討した例は少ない。

本報では、結晶相や結晶粒径を変化させた種々の Si_3N_4 セラミックスを各種ダイヤモンド砥石により平面研削加工した場合の比研削エネルギーや加工後の強度劣化を評価した。またこれらの被研削特性について、砥粒が作用した際に材料内にき裂が進展する程度を表す材料パラメーターを用いて考察した。更にこの材料パラメーターと加工後の強

度劣化が顕著になる際の臨界の最大砥粒切込み深さを関係づけることにより、各材料に対して強度劣化を抑える研削条件を推定する手法を提案した。

2. 実験方法

2.1 各種 Si_3N_4 セラミックスの作製と評価

窒化ケイ素セラミックスの作製には、原料粉末として宇部興産製 Si_3N_4 粉末 E10 グレード (平均粒径 $0.63 \mu\text{m}$, 酸素量 $1.45 \text{ mass}\%$, α 率 96.5%) と、焼結助剤として住友化学工業製 Al_2O_3 粉末 AKP-30 グレード、信越化学工業製 Y_2O_3 粉末 SU グレードをおのおの $5.2 \text{ mass}\%$ 用いた。この粉末をエタノール中にて 72h ボールミル混合し乾燥した後、冷間静水圧プレス (CIP) 成形 (圧力 150 MPa) した。得られた成形体より $8 \text{ mm} \times 6 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ の予備成形体を切り出し、 $1650 \sim 1850^\circ\text{C}$, 4h, 0.4 MPa の N_2 ガス雰囲気中で 1 次焼結した後、一部の 1 次焼結体は更に 1650°C , 1h, 100 MPa の N_2 ガス雰囲気中で熱間静水圧プレス (HIP) 処理した。

2.2 節で述べる実験に用いた研削加工材 (以下、これを強度劣化のみられない試験片として平滑材と呼ぶ) は以下の方法で作製した。すなわち上述で得られた焼結体を粒度 #200 のレジンボンド砥石を用い、砥石の設定切込み量 $3 \mu\text{m}$, テーブル速度 20 m/min , トラバース送り量 $500 \mu\text{m}$ /トラバース, スパークアウト研削 5 往復の条件で、加工材の長手方向に研削加工した後、粒度 #1500 のダイヤモンドペーストにより JIS R1601 準抛の試験片に表面仕上げした。

各 Si_3N_4 セラミックスの機械的特性は次の方法で評価した。すなわち、曲げ強度は上述の平滑材のエッジ部に JIS 規定の R 面取り加工を施した試験片について JIS R1601 に準拠した 3 点曲げ強度試験を、破壊靱性 (K_{1c}) は JIS R1607 に準拠した SEPB 試験を、ヤング率は JIS R1601 準拠の試験片を用いた曲げ共振法⁸⁾を、硬度は荷重 300 g のマイクロビッカース硬度試験をそれぞれ用いて評価した。これらにより得られた焼結体の特性を表 1 に示す。表 1 において各材料は Si_3N_4 -B を基準とし、これに比べ焼結温度を低下させ結晶粒径を小さくしたものが Si_3N_4 -A、焼結温度を上昇させ結晶粒径を大きくしたものが Si_3N_4 -C、また以上と異なり HIP 処理を施さなかったものが Si_3N_4 -D である。

2.2 平面研削実験方法

本実験には、研削盤としてナガセインテグレックス製平面研削盤 SGM-52E2 を、研削動力計はキスラー製 9257B 及び、チャージアンプにはキスラー製 5019A130 をそれぞれ用いた。

表 2 には、本実験に用いた 4 種類のダイヤモンド砥石を示す。用いた砥石は粒度を変化させた 3 種のレジンボンド砥石と 1 種のメタルボンド砥石である。

一方、実験に用いた研削加工条件を表 3 に示す。研削実験は、各砥石を一定のツルイーニング、ドレッシング条件により整形した後、テーブル上に固定した研削動力計の上に

工作物を取り付け、上向き研削（砥石の回転方向と工作物の送り方向が逆方向の研削）でワンパスだけ砥石を送るという方式で行った⁹⁾。ここで研削条痕の方向は、研削による材料の強度劣化に及ぼす影響が顕著に評価できるように、曲げ強度試験片の長手方向に対し直角方向に設定した⁹⁾。また、比研削エネルギー U_e （単位砥石幅当たり単位体積の工作物を除去するのに必要なエネルギー）の算出で用いる工作物の除去断面積は、研削条痕断面を触針式表面粗さ計で測定した断面形状より直接求めた。この断面積 S を用いて比研削エネルギーは次式により算出した。

$$U_e = (F_h \cdot V) / (S \cdot v) \quad (1)$$

ここで、 F_h ：研削抵抗の水平成分、 V ：砥石周速

v ：テーブル速度

研削試料の強度評価は、試料のエッジ部を JIS 規定の R 面取りを施した試験片について、研削部を引張り面とした JIS R1601 準拠の 3 点曲げ強度試験（試験本数は 1 条件につき 10 本とした）を用いて行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 各種 Si_3N_4 セラミックスの比研削エネルギー

図 1 (a), (b) に 4 種類の Si_3N_4 セラミックスについて、テーブル速度を変えたときの比研削エネルギーの変化を示した。

Table 1. Characteristics of Workpiece Materials

Material	Si_3N_4 -A	Si_3N_4 -B	Si_3N_4 -C	Si_3N_4 -D
Post sintering	HIP	HIP	HIP	Non-HIP
Density ($\times 10^3 \text{ kg/m}^3$)	3.25	3.24	3.24	3.21
Mean grain size (μm)	0.25	0.53	0.92	0.50
Crystalline phase *	α, β	β	β	β
3-point bending strength (MPa)	1620	1220	970	860
Young's modulus (GPa)	310	295	270	265
Vickers hardness (GPa)	17.5	15.2	14.4	13.8
Fracture toughness ($\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$)	5.2	5.4	6.8	5.0

* α : α - Si_3N_4 , β : β - Si_3N_4

Table 2. The Type of Grinding Wheel for Test

1) Resinoid-bonded wheel	<ul style="list-style-type: none"> SD100, 75 (Grain: EBG made by General Electric) Grain size: #100 (125–150 μm), #325 (37–45 μm) #800 (12–25 μm) Diameter of wheel: 200mm
2) Metal-bonded wheel	<ul style="list-style-type: none"> SD100, 75 (Grain: MBG-660T made by General Electric) Grain size: #100 Diameter of wheel: 200mm

Table 3. The Conditions of Truing, Dressing and Test Grinding

Process	Wheel speed (m/min)	Table speed (m/min)	Wheel depth of cut (μm)	Traverse rate (mm/pass)	Wheel of truing and dressing
Truing	650	10	20	1.0	GC#200–#450
Dressing	950	10	10	1.0	WA#220–#600
Test	1890	4, 12, 20	3, 6, 5, 10	—	—

Fig. 1. The relationship between specific grinding energy and table speed.

図1の結果から、いずれの材料も砥石設定切込み量の増加に対し比研削エネルギーが低下することが分かり、特にこの傾向は砥粒径の小さい、#800レジンボンド砥石を用いた場合にやや顕著であることが分かる。また#100レジンボンド砥石に比べ#800レジンボンド砥石を用いた場合の方が高い比研削エネルギーをもつことが分かる。すなわち、#800レジンボンド砥石を用いた場合及び砥石設定切込み量が小さい場合に、最大砥粒切込み深さが小さくなり、これにより塑性流動的な材料除去の占める割合が大きくなって比研削エネルギーが増大したものと考えられる^{9),10)}。

各材料の比研削エネルギーは、砥石設定切込み量が小さい場合 ($3\mu\text{m}$) 及び#800レジンボンド砥石を用いた場合に、 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-A} > \text{B} > \text{C}, \text{D}$ の順に顕著に小さくなることが分かる。すなわち、最大砥粒切込み深さが小さい領域では塑性流動的な材料除去が主となり、この領域での比研削エネルギーは硬度が高いほど大きな比研削エネルギーをもつと考えられる。したがって表1に示した硬度の高い材料から順に比研削エネルギーが小さくなるものと考えられる。

3.2 各種 Si_3N_4 セラミックスの加工後の強度変化

図2(a), (b)に4種類の Si_3N_4 セラミックスについて、砥石設定切込み量を変えたときの加工後の材料強度の変化を示した。

Fig. 2. The relationship between 3-point bending strength and wheel depth of cut.

図2の結果から、いずれの材料も粒径の小さい#800レジンボンド砥石を用いた方が加工後の強度が高く、また砥石設定切込みの増加に対して強度の変化が小さいことが分かる。特にテーブル速度が 4 m/min の場合には、各砥石設定切込み量に対し、ほぼ表1に示した平滑材に相当する強度をもつことが分かる。これは上述したように、#800レジンボンド砥石を用いた場合、最大砥粒切込み深さが小さくなり、そのために加工表面におけるき裂等の欠陥の生成が抑制されたことによるものと考えられる¹⁰⁾。

3.3 最大砥粒切込み深さと加工後の強度変化

ここでは、上述の加工後の工作物の強度変化に及ぼす最大砥粒切込み深さの影響が大きいものと考え、既報^{9),10)}で示した手法により、砥石周速やテーブル速度の増大による最大砥粒切込み深さの変化を解析し考察を行った。なお、最大砥粒切込み深さの解析には、砥石作業面の砥粒切刃の分布を考慮した統計的解析手法を適用し、その平均値（以下平均砥粒切込み深さと呼ぶ）を数値解析した。この数値解析に用いた各ダイヤモンド砥石の連続切刃間隔は既報¹⁰⁾の手法により求めた以下の近似式を用いた。

レジンボンド#100砥石: $a(\delta) = 2210 \cdot \exp(-0.20\delta)$

レジンボンド#325砥石: $a(\delta) = 450 \cdot \exp(-0.54\delta)$

レジンボンド#800砥石: $a(\delta) = 185 \cdot \exp(-0.68\delta)$

メタルボンド#100砥石: $a(\delta) = 895 \cdot \exp(-0.29\delta)$

ここで、 $a(\delta)$: 連続切刃間隔 (mm)

δ : 砥石表面よりの半径深さ (μm)

一方、平均砥粒切込み深さの数値解析に用いる砥石結合材と工作物の剛性の値も既報¹⁰⁾で示した手法により計測し、その結果を表4に示した。

図3(a)~(c)には $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-B}$ を基準として他の3材料について、数値解析した平均砥粒切込み深さと加工後の材料強度の関係を示す⁹⁾。

図3の結果から、各材料ともに平均砥粒切込み深さの増大につれて強度が低下することが分かる。また $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-B}$ に比べて $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-A}$ は小さい平均砥粒切込み深さの領域で、また $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-C}$ は大きい平均砥粒切込み深さの領域で強度が低下している。一方、平均砥粒切込み深さが $1\mu\text{m}$ 以上の領域では、 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-C}$ 以外の3種類の材料はほぼ同等の強度をもつことが分かる。以上の各材料の加工後の強度変化については3.4節で詳細な考察を加える。

3.4 各種 Si_3N_4 セラミックスの材料特性と被研削特性

Table 4. Rigidity of Wheel Bond and Workpiece Material

Material	Rigidity
Resinoid-bond: #100	0.07 (N/ μm)
#325	0.07
#800	0.05
Metal-bond : #100	0.25
$\text{Si}_3\text{N}_4\text{-A}$	0.49
B	0.43
C	0.40
D	0.39

Fig. 3. The relationship between 3-point bending strength and mean value of maximum grain depth of cut.

ここでは3.2節及び、3.3節で述べてきた加工後の材料強度の変化を各 Si_3N_4 セラミックスの機械的特性との関係から考察する。

ここで各材料に砥粒が作用した際に、材料内に発生するき裂進展が材料強度の変化に及ぼす影響が大きいと考えるため、砥粒先端が球状の圧子であると仮定し、この圧子が各材料を引っかいた際のき裂進展における遷移圧子半径（この値以下の半径をもつ圧子を用いた場合には、圧子

押し込み時に少なくとも弾性変形状態ではき裂が進展しない臨界の半径）と十分塑性域が発達した後に発生するき裂の進展長さを用いて、研削された材料の強度劣化特性を調べる¹¹⁾。このときの影響因子としての材料特性項には次式を用いた¹¹⁾。

$$\text{遷移圧子半径} : E \cdot K_{Ic}^2 / H_v^3 (\times 10^{-6} \text{ m})$$

$$\text{き裂進展長さ} : H_v^{1/4} / K_{Ic} (\times 10^{-4} \text{ m/N}^{3/4}) \quad (2)$$

ここで、 E : 材料のヤング率, H_v : 材料のビッカース硬度, K_{Ic} は表1に示す K_{Ic} の値を用いる

表5に各 Si_3N_4 セラミックスの材料特性項の値を示す。ここで表5で示した材料特性項を用い加工後の材料の強度変化を考察する。まず図3で示した平均砥粒切込み深さが $1 \mu\text{m}$ 以上の領域では、加工の際に発生するき裂が十分進展した領域と考えられるため、表5に示すき裂進展長さに関する材料特性項がほぼ同等である Si_3N_4 -A, B, Dが同レベルの加工後の材料強度を示したと考えられる。一方、き裂進展長さに関する材料特性項が他の3材料に比べ小さい Si_3N_4 -Cは加工後のき裂進展長さが小さく、高い加工後の材料強度を示したと考えられる。

更に、図3で示した各材料の顕著な加工後の強度劣化が始まる平均砥粒切込み深さを臨界砥粒切込み深さと定義し、図中より読み取ったこの値と材料特性項のうち遷移圧子半径との関係を図4に示した。この結果から両者はよい線形関係にあることが分かる。

本実験に用いた砥石及び加工条件では、特に砥粒径の大きい砥石（#100）を用いた場合、砥粒の平均粒径に対し平均砥粒切込み深さが極めて小さいため、加工中の砥粒/工作物の接触領域で十分な塑性領域が発達する以前に弾性域でき裂が発生しているものと考えられる。ここで、遷移圧子半径は圧子押し込み時の弾性域でのき裂進展と塑性開始の難易を表す指標の一つであり、この値が小さいほどき

Table 5. Material Constants

Material constant	Si_3N_4 -A	Si_3N_4 -B	Si_3N_4 -C	Si_3N_4 -D
$E \cdot K_{Ic}^2 / H_v^3 (\times 10^{-6} \text{ m})$	1.56	2.45	4.18	2.52
$H_v^{1/4} / K_{Ic} (\times 10^{-4} \text{ m/N}^{3/4})$	2.21	2.06	1.61	2.16

Fig. 4. The relationship between material constant : $E \cdot K_{Ic}^2 / H_v^3$ and mean value of maximum grain depth of cut
 E : Young's modulus of workpiece, K_{Ic} : Fracture toughness of workpiece, H_v : Vickers hardness of workpiece.

裂進展が容易に起こり、塑性変形が生じ難いことを示している。一方、圧子押し込み時の弾性変形状態での応力場の強さは、弾性論によれば圧子押し込み深さと圧子径の比に比例する¹¹⁾。したがって遷移圧子半径が大きい材料では押し込み量が大きくなければ、き裂が進展し難いと考えられるので、強度劣化を加速する押し込み量（ここでは臨界砥粒切込み深さに相当する）と遷移圧子半径とは密接な関係があることは容易に推定できることである。

以上より、本実験の範囲においては、被加工材料が決まれば、その機械的特性から材料特性項で表した遷移圧子半径を算出し、更に図4の関係を用いて臨界砥粒切込み深さを求めることにより、この臨界砥粒切込み深さに対応する加工後の材料強度の低下が少ない研削条件（砥石種、設定加工条件）を推定することが可能であると考えられる。

4. 結 言

結晶相や結晶粒径を変化させた種々の Si_3N_4 セラミックスを各種ダイヤモンド砥石によりワンパス平面研削加工した場合の比研削エネルギーや加工後の強度劣化を評価した結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) 砥石設定切込み量が小さく砥粒径が小さい場合、材料の硬度の増大につれて比研削エネルギーが増大する。
- (2) 砥粒径が大きいほど加工後の材料強度の低下は増大し、各材料における強度低下は材料の機械的特性より求

められる遷移圧子半径が小さいほど大きい。

- (3) 平均砥粒切込み深さの増大につれて加工後の材料強度は低下し、平均砥粒切込み深さの大きい領域での材料強度は、材料の機械的特性から求められるき裂進展長さに関する材料特性項が大きいほど低い値をとる。

謝 辞 本研究の実験及び考察に多大なるご協力を頂いた長岡技術科学大学・実務訓練生（現在：同大学院生）の佐々木 勝氏に深甚なる謝意を表します。

文 献

- 1) 右京良雄, 和田重孝, *J. Ceram. Soc. Japan*, **97**, 872-74 (1989).
- 2) 三友 護, *FC Report*, **12**, 310-13 (1994).
- 3) T. Nishioka, K. Matsunuma, T. Yamamoto, A. Yamakawa and M. Miyake, SAE Tech. Paper 920384 (1992).
- 4) 海野邦昭, 機械と工具, 10月号, 85-92 (1990).
- 5) I. Inasaki and K. Nakayama, *Ann. CIRP, Osaka*, Vol. 35 (1986) pp. 211-14.
- 6) 宮原克敏, 太田 稔, 自動車技術会学術講演会前刷集, **921**, 81-84 (1992).
- 7) K. Kitajima, G. Q. Cai, N. Kumagai, Y. Tanaka and H. W. Zheng, *Ann. CIRP, Tokyo*, Vol. 41 (1992) pp. 367-71.
- 8) 松下健一, 岡本 平, 非破壊検査, **35**, 736-42 (1986).
- 9) 西岡隆夫, 田中芳雄, 山川 晃, 三宅雅也, *J. Ceram. Soc. Japan*, **103**, 335-39 (1995).
- 10) 西岡隆夫, 田中芳雄, 山川 晃, 三宅雅也, *J. Ceram. Soc. Japan*, **102**, 930-35 (1994).
- 11) 田中芳雄, ニューセラミックス, No. 5, 37-44 (1988).