TZP セラミックスの強度に及ぼす 研削加工面特性の影響*

近 藤 祥 人** 佃 昭** 岡 田 昭 次 郎**

Effect of Ground Surface on the Strength of TZP

Yoshihito Kondo, Akira Tsukuda and Shojiro Okada

In grinding process of fine ceramics, the damaged layer of ground surface relates strongly to the strength of the final product. In this study, TZP was ground in several grinding conditions using several diamond grinding wheels and the effect of grinding and annealing conditions on the ground surface was discussed concerning residual stress and strength. Higher grinding force caused larger compressive residual stress to the ground surface, and resulted in the higher value of Weibull coefficient. However, the annealed test specimen at 1400°C indicated the highest value of bending strength and Weibull coefficient, because the residual cracks disappeared under the ground surface. On ground surface there were no monoclinic and rhombohedral phase, but the expansion and domain switching of tetragonal phase was found.

Key words: TZP, grinding process, damaged layer, compressive residual stress, residual crack

1. 緒 言

部分安定化ジルコニアセラミックスは、他のセラミックスにない応力誘起相変態による高強度・高じん性を有するため、構造用セラミックスとして大いに注目されている。部分安定化ジルコニアには多くの種類があり、 Y_2O_3 で安定化され微細な正方晶（T相）粒子により構成されているジルコニア（TZP: Tetragonal Zirconia Polycrystals）が一般に普及している。これまでTZPの研削加工面に関するいくつかの報告がなされているが、加工変質層の結晶構造（単斜晶（M相）¹⁾あるいは斜方晶（R相）²⁾）について検討したものであり、研削加工条件、加工変質層および強度特性の相互の関係を検討した報告はほとんどみられない。

本研究においては、種々の条件により研削加工されたTZPについて加工面性状の強度特性に及ぼす影響を検討するとともに、研削加工したTZPを各種温度で焼きなましし、加工面性状に及ぼす焼きなまし効果をあわせ検討した。

2. 実 験 方 法

TOSH製 TZ-3Yを原料として使用し、乾式プレス成形（78MPa）した後、1500°Cで3時間焼結しTZP供試体（ $3.5^{\circ} \times 4^{\circ} \times 40^{\circ}$ mm）を作製した。次に、レシプロ平面研削盤を使用し、ビトリファイドダイヤモンド砥石、クロスフィード 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 mm/strokeおよびレジノイド、メタルボンドダイヤモンド砥石、クロスフィード 2.0mm/strokeの条件で供試体の厚み3.5mmの両面を長手方向に研削加工し、 $3^{\circ} \times 4^{\circ} \times 40^{\circ}$ mmの試験体とした。なお、クロスフィードは研削盤ベッド上にTZP供試体の $40^{\circ} \times 4^{\circ}$ mm面が上下になるように並べた加工面において、砥石が横方向に40mm移動する間に縦方向に移動した距離である。他

* 原稿受付 平成3年1月14日。1989年度精密工学会秋季大会学術講演会（平成元年11月5日）にて発表

** 正会員 香川県工業技術センター（高松市郷東町587-1）

の研削条件は切込み深さ $10\mu\text{m}$ 、砥石周速度 1600m/min 、テーブル速度 10m/min である。また、研削加工において工具動力計を使用し研削抵抗(F_n , F_t)の測定を行い、最大値をもって各条件の研削抵抗とした。

以上、研削加工した試験体について、曲げ強さ(三点曲げ法、試料数28本)、研削方向に垂直な方向の表面粗さを測定するとともに、X線回折法を使用して研削加工面における残留応力および結晶構造の評価を行った。さらに、ビトリファイド砥石、クロスフィード 2.0mm/stroke の

条件で研削加工した試験体について、 $200\sim 1400^\circ\text{C}$ の7種類の温度で1時間焼きなまし、これらについても同様の評価を実施した。

3. 加工面特性に及ぼす研削条件の影響

各条件で研削加工したTZP試験体の曲げ強さの平均値、単一モードでのワイブル係数および加工面における残留応力、表面粗さを表1に示す。いずれの研削条件においても加工面に生じた残留応力は圧縮であり、焼結面に比較して大きい値を示している。研削条件との関係については、クロスフィードが大きいほど圧縮残留応力は小さくなり、また砥石の種類においてはメタルボンド砥石が最も大きい圧縮残留応力を示している。

図1に各研削条件における研削抵抗を示す。クロスフィードが大きくなるにしたがい背分力、主分力共に増大するという一般的傾向を示しているが、クロスフィードに対する背分力の増加率は主分力に比べて大きく、クロスフィードが大きくなると切残し量が大きくなることを示唆している。クロスフィード 2.0mm/stroke において主分力は使用した砥石の種類に対して大きい差異を示していないが、背分力についてはビトリファイド砥石が最も低く、メタルボンド砥石が最も高い値を示している。

著者らはすでにTZPの研削加工面において、砥粒1個に作用する研削抵抗が高いほど、圧縮残留応力は大きくなると報告した³⁾。表1と図1とを比較すると、クロスフィード 2.0mm/stroke で使用した研削砥石が異なる場合、研削抵抗が高い加工面ほど大きい圧縮とな

Table 1 Bending strength, Weibull coefficient, residual stress and surface roughness of ground TZP test specimens

Wheel	Crossfeed mm/stroke	Bending strength MPa	Weibull coefficient	Residual stress MPa	Surface roughness R_{max} μm
As-fired		1017	14.05	-105	2.0
SD 170 N 75 V	0.5	1102	19.02	-758	3.1
	1.0	1102	15.62	-751	4.3
	1.5	1122	13.69	-484	4.9
	2.0	1086	12.16	-419	5.3
SDC 170 N 75 B	2.0	1131	15.67	-578	4.1
SD 170 N 75 M	2.0	1028	13.75	-830	5.7

Fig. 1 Grinding force in several grinding conditions

	F_t	F_n
SD 170 N 75 V	○	●
SDC 170 N 75 B	△	▲
SD 170 N 75 M	□	■

っている。しかし、ビトリファイド砥石を使用した場合、クロスフィードが大きくなる程研削抵抗の値は高くなっているが、圧縮残留応力は小さくなっている。本研究において砥石と被加工材料の接触面積は常に変化しており、図1における研削抵抗は最大研削幅での値である。そこで、単位研削幅当たりの背分力を計算し、残留応力との関係を示したのが図2である。圧縮

残留応力は背分力に対して増加しており、本研究における研削条件下においてもTZPの研削加工面に生成する残留応力に対して研削抵抗が大きく影響するといえる。

表1において研削加工したTZP供試体の曲げ強さは、いずれも焼結面のままの供試体に比べて大きい値を示しており、TZPの強度に対して残留応力が影響しているといえる。ただ、各研削加工条件でのTZP試験体の曲げ強さには大きい差が認められず、メタルボンド砥石で加工した試験体のみ小さい値となっている。ワイブル係数と残留応力および表面粗さとの関係を示す図3において、ワイブル係数は表面粗さが小さいほど、また圧縮残留応力が高いほど大きい値となっている。ただ、メタルボンド砥石で研削した試験体については、この傾向から大きく逸脱している。松尾らは残留応力層が存在する材料の強度特性に影響するき裂について次のように説明している⁴⁾。研削加工表面に圧縮残留応力が存在する場合、材料の内部応力の和はゼロであり、表面近傍には圧縮応力層とそれに伴う引張応力層が存在する。き裂深さが圧縮層内部に存在する場合、圧縮残留応力により強度は上昇するが、き裂先端が圧縮応力層を越えて引張応力層あるいは残留応力層外に存在する場合、材料の強度特性に対して表面残留応力の影響はほとんどなく、き裂深さが主として影響する。したがって、メタルボンド砥石を使用した場合、研削抵抗、特に背分力が高く大きい圧縮の残留応力層が加工面に形成されるが、塑性流動型の材料除去機構を示すTZPにおいてさえ圧縮応力層よりも深い残留き裂が生成しているものと考えられる。

4. 加工面に及ぼす焼きなまし効果

ビトリファイド砥石を使用し、クロスフィード 2.0 mm/strokeで研削加工したTZP試験体について、200、400、600、800、1000、1200、1400℃の7種類の温度で1時間焼きなまし、これらの曲げ強さ、ワイブル係数（試料数28本）および焼きなまし面における残留応力、M相含有率を測定した。なお、焼きなましにおける昇温速度は 300℃/hであり、冷却は自然放冷とした。焼きなまし温度に対する各測定値の変化を図4に示す。曲げ強さは 400℃まで増加した後、1200℃ま

Fig. 2 Relation between normal force per unit grinding width and residual stress

SD 170 N 75 V : ○
SDC 170 N 75 B : △
SD 170 N 75 M : □

Fig. 3 Change in residual stress and surface roughness to Weibull coefficient

	residual stress	Surface roughness
SD 170 N 75 V	○	●
SDC 170 N 75 B	△	▲
SD 170 N 75 M	□	■

で減少し、1400℃で再び増加し最大値を示している。ワイブル係数と残留応力は1000℃までは同じような挙動を示しており、まず200℃で増加した後400℃でいったん減少し、再び 800℃まで増加した後1000℃で減少している。さらに圧縮残留応力は焼きなまし温度の増

Fig. 4 Change in bending strength, Weibull coefficient, residual stress and monoclinic phase contents to annealing temperature

Bending strength : ○ Residual stress : ◐
Weibull coefficient: ● Monoclinic phase contents: ◑

加とともに減少し1400°Cではほぼ0に近い値となっているのに対して、ワイブル係数は1000°Cで再び増加し、1400°Cで最も大きい値を示している。M相含有率は400°Cまで増加した後減少し、1000°Cにおける焼きなまし面にはM相は認められない。

以上のように焼きなまし温度に対する各測定値の挙動は複雑である。曲げ強さおよびワイブル係数の挙動に対して、焼きなまし面のM相含有率および残留応力が複雑に影響しているものと考えられる。まず、焼きなまし温度800°Cまでの挙動について述べる。Satoらは Y_2O_3 で安定化したTZPを長時間焼きなましし、焼きなまし面にM相の生成を確認するとともに、表面からの変態層の深さが50 μm 以下であれば強度劣化はないと報告している⁵⁾。400°CにおけるM相含有率が最大値を示すのは低温劣化によるM相の生成に起因しているものと考えられ、Satoらの報告におけるM相生成量が最も多い200°Cとの差は焼きなまし時間によるものと予測される。したがって、曲げ強さが400°Cまで大きい値を示すのは、低温劣化により生成したM相の変態相が圧縮残留応力層として作用し、400°Cから800°Cにおける曲げ強さの減少はM相の減少と関係付けて考えることができる。ワイブル係数についても200°Cで大きい値を示すのは曲げ強さと同様にM相の生成によるものと考えられるが、400°Cでの減少はM相への

Fig. 5 X-ray diffraction patterns of tetragonal phase(111) on ground surfaces of TZP

相変態により圧縮層境界における微小き裂の生成に起因しているとも考えられるが実際のところはわからない。また、本研究における残留応力はT相について測定したものであり、ワイブル係数と同様の挙動を示すことをM相の生成と関係付けて判断することはできない。

次に 800℃から1200℃までの曲げ強さ、ワイブル係数の減少は、圧縮残留応力の減少に起因している。さらに1400℃で圧縮残留応力が減少するにもかかわらず、曲げ強さおよびワイブル係数が増加し、かつ最大値を示すのは破壊起源となる残留き裂あるいは研削条痕先端が再焼結により鈍化したものと考えられる。いずれにしても表1および図4の結果から、研削加工によりTZP加工面に圧縮残留応力層が生成し強度特性を改善するが、1400℃程度で焼きなましの方が最大の強度特性を得られるといえる。

5. TZP加工面の結晶構造

前節までにおいて作製したTZP試験体表面の結晶構造の変化をX線回折法(Cuターゲット)により検討した。特にT相(111)、(002)、(200)、(113)、(131)回折線近傍のX線プロファイルを測定した。各条件で研削加工した場合のT相(111)回折線近傍のX線プロファイルを図5に示す。図において加工面のT相(111)は焼結面に比較してブロードになり、かつ低角度側にシフトし、特に背分力が最も高いメタルボンド砥石を使用した場合最も大きく低角度側にシフトしている。一方、加工面のM相($\bar{1}11$)回折線はいずれも焼結面に比べて小さくなっている。ビトリファイド砥石を使用し、クロスフィード2.0mm/strokeで研削加工したTZP焼きなまし面のX線回折プロファイルを図6に示す。T相(111)回折線は焼きなまし温度の上昇とともにシャープになり、高角度側にシフトしている。

Gupta はTZP研削加工面には応力誘起相変態によるM相が生成し、T相とM相の密度差により圧縮残留応力層が形成されると報告している¹⁾。水谷らはTZPの研削加工変質層についてM相が生成しているとし、薄膜X線回折法を使用して検討している⁵⁾。しかし、本研究においてTZP加工面のM相($\bar{1}11$)回折線は焼結面に比較して小さくなっており、応力誘起相変態によるM相が生成しているとは考えにくい。一方、HasegawaはPSZ(部分安定化ジルコニア)の研磨面にR相を発見している²⁾。このR相についてはKitanoらも Y_2O_3 2~5mol%を添加した各種ジルコニアの研削面において確認し、 Y_2O_3 添加量の多いジルコニアほどR

Table 2 Intensity ratio of X-ray on ground surfaces of TZP

Wheel	(002)/(200)	(113)/(131)
As-fired	0.65	0.55
SD 170 N 75 V	1.86	0.98
SDC 170 N 75 B	2.10	1.03
SD 170 N 75 M	3.07	1.71

Fig. 6 X-ray diffraction patterns of tetragonal phase (111) on annealed surfaces of TZP

相が多く生成したと報告している⁷⁾。しかし、図5においてR相の回折線はT相(111)回折線の低角度側に認められない。図5、6において高い背分力を示すメタルボンド砥石を使用した研削加工面のT相(111)回折線が低角度側に大きくシフトしていること、および焼きなまし温度が高くなるにしたがいT相(111)が高角度側にシフトしていることを考慮すれば、TZPの研削加工面において単にT相が膨張していると考えられる。しかし、表1における研削加工面の残留応力が圧縮であることと矛盾する。残留応力は $2\theta - \sin^2 \psi$ 法で $Cr K\alpha$ を用い、T相(113)の回折線($2\theta = 152.3^\circ$)について測定した結果である。一般に圧縮応力が働く場合には、応力方向の格子面間隔が小さくなり応力に垂直な方向の格子面間隔は大きくなる。X線プロファイルの測定は、残留応力測定における $\psi = 0^\circ$ の測定と同じ条件であり、図5、6でのT相(111)の

膨張は圧縮応力に垂直な方向の格子面を測定した結果と考えられる。いずれにしても、TZPの研削加工面に生成する残留応力相には、T相の格子面間隔の変化が関与していると考えられる。

TZPの焼結面、3種類の砥石で加工した研削加工面、および1000, 1400℃での焼きなまし面のT相(002), (200)回折線近傍のX線プロファイルを図7に示す。焼結面と加工面とでT相(002), (200)のX線強度は逆転している。このような現象はT相(113), (131)においても認められ、(002)/(200), (113)/(131)X線強度比を表2に示す。いずれのX線強度比においても焼結面と加工面では逆転現象が生じており、特に高い研削抵抗を示すメタルボンド砥石を使用した場合の値が大きい。これはVirkarらにより提案され⁸⁾、Kitanoらにより確認された⁹⁾T相のc軸再配列によるものであり、研削抵抗が高くなるほどc軸再配列の度合いが高くなると考えられる。次に、加工面において生じた(002), (200)回折線の逆転現象は焼きなまし面においても認められる。VirkarらはTZP研削加工面はc軸再配列により強化されると報告している⁸⁾。しかし、焼きなまし温度の上昇とともに残留応力、曲げ強さは減少することから判断して、c軸再配列はTZPの強度に影響を及ぼさないと考えられる。

6. 結 言

種々の条件で研削加工したTZP試験体について加工面性状が強度特性に及ぼす影響、加工面性状に及ぼす焼きなまし効果および加工面の結晶構造について検討した結果、次のような結論を得た。

- (1) 研削抵抗が高い研削条件ほど、加工面の圧縮残留応力は大きい。
- (2) 圧縮残留応力が大きく、表面粗さが小さい試験体ほどワイブル係数は大きい値を示す。
- (3) 焼きなまし温度が高くなるにしたがい圧縮残留応力は小さくなるが、1400℃で焼きなましした試験体はいずれの研削加工した試験体に比べても、大きい曲げ強さおよびワイブル係数を示す。
- (4) 加工面には単斜晶および斜方晶の生成は認められず、正方晶の膨張およびc軸再配列が確認された。

Fig. 7 X-ray diffraction patterns of tetragonal phase (002) and (200) on as-fired, ground and annealed surfaces of TZP

参 考 文 献

- 1) T.K.Gupta: Strengthening by Surface Damage in Metastable Tetragonal Zirconia, J. Am. Ceram. Soc., **66**, 1-2(1980)c-117.
- 2) H.Hasegawa: Rhombohedral Phase Produced in Abraded Surface of PSZ, J. Mater. Sci. Letters, **2**(1983)91.
- 3) Y.Kondo, Y.Kuroshima, Y.Hashizuka, A.Tsukuda and S.Okada: Ground Surface of Y-TZP, Yogyo-Kyokai-shi, **95**, 12(1987)1223.
- 4) 松尾陽太郎, 小笠原俊夫, 木村脩七, 安田栄一: セラミックスの研削加工に伴う残留応力による強度低下の基礎的研究, 旭硝子工業技術奨励会研究報告, **55**(1989)307.
- 5) T.Sato, S.Otaki, T.Endo and M.Shimada: Improvement of Thermal Stability of Yttria-doped Tetragonal Zirconia Polycrystals by Doping CeO₂ on Surface, J. Mater. Sci., **5**(1986)1140.
- 6) 水谷勝巳, 村田一夫, 田中芳雄: 薄膜X線回折法によるセラミックスの研削加工変質層の解析, 精密工学会誌, **55**, 11(1989)2024.
- 7) Y.Kitano, Y.Mori, A.Ishitani and T.Masaki: A Study of Rhombohedral Phase in Y₂O₃-partially Stabilized Zirconia, Mat. Res. Symp. Proc., **78**(1987)17.
- 8) A.V.Virkar and R.L.K.Matsumoto: Ferroelastic Domain Switching as a Toughening Mechanism in Tetragonal Zirconia, J. Am. Ceram. Soc., **69**, 10(1986)c-224.
- 9) Y.Kitano, Y.Mori, A.Ishitani and T.Masaki: Structural Change by Mechanical and Thermal Stress of 2.5mol%Y₂O₃-stabilized Tetragonal ZrO₂ Polycrystals, J. Am. ceram. Soc., **71**, 8(1988)c-382.