粒径制御された HIP アルミナ焼結体の被研削性*

佃 昭** 近藤祥人** 黒島泰幸** 岡田昭次郎** 植松敬三***

Grindability of Hipped Alumina Ceramics with Several Grain Sizes

Akira TSUKUDA, Yoshihito KONDO, Yasuyuki KUROSHIMA,
Shojiro OKADA and Keizo UEMATSU

To grind the modern ceramics at high material removal rate, it is very important to understand the grindability. In this study, a series of alumina ceramics with several grain sizes was ground at constant pressure using diamond grinding wheel. The specific grinding energy which was calculated from a material removal rate and a tangential grinding force was adopted as a criterion of grindability. Conclusions obtained are: (1) The grindability of hipped alumina ceramics can be estimated from both grain size and MOR value. (2) Both brittle fracture and plastic deformation are responsible for the chip generation in grinding of fine-grain alumina ceramics, but the brittle fracture became dominant for coarser-grain material.

Key words: material removal rate, grindability, alumina ceramics, grain size, grinding energy

1. 緒 言

セラミックスの研削加工を支配する因子は多く、その一つである被研削性を材料の物理特性から検討することは重要な課題である。セラミックス材料の物理特性を支配する因子には、結晶相、結晶粒子径、残留気孔および粒界層等があり、これらが複雑にかつ相互に関係しているため、各種セラミックスの被研削性を一つのテーブル上で議論することは困難である。窒化けい素、炭化けい素等の非酸化物系セラミックスは、一般に難焼結材料であるため焼結助剤が添加されており、その焼結助剤の種類および添加量は、製造企業によって異なっている。また、窒化けい素においては、 α および β 相が存在し、その組成比は材料の物理特性に大きな影響を及ぼす。さらに、ジルコニアにおいては、材料の物理特性は正方晶含有率に左右される。一方、アルミナセラミックスは、 α アルミナにより構成されており、高純度焼結体の製造が可能のため、材料物理特性と被研削性の関係を整理することは容易である。

すでにアルミナセラミックスの被研削性は、MOR値(modulus of resilience)により評価できることを

報告した¹⁾が、使用した供試材料はバイヤー法で製造されたアルミナ原料を、種々の焼結温度で常圧焼結させたものであり、供試材料の中には、強度、ヤング率等を左右する残留気孔を多く含むものもあった。近年、セラミックス原料の製造技術の高度化が進み、アルミナ原料についても低温焼結が可能な高純度微粒アルミナ原料が開発された。この高純度微粒アルミナ原料を用い、種々の温度で予備焼結後HIP処理を行うことにより、無気孔で結晶粒子径のみ異なる焼結体を作製することが可能である²⁾。本研究では、この粒径制御されたHIPアルミナ焼結体について湿式定圧研削試験を行い、その被研削性をセラミックスの最も基本的な構成因子である結晶粒子径から検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材

本実験に使用したアルミナセラミックスの物理特性を表1に示す。供試材は、高純度微粒アルミナ粉末を乾式プレス成形した後、表中に示した予備焼結温度にて焼結させ、その後、表中のHIP温度により100MPa、1時間HIP処理を行った。この処理により、相対密度100%、平均結晶粒子径0.77~5.85 μ mの5種類の供試材を作製した。曲げ強さはJIS R 1601, 3点曲げ法により、破壊じん性値はSEPB法により求めた。また、

* 原稿受付 平成3年12月13日

** 正 会 員 香川県工業技術センター (高松市郷東町587-1)

*** 長岡技術科学大学化学系(長岡市上富岡町1603-1)

ヤング率はグラインドソニック法により測定した。MOR値は、次式のように定義されている。

$$MOR = \sigma^2 / 2E \quad (1)^{3)}$$

ただし、 σ は引張強さ、 E はヤング率である。本研究では、上式の引張強さを曲げ強さにて代用し、MOR値の計算を行った。結晶粒子径の増大にともない、曲げ強さ、ヌープ硬さは減少しているが、破壊じん性値、ヤング率はほぼ一定の値となっている。MOR値は、曲げ強さに左右され結晶粒子径の増大とともに減少している。この供試材を $3 \times 4 \times 60$ mmのスティック形状の試験片に加工し、研削試験に供した。

2.2 研削試験

研削試験は、万能工具研削盤を用いて湿式定圧研削方式により実施した。使用砥石は、カップ型ビトリファイドボンドおよびレジノイドボンドダイヤモンド砥石である。研削条件を表2に、試験方法の模式図を図

1に示す。図に示すとおり定圧研削試験は、カップ型ダイヤモンド砥石に試験片の 3×4 mmの面を一定荷重にて押し付け、一定時間(30秒間)の変位をリニアゲージにより測定し、材料除去率を求めた。またロードセルにより接線研削抵抗を測定し、ペンレコーダに記録した。これらより、比研削エネルギー e を次式によって算出した。

$$e = F_t \times V_s / Z_w' \quad (2)$$

ただし、 F_t は30秒間の平均接線研削抵抗、 V_s は砥石周速、 Z_w' は30秒間の平均材料除去率である。研削性能に大きく影響する砥石作用面は、研削試験ごとにWAブレイキツルア(WA120K7V)を用いてツルーイング後、WAスティック(WA220H7V)にてドレッシングを行った。さらに、研削加工面の性状および切りくずの形状から研削機構の検討を行うため走査型電子顕微鏡(SEM)観察を実施した。

3. 実験結果及び考察

3.1 材料除去率の推移

ビトリファイドボンドおよびレジノイドボンドを用

Table 1 Physical properties of specimens

Sample No.		1	2	3	4	5
Hipping temperature	℃	1250	1250	1350	1450	1550
Presintered temperature	℃	1280	1300	1400	1500	1600
Average grain size	μm	0.77	1.05	2.39	3.94	5.85
Relative density	%	100	100	100	100	100
Bending strength	MPa	730	760	540	450	410
Fracture toughness	MPam ^{1/2}	4.6	4.5	4.6	5.1	5.3
Young's modulus	GPa	416	416	415	406	419
Knoop hardness		2160	2150	2040	2010	1940
MOR (Modulus of resilience)	MPa	0.64	0.69	0.35	0.25	0.20

Table 2 Grinding conditions

Grinding machine	Universal tool grindig machine (Type Makino fraise C-40 0.75kW)
Grinding wheel	SD 170 N 75 V SDC 170 N 75 B (6A2φ100×19×31.75×5W×3X)
Peripheral wheel speed	600, 1100, 1900 m/min
Grinding pressure	0.02 - 1.6MPa
Trueing	WA #120 K 7 V Brake truer
Dressing	WA #220 H 7 V Stick
Coolant	Chemical solution type 2 L / min

Fig.1 Schematic diagram of experimental apparatus

い、砥石周速1100m/minの条件で研削した場合の材料除去率の推移を図2、図3に示す。図より、材料除去率は加工圧力の増加とともに増加するという一般的傾向を示し、その増加率は結晶粒子径が大きいほど高くなっている。また、砥石結合剤の種類による影響は、ビトリファイドボンドの方がレジノイドボンドより材料除去率の増加が大きく、ビトリファイド砥石が切れ味の優れた砥石であることを示している。ビトリファ

Fig. 2 Change of material removal rate (Vitrified)

Fig. 3 Change of material removal rate (Resinoid)

イドボンドの場合、いずれの結晶粒子径においても材料除去率は単調増加しているのに対し、レジノイドボンドの結晶粒子径が小さい No. 1 ($0.77\mu\text{m}$)、No. 2 ($1.05\mu\text{m}$) においては、加工圧力に対する材料除去率の増加は極めて小さい。これはレジノイドボンド砥石を使用した場合、砥粒と被加工物との干渉領域において、結合剤の低剛性に起因する砥粒切れ刃の弾性変位により、砥粒 1 個当たりの実切込み深さが小さくなり、かつ砥粒の逃げ面摩耗にともなう自生発刃があまり期待できないため、研削機構が rubbing 状態になったものと考えられる。セラミックスの定切込み研削において、ビトリファイドボンド砥石がレジノイドボ

ド砥石に比べ、結合剤の高剛性、チップポケットとなる気孔の存在、適度の自生発刃等により良い研削性能を示すことを報告した⁴⁾が、定圧研削試験においても同様の結果となった。したがって、以後ビトリファイドボンド砥石について考察する。

3.2 研削機構

ビトリファイドボンドで研削した場合の研削加工面性状の SEM 写真を図 4 に示す。図より、結晶粒子径が大きい場合 (No. 5) は、典型的なぜい性破壊型の研削加工面を示しており、結晶粒界が明瞭に確認できることから、粒界破壊により加工が進展したものと考えられる。これに対し、No. 3、No. 1 と結晶粒子径が小さくなるにしたがい、ぜい性破壊型の研削加工面に加え、金属の研削加工面と同様の研削条痕が認められるようになり、かつ研削条痕の研削加工面に占める割合は増加している。金属材料研削時に生じる塑性流動面とは厳密には異なると考えられるが、この研削条痕はき裂生成の少ない、あるいはき裂進展の小さい塑性流動型の研削機構により生成されたものとする、研削機構は、結晶粒子径の減少とともにぜい性破壊型から塑性流動型の研削機構に連続的に変化すると考えられる。

ビトリファイドボンドで研削した場合の切りくずの SEM 写真を図 5 に示す。結晶粒子径が大きい No. 5 では、焼結体を構成する結晶粒子径とほぼ同一径の切りくずが多く認められる。結晶粒子径が中間の No. 3 では、No. 5 と同様に焼結体を構成する結晶粒子径とほぼ同一径の切りくずに加え、何個かの結晶粒子が集合した塊状の切りくずが散見される。さらに、結晶粒子径が小さい No. 1 においては、微小切りくずと同時に No. 3 よりさらに大きな偏平で塊状の切りくずが認められ、これら塊状の切りくずの表面には研削条痕が確認できる塑性流動面とぜい性破壊面が混在している。

図 4 において、No. 1 の研削加工面下の SEM 写真を図 6 に示す。写真は、傾斜切断面 (傾斜角 45°) を沸騰りん酸によりエッチングしたものである。これより、塑性流動型研削加工面下にもクラックが発生していることがわかる。Evans によるとセラミックス等硬ぜい材料の研削加工は、研削加工面下に加工面と平行に進展するラテラルクラックにより、切りくずが生成され加工が進行するとされている⁵⁾。このことより、No. 1 の偏平で大きな塊状の切りくずは、塑性流動型研削加工面の表面下に発生したラテラルクラックにより、研削加工面から剥離し生成されたものと考えられ、砥石周速による塊状切りくず寸法の差異は、砥粒

Fig. 4 SEM photographs of ground surfaces (Vs:1100m/min)

Fig. 5 SEM photographs of chips removed at grinding process

1 刃当たりの切込み深さの差により、ラテラルクラックの寸法が変化したためと考えられる。

3.3 比研削エネルギー

各加工圧力における比研削エネルギーの推移を図7に示す。図より、比研削エネルギーは加工圧力に関係なく、ほぼ一定の値を示している。以下の考察における各条件の比研削エネルギーは、加工圧力が0.2MPaの値を採用した。

比研削エネルギーと結晶粒子径の逆数の関係を図8に両対数で示す。図において、いずれの供試材料にお

Fig. 6 SEM photograph of remained cracks under ground surface (No. 1)

Fig. 7 Change of specific grinding energy

いても砥石周速の増加とともに比研削エネルギーは増加しており、これは砥石周速の増加により砥粒切れ刃 1 個当たりの実切込み量が減少するためと考えられる。また、いずれの砥石周速においても、結晶粒子径の減少にともない比研削エネルギーは、No. 5～No. 3の間では直線的に増加し、No. 2～No. 1の間では、ほぼ一定の値を示している。このような現象は研削機構の変化に起因するものと考え、塑性流動型研削加工面の研削加工面中に占める割合を求めた。塑性流動面率と結晶粒子径との関係を図 9 に示す。

図より、No. 5～3の間では結晶粒子径の減少にともなって塑性流動面率は各砥石周速の場合とも増加している。しかし、No. 2～1の間では増加の割合は減少しており、特に砥石周速が 600m/min の場合はほとんど増加していない。これは、切りくずの SEM 観察からもわかるように、塑性流動面が生成されてもその直下のラテラルクラックのために塊状の切りくずとなって剥離し、砥粒切込み深さより深いぜい性破面が形成されるため、見かけの塑性流動面率の増加が少ないものと考えられる。また砥石周速による差異は、砥石周速の低下とともに砥粒 1 月当たりの切込み深さが増加するため、ラテラルクラック寸法が大きくなり、砥石周速の低下とともに塊状切りくずの寸法も増大し、砥石周速が低いほど見かけの塑性流動面率が小さくなったものと考えられる。

図 8 において、No. 5～No. 3の間では結晶粒子径と比研削エネルギーの間には両対数上で直線関係が認められる。したがってこの間の比研削エネルギー

Fig. 8 Relation between specific grinding energy and grain size

Fig. 9 Relations between percentage of plastic deformation surface and grain size

e は次式のような形で表すことが可能である。

$$e = a D^b \quad (3)$$

ただし、 D は結晶粒子径、 a 、 b は無次元の定数である。

図よりこの直線の傾き b は約 -1 であり、このことからラテラルクラックによる大規模な塊状切りくずが発生しない領域では、比研削エネルギーは結晶粒子径に反比例し、結晶粒子径の増大にともない被研削性が良好になることを示している。

Fig.10 Relation between specific grinding energy and modulus of resilience

Petch らによれば、結晶体の強度 σ と結晶粒子径 D の間には次式の関係があるとされている。

$$\sigma = K D^{-1/2} \quad (4)^{6)}$$

$$\sigma = \sigma_0 + K D^{-1/2} \quad (5)^{7)}$$

ただし、 K 、 σ_0 は定数である。

式(4)、(5)から、セラミックスの強度 σ は、

$$\sigma \propto D^{-1/2} \quad (6)$$

である。セラミックスの破壊に至るまでの弾性ひずみエネルギー (MOR) は、式(1)により与えられており、ヤング率 E は表1からほぼ一定であることから式(1)、(6)より

$$MOR \propto (D^{-1/2})^2 \quad (7)$$

である。上式より、弾性ひずみエネルギーは、結晶粒子径に反比例する。このことは、本実験結果である、比研削エネルギーは、結晶粒子径に反比例することと一致する。

また、No. 2、No. 1 がこの直線からはずれるのは、切りくず形状が焼結体を構成する結晶粒子径とほぼ同一径の粒子に加え塊状の多粒子単位の切りくずが混在するようになるため、破壊に要する単位体積当たりのエネルギーが減少したものと考えられる。

式(1)より求めた MOR 値と比研削エネルギーの関係を図10に示す。図より比研削エネルギーは、供試材の MOR 値の増加とともに増加しており、両者は良い相関関係を示している。前報においてアルミナの被研削性は MOR 値による評価が可能であることを示したが、残留気孔を含まない焼結体においても被研削性は

MOR 値により評価でき、前報における結論が妥当であることを示している。

4. 結 言

本研究では、HIP 処理により得られた、無気孔で結晶粒子径のみ異なるアルミナ焼結体について湿式圧研削試験した結果、次の知見を得た。

- (1) HIP アルミナセラミックスの研削機構は結晶粒子径により変化し、結晶粒子径が小さくなるほどぜい性破壊型から塑性流動型研削機構に変化する。
- (2) 結晶粒子径が大きい場合には1粒子単位の切りくずが多く発生するが、結晶粒子径が小さくなるにしたがって、1粒子単位の切りくずに加え、塊状の切りくずが混在するようになり、塊状切りくずの大きさは結晶粒子径の減少とともに増大する。
- (3) 塑性流動型研削加工面下にもクラックが発生し、見かけ上の塑性流動面率の増加率は減少する。
- (4) HIP アルミナ焼結体の比研削エネルギーは、結晶粒子径に反比例し、HIP アルミナ焼結体の被研削性は結晶粒子径により評価できる。
- (5) 結晶粒子径の減少とともに増加する MOR 値は比研削エネルギーと良い相関関係を示し、HIP アルミナ焼結体の被研削性は、MOR 値によっても評価できる。

参 考 文 献

- 1) Y. Kondo, Y. Kuroshima, A. Tsukuda and S. Okada: Effect of Microstructure on Grindability in Alumina Ceramics, *Yogyo-Kyokai-Shi*, 94, 8 (1987) 183.
- 2) 関口雅彦, 板倉一久, 金 鎮映, 加藤善二, 内田 希, 植松敬三, 斉藤勝一, 宮本 明: アルミナ予備焼結体の熱間等方圧焼結, *日本セラミックス協会学術論文誌*, 97, 12 (1989) 1486.
- 3) E. Ratterman et al.: *Ceramic Finishing with Diamond*, *Ceramic Ind.*, Feb. (1968) 38.
- 4) Y. Kuroshima, Y. Kondo and S. Okada: Development of Vitrified Diamond Grinding Wheel for Engineering Ceramics, *Yogyo-Kyokai-shi*, 93, 9 (1985) 587.
- 5) A. G. Evans: *Abrasive Wear in Ceramics*, N. B. S. Spec. Publ., 562 (1979) 1.
- 6) E. Orowan: *Fracture and Strength of Solids*, *Repts. Progr. in Phys.*, 12 (1949) 185.
- 7) N. J. Petch: *The Cleavage Strength of Polycrystals*, *J. Iron Steel Inst.*, 174, 1, May (1953) 25.