アルミナセラミックスの表面性状と強度†

堀 川 武* 浦 部 和 順** 中 村 宏*

Surface Property and Strength of Ground Alumina Ceramics

by

Takeshi HORIKAWA*, Kazuyori URABE** and Hiroshi NAKAMURA*

Mechanical properties of ceramics are sensitive to the microstructure of the machined surface. The fracture strength has been studied in the past as a function of surface roughness of ceramics, and it has been noticed that micro cracks exist in the ground surface layers. The microcracks caused by grinding abrasion, however, have not been clearly observed.

The purpose of this study was to describe the micro-structure of ground surface of alumina ceramics and to obtain its influence on the bending and fatigue strengths. The following results are obtained.

(1) According to TEM observations, both the inter- and the trans-granular fracture occurred in the surface layers.

(2) Micro cracks developed in the area of trans-granular fracture.

(3) The structure image of the strained area suggested that lattice deformation occurred when diamond grains hit an alumina grain. Some dislocations were also observed in the alumina grain.

(4) The diamond grain size of the grinding wheel did not have so much effect on the three point bending strength.

(5) The specimen ground by a #325 diamond grinding wheel showed slightly higher fatigue strength than by a #800 diamond grinding wheel.

Key words: Alumina ceramic, Surface property, Bending strength, Fatigue strength, TEM observation, SEM observation, Micro-crack

1 緒 言

セラミックスの強度は表面層の微視的構造に依存することが知られている。これまでに、主として実用的な観点から表面粗さと強度の関係についてマクロな立場の研究が多く^{1),2)}、Rice と Mecholsky は研削加工によって表面層に発生するき裂が破壊強度に大きく関係することを報告している³⁾。また、最近では研削によって発生するき裂寸法と残留応力が曲げ強度に及ぼす影響について報告されている⁴⁾。

しかし、研削砥石の砥粒によって発生する極微細なき裂や表面性状については十分に観察されているとは言いがたい。電子顕微鏡を使った表面層の微視的な観察が表面研削によって発生する極微細なき裂の状況とその発生機構を明らかにするうえで重要であり、表面性状がはっきりしたセラミックスの破壊強度を求めることは工学上意義深いことである。

このような認識にたった研究の一環として本研究では研削加工を行ったアルミナセラミックスの表面観察結果から研削表面の微視的性状を明らかにすると

ともに三点曲げ試験や疲労試験を行ったので、その結果についても合わせて報告する。

2 実験方法

2・1 供試材料

実験に用いたセラミックスはイオン結合性の強いアルミナセラミックスであり、99.8%の Al_2O_3 と0.2%の MgO のものを1600°Cで常圧焼結して作製した。このようにして作ったセラミックスから試験片の形状が4×3×36(mm)の角材となるように、表面をダイヤモンド砥石を装着した平面研削盤で試験片の長手方向が砥粒の通過する方向となるように研削して仕上げた。なお、表面を走査型電子顕微鏡H12-50S(以下ではSEMと称する)で観察し、20個の結晶粒の粒径を計って平均的な粒径を求めたところ、粒径は約8.5 μm であった。

研削条件としては砥粒番号#325の砥石を使い、切込量約5 $\mu\text{m/pass}$ で0.2~2mm削除したもの、さらに#800の砥石で約3 $\mu\text{m/pass}$ で100~200 μm 削除して仕上げたものの2種類である。なお、このように

† 原稿受理 平成3年9月17日 Received Sep. 17, 1991

* 正会員 龍谷大学理工学部機械システム工学科 〒520-21 大津市瀬田大江町横谷, Dept. of Sci. & Eng., Ryukoku Univ., Seta, Otsu, 520-21

** 龍谷大学理工学部物質化学科 〒520-21 大津市瀬田大江町横谷, Dept. of Mat. Chem., Ryukoku Univ., Seta, Otsu, 520-21

して作製した試験片の長手方向の表面粗さを触針式粗さ測定機で測定した結果, #325 と #800 のもので R_{max} が $6.50\text{ }\mu\text{m}$ と $3.40\text{ }\mu\text{m}$ であった。

2・2 電子顕微鏡観察

試料表面は SEM, および透過型電子顕微鏡 JEOL 4000EX (以下では TEM と称する) を使用して観察した。特に, TEM 観察用の試料は研削方向と直角な断面の表面層を観察する目的で Fig. 1 に示すように 2 本の試料を使用して観察するべき研削面をあわせて接着し, 図示のように研削面を含んで約 2 mm の厚さの試料をダイヤモンドカッターで切り出した後, 約 0.5 mm の厚さになるまで #300 のダイヤモンド砥石を装着した平面研削盤で削った。つぎに, #1000 の砥粒を用いて手研磨し, 厚さ約 $100\text{ }\mu\text{m}$ とする。さらに $0.5\sim 0.1\text{ }\mu\text{m}$ のダイヤモンド砥粒を用いて $30\text{ }\mu\text{m}$ 以下の厚さにした後, TEM 観察部分をイオンミリングによって仕上げた。

2・3 曲げ強度試験

曲げ強度試験は JIS R1601 の曲げ強さ試験法⁵⁾に示されている 3 点曲げ試験法に従って実施した。使用した試験機はインストロン社製の容量 500 kgf の電気油圧サーボ式疲労試験機であり, 変位制御で変位速度が JIS 規格に合うようにして実施した。破壊荷重の計測は 1/5000 秒の間隔で荷重の急変を検出して最大荷重を記憶できる試験機内蔵の破壊荷重検出装置により行った。

2・4 曲げ疲労試験

3 点曲げ疲労試験は Fig. 2 に示すような治具を用い

Fig. 1. Preparation method of specimen for TEM observation.

Fig. 2. Jig for three point bending fatigue test.

て実施した。荷重点の間隔は JIS R1601 に規定されている寸法とした。なお, セラミックスは荷重に対する変位が非常に少ないためにサーボ系の制御感度が相対的に非常に高くなるので Fig. 2 に示すようにアクチュエータと 3 点曲げ治具の間にゴムをはさんで若干の変位を与えることにより安定した試験ができるように工夫した。疲労試験波形は応力比 $R=0.1$ の完全片振りの正弦波とし, 繰返し速度は 6 Hz である。

3 試験結果

3・1 表面性状観察結果

Fig. 3 と Fig. 4 に #325 と #800 の砥石で研削したアルミナセラミックス表面の SEM 写真を示す。研削の方向は写真に示す矢印の方向であり, 砥粒によってできた研削きずが矢印の先端部分に認められる。Fig. 4 の #800 番の場合には研削きずは認め難いが, この写真では一か所のみ認められるので矢印で示している。これらの写真から研削砥石の砥粒の差による研削表

Fig. 3. SEM photograph of surface ground by grinding wheel with #325 diamond grains.

Fig. 4. SEM photograph of surface ground by grinding wheel with #800 diamond grains.

面の顕著な相違は認められない。また、研削表面は、いわゆる気孔と言われる部分の他に、粒界が破壊してアルミナの結晶粒が脱落した部分と結晶粒が砥粒によって削られて平面となった部分から構成されていることがわかる。

#800の砥粒で研削した研削面の断面の低倍率TEM観察写真をFig. 5に示す(研削砥粒の砥粒粗さによる断面の顕著な相違は認められなかったので#800の場合のみ示す)。この観察結果から研削面の断面は図中に矢印“A”、“B”で示すような2種類の断面に大別できる。

Fig. 5. TEM photograph of cross sections ground by grinding wheel with #800 diamond grains.

Fig. 6. Cross section of ground surface showing fracture along grain boundaries (TEM observation, corresponding to A in Fig. 5).

“A”で示したように、主としてアルミナの結晶粒が脱落して形成された部分をさらに拡大して観察した結果がFig. 6である。粒界が破壊して結晶粒が脱落していること、粒界の一部分が割れているが結晶粒が脱落しないで残っているようすがわかる。

一方、Fig. 5の“B”で示した部分はダイヤモンド砥石の砥粒によって結晶粒が削り取られて形成された部分である(この部分に定規を当てるとほぼ直線上にあることから判断できる)。この部分をさらに拡大して観察すると2種類の特徴的な状況が観察できた。すなわち、Fig. 7に示すようにアルミナの結晶粒の一部分がダイヤモンド砥粒により衝撃的に破壊したと想像できる部分、およびFig. 8, Fig. 9 (Fig. 8の拡大写真)に示すように表面と比較的浅い角度をなして内部方向

Fig. 7. TEM photograph of crystal showing impact damage by diamond grains (corresponding to B in Fig. 5).

Fig. 8. Micro cracks existing in a crystal grain of cross section (TEM observation).

Fig. 9. Magnification of Fig. 8.

Fig. 10. Lattice image of alumina showing lattice deformation by strain.

へ進んでいる極く微細なき裂が形成されている部分である。

つぎに Fig. 9 に矢印 “d” で示す部分の表面層の高倍率 TEM 観察による格子像の一例を Fig. 10 に示す。規則的に配列した格子像の中に部分的に島状に白くなっている部分が認められる。これは格子がモザイク状にひずんで、おのおのの分域の方位に差が生じたものであるように思われるが、さらに詳細な観察を行って検討してゆくべきと考えている。

このように研削によって表面の結晶粒はひずみを受けた状態であることがわかったが、もう少しマクロな観点からアルミナ結晶粒の一つを観察した結果、Fig. 11 の高倍率 TEM 写真で示すような結晶粒がみられた。結晶粒ごとに結晶方位が違うことにより電子線の透過の状況が違うので結晶粒界が明確に観察されてい

Fig. 11. High magnification TEM image of alumina crystal showing dislocations.

Fig. 12. Schematic illustration of ground surface (cross section).

る。また、結晶粒の中に矢印で示している黒いすじ状のものが観察されるが、これは転位である。このような転位は主として研削時の砥粒の衝撃によって生じたものと考えられる。

上記の観察結果から判断して研削したアルミナセラミックスの表面性状はかなり複雑であるが、マクロ的に研削表面を含む断面を表現した図が Fig. 12 である。“A” で示すようにアルミナの結晶粒が脱落してできた部分と “B” で示すようにダイヤモンド砥粒によって衝撃的に破壊している部分から形成されているようである。また、“B” の結晶粒ではミクロ的には微細な割れが存在する部分もある。さらに “C” で示すように粒界の一部分が破壊しているが、結晶粒が脱落していない部分も存在する。

3・2 曲げ強度

3点曲げ試験結果を Table I に示す。#800 の研削砥石による表面仕上げを標準として、それよりも粒度の粗い砥石により研削した試料についても比較のために実験した。試料の数が 10 本における平均曲げ強度と標準偏差を計算して示している。研削砥石の粒度による強度の差はほとんど見られず、標準偏差の値も大差ない。このような結果が得られたのは研削方向が試験片の長手方向であり、曲げ応力の方向と一致していたことにも理由があると思われる。

3・3 曲げ疲労強度

応力比 $R=0.1$ での 3点曲げ疲労試験を実施した。これまでのセラミックスの疲労試験結果を参考にして 2×10^6 回での疲労強度をここでは便宜的に疲労限度とした。Fig. 13 は試験結果を応力振幅を縦軸として表わした $S-N$ 線図である。破断した実験点についてみると砥粒の粗さによる差異はそれほど大きくない

Table I. Three point bending strength.

Grain No. of wheel	Bending strength (kgf/mm ²)	Standard deviation (kgf/mm ²)
#325	36.1	1.9
#800	35.0	1.4

Fig. 13. Fatigue test results (S-N curve).

が、疲労限度は #325 の砥石で研削した場合 (○印で示す) が約 11 kgf/mm², #800 の砥石で研削した場合 (□印で示す) が約 8.5 kgf/mm² であり、前者が若干高い疲労限度を示す。なお、#325 の砥石で研削したときの疲労限度は北住らが行ったアルミナセラミックスの 3 点曲げ疲労限度とはほぼ近い値である。また、Fig. 13 における他の疲労試験結果については後述する。

4 考察

4・1 微小き裂の形成機構

研削時の砥粒の進行方向が写真面に直角方向であることを考慮して Fig. 9 のき裂について検討する。Rice と Mecholsky³⁾ は研削時の砥粒がセラミックス表面を通過することによって二種類のき裂が発生することを報告している。砥粒の進行方向に並行に発生する縦方向き裂と直角方向に発生する横方向き裂である。このようなき裂はヴィッカーズ圧子によって発生するき裂と類似のものであるが、研削によって発生するき裂は砥粒が移動するためにヴィッカーズ圧子によるき裂とは若干異なった様相を示す。特に、横方向き裂は砥粒の進行方向と斜交して湾曲した曲面となる。

これは砥粒の進行にともなって表面層に発生する応力変化が関係していると考えられる。Hamilton と Goodman⁷⁾ が平板上を移動する円形の接触物によって表面層に発生する応力を解析している。すなわち、接触物の前方に発生する圧縮応力と後方に発生する引張応力が接触物の通過によって急激に変化することになり、このような応力の存在によりセラミックスの研削表面における微視き裂の発生と進行は大きく影響を受け、本研究で観察された Fig. 9 のき裂はこのようにしてできた斜交するき裂の一種であると考えられる。

研削によって発生する各種のき裂の寸法が曲げ強度に及ぼす影響については鈴木らが窒化ケイ素セラミックスについて破壊力学的観点から論じており、同様な観点から本研究で観察された斜交するき裂が破壊の起点にどの程度関与しているかについては今後明らかにすべきであると考えている。

Fig. 14. SEM photograph of surface polished by diamond paste after grinding with #800 diamond wheel.

4・2 疲労強度について

研削した表面層に残っている微小なき裂や衝撃的な破壊の跡が疲労強度にどのように影響するかを若干検討するために #800 の砥石で研削した試料の表面をダイヤモンドペーストで研磨して約 15 μ m 削除した試験片を準備して電顕観察と疲労試験を実施した。Fig. 14 は表面の SEM 観察結果であり、Fig. 3, Fig. 4 と比較すると、研磨することにより削り取られた結晶粒の表面が若干平滑になっているようであり、研削きずも認められないが、粒界破壊して脱落した結晶粒の跡や気孔が観察されるのは Fig. 3, 4 と同じである。

疲労試験結果は Fig. 13 に“■”印で示している。この結果から表面を研磨した試験片の疲労限度は約 10.5 kgf/mm² 程度であり、研磨の効果が若干認められる。しかし、#325 の砥石で研削したままのものとほぼ同じか、若干低い疲労限度を示す。破壊の起点が気孔などの材料欠陥からであると考えれば表面層に見られた微小な割れや衝撃的破壊の跡が疲労強度にあまり影響していないことの説明が付くが、破面の詳細な観察を行って検討すべき課題と考えている。

つぎに、研削によって生じている結晶格子のゆがみからも推測されることであるが、表面の残留応力について若干検討した。田中らは研削加工したアルミナセラミックスの表面層残留応力を X 線で測定して、研削砥石の粒度が大きいほど圧縮残留応力が大きいことを報告している⁸⁾。本研究の試験片についても、X 線による試験片長手方向の残留応力測定を試みた。使用した特性 X 線は Fe-K α , Al₂O₃ (2.1.10) 面、管電圧 20 kV, 管電流 3 mA の条件で測定した。その結果、#325 の砥石で研削したものは約 22 kgf/mm², #800 の砥石で研削したものは約 23 kgf/mm² であり、大きな相違は認められなかった。したがって、この結果から本実験で得られた疲労限度のわずかな差について決定的な理由を明らかにすることはできなかった。

5 結 言

表面を研削加工したアルミナセラミックスについて電子顕微鏡を使った研削表面の詳細な観察を行い、表面の性状を観察し、さらに三点曲げ試験と疲労試験を行った結果、本実験の範囲で次の結論を得ることができた。

- (1) 研削砥粒によって形成された表面はアルミナ結晶粒の粒界破壊と粒内破壊により形成されている。
- (2) 粒内破壊によって形成された部分には内部方向に進展した微細なき裂が観察される結晶粒がある。
- (3) 研削表面直下の結晶格子は一樣にひずんでいるのではないことが分かった。また、結晶粒内に転位を観察した。
- (4) 3点曲げ強度は研削砥粒の粗さによって若干差が認められたが、それほど大きくはなかった。
- (5) #325 番のダイヤモンド砥粒の砥石によって研削された試験片は #800 番で研削されたものよりもいくらか高い疲労強度を示した。

本研究は平成2年度の文部省重点領域研究「無機系先端材料強度の向上と評価」(領域代表者、横堀武夫)

の一環として実施したものである。また、残留応力の測定には大阪大学基礎工学部の三好良夫博士の協力を得た。ここに記して感謝の意を表します。

(平成2年11月15日 第20回疲労シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 星出敏彦, 奥村和雄, 井上達雄, 材料, **40**, 217 (1991).
- 2) 高橋 学, 武藤睦治, 井原郁夫, 岡本寛巳, 及川恒夫, 日本材料学会第39期学術講演会前刷, p. 265 (1994).
- 3) R. W. Rice and J. J. Mecholsky Jr., N. B. S. Special Publication, **562**, 351 (1979).
- 4) 鈴木賢治, 田中啓介, 材料, **40**, 818 (1991).
- 5) JIS R1601『ファインセラミックスの曲げ強さ試験方法』
- 6) 北住順一, 谷口佳文, 星出敏彦, 山田敏郎, 材料, **39**, 1391 (1990).
- 7) G. E. Hamilton and L. E. Goodman, J. of Applied Mechanics, p. 371 (1966).
- 8) 鈴木賢治, 田中啓介, 山本雄司, 中川平三郎, 材料, **38**, 582 (1989).