

セラミックスの研削残留応力分布の X 線的研究*

坂井田 喜久^{*1}, 田 中 啓 介^{*2}
幾 原 雄 一^{*3}, 鈴 木 賢 治^{*4}

X-ray Study of Residual Stress Distribution of Ground Ceramics

Yoshihisa SAKAIDA, Keisuke TANAKA,
Yuichi IKUHARA and Kenzi SUZUKI

The residual stress distribution of ground ceramics was determined from the eigen strain existing in the ground surface. The eigen strain of ground ceramics was tensile, and exponentially decreased with the distance from the surface. The residual stress distribution is given as a superposition of an exponential function of compression and a linear function. It is found that the actual residual stress distribution can be approximated by a compressive exponential function because the magnitude of tensile residual stress is negligibly small compared to the compressive residual stress. In the experiments, the diffraction angle was measured on ground silicon nitride for a wide range of $\sin^2\psi$ using the glancing incidence X-ray diffraction technique. A strong nonlinearity was found in the 2θ - $\sin^2\psi$ diagram at very high ψ -angles. From the analysis of nonlinearity, the residual stress distribution was determined. The residual stress distribution of silicon nitride coincided with the distribution calculated from the eigen strain distribution. Transmission electron microscopy was used to clarify the origin of generation of the residual stress. Both strain contrasts and microcracks were observed below the ground surface; straight dislocations were also observed within silicon nitride grains near the ground surface.

Key Words: Ceramics, Residual Stress, Grinding, X ray Stress Measurement, Dislocation, Glancing Incidence X ray Diffraction Method, Transmission Electron Microscopy

1. 緒 言

セラミックス部品は、寸法精度を整えるために研削加工により表面仕上げされる場合が多い。研削されたセラミックスの強度は研削面に残留する研削き裂や残留応力に大きく影響される^{(1)~(3)}。特に、部品表面に最大応力が働く場合は、表面欠陥の寸法と残留応力分布の関係が強度や寿命を左右する⁽²⁾ので、研削残留応力分布を正しく見積もることは重要である。

一般に、研削面の残留応力分布はビッカース圧子や剛球などの押込み時に発生する残留応力で評価されてきた^{(4)~(7)}。圧痕による残留応力では、表面に圧縮残留応力が形成されるが、圧縮残留応力層直下には大きな引張残留応力層が存在する⁽⁸⁾ため、表面き裂先端が引張残留応力層に達すると強度は著しく低下する。しかし、曲げ試験片の表面を長手方向に研削加工したとき

の曲げ強度は、研削前の強度より上昇する⁽²⁾⁽³⁾ことが知られており、研削面下に大きな引張残留応力が存在することと矛盾する。そこで本研究では、まず、研削面下に指数関数的に減少する引張りの固有ひずみ(eigen strain)⁽⁹⁾が与えられたときに発生する残留応力分布を求め、引張残留応力の分布を含めた研削残留応力分布の形について検討した。次に、低角入射 X 線法⁽¹⁰⁾を用いて研削加工した窒化けい素の残留応力を測定し、推定した残留応力分布と比較検討した。また、最後に、研削面を透過電子顕微鏡観察し、研削残留応力層に転位の存在が認められるか検討した。

2. 理 論 解 析

2.1 研削残留応力分布の推定 X 線応力測定法を用いて研削されたセラミックスの残留ひずみを測定すると、研削表面近傍に大きな圧縮ひずみの存在が確認できる⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾。また、研削面を逐次ラップ研磨すると圧縮ひずみは指数関数的に減少し、引張残留応力はほとんど検出されない⁽²⁾⁽³⁾⁽¹²⁾⁽¹³⁾。そこで、研削による残留応力は研削面下に次式に示すような引張りの固有ひずみ $g_1(z)$, $g_2(z)$ の分布により発生すると考えた。すなわち、図 1 に示すような幅 b 、厚さ h の試験片の

* 原稿受付 1996 年 11 月 22 日。

^{*1} 正員、(財)フラインセラミックスセンター (〒456 名古屋市熱田区六野 2-4-1)。^{*2} 正員、名古屋大学工学部 (〒464-01 名古屋市千種区不老町)。^{*3} 東京大学工学部 (〒113 東京都文京区本郷 7-3-1)。^{*4} 正員、新潟大学教育学部 (〒950-21 新潟市五十嵐 2 の町 8050)。

xy 面下に,

$$\left. \begin{aligned} g_1(z) &= g_{10} \exp(-\gamma z) \\ g_2(z) &= g_{20} \exp(-\gamma z) \end{aligned} \right\} \dots\dots\dots (1)$$

で表される指数関数分布が $0 \leq z \leq t$ の領域に与えられたとき発生する残留応力分布を、寺崎ら⁽¹⁴⁾にならって求めた。ただし、 g_{10} , g_{20} , γ は比例定数であり、 x , y 軸は残留応力の主ひずみ方向 ε_1 , ε_2 と一致すると仮定した。すると、固有ひずみにより発生する x 軸方向および y 軸方向のひずみ $\varepsilon_x(z)$, $\varepsilon_y(z)$ はそれぞれ、

$$\left. \begin{aligned} \varepsilon_x(z) &= a + bz \\ \varepsilon_y(z) &= a' + b'z \end{aligned} \right\} \dots\dots\dots (2)$$

と表されるので、残留応力の x 軸方向の主応力 $\sigma_1(z)$ は、

$$\begin{aligned} \sigma_1(z) &= \frac{E}{1-\nu^2} \{ \varepsilon_x(z) - g_1(z) \\ &\quad + \nu [\varepsilon_y(z) - g_2(z)] \} \quad (0 \leq z \leq t) \\ &= \frac{E}{1-\nu^2} [\varepsilon_x(z) + \nu \varepsilon_y(z)] \quad (t \leq z \leq h) \dots\dots (3) \end{aligned}$$

となる。一方、 x 軸方向の外力は零、 y 軸方向まわりのモーメントは零であるから、次式が満足される、

$$\int_0^h \sigma_1(z) dz = 0 \dots\dots\dots (4)$$

$$\int_0^h \sigma_1(z) z dz = 0 \dots\dots\dots (5)$$

また、残留応力の y 軸方向の主応力 $\sigma_2(z)$ についても同様の関係が得られる。以上、固有ひずみ $g_1(z)$, $g_2(z)$ を与えると式(4)と式(5)の関係から a , b , a' , b' がそれぞれ計算され、式(3)より残留応力 $\sigma_1(z)$, $\sigma_2(z)$ を求めることができる。

いま、簡単のため $g_2(z) = g_1(z)$ と仮定すると、式(2)は $\varepsilon_y(z) = \varepsilon_x(z)$ より、

$$\begin{aligned} a &= \frac{2g_{10}}{\gamma h} \left\{ \left(\frac{3}{\gamma h} - 2 \right) [\exp(-\gamma t) - 1] \right. \\ &\quad \left. + \frac{3t}{h} \exp(-\gamma t) \right\} \end{aligned}$$

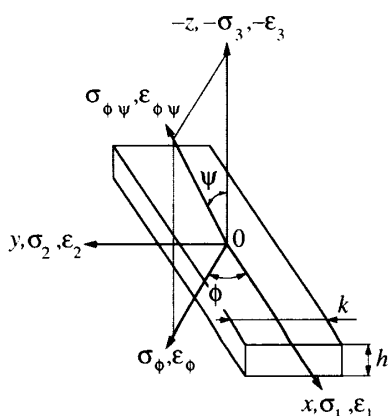


Fig. 1 Definition of coordinate system

$$\begin{aligned} b &= -\frac{6g_{10}}{\gamma h^2} \left\{ \left(\frac{2}{\gamma h} - 1 \right) [\exp(-\gamma t) - 1] \right. \\ &\quad \left. + \frac{2t}{h} \exp(-\gamma t) \right\} \end{aligned} \dots\dots\dots (6)$$

となる。したがって、

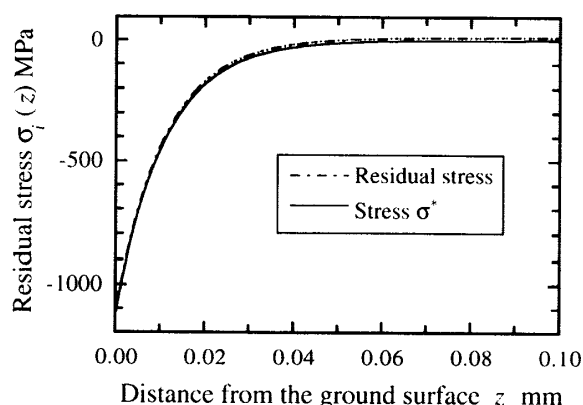
$$\sigma_1(z) = \sigma_2(z) = \frac{E}{1-\nu} [a + bz - g_{10} \exp(-\gamma z)] \dots\dots\dots (7)$$

で表されるような残留応力分布が発生することがわかる。ここで、 $h = t = 4$ mm とし、窒化けい素試験片に固有ひずみとして、 $g_1(z) = g_2(z)$, $g_{10} = 3.0 \times 10^{-3}$, $\gamma = 100$ mm⁻¹ を与えたときに発生する残留応力を求めると、

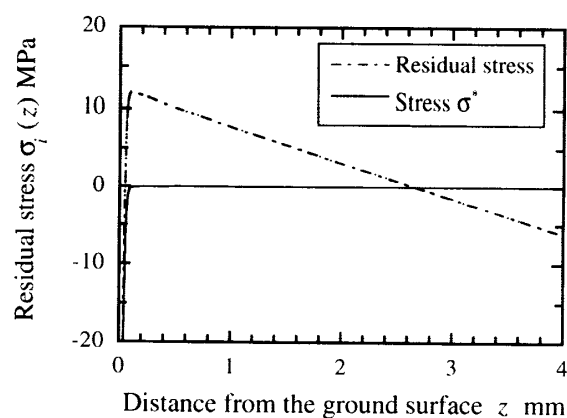
$$\sigma_1(z) = \sigma_2(z) = 11.96 - 4.48z - 1200 \exp(-100z) \dots\dots\dots (8)$$

となる。ただし、 $\sigma_1(z)$ および z 軸の単位は MPa と mm であり、固有ひずみに対応する x 方向の内部応力を σ^* とすると、 $\sigma^* = -1200 \exp(-100z)$ となる。

図2は、研削面に与えた引張りの固有ひずみにより



(a) Residual stress below the ground surface



(b) Residual stress distribution from the ground side to the backside

Fig. 2 Residual stress distribution of the ground specimen

発生した残留応力分布を示す。なお、図 2 には引張りの固有ひずみに対応する圧縮の内部応力 σ^* も合わせて示した。研削面下の固有ひずみにより、ほぼ指数関数的に変化する圧縮残留応力が発生することがわかる。また、残留応力は、試験片の厚さ全体に分布し、表面の圧縮応力にバランスするように、試験片中央で引張応力が分布し、背面で再び圧縮応力が働くことがわかる。しかし、引張応力の最大値は約 11.5 MPa であり、圧痕による残留応力のように大きな引張応力は存在せず、最大圧縮応力の約 1.0% に過ぎない。

以上のことから、研削加工により発生する残留応力は、研削面下に大きな圧縮応力が発生し、表面からの深さが増すにつれて指数関数的に減少し、その下に試験片の厚さでバランスするような引張応力が分布するものと考えられる。

2.2 X 線応力測定による 2θ - $\sin^2\psi$ 線図の推定

2.1 節より、厚さ h の試験片の一面を研削加工すると、研削残留応力として次式のような残留応力が発生することがわかった。

$$\sigma_1(z) = a_0 + a_1 z + \sigma_{10} \exp(-\gamma z) \quad (9)$$

ここで、 a_0 , a_1 , σ_{10} は比例定数であり、主応力 $\sigma_2(z)$ は、

$$\sigma_2(z) = \beta \cdot \sigma_1(z) \quad (10)$$

と表される。ただし、 β は比例定数である。よって、図 1 に示す $\phi\psi$ 方向のひずみを $\varepsilon_{\phi\psi}(z)$ とすると、 $\varepsilon_{\phi\psi}(z)$ は、

$$\varepsilon_{\phi\psi}(z) = \frac{1+\nu}{E} [\sigma_1(z) \cos^2\phi + \sigma_2(z) \sin^2\phi] \sin^2\psi - \frac{\nu}{E} [\sigma_1(z) + \sigma_2(z)] \quad (11)$$

と表される。ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比である。一方、X 線応力測定で得られる $\phi\psi$ 方向のひ

ずみ $\langle\varepsilon_{\phi\psi}\rangle$ は、X 線有効侵入深さを T_0 とし、無ひずみ時の回折角を $2\theta_0$ とすると、

$$\langle\varepsilon_{\phi\psi}\rangle = \frac{\int_0^\infty \varepsilon_{\phi\psi} \exp(-z/T_0) dz}{\int_0^\infty \exp(-z/T_0) dz} \quad (12)$$

$$T_0 = \frac{\sin^2\theta_0 - \sin^2\phi}{2\mu \sin\theta_0 \cos\phi} \quad (13)$$

のような重み付平均値⁽¹⁵⁾として表される。よって、 $\phi=0$ および $\phi=\pi/2$ 方向のひずみ $\langle\varepsilon_{\phi=0}\rangle$ と $\langle\varepsilon_{\phi=\pi/2}\rangle$ は、次式のように表される。

$$\langle\varepsilon_{\phi=0}\rangle = \left[-\frac{\nu(\beta+1)}{E} + \frac{1+\nu}{E} \sin^2\phi \right] \times \left(a_0 + a_1 T_0 + \frac{\sigma_{10}}{\gamma T_0 + 1} \right) \quad (14)$$

$$\langle\varepsilon_{\phi=\pi/2}\rangle = \left[-\frac{\nu(\beta+1)}{E} + \frac{\beta(1+\nu)}{E} \sin^2\phi \right] \times \left(a_0 + a_1 T_0 + \frac{\sigma_{10}}{\gamma T_0 + 1} \right) \quad (15)$$

また、 $\phi\psi$ 方向を法線とする回折面の回折角を $\langle 2\theta_{\phi\psi} \rangle$ とすると、

$$\langle 2\theta_{\phi\psi} \rangle = 2\theta_0 - 2 \tan\theta_0 \langle\varepsilon_{\phi\psi}\rangle \quad (16)$$

より、 $\phi=0$ および $\phi=\pi/2$ 方向の回折角と $\sin^2\phi$ の関係を求めることができる。

図 3 は、式(8)で表される残留応力分布が研削面に存在する場合に予測される 2θ - $\sin^2\psi$ 線図を示す。回折面は(212)面とし、特性 X 線として Cr-K α 線を用いたときの回折角を式(14)と式(15)から求めた。なお、図 3 には式(8)における第 1 項と第 2 項を無視したときの解析結果もあわせて示した。 $\sin^2\psi$ 線図はいずれも $\sin^2\psi$ が増加するにつれて回折角は増加し、下に凸の非線形性を示した。また、二つの 2θ - $\sin^2\psi$ 線図はほぼ重なり、式(8)の第 1 項と第 2 項の有無が $\sin^2\psi$ 線図に及ぼす影響はほとんどない。以上のことから、研削残留応力は、次式のような指数関数分布で近似すれば実質上問題ないといえる。

$$\left. \begin{aligned} \sigma_1(z) &= \sigma_{10} \exp(-\gamma z) \\ \sigma_2(z) &= \beta \cdot \sigma_1(z) \end{aligned} \right\} \quad (17)$$

3. 実験方法

3.1 供試材料および研削試験片 供試材は常圧焼結窒化けい素(SN 73 M, 日本ガイシ)である。その主な組成成分と機械的性質を表 1 に示す。残留応力測定用試験片は、粒度 200/230 番のダイヤモンド砥石を用いて試験片表面を平面研削した。なお、平面研削の主な加工条件を表 2 に示す。

3.2 低角入射 X 線法による残留応力測定 研削面の残留応力は、低角入射 X 線法を用いて測定した。

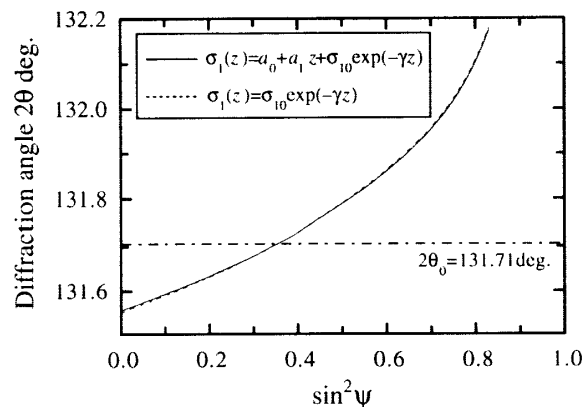


Fig. 3 2θ - $\sin^2\psi$ diagram predicted from an exponential residual stress distribution

低角入射 X 線法による応力測定⁽¹⁰⁾は、広い範囲の ϕ 角に対する残留ひずみが測定できるように、計数管を $-\eta$ 側に配し、 $+\eta$ 側から X 線を入射する方法であ

Table 1 Properties of material

Composition (wt%)	Si ₃ N ₄	Mg	Ce	Sr	T-O
	89	2.0	3.5	0.7	4.8
Density ρ (kg/m ³)	3.23 × 10 ³				
4-point bending strength σ_B (MPa)	945				
Fracture toughness K_{IC}^{*1} (MPa√m)	6.6				
Young's modulus E^{*2} (GPa)	288				
Poisson's ratio ν^{*2}	0.28				

*1) K_{IC} was measured by SEPB method.

*2) Elastic modulus was measured by pulse echo method.

Table 2 Surface grinding conditions

Grinding method	Plunge surface grinding, Up-cut
Grinding wheel	SDC200/230N75B Size: 350 ^D × 20 ^T × 127 ^H mm (14A1)
Peripheral wheel speed V_s (m/min)	2000
Workpiece speed V_w (m/min)	10
Depth of cut Δ (μm/pass)	6

Table 3 X-ray conditions for stress measurement

Measurement principle	Iso-inclination method Fixed $\psi_0(-\eta)$
Characteristic X-ray	Cr-K α
Tube voltage (kV)	50
Tube current (mA)	100
Divergent slit (mm ²)	0.4 × 5
Step angle (deg.)	0.02
Fixed time (sec.)	1~20
Diffraction	212 of β -Si ₃ N ₄
Diffraction angle $2\theta_0$ (deg.)	131.71
Incident angle α (deg.)	0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 7.0, 10, 13, 16, 19, 21, 24, 27, 30, 33, 36, 40, 43, 48, 53, 63

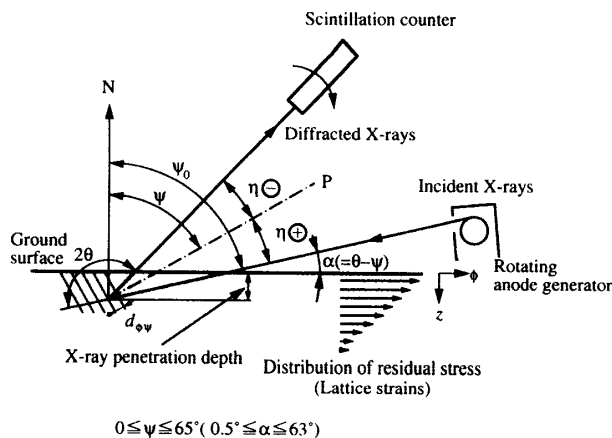


Fig. 4 X-ray stress measurement using a glancing incidence X-ray diffraction technique

る。その概略を図4に示す。入射 X 線と試料表面のなす角を α とすると、

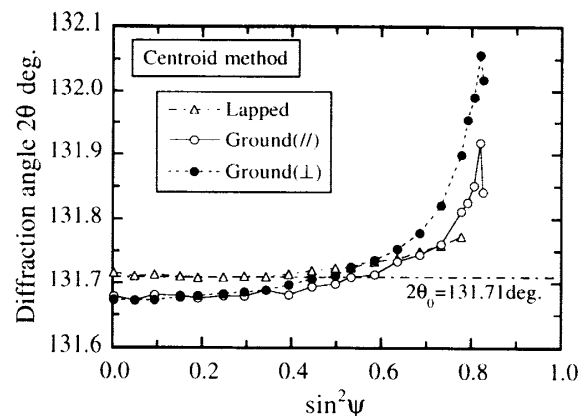
$$\phi = \theta - \alpha \quad \dots\dots\dots (18)$$

であり⁽¹⁰⁾⁽¹⁶⁾、入射角度 α は $0.5^\circ \sim 63^\circ$ まで変化させた。測定は、 ϕ_0 一定の並傾法で行い、研削方向と研削幅方向の 2θ と $\sin^2\phi$ の関係を求めた。また、試験片表面を十分にラップ研磨した窒化けい素を用いて 2θ - $\sin^2\phi$ 線図を測定し、無ひずみ時の回折角を求めた。表3に主な測定条件を示す。なお、線吸収係数 μ は $\mu = 317 \text{ cm}^{-1}$ とし、X 線回折装置は Rint 2000 (理学電機) を用いた。

4. 実験結果および考察

4.1 低角入射 X 線法による研削面の 2θ - $\sin^2\phi$ 線図

図5は、低角入射 X 線法により測定した窒化けい素の 212 回折に対する 2θ - $\sin^2\phi$ 線図を示す。測定方向にかかわらず、研削面の 2θ - $\sin^2\phi$ 線図は始め単調に増加し、 $\sin^2\phi \geq 0.7$ で $\langle 2\theta_{\phi\phi} \rangle$ が急激に増加して大きな非線形性を示した。しかし、 $\sin^2\phi$ の最大値における回折角は、いずれの方向も減少した。 $\sin^2\phi$ の最大値は入射角度 $\alpha = 0.5^\circ$ に相当し、研削表面に対してほぼ水平に X 線を入射する条件である。研削表面では残留応力が解放されるため、極表面での重み付平均値が若干減少したと考えられる。また、研削幅方向に測定した回折角 $\langle 2\theta_{\phi\phi} \rangle$ の $\sin^2\phi$ に対する変化量は研削方向よりも高角度側に大きくシフトし、研削幅方向の主応力 $\sigma_2(z)$ が研削方向の主応力 $\sigma_1(z)$ より大きいことがわかる。なお、 $\sin^2\phi$ 線図におけるこのような急激な非線形性は、Eigenmann ら⁽¹¹⁾ がシンクロトロン放射光を用いて側傾法により Al_2O_3 や $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ 、 ZrO_2 -3 mol% Y_2O_3 の研削面を測定した結果とほぼ同じ傾向を示した。

Fig. 5 2θ - $\sin^2\phi$ diagram for 212 diffraction by Cr-K α radiation

一方、ラップ材の $2\theta - \sin^2\psi$ 線図に注目すると、 $0 \leq \sin^2\psi \leq 0.5$ まではほぼ一定の値を示したが、 $\sin^2\psi \geq 0.5$ では回折角の増加が見られた。ラップ研磨した加工面には研削残留応力とほぼ相似形の残留応力分布が働いている⁽¹⁷⁾ ため、 $\sin^2\psi$ の高い領域で回折角が上昇すると考えられる。しかし、ラップ材の圧縮残留応力の最大値は研削材に比べて非常に小さく、またその分布する深さも浅いため、X 線有効侵入深さの比較的深い範囲の重み付平均値は無ひずみ時の回折角 $2\theta_0$ とほぼ等しくなると考えられる。そこで、 $0 \leq \sin^2\psi \leq 0.5$ の範囲の回折角を平均し、その値を無ひずみ時の回折角 ($2\theta_0 = 131.71^\circ$) とした。

4・2 研削面の残留応力分布の推定 本研究では、研削面から測定された $2\theta - \sin^2\psi$ 線図(図 5)と式(14)と式(15)を式(16)に代入して計算される $2\theta - \sin^2\psi$ 線図の残差の平方の和が最小になるような γ と σ_{10} , β および $2\theta_0$ を最小二乗法により求め、研削面の残留応力分布を推定した。図 6 は、最小二乗法により得られた γ , σ_{10} および β の最確値をもとに研削残留応力分布を推定した結果を示す。研削幅方向 ($\phi = \pi/2$) の主

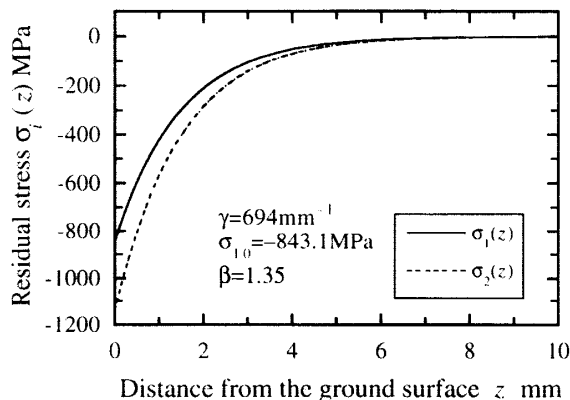


Fig. 6 Residual stress distribution of ground Si_3N_4

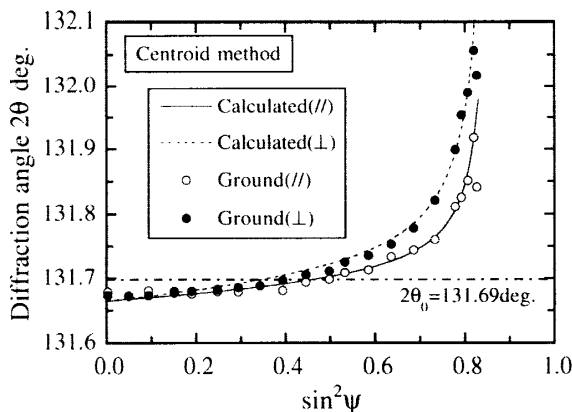


Fig. 7 $2\theta - \sin^2\psi$ diagram calculated from the estimated stress distribution

応力 $\sigma_2(z)$ は、研削方向 ($\phi=0$) の主応力 $\sigma_1(z)$ に比べて大きく、その比は $\beta=1.35$ となった。そこで、次に、推定した残留応力分布から式(16)により $2\theta - \sin^2\psi$ 線図を逆算し、実験データと比較した結果を図 7 に示す。なお、図 7 には $2\theta_0$ の最確値も合わせて示した。逆算された $2\theta - \sin^2\psi$ 線図上に実験データがよく当てはまり、研削残留応力分布として式(17)の指数関数分布がほぼ妥当であることがわかった。また、 $2\theta_0$ の最確値はラップ材から求めた実験値とほぼ一致した。

4・3 研削面の透過電子顕微鏡による観察 図 8 は、研削された窒化けい素およびラップ材の $\sin^2\psi$ に対する半価幅の変化を示す。研削材の半価幅は、測定方向にかかわらず、ラップ材の半価幅より大きな値を示した。また、 $\sin^2\psi$ に対する変化は、 $0.7 \leq \sin^2\psi \leq 0.83$ の領域で急激な上昇を示し、回折角と同じような変化を示した。半価幅の大きさは材料中の不均一ひずみや塑性変形の程度を表し、ひずみ量や塑性変形量が多いほど半価幅は大きい。 $\sin^2\psi$ の値は 1 に近いほど X 線侵入深さは浅い。 $\sin^2\psi \geq 0.7$ における半価幅の上昇は、研削表面に塑性変形領域が存在する可能性を示している。

そこで本研究では、研削表面近傍の断面組織を透過電子顕微鏡(JEM 4000 FX, 日本電子製)を用いて観察し、研削面下に塑性変形した領域が観察されるか、特に、転位の発生が認められるか検討した。なお、透過電子顕微鏡による観察(TEM 観察)は、試験片を薄片化しなければならない。しかし、平面研削した試験片の断面を薄くしていくと、研削方向に残留するメジアン型の研削き裂によって試験片が割れて分離する恐れがある。そこで、TEM 観察用の試験片は、カップ型のダイヤモンド砥石を用いて、研削面にメジアン型の研削き裂が残留し難い正面研削法⁽³⁾により加工した。

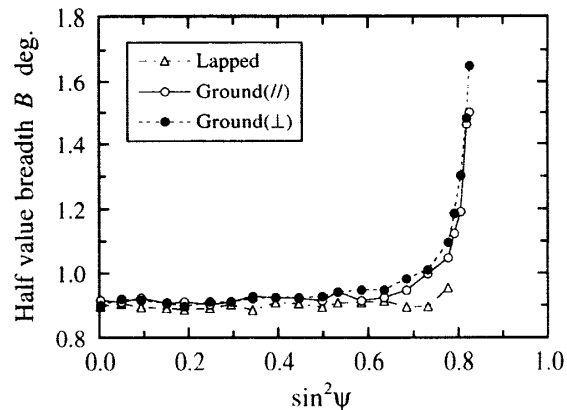


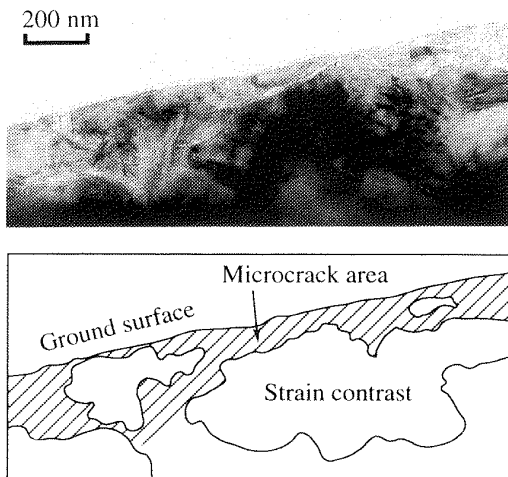
Fig. 8 The relation between half value breadth and $\sin^2\psi$ for 212 diffraction by $\text{Cr-K}\alpha$ radiation

その主な加工条件を表 4 に示す。

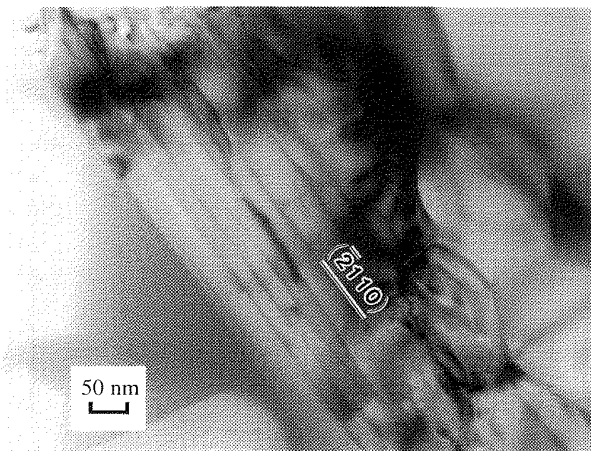
研削面の TEM 観察は、研削面を互いに向かい合わせた状態で樹脂埋めした後、断面の厚さが 0.1 mm 程度になるまでラップ研磨した。次に、試験片に補強用の Mo リングを張り付け、張り合わせた研削面を中心に断面の厚さが 20 μm になるまでくぼみを付けた。そして、最後に、Ion beam sputter により薄片化し

Table 4 Face grinding conditions

Grinding method	Face grinding	
Grinding wheel	SDC400/500N75B Size: 100 ^D × 3 ^W × 3 ^X × 31.75 ^H mm (6A2)	
Peripheral wheel speed V_S (m/min)		1500
Feed rate V_F (mm/min)		500
Depth of cut Δ ($\mu\text{m/pass}$)		5



(a) Strain contrasts and microcracks observed below the ground surface



(b) Dislocation located within silicon nitride grains. The incident beam direction is parallel to $[12\bar{3}]$

Fig. 9 Cross-sectional bright-field image obtained from the face-ground Si_3N_4 using transmission electron microscopy

た。

図 9 (a) は、研削面近傍の明視野像を示す。写真上面が正面研削した窒化けい素の研削面であり、研削表面から約 200 nm の領域にわたって透過像を観察した。研削面下には、残留ひずみによるひずみコントラストが観察される領域と無数のマイクロクラックが観察される領域が共存していることがわかる。また、ひずみコントラストが観察された領域をさらに拡大した明視野像を図 9 (b) に示す。窒化けい素粒子内の $(\bar{2}110)$ 面に平行な方向に直線的な転位線(図の暗線)が観察され、結晶粒子が塑性変形していることがわかる。一般に、常圧焼結した窒化けい素の粒子内には転位は存在しない。また、高温でクリープ変形した窒化けい素で観察される転位線は曲線⁽¹⁸⁾であり、本研究で観察された直線的な転位線は研削面に特有な転位と考えられる。

以上、ダイヤモンド砥石を用いてセラミックスを研削加工すると、セラミックスは塑性変形され、研削面下には圧縮残留応力が発生することがわかった。また、その値は表面からの深さが増すにつれて指数関数的に減少するような分布で近似できることがわかった。

5. 結 言

セラミックスを研削加工したときに発生する研削残留応力分布について理論的に検討し、平面研削した窒化けい素の研削面から測定される残留応力分布と比較した。また、研削面近傍の断面組織を透過顕微鏡観察し、研削残留応力層に転位が存在するか検討した。その結果、次のようなことが明らかとなった。

(1) 研削面に指数関数的に減少する引張りの固有ひずみを与えたとき発生する残留応力を求めた結果、研削面近傍にはほぼ指数関数的に減衰する圧縮残留応力が発生することがわかった。また、圧縮残留応力層の直下には圧痕の場合のような大きな引張残留応力は存在せず、試験片の厚さでバランスする引張残留応力が発生するが、実質的にはほとんど無視できることがわかった。

(2) 低角入射 X 線法により研削方向および研削幅方向の $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図を測定した。その結果、低角入射 X 線法により得られた $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図は、残留応力分布を指数関数分布と仮定したとき得られる $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図とほぼ一致した。このことから、研削面下にはほぼ指数関数的に減衰する圧縮の残留応力が存在すると考えられる。

(3) 研削面近傍の窒化けい素粒子内には直線的な

転位線が観察され、結晶粒子が塑性変形していることがわかった。

(4) 研削面近傍の断面組織には残留ひずみによるひずみコントラストが観察される領域と無数のマイクロクラックが観察される領域が共存していることがわかった。

最後に、本研究の一部は工業技術院産業科学技術研究開発制度「シナジーセラミックスの研究開発」の一環として、NEDO の委託を受けて行われたものである。ここに謝意を表する。

文 献

- (1) Samuel, R., Chandrasekar, S., Farris, T. N. and Licht, R. H., *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**-10 (1989), 1960-1966.
- (2) 坂井田喜久・田中啓介・鈴木賢治・河本洋, 材料, **44**-504 (1995), 1127-1132.
- (3) 坂井田喜久・田中啓介・田中成典, 材料, **45** 7 (1996), 752-758.
- (4) Marshall, D. B., Evans, A. G., Khuri-Yakub, B. T., Tien, J. W. and Kino, G. S., *Proc. R. Soc. London., A*, **385** (1983), 461-475.
- (5) 田中芳雄・朴吉煥, 材料, **41** 461 (1992), 260-266.
- (6) 村田一夫・水谷勝巳・田中芳雄, 材料, **41**-464 (1992), 624-630.
- (7) 村田一夫・水谷勝巳・田中芳雄, 材料, **43**-490 (1994), 772-778.
- (8) Lawn, B. R. and Swain, M. V., *J. Mater. Sci.*, **10** (1975), 113-122.
- (9) 村外志夫・森勉, マイクロメカニクス, (1976), 1, 培風館.
- (10) 坂井田喜久・原田慎太郎・田中啓介, 材料, **42**-477 (1993), 641-647.
- (11) Eigenmann, B. and Macherauch, E., *Z. Metallkd.*, **86**-2 (1995), 84-90.
- (12) 岸本秀弘・上野明・河本洋・近藤真司, 材料, **36** 407 (1987), 810-816.
- (13) 鈴木賢治・田中啓介, 材料, **40** 454 (1991), 818-824.
- (14) 寺崎俊夫・秋山哲也・吉村直隆, 機論, **59**-567, A (1993), 2694-2701.
- (15) 鈴木賢治・田中啓介・坂井田喜久, 材料, **45** 7 (1996), 759-765.
- (16) Predecki, P., Zhu, X. and Ballard, B., *Advances in X-ray Analysis*, **36** (1993), 237-245.
- (17) Saito, T., Doke, Y., Sakaida, Y. and Ikuhara, Y., *Jpn. J. Appl. Phys.*, **34** 6, A (1995), 3198-3203.
- (18) 川原浩一・連川貞弘・中島英治, 日本金属学会誌, **60**-6 (1996), 582-588.