

# 一面冷却型熱衝撃実験法による超硬質工具材料の熱衝撃下のき裂進展特性に関する研究

(原論文の短縮版)

Study on Crack Propagation Behavior of Cermets and Cemented Carbides under repeated Thermal Shocks due to the improved quench test

## キーワード

熱衝撃、疲労、熱応力、き裂進展、ミクロ組織、焼結材料、サーメット、超硬合金

鋼材事業部 材料開発部

吉本 隆志

## ■ 摘要

本論文は、熱的に耐欠損性の高い長寿命工具材料を、設計・開発するための基礎的発見であることを背景に、切削工具用材料としての超硬質工具材料の熱衝撃下のき裂進展特性に関する研究を実施し、結果を 5 つの章にまとめたものである。

まず、熱衝撃下のき裂進展特性並びに熱衝撃破壊靭性値を材料固有の特性として評価することのできる一面冷却型熱衝撃実験法を考案した。ついで、この一面冷却型熱衝撃実験法を用いて、超硬質工具材料の代表であるサーメット及び超硬合金の繰返し熱衝撃下のき裂進展特性を研究した結果、き裂進展速度と最大応力拡大係数の関係として定量的に表示できることを明らかにした。引き続いて、このような熱衝撃下のき裂進展特性に対して、材料微視組織がどのような影響を及ぼすかをサーメットと超硬合金について検討し、考察を加えた。

最後に、TiN 含有率の異なるサーメットについて、工具刃先の損傷要因として熱衝撃による影響が最も大きいとされるフライス切削を用いて実験評価を行い、工具刃先に発生する熱き裂の進展挙動と切削速度の関係を評価した。そして本提案熱衝撃実験法によるき裂進展特性の破壊力学的解析と実際の切削現象が対応することを示した。

## ■ Abstract

In order to develop a good cutting tool, it is necessary to study basically the thermal shock behavior of the tool material. So that in this study crack propagation behavior under repeated thermal shocks was studied on cermets and cemented carbides for cutting tools.

The results thus obtained were summarized as five chapters.

Firstly an improved quench testing method that would enable us to estimate crack propagation behavior and fracture toughness values under repeated thermal shocks as a characteristics of material has been proposed.

Nextly it was clarified that this method would enable us to give quantitatively crack propagation behavior under repeated thermal shocks as a relationship between the crack propagation rate and the maximum stress intensity factor.

Then this difference was discussed from the viewpoint of their microstructures.

Lastly about cermets contained different amount of TiN, the relationship between cutting speed and crack growth behavior of tool tips has been estimated by practising a milling test whose damages of tool tips would be most strongly influenced thermal shocks.

Then it has been shown that an analysis by this proposed quenching method would prove a practical cutting phenomenon.

## 緒論

### 1. 超硬質工具材料の熱衝撃下のき裂進展特性に関する研究の必要性

近年、FMS化、FA化の進展による自動化や、マシニングセンターを始めとするNC機器の普及により、切削加工の高精度化、高能率化指向が一段と強まってきた。このため、工具材料の長寿命化を図るべく、耐熱衝撃性の高い工具用材料の開発が求められている<sup>(1)</sup>。図1に示すように、現在工具材料の主流は高速度鋼から耐摩耗性の高い超硬合金に代わり、更には高速加工での耐摩耗性、耐酸化性により優れ、セラミックスよりも韌性が高く、且つ仕上げ面精度も勝るサーメットに急速に変化してきている<sup>(2)(3)</sup>。一方、切削加工の高能率化に伴い、高送り切削や激しい断続切削が増加し、刃先がより高温となって、温度差が増大することにより、工具材料に加わる熱衝撃も一段と厳しさを増している。このため、このような熱衝撃により刃先に発生する熱クラックが工具材料の寿命を縮める重要な因子となっている<sup>(1)(4)</sup>。ことに、断続切削のような繰返し熱衝撃を受けるとき、熱クラックもしくは工具材料に存在する微小欠陥からのき裂進展により工具材料の破壊を引き起こす場合も多い<sup>(1)</sup>。しかし、工具材料に用いられる超硬合金およびサーメットの熱衝撃を調査した研究

は、セラミックス等の他の材料に比べて極めて少なく、とりわけ熱衝撃下のき裂進展特性を定量的に評価した研究はほとんど見あたらず、その特性が十分に明らかにされているとは言えない<sup>(5)</sup>。したがって、厳しい熱環境下で使用される耐熱衝撃性に優れた材料を開発するためには、熱衝撃によるき裂進展特性を定量的に評価する研究が必要と考えられる。

### 2. 表記の問題に関する従来の研究

#### 2.1 热衝撃実験法について

熱衝撃実験法として現在広く用いられている方法は全面冷却型熱衝撃実験法である。この実験方法は、炉中加熱した試験片を冷却媒体に投入して熱衝撃を与えた後、試験片の抗折試験を行い、熱衝撃履歴後の残存強度と冷却温度差の関係を調査し、曲げ強さが急減する臨界冷却温度差 $\Delta T_c$ により熱衝撃抵抗を評価する手法であり、種々の材料間の熱衝撃抵抗の差異を定性的に評価することができ、また簡便な方法でもあることから工業的にも広く採用されている。しかし、この臨界冷却温度差 $\Delta T_c$ は冷却媒体温度や試験片寸法の影響を受け複雑に変化することが報告されている。たとえば、Singhら<sup>(6)</sup>は、アルミナを用いて冷却媒体の粘度、試験片寸法が臨界冷却温度差 $\Delta T_c$ における影響を調査している。この研究では2種類のシリコンオイルを冷却媒体に用いて全面冷却型熱衝撃実験法で熱衝撃実験を行っている。高粘度の冷却媒体では、冷却媒体温度の増加に伴い $\Delta T_c$ は単調に減少している。一方、低粘度の冷却媒体では、高粘度媒体に比べ、 $\Delta T_c$ が相対的に低い。また冷却媒体温度が303K以上の領域では $\Delta T_c$ は温度増加に伴い単調に減少し、303K以下では逆に $\Delta T_c$ は温度増加に伴い単調に増加している。さらにSinghらは $\Delta T_c$ と試験片寸法の関係を、二種類の冷却媒体温度についても調査している。それによれば試験片寸法の減少に伴い $\Delta T_c$ は減少し、また冷却媒体温度によってその影響は異なることが示されている。また、P.F.Bexherら<sup>(7)</sup>もセラミックス材料の $\Delta T_c$ と試験片厚さの関係を調査し、Singhらの結果とは逆に、試験片厚みの減少に伴い $\Delta T_c$ は増加することを報告している。以上のような全面冷却型熱衝撃実験法によれば、材料間の熱衝撃抵抗の差異を、同一の実験

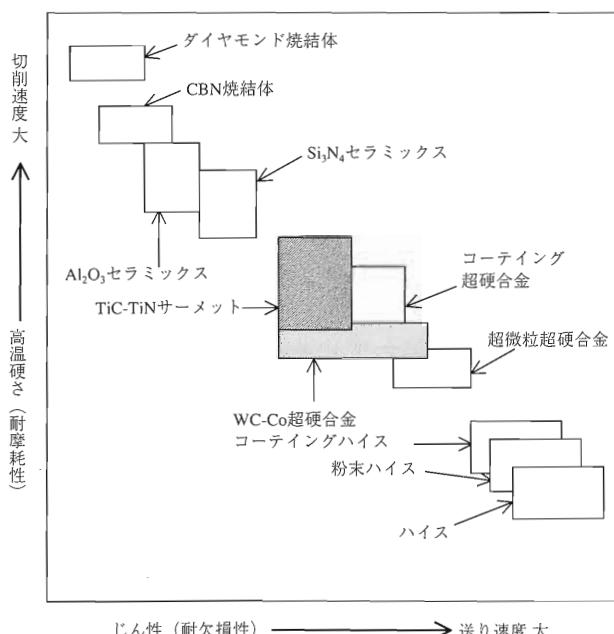


Fig.1 Applicable range of materials for cutting tools.

条件で得られた $\Delta T_c$ 。あるいは強度変化の推移に基づいて定性的に比較することができるが、上記のように $\Delta T_c$ は冷却媒体温度並びに試験片寸法の影響を受け複雑に変化する。これは水や油のような沸点温度の低い冷却媒体では試験片と冷却媒体の界面において局部的に沸騰が生じ、熱伝達率が変化するためと考えられる。このため、比較的沸点温度の高い液体金属を冷却媒体に用いる方法<sup>(8)(9)</sup>、空気やアルミナ粉末等を冷却媒体に用いる方法<sup>(10)</sup>、また、赤外線放射加熱を用いる方法<sup>(11)</sup>なども報告されている。さらに、西川ら<sup>(12)</sup>は、試験片の軸方向に中心から無次元距離で 0.59 および 0.86 の位置に複数の熱電対を挿入したセラミックス平板を用いて、水中急冷の際に生じる異なる 2 点の温度変化を実測し、セラミックスの水中急冷の場合の熱伝達係数を推定する簡易な方法を提案している。またこの方法で得られた熱伝達係数を使用し、ジルコニア結晶体の熱衝撃抵抗係数を推定したところ、物性値との間に良い相関性があることを報告している。しかし、これらの熱衝撃実験法により発生熱応力を定量的に評価し破壊力学的解析を行う場合には、熱的境界条件が必ずしも明確ではなく、実際に発生する熱応力の定量的評価は難しい。

また、熱衝撃実験と理論解析を併用し比較検討している研究も報告されている。たとえば、岩城<sup>(13)</sup>は下面のみが液体窒素式冷却管で冷却される帯板および一円孔をもつ帯板<sup>(14)(15)</sup>について光弾性実験により熱応力を測定し、さらに熱弾性力学により熱応力の理論解析を行い測定結果と比較している。温度の理論値と実験値の比較からビオ数を決定することにより、熱応力の測定値と理論値の間には良い一致が見られる。また、久保内ら<sup>(16)</sup>はエポキシ樹脂の耐熱衝撃性を評価する方法を検討するために、縁に切り欠きを有する円板試験片を用いた氷水冷却熱衝撃試験法を考案し、これについて弾性力学および線形破壊力学から無次元応力拡大係数を導入した理論的な解析を行っている。冷却熱衝撃実験から得られたき裂進展の起きる限界温度差を無次元応力拡大係数で表した結果は計算結果と良く一致し、材料の耐熱衝撃性の評価方法として熱衝撃破壊靭性を用いた最小温度差を用いることができるなどを報告している。また、さらに、小倉ら<sup>(17)</sup>は、SUS304L 鋼の平板試験片を用いて、圧力水シャワーによるサーマルストライピング条件下でのき裂進展を調べ、高温下疲労き裂進展曲線との関連性を検討している。この際、冷

却表面で実測した温度から算出する熱応力は汎用有限要素法による数值解析と熱応力評価式の 2 種類の方法を用いて、熱サイクル繰返し数に対するき裂進展速度と応力拡大係数幅の関係を調査している。これらの報告は個々の具体的なモデルに対しては良好な結果が得られているが、熱衝撃実験装置が大掛かりであり、また理論解析もかなり煩雑なので簡単に現場で応用するには必ずしも一般的ではない。

以上、熱衝撃実験に関する研究、および熱衝撃時の試験片の熱応力を求めている研究について概観したが、一般に熱衝撃実験法は、時間、供試材の寸法、冷却媒体の種類等に依存する複雑なパラメーターが多く含まれるため、実際を反映した実験や解析が行いにくいのが現状であろうと思われる。

## 2.2 超硬質工具材料の熱衝撃特性について

超硬質工具材料に関する研究としては、静的な変形・破壊特性が Co 体積率、WC 結晶粒径、WC 粒同士の分離度等の微視組織的要因の影響を受ける事が幾つかの研究により明らかにされている<sup>(1)(18)(19)(20)</sup>。たとえば、井寄ら<sup>(1)</sup>は、サーメットの破壊靭性値  $K_{IC}$  の向上を目的とした過去の研究を整理すると同時に、微視組織的要因が靭性に影響することを提案している。しかし、これらの実験はすべて常温における研究であり、熱衝撃下における超硬質工具材料の特性に関する研究はほとんど報告されていない。このため、石原ら<sup>(5)(21)(22)</sup>は超硬合金およびサーメットの平滑材を用いて全面冷却型熱衝撃実験法による繰返し熱衝撃実験を行い、单一熱衝撃特性との差異並びに両材の繰返し熱衝撃抵抗の差異について検討している。その結果、低温度差  $\Delta T_w=200K$  における单一熱衝撃実験では、超硬合金の熱衝撃後の残存抗折力はサーメットのそれよりも大きいけれども、繰返し熱衝撃実験では、单一の熱衝撃実験とは逆に、サーメットの残存抗折力が超硬合金のそれよりも大きくなることを明らかにしている。一方、より高温度差  $\Delta T_w=400K$  では、熱衝撃繰返し数の増加に伴い、逆転は認められないものの、両材の残存抗折力が等しくなることを観察している。さらに両材の熱衝撃特性の差異に関して、サーメットでは、熱衝撃後の残存抗折力は熱衝撃臨海冷却温度差  $\Delta T_w$  に至るまでほとんど変化しないが、超硬合金では低い温度段階から徐々に低下することを観察している。彼らは、以上の現象には微視き裂の発生、進展が関与してい

ることを推察し、繰返し熱衝撃下のき裂進展特性の解明が必要であることを提起している。また、熱衝撃時の発生熱応力を調査することによって、き裂進展特性を破壊力学的に検討する必要性のあることを述べている。

### 3. 本研究の目的

耐熱衝撃性に優れた工具材料を開発するには、工具材料の繰返し熱衝撃下のき裂進展特性を定量的に明らかにする研究が必要である。なかでも代表的な工具材料として従来主流であった超硬合金と近年急速に普及してきているサーメットに関して、繰返し熱衝撃下のき裂進展特性を定量的に調査した研究は極めて少ない。また、熱衝撃実験法については現在全面冷却型が広く用いられているが、この方法では材料間の熱衝撃抵抗の差異を定性的に比較できるが、繰返し熱衝撃下のき裂進展特性の破壊力学的評価に関連し、発生熱応力の定量的評価をするためには、熱衝撃実験法についてさらに工夫が必要である。このため、種々の具体的モデルに関する熱衝撃実験や理論解析なども行われてはいるが、まだ十分とは言えない。

本研究では、熱衝撃時の発生熱応力の定量的評価が可能で簡便な新しい熱衝撃実験法を考案することにより、超硬合金とサーメットに関して繰返し熱衝撃下のき裂進展特性を破壊力学的並びに微視的に明確にすることを目的とし、熱的に耐欠損性の高い長寿命の超硬質工具材料の設計・開発に必要な基礎的知見を得ることを目指している。

このため、まず前半では、繰返し熱衝撃時の発生熱応力の定量的評価が可能で、しかも現場でも簡便に利用できる一面冷却型熱衝撃実験法を考案し、本実験法が熱衝撃下のき裂進展特性に関して、試験片寸法、冷却媒体の条件によらず材料固有の特性として評価可能であることを確認した。

次に後半では、この考案した一面冷却型熱衝撃実験法を用いてサーメットおよび超硬合金の繰返し熱衝撃下におけるき裂の進展速度と熱衝撃応力拡大係数の関係を調査し、き裂進展特性を明確にすると同時にサーメットと超硬合金の差異についても検討した。さらに、特にこれからの中工具材料の主流となるサーメットに注目し、TiN 含有率が耐熱衝撃性に及ぼす影響を調べるため、TiN 含有率の異なる2種類のサーメットを刃先としたフライス工具による切削試験を行い、刃先に生ずるき裂進展の相違を評価し、実機による定性的な検証を行った。

数の関係を検討し考察を加えた。最後に、実際に本熱衝撃実験で取り扱った TiN 含有率の異なる2種類のサーメットを刃先としたフライス工具による切削試験を行い、刃先に生ずるき裂進展の相違を評価し、実機による定性的な検証を行った。

### 参考文献

- (1) 井寄裕介, 島順彦, 井田久晶, 日立金属技報, 5, (1987), 65-70.
- (2) 吉本隆志, 不二越技報, 45-2, (1989), 63-70.
- (3) 吉村寛範, 工業材料, 35-16, (1987), 133-141.
- (4) 中村裕道, 増野雄一, 他7名, 超硬工具ハンドブック, 9, (1976).
- (5) 石原外美, 五嶋孝仁, 宮尾嘉寿, 吉本隆志, 竹花紳一, 日本機械学会論文集, 57-536, A(1991), 824-830.
- (6) Singh, J. P., Tree, Y., and Hasselman, D. P. H., J. Mater. Sci., 16, (1981), 2109-2118.
- (7) Becher, P. F., Lewis, D., Carman, K. R., and Gonzalez, A. C., Ceramic Bulletin, 59, (1980), 542-546.
- (8) 安部英昭, 横田憲克, 佐藤善美, 材料, 42-482, (1993), 1312-1318.
- (9) 安部英昭, 日本機械学会論文集, 60-578, A(1994), 2207-2211.
- (10) Niihara, K., Singh, J. P., and Hasselman, D. P. H., J. Mater. Sci., 17, (1982), 2553-2559.
- (11) 淡路英夫, 日本機械学会論文集, 62-595, A(1996), 700-706.
- (12) 西川直宏, 高 鍼, 高津学, 材料, 42-476, (1993), 507-511.
- (13) 岩城敏博, 日本機械学会論文集, 48-434, A(1982), 1275-1280.
- (14) 岩城敏博, 宮尾嘉寿, 中川清晴, 日本機械学会論文集, 46-403, A(1980), 311-318.
- (15) 岩城敏博, 宮尾嘉寿, 日本機械学会論文集, 49-442, A(1983), 718-723.
- (16) 久保内昌敏, 北条英光, 材料, 39-437, (1990), 202-207.
- (17) 小倉啓二, 西川出, 日本機械学会講演論文集, 930-71, (1993), 49-50.
- (18) Chemant, J. L., and Osterstock, F., J. Mater. Sci., 11, (1976), 1939-1947.
- (19) Evans, A. G., and McMeeking, R. M., Acta metall., 34, (1986), 2435-2441.
- (20) Shang, J. K., and Ritchie R. O., Acta metall., 37, (1989), 2267-2278.
- (21) 石原外美, 五嶋孝仁, 宮尾嘉寿, 日本機械学会論文集, 57-543, A(1991), 2735-2740.
- (22) Ishihara, S., Goshima, T., Miyao, K., Yoshimoto, T., and Takehana, S., JSME Int. J., Ser. I, 34-4, (1991), 490-495.

## 第1章 一面冷却型熱衝撃実験法の提案と熱衝撃時の動的熱応力の評価

### 1.1 緒言

超硬質工具材料の繰返し熱衝撃下のき裂進展特性を定量的に明確にするためには、熱衝撃時の発生熱応力を定量的に評価しなければならない。従来の全面冷却型熱衝撃実験では、試験片を炉中加熱後、冷却媒体に投入することによって試験片に熱衝撃 $\Delta T$ を与える、その後の曲げ試験により試験片が保持している曲げ強さを評価する。材料が持つ熱衝撃抵抗は、き裂発生により曲げ強さが大きく低下する時の熱衝撃温度差 $\Delta T_c$ で与えられる。つまり、 $\Delta T_c$ が大きいほど材料が持っている熱衝撃抵抗が大きいとするものである<sup>(1)~(4)</sup>。この方法は簡便でどこでも行えるという利点を有し、材料間の熱衝撃抵抗の差異を同一の実験条件で得られた $\Delta T_c$ に基づいて定性的に比較する場合には有効であるが、試験片と冷却媒体界面（以後、固一液界面と呼ぶ）における熱的境界条件（熱伝達係数）が液体の沸騰現象により場所、時間の関数として複雑に変化し、さらに3次元的な温度、応力場を生じ、実験的にも理論的にも境界条件（熱伝達係数）を決定できないため、発生熱応力を定量的に評価することは困難である<sup>(5)~(7)</sup>。従って、熱衝撃における上記固一液界面の熱的境界条件の変動するわちビオ数の連続的变化を補償すると同時に、熱衝撃応力を定量的に評価可能な熱衝撃実験法を考案、検討する必要がある。

熱応力の定量的評価に関連して、固一液界面において時間によって変化しない一定のビオ数を仮定して、1次元の単純熱負荷をかけたときの熱応力評価に関する報告<sup>(8)~(12)</sup>や、同じ条件においてき裂が存在する場合の熱応力拡大係数の解析についての報告<sup>(13)</sup>はあるが、実際には固一液界面のビオ数は一定ではなく、これらの解析結果を実際の実験結果の評価に用いることはできない。

熱衝撃下において材料を安心して使用するためには、発生熱応力の定量的評価により、熱衝撃下のき裂発生強さの評価、さらには繰返し熱衝撃下のき裂進展特性の破壊力学的解析を行い、疲労破壊靄性値を明確にすることが重要であると思われるが、現時点ではこれらの要求にかなう研究手段が開発されていない。本研究では、以上の現状を踏まえて、発生熱応力を評価するための一面冷却型熱衝撃実験法を

提案する。そして、同法によって熱衝撃時の動的熱応力を測定し、さらに熱応力が正確に測定されていることを確認することを目的として、ひずみゲージを用いた熱応力測定も併せて行った。

### 1.2 一面冷却型熱衝撃実験法の提案

一面冷却型熱衝撃実験法が具備すべき条件として、以下の項目があげられる。(a) 測定上の制約から、熱応力測定のためのセンサーが冷却媒体と直接触れない非接触タイプが望ましい。(b) 境界条件を単純化するために、全面冷却型熱衝撃実験より、一面冷却型熱衝撃実験が望ましい。この際、一次元的温度分布が解析上望ましい。(c) 沸騰現象等により複雑に変化する固一液界面の熱的境界条件が明確でなくとも、熱応力値が評価可能であることが必要である。このため、ビオ数を含まない熱応力評価式を用いることが必要である。(d) 工業面での応用性を考えると、採用する評価式が簡便であることが望ましい。以上の諸条件を満足させる一面冷却型熱衝撃実験法として次の方法を提案する。

#### (i) 試験片の断熱と一面冷却法の採用

図1-1に示すように、試験片下部の冷却面を除いた全ての面をシリコン樹脂系コーティング剤を用いて断熱する。なお、冷却面の長手方向の一辺の中心を原点とした直交座標系(x, y, z)を図のような方向に設定する。試験片を所定温度で一定時間加熱し内部温度分布が一様になったことを確認した後、電動モータを用いて試験片下面のみを液温293Kの水に約2秒以内ですばやく接触させることにより熱衝撃を与える。この際、試験片下面は約0.1~0.15mm水中に浸漬させ、この状態を約5分間保持した。この方法の採用により試験片内部の温度が高さ方向にのみ一次元的に変化することが期待できる。また固一液界面の数を全面冷却実験における6個から、1個に絞り込むことができる。また、繰返し熱衝撃実験の場合は、タイマー制御の小型モータを正転、逆転させ、炉中と冷却媒体表面の間を繰返し上下させることにより行う。実験装置の概略図を図1-2に示す。1サイクル毎に上述の炉中加熱と水面冷却を繰返すが、本実験の温度条件では40分間の炉中加熱で十分な定常状態が得られた。また、この間冷却水の温度を一定(293K)に保つために、1サイクル毎に冷却水に氷を入れて温度調整を行った。

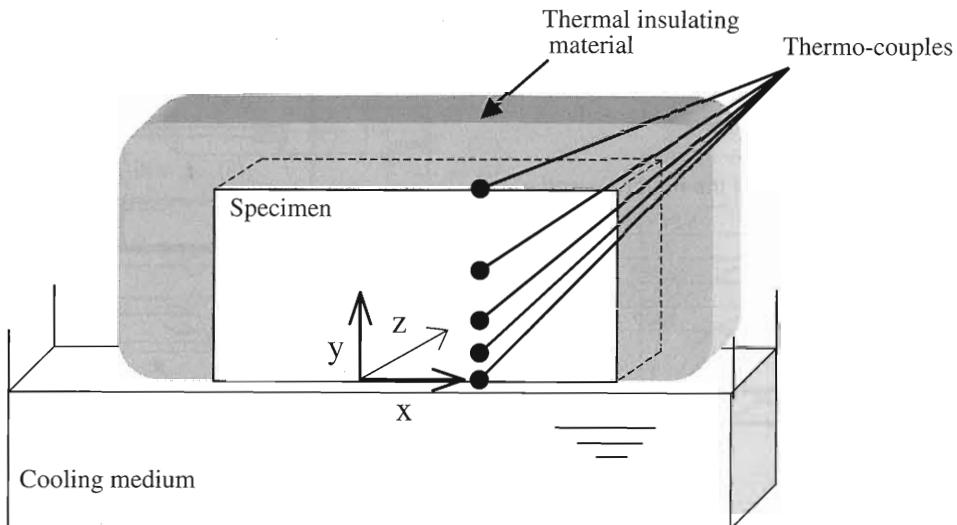


Fig. 1-1 The locations of thermocouples for measuring the temperature distribution along the specimen height at an instance of thermal shock.

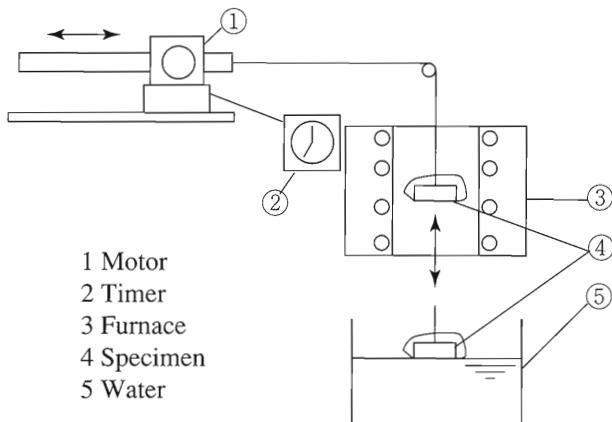


Fig. 1-2 A schematic illustration of the thermal shock testing equipment.

### (ii) 热電対による多点温度の測定

図 1.1 に模式的に示すように、熱衝撃実験における試験片高さ方向への温度分布を複数の熱電対により測定する。熱衝撃時の冷却面から試験片高さ方向 (y 方向) への一次元的温度分布は、複数箇所で測定された温度をスプライン関数により近似した。

### (iii) 一次元温度場に対する熱応力評価

試験片内部の温度変化が試験片高さ方向 (y 方向) のみの一次元温度場で近似でき、かつ試験片長さ方向 (x 軸方向) の端部が自由で、かつ曲げによる拘束も存在しない厚板に対して、試験片長手方向 (x 軸方向) の発生熱応力は、冷却面からの距離 y と時間 t に対する関数として式(1)で計算できる<sup>(14)</sup>。式中の  $T(t,y)$  は温度であり、y と t の関数として実測される。

$$\begin{aligned} \sigma_x(t, y) = & -\frac{\alpha E}{1-\nu} \{ T(t, y) - T_{max} \} \\ & + \frac{1}{2c(1-\nu)} \int_0^{2c} \alpha E \{ T(t, y) - T_{max} \} dy \\ & + \frac{3(y-c)}{2c^3(1-\nu)} \int_0^{2c} \alpha E (y-c) \{ T(t, y) - T_{max} \} dy \quad (1) \end{aligned}$$

ここで  $\alpha$  は線膨張係数、  $E$  は縦弾性係数、  $\nu$  はボアソン比、  $2c$  は試験片高さ、  $T_{max}$  は炉中での試験片加熱温度である。上式によれば熱衝撃時の固一液界面の熱的境界条件が不明でも、その結果として生じる試験片高さ方向 (y 方向) への温度分布を実測することによって、熱応力の評価が可能となる。またその際、実験より得られる温度分布を式(1)に代入し数値積分する必要があるけれども、計算が容易なので現場での応用性をも併せ有する。以下では一面冷却型熱衝撃実験法により熱応力を実測し、その測定精度について検討を加える。

## 1.3 試験片および実験方法

### 1.3.1 試験片

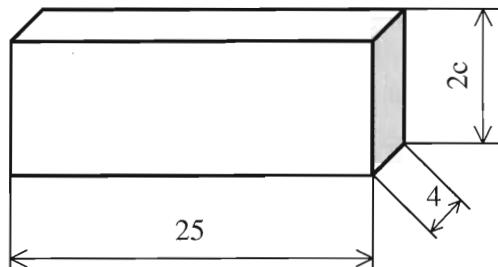
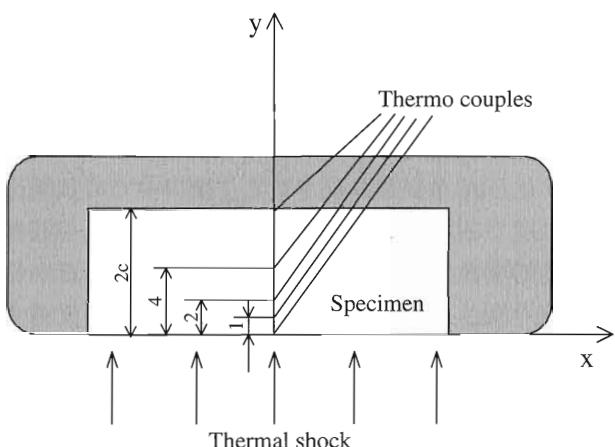
用いた試験片素材は、市販の超硬合金である。その化学成分および機械的性質をそれぞれ表 1-1 並びに表 1-2 に示す。試験片は図 1-3 に示すような  $8 \times 4 \times 25(\text{mm})$  と  $16 \times 4 \times 25(\text{mm})$  の直方体であり、冷却面をダイヤモンドペーストにより鏡面に仕上げた後実験に供した。

Table 1-1 Chemical compositions of the material used.

|    |     |     |     | wt. (%) |
|----|-----|-----|-----|---------|
| WC | TiC | TaC | NbC | Co      |
| 72 | 8   | 8   | 2   | 10      |

Table 1-2 Mechanical properties of the material used.

|  |                       |
|--|-----------------------|
| Coefficient of linear expansion ( $K'$ ) | $5.34 \times 10^{-6}$ |
| Young's modulus (GPa)                    | 527                   |
| Poisson's ratio                          | 0.222                 |
| $K_{IC}$ (MPam $^{1/2}$ )                | 12.7                  |
| Bending Strength (MPa)                   | 2600                  |

Fig.1-3 The shapes and dimensions of the specimen with height  $2c$ . ( $2c=8\text{mm}, 16\text{mm}$ )Fig.1-4 The locations of thermocouples attached to the specimen to measure the temperature distribution in the specimen height during the thermal shock. ( $2c=8\text{mm}, 16\text{mm}$ )

### 1.3.2 热応力测定法

#### 1.3.2.1 一面冷却型热衝撃実験法による測定

热衝撃時の冷却面からの距離に対する温度分布を調べるために、図 1-4 に示すように 8mm 高さの試験片については試験片底面よりそれぞれ 0, 1, 2, 4, 8mm の高さに、16mm 高さの試験片については試験片底面よりそれぞれ 0, 1, 2, 4, 16mm の高さに、直径 0.2mm のアルメルークロメル熱電対を点溶接により固定した。冷却面近傍ではより多点の測定を行った方が精度上有利と予想されるが、熱電

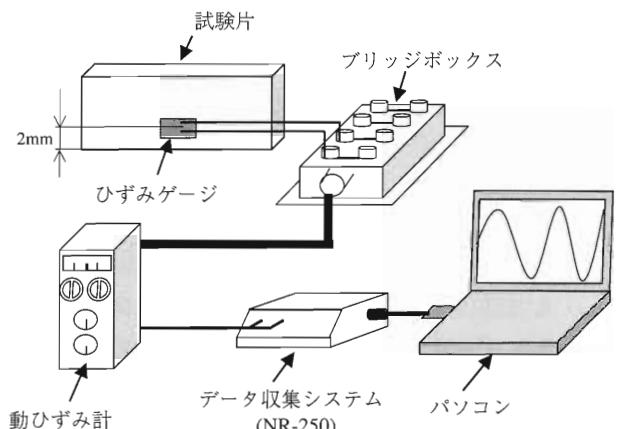


Fig.1-5 A schematic illustration of the measurement of the transient thermal stresses at an instance of the thermal shock by the newly developed quench tests used strain gauges.

対接点自身の大きさも考慮すると、現実には測定個所の数には制約があり、ここでは 5 点測定とした。測定は各加熱温度ごとにそれぞれ 5 回行い、これらの平均したものを作成曲線として、熱衝撃時の試験片長手方向 (x 軸) の発生熱応力を式(1)を用いて計算した。

#### 1.3.2.2 ひずみゲージ法による測定

以上の温度法による熱応力測定以外に、ひずみゲージを用いて試験片の熱応力測定を行った。試験片側面にひずみゲージを貼付した場合のデータ収集システムの模式図を図 1-5 に示す。なお、ひずみゲージにより熱応力を測定する際に、各設定温度  $T$  における使用ゲージのみかけのひずみ  $\epsilon_{app}(T)$  をあらかじめ測定した。熱衝撃実験時に、ひずみゲージを貼付した箇所の温度  $T$  と動ひずみ計によるひずみ量  $\epsilon_t$  を同時に測定すれば、実際に生じている熱応力によるひずみ  $\epsilon_{act}$  は  $\epsilon_{act} = \epsilon_t - \epsilon_{app}$  で評価され<sup>(15)</sup>、熱応力は  $\epsilon_{act}$  に綫弹性係数を乗じることにより計算される。

### 1.4 測定結果および考察

#### 1.4.1 一次元温度場の確認

##### 1.4.1.1 幅方向及び長さ方向への温度分布

冷却媒体として 293K の水を用いて、試験片加熱温度 473K で熱衝撃を与えた場合の試験片幅方向 (z 方向)への温度分布の一例を図 1-6 に示す。図は側面上 ( $x=12.5\text{mm}$ ) で冷却面から 2mm の高さにおいて、3 本の熱電対を試験片の片側端面の幅方向に約 2mm 間隔で取り付け測定したものである。図から、試験

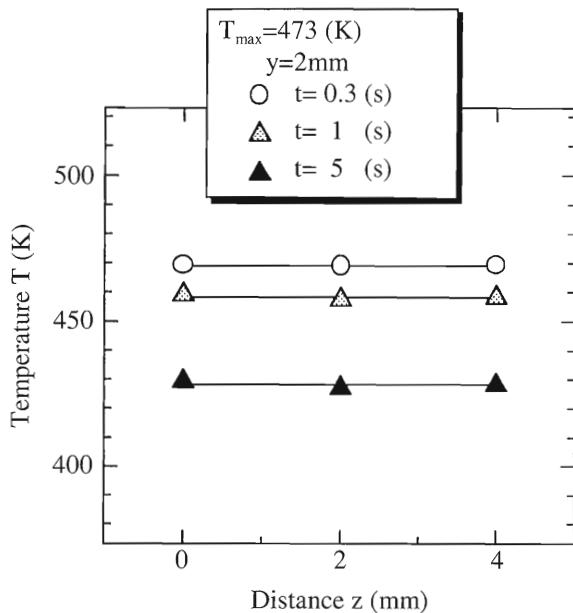


Fig.1-6 Temperature changes in the direction of the specimen width induced by the thermal shock.

片幅方向への温度分布はほぼ均一と考えて良い。また、この傾向は熱衝撃後の経過時間によらなかった。また、反対側の側面上( $x=-12.5\text{ mm}$ )でも同じ測定を行ったが、全く同様の結果が得られた。なお、ここでは473Kでの結果のみを示したが、試験片加熱温度を変化させて熱衝撃を与えた場合も全く同様の傾向が得られた。同様の方法で長さ方向についても測定した結果、ほぼ均一と考えてよい結果が得られた。

#### 1.4.1.2 高さ方向への温度分布

図1-7は、一例として冷却媒体として293Kの水を用いて、試験片加熱温度523Kで熱衝撃を与えた場合の試験片高さ方向(y方向)への温度変化を示したものである。図より、試験片長さ、並びに幅方向と比較して、試験片高さ方向へは圧倒的に大きな温度勾配が生じていることがわかる。なお、試験片加熱温度を変化させて熱衝撃を与えた場合も同様な傾向が得られた。

以上の熱衝撃時の過渡的温度変化の結果より、一面冷却型熱衝撃実験では、温度勾配は主として試験片高さ方向に生じ、長さ、幅両方向へはほぼ均一な温度分布になっていることがわかった。すなわち、試験片高さ方向に一次元的温度分布になっていることが確認された。

#### 1.4.2 一面冷却型熱衝撃実験法による熱応力測定結果

実験より求めた温度分布  $T(t,y)$  を式(1)に用いるこ

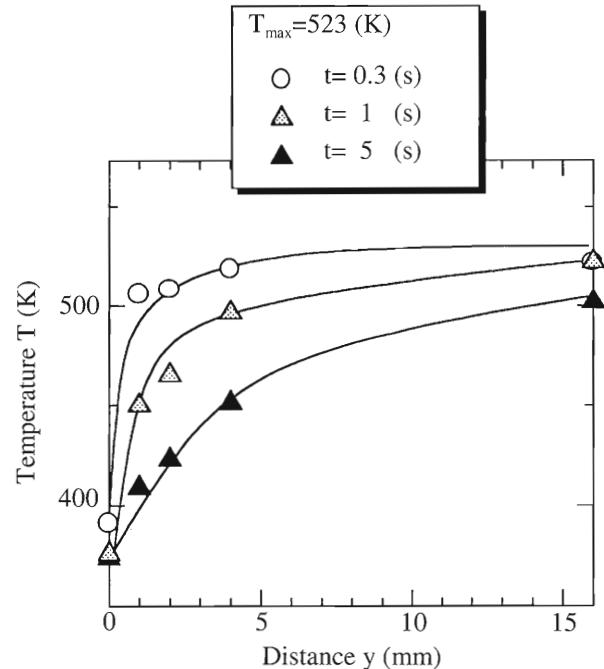


Fig.1-7 Temperature distribution in the specimen induced by the thermal shock.

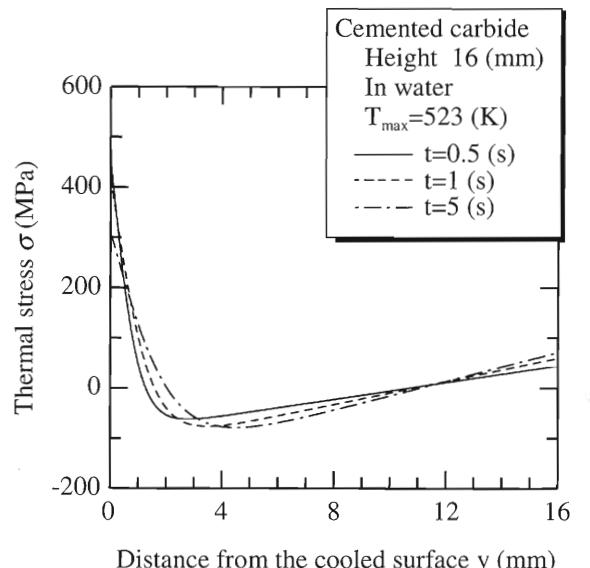


Fig.1-8 Distributions of the thermal stress in the specimen induced by the thermal shock with time.

とにより、試験片各部の発生熱応力とその経時変化を測定した。図1-8は、高さ16mmの試験片を用いて試験片加熱温度523Kから熱衝撃を与えた際の試験片内部に発生する熱応力分布とその経時変化を示したものである。この図より、経過時間にかかわらず発生熱応力は冷却面において常に引張の最大値を示していることがわかる。なお、この傾向は加熱温度473Kの場合においても同様であった。また図1-9は、試験片加熱温度523Kから熱衝撃を与えた際

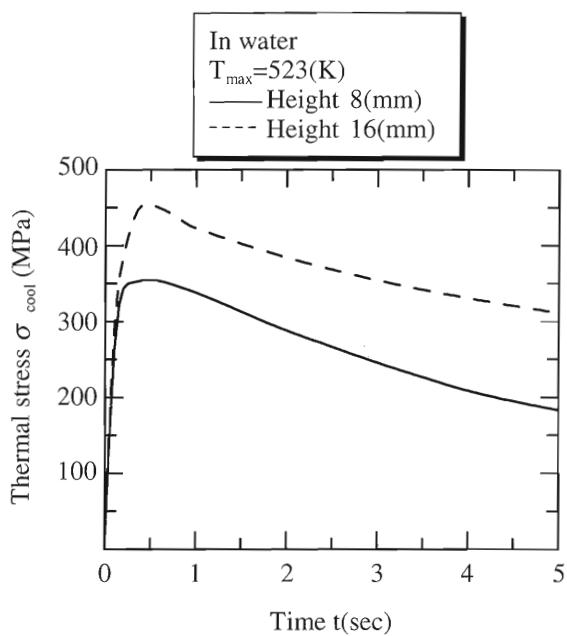


Fig.1-9 The variations of thermal stresses,  $\sigma_{\text{cool}}$ , occurred at the cooled surface with an elapsed time.

の冷却面に発生する熱応力  $\sigma_{\text{cool}}$  の経時変化を、試験片高さが 8mm と 16mm の 2 種類の試験片について示したものである。図から解るように、発生熱応力は熱衝撃開始時から急激に増加し、約 0.5 秒で最大値を示しその後緩やかに減少することがわかる。この傾向は長さ 25mm, 幅 4mm, 高さ 8mm~16mm の直方体の範囲では試験片寸法によらない。

#### 1.4.3 一面冷却型熱衝撃実験法とひずみゲージ法の比較

一面冷却型熱衝撃実験法による結果とひずみゲージによる測定結果を比較するために、まず図 1-10 には、加熱温度 423K, 試験片高さ 16mm の場合について、本熱衝撃実験法による熱応力の  $y$  方向分布の時間的変化を示す。ひずみゲージによる測定位置  $y=2\text{mm}$  付近では時間の初期ではかなり急勾配の応力分布となっているが、時間の経過とともにその勾配も緩やかになっている。また、図 1-11 には、測定位置  $y=2\text{mm}$  でのひずみゲージによる測定結果の経時変化が黒丸で示されているが、ひずみゲージの受感素子は  $y$  方向にある程度のグリッド幅を有することを考慮し、本熱衝撃実験法による経時変化の結果は、比較のため、 $y=1.5\text{mm}$ ,  $2\text{mm}$ ,  $2.5\text{mm}$  の 3 通りの場合を示してある。ひずみゲージによる結果は  $y=1.5\text{mm}$  の経時変化と定性的に類似した傾向を示しているが、測定位置  $y=2\text{mm}$  で比較すれば、最大

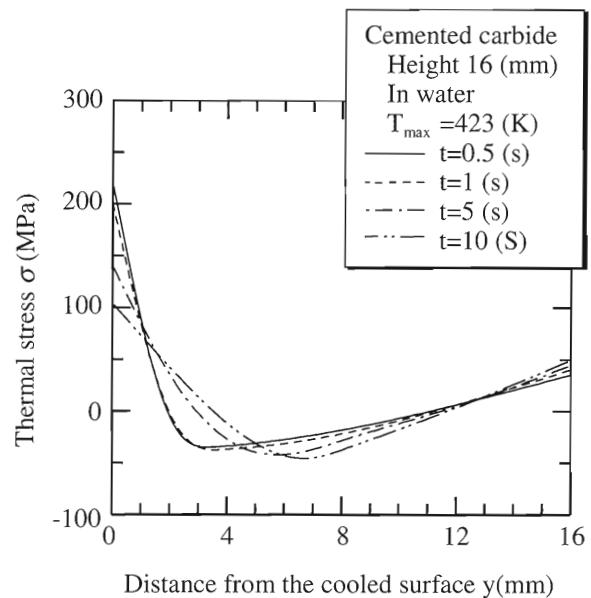


Fig.1-10 Distributions of the thermal stress in the specimen induced by the thermal shock with time.

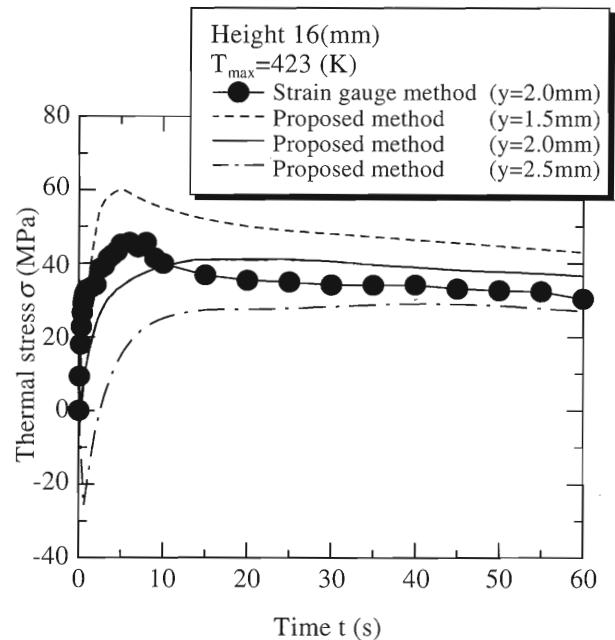


Fig.1-11 Changes of thermal stresses occurred at the location ( $y=2\text{mm}$ ) with an elapsed time.

応力は定量的にはほぼ一致することがわかる。また、両者の比較を  $y=1.5\text{mm}$ ~ $2.5\text{mm}$  幅での帯状領域の経時変化で考えれば、ひずみゲージによる測定値はこの帯状領域の中で帯状領域経時変化に対応した変動を示しており、本熱衝撃実験法による結果とひずみゲージによる測定結果は定性的にも定量的にも良い対応を示していることがわかる。

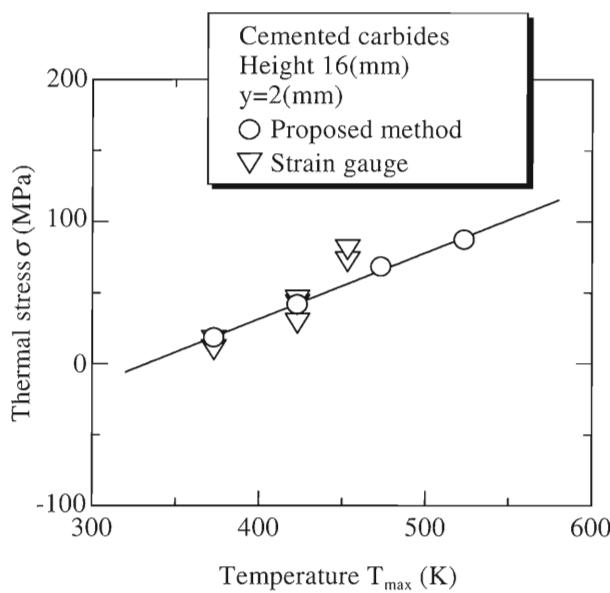


Fig.1-12 The relationship between the maximum thermal stress occurred at the location ( $y=2\text{mm}$ ) and the heating-temperature.

さらに、図 1-12 は試験片高さ 16mm の場合について、熱衝撃実験から得られた  $y=2\text{mm}$  の位置における発生熱応力  $\sigma$  の最大値と試験片加熱温度  $T_{\text{max}}$  の関係を示したものである。図中には、提案する熱衝撃実験法の結果とひずみゲージによって測定された結果が併せて示されている。提案する熱衝撃実験法による熱応力と加熱温度  $T_{\text{max}}$  との間にはほぼ直線関係が成立している。ひずみゲージによる測定結果は、提案する熱衝撃実験法による結果とほぼ対応している。この結果は試験片高さ 8mm についても確認できた。なお、473K 以上の加熱温度でのひずみゲージによる測定はひずみゲージと試験片の接着に問題が生じたり、外乱によるデータのばらつきが大きくなり、本実験では測定不可能であった。

## 1.5 結 言

試験片の断熱と一面冷却、熱電対による多点温度の測定、一次元温度場としての熱応力評価の 3 つの観点から一面冷却型熱衝撃実験法を提案し、次の結論を得た。

- (1) 上記一面冷却型熱衝撃実験法では、温度勾配は主として、試験片高さ方向に生じ、長さ、幅両方向へはほぼ均一な分布になっていることがわかった。すなわち、試験片高さ方向への一次元的温度分布を確認した。
- (2) 4×8×25, 4×16×25mm の直方体試験片を用いた

本実験範囲では、一面冷却型熱衝撃実験法とひずみゲージによる熱応力測定結果はほぼ一致していることを確認した。しかし 473K 以上の高温領域では、ひずみゲージによる測定は外乱によるデータのばらつきが大きく、測定が不可能であった。

## 参考文献

- (1) Singh, J.P., Tree, Y., and Hasselman, D.P.H., J.Mater.Sci., 16, (1981), 2109-2118.
- (2) Becher, P.F., Lewis, D., Carman, K.R., and Gonzalez, A.C., Ceramic Bulletin, 59, (1980), 542-546.
- (3) 石原外美, 吉本隆志, 竹花紳一, 日本機械学会論文集, 57-536, A (1991), 824-830.
- (4) 石原外美, 五嶋孝仁, 宮尾嘉寿, 日本機械学会論文集, 57-543, A (1991), 2735-2740.
- (5) 佐久間俊雄, 岩田宇一, 高久啓, 日本機械学会論文集, 58-547, A (1992), 470-475.
- (6) 佐久間俊雄, 岩田宇一, 高久啓, 日本機械学会論文集, 58-552, A (1992), 1424-1429.
- (7) Niihara,K., Singh, J.P., and Hasselman, D.P.H., J.Mater.Sci., 17 (1982), 2553-2559.
- (8) 岩城敏博, 日本機械学会論文集, 48-434, A (1982), 1275-1280.
- (9) 岩城敏博, 宮尾嘉寿, 中川清晴, 日本機械学会論文集, 46-403, A (1980), 311-318.
- (10) 岩城敏博, 宮尾嘉寿, 日本機械学会論文集, 49-442, A (1983), 718-723.
- (11) Kingery, W. D., J. Am. Ceram. Soc., 38 (1955), 3.
- (12) Boley, B. A., and Weiner, J. H., Theory of Thermal Stresses, R. E. Krieger Publ. Comp., Malabar, Florida, (1985), 283.
- (13) Lu, T. J., and Fleck N. A., The Thermal Shock Resistance of Solids, Acta mater., 46 (1998), 4755-4768.
- (14) 竹内洋一郎, 热応力, 日新出版, (1969), 14.
- (15) 五嶋孝仁, 小泉堯, 中原一郎, 非破壊検査, 23, (1974), 601-607.

## 第 2 章 一面冷却型熱衝撃実験法による繰返し熱衝撃下のき裂進展特性評価に及ぼす試験片寸法並びに冷却媒体の影響

### 2.1 緒 言

緒論並びに第 1 章で述べたように、工具材料の熱衝撃特性を明確にするためには、繰返し熱衝撃下のき裂進展特性を、微視的、定量的に評価し材料固有の特性として把握する必要がある<sup>(1)</sup>。

そこで本章では、第 1 章で提案した一面冷却型熱衝撃実験法を用いて、超硬合金の繰返し熱衝撃下の

き裂進展特性、並びに不安定き裂進展開始時の臨界熱衝撃応力拡大係数を明らかにし、これらの実験結果が試験片寸法並びに冷却媒体によって変化せず、材料固有の特性を示すことを確認することを目的とした。以上の検討を通じて、本一面冷却型熱衝撃実験法が、繰返し熱衝撃下のき裂進展特性を定量的に解明するための実験手法として有効であることを示した。

## 2.2 試験片および実験方法

### 2.2.1 試験片

用いた試験片素材は、第1章と同様な WC, TiC, TaC を主体とする P30 系強靭超硬合金である。

### 2.2.2 実験方法

#### 2.2.2.1 温度分布測定と熱応力解析

前章の実験方法にしたがい、冷却媒体には水シリコンオイルを用いて熱衝撃試験を実施した。水の動粘性係数は文献<sup>(2)</sup>によると、 $0.89 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{S}$  であり、シリコンオイルの動粘性係数は  $5 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{S}$  である。第1章の実験結果より、熱衝撃実験時の温度勾配は試験片の高さ方向に大きく生じ、長手方向および幅方向には小さいことを確認しているので、試験片高さ方向への温度分布のみを測定した。第1章の図1-4 に示すように 8mm 高さの試験片については試験片側面に冷却面からの距離がそれぞれ 0, 1, 2, 4, 8mm の 5箇所、16mm 高さの試験片については冷却面からの距離がそれぞれ 0, 1, 2, 4, 16mm の 5箇所にアルメルークロメル熱電対を取り付け、熱衝撃時の冷却面からの距離に対する温度分布を測定した。熱電対の直径は 0.2mm である。測定は各加熱温度ごとにそれぞれ 5 回行い、これらの平均したものを冷却曲線として、前章の式(1)に代入し数値積分を行って、繰返し熱衝撃における 1 サイクル毎の動的熱応力を計算した<sup>(3)(4)</sup>。繰返し熱衝撃実験において、毎回試験片が所定の温度において定常状態になるまで待ってから熱衝撃を与えてるので、発生熱応力は上記のように求めても良いと思われる。なお、計算にあたって各物性値はその温度依存性を考慮すべきであるが、文献<sup>(5)(6)</sup>によれば本実験温度域では大きな温度依存性を示さないので、物性値としては本実験温度域の平均値を用いた。

#### 2.2.2.2 繰返し熱衝撃下のき裂進展速度の測定法

鏡面に仕上げた試験片の冷却面にビッカース硬度

計により 150~200μm の予き裂を導入した。予き裂導入時の残留応力を除去するために、ダイヤモンドペーストを用いて試験片表面を約 40μm 研磨後<sup>(7)</sup>実験に供した。その後繰返し熱衝撃実験を行い、任意の回数ごとにき裂長さ  $2a$  を、光学顕微鏡によって約 400 倍から 1000 倍で測定した。得られたき裂進展曲線より、き裂進展速度  $da/dN$  と熱応力拡大係数  $K_{\max}$  の関係を求めた。応力拡大係数  $K_{\max}$  の算出には表面に半楕円形き裂を有する厚板が、曲げと引張りを受ける場合の表面き裂のモード I の応力拡大係数の近似解として、次の Newman-Raju の式<sup>(8)</sup>を用いて算出した。

すなわち、図 2-1 に示すように、厚さ  $D$ 、高さ  $2c$  の厚板表面に厚さ方向に向かって長さ  $2a$ 、高さ方向に向かって深さ  $b$  の半楕円形垂直表面き裂がある場合、引張り応力  $\sigma_t$  と曲げ応力  $\sigma_b$  を受けるときの、き裂前縁の任意の位置（き裂中心とき裂前縁の任意点を結ぶ線分が表面となす角度  $\phi$ ）での応力拡大係数の近似解は次に示す式(2)で与えられる。

$$K_{\max} = (\sigma_t + H\sigma_b) F \sqrt{\pi b / Q} \quad (2)$$

上式の補正係数  $Q$ ,  $H$ ,  $F$  は以下のように表される。

$$Q = 1 + 1.464(b/a)^{1.65}$$

$$H = H_1 + (H_2 - H_1) \sin^p \phi$$

$$F = \{M_1 + M_2(b/2c)^2 + M_3(b/2c)^4\} f_\phi g_\phi f_w$$

ここで、

$$M_1 = 1.13 - 0.09(b/a)$$

$$M_2 = -0.54 + 0.89/(0.2+b/a)$$

$$M_3 = 0.5 - 1/(0.65+b/a) + 14(1-b/a)^{24}$$

$$f_\phi = \left\{ (b/a)^2 \cos^2 \phi + \sin^2 \phi \right\}^{0.25}$$

$$g_\phi = 1 + \left\{ 0.1 + 0.35(b/2c)^2 \right\} (1 - \sin \phi)^2$$

$$f_w = \left\{ \sec \left( \frac{\pi a}{D} \sqrt{\frac{b}{2c}} \right) \right\}^{0.5}$$

$$p = 0.2 + b/a + 0.6(b/2c)$$

$$H_1 = 1 - 0.34(b/2c) - 0.11(b/a)(b/2c)$$

$$H_2 = 1 + G_1(b/2c) + G_2(b/2c)^2$$

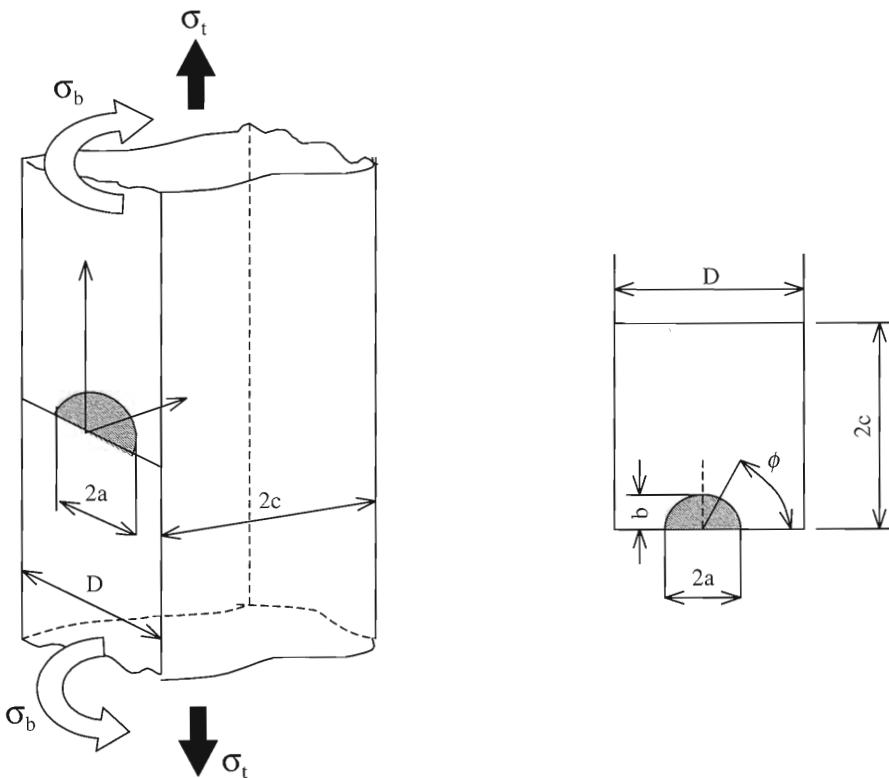


Fig.2-1 Semielliptical surface crack loaded by bending and tensile stresses.

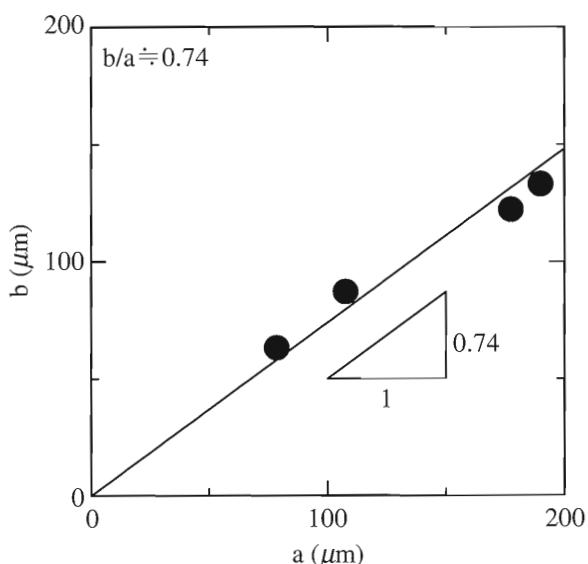


Fig.2-2 The crack aspect ratio for the surface cracks which appeared in the thermal shock experiments.

$$G_1 = -1.22 - 0.12(b/a)$$

$$G_2 = 0.55 - 1.05(b/a)^{0.75} + 0.47(b/a)^{1.5}$$

表面き裂深さ  $b$  は試験片高さ  $2c$  に比べて十分に小さいことを考慮すれば、表面近傍のき裂領域には一様引張りのみが働くと仮定してもよいと考えられ

るので、 $\sigma_t = \sigma_{\max}$ ,  $\sigma_b = 0$  として計算した。ただし、 $\sigma_{\max}$  は熱衝撃 1 サイクル中の最大引張応力である。また、本実験では表面で幅方向へのき裂進展なので、き裂前縁と表面との交点における応力拡大係数となり、 $\phi = 0$  とした。なお、 $b/a$  は半楕円形き裂のアスペクト比であるが、本熱衝撃実験における半楕円形表面き裂のアスペクト比を図 2-2 に示す。これより、本計算では半楕円形表面き裂のアスペクト比は、き裂長さによらず  $b/a = 0.74$  で一定と仮定した。

## 2.3 実験結果および考察

### 2.3.1 热衝撃時の温度分布

試験片高さの影響については、冷却面近傍において急激な温度勾配が認められるが、試験片寸法による顕著な温度分布の差異は認められない。一方、冷却媒体の影響については、動粘性係数のより高いシリコンオイルのほうが水に比較して冷却面近傍の温度勾配が小さい結果となった。

### 2.3.2 热応力分布と経時変化

2.3.1 節で求めた試験片  $y$  方向への温度分布を、冷却後一定時間ごとに熱応力評価式(1)に用いることによって、試験片内部の応力分布とその時間変化を知ることができる。冷却後の任意時間に発生する

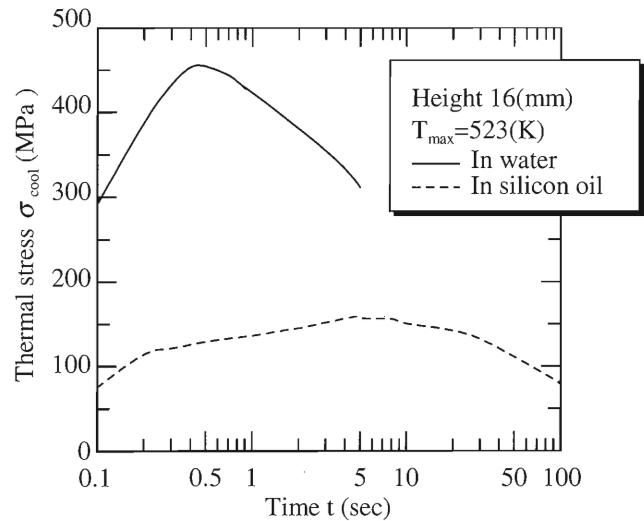
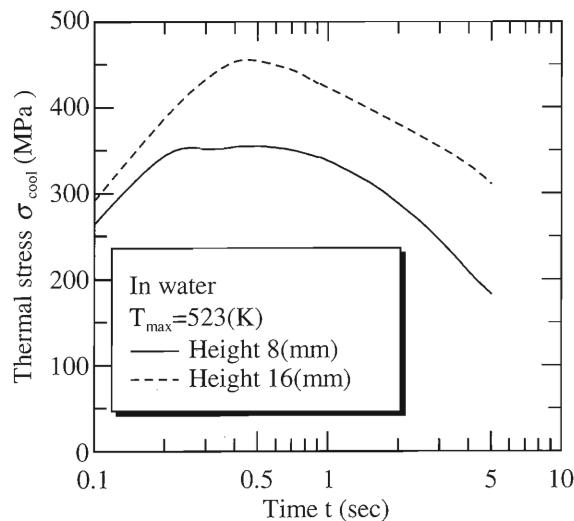


Fig.2-3 Variations of the thermal stresses  $\sigma_{cool}$  occurred at the cooled surface with elapsed time.

最大熱応力はつねに冷却面で生じ、その値は引張応力となる。熱衝撃時の最大熱応力がつねに冷却面で生じることがわかったので、冷却面の熱応力の経時変化を求めた。図 2-3(a)並びに(b)は、試験片加熱温度 523 K から熱衝撃を与えた場合の冷却面における熱応力  $\sigma_{cool}$  の変化の一例を示したものである。図 2-3(a)は  $\sigma_{cool}$  の変化に及ぼす試験片高さの影響を示したものである。図 2-3(a)より、動的熱応力の最大値は熱衝撃後約 0.5 秒で発生し、これは試験片高さによらない。しかし、その絶対値は試験片高さ 16 mm に対して約 455 MPa, 8 mm に対して約 355 MPa と前者は後者の約 1.3 倍となっている。y 方向への温度分布に試験片高さによる影響が明確に認められなかつてもかかわらず、熱応力値に試験片高さ依存性が生じる理由は次の通りである。熱応力値は温度分布に起因して発生するひずみが拘束されることによって生じる項（前章、式(1)の第 1 項）と、試験片端部の拘束を自由とするために付加される項の重ね合わせによって与えられる。従って、今回のように温度分布に試験片寸法による影響が現れなくとも、端部自由条件を保証する項（前章、式(1)の第 2 項と第 3 項）を通じて熱応力値に試験片寸法依存性が生じることになる。一方、冷却媒体の影響を示す図 2-3(b)では、動的最大応力発生時間並びに最大応力値は水とシリコンオイルの場合では大きな差異が認められる。水の場合の最大熱応力は熱衝撃後約 0.5 秒で生じ、その値は約 455 MPa であるのに対し、シリコンオイルの場合の最大熱応力は熱衝撃後約 6 秒で生じ、その値は約 155 MPa と小さくなり、時間的

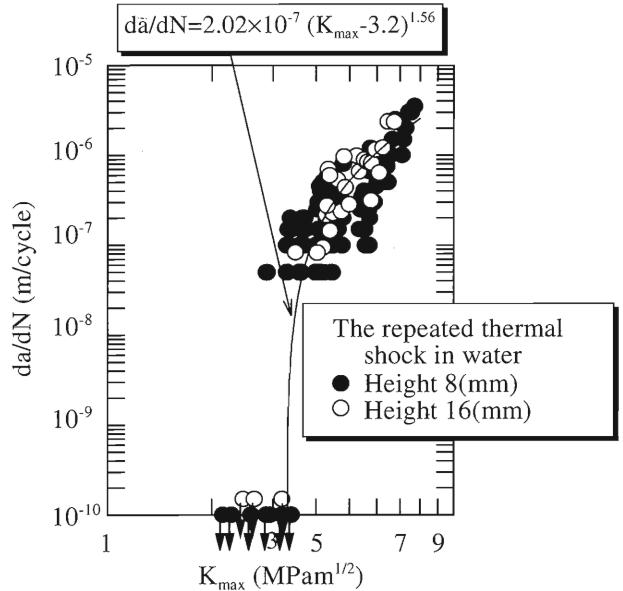


Fig.2-4 Effect of specimen heights on the relationship  $da/dN-K_{max}$  for the repeated thermal shock test.

変化も水の場合に比べ緩やかとなっている。

### 2.3.3 繰返し熱衝撃下のき裂進展特性

#### 2.3.3.1 試験片寸法依存

図 2-4 は高さが 8 mm, 16 mm の 2 種類の試験片を用いて繰返し熱衝撃実験を行い、き裂の進展速度  $da/dN$  と応力拡大係数  $K_{max}$  の関係を両対数グラフに示したものである。ただし、冷却媒体として水を用いた。図 2-4 からわかるように、き裂進展速度と応力拡大係数の関係は両対数グラフ上でいずれの場合もほぼ類似した傾向を示し、試験片寸法の違いによ

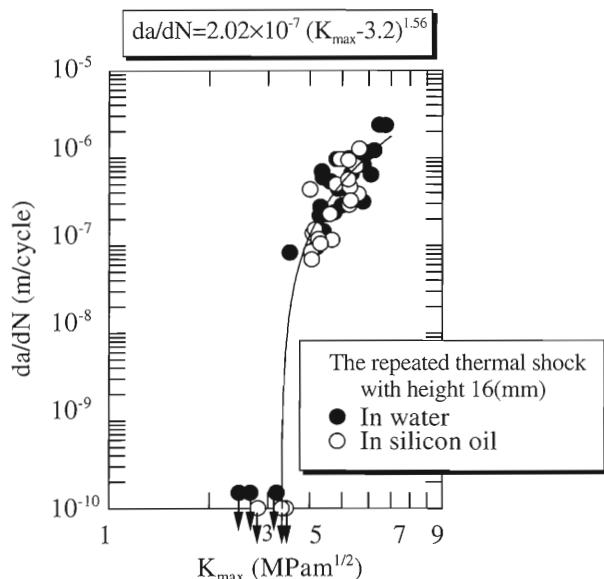


Fig.2-5 Effect of quenching media on the relationship  $da/dN-K_{\max}$  for the repeated thermal shock test.

る変化は認められない。

### 2.3.3.2 冷却媒体の粘度依存性に関する検討

図 2-5 は、寸法  $16 \times 4 \times 25$  mm の試験片を用いて、水とシリコンオイルの 2 種類の冷却媒体を用いたときの、繰返し熱衝撃下のき裂進展速度  $da/dN$  と応力拡大係数  $K_{\max}$  の関係を両対数グラフ上に示したものである。図 2-5 から、き裂進展速度と応力拡大係数の関係は両対数グラフ上でいずれの場合もほぼ類似した傾向を示し、冷却媒体の違いによる変化は認められない。この事実は、異なる冷却媒体を用いた場合、試験片と冷却媒体の界面における熱的境界条件が変化し、それによって発生する動的熱応力が変化するが、試験片の内部の一次元的温度分布を実測しさえすれば、本実験法により最大動的熱応力を精密に定量的に評価できることを示唆している。

### 2.3.3.3 き裂進展特性の実験式

以上の図 2-4 並びに図 2-5 の繰返し熱衝撃下のき裂進展挙動より 3 種類の条件に対してすべて同様な結果が得られた。これらの結果を図 2-4 および図 2-5 中に示される曲線のように最小二乗法により近似することにより、試験片寸法、冷却媒体に依らないき裂進展速度として次の実験式を得た。

$$\frac{da}{dN} = 2.02 \times 10^{-7} (K_{\max} - 3.2)^{1.56} \quad (3)$$

## 2.4 結 言

- (1) 冷却媒体として水を用いた場合、試験片高さ 8mm と 16mm に依らず、最大動的熱応力は熱衝撃後約 0.5 秒で発生した。しかし、その絶対値は試験片高さ 8mm に対して約 355 MPa、16mm に対して約 455 MPa となり、試験片高さによる差異が認められた。
- (2) 高さ 16mm の試験片に対して、シリコンオイルを冷却媒体として用いた場合、最大熱応力は熱衝撃後約 6 秒で生じ、その値は約 155 MPa であった。この値は冷却媒体として水を用いた場合と比較して小さく、また時間的変化も水の場合に比べ緩やかであった。
- (3) 繰返し熱衝撃下の表面き裂の進展速度  $da/dN$  と応力拡大係数  $K_{\max}$  の関係を求めた。同関係には試験片並びに冷却媒体による差異は認められず、次の実験式を得た。

$$\frac{da}{dN} = 2.02 \times 10^{-7} (K_{\max} - 3.2)^{1.56}$$

## 参考文献

- (1) 井寄祐介、島順彦、井田久晶、日立金属技法、5、(1987)、65-70。
- (2) 日本熱物性学会編、熱物性ハンドブック、(1990)、34-35、養賢堂。
- (3) 竹内洋一郎、熱応力、(1989)、13-14、日新出版。
- (4) 小倉啓二、西川出、日本機械学会講演論文集、930-71、(1993)、49-50。
- (5) 篠原耕治、植田文洋、棚瀬照義、粉体および粉末冶金、40-1、(1993)、29-32。
- (6) 鈴木寿、超硬合金と焼結硬質材料（基礎と応用）、(1986)、2、丸善。
- (7) 上野明、岸本秀弘、河本洋、材料、41-461、(1992)、253-259。
- (8) Newman, J. C. Jr., and Raju, I. S., NASA Technical Paper, 1578, (1979).

## 第3章 サーメットおよび超硬合金 の繰返し熱衝撃下のき裂進 展特性の検討

### 3.1 緒 言

本章では、第 1 章で提案し、第 2 章でその有効性が確認された一面冷却型熱衝撃実験法を用いて、超硬合金およびサーメットの繰返し熱衝撃下のき裂進展特性、すなわち、き裂進展速度と熱衝撃応力拡大係数の関係を定量的に調査、検討することを目的としている。そして両材料の繰返し熱衝撃実験におけるき裂進展特性の差異に関して、両者の微視的組織の差異に注目して考察を行った。

## 3.2 試験片および実験方法

### 3.2.1 試験片

本実験に使用した試験片素材は、サーメットおよびWC粒径8.5μmの超硬合金である。その化学成分を表3-1に示す。サーメットはTiCN, TaC, WCを主成分とする高窒素含有形強靱サーメットであり、超硬合金はWC, TiC, TaCを主体とするP30系強靱超硬合金である。それらの電子顕微鏡写真をそれぞれ図3-1, 図3-2に示す。試験片は以上の成分を混合した粉粒体を加圧成形、脱脂予備焼結、成形加工、本焼結を経て幅4mm, 高さ8mm, 長さ25mmの直方体の試験片形状に仕上げた。焼結後の機械的諸性質を表3-2に示す。破壊靱性値はビッカースインデンテーション法により、また曲げ強さは三点曲げ実験より求めた。表3-2よりわかるように、破壊靱性値は超硬合金については $12.7\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、サーメットでは $10.2\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ と、超硬合金はサーメットに比較して破壊靱性値が高くなっている。また、曲げ強さについても超硬合金の方が大きくなっている。なお、実験に先立って観察面をダイヤモンドペーストにより鏡面に仕上げた。

### 3.2.2 実験方法

温度分布測定と熱応力解析並びに繰返し熱衝撃下のき裂進展速度の測定については、第1章、第2章の方法により繰返し熱衝撃実験を行い測定、解析を実施した。

## 3.3 実験結果

### 3.3.1 热衝撃時の温度分布

図3-3はサーメットと超硬合金のy方向への温度分布を最大加熱温度が473Kの場合について熱衝撃後2秒経過時の温度分布を示したものである。

サーメットの温度が超硬合金に比べ大きくなっているが、その差は小さいことがわかる。

### 3.3.2 热応力の経時変化

3.3.1節で求めた温度分布を式(1)に用いることによって、熱衝撃時の熱応力の経時変化を求めた。図3-4は、サーメットと超硬合金に初期加熱温度473Kから熱衝撃を与えた場合の、冷却面に生じる最大熱応力の経時変化を示したものである。図3-4より初期加熱温度473Kの場合は、冷却面熱応力は熱衝撃負荷後急激に増加して約0.3秒で最大を示し、その

Table 3-1 Chemical compositions of the materials used.

|                   | WC | TiC | TaC | NbC | Co | wt. (%) |
|-------------------|----|-----|-----|-----|----|---------|
| cemented carbides | 72 | 8   | 8   | 2   | 10 |         |
| cermets           | 15 | 52  | 11  | 8   | 8  | 6       |
|                   |    |     |     |     |    |         |

Table 3-2 Mechanical properties of the materials used.

|   | Cemented carbides     | Cermets               |
|---|-----------------------|-----------------------|
| Coefficient of linear expansion ( $\text{K}^{-1}$ ) | $5.34 \times 10^{-6}$ | $7.65 \times 10^{-6}$ |
| Young's modulus (GPa)                               | 527                   | 438                   |
| Poisson's ratio                                     | 0.222                 | 0.235                 |
| $K_{IC}$ (MPam $^{1/2}$ )                           | 12.7                  | 10.2                  |
| Bending Strength (MPa)                              | 2600                  | 1900                  |

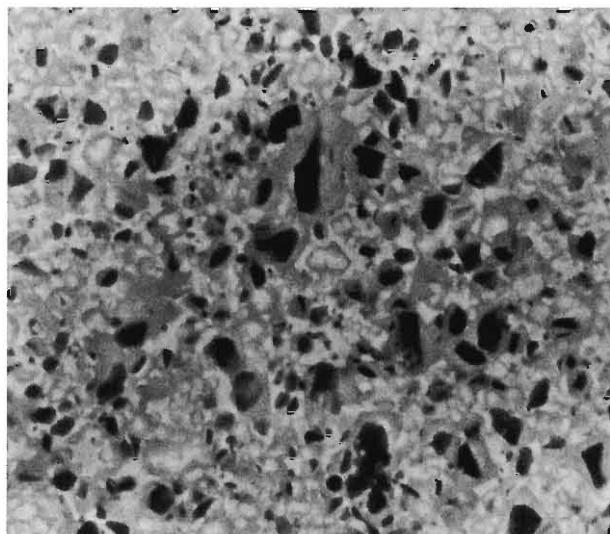


Fig.3-1 SEM photographs of microstructures for cermets.

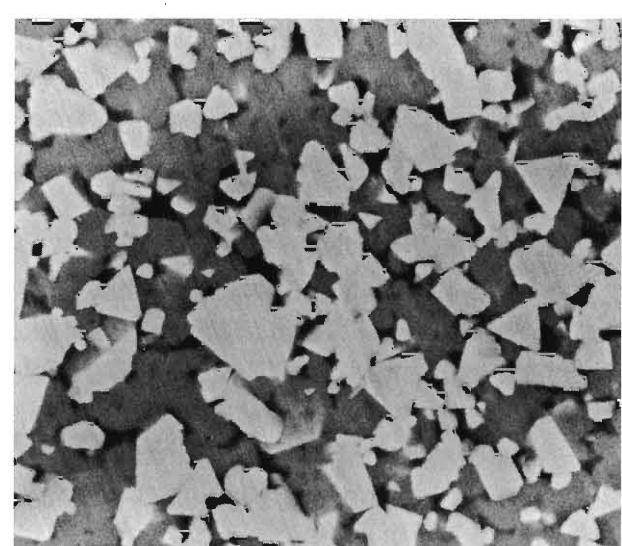


Fig.3-2 SEM photographs of microstructures for cemented carbides.

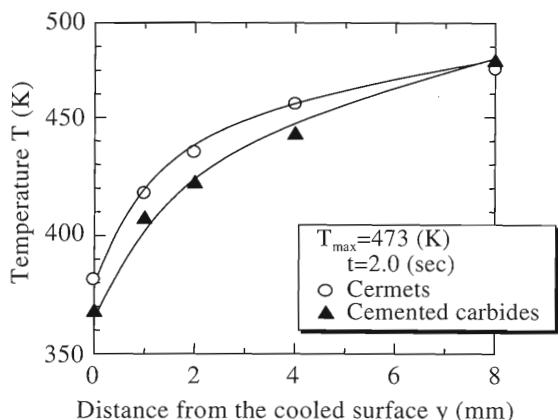


Fig.3-3 Distributions of temperatures near the cooled surface.

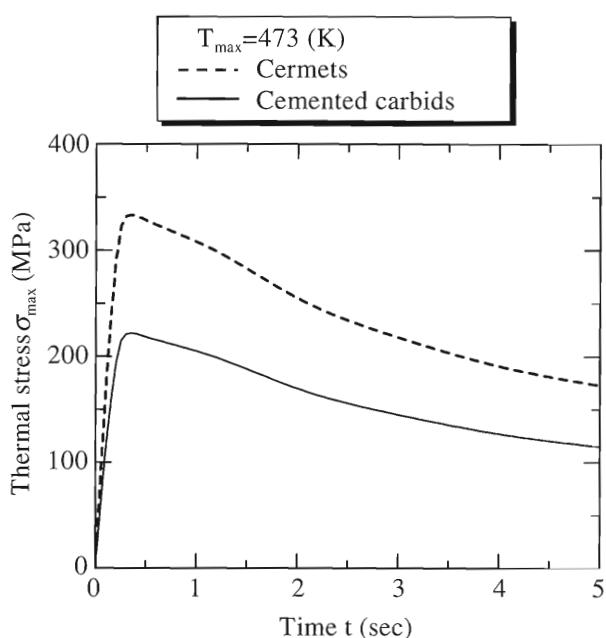


Fig.3-4 Change of the maximum stresses for cermets and cemented carbides for the case of  $T_{\max} = 473\text{K}$ .

後緩やかに減少している。また、初期加熱温度 523K の場合は、473K の場合と同様な変動を示すが、冷却面熱応力は約 0.5 秒で最大を示した。図 3-3 より超硬合金とサーメットの温度分布には若干の差異しか認められなかったが、主に線膨張係数やヤング率の差異によって、冷却面に発生するサーメットと超硬合金の最大熱応力の値は大きく異なり、サーメットの冷却面熱応力の最大値の方が超硬合金のそれに比べ、初期加熱温度 473K で約 1.5 倍、初期加熱温度 523K で約 1.3 倍大きい値を示している。

### 3.3.3 サーメットおよび超硬合金のき裂進展特性

図 3-5 は上記超硬合金並びにサーメットのき裂進

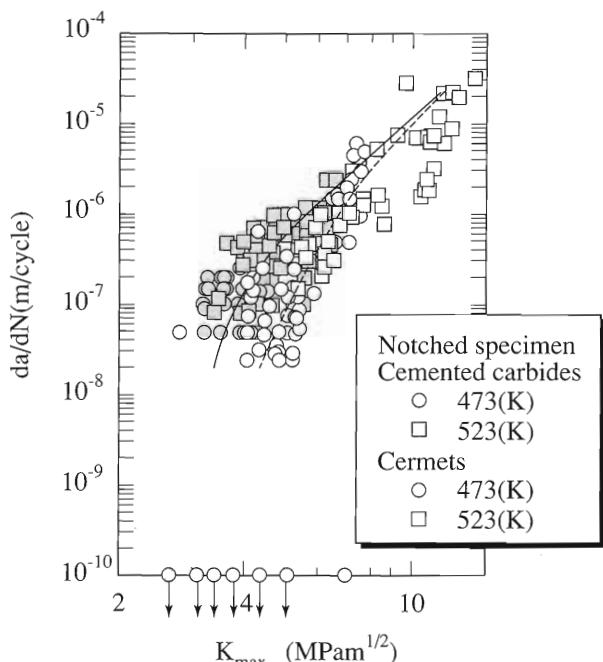


Fig.3-5 The relationship between  $da/dN$  and maximum stress intensity factor for the repeated thermal shock test.

展特性を、き裂進展速度  $da/dN$  と最大応力拡大係数  $K_{\max}$  の関係として整理し、両対数グラフに示したものである。図中の実線および破線は、不連続的なき裂進展特性を滑らかな曲線で近似することによって得られた  $da/dN-K_{\max}$  関係（以下曲線法による結果と呼ぶ）を表したものである。図 3-5 からわかるように、不連続的なき裂進展特性を反映して  $da/dN-K_{\max}$  関係における実験値の変動は大きいけれども、低  $K_{\max}$  領域において、超硬合金のき裂進展速度はサーメットのそれよりも速く、また高  $K_{\max}$  域では両材のき裂進展速度に明確な差異は認められない。このような傾向は実線および破線の示す曲線法の結果と同一である

### 3.4 サーメットおよび超硬合金の熱衝撃下のき裂進展特性に関する考察

サーメットおよび超硬合金は母相と結合相からなる複合材料として考えられる。図 3-2 の微視組織写真に示すようにサーメット並びに超硬合金の硬質分散相は、サーメットでは TiCN、超硬合金では WC である。一方結合相は、サーメットでは Ni と Co であり、超硬合金では Co である。そこで微視組織のモデルとして、図 3-6 に模式図を示すように、硬質分散相 1 と結合相 2 が y 軸方向に固定されているモデルを考える。両相間の x 軸方向拘束も考慮すべ

きであるがモデルの簡略化のためここでは省略した。このとき、 $\Delta T$  の定常的な温度変化によって各相に生じる微視的熱応力 $\sigma$ は、線膨張係数を $\alpha$ 、縦弾性係数を $E$ 、断面積を $A$ として容易に以下のように求められる。

$$\sigma_1 = -(\alpha_1 - \alpha_2) \Delta T A_2 E_1 E_2 / (A_1 E_1 + A_2 E_2) \quad (5)$$

$$\sigma_2 = (\alpha_1 - \alpha_2) \Delta T A_1 E_1 E_2 / (A_1 E_1 + A_2 E_2)$$

したがって、微視的熱応力は硬質分散相と結合相の線膨張係数の差( $\alpha_1 - \alpha_2$ )が大きいほど、また両相の縦弾性係数 $E$ の値が大きいほど大きな値をとることがわかる。サーメット及び超硬合金の熱衝撃下のき裂進展特性に差異が生じた原因について検討するため、両材について熱衝撃時のき裂先端近傍の微視組織の様相をモデル化して図3-7(a)及び(b)に示す。

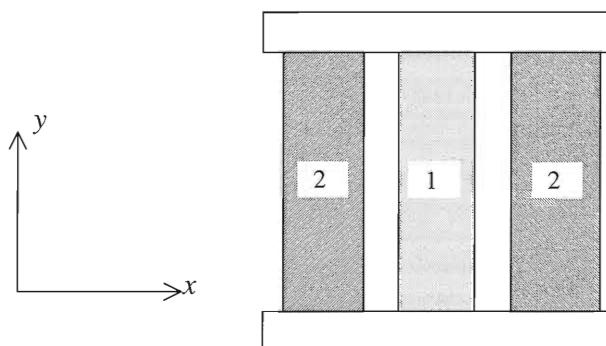


Fig.3-6 A model of the material microstructures.

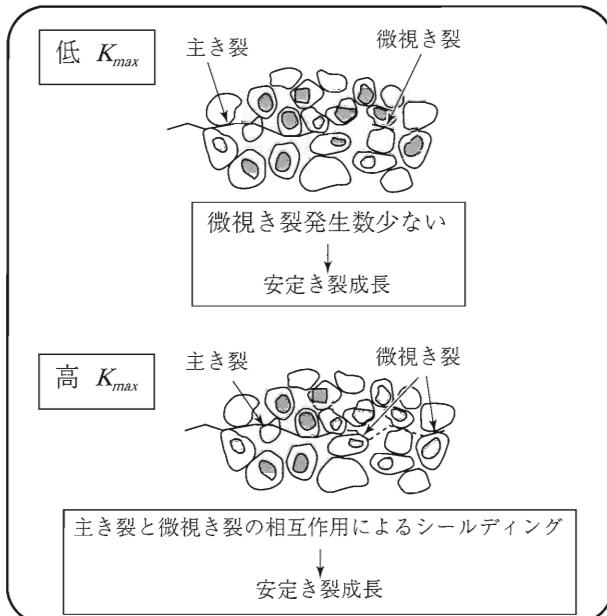


Fig.3-7(a) Differences between Cermets and Cemented carbides in crack growth morphology.

これらのモデル図に示すように、超硬合金では、硬質分散相(WC)と結合相(Co)の線膨張係数の値はそれぞれ $3.84 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ および $12.3 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ であり、両相の $\alpha$ 値の差は大きく、また、WCとCoの縦弾性係数 $E$ の値はそれぞれ696GPaおよび205GPaとなり、各相間に発生する微視的熱応力は大きく、柔らかい結合相もしくは硬質分散相との境界に微視き裂が生じやすいものと考えられる。超硬合金における、このような微視き裂の発生が、特にき裂進展の遅い低 $K_{\max}$ 域において、主き裂先端に生じた場合は、主き裂との合体、連結によりき裂の加速を生じさせるものと推察される。しかし高 $K_{\max}$ 域において、ある程度以上に微視き裂密度が増加すると、逆に複数き裂間の相互作用により主き裂先端近傍のシールディング効果が強くなる。また、超硬合金では硬質組織のWC粒径が大きく、き裂がこれをう回して進展するため、 $\Sigma C_i/L$ 値( $C_i$ : 単位き裂長さ, L: 基準長さ)が大きく、き裂のジグザグ進展の程度も顕著となる。したがって超硬合金では、き裂先端のモードI成分の減少により、安定き裂成長が持続するものと考えられる。

一方、サーメットでは、硬質分散相(TiCN)と結合相(Ni, Co)の線膨張係数の値はそれぞれ $9.35 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ および $13.3 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ であり、両相の $\alpha$ 値の差は超硬合金のそれよりは小さい。また、TiCおよびTiNの縦弾性係数 $E$ の値は251~451GPaと超硬合金に比

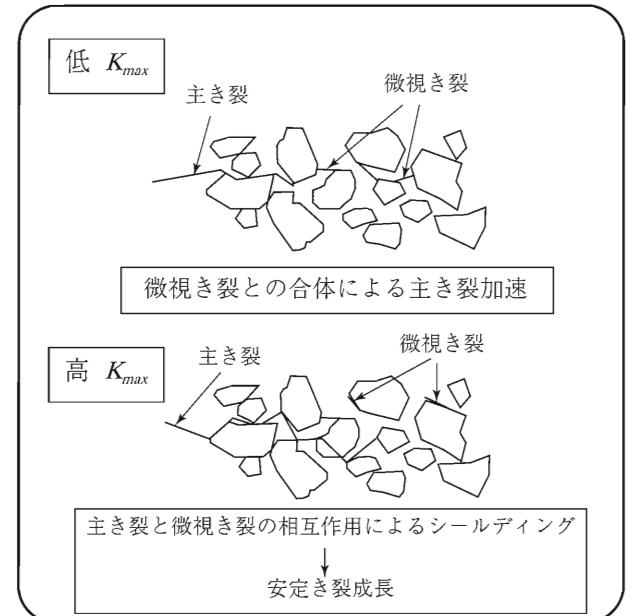


Fig.3-7(b) Differences between Cermets and Cemented carbides in crack growth morphology.

較して小さいことから相間の微視的熱応力は小さく、加えて本サーメットは硬質分散相と結合相の間に、両相の中間の $\alpha$ 値を有する周辺相が存在するため微視的熱応力値はさらに低減することになる。このためサーメットでは、微小き裂の発生密度は超硬合金よりも相対的に低く、主き裂と微小き裂の合体による加速が生じにくいものと推察される。このことが低  $K_{max}$  域においてサーメットのき裂進展抵抗が高くなる原因と考えられる。

### 3.5 結 言

- (1) 热衝撃負荷時の発生最大熱応力は、熱衝撃後0.3秒～0.5秒に冷却面に生じることが明らかとなった。これはサーメットおよび超硬合金の材質の差異に依らない。
- (2) 热衝撃の厳しさを与えるビオ数の近似的評価を行った結果、ビオ数は $\Delta T$ の増加に伴いやや増加する。また、超硬合金よりもサーメットのほうがビオ数の値は大きい。
- (3) 予き裂試験片を用いて、繰返し熱衝撃下のき裂進展速度と最大応力拡大係数の関係を求めた結果、サーメットと超硬合金の比較において、低  $K_{max}$  域では超硬合金のき裂進展速度はサーメットよりも速い事が明らかとなった。これは、両材の母相と結合相の線膨張係数の差異に基づくものであると推察された。

## 第4章 TiN 含有率の異なるサーメットにおける繰返し熱衝撃下のき裂進展特性

### 4.1 緒 言

近年、切削加工の高効率化、高速化指向に伴い従来工具材の主流であった超硬合金に代わり高速加工での耐摩耗性により優れ、かつ仕上げ面精度も勝るサーメットが急速に普及してきている。とりわけ硬質相中の TiN 含有率を調整することにより、フライス切削などにおける耐欠損性を向上したサーメットの伸びが著しい<sup>(1)</sup>。一方では切削加工の高能率化により、高送り切削や激しい断続切削条件が適用されるようになってきている。このため工具刃先は厳しい繰返し熱衝撃を受けて熱き裂が発生し、このき裂の進展が欠損寿命に大きく影響することが知られている。しかし、工具材料に用いられる超硬合金およびサーメットの熱衝撃特性を評価した研究は、石

原ら<sup>(2)(3)</sup>の報告があるのみで、セラミックス等他の材料に比べて極めて少ない。とりわけサーメットにおける TiN 含有率の熱衝撃特性に及ぼす影響に関してはほとんど研究されていない。

前章では低  $K_{max}$  域、すなわち軽切削時には、サーメットの方が超硬合金よりも工具材料として適しているという結果を得た。本章では、この結果を受けて、TiN 含有率を増すことで強靭化が進んでいるフライス切削用工具材料として代表的な TiCN 系サーメットについて、主硬質相（コア）中の TiN 含有率 ( $K=100 \times \text{TiN}/(\text{TiC}+\text{TiN})\%$ ) の異なる 3 種類 ( $K=25\%$ ,  $38.5\%$ ,  $50\%$ ) のサーメットを用いて熱衝撃特性に及ぼす TiN 含有率の影響について検討した。まず、低 TiN 含有タイプ ( $K=25\%$ ) と高 TiN 含有タイプ ( $K=50\%$ ) を用い、第 1 章並びに第 2 章で考案した一面冷却型熱衝撃実験法<sup>(4)</sup>を適用して繰返し熱衝撃下のき裂進展速度と熱衝撃応力拡大係数の関係を求め、同関係における TiN 含有率の影響について微視的、定量的に解明し考察を行った<sup>(5)</sup>。さらに、第 3 章で扱った中間の TiN 含有タイプ ( $K=38.5\%$ ) の実験結果を追加して、サーメットにおける TiN 含有率と繰返し熱衝撃下のき裂進展特性の関係について評価し新しい知見を得た。

### 4.2 サーメットの特徴と問題点

超硬質工具材料の中でサーメット合金は、セラミックスに次いで硬さが高く、超硬合金よりも高速加工が可能で、耐クレータ摩耗性、耐酸化性、仕上げ面粗さの点が優れているという基本的な特徴を有している。工具用サーメット合金は TiC-Mo<sub>2</sub>C-Ni 系から、超硬合金は WC-Co 系から出発した。TiC 系サーメットは、超硬合金と比べると鉄との反応性が低く、耐クレータ摩耗性こそ優れているものの、耐熱衝撃性、刃先強度あるいは耐塑性変形性などの点で問題が多く、軽切削仕上用に限定されていた（表 4-1 の第 1 世代）。これに対して、TiN などの窒素化合物を添加したり結合相成分として Co を添加したりすることによって、靭性はある程度改善されて実用性が向上し、比較的広範な領域で用いられるようになってきた（表 4-1 の第 2～第 3 世代）。しか

Table 4-1 The transition of cermets.

| generation                         | Components system        |
|------------------------------------|--------------------------|
| The first generation               | TiC-Mo <sub>2</sub> C-Ni |
| The second generation              | TiC-WC-TaC-MoC-Ni        |
| The third generation (TiN 20%～50%) | TiCN-WC-TaC-MoC-Ni-Co    |

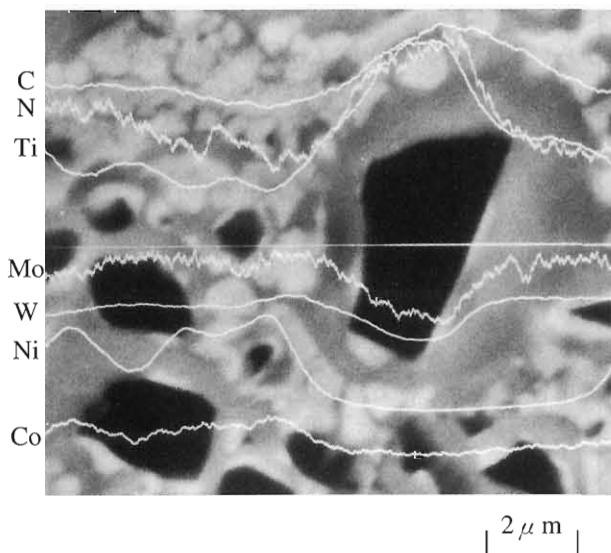
しながら、重切削や激しい断続切削で、熱衝撃による熱き裂が生じやすい切削条件領域では、寿命が短くまた刃先強度の信頼性に欠けるという問題点があった。こうした問題点の解決には熱的韌性の改善、耐熱き裂性の改善が必要である<sup>(6)</sup>。

このためには、サーメットの構成相<sup>(7)</sup>である、硬質相（コア）、周辺組織、結合相、相境界面等が熱衝撃下のき裂進展特性に及ぼす影響を定量的に把握する必要がある。このような観点から、本研究では特に韌性に対する影響が大きい TiN 含有率の大小が、熱衝撃下のき裂進展特性に及ぼす影響について検討した。

### 4.3 試験片および実験方法

#### 4.3.1 試験片

本実験に使用した試験片素材は、原料 TiCN の平均粒径が  $1.5 \mu\text{m}$  の TiCN 系サーメットで、コア中の TiN 含有率が 25% の低含有タイプ（以下サーメット A と略記）と、38.5% の中含有タイプ（以下サーメット B と略記）および 50% の高含有タイプ（以下サーメット C と略記）の 3 種類である。その化学成分を表 4-2 に示す。本 TiCN 系サーメットは TiCN をコア成分とし、WC および TaC を副次的に含み、さらに結合相(Ni, Co)との焼結性を高めるために若干量の Mo を含んだ窒素含有型強靭サーメットである<sup>(6)</sup>。図 4-1 にサーメット A と C の硬質相粒子について X 線マイクロアナライザーにより線分析した結果を示す。これによれば、焼結段階での脱窒は若干にとどまっており、配合組成に対応



(a) Cermet A.

してコア中の N 比はサーメット A よりもサーメット C のほうが高いことが分かる。図 4-2 に 3 種類のサーメット A, B, C の微視組織の SEM 写真と模式図を示す。いずれも、硬質相は TiCN のコアと複炭化物(W, Ta, Ti, Mo)(C, N)より成る二重有芯構造を呈しているが<sup>(7)</sup>、サーメット A と比較してサーメット C の方がコアが細かく、コアを取り巻く周辺組織が薄くなっている。サーメット B は C と比較して幾分コアが大きく、またコアを取り巻く周辺組織も若干厚くなっているが、サーメット C とほぼ類似した微視組織を有している。

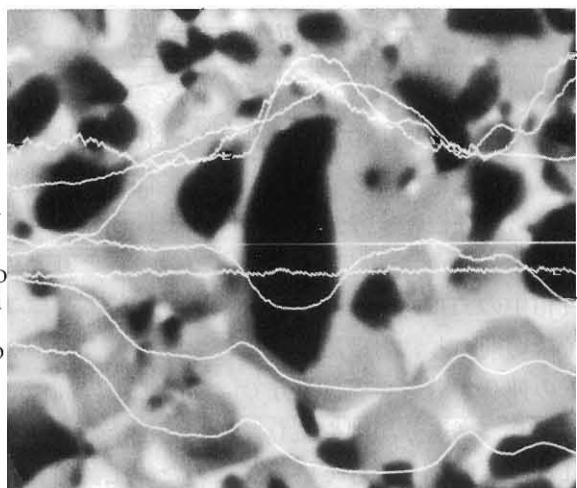
試験片は表 4-2 に示す原料粉末を粉碎混合した後、加圧成形、脱脂、本焼結、研削加工を経て幅 4mm、高さ 8mm、長さ 25mm の矩形の試験片形状に仕上げた。焼結後の機械的諸性質を表 4-3 に示す。破壊韌性値はビッカースインデンテーション法により、また曲げ強さは三点曲げ実験より求めた。そしてヤ

Table 4-2 Chemical compositions of the materials.

|           | TiC | TiN | WC | TaC | Ni | Co | Mo | wt. (%) |
|-----------|-----|-----|----|-----|----|----|----|---------|
| cermets A | 39  | 13  | 15 | 11  | 8  | 8  | 6  |         |
| cermets B | 32  | 20  | 15 | 11  | 8  | 8  | 6  |         |
| cermets C | 26  | 26  | 15 | 11  | 8  | 8  | 6  |         |

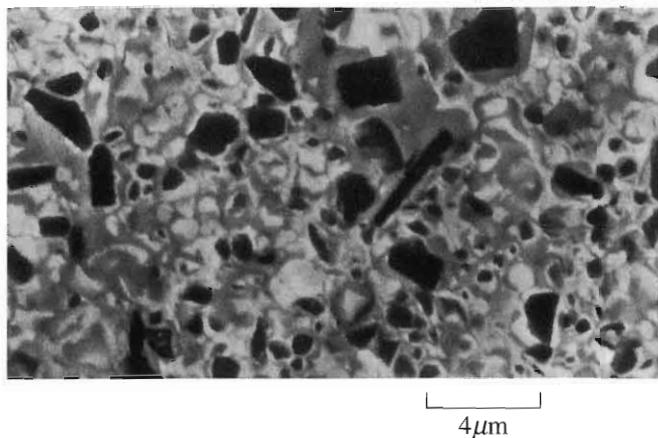
Table 4-3 Mechanical properties of the materials.

|   | Cermets A             | Cermets B             | Cermets C             |
|---|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Coefficient of linear expansion ( $K^1$ ) | $7.43 \times 10^{-6}$ | $7.65 \times 10^{-6}$ | $7.73 \times 10^{-6}$ |
| Young's modulus (GPa)                     | 435                   | 438                   | 442                   |
| Poisson's ratio                           | 0.238                 | 0.235                 | 0.230                 |
| $K_{IC}$ (MPam $^{1/2}$ )                 | 9.6                   | 10.2                  | 10.8                  |
| Bending Strength (MPa)                    | 1600                  | 1900                  | 2000                  |

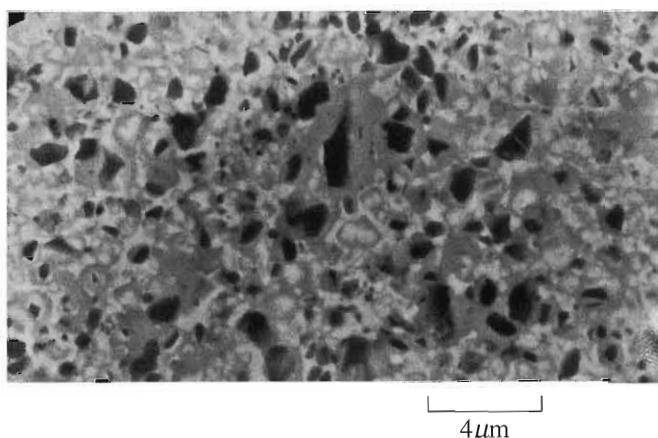
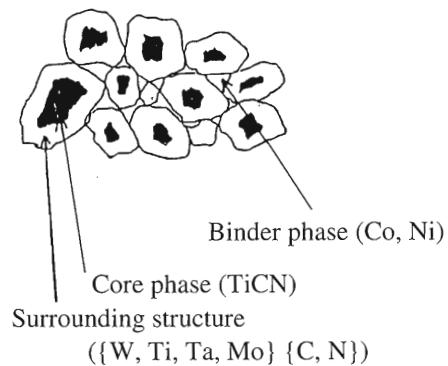


(b) Cermet C.

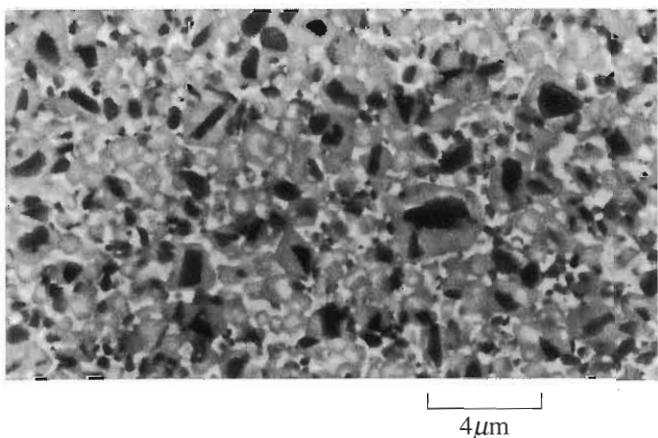
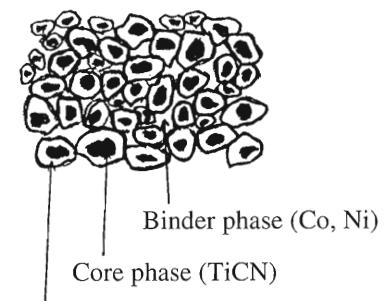
Fig.4-1 Results of EPMA line profile.



(a) Cermet A.



(b) Cermet B.



(c) Cermet C.

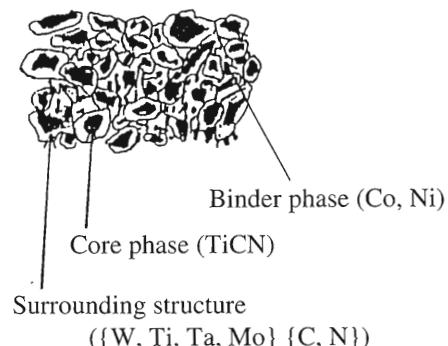


Fig.4-2 SEM photographs of microstructures for cermets A, B and C .

ング率は超音波法により、線膨張係数は差動トランス方式により実測した値を求めた。表 4-3 より分かるように、破壊靭性値はサーメット A が  $9.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、サーメット B が  $10.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 、サーメット C では  $10.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  と TiN 含有率が高くなるにつれて大き

な値となっている。また、同様なことは曲げ強さについても言える。

#### 4.3.2 実験方法

前章までと同様の方法で、温度分布測定と熱応力

解析並びに予き裂材の繰返し熱衝撃実験により、き裂進展速度  $da/dN$  と熱応力拡大係数  $K_{max}$  の関係を求めた。

#### 4.4 実験結果

##### 4.4.1 热衝撃時の温度分布

サーメット A および C について、試験片高さ方向の温度分布測定を行った。最大加熱温度 523K の場合についての結果では、冷却面近傍において急激な温度変化が認められるが、サーメット A と C の間に大きな差異は認められなかった。

##### 4.4.2 热応力分布と経時変化

熱衝撃実験で得られた温度分布を式(1)に用いることにより、初期加熱温度 523K から熱衝撃を与えた場合に発生する熱応力分布の時間的変化を、サーメット A および C について求めた。両材ともに熱衝撃負荷後約 0.5 秒までは最大熱応力は急激に増加するが、その後は時間の経過とともに緩やかに減少している。またサーメット A, C の最大熱応力に大きな差異は認められなかった。

##### 4.4.3 TiN 含有率の異なるサーメット A, B 及び C のき裂進展特性

図 4-3 は、試験片高さ 8mm のサーメット A, B

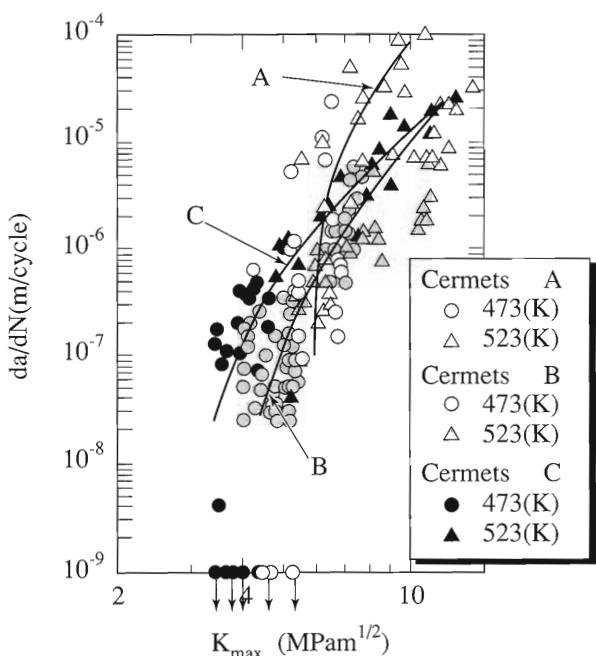


Fig.4-3 The relationship between  $da/dN$  and maximum stress intensity factor  $K_{max}$  for the repeated thermal shock tests.

および C の繰返し熱衝撃下で進展するき裂の進展速度  $da/dN$  と最大応力拡大係数  $K_{max}$  の関係を両対数グラフに示したものである。図中の実線は、不連続的なき裂進展特性を滑らかな曲線で近似することによって得られた、いわゆる曲線法による  $da/dN$ - $K_{max}$  関係を表したものである。図からわかるように、不連続的なき裂進展特性を反映して  $da/dN$ - $K_{max}$  関係における実験値の変動は大きいけれども、低  $K_{max}$  領域においては、コア中 TiN 含有率が高いほど、すなわちサーメット A, B, C の順にき裂進展速度が速くなっている。一方、高  $K_{max}$  領域においては、コア中 TiN 含有率が最も低いサーメット A の方が最もき裂進展速度が速くなっていることが分かる。また、サーメット B, C のき裂進展速度には若干の差異はあるもののほぼ同程度の値を示している。またサーメット B, C はサーメット A と比較して勾配が緩やかな曲線になっていることより、サーメット B, C の方がより安定したき裂進展が持続しているものと推察される。

##### 4.4.4 繰返し熱衝撃下のき裂進展形態と微視き裂発生

TiN 含有率の異なる 3 種類のサーメットを用いて、予き裂材の繰返し熱衝撃実験を行い、一定の  $K_{max}$  領域におけるき裂先端近傍の様相を走査電子顕微鏡により観察した。図 4-4 は、サーメット C の  $K_{max}=3.1 \sim 3.6 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$  の低  $K_{max}$  領域における、主き裂先端領域の様相を示した SEM 写真である。低  $K_{max}$  領域ではき裂がジグザグ状に進展する様子が認められる。また、き裂先端近傍に発生している微視き裂の数は少ないが、主き裂はき裂先端前方に発生した微視き裂と合体しながら進展することが観察できた。図は省くが、サーメット A では低  $K_{max}$  領域において熱衝撃による微視き裂の発生は認められなかった。また、サーメット B に関しては、第 3 章の結果より、 $T_{max}=473\text{K}$  における微視き裂の発生は極めて少ない。図 4-5 は  $K_{max}=9.0 \sim 9.5 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$  の高  $K_{max}$  領域における、き裂先端近傍を走査電子顕微鏡により観察した結果を示したものである。図 4-5(c)のサーメット C では熱衝撃後、き裂先端近傍に多数の微視き裂が発生していることがわかる。また、写真では明確ではないが同材のき裂進展経路は、周辺組織と結合相の境界もしくは結合相内部が主であり、硬質相粒子 TiCN (コア組織) を迂回する形でジグザグ状に進展することが観察された。このような特性は、サ

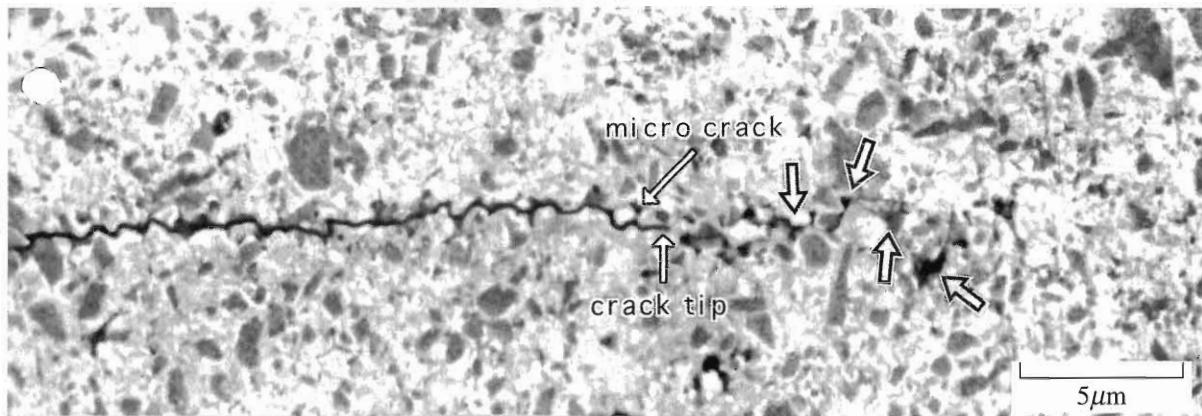


Fig. 4-4 SEM photograph of near crack end after receiving the thermal shock damages for cermets C.

$$(K_{\max} = 3.1 \sim 3.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}})$$

サーメット C と類似の微視組織を有する、サーメット B (図 4-5(b)) においても同様に認められる。一方、図 4-5(a)のサーメット A では微視き裂の発生は僅かであり、この図では認められない。また、き裂はサーメット B や C と比較して直線的に進展し、硬質相粒子を割って進展する場合も観察された。

## 4.5 TiN 含有率の異なるサーメットにおける繰返し熱衝撃下の微視き裂発生およびき裂進展特性に関する考察

### 4.5.1 微視き裂の発生挙動

サーメット B および C ではサーメット A に比較して、多数の微視き裂が周辺組織と結合相の界面に発生した。これらの微視き裂の発生は熱衝撃時に生じる微視的熱応力の大きさと界面強度  $\sigma_f$  の両者によって規定される。微視的熱応力の大きさは、隣接する組織の線膨張係数の差異と縦弾性係数の差異に依存するものと考えられる。表 4-4 に、硬質相 TiCN と結合相 Ni, Co の線膨張係数並びに縦弾性係数の文献値<sup>⑦</sup>を示す。サーメット A では、硬質相の線膨張係数は結合相のそれと比較して約 40% 程低く、また縦弾性係数については約 95% 高くなっている。類似の結果はサーメット B および C においても認められる。従って、硬質相と結合相の線膨張係数および縦弾性係数の違いには 3 種類のサーメット材料間に大きな差異は認められず、このことが微視き裂の発生挙動に大きな差異をもたらした直接原因とはならないと思われる。

硬質相を囲む周辺組織は、硬質相と結合相の中間の線膨張係数と縦弾性係数を有するものと考えられ、従って硬質相と結合相の線膨張係数、縦弾性係数の差異によって生じる微視的熱応力を緩和させる、い

Table 4-4 Linear coefficient of expansion and Young's modulus of core and binder phase.

| Core materials          | Linear coefficient of expansion ( $\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) | Young's modulus (GPa) |
|-------------------------|---|-----------------------|
| Cermets A<br>:TiN 25%   | 8.31  | 4.1                   |
| Cermets B<br>:TiN 38.5% | 8.55  | 3.8                   |
| Cermets C<br>:TiN 50%   | 8.66  | 3.6                   |
| Binder phase<br>:Ni, Co | 13.3  | 2.1                   |

わゆる傾斜相としての機能を有するものと考えられる。これを考慮したサーメット A, B および C の微視組織の模式図を図 4-6 に示す。4.3.1 項で述べたように、コアー中の TiN 含有率が高いほど、すなわちサーメット A, B, C の順に周辺組織は薄くなることが確認された。サーメット B および C では周辺組織が薄いため、周辺組織による微視的熱応力の緩和が少なく、界面の線膨張係数と縦弾性係数の差異に起因して、硬質相一周辺組織もしくは周辺組織一結合相境界に大きな微視的熱応力が生じ、微視き裂が生じやすいものと考えられる。この場合、TiN 含有率が高いほど結合相(Ni, Co)とのねれ性が低くなるため、微視き裂は主として周辺組織と結合相の境界に生じたものと考えられる。

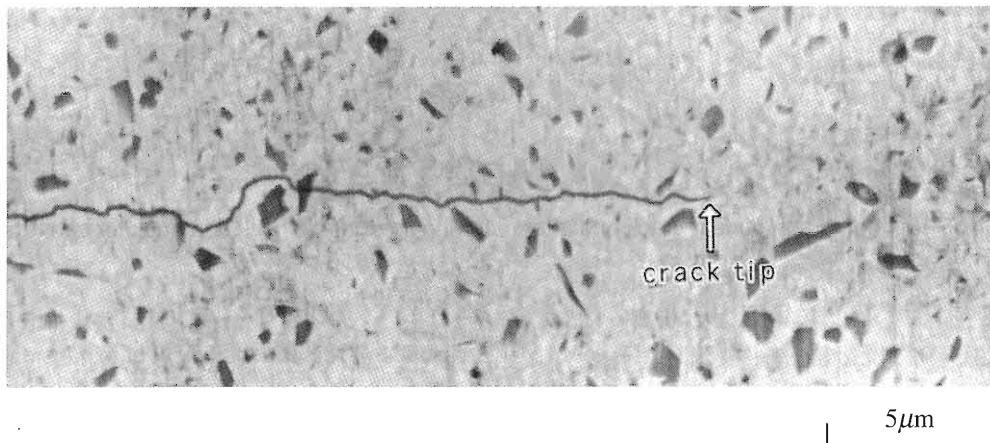
### 4.5.2 き裂の進展特性

応力拡大係数が  $3.1 \sim 3.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  の低  $K_{\max}$  領域では、サーメット C のき裂進展速度が最も速く、ついでサーメット B, A の順番となった。一方、高  $K_{\max}$  領域では、逆にサーメット A のき裂進展速度が最も速く、B, C 材のき裂進展速度には大きな差異は認められなかった。本節ではこのことを考察する。

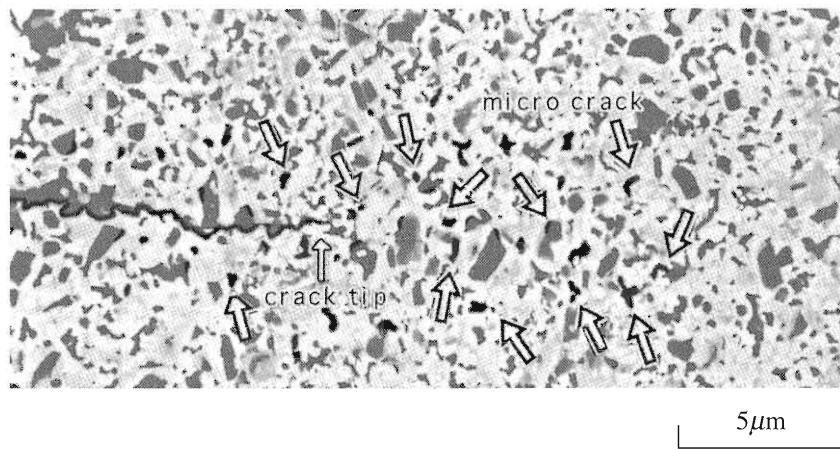
図 4-4 と 4-5(c)の比較からわかるように、サメ

ット C の低  $K_{max}$  領域における微視き裂の発生密度は高  $K_{max}$  領域に比較して低い。しかし、そのような場合においても前節で考察したように、サーメット C では主き裂先端前方に少数のき裂が発生する。

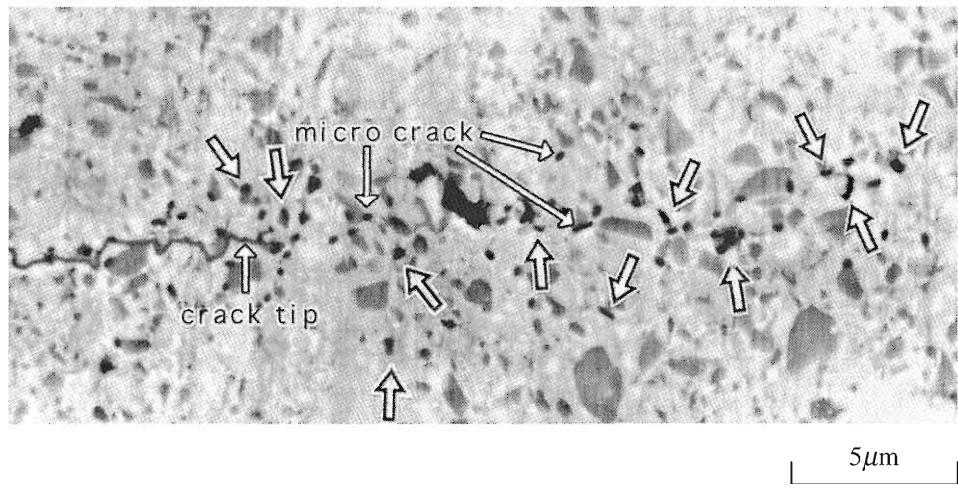
このような微視き裂は主き裂との干渉・合体により、主き裂の進展を加速させることが考えられる。周辺組織の厚さの差異により、サーメット B の相間の微視的熱応力  $\sigma_B$  は、C の微視的熱応力  $\sigma_c$  よりもや



(a) Cermets A ( $K_{max}=9.0 \sim 9.5 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$  ).



(b) Cermets B ( $K_{max}=9.0 \sim 9.5 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$  ).



(c) Cermets C ( $K_{max}=9.0 \sim 9.5 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$  ).

Fig. 4-5 Crack morphology after receiving the thermal shock damages for cermets A, B and C.

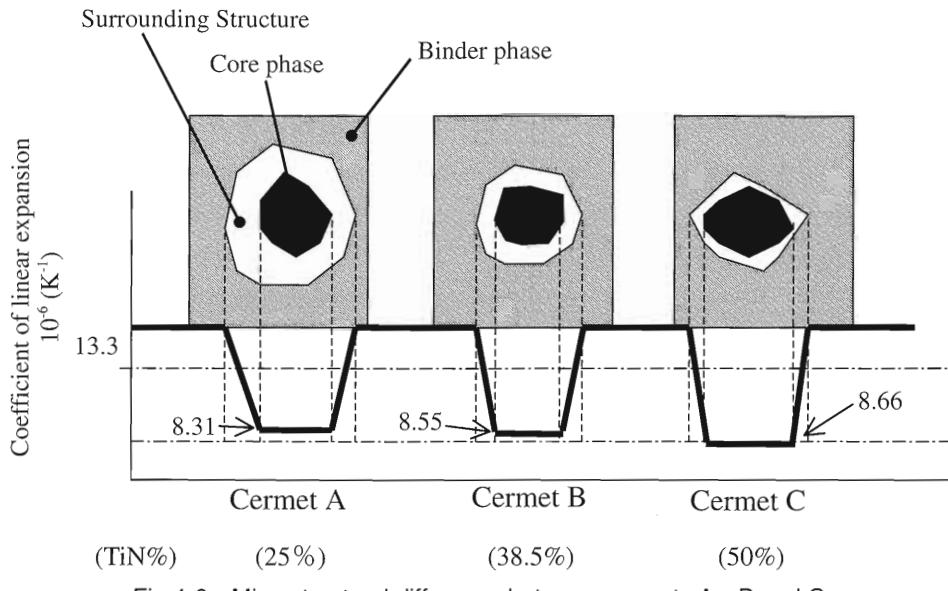


Fig.4-6 Microstructural difference between cermets A, B and C.

や低くなるので、4.4.4 で述べたようにサーメット B では C と比較して、微視き裂発生密度が幾分低めになる。このため、サーメット B では、き裂進展速度が合体によって加速する度合いは、サーメット C に比較して少ないものと推察される。一方、サーメット A では、低  $K_{\max}$  領域では微視き裂の発生が観察されなかったので、微視き裂による加速が生じにくいものと考えられる。

大きな温度差  $\Delta T$  の熱衝撃域（高  $K_{\max}$  領域）では、相間の微視的熱応力が増加し微視き裂の発生確率が増大することが予想される。サーメット C では微視き裂発生が非常に多くなり、主き裂先端前方の領域のひずみエネルギーが解放されることによって、き裂先端に実質的に負荷される応力拡大係数値が低下する。それに対してサーメット A では相対的に微視き裂発生密度が低く、微視き裂によるひずみエネルギー解放が生じにくく、サーメット C よりも脆性的なき裂進展特性を示すものと考えられる。また、サーメット C では多数の微視き裂が発生するので、サーメット A に比較して、き裂先端後方部に、未破断のより多数の架橋部が存在する。このような架橋部の存在は、き裂先端に真に負荷される応力拡大係数を低下させるので<sup>(5)</sup>、き裂進展駆動力を低下させ、き裂の安定的進展をもたらす。以上の要因に加えて、高  $K_{\max}$  領域においては、き裂先端が比較的大きな硬質相に到達すると、硬質相を割って進展する場合も観察された。さらに、TiN 比の高いサーメット C の硬質相は、サーメット A のそれよりも韌性が高いと考えられる。このような硬質相の

韌性の違いもサーメット C のき裂進展速度がサーメット A に比較して低下する一要因となり得るものと思われる。

以上のき裂進展機構に基づけば、高  $K_{\max}$  域におけるき裂進展速度はサーメット C, B, A の順に速くなることが予想されるが、実際はサーメット A のき裂進展速度が最も速く、サーメット B, C はほぼ同等の進展速度を示した。サーメット B, C のき裂進展速度がほぼ等しい理由として以下のように考えられる。

熱衝撃時に、硬質相と周辺組織、もしくは周辺組織と結合相の間に発生するサーメット B および C の相間の微視的熱応力  $\sigma_B$  並びに  $\sigma_C$  には、低  $K_{\max}$  域と同様に、両材周辺組織の厚さによる応力低減効果の違いを反映して差異 ( $\sigma_C > \sigma_B$ ) を生じるものと考えられる。しかし、高  $K_{\max}$  域では、 $\sigma_B$  および  $\sigma_C$  値が両材の界面強度  $\sigma_f$  よりも十分大きくなるもの ( $\sigma_C > \sigma_B > \sigma_f$ ) と予想され、このような条件下では、 $\sigma_B$ ,  $\sigma_C$  の応力値の差異が微視き裂発生確率に反映し難くなるから、図 4-5(b)(c)に示したように B 材および C 材とも、ほぼ同程度の、多数の微視き裂が発生するものと推察される。この結果、微視き裂並びに架橋部による応力遮蔽効果に、B および C の両材料間で差異が生じず、ほぼ同一のき裂進展速度を示したものと考えられる。

以上の 3 種類のサーメット A, B, C のき裂進展形態の差異をもたらす要因について考察した結果を模式的に図 4-7(a)(b)に示す。

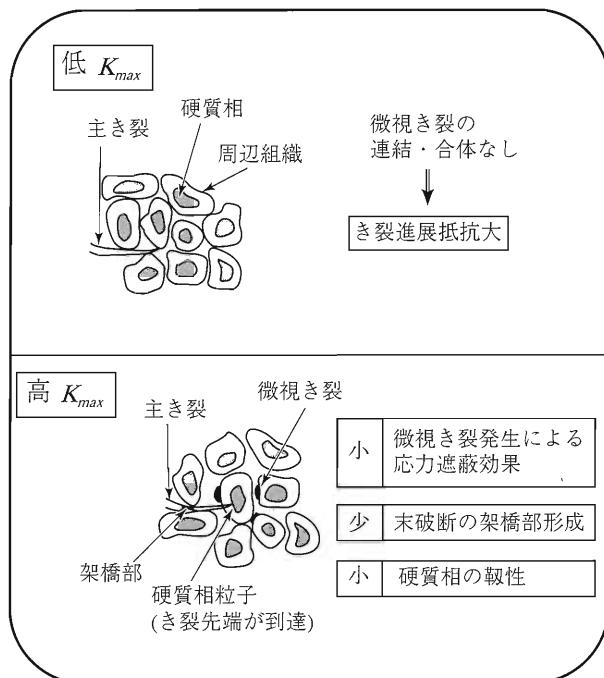


Fig.4-7(a) Crack growth mechanism for cermets A.

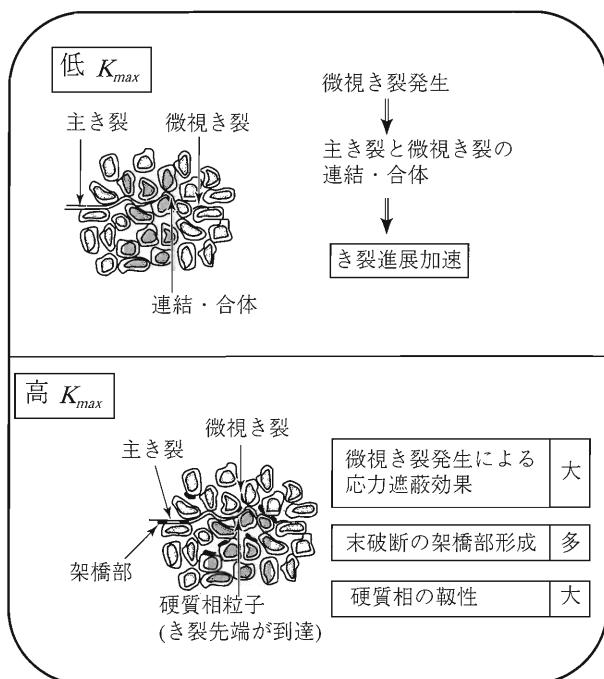


Fig.4-7(b) Crack growth mechanism for cermets B and C.

## 4.6 結 言

繰返し熱衝撃時のき裂進展速度と応力拡大係数  $K_{max}$  の関係を求めた結果、低  $K_{max}$  領域では TiN 含有率が高いほど、すなわちサーメット A, B, C の順にき裂進展速度が速いが、高  $K_{max}$  領域では、逆に TiN 含有率の最も低いサーメット A 材のき裂進展速度が最も速い結果を得た。しかし TiN 含有率が

38.5%および50%のサーメット B とサーメット C のき裂進展速度には、両材の明確な差異は認められなかった。

TiN 含有率の差異は、硬質相を囲む周辺組織の厚さに表れ、サーメット C, B, A の順に厚くなるが、サーメット B, C 間の厚さには大きな差異は認められなかった。このような周辺組織は、厚い程微視的熱応力の緩和機能を有する。サーメット B 及び C の周辺組織は A に比較して薄く、熱衝撃時の微視的熱応力が緩和しにくく、サーメット A よりも多数の微視き裂を生じる。

低  $K_{max}$  領域における微視き裂の発生は少数であるが、主き裂の進展は、これらの微視き裂との合体により加速するものと推察される。一方、高  $K_{max}$  領域では、多数の微視き裂の発生によって、ひずみエネルギーが緩和したり、またき裂先端後方に多数の未破断の架橋部が形成されることによって、き裂進展速度は減少する。以上のような原因により、TiN 含有率の異なるサーメット材料間で、き裂進展特性に差異を生じる。

## 参考文献

- (1) 井寄裕介, 島順彦, 井田久晶, 日立金属技報, 5 (1987), 65 - 70.
- (2) 石原外美, 五嶋孝仁, 日本機械学会論文集, 57 - 543, A(1991), 2735 - 2740.
- (3) Ishihara S., Goshima, T., Miyao, K., Yoshimoto, T., and Takehana, S., JSME Int. J., Ser. I, 34 - 4, (1991), 490 - 495.
- (4) 石原外美, 五嶋孝仁, 野村幸司, 吉本隆志, 日本機械学会論文集, 63 - 610, A (1997), 1191 - 1198.
- (5) 石原外美, 五嶋孝仁, 中山一陽, 吉本隆志, 日本機械学会論文集, 62 - 598, A (1996), 1327 - 1332.
- (6) 吉本隆志, 不二越技報, 45-2, (1989), 63-70.

## 第5章 フライス切削における TiN 含有率の異なるサーメットのき裂進展と切削寿命

### 5.1 緒 言

前章において、硬質相内に含まれる TiN 含有率が高いサーメット C と低いサーメット A の繰返し熱衝撃下のき裂進展速度を比較した結果、低  $K_{max}$  領域において、サーメット C はサーメット A よりもき裂進展が速くなるが、高  $K_{max}$  領域では、逆にサーメット C のき裂進展速度はサーメット A よりも低下することが示された。このため硬質相内の

TiN 含有率を調整することにより、切削条件に応じた耐熱き裂性の改善コントロールが可能であると考えられる。

本章では、上記結果<sup>(1)</sup>が実際の切削現象と対応することを、実機の条件下において確認することを目的としている。このため、工具刃先の損傷要因として、熱衝撃によるものが最も大きいとされるフライス切削<sup>(2)</sup>を用いて、TiN 含有率の異なるサーメット A, C について、工具刃先に発生する熱き裂の進展挙動と切削速度の関係、並びに切削速度と工具欠損の生じる繰返し数の関係を評価した結果について述べる。

## 5.2 試験片および切削試験方法

### 5.2.1 き裂進展速度測定実験

フライス用工具材料として、第4章の表4-2に示すサーメットAおよびCを用いた。立型フライス

盤を用いて、図5-1に示すように、送り速度一定(0.3mm/rev.)の条件で、4種類の切削速度75, 100, 125, 150m/min.のもとでフライス切削実験を行った。切削速度と工具温度との間には、図5-2に示すように直線関係があるとされている<sup>(3)</sup>。したがって、切削速度は工具材料の刃先温度を見積もる尺度として使用できるものと思われる。フライス刃は一枚刃でかつフライスカッター直径( $\phi 250\text{mm}$ )を被削材の寸法(直方体形状  $110 \times 110 \times 210\text{ mm}$ )よりも大きくすることによって、断続切削が行えるように工夫した。なお、被削材としてはJIS SKD11を用いた。

切削過程において試験を中断し、被削材1パス(700回転)毎に、図5-3の模式図に示すように、工具刃先すくい面に発生するき裂を工具顕微鏡により連続的に追跡することによってき裂長さの変化を測定した。得られたき裂進展量を所要のフライス回転数で割ることによって、1回転当たりのき裂進展



Fig.5-1 A schematic illustration of cutting apparatus in milling test.

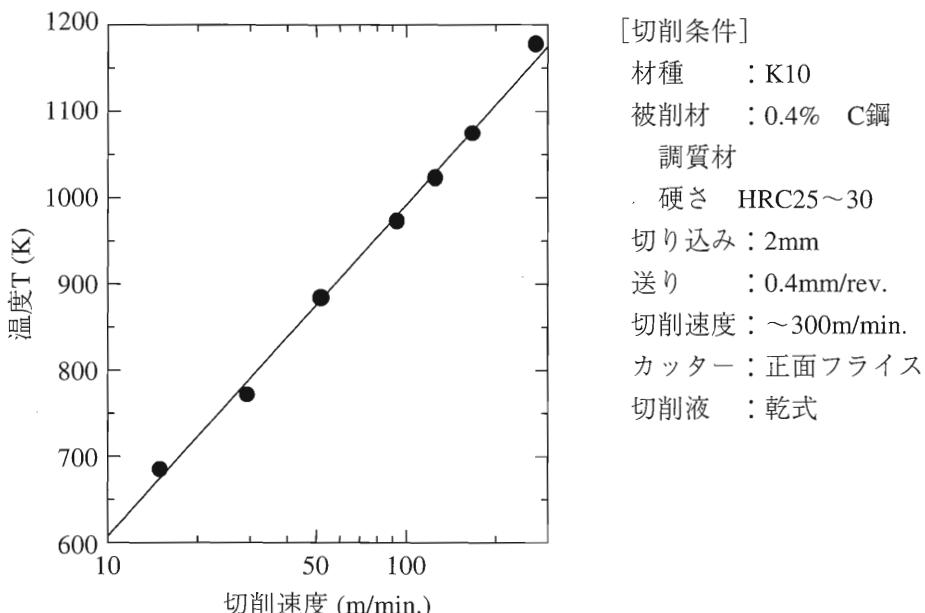


Fig.5-2 The relationship between cutting speed and temperatures of tool tips.

速度(m/cycle)を求めた。さらに、刃先先端近傍の様相を光学顕微鏡により観察し、き裂の進展状況を撮影した。

### 5.2.2 フライス断続切削における切削寿命

サーメット A および C を用いて断続切削時の工具材料の切削寿命を調査した。き裂進展速度実験と同様に、立型フライス盤を用いて、送り速度一定(0.3 mm/rev.)の条件で、2種類の切削速度 75, 150 m/min. のもとで実験を行った。フライス刃は一枚刃でフライス工具直径はφ250mm である。被削材としては JIS

SNCM439 を用い、その形状は直方体で寸法は 110×110×210 mm である。1 パスを 700 回転、打ち切り寿命を 10 パスまでとし、その間に工具コーナーに欠損が生じた時点を切削寿命と定義した。

## 5.3 切削試験結果

### 5.3.1 フライス工具におけるき裂の進展挙動

低速域から高速域に至る切削試験により、き裂進展量を測定した結果、図 5-4 に示すような切削速度とき裂進展速度の関係が得られた。図より、サーメット C のき裂進展速度は、低速切削条件(75m/min.)

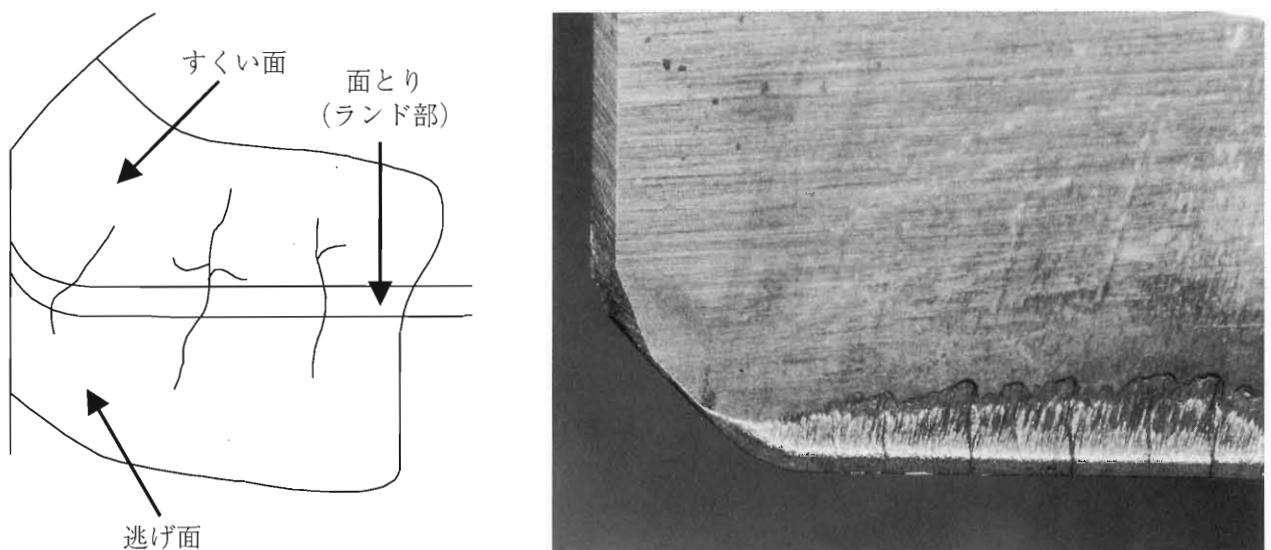


Fig.5-3 A typical example of heat cracks in tool tips.

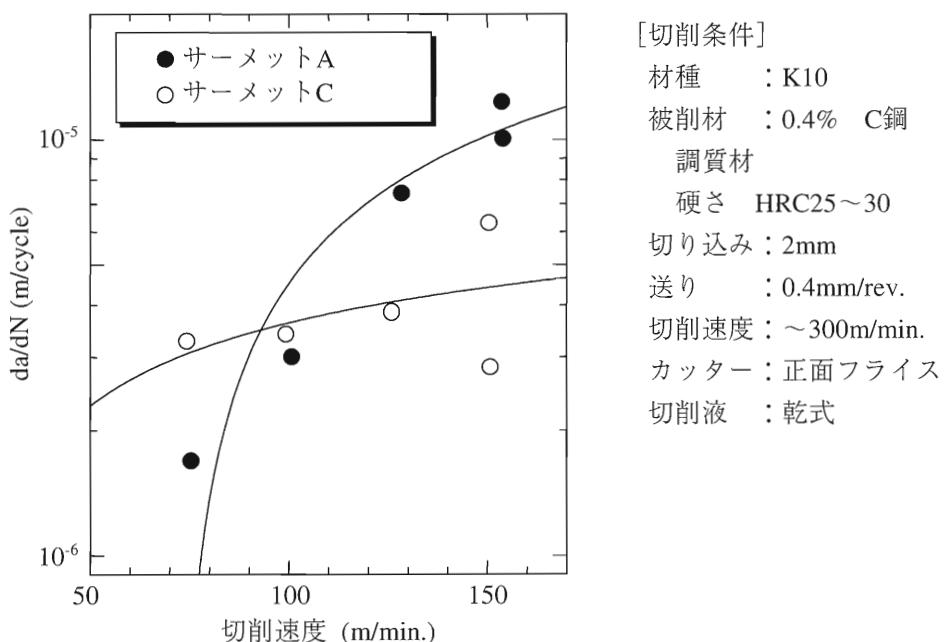


Fig.5-4 Relationship between crack growth rate and cutting speed.

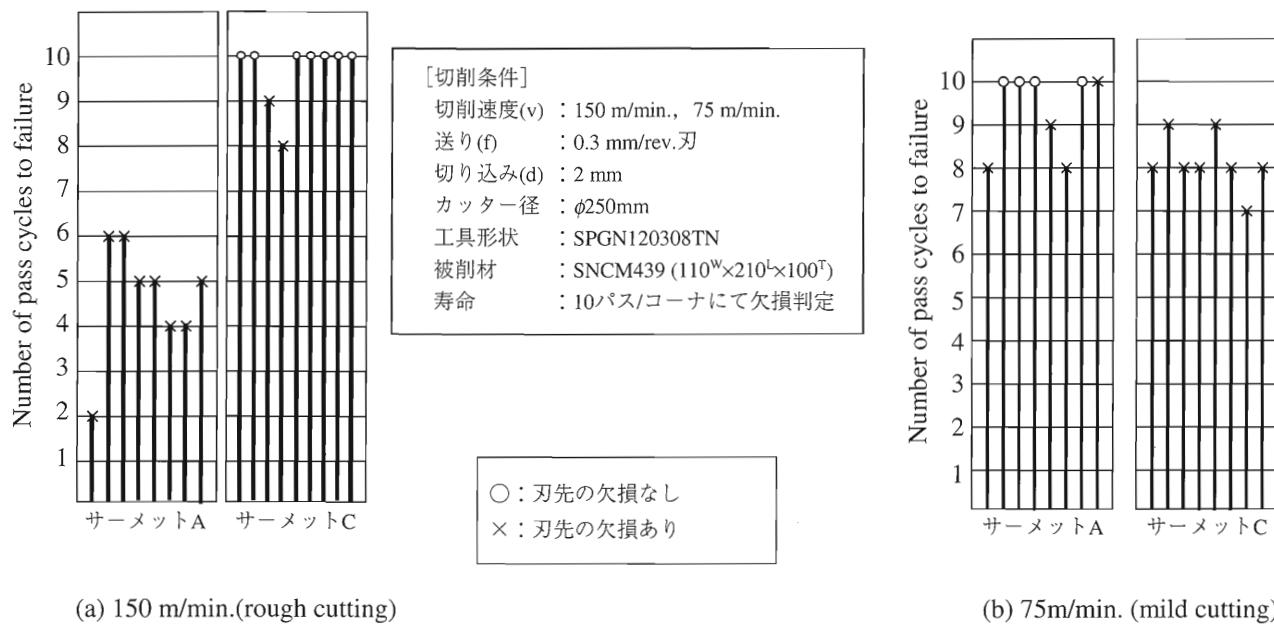


Fig.5-5 The result of cutting life in milling test.

では、サーメット A よりも大きく、逆に高速切削条件(150m/min.)では、サーメット A よりも小さくなっている。

### 5.3.2 TiN 含有率の異なるサーメットのフライス切削寿命

サーメット A および C について、フライス切削寿命比較<sup>(4)</sup>を軽切削並びに重切削条件にて実施した。その結果を図 5-5 に示す。

切削寿命の結果は、被削材は異なるものの、前項のフライス断続切削時のき裂進展特性と類似の結果を与えており、また第 4 章の繰返し熱衝撃下の特性と定性的に一致している。

## 5.4 結 言

フライス切削において、工具刃先に発生する熱き裂と切削速度の関係から、高速切削（重切削）領域では、TiN 含有率の高いサーメット C の方が、き裂進展速度が遅い。逆に、低速切削（軽切削）領域では、TiN 含有率の低いサーメット A の方が、き裂進展速度が遅い。

フライス切削による寿命比較テストを実施した結果、低速(75m/min.)切削条件では、TiN 含有率の低いサーメット A の性能が良く、高速(150m/min.)切削条件では、TiN 含有率の高いサーメット C の性能が良い。

サーメット C の高速切削（重切削）領域におけるフライス切削において、き裂先端近傍にはサメ

ット A に比較して微視割れが多数認められる。また、低速切削（軽切削）領域では、微視き裂の発生は少ない。

熱衝撃が刃先寿命に最も影響するとされているフライス切削において、き裂の進展特性を観察した結果、第 4 章での繰返し熱衝撃下のき裂進展特性を定性的に支持する結果が得られた。

## 参考文献

- (1) 吉本隆志, 石原外美, 五嶋孝仁, 日本機械学会論文集, 64-625, A (1998), 2353-2360.
- (2) 吉本隆志, 早瀬好明, 石原外美, 不二越技報, 54-2, (1999), 32-42..
- (3) 中村裕道, 超硬工具ハンドブック, 9, (1976)
- (4) 吉本隆志, 不二越技報, 45-2, (1989), 63-70.



吉本 隆志  
1973 入社, 工具熱処理課  
1978 技術本部  
1986 東富山新素材開発部  
1991 名古屋支店鋼材販売部  
1995 東富山製鋼所技術部  
2000 鋼材事業部材料開発部  
現在に至る。