

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挙動*

石原 外美^{*1}, 五嶋 孝仁^{*1}
中山 一陽^{*2}, 吉本 隆志^{*3}Crack Growth Behavior Due to Repeated Thermal Shock
in Cemented Carbides and CermetsSotomi ISHIHARA, Takahito GOSHIMA,
Ichiyo NAKAYAMA and Takashi YOSHIMOTO

Dynamic thermal stresses and crack growth behavior produced by single and repeated thermal shocks were studied on cermets and cemented carbides. Thermal shock was applied to specimens using a quenching method. Using the precracked specimen, crack growth behavior was investigated under the repeated thermal shock tests. It was clarified that the crack growth resistance of cemented carbides was lower than that of cermets in the low stress intensity factor range. This difference was discussed from the viewpoint of their microstructures.

Key Words: Thermal Shock, Fatigue, Thermal Stress, Crack Propagation, Microstructure, Sintered Materials

1. 緒 言

近年, 切削加工の高能率化, 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。一方, 切削加工における高送り切削や激しい断続切削時に生じる熱衝撃により, 工具に熱クラックの発生することが知られている。耐熱衝撃性に優れた工具を開発するには, このような工具材の熱衝撃挙動を明らかにする研究⁽¹⁾が必要と考えられる。しかし, 工具材に用いられる超硬合金およびサーメットの熱衝撃挙動を調査した研究は, セラミックス等の他の材料に比べて極めて少ない。著者らは超硬合金ならびにサーメットの熱衝撃挙動の差異について検討した⁽²⁾⁽³⁾。しかし, これらの研究では試験片を完全に水中に投げ込むタイプの実験を行っており, 試験片に加わる熱衝撃荷重の定量的評価は困難であった。最近西川ら⁽⁴⁾は, セラミックスを用いて, 著者らと同様の水中投げ込み実験において, 試験

片の断熱方法を工夫することによって試験片内の温度分布を一次的に変化させることに成功している。彼らは試験片内の2点の温度測定よりピオ数を評価し, これより最大熱応力を求めている。

本研究では, 2種類の代表的な硬脆材料である超硬合金, サーメットを用い, 熱衝撃時の試験片の温度変化を実測することによって熱衝撃時の最大熱応力を評価した。これを用いて繰返し熱衝撃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, 同関係におけるサーメットと超硬合金の差異について考察を行った。

2. 試験片および実験方法

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8.5 μ mの超硬合金である。その化学成分を表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図1に示す。試験片は以上のように混合した粉粒体を加圧成形, 脱脂予備焼結, 成形加工, 本焼結を経て図2に示すような幅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

* 原稿受付 1995年10月30日。

^{*1} 正員, 富山大学工学部 (〒930 富山市五福3190)。^{*2} 富山大学大学院 [現:(株)新日軽]。^{*3} 不二越(株) (〒931 富山市米田町3-1-1)。

質を表2に示す。破壊靱性値はピッカーズ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 $10.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ と前者は後者に比較して破壊靱性値が高い。また、同様なことは曲げ強さについても言える。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。

2・2 実験方法

2・2・1 温度分布測定 冷却面の試験片下面を除いたすべての面を断熱するために、シリコン系充てん材でこれらの面を被覆した。その後、試験片を473 Kおよび523 K、773 Kで20分間加熱後、すばやく

Table 1 Chemical compositions of the materials

	Wt (%)					
	WC	TiC	TaC	NbC	Co	
Cemented Carbides	72	8	8	2	10	
	WC	TiCN	TaC	Ni	Co	Mo
Cermets	15	50	10	8	8	9

Table 2 Mechanical properties of the materials

	Cermets	Cemented carbides
Linear coefficient of expansion	7.96×10^{-6}	5.34×10^{-6}
Young's modulus (GPa)	428.26	527.24
Poisson's modulus	0.233	0.222
K_{IC} (MPa$\sqrt{\text{m}}$)	10.86	12.7
Bending Strength (MPa)	2150	2600

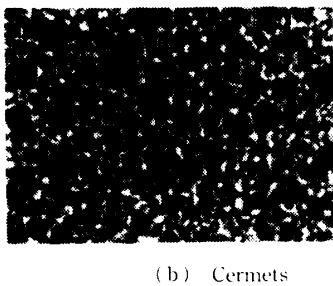
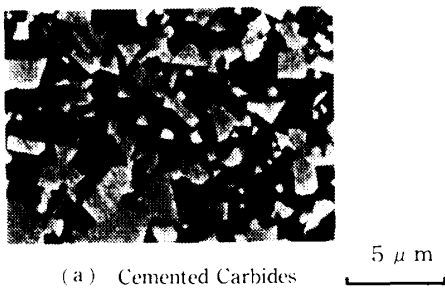


Fig. 1 SEM photographs of microstructures for both cermets and cemented carbides

293 Kの水中に試験片下面のみを水に接触させ、そのまま5分間冷却することにより熱衝撃を与えた。繰返し熱衝撃実験は、タイマ制御の小形モータを正転、逆転させ、試験片を炉と水中の間を上下させることにより行った。試験装置を図3に示す。

熱衝撃実験における試験片高さ方向への温度分布測定は以下のように行った。図4に示すように、試験片の側面に冷却面からの距離がそれぞれ0, 2, 4, 8 mmの4箇所の位置にアルメル・クロメル熱電対を取付け、熱衝撃時の冷却面からの距離に対する温度分布を調べた。このほかに、冷却面から1 mmの箇所を加えた、計5点の温度分布測定も行い、上記4点の温度分布測定で精度上問題ないことを確認している。予備実験より、試験片の温度変化は高さ方向に大きく生じ、長手方向と幅方向への温度変化は小さいことを確認している。測定は加熱温度ごとにそれぞれ4, 5回行い、これらの平均したものを冷却曲線として、熱衝撃時の動的熱応力の計算に用いた。

2・2・2 熱応力解析 試験片内部の温度変化が試

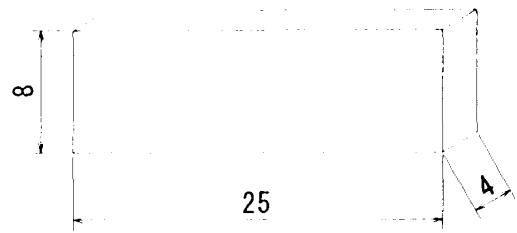


Fig. 2 Shapes and dimension of specimens

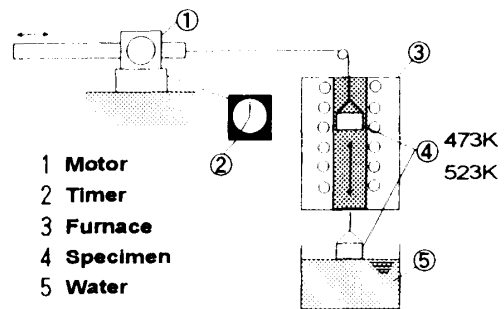


Fig. 3 Schematic illustration of the thermal shock equipment

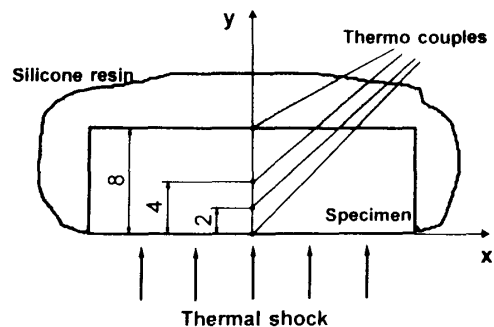


Fig. 4 The location of thermocouples

験片高さ方向に大きく生じ、幅、長さ方向への変化がわずかであることを予備実験で確認しているの、試験片長手方向(x 軸)の発生熱応力は次の一次元温度分布に対応する式⁽⁵⁾⁽⁶⁾により評価できる。実験より求めた冷却面からの距離 y に対する温度分布をこの式に用いて熱応力を計算した。

$$\begin{aligned} \sigma_x(y, t) = & -\frac{\alpha ET(y, t)}{1-\nu} \\ & + \frac{1}{2c(1-\nu)} \int_0^{2c} \alpha ET(y, t) dy \\ & + \frac{3y}{2c^3(1-\nu)} \int_0^{2c} \alpha ET(y, t) y dy \dots \dots \dots (1) \end{aligned}$$

ここで α , E , ν はそれぞれ線膨張係数、ヤング率、ポアソン比であり、 $2c$ は試験片高さ、 t は時間、 T は温度である。計算に当たって、物性値の温度依存性を考慮することが望ましい。文献⁽⁷⁾⁽⁸⁾によれば、本実験の温度域 200 度～300 度ではヤング率、線膨張係数等の物性値変化は大きくないので、ここではその温度域の平均値を求め、熱応力の計算に用いた。式(1)中の積分の評価は数値積分によった。

2・2・3 繰返し熱衝撃下のき裂進展特性 鏡面に仕上げた試験片の冷却面にピッカース硬度計により予き裂を導入後、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。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 40 μm 研磨、除去後、実験に供した。得られたき裂進展曲線より、き裂進展速度 da/dN と熱応力拡大係数幅 ΔK の関係を求めた。応力拡大係数幅 ΔK (モード I) は、熱衝撃時の応力分布がこう配をもつことから、曲げを受ける表面き裂に対する Raju-Newman の式⁽⁹⁾を用いて算出した。 ΔK の計算にあ

って表面き裂のアスペクト比を知る必要がある。図 5 は熱衝撃実験における表面き裂の深さ b と表面長さ a の関係を調査したものである。これより、表面き裂のアスペクト比はき裂長さに依らず $b/a=0.74$ ほぼ一定とみなした。また、応力拡大係数幅の計算において、き裂進展に有効なのは引張応力だけと考えられるので、 $\Delta\sigma=\sigma_{\max}$ として計算した。ここで、 $\Delta\sigma$ は応力振幅、 σ_{\max} は熱衝撃 1 サイクル中の最大熱応力である。また、予き裂材と同様に平滑材においても繰返し熱衝撃実験を行い、微視き裂の発生および進展挙動をレプリカ法により観察し、超硬合金とサーメットの差異について検討した。

3. 実験結果

3・1 熱衝撃時の温度分布 図 6 は、サーメットと超硬合金の熱衝撃後 0.5 秒経過時の y 方向への温度分布を、最大加熱温度が 473 K の場合について示したものである。図 6 よりわかるように、冷却面近傍において急激な温度変化が認められ、また、サーメットと超硬合金の間には若干の差異を生じている。

3・2 熱応力解析 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 7 は、サーメットと WC 粒径 8.5 μm の超硬合金に初期加熱温度 473 K 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 7 より最大熱応力は熱応力負荷後約 0.3 秒から 0.5 秒まで急激に増加しているが、その後緩やかに減少している。図 6 の超硬合金とサーメットの温度分布に若干の差異が認められたことに加えて、両材の熱的、機械的性質の差異によって、冷却表面に発生する最大熱応力は異なる。サーメットのほうが超硬合金に比べ約 1.5 倍大きい値となっている。

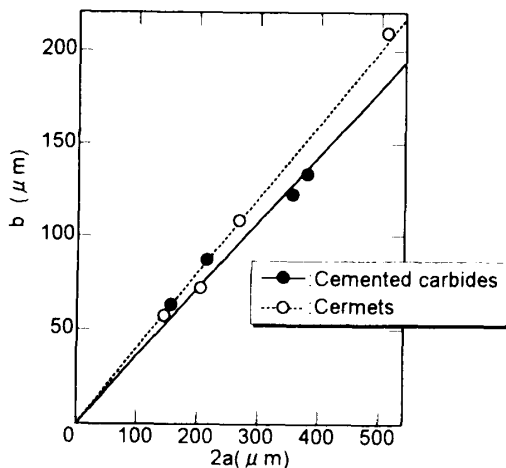


Fig. 5 The aspect ratio of specimens

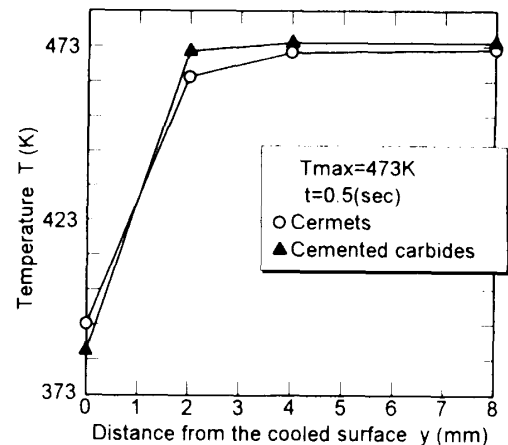


Fig. 6 Distributions of temperatures near the cooled surface

3.3 ビオ数の評価 ビオ数は物体表面の熱伝達による熱抵抗と、内部の熱伝導による熱抵抗との比を表すが、前者は、媒体と材料の界面における状態に左右され、複雑に変化する⁽⁹⁾。したがって、ビオ数を理論的に予測することはできない。ビオ数が小さいとき、物体内部の熱伝導による熱抵抗が、物体表面での熱伝達による熱抵抗に比べて無視できる。この場合、物体内部の温度分布はほぼ一様となるため、熱応力値は小さくなり、逆に、ビオ数が大きいときは、熱応力値は大きくなる。その意味でビオ数は熱衝撃の厳しさを表すパラメータといえる。まず、冷却面のビオ数を種々の値に仮定して得られた理論的温度分布と実験的に求めた温度分布とを比較し、両者が一致する場合のビオ数を求めることによって、本実験におけるビオ数の評価を試みた。しかし、焼入れタイプの熱衝撃実験ではビオ数は時間とともに変化するので、実験結果と理論結果とを一致させることはできず、この方法ではビオ数の評価は困難であった。そこで、経時変化を伴うビオ数を第一近似的に評価するために、次式の Becherらの式⁽¹⁰⁾を用いた。

$$\frac{1}{\sigma_{\max}^*} = 1.5 + \frac{3.25}{\beta} - 0.5 \exp\left(-\frac{16}{\beta}\right)$$

$$\sigma_{\max}^* = \frac{(1-\nu)\sigma_{\max}}{E \cdot \alpha \cdot \Delta T_w} \dots \dots \dots (2)$$

ここで ΔT_w は温度差(高温側温度-冷媒浴温度)、 ν はポアソン比、 σ_{\max} は発生最大熱応力、 E は弾性率、

Table 3 Evaluations of Biot's factor in the present thermal shock experiments

Materials	Temperature T_{\max} (K)	Biot Modulus β
Cemented Carbides	473	2.23
	523	3.47
Cermets	473	3.83
	523	5.54

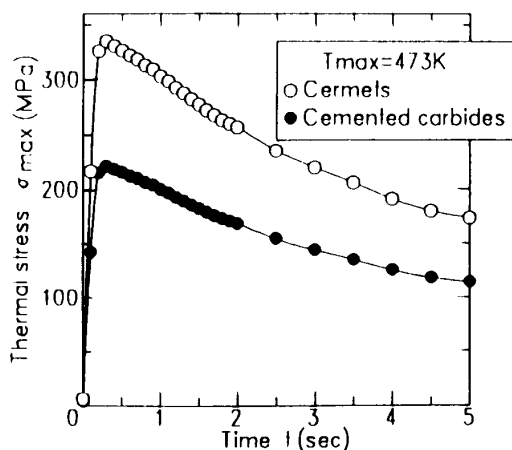


Fig. 7 Change of the maximum stresses for cermets and cemented carbides with an elapsed time

α は線膨張係数である。以上の方法で得られたビオ数を超硬合金、サーメットについて表3に示す。表3より T_{\max} 一定におけるビオ数の値はサーメットのほうが超硬合金に比べ大きな値となることから、サーメットのほうが厳しい熱衝撃を受けるものと予想される。また、初期加熱温度が高いほどビオ数の値は大きくなる。

3.4 サーメットおよび超硬合金のき裂進展特性

図8はWC粒径が8.5 μm の超硬合金ならびにサーメットの予き裂材を用いて、繰返し熱衝撃下で進展するき裂の進展速度と熱応力拡大係数幅の関係を両対数グラフに示したものである。図8からわかるように、実験値のばらつきもあるが、低 ΔK 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いけれども、高 ΔK 域では両材に明確な差異は認められない。また、サーメットの $da/dN-\Delta K$ 関係は超硬合金のそれに比較して、き裂進展速度が $5 \times 10^{-9} \sim 5 \times 10^{-7}$ [m/cycle] のき裂進展域で、より急こう配となる傾向が認められる。

3.5 平滑材の繰返し熱衝撃下のき裂発生特性

サーメットおよび超硬合金の平滑材を用いて、比較的大きな温度差のもとで繰返し熱衝撃実験を行い、き裂の発生、進展挙動を観察した。両材とも微視クラックは繰返し数が増えるにつれて多く観察されたが、ある繰返し数に達するとわずかな安定き裂成長期を経て試験片幅4mmに達する巨視き裂の発生に至った。図9は熱衝撃により発生した最大熱応力と巨視き裂発生繰返し数 N_i の関係を示したものである。図9中の、繰返し数0.5回におけるプロット点は三点曲げ試験による曲げ強さ⁽²⁾⁽³⁾を示している。図9よりわかるように、多数回の比較的小さな温度差による繰返し熱衝撃時に

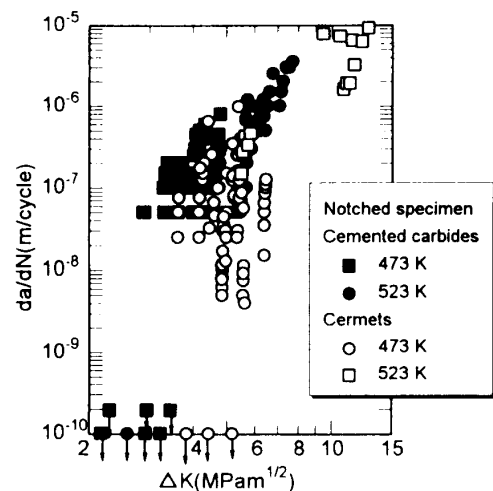


Fig. 8 The relationship between da/dN and stress intensity factor range for the repeated thermal shock tests

は、サーメットの強度が超硬合金のそれを上回る傾向が認められる。

3.6 繰返し熱衝撃時のき裂発生と微視的進展形態の観察 超硬合金とサーメットを用いて繰返し熱衝撃実験を行い、繰返しに伴う微視構造の変化ならびにき裂の微視的進展形態を調査した。図10は予き裂材における熱衝撃負荷後のき裂先端近傍の様相をSEMにより観察したものである。図10よりわかるように、超硬合金は繰返し熱衝撃負荷後母相と結合層の境界に多くの熱クラックが発生している。一方、サーメットでは熱クラックの発生はこの写真では認められない。またき裂の進展経路は、超硬合金の場合、母相と結合相との境界もしくは結合相内部が主たるものであり、微

視き裂を連結するようにジグザグ状に進展している。一方、サーメットは結晶が小さいこともあってか結晶をう回せずに超硬合金よりも直線的な進展経路となっている。

上述のき裂進展形態の特徴を明らかにするために、一定の応力拡大係数領域について図11の模式図に示す単位き裂長さ C_i 、分岐角度 α_i の分布ならびにき裂のジグザグ進展の程度を表す量として $\sum C_i/L$ を調査した。微視的観察は、6000倍で撮影したSEM写真を用いて、10倍のスケール付ルーペにより行った。図12は C_i の分布をワイブル確率紙上にプロットしたものである。図12よりわかるように、超硬合金の C_i の分布はサーメットのそれに比較して右方に存在し、また前者の $\sum C_i/L$ 値は1.14、後者の $\sum C_i/L$ 値は1.11であることから、サーメットに比較して超硬合金のほう

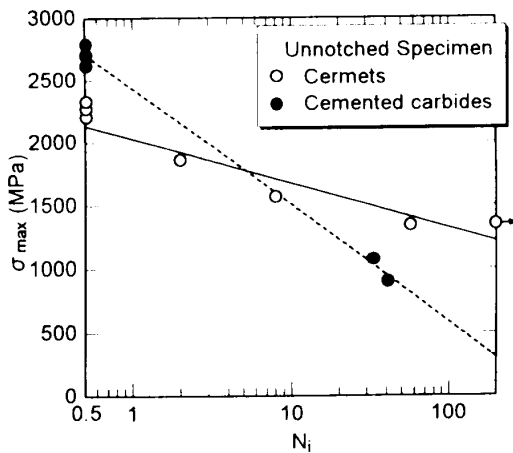


Fig. 9 Relation between the maximum thermal stress induced in a one cycle of a thermal shock test and number of cycles to macro crack initiation

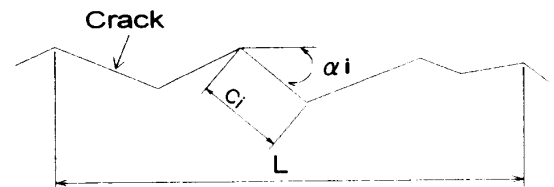


Fig. 11 Schematic illustration of α_i and C_i

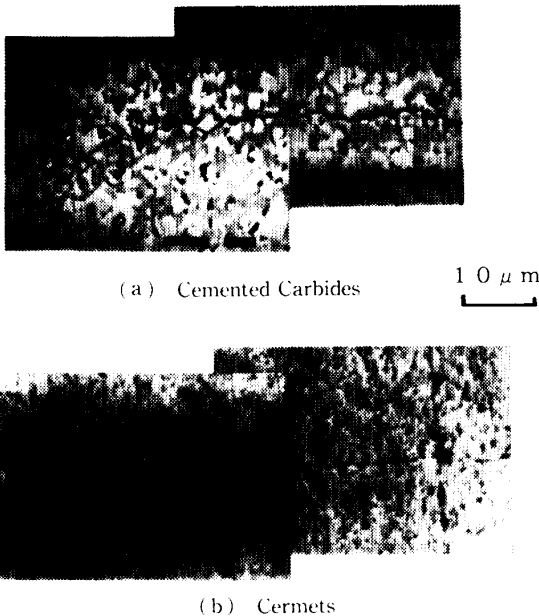


Fig. 10 Crack morphology after receiving the thermal shock damages for both cermets and cemented carbides

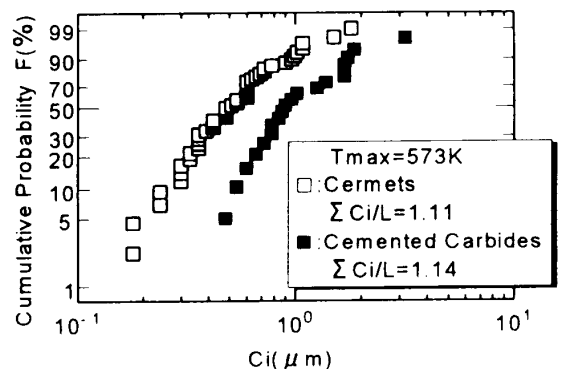


Fig. 12 The distribution of C_i for both cermets and cemented carbides plotted on the Weibull probabilistic paper

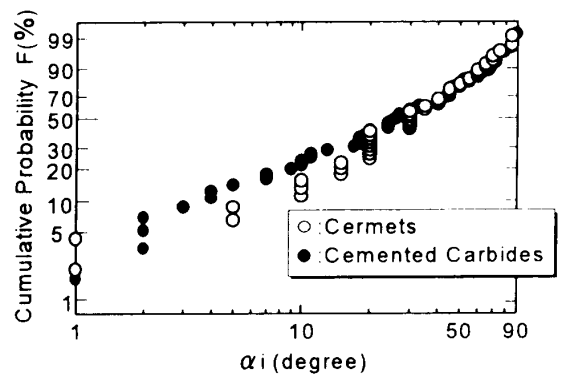


Fig. 13 The distribution of α_i for both cermets and cemented carbides plotted on the Weibull probabilistic paper

がき裂のジグザグ進展が顕著であることがわかる。図13は分岐角度 α_i の分布を示したものである。図13よりサーメットと超硬合金の差異は明確ではないが、両者の差異の有無については、今後よりミクロ的な観察を行い、検討する必要がある。

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。超硬合金の母相(WC)と結合相(Co)の線膨張係数の値は、それぞれ 3.84×10^{-6} および 12.3×10^{-6} 、サーメットの母相(TiC, TiN)と結合相(Ni, Co)のそれぞれの値は 9.35×10^{-6} と 13.3×10^{-6} であり、両相の線膨張係数の差は超硬合金のほうがサーメットに比べ大きい。また、超硬合金の母相(WC)のヤング率はサーメットの母相(TiC, TiN)のヤング率に比べ大きい。このことから、超硬合金の熱衝撃時に母相と結合相の境界に生じる熱応力はサーメットに比べ大きくなることが予想される。このことが、サーメットに比較して超硬合金のほうが熱衝撃によって微視き裂が生じやすい原因と考えられる。超硬合金における、このような微視き裂の発生は、特に低 ΔK 域(低 ΔT 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。しかし高 ΔK 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ド効果が強くなる。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、 $\Sigma C_i/L$ 値に示されるようにき裂のジグザグ進展の程度も大きくなる。したがって超硬合金では、粗さ誘起のき裂閉口の増加とき裂先端のモード 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、サーメットでは微視き裂の発生密度は超硬合金よりも相対的に低く、微視き裂による加速が生じにくい。このことが低 ΔK 域(低 ΔT 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。しかし、いったんある寸法以上のき裂が発生すると、図12ならびに $\Sigma C_i/L$ 値に示したように直線的き裂進展形態をとるため、脆性的なき裂進展特性を示す。 $da/dN - \Delta K$ 関係においてサーメットの傾きが超硬合金のそれよりも大きいのは以上の理由によるのであろう。

図9に示した平滑材の繰返し熱衝撃において、多数回の低熱応力負荷領域では、き裂の安定的き裂進展挙

動が強度を支配すると考えられる。前述したように、低 ΔK 域のき裂安定進展域では、サーメットは熱衝撃による微視き裂発生抵抗ならびにき裂進展抵抗が高いので、低熱応力域での強度が高いものと考えられる。

5. 結 言

代表的工具材料であるサーメットおよび超硬合金を用いて繰返し熱衝撃下のき裂進展特性を調査し以下の結論を得た。

- (1) 熱衝撃時の試験片温度分布の実測と、試験片下面のみ冷却、他面断熱タイプの焼入れ形熱衝撃実験を組み合わせるにより、力学的ならびに熱的環境条件を明確にした熱衝撃実験が行えることを示した。
- (2) 熱衝撃負荷時の発生最大熱応力は、熱衝撃後0.3~0.5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。
- (3) 熱衝撃の厳しさを与えるピオ数の評価を行った。ピオ数は ΔT 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ピオ数の値は大きい。
- (4) 予き裂試験片を用いて、繰返し熱衝撃時のき裂進展速度と応力拡大係数幅の関係を調査した。サーメットと超硬合金の比較において、低 ΔK 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ことが明らかとなった。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ことが推察された。
- (5) 平滑試験片を用いて、繰返し熱衝撃時の発生熱応力と巨視き裂発生繰返し数 N_i の関係を調査した。多数回の小さな温度差による繰返し熱衝撃時には、サーメットの N_i が超硬合金のそれを上回る傾向が認められた。

文 献

- (1) 井寄裕介・ほか2名, 日立金属技報, 5, (1987), 65-70.
- (2) 石原外美・ほか2名, 機論, 57-543, A(1991), 2735-2740.
- (3) Ishihara, S., ほか4名, JSME Int. J., Ser. I, 34-316, A(1991), 490-495.
- (4) 西川直宏・高 鐵・高津学, 材料, 42-476(1993), 507-511.
- (5) 竹内洋一郎, 熱応力, (1989), 13-14, 日新出版.
- (6) 小倉敬二・西川出・ほか2名, 機講論, No. 930-71(1993-11), 49-50.
- (7) 篠原耕治・ほか2名, 粉体および粉末冶金, 40-1(1993), 29-32.
- (8) 鈴木寿, 超硬合金と焼結硬質材料(基礎と応用), (1986), 2, 丸善.
- (9) Raju, I. S. and Newman, J. C., Eng. Fract. Mech., 11(1979), 817-829.
- (10) Becher, P. F., ほか3名, Ceramic Bull., 59-5(1980), 542-545.