超硬合金の低サイクル疲労寿命に及ぼす 組織パラメータの影響*

八 高 隆 雄** 竹 山 秀 彦**

Effect of Structural Parameter of Cemented Carbide on Impact Fatigue Life

Takao YAKOU and Hidehiko TAKEYAMA

In order to obtain the knowledge on how the tool life of cemented carbide in view of brittle fracture and its scatter are determined, and thereby to propose a method of the quality control in that sense, the correlation between the fatigue life in the cyclic impact test and the structural parameters has been investigated. Sintered tungsten carbide (K10) of four different manufactures on the market have been subjected to the cyclic impact test, and each manufacture has shown up to a distinctive pattern or value of fracture life. The

contribution ratios of conceivable structural parameters, which are likely to govern the fracture life predominantly, have been statistically analyzed by means of progressive discrimination. The analysis has revealed that the pore parameter primarily governs the fracture life and its scatter, whereas the grain parameter of WC slightly does. As far as low cyclic fatigue type of brittle fracture is concerned, the quality control or the assessment of tool toughness will be possible merely through the structural parameters observed.

Key words: cemented carbide tool, structural parameter, low cycle fatigue, scatter of fracture life.

1. 緒 言

生産工場における自動化や無人化の進展に伴い、切削工具の寿命管理の必要性がいよいよ強くなってきた。そこで、もし適切な品質管理の手法が開発され、ユーザの受入検査やメーカの品質管理が実施できれば、工具費が低減し、工具寿命管理の精度が向上するとともに工具欠損による生産の自動化に対する重大な障害の防止に大きく役立つであろう。このような観点から、切削工具の性能評価を非切削試験で行う実験の試みがいくつかなされている^{1)~3)}。しかし、実切削における工具のぜい性損傷には純力学的応力状態、熱応力、疲労、被削材の凝着等種々の因子が複雑に関与しており、これらの因子の効果をすべて取り込んだ実用的非切削試験はまだ見出されていない。

ところで、超硬合金の破壊強度はその組織中に含まれるポア、WCの粗粒、Co プール、 η 相などによって大きく左右されることが知られている⁴⁾。したがって、このような複合組織工具材料のぜい性損傷による寿命を非切削試験、あるいはさらに進めて組織検査によって評価しようとするならば、前記組織パラメータの定量化とそれらのぜい性損傷に及ぼす寄与率を明らかにする必要がある。

そこで本研究では、超硬合金などで代表される複合組織工具材料の工具寿命の原因のうち、ぜい性損傷、それも特に低サイクル疲労に基づく欠損やチップングに焦点を絞り、それらによる寿命の非切削評価法および品質管理の手法を開発しようとするものである。

2. 試料および実験方法

本実験では、化学組成が比較的単純な市販の超硬合金 K 10 を用いた。十数社の超硬合金 K 10 の中から特に組織欠陥に比較的大きな差のある 4 社のいずれも同一ロットの製品を選び出し供試試料とした。用いた試料の化学組成を表 1 に示す。いずれのメーカの試料もほぼ JIS の参考値内にあり、at% で表したときの W と C の割合はほぼ 1 対 1 の関係にあることから、各試料とも W と C がほぼ理想的な WC の結合状態にあるとみてよい^{††}。

これらの試料をダイヤモンド砥石 (# 1000, レジンボンド) を用い、押付圧力 0.12 MPa, 研削速度 11.7 m/s

Table 1 Chemical components of tested tool materials (K 10) wt%

Tool manufacture	W	Co	C	Other elements
A	87.7	5.6	5.8	—
B	87.2	5.6	5.7	—
C	85.6	7.5	5.9	—
D	88.7	4.5	6.2	—
Standard†	84-90	4-7	5-6	—

† Guideline of material component (JIS B 4104 (1978))

* 原稿受付 昭和 58 年 10 月 12 日。昭和 58 年度 精機学会 春季大会学術講演会 (昭和 58 年 3 月 29 日) にて発表。

** 正 会 員 東京農工大学工学部 (小金井市中町 2-24-16)

Fig. 1 Optical micrograph of the four different tool manufactures' materials (a); pore (not etched) and (b); WC grain (etched by Murakami reagent)

の条件で、コーナを 0.14C に面取りした形状に整えた。なお、メーカーによっては焼結表面から約 0.1 mm の深さまでポア密度が高く、 η 相の存在する試料があったため、用いたすべての試料は表面層を 0.3 mm 以上除去後上記形状に整えた。

実験には断続切削時における工具の被削材への食付き状態をできるだけ忠実にシミュレートでき、しかも熱的影響を極力避け、力学的欠損状態だけを取り出して解析できるようにした繰返し衝突試験機⁶⁾⁷⁾を用いた。その実験条件は衝突角度 30°, 衝突高さ 0.26 m (衝突速度約 2.3 m/s), 落下質量 3.3 kg (衝突力約 15 kN) および被衝突鋼材 (S 25 C) の硬さ HV 190 であった。

実験に先立って、各メーカーの超硬合金 (K 10) から得られた組織を統計的に解析し、3.1 節で述べるような組織パラメータを導入する。次にこれら組織パラメータに基づいた実験を計画し、得られた低サイクル疲労寿命と組織パラメータとの相関を求める。ここで、市販の超硬合金を利用する場合に、WC 粒やポアの平均径は用いた試料のメーカーやロットによって左右され、さらに 1 つの試料の中に WC 粒とポアの両方の因子が含まれているため、各因子を独立に扱うような通常の実験を計画することができない (制御因子を含まないため)。そこで、解析した組織を前述のパラメータで表し、このパラメータに対して実験計画法の逐次分類法⁸⁾を応用した。このよ

うにして、前もって試料の組織パラメータと低サイクル疲労寿命との相関を求めておけば、組織を調べるだけで切削工具のじん性の評価あるいは品質管理が可能であろう。

3. 結果および考察

3.1 組織の解析と組織パラメータの導入

図 1 に本研究でとりあげた 4 社 (A, B, C および D 社) の超硬合金の (a) 研磨面と (b) それを村上試薬でエッチングした場合の代表的な光学顕微鏡写真を示す*。ポア (図 1 (a)) および WC 粒 (図 1 (b)) はいずれも工具メーカーによってその大きさおよび分布状態に大きな差があることがわかる。また、いずれのメーカーの試料とも η 相、遊離炭素および Co プールは認められない。次に 4 社の超硬合金のおおの数の個について、焼結表面層を 0.3 mm 以上除去後、試料のコーナ付近と中央付近の組織観察を行ったところ、両者の間に有意の差は認められなかった。さらに、同一試料のワイヤカット切断面 (切断後研磨) と上記表面中央部との組織を比較したところ、この場合にも、その間に差異は認められなかった。したがって、本研究で用いた超硬合金は表面および内部ともほぼ均質なものと判断できる* (次ページ)。

* 超硬合金の研磨はマルチメタルで 40 min, ケメット銅で 30 min (平均粒径 3 μ m のダイヤモンド砥粒使用) および ケメットスズで 30 min (平均粒径 1 μ m のダイヤモンド砥粒使用) 行った。また、このようにして得られた研磨面の EPMA による反射電子像にはポア以外は認められないことが確認された。

†† 平衡状態図上では室温で Co 相 (結合相) 中への C の固溶量は 0.1 wt% 以下と推察されることから⁹⁾, Co 相中への C の固溶量は無視してよいであろう。

Fig. 2 Distribution of structural defect size on normal probability paper of pore (a) and WC grain (b) for the four different tool manufactures' materials

一方、超硬合金のぜい性破壊強度は組織中に存在する η 相や遊離炭素の存在、 γ 相 (Co 結合相) の量や WC 平均粒径に依存するといわれてきた。しかし、最近になって破壊強度は最大応力領域に存在する 1 個 (その領域にあっては最大径) の組織欠陥によって決まり、それら破壊の起源となるポア、WC 粗粒、Co プールなどの大きさ (約 $2 \sim 120 \mu\text{m}$) と破壊強度との関係はグリフィスの理論によって整理できる (すなわち、組織欠陥の径が大きいほど破壊強度が弱い⁹⁾、あるいは寿命が短い¹⁰⁾) ことが報告されている。そこで本研究で用いた試料のそれら組織欠陥について調べた結果を図 2 に示す。図 2 は 4 社の試料の (a) ポア径と (b) WC 粒径の分布状態を正規確率紙上に示したものである。ポア径の分布 (図 2 (a)) はほぼ直線で正規分布に近いが、WC 粒径の分布 (図 2 (b)) は粒径の小さい部分は右にひずんで 1 本の直線では近似できない。しかし、少なくとも $2 \mu\text{m}$ 以上の大きさについては、両者とも (4 社の超硬合金とも) 正規分布をしているとみなせる。すなわち、 $2 \mu\text{m}$ 以上の組織欠陥を含む超硬合金は、破壊に関してはグリフィスの理論に従い、その組織欠陥の分布は正規分布をしていることがわかる。

ところで、超硬合金などのぜい性材料の破壊強度や破壊寿命は、グリフィスの理論に従うことからわかるように、応力集中部に発生した微視的き裂の伝ば開始条件 (これが破壊条件となる) によって決まる¹¹⁾。ここで超硬合金は材料内部に組織欠陥を含むため最初から応力集中部を有することになる。そのため超硬合金の破壊条件は組織欠陥の大きさと組織欠陥に作用する応力によって決定されるはずである¹¹⁾。一方、断続切削時における超硬工具のチップングは最も高い応力が作用する部分に発生しやすいことがわかっている¹²⁾。以上のことから、工具

面上の最大の応力を受ける部分に大きな組織欠陥が存在すれば、その工具の寿命は短くなるであろう。また最大の応力を受ける部分に対して組織欠陥が近いかわい (この確率は組織欠陥の存在密度の大小と関連) によって、組織欠陥における応力が左右されるものと思われる。事実、超硬合金の強度は、① 有孔度で代表される組織欠陥の密度¹³⁾ および ② 組織欠陥の大きさ^{4) 9) 10)} で評価されている。

さて破壊力学における中心の考え方は、き裂先端傍の力学情報を唯一の力学的パラメータで代表させることであった¹⁴⁾。そこで、超硬合金の品質を各組織欠陥に対して唯一の

パラメータで評価するため、組織欠陥の密度と大きさを含むパラメータを導入する。ここで組織欠陥の大きさ x は図 2 で示したような分布をしており、さらに破壊寿命を決めているのはそれらの粗大なものである^{9) 10)}。また有孔度 (ポアの存在密度) についてはその形状、大きさおよび分布状態によって等級分けがなされているが、写真との比較による粗いものでその分類方法も複雑であり¹³⁾、まだ定量的記述方法は見いだされていない。そこで x として粗大径の組織欠陥に重みをつけた $\bar{x} + 2\sigma$ を採用し、組織パラメータとして図 3 に示す $\rho \cdot (\bar{x} + 2\sigma)$ を導入する。ここで $\rho (\text{mm}^{-2})$ は単位面積中に現れた $2 \mu\text{m}$ 以上の組織欠陥の存在密度 (ポアの場合は有孔度といわれる)、 $\bar{x} (\mu\text{m})$ はポアないし WC 粒径の平均値、および $\sigma (\mu\text{m})$ はその標準偏差である^{**}。したがって、前記組織パラメータは“ある大きさの分布をもつ欠陥がどのような密度 (あるいは確率) で存在するか”という意味をもつ。

このようなパラメータによって、図 1 で示した組織写真を含め、それぞれ約 20 視野 (ポア約 0.3 mm^2 , WC 粒

Fig. 3 Definition of structural parameter

* C 社の超硬合金は 10 個に 1 個くらいの割合で、 $100 \mu\text{m}$ 近いマクロポアが存在したため、このようなものは供試試料から除いた。

** 用いた $\rho, \bar{x}, \sigma$ はいずれも試料内部をも含む全体 (母集団) の値ではなく、測定した試料表面の $2 \mu\text{m}$ 以上の組織欠陥に対する値である (図 3 参照)。

Table 2 Comparison of structural defects between four different tool manufactures

a) Pore ($\geq 2 \mu\text{m}$)					
Tool manufacture	ρ mm^{-2}	$\bar{x}$ μm	σ μm	$\bar{x}+2\sigma$ μm	$\rho \cdot (\bar{x}+2\sigma)$ mm^{-1}
A	246.1	3.71	0.93	5.57	1.37
B	27.7	3.79	0.93	5.65	0.15
C	47.8	4.52	0.65	5.82	0.28
D	147.0	3.83	0.86	5.55	0.82

b) WC grain ($\geq 2 \mu\text{m}$)					
Tool manufacture	ρ mm^{-2}	$\bar{x}$ μm	σ μm	$\bar{x}+2\sigma$ μm	$\rho \cdot (\bar{x}+2\sigma)$ mm^{-1}
A	6 260	2.34	0.68	3.70	23.16
B	5 008	2.32	0.55	3.42	17.01
C	5 008	2.52	0.70	3.92	19.88
D	65 104	2.82	1.09	5.00	325.50

$\bar{x}$: mean value, σ : standard deviation, ρ : density ("porosity" in the case of pore), $\rho \cdot (\bar{x}+2\sigma)$: structural parameter

Fig. 4 Cumulative probability of fracture of cemented carbide tools (K10) for cyclic impact test

約 0.02 mm^2) を解析した結果を表 2 に示す。

3.2 低サイクル疲労寿命と組織パラメータの関係

4社の超硬合金を衝突疲労試験した結果を1枚のグラフにまとめたのが図4である。図4はワイブル確率紙上に累積破損確率 Σ_p と破損までの衝突回数 N の関係を整理したもので、その平均寿命(63%累積破損確率)は100回で、値は1~2000回までの間にばらついている。

次に、図4の結果を各メーカーごとに分類して再整理したものが図5である。同一メーカーの製品の寿命のばらつきは図4に比べて減少しており、4社間でのその度合はA社とB社のものが小さく、製品の品質がよく管理されていることが推測できる。また表1に示したように化学組成は4社間でほとんど変わらないにもかかわらず、特性寿命に明確な差が表れている。このことは寿命が化学組成以外の因子によって支配されていることを示している。

そこで図5の結果を前述の組織パラメータに対して整

Fig. 5 Comparison of fracture probability between four different manufactures' materials **Fig. 6** Relation between structural parameter and fracture life
(a); grain parameter, (b); pore parameter

理したのが図6である。図中の黒丸はそれぞれの特性寿命を示す。グレインパラメータ(図6(a))およびポアパラメータ(図6(b))いずれに対しても、これら組織パラメータが大きくなるほど低サイクル疲労寿命は短くなる。これらの結果は、超硬合金P20を用いて実切削を行いチッピングの発生について調べた鈴木らの結果¹⁰⁾「チッピングや破壊の起源は 800°C 以下では $20\sim 100 \mu\text{m}$ のポア、 $10\sim 20 \mu\text{m}$ の炭化物凝集体*である」(その大きさが大きいほど寿命が短い)とも、 ρ を一定と考えるならば、一致する。ここで鈴木らの結果が ρ に左右されなかったのは、彼らのこれまでの研究の積み重ねによって ρ のきわめて低い試料を作製し用いたためであろう。なおこれらの結果は、本研究で導入した組織パラメータが、組織欠陥の大きさや分布および存在密度をも含んでおり、Co含有量や製造メーカーが異なる場合に対しても、超硬合金の破壊強度と組織欠陥との相関を表すためにふさわしいパラメータであることを示唆するものといえよ

* 本研究の場合はWCの粗大粒と解釈できる。

Fig. 7 Relation between structural defects density and fracture life
(a); grain density, (b); porosity

う。

一方、図6において両組織パラメータの寄与の割合を見ると、ポアパラメータで整理した場合の方がグレインパラメータで整理した場合より顕著であることがわかる。この結果は、グレインパラメータ ($17 \sim 325 \text{ mm}^{-1}$) に対してポアパラメータ ($0.15 \sim 1.37 \text{ mm}^{-1}$) が2けた以上小さいため両者を同じオーダーで比較することはできないが、表面に開いているポアは表面の傷と同様き裂の発生源となる確率が高い¹⁵⁾ことから考えて、超硬合金(K10)の衝突疲労寿命はグレインパラメータに比べてポアパラメータにより強く依存したものであると思われる。

ところで、鈴木らの結果では組織欠陥の大きさが強度に対して支配的であった¹⁰⁾が、市販の超硬合金を利用した本研究の場合には組織パラメータのうち組織欠陥の数(あるいは存在密度“ ρ ”)および大きさとその分布(“ $\bar{x} + 2\sigma$ ”)のいずれが支配的であろうか。図7は図6の結果を ρ に対して再整理したものである。図7と図6とは定性的に同様の傾向が認められる。これに対して $\bar{x} + 2\sigma$ で整理した場合には、表2の結果からもわかるように ρ に比べて $\bar{x} + 2\sigma$ の差が小さいため、その依存性が認められない。したがって、4社間の超硬合金K10の寿命の比較は、組織パラメータのうち主に組織欠陥の存在密度 ρ の影響がより支配的であることがわかる。

3.3 寿命のばらつきと組織パラメータの関係

工具材料の品質を管理する上で寿命の長さに次いで(あるいはそれと同程度に)寿命のばらつきが少ないことが重大な問題となっている。ところが、工具の寿命を支配している組織パラメータは同一メーカーの同一ロットの試料を用いたにしても、ポアおよびグレインパラメータが共にばらついており、一方のパラメータを一定に保った状態でもう一方のパラメータを変化させるような、

Table 3 Design of experiment by progressive discrimination method for tool manufactures C and D

a) Manufacture C		
Pore parameter	Grain parameter	Specimen No.
Large	Large	C-6, C-16
	Small	C-8, C-21
Small	Large	C-5, C-11
	Small	C-4, C-20
b) Manufacture D		
Pore parameter	Grain parameter	Specimen No.
Large	Large	D-5, D-24
	Small	D-13, D-16
Small	Large	D-14, D-28
	Small	D-20, D-26

Table 4 Experimental results by progressive discrimination method for tool manufactures C and D

a) Manufacture C			
Specimen No.	Pore parameter	Grain parameter	Fracture life
C-4	0.05 [○]	8.26 [○]	141
C-5	0.05 [○]	18.94	146
C-6	0.30	19.05	29
C-8	0.51	8.10 [○]	152
C-11	0.04 [○]	28.88	176
C-16	0.31	20.14	78
C-20	0.05 [○]	6.60 [○]	17
C-21	0.39	13.78 [○]	40
b) Manufacture D			
Specimen No.	Pore parameter	Grain parameter	Fracture life
D-5	0.99	251.5	1
D-13	1.08	210.8 [○]	34
D-14	0.37 [○]	257.7	23
D-16	1.05	236.0 [○]	18
D-20	0.62 [○]	238.9 [○]	63
D-24	1.05	251.8	5
D-26	0.66 [○]	234.7 [○]	16
D-28	0.85 [○]	274.5	76

○; small structural parameter, No sign; large structural parameter

両者の効果を独立に取り出す実験を計画することはできない。そこで実験計画法の逐次分類法⁸⁾を応用して、同一メーカーの超硬合金を用いた場合の低サイクル疲労寿命のばらつきと組織パラメータの関係を調べた。

実験には3.2節で寿命のばらつきが著しかったC社とD社の試料を用い、両社のおおの30個の試料について

Table 5 Variance analysis for tool manufactures C and D

a) Manufacture C					
Factor	S	f	V	F_0	δ %
P (pore)	4 095.1	1	4 095.1	1.05	0.7
G (grain)	780.1	1	780.1	0.20	—
P×G	7 750.1	1	7 750.1	1.99	13.6
Error	15 610.5	4	3 902.6	—	—
Total	28 235.9	7			

b) Manufacture D					
Factor	S	f	V	F_0	δ %
P (pore)	1 800	1	1 800	2.72	22.4
G (grain)	84.5	1	84.5	0.13	—
P×G	544.5	1	544.5	0.82	—
Error	2 645	4	661.3	—	—
Total	5 074	7			

S; variation, f; degree of freedom, V; variance, F_0 ; variance ratio, δ ; contribution ratio

Fig. 8 Effect of pore parameter on variance of fracture life for tool manufactures C and D

組織パラメータを求め、それらを大小のグループに分類し、その分類に基づき表3に示す実験を計画した。その実験結果を表4に、またそれらの分散分析表を表5に示す。表5中の分散比 F_0 は、C社(a))およびD社(b))いずれも、グレインパラメータに対しては $F_0 < 1$ で依存性は認められないが、ポアパラメータに対しては $F_0 > 1$ となり(F 検定では有意といえるほどではないが)ある程度の相関が予想される。そこで、グレインパラメータを無視して、表4の結果をポアパラメータについてまとめたのが図8である。C-20(表4参照)のデータを除いて考えるならば*, 両社の超硬合金ともポアパラメータが小さいほど直線の傾きが急でかつ長寿命側へ移行している。すなわちポアパラメータが小さいほど低サイクル疲労寿命は長く、そのばらつきは小さくなると結論できる。

* 実験後すべての試料を軽くエッチングしたところ、C-20の破面には η 相と思われる組織欠陥が認められた。

4. 結 言

超硬合金を断続切削用工具として使用する場合は寿命とそのばらつきの原因を探り、かつ超硬工具の品質管理に対する指針を得る目的で、化学組成が比較的単純な市販の超硬合金K10を用いて、組織欠陥の大きさとその分布をも含めたパラメータを導入し、非切削による低サイクル衝突疲労試験を行い、次の結論を得た。

超硬合金K10中に存在する直径 $2\mu\text{m}$ 以上の組織欠陥はほぼ正規分布をして存在しており、このことと破壊力学の考えに基づいて導入した組織パラメータにより評価するならば、

- (1) 市販の超硬合金K10の低サイクル疲労寿命は、ほぼ同一の化学組成であっても製造メーカによって著しく差があり、この差は組織パラメータを用いることによって説明できる。
- (2) ポアおよびWC粒に基づくパラメータはいずれもそれらが小さいほど寿命が長く、両パラメータに対する寿命とそのばらつきの度合はポアパラメータの方が著しい。
- (3) 逐次分類法による解析によれば、ポアパラメータが小さいほど寿命が長くそのばらつきが小さい。

最後に、卒業研究として本テーマに取り組み熱心な協力をされた東京農工大学(現本田技研工業株式会社)根岸力氏に深く感謝する。本研究は著者の一人(八高)の実吉研究助成金によるものであり、ここに同奨学会に感謝する。またデータ処理の上で種々ご教示下された計量研究所・矢野宏博士に、実験進行上便宜を図られた東京農工大学・飯島昇氏に感謝する。

参 考 文 献

- 1) 平尾政利, 村田良司, 竹山彦彦: 工具材の繰返し落下試験装置の試作, 精密機械, **46**, 2 (1980) 212.
- 2) 平尾政利, 村田良司, 竹山彦彦: 落下衝撃試験による工具のじん性試験, 精密機械, **47**, 2 (1981) 223.
- 3) 竹山彦彦ほか: 超硬工具におけるサーフェスインテグリティとぜい性損傷, 精密機械, **48**, 7 (1982) 899.
- 4) 鈴木 寿ほか: WC-Co 超硬合金の衝撃値と合金中欠陥の関係, 粉体および粉末冶金, **22** (1975) 160.
- 5) M. Hansen: Constitution of Binary Alloys, McGraw-Hill, New York, N. Y., (1958) 349.
- 6) 下沢祐一: 超硬合金の衝撃疲れに関する基礎的研究, 東京農工大学修士論文, (1980).
- 7) 宇野和之: 繰返し衝撃における超硬工具のサーフェスインテグリティ, 東京農工大学修士論文, (1981).
- 8) 例えば, 矢野 宏ほか: 統計手法と計測(下), コロナ社(1978) 60.
- 9) 鈴木 寿: 超硬合金の破壊, 金属学会会報, **18** (1979) 3.
- 10) 鈴木 寿ほか: 超硬合金工具のチップング現象に対する破面観察による一考察, 東大総合試年報, **36** (1977) 233.
- 11) 例えば, 小寺沢良一: 材料強度学要論, マグロウヒル好学校社 (1979) 69.
- 12) 白井英治ほか: 断続切削における切れ刃欠損の解析的予測に関する研究(第3報), 精密機械, **46**, 8 (1980) 983.
- 13) P. Schwarzkopf: Cemented Carbides, Macmillan, (1960) 102.
- 14) 例えば, 大路清嗣: 破壊力学とは何か, 材料, **32** (1983) 936.
- 15) 大槻悦夫ほか: 焼結2相合金の強度とじん性, 金属学会会報, **14** (1975) 699.