焼結硬ぜい材料の加工損傷に関する研究

(第1報)*

——超硬合金工具材料の破壊挙動——

柴 坂 敏 郎**

Machining Damage of Sintered Brittle Materials(1st Report)
-Fracture Behavior in Cemented Carbide Cutting Tools-

Toshiro Shibasaka

This investigation examines the fracture initiation from a pre-existing defect and a surface defect by the transverse rupture test for cemented carbides based on fracture mechanics. The stress intensity factor, which was calculated by the pre-existing defect size and the nominal stress acting on the defect, was smaller than the fracture toughness of the materials. Acoustic emission signals were detected before the ultimate fracture of the specimen occurred. The stress intensity factor determined from the stress in AE signal detected and the defect size corresponded to the fracture toughness of grain boundary of carbide particles. Then, it was suggested that a microcrack grew locally near the defect. Taking the microcrack into consideration, it was found that the stress intensity factor coincided with the fracture toughness. For the fracture initiated from the surface defect when the machining damage may be small, the defect size based on fracture mechanics was equal to microcrack length. Therefore this microcrack must be considered in the estimation of machining damage of sintered brittle materials.

Key words: machining damage, surface defect, stress intensity factor, transverse rupture test, fracture mechanics, cemented carbide, microcrack

1. 緒 言

セラミックのような硬ぜい材料では所定寸法精度を得るには現在何らかの機械的加工が必要とされ、この加工時に生じる表面き裂や残留応力などの加工損傷が強度に大きな影響を及ぼすことから、加工法や加工条件などと加工損傷との関連を明らかにすることが要求される。残留応力についてはX線応力測定法により有用な結果が得られつつある¹⁾。しかし、表面き裂に関してはX線、超音波などによる探傷法²⁾が試みられているが、き裂が小さく十分な結果は得られておらず、曲げ強さの変化³⁾で表面き裂の大きさの検討がなされているにすぎない。

一方、硬ぜい材料の重要な機械的特性として平面ひ

ずみ破壊じん性値の評価が行われているが、破壊の起点となる欠陥が小さい場合、その欠陥に基づく応力拡大係数が破壊じん性値とは一致しないことがこれまで報告されている⁴⁾⁵⁾。加工損傷としての表面き裂は小さいと推定されることから、強度に及ぼす加工損傷の影響を検討するには、硬ぜい材料における微小な欠陥からの破壊発生挙動を明らかにする必要がある。これまでに超硬合金工具材料を採り上げ、曲げ試験時における内部欠陥を起点とする破壊発生挙動を検討した。そこでは欠陥から発生すると考えられる局所的な微小き裂が強度評価に大きな影響を持ち、微小き裂の考慮により欠陥の小さい場合にも破壊力学的取扱いが可能であることを報告した⁶⁾。

そこで、本研究では焼結硬ぜい材料の強度信頼性向上を目的として、まず、数種の超硬合金工具材料について曲げ試験を行い、内部欠陥からの局所的な微小き裂の大きさを求め、その材料間の差異を明らかにし、強度評価における微小き裂考慮の妥当性を検討する。次に、表面き裂の大きさを求める際に問題となる、加

* 原稿受付 平成元年 8月14日。昭和61年度精密工学会春季大会学術講演会(昭和61年 3月28日)
および昭和63年度精密工学会春季大会学術講演会(昭和63年 3月17日)にて発表

** 正 会 員 福井大学工学部(福井市文京3-9-1)

Fig.1 Schematic illustration of microcrack growth

工表面を起点とする破壊における局所的な微小き裂発生の可能性およびその大きさを検討する。

2. 欠陥を起点とする破壊

焼結成形される材料では局所的に強度の低い粒界・界面を含むことから試料が全破断する以前に材料内に先在する欠陥から局所的な破壊を生じると考えられる。特に、ポアや粗大粒子などの内部欠陥ではそれ自身による応力集中により局所的な破壊を生じ易いと考えられる⁷⁾。この局所的な破壊による微小き裂の大きさを考慮にいれると破断時の応力拡大係数が破壊じん性値と一致することを一部超硬合金材料についてこれまでに報告した⁶⁾。

図1は内部欠陥からの破壊について、欠陥の大きさとそれに基づく応力拡大係数の変化を模式的に示したものである。欠陥は楕円などで近似し、その大きさを a_0 とすると、荷重の増加により欠陥に基づく応力拡大係数は増加する。線形破壊力学を適用する上で問題となるのは図1に示すように、欠陥が小さい場合の破断時の応力拡大係数 K_I が材料の破壊じん性値 K_{Ic} より小さくなるということである。そこで、全破断する以前に欠陥から局所的な破壊を生じると考える。すなわち、

超硬合金のような焼結材料では粒界や界面などの局所的強度が巨視的な強度や粒子そのものの強度より低いことから局所的な破壊を生じ易い。また、図中に示すように数粒子に及ぶ直線的な粒界がある確率を持って存在すると考えられ、この直線的な粒界での局所的な破壊の大きさが欠陥の大きさに近いならば、欠陥のみでの大きさでは応力拡大係数を過小評価することになる。この局所的な破壊、すなわち微小き裂の大きさ l を考慮にいれると破断時の応力拡大係数が破壊じん性値と一致する。

以上のことはポアの場合についてであるが、粗大粒子を起点とする破壊でも粗大粒子内での欠陥を考えると、試料が全破断する以前に粗大粒子が破壊し、局所的な微小き裂が発生すると考えられる。図1中の破線は粗大粒子の場合であり、粗大粒子内の欠陥から破壊し、き裂が材料内部に伝播、停留している場合を示している。このき裂から荷重の増加により材料の破壊じん性値に達したときに不安定き裂が伝播し、破断に至ると考えられる。

欠陥の大きさに基づく応力拡大係数が破壊じん性値と一致しない他の理由としては、欠陥が小さく材料の粒径に近いことによる線形破壊力学の適用限界⁸⁾、あるいは欠陥近傍での内部応力に起因する⁹⁾などの原因が従来指摘されている。ここでは線形破壊力学に立脚しておりその適用限界が問題となるが、微小き裂が粒界・界面に依存することから、その大きさが焼結材料の粒度や組成あるいは焼結条件などに依存した材料特有の値を持つとすれば微小き裂を考慮することは工学的に有用と考えられる。例えば、この微小き裂は加工損傷による表面き裂からも生じると考えられ、破壊力学の適用により曲げ試験から求められるき裂の大きさは表面き裂から伝播した微小き裂を含むものである。従って、微小き裂を考慮することにより加工時に生じた表面き裂の大きさの定量的検討が可能となる。

3. 実験装置および方法

破壊試験は三点曲げ試験とし、試料寸法は $4 \times 2 \times 25$ mmで、支点間距離を16 mmとし、その概観を図2に示す。負荷には万能引張圧縮試験機または立フライス盤のテーブル上下駆動を利用し、荷重測定には圧電型動力計を使用した。試験材料は超硬合金工具材料 P20, K10を対象とし、それぞれ組織の異なる2種類A, Bを用いた。なお、P20AおよびK10Aについては既に一部報告した⁶⁾。図3に各材料の微視的組織を示す。試料表面は粒度#140のダイヤモンド砥石を用い、切込み $d=2.5$,

Fig.2 General view of the transverse rupture test
1; Die set, 2; Specimen, 3; AE sensor

Fig.3 Microstructure of tested specimens

5.0μmで研削加工を行った。

試験時には局所的な微小き裂の発生時期および発生条件を検討するため、アコースティックエミッション（以下AE）信号を検出した。センサは公称共振周波数500kHzのもので図2に示す位置にマグネットにより取り付け、信号は遮断周波数100kHzおよび1MHzのハイパスおよびローパスフィルタを通し、増幅率は70dBとした。試験後の破面観察により明らかな欠陥を起点とする場合についてその欠陥の位置を求めるとともに、欠陥に作用する応力の大きさと欠陥の大きさとの関係を求めた。すなわち、欠陥の大きさ a については計算の簡便さから内接円で近似すると、欠陥に作用する応力 σ_n を用いて応力拡大係数 K_I は

$$K_I = \frac{\sigma_n \sqrt{\pi a}}{(\pi/2)} \quad (1)$$

Fig.4 Relation between crack length and indentation load
P20B, #140, Depth of cut; 5μm

と表される。三点曲げ試験では欠陥に作用する応力は勾配を有するが、ここでは欠陥が小さいことから一様応力と考えた。

加工表面を起点とする破壊の検討については、本報では加工損傷の影響が小さい、すなわち加工による表面き裂および残留応力がない場合を対象とした。このような場合で、破面観察から破壊起点が表面あるいは表面極近傍と考えられるものについて、表面き裂形状を半円と考え、その大きさを破壊起点に作用する応力と破壊じん性値から算出し、微小き裂の大きさとの関連を検討した。加工損傷の影響を取り除くにはダイヤモンド砥粒によるラッピングを施し、残留応力についてはビッカース圧子押し込み時に発生する圧痕コーナからのき裂長さと押し込み荷重との関係から簡便的に検討した¹⁰⁾。図4はその一例で、研削加工後のラッピングによる加工表面除去量の異なるものについて、き裂長さと押し込み荷重との関係を求めたものである。その関係は図から直線関係が得られるが、き裂を発生するにはある荷重を必要とし、その荷重は表面除去量とともに減少していることがわかる。この荷重が加工後の残留応力に依存するものと考えられ、この場合加工表面を30μm除去すると残留応力の影響が小さくなっていることがわかる。そこで、この方法により残留応力の影響が小さいと推定できる場合で、かつ破面観察から破壊起点が表面と考えられるものを対象とした。

Fig.5 Nominal stress acting on fracture source vs. size of defect

4. 実験結果および考察

4.1 欠陥に作用する応力と欠陥の大きさ

曲げ試験後の破面上に観察された欠陥の大きさと欠陥に作用する応力の大きさとの関係を検討した結果をK10B, P20Bのそれぞれの材料について図5に示す。ここでは欠陥の大きさとして $(\pi/2)/\sqrt{\pi a}$ を用いた。破線は次式に示す微小き裂 l を考慮した場合の欠陥に作用する応力と欠陥の大きさとの関係を示す。

$$\sigma_n = \frac{K_I (\pi/2)}{\sqrt{\pi (a+l)}} \quad (2)$$

微小き裂の大きさは図中に示す値を仮定し、破断時であることから式(2)の応力拡大係数は材料の破壊じん性値となる。また、直線は微小き裂を考慮していない、すなわち、 $l=0\mu\text{m}$ の場合であり、その傾きは材料の破

Fig.6 Example of averaged acoustic emission signal measured and applied load in transverse rupture test
Material; K10A, Amplification; 70dB, Defect size; $7\mu\text{m}$

壊じん性値の大きさを表す。

同図からK10B, P20Bいずれの材料においても実験結果が破壊じん性値より小さな応力拡大係数で破壊していることがわかる。また、実験結果にはばらつきがあるものの、微小き裂の大きさを考慮した破線近傍にあることから、全破断する以前に欠陥から局所的な破壊を生じていることが推定される。さらに、微小き裂を考慮した破線から、欠陥がある程度以上小さくなると強度は上昇しなくなることもわかる。従って、気孔や異常粒子など材料特有の欠陥を非常に小さくしたとしても、微小き裂の大きさを小さくしない限り強度は上昇しないことがわかる。

次に、局所破壊の発生時期および条件を検討するため、曲げ試験時におけるAE信号を検出し、荷重の測定結果とともに示した一例が図6である。試料はK10Aで、破壊の起点としてはボアが観察された場合である。図から、AE信号が試料の全破断以前に数回検出されていることがわかる。破断時の信号は特に大きく図中の増幅率では十分な記録はできなかった。

破断以前のAE信号検出時の荷重および欠陥の大きさからAE信号発生時の応力拡大係数を求めると図中に示すA, B, Cの時それぞれ $K_I=1.2, 5.6, 7.8\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ となる。局所的な破壊は破面観察から欠陥近傍の粒界界面となっていることが確認されており⁶⁾、例えば、WC/Co界面での破壊じん性値を $1.2\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度⁸⁾ とすると、AE検出時の応力拡大係数とはほぼ一致する。AE信号の発生源については破壊の起点となった欠陥近傍の他に、破面とは異なる試料内部の欠陥による局所的な破壊、支点-試料間での接触による応力集中領域での局所的な破壊⁷⁾などが考えられる。しかしながら、既に報告した破面観察から欠陥近傍では粒界で破壊していること⁶⁾、AE信号が負荷初期の粒界の破壊条件をほぼ満たす時に観察されること、さらに欠陥に作用

Fig.7 Microcrack length for various materials

Table 1 Limiting stress of each materials

	Limiting stress GPa	Fracture toughness MPa√m	Micro-crack length μm	Mean grain size μm
K10A	2.74	11.0	11.9	0.46
K10B	2.26	12.5	22.7	0.71
P20A	1.79	10.8	26.9	0.85
P20B	1.94	11.3	25.0	1.14

する応力と欠陥の大きさの関係が微小き裂を考慮した曲線近傍にあることなどから、局所的な微小き裂の発生を考慮することはほぼ妥当と考えられる。

4.2 微小き裂の大きさおよび限界強度

図7は欠陥の大きさおよび破壊じん性値を用いて、式(2)により求めた微小き裂の大きさを各材料について示す。微小き裂の大きさには大きなばらつきがみられ、これは欠陥の大きさあるいは形状などの評価上の問題とともに、前述のように粒界や界面などの微視的組織に依存すると考えればある程度のばらつきは考えられる。同図から、平均的には材料間の差があること、特に、K10Aは他の材料に比べ明らかに微小き裂が小さいことがわかる。これはK10Aが同材種のK10Bに比べ粒径が小さいことから、図1に示したように数粒子にわたって存在する直線的な粒界の大きさが材料の粒径に依存することによると考えられる。また、P種に比べK種が小さい傾向があるが、これはP種に含まれる複炭化物はCo相との濡れ性が悪く、界面強度が低いことによると考えられる。従って、微小き裂の大きさが焼結材料の粒度や組成あるいは焼結条件などに依存した

Fig.8 Fracture surface near failure origin. Arrow shows center site of fracture mirror, Material; K10B

材料特有の値を持つと考えられる。

前述のように欠陥を非常に小さくしたとしても、微小き裂の大きさを小さくしない限り強度は上昇しない。この上限の強度をここでは限界強度と考え、前述の微小き裂の平均値により求められる各材料の限界強度を表1に示す。同表に示す微小き裂の平均値および破壊じん性値から、微小き裂が小さくかつ破壊じん性値が大きい場合に限界強度が大きくなっていることがわかる。P種間ではばらつきを考慮すれば顕著な差ではないが、平均粒径と微小き裂の大きさとの関係が逆になっている。これは図1に示す模式図から微小き裂の大きさが粒径と同様に、粒度分布にも依存することによると考えられる。本実験では図2の組織から粒度分布の大きいP20Aが平均粒径としては小さいにもかかわらず、微小き裂が大きくなっている。

以上のことから、焼結材料では破壊じん性値と同様に、微小き裂の大きさと材料因子としての粒径、粒度分布および粒界強度などとの関係を明確にする必要があることがわかる。

4.3 加工表面を起点とする破壊

図8に示す破面観察のようにいわゆるミラーといわれる平滑な円形の領域が半円となり、その中心が加工表面の場合で、かつ、明らかな欠陥が観察されなかった場合、加工表面の何らかの要因を起点とする破壊と考えられる。詳細な高倍率観察でも破壊発生位置および欠陥の大きさを確定できなかった。

図9はビッカース圧子押込みにより残留応力が非常に小さいと推定されるとき試料について、破壊じん性値および破断応力から加工表面でのき裂の大きさを各材料について算出した結果、および、図7の局所的な微小き裂の大きさの平均的分布を合わせ示している。同図から、加工時の残留応力は除去されていると考えられる場合の試料表面からのき裂の大きさが、微小き

Fig.9 Calculated surface crack length based on fracture mechanics for various materials

裂とはほぼ同じであることがわかる。このことから、ラッピングによる表面除去により加工による表面き裂が無くなっていると考えられるならば、試料表面極近傍を起点とする破壊も試料が全破断する以前に粒界や界面などで局所的な破壊を生じるといえる。従って、強度評価においては内部欠陥と同様に加工表面を起点とする破壊でも微小き裂を考える必要があることがわかる。なお、K10A、P20Aについては表面からのき裂が若干大きいことから、表面き裂が残留しているあるいは表面での局所的な破壊が単一ではなくき裂間での干渉を生じているとも考えられる。

5. 結 言

焼結硬ぜい材料の強度信頼性向上を目的として、内部欠陥からの局所的な微小き裂の発生および大きさを検討するとともに、加工表面を起点とする破壊についても微小き裂発生の可能性を検討し、限られた材料内であるが、次のことがわかった。

- (1) 曲げ試験後の破面上に観察された欠陥の大きさから求められる応力拡大係数は材料の破壊じん性値より小さい。
- (2) 曲げ試験時にA/E信号を検出した結果材料の破断以前に信号が検出され、この時の荷重から求められる応力拡大係数は粒界での破壊じん性値とはほぼ一致することが推定された。
- (3) 以上のことから、焼結成形される材料で局所的

に強度の低い粒界・界面を含む場合には試料が全破断する以前に欠陥から局所的な破壊、すなわち微小き裂を生じると考えられる。

- (4) 微小き裂の大きさは材料によって異なり、この微小き裂の大きさを小さくしない限り材料内の先在的な欠陥を小さくしても強度は上昇しないことがわかった。
- (5) 試料表面を起点とする破壊も試料が全破断する以前に微小な欠陥から局所的な破壊を生じると考えられ、加工表面を起点とする破壊でも表面欠陥の大きさの評価には微小き裂を考慮する必要があることがわかった。

終わりに、本研究の一部は姫路工業大学在籍中に行ったものであることを記す。

参 考 文 献

- 1) 田中啓介:セラミックスのX線残留応力測定,機械の研究,40,2(1988)265.
- 2) 例えば,山中一司:超音波顕微鏡とその材料評価への応用,材料,35,399(1986)1341.
- 3) 萱場信雄,藤沢政泰:セラミックスの高エネルギー研削,昭和61年精密工学会春季大会学術講演会講演論文集,(1986)355.
- 4) 大槻悦夫,増田良道:超硬合金の限界強度に関する一考察,日本金属学会誌,47,12(1983)1068.
- 5) 木本 寛,宇佐美三郎,宮田 寛:ガラスおよび多結晶セラミックスにおける欠陥寸法と強度の関係,日本機械学会論文集,51,471(1985)2482.
- 6) T. Shibasaki and T. Sakamoto: Fracture Initiation in Transverse Rupture Test of Cutting Tool Materials, Proc. of 6th ICPE, (1987)412.
- 7) 柴坂敏郎,橋本英文:切削工具材料の押込み試験における破壊の発生挙動,精密工学会誌,55,1(1989)173.
- 8) 大槻悦夫,増田良道:WC-Co超硬合金のクラック伝播経路,日本金属学会誌,44,2(1980)117.
- 9) R. W. Rice, R. C. Pohanka and W. J. McDonough: Effect of Stresses from Thermal Expansion Anisotropy, Phase Transformations, and Second Phases on the Strength of Ceramics, J. Am. Ceram. Soc., 63,11-12(1980)703.
- 10) H. E. Exner: The Influence of Sample Preparation on Palmqvist's Method for Toughness Testing of Cemented Carbides, Trans. AIME, 245, (1969)677.