CVD 被覆超硬工具の性能に及ぼす被膜内 微細クラック間隔の影響*

片 山 昌** 橋 村 雅 之**

Effect of Micro-cracks in Layer on Performance of CVD Coating Carbide Cutting Tool

Sakae KATAYAMA and Masayuki HASHIMURA

Micro-cracks were mechanically induced in the CVD coating layers on a cemented carbide tool. With decreasing mean value of distance between cracks from 200 μm to 20 μm , tensile residual stress in the coating decreased from 0.55 GPa to 0.05 GPa, the initiation time of thermal fatigue cracks in face milling became longer, and the chipping resistance in interrupted cutting tripled. It seems that the improvement of tool performance is closely related to the relief of tensile residual stress in the coating.

Key words : CVD coated cemented carbide tool, micro-cracks in coating layer, tensile residual stress, cutting tool performance

1. 結 言

自動車部品の切削工具として CVD 被覆超硬合金工具が汎用されている。超硬合金に TiC, Al_2O_3 などのセラミックスを CVD 被覆すると、耐摩耗性は著しく向上するが耐欠損性¹⁾²⁾は逆に低下することはよく知られている。その主たる原因は、被膜と基材の熱膨張係数に差異があるために、CVD 被覆後の冷却過程において被膜に発生する引張残留応力³⁾にあるとされている。しかし、残留応力を解放するための有効な方法は見い出されていなかった。

著者ら⁴⁾⁵⁾は被膜に微細なクラックを付与すると、クラック間隔が小さくなるほど引張残留応力が減少すること、曲げ試験による抗折力が向上することを初めて見い出して報告した。

本研究は、幅 0.02 μm 、間隔 20~200 μm 、長さ 8 μm 程度の微細なクラックを付与した CVD 被覆超硬合金工具について、被膜の残留応力、フライス切削時の耐熱疲労クラック特性、断続旋削時の耐チップング特性および連続旋削時の耐摩耗性に及ぼす被膜内微細クラックの効果を調査した結果である。クラック間隔を小さくすることにより被膜の引張残留応力が解放され、その結果、工具性能が著しく向上することを新たに見出した。

2. 実 験 方 法

表 1 にスローアウェイ工具基材と被膜の化学成分および熱膨張係数を示す。被膜に引張応力を残留させるために、基材の熱膨張係数が被膜のそれよりも大きくなるように基材の化学成分を選定した。基材の熱膨張係数はレーザフラッシュ法により測定し、被膜の熱膨張係数は文献 6) を参照した。基材の化学成分の調整により被膜の熱膨張係数の方が大きくなっている。工具の形状は JIS SNMG 120408 である。

表 2 に被膜内クラックの平均間隔（以後、クラック間隔と記載する）を示す。クラックの平均間隔はダイヤモンド研磨・腐食 (HNO_3 (33 vol%), HF (1%), H_2O (66%)) した被膜表面

を光学顕微鏡（倍率 100）で撮影し、写真上のクラックを測定することにより求めた。M 系列はフライス、R 系列は断続旋削及び L 系列は連続旋削のための工具である。M 0, R 0 及び L 0 は CVD 被覆のままで、そのクラック間隔は 180~220 μm と大きい。その他の試料には、鋼球を被膜に投射することによりクラックを付与した。クラック間隔は鋼球の投射時間が長くなるに従って 10~20 μm 程度まで小さくなっている。

図 1 に代表的な被膜クラックの光学顕微鏡写真を示す。M 0 試料のクラックは CVD 被覆後の冷却過程において生じたもので、 $h=210 \mu\text{m}$ と大きい。一方、鋼球を投射した試料 M 3 のクラック間隔は 20 μm と著しく小さい。

Table 1 Chemical compositions of substrate and layer

	Chemical compositions wt%				Coefficient of linear expansion $\times 10^{-6}/^\circ\text{C}$
	WC	TiC	TaC	Co	
Substrate	86.3	2.0	3.8	6.8	6.4
Layer	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiCN}/\text{TiC} : 8 \mu\text{m}$				8.5 ⁶⁾

Table 2 Crack distance of testpieces (μm)

M 0	210	R 0	180	L 0	230
M 1	62	R 1	49	L 1	51
M 2	32	R 2	28	L 2	28
M 3	20	R 3	12	L 3	16

Fig. 1 Photographs of cracks in the surface layer of CVD coating

* 原稿受付 平成 5 年 3 月 30 日

** 正 会 員 新日本製鐵(株)技術開発本部鉄鋼研究所 (富津市新富 20-1)

Fig. 2 TEM photographs of cracks in surface layer of CVD coating

Fig. 3 SEM photograph of a crack in a cross section of layer

3. 実験結果と考察

3.1 被膜のクラック幅と長さ

図 2-1) にクラックの透過電子顕微鏡写真 (TEM) を示す。クラック幅を正確に評価するために被膜表面をダイヤモンドパウダで仕上研磨した後、腐食することなくレプリカ膜を作製した。

クラックの幅は $0.1 \mu\text{m}$ 以下ではほぼ一定している。写真に見られる直径 $0.1 \sim 0.6 \mu\text{m}$ 程度の多数の円形模様は Al_2O_3 被膜の下地である TiCN 被膜の一部が現出したものと思われる。クラック幅を正確に測定するためにさらに高倍率の TEM 写真を図 2-2) に示した。クラック幅を矢印で示す。クラック幅は $0.015 \sim 0.04 \mu\text{m}$ であった。クラックの幅は基材と被膜の熱膨張係数の差が大きくなると大きくなることが報告⁵⁾ されている。本試験片の熱膨張係数から判断して $0.015 \sim 0.04 \mu\text{m}$ は妥当な値である。

図 3 に Al_2O_3 -TiCN-TiC からなる 3 層被膜の断面に見られるクラックの SEM 写真を示す。クラックは被膜の表面からほぼ垂直に基材との境界まで伝播して停留している。基材の内部、及び被膜と基材との境界部への伝播は認められない。クラックの長さはほぼ被膜の厚み ($8 \mu\text{m}$) に等しい。

3.2 残留応力の解放

残留応力は X 線回折法 ($2\theta - \sin^2\psi$ 法) により測定した。図 4 に被膜の引張残留応力 σ とクラック間隔の逆数 $1/h$ との関係を示す。残留応力とクラック間隔の逆数との間には直線関係が認められる。クラック間隔が $200 \mu\text{m}$ 程度からは $20 \mu\text{m}$ になると、引張残留応力は 0.5 GPa から 0.05 GPa まで低減している。クラックを付与しても引張残留応力は緩和されるが圧縮応力にはなっていない。

Fig. 4 Relationships between residual stress in coated layers and crack distance

Fig. 5 Schematic diagram of stress relief in ceramic coating layer

Fig. 6 Relations between $\Delta\sigma_R$ and crack size

被膜の引張残留応力に及ぼすクラック間隔の効果について以下に検討する。まず、被膜と基材との熱膨張係数の差に起因して発生する被膜内部の残留ひずみが弾性ひずみであると仮定する。図 5 に示すように被膜に幅 Δh のクラックを付与すると弾性ひずみが $\Delta h/h$ だけ開放されるはずである。弾性変形域ではフックの法則が適用できるので、引張残留応力の減少量 $\Delta\sigma_R$ は次式により与えられる。

$$\Delta\sigma_R = \frac{\Delta h}{h} \cdot E \quad (1)$$

Δh : クラック幅

h : クラック間隔

E : 被膜のヤング率

ここで、式 (1) にクラック幅 $\Delta h = 0.01 \sim 0.03 \mu\text{m}$ 、及びヤング率 $E = 44\,100 \text{ kgf/mm}^2$ (TiC), $42\,000 \text{ kgf/mm}^2$ (Al_2O_3) を代入して $\Delta\sigma_R$ を求め、 $\Delta\sigma_R$ と $1/h$ との関係を図 6 に実線で示した。

一方、残留応力の実測値について検討する。残留応力の減少

Fig. 7 Effect of crack distance on thermal fatigue crack

Fig. 8 Thermal fatigue crack on rake face with prior cracks induced by mechanical method

量 $\Delta\sigma_R$ はクラックを付与していない被膜の残留応力 σ_0 とクラックを付与した被膜の残留応力の実測値 σ から次式により求められる。

$$\Delta\sigma_R = \sigma_0 - \sigma$$

ここで、 σ_0 は図4の $1/h \rightarrow 0$ の時の σ 値とする。 $\Delta\sigma_R$ 値を算出し、図6にプロットした。 $\Delta h = 0.02 \mu\text{m}$ の場合の計算値（実線）とほぼ一致している。以上から、クラックが引張残留応力を緩和する主たる原因は、クラックが被膜の弾性ひずみを解放するためであることがわかる。

3.3 フライス切削

図7に逃げ面上の熱疲労クラック長さや切削サイクル数（工具と被削材との接触回数）との関係を示す。

直径 100 mm のカッタに 1 個のスローアウェイ工具を取り付けて正面フライス切削した。被削材として自動車部品として使用頻度の高い機械構造用炭素鋼 S 45 C（焼準：HV 190）を選定した。その寸法は幅 33 mm、長さ 120 mm である。切削条件は、 $V = 156 \text{ m/min}$ 、 $f = 0.1 \text{ mm/rev}$ 、 $d = 3.0 \text{ mm}$ である。すくい面には被削材が凝着していたので逃げ面上から観察される熱疲労クラックの長さを 240 サイクルごとに測定した。

熱疲労クラックが発生するまでの切削サイクル数はクラック間隔が小さくなるほど大きくなっている。いったんクラックが発生した後の伝播速度はクラック間隔とは関係ないようである。

図8に熱クラックと機械的に付与したクラックの SEM 写真を示す。熱疲労クラックは機械的に付与した先在クラックとは無関係に伝播している。

フライス切削の場合、切削時に加熱された工具が空切削時に冷却する。その際、工具表面は加熱時に圧縮応力、冷却時に引

Fig. 9 SEM photograph of wear part of R0 tool

Fig. 10 Chipping resistance of R series testpieces

: Number of collision of inserts against the slot edge of a workpiece

張応力となり、応力振幅を受けて熱疲労クラックが発生するとされている⁷⁾。ここで、熱疲労クラックが被膜の表面から発生すると考える。この場合には被膜に先在するクラックの間隔を小さくしておけば、冷熱を繰り返す際に発生する引張残留応力は小さくなるはずである。その結果、熱疲労クラックの発生が遅くなったと思われる。

3.4 断続旋削

機械構造用炭素鋼のうちで、炭素含有量が高く硬さの大きい、すなわち工具の耐欠損性を評価しやすい S 55 C（焼準状態）を被削材として選定した。軸方向と平行に 5 本の溝を等間隔に付した直径 80 mm の丸棒である。溝の寸法は、幅 10 mm、深さ 15 mm である。切削条件は、 $V = 200 \text{ m/min}$ 、 $f = 0.25 \text{ mm/rev}$ 、 $d = 2.0 \text{ mm}$ である。

図9に R0 工具損傷部断面の SEM 写真を示す。断続切削時間が長くなり、工具と溝との衝突回数が増えるに従って破損は切れ刃部から X 方向と Y 方向へ進行していた。被膜のあるすくい面が順次に微細破壊することにより破損が進行しているようである。破壊は X 方向へ進行すると同時に Y へも進行している。測定のしやすさから工具逃げ面の破損幅を測定し、その幅が 300 μm になるまでの工具と被削材の溝との衝突回数をもって耐欠損性を評価した。

図10に R0～R3 工具の耐欠損性を繰り返し 9 回測定した結果を示す。クラック間隔が小さくなるほど耐欠損性の平均値 ($F(t) = 0.5$) は向上しており、クラック間隔が 180 μm から 12 μm になると、耐欠損性の平均値は 3.5 倍となっている。被覆したすくい面が順次に微細破壊する際に、被膜の引張残留応力が大きければ破壊の進行が早く、緩和されると破壊の進行が遅滞することは充分考えられる。

3.5 連続旋削

Fig. 11 Tool wear curves

工具の耐摩耗性は連続的に長手旋削した時の逃げ面摩耗幅 VB により評価した。機械構造用炭素鋼 S 45 C と化学成分がほぼ同等の焼準した S 48 C (HV 200) を被削材とした。直径 80 mm, 長さ 500 mm の丸棒である。

図 11 に L0～L3 工具の工具摩耗曲線を示す。クラックを付与してもフランク摩耗幅 VB は変化していない。図 3 に示したようにクラックは被膜表面から垂直方向に伝播して基材との界面で停留していた。被膜の剝離につながる界面に沿った伝播が見られないことが耐摩耗性を低下させない一つの原因と考えられる。また、クラックの幅はわずかに 0.02 μm 程度と著しく小さく、被膜の表面の凹凸と比較して十分に小さいことも原因の一つと思われる。

4. 結 論

CVD 被覆超硬合金工具の被膜に微細なクラックを付与する

ことにより、被膜の引張残留応力が解放され、工具性能が著しく向上することを新しく見出した。

- (1) 被膜の引張残留応力とクラック間隔の逆数との間には直線関係が認められる。
- (2) クラック間隔が 200 μm 程度からほぼ 20 μm になると、引張残留応力は 0.5 GPa から 0.05 GPa まで低減する。その主たる原因は、クラックが被膜の弾性ひずみを解放するためである。
- (3) フライス切削時の熱疲労クラックの発生はクラック間隔が小さくなると抑制される。
- (4) 断続旋削時の耐チッピング特性はクラック間隔が小さくなると向上する。
- (5) 連続旋削時の耐摩耗性はクラック間隔を小さくしても低下しない。

参 考 文 献

- 1) K. G. Stjernberg : Fracture Toughness of TiC-coated Cemented Carbides, Metal Sci., May (1980) 189.
- 2) 鈴木 寿, 林 宏爾 : 化学蒸着法による被覆 WC-Co 超硬合金の強度低下, 粉体および粉末冶金, 28, 7 (1981) 257.
- 3) 山本 勉, 伊藤 亨, 蒲地一嘉 : CVD 法及び PVD 法によって TiN を被覆した超硬合金の被覆層と母合金の応力関係, 日本金属学会誌, 50, (1986) 320.
- 4) S. Katayama, M. Hashimura, T. Tanaka and H. Imamura : Effect of Microcracks in CVD-coated Layer on Transverse Rupture Strength and Chipping Resistance, Ann. CIRP, 40, 1, (1991) 57.
- 5) S. Katayama and M. Hashimura : Materials Issues in Machining, TMS and ASM, (1992) 19.
- 6) 鈴木 壽 : 超硬合金と焼結硬質材料, 丸善, (1986) 206.
- 7) 機械技術振興協会 : 切削加工データ集 30/4 A/00-07.

科技庁無機材質研究所, き裂診断型知能材料開発

科学技術庁無機材質研究所(所長・藤木良規氏)は, 自己複合化窒化けい素セラミックスの信頼性を鋳鉄並みのワイブル係数 50 程度に向上, き裂診断型インテリジェント材料として実用化にめどをつけた。

同セラミックスは構造用材料として期待されており, 微細結晶中に分散した大型結晶が疲労によるき裂の進行を妨げ, 材料の破断強度を大幅に改善する。無機材研では材料の評価手法を開発して活用することで原料の粒度分布や焼結条件を最適化, 材料特性のばらつきを 2.3% 程度に抑えることに成功した。

ところで, 自己複合型セラミックスは, セラミックスを焼結する際に微粒子内に大きな粒径の針状微粒子を分散・成長させ, これが材料の疲労に伴って成長する微細なき裂の進行を阻止する仕組みの新素材である。

樹脂と針状結晶を分散させた複合材料と同じ機構だが, 異種材料を複合化すると異なる, 同一材料なので製造が一工程で済むほか, 材料間のなじみがよいなどが長所である。

無機材研の三友護総合研究官らは, 構造用セラミックスとして注目されている窒化けい素に着目, 原料分中に粒径が異なる 2 種の結晶を混合させ加圧した窒素雰囲気中で焼結すると, 大型結晶

が焼結に伴い針状結晶に成長して粒状結晶中に分散した自己複合化セラミックスになることを確かめた。

これを基に, 構造材料に必要な信頼性向上に取り組んできた。とくに製造条件による品質のばらつきがセラミックスでは問題となっていることから, 焼結条件などと強度やじん性の関係を重点的に研究した。

具体的には, コンピュータを活用した三次元的な構造解析技術を開発, 不均一な構造材料の強度と破壊じん性の評価を可能にした。製造条件との比較・検討を行った結果, 焼結条件として温度が 1900～2000℃, 窒素加圧 10～50 気圧が適していることを突き止めた。また原料組成では粒径 0.5 μm の微粒子を母材に, 粒径 1～1.5 μm の大型粒子を 5% 以下の比率で加えると, 焼結性が低下せず針状結晶の成長も円滑であることが分かった。

材料の信頼性はワイブル係数で示されるが, 研究当初は 15～20 程度(±10～15% のばらつき)だったのが, 焼結条件と原料組成を制御することで 50 まで向上した。これは自動車エンジンなどに使われている鋳物材料の鋳鉄並みの信頼性である。精密機械や化学プラントなどへの使用を可能にする成果である。

(服部 敏夫)