研 究

超硬合金摺動面の微細き裂発生機構

松田 健次^{☆1}, 今里 州一^{☆2}, 徳本 啓^{☆2}, 兼田 楨宏^{☆1}^{☆1}九州工業大学工学部機械知能工学科, 〒804-8550 北九州市戸畑区仙水町 1-1.^{☆2}日本タングステン(株), 〒841-0203 佐賀県三養基郡基山町大字園部 3173-2.

Study on Occurrence of Shallow Cracks on Rubbing Surface of Cemented Carbide

Kenji Matsuda^{☆1}, Shuichi Imasato^{☆2}, Kei Tokumoto^{☆2} and Motohiro Kaneta^{☆1}^{☆1}Dept. Mechanical and Control Eng., Fac. Eng., Kyushu Institute of Technology, 1-1 Sensui-cho, Tobata, Kitakyushu 804-8550.^{☆2}Nippon Tungsten Co., Ltd., 3173-2 Sonobe, Kiyama-cho, Miyaki-gun, Saga 841-0203.

Received December 25, 2000

SYNOPSIS

A possible mechanism for the occurrence of numerous shallow cracks, which were observed on the rubbing surface of cemented carbide, was studied. The experiments were conducted using an apparatus simulated mechanical face seal composed of two kinds of ceramics rings and cemented carbide ring, with distilled water as the liquid to be sealed. The variations of rubbing surfaces of cemented carbide were examined in detail by using the Vickers indentations. Although the crack spacing gradually decreased with increasing the number of cracks, new crack was hardly formed between the precracks if the crack spacing fell below a critical value. If the Vickers indentation tests were conducted on the rubbing surface where the crack spacing was larger than the critical value, indentation cracks with almost the same length as the neighboring precracks could be formed. It was also found that the surface near the crack piled up in both cases where the crack was caused by rubbing test and by the Vickers indentation test. These results suggested that the cracking occurred by the tensile residual surface stress. A method to predict the magnitude of the tensile residual stress by measuring the surface profile was also proposed.

KEY WORDS

cemented carbide, surface cracking, indentation crack, residual stress, friction

1 緒 言

強靱さと耐摩耗性を合わせ持つ超硬合金は、各種機械の機能・性能・信頼性を支える代表的なトライボ材料としての地位を確保しつつある。しかし、超硬合金は超硬合金を含む他の硬質材料としゅう動させると、通常、超硬合金表面に多数の微細き裂がしゅう動方向と直角方向に発生する欠点を持っている。超硬合金がトライボ材料として真に機能するためには、そのき裂発生機構の解明と発生防止方法の確立が必要不可欠である。

従来、このようなき裂の発生は熱応力によると説明されてきた^{1,2)}が、著者ら³⁻⁵⁾のこれまでの研究によって、熱応力を主要因とする説では必ずしも実験事実を説明することができないこと、また高い接線力を伴った接触荷重の機械的作用がき裂発生に不可欠であることが明らかにされた。ただし、この理論の正否を判定する鍵となるしゅう動面の接触状態やき裂の発生機構については必ずしも明確にされていない。

そこで本研究では、微小ビッカース圧痕を利用して超硬合金表面の変化を詳細に観察することにより、き裂発生機構の検討を行った。

2 実験方法

実験には、Fig.1に示すメカニカルシール実験装置³⁾を用いた。Fig.2に試験片形状を示す。固定側試験片には平均粒子径約0.6 μ mの超硬合金を、回転側試験片には窒化ケイ素およびアルミナを用いた。Table 1に各材料の熱・機械的特性を示す。固定側試験片はゴムリングを介して液槽底部中央に取り付けられ、回転側試験片は、回転軸の上端部にゴムシートを介して取り付けられている。しゅう動面押し付け荷重は、固定側試験片取り付け主軸上部におもりをのせることによって設定し、しゅう動トルクは液槽から突出したカンチレバーで液槽の回転を止める力を小型ロードセルで検出することによって求めた。また、超硬合金試験片には側面より熱電対挿入用の

穴(直径0.6mm)を開け、しゅう動部中央表面下1mmの温度を測定した。実験は、密封液として蒸留水を用い、室温のものと回転数6000rpm(加速時間5秒)で実施した。

Fig.3に、実験条件を示す。まず窒化ケイ素を相手材としてしゅう動試験を行い、き裂が発生するまで段階的に荷重を増加させた。き裂発生後、超硬合金表面の付着物を除去する程度に再研磨し、観察される任意のき裂近傍にビッカース圧痕を付与した。その後、アルミナを相手材としてしゅう動実験を行いき裂発生状況を調べるとともに、CCDカメラ付きの3次元形状測定器を用いて、同一き裂のしゅう動による表面形状

変化を圧痕を目印にして調べた。さらに任意の場所にビッカース圧痕を付与し、圧痕き裂の発生状況を調べた。なお、一回の実験でのしゅう動時間は5分を基準としたが、著しい振動が発生した場合にはその時点で実験を終了した。

3 実験結果

3.1 摩擦トルクおよびしゅう動面温度の変化

Fig.4に、実験B5における摩擦トルク・温度の経時変化を示す。実験開始後約110秒経過後にトルクは急激に増加して、その値は0.7Nm程度にまで達している。また、それと同時にしゅう動面下温度(図中Temp.A)も急増して100℃を超えていることが分かる。実験A3では、実験開始後約130秒経過後、

Fig.1 Schematic diagram of experimental apparatus.

Fig.2 Shape and dimension of specimens.

Fig.3 Experimental conditions.

Fig.4 Chart traces of the friction torque, temperature and rotational speed in test B5.

Table 1 Thermo-mechanical properties of specimens.

Specimen	Composition (Binder content [wt%])	Apparent density ρ [kg/m ³]	Hardness HV	Bending strength σ_b [GPa]	Elastic modulus E [GPa]	Poisson's ratio ν	Thermal expansion coefficient α [K ⁻¹]	Thermal conductivity k [W/m ² K]	Specific heat C _p [J/kg ² K]
WC	WC-Co (15)	13.9×10 ³	1550	3.1	540	0.24	6.0×10 ⁻⁶	67	210
Si ₃ N ₄		3.3×10 ³	1660	1.1	314		3.6×10 ⁻⁶	25.1	712
Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃ : 99%	3.92×10 ³	1480 ~1500	0.410 ~0.438	342	0.27	6.49×10 ⁻⁶	27.9	916

また実験 A4 では、実験開始直後から Fig.4 の後半と同様な高トルク (最大 0.6 Nm 程度) と振動が発生したため、A3 ではしゅう動時間約 150 秒で、また A4 は約 40 秒で実験を終了した。実験 B6 は実験 B5 と同じしゅう動面押し付け荷重であるが、実験開始直後から測定可能トルク (0.8 Nm) を超える摩擦トルクが発生したため、約 90 秒経過後実験を終了した。

その他の実験条件においては、一瞬トルクが上昇した場合 (A1, B2) や実験開始直後の 20 秒間程度のみ高トルクの状態が継続した場合 (B1) があったが、全体的には Fig.4 の前半にみられるような、0.02 Nm 以下の低トルクで安定した状態が設定時間の 5 分経過するまで続いた。

3.2 き裂の発生状況

実験 A3 終了後のしゅう動面には半径方向に伝ばしたき裂が 1 本観察され、A4 終了後にはき裂は 10 本程度に増加した。この状態では、き裂は 1 本または数本ずつのかたまりとなって離散的に存在していた。

アルミナを相手材に変えた後、実験 B2, B5, B6 の終了後にしゅう動面を観察したところ、いずれの場合もき裂の数が増加していることが確認された。Fig.5 に、実験 B2 および B5 終了後のしゅう動面の例を示す。Fig.5 (a) には薄いしゅう動痕が観察されるが、Fig.5 (b) ではその部分の色がさらに濃くなり新たなき裂が 3 本半径方向に伝ばしている。また、Fig.6 に、実験 B6 による超硬合金しゅう動面の変化例を示す。き裂は Fig.5 と同様に、主にしゅう動こん内に存在し、半径方向に伝ばしている。また、既に存在するき裂の間に新たなき裂が発生し、その数が増加していることが分かる。ただし、新たなき裂は

き裂間隔がある程度広いところのみ発生し、Fig.6 (b-2) に示すように、き裂間隔が比較的狭い (250 μ m 程度) ところには発

Fig.5 Comparison of the rubbing surface: (a) after test B2, (b) after test B5.

Fig.6 Comparison of the rubbing surface: (a) after test B5, (b) after test B6.

生していない。なお、隣接したき裂の長さはほぼ等しく、その長さがしゅう動痕幅と同程度にまで達しているものが多い観察された。

Fig.7は、実験B5およびB6終了後のしゅう動面を円周方向に15度間隔(全24視野)で写真撮影を行い、各視野で観察されたき裂本数の変化を示したものである。各視野の大きさは、円周方向に2.86mm、半径方向に1.90mmであり、24視野で円周方向のほぼ全域をカバーしている。実験B5の終了後では、き裂の発生本数は観察場所によってかなり異なっているが、実験B6後ではいずれの視野においても9本前後のき裂が発生していた。

なお、実験B6終了後に試験片を切断してき裂断面を観察したところ、ほとんどの場合き裂は表面にはほぼ垂直に進展しており、深さが50~100 μ m程度に達しているものが多い観察された。ただし、100 μ m程度を超える深いき裂では、き裂が進展するにしたがい、次第に表面に平行な方向に向きを変えているものも認められた。

3.3 ビッカース圧痕き裂の観察

実験B5の終了後、周囲にき裂が存在していないしゅう動痕上に荷重0.98Nでビッカース圧痕を付与したところ、Fig.8に示すように半径方向に圧痕き裂が発生し、その長さはしゅう動痕幅と同程度となった。Fig.9に実験B6終了後のしゅう動面の、圧痕付与による変化の例を示す。圧痕付与前にこの視

Fig.7 Distribution of the number of cracks observed in the unit area (2.86×1.90 mm).

Fig.8 Indentation crack (indentation load $P=0.98$ N, after test B5).

野内に存在するき裂は7本(分岐き裂は除く)であり、実験B6終了後のしゅう動面に観察される平均き裂本数(9本)より少ない。き裂間隔が広い(600 μ m程度)ところのほぼ中間に荷重9.8Nでビッカース圧痕を付与した場合には、圧痕がしゅう動幅のほぼ中央(圧痕A)あるいはしゅう動幅の端近傍(圧痕B)にあっても、両隣りのき裂と同程度の長いき裂が半径方向に発生した。一方、写真右部のき裂間隔が500 μ m程度のところのほぼ中間にビッカース圧痕(圧痕C:荷重9.8N)を付与したところ、両隣りのしゅう動き裂より若干短いき裂(長さ900 μ m程度)が発生した。さらに、この圧痕としゅう動き裂の間に同じ荷重でビッカース圧痕を付与したが、圧痕き裂の発生は認められなかった。なお、荷重9.8Nで圧痕を付与する前に、0.49Nおよび0.98Nで圧痕を円周方向に50 μ m間隔で付与したが、いずれの圧痕からもき裂の発生は認められなかった。

しゅう動き裂の間隔が狭い(250 μ m以下)ところに圧痕を付与した場合には、荷重が9.8Nにあってもほとんどの場合圧痕き裂は発生せず、き裂が発生しても10 μ m程度の短いものであった。非しゅう動部に圧痕を付与した場合には、0.49N、0.98N、9.8Nのいずれの荷重においても、上記のような圧痕き裂は発生しなかった。

3.4 き裂の表面形状

Fig.10に、実験B5で新たに発生したき裂の断面形状を、またFig.11にFig.8に示した圧痕き裂の断面形状を示す。き裂が発生した部分は、しゅう動き裂でも圧痕き裂でも周囲よりも隆起していることがわかった。

Fig.9 Variation of rubbing surface by the Vickers indentation test: (a) after test B6, (b) after the Vickers indentation test.

Fig.10 Surface profile of cracking surface after test B5.

Fig.11 Surface profile corresponding to the indentation crack shown in Fig.8.

なお、実験A4で発生したき裂の表面再研磨後の表面形状と、実験B2後の表面形状を比較したが、顕著な違いは認められなかった。

4 考 察

圧痕き裂の結果は、しゅう動部には円周方向に強い引張残留応力が存在し、これがき裂発生に寄与した可能性が高いことを示唆している。ただし、ある程度以下にき裂間隔が狭まった場合には、その間にはしゅう動き裂も圧痕き裂も発生し難くなった。すなわち、き裂が発生するとその近傍の引張応力は緩和され、低下するために、ある程度以下に間隔が狭まると新たなき裂は発生し難くなる。そのため、しゅう動試験を繰り返すごとにき裂間隔は低下していくものの、最終的にはほぼ一定の間隔に落ち着くものと考えられる。Fig.7に示したように、実験B6終了後には1視野当たり9本のき裂が観察される場合が最も多くなったが、これから求めた平均き裂間隔は $320\mu\text{m}$ 程度となる。き裂間隔が $250\mu\text{m}$ 程度以下のところでは新たなき裂が発生しなかったことをあわせて考慮すると、実験B6によってしゅう動面の全周にき裂がほぼ限界に達するまで密に発生し、そのために各視野ではほぼ一定の本数の

き裂が観察されたものと考えられる。

さらに、き裂間隔が比較的広いところにビッカース圧痕を付与すると、たとえ圧痕がしゅう動幅の端近傍にあっても周囲のき裂と同程度の長さのき裂が発生するという事実は、何らかのき裂発生起点が存在すると、き裂は引張残留応力が存在する範囲に一挙に進展してしまう可能性が高いことを示唆している。すなわち、この結果から、隣接するき裂の長さはほぼ同じであること、また、松井⁶⁾が報告しているように、すでに発生しているき裂はその後のしゅう動によってほとんど伝ばしない理由が理解できる。ただし、しゅう動痕はみかけの接触面に一様に形成されるのではなく、特に実験の初期の段階では、明確なしゅう動痕が認められない場所や、みかけの接触面幅よりかなり狭い場所などが存在した。すでにき裂の発生しているしゅう動痕の幅が再しゅう動によって増加した場合には、き裂が大きく伝ばすることも確認された。なお、Fig.5(a)にみられるき裂は、実験B1またはB2で新たに発生したものであるが、Fig.5(b)のしゅう動痕幅よりき裂がかなり長いのは、実験A4によってこのき裂の範囲まで残留応力が蓄積され、実験B1またはB2中に生じた短時間の直接接触が引き金となって一挙にき裂が伝ばしたのではないかと考えられる。

また、既に存在しているき裂の断面形状はしゅう動によっても大きく変わらないこと、圧痕き裂は周囲より隆起していることから判断して、き裂部の隆起は引張残留応力下でき裂が発生したことにより生じた可能性が高いと考えられる。そこで、前報^{4,5)}の解析法を利用して、残留応力がき裂部の表面形状に与える影響について検討を行った。Fig.12に解析モデルを示す。き裂は、前報で使用した有限要素解析領域の表面中央に垂直に作成した。最小要素の一辺はき裂長さ c の1/5であり、解析領域の寸法は、幅方向に $290c$ 、深さ方向に $120c$ とした。Fig.13は、き裂発生前に与えた残留応力分布であり、仮定の熱ひずみを与えることによって、A、Bの2つの場合を仮定した。Aは、一様な引張残留応力が存在する場合、Bは表面からき裂先端に向かって直線的に応力が減少する場合である。Fig.14に、Fig.13に示した残留応力下でき裂が発生したことによるき裂近傍の表面形状の変化を示す。A、Bともにき裂部は隆起することが分かる。Bの場合の隆起高さはAより低いものの、その差は2割程度である。

ここで、Fig.11のき裂部の隆起高さは $0.2\mu\text{m}$ 程度であるが、き裂深さを $100\mu\text{m}$ と仮定し、またヤング率を $E=540\text{GPa}$ とし

Fig.12 Analytical model.

Fig.13 Residual stress distributions assumed in the analysis.

Fig.14 Predicted surface profile of cracking surface.

て、き裂発生前の残留応力を Fig.13 の A から逆算して推定すると、 $\sigma_{max}=700\text{MPa}$ 程度となる。松井ら⁶⁾は、X線回折によって超硬合金しゅう動面の残留応力を測定し、き裂部にはしゅう動方向に 200MPa 程度の引張残留応力が存在することを明らかにしている。材料や実験条件が異なるため単純に比較できないかもしれないが、き裂発生によりき裂近傍の引張応力が緩和され減少することを考慮すると、松井らの実験においてもき裂発生前には 200MPa よりかなり大きい引張残留応力が存在していた可能性が高いといえる。この結果は、き裂部の隆起現象を利用すれば、しゅう動き裂や圧痕き裂から残留応力を推定できる可能のあることを示唆している。

なお、本実験の過程において、しゅう動前に付与していた圧痕が、しゅう動後にもあまり変化していない場合や、消え

て確認できなくなる場合があった。圧痕が消えた周辺には強いしゅう動痕が認められ、また新たなき裂もそのような場所に発生する傾向が強かった。すなわち、局部的に極めて強い接触が生じていると考えられ、それがしゅう動トルクの増大ならびにき裂発生に深く関与しているものと考えられる。

5 結 論

- (1) 超硬合金しゅう動面に観察されるき裂は、一度に多数発生するのではなく、最初に発生したき裂の間に新しいき裂が発生し、徐々にその間隔は狭くなる。
- (2) しゅう動部には強い引張残留応力が存在し、何らかのき裂発生起点が存在すると、き裂は引張残留応力が存在する範囲に一挙に進展する可能性が高い。
- (3) き裂が発生すると、き裂近傍の引張応力は緩和されるため、き裂間隔がある一定の値より狭まると新たなき裂は発生し難くなる。
- (4) き裂発生部は周囲より隆起しているが、この隆起は引張残留応力下でき裂が発生したことにより生じた可能性が高い。

謝 辞

最後に、本研究に協力された平成10年度卒論生中尾圭二郎君に感謝する。

文 献

- 1) E.Mayer: Mechanical Seals, Burgmann, (1977)128.
- 2) F.E.Kennedy and S.A.Karpe: "Thermocracking of a Mechanical Face Seal", Wear, 79(1982)21-36.
- 3) 松井伸悟, 藤井謙太郎, 松田健次, 兼田楨宏: "メカニカルシール超硬合金しゅう動リングのき裂発生機構(第1報, き裂発生に及ぼす諸因子の影響)", 日本機械学会論文集(C編), 61(1995)3672-3677.
- 4) 松田健次, 松井伸悟, 久我栄誉, 兼田楨宏: "メカニカルシール超硬合金しゅう動リングのき裂発生機構(第2報, 理論的考察)", 日本機械学会論文集(C編), 61(1995)3678-3684.
- 5) 松田健次, 縄本大綱, 兼田楨宏, 今里州一, 徳本啓: "メカニカルシール超硬合金しゅう動リングのき裂発生機構(第3報, 熱弾塑性解析による諸因子の評価)", 日本機械学会論文集(C編), 65(1999)1193-1200.
- 6) 松井伸悟, 内堀善吉, 兼田楨宏: "メカニカルシールにおける超硬合金しゅう動リングのき裂発生に及ぼす残留応力の影響", 日本機械学会論文集(C編), 59(1993)3481-3487.