

## 湿式プロセスにより作製したアルミナ工具の耐チップング性

生田明彦\*, 深谷保博\*\*, 京極秀樹\*, 鈴木裕之\*\*\*

### Properties of Chipping in Alumina Tools Made Using Wet-shaping Process

Akihiko IKUTA\*, Yasuhiro FUKAYA\*\*, Hideki KYOGOKU\* and Hiroyuki SUZUKI\*\*\*

#### synopsis

The wet-shaping process had been used the slurry that dispersed the powder in the solvent. In this study, for the multipurpose utilizations of the wet-shaping process, the alumina cutting tool was adopted as an example of application. For the reason, the investigation of sintering conditions and the cutting test of produced tool ware carried out. And, it was examined whether the wet-shaping process was effective to produce for the alumina cutting tool as the chipping resistance. From the results, the characteristic of sintered alumina were kept high performance balance, because there were shown to the relative density of 99%, the hardness of Hv1937, the fracture toughness of  $3\sim4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ , the 4-point bending strength of 711MPa and the grain size of  $2\mu\text{m}$  in each sintering condition. In addition, from the results of cutting test, the large-scale chipping was not occurred to the cutting face in low cutting speed. Therefore, the produced tool by the wet-shaping process was effective for the chipping in cutting.

keywords: Molding Methods, Ceramics, Slurry, Cutting Tool, Tool Failure

#### 1. 緒 言

鋳込成形はセラミックス作製において従来からある成形法の一つである。さらに、鋳込成形の問題である長時間の着肉を解消する加圧鋳込成形法もある。加圧鋳込成形法は、着肉を短時間とするだけでなく、溶質となる粉末を溶媒の水に分散させたスラリーを加圧成形するため、成形時にはスラリーの流動性により粉末粒子がよく充填される

ことにより、高い成形性を有する。このような特徴を持つ加圧鋳込成形法について、これまでもその特性を明らかにした報告例<sup>(1)~(6)</sup>等が比較的多数あるが、優れた特徴に比して、利用拡大に至っていないのが実情である。これは従来、実際の使用を想定した具体的事例への適応性について検討を行うことや、加圧鋳込成形法の特徴を生かした新たな展開を試みるのが少なかったためと思われる。

---

\*近畿大学工学部機械工学科

\*\*カワソーテックス株式会社

\*\*\*広島大学大学院研究科

---

\*Department of Mechanical Engineering,  
Faculty of Engineering, Kinki University

\*\*Kawaso Texcel Co., Ltd

\*\*\*Graduate School of Engineering,  
Hiroshima University

これらから、加圧鋳込成形法のように、粉末を溶媒に分散させたスラリーを用いた湿式プロセスによる成形法について、多目的な利用を図るためには、新たな視点で様々なアプローチを試みる必要があると思われる。そこで、本研究ではこれらの一環として、比較的緻密な成形体を容易に得やすい湿式プロセスが適用可能な対象として、まず切削工具に注目した。その中で、セラミック切削工具として最も一般的なアルミナについて、従来から問題になることが多い、耐チッピング性能改善を目標とした。そのため、切削工具を意識した焼結条件の調査を行い、実際にアルミナ切削工具の試作を行って、湿式プロセスによる耐チッピング性能の改善とその適応性について検討を行った。

## 2. 供試材料および実験方法

### 2.1 供試材料

一般に、工具用アルミナには高純度材料が用いられる。一方、湿式プロセスには、粉末粒子の充填性の面から微粉末材料が適する。そこで、本実験に用いたアルミナは、大明化学工業(株)製の超微粉末高純度アルミナ TM-DAR (以下、微粉末アルミナ)を用いた。また、比較材料として、昭和電工(株)製の高純度アルミナ UA-5105 および昭和電工(株)製の易焼結アルミナ Al-160SG-4 を用いた。表1にこれら粉末の特性および化学組成を示す。

### 2.2 スラリー調整方法

スラリーの調整は湿式ボールミリングにて行い、容量  $4 \times 10^{-4} \text{m}^3$  のアルミナ製ポットおよび直径 10mm のボールを 200g 用い、重量比 70% の粉末を 90rpm にて 1.8ks 回転させた。次に、溶媒として重量比 30% の蒸留水および分散剤として重量比 0.6% のポリカルボン酸アンモニウム塩(東亜合成化学製 アロン A-6114)を加え、60rpm にて 79.2ks 回転させた。さらに、結合剤として重量比 0.1% のアクリルポリマ(中央理化学工業製 リカボンド SA-204)を加え、90rpm にて 86.4ks 回転させ、スラリーを得た。

### 2.3 成形体作製方法

成形は、スラリーを底部にシート状フィルタ(酢酸セルロース製、厚さ 125 $\mu\text{m}$ 、孔径 0.2 $\mu\text{m}$ )を設置した内径 24mm、高さ 10mm の成形型に  $5 \times 10^{-6} \text{m}^3$  充填した。この成形型に 0.98MPa の内圧を 1.8ks 間加え、成形型底部より溶媒を排出させて成形を行った。成形体は型から離型した後、圧力 333Pa の真空中で 3.6ks 間乾燥を行い、成形体とした。

### 2.4 焼結体作製方法

得られた成形体は、まず大気中で、昇温速度 0.03K/s、焼結温度 773K にて 3.6ks 保持し、その後、昇温速度 0.06K/s、焼結温度 1073K にて 3.6ks 保持して仮焼結を行った。さらにその後、大気中で、昇温速度 0.06K/s、焼結時間 5.4ks 一定とし、焼結温度を 1573 から 1873K まで変化させて焼結を行った。なお、冷却速度は炉冷とした。

### 2.5 焼結体の評価方法

焼結体の基本的評価として、密度測定および組織観察を

Table 1 Chemical compositions of alumina powders

#### (a) Reactive alumina

Average particle size ( $\mu\text{m}$ )	Chemical compositions (mass%)			
	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
0.6	0.02	0.01	0.06	99.58

#### (b) High purity alumina

Average particle size ( $\mu\text{m}$ )	Chemical compositions (mass%)					
	Na	K	Ca	Fe	Si	Ga
1.055	$12 \times 10^{-6}$	$5 \times 10^{-6}$	$1 \times 10^{-6}$	$4 \times 10^{-6}$	$5 \times 10^{-6}$	$1 \times 10^{-6}$

#### (c) Ultrafine particle alumina

Average particle size ( $\mu\text{m}$ )	Chemical compositions (mass%)						
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Si	Fe	Na	K	Ca	Mg
0.15	99.99	0.0003	0.0004	0.0002	0.0001	0.0001	0.0001

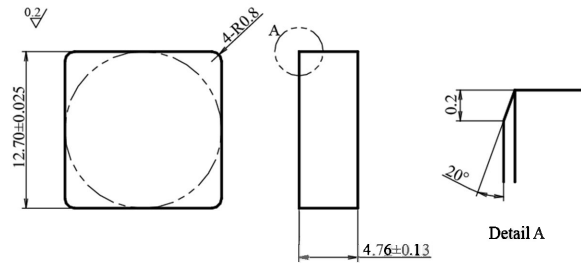


Fig. 1 Shape and size of cutting tool

行った。また、機械的性質を調べるため、硬さの測定および四点曲げ試験を行った。密度測定はアルキメデスの原理を用いた水中重量法によって測定を行った。この時、相対密度算出のために使用したアルミナの理論密度は  $3.98 \text{Mg/m}^3$  として測定を行った<sup>6)</sup>。組織は SEM により破面および断面の熱腐食面を観察した。また、硬さ測定および四点曲げ試験については、それぞれ JIS R 1610 および JIS R 1601 に基づいて行った。

### 2.6 工具の作製および評価方法

工具は直径 30mm、厚さ 6mm の成形体を焼結体とした後、研削加工により図1に示す形状寸法とした。工具は切削実験を行って、工具寿命により評価した。切削は、1123K で水焼入れ、873K で焼戻した S55C を被削材とし、汎用旋盤を用いた乾式での連続切削とし、切込み 0.5mm および送り 0.2mm/rev 一定として、切削速度を 15.6、29.2 および 50.9m/min と変化させた。なお、バックレーキ-8.5° とした。工具寿命は所定の時間ごとに各切削速度で切削を行った工具を光学顕微鏡で観察し、主逃げ面に発生するフランク摩耗幅(以下  $V_B$ )を測定し、 $V_B$  が 0.2mm の値に達した時点で終了した<sup>7)</sup>。

## 3. 焼結体の評価

### 3.1 焼結体密度におよぼす焼結温度の影響

湿式プロセスを用いて作製した成形体を焼結したアルミナが、切削工具として適用可能かどうかを検討するため

には、まず、焼結条件およびその特性を調査する必要がある。図2は、湿式プロセスにより作製した各アルミナ成形体の焼結体相対密度と焼結温度との関係を示したものである。この結果より、いずれのアルミナも焼結温度の上昇とともに相対密度も上昇しており、その後ほぼ一定となった。相対密度の最高値は、微粉末アルミナ、高純度アルミナおよび易焼結アルミナで、それぞれ約99%、約98%および約97%と非常に高い値を示した。これらのことから、いずれのアルミナにおいても高い相対密度が得られており、焼結はほぼ完了したものと考えられる。このとき、高純度アルミナおよび易焼結アルミナが、1823Kにおいて相対密度がほぼ一定になると考えられるのに対し、微粉末アルミナは1623Kにおいてほぼ一定となった。これは使用した粉末が微粉末であるため、他のアルミナと比較して表面積が大きくなっており、比較的低温で十分緻密化する良好な焼結性を示したものと考えられる。これらの中から、切削工具として考えた場合、相対密度は99%以上と<sup>⑧</sup>、より高密度な焼結体が望まれることから微粉末アルミナに優位性があると考えられる。

### 3.2 焼結体硬さにおよぼす焼結温度の影響

図3は、湿式プロセスにより作製した各アルミナ成形体の焼結体硬さと焼結温度との関係を示したものである。この結果より、図2で示した傾向と同様、焼結温度の上昇に伴って硬さが上昇し、その後一定となった。焼結体硬さの最高値は、微粉末アルミナ、高純度アルミナおよび易焼結アルミナで、それぞれ約Hv1937、約Hv1827および約Hv1722と高い値を示した。これらのことから、焼結温度の上昇に伴って硬さが上昇する傾向については、硬さが相対密度の上昇によって得られていると考えられる。そのため、相対密度が高い値を示す微粉末アルミナが、硬さにおいても最も高い値を示すと考えられる。また、硬さにおいても微粉末アルミナが、他のアルミナに比べて低い焼結温度1623Kにおいてほぼ一定になった。これも前述したように、粉末が微粉末であるため、比較的低温で緻密化することにより、硬さについても良好な結果を示したものと考えられる。ここで、一般的なアルミナの破壊靱性値は3~5MPa・m<sup>1/2</sup>、硬さはHv1600~2100程度とされる<sup>⑨</sup>。切削工具は高レベルの硬さが要求されることから、本実験においても高い硬さを示す微粉末アルミナが適していることがわかる。

### 3.3 焼結体破壊靱性値におよぼす焼結温度の影響

図4は、湿式プロセスにより作製した各アルミナ成形体の焼結体破壊靱性値と焼結温度との関係を示したものである。この結果より、微粉末アルミナは3~4 MPa・m<sup>1/2</sup>、高純度アルミナが5~7 MPa・m<sup>1/2</sup>および易焼結アルミナが5~6 MPa・m<sup>1/2</sup>程度の破壊靱性値を示した。前述のように、一般的なアルミナの破壊靱性値と比較すると高い値を示し、最も低い値を示す微粉末アルミナであっても同等の値を示した。なお、焼結温度が上昇するにつれて破壊靱性値も上昇する傾向を示すのは、焼結温度の上昇により粒成

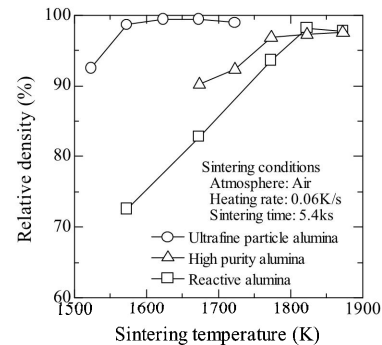


Fig. 2 Relation between relative density and sintering temperature

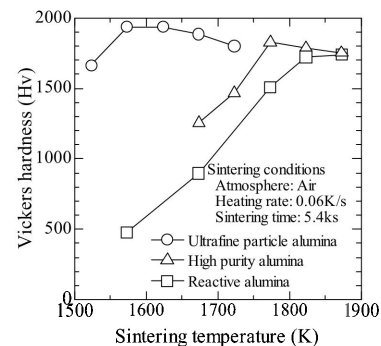


Fig. 3 Relation between Vickers hardness and sintering temperature

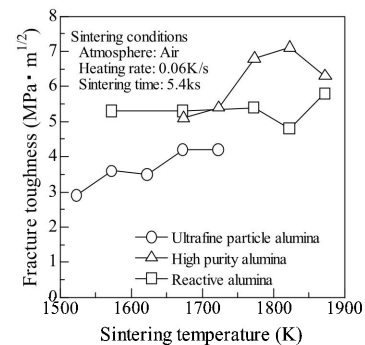


Fig. 4 Relation between fracture toughness and sintering temperature

長が進行するためと考えられる。これらの破壊靱性値は、アルミナとして非常に良好な値を示しており、切削工具の耐チップング性を考慮した場合、有利に働くと思われる。ここまでの結果から、耐チップング性を考慮した焼結条件について考えると、高密度、高硬度および高靱性で、粒成長を考慮し、これらが低温で達成できることが望まれる。微粉末アルミナ焼結体は焼結温度1673K以上で硬さが若干低下するものの、相対密度および破壊靱性値が高い値を維持できることから、耐チップング性として破壊靱性値に注目し、焼結温度は1673Kが適していると判断した。な

お、他のアルミナについては、最も高い相対密度が得られる焼結温度を比較条件とした。よって、以後はこれら焼結条件にて焼結した各アルミナについて、焼結特性を調査することとした。

### 3.4 焼結体曲げ強度におよぼす焼結温度の影響

図5は、湿式プロセスにより作製した各アルミナ成形体焼結後の四点曲げ強度を示したものである。この結果より、微粉末アルミナ、高純度アルミナおよび易焼結アルミナの四点曲げ強度は、それぞれ711、605および633MPaとなった。特に、微粉末アルミナについては、切削工具作製を考慮した場合の焼結条件においても、筆者の一人が報告した値と同等となった<sup>(10)</sup>。また、他のアルミナについても600MPa以上の強度を示し、一般に、湿式プロセスが高強度材を得やすいとの報告に一致する。このことは、切削工具のような極めて高い性能が要求される焼結体に、湿式プロセスが適していることを示すものと考えられる。

### 3.5 焼結体組織におよぼす焼結温度の影響

図6は、湿式プロセスにより作製した各アルミナ成形体焼結後の組織観察結果を示したものである。この結果より、微粉末アルミナについては破面および熱腐食面いずれにおいても微小な気孔は観察されず、非常に緻密化されていることがわかった。一方、他のアルミナについては、ごくわずかな微小気孔が観察された。この結果は、高純度アルミナおよび易焼結アルミナの相対密度が、微粉末アルミナよりわずかに劣っていたことと一致する。また、破面形態は微粉末アルミナが粒界破壊、高純度アルミナおよび易焼結アルミナは一部に粒内破壊を示していた。このことから、いずれのアルミナもほぼ緻密化しているが、微粉末アルミナは比較的粒成長が進行していないものの、高純度アルミナおよび易焼結アルミナはある程度進行しているものと考えられる。このことが、微粉末アルミナの高強度化に寄与していると考えられる。なお、この時の微粉末アルミナ、高純度アルミナおよび易焼結アルミナの結晶粒径は、それぞれ1.99、2.32および2.26 $\mu\text{m}$ であり、結晶粒径を抑えることが、良好な焼結体の特性を保つ上で重要になると考えられる<sup>(11)</sup>。

## 4. 工具の試作および評価

### 4.1 工具寿命

前章までの結果から、微粉末アルミナ焼結体は切削工具としての可能性を示した。図7は試作した切削工具を用いた切削実験において、 $V_B$ と切削速度の関係を示したものである。この結果より、切削速度15.6、29.2および50.9m/minにおいて、 $V_B$ による工具寿命はそれぞれ10、20および15minとなった。いずれの切削速度も、セラミックス工具における通常の切削速度を考えると非常に低速であり、チッピングの発生が大きく懸念されるが、マクロ的には切削速度15.6m/minでは発生したもの、29.2および50.9m/minでは発生しなかった。通常、切削速度29.2および50.9m/minのように、切削速度が増加するにつれて工

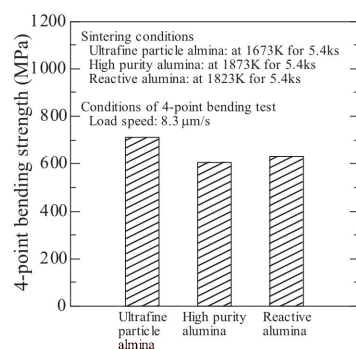


Fig. 5 Four point bending strength of sintered alumina

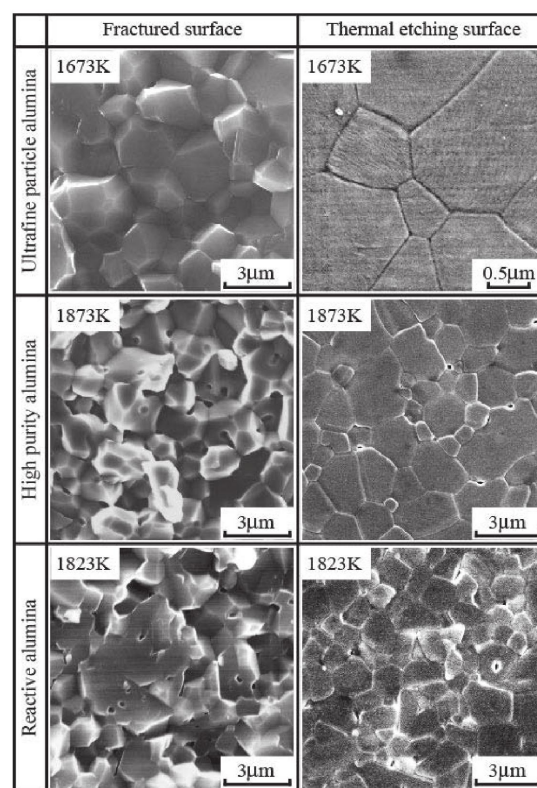


Fig. 6 Microstructures of sintered alumina

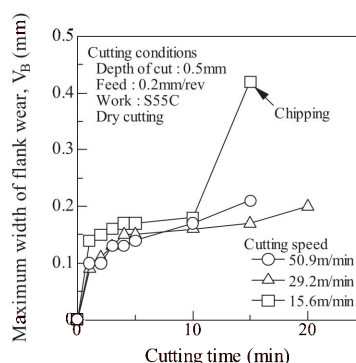


Fig. 7 Relation between maximum width of flank wear and cutting time

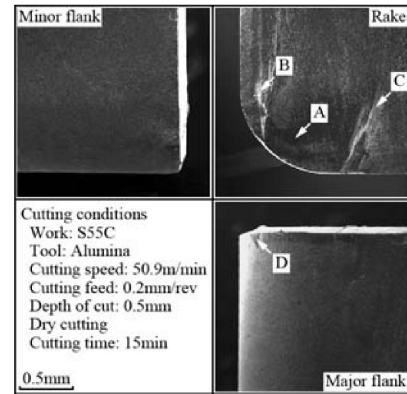


具寿命は低下するが、逆の傾向を示す 15.6m/min のみが通常摩耗ではなく、チップングを主とする損傷形態に支配されているものと考えられる。このことから、本工具が低速切削時にチップングを起こしやすいセラミックス工具に対して、比較的高い耐チップング性能を有するものと思われる。これは、結晶粒径も小さく、高密度、高硬度、高靱性および高強度で、焼結体として非常にバランスの取れた特性を有するためと思われる。

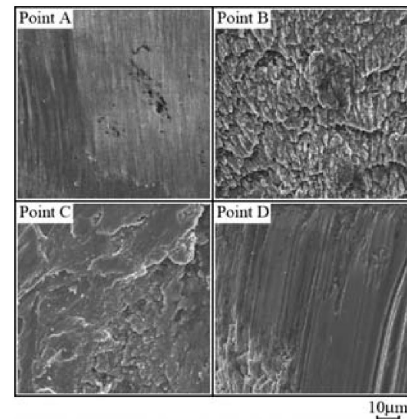
#### 4.2 工具の摩耗特性

図 8 は工具摩耗の一例として、切削速度 50.5m/min における工具の各切削面観察結果を示したものである。外観観察結果より、すくい面にはすくい面摩耗は認められず、A 点に示すような付着物と思われる領域や、境界摩耗と思われるような B および C 点が観察された。主および副逃げ面には、比較的典型的な筋状の擦過痕を示す逃げ面摩耗が観察され、主逃げ面のコーナ部には微小なチップング痕と思われる D 点が観察された。次に、A から D 点までの詳細観察結果より、すくい面上の A 点では擦過したような痕跡が認められ、被削材の付着はごく薄いものと思われる程度で、ほとんど観察されなかった。境界摩耗部と思われる B および C 点では、被削材の付着が認められ、付着量も比較的多く、工具表面を覆っているように観察された。主逃げ面上の D 点では、破面のような凹凸の激しい工具表面に、擦過痕をともないながら被削材の付着が比較的多く観察された。

さらに、A から D 点までの EDX による面分析を行った。図 9 はそれらの結果を示したものである。なお、B と C は同様の結果であったため、B 点のみの結果を示す。A 点における分析結果から、被削材成分である Fe がほとんど検出されず、工具成分である Al および O が強く検出された。一方、B 点における分析結果からは、被削材成分である Fe が強く検出され、工具成分である Al のピークが小さくなっていたが、O については A 点以上に強いピークが検出された。D 点では被削材成分である Fe、工具成分である Al とともに A または B 点よりは小さくなっているものの、比較強いピークが検出され、O についてはいずれよりも強いピークが検出された。



(a) Cutting face



(b) Details

Fig. 8 Microstructures of cutting tool in cutting speed 50.9m/min

これら図 8 および 9 の結果をあわせて考えると、すくい面においては、A 点のように被削材の付着はほとんどなく、付着があったとしてもごくわずかで、工具の摩耗もほとんど無い状況であると考えられる。B および C 点では、境界摩耗のような摩耗も若干進行しており、被削材の付着が認められるが、工具材のアルミナが化学的に安定な材料であ

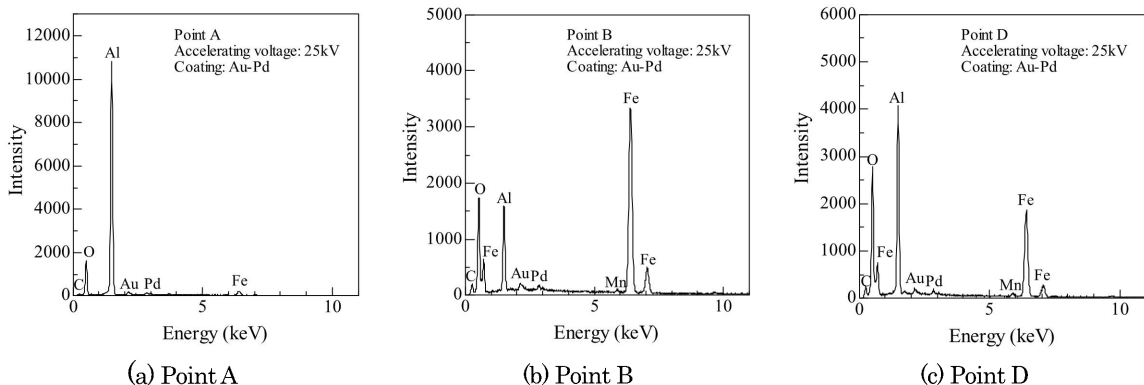


Fig. 9 EDX area analysis in each point on cutting face shown to Fig. 8

ることとあいまって、付着物が強固に凝着するような熱的摩耗状態であるとは考えにくい。分析結果により、工具部より O が強く検出されることから、付着物は酸化物で、摩耗も著しい状態ではないことから、酸化物となった被削材が境界部に堆積していると考えられる。一方で逃げ面においては、D 点のように工具が破面を示しており、ミクロ的なチップングが発生した可能性が示唆される。被削材の付着は認められるが、微細なチップングが発生した後、摩擦抵抗が大きくなった破面に被削材が擦過され、付着したものと考えられる。この付着物は分析結果から酸化物と思われるが、実際の切削中に真実接触面で被削材の付着物が酸化されたとは考えにくく、切削終了後、酸化した可能性が考えられる。これらのことから、工具の摩耗形態は若干の被削材の付着も認められるが、機械的摩耗が主になっていると考えられる。また、微小なチップングが発生したとも考えられるが、大規模なものの発生はなく、あくまで機械的摩耗を主とする通常の工具摩耗形態を示していると考えられる。

以上のように、チップング発生に関して非常に厳しい条件にも関わらず、大規模なチップングの発生もなく、定常的な工具摩耗形態を示した。これは湿式プロセスにより作製したアルミナ工具が、結晶粒径も小さく、高密度、高硬度、高靱性および高強度で、焼結体として非常にバランスの取れた特性を有するためと思われる、湿式プロセスの適用拡大に一つの可能性を示すことができたものとする。

## 5. 結 言

本報告では、湿式プロセスについて多目的な利用を図るための一環として、アルミナ工具について着目した。そのため、切削工具を意識した焼結条件の調査を行った後、その試作を行って、湿式プロセスによる耐チップング性能の改善とその適応性について検討を行った結果、以下の結論を得た。

(1) 微粉末アルミナ、高純度アルミナおよび易焼結アルミナの焼結体において、いずれも相対密度は約 97%以上、硬さは約 Hv1722 以上、破壊靱性値は約  $3 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  以上となり、湿式プロセスの優位性を示す良好な値となった。

(2) 微粉末アルミナは、最も良好な条件において相対密度が約 99%、硬さが約 Hv1937、破壊靱性値が  $3 \sim 4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$  となり、一般的なアルミナ焼結体と比較すると非常に良好な値を示した。

(3) 耐チップング性を向上させた切削工具作製を考慮した最適焼結条件として、焼結温度 1673K で焼結した微粉末アルミナは四点曲げ強度が 711MPa、結晶粒径が約  $2 \mu\text{m}$  で、ほぼ無気孔状態に緻密化していた。

(4) 試作工具は、チップングが発生しやすい低速での切削実験の結果、切削速度 15.6、29.2 および 50.9m/min において、工具寿命はそれぞれ 10、20 および 15min となり、チップングはマクロ的には切削速度 15.6m/min 以外では発生しなかった。

(5) 切削速度 50.5m/min における試作工具にはすくい面摩耗が観察されず、逃げ面摩耗が観察され、付着物もほとんどないことから、機械的な摩耗が主となっており、逃げ面には微小なチップングと思われる損傷も観察されたが、大規模な損傷には至っていなかった。

## 参考文献

- (1) Suzuki et al., Dependence of Mechanical Properties on Sintered Microstructure of High Purity Alumina Made by High-speed Centrifugal Compaction Process, Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, Vol. 46, No. 4(1999), pp. 331-338
- (2) Oda et al., Slip Casting of Silicon Nitride and Mechanical Properties of Sintered Body (Part 1), Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol. 100, No. 5(1992), pp. 714-719
- (3) Sano et al., Slip Casting and Sintering of Silicon Carbide (Part 1), Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol. 104, No. 10(1996), pp. 984-988
- (4) Yoshida et al., Characterization of Alumina Slurry by Centrifugal Consolidation Method, Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol. 107, No. 6(1999), pp. 571-576
- (5) Yokoyama et al., Effect of Slurry Characters of Titanium Nitride on Forming and Sintering Behaviors, Journal of the Ceramic Society of Japan, Vol. 107, No. 10(1999), pp. 968-972
- (6) The Japan Institute of Metals, Metals Handbook(1993), Maruzen, pp. 204
- (7) Egawa et al., Material Characteristics and Cutting Performance of TiN-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramic Tool, Journal of the Japan Society for Precision Engineering, Vol. 60, No. 10(1994), pp. 1470-1474
- (8) Suzuki et al., Cemented Carbide and Hard Sintering Materials(1995), Maruzen, pp.388
- (9) 136th Committee on Future-Oriented Machining in Japan Society for the Promotion of Science, Fine Ceramics Technical Handbook(1998), Uchida Rokakuho, pp.216
- (10) Tashima et al., Pressure Slip Casting of Submicron Alumina Powder, Journal of Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, Vol. 40, No. 1(1993), pp. 3-7
- (11) Ikuta et al., Sintering Properties of Alumina Ceramics Using the Wet-shaping Process, Research Reports of the School of Engineering, Kinki University, No. 37(2003), pp.85-91