

## 湿式成形法による複合傾斜化工具の試作

生田 明彦\*, 深谷 保博\*, 山口 由高\*\*, 鈴木 裕之\*\*\*

### Trial Production of Composite-gradient Ceramics Tool Using the Wet-shaping Process

Akihiko IKUTA \*, Yasuhiro FUKAYA \*, Yoshitaka YAMAGUCHI \*\* and Hiroyuki SUZUKI \*\*\*

#### Synopsis

In order to examine the possibility of composite-gradient ceramics tool using the wet-shaping process, simultaneous slip casting and time lag slip casting are proposed to alumina and alumina + zirconia slip. The result which compared the sintered ceramics was produced from both processes, in the time lag slip casting, the pores were not observed at the near of interface between alumina and alumina + zirconia layer and the zirconia particles were not distributed in the alumina layer. Therefore, using the time lag slip casting, a trial product cutting tool was produced at alumina + zirconia layer on the cutting surface, and alumina layer to the base material. From the result of a cutting test, the life of a trial production tool was shown that were 10 min at a cutting speed of 50.9 m/min in the S55C steel. At this time, the wear type of trial production tool was the flank wear similar to the commercial tools.

Considering from the results, the possibilities of proposing process have been confirmed sintering properties of a composite-gradient ceramics and wear type of a trial production tool.

Key words: wet-shaping process, ceramics, alumina, zirconia, composite-gradient tool

#### 1. 緒言

現在、主に鑄鉄の高速切削に使用されているアルミナ系セラミックス工具は、純アルミナ系のほか、アルミナにTiCを添加したAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC系およびウイスカ強化アルミナ系など<sup>1,2)</sup>、複合化して高強度化を図ったものが主流となっている。これらは安価なアルミナを高機能化する目的で、高価な炭化物やウイスカを添加しているが、工具を複合化するとともに、傾斜化して表面のみ高機能化することができれば高機能な工具が安価に作製できる可能性がある。

一方、セラミックス工具の成形法の一つとして、湿式

成形法がある。湿式成形法とは、粉末を溶媒に分散させた泥漿を型に充填した後、溶媒を排出して成形体を得る方法である。このことから、一般的に湿式成形法には、混合粉末において均質な分散状態を得やすい特長がある。また、混合粉末による複合化および成形プロセスを繰り返すことによる傾斜化が比較的簡単に行える特長もある。よって、これらの特長に注目し、湿式成形法を工具作製に利用すれば、複合化および傾斜化による高機能化工具が比較的簡単に作製できる可能性がある。

そこで、本報告では、湿式成形法を繰り返すプロセスにより、複合化したアルミナを傾斜化する工具作製プロ

\* 近畿大学工学部機械工学科

\*\* 近畿大学大学院工業技術研究科

\*\*\* 広島大学大学院工学研究科

Department of Mechanical Engineering, School of Engineering, Kinki University

Graduate School of Industrial Technology, Kinki University

Graduate School of Engineering, Hiroshima University

セスにより切削工具を試作した。さらに、実際の切削による試作工具の工具寿命を求め、試作工具の性能を評価した。これらにより、湿式プロセスを用いて複合化および傾斜化による高機能化工具を作製するプロセスの可能性を検討した。

## 2. 供試材料および実験方法

### 2.1 供試材料

本実験では、セラミックス工具作製プロセスの可能性を検討するため、実際の市販工具とは異なり、これまでに焼結条件等が明らかとなっている<sup>3)</sup>、アルミナおよび複合化材料としてジルコニアを用いることとした。アルミナには、昭和電工(株)製易焼結アルミナ Al-160SG-4 (以下、アルミナ) および部分安定化ジルコニアには東ソー(株)製スリップキャスト用 TZ-3YS (以下ジルコニア) 粉末を用いた。Table 1はこれら粉末の特性および化学組成を示したものである。なお、ジルコニア混合比は、アルミナの高靱性化に対して最も効果が高いとされる9~16mass%の中から<sup>4)</sup>、12mass%を選択した。

また、複合傾斜化した試作工具を用いた切削実験には、被削材として1123Kにて水焼入れし、873Kにて焼戻しを行ったS55Cを用いた。

### 2.2 実験方法

#### 2.2.1 泥漿の調整方法

泥漿の調整条件をTable 2に示す。調整には湿式ボールミリングを行い、アルミナ製ポットおよびボールを用

いて90rpmにて1.8ks回転させた。次に、溶媒として蒸留水および分散剤として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、結合剤としてアクリルポリマ(中央理化工業製 リカボンD SA-204)を加え、90rpmにて86.4ks回転させ、アルミナおよびアルミナ-ジルコニア混合体の泥漿を得た。なお、各材料の混合比は文献<sup>5)</sup>より引用した。

#### 2.2.2 複合傾斜成形体の作製方法

本実験では、複合傾斜化した工具を作製するため、得られた泥漿を2種類の方法により成形体とすることを試みた。これらは、Fig. 1に示すように、まず、アルミナ泥漿を充填し、さらにアルミナ-ジルコニア混合体泥漿を充填した上で成形を行う同時成形法ならびに、Fig. 2に示すように、まず、アルミナ泥漿を充填し、成形を行った後、さらにアルミナ-ジルコニア混合体泥漿を充填した上で再度成形を行う時間差成形法である。また、各成形法において、泥漿の充填する順序を逆にして成形を行うことも試みた。なお、傾斜化には階段状の組成傾斜を行った段階的積層とするのが一般的ではあるが、本実験では作製プロセスを検討するとの観点から、最も簡単な傾斜化である2層構造とした。成形はいずれの場合も成形型に約0.98MPaの内圧を1.8ks間加え、溶媒を排出させた。成形体は離型した後、圧力333Paの真空中で3.6ks間乾燥を行った。

#### 2.2.3 焼結体の作製方法

得られた成形体は仮焼結を行わず、アルミナおよびア

Table 1 Chemical compositions of used powder.

a) Alumina						
Average particle size ( μm )	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) Zirconia						
Average particle size ( μm )	Chemical compositions (mass%)					
	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	Lg-loss
0.57	5.35	0.006	0.005	0.003	0.007	0.42

Table 2 Conditions of the slip.

	Reactive alumina	Alumina + Zirconia
Ball mill type	4×10 <sup>-7</sup> m <sup>3</sup> Alumina pot	4×10 <sup>-7</sup> m <sup>3</sup> Alumina pot
Ball type	10mm Reactive alumina ball	10mm Reactive alumina ball
Total ball mass (g)	400	400
Total powder mass (g)	225	225(198+27)
Solvent mass (g)	75	75
Dispersion agent mass (g)	1.8	1.8
Binder mass (g)	0.3	0.3
Dispersion time (ks)	172.8	172.8

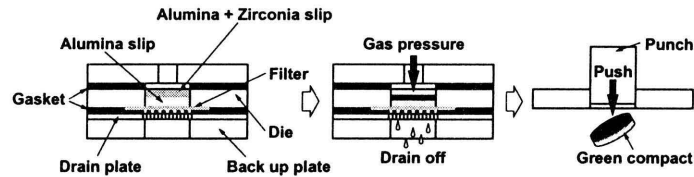


Fig. 1 Schematic illustration of the wet-shaping process for simultaneous slip casting.

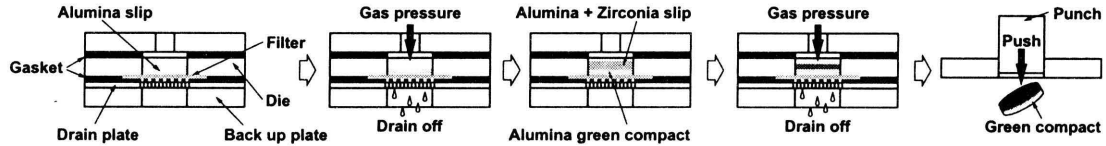


Fig. 2 Schematic illustration of the wet-shaping process for time lag slip casting.

ルミナージルコニア混合体ともに比較的高い密度が得られる焼結条件として、大気中で、昇温速度0.06K/s、焼結温度1823Kおよび焼結時間5.4ks一定とし、冷却速度は炉冷として焼結を行った<sup>3)</sup>。その後、焼結体は最適な作製プロセス検討のため、傾斜化した層の界面近傍についてSEMによる組織観察を行った。なお、後述する試作工具についても同様の焼結条件とした。

2.2.4 試作工具の作製方法

試作工具は時間差成形法により、直径30mm、厚さ10mmのアルミナおよびアルミナージルコニア混合体の2層からなる複合傾斜化した成形体を前述の焼結方法により焼結体とした後、機械加工によりFig. 3に示す形状寸法とした。

2.2.5 試作工具の評価方法

試作工具の評価方法は、実際の切削実験を行って工具寿命により評価した。切削は、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

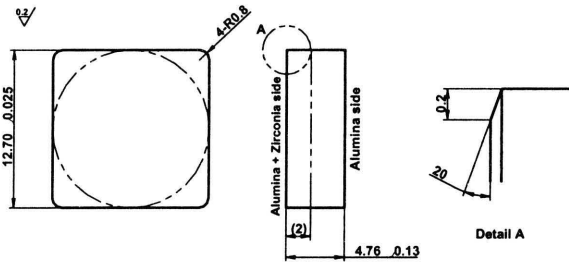


Fig. 3 Shape and size of trial production cutting tool.

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、横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>6)</sup>。

3. 複合傾斜化における最適成形法の検討

3.1 傾斜化層の界面近傍組織

本実験のように、積層化による傾斜化を行った場合、積層した層界面において、欠陥や不連続状態となってい

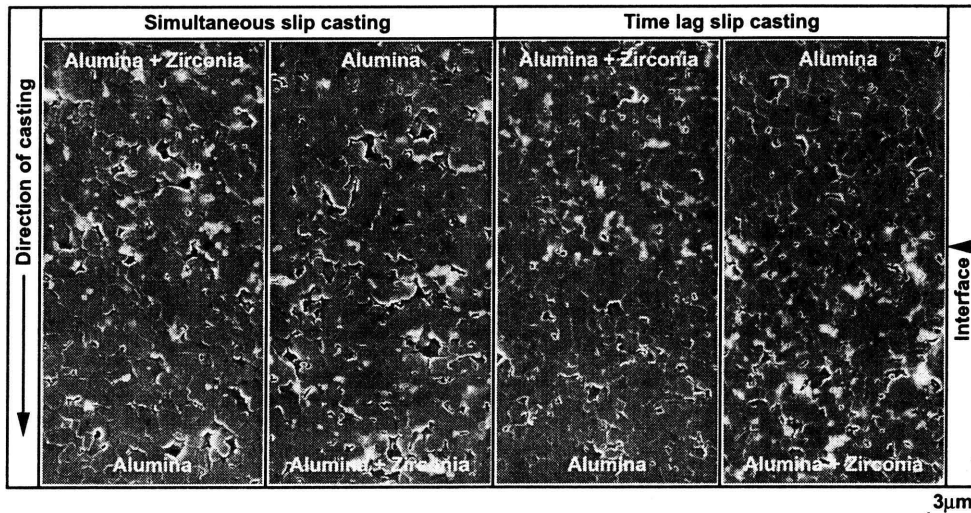


Fig. 4 Microstructure of the sintered ceramics at the gradient interface of alumina/alumina+zirconia.

ないかを調査するため、2種類の成形法を検討した。Fig. 4は同時成形法および時間差成形法により作製した複合傾斜化焼結体におけるアルミナ層とアルミナージルコニア層との界面近傍組織観察結果を示したものである。これより、同時成形法については、アルミナを充填し、さらにアルミナージルコニア混合体を充填した上で成形を行った場合およびアルミナージルコニア混合体を充填し、さらにアルミナを充填して上で成形を行った場合のどちらについても、アルミナ側にジルコニア粒子がわずかに分散していることが観察される。また、界面における不連続性は観察されず、気孔等の欠陥についても観察されないことから、良好な焼結体が得られていると考えられる。一方、時間差成形法については、アルミナを充填し、さらにアルミナージルコニア混合体を充填した上で成形を行った場合およびアルミナージルコニア混合体を充填し、さらにアルミナを充填して上で成形を行った場合のどちらについても、アルミナ側にジルコニア粒子はほとんど分散していないことが観察される。また、同時成形法と同様、界面における不連続性および気孔等の欠陥についても観察されないことから、良好な焼結体が得られていると考えられる。なお、同時成形法および時間差成形法いずれも、複合化層であるアルミナージルコニア混合体層中で、ジルコニアは均一に分散しており、複合化についても良好な状態となっている。

### 3.2 複合傾斜化焼結体におよぼす成形法の影響

前節に示したように、積層化による傾斜化を行った場合、積層した層界面において、欠陥や不連続状態となっていないかを調査するため、2種類の成形法を検討した。その結果、同時成形法において、アルミナ側にジルコニア粒子がわずかに分散していることが観察された以外は、同時成形法と時間差成形法に大きな違いは観察されなかった。これらのことから、まず、同時成形法および

時間差成形法ともに、泥漿の充填順序は、焼結体の良否にほとんど影響をおよぼしていないものと考えられる。一方、同時成形法において、ジルコニア粒子がアルミナ側にわずかに分散していたが、ジルコニア粒子はアルミナ粒子に比べて比較的小さいため、泥漿の流動性によってアルミナ側に混入したものと考えられる。ただし、ジルコニアの添加量は12mass%と少量であるため、分散した量は少なくなったものと推察される。時間差成形法においては、まず充填される泥漿が、フィルタとしての効果を持つことならびにすでに成形体となっていることから、ジルコニア粒子がアルミナ側に分散することがほとんど無かったものと考えられる。よって、これらの結果より、複合傾斜化した工具の作製プロセスとして、時間差成形法がわずかに優れていると考えられた。すなわち、本実験のような複合化目的に添加されているジルコニアの量が比較的小さい場合、わずかではあっても、それらが基材側に分散してしまうことにより、所定の組成を得ることができない点が考えられ、その他の点で差異がないことから、複合傾斜化した工具の作製プロセスとして時間差成形法が適していると判断される。

そこで、時間差成形法により作製した焼結体が組織的観点以外に問題を生じないかを検討するため、焼結体の収縮率について調査を行った。Fig. 5はアルミナ、アルミナージルコニア混合体および複合傾斜化した直径24mm、高さ7mmの成形体の焼結時における収縮率を、直径および高さ方向について示したものである。これより、いずれの成形体を焼結した場合においても、その収縮率は直径方向について約82.5%となった。また、各成形体において、若干ばらつきが見られた高さ方向についても、収縮率は約73~79%の範囲となった。よって、複合傾斜化した成形体を焼結しても、アルミナおよびアルミナージルコニア混合体それぞれ単体での焼結体と比較

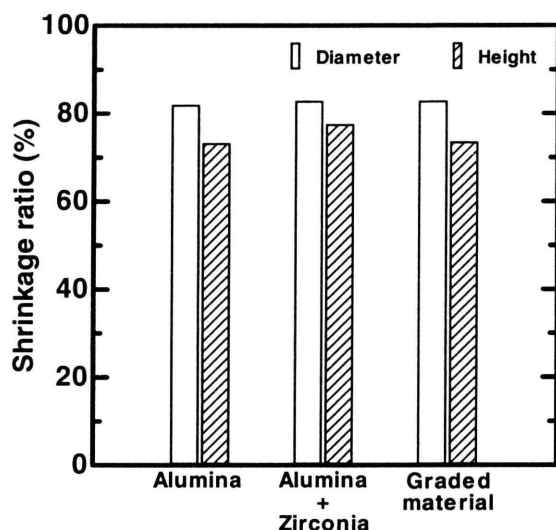


Fig. 5 Shrinkage ratio of the sintered ceramics.

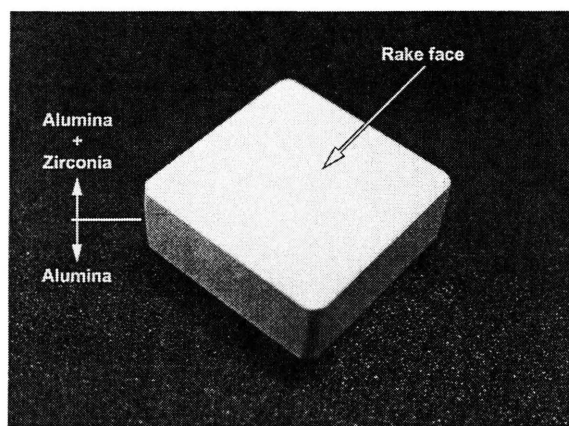


Fig. 6 Overview of the trial production cutting tool.

してほとんど収縮率に変化がないことから、界面に残留応力等も発生していないことが推察される。よって、時間差成形法を用いて複合傾斜化工具を作製した場合、組織的にも機械的にも問題が発生しないと予想されるため、本実験における作製プロセスとして時間差成形法を採用することとした。

#### 4. 複合傾斜化工具の試作および評価

##### 4.1 工具寿命評価

Fig. 6は時間差成形法を用いて試作した工具の外観を示したものである。ここに示したように、試作工具は最も簡単な傾斜化である2層構造となっており、すくい面がアルミナ-ジルコニアとなるよう作製されている。この試作工具を用いて、切削実験を行った。Fig. 7は試作工具を用いた切削実験において、切削速度を変化させた場合における $V_B$ と切削時間との関係を示したものである。これより、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4、10および10minとなった。特に切削速度15.6および29.2m/minにおいては、工具寿命を迎えた際に大きくチップングを起こして $V_B$ として測定不能なほど欠損した。一般に、セラミックス工具は高速切削に使用されるが、本実験では、より耐チップング性が要求される低速切削を行った。そのため、このような結果になったものと考えられるが、一方で、切削速度50.9m/minではチップングは発生しなかった。これは本実験における切削条件において、切削速度50.9m/minの場合が最もよく試作工具の寿命を示しているものと考えられる。ただし、チップングが発生した他の切削速度においても、チップングが発生する以前の切削時間においては、一般的な工具と同様、切削速度の上昇にともなって摩耗が進行することが確認され、試作工具の切

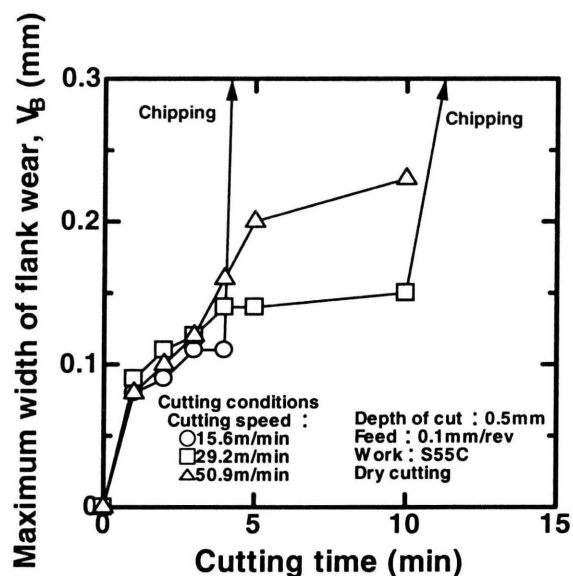


Fig. 7 Relation between Maximum width of flank wear and cutting time.

削性能の傾向を示していると思われる。Fig. 8は工具摩耗の一例として、寿命に達した切削速度50.9m/minおよび切削時間10minにおける試作工具各面の観察結果を示したものである。これより、横逃げ面の $V_B$ が大きくなって寿命に達しているものの、すくい面および前逃げ面にはほとんど摩耗は観察されず、鋼を切削した場合などに見られる典型的な機械的摩耗に近い状態となっている。よって、試作工具は切削に対して、本来、工具が具備すべき条件を満たしていたことがうかがえる。

##### 4.2 工具作製プロセスの妥当性

これまでに、湿式成形法を用いて複合傾斜化したセラミックス工具を作製するプロセスについて、焼結体および工具として、その特性を明らかにしてきた。ここではこれらを考え合わせ、作製プロセスの妥当性について考察を行うことにした。まず、焼結体として複合傾斜化を行った場合、(1)複合化のためのジルコニアは均一な分散状態で良好、(2)傾斜化を行った層の界面に欠陥がほとんどない、(3)複合傾斜化しても収縮率の違いがほとんどない、等の点が特徴として挙げられる。次に、切削工具として考えた場合、(1)摩耗形態は一般的な機械的摩耗となる、(2)摩耗の進行は一般的な工具と同様の傾向をもつ、等の点が特徴として挙げられる。ここで特に、工具の性能について考えた場合、アルミナ系セラミックスの市販工具の一例として、FC250を切削速度450mm/minで切削した場合、切削時間20minにおける $V_B$ は0.1mmとの報告がある<sup>7)</sup>。切削条件が異なるため、一概に比較はできないものの、それでも本試作工具の工具寿命は低いものとなる。ただし、本実験において基材に用いたアルミナは、ごく一般的な易焼結アルミナを使用した。通常、このような低純度の粗粒が切削工具に使用されることは

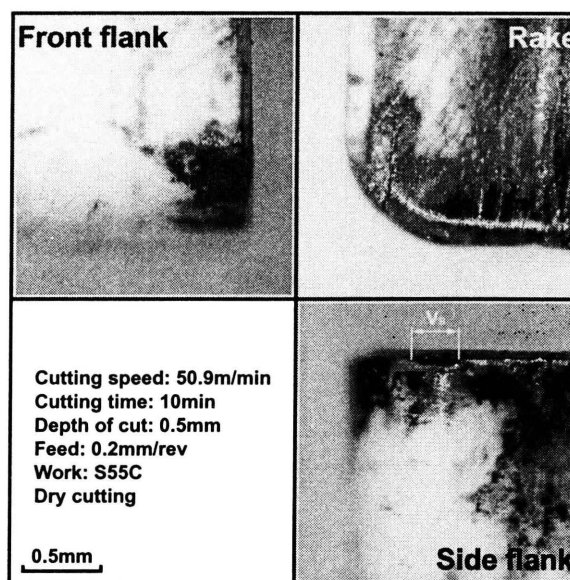


Fig. 8 Wear patterns of the trial production cutting tool in machining of S55C steel.

なく、得られる工具の機械的性質が低下することは避けられない。これは、本実験が、まず作製プロセスの可能性を検討するとの観点から行われているためであり、換言すれば、このような通常使用されないような材料を使用しても、作製プロセスの優位性からこれまで述べたような結果が得られたとも推察される。以上のことより、試作工具は良好な焼結性を示し、一般的工具と同様の摩耗傾向を示すことから、湿式プロセスを用いて複合化および傾斜化した工具を作製するプロセスについて、その可能性は十分にあるものと推測される。

## 5. 結言

本報告では、湿式プロセスを用いて複合化および傾斜化による高機能化工具を作製するプロセスの可能性を検討するため、湿式成形法を繰り返すプロセスにより成形体を作製し、その焼結特性を調査した後、複合化したアルミナを傾斜化する工具作製プロセスにより切削工具を試作した。さらに、実際の切削による試作工具の工具寿命を求め、試作工具の性能を評価した結果、以下の結論を得た。

- (1) 同時成形法および時間差成形法ともに、アルミナ-ジルコニア混合体中におけるジルコニアの分散状態は均一となっており、アルミナ層とアルミナ-ジルコニア混合体層との界面において不連続性や気孔等の欠陥はほとんど無い状態となっていた。また、アルミナおよびアルミナ-ジルコニア混合体単体の焼結体と複合傾斜化した焼結体の収縮率もほとんど違いは見られなかった。
- (2) 同時成形法ではアルミナ-ジルコニア内のジルコニアがアルミナ中に分散してしまう傾向が見られたが、時間差成形法ではそのような傾向は見られなかったため、複合傾斜化した工具作製方法として時間差成形法に優位性があるものと判断された。
- (3) 試作工具を用いた切削実験の結果、試作工具の工具寿命は、例えば S55C を切削速度 50.9m/min で切削した場合、10min となった。また、この時の摩耗形態は機械的摩耗であり、摩耗していく傾向は一般の切削工具と同様の傾向を示した。
- (4) 試作工具は良好な焼結性を示し、一般の切削工具と同様の摩耗傾向を示すことから、湿式プロセスを用いて複合化および傾斜化した工具を作製するプロセスとして、その可能性は十分にあるものと推測された。

## 謝辞

本研究は文部科学省の科研費(15760085)の助成金を得たものであることを付記し、謝意を表します。

## 参考文献

- 1) 鈴木壽：超硬合金と焼結硬質材料基礎と応用，丸善(1995)，387
- 2) 山根八洲男：超耐熱合金高速切削用低反応性ウイスカ強化アルミナセラミック工具の開発，平成7年度科学研究費補助金研究成果報告書(1996)，1
- 3) 生田明彦，深谷保博，山口由高，鈴木裕之：湿式成形法によるアルミナ系セラミックスの焼結特性，近畿大学工学部研究報告，37(2003)，85
- 4) N. Claussen: Fracture Toughness of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with an Unstabilized ZrO<sub>2</sub> Dispersed Phase. Journal of the American Ceramic Society, 59, 1(1976), 49
- 5) 例えば，鈴木裕之，篠崎賢二，村井正人，黒木英憲：高速遠心成形法によるアルミナ焼結中における組織変化の定量的解析，粉末および粉末冶金，45，12(1998)，1122
- 6) 江川庸夫，市来崎鉄雄，角田英夫：TiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>セラミック工具の材料特性と切削性能，精密工学会誌，60，10(1994)，1470
- 7) セラチップ'03-'04'，京セラ株式会社切削工具総合カタログ，京セラ株式会社(2003)，20