

マイクロスラリージェットエロージョン (MSE) 法を用いた WC-Co 超硬合金の組織偏析評価

Evaluation for structure segregation of WC-Co cemented carbide
by Micro Slurry-jet Erosion (MSE) method

福井大 (正) *高澤 拓也 金属技研 (非) 尾ノ井 正裕 金属技研 (非) 中森 洋一 福井大 (正) 岩井 善郎

Takuya Takazawa*, Masahiro Onoi**, Yoichi Nakamori**, Yoshiro Iwai*

* University of Fukui, ** Metal Technology Co. Ltd..

1. はじめに

超硬合金は金型や切削工具に用いられ、衝撃力や荷重変動の繰り返しなどの動的負荷が加わる環境で使用される。しかし、疲労試験や実機試験による動的特性評価は膨大な時間を要するため、硬さ、靱性値、抗折力などにより評価されることが多い。著者らは、微小粒子衝突による表面の強さ評価法であるマイクロスラリージェットエロージョン法 (以下、MSE 法) を超硬合金に適用し、超硬合金開発における動的特性評価の視点からのスクリーニング手法としての応用を試みてきた。本報では、その一環である原料粉末凝集による組織偏析評価として、まず、組織偏析を生じた WC-Co 超硬合金試料に MSE 法を適用し、MSE 法のエロージョン率と、ビッカース硬さや破壊靱性値との比較、損傷面の組織観察などから考察を行い、MSE 法により超硬合金の組織偏析が識別できるかについて検討を行った。

2. 試験装置および試料

2.1 試験装置および試験方法

ビッカース硬さおよび IF 法による破壊靱性値 (以下、機械的特性) はビッカース硬さ試験機を用い、荷重 490 N、荷重保持時間 15 sec の条件で測定した。7 点測定し、最大値と最小値を除いた 5 点の平均値を測定値とした。MSE 試験は自動式 MSE 試験装置を用いた。MSE 法は純水に固体粒子を混在させた試験液 (以下、スラリー) を圧縮空気により加速してノズル (φ2mm) 端から一定量噴射して試料に衝突させ、試料表面にノズル断面の形状がほぼ転写された形状のエロージョンを生じさせる。同エロージョン痕の断面形状を触針式二次元粗さ計により取得し、最深位置の深さの変化量を測定する。ノズル端から試料までの距離は 10 mm、投射角度は 90°とした。スラリーは室温に保たれた純水に平均粒径 41 μm の多角形状のアルミナ粒子を濃度 0.3 mass% で混在させて試験に供した。なお、投射粒子の速度は約 100 m/s と推定されている。詳細は参考文献¹⁾を参照のこと。

2.2 試料

試料は WC と Co の混合粉末をプラズマ焼結した超硬合金試料を用いた。WC 粉末は同一とし、Co 粉末は形状と粒径が異なる 3 種 (a, b, c 種) を、Co 含有率 10 ~ 15% の範囲で 3 種に変化させ、計 9 種の試料を作製した。なお、試料の作成条件の記載は控える。

3. 試験結果および考察

3.1 SEM・EDS による観察および分析

Fig.1 に SEM および EDS による試料表面の観察と元素分析結果の一例を示す。a

種では高倍率 (以下、マイクロスケール) において 10 μm 程度の Co が凝集した組織がみられたが、低倍率 (以下、ミリスケール) では、マイクロスケールの組織が広範囲に渡って比較的均一に分布していた。一方、b 種や c 種ではマイクロスケールの Co 組織のサイズは a 種に比べて小さいものの、ミリスケールで WC や Co のみが局所的に集中した領域が見られ、数百 μm サイズで組織が偏析していた。Table 1 はミリスケールの SEM 像を元に算出した各試料における一塊の Co および WC の最大サイズと空間均一性の値である。最大サイズは画像中で最も大きな一塊の Co または WC の面積を元に円形近似した際の半径値である。空間均一性は Co または WC を対象として高山らの結晶粒組織の均一性評価法²⁾を適用したもので、値が 1 に近いほど均一な組織

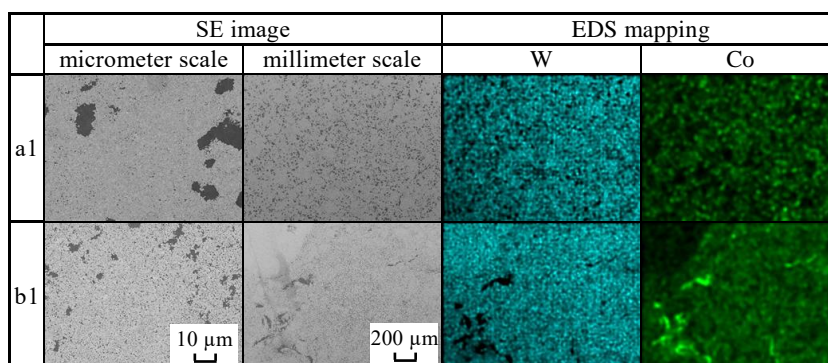


Fig. 1 SE image and EDS mapping of specimens

Table 1 material properties of specimens

| Specimen name | Maximum size, μm | | Spatial uniformity U_{sp} | | Co content, % |
|---------------|------------------|-------|-----------------------------|------|---------------|
| | Co | WC | Co | WC | |
| a1 | 19.3 | 69.2 | 0.98 | 0.98 | 10~11 |
| a2 | 29.5 | 67.5 | 0.99 | 0.96 | 12~13 |
| a3 | 30.5 | 56.6 | 0.97 | 0.98 | 14~15 |
| b1 | 104.2 | 147.2 | 0.57 | 0.60 | 10~11 |
| b2 | 87.1 | 79.8 | 0.84 | 0.83 | 12~13 |
| b3 | 178 | 98.2 | 0.84 | 0.88 | 14~15 |
| c1 | 33.2 | 79.0 | 0.89 | 0.71 | 10~11 |
| c2 | 14.3 | 102.4 | 0.98 | 0.81 | 12~13 |
| c3 | 150.6 | 71.1 | 0.90 | 0.98 | 14~15 |

であることを示す。a 種では最大サイズが Co で 20~30 μm , WC で 55~70 μm 程度, 空間均一性が Co・WC 共に 0.96~0.98 であり, 数百 μm の粗大な偏析がなく, 分布も均一な組織であった。一方, b 種・c 種では 100~150 μm 前後の粗大な Co や WC の偏析があり, 空間均一性も一部 c2 や c3 を除き 0.57~0.89 と a 種より値が小さく, a 種に比べて不均一な組織であった。そこで, a 種を粗大な偏析のない試料群 (以下, 均一群), b 種・c 種を粗大な偏析を含む試料群 (以下, 不均一群) とした。

3.2 機械的特性による評価

各種超硬合金試料のビッカース硬さと破壊靱性値を測定した。紙面の都合により具体的図は割愛するが, 均一群に対し不均一群はビッカース硬さが大きく, 破壊靱性値が小さいという傾向を示した。しかし, その差は最大で 15% 程度であり, 特にビッカース硬さは均一群と不均一群で値の大小関係に一貫性がなく, 偏析の差が明確でなかった。そこで, Co 層の平均厚みを表す指標である平均自由行程 (mean free path 以下, m.f.p.)³⁾ による解析を行った。なお, m.f.p. の値は, エッチング処理により粒界を現出させた試料の複数個所の SEM 像を画像処理することで算出した。結果を Fig.2 (横軸対数表示) に示す。同図より, 均一群, 不均一群によらず m.f.p. の増大 (large 側) に伴いビッカース硬さは減少, 破壊靱性値は増大し, 両者の値は m.f.p. により一義的に整理され, 両試験が Co 層の平均厚みと相関を持つことが示唆された。また, 不均一群は均一群に比べ, ばらつきが大きい傾向を示した。これは, 両試験の圧痕サイズが約 200 μm , き裂長さが数百 μm で偏析部位とほぼ同サイズであったことから, 不均一群では測定位置によるミリスケールの偏析の影響が値のばらつきとして現れたものと考えられる。

3.3 MSE 法による評価

各試料に MSE 試験を行い, 断面形状曲線を得た。いずれの試料においてもエロージョン深さは粒子の投射量に対して直線的に増加した。そこで, この直線を最小二乗法で近似した傾きをエロージョン率とし評価指標とした。Fig.3 に m.f.p. (対数表示) とエロージョン率の関係を示す。m.f.p. の増大に伴いエロージョン率も増大する傾向を示したが, 均一群は不均一群に対し全体的にエロージョン率の値が小さくなった。Fig.4 に均一群, 不均一群の代表例として a1 および b1 の MSE 試験後のエロージョン痕中央部の SEM 像を示す。不均一群では均一群に比べ試験後表面の凹凸部のサイズが不均一で, 分布にも偏りがみられた。また, Co 偏析部にはエロージョンが進行したことによるものとみられる大きな凹部が形成されていた。エロージョン率は超硬合金の塑性変形能に影響する m.f.p. と相関を示すことが先の研究で明らかになっている。MSE 試験において Co は WC に比べエロージョンが進行しやすいため, Co 偏析部位は優先的に脱落し, 試料表面に不均一な凹部や微細な凹凸を生じさせる。WC 偏析部位は塊として脱落することで脱落箇所不均一で大きな凹部を発生させる。これらの箇所が構造的な欠陥となり, 粒子衝突による衝撃力によって組織全体の脱落が加速され, 均一群と不均一群間でのエロージョン率の差としてあらわれたものと推察される。

4. 結言

組織偏析の状態が異なる超硬合金試料に MSE 試験を実施し, 機械的特性 (ビッカース硬さ, 破壊靱性値) 試験との比較考察を行うことで, 以下の結言を得た。

- ・機械的特性試験は Co 層の平均厚みと相関を持ち, ミリスケールの偏析は値のばらつきとしてあらわれる
- ・MSE 法は Co 層の平均厚みと相関を持ち, 数百 μm の WC および Co 偏析の有無や組織分布の不均一性をエロージョン率の差として捉え, 識別できることが示唆される

本研究は, 平成 28 年度研究成果最適展開支援プログラム (A-STEP) シーズ育成タイプの助成を受けた。記して謝意を表する。

参考文献

- 1) 高澤・岩井: MSE 法を用いた WC-Co 合金の表面強度評価—エロージョン粉解析による損傷機構の考察—, トライボロジスト, 61, 11 (2016) 775.
- 2) 高山・杜澤・加藤・茜谷・張: 結晶粒組織の均一性の定量的評価法, 日本金属学会誌, 60, 1 (1996) 44.
- 3) R. L. FULLMAN: Measurement of Particle Size in Opaque Bodies, J. Metals, 197(1953)447

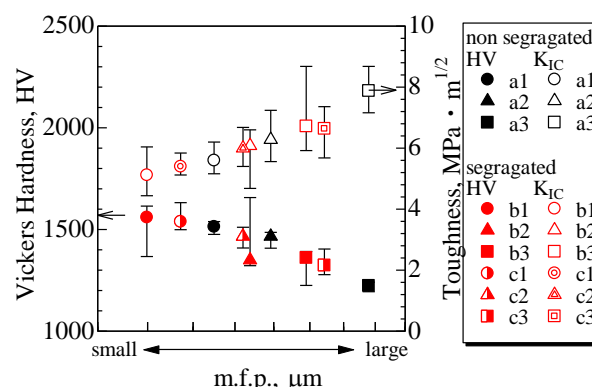


Fig. 2 m.f.p. vs. Vickers hardness & Toughness

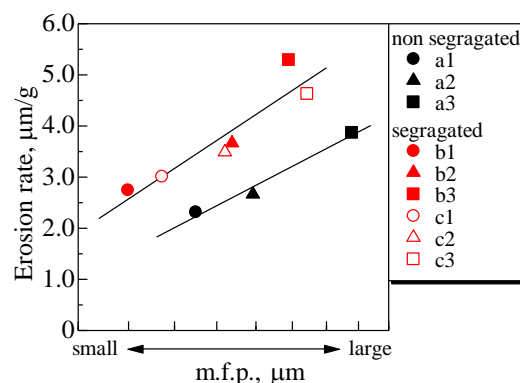


Fig. 3 m.f.p. vs. Erosion rate

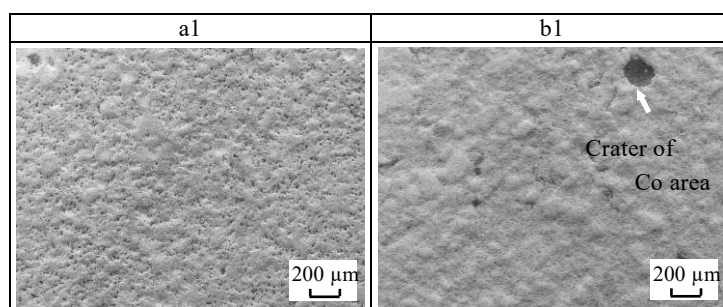


Fig.4 SE images of eroded surface