

超硬／ハイス鋼複合調和組織材料の作製およびその微細組織と機械的特性

Microstructure and Mechanical Properties of Harmonic Structure Composite with WC-Co Alloy and High Speed Steel

藤原 弘*, 望月 颯人**

Hiroshi FUJIWARA and Hayato MOCHIZUKI

Harmonic-structured composite with WC-Co alloy and high speed steel were produced via mechanical milling followed by spark plasma sintering, and their microstructure and mechanical properties were investigated in detail. The microstructure of the mechanically milled powders and spark plasma sintered compacts was characterized using scanning electron microscopy (SEM)/energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction (XRD). The mechanical properties of the spark plasma sintered compacts were evaluated on the basis of the Vickers hardness tests. SEM/EDS micrographs and XRD profiles indicated that the sintered compact at 1173K with WC-Co alloy and high speed steel has the harmonic structure with a network region composed of WC-Co alloy and a dispersed region composed of high speed steel. However the sintered compacts at 1123K and 1223K don't have the harmonic structure. These results indicate that the precise temperature control is necessary to fabricate the harmonic-structured composite with WC-Co alloy and high speed steel. The harmonic-structured composite with WC-Co alloy and high speed steel exhibit the high hardness.

1. 緒言

同形状の製品を大量に生産することのできる金型は、大量生産が主流の現代産業には欠かせない。また製造業の海外進出により金型への要求が増えてきている。例えば金型のコスト低減、金型の精度向上、金型寿命の向上、発注から納品までの短期間化などがある。中でも金型寿命の向上は生産量増加や金型コスト低減につながる重要な開発要素である。金型用材料は、硬度と靱性の高い材料が選択され、硬度は材料の耐摩耗性に関連し、靱性は寿命に関連している。硬度と靱性の関係は二律背反であるため二つの特性を同時に付与することは難しい。金型材料における硬さと靱性の関係図を Fig. 1 に示す。一般的に金型に使用されることが多いのが耐摩耗性に優れた超硬合金や靱性に優れたハイス鋼などの金属材料である。Fig. 1 からわかるように金型用材料は硬度を求めると靱性が損なわれ、靱性を優先すると硬度が落ちるという二律背反の関係にある。一方で、相反する二つの特性を同時に両立させる組織制御法の一つとして複合調和組織制御がある。複合調和組織はネットワーク領域と分散領域で異なる材質を併せ持つ複合材料であり、相反する特性を両立させることができることが知られている^{1,2)}。本研究では金型用金属材料の長寿命化を目指し、ネットワーク領域に高硬度の超硬、分散領域に靱性の高いハイス鋼を有する複合調和組織材料

を作製し、その微細組織と機械的特性について詳細に検討した。

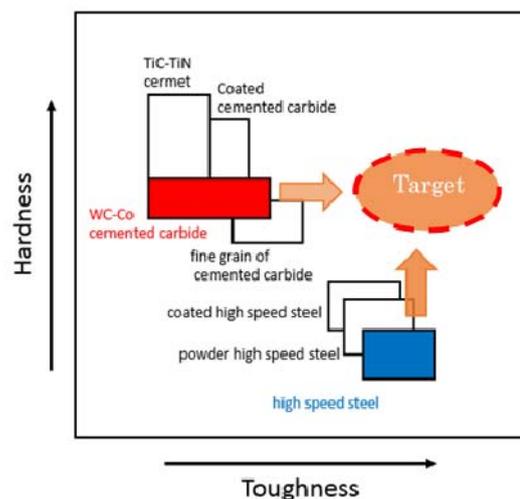


Fig. 1 Relationship between hardness and toughness in mold materials.

2. 実験方法

本研究では株式会社シルバーロイ製の超硬粉末 (WC-13%Co) および山陽特殊製鋼株式会社製のハイス鋼粉末 (Fe-1.27C-4.12Cr-4.92Mo-2.92V-5.89W : 以下 SPM23)

2019年6月25日受理

* 理工学部 機械工学科

** 理工学部 機械工学科 学生

を用いて、フリッチュ製遊星ボールミル(P-6)によりメカニカルミリング (MM) を行った。超硬粉末 (WC-13%Co) とハイス鋼粉末 (SPM23) の重量比が超硬粉末 : ハイス鋼粉末 = 3:7 になるよう超硬粉末 15g, ハイス鋼粉末 35g を、超硬ボール (5mm, 0.98g) を粉末との重量比が粉末 : ボール = 1:2 になる条件において、アルゴン雰囲気中で SKD 製ミリング容器に封入した。MM 装置の回転数を 200rpm, 回転時間を 345.6ks とした。また、MM 粉末が均一に混合されるよう 3.6ks 毎に MM 装置の自転と公転が逆になるように設定した。詳細な MM 条件を Table 1 に示す。MM の過程で生成された造粒粉末を取り除くため、アズワン株式会社製ミニふるい振とう機 (MVS-1N) による粉末整粒を行った。メッシュ 250 μm , 212 μm , 100 μm , 45 μm のステンレス製ふるいを使用し、整粒を行い 100 μm 以上 212 μm 以下の MM 粉末を焼結に使用した。これらの MM 粉末を住友炭素株式会社製 SPS-510L を使用して、放電プラズマ焼結 (SPS) を行った。MM 粉末 2g をグラファイト製のダイスに入れパンチで上下から挟み込み、真空雰囲気中 (10Pa 以下)、焼結圧力 50MPa, 1123K, 1173K, 1223K 各温度まで 0.9ks かけて昇温し、0.15ks 保持、その後 473K 以下になるまで炉冷することで、SPS 焼結体を得た。SPS 焼結体の微細組織観察には、日本電子株式会社製の走査型電子顕微鏡 (JSM-IT100) (Scanning Electron Microscope, 以降 SEM) 用い、エネルギー分散型 X 線分析 (Energy Dispersive X-ray Spectrometer, 以降 EDS) による元素分布観察も行った。機械的特性の評価として、株式会社島津製作所製のマイクロビッカース硬さ試験機 (HMV-G 21DT) による硬さ試験を行った。試験力 19.61N, 保持時間 5s の条件で 10 箇所行い、ビッカース硬さの平均値を求めることで評価した。

3. 実験結果

3.1 MM 粉末断面の組織観察

MM 粉末断面の組織観察結果を Fig. 2 に示す。Fig. 2 (a), (b), (c) において、(a) 二次電子像、(b) Fe の EDS 結果、(c) W の EDS 結果である。(b), (c) から MM 粉末の中心部は Fe が多く分布しており、粉末の外郭部は W が多く分布していることがわかる。このことから Fe が主成分であるハイス鋼粉末のまわりに W 成分を有する超硬粉末が凝着しており、MM 粉末はシェル/コア複合粉末であることがわかる。

3.2 SPS 焼結体の微細組織

1123K の焼結体の SEM 組織観察結果と EDS 分析結果を Fig. 3 に示す。Fig. 3 (a), (b), (c), (d) は、それぞれ (a) SEM の二次電子像、(b) EDS 測定領域、(c) Fe の EDS 結果、(d) W の EDS 結果を示す。Fig. 3 (a) より、粉末同士が十分に結合できておらず焼結が不十分であることがわかる。また、Fig. 3 (b) に示す領域の EDS 結果である Fig. 3 (c), (d) から各々の粉末は中心部で Fe 濃度が高く、その外郭部で W 濃

Table 1 Mechanical milling conditions.

Ball	Material	WC-Co	
	Weight (g)	0.98	
	Diameter (mm)	5	
Powder	Weight (g) (Total:50g)	WC-13%Co	15
		SPM23	35
Atmosphere		Ar	
Weight ratio to powder and ball		1:2	
Rotating speed (rpm)		200	
Rotating time (ks)		345.6	

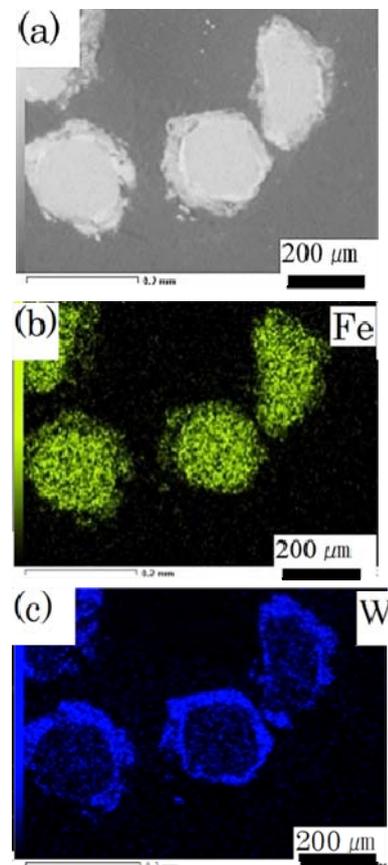


Fig. 2 SEM image and EDS results of MM powder.

度が高いことから、Fig. 2 と比較して粉末自体には変化がないことがわかる。

次に、1173K の焼結体の SEM 観察結果と EDS 分析結果を Fig. 4 に示す。Fig. 3 (a), (b), (c), (d) はそれぞれ、(a) SEM の二次電子像、(b) EDS 測定領域、(c) Fe の EDS 結果、(d) W の EDS 結果を示す。Fig. 4 (a) から明るいコントラストの領域が組織全体に連結しネットワークを構成していることがわかる。一方で、暗いコントラストの領域がネットワークの間に位置し全体に分散していることがわかる。また、

Fig. 4(b)に示す領域からのEDS結果であるFig. 15(c), (d)から明るいコントラストのネットワーク領域はW濃度が高いため超硬で構成されており, 暗いコントラストの分散領域はFe濃度が高いためハイス鋼で構成されていることがわかる. 1173Kの条件のSPS焼結体は複合調和組織を形成していることがわかる. さらに, 1223Kの焼結体のSEM観察結果とEDS分析結果をFig. 5に示す. Fig. 5(a), (b), (c), (d)はそれぞれ, (a)SEMの二次電子像, (b)EDS測定領域, (c)FeのEDS結果, (d)WのEDS結果を示す. Fig. 5(a)から粉末同士の結合面から亀裂が入っており, 内部においてもラス状の組織も確認できる. また, Fig. 5(b)に示す領域からのEDS結果であるFig. 5(c), (d)より, W成分は粉末内部にまで入り込んでいることがわかる. これは超硬粉末のWが拡散してハイス鋼内部に拡散していることを示している. そのため, 内部ではそう変態が起こり, 一部ラス状の組織が観察されると考えられる. 1123Kの条件では, 焼結温度が高すぎたためこのような現象が起こったと考えられる. 以上のFig. 3~5の結果より, 超硬/ハイス鋼複合調和組織材料を作製するためには, 詳細な温度管理が重要であり, 最適な焼結温度は1173K付近である.

3.3 複合調和組織材料の硬さ試験

1123K~1223Kの各焼結体の機械的特性について検討するため, それぞれの焼結体のビッカース硬さを求めた. Fig. 6に1123K~1223Kの各温度におけるビッカース硬さを示す. また, 1173Kで焼結した時のハイス鋼のみの焼結体のビッカース硬さ(▲)も併せて示している. 1123K, 1223Kの焼結体のビッカース硬さの平均よりも複合調和組織を形成している1173Kの焼結体のビッカース硬さの平均が高いことがわかる. 1173Kの焼結体の硬さはばらつきも大きく, 部分的にはハイス鋼のみの焼結体より硬度が高いことがわかる. Fig. 7に1173Kのビッカース硬さ試験の圧痕を示す. Fig. 7に示すように圧痕に一部が高硬度の超硬ネットワーク領域にかかることにより, ばらつきは大きいものの平均的には高い硬度を維持している.

4. 考察

Fig. 3~Fig. 5より, 1123Kの焼結体は焼結が不十分であり, 1223Kの焼結体はWの拡散や相変態により粉末同士の結合面で亀裂が入っていたが, 1173Kの焼結体は超硬/ハイス鋼複合調和組織を形成していた. このことから粉末とボールの重量比1:2以上, 回転時間345.6ks以上のMM条件で作製したMM粉末を用いて1173KでSPS焼結を行うことにより調和組織構造を有する超硬/ハイス鋼複合調和組織材料を作製できることが明らかとなった. このような複合調和組織構造を有する材料は優れた変形能を有しながらも優れた摩耗特性を示すことが知られている. 著者は, 以前ネットワーク領域にハイス鋼, 分散領域に炭素鋼を有する複合調和組織材料において, ネットワーク領域のハイス

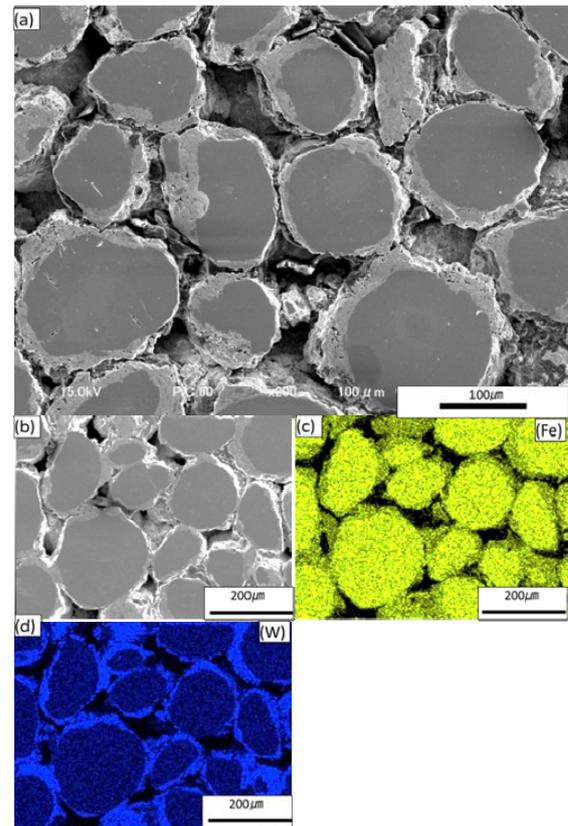


Fig.3 SEM images and EDS results of the SPS compact at 1123K.

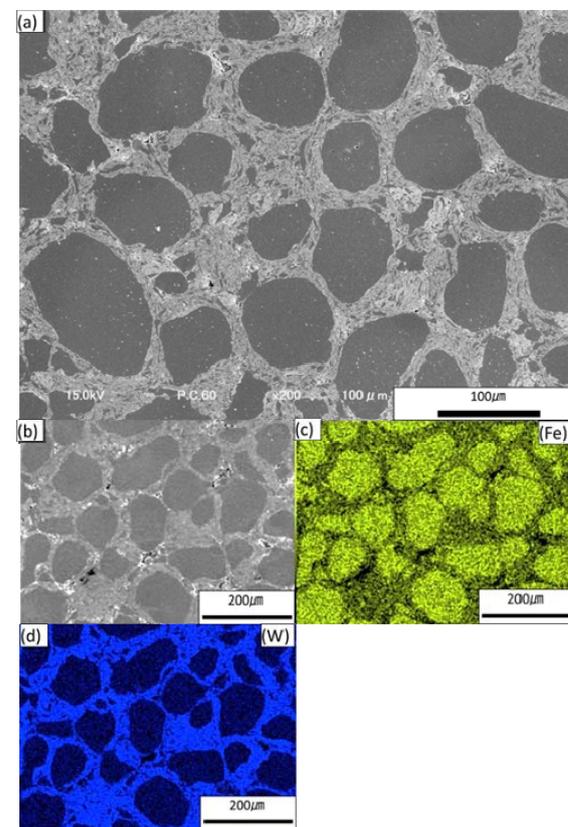


Fig.4 SEM images and EDS results of the SPS compact at 1173K.

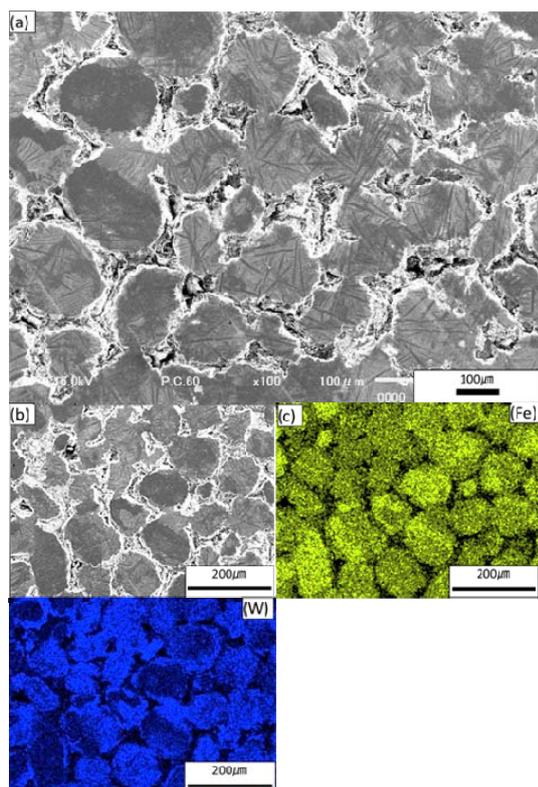


Fig.5 SEM images and EDS results of the SPS compact at 1223K.

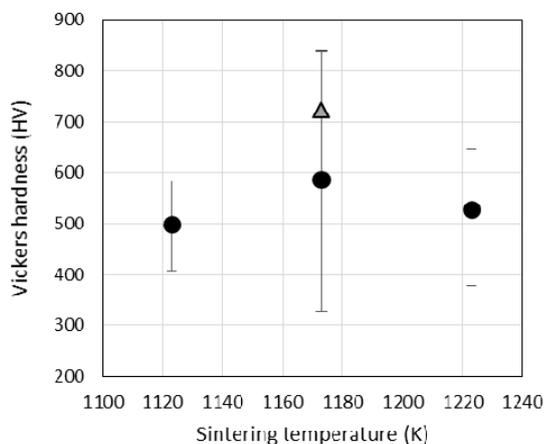


Fig.6 Vickers hardness of SPS sintered compacts.

鋼体積率 30%以上の時に低硬度でありながらも優れた耐摩耗特性を示すこと示している³⁾。これはネットワーク状のハイス鋼が優れた摩耗性を維持し、分散領域の炭素鋼が変形能を有するためである。本研究においては、以前の研究とは異なり、ハイス鋼を分散領域に、超硬をネットワーク領域にした複合調和組織材料を作製している。この複合調和組織材料は、ネットワーク領域にハイス鋼よりも耐摩耗性に優れた超硬を配置していることから、ネットワーク状の超硬がハイス鋼よりも優れた耐摩耗性を維持しつつ、分散領域のハイス鋼の靱性(変形能)を有することを期待

できる。したがって、本研究で作製した超硬/ハイス鋼複合調和組織材料は金型材料として優れた特性を有することが示唆される。

5. 結言

本研究では、超硬粉末とハイス鋼粉末を重量比 3:7 の割合で回転数 200rpm, ミリング時間 345.6ks, 粉末とボールの重量比 1:2 で MM 処理を行うことにより MM 粉末作製した。この MM 粉末の SPS 焼結によって 1123K, 1173K, 1223K の焼結体を作製し、その微細組織と機械的特性を評価した。1123K の焼結体は粉末同士が結合しておらず、不十分な焼結であることがわかった。1173K の焼結体はネットワーク領域に超硬, 分散領域にハイス鋼を有する複合調和組織を形成する。1223K で得た焼結体は結合面で亀裂が発生し、ラス状組織も観察される。以上のことより、粉末とボールの重量比 1:2, 回転時間 345.6ks の条件の MM 粉末を 1173K で焼結することで、ネットワーク領域に超硬, 分散領域にハイス鋼を有する複合調和組織で構成された複合調和組織材料ができることが明らかになった。得られた焼結体にビッカース硬さ試験機による硬さ試験を行った結果、複合調和組織のビッカース硬さの平均は複合調和組織構造を有する 1173K の焼結体が最も高いことが明らかとなった。

謝辞

本研究は、静岡理科大学 平成 30 年度提案型教育研究費 研究プロジェクト A を受けて遂行されました。ここに謝意を表します。

参考文献

- 1) H. Fujiwara, R. Akada, A. Noro, Y. Yoshita and K. Ameyama: Mater. Trans. 49(2008) 90-96.
- 2) T. Sekiguchi, K. Ono, H. Fujiwara and K. Ameyama: Mater. Trans. 51(2010) 39-45.
- 3) 藤原 弘, 續木雄基, 宮本博之: 粉体および粉末冶金, 62 (2015), 302-307.