超合金のクラック長さに及ぼす 試料表面調製の影響について

横浜 幹夫*・貞広 孟史*

Mikio Yokohama and Takeshi Sadahiro: The Influence of Surface Finishing on Crack Length of Cemented Carbides

In order to evaluate the toughness of cemented carbides, the influence of surface finishing on crack length at vickers indentations was studied.

The results are as follows.

(1) Grinding introduces deformed surface layer. The heavier the grinding, the shorter the crack length. The increase in crack length resulting from polishing is caused by the removal of the surface layer produced in grinding.

(2) Annealing at temperatures about 800°C removes the damage produced in grinding and polishing. Crack length in a given alloy reaches a maximum if the specimens are annealed after polishing.

(3) This maximum crack length should be used in evaluating parameters for the crack resistance of an alloy.

The crack resistance, which is independent of the indentation load and of the hardness of the alloy serves to evaluate the toughness of cemented carbides.

(Received December 3, 1969)

I 緒 言

超合金の靱性を評価する方法として、Palmqvist¹⁾はビッカース圧痕に生ずるクラック長さからクラック発生に要する仕事量を次式によって計算した。

$$A_k = 6.49 P_k \sqrt{P_k / H_{vk}} \quad (1)$$

ここで、 A_k = クラック発生に必要な臨界仕事量 (g·cm)

P_k = 臨界荷重 (クラック発生に必要な荷重) (kg)

H_{vk} = ビッカース硬さ (kg/mm²)

しかし、実験的に臨界荷重を求めるのは大変である。クラック長さと荷重との間には直線関係があり²⁾ (Fig.

1) 次式で表わすことができる。

$$l = aP + b \quad (2)$$

ここで、 l = ビッカース圧痕に生ずるクラック長さ

P = 荷重

Fig. 1 Relation between crack length and load.

a, b = 合金の靱性、表面調製方法などによって変わる変数

このとき $l=0$ のときの P を求める。この P が臨界荷重である。他の方法として、たとえば 200μ のクラックを発生するに要する荷重を求める方法がある。

* 東芝タンガロイ株式会社技術部 川崎市塚越1の7

$$A_{200} = 6.49 P_{200} \sqrt{P_{200} / H_V} \quad (3)$$

従来の曲げ試験と比べて、特別な試料を作る必要もなく1つの試料で十分な資料が得られ、ばらつきも少なく、使用用途も広い利点があり、種々の研究がなされた¹⁻⁵⁾。

しかし、クラック長さと合金特性（耐摩耗性、耐衝撃性など）との関係を明らかにすることができず、また表面の調製条件によってクラック長さが大きく左右されることなどから広く実用されるにはいたらなかった。

最近、Exner⁶⁾は研削によって生ずる変形層をとり除けば、臨界荷重は0となり、(2)式は

$$l = aP \quad (4)$$

$$1/a = P/l = W \quad (5)$$

となる。Wをクラック抵抗として表わせれば、荷重、合金の硬さに無関係に靱性を評価できるとし、WC-0.8TaC-0.2NbC-6Co (WC grain size = 0.5 μ H_V = 1740 kg/mm²) という比較的靱性の乏しい合金で実験的に実証した。

筆者らは靱性の乏しい合金では臨界荷重は比較的小さく、わずかな荷重でクラックが発生することを経験的に認めていたが、高Co合金など靱性の大きな合金においてもこのExnerの提唱が本当にあてはまるものかを確認めるとともに、試料表面の調製法による影響についての2~3の実験を行なった。

II 試料の作成および実験方法

約4 μ のWC粉末(全炭素量6.15wt%)を用いて、WC-5, 10, 15および25wt%Coの組成に配合し、64Hrのボールミル混合を行なった。これらの粉末を1ton/cm²の圧力で6×10×30mmの短冊型に成形し、1400°C 1Hr真空焼結を行なった。試料の性質をTable 1に示した。

この試料を用いて下記の4つの表面調製を行なった。

- (1) 80メッシュのシリコンカーバイドホイールによる研削
- (2) 150メッシュのダイヤモンドホイールによる研削
- (3) 5~10 μ のダイヤモンドホイールによる研削
- (4) 1 μ のダイヤモンドペーストによる研磨

10, 60, 100 および 150 kg の荷重を用いてビッカ

ス圧痕に生ずる4本のクラックの合計をクラック長さとして示した。

なお、とり除いた表面層の厚さはビッカース圧痕の対角線の長さの減少量の測定により次式で計算して求めた。

$$A = (D_1 - D_2) / 2 \cdot \cot(\alpha/2) = 0.143(D_1 - D_2) \quad (6)$$

ここで、A=とり除いた表面層の厚さ(μ)

D_1, D_2 =研削、研磨前後のビッカース圧痕の対角線の長さ(μ)

α =ビッカース角錐の頂角(136°)

焼鈍実験として600, 700, 800 および 1000°C で1Hr真空焼鈍を行なった。

また、残留応力の測定は東芝製X線応力測定装置を用いて、Cu K α 線によるWC(212)面の回折線から $\sin^2 \phi$ 法で求めた。

III 実験結果および考察

超硬合金の表面にビッカースの圧痕をおすと Fig. 2 に示すようにビッカース圧痕のコーナーから4本のクラックが発生する。この圧痕を表面から5~10 μ のダイヤモンドホイールで研削してクラックの状態を調べた。研削応力がかかるのでクラック長さの増が考えられるが、一般に Fig. 3 に示すような形状になっているものと思われる。クラックの表面からの浸入深さは長さに対して約3/5の値をとることが報告されている⁷⁾がほぼ同程度の値を示している。

Fig. 2 Vickers indentations in cemented carbides.

Fig. 3 Figure of cracks at Vickers impression.

Table 1 Properties of WC-Co alloys used.

No.	Co content (wt%)	Transverse Rupture Strength (kg/mm ²)	Density (g/cm ³)	Coercive Force (Oe)	Hardness (RA)
1	5	193	15.04	193	91.1
2	10	228	14.54	155	89.8
3	15	294	14.05	98	87.5
4	25	326	13.16	65	84.5

次に、 1μ のダイヤモンドペーストでの研磨によって表面層をとり除いたときのクラック長さの変化を Fig. 4 ~ Fig. 7 に示した。ただし、とり除いた層の厚さは(6)式によって求めた。150メッシュのダイヤモンドによる研削ではクラック長さは短く、 $5\sim 10\mu$ のダイヤモンドによる研削では長くなる。

そして、ともに研磨によってクラック長さは直線的に増大し、一定の大きさに近づく。この値は Co 量の増大により減少する。 $5\sim 10\mu$ のダイヤモンド研削では表面に残る変形層が少なく、比較的早く一定値に達する。

Fig. 4 Crack length of WC-5%Co alloy as a function of thickness of deformed layer removed by polishing.

Fig. 5 Crack length of WC-10% alloy as a function of thickness of deformed layer removed by polishing.

Fig. 6 Crack length of WC-15%Co alloy as a function of thickness of deformed layer removed by polishing.

Fig. 7 Crack length of WC-25%Co alloy as a function of thickness of deformed layer removed by polishing.

WC-15%Co 合金では約 $3\sim 4\mu$ 、他では約 $7\sim 8\mu$ の変形層を有することになる。150メッシュのダイヤモンド研削では約 $9\sim 10\mu$ 程度で Co 量によってほとんど無関係であった。この結果から変形層は研削圧力などによっても変化するであろうが、大体数 μ から十数 μ ぐらいであると思われる。

われわれの結果は数値的には少々異なるが基本的傾向は他の文献^{1-4,9)}とよく似ている。

次に、150メッシュのダイヤモンド研削した表面層を $5\sim 10\mu$ のダイヤモンド研削によってとり除いたときのクラック長さの変化を Fig. 8 に示した。

表面の研削によって放物線的にクラック長さは増大し、表面から約 $20\sim 25\mu$ ではば一定になる。この値は Fig. 4 ~ Fig. 7 に示した値よりも小さい。これを確かめるために、さらに十分研磨したときのクラック長さを

Fig. 8 Crack length as a function of thickness of deformed layer removed by grinding ($5\sim 10\mu$).

Fig. 8 の右側に示した. わずかに大きな値を示し, Fig. 4~Fig. 7 の値とほぼ同じである. このことは150メッシュのダイヤモンド研削よりも小さいが5~10 μ のダイヤモンド研削でも変形層を有することを示している.

研削, 研磨による変形層, 残留応力をとり除いてやるには焼鈍が最もよいとされているので焼結実験を行なった.

その結果を Fig. 9 に示した. 焼鈍温度によりクラック長さは増大し, 約 800°C 以上となるとほとんど一定となる.

Fig. 9 Crack length as a function of annealing temperature.

十分研磨した後 800°C で焼鈍したものはさらに大きな値を示した. これは研磨よりも研削の方が表面あらさも粗く, 研削きずが残るために短くなっているものと思われる.(経験的に巣孔があるとクラックの先端に集中する応力が小さくなるため, クラック長さは短くなることが知られている.)

十分研磨して焼鈍したものをさらに研磨するとクラック長さは減少する. このことは研磨によっても表面に変形層残留応力が残ることを示している.

表面に応力をかけない研磨方法としては一般に電解研磨法が採用されるが, これでも応力を受け, 研磨よりも大きいことが報告されている⁹⁾.

次に, 荷重とクラック長さとの関係を Fig. 10~Fig. 13 に示した. 荷重とクラック長さとの間に直線関係がある.

SiC による研削ではクラック長さは最も短く, 大きな臨界荷重を有する. そして勾配も小さい. 150メッシュのダイヤモンド研削になるとクラック長さは増大し, 臨界荷重は減少し, 勾配も大きくなる. さらに 5~10 μ の

ダイヤモンド研削となると臨界荷重は 0 に近づき, 勾配もさらに大きくなる. なお, 図中, 研磨の次のカッコ内の数字は研削ののち研磨によってとり除いた層の厚さを示している. その値は Fig. 4~Fig. 7 で一定の値に達する領域に入っているものである. そして, 研磨ののち焼鈍した試料でクラック長さは最も長く, そののち研磨したものはわずかに短くなっている. ここで重要なことは研削によって受けた応力を研磨または焼鈍でとり除いてやれば, WC-15%Co および WC-25%Co 合金のように Co 量の多い合金でもほんのわずかな荷重によってビッカースの圧痕のコーナーからクラックが発生するこ

Fig. 10 Crack length of WC-5%Co alloy as a function of applied load.

Fig. 11 Crack length of WC-10%Co alloy as a function of applied load.

Fig. 12 Crack length of WC-15%Co alloy as a function of applied load.

Fig. 14 Relation between crack length and Co content of WC-Co alloys.

Fig. 13 Crack length of WC-25%Co alloy as a function of applied load.

Fig. 15 Relation between crack resistance and Co content of WC-Co alloys.

とがいえる。

そして、表面に研削などによる反応力が残っていると Palmqvist がいう臨界荷重が存在することになる。

次に、十分研磨したのち 800°C で焼鈍した最大のクラック長さと Co 量との関係を Fig. 14 に示した。Co 量の増大によって、クラック長さは順次減少する。荷重が異なっても傾向は同じである。表面の変形層をとり除いているので(4)式が当てはまる。そこで、(5)式のクラック抵抗(w)を求める Fig. 15 とのようになる。3点

がほぼ同じ位置に集まって、荷重にはほとんど無関係となる。

さらに、従来の抗折力試験とどのような関係があるかを Fig. 16 に示した。これによると直線関係があることが認められた。このため、クラック長さの方法は特別の試料を作る必要もなく、ばらつきも比較的小さく抵抗

力試験よりも有利である。

研削によって鋼などの表面に圧縮応力が残るが^{10,11)},

Fig. 16 Relations between crack length and transverse rupture strength.

超硬合金でも同様のことが起こることが報告されている⁹⁾。

そこで、WC-5%Co 合金を用いて、X線による応力を測定し、(弾性係数 $E=62,800\text{kg/mm}^2$ ¹²⁾、ポアソン比 $V=0.21$ ¹³⁾ を使用した。) クラック長さとの関係を求めた。Fig. 17 にみられるように圧縮圧力が大きくなるほどクラック長さは短くなる。研削、研磨の方向とその垂直方向に分けて考えてもほぼ同様の傾向を示した。こ

Fig. 17 Crack length as a function of compressive stress in tungsten carbide.

のことからクラック長さはビッカースの圧痕の4本の合計で考えなくとも、縦の2本または横の2本を別々のクラック長さとして示し、それぞれの方向の残留応力を知ることができる。

また、表面に引張応力が残っていても Fig. 17 から推測することができると思われる。

IV 総 括

以上の結果をまとめると次のようになる。

(1) 研削によって表面に変形層を生ずるので重い研削ほどクラック長さは減少する。

(2) 研削による変形層を研磨によってとり除くと直線的にクラック長さは増大し、一定値に近づく。

(3) 800°C 以上の焼鈍によって表面の変形層をとり除くことができる。

(4) 最大のクラック長さを求める方法としては十分に研磨したのち、800°C 以上で焼鈍することである。

(5) クラック抵抗で表わすと荷重、合金の硬さに無関係に超硬合金の靱性を評価することができる。

最後に、X線応力測定に際してご便宜、ご指導をいただいた東京芝浦電気(株)電子計測設計部の筒井博氏、木船盛夫氏に深く感謝の意を表する。また、本実験は東北大学工学部学生鈴木博行君、九州工業大学工学部学生、久保博篤君に協力いただいたことを付記する。

文 献

- 1) S. Palmqvist : Arch. Eisenhuetten W., 33 (1962), 629.
- 2) W. Dawidl and G. Altmeyer : Z. Metallk., 55 (1964), 231.
- 3) S. Palmqvist : Jernkontorets Ann., 147 (1963), 107.
- 4) S. Palmqvist : Verkstäderna, 59 (1963), 137.
- 5) S. Öhman, E. Pärnama and S. Palmqvist : Jernkontorets Ann., 151 (1967), 126.
- 6) H.E. Exner : Trans. AIME, 245 (1969), 677.
- 7) 原, 矢津 : 住友電気, 100 (1969), 136.
- 8) A. Miyoshi, A. Hara and Y. Sugimoto : Planseeber. Pulvermet., 15 (1967), 187.
- 9) 原, 目賀田, 矢津, 西川, 西本 : 第8回X線材料強度シンポジウム概要集, (1969), 105.
- 10) H.R. Letner : Trans. ASME, 77 (1955), 1089.
- 11) L.V. Colwell, M.J. Sinnott and J.C. Tobin : Trans. ASME, 77 (1955), 1099.
- 12) P. Schwarzkopf and R. Kieffer : Cemented Carbides, Macmillan, New York (1960), 138.
- 13) E. Lardner and N.B. McGregor : J. Inst. Met., 80 (1951~2), 369.