明 H. 名 夫 煥 生 年 月 H 本 韓国 学位の種 類 博士 (工学) 博甲第231号 位配番 平成10年3月25日 学位授与の日付 学位授与の要件 課程博士(学位規則第4条第1項) 学位授与の題目 X線回折によるWC-Co超硬合金の残留応力測定および強度評価に関 する研究 論文審查委員 (主杳) 廣瀬 (副査) 茶谷 明義, 小村 照寿, 北川 和夫, 佐々木敏彦

学位論文要旨

ABSTRACT

In this study, WC-Co cemented-carbides with a different WC grain size and Co content was considered about the elasticity deformation behavior and tri-axiality stress distribution by the uni-directionally work was considered by X-ray diffraction. Moreover, an X-ray fractography was applied to the fracture surface obtained by the fracture toughness test, and the correlation of the plasticity zone size and the fracture mechanics parameter was discussed. Next, the fatigue crack progress testing was done, and the influence of the stress ratio and the organization factor on the crack progress characteristic was considered. The crack progress and the Co phase transformation mechanism of this alloy in each stress ratio were discussed based on the result of a fractography and an X-ray diffraction.

Consequentially, the elastic-plastic deformation and the stress distribution of the WC-Co cemented carbides by an X-ray diffraction were clarified. Consideration in fracture mechanics parameter can have been done by an X-ray fractography of the fracture surface. Moreover, a series of studying concerning the influence of the stress ratio and the organization factor in the fatigue crack progress characteristic can have been done. Especially, the degree of the Co phase-transformation in the fatigue process is different according to dynamic in the plasticity zone at the crack tip. It was clarified that the fatigue crack progress characteristic was ruled by the thickness of the Co phase which depended on the organization factor.

学位論文要旨

超硬合金は 1890 年代に H. Moisson によりほう化物, けい化物, 各種炭化物などの硬質材料に関する研究で発明された. 1923 年 K.Scöhrter の特許以来, 研削, 耐衝撃および耐摩耗用工具材料, 高圧高温用部品材料などとして用いられ, 関連工業界に大きな役割を果たしてきた. この理由は本合金の機械的性質が, 常温から高温までの広い温度範囲において極めて優れていることに他ならない. 現在も各種工具材料をはじめとして, 広く使用されているため, WC-Co系超硬合金に関して数多くの研究が報告されてきた. しかし, 機械工業の発展に伴い硬質焼結合金の用途が広くなり, 性能の向上に対する要求も多くなっており, その評価方法も多岐にわたっている.

本研究では、WC 粒径と Co 含有量を人工的に調整した WC-Co 超硬合金を用いて、まず X 線応力測定による弾性変形および有向性加工により生じる研削表面の3 軸応力解析を行い、機械的特性に及ぼす微視的組織因子の影響について考察した. 次に、疲労き裂進展に及ぼす微視的組織因子、特に Co 相の塑性変形について破壊力学のパラメータを用い、本材料の疲労き裂進展特性における機械的特性を詳細に考察した.

本論文は全7章で構成されており、以下に主要な結果をまとめて示す.

第1章では、本研究で取り扱った WC-Co 超硬合金の特徴、実用上の問題点、 そしてこれまでなされてきた研究成果を簡単に記述した。また、本研究の重要 性を述べ、論文の位置付けおよび目的について明らかにした。

第2章では、X線応力測定を用いて WC-Co 超硬合金に対し、各相の応力を 測定した.まず、X線回折による X線的弾性定数を測定し、その値を機械的 値と比較した.測定された応力で WC相と Co相の相応力を求め、微視的応力 と巨視的応力を複合則に対して検討した.

- (1) WC-Co 超硬合金に $FeK \alpha$ 線を用いた WC(112)面および Co(311)面での回 折はすべて独立ピークで、各相の相応力はそれぞれ求められる.
- (2) X線回折で単相体の応力定数が求められ、WCおよび Co 単相体の応力 定数はそれぞれ-1555、-649MPa/deg である. また、X線回折で求めた単相体の ヤング率とポアソン比を機械的性質と比較するとほぼ一致した.
- (3) 複合材料の各相に対して求めた X 線的ヤング率 E_{x} '/($1+\nu_{x}$ '), E_{x} 'および応力定数を単相体の値と比較すると, X 線的弾性定数および応力定数は Co 相の体積率 V_{r} の増加と共に減少した.
 - (4) 負荷応力に対し、WC 相および Co 相の相応力は比例的に増加し、WC

相の増加率が大きかった. 負荷応力 σ_a が 0 である場合, 巨視的応力は表面圧縮で相対的相応力は WC が圧縮, Co が引張りであった. また, 複合則で求めた巨視的応力は負荷応力とよく一致し, Co 含有量が異なる材料に対しても複合則は成立した.

第3章では、種々の超硬合金に対して研削加工により有向性加工を施し、加工表面の残留格子ひずみ分布を測定して次のことを明らかにした.

- (1) WC-Co合金の研削面の各相においても鉄鋼材料と同様にψスプリットが認めらた。研削方向と直角方向にはψスプリットが認められなかった。また、各相におけるψスプリットの逆転は認められなかった。
- (2) 有向性加工によりWC-Co超硬合金に生じるψスプリット,すなわちせん断応力の挙動は有向性加工によりWC相中に積層欠陥により方向性を持って集積する転位分布およびCo相中に応力誘起変態により生じる相変態の度合いに密接な関係があるがわかった.
- (3) 各相における研削表面の巨視的および相応力は圧縮であり,研削方向よりそれに垂直方向の方が大きな圧縮となる. 同一研削条件では Co 相より WC 相の方が大きな圧縮であり, 微視的応力は WC 相で圧縮で, Co 相で引張りとなった.

第 4 章では、WC-25wt%Co 超硬合金の破壊じん性破面近傍のき裂進展方向 残留応力分布を X 線回折法により測定し、破壊力学パラメータとの相関関係 を検討し、次の結果が得られた。

(1) 切欠き半径 ρ の鈍化切欠き付 3 点曲げ試験片の破壊じん性試験でのき裂発生時の応力拡大係数 $K_{
ho}$ は仮想切欠き半径の概念に基づく次式で整理できた. $K_{
ho}/K_{
ho}=(1+\rho/\rho_{
ho})^{1/2}$

ここで、 K_0 は ρ =0 の応力拡大係数値であり、また、 ρ_0 は ρ =0 に対応する潜在切欠き半径である.

- (2) 残留応力は切欠き半径が大きいほど大きく、残留応力が一定に漸近するまでの塑性域深さも深い、また、破面近傍の残留応力は引張りで、分布型は破面直下で極大値をとり、それ以上の深さでは徐々に減少する I 型の分布を示した.
- (3) 破面下の残留応力分布に基づき測定した塑性域深さ ω_y と破壊じん性値Kおよび $0.2\%耐力\sigma_{0.2}$ との間には次の破壊力学的関係式が成立した.

 $\omega_y = \alpha (K_i / \sigma_b)^2$

ここで、 α =0.148 であった.

第5章では、WC-Co超硬合金の疲労き裂進展特性に及ぼす応力比、Co含有

量および Co の相変態の影響を 3 点曲げ試験片を用いて調べた. さらに, これらの結果について破壊力学的およびフラクトグラフィ的観点から考察した. 以下に結論をまとめる.

- (1) 疲労き裂進展速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK との間にはいずれの材料に対しても、第 Π 領域において、パリス則が成立した。また、WC-16%Coの場合、応力比Rの影響が認められたが、WC-25%Co の場合は、応力比の影響は認められなかった。
- (2) WC-25%Co 合金の Co 破壊面を観察してみると、応力比によって破壊様式に違いが確認され、R=0.1 ではぜい性、一方 0.5 では延性的な様式を呈するものが多いようであった.
- (3) WC-Co 超硬合金の da/dN- $\Delta K_{eff}/E$ の関係は、他の金属類とは一致せず、 金属とアルミナセラミックスの中間の特性を示した。
- (4) き裂先端近傍の Co 相は疲労の過程で相変態を起こし、Co を脆化させる. そのため、Co 相変態量が多いものほどき裂進展速度は速くなることから、本合金の疲労き裂進展特性に対しては Co 含有量および Co 相変態の生じる度合いが密接に関係していることがわかった.

第6章では、本研究では、Co 量を 22wt.%に、WC 粒径を $3\mu m$ と $6\mu m$ に変えた WC-Co 超硬合金についてき裂進展実験を行い、疲労き裂進展特性に及ぼす応力比および WC 粒径の影響を 5 章の WC-16, 25wt.%Co 材($WC3\mu m$)について得られた特性と比較し、検討した、以下に結論をまとめる.

- (1) 疲労き裂進展特性には顕著な応力比の影響が存在し、応力比が大きいほど同一 ΔK に対する da/dN は大きくなり、また WC 粒径が大きいほど大きくなった.
- (2) 本材料のき裂進展特性はき裂開閉口挙動を考慮しても da/dN- $\Delta K_{\rm eff}$ の関係だけでは完全に説明できなった.
- (3)WC-Co 超硬合金の疲労き裂特性は WC 粒径に依存し、き裂進展に Co 相の相変態度合いが密接に関係していることがわかった. 特に、Co 相変態の度合いはき裂先端の塑性域中での力学的状態に応じて異なり、WC 粒径に依存した Co 相の厚さによって疲労き裂進展特性が支配されていることが明らかになった.

以上のように、X線回折の適用により WC-Co 超硬合金における残留応力および破壊強度に及ぼす材料因子の影響に関する一連の考察ができ、WC-Co 超硬合金の変形あるいは破壊様式には各相の塑性変形機構と密接な関係があることが明らかになった。このような塑性変形機構は WC-Co 超硬合金ばかりでな

く複合材料,特に塑性変形により組織の一部が相変態を起す材料の強度評価の 理解を一層深くし,さらに飛躍的な進展を遂げるものと思われる.

今後の検討課題としては、本材料中の炭素濃度、試験条件、残留応力の影響などによって塑性変形機構に違いが生じる可能性があるので、これらの因子による定量的な評価を行う必要がある.

学位論文審査結果の要旨

各審査員らによって、提出された論文を個別に審査し、平成10年2月11日に開催した口頭発表の内容をふまえ、同日に論文審査委員会を開催し協議を行った。その結果、本論文を以下のように判定した。

本論文は、X線回析により各相の残留応力を求め、WC-Co超硬合金の機械的性質に及ぼす各相の組織因子の影響について検討したものである。また、疲労き裂進展特性に及ぼす応力比および組織因子の影響について考察し、特にCo相の相変態がき裂進展抵抗に及ぼす影響についてまとめたものである。本論文で得られた成果は大別して次の2点よりなる。

- 1)研削のような有向性加工表面の各相における応力解析を行いsin²Ψ線図の非線形すなわち、Ψ スプリット挙動に及ぼす組織因子の影響について明らかにした。また、本材料の有向性加工層に おけるΨスプリットが生じる原因について各相の微視機構モデルを提案し、スプリット挙動のメ カニズムを明確に説明した。
- 2) 疲労き裂進展実験を行い,き裂進展特性に及ぼす応力比および組織因子の影響について考察し,疲労き裂進展特性を明らかにした。また,疲労き裂進展中に生じたCo相中の相変態を電子顕微鏡およびX線回析により観察し,各応力比におけるき裂進展とCo相変態メカニズムを明らかにした。

以上の論文成果は、WC-Co超硬合金のようにその組織の一部が外部エネルギーにより相変態を起こす材料の強度評価に重要な知見をもたらした。したがって、本論文は十分に学位論文に値するものと判断する。