

# パルス通電加熱による超硬合金の熱間塑性加工と それを利用した傾斜組成超硬合金部材の作成

苫小牧工業高等専門学校 創造工学科 機械系  
准教授 高澤 幸治

(平成 28 年度 一般研究開発助成 AF-2016036)

キーワード：超硬合金，パルス通電加熱，熱間加工，傾斜組成材料

## 1. 研究の背景と目的

超硬合金は、微細な炭化タングステン (WC) 粒子間にある僅かな隙間をコバルト (Co) で充填した緻密な構造を有する WC-Co 系合金である。そのため、セラミックスに匹敵する硬さと、セラミックスよりも高い破壊靱性を示し、工具や耐摩耗部材に広く利用され、工業生産に必要不可欠な基幹材料となっている。一般に、超硬合金部材はニアネットシェイプ加工（除去加工をせずに、複雑な形状へと成形する手法）の一つである粉末冶金法により製造される。しかし、最終製品の形状が複雑な場合、圧粉体形成や焼結過程での形状維持や焼結収縮後の寸法精度に難があることから、単純形状の焼結体から除去加工によって複雑形状にすることが多く、ニアネットシェイプ加工の利点が活かしきれていない。

この課題を解決するための一つの方法として、本研究では、放電プラズマ焼結（本研究では、より一般的な名称として「パルス通電加熱」と称する）装置を用いた、超硬合金バルク材の熱間塑性加工を提案する。超硬合金の組織は、その大部分が高融点かつ脆性材料である炭化タングステン粒子で占められているものの、粒子間のコバルトが加熱によって軟化あるいは熔融すれば、全体としては塑性変形が可能であると考えられる。この加工法が実現できれば、粉末冶金行程を経ずに、単純形状のバルク材に複雑形状を付与することが可能となる。

さらに、この加工法を応用した、超硬合金バルク材の積層・熱間クラッドによる傾斜組成材料の作製も提案する。傾斜組成材料とは、特性の異なる材料を一体積層することで一方の欠点を他方が補うとともに、各構成材料の利点を同時利用することで高機能化を実現した材料である。鴨田らは、Co 量が多く溶接が可能な層と、Co 量が少なく耐摩耗性に優れる層を有した WC-Co 系傾斜機能超硬合金を、組成の異なる粉末を積層し焼結することで開発した<sup>1)</sup>。ただし、各層の焼結温度の違いから焼結型に温度勾配を付ける必要があった。型をテーパ状等にすることで解決したが、一方で、型の形状が複雑化することとなった。そこで、上述のように、既製の超硬合金板を積層し、パルス通電加熱によって塑性変形、接合することで、傾斜組成超硬合金を作製することが可能であると考えられる。

以上のことから、本研究では、WC-Co 系超硬合金における基本的な熱間塑性変形挙動を調べたうえで、いくつかの熱間加工を試みた。具体的には、第一に、丸棒状の超硬合金を半径方向の拘束をせずに、一軸プレスで加圧しながら加熱し、基本的な塑性変形挙動と硬さの変化を調べた。第二に、丸棒から角棒への熱間型加工、薄板の熱間打ち抜きを試み、加工挙動と組織、硬さの変化を調べた。第三に、組成の異なる超硬合金を積層して熱間クラッドを行い、接合挙動や接合界面における欠陥の有無等について調べた。また、これらの結果から、本研究で提案する手法の可能性について検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材料

供試材料としては、シルバーロイ (株) 製、WC-Co 系超微粒子超硬合金丸棒（直径 10 mm、高さ 12 mm）を用いた。組成は、Co 量の影響を調べるため、ならびに、Co 量が段階的に変わる傾斜組成材料を作製するため、当該社規格である SF05、SF20、SF30、SFX の 4 種類とした。表 1 に、仕様として公開されている密度および硬さと、密度から計算した Co 量を示す。

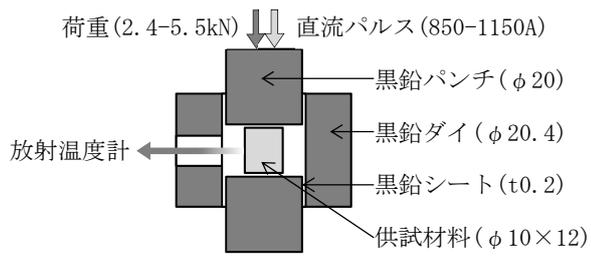
### 2.2 パルス通電加熱による塑性加工

パルス通電加熱には、(株)シンターランド製、放電プラズマ焼結機 LABOX-125CH を用いた。この装置の一般的な使用方法は、真空チャンバー内において、上下ラム（兼電極）から黒鉛型を介して粉末に圧縮荷重、直流パルス電流を与えて加熱し、短時間で焼結を行う、というものである。本研究では、この粉末を超硬合金バルク材に替えて実験を行った。図 1 に、供試材料および主要な黒鉛型の寸法、設置方法等の概略を示す。

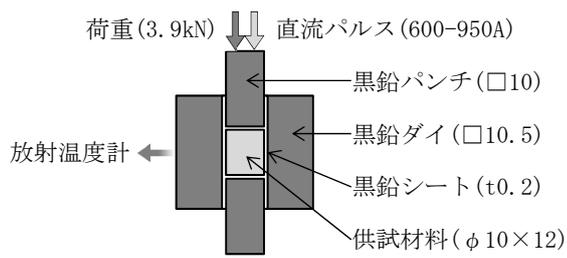
表 1 供試材料の機械的性質<sup>2)</sup>

	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	硬さ (HRA)	Co 量※1 (mass%)	Co 量※2 (vol%)
SF05	14.5	92.5	10.3	16.8
SF20	14.2	91.2	13.3	21.3
SF30	13.7	89.5	18.6	28.7
SFX	13.1	87.0	25.5	37.6

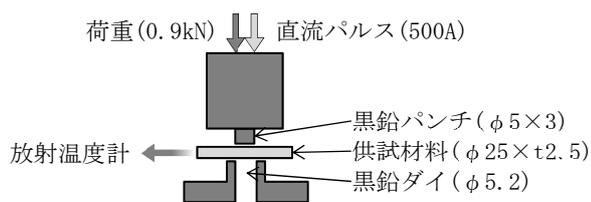
※1, 2 仕様書の密度より計算。



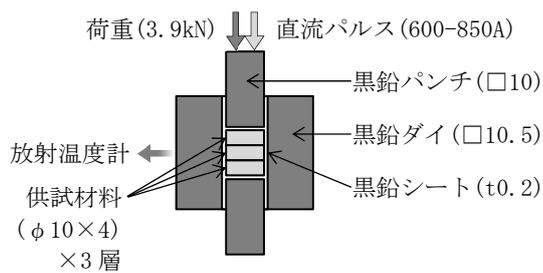
a) 円柱状試料の圧下試験



b) 円柱状から角柱状への塑性加工



c) 薄板の小径打ち抜き



d) 積層円柱から角柱状傾斜組成材へのクラッド加工

図1 パルス通電加熱による塑性加工の概略

a)~d)いずれにおいても、真空チャンバー内に図のとおり設置した後、真空ポンプで約10 Paまで真空引きをし、パンチを介して供試材料に圧縮荷重を加え、直流パルス電流を段階的に増加して印加した。黒鉛パンチ(上ラム)の変位が所定の値になったところで通電、加圧を止めた。なお、変位とは、黒鉛型を設置した時点での位置を0 mmとし、+側は供試材料が膨張してパンチが押し戻される方向、-側は供試材料が収縮してパンチが下がる方向、である。

### a) 円柱状試料の圧下試験

圧縮荷重は2.4, 3.9および5.5 kNの三種類とし、直流パルス電流は30秒ごとに50 Aずつ増加して印加した。最大印加電流値は850, 950, 1050および1150 Aの四種類とした。また、黒鉛パンチのガイドとして用いた黒鉛ダイは側面にφ10程度の貫通穴が設けられており、加熱中の供試材料の表面温度を放射温度計で測定した。

### b) 円柱状から角柱状への塑性加工

圧縮荷重は3.9 kNとし、直流パルス電流は30秒ごとに50 Aずつ増加して印加した。最大印加電流値は600, 700, 800および950 Aの四種類とした。型加工のため黒鉛ダイの側面に温度測定穴を設けることはできず、ダイ表面の温度を放射温度計で測定した。

### c) 薄板の小径打ち抜き

打ち抜き荷重は0.9 kNとし、直流パルス電流は30秒ごとに100 Aずつ増加して印加した。最大印加電流値は500 Aとした。同条件で複数回実験し、供試材料外縁(側面)とパンチ側面の温度を放射温度計で測定した。

### d) 積層円柱から角柱状傾斜組成材へのクラッド加工

積層する供試材料は、SF05, SF30, SFXの三種類とした。型の構成はb)と同様である。圧縮荷重は3.9 kNとし、直流パルス電流は30秒ごとに50 Aずつ増加して印加した。最大印加電流値は600, 700, 800および850 Aの三種類とした。型加工のため黒鉛ダイの側面に温度測定穴を設けることはできず、ダイ表面の温度を放射温度計で測定した。

## 2.3 試料の評価

供試材料ならびに各種加工を施された試料は、ダイヤモンド切断砥石で湿式切断して、熱間埋込樹脂に埋め込み、試料断面をダイヤモンドバフで鏡面研磨した。種々の断面において、マイクロビッカース硬さ試験による硬さ分布測定、走査型電子顕微鏡による組織観察、エネルギー分散X線分光分析による元素マッピング等の評価を行った。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 円柱状試料の圧下試験

図2に、円柱状試料の圧下試験での加工プロファイルの例(SF05, 3.9kN, 850Aの場合)を示す。開始直後から温度が500℃後半を示しているが、これは実際の温度ではなく放射温度計の仕様である。約600℃以上で正しい温度となる。ただし、その温度が不明な時間においても、電流値の増加とともに試料温度が増加していることは容易に推測できる。変位は、開始後60s程度下がり続けるが、これは荷重を60sで所定の値にする、という設定のためである。その後、温度とともに徐々に増加するが、700s近傍で減少傾向に転じる。これは、材料の軟化による圧下速度が、熱膨張速度を上回ったためであると考えられる。この時の温度が、熱間塑性加工温度の目安の一つとなるため、本研究では以下、膨張-収縮遷移温度  $T_{tr}$  と称する。

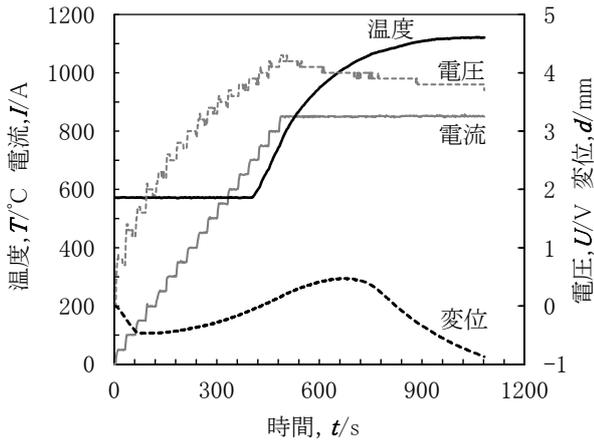


図2 円柱状試料の圧下試験での加工プロファイル例 (SF05, 3.9kN, 850A の場合)

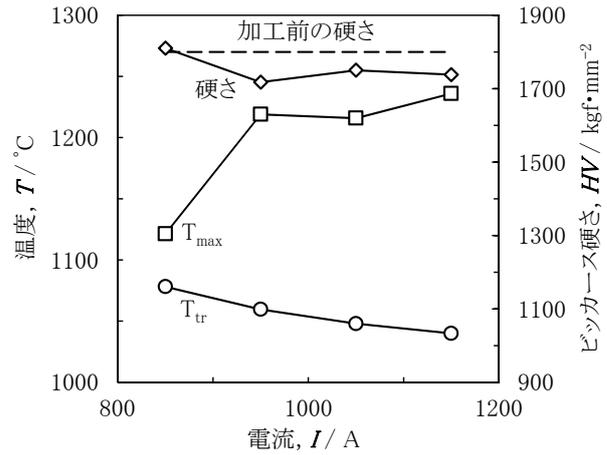


図5 膨張-収縮遷移温度, 最高到達温度および加工後の硬さに及ぼす電流値の影響 (SF05, 3.9kN の場合)

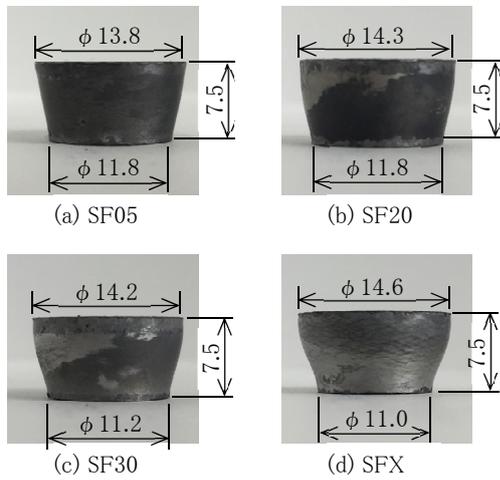


図3 加工された試料の外観 (3.9kN, 950A の場合)

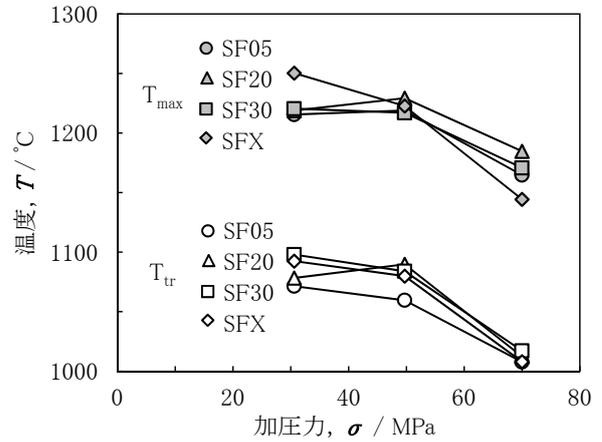


図6 膨張-収縮遷移温度, 最高到達温度に及ぼす加圧力の影響 (950A の場合)

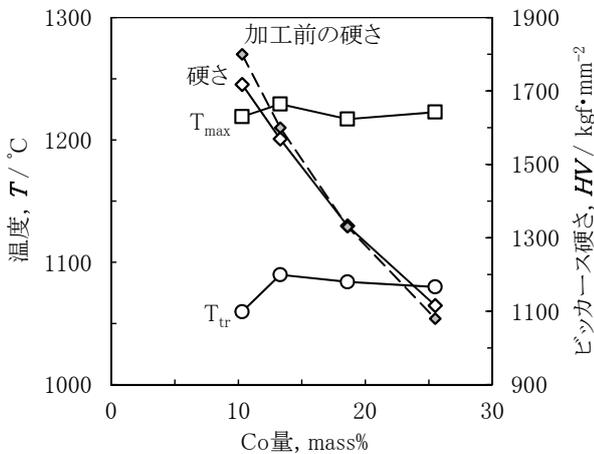


図4 膨張-収縮遷移温度, 最高到達温度および加工後の硬さに及ぼすCo量の影響 (3.9kN, 950A の場合)

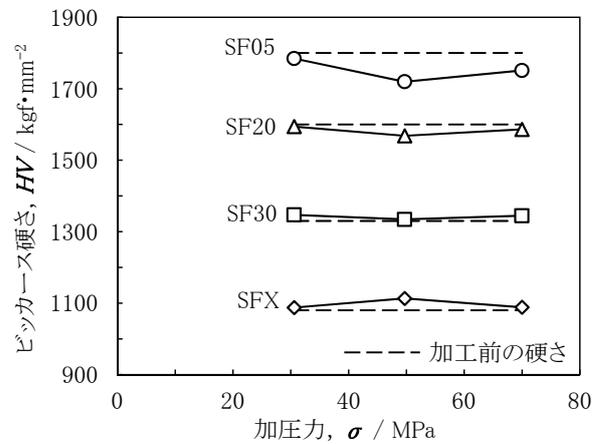


図7 加工後の硬さに及ぼす加圧力の影響 (950A の場合)

図3に加工された試料の外観(3.9kN, 950Aの場合)を示す。変形しやすい部位から優先的に変形が始まり、断面積が大きくなると応力が減少して変形しづらくなると推測される。また、電流密度も減少して温度が上昇しづらくなることも、変形を抑制する要因の一つと思われる。図の写真の状態は、断面積の小さい部位に向かって(上から下へ)変形が進行している途中であると考えられる。これらの試料は変位-4mmで加工を終了させているが、加工を続けていけば上下対称の形状に変形したであろう。

図4に、 $T_{tr}$ 、最高到達温度 $T_{max}$ および加工後の硬さに及ぼすCo量の影響(3.9kN, 950Aの場合)を示す。SF05(約10.3%Co)の $T_{tr}$ が他と比較して若干低いといえる。これは、コバルト量が少ないため、僅かではあるが電気抵抗が大きく(熱伝導率も小さいであろう)、試料内部で温度が上昇したためではないかと思われたが、検証は出来ていない。これ以外の $T_{tr}$ および $T_{max}$ はコバルト量によらずほぼ一定であり、バインダー金属であるコバルトの特性に依存するといえる。硬さはコバルト量の増加とともに減少し、加工前後で著しい違いは無い。

図5に、 $T_{tr}$ 、 $T_{max}$ および加工後の硬さに及ぼす電流値の影響(SF05, 3.9kNの場合)を示す。電流値が高いほど黒鉛型および試料での発熱量が増加するため、 $T_{max}$ が増加するのは自明である。ただし、 $T_{max}$ に達する頃には変形が進行し試料の断面積が増加しており、電流値の増加に対する $T_{max}$ の増加は緩やかになる。一方、 $T_{tr}$ は電流値の増加に対して漸減している。これは、電流値が高いほど昇温速度が増加するため、試料表面よりも内部での温度上昇が先行し、見かけ上、 $T_{tr}$ を低くとらえていると思われる。硬さは、 $T_{max}$ が1200℃以上となる950~1150Aの場合において、加工後の減少が認められる。これらの試料の組織に、明確な変化を認めることはできなかったが、温度上昇による炭化タングステン粒子の粒成長や、加圧・塑性流動過程におけるコバルトの偏析等の影響が推測される。

図6に、 $T_{tr}$ および $T_{max}$ に及ぼす加圧力の影響(950Aの場合)を示す。一部の例外はあるが、コバルト量によらず、加圧力の増加とともに $T_{tr}$ および $T_{max}$ は低下する。加圧力が増加すれば、圧下が熱膨張を上回る温度、すなわち $T_{tr}$ が低下するのは自明である。また、より低い温度で試料の断面積も大きくなるため、電流密度が減少し、 $T_{max}$ も低下すると考えられる。

図7に、加工後の硬さに及ぼす加圧力の影響(950Aの場合)を示す。SF05のみ加圧力の増加にともなう硬さの減少が認められる。これらの試料の組織に明確な変化を認めることはできなかったが、コバルト量が少ないため、加圧・塑性流動過程におけるコバルトの偏析等の影響が強く発現されたものと思われる。ただし、本節で示した硬さは試料中心近傍のものであり、より広範囲での硬さ分布を調べる必要がある。

### 3.2 円柱状から角柱状への塑性加工

図8に、角断面の黒鉛型を用いてSF05の丸棒を角柱状へ塑性加工した時のプロファイル例を示す。600Aの場合、温度が最大でも1050℃程度までしか上昇せず、変位も著しく小さい。この温度は、3.1節、図4、図5および図6で示したSF05の $T_{tr}$ と同等の値であり、大変形を与えるのは困難である。一方、700Aでは、温度が $T_{tr}$ を明らかに上回っており、変位も比較的大きくなったといえる。これらの差異は、図9に示す加工後の外観にも表れている。

図10に、加工後の硬さ分布を示す。硬さは、試料中央近傍の水平断面において、中心から外側の辺に向かって測定した。なお、加工前の硬さ分布は、同様に半径方向に沿ったものである。600Aは加工前とほぼ同等だが、700Aは200HV程度増加している。この要因は、図11に示す元素マッピング(SF20, 800Aの場合)より推測することができる。図11より、バリ部はタングステンが少なく、コバルトが多くなっている。このことから、型加工では圧縮応力の逃げ場がダイとパンチとの隙間しかなく、主として、軟化、溶解したコバルトがその隙間に押し出されてバリを形成していると考えられる。その結果、試料本体のコバルト量が減少し(相対的に炭化タングステン量が増加)、硬さが増加したといえる。

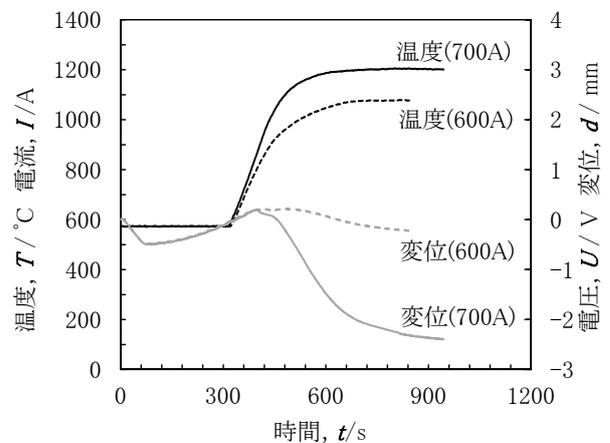


図8 円柱状から角柱状への塑性加工プロファイル例(SF05の場合)

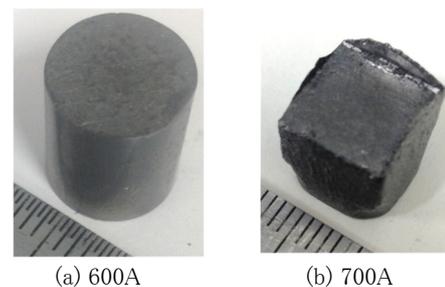


図9 加工された試料の外観(SF05の場合)

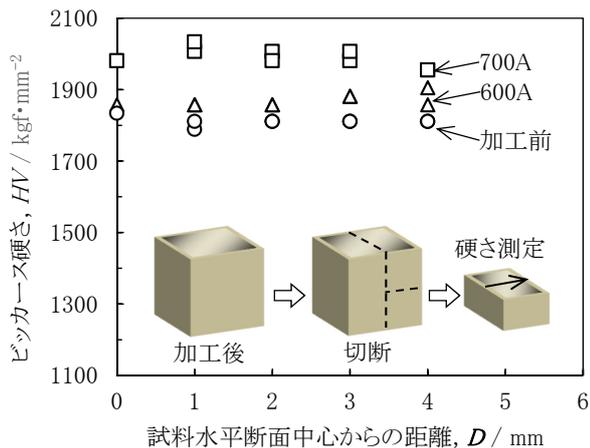


図 10 硬さ分布 (SF05 の場合)

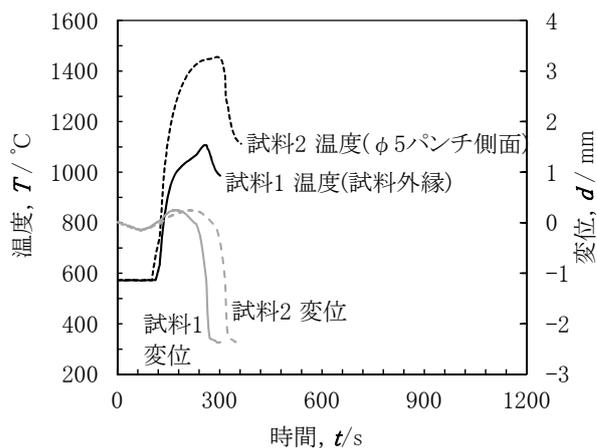


図 12 薄板の小径打ち抜きプロフィール例 (SF05 の場合)

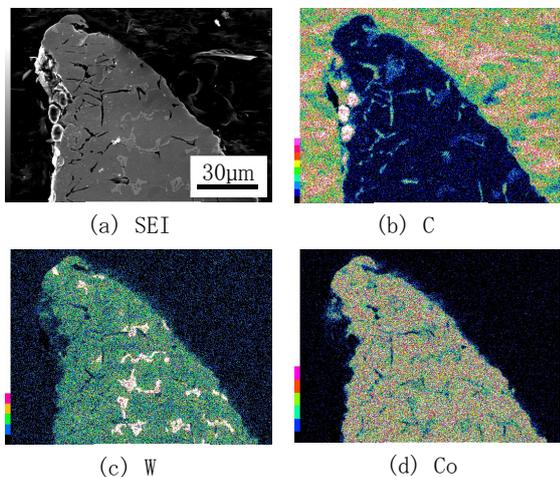


図 11 加工バリ部先端のSEM像と元素マッピング (SF20, 800A の場合)

### 3.3 薄板の小径打ち抜き

図 12 に、SF05 の薄板における小径打ち抜きプロフィールの例を示す。放射温度計による温度測定は、試料 1 では薄板試料の外縁 (外周側面)、試料 2 では打ち抜きパンチ側面で行っている。試料外縁の温度は一時的に  $T_{tr}$  を若干上回る程度であるが、パンチ側面はコバルトの融点近傍まで上昇する。すなわち、打ち抜き部近傍の温度は  $T_{tr}$  を十分に超えており、容易にせん断変形・破壊がなされたといえる。その結果が図 13 の外観である。打ち抜かれた穴の形状は滑らかで歪みはなく、拡大顕微鏡の観察ではクラック等の欠陥は見られなかった。

図 14 に、打ち抜き前後の断面組織における硬さ分布を示す。距離は試料の外端が 0mm で中心が 12.5mm となるが、打ち抜き径が  $\phi 5$ mm のため、打ち抜き後は 10mm が穴外周と一致する。打ち抜き後、穴の最近傍 (9mm) で硬さが減

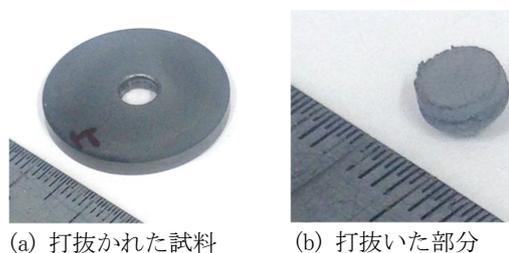


図 13 打ち抜かれた試料の外観 (SF05 の場合)

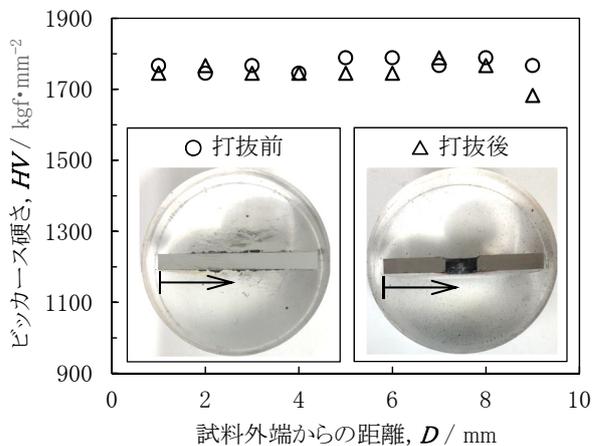


図 14 硬さ分布 (SF05 の場合)

少している。走査型電子顕微鏡観察では、この箇所近傍の組織に明確な変化を認めることはできなかったが、図 12 に示したように、短時間ではあるが打ち抜き部近傍の温度上昇が著しいため、炭化タングステン粒子の粒成長や、コバルトの偏析等の影響があると考えられる。

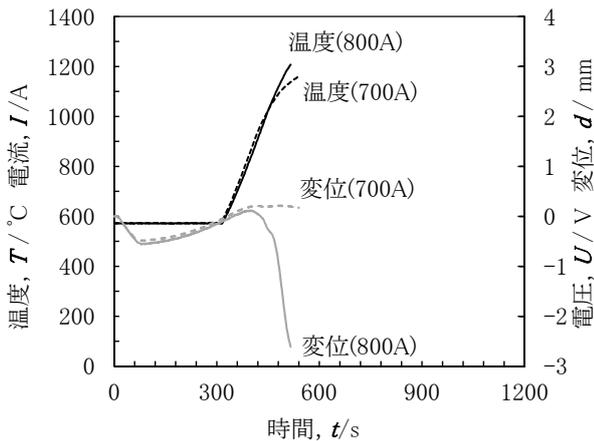


図 15 クラッドプロファイル例 (積層順: 上から SFX/SF30/SF05 の場合)

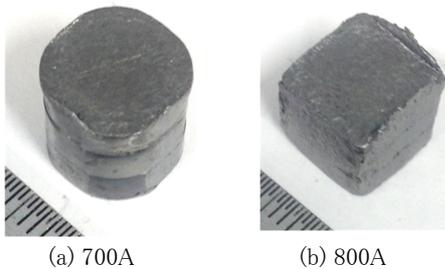


図 16 クラッド試料の外観

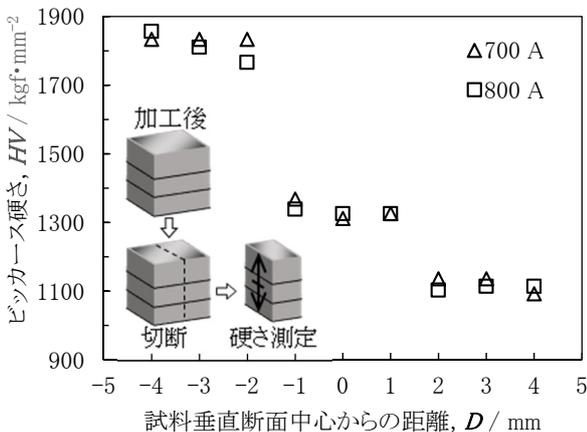


図 17 硬さ分布

### 3. 4 積層円柱から角柱状傾斜組成材へのクラッド加工

傾斜組成超硬合金の作製例として、700 A および 800 A 保持のプロファイルを図 15 に、得られた試料の外観を図 16 に示す。これらの条件では、積層順を上から SFX/SF30/SF05 としており、各組成の積層材において偏りなく変形を与えることができた。なお、この積層順を逆にして同様のクラッド加工を行うと、上下で変形量が異なっていた。

その要因としては、各組成において  $T_{tr}$  や硬さ、通電による発熱量が異なることや、試料に対する黒鉛型配置の対称性の精度等が考えらるが、寄与の度合いを検証するには至らなかった。しかし、結果としては、クラッドをしながら、かつ、円柱状から角柱状に形状を付与することが可能であることがわかった。

図 17 に、得られたクラッド試料の積層方向における硬さ分布を示す。二層目 (SF30) の中心が 0mm で、+側が上 (SFX)、-側が下 (SF05) である。図 4 や図 7 と比較しても、加工後の硬さの変化はわずかである。断面組織の顕微鏡観察でも明確な未接合界面や組織変化は認められなかった。

## 4. まとめ

本研究では、パルス通電加熱法を利用した WC-Co 系超硬合金の熱間塑性加工を提案し、その基本的な挙動について調べたうえで、型加工、打ち抜き、クラッドといった加工への適用を試みた。以下に得られた知見を述べる。

- 1) 何れの加工法においても、温度の上昇とともに熱膨張から圧下へと遷移する温度が存在し、事実上の変形開始温度となる。この温度は、超硬合金のバインダー相であるコバルトの特性に依存し、加圧力の増加とともに低下するが、コバルト量には大きな影響を受けない。
- 2) 円柱状から角柱状への型加工では、軟化したコバルトが加圧で押し出されてダイとパンチとの空隙に流れ込み、バリを形成する。このことは、加工温度での超硬合金組織が流動性に富むことを示唆している。
- 3) 薄板の打ち抜きは比較的容易である。打ち抜き部近傍の温度上昇および保持時間を最小限にすることで、組織の特性変化を抑制できると考えられる。
- 4) クラッドによる傾斜組成部材の作製は比較的容易である。今後は、より大型のものや、形状が複雑なものへの適用が望まれる。

## 謝 辞

本研究は公益財団法人天田財団平成 28 年度一般研究開発助成 (AF-2016036) を受けたものであり、その遂行にあたって、苫小牧市テクノセンターの桃野 正 館長、高橋 保行 氏、斉藤 倫正 氏に多大なご協力を頂いた。ここに深く感謝の意を表する。

## 参考文献

- 1) 鴨田秀一ら: “組成傾斜超硬合金 (FGMs) を貼り付けた長寿命スクリーへの開発”, 金属, (株)アグネ技術センター, Vol. 81, No. 1 (2011), p43.
- 2) 株式会社シルバーロイ 材質表.  
(<http://www.silveralloy.co.jp/jp/mattable.htm>  
アクセス: 2018. 3. 31)