

 茨城県 IBARAKI Prefectural Government <h2 style="text-align: center;">MLF Experimental Report</h2>	提出日(Date of Report) 2021年12月7日
課題番号(Project No.) 2018AM0030 実験課題名(Title of experiment) WC-12%Co 材 HVOF 溶射皮膜に含まれる欠陥構造の評価 実験責任者名(Name of principal investigator) 小林 圭史 所属(Affiliation) トーカロ株式会社	装置責任者(Name of responsible person) 石垣 徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA:BL20 実施日(Date of Experiment) 2018年12月5日 23:00～ 2018年12月6日 9:00

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>本研究では WC-12Co 材を対象とし、溶射法で作製した平板供試体を用いて、標準大気環境における中性子小角散乱測定を実施する。焼結法で得られる WC-12Co 等方体(超硬合金)に比べ、溶射皮膜はその製造プロセスの影響を反映した微小なポイド欠陥を含んでいる。薄膜化等の加工を行わずに、数ミリ厚の試料でこれらの溶射皮膜に固有の欠陥特性を評価する。</p>

2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s)) WC-12%Co 材 HVOF 溶射皮膜製の 平板(20mmx20mmx2mmt,4mmt)および回転用平板(20mmx100mmx2mmt) 2.2 実験方法(Experimental procedure) 供試材は溶射皮膜の積層方向に平行な面および垂直な面で切出した平板試験片を用い、異方性と熱処理の影響について、超硬合金平板との差異を常温大気環境下で測定比較する。

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

溶射皮膜および超硬合金の測定結果をまとめたもの下図に示す。測定した試料の内では、紫線で示す超硬合金の強度が最も高く、緑線で示す熱処理(1100°C×1h)を行った溶射皮膜の強度がそれにかかなり近い強度を示すことが分かる。その他の試料はAS-SPRAY状態の溶射皮膜から切出した試料での結果である。表面試料と断面試料(4.4mm厚)では、上記ほどの差異は認められないものの、ともに強度が低くなるのがわかる。回転用の試料(表面試料に同じ)も準備はしたが、今回は回転を行わずに行った結果のみを示している。

これらの測定結果から以下のことが理解できる。すなわち、溶射皮膜で得られる中性子小角散乱はAS-SPRAY状態では数ミクロン以下の微細なボイドを含んでいる点を反映している結果、 0.1 \AA^{-1} 以下のLow-q側で超硬合金や熱処理後の状態とは大きく異なる散乱曲線が得られている。熱処理後の溶射皮膜の散乱曲線が超硬合金と類似する結果を示すのは、上記の微細なボイドの大部分が熱処理により収縮したため、ボイドをほとんど含んでいない超硬合金の散乱曲線に一致する傾向を示したと考えられる。

つまり、今回測定を実施したWC-12wt.%Co組成の超硬合金や溶射皮膜で得られる散乱曲線は主成分であるWC粒子からの散乱ではなく、Co結合相からの散乱であると考えらる。Co結合相の厚みは超硬合金の機械的特性を左右する重要なパラメータであり、経験則では $0.1 \mu\text{m}$ 以下と推定でき、溶射法で得られる皮膜も熱

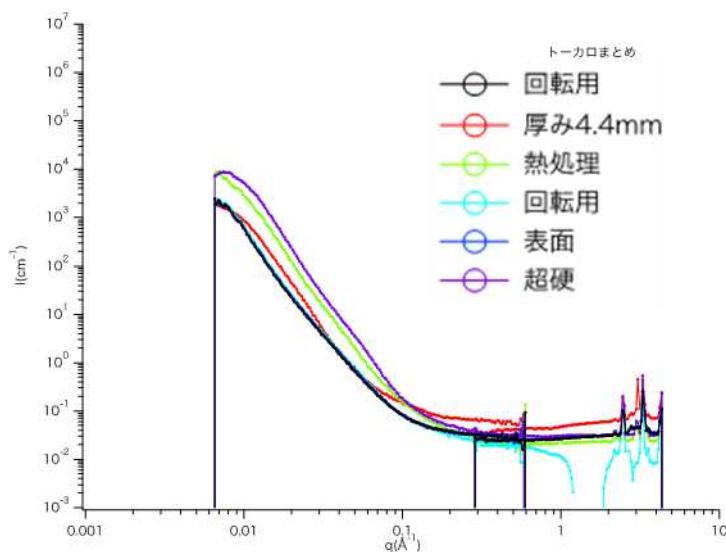


図. 溶射試料及び超硬合金の測定結果

処理を行うことで超硬合金の結合相と一致する程度にまで回復させることが可能であることを示している。またこの結果はSEM観察の結果とも対応している。一方、S-SPRAY溶射皮膜ではボイドの生成によりCo結合相の割合が低下するため散乱強度が低下した可能性が考えられる。また強度低下の傾向は断面試料と表面試料が異なることから、測定部位が異なれば異なる可能性があり、このような統計的な特性を明らかにするにはX線と中性子の併用がより有効と考えられる。

4. 結論(Conclusions)

中性子小角散乱を利用することで、これまで定量化が困難であった耐摩耗材料として重要なWC-12Co系溶射皮膜に含まれる微細空隙の特徴を見いだすことができた。この微細空隙は1100°Cでの熱処理で超硬合金に近いレベルまで収縮させることが可能であるが、実用化のためにはなるべく低温での処理が望ましく、今後の課題である。また外力が作用した場合の微細空隙の変形挙動も併せて検討していく必要がある。