

Strain Measurement of Fe-Cr/TiN System Composite Materials by X-Ray Diffraction Technique

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2017-10-03 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/2297/561

X線回折法による Fe-Cr/TiN 系焼結複合材料のひずみ測定

佐々木敏彦・田口 徹*

Strain Measurement of Fe-Cr/ TiN System Composite Materials by X-Ray Diffraction Technique

Toshihiko SASAKI and Toru TAGUCHI*

1. 緒言

Fe-Cr/TiN 系焼結複合材料^{1)~3)}は低合金工具鋼粉末 (SKD11) と窒素チタン粉末 (TiN) を使用した複合材料であり耐熱・耐摩耗性が必要とされるエンジンのバルブシート材に使用されている⁴⁾。一方で実用化されている製品の最終工程は研削加工であり加工時や使用中の摩耗により塑性ひずみや残留応力の発生が予測される。これらが著しくなるとバルブシート材の破損や摩耗による燃焼ガスの吹き抜けによりエンジン効率が悪くなると言われている。そのため加工時の変形挙動の解明が必要と考えられる。そこで本研究では Fe-Cr/TiN 系焼結複合材料に研削加工を施し、X線回折法を用いて各相の残留応力を測定した。また熱の影響をみるため研削は湿式および乾式研削を行った。

本来 X線回折法⁵⁾では測定された回折角 2θ からブラッグの条件式を用いて結晶格子面間隔を求め、さらに Hooke の法則によってひずみや応力を算出する。このとき X線 で直接求められるのは弾性的なひずみである。したがって X線応力測定では結晶のすべりからなる塑性ひずみの評価は半価幅より定性的には予測できるものの定量的には測定できない。よって本研究では本来 X線応力測定法では測定できない塑性ひずみを定量的に測定する方法⁶⁾を実験に用いた。また一般的に研削加工された材料の表面には有向性加工層が存在するため三軸応力成分が発生する。よって平面応力状態を仮定した $\sin^2\psi$ 法では十分な評価ができない。よって三

軸応力解析を用いた。塑性ひずみの測定は塑性ひずみによる弾性応力場の変化を X線法によって実測しさらに両者の関係に対する Eshelby 理論⁷⁾と Mori-Tanaka の方法⁸⁾を用いて塑性ひずみを求める方法である。さらに、本研究では焼鈍法を用いて母相と第二相の塑性ひずみの分離を行った。

2. 実験方法

2.1 試験片

試験片は低合金工具鋼 (SKD11) 粉末と、硬質粒子である窒化チタン (TiN) 粉末を加えて焼結した分散強化した Fe-Cr/TiN 系焼結複合材料である。原料粉末成分を Table I に示す。TiN の粒子径は $45\mu\text{m}$ 以下で、SKD11 の粒子径は $60\mu\text{m}$ 以下である。本研究で使用した試験片は TiN の含有率が 30wt.% (体積率が約 39vol.%) の材料である。組織写真を Fig. 2-1 に示す。圧粉体の成形圧力は両方の材料とも 588MPa であり、1523K、真空中 (13.6MPa) で圧力 20MPa をかけながら焼結した。組織を統一にするため真空炉中に 983K で 2 時間保持後、炉冷を行い焼鈍した。

Table I Chemical components of powder.(wt.%)

	Fe	Cr	Mo	Si	V	N	O	Ti
SKD11	Bal	12.0	0.95	0.78	1.95	-	-	-
TiN	0.04	-	-	-	-	22.0	0.48	Bal

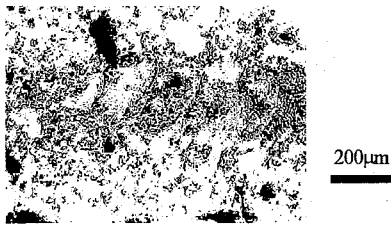


Fig. 2-1 Microstructure of Fe-Cr / TiN System Composite Material.

2. 2 研削条件

研削は通常、熱応力の影響を避けるため湿式研削を行うのが一般的であるが本研究では熱応力の影響を比較するため湿式および乾式研削を行った。研削の概要を Fig. 1 に示す。テーブルの送り方向を $\phi = 0^\circ$ とした。研削条件は $50 \mu\text{m}$, Up-cut, 1 pass とした。また比較のためその他の研削条件はすべて統一した。研削条件を Table II に示す。

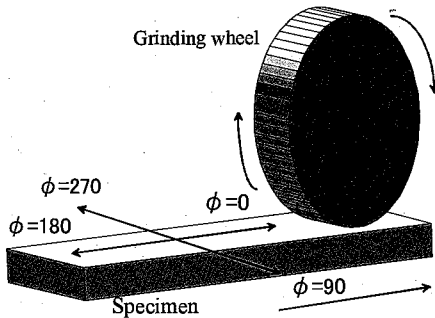


Fig. 1 Relation between the working direction and the azimuth ϕ .

Table II Grinding condition.

Diameter of grinding wheel, mm	180 × 10SDC-120-BW
Grinding fluid	Solution × 50 -
Grinding width, mm/pass	10
Grinding direction	Up-cut
Number of pass	1
Nominal depth of cut, μm	5

2. 3 X線応力測定条件

一般的に研削された材料には三軸応力成分が⁹⁾発生し、 $\sin^2\psi$ 線図に ψ スプリットが発生する⁹⁾。よって、平面応力状態を仮定し $\sin^2\psi$ 線図が直線性を示すことを前提としている $\sin^2\psi$ 法では正確な評価ができないため本研究では、三軸応力解析(Dölle Hauk法¹⁰⁾¹¹⁾)を用いた。以下に各応力成分の導出式を示す。またX線応力測定条件を Table III に示す。

$$\sigma_{33} = \frac{E}{1-\nu} \varepsilon_{33} + \frac{E}{1+\nu} \frac{\nu}{1+\nu} \{m_1(\phi=0^\circ) + m_1(\phi=90^\circ)\}$$

$$\sigma_{11} = \sigma_{33} + \frac{1+\nu}{E} m_1(\phi=0^\circ)$$

$$\sigma_{22} = \sigma_{33} + \frac{1+\nu}{E} m_1(\phi=90^\circ)$$

$$\sigma_{12} = \sigma_{33} + \frac{E}{1+\nu} m_1(\phi=45^\circ) - \frac{1}{2}(\sigma_{11} + \sigma_{22})$$

$$\sigma_{13} = \frac{E}{1+\nu} m_2(\phi=0^\circ)$$

$$\sigma_{23} = \frac{E}{1+\nu} m_2(\phi=90^\circ)$$

Table III X-ray stress measurement conditions.

X-ray optics	Parallel beam
Radiation	Co-K α
Wave length, nm	0.179
Filter	Fe
Tube voltage, kV	30
Tube current, mA	10
Diffraction, hkl	Matrix(Fe-Cr)310, TiN420
Diffraction angle, deg	160.8, 141.7
Fixed time, sec	10
Peak position	Half value breadth method

2. 4 塑性ひずみ測定

第二相が球形で、各相が等方均質の材料に対して外部負荷が作用した場合、異相間の塑性ひずみが生じる。この場合塑性ひずみは Eshelby/Mori-Tanaka モデルを使用することにより以下の式によって求められる。 σ^m および σ^I はそれぞれ母相および第二相の相応力、 σ^m および σ^I はそれぞれ母相および第二相のマイクロ応力、 σ^0 はマクロ応力である。

$$\begin{aligned}\sigma^M &= \sigma^0 + \sigma^m \\ \sigma^I &= \sigma^0 + \sigma^{\Omega}\end{aligned}\quad (1)$$

σ^m および σ^{Ω} は次式で表される。

$$\begin{aligned}\sigma^m &= -fX \\ \sigma^{\Omega} &= (1-f)X\end{aligned}\quad (2)$$

f は第二相の体積率である。さらに X は次のように表される。

$$X = C(S-C) \left\{ C - (C-C^*) [S - f(S-I)] \right\}^{-1} \left[(C-C^*) C^{-1} \sigma^0 + C^* \Delta \varepsilon^p \right] \quad (3)$$

ただし f は第二相の体積率、 C および C^* は母相、第二相の弾性率である。また S は Eshelby テンソル、 I は単位テンソルである。次に式 (3) の塑性ひずみ差 $\Delta \varepsilon^p$ について解くと

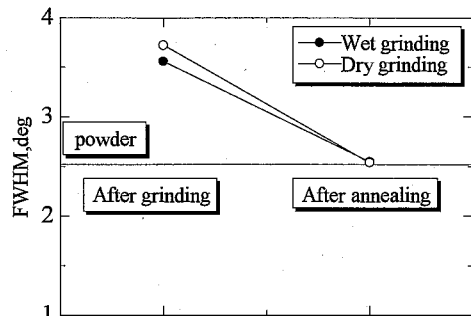
$$\Delta \varepsilon^p = \frac{1}{B_1} (B \sigma^I - B^* \sigma^M) \quad (4)$$

となる。 B および B^* 、 B_1 は母相および第二相の機械的弾性定数から求められる定数である。これより X 線応力回折法により測定された母相、第二相の応力 σ^m 、 σ^I より母相と第二相の塑性ひずみ差が求められる。

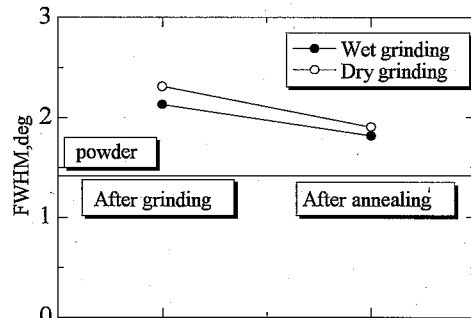
2. 5 焼鈍条件

焼鈍は母相のみの塑性ひずみを回復させる目的で行った。焼鈍条件は 923K で 1 時間保持した後炉冷した。研削後と焼鈍後の半価幅 (FWHM) の変化を Fig. 2-2 に示す。焼鈍後

の母相の塑性ひずみが無ひずみである粉末の半価幅の値と一致しているため母相の塑性ひずみは本研究の焼鈍条件によって回復したことがわかる。それに対して第二相は研削後と焼鈍後では多少の変化が認められる。これは本試験片が複合材料であり母相の塑性ひずみが回復したときに第二相も母相の影響で見かけ上半価幅が変化したと考えられる。



(a) Matrix (Fe-Cr)



(b) TiN

Fig. 2-2 Change of FWHM due to annealing.

3. 実験結果

3. 1 研削後の残留応力

研削後の残留応力測定結果を Fig. 3-1 に示す。これより熱応力の影響により母相、第二相とも σ_{11} および σ_{22} 成分に圧縮の残留応力が測定された。また乾式研削が湿式研削よりも大きい応力値が得られたがこれは研削時における熱応力の差異によるものと考えられる。

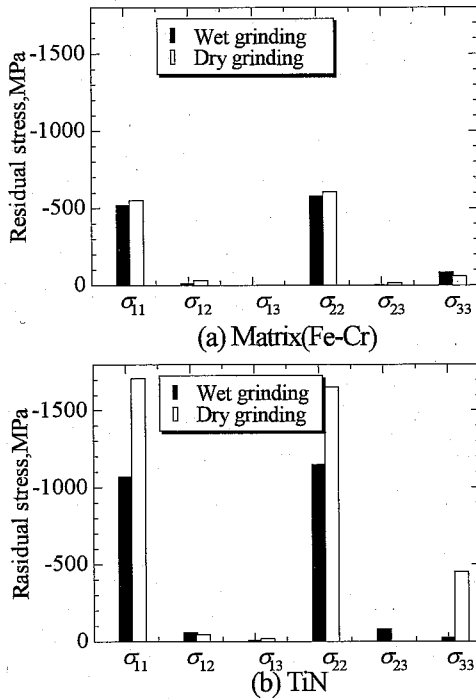


Fig. 3-1 Result of residual stress after grinding.

3. 2 焼鈍後の残留応力

焼鈍後の残留応力測定結果を Fig. 3-2 に示す。これより本研究の焼鈍により母相の残留応力はほぼ回復したことが確認できた。それに対し第二相の残留応力は焼鈍による影響は少ないことがわかる。

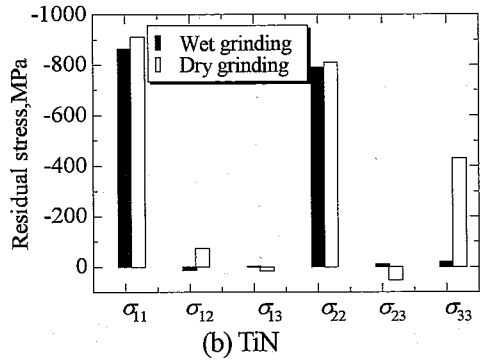
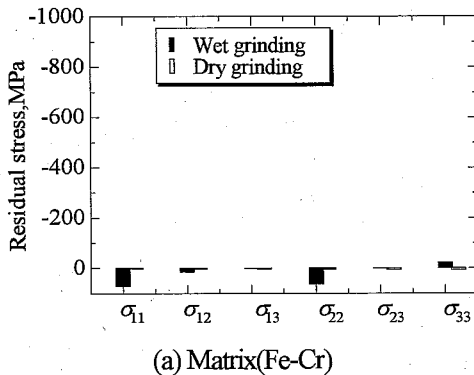


Fig. 3-2 Result of residual stress after annealing.

3. 2 塑性ひずみ

母相および第二相の塑性ひずみの差は各相より測定された相応力から Eshelby/Mori-Tanaka モデルを用いて算出した。研削後の塑性ひずみ差を Table IV に示す。乾式研削は湿式研削よりも大きな塑性ひずみが発生することがわかる。これは研削時に発生する熱の影響によるものと考えられる。また焼鈍後の塑性ひずみ差は母相の塑性ひずみが回復しているために第二相の塑性ひずみであると考えられる。よって研削後と焼鈍後の塑性ひずみ差によって母相と第二相の塑性ひずみを分離して求めることができる。分離した塑性ひずみ値を Table. V にまとめて示す。その結果、第二相の塑性ひずみ値は湿式および乾式研削による変化はないのに対し母相では湿式、乾式研削による変化がみられた。つまり母相の塑性ひずみが本材料の全体の塑性ひずみに影響していることがわかった。

Table IV. Misfit of the plastic strain obtained after grinding.

Grinding method	Plastic strain($\times 10^6$)
Wet Grinding	500
Dry Grinding	1445

Table V. Plastic strain in each phase.

Grinding method	plastic strain($\times 10^6$)	
	Matrix(Fe-Cr)	TiN
Wet grinding	1807	1307
Dry grinding	2800	1363

4. 結言

本研究では研削された Fe-Cr/TiN 系焼結複合材料の塑性ひずみを X 線回折法を用いて定量的に測定した。得られた結果をまとめると以下のようなになる。

- 1) X 線回折法を用いては従来定量的に測定できなかった塑性ひずみを X 線によって測定される各相の相応力から Eshelby/Mori-Tanaka モデルを用いて定量的に求めることができた。
- 2) 研削後の残留応力は湿式、乾式研削ともは熱応力の影響により σ_{11} および σ_{22} 成分の残留応力が測定された。乾式研削の方が湿式研削よりも大きな圧縮応力が得られた。これは研削時の熱の影響と考えられる。
- 3) Eshelby/Mori-Tanaka モデルを用いて母相と第二相の塑性ひずみ差を求めた。乾式研削が湿式研削よりも大きい値が得られた。これは研削加工時における熱の影響と考えられる。
- 4) 焼鈍を行うことによって母相の残留応力は回復したが第二相は回復せず圧縮の残留応力が認められた。また半価幅の変化より母相の塑性ひずみは完全に回復したことが確認できたため焼鈍後における母相と第二相の塑性ひずみ差は第二相の塑性ひずみである。これにより焼鈍法

を用いることにより母相と第二相の塑性ひずみの分離が可能である。

- 5) 母相および第二相の塑性ひずみを分離した結果、母相の塑性ひずみが本材料の全体の塑性ひずみに大きく影響していることがわかった。

— 参考文献 —

- 1) 宮野正晴, 他 3 名, 日本機械学会論文集, A-64, 200 (1998).
- 2) 宮野正晴, 他 3 名, 日本機械学会論文集, A-64, 1014 (1998).
- 3) 鷹合滋樹, 他 3 名, 材料, 48, 686, (1999).
- 4) 新井説雄, 内燃機関, 28, 60 (1989).
- 5) 日本材料学会編, “改著 X 線応力測定法”, (1981) 養賢堂.
- 6) 佐々木敏彦, 他 2 名, 日本機械学会論文集, 63 巻, 606, (1997).
- 7) J.D.Eshelby, Proc.R.Soc.London, A, 241 (1957)
- 8) T.Mori and K.Tanaka, Acta.Metall., 21, (1957)
- 9) 英崇夫, 藤原晴夫, 材料, 30, 338, (1981)
- 10) H.Döller and V.Hauk, HTM, 31, 165, (1976)
- 11) H.Döller and J.B.Cohen, Metallurgical Transl, 159, (1980)