研 究

EDC (Electro-Discharge Compaction) 法による金属間化合物の固化成形

嶋吉 耕史, 石原 慶一, 新宮 秀夫

京都大学工学部金属加工学科, 〒606-01 京都市左京区吉田本町1.

Intermetallic Compound Consolidated by the EDC
(Electro-Discharge Compaction) Method

Kouji Shimayoshi, Keiichi Ishihara and Hideo Shingu

Department of Metal Science and Technology, Yoshida Sokyō-ku, Kyoto 606.

Received October 28, 1993

An Electro-Discharge Compaction(EDC) process has been developed to consolidate the intermetallic compound TiAl from the compact of atomized TiAl powders. The EDC process was performed by subjecting high voltage($\sim 15\text{KV}$), high density electric current from a capacitor bank of $350\mu\text{F}$ to the compact under a pressure of 40MPa . The TiAl compound of 97% density with bending-strength of 62.8kgf/mm^2 , Vickers micro-hardness of 660Hv , grain size of 32nm was obtained.

1 緒 言

近年の, 新素材開発の分野で様々な非平衡な材料を利用することが注目されている. メカニカルアロイング法や急冷凝固法(RQ)の研究はさかんに行われており, アモルファス相やナノクリスタルなどが生成するという報告がなされている^{1,2}. しかしこれらの方法で得られる材料はその形状が粉末や箔体であるので, 非平衡な性質を保ったままの固化成形は困難である.

Okazaki らによって開発された Electro-Discharge Compaction(EDC) 法は高電圧($\sim 15\text{Kv}$), 高密度の電流($\sim 40\text{KA}$)を短時間($\sim 100\mu\text{s}$)に試料に投入する方法であり, 様々な利点が報告されている³⁻⁶. そこで本研究では次世代高温耐熱材料として期待されている TiAl 合金を EDC により焼結しその効果を, 稠密化, 微細構造の保存, 機械的性質の三点から評価したのでここに報告する.

2 実験方法

原料粉末は Astronautics 社製のアトマイズ粉を用いた. 組成は $\text{Ti-49.3at\%Al}$ でやや Ti リッチである. 平均粒径は約 $100\mu\text{m}$ であり, X線回折測定により TiAl と Ti_3Al の二相であることがわかっている. この粉末を金型ダイスで直径 7mm , 長さ 15mm の円筒形に予備成形し, Fig.1 に示されるような砂を圧力媒体とした擬似静水圧装置に埋め込み, 約 40MPa の圧力をかけた. なお予備成形体の密度は約 85% である. 擬似静水圧装置を用いたのは主に電極と試料の間の接触抵抗を下げるためである.

この試料を Fig.2 に示されるような回路に接続し, コンデンサーに所定の電圧まで充電したあとギャップスイッチを用いて放電させ, 焼結を行った. 焼結は約 $100\mu\text{s}$ で終了した.

Fig.1 Schematic diagram of the EDC process. A compact sample is located between the electrode in sand under pseudo hydraulic pressure of 40MPa. The current pulse was subjected to the sample in a very short time(100 μ s).

Fig.2 Electric circuit of EDC.

1. AC power source, 2. neon transformer, 3. capacitor bank, 4. diode, 5. gap-switch, 6. sample.

3 実験結果

Fig.3 に各投入エネルギーに対する達成密度, Fig.4 に光学顕微鏡組織写真を示す。予備成形時には約 85% であった密度が最大で 97.3% まで稠密化された。EDC 法は約 100 μ s で焼結が完了するので、予備成形体に含まれるガス成分がにげる時間がなく、焼結前のガス抜き処理の有無が密度に大きく影響した。なおガス抜きは真空中で 400 $^{\circ}$ C で 30 分加熱することにより行った。

Fig.5 に腐蝕後の SEM 像を示す。腐蝕は Kroll 氏液で 20 $^{\circ}$ C, 1 分を行った。焼結前 (a) と焼結後 (b) はともにラメラ組織を示している。これは TiAl と Ti₃Al

特有の組織であり、焼結後も組織は約 40 μ m の等軸のラメラ粒から構成されていることがわかる。微細なラメラ組織が TiAl 合金の常温延性の改善の鍵となると言われている⁷。EDC 法による焼結体は微細なラメラ組織を保存しており、常温延性が改善される可能性がある。

Fig.3 Achieved density of EDC compacts. The density which was 84.8% in pre-consolidated state increased with increasing of input energy; its maximum value was 97.3% when input energy of 220J/g was subjected. The density depended on the gasses which were contained in the green compacts.

Fig.4 Optical microscope images of EDC compacts. As increasing the input energy, porosity had remarkably decreased. (a) green, (b) input energy was 110J/g, (c) input energy was 220J/g.

Fig.5 Scanning electron microscope(SEM) images of EDC compacts. (a) before EDC treatment (green), (b) after EDC treatment of 220J/g subjected. The particle sizes were both 40μm, and the lamellar structure which was particular for TiAl alloys was preserved.

Fig.6 (a) X-ray diffraction pattern of EDC compacts versus respective input energy. (b) grain size of EDC compacts versus respective input energy calculated by Scherrer's method.

Fig.6(a)に各投入エネルギーで焼結後のバルクのX線回折パターン, (b)に回折ピークの半値幅からシェラーの式により算出した結晶粒径を示す。焼結前では平均粒径は約18nm, 焼結後も約30nmとほとんど粒成長していないことがわかる。Fig.7に焼結体のTEM像を示す。この写真からも粒径が約30nmであることが確認できる。

Fig.7 TEM micrograph of EDC compact which was subjected to input energy of 220J/g. (a) bright field image, (b) dark field image, (c) diffraction pattern. Note the average size of TiAl grain is about 30nm.

Fig.8に各条件での焼結体の3点曲げ試験結果を示す。曲げ試験片は焼結後の試料から1mm×2mm×10mmの角材を切り出し、常温、大気中で行った。最大で62.8kgf/mm²であり、ほぼHIP材、溶解材と同程度の値が得られている⁸。Fig.9に各条件での曲げ試験の破断面のSEM像を示す。(a)では粒界で割れているのに対して(b)では粒内で割れていることから焼結が効果的に行われたことがわかる。Fig.10に焼結体の高温ビッカース硬度測定結果を示す。室温では約660と溶解材の約3倍の値を示す⁹。この理由としては原料粉末のもつ微細な構造や歪み、格子欠陥などが焼結後も保存されているからと考えられる。また高温硬度は550℃付近までは室温硬度より少し低い値を保ちその後直線的に降下する。この結果はTiAlの機械的性質が600℃まで低下しないとの報告に一致する¹⁰。

Fig.8 Three point bending test results of EDC compacts versus respective input energy. The test was performed in ambient atmosphere. The maximum value was 62.8kgf/mm².

Fig.9 Fracture surface of EDC compacts after three point bending test. (a) input energy was 55J/g. (b) input energy was 220J/g.

Fig.10 High temperature Vickers micro-hardness measurements result.

4 結 論

1. EDC 法によりに約 85%であった予備成形体は 97.3%まで稠密化された。
2. 焼結体の組織は粒界半径が約 40μm のラメラ組織であり、また結晶粒の大きさは平均 30nm であった。
3. 焼結体の機械的性質は、曲げ強度が 62.8kgf/mm²、常温でのビッカース硬度が 660 であった。

謝 辞

本研究の実施に関し、文部省科学研究費・重点領域研究「金属間化合物」から研究助成を受けたことを記し、謝意を表します。

文 献

1. A.E.Yermakov, E.E.Yurchikov and V.A.Barinov: Phys. Met. Metallography, **52** (1981) 1184.
2. R.M.Davis and C.C.Koch: Scripta Met. **21** (1987) 305.
3. D.K.Kim, K.Okazaki: Mater. Sci. Eng., **A104** (1988) 191.
4. D.K.Kim and K.Okazaki: Mater. Sci. Forum **88-90** (1992) 553.
5. 深水秀範, 石原慶一, 新宮秀夫: 粉体および粉末冶金, **38** (1991) 99.
6. 田頭憲, 石原慶一, 新宮秀夫: 粉体および粉末冶金, **40** (1993) 印刷中.
7. 山口正治: 金属間化合物 (金属学会セミナー) 1990.
8. 深水秀範: 平成 4 年度京都大学修士学位論文.
9. 橋本敬三: 第一回超耐環境性材料シンポジウム講演集.
10. 山口正治 馬越佑吉: 金属間化合物 (日刊工業新聞) 42.