爆発圧縮した Co 基合金粉体成形体の強度と破面形態†

西 田 稔* 荒 木 孝 雄**
水 口 勝 志* 森 田 真 司***

Strength and Fracture Morphology of Co-Based Alloy Powder Compaction by Explosive Method

by

Minoru NISHIDA*, Takao ARAKI**, Katsushi MINAKUCHI*
and Shinji MORITA***

Co-based alloy powders were dynamically compacted by using a cylindrical axisymmetric explosive method. The compacted powders were post-heat-treated in evacuated capsules from 3.6 ksec to 32.4 ksec at 973K and 1273K. The mechanical property was examined by using a bending test.

The bending strength of the as-compacted material was below 120 MPa, which is about one-fifth that of the cast material. The fracture pattern of the as-compacted material exhibited interparticle fracture. The strength of the compacted material was improved by post-heat-treatments at 1273K. But the strength was below 500 MPa. The fracture pattern of transparticle fracture exhibited the quasi-cleavage fracture and in the case of the interparticle fracture the dimple pattern was observed on the powder surface.

Key words : Co-based alloy, Explosive compaction, Fracture morphology,
Tree points bending test, Transparticle fracture

1 緒 言

粉体の爆発成形法は、爆薬の爆発で発生した 1 GPa 以上の圧力で、数 μ s 続く衝撃波を粉体中を通してさせることによって、粉体を高密度に成形させる方法であり、1960年代に開発された比較的新しい粉体成形技術の1つである¹⁾。この粉体爆発成形法には2種類あり、爆薬の爆轟による高エネルギーを直接的に利用する円筒法に代表される直接法と、飛翔板等の中間媒体を利用する平行法に代表される間接法がある。これらは、それぞれ使用目的に応じて使用されており、アルミや銅のような軟金属からセラミックス^{2), 3), 4)}にいたる広範囲な粉末に適用されてきた。本研究では、HV 500 以上の硬さを有し、耐食性・耐摩耗性の優れた Co 基合金粉体(ステライト)を、成形体の回収が容易な直接円筒法で爆発成形体を作製するとともに、得られた成形体および後熱処理を施した成形体について曲げ試験を行い、曲げ強さおよび破面形態より、粉体間の界面状態を調査した。

2 実験方法

2・1 供試材料

供試材料には、ガスアトマイズ法によって作製した Co 基合金であるステライト粉体を用いた。粉体粒径は、爆発成形および後熱処理の強さに影響を及ぼすものと考えられるので、粉体を 53 μ m 以下 (S サイズ)、75 μ m~106 μ m (M サイズ) および 125 μ m~150 μ m (L サイズ) に篩分けにより調整し、爆発成形に用いた。粉体は Fig. 1 に示すように、いずれの粒径においても球形状であり、その組織は粉体中心より成長したデンドライト組織と γ 相の母地からなっていた。この粉体の化学組成を Table I に示す。

2・2 爆発成形方法

円筒法による爆発成形試験片の概略図を Fig. 2 に示す。爆薬の爆発によって発生した圧縮の衝撃波を管壁面から粉体に伝ばさせるとともに、成形体の回収を容易にするための容器として、外径 17.4 mm、内径 15.4 mm の炭素鋼管を使用した。円筒法では、円筒の

Table I. Chemical compositions of Co-based alloy powder (wt. %).

C	Si	Mn	Cr	Fe	Ni	W	Mo	Co
1.3	1.3	0.7	30.1	0.1	0.1	4.6	0.1	Bal.

† 原稿受理 平成 5 年 7 月 12 日 Received July 12, 1993

* 愛媛大学工学部材料工学科 〒790 松山市文京町, Dept. of Eng., Ehime Univ., Bunkyo-cho, Matsuyama, 790

** 正 会 員 愛媛大学工学部材料工学科 〒790 松山市文京町, Dept. of Eng., Ehime Univ., Bunkyo-cho, Matsuyama, 790

*** 愛媛大学大学院 〒790 松山市文京町, Graduate Student, Ehime Univ., Bunkyo-cho, Matsuyama, 790

Fig. 1. Microstructure and scanning electron micrographs of Co-based alloy powder. (a) Microstructure, (b) S size, (c) M size and (d) L size.

Fig. 2. Experimental arrangement for explosive compaction.

中心部は、周囲から進行してきた衝撃波が集中し、それにより温度上昇および希薄波の影響をうけ、割れなどの欠陥が発生するのを防止する目的で軟鋼棒を設置した⁵⁾。爆発成形は粉体を円筒にバルク材に対する相対密度比が約 65% になるようにタッピングのみにて充填後、円筒の周囲に所定厚さに装薬した爆薬を、上部に設置した 6 号電気雷管の起爆により誘爆させ、発生した圧縮衝撃波を粉体中を通過させることによって行った。この円筒法において、爆発成形性に及ぼす因

Fig. 3. Extracting position (a) and shape (b) of specimen.

Fig. 4. Configuration of bending test.

子は多数あるが、最も影響を及ぼす因子の 1 つは E/M 値 (E : 爆薬質量, M : 粉体質量) であり、本研究では、成形後の相対密度比が 97% 以上になるように E/M の値を S サイズでは 2, M および L サイズでは 2.5 に設定した⁶⁾。なお、使用爆薬は少量で高圧力が得られる可塑性爆薬 2 号ダイナマイト (密度: 1.42 Mg/m³) を使用し、爆発成形は 1.3 kPa 以下に排気した真空耐圧容器内で行った。

2・3 成形体の後熱処理

成形体の上部および下部は、栓により径方向の収縮が拘束され、成形性が悪いため、成形体の後熱処理は Fig. 3 (a) に示すように成形体上部端より 10 mm から 70 mm までの 50 mm の位置から採取し、Fig. 3 (b) に示す形状の試料で行った。後熱処理温度は、Co-Cr-W 三元状態図から推定して、 β Co から α Co への変態温度以下の温度である 973K と変態温度以上である 1273K とし、熱処理時間は 3.6 ksec, 14.4 ksec および 32.4 ksec とした。なお、熱処理は 0.13 Pa 以下の真空中で行った。

2・4 三点曲げ試験

三点曲げ試験は、Fig. 4 に示すように中心部が引張側になるように行った。なお、曲げ試験片は、30% 硝酸水溶液によって円筒容器および中心棒の軟鋼を溶解除去し、製作したものである。

3 実験結果および考察

3・1 成形体のマクロ観察

E/M 値を 2.0 および 2.5 とした場合、複ダイナマイトの爆轟速度 (V_b) を測定すると、それぞれ 4.5 km

Fig. 5. Cross-section views of compacted materials. (a) S size, (b) M size and (c) L size.

/sec および 4.7 km/sec であった。爆薬の爆轟圧力 (P) は次式で、圧力パルスの持続時間は t/V_D (t : 爆薬の厚さ⁹⁾) で評価すると、それぞれ 7.5 GPa, 8.1 GPa と 3 μ sec, 3.5 μ sec であった。

$$P = \rho_0(1 - \rho_0/\rho_s)V_D^2 \quad (1)$$

ここで、 ρ_0 は爆薬の密度、 ρ_s は爆轟領域での爆薬の密度であり、 ρ_0/ρ_s の値は 1/4 の値をとることが知られている。

このような高圧条件で成形した成形粉体の長手方向の断面写真を Fig. 5 に示す。S サイズの場合、黒くみえる金属光沢を示す固化領域が、試験片の起爆端より 20 mm 程度離れた位置より見られるが、白く見える部分も多く存在した。この白く見える領域は、粉体が固化していないため、切断時あるいは研磨時に粉体が脱落した非成形部分である。この部分が試験片の両端部でみられたのは、上部栓および下部栓によって、径方向の収縮が拘束されたためと考えられる。M および L サイズと粉体粒径を大きくすると、固化領域は広くなる傾向がみられた。また、いずれのサイズにおいても、円筒容器の外周部より中心棒近傍の方が固化しているのは、円筒表面から入射され、中心部へ向かう衝撃波が、粉体の塑性変形で減衰するより、収束による圧力上昇の方が大きくなったためと考えられる。これら成形体の密度をアルキメデス法で測定すると、いずれのサイズにおいても、バルク材の約 97 % であり、高密度成形体であった。

Fig. 6. Microstructures of compacted materials. (a) S size, (b) M size and (c) L size.

Fig. 7. Effect of post-heat-treatment on ultimate bending strength of compacted materials.

3・2 成形体の組織観察

Fig. 6 は、固化した領域での爆発成形後の光学顕微鏡写真である。いずれのサイズにおいても、粉体は圧縮衝撃波の通過および粉体同士の高速度衝突により、塑性変形していた。成形体の密度向上に重要となる粉体間の三重点に存在する空隙も充填されていた。成形体の硬さは、衝撃硬化のため、供試粉体の平均硬さ HV 500 から HV 750 程度まで増加していた。

S サイズおよび M サイズでは、粉体の境界が明瞭であり、L サイズにおいては一部粉体間接合が認められた。しかし、粉体間の接合は顕微鏡観察から明瞭にできなかった。

3・3 曲げ強さと破面形態

3・3・1 爆発成形のまま Fig. 7 は、爆発成形体および後熱処理を施した成形体の曲げ強さを示す。爆発成形体の曲げ強さは、S サイズでは 47 MPa, M サイズでは 77 MPa, L サイズでは 129 MPa と、粉体粒径が大きいくほど増加する傾向であった。しかし、それらの強度はバルク材の 740 MPa に比べると非常に低い値であった。

Fig. 8 は、S サイズの破面のマクロ (a) およびミクロ (b) 観察結果を示す。図の下方が心棒側すなわち引張側である。破面全体が粉体間の破壊であり、矢印で示す溝は爆発圧縮で成形されず、曲げ試験にて粉体が脱落した部分である。また、ミクロ的に観察しても、粉体の変形は認められるが、粉体粒子がはく離した様

Fig. 8. Fracture surface of compacted material (as-compacted, S size).

相を呈していた。粉体間の間隙も $1\sim 2\ \mu\text{m}$ 程度あり、爆発成形によって、顕微鏡観察で述べたように、粉体粒子同士の高密度成形は行われているが、粉体間の接合はほとんど生じておらず、そのため曲げ強さが著しく低い値になったと考えられる。このような傾向は、M サイズにも認められた。L サイズについては、Fig. 9 に示すようにマクロ的 (a) にみると、S サイズと同様に粉体間破壊がほとんどを占めていたが、割れ発生部に近いインサイド側には、粉体粒内の擬へき開破面 (c) もみられた。また、へき開破面近傍の組織観察においても、Fig. 10 に示すように粉体間の接合領域が認められた。このように一部ではあるが接合がみられるのは、粉体同士の高速度衝突や激しい摩擦によって、粉体表面の酸化膜が破壊されると同時に高温になり、これに衝突圧力が加わり、粉体同士の接合が生じたものと考えられる。

3・3・2 後熱処理材 後熱処理材の曲げ強さは、熱処理温度 973K の場合、S サイズでは熱処理時間とともに強度は増加する傾向が認められたが、成形のままと比較して大きな増加は認められなかった。M サイズについても、熱処理時間とともに強度は増加する傾向にあったが、熱処理時間を 32.4 ksec にしても 168 MPa 程度であった。熱処理温度 1273K の場合、S および M サイズとも、3.6 ksec の熱処理時間で 300 MPa に増加し、変態以上の熱処理温度では、成形体の強度上昇が認められた。しかし、熱処理時間を増加させても、曲げ強さは増加しなかった。S サイズの場合、973K の熱処理では、Fig. 11 (a) に示すよ

Fig. 9. Fracture surface of compacted material (as-compacted, L size). (b) Outside and (c) Inside.

Fig. 10. Microstructure of compacted material (as-compacted, L size).

うに粉体粒子間の接合はなされておらず、そのため曲げ強さも増加しなかったものと考えられる。1273K (Fig. 11 (b)) では、粉体粒子間のはく離であるが、粉体表面には爆発成形体にみられなかった接合箇所が認められ、その部分はディンプル破面であった。このような粉体間の部分的な接合によって、曲げ強さが改善されたものと考えられる。Fig. 12 は、破面近傍の組織写真を示す。1237K の熱処理では、デンドライト組織は消滅し、 $1\ \mu\text{m}$ 程度の Cr_7C_3 と γ 相マトリックスからなり、初期粉体はほとんどみられず、焼結が進

Fig. 11. Fracture surface of compacted material (S size). Post-heat-treatment (a) at 973K for 14.4 ksec, (b) at 1273K for 3.6 ksec and (c) at 1273K for 14.4 ksec.

行していたが、割れが存在していた。この割れは詳細に観察すると初期粉体間を伝播しており、破面表面は Fig. 11 (c) に示すように酸化していた。このため熱処理時間を増加させても、曲げ強さが増加しなかったものと考えられる。なお、この割れが成形時、粉体が十分に固形化せず、粉体間の間隙が広いため、焼結が進行しなかったのか、後熱処理後冷却過程で生じたものかは明らかにできなかった。

M サイズについても、S サイズと同様な傾向であった。

L サイズでは、973K 後熱処理では熱処理時間 3.6 ks 後 177 MPa、14.4 ksec 以上では約 400 MPa まで増加し、S および M サイズに比べ、変態点以下の熱処理により強度改善の効果が認められた。また、後熱処理温度を 1273K とすると、熱処理時間 3.6 ksec

で 300 MPa、32.4 ksec で 554 MPa になり、バルク材の 75% の強さが得られた。このように、成形体および熱処理を施しても、粉体粒径を 125 μm 以上とした場合、強度特性が優れていることが知られた。973K でも 3.6 ksec の熱処理後、Fig. 13 (a) に示すように粉体粒子間の接合が認められた。粒内破壊する部分が爆発成形のままと比べて増加した。熱処理温度 1273K とした場合には、粉体間の接合面積が増加し、Fig. 13 (b) にみられるような粉体内の擬へき開破面も多くみられたが、破面は粉体表面にディンプル破面を伴った粉体間のはく離 (Fig. 13 (c), (d)) が主であった。973K で 14.4 ksec 熱処理を施した後の組織写真を Fig. 14 に示す。粉体間の接合は粉体間全面でなく、部分的に生じていた。これはアトマイズで作製された粉体表面は酸化膜で覆われており、この酸化膜が焼結初期段階で凝集して、空隙内面および密着部に介在物を形成する。焼結の進行とともに、粉体内への酸素の拡散によって介在物は減少し、消滅する過程に移行する¹²⁾。しかし、本研究では、焼結温度が低いため、十分に介在物が消滅しなかったためと考えられる。

しかし、本研究の結果から、L サイズが S サイズや M サイズに比べて、熱処理によって粉体間の接合は生じ易かった。この事象は、L サイズでは粉体粒子間の一部に接合が生じ、粉体粒子間の接触している部分が多かったことに起因していると考えられる。し

Fig. 12. Microstructure of compacted material (S size, post-heat-treatment at 1273K for 14.4 ksec).

Fig. 13. Fracture surface of compacted material (L size). Post-heat-treatment (a) at 973K for 3.6 ksec and (b), (c) and (d) at 1273K for 32.4 ksec.

Fig. 14. Microstructure of compacted material (L size, post-heat-treatment at 973K for 14.4 ksec).

かし, 本研究に採用した熱処理温度では, 粉体間の接合が十分ではなく, 今後, 熱処理温度を上昇させ, 未接合部をなくす必要があると考えられる。

4 結 言

Co 基合金粉体について, 円筒法を用いて爆発成形を行い, 成形体の曲げ強度に及ぼす粉体粒径および熱処理の影響を検討し, 以下の結果を得た。

(1) S, M および L サイズとも, 爆発成形法で相対密度比 97% の成形体を得ることができた。

(2) 爆発成形のままでは, 粉体粒径が大きいほど曲げ強度は増加する傾向があった。しかし, バルク材に比べ著しく低い値であった。これは, 粉体間の接合がほとんど起こっていないためであった。

(3) S および M サイズでは, 973K の熱処理によって曲げ強さは改善されなかった。1273K の熱処理では 300 MPa まで改善されたが, バルク材の 40% 程度であった。

(4) L サイズでは, 973K の熱処理によって曲げ強さは 400 MPa, 1273K の熱処理では 550 MPa まで改善されたが, バルクに比べ十分な改善ではなかった。

(5) S サイズおよび M サイズでは, 1273K の熱処理 L サイズでは 973K 以上の熱処理を施すと, 粉体同士の接合が生じ, 粉体表面にはディンプル破面を伴った粉体粒子間破断であった。

(平成 5 年 6 月 24 日 日本材料学会第 8 回フラクトグラフィシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) P. Prümmer "Explosive Welding, Forming and Compaction", Ed. by T. Z. Blazinski, 369 (1983) Applied Science Publishers LTD, London
- 2) G. Alvare, A. G. Gonzalez and J. C. Cuyas, Powder Metallurgy, **32**, 53 (1989).
- 3) T. Akashi and A. B. Sawaoka, J. Met. Sci., **22**, 1127 (1982).
- 4) K. Kondo and S. Sawai, J. Am. Ceram. Soci., **75**, 873 (1985).
- 5) T. C. Peng, S. M. L. Sastry, J. E. O'Neal and D. Brasher, Met. Trans. A. **16A**, 1455 (1983).
- 6) 西田 稔, 森田真司, 荒木孝雄, 林 洋一郎, 溶接学会論文集, **11**, 162 (1993).
- 7) AMERICAN SOCIETY FOR METALS "METALS HANDBOOK 8TH EDITION" 420 (1973) Metallography. Structure and Phase Diagrams, New York
- 8) P. Prümmer "Explosive Welding, Forming and Compaction", Ed. by T. Z. Blazinski, 377 (1983) Applied Science Publishers LTD, London
- 9) P. Prümmer, Proc. 4th Int. Conf. of the Center for High Energy Forming, 9-2-1 (1983).
- 10) D. G. Morris, Met. Sci., **15**, 116 (1981).
- 11) W. H. Gourdin, J. Appl. Phys., **55**, 172 (1984).
- 12) 大橋 修, 田沼欣司, 木村 隆, 溶接学会論文集, **4**, 53 (1986).