

爆発成形法による高速度鋼粉末の固化

外本 和幸*・伊東 繁*・藤田 昌大*・千葉 昂*

Explosive Shock-Consolidation of High Speed Steel Powders

Kazuyuki HOKAMOTO, Shigeru ITOH, Masahiro FUJITA and Akira CHIBA

Synopsis: High speed steel powders were explosively shock-consolidated under the conditions, that (1) double tube method for cylindrical rod samples and (2) converging under-water shock wave method for rectangular bar samples.

In case of the double tube method, excess melting was generated at central region and by the heat generated, many circumferential and transversal cracks were formed. The number of cracks were decreased by the arrangement that small powders were placed at the central region, but some transversal cracks were still generated.

The converging under-water shock was able to achieve higher and longer pressure duration comparing with the other shock-consolidation techniques, and to give the uniform compression to the powders. Surface melting and intensive deformation of the powders were observed and cracks were fairly decreased in comparison with the case of the double tube geometry.

Key words: powder metallurgy; shock consolidation; explosive powder compaction; high speed steel powder; crack generation.

1. 緒言

爆薬の爆轟によって生じる高圧力を利用して各種の粉末を固化しようとする、いわゆる衝撃固化法は、かなり古くから研究されている¹⁾。そして本方法は、HIP等の熱処理による方法では焼結が不可能な各種の粉末材料へ適用が期待されている^{2)~5)}。しかしながら本方法は材料内を衝撃波が通過するため、固化後の試料内にはクラック等が残存するなど、種々の問題点を有している⁶⁾。

爆薬による衝撃固化法としては、従来、平面法と円筒法の2種類があるが³⁾、それぞれに長所と欠点を有している。このうち円筒法は、円筒内に詰めた粉末の周りに爆薬を配置する、比較的大量生産向きの方法である⁷⁾。しかしこの方法では、爆薬によって与えられた圧力波が円筒の中心方向に収束することでMach stemを形成してしまい、中心部に穴を作ることが問題となっている。これに対し平面法は、衝撃固化の条件を比較的容易に制御できるものの、大量生産向きではなく、小さな試料が作られるに留まっている。

本研究では、急冷凝固法によって作製された非常に微細な組織を有し、セラミックスに近い硬度を有する高速度鋼粉末について衝撃固化を試み、良好な固化材を得るための実験条件について調べた。本研究では特に比較的大きな試料を得ることを考慮して、円筒法および改良した水中収束衝撃波を利用する方法によって、それぞれ円柱状および棒状の試料を得ることを試みた。そして得られた材料について、クラック発生状況等を比較検討した。

前者の円筒法では、粉末の粒子径、実験装置の配置などの変化によって、固化状況がどのように変化するか、またクラック数を減少させるためにはどうしたらよいかについて基礎的な観点から検討を行った。

後者の水中収束衝撃波を用いる方法は、著者らの一部が開発した新しい衝撃固化法⁸⁾である。本方法によって円錐状の水圧容器内で圧力を収束させ粉末の固化を行い、ディスク状の試験片が得られることがすでに示されている。今回は、水中収束衝撃波を矩形断面を有する高速度鋼粉末に作用させ、衝撃固化を行うことで、比較的良好な断面を持つ試料が得られたので報告する。

2. 実験方法

本研究で用いた基本的な実験配置図を、Fig. 1 および Fig. 2 に示す。

Fig. 1 の装置は円筒法の中でも2重円筒法と呼ばれる方法で、外側の円筒を高速飛翔・衝突させることにより、爆薬の爆轟圧を直接作用させたときと比較して高圧力を粉末に作用させることができる⁹⁾。2重管は軟鋼製で、外管は外径25.4mm、肉厚1.4mm、内管は外径12.7mm、肉厚1.0mmである。爆薬は硝酸アンモニウムを主体とした粉末状の爆薬(旭化成(株)製; PAVEX)で、爆速約2300m/s、爆薬の充填密度550kg/m³である。装置上部のブースターは雷管による起爆を確実にを行うため、および爆轟波を平面波に近い形で伝えるために、厚さ5mmの高性能爆薬(爆速約7000m/

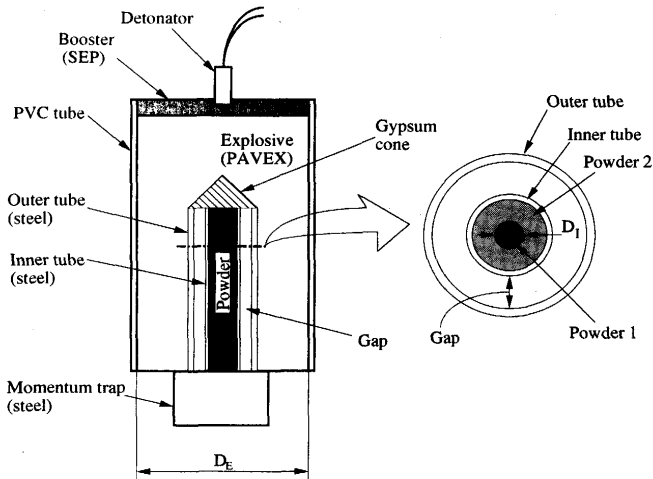


Fig. 1. Set up for double tube configuration for shock consolidation.

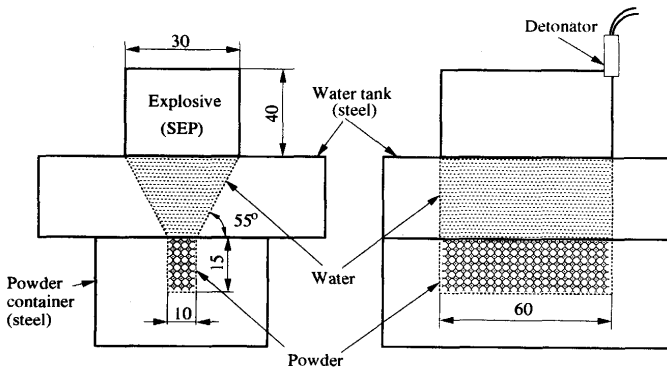


Fig. 2. Set up for converging under-water shock wave configuration.

s, 充填密度 1300kg/m^3 , 旭化成(株)製; SEP)を配置した。粉末に与えるエネルギー量は, 爆薬の厚さを変化させることによって制御した。ここで粉末に与えるエネルギー量は, 一般によく用いられるように¹⁰⁾粉末の質量(M)に対する爆薬質量(E)の比(E/M比)で整理した。ここでMは内外管の質量を含んだ値を用いた。また実験に際しては, 粉末試料のコンテナの下に軟鋼製のモーメントトラップ(直径50mm, 厚さ50mm)を配置した。

Fig. 2 の水中収束衝撃波を用いる方法では, 台形状の断面内で水中衝撃波を収束させることによって圧力を高め, 粉末に作用させる装置を用いる。この場合, 使用した爆薬は, 前述のブースターに用いた高性能爆薬(旭化成(株)製; SEP)である。本方法は, 衝撃波が水中を伝わる間に圧力を収束, 高めることができ, また水中衝撃波が反射, 収束する間に作用時間の長い圧力波になっているのが特長である。このような圧力波によって, 粉末を一方方向に均一に圧縮できる。また圧力収束容器の形状や爆薬を変えることで圧力の制御も容易である。加えて水を圧力媒体とすることで, 伝播中の圧力の減衰や試料の温度上昇を抑えることができるという利点を有する。

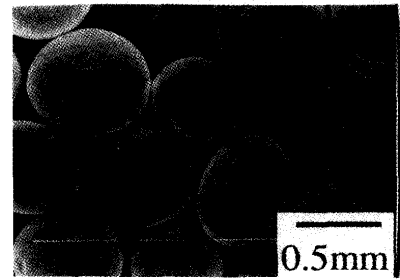


Fig. 3. Scanning electron micrograph of as received high speed steel powder.

Table 1. Experimental conditions for shock consolidation with double tube method.

Experiment #	D_E/mm (E/M)	Powder1 (dia./ μm)	Powder2 (dia./ μm)	Final density (Relative density%)	Crack ratio /mm \cdot mm $^{-2}$
A-1	55 (3.5)	417-589	417-589	94.9	—
A-2	65 (4.9)	417-589	417-589	96.7	0.164
B	65 (4.9)	210-295	417-589	97.1	0.089

E/M; (mass of explosive)/(mass of powder including powder container)

本研究で用いた粉末は日立金属(株)製の急冷凝固法で作製された高速度鋼粉末である。主要化学成分は $1.3\text{wt}\%\text{C}-5.0\text{wt}\%\text{Cr}-3.0\text{wt}\%\text{W}-6.0\text{wt}\%\text{Mo}-4.0\text{wt}\%\text{V}-\text{Bal.}\text{Fe}$ であり, Fig. 3 のような球状粉であるが, 表面に小さな衛星粒子が認められるものもある。粉末はふるい分級し, Table 1 に示すようないくつかの実験を行った。粉末の初期充填率は約55%であった。円筒法による実験においては, Fig. 1 中の断面図で示すように, 一部の試料については円筒内部と外部で異なる粒径の粉末を配置して衝撃固化実験を行った。ここでFig. 1 中の D_1 は5.3mmとした。Fig. 2 の水中収束衝撃波を用いる方法による実験では, 粉末は $417\mu\text{m}\sim 589\mu\text{m}$ 粒径のものを用いた。

3. 実験結果および考察

3・1 円筒法による高速度鋼粉末の固化

Fig. 4 は衝撃固化の後回収された試料の, 縦断面の写真の一例を示す。この試料は, Table 1 の実験# A-2 (E/M比=4.9)の条件下で得られたものである。このときの充填率は約97%で, かなり緻密に固化されている。E/M比がこれよりも小さい場合(#A-1)の充填率は95%以下であった。またE/M比が過大の場合には, 圧力の収束によって中心部に大きな溶融部が生じることが知られているが, 本研究では使用爆薬量の制限から, E/M比をこれ以上大きくした実験は行わなかった。円筒法では比較的爆速の遅い爆薬が使用されることが多く⁹⁾, 今回用いたPAVEXも硝安系の低爆速の爆薬である。これは爆速が高い場合には, 緒言で述べたように円筒中心部にMach stemを形成して中心部が吹き

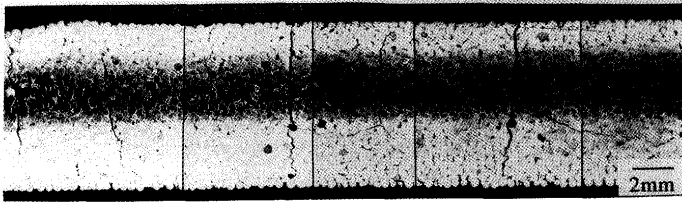


Fig. 4. Longitudinal cross sectional view of powders consolidated with double tube method (#A-2 in Table 1).

飛ばされる現象が生じるためである¹⁰⁾。

Fig. 4の実験条件(#A-2)は、高い充填率が得られるということに関しては最適条件であると思われるが、その中には多くのクラックを生じており、このままでは実用には適さない。Fig. 5は生じたクラックを模式的に示す。このようなマクロな視野で生じるクラックについての研究は少なく、クラックの生成機構についてMeyersとWang⁹⁾が、また実際の生成状況についてFerreiraら¹¹⁾が報告している程度である。そこでここでは、本実験におけるクラックの生成原因について明らかにし、さらにこれを減少させるためにいくつかの実験を試みた。

Fig. 4およびFig. 5からもわかるように、今回用いた高速度鋼粉末について生じたクラックは2種類ある。ひとつは円周方向に生じるクラック(Circumferentialクラック；以後Cクラックと略称する)であり、もうひとつは縦断面についてみられるような爆轟方向に垂直に発生するクラック(Transversalクラック；以後Tクラックという)である。MeyersとWang⁹⁾は、Cクラックは円管から入る圧縮波の反射に伴う膨張(希薄波)で生じると報告している。またTクラックは、次の3つの可能性が考えられるとしている⁹⁾。(1)試料端面での圧縮波の反射によって生じる引張波による。(2)円筒が引き伸ばされることによる。(3)円管内に生じる速度差によって熱分布が生じ、その時の熱応力によって割れを生じる。

Fig. 6に試料#A-2の横断面の、試料中心部に生じたクラック近傍(Cクラック)の拡大写真を示す。クラックは粒子を横切って生じており、この事実はこのクラックが衝撃固化完了後、かなり時間が経過してから生じたことを示し

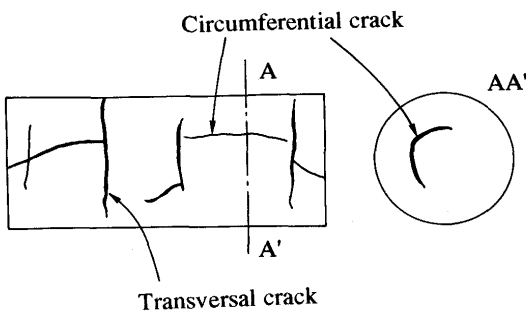


Fig. 5. Schematic illustration of two kinds of cracks in longitudinal and transversal cross sections.



Fig. 6. Enlarged microstructure around circumferential cracks generated with double tube method.

ているように思われる。TクラックもFig. 6と同様に粒子を横切って発生していた。Fig. 4の中心部付近の変色部は、粉末粒子表面の一部が溶融したことによる組織変化に対応している。溶融部の多い中心部分は、冷却過程で長手方向及び円周方向に収縮を生じると思われるので、これによってCクラックおよびTクラックが発生する可能性があると思われる。したがってCクラックについては、前述のMeyersとWang⁹⁾の報告にあるような希薄波の影響によるものだけではなく、この場合は熱的影響が大きいのであろう。Tクラックに関しては上記の熱的影響以外の原因も考慮する必要があるが、これについては後述する。

上記のようなクラックは、鉄粉などの比較的軟らかい金属粉末の衝撃固化に際しては生じにくいようである¹⁰⁾。これに対して硬度の高い粉末になると、マクロなクラックが増加することが一般である¹¹⁾。本研究で用いた高速度鋼粉末は、Vickers硬度が約850でセラミックスに匹敵する硬度を有する材料であるが、比較的高い靱性を持つことが知られている¹²⁾。それにもかかわらず多数のクラックが生じてしまう理由は、それ自身が高硬度であることに由来しているように思われる。この理由は以下のように説明される。

爆轟圧力によって駆動された外管は高速飛翔して内管に衝突し、粉末を緻密化する。これに際して消費されるエネルギーEは概略、次式で表される¹³⁾。

$$E = E_j + E_p + E_f \dots\dots\dots (1)$$

ここで E_j は、粒子同士の斜め衝突によって生じる金属ジェット形成のエネルギー、 E_p は粒子の空隙を埋めるための塑性変形エネルギー、 E_f 粒子同士のせん断摩擦のエネルギーである。衝撃固化に際しては、(1)式で与えられたエネルギーEの一部が、粒子の溶融に寄与すると考えられる。溶融量が大きければ、溶融部の凝固に伴う収縮によって割れは容易に生じるであろう。

(1)式に示した各エネルギーについて、本研究の場合、いずれが大きく影響するかを検討する。まずジェット形成のエネルギーについて考える。比較的軟らかい金属粉末の衝撃固化においては、ジェット衝突の痕跡と思われる溶融

部が多く報告されている¹⁴⁾。しかしながら本研究で用いた高速度鋼粉末の場合、ジェットが衝突して生じたと思われる領域は観察されなかった。多くの場合、溶融層は粒子表面にある厚さの層を形成することによって生じており、これらは粒子表面に集中して生じた塑性変形あるいはせん断変形に起因した組織であると考えてよいと思われる。

粒子の塑性変形およびせん断変形によってなされた仕事(変形に要するエネルギー)はそれぞれ(2)、(3)式で表される。

$$E_p = Y \int_V \epsilon dV \dots\dots\dots (2)$$

$$E_f = mk \int_S \Delta U dS \dots\dots\dots (3)$$

ここでYは引張降伏応力、k(=Y/2)はせん断降伏応力、mはせん断まっさつ係数、 ϵ は歪、 ΔU は粒子同士のせん断における相対変位量、Vは体積、Sは面積である。(2)式の塑性変形エネルギーは、CarrollとHolt¹⁵⁾によって詳しい計算式が提案されているがここでは省略する。

粉末の初期充填率は粒子径にはあまり依存せず概ね55~60%であることが多い。これが100%近くの充填率まで緻密化されることを考えると、粒子の塑性変形によってなされる仕事は、おもに降伏応力に依存することになる。また粒子間のせん断は各粉末粒子の相対変位に対応して生じ、これもまた降伏応力に依存する。これらのエネルギーの一部が粒子表面の温度上昇とそれに伴う溶融に消費されると考えられるので、降伏応力の大きい材料ほど緻密化に必要なエネルギーは大きいことになり、溶融割合はより大きくなると推察される。従って高硬度の粉末であるほど熱的影響が大きく、割れが発生しやすいことになる。

Fig. 7は試料外周部から中心へ向かっての溶融割合の変化について示す。試料#A-2は同一粒径の粉末を用いた場合

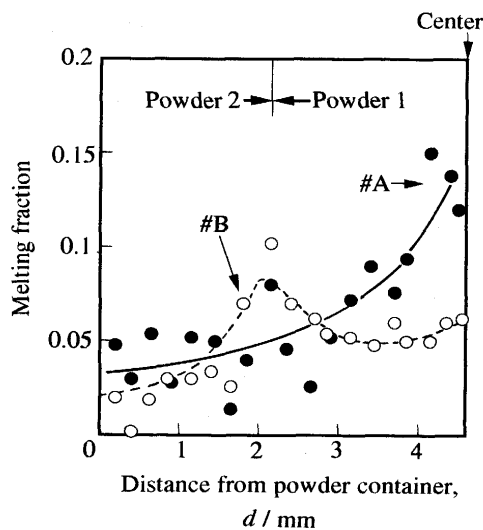


Fig. 7. Change of melting fraction with different radius measured from transversal cross section consolidated with double tube method.

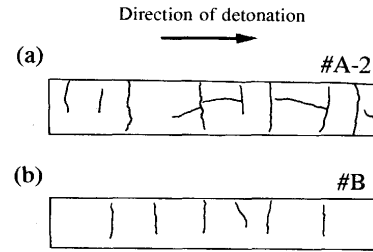


Fig. 8. Cracks generated in longitudinal cross sectional area using powders with same size (a), and placing small powders at central region. Experimental conditions for (a) and (b) are #A-2 and #B in Table 1, respectively.

の結果について示すが、中心部では圧力の収束に伴って溶融割合が急激に増している。これに対して中心部に小さな粒径の粉末を配した場合(#B)には、中心部の溶融割合を低下させることができる。この理由は以下のように説明される。

まず単位体積当りの塑性変形やせん断変形の量については、粒子径によらず相似則が成り立つと考えてよいと思われる。この場合、粉末粒径に対する変形域の厚さの比は一定となるので、小さな粒径の粉末では相対的に各種変形に起因する粒子表面の温度上昇部の厚さが薄くなると考えられる。粒子表面に薄く生じた温度上昇部は、粉末内部の未変形領域への熱伝達によって容易に冷却され、粒子表面と内部での温度差は小さくなる。従って同一の衝撃固化条件では、小さな粒径の粉末についての溶融割合は、相対的に小さくなると考えられる¹⁶⁾。円筒法において、試料中心部は圧力の収束に伴って溶融部を形成しやすい状態となっていると思われるが、上述のような効果によって、中心部に小さな粒径粉末を配した場合、溶融部の形成を相対的に減らすことができたのであろう。

Fig. 8に同一粒径の粉末を固化した場合(#A-2)と、小さな粒子を中心に配置した場合(#B)のクラックの発生状況を示す。Table 1中に示すクラック割合は、観察した縦断面の面積に対するクラック長さ比である。Fig. 8およびTable 1からも明らかなように、粉末粒径を変化させた場合の方がクラック割合、特にCクラックを減少させることが可能になることがわかる。Tクラックの割合は多少は減少しているようではあるが、完全にこのクラックをなくすことはできなかった。ここでCクラックは前述したように、おもに熱的影響によって生じたクラックであったのに対して、Tクラックは熱的影響だけでなく、試料端面での圧縮波の反射による引張波の影響があるのかもしれない。引張波の影響を避けるためにはモーメントムトラップの利用が効果的であることはよく知られている¹⁷⁾が、本研究ではモーメントムトラップを用いた場合でも、クラックを完全になくすことはできなかった。

3・2 水中収束衝撃波を利用した棒状試料の作製

前節で述べた円筒法は大量生産向けの手法として比較的

よく利用される実験方法ではあるが、外周部と中心部での圧力の収束の度合いが大きく異なるので、均質な衝撃固化材を得ることはかなり難しい方法であるといえる。またMach stemの形成を抑えるために爆速の速い爆薬を用いることができないので、衝撃固化時の圧力をあまり高くすることができない。2重円管法を用いたときに粉末に作用する衝撃圧力は、インピーダンスマッチング法によると約3 GPa程度であった⁹⁾。

衝撃圧力を高め、しかも均一に粉末を圧縮するために考案されたのが、水中収束衝撃波を用いる方法である⁸⁾。この方法を用いると、媒体である水を介して鋼製容器内で圧力を次第に収束させ、容器の下に置かれた粉末を一挙に圧搾することが可能である。これまでは円盤状の小さな試料しか得られなかった⁹⁾が、今回はFig. 2にすでに示したような装置を用いて棒状試料を得ることを試みる。

Fig. 9に差分法によって計算した衝撃圧力波形を示す¹⁸⁾。横軸の時間は、爆轟圧が水の上面に作用したときの時間を0とした。左側の減衰曲線は、計算に際して与えた初期の爆薬と水の境界部の水中衝撃圧の圧力変化であり、右は粉末直上の水圧のプロファイルである。計算結果の詳細と組織の関係は、別報¹⁹⁾で詳しく述べるのでここでは省略する。Fig. 9からわかるように、水中衝撃波の初期ピーク圧力値11 GPaに対して、粉末直上のピーク圧力は10 GPa程度であり、ピーク圧力の著しい減衰は認められなかった。すなわち今回使用した装置の場合、ピーク圧力に関しては水中を衝撃圧が伝わる際の減衰と圧力の収束の効果がほぼつり合った状態となっているといえる。しかしながら収束後の圧力波形は、初期の圧力プロファイルよりも作用時間の長い波形になっており、これによって円筒法より良好な圧搾体が得られると期待される。粉末直上の水中衝撃波の最高圧力値から、インピーダンスマッチング法で求めた最上部の粉末に作用する最高圧力値は、約6 GPa程度であった。

Fig. 10は爆轟方向に垂直に切り出した圧搾体断面の光学顕微鏡写真であるが、Fig. 10で示すように中心部においては上部から下部にわたってクラックの無い、良好な圧搾体を得

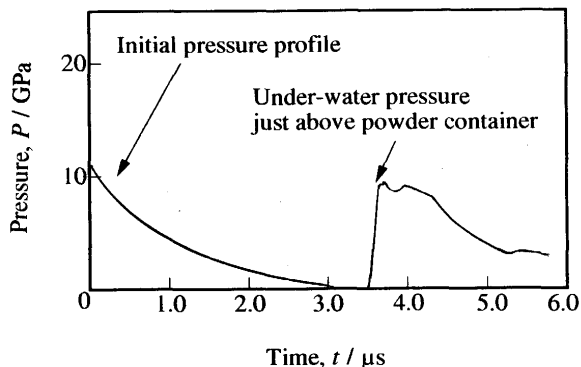


Fig. 9. Calculated under-water pressure profile just above powders for converging under-water shock wave geometry.

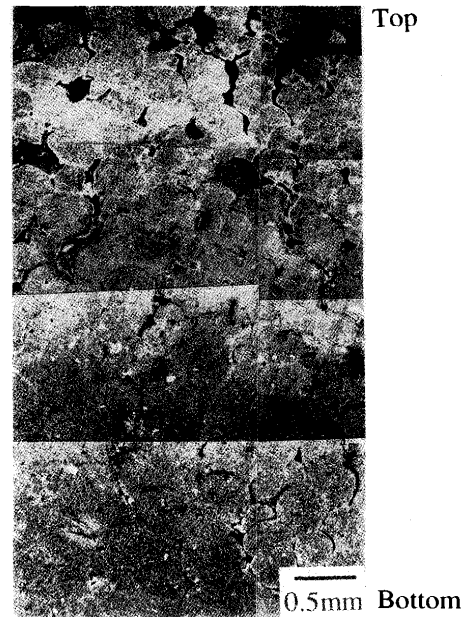


Fig. 10. Transversal cross sectional view of shock consolidated specimen with converging under-water shock wave geometry.

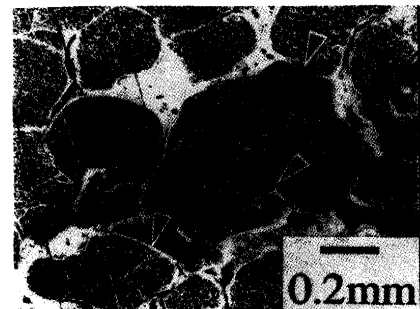


Fig. 11. Surface melting and severe deformation generated in upper part of the specimen with converging under-water shock wave geometry.

られることがわかる。Fig. 11は試料上部付近の著しい変形を示した領域の拡大写真である。粉末粒子全体にかなり激しい変形が生じ、断熱せん断帯を形成しながら粒子が扇形に変形して緻密化が進行したと思われる部分(矢印)や、粒子の表面が溶融して接合に寄与していると思われる部分が観察された。このような組織は円筒法で得られた試料には認められておらず、本方法で発生したより高い圧力によって、粉末が一層緻密に押し固められたことを示している。試料下部では圧力が粒子の塑性変形などの進行に伴って減衰していると思われる、十分に緻密化されているものの、粒子表面の溶融や粒子内部の著しいせん断変形は認められなかった。

ここでは写真は示さないが、爆轟方向に平行な断面においても、円筒法でみられた爆轟方向に垂直なクラック(Tクラック)に類するものは認められなかった。ただし粉末容器付近の粉末部には多少のクラックが残存しており、これ

を防ぐには希薄波の影響を除くためにモーメントムトラップの使用などが必要となるであろう。

上述したように、本方法を用いることによってクラックの少ない、良好な圧搾体が得られる可能性が高いことがわかった。今後は実験装置の改良によってさらに衝撃圧力を高め、さらに高硬度のセラミックスを対象に衝撃固化実験を進めたいと考えている。

4. 結言

高速度鋼粉末について、円筒法および水中収束衝撃波を用いる方法で爆薬による衝撃固化実験を行い、以下の結果を得た。

円筒法(2重円筒法)を用いた場合には、爆轟方向に垂直なクラック(Tクラック)と爆轟方向に平行に円筒状のクラック(Cクラック)が生じた。これらのクラックはおもに熱的影響によって生じたものであると考えられ、中心部の圧力収束による溶融を抑えることが重要であると判断された。このことを考慮して中心部に粒径の小さい粉末を配置した場合には、発生するクラック数をかなり減少させることが可能であった。しかしながらTクラックを完全になくすことは、本研究では不可能であった。

水中収束衝撃波を用いる方法で棒状試料を作製した場合、円筒法と比較して圧力をかなり高めることが可能であり、激しい変形によって緻密に固化されることがわかった。本方法によるとクラック数は円筒法と比較してかなり減少し、本方法の有効性が確認された。

終わりに、本研究遂行に際し御支援を賜わった(財)新生資源協会および旭化成工業(株)に、また実験に協力された熊本大学工学部 石谷幸保氏に深謝いたします。

文 献

- 1) R.Pruemmer: Explosivverdichtung Pulvriger Substanzen, (1987), [Springer-Verlag]
- 2) M.Takagi, Y.Kawamura, T.Imura, J.Nishigaki and H.Saka: J.Mater.Sci., **27** (1992), p.817
- 3) M.A.Meyers and H.R.Pak: J.Mater.Sci., **20** (1985), p.2133
- 4) K.Kondo and S.Sawai: J.Amer.Ceram.Soc., **73** (1990), p.1983
- 5) T.Akashi and A.B.Sawaoka: J.Mater.Sci., **22** (1987), p.1127
- 6) 澤岡 昭, 明石 保: 溶接学会誌, **59** (1990), p.275
- 7) 林 卓夫, 田中吉之助: 衝撃工学, (1988), p.224 [日刊工業新聞社]
- 8) A.Chiba, M.Fujita, M.Nishida, K.Imamura and R.Tomoshige: Shock-Wave and High-Strain-Rate Phenomena in Materials, ed.by M.A.Meyers *et al.*, (1992), p.415 [M.Dekker]
- 9) M.A.Meyers and S.L.Wang: Acta Metall., **36** (1988), p.925
- 10) 高島和希, 頓田英機: 日本金属学会会報, **28** (1989), p.643
- 11) A.Ferreira, M.A.Meyers, N.N.Thadhani, S.N.Chang and J.R.Kough: Metall.Trans.A, **22A** (1991), p.685
- 12) 日立金属(株): 高速度鋼粉末カタログ, (1988)
- 13) L.-H.Yu: Ph.D Thesis, University of California, San Diego, (1992), p.129
- 14) D.G.Morris: Materials Science and Engineering, **57** (1983), p.187
- 15) M.M.Carroll and A.C.Holt: J.Appl.Phys., **43** (1972), p.1626
- 16) D.G.Morris: Metal Science, **15** (1981), p.116
- 17) M.A.Meyers, N.N.Thadhani and L.-H.Yu: Shock Waves for Industrial Applications, ed.by L.E.Murr, (1988), p.265 [Noyes Publications]
- 18) A.Chiba, S.Itoh, R.Tomoshige, K.Miyazaki and M.Fujita: Proc.2nd Int.Symp. on Intense Dynamic Loading and Its Effects, (1992), p.768
- 19) 外本和幸, 伊東 繁, 藤田昌大: 私信