

433 燃焼合成により形成した表面改質層組織におよぼす初期粉末粒径の影響

大阪大学大学院 工学研究科 (学生)

○松原 敏夫

大阪大学大学院 工学研究科

上西啓介, 小林紘二郎

Influence of Initial Particle Size on Surface Modified Layer Fabricated by SHS Reaction
by

Toshio Matsubara, Keisuke Uenishi and Kojiro F. Kobayashi

1. 緒言

我々の研究グループではこれまでに燃焼合成 (SHS) 法を用いて, 耐酸化性に優れ, 高硬度を有する金属間化合物 AlTi の厚膜形成についての研究を行ってきた¹⁾. 本法を用いることによって, 従来法では困難であった金属間化合物の厚膜形成が, 化合物の合成と接合を同時に行うことによって低温, 短時間で達成できる.

一方, 本法により作製した改質層には空隙が導入されやすいことや, 初期粉末の粒子径によっては完全に反応が進行しないために, 均一な組織を形成できない等の問題点が見出された. 燃焼合成反応はその反応が急激に起こるとはいえ, 各々の元素が拡散し互いに反応し合うことには変わりなく, 反応過程を制御することによりこれらの問題を解決できると考えられる.

本研究では初期粉末粒径が燃焼合成挙動に及ぼす影響を調査するために, Al および Ti 粉末の粒子径を変化させて, 作製した表面改質層の組織観察を行うとともに, Ti と Al の反応を拡散過程と反応過程によりモデル化し, 均一な合金層形成の条件について検討した.

2. 実験方法

供試材料として粒径 $20, 10, 3\ \mu\text{m}$ の Al 粉末, $44, 10\ \mu\text{m}$ の Ti 粉末を用いた. これを $\text{Al-25at\%Ti}$ の組成に秤量した. また Ti をさらに微細化するために, 振動型ボールミルによる Ar 雰囲気での MA を行った. 作製した粉末 0.5g をダイスに詰め, 室温において 550MPa の加圧で 60s 保持することによって, 円柱状の圧粉体とした.

基材には工業用純 Ti (99.9%以上) を使用し, 被接合面をエメリー紙の 800 番まで研磨後, Fig. 1 に示すように圧粉体を配置し, $5.0 \times 10^2\text{Pa}$ 以下の真空に排気した高周波誘導加熱式ホットプレス内で加圧力 20MPa , 保持温度 973K で試料を作成した.

表面改質層の評価として, SEM によるポイド率および未反応の残留 Ti 率の測定を行った. またマイクロビッカース硬度測定 (荷重 1.96N , 負荷時間 15s) を行った.

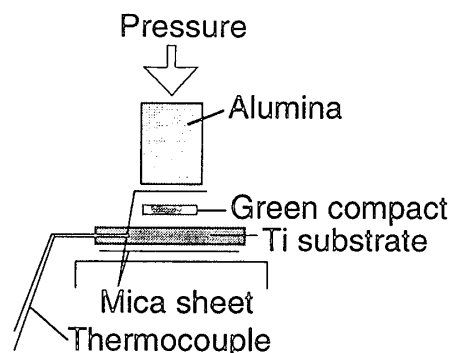


Fig.1 Schematic illustration of hot press

3. 実験結果および考察

Fig. 2 に Al 粉末を $20\ \mu\text{m}$, Ti 粉末を $10, 44\ \mu\text{m}$ と変化した圧粉体の DSC 熱分析結果を示す. Ti 粉末を $10\ \mu\text{m}$ とした場合では, 850K 付近から固相反応に伴う発熱が生じ, Al の熔融を契機として急激な発熱を生じる. そして, 2 回目の昇温では吸発熱のピークが見られないことから, 1 回目の昇温で燃焼合成反応が起こり, 既に化合物が形成されていることがわかる. 一方, Ti 粉末を $44\ \mu\text{m}$ とした場合では, ほとんど発熱が生じておらず, 反応が進行していないことがわかる. SEM による組織観察から, 未反応 Ti の周囲には $2 \sim 10\ \mu\text{m}$ 厚

の Al_3Ti が形成されていた。一方、両試料ともにAl中には広い範囲へのTiの拡散が見られることから、Tiの粒子径が大きいと、Alとの接触面積が減少するために、反応が起こりにくくなったと考えられる。そこでこのAlとTiの反応に球核モデルを適用し、反応速度に及ぼすTi粒子径の影響について検討を行った。

Fig.3のAlとTiの反応モデルにおいて Al_3Ti は(1) 外側のAlが金属間化合物 Al_3Ti 中を拡散して $\text{Al}_3\text{Ti}/\text{Ti}$ 界面まで移動する拡散過程および(2) $\text{Al}_3\text{Ti}/\text{Ti}$ 界面において移動してきたAlとTiの反応過程を経て形成されるものとした。計算値として定常状態における拡散速度と反応速度は等しいことから、反応が完全に進行し均一層を形成するための温度および保持時間、Ti粒子径の関係を求めた。その計算結果をFig.4に示す。これより反応熱による温度上昇がなければ、1073Kにおいて1800s保持で均一な Al_3Ti 層を得るためには粒径 $1\mu\text{m}$ のTi粉末を用いる必要が明らかとなった。実際に、そのような微細なTi粉末の使用は作製は困難で、MAによりAl中に微細に分散させた粉末を作製したところ、均一な金属間化合物 Al_3Ti 層を形成することができた。

参考文献

1)松原, 森野, 上西, 小林: 材料, 47 (1998) 1106

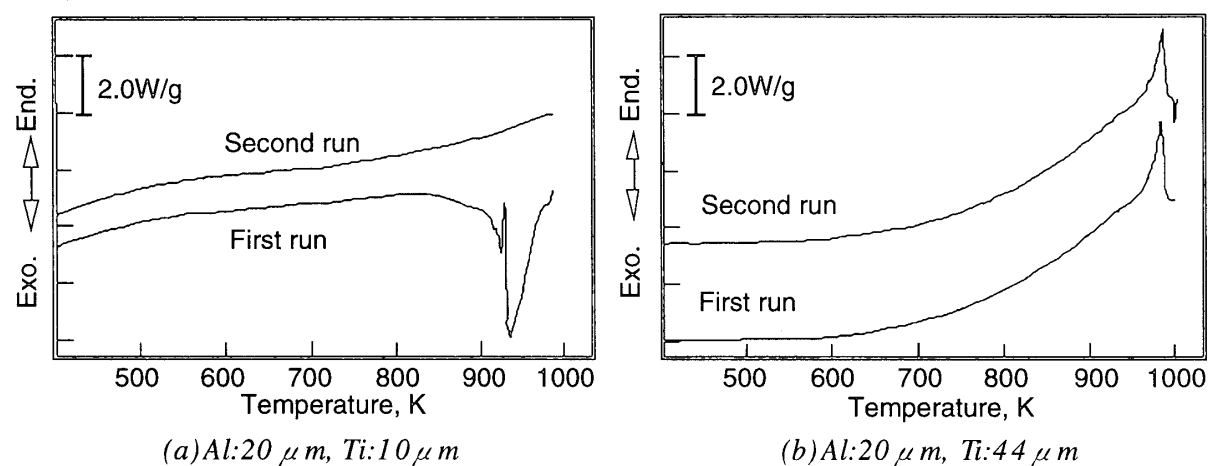


Fig.2 DSC traces of Al-25at.% Ti green compact

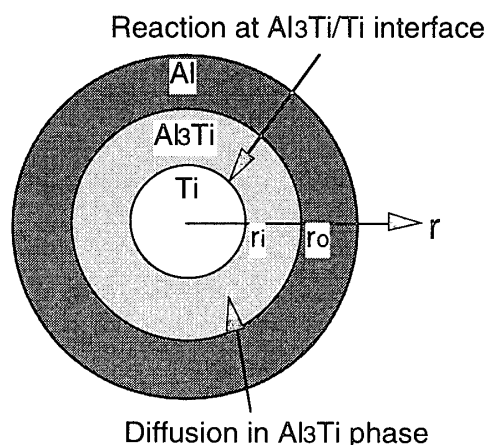


Fig.3 Spherical shell model for calculation

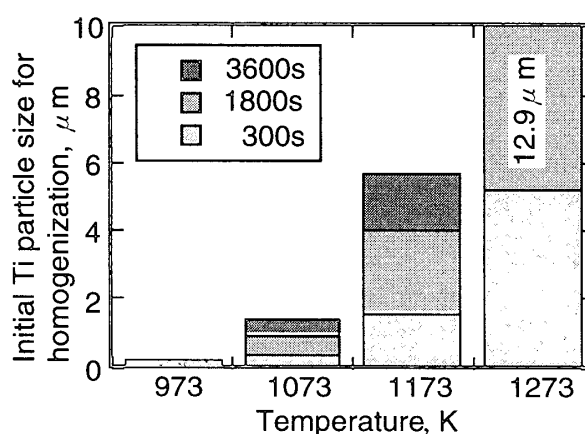


Fig.4 Calculated value of initial Ti particle size for homogenization