

# 金属及び金属間化合物粉末の成形技術に関する研究

清高 稔勝

材料開発部

## Investigation of Compactibility and Sintering Property of Metal and Intermetallic Compound Powders

Toshikatsu Kiyotaka

Material Development Division

### 1. はじめに

粉末冶金製品は、溶製材に比較して寸法精度が高い・切削や研削等の後加工が不要・後加工が必要な場合でも削り代が少ない・広範囲な材料の選択が可能等の優れた特徴を備えている。近年粉末製造技術の進歩により高品質な各種の粉末が市販されるようになった。<sup>1)</sup>

チタンは、耐食性や耐熱性がありしかも比強度が他の金属材料に比較して大きいことから各種の部材に利用されている。一方、チタンは、非常活性な金属であるために溶解法による高機能化には限界があり、粉末冶金法による部材の作製が注目されている。

今後、県内企業からチタン焼結材について諸物性や加工法に関する相談・問合わせが予測される。

本実験は、企業からの相談・問合わせに備えるため、今日広く市販されるようになったチタン粉末とチタン-アルミニウム金属間化合物粉末の焼結性を、ホットプレス及び放電プラズマ焼結機を使用して検討した。

### 2. 実験方法

チタン粉末は水素化脱水素法により製造された粒度-45 $\mu$ m(Ti:>99.4mass%, H:0.020mass%, O:0.32mass%, N:0.006mass%, C:0.005mass%, Fe:0.019mass%, Si:<0.010mass%, Cl:0.010mass%, Mn:0.001mass%, Mg:0.003mass%)を使用した。

またチタン-アルミニウム金属間化合物粉末は、粒度-45 $\mu$ m(Ti:64.4mass%, Al:35.3mass%, Fe:0.013mass%, Si:0.004mass%, O:0.90mass%, N:0.096mass%)を用いた。

供試用粉末をFig. 1に示す。

ホットプレスは、カーボン製の焼結型(内径 $\phi$ 50mm)にまた放電プラズマ焼結機は、カーボン製の焼結型(内径 $\phi$ 30mm)に試料粉末を入れ焼結した。また、焼結型と粉末潤滑及び反応を防ぐ目的でBN粉末を焼結型(ホットプレス:全面、

放電プラズマ焼結機:一部)に塗布した。

チタン粉末の焼結は、ホットプレスで昇温速度10K/min, 保持温度1173Kで保持時間60~300min, 圧力49Mpa また、放電プラズマ焼結機で昇温速度10~50K/min, 保持温度1123~1323Kで5min, 圧力49Mpaで行った。

チタン-アルミニウム金属間化合物粉末の焼結は、ホットプレスで昇温速度10K/min, 保持温度1173Kで保持時間300min, 圧力49Mpa また放電プラズマ焼結機で昇温速度10~50K/min, 保持温度1223~1523Kで5~30min, 圧力49Mpaで行った。

昇温開始時の炉内圧力は、ホットプレスで $2.67 \times 10^{-3}$ Pa また、放電プラズマ焼結機で6.67Paであった。

作製した焼結材は、精密切断機で垂直に切断し、表面を研磨及び腐食した後、硬さ試験と光学顕微鏡観察を行った。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 チタン焼結体の組織及び硬さ

チタン焼結材の断面組織は、ホットプレス法及び放電プラズマ焼結機ともに、通常の純チタン溶製材に認められる等軸晶からなる組織<sup>2)</sup>と針状の組織が観察された。この針状組織は試料の片面から成長し、その面積はホットプレス法の場合焼結時間が長くなるに従い広がった。放電プラズマ焼結機では、針状組織の面積に及ぼす焼結温度の影響は認められなかった。

Fig. 2-(a)に針状組織の一例を示す。焼結法や焼結条件による針状組織の顕著な違いは、確認されなかった。

この組織は、焼結型とチタン粉末の反応すなわちチタン粉末へのC, B, N元素の単独あるいは複合による拡散で生じたか、または、焼結終了後の冷却速度で生じたものではないかと考えられる。詳細は今後の検討課題である。

Fig. 3 は、ホットプレス及び放電プラズマ焼結機による

り作製したチタン焼結材の等軸晶部分の光学顕微鏡組織を示す。ホットプレス法による焼結時間60minの焼結組織は、気孔が粒界部分に存在するのが観察される。しかし、180minになると焼結が進行し、結晶粒の成長と気孔数の減少が認められる。

一方、放電プラズマ焼結機により作製したチタン焼結材のマイクロ組織は、焼結温度1123Kではホットプレス法と同じく気孔が相当数存在している。しかし、焼結温度が1223K以上になると気孔が激減し結晶粒の著しい成長が認められる。チタン粉末のHIP焼結ではチタンの $\alpha$ - $\beta$ 変態点を境にして組織が変わるとの報告があるが<sup>3)</sup>、放電プラズマ焼結機の場合もその傾向が認められる。 $\beta$ チタン中のチタンの拡散係数は、 $\alpha$ チタン中のチタンの拡散係数に比較して遙かに大きい。<sup>4)</sup>この事が結晶粒の成長原因ではないかと考えられる。

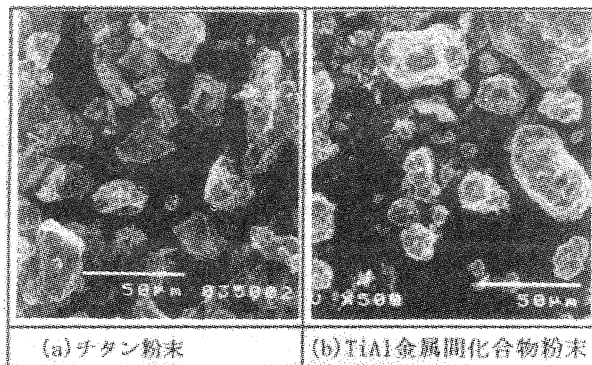


Fig.1 チタン粉末及びチタン-アルミニウム金属間化合物粉末

table. 1にチタン焼結材の硬さを示す。焼結法、焼結温度、焼結時間による違いは、認められなかった。しかし溶製材に比較してかなり高い値となった。

Table 1 焼結体の硬さ(HV0.3, 5点の平均)

ホットプレス	時間	60min	180min	300min
	硬さ	247	248	245
放電プラズマ焼結機	温度	1123K	1223K	1323K
	硬さ	245	236	241

### 3.2 チタン-アルミニウム金属間化合物焼結体の組織及び硬さ

Fig. 4は、チタン-アルミニウム金属間化合物焼結体の光学顕微鏡写真である。放電プラズマ焼結法による時間5min、温度1423Kまでの焼結では、粒子中心間の接近が不十分だが、1523Kになると焼結が進みラメラ組織も観察される。また、温度1423Kで焼結時間を30minにすると1523Kと同じくラメラ組織も観察される。しかし、結

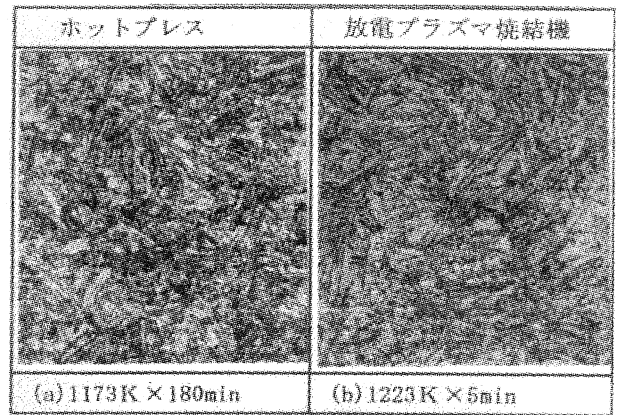


Fig.2 チタン焼結体の組織写真(針状組織) 100μm

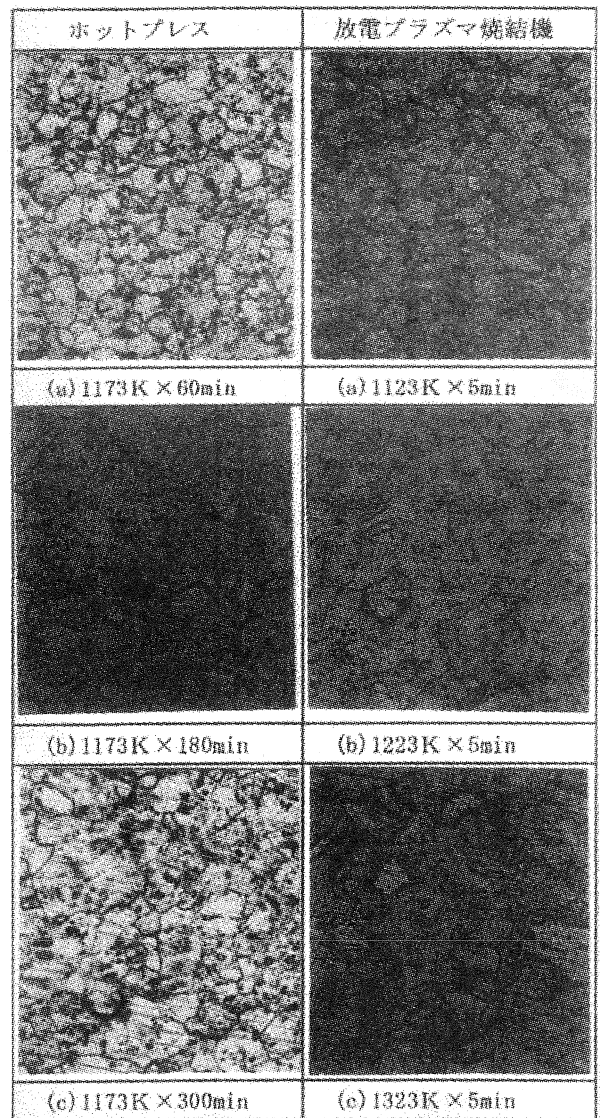


Fig.3 チタン焼結体の組織写真 100μm

晶粒の大きさは、焼結温度1523Kと比較して小さい。

Fig. 4に示すようにホットプレス法による300minの焼結時間では、緻密な焼結体を得られなかった。また、アルキメデス法による比重測定は、放電プラズマ焼結法

で3.7以上, ホットプレス法で3.6であった. 金属間化合物の焼結では, 放電プラズマ焼結法が緻密な焼結体が得

マ焼結法では, 試料粉末の温度と黒鉛焼結型で測定した温度との間に差があり<sup>5)</sup>焼結条件の詳細な設定が必要と思われる.

Table 2 TiAl金属間化合物焼結体の硬さ(HV0.3, 5点の平均)

	1123K×5min	1223K×5min	1323K×5min
放電プラズマ焼結機	396	393	371
	1423K×5min	1323K×30min	
	367	354	
ホットプレス	1173K×300min		
	330		

#### 4. まとめ

粒度-45 $\mu$ mのチタン粉末及チタン-アルミニウム金属間化合物粉末用いてホットプレス法と放電プラズマ焼結機で焼結性を検討した. 以下に得られた結果を要約する.

- ホットプレス法によるチタン粉末の焼結では, 焼結時間が180minになると気孔が減少及び結晶粒の成長が観察された.

- 放電プラズマ焼結機によるチタン粉末の焼結では, 焼結温度が1223Kになると気孔が減少及び結晶粒の極端な成長が観察された.

- チタン-アルミニウム金属間化合物粉末の焼結は, ホットプレス法では, 緻密な焼結体を得られなかった. 放電プラズマ焼結機では, 1423K×30minでラメラ組織を有する焼結体を得られた.

#### 参考文献

- 1) 西野良夫, 木村敏郎: 微細結晶粒焼結チタン合金, 焼結高性能合金日本金属学会シンポジウム予稿集, (1986), 1-4.
- 2) 鈴木洋夫, 原田健一郎訳: チタンテクニカルガイド, 内田老舗園, (1993), 22-25.
- 3) 隠岐貴史, 松木一弘, 畑山東明, 柳沢平: 真空焼結後HIP処理した純チタン材の金属組織と引張特性, 日本金属学会誌, 7 (1995), 746-753.
- 4) 金属データブック「改訂3版」(日本金属学会編), (1993), 24.
- 5) 橋本等, 阿部利彦, 朴容浩: MAとパルス通電加圧焼結による超微細TiAlの合成, 微細結晶組織構造材料の創製 日本金属学会シンポジウム予稿集, (1986), 13-16.

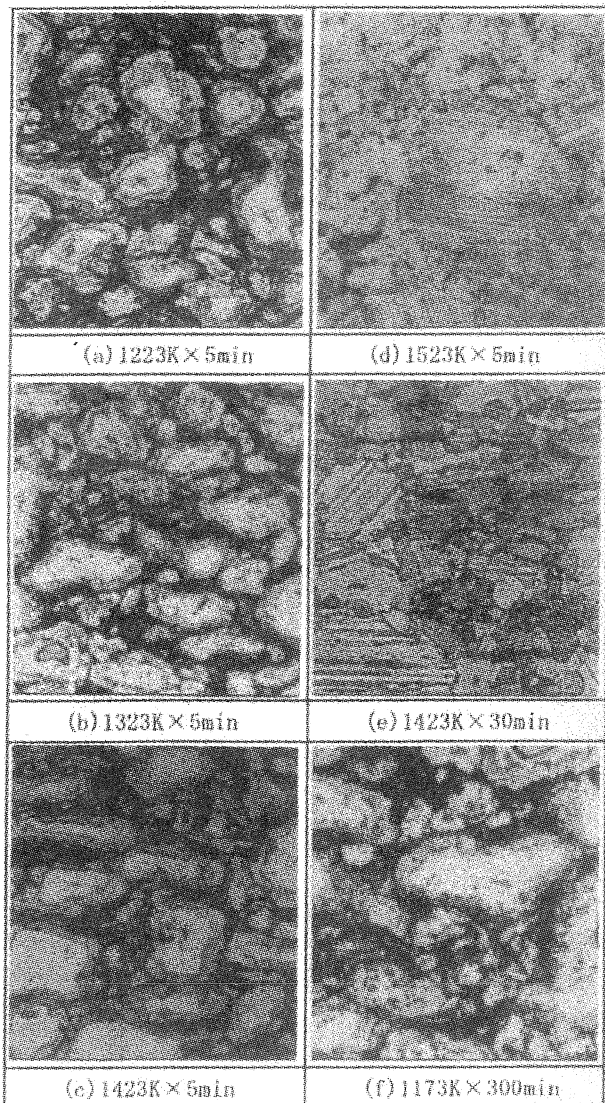


Fig.4 TiAl金属間化合物焼結体の組織写真  
 放電プラズマ焼結機:(a), (b), (c), (d), (e)  
 真空ホットプレス装置:(f)

ることができた. また, 放電プラズマ焼結法に於いて温度1423Kの焼結体は, 1323Kの焼結体に比較して結晶粒の成長が認められた. さらに, 焼結体の端部は, 一部溶融し焼結型と反応している部分が観察された. 放電プラズ