

金属及び金属間化合物粉末の成形技術に関する研究(第2報)

清高 稔勝

材料開発部

Investigation of Compactibility and Sintering Property of Metal and Intermetallic Compound Powders (Report 2)

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。¹⁾

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。今年度は、焼結条件と機械的性質について調べた。

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 $-4.5\mu\text{m}$ (Ti:99.4mass%, H:0.02mass%, O:0.32mass%, N:0.006mass%, C:0.005mass%, Fe:0.019mass%, Si:0.01mass%, Cl:0.01mass%, Mn:0.001mass%, Mg:0.003mass%)及び粒度 $-150\mu\text{m}$ (Ti:99.5mass%, H:0.02mass%, O:0.25mass%, N:0.03mass%, C:0.02mass%, Fe:0.02mass%, Si:0.010mass%, Cl:0.04mass%, Mn:0.005mass%, Mg:0.02mass%)

またチタン-アルミニウム金属間化合物粉末は、粒度 $-45\mu\text{m}$ (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 $\phi 50\text{mm}$)にまた

放電プラズマ焼結機は、カーボン製の焼結型(内径 $\phi 30\text{mm}$)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:パンチ面側の一部)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 $10\text{K}/\text{min}$ 、保持温度 1173K で保持時間 $60\sim 300\text{min}$ 、圧力 49Mpa また、放電プラズマ焼結機で昇温速度 $10\sim 50\text{K}/\text{min}$ 、保持温度 $1123\sim 1323\text{K}$ 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 $10\text{K}/\text{min}$ 、保持温度 $1273\sim 1473\text{K}$ 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 $10\sim 50\text{K}/\text{min}$ 、保持温度 $1223\sim 1523\text{K}$ で $5\sim 30\text{min}$ 、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 $2.67\times 10^3\text{Pa}$ 、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、精密切断機で短冊状に垂直切断し、引張強さと曲げ強さを測定した。またホットプレスで焼結したチタン-アルミニウム金属間化合物焼結体は、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 チタン焼結体の機械的性質

ホットプレス法により作製したチタン焼結体の引張強さと焼結時間の関係を、Fig. 1に示す。焼結時間が長くなると、引張強さは幾分下がる傾向が認められた。また粒度の大きいチタン粉末を使用した方が、引張強さは高くなった。

Fig. 2は、ホットプレス法により作製したチタン焼結体の曲げ強さを示した。粒度の大きい $-150\mu\text{m}$ チタン粉末焼結体の曲げ強度は、焼結時間 10.8ks を除いて粒度 $-45\mu\text{m}$ 焼結体より高かった。引張強さ及び曲げ強さともに、粒

度の大きい粉末を使用した方が高かった。この理由として、チタンは非常に活性な金属であり、空気中の酸素や窒素の吸収は、粒度の小さい(粉末総表面積が広い)粉体の方が、粒度の大きい(粉末総表面積が狭い)粉体より大きい。このチタン粉末表面の吸着ガス量が、焼結体の特性に影響を及ぼしていると考えられる。また溶製材と比較した時、韌性に影響を及ぼす硬さ(前報³⁾で報告したようにHV250前後)や伸び(短冊状試験片で数%)等の値が低くなっており、チタン粉末の難焼結性を示していた。

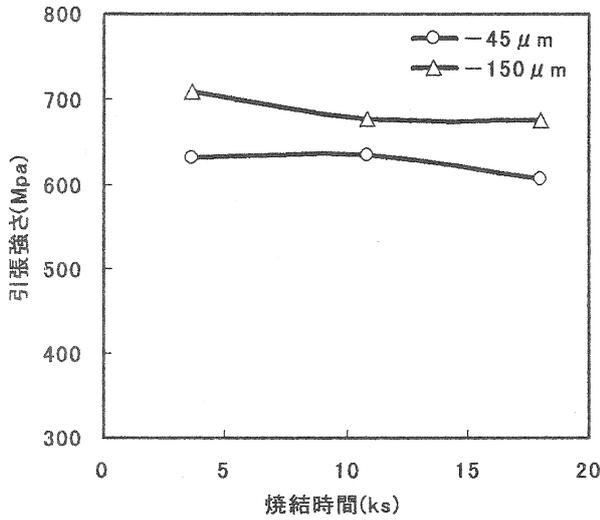


Fig. 1 チタン焼結体の引張強さと焼結時間の関係

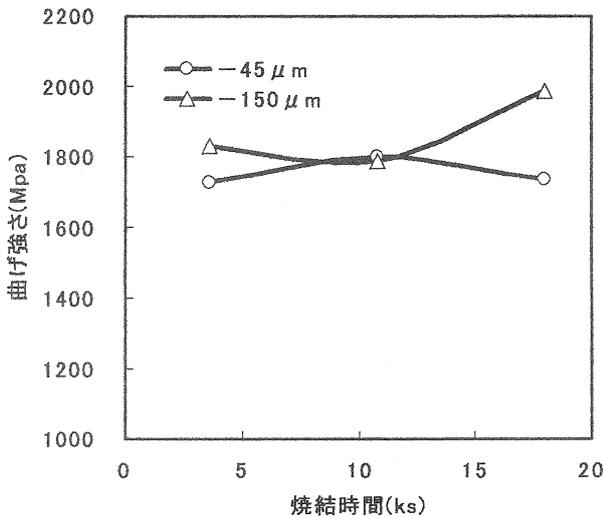


Fig. 2 チタン焼結体の曲げ強さと焼結時間の関係

3.2 チタン-アルミニウム金属間化合物焼結体の機械的性質及び組織

Fig. 3は、ホットプレス法で温度を変化させて、300min焼結させた時のチタン-アルミニウム金属間化合物焼結

体の光学顕微鏡写真を示す。焼結温度を上げるに従って粒子が接近しているのが観察された。また1373Kでは、粉体粒子外周部に析出相が認められた。温度1473Kになるとさらに焼結が進行し、結晶粒の成長が認められた。前報で報告したように放電プラズマ焼結法では、1423Kでラメラ組織が観察されたが、ホットプレス法では観察されなかった。放電プラズマ焼結法では、ダイス内部の粉末試料温度は、熱電対のあるダイス部より約200℃程度高いと推測されている³⁾。

よって放電プラズマ焼結法では、粉末材の融点を超え、試料の一部が熔融した物と考えられる。

Table 1にチタン-アルミニウム金属間化合物焼結体のHV硬さを示す。焼結温度1273Kで少し高くなっているが、焼結温度による硬さの変化は顕著に認められない。また前報で報告した放電プラズマ焼結法に比較して1割程度硬さが低くなっている。

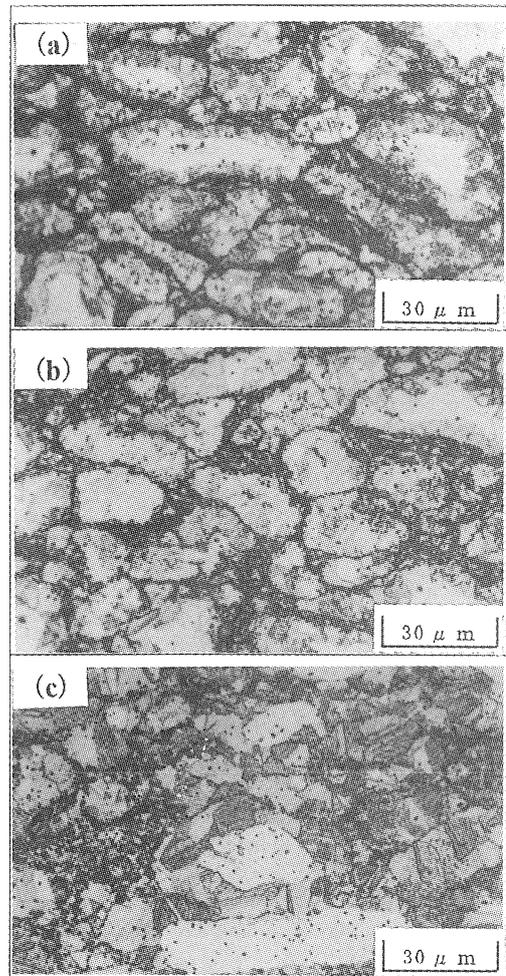


Fig. 3 TiAl金属間化合物焼結体の組織写真 (a)1273K (b)1373K (c)1473K

Fig. 4は、ホットプレス法で焼結したチタン-アルミニウム金属間化合物焼結体の焼結温度と曲げ強さの関係を

Table 1 TiAl金属間化合物焼結体の硬さ
(HV0.3, 5点の平均)

焼結時間(ks)	3.6	10.8	18
硬さ(HV)	365	328	337

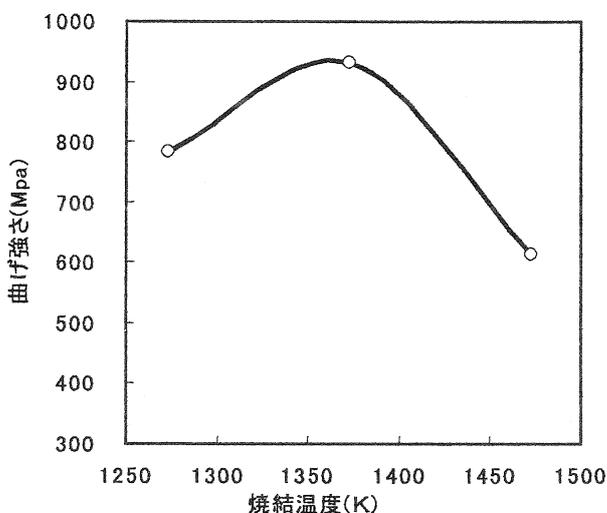


Fig. 4 TiAl金属間化合物焼結体の曲げ強さ(ホットプレス)

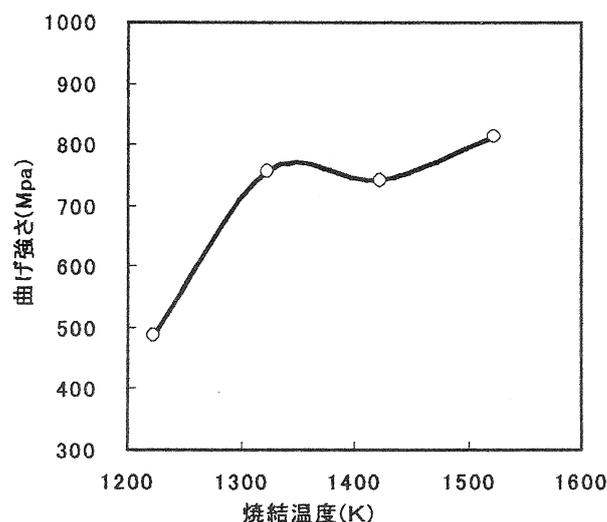


Fig. 5 TiAl金属間化合物焼結体の曲げ強さ(放電プラズマ焼結法)

示す。焼結温度が1473Kまで上がるに従って曲げ強さは増しているが、1573Kになると逆に下がってくる。Fig. 3に示したように組織観察では、焼結性が上がっているが、曲げ強さは逆に下がった。結晶粒界の成長が、曲げ強さに影響を及ぼしているのではないかと考えられる。

Fig. 5は、放電プラズマ焼結法で焼結した金属間化合物

焼結体の焼結温度と曲げ強さの関係を示す。焼結温度1223Kから1323K以上の焼結温度になると、約200MPaを超える曲げ強度の上昇が認められ、その温度以上ではほぼ一定傾向にある。ホットプレス焼結の場合、曲げ強さの極大値を示す温度が認められたが、放電プラズマ焼結法では焼結温度の上昇に従って、曲げ強度が高くなった。

4. まとめ

粒度 $45\mu\text{m}$ 及び $150\mu\text{m}$ のチタン粉末及粒度 $45\mu\text{m}$ のチタン-アルミニウム金属間化合物粉末を用いて真空ホットプレスと放電プラズマ焼結機で焼結体を作製した。その焼結体の機械的性質を測定し、焼結時間・焼結温度・粉末粒度・焼結法等の焼結条件の影響を検討した。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、粒度の大きい $150\mu\text{m}$ 粉末が、粒度 $45\mu\text{m}$ 粉末に比較して、引張強さ及び曲げ強さが高かった。
- 放電プラズマ焼結法によるチタン-アルミニウム金属間化合物粉末の焼結では、焼結温度の上昇に伴って曲げ強さが増加した。
- ホットプレス法によるチタン-アルミニウム金属間化合物粉末の焼結では、曲げ強さは、1373Kの焼結温度で極大値931Mpaを示した。

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) 清高稔勝: 平成11年度大分県産業科学技術センター研究報告, 100-102.
- 3) 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.