

## 抵抗焼結法によるSiC強化チタン材料の製造

Resistance Sintering of Titanium Reinforced with SiC

明智 清明\*・原 善四郎\*・板橋 正雄\*

Kiyooki AKECHI, Zenshiro HARA and Masao ITABASHI

## 1. はじめに

抵抗焼結法を使用して Ti 系複合材料を製造する一環として分散系複合材料の製造を試みた。Ti 系材料は比強度が大きく、また耐食、高温材料としての用途が多い。強化材料として耐熱性の高い SiC をえらび、SiC 粉を用いた分散強化の場合と SiC ウィスカを用いた繊維強化の場合について検討した。得られた抵抗焼結体の密度、引張強さ、組織等について報告する。

## 2. 方 法

使用した Ti 粉末は水素化 Ti 脱水素法で製造された粒度 - 350 メッシュ、純度 99.5wt% 以上、含有酸素量 0.29 wt% のものである。Ti 粉末の成分を表 1 に示す。

SiC 粉は平均粒度  $7\mu\text{m}$ 、純度 99.5wt% 以上のものである。SiC 粉末の成分を表 2 に示す。

表 1 Ti 粉の成分

Chemical Analysis (wt%)									
*Fe	Si	Cl	Mn	Mg	N	C	H	O	Ti
0.027	0.010	0.010	0.002	0.008	0.006	0.007	0.016	0.29	99.5up

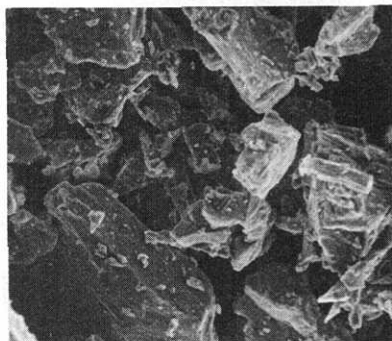
表 2 SiC 粉の成分

Spectrographic Analysis (wt%)			
Ni	V	Mg	Ca
0.001 — 0.01	0.01 — 0.1	0.001 — 0.01	0.001 — 0.01
Spectrographic Analysis (wt%)			
Cu	Fe	Ti	
0.0001	0.03 — 0.3	0.1 — 0.05	
Specific Anaylisis (wt%)			
Si	C	Al	
69.70	30.15	0.05	

SiC ウィスカは日東電気工業KK製である。

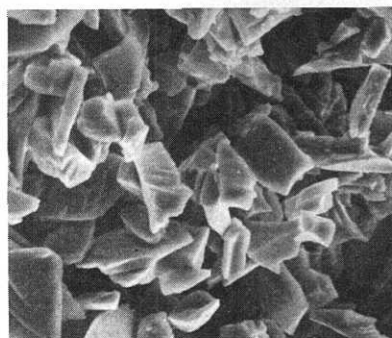
各粉末およびウィスカの形状を写真 1 に示す。

強化素材の体積比 ( $V_i$ ) を 0, 0.5, 1, 2, 5, 10 vol% となるように Ti 粉と強化素材を秤量後、SiC 粉 - Ti 粉



(a) Ti 粉

10 μm



(b) SiC 粉

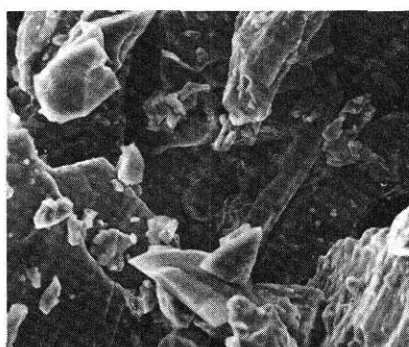
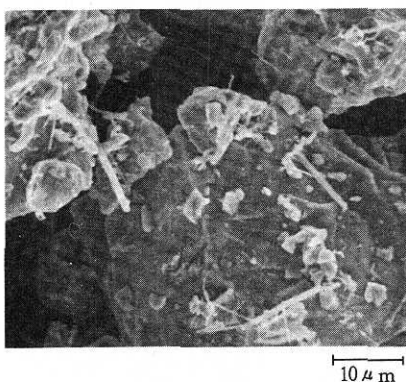
10 μm



(c) SiC ウィスカ

10 μm

写真 1

(a) Ti 粉-SiC 粉 ( $V_f = 10 \text{ vol } \%$ )(b) Ti 粉-SiC ウィスカ ( $V_f = 10 \text{ vol } \%$ )  
写真 2

系についてはシェーカーで30分間混合し、またSiCウィスカ-Ti粉系については乳鉢にて混合した。混合状態を写真2に示す。

焼結体の密度比100%のときの体積を $2.67 \text{ cm}^3$ 一定となるように混合物の重量をはかり、それをマイカで内張りシヤイス(通電加圧面積 $4 \times 60 \text{ mm}^2$ )に装入し、加圧力( $1.2 \text{ t/cm}^2$ )、設定電流実効値80%で最大電流量 $1.90 \sim 2.25 \text{ kA}$ 、極間電圧 $3.4 \sim 5.6 \text{ V}$ 、通電時間約1sec(50サイクル)(ただし $V_f = 0$ のTi粉のみの場合には $0.6 \sim 2.4 \text{ sec}$ )という焼結条件で、抵抗焼結機(容量45kVA, 最大加圧力3t)によって同一条件下各3個の焼結試験片を作成した。

得られた焼結試験片を水浸法にて見掛密度を測定し、JIS 7号試験片に切削し、インストロン型引張試験機にて歪速度 $2.5 \text{ mm/min}$ で引張試験を行った。

その後、破面を走査電顕にて観察した。また、ディフラクトメータによるX線回折によって各種化合物の有無を検討した。

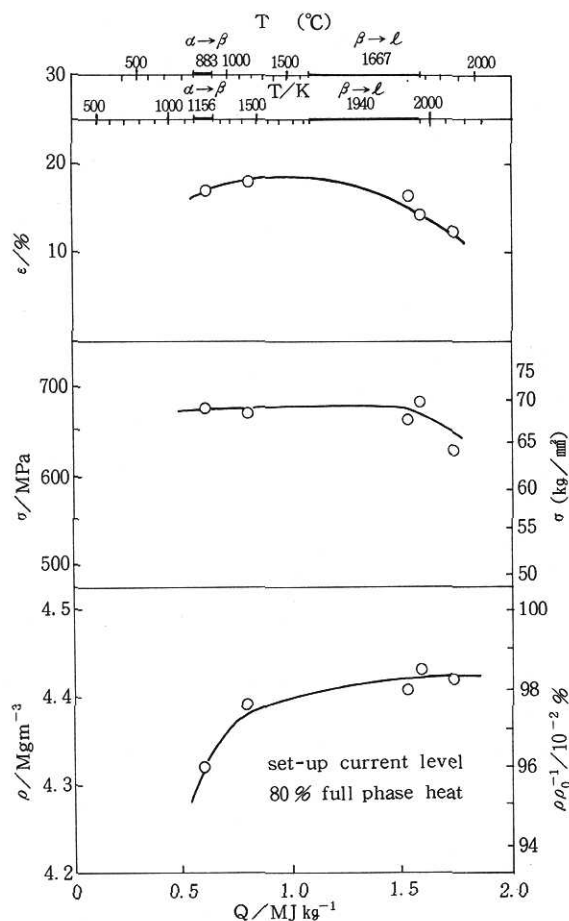


図1 チタン粉抵抗焼結体の密度、引張強さ、伸びにおよぼす入力の影響

### 3. 結果と考察

Ti粉のみ( $V_f = 0$ )を焼結した場合の結果を図1に示す。図1の横軸上段には抵抗焼結中の試片の到達温度を示した。この温度は、通電中の電流、電圧波形から求めた通電エネルギーからクロム銅製パンチで費やされるエネルギーを差し引いたエネルギーが全て粉末の加熱に寄与する(すなわちパンチやダイスによる冷却がないもの)と仮定して、Tiの比熱および変態熱から算出した推定値<sup>1)</sup>(図2)である。

図1より本研究の実験条件の範囲では密度比は入力とともに増大するが、入力 $Q = 0.8 \text{ MJ kg}^{-1}$ (1200 $^{\circ}\text{C}$ に相当)あたりではほぼ一定の98%になる。引張強さは $Q = 0.6 \text{ MJ kg}^{-1}$ (833 $^{\circ}\text{C}$ に相当)675 MPa(69  $\text{kgf/mm}^2$ )であり、 $Q = 1.5 \text{ MJ kg}^{-1}$ (1667 $^{\circ}\text{C}$ に相当)までは一定であるが、それ以上に入力が過大になると若干低下する。伸

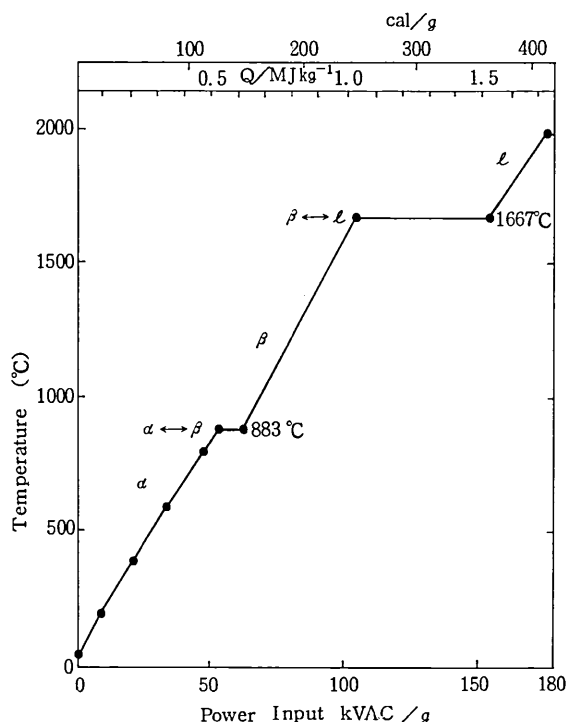


図2 入力値と焼結体の到達温度

びも引張強さとはほぼ同様な傾向を示す。

Na還元Ti粉の結果<sup>2)</sup>にくらべて、水素化Ti脱水素法によって得られたTi粉の抵抗焼結体の引張強さは高く、伸びは低いが、これは粉末の酸素含有量がNa還元粉の0.09wt%に対して0.29wt%と大きいことによるものと考えられる。

入力の過大の場合に引張強さと伸びが低下する傾向については、焼結時間が長いことによる酸化の影響や試片の溶融とそれにもとづく気泡等の欠陥などが原因と考えられる。

つぎに、混合物中のSiC粉およびSiCウイスカの体積比 $V_f$ を変化させたときの焼結体の密度化、引張強さ、伸びの変化を図3に示す。密度化はいずれの $V_f$ でも98%以上である。引張強さは、SiC粉-Ti粉系の場合には2vol%のときに最大値850MPa(87kg/㎠)となり、それ以上のSiCvol%ではかえって低下し、一方、SiCウイスカー-Ti粉系の場合には1vol%のときに最大値810MPa(83kg/㎠)となり、それ以上のウイスカの体積比ではSiC粉の場合にくらべて著しく低下する。伸びはいずれの場合にも添加によって急激に低下している。

以上の結果からSiCウイスカの強化への役割はSiC粉末と同様に分散粒子としての役割によるものと考えられ、繊維強化としては寄与していないと思われる。

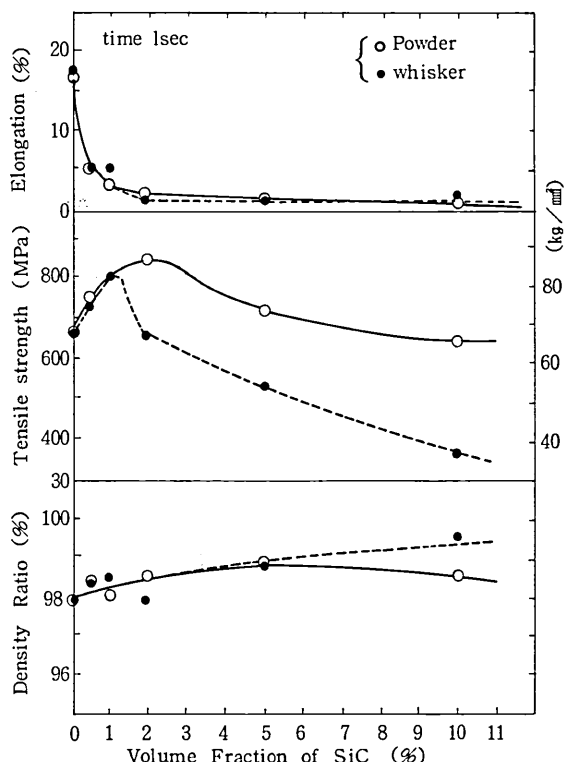
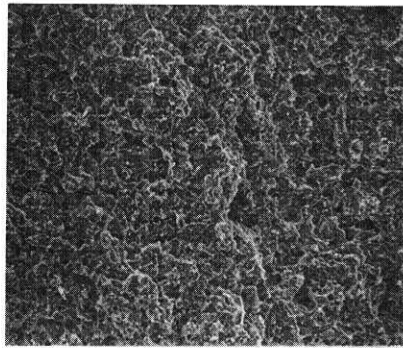


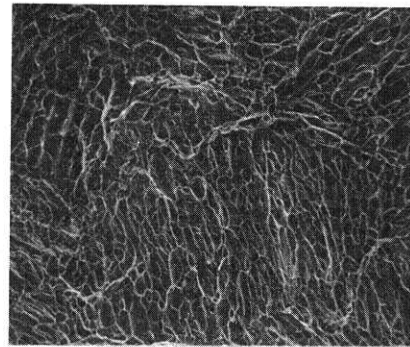
図3 SiC粉およびSiCウイスカの体積比と密度、引張強さ、伸びの関係

少量のSiC添加で引張強さが最大となる傾向は、筆者らによるSiCウイスカー-Fe粉・W粉系<sup>3)</sup>の場合にもみられた。いずれの場合にも強化材が短繊維ないし粗粒であるため、配列方向のそろった長繊維による繊維強化が生じているものでもなく、また微粒子による分散強化が生じているのでもない。このため強化材の体積比が大きすぎるとかえって強さが低下するものと考えられる。

引張破面を写真3に示す。入力 $Q = \text{MJ kg}^{-1}$  (883℃に相当)が小さい場合(写真3a)でも、粒子と粒子が明らかに焼結していることが確認できるが、粒子間の境界部が識別でき元の粒子の形状が残っていることがわかる。一方、入力の高い $Q = 1.5 \text{ MJ kg}^{-1}$  (1667℃に相当)の場合(写真3b)には粉末の面影はなく、通常の溶解材の破面と同様の延性破断面であるディンプルパターンを示している。SiC粉10vol%の場合の破面(写真3c)はTi粉粒子の境界が識別できその境界に角ばったSiC粉粒子が存在しているようにみられる。Ti粉粒子の内部は溶融した跡と思われる円形の気孔が見られる。SiCウイスカー-Ti粉系では、ウイスカが針状のまま粒子間に存在しているかどうかは破面(写真3d)からは確認できなかった。



(a) Ti 粉焼結体 (0.6 秒)



(b) Ti 粉焼結体 (1 秒)

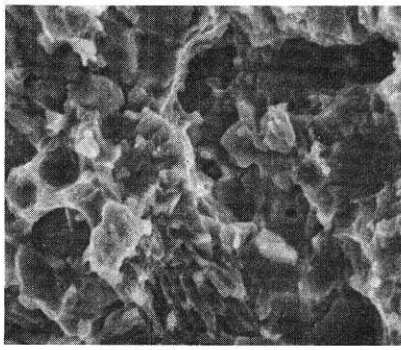
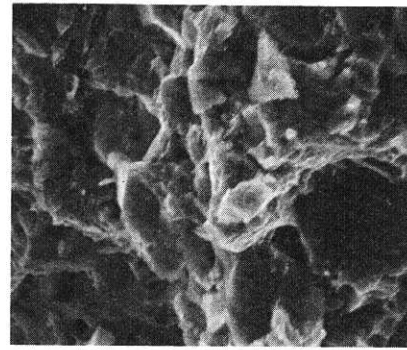
(c) Ti 粉-SiC 粉 ( $V_f = 10 \text{ vol } \%$ )  
焼結体(d) Ti 粉-SiC ウィスカ ( $V_f = 10 \text{ vol } \%$ )  
焼結体

写真3 焼結体の引張破面

なおX線回折試験では Ti と SiC が現れるだけで、 $\text{Ti}_5\text{Si}_3$  や  $\text{TiC}$  等の化合物は検出されなかった。

#### 4. ま と め

Ti 粉と SiC 粉あるいは SiC ウィスカとの混合物を抵抗焼結することによって複合材料を作製し、密度測定、引張試験、走査電顕による破面の観察等を行った結果、つぎの点が明らかになった。

(1) SiC 粉 2 vol % のときに最大の引張強さ 850 MPa ( $87 \text{ kg}/\text{mm}^2$ )、伸び 2%，また SiC ウィスカ 1 vol % のときに最大の引張強さ 810 MPa ( $83 \text{ kg}/\text{mm}^2$ )、伸び 5% が得られた。なお Ti 粉のみの場合には  $0.8 \text{ MJ kg}^{-1}$  (約  $1200^\circ\text{C}$  に相当) のときに引張強さ 680 MPa ( $69 \text{ kg}/\text{mm}^2$ )、

伸び 16% であった。密度比は上述のいずれもが 98% 以上であった。

(2) SiC ウィスカの強化に果たす役割は、ウィスカの強度そのものが寄与する繊維強化と考えるよりも SiC 粉と同様に分散粒子として働いているものと思われる。

おわりに東海大学学生の倉本明宏、高田幸次、中村貫治の三君の本研究への協力に感謝する。

(1978 年 1 月 17 日受理)

#### 参 考 文 献

- 1) 明智，原：粉体および粉末冶金，投稿中。
- 2) 原，明智：同 上，24 (1977)，48
- 3) 原，坂井：粉体粉末冶金協会講演概要集，(1972.5)，57。

