

チタン粉末の焼結におよぼすくりかえし変態の影響

Influence of Cyclic Transformation on Sintering of Titanium Powder

明智清明*・原 善四郎*

Kiyooki AKECHI and Zenshiro HARA

1. はじめに

金属粉末を変態点の上下に温度を変化させて焼結すると焼結が促進される現象については、鉄^{1~5)}やチタン⁶⁾に関して報告されている。その促進効果は変態超塑性との関連で考察され^{2~4)} 外力の影響^{3,6)} 等も検討されている。しかし鉄系に関しては焼結促進効果が存在することはほぼ確実視されているものの、チタンに関しては促進効果が小さいこともあって⁶⁾ まだその促進効果の有無についてすら十分な知見が得られているとはいえない。

本研究では急激な温度変化の制御が可能な赤外線イメージ炉を使用してチタン粉末の焼結にともなう収縮率

を測定し、変態直後の収縮速度を求めることによって変態が焼結を促進させるか否かを検討した。

2. 方法

使用したチタン粉は大阪チタン社製の水素化チタン脱水素法で製造された粒度-350メッシュ、純度99.5%以上、含有酸素量0.29wt%のものである。粉末形状を写真1に示す。チタン粉末0.47gを直径4.8mm高さ11.7mmに圧粉成形した。圧粉体の見掛密度は2.22g/cm³、相対密度比は理論密度の49%であった。圧粉体をHe雰囲気中で30分以上焼結しその間の収縮率を真空理工製DL-1500型膨脹計(精度0.1μm以下)で測定した。圧粉

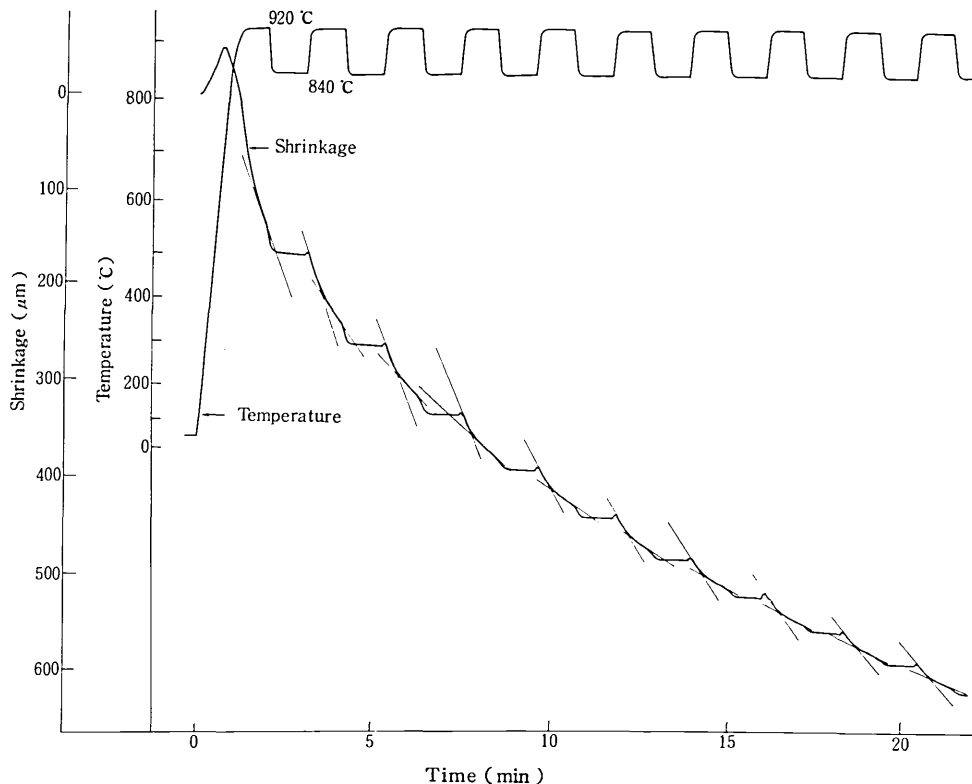


図1 くりかえし加熱と収縮との関係の1例

* 東京大学生産技術研究所 第4部

研究速報

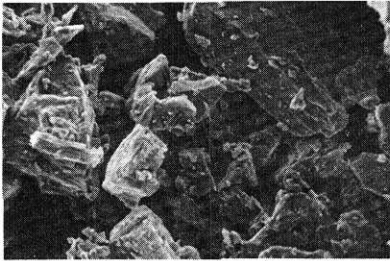


写真1 チタン粉末 (540倍)

体にかかる荷重は約 20 g である。最初 920 °C/min で 920 °C まで昇温し、焼結温度としては変態点 (883 °C) よりも高い β 相 (BCC) の 920 °C と変態点よりも低い α 相 (HCP) の 840 °C とを設定し以下のような条件でくりかえし加熱をした。

- (1) 920 °C/min で昇温 → 920 °C で 1 分間保持 → 920 °C/min で 840 °C まで冷却 → 840 °C で 1 分間保持 → 920 °C/min で 920 °C まで昇温 → 920 °C で 1 分間保持 → ……
- (2) 同上の昇温、冷却速度で、920 °C で 4 分間保持、840 °C で 1 分間保持のくりかえし。
- (3) 920 °C/min で 920 °C まで昇温 → 920 °C で等温焼結。

上述のようにして求めた温度と収縮のチャートの一例を図 1 に示す。

920 °C で加熱保持中の最初と最後の収縮速度つまり $\alpha \rightarrow \beta$ 変態直後の収縮速度と β 領域でかなりの時間の経過後の収縮速度とを、チャート上での勾配から求めその大小を比較した。

3. 結果と考察

三種のくりかえし加熱および 920 °C 等温加熱した場合の 920 °C に到達後の焼結時間 (920 ⇌ 840 °C の温度変化中の時間および 840 °C での加熱時間を含む) と収縮率との対数プロットを図 2 に、また 920 °C での正味の加熱時間と収縮率との対数プロットを図 3 に示す。

図 2 あるいは図 3 中の 920 °C 等温焼結の場合の傾きは 0.40 となっており、これは二球体モデル⁷⁾ および Coble⁸⁾ の圧粉体の体積拡散機構にもとづく焼結理論式の値と一致しているが、圧粉体の焼結の場合にはそれぞれ特有の機構、例えば粒子の再配列や凝集等が考えられる⁹⁾ ので詳細な検討を要する。

くりかえし変態の影響としては、図 2 からは、920 °C 等温加熱の収縮よりも大きくなっていないが、ほとんど収縮のない 840 °C 加熱および温度変化途中の収縮を無視した図 3 からは、1 分ごとのくりかえし加熱の場合には同時間で 920 °C 等温加熱よりも収縮率が大きいことが

わかる。ただし 920 °C 4 分 ⇌ 840 °C 1 分のくりかえし加熱では収縮率に影響をおよぼすほどにはなっていない。

1 分ごと、4 分 ⇌ 1 分ごとのくりかえし加熱の場合の 920 °C での加熱保持中の最初の収縮速度と最後の収縮速度の焼結時間による変化を図 4、図 5 に、また 920 °C 等温加熱の場合の収縮速度の時間的変化を図 6 に示す。図 4 および図 5 から明らかのように、 α 相の 840 °C から昇温して β 相の 920 °C になって変態した直後の収縮速度が、それよりも時間的に以前の 920 °C 加熱保持中の最後

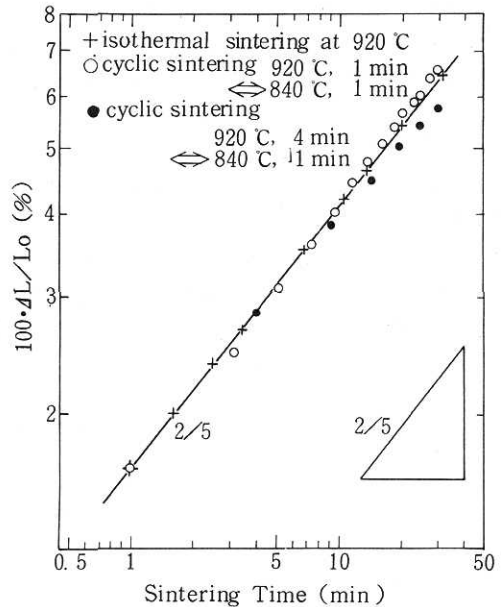


図 2 収縮率と加熱時間の関係

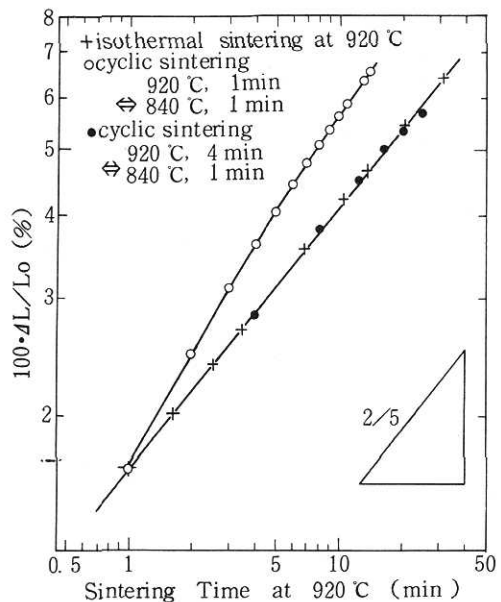


図 3 収縮率と 920 °C での加熱時間との関係

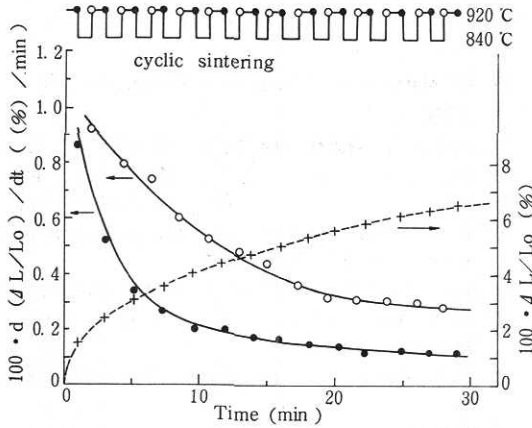


図4 920°C・1分⇄840°C・1分のくりかえし加熱をしたときの収縮率と収縮速度の時間的変化

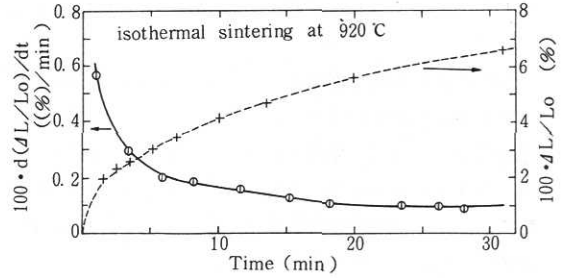


図6 920°C等温焼結したときの収縮率と収縮速度の時間的変化

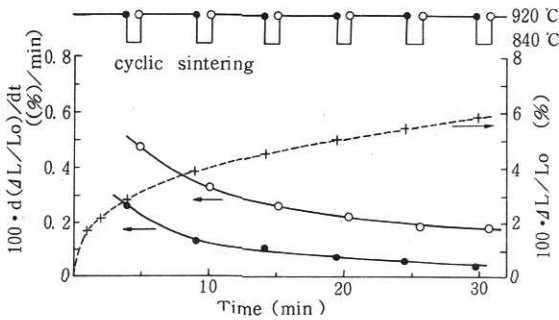


図5 920°C・4分⇄840°C・1分のくりかえし加熱をしたときの収縮率と収縮速度の時間的変化

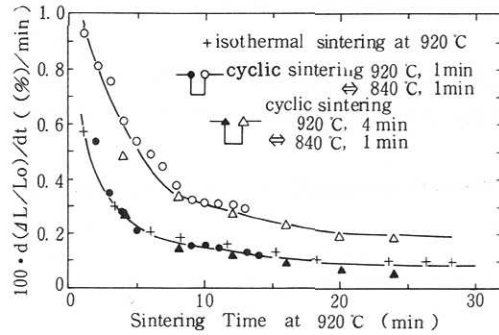
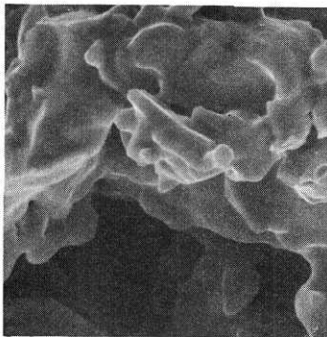
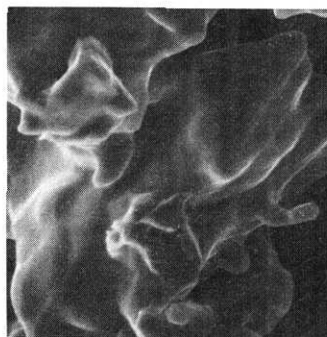


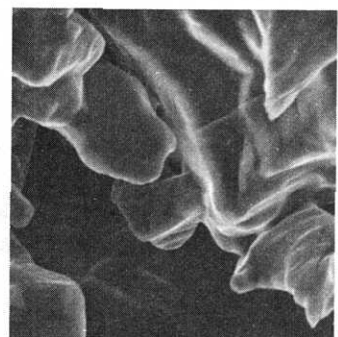
図7 920°Cでの正味の加熱時間による収縮速度の変化



a : 920°C ⇄ 840°C・1分ごと、20分焼結



b : 920°C ⇄ 840°C・1分ごと、30分焼結



c : 920°C等温 30分焼結

写真2 焼結体の破面(540倍)

の収縮速度よりも大きい。このことは $\alpha \rightarrow \beta$ 変態が焼結速度を促進させていることを示している。しかしながら図1の例からもわかるようにその促進効果は短時間である。したがって1分ごとのくりかえし加熱の場合には焼結体の収縮率にもその促進効果があらわれる(図3)けれども、920°C 4分—840°C 1分ごとのように単位時間当りのくりかえし回数の少ない場合は、収

縮速度には変態の焼結促進効果があらわれても30分程度の焼結時間の焼結体の収縮率に影響するほどではないこととわかる。

920°Cでの正味の加熱時間による収縮速度の変化を、図4, 5, 6をまとめて示すと図7のようになる。 $\alpha \rightarrow \beta$ 変態直後の収縮速度が通常の920°C等温焼結のそれよりも大きく、また920°Cでしばらく保持した後の収縮速

研究速報
 度が920℃等温焼結のそれにほぼ等しいことが図7からわかる。

なおチタン粉末の焼結の際の表面酸化皮膜の影響についても検討されている¹⁰⁾が、写真2の焼結体の破面から明らかのように、粉末が焼結していることが確認できる。破面の観察からはくりかえし変態の効果の識別は困難であるが、同時間で若干くりかえし加熱したものが粒子が細かいように見うけられた。

4. おわりに

チタン粉末圧粉体を変態点の上下でくりかえし加熱した結果、 $\alpha \rightarrow \beta$ 変態直後に収縮速度が高まること、またその焼結促進効果はきわめて短時間であることがわかった。

最後に真空理工KKの岸証氏および東海大学学生の中村貫治氏に感謝の意を表する。(1977年11月18日受理)

参考文献

- 1) G. Matsumura : Planseeber. Pulvermet., 19 (1971), 80
- 2) 大概, 増田: 粉体および粉末冶金, 18 (1971), 50
- 3) 小原, 立沢: 同上, 20 (1973), 184
- 4) 押田: 同上, 22 (1975), 147
- 5) R. Tremblay and R. Anger : Int. J. Powder Met., 8 (4) (1972), 235
- 6) 小原, 立沢: 粉体粉末冶金協会講演概要集, (1973.10), 9
- 7) W. D. Kingery and M. Berg : J. Appl. Phys., 26 (1955), 1205
- 8) R. L. Coble : J. Amer. Ceram. Soc., 41 (1958), 55
- 9) K. Akechi and Z. Hara : Sintering and Catalysis, Plenum Press, New York. (1975), 305
- 10) T. Watanabe and Y. Horikoshi : Int., J. Powder Met., 12 (3) (1976), 209

次号予告(4月号)

研究解説

都市河川における汚濁回復の研究
 — 野川における自浄作用 —

{ 鈴木 基 之
 藤 井 博 隆 夫

研究速報

抵抗焼結法によるSiC強化チタン材料の製造

{ 明 智 清 明
 原 板 橋 善 四 郎
 正 雄

散乱ガンマ線スペクトルの挙動1
 — 一回散乱ガンマ線とその応用 —

{ 齊 藤 秀 雄
 佐 藤 乙 丸

粒界拡散方程式〔4〕
 — 積分量と平均量 —

{ 梅 津 清
 西 川 精 一

オンライン・システムによる2層1スパン鉄骨骨組の地震応答解析

{ 田 中 尚
 高 梨 一 明
 宇 野 晃 邦
 紺 田 浩

鋼繊維補強コンクリートのひびわれ拘束性能の試験方法

{ 趙 力 采
 森 谷 勇 二
 小 林 一 輔

鋼繊維補強コンクリートの配合設計資料(1)
 — 舗装用コンクリートの場合 —

{ 小 林 一 輔
 岡 分 村 修 雄
 岡 村 樹