

# チタン抵抗焼結体の酸素含有量と機械的性質

## ——チタン粉末の抵抗焼結 第3報——

Oxygen Content and Mechanical Properties of Resistance-sintered Titanium

—Resistance Sintering of Titanium Powder (3)—

原 善四郎\*・明智 清明\*

Zenshiro HARA and Kiyooki AKECHI

### 1. はじめに

前報<sup>1)</sup>にチタン抵抗焼結体の機械的性質、耐食性および金属組織について報告したが、今回は酸素含有量に関して報告する。

### 2. 方 法

前報の研究に用いたチタン粉末および得られた抵抗焼結体について酸素分析を行い、原料粉末関係の条件(粒度, 粉末処理)および抵抗焼結条件(通電条件, 全抵抗焼結時間, 加圧力)の焼結体酸素含有量に及ぼす影響および酸素含有量の機械的性質に及ぼす影響を考察した。

製造後 Ar 中に封入保存されていた原料チタン粉末の酸素含有量は、0.09% (重量) であった。チタン粉に粉末処理を施さない場合は、抵抗焼結に用いる直前に Ar 封を破った。

### 3. 抵抗焼結体の酸素含有量

チタン粉の抵抗焼結実験で得られた焼結体の酸素含有量の全分析結果と、原料粉条件および抵抗焼結条件を一括して表1に示した。

表中に用いた通電時間、全抵抗焼結時間の意味を図1の通電電流および電圧波形図に示した。実験では  $t_0$ ,  $c$ ,  $h$ ,  $n$  をいろいろに組合せた通電シーケンスを用いた。表中で試料番号④, ⑤以外は  $n = 0$  である。

**通電条件の影響** 原料粉条件および加圧力が同一の場合(試料①, ②, ③)で比較すると、電流値が大きく通電時間が短い試料①が酸素含有量は最少で、0.13%であった。これは原料粉よりわずかに多いだけで、従来の焼結法によるチタン焼結体<sup>2)</sup>にくらべて、かなり低いことが注目される。

**全抵抗焼結時間の影響** 通電シーケンスに冷却時間を入れて全抵抗焼結時間を変化させた2種の試料④, ⑤を比較すると、全抵抗焼結時間が長い方が低密度であり、かつ酸素含有量が高くなっている。これは、抵抗焼結工程中の冷却によって緻密化が妨げられ、それ

表1 チタン抵抗焼結体の酸素含有量と抵抗焼結条件の関係

| 試料番号 | 項 目<br>(焼結条件, 粉末処理条件)                    | 二 次 通 電<br>電 流<br>設定値<br>(%) | 通 電<br>時 間<br>(秒) | 通 電<br>入 力<br>(KWC) | 酸 素 含 有 量<br>(重量%) | 焼 結 体<br>密 度 比<br>(%) | 引 張<br>強 さ<br>(kg/mm <sup>2</sup> ) | 伸 び<br>(%) | ロ ッ ク<br>ウ ェ ル<br>硬 さ<br>(Bスケール) |
|------|--|------------------------------|-------------------|---------------------|--------------------|-----------------------|-------------------------------------|------------|----------------------------------|
| ①    | 電流, 通電時間の影響                              | 80                           | 1.56              | 3,028               | 0.13               | 98.4                  | 45.6                                | 30.8       | 88                               |
| ②    |  | 42                           | 2.48              | 1,792               | 0.20               | 94.3                  | 15.4                                | 0.0        | 85                               |
| ③    |  | 96                           | 3.86              | 8,200               | 0.15               | 100.0                 | 48.4                                | 32.5       | 103                              |
| ④    | 全抵抗焼結時間 2.54秒                            | 58                           | 1.64              | 1,812               | 0.15               | 95.1                  | 33.2                                | 3.0        | 87                               |
| ⑤    | ” 5.64秒                                  | 58                           | 2.50              | 2,406               | 0.16               | 93.2                  | 11.4                                | 2.5        | 61                               |
| ⑥    | 低加圧力 <sup>a)</sup> 0.53t/cm <sup>2</sup> | 58                           | 1.64              | 893                 | 0.18               | 92.5                  | 5.2                                 | 2.5        | 89                               |
| ⑦    | 細粒粉(-250mesh)                            | 80                           | 1.60              | 3,885               | 0.16               | 98.2                  | 48.0                                | 19.0       | 99                               |
| ⑧    | 3ヶ月空気中ビン詰め放置した粉末使用                       | 58                           | 1.64              | 1,727               | 0.14               | 96.8                  | 46.3                                | 26.5       | 93                               |
| ⑨    | 120℃で20時間空気中で加熱した粉末使用                    | 80                           | 1.62              | 3,653               | 0.15               | 97.9                  | 49.0                                | 17.0       | 102                              |
| ⑩    | ボールミル4時間処理                               | 58                           | 1.64              | 1,886               | 0.50               | 96.7                  | 55.0                                | 6.0        | 97                               |
| ⑪    | ”  | 80                           | 1.66              | 3,663               | 0.53               | 97.6                  | 50.3                                | 1.0        | 112                              |

(注) a) 試料⑥以外のものはすべて加圧力1.33t/cm<sup>2</sup>.

\*東京大学生産部技術研究所 第4部

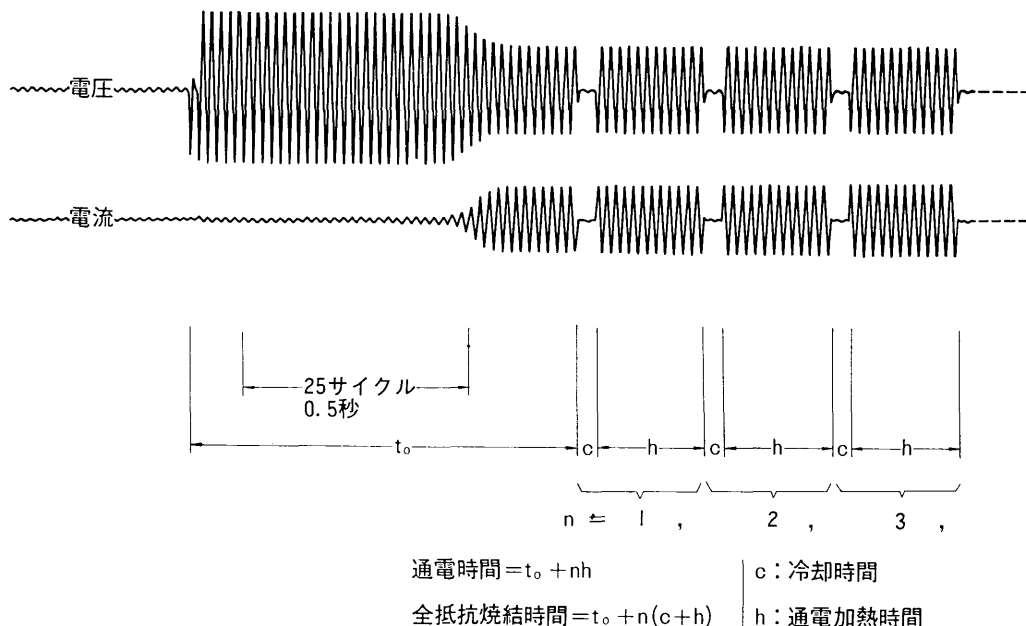


図1 通電電流、電圧波形と各種時間

により酸化が進んだものと考えられる。

**加圧力の影響** 低加圧力の場合(試料⑥)は、焼結体の酸素含有量が高い。これも緻密化が不十分で酸化されやすいことによるものと考えられる。

**粒度の影響** 原料粉から篩別した-250メッシュ粉の焼結体の酸素含有量は、0.16%であった(試料⑦)。これは細粒が比表面積が大きく、雰囲気(この場合空气中の酸素)と反応しやすいことによるものであろう。

**粉末処理の影響** 原料粉をいろいろに処理したチタン粉を用いて、ほぼ同一の抵抗焼結条件で焼結した焼結体(試料⑧, ⑨, ⑩, ⑪)の酸素含有量を比較すると、空气中暴露や空气中加熱をしたチタン粉の焼結体は、Ar中保存チタン粉の焼結体より、酸素含有量が若干増大しており、またボールミル処理粉の焼結体はいちじるしく酸素含有量が多い。ボールミル処理は、粉末粒子の破碎による酸化の効果があると考えられる。

#### 4. 酸素含有量と機械的性質の関係

焼結体の酸素含有量と機械的性質(引張強さ、伸び、硬さ)との関係を図2に示した。

焼結体の密度比が96%以上の場合の機械的性質のデータは、酸素含有量との関係ではほぼ1本の曲線で表わされ、機械的性質に及ぼす酸素含有量の影響がきわめて大きいことを示している。この点は、酸素がチタンに格子間原子として14.5%(重量)まで固溶し、固溶量に応じてチタンの引張強さ、硬さを高め、伸びを低下させる、という溶解材および高密度焼結体における従

(P. 34へつづく)

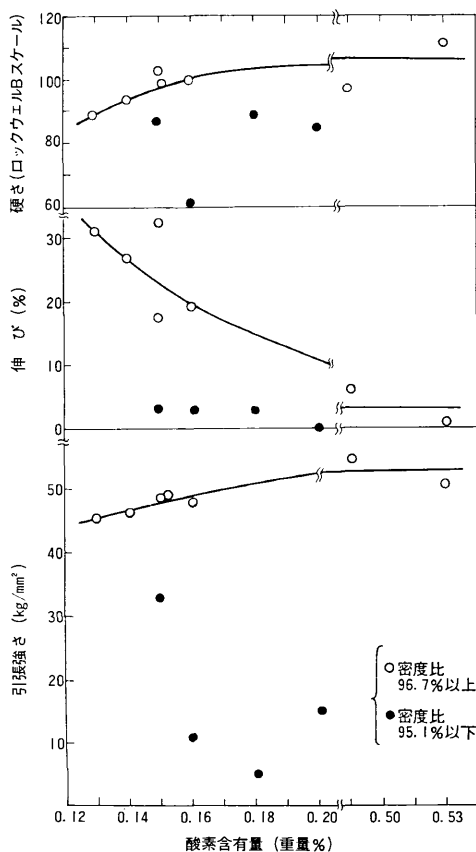


図2 酸素含有量と機械的性質

研究速報

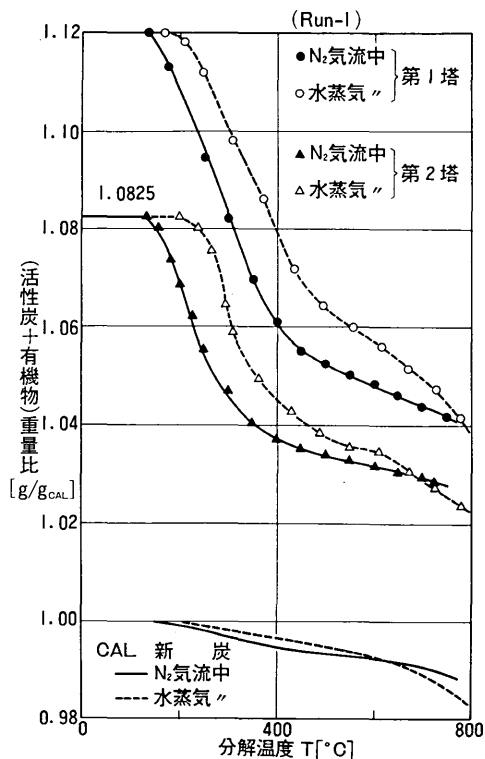


図11 N<sub>2</sub>中と水蒸気中のTGAの比較

4. 結論

以上、精糖工場排水を用いた通水試験後の活性炭を検討した結果、

(P. 29よりつづく)

来の結果<sup>5) 6)</sup>と一致している。

低密度比の場合は、焼結体の機械的性質に対して、密度の方が酸素含有量より大きな影響を及ぼしている。

5. おわりに

チタン抵抗焼結体の酸素含有量を分析した結果、適切な条件で焼結したチタン焼結体の酸素含有量が、空气中焼結にもかかわらずきわめて低いことが見出された。また、抵抗焼結体の機械的性質の変動が酸素含有量から説明できることがわかった。

本研究の酸素分析に御協力いただいた三菱金属鉱業(株)中央研究所小原邦夫氏に深く感謝いたします。

(1975年10月28日 受理)

- (1) 活性炭のカラム処理では、吸着が進むにつれて、塔入口部において高沸点有機物(すなわち、熱分解性、高残留性、揮発性有機物等)により、低沸点有機物および易抽出性有機物が置換されて、順次塔出口部へ進行する。
- (2) 熱分解曲線が吸着物質によっていくつかのパターンに区別でき、吸着物質の特性を知ることができる。
- (3) 窒素気流中および水蒸気気流中のTGA曲線の比較から、この場合、第1塔の吸着物質は650℃前後から水蒸気により炭化有機物のガス化傾向が大となる。一方、第2塔の吸着物質は、初期重量変化が大きいことから、水蒸気により脱離され易い低沸点有機物が主である。
- (4) 例えば、微分熱分解曲線が第1塔のような形(図8)のときは、水蒸気等による再賦活を含む再生が必要であるが、第2塔のような形(図9)のときは、溶媒再生あるいは加熱再生のような簡単な方法も検討に値すると思われる。

などが解った。

(1975年11月6日 受理)

参考文献

- 1) 鈴木, 多田, 河添: 生産研究, 27, (2), (1975)
- 2) 多田, 鈴木, 河添: ibid, 27, (8), (1975) 等
- 3) 鈴木, MISC, 河添: 化工協会第9回秋季大会発表要旨 F203 (1975, 10, 18)

参考文献

- 1) 原善四郎, 明智清明, 藤森直治, 吉沢徹夫: 生産研究, 27 (1975), 198.
- 2) 原善四郎, 明智清明, 吉沢徹夫: 生産研究, 27 (1975), 442.
- 3) W. Hohmann: Powder Metallurgy International, 6 (1974), 66.
- 4) 新保力: 金属, 42 (1972), No. 17, 61.
- 5) 例えば美馬源次郎編: 非鉄金属材料(金属工学講座9), 朝倉書店, (1959), 152.
- 6) 例えば V.A. Pavlov: Poroshkovaja Metallurgija, No. 5 (137), (1974), 44.