

チタン粉末の抵抗焼結 第1報

Resistance Sintering of Titanium Powder (1)

—チタン焼結体の機械的性質—

Mechanical properties of resistance-sintered titanium

原善四郎*・明智清明*・藤森直治*・吉沢徹夫*

Zenshiro HARA, Kiyoshi AKECHI, Naoki FUJIMORI, Tetsuo YOSHIZAWA

1. はしがき

チタンは機械的性質が優れ、高比強度材料として航空機材料に使用され、また耐食性が良いため化学工業用材料としてもかなり使用されている。しかし、チタンは活性金属であるため真空溶解、真空焼鈍などの雰囲気調整が必要であり、一方、加工性が悪いため圧延などに強力設備を必要とする。そのため、1960年代後半以来粉末冶金法が見直されている¹⁾。

本研究では、チタン粉末から空気中における瞬間抵抗焼結法²⁾によって高密度、高強度の焼結体を得る可能性を検討することを目的として、抵抗焼結の諸条件および粉末の粒度や粉末の処理条件を変えた場合の焼結体の機械的性質および耐食性に及ぼす影響を検討した。本稿では、機械的性質の検討結果を報告する。

2. 実験方法

抵抗焼結するべきチタン粉としては市販のNa還元粉（酸素含有量0.09%）を用いた。その走査型電顕像を写真1に示した。この粉末を15gづつ秤量し、雲母箔

実験では、抵抗焼結条件として入力、全抵抗焼結時間、加圧力をいろいろに変え、また原料粉末条件としてチタン粉末の粒度、粉末処理法をいろいろに変えて焼結を行うことによって、それらの要因の焼結体の諸性質に及ぼす影響を調べた。

チタン粉の処理法としては、(1)120°C 20時間加熱処理、(2)ボールミル4時間処理、(3)空気中ビン詰め3カ月間放置の3種類を用いた。

通電焼結のさいの電流、電圧波形をオシログラフに記録し、得られた焼結体について密度測定、引張試験、硬さ試験、腐食試験および走査型電子顕微鏡と光学顕微鏡による破面および組織観察を行った。

3. 実験結果と考察

3・1 入力の影響

得られた焼結体の密度比（100×焼結体の見掛け密度／金属チタンの理論密度）、引張強さ、伸びと、抵抗焼結のさいの入力との関係を図1に示した。ここに示した密度比の値は焼結したままの焼結体について測定した値であるが、引張試験片にまで加工した焼結体について測定した密度比の値は、それよりも1～2%だけ高い。抵抗焼結のときの加圧力はすべて、1.33ton/cm²である。図2に示したcurrent control値（%）は、抵抗焼結機の位相ダイヤルの目盛りの値である。この抵抗焼結機では位相ダイヤルの調節で電流値が制御され、current control値が大きいほど電流が大きくなるようになっている。

図1から、入力の増大とともにはじめ密度比が増大し、高入力ではほぼ一定の密度比（98%程度）に収束することがわかる。同入力では、current control値が大きいほど密度比は高い。引張強さと入力の関係も、密度比と入力の関係に類似し、低入力範囲では同入力でもcurrent control値が大きいほど引張強さは大きい。ただし、高入力範囲ではこの傾向が逆転し、大電流の方が引張強さが下っている。伸びは、入力増大とともに低下の傾向を示し、大電流のときはその傾向が

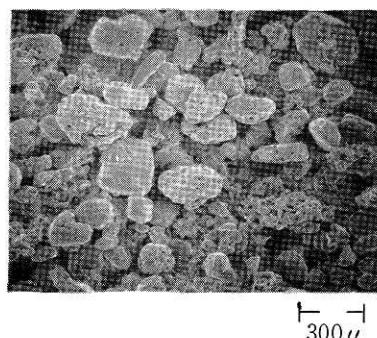


写真1 チタン粉末

で絶縁した金型（通電面積4×60mm²）に装入し、抵抗焼結機によって、通電し、焼結させた。

*東京大学生産技術研究所 第4部

著しい。

写真2に各入力値での焼結試料の引張破面(走査型電顕像)を示した。入力の小さい場合(893KWC)は圧粉体と同様の粒界破断の破面を呈し、中、高入力(1,832, 8,200KWC)の場合は延性破断の破面を呈している。

入力が大きいほど密度比が高くなることは、入力が増すほど焼結体の温度が上昇し、焼結が進むと考えれば当然である。これにたいし入力の増大とともに伸びが低下することはやや不可解であるが、これは、焼結のほかに酸化も進行して、それが焼結による密度の上昇とあいまって引張強さを上昇させる一方、酸化が伸びを低下させたものと考えることで説明される。

3・2 全抵抗焼結時間の影響

図2に、入力値を一定に保ちつつ、無電流の冷却サイクルを挿入することによって全抵抗焼結時間をいろいろ

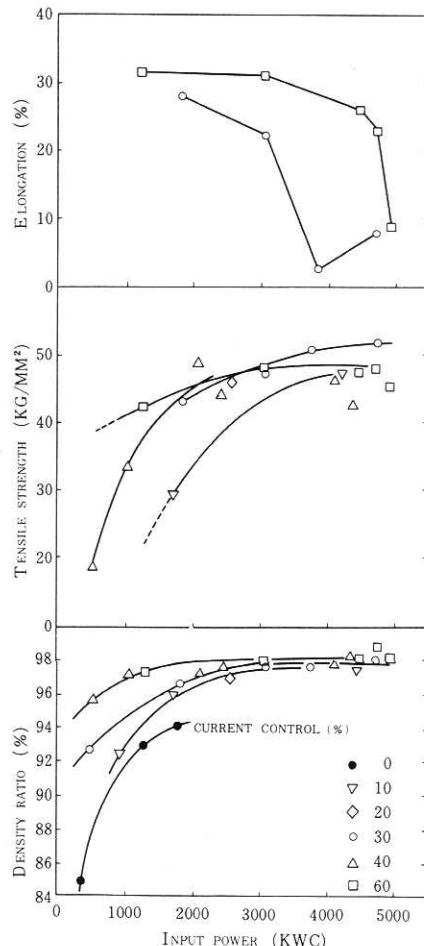
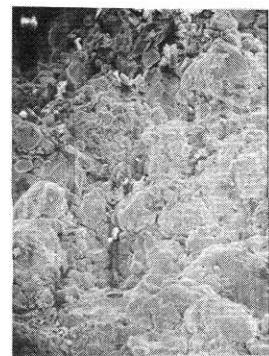


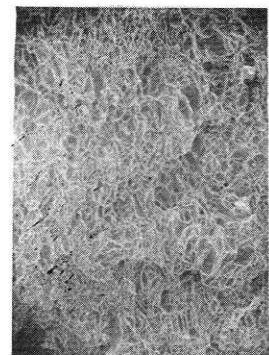
図1 抵抗焼結のさいの入力と得られた焼結体の密度比、引張強さ、伸びの関係

いろに変えた場合の焼結体の密度比、引張強さ、伸び、硬さ(Rockwell B)を示した。図2には入力値を1,600±200, 2,800±300KWCとほぼ一定に保ったふたつの場合を示してある。この図から、同一入力でも全抵抗焼結時間(total cycle)が長いほど、密度比、引張強さ、伸び、硬さが低下することがわかる。

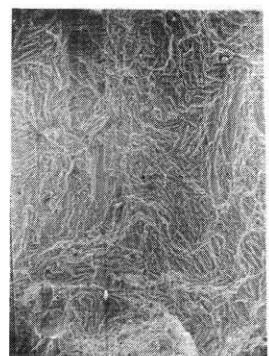
同一入力でも冷却サイクルを挿入することによって焼結時間を長くすると抵抗発熱が逸散し、温度が十分



893 (KWC)



1832 (KWC)



8200 (KWC) 100μ

写真2 各種入力値で抵抗焼結を行った試片の引張破面の走査電顕像

研究速報

に上らず、そのため焼結が進行しない。一方、長時間焼結の場合、粉末粒子表面で酸化が進行する。上記の実験結果は、このふたつの現象で合理的に説明される。

3・3 加圧力の影響

表1にcurrent control値(30%),通電時間(80サイクル)を一定に保って加圧力を変化させて焼結した場合

表1 抵抗焼結時加圧力の焼結体の機械的性質に及ぼす影響

加圧力 (TON/CM ²)	入力 (KWC)	密度比 (%)	引張強さ (KG/MM ²)	伸び (%)
0.27	590			
0.53	870	91.0	5.2	2.5
0.80	1,680	95.6	42.0	4.3
1.33	1,840	96.7	43.6	27.8

位相30, 通電時間80サイクル

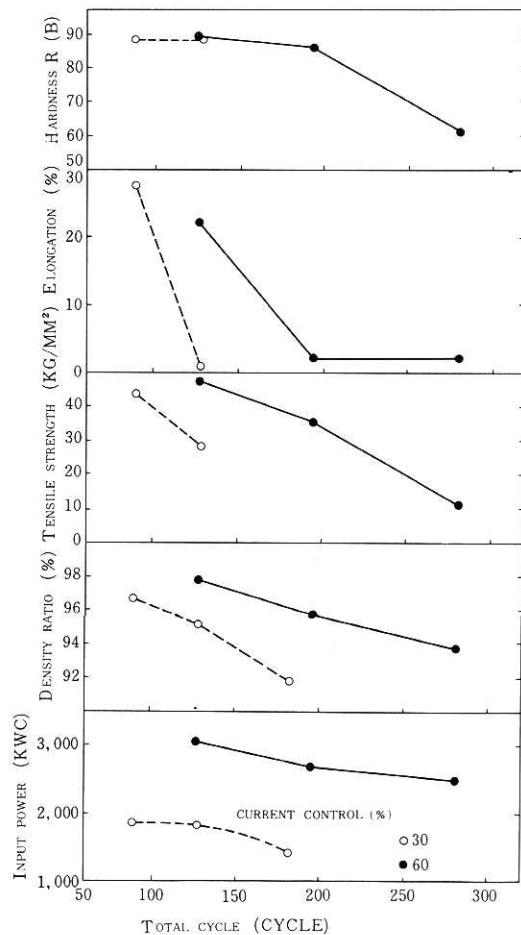


図2 全抵抗焼結時間と焼結体の機械的性質の関係

合の、入力および焼結体の密度比、引張強さ、伸びを示した。図3には加圧力0.53および1.33ton/cm²の場

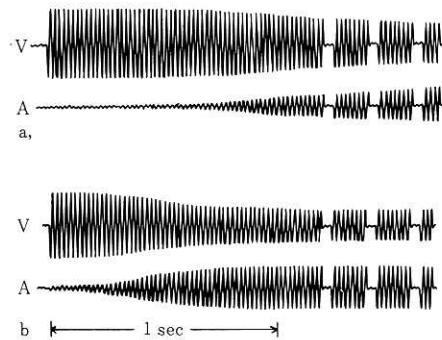


図3 通電波形に及ぼす加圧力の影響(a;加圧力0.53t/cm², b;加圧力1.33t/cm²)

合の電流、電圧波形を示した。加圧力が増大するほどbuild up時間が短くなり、入力が増大することがわかる。これは表1で、加圧力の増大とともに入力が増大していることを裏付ける。

また、表1から、加圧力が増大するとともに焼結体の密度比、引張強さ、伸びが増大することがわかる。

写真3に、加圧力を変えた場合に得られた抵抗焼結体試料の外観を示す。加圧力0.27ton/cm²では1試料

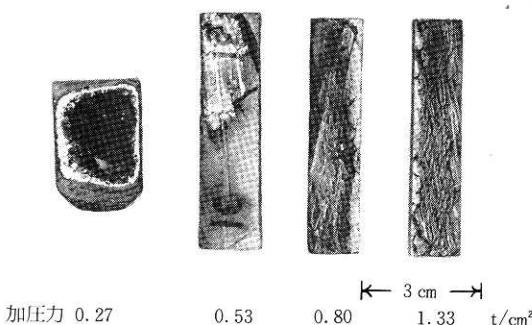


写真3 異なる加圧力での焼結体の外観
内に溶融個所、未焼結個所、焼結個所が混在し、健全な抵抗焼結が得られなかった。加圧力が0.53, 0.8, 1.33と増大するに従い、製品の幅が減少し高密度になっていることがわかる。

焼結体の密度比、引張強さ、伸びや走査型電顕像から判断して、チタン粉末の抵抗焼結の場合、1ton/cm²以上の加圧力が必要であることがわかる。これは鉄粉の抵抗焼結の場合、加圧力が1ton/cm²以上に必要であるという過去のデータ²⁾と一致する。

3・4 チタン粉粒度の影響

表2にcurrent control値(30%),通電時間80サイクル)を一定に保ちつつ、各種粒度のチタン粉を用い

表2 粉末粒度と焼結体機械的性質との関係

粒 度 (M E S H)	入 力 (K W C)	密 度 比 (%)	引 張 强 さ (K G / M M ²)	伸 び (%)
+100	1,730	96.8	38.7	28.0
-100+150	1,870	96.5	44.0	20.8
-150+200	1,990	96.4	48.7	5.5
-200+250	1,990	96.5	47.8	6.5
-250+350	1,850	96.8	47.2	2.0

位相30 通電時間80サイクル

た場合の入力、焼結体の密度比、引張強さ、伸びを示した。粒度を変えてても入力と密度比は狭い範囲に収まるが、引張強さは細粒ほど増大し、伸びはその逆に低下する。

電流電圧波形は、粒度の細いほうがbuild up時間が長いことを示している。

入力、密度比が同程度であるにもかかわらず、細粒になるに従い引張強さが増大し、伸びが低下することは、細粒になるに従い表面積増大によって酸素含有量が多くなり、そのため強さが増し、伸びが低下したものと考えられる。

3・5 チタン粉処理法の影響

表3に、current control値(30%),通電時間(80サイクル)を一定に保ちつつ、各種処理方法のチタン粉を抵抗焼結した場合の入力、焼結体の密度比、引張強さ、伸び、硬さ(Rockwell B)を示した。

表3 チタン粉処理法と焼結体機械的性質の関係

処理方法	入 力 (K W C)	密 度 比 (%)	引 張 强 さ (K G / M M ²)	伸 び (%)	R _B (%)
新 粉	1,840	96.7	43.6	27.8	88.4
旧粉(3カ月間空中放置)	1,720	96.9	44.4	25.0	88.8
加熱処理(120°C 20hr)	1,930	95.7	46.4	8.5	92.2
ボールミル処理	1,890	96.7	53.5	6.0	99.3

位相30 通電時間80サイクル

入力と密度比はそれぞれほぼ一定と見做しうるが、空気中3カ月間ビン詰め放置した旧粉末焼結体が、Ar中で保存された新粉末焼結体とほぼ同程度の機械的性質を示している。加熱処理した粉末の焼結体は、新粉末や旧粉末の焼結体に比べて密度比が若干低いにもか

かわらず、引張強さ、硬さとともに増大するが、伸びが低下する。ボールミル処理した粉末の焼結体は、密度比が同程度であるにもかかわらず、加熱処理した粉末の焼結体よりも一層顕著に引張強さ、硬さ値が高く、伸びが低下している。ボールミル処理した粉末の焼結体の引張強さの最高値は、57.5kg/mm²である。

空気中3カ月間ビン詰め放置した旧粉末焼結体は、Ar中で保存された新粉末焼結体とほぼ同程度の機械的性質を呈していることから、常温では空気中酸化の効果がほとんどないと見做される。加熱処理した粉末の焼結体において、新粉末や旧粉末の焼結体に比べて、引張強さ、硬さとともに増大し、伸びが低下していることは、加熱処理による酸化の影響として説明される。この場合、粉末の色の変化が肉眼でも確認された。ボールミル処理した場合は、加熱処理よりも一層顕著に引張強さ、硬さ値が高くなり、伸びが低下することは、酸化の影響のほかに、ボールミル処理による粉末の細粒化や加工処理の影響と考えられる。

4. ま と め

1. チタン粉末から空気中における瞬間抵抗焼結法によって、機械的性質の優れた焼結体を得ることができた。
2. 入力、全抵抗焼結時間、粒度、粉末処理法などの焼結体の機械的性質に及ぼす影響は、酸化の影響として説明される。
3. 抵抗焼結のさいの加圧力は1ton/cm²以上必要である。

(1975年2月24日受理)

参 考 文 献

- 1) G. I. Friedman: International Journal of Powder Metallurgy, 6(2), 43, (1970)
- 2) 坂井, 板橋, 原: 粉体および粉末冶金, 第1巻, 第4号, 164, (1967).