研究速報

Ti-12Mo 合金の密度と強度に及ぼす射出成形工程での中間 CIP 処理の効果

桜井 法昭^{☆1}, 武川淳二郎^{☆2}^{☆1}石巻専修大学大学院理工学研究科, 〒986-8580 石巻市南境新水戸 1.^{☆2}石巻専修大学理工学部電子材料工学科, 〒986-8580 石巻市南境新水戸 1.

Effect of the Intermediate CIP Treatment on Density and Strength of Ti-12Mo Sintered Alloy Fabricated by MIM Process

Noriaki Sakurai^{☆1} and Junjiro Takekawa^{☆2}^{☆1}Graduate School, Ishinomaki Senshu University, 1 Shinmito Minamisakai, Ishinomaki 986-8580.^{☆2}Dept. Electro. Mat., Fac. Sci. and Eng., Ishinomaki Senshu University, 1 Shinmito Minamisakai, Ishinomaki 986-8580.

Received February 16, 2000

SYNOPSIS

In order to obtain Ti-Mo alloy having high density and strength by sintering at a temperature as low as possible, the enhancing effects of the intermediate cold isostatic pressing (CIP) on these properties in MIM process were investigated.

A Ti-12Mo alloy, in which the β phase is stable, was selected as test material because of its high corrosion resistance and strength.

In this work, the debound compacts of Ti-12mass%Mo premixed powder were CIPed after the pre-sintering (heating at the temperature under 900°C).

It was shown that the intermediate CIP treatment was much effective in increasing density; i.e., the relative density of sintered compacts was risen more than 10% by this treatment. And the tensile strengths were also increased, because high density was available by sintering at the lower temperature where no severe grain growth occurred. It was also shown that the density and strength of Ti-12Mo compacts increased with decreasing the pre-sintering temperature.

KEY WORDS

metal injection molding, Ti-12Mo alloy, intermediate cold isostatic pressing, density, tensile strength

1 緒 言

溶解鑄造法で作製したTi合金は内部に偏析を有し、加工性が悪い、最終製品形状までの製造が容易な加工法として金属粉射出成形(MIM)法が期待されている。しかし高耐食性を示す β 相安定型のTi-(10~15%)Mo合金を混合粉を用いてMIM法で加工する場合、相対密度96%以上の焼結体を得るためには1300°C以上の温度で2h以上の焼結^{1,2)}が必要であり、そのため結晶粒の粗大化に伴う機械的性質の劣化が起こることが懸念される。そこで、本研究では、MIM工程の途中で、仮焼結体を静水圧加圧(CIP)により圧密することによって、より低い焼結温度で高密度、高強度のTi-Mo合金焼結体を得ることを試みた。

2 実験方法

本実験ではFig.1に示すように、従来の射出成形工程中に点線で囲んだ中間CIP処理、すなわち、仮焼結体に静水圧加圧

(CIP)を行う工程を加えた。ここで脱脂体は98%以上の高脱脂率になっているため非常に脆く、直接ハンドリングやCIP処理が困難であったため、600~900°Cの各温度で仮焼結してからCIP処理を行った。

原料粉として平均粒径38 μ mのTi粉(住友スチックス製)と0.61 μ mのMo粉(日本新金属製)を用いた。Ti-12mass%Moになるようにそれぞれの原料粉をVミキサーで混合後、13.6mass%のバインダーとともに大気中で混練しペレットを作製した。このペレットを射出成形機で成形温度190°C、射出圧力100MPaで引張り試験片形状に成形した。成形体は真空(1~2 $\times 10^{-1}$ Pa)中で400°C、5h脱脂した後、より高真空(1~2 $\times 10^{-3}$ Pa)中で600°C~900°Cの各温度で1.6h仮焼結後、Fig.2に示すようにゴム袋に密封し300MPaでCIP処理を行った。次に、この仮焼結体をもう一度高真空(1~2 $\times 10^{-3}$ Pa)中で1050°C~1300°Cの各温度で2hの本焼結を行った。そして得られた焼結体の密度、引張り強度を測定し組織を観察した。

3 実験結果および考察

Fig.3にTi-12Mo焼結体の相対密度と本焼結温度の関係を示した。MIM工程でCIP処理を行った試料(CIP処理焼結体)の相対密度はCIP処理を行わない焼結体(未処理焼結体)よりも大きく上昇しており、特に本焼結温度が低い場合にその差が大きく示された。すなわち、1050°Cで本焼結した場合、CIP処理焼結体の相対密度は未処理焼結体に比べて10%も高くなった。これはCIP処理による圧密の効果であると考えられる。

Fig.4に焼結体の相対密度と仮焼結温度の関係を示した。Y軸上の各点はCIP処理を行わない焼結体の相対密度である。仮焼結温度が高くなるほどCIP処理焼結体の相対密度は下がり、CIPの効果が少なくなっていることがわかる。これは仮焼結温度が高くなると粉末粒子間の結合の度合いが高くなり、圧縮により粉末粒子の再配列が起こりにくくなるため、圧密

の効果が小さくなると考えられる。このように仮焼結温度が低いほど圧密の効果は高くなることが明らかになったが、600°Cよりも低い温度で仮焼結した場合は試料がやや脆くなる

Fig.1 Experimental procedure.

Fig.2 Intermediate cold isostatic pressing (CIP) treatment.

Fig.3 Relation between relative density of Ti-12Mo compact and sintering temperature.

Fig.4 Relative density of Ti-12Mo compact as a function of presintering temperature.

傾向があったため仮焼結温度の下限は 600°C とした。また、CIP 処理焼結体の各工程での相対密度の変化を調べてみると次のようになった。例えば、600°C で焼結した仮焼結体の相対密度は脱脂体とほぼ同じで 60.5% であるが、CIP を行うことによりこの仮焼結体の相対密度は 72.7% まで圧密し、さらにこれを 1100°C で本焼結した焼結体の相対密度は 94.6% となった。そしてこれは 1100°C で焼結した未処理焼結体に比べて 8% も上昇している。すなわち、仮焼結体の CIP による相対密度の増加分の 12.2% が焼結体の 8% の差になって現れていることがわかる。

Fig.5 に各焼結体の引張り強度と本焼結温度の関係を示した。この図より、CIP 処理焼結体は未処理焼結体に比べはるかに高強度を示し、特にこの傾向は、仮焼結温度が低いほど顕著であった。すなわち、600°C で仮焼結し 1100°C で本焼結した CIP 処理焼結体では、未処理焼結体に比べて約 2 倍の 1030MPa の引張り強度が得られた。これは主として CIP 処理焼結体の方がより高密度であるためである。一方、より高温度の 1280°C で焼結した CIP 処理焼結体の相対密度はさらに高く 97.3~98.3% にもなるが、その強度は逆に低下することが示された。

Fig.6 に 1100°C で本焼結した CIP 処理焼結体と未処理焼結体の組織写真を示した。未処理焼結体は未焼結の部分が多く、

Fig.5 Relation between tensile strength of Ti-12Mo compact and sintering temperature.

Fig.6 Microstructural change in Ti-12Mo MIM compacts with pre-sintering temperature, (a) without CIP treatment, (b) pre-sintered at 600 °C, (c) pre-sintered at 650 °C, (d) pre-sintered at 700 °C. (sintered at 1100 °C)

Fig.7 Microstructures of CIP treated Ti-12Mo MIM compacts, (a) sintered at 1100 °C, (b) sintered at 1280 °C.

Fig.8 Microstructures of Ti-12Mo sintered compacts with same density, (a) with CIP treatment, (b) without CIP treatment.

不規則な形状の空隙が多数見られたが、CIP 処理焼結体は空隙も少なく焼結の進んだ組織を示している。また、仮焼結温度が高いほど結晶粒は大きくなる傾向があるが、これは仮焼結温度が低い場合は粉末粒子の再配列により圧密が起るため粉末粒子に加わるひずみは小さいが、仮焼結温度が高くなると粉末粒子間の結合が既に強固になっており、粉末粒子の再配列でなくマトリックスの塑性変形により圧密が進むため加工ひずみが大きくなり、これが結晶粒の成長につながったと考えられる。またこのような結晶粒の成長は、Fig.5 に示したような仮焼結温度の上昇に伴う CIP 処理焼結体の強度の低下の原因になっていると考えられる。

Fig.7 に 600 °C で仮焼結後 CIP 処理し、それぞれ 1100 °C、1280 °C で本焼結した試料の組織写真を示した。1100 °C で本焼結した CIP 処理焼結体では結晶粒は微細であるが、1280 °C で本焼結した CIP 処理焼結体においては緻密化の進行とともに結晶粒は粗大化しており、これが本焼結温度の増加に伴う強度の低下につながっていると考えられる。

Fig.8 に作製工程が異なるが密度はほぼ同一の焼結体の組織写真を示した。(a) は 1200 °C で本焼結した CIP 処理焼結体、(b) は 1300 °C で本焼結した未処理焼結体である。これらの相対密度はほぼ 97% であるが、1200 °C で本焼結した CIP 処理焼結体の平均結晶粒径は 40 μm であり、1300 °C で焼結した未処理焼

結体の平均結晶粒径に比べ 1/3 程度であり、これが (a) の焼結体がより高い強度を示す原因になっていると考えられる。

4 結 論

Ti-12mass%Mo混合粉の射出成形工程において中間CIP処理を行うことにより、次の結論を得た。

(1) 中間CIP処理はTi-12Mo焼結体の密度と強度を著しく上昇させる効果があった。

(2) CIP処理焼結体の密度、強度はCIP前の仮焼結温度が低い程高くなった。

文 献

- 1) 武川淳二郎: "Ti-Mo-Al 混合粉の射出成形", 粉体および粉末冶金, 41(1994)244-247.
- 2) J.Takekawa and N.Sakurai: "Effect of Processing Condition on Density, Strength ...", 粉体および粉末冶金, 46(1999)877-881.