チタン合金の粉末射出成形・焼結技術

京 極 秀 樹*

チタンおよびチタン合金は比強度が高く、耐食性に優れるなど構造材料として極めて優れた性質を有しているが、切削加工が難しいため Near-Net-Shape の部品の製造には精密製造法、粉末冶金法などが適用されている⁽¹⁾。とりわけ、粉末冶金法はコスト削減の可能性が高く、HIP を利用すると高密度で疲労強度に優れる材料を製造できることから航空機用部品などの製造へ利用されている。最近では、Near-Net-Shape 加工に対してさらに有利な粉末射出成形法によるチタンおよびチタン合金の開発に関する研究が行われ、これに伴って、時計、医療、航空機分野の部品への適用が行われてきている⁽²⁾。粉末射出成形法は粉末冶金法の中でも、高密度・高強度かつ三次元複雑形状部品の製造が可能な加工法として、ここ10年の間にその地位を確立してきている⁽³⁾⁽⁴⁾。このような粉末射出成形法によるチタンおよびチタン合金の開発に関する研究はほぼ10年前から報告⁽⁵⁾があり、以後いくつもの Ti⁽⁶⁾⁻⁽⁹⁾の報告が続き、最近では溶製材に匹敵する機械的性質を有する Ti⁽¹⁰⁾⁻⁽¹⁷⁾および Ti-6Al-4V⁽¹¹⁾の開発が可能であることが報告されている。

ここでは、チタンの粉末射出成形法による製造条件とその機械的性質について現状を紹介する。

1. 粉末およびバインダ

チタンおよびチタン合金の製造においては、粉末およびバインダの特性が大きな影響を及ぼすため、その選択には十分な注意が必要である。粉末特性において重要な因子は粉末の酸素量と粒子形状である。周知のとおりチタンは酸素との反応性が非常に高いため、粉末自体の酸素量もできるだけ低いものを選択することが重要である。また、タップ密度をできるだけ高くすることによりバインダ量を少なく押さえることも重要である。これらの点において、ガスアトマイズ粉末は酸素量が低く、粒子形状も球形のためタップ密度が高くなり、混合時のバインダ量を低く押さえることができるため、優れた粉末であるといえる。

バインダについては、多成分系とワックス系に大別され、その代表的なバインダ系をつぎに示す。

- (1) アクリル-エチレン酢酸ビニル-ワックス-フタル酸ブチル⁽⁶⁾⁽¹⁴⁾
- (2) ポリプロピレン-エチレン酢酸ビニル-パラフィンワックス-カルナウバワックス-フタル酸ジオクチル⁽¹⁰⁾
- (3) ワックス-アクリル⁽¹²⁾
- (4) ワックス-ポリプロピレン⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾

実操業においては、ワックス系の方がよく使用されているようである。また、最近 Ito ら⁽¹³⁾により、急速脱バインダを目的として PMMA をコーティングした Ti 粉末に、バインダとしてポリアセタールを用いたバインダ系についても検討されている。

2. 脱バインダ条件および焼結条件

脱バインダには、有機溶媒によるワックス抽出(抽出脱脂)の後、加熱する方法と加熱のみの方法が一般的に利用されているが、抽出脱脂の有無に関わらず同程度の機械的性質が得られている。しかし、抽出脱脂を実施することにより脱バインダ時間を大幅に短縮することができる。脱バインダの雰囲気は焼結体の酸素量に大きく影響する。大気中での脱バインダでは、酸素量1%以上になるのに対して、Ar フロー中では酸素量の増加は小さい。このため、Ar フローでの脱バインダが最もよく利用されている。

焼結は、高真空において焼結温度 1523 K 以下でほとんどの場合実施されている。家城ら⁽¹²⁾は、焼結温度がチタンの焼結特性に及ぼす影響を詳細に検討しており、比較的低い温度 1423 K 程度の焼結温度を推奨している。また、Ti の焼結ではセッターあるいは敷粉も問題となり、比較的高温での焼結では Al₂O₃ を用いると酸素量の増加が認められるため、Y₂O₃⁽³⁾あるいは BN⁽¹²⁾の利用が推奨されている。

3. 粉末およびバインダと機械的性質

チタンは H, C, N, O との反応性が極めて高いことは周知のとおりである。特に、粉末射出成形法の工程においては O および C の影響を十分考慮しておくことが重要である。す

* 近畿大学助教授；工学部機械システム工学科(〒739-2116 東広島市高屋うめの辺1番)

Powder Injection Molding Technology of Titanium Alloy; Hideki Kyogoku (Department of Mechanical Systems Engineering, School of Engineering, Kinki University, Higashihiroshima)

Keywords: injection molding, sintering, titanium alloy, binder, density, mechanical properties

1999年1月6日受理

図1 粉末の混合比と焼結体の酸素量、密度および機械的性質の関係⁽³⁾。

なわち、O については脱バインダおよび焼結工程における加熱時の酸化、また C についてはバインダの分解生成物からの炭化物をできる限り防止することが重要である。河野ら⁽³⁾は図1に示すように、ガスアトマイズ粉末と HDH 粉末の混合比に対する焼結体の酸素量、密度および機械的性質との関係を報告している。HDH 粉末はガスアトマイズ粉末と比較して酸素量が高いため、HDH 粉末の増加とともに焼結体の酸素量が増加する。この酸素量の変化のため、0.2% 耐力および引張り強さは上昇するのに対して、伸びは酸素量 0.3% を境に急激に低下する。これらの値を溶製材と比較すると、JIS 3 種に相当する。このように、焼結体中の酸素量は機械的性質、特に伸びに大きな影響を与え、酸素量はほぼ 0.3% 以下に押さえることが重要であると報告されている。

バインダの種類と機械的性質の関係については、Th. Hartwig ら⁽⁹⁾、著者ら⁽¹⁴⁾、Nakamura ら⁽¹⁷⁾により報告されている。Th. Hartwig らはバインダの種類が焼結体の酸素量と炭素量に及ぼす影響について検討しているが機械的性質については言及していない。著者らは3種類のバインダ、Nakamura らは4種類のバインダについて検討を行い、酸素量および炭素量さらには機械的性質に及ぼす影響について報告している。寺内ら⁽¹⁶⁾および Nakamura ら⁽¹⁷⁾はワックス・ポリプロピレン系バインダを用いて優れた機械的性質を有する焼結体を作製している。この際、粉末とバインダの混合比を 30 vol% 程度に低く押さえて、できる限り焼結体の炭素量の増加を防止して 0.1% 以下に押さえる必要がある。

4. 焼結条件と機械的性質

焼結工程における雰囲気は高真空がよく、焼結温度については家城ら⁽¹²⁾が詳細に検討している。すなわち、焼結温度

図2 焼結温度と酸素量の関係⁽¹²⁾。

が高くなるほど密度が向上するため、0.2% 耐力は上昇するが伸びは大きく低下する。また、図2に焼結温度と酸素量の関係を示す。これからわかるように、1400 K 以上の焼結温度では酸素が急激に増加し、この酸素量の増加が伸びの低下に大きな影響を及ぼすことを報告している。著者ら⁽¹⁴⁾および Nakamura ら⁽¹⁷⁾の結果もほぼこれに対応する値となっている。焼結工程においてはいずれにしても酸素量をできる限り押さえることが重要で、セッターあるいは敷粉についても考慮する必要がある。

粉末射出成形法によりチタンおよびチタン合金を製造するために重要な粉末特性、バインダの種類、脱バインダ条件および焼結条件の選定と得られた焼結体の機械的性質について、チタンを中心に紹介した。現状では、作製された焼結体は溶製材の JIS 3 種に相当する機械的性質を有し、時計、医療、航空機分野などの部品への適用が行われており、今後、より一層種々の分野の工業部品への展開が期待できる。

文 献

- (1) M. J. Donachie, Jr.: *Titanium, A Technical Guide*, ASM, Ohio, (1988).
- (2) 河野富夫, 洞田 亮, 近藤鉄也: 粉体および粉末冶金, 44(1997), 985.
- (3) R. M. German: *Powder Injection Molding*, MPIF, NJ, (1990).
- (4) R. M. German and A. Bose: *Injection Molding of Metals and Ceramics*, MPIF, NJ, (1997).
- (5) 金子泰成, 船山 恵, 齊藤勝義, 岩崎弘通, 時実正治: 粉体および粉末冶金, 35(1988), 646.
- (6) 船山 恵, 金子泰成, 岩崎弘通, 時実正治: 粉体および粉末冶金, 37(1990), 120.
- (7) 京極秀樹, 戸田拓夫, 篠原和充: 粉体および粉末冶金, 40(1993), 439.
- (8) A. Smolders and R. Gilissen: *Proceedings of Powder Metallurgy World Congress 1994, Paris, Vol. II* (1994), 1145.
- (9) Th. Hartwig, G. Veltl and H. D. Kunze: *ibid.*, 1185.
- (10) 草加勝司, 河野富夫, 近藤鉄也, 洞田 亮: 粉体および粉末冶金, 42(1995), 383.
- (11) K. Kusaka, T. Kono, A. Horata and T. Kondo: *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials-1996 Vol. 5*, MPIF, NJ, (1996), 19-127.
- (12) 家城 悌, 加藤清隆, 松本章宏, 増井孝美, 安藤国輔: 粉体および粉末冶金, 44(1997), 448.
- (13) S. Ito, N. Ogasawara, Y. Kusano and K. Ishiyama: *Processing and Fabrication of Advanced Materials VI*, The Institute of Metals, London, (1998), 1433.
- (14) 京極秀樹, 小松貞一郎, 中山英樹: 日本機械学会第75期通常総会講演会講演論文集(II), (1998), 692.
- (15) 加藤清隆: 粉末冶金協会平成10年度秋季大会講演概要集, (1998), 76.
- (16) 寺内俊太郎, 草部一郎, 新熊 隆, 杉本隆史: *ibid.*, 77.
- (17) H. Nakamura, T. Shimura and K. Nakabayashi: *ibid.*, 176.