

粉末冶金法による Al-Ti 系合金の作製および焼結温度の影響

日大生産工(院) ○中村 直人 日大生産工 久保田 正広

1. 緒言

Al合金の高強度化を目的として、Pure AlにPure Tiを添加したAl-Ti系合金をメカニカルアロイング(Mechanical Alloying : MA)で作製したMA粉末を放電プラズマ焼結(Spark Plasma Sintering : SPS)で固化成形したバルク(SPS)材の硬さは120~506HVを示すことが明らかにされている。これらのSPS材の硬さが変化した理由として Al_3Ti の生成が考えられる。 Al_3Ti は硬い材料である一方で延性に乏しいため、生成量が多くなると金属材料としての延性および靱性が失われてしまう。

本研究では、 Al_3Ti の生成を抑制し、Alを母材としてTiおよび Al_3Ti を分散させたSPS材を作製するために、MA-SPSプロセスの条件の最適化を目的として実験を行った。

2. 実験方法

出発原料として純度99.7%のPure Al粉末および純度99.5%のPure Ti粉末を用いた。MA粉末の組成は、Pure Al粉末にPure Ti粉末を30 mass%添加した。まず、電子天秤を用いて各粉末の合計が10 gとなるように秤量した。次に、アルゴン雰囲気としたグローブボックス内で、工具鋼製容器に秤量したPure AlとPure Tiの粉末、潤滑剤のステアリン酸0.25 gおよび工具鋼製ボール70個を装入した。そして、振動型ボールミルを用いて2, 4および8 hのMA処理を行った。

SPS材は、MA粉末4gを黒鉛型に装入し、真空雰囲気(20 Pa)としたチャンバー内にて黒鉛パンチで加圧して作製した。焼結条件は、焼結圧力49MPa、焼結温度673, 773および873K、焼結保持10 min.とした。

SPS材を、ビッカース硬さ試験機を用いて10点測定し、最大値および最小値を除く8点の平均値を硬さとした。さらに、SPS材の構成相をX線回折によって同定した。回折条件はCuK α 線を用いて、管電圧40 kV、管電流40 mA、回折速度 1.66×10^{-2} °/s、回折角度 $2\theta = 20 \sim 80^\circ$ とした。

3. 実験結果および考察

Fig. 1に作製したSPS材の硬さを示す。最も

高い硬さを示したのは、MA処理8 hで得られたMA粉末を焼結温度873 K、焼結保持10 min.で固化成形して作製したSPS材で394 HVを示した。

作製したSPS材は、焼結温度が高くなるにつれて、硬さが上昇する傾向を示した。特に、焼結温度が673 Kから773 Kに高くなるとSPS材の硬さは約60 HV高くなった。また、焼結温度が773 Kから873 Kに高くなるとSPS材の硬さは約250 HV高くなり、673 Kから773 Kに高くなった場合と比較して、SPS材の硬さは顕著に増加した。

加えて、MM処理していないPure Al粉末を焼結温度873 K、焼結保持10 min.で固化成形して作製したSPS材(33 HV)より高い硬さを示した。さらに、焼結温度873 Kの場合、MM処理していないPure Ti粉末を焼結温度1073 K、焼結保持30 min.で固化成形して作製したSPS材(268 HV)¹⁾より高い硬さを示した。これは、AlとTiの金属間化合物の Al_3Ti (650 HV)²⁾が生成し、分散したためと考えられる。

Fig. 2に最も高い硬さを示した条件で作製されたSPS材のX線回折結果を示す。SPS材の構成相は、焼結温度673 Kの場合、出発原料であるAlおよびTi以外に Al_3Ti および TiH_2 が同定された。次に、焼結温度773 Kの場合、出発原料であるAl以外に Al_3Ti および TiH_2 が同定された。最後に、焼結温度873 Kの場合、出発原料であるAl以外に Al_3Ti が同定された。

出発原料以外に同定された Al_3Ti は、焼結過程でAlとTiの固相反応が誘起され、生成したと考えられる。また、 TiH_2 は、Tiとステアリン酸を構成するHの固相反応が誘起され、生成したと考えられる。そして、焼結温度773 Kおよび873 Kでは、出発原料であるTiは同定されなかったことから、添加したTiはすべて固相反応し、 Al_3Ti および TiH_2 を生成したと考えられる。加えて、焼結温度773 Kから873 Kに高くなると、SPS材の構成相は TiH_2 が同定されなくなった。これは、焼結温度の上昇に伴い TiH_2 の固相分解が促進されたためと考えられる。

Table 1 に作製したSPS材の構成相を示す。MA処理時間が4 hから8 hに長くなると、焼結温度673 Kでは新たに Al_3Ti が同定された。また、

Fabricating Al-Ti alloys by powder metallurgy
and influence of sintering temperature

Naoto NAKAMURA, and Masahiro KUBOTA

773 KではTiが同定されなくなった。さらに、873 KではTiH₂が同定されなくなったことから、MA処理時間の増加に伴い、固相反応および固相分解が促進したと考えられる。

Fig. 3にX線回折で得られたアルミニウムおよびAl₃Tiの回折ピークの値より各SPS材のAl₃Tiの生成量について、下記の式より間接的に見積もった結果を示す。

Al₃Tiの生成量

$$= \frac{\text{Al}_3\text{Tiの回折ピーク}(2\theta=39.117^\circ[112])}{\text{Alの回折ピーク}(2\theta=38.427^\circ[111])} \quad (1)$$

MA処理時間の増加および焼結温度が高くなるにつれて、Al₃Tiの生成量は増加する傾向を示した。特に、焼結温度873 Kの場合では、Al₃Tiの生成量が顕著に増加し、Alより多くなったことによりAl₃Tiを母材としたSPS材が得られた。そして、この傾向はSPS材の硬さと同様の傾向を示した。

4. 結言

本研究では、Al₃Tiの生成を抑制することを目的として、Al₃Tiの生成量に対する焼結温度の影響を調べ、以下の知見を得た。

- 1) 焼結温度 673 K で固化成形して作製したSPS材ではAl₃Tiの生成が抑制され、Alを部材としてTiおよびAl₃Tiが分散したSPS材が得られた。
- 2) 焼結温度 873 K で固化成形して作製したSPS材ではAl₃Tiの生成量が顕著に増加し、Al₃Tiを母材とするSPS材が得られた。
- 3) Al₃Tiの生成量の増加に伴い、SPS材の硬さも上昇した。そして、MA処理8 h、焼結温度873 K、焼結保持10 min.の場合で最も硬い394 HVを示した。

参考文献

- 1) 大野 卓哉, 久保田 正広, “メカニカルアロイング法と放電プラズマ焼結法による高強度純チタンの作製とその特性”, 軽金属, Vol. 59, No. 12 (2009), pp.659~665.
- 2) T Matsubara, T Shibutani, K Uenishi, K.F Kobayashi, “Fabrication of a thick surface layer of Al₃Ti on Ti substrate by reactive-pulsed electric current sintering”, Intermetallics, Vol. 8, Issue 7 (2000), pp.815~822.

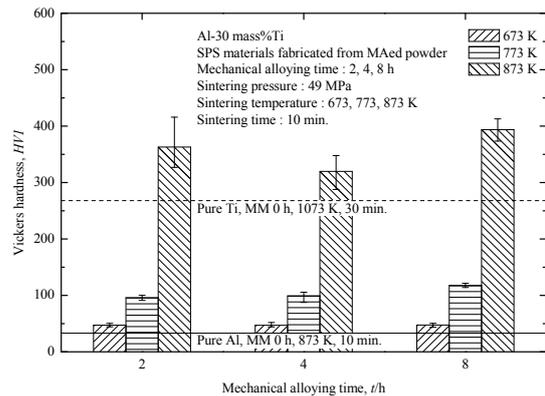


Fig. 1 Vickers hardness of Al-30 mass%Ti SPS materials fabricated from MAed 2, 4, and 8 h powder at sintering temperature 673, 773 and 873 K for 10 min.

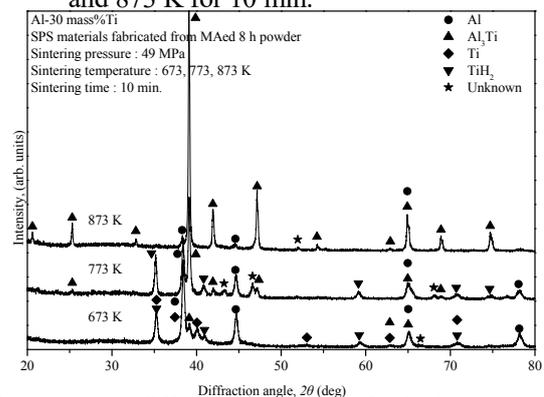


Fig. 2 X-ray diffraction pattern of Al-30 mass%Ti SPS materials fabricated from MAed 8 h powder at sintering temperature 673, 773 and 873 K for 10 min.

Table 1 Constituent phases in Al-30 mass% SPS materials fabricated from MAed 2, 4 and 8 h powder at sintering temperature 673, 773 and 873 K for 10 min.

MAed time (h)	Sintering temperature (K)		
	673	773	873
2	●◆▼	●▲◆▼	●▲▼
4	●▲◆▼	●▲▼	●▲
8	●▲◆▼	●▲▼	●▲

● : Al, ▲ : Al₃Ti, ◆ : Ti, ▼ : TiH₂

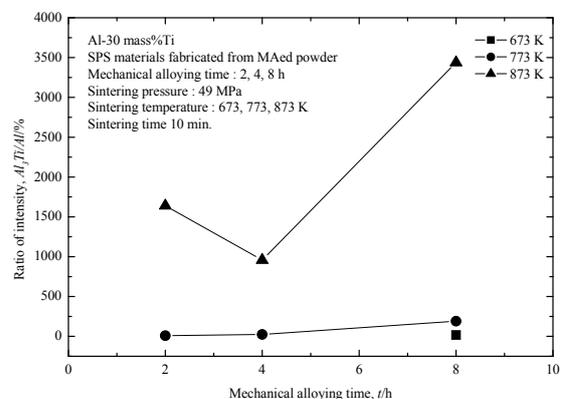


Fig. 3 X-ray intensity ratio of Al₃Ti in Al-30 mass%Ti SPS materials fabricated from MAed 2, 4 and 8 h powder at sintering temperature 673, 773 and 873 K for 10 min.