
摩擦押出しによる傾斜機能材料の 製造法の開発研究

0 3 6 5 0 1 0 2

平成4年度科学研究費補助金
(一般研究(C)) 研究成果報告書

平成5年3月

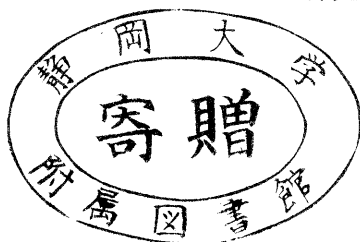
静岡大学附属図書館



030850321 8

研究代表者 中村保

(静岡大学工学部教授)



は し が き

研究組織

研究代表者： 中 村 保 （静岡大学工学部教授）
研究分担者： 田 中 繁 一 （静岡大学工学部助教授）
研究分担者： 平 岩 正 至 （静岡大学工学部助手）
研究分担者： 今 泉 晴 樹 （静岡大学工学部教務員）

研究経費

平成3年度	1 7 0 0	千円
平成4年度	4 0 0	千円

研究発表

- (1) T. Nakamura, S. Tanaka, M. Hiraiwa, H. Imaizumi & Y. Tomizawa
Friction-Assisted Extrusion of Thin Strips of Aluminium
Composite Material from Powder Metals, Annals of the CIRP,
Vol. 41, No. 1, 1992. 8.

研究成果概要

チタニウムとアルミニウム粉末の割合を系統的に変更した混合粉末を用いて、圧密成形と焼結・熱処理によってTi-Al金属間化合物がTi金属中あるいはAl金属母在中に分散した金属基複合材料の作製を試みた。また、混合粉末を圧密成形後、摩擦を利用した押し出し加工により薄板の成形を試み、さらにその薄板を焼結・熱処理することによりTi-Al系複合材料の成形プロセスについて検討した。これらの結果を踏まえて傾斜機能材料の製造の可能性について考察した結果、次のような結論が得られた。

(1) 十分な密度の圧密素材を得るためには、1GPa程度の圧密面圧が必要で、その圧密したままの素材の硬さはAlの硬さHV=50程度からTiの硬さHV=110程度まで上昇する。また、この素材の圧縮試験では、粉末同士の接合が不十分で延性がほとんど認められない。

(2) 圧密素材を焼結・熱処理した場合、400℃では焼きなましが生じて軟化するだけであるが、600℃・10hではTi-50at%AlではHV=80程度まで、Ti-10at%AlではHV=165程度まで上昇した。これはTiとAlが反応し、局所的にHV=550程度の硬質な組織が形成されたためであり、この組織は元素分析の結果、金属間化合物であることがほぼ確認された。

(3) 圧密素材を焼結・熱処理したのちの圧縮試験では、Ti-50at%Alの場合は熱処理温度が高く時間が長くなるほど延性が減少するが、Ti-10at%Alの場合は800℃・1hの熱処理で最大圧縮応力900MPa程度、限界圧縮ひずみ0.4程度まで達した。

(4) 混合粉末をアルミニウムカップ内で圧密した素材を用いて摩擦押し出しすることにより、Ti-50at%Alまでの薄板を成形することが可能になった。この摩擦押し出ししたまま薄板の硬さは、Ti-50at%AlでHV=65程度であるが、600℃・10hの熱処理でHV=200程度まで上昇した。

(5) 混合粉末を冷間で摩擦押し出ししたままの薄板の引張試験では、Ti粉末が多くなるほど引張強さ s_T が低下し延性も低くなるが、Alで $s_T=300\text{MPa}$ 程度、Ti-10at%Alで $s_T=270\text{MPa}$ 程度、Ti-50at%Alでも $s_T=140\text{MPa}$ が得られた。この薄板を熱処理すると、温度上昇に伴い引張強さが低下する。これは焼きなまし軟化による低下と、硬質脆性組織の生成によるものと考えられる。

目次	頁
1. 緒言	1
2. Ti-Al複合材料の成形プロセス	5
2 - 1 Ti-Al系複合材料	5
2 - 2 Ti-Al系複合材料の粉末成形	5
2 - 3 Ti-Al複合材料の成形プロセスの概念	6
2 - 4 摩擦押出しによる複合材料薄板の成形原理	11
3. 実験方法	13
3 - 1 供試粉末素材	13
3 - 2 粉末素材の混合方法	17
3 - 3 粉末素材の圧密成形方法	22
3 - 4 薄板の摩擦押出し成形	24
3 - 4 - 1 成形装置	24
3 - 4 - 2 成形方法	26
3 - 5 焼結・熱処理方法	29
3 - 5 - 1 圧密素材, および押出し薄板材の熱処理	29
3 - 5 - 2 チタン粉末の熱処理	29
3 - 6 機械的特性の評価	31
3 - 6 - 1 圧密成形体の特性評価	31
3 - 6 - 2 摩擦押出し薄板材の特性評価	32
4. 圧密, 焼結・熱処理による成形プロセス	36
4 - 1 圧密条件の決定	36
4 - 2 常温で圧密した素材の硬さと圧縮試験結果	41

	頁
4 - 3 焼結・熱処理による機械的特性の変化	48
4 - 3 - 1 硬さ試験結果	48
4 - 3 - 2 圧縮試験結果	60
4 - 4 酸化チタン粉末の圧密, 焼結特性	69
5. 薄板の摩擦押出しと焼結・熱処理による成形プロセス	73
5 - 1 押出し可能な成形条件の決定	73
5 - 1 - 1 押出し用圧密素材	73
5 - 1 - 2 摩擦押出しの成形条件	75
5 - 2 薄板の摩擦押出し成形による機械的特性の変化	79
5 - 2 - 1 摩擦押出しによる薄板の成形状態	79
5 - 2 - 2 硬さの変化	89
5 - 2 - 3 引張試験結果	96
5 - 3 焼結・熱処理による機械的特性の変化	104
5 - 3 - 1 組織, 密度の変化	104
5 - 3 - 2 硬さの変化	112
5 - 3 - 3 引張特性の変化	118
5 - 3 - 4 圧密-焼結体との比較	125
5 - 4. 熱処理後の摩擦押出しによる機械的特性の変化	129
5 - 4 - 1 押出し可能な条件の決定	129
5 - 4 - 2 熱処理後の摩擦押出しによる機械的特性	130
6. 傾斜機能材料薄板の成形の試み	135
7. 今後の検討課題	140
8. 結言	142

1. 緒言

金属基複合材料の製造には含浸法等の熔融を伴った鑄造に近い方法と、粉末素材を混合して成形する方法が考えられるが、後者は塑性加工の手法が使えるため、生産性の向上と加工中の材質強化等の利点がある。

粉末素材からの金属基複合材料の成形法としては図1に示すような方法が検討されている。各粉末を混合する方法としては、金属粉末同士を単純に混合するだけでなく、メカニカルアロイングと呼ばれる、粉末同士の分散および接合をより促進させる混合方法も試みられている。このように混合された複合粉末素材は、次の(1)~(3)のような圧密成形、焼結、温熱間塑性加工の組合わせの各工程を経て成形する方法が検討されてきた。

(1) 粉末冶金法では、圧密成形によりほぼ製品に近い形状に成形した後、機械加工を施し、焼結により製品強度を得る方法で超硬合金等の成形に実用されている。この方法では高靱性な焼結品を得るためにHIP等による高温高圧処理を施している。

(2) 焼結鍛造法はプリフォームを熱間鍛造することにより、圧密成形時の空孔を閉鎖し、拡散接合させる方法であるが、複合材料への適用はまだほとんど検討されていない。

(3) 粉末素材を直接あるいは金属容器中に封入して熱間の押出しを行い、棒材あるいは板状の素材に成形した後、

二次塑性加工により製品とする方法である。

これらの方法では、いずれも焼結あるいは温熱間塑性加工によって粉末粒同士の拡散接合強度の向上を図るという特徴を有する。しかし冷間状態でも粉末素材に高圧力下で極めて大きな塑性変形を与えることができれば、金属粉末粒子の大きな塑性変形あるいは金属粉末同士の相対移動や相対すべりにより、粉末成形体の密度や粉末粒子同士の圧接接合強度を顕著に高めることが可能になると考えられる。さらに、このような粉末成形体を焼結させることにより、粉末粒子間の拡散接合を一層助長することができると考えられる。

そこで本研究では、近年航空宇宙部門などで注目を集めているチタン材料について粉末成形の可能性を検討する。チタンの比重(4.5)は鋼(8.2)とアルミニウム(2.7)の中間であり、また耐食性に優れているため、軽量構造材料としてチタンをベースとする合金や複合材料の開発が進められている。チタンベースの合金や金属間化合物を含む複合材料は一般の工業材料に比べ常温延性に乏しく、加工性が極めて低い等の理由からコストが非常に高くなり、優れた特性をもつ新しいチタン材料の実用面への適用を妨げている。この点を改善する試みとして粉末からの成形を取り上げる。(1)(2)

本研究では純チタンと工業用純アルミニウムを混合した複合粉末素材から、圧密と焼結、熱処理により、どの

程度の機械的特性を有する複合材料が得られるかを検討する。また、本研究室で開発した摩擦押出しによる薄板の成形法⁽³⁾⁽⁴⁾を用いて、冷間で直接複合材料薄板を成形する方法の可能性および、その後の焼結、熱処理によりどの程度の機械的特性を持つ複合材料が得られるかについて検討する。さらにこれらの複合材料の製造法を発展させ、厚さ方向に材料特性の異なる傾斜機能材料の製造の可能性について検討を試みる。

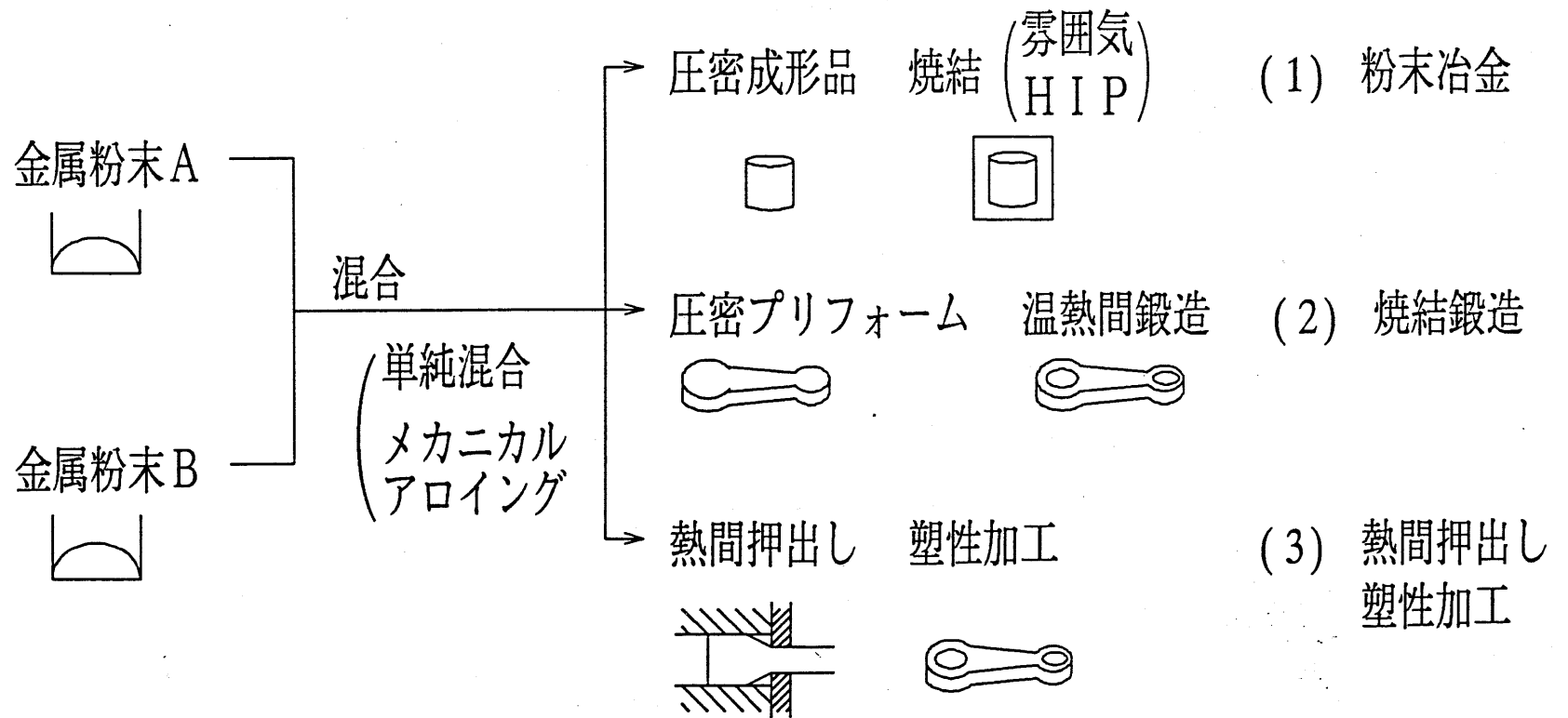


図1 粉末成形による金属基複合材料の成形法の分類

2. Ti-Al複合材料の成形プロセス

2-1. Ti-Al系複合材料

チタンは鋼やアルミニウムなどの工業用材料と比較して、比強度、耐熱性、耐食性に優れた材料である。近年航空宇宙産業や自動車産業などでは高性能化や軽量化の要求に応えるため、チタンをベースとする新しい合金の開発が進められている。

チタンに添加される合金元素は様々であるが、図2⁽⁵⁾に示す様にAlの効果は顕著である。従ってチタン合金は特にTi-Alをベースとして開発が進められている。図3⁽⁶⁾にはTi-Al系平行状態図を示す。図中に示されるTi-Al金属間化合物は特に耐酸化性と高温強度に優れた軽量耐熱材料として注目されている。

2-2. Ti-Al系複合材料の粉末成形

チタン合金は高い機械的強度と化学的安定性を持つ反面、塑性加工や、機械加工などの成形加工性が低いことや、良好な合金生成の困難さなどから、目的とする部品の加工コストが著しく高くなるという問題点があり、チタン合金の一般部品への適用を妨げている。

これらの問題を解決する方法として粉末冶金法によるNear Net Shape加工が考えられる。粉末冶金法によるTi-Al系合金の加工では次に挙げるような利点が考えられる。

- (1)合金生成および加工コストが低い。
- (2)溶融を伴った合金生成法で生じる偏析の問題が少ない。
- (3)溶融法では不可能な合金組成や組織制御、金属間化合物の生成などが可能になる。

チタン合金の粉末冶金では、(1)合金粉末法 (Prealloyed法) と、(2)素粉末混合法 (Blended Element法) がある⁽¹⁾⁽²⁾。合金粉末法はあらかじめ合金化した粉末を材料とし、HIP処理により直接固化する方法である。この方法で成形された部品は、機械的特性は溶製鍛造材と同程度にまで達するが、原料粉末が極めて高価であり、また成形プロセスが複雑であるため溶製鍛造材よりも高コストになってしまう。これに対し後者の素粉末混合法では、機械的特性は溶製鍛造材や合金粉末法に比べ多少劣るが、原料粉末、成形プロセスともに低コストである。

本研究では後者の素粉末混合法について検討する。

2-3. Ti-Al複合材料の成形プロセスの概念

本研究ではTi-Al系複合材料の強化の方法として、次の(1)~(3)の可能性について検討する。

(1)Ti-Al金属間化合物による成形体の全体強化

Ti-Alの金属間化合物を生成する原子量%50:50の混合粉末材料を用いて、圧密成形あるいはさらに塑性加工を行ったのち、Ti-Alの反応を起こさせ、成形体全体

に Ti-Al 金属間化合物を形成させる。

(2) Ti-Al 金属間化合物の分散強化

Ti 粉末量を多くし、Ti 基中に Ti-Al 金属間化合物を分散させ、分散強化をねらう。

(3) Ti-Al 金属間化合物による Al 成形体の分散強化

Al 粉末量を多くし、Al 基中に Ti-Al 金属間化合物を分散させ、Al 成形体の分散強化をねらう。

このような Ti-Al 複合材料の強化を図るための成形プロセスとして、図 4 に示す方法を提案した。

第一に、純アルミニウム粉末と、粒径の異なる 2 種類のチタン粉末を用いた。次にこの粉末を混合する方法として単純混合とボールミルによる機械的混合（メカニカルアロイング）を取り上げた。このメカニカルアロイングは粉末同士の分散、接合をより促進させる混合方法である。混合率は、先に示した複合材料の強化の方法により変化させた。その混合粉末素材を圧密成形し、その圧密特性および焼結・熱処理による機械的特性の変化を調べる。

次に、本研究室で開発した摩擦押出しによる薄板の成形法により、混合圧密素材に大きな塑性変形を与え、粉末粒子の冷間状態での分散および接合の可能性を検討した。さらにこの薄板を熱処理し、粉末同士の接合を促進させた。また圧密成形体を熱処理し、その後摩擦押出し

成形を行い、粉末粒子の分散、接合を試みた。

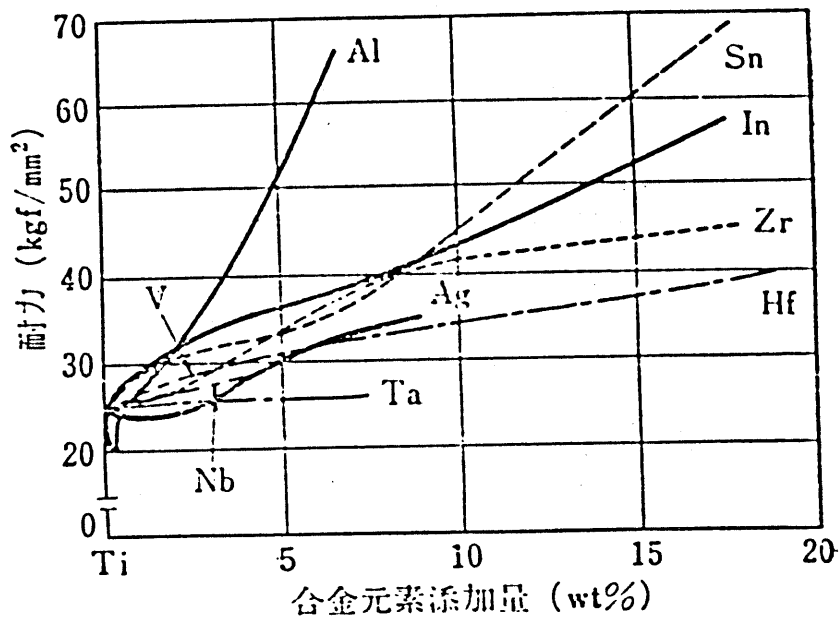


図2 チタンの耐力におよぼす添加元素の影響

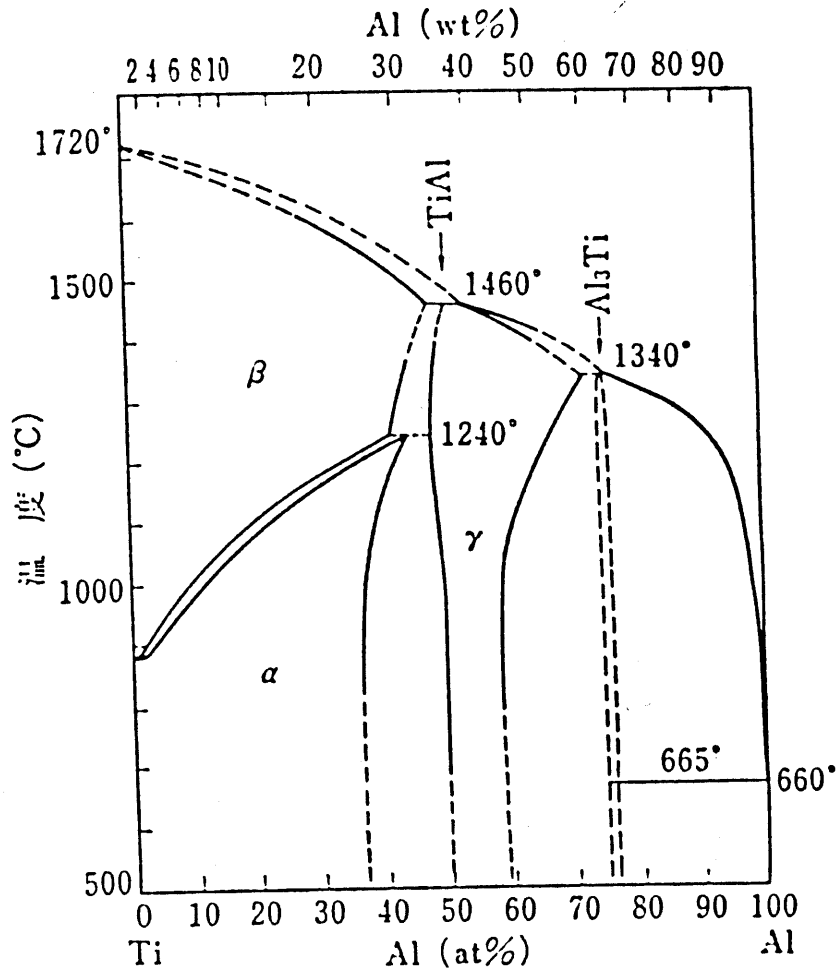


図3 Ti-Al系二元状態図

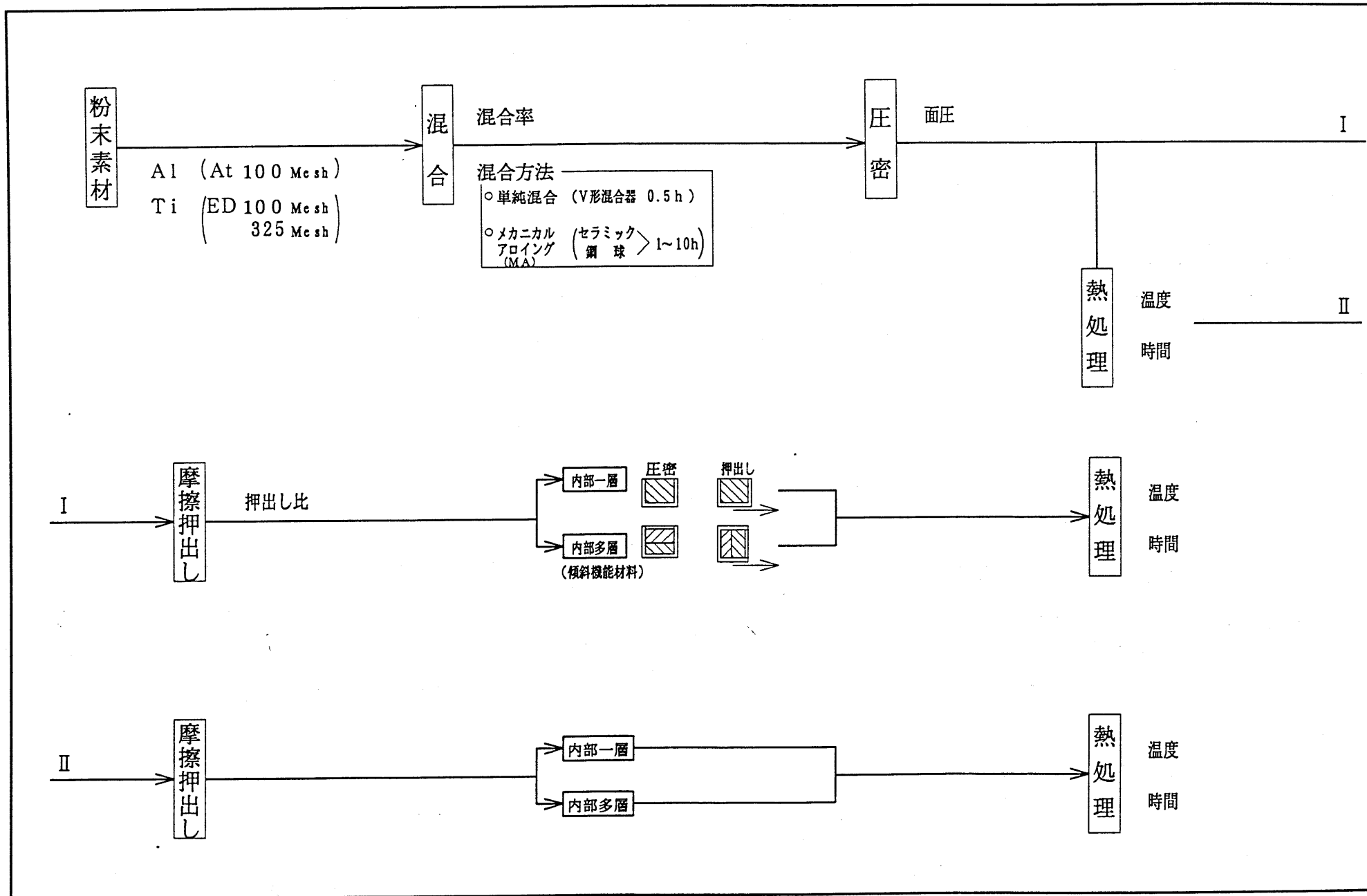


図4 粉末複合材料成形プロセス

2-4. 摩擦押出しによる複合材料薄板の成形原理

本研究では圧密素材に大きな塑性変形を与える方法として、本研究室で開発した摩擦押出しによる薄板の成形法を用いる。図5に摩擦押出しによる薄板の成形原理を示す。コンテナ内に挿入した素材をパンチにより加圧してアンビル上面に所定の面圧で押し付け、固着摩擦の状態アンビルをプレスの横押しラムにより水平に駆動する。このときアンビル上面に働く摩擦力により素材はダイの開口部から流出し、薄板が成形される。

この摩擦押出しによる薄板の成形法では、材料は図に示す速度不連続線で極めて大きなせん断変形を生ずるという特徴を有する。またこのせん断変形による塑性変形のため、パンチ面圧が通常の押出しに比べて極めて低くなるという利点を有する。

本研究では、この摩擦押出し成形の特徴を活かして、複合粉末素材から冷間で直接複合材料薄板を成形する。すなわち、図6に示すように、圧密した複合粉末材料を摩擦押出しすると、アンビル上面近傍で粉末素材が高面圧下で大きなせん断変形を生じ、粉末同士の相対すべりや変形による接合が助長される可能性が高まる。

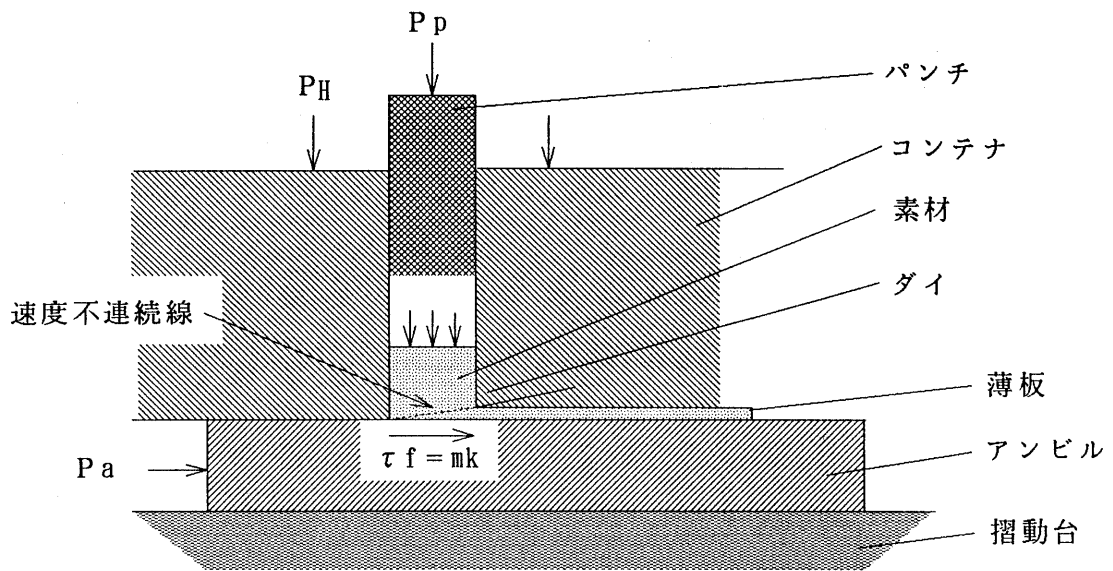


図 5 摩擦押出しによる薄板の成形原理

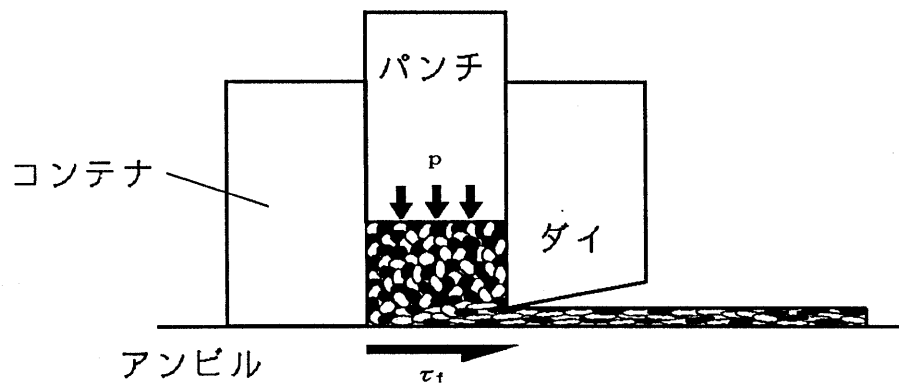


図 6 摩擦押出しによる複合材料薄板の成形原理

3. 実験方法

3-1. 供試粉末素材

本実験では供試粉末材料として表1に示すような工業用純アルミニウム粉末と、粒径の異なる2種類の工業用純チタン粉末を用いた。表2と表3には、各粉末の成分を、図7には各粉末のSEM写真を示す。この図からアルミニウム粉末は角のない塊状であるのに対し、チタン粉末は細かい樹状の粒子が凝集して1つの粒子を形成していることがわかる。

表1 供試粉末

	製法	呼称	mesh	粒径 (μm)
Al	アトマイズ	At	100	<149
Ti	電解質沈澱	ED	100	<149
Ti	還元	UR	325	<44

表2 アルミニウム (At-100) 粉末の成分

成分	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Ti+V	Oth
wt%	99.79	0.06	0.15	tr	tr	tr	tr

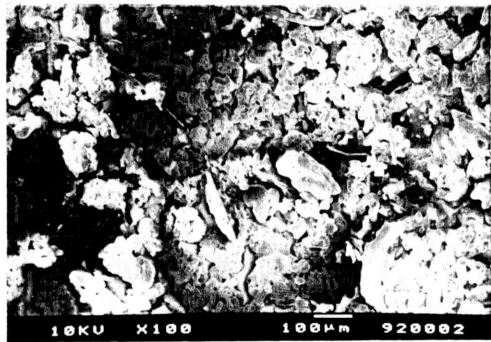
表3 チタン (ED100) 粉末の成分

成分	Ti	O	N	C	Fe	Chl
wt%	99.99	0.08	0.01	0.01	0.01	0.16

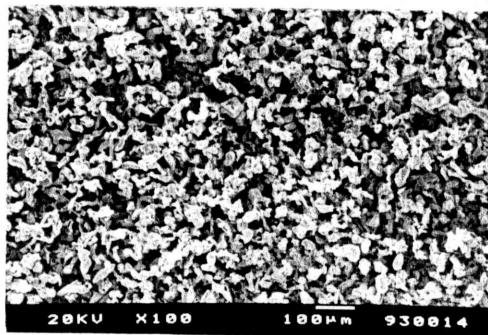
チタン (UR325) 粉末はこれに準ずる。



Al (At-100)



Ti-100メッシュ (ED-100)



Ti-325メッシュ (UR-325)

図7 供使粉末素材のSEM写真

また純チタンは高温で非常に酸化され易く、チタンに固溶される酸素の量はその機械的特性や被加工性に大きく影響している。一般にチタンは酸素の含有量が増加すると非常に硬くなるが、室温で非常に脆性的になることが知られている。そこでチタン粉末を空气中で加熱して粉末表面に酸化膜を生成させ、この酸化チタン粉末を圧密、塑性成形させ、硬化した酸化チタンを成形体内に分散させ、成形体を強化する方法の可能性を検討する。

純チタンは図8(7)に示すように温度によって表面に生成する酸化チタンの成分が異なり、それは表面の色の変化により判別できる。本研究ではチタン粉末の加熱温度を600℃一定とし、加熱時間を10、30、60分に変化させた。酸化させたチタン粉末の表面写真とSEMによる写真を図9に示す。この図のスコープ写真で、10分加熱した粉末の表面は濃い青色をしており、時間を長くするに従い灰色に変化している。またSEM写真では加熱時間の違いによる粉末粒子の形状の違いは観察されなかった。

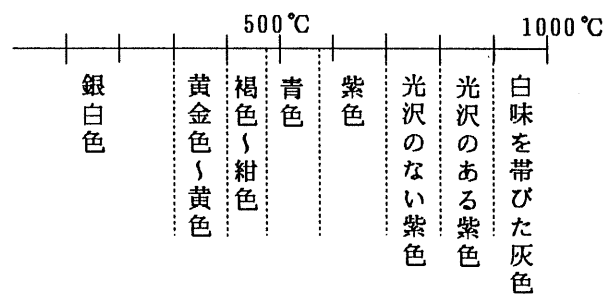
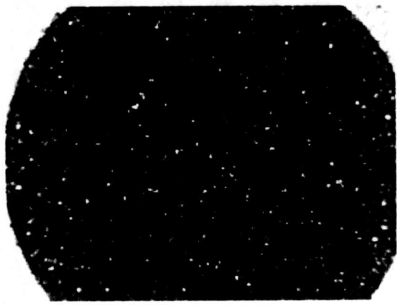


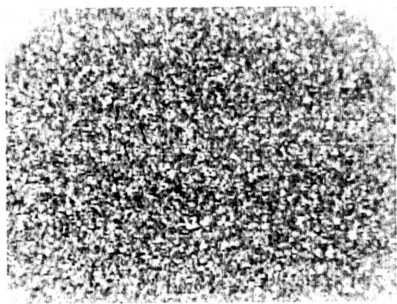
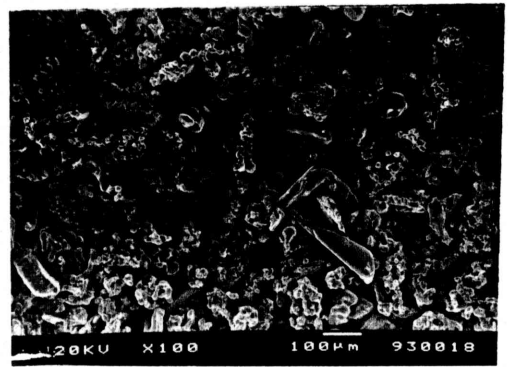
図8 チタンの空气中加熱による表面の変色

スコープ写真

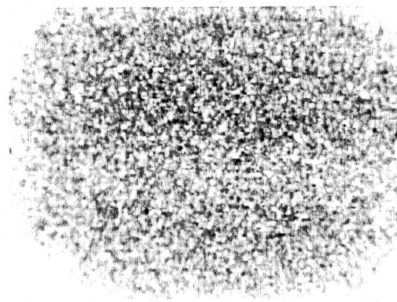
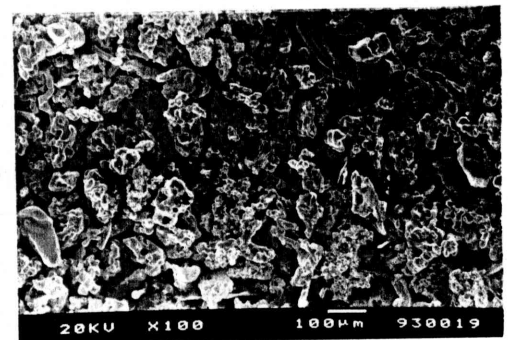


600°C 10分

SEM写真



600°C 30分



600°C 60分

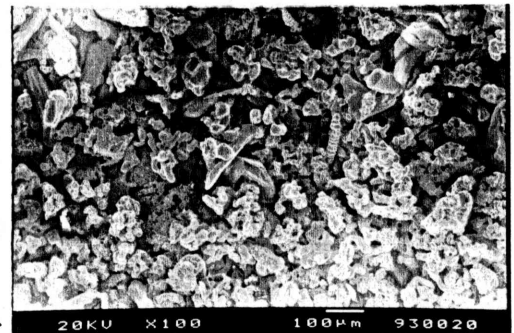


図9 酸化したチタン粉末の写真

3-2. 粉末素材の混合方法

粉末素材の混合率は表4に示す7種類とした。

本論文中では粉末の混合率をTi-50at%Alのように示している。また表5には各混合率の混合粉末素材の理論密度を示す。

表4 複合粉末素材の混合率

at%Al	0(Ti)	10	30	50	70	90	100(Al)
wt%Al	0	6	19	36	57	84	100

表5 複合粉末素材の理論密度

混合率 at%Al	0(Ti)	10	30
理論密度 ρ^0 (g/cm ³)	4.507	4.400	4.156

50	70	90	100(Al)
3.856	3.480	2.997	2.699

また一回の混合量は粉末の総重量が約30g以下となるように電子天秤により定量した。

混合方法は次に挙げる2種類とした。

(1) 単純混合

それぞれの混合率に定量した各粉末をガラス製のV型混合容器に挿入し、Ti粉末の酸化を防止するためアルゴンガスにより置換した後、混合器で0.5時間混合を行った。置換の際には、混合容器を軽く振り、置換を促進させた。

(2) ボールミルによる混合

本実験ではステンレス製とセラミック製の二種類のポットのボールミルを用いた。ボールミルのポットはステンレス製、セラミック製とも内径約75mm、深さ約100mm、内容量約440cm³である。混合時間は1, 2, 5, 10時間とした。その他の条件を表6に示す。

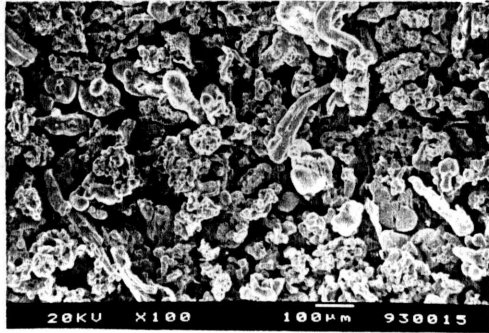
ポット内は単純混合と同様に真空脱気後、アルゴンガスにより置換した。セラミック製ポットにはガス置換用のバルブがないため、チャック付きポリ袋に各粉末およびボールを挿入し蓋を軽く閉めた状態のポットを入れ、ポリ袋全体を真空脱気した後、ポリ袋内にアルゴンガスを充満させ置換を行い、袋の中でポットを完全に密閉した。真空脱気およびガス置換の際には、ポットを軽く振り、ポット内の脱気、置換を促進させた。

表 6 ボールミル条件

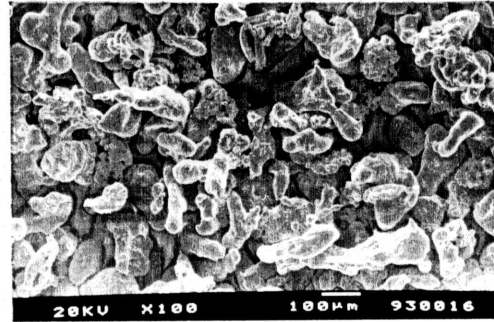
ポット	ボール		
材質	材質	直径(mm)	個数
ステンレス	鋼	20	39
セラミック	セラミック	19, 14	15, 15

	空隙率
ステンレス	63%
セラミック	83%

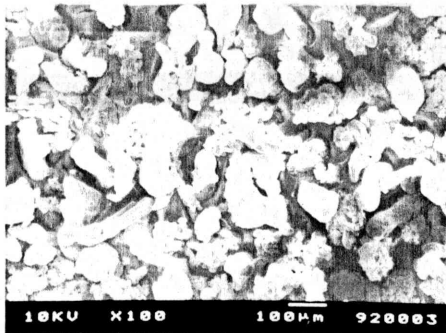
各混合粉末のSEM写真を図10に示す。この図において単純混合の粉末素材ではそれぞれの粉末が変形せずに混合されているのに対し、ボールミルでは各粉末の凝集、破碎が起こっており、チタンとアルミニウムの区別が出来なくなっている。またステンレスボールミルで時間を変えて混合を行った粉末では、2時間までは各粉末が凝集して大きな塊状になり、5時間ではその塊状の粉末が破碎され粒径の小さな粉末が現れている。10時間では再び粉末の凝集が起こり大きな塊状になっている。またセラミックボールミルはステンレスに比べボールの重量が小さいため粉末の変形が穏やかである。



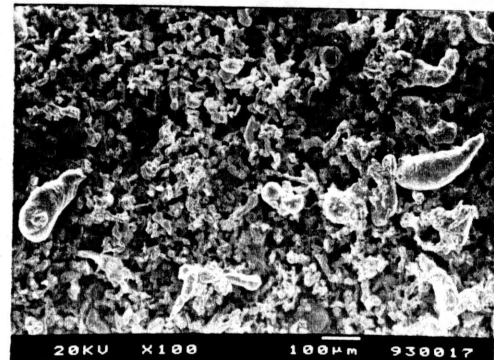
Ti-10 at%Al Ti-100メッシュ



Ti-90 at%Al Ti-100メッシュ



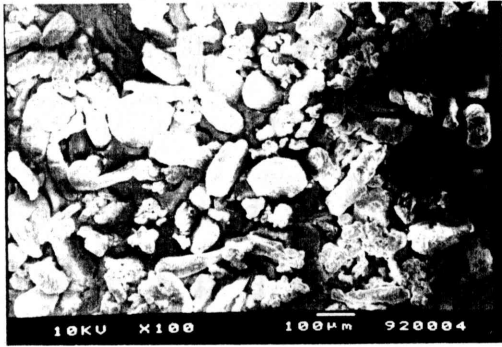
Ti-50 at%Al Ti-100メッシュ



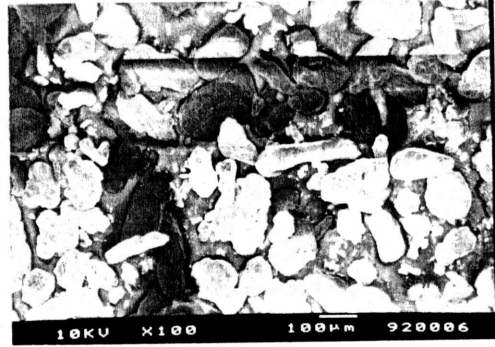
Ti-50 at%Al Ti-325メッシュ

単純混合

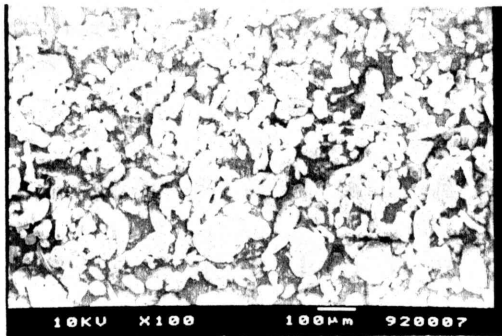
図 10-1 混合粉末のSEM写真



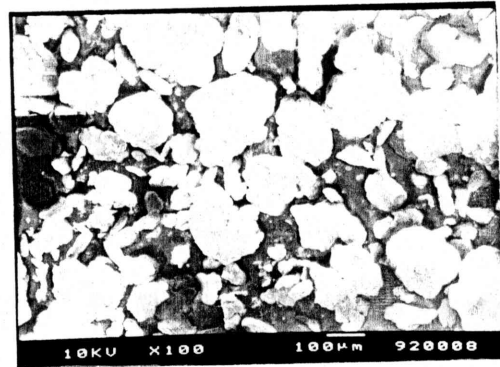
ステンレスボールミル 1h



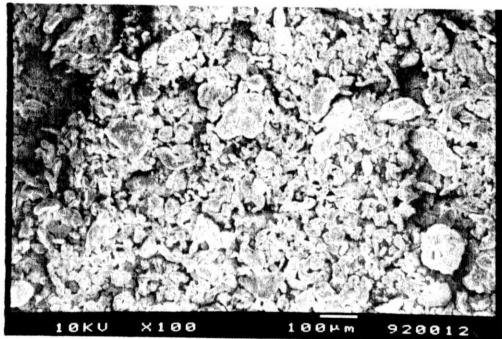
ステンレスボールミル 2h



ステンレスボールミル 5h



ステンレスボールミル 10h



セラミックボールミル 5h

Ti-50at%Al Ti-100メッシュ

図10-2 混合粉末素材のSEM写真

3-3. 粉末素材の圧密成形方法

図11に粉末素材の圧密成形装置を示す。この装置を油圧プレス（KTPM100，最大荷重1MN）に固定し，油圧ラムによりパンチを介して粉末素材を圧密する。

粉末素材は成形後の圧密体の高さが $h=5$ または 10mm となるようにあらかじめ電子天秤により重量測定した。ゴムハンマーとパンチにより粉末を平らにした後，所定の面圧で粉末素材を圧密する。圧密成形では粉末とダイ壁面との摩擦をできるだけ小さくするため，コンテナ内面とパンチ面は二硫化モリブデン乾燥皮膜により潤滑を行う。圧密成形時の荷重速度は 0.02mm/s とした。

図12に示すように圧密と焼結，熱処理による強度特性評価の実験では直径 $d=13\text{mm}$ の円形ダイを用いた。一方，摩擦押出し用圧密素材では $9.6\times 9.6\text{mm}$ で角部に $R=2\text{mm}$ のある正方形ダイを用いた。

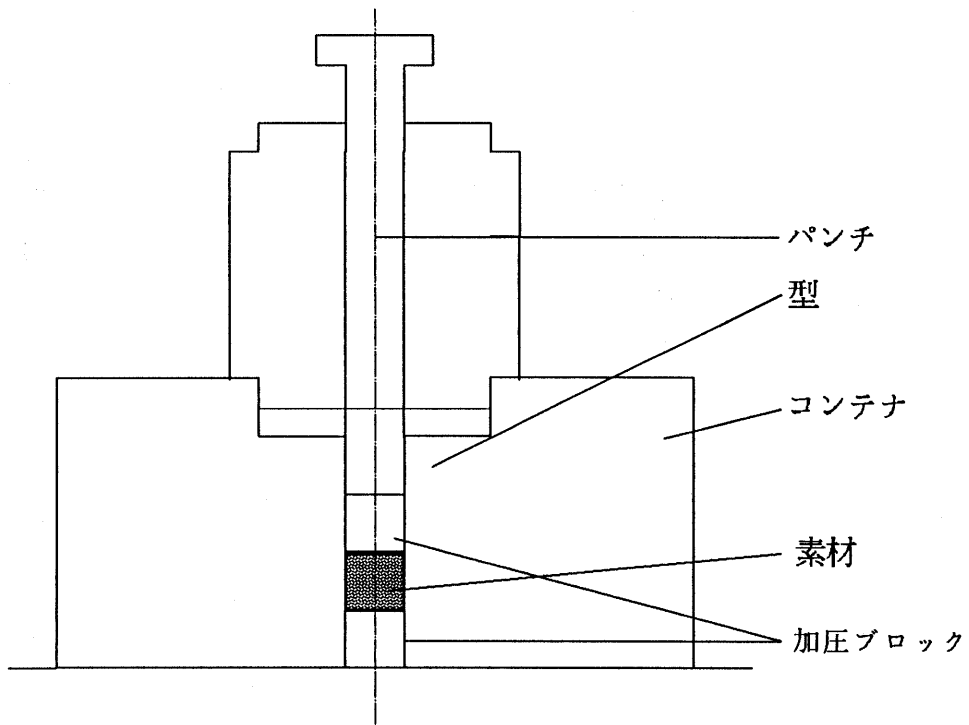


図 11 素材の圧密方法

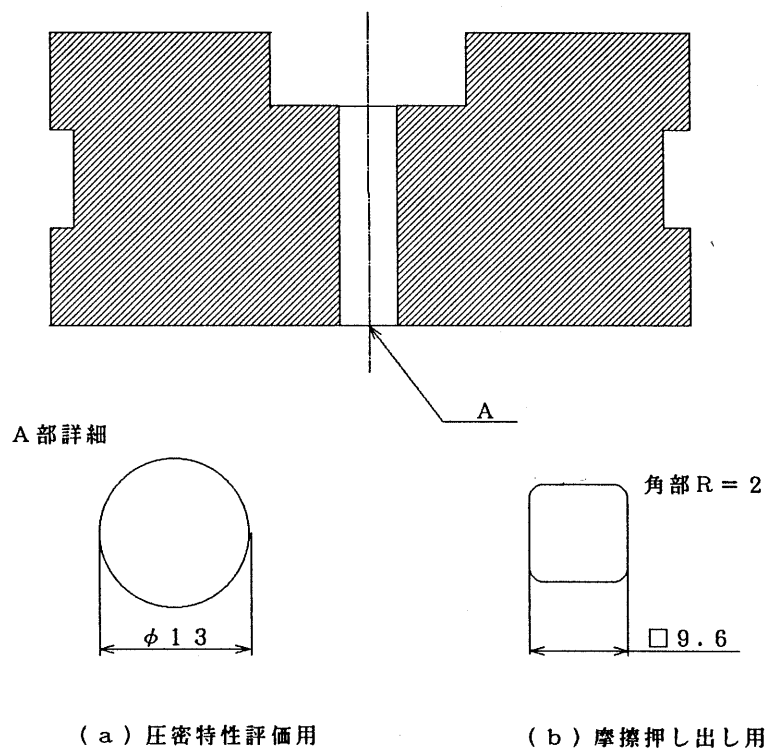


図 12 圧密用ダイ

3-4. 薄板の摩擦押し出し成形

3-4-1. 成形装置

図13に薄板の摩擦押し出し成形装置の概要を示す。この装置は、ダイセットを多軸動油圧プレス（KTPM20-15-10-10、インナーラム最大荷重20t、アウターラム最大荷重15t、横押しラム最大荷重10t、下部ラム最大荷重10t）にセットしたものである。コンテナはアウターラムにより下部ダイホルダーに固定されるが、アンビル面にはこの荷重はかからない構造となっている。パンチ荷重はパンチ押し棒を介してインナーラムにより負荷され、素材をアンビル面に押し付ける。アンビル駆動力は横押し棒を介して横押しラムにより負荷される。図14に示すようにコンテナの一方にはダイ開口部を設けた。この開口部隙間は表7に示すように $h=1, 0.5, 0.25\text{mm}$ とした。表の中の押し出し比はそれぞれを $R=10, 20, 40$ である。ダイ開口部を含むコンテナ中央部は超硬合金（V4）製焼きばめであり、ダイ開口部のベアリング部は長さは 0.5mm 、表面粗さ $R_{m.a.x}=0.2\mu\text{m}$ である。アンビルは合金工具鋼（SKD11）製（HRC=60）で、ラッピングにより、 $R_{m.a.x}=0.1\mu\text{m}$ 程度の鏡面とした。

表7 押し出し比Rとダイ開口部隙間

押し出し比 R	10	20	40
開口部隙間 h (mm)	1.0	0.5	0.25

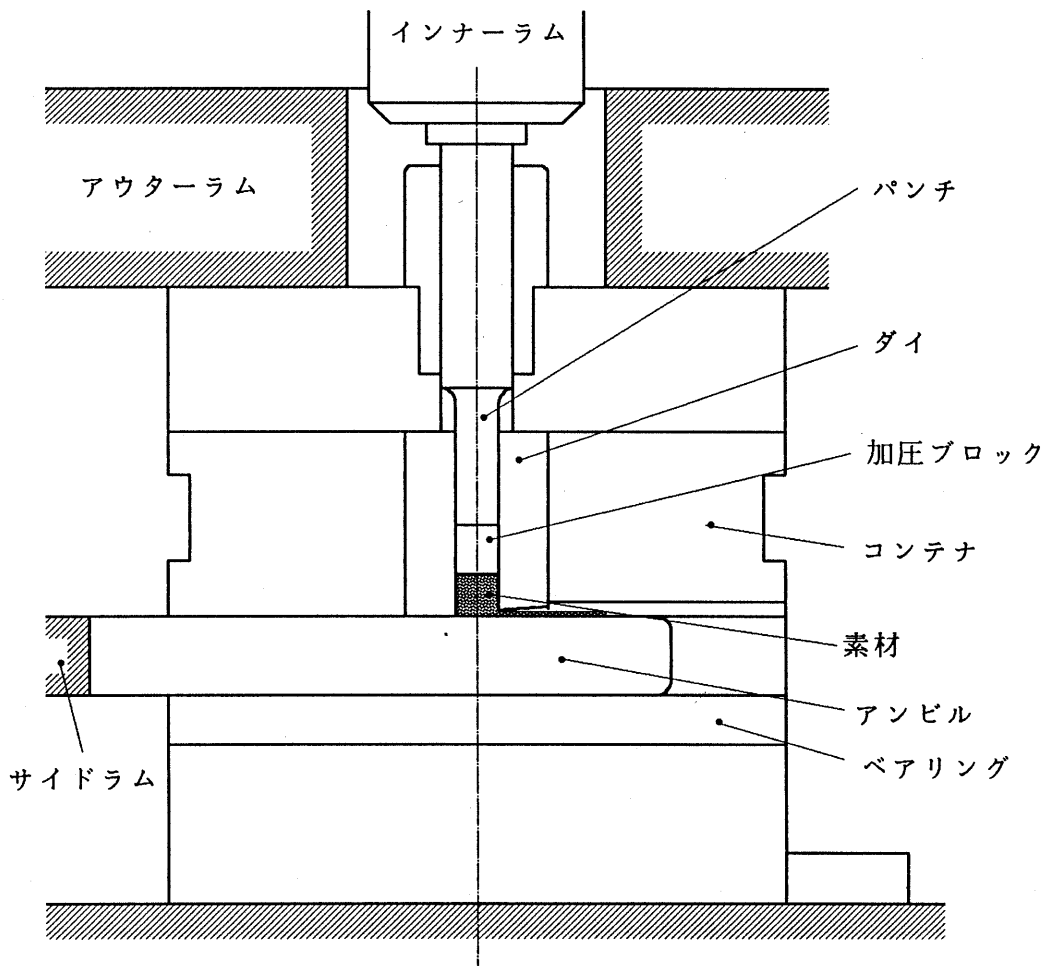


図 13 摩擦押出し成形装置

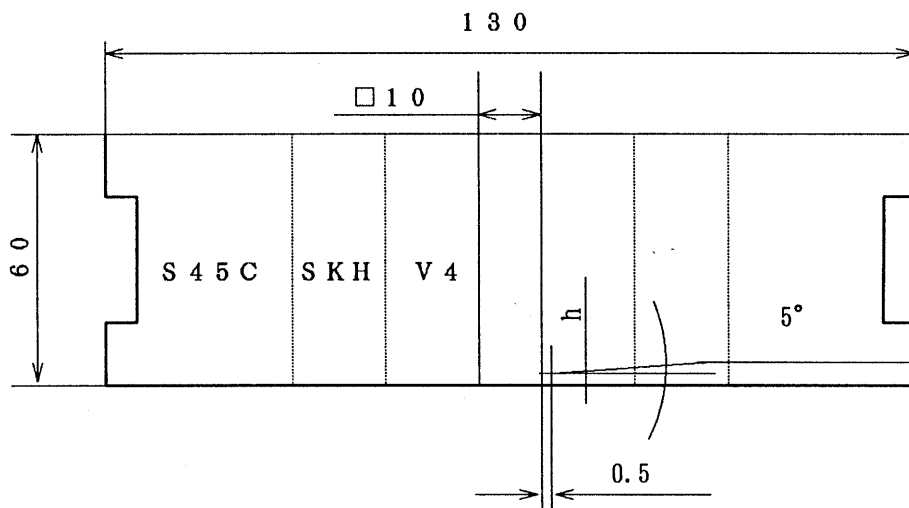


図 14 摩擦押出し用コンテナ

3-4-2. 成形方法

押出し用ダイセットにアンビル、コンテナをセットし、コンテナ内にあらかじめ成形した圧密素材と加圧ブロックを挿入する。次にアウターラムによりコンテナを押さえ、インナーラムによりパンチを介して素材に面圧をかける。パンチ面圧（インナーラム）、コンテナ押え力（アウターラム）とも定常になった後、横押しラムによりアンビルの水平移動させる。成形時のアンビル横押し速度は 0.26 mm/s とし、押出し長さ（アンビル移動距離）は $L = 40 \text{ mm}$ とした。

摩擦押出しではアンビル面と素材との間が固着摩擦状態となるのが理想的であるため、アンビル面はトルエンにて脱脂洗浄した無潤滑状態とする。またコンテナ内面は二硫化モリブデン乾燥皮膜、アンビル下側の摺動面は二硫化モリブデン・グリースによりそれぞれ潤滑を行う。

摩擦押出しによる薄板の成形では図14に示す正方形ダイを用いた。粉末素材を圧密し、摩擦押出しを行った結果、チタンのアンビル面への凝着が著しく、成形が困難であった。そこで図15に示すアルミニウム素材を図16に示すパンチにより、圧密ダイ内で後方押出しすることにより、図17に示すようなアルミニウムのカップを成形し、その中に粉末素材を圧密する方法を用いた。

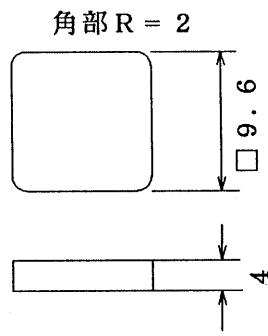


図 15 カップ作成用アルミニウム素材

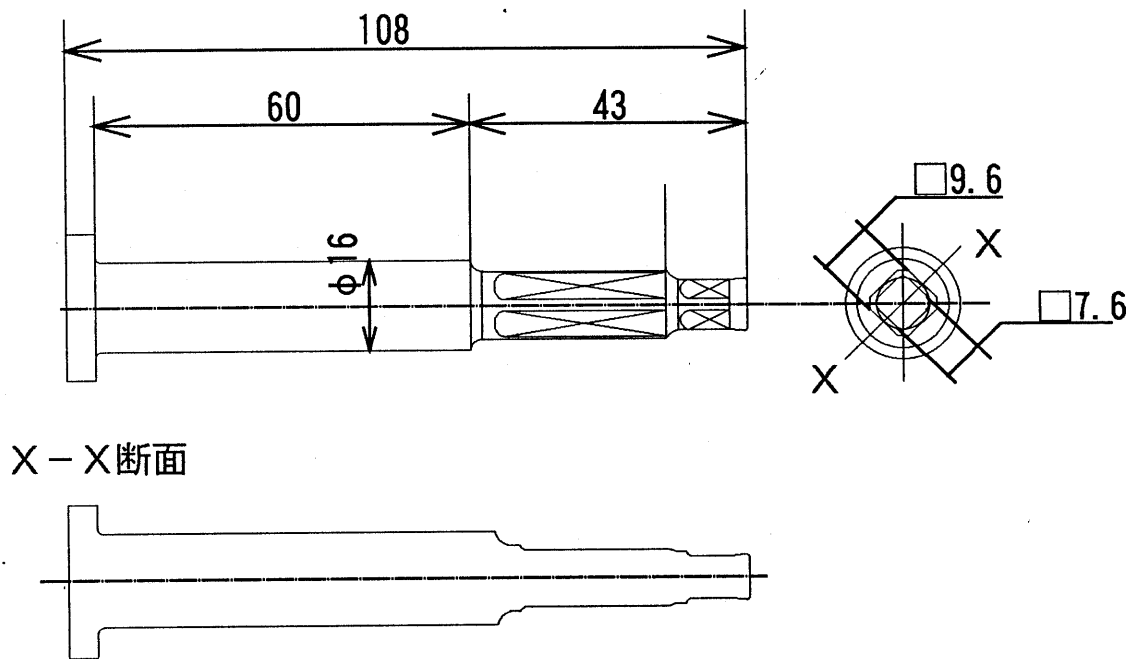
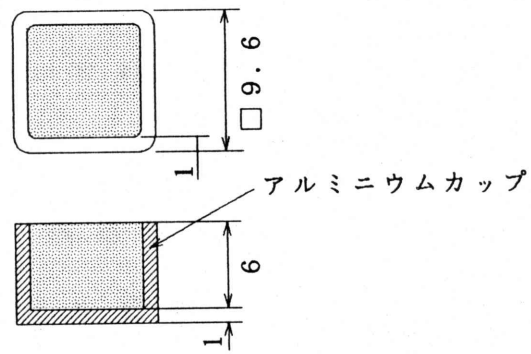
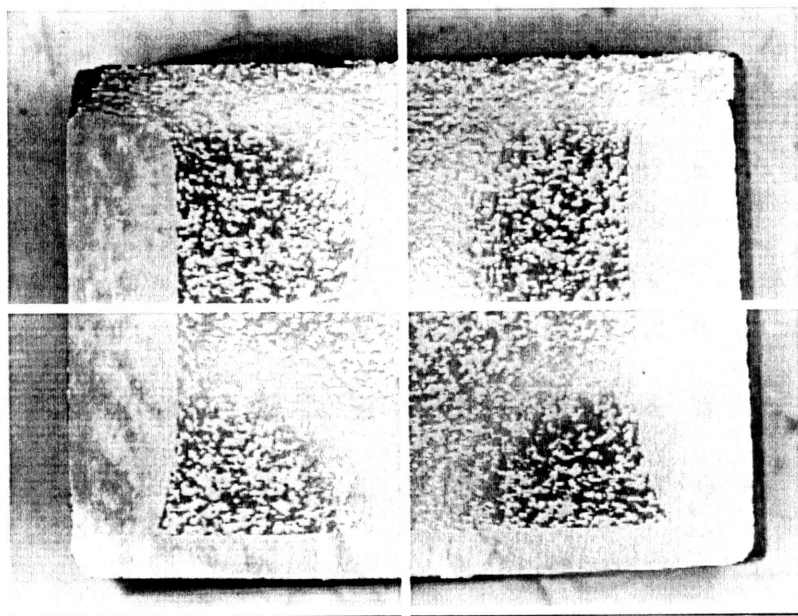


図 16 カップ作成用パンチ



(a) 模式図



(b) 縦断面写真 Ti-50at%Al

図17 摩擦押出し用圧密素材

3-5. 焼結・熱処理方法

3-5-1. 圧密素材, および押出し薄板材の熱処理

圧密素材および押出し薄板材の熱処理はガス雰囲気高温炉(～1500℃)で行った。この炉の概要を図18に示す。素材を図中のセラミック製炉心管に挿入し、熱処理温度は400～1000℃、熱処理時間は1～10時間とした。熱処理の際、素材の酸化を抑制するため、炉内を不活性ガスであるアルゴンガスにより置換した。

熱処理温度と時間の制御は炉前面にある制御装置により行う。制御装置により熱処理温度、時間を設定し炉内を設定温度に加熱する。加熱中は過熱防止のため冷却水を流し、またガス置換用のバルブを開けておく。炉内温度が設定温度より20～30℃低い温度に達したのち、アルゴンガスの置換を開始する。アルゴンガスポンベと炉心管の蓋のバルブをゴムチューブで接続し、アルゴンガスをパイプに流す。炉内温度が設定温度より約5℃程度低い温度に達した後、鋼板製の皿に素材を置き、これを炉心管内に挿入し、熱処理を開始する。さらにアルゴンガスを10分程度流した後、炉心管両側のバルブを閉じる。熱処理中はゴムチューブを外しておく。

3-5-2. チタン粉末の熱処理

チタン粉末表面の酸化処理は焼鈍用マッフル炉中で600℃に加熱して行った。チタン粉末をセラミック製容器

に入れ、これを炉内に挿入し、空気雰囲気中で加熱した。加熱中は10分ごとに粉末を攪拌して、全体が均一に酸化するようにした。

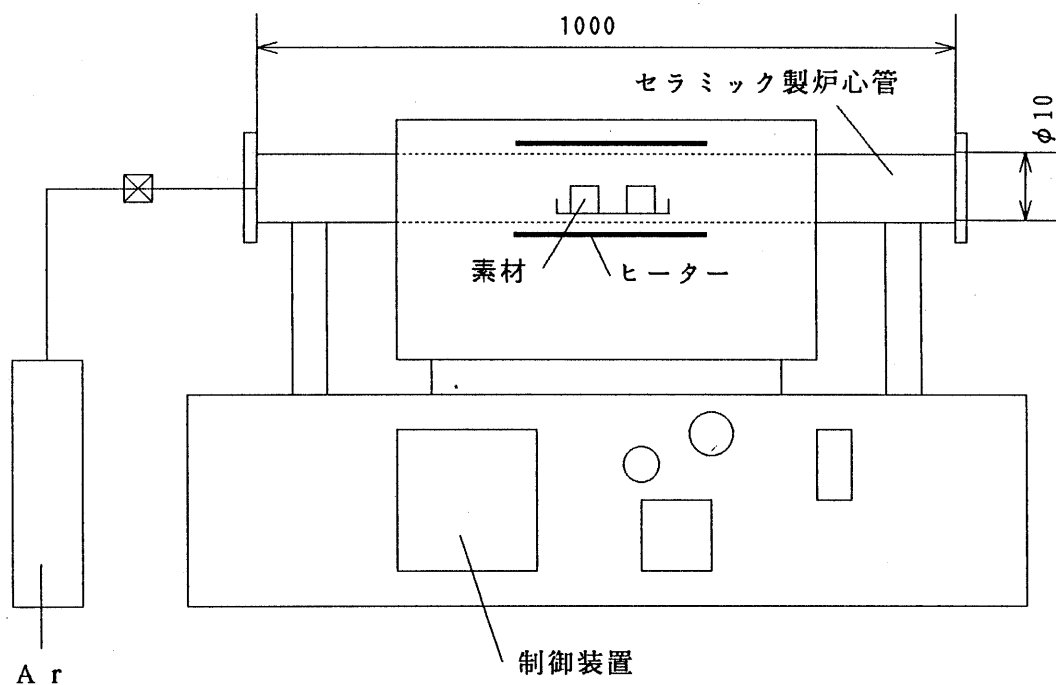


図18 高温ガス雰囲気炉

3-6. 機械的特性の評価

圧密成形体および摩擦押出し薄板材は、粉末素材の混合方法、混合率、さらに成形条件や熱処理条件を変更して、それぞれの機械的特性の評価を行う。

3-6-1. 圧密成形体の特性評価

(1) 密度

圧密成形体の密度は相対密度で示す。相対密度とは成形体の寸法と重量から求められる密度と、表5に示す各粉末の密度と混合率から求められる混合粉末の真密度との比で表す。

(2) 硬さ

圧密成形体の硬さはビッカース硬さ試験機を使用して測定を行った。試験荷重は10kgである。硬さの測定は圧密成形品の上下端面と、高さ h の成形品の縦断面をとり、上端面から $h/2$ 、 $h/4$ 、 $h/8$ の箇所について行った。またマイクロビッカース硬さ試験機を用いて、微小領域の硬さを測定した。その荷重は25gである。

(3) 圧縮試験

圧縮試験は100トン万能試験機を用いて、SKD製の圧板により行った。圧縮試験では圧板と試験片の間の摩擦が試験片端面の自由変形を妨げ、純粹な単軸圧縮応力を求めることが困難となる。そこで圧板と試験片の間の潤滑剤として、摩擦抵抗のほぼ無視できるPTFE膜と高粘度鈹

油を用いた。さらに圧縮量 $\Delta h = 0.5 \text{ mm}$, 圧下率 5%ごとに新しい潤滑剤と取替える繰返し潤滑を行った。またそのつど試験片高さ h_n を測定し、圧縮力 P から真応力 σ と真ひずみ ε を計算し、塑性曲線を求めた。この塑性曲線を n 乗硬化式 $\sigma = F \varepsilon^n$ で近似したときの n 値, F 値を求めた。

圧縮速度は、弾性変形域では荷重速度 2 kN/min 一定で行い、塑性変形域では圧縮速度 5 mm/min 一定で約 0.5 mm ずつの逐次圧縮量ずつ圧縮した。そして試験片にクラックが入るまで繰返し逐次圧縮を行った。

(4) 組織観察

圧密成形品を縦方向に切断し、切断面をバフ研磨した後、粉末の拡散、接合の様子を走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察する。走査型電子顕微鏡により焼結後の圧密成形体断面の成分分析を行う。

3-6-2. 摩擦押し出し薄板材の特性評価

(1) 密度

押し出された薄板を先端から長さ約 10 mm ずつの小片に切断し、それぞれの小片の寸法と重量を測定する。押し出された板材は図 19 に示すように Ti-Al 混合層がアルミニウム層に被覆された状態になっている。そこで板材断面の左右両側のアルミニウム層の幅をそれぞれ 1 mm とし、アルミニウムの密度から求めたこの部分の重量と板材の重量の差を混合層の重量とし、混合層の重量と寸法から密度

を求め、真密度との比を相対密度とした。ただし上下面のA1層は不均一となるため、そのA1部分による密度変化は考慮していない。そのためここで定義した相対密度は便宜的なものである。

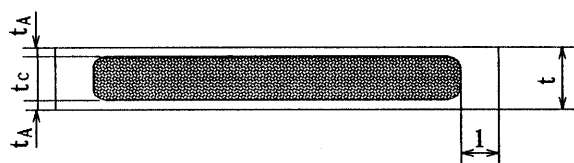


図19 薄板断面の模式図

(2) 硬さ

押出された薄板をエポキシ樹脂で固めた後、図20に示すように切断し、切断面をバフ研磨した後、マイクロピッカース硬さ試験機で測定を行った。試験荷重は500gとした。

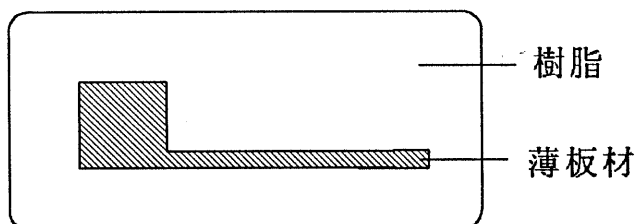


図20 樹脂に埋め込んだ薄板の断面図

(3) 引張試験方法

N C フライス盤により、薄板を図 21 に示す形状寸法の引張試験片に切削する。引張試験片に標線（標点距離約 8 mm）をマーカーで描いた後、標線間の厚さ、幅を測定しその平均値を求める。標点距離は投影機により測定する。

引張試験はコンピュータ計測制御式万能試験機（島津製作所、AGS-100A）を使用し、クロスヘッド移動速度は 1 mm/min とした。また引張試験は同一条件の板材についてそれぞれ 2 回ずつ行う。引張試験の結果は引張強さと全伸びにより評価した。

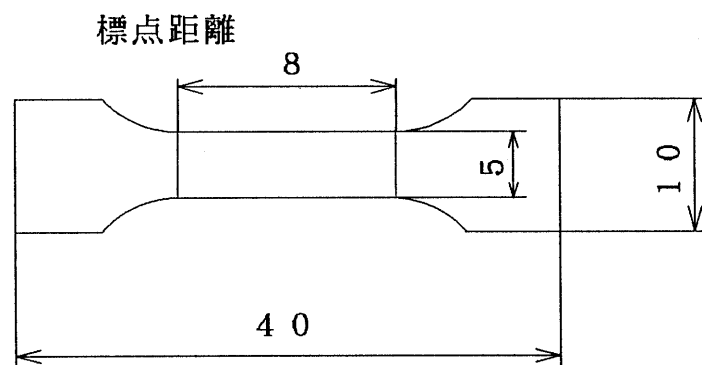


図 21 引張試験片

(4) 組織観察

硬さ試験と同様に、エポキシ樹脂で固めた試験片の断面をバフ研磨し、走査型電子顕微鏡およびマイクロ스코ープにより薄板内部の材料流れ、接合の状態を観察する。

走査型電子顕微鏡により焼結後の板材断面の成分分析を行う。

4. 圧密, 焼結・熱処理による成形プロセス

4-1. 圧密条件の決定

図 22 は チタン粉末 100メッシュとアルミニウム 100メッシュを各混合率で単純混合した混合粉末について, 成形高さがほぼ 5 mm となるように圧密成形した場合の相対密度を示している。この図で圧密面圧 $P_c = 500 \text{ MPa}$ の場合には, アルミニウムの混合率が 70 at% 以下では相対密度が 88 ~ 90% 程度であるが, Al = 90 at% と 100 at% では 95% 以上に達している。一方パンチ面圧 $P_c = 1000 \text{ MPa}$ では, 50 ~ 70 at% Al で極小値 93% を示し, Ti のみで 96%, Al のみで 99% に達している。このように異種混合粉末では圧密が生じ難くなることがわかる。なお, 本章の実験では圧密面圧は 1000 MPa とした。

図 23 は 圧密成形高さを 5 mm と 10 mm に変化させ, コンテナ壁面の摩擦の影響を調べた。コンテナ壁面の潤滑は MoS_2 乾燥皮膜により行った。この図から成形高さが 5 mm の場合と 10 mm で, 相対密度にほとんど差はないことがわかる。そこで圧縮試験のやり易さ等の理由から成形高さは 10 mm とした。

図 24 は 粉末の混合方法の影響を調べた結果である。すなわち, 単純混合, ステンレスボールミルおよびセラミックボールミルで混合した粉末を, 圧密面圧 $P_c = 1000 \text{ MPa}$, 成形高さ $h = 10 \text{ mm}$ で圧密したときの相対密度の違いを表している。ステンレスボールミルとセラミックボールミル

では大きな違いはないが、ボールミルによる混合では50 at%以下で単純混合に比べ相対密度が2～3%低くなっている。これはボールミルによる混合では粉末が塑性変形して加工硬化するため、圧密時に粉末同士の変形による充満が起こり難くなったためと考えられる。

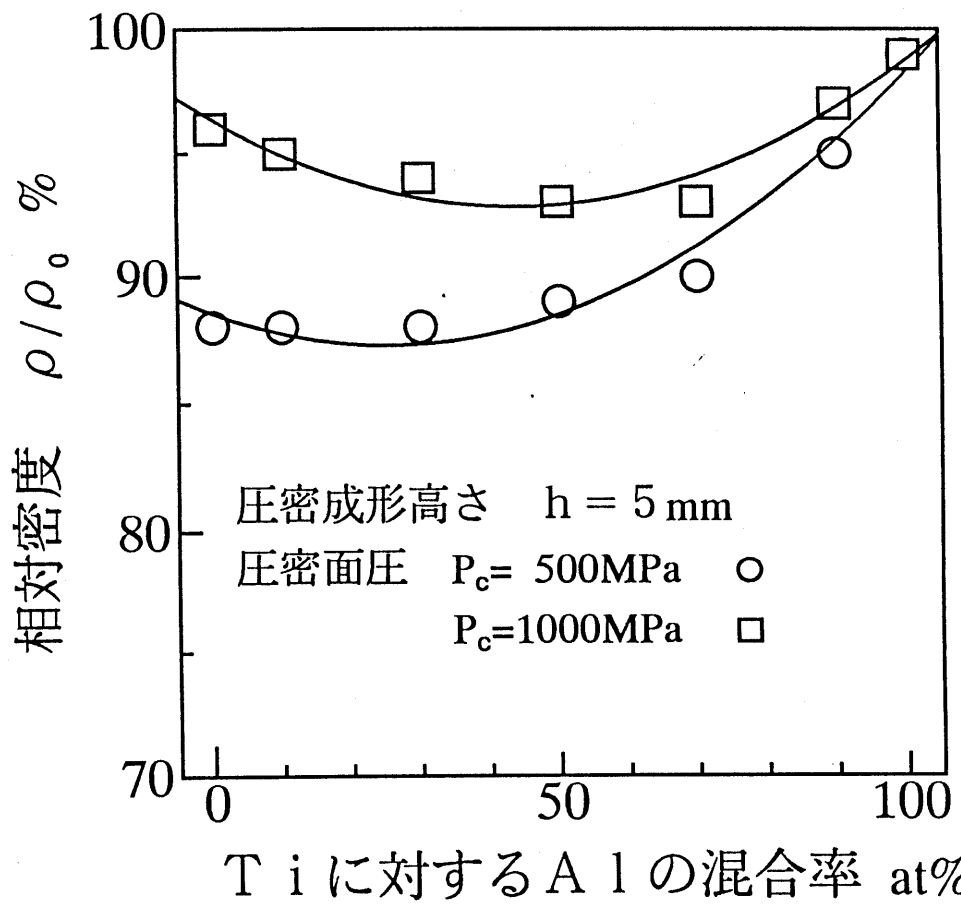


図22 圧密における相対密度と混合率の関係
 (圧密面圧の影響)

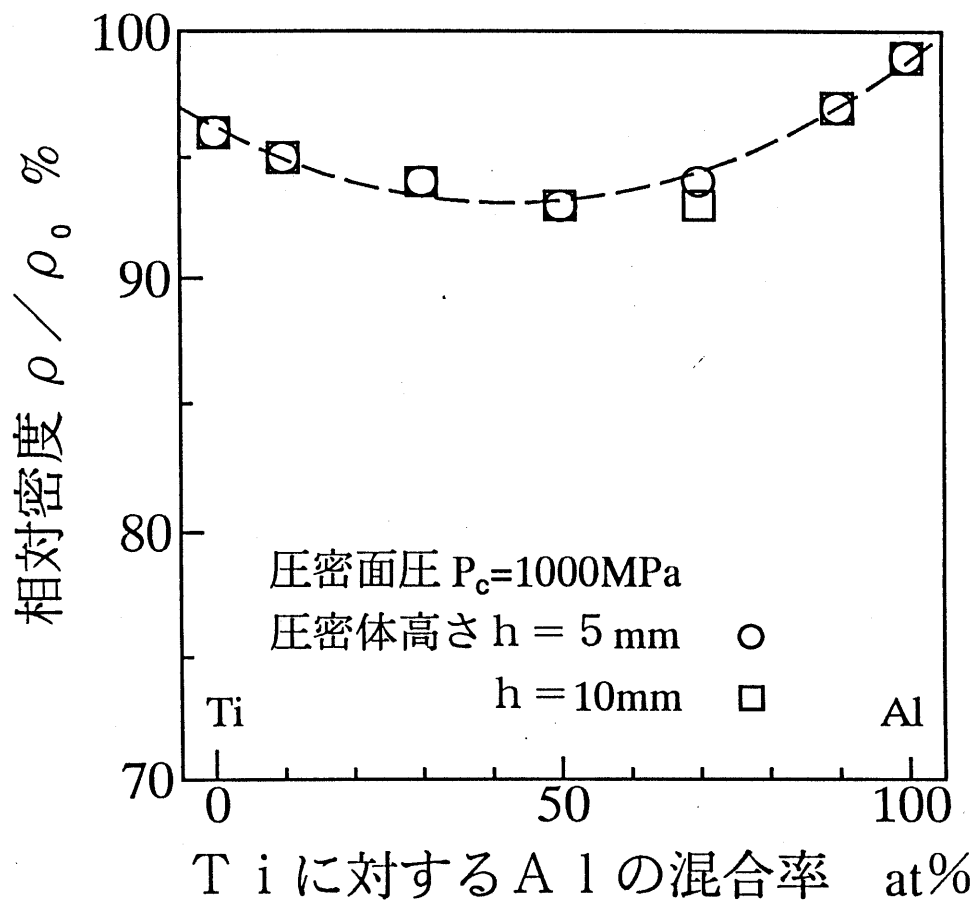


図23 圧密における相対密度と混合率の関係
 (圧密成形高さの影響)

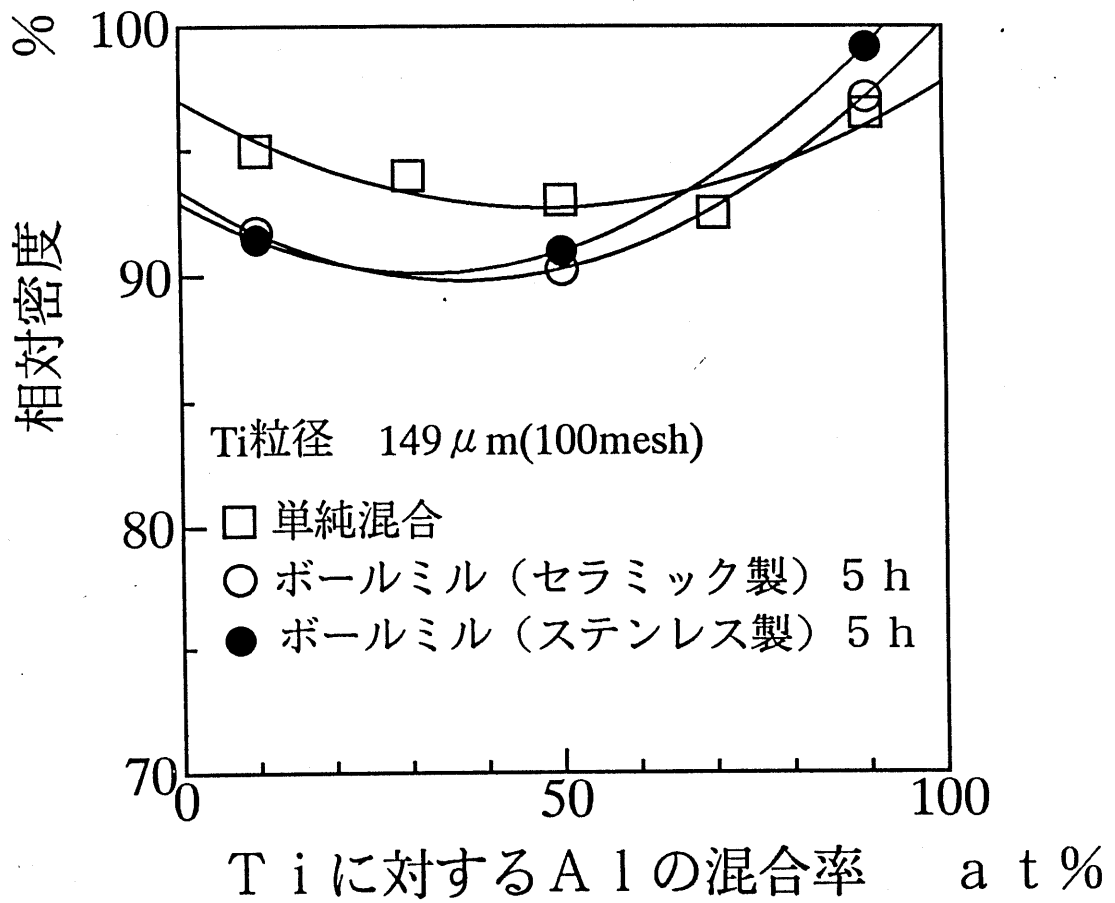


図24 圧密相対密度曲線(3)
 (混合方法の影響)

4-2. 常温で圧密した素材の硬さと圧縮試験結果

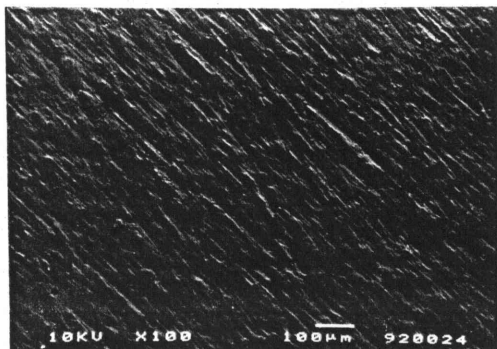
図 25 は各混合率の粉末を常温で圧密成形したままの素材の縦断面の、反射電子による SEM 写真である。混合素材の断面で白い部分はチタン、黒い部分はアルミニウムである。どの成形体においても粉末粒子同士はほぼ隙間なく密着していることが観察される。またボールミル混合では、単純混合に比べチタン粒子が細かく破碎され、均一に分散されていることが確認できる。

図 26 はボールミル混合を 1 ~ 10 時間行った混合粉末から成形した圧密体の表面の硬さを示している。この図で鋼球、セラミックどちらのボールを用いた場合においても混合時間により、硬さに大きな差異は見られない。そこでボールミル時間は、図 10 に示す SEM 写真において混合粉末素材の粒子が細かくなった 5 時間とする。

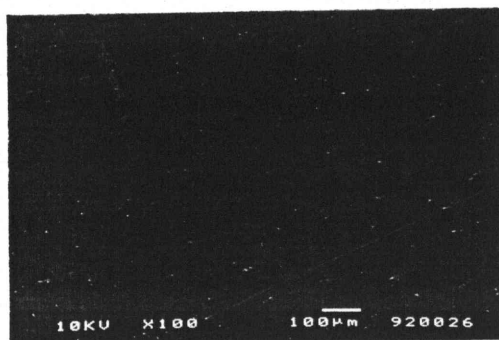
図 27 は各混合粉末の圧密成形品の縦断面において、中心部近傍のビッカース硬さを測定した結果である。この図において単純混合では純チタンの硬さ $HV=110$ から純アルミニウムの硬さ $HV=45$ までアルミニウムの混合率が増加するに従い硬さが低下している。一方、Ti100メッシュのボールミルによる混合粉末の圧密素材の硬さは、Ti-90 at%Al では単純混合とほぼ同じであるが、Ti-50 at%Al では単純混合の場合 $HV=60$ 程度であるのに対し、ボールミル混合では $HV=90$ と高くなっている。Ti-90 at%Al でもボールミル混合の方が $\Delta HV=10$ 程度硬くなっている。この硬さの差

はボールミル混合により、粉末に加工硬化が起こったためと、チタン粒子がより均一に分散されたためと考えられる。

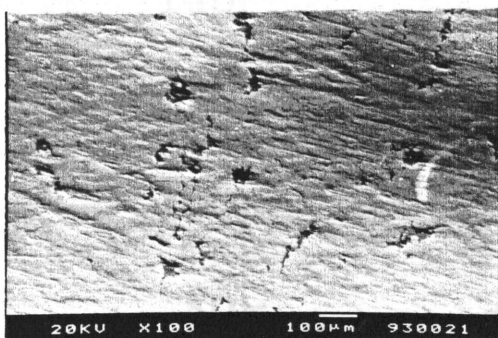
図 28, 図 29 は常温で圧密成形したままの素材を圧縮試験した場合の真応力 - 真ひずみ線図を示す。図中の×は圧縮試験中に素材にクラックが発生したことを示している。これらの図から単純混合, ボールミル混合いずれの素材でも, 圧縮量 (ひずみ) の増加に伴い真応力が低下している。これは圧密したままの素材では粉末同士の接合が不十分であり, 粉末同士の相対的な移動により変形が生じているためと考えられる。また, アルミニウムの混合率が増加するに従い真応力レベルが低下するとともに破壊までのひずみが大きくなっている。これはチタン粉末とアルミニウム粉末の強度および接合のし易さの差によるものと考えられる。また単純混合よりもボールミル混合の方が応力レベルはやや高いが, 破壊ひずみは低下している。



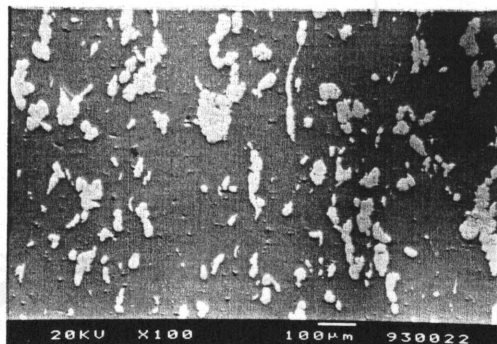
Ti (100メッシュ)



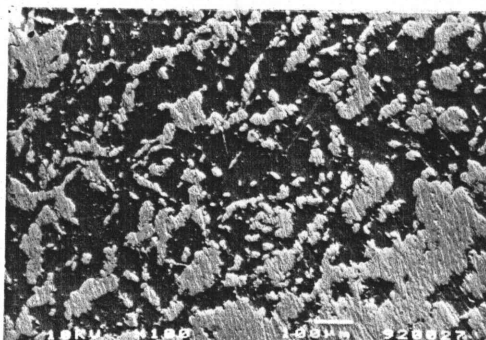
Al



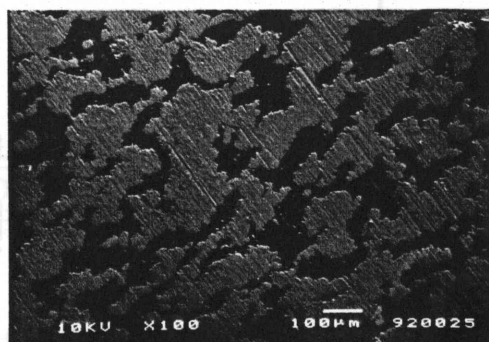
Ti-10 at% Al ボールミル



Ti-90 at% Al ボールミル



Ti-50 at% Al ボールミル



Ti-50 at% Al 単純混合

図 25 圧密体断面の SEM 写真

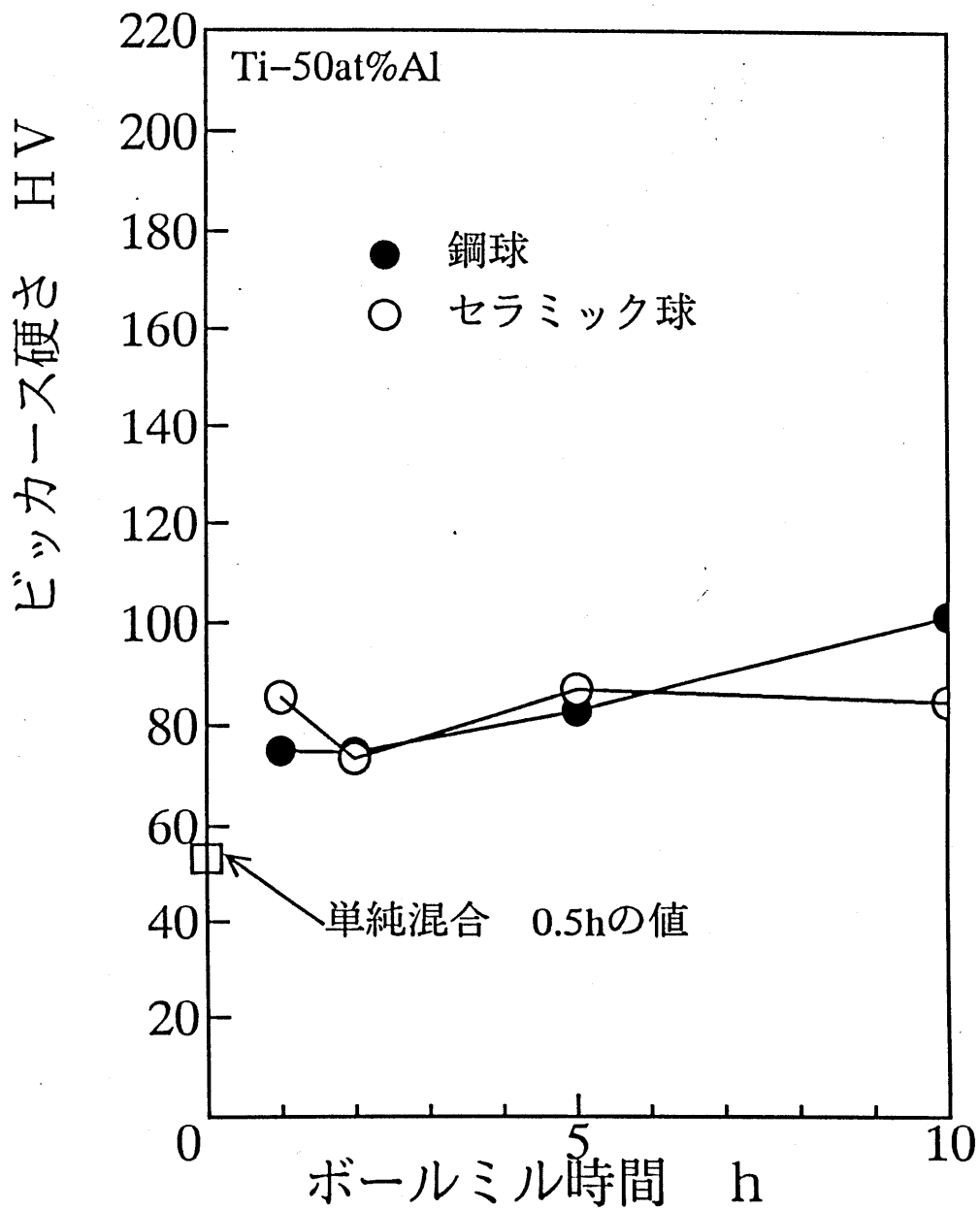


図26 圧密体表面の硬さ
(ボールミル時間の影響)

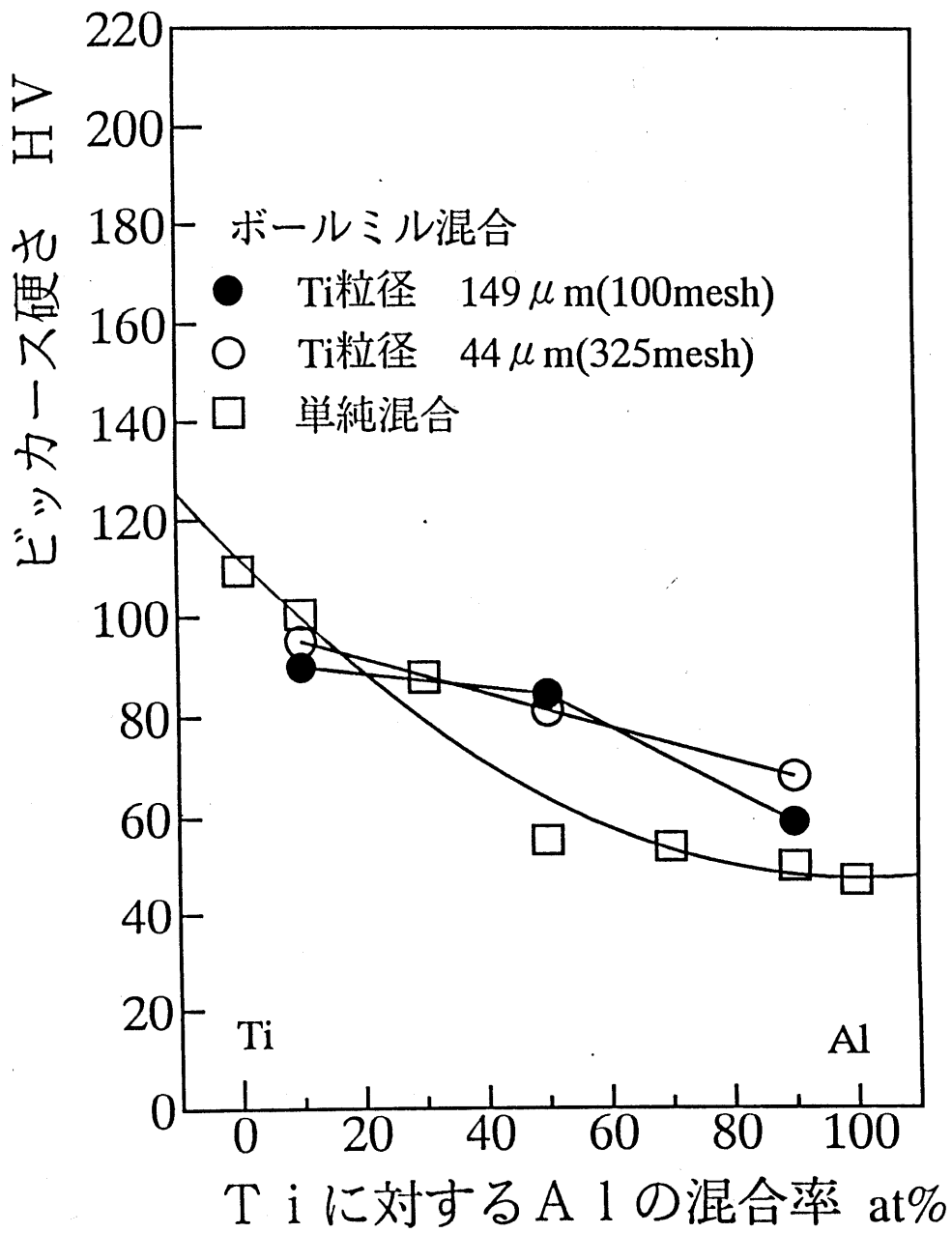


図27 常温で圧密成形したときの内部の硬さ

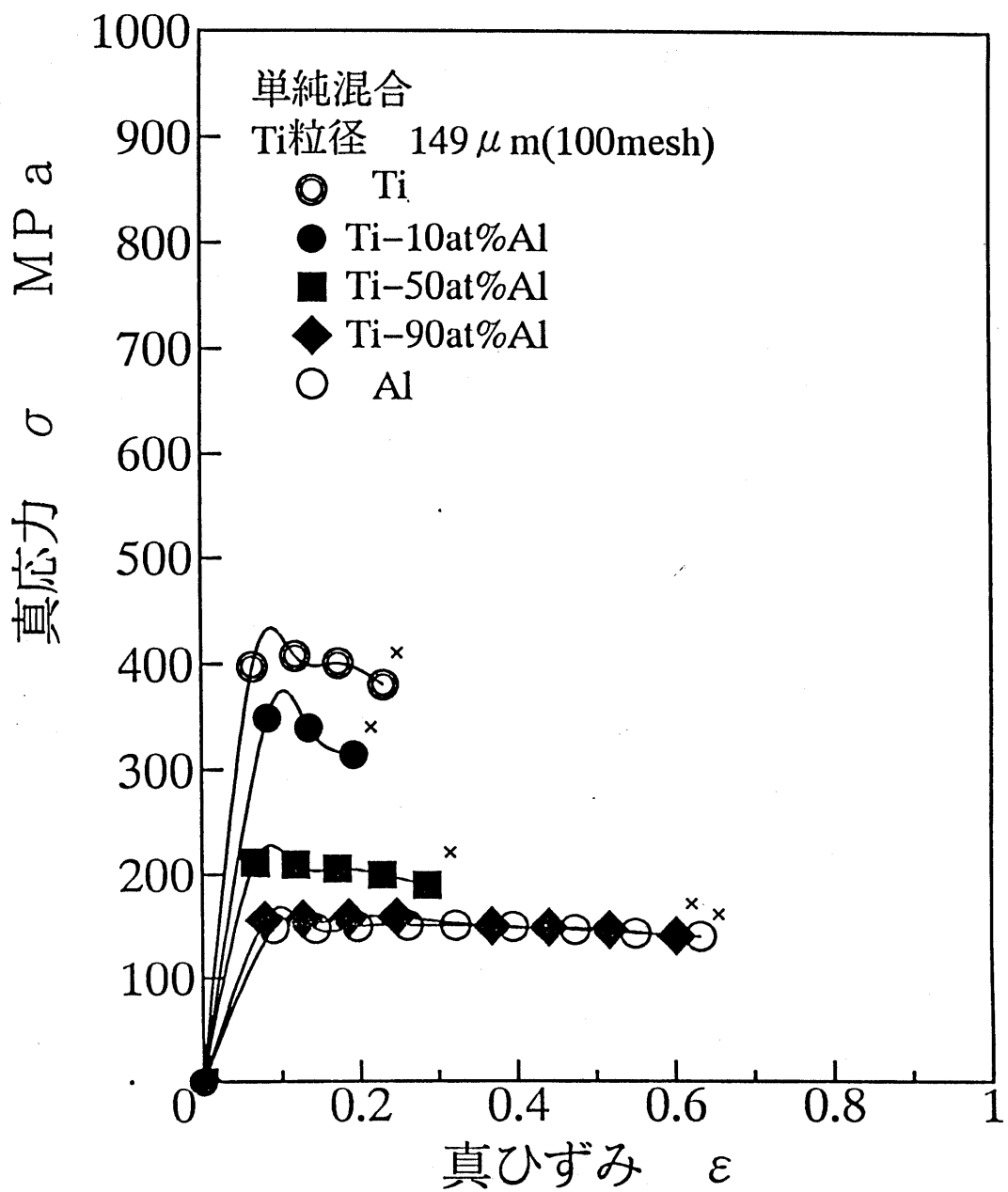


図28 常温で圧密成形した時の素材の
圧縮試験による真応力-真ひずみ曲線

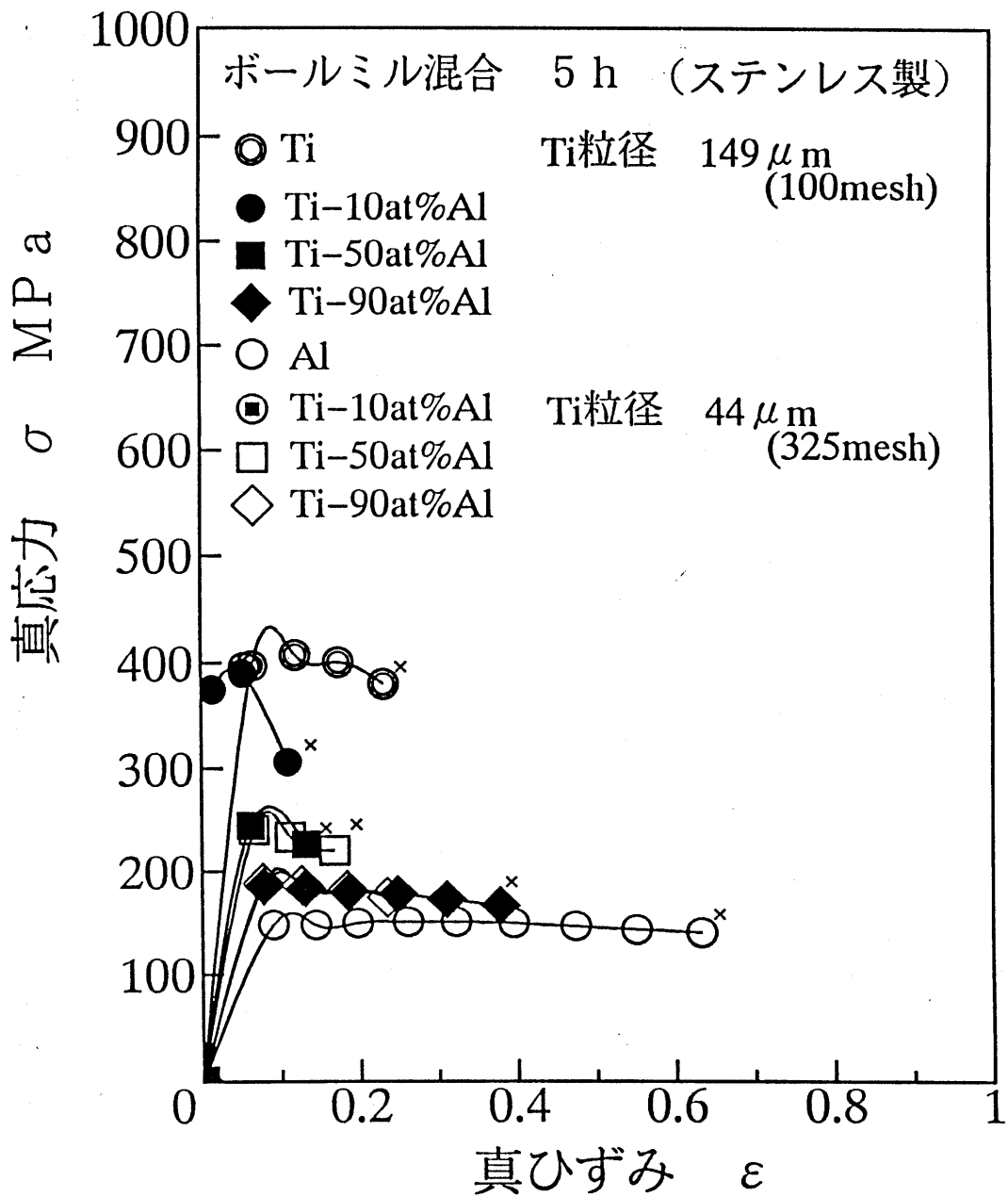


図29 常温で圧密成形した時の素材の
圧縮試験による真応力-真ひずみ曲線

4-3. 焼結・熱処理による機械的特性の変化

4-3-1. 硬さ試験の結果

図30に常温で圧密した素材を600℃で10時間熱処理した場合の素材縦断面の表面近傍と中心部近傍の硬さを示す。この図においてTi, Ti-10at%AlおよびTi-30at%Alでは、表面と内部の硬さの差が極めて大きく、HV=60~130程度表面近傍の方が硬くなっている。この原因としてはチタンの酸化が考えられる。チタンは400℃以上の温度では酸化速度が非常に大きくなり、この酸化チタンは非常に硬いことが知られている。本研究では熱処理を一応アルゴン雰囲気中で行ったが、炉内および圧密成形体内に残った僅かな酸素により熱処理中に焼結体が酸化され硬化したものである。実際、熱処理後の素材表面はわずかに青色に変色していた。素材縦断面において高さ方向に数カ所の硬さを測定した結果を図31に示す。硬さが高くなっているのは厚さ1mm以下であることがわかる。そこで今後熱処理後の素材の硬さの測定は縦断面の中心部近傍で行う。

図32および図33はそれぞれ単純混合とボールミル混合の圧密素材を400℃で1~10時間熱処理を行ったときの硬さの変化を示している。単純混合の場合、1時間熱処理を行うと硬さがHV=10~20減少し、その後10時間になってもほとんどの場合変化は見られない。ただTi-10at%Alの場合には10時間になると硬さが40程度上昇しHV=125にな

り、TiとTi-10at%Alの硬さが逆転している。ボールミル混合の場合、単純混合の場合に比べHV=10程度硬さが低くなっている。

熱処理による硬さの減少は、アルミニウム粉末の軟化によるものと考えられる。Ti-10at%Alでの硬さの上昇の理由は不明である。

図34は単純混合した素材を600℃で1～10時間熱処理を行ったときの硬さの変化を示している。Al, Ti-90at%Alの場合は1時間の熱処理で硬さがHV=20程度低下し、その後10時間になっても変化はない。これに対し、Ti-50at%Alの場合には1時間で硬さが10程度低下するが、10時間になると再び上昇してHV=120になっている。Ti, Ti-10at%Alでは熱処理時間が長くなるに従い硬さが顕著に上昇し、10時間ではTiがHV=150, Ti-10at%AlではHV=170に達しており、ここでもTiとTi-10at%Alの硬さの逆転が見られる。

図35はボールミルにより混合した素材を600℃で1～10時間熱処理を行ったときの硬さの変化を示している。Ti-90at%AlおよびTi-50at%Alの素材では単純混合の場合とほぼ同様の傾向を示している。すなわちTi-90at%Alでは1時間で硬さがHV=20程度減少し10時間になっても変化はない。Ti-50at%Alの場合は1時間で硬さがHV=10程度減少し、10時間では再び上昇してHV=120となる。Ti-90at%Alの場合は、圧密したままの素材の硬さHV=85から、1時

間で $HV=110$, 10時間では $HV=205$ と非常に硬化している。

これは単純混合の場合と比べても $HV=40$ 程度高くなっている。

図36には熱処理を行った焼結体断面のSEM写真を示す。

(a)に示す 400°C 1時間熱処理した Ti-50at\%Al の焼結体では、図25の写真とさほど大きな変化は認められない。(b)の 600°C 10時間になるとチタンとアルミニウムの区別がつかなくなっている。 600°C 10時間熱処理を行った Ti-50at\%Al の焼結体は20~30%体積膨張しており、くぼみ部中の組織は、かなり空孔(ポイド)の多い組織となっている。

(c)(d)は、 Ti-10at\%Al および Ti-50at\%Al の圧密体を 600°C , 10時間熱処理した素材をさらに高倍率で見た写真である。写真中の直線上で成分分析を行った結果を同時に示している。この成分分析は、Al, Tiの両方で行った。写真中の赤線はAl, 青線はTiで分析を行った結果である。この成分分析の結果から、白色の部分はTiを、濃い黒色部分は空孔になっているが、Alが存在していることがわかる。また濃い黒色のAlの周辺に存在している薄い黒色部分では、Ti, Alともに存在していることがわかる。この薄い黒色部分と白色のTi部分で、マイクロビッカース硬さ試験機により、小さな圧痕荷重(25g)で微小部分の硬さを測定した。その結果を図37に示す。Ti部分において硬さは $HV=200\sim 380$ 程度の範囲にあるのに対し、Ti, Alともに観察された薄い黒色部分では硬さが $HV=160\sim 580$ 程度

まで大きくばらついている。このことから薄い黒色部分では非常に硬質な組織が生成していると考えられる。

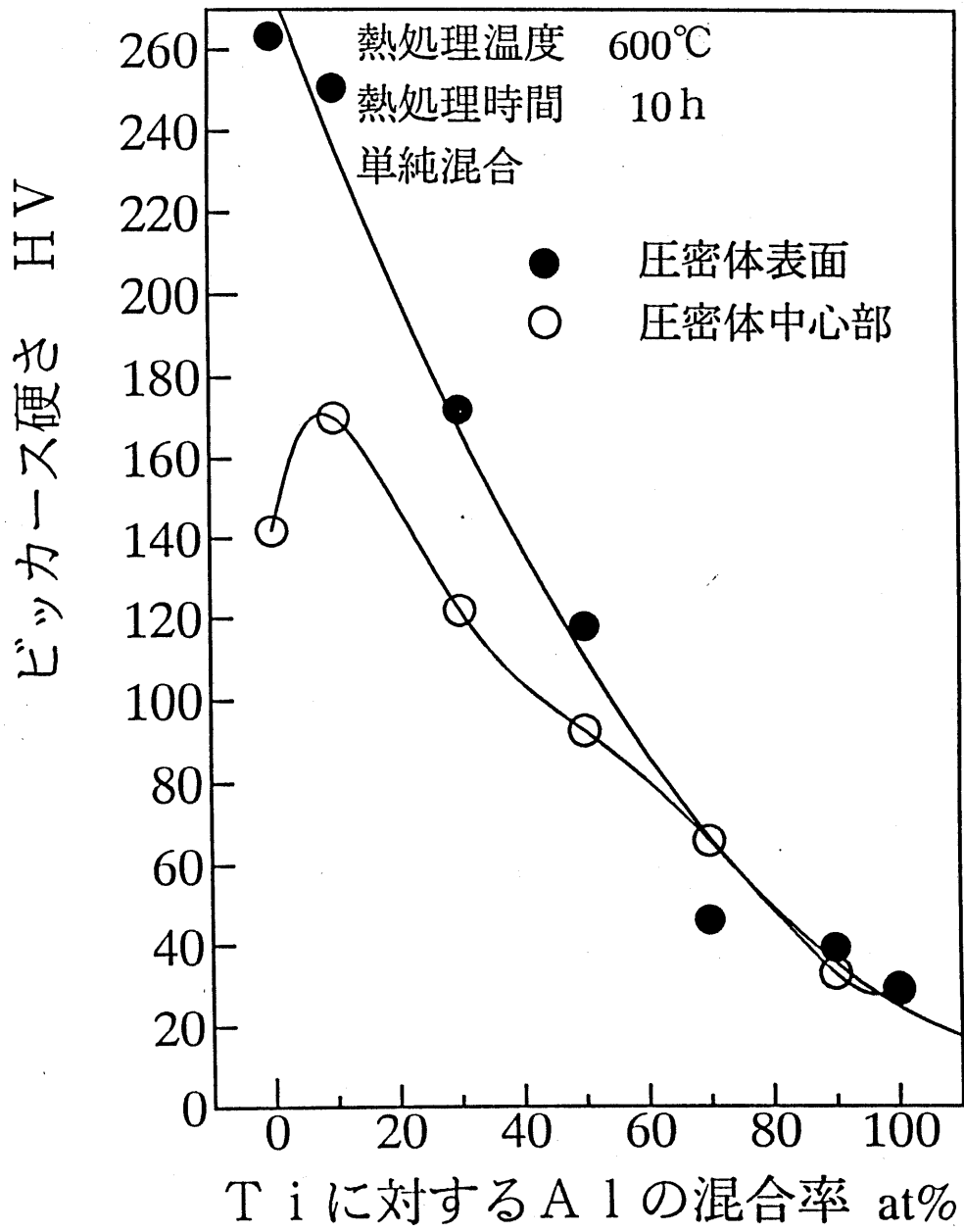


図30 圧密体の硬さ分布

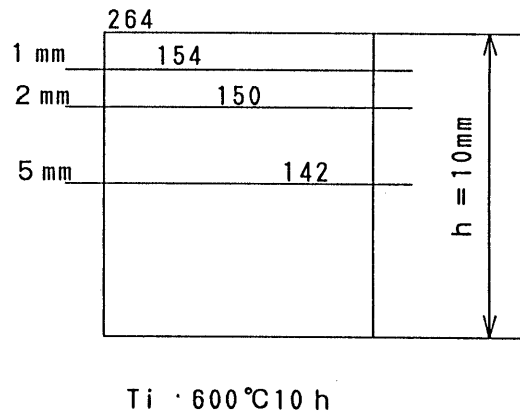


図 31 熱処理後の圧密体の硬さ分布

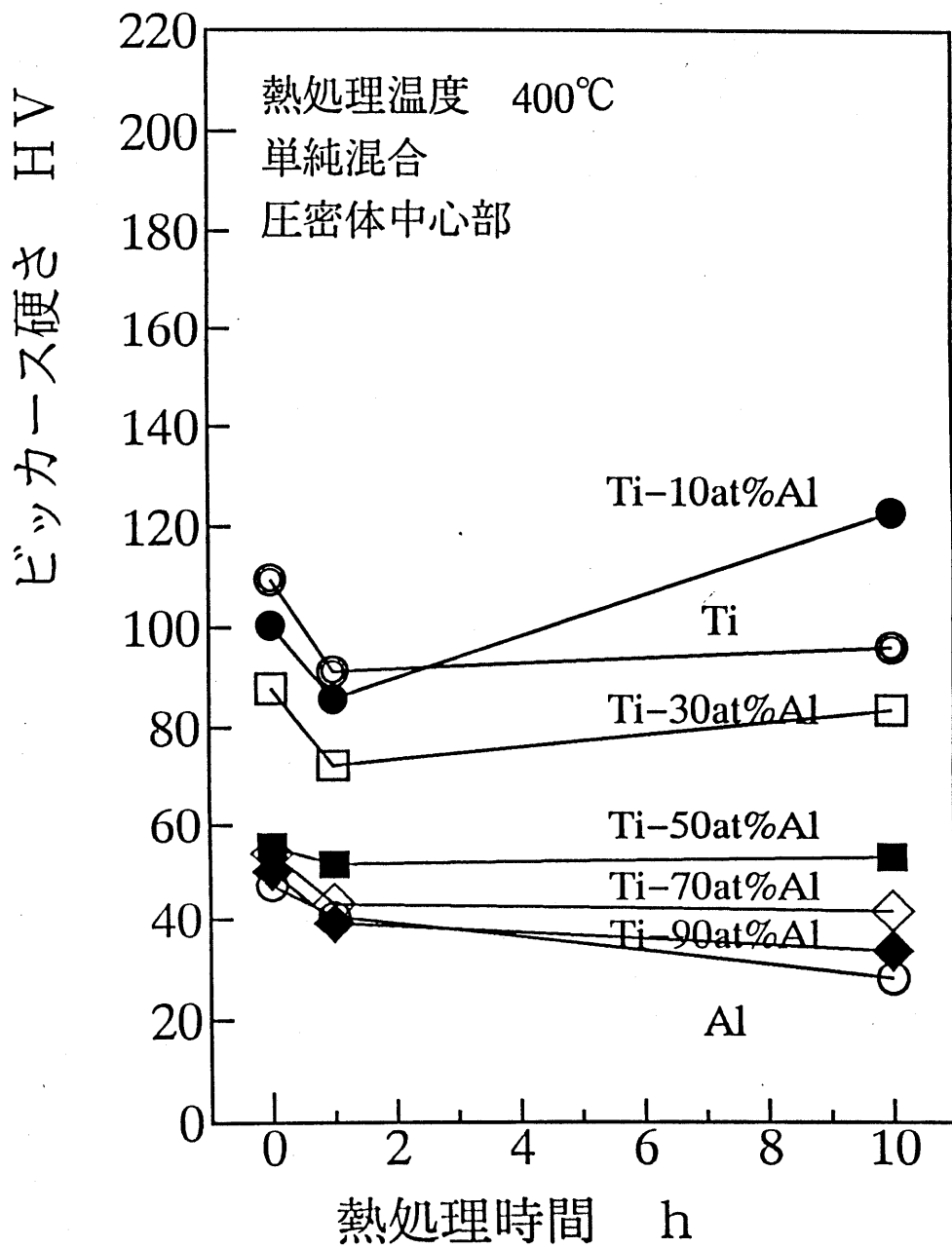


図32 熱処理時間による硬さ変化 (1)

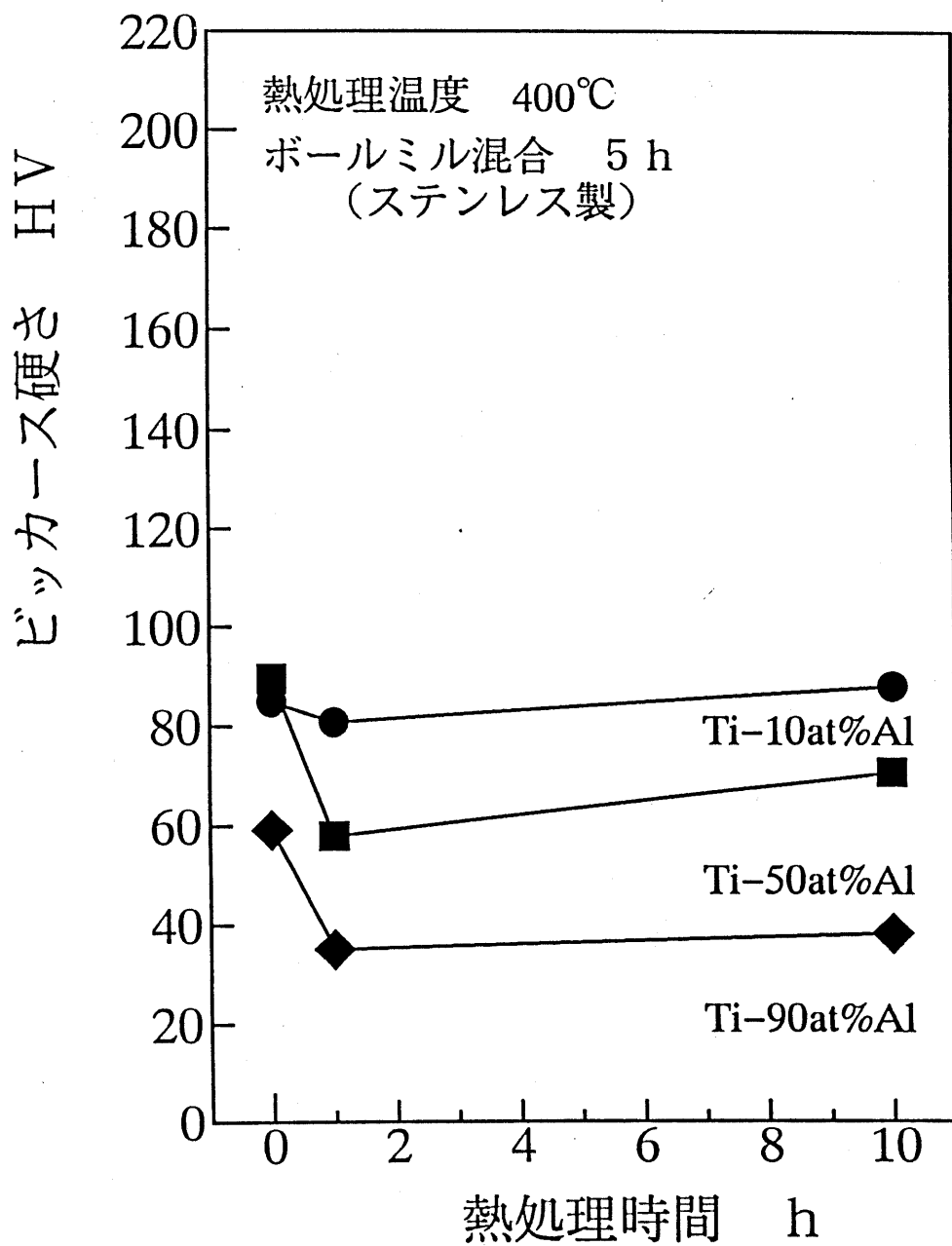


図33 熱処理時間による硬さ変化 (2)

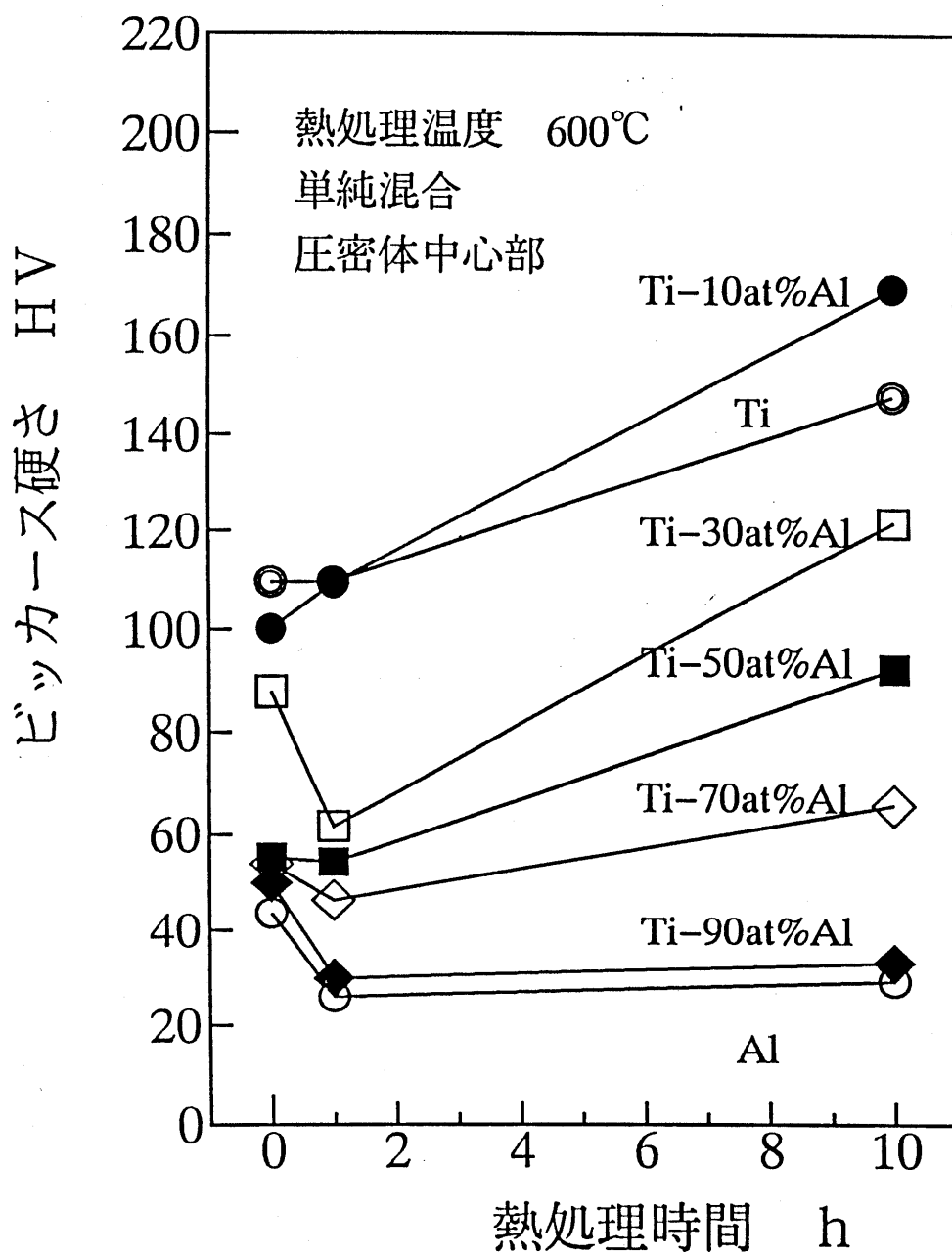


図34 熱処理時間による硬さ変化 (3)

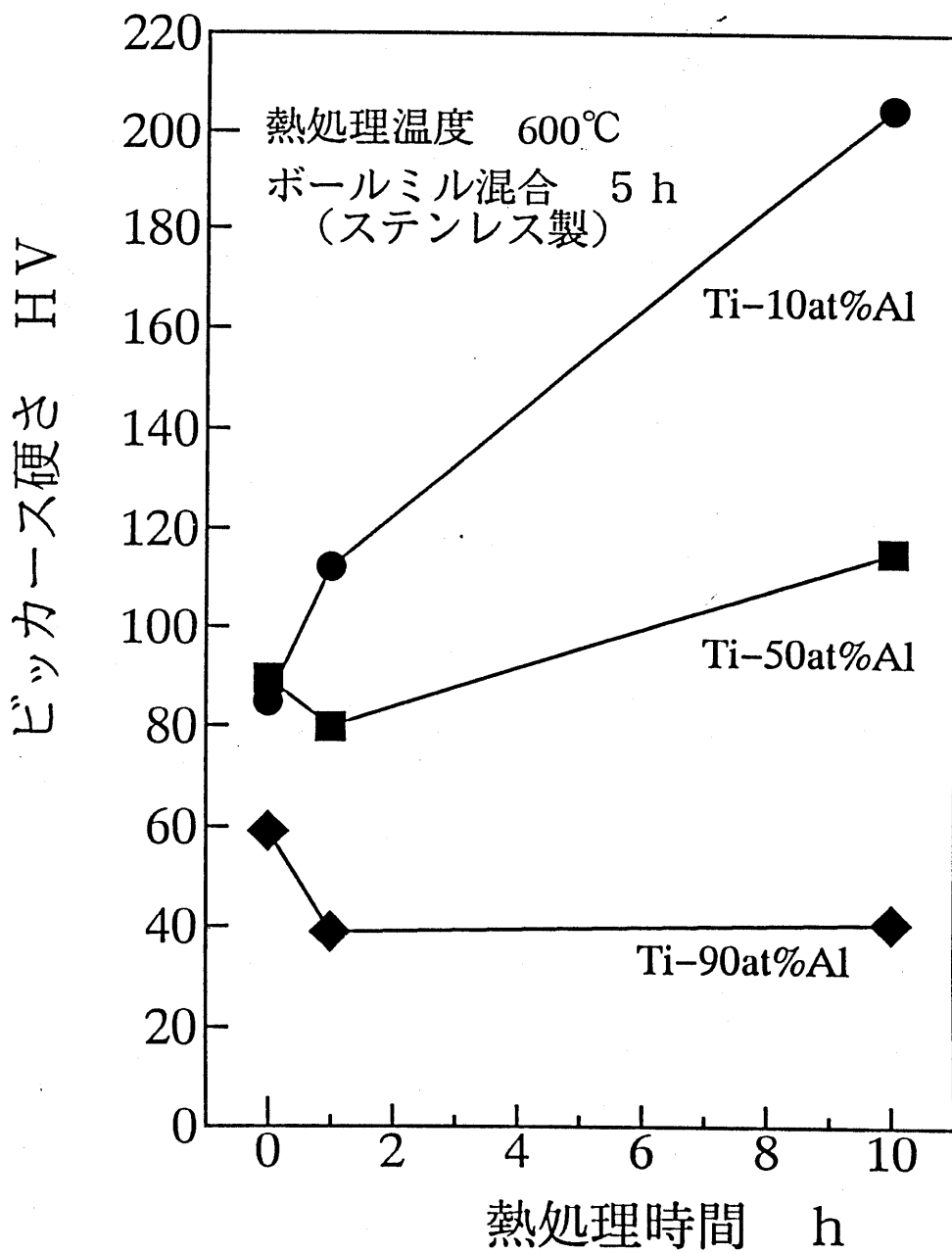
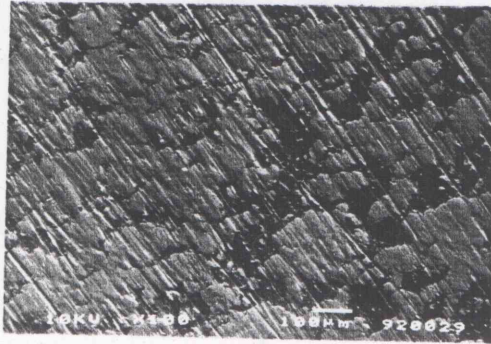


図35 熱処理時間による硬さ変化 (4)

× 100



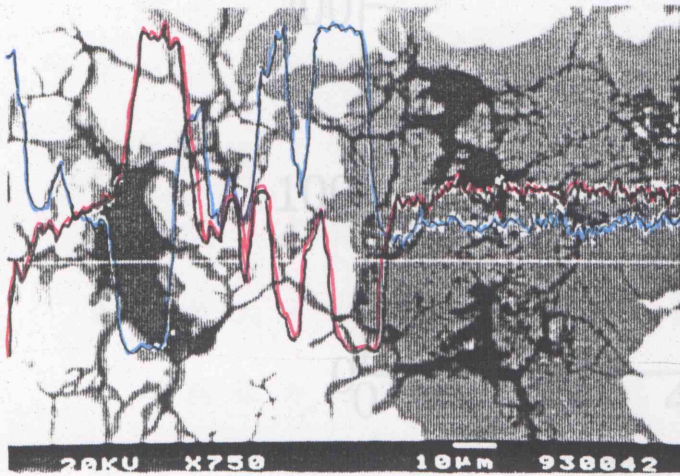
× 100



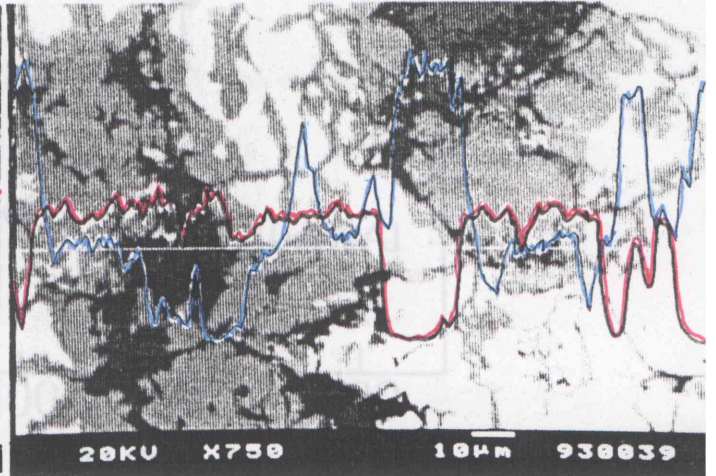
(a) Ti-50at%Al 400°C 1h

(b) Ti-50at%Al 600°C 10h

× 750



× 750



(c) Ti-10at%Al 600°C 10h

(d) Ti-10at%Al 600°C 10h

赤 : Al 青 : Ti

図36 熱処理した圧密体断面のSEM写真

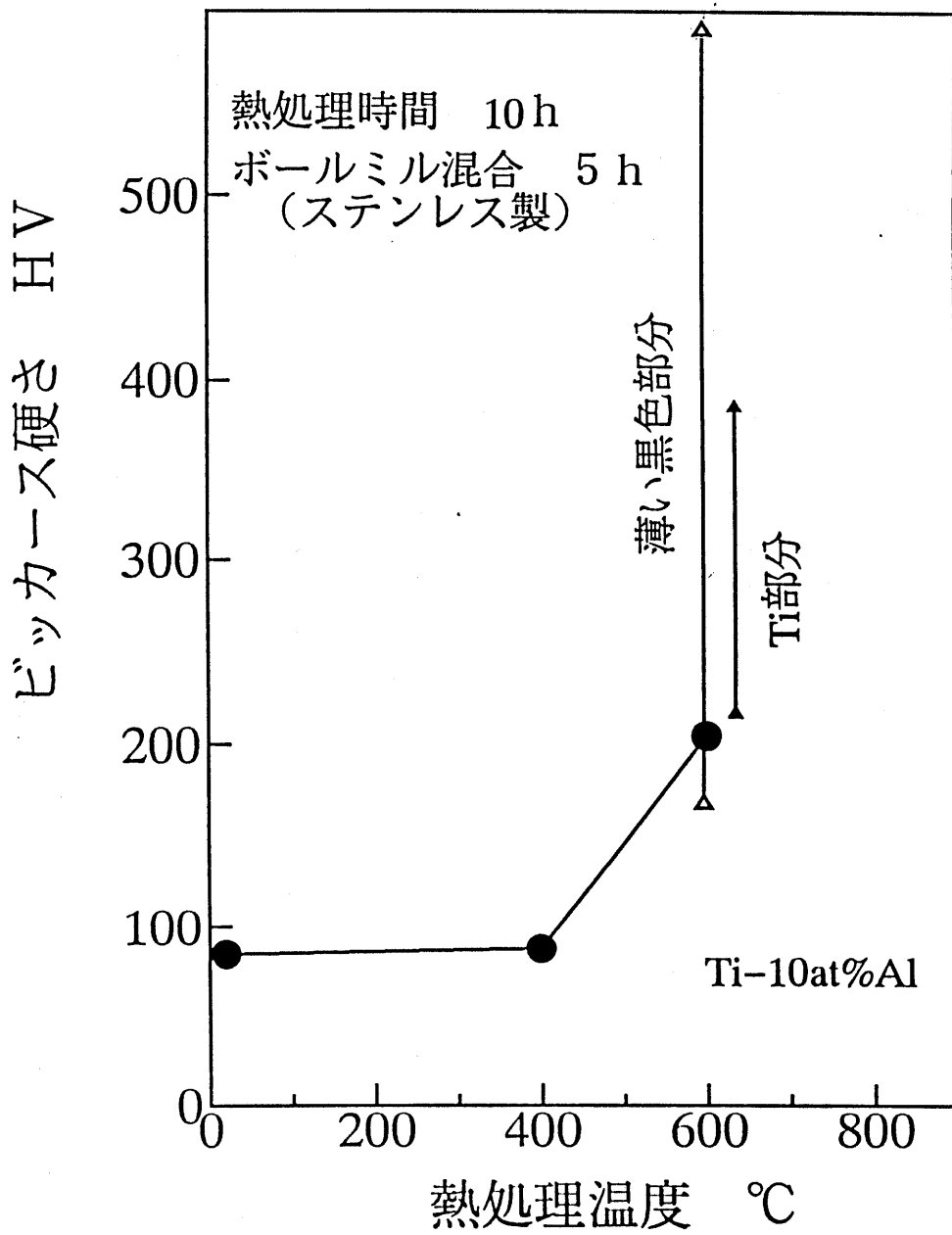


図37 圧密焼結体内部の微小部分の硬さ

4-3-2. 圧縮試験結果

図38～41は熱処理の温度と時間を変えた場合の圧縮試験の結果を真応力－真ひずみ線図で表している。図39と図40から単純混合とボールミル混合による圧縮特性の違いは見られない。図38, 39, 41で熱処理条件を400℃1時間, 600℃1時間, 600℃10時間に変化させた場合, Ti-90at%Alではほとんど差異は見られない。Ti-50at%Alの場合は熱処理温度が高くなるほどまた時間が長くなるほど延性が低くなり, 600℃10時間の場合は圧縮の初期段階でクラックが発生した。TiおよびTi-10at%Alでは熱処理温度が高いほど延性が向上し応力レベルも高くなっている。しかし600℃10時間では, 延性は低くなってしまふ。

以上の結果からTi-10at%Alの場合, 600℃まで温度を上げていくと応力レベルが高くなるとともに延性もある程度向上することから, さらに高温で1時間の熱処理を行った。その結果を図42に示す。図から真応力は800℃のときに最大となり, この時の破壊ひずみは $\epsilon_r = 0.4$ である。この結果からTi-10at%Alについて各温度における最大圧縮応力 σ_{max} および破壊時の限界圧縮ひずみ ϵ_r , さらに $\sigma = F\epsilon^n$ で近似できるF値, n値を図43と図44に示す。図43から最大応力 σ_{max} は800℃のときに $\sigma_{max} = 900\text{MPa}$ で最大となり, ひずみは600℃付近で最大 $\epsilon_r = 0.46 \sim 0.47$ となり, 800℃でも $\epsilon_r = 0.4$ 程度になっている。また, 図44のF値も σ_{max} とほぼ同様の傾向を示している。n値は ϵ_r

とほぼ相関があり 600～650℃で最大 $n = 0.2$ となっている。

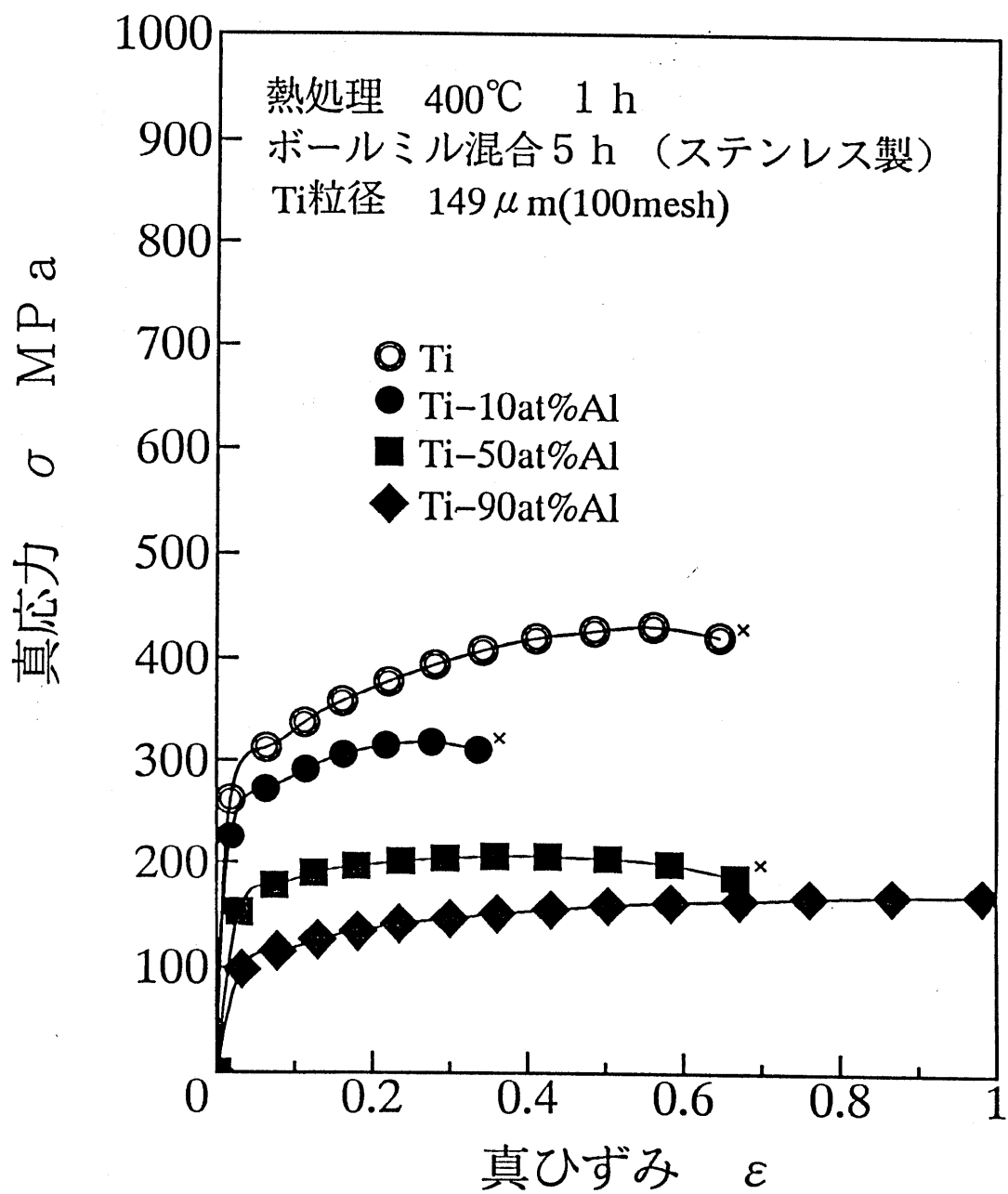


図38 真応力-真ひずみ曲線

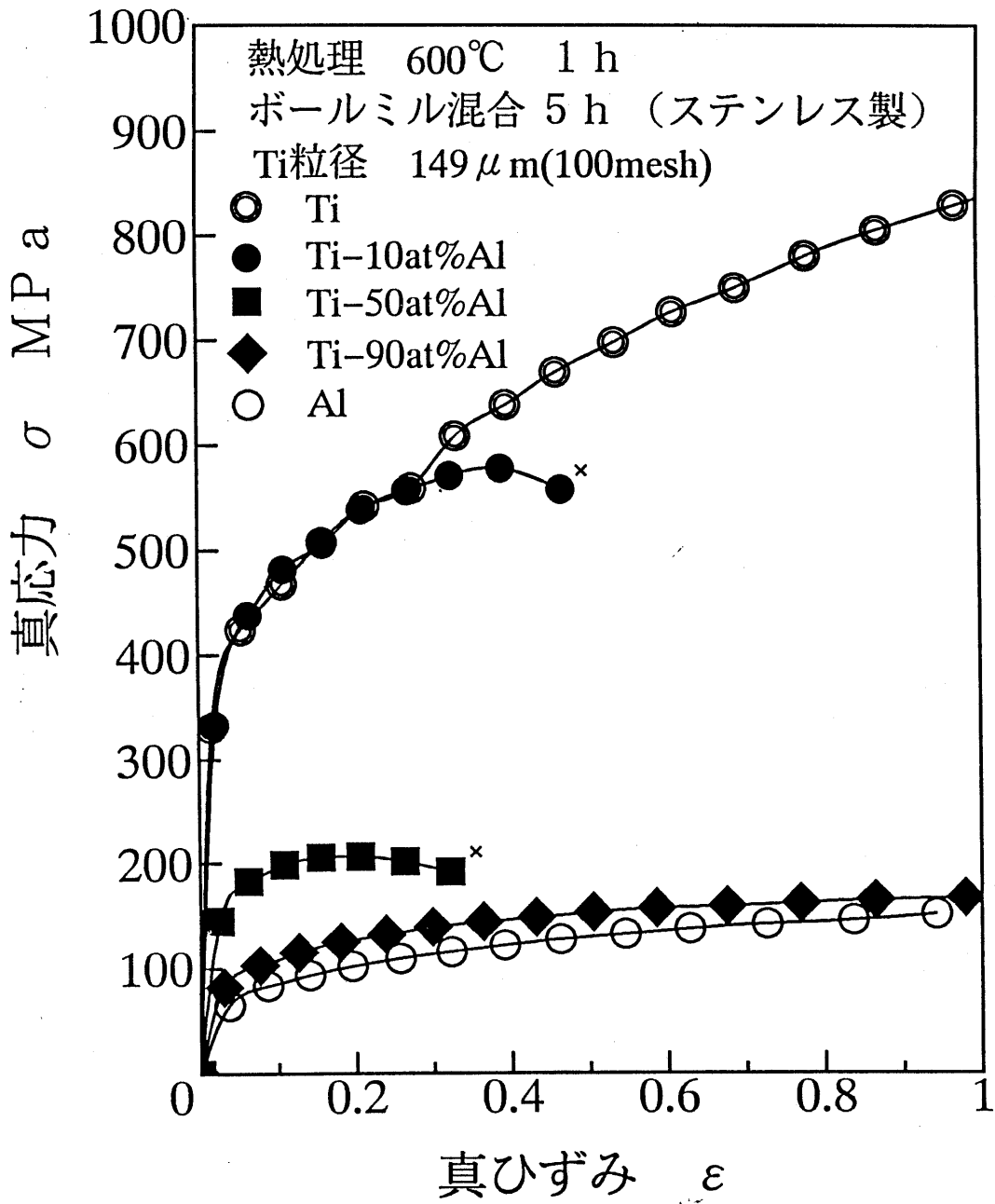


図39 真応力-真ひずみ曲線

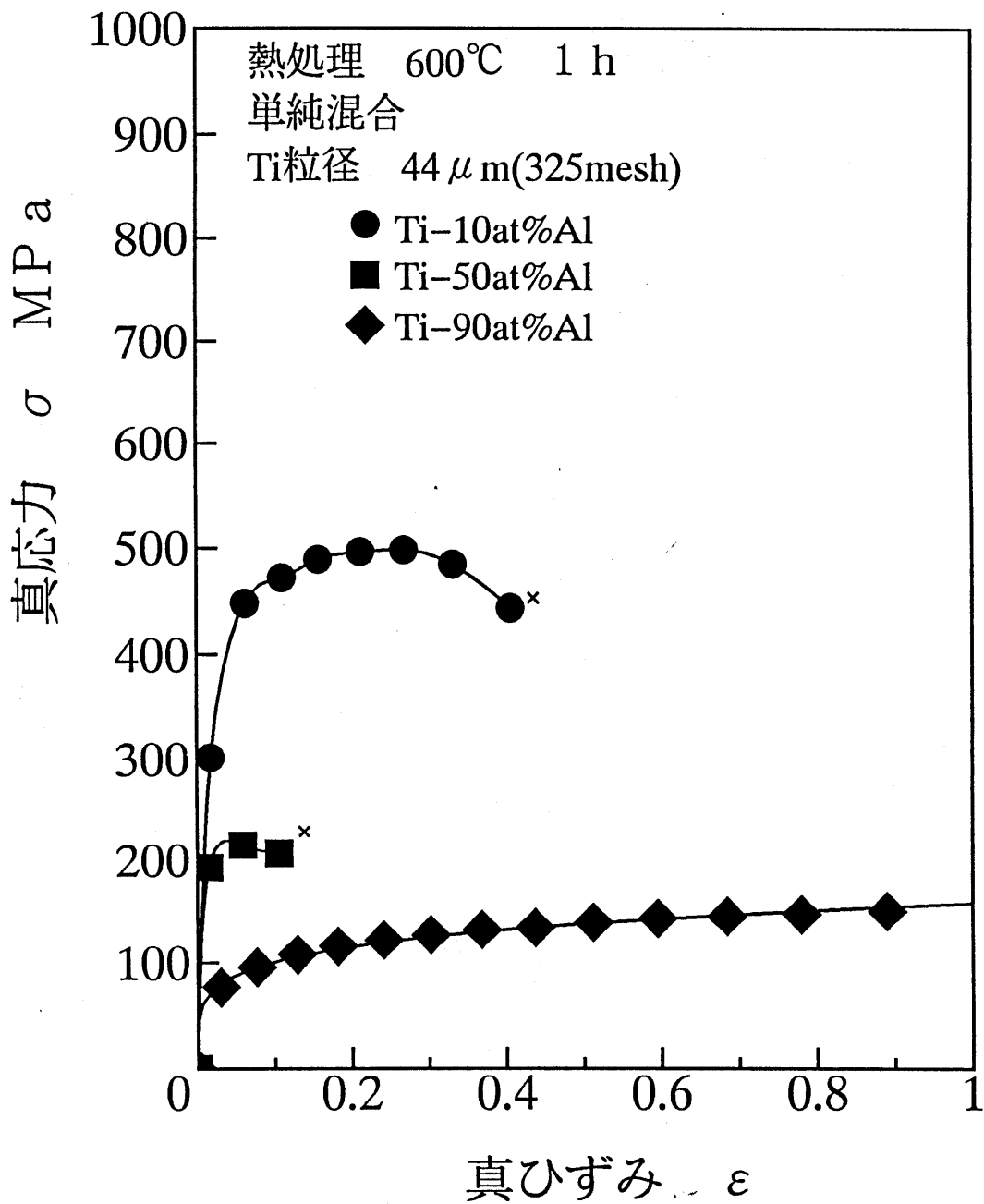


図40 真応力-真ひずみ曲線

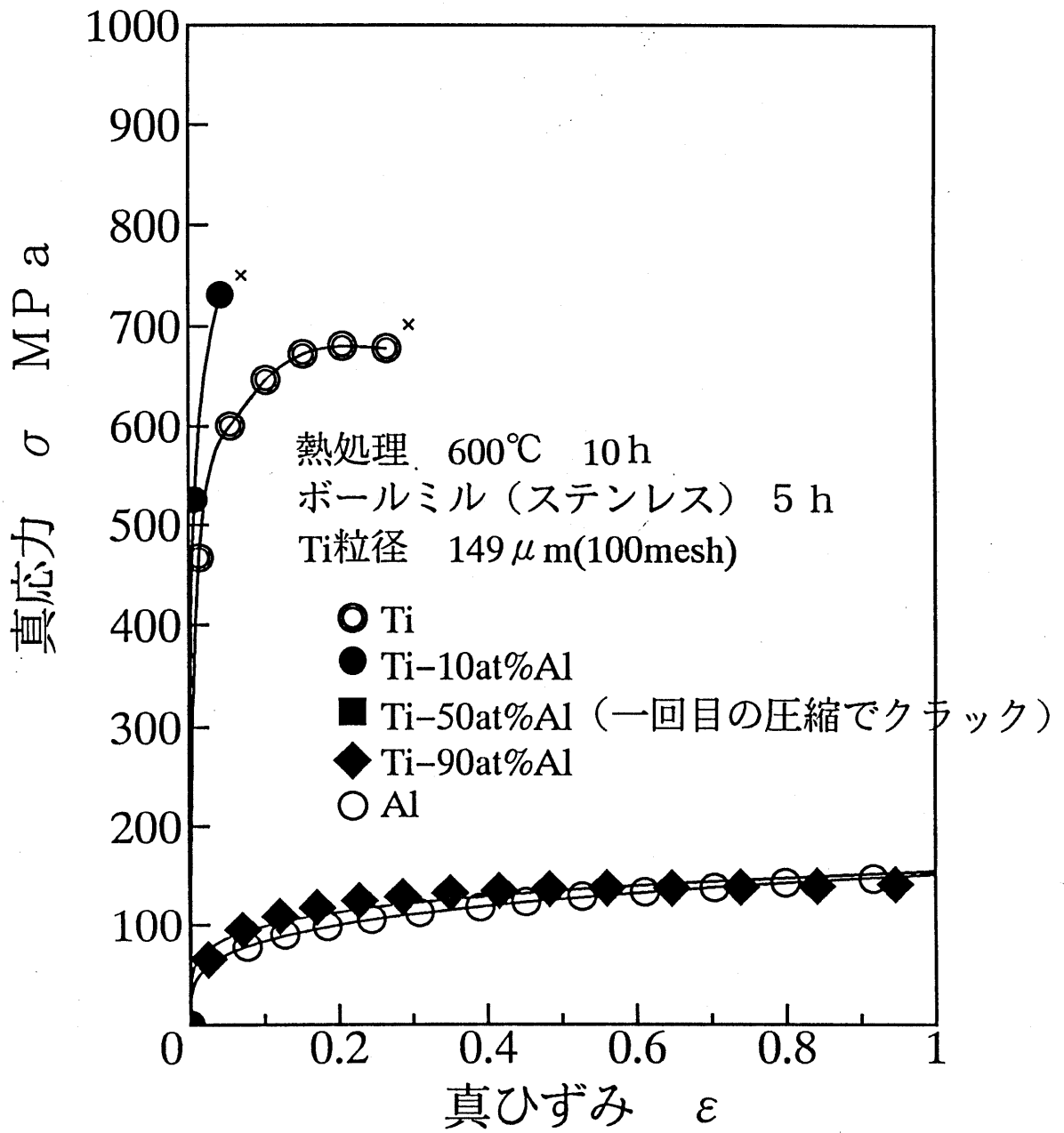


図41 真応力-真ひずみ曲線

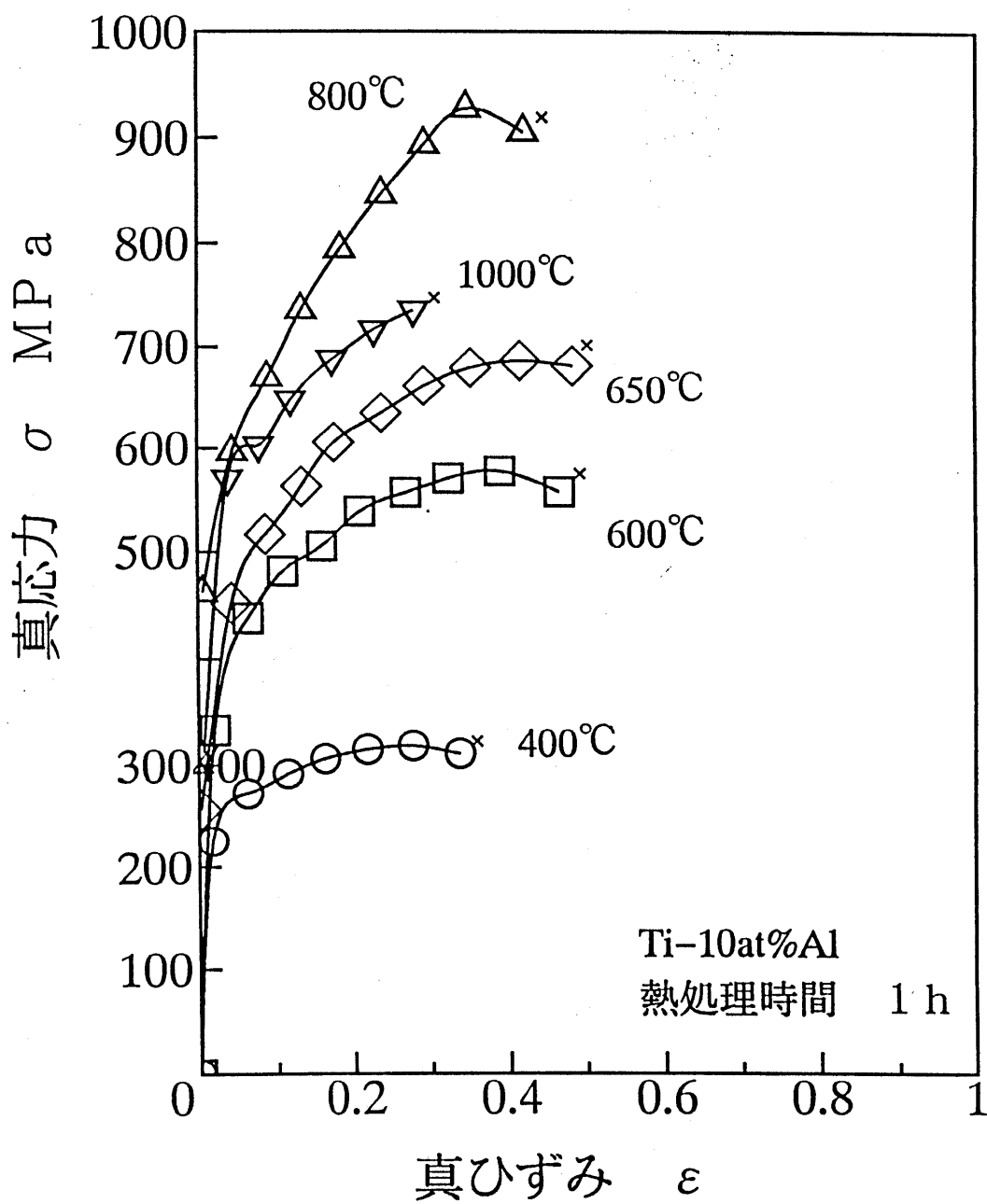


図42 真応力-真ひずみ曲線

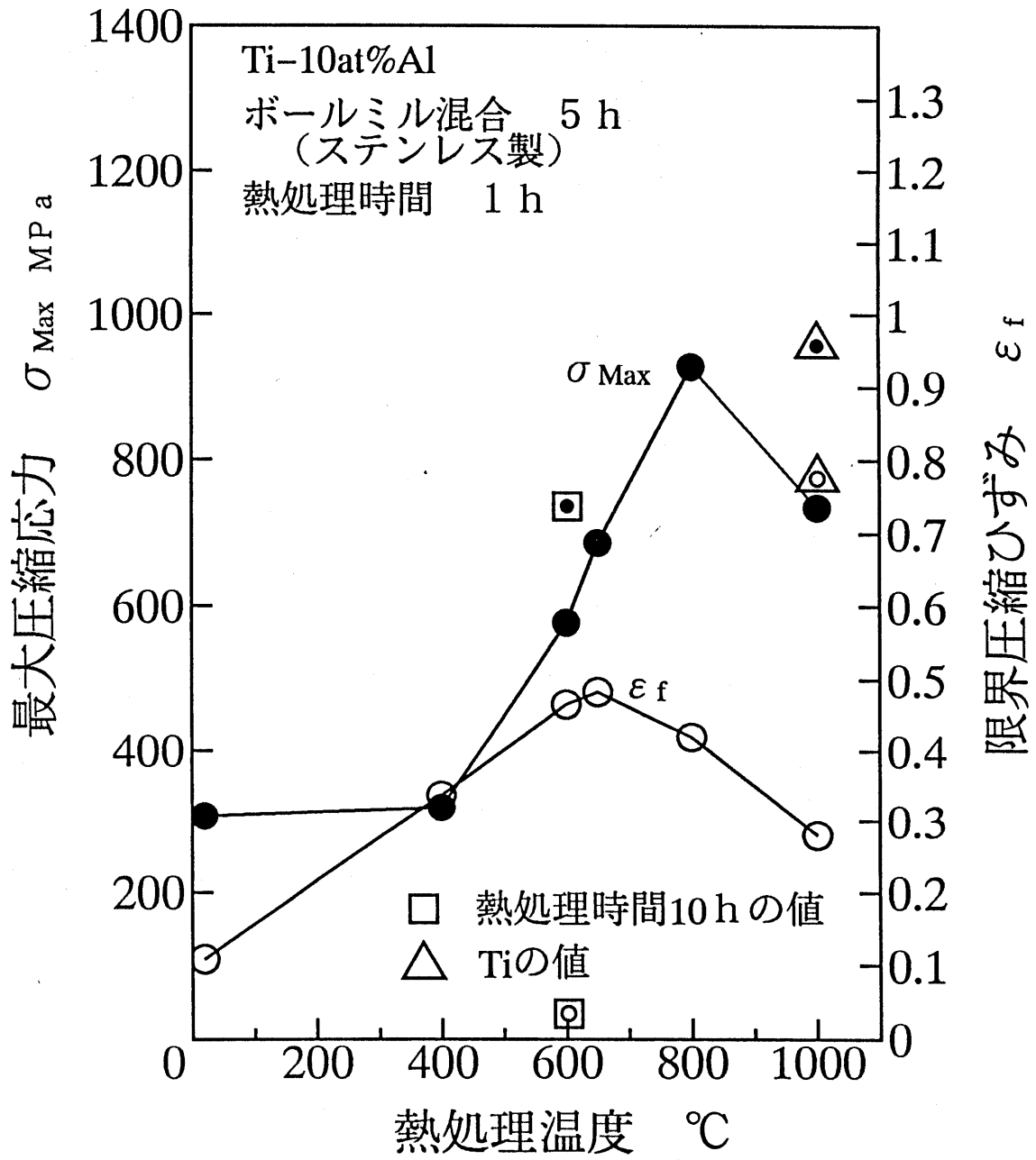


図43 圧密焼結体の成形限界

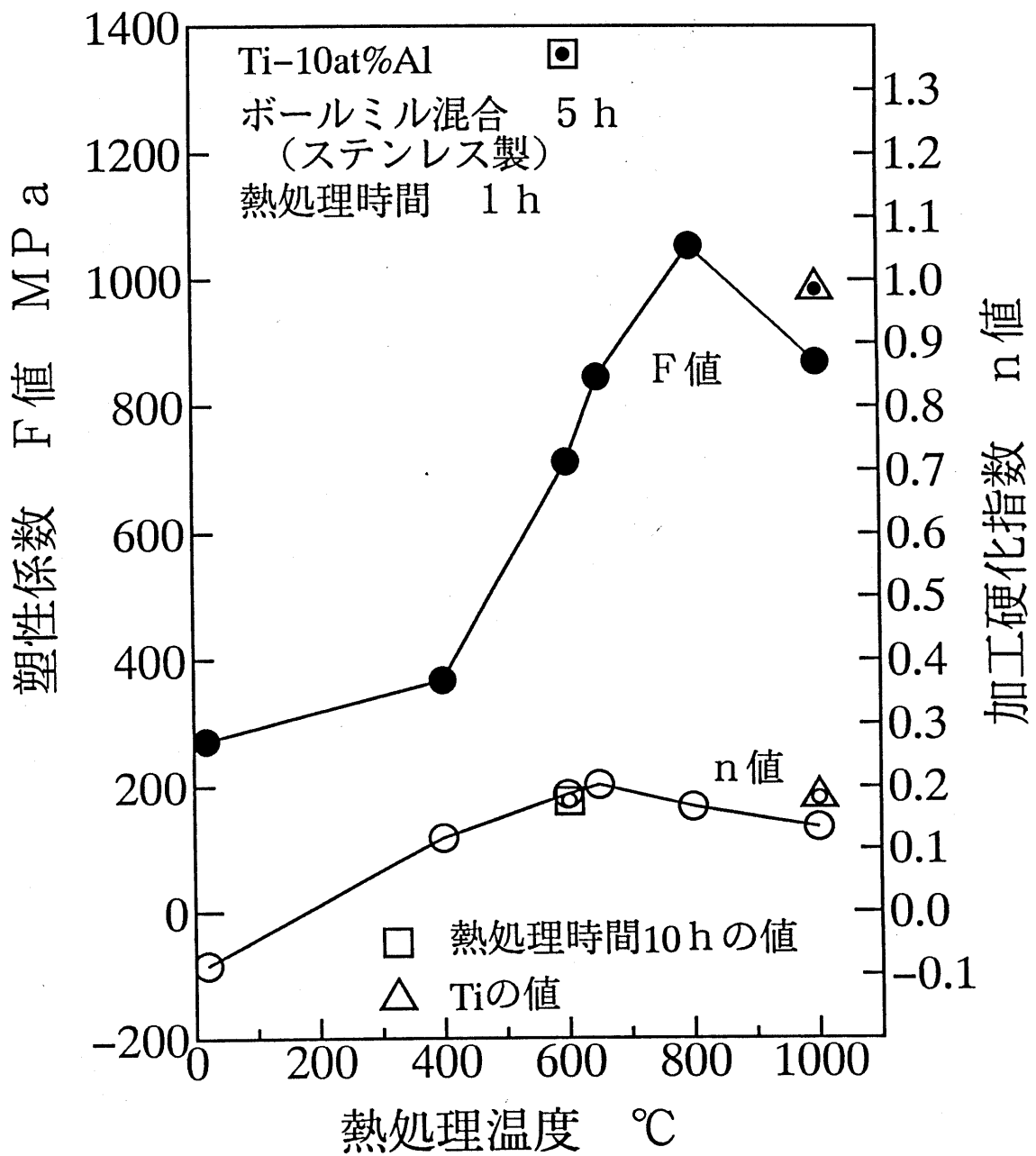


図44 熱処理温度にともなう F 値, n 値の変化

4-4. 酸化チタン粉末の圧密, 焼結特性

図30に示すように, Ti粉末を圧密後熱処理すると表面層が極めて硬い層になることがわかった。そこでTi粉末を空气中で加熱し酸化させた粉末を圧密し, さらに熱処理した場合にどの程度の強度特性が得られるかについて検討した。

図45は圧密したままの素材を圧縮試験した結果である。図から10分酸化させたチタン粉末の圧密体は, 酸化していない粉末の圧密体に比べ限界圧縮ひずみ ϵ_r が僅かに大きくなっている。しかし, 30分, 60分酸化させた粉末の圧密体では ϵ_r が低下することがわかる。

図46および47は酸化させた粉末の圧密素材を600℃と1000℃で1時間熱処理した焼結体の圧縮試験の結果を示している。いずれの場合も応力レベルは上昇するが ϵ_r は低下している。粉末表面に形成された硬質の酸化膜が圧密成形だけでは十分に破壊されず, 焼結によっても粉末同士の接合が十分に成されないものと考えられる。この粉末表面の硬質の酸化層を分散させ成形体を強化するためには, 圧密後に鍛造のような大きな塑性変形を与える必要があると思われる。

図47中の◎はTiの圧密素材を1000℃1時間熱処理した場合の $\sigma - \epsilon$ 線図である。図42に示したTi-10at%A1に比べて応力レベルは同程度であるが, ϵ_r は0.6まで高くなっている。

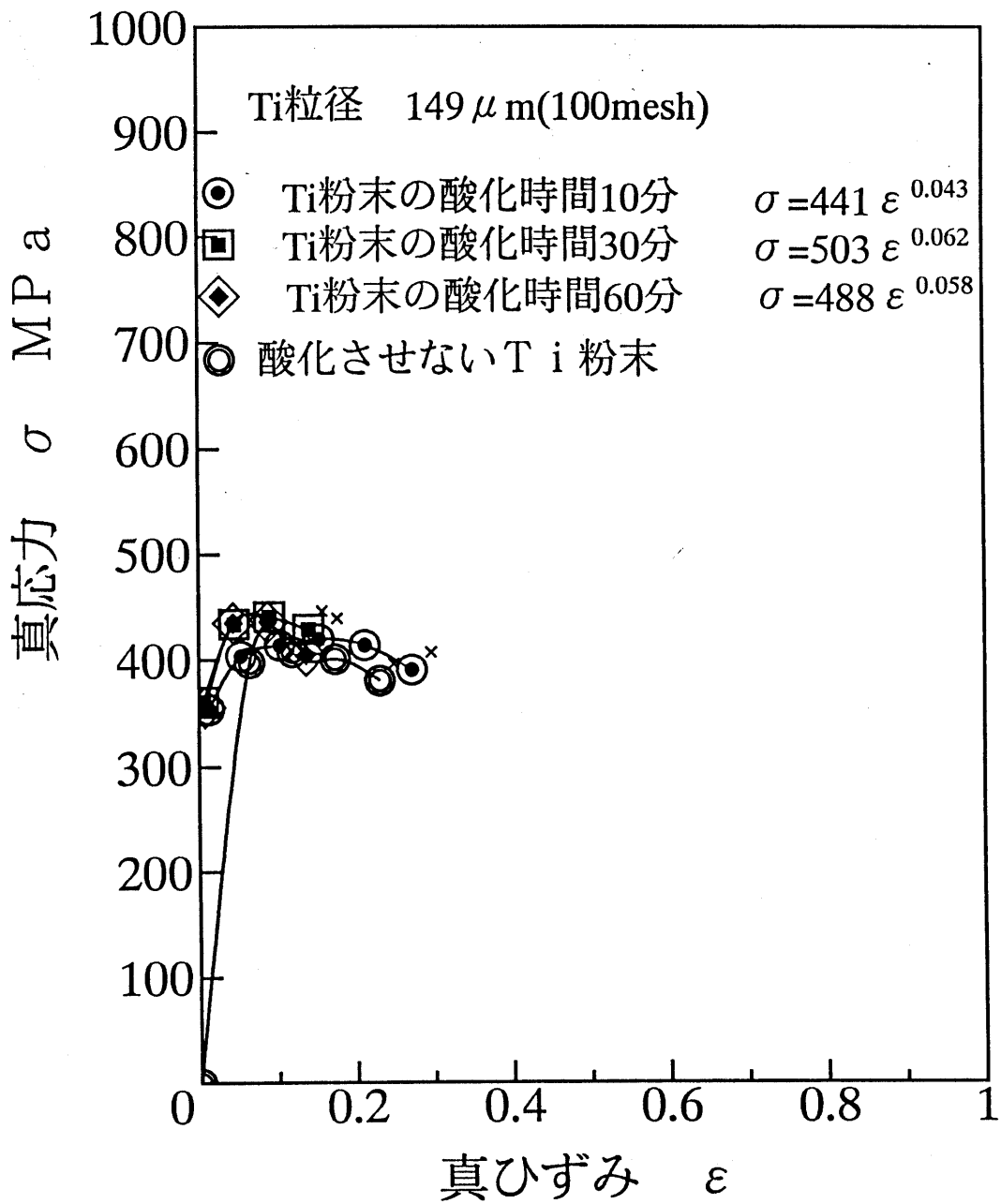


図45 真応力-真ひずみ曲線

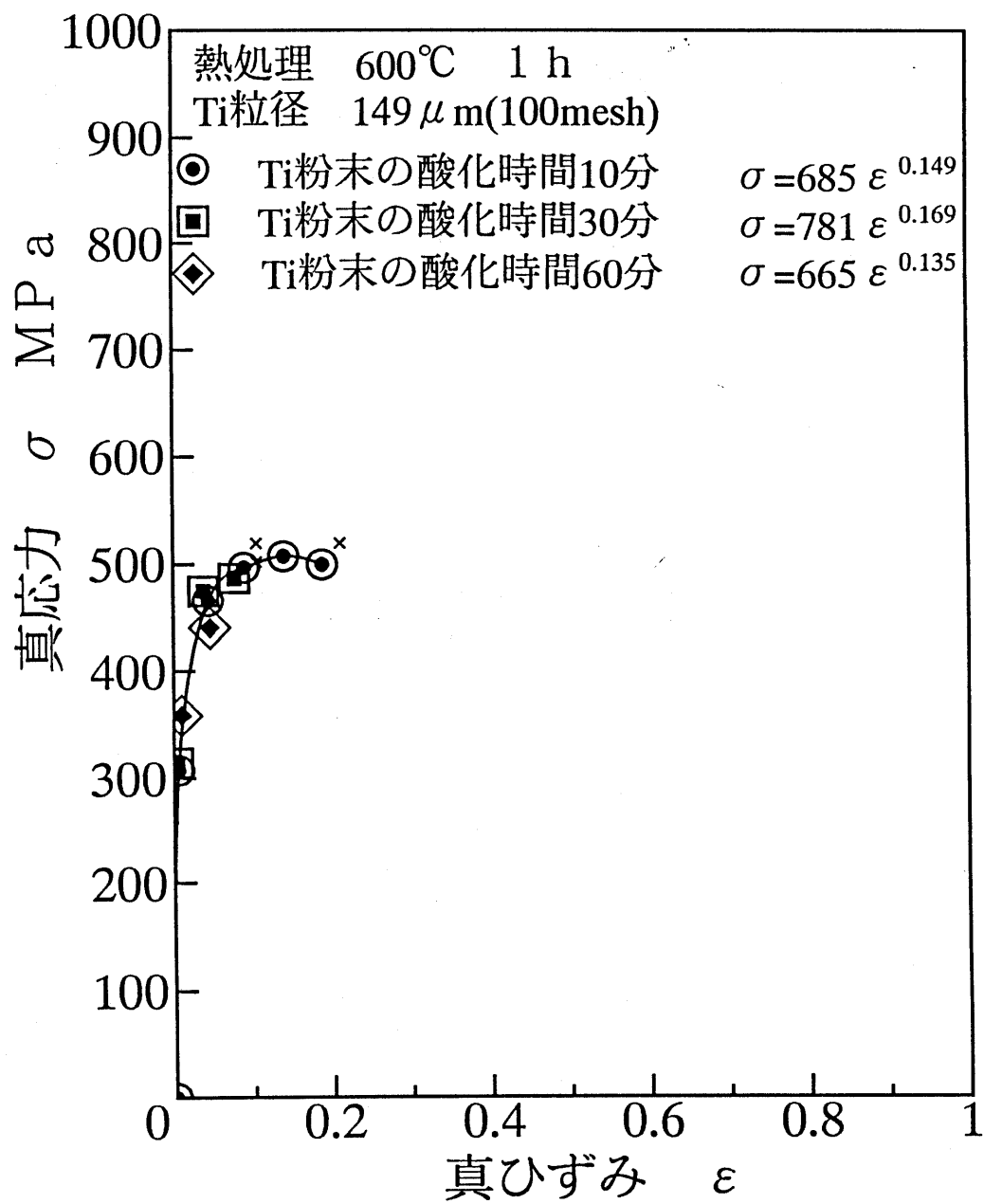


図46 真応力-真ひずみ曲線

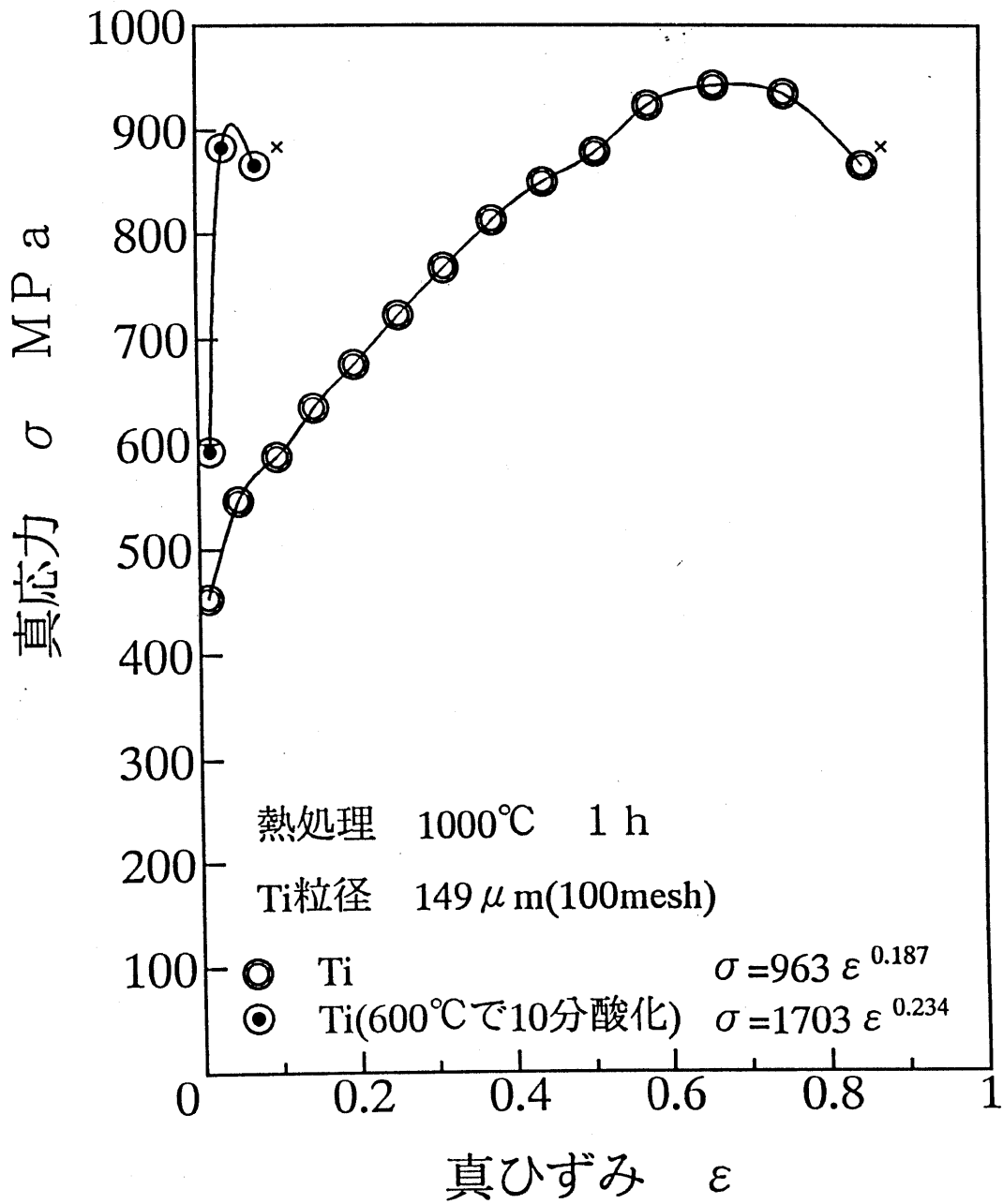


図47 真応力-真ひずみ曲線

5. 薄板の摩擦押出しと焼結・熱処理による

成形プロセス

5-1. 押出し可能な成形条件の決定

5-1-1. 押出し用圧密素材

摩擦押出しでは Ti, Ti-10at%Al, Ti-50at%Al, Ti-90at%Al, Alの混合率の粉末の素材の成形を試みた。

図48(a)に示すように正方形ダイにより成形した混合圧密素材を直接押出し用ダイに挿入し、摩擦押出し成形を試みたが、Alを除く圧密素材においては、アンビル面へのチタン粉末の凝着が著しく、また板材表面は数カ所で破断を起し、連続的に薄板を押出すことは不可能であった。そこでアンビル面およびダイ開口部にチタン粉末が凝着するのを防ぐため、圧密素材の回りをアルミニウム材料で保護する必要があることがわかった。

そこで図48(b)に示すように上下Al層のサンドイッチ層状に形成した3層の圧密素材を製作した。この圧密素材を3層が垂直になるようにして押出し、アンビル面およびダイ開口部にアルミニウム層ができるよう工夫した。しかしこの成形法においても中心のチタン粉末混合層が押出しの初期の行程でアンビル面に凝着するため、薄板の成形は実現できなかった。

次に図48(c)に示すように、後方押出しにより成形した厚さ約1mmのアルミニウムカップ中に混合粉末を圧密し、摩擦押出し成形を行ったところ、Ti-50at%AlおよびTi-9

0 at% Al の混合粉末素材について、全ての押し出し比で薄板の成形が可能になった。しかし、Ti および Ti-10 at% Al の粉末素材については、チタンのアンビル面への凝着と薄板上面のクラックが起こり、薄板の成形は困難であった。

以上のことから、摩擦押し出し成形は Ti-50 at% Al, Ti-90 at% Al, Al の粉末をアルミニウムカップ中に圧密した素材を用いて行った。

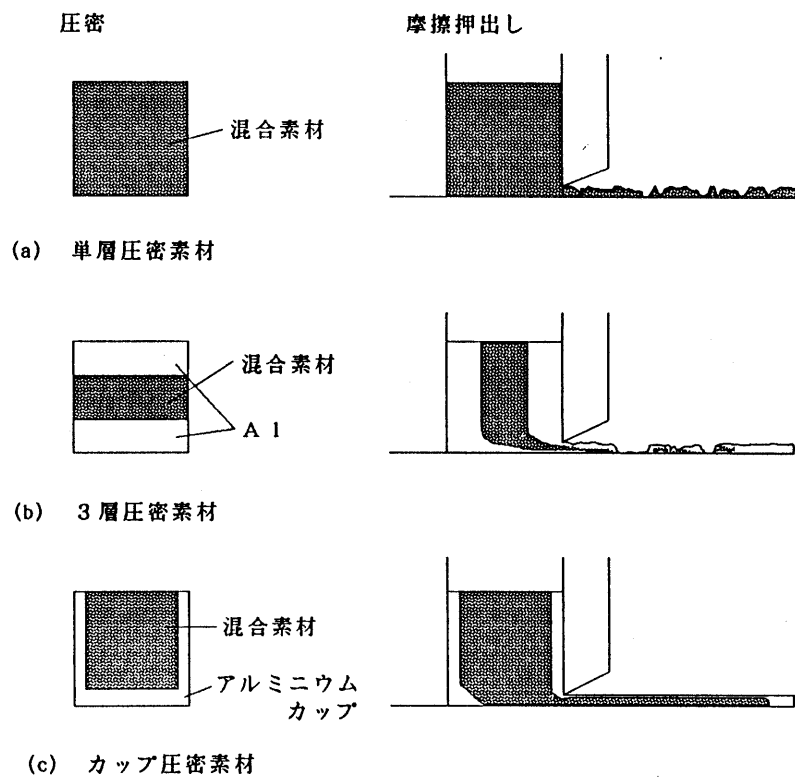


図48 摩擦押し出し用圧密素材の模式図

5-1-2. 摩擦押出しの成形条件

摩擦押出し成形に必要な成形パンチ面圧とコンテナ押え力を調べた。表8(a)に示すように、パンチ面圧 $p_p = 350 \text{ MPa}$ 以下では押出しが生じず、 $p_p = 550 \text{ MPa}$ ではパンチ面圧が高すぎて側方押出しが生じてしまった。また表(b)に示すように、コンテナ押さえ力 80 kN でバリの発生を抑制できた。そこでパンチ面圧 $p_p = 450 \text{ MPa}$ 、コンテナ押さえ力 $p_H = 80 \text{ kN}$ として摩擦押出しを行った。

表 8 摩擦押出し成形条件

(a) パンチ面圧 (インナー荷重)

インナー荷重 (kN)	30	40	50	60
パンチ面圧 (MPa)	350	450	550	650
成形状態	◇	◎	※	※

◇ 押出し不可能 (パンチ面圧の不足)

◎ 押出し可能

※ パンチ面圧が高すぎて素材が側方押出し
されてしまう。

(b) コンテナ押さえ力 (アウター荷重)

アウター荷重 (kN)	20	40	60	80
成形状態	x	x	x	◎

x バリ発生

◎ バリなし

次に、摩擦押出しに用いる圧密素材の成形面圧を決定するため、前章で示した圧縮特性評価用素材の圧密成形面圧1000MPaと、摩擦押出し成形時のパンチ面圧と等しい450MPaの2種の圧密面圧について検討した。この2種類の圧密素材を用いて、摩擦押出しにより薄板を成形し、その密度と引張強さを比較した。図49は密度の測定結果で、薄板の上下面にAl層があるため、Ti-50at%Alだけの密度より低いですが、圧密面圧による差は見られない。また図50は引張試験の測定結果であり、押出し比による変化は認められるが、押出し比による差異はほとんど見られない。そこで摩擦押出し成形に用いる圧密素材の圧密面圧は、摩擦押出し成形のパンチ面圧と等しい450MPaとした。

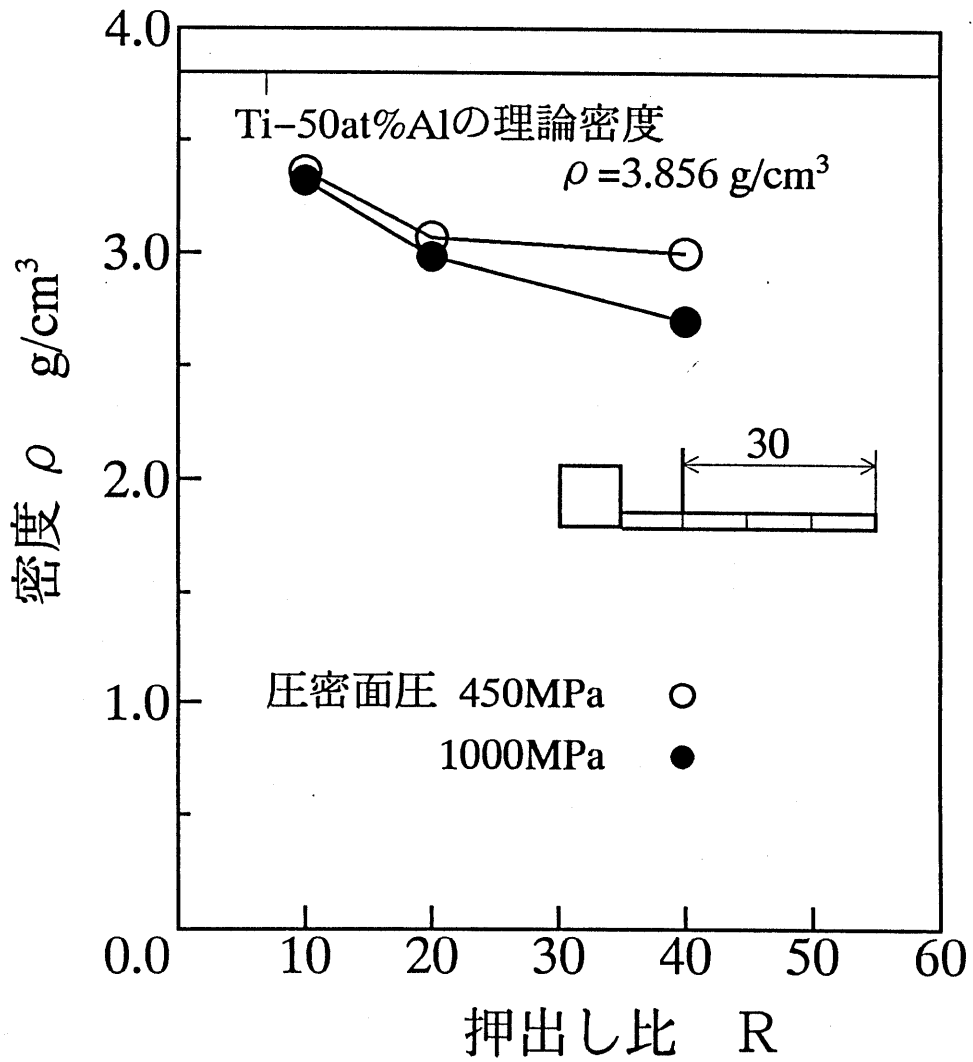


図49 摩擦押出し薄板の密度に及ぼす圧密面圧の影響

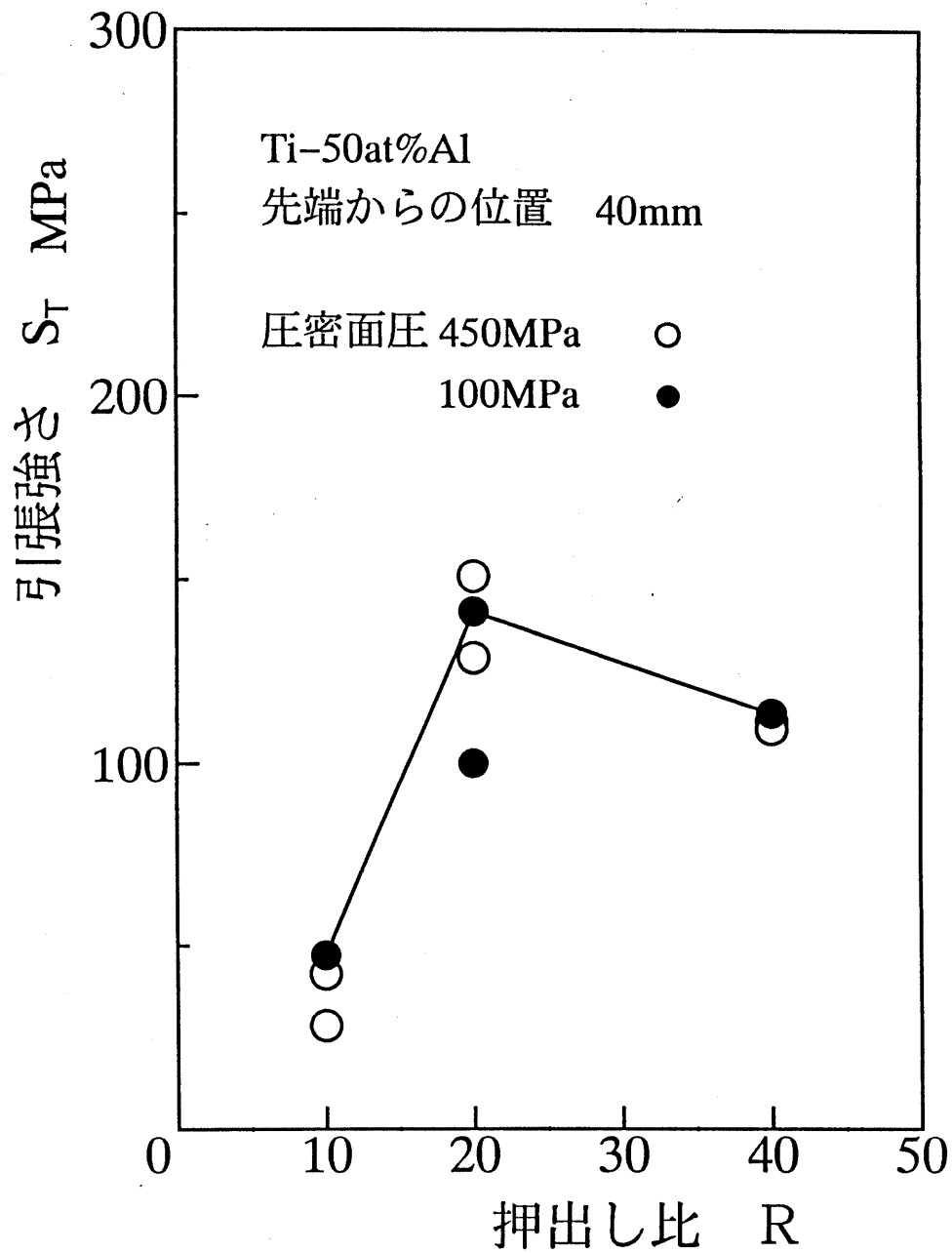


図50 摩擦押出し薄板の引張強さ
 (圧密面圧の影響)

5-2. 薄板の摩擦押出し成形による機械的特性の変化

5-2-1. 摩擦押出しによる薄板の成形状態

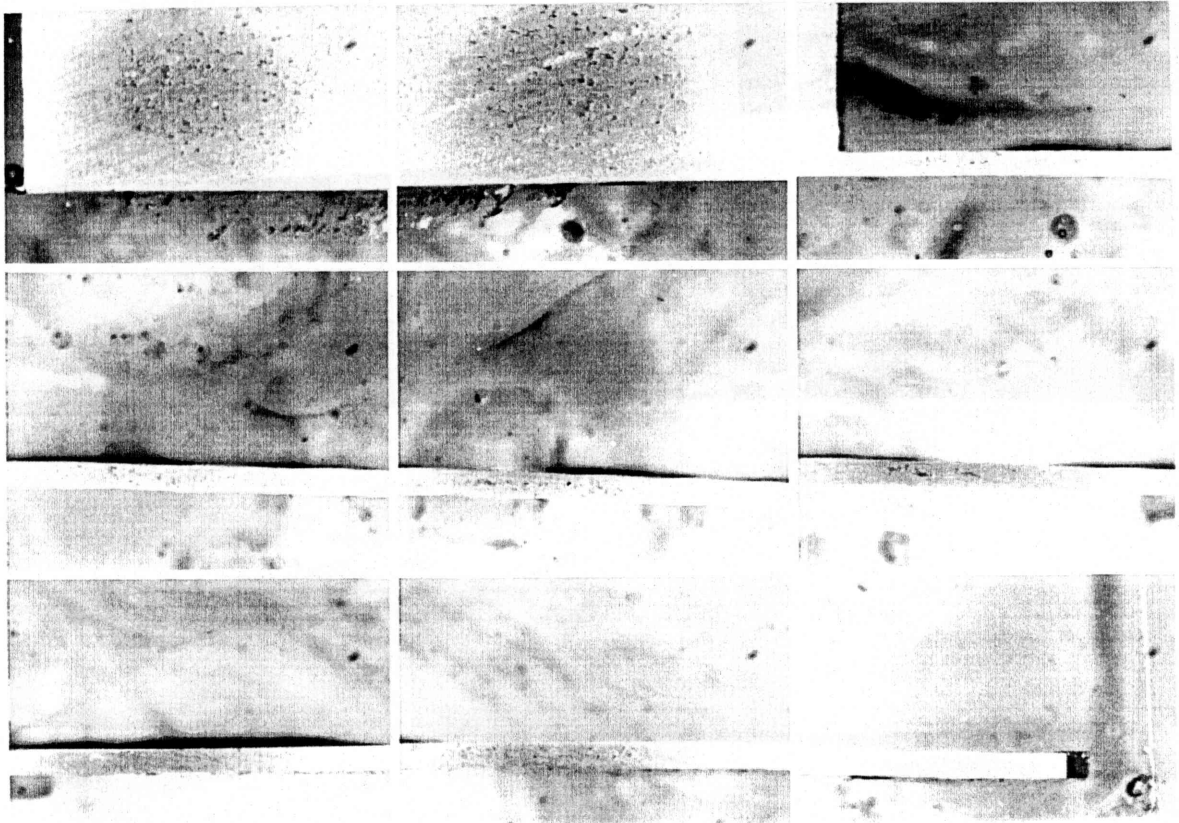
図 51-1 ~ 3 に摩擦押出しにより成形した薄板の断面のスクープ写真を示す。アンビル面と素材の間に働く摩擦力により、アンビル移動方向と同じ方向の材料流れが生じ、被覆したアルミニウムと共に混合粉末層も押し出され、3層の薄板に成形されている。初期行程では圧密素材の底部のアルミニウムが押し出されるため、薄板の先端部分には混合粉末層はほとんど押し出されない非定常部が存在する。この非定常部は押し出し比 R が大きく（板厚 t が薄く）なるほど長くなっている。Ti-90 at% Al の薄板では、いずれの押し出し比 R でも圧密部と薄板部でチタン粒子の分散の様子に大きな違いはない。これに比べ Ti-50 at% Al では、特に押し出し比 $R=20$ ($t=0.5\text{ mm}$) の場合に圧密部でやや凝集していたチタン粒子の分散が進んでいるように見られる。これは圧密素材がダイ開口部でせん断変形を受けるが、変形抵抗の大きなチタン粒子では変形が起こりにくいためであると考えられる。また図 51-4 にはそれぞれの混合率の薄板の圧密部分、ダイ開口部近傍部分および薄板部分の顕微鏡写真を示す。この写真において、白色部分は Ti、黒色部分は Al である。Ti-50 at% Al の薄板の圧密部分で凝集していた Ti 粉末が、ダイ開口部付近では細長い粒子に変形され、薄板部で細かな粒子が分散されているのがわかる。

押出された板材は図52に示すように混合層がアルミニウム層に被覆されている状態になっている。そこで板材断面の左右両側のアルミニウム層の幅をそれぞれ1mmと仮定し、アルミニウムの密度から求めた両側のアルミニウムの部分の重量と、板材の重量の差を混合層の重量とし、混合層の重量と寸法から密度を求め、真密度との比を相対密度で表す。この時、薄板上下のアルミニウム層の厚さ t_A は、混合層の厚さ t_c に比べ非常に小さいため無視できるとした。

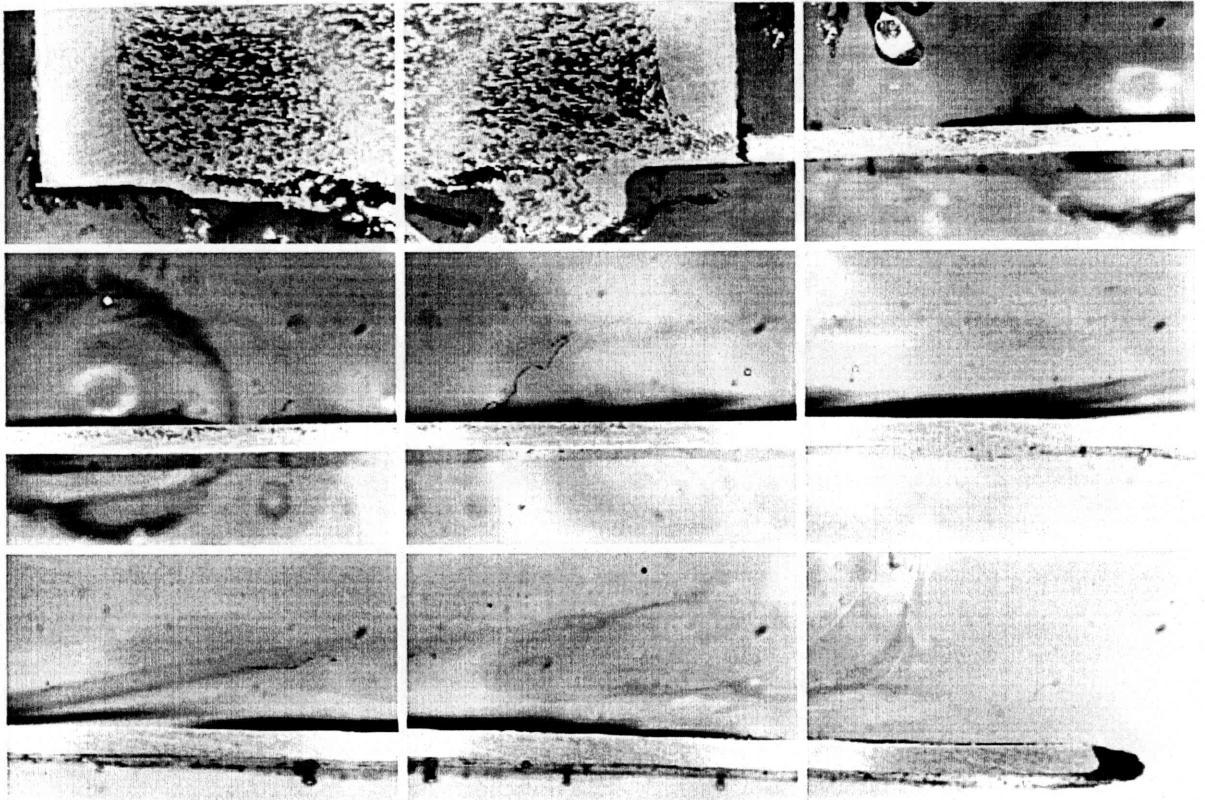
図53は、Ti-50at%Alの薄板における相対密度を分布を示したものである。押出しの初期の段階では圧密素材の底部のアルミニウムのみが押出され、チタン粒子が押出されないため、薄板先端から遠いほど相対密度が高くなる。密度が一定となる押出し行程Hは、押出し比 $R=10$ で $H=20$ mm、 $R=20$ では $H=30$ mm、 $R=40$ では $H=40$ となっている。

図54は、押出し行程 $H=30\sim 40$ mmにおける密度を押出し比 R に対して示したものである。押出し比 R が大きい(板厚が薄い)ほど相対密度が低くなっている。これは圧密素材中のアルミニウム粒子の変形抵抗に比べチタン粒子の変形抵抗が大きいため、押出し比 R が大きい(板厚が薄い)ほどチタン粒子が押出され難いためであると思われる。また、Ti-90at%Alに比べTi-50at%Alの相対密度が低くなっているのは、Ti-50at%Alでは圧密素材の混合層において、押出され難いチタン粒子に比べ、アルミ

ニウム粒子が優先的に押し出されるためであると思われる。

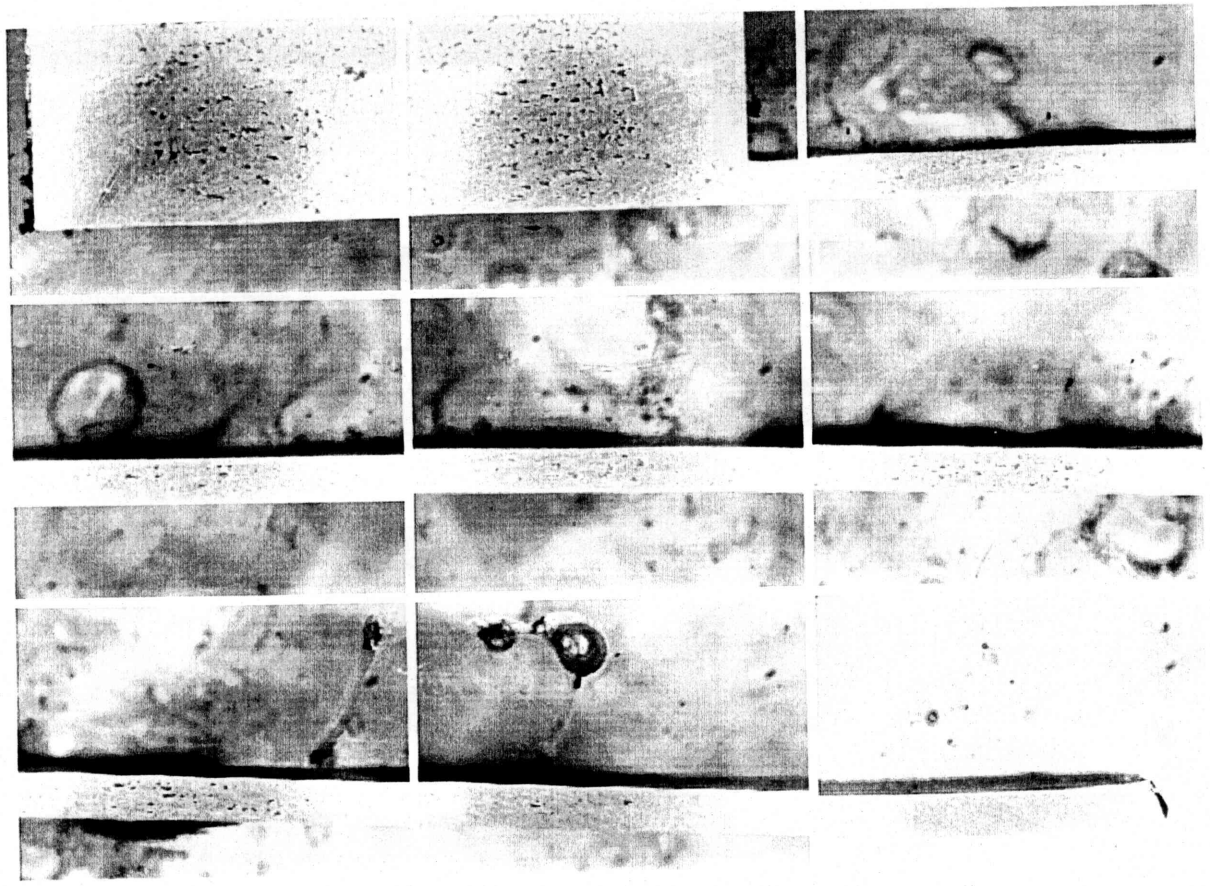


(a) Ti-90at%Al 押出し比 R=40

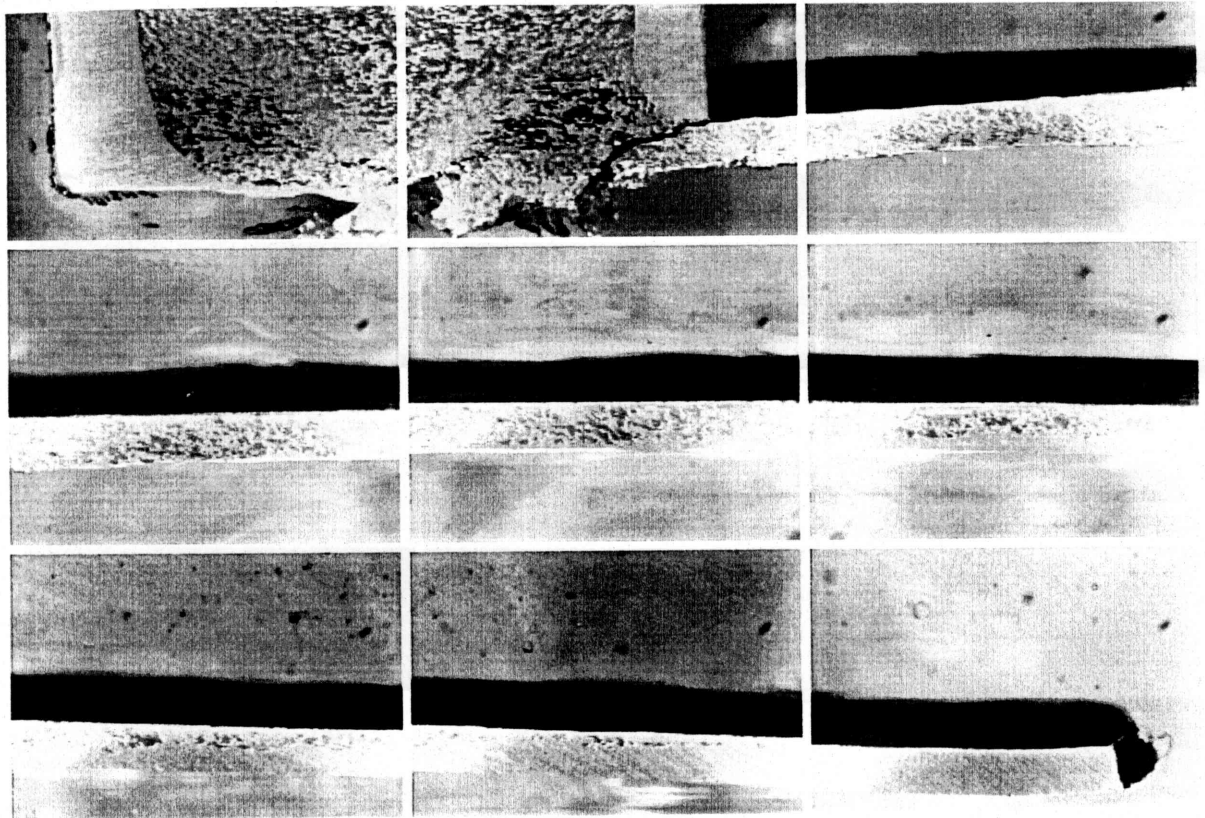


(b) Ti-50at%Al 押出し比 R=40 1mm

図 51-1 摩擦押出し薄板材の断面写真

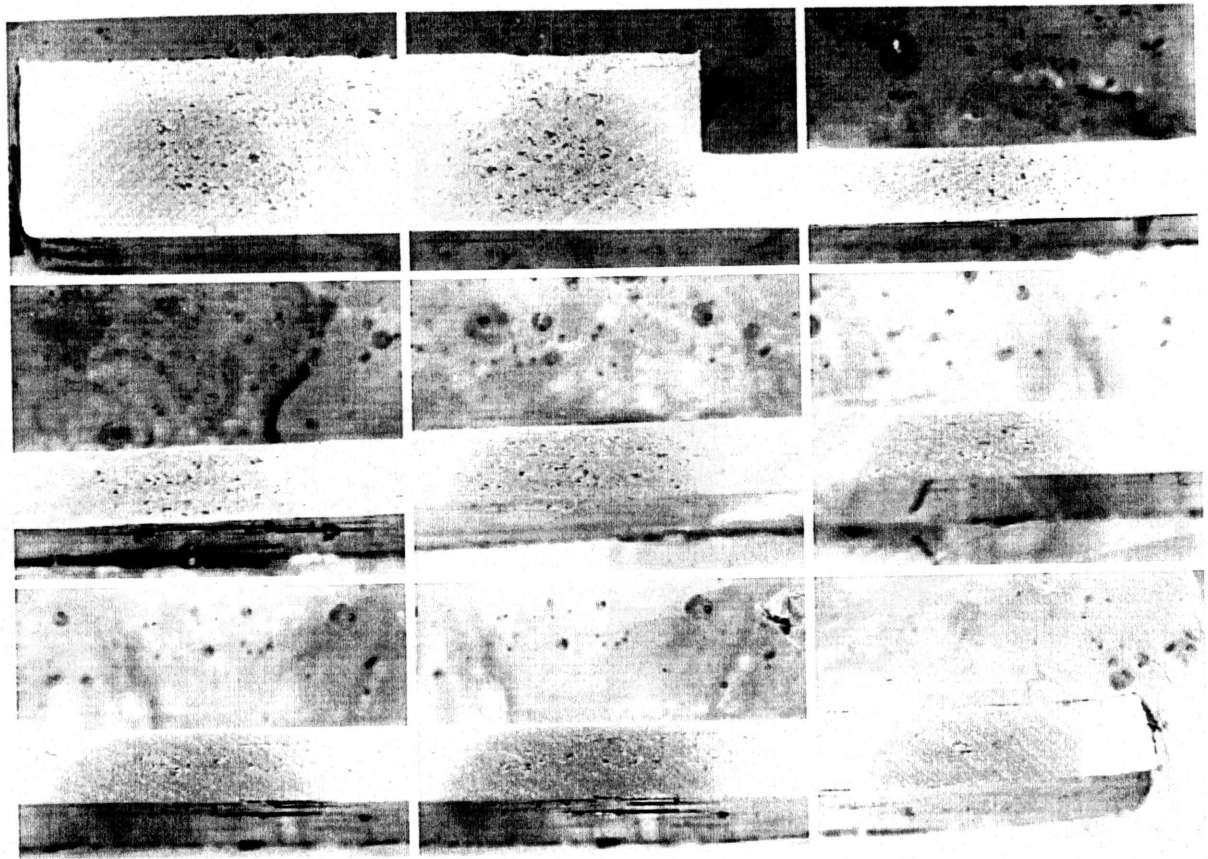


(a) Ti-90 at% Al 押出し比 R=20

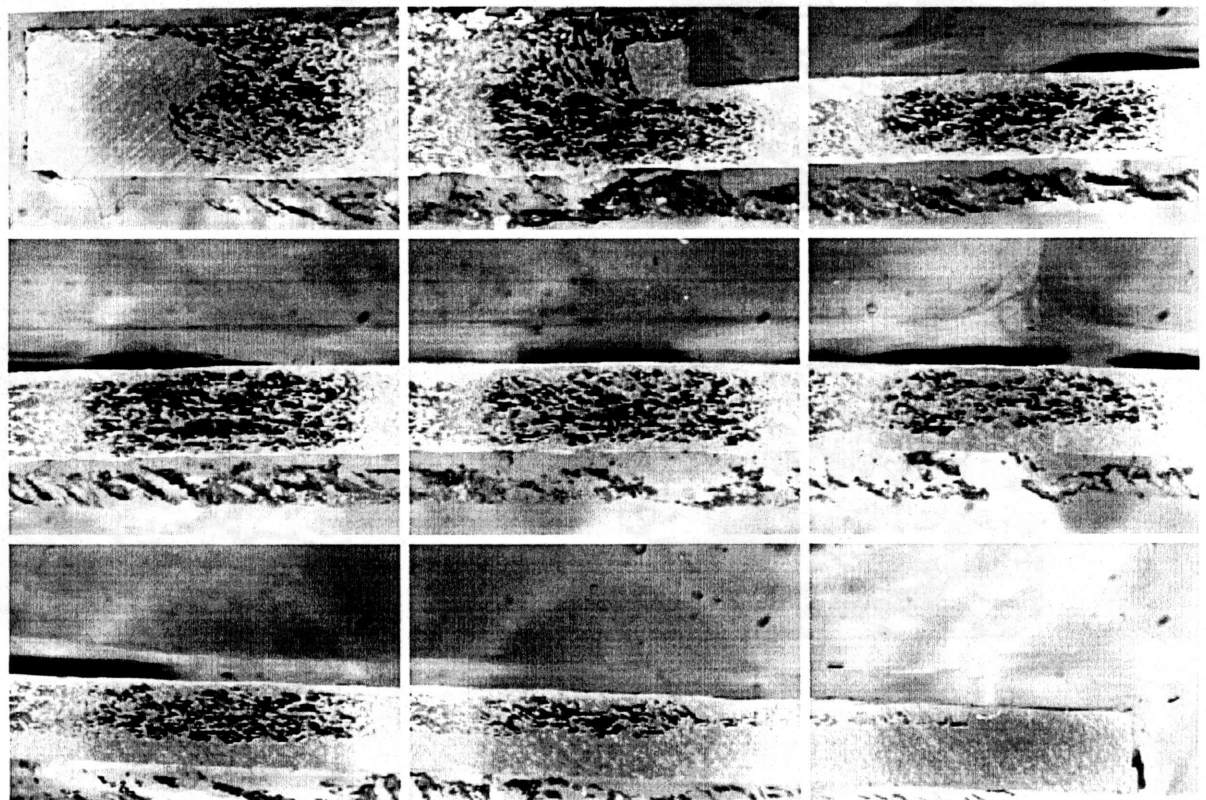


(b) Ti-50 at% Al 押出し比 R=20 $\left| \frac{1}{\text{mm}} \right|$

図 51-2 摩擦押出し薄板材の断面写真



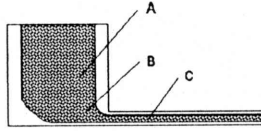
(a) Ti-90 at% Al 押出し比 R=10



(b) Ti-50 at% Al 押出し比 R=10

1mm

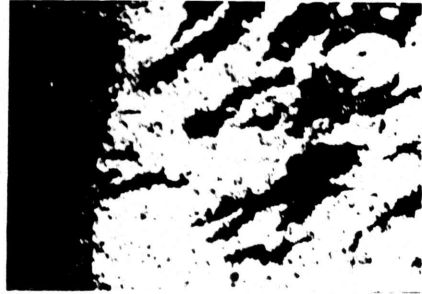
図 51-3 摩擦押出し薄板材の断面写真



Ti-10at%Al

Ti-50at%Al

A



B



C



0.5 mm

図 51-4 摩擦押出し薄板材の断面写真

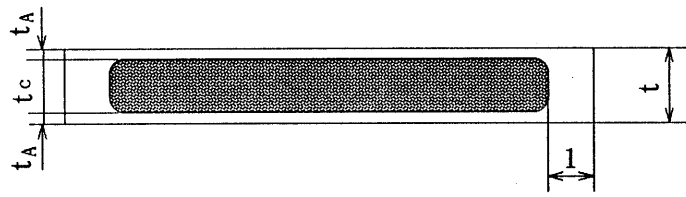


図 52 薄板断面の模式図

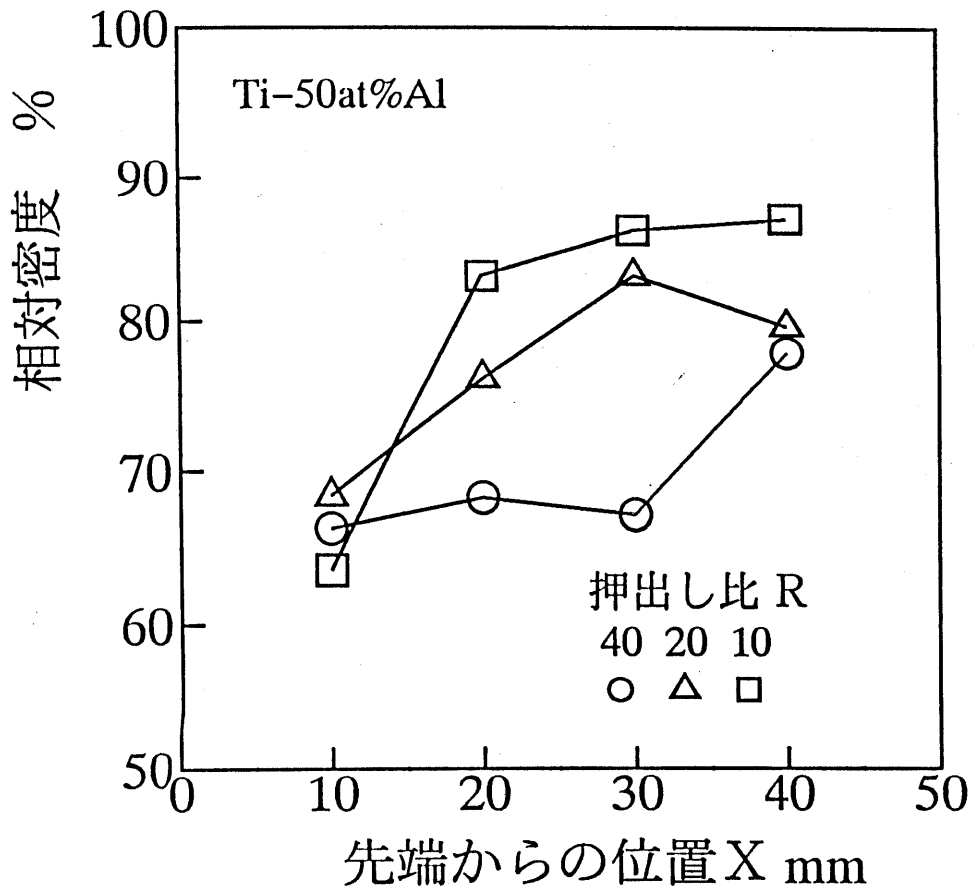


図53 薄板の相対密度分布

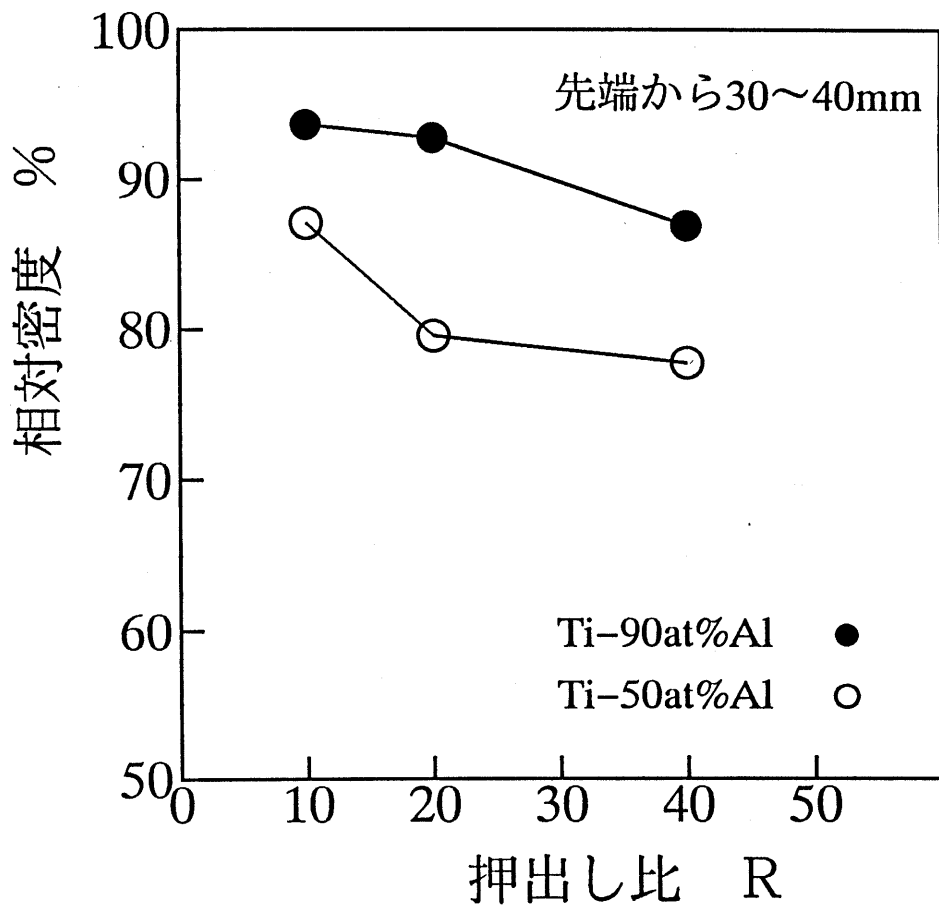


図54 薄板の相対密度に及ぼす押出し比の影響

5-2-2. 硬さの変化

図 55 および 図 56 にはそれぞれ Ti-90 at%Al, Ti-50 at%Al の薄板断面のマイクロビッカース硬さを分布で示す。Ti-90 at%Al の場合、硬さにおいても密度と同様に薄板の先端付近ではチタン粒子が押出されていないため硬さが低くなっている。いずれの押し比 R においてもほぼ同じ値の硬さの値で、先端からの位置が 20 mm 以上では硬さの値がほぼ一定になっている。Ti-50 at%Al の薄板で先端からの位置が 20 mm の位置で HV が極値をなすが、摩擦押しにより成形した薄板がアンビルに少し凝着しており、薄板をアンビルから取りはずす際に、薄板の根元付近が多少破断したためではないかと考える。また押し比 R が小さいほど硬さが大きくなるのは、Ti 含有量が高くなるためと考えられる。

図 57 は Ti, Al 粉末共に 100 mesh の混合粉末素材から成形した薄板において、先端から 20 mm の位置におけるビッカース硬さ HV を押し比 R について示したものである。Al 粉末からの薄板では押し比 R が大きくなるに従いビッカース硬さ HV 上昇する傾向を示し、 $HV=60\sim 65$ 程度となっている。Ti-90 at%Al では押し比 R=20 で極大値を示すが、その変化を考えなければ、Al の場合とほぼ同程度の硬さになると考えられる。また Ti-50 at%Al では押し比 R が大きくなるほど硬さは低下する傾向を示し、押し比 R=10 の場合に $HV=77$ と特に高くなっている。これは図（写真）

に示すように、チタン粒子が他の押出し比よりも数多く分布するためと考えられる。

次に図 58, 59 はそれぞれ Ti-90at%Al, Ti-50at%Al の薄板断面の硬さについて、混合方法とチタン粉末の粒径の影響を調べた結果である。この比較は押出し比 R=20 の薄板について行った。図 58 からわかるように Ti-90at%Al の薄板では混合方法、チタン粉末の粒径の影響はほとんどないと言える。これに対し、図 59 からわかるように Ti-50at%Al の薄板では単純混合 325 mesh の素材が HV=97 で最も硬く、次にボールミルの 100 mesh, 325 mesh で、単純混合の 100 mesh が HV=66 で硬さが最も低かった。この理由については不明である。

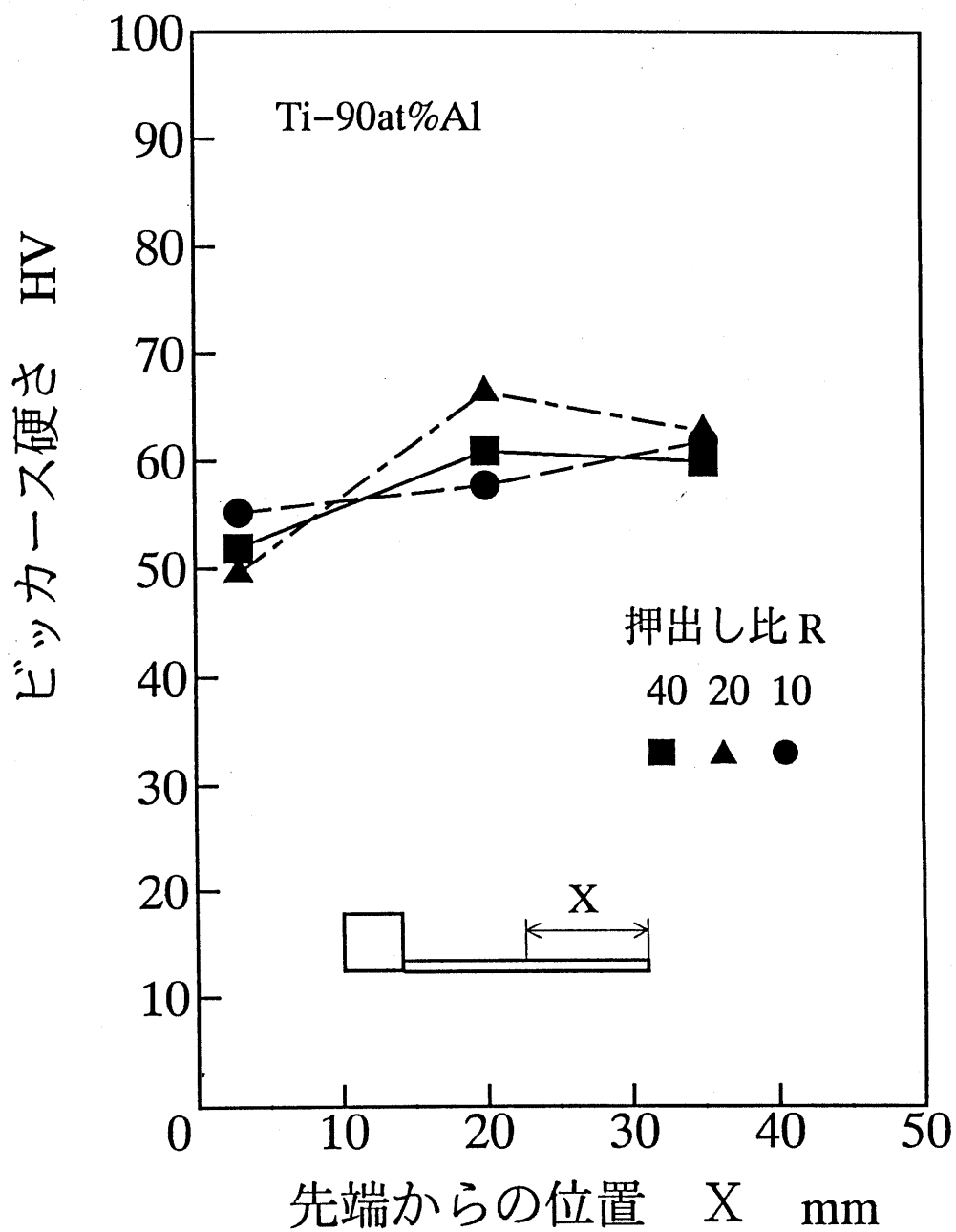


図55 薄板断面の硬さ分布

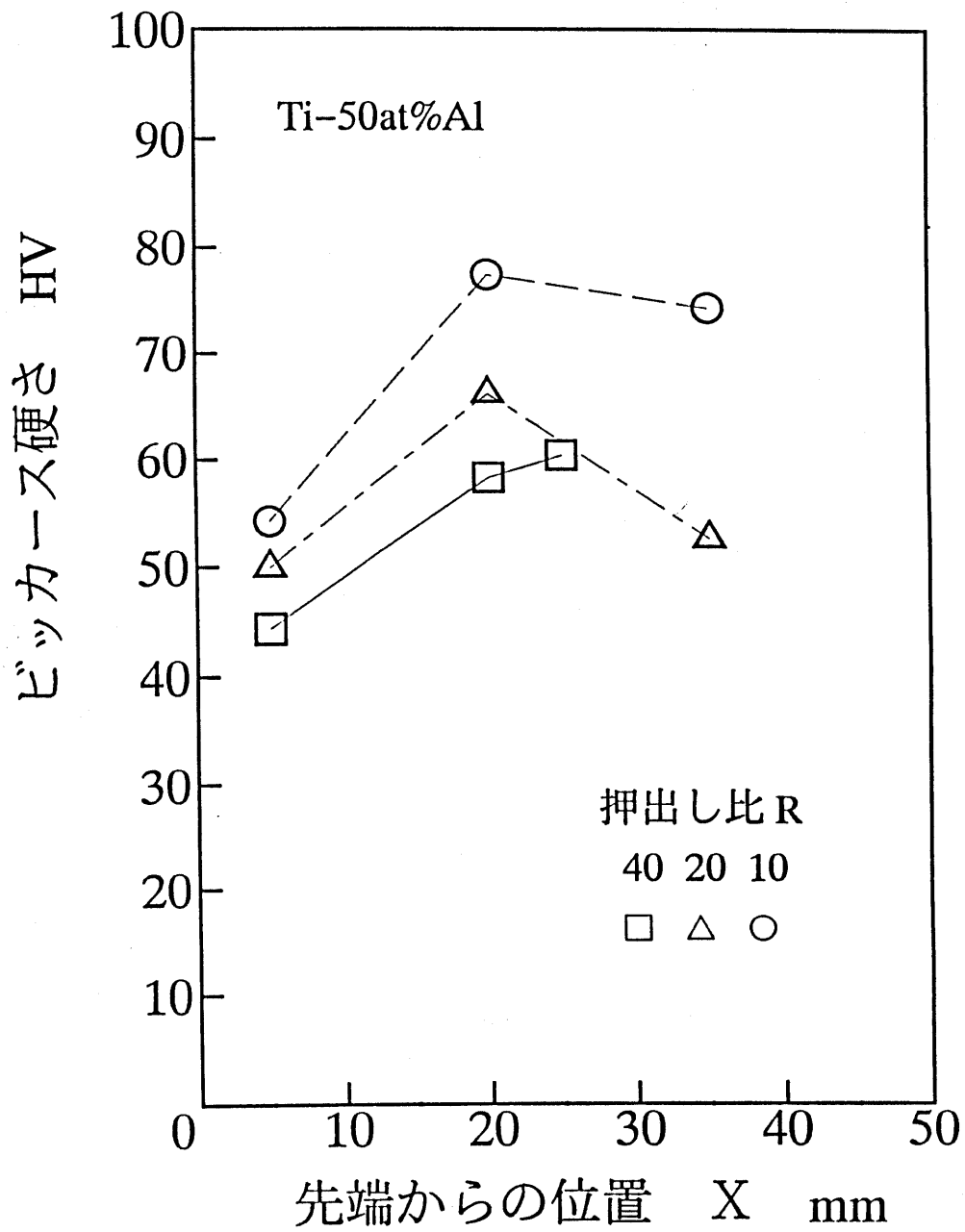


図56 薄板断面の硬さ分布

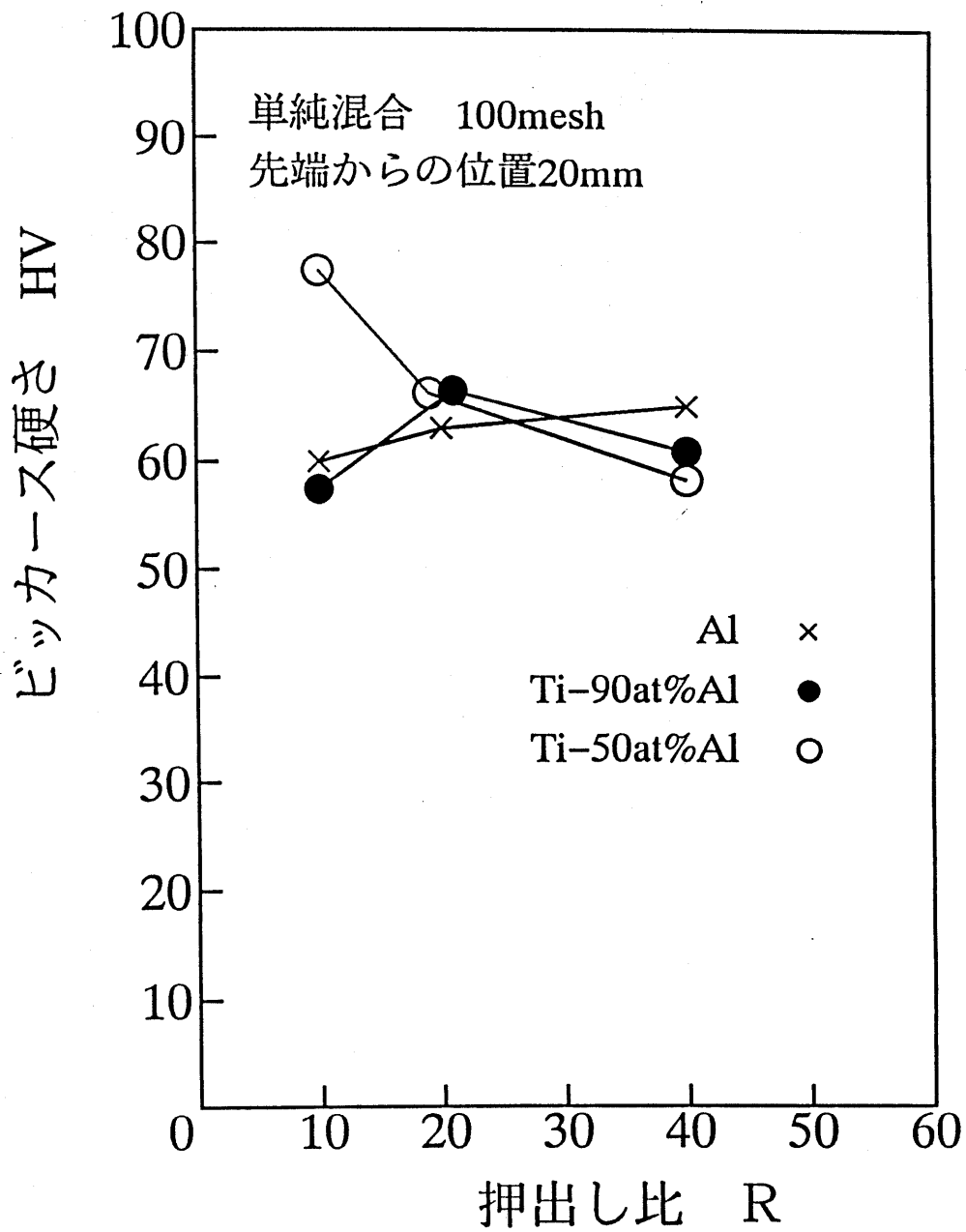


図57 薄板断面の硬さに及ぼす押出し比の影響

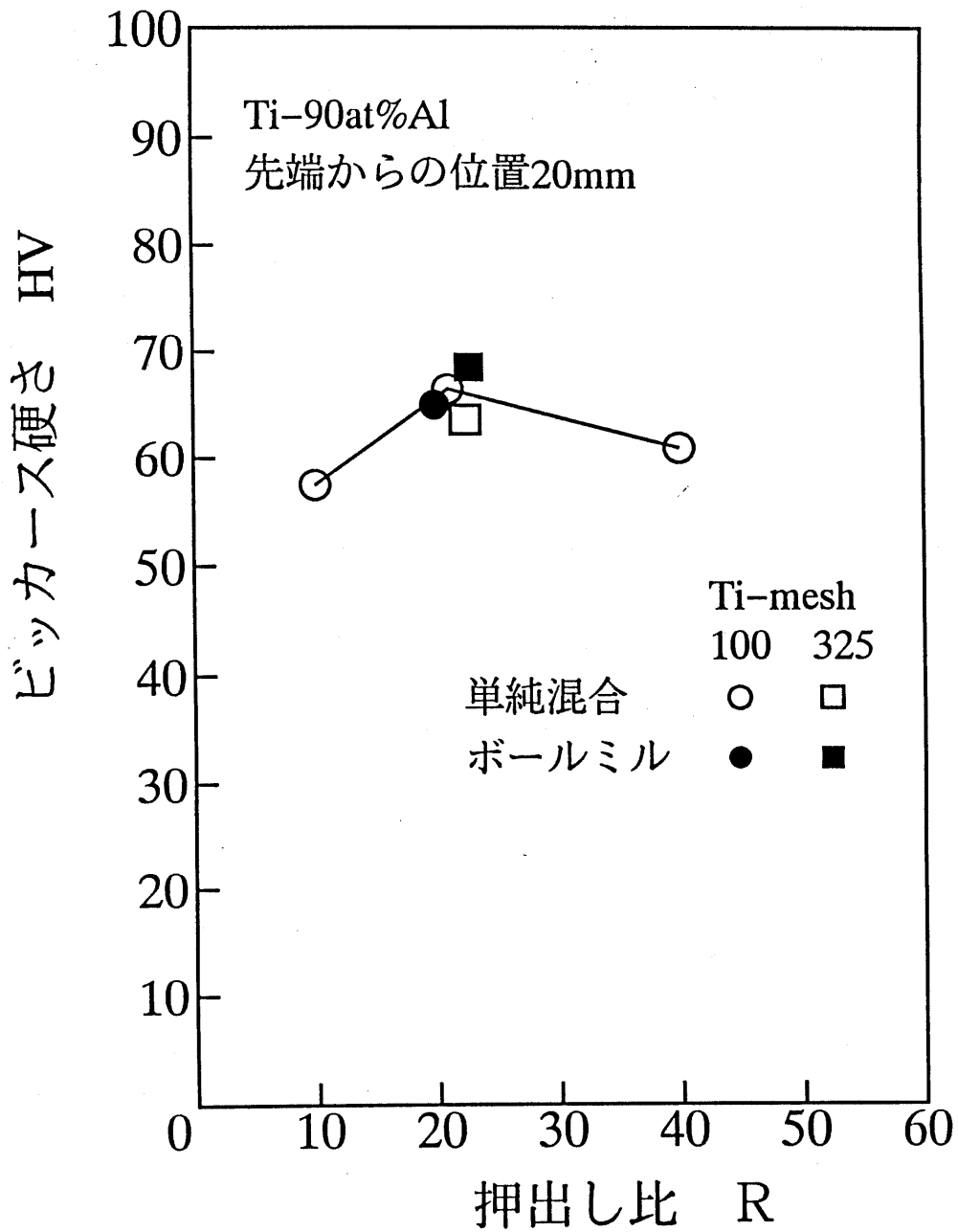


図58 薄板断面の硬さに及ぼす粉末混合条件およびチタン粉末粒径の影響

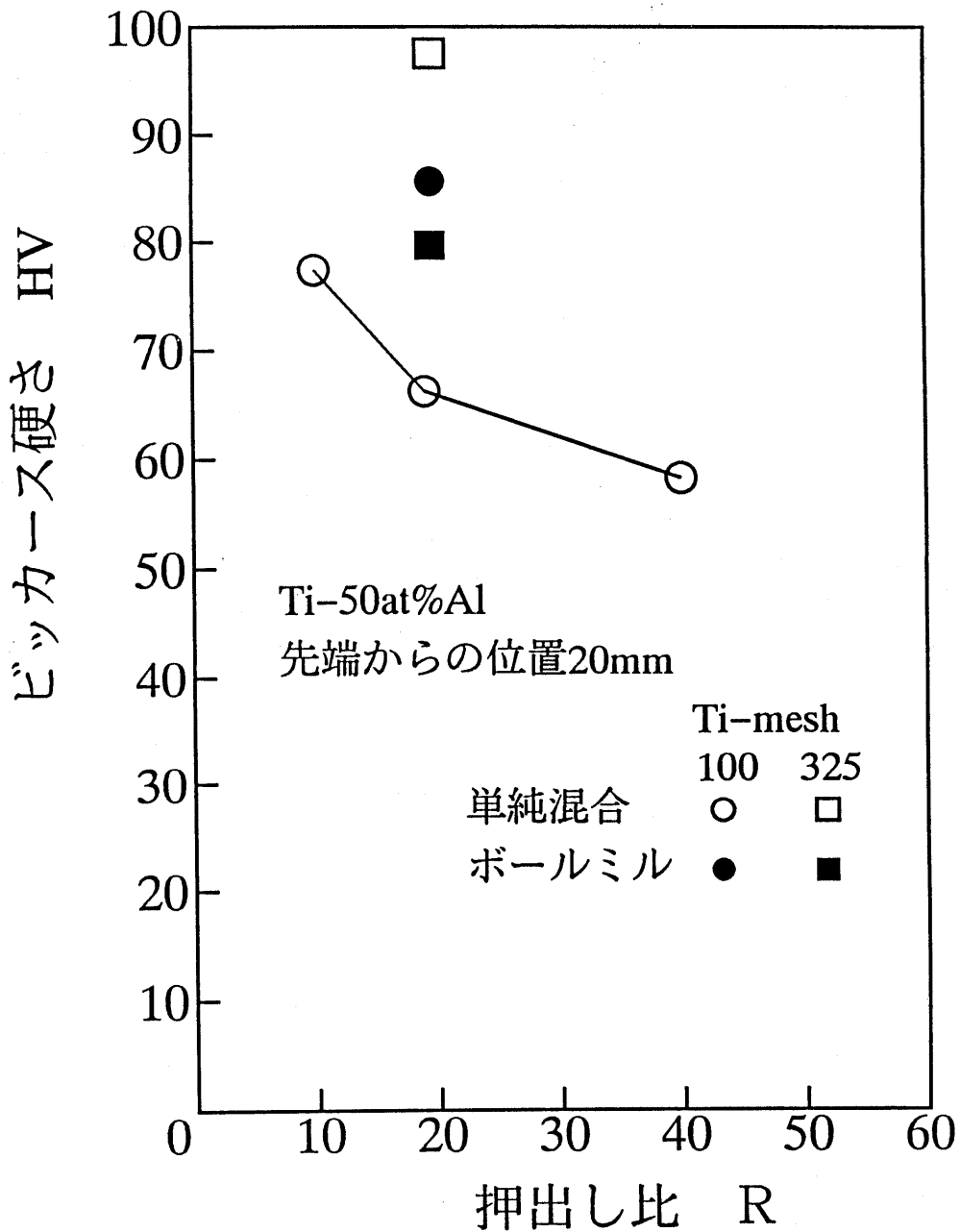


図59 薄板断面の硬さに及ぼす粉末混合条件およびチタン粉末粒径の影響

5-2-3. 引張試験結果

図 60 は Ti, Al 共に 100 mesh の単純混合粉末素材から摩擦押出し成形した薄板の引張強さを示している。純アルミニウム粉末素材からの薄板は、摩擦押出ししただけで引張強さ $S_T = 200 \sim 300 \text{ MPa}$ の強度が得られ、押出し比 R が大きくなるに従い引張強さ S_T は $210 \sim 260 \text{ MPa}$ 程度に増加している。これに対し、Ti-90 at%Al の薄板では純アルミニウムの薄板よりも 20 MPa 程度低くなっている。さらに Ti-50 at%Al の薄板では押出し比 $R=10$ の場合 $S_T=30 \text{ MPa}$ と非常に低くなっており、 $R=20$ では $S_T=140 \text{ MPa}$ 、 $R=40$ では $S_T=110 \text{ MPa}$ と、純アルミニウムの薄板よりも $110 \sim 150 \text{ MPa}$ 程度低くなっている。また図 61 はこの時の全伸びを示している。全伸びにおいても Al の薄板の全伸び $e_T=10\%$ に対し、Ti-90 at%Al の薄板では $e_T=1 \sim 7\%$ と低く、Ti-50 at%Al の薄板ではすべての押出し比 R において全伸びは零であった。これは薄板中のチタン粉末同士およびチタン粉末とアルミニウム粉末の結合が不十分であるためと思われる。

図 62, 63 および 64, 65 は薄板の引張強さおよび全伸びに対する混合方法、チタン粉末の粒径の影響を表したものである。いずれも押出し比 $R=20$ について比較した。図 62, 63 から、引張強さについては Ti-90 at%Al, Ti-50 at%Al いずれの場合も、混合方法、チタン粉末の粒径の影響はほとんどないと言える。また図 64 から Ti-90 at%Al の薄板では、ボールミルの方が単純混合よりも全伸びが小さ

くほとんど零となっている。これはボールミルにより粉末が加工硬化し、摩擦押出し成形の際、粉末同士の接合が起こり難くなったためであると考えられる。図65からTi-50at%Alでは混合方法、チタン粉末粒径を変えても、全伸びはほとんど零である。

以上の結果から混合粉末素材から摩擦押出しにより薄板を成形した場合、硬さについてはAl粉末からの薄板よりも硬質のチタン粉末が分散混合されると、やや上昇する。これに対し、引張強さ、全伸びについては、チタンを混合した薄板ではアルミニウムの薄板に比べて低下する。これはチタン粉末同士あるいはチタン粉末とアルミニウム粉末の常温接合が不十分であるためと考えられる。また、混合方法およびチタン粉末の粒径の影響は、Ti-90at%Alの薄板ではほとんどなかったが、Ti-50at%Alの薄板では硬さについて影響が見られた。

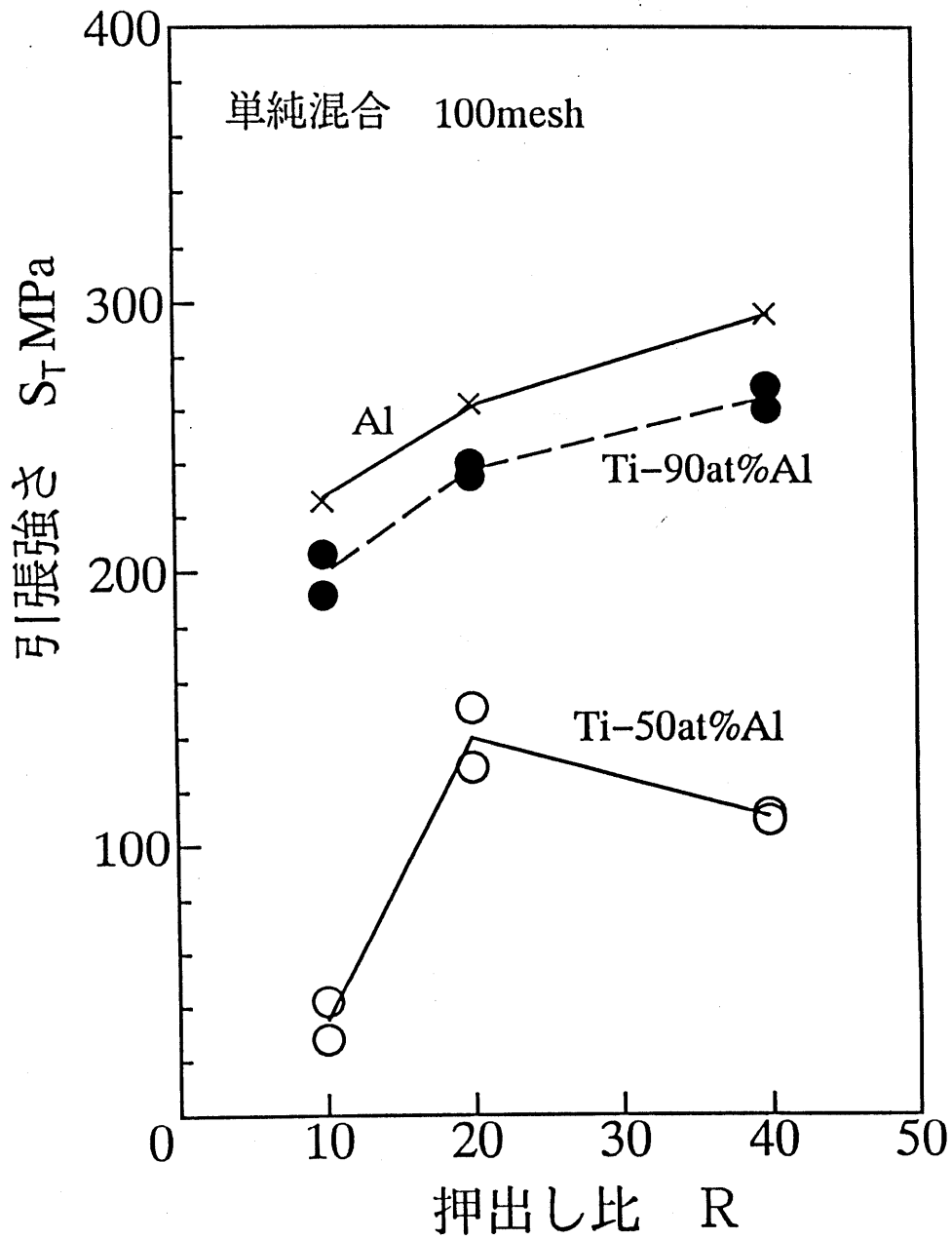


図60 薄板の引張強さに及ぼす押出し比の影響

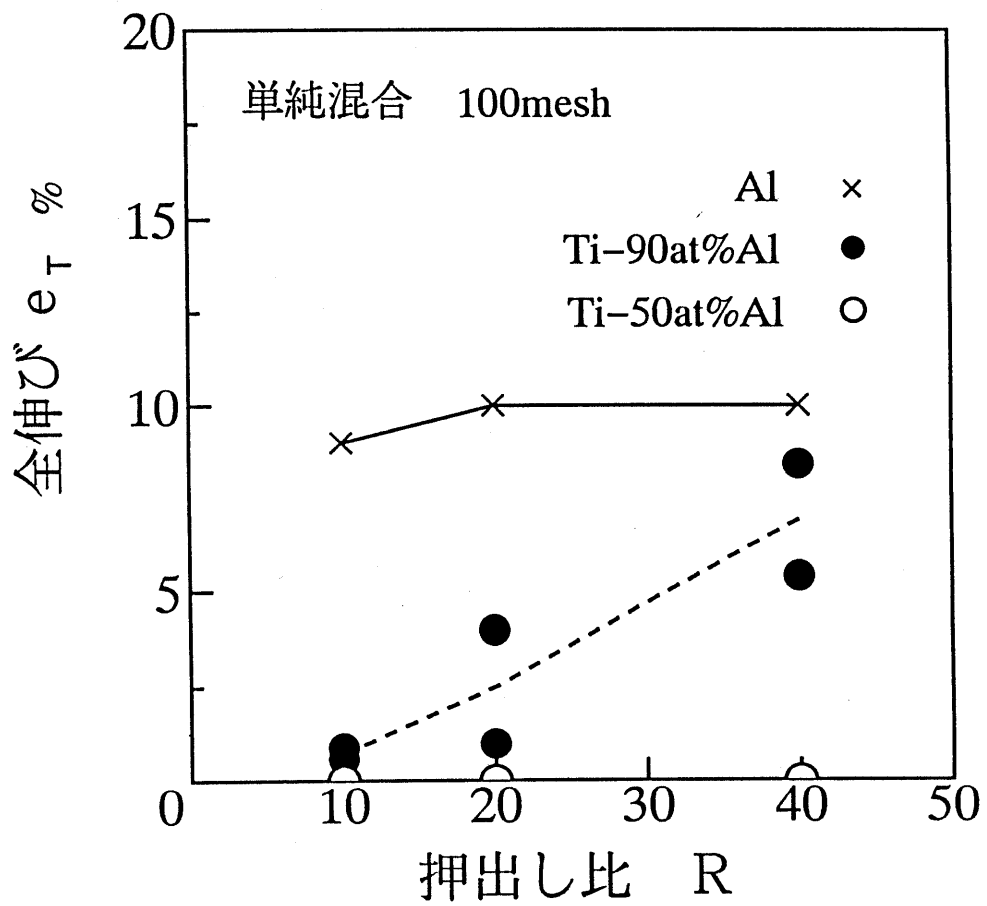


図61 板材の全伸び

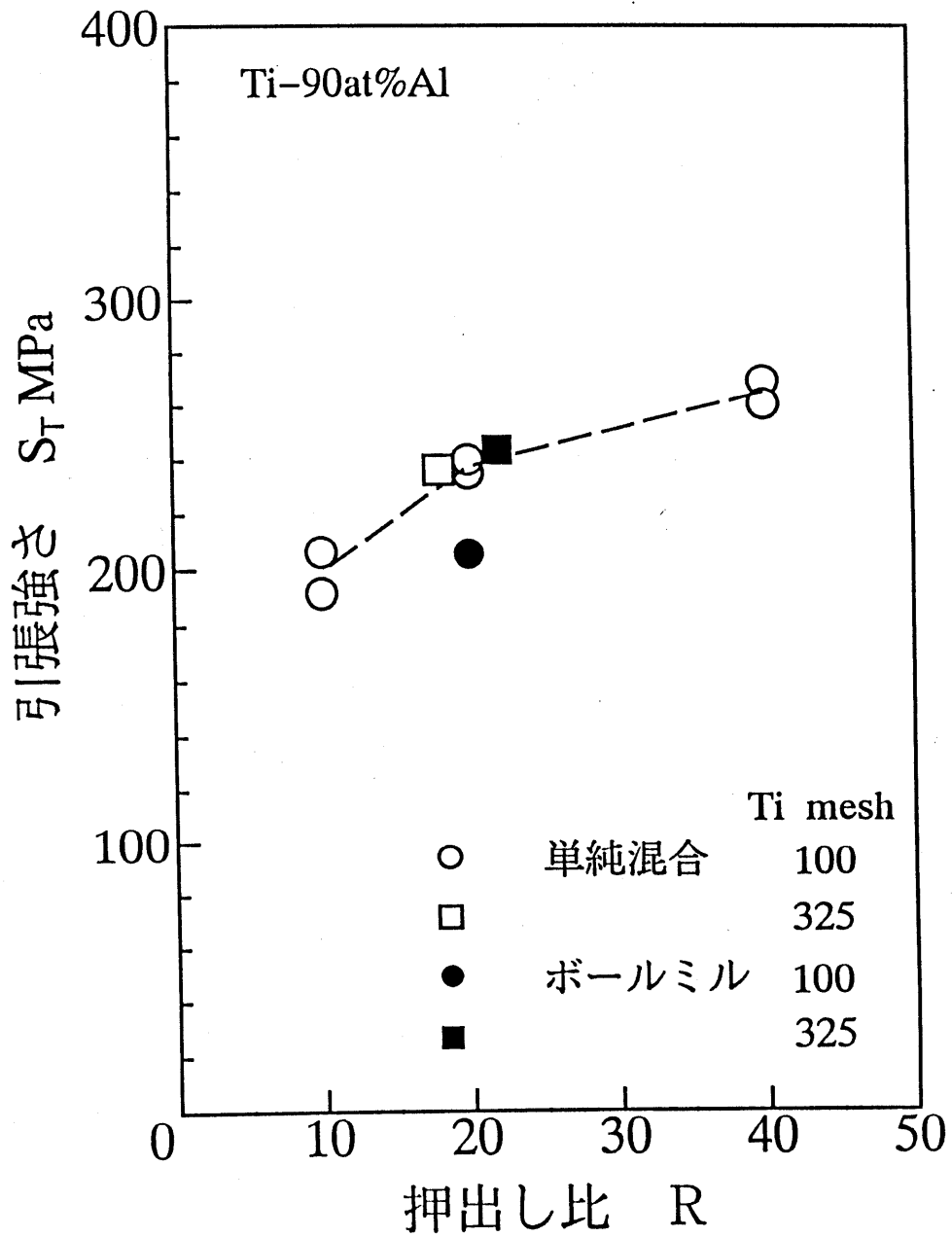


図62 板材の引張強さ
(混合方法, Ti 粉末の粒径による違い)

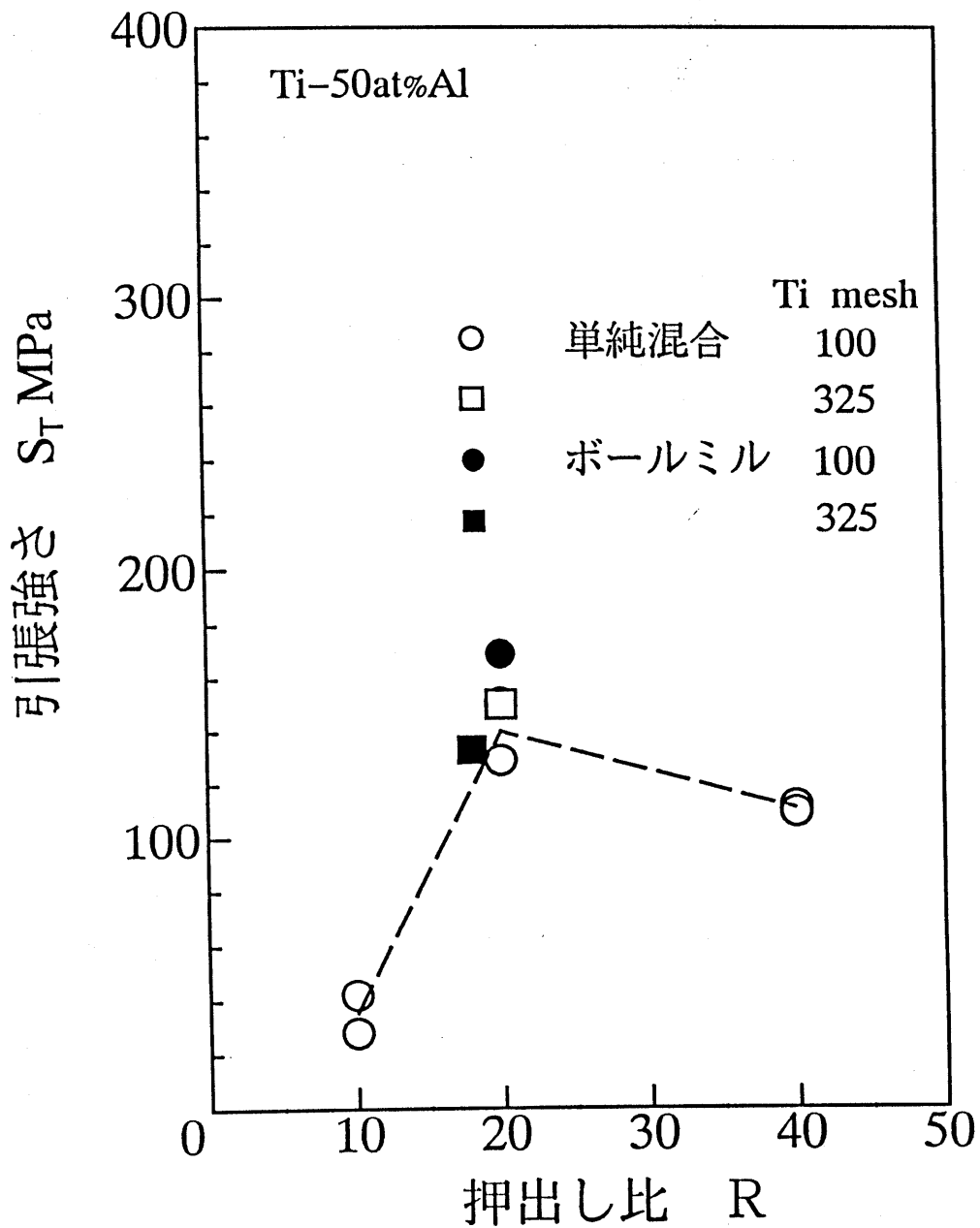


図63 板材の引張強さ
 (混合方法, Ti粉末の粒径による違い)

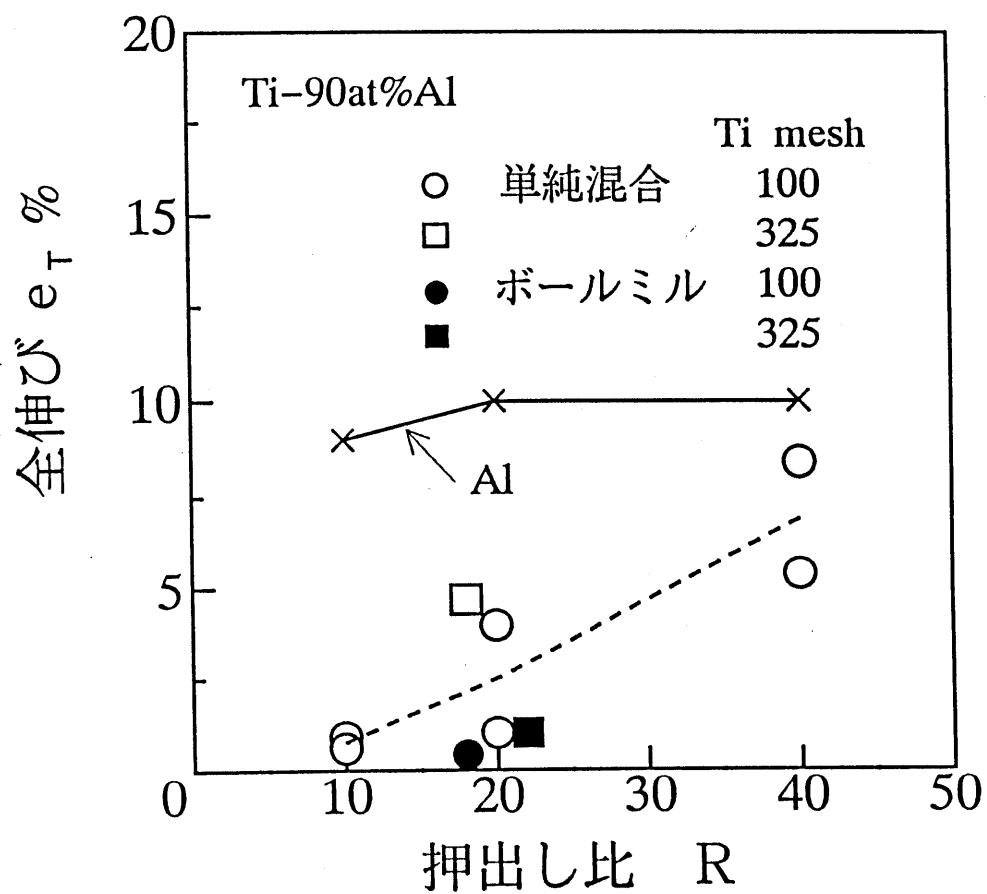


図64 板材の全伸び
(混合方法、Ti粉末の粒径による違い)

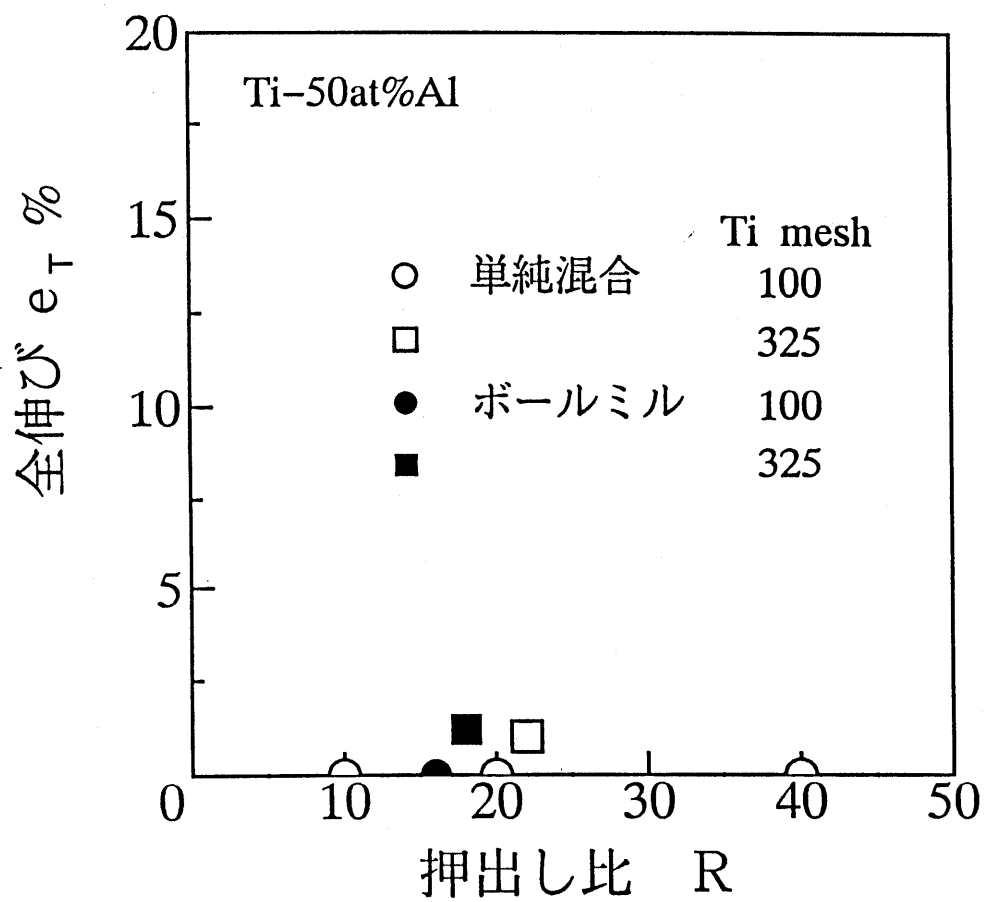


図65 板材の全伸び
(混合方法、Ti粉末の粒径による違い)

5-3. 焼結・熱処理による機械的特性の変化

5-3-1. 組織, 密度の変化

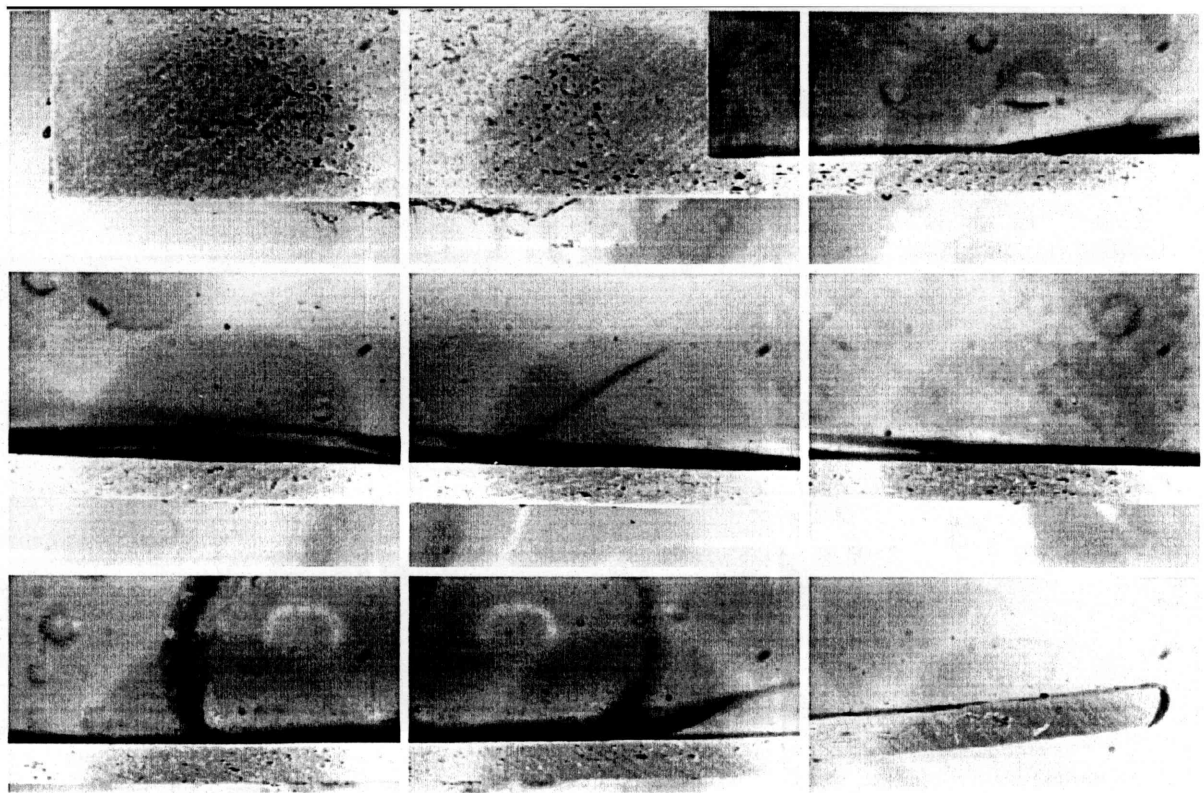
摩擦押出しにより成形した薄板をアルゴン雰囲気中で熱処理を行い、薄板の機械的特性の変化を調べた。

熱処理を行った薄板の断面のスコープ写真を図66-1~3に示す。600℃で10時間熱処理を行うと薄板が湾曲し、厚さが30%程度膨張していることがわかる。またTi-90at%Alの薄板は400℃1時間および600℃1時間ではTi粉末の外観の変化は見られず、600℃10時間ではチタン粒子が黒く変色している。これに対しTi-50at%Alの薄板では、400℃1時間では変化が見られず、600℃1時間でチタン粒子が黒く変色し、600℃10時間では混合層でチタンとアルミニウムの判別が出来なくなっているこの部分ではチタンとアルミニウムの反応が起こっていると考えられる。また図66-4には600℃10時間の熱処理を行った薄板断面の顕微鏡写真を示す。写真において白色部分はTi、薄い黒色部分はAlである。また濃い黒色部分は空孔になっている部分である。この写真において、Ti-90at%AlではTi粒子の周辺に空孔が点在しているのに対し、Ti-50at%AlではTi粒子が空孔に囲まれた状態になっていることがわかる。

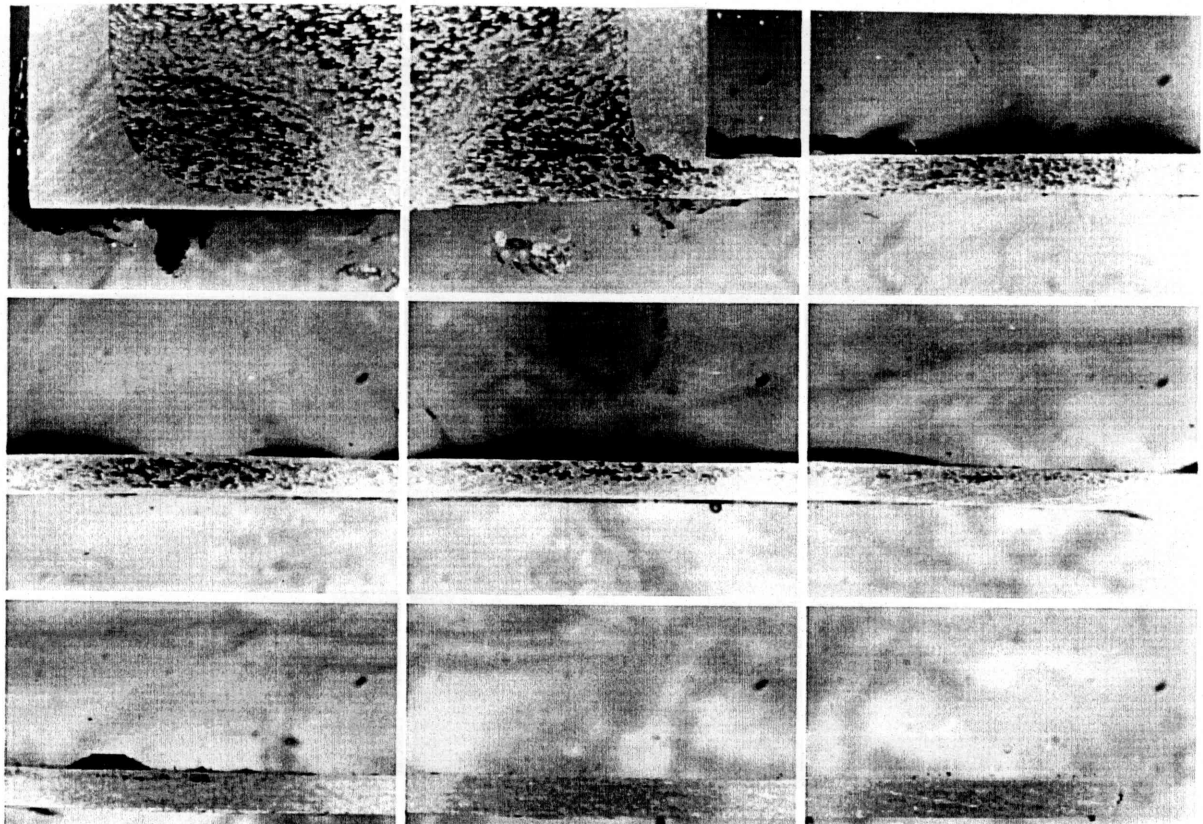
図67は押出し比 $R=20$ の薄板を、熱処理温度を変えて1時間熱処理した場合の相対密度の変化を表している。この図においてTi-90at%Alの薄板では、熱処理温度が高く

なるに従い、相対密度が92%から90%に僅かに低下している。Ti-50at%Alの薄板では熱処理による密度の変化はほとんどない。

また図68は熱処理温度を600℃一定とし、熱処理時間を変化させたときの相対密度の変化を示している。Ti-90at%Alの薄板は、熱処理をしていない場合の相対密度約92%から徐々に低下していき、1時間の熱処理で約90%、10時間で約82%になっている。Ti-50at%Alでは、熱処理を行わない場合相対密度約80%であり、1時間では僅かに上昇し約82%になるが、10時間では約53%と異常に低くなっている。これは600℃で長時間熱処理を行うと、アルミニウムの融点(670℃)より低い温度でも、チタンとアルミニウムの中に反応が起こるためと考えられるが、それによって体積変化が起こるメカニズムは明かでない。しかし図66(Ti-50at%Al, 600℃ 10h)に見られるように、反応によって内部に空孔が生じるためであると考えられる。



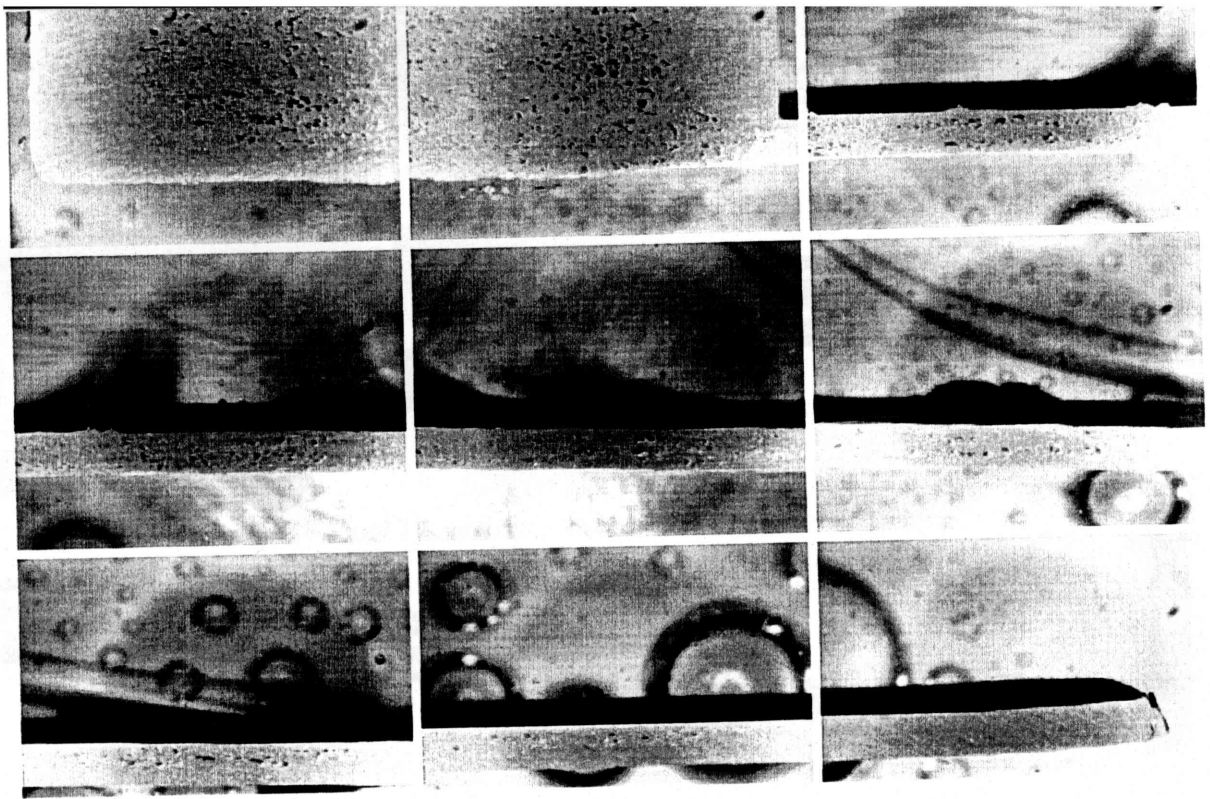
(a) Ti-90 at% Al



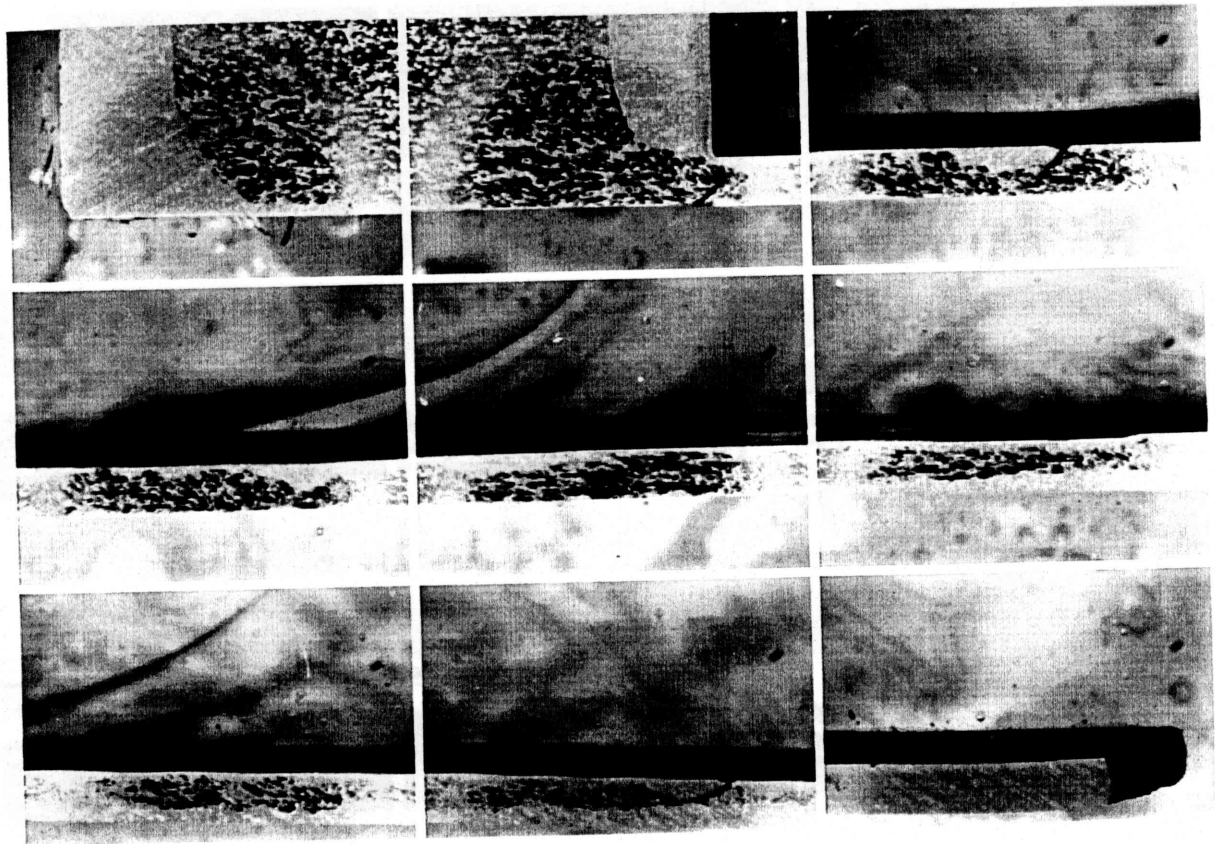
(b) Ti-50 at% Al

押出し比 $R=20$, $400^{\circ}\text{C} - 1$ 時間 $\left| \frac{1\text{mm}}{\quad} \right|$

図 66-1 熱処理後の摩擦押し出し薄板材の断面写真



(a) Ti-90 at% Al

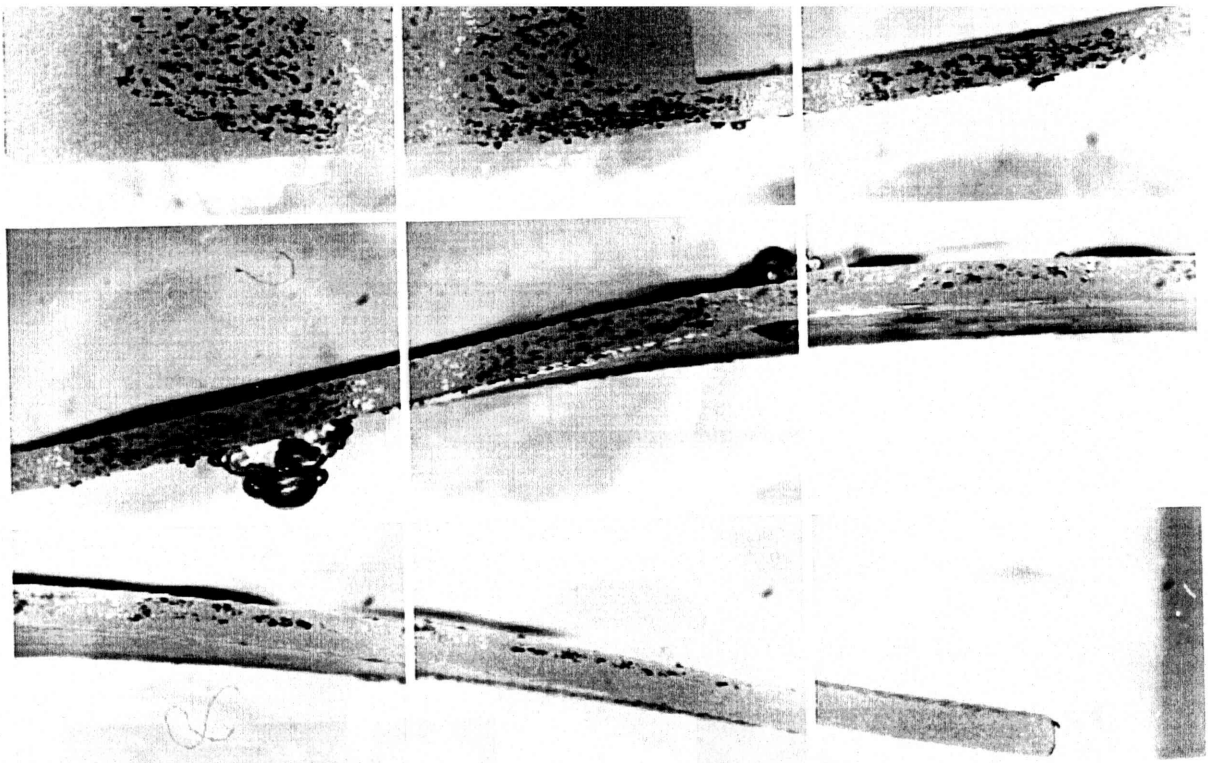


(b) Ti-50 at% Al

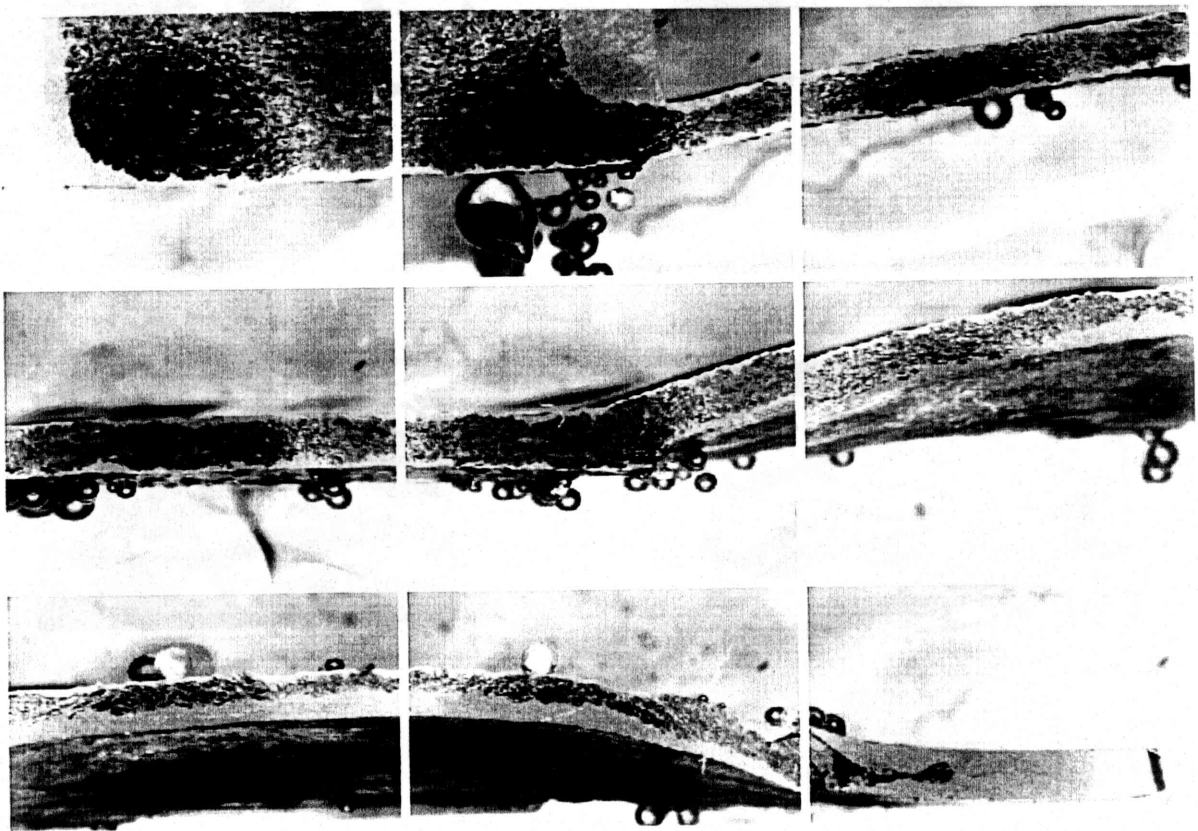
押出し比 $R=20$, $600^{\circ}\text{C} - 1$ 時間

$\frac{1\text{mm}}{\quad}$

図 66-2 熱処理後の摩擦押出し薄板材の断面写真



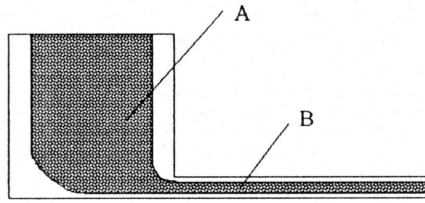
(a) Ti-90 at% Al



(b) Ti-50 at% Al

押出し比 $R=20$, $600^{\circ}\text{C} - 10$ 時間 1mm

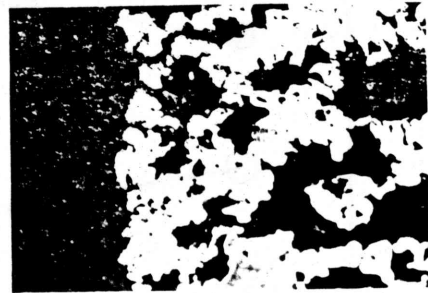
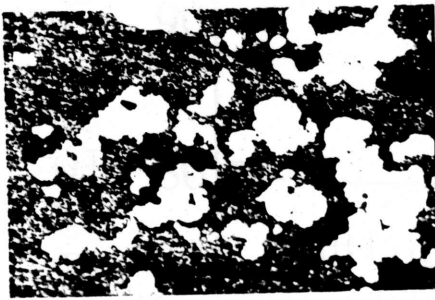
図 66-3 熱処理後の摩擦押し出し薄板材の断面写真



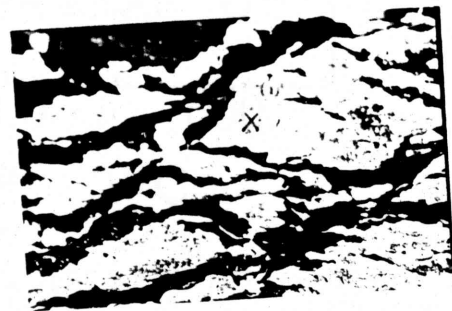
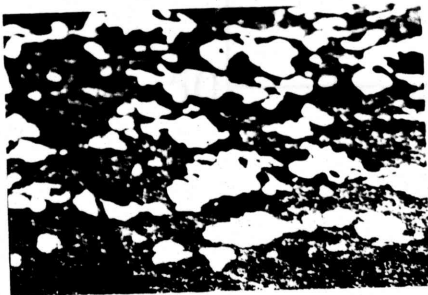
Ti-10at%Al

Ti-50at%Al

A



B



0.5 mm

図 66-4 熱処理後の摩擦押し出し薄板材の断面写真

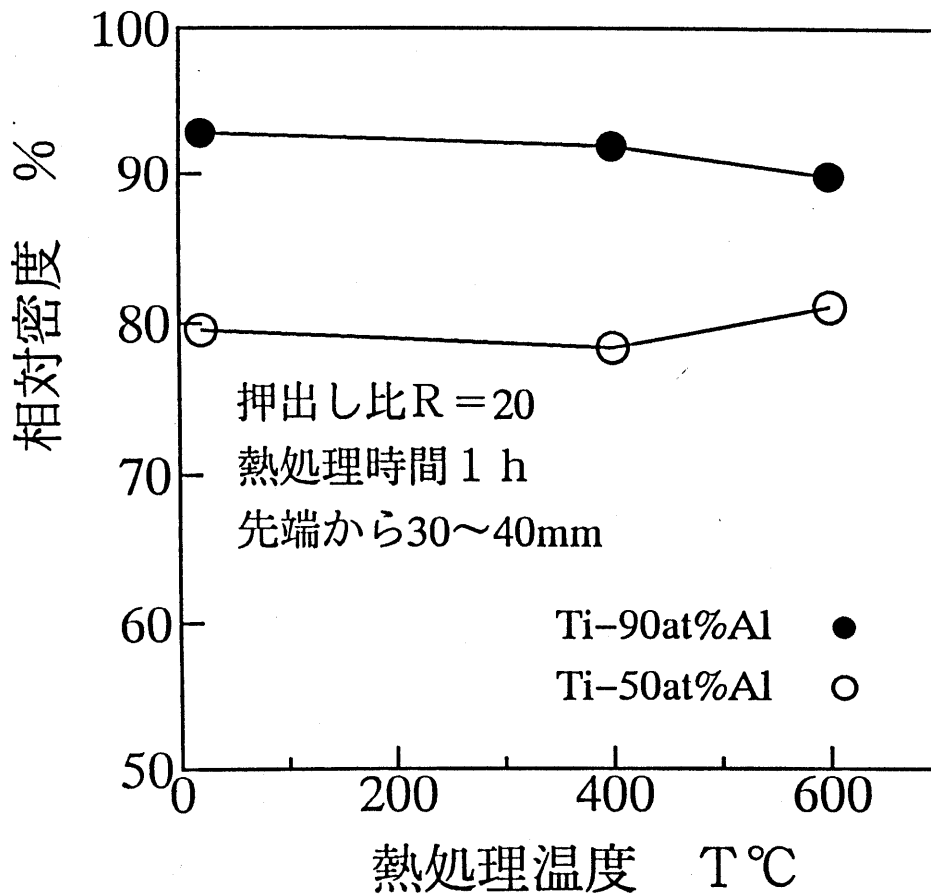


図67 熱処理温度による相対密度の変化

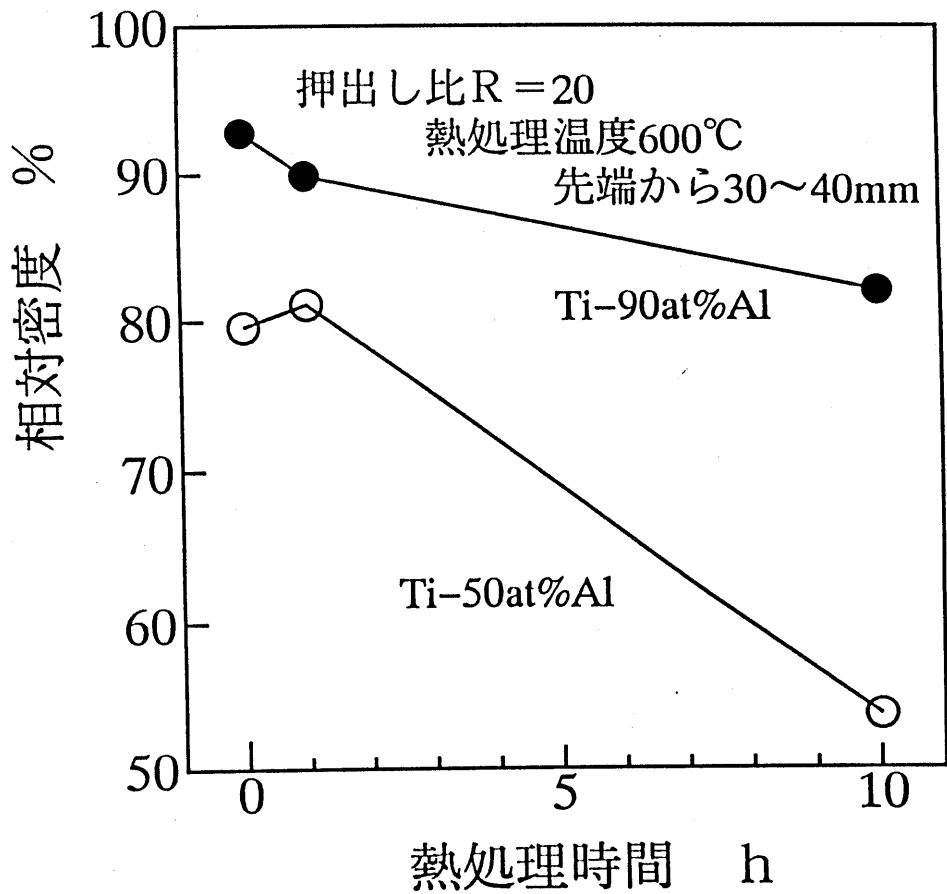


図68 熱処理時間による相対密度の変化

5-3-2. 硬さの変化

図69は温度を変化させて1時間熱処理を行ったときの薄板断面のビッカース硬さの変化を示している。Ti-90 at%Al, Ti-50 at%Alどちらの薄板においても、熱処理なしの場合のHV=66程度から、400℃でHV=40~45になり、600℃になってもほとんど変化していない。また図70はTi-90 at%Alの薄板を600℃で1~10時間熱処理したときの薄板断面のビッカース硬さの変化を示している。1時間の熱処理で硬さがHV=62からHV=35に低下し、10時間行っても変化はなかった。これは摩擦押出し成形時の加工硬化が熱処理により焼なまされたためであると考えられる。これらの変化は混合方法、チタン粉末の粒径によって影響されないと言える。図71に示すTi-50 at%Alの薄板では単純混合-100 meshの薄板では熱処理1時間でHV=65からHV=45程度に低下し、10時間ではHV=135に上昇している。また単純混合-325 meshの薄板では1時間でHV=90からHV=200に、ボールミル-100 meshの薄板では1時間でHV=85からHV=210程度に達している。ボールミル-325 meshの薄板ではHV=80で大きな変化はなかった。ここで硬さが上昇しているのは図66-3(b)でわかるように混合層でチタンとアルミニウムが反応し、何らかの硬い組織が生成されたためであると考えられる。この硬質組織の生成は単純混合-100 meshでは1時間以上で起こり、他の混合素材では1時間以内で起こっていると考えられる。この硬い組織の

生成を確認するため、硬さを測定する際の荷重を小さくし、図66-4中の※に示す薄板断面内のチタン部分の微小組織の硬さを測定した。その結果を図72に示す。熱処理を行わない場合は加工硬化によりHV=130~190まで高くなっているが、1時間熱処理するとHV=75~100に硬さが低下している。さらに10時間熱処理を行うと微小組織の硬さがHV=180~520まで上昇している。これはTiがAlと反応して極めて硬い組織が生成されたものと考えられる。

ボールミル-325meshの薄板では、図66-4に見られる薄板内に発生した空孔が多いため硬さが低く測定されたものと思われる。

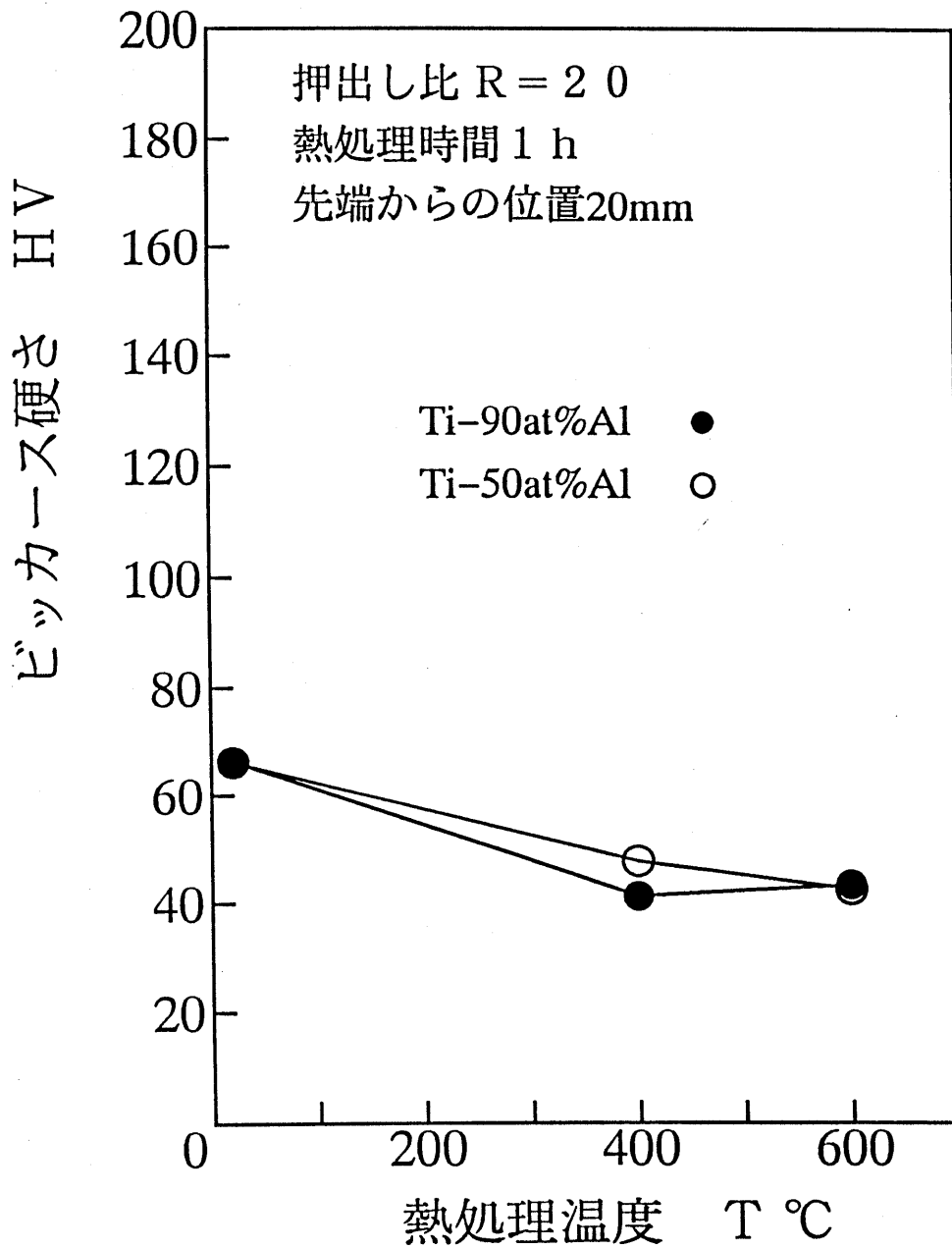


図69 薄板断面の硬さに及ぼす熱処理温度の影響

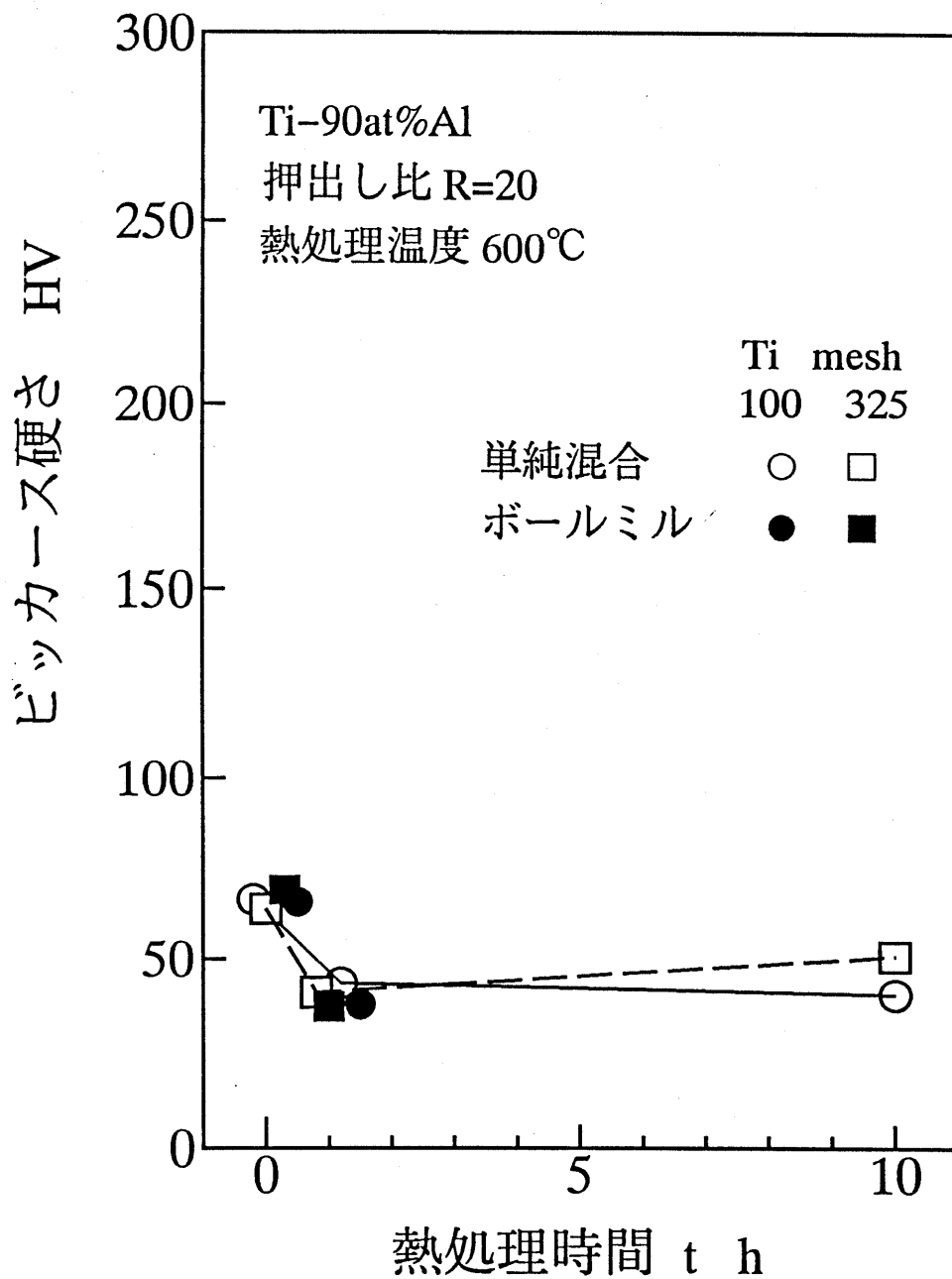


図70 薄板断面の硬さに及ぼす熱処理時間の影響

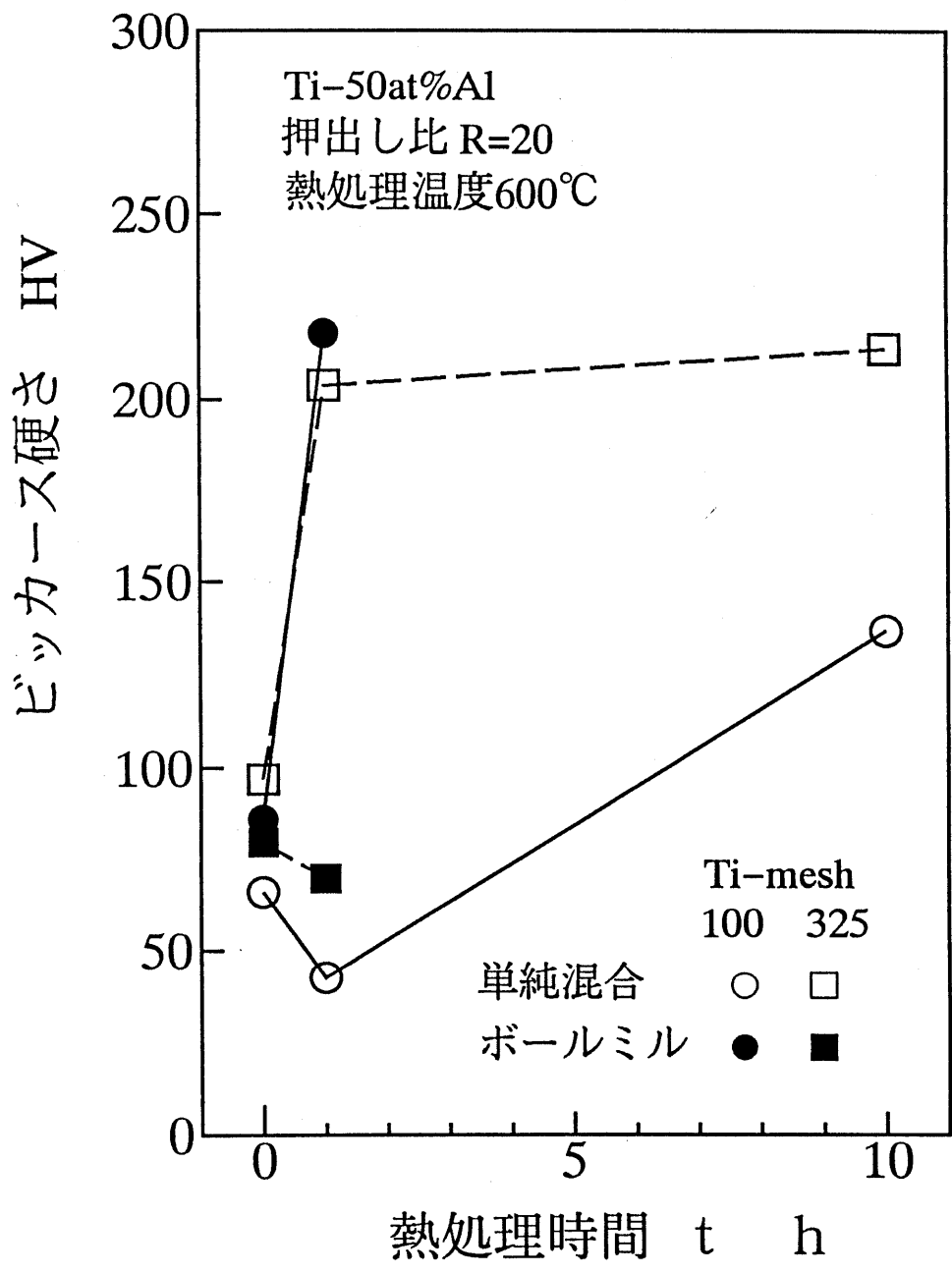


図71 薄板断面の硬さに及ぼす熱処理時間の影響

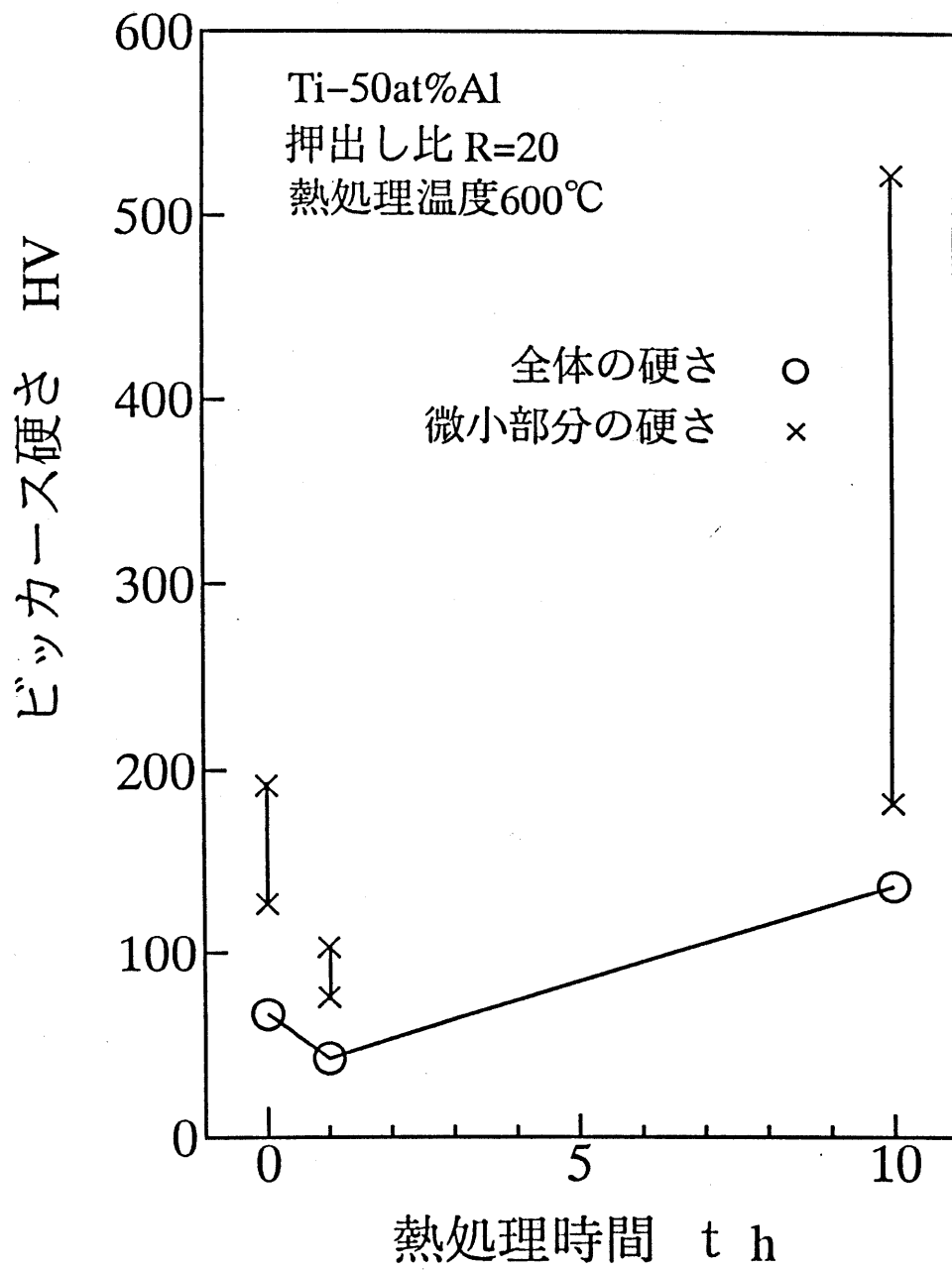


図72 板材断面の微小部分の硬さ

5-3-3. 引張特性の変化

図73は温度を変えて熱処理を1時間行ったときの薄板の引張強さ S_T の変化を示している。混合素材は単純混合-100meshである。Ti-90at%Alの薄板では熱処理なしの引張強さ $S_T=240\text{MPa}$ から 400°C で $S_T=85\text{MPa}$ まで低下し、 600°C になっても大きな変化はなく $S_T=80\text{MPa}$ 程度である。一方、Ti-50at%Alの薄板では、熱処理を行わない場合の引張強さ $S_T=140\text{MPa}$ は、 400°C 1時間熱処理してもほとんど変化がない。 600°C 1時間では、 $S_T=50\text{MPa}$ 程度にまで非常に低下している。また図74は全伸び e_T の変化を示している。Ti-90at%Alの薄板では熱処理なしの薄板では $e_T=2.5\%$ であるが、 400°C では $e_T=3.0\%$ 、 600°C では $e_T=6.5\%$ 程度まで上昇している。Ti-50at%Alの薄板では全伸びは1%未満であった。

図75はTi-90at%Alの薄板を、 600°C で1~10時間熱処理を行ったときの引張強さの変化を示している。また図76はこの時の全伸びの変化を示している。1時間では $S_T=80\text{MPa}$ に低下し、さらに10時間では $S_T=55\text{MPa}$ にまで低下している。またチタンの粒径325meshでもほぼ同じである。全伸びについては、 $e_T=2.5\%$ から1時間で $e_T=6.5\%$ まで上昇し、10時間では $e_T=7.0\%$ になっている。

以上のことから、混合素材を摩擦押出しにより成形した薄板の熱処理を行うと、Ti-90at%Alの薄板では反応が起こらず、焼鈍された状態で硬さおよび引張強さは低下

し、伸びは増加する。

図 77 に示す Ti-50at%Al の薄板では 1 時間では $S_T=140$ MPa から $S_T=50$ MPa に低下した。また 10 時間熱処理を行った Ti-50at%Al の薄板は引張試験片加工時あるいは試験片を引張試験機に取り付ける際に試験片が破断し、引張強さの測定が困難であったためここでは $S_T=0$ MPa とした。Ti-50at%Al の場合も混合方法、チタンの粒径の影響は見られない。Ti-50at%Al の薄板は 400°C では Ti-90at%Al と同様に焼なまされた状態であるが、 600°C で熱処理を行うと Ti-Al の反応が起こり、極めて硬いが脆い組織が生成されるため、引張強さおよび全伸びは極端に低下すると考えられる。

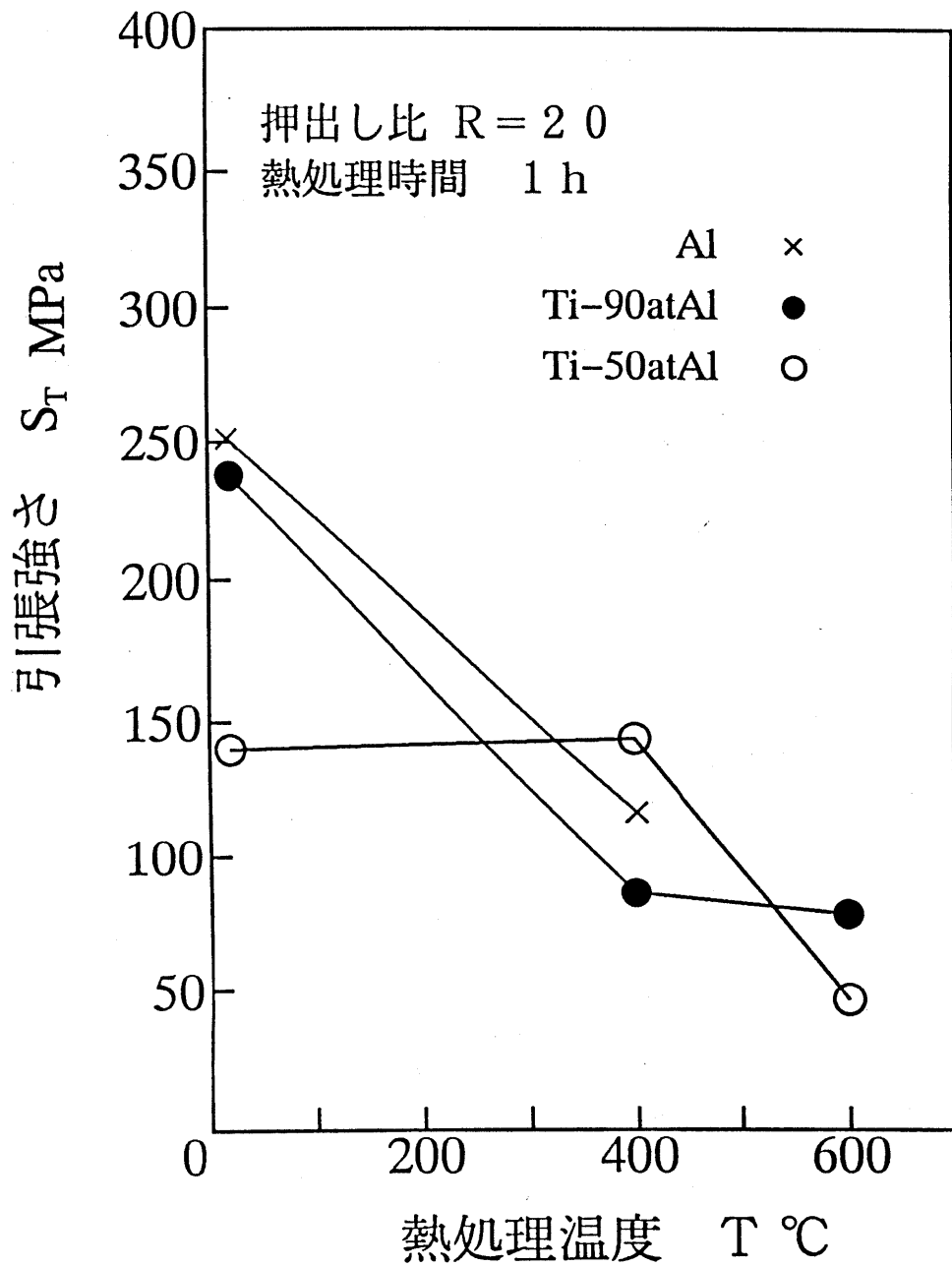


図73 板材の引張強さと熱処理温度の関係

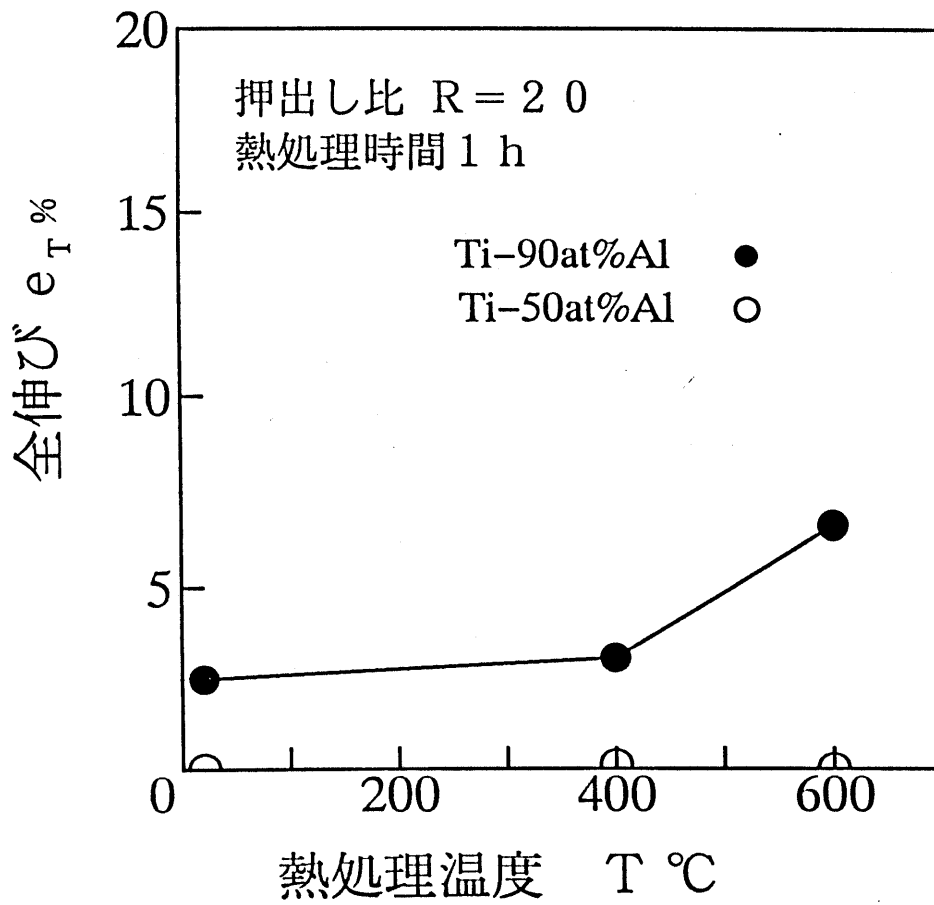


図74 板材の全伸びと熱処理温度の関係

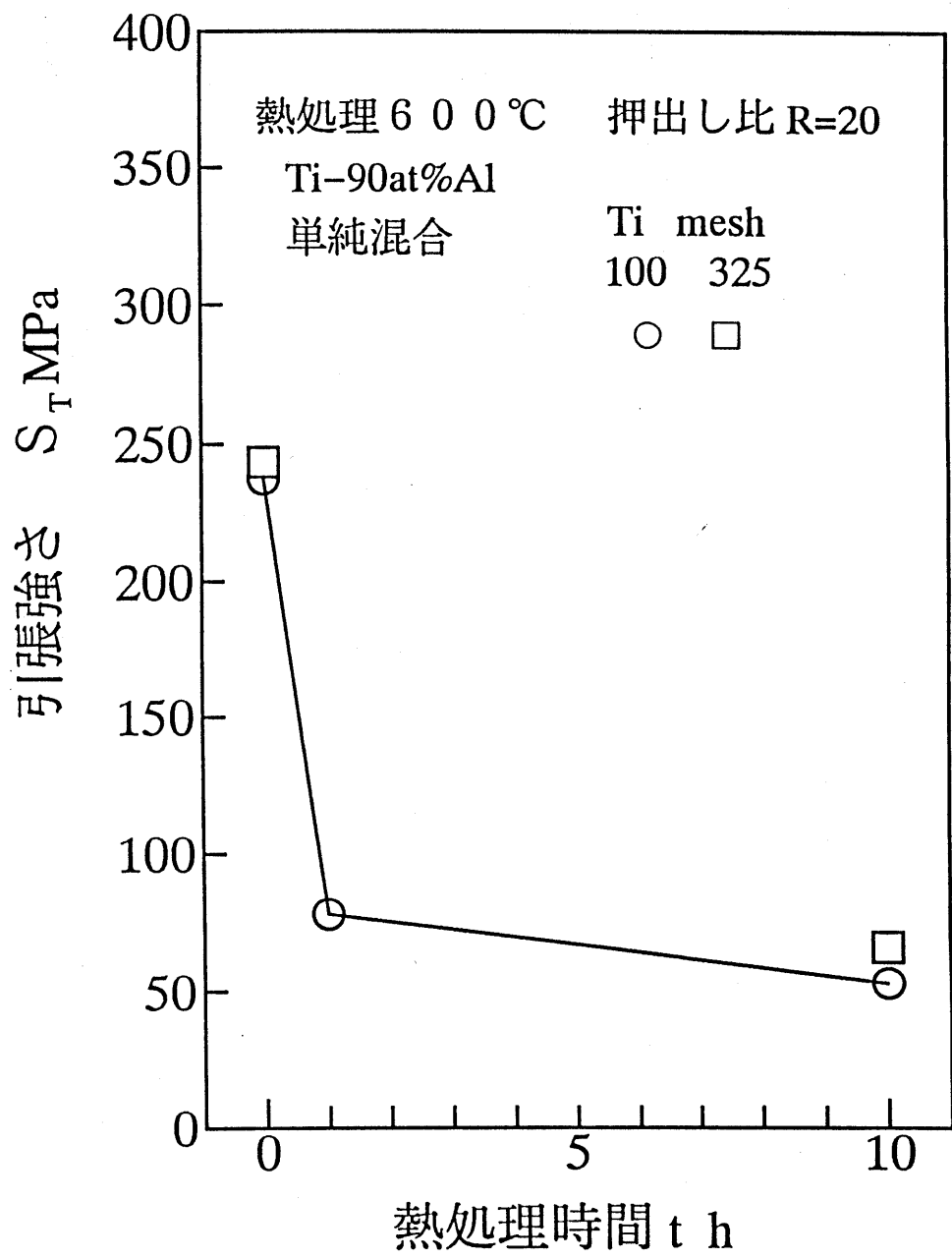


図75 板材の引張強さと熱処理時間の関係

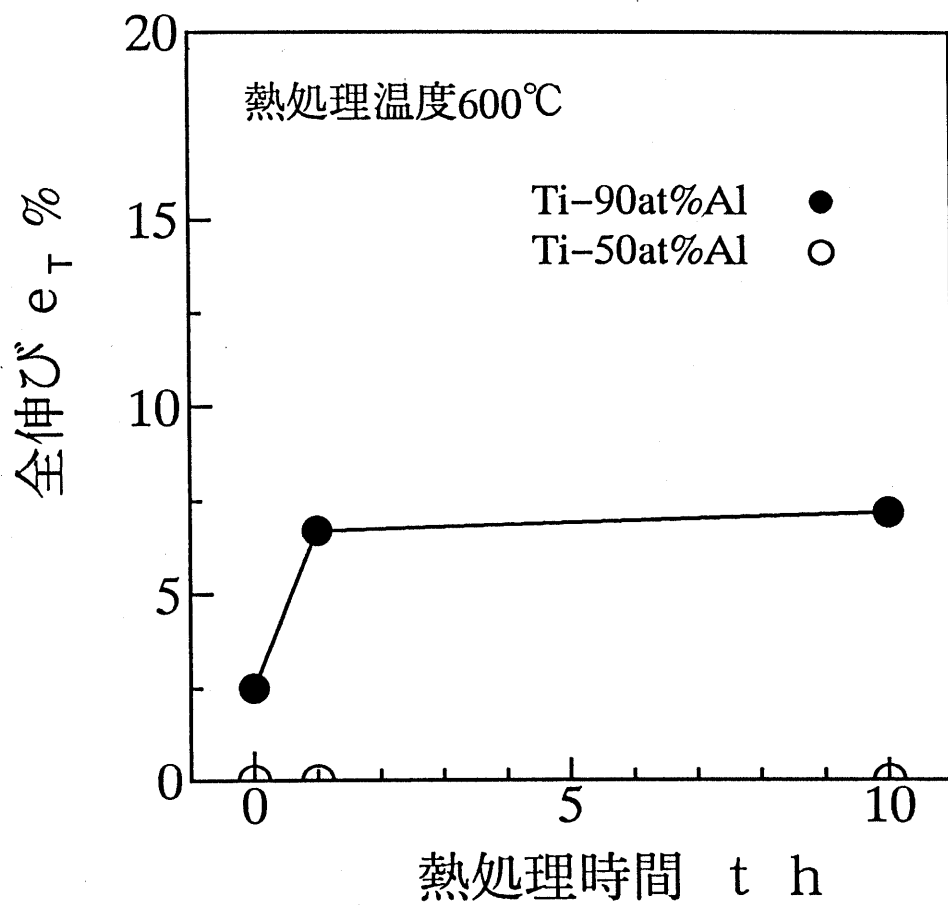


図76 熱処理による板材の全伸びの変化

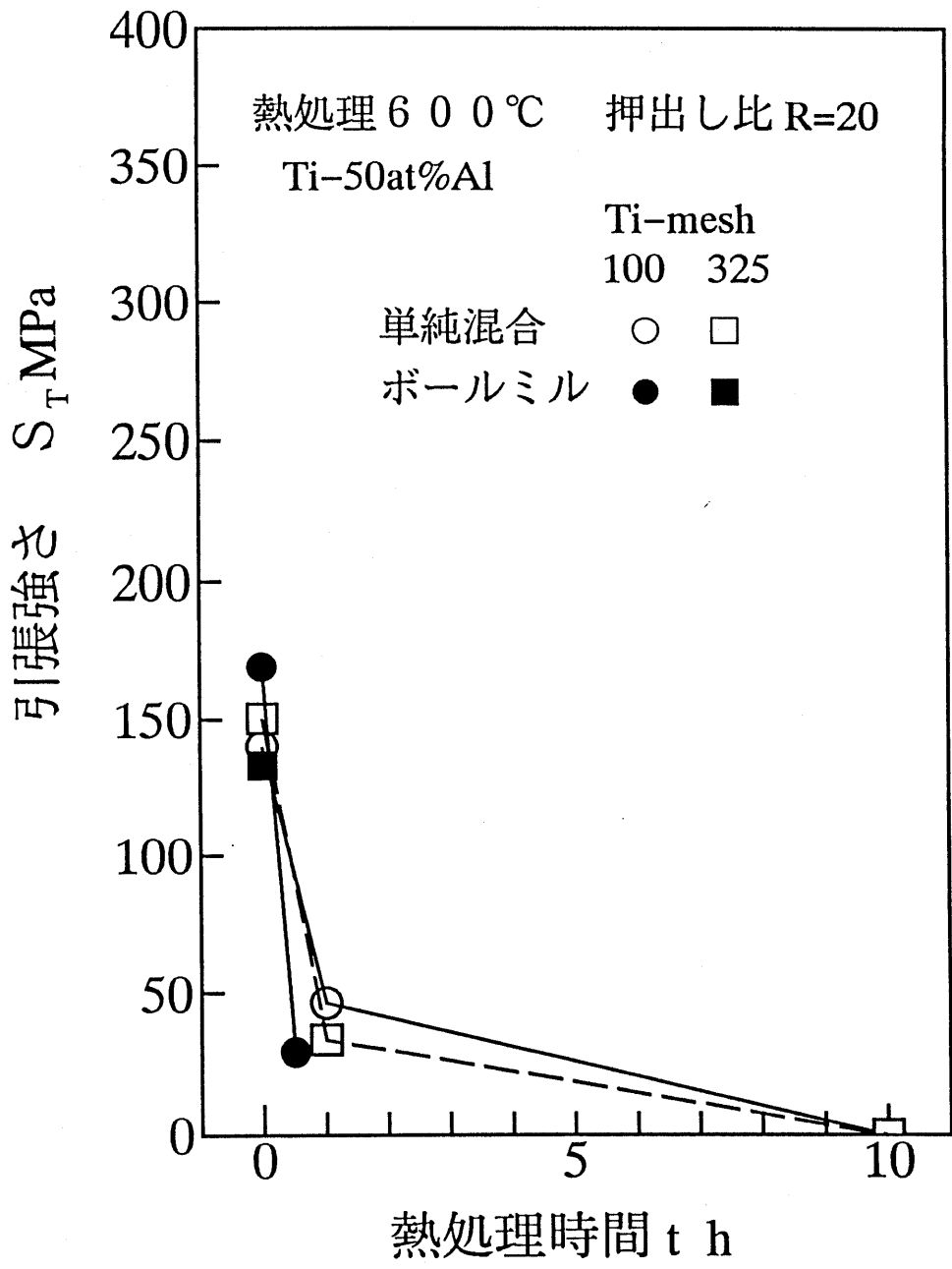


図77 板材の引張強さと熱処理時間の関係

5-3-4. 圧密-焼結体との比較

(1) 密度の比較

混合粉末から成形した圧密体とその圧密素材を摩擦押し出し成形した薄板の密度を比較した結果を表9に示す。この表において、薄板材の方がTi-90at%Alの場合で約5%、Ti-50at%Alの場合約10%相対密度が低くなっている。この理由の1つとしては、薄板材では図52に示したように薄板上下のAl層を無視しており、混合層の密度とは多少誤差が生じていることが考えられる。また他の原因として、特にチタンの混合率が多い素材では、摩擦押し出し成形の際に硬質のチタン粒子に比べ、軟質のアルミニウム粒子が優先的に押し出されたということが考えられる。

また熱処理による密度変化は圧密素材、摩擦押し出し薄板材どちらの場合においても同様の傾向を示し、600℃10時間の熱処理を行うと、Ti-90at%Alでは約10%、Ti-50at%Alでは約30%相対密度が低下している。熱処理による密度の低下の原因は、それぞれの素材内部に空孔が生じたためであると考えられる。

表9 相対密度の比較

	熱処理なし		600℃ 10h	
	50	90	50	90
Al混合率(at%)	50	90	50	90
圧密素材 (%)	93	97	80	60
摩擦押し出し薄板材 (%)	80	93	55	83

(2) 硬さの比較

圧密体中心部近傍と摩擦押出し薄板材断面のビッカース硬さを比較すると、表10のようになる。ビッカース硬さの測定荷重は、圧密体の場合は10kg、薄板材断面の場合は500gと異なり、直接の比較はできないが、圧密素材、摩擦押出し薄板材どちらの場合もほぼ同程度の硬さとなっている。また600℃1時間の熱処理を行った場合においても、Ti-90at%AlではAl粉末が焼きなまされたことによりHV=40に硬さが低下し、Ti-50at%Alでは熱処理により生じた硬質の組織の影響で硬さがHV=115~130に上昇している。この硬質の組織の微小部分の硬さは圧密素材ではHV=150~580、薄板材ではHV=170~530とほぼ同程度の値となっている。

表10 硬さの比較

	熱処理なし		600℃ 10h	
	50	90	50	90
Al混合率(at%)				
圧密素材 HV	85	60	115	40
摩擦押出し薄板材 HV	65	65	130	40

(3) 変形特性の比較

混合粉末素材成形体の変形特性を調べるため、圧密素材の圧縮試験、摩擦押出し薄板材の引張試験をそれぞれ行った。変形応力の比較として、圧密体では圧縮試験に

おける最大応力 σ_{max} , 薄板材では引張強さ S_T を取り上げた。これを表 11 に示す。変形ひずみの比較は圧密体では素材にクラックが発生したときの限界圧縮ひずみ ϵ_c , 薄板材では全伸び e_T を真ひずみに換算した ϵ_T を取り上げた。これを表 12 に示す。圧密を行ったままの素材では, 図 28 および 29 に示す圧縮試験の結果から, 各粉末の接合が不十分であり, 引張強さは得られないと考えられる。この圧密素材を熱処理すると図 38~41 に示すような塑性曲線が得られ, 粉末同士の結合がなされたと言える。これに対し, 摩擦押出しにより成形した薄板では, 押し出したままの状態においても引張強さが得られ, 粉末同士の接合が促進されたことがわかる。しかし薄板を熱処理すると内部に硬質の組織が生じ, 引張強さ, 全伸びともに低下してしまう。よって摩擦押出しによって粉末の接合が得られることがわかったが, 熱処理において生じる硬い組織のために, 薄板は脆性的になってしまう。

表 11 変形応力の比較

	熱処理なし		400℃ 1h	
	50	90	50	90
Al混合率 (at%)	50	90	50	90
圧密素材 σ_{max}	200	150	300	120
摩擦押出し薄板材 S_T	150	240	140	70

(MPa)

600℃ 10h	
50	90
0	110
0	60

表 12 変形ひずみの比較

	熱処理なし		400℃ 1h	
	50	90	50	90
Al混合率 (at%)	50	90	50	90
圧密素材 ϵ_r	0.3	0.6	0.35	0.9
摩擦押出し薄板材 ϵ_T	0	0.02	0	0.03

$$\epsilon_T = \ln(1 + e_T)$$

600℃ 10h	
50	90
0	0.9
0	0.07

5-4. 熱処理後の摩擦押出しによる機械的特性の変化

Ti-10at%Al, Ti-50at%Al, Ti-90at%Alの混合粉末の圧密素材をアルゴン雰囲気中で熱処理した後、摩擦押出し成形を試みた。熱処理条件は前章までの結果から、素材中のAlが焼なまされる条件の400℃1時間と、非常に硬質の組織が生成される600℃10時間の2種とした。また混合方法は単純混合、押出し比はR=20とした。

5-4-1. 押出し可能な条件の決定

2種類の条件で熱処理を行った各混合率の圧密素材の摩擦押出しを行った結果を表13に示す。

表13 熱処理後の圧密素材の摩擦押出し成形の可能な条件

	Ti-10at%Al	Ti-50at%Al	Ti-90at%Al
400℃ 1h	x	○	○
600℃ 10h	x	x	○

○ … 押出し可能

x … 押出し不可能

Ti-10at%Alの素材では、どちらの熱処理条件においても熱処理なしのときと同様に押出しは不可能であった。Ti-50at%Alの素材では400℃1時間の場合は押出し可能であったが600℃10時間では押出しが不可能であった。Ti-90

at%Alの素材ではどちらの熱処理条件においても押し出しは可能であった。

5-4-2. 熱処理後の摩擦押し出しによる

機械的特性の変化

図78は熱処理を行った圧密素材から成形した薄板のピッカース硬さを示している。図中で□, ○の記号は摩擦押し出し成形をした後、熱処理した薄板の硬さを示しており、■, ●は熱処理をした圧密素材から成形した薄板の硬さを示している。400℃で熱処理を行った圧密素材を押し出した場合、Ti-90at%Alでは圧密-押し出し材の硬さHV=65とほぼ同じであり、Ti-50at%AlではHV=95とやや高くなっている。これは摩擦押し出し成形により加工硬化が生じたためと考えられる。また600℃で熱処理を行った圧密素材から成形した薄板ではHV=100とかなり加工硬化している。これは前章で確認したようにチタンとアルミニウムの反応で生じた硬質な組織が摩擦押し出しにより、薄板内に分散されたためと考えられる。

図79は熱処理を行った圧密素材を摩擦押し出した薄板の引張強さを示している。Ti-90at%Alを400℃で熱処理した素材から摩擦押し出し成形した薄板の引張強さは $S_r=210$ MPaで、圧密後摩擦押し出したままの引張強さ $S_r=240$ MPaに比べやや低くなっている。600℃で熱処理した素材から押し出した場合は $S_r=110$ MPaとなり、加工硬化はさらに小

さくなっている。Ti-50at%Alの圧密体を400℃で熱処理し、摩擦押出した薄板では、 $S_r=80\text{MPa}$ となり、摩擦押出し後熱処理材よりかえって小さくなっている。

図80は薄板の全伸びを示している。熱処理後押出した薄板の全伸びと圧密したまま後押出した薄板の全伸びに大きな差はない。600℃で熱処理した後に摩擦押出した場合には全伸びが減少し、延性が低下している。

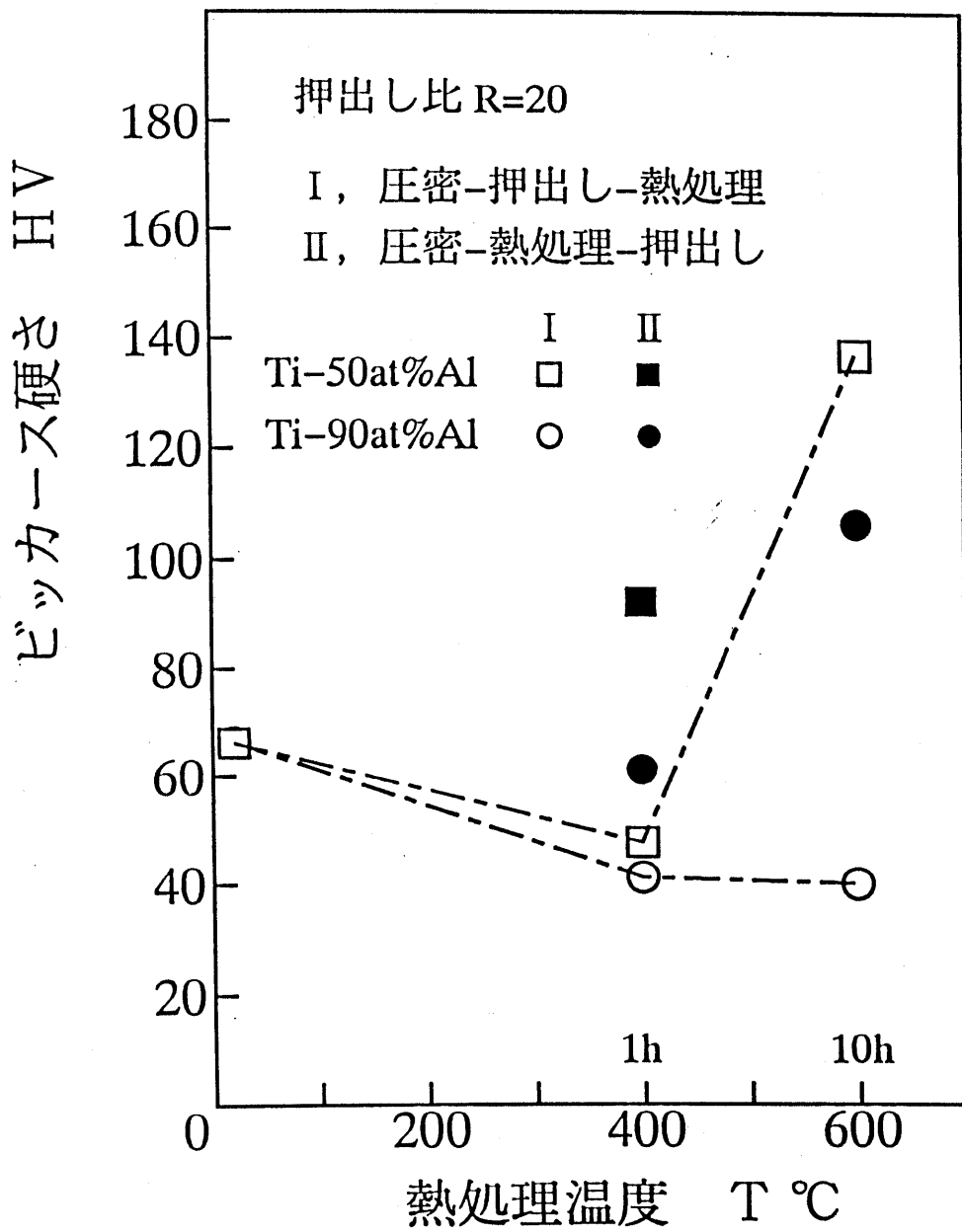


図78 板材断面の硬さ
 (圧密-熱処理-押出し)

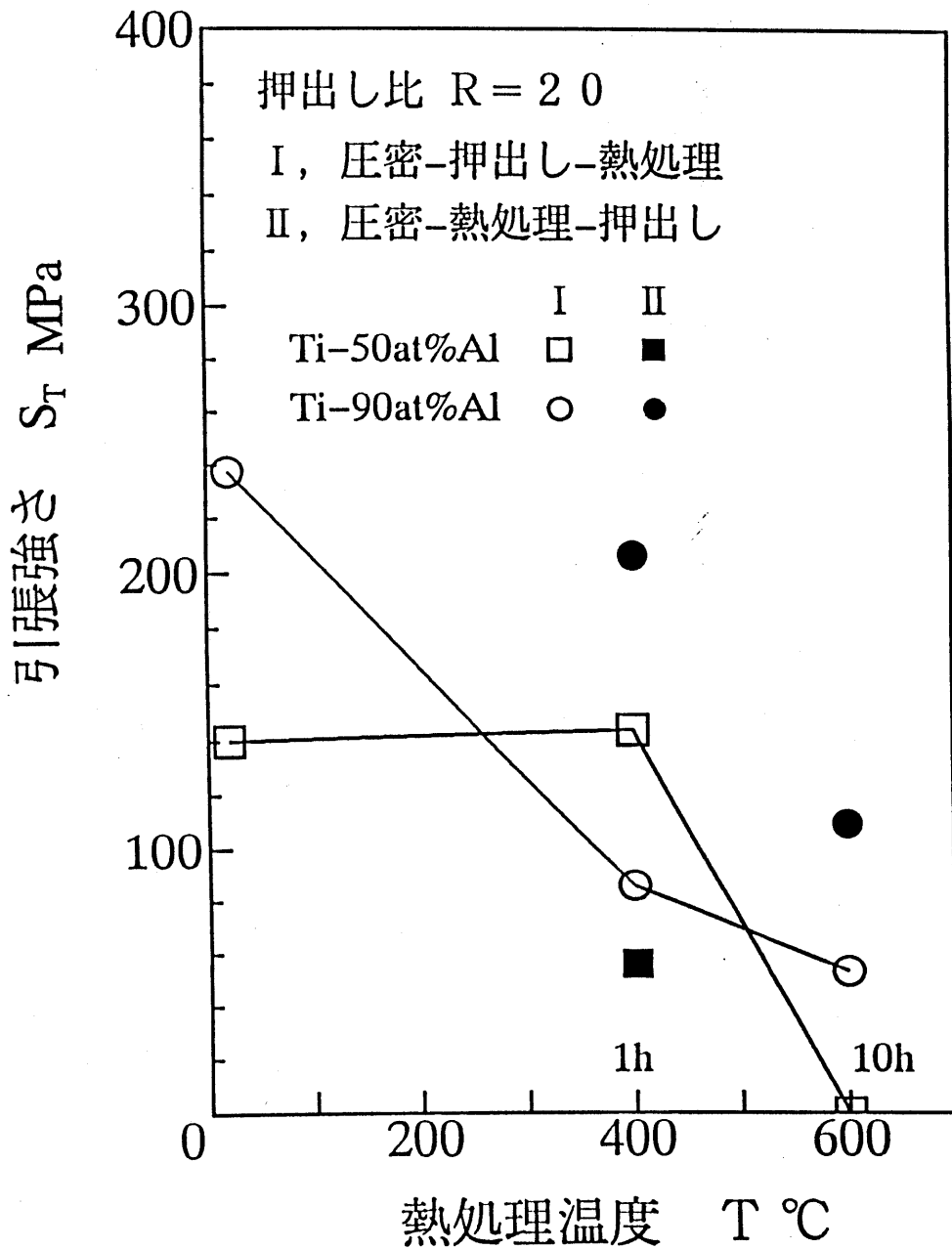


図79 熱処理後摩擦押出しした薄板の引張強さ

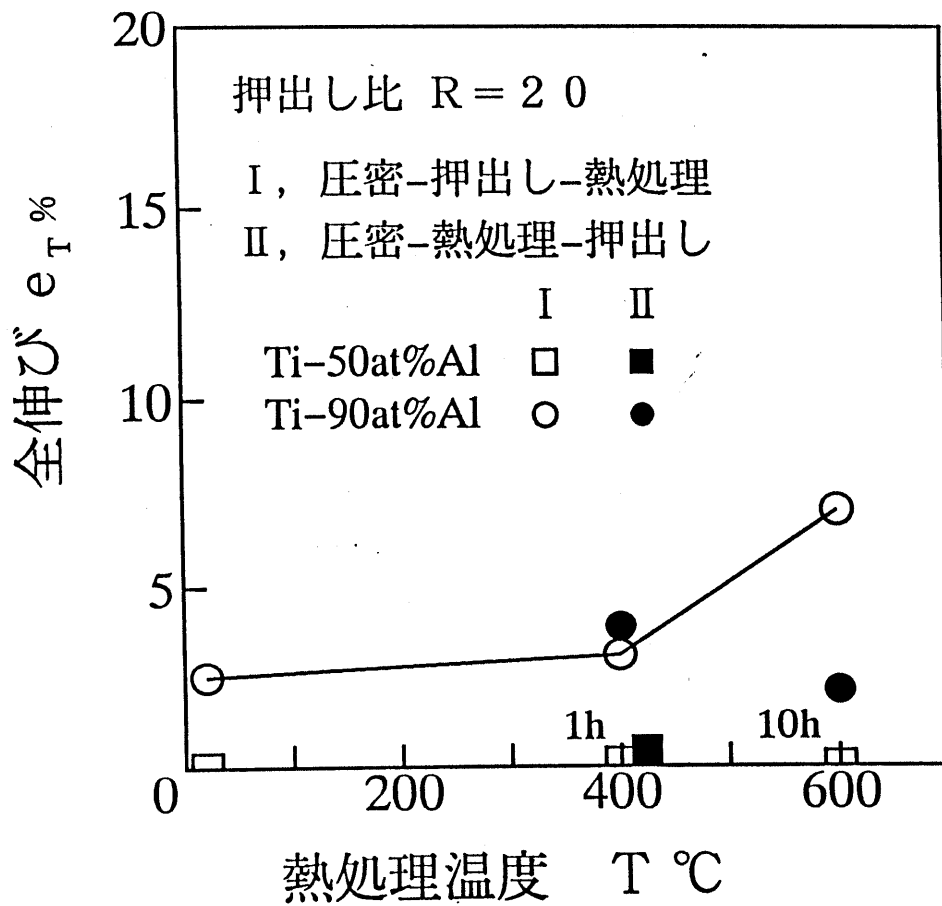


図80 熱処理後摩擦押出した薄板の全伸び

6. 傾斜機能材料薄板の成形の試み

本研究における傾斜機能材料としては、薄板内部で厚さ方向にTiとAlの混合率を変化させ、強度と加工のしやすさの両方の性質を併せ持った薄板の成形を試みた。

図81に示すようにアルミニウムカップ内に混合率の異なる粉末を層状に圧密し、これを摩擦押出しすることにより、薄板の厚さ方向に混合率の変化する薄板を成形し、傾斜機能材料薄板の成形の可能性を検討した。その例を図82に示す。傾斜機能薄板の例として次に示す方法を取り上げた。

(1)混合素材の摩擦押出しにおいては、Tiの圧密素材の押し出し成形は困難であった。そこで薄いTi層の上下をAl層で被覆し、心材としてTi層を持つAl薄板の成形を試みた。この図82(a)は圧密素材中のTi層の厚さが0.5mmの場合、(b)は0.3mmの場合を示している。Ti粉末は325メッシュのものを使用した。この素材の成形方法は、まずAlカップを後方押出しにより成形し、そのカップ内に定量したAl粉末を充填する。このAl粉末をパンチとゴムハンマーにより平にならした後、Ti粉末を325メッシュのふるいによりAl層の上に挿入する。このTi粉末の量はその下のAl層が一面で見えなくなる程度とした。次に再びAl粉末を充填し、ならした後に圧密成形を行う。

(a)(b)どちらの場合においても中心のTi層は連続的に

押し出されておらず、Ti層が切断され薄板内に点在していることがわかる。

(2) 圧密素材中のTi層をさらに薄く0.1mm程度とし、この層を5層重ねた圧密素材を摩擦押し出し成形し、薄板内部に薄いTi層を分布させる方法を試みた。この圧密素材の成形法は(1)で示した方法を5回繰り返した。図82(c)から5層に成形した圧密素材から摩擦押し出し成形した薄板の断面は4層のTi層になっている。

(3) 内部をAl-Ti-90at%Al-Ti-50at%Al-Ti-90at%Al-Alと混合率を変化させた圧密素材から厚さ方向に混合率の異なる薄板の成形を試みた。この圧密素材の成形法は、後方押し出しにより成形したAlカップの中に定量した混合粉末を挿入し、ゴムハンマーとパンチにより平にならした後、次の混合率の粉末を挿入することを繰り返す。この圧密素材を押し出した結果、図82(d)に示すように薄板内部では混合率の異なる層が形成されず、傾斜機能薄板の成形は困難であった。

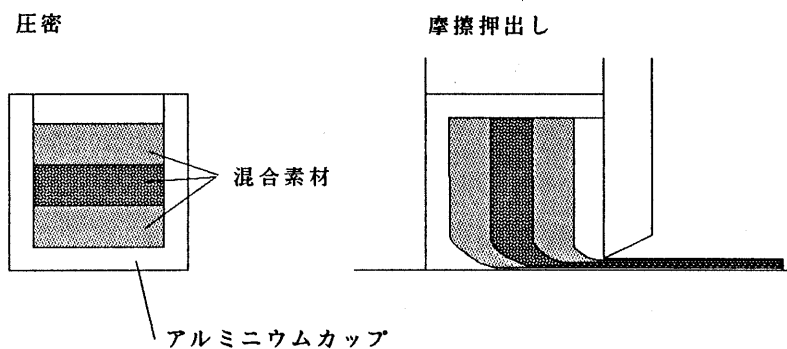
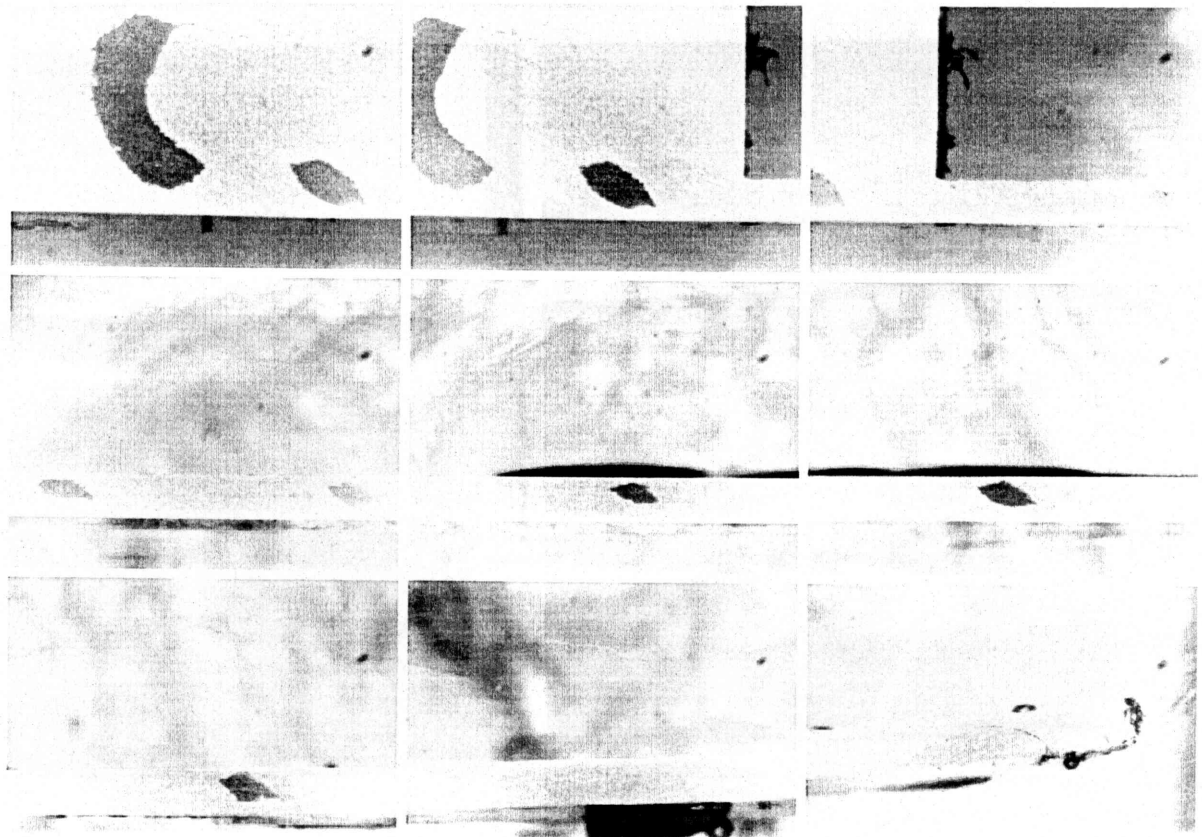
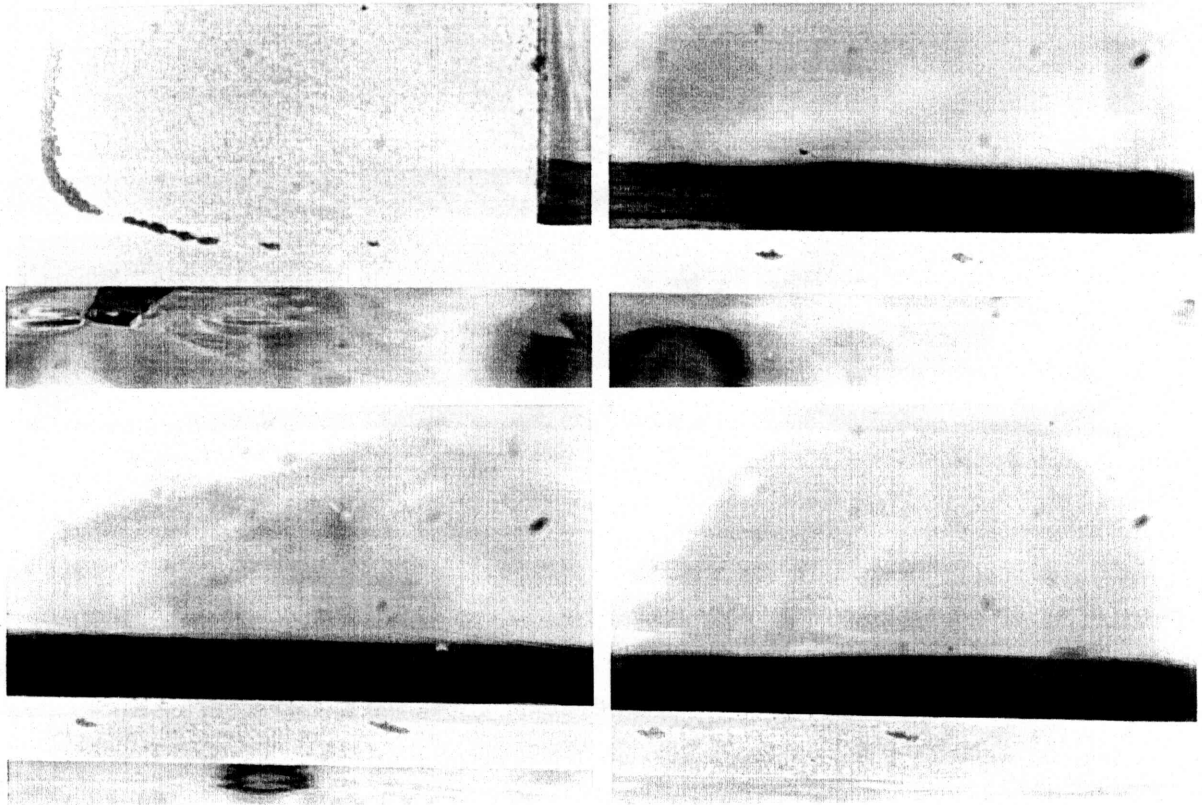


図 81 傾斜機能材料薄板の成形法



(a) Al-Ti (0.5 mm) - Al

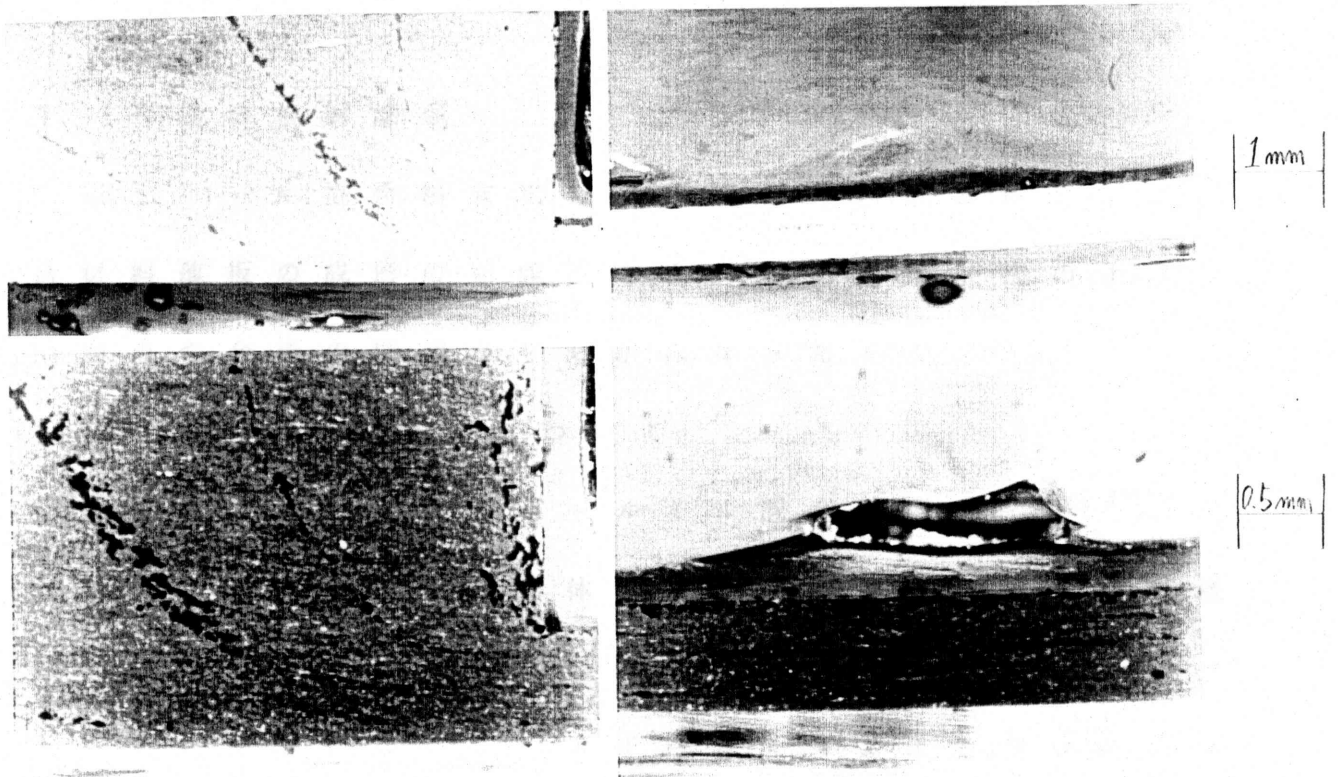
1mm



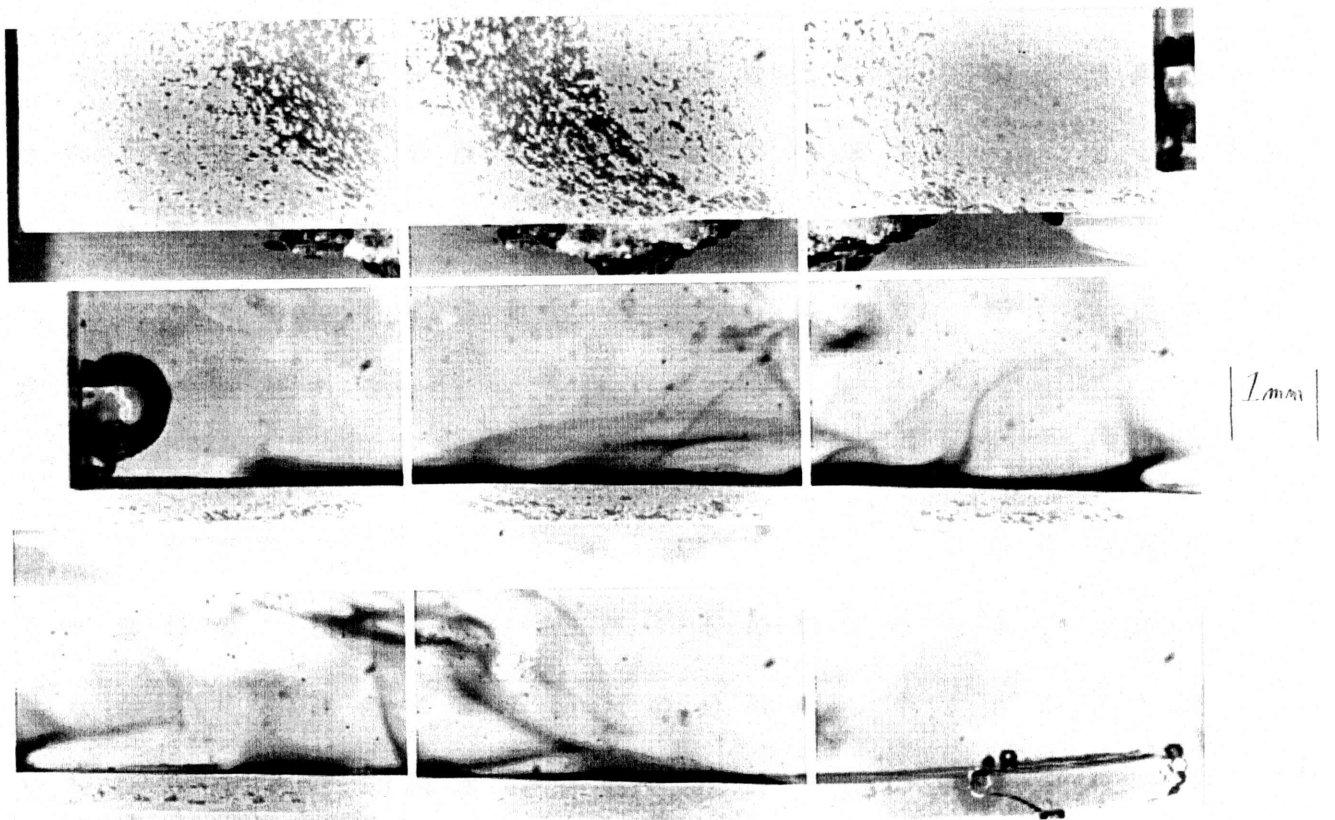
(b) Al-Ti (0.3 mm) - Al

1mm

図 82-1 傾斜機能材料薄板の断面写真



(c) Al-Ti (0.1mm) - Al-Ti - Al-Ti - Al-Ti - Al-Ti - Al-Ti - Al



(d) Al-Ti-90at%Al - Ti-50at%Al - Ti-90at%Al - Al

図 82-2 傾斜機能材料薄板の断面写真

7. 今後の検討課題

以上 Ti-Al 混合粉末素材から複合材料成形体および複合材料薄板の成形の可能性を検討した結果、次のような問題点や今後の課題が明らかになった。

(1) ボールミル混合法について

本研究で単純混合とボールミル混合を用いて、その混合粉末から成形した圧密体および摩擦押出し薄板材の機械的特性および焼結・熱処理による特性の変化を調べた結果、硬さについてのみボールミルによる混合の影響が見られ、硬さが僅かに高くなった。また熱処理による硬さの上昇はボールミル混合した素材の方が短時間で起こった。これはボールミルを行うことにより粉末が変形され、粉末同士の分散および結合が促進されたためと考えられる。よってこの考えから、より高エネルギーなボールミルを用いて混合を行い、さらに分散、結合を促進させる必要がある。

(2) チタン粉末粒径について

本研究では、100メッシュと325メッシュの粒径の異なる2種類のTi粉末を用いたが、その影響は大きいものではなかった。混合による粉末の分散のしやすさから、より粒径の小さなTi粉末について検討を行う必要がある。

(3) 熱処理について

本研究では熱処理はアルゴン雰囲気中で行ったが、炉心管内や圧密成形体内部に残留していた酸素により成形

体表面が酸化していた。また、Ti-50at%Alの素材では圧密体および薄板材を熱処理すると内部に硬質の組織が生じたが、同時に空孔もかなり発生し、素材が30%程度膨張していた。このため素材は硬質ではあるが、非常に脆性的になった。このことから熱処理を真空中で行うか、HIP等の高温で成形を行うなどして、素材の膨張を防ぎ同時に硬質の組織を生成させる方法を検討する必要がある。

(4) Ti-Alの反応について

本研究の結果、圧密体および薄板材は600℃10時間の熱処理により硬さが上昇することがわかった。この原因として、Alの融点(670℃)より低い温度においても10時間熱処理を行うと混合素材中のAlが熔融し、Tiとの反応が起こり、硬質の組織が生成されたためと考えた。また素材中に空孔が生じる原因として、高温で反応したTiとAlが冷却の際に体積収縮を起こすためではないかと考えられる。しかし、いずれの場合もそのメカニズムは不明であるため、これを解明する必要がある。

8. 結言

粉末素材から金属基複合材料を成形する方法は一般に焼結あるいは温熱間塑性加工によって粉末粒同士の拡散結合強度の向上を図るという特徴を有しているが、冷間状態においても、粉末素材に高圧力下で極めて大きな塑性変形を与えることができれば、粉末粒同士の圧接結合強度を顕著に高めることができると考えられる。さらにこのような粉末成形体を焼結することにより、粉末粒間の拡散結合を一層促進できると考えられる。

このような考え方に基づいて、本研究では、工業用純チタン粉末と工業用純アルミニウム粉末について、混合方法とチタン粉末の粒径を変更し、それぞれの混合粉末素の圧密特性を調べ、その圧密素材の機械的特性を硬さおよび圧縮試験の結果から検討した。さらに、この圧密成形体を焼結・熱処理し、機械的特性の変化を調べた。次に、この混合圧密素材に大きな塑性変形を与える方法として、本研究室で開発した摩擦押出しによる薄板の成形方を用いて、冷間で直接複合材料薄板を成形する方法について検討した。さらにこの薄板の機械的特性を硬さおよび引張試験により評価し、熱処理による特性変化も調べた。その結果以下のような結論が得られた。

I. 圧密と焼結・熱処理による成形プロセス

(1) 十分な密度の圧密素材を得るためにはパンチ面圧

1000MPa程度必要である。その圧密成形体の硬さは、Tiの硬さHV=110からAlの混合率の増加に伴い減少する。また圧縮特性は、Alの混合量が少ないほど変形応力は高くなるが脆性的である。

(2) 混合方法による影響は圧密したままの素材の硬さにみ

られ、Ti-50at%Alの素材において、単純混合のHV=50に対し、ボールミル混合ではHV=90と高くなっている。これはボールミルを行うことにより粉末が加工硬化するためと、チタン粒子がより均一に分散されたためと考えられる。

(3) 圧密成形体を熱処理した場合、400℃では硬さがHV=

10~20低下する。これはアルミニウム粉末が焼きなまされたためと考えられる。600℃10時間熱処理を行った場合、Ti-50at%AlではHV=55からHV=80に、Ti-10at%AlではHV=100からHV=165まで硬さが上昇する。これはTiとAlが反応して硬質の組織が生成したためと考えられる。この硬質の組織の硬さはHV=150~550であった。

(4) Ti-10at%Alの圧密成形体を800℃で1時間熱処理を行

った場合、最大圧縮応力が約900MPaで最も高くなり、このときの限界圧縮ひずみは約0.4であった。これは同温度で熱処理したTiに比べ、ひずみは小さいが応力

レベルは高くなっており、高強度のTi-Al複合材料生成の可能性が得られた。

- (5) 酸化させたチタン粉末の圧密成形体は、圧密したままの状態および熱処理を行った場合どちらの場合においても脆性的であった。これは、粉末表面に形成された硬質の酸化膜が圧密成形だけでは十分に破壊されず、焼結によっても粉末同士の接合が十分になされないためと思われる。

II. 薄板の摩擦押出しと焼結・熱処理による成形プロセスについて

- (1) 混合粉末の単層成形は、チタン粉末のアンビル面の凝着が著しいため困難であった。そこでアルミニウムカップ内に混合粉末を圧密した素材から3層の薄板を成形する方法を提案した。混合圧密素材の摩擦押出し成形にはパンチ面圧450MPaが必要であった。また摩擦押出し成形はAlの混合率が50at%以下の混合素材で可能であった。
- (2) 摩擦押出し成形した薄板断面の硬さは圧密したままの素材とほぼ同様で押出し比 $R=20$ の場合、 $HV=65$ であった。摩擦押出し薄板材を 600°C 10時間熱処理すると、Ti-90at%Alでは硬さが低下し $HV=40$ 程度になった。Ti-50at%Alでは $HV=120\sim 200$ まで上昇した。これは圧密成形体と同様に硬質の組織が生成されたためと考えられる。この硬質な組織の硬さは $HV=160\sim 550$ と、圧密

成形体の場合とほぼ等しい。

- (3) 混合粉末素材を冷間で摩擦押出ししたままの薄板材は、引張強さ S_T は Al の摩擦押出し薄板材の引張強さに比べてやや低い。Ti-90at%Al の薄板では $S_T = 200 \sim 250$ MPa 程度が得られた。これは薄板中のチタン粉末同士およびチタン粉末とアルミニウム粉末の結合が不十分であるため、混合粉末の薄板材は Al の薄板材よりも引張強さおよび全伸びが低下したと思われる。
- (4) 薄板材を熱処理するとすべての熱処理条件において引張強さは低下した。
- (5) 熱処理を行った圧密素材を摩擦押出しにより成形した薄板では硬さに上昇がみられた。特に 600°C 10 時間熱処理した圧密素材から押し出した薄板では硬さが $HV = 100$ と、圧密したままの素材から押し出した薄板の硬さ $HV = 65$ に比べ高くなっている。これは熱処理により生成した硬質の組織が摩擦押出しにより薄板中に分散されたためと思われる。

参考文献

- (1) 荻原益夫ら, 鉄と鋼, 第75年(1989)第2号, p17
- (2) 斉藤卓ら, 焼結チタン合金, 豊田中央研究所 R&D
レビュー, Vol.26, No.1, 1991, p44
- (3) 中村保, 機論, 53-486, (1987), 482
- (4) 加藤剛, 平成2年度修士論文
- (5) 草道英武ら, 金属チタンとその応用, p47, 図3.11
- (6) 山口正治ら, 金属間化合物, p39, 図4.14
- (7) 草道英武ら, 金属チタンとその応用, p33, 図2.9