

押出焼結法を用いた Ti 系同心円状傾斜機能材料の創製

Fabrication of functionally graded materials with three concentric layers using extrusion sintering

○金沢 圭祐¹, 渡邊 拓斗², 塩田 英紀², 出井 裕³, 小宮 良樹³*Keisuke Kanazawa¹, Takuto Watanabe², Hideki Shioda², Hiroshi Izui³, Yoshiki Komiya³

Abstract: Pure Ti suffers from a relative low strength and poor wear resistance. An addition of hard ceramics particles into it leads to improvement in its strength and wear resistance. However, Ti composites containing a high amount of ceramics particles exhibit low ductility. One way to have a good balance of these properties is to fabricate functionally graded materials (FGMs) with concentric layers. In this study, The FGMs were fabricated by extrusion sintering using spark plasma sintering process. They were consisted of three layers, including pure Ti in the center, TiB/Ti composite in the middle and TiC/Ti composite in the outside. Variation of the reinforcement distribution before and after the extrusion process of the FGMs were investigated.

1. 緒言

チタン(Ti)は高比強度・高耐食性など優れた特性を有しており、鉄鋼材料の代替材料として注目をされている。Ti のさらなる高強度化と欠点である耐摩耗性の改善には、セラミックスとの複合化が有効である。特に純 Ti に対して、TiB との複合化では強度特性、TiC との複合化では耐摩耗性が大きく向上する^[1]。しかし、一般的にセラミックスを添加すると材料の延性が低下する問題が生ずる。この問題の解決方法として、中心を純 Ti で構成し、半径方向に広がるにつれてセラミックスの種類や含有率を変化させた、同心円状傾斜機能材料(FGMs)が有望である。これまでの研究より、円筒状の仕切り体を同心円状に配置し、各仕切り体の隙間に粉末を充填し焼結を行うことで同心円状 FGMs の作製に成功している^[2]。しかし、この方法では直径が細くなるにつれて粉末の充填が困難となる。そこで本研究では、上述した方法で粉末充填を行った後に、押出焼結を行うことで同心円状 FGMs の細径化を行い、加えて押出焼結によるマイクロ組織の変化を調べた。

2. 実験方法

2.1 供試材料

本研究では、母材粉末に純 Ti の水素化脱水素(HDH)粉末(<45 μ m, トーホーテック(株))を使用した。また、Ti の強化材に炭化チタン(TiC)粉末およびニホウ化チタン(TiB₂)粉末(1~2 μ m, 日本新金属(株))を使用した。TiB₂ は焼結中に Ti と反応しホウ化チタン(TiB)を生成する。

2.2 FGMs の作製方法

はじめに母材と強化材を遊星ボールミル(P-6, フリッチュ・ジャパン(株))を用いて混合した。次に、外形の異なる円筒状の仕切り体を焼結型へ同心円状に配置し、仕切体の各隙間に混合粉および純 Ti 粉末の充填を

行う。本研究では、中心層に延性に優れた純 Ti、中間層に高強度の 15TiB/Ti、最外層に高耐摩耗性の 25TiC/Ti となるように充填を行った。充填したのち、20 MPa、15 s の予備加圧を加えてから放電プラズマ焼結機 (SPS-3.20MK-IV, 住友石炭鉱業(株))を用いて押出焼結を行う。押出焼結条件は押出温度 1000 °C、昇温速度 20 °C/min、加圧力 50 MPa、冷却方法は炉冷とした。Fig. 1 に押出焼結の概要図を示す。Fig. 1(c)に示すテーパ型テーパ比は 1:1.4 である。また、本稿では押出後の直径を 8 mm とした際の結果について述べる。

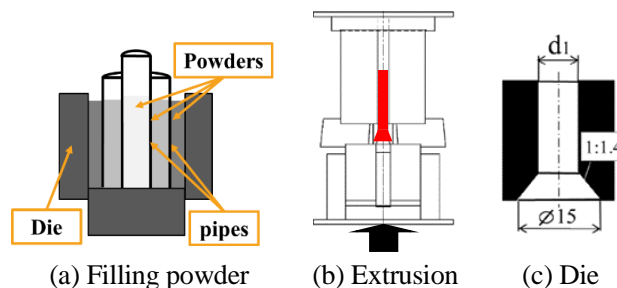


Fig. 1 Schematic diagrams of extrusion sintering by SPS.

2.3 各種試験および観察方法

作製した焼結体に研磨機で表面処理を施し、マイクロ組織と強化材の分散状況を観察した。観察には走査型電子顕微鏡(SSX-550, (株)島津製作所)を用いた。

3. 実験結果および考察

Fig. 2 に押出焼結により作製した FGMs の半径方向および長手方向における切断面の外観を示す。また、Fig. 3 に長手方向切断面の各層の境界付近における SEM 像を示す。Fig. 2 より、FGMs における各層の境界は押出後に混合することなく同心円状を維持していることが分かる。また Fig. 3 より、マイクロ組織においても同様のことが確認できる。このとき、境界部での

割れやクラックは認められなかった。以上より、押出焼結を用いることでφ8 mmの3層同心円状FGMsが作製できるといえる。

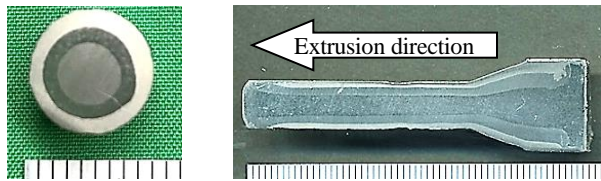


Fig. 2 Cross-section of FGMs.

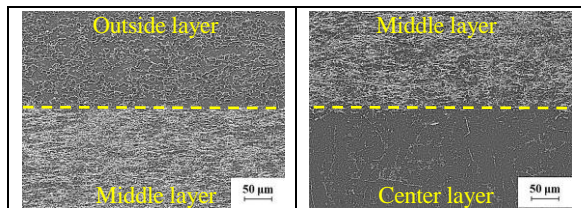


Fig. 3 Microstructures at boundaries of each layer of FGMs.

FGMsの各層におけるマイクロ組織について考察を行う。Fig. 4に従来法である軸方向圧縮による焼結と押出焼結を用いて作製したFGMsの25TiC/Ti層および15TiB/Ti層におけるSEM像を示す。

初めに、加圧法の違いによるFGMsのTiC/Ti層の変化をみると、押出焼結では母材である純Ti粒子が軸方向圧縮と比べて押出方向に変形していることが分かる。これは、押出過程でテーパ部を粉末が通過する際に発生する半径方向荷重により純Ti粒子が塑性変形したためと考えられる。強化材においては、軸方向圧縮の際にTiC粒子が純Ti粒子の周りに大きな凝集体(クラスター)となって存在している。一方、押出焼結ではTiC粒子が分散している。以上より、押出焼結中にTiC/Ti層では母材の純Ti粒子は塑性流動し、それと同時にTiC粒子も流動し分散していると推測できる。

次に、加圧法の違いにおけるFGMsのTiB/Ti層の変化をみると、押出焼結では軸方向圧縮に比べてTiBクラスターの数が減少し、TiBウィスカ(TiBw)の生成が増加していることが分かる。これは、純Ti粒子が押出過程で塑性流動したために、TiB₂粒子との界面における接触機会が増加し、TiBの生成反応が促進されたためと考えられる。ここで、Fig. 5に加圧法の違いにおけるTiBwの押出方向に対する配向角度の分布を示す。それぞれのマイクロ組織からTiBwを無作為に250本選択し、測定を行った。Fig. 5より、軸方向圧縮においてはTiBwは均一な配向分布を示していることが分かる。一方、押出焼結では押出方向に沿って配向する傾向が確認できた。これは、押出過程に塑性流動することで、押出方向へと変形した純Ti粒子に沿ってTiBwが生成さ

れたためと考えられる。以上より、押出焼結によりTiBwの配向分布を制御することができるといえる。

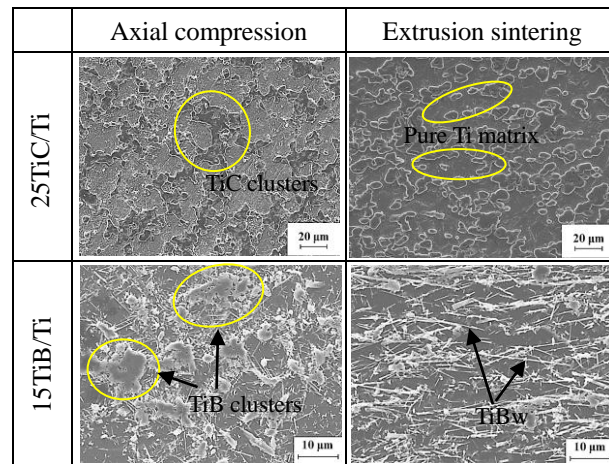
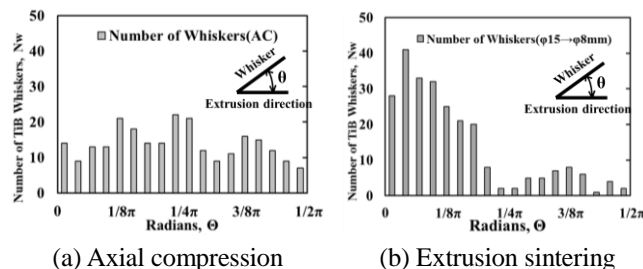


Fig. 4 Microstructures of TiC/Ti and TiB/Ti layers in FGMs by axial compression and extrusion sintering.



(a) Axial compression (b) Extrusion sintering

Fig. 5 Orientation angles of TiB whiskers in FGMs.

4. 結言

- 1) 押出焼結により強化材の種類と含有率を変化させたφ8mmの3層同心円状FGMsが作製できた。
- 2) 押出焼結中に純Ti粒子はテーパ部で発生する半径方向荷重により変形し、塑性流動する。
- 3) 押出焼結により作製したFGMsのTiC/Ti層において、TiC粒子の分散が確認できた。また、TiB/Ti層においては、純TiとTiB₂との反応の促進され、加えてTiBwの押出方向への配向が確認された。

謝辞

本研究は公益財団法人天田財団の一般研究開発助成により行われました。ここに深く感謝の意を表します。

5. 参考文献

- [1] 亀川将司, 他: 「チタン基複合材の引張および摩耗特性に及ぼす母材粉末および強化材の影響」, 日本大学理工学研究科航空宇宙工学専攻, 2016
- [2] 渡辺卓, 他: 「SPSを用いた同心円状傾斜機能材料の作製とそのFEM解析」, 粉体および粉末冶, vol.55, No.5, pp.365-372, 22011