

(639)

Ni-Ti 圧粉体の発熱溶融について

北海道工業開発試験所 ○鈴木良和 広木栄三 窪田 大

I. 緒言 : 形状記憶合金の応用分野が広がるに伴い、Ni-Ti 系合金の製造法の低コスト化が注目されている。当所では高真空中での Ni-Ti 圧粉体の焼結性について調べるため、一定温度から昇温速度を上げることにより、これら圧粉体に発熱反応が生じることを見出した。この事実から加熱温度が溶融温度に達する前に、圧粉体は発熱によって充分合金化することが期待でき、発熱過程について検討したので報告する。

II. 実験方法 : 試料は市販のカルボニル Ni 粉末 (純度: 99.9 wt%, 酸素量: 640 ppm, 粒径: 約 2 μm)、Ti 粉末 (純度: 99 wt%, 水素量: 684 ppm, 粒径: 55 μm) である。Ti 粉末に 30~70 at% の組成割合で Ni 粉末を混合し、直径 10 mm, 厚さ約 4 mm の圧粉体に成形した。成形圧力は 3 t/cm²。試料重量は 2.5 g とした。これを真空電気炉中 10^{-5} Torr 以下の真空下で昇温し、炉内及び試料内部の温度と共に、炉内真空度の変化が記録できるようにした。

III. 実験結果及び考察 : 圧粉体内部に熱電対を差し込んで固定し測定した試料温度と、試料周辺の炉内温度との相違を追跡すると、Fig. 1 でみられるように炉内温度 820°C 付近で明らかに試料に急激な発熱反応が検出される。この場合の昇温速度は室温から 600°C まで 14°C/min, 600°C 以上では 61°C/min である。このような発熱反応に伴う真空度の変化を同時に追跡すると、同図に示すように 350°C 付近に Ni 粉末からのガス放出による最初の真空度の低下がみられる。次に 600°C からの急速加熱で 700°C 付近から Ti 粉末によるガス放出がはじまり、さらに 820°C 付近で真空度は急激に 10^{-3} Torr まで低下するほどのガス放出がみられる。これは、試料に発熱反応が生じた温度と一致している。次に、Ni と Ti の組成範囲が

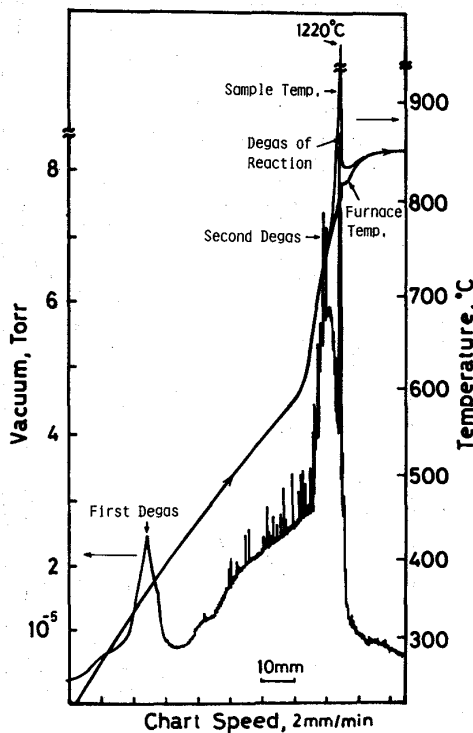


Fig. 1 Temperature and vacuum change with exothermic reaction.

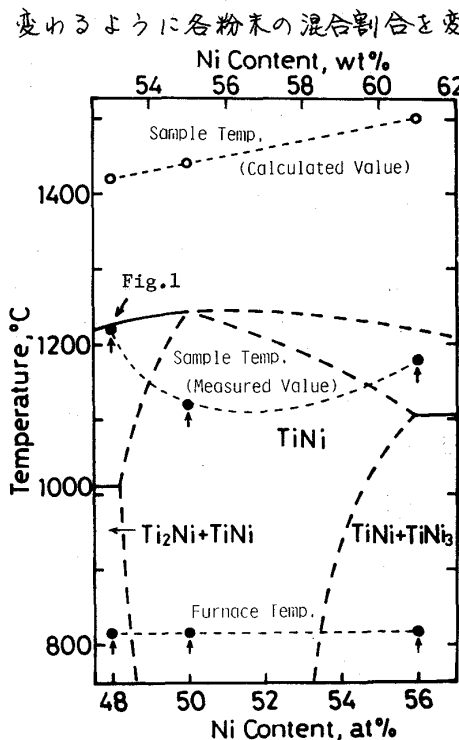


Fig. 2 Relationship between composition and calculated & measured temperature of Ni-Ti compact heated by exothermic reaction.

変わるように各粉末の混合割合を変えた圧粉体について、同様な方法で発熱反応を追跡した。その結果、Fig. 2 に示す状態図の組成 (48~56 at% Ni) の範囲では発熱反応が確認された。これらの反応は Ni 粉末に含まれる酸素と Ti 粉末に含まれる水素によるものと仮定し、反応式 $\text{H}_2 + \frac{1}{2} \text{O}_2 = \text{H}_2\text{O} + 57.6 \text{ kcal/mol}$ に基づいて各々の組成による発熱量を求め、到達温度を算出した。これら計算による予測値と実測値は Fig. 2 にプロットで示す。

この結果から、Ni-Ti 圧粉体の発熱溶融は含有される酸素と水素の反応熱で生じるものと考えられる。