

TaC-Ni および TaC-Ni-Mo 系サーメットの 焼結と微細構造の観察

飯 泉 清 賢* 栗 田 諭** 久 高 克 也***

Sintering of TaC-Ni and TaC-Ni-Mo Cermets and Observation on their Microstructures

Kiyokata IZUMI, Satoshi KURITA and Katsuya KUDAKA

TaC-Ni and TaC-Ni-Mo cermets were sintered at 1150~1400°C in a vacuum of 5×10^{-5} Torr for 1hr. The effect of addition of molybdenum on the sinterability and the microstructure of TaC-base cermets were studied by measurements of relative density and micro-Vicker's hardness and Auger electron microscopy.

Relative densities and hardness of the TaC-Ni-Mo cermets were higher than these of the TaC-Ni cermets. In TaC-Ni-Mo cermets, liquid phase appeared relatively lower temperature (1150~1250°C) than in TaC-Ni cermet (about 1290°C) and it is estimated that the wettability between solid and liquid phases is so improved that the grain growth of TaC is suppressed. It was observed that all molybdenum resolves to nickel phase and TaC slightly resolves to nickel or Ni-Mo phase.

1. 諸 言

TaC は高融点 (約 3400°C), 耐酸化性, 耐摩耗性を有する耐火性化合物である。TaC 基サーメットについては, 鈴木等¹⁾²⁾ によって調べられ, TaC-Ni 及び TaC-Co 合金の機械的性質, 色調などに及ぼす炭素量, Mo₂C などの炭化物添加の影響について報告されている。

TiC-Ni 系サーメットにおいては, Mo を添加することにより炭化物相と Ni 基合金相の濡れ性が向上し炭化物の粒成長を抑制し, 緻密な焼結体が得られる³⁾⁻⁵⁾ ことが報告されている。本研究で

は TaC-Ni-Mo 系サーメットを作製しそれらの焼結過程, 機械的性質及び微細構造に及ぼす Mo 添加の効果について TaC-Ni 系との比較において検討した。

2. 実験方法

試料組成を重量比で TaC 80%-Ni 20%, 及び TaC 80%-Ni 15%-Mo 5% とし, 出発原料は平均粒径がそれぞれ 1.5, 0.7, 及び 0.8 μm の TaC, Ni 及び Mo 粉末を使用した。所定量の原料粉末を超合金製ボールを用いて, ボールミルによりヘキサン中で 24 時間湿式混合した。混合粉末を約 150 MPa の圧力で圧縮成型した後黒鉛ルツボを使用して真空中 (5×10^{-5} Torr), 1150~1400°C の温度範囲でそれぞれ 1 時間焼結した。焼結体はその体積 (マイクロメーターで測定した直径, 厚さ

* 工業化学科講師

** 63 年度卒研生

*** 工業化学科教授

平成元年 9 月 14 日受理

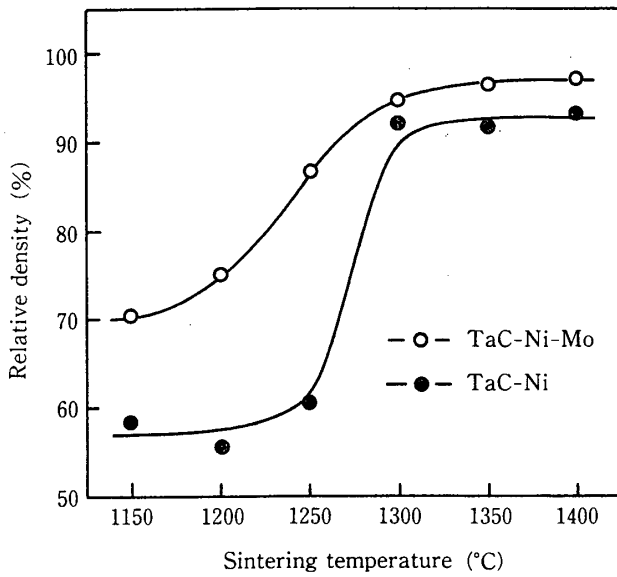


Fig. 1 Relationship between relative density of TaC-Ni and TaC-Ni-Mo cermets and sintering temperature

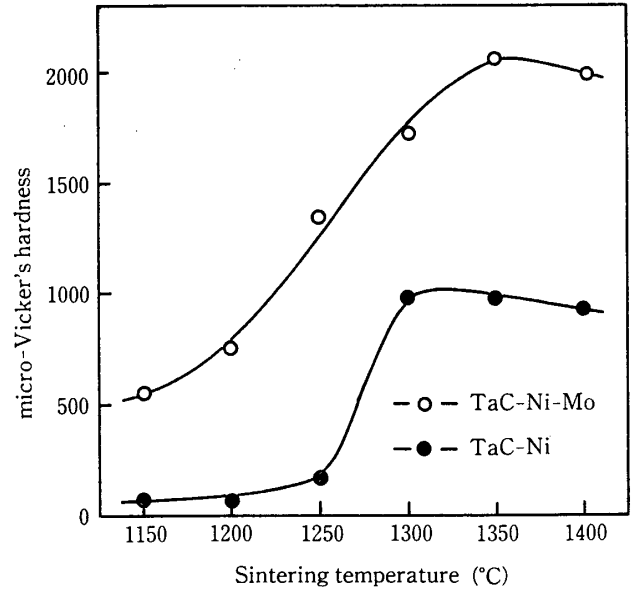


Fig. 2 Relationship between micro-Vicker's hardness of TaC-Ni and TaC-Ni-Mo cermets and sintering temperature

より求めた) 及び重さから相対密度を求め、微小硬度計によるマイクロビッカース硬度の測定を行い、またマイクロオージェによる微細構造の観察を行った。さらに上記原料混合粉末について基準物質 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 、昇温速度 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 、Ar 気流中 ($0.5 \text{ l}/\text{min}$) で 1350°C までの示差熱分析を行い焼結過程について検討した。

3. 実験結果及び考察

3.1 相対密度

図1に焼結体の相対密度と焼結温度の関係を示す。図1において TaC-Ni-Mo 系の相対密度は焼結温度が高くなるに従って増加し、 1300°C 以上でほぼ一定となった。TaC-Ni 系の相対密度は焼結温度 1250°C までは低い値を示し、 1250°C 以上で急激に増加し 1300°C 以上でほぼ一定となった。また全体に TaC-Ni-Mo 系の相対密度は TaC-Ni 系の相対密度より高い値を示した。TaC-Ni 系では約 $1250\sim 1300^\circ\text{C}$ 、TaC-Ni-Mo 系ではそれより低い温度で液相が発生し、液相焼結により密度が増加すると推定される。

3.2 硬さ

図2に焼結体の硬さと焼結温度の関係を示す。焼結体の硬さは相対密度と同様の傾向を示した。図2において TaC-Ni 系焼結体の硬さは焼結温

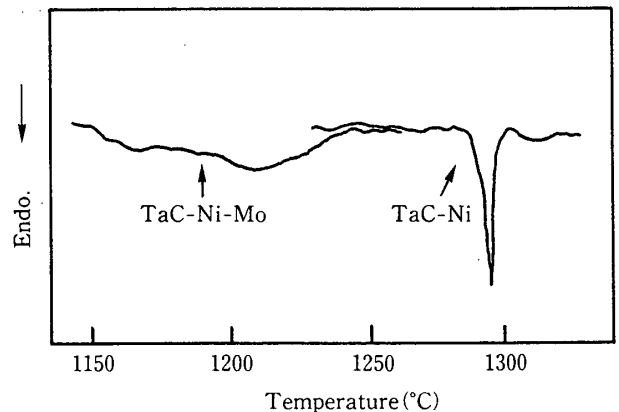


Fig. 3 DTA curves of TaC-Ni and TaC-Ni-Mo mixed powder in Ar

度 1250°C 以下では低く、 $1250\sim 1300^\circ\text{C}$ で急激に増加し 1300°C 以上では僅かに低下した。 1250°C までは焼結体の密度が低いため硬さも低く 1250°C 以上では焼結が進み密度が増加するため硬さも増加する。一方 TaC-Ni-Mo 系の硬さは焼結温度の上昇とともに増加し 1300°C 以上では減少する傾向が認められ、全体的に TaC-Ni 系より高い値を示した。両方の系において 1300°C 以上で硬さの低下がみられるがこれは TaC 相の粒成長のためと推定される。

3.3 混合粉末の示差熱分析

図3に TaC-Ni 及び TaC-Ni-Mo 系混合粉末の Ar 気流中における DTA 曲線を示す。図3に

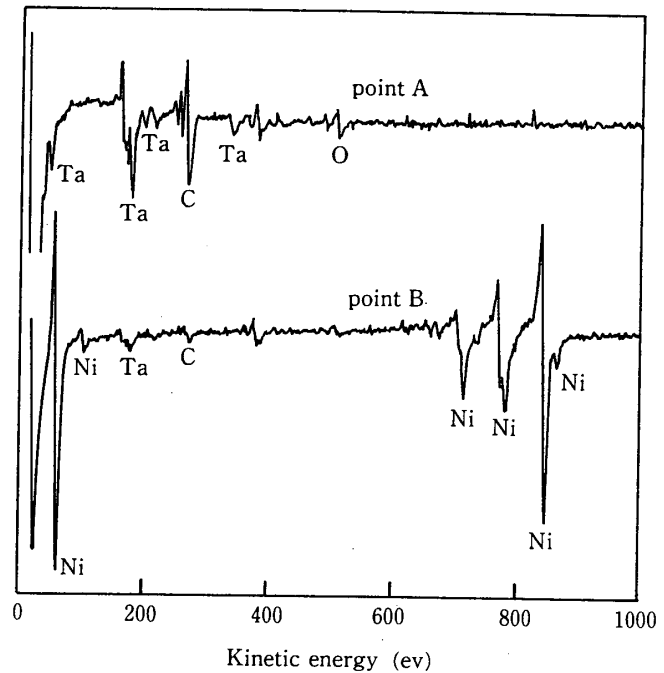
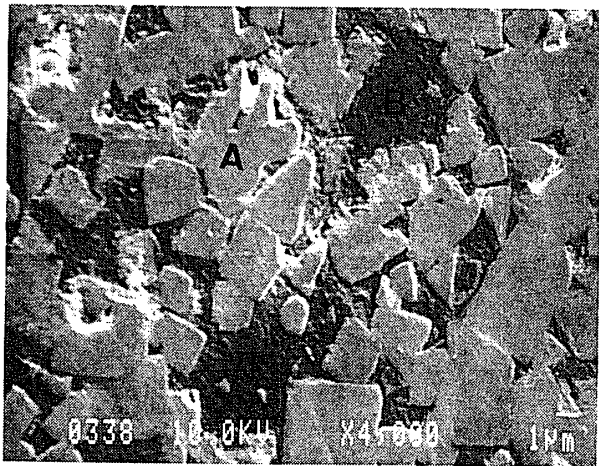


Fig. 4-(a) SEM image and Auger spectra of TaC-Ni cermet sintered at 1300°C

において TaC-Ni 系粉末の DTA 曲線は約 1290°C 付近に鋭い吸熱ピークを示した。一方 TaC-Ni-Mo 系粉末の DTA 曲線では約 1150~1250°C の範囲でブロードな吸熱ピークを示した。これらの吸熱ピークは液相の発生によると推定される。従って、TaC-Ni 系及び TaC-Ni-Mo 系ではそれぞれ約 1290 及び 1150°C 以上での液相焼結のため焼結体の相対密度及び硬さが増加すると推定した。

3.4 マイクロオージェによる微細構造の観察

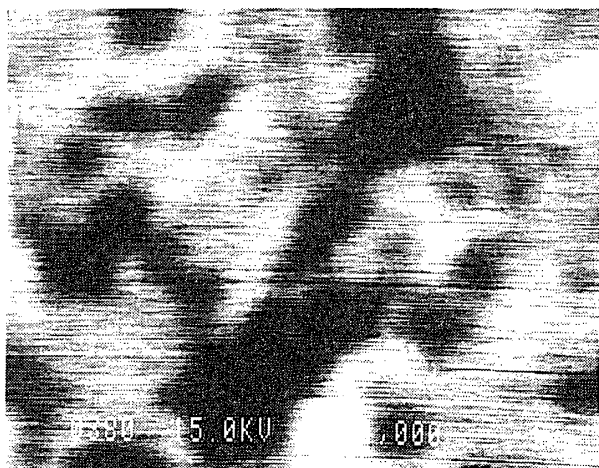
図 4-(a) に 1300°C で焼結した TaC-Ni 系サーメットの SEM 写真及び点 A, B におけるオージェスペクトルを示す。図 4-(b) に図 4-(a) に対応するオージェ像を示す。図 5-(a) に 1300°C で焼結した TaC-Ni-Mo 系サーメットの SEM 写真及び点 C, D におけるオージェスペクトルを示す。図 5-(b) に図 5-(a) に対応するオージェ像を示す。図 4-(a) から、A 点では Ta, C 及び O, B 点では Ni と微弱な Ta 及び C のスペクトルが検出された。図 5-(a) から、C 点では Ta, C 及び微弱な O, D 点では Ni と Mo 及び微弱な Ta と C のスペクトルが検出された。図 4-(b) 及び図 5-(b) において TaC-Ni 系では Ta と Ni は分離しているが、TaC-Ni-Mo 系では Mo は Ta と共存せず Ni と同じ場所

に分布していることが観察された。従って A 点及び C 点は TaC 相であり B 点及び D 点はそれぞれ Ni 及び Ni-Mo 固溶相である。TaC は Ni あるいは Ni-Mo 相中に僅かに固溶すると推定されるが、これは J. H. Westbrook 等の結果^{6)*1} と一致する。図 4-(a) 及び図 5-(a) の SEM 写真において、TaC-Ni 系では TaC 相は粒成長し粗大化しているが、TaC-Ni-Mo 系では TaC の粒成長はかなり抑制されている。これから、TaC 相と Ni-Mo 相との濡れ性は TaC 相と Ni 相との濡れ性より優れていると推定される。TaC-Ni-Mo 系の硬さが高い値を示すのはこれらの理由による。以上のことから、Mo の添加はサーメットの緻密化と粒成長抑制の点で有効であることがわかった。

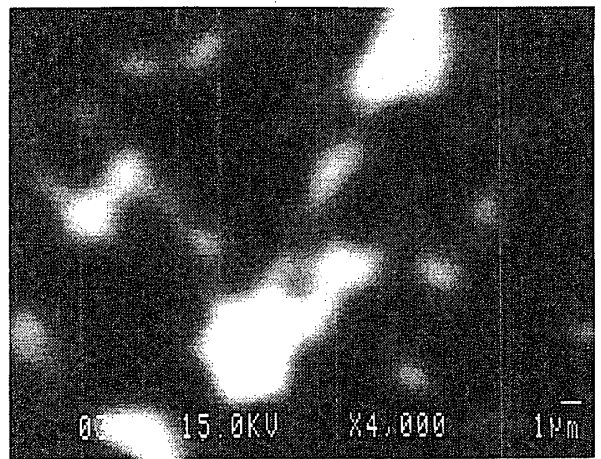
4. 総括

TaC 80%-Ni 20% 及び TaC 80%-Ni 15%-Mo 5% サーメットの焼結と微細構造の観察を行い次の結果を得た。

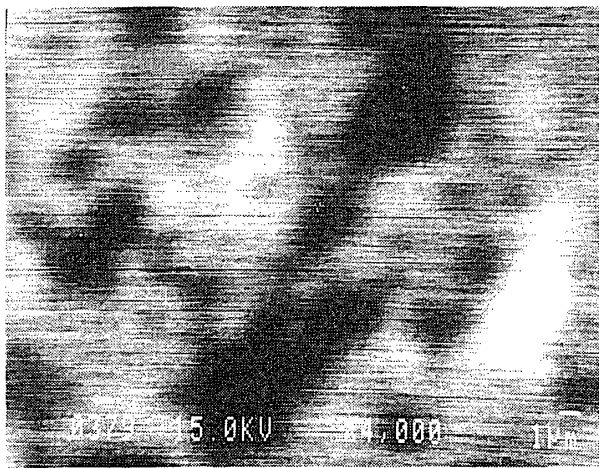
- 1) TaC-Ni-Mo 系は全体的に相対密度、硬さにおいて TaC-Ni 系より高い値を示した。
- 2) TaC-Ni 系及び TaC-Ni-Mo 系での液相発生温度はそれぞれ約 1290°C 及び 1150~1250°C



Tantalum



Nickel



Carbon

Fig. 4-(b) Auger images of TaC-Ni cermet sintered at 1300°C

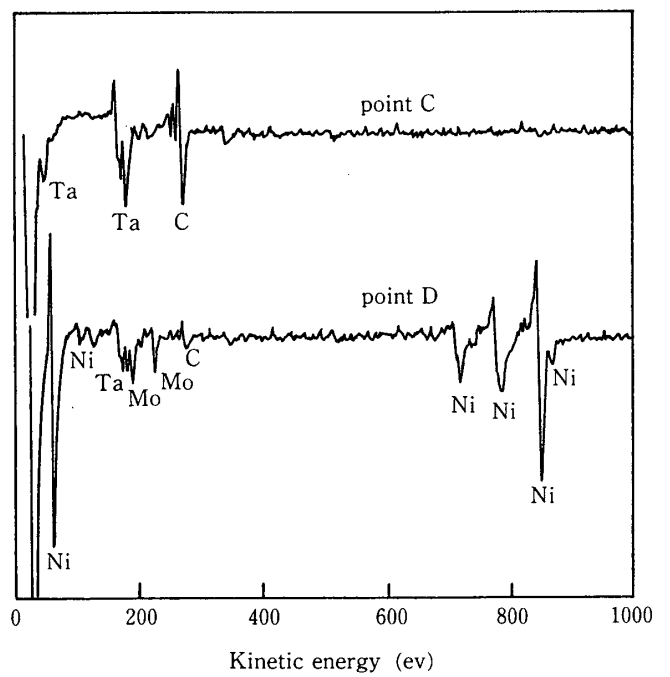
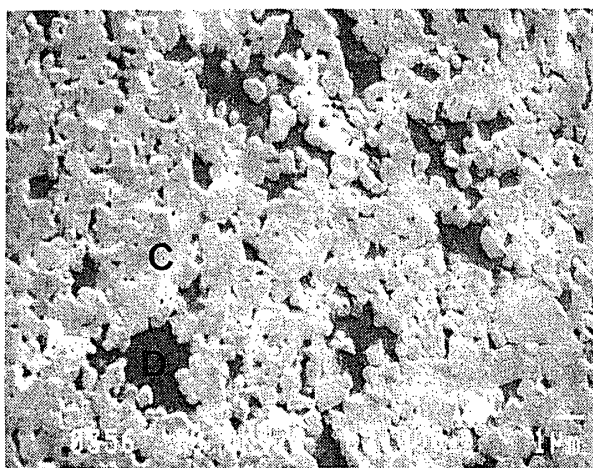


Fig. 5-(a) SEM image and Auger spectra of TaC-Ni- Mo cermet sintered at 1300°C

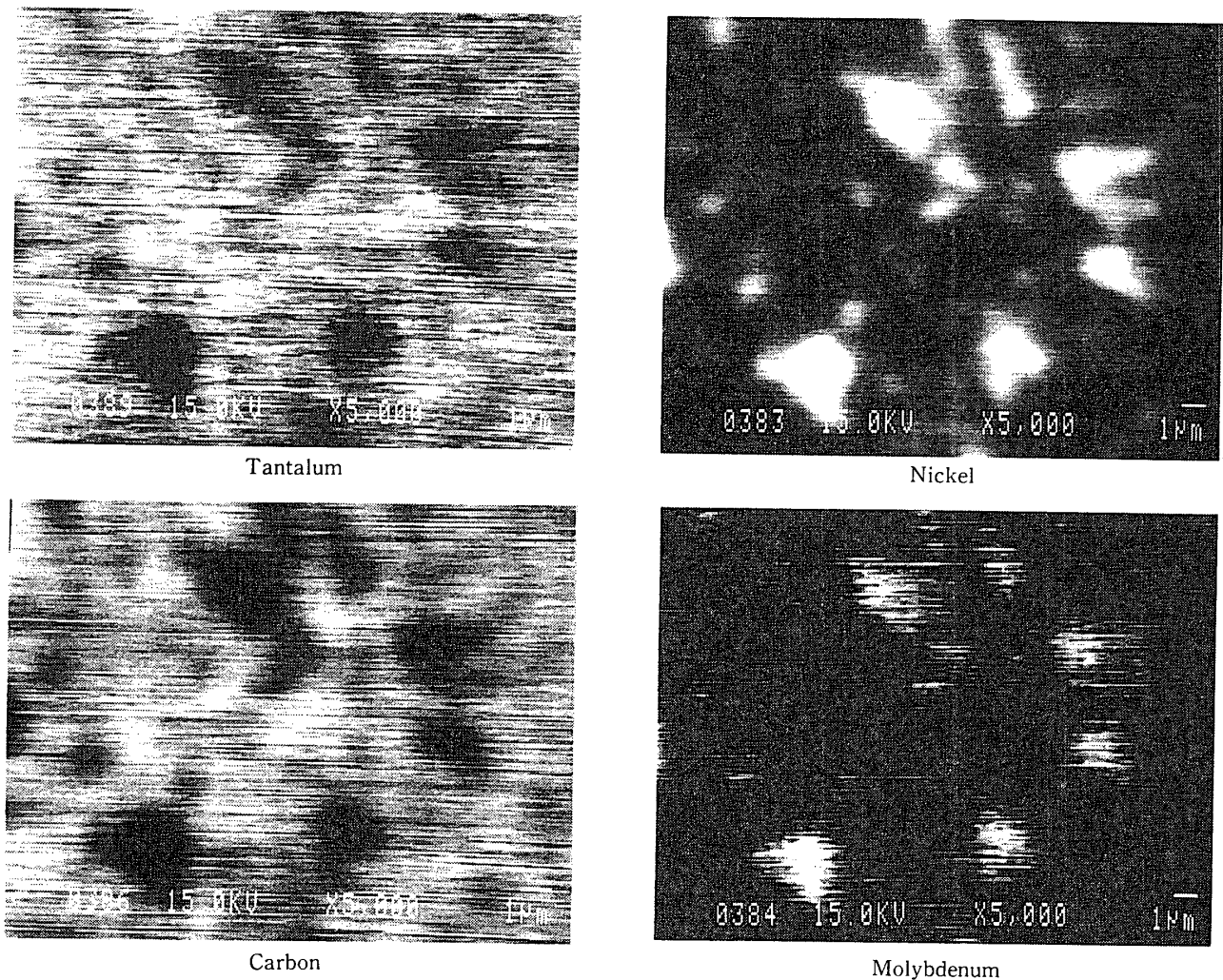


Fig. 5-(b) Auger images of TaC-Ni-Mo cermet sintered at 1300°C

の範囲であった。

3) TaC-Ni系及び TaC-Ni-Mo系において Niは TaC相に固溶せず僅かな TaCが Ni相あるいは Ni-Mo相に固溶する。

4) TaC-Ni-Mo系において Moは TaC相に固溶せず Ni相に固溶する。

5) TaC-Ni-Mo系は TaC-Ni系に比べ粒成長が抑制され、TaCと Ni-Mo相の濡れ性は TaCと Ni相の濡れ性より良好であると推定した。

参考文献

1) 鈴木 寿, 林 宏爾, 粉体および粉末冶金, 28, 179 (1981)

2) 鈴木 寿, 超硬合金と焼結硬質材料, p. 280, 丸善 (1986)
 3) M. Humenik, Jr. and N. M. Parikh, J. Am. Ceram. Soc., 39, 60 (1956)
 4) N. M. Parikh and M. Humenik, Jr, ibid., 40, 315 (1957)
 5) D. Moskowitz and M. Humenik, Jr, Modern Developments in P/M, vol. 3, Ed. by H. Hausner, p. 83, Plenum Press, N. Y. (1966)
 6) J. H. Westbrook and E. R. Stover, High Temperature Materials and Technology, edited by I. E. Campbell and E. M. Sherwood, (Wily, New York 1967)

*1 Niに対する TaCの固溶度は 1250°Cで 5%.