



(21) 申请号 202311223987.9

(22) 申请日 2023.09.20

(30) 优先权数据

2022-151959 2022.09.22 JP

(71) 申请人 日本活塞环株式会社

地址 日本埼玉县

(72) 发明人 木村正宏 山本厚

(74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所

11105

专利代理师 张涛

(51) Int. Cl.

B22F 3/22 (2006.01)

B22F 3/10 (2006.01)

C22C 14/00 (2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54) 发明名称

钛合金烧结体的制造方法和钛合金烧结体

(57) 摘要

本发明提供一种降低氧量而提高疲劳强度的钛合金烧结体及该钛合金烧结体的制造方法。本发明涉及一种基于金属粉末注射成型法的钛合金烧结体的制造方法,其具有:混炼工序,其制造金属粉末与粘合剂的混炼物;注射工序,其将所述混炼物注射成型而制造成型体;脱脂工序,其将所述成型体脱脂而除去所述粘合剂;以及烧结工序,其将除去了所述粘合剂的所述成型体烧结而得到烧结体,其中,所述烧结工序以烧结温度为800~995℃、烧结时间为6~200小时进行。

1. 一种钛合金烧结体的制造方法,其是基于金属粉末注射成型法的钛合金烧结体的制造方法,其具有:

混炼工序,其制造金属粉末与粘合剂的混炼物;

注射工序,其将所述混炼物注射成型而制造成型体;

脱脂工序,其将所述成型体脱脂而除去所述粘合剂;以及

烧结工序,其将除去了所述粘合剂的所述成型体烧结而得到烧结体,其中,所述烧结工序以烧结温度为800~995℃、烧结时间为6~200小时进行。

2. 根据权利要求1所述的钛合金烧结体的制造方法,其中,

所述烧结工序在真空下进行,

所述真空是指烧结时的气氛压力为 1×10^{-3} Pa以下。

3. 根据权利要求1或2所述的钛合金烧结体的制造方法,其中,

所述金属粉末使用低氧金属粉末。

4. 一种钛合金烧结体,其中,

所述钛合金烧结体以质量%计包含:5.50~6.50%的铝、3.50~4.50%的钒、0.40%以下的铁、0.2%以下的氧、0.08%以下的碳、0.05%以下的氮、0.015%以下的氢、剩余部分为钛,

所述钛合金烧结体的相对密度为97.0%以上。

5. 根据权利要求4所述的钛合金烧结体,其平均结晶粒径为5.0~50.0 μm ,

结晶组织的针状比为3以下。

钛合金烧结体的制造方法和钛合金烧结体

技术领域

[0001] 本发明涉及钛合金烧结体的制造方法和钛合金烧结体,特别涉及能够实现低氧化的钛合金烧结体的制造方法和钛合金烧结体。

背景技术

[0002] 以往,已知钛作为地壳中的金属元素,是仅次于铝、铁和镁的埋藏量多的元素,是轻量、高强度和耐腐蚀性优异,并且对人体的不良影响少的金属。但是,钛在室温下成为最密六方晶的结构,因此难以进行伴有变形的加工,由于强度高,因此机械加工也不简单,因此存在难以抑制制造成本的问题。

[0003] 因此,为了抑制制造成本,期待利用金属粉末注射成型(MIM)来制造能够不进行机械加工而仅通过产品成型而成为近净成形的钛。

[0004] 这样的基于金属粉末注射成型的钛合金烧结体的制造方法、钛合金烧结体已知有各种方法及方式,例如,如专利文献1所记载的那样,已知有如下的钛合金烧结体的制造方法:使用由钛或钛合金构成的金属粉末来成型生坯,该生坯在烧结阶段被压缩而固化的、基于使用了钛或钛合金的粉末冶金的部件的制造方法中,为了形成所述生坯,使用基于ASTM标准的B822-10的使用激光散射测定的平均粒子尺寸小于 $25\mu\text{m}$ 且由钛或钛合金构成的金属粉末,所述烧结阶段在最高 1100°C 为止的烧结温度下以5小时以下的烧结时间在相对于常压降低的压力的气氛中实施。

[0005] 根据这样的钛合金烧结体的制造方法,使用用于生坯制造的金属粉末的平均粒子尺寸小于 $25\mu\text{m}$ 的钛或钛合金,烧结阶段在最高 1100°C 为止的烧结温度下,以5小时以下的烧结时间,在相对于常压处于降低的压力的环境下实施,因此,通过该处置,能够对这样得到的原材料的粒子结构、材料特性也给予符合目的的影响。

[0006] 此外,如专利文献2所记载,已知一种钛合金烧结体,其中,表面的平均结晶粒径超过 $30\mu\text{m}$ 且为 $500\mu\text{m}$ 以下,表面的维氏硬度为300以上且800以下。

[0007] 根据这样的钛合金烧结体,即使在长时间暴露于严酷的环境的情况下,表面也不会产生劣化,其结果,能够提供镜面性(设计性)高的钛合金烧结体。

[0008] 现有技术文献

[0009] 专利文献

[0010] [专利文献1]日本特表2019-516021号公报

[0011] [专利文献2]日本特开2019-44225号公报

发明内容

[0012] 发明所要解决的技术问题

[0013] 然而,已知钛合金烧结体的拉伸强度和伸长率的特性根据其氧量而变化,已知随着氧量的增加,拉伸强度变高,伸长率变低。与之相对,通过以往的钛合金烧结体的制造方法制造的钛合金烧结体存在难以将氧量抑制在0.2质量%以下,难以提高疲劳强度的问题。

[0014] 本发明是鉴于这样的状况而完成的,其技术问题在于提供一种减少氧量而提高疲劳强度的钛合金烧结体的制造方法和钛合金烧结体。

[0015] 解决技术问题的技术手段

[0016] 本发明的钛合金烧结体的制造方法是基于金属粉末注射成型法的钛合金烧结体的制造方法,其具有:混炼工序,其制造金属粉末与粘合剂的混炼物;注射工序,其将所述混炼物注射成型而制造成型体;脱脂工序,其将所述成型体脱脂而除去所述粘合剂;以及烧结工序,其将除去了所述粘合剂的所述成型体烧结而得到烧结体,其中,所述烧结工序以烧结温度为800~995℃、烧结时间为6~200小时进行。

[0017] 此外,在本发明的钛合金烧结体的制造方法中,优选的是,所述烧结工序在真空下进行,所述真空是指烧结时的气氛压力为 1×10^{-3} Pa以下。

[0018] 此外,在本发明的钛合金烧结体的制造方法中,优选所述金属粉末使用低氧金属粉末。

[0019] 此外,本发明的钛合金烧结体的特征在于,所述钛合金烧结体以质量%计包含:5.50~6.50%的铝、3.50~4.50%的钒、0.40%以下的铁、0.2%以下的氧、0.08%以下的碳、0.05%以下的氮、0.015%以下的氢、剩余部分为钛,所述钛合金烧结体的相对密度为97.0%以上。

[0020] 此外,在本发明的钛合金烧结体中,优选平均结晶粒径为5.0~50.0 μm ,结晶组织的针状比为3以下。

[0021] 发明效果

[0022] 根据本发明的钛合金烧结体的制造方法,在烧结工序中,将烧结温度设为980℃,将烧结时间设为48小时,因此能够得到低氧的钛合金烧结体。此外,本发明的钛合金烧结体的相对密度为97.0%以上,氧量为0.2质量%以下,因此能够提供疲劳强度高的钛合金烧结体。

附图说明

[0023] 图1是本发明的实施方式的钛合金烧结体的制造方法的流程图。

[0024] 图2是显微组织的观察结果,(A)是本实施方式的钛合金烧结体的观察结果,(B)是比较例的观察结果。

[0025] 图3是表示本实施方式的钛合金烧结体及比较例的烧结时间与相对密度的关系的图表。

[0026] 图4是表示本发明的实施方式的钛合金烧结体及比较例的拉伸强度试验结果的图表。

具体实施方式

[0027] 以下,使用附图说明用于实施本发明的适宜实施方式。此外,以下的实施方式不限定各权利要求的发明,在实施方式中说明的特征的组合并非全部为发明的解决手段所必须的。

[0028] 图1是本发明的实施方式的钛合金烧结体的制造方法的流程图,图2是显微组织的观察结果,(A)是本实施方式的钛合金烧结体的观察结果,(B)是比较例的观察结果,图3是

表示本实施方式的钛合金烧结体及比较例的烧结时间与相对密度的关系的图表,图4是表示本发明的实施方式的钛合金烧结体及比较例的拉伸强度试验结果的图表。

[0029] 如图1所示,本实施方式的钛合金烧结体的制造方法具备:制造金属粉末与粘合剂的混炼物的工序(S101);将混炼物注射成型而制造成型体的工序(S102);将成型体脱脂而除去所述粘合剂的工序(S103);将除去了粘合剂的成型体烧结而得到钛合金烧结体的工序(S104);对钛合金烧结体进行后加工及检查的工序(S105)。

[0030] 制造金属粉末与粘合剂的混炼物的工序(S101)将金属粉末与粘合剂混炼而制造混炼物。金属粉末优选使用以往公知的纯钛或钛合金,更优选使用含氧量为0.13质量%以下的低氧粉末。例如,对于Ti-6Al-4V材料,优选相当于ASTM grade23(Extra-Low Interstitial)的粉末。

[0031] 粘合剂是具有后述的注射成型所需的流动性的添加剂,优选使用在包含通用的合成树脂的结合剂中添加了润滑剂和增塑剂的粘合剂。需要说明的是,金属粉末与粘合剂的比例可以根据所制造的钛合金烧结体的性质、形状等适当调节,例如,优选使金属粉末与粘合剂的比例为60vol%:40vol%。

[0032] 在混炼物的制造中,在金属粉末中添加粘合剂,进行加热、加压并混合后,将冷却固化的混炼物粉碎而造粒,得到具有流动性的混炼物。

[0033] 将混炼物注射成型而制造成型体的工序(S102)中,将混炼物注射成型于模具后,使其冷却固化而制造给定形状的成型体。用于注射成型的模具可以使用与以往公知的成型体的形状相应的模具。

[0034] 将成型体脱脂而除去所述粘合剂的工序(S103)是在后述的烧结之前除去成型体中所含的粘合剂而得到脱脂体的工序,进行在不活泼气体流动下加热成型体而使粘合剂蒸发·热分解的加热脱脂处理、或者利用有机溶剂提取粘合剂的溶剂脱脂处理等。

[0035] 将除去了粘合剂的成型体烧结而得到钛合金烧结体的工序(S104)中,将脱脂体在 1×10^{-3} Pa以下的真空下加热至 $800^{\circ}\text{C} \sim 995^{\circ}\text{C}$,更优选 980°C 左右6~200小时,进一步优选48小时而进行烧结。此外,脱脂体中所含的残留的粘合剂在通过烧结进行加热的工序中被除去。这样,通过脱脂和烧结从成型体除去粘合剂,因此,烧结体与成型体相比收缩10~20%左右。

[0036] 此外,在得到钛合金烧结体的工序(S104)中,在钼制造的容器内配置氧化锆制造的承烧板,在该承烧板上载置脱脂体,用钼制造的盖体封闭容器后,使该容器内成为真空而进行烧结。

[0037] 对钛合金烧结体进行后加工和检查的工序(S105)是对通过烧结得到的钛合金烧结体进行后加工、检查等的工序,具体而言,是对钛合金烧结体进行热处理,或为了确保尺寸精度而进行研磨等。

[0038] 实施例

[0039] 接着,参照实施例对本发明进行更详细的说明。

[0040] 钛合金烧结体的制造方法中,制备金属粉末与粘合剂的混炼物的工序(S101)中,作为钛合金粉末,使用以质量%计铝为6.22%、钒为4.04%、铁为0.2%、氧为0.091%、碳为0.004%、氮为0.012%、氢为0.002%、剩余部分由钛构成,并且平均粒径为 $27.3\mu\text{m}$ 的钛合金粉末。粘合剂使用日本专利第5163596号记载的粘合剂,相对于钛合金粉末以40容积%的比

例混合、混炼。然后,通过加热脱脂实施将混炼物注射成型而制造成型体的工序(S102)和将成型体脱脂而除去所述粘合剂的工序(S103)。

[0041] 将除去了粘合剂的成型体烧结而得到钛合金烧结体的工序(S104)中,将脱脂体在 1×10^{-3} Pa以下的真空下升温,在980°C下加热48小时进行烧结。通过脱脂和烧结从成型体除去粘合剂,因此烧结体比成型体收缩15%左右。此外,钛合金烧结体的相对密度为97.5%。

[0042] 此外,在得到钛合金烧结体的工序(S104)中,在钼制造的容器内配置氧化锆制造的承烧板,在该承烧板上载置脱脂体,用钼制造的盖体封闭容器后,使该容器内为真空而进行烧结。

[0043] 对钛合金烧结体进行后加工和检查的工序(S105)中,将通过烧结得到的钛合金烧结体切削和研磨加工成疲劳试验片。拉伸试验片仅进行检查,未进行后加工。

[0044] 首先,进行本实施方式的钛合金烧结体的实施例和比较例的粒径观察试验。此处,比较例中,是使用氧量比用于本实施方式的钛合金烧结体的低氧粉末多的通常的金属粉末构成混炼物,并以烧结温度为1100°C、烧结时间为6小时进行了烧结的烧结体。粒径观察试验中,印刷以400倍拍摄实施例和比较例的表面而得到的照片,用手写描摹粒状组织的轮廓,作为图像输入到计算机中后,用测定软件(Winroof)测定等效圆直径、绝对最大长度、对角宽度和针状比。此外,从测定数据中排除等效圆直径小于5 μ m的,算出平均等效圆直径、平均绝对最大长度、平均对角宽度和平均针状比。平均等效圆直径是求出与物体的面积相同的面积的等效圆的直径而得到的,绝对最大长度是求出物体的长度中最长的部分的长度而得到的,对角宽度是求出由与最大绝对长度平行的两条直线夹着物体时的两条直线间的最短距离而得到的,针状比是绝对最大长度除以对角宽度而得到的。

[0045] 通过本实施方式的钛合金烧结体的制造方法得到的钛合金烧结体如图2所示,观察到显微组织与以往的比较例相比,粒度整体上为圆形。如图2(A)所示,可确认本实施方式所涉及的钛合金烧结体的微纤维中的结晶组织的针状比为3.0以下。与之相对,如图2(B)所示,以往的比较例的结晶组织整体细长,针状比显示为3.0以上,可确认本实施方式的钛合金烧结体与比较例相比,结晶组织整体细小且变圆。

[0046] 需要说明的是,实施例的粒径观察结果如下。

[0047] [表1]

	等效圆直径 (μ m)	绝对最大长度 (μ m)	对角宽度 (μ m)	针状比
[0048] 平均	15.2	21.7	14.4	1.6
最大	40.1	59.1	45.4	4.5
最小	5.1	7.2	3.3	1.0

[0049] 接着,如图3所示,关于相对密度,在使用了低氧粉末的钛合金烧结体中,通过烧结48小时,可确认得到与比较例同等的98%以上的相对密度。

[0050] 此外,氧、氮及碳分析的结果如以下的表所示,确认到本实施方式的钛合金烧结体的氮量及碳量与比较例同等,确认到氧量为0.18%,与比较例相比氧量大幅降低。这满足熔炼材料的JIS标准的60种和ASTM标准的Gr5的条件。

[0051] [表2]

[0052]	氧量 (%)	氮量 (%)	碳量 (%)
实施例	0.18	0.045	0.072
比较例	0.30	0.059	0.083

[0053] 接着,对本实施方式的钛合金烧结体及比较例进行拉伸强度试验及疲劳强度试验。拉伸强度试验的评分距离为15mm。如图4所示,实施例的拉伸强度为与比较例同等的结果,可以确认实施例的伸长率高于比较例。

[0054] 疲劳强度试验的试验条件如下进行。

[0055] (1) 试验温度:常温

[0056] (2) 标准:ASTM E466

[0057] (3) 应力比: $R=0.1$

[0058] (4) 波形:正弦波

[0059] (5) 中止循环(打ち切りサイクル): 1.0×10^7 循环

[0060] (6) 频率:10Hz

[0061] 关于疲劳强度试验的结果, 1.0×10^7 循环下的疲劳强度在实施例中为350MPa,在比较例中为280MPa。

[0062] 由此,可确认,根据本实施方式的钛合金烧结体的制造方法,能够得到减少氧量而提高了疲劳强度的钛合金烧结体。

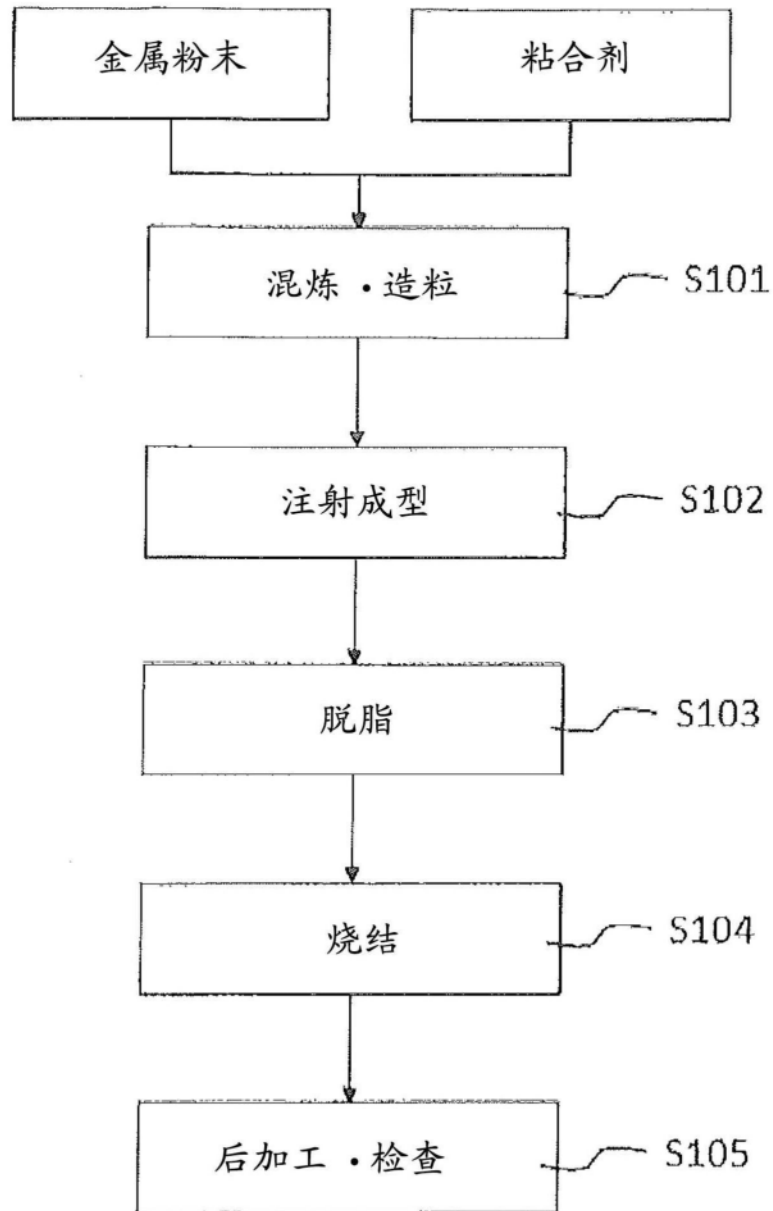


图1

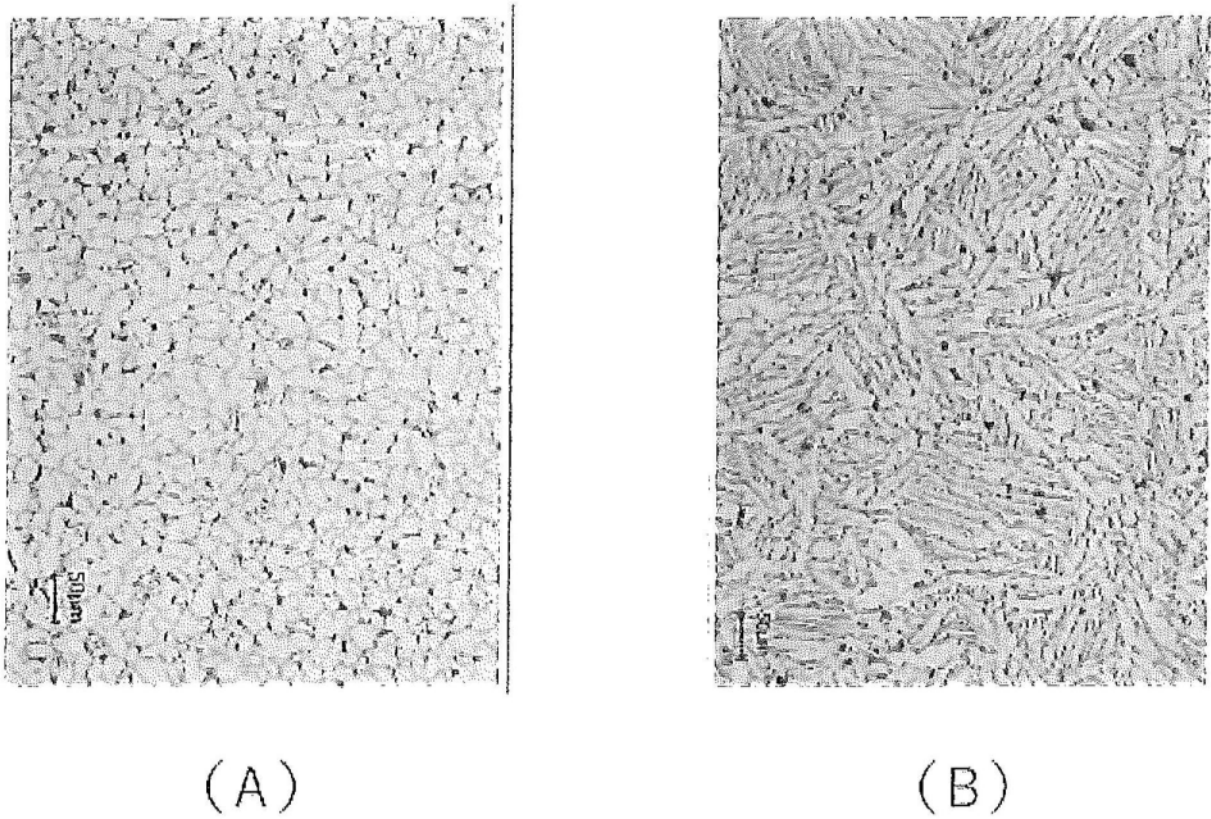


图2

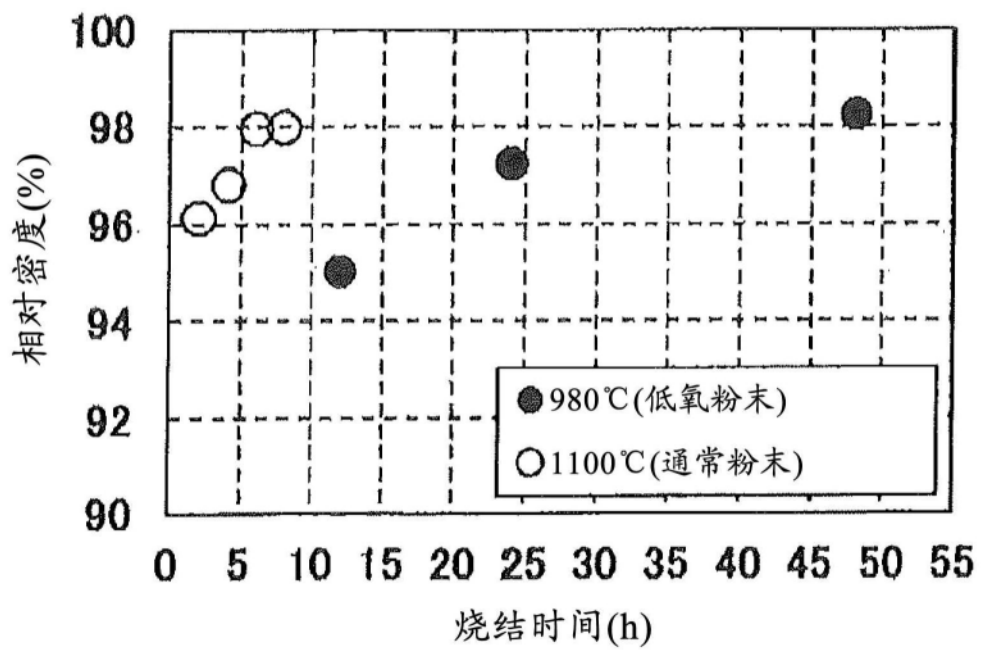


图3

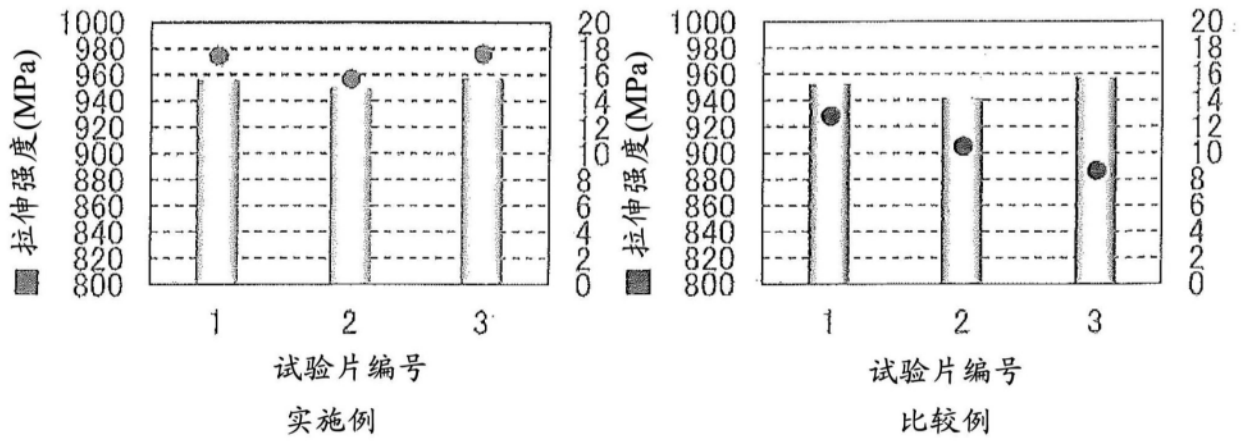


图4