

令和 6 年 6 月 4 日現在

機関番号：34428

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2020～2023

課題番号：20K04168

研究課題名（和文）Ti-6Al-4V大粒径粉末の高速加圧焼結に関する研究

研究課題名（英文）Studies on high efficiency sintering of Ti-6Al-4V powder

研究代表者

池田 周之（IKEDA, Shushi）

摂南大学・理工学部・教授

研究者番号：50845724

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：チタン合金粉末をベースに純アルミニウム粉末を添加して鍛造素材を大気中において短時間で製造できるプロセスを検討し、金属組織に及ぼす両元素の影響を調査した。その結果、アルミニウムのバインダー効果により相対密度が向上して室温での圧粉成形が可能になること、この圧粉成形体を高温焼結するとチタンとアルミニウムの化合物により結晶粒成長が抑制でき高品質な鍛造素材を製造できる可能性があることを見出した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では「高温加熱時の結晶粒成長をいかにして抑制・防止するか」に関して、「純アルミニウム粉末の添加により金属間化合物を生成させ、チタン合金粉末の合体と結晶粒成長を抑制可能」との学術的成果を得た。さらに、真空中で3時間程度かけていたHIP処理を省略可能な大気中での短時間熱処理を見出したことにより低コスト、低CO2排出量で適用部品を拡大できる社会的意義がある。

研究成果の概要（英文）：A process that can produce forging materials by adding pure aluminum powder to a titanium alloy powder base in air in a short time was examined, and then the microstructure and the effects of both elements were investigated. The binder effect of aluminum improves the relative density and enables compacting at room temperature. When this compact is sintered at high temperature, grain growth can be controlled by the intermetallics between titanium and aluminum. These results indicate a possibility to produce high-quality forged materials.

研究分野：材料工学

キーワード：チタン合金 純アルミニウム 粉末 圧粉成形 焼結

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

チタン合金粉末を熱間等方圧加圧法 (HIP ; Hot Isostatic Pressing) により加圧焼結した部材 (鍛造素材) を超塑性鍛造により複雑形状の最終部品に仕上げるための材料技術、成形プロセス技術に関する研究開発は 1980 年代から 1990 年代に日米欧で盛んに行われてきた。ラボレベルでは十分な成果を挙げたものの、実際には米国の戦闘機エンジン部品の極一部で実用化されただけで、産業用としては量産技術の確立には至らなかった。2000 年代以降は金属粉末積層造形 (AM ; Additive Manufacturing) の普及に伴い、特に航空機部品、医療用インプラントなどにおいてチタン合金粉末の需要が急増している。しかしながら、AM で利用できるのは小粒径 (チタン合金の場合は $45\mu\text{m}$ 以下) に限られており、大粒径粉末を用いた部品製造技術は実用化されていない。そのため、研究開始当初および 2024 年現在においてもチタン合金の大粒径粉末はリサイクルもしくは廃棄処分されている状況であり、ターボチャージャーなど自動車部品への利用拡大が社会的なニーズとなっている。

2. 研究の目的

本研究では汎用チタン合金として使用量が圧倒的に多い Ti-6Al-4V 合金の大粒径粉末 ($45\mu\text{m}$ 以上) を対象に高品質な部材 (鍛造素材) を短時間で製造できる高温加圧焼結プロセスと組織制御指針を得ることを目的とする。高温焼結では結晶粒の粗大化抑制が未解決の課題であるが、独自アイデアとして少量の純 Al 粉末を添加して結晶粒界の Al 濃度 (変態点) を人為的に高くすることによりチタン合金粉末の合体と結晶粒成長の抑制を検討する。

3. 研究の方法

(株)大阪チタニウムテクノロジー製ガスアトマイズ法純 Ti 粉末 (TIL0P、粒度 $150\sim 250\mu\text{m}$) と同社製ガスアトマイズ法 Ti-6Al-4V 粉末 (TIL0P64、粒度 $105\sim 250\mu\text{m}$) およびそれぞれに純 Al 粉末 (粒度 $106\sim 180\mu\text{m}$) を添加した混合粉末を供試材とする。混合粉末の質量を 2.0g になるように調整し、鋼材 (S45C) で作製した内径 10.0mm の金型に充填し、(1) 圧粉成形、(2) 酸化挙動、(3) 高温焼結について SEM-EPMA や XRD による組織評価を行った。

4. 研究成果

(1) 圧粉成形

純 Ti 粉末と Ti-6Al-4V 粉末にそれぞれ純 Al 粉末を $2\sim 6$ (mass%) の範囲で混合し、室温で圧粉成形を行った。混合粉末の質量を 2.0g になるように調整し、鋼材 (S45C) で作製した内径 10.0mm の金型に充填する。その後、油圧プレス (手動 10ton) で 5 分間加圧し、圧縮後の体積から圧粉体の密度を算出する。図 1 に純 Ti 粉末と純 Al 粉末を混合した圧粉体の相対密度を示す。純 Ti 粉末と純 Al 粉末の混合粉末は本実験条件の範囲において良好な圧粉体が得られ、加圧力の増加に伴い相対密度が増加する。純 Ti 粉末に純 Al 粉末を $6\text{mass}\%$ 添加し 600MPa で加圧した圧粉体の相対密度は 77.9% である。この条件での圧粉体のマクロ写真を図 1 中に示す。図 2 に圧粉体断面の SEM 写真と EPMA による Ti および Al 元素の面分析結果を示す。分析結果から室温での混合粉末の圧粉成形のメカニズムは純 Al 粉末の塑性変形によるバインダー効果であることが確認できた。Ti-6Al-4V 粉末は純 Ti 粉末に比べ室温での圧粉成形が難しく純 Al 粉末を $6\text{mass}\%$ 以上添加した時にち密な圧粉体が得られた。Ti-6Al-4V 粉末に純 Al 粉末を $6\text{mass}\%$ 添加し 600MPa で加圧した圧粉体の相対密度は 74.4% である。

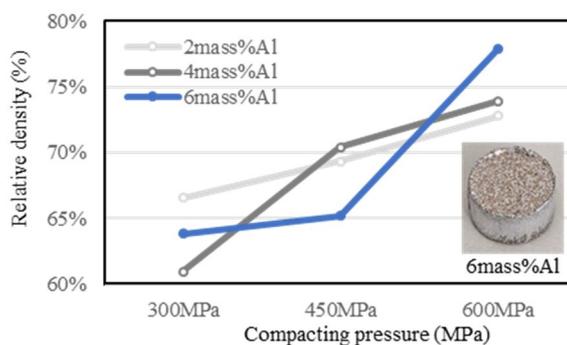


図 1 純 Ti / 純 Al 圧粉体の相対密度

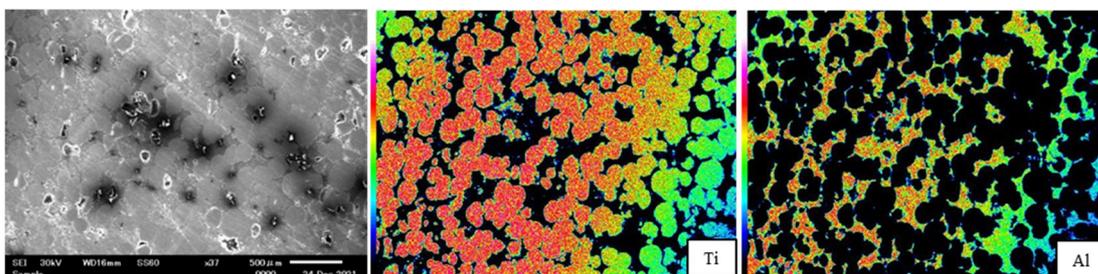


図 2 圧粉体断面の SEM 写真と Ti、Al の元素分析結果 (Ti+6mass%Al / 600MPa, 室温)

(2) 酸化挙動

純 Ti 粉末に純 Al 粉末を 6mass% 添加し 600MPa で加圧した圧粉体を石英ガラス管に封入し 4×104 Pa の真空中で 600 ~ 800 に加熱し酸化挙動を評価した。XRD の解析結果とマクロ写真を図 3 に示す。アルミニウムの融点以上の 700、800 に加熱した圧粉体には酸化物と金属間化合物が生成しており、マクロ写真は黒く崩壊している様子が観察される。一方、アルミニウムの融点以下の 600 に加熱した圧粉体は加熱をしていない圧粉体と同じく酸化物も金属間化合物も生成しておらず、マクロ写真でも健全な圧粉体を保っていることが確認できた。

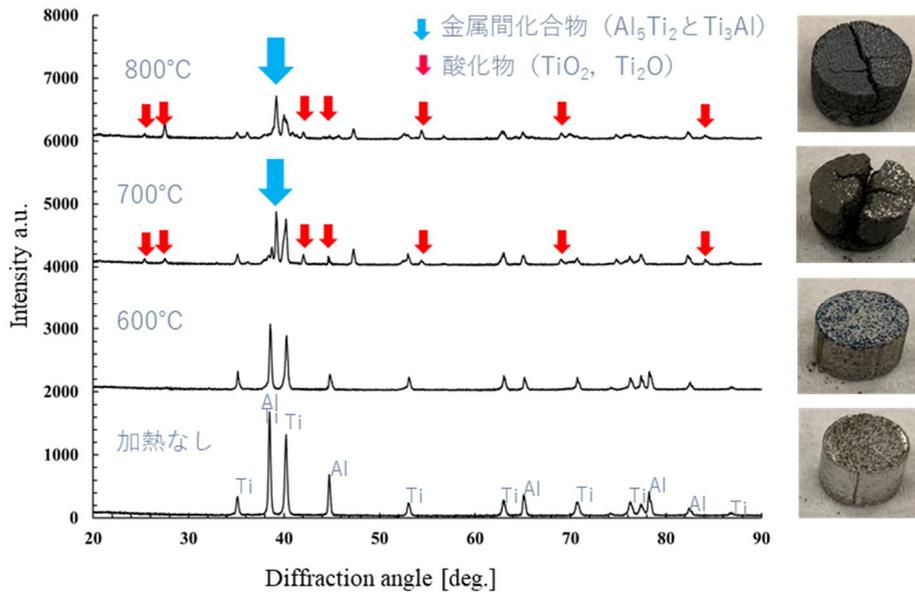


図 3 XRD 解析結果(Ti+6mass%Al / 600MPa)

(3) 高温焼結

次に Ti-6Al-4V 粉末に関して高温焼結実験をおこなった。純 Al 粉末を 0~6 (mass%) の範囲で混合し、純 Ti パイプで作製した内径 11.3mm、外径 15.3mm の型に充填する。その型をヒートガンで約 300 に加熱しながら油圧プレス (手動 10ton) を用いて 440MPa で 10 分間加圧する。加圧後に袋状のステンレス箔 (エレパック) に封入し、油回転真空ポンプで脱気する。その後、950 ~ 1050 で 1 時間加熱焼結し断面の組織観察を行った。図 4 に 950 の焼結体の断面マクロ写真を示す。茶色く酸化している部分もあるが金属光沢があり良好な焼結体を得られている部分が観察できた。また、純 Al 粉末の添加量が多いほど良好な焼結体の割合が増える結果が得られた。図 5 に焼結体断面の SEM 写真と EPMA による Al 元素の面分析結果を示す。Al 元素が不均一に分布しており、断定はできないものの Al 元素が多く観察される領域で良好な焼結ができていると推察される。



図 4 焼結体の断面マクロ写真 (Ti64+Al / 950°C)

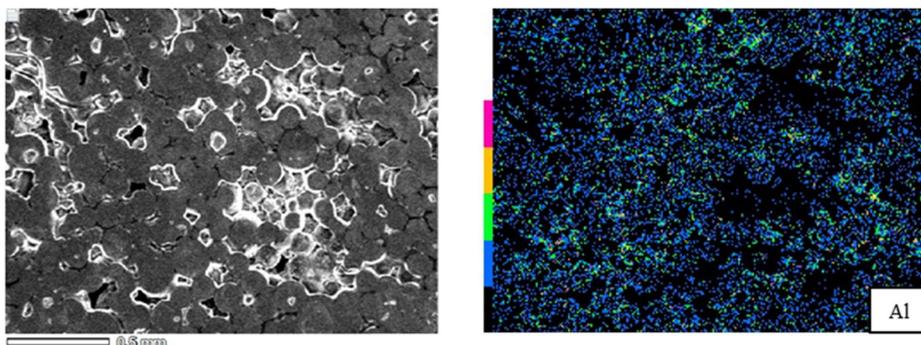


図 5 焼結体の断面 SEM 写真と Al 元素分析結果

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 1件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 池田周之
2. 発表標題 Ti-6Al-4V 合金粉末の焼結特性に及ぼすAl添加の影響
3. 学会等名 日本実験力学会（招待講演）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 三宅修吾、藤大晴、池田周之
2. 発表標題 真空蒸着法による粉末試料への金属膜コーティング技術の開発
3. 学会等名 日本実験力学会
4. 発表年 2022年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	三宅 修吾 (MIYAKE Shugo) (60743953)	神戸市立工業高等専門学校・その他部局等・教授 (54502)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------