

NO. 5

金材技研 1985

ニュース

科学技術庁

金属材料技術研究所

チタン特集
その1

新しい要求には新しい金属で —— 金属の優等生チタン合金 ——

チタン (Ti) は、軽く、強く、さびにくいという三つの優れた特性をもち、金属の優等生といえる。その上、Ti合金やTiの金属間化合物の中には、元の形を憶えているなど、種々の機能を発揮するものがある。しかしTi合金にも泣き所がある。それは他の実用合金に比べ加工性が悪いことで、製品歩留りが20%以下ということもしばしば起こる。

現在、TiおよびTi合金は、宇宙・航空、海洋開発（海水中でプラチナと同程度の耐食性をもつ）、化学工業、原子力工業、極低温用機器などの分野から、テニスラケット、メガネフレームなどの日用品に至るまで広範に使用され、その優秀性が認められている。しかし、いま一步実用化が拡大しないのが実情であるが、それはその難加工性およびそれに伴うコスト高が大きな原因となっている。

また、わが国は世界第2位のスポンジチタン（スポンジ状の純Tiで、Ti合金の原料）生産国であるが、その需要構成は欧米が航空機用Ti合金が主であるのたいし、ほとんどが一般工業用純Tiであるため、Ti合金の研究は立ち遅れている。最近、世界的に科学技術のレベルアップが目覚しく、材料にたいする要求が年々シビアになり、在来合金では満足できない場合も多い。そこでTi合金の優秀性が再認識され、各国においてその開発がいそがれている。技術立国を目指すわが国としても、高度な技術的要求に応える材料としてのTi合金の

研究を重点的に行う必要がある。このような背景から当研究所では、構造材料および機能材料として優れた特性をもつTi合金の研究開発を総合的に行っており、着々と成果を上げている。

比強度（強度／比重）が高く、優れた耐食性をもつTi合金は、常温および高温用材料として優れているほか、極低温用材料としても大いに期待できる。そこで当研究所では極低温用材料としてのTi合金について、極低温における靱性の向上を図るとともに、極低温下における材料の信頼性の把握に努めている。常温用Ti合金については、現用のTi-6Al-4V合金より優れた特性を有する合金を得ることを目標とし、原料粉末から最終製品まで一貫した製造技術の確立に努めている。航空機材料としての高温用Ti合金に関しては、超塑性加工性（金材技研ニュース1985, No.1参照）が優れ、しかも300℃付近で高い比強度をもつ合金の開発を進めている。また高温用Ti合金の使用可能な温度限界（現在590℃）を高めるため、TiAl金属間化合物に着目し、靱性の改善を図るとともに溶製および鍛造法の検討を行い大きな成果を収めつつある。

また、Tiを主要素材とする機能材料には、形状記憶合金、水素吸蔵合金および超電導合金がある。これらに関しては当研究所が従来から手がけ、多くの実績を有しているが、さらに一層の高性能化を目指した研究を展開している。

極低温用構造材料として有望なチタン合金

—— 極低温破壊靱性の改善に成功 ——

Ti合金が近年脚光を浴びるようになったのは、この合金が未開拓の才能を数多く秘めているためと思われる。その一つに、極低温用構造材料への適用の可能性が挙げられる。Ti合金はオーステナイト系ステンレス鋼に比べて、比重が約半分で降伏強さは3倍近いという特性はもちろんのこと、磁性のないこと、熱伝導率が低いことなど、極低温用構造材料として有利な性質をいくつも兼ね備えている。しかし、材料を実機に使用した場合の安全性の目安となる破壊靱性値は、オーステナイト系ステンレス鋼の $\frac{1}{3}$ にも満たず、これが大きな欠点と考えられている。そこで、当研究所では、極低温におけるTi合金の破壊靱性値の改善のための研究を行った結果、以下に述べるように従来の2倍近い値を得ることに成功した。

Ti合金には、高温で安定な β 相と低温で安定な α 相があり、その組織は熱処理によって種々変化し、とくに β 相領域に加熱した後の冷却条件が大きく影響する。この点に着目して研究を行った結果、 β 域加熱後の冷却速度を制御することによって、極低温における破壊靱性値の大幅な向上が得られた。

図は液体ヘリウム温度(-269°C , 4.2K)における破壊靱性値を、市販材と β 域熱処理材について比較して示したものである。図にみられるように α 合金(Ti-5Al-2.5Sn)、 $\alpha + \beta$ 合金(Ti-6Al-4V)および、それぞれのELI合金(侵入型元素濃度が規格レベル以下のもの)とも、 β 域熱処理

によって破壊靱性値が著しく向上する。現在のところ、液体ヘリウム温度における降伏強さが、約 1500MPa ($150\text{kgf}/\text{mm}^2$)で、破壊靱性値が約 $85\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ($270\text{kgf}/\text{mm}^3$)の特性が得られている。この値は、低温用Ti合金として現在最も有望視されているTi-5Al-2.5Sn ELI合金の市販材と比較して、破壊靱性値が2倍近く高い上に、降伏強さでも優れており、 β 域熱処理の有効なことを示している。

従来、Ti合金の靱性向上には侵入型元素濃度の低減、すなわちELI化が不可欠とされ、また、低温で延性低下が小さいとされていた α 合金のみが、低温用として適当と考えられてきたが、今回の結果はいままでの常識を打ち破る新しい指針を与えたものと言えよう。さらに、破壊機構についても、従来みられなかった現象が観察されている。写真にその一例を示すが、Ti-6Al-4V合金の極低温における破断面には一見脆性破面かと思える破面が現れる。しかし、これは高靱性を支えている破面であり、通常観察されるディンプル破面(細かい凸凹破面)とは異なった延性破面であると考えられる。

今後、Ti合金の極低温における機械的性質、破壊機構に及ぼす種々の金属学的因子の影響を総合的に明らかにしつつ、より性質の優れたTi合金の開発を進めていく必要がある。また極低温疲れ試験機による極低温疲れ特性の評価を中心とした材料特性評価を平行して行い、極低温における機械的性質に関する基礎データの蓄積を行っている。

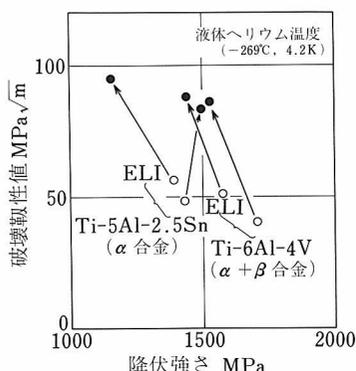


図 β 域熱処理によるチタン合金の極低温における破壊靱性値の改善(白丸:市販材, 黒丸: β 域熱処理材)

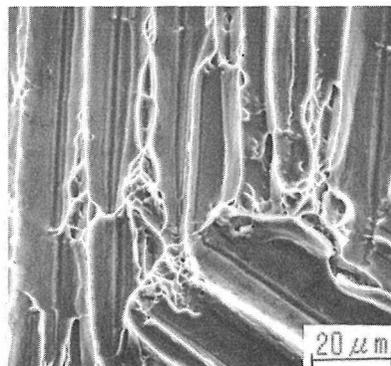


写真 β 域熱処理したTi-6Al-4V合金の液体ヘリウム温度における破断面(SEM)

粉末冶金による強力チタン合金の製造

—— 高性能化とコスト低減を図る ——

Ti合金は、加工の難しさと、それに伴うコスト高が最大の難点であり、この問題を解決するため、超塑性加工、拡散接合あるいは粉末冶金といった加工技術の研究が、各機関で行われている。これら加工技術の中で、とくに粉末冶金は、近年になって従来とは異なる全く新しい技法が製造工程に導入されたため、注目を集めている。

例えば、圧縮・成型技術では、機械プレスによって冷間静水圧プレス（CIP）が用いられ、また、製品を緻密にするための処理として熱間静水圧プレス（HIP）が適用されるようになった。これら新技術の導入により、これまでのものに比べ均質度高く、かつ、高性能なTi製品を製造することが可能となった。

当研究所では、粉末冶金法による高性能Ti合金の製造に関する研究を、図に示した方法で、素粉末混合法と合金粉末法について進めてきた。

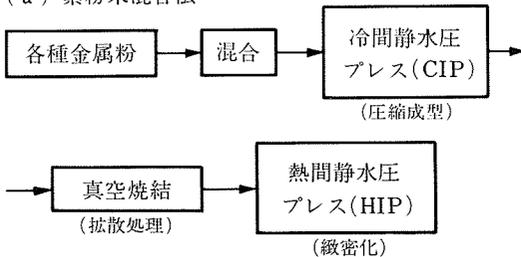
素粉末混合法は、粒径 $150\mu\text{m}$ 以下のTi, Al, Vなどの金属粉末の混合粉をCIPを用いて圧縮成型した後、拡散処理のための真空焼結を行い、最後にHIP処理を行うものである。写真に、この方法を用いて製造したTi-6Al-4V合金の組織を示す。空隙のない緻密な焼鈍体となっている。本方法は、種々の組成の合金を安価に製造できる

という利点を有するが、焼鈍後の冷却時に写真に示すように粗い組織（ウィドマンステッテン組織）が形成されるために、疲労特性が溶解材と比べて劣るという欠点をもっている。組成および組織調整による疲労特性の改善が今後の課題である。

合金粉末法では、回転電極式アーク溶解法によって得られた平均粒径 $175\mu\text{m}$ の合金粉末を原料粉末として用いるため、混合工程や拡散処理は必要なく、直接HIPにより成型・緻密化できる。この方法は、素粉末混合法と比べてコスト高となるが、溶解材と同等の引張特性および疲労特性が得られることが判った。

Ti合金の粉末冶金は、製品コストの低下に有利なことは無論であるが、材料学的な面からも興味ある手法と言える。それは、溶解材に比べ高い均質性を有する合金を製造できるため、材料に対する信頼性が高くなることである。また、溶解法では偏材の問題があるため、合金化が困難なCr, Mn, Feといった元素を添加することも容易で、高強度、高靱性合金を開発することが可能となる。さらに、今後の問題ではあるが、超急凝固固粉末を用いればマイクロ偏材のない超微細な組織をもつ材料が得られることが予想され、より一層の性能向上を図ることが期待できる。

(a) 素粉末混合法



(b) 合金粉末法

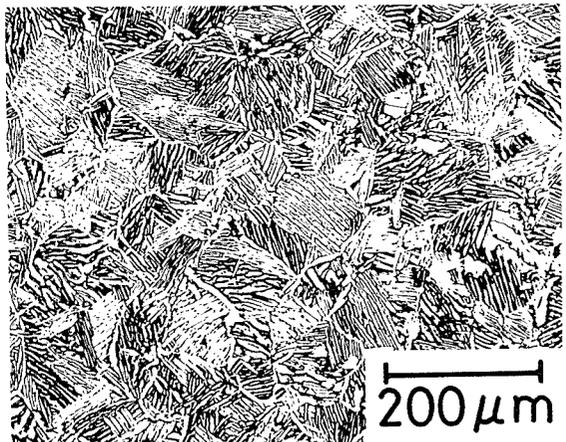
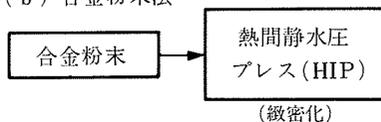


写真 素粉末混合法で製造したTi-6Al-4V合金の組織

図 粉末チタン合金の製造方法

高温用チタン合金の研究開発

—— 合金設計により開発目標値をクリア ——

Ti合金は300°C付近の比強度（強度／比重）が実用合金中で最も高く、この温度付近で使用する航空機用エンジン材料として最適のものである。

次世代産業基盤技術研究開発制度の一環である超塑性加工Ti基軽量強靱合金の研究開発は、高温における比強度、延性および超塑性特性などの優れたTi合金の開発を目的としており、当研究所が合金開発を担当している。

ところで、合金の中には、組織、変形温度および変形速度がある条件に適合すると、伸びが1000%にも達する超塑性を示すものがある。現在実用化されているTi-6Al-4V合金は、この特性を示すが、強度が低いという難点があり、より強度の高い合金の開発が望まれている。

当研究所ではTi-6Al-4V合金を基本組成とし、研究を行った結果、高温で超塑性を有するためには、加工温度で α 相（六方晶）と β 相（体心立方晶）の比を1：1とすることが必要であることがわかった。合金設計によってこれまでにGT-9、GT-11などの優れた合金を得ることができた。（金材技研ニュース1985, No.1 参照）

次世代産業基盤技術研究開発制度における合金開発の目標性能は、① 300°Cの温度中において、比強度28kgf/mm²以上の強さを有すること。② ①の条件下で伸び10%以上。③ 加工歩留りが従来手法の3倍以上、とされている。ここで従来手法とは、鍛造材から切削などにより部品を製造することを指している。

これまでの研究では、加工温度を900°Cと設定し α 相と β 相の比が1：1になるように合金設計を行ってきたが、新たに加工温度を850°Cに設定した合金設計を行った。

加工温度を50°C下げると、 α 相と β 相の比を超塑性加工に最も適した1：1に保ったまま、V、Mo、Cr、Feなどの強化元素の添加量を増すことができる。それは50°Cの低下により β 相の割合が減じ、これら元素の β 相を増加する効果を相殺するからである。このことによって高い超塑性特性を保持したまま合金の強度を高めることに成功した。

これら新開発合金、これまでに得られた開発合金および市販合金の一部について、得られた結果を図に示す。なお、同図中同一合金で複数のプロットがあるのは、熱処理条件が異なるためである。

新開発合金GT-32~34はいずれも開発目標値をクリアし、とくにGT-33合金（6.5Al-1.4V-1.4Sn-1.0Zr-2.9Mo-2.1Cr-1.7Fe-残Ti）は目標値をかなり上まわる値を示した。またこの合金は、850°Cの引張試験（引張速度 $\dot{\epsilon} = 6.7 \times 10^{-4} \text{S}^{-1}$ ）において、700%近い超塑性伸びを示し、しかも最大変形応力は1.3kgf/mm²と極めて低く、超塑性加工に適した合金であり、加工歩留りが従来法の3倍以上という③の目標値を十分達成し得るものである。

このように α 相と β 相の割合が1：1となる温度を低下させることにより、 β 相安定化元素量を増加させ、強度を高められることがわかった。しかし、超塑性加工温度が低くなると、変形抵抗が増加し、超塑性特性は劣化する。そこで、 β 相安定化元素の添加量を増すことによる強化の限界と併せて、超塑性加工温度の下限を明らかにするための研究を現在行っている。同時に結晶粒の微細化、熱処理法および合金設計法の改良などを検討することにより、さらに超塑性が優れ、かつ、比強度の高い合金の開発を目指している。

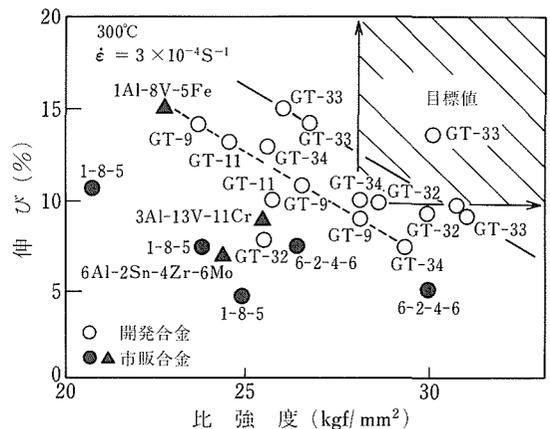


図 開発合金の300°Cにおける引張特性

軽量超耐熱材料としてのTiAl基合金

—— 加工可能なスーパーチタン合金を開発 ——

宇宙・航空用に使われる軽量金属材料の温度限界は、Al合金で250°C、Ti合金で500°C程度で、これ以上の高温部には重いFe基合金、Ni基合金を使用せざるを得ないのが現状である。500°C以上をできるだけ軽い材料でカバーするため、各機関においてTi合金の性能向上を目的とした研究が盛んに行われているが、通常のTi合金ではいかに工夫しても600°Cが限界と言われている。

TiとAlが原子比1：1で結合している金属間化合物TiAlは比重が3.6と軽く、900°C以上でNi合金にまさる強度を有しており、この目的に最も適した材料と思われる。この金属間化合物TiAlをベースとした合金は超耐熱チタン合金あるいはスーパーチタン合金と呼ばれているが、加工性、脆性に問題があり実用化に至っていない。

TiAlを構成するTiとAlの原子は、30%がセラミック的特性を示す共有結合で、70%が金属的特性を示す金属結合で結合していると言われている。TiAlの加工性、延性が悪いのは共有結合性の延性が極端に低いためであるが、金属結合性を70%有しているため、今後の研究によっては一般の金属材料の加工技術の延長線上で加工することも可能であると考えられる。

当研究所では、TiAl金属間化合物について実用金属材料としての開発研究を積極的に行い、以下に示すようにかなりの成果をおさめることができた。

(1) 真空高周波溶解炉による溶製法の開発

通常、Ti合金の溶製には、原料と耐火物との反応を避けるために真空アーク溶解法が用いられるが、この溶解には大規模な設備と煩雑な工程および高度の技術を必要とする。当研究所では、一般によく普及している真空高周波溶解炉によるTiAlの溶製法を研究し、高純度の石灰るつばを用い、溶解作業を工夫すれば、るつば材からの汚染のない高品質の、TiAlが得られることを明らかにした。

(2) 高温塑性加工法の開発

健全な高強度材料を得るには、高温塑性加工に

よる鑄造組織の破壊と結晶粒の微細化が必要である。加工性の悪いTiAlを加工するため、特殊な塑性加工法を研究し、側圧付加押し出しによる棒材作成(写真参照)、Co基合金S816をシース材とした低速熱間圧延による板材作成、セラミック・グイスを用いた恒温鍛造による鍛造材の作成に成功した。

(3) 3%の常温引張延性をもつTiAl基合金の開発

700°C以下の温度ではTiAlは10%を超える圧縮変形能をもつが、引張変形能はほぼ零である。高温用材料であっても常温引張延性があることが望ましい。

そこで、常温引張延性を出すために、TiAlをベースとする各種合金の研究を行い、約3%の常温引張延性をもつTi-33%Al-3%Mn合金を見いだした。この合金は、TiAl相中にTi₃Al相が分散することにより、へき開割れを防止する微細組織となっている。

(4) 優れた高温特性の確認

TiAlは、800°C以上の温度では10%を越える引張延性もち、その耐力は、800°Cで約40kgf/mm²、1050°Cで約20kgf/mm²であった。

このように優れた特性をもち、かつ、加工可能なTiAl基軽量超耐熱材料を得ることができたが、さらに研究を進め靱性および加工性を向上させ実用化を目指している。

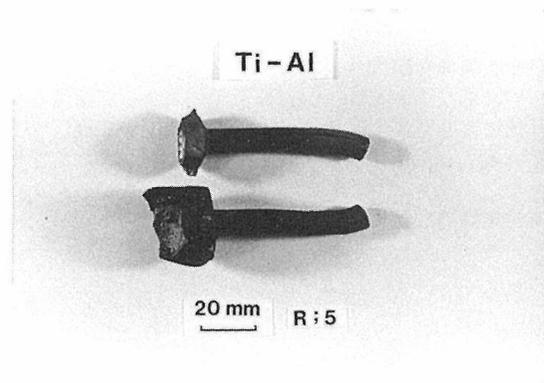


写真 Ti-37%Al金属間化合物の側圧付加押し出し材

【出願公開発明の紹介】

バルジ加工法

特開昭59-147721
昭和59年8月24日

本発明は、金型内に中空状の加工材を入れ、この加工材の中空部に入れた圧力媒体を加圧して、加工材を内側から金型に押し付けて成型するバルジ加工法において、圧力媒体として溶融状態にある金属（錫、鉛等）、有機物質（パラフィン等）、塩類（硝酸カリ等）等を使用することを特徴とするものである。本発明によれば油を用いる従来法に比べ簡便で、しかも圧力媒体の選択により高温での加工も可能となる。

高温熱安定性に優れた炭化チタン被覆材料

特開昭59-162272
昭和59年9月13日

本発明は、タングステンあるいは予めタングステン層を設けたモリブデンなどの高融点金属基材上に直接またはカーボン、黒鉛、炭化ホウ素のいずれかの中間層を設けた後に、炭化チタンを積層被覆した材料に関するものである。本発明によれば2000℃の高真空、高温下でも表面皮膜の劣化の少ない優れた炭化物被覆材料が得られ、核融合炉装置の第一壁材料を始め高真空、高温機器への適用が期待される。

【注目発明の選定】

当研究所から下記発明が、科学技術庁第44回（昭和59年）の注目発明に選定された。

発 明 の 名 称	発 明 者	公 開 番 号
1. 水素貯蔵用材料	天野 宗幸, 佐々木靖男	特開昭56-17901
2. 溶鉄の予備処理と石炭のガス化を同時に連続的におこなう方法	中川 龍一, 吉松 史朗	特開昭56-69320
3. Cu-IVa族元素合金を用いたNb ₃ Sn超電導線材の製造法	太刀川恭治, 吉田 勇二	特開昭59-13036

◆短 信◆

●受 賞

日本鉄鋼協会名誉会員

当研究所客員・橋本宇一は、永年にわたる金属学の研究、教育、学協会の育成ならびに国際学術交流における顕著な功績により、昭和60年3月31日、名誉会員となった。

日本鉄鋼協会野呂賞

所長・中川龍一は、永年にわたる日本鉄鋼協会の事業推進のための特別の功勞により、昭和60年3月31日、賞を受けた。

日本鉄鋼協会西山記念賞

構造制御研究部・新居和嘉は、「鉄鋼材料の高温表面化学に関する研究」により、昭和60年3月31日、賞を受けた。

日本金属学会研究技術功勞賞

管理部技術課・猪瀬利長は、多年にわたって卓越した技術により金属の研究に協力し、その進歩発展に大きく貢献された業績により、昭和60年4月2日、賞を受けた。

溶接学会論文賞

故田沼欣司（溶接研究部）は、「フラッシュ溶接に関する研究（第1報～第4報）」により、昭和60年4月3日、賞を受けた。

科学技術庁研究功績者表彰

エネルギー機器材料研究グループ・山崎道夫は、「耐熱合金に関する合金設計の研究」により、昭和60年4月15日、表彰を受けた。

市村賞・貢献賞

原子炉材料研究部・福富勝夫は、「イオンプレーティングによる耐熱性被覆材料の開発」により、昭和60年4月26日、賞を受けた。

●海外出張

福富勝夫 原子炉材料研究部第2研究室長

核融合炉用第一壁材料に関する情報交換及び第12回メタラジカルコーティングに関する国際会議に出席のため、昭和60年4月9日から昭和60年4月21日までアメリカ合衆国へ出張した。

中川龍一 所長

第3回日中鉄鋼学術会議に出席のため、昭和60年4月22日から昭和60年5月2日まで中華人民共和国へ出張した。

通巻 第317号

編集兼発行人 越 川 隆 光
印刷 株式会社 三 興 印 刷
東京都新宿区信濃町1-2
電話 東京 (03)359-3841(代表)

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

東京都目黒区中目黒2丁目3番12号
電話 東京 (03) 719-2271 (代表)
郵便番号 153