

# チタン溶解技術の進歩

草道龍彦\*・三井貴之\*\*

\*技術開発本部・生産技術研究所 \*\*鉄鋼カンパニー・チタン技術部

## Progress in Titanium Melting Technology

Tatsuhiko Kusamichi・Noriyuki Mitsui

In this paper, the characteristics of titanium melting technology, and its historical development are explained. Major recent developments in titanium melting technology, such as vacuum arc re-melting (VAR), electron beam melting (EBM), plasma arc melting (PAM) and cold crucible induction melting (CCIM) are introduced.

まえがき = チタン (Ti) は溶融温度では激しく空気酸化される活性な金属であり、鉄鋼材料のように耐火物るつぽで大気雰囲気溶解することは難しいため、様々な特殊溶解技術が開発されてきた。本稿では、Ti 溶解技術発展の経緯や、現在の主流溶解法である真空アーク再溶解法 (VAR: Vacuum Arc Remelting), 最近米国で実用化された電子ビーム溶解法 (EBM: Electron Beam Melting) やプラズマアーク溶解法 (PAM: Plasma Arc Melting), 高融点活性金属の溶解に適したコールドクルーシブル誘導溶解法 (CCIM: Cold Crucible Induction Melting) などについて、その特徴や技術課題を紹介する。

### 1. チタン溶解技術発展の経緯

チタン (Ti) 材料の溶解に係わる物理的性質は鉄鋼材料と良く似ている。たとえばその融点は 1600~1700 と鉄鋼材料にくらべてやや高い程度であり、溶解に必要な熱容量もほぼ同等のため<sup>1)</sup>、鋼と同様な溶解技術が適用できる。しかし化学的性質は大きく異なり、Ti 溶湯は空気により激しく酸化され、最終的には二酸化チタン (TiO<sub>2</sub>) となる。また、Ti 材料中の酸素濃度は機械的性質に顕著な影響を与えるため、溶解時の酸素濃度制御が重要であり、溶解は真空または不活性ガス雰囲気下でおこなわれる。

溶解法として、初期には鋼と同様な耐火物るつぽをもちいる高周波誘導溶解法が試みられたが、アルミナ、マグネシア、黒鉛などのるつぽ耐火物が Ti 溶湯と激しく反応して溶湯中に不純物として入り込み、機械的性質や耐食性をいちじるしく劣化させるために採用されなかった<sup>2)</sup>。るつぽ耐火物による汚染の問題を回避するため、W. J. Kroll らは水冷銅るつぽをもちいて、タングステンや炭素などの非消耗電極と Ti 溶湯間の電気アークを熱源とする非消耗電極式真空アーク再溶解法を開発し (1930 年代)、その後非消耗電極自体の溶損による Ti 溶湯汚染を防止するために、溶解材料自体を電極とする消耗電極式真空アーク再溶解 (VAR) 方式に発展した (1950 年代)<sup>3)</sup>。この方式が現在の中心的な溶解技術となっている<sup>4)</sup>。

### 2. チタン材料溶解技術の特徴と最近の動向

チタン材料の溶解は、通常、真空または不活性ガス雰

囲気下で水冷銅るつぽをもちいておこなわれる<sup>4)</sup>。水冷銅るつぽをもちいる場合、入力電力のほとんどが冷却水に伝熱されるため、銅るつぽの溶損防止には核沸騰伝熱のバーンアウト点を越えない冷却水流量を確保する必要がある<sup>5)</sup>。その目安は 1kW あたり冷却水量 0.1Nm<sup>3</sup>/h 程度であり、工業的使用ではさらに余裕をみた冷却水量がもちいらる。十分な冷却により、銅壁と接する溶湯をただちに凝固させて薄い凝固層を形成させ、溶湯をその凝固層の内側に保持することで、銅の溶損が防止される。この凝固層は凝固収縮してるつぽ壁との間にギャップ (隙間) が形成され、これが本溶解方式の重要な熱抵抗部となっている。

加熱方式の違いにより溶解方法は次のように分類される<sup>6)</sup>。電極 - 溶湯間のアーク加熱 (VAR)、プラズマトーチによるプラズマアーク加熱 (PAM)、電子ビーム銃からの電子ビーム衝撃加熱 (EBM)、コイルからの高周波誘導加熱 (CCIM)。この内、 $\sim$  は溶湯表面を加熱する方式であり、 $\sim$  は内部で発熱させる方式である。

#### 2.1 消耗電極式真空アーク再溶解 (VAR) 法

本溶解法では、真空または不活性ガス雰囲気下の水冷銅るつぽ内で、溶解材料自体で構成される棒状の消耗電極と溶湯表面との間にアークを発生させ、その熱により消耗電極を溶融して溶滴として落下させる。溶滴が集まった溶湯プールは下側から冷却されて凝固し、一方凝固に近い方式で鑄塊が製造される。操業には直流の大電流 (数千~数万 A)・低電圧 (数十~百 V) 電源がもちいらる。本溶解法は電力消費量の少ないことが特徴である。これは溶解時には高温となる消耗電極表面と溶湯プールとが近い距離で対面する配置となり、周辺への熱放射ロスが少ないためである。

いっぽう、安全対策や鑄塊品質上はアークの安定性維持が重要で、電極 - 溶湯間距離を一定に保持する制御がおこなわれている。また鑄塊表面品質改善のために静磁場を附加して溶湯プールを回転攪拌することなどもおこなわれる。チタンの VAR 溶解工程では、スポンジチタンを合金原料とともにプレス成形してブリケットとし、これを溶接して消耗電極とする。一回の溶解だけでは鑄塊の合金成分均質化が不十分なため、初回溶解の鑄塊を消耗電極として再度溶解する二重溶解が一般的であり、

第1表 チタンの各種溶解法の特徴

Table 1 Characteristics of titanium melting process

	Vacuum Arc Remelting (VAR)	Electron Beam Melting (EBM)	Plasma Arc Melting (PAM)	Cold Crucible Induction Melting (CCIM)
Heating Method	Vacuum or Argon Arc Surface Heating	Electron Beam Bombardment Surface Heating	Plasma Arc Surface Heating	Induction Internal Heating
Stirring of Metal	Medium	Slight	Slight	Violent
Atmosphere Pa	$0.1 \sim 10^5$	$10^{-4} \sim 10^{-1}$	$10^3 \sim 10^5$	$10^{-2} \sim 10^5$
Melting Casting Method	Progressive	Progressive	Progressive	Batch

とくに高品質の要求される航空宇宙材料では三重溶解もおこなわれる。

本溶解法は高品質な鑄塊を効率よく製造できるが、スクラップなどを原料として利用しにくいのが課題であった。そこで第1図のような、一次溶解において消耗電極と銅るつぼ壁との間(100mm程度)からスクラップ細片などを連続的に装入する高効率溶解技術(神戸法)が実用化されており、これにより溶解所要時間が50%、電力消費量が60%程度にまで低減されている<sup>7)</sup>。

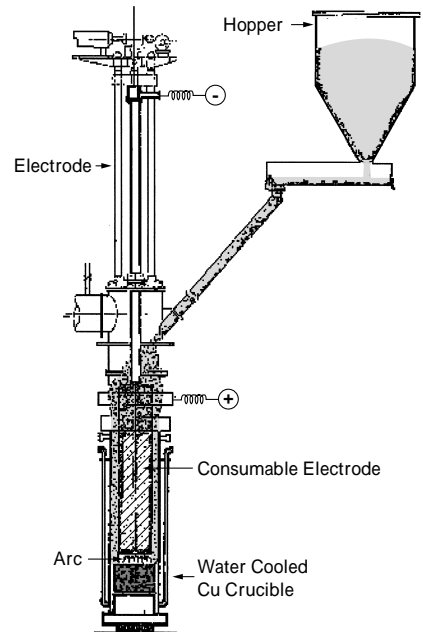
## 2.2 電子ビーム溶解 (EBM) 法

本溶解法は、従来タンタルなどの高融点金属の溶解に適用されてきたが、最近米国ではTiスクラップの溶解を容易にする水冷銅ハース(皿状容器)をもちいる大型炉(EBCHM: Electron Beam Cold Hearth Melting)が実用化され、THT社(現Timet)ではEB出力5MW(6EBガン)、最大スラブ鑄塊重量20tonの炉が稼働中である<sup>8)</sup>。チタン材料の切削には超硬工具が使用されるが、これが破損してスクラップに混入すると、溶湯プール内でその重い比重のために沈降して、VARでは溶湯中に完全に溶解する前に凝固界面に捕獲され、これが製品中でのHDI(High Density Inclusion)介在物となる場合がある。

EBCHM法では、比重の大きい超硬片(WC)などをハース上に形成される凝固層に沈降捕獲させ、上澄みの溶湯だけを出湯することで、HDI介在物を除去できるとされている<sup>9)</sup>。また別種の介在物であるHard Alpha: LDI(Low Density Inclusion)は、スポンジTi原料製造工程や消耗電極溶接工程で生成された窒化物が、溶湯中に完全に溶解される前に凝固界面に捕獲されるため発生するといわれている。直径6.5mm程度の窒化チタン粒をTi融点温度近傍で溶湯中に完全に溶解するには、1時間は必要と報告されており<sup>10)</sup>、ハース溶解法でもこの完全な溶解除去は容易ではないと考えられる。また、EBMは高真空下溶解となるため、Al, Sn, Crなどの蒸気圧の高い合金成分の蒸発ロスを完全に抑制することが難しい。

## 2.3 プラズマアーク溶解 (PAM) 法

PAM法は、不活性ガス雰囲気下溶解となることからEBM法と異なる点であり、合金成分の蒸発ロスによる成分変動の少ないことが特徴である。チタン用としては水冷銅ハースをもちいることはEBM法と同じであり、ハースでの介在物除去効果を高めるために複数段のハースをもちいる方式の大型炉が検討され、米国Teledyne社やRMI社<sup>11)</sup>などで実用化され始めている。



第1図 真空アーク再溶解法(神戸法)の模式図

Fig. 1 Schematic diagram of vacuum arc remelting process (Kobe Method)

## 2.4 コールドクルーシブル誘導溶解 (CCIM) 法

CCIM法は、鉄鋼材料の溶解で一般的な真空誘導溶解法(VIM)の耐火物るつぼを、水冷銅製の多数のセグメントで構成されるるつぼに置換した溶解法である。本溶解法はVAR, EBM, PAM法などと異なり、全原料を一括溶融する方式であり、溶湯成分の調整などが容易となるため合金の溶解に適していると思われるが、まだ実験炉の域を出ていない<sup>12)</sup>。

以上の各種溶解法の基本特性を比較した結果を第1表に示す。目的により適切な溶解法の選択が重要であるが、最近ではとくに米国においてスクラップの有効活用や介在物除去の見地から、水冷銅ハースをもちいる電子ビーム溶解法やプラズマアーク溶解法の大規模実用設備が稼働していることが注目される。

むすび=チタン・チタン合金の溶解技術の歴史的な経緯と現在の状況やその技術的な課題について概説した。

## 参考文献

- 1) O. Kubaschewski et al.: Metallurgical Thermochemistry, (1979) Pergamon Press.
- 2) チタニウム懇話会編: チタンジルコニウムハフニウム, (1965) p.46, アグネ.
- 3) 草道英武: 金属 Vol.69 (1999), No.5, p.453.
- 4) 草道英武, 井関順吉編: 日本のチタン産業とその新技術, (1996) p.95, アグネ.
- 5) 伝熱工学資料, (1986) 日本機械学会, 丸善.
- 6) 金山宏志: 材料とプロセス, Vol.11 (1998), No.3, p.504.
- 7) 三井貴之: 日本でチタンの研究開発はどこまで進んでいるか (1993) p.25, 日本鉄鋼協会.
- 8) M. C. Pauster et al.: Proc. Conf. on Electron Beam Melting and Refining - State of the Art (1997), p.262.
- 9) C. E. Shamblen: ditto, (1997) p.39.
- 10) C. E. Shamblen et al.: ditto, (1989) p.50.
- 11) F. H. Froes et al.: Titanium today and tomorrow (1997) p.3.
- 12) 坂本浩一ほか: 神戸製鋼技報, Vol.45, No.2 (1995) p.27.