

(解説)

TiAl 基金属間化合物の溶解鑄造技術

松若大介*・西村友宏・工藤史晃・森川雄三・石田 斉

Melting and Casting Technologies for Titanium Aluminide Intermetallics

Daisuke MATSUWAKA・Tomohiro NISHIMURA・Fumiaki KUDO・Yuuzo MORIKAWA・Hitoshi ISHIDA

要旨

チタンアルミ基金属間化合物基合金 (TiAl) は、軽量で高温強度や耐酸化特性に優れる。このため、燃費削減ニーズなどを背景に、民間航空機用ジェットエンジンの低圧タービンプレードへの採用が進んでいる。当社は、国際競争力を有したTiAl素材の製造技術の開発に取り組み、高濃度のアルミを添加することによって酸素溶解度が低下する現象を利用した溶解脱酸法を考案し、0.03 mass%以下の酸素濃度を実現した。また、CCIM法を用いた溶解鑄造プロセス構築による成分狭幅制御 (Al成分 ± 0.3 mass%)や鑄造歩留りの改善 (従来比+25%以上)も実現した。チタンスクラップのリサイクル技術の詳述とともに、今後の展望について述べた。

Abstract

Alloys based on the titanium aluminide (TiAl) intermetallic compound are lightweight and have excellent high temperature strength and oxidation resistance. Therefore, they are being increasingly used in low-pressure turbine blades of jet engines for commercial aircraft, against the backdrop of fuel consumption reduction needs and the like. Kobe Steel has been working on the development of a manufacturing technology for TiAl material with international competitiveness, devised a melt deoxidation method utilizing the phenomenon of decreased oxygen solubility when high concentration aluminum is added, and achieved an oxygen concentration of 0.03 mass% or less. The company has also realized a narrow composition range (Al content ± 0.3 mass%) and improved casting yield (+25% or higher compared with the conventional method) by constructing a melting and casting process using the cold crucible induction melting (CCIM) method. This paper also details the technology for recycling titanium scrap and describes future prospects.

キーワード

TiAl, チタンアルミ, コールドクルーシブル誘導溶解, 溶解, 鑄造, 脱酸, リサイクル

まえがき = チタンアルミ基金属間化合物基合金 (以下、TiAlという) は、Ni基合金に比べて密度が約半分と軽量であり、かつ高温強度や耐酸化特性に優れる。このため、近年の燃費削減ニーズやCO₂排出抑制を背景に、民間航空機用ジェットエンジンの低圧タービンプレードへの採用が進んでいる^{1), 2)}。

TiAlの現在のデファクトスタンダードとなっている48-2-2合金 (Ti-48Al-2Cr-2Nb at.%) はゼネラル・エレクトリック社が開発した。その後、1990年代にTakeyamaらが鍛造用合金の組織設計指導原理を示す^{3)~5)}など先駆的な研究開発が精力的に行われ、環境意識の高い欧州でTiAlの実用化が進んでいる。今後、実用化がさらに進むにつれて次世代航空機エンジンでの採用拡大が期待されるとともに、他分野へも波及する可能性がある^{6)~8)}。

我が国では、内閣府が主導する戦略的イノベーション創造プログラム (Cross-ministerial Strategic Innovation Promotion Program, 以下SIPという) において、耐熱性向上の組織設計指針とこれを実現するための製造技術開発 (ジェットエンジン用高性能TiAl基金属合金の設計・製造技術の開発) が推進された⁹⁾。

本稿では、TiAl素材の製造技術 (溶解・鑄造・リサイクル) における諸課題を示すとともに、量産技術の確立に向けた当社におけるこれまでの取り組み成果と今後の

展望を述べる。

1. TiAl素材の製造技術

1.1 代表的な溶解鑄造プロセスおよび技術課題

TiAlの溶解鑄造技術としては、チタンあるいはチタン合金に採用されている真空アーク溶解 (Vacuum Arc Remelting, 以下VARという) のほか、電子ビーム溶解 (Electron Beam Melting) やプラズマアーク溶解 (Plasma Arc Melting, 以下PAMという)、真空誘導溶解 (Vacuum Induction Melting)、およびコールドクルーシブル誘導溶解 (Cold Crucible Induction Melting, 以下CCIMという) などの特殊溶解プロセスが適用される¹⁰⁾。

TiAlに対しては、その用途から高い品質が求められる。このため、とくに材料組織 (製品特性を左右) に大きく影響する成分均質性の確保や鑄造欠陥の低減が課題となる。このような高い品質を満たすため、世界最大手のGfE社 (独) はVAR法で素材を溶解した後、遠心鑄造法で鑄造を行っている¹¹⁾。また原料が高価なことから、航空機エンジンへの採用拡大とともに、スクラップのリサイクルなどによる低コスト化が今後ますます重要となることが予想される。

* 技術開発本部 材料研究所 (現 技術開発本部 ソリューション技術センター)

1.2 CCIM法による溶解鑄造技術

前節で紹介した各プロセスを技術課題ごとに比較した結果を表1に示す。この表からも分かるように、スクラップリサイクルや成分均質性の観点も考慮するとTiAlの溶解鑄造プロセスとしてはCCIM法が最も適していると考えられる。そこで本稿では、CCIM法におけるこれまでの取り組みの成果を紹介する。

上述したように、TiAlの溶解においては成分を所定の濃度に制御することが重要となる。CCIM法は誘導加熱によって対象物を強攪拌（かくはん）して均質に溶解する方式（図1）である。溶解容器に分割型水冷銅坩堝（るつぼ）を使用するため、水冷銅と接触する部分に凝固スカル（凝固殻）が形成される。そこで当社は、この現象を考慮してあらかじめ原料の配置や配合、添加順序を最適化した。こうした取り組みによって同一組成を連続的に溶解する際のTiAl合金中のAl濃度を狭幅制御（狙いに対して±0.3 mass%）することができた。また素材の高品質化や低コスト化に対しては、TiAlの鑄造における鑄造欠陥を低減することによって健全な素材の歩留りを向上させることが有効である。当社は、CCIM法を用いた溶解プロセスにおいて、鑄造速度を制御することによって鑄造欠陥のない健全な素材を製造する技術を開発し、水冷銅坩堝を傾けて下方に設置した鑄型に溶湯を流

し込む従来製法に比べて、歩留りを25%以上改善できた。

1.3 TiAlのスクラップリサイクル技術

チタンスクラップをリサイクルする際の最大の障害は不純物元素の増加であり、その主たる不純物元素の一つが酸素である。これまでさまざまな手法によるチタンからの脱酸が試みられているが^{12)~16)}、チタンからの脱酸は熱力学的に困難である。

TiAlにおいても工業的には社内で発生するスクラップリサイクルのみにとどまっておらず、過度に汚染されたスクラップリサイクルの実用化に向けてはさまざまな課題がある。このため、チタンと同様に活性な金属であるTiAl向け原料には酸素濃度の低い高品位な原料を使用せざるを得ない。

そこで当社は、一般的なTiAl中のアルミ濃度が30~40 mass%より高くなった際に金属間化合物中の酸素溶解度が著しく低下するという熱力学的な特徴に着目し、TiAl溶解中にアルミを添加することによる脱酸プロセスの成立性を検証した（図2）。図3にその結果を示す。0.8 mass%の酸素を含有するTiAlをPAMあるいはCCIMで溶解して金属Alを添加した結果、40 mass%超の高Al領域において0.1 mass%以下まで脱酸できることを明らかにした。この脱酸反応における脱酸生成物は

表1 TiAl溶解プロセスにおける技術課題の比較

Table 1 Comparison of technical issues in melting processes for TiAl

Melting process	Atmosphere	Heat source	Homogeneity & composition controllability	Scrap recycle	Total
VAR (skull melt-pour)	Vacuum	Arc	△ : Fair ・double/triple melt required ・evaporation loss (Al, Cr, etc.)	△ : Limited flexibility for electrode preparation	△ Fair
EBM	High vacuum	Electron beam	× : No good ・high evaporation loss (Al, Cr, etc.)	○ : Normal flexibility	× Bad
PAM	Inert-gas	Plasma arc	○ : Good ・depend on blended compositions of additional materials	○ : Normal flexibility	○ Good
CCIM	Inert-gas	Induction heating	◎ : Excellent ・strong magnetic stirring	◎ : High flexibility	◎ Excellent

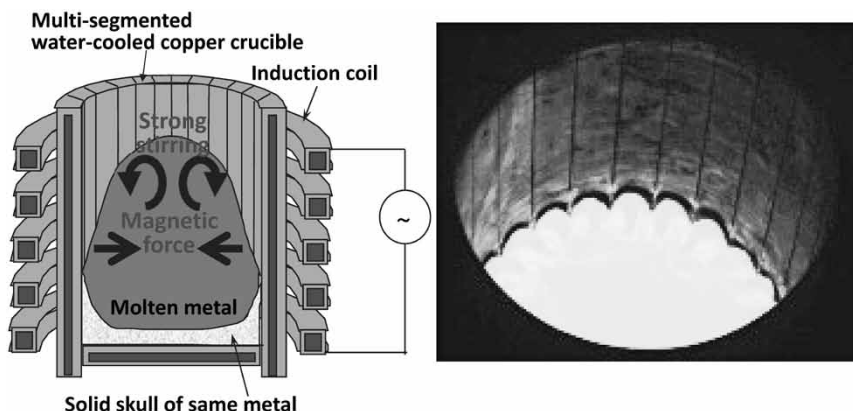


図1 CCIM法の概略図

Fig.1 Schematic diagram of CCIM (Cold Crucible Induction Melting)

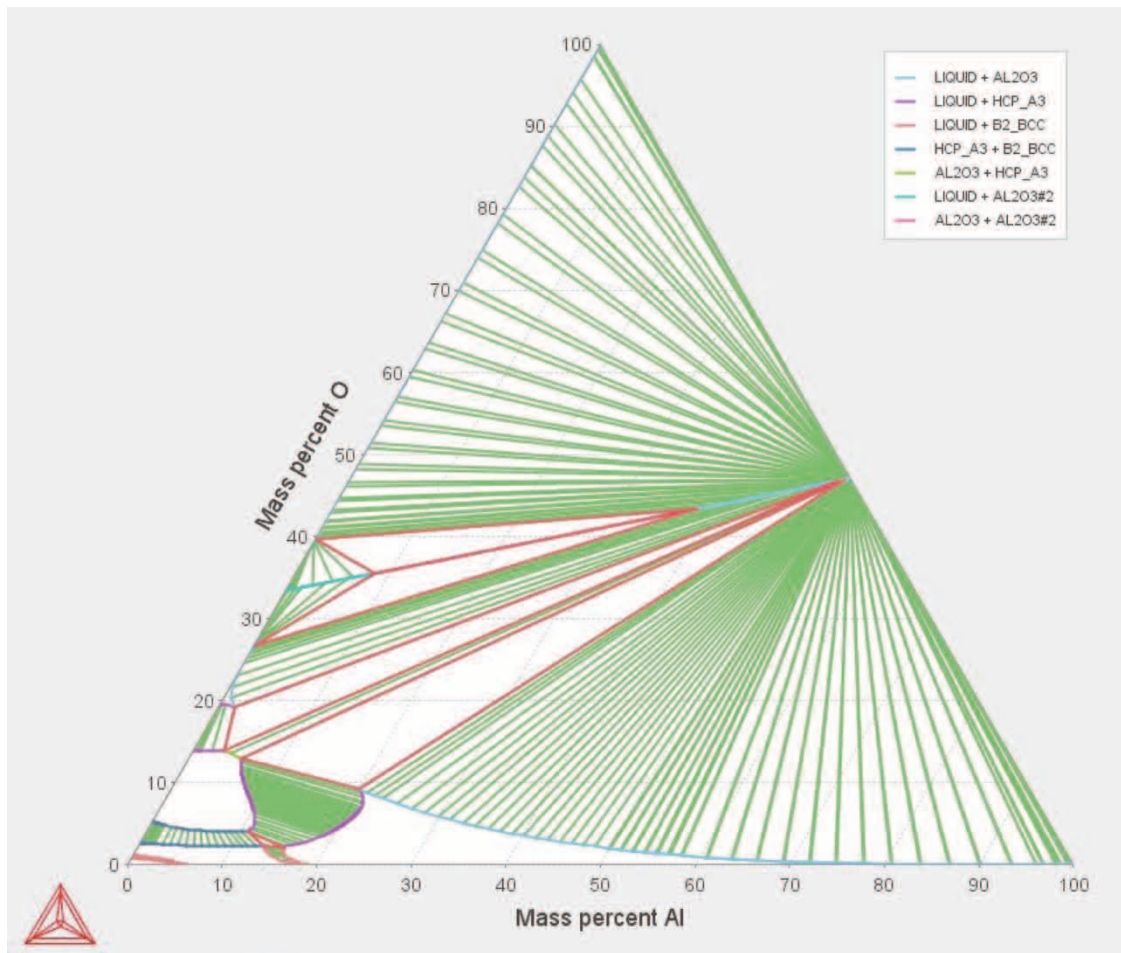


図2 Ti-Al-O 3元系等温断面図 (1,973K)

Fig.2 Ternary isothermal section of Ti-Al-O at 1,973K (calculated by Thermo-Calc)

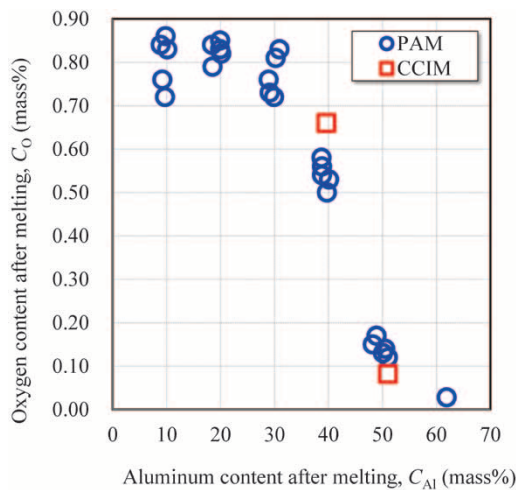


図3 溶融TiAl中脱酸挙動のAl濃度依存性

Fig.3 Effect of aluminum content on deoxidation behavior in molten TiAl

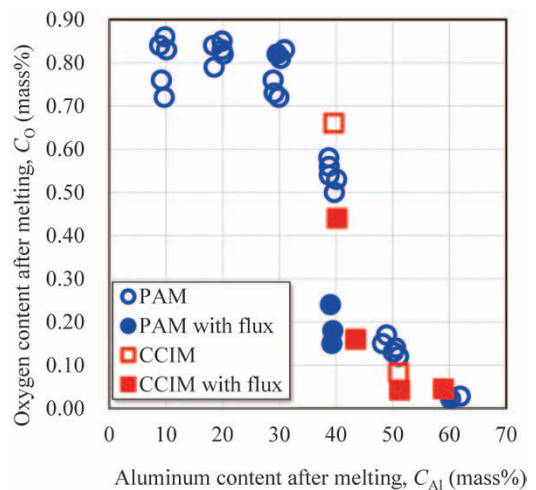


図4 フラックス添加の影響

Fig.4 Effect of flux addition

Al₂O₃であることが確認できた。

そこで、さらなる酸素濃度の低減に加えて溶融TiAlとAl₂O₃とを分離するため、フラックスを添加した。フラックスには、低融点(溶融しやすく反応性が高い)である点およびAl₂O₃の溶解度が大きい点からCaO-CaF₂系を選定した。図4にフラックスを添加したときの結果を示す。同じAl濃度でのフラックス添加の有無による酸素濃度を比べると、狙いどおり、フラックス添加によって酸素濃度が低減していた。また、フラックスを添

加しない場合、脱酸生成物であるAl₂O₃(図5上図の斑点状析出物)はTiAl中に点在しており、脱酸後のTiAlとの分離が問題となる。しかしながらフラックス添加によって、溶解後に凝固したTiAl中からAl₂O₃が排斥されている(図5下図)ことも確認できた。これは、溶融したフラックス中にAl₂O₃が吸収された結果と考えられる。また、得られたAl濃度の高いTiAlを原料に、成分調整のためにTiを添加してAl濃度を希釈していくと、残存したAl₂O₃が分解される(再びTiAl中に溶存する)こと

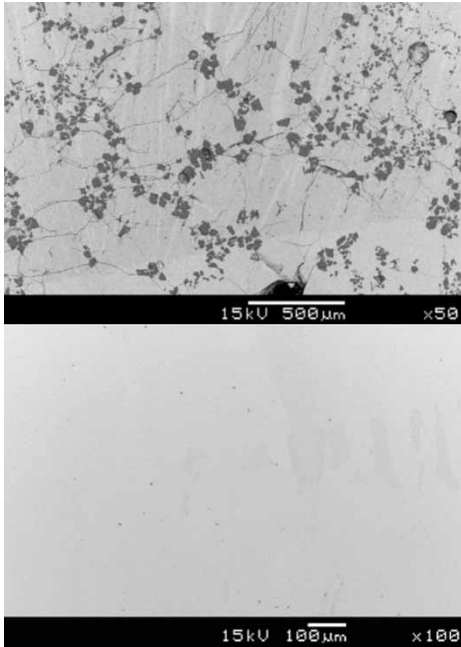


図5 溶解後のサンプル断面SEM像（フラックス添加なし（上），フラックス添加あり（下））
Fig.5 SEM images of sample cross-sections after melting without flux (upper) and with flux (lower)



図7 パイロット規模のCCIM炉外観
Fig.7 Appearance of pilot-scale CCIM furnace

3. 今後の展望

航空機産業は今後も年率5%程度の成長が予測されており、TiAlの市場拡大も期待される。TiAlのさらなる採用拡大に向けては、素材の高品位化・低コスト化が最も重要となる。とくに、高価な元素を含むスクラップのリサイクルの重要性がますます増大していくことが予測される。このため当社は、高Al溶解脱酸法やスクラップの形状が制約されないCCIM法が量産技術として有力になり得ると考えている。

また、積層造形技術が普及し、そのメリットやデメリットの理解が進んでいくことにより、現行の部材製造技術（精密鑄造・恒温鍛造・総切削など）からの転換が進み、TiAl粉末の需用が急増することが期待される。いっぽう、粉末製造においても高品位・低コストの素材製造技術は必要不可欠である。これらの将来課題に対してもSIP第2期の課題の一つである「統合型材料開発システムによるマテリアル革命」における「高性能TiAl基合金動翼の粉末造形プロセス基盤技術構築と開発」に参画し、引き続き、TiAl量産の基盤技術として高度化を図っていく計画である。

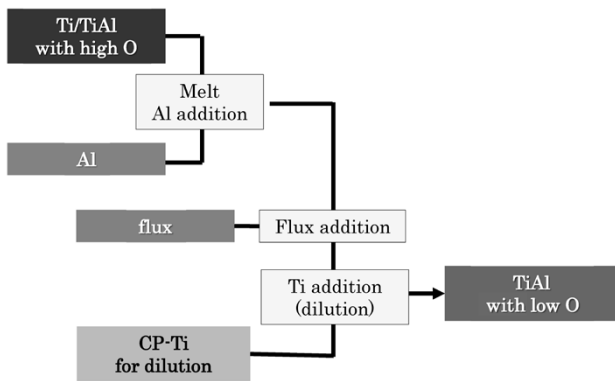


図6 TiAl脱酸プロセスの概略図
Fig.6 Schematic diagram for TiAl deoxygenation process

も確認しており、この考察が裏付けられた。

本原理を活用した溶存酸素の高いスクラップのリサイクル技術（以下、高Al溶解脱酸法という）は、溶解中に脱酸反応が進むため反応速度も速い。TiAlであればTi添加量（Al濃度の希釈量）も少なくても良いため、今後の実用化に向けた発展が期待できる。図6に本プロセスの概略図を示す。

2. 量産技術確立への取り組み

冒頭で述べたとおり当社は、SIPにおける課題である「次世代ジェットエンジン用高性能TiAl基合金の設計・製造技術の開発」において、CCIMによる「高品位・低コストインゴット製造技術」の開発に取り組んできた。これまでに、量産化に向けた技術確立を目的に導入したパイロット規模のCCIM設備（図7）を用い、高品質を実現するための溶解条件適正化によるAl濃度の狭幅制御や、鑄造条件適正化による鑄造欠陥の低減と歩留りの向上を実証した。

むすび＝低コスト・高品質のTiAl溶解鑄造プロセスの開発に取り組み、以下の結果を得た。

- (1) 原料配合・配置および添加順序などの最適化によって、同一組成を連続的に溶解する際のTiAl合金中のAl濃度を狭幅制御（狙いに対して±0.3 mass%）することができる。
- (2) 鑄造速度を制御することによって鑄造欠陥のない健全な素材歩留りを従来比25%以上改善することができる。
- (3) Al濃度の増加に伴って金属間化合物中の酸素溶解度が低下する現象を利用した溶解脱酸プロセスを考案した。

また、本研究（の一部）は、内閣府総合科学技術・イノベーション会議の戦略的イノベーション創造プログラム（SIP）「革新的構造材料」（管理法人：JST）によって実施されました。

参 考 文 献

- 1) 藤村哲司ほか. IHI技報. 2008, Vol.48, No.3, p.153-158.
- 2) 竹川光弘ほか. IHI技報. 2013, Vol.53, No.4, p.16-19.
- 3) 竹山雅夫ほか. 塑性と加工. 2015, Vol.56, No.654, p.535-539.
- 4) YW. Kim. 日本金属学会会報. 1993, Vol.32, No.2, p.73-77.
- 5) E. Schwaighofer et al. Intermetallics. 2014, Vol.44, p.128-140.
- 6) T. Tetsui. Materials Science and Engineering:A. 2002, Vol.329-331, p.582-588.
- 7) 錦織貞郎. 金属. 2006, Vol.1038, No.7, p.738.
- 8) 小柳禎彦ほか. チタン. 2015, Vol.63, No.4, p.303-306.
- 9) 内閣府. 戦略的イノベーション創造プログラム (SIP) 第1期課題評価最終報告書. <https://www8.cao.go.jp/cstp/gaiyo/sip/saishuhokoku.html>, (参照2020-03-26).
- 10) 草道龍彦ほか. R&D神戸製鋼技報. 1999, Vol.49, No.3, p.13-14.
- 11) V. Guthier. Intermetallics. 2018, Vol.103, p.12-22.
- 12) G. Z. Chen. nature. 2000, Vol.407, p.361-364.
- 13) 小野勝敏ほか. まてりあ. 2002, Vol.41, No.1, p.28-31.
- 14) 岡部 徹. 軽金属. 2005, Vol.55, No.11, p.537-543.
- 15) 池田 貴ほか. 生産研究. 1994, Vol.46, No.6, p.298-305.
- 16) Y. Xia. MATERIALS TRANSACTIONS. 2017, Vol.58, No.3, p.355-360.



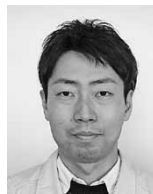
松若 大介

技術開発本部 材料研究所
(現 技術開発本部 ソリューション技術センター)



西村 友宏

技術開発本部 材料研究所



工藤 史晃

(株)コベルコ科研
材料ソリューション事業部 材料評価技術部



森川 雄三

チタン本部 チタン製造室
(新組織名 素形材事業部門
チタンユニット チタン工場 製造部)



石田 斉

技術開発本部 材料研究所