

焼結チタン合金の表層品質制御技術

Elimination of Surface Defects in Ti-6Al-4V Alloy Powder Compacts

堀 谷 貴 雄^{*(1)}
Takao HORIYA山 崎 達 夫^{*(2)}
Tatsuo YAMAZAKI高 橋 一 浩^{*(3)}
Kazuhiro
TAKAHASHI藤 井 秀 樹^{*(4)}
Hideki FUJII

抄 録

チタン合金焼結体の表層欠陥を除去し、疲労強度を向上させる方法につき、内質欠陥のない Ti-6Al-4V 合金粉末冶金材を用いて検討した。研削能の高いグリッド材を用いたショット処理により約100 μ mの深さの表層の空隙が完全に除去でき、その後、鋼球によるショット処理で更に表面平滑度を向上させることができる。この2回のショット処理により、疲労強度を HIP 処理のままの場合より約150MPa 向上させることができる。又、チタン粉末に粒径45 μ m以下の微細粉末を40%以上含有させると、生成する表層空隙の最大深さが1/4以下になり、その後鋼球による軽いショット処理により表層空隙が完全に除去できる。

Abstract

Using a Ti-6Al-4V alloy sintering powder product which is free from internal defects, a study was made on the method of improving the fatigue strength of Ti-6Al-4V alloy powder compacts by eliminating surface defects in them. The pores in the near-surface layer at a depth of about 100 μ m can be completely eliminated by shot peening with steel grit and the surface smoothness of the compacts can be further improved by subsequent shot peening with steel ball. This double shot peening method improves the fatigue strength of the compacts after hot isostatic pressing (HIP) by about 150 MPa. If a powder finer than 45 μ m in size is added to titanium powder in a percentage higher than 40%, the maximum depth at which pores are formed in the near-surface layer is reduced to less than 1/4, and therefore these pores can be completely eliminated by subsequent shot peening with a low intensity.

1. 結 言

新日本製鐵ではチタン合金マーケット拡大のため Near Net Shape 技術の一つである粉末冶金法に注目し、1987年に米国のダイナメット社から基本成形技術を導入した。この技術は素粉末混合法を CIP 成形+HIP 処理により行う成形法（以後、CHIP 法と記す）である（図1参照）。新日本製鐵ではこの導入技術をさらに改善し、極低塩素（ $\leq 0.005\%$ ）のチタン粉を使用し、CIP、焼結、HIP 処理条件を適切に制御することにより、内質欠陥の全くない鍛造材と同等の機械的性質を持つ成形体が得られることを明かにし、一部製品の商品化にも成功した¹⁾。

しかし、粉末冶金材の疲労強度は鍛造材や圧延材に比べ一般に低いとされており、その主な原因には、焼結空隙、介在物、不純物などの内質欠陥及び成形体の表層欠陥（以後、表層空隙と記す）の存在が挙げられる。内部欠陥については、前述したように低塩素のチタン粉と CHIP 法の組合わせで内質欠陥を完全に除去できる。表層

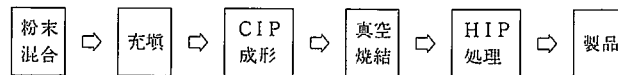


図 1 CHIP法の製造プロセス

空隙は、焼結時に表面及びその直下に生成した欠陥、いわゆる“Open pore”が HIP 後も残留したもので、製造条件によっては空隙の存在する最大深さが200~400 μ mに達することもある。この表層空隙は疲労き裂の起点になり易く、疲労強度を著しく低下させる²⁾が、チタン粉末製品は表面を切削して使用する場合が多いため内質欠陥に比べ余り研究は進んでいない。

チタン粉末冶金材の表層欠陥を無害化する方法には、

(1)生成した表層の空隙を何らかの方法で除去する方法

(2)表層の空隙自体を小さく生成させる方法

の二つが考えられる。(1)の方法としては、機械切削法のほか、研削力の強いショット材を用いた“ショットピーニング処理（以後、シ

*⁽¹⁾ 技術開発本部 鉄鋼研究所 ステンレス・チタン研究部
主任研究員 工博（現（財）金属系材料開発センター）

*⁽³⁾ 技術開発本部 鉄鋼研究所 ステンレス・チタン研究部
研究員（現 技術開発本部 光技術研究部 研究員）

*⁽²⁾ 技術開発本部 鉄鋼研究所 ステンレス・チタン研究部
研究員

*⁽⁴⁾ 技術開発本部 鉄鋼研究所 ステンレス・チタン研究部
主任研究員 工博

ショット処理と記す)”が簡便でかつ有効な方法である。しかし、チタン材（展伸材）の場合ショット処理は条件によっては表面の凹凸を大きくして、逆に疲労強度を低下させることがあることが知られている^{3,4)}。又、D.Eylon ら²⁾はチタン粉末冶金材の疲労強度に及ぼすショット処理の影響を検討しているが、これは表層欠陥を機械研削で除去した試料を用いている。(2)の方法としては、メッキなどによる封孔処理のほか、使用粉末の“微細化”が簡便な方法として挙げられる。しかし、粉末を微細化した場合の表層空隙の生成挙動を定量的に検討した報告はほとんど見当たらない。

そこで本報告では、内質欠陥のない Ti-6Al-4V 合金粉末冶金材を用いて、“ショット処理”や“粉末微細化処理”が表層空隙及び疲労強度に及ぼす影響について種々検討した結果を述べる。

2. 実験結果

2.1 ショット処理による表層空隙の除去

研削力の強いグリッド材を用いた場合のショット条件と表層空隙の除去量の関係を調査するため、CHIP 法で作製した粉末成形体を用い、ショットの投射密度を変化させて表層の変化を検討した。

2.1.1 実験方法

供試材の化学成分を表 1 に示す。使用した原料粉は、平均粒径 $80\mu\text{m}$ の低塩素のチタン粉 (Cl: $\leq 0.002\%$, O: 0.11% , 粒径: $45\sim 150\mu\text{m}$) と、平均粒径 $30\mu\text{m}$ の 60%Al-40%V の母合金粉 (粒径: $150\mu\text{m}$ 以下) である。供試材の製造は CHIP 法で行い、 $10\text{mm}\phi \times 30\text{mm}^{\text{L}}$ の円筒型試験片を作製した。各製造工程の製造条件を図 2 に示す。なお、CIP 用モールド材質は通常のウレタンゴム (ショア硬さ=90) を使用した。又、ショット処理の投射材には径 $\phi 0.7\text{mm}$ のグリッド材 (ロックウェル硬さ=65) を用い、投射速度は 73m/s とし、投射密度を $1\,000\sim 4\,000\text{kg/m}^2$ の範囲で変化させた。

ショット処理後の表層の研削量は、試験片の一部をマスクしてショット処理を行い、ショット材が当たった部分と当たらない部分の段差を触針式表面粗度計を用いて測定した。又、表面粗度は同じく触針式表面粗さ測定器で長さ方向 (約 10mm) に測定して得られた粗さ曲線の中心線平均粗さ (Ra) で評価した。写真 1 はショット処理前の表層の断面を示すが、表層空隙の最大深さは約 $100\mu\text{m}$ で、表面粗度 (Ra) は $7.5\mu\text{m}$ である。

2.1.2 実験結果

投射密度と表面の研削量の関係を図 3 に、投射密度と表面粗度の関係を図 4 に示す。表層の研削量は投射密度の増加にともない大きくなり、 $2\,000\text{kg/m}^2$ 以上では約 $100\mu\text{m}$ で、それ以上では次第に飽和する傾向が認められる。ショット処理後の表層断面を写真 2 に示すが、 $2\,000\text{kg/m}^2$ 以上の場合の表層近傍には空隙が残っていないのが

表 1 供試材の化学成分 (mass %)

Al	V	O	N	Fe	C	H	Cl
6.40	4.21	0.12	0.007	0.06	0.03	0.0022	<0.003

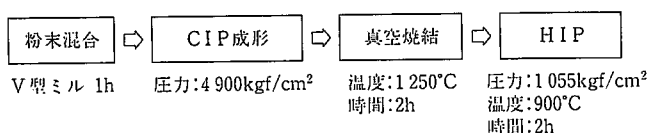


図 2 製造プロセス条件

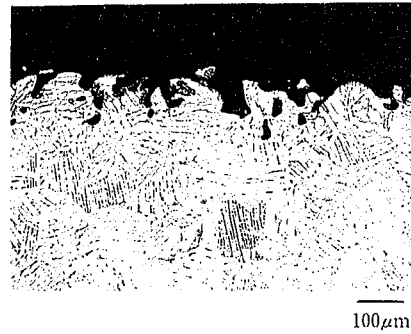


写真 1 Ti-6Al-4V 合金 HIP 材の表層断面

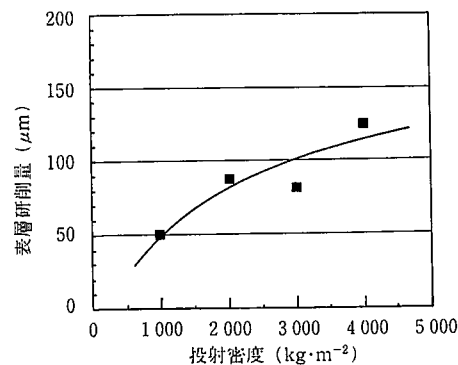


図 3 グリッド材の投射密度と表面研削量の関係 (グリッド径: 0.7mm , $H_{RC}=65$)

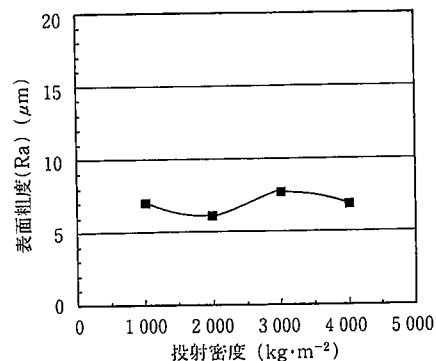


図 4 グリッド材の投射密度と表面粗度の関係 (グリッド径: 0.7mm , $H_{RC}=65$)

確認できる。又、図 4 から、表面粗度は投射密度によらずほぼ一定で、ショット前の粗度とほとんど変わらないことが分かる。

2.2 ショット処理面の平滑化

チタン材の疲労強度向上のためには、表面の平滑度を向上させることが重要であることが指摘されている⁵⁾。表層の空隙をグリッド材で除去した後の表面の凹凸は、図 4 に示したように依然として大きく、疲労強度を低下させないためには更に表面の平滑化が必要である。そこで、鋼球を使用した低エネルギーのショット処理による表面平滑度の改善効果について検討した。

2.2.1 試験条件

供試材の化学成分及び製造条件、試験片形状は前項と全く同様である。ショット処理は、まず表層の研削のためにグリッド材によるショット処理を実施し、その後表面の平滑化を目的として鋼球による低速のショット処理を実施した。ショット処理条件を表 2 に示す。鋼球によるショット処理では、ショット材質及び形状は一定と

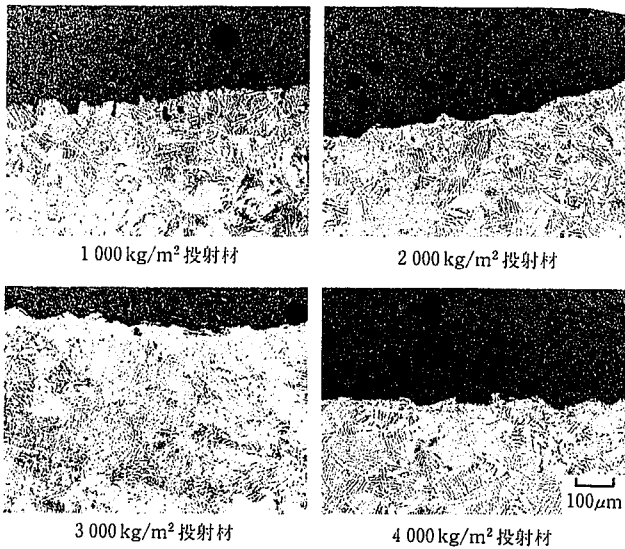


写真 2 グリッド材の投射密度による表層断面の変化

表 2 ショット処理条件

	目 的	ショット処理条件	
		投射材	グリッド材 ($H_{RC}: 65$, 径: 0.7mm)
1	空隙削除	投射速度	73m/s
		投射密度	2 000kgf/m ²
		投射材	鋼球 ($H_{RC}: 55$, 径: 0.6mm)
2	表面平滑化	投射速度 (m/s)	30×30, 30×60
		× 投射時間 (s)	50×30, 73×30

し、投射速度を30～73m/s、投射時間を30～60秒の範囲で変化させた。平滑度はショット処理後の表面粗度 (R_a) で評価した。

2.2.2 試験結果

図5に鋼球による2回目のショット処理後の表面粗度とショット条件の関係を示す。投射速度が早くなるほど、又投射時間が長くなるほど表面平滑度は向上し、投射速度が50m/s、投射時間20秒で表面粗度は約半分になる。しかし、投射速度が73m/sになると逆に表面平滑度は低下する傾向を示す。写真3は、2回目のショット処理後の断面写真を示すが、投射速度が50m/s以下ではショット処理により平滑度が向上しているのが確認できる。

2.3 表面再現疲労試験片による疲労特性評価

表層の空隙を除去し、表面平滑度を向上できる条件が把握できたので、粉末焼結体の表面を再現した小型の丸棒疲労試験片を用い、表層空隙を除去した場合の疲労強度を評価した。

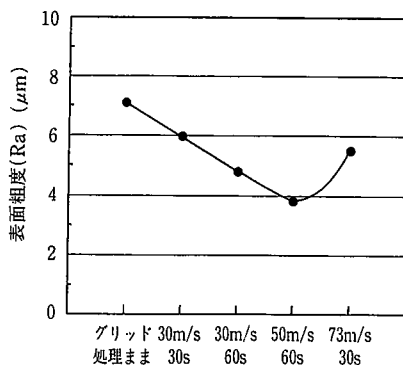


図 5 ショット処理条件 (2回目) による表面粗度の変化

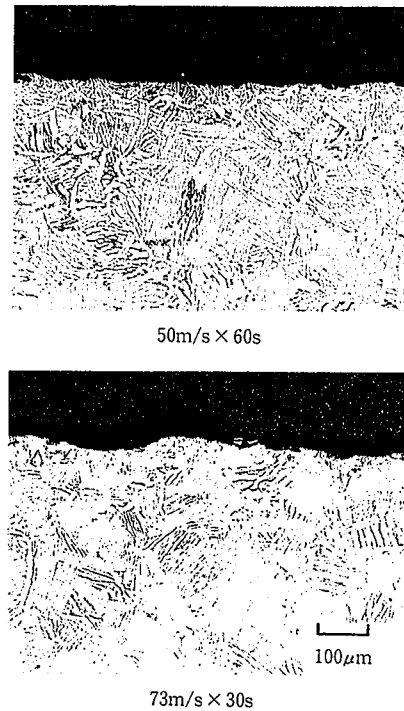


写真 3 ショット処理条件 (2回目) による表層断面の変化

2.3.1 試験条件

供試材の化学成分及び製造プロセス条件は前項と全く同様である。疲労試験片形状を図6に示す。試験片の中央部が粉末成形体と同じ表面性状を示すように、試験片形状に合わせたモールド (ウレタンゴム製) を作製し、成形した。HIP後にショット処理を実施した。ショット処理条件を表3に示す。比較のため、試験片表面がHIP処理のままの場合 ($R_a \approx 8\mu\text{m}$) 及び機械切削で表層空隙を除去し鏡面仕上げした場合 ($R_a \approx 0$) の疲労強度も評価した。疲労試験は、軸力で R (応力比) = -1, 最大繰返し数 10^7 の条件で大気中で実施した。試験後走査型電子顕微鏡による破面観察を行った。

2.3.2 試験結果

まず、ショット処理後の試験片の表層断面を写真4に示す。ショ

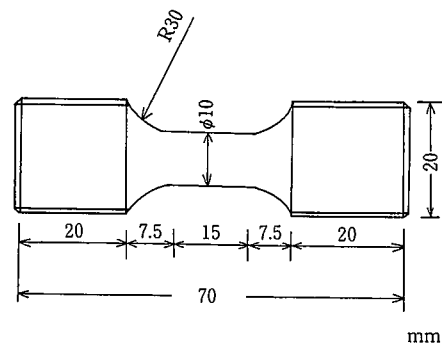


図 6 疲労試験片 (表面再現材) の形状

表 3 表面再現疲労試験片のショット処理条件

	ショット材	投射速度	投射密度
1	グリッド材, 径: 0.7mm	73m/s	2 000kg・m ⁻²
2	鋼球, 径: 0.6mm	50m/s	2 254kg・m ⁻²

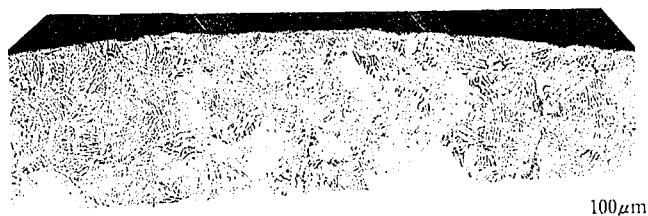


写真4 疲労試験片（ショット処理後）の表層断面

ット処理により表層の空隙は完全に除去され、微視割れ等の新たな欠陥の生成も認められない。疲労試験結果を図7に示す。HIP処理まで表層空隙が存在する“ショット処理なし”材は疲労強度が100MPaで最も低く、表層空隙をショット処理で除去した場合は250MPaで、疲労強度が150MPa向上する。なお、鏡面仕上げした機械切削材は低サイクル側ではショット材より低強度であるが、 10^7 回疲労強度は350MPaと最も高い値を示した。ショット処理材の疲労き裂発生点付近の破面を写真5に示す。疲労き裂発生点はいずれも表面直下の200~500μmの所であり、起点付近には欠陥は全く認められなかった。

2.4 粉末微細化による表層空隙の除去

粉末成形体の表層の空隙の生成には、前述したように種々の製造条件が影響する。このうち“粉末粒径”は表層空隙の大きさに直接かつ重大な影響を及ぼし、粉末粒径が小さくなるほど表層の欠陥は小さくなると考えられる。しかし、チタン粒径が小さくなると成形体の酸素量は直線的に増加し⁶⁾、延性が低下することが知られている⁷⁾。そこで微細粉の混合比を変化させた場合の表層空隙の生成挙動を検討した。

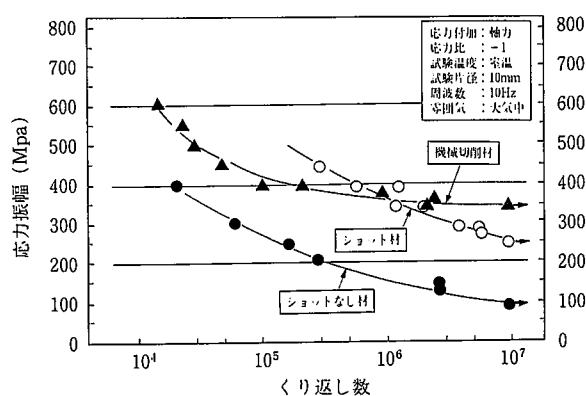


図7 表面再現試験片の疲労試験結果 (Ti-6Al-4V)

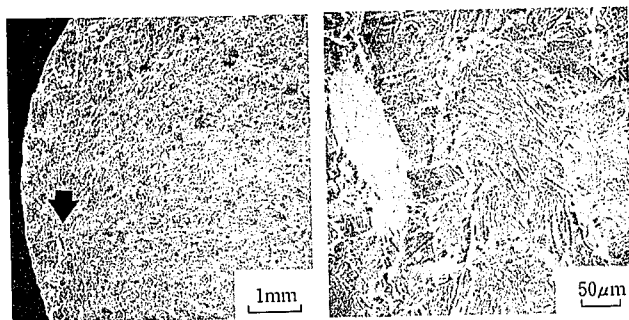


写真5 疲労き裂発生点(矢印)付近の破面 (2回ショット処理材)

2.4.1 試験条件

供試材は前項と同様に Ti-6Al-4V 合金を用いた。粒径45~150μmの従来チタン粉（平均粒径：80μm，酸素量：0.11%）を更に325メッシュで篩にかけ粒径45μm以下の微細粉（平均粒径：30μm，酸素：0.23%）とし、微細粉と従来粉の混合割合を0%から100%まで6段階に変化させた。なお、母合金は平均粒径20μmの60Al-40V合金粉を微粉末として使用した。試験片形状は10mmφ×30mm¹の円筒型で、粉末成形からHIP処理までの製造プロセス条件は前と全く同様である。HIP処理を行った試料の表層断面の組織観察及び表面粗度、表層空隙の最大深さの測定を実施した。表面粗度の測定法は前と同様である。表層空隙の最大深さは、光学顕微鏡で表層断面（3箇所）を全円周にわたって観察し、その最大値を採用した。又、一部の試料ではショット処理による表層空隙の除去状況を検討するため、HIP処理後に鋼球（粒径：0.6mm，ロックウェル硬度=55）によるショット処理（投射密度：2 254kg/m²，投射速度：45m/s）を実施した。

2.4.2 実験結果

微細粉の混合割合と表層断面の組織の関係を写真6に示す。微細粉の割合が増加するに伴い表層の空隙の大きさは減少し、表層空隙の存在する深さも減少する。表層空隙の最大深さと微細粉末の混合割合の関係を図8に示す。微細粉の割合が増加するに従い最大深さは減少する傾向を示し、40%微細粉を含む場合は0%の場合の約1/4になる。微細粉の混合比による表面粗度の変化を図9に示す。表面粗度も微細粉の割合が増加するに伴い小さくなり、微細粉末が100%では0%の場合の1/2以下になる。次に、図8で表層空隙深さの減少量が飽和し始める微細粉混合率が40%の試料を用い、HIP処理後に軽いショット処理を実施した。ショット処理後の表層断面を写真7に示す。鋼球によるショット処理により表層空隙は完全に除去されているのが確認できる。又、この場合の表面粗度は2.4μmでショット処理前の3.6μmより向上しており、表面の微視割れなどの新たな欠陥も認められない。

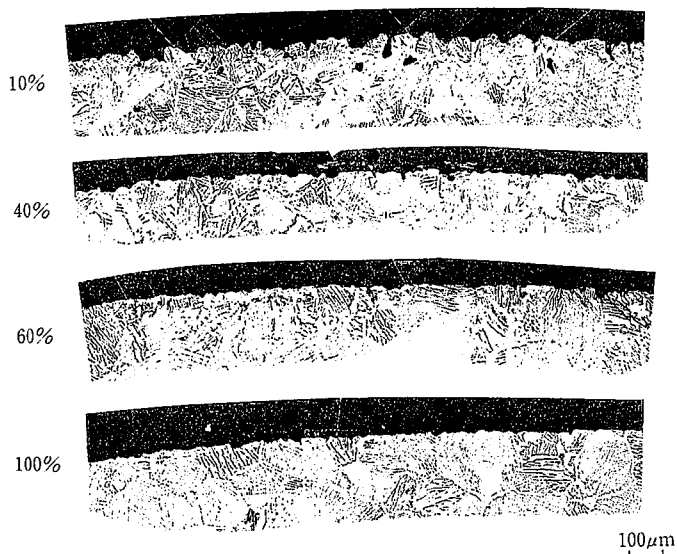


写真6 微細粉の混合率による表面性状の変化(HIP後)

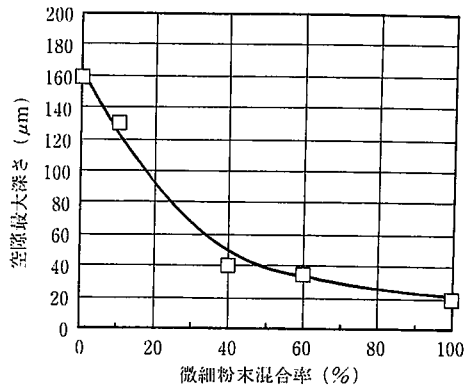


図 8 微細粉の混合率と表層空隙最大深さの関係

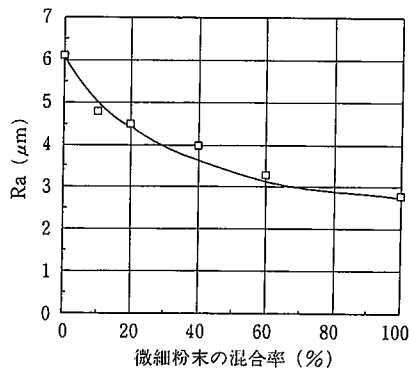


図 9 微細粉の混合率と表面粗度の関係



写真 7 微細粉使用材のショット処理後の表層断面(微細粉:40%)

3. 考 察

3.1 ショット処理による表層空隙の除去

グリッド材を用いたショット処理は、一般に材料の表面研削に使用されており、チタン材(鍛造材)に適用した場合の検討もいくつか行われている。当倉ら⁸⁾は、純チタン材を用いてショット条件と研削量の関係を検討し、投射速度、投射時間の増加とともに切削量は増加し、グリッド径1mm、投射速度35m/s、投射時間約22秒で表層が約3.5μm(換算値)削られると報告している。本実験ではショット条件が異なるので直接の比較はできないが、ほぼ近い条件である本実験の投射密度2 000kg/m²の場合と比較すると、粉末材の場合は鍛造材に比べ表層の研削深さが30倍近く大きい。これは、粉末冶金材の場合は表層の空隙が切欠きとなって研削が容易に進むこと、表層自体の相対密度が低いことなどによると思われる。又、表層の研削量は投射密度が2 000~3 000kg/m²で飽和する傾向を示した。これは当倉ら⁸⁾も述べているように、投射密度の増加に伴い表層の加工硬化が進み、研削しにくくなったためと考えられる。

なお、投射速度や投射密度が更に大きくなると、表層に新たな微

視き裂が生じ、それが疲労き裂の起点になり疲労強度が低下する恐れがあるので、投射密度、投射速度は適正に制御する必要がある。

疲労強度とショット処理の関係については展伸材についていくつか報告があり、Wagner ら⁹⁾は、疲労強度を変化させる要因として表面平滑度、表層残留応力、表層の転位密度の三つを挙げている。又、高エネルギーのショット処理をした場合は、圧縮残留応力による強度上昇より表面平滑度の低下による疲労強度の低下が顕著になる場合があることも報告されている²⁾。本試験でも、表面の残留応力の影響より表層の平滑度の影響が顕著に現れている。すなわち、ショット処理なし材と機械研磨材を比較すると、残留応力の影響はないので疲労強度の差の245MPaは、表層空隙の存在による低下分と考えられる。又、ショット材が機械研磨材より低強度なのは、表層の圧縮残留応力より表面平滑度の差がより大きく影響したためと考えられる。

なお、本実験では疲労き裂の発生点が、試験片表面でなく必ず表面直下の内部で発生していた。通常、機械切削材では $R=-1$ の引張・圧縮応力の場合、表面からき裂が発生する⁹⁾。ショット処理材の場合は、Wagner ら¹⁰⁾も述べているように、ショット処理による圧縮残留応力の影響で表層の応力分布が変化し、引張応力の最大点が表面直下になったためにき裂発生点が内部になったものと考えられる。このように疲労き裂が試験片内部で発生した場合、表面粗度がどのような機構で疲労強度に影響を及ぼすかについては今後の検討課題である。

3.2 微細化とショット処理による表層空隙の除去

粉末の微細化は、図8及び図9の結果からわかるように、表層空隙深さの減少及び表面粗度の改善に大きな効果がある。特に表面粗度は、微細粉の割合を40%にすることで、2回ショット法で表層空隙を除去した場合とほぼ同じレベルにすることができる。しかし、写真6に示したように表層にはまだ20~30μmの空隙が残っており、これらが疲労強度の低下の原因になる可能性がある。従って、微粉化により表面粗度を向上させても、2回ショット処理材並みの疲労強度を確保するためには、HIP後のショット処理により表層空隙を完全に除去する必要があると思われる。

本研究では、微細粉の形状パラメーターとして最大粒径を採用したが、表層空隙の大きさ及び存在深さには粒度分布も影響を及ぼす。すなわち、比較的大きな粒径の粉末の隙間を小さな粒径の粉で埋めるように粒度分布を適切に制御した混合粉末を使用することで、微粉の混合比が同じでも表層の空隙の大きさや深さを更に小さくすることが可能であると考えられる。なお、その場合は微細粉の混合比と酸素増加量の関係も変化すると考えられるので注意が必要である。

又、本研究では表層空隙の最大深さは100μm程度であったが、製品形状が大型かつ複雑になった場合、表層空隙の深さが大きくなることが懸念される。その際は、グリッド材による2回ショット処理だけでは表層空隙が完全に除去できず残留する可能性がある。その場合は、粉末を微粉化しHIP後の表層空隙深さを100μm程度に減少させ、その後ショット処理で完全に除去する、粉末の微粉化法と2回ショット処理法の組み合わせが必要となると思われる。

4. 結 言

チタン粉末冶金材の疲労強度を低下させる大きな原因である表層空隙の除去方法につき、内質欠陥のないTi-6Al-4V合金粉末冶金材を用いて検討し以下の結果を得た。

- (1) 研削力の強いグリッド材によるショット処理で $100\mu\text{m}$ 以上の深さの表層空隙の除去が可能で、その後鋼球による2回目のショット処理で表面粗度は約 $\frac{1}{2}$ になる。
- (2) 粉末冶金材の表面を再現した試験片に上記の2回ショット処理を施した場合、疲労強度はHIPのままの場合より150MPa向上する。この疲労強度の上昇には、表層空隙の除去、表面平滑度の向上が影響していると考えられる。
- (3) 粉末の微細化は、表層空隙の生成抑制に効果があり、チタン混合粉の40%以上を粒径 $45\mu\text{m}$ 以下の微細粉にすると、表層空隙の最大深さは約 $\frac{1}{4}$ 、表面粗度は約 $\frac{1}{2}$ になる。又、HIP処理後に鋼球によるショット処理を施すと表層空隙は完全に除去され、表面粗度も向上する。

参考文献

- 1) 新日本製鐵：素形材，34(1)，p.39(1993)
- 2) Eylon, D., Cooke, C.M., Froes, F.H.: Microstructure Science, 12, 1985, p.445
- 3) Tikinsky, M.: Science Technology and Application of Titanium. Pergamon Press, 1970, p.1013
- 4) Broichhausen, J., Telfa, M.: Titanium'80, 3, 1980, p.1797
- 5) Wagner, L., Gerdes, C., Lutjering, G.: Titanium Science and Technology, 4, 1985, p.2147
- 6) 高橋一浩, 山崎達夫, 藤井秀樹, 堀谷貴雄：材料とプロセス, 6, p.1602 (1993)
- 7) 齊藤卓, 古田忠彦：豊田中研 R&D レビュー, 26 (1), p.44 (1991)
- 8) Tosha, K., Iida, K.: Shot Peening. International Conf. on Shot Peening(4th), Tokyo, 1990, p.435
- 9) Adachi, S., Wagner, L., Lutjering, G.: Titanium Science and Technology. DGM, 4, 1985, p.2139
- 10) Wagner, L., Lutjering, G.: Titanium Steam Turbine Blading. Pergamon Press, 1990, p.233