

チタン合金 Ti-6Al-4V の熱酸化挙動と光学特性の評価

Evaluation of Thermal Oxidation Behavior and Optical Properties of Ti-6Al-4V Alloy

中里桂輔¹⁾

指導教員 黒木雄一郎¹⁾, 坂口雅人²⁾, 研究協力者 加藤聖隆³⁾

1) サレジオ工業高等専門学校 専攻科 電子セラミック研究室

2) サレジオ工業高等専門学校 専攻科 複合材料構造研究室

3) 株式会社ケイテックリサーチ

キーワード：チタン合金, 熱酸化, 光学特性

1. 緒言

チタン合金 Ti-6Al-4V(以下 64 チタン)は軽量でありながら高い強度を持ち人体への悪影響が少ない合金であり、これらの特性から医科歯科分野をはじめ、構造物など幅広い用途に用いられている。特に近年では 64 チタンを成型材とした 3D プリント技術が注目を集めている。パウダーベッド法による 64 チタンの造型は真空中もしくは Ar 雰囲気中で行われるが[1]、チタンの主金属である Ti はサブレーションポンプに代表されるように極めて活性が高い。したがって、チャンバー内のわずかな残留酸素でもレーザー照射箇所周辺において熱酸化が生じる可能性がある。造型により受ける 64 チタンの熱履歴は解明されておらず、成型の度に残留酸素の影響を受ける 64 チタン粉末材料を再利用する回数は経験に委ねられている。

本研究では、64 チタン粉末を大気中で熱処理することで熱酸化を疑似的に再現し、光学特性の側面から酸化の定量的な評価方法を模索する。

2. 方法

64 チタン粉末(Carpenter Additive 社製)をアルミナボート上に 2.00 g 秤量し、飛散防止のためにプロパノールを滴下し、乾燥させた。その後、電気炉により熱処理を行った。熱処理プロファイルの概観を図 1 に示す。図 1 に示すように、熱処理は大気中で昇温速度を 4 °C/min とし、目標温度に到達後 2 h 温度を維持しその後炉冷を行った。熱

処理温度は 100~600 °C 間で 100 °C ずつ変化させ、計 6 つの試料を作製した。作製した試料に対し X 線回折測定を行うことで物質の同定を行った。また、光学特性による TiO₂ の検出法として、フォトルミネッセンス測定(以下 PL 測定)による発光観測を提案、実施した。励起光には波長 325 nm の He-Cd レーザーを使用した。

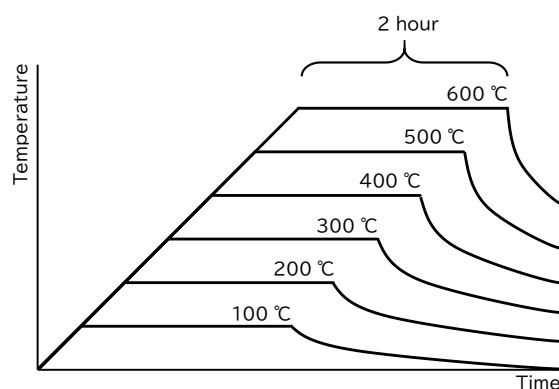


図 1. 熱処理プロファイルの概観

3. 結果

図 2 に作製した試料を示す。図 2 より、熱処理を行った 64 チタンのうち 300~500 °C のものは未処理と比較して色彩が暖色系へと変化した。一般に TiO₂ の薄膜は干渉色を示すことから、この色彩変化は粒子表面の酸化被膜が成長したものであると考えられる。また、600 °C で熱処理を行った試料は色彩が黒く変化した、アルミナボートの形状に焼結した。図 3 に未処理および熱処理後の 64 チタン粉末における X 線回折プロファイルを示す。図 3

より、600℃で熱処理した試料からルチル型 TiO_2 のピークを確認した。また、金属 Ti の回折強度が低下しており、高角側のピークがブロードになったことから、64 チタンの結晶性低下が示唆された。我々はルチル型 TiO_2 の発光に以前から注目しており、熱処理を施すことで酸素空孔が関係した赤外発光を示すこと、Cr を添加することでその発光強度が増加することを明らかにしている[2]。そこで、PL による発光を 64 チタン内の TiO_2 の検出に応用する手法を試みた。図 4 に 600℃で熱処理を行った試料と、Cr 添加ルチル型 TiO_2 の PL 測定による発光スペクトルを示す。この結果から、Cr 添加ルチル型 TiO_2 が赤外発光を示す一方で 600℃の熱処理を行った試料は発光を示さなかった。



図 2. 大気中で 2 h 熱処理を施した 64 チタンの外観

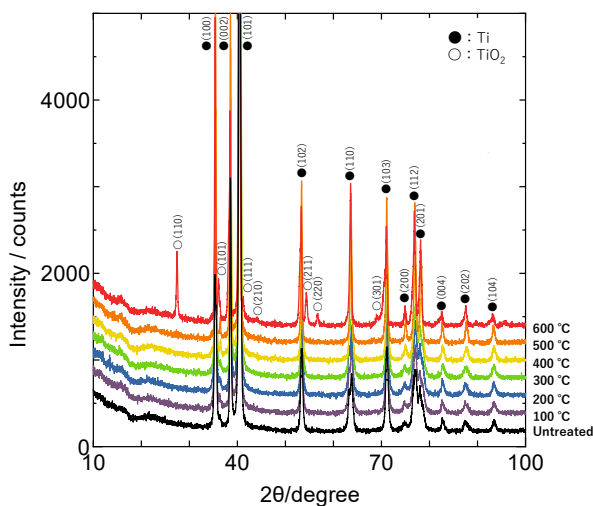


図 3. 大気中で 2 h 熱処理を施した 64 チタンの X線回折プロファイル

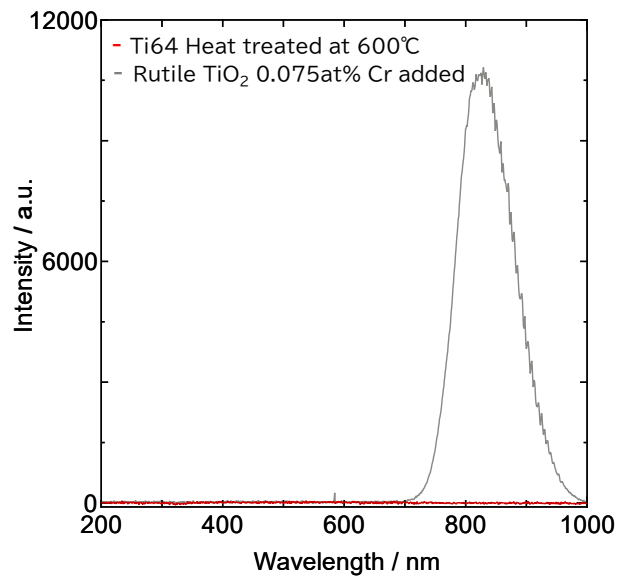


図 4. 600℃で熱処理を行った試料と Cr 添加ルチル型 TiO_2 の発光スペクトル

4. 結言

本稿では、チタン合金 Ti-6Al-4V の粉末を大気中で熱処理することで熱酸化を再現した。600℃で熱処理を行った試料は紫外線励起による発光を示さないことを確認した。

5. 今後の展望

図 2 に示したように熱処理を行った 64 チタン粉末の一部が色彩を変化させたことから、光反射率測定による色の判別、定量化をもとに酸化状態との相関を検討する。

6. 文献

- [1] 櫻井勇也, 筧 幸次, “Ti-6Al-4V レーザー積層材の組織と機械的特性”, 日本金属学会誌, 81-3(2017)120-126
- [2] Y. Kuroki and M. Sawa, PACRIM13 (2019) 28-P-S28-15