

オフグレードスポンジチタンを利用した チタン材料の開発

Development of a Titanium Material by Utilizing Off-Grade Titanium Sponge

丸 井 勇 治*
Yuji MARUI

木 下 豊 隆*
Toyotaka KINOSHITA

高 橋 恭*
Kyo TAKAHASHI

要 旨

二輪車の車体軽量化とエンジン性能の向上を目的として、廉価な排気系用純チタンおよび鍛造用チタン合金を開発した。この材料は、チタンインゴットの原材料として、不純物が多く含まれるオフグレードスポンジチタンを利用したことを特徴とする。許容不純物量は、機械的性質および生産性を検討することにより設定し、酸素当量を管理することで安定した特性を得ている。本材料設計により、廉価でありながら従来材料と同等の強度設計基準と、既存設備による材料の生産性を得ることができた。一方、部品の生産性においても、本材料を用いて素形材製造工程や表面処理工程を見直すことで、チタン部品の廉価に提供することを可能とした。本技術は、自動車用チタンとしての原材料基礎技術であり、他のチタン合金にも広く応用展開が期待できる。

ABSTRACT

A forging titanium alloy and a pure titanium material for exhaust system that are both inexpensive have been developed for the purpose of lightweight of motorcycle frame and improvement of engine performance. A feature of the material is use of off-grade titanium sponge that includes a lot of impurities for the raw material for titanium ingot. Stable characteristic has been obtained by controlling oxygen equivalent after setting the volume of tolerable impurities in consideration of mechanical property and productivity. In spite of low-cost, this material design provided the same design strength compared to conventional material, and enabled material productivity with existing equipment. Using this new material and changing a manufacturing and a surface treatment process enabled to provide titanium parts at low-cost. This technology is a fundamental one for producing a raw material of titanium for motorcycles and automobiles, and it can be expected to apply for other titanium alloys.

1. はじめに

近年、環境問題に関しては、自動車のみならず二輪車にも厳しい規制が世界的に広がってきており、低エミッション技術や低燃費技術の要求が高まっている^{(1), (2)}。このため、二輪車の運動性能の向上や燃費低減のために、部品のチタン化は重要な技術となってきている。しかし、二輪車にチタン部品を適用するためには材料が高価であることが大きな障害となっていた。大型二輪車ではエンジン出力及び走行安定性に大きな影響を与える排気管やマフラーなどの排気系部品にチタンを採用する要望が強い。しかし、車体の大型構成部品はチタン材料の使用量が多いため、エンジン部品に比較してより低コスト化が必要である。我々は、以前エンジン部品のチタン化にあたって、プラズマ積層凝固炉(PPCF)を用いたスクラップ材の再使用により、従来法に比べ廉価な自動車用チタン合金を開発し、世界で初めて量産二輪車にチタン製コンロッドを適用した^{(3), (4)}。

今回、更なるチタンの低コスト化と適用拡大を行うために、チタン材料製造の原材料として材料価格の1/3以上を占めるスポンジチタンに着目し、廉価な純チタンとチタン合金を開発した。本材料を2002年モデル欧州向けFire Blade、並びに北米・国内向けCBR954RRのエキゾーストパイプ、可変制御バルブデバイス(H-TEV: Honda Titanium Exhaust Valve)、マフラー、CRF450Rのエキゾーストパイプ、吸気バルブに適用した。これらの外観をFig. 1, 2に示す。

2. 開発のねらい

2.1. チタン展伸材の製造工程

チタン展伸材は、1999年に11662tonが生産されており、そのほとんどにクロール法が用いられている⁽⁵⁾。ルチル鉱を出発原料とし、これに塩素と炭素を加え中間材料である粗四塩化チタン(TiCl_4)を作製し、蒸留精製を経てマグネシ

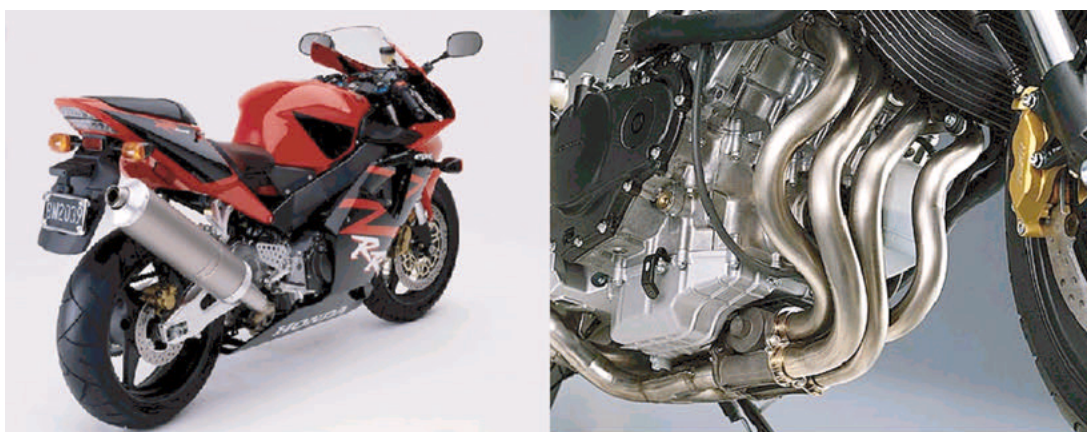


Fig. 1 CBR954RR and titanium parts (Muffler, Exhaust pipes, H-TEV)



Fig. 2 CRF450R and titanium parts (Exhaust pipe, Inlet valves)

ウムで還元することにより、99.995%以上の非常に純度の高いスポンジチタンを得ている。その後スポンジチタンを破碎成形して溶解電極とし、チタンインゴットを製造する。この後、鍛造圧延工程を経ることで目的の展伸材素材(板、棒、線など)ができる。チタン展伸材は高価であることは、このように長く複雑な工程を経て製造されるのも一因である。これらの従来材の製造工程と本開発材での製造工程の比較を Fig. 3 に示す。

2.2. オフグレードスポンジチタンの現状

スポンジチタンは、日本で年間27 000tonが生産されている⁽⁵⁾。しかし、スポンジチタンは世界的に供給メーカーが限られていることもあり、航空機の需要量によりコストが大きく変動する。廉価で安定したコストでチタン材料を得るためには、航空機仕様で求められる高純度スポンジチタンに対し、自動車用途としてのスポンジチタン仕様を見直す必要があった。スポンジチタン塊の中で展伸材用として

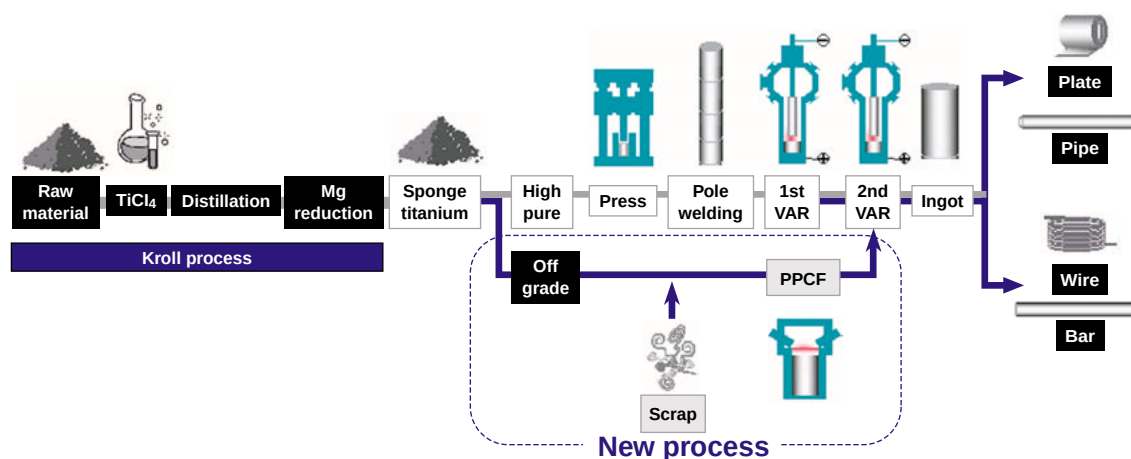


Fig. 3 Manufacturing process of titanium

利用できる高純度なものは、スポンジチタン塊の中央部のみであり、全重量の8～9割程度である。中央部以外の外周部位はオフグレードスポンジチタンと呼ばれ、側面部はマグネシウム還元工程のステンレス製反応容器から侵入するFe, Ni, Cr, 底部には塩化還元工程でのN, Cl, Mgなどの不純物を含んでいる。このオフグレード部は主に鉄鋼添加用に用いられている。今回、JIS H-1610に基づきオフグレードスポンジチタンの成分検証をおこなったところ、MILやASTM規格には合致しないものの6～8割ほどは、Fig. 4に示すようにFe量が多く含まれるのみであり比較的純度が高いことが判明した。そこで、これらを利用した展伸材化を検討した。

3. 材料設計

3.1. 純チタンの成分設計

現在、二輪車に使用される純チタン材料は、主に排気系部品であるエキゾーストパイプやマフラ用がほとんどであり、強度と加工性よりJIS 2種を使用している。これらの部品は、冷間のプレス加工や曲げ加工が主な成形方法となる。オフグレードスポンジチタンを展伸材化すると、その不

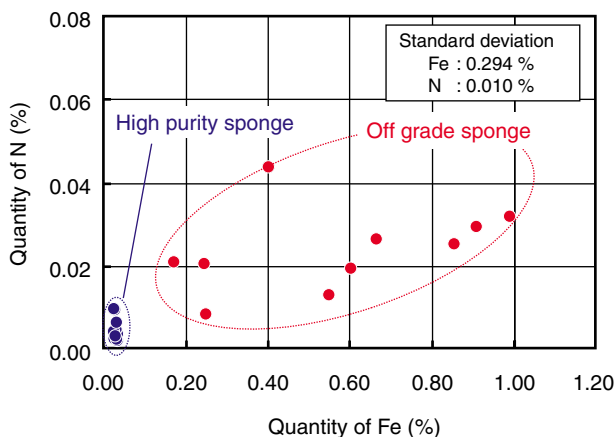


Fig. 4 Distribution of impurities constituent

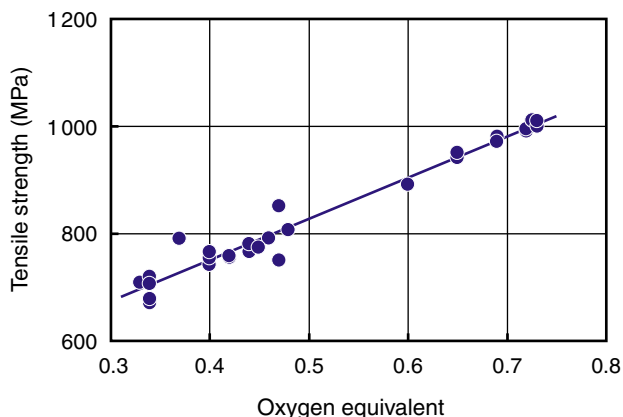


Fig. 5 Relationship between oxygen equivalent and tensile strength

純物の影響により、強度が高く伸びが小さい傾向になる。このため加工工程において最も厳しい機械的性質が要求されることから、加工上必要十分な伸びが確保できるところまでは不純物量を許容することができるといえる。

各種成形加工に必要な伸びの検討を行い、必要十分な伸びとしてMin30%の確保を目標とした。また、オフグレードスポンジチタン中の不純物元素は多種あるが、機械的性質に影響を与える主な元素Fe, O, Nに注目した。これらは実験式(1)の許容酸素当量として表すことができる。酸素当量とは、これらの不純物元素の、酸素と比較した機械的性質への影響を係数とし、その成分量に乗じた総和であり、機械的性質と比例する。その関係をFig. 5に示す。式(1)からは、Feの影響が非常に小さいことが分かる。

$$\text{酸素当量 } O_{eq} = [O] + 2.77[N] + 0.086[Fe] \quad (1)$$

この目標の酸素当量とスポンジチタンの成分分布実力から、各元素の許容値を決定した。これにより定めた開発純チタン材料の成分規定をTable 1に示す。その成分で製造された板をHTPR(Honda Titanium Plate Refine)、管をHTTR(Honda Titanium Tube Refine)と呼称する。

3.2. 合金チタンの成分設計

合金チタンは、強度と材料の入手性より、エンジン部品ではTi-6Al-4Vがよく使われている。これらの部品は、ベース合金の機械強度が高く、不純物が機械強度に与える影響が小さいため、純チタンより許容限の緩和が可能である。また、これら部品の素形材の製法は主に熱間鍛造となるため、特に大きな伸びを必要としない。しかし、不純物量は上述の機械的性質の変化のほかに、式(2)のようにβ変態点温度を変化させる。

Table 1 Chemical composition of HTPR

	wt %			
	H	O	N	Fe
HTPR	0.013 max	0.10 max	0.020 max	0.52 max
JIS TP340-C	0.013 max	0.20 max	0.050 max	0.25 max

Ti: Bal

Table 2 Chemical composition of Ti-64FE

	wt %				
	Al	V	Fe	O	N
Ti-64FE	5.50 ~ 6.75	3.50 ~ 4.50	1.0 max	0.21 max	0.05 max
ASTM Ti - 6Al-4V	5.50 ~ 6.75	3.50 ~ 4.50	0.4 max	0.20 max	0.05 max

Ti: Bal

$$T \beta = 886.0 + 147.7[\text{O}] + 294.3[\text{N}] + 20.4[\text{Al}] - 13.1[\text{V}] - 19.8[\text{Fe}] + K \quad (2)$$

K: その他の成分(C, Mn 等)による影響値

$\alpha + \beta$ 相を維持し部品化するためには、従来の鍛造条件から鍛造温度を下げる必要がある。このため鍛造素材の生産性、歩留りを考慮して、従来のチタン鍛造温度に比較して30℃まで低く設定した。これにより鍛造温度低下を満足する許容不純物量をスポンジチタンの成分分布実力を加味して設定した。開発チタン合金材料(以下、Ti-64FEという)の成分規定を Table 2 に示す。

4. 結果

4.1. 成分

4.1.1. 成分の相関

所定の純チタン又はチタン合金を得るためには、スポンジチタンを添加元素とともに溶解し鑄塊とする。しかし、他の金属と異なり溶解中に組成のコントロールができず、真空アーク溶解(VAR)を2回行うことで均一な組成としている。また、水素以外の不純物は溶解中の精錬により除去できない。このため、オフグレードスポンジチタンの設定組成に対するインゴット組成の変化を数ロットに渡る実炉溶解で検証した。成分の測定部位は、インゴットのトップ、ミドル、ボトム部である。結果をFig. 6に示す。これによれば、スポンジチタンでねらった成分はインゴットによく反映されており、部位による著しい成分偏析も見られなかった。

4.1.2. 低密度介在物

低密度介在物(LDI: Low Density Inclusion)は、インゴットの中でO, Nなどの α 安定化元素が局部的に濃化したもので、非常に硬くもろい特徴を持つ。スポンジチタン中の窒

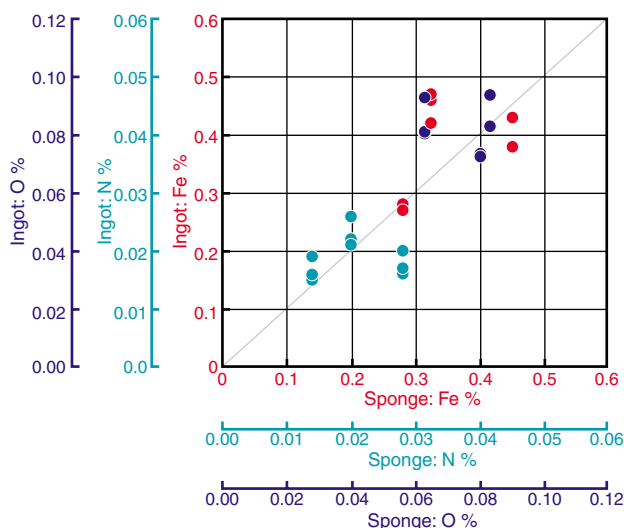


Fig. 6 Comparison with impurities constituent

化物の混入がこの欠陥の主たる原因である。TiN のようなチタンの窒化物は融点が高く、VARにより完全に溶解することは困難である。オフグレードスポンジチタンを使用する上で、合金チタンのLDIの検証は特に重要である。これは、主にエンジンの強度部品として使用した場合、その疲労強度に大きな影響を与えるためである。オフグレードスポンジチタンを原材料としたことによるLDIの発生の検証は、800g ボタンメルト溶解で得られるインゴットにて評価した。溶解するスポンジチタンを以下に示す3種類で比較し、スポンジ表面の成分分析も併せて行った。

(1) 本材料向けの不純物量上限のスポンジチタン

(2) 本材料に不適な多量の不純物を含むスポンジチタン

(3) 強制窒化した高純度スポンジチタン

結果は(3)に2箇所のLDIが確認されたのみであり、他に異常は認められなかった。また、スポンジ表面の不純物成分は、ほとんどがFeであり、(2)でまれにMg, Clの付着が確認されたのみである。LDIとして懸念されるTiNは確認されなかった。

4.2. 機械的性質

4.2.1. 静的強度

HTPR および Ti-64FE の引張り試験結果を Table 3 に示す。前述のように、従来材に比べ酸素当量が高いため抗張力、耐力とも高く伸びが低下する傾向を確認した。HTPRにおいて特に注目した伸びについては、成分設計上での酸素当量上限でねらい通りの30%以上をほぼ確保することができた。

4.2.2. 動的強度

純チタンは、主に板金溶接で製造される排気系部品が適用の対象となる。このため母材疲労強度のほか、溶接ビード部や熱影響部での疲労強度評価も重要となる。HTPRの疲労強度評価は、シェンク式両振り平面曲げ疲労試験機で行った。試験には平滑のほか、開先形状と溶加材の有無によるTIG溶接形態別の試験片を用いた。いずれの試験結果も、

Table 3 Mechanical properties

			σ B (MPa)	σ Y (MPa)	EL (%)
Ti alloys	Ti-64FE		1 099 ~ 1 102	1 035	15.0 ~ 15.6
	Ti-6Al-4V (ASTM SPEC)		895 min	825 min	10 min
CPTi	HTPR ¹⁾	L direction	500 ~ 510	333 ~ 343	29 ~ 30
		C direction	510 ~ 519	402 ~ 412	33 ~ 35
	JIS Grade 2	L direction	353 ~ 363	206 ~ 216	37 ~ 40
		C direction	372 ~ 382	235 ~ 245	39 ~ 40

HTPR¹⁾: Oeq Max condition
L: Rolled direction
C: Rolled perpendicular direction

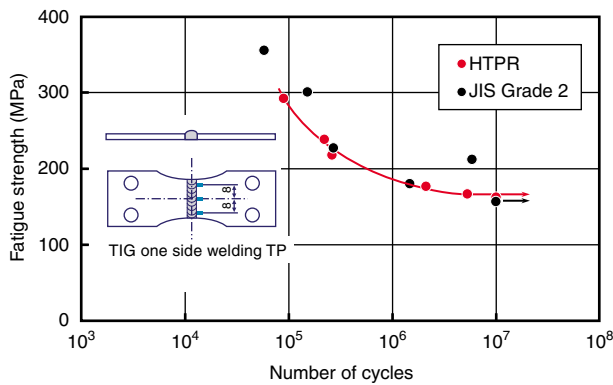


Fig. 7 Fatigue strength of TIG one side welding

JIS 2種と同等以上を示すことが分かった。Fig. 7に突合せ継手での片面 TIG 溶接の比較結果を示す。

強度部品に用いられるチタン合金は、切り欠きに対する疲労強度の低下が大きく、4.2.1.項で述べたように、許容不純物量の緩和により高強度化傾向にある。また 4.4. 項で述べる酸素拡散処理を施すことで更にその傾向が顕著になる。Ti-64FEの疲労強度特性の比較を小野式回転曲げ疲労試験機にて行った。試験には大気中で加熱により酸素拡散させ、表面を硬化させた(以下 OD 処理という)平滑、ノッチ付き試験片を用いた。結果を Fig. 8 に示す。Table 4 に示すように、いずれの疲労強度も従来材と同等以上を示すことが分かった。以上より、両材料とも従来材と同一の基準で強度設計が可能である。

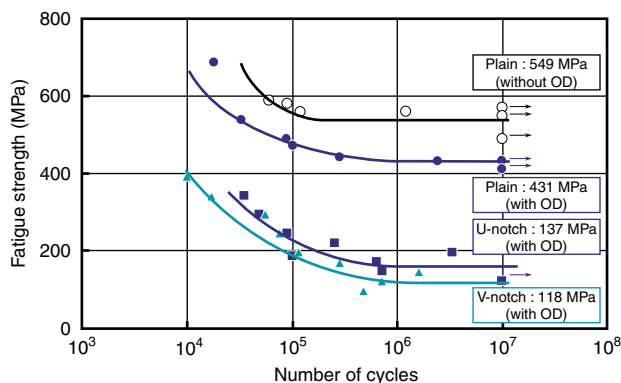


Fig. 8 Fatigue strength of Ti-64FE

Table 4 Comparison of fatigue strength

	Ti-64FE		Ti-6Al-4V	
	with OD	without OD	with OD	without OD
Plain	431	549	323	431
U-Notch	137	314	147	314
V-Notch	118	108	88	118

(MPa)

4.3. 溶接性

4.2.2. 項で作成した試験片を用い、TIG 溶接部の断面組織と不純物の偏析を調査した。結果を Fig. 9 に示す。断面組織観察によると、HTPR の母材および溶融部の組織は微細化の傾向にある。これは、不純物成分である Fe の影響であると思われる。EDSにより溶接部の成分偏析を調査したが、いずれの成分も著しい偏析は認められなかった。また、従来材と同一の溶接条件において、溶け込み量や熱影響を受ける範囲に差異がなく溶接性は同等である。

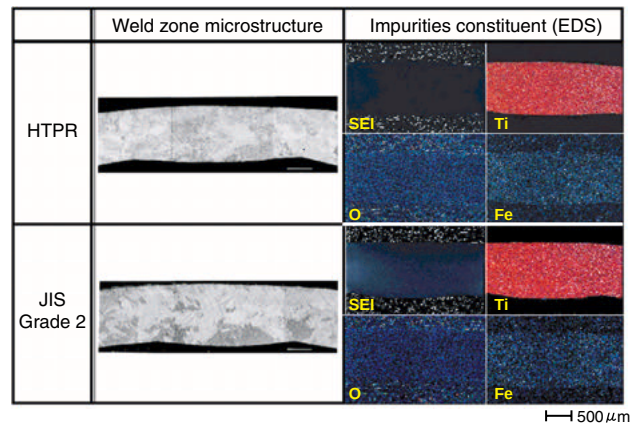


Fig. 9 Weld zone microstructure and impurities constituent

4.4. 耐摩耗性、耐焼付き性

チタンは金属面のままでは極めて焼付き易い性質がある。そのため、チタン部品の摺動面には焼付き防止の表面処理を必要とする。我々は従来から OD 処理により、耐焼付き性を確保してきた⁽⁶⁾。不純物の酸素拡散に対する影響を確認するため、現行材と Ti-64FE の OD 処理による組織、硬さ、ファレックス試験による限界焼付き荷重を比較した。ファレックス試験結果を Fig. 10 に示す。Ti-64FE の OD 処理組織や硬さに差異はなく、焼付き限界荷重は現行以上の値を示す。これは、母材の硬度が従来材より高いことによるものと推定できる。

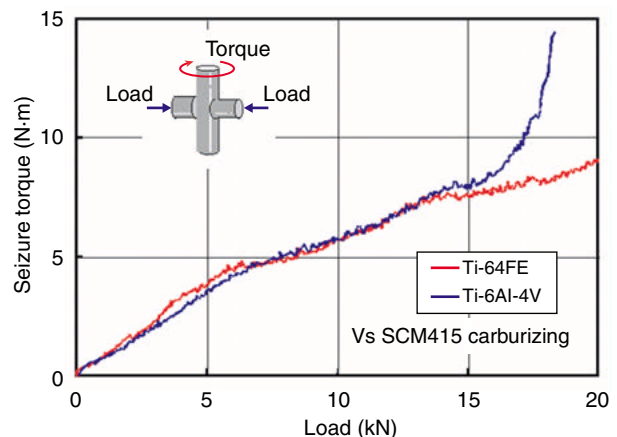


Fig. 10 Seizure property

4.5. プレス加工性

一般にチタンの冷間プレス加工性は、 n 値(加工硬化指数)が小さく、 r 値(異方性)が大きいことにより Table 5 のようにスチールと異なる特徴を示す⁽⁷⁾。また、HTPR を用いた場合の限界を把握するため、テストピースにより、部品製造にあたって必要となる成形性への影響を検証した。これらは、曲げ試験(曲げ加工性)、エリクセン試験(張り出し加工性)、穴広げ試験(伸びフランジ性)による。この結果を Table 6 に示す。HTPR は、およそ JIS 2 種と 3 種の中間にあたる特性値を示し、従来材よりやや成形性(特に曲げ性)が劣る。これは機械的性質の伸び値が最も密接に関係する。HTPR では JIS 2 種規格と同じ伸び値を設定しているものの、従来材の伸びの実力値が高いことによるものである。部品化にあたっては、これら特性値の差異を考慮した形状設計が非常に重要である。

4.6. 機械加工性

エンジン部品へのチタン合金適用にあたっては、生産性とコストを考慮する上で、機械加工性の差異の検証が重要である。前述のように、Ti-64FE では不純物の増加により母材硬度が高い傾向にある。このため機械加工性を、以前量産に適用したチタン部品の加工条件において Ti-64FE を加工した時間の差異で比較した。確認を行った機械加工工程は、フライス加工、ドリル加工、FB加工、仕上げ研削加工である。各工程とも、従来材料と同条件で同じ加工時間のデータが得られ、機械加工性に差異がないことが分かった。さら

に、これらの条件を、超硬一体ツールをスローアウェイ式に変更、加工条件(切削速度と送り量)の最適化、工具へのコーティング追加などの観点で見直すことにより、従来の 1/2 の加工時間まで短縮が可能であるという結果を得た。

5. 部品製造技術

5.1. マフラ

4.5.項で述べた冷間プレス加工の単独の成形因子評価に対し、実際の部品の製造においては各成形因子が複合化したものとなり、部品のプレス方案を設定する場合単独の成形因子評価では不充分である。このため、成形限界のマップとして、FLD(Forming Limit Diagram)を作成した⁽⁸⁾。これは、素板にスクライブドサークルを描き、この板を互いに垂直の種々の変形を与えた場合の最大(破断)ひずみ値をプロットしたものである。これにより、強加工部における成形進行に伴うひずみの成長パターンから、割れ発生の危険度あるいは割れ回避に対する安全度が推定できる。HTPR での FLD を Fig. 11 に示す。従来材と比較して張り出し成形領域において、方案を留意しなければならないことが分かる。

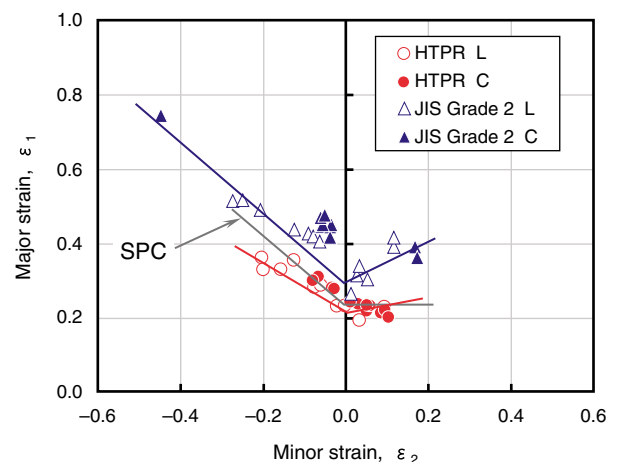


Fig. 11 Forming limit diagram of HTPR

Table 5 Property of the formability of titanium

1) Small $\sigma_{0.2} / E$	Poor	Large spring back
	Good	Easy sharp forming
2) Hard to carry out work hardening. (n Value)	Poor	Low limit of forming
		Easy to come out of sectional deformation
3) Large anisotropic (r Value)	Good	Excels as compared with steel sheets (deep drawing)
	Poor	Large radius of bend

Table 6 Formability of HTPR

	n Value		r Value		Erichsen cupping test	Guided bend test	Punch stretch test
	L direction	C direction	L direction	C direction	Erichsen Number	Radius of bend	$\phi 12$ Hole expansion
HTPR	0.131	0.085	2.3	5.6	8.5	1.5t	83%
JIS Grade 1	0.141	0.074	1.9	9.9	13.0	Close contact	165%
JIS Grade 2	0.135	0.089	2.5	6.3	10.5	Close contact	140%
JIS Grade 4	0.100	0.083	1.0	5.5	5.7	2.5t	64%
SUS304	0.470	0.511	1.0	1.0	—	—	—

L: Rolled direction

C: Rolled perpendicular direction

本マフラの外観上の特徴として、外筒の外観色が挙げられる。通常、チタンの外観色を得るためには、めっきなどの表面処理もしくは大気炉での加熱や陽極酸化による酸化干渉色を用いるのが一般的であるが、本マフラでは外筒にショットピーニングを施すことで今までの表面処理にない新しい外観を表現している。

5.2. エキゾーストパイプ

エキゾーストパイプは主に管の曲げ加工と溶接により製造される。特に CRF450R 用のエキゾーストパイプの曲げ加工には、 $\phi 41 \pm 1.0$ の管を R60 (1.5D) に U 字曲げを施すという非常に難しい加工が要求された。このため、引き曲げベンダに芯金を用いた。芯金材質には Cu 系合金を用い、その突き出し量、後方からの管押し荷重などの最適な曲げ条件を見出した。これにより、扁平率 95% 以上を確保した上で、前述の曲げ形状を安定して得ることができた。また、曲げ外 R 部の板厚減少も 10% 以内に抑えることができた。

エキゾーストパイプ構成部品との溶接は、主に TIG 溶接が用いられるが、エキゾーストパイプ口元のマウスカラーの接合には、生産性とコストを考慮してシーム溶接を適用した。シーム溶接では電流値、通電パルスパターン、加圧力が重要な要因である。HTTR では、JIS 2 種と同一の条件で良好なナゲットを得ることができた。

5.3. 吸気バルブ

吸気バルブの仕様を Table 7 に示す。部品コストの低減のために、材料を Ti-64FE とするほか、素形材の製造方法も大幅に変更した。一般にバルブの鍛造素材は、傘部をアップセット鍛造で行い製造するため、ステム径と略同径の線材が用いられる。しかしチタン線の製造には、圧延、伸線、焼鈍工程を繰り返し、表面酸化層の除去を行うため歩留まりが悪く棒材に比較して高価となる。そこで本バルブ素材の製法に、廉価な棒材からバルブの鍛造素材が得られる押し鍛造法を採用した。押し鍛造の条件では、特に温度に配慮した。低温では軸部の曲がりや傘の成形不足となり、 β 変態点近傍では軸部の割れが発生する。

Table 7 Specification of titanium inlet valve

Material	Ti-64FE	
Stem end	Oxygen diffusion	
Stem	Oxygen diffusion	
Face	Oxygen diffusion	

このため、不純物量の設定と成形条件により安定した成形ができる温度域を見出した。耐摩耗処理は、廉価な OD 処理を全面に施す仕様とした。併せて、前処理工程の簡略化も行った。これらにより、廉価な部品とすることが可能となった。

6. 実機での効果

従来のステンレス製と比較して、CRF450R のエキゾーストパイプでは 400g、CBR954RR のエキゾーストパイプとマフラではそれぞれ 1.3kg、1.2kg の軽量化効果を得ることができた。この軽量化は、良好な動力性能や操縦安定性能に寄与している。また、吸気バルブにおいては、大径傘でありながら重量を 25g とし、従来の耐熱鋼比 40% 以上の軽量化を達成した。これにより必要回転数領域での動弁系挙動の安定性を確保することが可能となった。また、バルブスプリングの格納スペースを最小限まで小さくし、カムシャフトを限界まで下げることを可能とした。これにより、シリンダヘッドの高さ増を抑制し軽量化でコンパクトなシリンダヘッドを実現した。これらの性能向上に対する効果に加え、チタン製部品という高い商品性をも持っている。

7. 結論

オフグレードスポンジチタンを原材料とした展伸材として、廉価かつ市況相場の価格に影響され難い純チタンとチタン合金を開発した。

- (1) 部品製造から要求される必要充分な特性値の検証と、酸素当量による不純物管理を行うことにより、オフグレードスポンジチタンの使用を可能とした。
- (2) 本材の特性諸値は現行材料と同等以上であり、従来と同じ設計基準で部品検討することが可能である。また、既存の設備で製造が可能であり、新たな投資を必要としない。
- (3) 材料とともに、現状の部品製造工程を見直すことにより量販車に廉価なチタン部品を提供することができた。

本技術は、自動車用チタンとしての原材料における基礎技術であり、更に他の工業分野のチタン合金にも広く応用展開が期待できる。

謝 辞

最後に材料について共同開発を行った新日本製鐵(株)、(株)神戸製鋼所、大同特殊鋼(株)および部品製造において三恵技研工業(株)、日鍛バルブ(株)の関係者の皆様に、深く感謝の意を表します。

参考文献

- (1) 堀池達ほか：「VFR800FI」の排気エミッション低減技術の紹介, HONDA R&D Technical Review Vol.10, p.42-48 (1998)
- (2) Tsukui, T. et al.: Development of the Directory Activated Variable Valve Control System, SAE Paper 1999-01-3319
- (3) 加藤剛志：PPC 炉の開発と装置について, チタン・ジルコニウム, Vol. 32, No.2, p.96 (1984)
- (4) 山田博之：電気製鋼, 54 巻, No.1, p.53 (1983)
- (5) (社)日本チタン協会刊, チタンの世界, p.27
- (6) 萩原好敏ほか：二輪車用軽量チタンコンロッド, HONDA R&D Technical Review, Vol.2, p.229-237 (1990)
- (7) (社)チタニウム協会編, チタンの加工技術, p.71
- (8) 日本塑性加工学会編, プレス絞り加工工程設計と型設計, コロナ社刊, p.16

■ 著 者 ■



丸井 勇治



木下 豊隆



高橋 恭