

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2018年6月14日(14.06.2018)



(10) 国際公開番号
WO 2018/105664 A1

(51) 国際特許分類:
B22F 9/04 (2006.01) C22C 14/00 (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01) C22C 21/00 (2006.01)
C22F 1/18 (2006.01) C22F 1/00 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2017/043858

(22) 国際出願日: 2017年12月6日(06.12.2017)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2016-237870 2016年12月7日(07.12.2016) JP

(71) 出願人: 三菱重工航空エンジン株式会社 (MITSUBISHI HEAVY INDUSTRIES AERO ENGINES, LTD.) [JP/JP]; 〒4850826 愛知県小牧市東田中1200番地 Aichi (JP).

(72) 発明者: 蘇 武 信 太 郎 (SOBU, Shintaro); 〒1088215 東京都港区港南二丁目16番5号 三菱重工業株式会社内 Tokyo (JP). 花田 忠之 (HANADA, Tadayuki); 〒4850826 愛知県

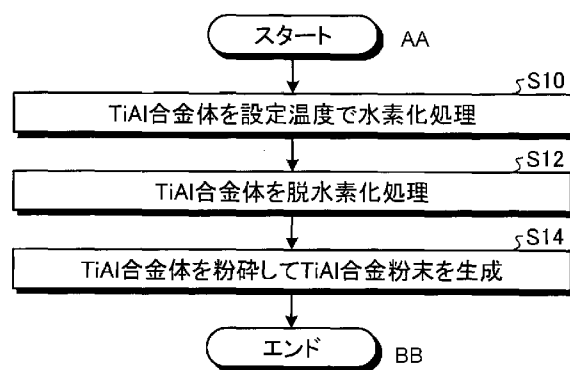
小牧市東田中1200番地 三菱重工航空エンジン株式会社内 Aichi (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人酒井国際特許事務所 (SAKAI INTERNATIONAL PATENT OFFICE); 〒1000013 東京都千代田区霞が関3丁目8番1号 虎の門三井ビルディング Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(54) Title: HYDROGENATION-DEHYDROGENATION METHOD FOR TiAl ALLOY AND METHOD FOR PRODUCING TiAl ALLOY POWDER

(54) 発明の名称: TiAl合金体の水素化脱水素化方法及びTiAl合金粉末の製造方法



S10 Hydrogenate TiAl alloy at set temperature
 S12 Dehydrogenate TiAl alloy
 S14 Produce TiAl alloy powder by pulverizing TiAl alloy
 AA Start
 BB End

(57) Abstract: According to the present invention, a powder of a TiAl alloy is adequately produced. A hydrogenation-dehydrogenation method for a TiAl alloy according to the present invention comprises: a hydrogenation step wherein a TiAl alloy is hydrogenated in an environment where the temperature is set to a temperature at which phase transformation to the β phase starts or higher; and a dehydrogenation step wherein the hydrogenated TiAl alloy is dehydrogenated.

(57) 要約: TiAl合金の粉末を適切に製造する。TiAl合金体の水素化脱水素化方法は、TiAl合金体を、β相への変態が開始する温度以上である設定温度の環境下で水素化処理する水素化処理ステップと、前記水素化処理を行ったTiAl合金体を、脱水素化処理する脱水素化処理ステップと、を有する。



WO 2018/105664 A1

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類 :

- 国際調査報告 (条約第21条(3))
- 補正された請求の範囲及び説明書 (条約第19条(1))

明 細 書

発明の名称：

T i A l 合金体の水素化脱水素化方法及びT i A l 合金粉末の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、T i A l 合金体の水素化脱水素化方法及びT i A l 合金粉末の製造方法に関する。

背景技術

[0002] T i A l 合金は、T i (チタン)とA l (アルミニウム)とが結合して構成される合金(金属間化合物)であり、軽量、かつ高温での強度が高いため、エンジンや航空宇宙機器の高温用構造材などへ適用されている。T i A l 合金は、展延性が低いなどの理由により、鍛造や鋳造などではなく焼結によって成形されることがある。この際、T i A l 合金の粉末を必要な形状に成形して、その成形体を焼結することで、T i A l 合金の製品を製造する。

[0003] T i A l 合金の粉末は、一般的に、T i A l 合金体(T i A l 合金のインゴット)をガスアトマイズ法などで微粉化することにより、製造される。また、特許文献1に示すように、チタンでは、水素化脱水素化(H D H : H y d r i d e - D e H y d r i d e)法を用いて、粉末を製造する場合がある。チタンを用いた水素化脱水素化法は、チタンを水素化処理することで脆性的な水素化物(水素化チタン)を形成する。これによりチタンの強度を低下させて、破碎性を向上させている。そして、この強度が低下したチタンを粉碎して、チタン粉末を製造する。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開平3-122205号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] しかし、ガスアトマイズ法では、粒径が小さい粉末を安定して得ることが

難しく、かつ、高コストとなる傾向がある。一方、水素化脱水素化法は、低コストであることに加え、粒径が小さい粉末を安定して得ることができる。しかし、TiAl合金は、金属間化合物を形成しているため、水素化物を形成しにくい。従って、チタンと同様な条件で水素化脱水素化処理を行っても、TiAl合金体の強度を低下させることが困難であり、TiAl合金の粉末を適切に製造することはできない。

[0006] 本発明は、上述した課題を解決するものであり、TiAl合金の粉末を適切に製造するTiAl合金体の水素化脱水素化方法及びTiAl合金粉末の製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0007] 上述した課題を解決し、目的を達成するために、本開示に係るTiAl合金体の水素化脱水素化方法は、TiAl合金体を、 β 相への相変態が開始する温度以上である設定温度の環境下で水素化処理する水素化処理ステップと、前記水素化処理を行ったTiAl合金体を、脱水素化処理する脱水素化処理ステップと、を有する。このTiAl合金体の水素化脱水素化方法は、 β 相への相変態が開始する温度以上とすることで、TiAl合金体内に β 相を生成させて、TiAl合金体内の水素の固溶量を増加させている。この水素化脱水素化方法は、このようにTiAl合金体に水素を固溶させることで、TiAl合金体の強度を適切に低下させて、TiAl合金の粉末を適切に製造することを可能としている。

[0008] 前記TiAl合金体の水素化脱水素化方法において、前記設定温度は、前記TiAl合金体が β 相へ完全に相変態する温度以上であることが好ましい。これにより、この水素化脱水素化方法は、TiAl合金体内の水素固溶量をより増加させて、TiAl合金体の強度をより適切に低下させることができる。従って、この水素化脱水素化方法を用いると、TiAl合金の粉末をより適切に製造することができる。

[0009] 前記TiAl合金体の水素化脱水素化方法において、前記設定温度は、前記TiAl合金体の融点より低い温度であることが好ましい。この水素化脱

水素化方法は、TiAl合金体を融点より低い温度とすることで、水素雰囲気下でL相のみの高温状態となることを抑制して、水素化処理をより安全に行うことが可能となる。

[0010] 前記TiAl合金体の水素化脱水素化方法において、設定温度は、1100℃以上1600℃未満であることが好ましい。この水素化脱水素化方法は、設定温度をこの温度範囲内とすることで、TiAl合金体内にβ相を適切に生成させ、かつ、TiAl合金体が溶融しない状態とする。従って、この水素化脱水素化方法は、TiAl合金の粉末をより適切に製造することができる。

[0011] 前記TiAl合金体の水素化脱水素化方法において、前記水素化処理ステップは、水素の分圧が大気圧以上となる環境下で水素化処理を行うことが好ましい。この水素化脱水素化方法は、これにより、TiAl合金体内の水素固溶量を増加させて、TiAl合金体の強度をより適切に低下させることができる。従って、この水素化脱水素化方法を用いると、TiAl合金の粉末をより適切に製造することができる。

[0012] 上述した課題を解決し、目的を達成するために、本開示に係るTiAl合金粉末の製造方法は、前記TiAl合金体の水素化脱水素化方法で前記脱水素化処理を行ったTiAl合金体を粉砕して、TiAl合金粉末を製造する。このTiAl合金粉末の製造方法は、水素化脱水素化方法によってTiAl合金体の強度を低下させているため、TiAl合金の粉末をより適切に製造することができる。

[0013] 上述した課題を解決し、目的を達成するために、本開示に係るTiAl合金粉末の製造方法は、前記TiAl合金体の水素化脱水素化方法で前記水素化処理を行ったTiAl合金体を粉砕し、粉砕したTiAl合金体を脱水素化処理して、TiAl合金粉末を製造する。このTiAl合金粉末の製造方法は、水素化処理によってTiAl合金体の強度を低下させているため、TiAl合金の粉末をより適切に製造することができる。

発明の効果

[0014] 本発明によれば、TiAl合金の粉末を適切に製造することができる。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]図1は、本実施形態に係るTiAl合金粉末製造システムの模式的なブロック図である。

[図2]図2は、本実施形態に係る水素化処理装置の模式図である。

[図3A]図3Aは、TiAl合金の状態図の一例を示す模式図である。

[図3B]図3Bは、TiAl合金の状態図の一例を示す模式図である。

[図4]図4は、本実施形態に係る脱水素化処理装置の模式図である。

[図5]図5は、TiAl合金粉末の製造方法を説明するフローチャートである。

[図6]図6は、実施例と比較例との圧縮破断強度の結果を示す表である。

発明を実施するための形態

[0016] 以下に添付図面を参照して、本発明の好適な実施形態を詳細に説明する。

なお、この実施形態により本発明が限定されるものではなく、また、実施形態が複数ある場合には、各実施形態を組み合わせるものも含むものである。

[0017] (実施形態)

図1は、本実施形態に係るTiAl合金粉末製造システムの模式的なブロック図である。本実施形態に係るTiAl合金粉末製造システム1は、TiAl合金体を用いてTiAl合金粉末を製造するシステムである。図1に示すように、TiAl合金粉末製造システム1は、水素化処理装置10と、脱水素化処理装置12と、粉砕装置14と、を有する。

[0018] 水素化処理装置10は、TiAl合金体A1に水素化処理を施す装置である。TiAl合金体A1は、TiAl合金の塊（インゴット）である。TiAl合金体A1は、TiAl合金（TiAl系金属間化合物）を主成分とする合金体である。本実施形態におけるTiAl合金とは、Ti（チタン）とAl（アルミニウム）とが結合した合金（TiAl、Ti₃Al、Al₃Ti等）であり、さらに混合物質が固溶していてもよい。ここでの混合物質は、

Ti及びAl以外の金属などの物質であり、例えば、Nb（ニオブ）、Cr（クロム）、V（バナジウム）、Mn（マンガン）、Mo（モリブデン）、W（タングステン）、Ta（タンタル）、Si（シリコン）及びC（カーボン）のうち少なくともいずれか一種を含有するものである。本実施形態において、TiAl合金体A1は、Tiが19.8重量%以上79.992重量%以下であり、Alが19.8重量%以上79.992重量%以下であり、混合物質が0重量%以上29.997重量%以下である。ただし、TiAl合金体A1は、Alを30重量%以上55重量%以下含むことが好ましい。この範囲でAlを含むことにより、後述するβ相を適切に生成することができる。ただし、TiAl合金体A1の成分比は、これに限られず任意であり、また、不可避的不純物を含んでもよい。

[0019] 図2は、本実施形態に係る水素化処理装置の模式図である。図2に示すように、水素化処理装置10は、水素化処理室20と、加熱部22と、水素供給部24と、を有する。水素化処理室20は、TiAl合金体A1に水素化処理を行うための容器又は部屋であり、外部から隔離可能となっている。加熱部22は、水素化処理室20内を所定の温度に加熱する装置である。水素供給部24は、水素化処理室20内の気体（空気等）を排出し、水素化処理室20内に水素を供給する装置である。

[0020] 水素化処理装置10を用いて水素化処理を行う場合、TiAl合金体A1を水素化処理室20の内部に収納する。そして、水素供給部24により、水素化処理室20内から空気を排出して、水素化処理室20内に水素を供給する。これにより、水素供給部24は、水素化処理室20内を水素雰囲気下にする。水素供給部24は、水素化処理室20内の水素分圧が大気圧と同じになるように、水素を供給する。なお、水素供給部24は、水素化処理室20内の水素分圧が大気圧以上となるように水素を供給することが好ましく、水素分圧が大気圧より高くなるように水素を供給してもよい。例えば、水素供給部24は、水素分圧を1bar以上10bar以下とすることが好ましい。ただし、水素化処理室20内の水素分圧は任意である。

[0021] 加熱部22は、水素化処理室20内を所定の設定温度まで加熱し、所定の設定時間の間、設定温度のまま維持する。これにより、水素化処理装置10は、TiAl合金体A1を、設定温度の環境下で水素化処理して、TiAl合金体A1に水素が固溶した水素固溶TiAl合金体A2を生成する。この設定温度は、 β 相変態開始温度T1以上の温度であり、融点温度T2より低い温度である。 β 相変態開始温度T1とは、TiAl合金体A1において、 β 相への相変態（ β 相への相の変化）が開始する温度である。融点温度T2は、TiAl合金体A1の融点であり、 β 相変態開始温度T1より高い温度である。また、設定温度は、 β 相変態完了温度T3以上であることが好ましい。 β 相変態完了温度T3は、TiAl合金体A1が β 相に完全に相変態する温度であり、 β 相変態開始温度T1より高く融点温度T2より低い。ただし、設定温度は、 β 相変態開始温度T1以上の温度であればよく、融点温度T2より低い温度でなくてもよい。

[0022] 以下、状態図を用いて、 β 相変態開始温度T1、 β 相変態完了温度T3、及び融点温度T2を説明する。図3Aは、TiAl合金の状態図の一例を示す模式図である。図3Aは、TiAl合金体A1の状態図の一例であり、横軸がAlの濃度、すなわち含有量（原子%）であり、縦軸がTiAl合金体A1の温度である。

[0023] 図3Aに示すように、TiAl合金体A1は、Alの含有量とTiAl合金体A1の温度とによって、金属相が変化する。図3Aの領域R1は、TiAl合金体A1が、 α 相（Ti単体の最密立方晶）を構成する領域である。領域R2は、領域R1に対しAlの含有量を増加させた位置に対応する領域である。TiAl合金体A1は、領域R2では、 α 相と α_2 相（Ti₃Alの最密立方晶）とを構成する。領域R3は、領域R2に対しAlの含有量を増加させた位置に対応する領域である。TiAl合金体A1は、領域R3では、 α_2 相を構成する。領域R4は、領域R3に対しAlの含有量を増加させた位置に対応する領域である。TiAl合金体A1は、領域R4では、 α_2 相と γ 相（TiAlの面心立方晶）とを構成する。

[0024] 領域R5は、領域R1から領域R4に対しTiA1合金体A1の温度を高くした位置に対応する領域である。TiA1合金体A1は、領域R5では、 α 相と β 相（Tiの体心立方晶）とを構成する。領域R6は、領域R5に対しTiA1合金体A1の温度を高くした位置に対応する領域である。TiA1合金体A1は、領域R6では、 β 相を構成する。領域R7は、領域R6に対しTiA1合金体A1の温度を高くした位置に対応する領域である。TiA1合金体A1は、領域R7では、 β 相とL相（液相）とを構成する。領域R8は、領域R7に対しTiA1合金体A1の温度を高くした位置に対応する領域である。TiA1合金体A1は、領域R8では、L相を構成する。なお、いずれの領域においても、各相には、混合物質が固溶している。

[0025] ここで、領域R5の温度が低い側の境界線、すなわち、領域R1から領域R4と、領域R5との境界線を、線L1とする。線L1は、それを超える温度になると β 相への相変態を開始する境界を示しているといえることができる。すなわち、線L1は、A1濃度毎の β 相変態開始温度T1を示している。また、領域R5の温度が高い側の境界線、すなわち領域R5と領域R6との境界線を、線L2とする。線L2は、それを超える温度になると、TiA1合金体A1から α 相が消滅して、 β 相へ完全に相変態する（ β 相のみとなる）境界を示しているといえることができる。すなわち、線L2は、A1濃度毎の β 相変態完了温度T3を示している。

[0026] また、領域R6の温度が高い側の境界線、すなわち領域R6と領域R7との境界線を、線L3とする。線L3は、それを超える温度になるとL相への相変態を開始する境界を示しているといえることができる。すなわち、線L3は、A1濃度毎のL相への相変態を開始する温度を示している。なお、水素化処理装置10は、設定温度を、このL相への相変態を開始する温度、すなわち β 相とL相とが共存を開始する温度以上としてもよく、さらにこの温度以上であって融点温度T2より低い温度としてもよい。また、領域R7の温度が高い側の境界線、すなわち領域R7と領域R8との境界線を、線L4とする。線L4は、それを超える温度になると、TiA1合金体A1から β 相

が消滅して、L相に完全に相変態する（L相のみとなる）境界を示しているということが出来る。すなわち、線L4は、A1濃度毎の融点温度T2を示している。

[0027] 線L1、L2、L4に示すように、 β 相変態開始温度T1、 β 相変態完了温度T3及び融点温度T2は、A1の含有量によって変化する。また、図3Aは、TiA1合金の状態図の一例を示すものであり、TiA1合金の状態図は、混合物質の種類や含有比に応じて変化する。図3Bは、TiA1合金の状態図の一例を示す模式図である。図3Bは、混合物質としてV（バナジウム）を含むTiA1合金の状態図の一例である。図3Bは、横軸がVの濃度（原子%）であり、縦軸がTiA1合金体A1の温度である。図3BのTiA1合金体A1は、A1が42%（原子%）含まれている。図3Bに示すように、Vが含まれたTiA1合金体A1は、 α 相と γ 相とが含まれる領域R9と、 β 相と γ 相とが含まれる領域R10と、を含む。図3A及び図3Bに示すように、TiA1合金は、相変態が起こる温度及びA1含有量（線L1から線L4の形状に相当）が、混合物質の種類や含有比に応じて変化する。すなわち、 β 相変態開始温度T1、 β 相変態完了温度T3及び融点温度T2は、A1濃度に加え、混合物質の種類や含有比によっても変化する。ただし、TiA1合金体A1の成分比がいずれの場合であっても、 β 相変態開始温度T1は、TiA1合金体A1の β 相への相変態が開始する温度であり、 β 相変態完了温度T3は、TiA1合金体A1の β 相への相変態が終了する（完全に β 相へ相変態する）温度であり、融点温度T2は、TiA1合金体A1の融点である。

[0028] TiA1合金体A1は、金属間化合物を形成しているため、水素と化学反応しにくく、水素化物を形成し難い。一方、TiA1合金体A1は、 β 相変態開始温度T1以上になると、 β 相の形成を開始する。 β 相は、原子間空隙が広く、水素トラップサイトも多いため、水素を固溶し易い。従って、TiA1合金体A1は、 β 相に相変態すると、水素の固溶量を増加させることができる。そのため、水素化処理装置10は、設定温度、すなわち β 相変態開

始温度 T_1 以上の環境下で、 $TiAl$ 合金体 A_1 に水素化処理を行っている。水素化処理装置 10 は、 β 相変態開始温度 T_1 以上とすることで、 $TiAl$ 合金体 A_1 に β 相を生成させる。そして、水素化処理装置 10 は、水素雰囲気下で $TiAl$ 合金体 A_1 の β 相に水素を固溶させて、すなわち $TiAl$ 合金体 A_1 内部に水素を取り込ませて、水素固溶 $TiAl$ 合金体 A_2 を生成する。水素固溶 $TiAl$ 合金体 A_2 は、水素を固溶することで、 $TiAl$ 合金体 A_1 よりも強度が低下する。水素固溶 $TiAl$ 合金体 A_2 は、水素以外の成分が、 $TiAl$ 合金体 A_1 と同じである。

[0029] 水素固溶 $TiAl$ 合金体 A_2 は、その後、常温まで自然冷却又は強制冷却される。水素固溶 $TiAl$ 合金体 A_2 は、冷却されることで、 β 相が α 相などに相変態するが、相変態に伴う固溶水素の放出、再配置などにより、脆化（強度低下）の要因となる。

[0030] なお、設定温度は、 1100°C 以上 1600°C 以下であることが好ましい。この温度範囲であれば、 $TiAl$ 合金体 A_1 内に β 相を適切に生成させ、かつ、 $TiAl$ 合金体 A_1 が溶融しない。また、設定温度は、 1300°C 以上 1600°C 以下であることがより好ましい。この温度範囲であれば、 $TiAl$ 合金体 A_1 を完全に β 相に相変態させつつ、 $TiAl$ 合金体 A_1 が溶融しない。また、水素化処理を行う設定時間、すなわち $TiAl$ 合金体 A_1 を設定温度下で水素雰囲気内に保持する時間は、任意であるが、 0.1 時間以上 24 時間以下であることが好ましい。

[0031] 次に、図 1 に示す脱水素化処理装置 12 について説明する。脱水素化処理装置 12 は、水素固溶 $TiAl$ 合金体 A_2 に脱水素化処理を行い、脱水素 $TiAl$ 合金体 A_3 を生成する。脱水素 $TiAl$ 合金体 A_3 は、水素固溶 $TiAl$ 合金体 A_2 から水素が除去されたものであり、 $TiAl$ 合金体 A_1 と同じ成分の合金体である。ただし、脱水素 $TiAl$ 合金体 A_3 は、水素化処理を経ているので、強度は $TiAl$ 合金体 A_1 より低いままとなっている。

[0032] 図 4 は、本実施形態に係る脱水素化処理装置の模式図である。図 4 に示すように、脱水素化処理装置 12 は、脱水素化処理室 30 と、加熱部 32 と、

排気部34と、を有する。脱水素化処理室30は、水素固溶TiAl合金体A2に脱水素化処理を行うための容器又は部屋であり、外部から隔離可能となっている。加熱部32は、脱水素化処理室30を所定の温度に加熱する装置である。排気部34は、脱水素化処理室30内の気体（空気等）を排出して真空とする装置である。

[0033] 脱水素化処理装置12は、水素固溶TiAl合金体A2が収納された脱水素化処理室30を、例えば400℃以上700℃以下の温度環境下の真空状態として、その状態を0.1時間以上24時間以下の間保持する。これにより、脱水素化処理装置12は、水素固溶TiAl合金体A2を脱水素化処理して、水素固溶TiAl合金体A2内部に固溶していた水素を放出させる。これにより、脱水素TiAl合金体A3が生成される。

[0034] このように、水素化処理装置10は、TiAl合金体A1に水素化処理を行って水素固溶TiAl合金体A2を生成し、脱水素化処理装置12は、水素固溶TiAl合金体A2に脱水素化処理を行って脱水素TiAl合金体A3を生成する。すなわち、水素化処理装置10及び脱水素化処理装置12は、TiAl合金体A1に水素化脱水素化処理を行う。

[0035] 図1に示す粉砕装置14は、例えばミルなどであるが、水素固溶TiAl合金体A2または脱水素TiAl合金体A3を粉砕可能であれば、任意の粉砕装置であってよい。粉砕装置14は、脱水素TiAl合金体A3を固体のまま粉砕して、TiAl合金粉末A4を製造する。脱水素TiAl合金体A3は、水素化処理によって強度が低下している。従って、粉砕装置14は、脱水素TiAl合金体A3を容易に粉砕することが可能となり、粒径が小さい粉末を容易に得ることができる。なお、粉砕装置14は、脱水素化処理前の水素固溶TiAl合金体A2を固体のまま粉砕して、TiAl合金粉末A4'を製造してもよい。水素固溶TiAl合金体A2は、水素化処理が行われているが、脱水素化処理は行われていないTiAl合金体である。TiAl合金粉末A4'は、脱水素化処理が行われていないTiAl合金体の粉末である。水素固溶TiAl合金体A2も、水素化処理によって強度が低下し

ているため、粉砕装置14は、水素固溶TiAl合金体A2を容易に粉砕可能である。この場合、TiAl合金粉末製造システム1は、TiAl合金粉末A4'を脱水素化処理装置12によって脱水素化処理して、TiAl合金粉末A4を製造する。なお、TiAl合金粉末A4は、成分がTiAl合金体A1と同じである。また、TiAl合金粉末A4は、粉砕により製造されるので、粒子それぞれが凹凸状となっている。

[0036] 次に、TiAl合金粉末A4の製造方法をフローチャートに基づき説明する。図5は、TiAl合金粉末の製造方法を説明するフローチャートである。図5に示すように、TiAl合金粉末製造システム1は、水素化処理装置10により、TiAl合金体A1を設定温度で水素化処理して（ステップS10；水素化処理ステップ）、水素固溶TiAl合金体A2を生成する。設定温度は、 β 相変態開始温度T1以上である。従って、水素化処理装置10は、TiAl合金体A1への水素固容量を増加させて、水素が固溶した水素固溶TiAl合金体A2を適切に生成できる。

[0037] 水素化処理を行った後、TiAl合金粉末製造システム1は、脱水素化処理装置12により、水素化処理されたTiAl合金体、すなわち水素固溶TiAl合金体A2を、脱水素化処理して（ステップS12；脱水素化処理ステップ）、脱水素TiAl合金体A3を生成する。具体的には、脱水素化処理装置12は、冷却された水素固溶TiAl合金体A2を所定温度の真空環境下において、水素固溶TiAl合金体A2内部に固溶していた水素を放出させて、脱水素TiAl合金体A3を生成する。

[0038] 脱水素化処理を行った後、TiAl合金粉末製造システム1は、粉砕装置14により脱水素化処理を行った後のTiAl合金体、すなわち脱水素TiAl合金体A3を粉砕して、TiAl合金粉末A4を生成する（ステップS14）。これにより、TiAl合金粉末A4の製造フローは終了する。

[0039] なお、TiAl合金粉末製造システム1は、水素化処理を行った後のTiAl合金体を、脱水素化処理の前に粉砕し、粉砕したTiAl合金体を脱水素化処理してもよい。この場合、TiAl合金粉末製造システム1は、ステ

ップS10で水素固溶TiAl合金体A2を生成した後、粉碎装置14により、水素固溶TiAl合金体A2を粉碎して、TiAl合金粉末A4'を生成する。その後、TiAl合金粉末製造システム1は、脱水素化処理装置12により、TiAl合金粉末A4'を脱水素化処理して、TiAl合金粉末A4を生成する。TiAl合金体は、水素化処理により強度が低下する。従って、以上説明したように、粉碎処理を行うのは、水素化処理を行った後であればよく、脱水素化処理の前でも後でもよい。

[0040] 以上説明したように、本実施形態に係るTiAl合金体の水素化脱水素化方法は、水素化処理ステップと、脱水素化処理ステップとを有する。水素化処理ステップは、TiAl合金体A1を、設定温度の環境下で水素化処理する。設定温度は、TiAl合金体A1の β 相への相変態が開始する温度（ β 相変態開始温度T1）以上である。脱水素化処理ステップは、水素化処理を行ったTiAl合金体A1（水素固溶TiAl合金体A2）を、脱水素化処理する。

[0041] この水素化脱水素化方法は、TiAl合金体A1を β 相変態開始温度T1以上に加熱することで、TiAl合金体A1内に β 相を生成させて、TiAl合金体A1内への水素固容量を増加させている。この水素化脱水素化方法は、このようにTiAl合金体A1に水素を固溶させることで、TiAl合金体A1の強度を適切に低下させる。そして、この水素化脱水素化方法は、脱水素化処理ステップを実行することにより、強度が低い状態に維持したまま、TiAl合金体A1に固溶した水素を除去することができる。この水素化脱水素化方法を用いると、TiAl合金体A1の強度を適切に低下させることができるため、粒径が小さいTiAl合金粉末A4を容易に製造することができる。また、水素化処理と脱水素化処理は、例えばガスアトマイズ法に比べて低コストで実行することができる。従って、この水素化脱水素化方法を用いると、TiAl合金の粉末を適切に製造することができる。

[0042] また、設定温度は、TiAl合金体A1が β 相へ完全に相変態する温度（ β 相変態完了温度T3）以上であることが好ましい。この水素化脱水素化方

法は、TiAl合金体A1を β 相変態完了温度T3以上に加熱することで、TiAl合金体A1の全ての相を β 相とすることができる。これにより、水素化脱水素化方法は、TiAl合金体A1内の水素固容量を増加させて、TiAl合金体A1の強度をより適切に低下させることができる。従って、この水素化脱水素化方法を用いると、TiAl合金の粉末をより適切に製造することができる。

[0043] また、設定温度は、TiAl合金体A1の融点（融点温度T2）より低い温度であることが好ましい。この水素化脱水素化方法は、TiAl合金体A1を β 相変態開始温度T1以上であって融点温度T2より低い温度とすることで、水素雰囲気下でL相のみの高温状態となることを抑制して、水素化処理をより安全に行うことが可能となる。

[0044] また、設定温度は、1100℃以上1600℃以下であることが好ましい。この水素化脱水素化方法は、設定温度をこの温度範囲内とすることで、TiAl合金体A1内に β 相を適切に生成させ、かつ、TiAl合金体A1が溶融しない状態とする。従って、この水素化脱水素化方法は、TiAl合金の粉末をより適切に製造することができる。

[0045] また、水素化処理ステップは、水素の分圧が大気圧以上となる環境下で水素化処理を行うことが好ましい。これにより、水素化脱水素化方法は、TiAl合金体A1内の水素固容量を増加させて、TiAl合金体A1の強度をより適切に低下させることができる。従って、この水素化脱水素化方法を用いると、TiAl合金の粉末をより適切に製造することができる。

[0046] また、本実施形態に係るTiAl合金粉末の製造方法は、上記の水素化脱水素化方法で脱水素化処理を行ったTiAl合金体（脱水素TiAl合金体A3）を粉砕して、TiAl合金粉末A4を製造する。このTiAl合金粉末の製造方法は、水素化脱水素化方法によってTiAl合金体A1の強度を低下させているため、粒径が小さいTiAl合金粉末A4を容易に製造することができ、かつ低コストでの製造が可能となる。従って、この製造方法を用いると、TiAl合金の粉末をより適切に製造することができる。

[0047] また、本実施形態に係るTiAl合金粉末の製造方法は、上記の水素化脱水素化方法で水素化処理を行ったTiAl合金体（水素固溶TiAl合金体A2）を粉砕し、粉砕したTiAl合金体（TiAl合金粉末A4'）を脱水素化処理して、TiAl合金粉末A4を製造してもよい。このTiAl合金粉末の製造方法は、水素化脱水素化方法によってTiAl合金体A1の強度を低下させているため、粒径が小さいTiAl合金粉末A4を容易に製造することができ、かつ低コストでの製造が可能となる。従って、この製造方法を用いると、TiAl合金の粉末をより適切に製造することができる。

[0048] （実施例）

次に、本実施形態の実施例について説明する。本実施例では、Nbを混合物質として含有するTiAl合金体を、設定温度を1400℃、すなわちβ相変態開始温度T1以上として、5時間の水素化処理を行った。そして、水素化処理した後のTiAl合金体を、800℃で3時間の脱水素化処理を行った。その後、脱水素化処理した後のTiAl合金体の圧縮破断強度を測定した。また、水素化処理前、水素化処理後、脱水素化処理後のそれぞれにおけるTiAl合金体の水素含有量を、不活性ガス溶融法を用いて測定した。

[0049] また、比較例1として、同成分のTiAl合金体について、水素化処理を行わないまま、圧縮破断強度を測定した。そして、比較例2として、同成分のTiAl合金体について、700℃、すなわちβ相変態開始温度T1より低い温度で、5時間の水素化処理を行い、その後800℃で3時間の脱水素化処理を行った。比較例2では、その脱水素化処理後のTiAl合金体の圧縮破断強度を測定した。

[0050] 実施例において、水素化処理前のTiAl合金体は、含有水素量が8ppmであり、水素化処理後のTiAl合金体は、含有水素量が110ppmであり、脱水素化処理後のTiAl合金体は、含有水素量が8ppmであった。すなわち、本実施例のように水素化処理を行うと、水素が十分にTiAl合金体内に固溶し、脱水素化処理により、水素が十分に除去されることが分かる。

[0051] 図6は、実施例と比較例との圧縮破断強度の結果を示す表である。図6に示すように、実施例で脱水素化処理を行った後のTiAl合金体は、2つのサンプルの圧縮破断強度が、それぞれ890MPa、967MPaであった。一方、比較例1で水素化処理を行わないTiAl合金体は、2つのサンプルの圧縮破断強度が、それぞれ1710MPa、1672MPaであった。また、比較例2で脱水素化処理を行った後のTiAl合金体は、2つのサンプルの圧縮破断強度が、それぞれ1488MPa、1506MPaであった。このように、 β 相変態開始温度 T_1 以上で水素化処理を行うと、その後脱水素化処理を行った場合でも、圧縮破断強度が低下することが分かる。本実施例によると、このように圧縮強度が低下するため、TiAl合金粉末A4の破碎性が向上し、粒径が小さいTiAl合金粉末A4を容易に製造することが可能となることが分かる。

[0052] 以上、本発明の実施形態を説明したが、この実施形態の内容により実施形態が限定されるものではない。また、前述した構成要素には、当業者が容易に想定できるもの、実質的に同一のもの、いわゆる均等の範囲のものが含まれる。さらに、前述した構成要素は適宜組み合わせることが可能である。さらに、前述した実施形態の要旨を逸脱しない範囲で構成要素の種々の省略、置換又は変更を行うことができる。

符号の説明

- [0053] 1 TiAl合金粉末製造システム
- 10 水素化処理装置
 - 12 脱水素化処理装置
 - 14 粉碎装置
 - 20 水素化処理室
 - 22、32 加熱部
 - 24 水素供給部
 - 30 脱水素化処理室
 - 34 排気部

- A 1 T i A l 合金体
- A 2 水素固溶 T i A l 合金体
- A 3 脱水素 T i A l 合金体
- A 4 T i A l 合金粉末
- T 1 β 相変態開始温度
- T 2 融点温度
- T 3 β 相変態完了温度

請求の範囲

- [請求項1] TiAl合金体を、 β 相への相変態が開始する温度以上である設定温度の環境下で水素化処理する水素化処理ステップと、
前記水素化処理を行ったTiAl合金体を、脱水素化処理する脱水素化処理ステップと、
を有するTiAl合金体の水素化脱水素化方法。
- [請求項2] 前記設定温度は、前記TiAl合金体が β 相へ完全に相変態する温度以上である、請求項1に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法。
- [請求項3] 前記設定温度は、前記TiAl合金体の融点より低い温度である、請求項1又は請求項2に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法。
- [請求項4] 前記設定温度は、1100℃以上1600℃未満である、請求項1から請求項3のいずれか1項に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法。
- [請求項5] 前記水素化処理ステップは、水素の分圧が大気圧以上となる環境下で水素化処理を行う、請求項1から請求項4のいずれか1項に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法。
- [請求項6] 請求項1から請求項5のいずれか1項に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法で前記脱水素化処理を行ったTiAl合金体を粉砕して、TiAl合金粉末を製造する、TiAl合金粉末の製造方法。
- [請求項7] 請求項1から請求項5のいずれか1項に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法で前記水素化処理を行ったTiAl合金体を粉砕し、粉砕したTiAl合金体を脱水素化処理して、TiAl合金粉末を製造するTiAl合金粉末の製造方法。

補正された請求の範囲
[2018年5月2日(02.05.2018) 国際事務局受理]

[請求項1] (補正後) TiAl合金体を、 β 相への相変態が開始する温度以上である設定温度の環境下で水素化処理する水素化処理ステップと、

前記水素化処理を行ったTiAl合金体を、脱水素化処理する脱水素化処理ステップと、
を有し、

前記設定温度は、1100°C以上1600°C以下である、TiAl合金体の水素化脱水素化方法。

[請求項2] 前記設定温度は、前記TiAl合金体が β 相へ完全に相変態する温度以上である、請求項1に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法。

[請求項3] 前記設定温度は、前記TiAl合金体の融点より低い温度である、請求項1又は請求項2に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法。

[請求項4] (削除)

[請求項5] (補正後) 前記水素化処理ステップは、水素の分圧が大気圧以上となる環境下で水素化処理を行う、請求項1から請求項3のいずれか1項に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法。

[請求項6] (補正後) 請求項1から請求項3及び請求項5のいずれか1項に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法で前記脱水素化処理を行ったTiAl合金体を粉砕して、TiAl合金粉末を製造する、TiAl合金粉末の製造方法。

[請求項7] (補正後) 請求項1から請求項3及び請求項5のいずれか1項に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法で前記水素化処理を行ったTiAl合金体を粉砕し、粉砕したTiAl合金体を脱水素化処理して、TiAl合金粉末を製造するTiAl合金粉末の製造方法。

[請求項8] (追加) 前記設定温度は、1300°C以上1600°C以下である、請求項1から請求項3及び請求項5のいずれか1項に記載のTiAl合金体の水素化脱水素化方法。

条約第 19 条（1）に基づく説明書

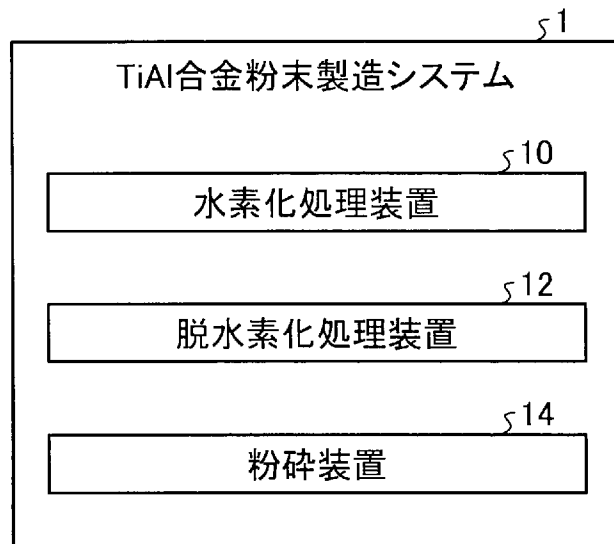
請求項 1 を、請求項 4 で限定した。

請求項 4 を、請求項 1 に統合したため削除した。

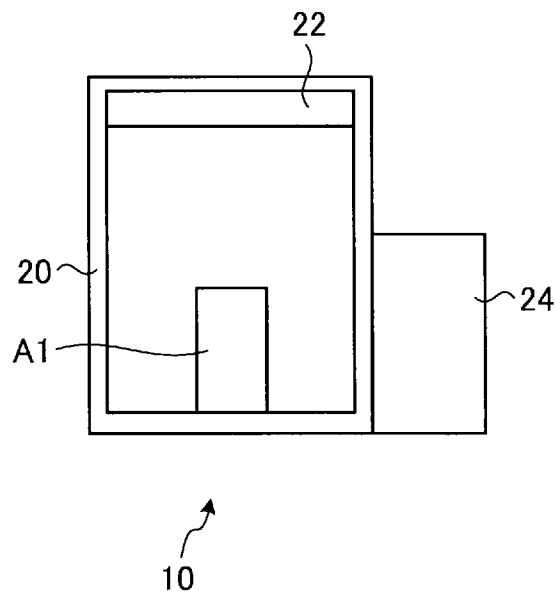
請求項 5 - 7 を、請求項 4 の削除に伴い、従属関係を修正した。

明細書の段落[0030]に基づく設定温度を限定した内容で、請求項 8 を追加した。

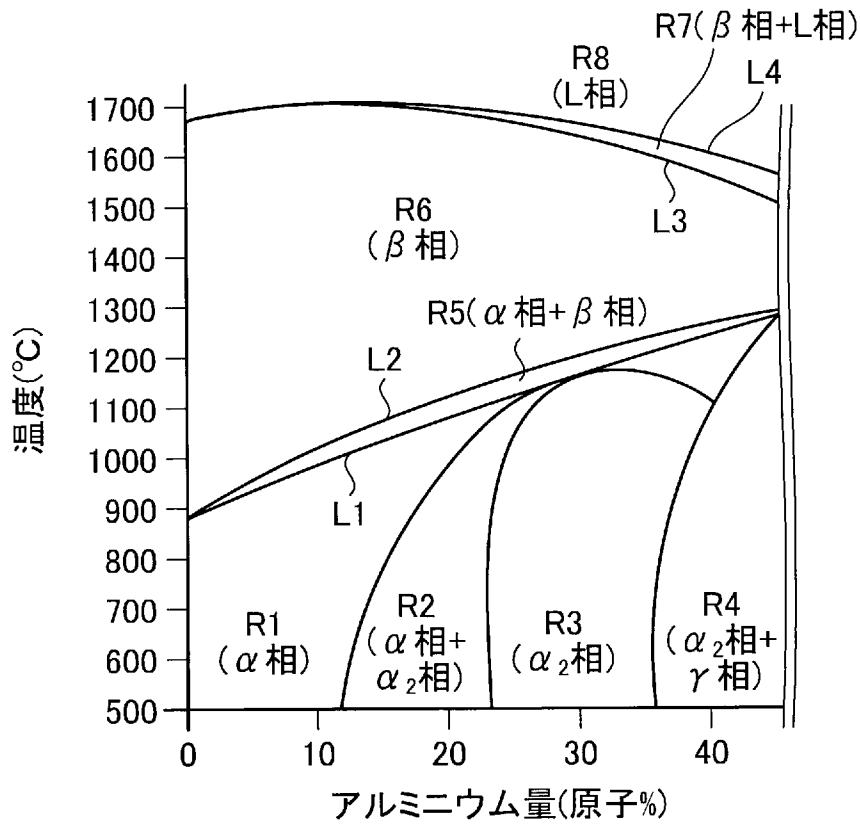
[図1]



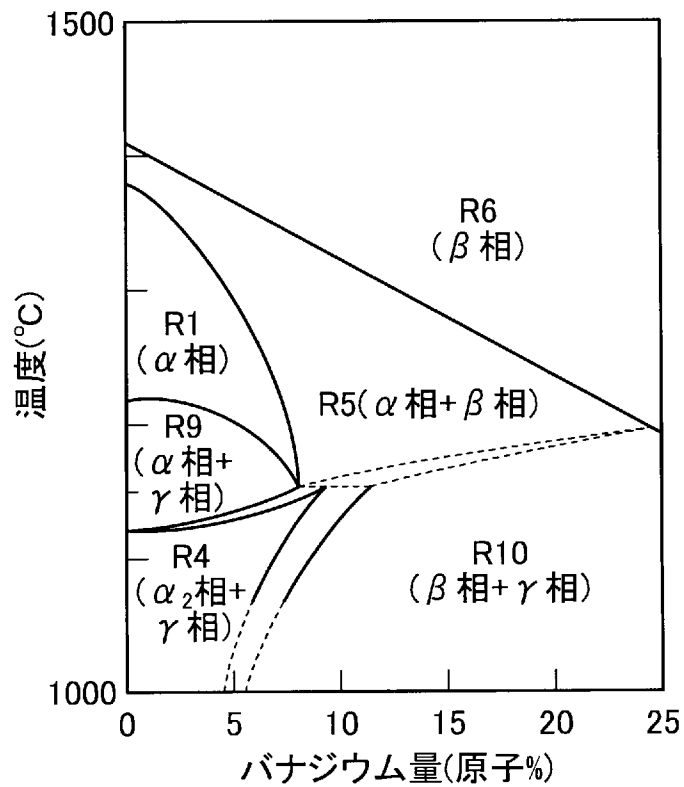
[図2]



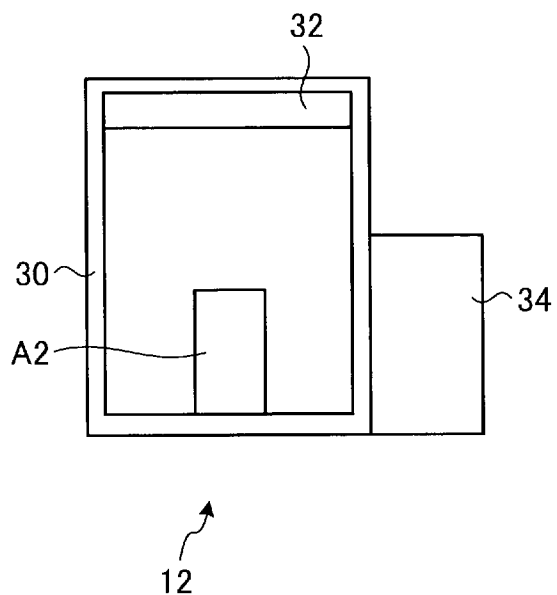
[図3A]



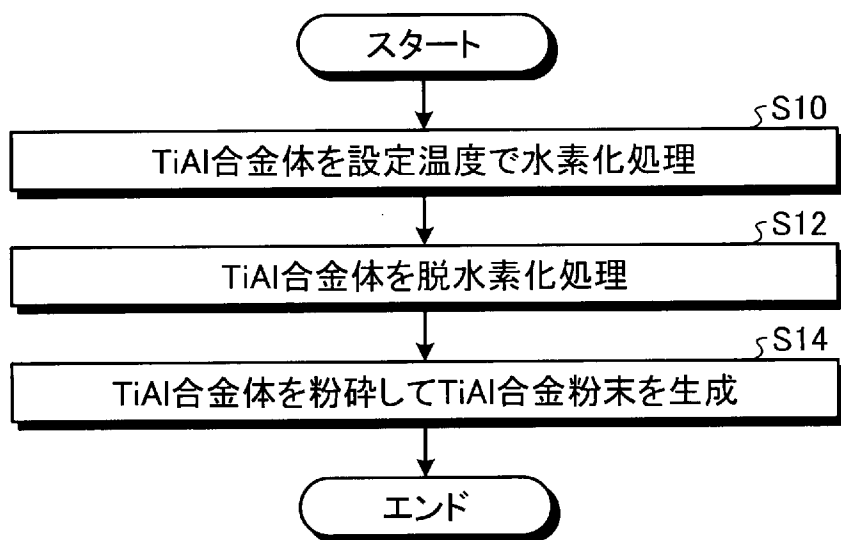
[図3B]



[図4]



[図5]



[図6]

	圧縮破断強度(MPa)
実施例 (1400°C水素化处理)	890
	967
比較例1 (水素化处理なし)	1710
	1672
比較例2 (700°C水素化处理)	1488
	1506

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2017/043858

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. B22F9/04(2006.01)i, B22F1/00(2006.01)i, C22F1/18(2006.01)i, C22C14/00(2006.01)n, C22C21/00(2006.01)n, C22F1/00(2006.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. B22F9/00-9/30, B22F1/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2009-221603 A (HITACHI METALS LTD.) 01 October 2009, paragraphs [0011]-[0028], fig. 1-3 (Family: none)	1-7
A	JP 5-339606 A (TOHO TITANIUM CO., LTD.) 21 December 1993, entire text, fig. 1 (Family: none)	1-7
A	JP 2013-53333 A (TOHO TITANIUM CO., LTD.) 21 March 2013, entire text (Family: none)	1-7

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date
 “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 “X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 “Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 “&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
19 February 2018

Date of mailing of the international search report
06 March 2018

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

<p>A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））</p> <p>Int.Cl. B22F9/04(2006.01)i, B22F1/00(2006.01)i, C22F1/18(2006.01)i, C22C14/00(2006.01)n, C22C21/00(2006.01)n, C22F1/00(2006.01)n</p>														
<p>B. 調査を行った分野</p> <p>調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））</p> <p>Int.Cl. B22F9/00-9/30, B22F1/00</p>														
<p>最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの</p> <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2018年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2018年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2018年</td> </tr> </table>			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2018年	日本国実用新案登録公報	1996-2018年	日本国登録実用新案公報	1994-2018年				
日本国実用新案公報	1922-1996年													
日本国公開実用新案公報	1971-2018年													
日本国実用新案登録公報	1996-2018年													
日本国登録実用新案公報	1994-2018年													
<p>国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）</p> <p>JSTPlus (JDreamIII)</p>														
<p>C. 関連すると認められる文献</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>引用文献の カテゴリー*</th> <th>引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示</th> <th>関連する 請求項の番号</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X</td> <td>JP 2009-221603 A（日立金属株式会社）2009.10.01, [0011]-[0028], 図1-3（ファミリーなし）</td> <td>1-7</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 5-339606 A（東邦チタニウム株式会社）1993.12.21, 全文, 図1 （ファミリーなし）</td> <td>1-7</td> </tr> <tr> <td>A</td> <td>JP 2013-53333 A（東邦チタニウム株式会社）2013.03.21, 全文 （ファミリーなし）</td> <td>1-7</td> </tr> </tbody> </table>			引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号	X	JP 2009-221603 A（日立金属株式会社）2009.10.01, [0011]-[0028], 図1-3（ファミリーなし）	1-7	A	JP 5-339606 A（東邦チタニウム株式会社）1993.12.21, 全文, 図1 （ファミリーなし）	1-7	A	JP 2013-53333 A（東邦チタニウム株式会社）2013.03.21, 全文 （ファミリーなし）	1-7
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号												
X	JP 2009-221603 A（日立金属株式会社）2009.10.01, [0011]-[0028], 図1-3（ファミリーなし）	1-7												
A	JP 5-339606 A（東邦チタニウム株式会社）1993.12.21, 全文, 図1 （ファミリーなし）	1-7												
A	JP 2013-53333 A（東邦チタニウム株式会社）2013.03.21, 全文 （ファミリーなし）	1-7												
<p>☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。</p>														
<p>* 引用文献のカテゴリー</p> <table border="0"> <tr> <td>「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの</td> <td>「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの</td> </tr> <tr> <td>「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの</td> <td>「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの</td> </tr> <tr> <td>「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）</td> <td>「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの</td> </tr> <tr> <td>「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献</td> <td>「&」 同一パテントファミリー文献</td> </tr> <tr> <td>「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願</td> <td></td> </tr> </table>			「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの	「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの	「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）	「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの	「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」 同一パテントファミリー文献	「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願			
「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの													
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの	「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの													
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）	「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの													
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」 同一パテントファミリー文献													
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願														
<p>国際調査を完了した日</p> <p>19.02.2018</p>	<p>国際調査報告の発送日</p> <p>06.03.2018</p>													
<p>国際調査機関の名称及びあて先</p> <p>日本国特許庁（ISA/J P）</p> <p>郵便番号100-8915</p> <p>東京都千代田区霞が関三丁目4番3号</p>	<p>特許庁審査官（権限のある職員）</p> <p>酒井 英夫</p> <p>電話番号 03-3581-1101 内線 3425</p>	<table border="1"> <tr> <td>4E</td> <td>9631</td> </tr> </table>	4E	9631										
4E	9631													