

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02011/152359

発行日 平成25年8月1日(2013.8.1)

(43) 国際公開日 平成23年12月8日(2011.12.8)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 2 2 C 1/05 (2006.01)	C 2 2 C 1/05 A	4 K O 1 7
C 2 2 C 14/00 (2006.01)	C 2 2 C 14/00 Z	4 K O 1 8
C 2 2 C 1/00 (2006.01)	C 2 2 C 1/00 S	
B 2 2 F 1/00 (2006.01)	B 2 2 F 1/00 R	
B 2 2 F 9/02 (2006.01)	B 2 2 F 9/02 A	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 21 頁) 最終頁に続く

出願番号 特願2012-518385 (P2012-518385)	(71) 出願人 390007227 東邦チタニウム株式会社 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号
(21) 国際出願番号 PCT/JP2011/062392	
(22) 国際出願日 平成23年5月30日(2011.5.30)	
(31) 優先権主張番号 特願2010-124567 (P2010-124567)	(74) 代理人 100096884 弁理士 未成 幹生
(32) 優先日 平成22年5月31日(2010.5.31)	
(33) 優先権主張国 日本国(JP)	(72) 発明者 叶野 治 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号 東邦チタニウム株式会社内
	(72) 発明者 高取 英男 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号 東邦チタニウム株式会社内
	(72) 発明者 菅原 智 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号 東邦チタニウム株式会社内

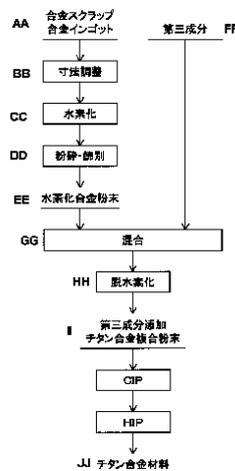
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミックスを含有したチタン合金複合粉およびその製造方法、これを用いた緻密化されたチタン合金材およびその製造方法

(57) 【要約】

チタン合金スクラップおよびチタン合金インゴットを原料として、粉末法により、品質の優れたチタン合金粉、チタン合金材およびその製造方法を提供する。チタン合金原料を水素化して水素化チタン合金とし、粉碎・篩別により、水素化チタン合金粉を得、SiC、TiC、SiO_x、TiO_x (ここで、添字xは、1 x 2の範囲をとる実数である)、またはAl₂O₃から選択されたセラミックス粉を添加し、水素化チタン合金粉とセラミックス材料粉との混合物を脱水素処理するチタン合金複合粉。また、このチタン合金複合粉をCIP処理後、次いでHIP処理して得られる緻密なチタン合金材、及びこれらの製造方法、およびこのチタン合金複合粉をカプセル封入後HIP処理して得られる緻密なチタン合金材及びこれらの製造方法。

【図1】



AA Alloy scraps, alloy ingots
 BB Adjust dimensions
 CC Hydrate
 DD Crush / sieve
 EE Hydrogenated alloy powder
 FF Third component
 GG Mix
 HH Dehydrogenate
 II Add third component; titanium alloy composite powder
 JJ Titanium alloy material

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

チタン合金粉に、セラミックス粉が配合されていることを特徴とするチタン合金複合粉。

【請求項 2】

前記セラミックスが、 SiC 、 TiC 、 SiO_x 、 TiO_x （ここで、添字 x は、 $1 < x < 2$ の範囲をとる実数である）または、 Al_2O_3 の中から少なくとも 1 種以上選択されたものであることを特徴とする請求項 1 に記載のチタン合金複合粉。

【請求項 3】

前記セラミックス粉の添加量は、1 種類の混合の場合は $0.01 \sim 0.15 \text{ wt} \%$ であり、2 種類以上複合添加した場合の合計量は $0.01 \sim 0.3 \text{ wt} \%$ であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のチタン合金複合粉。

10

【請求項 4】

前記チタン合金粉の粒度が、 $150 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載のチタン合金複合粉。

【請求項 5】

前記チタン合金粉は、アルミニウムおよびバナジウムを含有、または、アルミニウムおよびバナジウムに加えて、ジルコニウム、スズ、モリブデン、鉄、クロムの中から少なくとも 1 種または 2 種以上含有されていることを特徴とする請求項 1 に記載のチタン合金複合粉。

20

【請求項 6】

チタン合金原料を水素化して水素化チタン合金原料とし、前記水素化チタン合金原料を粉砕して水素化チタン合金粉とした後にセラミックス粉を添加するか、または脱水素してからセラミックス粉を添加することを特徴とするチタン合金複合粉の製造方法。

【請求項 7】

請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載のチタン合金複合粉を原料とし、これを加圧成形されて得られたことを特徴とするチタン合金材。

【請求項 8】

チタン合金材の真密度に対するチタン合金材の密度の比が、 99% 以上であることを特徴とする請求項 7 に記載のチタン合金材。

30

【請求項 9】

前記チタン合金中には、チタン化合物が分散しており、前記チタン化合物が、チタン合金粉に添加されたセラミックス粉がチタン合金粉中に固溶する際に副生したものであることを特徴とする請求項 7 または 8 に記載のチタン合金材。

【請求項 10】

前記チタン化合物が、 TiC 、 TiSi_2 または TiO_2 であることを特徴とする請求項 7 ~ 9 のいずれかに記載のチタン合金材。

【請求項 11】

請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載のチタン合金複合粉に対して HIP 処理後次いで HIP 処理を行う方法、または、チタン合金複合粉をカプセル封入後 HIP 処理する方法のいずれかの方法で緻密化することを特徴とするチタン合金材の製造方法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本願発明は、チタン合金複合粉およびその製造方法、これを用いたチタン合金材およびその製造方法に係り、特に、チタン合金スクラップまたはチタン合金インゴットを原料としたチタン合金材料およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

50

チタン合金は、中でも特にTi - 6 Al - 4 V合金は、航空機用として古くから知られている。このチタン合金は、Al - V合金を適切な量だけ配合した後、プレス成形してブリケットとし、次いで前記ブリケットを相互に接合することで溶解用電極とし、この溶解用電極を真空アーク溶解炉にセットして真空中で溶解して、合金インゴットを製造する真空アーク溶解法で製造される。または、チタン材およびAl - V母合金からなる溶解原料をハースに供給して電子ビームを照射してこれらを溶解させ、この溶湯を下流に設けた鋳型に流し込んで合金インゴットを製造する電子ビーム溶解法によっても製造される。

【0003】

しかしながら、溶解法においては、合金原料である微細な顆粒状原料を溶湯に分散させようとしても、顆粒状原料同士が溶解時に溶湯内で凝集し、均一に分散させることが難しい、という課題を有する。

10

【0004】

さらに、Ti - 6 Al - 4 V合金では、合金原料であるAl - V母合金が高価なために、結果的に溶製されたチタン合金インゴットのコストが高価になり、更なる市場拡大のためには、現状に比べて安価なチタン合金材の製造方法が求められている。

【0005】

上述の溶解法に対して、粉末法においては、原料粉末と微細粒子の混合が均一であれば、焼結後の製品も微細粒子が均一に分散した状態が維持される。

【0006】

しかしながら、チタン合金粉は、純チタン粉に比べて、加工性あるいは成形性が悪く、その結果、焼結密度が上がりにくいという別の課題があることが知られている。特に、Ti - 6 Al - 4 V合金に対しては、塑性変形能が小さく、よって、粉末法による通常の方法では、焼結密度が上がり難いという課題がある（例えば、特許文献1参照）。

20

【0007】

そのために、6 Al - 4 V合金の粉末法では、チタン合金粉末ではなく、純チタン粉末とAl - 40% V金粉末を原料とする素元素混合法（以降、BE法「Blended Elemental Powder Metallurgy Process」と呼ぶ場合がある。）が用いられている。

【0008】

しかしながら、素元素混合法の場合に用いるAl - 40% V粉末またはAl粉末およびV粉末は、いずれも非常に高価であるために、粉末法で製造したチタン合金も非常に高価なものとなる。

30

【0009】

また、通常は、粉末成形された固形分を真空焼結後、更に、HIP（Hot Isostatic Press、熱間等方圧圧縮）処理することにより緻密なチタン合金材が製造されている。しかし、一般にHIP処理は、プロセス費用が高く、製品も非常に高額になってしまうために、特殊な用途に限定されているのが現状である。

【0010】

このような点については、例えば、素粉末混合法をハンター法で製造された安価なチタン粉末とする技術、第三成分を添加して強度や靱性が改善されることを記した公知文献も知られている（例えば、特許文献1および非特許文献1参照）。

40

【0011】

しかしながら、特許文献1には、焼結後のチタン合金中の気孔径が、50 μm以下と規定されており、同文献に開示されている材料よりも、更に高い強度が求められる材料には、更に気孔径の小さいチタン合金が求められ、この点についての改善が求められている。

【0012】

このように、チタン合金粉を真空焼結後、更にHIP処理した場合であっても、残留空孔が生じて、製造されたチタン合金材の焼結密度が上がらないという課題が残されている。

【先行技術文献】

50

【特許文献】

【0013】

【特許文献1】特開平5 - 009630号公報

【非特許文献】

【0014】

【非特許文献1】齋藤卓、古田忠彦著、豊田中央研究所R & Dレビュー Vol. 29 (1994) No. 3 (9月)第49頁

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0015】

10

本願発明は、チタン合金スクラップまたはチタン合金インゴットを原料として、粉末法により、品質の優れたチタン合金複合粉、チタン合金材およびそ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】

【0016】

20

かかる実情に鑑み前記課題について鋭意検討を進めたところ、前記チタン合金スクラップまたはチタン合金インゴットを原料として、これを、水素化して、水素化チタン合金とした後、粉碎・篩別して水素化チタン合金粉とし、これに、第三の成分を添加した後、脱水素することにより、または、前記チタン合金スクラップまたはチタン合金インゴットを原料として、これを、水素化して、水素化チタン合金とした後、粉碎・篩別して水素化チタン合金粉とし、脱水素することにより、チタン合金粉を得、これに、第三の成分を添加することにより、組成の均一なチタン合金複合粉を安価に製造できることを知見し、本願発明を完成するに至った。

【0017】

すなわち、本願発明のチタン合金複合粉は、セラミックス粉が添加されていることを特徴とするもので、さらに、前記セラミックスが、SiC、TiC、SiO_x、TiO_xまたは、Al₂O₃の中から少なくとも1種以上選択されたものであることを好ましい態様とするものである。ここで、添字xは、1 x 2の範囲をとる実数である。

【0018】

30

本願発明にかかるチタン合金粉は、チタン合金粉に添加するセラミックス粉のそれぞれの添加量が、0.01~0.15wt%であって、更に、2種以上複合添加した場合の合計量が、0.01~0.3wt%であることを好ましい態様とするものである。

【0019】

本願発明にかかるチタン合金粉は、チタン合金粉の粒度が、150μm以下であることを好ましい態様とするものである。

【0020】

40

本願発明にかかるチタン合金粉は、前記チタン合金粉原料が、アルミニウムおよびバナジウムを含有、または、アルミニウムおよびバナジウムに加えてジルコニウム、スズ、モリブデン、鉄、クロムの中から少なくとも1種または2種以上含有されていることを特徴とするものである。

【0021】

本願発明にかかるチタン合金粉の製造方法は、チタン合金原料を水素化して水素化チタン合金原料とした後、粉碎して水素化チタン合金粉とし、セラミックス粉を添加してから脱水素するか、または、脱水素してからセラミックス粉を添加混合することを特徴とするものである。

【0022】

本願発明に係るチタン合金材の製造方法は、上述のチタン合金複合粉を、CIP処理(Cold Isostatic Press、冷間等方圧圧縮)後、次いでHIP処理する、または、上述のチタン合金複合粉をカプセル封入後HIP処理することを好ましい態様とするものである。

50

【0023】

本願発明に係るチタン合金材は、上述の方法で製造されたものであることを特徴とするものである。

【0024】

更に、本願発明に係るチタン合金材の真密度に対する合金材の密度の比が、99%以上であることを好ましい態様とするものである。

【発明の効果】

【0025】

以上本願発明に係るチタン合金粉は、溶解および凝固を経ないため、セラミックス成分の分布がCIP処理後、次いでHIP処理することにより、または、カプセルに封入後HIP処理することにより、添加時の均一微細な状態が維持され、その結果、セラミックス粒子が均一微細に分布したチタン合金材が製造でき、強度、靱性の高いチタン合金材を安価に提供することができるという効果を奏するものである。

10

【図面の簡単な説明】

【0026】

【図1】本願発明に係るチタン合金粉およびチタン合金材の製造に係る好ましい態様を表すチャート図である（セラミックスを脱水素化前に添加）。

【図2】本願発明に係るチタン合金粉およびチタン合金材の製造に係る好ましい態様を表すチャート図である（セラミックスを脱水素化後に添加）。

【発明を実施するための形態】

20

【0027】

本願発明の最良の実施形態について図面を参照しながら以下に説明する。

本願発明に係るチタン合金複合粉は、セラミックス粉が配合されていることを特徴とするものである。本願発明に係るセラミックス粉は、SiC、TiC、SiO_x、TiO_xまたは、Al₂O₃の中から少なくとも1種以上選択されたものであることを好ましい態様とするものである。ここで、添字xは、1 < x < 2の範囲をとる実数であり、x = 1の場合は、SiOを意味し、x = 2の場合には、SiO₂を意味する。TiO_xについても同様である。

【0028】

これらのセラミックス粉をチタン合金粉に適量添加してチタン合金複合粉とした後、これを加圧成形して生成されるチタン焼結合金の製造過程において、チタン合金中に均一に拡散し、結果的にセラミックス粉による分散強化されたチタン焼結合金を得ることができるという効果を奏するものである。

30

【0029】

また、前記SiCやTiCは、粉末状のみならず、ウイスキー状のSiCやTiCを使用することもできる。ウイスキー状のSiCやTiCをチタン粉に配合することにより、焼結生成されたチタン合金の強度も格段に改善することができるという効果を奏するものである。前記したウイスキー状のSiCやTiCは、アスペクト比が5~50の範囲の中にあるものを使用することが好ましい。

【0030】

また、上述のセラミックス粉のうち、SiCやTiCは、チタン合金と反応して、新たに、TiSi₂やTiCを生成させることができる。

40

【0031】

その結果、TiSi₂は、チタン合金の靱性を改善することができるという効果を奏するものである。また、成形加工中に生成したTiCは、チタン合金マトリックスとの整合性が良好であり、合金元素としてTiCを添加した場合に比べてより高い強度を発揮させることができるという、従来にはない効果を奏するものである。

【0032】

本願発明に係るチタン合金原料は、チタン合金切粉、チタン合金鍛造片、あるいは、チタン合金棒の端材等の合金スクラップ及び合金インゴットを好適に使用することができる。

50

【 0 0 3 3 】

これらのチタン合金原料は、所定の長さ、あるいは、大きさにサイジングすることが好ましい。例えば、合金切粉の場合には、100mm以下の長さに、切断することが好ましい。前記のような長さに切断することにより、次工程の水素化工程を効率よく進めることができるという効果を奏するものである。また、鍛造片のようなブロック状の合金スクラップでは、水素化炉に入る程度の大きさであれば特に支障がない。チタン合金インゴットでは、切削加工で切粉とし、所定のサイズに調整することが好ましい。

【 0 0 3 4 】

前記のように処理して調整されたチタン合金原料は、水素雰囲気下での水素化処理工程に供される。水素化処理は、500～650の温度域で行なうことが好ましい。合金原料の水素化処理反応は、発熱反応であるため、水素化反応の進行に伴い、加熱炉による昇温操作は不要であり自発的に水素化反応を進めることができる。

10

【 0 0 3 5 】

水素化処理された合金原料（以降、単に「水素化チタン合金」と略称する場合がある。）は、室温まで冷却後、アルゴンガス等の不活性雰囲気で所定の粒度になるまで粉碎・篩別することが好ましい。続いて、本願発明に係るセラミックス粉を適量添加することが好ましい。

【 0 0 3 6 】

セラミックス粉を添加した水素化チタン合金粉は、次いで、脱水素処理することが好ましく、減圧雰囲気に保持された雰囲気中で高温域まで加熱処理することで効果的に脱水素処理を進めることができる。

20

【 0 0 3 7 】

脱水素処理温度は、500～800の温度域で行なうことが好ましい。脱水素反応は、前記の水素化処理反応と異なり吸熱反応であるために、水素合金粉からの水素の発生がなくなるまで、加熱操作が必要とされる。

【 0 0 3 8 】

前記脱水素処理が完了した水素化チタン合金粉は、相互に焼結している場合があり、この場合には、再度、粉碎および篩別処理を行なうことが好ましい。

【 0 0 3 9 】

所定の粒度になるまで粉碎・篩別された水素化チタン合金粉末は、そのまま脱水素処理されても良い。脱水素処理が完了したチタン合金粉に、本願発明に係るセラミックス粉をチタン合金粉に添加混合することが好ましい。この場合の添加・混合はV型混合機等、通常の混合手段を用いることができる。

30

【 0 0 4 0 】

前述のようにセラミックス粉の添加は、脱水素処理前でも、脱水素処理後でも良い。脱水素処理前にセラミックス粉を添加すると、脱水素処理時のチタン合金粉末の凝集・焼結を防止することができ、また、チタン合金粉末の酸素含有量を低く抑える事が出来る。しかし、脱水素処理炉や、脱水素処理後の粉碎・篩別の設備を添加するセラミックスの品種別管理する必要があり、工程負荷が増えるという欠点も有する。

【 0 0 4 1 】

セラミックス粉を添加する前に脱水素処理を行なうと、脱水素処理をより効率よく行なう事が出来る。また、脱水素炉、粉碎・篩別設備の管理が容易という長所を有する。

40

【 0 0 4 2 】

本願発明においては、粉碎・篩別後の水素化チタン合金粉の粒度は、10 μ m～150 μ mの範囲に整粒しておくことが好ましい。前記のような粒度範囲に整粒しておくことにより、緻密化工程での緻密化が促進される。

【 0 0 4 3 】

本願発明に用いるセラミックス粉は、SiC、SiO_x、TiO_x、TiC、またはAl₂O₃の粒度から、少なくとも1種以上用いることが好ましい。セラミックス粉の粒度は、0.01～50 μ m、より好ましくは0.1～20 μ mの範囲が好ましい。

50

【0044】

セラミックス粉が、 $0.01\ \mu\text{m}$ 未満の微細粉では、チタン合金粉との混合時に第三成分の粉末同士が凝集する場合があり、好ましくない。一方、セラミックス粉が、 $50\ \mu\text{m}$ 超では、分散性が十分でなく好ましくない。

【0045】

本願発明においては、前記セラミックス粉の配合比率は、 TiC 、 TiO_x 、 SiC 、 SiO_x 、 Al_2O_3 の単独添加の場合、それぞれの含有量が $0.01\sim 0.15\ \text{wt}\%$ 、2種以上複合添加した場合の合計含有量が $0.01\sim 0.3\ \text{wt}\%$ が好ましい範囲とされる。前記のような範囲に配合することにより、本願発明に係るチタン合金材粉を原料として加工成形処理されたチタン合金材の機械的特性を最大限に引き出すことができる。

10

【0046】

本願発明においては、前記緻密化処理は、 CIP または HIP を適宜、組み合わせて処理することが好ましい。

【0047】

例えば、上述の方法で得られたチタン合金複合粉を CIP ラバーに充填して、 $100\sim 200\ \text{MPa}$ で処理した後、次いで、 HIP カプセルに充填し、変態点を越えない温度において $50\sim 200\ \text{MPa}$ の圧力で $1\sim 5\ \text{Hr}$ 、 HIP 処理することが好ましい。このような CIP 処理後、次いで行う HIP 処理を行なうことにより緻密化されたチタン合金材料を得ることができる。

【0048】

また、前記した上述の方法で得られたチタン合金複合粉を、 CIP 処理しないで、 HIP カプセルに充填し、変態点を越えない温度において $50\sim 200\ \text{MPa}$ の圧力で $1\sim 5\ \text{Hr}$ 、 HIP 処理することが好ましい。このような HIP 処理単独でも行なうことにより緻密化されたチタン合金材料を得ることができる。

20

【0049】

次に、合金スクラップに配合した各種セラミックス粉の添加によるチタン合金材には、前記した焼結過程でその作用効果を奏するものである。

【0050】

そこで、本願発明に係るセラミックス粉の個別の効果について以下に述べる。

SiC添加の作用効果

水素化合金粉に添加する SiC は、市販されている粉末状の試料を用いることができる。当該実施態様においては、前記チタン合金粉の重量に対して、 SiC 粉を $0.01\sim 0.15\%$ の範囲に配合することが好ましい。また、添加する SiC の粒度は $0.01\ \mu\text{m}\sim 50\ \mu\text{m}$ が好ましく、更には $0.1\ \mu\text{m}\sim 20\ \mu\text{m}$ がより好ましい。

30

【0051】

前記した範囲に制御することにより、本願発明に係るチタン合金粉を CIP 処理後、次いで HIP 処理することにより、または、カプセルに封入後 HIP 処理することにより最終製品であるチタン合金材の特性に悪い影響を与えることなく、最終製品の組織中に存在する分散相の寸法と存在頻度を好ましく制御することが可能になるという効果を奏するものである。

40

【0052】

チタン合金複合粉に配合された SiC 粉は、 HIP 処理時に、マトリックス中のチタンと反応して、次式により TiC 、 Si が生成される。



上記反応で生成された TiC は、チタン中のマトリックスと整合性を保ったままマトリックスに均一に分散されるため、結果的には、 SiC を添加しない場合に比べて、引っ張り強度の点でも優れているという効果を奏するものである。勿論、 HIP 処理時間中に上記反応が全量終了せず、 SiC のままマトリックスに残存する粒子もある。これらの残存粒子も分散強化に寄与するのは言うまでもない。

【0053】

50

また、SiCを添加した場合には、マトリックス中にTiCを生成するのみならず、金属Siも生成する。マトリックス中に生成された金属Siは、マトリックス中のチタンと反応してTiSi₂を生成する。



マトリックス中に生成したTiSi₂は、マトリックス相と整合性を保って析出し、チタン合金材料の靱性を高めることができるという効果を奏するものである。

【0054】

TiC添加の作用効果

当該実施態様においては、前記チタン合金粉に対して、TiCを配合することが好ましい。TiCの配合比率は、チタン合金粉の重量に対して、0.01~0.15wt%の範囲にて制御することが好ましい。添加するTiCの粒度は0.01μm~50μmが好ましく、更には0.1μm~20μmがより好ましい。

10

【0055】

前記した範囲に制御することにより、本願発明に係るチタン合金粉を緻密化処理された後の最終製品であるチタン合金材料の特性に悪い影響を与えることなく、最終製品の組織中に存在する分散相の寸法と存在頻度を好ましく制御することが可能になるという効果を奏するものである。

【0056】

チタン合金粉とTiC粉とで構成されたチタン合金複合粉は、HIP処理後、次いでHIP処理することにより、または、カプセルに封入後HIP処理することにより、本願発明に係る緻密化されたチタン合金材を得ることができる。

20

【0057】

HIP処理後のチタン合金材中のTiCの寸法は、添加時の粒度0.01~50μmのままで、その存在頻度は5個/mm²以上である。マトリックスに均一、微細に分散したTiC相は、分散強化によって、引っ張り強さ、疲労強度などの機械的特性の改善に大きく寄与する。

【0058】

SiO_x添加の作用効果

チタン合金粉に、SiO_xの一例としてSiO₂粉を0.01%~0.15%を添加することにより、SiC添加の場合と同様に、HIP処理後、次いでHIP処理することにより、または、カプセルに封入後HIP処理することにより、チタン合金材の機械的特性を改善することが出来る。すなわちチタン相と反応して生成したTiO₂相、反応途中の残存SiO₂相、反応の結果生成したSi相がTiと反応して生成したTiSi₂相がチタンマトリックス中存在し、均一微細に存在し機械的強度アップに寄与し、添加による伸び低下が抑制される。

30

【0059】

チタン合金複合粉に配合されたSiO₂粉は、HIP処理時に、マトリックス中のチタンと反応して、次式によりTiO₂、Si、およびTiSi₂が生成される。



40

前記反応で生成したTiO₂は、チタン合金中に残留し、結果として、チタン合金自身が分散強化される。また、前記反応で生成したTiSi₂は、チタン合金の靱性の改善に寄与するものである。

【0060】

なお、SiO₂粉に替えて、SiO等のSiO_xを使用した場合にも上記の反応式と同様にTiO_xとSiが生成され、これがTiと反応してTiSi₂を生成し、チタン合金の靱性改善に寄与するものである。

【0061】

TiO_x添加の作用効果

チタン合金粉に、TiO_xの一例としてTiO₂粉を適量添加することにより、TiC

50

添加の場合と同様に、CIP処理後、次いで行うHIP処理、または、チタン合金粉をカプセルに封入してのHIP処理を行うことにより機械的特性を改善することが出来る。TiO₂粉の添加量、好ましい粒度範囲はTiC添加の場合と同じである。

【0062】

また、チタン合金粉にTiO等のTiO_xを添加した場合にも同様にチタン合金の機械的特性を改善することができるという効果を奏するものである。

【0063】

Al₂O₃添加の作用効果

チタン合金粉にAl₂O₃粉を適量添加することによっても、TiC添加、TiO₂添加の場合と同様に、CIP処理後、次いで行うHIP処理、または、チタン合金粉をカプセルに封入してのHIP処理を行うことにより、チタン合金材の機械的特性を改善することが出来る。この場合、Al₂O₃粒子が安定で、Tiとの反応が全くないために、添加時点の粒子の粒度、存在頻度がそのまま維持されるので、チタン合金材の組織制御はHIP処理条件に殆ど影響を受けない。そのために、材料の設計がより容易になる、という効果を有する。Al₂O₃相が強度改善に寄与するのは、分散効果による。

【0064】

セラミックス系粉末の複合添加(TiC、TiO₂、SiC、SiO₂、Al₂O₃)

本願発明に用いるセラミックス粉末は、1種類のみならず、2種類以上を適宜処方して添加することもできる。その場合には、セラミックス粉末の原料が、0.01~0.3wt%の範囲が好ましい。添加するそれぞれのセラミックスの粒度は0.01~50μm、より好ましくは、0.01~20μmの範囲が好ましい。この範囲に添加量、粒度を制御することにより、本願発明に係るチタン合金材の組織におけるセラミックス粒子の寸法、存在頻度を好ましく制御できる。

【0065】

以上述べた方法により調整されたチタン合金複合粉は、CIP処理後、次いで行うHIP処理、または、チタン合金複合粉をカプセルに封入してのHIP処理を行うことにより、効率よく緻密化することができる。

【0066】

特に、本発明では、SiC、TiC、SiO_x、TiO_xまたはAl₂O₃から選択されたセラミックス粉をチタン合金粉に適宜配合することにより、チタン合金中での分散強化、結晶粒微細化、引張強度向上、韌性向上の効果を奏するものであり、特にTiSi₂を生成するSiCおよびSiO_xの添加においては延性低下抑制効果が顕著である。

【0067】

また、本願発明においては、前記のチタン合金粉は、Ti-6Al-4V合金、Ti-3Al-2.5V合金、Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo合金、Ti-6Al-6V-2Sn合金、Ti-10V-2Fe-3Al合金(10-2-3)、Ti-5Al-4V-0.6Mo-0.4Fe合金(Timetel 54M)、Ti-4.5Al-3V-2Fe-2Mo合金(SP700)、Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn合金(15-3-3-3)、Ti-4Al-2.5V-1.5Fe合金(ATI425)、Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr合金(Ti-5553)から構成されるチタン合金を原料として使用することができる。

【0068】

以上述べた方法により緻密化された銅、クロム、鉄を含有するチタン合金材料は、その後の例えば圧延、押出、引抜き等の加工と熱処理により、一層機械的特性を制御することができるという効果を奏するものである。

【実施例】

【0069】

[実施例1]

水素化チタン合金粉の作製について、以下に説明する。

Ti-6Al-4V合金スクラップ切粉を、長さ10mm以下のチップに切断した後、

10

20

30

40

50

容器に挿入し炉にセット、真空排気後加熱を開始し、炉内温度が300 になってから水素を炉内に導入、炉内を水素でやや加圧常態にしながらか650 まで加熱を続けた。この間Ti-6Al-4V合金スクラップ切粉と水素が反応、炉内温度が上昇したので、ヒーター出力をゼロとし、反応が収まるまで持続させた。

【0070】

反応が完全に終了したら、炉を冷却し材料を取り出した。X線回折で確認したところ、水素化チタンのピークのみが検出され、材料は全て水素化物になったことが確認された。この水素化物をアルゴンガス雰囲気中で粉砕、300メッシュの篩で篩い分け48μm以下の粒度の水素化チタン合金粉を得た。

【0071】

[実施例2]

実施例1で得られたTi-6%Al-4%Vの組成を有する水素化チタン合金粉に対して0%、0.05wt%、0.1wt%、0.15wt%、0.5wt%の比率でTiO₂粉を添加した5種の試料を準備して、V型混合機で混合した。使用したTiO₂粉はTiCl₄の酸素燃焼法で作製した粉末で、平均粒度は0.8μmである。

【0072】

TiO₂を添加した水素化チタン合金粉をTi製の容器に挿入し、真空加熱炉で脱水素処理した。真空排気後加熱を開始すると、300 前後の温度から水素ガスを乖離する反応(脱水素)が起こり、そのまま、500、600 と温度を上昇させ、脱水素化を促した。脱水素化反応は吸熱反応であるため、脱水素化を効率よく行うためには、炉内温度を一定に維持することが重要で、650 に1Hr保持すると、真空度が回復、1×10⁻³ mbarの真空度が得られたので、ヒーターを停止、冷却した。取り出した粉末は、一部凝集していたので、塊砕機により塊砕し、300μm以下のチタン合金粉を得た。

【0073】

[実施例3]

実施例2に記載のTiO₂添加チタン合金粉を、CIPラバーに充填、150MPaでCIP処理、CIP成形体を軟鋼カプセルに封入してHIP処理し、本願発明に係るチタン合金材を得た。HIP条件は900、100MPa、1Hrである。HIP処理後、チタン合金材を取り出し、その見掛け密度を測定し理論密度の比(以降、単に「密度比」と呼ぶ場合がある。)を測定し、表1にその結果を示した。

【0074】

TiO₂添加量が0.05wt%から0.15wt%まで増加すると、チタン合金材の密度比は、99.1%から99.5%の範囲に増加した。

【0075】

[実施例3-2]

実施例2に記載のTiO₂添加チタン合金粉を、軟鋼カプセルに封入してHIP処理した。HIP条件は900、100MPa、1Hrである。HIP処理後、チタン合金材を取り出しその密度を測定したところ99%以上であったなお、ここでいう密度とは、真密度に対する見掛け密度の比を意味する。

【0076】

[実施例4]

実施例3で製造されたチタン合金材料(TiO₂添加Ti-6Al-4V合金材)の引張り試験を行った。結果は表1に示す通りである。表1には、密度測定結果も合わせて示す。TiO₂添加量が、0.05wt%~0.15wt%まで増加すると、伸びは、13%から10%まで低下するものの、引っ張り強さは、1050から1100MPaまで上昇する傾向を示した。

【0077】

[実施例4-2]

実施例3-2で製造されたチタン合金材料(TiO₂添加Ti-6Al-4V合金材)の引張り試験を行った。結果は表1に示す通りである。表1には、密度測定結果も合わせ

10

20

30

40

50

て示す。TiO₂添加Ti-6Al-4V合金粉末をカプセル封入後HIP処理した場合と、CIP処理後HIP処理した場合とで、密度比、引張り強さ、伸びに違いは認められなかった。

【0078】

【表1】

	TiO ₂ 添加量 (%)	引張強さ (MPa)	伸び (%)	密度比 (%)
実施例3/ 実施例4	0.05	1050	13	99.1
	0.1	1100	12	99.5
	0.15	1100	10	99.3
実施例3-2/ 実施例4-2	0.05	1050	13	99.1
	0.1	1100	12	99.6
	0.15	1100	10	99.4
比較例1-A	0	900	15	98.0
比較例1-B	0.5	1100	2	98.5

10

【0079】

[実施例5]

実施例4、比較例1の試料の組織を確認したところ、TiO₂相が、マトリクス内に均一に分散して存在していることが確認された。TiO₂相の寸法と存在頻度は表2に示す通りである。ここで、TiO₂相の寸法とは、マトリクス内に分散しているTiO₂相の最大径を現している。また、TiO₂相存在頻度とは、マトリクス単位面積あたりに確認されたTiO₂粒子の個数を意味する。

20

【0080】

チタン合金粉に添加するTiO₂の添加量が0.05から0.15%まで増えると、チタン合金焼結体のマトリクス中のTiO₂相の最大径も、5μmから15μmまで増加する傾向を示した。また、マトリクス単位面積当たりのTiO₂粒子の個数も15個/mm²から40個/mm²まで増加する傾向を示した。

【0081】

【表2】

30

	TiO ₂ 添加量 (%)	最大TiO ₂ 相寸法 (μm)	TiO ₂ 相存在頻度 (個/mm ²)
実施例5	0.05	5	15
	0.1	10	30
	0.15	15	40
比較例2	0.5	100	100

【0082】

[実施例6]

実施例2のTiO₂粉の代わりに、2μmのSiO₂粉をチタン合金粉に対して0.05wt%、0.1wt%、0.15wt%、0.5wt%になるよう配合して、実施例3、実施例4と同様にCIP処理後、次いでHIP処理して本願発明に係るチタン合金材を得た。次いで、得られたチタン合金材の密度比測定と引張り試験を行った。

40

【0083】

[実施例6-2]

実施例2に記載のSiO₂添加チタン合金粉を、軟鋼カプセルに封入してHIP処理した。HIP条件は900、100MPa、1Hrである。HIP処理後、チタン合金材を取り出し得られたチタン合金材の密度比測定と引張り試験を行った。

【0084】

50

その結果、チタン合金粉に対する SiO_2 粉の添加量が、0.05から0.15wt%まで増加すると、引っ張り強さは、1050MPaから1100MPaまで増加する傾向を示した。これに対して、伸びは、15%から13%まで低下した。一方、密度比は、99.2~99.5%の範囲まで増加した。 SiO_2 添加Ti-6Al-4V合金粉末をカプセル封入後HIP処理した実施例6-2についても、密度比、引っ張り強さ、伸びに違いは認められなかった。

【0085】

次いで、得られたチタン合金材の結晶組織観察を行い、分散相の定性分析を行った。

その結果、 TiSi_2 相および TiO_2 相が検出された。これに対して SiO_2 相は定性分析の検出感度以下にあった。それぞれの結果を表3に示す。

10

【0086】

【表3】

	SiO_2 含有量 (%)	引張強さ (MPa)	伸び (%)	最大 TiSi_2 相寸法 (μm)	TiSi_2 相存在頻度 (個/ mm^2)	最大 TiO_2 相寸法 (μm)	TiO_2 相存在頻度 (個/ mm^2)
実施例6	0.05	1050	15	4	8	10	10
	0.1	1100	14	8	16	15	15
	0.15	1100	13	12	25	20	18
実施例6-2	0.05	1050	15	4	8	10	10
	0.1	1100	14	8	16	15	15
	0.15	1100	13	12	25	20	18
比較例3-A	0	1100	15	-	-	-	-
比較例3-B	0.5	1100	4	100	80	100	80

20

【0087】

[比較例1-A]

実施例1のチタン合金水素化粉にセラミック粉を添加しない試料を準備し、実施例3、実施例4と同じ方法でCIP処理、HIP処理し、密度測定、引っ張り試験を行った。結果は表1に示した通りである。

【0088】

TiO_2 を全く添加しない場合には、伸びは15%程度示したものの、引っ張り強さは、900MPaまで低下した。

30

【0089】

[比較例1-B]

また、実施例1のチタン合金水素化粉に TiO_2 を0.5wt%添加した粉を準備し、実施例3、実施例4と同じ方法でCIP処理、HIP処理し、密度測定、引っ張り試験を行った。結果は表1に示した通りである。また、 TiO_2 を0.5wt%添加した場合には伸びは2%まで低下していった。

【0090】

[比較例2]

比較例1の TiO_2 を0.5wt%添加した試料の組織を観察した。その結果を表2に示す。

40

【0091】

[比較例3-A]

また、実施例1のチタン合金水素化粉に SiO_2 粉を全く添加しない粉を準備し、実施例3、実施例4と同じ方法でCIP処理後、次いでHIP処理して、チタン合金材を得た。その結果、得られたチタン合金材の密度比が98%まで低下していった。

【0092】

[比較例3-B]

実施例1のチタン合金水素化粉に SiO_2 粉を0.5wt%添加した粉を準備し、実施例3、実施例4と同じ方法でCIP処理後、次いでHIP処理して、チタン合金材を得た。得られたチタン合金材の密度測定、引っ張り強度測定および結晶組織観察を行った。その

50

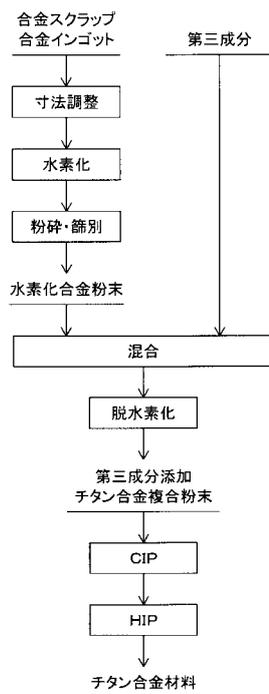
結果表 3 に示すように、チタン合金材の伸びは 4 % 近傍まで急激な低下が見られた。

【産業上の利用可能性】

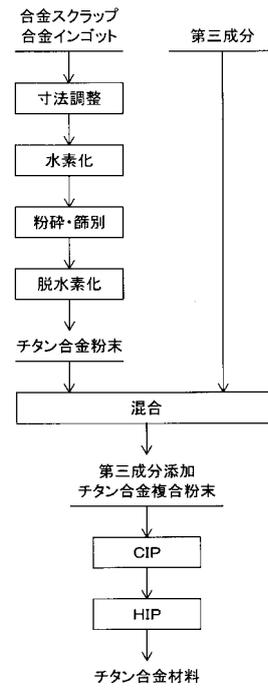
【0093】

本願発明は、チタン合金スクラップ及びチタン合金インゴットを原料として、粉末冶金法により、機械的特性に優れるチタン合金粉、チタン合金材を得るもので、チタン合金粉、チタン合金材及びその製造方法を提供するものである。

【図 1】



【図 2】



【手続補正書】

【提出日】平成23年10月19日(2011.10.19)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

チタン合金原料を水素化して製造された水素化チタン合金粉を脱水素して得られたチタン合金粉に、セラミックス粉が混合されてなることを特徴とするチタン合金複合粉。

【請求項2】

前記セラミックスが、 SiC 、 TiC 、 SiO_x 、 TiO_x （ここで、添字 x は、 $1 \leq x \leq 2$ の範囲をとる実数である）または、 Al_2O_3 の中から少なくとも1種以上選択されたものであることを特徴とする請求項1に記載のチタン合金複合粉。

【請求項3】

前記セラミックス粉の添加量は、1種類の混合の場合は $0.01 \sim 0.15 \text{ wt} \%$ であり、2種類以上複合添加した場合の合計量は $0.01 \sim 0.3 \text{ wt} \%$ であることを特徴とする請求項1または2に記載のチタン合金複合粉。

【請求項4】

前記チタン合金粉の粒度が、 $150 \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載のチタン合金複合粉。

【請求項5】

前記チタン合金粉は、アルミニウムおよびバナジウムを含有、または、アルミニウムおよびバナジウムに加えて、ジルコニウム、スズ、モリブデン、鉄、クロムの中から少なくとも1種または2種以上含有されていることを特徴とする請求項1に記載のチタン合金粉。

【請求項6】

チタン合金原料を水素化して水素化チタン合金原料とし、

前記水素化チタン合金原料を粉砕して水素化チタン合金粉とした後にセラミックス粉を添加するか、または脱水素してからセラミックス粉を添加することを特徴とするチタン合金複合粉の製造方法。

【請求項7】

請求項1～5のいずれかに記載のチタン合金複合粉を原料とし、これを加圧成形されて得られたことを特徴とするチタン合金材。

【請求項8】

チタン合金材の真密度に対するチタン合金材の密度の比が、 99% 以上であることを特徴とする請求項7に記載のチタン合金材。

【請求項9】

前記チタン合金中には、チタン化合物が分散しており、前記チタン化合物が、チタン合金粉に添加されたセラミックス粉がチタン合金粉中に固溶する際に副生したものであることを特徴とする請求項7または8に記載のチタン合金材。

【請求項10】

前記チタン化合物が、 TiC 、 $TiSi_2$ または TiO_2 であることを特徴とする請求項7～9のいずれかに記載のチタン合金材。

【請求項11】

請求項1～5のいずれかに記載のチタン合金複合粉に対してCIP処理後次いでHIP処理を行う方法、または、チタン合金複合粉をカプセル封入後HIP処理する方法のいずれかの方法で緻密化することを特徴とするチタン合金材の製造方法。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/062392

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER B22F1/00(2006.01) i, C22C1/05(2006.01) i, C22C14/00(2006.01) i		
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) B22F1/00-8/00, C22C1/05, C22C14/00, C22C32/00		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2011 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2011 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2011		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2-258948 A (TYK Corp.), 19 October 1990 (19.10.1990), claims; page 1, right column, lines 3 to 7; page 3, lower right column, line 10 to page 4, right column, line 17; table 3 (Family: none)	1-5, 7-11 6
X Y	JP 2-270931 A (TYK Corp.), 06 November 1990 (06.11.1990), claims; page 1, right column, lines 7 to 11; page 3, lower right column, line 8 to page 4, right column, line 18; table 3 (Family: none)	1-5, 7-11 6
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> 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	"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
"E"	earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"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
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	
Date of the actual completion of the international search 15 August, 2011 (15.08.11)		Date of mailing of the international search report 23 August, 2011 (23.08.11)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/062392

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 3-36230 A (Toshiba Corp.), 15 February 1991 (15.02.1991), claims; page 2, upper right column, lines 17 to 19; table 1 (Family: none)	1-5,7-11 6
X Y	JP 3-150331 A (Toshiba Corp.), 26 June 1991 (26.06.1991), claims; page 3, upper right column, line 20 to lower right column, line 17; table 1 (Family: none)	1-5,7-11 6
X Y	JP 10-310832 A (Kubota Corp.), 24 November 1998 (24.11.1998), claims 1 to 4; paragraphs [0011] to [0015]; table 3 (Family: none)	1-5,7-11 6
X Y	WO 2007/139194 A1 (Kyocera Corp.), 06 December 2007 (06.12.2007), claims 10, 16, 17; paragraphs [0003], [0049], [0053], [0054], [0058] & US 2009/0183598 A1	1-5,7-11 6
X Y	JP 2008-179860 A (Kabushiki Kaisha Tekunesu, Ritsumeikan), 07 August 2008 (07.08.2008), claims 1, 4; paragraphs [0018] to [0020] (Family: none)	1-5,7-11 6
Y	JP 7-54021 A (Nippon Steel Corp., Toho Titanium Co., Ltd.), 28 February 1995 (28.02.1995), claims 1 to 4; paragraphs [0001], [0002], [0009], [0011] (Family: none)	6
Y	JP 7-76705 A (Nippon Steel Corp., Toho Titanium Co., Ltd.), 20 March 1995 (20.03.1995), claims 1 to 4; paragraphs [0001], [0002], [0004], [0011] (Family: none)	6

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/062392

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

The inventions in claims 1-4, 7-11 relate to a titanium alloy complex powder wherein a ceramic powder is mixed with a titanium alloy powder in which components other than titanium are not specified.

The invention in claim 5 relates to a titanium alloy complex powder wherein a ceramic powder is mixed with a titanium alloy powder in which components other than titanium are specified.

The invention in claim 6 relates to method for production of a titanium alloy complex powder whereby a titanium alloy powder is hydrogenated.

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP2011/062392

第II欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第1ページの2の続き)

法第8条第3項 (PCT17条(2)(a)) の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. 請求項 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. 請求項 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. 請求項 _____ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第III欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第1ページの3の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

請求項1-4, 7-11に係る発明は、チタン以外の成分が特定されないチタン合金粉にセラミックス粉が配合されているチタン合金複合粉に関する発明である。

請求項5に係る発明は、チタン以外の成分が特定されたチタン合金粉にセラミックス粉が配合されているチタン合金複合粉に関する発明である。

請求項6に係る発明は、チタン合金粉を水素化するチタン合金複合粉の製造方法に関する発明である。

1. 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求項について作成した。
2. 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求項について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求項のみについて作成した。
4. 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求項について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- 追加調査手数料及び、該当する場合には、異議申立手数料の納付と共に、出願人から異議申立てがあった。
- 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあったが、異議申立手数料が納付命令書に示した期間内に支払われなかった。
- 追加調査手数料の納付はあったが、異議申立てはなかった。

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 1 / 0 6 2 3 9 2									
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. B22F1/00(2006.01)i, C22C1/05(2006.01)i, C22C14/00(2006.01)i											
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. B22F1/00-8/00, C22C1/05, C22C14/00, C22C32/00											
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 <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>1971-2011年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2011年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2011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	1971-2011年	日本国実用新案登録公報	1996-2011年	日本国登録実用新案公報	1994-2011年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2011年										
日本国実用新案登録公報	1996-2011年										
日本国登録実用新案公報	1994-2011年										
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)											
C. 関連すると認められる文献											
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 Y	JP 2-258948 A (東京窯業株式会社) 1990.10.19, 特許請求の範囲, 第1ページ右欄第3-7行, 第3ページ右下欄第10行-第4ページ右 欄第17行, 第3表 (ファミリーなし)	1-5, 7-11 6									
X Y	JP 2-270931 A (東京窯業株式会社) 1990.11.06, 特許請求の範囲, 第1ページ右欄第7-11行, 第3ページ右下欄第8行-第4ページ右 欄第18行, 第3表 (ファミリーなし)	1-5, 7-11 6									
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。											
* 引用文献のカテゴリー		の日の後に公表された文献									
「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											
国際調査を完了した日 15.08.2011		国際調査報告の発送日 23.08.2011									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 河口 展明	4 K 3770								
		電話番号 03-3581-1101 内線	3435								

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 1 / 0 6 2 3 9 2
C (続き) . 関連すると認められる文献		
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 Y	JP 3-36230 A (株式会社東芝) 1991.02.15, 特許請求の範囲, 第2 ページ右上欄第17-19行, 第1表 (ファミリーなし)	1-5, 7-11 6
X Y	JP 3-150331 A (株式会社東芝) 1991.06.26, 特許請求の範囲, 第3 ページ右上欄第20行-右下欄第17行, 第1表 (ファミリーなし)	1-5, 7-11 6
X Y	JP 10-310832 A (株式会社クボタ) 1998.11.24, 請求項1-4, 【0011】 - 【0015】, 表3 (ファミリーなし)	1-5, 7-11 6
X Y	WO 2007/139194 A1 (京セラ株式会社) 2007.12.06, 特許請求の範囲 [10], [16], [17], [0003], [0049], [0053], [0054], [0058] & US 2009/0183598 A1	1-5, 7-11 6
X Y	JP 2008-179860 A (株式会社テクネス, 学校法人立命館) 2008.08.07, 請求項1, 4, 【0018】 - 【0020】 (ファミリーなし)	1-5, 7-11 6
Y	JP 7-54021 A (新日本製鐵株式会社, 東邦チタニウム株式会社) 1995.02.28, 請求項1-4, 【0001】, 【0002】, 【0009】, 【0011】 (ファミリーなし)	6
Y	JP 7-76705 A (新日本製鐵株式会社, 東邦チタニウム株式会社) 1995.03.20, 請求項1-4, 【0001】, 【0002】, 【0004】, 【0011】 (ファミリーなし)	6

フロントページの続き

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 2 2 F 3/15 (2006.01)	B 2 2 F 3/15	G
	B 2 2 F 3/15	Z

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, T M), EP(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, R S, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, I D, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO , NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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

Fターム(参考) 4K017 AA06 BA10 BB18 CA07 DA09 EA02 EK07
 4K018 AA06 AB01 AB02 AC01 BA03 BB04 BC09 BC12 CA23 EA11
 EA15 KA70

(注) この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。