201938810

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本 (11)公開編號：TW 201938810 A

(43)公開日： 中華民國 108 (2019) 年 10 月 01 日

(21)申請案號：108107892 (22)申請日： 中華民國 108 (2019) 年 03 月 08 日

(51)Int. Cl.： *C22C14/00 (2006.01)* *B22F1/00 (2006.01)*
B22F9/04 (2006.01)

(30)優先權：2018/03/16 日本 2018-049468

(71)申請人：日商東邦技術服務股份有限公司 (日本) TOHO TECHNICAL SERVICE CO., LTD (JP)
日本
日商日立金屬股份有限公司 (日本) HITACHI METALS, LTD. (JP)
日本

(72)發明人：竹中茂久 TAKENAKA, SHIGEHISA (JP) ；平嶋謙治 HIRASHIMA, KENJI (JP) ；滝千博 TAKI, KAZUHIRO (JP) ；齊藤和也 SAITO, KAZUYA (JP)

(74)代理人：許世正

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：7 項 圖式數：5 共 22 頁

(54)名稱

鈦系粉及其製造方法

(57)摘要

提供已使鈦粉中之細孔減低的鈦系粉。鈦系粉之特徵在於：將於鈦系粉之截面中細孔所佔之截面積除以前述鈦系粉之截面之面積的細孔面積比為 0.3 百分比以下。鈦系粉之製造方法係對於鈦系原料透過包含氫化工序、粉碎工序、去氫工序之氫化去氫法的鈦系粉之製造方法，其特徵在於：前述鈦系原料所含有之總 $MgCl_2$ 的濃度為 1.0 mass%以下，內部 $MgCl_2$ 濃度為 0.1 mass%以下。

TT17P004TW(2019TWP3289)

【發明說明書】

【中文發明名稱】　鈦系粉及其製造方法

【技術領域】

【0001】 本發明係關於鈦系粉，詳情係關於藉由氫化去氫法（以下稱作 HDH 法）來製造之前所未見、嶄新的鈦系粉及其製造方法。

【先前技術】

【0002】 以往，針對鈦系粉中之細孔，在工業上幾乎未受到注目，詳細研究細孔產生機制之文獻等係幾乎沒有的狀態。近年來，隨著使用鈦系粉之燒結體的密度提升要求，或對於由鈦系粉製造之鈦製品的品質要求之高度化，鈦系粉中之細孔減低要求日益提高。

【0003】 雖針對揭露使鈦系粉之細孔減低的技術之先行技術文獻進行調查，但尚未有所發現。作為關於鈦系粉之製造的先行技術文獻，有專利文獻 1 及專利文獻 2。此外，在本說明書中，將鈦粉及鈦合金粉稱作鈦系粉。

【0004】 『專利文獻』

《專利文獻 1》日本專利公開第 H5-247503 號公報

《專利文獻 2》日本專利公開第 H7-278601 號公報

【發明內容】

【0005】 本發明係以解決上述問題為目的者，亦即在於提供已使鈦系粉中之細孔減低的鈦系粉。

【0006】 為了達成上述之細孔為少之鈦系粉的製造，在本發明詳細分析細孔的構造或產生機轉。其結果，發現藉由調整鈦系粉之原料及製造方法，細孔的產生個數會大幅變化，同時注意到細孔的產生係藉由於鈦系粉中存在（或曾存在）氣體，而殘存截面形狀為略圓形（球形）之細孔的分析結果。

【0007】 根據本發明之一實施型態，提供一種鈦系粉，其特徵在於：將於鈦系粉之截面中細孔所佔之截面積除以前述鈦系粉之截面之面積的細孔面積比為 0.3 百分比以下。

【0008】 鈦系粉亦可為 HDH 粉。

【0009】 根據本發明之一實施型態，提供一種鈦系粉之製造方法，係使用鈦系原料之透過包含氫化工序、粉碎工序、去氫工序之氫化去氫法的鈦系粉之製造方法，其特徵在於：前述鈦系原料所含有之總 $MgCl_2$ 的濃度為 1.0 mass%以下，內部 $MgCl_2$ 濃度為 0.1 mass%以下。

【0010】 鈦系原料之最大厚度亦可為 20 mm 以下。

【0011】 在粉碎工序中，氫化鈦系粉末亦可粉碎至 D95 粒徑為 300 μm 以下。

【0012】 在氫化工序中，亦可在將鈦系原料之溫度調至 716℃以上且 1050℃以下之範圍內耗費 90 分鐘以上的時間氫化之。

【0013】 鈦系粉中之細孔產生，與氣體有密切的關係。藉由不使氣體捲入鈦系粉中或在鈦系粉內部不使氣體產生，或者藉由將已產生的氣體自鈦系粉內部迅速消除，能夠大幅減低存在細孔之

鈦系粉的個數。

【圖式簡單說明】

【0014】

〈圖 1〉係用以表示影像處理之方法的圖，尤其係繪示內包之細孔的圖。

〈圖 2〉係用以表示影像處理之方法的圖，尤其係繪示呈開放之細孔的圖。

〈圖 3〉係實施例 1 相關之鈦粉的光學顯微鏡照片。

〈圖 4〉係實施例 3 相關之鈦粉的光學顯微鏡照片。

〈圖 5〉係在比較例 2 相關之鈦粉的光學顯微鏡照片中進行影像處理時的照片。

【實施方式】

【0015】 鈦粉現在幾乎都係將藉由克羅爾法製造之海綿鈦作為原料。並且，就經濟性、資源保護的觀點而言，亦有將廢料（scrap）作為原料活用的情形。

【0016】 〔克羅爾法的說明〕

【0017】 所謂克羅爾法，係以鎂（Mg）還原將鈦礦石氯化而獲得之四氯化鈦（$TiCl_4$）以獲得金屬鈦的方法。

【0018】 在克羅爾法中，由於在還原工序（$TiCl_4 + 2Mg \rightarrow Ti + 2MgCl_2$）中生成的 $MgCl_2$ 會與海綿鈦共存，故使用在分離工序中去除此 $MgCl_2$ 之後的海綿鈦。然而，若仔細驗看此海綿鈦，即可知殘存有附著於海綿鈦之表面的 $MgCl_2$（表面 $MgCl_2$）與被困進

海綿鈦之內部而與外部隔絕的 $MgCl_2$（內部 $MgCl_2$）之 2 種，並非可完全去除 $MgCl_2$。

【0019】 在分離工序未被充分除盡而殘存於海綿鈦之表面的 $MgCl_2$（表面 $MgCl_2$），可藉由再度在減壓下加熱來去除。另一方面，將在減壓下加熱之後的海綿鈦剖切並驗看內部，可知被困進海綿鈦之內部的 $MgCl_2$（內部 $MgCl_2$）無法以此方法消除。

【0020】 〔霧化法鈦粉製造方法的說明〕

【0021】 鈦粉之製造方法大致上分為霧化法與 HDH 法。在霧化法，係於使鈦原料熔融之後，在 Ar 氣中將已液狀化之鈦做成細小液狀之粒的同時，急速冷卻使之固化，藉此製造鈦粉。

【0022】 於本發明人之研究調查中，可得以下結論：在霧化法中，有 2 個於鈦粉中產生細孔的機制。第 1 個係存在於鈦原料之內部的 $MgCl_2$（內部 $MgCl_2$）一口氣氣體化並立即急速冷卻，因而已氣體化之 $MgCl_2$ 被困進已液狀化之鈦粒內部，而於鈦粉中產生細孔的機制。第 2 個係已液狀化之鈦粒將 Ar 氣或已氣化之 $MgCl_2$ 氣體捲入而凝固，因而在鈦粉中產生細孔的機制。職是，得出以下結論：欲達成本發明之目的，以 HDH 法為合適。

【0023】 〔HDH 法鈦粉製造方法的說明〕

【0024】 所謂 HDH 法，係先將鈦原料氫化形成脆質 TiH_2 之後，將之粉碎並去氫，藉此獲得鈦粉的方法。亦即係藉由氫化～粉碎～去氫～碎解之工序製造鈦粉（HDH 粉）的方法。上述碎解工序係任意，但在鈦粉（HDH 粉）之製造中以進行碎解工序為佳。

【0025】 此時，在氫化之工序中，將鈦原料裝進能夠真空置換的氫化爐，在 400℃以上的溫度於氫氣氣體環境中進行氫化處理，自氫氣氣體環境置換成 Ar 氣氣體環境，藉此獲得氫化鈦之塊狀體。鈦原料因氫化之工序而氫脆化。

【0026】 其次係粉碎之工序。在粉碎之工序，機械粉碎氫化鈦之塊狀體，做成具有機械性破裂面（亦即粉碎面）的氫化鈦粉末。將所獲得之氫化鈦粉末分級及／或篩選以去除氫化鈦之微粉。於氫化鈦之機械性粉碎，可使用球磨機、振動磨機等粉碎裝置，於氫化鈦粉末之粒度調整，亦可使用圓形振動篩、氣流分級機等篩選分級裝置。

【0027】 在去氫工序，將上述氫化鈦粉末填充於容器，裝進真空加熱型的去氫爐，在例如 10^{-3} Torr（0.13 Pa）以下之真空中加熱至 450℃以上之溫度進行去氫，藉此做成去氫鈦粉末。並且，視需求插入 Ar 氣。

【0028】 在碎解工序，將在去氫工序已假燒結的去氫鈦之塊狀體之假燒結部分鬆開，恢復成具有粉碎後之粉碎面或碎解面的鈦粉形狀。

【0029】 〔在 HDH 法中之細孔產生機制的說明〕

【0030】 本發明人自細孔的觀點詳細研究調查在 HDH 法之各製造工序中的條件，查明如何防止細孔的產生。於 HDH 法，若在各製造工序中無鈦熔融液化一事，則不會捲入氣體環境中之 Ar 氣造成細孔。在 HDH 法之熱處理，因係氫化與去氫之 2 工序，故皆

在熔點以下進行即可。惟因一般作為放入鈦材的容器係使用不鏽鋼，若不鏽鋼所包含的鐵與鈦接觸，二者之溫度來到鐵與鈦之共晶溫度以上，則鈦會呈液態而變得不合乎上述目的。因此，本發明人發現：為了防止細孔的產生，必須將鈦控制在鐵與鈦之共晶溫度以下，以防止鈦的液化。亦即，控制上限溫度一事成為本發明之重要的構成要件。

【0031】 舉例而言，在專利文獻 1 及專利文獻 2 僅記載「於真空氣體環境下升溫至 650℃」，對於之後之氫氣體導入後的鈦材之溫度控制並未有所記載。由於將鈦氫化的氫化反應為放熱反應，故最初雖例如於真空爐內在 650℃使氫吸收進行，但之後溫度會自發性上升。職是，必須要時常觀察鈦材料放入容器的方式、氫及 Ar 置入量、置入時間及各部位之溫度，同時為了抑制溫度上升而做冷卻等精細的控制，以使包含局部之任一處皆為共晶溫度以下。

【0032】 在常壓下之 $MgCl_2$ 的沸點為 1412℃，在此溫度下，被困進鈦原料之內部的 $MgCl_2$（內部 $MgCl_2$）會氣體化。另一方面，鈦的熔點為 1668℃，故在 1412℃，鈦會以固體狀態存在。經氣體化之內部 $MgCl_2$，其體積會變得比在固體狀態下大，職是之故，在鈦之內部會形成非常高壓的狀態。由此經氣體化之內部 $MgCl_2$ 所致之高壓狀態，會使因氫化而變脆的氫化鈦產生龜裂，能自此處將 $MgCl_2$ 排出至氫化鈦外部。

【0033】 然而，如前所述，在 HDH 法中，放入鈦材之容器為

不鏽鋼的情形居多，而不會升溫至鐵與鈦之共晶溫度（1085℃）以上。在本發明中，發現遵守受此限制之溫度且將造成細孔的$MgCl_2$消除之前所未見的控制方法，進而完成本發明。簡言之，將鈦原料之溫度最低調成 $MgCl_2$ 之熔點（714℃）以上的溫度將$MgCl_2$做成液相，使 $MgCl_2$之體積相較於在固體狀態下膨脹。此時，鈦由於以固體狀態存在，故內部 $MgCl_2$在液體狀態下的體積會變得比在固體狀態下大，職是之故，在鈦之內部會形成非常高壓的狀態。由此液相之內部 $MgCl_2$所致之高壓狀態，會使因氫化而變脆的氫化鈦產生龜裂。因龜裂而露出至鈦外部的液相之$MgCl_2$ 以可藉由緩慢蒸發來氣化的方式為之。此情形中之爐內之溫度及加熱時間（溫度之維持時間）的控制，亦可考量所氫化之鈦原料的厚度或氫化時間而決定。舉例而言，若在鈦脆化之前，因蒸發之 $MgCl_2$而鈦內部的壓力升高，則鈦由於在高溫會軟化而容易變形，故會導致使球狀之細孔形成於鈦內部的結果，此與本發明呈反方向。舉例而言，在本發明中，藉由在 716℃以上且 1050℃以下之範圍耗費 90 分鐘以上的時間，存在於鈦原料之內部的$MgCl_2$ 可自鈦的龜裂處蒸發，鈦的氫化亦一併實現。理論上，雖可將鈦原料之溫度設定在 $MgCl_2$之熔點（714℃）以上至未達鐵與鈦之共晶溫度（1085℃）的範圍，但可藉由定為上述溫度範圍來進行更加確實的溫度控制。

【0034】 此外，在本實施型態相關之 HDH 法中，以藉由控制溫度使原料之鈦不會熔融的方式為之。然而，於在鈦原料之表面

附著有 $MgCl_2$ 的情況下，就於 HDH 法之工序中 $MgCl_2$ 會氣化而言，以為了消除表面之 $MgCl_2$ 而做成高真空為佳。在本實施型態相關之 HDH 法中，重要的係在減低隨鈦原料帶入之附著於表面的 $MgCl_2$ 之量的同時，考量溫度、時間、真空度、Ar 置換等、成本而予以最適化。

【0035】 在本實施型態相關之氫化工序，為了使細孔不產生且將存在於鈦內部的 $MgCl_2$（內部 $MgCl_2$）去除，做成體現在本發明發現之上述機制的氫化工序。若耗費充足的時間進行由氫化所致之脆化，則能夠使 $MgCl_2$ 排出，但在工業上對於生產性及成本並不適合。

【0036】 研究調查的結果表明：正因將附著於鈦原料之表面的 $MgCl_2$ 量控制，將存在於鈦原料之內部的 $MgCl_2$ 量控制一事對於生產性及成本大有影響。進行了各種實驗，結果表明：必須將鈦原料之總 $MgCl_2$ 濃度抑於 1.0 mass%以下。而且，鈦原料之總 $MgCl_2$ 濃度以抑於 0.05 mass%以下為佳，以抑於 0.001 mass%以下為較佳。尤其，可知若將存在於鈦原料之內部的 $MgCl_2$ 濃度（內部 $MgCl_2$ 濃度）做成 0.5 mass%以下，則在 HDH 法中，即使將鈦原料之溫度維持在 $MgCl_2$ 之熔點（714℃）以上且未達鐵與鈦之共晶溫度（1085℃）之範圍的時間為 90 分鐘，仍可有效率消除造成細孔的 $MgCl_2$。藉由將存在於鈦原料之內部的 $MgCl_2$ 濃度（內部 $MgCl_2$ 濃度）做成 0.1 mass%以下，效果表現更明確。在本發明，以將被困進鈦原料之內部的 $MgCl_2$ 濃度（內部 $MgCl_2$ 濃度）做成

0.1 mass%以下為佳，以做成 0.001 mass%以下為較佳。

【0037】〔在原料之細孔抑制方法〕

【0038】此外，在本發明之 HDH 法，由於鈦不會熔融，故不會產生由 Ar 氣等之捲入所致之細孔。

【0039】作為將鈦原料之總 $MgCl_2$ 濃度抑於 1.0 mass%以下，進一步將被困進鈦原料內部的 $MgCl_2$ 濃度（內部 $MgCl_2$ 濃度）抑於 0.1 mass%以下的方法，雖耗費成本，但於事前進一步將海綿鈦微細化並再度在真空中進行熱處理的方法亦有效。

【0040】並且，鈦原料中，其最大厚度可為 20 mm 以下，以 10 mm 以下為較佳。此係因藉由鈦原料之最大厚度為 20 mm 以下，於氫化時氫會充分擴及原料內部，使鈦脆化並迅速產生龜裂。

【0041】〔總 $MgCl_2$ 濃度之定義〕

【0042】茲說明總 $MgCl_2$ 之濃度的量測方法。藉由硝酸銀滴定法（JIS H 1615）量測做成對象之鈦原料之氯濃度，由此氯濃度之值換算成 $MgCl_2$ 濃度，將之定為鈦原料所包含之 $MgCl_2$ 濃度（總 $MgCl_2$ 濃度）。

【0043】〔內部 $MgCl_2$ 濃度之定義〕

【0044】茲說明內部 $MgCl_2$ 之濃度的量測方法。首先，將做成對象之鈦原料在減壓下（50 Pa 以下）進行約 750℃×1 小時的熱處理，藉此使表面 $MgCl_2$ 逸散。之後，藉由硝酸銀滴定法（JIS H 1615）量測本材料之氯濃度，由此氯濃度之值換算成 $MgCl_2$ 濃度，將之定為被困進鈦原料之內部而存在的 $MgCl_2$ 濃度（內部

$MgCl_2$ 濃度）。

【0045】〔鈦粉之大小的說明〕

【0046】藉由做成具有粉碎面的氫化鈦粉，可進一步提高殘存於氫化鈦之細孔成為起點破裂而被打開的機率，所述氫化鈦粉係透過粉碎工序，將經氫化之氫化鈦粉碎並微細化而成者。愈使氫化鈦粉之粒徑更細，細孔打開的機率即愈高。然而，因工業上有成本及時間之限制，故氫化鈦粉之粒徑為 300 μm 以下，以 150 μm 以下為佳即可。於此，在 HDH 法中製造之經粉碎的氫化鈦粉之粒徑擁有分布，只要全氫化鈦粉之粒徑的 95%以上為上述值以下即可。亦即，若將氫化鈦粉末之 D95 粒徑抑至 300 μm 以下，以 150 μm 以下為佳，則有更進一步的效果。D95 粒徑的下限側並不特別受限，但若要硬舉出一例，可做成 70 μm 以上，亦可做成 80 μm 以上。在本發明中，D95 係指在藉由雷射繞射／散射法求得之粒度分布量測中，體積基準的積分分布分別呈 95%的粒徑。詳細而言，係依據 JIS Z8825:2013 來量測。

【0047】並且，在 HDH 法中製造之經碎解的鈦粉之全鈦粒徑的 95%以上只要為 150 μm 以下即可。

【0048】〔對於球狀化工序的適用〕

【0049】在於上已述之 HDH 法中製造之鈦粉中，$MgCl_2$ 的殘留為少。職是，在本發明之 HDH 法中製造之鈦粉，合適作為「用以使鈦粉之表面熔融（例如電漿熔融），使係為粉碎面或碎解面之帶有稜角的表面球狀化而獲得球狀粉」的原料粉末。在 HDH 法

中製造之經碎解的鈦粉，由於具有「具有凹凸構造」的粉碎面或碎解面，故可藉由其廣大的表面積，促進導入於電漿時的熔融。此外，即使為了球狀化使鈦粉表面熔融，亦不會有 Ar 等電漿氣體的捲入，可抑制新的細孔。

【0050】 以上發現：為了抑制在 HDH 法中之細孔產生，可藉由如上所述適當控制溫度、時間、注氫量、材料形狀、$MgCl_2$ 帶入量（總體的量與被封入之 $MgCl_2$ 的量）來達成，使本發明臻至完成。

【0051】 在本實施型態中，已就鈦粉予以說明。然而，在於鈦含有 50 質量%以下之 Al 或 V 等元素的鈦合金粉中，亦可以藉由在 HDH 法控制溫度使原料之鈦合金不會熔融的方式為之，獲得與鈦粉同樣的效果。於鈦所含有之元素以 20 質量%以下為佳，以 15 質量%以下為更佳。鈦合金粉亦可包含多種元素。舉例而言，鈦合金粉亦可做成 Ti—Al—V 合金粉。在此情況下，該 Ti—Al—V 合金粉可將 Al 含量做成 5.5～7.5 質量%，將 V 含量做成 3.5～4.5 質量%。

【0052】 〔截面之細孔面積比的說明〕

【0053】 藉由本實施型態相關之鈦系粉之製造方法，可實現下述情事：將觀察鈦系粉之任意之截面而出現之內包之細孔（以下，內部細孔）的截面積除以鈦系粉之截面面積的值（截面之細孔面積比）為 0.3 百分比以下。並且，在本發明中所製造之鈦系粉，以觀察鈦系粉之任意之截面而出現之內部細孔的數量為每單

位面積 20 個／mm^2 以下為佳。於此，所謂鈦系粉截面之細孔面積比為 0.3 百分比以下，意謂將鈦系粉末埋進樹脂並進行研磨之後，對截面以光學顯微鏡在倍率 500 倍觀察 700 μm×500 μm 尺寸之任意位置的 16 個位置時，將藉由影像處理做成亮度 90～250 之範圍的影像而觀察到之內部細孔之截面積，除以粉之總截面積的值為 0.3 百分比以下。所謂內部細孔的數量，意謂進行上述觀察時，藉由影像處理做成亮度 90～250 之範圍的影像而觀察到之內部細孔的數量。此外，在任何觀察時，皆排除因影像處理而長徑為 10 μm 以下之粉。並且，在影像處理中，排除即使看似內部細孔但由原始影像來看顯為開放的細孔（圖 1 係影像處理前的照片，圖 2 係影像處理後的照片）。並且，即使係顯為 2 個細孔相接的情形，只要係在影像處理中接續之 1 個內部細孔，則仍計算為 1 個。在本發明中，上述截面之細孔面積比呈 0.3 百分比以下，故在本發明相關之製造方法中製造之鈦粉以使用在細孔不得不為少的技術領域（例如航空載具材料等）為合適。另一方面，若截面之細孔面積比超過 0.3 百分比，則表明在該技術領域使用一事實屬困難。

【0054】 『實施例』

【0055】 〔實施例 1〕

【0056】 使用海綿鈦作為鈦原料。所使用之鈦原料，使用總 $MgCl_2$ 濃度及內部 $MgCl_2$ 濃度皆在 0.05 mass%以下、直徑為 1／2 吋以下者。

【0057】 將原料 300 kg 抽真空成 5 Pa 以下之後，以加熱器將

氣體環境加熱至 650℃，保持 120 分鐘。之後，供給氫並引發儲氫放熱之反應，同時使加熱器之控制或 Ar 氣插入及冷卻裝置運轉，在以鈦原料呈 1000℃以下的方式進行溫度控制的同時，進行氫化 120 分鐘。此時之溫度範圍為 716℃以上且 1000℃以下。

【0058】 在氫化時之鈦原料的體密度為 1.2 g／cm^3。

【0059】 之後，氫化鈦之塊狀體以粉碎／分級機粉碎而獲得粒徑為 10 μm～150 μm 的氫化鈦粉末。

【0060】 在真空熱處理爐條件下進行去氫處理之後，去氫鈦之塊狀體進行碎解處理。所獲得之鈦粉的 D95 粒徑為 100 μm。

【0061】 所獲得之鈦粉的光學顯微鏡照片揭示於圖 3。在鈦粉埋進樹脂並研磨樣本之截面後，以光學顯微鏡在倍率 500 倍觀察 700 μm×500 μm 尺寸之任意位置的 16 個位置。分析細孔之數量與面積比的結果，所檢測到的細孔為每單位面積 20 個／mm^2。並且，細孔面積比為 0.11%。

【0062】 〔實施例 2〕

【0063】 將「使用總 $MgCl_2$ 濃度為 0.1 mass%以下之海綿鈦原料製造的總 $MgCl_2$ 濃度 0.0002 mass%以下、其最大厚度為 7 mm」之屑粉作為鈦原料使用。亦即，該鈦原料之內部 $MgCl_2$ 濃度亦為 0.0002 mass%以下。將原料 300 kg 抽真空成 5 Pa 以下之後，以加熱器將氣體環境加熱至 650℃，保持 120 分鐘。之後，供給氫並引發儲氫放熱之反應，同時使加熱器控制或 Ar 氣插入及冷卻裝置運轉，在以鈦原料呈 1000℃以下的方式進行溫度控制的同時，

進行氫化 120 分鐘。此時之溫度範圍為 716℃以上且 1000℃以下。

【0064】 氫化時之體密度為 1.2 g／cm^3。之後，氫化鈦之塊狀體以粉碎／分級機粉碎而獲得粒徑為 10 μm～150 μm 之氫化鈦粉末。之後，在真空熱處理爐條件下進行去氫處理之後，去氫鈦之塊狀體進行碎解處理。所獲得之鈦粉的 D95 粒徑為 100 μm。

【0065】 將所獲得之鈦粉埋進樹脂並研磨樣本之截面後，以光學顯微鏡在倍率 500 倍觀察 700 μm×500 μm 尺寸之任意位置的 16 個位置之結果，所檢測到的細孔為每單位面積 8 個／mm^2。並且，細孔面積比為 0.02%。

【0066】 此外，在上述實施例 2 中，以係為鈦原料中之雜質的鐵濃度為 200 質量 ppm 以下，以及超過 200 質量 ppm 且 500 質量 ppm 以下這 2 種，來製造鈦粉。在任何情形中，所檢測到的細孔皆為每單位面積 8～10 個／mm^2。在任何情形中，細孔面積比皆為 0.02%。職是，認為係為雜質之鐵量的多寡，換言之即鈦純度，與細孔的動作並無相關。

【0067】 〔實施例 3〕

【0068】 使用總 $MgCl_2$ 濃度為 0.1 mass%以下之海綿鈦原料與 60%Al—40%V 之合金而製造之 90%Ti—6%Al—4%V(質量%)屑粉作為原料使用。作為原料使用之鈦合金屑粉的總 $MgCl_2$ 濃度為 0.0002 mass%以下，其最大厚度為 7 mm。亦即，該鈦合金屑粉之內部 $MgCl_2$ 濃度亦為 0.0002 mass%以下。將原料 300 kg 抽真空成 5 Pa 以下之後，以加熱器將氣體環境加熱至 650℃，保持 120

分鐘。之後，供給氫並引發儲氫放熱之反應，同時使加熱器控制或 Ar 氣插入及冷卻裝置運轉，在以鈦合金屑粉呈 1000℃以下的方式進行溫度控制的同時，進行氫化 120 分鐘。此時之溫度範圍為 716℃以上且 1000℃以下。

【0069】 氫化時之體密度為 1.2 g／cm^3。之後，氫化鈦之塊狀體以粉碎／分級機粉碎而獲得 10 μm～150 μm 之粉末。之後，在真空熱處理爐條件下進行去氫處理，去氫鈦之塊狀體進行碎解處理。所獲得之鈦粉的 D95 粒徑為 100 μm。

【0070】 將所獲得之鈦合金粉埋進樹脂並研磨樣本之截面後，以光學顯微鏡在倍率 500 倍觀察 700 μm×500 μm 尺寸之任意位置的 16 個位置之結果，所檢測到的細孔為每單位面積 9 個／mm^2。並且，細孔面積比為 0.03%。

【0071】 將在上述獲得之鈦合金粉利用高頻熱感應電漿裝置以 Ar 氣作為電漿氣體熔化表面以進行球狀化。此外，球狀化之條件如同表 1。所獲得之鈦合金粉之光學顯微鏡照片揭示於圖 4。鈦合金粉埋進樹脂，對樣本之截面以光學顯微鏡將倍率定為 500 倍觀察 700 μm×500 μm 尺寸之任意位置之 16 個位置。分析細孔之數量與面積比的結果，所檢測到的細孔為每單位面積 3 個／mm^2。並且，細孔面積比為 0.01%。在 HDH 法中製造之經碎解的鈦合金粉，可確認到對球狀粉的原料粉末而言實屬有用。

【0072】 『表 1』

進料速度	振盪頻率	線圈電力	電漿氣體（L／min）

（kg／hr）	（MHz）	（kW）	Ar	H_2
0.28	3.5	20	76	3

【0073】 〔實施例 4〕

【0074】 使用總 $MgCl_2$ 濃度為 0.1 mass%以下之海綿鈦原料與 70%Al—40%V 之合金而製造之 89%Ti—7%Al—4%V(質量%)屑粉作為原料使用。作為原料使用之鈦合金屑粉的總 $MgCl_2$ 濃度為 0.0002 mass%以下，其最大厚度為 2 mm。亦即，該鈦合金屑粉之內部 $MgCl_2$ 濃度亦為 0.0002 mass%以下。將原料 300 kg 抽真空成 5 Pa 以下之後，以加熱器將氣體環境加熱至 650℃，保持 120 分鐘。之後，供給氫並引發儲氫放熱之反應，同時使加熱器控制或 Ar 氣插入及冷卻裝置運轉，在以鈦合金屑粉呈 1000℃以下的方式進行溫度控制的同時，進行氫化 120 分鐘。此時之溫度範圍為 716℃以上且 1000℃以下。

【0075】 氫化時之體密度為 1.2 g／cm^3。之後，氫化鈦之塊狀體以粉碎／分級機粉碎而獲得 10 μm～150 μm 之粉末。之後，在真空熱處理爐條件下進行去氫處理，去氫鈦之塊狀體進行碎解處理。所獲得之鈦粉的 D95 粒徑為 100 μm。

【0076】 將所獲得之鈦合金粉埋進樹脂並研磨樣本之截面後，以光學顯微鏡在倍率 500 倍觀察 700 μm×500 μm 尺寸之任意位置的 16 個位置之結果，所檢測到的細孔為每單位面積為 9 個／mm^2。並且，細孔面積比為 0.03%。

【0077】 與使用實施例 2 之鈦屑粉之結果比較，實施例 3 及實施例 4 之使用 Ti—Al—V 合金、屑粉之結果係同等。職是，本實施型態相關之鈦粉之製造方法，可認為亦合適於鈦合金粉之製造。

【0078】 〔比較例 1〕

【0079】 使用內部 $MgCl_2$ 濃度為 0.2 mass%之海綿鈦作為鈦原料，其他以與實施例 1 同樣的條件製造鈦粉。此外，該海綿鈦之總 $MgCl_2$ 濃度為 0.3 mass%。將所獲得之鈦粉末埋進樹脂並研磨樣本之截面後，以光學顯微鏡將倍率定為 500 倍觀察 700 μm×500 μm 尺寸之任意位置的 16 個位置。分析細孔之數量與面積比的結果，所檢測到的細孔為每單位面積 85 個／mm^2。並且，細孔面積比為 0.7%。

【0080】 〔比較例 2〕

【0081】 購入與實施例 1 同粒徑之在氣體霧化法中製造之鈦粉末，埋進樹脂並研磨樣本之截面後，以光學顯微鏡將倍率定為 500 倍觀察 700 μm×500 μm 尺寸之任意位置的 16 個位置。分析細孔之數量與面積比的結果，所檢測到的細孔為每單位面積 130 個／mm^2。並且，細孔面積比為 1.0%（圖 5）。

【符號說明】

【0082】 無。

201938810

【發明摘要】

【中文發明名稱】　鈦系粉及其製造方法

【中文】

提供已使鈦粉中之細孔減低的鈦系粉。鈦系粉之特徵在於：將於鈦系粉之截面中細孔所佔之截面積除以前述鈦系粉之截面之面積的細孔面積比為 0.3 百分比以下。鈦系粉之製造方法係對於鈦系原料透過包含氫化工序、粉碎工序、去氫工序之氫化去氫法的鈦系粉之製造方法，其特徵在於：前述鈦系原料所含有之總 $MgCl_2$ 的濃度為 1.0 mass%以下，內部 $MgCl_2$ 濃度為 0.1 mass%以下。

【指定代表圖】　無。

【代表圖之符號簡單說明】

無。

【特徵化學式】

無。

【發明申請專利範圍】

【第1項】一種鈦系粉，其中將於前述鈦系粉之截面中細孔所佔之截面積除以前述鈦系粉之截面之面積的細孔面積比為 0.3 百分比以下。

【第2項】如請求項 1 所述之鈦系粉，其中前述鈦系粉為 HDH 粉。

【第3項】一種鈦系粉之製造方法，其係對於鈦系原料使用包含氫化工序、粉碎工序、去氫工序之氫化去氫法的鈦系粉之製造方法，前述鈦系原料所含有之總 $MgCl_2$ 的濃度為 1.0 mass%以下，內部 $MgCl_2$ 濃度為 0.1 mass%以下。

【第4項】如請求項 3 所述之鈦系粉之製造方法，其中前述鈦系原料之最大厚度為 20 mm 以下。

【第5項】如請求項 3 所述之鈦系粉之製造方法，其中在前述粉碎工序中，氫化鈦系粉末粉碎至 D95 粒徑為 300 μm 以下。

【第6項】如請求項 4 所述之鈦系粉之製造方法，其中在前述粉碎工序中，氫化鈦系粉末粉碎至 D95 粒徑為 300 μm 以下。

【第7項】如請求項 3 至請求項 6 之任一項所述之鈦系粉之製造方法，其中在前述氫化工序中，在將前述鈦系原料之溫度調至 716℃以上且 1050℃以下之範圍內耗費 90 分鐘以上的時間使之氫化。