

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2021-87985
(P2021-87985A)

(43) 公開日 令和3年6月10日(2021.6.10)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 2 1 B 37/32 (2006.01)	B 2 1 B 37/32 B	3 K 0 5 8
B 2 1 B 3/00 (2006.01)	B 2 1 B 3/00 L	4 E 0 1 6
B 2 1 B 9/00 (2006.01)	B 2 1 B 9/00	4 E 1 2 4
B 2 1 B 45/00 (2006.01)	B 2 1 B 45/00 L	
H 0 5 B 3/00 (2006.01)	H 0 5 B 3/00 3 4 0	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2019-220774 (P2019-220774)	(71) 出願人	504151365 大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構 茨城県つくば市大穂1番地1
(22) 出願日	令和1年12月5日(2019.12.5)	(71) 出願人	591160512 金属技研株式会社 東京都中野区本町1-32-2
		(74) 代理人	100093816 弁理士 中川 邦雄
		(72) 発明者	牧村 俊助 茨城県つくば市大穂1番地1 大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構内
		(72) 発明者	栗下 裕明 茨城県つくば市大穂1番地1 大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構内 最終頁に続く

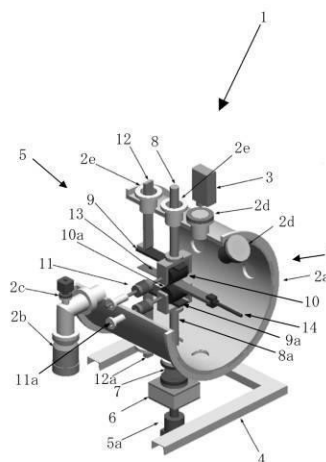
(54) 【発明の名称】 ジュール熱金属圧延装置

(57) 【要約】

【課題】本発明は、金属材料の圧力印加箇所を局部的に加熱しながら低速変形により圧延するジュール熱金属圧延装置であって、靱性・高耐熱性の遷移金属炭化物入りタングステン合金の圧延製造に好適なジュール熱金属圧延装置を提供する。

【解決手段】金属材料を収納する真空又は不活性ガスが充填される容器と、前記真空容器内で前記金属材料の局所を上下から押圧するとともに、前記局所に電流を印加によりジュール加熱する上導電性ロール及び下導電性ロールとからなり、前記金属材料が、粒界すべり変形で圧延されることを特徴とするジュール熱金属圧延装置の構成とした。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

金属材料を収納する真空又は不活性ガスが充填される容器と、前記容器内で前記金属材料の局所を上下から押圧するとともに、前記局所に電流を印加によりジュール加熱する上導電性ロール及び下導電性ロールと、からなり、前記金属材料が、粒界すべり変形で圧延されることを特徴とするジュール熱金属圧延装置。

【請求項 2】

前記電流を、前記上導電性ロールに通電するための上黒鉛ブラシ及び前記下導電性ロールに通電する下黒鉛ブラシと、前記上黒鉛ブラシに接続する第一電極及び前記下黒鉛ブラシに接続する第二電極を介して印加することを特徴とする請求項 1 に記載のジュール熱金属圧延装置。

10

【請求項 3】

前記導電性が黒鉛又は二ホウ化チタン、或いは二ホウ化チタンと窒化チタン混合物の内から選ばれるいずれか 1 種であることを特徴とする請求項 1 に記載のジュール熱金属圧延装置。

【請求項 4】

前記金属材料が、遷移金属炭化物入りタングステン合金であることを特徴とする請求項 1 に記載のジュール熱金属圧延装置。

20

【請求項 5】

前記金属材料を、I V A 族、V A 族又は V I A 族遷移金属の炭化物、窒化物又は酸化物の内から選ばれる 1 種の金属材料、又は 2 種以上の合金（タングステン粉末を含むものを除く）である金属材料としたことを特徴とする請求項 1 に記載のジュール熱金属圧延装置。

【請求項 6】

I V A 族、V A 族又は V I A 族遷移金属の炭化物、窒化物又は酸化物の内から選ばれる少なくとも 1 種の金属材料又は 2 種以上の合金（タングステン粉末を含むものを除く）である金属材料を、酸素の含有量が 3 0 0 0 質量 p p m 以下、窒素の含有量が 1 8 0 質量 p p m 以下である原料粉末をメカニカルアロイングする工程、前記メカニカルアロイングする工程で得られた原料粉末を熱間等方圧プレスにより焼結する工程を経た後、請求項 1 に記載のジュール熱金属圧延装置を用いて、前記焼結する工程で得られた合金を 5 0 0 以上 2 0 0 0 以下、1 0 - 5 s - 1 以上 1 0 - 2 s - 1 以下の歪速度で、6 0 % 以上の塑性変形を施すことを特徴とする金属材料の製造方法。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、金属材料の圧力印加箇所を局所的に加熱しながら低速変形により圧延するジュール熱金属圧延装置に関し、より詳しくは、靱性・高耐熱性の遷移金属炭化物入りタングステン合金の圧延製造に好適なジュール熱金属圧延装置に関するものである。

40

【背景技術】

【0 0 0 2】

本発明は、発明者らが開発した特許文献 1 の合金を製造するために開発された装置である。特許文献 1 は、合金、特に、タングステン材料に再結晶微細組織を導入し、その再結晶微細組織における弱い粒界を著しく強化することにより、低温脆化、再結晶脆化、照射脆化が大幅に改善された合金材料を、I V A 族、V A 族又は V I A 族遷移金属の炭化物から選ばれる少なくとも 1 種及び金属原料をメカニカルアロイングする工程、前記メカニカルアロイングする工程で得られた原料粉末を熱間等方圧プレスにより焼結する工程、前記

50

焼結する工程で得られた合金を500以上2000以下、 10^{-5} s⁻¹以上 10^{-2} s⁻¹以下の歪速度で、60%以上の塑性変形を施す工程で合金を製造するものである。

【0003】

遷移金属炭化物入りタングステン合金を製造する一つの工程で、タングステン合金を粒界すべり処理（高温中で低速で変形）させる必要がある。

【0004】

そこで、特許文献1では、その製造として、粒界すべり処理（高温中での低速変形）を実現するために一軸加圧型のホットプレスの使用を提案（段落0042）していたが、製造可能金属材料の大きさは印可可能な荷重に制限されていた。

10

【0005】

荷重制限の課題を解決するためには圧延することが望ましいが、従来の熱間圧延装置では、加熱炉内で加熱した材料を圧延ロールに送り込んで熱間圧延を行い、送り動作時に材料の温度は低下するために圧延時の温度は下がってしまい低速での粒界すべり処理は実現できない。また金属材料全体を加熱する必要があるため、加熱のための電力も大きくなる。

【0006】

他方、圧延の際に、圧延ロールと別つに通電ロールを用いて金属材料に通電し、ジュール加熱させる技術が知られている（特許文献2）。また、その際に生じる金属材料に生じる波や放電を低減させる技術も知られている（特許文献3, 4）。

20

【0007】

しかしながら、特許文献2-4は、通常の熱間圧延では数メートル/秒で処理され、低速圧延を想定しておらず、発熱領域を局所化していないため、金属材料を広範囲に加熱する必要があり、熱損失が大きく大容量の電力を消費する。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】WO2013-018714

【特許文献2】特開平09-71822号公報

【特許文献3】特開平10-130743号公報

30

【特許文献4】特開平10-237557号公報

【特許文献5】特開2016-132612号公報

【特許文献6】特開2019-123638号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

そこで、本発明は、金属材料の圧力印加箇所を局所的に加熱しながら低速変形により圧延するジュール熱金属圧延装置に関し、より詳しくは、靱性・高耐熱性の遷移金属炭化物入りタングステン合金の圧延製造に好適なジュール熱金属圧延装置を提供することを目的とする。

40

【課題を解決するための手段】

【0010】

(1)

金属材料を収納する真空又は不活性ガスが充填される容器と、前記容器内で前記金属材料の局所を上下から押圧するとともに、前記局所に電流を印加によりジュール加熱する上導電性ロール及び下導電性ロールと、からなり、前記金属材料が、粒界すべり変形で圧延されることを特徴とするジュール熱金属圧延装置。

(2)

50

前記電流を、前記上導電性ロールに通電するための上黒鉛ブラシ及び前記下導電性ロールに通電する下黒鉛ブラシと、前記上黒鉛ブラシに接続する第一電極及び前記下黒鉛ブラシに接続する第二電極を介して印加することを特徴とする(1)に記載のジュール熱金属圧延装置。

(3)

前記導電性が黒鉛又は二ホウ化チタン、或いは二ホウ化チタンと窒化チタン混合物の内から選ばれるいずれか1種であることを特徴とする(1)に記載のジュール熱金属圧延装置。

(4)

前記金属材料が、遷移金属炭化物入りタングステン合金であることを特徴とする(1)に記載のジュール熱金属圧延装置。

(5)

前記金属材料を、I V A族、V A族又はV I A族遷移金属の炭化物、窒化物又は酸化物の内から選ばれる1種の金属材料、又は2種以上の合金(タングステン粉末を含むものを除く)である金属材料としたことを特徴とする(1)に記載のジュール熱金属圧延装置。

(6)

I V A族、V A族又はV I A族遷移金属の炭化物、窒化物又は酸化物の内から選ばれる少なくとも1種の金属材料又は2種以上の合金(タングステン粉末を含むものを除く)である金属材料を、

酸素の含有量が3000質量ppm以下、窒素の含有量が180質量ppm以下である原料粉末をメカニカルアロイングする工程、前記メカニカルアロイングする工程で得られた原料粉末を熱間等方圧プレスにより焼結する工程を経た後、

(1)に記載のジュール熱金属圧延装置を用いて、

前記焼結する工程で得られた合金を500以上2000以下、10-5s⁻¹以上10-2s⁻¹以下の歪速度で、60%以上の塑性変形を施すことを特徴とする金属材料の製造方法。

とした。

【発明の効果】

【0011】

本発明は以上の構成であるので、金属材料の圧力印加箇所を局部的に加熱しながら低速変形により圧延するジュール熱金属圧延装置であって、例えば、靱性・高耐熱性の遷移金属炭化物入りタングステン合金の圧延製造に好適なジュール熱金属圧延装置を提供できる。タングステン合金の他、同様の機構、粒界すべり現象で圧延できる金属材料に適用することができる。

【0012】

他の金属材料としては、I V A族、V A族又はV I A族遷移金属の炭化物の内から選ばれる1種又は2種以上の合金などが例示できる。その場合、金属原料をメカニカルアロイングする工程、前記メカニカルアロイングする工程で得られた原料粉末を熱間等方圧プレスにより焼結する工程、前記焼結する工程で得られた合金を、本発明の装置によって、500以上2000以下、10-5s⁻¹以上10-2s⁻¹以下の歪速度で、60%以上の塑性変形を施す工程を経て、高温での粒界すべりを利用して超低速圧延を行う。

【0013】

本発明のジュール熱金属圧延装置であれば、適用できる金属材料の大きさは、容器寸法による制限のみで原理的に長さ方向には制限なく製造可能である。二軸送りを採用すれば、厚さ方向にも制限なく製造可能である。

【0014】

そして、従来技術(引用文献2)にくらべ、本発明のジュール熱金属圧延装置は、発熱領域を上下圧延ロール部で押圧される部分に局所化でき、消費電力を従来技術に比べ飛躍的に低減(1/10程度以下)させることができる。さらに往復圧延が可能であるので

10

20

30

40

50

、製品の圧延精度や製品組成の一様性を高めることができる。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】図1は、本発明のジュール熱金属圧延装置の説明模式図である。容器2aは説明上、前後の面を取り除き、胴周を一部切欠き開放状態で描かれているが、実際は密閉され、高真空状態（ 5×10^{-1} Pa以下）に減圧される。または容器2aに不活性ガスを充填してもよい。

【発明を実施するための形態】

【0016】

以下、添付の図面を参照し、本発明の実施の形態について詳細に説明する。なお、本発明は下記形態例に限定されるものではない。

【実施例1】

【0017】

図1に示すように、本発明であるジュール熱金属圧延装置1は、容器ユニット2と、架台4に設置され容器2a内で金属材料13を加熱しながら圧延する加熱圧延ユニット5とからなり、金属材料13は、加熱圧延ユニット5により、長時間の局所的な、高温（好ましくは500以上2000以下、 10^{-5} s⁻¹以上 10^{-2} s⁻¹以下の歪速度で、60%以上の塑性変形を施す工程によって金属材料の高温での粒界すべりを利用して超低速圧延される。

【0018】

容器ユニット2は、ホールド14に保持されつつ圧延される金属材料13を収納する容器2aと、容器2aが真空の場合には容器2aを高真空状態に減圧するポンプ及び配管などを含む排気系2bと、排気系2bに設けられた容器2a内の真空度を計測する真空計2cと、容器2a内を視認できる覗き窓2d、2dとからなる。他方、容器2aに不活性ガスを充填する場合には、真空に必要な部品は備えなくてもよい。

【0019】

容器2aには、内部に連通する複数の孔2eを備え、孔2eを挿通して容器2a内部に、各種機能を保持する。なお、真空とは、ここでは 5×10^{-1} Pa以下の高真空状態をいう。さらに、1つの覗き穴2dには内部温度を測定する放射温度計3が向けられる。

【0020】

加熱圧延ユニット5は、上下押圧ユニットから構成される。

上押圧ユニットは、容器2aの孔2eを気密的に貫通する上シャフト8と、容器2aの内部に位置する上シャフト8の先端に上黒鉛ブラシ9と接触しつつ回転可能取り付けられた上黒鉛ロール10と、上黒鉛ロール10を回転させる上駆動軸11と、上黒鉛ブラシ9に通電する第一電極12とからなる。上下黒鉛ロール10、11に代えて、上下二ホウ化チタン（TiB₂）ロール、或いは二ホウ化チタンと窒化チタン（TiN）の混合物ロールとすることができる。二ホウ化チタンについては焼結用金型であるが特許文献5に、二ホウ化チタンと窒化チタンの混合物は同様に焼結用金型であるが特許文献6に製造方法が公開されている。

【0021】

なお、上シャフト8の上方は、圧力受けがある（図示省略）。他方、金属材料13へ印加する圧力加圧装置を備えてもよい。

【0022】

下押圧ユニットは、架台4に保持される圧力印加装置5aと、金属材料13へ印加された圧力を計測する加重測定装置6及び圧力印可による金属材料の変形に伴って移動する圧力印可装置5aの変位を吸収する蛇腹7を介して加圧印加装置5aに接続するとともに容器2aの孔を気密的に貫通する上下動可能な下シャフト8aと、容器2aの内部に位置する下シャフト8aの先端に下黒鉛ブラシ9aと接触しつつ回転可能に取り付けられた下黒鉛ロール10aと、下黒鉛ロール10aを回転させる下駆動軸11aと、下黒鉛ブラシ9aに通電する第二電極12aとからなる。

10

20

30

40

50

【 0 0 2 3 】

このようにしてなる、上下押圧ユニットの上下黒鉛ロール 1 0 a、1 0 a で、金属材料 1 3 を挟み、ホールド 1 4 で保持、水平を維持しつつ、圧力印加装置 5 a で金属材料 1 3 に圧力を付加する。上下黒鉛ロール 1 0、1 0 a は正逆転可能である。

【 0 0 2 4 】

上下ロール、上下ブラシを黒鉛とすることで、電極供給および圧力印可の効果がある。それらについて、その他の素材も、金属材料 1 3 の種類に応じて、電極供給および圧力印可が可能であれば採用できる。上下黒鉛ロール 1 0、1 0 a に直接通電することなく、上限黒鉛ブラシ 9、9 a を介して通電する理由は、圧延動作によって回転する黒鉛ロールに通電するためである。

10

【 0 0 2 5 】

高温で高靱性な黒鉛製の圧延ロール（上下黒鉛ロール 1 0、1 0 a）に、上下黒鉛ブラシ 9、9 a を介して電流印可を行うことで、金属材料、例えば、タングステン合金に局所的に高温を発生、維持するとともに、低速圧延動作による変形を加える事によって、広範囲にわたって粒界すべり処理を施すことができるようになる。

【 0 0 2 6 】

また、通電発熱する上下黒鉛ロール 1 0、1 0 a を採用することで、加熱領域を局所化することができ、消費電力を特許文献 2 - 4 に比べ、1 / 1 0 に低減することができる。

【 符号の説明 】

【 0 0 2 7 】

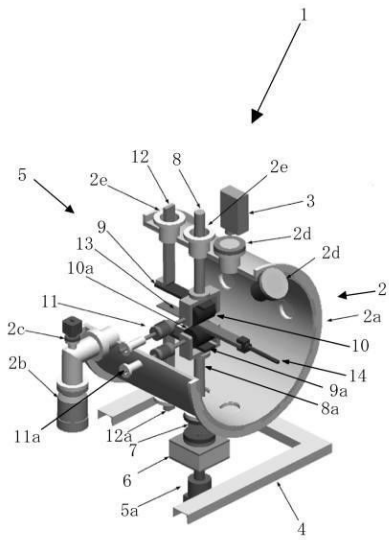
20

- 1 ジュール熱金属圧延装置
- 2 容器ユニット
- 2 a 容器
- 2 b 排気系
- 2 c 真空計
- 2 d 覗き穴
- 2 e 孔
- 3 輻射温度計
- 4 架台
- 5 圧延ユニット
- 5 a 圧力印加装置
- 6 加重測定装置
- 7 蛇腹
- 8 上シャフト
- 8 a 下シャフト
- 9 上黒鉛ブラシ
- 9 a 下黒鉛ブラシ
- 1 0 上黒鉛ロール
- 1 0 a 下黒鉛ロール
- 1 1 上駆動軸
- 1 1 a 下駆動軸
- 1 2 第一電極
- 1 2 a 第二電極
- 1 3 金属材料
- 1 4 ホールド

30

40

【図 1】



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 1 B 27/00 (2006.01) B 2 1 B 27/00 Z

(72)発明者 鄭 憲採
神奈川県海老名市社家字業平7 1 3 金属技研株式会社内

(72)発明者 新倉 高一
神奈川県海老名市社家字業平7 1 3 金属技研株式会社内

F ターム(参考) 3K058 AA87 FA07 FA14
4E016 AA02 BA01 CA08 DA18 EA09
4E124 DD04