

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 5 日現在

機関番号：22604

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560844

研究課題名(和文) 粉末焼結超合金の高温強度に及ぼす旧粒子界面に残存する酸化皮膜の影響

研究課題名(英文) Influence of Previous Particle Boundary on high-temperature strengths of PM superalloy

研究代表者

寛 幸次 (Takehi, Koji)

首都大学東京・理工学研究科・准教授

研究者番号：70185726

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,300,000円、(間接経費) 1,290,000円

研究成果の概要(和文)：高品位な粉末の製造方法としてプラズマ回転電極法(PREP法)がある。国内ではNi基超合金にPREPを適用した研究例はない。そこで、本研究では、PREP粉をHIPにて焼結し、さらに、熱間鍛造を施したPM718PREP鍛造材を製作し、その特性を評価した。粉末粒子が粗大であったため、HIP焼結後、キャビティが観察された。引張試験片破面において、PPBに沿った破壊が観察された。そこで、PPBを粉碎しこのキャビティを潰すために熱間鍛造を行った。PM718PREP鍛造材は鍛造前のPM718PREPに比べて強度、延性共に増加した。鍛造することで強度は増したが延性は低下した。

研究成果の概要(英文)：PPB (prior particle boundary) is known to decrease the toughness and ductility of PM alloys. The forging process is generally applied after sintering by HIP to crush PPBs, which are caused by impurities on the surface of the powder. The PREP(Plasma Rotating Electrode Process) is known to capable of reducing impurities in refractory-metals powder. In this study, to reduce PPBs, PREP was applied to alloy 718 powder. The alloy powder was HIPed at a delta-subsolvus temperature to achieve a superfine grain and high strength. The influence of PREP treatment on tensile properties and the microstructure of P/M 718 were investigated. After PREP treatment, the impurities in the powder were reduced. The PREP was found to increase the density of the sintered specimen. However, it did not improve ductility as expected due to an insufficient reduction of the oxygen content and fine precipitates in PPB.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学 構造・機能材料

キーワード：ニッケル基超合金 粉末冶金 旧粉末粒子界面 プラズマ回転電極法 インコネル718 熱間静水圧法

1. 研究開始当初の背景

一般に、PM (Powder Metallurgy) 超合金は、溶解鍛造(C&W: Cast and Wrought)合金に比して高温強度特性に優れているため、軍用航空機エンジンのみならず民間用エンジンのディスク材でも適用が進んでいる。PM 材の合金設計と製造プロセスは、国家戦略技術、または海外の主要エンジンメーカーの戦略技術として扱われ、その技術情報は公開されにくい状況にあり、国内に於いても基礎的研究が必要とされる。国内においては、旧通産省工業技術院の次世代産業基盤技術研究開発制度による「高性能結晶制御合金の研究開発」において、1980年代にPM材に関して体系的に研究が行われた。また、近年では、旧通産省工業技術院の産業科学技術研究開発制度による「超音速輸送機用推進システムの研究開発 (HYPER)」において、国内素材メーカーで製造したAF115 PM材を搭載し地上実証試験に成功し、それに続く「環境適合型次世代超音速推進システムの研究開発 (ESPR)」においては、N18 PM材を用いた地上実証試験が行われた。しかし、国内では、エンジンのLife Limited Partsを設計・製造することは困難であり、PM超合金に対する国内ニーズがほとんどないことなどから、PM超合金に関する研究開発例は現在極めて少ない。一方、近年、(i) 粉末製造技術の発展による純度の向上や粒度分布コントロールによりPM合金の機械特性や寸法精度が向上し、鍛造等の製品を凌駕する機械特性・精度が得られること、(ii) 粉末需要の増加と生産能力の増強などにより粉末価格が低下し、HIP(Hot Isostatic Pressing, 熱間静水圧法)等の加工費を含むトータルコストで見ても価格競争力が向上していること、(iii) ニッケルやレアメタル等の金属価格の高騰によりニアネット成形の重要度が上がっていることなどの理由で、PM超合金が注目されつつある。中でもニアネット成形を用いた精密小型部材の製造技術は近年大きく進歩しており、特に高価かつ難加工材であるNi基超合金では合理的な製造方法であるといえる。溶解鍛造Ni基超合金の高温強度特性の向上に伴い、加工性が悪化している。また、超合金は高価な材料であり、材料の歩留まりの向上や、切削コストの低減が求められている。このような課題を解決する方法として粉末冶金が注目されている。粉末冶金では材料をニアネット成形できるため上に述べた問題の改善に適しているといえる。さらに、材料を高純度で微細な粉末から製造することで、微細で偏析のない結晶粒を得ることができる。粉末焼結超合金は、粉末製造過程において混入する不純物により強度が低下する。特にPPB(Previous Particle Boundary)と呼ばれる旧

粉末界面に残存する被膜は、材料の延性を低下させる。

2. 研究の目的

PPBが低い高品位な粉末の製造方法としてPREP(Plasma Rotating Electrode Process, プラズマ回転電極法)がある。PREPは材料金属を高純度プラズマによって融解し、液滴として電極表面から遠心力によって吹き飛ばすことで粉末を製造する方法である。このPREPによって製造された粉末は、酸素等の不純元素の混入が少なく、かつ衛星粒子がほとんど見られない均一な粒子を有することが特徴である。このため、ロシアではPREP粉を使って航空機用タービンディスクが製造されているが、国内ではNi基超合金にPREPを適用した研究例はない。そこで、本研究では、PREP粉をHIP焼結し、さらに、PREP粉焼結合金に熱間鍛造を施した。本研究では、PREP焼結材の特性評価およびその特性の改善を目的とした。

3. 研究の方法

本研究では供試材としてNi基超合金Inconel 718ビレットを用いた。ここで、ビレットとは市販の溶解鍛造材である。この溶解鍛造ビレットからPREPにより粉末を作製した。粉末粒子のSEM画像と粒子分布を図1に示す。PREP粉末の平均粒子径は172μmであった。PREPは材料金属を高純度プラズマによって融解し、液滴として電極表面から遠心力によって吹き飛ばす。さらに電極の周辺に配置さ

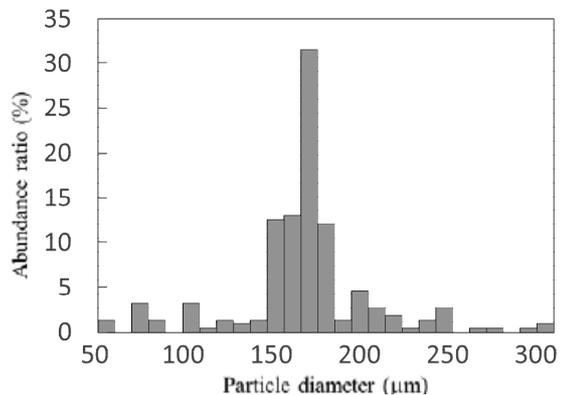
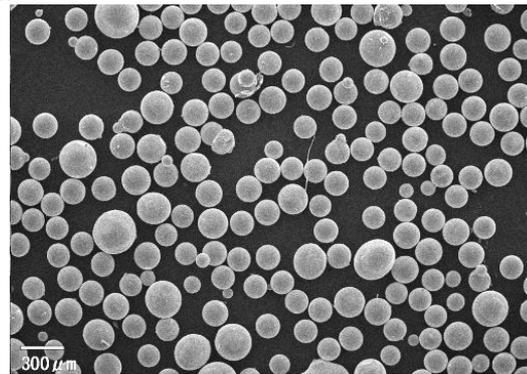


図1 粉末粒子のSEM像と粒子分布。

れているガスノズルから噴出するガスジェットの空気力学的引張り力によって起こる二次的な粉碎により粉末が微細化する。このプロセスでは、酸素、電極および炉材による汚染の回避が可能で純度の高い粉末が製造できる。焼結にはHIPを用いた。HIP中の組織粗大化を抑制するため、比較的低温の980 °C、圧力177 MPaにて、焼結体をアルゴンガス雰囲気中で2h保持した。HIP後のPM718PREPを980 に加熱し1.5tハンマーにて加工率50%の高温鍛造しPPBを粉碎した。また比較材として、Inconel 718 溶解鍛造ビレット材についても同様に高温鍛造し、強度特性の比較検討を行った。

#### 4. 研究成果

PREP 粉末が粗大であるため、粒子の流動性が悪く、HIPしたままのPM718PREPは、粗大なPPBやキャピティが多く存在していた(図2)。また、HIP処理中の結晶粒粗大化を阻止するため、相によるピン留め効果を期待して、ソルバス温度直下でHIP処理を行った。アトマイズ法に比べ、PREP法はPPBが少な粉末粒子が得られると言われているが、本研究においては、PPBを劇的に低減させることはできなかった。そのため、HIPしたままのPM718PREPは延性が非常に低く、実用に供することは困難であると考えられる。しかし、鍛造による熱間加工を加えることでキャピティは押し潰され、PPBは粉碎された。ま

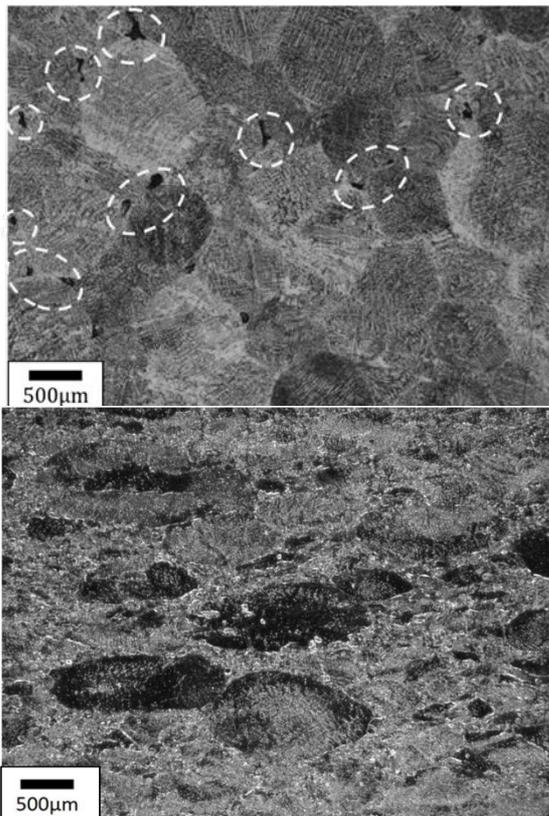


図2 鍛造前と鍛造後の光学顕微鏡組織。

た、鍛造により導入されたひずみに起因して再結晶が起こり、鍛造後の組織が微細化した。図3に示すような鍛造後の組織が非常に微細になった要因は、主として、鍛造によるひずみであると考えられる。PREP材はHIP直後、粗大粒が混在する混粒結晶組織であったが、鍛造後、ビレット鍛造材よりもより微細化されていることから(図3)、PPBの存在により拘束されていた残留ひずみが鍛造によるPPBの破壊で再結晶の駆動力として働いた可能性が推察される。ビレット鍛造材と比べても微細な組織を有していたことから、初期粒径が微細な粉末粒子をHIP焼結し鍛造を施すことでPM718PREP鍛造材よりも微細な組織を有するAlloy718を作製できる可能性が示唆される。鍛造後に延性が向上した要因は、キャピティの消滅とPPBの粉碎である。PPBでは酸化物や強化相が存在しており結合力が低下していることが報告されている。本研究でも図7にあるように鍛造前はPPBから破壊が生じており、PPBが粉碎された鍛造後の引張試験では延性の向上と共に延性的な破面に变化した。また、HIP温度を上昇させると、PPBの影響が低減され延性が向上することから、ソルバス温度以上でのHIP処理、すなわち、HIP温度の上昇を検討する必要がある。

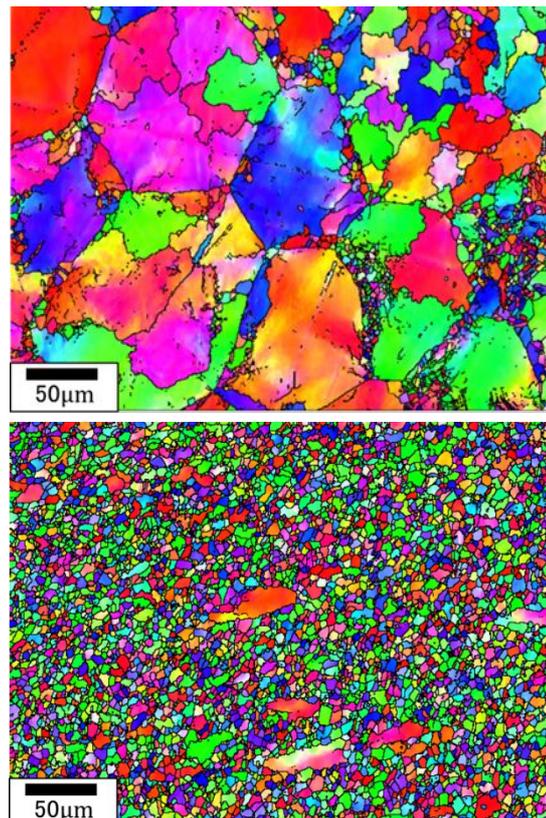


図3 鍛造前と鍛造後のEBSD組織。

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 23 件)

1. 溶解鍛造用 Ni 基超合金 Inconel 718 の溶接特性, 石井克佳, 笥幸次, 米本朋弘, 日本学術振興会第 123 委員会研究報告, 52(2011), pp.391-396.
2. F. H. Latief, K. Kakehi, Y. Tashiro, X. Fu. "Effect of surface orientation on high temperature oxidation behavior of Ni-base single crystal superalloy CM186LC at 1100 °C in air". International Journal of Electrochemical Science 7 (2012) 7608-7618. 「審査付」
3. F. H. Latief, K. Kakehi, X. Fu, Y. Tashiro. "Isothermal oxidation behavior characteristics of a second generation Ni-base single crystal superalloy in air at 1000 and 1100 °C". International Journal of Electrochemical Science 7 (2012) 8369-8383. 「審査付」
4. F. H. Latief, K. Kakehi, H. Murakami. "Anisotropic creep properties of aluminized Ni-based single-crystal superalloy at intermediate and high temperatures". Scripta Materialia 68 (2013) 126-129. 「審査付」
5. F. H. Latief, K. Kakehi, H. Murakami. "Anisotropic creep behavior of aluminized Ni-based single crystal superalloy TMS-75". Materials Science and Engineering A, 567 (2013) 65-71. 「審査付」
6. F. H. Latief, K. Kakehi. "Effects of Re content and crystallographic orientation on creep behavior of aluminized Ni-base single crystal superalloys". Materials & Design, 49 (2013), pp. 485-492. 「審査付」
7. F. H. Latief, K. Kakehi, K. Kasai, H. Murakami, "Influence of crystallographic orientation on creep behavior of aluminized Ni-base single crystal superalloys". The 12th International Symposium on Superalloys, in: E. Huron, R.C. Reed, J. Mills, et al, editors. Superalloys 2012, TMS, Warrendale, PA, 2012, pp.311-320 「審査付」
8. 石井克佳, 笥幸次, 米本朋弘, Inconel 718 の微視組織と機械的特性に及ぼす TIG 溶接の影響, 日本金属学会誌, 第 76 巻 (2012), pp.289-294. 「審査付」
9. 鈴木千明, 笥幸次, 近藤 大介, -subsolvus 温度で HIP 焼結した P/M 718 の特性, 日本金属学会誌, 第 77 巻 (2013), pp.147-152. 「審査付」
10. F. H. Latief, K. Kakehi, Y. Tashiro and X. Fu, "Effect of surface orientation on high temperature oxidation of Ni-base single crystal superalloy" Meeting of the 123rd Committee on Heat-resisting Metals and Alloys, Japan Society for the Promotion of Science 53(2012), pp.301-308, 「査読無」
11. 佐藤耕, F.H.Latief, 笥幸次, アルミ拡散コーティングを施した CMSX4 薄板試験片のクリープ強度に及ぼす塑性異方性, 日本学術振興会第 123 委員会研究報告, 53(2012), pp.255-263, 「査読無」
12. 鈴木千明, 笥幸次, 近藤大介, -subsolvus 温度で HIP 焼結した P/M 718 の特性, 日本学術振興会第 123 委員会研究報告, 53(2012), pp.265-270, 「査読無」
13. F. H. Latief, K. Kakehi, H. Murakami. "Anisotropic creep properties of aluminized Ni-based single-crystal superalloy at intermediate and high temperatures". Scripta Materialia 68 (2013) 126-129.
14. F. H. Latief, K. Kakehi, H. Murakami. "Anisotropic creep behavior of aluminized Ni-based single crystal superalloy TMS-75". Materials Science and Engineering A, 567 (2013) 65-71.
15. F. H. Latief, K. Kakehi. "Effects of Re content and crystallographic orientation on creep behavior of aluminized Ni-base single crystal superalloys". Materials & Design, 49 (2013), pp. 485-492.
16. F. H. Latief, K. Kakehi, Y. Tashiro. "Oxidation behavior characteristics of an aluminized Ni-based single crystal superalloy CM186LC between 900 °C and 1100 °C in air". Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 19(2013), pp.1926-1932.
17. F. H. Latief, K. Kakehi. "Influence of heat treatment on anisotropic creep behavior of aluminide coating on a Ni-base single crystal superalloy". Materials & Design, 52(2013), pp.134-142.
18. F. H. Latief, K. Kakehi, A. C. Yeh, H. Murakami. "Influences of ruthenium and crystallographic orientation on creep behavior of aluminized Ni-base single crystal superalloys". Materials Science and Engineering A, 592 (2014), pp.143-152.
19. F. H. Latief, K. Kakehi, "Influence of thermal exposure on the creep

properties of an aluminized Ni-based single crystal superalloy in different surface orientations”, Materials and Design 56 (2014), pp.816-821.

20. K. Kakehi, F. H. Latief and T. Sato. “Influence of primary and secondary orientations on creep rupture behavior of aluminized single crystal Ni-based superalloy”. Materials Science and Engineering A, 604, 2014, pp.148-155.
21. 鈴木千明, 笥幸次, 近藤大介, -Subsolvus で HIP 焼結した P/M 718 の特性, 日本金属学会誌, Vol. 77, No. 4 (2013), pp. 147-152.
22. 飯島有理, 橋向智弘, 笥幸次, 溶解鍛造 Ni 基超合金 Inconel 718 の強度特性に及ぼす低融点元素の影響, 日本学術振興会第 123 委員会研究報告, 54(2013), pp.131 -136.
23. 笥幸次, ニッケル基単結晶超合金の強度におよぼす塑性異方性の影響, 天田財団 FORM TECH REVIEW, 23(2013), pp. 51-56.

〔学会発表〕(計 16 件)

1. Inconel718 の微視組織が及ぼす溶接特性について, 石井克佳, 笥幸次, 米本朋弘, 日本金属学会秋期大会, 2011 年 10 月
2. 溶解鍛造用 Ni 基超合金 Inconel 718 の溶接特性, 石井克佳, 笥幸次, 米本朋弘, 日本学術振興会第 123 委員会, 2011 年 11 月.
3. 台湾航空機部品サプライチェーン連合と連携した航空機部品高度加工プロセスの研究, 笥幸次, 都市科学連携機構施策提案発表会, 2011 年 7 月
4. 台湾における航空機部品製造関連産業, 笥幸次, 東京都航空機産業支援事業課題検討会, 2011 年 4 月
5. F.H.Latief, K.Kakehi. “Anisotropic creep properties of aluminized Ni-based single crystal superalloy” JSME Kanto Branch meeting (March 15, 2013)
6. 飯島有理, 橋向智弘, 笥幸次, 溶解鍛造 Ni 基超合金 Inconel 718 の強度特性に及ぼす低融点元素の影響, 日本金属学会春期大会, 2013 年 3 月
7. 橋向智弘, 笥幸次, 溶解鍛造 Ni 基超合金のひずみ時効割れ感受性, 日本金属学会秋期大会, 2012 年 9 月
8. 鈴木千明, 笥幸次, 近藤大介, -subsolvus 温度で HIP 焼結した P/M 718 の特性, 日本金属学会秋期大会, 2012 年 9 月
9. F. H. Latief, K. Kakehi, H. Murakami. “Role of detrimental zone on creep

behavior of aluminized Ni-base single crystal superalloys in (100) and (110) orientations”. NIMS 2012

International Conference (Structural Materials Science and Strategy for Sustainability -Back to the Basics-), Tsukuba, June 2012

10. F. H. Latief, K. Kakehi, H. Murakami. “Detrimental zone and its effect on creep behavior of aluminized Ni-base single crystal superalloys in (100) and (110) orientations”. 13th World Conference on Investment Casting & Exhibition, Kyoto, April 2012.
11. 中山義博, 笥幸次, 近藤大介, 熱プラズマ液滴製錬を施した粉末を HIP 焼結した P/M 718 材の組織と延性, 日本機械学会第 21 回機械材料・加工技術講演会 (M&P2013), 2013 年 11 月.
12. 田代雄真, 笥幸次, インコネル 718 の強度特性に及ぼす熱処理と低融点元素の影響, 日本機械学会, 第 21 回機械材料・加工技術講演会 (M&P2013), 2013 年 11 月.
13. 飯島有理, 橋向智弘, 笥幸次, 溶解鍛造 Ni 基超合金の延性に及ぼす昇温履歴の影響, 日本金属学会秋期講演大会(第 153 回), 2013 年 9 月.
14. 中山 義博, 笥幸次, 近藤大介, 熱プラズマ液滴製錬を施した粉末を HIP 焼結した P/M 718 材の組織と延性, 日本金属学会秋期講演大会(第 153 回), 2013 年 9 月.
15. 塩沢駿, 笥幸次, 津野展康, 高橋聡, 省 Re 単結晶 Ni 基超合金の 750 におけるクリープ挙動, 日本金属学会春期講演大会(第 154 回), 2014 年 3 月.
16. 西牧智大, 笥幸次, 同和鍛造 河上裕介, 金属技研 近藤大介, PREP 粉末から作製した PM718 鍛造材の強度特性, 日本金属学会春期講演大会(第 154 回), 2014 年 3 月.

〔その他〕

ホームページ

<http://www.comp.tmu.ac.jp/superalloys/>

6. 研究組織

(1)研究代表者

笥幸次 (KOJI KAKEHI)

首都大学東京・理工学研究科・准教授

研究者番号: 70185726

(2)研究分担者

なし

(3)連携研究者

なし