

# プラズマ回転電極法を用いて作製した 粉末焼結ニッケル超合金の超塑性

首都大学東京 理工学研究科 機械工学専攻  
准教授 笥 幸次

(平成23年度一般研究開発助成AF-2011032)

キーワード：粉末冶金，プラズマ回転電極法，ニッケル基超合金

## 1. 研究の目的と背景

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<sup>1)</sup>。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<sup>2)</sup>。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<sup>2)</sup>、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<sup>3)</sup>。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PREP粉焼結鍛造材を製作し、その特性を評価した。

## 2. 実験方法

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。供試合金の化学組成表1に示す。この溶解鍛造ビレットからPREPにより粉末を作製した。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。図1に示すように、供試合金は、高純度不活性ガス環境下で回転する電極が高温プラズマによって溶解され、液滴として電極表面から遠心力によって吹き飛ばされ、さらに電極の周辺に配置さ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力によって第2次的な粉砕によって微粉化される。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

表1 供試材の化学組成 (mass %)

Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Al	Nb+Ta	Mn	C	Fe
53.29	17.71	0.44	2.96	0.96	0.48	5.27	0.05	0.03	Bal.

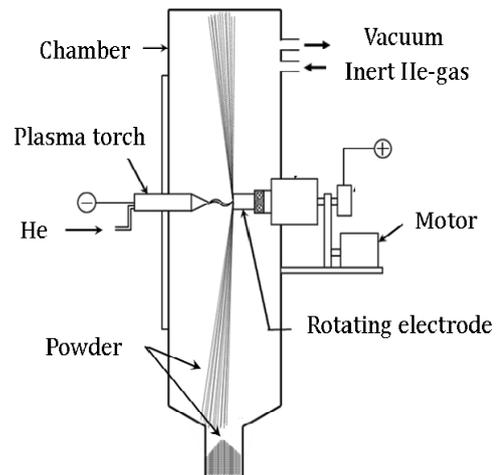


図1 プラズマ回転電極法 (PREP: Plasma Rotating Electrode Process)

で、ガスアトマイズ法に比べ PPB 量の低い高品位粉末が製造できるのが特徴である。粉末粒子の SEM 画像と粒子分布を図 2 に示す。PREP 粉末の平均粒子径は  $172\mu\text{m}$  であった。焼結には HIP を用いた。HIP 処理中の結晶粒粗大化を阻止するため、 $\delta$  相によるピン留め効果を期待して、 $\delta$  ソルバス温度直下で HIP 処理を行った<sup>3)</sup>、 $\delta$  サブソルバス温度直下の  $980^\circ\text{C}$ 、圧力  $177\text{MPa}$  にて、焼結体をアルゴンガス雰囲気中で 2h 保持した<sup>1)</sup>。HIP 後の PREP 粉焼結を  $980^\circ\text{C}$  に加熱し 1.5t ハンマーにて加工率 50% の熱間鍛造し PPB を粉砕した。また比較材として、Inconel 718 溶解鍛造ピレット材についても同様に熱間鍛造し、強度特性の比較検討を行った。

### 3. 実験結果

#### 3.1 組織観察

PREP 焼結材の鍛造前後の組織を、それぞれ図 3, 4 に示す。HIP 後の組織には図 3 に示すようなキャビティが多く観察された。これは PREP 粉末の粒子径が粗大であった為に流動性が悪いことが原因だと考えられる。またキャビティの多くは旧粉末粒子界面である PPB の近傍に存在していた。鍛造前に存在していたキャビティが消滅し、広範囲で PPB が粉砕され組織が微細化した。また粉砕されずに残存した旧粉末粒子は鍛造方向に変形していた (図 4)。次に、鍛造前後の EBSD マッピングを図 5 に示す。鍛造前には一部分では微細な組織も見られるが広い範囲で PPB が存在し、全体的に粗大な組織であった。結晶粒組織の微細化を目途として、 $\delta$  ソルバス温度直下で HIP 処理を行った。

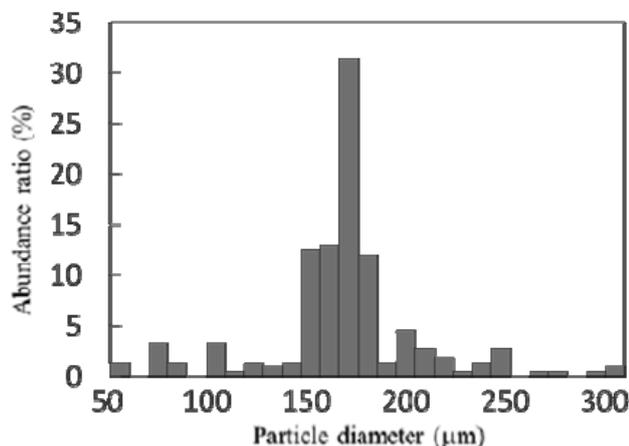
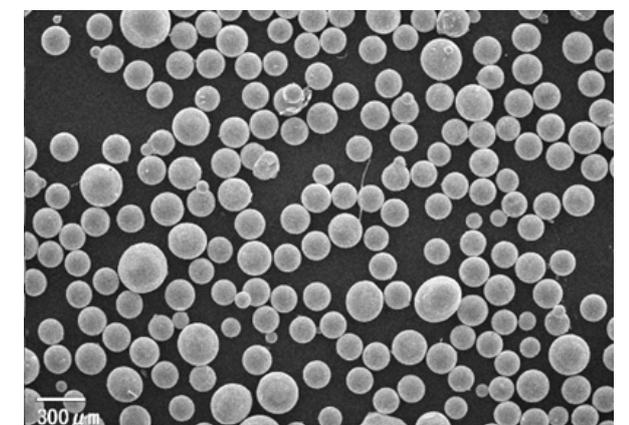


図 2 PREP 粉末粒子の SEM 像と粒子分布。

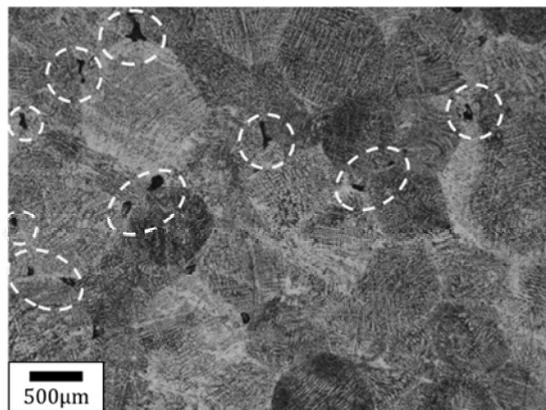


図 3 PREP 粉焼結材の鍛造前の組織。

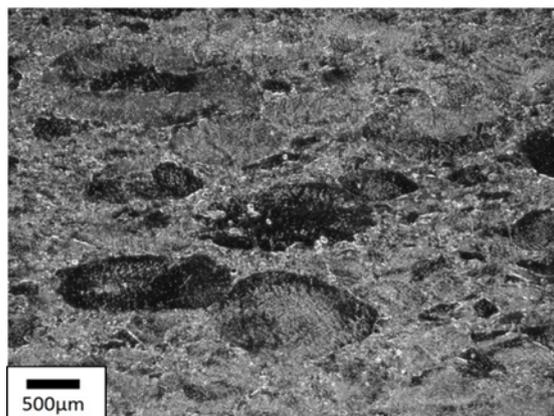


図 4 PREP 粉焼結材の鍛造後の組織。

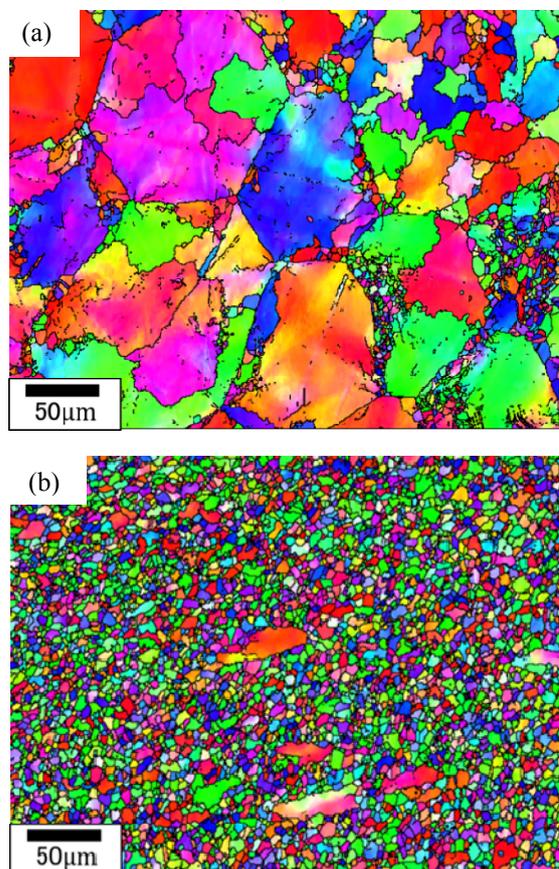


図 5 PREP 粉焼結材の結晶粒：(a) 鍛造前，(b) 鍛造後。

しかし、PREP 粉自身が粗大な結晶粒を含有していたため、焼結材においても粗大粒を含む混粒組織となった。鍛造後の EBSD マッピング (図 5(b)) に示すように、鍛造によりキャビティが消滅し PPB が粉碎され再結晶が生じることで非常に微細な結晶粒となった。若干の粗大な結晶粒も残存しているが、鍛造前と比較すると結晶粒が均一微細粒化されたことがわかる。図 6 に、PREP 粉焼結-鍛造材と Inconel718 ビレット鍛造材の結晶粒組織を比較した結果を示す。PREP 粉焼結-鍛造材は平均結晶粒径  $2.6\mu\text{m}$ 、ビレット鍛造材は平均結晶粒径  $4.0\mu\text{m}$  であり、PREP 粉焼結-鍛造材の方が、より微細な結晶粒組織となることが分かった。

### 3.2 引張強度特性

鍛造前後の PREP 粉焼結材に標準溶体化・時効処理を施した試験片の応力-ひずみ曲線を図 7 に示す。また、破面を図 8 に示す。鍛造前は延性が低く、PPB に沿って破壊が生じていた (図 8(a))。鍛造後は延性が大きく向上し、強度も若干増した。破面の一部で PPB が観察されるが延性的になった (図 8(b))。図 7(b) に示すように、PREP 粉焼結-鍛造材はビレット鍛造材に比べ強度は若干高いが延性が低い。ビレット鍛造材 (図 8(c)) は PREP 粉焼結鍛造材 (図 8(b)) よりも延性的な破面を示していた。PREP 粉焼結材は、鍛造によっても完全には PPB の影響を除去できないことが明らかになった。

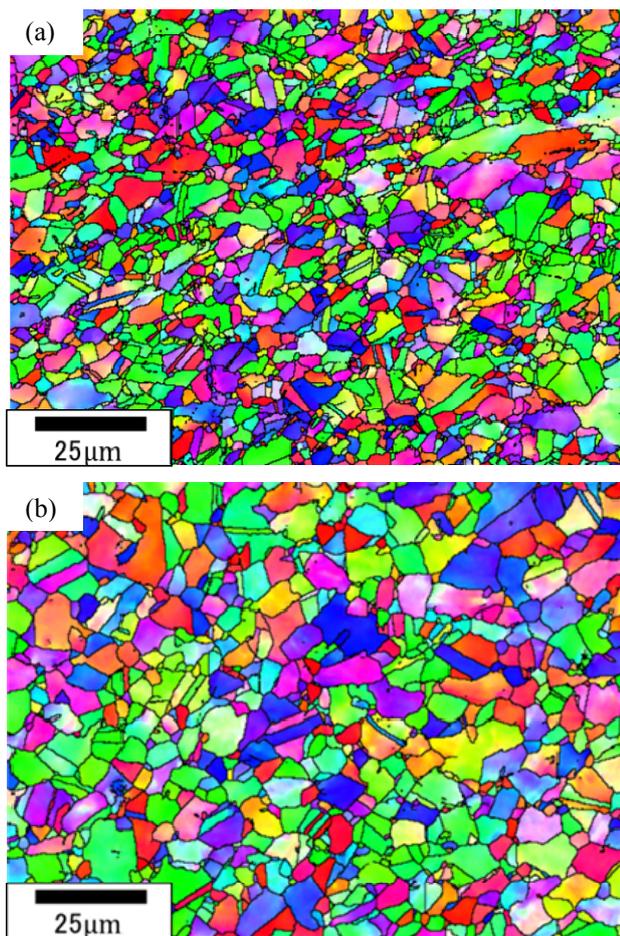


図 6 EBSD マッピング：(a) PREP 粉焼結-鍛造材，(b) Inconel718 ビレット鍛造材。

### 4. 考察

HIP 処理中の結晶粒粗大化を阻止するため、 $\delta$  相によるピン留め効果を期待して、 $\delta$  ソルバス温度直下で HIP 処理を行った<sup>3)</sup>。しかし、PREP 粉末が粗大であるため、粉末粒子の流動性が悪く、HIP したままの PREP 粉焼結材は、粗大な PPB やキャビティが多く存在していた。また、一般的なアトマイズ法に比べ、PREP 法は PPB が少ない粉末粒子が得られると言われていたが、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 PREP 粉焼結材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ビティは押し潰され、PPB は粉碎された。また、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 5 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、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 PREP 粉焼結-鍛造材よりも微細な組

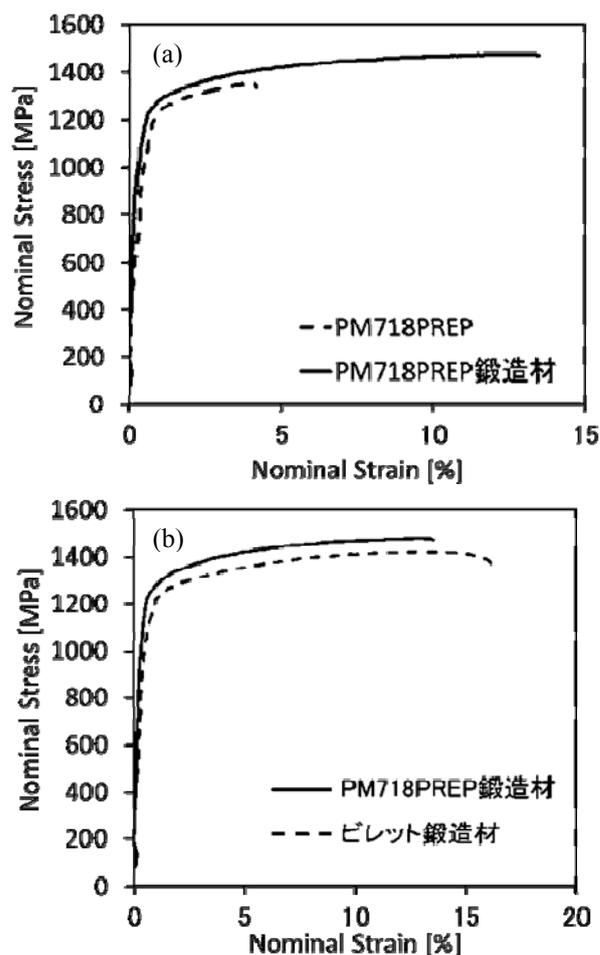


図 7 応力ひずみ曲線：(a)PREP 粉焼結材の鍛造による延性向上と (b)ビレット鍛造材との比較。

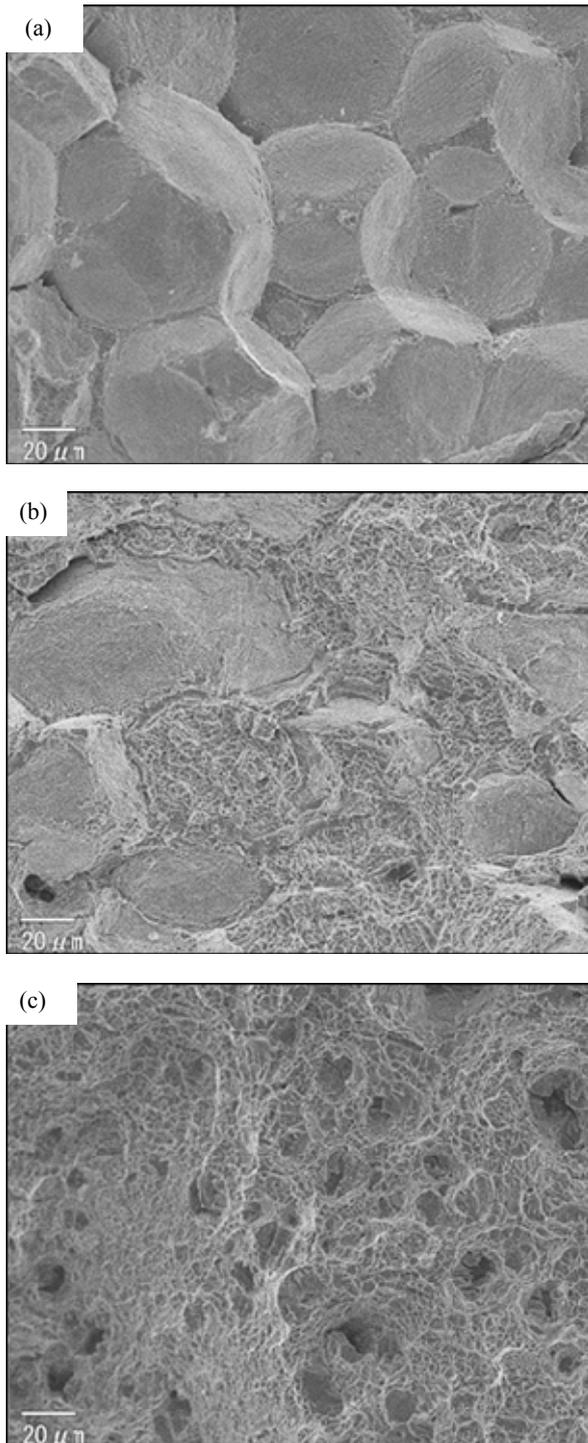


図8 引張試験片の破断面：(a) PREP 粉焼結材，(b) PREP 粉焼結-鍛造材および(c)ビレット鍛造材。

織を有する Alloy718 を作製でき、超塑性を発現する可能性が示唆される。鍛造後に延性が向上した要因は、キャビティの消滅と PPB の粉碎である。PPB では酸化物や析出相が存在しており、結合力が低下していることが報告されている<sup>4)</sup>。図8にあるように鍛造前は PPB から破壊が生じており、鍛造後、PPB が粉碎されることにより、引張試験では延性が向上するとともに、破面は延性破面に変化したものと考えられる。しかし、本研究では、鍛造によっても完全に PPB の影響を除去できないことが明らかになった。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<sup>5)</sup>、 $\delta$  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と考えられる。さらに、鍛造なしで、PREP 焼結材を実用に供するためには、 $\delta$  プロセス<sup>6)</sup>等の結晶粒微細化プロセスの適用が必要と考えられる。

## 5. 結言

- (1) 高品位な PREP 粉末を用いても HIP のみでは PPB が残存し十分な延性は得られなかった。
- (2) 鍛造を施すことで、キャビティの消滅と PPB の粉碎により、PREP 材の強度と延性が向上した。
- (3) 熱間鍛造を施すことにより、PREP 材はビレット材よりも結晶粒が微細化しており、超塑性の発現が期待される。
- (4)  $\delta$  ソルバス温度以上での HIP 処理および  $\delta$  プロセス適用の検討が必要である。

## 謝 辞

本研究は、天田金属加工機械技術振興財団（現 公益財団法人天田財団）の平成 23 年度一般研究開発助成（AF-2011032）を受けて行われた。ここに記して、同財団に謝意を表します。また、本研究の遂行にあたり実験を担当した西牧智大君に感謝の意を表します。

## 参考文献

- 1) 高性能結晶制御合金技術ハンドブック，山崎道夫，日本規格協会，pp. 317-418
- 2) 有我誠芳：JRCM NEWS, The Japan Research and Development Center for Metals, No245, pp. 2-6.
- 3) 鈴木千明，筧 幸次，近藤大介，日本金属学会誌，77 (2013)，pp. 147-152.
- 4) 中山義博，筧 幸次，近藤大介，日本金属学会誌，78 (2014)，pp. 205-210.
- 5) Yen-Ling Kuo, Master thesis, department of materials science and engineering of I-Shou University, 2014.
- 6) C. Ruiz, A. Obabueki, and K. Gillespie, Superalloys 1992, Edited by S. D. Antolovich, R. W. Stusrud, R. A. MacKay, D. L. Anton, T. Khan, R. D. Kissinger, D. L. Klarstmm, The Minerals, Metals & Materials Society, 1992, pp. 33-42.