超高融点で高温強度に優れるTi(C,N)—W系サーメット金型を用いた大気中の恒温鍛造によるNi基超合金の低コスト複雑形状成形技術の開発

産業技術総合研究所　製造基盤技術研究部門
上級主任研究員　村上　敬
(2022年度　一般研究開発助成 AF-2022027-B3)

キーワード：超高融点サーメット，粉末冶金，熱間鍛造

１．研究の目的と背景

現在航空機・自動車エンジンや発電用大型蒸気タービンの分野では、より高温で燃焼させ熱効率向上させることが求められている。これら1000˚C以上の温度に耐え、強度が得られる材料として、ニッケル(Ni)基超合金(インコネル718合金等)が注目され、年々使用が増大している。しかしながら、この合金は1000℃以下では高強度で成形性に乏しいため、鍛造中被加工材温度が急激に下がる熱間鍛造は適用しにくい。また、1000˚C以上の金型温度で高荷重の恒温鍛造を行う事が出来れば、成形性の向上が可能になるが、大気中1000˚C以上の高温で高強度が維持できる恒温鍛造用金型材料は現在ほとんど存在しない。そのため、この課題を解決できる新規のＮｉ基超合金用恒温鍛造金型とそれを用いた製造技術のニーズが高まっている。

現在恒温鍛造用金型材料としてインコネル713C（Ni基超合金の一種）やチタン・ジルコニウム・モリブデン(TZM)合金等が利用されている。しかしいずれも1000℃以上で高荷重の恒温鍛造に耐えうる強度の確保が難しく、後者については1000℃以上での耐酸化性に乏しく真空中でしか使用できない。このため、現在では、鍛造前に押出加工や高圧スライド加工(HPS)等で結晶粒径を小さくし、大気中約800℃、もしくは真空中約1000℃～1100℃で超塑性現象を利用して恒温鍛造を行っている。しかしこの方法では大型の部材に適用する事が難しい。さらに、タービンブレードなどの複雑形状の鍛造を行うことはとても難解な状況であり、これまでの開発の流れから変わって、根本的に解決が可能な恒温鍛造用金型材料の創出が求められている状況である。

最近研究代表者らは、従来型サーメットに含まれる融点約1500℃のFe、Co、Niバインダーを融点3000℃以上のWに置き換えたTi(C,N)-W系サーメットを作製し、1600℃以上の高温領域で1000MPa近い降伏応力を示すサーメット材料の開発を行うことに成功している（図1)。この材料は、サブミクロンオーダーのTi(C,N)とWの混合粉末を放電プラズマ焼結すると、従来の工具材料では全く見られない、高温強度向上に効果的な超微細core-rim構造を持ち、この微細構造により、優れた高温強度が得られたと考えている（図2)。

このサーメット製金型を用いると、従来の金型では難しかった前処理なしのインコネル718合金の真空中900℃～1100℃での据込圧縮型恒温鍛造が、容易に作製できることを実験により確認している。本研究では、研究代表者が開発したTi(C,N)-Wサーメットの改良版を用いて、前処理なしでインコネル718合金等のNi基超合金の被加工材を大気中及び真空中1000℃～1200℃で恒温鍛造を行うことを実現し、航空機エンジンや発電用大型蒸気タービンディスク、自動車エンジン用部品に適用可能な鍛造技術を開発することを目的とする。

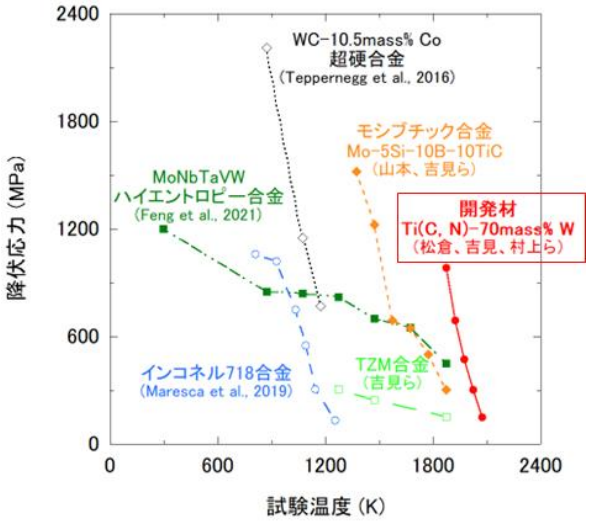


図１　最近研究代表者らが開発したTi(C,N)-70mass% Wサーメットの高温強度[1)]。

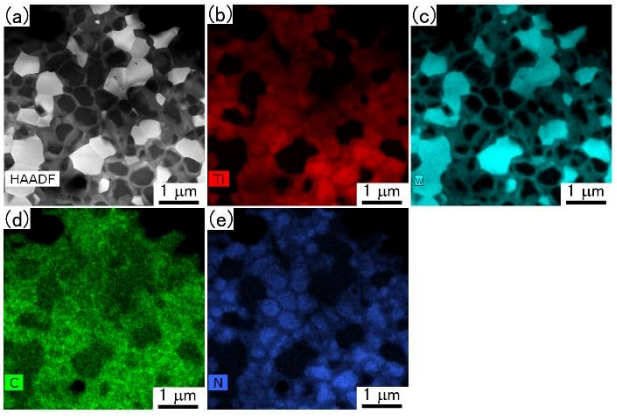


図２　最近研究代表者らが開発したTi(C,N)-70mass% Wサーメットの TEM-EDS 像[1)]。(a)TEM像、(b)Ti原子の分布(c)W原子の分布(d)C原子の分布(e)N原子の分布。

２．実験方法

2.1　Ti(C,N)-70mass% W サーメットにより恒温鍛造したインコネル 718 合金の SEM-EBSD 分析

本研究ではまず放電プラズマ焼結法で作製した Ti(C,N)-70mass% W サーメット金型を用いて、真空中 1000℃及び 1100℃、荷重 10KN、40kN の条件で市販のインコネル 718 合金試験片(φ3mm×5mm)の恒温鍛造を行った。なお金型と被加工材の離型性を高めるため、両者間に 1000℃程度まで離型性のあることの知られている六方晶窒化ホウ素(BN)粉末を塗布した。鍛造後得られた試験片の SEM-EBSD 分析及びマイクロビッカース硬さ測定を行った。

2.2　Ti(C,N)-(W,Cr)サーメットの室温・高温圧縮試験、高温酸化試験

Ti(C,N)-70mass% W サーメット金型は真空中 1000℃～1100℃でインコネル 718 合金の恒温鍛造の可能であることがわかっているが、大気中で行う場合、耐酸化性に不安がある。そのため W 原料粉末の 20at%を Cr に置換えた Ti(C,N)-70mass%(W,Cr)サーメットを作製し、高温大気中でインコネル 718 合金などの恒温あるいは熱間鍛造に適しているか特性評価を行った。

2.3　Ti(C,N)-70mass% W サーメット金型によるモリブデン合金(TZM 合金)の恒温鍛造試験

研究代表者らが開発した Ti(C,N)-70mass% W サーメットは高温強度に優れるため、真空中あるいは不活性ガス雰囲気中超高温で難加工材の 1 つである TZM 合金(モリブデン合金の 1 つ) の鍛造ができる可能性がある。このため、アルゴンガス雰囲気中 1500℃で Ti(C,N)-70mass% W サーメット金型を用いて TZM 試験片(φ3mm×5mm)の恒温鍛造を行ってみた。

３．実験結果

3.1　Ti(C,N)-70mass% W サーメットにより恒温鍛造したインコネル 718 合金の SEM-EBSD 分析

本研究ではまず Ti(C,N)-70mass% W サーメット金型を用いて、市販のインコネル 718 合金(φ3mm×5mm)について、真空中 1000℃及び 1100℃、荷重 10KN、40kN の条件で恒温鍛造を行い、鍛造後得られた試験片の SEM-EBSD 分析を行った。その結果得られた IPFY 像を図 3 に示す。鍛造前の粒径は約 10μm であったのが、1000℃で荷重 40kN、1100℃で荷重 10kN の条件で鍛造すると、粒径 2～3μm 程度の微細組織に変化した。一方 1000℃、荷重 10kN で鍛造すると不均一な粒子の粗大化が発生した。従って市販のインコネル 718 合金の恒温鍛造は 1000℃、荷重 40kN、もしくは 1100℃、荷重 10kN で行うのが好ましいと考えている。

図 4 に各鍛造後、インコネル 718 合金試験片の EBSD 分析により得られた粒径分布を示す。鍛造前、及び 1000℃、10kN で鍛造した試験片中の粒径はかなりばらついていた。一方 1000℃、40kN 及び 1100℃、10kN で鍛造した試験片中の平均粒径は約 2μm、最大粒径が約 5μm で、粒径分布の幅がかなり小さくなっていた。

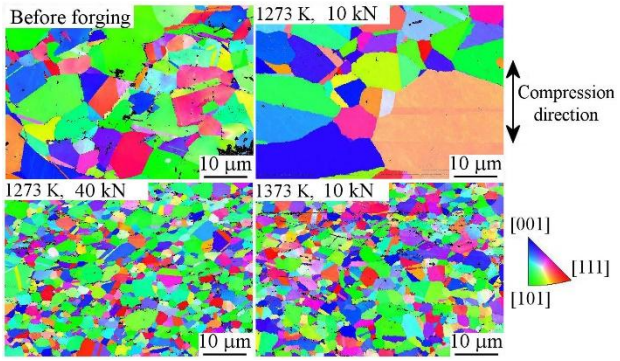


図 3　恒温鍛造を行った後のインコネル 718 合金の EBSD-IPFY 像[1)]。

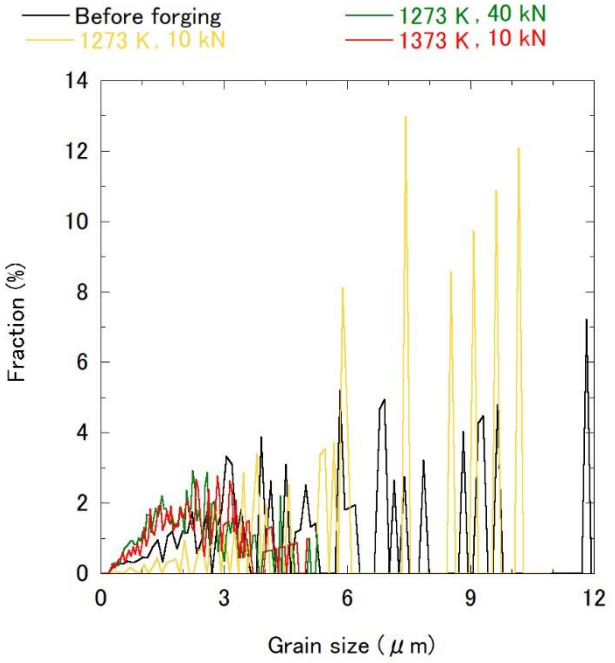


図 4　恒温鍛造後のインコネル 718 合金試験片中の粒径分布[1)]。

図 5 に各鍛造後のインコネル 718 合金試験片のマイクロビッカース硬さ及び厚みの減少率を示す。図 1、2 によると 1000℃、40kN 及び 1100℃、10kN で鍛造した試験片中の粒径はほぼ同じであったことから、マイクロビッカース硬さもほぼ同レベルになると予想していたが、前者の方が高硬度になる結果が得られた。この原因として、鍛造により導入されるひずみが後者より前者の方が多いためと考えている。

図6に恒温鍛造を行った後のインコネル718合金のEBSD-GOS(Grain Orientation Spread)像を示すが、予想通り 1000℃、40kN で鍛造した試験片中のひずみが鍛造済試験の中で最も大きくなる結果がみられた。このことから市販のインコネル 718 合金を恒温鍛造により高硬度にしたい場合は、1000℃かつ高荷重、ひずみの少ない低硬度にしたい場合は1100℃かつ低荷重の条件で鍛造すれば良いことがわかった。ここで Ti(C,N)-70mass% W サーメットは導電性があ

るため放電加工が可能で、さらに当該サーメットはダイヤモンド砥石・砥粒で切断・研磨も可能であるため、これらの加工技術を用いれば、複雑形状金型を得ることが可能で、さらにそれによる恒温鍛造も充分可能と考えている。

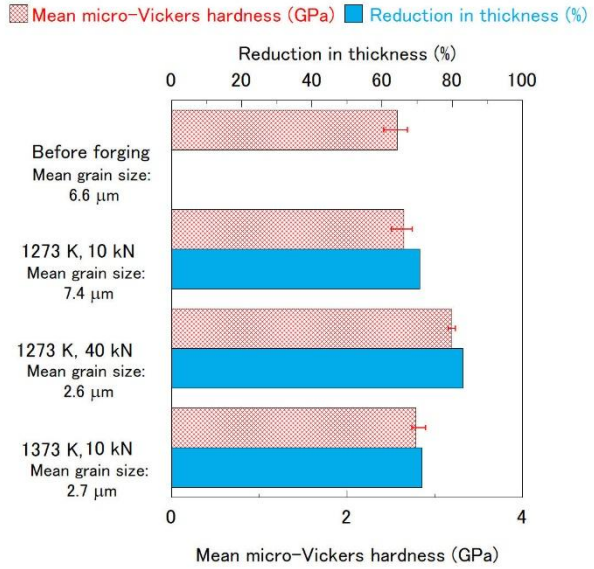


図5　各鍛造後のインコネル718合金試験片のマイクロビッカース硬さ及び厚みの減少率[1)]。

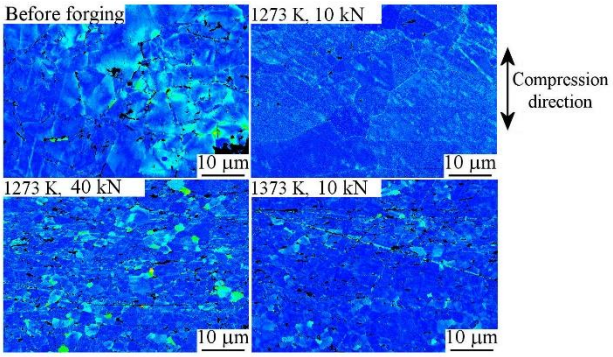


図6　恒温鍛造を行った後のインコネル718合金のEBSD-GOS像[1)]。

3.2　Ti(C,N)-70mass% (W,Cr)サーメットの室温・高温圧縮試験、高温酸化試験

本研究では高温耐酸化性を上げるため、Ti(C,N)-70mass% W サーメットについて、W 原料粉末の20at%(6.6wt%)を Cr に置換えてみた。図 7 に焼結温度1650℃、加圧力40MPa、保持時間10minの条件で作製したTi(C,N)-70mass% (W,Cr)サーメットの SEM 組織写真を示す。その結果、得られた Ti(C,N)-70mass% (W,Cr)サーメットは Ti(C,N)- W サーメットの超微細 core-rim 構造を維持していることがわかった。

さらに 2×2×4mm^3 の試験片による大気中室温及びアルゴンガス雰囲気中 1200℃の圧縮試験で得られた Ti(C,N)-70mass% (W,Cr) サーメットの圧縮強度はそれぞれ約4800Mpa (Ti(C,N)-70mass% W サーメットは約 4000Mpa)、

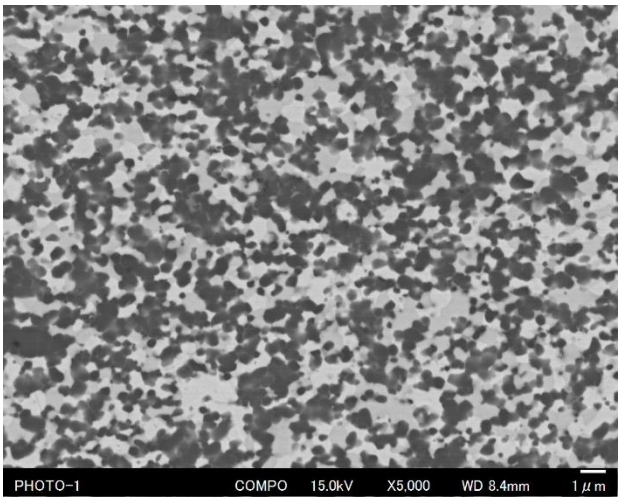


図7　焼結温度1500℃、加圧力40MPa、保持時間10minの条件で作製したTi(C,N)-70mass% (W,Cr)サーメットのSEM組織写真

900MPa で、強度的にはインコネル 718 合金の恒温・熱間鍛造に問題なさそうであることがわかった。今後さらに耐酸化性を上げ、大気中での恒温鍛造に耐えられるようにする工夫を行う予定である。

さらに大気中 1000℃で行った Ti(C,N)-70mass% (W,Cr) サーメット試験片と組成 WC-6mass% Co の HTi10 超硬合金試験片の酸化試験結果を図 8 に示す。前者の酸化速度は後者よりかなり遅く、大気中短時間で行うインコネル 718 合金の熱間鍛造であれば対応可能なのではと考えている。

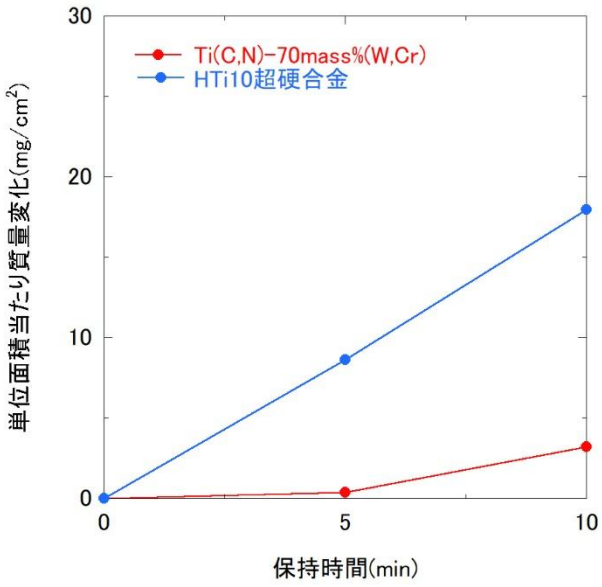


図8　大気中1000℃で行ったTi(C,N)-70mass% (W,Cr)サーメット試験片と組成WC-6mass% Coの HTi10超硬合金試験片の酸化試験結果

3.3　Ti(C,N)-70mass% W サーメット金型によるモリブデン合金(TZM 合金)の恒温鍛造試験

また本研究では、アルゴンガス雰囲気中 1500℃で

Ti(C,N)-70mass% W サーメット金型を用いて、荷重を 1kN の条件で TZM 試験片(φ3mm×5mm)の恒温鍛造を行ってみた。ここで BN 離型剤は最高使用温度が 1200℃であったことから、グラファイトを離型剤として使用してみた。その結果、TZM 試験片を厚さ約 1mm まで薄くすることはできたが、一部試験片が金型に付着した。このため充分機能する離型剤の選定さえできれば、鍛造自体は充分可能であることがわかった。今後金型と TZM 合金の両者が反応しない酸化物などを離型剤として利用できるか確認する方針である。

４．結論

本研究では、研究代表者らが開発した Ti(C,N)-W 系サーメット金型を用いて、難加工材であるインコネル 718 合金や TZM 合金の恒温鍛造条件等を調べた。得られた結果は次の通りである。

① Ti(C,N)-70mass%W サーメット金型を用いて、真空中 1000℃及び 1100℃で、市販されたインコネル 718 合金の恒温鍛造を行ったところ、1000℃の場合は 40kN、1100℃の場合は 10kN で均質な微細組織を持つ鍛造材の得られることがわかった。

② 高硬度の鍛造材を得たい場合は、1000℃かつ高荷重、低硬度の鍛造材を得たい場合は、1100℃かつ低荷重が好ましいことがわかった。

③ 高温耐酸化性を上げるために Ti(C,N)-70mass%W サーメット中の W 成分の 20at%を Cr に置換えても超微細 core-rim 構造は維持され、室温及び 1200℃での強度も良好であることがわかった。

④ Ti(C,N)-70mass%W サーメット金型を用いて、1500℃で TZM 合金の恒温鍛造を試みたところ、充分機能する離型剤の選定さえできれば、問題なく加工できることがわかった。

謝　辞

本研究は公益財団法人天田財団 2022 年度一般研究開発助成により実施されたものである。

参考文献

1) Takashi Murakami, Masahito Katoh, Daisuke Matsukura, Kyosuke Yoshimi, “High-temperature compression tests of Ti(C, N)-70 wt% W cermet and isothermal forging of Inconel 718 alloys using cermet molds”, J. Mater. Res. Technol. 24 (2023) 6578-6587.