

令和 3 年度 防衛装備庁
安全保障技術研究推進制度

研究成果報告書

無冷却タービンを成立させる 革新的材料技術に関する研究

令和 4 年 5 月

株式会社 IHI

本報告書は、防衛装備庁の安全保障技術研究推進制度による委託業務として、株式会社IHIが実施した令和3年度「無冷却タービンを成立させる革新的材料技術に関する研究」の成果を取りまとめたものです。

1. 委託業務の目的

1. 1 研究課題の最終目標

本委託業務では、無冷却タービンシステムの実現に有望なモリブデン合金（耐熱温度1800℃）に着目し、タービン翼の耐熱性を飛躍的に向上できる可能性を秘めたモリブデン合金及びタービン翼を支えるタービンディスクの更なる耐熱性向上の実現に向け、これらの粉末冶金等の製造プロセスに関する材料技術の成立性及び適用性の確認を通じた基礎研究を実施する。

モリブデン合金の製造プロセスに関する最終目標は、以下の通りである。

- ・ 内部クラックがなく、ポロシティ面積率（タービン翼断面積に現出しているポロシティ面積／タービン翼断面積）が5%以下のモリブデン合金製タービン翼模擬形状（全長50mmサイズ）を粉末冶金プロセスにより試作する。
- ・ 試作した翼模擬形状素材の材料特性を評価し、モリブデン合金鑄造材と同等程度のクリープ強度（1600℃、100MPa、10hr破断以上）を有することを確認する。

ニッケル合金の製造プロセスに関する最終目標は、以下の通りである。

- ・ 内部清浄度がASTM E45のMethod Aによる介在物測定を用いて指数0.5以下のタービンディスク素材模擬形状（φ150mmサイズ）を粉末冶金プロセスにより試作する。
- ・ タービンディスク模擬形状試作時のプロセスで製造された素材が耐熱温度800℃（クリープ特性において650MPa、1000hr破断強度）を有することを確認する。

1. 2 最終目標を実現するために克服又は解明すべき要素課題

1. 1項で示した最終目標を実現するために克服すべき要素課題は以下の通りである。

①-1. モリブデン合金粉末製造プロセス

モリブデン合金は反応性が高く、また高融点金属であるため一般的なガスアトマイズによる粉末製造は困難である。すなわち通常の金属粉と同等レベルの球状形態を有する粉末の入手は非常に困難であることを意味する。これは粉体の流動性や高密度化の観点から粉末冶金プロセスによる高品質部材の製造に大きな障害となる。一方、近年、高温のプラズマ中に非球形の粉末を落下させることにより、その形状を球状に変化させるプラズマ球状化プロセスが提案されている。このプラズマ球状化プロセスを微細に粉砕したモリブデン合金に用いることで、タービン翼製造方法に供する事ができる球形のモリブデン合金粉末を得ることが可能となる。しかしながら、モリブデン合金粉末製造において粉砕、プラズマ球状化ともに部材形成プロセスに適した粉末を得るために必要な製造条件と粉末特性の関係は明らかではない。

①-2. ニッケル合金粉末製造プロセス

ニッケル合金の粉末は一般的にガスアトマイズ法で製造されている。しかし、タービンディスクに使用する場合、その粉末の清浄度に対する要求は厳しく日本国内にタービンディスク向けに金属粉末を製造できるプロセスは存在しない。

②-1. モリブデン合金タービン翼製造プロセス

高融点のモリブデン合金を用いたタービン翼のような複雑形状かつ多量の部材を製造するには粉末冶金プロセス、その中でも積層造形プロセス（Additive Manufacturing: AM）の適用が現時点で最も実用化に近いと考えられる。また中実翼を製造するプロセスとしては放電プラズマ焼結（Spark Plasma Sintering: SPS）の適用も有望である。一般的に、これらのプロセスは鑄造や鍛造プロセスと比べて、内部欠陥（ポロシティやクラックなど）が発生しやすいため、この欠陥の抑制が課題となる。一方でこの欠陥の発生メカニズムと製造条件との関係は明らかではない。

②-2. ニッケル合金タービンディスク製造プロセス

粉末冶金ニッケル合金タービンディスクにおいては、HIP（Hot Isostatic Press）焼結＋塑性加工（熱間押出や恒温鍛造）プロセスによる製造が一般的である。塑性加工プロセスに

においては加工条件の違いによって加工後の材料特性が大きく異なってしまうことが分かっている。また高温強度に優れる材料になればなるほど塑性加工が困難な材料になる傾向があるため、塑性加工可能なプロセス範囲も限られてくる。

③. 高性能ディスク向けニッケル合金開発

タービンディスク向けニッケル合金の開発においては、合金設計手法に課題がある。本委託研究では国立研究開発法人 物質・材料研究機構が独自に開発した「合金設計プログラム」を活用する。このプログラムは、ニッケル合金の組成から高温強度を予測するものであるが、主に単結晶ニッケル合金の開発、特性予測に使用されてきた。今回は単結晶ニッケル合金ではなく、多結晶ニッケル合金の開発への適用が必要であるが、多結晶は単結晶と比較し考慮すべき金属組織因子が多く、そのまま開発に使用することができない。そのため単結晶ニッケル合金から多結晶ニッケル合金にこのプログラムを展開することが課題である。

1. 3 要素課題に対する実施項目及び体制

これらの要素課題に取り組むために、株式会社IHIでは実施項目①、②及び④を実施する。国立研究開発法人 物質・材料研究機構では実施項目③を実施する。

中間評価は2019年度末頃までに実施するものとする。ただし、実施項目の進捗によっては、委託契約書第48条に定める外部の専門家からなる評価を別途行うものとする。モリブデン合金の製造プロセスに関する中間評価時の達成目標は以下の通りである。

- ・ 粉末製造プロセスにて得られた粉末が、Hausner比1.18以下の流動性を有することを確認する。

- ・ AMプロセス、SPSプロセスの双方にて単純形状の造形を実施し、評価結果に基づき模擬翼形状試作にどちらのプロセスを採用するか決定する。

ニッケル合金の製造プロセスに関する中間評価時の達成目標は以下の通りである。

- ・ 粉末製造プロセスにおいて清浄度に影響を及ぼすプロセス因子を特定し、その影響を与えるメカニズムを解明する。

- ・ HIP焼結、HIP焼結条件の最適化、HIP焼結後の塑性加工プロセス（熱間押出や恒温鍛造）、熱処理の各プロセスにおける材料のミクロ組織の変化に関する基礎データを取得する。

- ・ 合金設計プログラムによりニッケル合金の候補組成を抽出する。

①. 金属粉末製造プロセスの研究（担当：株式会社IHI）

①-1. モリブデン合金粉末製造プロセス

モリブデン合金の粉末製造プロセスは、粉碎工程とプラズマ球状化処理から成る。粉碎工程については、投入素材形状及び粉碎方法と粉碎後形状の関係を調査する。粉碎によって得られた種々の粉末に対するプラズマ球状化処理については、投入素材及びプラズマ球状化条件と球状化後の粒度分布及び流動性の関係を調査する。これらの結果をもとに粉末製造プロセスの最適化を行う。

中間評価時には、粉末製造プロセスにて得られた粉末が、Hausner比1.18以下（一般的に流動性が良好とされている条件）の流動性を有することを確認し、部材形状作成プロセスに適した粉末を得ることが可能か確認することを目標とする。

2020年度および2021年度は、中間審査までに構築した方法を用いて、②-1項にて実施するタービン翼製造プロセス用の粉末を製造する。

①-2. ニッケル合金粉末製造プロセス

ニッケル合金の粉末製造プロセスでは、清浄度が高い粉末を得るため、アトマイズ装置における溶解原料純度の管理幅、介在物除去のために使用するフィルタ形状及び設置位置、溶解雰囲気管理幅、ノズル等に適用する耐火物選定基準などの粉末製造プロセス条件の最適化を行う。この粉末製造プロセスにて得られた粉末は化学抽出法による分析や焼結後の粉末に対するASTM E45 TypeAによる介在物測定により清浄度を評価する。この結果を粉末製造プロ

セスにフィードバックすることで高 cleanliness 粉末製造プロセスの基礎を構築する。

中間評価時には、市販合金を原料とした溶解・粉末試作を行い、粉末製造プロセス条件の最適化結果と実際の cleanliness との比較検討を行い、cleanliness に影響を及ぼすプロセス因子の特定とその影響を与えるメカニズム解明を目標とする。

2020年度および2021年度は、中間審査までに得られた粉末製造のプロセス条件の最適化結果を反映し、標準材料および開発合金の粉末を製造し、タービンディスク模擬材試作に供する。

②. タービン翼及びタービンディスク製造プロセスの研究（担当：株式会社IHI）

②-1. モリブデン合金タービン翼製造プロセス

モリブデン合金を用いたタービン翼製造プロセスについては、まず積層造形装置を導入し、AMプロセスの検討を行うと同時に、外注を活用したSPSプロセスの成立性の検証も行う。これらのプロセス評価においては、市販のモリブデン合金粉末を原料に用いて、試作・評価を実施する。

AMプロセスにおいては、レーザー出力、走査速度、走査ピッチ等を制御し、単純形状の造形試験を実施し、造形材品質（内部欠陥、形状、表面粗さなど）に及ぼす造形条件の影響を確認する。これにより部材製造に適した造形条件を選定するとともに内部欠陥を抑えた製造プロセスの基礎を構築する。

SPSプロセスにおいては、型形状、加熱条件、加圧条件が内部欠陥及び形状に密接に関係している。まずは、単純形状の造形試験を実施し、加熱条件、加圧条件、内部欠陥の関係性を検討する。この結果に基づき改良試作を実施し、SPSプロセスの成立性の検証を行う。SPSプロセスの試作は外注にて行う。

中間評価時には、AMプロセス、SPSプロセス双方の評価結果に基づき、いずれのプロセスをタービン翼製造プロセスに採用するか決定することを目標とする。

2020年度には、実施項目①-1の粉末製造プロセスで得られたモリブデン合金粉末を用いて、中間評価時に決定したタービン翼製造プロセスにて複雑形状の試作・評価を実施する。この試作においては実施項目①-1で製造された粉末を使用する。試作・評価結果をもとにタービン翼製造プロセスの最適化を行う。また、モリブデン合金粉末の粒度分布及び流動性が翼製造性に及ぼす影響を定量評価し、タービン翼製造に最適な粉末特性を実施項目①-1の粉末製造プロセスにフィードバックする。

2021年度には、最適化された粉末製造プロセス及びタービン翼製造プロセスにて模擬翼形状の試作を実施し、試作材の断面観察により内部にクラックが存在せず、ポロシティ面積率が5%以下であることを確認する。この時試作する模擬翼は全長50mm程度とする。また、このプロセスにて試作されたモリブデン合金の基礎的な強度特性（引張、クリープ）を評価し、モリブデン合金鑄造材と同等程度のクリープ強度（1600℃、100MPa、10hr破断以上）を有することを確認する。

②-2. ニッケル合金タービンディスク製造プロセス

ニッケル合金を用いたタービンディスク製造プロセスについては、中間評価までにHIP焼結条件、HIP焼結後の塑性加工プロセス（熱間押出や恒温鍛造）、熱処理の各プロセスについて、各プロセス適用後の結晶粒径及び結晶粒界性状を中心としたマイクロ組織の基礎データを取得する。この結果を元に各プロセスの条件の最適化を行う。またこの結果は、材料外周部と内周部で異なる金属組織に制御する等、多様なプロセス条件に対応可能な基礎技術となるものである。以上の各プロセス評価に用いる原料は、cleanliness 要求をしていない市販のニッケル合金粉末とする。

2020年度には、この結果に基づきタービンディスク製造プロセス条件を設定し、パンケーキ形状の試作・評価を実施する。この試作においては実施項目①-2で製造された粉末を使用する。この試作・評価結果をもとにタービンディスク製造プロセスの最適化を行う。また、評価結果は実施項目①-2の粉末製造プロセスにフィードバックする。

2021年度には、最適化された粉末製造プロセスにおいて、実施項目③にて抽出した合金組成有する粉末を製作し、最適化されたタービンディスク製造プロセスを用いて模擬ディスク形状素材の試作を行う。

また、このプロセスで製造されたニッケル合金の試作材に対して基礎的な強度特性(引張、クリープ)を評価し、耐熱温度800℃(クリープ特性において650MPa、1000hr破断強度)を有すること、及び試作材の断面を観察し内部清浄度がASTM E45 TypeAによる介在物測定を用いて指数0.5以下であることを確認する。併せて試作材のき裂伝播特性、破壊靱性を調査し、既存の粉末冶金ニッケル合金よりも良好な強度特性を有することを確認する。

③. 高性能ディスク向けニッケル合金開発(担当: 国立研究開発法人 物質・材料研究機構)

合金設計プログラムを用い、800℃での目標強度を達成する見通しが得られるニッケル合金組成を探索する。まず多結晶ニッケル合金の粒内強度を満足する合金を検討するため、現行の合金設計プログラムにより単結晶ニッケル合金を設計し、設計した合金のうち有望と推定される組成の単結晶合金を鋳造する。この強度特性(結晶粒界の影響がない粒内の強度特性に相当)を評価し、この結果をもとに候補組成の絞り込みを行う。

この組成に添加元素を加えることで、粒界強度を向上させ多結晶化を可能とする。添加元素については文献情報等から検討し、この結果をもとに多結晶合金を鋳造し粒界を含めた強度を評価することで候補を絞り込む。さらに、この評価結果を多結晶合金設計の基礎データとして合金設計プログラムに導入し、合金設計プログラムによる候補組成の絞り込みも行う。中間評価時には、多結晶ニッケル合金の候補組成の抽出を目標とする。

2020年度には、抽出した候補組成について試作・評価を実施し、さらにこの結果を合金設計プログラムに導入することで、合金設計の精度を向上する。

これらの結果に基づき、実施項目②-2にて2021年度に実施するタービンディスク模擬形状試作に用いる合金組成を決定することを目標とする。

④. プロジェクトの総合的推進(担当: 株式会社IHI)

2か月に1回(基準)の定例の研究計画会議を開催し、進捗確認を実施する。必要に応じ別途情報共有会議を設定し、要改善事項の早期把握に努める。

本委託業務の実施により得られた成果について、国内外の学会等において積極的に発表し、本研究の更なる進展に努める。なお、研究成果の発表にあたっては、委託契約書の定めに従い事前に発表内容等を通知する。

2. 研究開始時に設定した研究目標の達成度

① 金属粉末製造プロセスの研究

①-1 モリブデン合金粉末製造プロセス

中間目標に掲げた Hausner 比 1.18 以下の流動性を有する粉末製造プロセスを構築した。

①-2 ニッケル合金粉末製造プロセス

粉末製造プロセスにおいて清浄度に影響を及ぼすプロセス因子を特定し、開発合金の内部清浄度が ASTM E45 の Method A による介在物測定を用いて指数 0.5 以下のタービンディスク素材模擬形状に供する粉末製造プロセスを構築した。

② タービン翼及びタービンディスク製造プロセスの研究

②-1 モリブデン合金タービン翼製造プロセス

AM プロセスおよび SPS プロセスの試作を実施し、AM プロセスによる製造プロセスを選定した。選定した AM プロセスを用いて内部クラックがなく、ポロシティ面積率(タービン翼断面積に現出しているポロシティ面積/タービン翼断面積)が 5%以下のモリブデン合金製タービン翼模擬形状(全長 50mm サイズ)製造プロセスを構築した。

試作した翼模擬形状素材の材料特性を評価した。得られた材料特性はモリブデン合金鋳造材よりも低いクリープ強度(1600℃、100MPa、0.2hr 破断)を有しており、目標を達成すること

ができなかった。

②-2 ニッケル合金タービンディスク製造プロセス

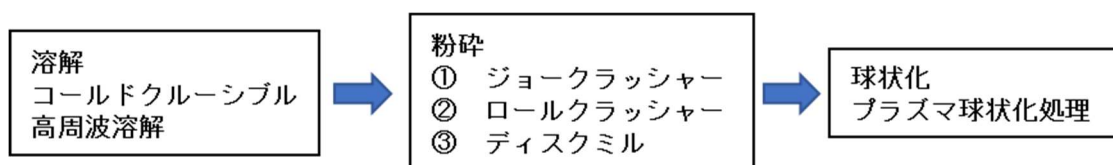
内部清浄度がASTM E45のMethod Aによる介在物測定を用いて指数0.5以下のタービンディスク素材模擬形状（φ150mmサイズ）を粉末冶金プロセスにより製造することができた。タービンディスク模擬形状試作時のプロセスで製造された素材の耐熱温度は800℃に満たないものの、発表されている合金（ME3）と同等以上の耐熱温度を有することを確認した。

3. 委託業務における研究の方法及び成果

① 金属粉末製造プロセスの研究

①-1 モリブデン合金粉末製造プロセス

タービン翼製造プロセスに供する粉末として、真球に近い球状で不純物や内部ポロシティを含まないことが求められる。一般的な純モリブデン粉末製造においては、還元法が用いられているが、合金化した材料にはこの製法を適用できないため、新規に粉末製造プロセスを開発する必要がある。そこで、本研究では合金インゴットの粉碎粉を原料とし、これに粉末の球状化および内部ポロシティ除去のためのプラズマ球状化処理を施す粉末製造プロセスを検討した。図①-1-1に本研究におけるモリブデン合金の粉末製造プロセスのフローを示す。



図①-1-1 モリブデン合金の粉末製造プロセスフロー

<インゴット製造工程>

対象としているモリブデン（Mo）合金は融点が2000℃程度と非常に高温であるため、一般的な耐火物のつぼ等を用いた溶解が不可能である。そこで、本研究ではコールドクルーシブル高周波溶解によって溶解インゴットを作成した。溶解材はφ115×80mm程度とした。溶解はアルゴン雰囲気で行い、偏析回避のため溶解-凝固後にインゴットを反転させて溶解する作業を2度繰り返した。

表①-1-1に溶解インゴットの成分を、図①-1-2にインゴットの外観写真および断面組織を示す。外観上、目立った溶け残りなどは認められなかったが、切断して組織を確認すると、図①-1-2 (b)に示すような白色の粗大な異質相が散在していた。SEM観察およびEDXによる点分析の結果、白色相は純Moであった。表①-1-1の中で、Moは最も融点が高いため、溶解時に純Moが溶けきらずに残存したものと考えられる。

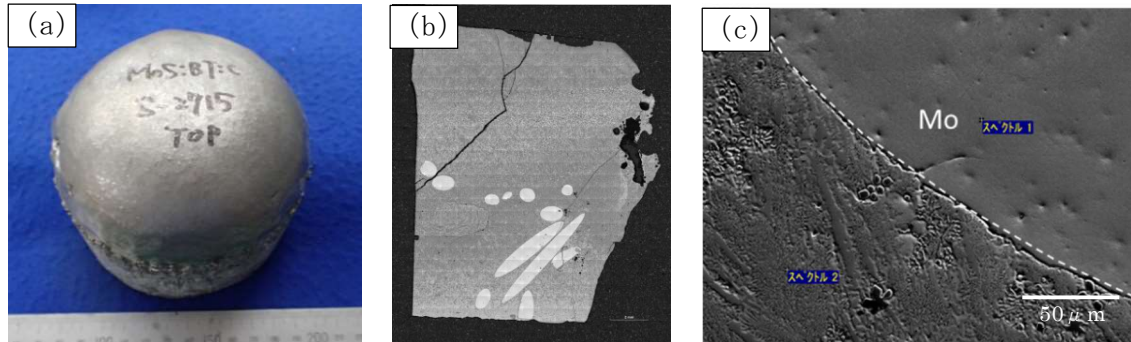
このようなMoの偏析が存在する場合、粉碎もしくは球状化処理した後もそれが残存してしまう恐れがある。そこで偏析の解消を目的として、偏析に及ぼす溶解方法の影響を調査した。具体的には以下3項目を実施し、断面組織評価を実施した。

- A 溶解保持時間変更材（溶解時の保持時間を長時間化）
- B 上下反転回数変更材（反転回数を増加）
- C 溶解原料変更材（溶解重量の一部を粉末材圧粉体へ変更）

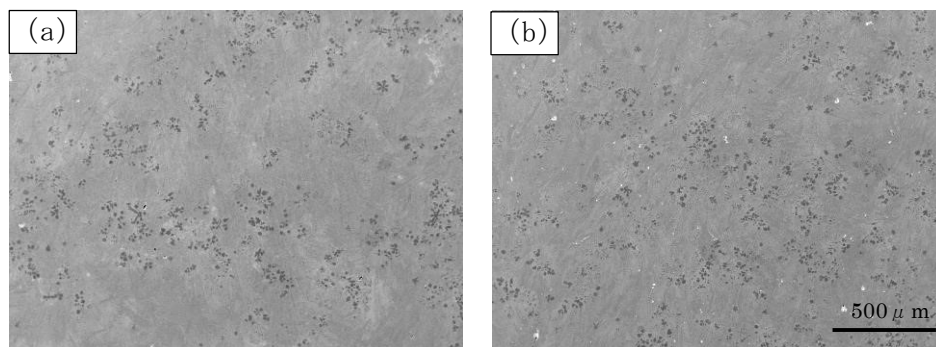
いずれの試験溶解材についても、図①-1-2 (b)で見られたような粗大な偏析は認められなかった。図①-1-3に溶解保持時間変更材、溶解原料変更材の断面組織を示す。ミクロ組織観察においても偏析は認められず、既報モリブデン合金鑄造材と同等の組織を呈していた。以上から溶解インゴットの製造法は上記A、B、Cのいずれかに則ることとした。溶解後のインゴットの化学成分について、いずれのインゴットも大きな成分の差異はなく、また、インゴットの上部、下部でも成分差はほぼ見られなかったことから、効率を考慮し本研究のインゴット製造においては粉末原料を一定量使用することとした。

表①-1-1 モリブデン合金インゴットの化学成分 (at.%)

	Si	Ti	C	B	Mo
目標成分	2.0	6.8	1.7	1.5	Bal.
铸塊上部	2.7	7.3	1.5	1.4	Bal.
铸塊下部	2.8	6.8	1.5	1.9	Bal.



図①-1-2 モリブデン合金インゴットの外観および断面組織
(a) 溶解材外観、(b) 溶解材断面組織、(c) 異質相部の SEM 像



図①-1-3 溶解条件を変更した溶解材の断面組織
(a) 溶解保持時間変更材、(b) 溶解原料変更材

<粉砕工程>

球状化処理に供する粉砕粉末を得るため、インゴットの粉砕試験を実施した。粉砕試験に際し供給原料のサイズの影響を評価するため、前項準備したインゴットをハンマーによって破碎し、小径粒、中粒、切断によって板状（厚さ15mm程度）とし、それらをジョークラッシャーおよびロールクラッシャーによる粉砕試験に供した。図①-1-4に使用した装置外観を、図①-1-5に準備した原料の外観を示す。ジョークラッシャーは対向する波板上の鉄板で原料を挟み込み、衝撃荷重で破碎する装置である。ロールクラッシャーは圧延機とほぼ同じ構造をしており、回転するロール間に原料を通すことでロール間隙より大きな粉末を破碎する装置である。

表①-1-2に粉砕試験結果概要を示す。小径粒を原料とした場合、破碎機は最少サイズのもので問題なく破碎できたが、中粒を原料とした場合には小型クラッシャーでは破碎できなかったため、中型クラッシャーにて破碎を行った。板状試料は中型クラッシャーで問題なく破碎できた。いずれの場合においてもジョークラッシャーで破碎した後にロールクラッシャーで破碎を実施した。図①-1-6にロールクラッシャーによる最終粉砕後の粉砕粉粒度を示す。粉砕粉を2.8mm、1.0mm、0.5mmの目で篩別し、篩に残存/通過した重量を計測、算出した。最終粉砕時のロール間隙が狭くなるほど粗い粉末の存在割合は小さく、間隙を小および最少とした場合には2.8mm以上粉末はほぼ存在しなくなり、0.5mm以下の微粉が一定量得られた。以上から、ジョークラッシャーおよびロールクラッシャーを用いることでインゴットから

0.5mm以下の粉碎粉を得られることが明らかとなった。

ロールクラッシャーによる粉碎後の粉末を例えばAMプロセスに使用しようとする粉末粒度が大きく、適用することができない。そのためさらなる微粉碎を行うため、ディスクミルによる粉碎処理工程の適用を検討した。ディスクミルは固定ディスクと高速回転ディスクによるせん断と摺りこぎによって粉碎を行う装置である。粉碎する原料粉は上部のホッパーからディスク回転中に投入する。粉碎された粉は回転遠心力で放出され、下部の受け皿で回収される。装置の回転ディスクの回転数が一定であるため、回転および固定の両ディスク間のギャップ、原料粉投入量や繰り返し投入回数が粉碎粉に影響を与えるパラメータとなる。そのためこれらのパラメータを変化させ、粉碎後の粒度分布を測定し、球状化処理原料粉末に適した粉末が得られるパラメータ選定を実施した。ディスクギャップを0mm（接した状態）とし、投入量500gの際の粉碎前後の粒度分布測定結果を図①-1-7に示す。この際に粉碎は同じ粉を2回繰り返して実施した。粉碎後の粒度分布は2回目の方が1回目比べて細かくなっているのが確認される。そのため本粉碎を数回処理して微粉化を行い、その後所定の粒度分布へ分級処理を実施し、球状化処理用の原料粉として利用するプロセスを選定した。



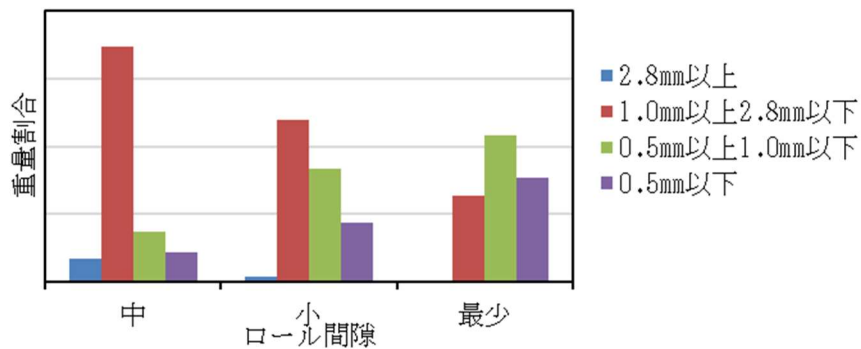
図①-1-4 粉碎試験に供した装置の外観および粉碎部拡大
(a) ジョークラッシャー、(b) ロールクラッシャー



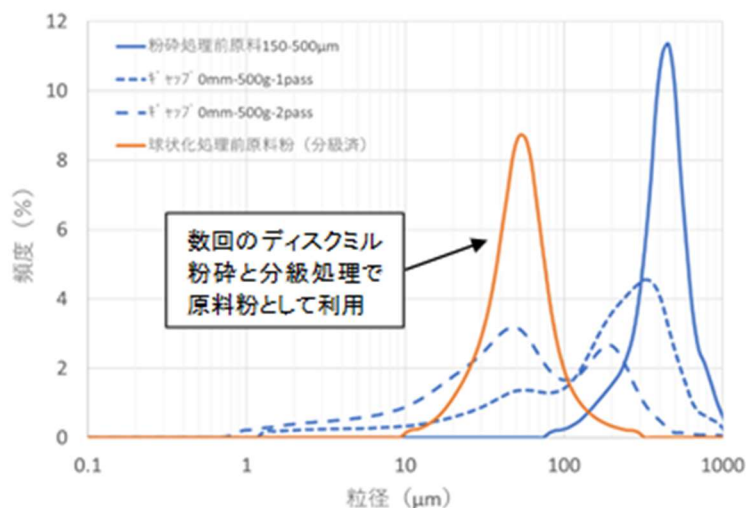
図①-1-5 インゴットから加工した粉碎試験用試料外観
(a) 小粒径、(b) 中粒径、(c) 板状試料

表①-1-2 粉砕試験の試験結果概要

原料		装置	間隙	結果
小径粒	1次破砕	小型ジョークラッシャー	最少	全量破砕可能
	2次破砕	ロールクラッシャー	中	
	3次破砕		小	
中粒	1次破砕	小型ジョークラッシャー	最少	噛みこまず、破砕不可
	2次破砕	小型ジョークラッシャー	最大	
	3次破砕	中型ジョークラッシャー	標準	全量破砕可能
	4次破砕	ロールクラッシャー	中	破砕可能だが、衝撃あり
	5次破砕		小	
板状試料	1次破砕	中型ジョークラッシャー	標準	破砕可能だが、衝撃あり
	2次破砕	ロールクラッシャー	大	
	3次破砕		中	
	4次破砕		小	
	5次破砕		最少	



図①-1-6 ロールクラッシャーによる粉砕後の粉砕粉粒度



図①-1-7 ディスクミル粉砕前後の粒度分布測定結果

<球状化工程>

プラズマ球状化処理はプラズマ炎中に材料を投入することにより球状化処理が行われる。そのためプラズマ炎中に投入される材料の供給量によって熱バランスが変化する。この熱バランスの変化は、結果として製造される粉末の形状および組織を変化させる。そこで球状化処理におけるプラズマ炎への原材料供給量や原材料サイズを変化させた試験を実施し、球状

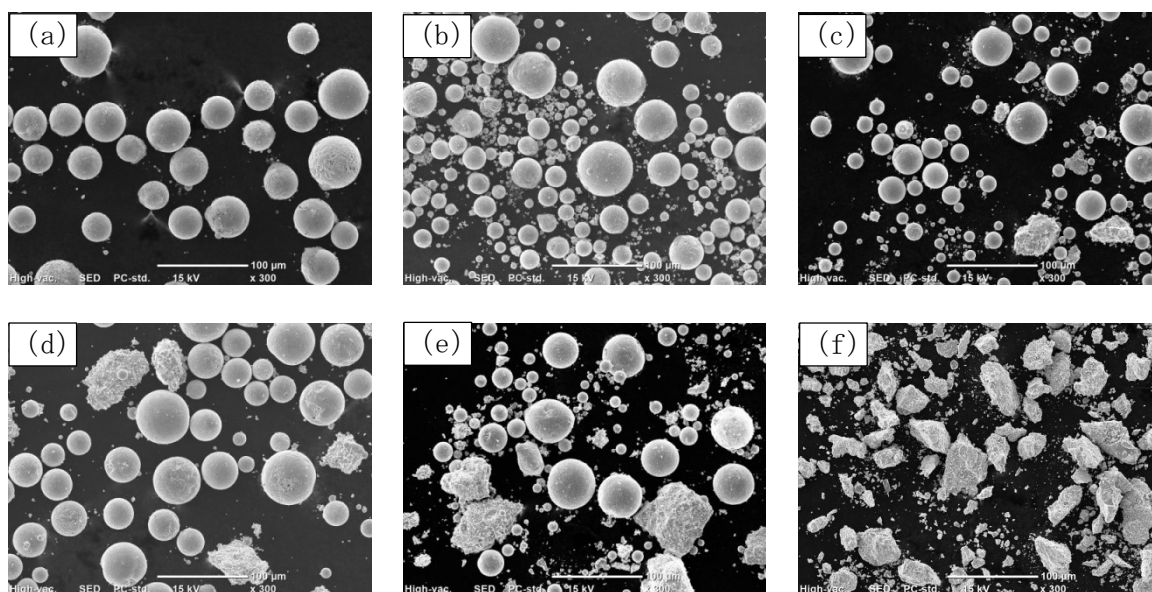
化処理による原材料供給量および原材料サイズの球状化粉末に及ぼす影響を評価した。

球状化処理のプラズマはAr+H₂ガスプラズマを用いた。原料には、Mo合金粉碎粉を分級し53-75 μ m、45-53 μ m、20-75 μ mとした粉末を用いた。これらの粉末サイズはプラズマ球状化装置に投入可能な流動性を持っていることを理由として選定した。球状化処理した粉末はSEMにより外観形状を評価し未球状化粉末の割合を求めた。具体的にはSEM画像中の総粉末粒子数および未球状化粉末粒子数を計数することにより、未球状化粉末の割合を求めた。

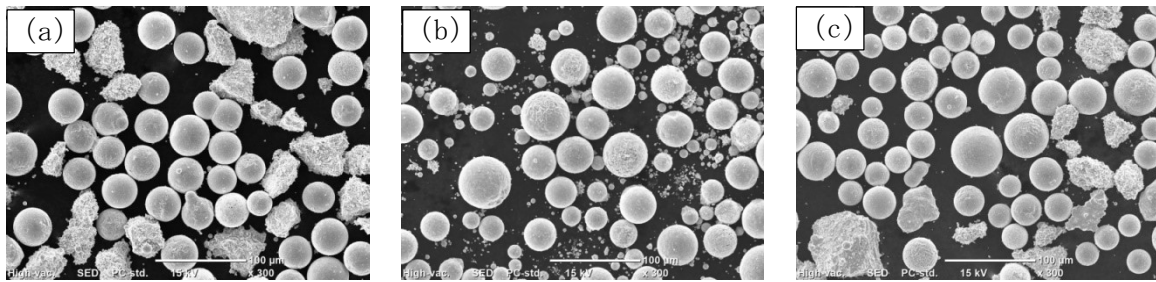
図①-1-8に53-75 μ m粉末について、粉末供給量を10~50g/minで変化させた球状化処理後の粉末外観SEM写真を示す。参考として、球状化処理前粉末の外観写真も示す。供給量が9.9もしくは22.6g/minの場合には、おおそすべての粉末が真球状に球状化がなされていた。一方供給量が30.4g/min以上では、粉碎粉形状と同形状の粉末の存在が認められ、粉末供給量が多くなるほどその割合は多くなった。これは粉末供給量が大きい場合、プラズマ炎の熱量に対して処理粉末量が過大となり、すべての粉末に対して球状化処理をしきれなくなったためと考えられる。

図①-1-9に45-53 μ m、20-75 μ m粉末の球状化処理後粉末の外観SEM写真を示す。粉末サイズを53-75 μ mより小さい45-53 μ mとした場合においても、供給量が39.5g/minでは未球状化処理粉が多数認められた。粉末サイズが20-75 μ mの場合、53-75 μ m粉末と同様に粉末供給量が20.9g/minでは未球状化処理粉末はほぼ認められず、40.4g/minでは未球状化処理粉が残存する結果となった。

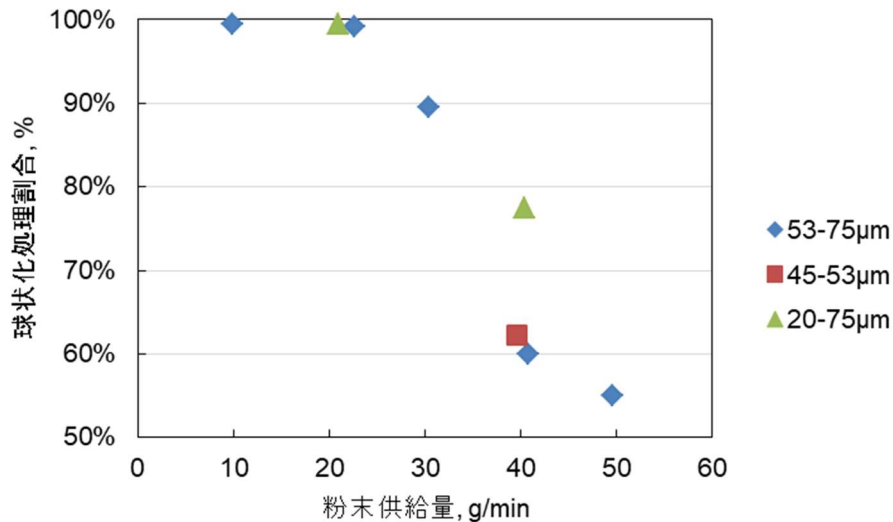
これらのSEM観察結果から球状化処理粉の存在割合を算出した。図①-1-10に結果を示す。この結果からMo合金の場合、粉末供給量が20g/min以下であれば原材料粉末サイズによらず、ほぼ100%球状化処理できることがわかった。また30g/min以上では未球状化粉末が残存することが明らかとなった。これらの結果を反映し球状化処理条件を決定した。



図①-1-8 粉末サイズ 53-75 μ m の球状化処理後の粉末外観 SEM 写真
(a) 9.9g/min、(b) 22.6g/min、(c) 30.4g/min、(d) 40.7g/min、
(e) 49.5g/min、(f) 球状化処理前



図①-1-9 粉末サイズ 45-53 μm 、20-75 μm の球状化処理後の粉末外観 SEM 写真
 (a) 45-53 μm / 39.5g/min、(b) 20-75 μm / 20.9g/min、(c) 20-75 μm / 40.4g/min



図①-1-10 粉末供給量に対する球状化処理粉末の存在割合

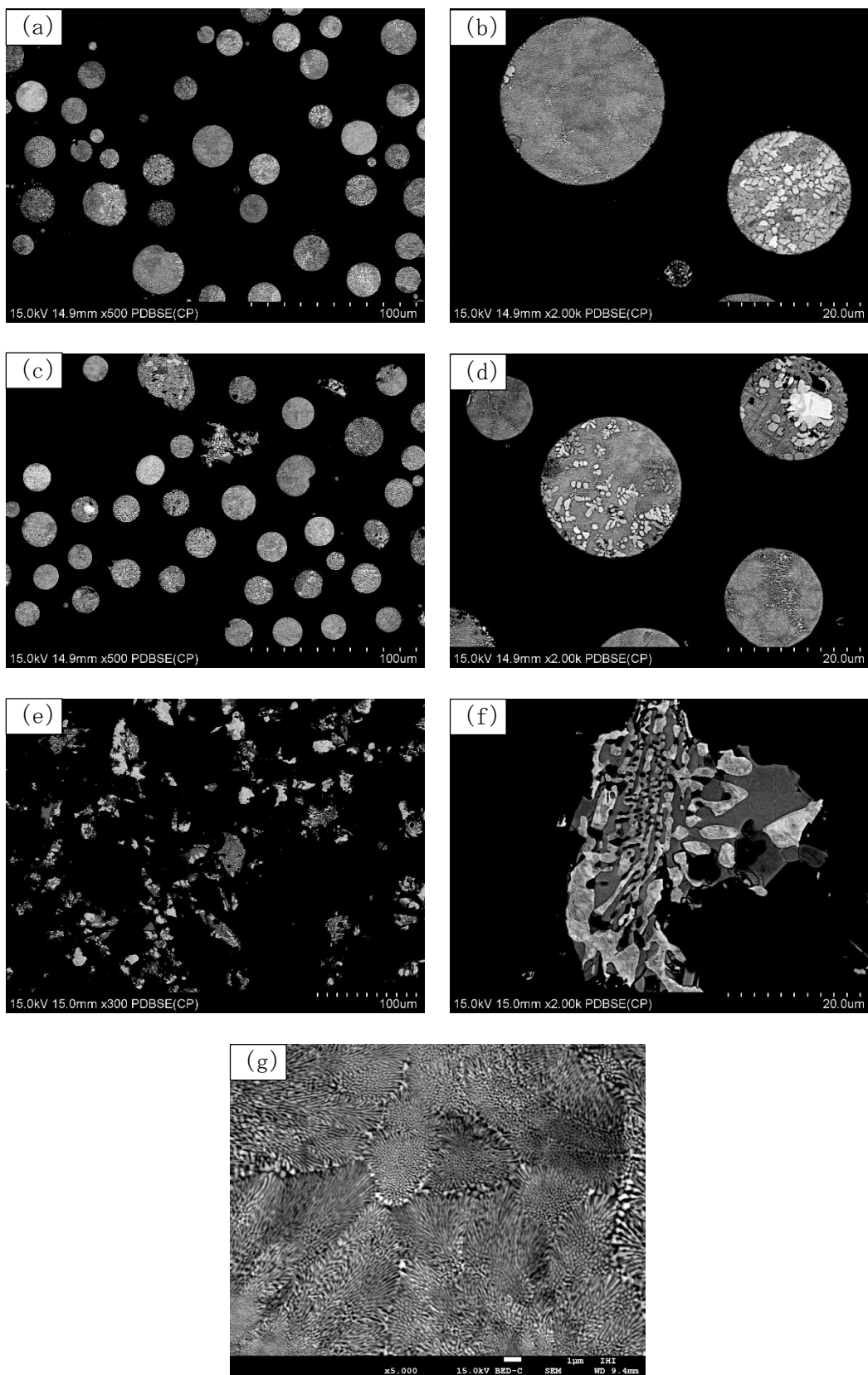
<本プロセスによって製造されたMo合金粉末の特性評価>

本研究で対象としているMo合金はMo固溶体相、T2相 (Mo₅SiB相)、TiC相からなる複雑な組織構成となっている。種々の条件で球状化処理を実施した場合、これらの組織構成が変化する可能性があり、この粉末を使用して製造される素材の組織構成に影響を及ぼす可能性がある。そこで本項では、Mo合金の球状化処理後の粉末について断面組織を観察し組織構成を評価した。

原料粉末を20-75 μm とし、供給速度を20.9g/minおよび40.3g/minとした球状化処理粉末について断面組織観察を行った。図①-1-11に断面組織写真を示す。参考として球状化処理前粉末の写真も示す。球状化処理前の場合((e)、(f))、デンドライト状のMo固溶体相(白色)が認められ、その間隙にT2相(灰色)、TiC相(やや暗い灰色)が分散した組織となっていることがわかった。一方で供給速度20.9g/minで球状化処理した粉末((a)、(b))は、Mo固溶体相(白色)のデンドライト状組織に加え非常に微細なラメラ組織が認められた。またMo固溶体相は、球状化処理前に比べ微細になっていた。観察されたラメラ組織はMo固溶体相、T2相、TiC相が混在した共晶組織であると考えられる。次に供給速度40.3g/minで処理した粉末((c)、(d))は、一部球状化されない粉末が残存していた。球状化処理された粉末に着目すると、20.9g/min処理粉と同様にMo固溶体相のデンドライト組織と非常に微細なラメラ上の共晶組織((g))が認められた。以上の結果より球状化処理された粉末のマイクロ組織は球状化処理前に比べ微細なもの、その組織形態はプラズマ処理の影響を大きく受けないことが明らかとなった。

本研究ではMo合金の素材をAMプロセスあるいはSPSプロセスで製造する計画である。両プロセスともに粉末を原料とするプロセスであり、使用する粉末には成形プロセスに適した流動性やタップ密度などの基礎特性が求められる。そこで本項では本研究で製造されたMo合金球状化粉末の基礎特性(粒度分布、Hausner比、静かさ密度、タップ密度)を評価した。表①-

1-3に評価結果を示す。0-20 μm の粉末が最も流動性に乏しく、粉末サイズが大きくなるにつれて流動性は向上している。また目標値としているHausner比についてはすべての粉末サイズにおいて1.18以下を達成することができた。



図①-1-1 1 20-75 μm 粉末の球状化処理前後の断面組織写真
 (a)、(b) 20.9g/min 処理粉末、(c)、(d) 40.3g/min 処理粉末、
 (e)、(f)球状化処理前、(g) 球状化粉で観察されたラメラ組織

表①-1-3 異なる粒度分布を有する球状化粉末の流動性評価結果

粉末粒度	Apparent density (g/cm ³)	Tap density (g/cm ³)	Hausner ratio	Hall flow rate (50g/sec)	Angle of repose (degree)
0-20 μm	4.86	5.62	1.16	38.43	29.5
20-53 μm	5.09	5.56	1.09	11.31	20.8
53-75 μm	5.03	5.41	1.08	12.37	17.3

①-2 ニッケル合金粉末製造プロセス

タービンディスクに使用する粉末製造プロセスでは、清浄度が高い粉末が求められる。このような粉末を得るため、アトマイズにおける溶解条件やアトマイズ条件などの粉末製造プロセス条件の選定を行った。

<溶解プロセス条件の見極め>

NIMS 開発合金粉末の試作に向けて、タービンディスク用のニッケル合金粉末として実績のある合金粉末の事前試作を行い、溶解プロセス条件の見極めを行った。事前試作した合金 Alloy-A および Alloy-B 組成を表①-2-1 に示す。タービンディスク用に適用されるニッケル合金粉末は、 γ' 析出元素である Al、Ti の添加量が多く、また固溶強化元素として Co の添加量も多くなっており、W、Ta も添加される。Al、Ti は活性金属として知られ、溶解工程における発熱・酸化ロス伴う溶解坩堝の溶損や非金属介在物の生成に繋がりやすい元素である。また、Co、W、Ta は単元系金属としてはいずれも高融点であるため、溶解時の溶け込み不良や組成均一性を確保するためには溶解条件を見極める必要がある。事前試作の結果、Alloy-A および Alloy-B とも狙い通りの合金組成の粉末試作に成功しており、この溶解条件を用いて NIMS 開発合金粉末の試作を行った。

表①-2-1 ニッケル合金粉末化学成分 (wt.%)

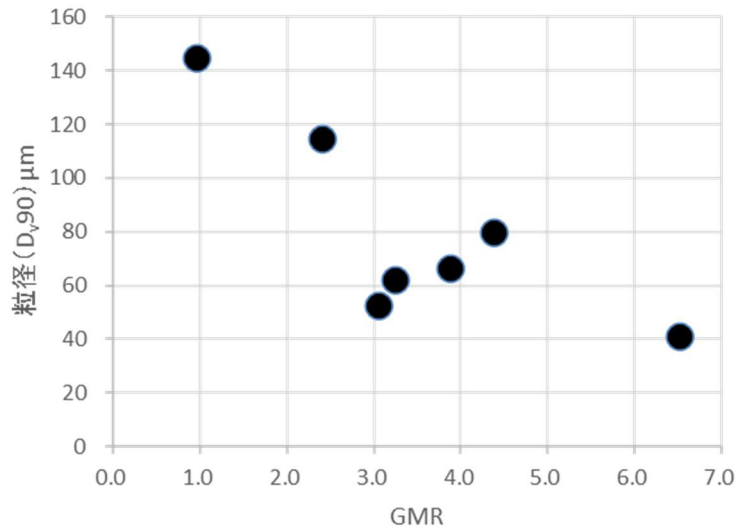
Element	Cr	Mo	Ti	Al	Co	W	Nb	Ta	C	Zr	B	Ni
Alloy-A	13.0	3.80	3.70	3.50	20.60	2.10	0.90	2.40	0.04	0.05	0.030	Bal.
Alloy-B	16.0	3.80	3.70	2.10	13.00	4.00	0.70	-	0.05	0.05	0.015	Bal.

<アトマイズプロセス条件の見極め>

アトマイズ条件と粉末品位の関係について調査を実施した。ニッケル合金粉末の粒度分布や形状に影響するパラメータとして①アトマイズ時のArガス圧（以下、Arガス圧）、②タンディッシュノズル内径（以下、T/Dノズル径）の2つを主なパラメータとして調査した。

Arガス圧とT/Dノズル径の影響を画的に評価するための指標としてGas Metal Ratio（出湯時の単位溶湯重量あたりにアトマイズ消費されたArガス流量、以下GMR）を用いた。GMRと粉末粒径（D90）との関係について図①-2-1 に示す。GMRと粉末粒径（D90）の間には一定の相関が認められ、GMRをあげることで粉末粒径は小さくできることが分かった。表①-2-2 にGMRが1.0と4.4のヒートにおける粒度分布と粉末粒径均一度を示す。GMRを高くすることで粉末粒径が小さくできるだけでなく、均一度も改善されていることから粒度分布も狭くコントロールできることが分かる。

以上の結果より、GMRを高くすれば①粉末粒径を小さくできる、②粒度分布が狭く収率の高い粉末製造が可能となる、③サテライトが少なく真球状に近い形状の粉末製造が可能となることが分かった。



図①-2-1 GMR と粉末粒径(D90)の関係

表①-2-2 GMR1.0 と 4.4 とした場合の粒度分布比較

GMR	粒度分布 / μm				均一度 D90/D10
	D90	D50	D10	std	
1.0	144.8	46.5	15.1	43.8	9.6
4.4	79.7	35.2	12.4	24.2	6.4

<NIMS開発合金粉末の試作>

前述までの試験結果を反映しタービンディスク製造プロセスの開発に使用するNIMS開発合金粉末（以降、開発合金）の試作を行った。

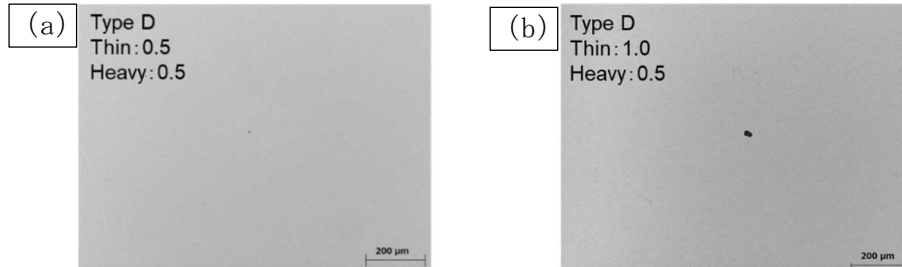
開発合金の粉末試作時のガスアトマイズ条件とその粉末外観を表①-2-3に示す。粉末収率は53 μmアンダーでおよそ72%と高い値を達成した。粉末外観からサテライトなども散見されるが、真球度はD90にて0.92と高く、良好な粉末の試作に成功した。

表①-2-3 開発合金試作粉末のガスアトマイズ条件および粉末外観

Particle Size Distribution	D10	13.37 μm
	D50	37.01 μm
	D90	79.51 μm
GMR (m ³ /kg)		2.7
Appearance photo by SEM	×100	
	×500	

・NIMS開発合金介在物評価結果

ASTM E45、Method A、worst-field ratingに従って介在物の指数付けを行った。試作粉末のHIP焼結体および鍛造品の介在物観察結果を図①-2-2に示す。Ratingに関しては、介在物サイズ毎でThin(2-8 μ m)、Heavy(8 μ m-)に分類して評価し、機械的特性に影響するHeavyを評価対象とした。HIP材の介在物指数は0.5、鍛造材の介在物指数も0.5であり、研究目標を達成した。



図①-2-2 開発合金試作粉末の介在物評価結果 (a) HIP 焼結体、(b) 鍛造品

② タービン翼及びタービンディスク製造プロセスの研究

②-1 モリブデン合金タービン翼製造プロセス

<製造プロセス選定 AMプロセスとSPSプロセス>

モリブデン合金タービン翼製造プロセスを決定するためAM材、SPS材について試作、評価を行った。なおAMプロセスについては、AMプロセスの中でも複雑な翼形状を精度よく製造可能なSelective Laser Melting (SLM) プロセスを適用した。試作、評価の詳細はここでは省略する。この結果からタービン翼製造に適するプロセスを選定するため、材料組織、特性、製造性の観点で整理した。表②-1-1に結果を示す。試作評価結果から、材料組織、特性という観点では、SLMおよびSPSはほぼ同等であると考えられる。一方、製造性という観点ではSPS材は、大型化した場合にパンチとダイの噛み込みの問題が存在している。治具の材質等の改善などが対策として考えられるが、1800℃前後での処理に耐えなおかつSPSのパルス放電に適した材質としては現時点でカーボン以外のものがないことから、安定した品質の焼結素材を得ることが困難と判断した。SLM材ではクラックレス化という課題が残るが、HIP処理によってクラックの欠陥を封止できる可能性が見出されたことから、SLM条件の最適化と合わせて製造性ありと判断した。近年では、ジェットエンジン部品の量産も行われていることからSLMプロセスは量産適用も可能であると考えられる。以上から、Mo合金タービン翼の製造方法としてSLMプロセスが適していると判断し、タービン翼製造プロセスとしてSLMプロセスの検討を進めることとした。

表②-1-1 タービン翼製造プロセス選定表

	材料組織	材料特性	製造性	判定
SLM プロセス	同等	同等	課題があるが 解決可能	タービン翼製造プロセス として選定
SPS プロセス	同等	同等	解決困難な 課題あり	

<SLMプロセスによる造形条件検討>

・プロセスウィンドウ把握

実施項目①-1で製造した粉末を用い、Mo合金をSLMプロセスで造形可能なパラメータの範囲について調査した。また、調査結果から強度評価及び複雑形状を造形するためのパラメータを選定した。パラメータ選定のための評価はまず外観上の崩れを評価した。その後クラックの評価を行い、造形時点でクラックの無いパラメータが得られるか検討した。

調査したビーム出力、スキャンスピード、積層厚さのパラメータを表②-1-2および表②-1-3に示す。またレーザ出力、スキャン速度及び積層厚さ以外の共通の造形条件について

は表②-1-4に示す。

各条件にて造形した円柱形状モデルについて、外観を判定した。ほとんど崩れが無く造形完了したものについては“○”、崩れはあるが造形完了したものは“△”、造形できずに崩れてしまったものについては“×”と判定した。判定の結果から本検討のパラメータにおける造形可能なパラメータの範囲が把握できた。判定結果の整理及び造形可能な範囲を図②-1-1および図②-1-2に示す。また外観上で崩れがあるものは、図②-1-3に示す造形後の外観例の通り、リコート方向に対してリコートがレーザ照射面を抜ける側から崩れる傾向にある。これは、変形やスパッタの付着などに起因する突起が照射面の縁にある場合、ステンレス製のリコートがレーザ照射面を通過する際にこの突起にリコートが衝突し、造形物の支えが無く欠けやすいリコート方向の抜ける側から崩れていったものと考えられる。

次に、パラメータの最適化のみでクラックの無い造形ができるかどうか、断面観察を実施し、クラックの有無を確認した。Mo合金のタービン翼製造プロセスにおいては素材にクラックが無い、健全な造形体を得る必要がある。しかし表②-1-1および表②-1-2の条件範囲においては、図②-1-4および図②-1-5に示す通り、造形時点でクラックの無い条件を見出すことはできなかった。従って造形パラメータの最適化のみでクラックの無い造形体を得ることは難しく、HIP処理などの後工程を含めた全体プロセスとしてクラックを無くすことが必要であると判断した。

HIPでクラックを修復する場合でも、造形時点でクラックの少ないパラメータを選ぶことが有効であるため、クラック量の定量評価を実施した。図②-1-4および図②-1-5に断面写真を示す。この図からも見られるように、クラック以外にも多くの空隙が確認できる。これらの空隙の原因について調査したところ、図②-1-6に示す通り、空隙はレーザのメルトプール複数層をまたがるように断裂しているものが多いことが分かった。これらの複数層にまたがって発生していることから、空隙の発生原因は融合不良やガスポロシティといった造形条件由来ではなく、Mo合金のSLM造形物が非常に脆く、切断や研磨といった観察作業の過程で脱落したものが多く含まれていると考えられる。従ってこれらの空隙がある状態の断面ではパラメータとクラック量の関係を適切に評価することが困難であるため、脱落による空隙発生の無い、造形体のトップ面（積層面に平行な最上面）に存在するクラック量を評価した。トップ面の評価用に新たに造形した造形体の外観評価結果を図②-1-7に示す。トップ面からのクラック評価は、図②-1-8の計測例に示すようにSEMでの撮影画像からクラックと判断されるものを抜き出し、総長さを算出した。算出したクラック長さの整理結果を図②-1-9に示す。図②-1-9のプロットは図②-1-1同様外観の判定結果である。出力、スキャン速度ともクラック長さに有意な傾向は見られなかった。そのため、外観上の崩れが少ない条件(300W 1400mm/s)から、更にハッチングディスタンスを変えることで入熱エネルギーを調整し、クラック長さへの影響を評価した。ハッチングディスタンスを変えた試験結果を図②-1-10に示す。ハッチングディスタンスが広いほどクラックも少なくなる傾向を示しており、最もハッチングの間隔が広い0.11mmの条件でクラック量が最も少なくなった。

以上の結果を踏まえ、複雑形状の検討及びクリープ試験に供する素材の造形には、最もクラックの少ないビーム出力300W、スキャン速度1400mm/s、ハッチングディスタンス0.11mmの条件を用いることとした。

表②-1-2 造形パラメーター一覧(積層厚さ：30 μ m)

ハッチング ディスタンス [mm]	ビーム出力[W]	スキャンスピード [mm]
0.07	50	100
0.07	100	400
0.07	100	600
0.07	100	1000
0.07	100	1400
0.07	140	210
0.07	150	400
0.07	150	600
0.07	150	1000
0.07	150	1400
0.07	160	800
0.07	170	400
0.07	180	400
0.07	190	400
0.07	200	400
0.07	200	500
0.07	200	600
0.07	200	700
0.07	200	800
0.07	200	900
0.07	200	1000
0.07	200	1200
0.07	200	1400

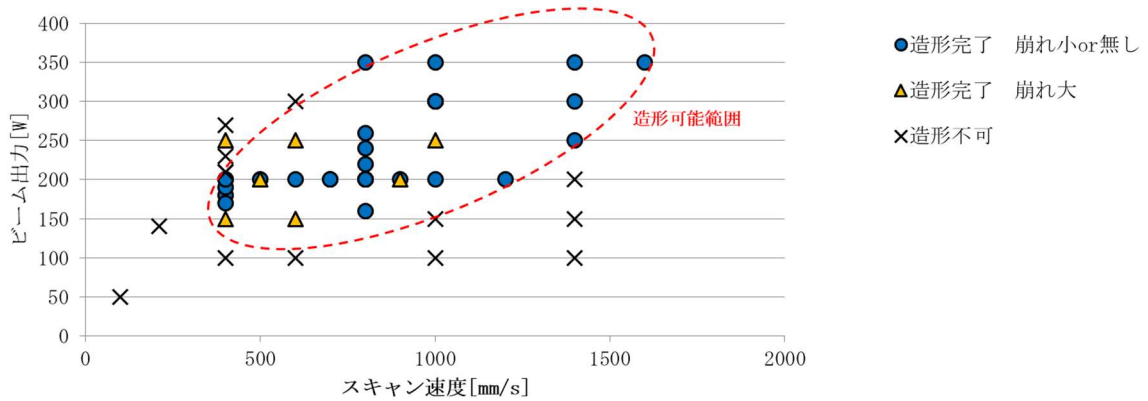
ハッチング ディスタンス [mm]	ビーム出力[W]	スキャンスピード [mm]
0.07	210	400
0.07	220	800
0.07	230	400
0.07	240	800
0.07	250	400
0.07	250	600
0.07	250	1000
0.07	250	1400
0.07	260	800
0.07	270	400
0.07	300	600
0.07	300	1000
0.07	300	1400
0.07	350	800
0.07	350	1000
0.07	350	1400
0.07	350	1600

表②-1-3 造形パラメーター一覧(積層厚さ：60 μ m)

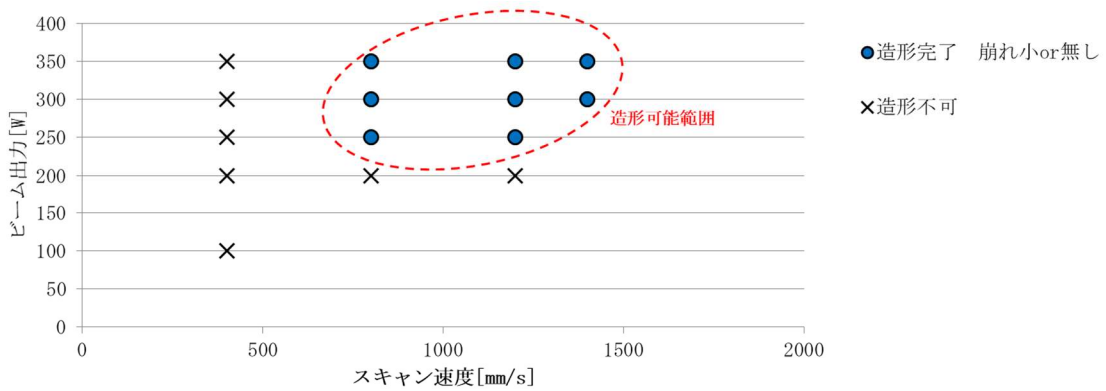
ハッチング ディスタンス [mm]	ビーム出力[W]	スキャンスピード [mm]
0.07	100	400
0.07	200	400
0.07	200	800
0.07	200	1200
0.07	250	400
0.07	250	800
0.07	250	1200
0.07	300	400
0.07	300	800
0.07	300	1200
0.07	300	1400
0.07	350	400
0.07	350	800
0.07	350	1200
0.07	350	1400

表②-1-4 造形パラメータ一覧(積層厚さ: 60 μm)

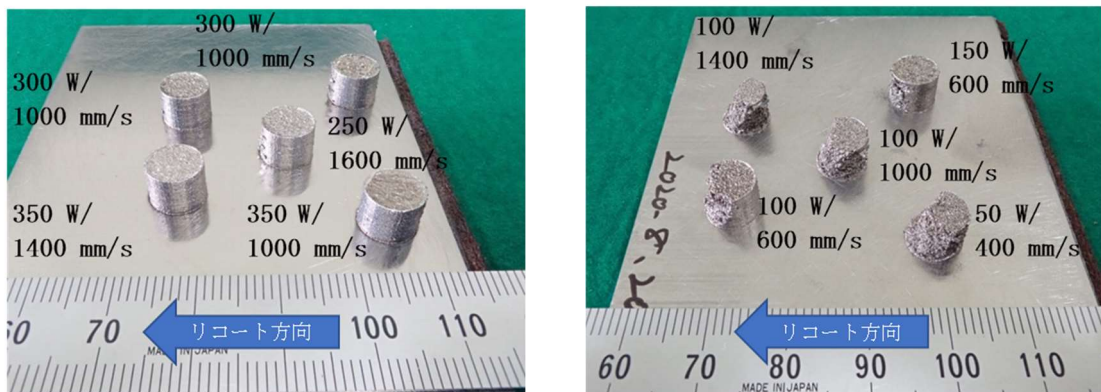
Mo 合金粉末	粒度分布	20-53 μm
造形装置	EOS 社製 M290	
使用リコータ	ハードリコータ (ステンレス製 M290 純正品)	
パラメータスタディ用 モデル形状	φ8mm×6mm 円柱形状	



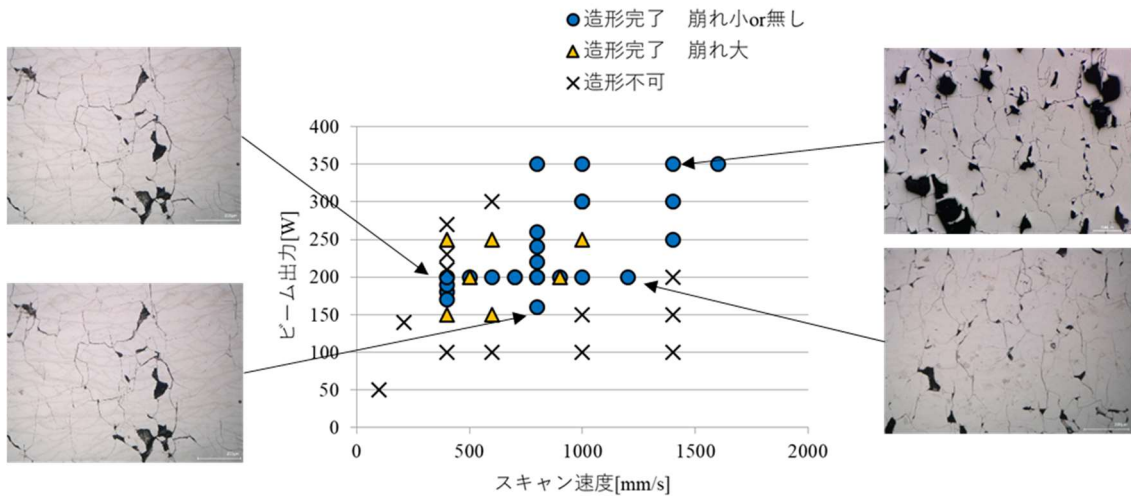
図②-1-1 造形物外観判定結果(積層厚さ: 30 μm)



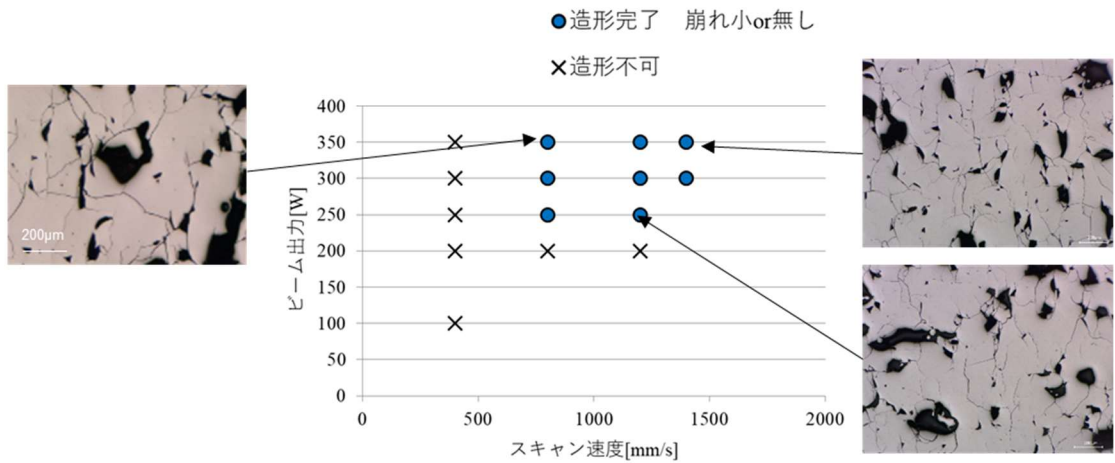
図②-1-2 造形物外観判定結果(積層厚さ: 60 μm)



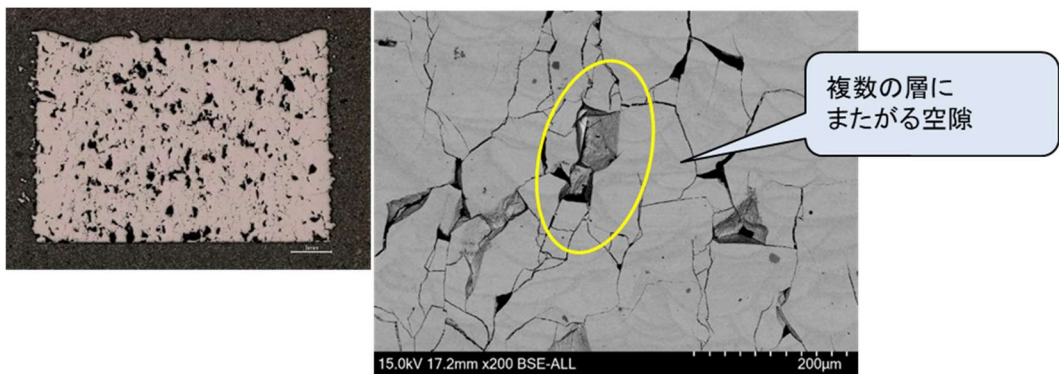
図②-1-3 造形後外観例(積層厚さ: 30 μm)



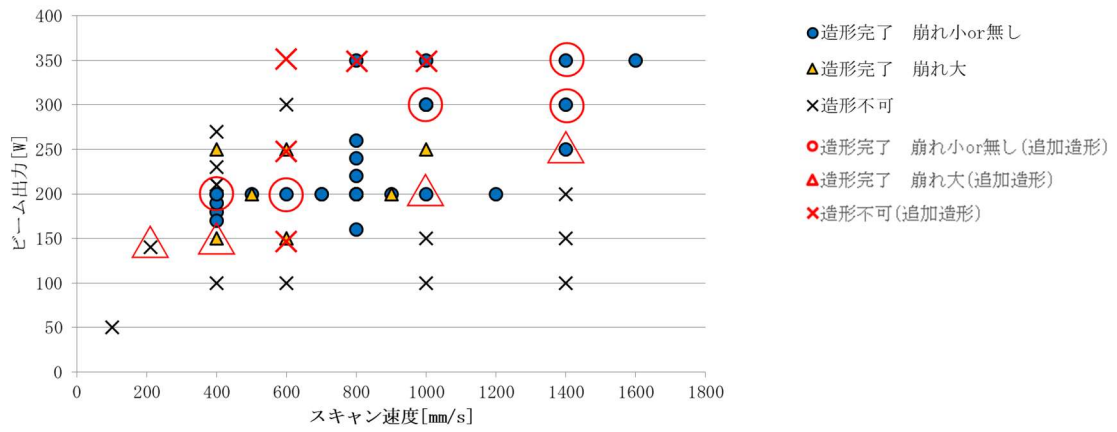
図②-1-4 クラック確認結果(積層厚さ: 30 μ m)



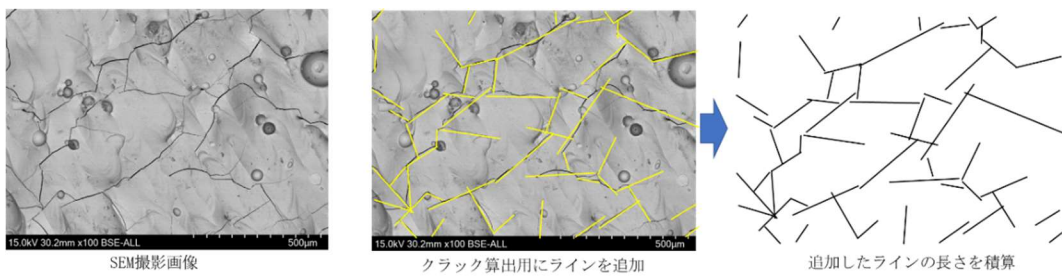
図②-1-5 クラック確認結果(積層厚さ: 60 μ m)



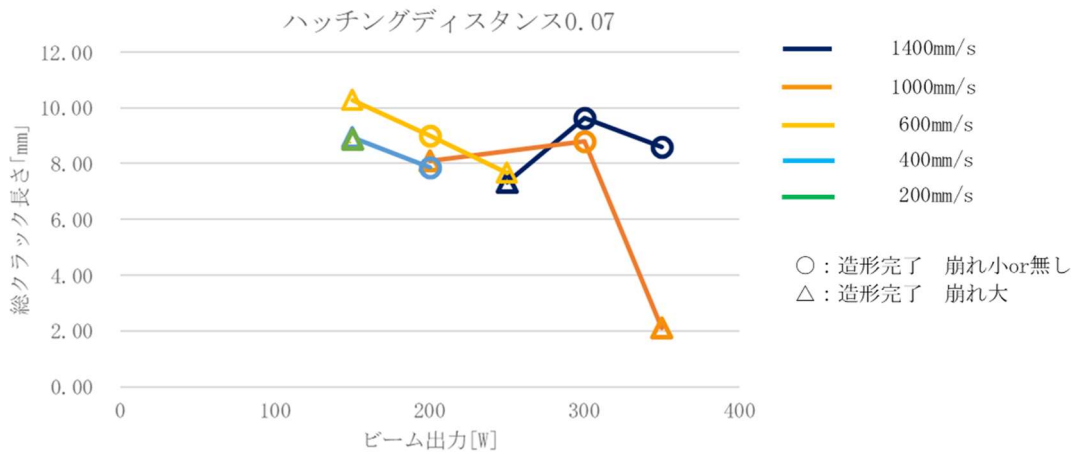
図②-1-6 断面空隙観察例(ビーム出力 200W、スキャン速度 600mm/s、ハッチングディスタンス 0.07mm、積層厚さ 30 μ m)



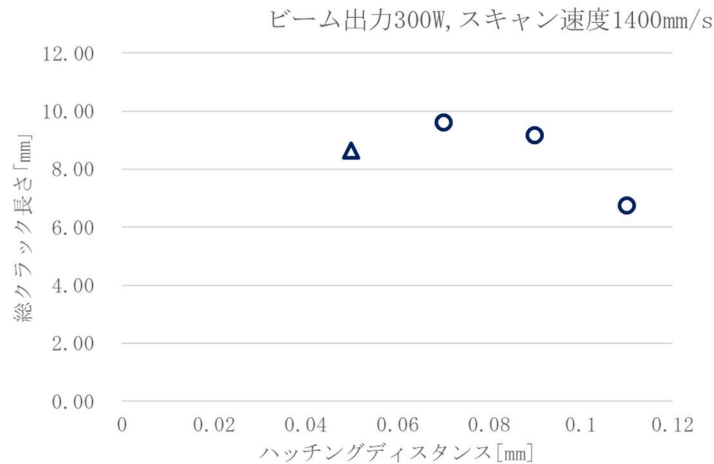
図②-1-7 トップ面クラック評価用造形物外観評価結果追加(積層厚さ: 30 μm)



図②-1-8 クラック算出方法(画像の造形条件: ビーム出力 150W、スキャン速度 1400mm/s、ハッチングディスタンス 0.07mm、積層厚さ 30 μm)



図②-1-9 クラック長さ整理結果(積層厚さ 30 μm, ハッチングディスタンス 0.07mm 固定)



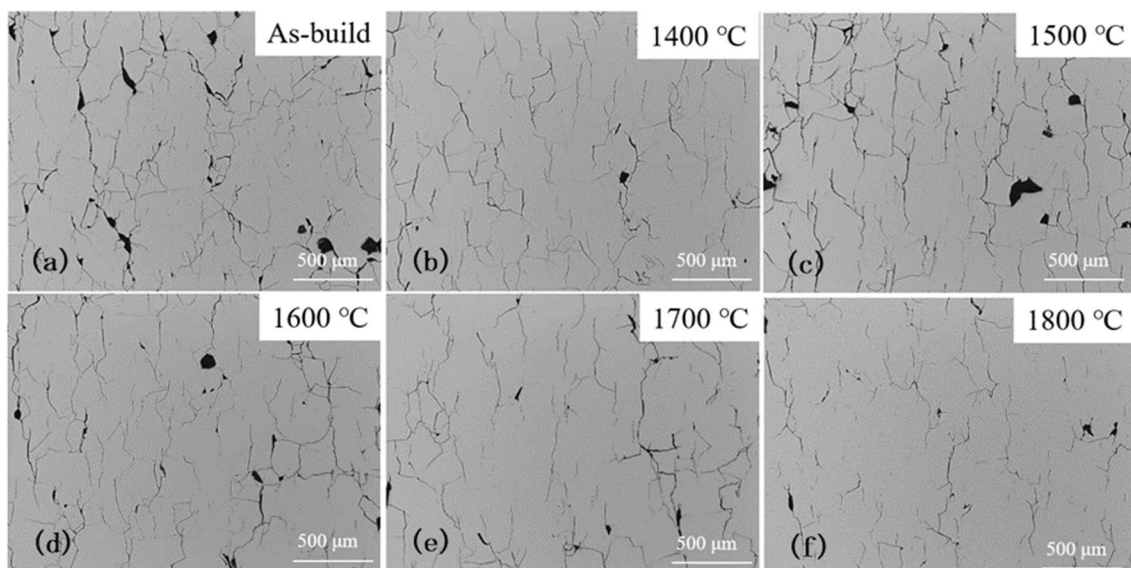
図②-1-10 クラック長さ整理結果(積層厚さ 30 μ m、ハッチングディスタンス変更)

<造形後HIPプロセスの開発>

・造形体のHIP処理効果検討

図②-1-11 (a)の断面組織写真に示す通り、造形後のSLM材内部にはクラックが全体にわたって存在し、それぞれのクラックは連結しネットワークを形成している。このようなクラックはSLMプロセスにおける急加熱、急冷が連続して繰り返されることにより発生する熱応力が原因と推定されるが、SLMプロセスの条件変更のみではクラックを抑える条件を見出すことができなかった。このクラックを含めSLMプロセスで形成された欠陥を除去する方法として、一般的にHIP処理が用いられている。そこで本研究では造形時に発生したクラックを解消させることを目的として造形体にHIP処理を実施した。

図②-1-11 (b)-(f)に種々の温度において196MPaで4時間HIP処理後の断面組織写真を示す。1400~1600 $^{\circ}$ CのHIP温度ではクラックの発生状況は造形まま材と変わらなかった。1700、1800 $^{\circ}$ Cではクラックの長さ、密度が短くなっていることが分かる。しかし1800 $^{\circ}$ CでのHIP処理でもクラックは一部しか解消されず、クラックのネットワークは残存している。このクラックが残存している理由はHIP処理条件が最適でなく、その効果が小さかったのではなく、それらが外部とつながった開口クラックであったためと考えられる。HIPの原理から考えると除去できる欠陥は素材内部に存在する欠陥のみであり、外部と接した開口欠陥は圧力が負荷されないために除去することができない。従って高温でのHIPで消滅したクラックは部分的に存在した閉口クラックであり、残存したクラックは全て外部と通じた開口クラックであったと考えられる。


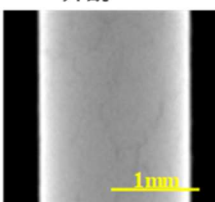
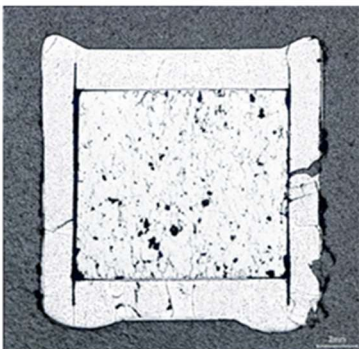

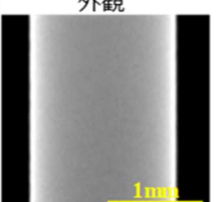
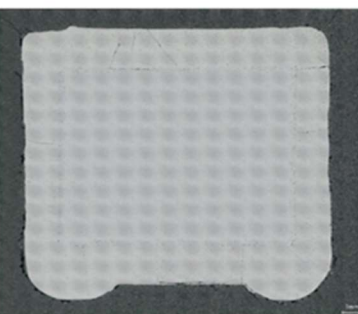


図②-1-1 種々の温度でHIP処理を実施したMo合金の断面像

・クラック除去のためのキャニングHIPプロセス

造形物をそのままHIP処理しても開口クラックが存在しているためクラックを消失させることはできないことがわかったため、キャニングを用いて表面の開口クラックを封止してHIP処理を実施するプロセス開発を行った。

結果を図②-1-1 2に示す。HIP後の外観に破損は見られず、またX線CT・断面観察の結果からクラックが消失していることを確認した。したがって表面封止が適切に行われた場合、HIP処理によりクラックは消失可能であることがわかった。

 <p>外観</p>  <p>X線CT</p>  <p>断面</p>	 <p>外観</p>  <p>X線CT</p>  <p>断面</p>
<p>カプセル/造形物間の隙間</p> <p>対策なし</p> <p>HIP昇圧条件</p> <p>同時昇温昇圧</p>	<p>カプセル/造形物間の隙間</p> <p>Nbカプセルの変形しろを埋めるため、造形物との隙間にNb箔を詰める。</p> <p>HIP昇圧条件</p> <p>1500 °Cまで10MPa以下で保持、1500 °Cから1800°Cまでに196MPaまで昇圧</p>
<p>対策前</p>	<p>対策後</p>

図②-1-1 2 Nbカプセルキャニング・HIP処理 対策結果

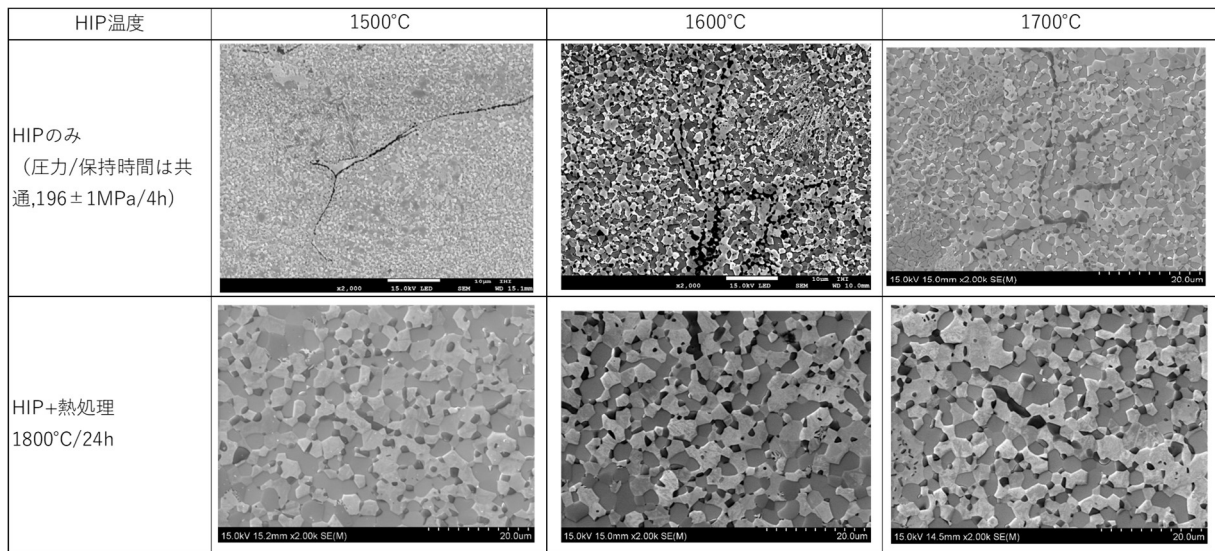
・HIP処理条件の影響把握

表面封止によりHIPの効果が確認できたため、適正なHIP温度を見極めるための試験を実施した。試験は造形体をNbにてキャニング後各温度条件にてHIP処理を実施した。

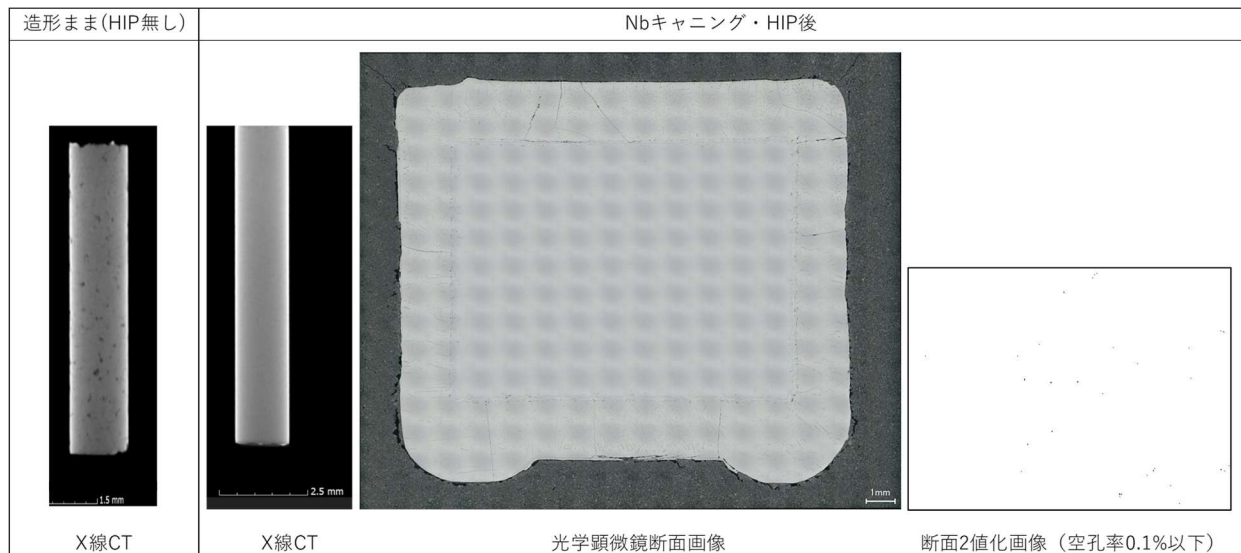
図②-1-1 3にHIP後および熱処理後のSEM観察画像を示す。観察の結果、評価対象とした1500℃～1700℃までのHIP温度条件全てにおいてクラックは消失していた。また、鑄造材で実施されている1800℃/24hの熱処理後のマイクロ組織はHIP処理温度に関わらず同程度の相サイズであることがわかった。

造形物全体の評価を実施するためHIP後の空孔率を評価した。評価結果を図②-1-1 4に示す。断面観察画像を2値化し空孔率を算出した結果、キャニング・HIP後で空孔率は0.1%以下であり、目標である5%以下を達成していることを確認した。

以上の結果から、本研究のプロセスではHIP処理温度を1500℃以上と決定した。



図②-1-1 3 HIP 後および熱処理後のマイクロ組織観察結果



図②-1-1 4 Nb キャニング・HIP 後 空孔率評価結果

<タービン模擬翼形状試作>

- ・形状限界試験およびタービン模擬翼形状試作

タービン翼で想定される厚み、R、角部、オーバーハング形状に対し、造形可能な寸法を把握することを目的に、造形形状の限界試験を実施した。評価する形状は想定されるタービン翼形状を元に、厚みやR形状、オーバーハングについて図②-1-1 5～図②-1-1 7に示す範囲とした。これらの条件にて造形後の外観を図②-1-1 8および図②-1-1 9に示す。翼部、台座部オーバーハングの模擬形状の条件中、造形が最終層まで完了できなかったものは翼部

模擬のt1のみであった。また、いずれの条件でもリコータが抜ける側に若干の造形崩れが見られるが、この傾向はプロセスウィンドウの検討で用いた円柱形状と同様であり、形状による影響ではないと考えられる。以上の結果から、本形状限界試験においては、厚さのみt3以上が必要であり、Rやオーバーハングについてはタービン翼相当の形状が造形可能であることが分かった。

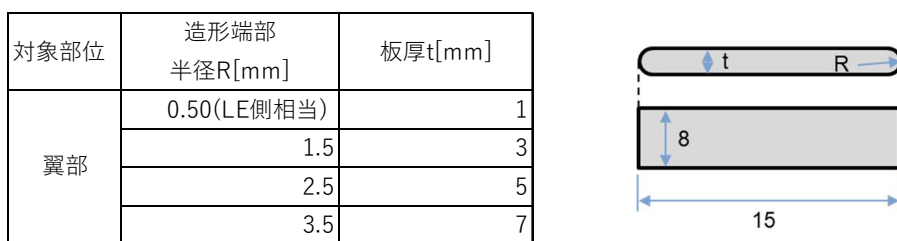
ダブテール部にオーバーハングが無く、翼に十分な余肉を付けた形状では造形可能であることを前項にて示したが、よりニアネット形状を造形することを目的として造形試験を実施した。

造形限界を把握するため、オーバーハング角度の大きいダブテール部に余肉を付ける以外は翼を模擬した形状を実施した。翼モデルの形状および造形結果を図②-1-20に示す。本形状では、最も薄くRの小さい翼のトレーリングエッジ側およびダブテールの角部に造形崩れが起きることがわかった。

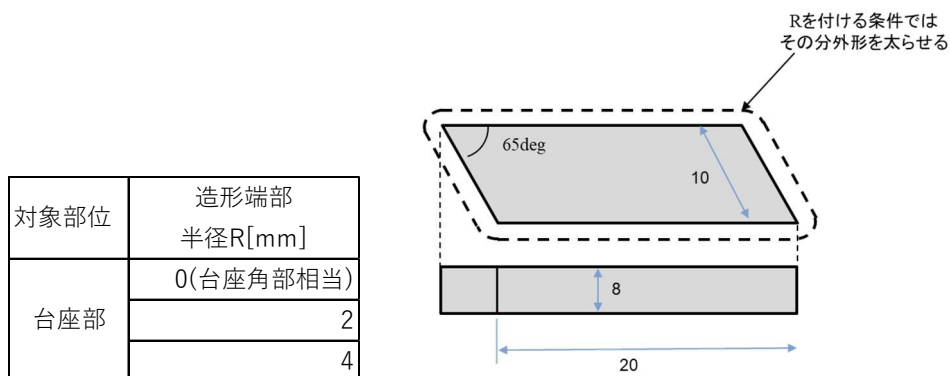
前述の結果を受けてRの大きさとオーバーハング角度に対する造形限界を把握するため、図②-1-21に示す形状にて造形し、崩れの有無を評価した。角のオーバーハング形状については、ダブテールを想定し63degとし、角部のRはR1及びR2の2条件とした。

造形結果を図②-1-22に示す。角部はR2以上、オーバーハング角度は50deg未満とすることで割れ・崩れを抑えられることがわかった。また面に対しては、60degまで割れや崩れなく造形できることがわかった。

以上の形状限界試験の結果を反映しタービン翼模擬形状の造形を実施した。結果を図②-1-23に示す。いずれの部位においても目視できる表面の割れや崩れなく造形することができた。

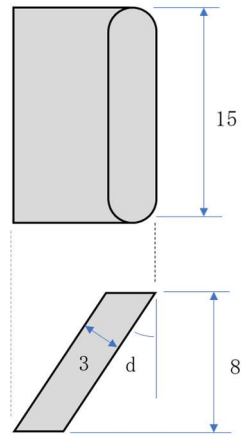


図②-1-15 翼部模擬条件及びモデル形状

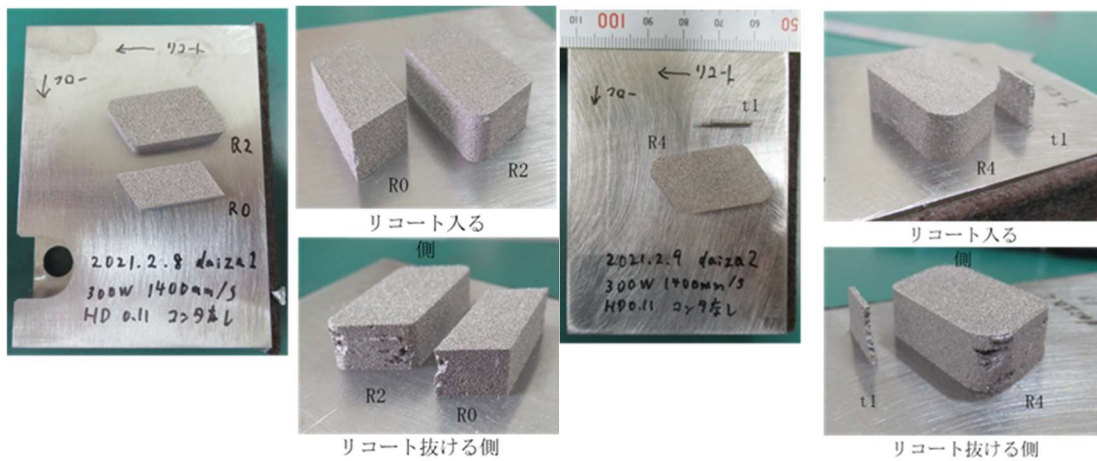
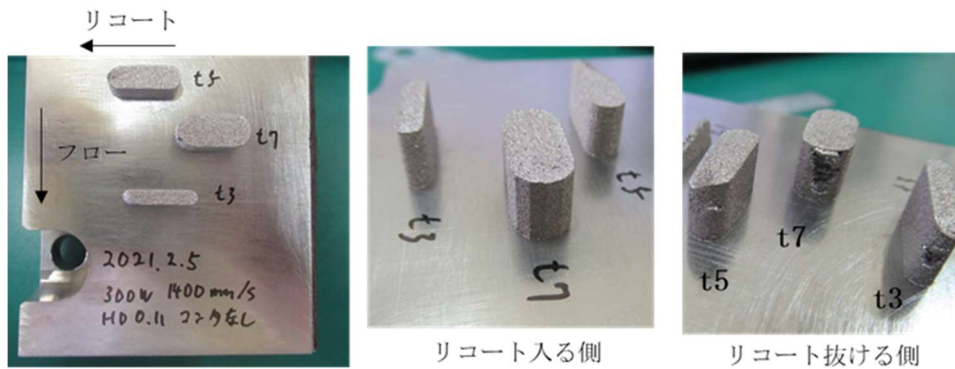


図②-1-16 台座部模擬条件及びモデル形状

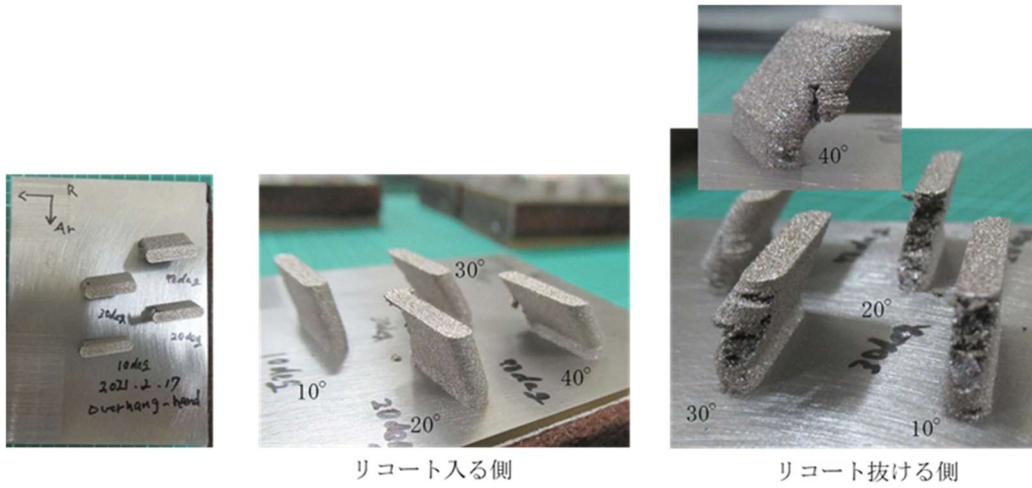
対象部位	オーバーハング 角度d[deg]
翼部	10(翼の傾き相当)
	20
	30
	40



図②-1-17 オーバーハング模擬条件及びモデル形状



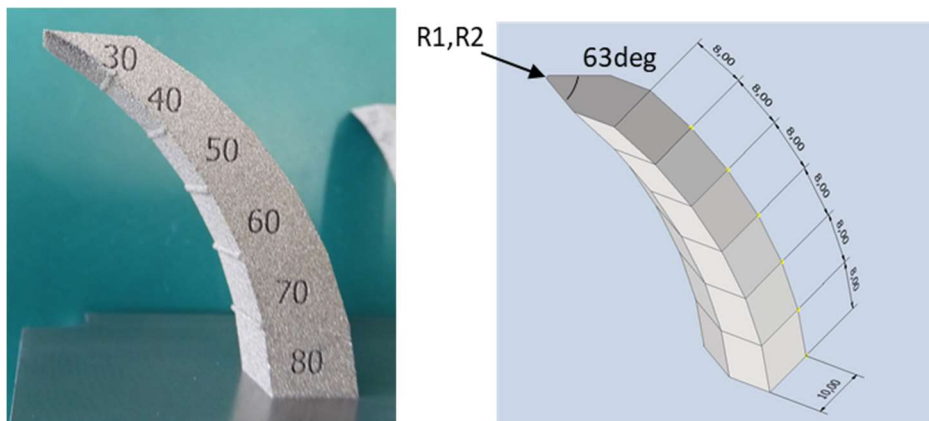
図②-1-18 形状限界試験造形後外観(翼部、台座部模擬)



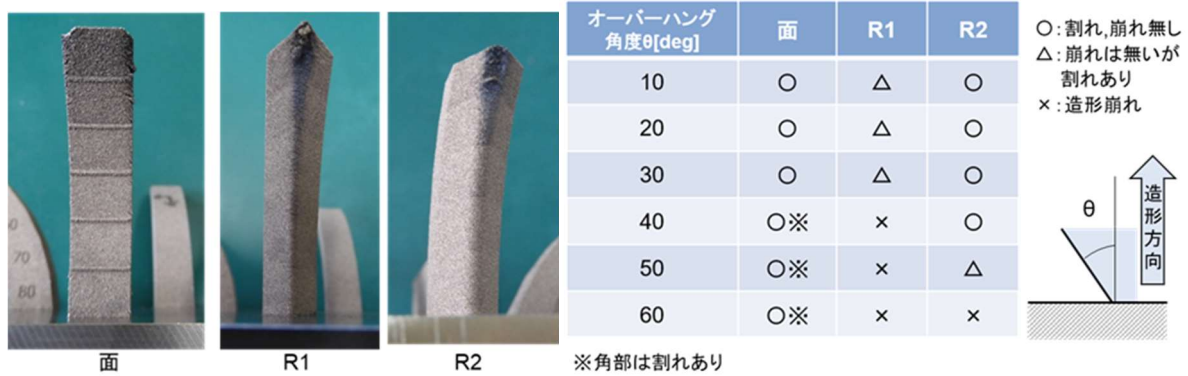
図②-1-19 形状限界試験造形後外観(オーバーハング模擬)



図②-1-20 タービン翼模擬形状 造形品外観



図②-1-21 オーバーハング形状限界試験内容 (左:面オーバーハング 右:角オーバーハング)



図②-1-2-2 オーバーハング形状限界試験結果



図②-1-2-3 オーバーハング形状限界試験結果反映後 タービン翼模擬形状造形体外観

・複雑形状向けキャニング手法の開発

円柱や角柱のような単純形状の場合キャニングで表面封止することは容易であるが、タービン翼のような複雑形状では封止材を翼形状に合わせて密着させる必要があるため、技術的に困難である。そのため形状自由度の高い表面封止方法について検討を行った。

複雑形状向けの表面を封止しHIPを有効化する方法として、単純形状のカプセル内に造形物とともにSiO₂粉末を充填しキャニングする方法を評価した。これはキャニング缶形状を複雑な造形物形状に合わせて加工せずに、単純形状のキャニング缶と造形物の間に充填したSiO₂粉末が圧力媒体として造形体に作用する効果を期待したものである。概略図を図②-1-2-4に示す。本方法でのクラックの消失効果を確認するため、まず円柱状の単純形状の造形物を用いて試験を実施した。サンプルの製作条件を表②-1-5に示す。キャニング缶材には耐熱性が高くキャニングで表面封止効果の実績のあるNbを用いた。造形物およびキャニング缶とSiO₂の反応、焼き付きを防止するため、キャニング缶および造形物表面にBNを塗布した。HIP温度はSiO₂粉末が溶融しない融点以下である1600℃とした。

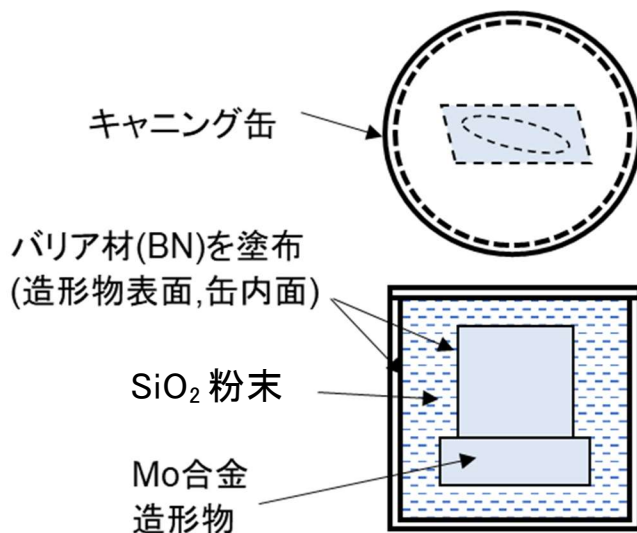
HIP後の外観を図②-1-2-5に示す。カプセルに割れが確認されたが、内部の造形体には割れは見られなかった。HIP後の断面観察結果を図②-1-2-6に示す。クラックは概ね消失しており、本方法で造形物の表面封止に対して一定の効果があることがわかった。一方で視野(d)に示すようにわずかにクラックが残存していた。

クラックを確認した視野(d)についてEDS分析を実施した結果を図②-1-2-7に示す。クラ

ック付近や線状に連なった黒色部はTiの割合が高く、HIP中にTiC相が析出したものと考えられる。次に、軟化したSiO₂粉末が造形物に侵入および反応していないか、表層部の断面からEDS分析を実施した。分析結果を図②-1-28に示す。SiO₂の成分であるSiや剥離剤として塗布したB、Nについて分析したところ、造形物内部への侵入は認められず、また大きな反応がないことを確認した。

このHIP処理後の試験片に1800°C/24hの熱処理を実施し、組織観察を実施した。観察結果を図②-1-29に示す。観察の結果、HIP後に見られたクラックは確認されなかった。これは熱処理によりHIP処理後にわずかに残存したクラック部にTiCが析出し、空隙を埋めたものと考えられる。またクラック跡に線上に析出していたTiCも分散し、均一組織になっていることがわかった。一方で造形時の粉末の溶け残りと考えられる球状組織部は残存していることがわかった。

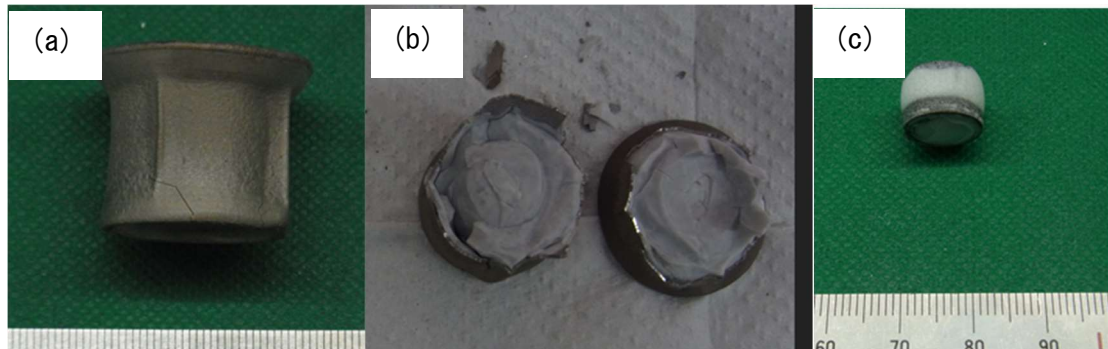
以上の結果からキャニング+SiO₂粉末充填は造形物の表面封止方法として有効であることが確認できたため、タービン翼模擬形状製造プロセスとして採用した。



図②-1-24 キャニング+SiO₂粉末充填 概略図

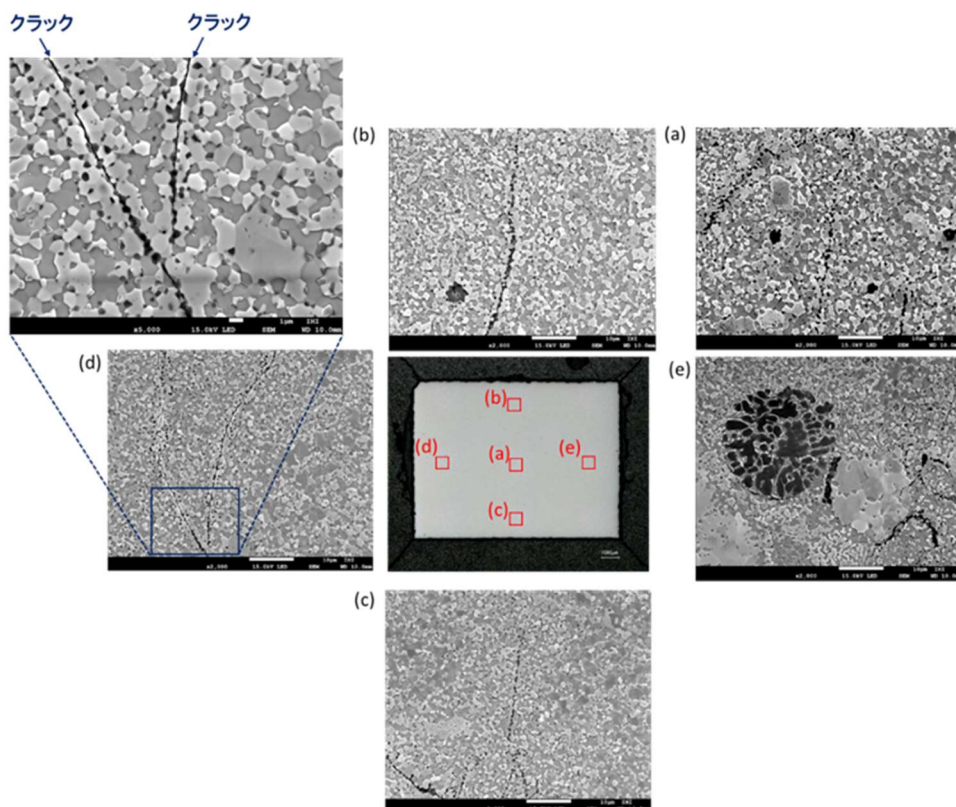
表②-1-5 キャニング+SiO₂粉末充填 サンプル製作/HIP条件

キャニング缶材	Nb t0.5mm	
SiO ₂ 粉末	99.9% 63μm以下	
カプセル封止方法	EBW	
HIP条件	温度[°C]	1600
	圧力[MPa]	196±1
	保持時間[h]	4

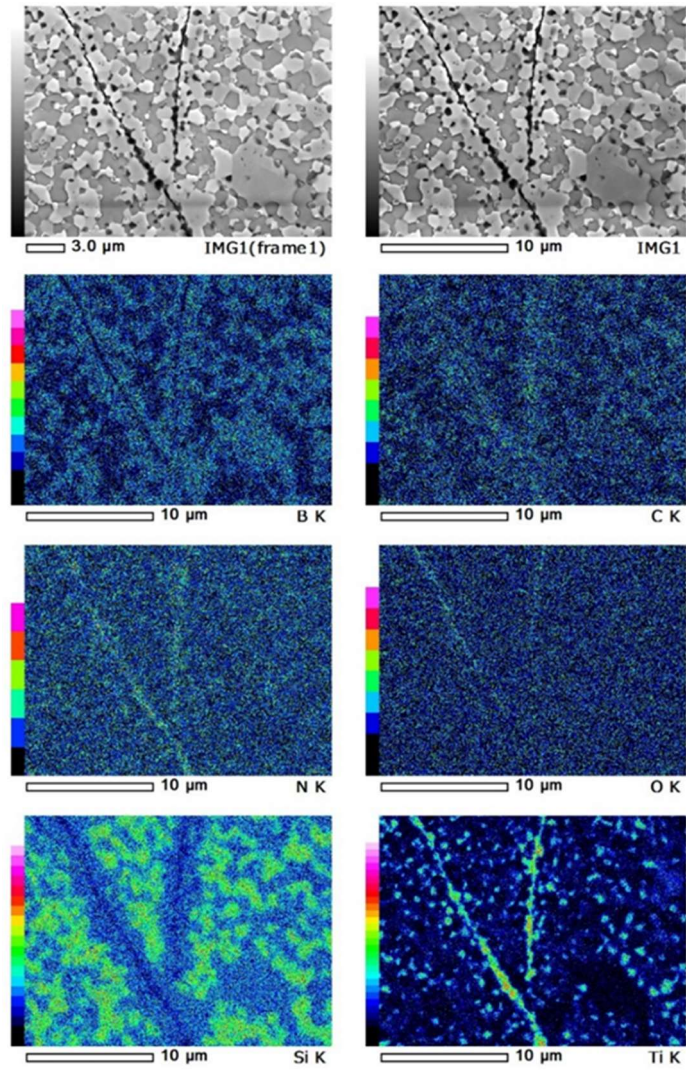


図②-1-25 キヤニング+SiO₂粉末充填サンプル外観

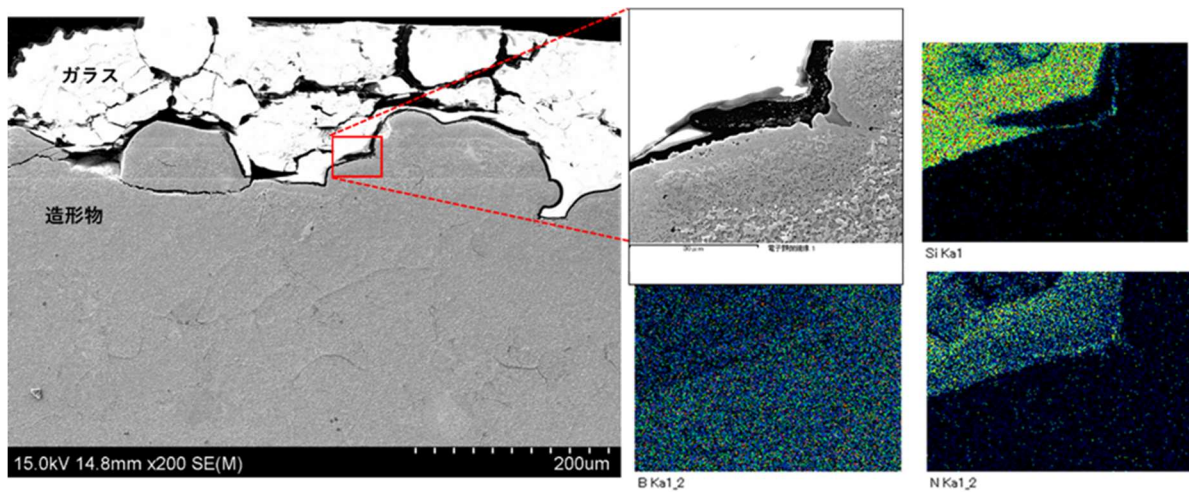
(a) HIP 後キャニング缶外観、(b)造形物取り出し作業中、(c)取り出し後造形物外観



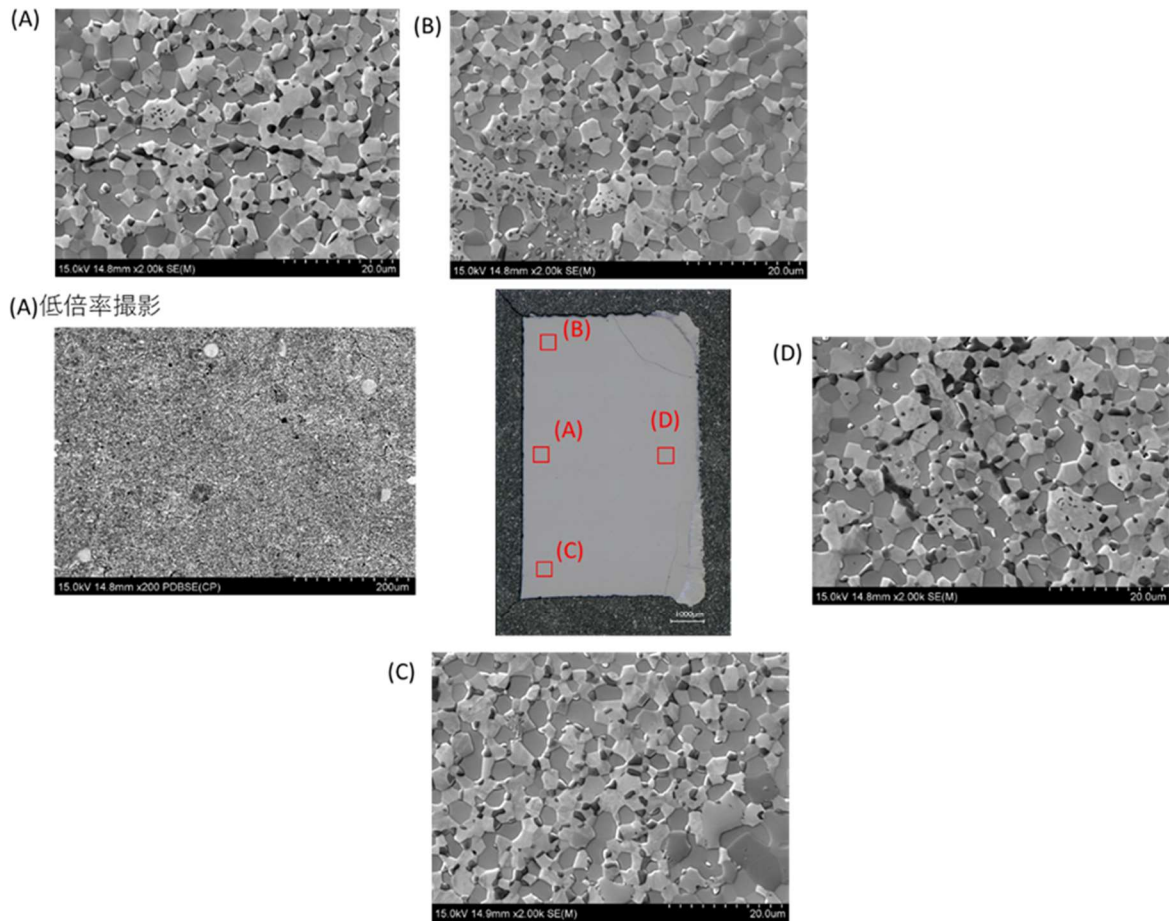
図②-1-26 キヤニング+SiO₂粉末充填サンプル HIP 後断面観察結果



図②-1-27 キヤニング+SiO₂粉末充填サンプルHIP後断面 EDS分析結果



図②-1-28 キヤニング+SiO₂粉末充填サンプルHIP後 表層部 EDS分析結果



図②-1-29 キャニング+SiO₂粉末充填サンプル HIP+熱処理(1800°C/24h)後 断面観察結果

・タービン翼模擬形状でのHIPプロセス評価

タービン翼模擬形状造形物に対し、キャニング+SiO₂粉末充填HIPプロセスの適用性を評価した。SiO₂粉末は粒径の異なる2種類とし、表②-1-6に示す条件にてキャニング材を製作した。HIP温度はクラック改善効果を確認した1500°Cとし、キャニング用のカプセル材にはNbに比べ手配が容易でHIP温度に耐えうるTiを用いた。HIP後の外観を図②-1-30に示す。63μm以下のSiO₂粉末を用いた素材では缶に破損が見られ、また図②-1-31に示すようにキャニング缶から取り出したタービン翼模擬形状の造形物には破断が見られた。これらの破断はHIP後に起きている可能性もあるため、断面評価を実施した。断面観察結果を図②-1-32に示す。一部クラックの残存やクラックの残渣と見られる黒色部はあるものの、図②-1-26で示した円柱素材と同程度のクラック消失効果が確認された。したがってHIP処理後に熱処理を実施することで残ったクラックや残渣も円柱素材と同様に消失可能と考えられる。以上のことからキャニング缶+SiO₂粉末充填はタービン翼模擬形状のような複雑形状でもHIP処理の効果が得られることがわかった。また取り出し時点で発生していた翼の破断に対しては、内部クラックが消失していることからHIP処理後半から冷却時の破壊であると考えられ、以下の対策案を挙げる。

対策案(1)：今回のSiO₂粉末の充填密度が十分でなかったため、収縮時の変形が大きく模擬翼に負荷がかかったと考えられる。そのためCold Isostatic Pressにより粉末の充填密度を高め、変形量を低減する。

対策案(2)：取り出した模擬翼に焼結したSiO₂が付着していることから、取り出し作業中や冷却中に模擬翼に負荷がかかり破断を助長したと考えられる。この付着は付着防止にBNを用いているが、その塗布が不十分であったためと考えられる。したがって、より確実にBNを塗布するため、スプレーではなくペースト状のBNを塗布する。

対策案(3)：各素材(Ti、SiO₂、Mo合金)の線膨張率の差による冷却中の変形を抑えるため、

より時間をかけて冷却する。

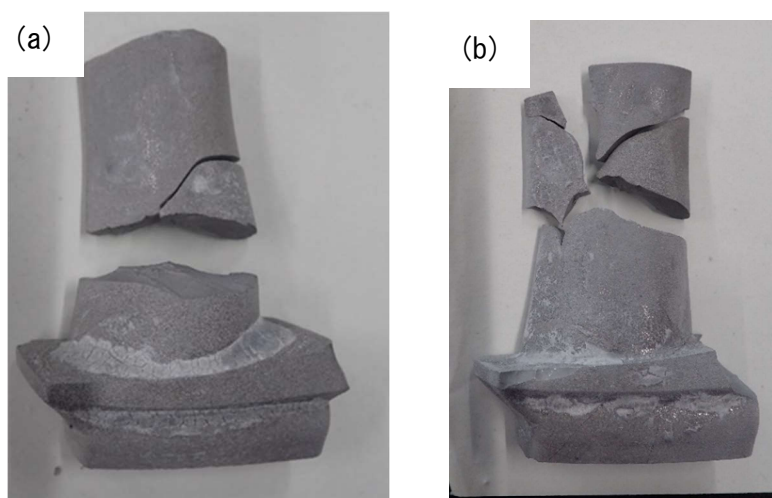
以上の対策をとることにより健全なタービン模擬翼形状を得ることが可能となると考えられる。

表②-1-6 タービン翼模擬形状造形体 表面封止およびHIP 処理条件

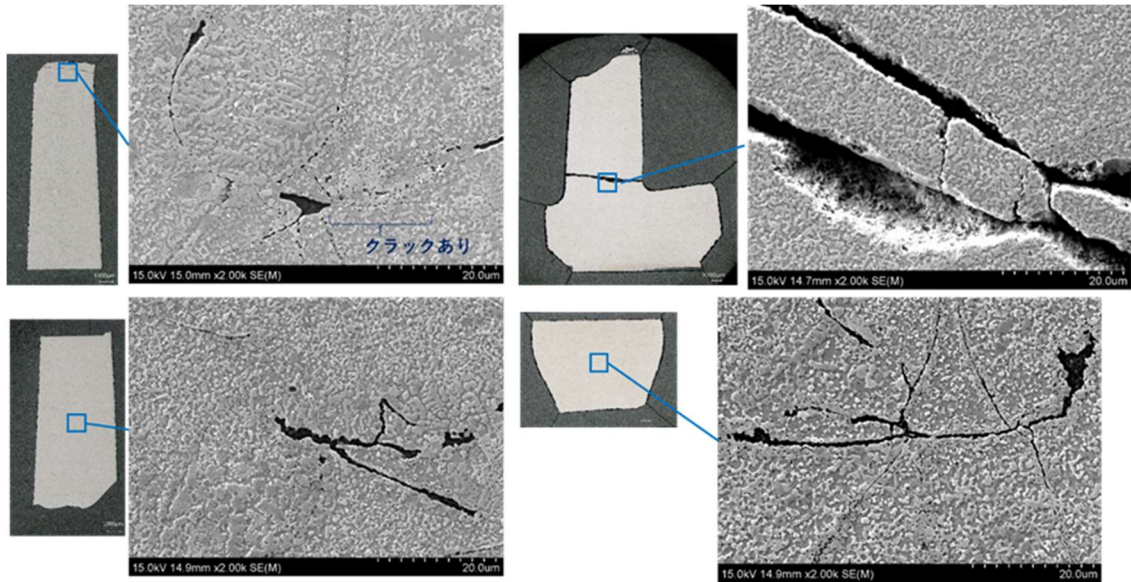
キャニング缶材	Ti t2mm	
SiO ₂ 粉末	99.9% 粒径：平均0.8μmおよび63μm以下（2条件）	
カプセル封止方法	TIG+真空引き（ピンチングパイプ）	
HIP条件	温度[°C]	1600
	圧力[MPa]	196±1
	保持時間[h]	4
	昇温/昇圧	1300°Cまで10MPaにて昇温 1300°Cから1500°Cの間で194MPaまで昇圧
	冷却	1500°Cから300°Cまで4hかけて冷却



図②-1-30 タービン翼模擬形状 HIP 後キャニング缶外観



図②-1-31 キャニング缶から取り出したタービン模擬翼形状造形体外観
(a)SiO₂粉末粒径 0.8 μm 使用品、(b)SiO₂粉末粒径 63 μm 使用品



図②-1-3 2 タービン模擬翼形状造形体 HIP 処理後断面観察結果

<特性評価>

本研究開発プロセスにより製造されたMo合金の基礎特性を評価するため、圧縮試験、引張クリープ試験、破壊じん性試験および酸化試験を実施した。特性評価にはSLM造形後、Canning +HIP処理を実施し1800℃×24hの熱処理を実施したものをを用いた。表②-1-7～10に特性評価試験条件を示す。

表②-1-7 圧縮試験条件

試験温度 [°C]	ひずみ速度	試験雰囲気
1600	10 ⁻²	Ar
1500		
1600	10 ⁻³	
1500		
1400		
1600	10 ⁻⁴	
1500		
1400		
1200		

表②-1-8 引張クリープ試験条件

試験温度 [°C]	試験応力 [MPa]	試験雰囲気
1600	60	Ar
1600	100	
1500	80	
1500	120	
1400	80	
1400	100	
1400	170	
1400	250	

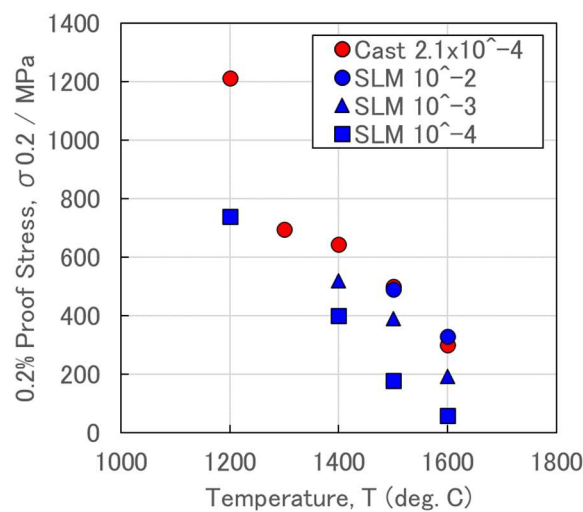
表②-1-9 破壊じん性試験条件

試験温度	試験規格	試験雰囲気
室温	ASTM C1421	大気

表②-1-10 酸化試験条件

試験温度 [°C]	試験雰囲気
800	乾燥空気
1100	

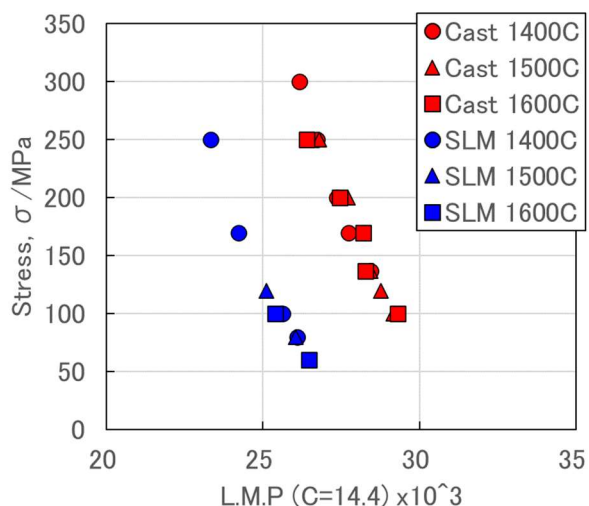
図②-1-33に圧縮試験結果を示す。試験結果には公表されている Mo 合金の鋳造材における強度をあわせて示している^(②-1-1)。SLM 材の特性は鋳造材との試験時のひずみ速度の差を加味しても低いものとなっている。これは組織の微細化により超高温域の流動応力が低下したためと考えられる。



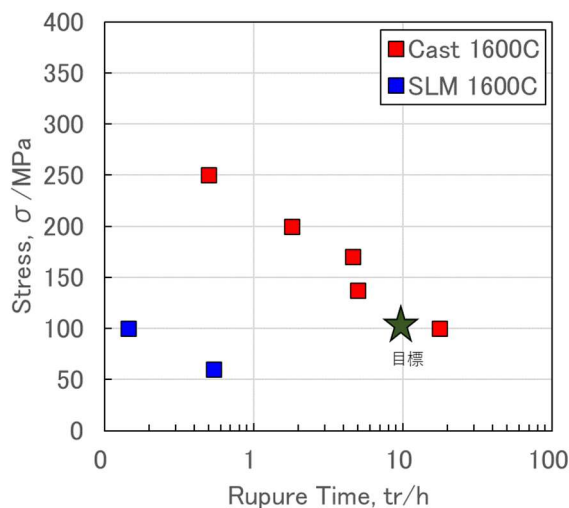
図②-1-33 圧縮試験結果

図②-1-34に引張クリープ試験結果を示す。試験結果には公表されている Mo 合金の鋳造材における強度をあわせて示している^(②-1-2)。SLM 材のクリープ強度は鋳造材と同じく

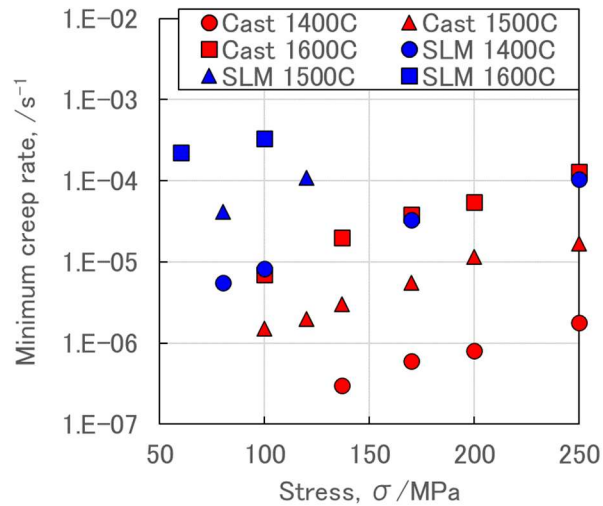
L.M.P で整理することが可能である。その特性は鋳造材と比べて温度換算にて 200°C程度低いことがわかった。また図②-1-3 5に 1600°Cにおける破断時間と応力の関係を示す。今回の SLM 材の破断時間は目標としていた 1600°C、100MPa、10h のクリープ強度を満たすことはできなかった。図②-1-3 6に最小クリープ速度と試験応力の関係を示す。SLM 材は各温度にて鋳造材よりも最小クリープ速度が大きかった。一方でその傾きは鋳造材と変わらず、応力指数は 3 であった。図②-1-3 7に引張クリープ試験後の破面を示す。破面は相界面で破断した様相を示していた。以上のことから SLM 材の Mo 合金のクリープ変形機構は鋳造材と同じく、相界面でのすべり変形が支配的であると言える。そのため微細なマイクロ組織を持つ SLM 材のクリープ強度は鋳造材に比べ低下し、目標強度である鋳造材と同等の強度を示さなかったと考えられる。



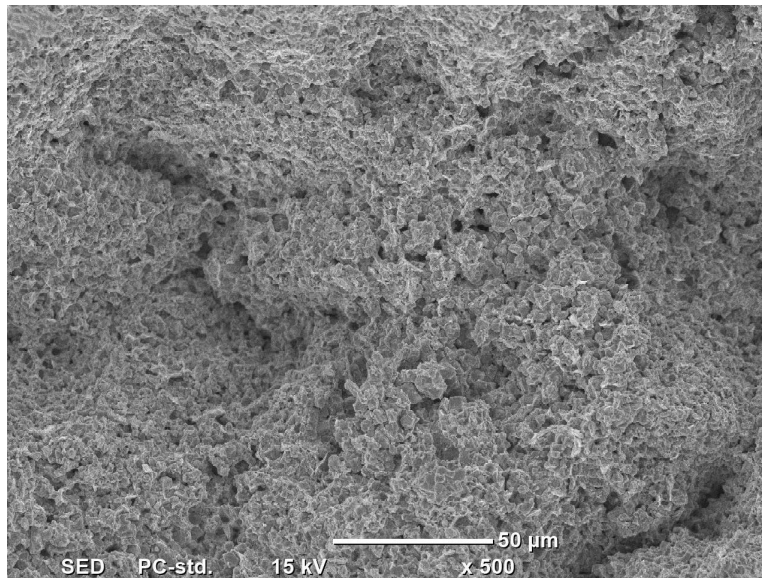
図②-1-3 4 クリープ試験結果



図②-1-3 5 Mo 合金の 1600°Cにおけるクリープ破断時間

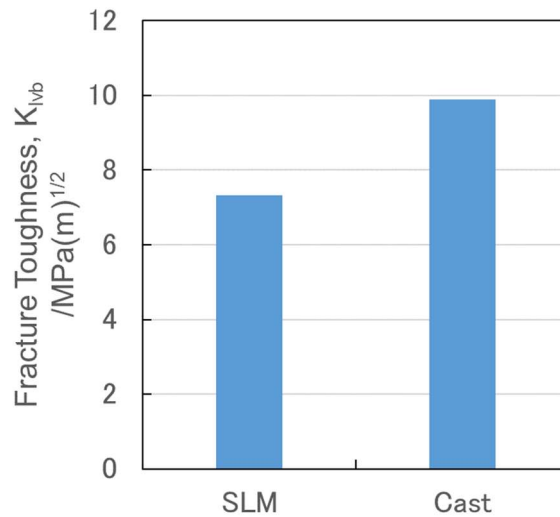


図②-1-36 Mo合金の最小クリープ速度と応力の関係



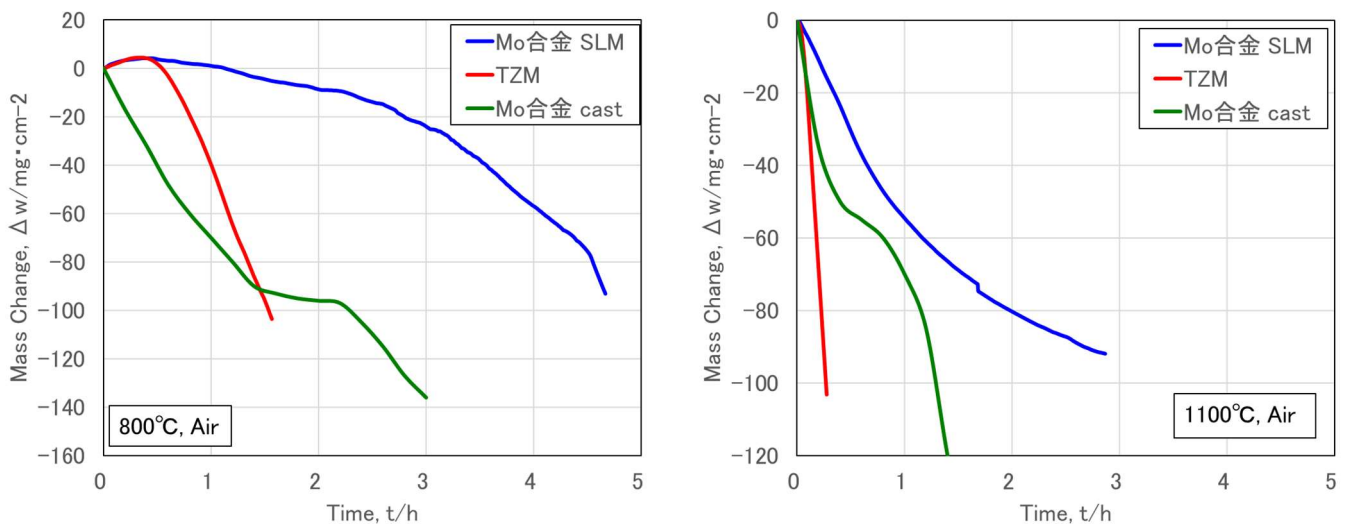
図②-1-37 引張クリープ試験片破面

図②-1-38に破壊じん性試験の結果を示す。SLM材の破壊じん性値は鋳造材と比較してやや低いものになっていた。これは今回のSLM材の相体積率によるものと考えられる。Mo合金の破壊じん性値はTiC相により向上しており、Mo相およびTiC相の体積率に依存すると報告されている⁽²⁾⁻¹⁻³⁾。SLM材の組成は鋳造材の文献値よりもTi量が低く、TiC相の体積率が低いものとなったと考えられる。そのため今回の試験片の破壊じん性値は鋳造材に比べてやや低いものとなったと考えられる。一方でSLM材は各相が微細に分布しており、破壊じん性の向上効果が見込まれていた。しかし今回の結果から大きな向上効果はないことが確認された。以上のことから室温破壊じん性値には組織の微細化の効果は小さく、TiC相の体積率が支配的であると言える。



図②-1-38 破壊じん性試験結果

図②-1-39に酸化試験結果を示す。図には比較として一般的な Mo 材料である TZM の結果および鋳造材の結果^(②-1-4)を示している。耐酸化性は SLM 材が最もよく次いで鋳造材、TZM の順であった。本研究対象である Mo 合金は TZM と異なり、Si および Ti を含んでいることによる。酸化の際に試料表面に SiO₂ および TiO₂ を形成することにより MoO₃ の形成を防ぎ、TZM に比べ耐酸化性が高い。また SLM 材と鋳造材を比較すると SLM 材は各相が微細に存在している。そのため Mo 相が MoO₃ となり昇華した場合も各相が微細であるため T2 相や TiC 相が早期に表面に露出し TiO₂、SiO₂ を形成する。結果として耐酸化性は微細組織の方が高くなる。以上のことから SLM 材の耐酸化特性は鋳造材に比した高かったと考えられる。



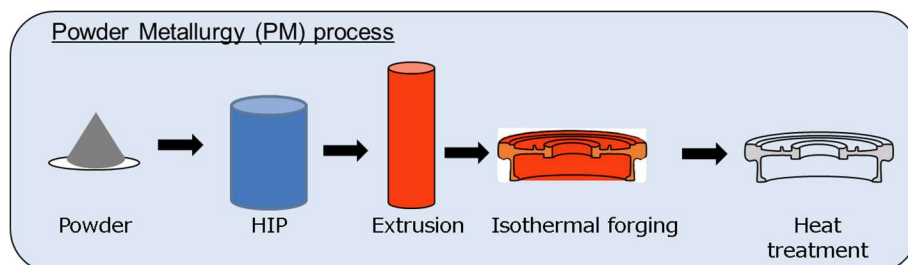
図②-1-39 酸化試験結果

参考文献

- ②-1-1 山本ら、日本金属学会誌、第80巻、第1号(2016)、p.51-59
- ②-1-2 S. Y. Kamata et al., Nature, Scientific reports, 2018, 8:10487,
- ②-1-3 T. Moriyama et al., Intermetallics, 84, 2017, p.92-102
- ②-1-4 畠山ら、日本ガスタービン学会誌、Vol. 46、No. 6、2018

②-2 ニッケル合金タービンディスク製造プロセス

Powder Metallurgy (PM) ニッケル合金タービンディスクにおいては、粉末をHIP焼結し、熱間押し出し後、恒温鍛造するプロセスが一般的である。図②-2-1にPMタービンディスク製造プロセスの模式図を示す。押し出しや恒温鍛造等の塑性加工プロセスにおいては、加工条件や初期組織が塑性加工後のミクロ組織および機械的特性に大きな影響を及ぼす。さらに、高強度材料では塑性加工の難易度が高いため、塑性加工を成立させるプロセス条件の選定が重要になる。本研究ではこのプロセス条件の選定のための基礎試験を実施し、その結果を反映した開発合金のディスク模擬形状試作を実施した。



図②-2-1 PMタービンディスクの鍛造プロセス

<HIP焼結プロセスの開発>

既存のPMニッケル合金粉末を用いて、粉末性状の評価とHIP焼結に向けた基礎検討を行った。表②-2-1に合金の公称組成と密度およびガンマプライム(γ')相の計算から求めた800℃における平衡体積率を示す。 γ' 相はニッケル合金の強化相であり、一般的にこの体積率が高いほど強度は高くなる。ME501、ME3およびAlloy720Li合金は成分が既に公開されている合金であり、特にME501合金は公表されているPMニッケル合金で最も高いクリープ強度を有している。これらの800℃における γ' 相の平衡体積率は約50%である。HIP焼結条件等の検討のため、これらの合金のアトマイズ粉を入手し、HIP焼結パラメータと焼結時のミクロ組織の関係を評価した。

表②-2-1 供試合金の公称組成(wt.%)と密度、体積率

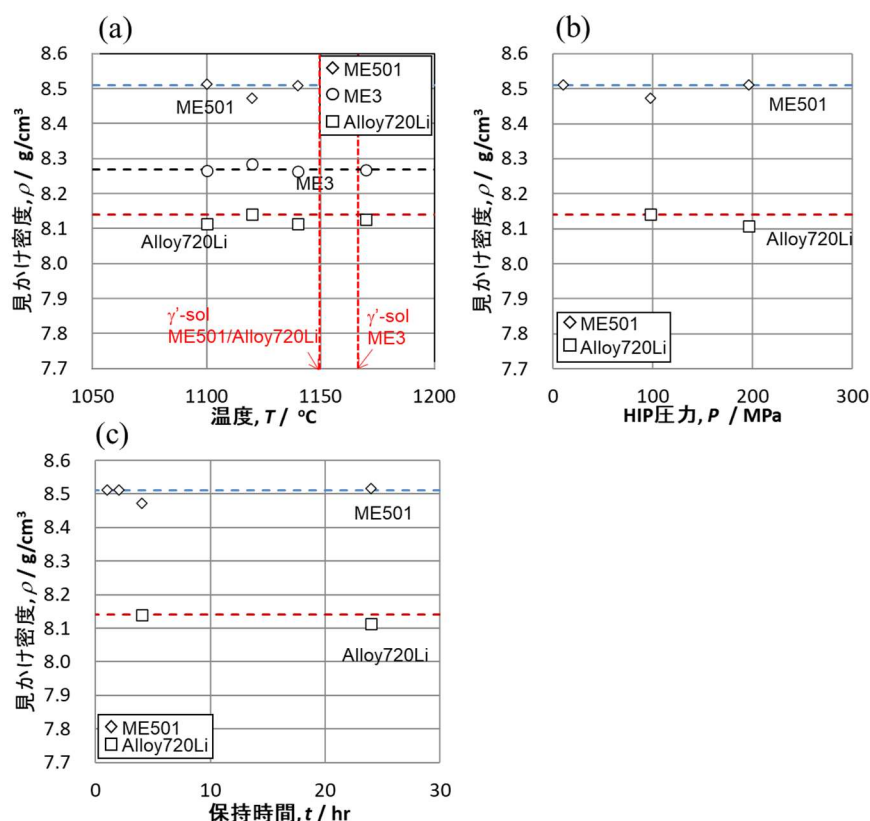
Alloy	元素 (wt.%)	Ni	Cr	Co	Mo	W	Ti	Al	Ta	Nb	C	Hf	B	Zr	Density (g/cm ³)	γ' -fraction(%)
ME501	目標組成	Bal.	12.0	18.0	2.9	3.0	3.0	3.0	4.8	1.5	0.050	0.40	0.030	0.05	8.51	51
	分析結果	Bal.	12.1	18.4	2.9	3.0	2.9	3.0	4.8	1.5	0.050	0.37	0.030	0.08		
ME3	目標組成	Bal.	13.0	20.6	3.8	2.1	3.7	3.4	2.4	0.9	0.025	-	0.020	0.05	8.27	51
	分析結果	Bal.	13.2	20.5	3.9	2.1	3.8	3.4	2.5	0.9	0.055	-	0.030	0.06		
Alloy720Li	目標組成	Bal.	16.0	15.0	3.0	1.3	5.0	2.5	-	-	0.025	-	0.018	0.03	8.14	45
	分析結果	Bal.	16.0	15.0	3.0	1.1	5.1	2.5	-	0.02	0.034	-	0.024	0.04		

・HIP焼結と密度の関係

HIP焼結体の作製においては、以降のプロセスに影響をおよぼさないように焼結密度を高め、内部欠陥量を少なくする必要がある。そこで、HIP焼結体の密度に及ぼすHIP焼結条件の評価を行った。準備した粉末を100 μ m以下に分級したものをSUSカプセルに充填し、真空脱気して封止したものをHIP焼結試験に供した。HIP焼結においては、温度、圧力、時間のパラメータのうち、1つのパラメータを変えて焼結を行った。HIP焼結後の冷却は炉冷とした。HIP処理後の焼結体密度はアルキメデス法にて測定した。また、各種合金のHIP焼結体について断面組織評価を実施し、平均結晶粒径の評価を行った。

図②-2-2に各合金のHIP焼結後の密度測定結果を示す。いずれの合金においても、温度、

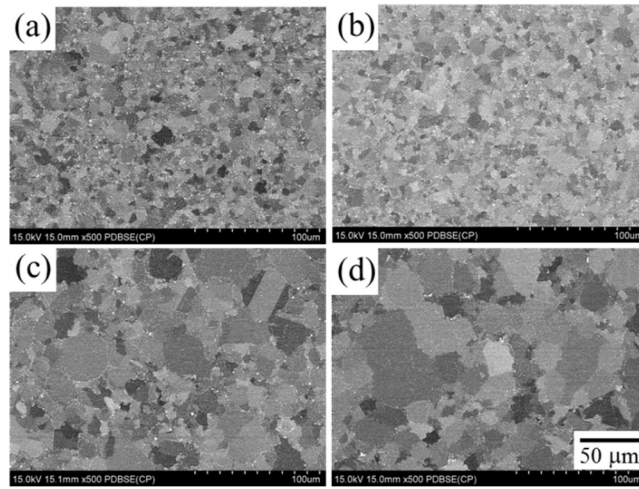
圧力、時間によらず焼結密度はおおよそ緻密体の 99%以上の高い密度が得られることが確認できた。そこで本研究において HIP 焼結条件は、各合金の HIP 焼結条件を温度 1100°C以上、時間 1 h 以上、圧力 98MPa 以上とすることとした。なおこの温度は時効のマイクロ組織観察の結果から各合金の γ' -solvus を考慮し合金毎に決定することとした。



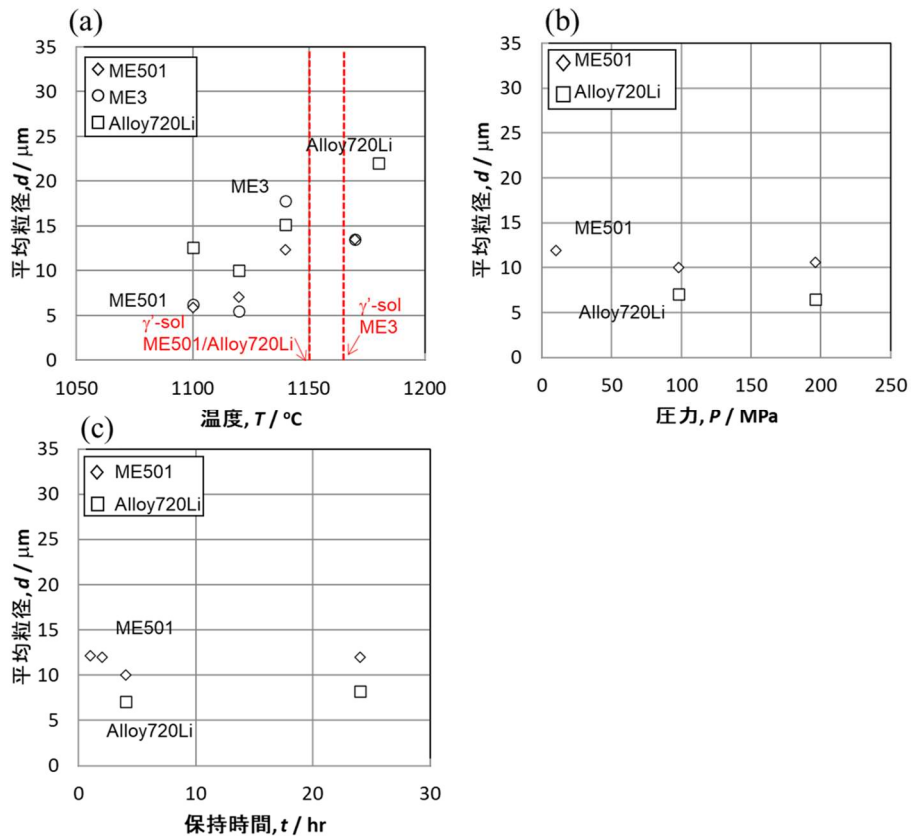
図②-2-2 各合金の HIP 焼結条件と見かけ密度の関係
(a) 温度依存性、(b) 圧力依存性、(c) 時間依存性

・HIP 焼結条件とマイクロ組織の関係

図②-2-3、4に 98MPa/4h の条件にて各温度で HIP 焼結を行った ME3 合金の SEM の反射電子像 (Back Scattered Electron, BSE) と各合金の平均結晶粒径と HIP 焼結パラメータの関係を示す、ME3 合金は γ' -solvus 温度付近の 1140°C 付近から急激に粒成長が認められた (図②-2-4 (a))。HIP 時に形成される粗大粒は、次工程の熱間押し出しにおける加工性低下の原因となると考えられるため、HIP 焼結温度は solvus よりも 40~50°C 程度低い温度が望ましいと考えられる。一方、HIP 圧力と保持時間のパラメータと平均粒径に相関関係は認められなかった (図②-2-4 (b), (c))。これは、HIP 焼結は拡散現象であるため、一定の温度以上では温度が支配的なパラメータとなったものと考えられる (②-2-1)。



図②-2-3 ME3合金 98MPa/4h HIP まま材のBSE像
(a)1110°C、(b)1120°C、(c)1140°C、(d)1170°C



図②-2-4 各合金のHIP焼結パラメータと平均粒径の関係
(a)温度依存性、(b)圧力依存性、(c)時間依存性

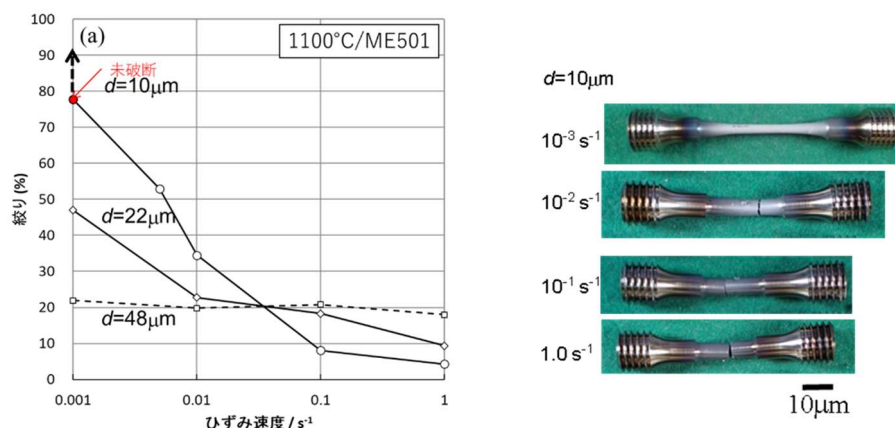
・HIP焼結条件と加工性の関係

熱間押し出し加工条件選定のため、HIP焼結体の塑性加工性を評価した。図②-2-1のフローに示したように、PMタービンディスク製造プロセスにおいては熱間押し出しによりHIP焼結体の焼結組織を解消して微細均一なマイクロ組織を作り込み、恒温鍛造工程を実施する必要がある。そこでHIP焼結体の加工性評価として、ひずみ速度を広い範囲で精度良く設定できる熱間加工再現試験装置を用いて、高温引張試験を実施した。

まず、HIP焼結体の塑性加工性に及ぼすHIP処理条件の影響を評価するため、HIP処理条件の異なるME501合金焼結体(外寸法φ100×100mm)から試験片を採取し、試験に供した。加

熱方式は高周波加熱とした。試験温度は 1100°C 、ひずみ速度は $1.0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1} \sim 1.0 \text{s}^{-1}$ とした。図②-2-5 に HIP 圧力/時間を固定し、HIP 焼結温度を 1120 、 1160 、 1200°C として異なる結晶粒径とした ME501 合金 HIP 焼結体の高温引張試験における絞り値を示す。それぞれの焼結体の HIP 処理後の初期粒径はそれぞれ $10 \mu\text{m}$ 、 $22 \mu\text{m}$ 、 $48 \mu\text{m}$ であった。いずれもひずみ速度が遅いほど、絞り値が大きく、塑性変形量が増加する傾向を示した。また、平均結晶粒径が微細であるほど、つまり HIP 処理温度が低いほど絞り値が増加し、塑性変形量は増加した。

以上の結果から、高温引張試験における絞り値、つまり塑性加工性は焼結材の平均結晶粒径に大きく依存していることが明らかとなった。結晶粒径が細かい方が高い塑性加工性を得られたことから、HIP 焼結の段階で細粒組織に制御しておく必要があることが明らかになった。



図②-2-5 粒径の異なる ME501 合金焼結体の 1100°C における絞り値とひずみ速度の関係

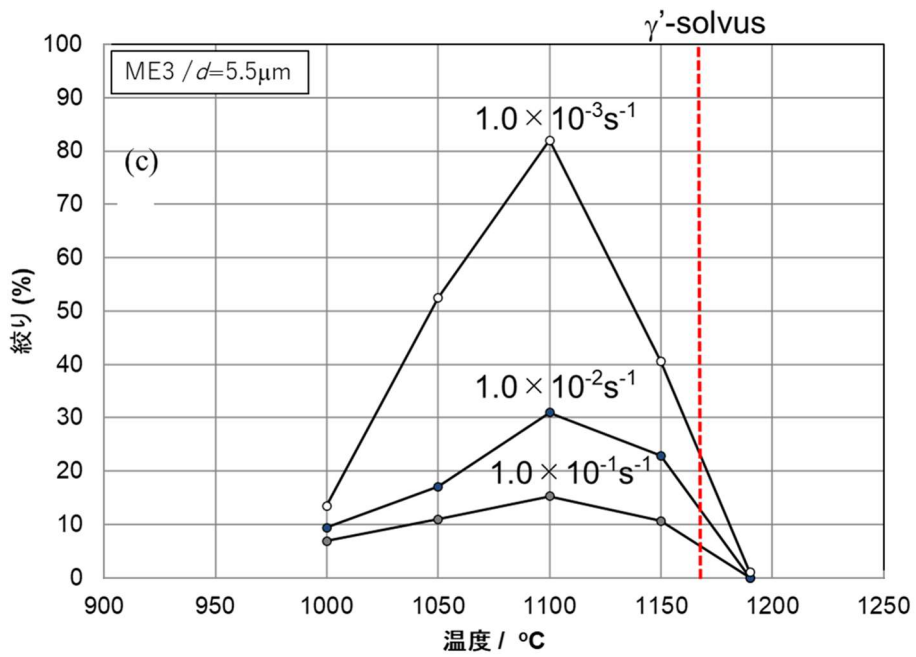
< 熱間押出プロセスの開発 >

・ 押出し加工性と素材加熱温度の関係

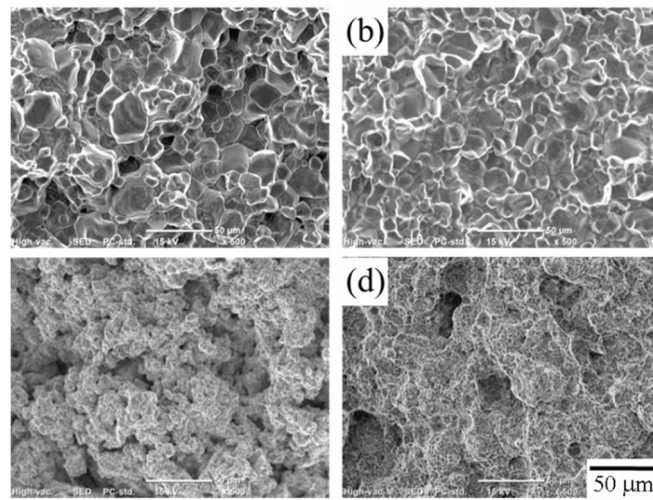
熱間押出し条件を選定するため、ME3 合金の HIP 焼結材から試験片を採取し、種々の温度、ひずみ速度で高温引張試験を実施した。

図②-2-6 に ME3 合金のひずみ速度 $1.0 \times 10^{-1} \sim 1.0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ における絞り値と温度の関係を示す。ME3 合金は 1100°C 付近で絞り値のピークを示した。図②-2-7 に破面観察結果を示す。ME3 合金は γ' -solvus 以上ではひずみ速度に関わらず粒界破壊を呈した (図②-2-7 (a, b))。図②-2-8 に破断部断面の SE 像を示す。ひずみ速度の低下に伴って粒界でのボイド形成の割合が増加し、密度も増加した (図②-2-8 (b, c))。

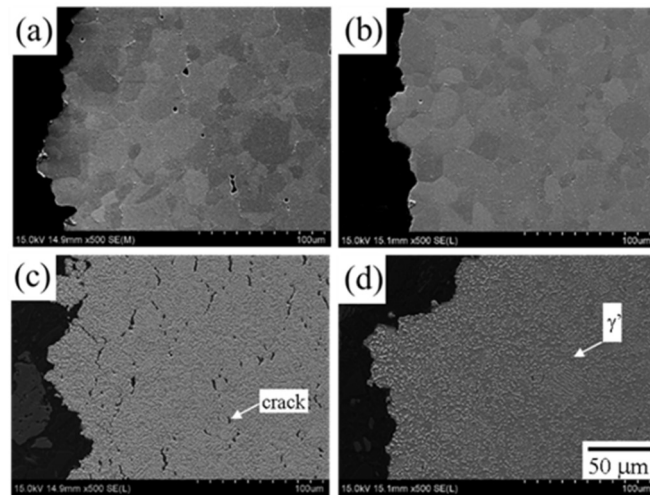
以上の結果から ME3 合金は γ' -solvus から約 $50 \sim 80^{\circ}\text{C}$ 程度低い温度で加工性のピークを示し、これは γ' 体積率の異なる ME501 や Alloy720Li の他合金でも同様の結果であった。これは高温側では粒径の粗大化および粒界の溶融により延性が低下し、低温側では γ' 相の粒内析出強化により延性が低下するためと考えられる。また、ひずみ速度が低速側の方が加工性は向上した。



図②-2-6 ME3 合金焼結体の高温引張試験における絞りと温度の関係



図②-2-7 ME3 高温引張試験片の破面
 (a) $1190^{\circ}\text{C}/10^{-3}\text{s}^{-1}$ 、(b) $1190^{\circ}\text{C}/10^{-1}\text{s}^{-1}$ 、(c) $1100^{\circ}\text{C}/10^{-3}\text{s}^{-1}$ 、(d) $1000^{\circ}\text{C}/10^{-1}\text{s}^{-1}$

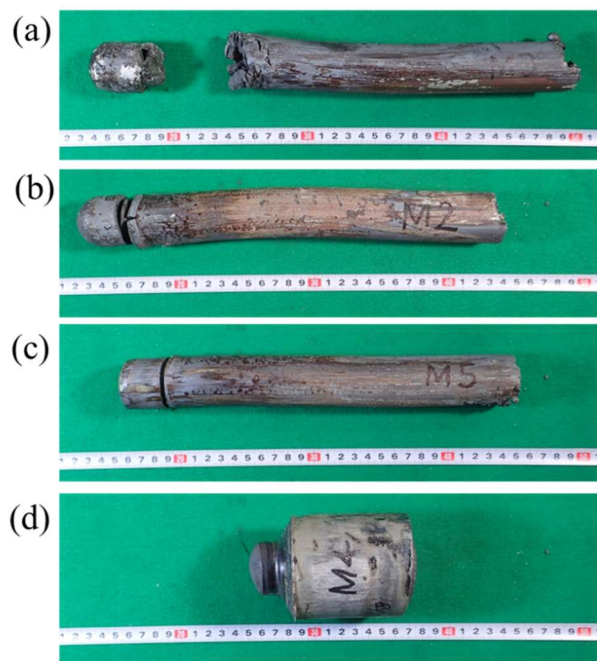


図②-2-8 ME3 高温引張試験片断面のSE像
 (a) 1190°C/10⁻³s⁻¹、(b) 1190°C/10⁻¹s⁻¹、(c) 1100°C/10⁻³s⁻¹、(d) 1000°C/10⁻¹s⁻¹

・小型押出試験

これまでの結果から選定した加工条件で、ラボレベルの小型押出試験を実施した。試験では 500tonf プレスを用い、φ 35mm のビレットを作製した。図②-2-9 に ME3 の押し出しビレットの外観を示す。ME3 の高温引張試験において絞りのピークを示した 1100°C をベースとして素材加熱温度を変えて、押し出し試験を行った。先頭から 20 mm の位置を除いて割れなく押し出すことができた。割れが生じた位置は、FEM 解析から金型へのビレット充填時にビレットがダイスと最初に接触し、最も長い時間ダイスと接触する位置であることが明らかになった。そのため、ダイスへの抜熱により温度低下しながら加工されたため割れが発生したものと推察される。この領域は塑性不安定領域と安定領域の境界であり、押し出しプロセスにおいて不可避であるものの、この割れが生じる位置は押し出し材成形時の切りしろとなるため実用上は問題がない位置である。一方、低温側の条件では変形抵抗が大きく、荷重がプレス容量上限を超えたため素材がダイスの中で停止した (図②-2-9 (d))。

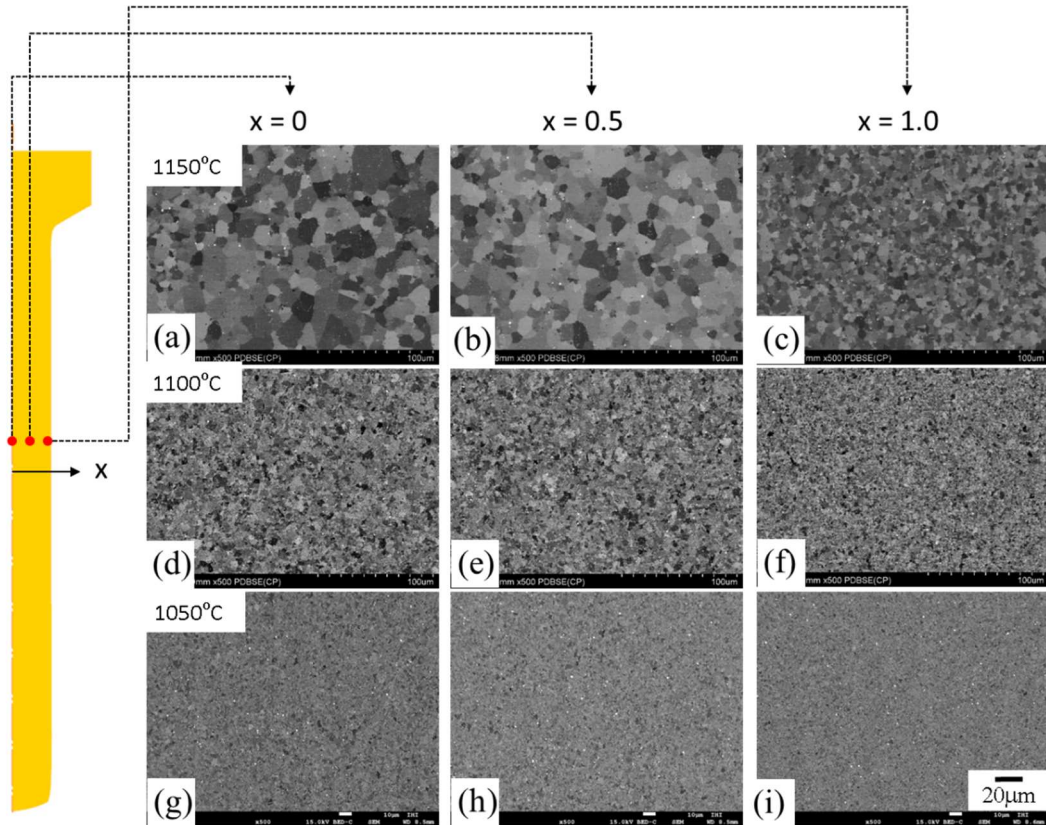
以上から、今回の手法で選定した塑性加工条件で既存 PM ニッケル合金の熱間押し出しプロセスを構築することができた。



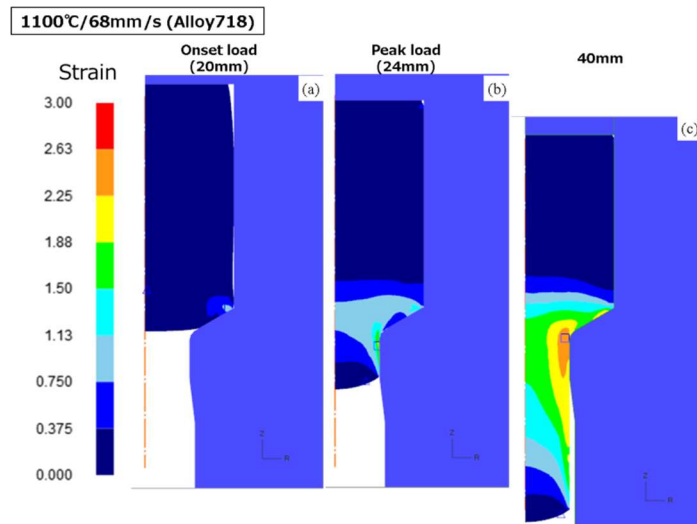
図②-2-9 ME3 押し出し材外観 (a) 1150°C、(b) 1100°C、(c) 1050°C、(d) 1030°C

・ 押出ビレットのマイクロ組織評価結果

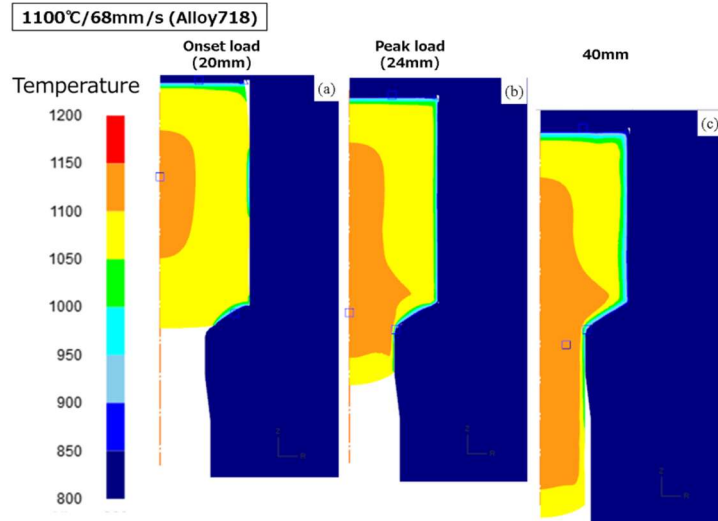
試作した小型押出ビレットのマイクロ組織を評価し、マイクロ組織の観点からプロセスの健全性を検証した。図②-2-10にME3の小型押出材の断面BSE像を示す。加熱温度が高いほど、結晶粒は微細化していた。1100℃押出し材の中心部の粒径は約 $3.5\mu\text{m}$ とHIPまま材の約 $5\mu\text{m}$ に比べて微細であり、十分に動的再結晶していることが確認された。また、押し出し材の粒径は中心部に比べて外周側の方が微細化していた。これらの結果から熱間押し出しにより、微細均一な結晶粒を有する健全なビレットが得られることが明らかになった。また、ビレットの位置における粒径のばらつきは、解析の結果、押し出し材外周側の方が導入されるひずみ量が多いことと(図②-2-11)、中心部は加工発熱により、表面側よりも 50°C 程度温度が上昇することによるもの(図②-2-12)と推察された。



図②-2-10 ME3 押し出し材の断面BSE像
(a、b、c)1150℃、(d、e、f)1100℃、(g、h、i)1050℃



図②-2-11 押し出し時の塑性ひずみ分布解析結果



図②-2-1 2 押し出し時の塑性ひずみ分布解析結果

・押し出しプロセスの大型化検討

目標とする模擬ディスク ($\phi 150\text{mm}$) 製造のためには、前項で試作・評価してきたビレットを大型化する必要がある。そこで、これまでの検討結果をもと、ME3 合金の大型押し出しビレット ($\phi 85\text{mm}$) の押し出しプロセス開発を目的として、工程設計、押し出し試作を行った。供試材は本研究で設置したガスアトマイザで製作した ME3 合金である。公称組成と成分分析結果を表②-2-2 に示す。分級後の粉末を HIP 処理し、焼結ビレットを製作した。HIP 処理条件は $1120^\circ\text{C}/98\text{MPa}/4\text{h}$ とし、側面に厚さ 4mm の SUS304 によりキャニングを実施した。また、先頭 (BOT) と上部 (TOP) にも SUS 製のダミーを配置した。素材加熱温度は小型押し出し試験の結果から 1100°C とした。プレスは $4,000\text{tonf}$ 油圧プレスを用いた。

図②-2-1 3 に 1100°C 押し出し時の荷重-ストローク曲線を示す。最大荷重は約 $1,500\text{tonf}$ であった。図②-2-1 4 にビレット外観を示す。ビレットの先端から約 150mm の位置に割れが発生した。これはビレットが最初に金型と接する塑性不安定領域界面かつ SUS ダミー部であり、実用上は問題ない領域である。この領域以降のニッケル合金素材部は直径 81.2mm 、長さ約 320mm であり、模擬ディスク素材を採取可能な長さに割れなく加工することができた。

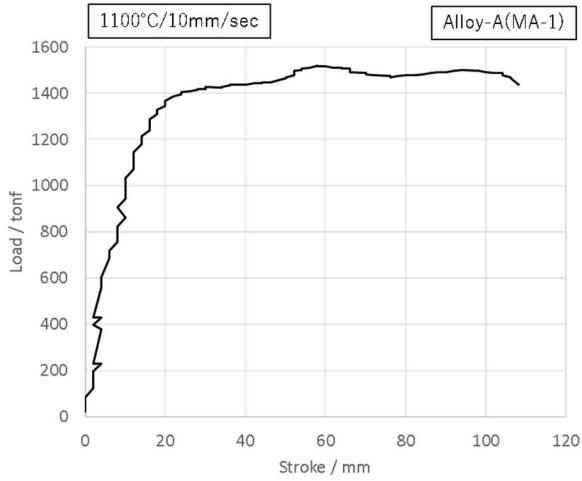
図②-2-1 5 にビレットの各断面位置での (BOT/CEN/TOP) の外観を示す。押し出し後のビレット側面の SUS 厚は約 2mm であった (図②-2-1 5 (d) ~ (f))。また、浸透探傷検査 (Penetrant Testing, PT) の結果、SUS のキャニングと Ni 合金との界面に指示が認められた (図②-2-1 5 (b))。

図②-2-1 6 (a) に押し出し前の HIP 焼結材、図②-2-1 6 (b) ~ (j) に押し出し後のビレット各断面の SEM 像を示す。HIP 焼結材で認められた MC 炭化物 (MoC) からなる旧粒子境界 (Prior powder boundary, PPB) (図中で矢示) は押し出しにより分散した。また結晶粒径は $0.8\sim 2.5\mu\text{m}$ に微細化した。この微細化の程度は断面内で分布があり、ビレット表面側ほど微細で中心部は表面よりも粗大であった。この同一断面内の結晶粒径の分布は、ビレットのどの断面でも認められた。

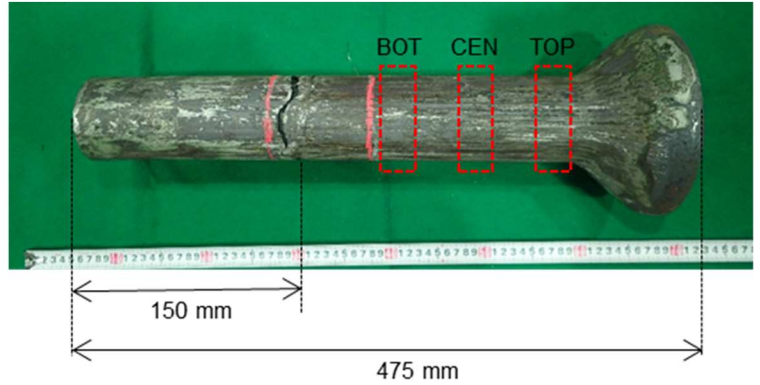
以上のように大型化した押し出しビレットは小型押し出しビレットと同様の組織を有しており、問題なく大型化したプロセスを構築することができた。

表②-2-2 供試材 ME3 合金の公称組成と成分分析結果

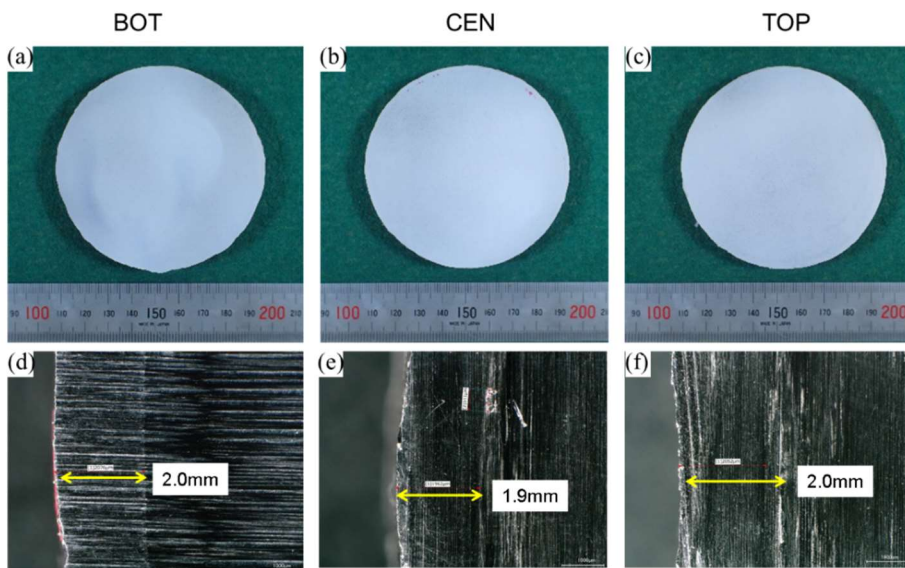
合金	(wt. %)	Ni	Cr	Co	Mo	W	Ta	Al	Ti	Nb	B	C	Zr	O	N	solvus [°C]
ME3	公称	Bal.	13.0	20.6	3.8	2.1	2.4	3.5	3.7	0.9	0.03	0.04	0.05	-	-	1170
	分析 結果	Bal.	12.5	20.0	3.7	2.16	2.2	3.36	3.78	0.83	0.03	0.04	0.05	125 ppm	12 ppm	



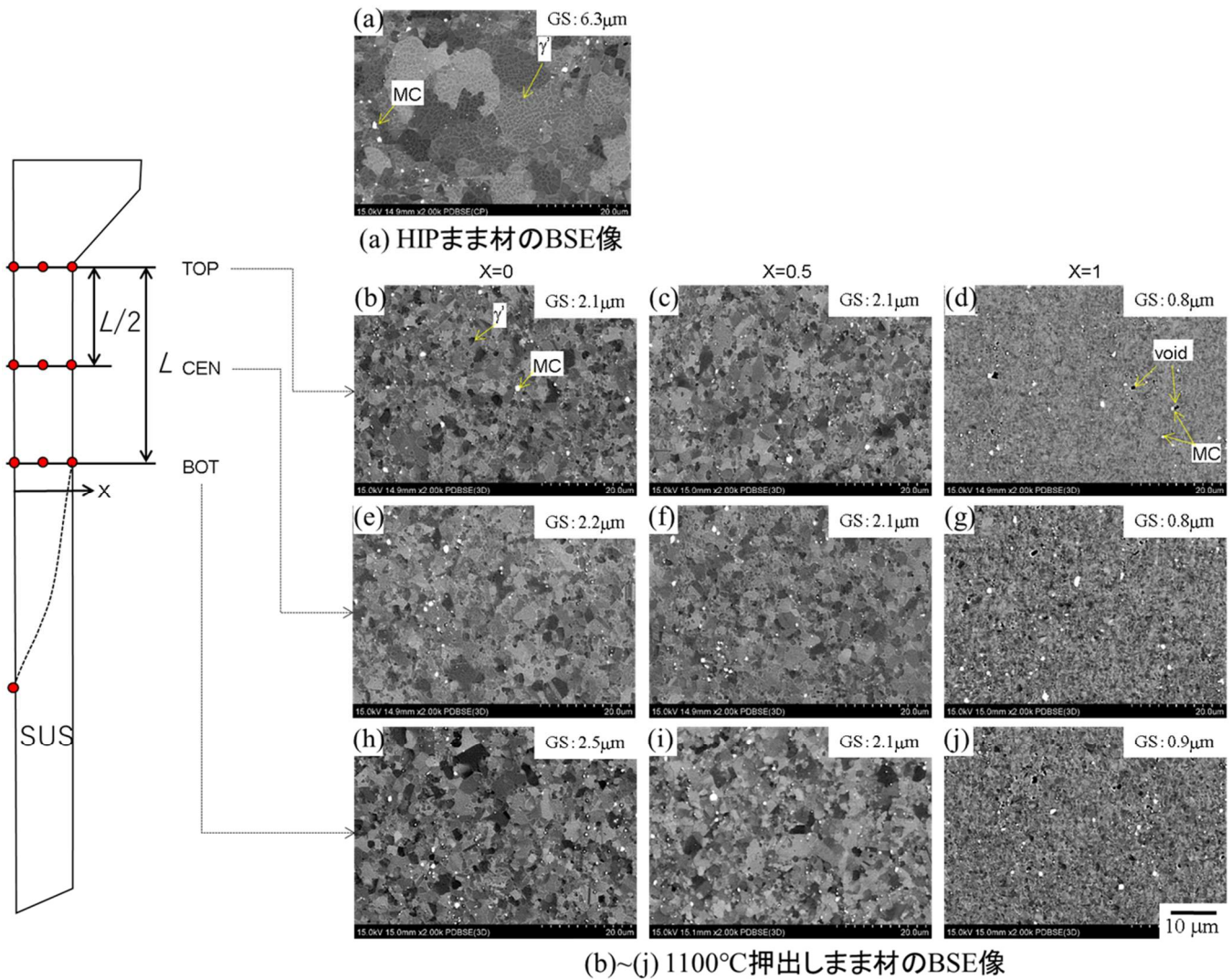
図②-2-1 3 荷重-ストローク曲線 (1100°C)



図②-2-1 4 ビレット外観 (ME3)



図②-2-1 5 ビレット断面の外観 ((a)~(c):PT 検査結果、(d)~(f):SUS 界面の外観)



図②-2-16 押し出せレットのマイクロ組織

<恒温鍛造プロセスの開発>

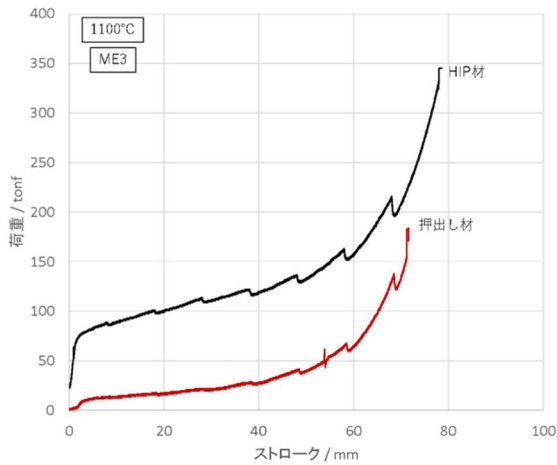
前項で作成した押し出せレットを用いて、模擬ディスク（目標：φ150mm）の鍛造プロセスの工程設計・試作を行った。一般的なPMタービンディスクの型鍛造では、所定形状の金型を素材加熱温度と同じ温度に加熱し、低速で恒温鍛造することで超塑性を発現させて目標形状に対してニアネット形状に加工する。しかし国内に恒温鍛造技術はなく、十分な量産設備もないことから今回は可能な限り温度を保ちながら超塑性状態を維持し加工するプロセスを構築することを目的とした。

・鍛造試作結果

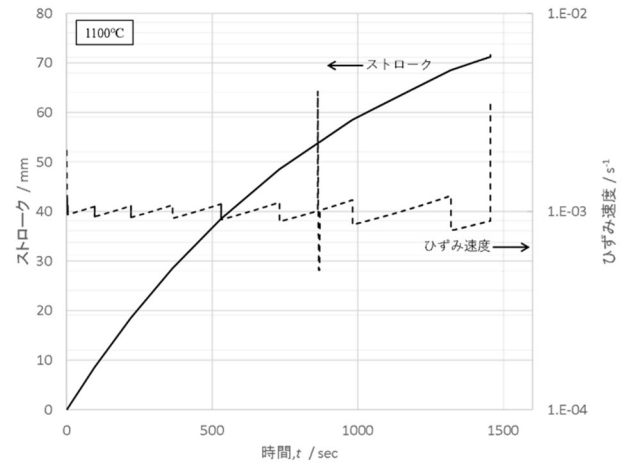
供試材は前章で述べたME3合金1100°C押し出せ材である。また比較のためHIP材の鍛造試験も実施した。素材加熱温度は基礎試験の結果から1100°Cとした。プレスはNIMSの1,500tonfプレスをを用いた。雰囲気は大気中で行った。

図②-2-17にME3合金HIP材と押し出せ材の1100°Cにおける鍛造時の荷重-ストローク曲線を示す。押し出せ材はHIP材に比べて低い荷重で降伏し、降伏以降も成形終了まで低い荷重を示した。また、いずれも荷重に段階的な不連続な変化が認められた。図②-2-18に押し出せ材の鍛造時のストローク曲線と、各時点でのストローク速度を試験片の高さで除した見かけのひずみ速度の変化を示す。ストロークの変化に伴って、見かけのひずみ速度は図②-2-17の荷重と同様に不連続的に変化していた。これはNIMSの1,500tonfプレスは比較的速いひずみ速度領域における熱間鍛造を念頭に設計されているため、油圧ポンプ容量や制御方法が

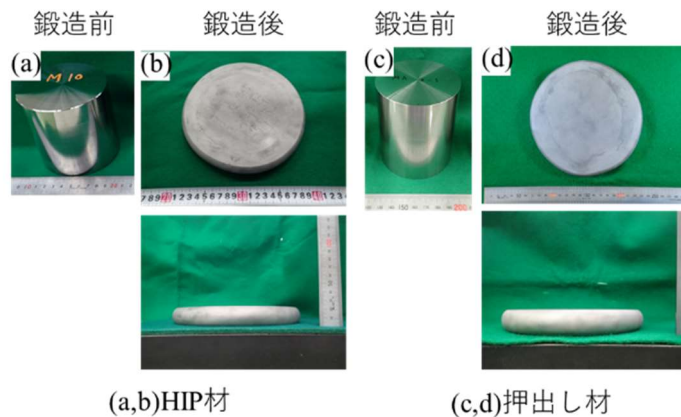
ひずみ速度 10^{-3}s^{-1} 以下の低ひずみ速度領域に対応できていないためと考えられる。一方で図②-2-19に示すようにHIP材と押出材いずれの試料も割れなく目標の $\phi 150\text{ mm}$ 以上に加工することができた。



図②-2-17 荷重-ストローク曲線図



図②-2-18 ストローク曲線と見かけのひずみ速度変化



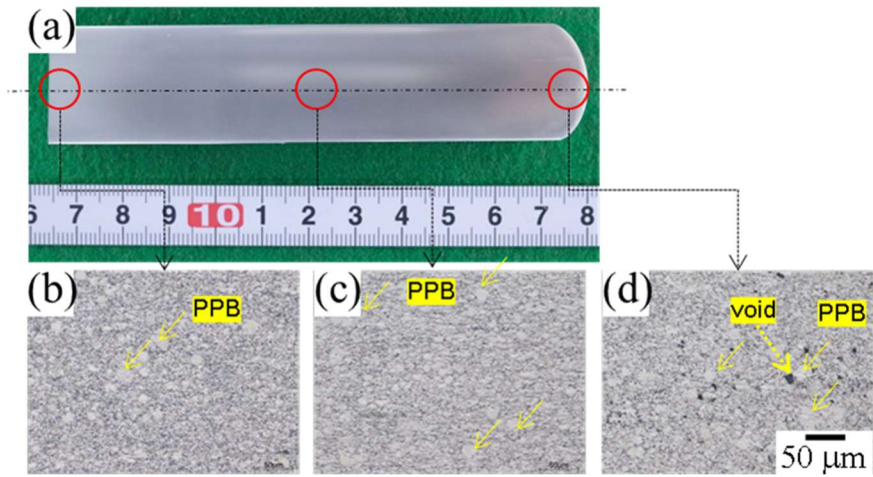
図②-2-19 恒温鍛造材外観

・鍛造試作材のマイクロ組織評価結果

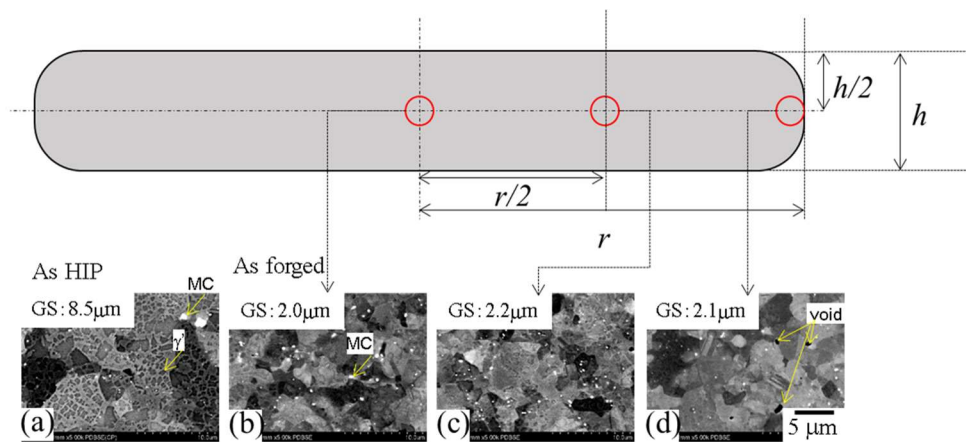
図②-2-20にHIP材を鍛造した後のマクロ写真と各領域の光学顕微鏡像を示す。HIP材を用いた鍛造材には矢印で示したPPBが鍛造後もなお残存していた(図②-2-20(b)、(c)、(d))。これらのSEM像を図②-2-21に示す。結晶粒径は鍛造前の $8.5\mu\text{m}$ から微細化し、中心部から端部まで約 $2\mu\text{m}$ となっていることがわかる。一方、鍛造材端部ではほぼ外周に近い部分においては結晶粒界上にボイドが認められた(図②-2-21((d))。図②-2-22に鍛造時に発生する周方向の相当応力の解析結果を示す。解析結果から模擬ディスク端部は鍛造中に周方向の高い引張応力が発生する領域であることから、これによりボイドが形成したものと考えられる。

図②-2-23に押出材の鍛造後のマクロ写真と各領域の光学顕微鏡像を示す。押出材にはHIP材で認められたようなPPBは認められない。これは押出加工時にPPBが破壊、分散されたことによると考えられる。図②-2-24に同一素材の断面SEM像を示す。結晶粒径は観察した位置においては約 $3\mu\text{m}$ で均一であった。また、鍛造に用いた押出材の結晶粒径と比較すると若干粗粒化していた。また、HIP材を用いた鍛造材で観察されたボイドは認められなかった。これは押出材の結晶粒径は全体微細かつ均一であるため、HIP材と比較して高い変形能を有していたためと考えられる。

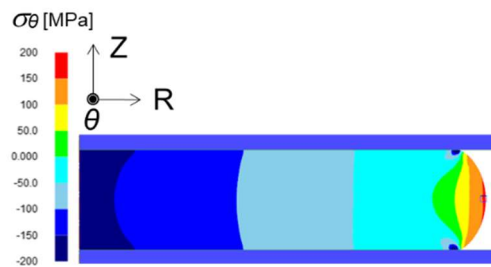
以上の結果から本プロセスは押出材を鍛造することにより目標とするディスク模擬形状を製造できるプロセスであると判断した。



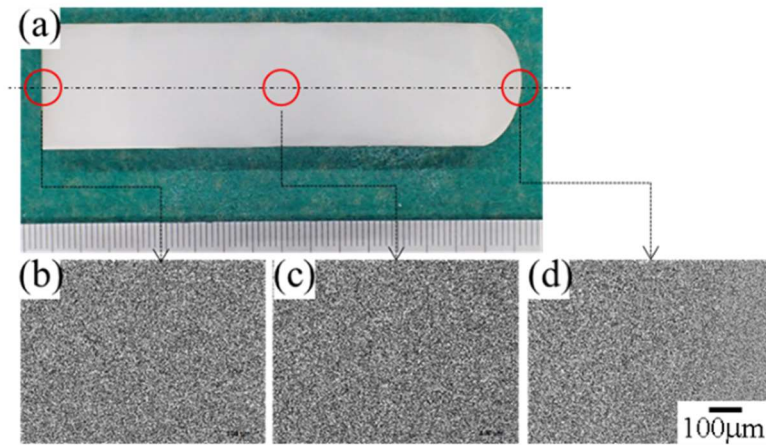
図②-2-20 HIP材の鍛造後の(a)マクロ組織、(b)~(d)OM像



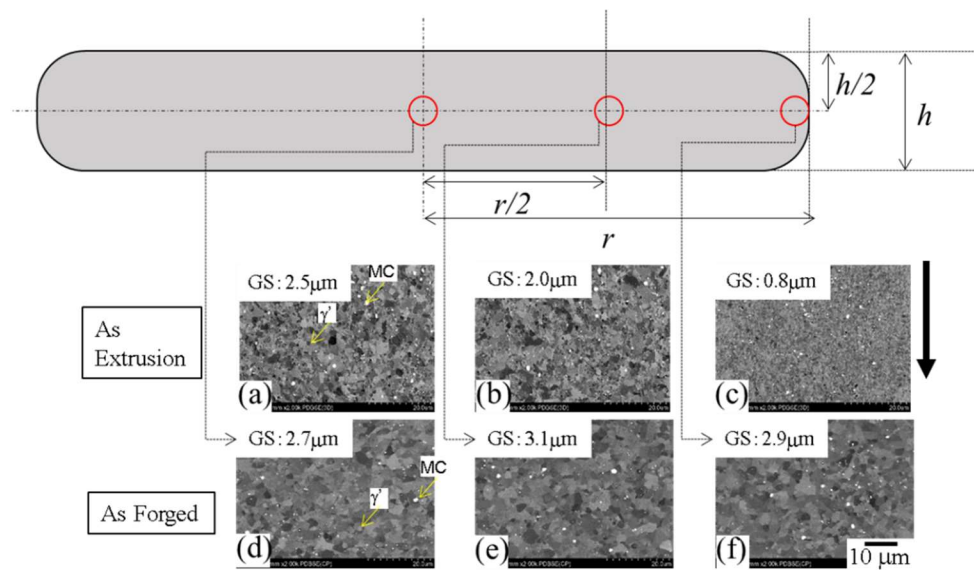
図②-2-21 HIP材の鍛造後のマイクロ組織



図②-2-22 周方向の応力分布解析結果



図②-2-23 押出材の鍛造後の(a)マクロ組織、(b)～(d)OM像



図②-2-24 押出材の鍛造後のマイクロ組織(a～c)押しのまま材、(d～f)鍛造まま材

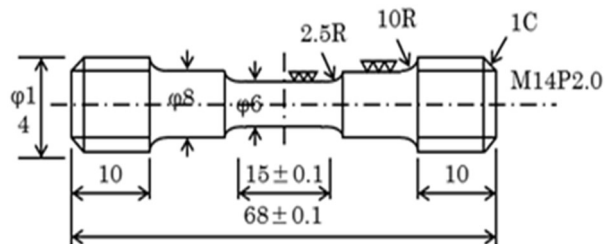
<開発合金によるディスク模擬形状試作>

- ・開発合金の加工条件の検討

これまでに構築したHIP焼結、押出、恒温鍛造プロセスを開発合金に適用しディスク模擬形状の試作を実施するため、塑性加工条件の検討を実施した。

押し加工条件の選定のため、NIMS開発合金HIP材から図②-2-25に示す試験片を採取し、引張試験を行った。試験機は熱間加工再現試験機を用い、真空雰囲気、高周波加熱方式で実施した。試験温度での保持時間は15minとした。

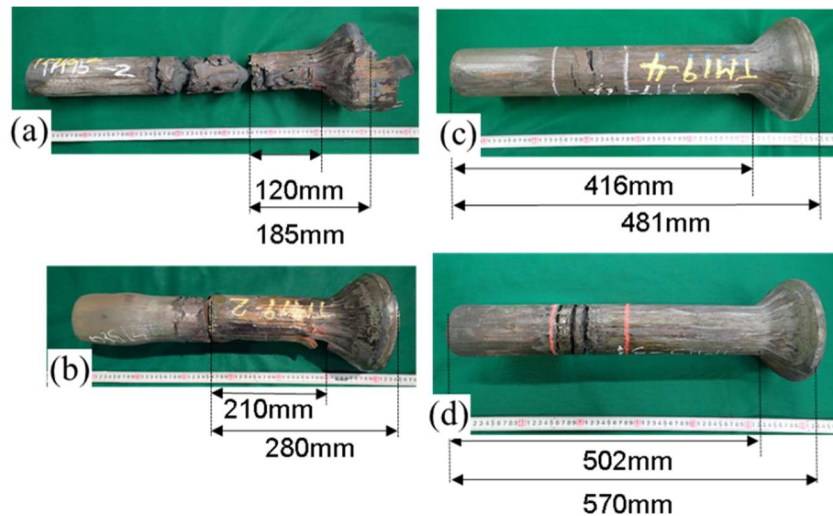
NIMS開発合金は既存のME3合金と同等な加工性を有する結果が得られた。この試験結果から、NIMS開発合金の押し時の素材加熱温度は1080℃～1160℃の範囲とした。



図②-2-25 引張試験片形状

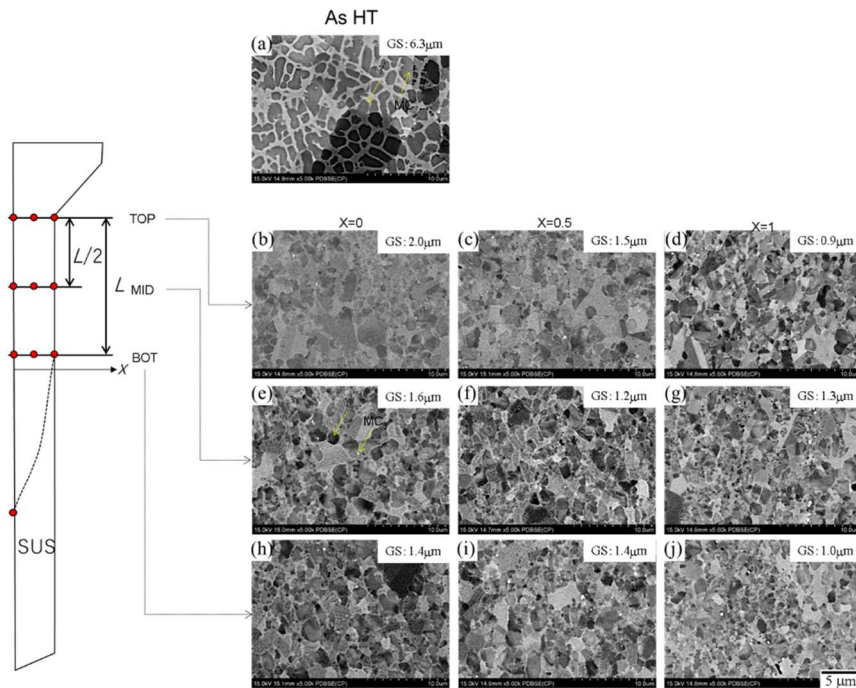
・開発合金の押出プロセス開発

上記検討結果に基づき、NIMS 開発合金の熱間押出を実施した。図②-2-26 (a)に 1160℃ 押出しビレット外観を示す。1160℃では加工中に素材が破断し、チェックマーク割れを呈した。さらに、SUS キャニングと型が焼き付き、安定したビレットを作製できなかった。そこで素材加熱温度を 1080~1100℃に下げ、素材強度を増加させて素材の割れを抑制しつつ、金型との焼き付きを抑制した。さらにビレットに対して、加工性向上熱処理と潤滑条件の改善を実施した。加工条件改善後の押出ビレットの外観を図②-2-26 (b)、(c)に示す。素材加熱温度が 1100℃ではキャニングと金型との焼き付きが生じ、成形自体はできたものの、脱型の際にビレットが破損した。加熱温度を 1080℃にすることで焼き付きは抑制され、安定的なビレットの加工ができた。図②-2-27に 1080℃押出しビレットのマイクロ組織を示す。中心部から表面部まで約 1.0~2.0 μm の微細な粒径を有し、PPB は解消していた。以上より、模擬ディスクを製造可能な押出ビレットを製造することができた。



図②-2-26 NIMS 開発合金の押出ビレット外観

(a) 1160°C asHIP、(b) 1100°C + HT、(c) 1080°C + HT、(d) 1080°C HT + 潤滑条件改善



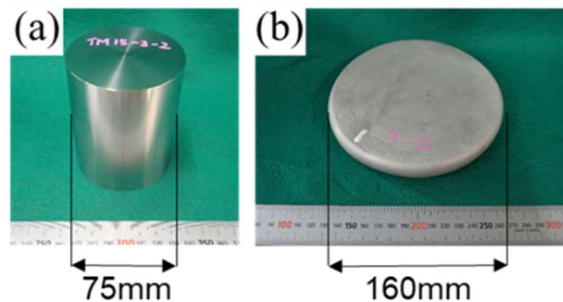
図②-2-27 NIMS 開発合金 1080°C 押出ビレットのマイクロ組織 (a)HT まま材、(b~d)TOP、(e~g)MID、(h~j)BOT

・開発合金の恒温鍛造プロセス開発

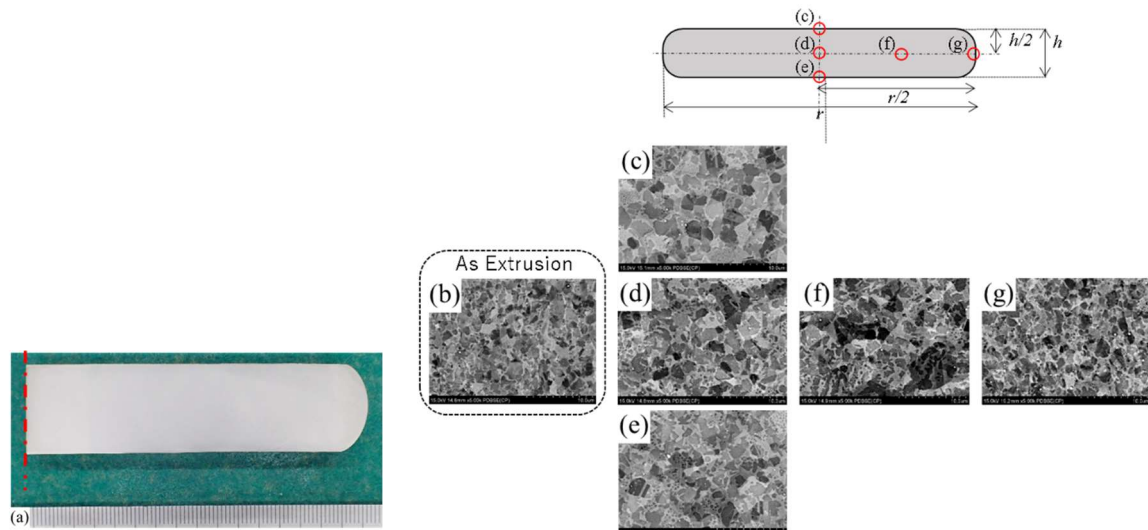
前項で述べた NIMS 開発合金押出材を用いて恒温鍛造を実施した。恒温鍛造は押出材から $\phi 75 \times 90 \text{mm}$ の素材を採取し、鍛造を実施した。プレスは NIMS の 1,500tonf プレスを用いた。これまでの検討結果から NIMS 開発合金の素材加熱温度は 1100°C とした。

図②-2-28 に NIMS 開発合金の 1100°C 鍛造材の外観を示す。割れなく $\phi 160 \text{mm}$ 、 $t21 \text{mm}$ の模擬ディスク形状に加工をすることができた。図②-2-29 に鍛造まま材のマイクロ組織観察結果を示す。断面マクロ像 (図②-2-29 (a)) では内部に欠陥は認められなかった。また、鍛造まま材の粒径は押出しまま材 (図②-2-29 (b)) に比べてほぼ同等であり、鍛造材中心~端部 (図②-2-29 (d)~(g)) において約 $1.2 \sim 1.6 \mu\text{m}$ の均一なマイクロ組織が得られた。また素材の金型との界面における粒径 (図②-2-29 (c), (e)) は中心部と同等であり、金型との接触による温度低下の影響は認められなかった。図②-2-30 に鍛造まま材の OM 像を示す。擬ディスク鍛造材における介在物指数は ASTM E45 Meshod A による評価で 0.5 以下であり、主な介在物はアルミナであった (図②-2-30 (c))。これは粉末製造時の坩堝由来の介在物であると考えられる。

以上の結果のように開発合金に本研究で開発したプロセスを適用することにより目標とするディスク模擬形状の製造を実施することができた。

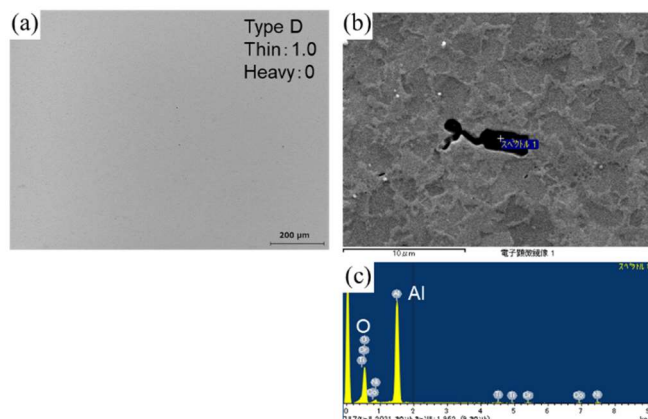


図②-2-28 NIMS 開発合金 模擬ディスク形状鍛造品外観 (a)鍛造前、(b)鍛造後



図②-2-29 NIMS 開発合金鍛造まま材のマイクロ組織

(a)断面マクロ、(b)押出まま材、(c)中心上端部、(d)中心部、(e)中心下端部、(f)中間部、(g)端部



図②-2-34 NIMS 開発合金鍛造まま材の介在物評価結果

(a)OM 像、(b)介在物 SEM 像、(c)EDS 点分析結果

<開発合金の特性評価>

前項で製作した NIMS 開発合金のディスク模擬形状材の機械的特性を評価するため、鍛造まま材に熱処理を施し、引張、クリープおよび LCF 特性を評価した。クリープ強度目標は 650MPa、1,000h クリープ耐用温度 800℃以上とした。

・開発合金の引張特性

熱処理後の試料を室温～760℃における引張試験に供した。引張試験は ASTM E8 および E21 に準拠し試験を実施した。試験片形状は平行部の径を 6.35 mm、標点間距離を 32 mm とした。

開発合金の引張強度は 760℃以上で ME3 を上回った。

・開発合金のクリープ特性

開発合金熱処理材の 760～815℃におけるクリープ特性を評価し、既存ディスク合金と比較した。試験は JIS Z2271 に準拠し、試験片形状は平行部 φ6 mm、標点間距離を 77 mm とした。

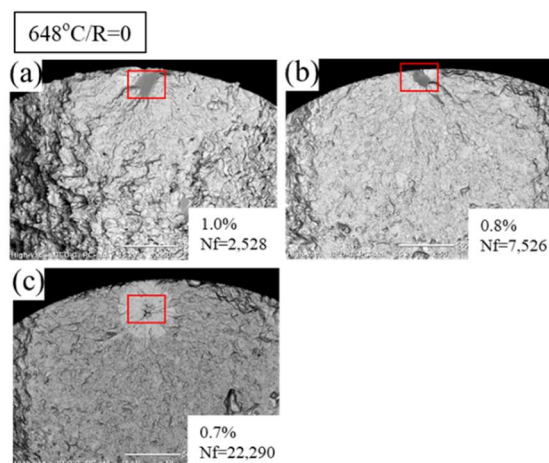
開発合金の最小クリープ速度は ME3 よりも低下し、クリープ抵抗の向上が認められた。また耐用温度は ME3 や既存ディスク合金を上回るクリープ耐用温度を示した。

・開発合金の LCF 特性

熱処理後の試料を LCF 試験に供した。試験は ASTM E606 に準拠し、ひずみ制御、三角波と

した。温度は 648°C、振幅は R=0、周波数は 0.5Hz とした。試験片形状は平行部 ϕ 5.08 mm、標点間距離を 19.1 mm とした。

開発材の LCF 特性は ME3 と同等な LCF 強度を有しており、既存ディスク合金⁽²⁻¹⁻³⁾を上回る LCF 特性を示した。図②-2-35 に開発合金試験片の起点部の破面観察を示す。各 TP の破壊起点は粗大粒か内部起点であり、介在物による破壊起点は確認されなかった。以上の結果より機械的特性の面からも介在物制御に関して製造プロセスに問題はないことが確認できた。



図②-2-35 NIMS 開発合金の LCF 試験片破面
(a) ひずみ範囲 $\Delta \epsilon = 1.0\%$ 、(b) 0.8% 、(c) 0.7%

参考文献

- ②-1-1 G.E. Maurer et al., Superalloys1996 (1996) pp.645-652
- ②-1-2 T.P.Gabb et al., “Characterization of the Temperature Capabilities of Advanced Disk Alloy ME3” NASA-TM-2002-211796 (2002) pp.1-51
- ②-1-3 Y. Gu et al., “An Advanced Cast-and Wrought Superalloy(TMW4M3) for Turbine disk Applications beyond 700°C” Superalloys2012 (2012) pp.903-910

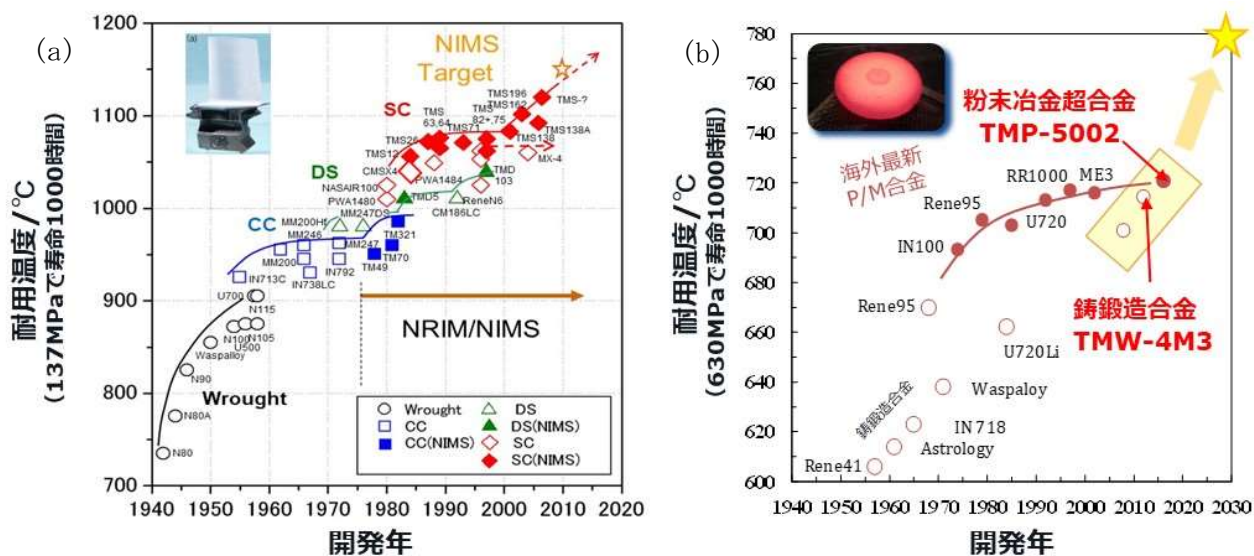
③ 高性能ディスク向けニッケル合金開発

<タービン翼超合金を活用した新規Ni-Co基ディスク合金の設計指針>

NIMSは1970年代からタービン翼として使用可能な普通 casting 材 (CC)、一方向凝固材 (DS)、単結晶材 (SC) の開発を、長年にわたり実施してきた (図③-1 (a))。これら取り組みで蓄積したデータベースと独自に開発した「合金設計プログラム」を有効に活用することで、CC材及びSC材において、それぞれ世界最高の耐用温度 (137MPaにおいて寿命1000時間となる温度) を有するTM合金およびTMS合金の提案に成功している。更に最近では、市販のディスク用Ni基超合金に対し、同じ $\gamma-\gamma'$ 二相組織を有するCo-Co₃Tiを添加したNi-Co基超合金を提案し、優れた耐用温度 (630MPaにおいて寿命1000時間となる温度) を有する新規タービンディスク合金の開発に成功している。図③-1 (b) に示すように、開発した casting 超合金であるTMW-4M3 (C&W材) および粉末冶金超合金であるTMP-5002 (PM材) は、それぞれC&W材およびPM材として世界最高の耐用温度を有し、現在実用化に向けて企業各社と共同研究を実施する状況にある。他方、高い信頼性が要求される高温・高圧ディスクには、組織が均質なPM材が主に使用される傾向にある。ただ、PM材の耐用温度は、1974年から2002年までに693°C (IN100) から715°C (ME3) しか向上しておらず (向上率: 0.79°C/年)、更なるエンジン性能向上には、新たな合金設計手法の提案が求められている。

したがって、本事業では、従来のような既存ディスク合金の改良による高機能化ではなく、タービン翼用としてNIMSが1970年代に開発したTM合金や最新のTMS合金をベースとした合金設計により、ディスク合金の大幅な耐用温度向上を目指す。更に、ブレード合金組成は、900°C以上での使用を想定し設計されているため、700°C以下の使用を想定したディスク合金よりも耐酸化性や耐腐食性に優れる傾向にある。これら合金をベースとし、Co₃Tiを添加による高強

度化を実現できれば、耐用温度の大幅な向上が期待できる。



図③-1 タービン翼用及びディスク用 NIMS 開発合金の耐用温度と開発年

＜単結晶を用いたNi-Co基超合金の候補探索＞

事業前半は、ベース合金の選定とCo3Tiを添加によるクリープ特性向上効果の検証を実施した。この際、粉末冶金（PM）プロセスでの供試材の作製は、プロセス・組織の最適化難易度が極めて高いため、候補合金の選定段階では、合金組成の影響を明確化しやすい単結晶超合金を用いた。更に、候補となるベース合金は、図③-1（a）に示されたタービン翼用NIMS合金群の中から選定した。この際、粒界強化炭化物の形成能及びディスク重量の観点から、主要な炭化物形成元素であるCr量が9.5wt.%以上、かつ密度が8.5g/cm³以下のことを選定基準とし、TM合金およびTMS合金群の中から、それぞれTM-47およびTMS-209Bをベース合金候補と決定した。更に、ベース合金の優位性検証のため、比較合金として、C&W材である市販のU720Li及びTMW-4M3、PM材であるTMP-5002、ME3、ME501を作製した。比較は単結晶で実施するため、各合金組成から粒界強化元素であるC、B、及びZrを除いた組成の単結晶合金（SC材）を一方向凝固炉にて作製した。

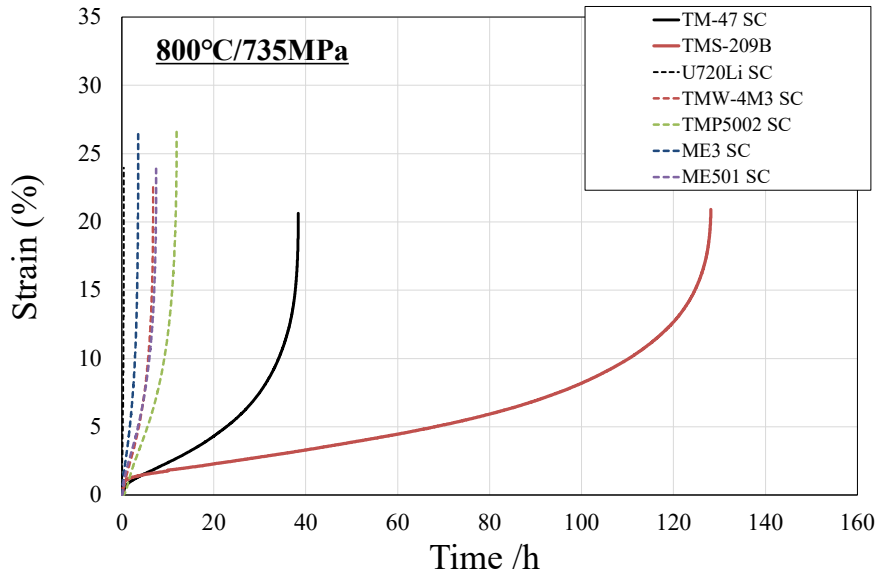
鑄造した単結晶丸棒（10mm径、130mm長さ）は1200～1300℃/5hで溶体化処理を行い、さらに870℃/20hの時効熱処理を行った。熱処理後、各試料から引張クリープ試験用の試験片を採取した。更に目標温度である800℃において負荷応力735MPaの条件で引張クリープ破断試験に供した。この際の負荷応力は、これまでNIMSにおいて合金設計プログラム用データベースとして豊富なデータを有する735MPaで試験を実施した。

・ベース合金の選定

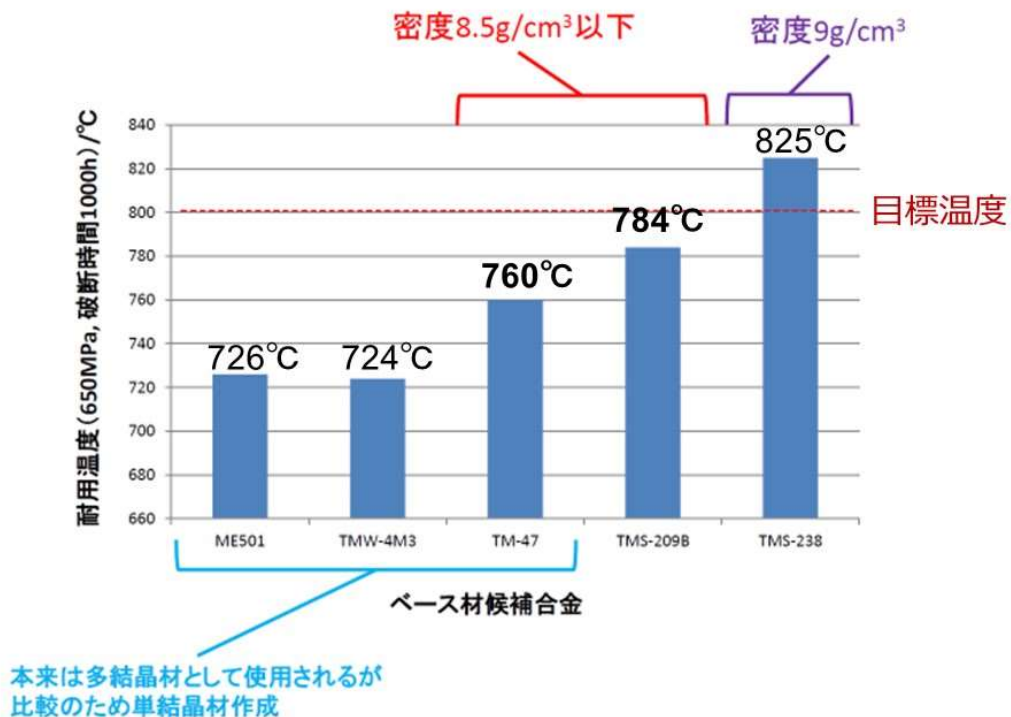
図③-2に、800℃-735MPaにおけるベース候補合金及び比較合金単結晶の引張クリープ試験結果を示す。本試験条件では、比較合金の中ではNIMS開発合金であるTMP-5002（SC）が最も長い寿命を示し、その破断寿命は $t_f=11.9$ hであった。また、U720Li（SC）が最も寿命が短く、破断寿命は僅か0.42 hであった。破断寿命は、TMP-5002>ME501>TMW-4M3>ME3>U720Liの順序であり、この結果からだけでも、Ni-Co基超合金であるTMP-5002やTMW-4M3は、高応力域で優れたクリープ特性を示すことが分かる。一方、ベース合金候補であるTM-47（SC）およびTMS-209Bは比較材と比べ極めて優れたクリープ特性を示した。TM-47（SC）およびTMS-209Bの破断寿命は、それぞれ $t_f=38.39$ hおよび $t_f=128.13$ hであった。

また、図③-3にクリープ寿命から換算した、いくつかの合金の耐用温度を例示する。また、現在公表されているタービン翼用合金において世界最高の耐用温度～1140℃（138MPaにおいて寿命1000時間となる温度）を有するTMS-238合金の耐用温度も合わせて記載する。図の様に、ベース合金候補であるTM-47（SC）およびTMS-209Bは、760℃および784℃の耐用温度を示し、

比較材に比べ最大で+60°C高い耐用温度であることが明らかとなった。また、TMS-238と比べ、密度も低く、目標の8.5g/cm³以下であった。したがって、TM-47 (SC) およびTMS-209Bはベース合金として有用であることが明らかとなった。また、粒界が存在せず、世界最高の耐用温度を有するTMS-238合金であっても、高応力域のクリープ寿命から換算される耐用温度は825°Cであった。したがって、本事業の目標耐用温度である800°Cは、ディスク用多結晶用合金の耐用温度としては、理論上の限界に近い、極めて高い目標であることが確認できる。



図③-2 ベース材候補合金 (SC 材) のクリープ曲線



図③-3 ベース材候補合金 (SC 材) の耐用温度

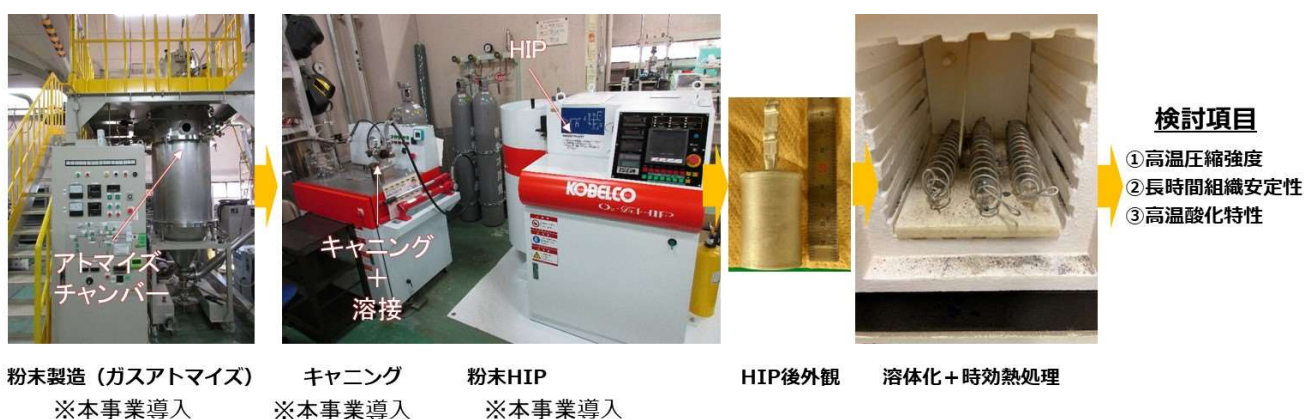
<粉末冶金プロセスを用いたNi-Co基合金の設計>

事業後半は、ディスクの製造方法である粉末冶金 (PM) プロセスを用いたNi-Co基超合金の設計および候補合金の選定を実施した。タービン翼とは異なり、ディスクの製造は、ガスア

トマイズプロセス、HIP、高温押し出し、恒温鍛造、溶体化時効熱処理等、複数のプロセスが適用される。この様な複数の複雑なプロセスを経ることで、マイクロ組織はより複雑化し、それらの制御の難易度も向上する。ここでは、図③-4に示したようなプロセスフローにて供試体の作製を実施した。単結晶モデル合金を用い選定した、TM-47シリーズ及びTMS-209Bシリーズ合金組成に対し、ガスアトマイズ法により粉末試料を作製する。得られた粉末は、 $<53\mu\text{m}$ で分級後、キャニング、HIP処理及び溶体化時効熱処理を行い、供試体を作製した。得られた供試体は、高温高压ディスク用超合金として有望かを検証するために、以下の様に5項目について評価し、更なる有望合金のスクリーニングを実施した。

- ① 粉末製造：ディスクに使用する $<53\mu\text{m}$ 粉末が50%を超える収率で製造可能
- ② HIP工程：一般的なHIP条件下で、十分な相対密度を示す。
- ③ 静的圧縮強度：想定使用温度域($725^{\circ}\text{C}\sim 800^{\circ}\text{C}$)においてクリープ負荷応力である630MPaよりも十分に高い0.2%耐力を有する。
- ④ 組織安定性：使用温度域において、ディスク交換時間である5000時間有害相を析出しない。
- ⑤ 耐酸化性：使用温度域において、高い耐酸化性を示す。

本来のPMプロセスにおいては、HIP処理後、粉末表面由来の有害組織であるPPB組織を、塑性加工（高温押し出し・恒温鍛造）により分解する工程が必須である。ただ、ここで対象とする小型HIP材はこれらプロセスを実施することができないため、機械的特性は高温圧縮強度評価のみを実施した。

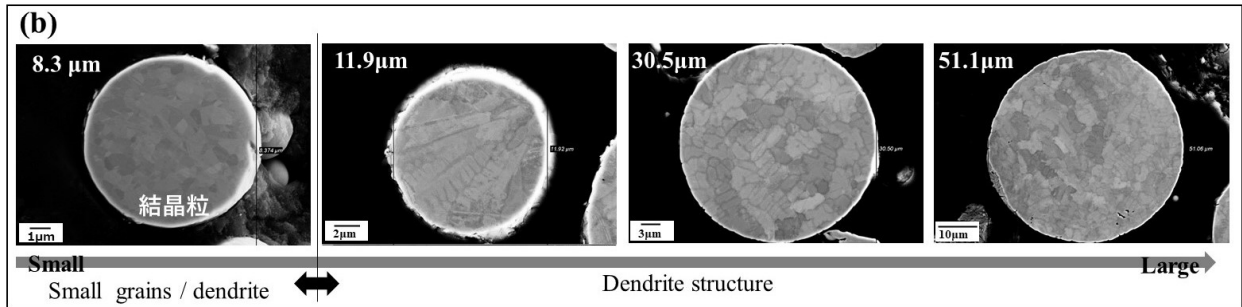
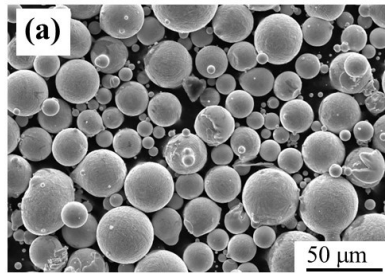


図③-4 候補合金を対象とした粉末冶金プロセスフローと検討項目

- ・粉末冶金プロセスと組織最適化
- ・ガスアトマイズ粉末製造

候補合金に対し、図③-4左に示すコンファインド型ガスアトマイズ装置により、原料合金粉末の作製を実施した。アトマイズ装置は本事業により導入した新規装置である。アトマイズに先立ち、高周波真空溶解（VIM）によりマスターインゴットを作製した。マスターインゴットはアトマイズ装置を用い、溶解温度 1650°C 、噴霧圧力8MPa、Ar噴霧ガスにて合金粉末を作製した。得られた合金粉末の分析組成（ $<53\mu\text{m}$ 粉末）は、目標の公称組成に近い値であった。更に、候補合金において、 $<53\mu\text{m}$ 収率70%を超える微細な粉末の製造に成功した。

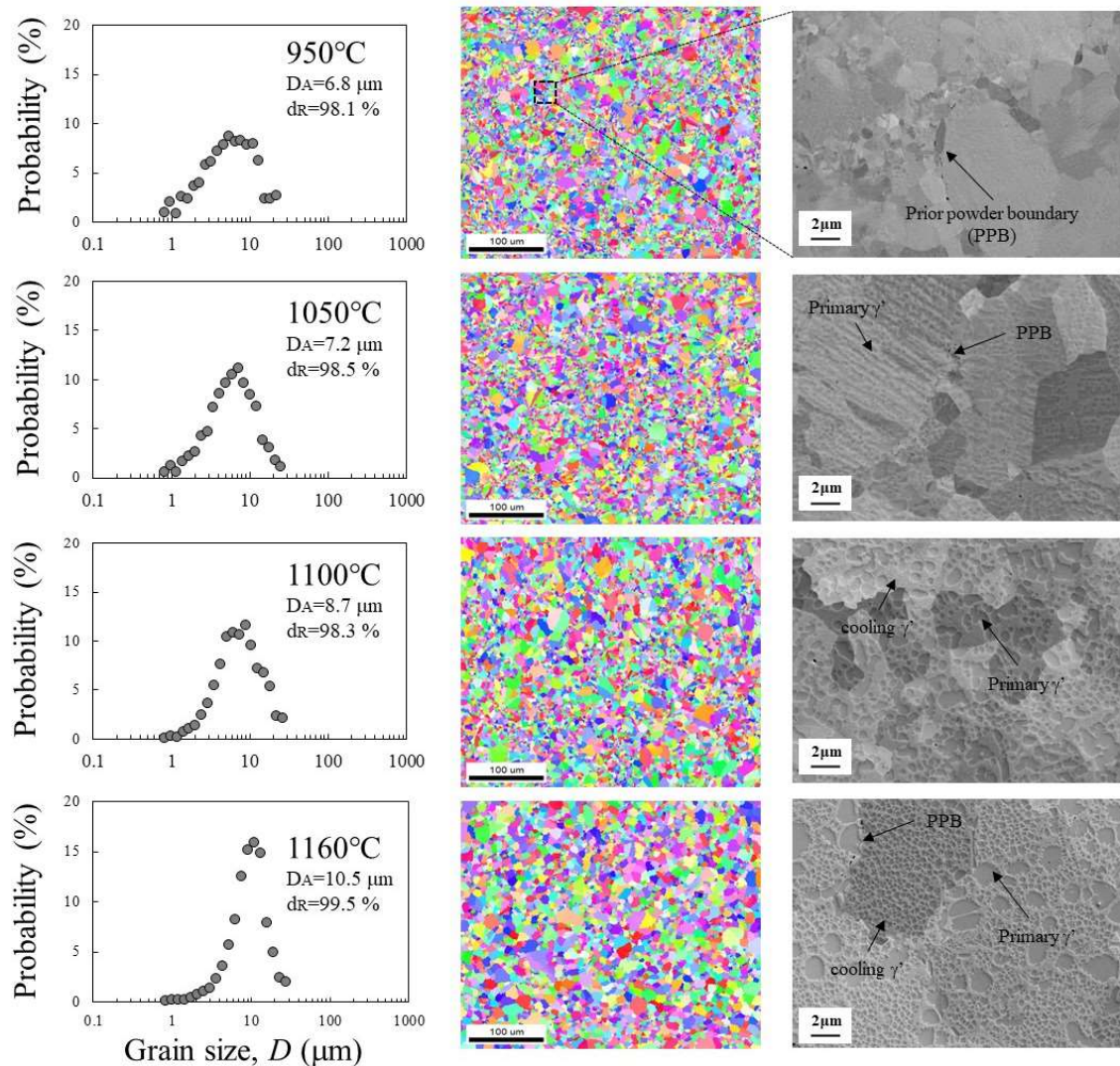
図③-5にTM-47 M2粉末の形状・組織観察結果を示す。製造した粉末はサテライト（大きな粉末に小さな粉末が付着する現象）が僅かに観察有れたものの、極めて高い真球度の粉末であることが確認された。また、粉末内の急冷凝固組織は主にデンドライト組織であったが、粉末粒径が $10\mu\text{m}$ 以下の粉末においては一部、200nm程度の超微細粒であることが確認された。また、最も冷却速度が遅い $50\mu\text{m}$ 程度の粉末であっても一次デンドライトのコア部及びインターデンドライト部の間隔は $5\mu\text{m}$ 程度であった。この様に製造したアトマイズ粉末は形状・組成ともに均質で極めて良好な品質であることが確認された。



図③-5 製造粉末の形状および凝固組織形態

・HIPプロセスの検証

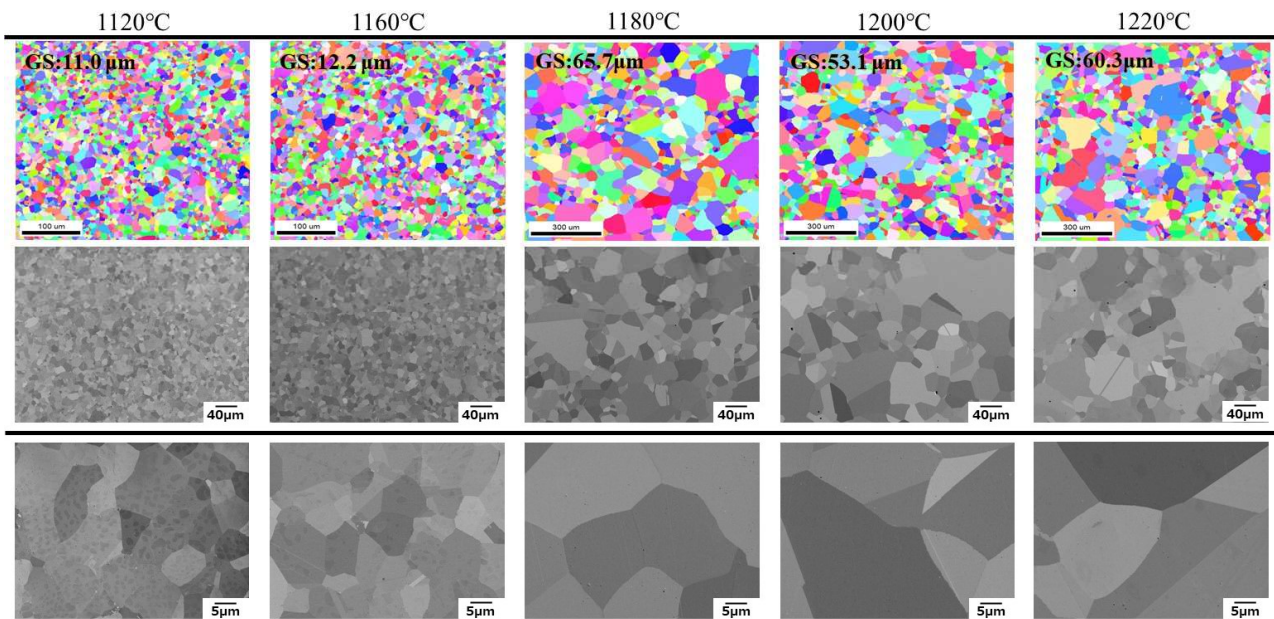
図③-6に、粉末を用いて作製したAs-HIP材の組織と相対密度に及ぼすHIP温度の影響を示す。相対密度は、HIP温度の上昇に伴い緩やかに向上し、1160℃では99.5%の緻密な焼結体となることが明らかとなった。※ここには例示していないが、1120℃以上で99.5%以上となる。また、粒径は温度上昇に伴い、6.8 μmから10.5 μmまで緩やかに増加した。また、1050℃HIP材は粉末中のデンドライト組織に対応した形を持つ、 γ' 相の成長が確認されたが、1100℃以上の温度では均質化が進み、その組織は球形の一次 γ' 相とcooling γ' 相で二種類の γ' で構成されることが明らかとなった。



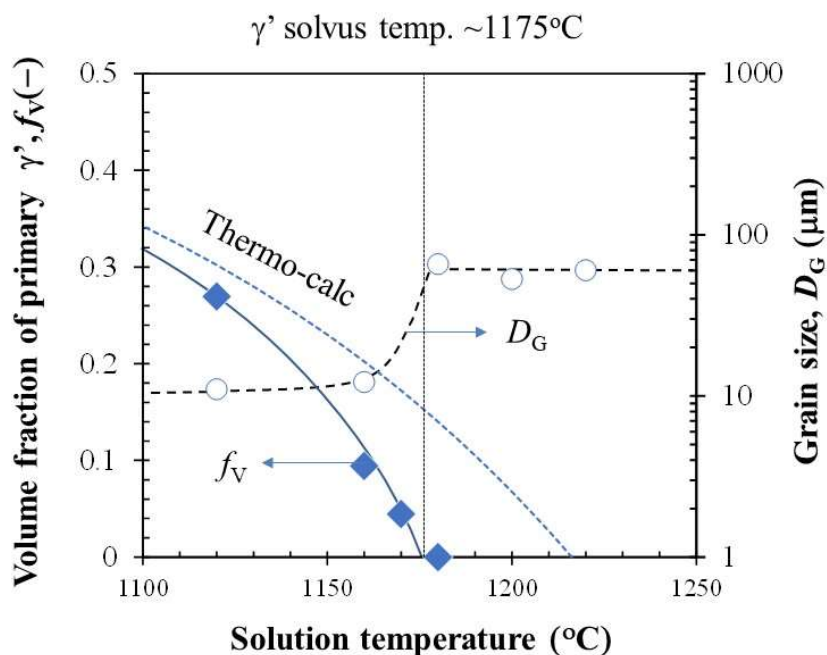
図③-6 As-HIP 組織に及ぼす HIP 温度の影響： 粒径分布、IPF 像、粒内の SEM 像
条件：950°C、1050°C、1100°C、1160°C/4h

・溶体化熱処理における組織形成

図③-7 および図③-8 に1160°CAs-HIP材における溶体化温度と粒径及び一次 γ' 量の関係を示す。候補合金において、一次 γ' の体積率は温度上昇と共に低下し、1180°Cでは0%であった。それと連動し、粒径は徐々に増加し、粒界ピン止め効果のあるピン止め効果のある一次 γ' が完全消失する1180°C以上の温度では50 μ m以上の粒径となった。更に、得られた体積率から候補合金の γ' ソルバス温度は約1175°Cであると決定した。また、 γ' 体積率およびソルバス温度はThermo-Calcの計算値よりも低い値であり、Co量が多い候補合金の組成はThermo-Calcの計算精度が低い領域であることが分かる。また、鑄鍛造合金においては、ソルバス温度以上の温度域で500 μ m以上の粒径まで急速に成長することが知られているが、PM材においては50 μ m程度に抑制されることが分かった。これは粉末表面に存在する微細酸化物のピン止め効果が働いたためであると考えている。



図③-7 As-HIP 材における溶体化温度と粒径及び一次 γ' 量の関係



図③-8 As-HIP 材における溶体化温度と粒径及び一次 γ' 量の関係

<サブスケール品の製造技術開発>

前述の様に、これまで報告してきた小型HIP材では、粉末表面由来の有害組織であるPPBを分解するための高温押出プロセスを実施できないため、引張特性の評価ができないという問題があった。また、代表機関である株式会社IHIで最終年度実施する、タービンディスク模擬形状品製造におけるHIP、押出、恒温鍛造の製造条件を決定するためにも、研究機関であるNIMSにおいて様々なプロセストライアルを実施し、株式会社IHIに情報をフィードバックすることは有用であると考えられる。この様な観点から、NIMSにおいて鍛造プロセスの実証試験を実施し、得られた供試体を用い引張クリープ特性の評価を実施した。

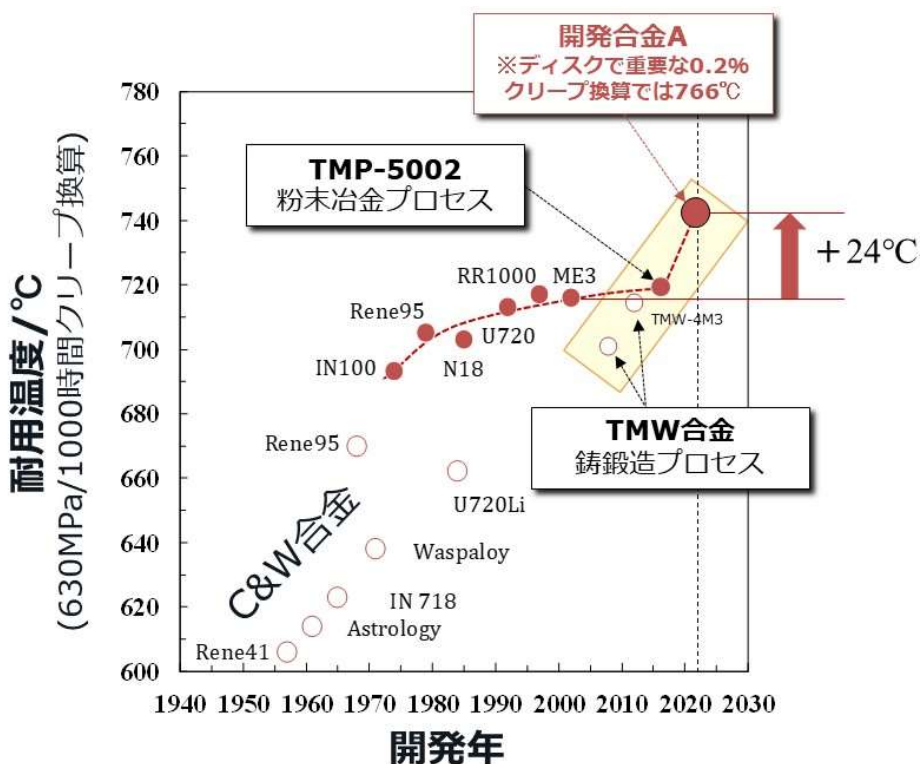
- ・最終候補合金に対する鍛造プロセスの適用検討
塑性加工難易度の高い候補合金に対し、図③-9に示すように、様に真空溶解、均質化熱処

理、溝ロール、スウェジング加工、溶体化熱処理、時効熱処理を用いたプロセス技術開発を実施した。比較のため現行のC&W材であるTMW-4M3の製造も実施し、図に示すようなスウェジ材を作製した。作製した候補合金およびTMW-4M3スウェジ材は、溶体化時効熱処理を施し、クリープ試験に供した。以上の様に、各種プロセス条件を検討し、最終的に均一な結晶粒径および微細な γ' 析出物分布を有する良質な組織形成可能な最適プロセス条件を確立した。



図③-9 候補合金 および TMW-4M3 鍛造材のプロセスフローとスウェジ材の外観

図③-10に本事業で最終的に選定された開発合金Aのクリープ寿命から換算した耐用温度を示す。開発合金Aの725°C/630MPaでのクリープ寿命は約2100時間であり、耐用温度はクリープ破断寿命換算で739°Cに相当した。更に、Life Limited Partsであるディスク合金にとって重要な、0.2%クリープ寿命換算での耐用温度は766°Cであった。この様に開発合金は、世界最高の耐用温度を有することを確認した。冒頭で述べたように、PM材の耐用温度は、1974年から2002年までに693°C (IN100) から715°C (ME3) しか向上しておらず、その0.79°C/年の伸び率である。本事業機関である僅か4.5年の間にME3と比較し24°Cの耐用温度向上に成功した(伸び率5.33°C/年)。このことから、冒頭で述べたタービン翼超合金を活用した新規Ni-Co基ディスク合金の設計指針は、ディスクのプロセス性を維持しつつ、耐用温度を大幅に向上させる技術として極めて効果的であると結論づけられる。



図③-10 開発合金 A の耐用温度

<結論>

タービンディスク模擬形状試作時のプロセスで製造された素材が耐用温度800℃（クリープ特性において650MPa、1000hr破断強度）を有することを目標に、タービン翼用超合金を活用した新規Ni-Co基ディスク合金の設計・開発を実施し、合金系を提案した。その結果、本設計指針は、ディスクのプロセス性を維持しつつ、耐用温度を大幅に向上させる技術として極めて効果的であると結論づけられる。開発合金Aは725℃/630MPaでのクリープ寿命は約2100時間であり、耐用温度はクリープ破断寿命換算で739℃に相当する。更に、Life Limited Partsであるディスク合金にとって重要な、0.2%クリープ寿命換算での耐用温度は766℃であった。目標である耐用温度800℃には未到達であるが、開発ディスク合金が世界最高の耐用温度を有することを確認した。

4. 委託業務全体の成果

4. 1 計画時に想定していなかった成果（副次的成果）や、目標を超える成果

計画通りであり特筆事項なし

4. 2 研究課題の発展性（間接的成果を含む）

高温強度に優れるモリブデン合金ではあるが、実際の部品を想定した際の製造性についての課題を明らかにすることができた。今後実機に適用する際には製造方法だけでなく、合金そのものの観点から製造性向上を図っていくことが望まれる。

ニッケル合金の製造プロセス開発により国内に存在していなかった粉末冶金ディスクの研究開発プロセスを導入することができた。今後粉末冶金ディスク材の国内での材料開発に寄与することができる。

ニッケル合金開発においては粉末冶金ディスク向け合金の合金設計指針を構築することができた。この指針を使用することにより、さらなる合金開発の発展が望まれる。

4. 3 研究成果の発表・発信に関する活動

特筆事項なし

5. プロジェクトの総合的推進

5. 1 研究実施体制とマネジメント

研究機関の連携を図るため、定期的な進捗報告会を実施し、連携強化に努めた。

5. 2 経費の効率的執行

特筆事項なし

6. まとめ、今後の予定

本研究の研究成果として以下の成果が得られた。

①-1 モリブデン合金粉末製造プロセス

モリブデン合金粉末製造プロセスとしてインゴット製造、粉砕、球状化処理のプロセスの開発を実施した。モリブデン合金のような高融点合金の粉末製造プロセスを構築することができた。得られた粉末の特性はHausner比1.18以下であり、非常に高い流動性を有していた。本研究で得られたプロセスは他の高融点合金に適用することが可能であると考えられる。

①-2 ニッケル合金粉末製造プロセス

PMディスク向けのニッケル合金粉末製造プロセスの開発を実施した。開発したプロセスによりディスク向けとして高纯净度な粉末を得ることができた。このプロセスを開発合金に適用し介在物指数は0.5以下の高纯净度な粉末を得ることができた。本プロセスは他のディスク向け合金の製造に適用可能であり、さらなる開発が望まれる。

②-1 モリブデン合金タービン翼製造プロセス

モリブデン合金のタービン翼製造プロセスとしてSPSおよびSLMプロセスの検討を実施し、SLMプロセスによる造形プロセスを開発した。SLM造形条件および形状の最適化を実施することにより、形状の崩れなくタービン模擬翼形状を得ることができた。また模擬翼形状に対応したクラック、内部欠陥を除去するCanning+HIPプロセスを開発した。このプロセスを適用することにより内部欠陥の目標であるポロシティ面積率5%以下の造形体を得ることができた。得られた素材に対して特性評価試験を実施した結果、目標としていた引張クリープ強度を達成することはできなかった。これはSLMで製造されたモリブデン合金は非常に微細なマイクロ組織を有していたためである。このマイクロ組織により引張クリープ特性は低かったが、同一組成のモリブデン合金鋳造材と比較して耐酸化特性の向上を確認することができた。SLMによって製造されたモリブデン合金の評価していない特性についても、鋳造材とは異なることが予想され、さらなるデータ取得が望まれる。

②-2 ニッケル合金タービンディスク製造プロセス

HIP焼結、熱間押出し、恒温鍛造のプロセスの開発を実施した。開発したプロセスを、開発合金に適用し目標とするφ150mmのタービンディスク模擬形状を製造することができた。また内部清浄度も目標とするASTM E45 method Aによる評価にて介在物指数0.5以下を達成することができた。製造した素材について特性評価を実施した結果、目標としていたクリープ強度を達成することはできなかった。これは開発合金のクリープ抵抗は高いものの、延性が低いことによるものである。したがって延性の改善により高強度化させることが可能と考えられる。

③ 高性能ディスク向けニッケル合金開発

タービンディスク模擬形状試作時のプロセスで製造された素材が耐用温度800℃(クリープ特性において650MPa、1000hr破断強度)を有することを目標に、タービン翼用超合金の設計指針を活用した新規Ni-Co基ディスク合金の設計・開発を実施し、合金系を提案した。その結果、本設計指針は、ディスクのプロセス性を維持しつつ、耐用温度を大幅に向上させる技術として極めて効果的であると結論づけられる。

7. 研究発表、知的財産権等の状況

(1) 研究発表等の状況

種別	件数
学術論文	7件
学会発表	10件
展示・講演	1件
雑誌・図書	該当なし
プレス	該当なし
その他	該当なし

(2) 知的財産権等の状況

該当なし

(3) その他特記事項

該当なし