

Ni 基耐熱合金に対する 金属粉末成形技術の開発

日比野 真 也*

1. はじめに

この度は第30回日本金属学会奨励賞(技術部門)に選出いただきましたこと、大変光栄に存じます。奨励賞の技術部門は、企業研究者・技術者を対象として2020年に新設されたものと伺っております。今回、このような寄稿の機会をいただきましたので、当社(川崎重工業)の研究開発方針を概説しつつ、企業に在籍する材料研究者として取り組んでいる研究開発事例を紹介いたします。

2. ガスタービン部品向け金属粉末成形技術

世界的に持続可能な開発目標(SDGs)が掲げられ、社会が大きく変化しようとしている。特に CO₂ 排出削減への社会的要請は強まる一方であり、航空機・モーターサイクル・船舶・鉄道車両等の輸送機器、ならびに、発電用ガスタービン・ガスエンジン・ボイラ等のエネルギー機器を製造する当社においては、CO₂ 排出削減に貢献できる製品開発・技術開発が急務である。中でもエネルギー分野の CO₂ 排出割合はトップを占めており、化石燃料を熱源とするガスタービンにおいては、極限までエネルギー効率を高めることが求められ続けている。それと同時に、燃焼時に CO₂ を排出しない水素焚きガスタービン等の普及も強く期待されている。

このような社会的要請から、高効率化を極限まで追求した構造設計や、水素ガスの安定的な燃焼を実現するための極めて複雑な流路設計等が必要となりつつある。その結果、製造コストが大幅に増大するだけでなく、従来製法の制約によって設計的な妥協をする場面も起こり得る。従って、益々複雑

化する部品設計の要請に応える、製造コストの徹底した低減、さらには、設計自由度の向上が強く求められており、その実現に資する研究開発を推進するのが総合機械メーカーに属する材料研究者である筆者らの責務である。

その一つの解として筆者らは、ガスタービン部品への適用を目指して近年盛んに研究開発が進む金属粉末成形技術に注力している(図1)⁽¹⁾⁻⁽³⁾。具体的には、金属粉末射出成形(Metal Injection Molding; MIM)を用いたタービン静止部(Ni 基耐熱合金)の開発、レーザ粉末床熔融(Laser Powder Bed Fusion; LPBF)を用いた水素焚き燃焼バーナや模擬タービンプレード(いずれも Ni 基耐熱合金)の開発、指向性エネルギー堆積法(Directed Energy Deposition; DED)⁽⁴⁾を用いた圧縮機インペラ(Ti 合金)やシャフトシール部(Co 基合金)の補修技術開発など、様々なプロセス・合金種を対象に研究開発を推進している。このうち本稿では、MIM プロセスと

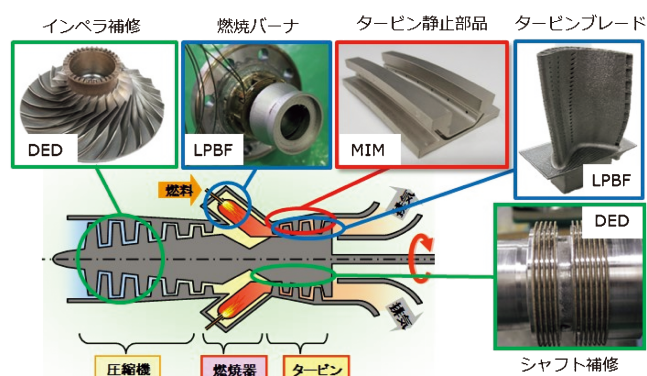


図1 ガスタービン部品を対象とした金属粉末成形技術(オンラインカラー)。

* 川崎重工業株式会社 技術研究所 材料研究部・主任研究員(〒673-8666 明石市川崎町 1-1)
Development of Manufacturing Technology for Ni-Base Superalloys Powder; Shinya Hibino*(*Material Research Department, Technical Institute, Kawasaki Heavy Industries, Ltd., Akashi)
Keywords: gas turbine, metal injection molding, laser powder bed fusion, Ni-base superalloys, creep, grain growth, crystal orientation
2021年3月15日[doi:10.2320/materia.60.634]

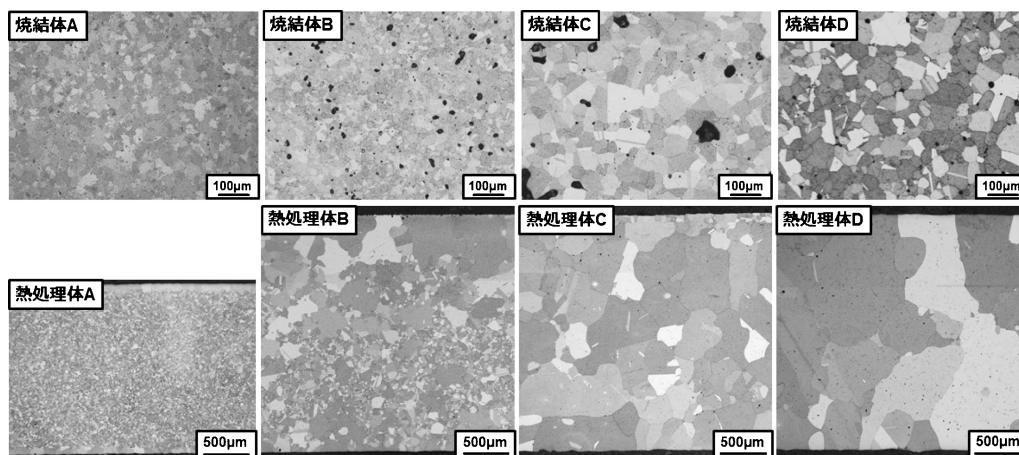


図2 γ' 強化合金(IN713LC)焼結体と熱処理体の組織。

LPBF プロセスに関して、機械的特性向上を実現する材料技術開発、性能向上に資する設計を備えた部品試作、そしてその実証試験までを一気通貫に取り組んでいる研究開発事例として紹介する。

3. 金属粉末射出成形(MIM)技術の開発

MIM プロセスは、樹脂材料の射出成形と粉末冶金の技法を組み合わせたニアネットシェイプ成形技術である。金属粉末とバインダを混ぜ合わせる混練工程、金型内に充填する射出成形工程、バインダを取り除く脱バインダ工程、そして、緻密化のための焼結工程からなる。短いサイクルでの射出成形とバッチ処理での焼結によって同一形状部品が大量生産できること、また、バインダの流動性と射出成形圧力の高さにより精密鑄造と比べてより微細な構造を製造できることに技術的優位性を有する。

開発対象とするタービン静止部品は1000℃を超える燃焼ガスに長時間晒されるため、高温強度・耐酸化性に優れる γ' 相($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$)析出強化型のNi基耐熱合金(以下 γ' 強化合金と略す)が用いられる。しかしながら、MIM プロセスは鉄系材料やチタン合金への適用が主であり、Ni基合金への適用は限定的であった。 γ' 強化合金へのMIM プロセス適用に関する報告は数件なされている⁽⁵⁾⁽⁶⁾が、 γ' 強化合金に求められる重要特性の一つであるクリープ特性が、鑄造材に比べて大幅に低いことが課題である。筆者らは、クリープ特性が劣る理由がMIM 材(焼結体)の微細な結晶粒にあると判断し、クリープ特性の改善を目的とした結晶粒成長技術の開発に取り組んだ⁽⁷⁾⁽⁸⁾。

代表的な γ' 強化合金であるIN713LC相当組成を有する原料粉末として、粉末A(炭素量0.10%，平均粒子径26.9 μm)，粉末B(同0.01%，10.9 μm)，粉末C(同0.01%，30.7 μm)，粉末D(同0.01%，48.0 μm)を用いた。混練，射出成形，脱脂，焼結工程を経て、焼結体A, B, C, Dを得た後、残存気孔除去を目的とした熱間静水圧加圧(HIP)処理1204℃, 4 h と、結晶粒成長を目的とした熱処理1280℃, 12

hを施した。以降、熱処理体A, B, C, Dと呼ぶ。

焼結体A, B, C, Dの金属組織，熱処理体A, B, C, Dの金属組織を図2に示す。焼結体Aと熱処理体Aの結晶粒径は同程度であることが認められ、これは粉末Aの原料粉末サイズとも概ね一致していた。電子線プローブマイクロアナライザー(EPMA)を用いた元素マッピングにより、結晶粒界に偏析するMC炭化物が認められたことから、MC炭化物が結晶粒成長に対するピン止め効果として作用していたことが明らかとなった⁽⁸⁾。熱処理体B, C, Dは、それぞれ焼結体B, C, Dと比較して、いずれも結晶粒成長を示した。熱処理体C, Dには全面的な結晶粒成長が認められるが、熱処理体Bには部分的に微細な結晶粒が残存していた。焼結体B, C, Dの炭素量は、脱バインダ工程での有機成分の残留によって、原料粉末時点の0.01%から、それぞれ0.07%, 0.06%, 0.05%へと増加していた。これは、単位体積あたりの粉末表面積が大きいほど、脱バインダ工程において有機成分の残留が多くなることを示している。その結果、MC炭化物に多寡が生じ、これによるピン止め効果の差異が結晶粒成長の挙動の違いに現れているものと考えている。また、熱処理体Bには、脱バインダされにくい板厚中央付近に特に微細な結晶粒が認められることから、残留した有機成分に由来するMC炭化物によってピン止め効果が作用していたことを示している。

熱処理体に対して溶体化処理・時効処理を施した後、クリープ試験を実施した。負荷応力 σ (MPa)，試験温度 T (K)，クリープ破断寿命 t_f (h)に対して、ラーソンミラーパラメータ $P = (T + 273.15) \times (20 + \log_{10} t_f)$ によって整理したクリープ特性を図3(a)に示す。熱処理体Aは、鑄造材に比べて著しく低いクリープ特性を示した。熱処理体B, C, Dのクリープ破断寿命はいずれも、熱処理体Aより大幅に向上していた。続いて、負荷応力 σ とクリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ (/s)との関係を図3(b)に示す。熱処理体Dのクリープひずみ速度は、熱処理体Aに比べて、大幅に低下していた。図3(b)の傾きから、熱処理体A, Dの応力指数はそれぞれ2.79, 4.31と求められた。結晶粒成長したことによって、主なクリープ変形

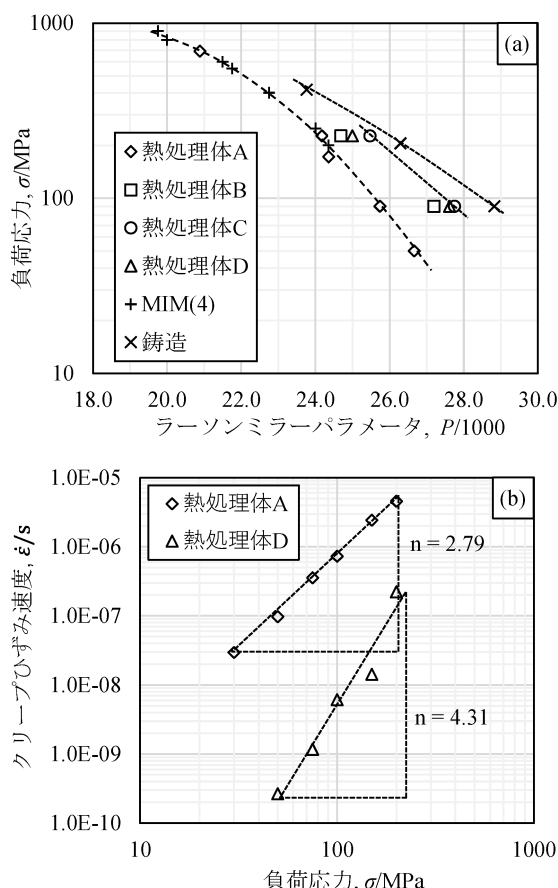


図3 γ' 強化合金(IN713LC)熱処理体の(a)クリープ破断寿命と(b)クリープひずみ速度。

機構が、粒界クリープ(熱処理体 A)から拡散クリープ(熱処理体 D)へと変化したことを示している⁽⁷⁾⁽⁹⁾。

以上より、MC 炭化物によるピン止め効果を低減させ、結晶粒成長を促進することによって、クリープ特性の向上に成功したと結論づけた。依然として IN713LC 鑄造材のクリープ特性⁽¹⁰⁾には及ばず改善の余地は残るものの、本開発の対象であるタービン静止部品においては、強度要求を満たす水準であると判断している。

タービン静止部品の試作にあたっては、部位による板厚差異、すなわち脱バインダ性の違いに起因した局所的な有機成分の残留が起こらないよう留意する必要がある。そこで、結晶粒成長の可否について厚さ依存性を予め把握し、全面的に結晶粒成長が起こると見込まれる板厚の部品を選定した。使用する原料粉末には、平均粒子径が粉末 D よりも小さく、射出成形性に優れた粉末 C を選定した。また、微細構造のニアネットシェイプ成形を実証するため、精密鑄造では実現できない微細な冷却孔や狭いスリットを備えた射出成形用金型を準備した。

実際の試作品の外観は、図 1 に既に示したとおりである。本試作品の断面観察により、薄肉部から厚肉部に至るまで結晶粒成長が認められた。冷却孔とスリットが良好な精度で形成できたとともに、部品全体の寸法精度についても、

MIM プロセスによるコストメリットを棄損しない僅かな仕上げ加工でタービン静止部品として使用できるレベルである。現在、ガスタービン実機に試作品を搭載する計画を進めており、運転試験後の部品健全性等を検証していく予定である。

今後の展望としては、ニアネットシェイプ成形を極限まで追及することによってコストメリットの最大化を図っていく。加えて、異種材料を用いたインサート射出成形の技法⁽¹¹⁾によって部位の要求特性に応じた材質適用が可能になることも期待されている。ガスタービン部品への積極的な MIM プロセス適用に向け、材料研究者と設計者が一体となって取り組んでいく。

4. レーザ粉末床溶融(LPBF)技術の開発

LPBF プロセスは付加製造(Additive Manufacturing)技術の一つであり、次の 3 工程を繰り返すことで部品を成形する。

- ①金属粉末を均して粉末床(Powder Bed)を準備する工程
- ②定められた二次元断面を塗りつぶすようにレーザを高速で走査し、局所的に溶融凝固させる工程
- ③1 層分降下させる工程

二次元断面を高さ方向(Z 方向)徐々に積み重ねる手法であるため、中空の流路構造や有機的な曲面形状などを自由度高く製造できる。この特徴を活かし、水素ガスと空気の混合均一性を高めるための複雑流路を有する水素焚き燃焼バーナや、冷却効率に優れた内部構造を有するタービンプレードなど、様々な部品の高性能化が強く期待されている⁽¹²⁾。

LPBF プロセスでは、鑄造や溶接と比べて極めて早い固液界面移動速度と極めて大きい温度勾配を示しながら凝固が起こる。そして、レーザ照射パラメータの変更により凝固過程を制御することで、単結晶様組織やラメラ組織などの様々な金属組織が得られることが知られている⁽¹³⁾。それは同時に、レーザ照射パラメータの厳密な管理が重要であることを示している。すなわち、意図しない金属組織が形成した場合に所望の機械的特性を発揮せず、部品の破壊に至る恐れがある。従って、ガスタービンの燃焼器部品やタービン部品への適用を目指すうえでは、LPBF プロセスの特徴である金属組織制御を有効に活用すべく、レーザ照射パラメータ-金属組織-機械的特性の相関を正確に把握し、これに基づいた適正な製造条件範囲で部品製造することが特に厳格に要求される。

Ni 基耐熱合金 IN718 を対象に、レーザ照射パラメータとそれによる金属組織の変化を系統的に整理した一例を図 4 に示す⁽¹⁴⁾。図 4 中の逆極点図マッピングは、as-built 状態の XY 面(水平面)を観察し、Z 方向(積層方向)出力を行ったものである。体積エネルギー密度 $E_{vol}(J/mm^3)$ 、線エネルギー密度 $E_{line}(J/mm)$ 、走査間隔 $d(mm)$ を変えることによって、結晶方位が大きく変化しており、中でもクリープ特性に優れた(001)方位を有する結晶の面積率の変化が特徴的である。体積エネルギー密度 $E_{vol} = 90 J/mm^3$ の 3 条件に対し、溶体

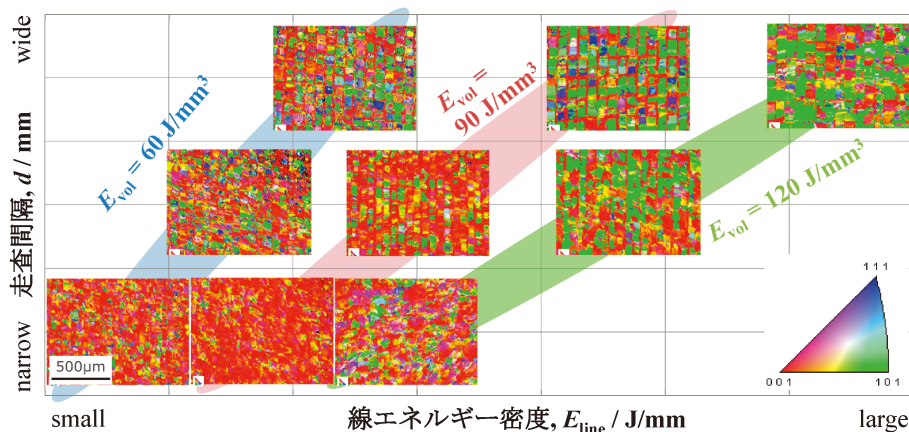


図4 レーザ照射パラメータに伴う Ni 基耐熱合金 (IN718) の組織変化 (オンラインカラー)。

化・時効処理を施した後、Z 方向に荷重を加えるクリープ破断試験を行ったところ、(001) 方位面積率 S の増大に従ってクリープ破断寿命が向上しており (図 5)，LPBF プロセスにおいて、積極的に金属組織制御を行うことの有効性を示す結果であると言える。

現在、 γ' 強化合金に対しても同様に、レーザ照射パラメータ-金属組織-機械的特性の相関を整理しつつある。 γ' 強化合金の難しさは、LPBF プロセスによって内部に多数の微細クラックが生じることにある⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。これまでに特定のレーザ照射パラメータの選択によって微細クラック量を大幅に低減できることが確認されており⁽¹⁷⁾，その結果、機械的特性の向上にも成功している⁽¹⁸⁾。なお、 γ' 強化合金に関する詳細な実験結果は、別途論文投稿を計画しているため、後日そちらを参照されたい。

これまで述べたような基礎データを元に決定された適正なレーザ照射パラメータを用い、水素焚き燃焼バーナや模擬タービンプレード試作も進めている (図 1 中に掲載済み)。前者の燃焼バーナの内部には複数の燃料供給流路が備わっているため、従来は機械加工によって複数部品を別々に準備し、溶接やロウ付け等によって接合していたものである。LPBF プロセスでの試作にあたっては、燃焼バーナの基本構造への影響を最小化しつつ、LPBF プロセスでの製造性を勘案した一体構造への設計改良を行った。その結果、組み合わせ誤差が低減することが確認され、部品性能の向上に繋がることが期待されている。本燃焼バーナ試作品を用いた燃焼リグ試験を既に実施済み⁽¹⁹⁾であり、所望の設計性能を満たすとともに、使用後の大きな損傷がないことを確認している。後者の模擬タービンプレードは、前述した (001) 方位への金属組織制御と、精密鋳造では実現できない高効率冷却構造の双方が盛り込まれたものである。金属組織制御に関しては、ほとんどの部位において意図した結晶方位を有しているものの、一部の抜熱環境が異なる部位において意図しない金属組織が形成されており、この課題解決を図っている。内部冷却構造に関しては、微細構造の形状精度や表面粗度の影響の把握を進めている。

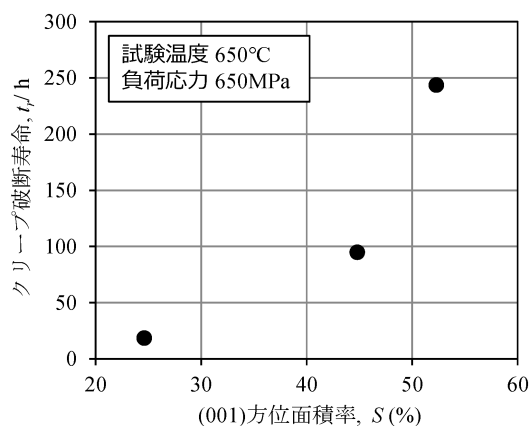


図5 Ni 基耐熱合金 (IN718) における (001) 方位面積率とクリープ破断寿命の関係。

最後に LPBF プロセスを用いた材料技術開発に関する今後の展望を述べる。筆者らは、内閣府戦略的イノベーション創造プログラム (SIP) の第 2 期「統合型材料開発システムによるマテリアル革命」に参画し、マテリアルズインテグレーション (MI) システムでの予測を通じて LPBF プロセス向けに最適化された新しい Ni 基合金の創出とその製造実証に取り組んでいる。本稿では、レーザ照射パラメータ、金属組織、機械的特性に関するデータ蓄積の重要性を述べたが、それらに加えて合金組成についても LPBF プロセスによる特異な凝固現象を念頭において最適化する余地がある。MI システムでの予測によってトライ&エラーの回数を最小化し、短期間で優れた合金を創出することが期待されている。合金組成から機械的特性までの連関を明らかにし、それを活かした部品製造にまで繋げることで、CO₂ 排出削減という社会的要請に応える競争力の高い製品開発に貢献していく。

5. おわりに

本稿では、基礎的な材料技術開発から、設計改良、部品試作、実証試験までを一気通貫に取り組んでいる研究開発事例

本稿で紹介した研究成果の一部は、内閣府総合科学技術・イノベーション会議の戦略的イノベーション創造プログラム(SIP)、第1期「革新的設計生産」(管理法人：NEDO)および第2期「統合型材料開発システムによるマテリアル革命」(管理法人：JST)によって実施されました。この場を借りて謝意を表します。

- (1) 井頭賢一郎：大阪冶金会会誌，**57**(2017)，44-48.
- (2) 井頭賢一郎，野村嘉道：スマートプロセス学会誌，**8**(2019)，74-77.
- (3) 細川恭史，坂根雄斗：日本ガスタービン学会誌，**47**(2019)，78-83.
- (4) 森橋 遼，岩崎勇人：溶接学会誌，**90**(2021)，107-112.
- (5) K. Horke, R. Scherr, A. Meyer, E. Daenicke and R. F. Singer: Proc. PM2016 World Cong., (2016), 3296472.
- (6) A. Meyer, E. Daenicke, K. Horke, M. Moor, S. Muller, I.

- Langer and R. F. Singer: Powder Metall., **59**(2016), 51-56.
- (7) 日比野真也, 藤光利茂, 岡田竜太郎, 野村嘉道, 井頭賢一郎: 粉体及び粉末冶金, **66**(2019), 17-22.
- (8) S. Hibino, K. Fujimitsu, R. Okada, Y. Nomura and K. Igashira: Proc. PM2018 World Cong., (2018), 586-591.
- (9) 丸山公一, 中島英治: 高温強度の材料科学, 内田老鶴圃, (1997), 94.
- (10) C. T. Sims, N. S. Stoloff and W. C. Hagel: Superalloys II, John Wiley & Sons, Inc., (1987), 586.
- (11) 針幸達也, 伊藤芳典, 佐藤憲治, 三浦秀士: 粉体および粉末冶金, **51**(2004), 31-36.
- (12) 野村嘉道, 井頭賢一郎: まてりあ, **54**(2015), 511-512.
- (13) S. H. Sun, T. Ishimoto, K. Hagihara, Y. Tsutsumi, T. Hanawa and T. Nakano: Scr. Mater., **159**(2019), 89-93.
- (14) 岡田竜太郎, 野村嘉道, 井頭賢一郎, 中野貴由: スマートプロセス学会誌, **8**(2019), 106-111.
- (15) L. N. Carter, M. M. Attallah and R. C. Reed: 12th Int. Symp. on Superalloys, (2012), 577-586.
- (16) R. Engeli, T. Etter, S. Hövel and K. Wegener: J. Mater. Process. Technol., **229**(2016), 484-491.
- (17) 岡田竜太郎, 野村嘉道, 井頭賢一郎: 特開2020-147781.
- (18) 岡田竜太郎, 野村嘉道, 井頭賢一郎: 特開2020-147782.
- (19) 井頭賢一郎: 統合型材料開発システムによるマテリアル革命成果報告会2020, (2020).



目比野真也

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

2012年 東京大学大学院工学系研究科修士課程修了
2012年 4月- 川崎重工工業株式会社において現職
2020年 4月- 大阪大学大学院工学研究科博士後期課程在籍中

専門分野：耐熱合金，粉末冶金，金属組織制御，放射光分析

◎Ni基耐熱合金を対象とした金属粉末成形技術開発に従事。
材料技術開発，製造技術開発，設計への展開に至るまで幅広く活動。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★