

粉末冶金に基づく素形材製造技術の開発

Development of Near-Net-Shape Manufacturing Technology Based on Powder Metallurgy

尾崎 智道 技術開発本部基盤技術研究所材料研究部 主査 博士（工学）
大長 優 技術開発本部基盤技術研究所材料研究部
富樫 陽色 技術開発本部基盤技術研究所材料研究部
毛利 雅志 技術開発本部生産技術開発センター積層造形プロジェクト部 主幹 博士（工学）
長見 祐弥 技術開発本部生産技術開発センター積層造形プロジェクト部

近年、粉末冶金に基づいた素形材製造技術に注目が集まっている。金属粉末射出成形（MIM）や三次元積層造形（AM）技術は、複雑形状をニアネットシェイプ（最終製品に近い形状）で製造可能であることから、航空機エンジンや車両用過給機などの複雑形状部品を多用する分野において、検討が進められている。一方、このような製法で製造されたものは、 casting や鍛造品とは材料組織や特性が異なるため、製造プロセス条件と材料組織や特性の関係について理解することが重要である。本稿では、これらのプロセスを用いて試作した素材の組織、特性を評価した結果を報告する。

Powder metallurgical process has attracted much attention as near-net-shape manufacturing technology. Metal injection molding and additive manufacturing are known as candidate technologies for next generation manufacturing. Therefore, it is important to understand the relationship between process conditions and microstructures, properties in its manufactured sample. This paper describes the properties and microstructures of test samples fabricated by MIM and AM.

1. 緒 言

金属の素形材の多くは、 casting や鍛造によって製造されているが、部品形状の複雑化、難加工材料の適用などのため、金属粉末射出成形（Metal Injection Molding：MIM）や、三次元積層造形（Additive Manufacturing：AM）などの新しい粉末冶金プロセスが脚光を浴びている。第1表に各種製造技術の一般的な特徴を示す。MIM、AMなどの新しいプロセスは、大型製品への対応が困難などのデメリットがあるが、三次元形状を有する複雑形状をニアネットシェイプ（最終製品に近い形状）で製造可能、材料選択の幅が広い、焼成条件や熱処理条件によって材料組織や

特性を制御可能、などの特長がある⁽¹⁾。またAMでは、大幅なリードタイム短縮が可能などの特長がある。

航空機エンジンや車両用過給機などの分野では、部品形状が複雑であり、また耐熱性や軽量化などの目的でニッケル基（以下、Ni基）合金やチタン（以下、Ti）合金などの難加工材料を多用している。これらの新しいプロセスを適用することで、製造コストの低減やリードタイムの短縮、機能向上などに資すると考えられる。一方で、これらのプロセスにより作製した素材の材料特性、組織および製造条件の影響を把握する必要がある。そこで本稿では、MIMプロセスおよびAMプロセスにより試作した素材の材料組織、および材料特性に関する評価結果を報告する。

2. MIM材の材料特性に及ぼす原料の影響

2.1 MIMプロセスの特徴および原理

MIMプロセスは、1970年代に開発された比較的新しい製造技術である⁽²⁾。金型を用いて成形を行うため、複雑形状のニアネットシェイプ成形が可能で、量産性に優れた手法である。一般に、電気・通信機器、産業機械製品、自動車部品などの小型（～数十g程度）の複雑形状品に適用されている。

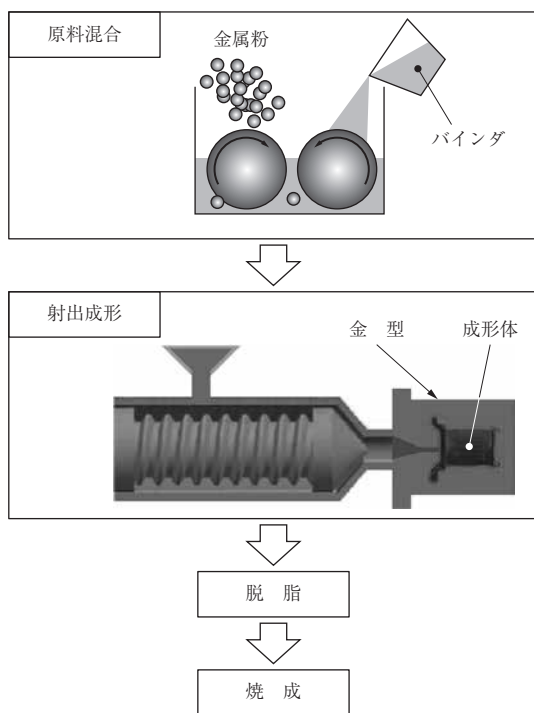
第1表 各製法の利点と欠点
Table 1 Features of each manufacturing process

項目	利 点	欠 点
鑄 造	・安 価 ・複雑形状対応可 ・大型製品対応可	・鑄巣などによる材料特性の低下
鍛 造	・優れた材料特性	・金型が高価 ・鑄造より形状制約が大きい
MIM	・複雑形状可 ・ニアネットシェイプ可	・大型製品対応困難
AM	・極めて複雑な形状可 ・リードタイム短い	・原料粉末が高価 ・表面が粗い

MIM プロセスは大きく分けて、原料混合、射出成形、脱脂、焼成の四つの工程に分かれる。第1図にMIMプロセスの模式図を示す。原料混合工程で、金属粉末と樹脂などのバインダを所定の配合比で混合する。射出成形工程で、混合した原料を射出成形機にて成形する。射出成形機はプラスチックの成形に用いられるものとはほぼ同等の仕様である。脱脂工程で、成形体を高温で処理し、有機分を揮発させる。焼成工程で、脱脂した成形体をさらに高温で処理し、金属粉末の焼結現象によって密度を高め、完成品を得る。この後、必要に応じて仕上げ加工やHIP (Hot Isostatic Pressing) 処理や熱処理を施す。

MIM プロセスにおいて課題となるのが、寸法と材料組織の制御である。脱脂後の成形体は、金属粉末が結合していない状態で、なおかつ有機分が揮発して多数の空隙を有するため容易に変形してしまう。焼成工程においては、金属の拡散現象によって粉末が緻密化するため、大きく収縮する。また、緻密化とともに結晶粒の粗大化や、金属組織への残存有機分の拡散が生じる。変形や材料組織変化を制御するためには、脱脂および焼成工程における温度制御、もしくは原料の選定が重要になる。

当社では、ジェットエンジン向け静翼部品をターゲットとしたNi基合金のMIM向けプロセスの開発、車両用過給機部品をターゲットとした開発を実施しており、複雑形状部材の寸法精度を向上させることに成功している^{(3),(4)}。



第1図 MIMプロセスの模式図
Fig. 1 Schematic process flow of MIM

ここでは、Alloy718MIM材の材料特性に対する原料の影響を整理し、その結果を報告する。

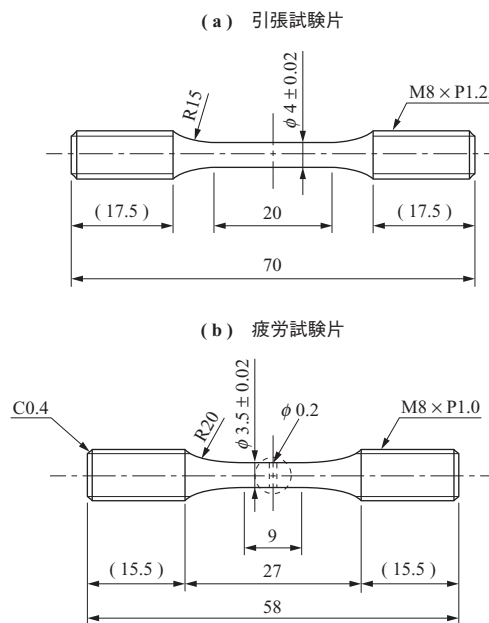
2.2 試験方法

原料は、Ni基超合金 Alloy718 粉末と、熱可塑性樹脂およびワックスなどを含むバインダとした。Alloy718 粉末は、ガスアトマイズ粉（以下、GA粉）もしくは水アトマイズ粉（以下、WA粉）を用いた。第2表に各粉末の化学成分を示す。GA粉、WA粉は製造時の雰囲気異なっており、GA粉は不活性ガスを、WA粉は水を用いる。製造雰囲気の違いに起因して、WA粉はGA粉と比較して酸素量が高くなっており、ほかの成分も若干の差が生じている。バインダに関して、GA粉には標準品（以下、GA+A）と変更品（以下、GA+B）の2種類を、WA粉の場合は標準品のみを用いた。金属粉とバインダを混練機にて均一に混合した後、射出成形機を用いて成形した。成形形状は第2図に示す機械試験片に近い形状とした。成形後、脱脂、焼成、熱処理を施した。その後、機械試験片形状に加工し、高温大気雰囲気にて引張試験および疲労試験を実施した。また、試験体の材料組織を評価した。

第2表 各粉末の化学成分

Table 2 Chemical composition of gas atomized powder and water atomized powder

種類	化学成分					
	Mo	Al	Ti	Nb+Ta	C	O
	wt%					ppm
GA粉	3.12	0.66	0.98	5.14	0.05	300
WA粉	3.02	0.27	0.73	5.01	0.05	4900



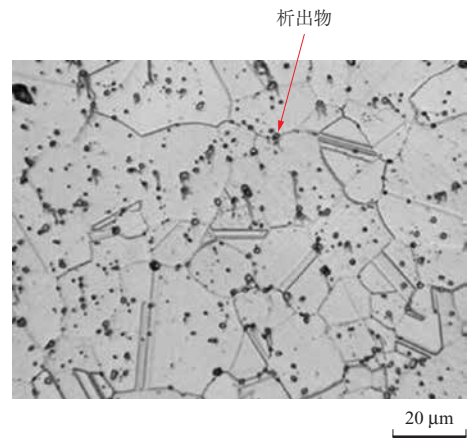
第2図 機械試験片形状 (単位: mm)
Fig. 2 Mechanical test piece (unit: mm)

2.3 試験結果および考察

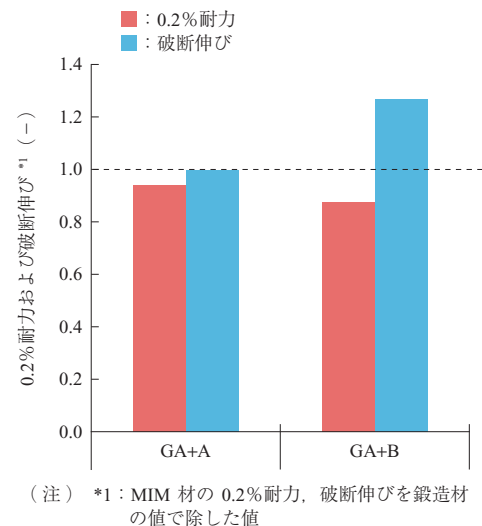
第3図に、焼成後および熱処理後のMIM (GA+A)材の断面組織を示す。部分的に空孔が認められ、結晶粒サイズは非常に微細であり、平均粒径25 μm程度であった。光学顕微鏡および走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM)において、黒矢印で示す空孔および赤矢印で示す微小な析出物が認められた。SEMによる詳細観察およびエネルギー分散型X線分析 (Energy Dispersive X-ray microanalyzer: EDX)による元素分析の結果から、微小な析出物はAlloy718材に一般的に存在する炭化物 (NbC)であった。第4図に、バインダ種を変更したGA+B材の断面組織を示す。GA+B材においても、空孔の分布や結晶粒サイズはほぼ同等であった。ただし、炭化物の析出量はGA+B材の方が多かった。

第5図にGA粉を用いたMIM材の高温引張試験結果を示す。いずれも、Alloy718鍛造材の0.2%耐力、破断伸びを1とした場合の相対値を示している。GA+A材は0.2%耐力、破断伸びのいずれも、ほぼ鍛造材と同等であった。一方、GA+B材は0.2%耐力が低かったが、破断伸びは鍛造材よりも大きかった。炭化物の析出量が多かったGA+B材は、強化に寄与すべき合金元素が炭化物析出に消費されてしまったため、GA+A材よりも強度が低くなったものと考えられる。

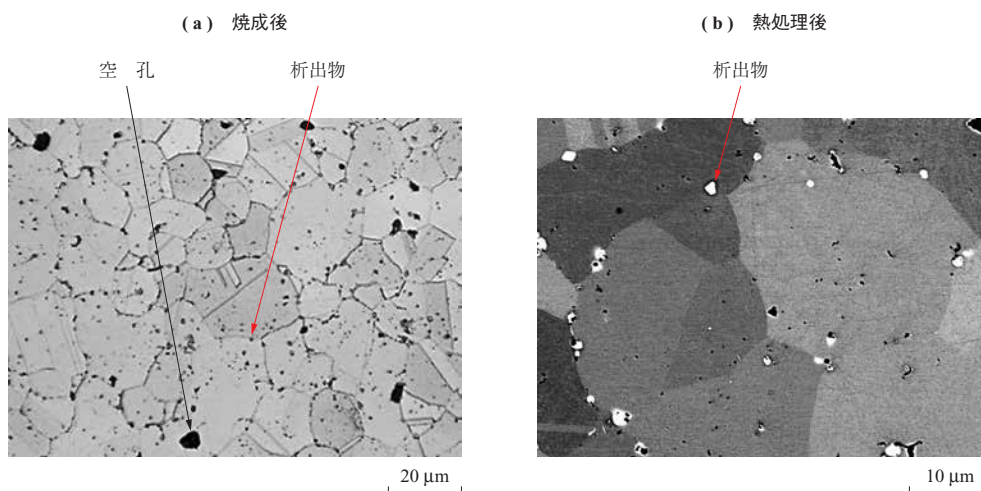
第6図に、試作MIM材の高温疲労試験結果を示す。縦軸は試験時の応力振幅を引張強度で除した値となっている。GA粉を用いたMIM材はどちらのバインダを用いても、鍛造材よりも高い疲労特性を示したが、特に標準バインダを用いたGA+A材は、鍛造材とほぼ同等の引張特性



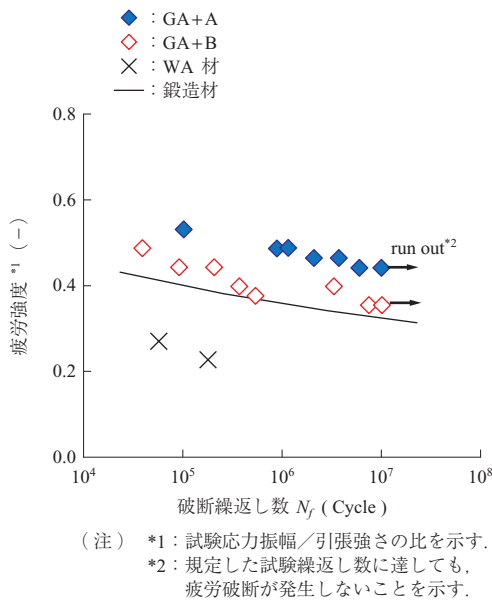
第4図 GA+B材の断面組織
Fig. 4 Optical microscope image of GA+B sample



第5図 GA粉を用いたMIM材の高温引張特性
Fig. 5 Tensile properties of GA powder MIM sample at high temperature



第3図 GA+A材の断面組織
Fig. 3 Optical microscope and SEM images of GA+A sample



第 6 図 MIM 材の高温疲労特性

Fig. 6 Fatigue properties of MIM sample at high temperature

であるにもかかわらず、鍛造材よりも高い疲労特性を示した。これは、GA 粉材の微細な結晶粒径もしくは炭化物分散状態などが影響しているものと考えられる。一方、WA 粉を用いた MIM 材は、鍛造材よりも疲労特性が低くなった。WA 粉は GA 粉とは製造時の処理雰囲気異なるため、酸素などの不純物元素や合金成分が変動しており、これらの原料粉末の成分の差異が疲労特性に影響したものと考えられる。

2.4 まとめ

以上から、製造方法の異なる金属粉やバインダ種を変更すると、材料組織や特性が変化することが明らかとなった。特に、GA 粉を用いた場合には高い強度特性を示し、鍛造材と遜色ない特性を発揮することが確認できた。

3. 電子ビーム積層造形 (EBM) 技術の開発事例

3.1 原理および特徴

AM の基本原理は、対象形状を多層の二次元層にスライスし、その二次元層のとおり材料を溶融・凝固させたものを多数積層して三次元形状を作製するプロセスである。金属 AM の場合、粉末の供給方式によってパウダーベッド方式、デポジション方式に大別される。前者は、造形できる形状の自由度が高いことから、複雑形状部品の製造に適しており、ジェットエンジン部品への検討事例も多い。

パウダーベッド方式は、粉末を溶融する熱源によって、さらにレーザー式の PBLF (Powder Bed Laser Fusion) と電

子ビーム式の EBM (Electron Beam Melting) に分かれる。それぞれに特徴があるが、EBM では、溶融前の予熱に特徴がある。EBM プロセスでは、粉末に電子ビームを照射する際、粉末が帯電してチャンバ内に飛散してしまう。これを避けるため、事前にエネルギーを抑えてビームを照射してパウダーベッドを数百度に予熱する。これによって粉末は弱く焼結 (結合) し、飛散しにくくなる。同時に、予熱によってパウダーベッドが高温に保たれ、造形物内の残留応力が緩和される。このため、割れやすく造形が困難とされているチタンアルミナイド (TiAl) 合金や高強度 Ni 基合金などでも、造形を行うことが可能となっている⁽⁵⁾。さらには、造形条件の調整によって冷却速度を制御することで、材料組織を制御できるとされている。本稿では、EBM 装置を用いて造形試験を行い、高強度 Ni 基合金の EBM 造形性を検証するとともに、組織制御の可能性を調査した結果を紹介する。

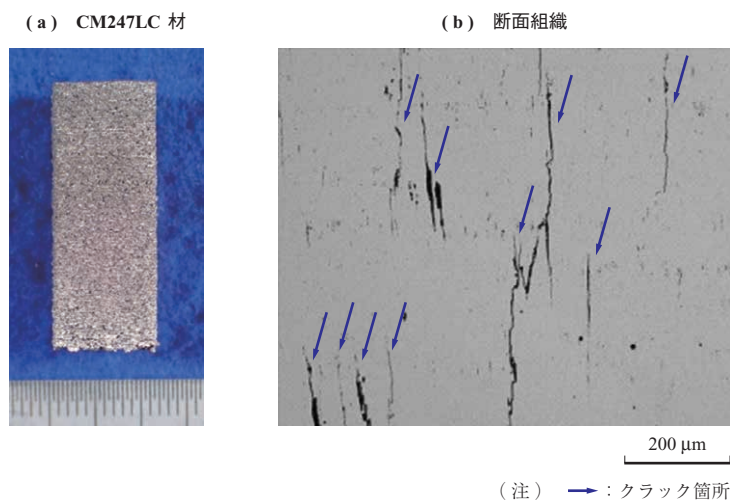
3.2 試験方法

高強度 Ni 基合金として CM247LC を選定した。CM247LC は割れ感受性が高く、PBLF で造形する場合、多数のクラックが発生することが知られている⁽⁶⁾。ガスアトマイズ法によって CM247LC 粉末を準備し、45 μm 以上、105 μm 以下のサイズの粉末を試験に用いた。造形には EBM 装置を用い、電子ビームの走査速度、エネルギーなどの条件を変化させて造形試験を行った。造形においては、10 \times 10 \times H30 mm の角棒モデルを用いた。造形試験後、造形角棒の断面組織などを SEM により評価した。

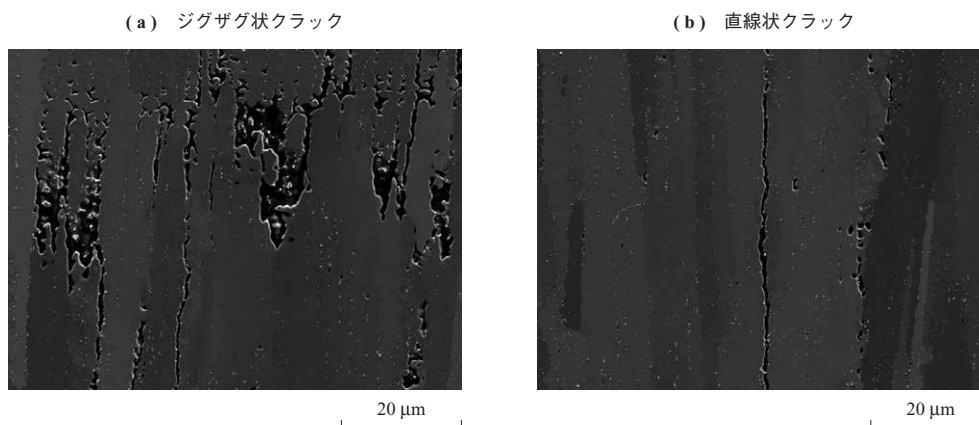
3.3 試験結果および考察

第 7 図に代表的な造形角棒の外観 (- (a))、断面 (- (b)) を示す。外観上大きな割れはなかったが、断面観察 (第 7 図 - (b)) においては、青矢印で示したようにクラックが多数認められた。第 8 図に CM247LC 材断面組織の SEM による詳細観察結果を示す。造形物には、ジグザグ状 (第 8 図 - (a)) と、造形方向に平行な直線状のクラック (- (b)) が認められた。これらの周辺の組織などから、クラックは凝固過程もしくは凝固後の冷却過程で発生したものと推定される。

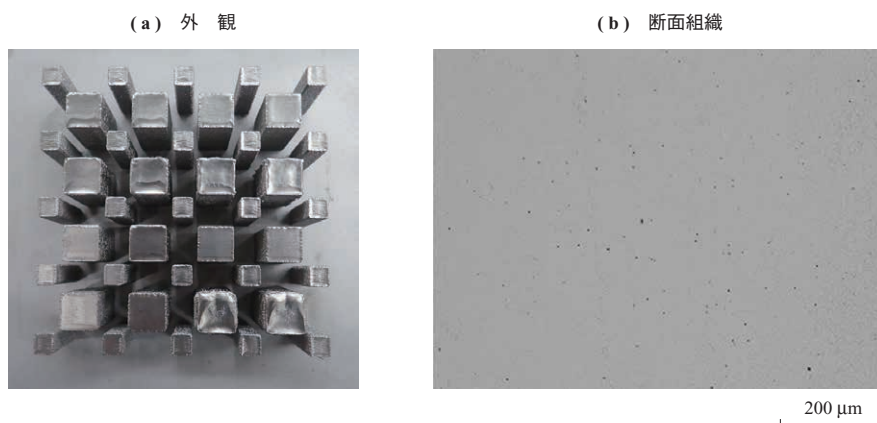
クラック抑制のため、ビーム走査速度、エネルギー、ビーム焦点、予熱温度を変更し、造形試験を行った。第 9 図に造形条件を改良した CM247LC の外観 (- (a)) および断面組織 (- (b)) を示す。特に、予熱を高温化、単位面積当たりの照射エネルギーを高くした条件では、クラックや欠陥がほぼ認められなくなっていた。



第 7 図 CM247LC 材
Fig. 7 EBM-build CM247LC sample and OM image of cross section



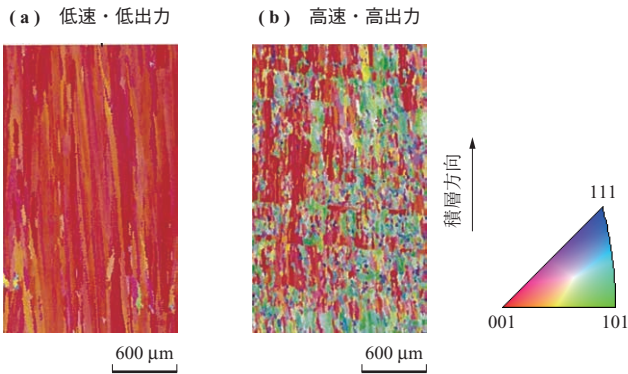
第 8 図 CM247LC 材の断面組織
Fig. 8 SEM images of CM247LC build sample



第 9 図 造形条件を改良した CM247LC 材の外観および断面組織
Fig. 9 CM247LC EBM build sample with optimized condition and cross section microstructure

次に、材料組織形態に着目し、結晶方位を計測した。ビーム走査速度などの造形条件を変えて造形した角棒について、断面の EBSD (Electron Back Scattered Diffraction pattern: 電子線後方散乱回折) による結晶方位を計測し

た。第 10 図に CM247LC 材の断面結晶方位分布図を示す。走査速度を低速とした造形材では、造形方向に伸長した柱状結晶が主であるが、走査速度を高速とした造形材では、一部等軸的な結晶が存在していることが確認できた。



第 10 図 CM247LC 材の断面結晶方位分布図

Fig. 10 Crystal orientation color maps of CM247LC EBM-build sample

3.4 まとめ

クラックなどの発生によって造形が困難とされる高強度 Ni 基合金については、EBM プロセスにおいて造形条件を最適化することで欠陥を内在しない健全な造形物が製作可能であることを示した。また、造形条件の制御により、任意に等軸組織、柱状組織に制御できる可能性を見いだした。このように組織形態を大きく変えることは他のプロセスでは困難であることから、EBM プロセス特有の長所であるといえる。

4. 結 言

MIM 材の材料特性に対して、金属粉の製法もしくはバインダなどの原料が大きく影響することが明らかとなった。特に、GA 粉を用いた場合には、鍛造材を置き換え得る材料特性を確認できた。MIM プロセスは、難加工材料や複雑形状部材の量産に適した手法であり、適用拡大が予想される。そのなかで、高強度 Ni 基合金や Ti 合金など、より製造が困難な材料に対しても開発を進め、競争力強化を図っていく。

また、AM 材の評価結果から、造形条件によって欠陥発生状況のみならず、材料組織が大きく変化することが明らかとなった。AM プロセスは、航空宇宙分野において次世代の製造プロセスとして大きく注目されており、高強度材料に対するニーズも高まっている。今後も、高強度材

料の造形技術および材料組織制御技術を高度化し、AM 材の実機適用を目指す。

— 謝 辞 —

本稿での CM247LC の造形試験は、東北大学金属材料研究所千葉研究室千葉晶彦教授、小泉雄一郎准教授（現大阪大学大学院工学研究科教授）、青柳健大助教、紀伊正氏、垣内俊平氏に実施していただきました。ご協力に感謝申し上げます。

参 考 文 献

- (1) R. M. German 著, 三浦秀士, 高木研一訳: 粉末冶金の科学, 内田老鶴圃, 1996 年 12 月
- (2) R. M. German and A. Bose: Injection Molding of Metals and Ceramics, Metal Powder Industry, (1997. 6), pp. 175 - 218
- (3) 池田修治, 佐藤茂征, 津野展康, 吉野内敬史, 佐竹雅之: ジェットエンジン部品製造への金属粉末射出成形プロセス適用研究, IHI 技報, Vol. 53, No. 4, 2013 年 12 月, pp. 50 - 54
- (4) 株式会社 IHI: 変幻自在の素形材加工術, IHI 技報, Vol. 51, No. 1, 2011 年 3 月, pp. 20 - 21
- (5) L. E. Murr, S. M. Gaytan, A. Ceylan, E. Martinez, J. L. Martinez, D. H. Hernandez, B. I. Machado, D. A. Ramirez, F. Medina, S. Collins and R. B. Wicker: Characterization of titanium aluminide alloy components fabricated by additive manufacturing using electron beam melting, Acta Materialia, Vol. 58, Iss. 5, (2010. 3), pp. 1 887 - 1 894
- (6) L. N. Carter, C. Martin, P. J. Withers and M. M. Attallah: The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 615, (2014. 12), pp. 338 - 347