

次世代産業基盤技術研究開発

「高性能結晶制御合金」

最終研究開発評価

(下)

NEDO 図書・資料室

平成元年 5 月



010018016-5

高性能結晶制御合金後期研究開発
実績報告書（最終報告）

「超塑性合金技術に関する研究」

平成元年 3 月

機械技術研究所

研究項目名 超塑性 機構の基礎的研究

研究開発期間 後期

1. 後期研究開発の要旨

1. 1 後期研究開発の目標

Ni基超合金による新しい加工プロセスを提案するとともに、超塑性現象を非破壊試験等により解明する。

1. 2 後期各年度の実施計画のポイント

昭和60年度：種々の押出し条件が、結晶粒径に与える影響を把握する。

昭和61年度：最小の結晶粒径に調整された素材の超塑性挙動を把握し、更にNi基超耐熱合金の内部摩擦スペクトルを求める。

昭和62年度：Gatorizing法を凌駕する加工法を提案し、その本格実験を行うとともに、結晶粒粗大化のための熱処理条件を定量化する。

昭和63年度：上記加工法を更に上回る加工法を提案し、その本格実験を行う。

1. 3 後期研究開発の実績のポイント

- ① 押出しによる種々のプリフォームを受けたNi基超耐熱合金Mod. IN-100の超塑性試験を1050℃で行い、全伸びおよびm値を求めた結果、70%、1100℃押出し後、1070℃× 1時間焼なまし材が、 $2.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 付近で最大m値を有することを明らかにした。
- ② 後期に開発された新加工法は、IN-100の超塑性発現速度を先に述べたように 10^{-2}s^{-1} 台と10倍も速めるという材質の改善を行うことが、最大の鍵となっている。更に、鍛造時におけるIN-100の保温を恒温ではなく、(1) 金型材を約 600℃付近まで加熱しておく、(2) IN-100をS35C鋼材でパックし、鍛造時の温度低下をS35Cパックの中にとどめる、の 2重対策により、通常の鍛造装置でIN-100の鍛造を可能にした。
- ③ 鍛造後の結晶粒粗大化熱処理条件は、加熱温度を1200～1275℃とするのが望ましいことを明らかにした。
- ④ 内部摩擦試験によって得られた粒界緩和型ピークが、超塑性に対応することを明らかにした。
- ⑤ 粉末そのものを圧密・固化する鍛造法、すなわち押出し不要の加工プロセスを可能にした。

1. 4 残された問題点とその解決策

鍛造後の形状についてはパンケーキ状だけでなく、ボス付パンケーキ状や更に複雑な形状への本加工法の可能性を検討する必要がある

2. 後期研究開発の実績

2. 1 緒言

Gatorizing法は、Ni基超耐熱合金IN-100のタービンディスク用に開発されたもので、この技術の一番大きなポイントは超塑性材を得るための結晶粒微細化を目的とした予加工にあり、その詳細は全く公表されていない。しかし、昭和60年度、断面減少率を70%以上とし、1000~1150℃の条件で押出せば、健全材が得られ、かつ焼なましによって微細結晶粒を有するようになることを示した。

そこで、後期は上記材料を使用して、1050℃での超塑性試験を行い、全伸びおよびひずみ速度感受性指数 m 値を求め、押出しによる最適予加工条件を検討した。その結果、 $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 付近で最大 m 値の得られることが見いだされたため、引続いて、この材料の超塑性ウォームダイ・パック鍛造への適用の可否（特許出願中）について実験を行った。また、超塑性技術の最終工程である結晶粒粗大化のための熱処理条件についても検討を行った。更に、超塑性の被破壊試験という立場から、内部摩擦と超塑性の関係を明らかにした。

2. 2 実験及び解析の手法

試料は米国Homogeneous Metals社製の-325 メッシュMod. IN-100のアトマイズ粉を用いた。この粉末を大気中でSUS304のカプセル（肉厚1.5~2.5mm）に真密度比60~65%で充填し、 $6.7 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ の脱気を行い、その後密封した。次いで、このカプセルに1100℃× 900気圧× 1時間の熱間等方圧（以下、HIP）処理を施した。その後、SUS304のカプセルを機械加工により除去し、押出し時の加工度の調整およびダイスの保護のために、再度これをS35Cで封入し、ラム速度 20 mm s^{-1} で押出して供試材とした。

押出し条件およびその後の焼なまし条件は表 1に示した通りである。

なお、内部摩擦用の試験片は、HIP材を 850℃で圧延することによって作製した。

2. 2. 1 超塑性試験

上記供試材から、標点間距離を10mmとした試験片を切り出し、これを真空容器付の高周波加熱による高温用サーボパルサーを用いて、所定の温度（1050℃）に達してから10分保持後、一定引張り速度で引張った。

2. 2. 2 超塑性ウォームダイ・パック鍛造（Superplastic Warm-Die and Pack鍛造の略をとって、以下 SWAP鍛造と略記する）

比し、これは注目に値する。

2. 3. 2 SWAP鍛造

例えば、 $2.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ のひずみ速度による全高50mmの試料を15mmの高さにする鍛造を考えると、従来の超塑性鍛造によるひずみ速度では約 6分要するのが、約36秒で済むことになる。もし、この短時間における被加工材の1050℃が通常鍛造で保持できれば、金型として高価な TZMを使用する必要はなく、また TZMを大気の酸化から保護するための大がかりな真空容器も不要になるわけで、その波及効果には著しいものがある。そこで、上記被加工材の保温を（１）被加工材をS35Cでパックし、加工中におけるMod. IN-100の温度低下を防ぐ、（２）金型材にInconel713C を用い、これを約 600℃付近まで加熱しておく、の2重対策により解決し、実験を進めることにした。

使用した被加工材は表 1で示した材料 D（高ひずみ速度側で超塑性材料）で、比較のために $59 \mu\text{m}$ と、非常に結晶粒を粗大化させた材料 Gも用いることにした。

図 5は鍛造後の材料 D、Gの断面のスケッチ図を示したもので、図中の値はビッカース硬さをそれぞれの場所での 5点平均で測定したものである（図中のB.F. は鍛造前の硬さを示す）。

材料 Dの変形は、完全固着の状態で進んだため、Mod. IN-100には変形中大きなたる型変形（barreling）が生じている。しかし、それに伴う欠陥は、表面部の若干の亀裂を除いては全く観察されない。側面温度が鍛造中期付近で著しく低下したことから、これは側面のS35Cの変形応力が増し、静水圧効果を生じたためである。そして、このたる型変形に伴う大きなひずみは図 5に示したように、飽和に近い硬さとなって現われている。

材料 Gでは、初期の変形速度におけるMod. IN-100の 0.2%耐力がS35Cのそれをはるかに超えるため、材料 Dに見られたずり変形はMod. IN-100の中ではなく、上下面のS35Cの中で生じることになり、結果としてMod. IN-100は横倒しを受けることになった。材料 Gでは、鍛造後の硬さが比較的小さいことから、材料 GのMod. IN-100は鍛造中それほど大きな変形は受けていないと考えられる。もともとこのMod. IN-100は脆性材料ではあるが、このわずかなひずみによって、対角線方向での大きなき裂が生じたことは、材料 GがSWAP鍛造には全く適していないことを示している。

なお、このSWAP鍛造は粉末そのものにも適用できる。その場合、以下の二つの条件が必要となる。

① パック厚さを10mmに限定すれば、1050℃において、60MPa 以上の耐力を有するパック材

使用した装置はドーナツ型電気炉（雰囲気は大気中）をNi基合金Inconel713Cを金型材としたダイセットに組み込んだものである。これを200tf万能材料試験機のクロスヘッドとベッド間にセットし、あらかじめ金型を本電気炉の最大値である約600℃付近まで加熱保持しておき、図 1に示すS35Cでバックされた素材（側面は押出し時の封入材をそのまま利用した）を別の電気炉で1100℃×10分保持後、ただちに（2～3秒）この素材を上記金型間に装入し、 0.9mm s^{-1} 付近のベッド移動速度で鍛造を行った。なお、鍛造直前の被加工材の中心温度はおよそ1050℃であった。

2. 2. 3 結晶粒粗大化熱処理

押出し材およびHIP材を使用して、1150℃、1200℃、1250℃および1275℃の4種類の加熱温度で、また3分、15分、1時間、3時間および24時間の5種類の加熱時間で焼なましを行い、線分法でそのときの結晶粒の平均粒径を求めた。

2. 2. 4 内部摩擦と超塑性

内部摩擦の測定方法には、ねじり振動法、横振動法および縦振動法の3種類あるが、本研究では試験片の作成などで容易な両端自由振動の横振動法を採用した。装置を図 2に示す。試験片は、圧延材に1150℃×1時間の焼なまし処理を施して、結晶粒を $3.9\mu\text{m}$ に調整したもので、その後、図 3に示す長さに切り出したものを用いた。そして、これを両端から長さの20%の懸垂位置でアルミナファイバー製の懸垂線を用い、大気中で昇温速度 $2^\circ\text{C}/\text{分}$ で加熱しながら、種々の温度で内部摩擦を測定した。なお、上記20%は両端自由振動のときの振動節に相当する。

2. 3 研究開発の結果及び考察

2. 3. 1 超塑性試験

図 4は、引張り試験時の全伸びをひずみ速度に対して示したものである。

これらの図から、全伸びは材料Aのグループ→材料B、Cのグループ→材料D、Eのグループの順に向上しているのがわかる。このことは、予加工時の押出温度が1150℃を超えると良好な超塑性が得られないことを意味するものである。特に、1150℃を経験した材料B、Cのグループの高ひずみ速度側では、極端に延性が低下し始めるようになるのは実際の超塑性鍛造を行う上で致命的である。これに対し、材料D、Eのグループの高ひずみ速度側では、低ひずみ速度側同様、そんなに延性の低下は見られず、逆に材料Dにいたっては m 値が向上しているため、更に全伸びが増し、 $2.0\times 10^{-2}\text{s}^{-1}$ 付近でピークを持つことが予想される。従来のIN-100の最大 m 値が材料BおよびCと同様、 $2\sim 4\times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ であるのに

を必要とする。

②バック材をSUS304とすれば、11mm以上の厚さを必要とする。

2. 3. 3 結晶粒粗大化熱処理

図 6は、Ni基超耐熱合金Mod. 1N-100の結晶粒径を焼なまし温度および焼なまし時間に対してプロットしたものである。この図から、焼なまし温度が1250℃までは、押出し材、HIP材ともに焼なまし時間が3時間を超えた付近から、結晶粒は粗大化の傾向を示し、この傾向はHIP材の方が大きい。

次に、焼なまし温度を1275℃にすれば、1250℃以下とは異なって、粗大化の傾向は一層著しくなり、3分の加熱時間でHIP材、押出し材ともに、1250℃×24時間と同程度の結晶粒が得られる。そして、この場合も1250℃以下同様、押出し材の方がHIP材よりも粗大化の傾向は大きい。しかし、両者とも1～3時間の加熱時間で結晶粒の成長は完全に飽和に達するが、両者とも粒界に若干の溶融跡が見られるようになる。これは、たとえ結晶粒が粗大化しても機械的性質の著しい低下につながる。よって、結晶粒粗大化熱処理としては必ず1275℃以上は避けなければならない。しかし、逆に焼なまし温度を下げ過ぎ、1150℃にすると、例えば20 μ m位に調整するのに数日以上を要することになって非現実的となる。

以上から、理想的な熱処理温度は1200～1275℃になるのではないかとと思われる。

2. 3. 4 内部摩擦と超塑性

図 7は、内部摩擦の温度スペクトルの結果を示したものである。1点鎖線で示すように、高温バックグラウンドは温度に対し、単調に増大しているが、粒界緩和による内部摩擦は実線で示すように、およそ800℃付近を超えると著しく増大していることがわかる。そして、その最大ピークは最適超塑性温度である1050～1100℃に丁度一致している。なお、本試料を結晶粒径を59 μ mに調整した材料では、高温バックグラウンドのみで、粒界緩和による温度スペクトルは全く観察されなかった。

そこで、岩崎の方法を使って、図 7に現れた粒界緩和ピークの活性化エネルギー Q を求めた。結果は $358.4\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ であった。図 8は、3.9 μ m調整材における引張試験時のピーク流動応力-ひずみ速度曲線図を六つの領域に分割し、超塑性域、すなわち領域IIでの変形に要する活性化エネルギーを求めたものである。図から、活性化エネルギー Q は $344.1\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ であることがわかる。両者を比較すれば、内部摩擦試験および超塑性試験から求まる活性化エネルギーはほとんど等しい。したがって、内部摩擦試験で現れたピークは超塑性による粒界すべりと断定できる。すなわち、内部摩擦による被破壊試験から超塑性

を推定することが可能となる。

3. 国内外の同種技術の開発動向

一般に、Ni基超耐熱合金IN-100の超塑性発現温度は1050～1100℃と高く、かつその変形速度は 10^{-3}s^{-1} 台と非常に遅い。そのため、米国 P&W社は TZM (0.5%Tiおよび 0.1%Zr を含むMo基合金) と呼ばれる高価な金型材を用い、金型と被加工材を真空チャンバー内で同温度に加熱して、成形加工するというGatorizing法 (恒温鍛造法の一つ) を採用している。このGatorizing法に対抗しているのが、やはり米国で、Wyman Gordon社およびGE社の熱間型鍛造法と呼ばれる加工法である。SWAP鍛造は上記二つとは全く異なる加工プロセスである。

	Extrusion(%, °C)	Annealing(°C x 1h)
A	As HIP ———	
B	82 , 1000	1150
C	82% rolled at 850°C	1150
D	72 , 1100	1070
E	82 , 1100	—————
F	72 , 1100	—————
G	72 , 1100	1275°C x 15min

表 1. プリフォーム条件。

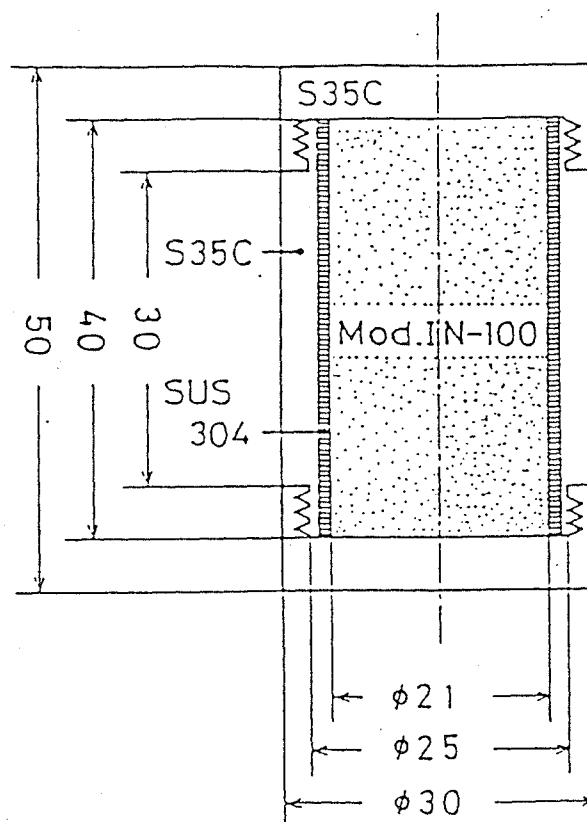


図 1. SWAP 鍛造に用いた素材の形状。

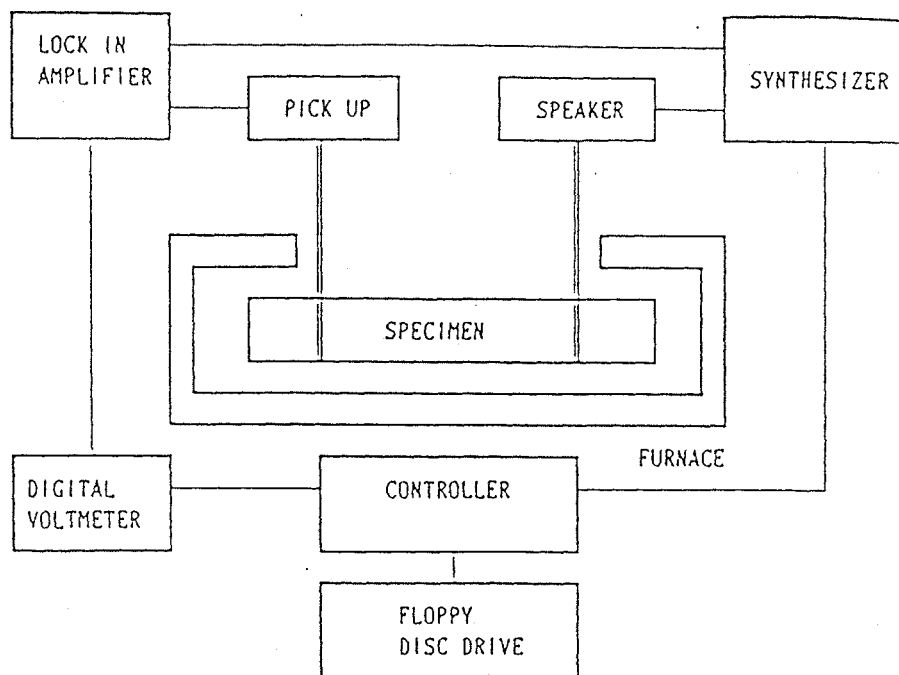


図 2. 内部摩擦試験に用いた装置。

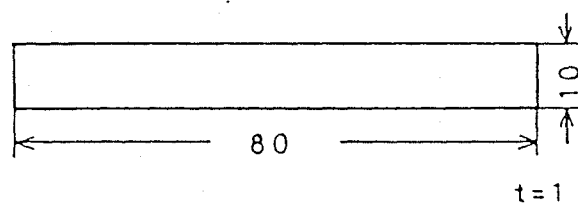


図 3. 内部摩擦試験に用いた試験片の形状。

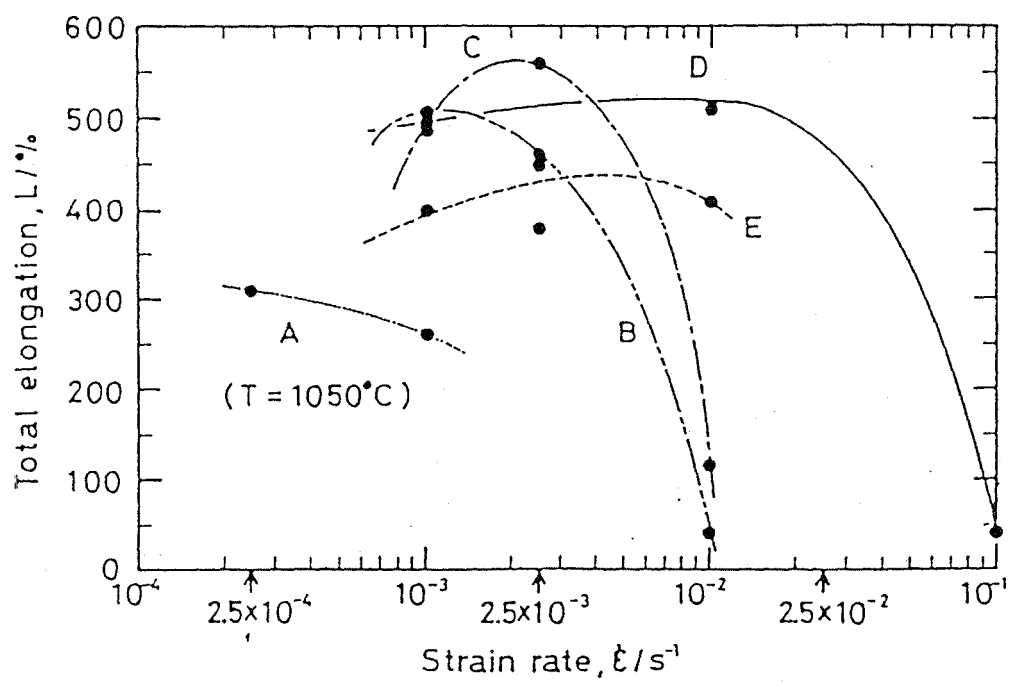


図 4. 種々のプリフォームを受けたMod. IN-100
の1050°Cにおける全伸びとひずみ速度の関係。

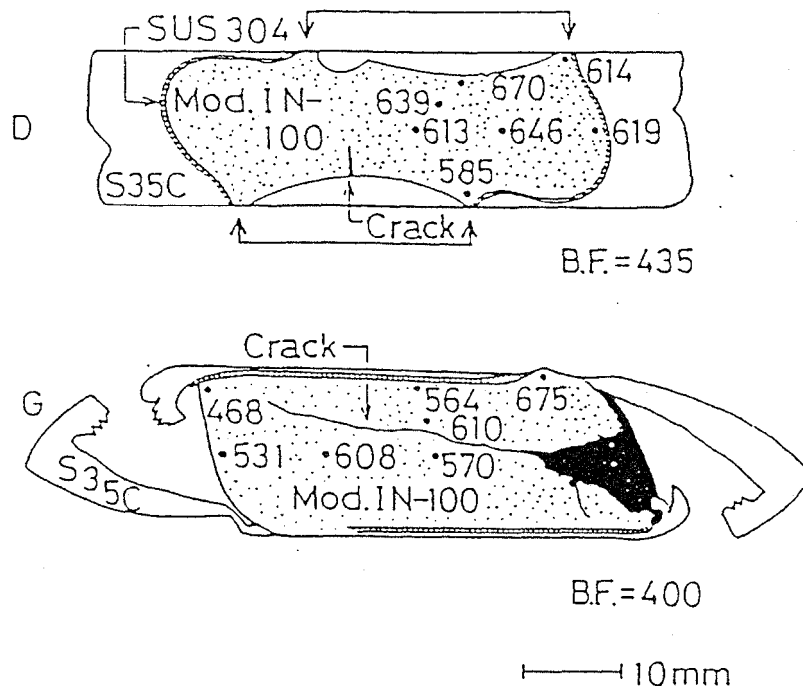


図 5. SWAP 鍛造後の断面形状と硬さ。矢印は
ずり変形を、B.F. は鍛造前の硬さを示す。

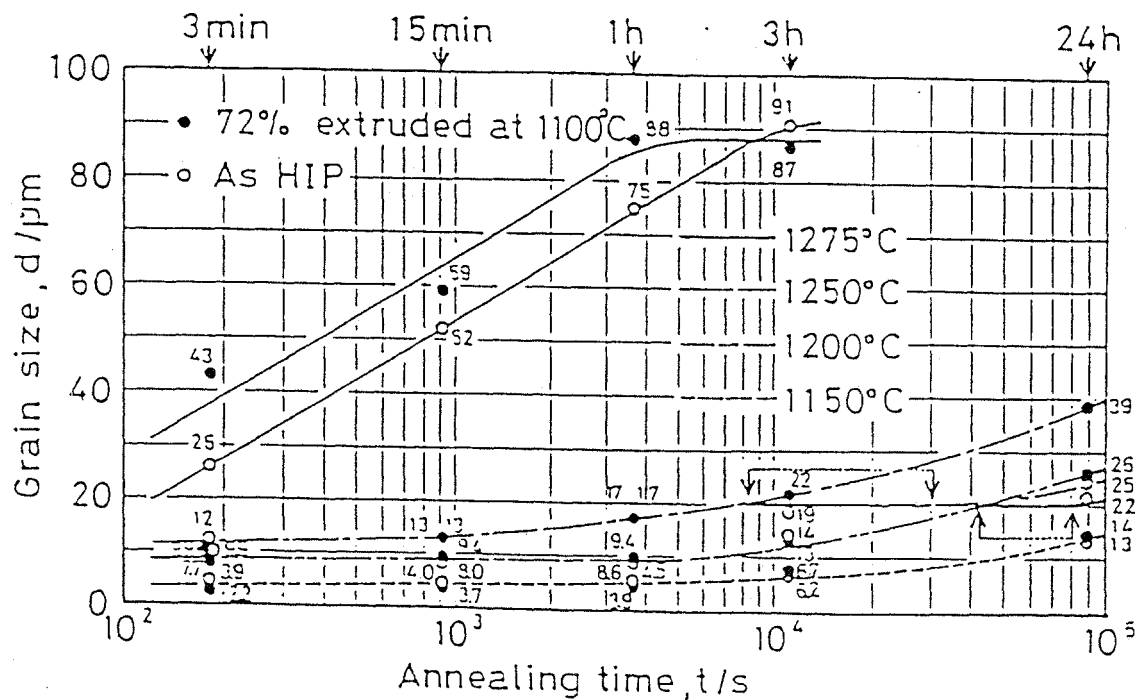


図 6. 結晶粒径に及ぼす焼なまし温度と焼なまし
時間の関係。

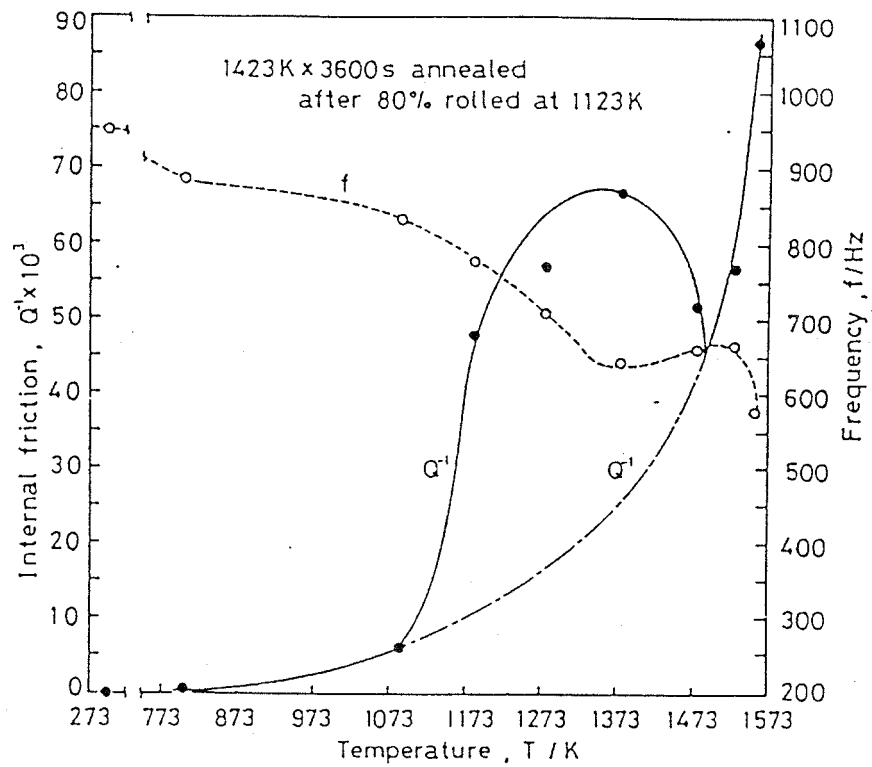


図 7. Ni基合金の内部摩擦試験による温度スペクトル。

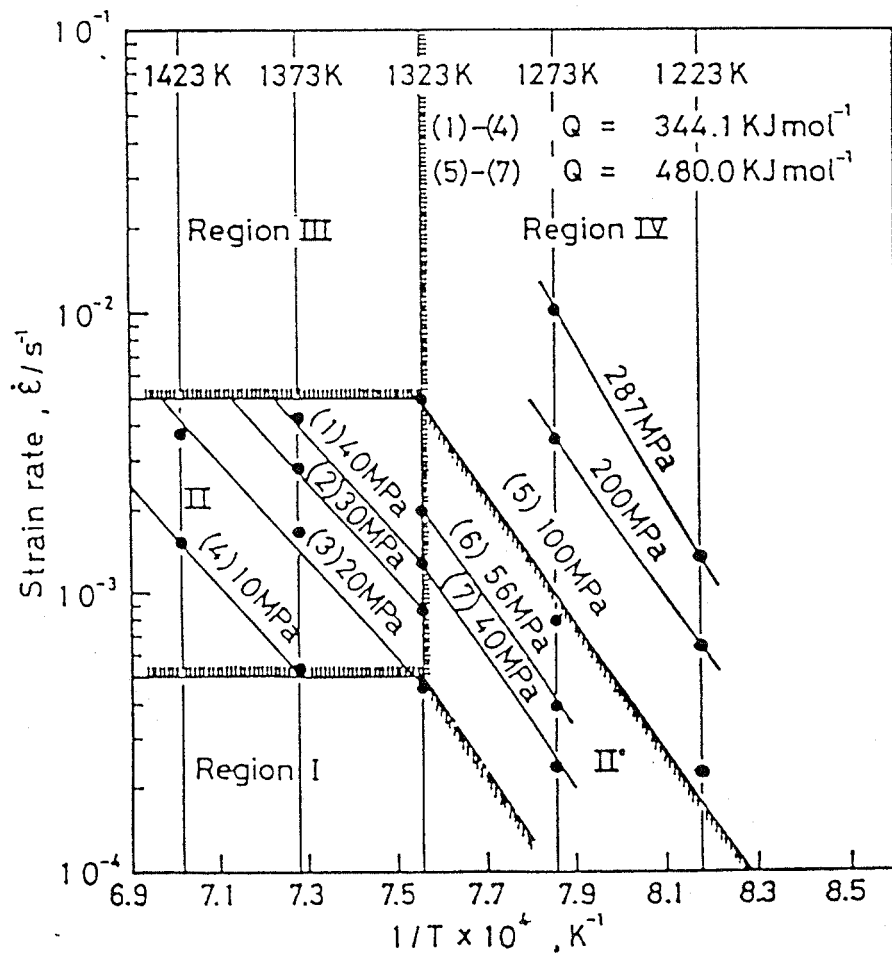


図 8. Ni基合金の超塑性変形に要する活性化エネルギー。

研究項目名 高温成形用型技術

研究開発期間 後期

1. 後期研究開発の要旨

1.1 後期研究開発の目標

複雑形状部品に対応する高温特性に優れた成形用最適型材料等を確定する。

1.2 後期各年度の実施計画のポイント

[昭和60年度]

リング圧縮試験による鍛造特性に及ぼす各種の潤滑剤及び型材の組合せの影響。

[昭和61年度]

小型複雑形状品の成形実験と型としてのセラミックスの利用可能性の検討。

[昭和62年度]

小型セラミックス型を用いた大気中成形実験による利用可能性の検討。

[昭和63年度]

実用寸法セラミックス型の設計指針の確立と製作および鍛造実験。

1.3 後期研究開発の実績のポイント

これまでのニッケル基超合金の恒温鍛造技術は、型材としてモリブデン合金を使用し、この材料が高温領域で、はげしく酸化するので、これを防ぐための大型のチャンバを配置しこの中で鍛造する方法が取られる。さらに連続した操業では、雰囲気をこわさないよう配慮した材料搬送用マニピュレータ等の高価な設備投資が必要となる。このことは、この成形技術が宇宙・航空等の特定の産業分野のみならず、各種の産業分野での成形技術の一つとして広く普及・実用化することを妨げる因子となっている。後期研究において行ったセラミックス型による大気中での恒温鍛造技術は、加熱エネルギーはやや大きく、かつ治具等の損耗も大きいとは言え、設備の簡略化および各種の作業の容易性等を考え合わせると、極めて大きな意義を持つと考える。このセラミックス型を使用する高温成形用型技術は、単に従来の金属型の設計を、そのまま当てはめることは危険であり、熱応力、成形応力等を十分考慮した設計技術が必要となる。本研究において、上記の点を考慮した複雑形状に対応した分割構造セラミックス型を提案し、大気中での恒温鍛造に使用した意義は大きい。

1.4 残された問題点とその解決策

実用寸法と言っても、今回製作したのは、型外径で250mm、インプレッション径で150mmである。この程度の寸法の製品も多いと考えられるが、さらに大型の製品に対応する必要がある。本研究で提案したセラミックス型は分割構造であり、しっかりした応力解析によれば、さらに大寸法の型設計も可能である。しかしながら、大寸法となるほど、従来の加熱方式（誘導加熱）では、型の温度制御が困難となると予想される。これに対しては、放電加工可能な特性（導電性）を利用し、型自体が発熱体となるような方法の開発が必要である。これに関連して、セラミックス材料自体の改良も必要である。この研究においては、次世代制度に参加している企業と、材料開発に関して良好な関係を保ち得たが、これらの内容は実用化研究として、一つの開発課題となると思われる。

2. 後期研究開発の実績

2.1 緒言

これまで、高温成形用型技術に関する一連の研究の中で上記の観点から、型として利用可能な材料の高温特性の検討あるいは良好な材料流動を実現させる潤滑に関する検討等を行ってきた。本研究では、これをさらに一歩進め、各種の材料を用いた鍛造型によるニッケル基超合金を被加工材とするディスク形状への成形実験を試み、型材料の違いが加工特性等にどのように影響するかを調べると共に、実用的な観点からの特性の比較を行い、セラミックス型による大気中恒温鍛造の可能性について明らかにした。

2.2 実験及び解析の手法

(1) 実験手法

恒温鍛造特性に及ぼす型材の違いの影響を小型鍛造実験により調べた。また、下記の解析に必要な材料の流動応力あるいはせん断摩擦係数等についても実験的に定量化した。型材としては、従来の恒温鍛造に使用されているモリブデン合金TZMの他にタングステン合金W-2ThO₂、鑄造ニッケル基超合金IN-100及び放電加工可能なセラミックスSiAlONを選んだ。このSiAlONは、放電加工により複雑形状の型彫りが可能であり、各種のセラミックスの中で型材として利用される可能性が高いと考えられる。図1に型形状・寸法を示す。成形品の形状は、ジェットエンジンのタービンディスクを想定して、ボスとリム付きのディスク形状を与えるものとした。図2に使用した実験装置を示す。

(2) 解析手法

恒温鍛造においては、高価な型材料を使用することから、試行錯誤的な手法は許されない。そこで、前もって鍛造時の材料流動及び加工力さらに型応力等を予測し、最適なプリフォーム形状あるいは型形状等の設計を行うことが望まれる。このためには、各種の方法が提案されているが、有限要素法によるものが広く使用される。ここでは、実用寸法型（型インプレッション径150mm）を対象として、材料流動、加工力の予測が短時間で可能な剛塑性有限要素法による方法と計算時間が長時間にわたるが、型応力等が精度良く求まる弾塑性有限要素法の二種類の方法にて計算した。解析条件は、型材料として、応力集中による破壊の可能性の高いセラミックス(SiAlON)及び被加工材としてニッケル基超合金の場合とした。これらの変形抵抗などの値は、上記実験で得られた基礎データを用いた。

2.3 研究開発の結果及び考察

(1) 単純圧縮試験

単純圧縮試験を平坦なSiAlON型を用い大気中でおこなった。試験温度は1050℃とし、変形速度は、均一変形を仮定した時のひずみ速度が一定となるように制御し、鍛造実験時のひずみ速度($2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)をはさむように数種類選択した。潤滑剤は鍛造実験と同じガラス系潤滑剤を用いた。50%の圧縮においても、たる型変形の少ない均一な変形がなされた。この点をふまえ、図3に均一変形がなされたと仮定して求めた変形抵抗・ひずみ曲線を示す。変形抵抗の値のひずみ速度依存性は大きく、ひずみが0.3での値で比較すると、ひずみ速度が $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ では、約63M

Pa(6.4kgf/mm²)であるが、ひずみ速度が一桁低い $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ では、約12MPa(1.2kgf/mm²)と非常に小さい値となるのが特徴である。

(2) リング圧縮試験によるせん断摩擦係数値

図4に本実験から得られた結果を示す。図中の記号は、表1及び2の記号と対応し、Ni記号の添えられているものは被加工材がニッケル基超合金であり、記号無しはチタン合金の場合である。

図4(a)は、型材として、TZMを用いて、潤滑剤を変えた場合である。せん断摩擦係数は水を溶媒としたガラス系が低い値(チタン合金に対し、約0.1、ニッケル基合金に対し、約0.13)を示し、グラファイト系あるいはBN系はやや高い値(チタン合金に対し、約0.3、ニッケル基合金に対し、約0.5)を示す。低い摩擦係数を与えるガラス系においては、溶剤として水を使用するものが、有機溶剤+レジンのものよりわずかながら低い値を示す。

図4(b)は、潤滑材として低い摩擦係数を与えるガラス系(TK-12759)を用いて、型材を変えた場合である。せん断摩擦係数は、高融点金属系のタングステン型及びモリブデン型が低い値を示し、それらの型材料間における違いはほとんど見られない。ニッケル基合金系の型はやや高いせん断摩擦係数値を示すが、材料による違いはやはりほとんど見られない。BN型においては、せん断摩擦係数はかなり高い値を示すが、これはリングが型に食い込んでいるためである。SiC型においては、比較的低い摩擦係数値(チタン合金に対し、約0.2、ニッケル基合金に対し、約0.25)を与えるが、高融点金属型における値よりやや高い値を示す。この理由としてSiC型のチッピングの発生の影響が考えられる。SiAlON型においては、高融点金属型と同等のせん断摩擦係数(ニッケル基合金に対し、0.12)が得られ、SiC型において発生したチッピングは発生しない。この理由として、SiAlONがSiCに比べ靱性値が大きいことがあげられる。

(3) 鍛造実験

(a)最適被加工材寸法の検討 低い加工力で欠陥なく完全充満が可能な適正な被加工材寸法を検討するために、3種の寸法($H_0/D_0=0.20, 0.36, 0.76$)の被加工材の鍛造実験を行い、その加工力と変形について調べた。

鍛造中の材料流動の仕方(変形様式)は、図5に模式的に示すように説明できる。すなわち、高さ・直径比の大きい($H_0/D_0=0.76$)被加工材(図5.a)では、まずディスク部のすえ込み変形が主となる変形様式で進行するが、被加工材中央部の材料はあまり変形を受けないので、型ボス部の材料充満が起き、その後、リム部への材料充満が始まる変形様式となる。しかしながら、加工中に被加工材側面に折れ込みが発生し欠陥となる。一方、高さ・直径比の小さい($H_0/D_0=0.20$)被加工材(図5.c)では、被加工材の直径が型ディスク部の直径より大きいので、リム部とボス部への材料流動が同時に始まるが、リム部へ材料が主として流出するので、上下の型が接触する以前に型キャビティよりガター部への材料流出が起き、フラッシュ(バリ)が形成され、その後、ボス部へ材料が充満して行く変形様式となる。このため、ボス部の材料充満が未完了となる。この二者に対し、その中間の高さ・直径比($H_0/D_0=0.36$)を持つ被加工材(図5.b)においては、リム部とボス部への

材料充満がほぼ同時に起き、フラッシュの形成もごく小さく、折れ込み等の欠陥のない健全な製品が得られる。充満時の加工力は、約49kN(5000kgf)であり、背の高いあるいは低い被加工材のそれに比べ低い値を示す。これらの結果から、健全な製品が得られる適正な被加工材寸法が存在することがわかる。

(b)加工特性に及ぼす型材料の違い 上記の検討結果に基づき、適正な寸法と考えられる被加工材($H_0/D_0=0.36$)を用いて、型材料の違いによって加工力あるいは変形様式に違いがあるかを検討した。しかしながら、どの場合においても完全充満が達成され、その加工力の変化の仕方及び充満時の加工力の値には、ほとんど差が見られなかった。これらの点より、被加工材の加工力と変形には型材料の違いは、ほとんど影響しないことが確認された。しかしながら、型においては割れ等の欠陥が発生したので次に述べる。

(c)型の破損とその対策 TZMあるいはW-2ThO₂型の場合においては、各種の実験中、型の破損等はまったく起きずに成形が可能であった。IN-100鋳造型の場合は、被加工材が、ほぼ同一成分のMod. IN-100材であり、低い変形抵抗を持つとは言え、これまでニッケル基超合金の恒温鍛造型に使用された例はなく、型として機能するかどうか危ぶまれた。しかしながら、問題なく成形が可能であった。なお、型材として用いたIN-100鋳造材の恒温単純圧縮試験を行った結果、0.2%耐力として、温度1050℃において、約245MPa(25kgf/mm²)の値が得られた。この値は、TZMのその条件での0.2%耐力(約410MPa)に比べ低く、被加工材の変形抵抗の高いひずみ速度依存性を考え合わせると、より複雑で拘束係数の大きい成形の際には加工速度等に十分注意して使用する必要があると考えられる。SiAlON型の場合、被加工材が型の中心に適正に配置されれば、問題なく成形が可能である。しかし、この被加工材には位置決め用の突起等がついていないので、被加工材が、たまたま型中心に対し偏心して置かれ、材料流動が軸対称から大きく外れると、リム部に非軸対称に流出した被加工材は型外周部で拘束され、被加工材は中心軸方向へ逆流する。このため、型外周部及びディスク部に過大な応力が作用し、その一部が破損することがあった。このことから、これらの部分では、引張り応力に弱いセラミックスにとってかなり厳しい応力状態になっていると考えられる。すなわち、放電加工ができ、型製作に適するセラミックスといっても、従来の金属型の設計を直ちに流用して製作するのは危険であることを示唆している。そこで、型外周部及びディスク部の隅部の半径を大きくし、成形時に型に作用する応力を緩和することを目的とするSiAlON型を試作し、実験に供した。その結果、実験時に起きる程度の非軸対称の材料流動が起きても、型が破損する等の現象は発生しなかった。このような応力集中を緩和するような型設計は、特にセラミックス型において有用と考えられる。

(4)鍛造特性の実用面からの比較・検討

前節にて、加工特性の面からの検討を行ったが、実用的な観点から見ると、それは、鍛造特性の一部にすぎず、他の実用的特性にも着目し、さらに検討を加える必要がある。

各種の型材料を用いた恒温鍛造の得失に関する検討結果をまとめ、表3に示す。

表中の記号◎、○、△、×は、定性的な指標であり、特性に優れるもの(◎)から劣るもの(×)までを表わしている。TZM型を使用し雰囲気下あるいは真空下で行う方式(A, B)は、加熱エネルギーも比較的小さく、極めてクリーンな環境下での作業が可能である。このような方式は、高温加工中に起きる材料へのわずかな酸素等の不純物の侵入等を嫌うことも多い電子材料部品等の成形技術として利用される場合は、必須のものと考えられる。より高温での加工が必要な場合には高温強度に優れるタングステン型を使用した方式(C)が有用であると考えられる。しかしながら、見方を代え、そのために、排気装置、チャンバ、さらには工業的に重要な連続操業を行う上で欠かせない材料搬送用マニピュレータ等の高価な設備が不可欠であり、この技術が、非常に高価な特殊な用途の製品にのみに利用される成形技術として留まり、いわゆる難加工材の成形技術の一つとして、広く普及・実用化することを妨げる因子となっていることは否めない。このような点を考慮すると、加熱エネルギーはやや大きく、かつ治具などの損耗も大きいとは言え、設備の簡略化及び各種の作業の容易性等を考え合わせると、大気中での恒温鍛造作業が可能な鍛造方式(D, E)の利用は、恒温鍛造の実用化と言う意味でかなり重要であるとする。特に、セラミックス型は、耐酸化性に極めて優れており、材料特性を考えた使い方が必要であるが、ニッケル基超合金等の難加工材の恒温鍛造法の実用化の上で有用な材料となり得ると考える。

(5) 実用型の設計

(a) 材料流動・型応力解析 型材として、セラミックスを使用する場合には、型応力の予測が型設計上非常に重要となる。解析は、剛塑性有限要素法及び弾塑性有限要素法の二種類の計算を行った。分割は型材を563要素、被加工材を122要素に分割し、要素の変形に応じ要素の切り直しを行っている。図6に、変形初期の相当応力と相当ひずみ分布を示す。また、鍛造が進行するにつれ、型の円周方向及び半径方向の引張り応力ひいては引張りひずみは大きな値を示す。本解析には、破壊基準として、モール・クーロンの破壊条件式は定式化されているが、セラミックスの破壊基準に関する研究が進展すれば、精度の高い破壊条件を解析に組み込むことは容易である。

(b) 実用型設計と試作 上記の解析を参考にして、セラミックス(SiAlON)により外形寸法250mmの実用型の試作を行った。高い引張り応力値を示す半径方向と円周方向を分割方向として各方向の応力緩和を目的とする型の試作を行った。図7に、その外観を示す。一体構造に比較して分割面の設計が、型製作の上で問題となった。

(c) 鍛造実験 上記にて製作した型にてチタン合金(Ti-6Al-4V)の粉末HIP材の鍛造実験を行い、分割構造による実用寸法型の利用可能性について検討した。鍛造は大気中で温度900℃とした。その結果、円周方向に分割した型は、加熱冷却時の熱応力のため破損しやすいが、半径方向に分割した型は、破損無しに鍛造成形が可能であり、図8に示すように型セグメント間のバリの発生も比較的少なく良好な製品が得られた。

(6) まとめ

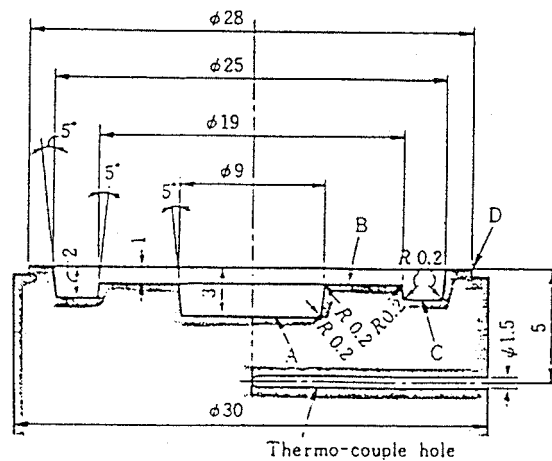
ニッケル基超合金を被加工材とする成形実験及び解析を行い、実用的な観点も含め、鍛造特性の比較及びそれらを用いた恒温鍛造技術の利用の可能性について検討を行った。その結果、次のことがわかった。

- 1) 型周囲に金属製の治具及び均熱管を配置することにより、セラミックス型を使用した場合でも、被加工材周囲の温度が一様に近い良好な温度分布が得られる。
- 2) 加工力及び材料流動は、型材料の違いには、ほとんど影響を受けない。
- 3) IN-100 鑄造型あるいは放電加工可能なセラミックス SiAlON 型が利用可能であり、完全充満までの成形が可能である。
- 4) しかしながら、セラミックス型においては、金属型の設計を流用することは危険であり、引張り応力が集中する型隅部等の曲率半径を大きくすること、あるいは応力集中部にて分割構造とすることが必要となる。
- 5) 上記のセラミックス型の設計基準となる鍛造時の材料流動及び型応力の解析を有限要素法により解析し、鍛造時の型応力を定量化した。
- 6) セラミックス型を使用する場合には、大気中での恒温鍛造成形が可能であり、チャンバなどの高価な設備が不用となる。
- 7) また、各種の型材料を用いた恒温鍛造における鍛造特性を定量的に明らかにし、その得失について検討した。
- 8) 半径方向に分割構造とした外径 250mm のセラミックス型により、大気中での鍛造成形が十分可能であることを明らかにした。

3. 国内外の同種技術の開発動向

モリブデン型を用いる恒温鍛造技術は、チャンバ・マニピュレータ等の高価な設備投資が必要であり、恒温鍛造実用化の上でのネックとなっている。このため、モリブデン型に代わり得る型材の探索が急務である。セラミックスは、高温特性等の点で有望な材料であるが、複雑形状への加工性の問題さらには脆性材料であること等から、開発は遅れている。セラミックスの型材への応用としては、応力状態の単純な冷間引抜き型のチップとしての利用（日立金属）が実用化した唯一の例である。高温成形型としては、小型かつ単純な円柱状の型としての利用可能性の研究が、ドイツ BBC、広島大、名工試にておこなわれているが、本研究のような応力状態の複雑な複雑形状成形型としての利用の検討はなされていないのが現状である。このような点から、むしろ本研究は、関係各方面から大いに注目されている。

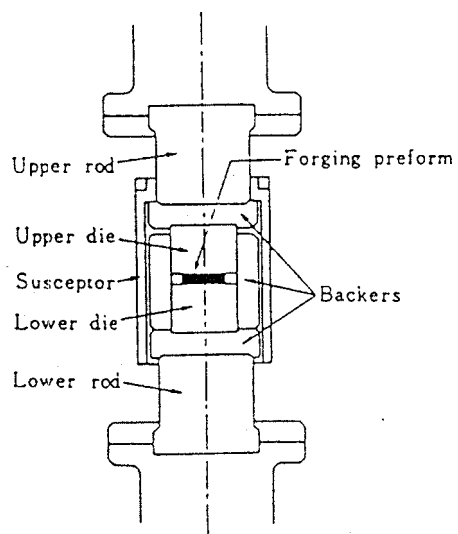
高温成形用型技術図表



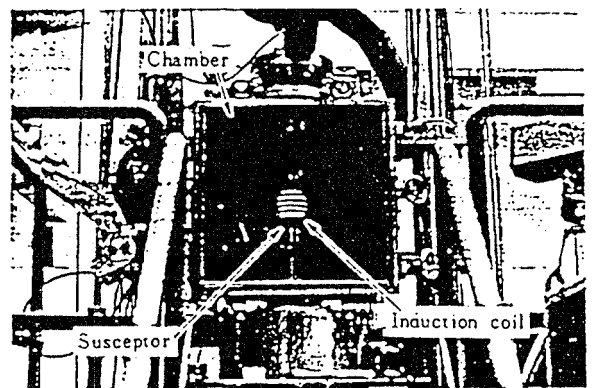
A : Boss section. B : Disk section.
C : Rim section. D : Gutter section

Die profile for forging disk with boss and rim.

図1 鍛造型の寸法・形状

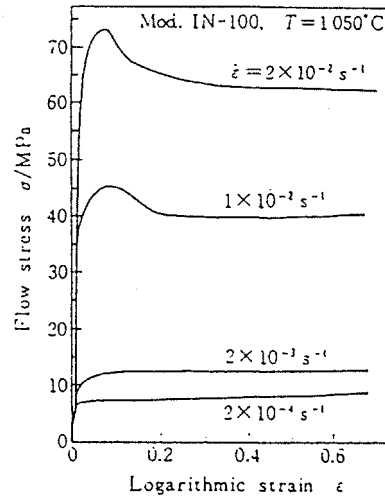


Structure of forging apparatus.



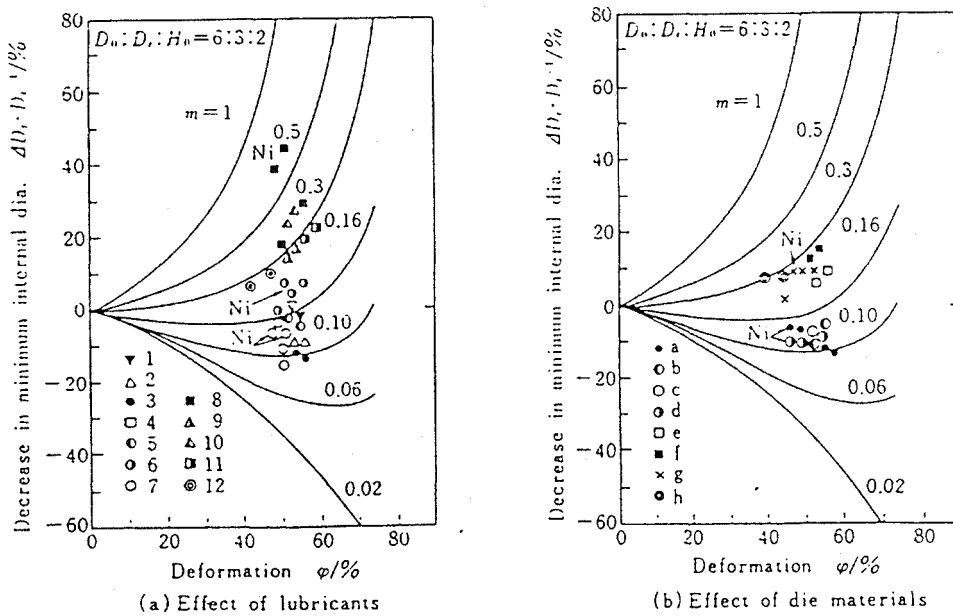
Appearance of testing apparatus during forging.

図2 実験装置



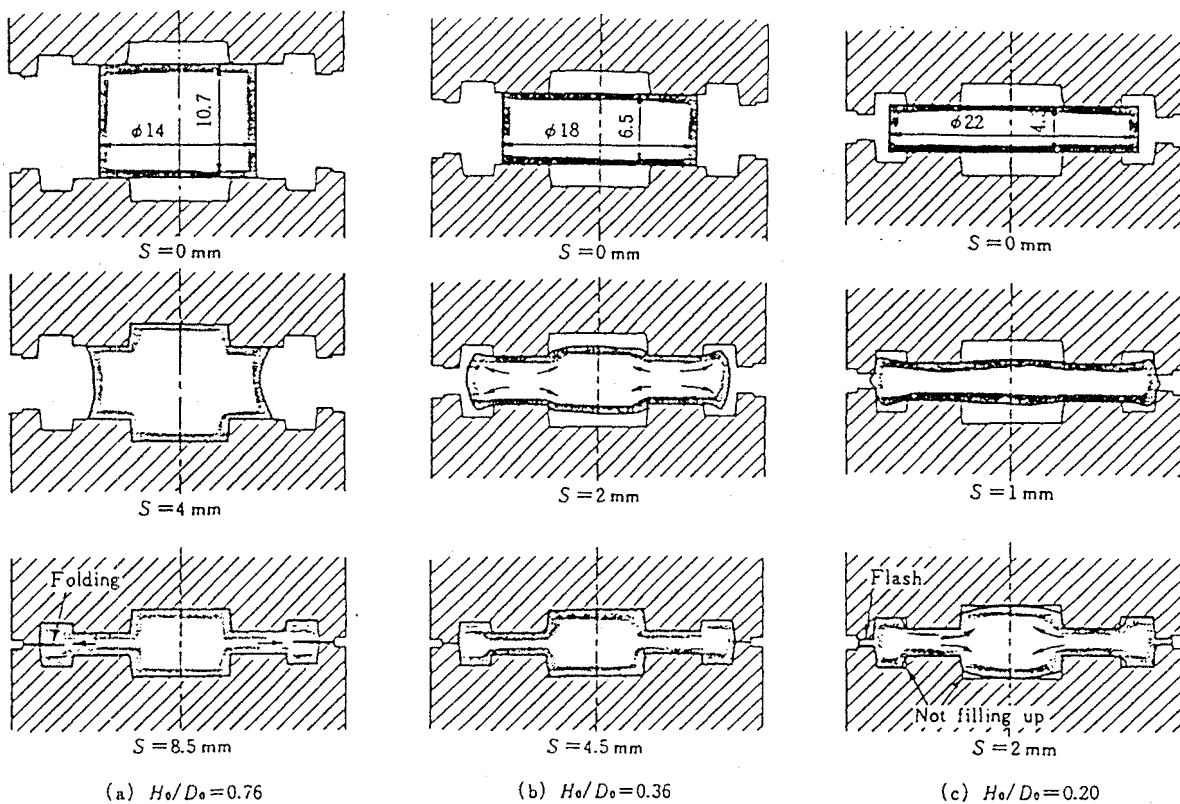
Stress-strain curves for Mod. IN-100 obtained from isothermal simple compression.

図3 変形抵抗・ひずみ曲線



Frictional shear factors obtained by isothermal ring compression. Material marks shown by numbers or alphabets in figure correspond to those in table 2, 3 and Ni mark points show Mod. IN-100 ring specimen and other no mark points show Ti-6Al-4V.

図4 せん断摩擦係数值



Schematic flow patterns in forging for different size preforms with constant volume.

図5 変形様式

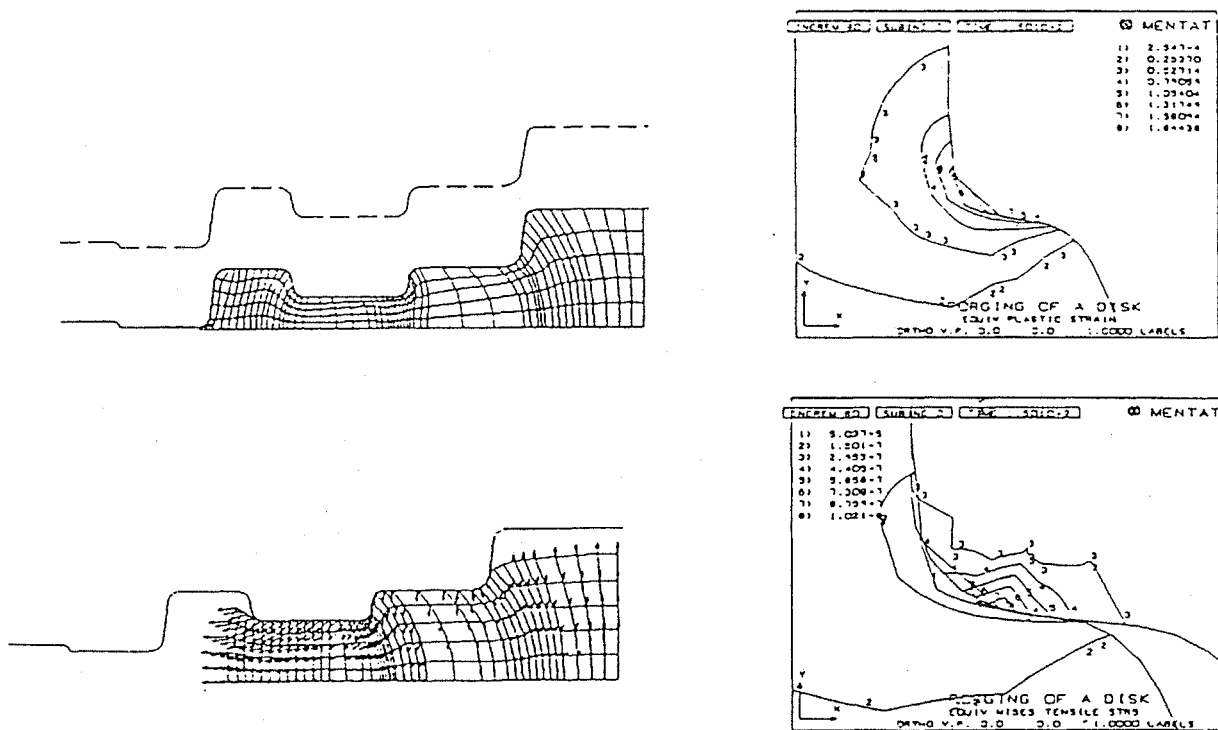
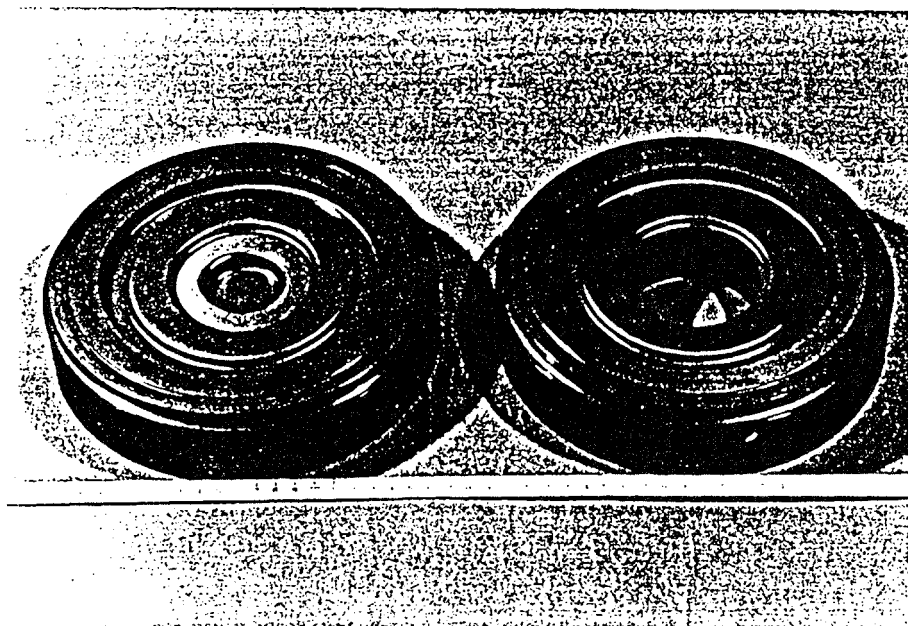
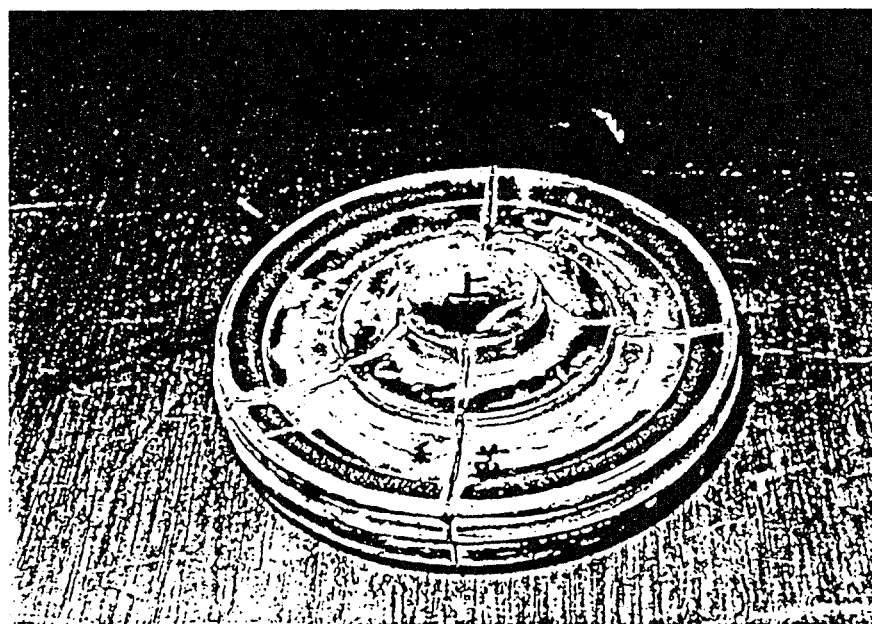


図6 有限要素法による解析結果



Appearance of ceramic die in actual use
Outer diameter of 250mm

図7 実用寸法セラミックス型



Forging product by ceramic dies

図8 セラミックス型による恒温鍛造品

表1 使用した型材料

Die materials used.

Comp./%		C	Ni	Cr	Mo	V	Co	Ti	Al	B	Zr	W	Fe	Others	Processes
Material															
Refractory metals	a TZM	0.1 ~0.4			Bal.			0.4 ~0.6			0.5 ~0.9				Powder ↓ CIP ↓ Sinter
	b TZC	0.7 ~1.3			Bal.			1.0 ~1.4			0.25 ~0.35				
	c MHC	0.6 ~0.7			Bal.									Hf 1.0~1.2	
	d W-2ThO ₂											Bal.		ThO ₂ 2.0	
Super alloys	e IN-100	0.2	Bal.	9.3	3.1	0.9	14.7	5.0	5.5	0.015	0.07		0.60		Cast
	f TRW-NASA-VIA	0.04	Bal.	6.0	2.0		7.5	0.95	5.6	0.01		5.7		Ta 6.5, Re 0.2 Hf 2.0, Cb 0.5	
Ceramics	g SiC														Hot press
	h BN														Hot press hep structure

表2 使用した潤滑剤

Lubricants used.

Glass		Graphite		BN
1 Deltaglaze 19 (w)	5 Deltaglaze 27 (re+xy)	8 Deltaforge 21 (w)		12 TK-12497 (w)
2 Deltaglaze 69 (w)	6 Deltaglaze 349 M (re+iso)	9 Deltaforge 31 (w)		
3 TK-12759 (w)	7 Deltaglaze 29 (w)	10 Deltaforge 144 (w)		
4 Deltaglaze 347 M (iso)		11 Deltaforge 182 (w)		

(Carrier and binder) w : water, iso : isopropanol, xy : xylene, re : resin.

表3 恒温鍛造特性

Isothermal forging properties using various die materials.

	Atmos- phere	Die material	Die strength $\sigma_{0.2}$	Frictional shear factor	Die filling	Oxidation of die	Oxidation of backers	Removability of lubricant	Chamber	Heat power consumption
A	Ar	TZM	410 MPa 1 050°C	0.13	◎	◎	◎	◎	Need	100V × 45A = 4.5 kW
B	Vacuum	TZM	410 MPa 1 050°C	0.13	◎	◎	◎	◎	Need	78V × 34A = 2.65 kW
C		W-2ThO ₂	450 MPa 1 050°C	0.13	◎	◎	◎	◎	Need	77V × 33A = 2.54 kW
D	Air	IN-100	245 MPa 1 050°C	0.15	◎	△	×	×	No	117V × 48A = 5.62 kW
E		SiAlON	3 200 (c) 830 (b) MPa, RT	0.12	◎	◎	×	○	No	118V × 49A = 5.78 kW

c : Compressive strength, b : Bending strength, RT : Room temperature, Good : ◎—○—△—× : Bad.

研究項目名 結晶制御技術（固液共存撹拌法による結晶組織微細化制御技術の開発）

研究開発期間 後期（昭和60年4月－昭和61年3月）

1. 後期研究開発の要旨

1. 1 後期研究開発の目標

Ni基開発合金の結晶粒径を $10\mu\text{m}$ 以下にする。

1. 2 後期各年度の実施計画のポイント

（1）昭和60年度実施計画のポイント

模擬合金の結晶粒径を $10\mu\text{m}$ 以下にする。

1. 3 後期研究開発の実績のポイント

（1）回転速度 10000rpm で回転撹拌凝固したAl-17%Si合金の結晶粒径は、 $16\pm5\mu\text{m}$ である。

（2）回転速度 4200rpm で回転撹拌凝固したNi基開発合金TMP-3の結晶粒径は、 $66\pm14\mu\text{m}$ である。

（3）回転速度 3600rpm で回転撹拌凝固したCu-10%Al-4%Fe合金は、試験温度 750°C 、ひずみ速度 $0.93\times10^{-4}\text{s}^{-1}$ の高温引張試験で伸び294%を得た。

（4）回転速度 4200rpm で回転撹拌凝固したNi基開発合金TMP-3は、試験温度 1100°C 、ひずみ速度 $1.67\times10^{-4}\text{s}^{-1}$ の高温引張試験で、伸び91%を得た。

1. 4 残された問題とその解決策

後期研究開発は1年計画であったので、回転速度 10000rpm で模擬合金の超高速回転撹拌凝固ができる連続粘鋳造装置の試作と模擬合金の 10000rpm 回転撹拌凝固実験で終了した。目標のNi基開発合金の結晶粒径 $10\mu\text{m}$ 以下は、この連続粘鋳造装置をNi基超合金用に改造することによって達成するものと考えられる。

2. 後期研究開発の実績

2. 1 緒言

高速回転撹拌凝固により金属材料のミクロ組織を均質微細化し制御する技術を開発する。

2. 2 実験及び解析の手法

真空容器下部に設置された加熱炉の坩堝中で供試合金を溶解後、炉直上のシャッ

ターを解放して、坩堝昇降機構で供試合金を上昇させ、真空容器上部の水冷外筒内で同溶湯を急冷しつつ、同合金の凝固開始から凝固終了直前まで高速回転撹拌を続行した。こうして得られた合金塊の組織観察及び高温引張試験を実施した。

2. 3 研究開発の結果及び考察

結晶粒微細化については、次のような結果が得られた。

- (1) 回転速度10000rpmで回転撹拌凝固したAl-17%Si合金の結晶粒径は、 $16 \pm 5 \mu\text{m}$ である。
- (2) 回転速度4200rpmで回転撹拌凝固したNi基開発合金TMP-3の結晶粒径は、 $66 \pm 14 \mu\text{m}$ である。

Ni基開発合金TMP-3でも、回転速度10000rpm以上で回転撹拌凝固すれば、結晶粒径10 μm 以下の可能性は大きいものと考えられる。

また、高温延性については、次のような結果が得られた。

- (1) 回転速度3600rpmで回転撹拌凝固したCu-10%Al-4%Fe合金は、試験温度750°C、ひずみ速度 $0.93 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の高温引張試験で伸び294%を得た。
- (2) 回転速度4200rpmで回転撹拌凝固したNi基開発合金TMP-3は、試験温度1100°C、ひずみ速度 $1.67 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の高温引張試験で、伸び91%を得た。

この結果より、回転速度10000rpm以上で回転撹拌凝固したNi基開発合金TMP-3の結晶粒径10 μm 以下になるとすれば、超塑性は発現擦るものと考えられる。

3. 国内外の同種技術の開発動向

3. 1 国内の同種技術の開発動向

①開発機関名及びプロジェクト名

開発機関名は(株)レオテック、プロジェクト名は「半凝固加工技術の研究開発」である。

②開発期間

昭和63年度-昭和68年度(6年間)

③開発費

30億円

④研究開発内容及び達成レベル

昭和63年度より開始された国家プロジェクトであるので、現在のところ実験装置の概念設計と、機械技術研究所においてパッチ式練力攪拌小型試験装置でレオキャスト法を発展させた粘鋳技術の技術指導を受けている。

3. 2 国外の同種技術の開発動向

(1) Royal Institute of Technology (R I T)

攪拌技術を実験室規模で基礎研究している。

(2) Centre de Recherches Metallurgiques (C R M)

ブルームの極低温鋳造技術の開発を実機実験規模で実施している。

(3) Pechiney

ダイカスト、押出しへの適用を一部実機実験規模で5年間実施して、現在中断している。

(4) Aachen 工科大学

ストリップキャスターへの適用を計画中であるが、本格的な研究はこれからである。

(5) M I T

現在は、複合材料をコンポキャスト法で創製する研究が実験室規模で行われている。

(6) Drexel 大学

攪拌技術を実験室規模でN A S Aと共同でN i基超合金の基礎研究している。

(7) Dow Chemical

現在、Mg合金のInjection Moldingを実験室規模で行い、2年後の実機化計画に備えている。

高性能結晶制御合金後期研究開発
実績報告書（最終報告）

「超合金微粒粉末製造技術」

平成元年 3月

大 同 特 殊 鋼 株 式 会 社

研究項目名：超合金微粒粉末製造技術

研究開発期間：後期

1. 後期研究開発の要旨

1. 1 後期研究開発の目標

複雑形状品に対応し、「開発合金」で成形性及び超塑性鍛造性に優れた微粒粉末（「開発粉末」）の調整技術を確立し、特性評価を行う。

1. 2 後期各年度の実施計画のポイント

（1）昭和60年度

50kg溶解規模のLHC遠心噴霧実証装置を設計・製作し、噴霧試験を行うとともに粉末後処理装置を組合わせて、超合金粉末製造技術の基礎造りを行う。

（2）昭和61年度

50kg溶解規模のLHC遠心噴霧実証装置を用い、ディスク回転速度及びディスク材質を選定し、粉末形状及び焼結体の加工特性を評価項目として、粉末製造条件を確立する。

（3）昭和62年度

従来の50kg高周波真空誘導炉（VIF）に代わり、2tonVIFにより開発合金（TMP-3）母材を溶製試作し、製造コストの低減を図るとともに、50kg溶解規模のLHC遠心噴霧実証装置を用いて開発合金粉末を試作し、粉末形状、粒度分布及びその焼結体の加工特性を評価して、粉末製造条件を確立する。

（4）昭和63年度（上期）

従来の小鋼塊母材に代わり、2tonVIFにより中鋼塊母材溶製試作し、歩留りの向上、製造コストの低減を図るとともに、LHC遠心噴霧実証装置により開発合金粉末の試作を図り、協同研究機関へ供給する。

（5）昭和63年度（下期）

LHC遠心噴霧技術で得られた開発粉末の性状を調査するとともに「HIP超塑性鍛造」プロセスを可能とする要因ならびにその条件等を調査する。

1. 3 後期研究開発の実績のポイント

(1) LHC 遠心噴霧実証装置の設計・製作

① 溶解規模の大型化

30φディスク1個(20kg～30kg規模)採りに対応して、5kg溶解規模の小型LHC遠心噴霧試験装置に代わり、50kg溶解規模のLHC遠心噴霧実証装置を設計・製作した。

② 注湯方式の改良

注湯方式を傾動方式から底注ぎ方式に改良し、溶湯への耐火物などの非金属粒子の混入を防止を図った。

③ ディスク回転数の増大

エアータービン駆動方式の高速スピンドルの採用により、ディスク回転数が従来の15,000rpmから25,000rpm以上に増速された。その結果、粉末の細粒化が可能となり目標を達成した。

(2) 粉末製造技術

① メルティングストックの溶製技術

前期の50kgVIFによる小鋼塊母材の溶製に代わり、実用規模の2tonVIFによる中鋼塊母材の溶製を行い、高品位のメルティングストック溶製技術を確立するとともに、前期の小鋼塊母材に比べ単位重量当り50%以上のコスト低減ができた。

② 噴霧技術の最適化

噴霧ディスク材質として、1,400℃以上の高温の注湯にさらされる耐熱衝撃性、耐熱性、耐溶損性などの熱的強度とともに、10,000Gを超す高遠心力にも耐え得る機械強度が必要であり、種々の材質のディスクを製作して実験した結果、高速回転域での安定した噴霧が可能となった。

③ 高速スピンドルの改善

噴霧初期の注湯負荷による回転数低下防止として、フライホイールを装着し慣性力の増大を図るとともに高速ベアリングの選定とその冷却方式を改善することにより高速回転域での長時間噴霧を可能とした。

(3) 試作粉末の特性評価

LHC遠心噴霧実証装置による高速回転域の噴霧で得られた開発粉末の性状を調査するとともに、焼結体を試作しその超塑性特性を評価した。

1.3 残された問題点とその解決策

LHC遠心噴霧技術で得られる粉末で、「HIP-超塑性鍛造」、「HIP-熱間押出し」等のプロセスに適合する粉末性状等の要因とその条件を調査するとともに、その結果にもとづき実体ディスクの試作および応用技術の確立に対応した高速回転域での安定した長時間連続噴霧技術の確立（設備改善要）と超合金微粒粉末の一貫製造プロセスの見直しが必要である。

2. 後期研究開発の実績

2. 1 諸 言

後期の研究開発においては、試作鍛造部品の複雑化、大型化に対応して大量の試作粉末を協同研究機関へ供給すべく、前期の研究開発結果を踏まえて噴霧条件と粉末の冷却速度が独立して制御でき、かつ急速凝固が可能な50 kg溶解規模のLHC (Liquefied Helium Cooling) 遠心噴霧実証装置を設計、製作した。このLHC 遠心噴霧実証装置により、開発合金(「TMP-3」)の噴霧実験を行い、粉末の試作ならびに噴霧用ディスク材質の選定、適正化試験を実施し、粉末製造条件をほぼ確立した。

また、試作した粉末の特性を評価するとともに、合計約300 kgの粉末を協同研究機関へ供給した。

2. 2 実験及び解析の手法

(1) LHC 遠心噴霧実証装置の設計・製作

実用規模の小型ジェットエンジン用タービンディスクの製造に必要な粉末重量約30 kg/個に対応するため溶解・噴霧規模を50 kgとし、溶解炉やタンディッシュからの非金属成分の混入を低減するために、溶解炉のるつば底部に注湯ノズルを装着した底注ぎ法を開発した。噴霧ディスクの回転速度は最頻出粒径が80 μ m以下となるように25,000 rpm以上を目標とした。

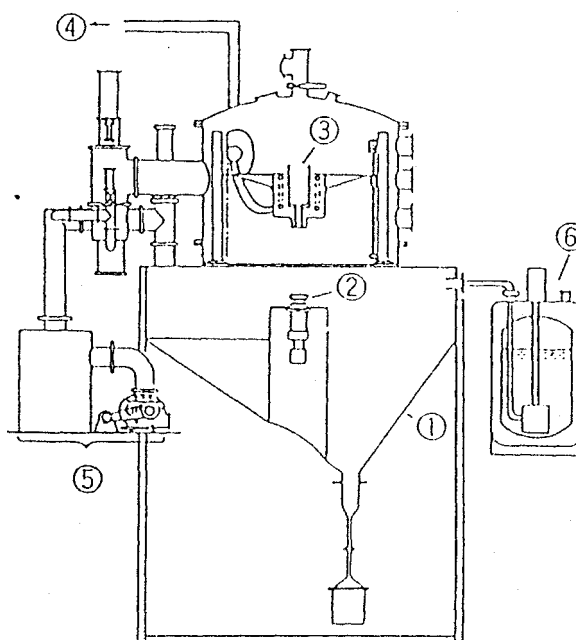
液体ヘリウム供給装置は、ヘリウム導入速度を増減できる構造とし、機械式ポンプによる強制導入法を採用した。以上の仕様を表-1にまとめて示す。

またLHC 遠心噴霧実証装置の概略図を図-1に示す。

溶解部は50 kgの超合金を溶解できる高周波誘導炉とし、耐火物からの汚染防止と浮遊スラグの巻込みを低減するため底注ぎ方式を採用した。溶解るつばは注湯ノズルとディスクとの距離を縮め、注湯流のふらつきを最少限にするため2段ルツボとした。

表-1 LHC遠心噴霧実証装置の仕様概要

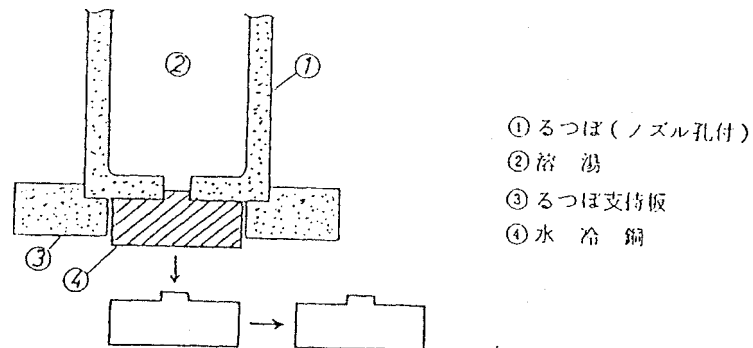
装 置 名	仕 様
1. 溶解部 噴霧チャンバー	$\Phi 2,000 \times 1,500$ H 水冷 10^{-3} torr以下に真空排気可能 3 kHz, 100 kW
2. 噴霧チャンバー チャンバー本体	$\Phi 3,200 \times 800$ H, 下部は円錐状 10^{-3} torrに真空排気可能 $\Phi 300 \times 500$ H, 気密容器
3. ディスク回転部 最大回転速度 エアータービン コンプレッサー ディスク径	25,000 rpm $\Phi 100$, 出力17馬力 37 kW $\Phi 90-100$
4. 真空排気装置 油拡散ポンプ メカニカル・ブース タポンプ 油回転ポンプ 油回転ポンプ (維持ポンプ)	5,000 l/sec 2,000 m ³ /hr 7,000 l/min 180 l/min
5. 液体ヘリウム供給装置 液体ヘリウム容器 液体ヘリウムポンプ	250 l 15 l/min, Max. 4 kgf/cm ²
6. 制御盤 高周波誘導炉制御盤 遠心噴霧装置制御盤 計測盤	1面 1面 1面



- ①噴霧チャンバー ②高速スピンドル ③高周波誘導炉
④高周波電源 ⑤真空排気装置 ⑥液体Hc供給装置

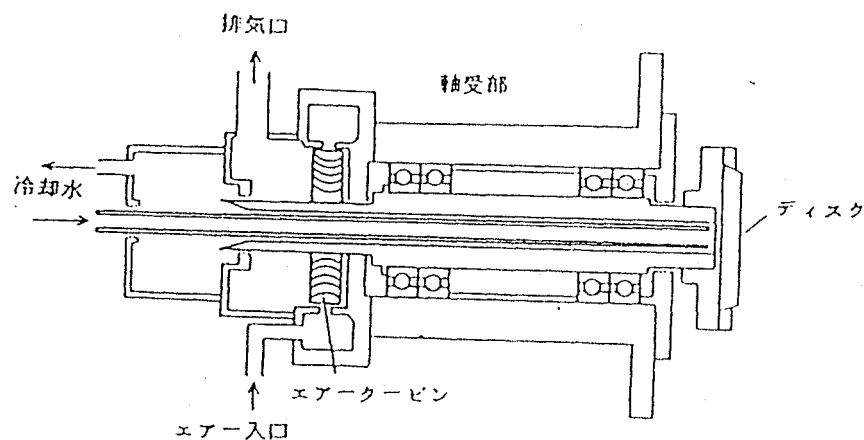
図-1 LHC遠心噴霧実証装置の概略図

図一 2 に底注ぎ法における注湯の制御法を示す。溶解時には超合金の共金で作った突起付きの水冷式ストッパーをノズル下部に密着させる。そして注湯時には、このストッパーを一ど引下げてから回転機構により横へ逃がすシーケンス作動を行わせる。



図一 2 注湯ノズルの構造

遠心噴霧法により最頻出粒径が $80\mu\text{m}$ 以下の微粒粉末を得るためには噴霧ディスク径 90mm を使用した場合、ディスク回転速度は $25,000\text{rpm}$ 以上が必要となる。また、遠心噴霧時の偏荷重は避けがたいため、遠心力による極めて大きな偏荷重が作用する。このため、ディスク回転のためのスピンドルのシャフト及び軸受はこの偏荷重に耐える強度が必要である。以上の要求を満たすものとして 17 馬力の回転駆動源を有するエアータビンを採用した高速スピンドルを試作し噴霧試験を行った。試作したスピンドルを図一 3 に示す。



図一 3 高速スピンドルの概略構造図

スピンドルのシャフト径を45mmとし、軸受は高速ボールベアリングを使用した。また、シャフト及びシャフト頭部に装着する噴霧ディスクは強制水冷により冷却し、注湯からの入熱による昇温、過熱を防止している。
上記に概要を説明したLHC遠心噴霧実証装置の外観を図-4に示す。

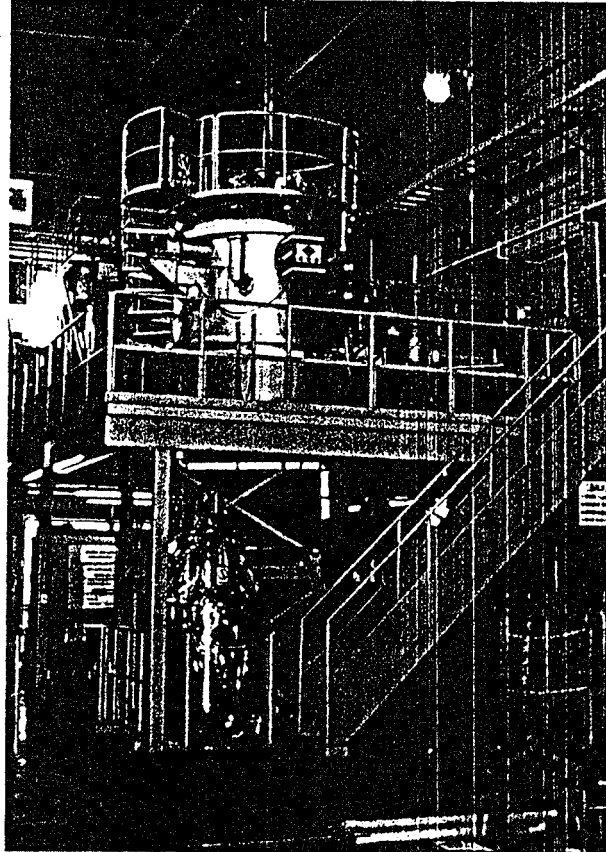


図-4 LHC遠心噴霧実証装置の外観

(2) LHC遠心噴霧実証装置による適正噴霧条件の把握

① ディスク材質の選定

遠心噴霧にもちいるディスク材質として、耐熱衝撃性、耐熱性、耐溶損性、ならびに高遠心力にも耐え得る強度が必要である。さらに、上記ディスクを高温・高遠心力の条件下で確実に固定するディスクホルダーも、不可欠な要素である。

噴霧用ディスク材質として、耐熱性、熱伝導性、熔融金属との濡れ性などを考慮して、石英ガラス、窒化ボロン（電気化学製 N-1）、チタン酸アルミニウム（大阪窯業製）、グラファイト（日本カーボン製 ER-38）、CCM（Carbon-fiber/Carbon Composite Material：日本カーボン製 CCM-190C他）及びベリリウム銅を検討対象に挙げ、それぞれに対応したディスクホルダーを製作し、噴霧試験を行った。各種材質に対応して製作したディスク及びディスクホルダーの形状の一例を図-5に示す。

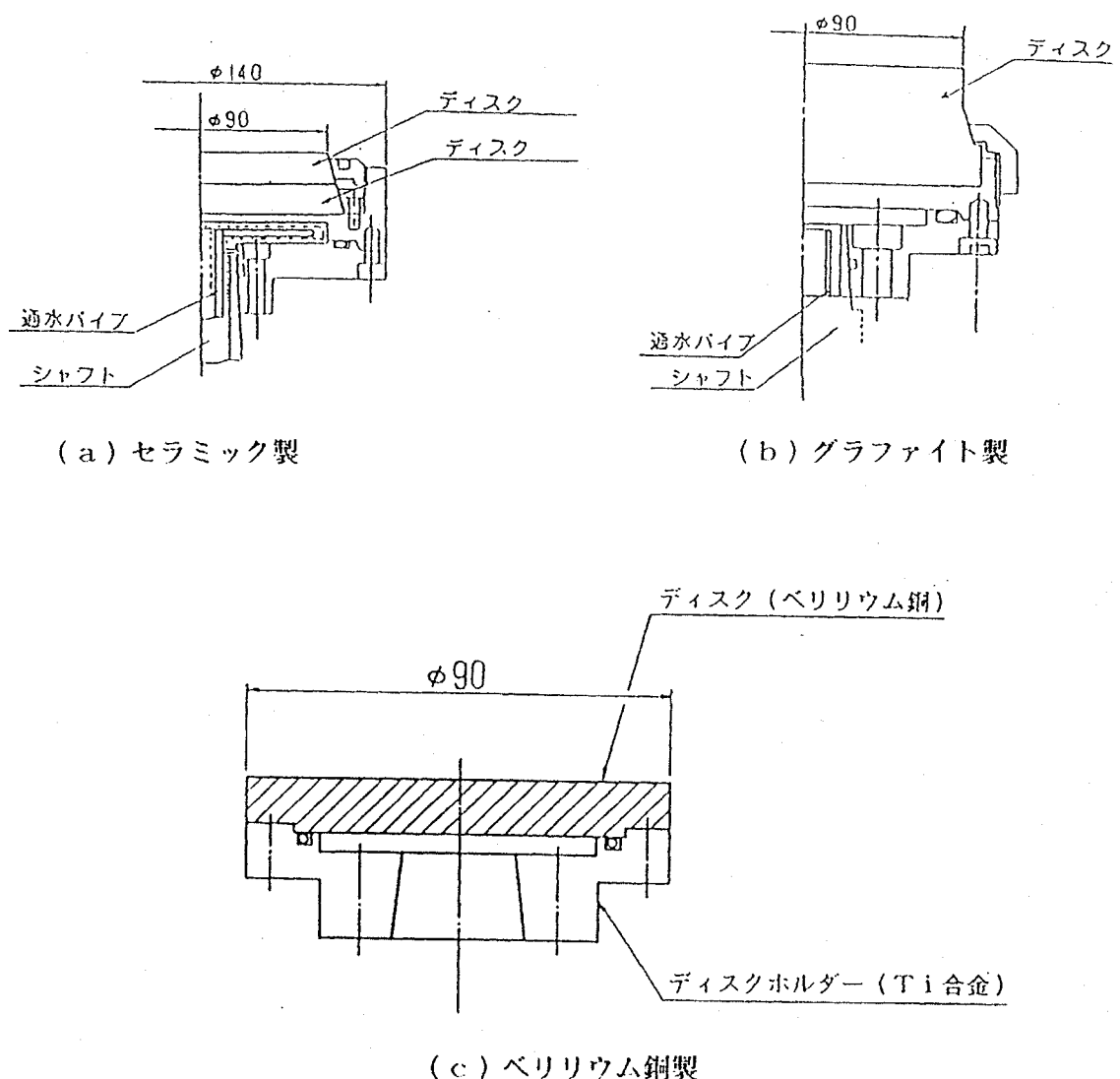
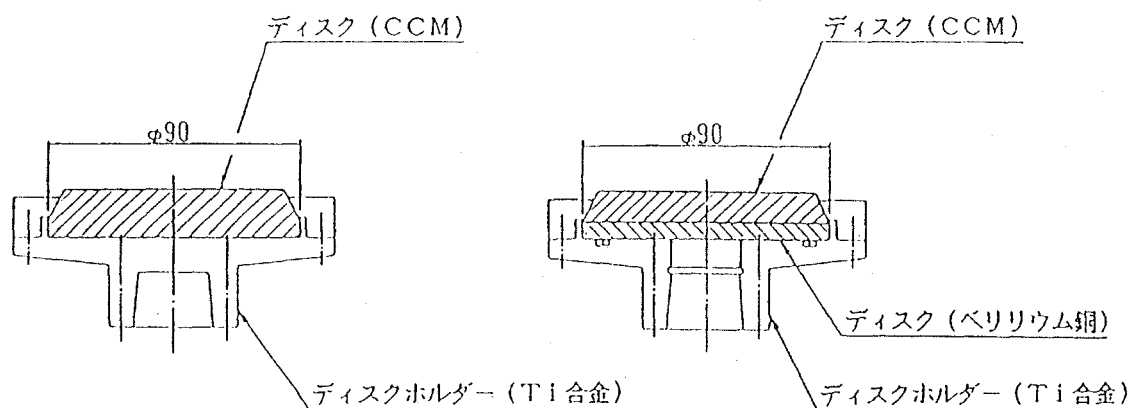


図-5 (A) ディスク及びディスクホルダーの形状



(d) CCMディスク

(e) CCM/ベリリウム銅合成ディスク

図-5 (B) ディスク及びディスクホルダーの形状

またディスクホルダーは軽量化を図るため図-5 (B) に示すようにTi合金により製作した。

② 高速スピンドルの改善

前記で試作した高速スピンドルでの噴霧試験の結果、初期の注湯負荷による回転数の低下が見られたため、シャフトと一体型のフライホイールを装着し、慣性力の増大を図るとともに高速ベアリングの選定とその冷却方式を改善した結果、22,000rpm以上の高速回転域での安定した噴霧が可能となった。図-6にフライホイール付きの高速スピンドルの外観を示す。

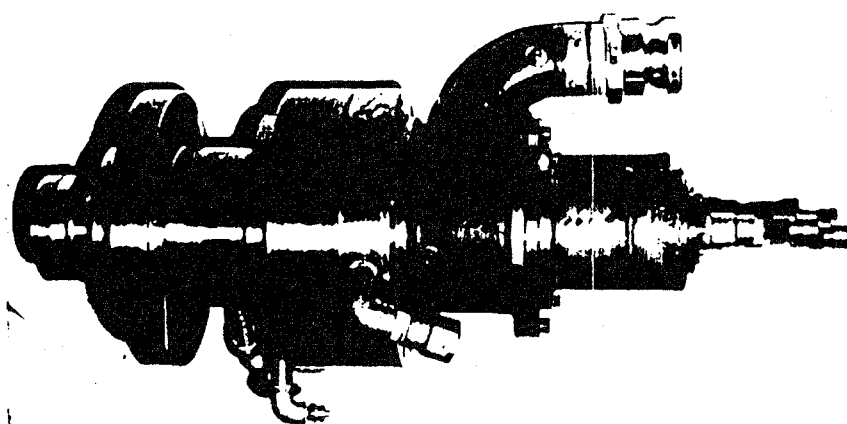
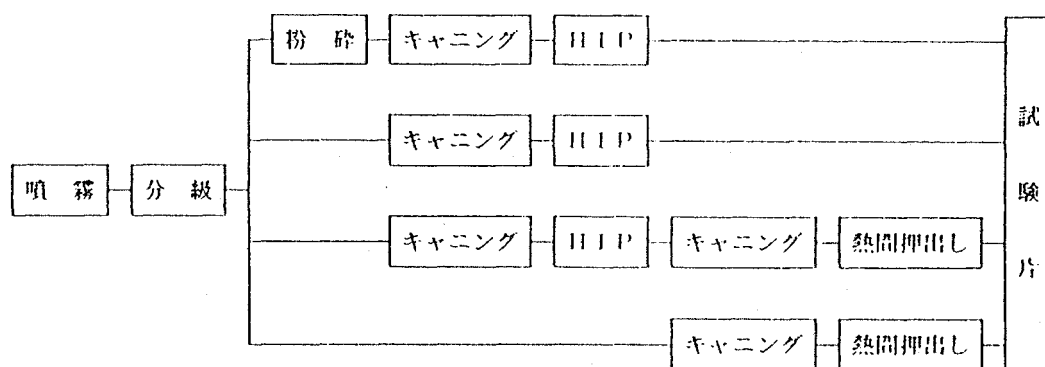


図-6 フライホイール付き高速スピンドルの外観

(3) 試作粉末の特性評価

LHC遠心噴霧実証装置において種々の条件で試作した粉末の特性評価として粒度分布、粉末組織などの粉末性状を調査するとともに、その焼結体での超塑性特性を調査した。平均粒径は各粒度の加重平均により算出し、デンドライト2次アーム間隔(SII)は60/70, 100/120, 200/250, 350/400メッシュの各粒度の粉末断面マイクロ写真より求めた。焼結体は表-2の各製造工程により作製し、高温引張りおよび圧縮系での超塑性特性を調査し、超塑性特性発現における粒度の影響、粉末清浄度の影響等の要因ならびにその条件を評価、検討した。

表-2 焼結体の製造工程



試験条件

粉 砕 : ボールミル (Ar 雰囲気) 処理 24 hr
 HIP : $1080^{\circ}\text{C} \times 1700 \text{ kgf/cm}^2 \times 3 \text{ hr}$
 熱間押出し : 1150°C 押出し比 $R=5.2$
 全伸び試験 : 1100°C $\dot{\epsilon}=1.25 \sim 8.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$

2.3 研究開発の結果及び考察

(1) 噴霧技術の適正化

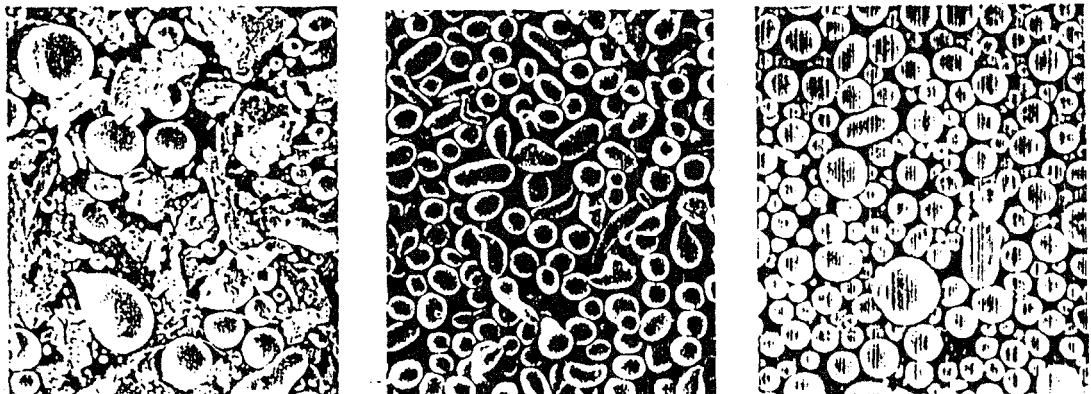
検討対象に挙げた各種のディスク材質のうち、石英ガラス、窒化ボロン及びグラファイトは噴霧初期ならびに途中で全て破損した。ベリリウム銅及びCCMディスクは、ディスク下部を間接または直接に水冷却することにより溶損、破損とも見られず、22,000rpm以上の高速回転域での安定した噴霧が可能となった。

(2) 試作粉末の特性評価

前記の粉末試作ならびにディスク材質選定のための噴霧において、得られた粉末の走査型電子顕微鏡写真を図-7に示す。遠心噴霧法ではディスク材質の熱伝導率が大きくなるほどアスペクト比は1に近づき、球状化する傾向にあるが、ベリリウム銅ディスクにより試作した粉末にアスペクト比の増大、箔状化が見られることは、ディスク上で熱流は溶湯からディスクへと向かうものの、凝固層の生成が不十分でディスクと溶湯との間に滑りが生じ、溶湯がディスクの回転数に対応する十分な周速度を得られないままディスク周縁より離脱し、融滴化するものと推定される。この際、融滴の形状はディスク上の溶湯表面に発生する表面波の波長により決定され、円周方向に細長い形状のまま、飛散し急冷凝固するため表面張力による球状化作用が働かないものと推定される。この点を補う意味で、複合溶射を施したベリリウム銅ディスクを試作し噴霧試験を実施した結果、溶射材の母材への密着強度が低く噴霧により剥離が認められたが、得られた粉末に球状化傾向が認められるとともに、粉末のC量の増加も見られず清浄な粉末が得られる見通しを得た。

CCMディスクは注湯との反応（黒鉛化）及びスポーリングによる溶損、破損するものも見られたが、強度ならびに溶湯との濡れ性に優れ、ベリリウム銅との合成ディスク（図-5（c））により最高28,000rpmまでの高速回転において安定した長時間噴霧が可能となった。

今後、さらにディスク材質、形状の適正化を図り、本技術の応用技術の開発に対応する25,000rpm以上の高速回転域での噴霧により粉末の細粒化と性状の改善を図るとともに、溶湯の温度と注湯速度ならびにディスク冷却速度を制御・保持し、安定した長時間噴霧を可能とすることが必要であると考える。



ディスク：ベリリウム銅

ディスク：複合溶射ベリリウム銅

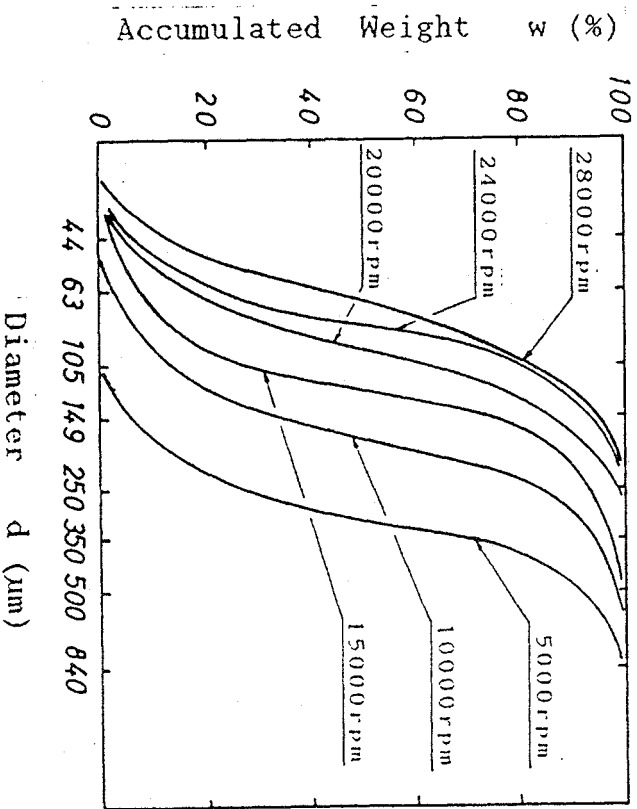
ディスク：CCM

図-7 遠心噴霧粉の走査型電子顕微鏡写真

前記の粉末試作ならびにデイスク材質選定のための噴霧において、各々のデイスク回転数で得られた粉末の粒度分布を表一3に、デイスク回転数と粉末粒度分布の関係、最頻出粒径との関係を図一8、図一9に示す。

表一3 遠心噴霧粉の粒度分布

デイスク回転数 (rpm)	16,000						
	22,000						
	23,000						
	24,000						
	28,000						
	0						
粒度分布 (wt%)	+60#						
	0.3						
	16.3						
	10.7						
	26.6						
	21.8						
全平均粒径 (μm)	119						
	113						
	106						
	101						
	89						
	72						
最頻出粒径 (μm)	127						
	90						
	90						
	89						
	72						
	61						
-105μmの平均粒径 (μm)	72						
	78						
	77						
	73						
	61						
	61						



図一8 デイスク回転数による粉末粒度分布の変化

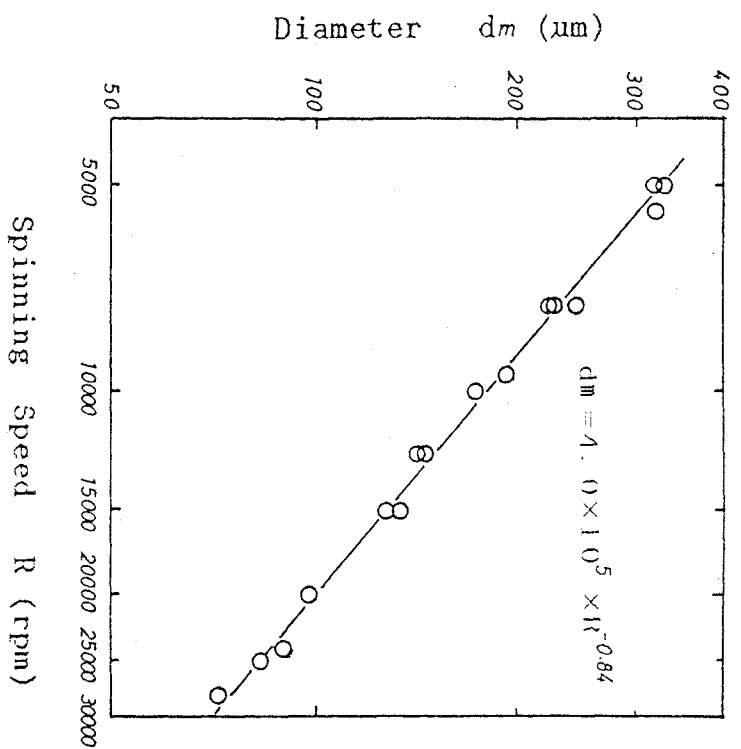


図-9 最頻出粒径とデイスク回転数の関係

また、デンドライト二次アー間隔 (S_{II}) とデイスク回転数の関係ならびに粉末粒径との関係を図-10, 図-11に示す。

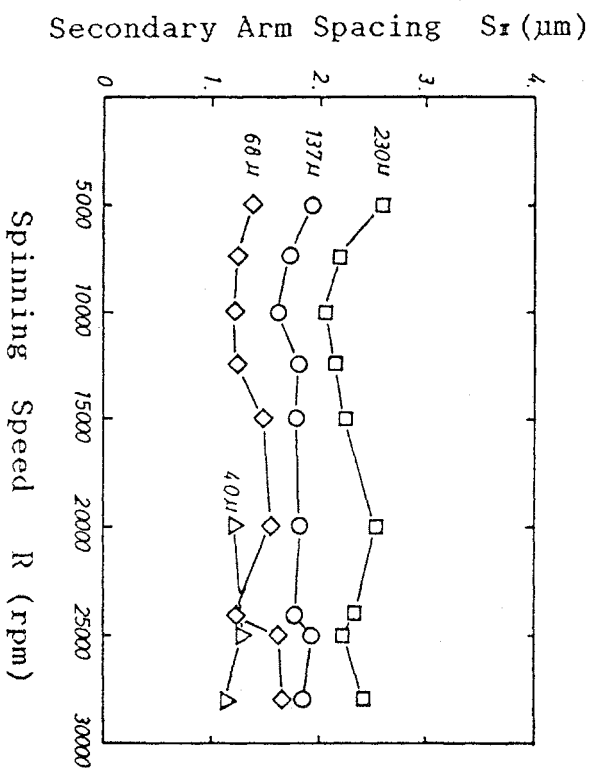
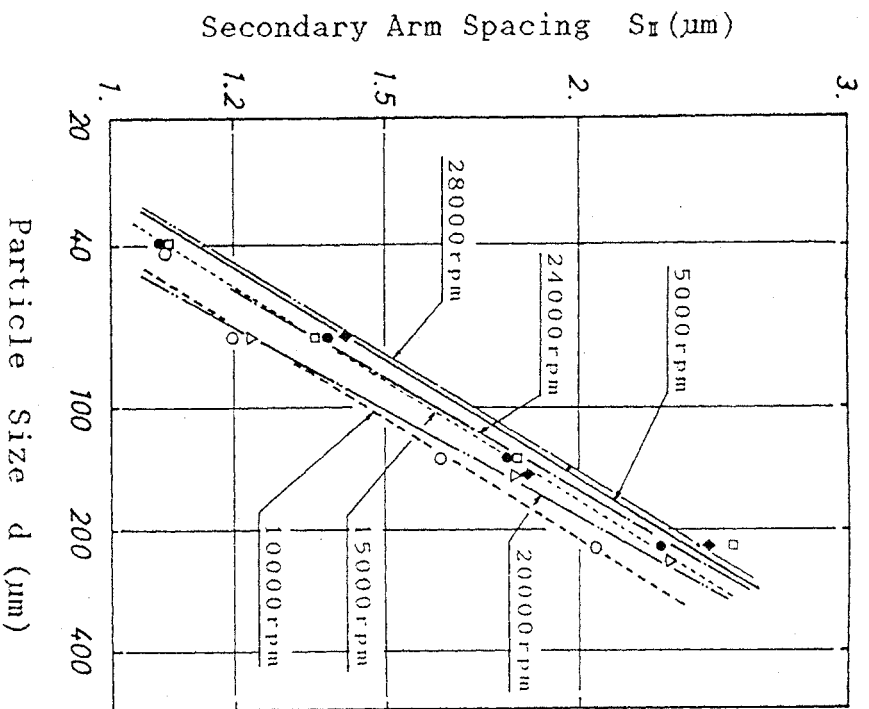


図-10 S_{II} とデイスク回転数の関係



図一 1 1 S_{II} に及ぼす粉末粒径の影響

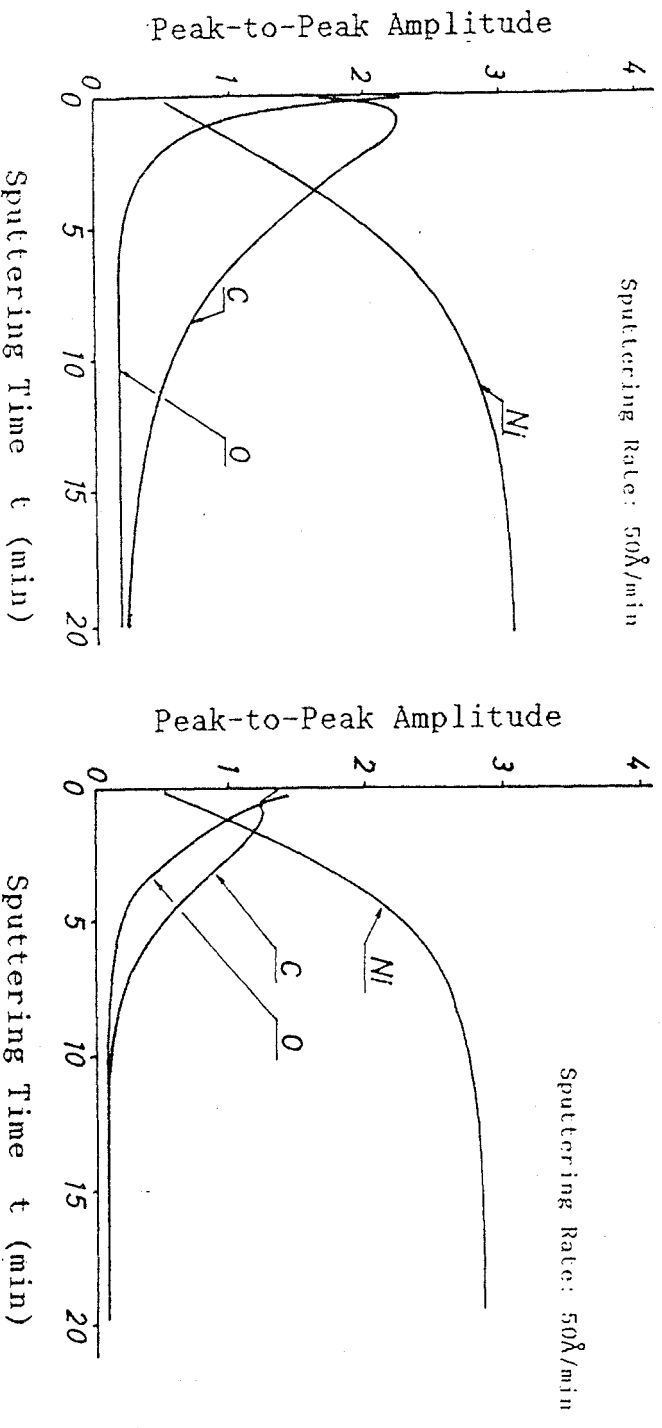
また、各デイスク材質により得られた粉末の化学分析値を表一 4 に示す。
CCM デイスクでの噴霧により得られた粉末は、C が高くなる傾向にあり
試験での伸びの低下をもたらしているものと考えられる。

表一 4 遠心噴霧粉の化学分析値

	デイスク 材 質	粒 度	化 学 分 析 値 (wt%)											
			C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Co		
遠心噴霧粉	CCM	-140mesh	.17	.05	<.01	<.001	<.002	<.01		RaI	10.80	3.10	6.96	
	ペリリウム銅	-140mesh	.09											
ガス噴霧粉	—	-140mesh	.07											
	—	—	.07	.05	<.01	.003	.001	<.01	BaI	10.83	3.08	6.82		
母 材														

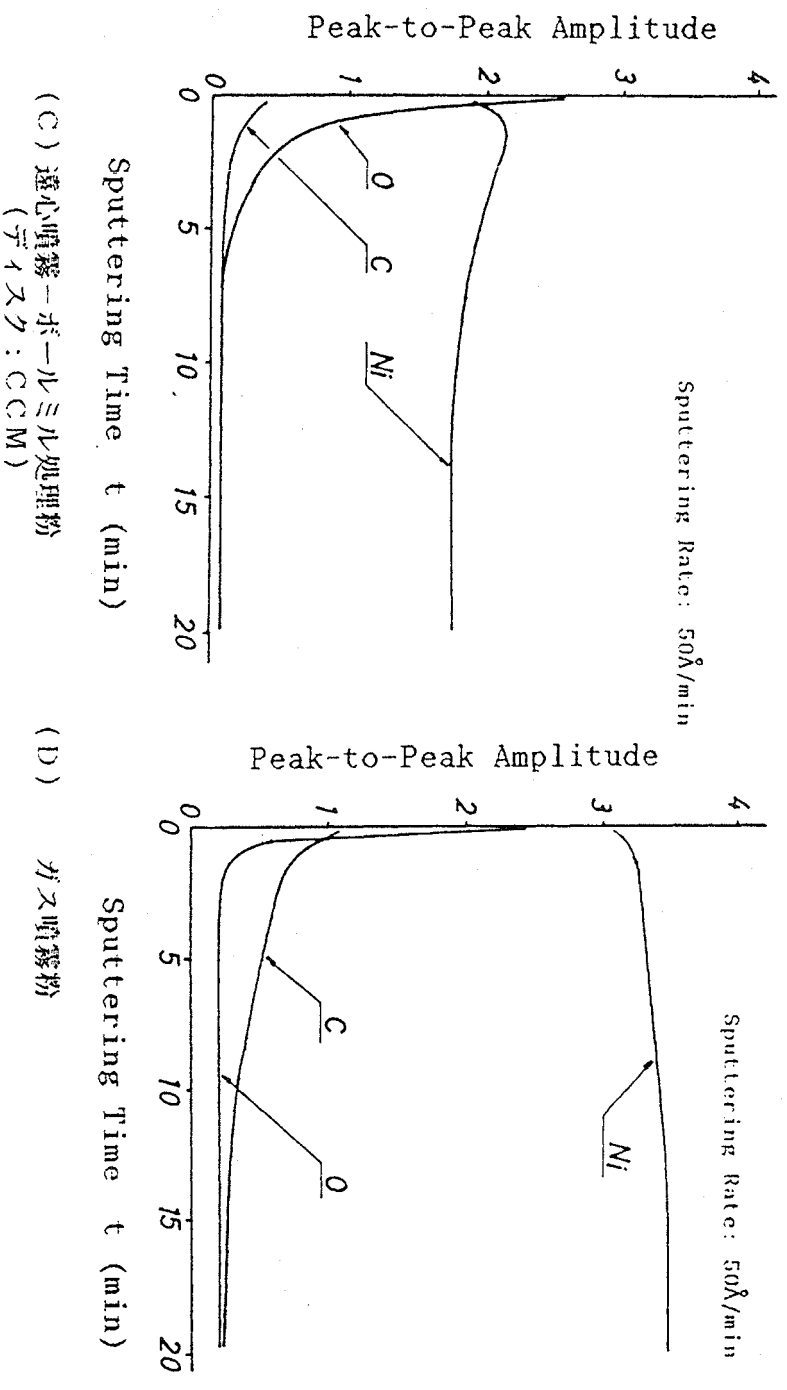
	デイスク 材 質	粒 度	化 学 分 析 値 (wt%)											
			C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Co		
遠心噴霧粉	CCM	2.75	3.76	4.06	.05	.011	3.32	—	<.01	.08	.0090	.0030	.0090	.0020
	ペリリウム銅										.0060	.0040		
ガス噴霧粉	—													
	—	2.83	3.97	3.85	.05	.011	3.60	.04	—	.08	.0012	.0012		
母 材														

粉末の化学分析と併せて、表面の深さ方向のオージェ分析および粉末断面の硬度測定と走査型電子顕微鏡による観察をおこなった。粉末の断面硬度は、島津製ダイナミック超微小硬度計DUII-50を使用した、試験荷重5gfで行った。粉末表面の深さ方向のオージェ分析を図-12に、粉末断面の硬度測定結果を図-13に、図-14に粉末断面の走査型電子顕微鏡写真を示す。



(A) 遠心噴霧粉 (ディスク: CCM)

(B) 遠心噴霧粉 (ディスク: ペリリウム銅)



(C) 遠心噴霧-ボールミル処理粉
(ディスク: CCM)

(D) ガス噴霧粉

図-12 粉末の深さ方向のオージェ分析結果

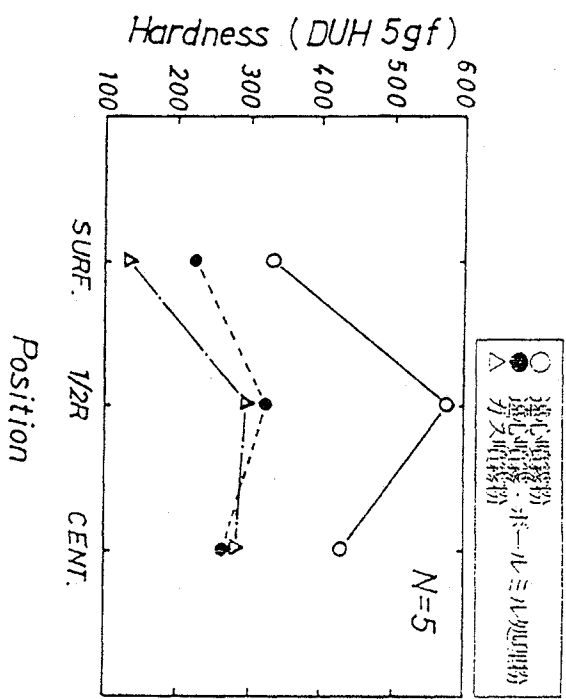
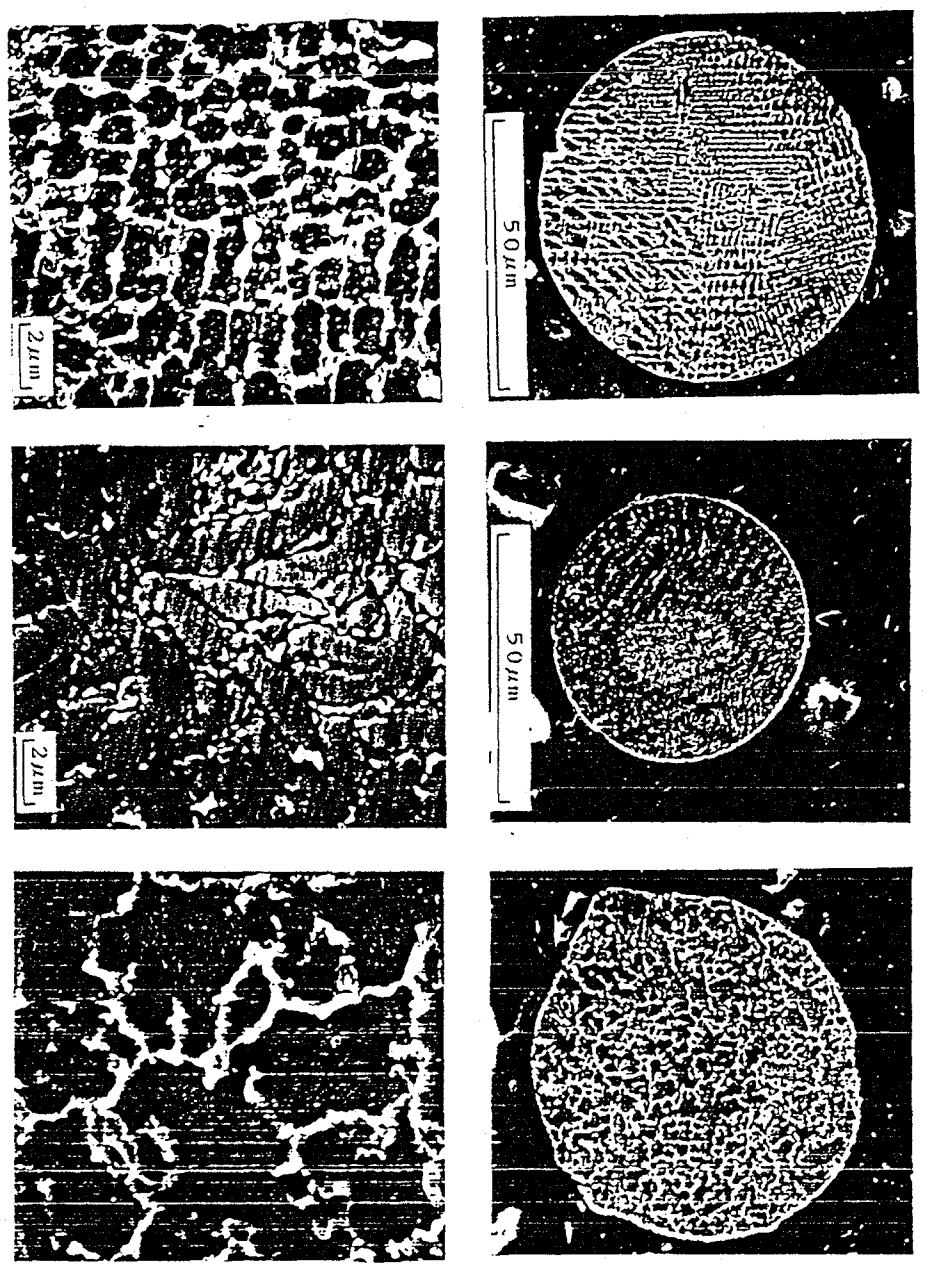


図-13 粉末断面の硬度分布



遠心噴霧粉
(テラスク: CCM)

遠心噴霧粉
(テラスク: ペリリウム銅)

ガス噴霧粉

図-14 粉末断面の走査電子顕微鏡写真

粉末断面の観察の結果，CCMディスクで得られた粉末は微細なデンドライトの隙間にMC炭化物が析出し，ち密なハニカム構造を構成している。

粉末断面のEDX定性分析結果を図-15に示す。この結果から析出したMC炭化物は，おもにTiCならびにNbCから構成されていると考えられる。

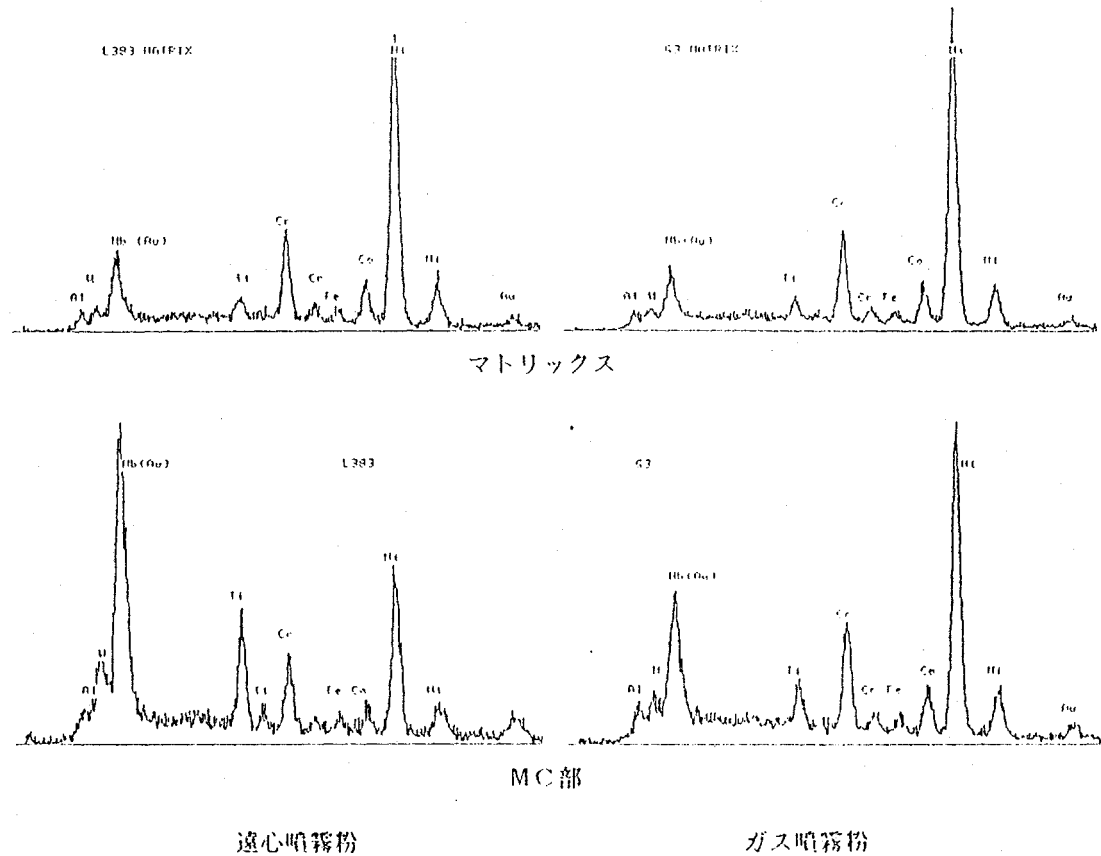


図-15 粉末断面のEDX分析結果

超塑性加工用の粉末に要求される条件として，粒径が小さくかつ組織が微細で偏析が少ないことが必要であると考えられる。以上のことから，細粒粉を多く含み全体としての結晶粒微細化を図るためには，遠心噴霧で得られる粉末の，より微細化を図るとともに結晶粒の微細化方法についても検討が必要である。

CCMおよびベリリウム銅ディスクを使用し，高速回転域での噴霧により得られた粉末について，この粉末を $-250\mu\text{m}$ ， $-106\mu\text{m}$ 等の種々の粒度に分級し，SUS304製の缶に充填した後真空中でEB溶接・封孔処理を行い表-2に示す製造工程で焼結体を試作し，焼結体から試験片を加工後，高温引張り試験による全伸びを測定するとともに，加工フォーマスターによる圧縮系での超塑性特性を調査した。試験温度は $1,100^{\circ}\text{C}$ として歪速度を $1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^{-2} / \text{sec}$ の範囲で行った。

図-16に各工程で試作した焼結体のマイクロ写真を，表-5に全伸び試験結果を，また図-17に各ひずみ速度における真応力と真歪みの関係を示す。

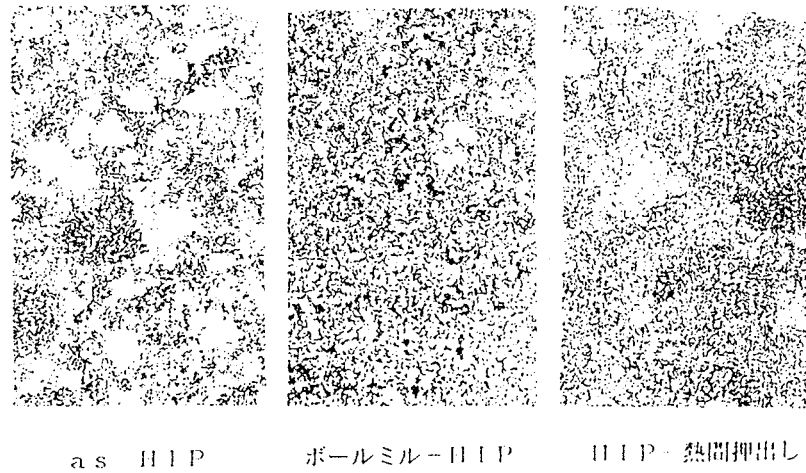


図-16 焼結体のマイクロ写真

表-5 全伸び試験結果

粉末粒度 (mesh)	as HIP			HIP-熱間押し	熱間押し	ボールミル-HIP
	CCHディスク	Be-Cuディスク	ガス噴霧粉	CCHディスク	CCHディスク	CCHディスク
-60	20%	31%	—	205%	52%	—
-140	35%	29%	≥210%	180%	140%	200%
-200	25%	• 160%	—	—	—	—
-235	26%	—	—	—	—	—
-330	26%	30%	—	—	—	170%

$\dot{\epsilon} = 1.25 \times 10^{-4} \sim 8.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$

• : $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-5} \sim 2.1 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$

速度一定の条件での圧縮試験の結果，応力は試験片の変形中最大値を示した後低下する傾向を示し，引張り試験では歪み速度が大きくなるに従い応力は増大する傾向を示す。m値は引張りまたは圧縮系のどちらの試験においても歪み速度が大きくなるに従い小さくなる傾向を示す。

全伸び試験の結果，HIP-熱押し材は粗粒粉末（-60#）でも約200%の伸びが得られ，またAr雰囲気中で24hrのボールミル処理した粉末は酸素量が250～370ppmに増加するものの，HIP処理により同様の伸びが

得られた。しかし、HIP処理のみの焼結体は低歪み速度域では150%以上の伸びを示すが、 10^4 sec^{-1} 以上の歪み速度では各粒度とも50%以下の低い伸びしか得られず、十分な超塑性特性を現さない。

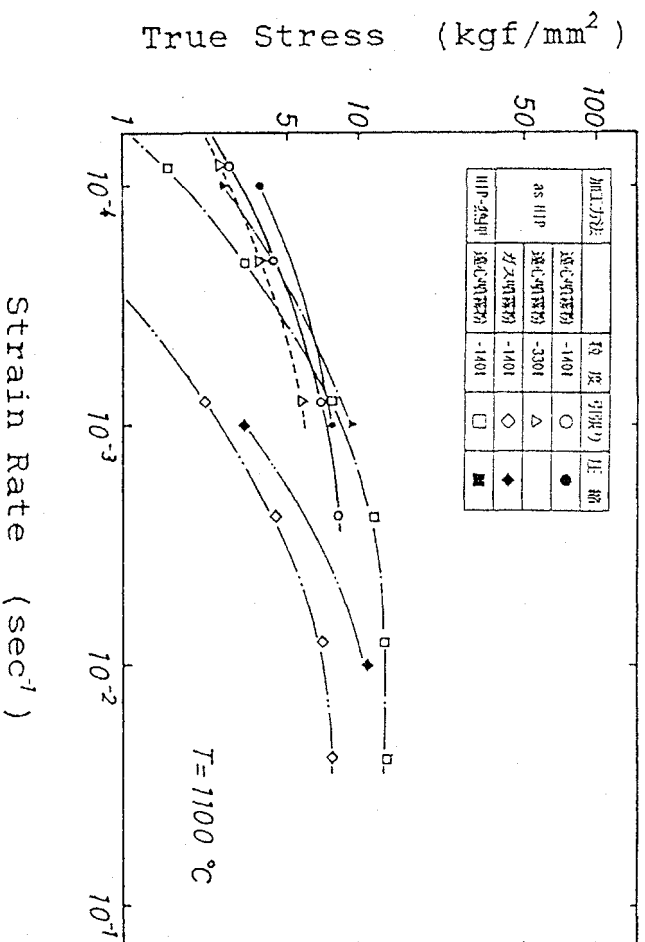
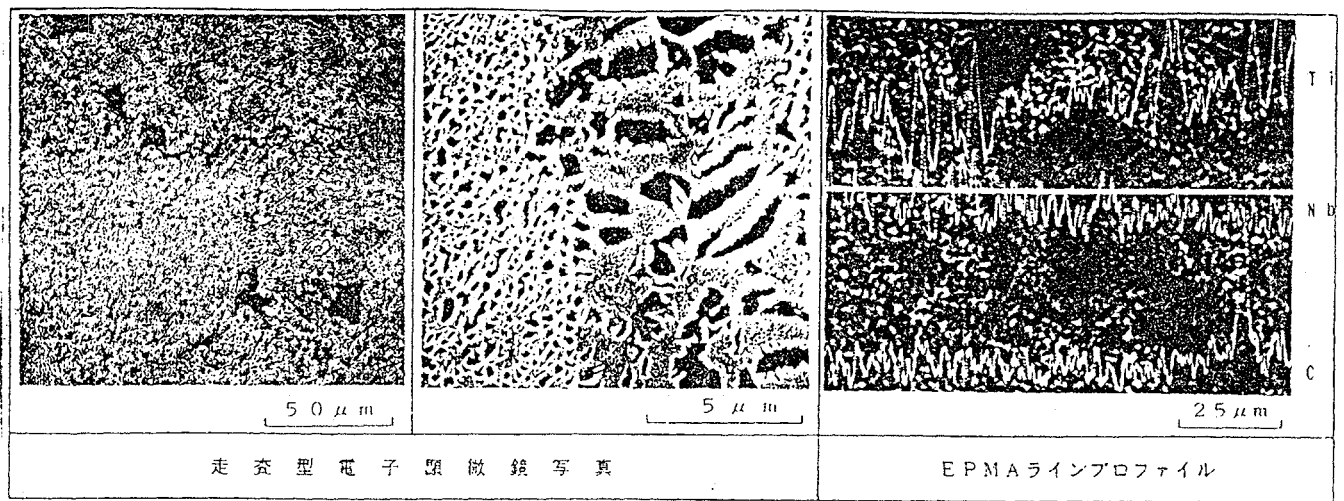


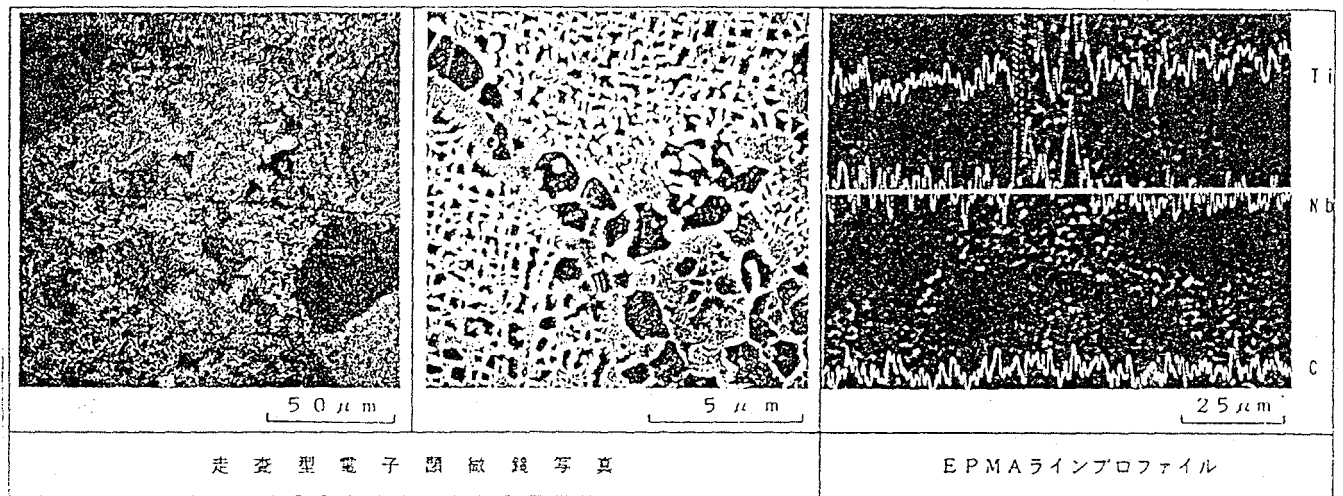
図-17 歪み速度と真応力の関係

その要因として粗粒粉末は細粒粉の含有量が少なく、単にHIP処理のみでは粗粒粉が塑性変形せず結晶粒の微細化に至らないものと考えられる。また、細粒粉では粗粒粉に比べやや酸素量が高くなる傾向にあり、as HIP特有のPPB (Prior Particle Boundary : MC炭化物 (特にTiC) および炭化物で構成される) とともに前記の粉末内部へのMC炭化物の析出ならびに、焼結時のγの析出形態の差異等から粉末の変形能を低下させ、HIP処理のみでは結晶粒の微細化がなされず、十分な超塑性特性が得られないものと考えられる。各焼結体の走査型電子顕微鏡写真およびEPMAによるラインプロファイルの結果を図-18に示す。

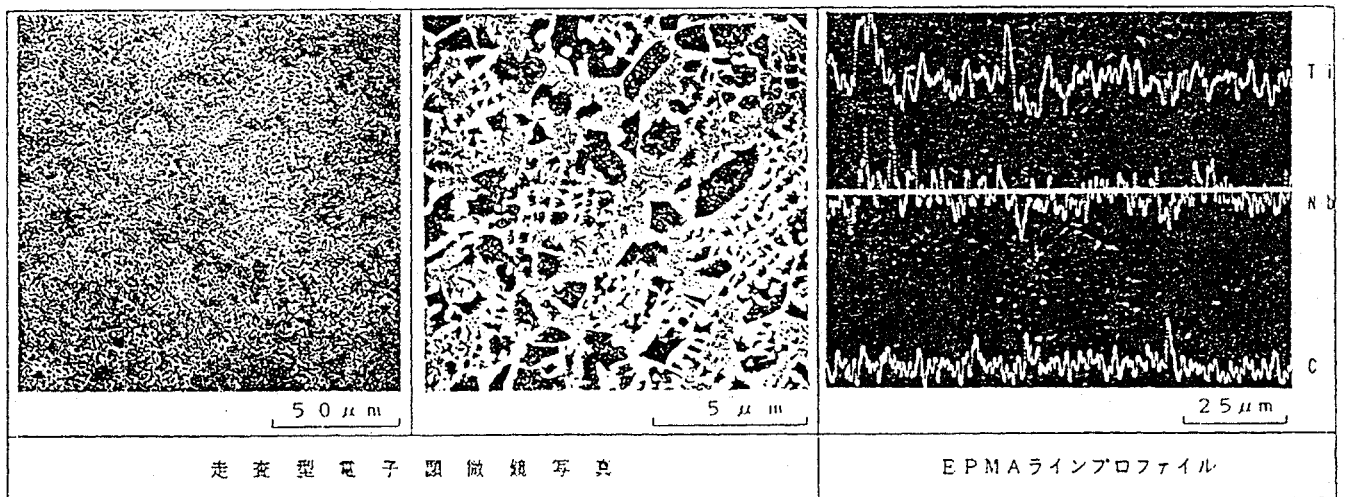
今後の課題としては、粉末の組織に与える急冷凝固法の影響をさらに調査・検討するとともに粉末製造技術の実用化研究に対応した加工技術の確立ならびに粉末組織の影響も考慮した粉末性状の改質技術等の研究が必要である。



LHC (CCM) 粉末焼結体 (as HIP) の性状観察結果



LHC (Be-Cu) 粉末焼結体 (as HIP) の性状観察結果



ガスアトマイズ粉末焼結体 (as HIP) の性状観察結果

図-18 粉末焼結体の性状

3. 国内外の同種技術の開発動向

本技術関連の報告はほとんどなく、調査不可能のため記載事項なし。

高性能結晶制御合金後期研究開発

実績報告書（最終報告）

「2. 超塑性合金製造技術

2) 超合金粉末を利用した超塑性加工法」

平成元年 3月

（株）神戸製鋼所

研究項目名 「 高性能結晶制御合金 」

2. 超塑性合金製造技術

2) 超合金粉末を利用した超塑性加工法

研究開発期間 後期（昭和60年度～昭和63年度）

1. 後期研究開発の要旨

1.1 後期研究開発の目標

- (1) 開発合金を用いて実用寸法のボス付ディスクを開発する
- (2) 複雑な形状の羽根付ディスクを開発する
- (3) ボス部とリム部で特性の異なるデュアルプロパティディスクを開発する

1.2 後期各年度の実施計画のポイント

(1) 昭和60年度

- ① 超塑性鍛造用大型HIP素材の製造技術を開発する
- ② 超塑性鍛造用大型ダイセット加熱装置を設計、製作する
- ③ デュアルプロパティ部品の製造技術を開発する
- ④ 開発合金TMP-3の超塑性鍛造試験を行う

(2) 昭和61年度

- ① 外径400mm ボス付ディスクの鍛造技術を開発する
- ② 外径150mm 複雑形状フィン付ディスクの鍛造技術を開発する
- ③ デュアルプロパティ部品の鍛造技術を開発する

(3) 昭和62年度

- ① 開発合金による外径400mm ボス付ディスクを鍛造する
- ② 外径400mm のデュアルプロパティディスクを鍛造する
- ③ 外径150mm 複雑形状フィン付ディスクを鍛造する

- ④ 鍛造したディスクの機械的特性を調査する

(4) 昭和63年度

- ① 開発合金による外径400mm ボス付ディスクの鍛造および非破壊検査技術を確立し、室温におけるディスクの実体回転試験を行う
- ② 外径400mm ボス付ディスクの離型および搬出装置を設計、製作する
- ③ 400ton超塑性鍛造プレスの加熱装置を改造する
- ④ 開発合金による外径150mm 複雑形状フィン付ディスクを鍛造し、特性を調査する
- ⑤ 大径デュアルプロパティディスクを超塑性鍛造し、特性を調査する

1.3 後期研究開発の実績のポイント

- (1) 開発合金TMP-3 の超塑性挙動に係るHIP及び鍛造条件を把握した。
- (2) 開発合金TMP-3 について、鍛造材の結晶粒粗大化因子を明らかにし、その機械的性質を把握した。
- (3) 剛塑性有限要素法による超塑性鍛造の変形シミュレーション技術を開発した。
- (4) 小型試験用の400tfプレス装置を用い、φ150mmボス付ディスクの超塑性鍛造により、大型品鍛造のための基本技術を確立した。
- (5) 大径ボス付ディスクの超塑性鍛造を行なうために、HIP 固化法による大型鍛造素材の製造技術を開発し、またダイセット加熱装置、金型装置、鍛造品の離型及び搬出装置などの設備を試作した。
- (6) 上記の設備を用いて、開発合金TMP-3製のφ400mmボス付ディスクを超塑性鍛造し、大径ボス付ディスクの超塑性鍛造技術を確立した。
- (7) デュアルプロパティ部品について、材料選定、鍛造素材製造、超塑性鍛造、熱処理などに関する技術開発を行なった。
- (8) 開発合金TMP-3の複雑形状ディスク（φ150mm羽根付ディスク）を超塑性鍛造し、ほぼ良好な形状が得られ、鍛造材の特性も問題はなかった。

(9) HIP成形ビレットの標準試験片を用いて、超塑性鍛造した大径ディスクの超音波非破壊試験を行い、内部品質の評価を行なった。

(10)超塑性鍛造した大径ディスクの室温回転試験を実施し、所定の性能を確認した。

1.4 残された問題点とその解決策

開発合金製ボス付ディスクの実機適用時の問題点や可能性を明らかにするために、室温での回転試験を実施した。しかし、タービンディスクの実用化を図る上でより過酷な条件での回転試験、つまり高温での試験や破壊に至るまでのバースト試験等も当然必要となる。

これらの試験を含め、あらゆる角度からの開発合金製タービンディスクの特性を、総合的に評価することが必要であると考えられる。

2. 後期研究開発の実績

2.1 緒 言

従来、Ni基超合金ディスクの製造は、「押出し→超塑性鍛造」法で行われていたが、本プロジェクトの前期研究開発計画「超合金粉末を利用した超塑性加工法」において、「HIP→超塑性鍛造」法という独自のプロセス技術を開発し、外径150mm のボス付ディスクを製作した。この技術が、150mm よりさらに大径の超合金ディスクに対して、实际的に適用できれば、従来法における大型の押出し装置が不要になる。この意味で、実用寸法のボス付ディスクのレベルで「HIP→超塑性鍛造」法を確立すれば、実用技術として世界的な水準に到達したといえる。そのためには、大径の超合金ディスク用に超塑性鍛造設備や装置を試作し、また大型HIP素材の製造技術、超塑性鍛造技術、大型ディスクの評価及び検査技術の確立が必要である。

また、上記のプロセス技術を応用すれば、タービンディスクに要求される相異なる特性（ボス部は低サイクル疲労特性、リム部はクリープ特性）を同時に満足するデュアルプロパティディスクの製造が可能であると思われる。このようなディスクは、今後、タービンの高性能化に対応し得るものであり、超合金粉末素材の選定とHIPによる接合条件の解明を経て、鍛造技術及び評価技術を確立しておくことが必要である。

さらに、羽根付ディスクの鍛造技術を開発することは、複雑な形状の鍛造品に対して、「超合金粉末を利用した超塑性加工法」の適用の仕方を明らかにする上で重要である。

本論では、以上のような課題に対して、本プロジェクトの後期研究開発計画に沿って研究開発を進めた結果を報告する。

2.2 実験及び解析の手法

(1) 開発合金を用いた実用寸法のボス付ディスクの鍛造技術

① 超塑性鍛造用大型ダイセット加熱装置の設計、製作

外径400mm の大型ボス付ディスクの鍛造技術を開発するために、既設の大型鍛造プレスに装着する鍛造装置部分（以下ダイセットと呼ぶ）と鍛造プロセスの統括制御装置の設計、製作をした。また試作した大型ダイセットを用いて金型の昇温実験を行い、製作予定の金型の構造、断熱構造の設計指針を得た。

試作したダイセットは3つの主要装置部分から構成され、不活性雰囲気下で鍛造するためのチャンバー装置、アルゴンガスを供給、維持するための不活性雰囲気制御装置および金型を所定温度に加熱、均熱保持するための金型加熱制御装置である。

本装置の設計仕様を表1に示す。

チャンバーは装着する既存鍛造プレス（容量8,000tonf）の寸法、およびストロークの制御から、形状を直方体の箱型とし、2,000w×2,500L×1,350H（mm）の容器とした。この容器は3つの部分、即ち金型、加熱コイルおよびコイル昇降装置を内蔵し、下部冷却盤に固定されるチャンバー本体部分と、ビレットや製品を出入れする前扉部分、および蛇腹構造で上部冷却盤と気密固定される上蓋部分から構成される。図1に加熱装置とともにチャンバーの組み立て図を示した。

不活性雰囲気制御装置は真空排気装置とアルゴンガス供給装置からなる。

金型加熱制御装置には低周波誘導加熱方式を採用した。本加熱装置の特徴は、金型の寸法形状の変化や鍛造中の加熱位置の変化に対して上下金型の均一加熱ができるように、有効加熱帯長さを変更できる切り替え方式と加熱コイルを任意の位置に保持するための昇降機能を備えている点にある。

鍛造制御システムでは製作する大型ダイセットに加え鍛造工程における各装置機能を統括的にモニターし、適正に制御する機能を持つように設計した。

試作した大型ダイセットを用いた加熱実験では、T Z M合金の代わりに普通鋼製のダミー金型を用い、垂直方向に型割れ面をもつ割型構造として、金型内外部の温度差と伝熱抵抗を検討した。また、断熱盤にキャストブル耐火物を用い、軸方向の伝熱特性とその効果を調べた。加熱はコイル長550mm、投入電力250Kw、制御温度1,050°C、Ar雰囲気酸化で行った。

その結果、断熱盤は軸方向の伝熱を抑える効果に大きく影響することが明らかになり、金型中心温度を所定温度まで到達させるには効果的な断熱が必要であることが判った。また、型割れ部の存在は伝熱抵抗が大きく、内外部の温度差が生じ、中心部の昇温が遅れることが明らかとなり、T Z M金型構造の設計には伝熱の抵抗を少なくするような割り型構造とする必要があることが判った。また、本実験からT Z M金型の昇温特性を推定するための基礎的なデータが得られた。

② 金型装置の設計、試作

数値計算によって金型の伝熱解析を行い、T Z M金型およびセラミック ($k=0.007\text{cal/cm}\cdot\text{sec}\cdot^\circ\text{C}$ のもので) が50mm以上必要なことを明らかにした。

また、実際のタービンディスクを参考にして外径400mm ボス付ディスクの形状を決定した。そして、密閉型と開放型の2種類を設計、試作した。この際、気密性を保ちながら動作するロックアウト構造に留意した。また、金型各部の応力分布を有限要素法で確認した。

③ 大型鍛造品の離型および搬出装置の開発

大型鍛造品の離型および搬出装置を設計・製作した。最も重要な機能として、マニプレータのストローク停止精度を $\pm 2.5\text{mm}$ 以内におさえることができた。また、ロックアウトとの連携により、鍛造材の搬出が良好に行えることも確認した。さらに、チャンバーの気密を保持す

るダンパー機構の性能を確認した。

本装置の製作により、大径ディスクを超塑性鍛造したあと、高温状態のまま取り出すことが可能になった。

(2) 複雑な形状の羽根付ディスクの鍛造技術

① 400ton超塑性鍛造プレスの加熱コイル駆動装置の開発

400ton超塑性鍛造プレスにおいて、加熱コイルを単独で動かせるようにチャンバー構造を改造した。この結果、ディスク材鍛造中の上下金型の温度差を、 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内で制御できることが明らかになった。

2.3 研究開発の結果及び考察

(1) 開発合金を用いた実用寸法のボス付ディスクの鍛造技術

① 大型ディスクの鍛造

a) 超塑性鍛造用大型HIP素材の製造技術

LHC法で製造した-140mesh ($106\mu\text{m}$ 以下)の開発合金粉末(TMP-3)を $1,080^{\circ}\text{C} \times 1,800\text{kgf/cm}^2 \times 3\text{hr}$ のHIP条件で固化し超塑性引張試験を実施した。その結果、試験温度 $1,050^{\circ}\text{C}$ 、歪速度 $2 \times 10^{-4}/\text{sec}$ の条件下で伸び1.5%、絞り2.5%と非常に低い値となった。また、変形応力も 9.6kgf/mm^2 と高く外径400mmのボス付ディスクの超塑性には改善を要することが判明した。

一方アトマイズ法で製造した開発合金粉末を同一の条件で試験した結果、試験温度が $1,050^{\circ}\text{C}$ 、 $1,100^{\circ}\text{C}$ のいずれの場合も、歪速度が $2 \times 10^{-4}/\text{sec}$ では400%以上の破断伸びが得られた。また、最大変形抵抗も温度 $1,100^{\circ}\text{C}$ 、歪速度 $2 \times 10^{-4}/\text{sec}$ で 1.5kgf/mm^2 と低い値を示した。また、直径88mm、高さ58mmのHIP素材を試験用400ton超塑性鍛造プレスにより、外径150mmのボス付ディスクに鍛造した。その結果アトマイズ粉は所定の形状に鍛造でき、組織観察の結果ポロシティなどのミクロ欠陥は認められず、健全な内部組織を呈していた。

以上の結果から、アトマイズ法で得られた開発合金粉末は $1,050^{\circ}\text{C} \times 1,800\text{kgf/cm}^2 \times 3\text{hr}$ の条件でHIPすることにより、良好な超塑性特性を有する大型のTMP-3、HIP素材の製作が可能であることが明らかになった。

b) 大型ディスクの鍛造と評価

剛塑性有限要素法を用いて、外径400mm ボス付ディスクの鍛造シミュレーションを行い、完全充満を得るために必要な素材形状と、鍛造後の内部の歪分布を推定した。

密閉金型および開放金型を用いて鍛造実験を行った。素材はIN100のアトマイズ→HIP材（粉末粒径 $105\mu\text{m}$ 以下、HIP条件 $1,000^{\circ}\text{C} \times 1,800\text{kgf/cm}^2 \times 3\text{hr}$ ）で外径260mm、高さ147mmとした。鍛造は温度 $1,050^{\circ}\text{C}$ 、平均歪速度 $2 \times 10^{-4}/\text{sec}$ で、ガラス潤滑とした。TZM金型は約6時間で所定の温度まで加熱することができた。鍛造荷重は1,500tonfで10分間保持することによりほぼ完全充満したボス付ディスクが得られ、ロックアウト機構も正常に動作した。図2は超塑性鍛造後ロックアウトされたディスクの状況を示している。図3は開放金型で鍛造した外径400mm ボス付ディスクの外観である。

鍛造後ディスクの状態を熱処理を行い（ $1,175^{\circ}\text{C} \times 3\text{hr}/\text{RFC} + 1,080^{\circ}\text{C} \times 4\text{hr}/\text{AC} + 843^{\circ}\text{C} \times 16\text{hr}/\text{AC} + 760^{\circ}\text{C} \times 24\text{hr}/\text{AC}$ ）、引張り特性を調査した。室温での引張り強さは 145.8kgf/mm^2 、伸び22%、絞り19.8%で、 635°C ではそれぞれ 123.9kgf/mm^2 、25.5%、33.7%であった。強度、延性ともに満足できる値が得られた。

しかし、低サイクル疲労試験の結果、ボス部とリム部の疲労寿命が異なり、剛塑性有限要素法を用いた超塑性鍛造シミュレーションにより、鍛造時の加工歪みの大きさに関係していることが明らかになった。図4に同じボス付ディスクの成形において、素材ビレット径と加工歪み量の関係を示す。これより外径340mm、高さ88mmのIN

100製HIP成形ビレットを用いて、鍛造温度1,050℃、鍛造速度 4×10^{-4} /secで、超塑性鍛造を行いボス部とリム部でより均一な機械的特性が得られることを確認した。

IN100の鍛造結果より、アトマイズ法で製造した開発合金粉末をHIP成形し外径340mm、高さ94mmの鍛造用ビレットを製作した。これを用いて外径400mmのボス付ディスクを超塑性鍛造した。鍛造条件は温度1,080℃、歪速度 4×10^{-4} /secとした。結果は、鍛造荷重2,100tonfで完全充満となり、目標寸法に対して±0.4%の範囲で成形でき、寸法精度も良好であった。鍛造後、熱処理（1190℃×3hr/RF C+760℃×16hr/AC）を行った。本実験の成功により、開発合金製大径ボス付ディスクの超塑性鍛造技術が、基本的に確立できたものと考えられる。

c) 超塑性鍛造ディスクの非破壊検査技術の確立

HIP成形ビレットからφ0.4mmの平底穴を有する標準試験片を製作し超音波試験結果の比較試料とした。この試験片を用いると、数十μm程度の内部欠陥の検出ができ、超塑性鍛造した大径ディスクの非破壊検査が可能になった。

d) 室温回転試験

超塑性鍛造した開発合金TMP-3製φ400ディスクを熱処理後、超音波による内部欠陥検査、およびボス中心部より採取した実体付きの試験を実施した結果、健全性が確認できたので室温回転試験を行った。

回転試験は、（１）ディスク自体の回転による遠心力により、ディスク標定部に発生する歪みを測定する塑性進展確認試験と、（２）ディスクの回転を最低回転数から最高回転数までサイクリックに変化させ、評定部に発生する歪みを測定する歪履歴取得試験の

2種類とした。

その結果、(1)の試験では約21,000rpmで塑性域に達する事が判明した。(2)の試験では2,000rpmまで実施したがディスク本体の異常は認められなかった。

上記試験が終了したのち浸透探傷による亀裂発生状況をテストした結果、いかなる部位にも表面欠陥は認められなかった。

図5に回転試験に使用したディスクの外観を示す。

(2) 複雑な形状の羽根付ディスクの鍛造技術

① バラフィンワックスと木型による鍛造シミュレーション

バラフィンワックスと木型を用いた超塑性鍛造のシミュレーション実験を行い素材の充満状況と荷重特性、最適素材形状を検討した。素材形状φ75mm×85.6mm、およびφ82mm×72.3mmにおいては、最終の試料高さになってもフィンのコーナ部は充満せず、外周に立てばりが発生した。しかし、素材形状φ90mm×59.5mmでは、フィン形状にかかわらず最終的に充満した。

本実験より既存合金のIN100を用いてフィン付ディスクの超塑性鍛造を行う場合の平均面圧は6~8Kgf/mm²であることが予測できた。さらに、金型のフィン加工用溝底部における最大主応力分布を平面ひずみ条件で解析した結果フィン加工溝のコーナー・アール部において、約10Kgf/mm²となることが明らかとなった。この値はTZM金型の引張り強度と比較して大き過ぎる値ではない。

以上の試験結果にもとずいてフィン形状を角度3°、根元丸み3mm、フィン先端コーナー・アール1mmとした金型を設計、製作した。また、本金型には、外径90mmの素材を用いることを前提に、中心位置合わせ用の彫りこみを実施した。

② $\phi 150\text{mm}$ 羽根付ディスクの鍛造

ピレット寸法 $\phi 90\text{mm} \times 59.5\text{mm}$ 、鍛造温度 $1,050^\circ\text{C}$ 、鍛造速度 4×10^{-4} /sec で複雑形状の $\phi 150\text{mm}$ 羽根付ディスクを超塑性鍛造した。

約 220tonf でほぼ完全充満し、これはパラフィンワックスを用いたモデル実験結果と一致した。

③ 開発合金を用いた複雑形状ディスクの超塑性鍛造技術の確立

前項の装置を用いて、開発合金 TMP-3 製 HIP 素材から複雑形状ディスク ($\phi 150\text{mm}$ 羽根付ディスク) を超塑性鍛造した。鍛造中、上下金型温度分布はほぼ均一で、羽根部の一部に未充満があったが、ほぼ成形は良好であった。図 6 に $\phi 150\text{mm}$ 羽根付ディスクの外観をしめす。鍛造材についてその材料特性を調査した結果問題はなかった。

(3) ボス部とリム部で特性の異なるデュアルプロパティディスクの開発

① 材料の選定と接合条件の検討

ディスクのボス部 (中心部) に必要な引張り特性、低サイクル疲労と、リム部 (外周部) に必要なクリープ特性を最大限に高めたデュアルプロパティディスク (複合ディスク) の製造を目標とした。そのため、2 種類の超合金粉末を HIP で固化、接合して一体化した複合素材を開発する必要がある。

2 種類の粉末の選定にあたっては、材料の機械的特性と熱処理特性を考慮した。とくに熱処理特性に関しては、温度上昇の比較的小さいボス部は引張り強度、延性および低サイクル疲労特性に優れた微細結晶組織が、また高温になるリム部はクリープ特性に有利な粗大結晶組織が、それぞれ溶体化処理によって得られるように考慮した。つまり、ボス部の材料の γ' 相の固溶温度がリム部のそれより高くなるように選定した。表 2 に材料の選定結果と溶体化処理温度の適正範囲を示す。組合せの 1、2 は、引張り強度の高い TMP-3 をボス用材料として、

また結晶粒粗大化の容易なR e n e 9 5と、クリープ強度に優れたA F 1 1 5をリム用材料として選定した。組合わせ3では、延性の高いM o d . I N 1 0 0をボス材料として選んだ。これら3組の接合材の超塑性引張り試験結果を図7に示す。

T M P - 3とR e n e 9 5の組合わせ材は、100~110%の伸びで破断した。一方T M P - 3とA F 1 1 5、およびM o d . I N 1 0 0とA F 1 1 5の組合わせの場合には、200%の伸びでも破断しなかった。とくに、前者の場合には、両合金の伸びが近似しており、超塑性特性が類似していることを示し、本研究範囲内では最適の組合わせと考えられる。

② 外径150mm デュアルプロパティディスクの鍛造と評価

ディスク中心部がT M P - 3、外周部が既存合金のA F 1 1 5で構成される直径150mm のディスクを成形した。ディスクはバンケーキ状ディスクとボス付ディスクの2種類製作した。バンケーキ状 ディスクにより中心部と外周部の接合性と機械的性質を、ボス付ディスクにより鍛造による接合部のメタルフローを調査した。

表3にこれらのディスクの鍛造用素材の製造条件を示す。バンケーキ状ディスクでは粉末粒度を変化させて接合性を検討した。鍛造用素材は1次H I Pによる固化材に、別の種類の粉末を2次H I Pで接合、固化して製作した。

超塑性鍛造は温度1,080°C、歪速度 2×10^{-4} /secで実施した。鍛造後1,185°C×2hr/ACの溶体化処理と760°C×16hr/ACの時効を行った。

超塑性鍛造したバンケーキ状 ディスクの接合部にクラックなどの異常は認められず、接合、鍛造は問題なく実施された。同様のことが粉末粒径を変化させたP - 2、P - 3ディスクでも得られた。

P - 1ディスクの機械的性質を調査した結果、室温での引張り強度は中心部と外周部ではほぼ同じ値であり、149Kgf/mm²、0.2%耐力は中

心部が4Kgf/mm²程度高く105Kgf/mm²であった。しかし、760℃での値は外周部のAF115の方が、耐力、引張り強さがともに高く、それぞれ103、113Kgf/mm²であった。

TMP-3の低サイクル疲労寿命は400℃、最大応力112Kgf/mm²で10⁵回の繰返しで破断しなかった。これは微細なミクロ組織と高い耐力が寄与したものと考えられる。また、外周部のAF115のストレスラプチャー寿命は760℃、60.5Kgf/mm²の条件で203hrであった。この値はIN100の5～10倍の寿命であった。

図8にボス付ディスクの横断面マクロ組織を示す。接合部のメタルフローはディスク中心部で最も激しく起こっている。鍛造用素材の形状などを工夫することにより鍛造後、接合線が直線に近くなるようにすることが必要であろう。

③ 外径400mm デュアルプロパティディスクの鍛造と評価

ボス部とリム部で特性の異なる外径400mm デュアルプロパティディスクを超塑性鍛造するために、中心部を開発合金TMP-3、外周部をAF115でそれぞれHIP成形した鍛造素材を製作した。製作に先立って、剛塑性有限要素法を用いて超塑性鍛造シミュレーションを行い、複合HIPビレットのプリホーム形状を決定した。この結果に基づき、ビレット寸法φ360.1mm×78.9mm、鍛造温度1,100℃、鍛造速度4×10⁻⁴/sec、約2,300tonfで超塑性鍛造を行い、完全充満をえた。本ディスクについて代表寸法を測定し、予測寸法に対する高精度を確認した。

熱処理後それぞれの位置より試験片を採取し、中心部と外周部の接合性と機械的特性について調査した。

表4にプリフォーム製作条件を示す。先ずプリフォーム中心部をHIPし機械加工後、カプセル中心部にセットし外周部を再度HIPした。鍛造後1,185℃×3hr/RFCの溶体化と760℃×16hr/ACの時効処理を

おこなった。

図9にデュアルプロパティディスクの断面マクロをしめす。TMP-3とAF115の接合線はほぼ直線状になっており計算結果とうまく一致した。また、接合部にクラック等は認められず接合、鍛造は問題なく実施されたことが判る。

図10にディスク各位置でのミクロ組織をしめす。各組織は均質でガンマブライムが均一に析出していた。特に接合部では、その界面に酸化物や異常相は認められず良好な接合といえる。

機械的特性試験として常高温の引張り試験、 $760^{\circ}\text{C} \times 65\text{kgf/mm}^2$ のストレスラプチャー試験、低サイクル疲労試験を実施した。これら各種試験の結果はいずれも満足のいく値を示しておりデュアルプロパティディスクの健全性が確認できた。

3. 国内外の同種技術の開発動向

1) HIP+超塑性鍛造技術

粉末押出しと超塑性鍛造を組合わせたタービンディスクの製造技術として、“Gatorizing”プロセスが米国のUnited Technologies Corporation (U.T.C) 社で開発され、既に18年が経過した。本技術は先ず軍用のF100エンジンで実用化され、続いて十分な信頼性と実績に基き、数年前より商用エンジンの搭載が開始されている。このように、本技術の研究、開発、実用化のいずれの点においてもこれまで米国が先導してきた。

欧州においても最近、軍用エンジンに同種技術によるタービンディスク採用の計画が進んでいるようである。

しかるに、上記“Gatorizing”プロセスでは数万トンの大型押出しプレスが必要となることから、最近では押出しに代りHIPを使用したプロセスの研究開発がなされるようになった。1988年9月に行われたスーパーアロイの国際シンポジウムでは、U.T.C社からHIP+超塑性鍛造プロセスによるディスク(MERL76合金)の製造技術が公表された。本技術は-325MESH

(44 μ m)以下の微粉末を，H I Pで固化して鍛造素材とするものである。

この技術はこれまで次世代プロジェクトで取り組んできたぎじゅつであり，本プロジェクトにより，米国と同等のディスク成形技術が開発されたことになり，その意義は大きい。さらに国内では次世代航空機基盤技術研究所において，超塑性鍛造を大気中で実施するための研究が進められている。

（研究名：粉末冶金ディスクの研究，1987-1990，研究費：1億円）

2) デニアルプロパティディスクの製造技術

上記シンポジウムで Wyman Gordon Companyと Garrett Turbine Engine Companyが粉末超合金(AF2-1DA)製デニアルプロパティディスクの研究開発成果を公表した。これは鍛造成形後熱処理によって，外周部のみ結晶粒を粗大化し，中心部の疲労特性を維持しつつ外周部のクリープ特性を向上させたものである。（図11および図12）

表1. ダイセット及び鍛造制御装置の主仕様

1. 鍛造プレス	
成形加工力量	MAX 8000 tf
成形速度	0.1 ~ 300 mm/min
2. 金型加熱装置	
容量	550 Kw
周波数	60 Hz
有効加熱域	Ø 750 × 550 ^L (mm)
コイル昇降装置ストローク (電動機駆動)	0 ~ 450 mm
3. チャンバー装置	
チャンバー寸法	2000 ^W × 2500 ^L × 1350 ^H (mm)
気密シール	PTFE 樹脂, 蛇腹構造
4. 真空排気ユニット	
真空度	0.1 Torr
真空到達時間	MAX. 30 min
5. センサー類	
①酸素分析計 ②サーモスポットセンサー ③真空計	
④マグネスケール ⑤熱電対	
6. コンピュータ	
制御用計算機	DEC 社製 MICRO/PDP 11
データ入出力システム	CAMAC

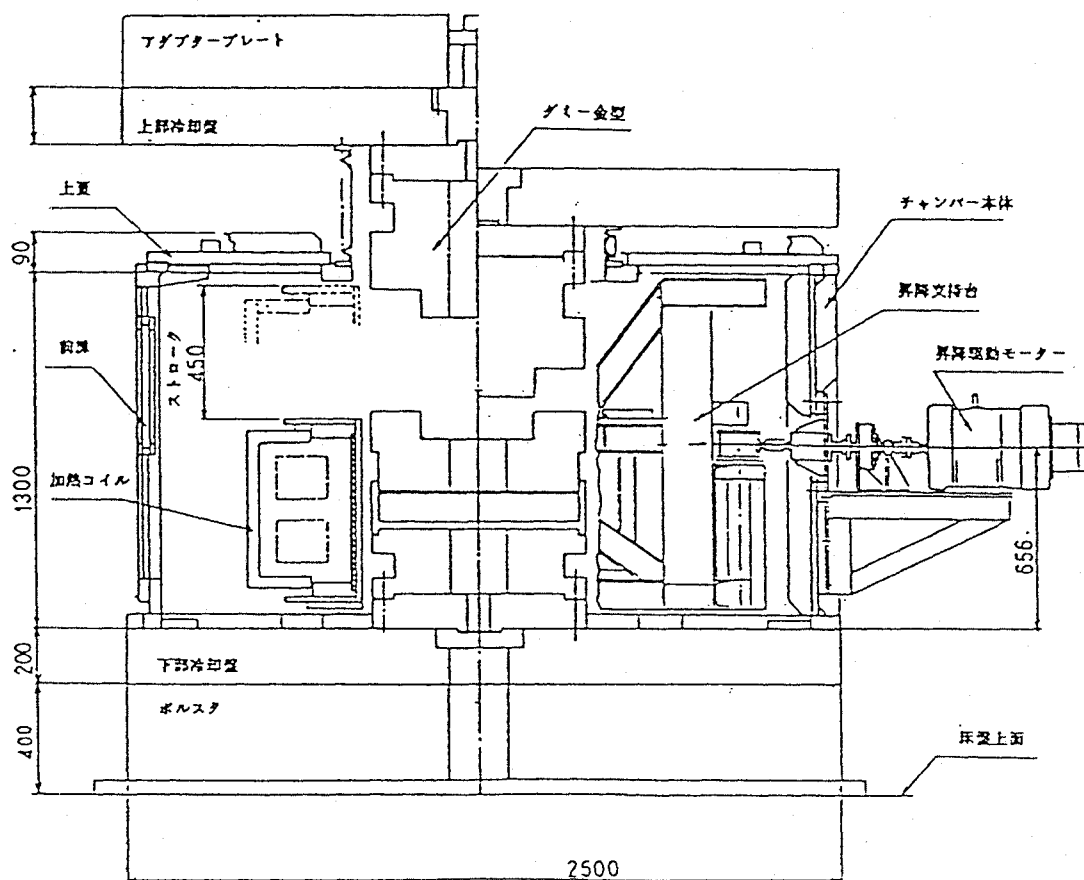


図1. チャンバー, 及び加熱装置の組立図

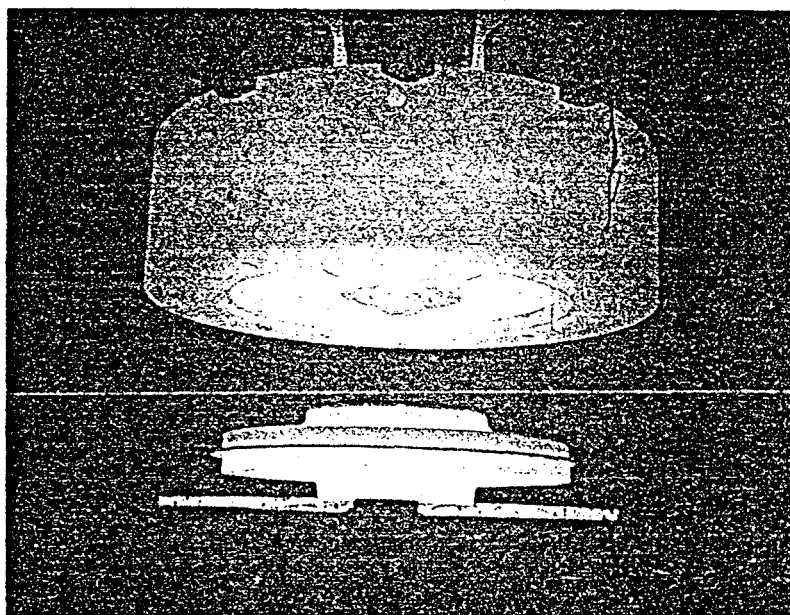


図2. 400φ鍛造ディスクのロックアウト状況

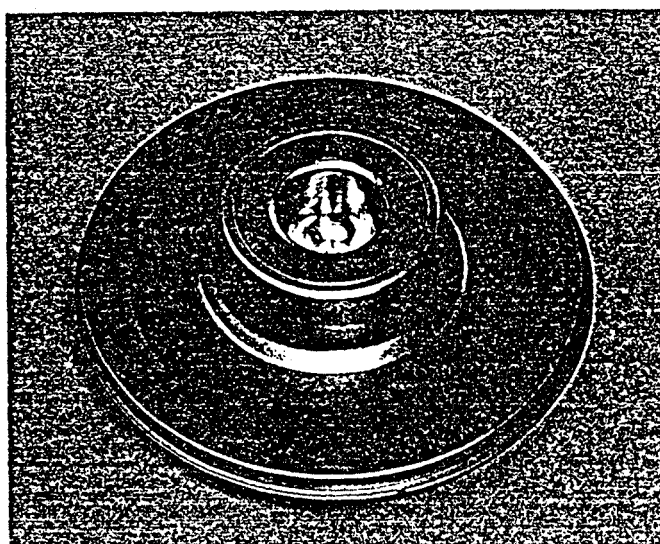
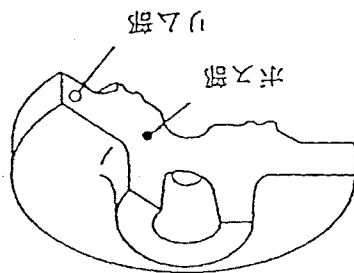
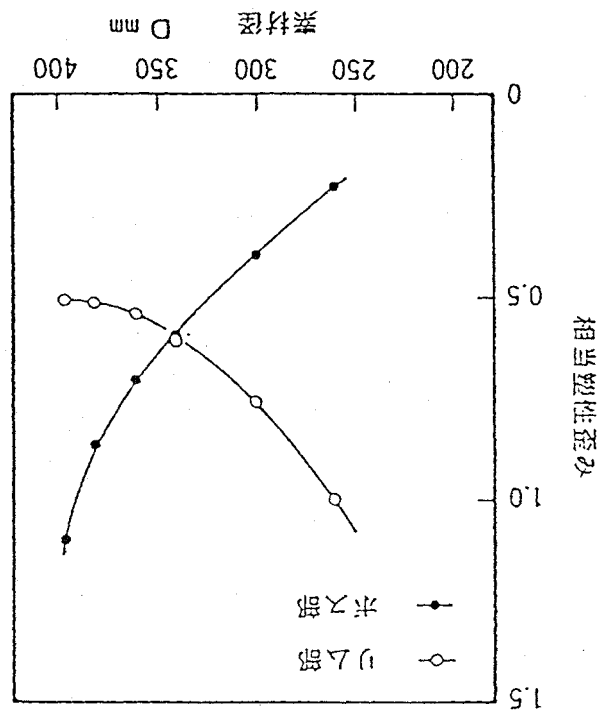


図3. 開放金型で鍛造した400φ鍛造ディスクの外観

図4. ホス付きテフサクの超塑性鍛造における
素材径と加工歪みの関係



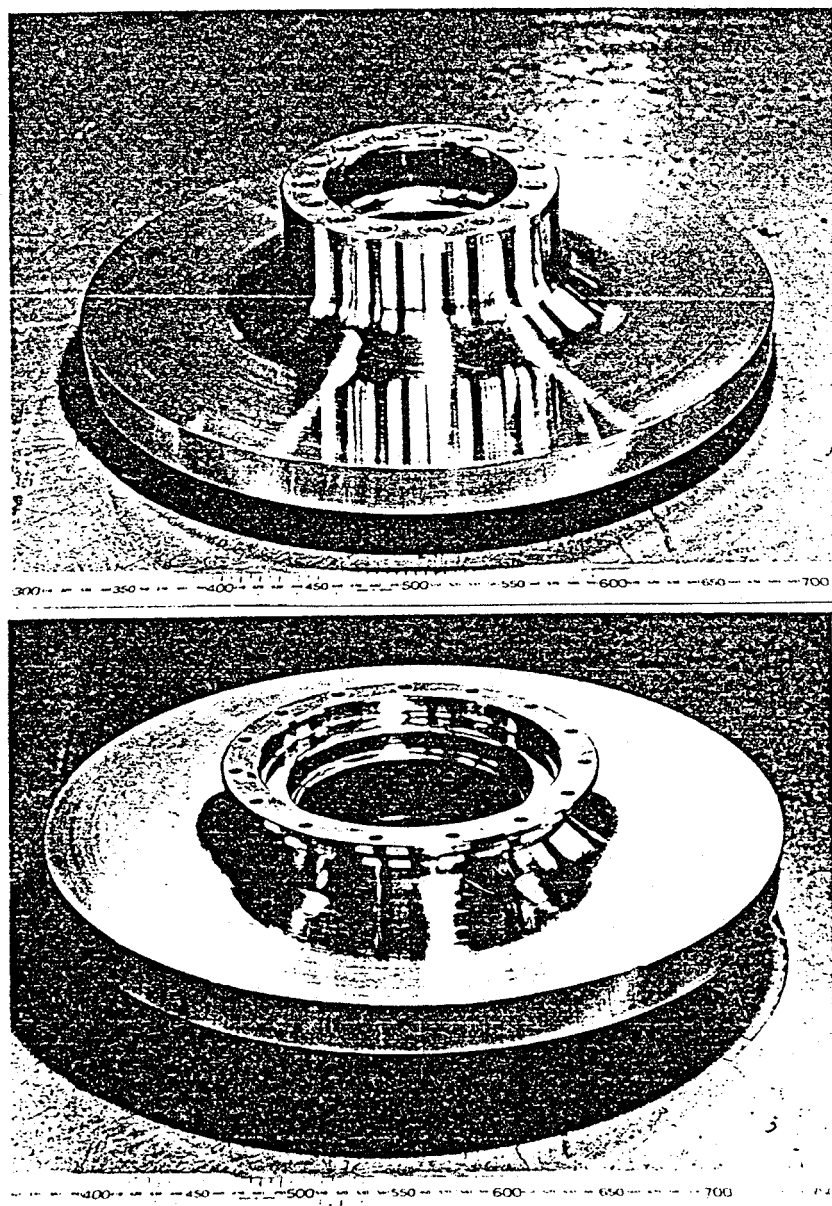


図5. 回転試験用ディスクの外観

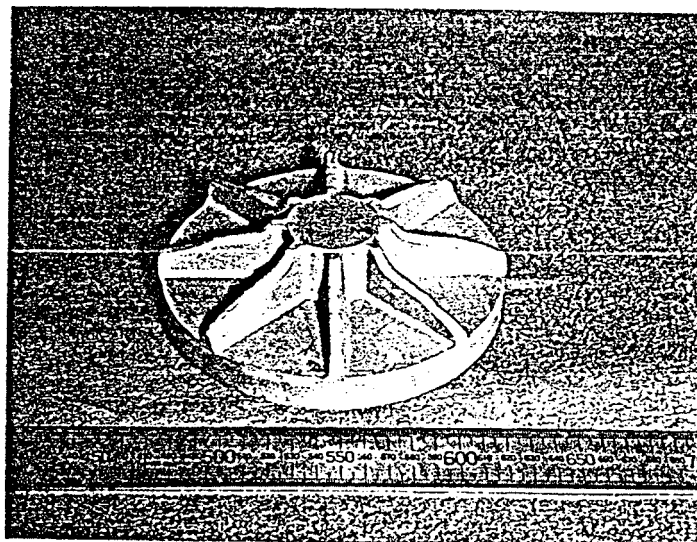


図6．複雑形状ディスクの外観

表2．デュアル・プロパティ・ディスク用材料の組合わせと溶体化処理温度

組合せ	ハブ(中心) x リム(外用)	溶体化処理温度
1	TMP-3 x René' 95	1160 ~ 1200 °C
2	TMP-3 x AF 115	1170 ~ 1200 °C
3	Mod. IN100 x AF 115	1170 ~ 1180 °C

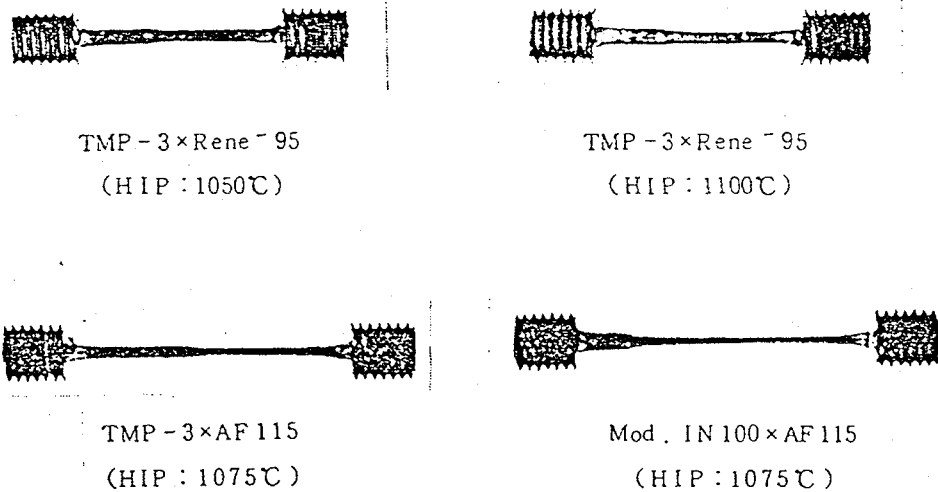


図7. 接合材の超塑性引張試験後の試験片外観

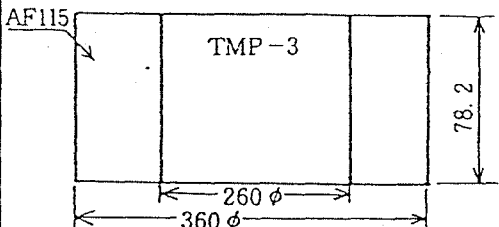
表3. 超塑性鍛造素材の製造条件

デイス7巻号 (P:ベンチキ状 D:ボス付)	1次 HIP (1080°C x 1800 1/2 / cm ² x 2h)		2次 HIP (1100°C x 1800 1/2 / cm ² x 2h)		素形形状
	合金	粒度	合金	粒度	
P-1	AF115	-250M	TMP-3	-250M	
P-2	AF115	-325M	TMP-3	-150/+250M	
P-3	AF115	-150/+325M	TMP-3	-250M	
D-1	TMP-3	-250M	AF115	-250M	



図8. デュアル・プロパティディスクの横断面
マクロ組織

表4. デュアルプロパティディスク
プレフォーム製造条件

	1次HIP	2次HIP	形状
HIP条件	1080℃×1800kg/cm ² ×3h	1130℃×1000kg/cm ² ×3h	
合金	TMP-3	AF115	
粒度	-250 mesh	-150 mesh	

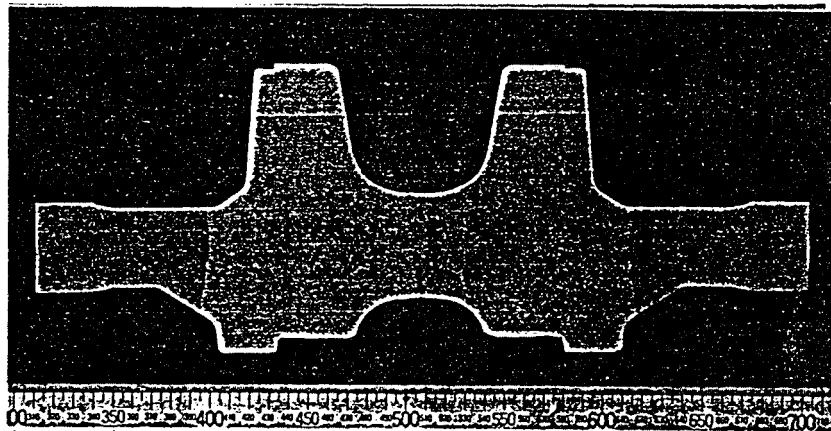


図9. デュアルプロパティディスクの横断面マクロ組織

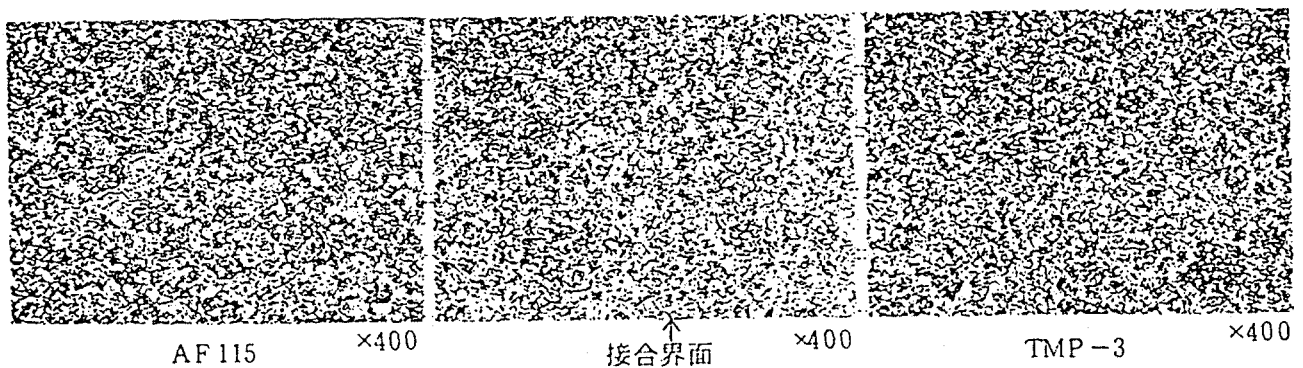


図10. デュアルプロパティディスクのミクロ組織

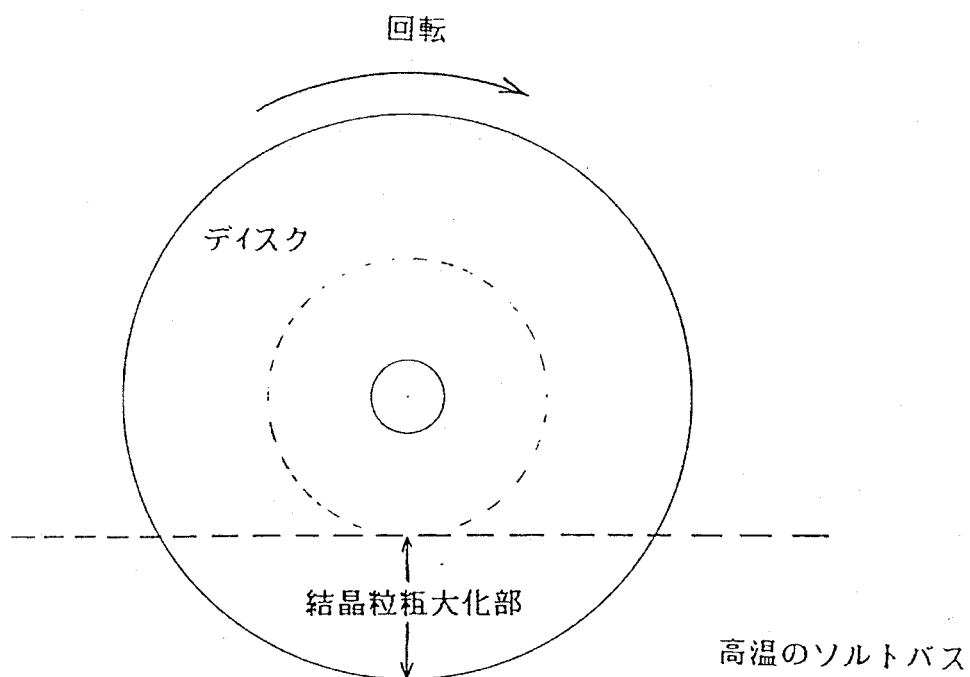


図11. ディスクの外周部をソルトバスに浸せきし回転させながら処理する
(Partial Immersion Treatment Process)

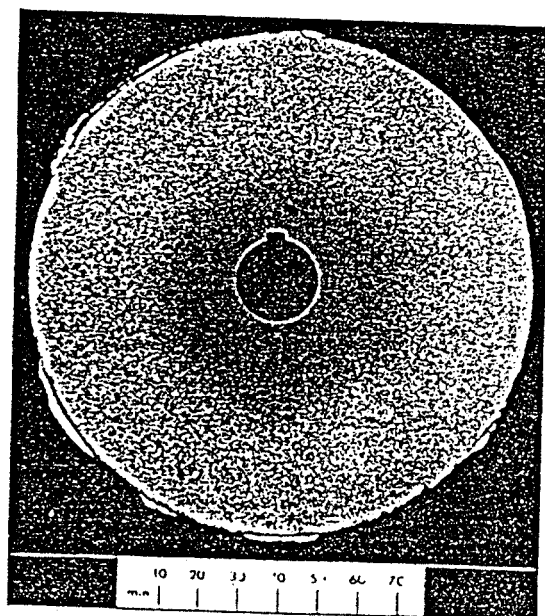


図12. AF2-1DA合金製タービンディスク

高性能結晶制御合金後期研究開発
実績報告書（最終報告）

「C I P（ラバープレス）技術」

平成元年 3 月

研究実施機関名
住友電気工業(株)

研究項目名 C I P (ラバープレス) 技術

研究開発期間 後期

1. 後期研究開発の要旨

1.1 後期研究開発の目標

開発合金粉末を用いて、開発プリフォームの成形、焼結技術を確立するとともに、開発プリフォームを対象に複雑形状部品の超塑性鍛造を行う。

1.2 後期各年度の実施計画のポイント

前期では既存合金 (I N100, Astroloy) の成形、焼結技術の検討や超塑性技術の検討を行った。又この過程で合金粉末の乾式アトライターによる粉末処理が、粉末の成形性や超塑性特性の改良に効果があることを明らかにした。

後期ではL H C法で作成された開発合金TMP-3の成形、焼結技術、超塑性技術の検討を行う。ただし、超塑性技術においては、特徴的技術として、①製品(タービンディスク)を実際に生産する際に必要になると考えられる、生産性を向上する為に必要な、高変形速度($\dot{\epsilon} \sim 10^{-1} \text{sec}^{-1}$)での超塑性変形の研究や、②これまで引張試験でしか行われていなかったm値の測定を、より実際の鍛造に近い圧縮変形時のm値の測定評価により行う研究も行った。又、③合金の熱処理後の特性の劣化を防止した粉末処理方法の研究も行った。

60年度 開発合金の成形、焼結技術の検討及び超塑性特性の評価を引張試験にておこなう。

- 6 1 年度 開発合金の超塑性変形特性を高変形速度にて評価すると共に、超塑性圧縮評価装置を設計、製作し、合金の超塑性特性を圧縮試験により評価する。
- 6 2 年度 前年度に引き続き開発合金の超塑性圧縮挙動の調査を行うと共に合金の熱処理後の高温引張特性の劣化を防止した粉末処理方法の検討により高温引張特性の改良を行う。
- 6 3 年度 合金のFe元素による汚染を防いだ状態で粉末処理を行う為に必要な粉末処理装置の改良を行う。又、開発合金の成形性を改良する。

1.3 後期研究開発の実績のポイント

後期目標を達成する為には、(1) 開発合金粉末の成形、焼結技術の検討と、(2) 開発合金の超塑性技術の検討を行う必要がある。

前期ではこの(1) 及び(2) の研究を既存合金について行った。その結果、合金粉末処理が、成形や超塑性に好影響を与えることを明らかにした。

後期ではこの結果を踏まえ、開発合金 (TMP-3) について、(1) 及び(2) の検討を行い、良好な超塑性を有するプリフォームをCIP、活性化焼結法により作成した。又、後期の研究を行う過程で、目標にはあげていなかったが、いくつかの特徴的技術を得ることができたのでこの点についても以下にまとめた。

(1) 開発合金粉末の成形、焼結技術

(1) - a 成形技術

LHC法による開発合金 (TMP-3) 粉末の成形を行う為の前処理として、

乾式アトライターによる粉末処理を行った。

粉末処理の結果、粉末の形状は元の球形から異形に変化し粉末のCIP成形性は向上した。さらに成形性を改善する目的で乾式アトライター処理粉末の真空焼鈍 ($<10^{-5}$ torr) を行った。これは乾式アトライターによる粉末処理の結果上昇した粉末の硬さを焼鈍により下げ、粉末を軟らかくすることによりCIP成形性の改善を図ったものである。

この結果、粉末の成形性は改善され、高圧CIP (6000kg/cm²) 形成により $\phi 8 \times 10$ の寸法の小型CIP成形体の作成を可能にした。

(1) - b 焼結技術

(1) - a で述べた方法により作成したCIP成形体の焼結を行った。ただし焼結は活性化焼結法を用い、成形体に鐘りを載せると共に、前期で行った場合よりも成形体の近傍で活性なプラズマが発生することにより、活性なプラズマが成形体の焼結に効果的に作用する方法で行った。この結果、99%以上密度を有する焼結体を作成することができた。

(2) 成形・固化されたプリフォームの超塑性技術

CIP・活性化焼結により作成した焼結材の超塑性圧縮試験を $\dot{\epsilon}_0 = 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ で1000℃及び1050℃にて行った。この結果、焼結材の変形抵抗はそれぞれ約7 kg/mm²及び2.5kg/mm²であり、超塑性を示さない材料に比べ低い変形抵抗で変形が起ることを確認した。又、圧縮変形材には割れは全く無く、CIP・活性化焼結材が良好な超塑性を示すことが分かった。

又、この研究成果を踏まえ超塑性圧縮評価装置 (最大負荷荷重25ton) を用いて、CIP・活性化焼結プリフォームを圧縮変形しボス付タービンディスクのミニチュア (外径 $\phi 50$) を作成した。圧縮材に欠陥はなく、プリフォームの型圧縮性が良好であることを確認した。

その他の成果として、超塑性特性に及ぼす粉末処理の効果を検討した結果、

乾式アトライターによる粉末処理がLHC法による開発合金TMP-3の超塑性特性の改善に寄与していることが明らかになった。即ちLHC法による-60 meshのTMP-3粉末のHIP処理材が、粉末処理を施さない場合は20%以下の伸びしか得られないのに対し、粉末処理を行った場合は300%以上の伸びが得られることを明らかにした。

又、超塑性圧縮評価装置を設計・製作し開発合金の超塑性特性を圧縮試験により評価した。この結果、TMP-3粉末の粒度と粉末処理時間が共に圧縮変形時の変形応力に影響を及ぼし、粉末の粒度が細かい程、又処理時間が長い程、変形応力が低くなり超塑性変形が容易になることが明らかになった。

又後期目標と直接の関係はないが次の特徴的技術についても検討を行った。

① 製品（タービンディスク）を実際に生産する際には、その生産サイクルが速く、生産性が高いことが必要である。この高い生産性を得る為に必要な高変形速度でのTMP-3合金の超塑性変形特性について調査した。

この結果、LHC法のTMP-3合金は、乾式アトライター処理を施すことにより1040℃で $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \sim 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$ の高変形速度において0.3以上のm値を持つことが明らかになり、高変形速度において超塑性変形が行なえる可能性があることが明らかになった。

② これまで引張試験でしか行われていなかったm値の測定を、より実際の鍛造に近い圧縮変形時のm値の測定評価により行った。この結果、粉末処理を行ったTMP-3HIP材の圧縮変形中のm値が $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-3}$ 及び $3.8 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ で0.3以上であることが分かった。又、歪速度値によって圧縮材のm値が歪とともに上昇又は低下することが分かった。このことより変形速度を適当に選択すれば、材料のm値を圧縮変形中に上昇できる（即ち超塑性特性を改良できる）可能性のあることが分かった。

③ 乾式アトライターによる粉末処理を行った場合に、雰囲気からの酸素やアトライター処理槽内壁からの鉄の混入があり、合金の熱処理後の高温引張特性

に悪影響を及ぼすことを明らかにした。これらの汚染を最少限に抑えることにより合金特性を改良し、粉末処理を行わなかった材料と同等の引張特性を得た。

Ti合金のCIP成形

Ti合金については、Ti合金粉末のCIP成形・焼結技術の検討を行った。通常、プレアロイのTi合金粉末のCIP成形は不可能とされているが、CIP成形の前にTi合金粉末の水素化処理及び粉碎処理を行い、Ti合金粉末の性状を変化させることによりCIP成形が可能になることを明らかにした。

1.4 残された問題点とその解決策

次世代の研究においては760℃における引張特性が、超塑性合金研究テーマの目標とされていた。実用的観点からは、この高温引張特性以外の疲労、耐食性等の特性についても今後評価を行ってゆく必要があると思われる。

2 後期研究開発の実績

2.1 緒言

後期目標を達成する為には(1) 開発合金の成形、焼結技術及び(2) 開発合金の超塑性について検討を行う必要がある。

(1) 開発合金粉末の成形、焼結技術では開発合金粉末(TMP-3)のCIP成形を行い、取扱い上支障のない成形体を得ること及びその焼結を行い緻密で微細な結晶粒を有する焼結体を得ることを目的として行った。

(2) 開発合金の超塑性に関しては(1)で得られたCIP・焼結材の超塑性圧縮特性を調べることを目的とした。

又、Ti合金についてはそのCIP成形性を改善し、CIP成形を行うことを目的とした。なお説明を分かり易くする為、最初にNi合金について述べた後、次にTi合金についてまとめることにする。

(1) 開発合金粉末の成形・焼結技術

(1)-2.2 実験及び解析の手法

L H C 法による-140mesh($106\mu\text{m}$ 以下)のTMP-3粉末の粉末処理を2時間行った。処理粉末を真空中で $1100^{\circ}\text{C} \times 2\text{hr}$ の条件で焼鈍を行った後、CIP成形($6000\text{kg}/\text{cm}^2$)し、 $\phi 8 \times 10$ の小さな成形体を作成した。さらに成形体に $200\text{g}/\text{cm}^2$ の錘りを載せた状態で活性化焼結を行った。ただし活性化は従来と異なり活性なプラズマが成形体近傍で発生する方法より行った。(従来は発生位置と成形体とが30cm以上隔れていた為、成形体にまで達するプラズマの密度は低く、プラズマによる成形体の緻密化効果は焼結体表面にしか現われなかった。

(1)-2.3 研究開発の結果及び考案

開発合金の成形性について述べる前に、既存合金の粉末特性とCIP成形性の関係についてまとめ、次に開発合金のCIP成形性を述べる。

粉末特性とCIP成形性の関係

真空アトマイズ法による-100mesh($149\mu\text{m}$ 以下)の既存合金Astroloy粉末、及びL H C 法による-60mesh($250\mu\text{m}$ 以下)TMP-3粉末の粉末特性と、CIP成形性の関係を表1に示した。表1に示した粉末特性〔粉末の硬度、粉末の平均粒径(累積粒度分布が50%になる粒径)、形状、粒度分布〕は昭和56年度に明らかにした様に、いずれも粉末のCIP成形性と関係の深い特性である。例えば粉末の硬度は低い方がCIP成形性が良い。平均粒径は小さい方がCIP成形性が良い。

又粉末の形状に関しては球形よりも異形の方がCIP成形性が良いことが明らかになっている。これは粉末が異形である方が球形よりもCIP成形した時の粉末同士のからみ合いが増すことにより成形性が向上するためである。

粒度分布に関しては、粒度分布の巾が広い方が良い。粒度分布の巾が広い方が粉末は粒径の小さな粒子から大きな粒子までばらついて存在していることになり、大きな粒子のすき間を小さな粒子が効果的に埋めることができる為、粉

末の充填密度が高くなる上粉末同士の接触面積が広くなりCIP成形性は向上する。

既存合金Astroloyの場合、CIP成形は圧力 $=4000\text{kg}/\text{cm}^2$ においては不可能であるが、圧力 $=6000\text{kg}/\text{cm}^2$ では可能である。即ち、 $4000\text{kg}/\text{cm}^2$ では成形体には割れが入っており成形不可能であるが $6000\text{kg}/\text{cm}^2$ ではハンドリングが可能な成形体を作成することができる。（しかしながら成形体のコーナー部は成形体強度が低い為、割れている。）

既存合金における粉末処理の効果

既存合金Astroloyに乾式アトライターによる粉末処理を施した場合には粉末の成形性が向上した。即ちAstroloy粉末に30分間の粉末処理を施した粉末をCIP成形すると、CIP成形圧力が $4000\text{kg}/\text{cm}^2$ においても割れの無い成形体の作成が可能である。（粉末処理無しの場合、不可能） $6000\text{kg}/\text{cm}^2$ においては成形体コーナー部においても割れの少ない成形体を作成できた。

粉末処理を行った場合に成形性が改善される原因は、粉末処理により粉末の形状が元の球状から異形に変化する為である。又粒度分布の巾が広がることも理由の一つと考えられる。粉末の平均粒径は多少大きくなるが大きな差は無い。又粉末の硬度が上昇することは成形に不利と考えられるが、形状変化及び粒度分布改善による効果が大きい為成形性が改善されたものと考えられる。

開発合金粉末の成形性

1) 原料粉末特性とCIP成形性

LHC法により作成された開発合金粉末の粉末特性を調査した表1からは、4つの粉末特性のいずれもが既存合金よりCIP成形上不利な値を示していることが分かる。即ち表1に示した様に、既存合金に比べ硬度が高く、粒径が粗く、粒度分布も極めて狭い粒径範囲に分布している為、成形が困難であることが予想できる。実際にCIP成形をした結果では $6000\text{kg}/\text{cm}^2$ においても成形は全く不可能で、CIPを施した後も、粉末はほぼ元の状態のままであり、成形体の破片さえも存在しなかった。

2) 粉末処理による粉末形状と粒度分布の改善

開発合金粉の成形性を改良する為には4つの粉末特性のいずれかを改善する必要がある。粉末形状と粒度分布を改良する為に粉末処理を行った結果を図1及び図2に示した。図1より3時間粉末処理を行った粉末は異形になっていることが分かる。図2は粉末の粒度分布を示したものである。前期の研究の結果より、粉末の形状の変化は粒度分布の変化を伴うことが分かっている。図2と比較の為、図3に-350mesh($44\mu\text{m}$)の既存合金IN100粉末を粉末処理した結果を示したがIN100では処理時間10~25分で粒度分布に大きな変化が現れ、これと共に粉末形状は球状から異形に変化した。一方TMP-3では図2に示した様に処理時間2時間までは粉末の粒度分布にほとんど変化が表れていない。又2時間までは粉末形状が変化していないことがSEM観察の結果明らかになった。処理時間3時間では粒度分布に変化が現れ、粉末形状も大きく変化した。

CIP成形性はこの粉末処理の結果に呼応して2時間では不可能であったが、3時間の粉末処理では成形体のコーナー部に割れがあるものの成形が可能になった。このことより乾式アトライターを用いた粉末処理により、開発合金の成形性は全く不可能な状態からコーナー部に割れはあるものの成形可能な状態に改善されたことが分かる。

3) 粉末硬度と粉末粒度の改善

コーナー部に割れの無い、ハンドリング上支障の無い成形体を作成する為、粉末特性の他の2条件についても改善を行った、まず粉末硬度を下げる検討を行った。これは粉末形状と粒度分布を改善する為に粉末処理を行った結果高くなった硬度を焼鈍により下げるのが狙いである。粉末の焼鈍を行った結果を図4に示した。図4に明らかな様に粉末処理により高くなった硬度は焼鈍によりほぼ焼鈍前の状態にまで低下した。

さらに粉末粒径を細かくする為、粉末処理を行う原料粉末については粒度の細かいものを用いることにした。

以上に述べた実験結果を基に、4つの粉末特性の改善を行ったTMP-3粉末のCIP成形を行った。実験方法は(1)-2.2項に示したとおりである。LHC法によるTMP-3粉から篩分により-140mesh (106 μ m以下)の比較的細かい粉を得、粉末処理により粉末形状と粒度分布の改善を行った後、焼鈍により粉末硬度を下げた。これらの処理を行った粉末のCIP成形を6000kg/cm²の成形圧で行った結果、 $\phi 8 \times 10$ の寸法の小型成形体を得ることができた。即ち供給されたままの粉末ではCIPを施しても全く成形できなかったが、微細な-140meshの粉末の(粉末処理+焼鈍)材では成形体を得られた為、これらの処理がCIP成形性の改善に有効であったことが分かった。

次に成形体の焼結を活性化焼結法により行った。活性化焼結は、(1)-2.2実験方法に述べた方法で行った。活性化焼結を行った後の焼結体の組織を図5に示す。図に明らかな様に空孔は見られず、密度は99%以上になっているものと思われる。

従来活性化焼結の効果が焼結体表面にしか現れなかったにも拘らず、今回は99%以上の密度を持つ焼結体を得られた。これは従来はプラズマ発生位置と成形体とが30cm以上離れていた為、成形体にまで達するプラズマの密度は低かったのに対し、今回はプラズマ発生位置が成形体近傍であった為、活性化焼結の効果が十分発揮されたからであると思われる。

(2) CIP成形・活性化焼結されたプリフォーム超塑性

CIP成形・活性化焼結で得られたプリフォームの超塑性圧縮特性を調査することを目的とした。

(2)-2.2 実験及び解析の手法

(1)で得られた活性化焼結材より $\phi 7 \times 9$ の小型試片を切り出し、1000℃及び1050℃、 $\dot{\epsilon}_0 = 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ にてAr雰囲気中で圧縮試験を行った。圧縮試験はTZM製金型を用いて、ガラス系潤滑材を使用して行った。圧縮変形中の変形抵抗

の測定と圧縮材の外観観察を行った。

同様の方法で作成したC I P、活性化焼結プリフォームより、 $\phi 20 \times 47$ の円柱を切り出した。この円柱の圧縮を超塑性圧縮評価装置（最大負荷荷重25ton）を用いて行った。圧縮にはT Z M製の型圧縮用金型を用い、1050℃、初期歪速度 10^{-4}sec^{-1} で行った。型圧縮用金型は外径約50mmのボス付ディスクを圧縮成形する為の上下金型であり、ガラス系潤滑材を金型に塗布した状態で圧縮した。

(2) - 2.3 研究開発の結果及び考察

C I P成形・活性化焼結材の圧縮変形中の変形抵抗は1000℃にて約 7kg/mm^2 、1050℃にて約 2.5kg/mm^2 であった。又圧縮変形後の試片の表面には割れ等の欠陥は無かった為、焼結材が良好な超塑性特性を有していることが分かった。圧縮変形前後の試片の外観写真を図6-a)に示した。

同様にしてC I P、活性化焼結法で作成したプリフォームをボス付ディスクの形状に超塑性圧縮して作成した圧縮材の外観写真を図6-b)に示した。圧縮材には割れ等の欠陥は無く良好な圧縮変形状態であったと推察される。

(3) その他の得られた成果

研究の本来の目的とは異なるが、研究を行う課程で副産物的に得られた成果を以下に述べる。

I) 粗粉末の超塑性引張特性の改善

I - i 実験方法

L H C法による平均粉末粒径が $154 \mu\text{m}$ ($-60 + 150 \text{mesh}$)及び $139 \mu\text{m}$ (-60mesh) のT M P - 3粉末の粉末処理を1～3時間行った。粉末処理はアジテータ回転速度 200rpm でArガス雰囲気中にて行った。処理粉末を1130℃×1800kg/cm²×1hrの条件でH I P固化後、その超塑性特性を引張試験法にて測定した。

引張試験後引張試片をつき合わせ破断伸びを測定した。

I - ii 結果及び考察

超塑性引張試験結果を表 2 に示した。表に明らかな様に粉末処理を行なった場合には10%以下の伸びしか得られなかったのに対し、粉末処理を1時間行った材料では135 ~ 215 %の伸びが得られた。また2時間以上の処理を行った場合には 300%以上の伸びが得られた。このことより乾式アトライターを用いた粉末処理により開発合金の超塑性特性が改善されたことが分かる。

II) 粗粉末の超塑性圧縮特性の改善

II - i 実験方法

平均粉末粒径が 139及び154 μm のTMP-3粉末を用い、0.5~2時間の各条件で乾式アトライター処理を行った。得られた処理粉末を 10^{-4}torr 以下の真空中で軟鋼シース中に封入後HIP処理を行った。HIP処理条件は $1130^{\circ}\text{C} \times 1900\text{kg} \cdot \text{f}/\text{cm}^2 \times 1\text{hr}$ とした。次に得られた素材の圧縮試験を 1050°C ，歪速度 $2 \times 10^{-4}\text{sec}^{-1}$ の条件で行いその変形荷重の変化を測定した。

II - ii 結果及び考察

超塑性圧縮試験を 1050°C ，歪速度 $= 2 \times 10^{-4}\text{sec}^{-1}$ の条件で行った結果を図 7 に示す。いずれの材料も変形の初期に応力が高くなり、ある変形量で最大応力値を示した後は加工軟化する傾向にある。粉末処理が超塑性圧縮挙動に及ぼす効果としては、

- ① A と B の比較より、同じ粉末処理時間では原料粉末が細かい方が変形応力が低くなること。
 - ② A と C の比較より、原料粉末粒径が同じ場合には粉末処理時間の長い方が変形応力が低くなること。
- が図 7 より確認できる。

この粉末処理を行った L H C 法による T M P - 3 超塑性圧縮材には全く割れが無かった。従って、平均粉末粒径が $154 \mu\text{m}$ ($-60 + 150\text{mesh}$) の比較的粗い粉末を原料に用いた場合でも、粉末処理を 30 分間行えば割れの無い超塑性圧縮材を得ることができることが分かった。

又変形応力に関しては、粉末処理時間を長く (2 時間) すれば短い (30 分間) 場合の $\frac{1}{2}$ 以下の応力で変形することが図 7 より分かる。従って鍛造荷重が大きくなる様な複雑形状品の鍛造加工を行う為には 2 時間以上の長時間処理粉末を用いると良いことが明らかになった。

Ⅲ) 高変形速度での超塑性変形

Ⅲ - i 実験方法

T M P - 3 粉末 ($-60 + 150\text{mesh}$, 平均粉末粒径 (累積粒度分布が 50% になる粒径) = $154 \mu\text{m}$) の乾式アトライター処理を 3 時間 (Ar ガス雰囲気中、回転速度 = 200rpm) 行った。得られる粉末の H I P 成形材 (H I P 条件 $1130^\circ\text{C} \times 1900 \text{ kg/cm}^2 \times 1 \text{ hr}$) より試片を切り出し $980 \sim 1080^\circ\text{C}$ の各温度で引張試験を行った。

Ⅲ - ii 結果及び考察

試験結果を歪速度と変形応力の関係にまとめ図 8 - a に示す。変形温度が高い程、又歪速度低い程変形応力が小さくなる様子が分かる。(1060°C , 1080°C において低歪速度側で変形応力が 1020 , 1040°C の値より高くなっているのは、試験中に結晶粒が成長したためと思われる。) 図 8 - a の最高温度と最低温度における試験結果を抜き出して m 値と歪速度の関係にまとめ結果を図 8 - b に示す。同図より ① Ni 基合金の超塑性発現条件としては低温の 980°C においても m 値が 0.5 を越す歪速度領域 ($2.4 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ 以上) が存在すること (超塑性特性が良好な状態; $m > 0.3$) ② 1080°C では 10^{-2} sec^{-1} の高歪速度においても m 値が 0.6 を超える値を示すことが明らかである。即ち超塑性引張試験により、従来 ($1050 \sim 1100^\circ\text{C}$, 歪速度 = $10^{-5} \sim 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ (L H C 法による開発合金の場合)) より低温、又は高変形速度域においても開発合金が超塑性変形できる可能性のあ

ることが確認できた。

IV) 圧縮変形中の m 値の測定

IV - i 方法

平均粉末粒径が $154\mu\text{m}$ (供給された L H C 粉末の $-60+150\text{mesh}$ に相当) の T M P - 3 粉末の粉末処理を乾式アトライターで 3 時間行った。粉末処理は Ar ガス雰囲気中でアジテータ回転速度 200rpm で行った。得られた粉末を 10^{-5}torr の真空中において軟鋼シース中に封入した後、 $1130^{\circ}\text{C} \times 1800\text{kg}/\text{cm}^2 \times 1\text{hr}$ の条件で H I P 成形した。H I P 成形材より $\phi 4 \times 10$ の円柱状試験片を切り出し、 1050°C で初期歪速度 $1.67 \times 10^{-3} \sim 1.67 \times 10^{-2}\text{sec}^{-1}$ の範囲で圧縮試験を行い変形応力を測定した。又超塑性変形中に歪速度を急変させ m 値を測定する実験を 1100°C において行った。

IV - ii 結果及び考察

1100°C において圧縮実験を行った結果を真歪量と変形応力の関係で図 9 に示した。(横軸は真歪を百分率で示してある)歪速度が $1.67 \times 10^{-3}\text{sec}^{-1}$ においては変形応力が歪量と共にわずかながら上昇してゆく傾向にあった。一方、歪速度が $8.37 \times 10^{-3}\text{sec}^{-1}$ 及び $1.68 \times 10^{-2}\text{sec}^{-1}$ においては変形応力はピークの応力を示した後低下してゆく傾向にあった。又、 1050°C において行った実験結果でも、高歪速度で加工軟化し、低歪速度で加工硬化する傾向にあった。

変形速度が速く加工軟化を起こす場合と変形速度が遅く加工硬化を起こす場合とで変形の状態がどの様に変化するかを調べる目的で、 1100°C において歪速度急変法により m 値を測定した結果を図 10 に示す。 m 値は初期歪速度 $1.67 \times 10^{-3}\text{sec}^{-1}$ 及び $8.33 \times 10^{-3}\text{sec}^{-1}$ において変形中に歪速度を急変させ測定した。

加工硬化を起こした歪速度の遅い場合 ($1.67 \times 10^{-3}\text{sec}^{-1}$ の場合) では最初 m 値は高いが、歪量が増加すると共に低くなっていく傾向がある。一方加工軟化を起こした歪速度の速い場合 ($8.33 \times 10^{-3}\text{sec}^{-1}$ の場合) では、初め m 値は低い値 ($0.3 \sim 0.4$) ではあるがやや増加してゆく傾向があった。

m 値が変形中、変形速度により変化することから考え、例えば超塑性変形性能の低いプリフォームを変形する場合に、鍛造総荷重が高くなる前の鍛造初期の段階で速いめの歪速度で変形し、m 値を高めて変形性能を増してから後に鍛造総荷重の高くなる鍛造中・後期は変形速度を遅くする様な 2 段階の変形速度で行う鍛造法を行うと従来よりプリフォームの鍛造性が改善され、又金型の負荷が減る為金型寿命を長くすることも可能であると思われる。

V) 熱処理後の高温引張特性の劣化を防止する為の粉末処理方法の検討

乾式アトライターによる粉末処理が開発合金の C I P 成形性の改善や超塑性特性の改良に効果があることはこれまでに述べたとおりである。さらに粉末処理技術を改良し完成させる為、粉末処理が熱処理後の合金性能に与える影響を明らかにし問題点の把握とその解決を行った。ただし本研究テーマでは試験片を切り出せる大型ディスクの鍛造が行えない為、高温引張特性は H I P 材を鍛造無しで直接熱処理した材料の引張試験を行うことにより測定した。

V - i 方法

①乾式アトライター処理が H I P 材の熱処理後の高温引張特性に与える影響について基礎的知見を得るため、アトライター処理粉末 H I P 材に熱処理を施した材料より試験片を切り出し 760℃にて引張試験を行った。

粉末のアトライター処理時間は0~3時間である。H I P 条件は1130℃×1190 kg/cm²×1 hrとした。又熱処理は1220℃×2 hr A C→1080℃×4 hr A C→843℃×16hr A C→760℃×24hr A Cの条件で行った。(以後本文中で述べる熱処理は特にことわりがない限りこの条件で行ったものである。)

②乾式アトライター処理を20分間行った I N 100 粉末(-100mesh, 149μm 以下)の E P M A 分析を行った。

③ T M P - 3 合金 (-150 mesh, 平均粉末粒径88μm)の乾式アトライター

処理を20分間行った。さらに得られた処理粉末の磁選処理を行った。磁選時に磁石に付着した粉末、付着しなかった粉末、磁選末処理粉末の3種類粉末を原料としてH I P (1100℃×1500kg/cm²×2hr)及び熱処理の後760℃で引張試験を行い、磁選の効果と不純物の影響を比較調査した。又乾式アトライター処理粉末の酸素濃度、鉄濃度を測定した。

V-ii 結果及び考察

①760℃にて引張試験を行った結果を表3に示した。表3に明らかな様に処理粉末の酸素濃度が高い(～1000ppm)材料では、その引張強度及び伸びは低い値を示した。又酸素濃度の高い材料では旧粉末粒界にAl, Nb及び酸素が偏在することが別に行ったE P M A分析の結果明らかになった。

②I N100 処理粉末のE P M AによるX線像を図11に示す。Fe-K α 線像に示した様に処理粉末中にはアトライター壁から混入したと思われる鉄の破片が、一部ではあるが混入していることが確認できた。処理粉末のFe濃度はこの為、0.09%と原料粉(0.06%)より高い値を示した。

③ ①の結果より、高温強度特性を改善する為には粉末処理時の合金粉末の酸素による汚染を防ぐ必要があることが分かる。又②の結果より、粉末処理時の汚染にはFeによる汚染もあることが分かる。

酸素による汚染を防ぐ目的で、乾式アトライター処理時の処理槽の気密を良くしArガス置換を十分行う等の処理を行なった。さらに62年度には高純度粉末処理装置を導入し、処理粉末の酸素濃度を100ppm前後にまで抑えた粉末処理を行うことに成功した。

さらに処理粉末中のFe成分を除去し、Fe成分除去の効果を確認する為、磁石を用いて磁選にて処理粉末中のFe成分を除去する方法を採った。乾式アトライターによる粉末処理及び磁選処理の後、磁選処理後の粉末のH I P, 熱処理後の高温(760℃)特性を測定した。760℃における引張試験結果を表4に示す。

①磁選後磁石に付着しなかった粉末>磁選処理をしなかった粉末>磁石に付着

した粉末の順に引張強さ、伸び、絞りが大きいくこと ②磁石に付着しなかった粉末を原料とした材料はアトライター処理を施さず、HIP・熱処理のみ行った材料とほぼ同等の引張特性を示すことが明らかとなった。

磁石に付着しなかった粉末、付着した粉末、磁選処理無しの粉末の酸素濃度は表5に示した様にそれぞれ54,170,68ppmであった。又鉄濃度は0.29,1.2,0.55ppmであった。磁石に付着した粉末や磁選末処理の粉末の酸素濃度は760℃における引張強度を著しく低下させる程には高いとはいえない。それにも拘らず高温強度に大きな差異が認められるのは鉄成分の濃度が影響を与えている可能性があると考えられる。

以上の磁選処理によるFe成分除去の結果、乾式アトライターによる処理粉末の高温引張特性は、処理を行わなかった粉末の引張特性とほぼ同等の値を示すことが明らかになった。63年度はこの知見を基に粉末処理槽の内壁をNi合金製にする粉末処理装置の改造を行い、Fe成分の汚染を無くした状態で粉末処理を行った。

Ti合金のCIP成形

REPやPREP法によるブレアロイTi合金の粉末成形は、通常熱間においてHIPや熱間押出等の方法で行われ、冷間での粉末成形は全く不可能とされている。(1) - 2, 3項に述べたCIP成形性と粉末特性〔CIP成形性と関係の深い粉末特性、粉末硬度、平均粒径、粉末形状、粒度分布〕の関係をTi合金について表6に示した。

Ti合金の粉末の場合は、粉末特性はNi基開発合金の粉末特性と同等か又はそれ以上に粉末の冷間成形には不利な特性値になっている。又Ti合金にアトライター処理を施した場合でも粉末特性はあまり改善されなかった。そこでTi合金のCIP成形性を改善する為、以下の研究を行った。

i) 方法

GT33合金粉末10kgを図12の装置を用いて600℃以上の温度において圧力1.3

kg/cm²の水素にさらした。水素化後、粉末をボールミル中で粉碎し、さらに脱水素化処理を 600℃以上の温度で10⁻³torr以下の真空中で行った。

水素化処理を行う前の粉末、水素化処理後の粉末及び水素化・粉碎・脱水素化処理後の粉末の形状をSEMで観察した。それぞれの粉末をシリコンゴムモールド内に充填し10⁻³torrの真空中に脱気した後密封し、圧力3000kg/cm²でCIP成形を行った。

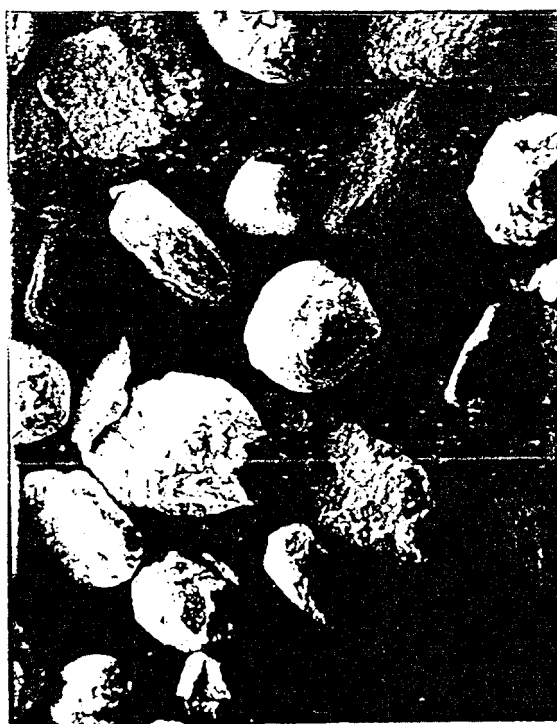
ii) 結果及び考案

水素化処理を行う前の粉末、水素化処理後の粉末及び水素化・粉碎・脱水素化処理後の粉末の形状を図13に示す。処理前の粉末及び水素化処理後の粉末は球形であるが、水素化粉末は粉末の表面にひび割れが見える。又一部粉末が2つに割れた様な形状の粉末が見られた。粉碎及び脱水素を行った粉末は、80μm以下の球形の粉末や、粉碎がまだ十分に行われていない異形の粉末が残っているものの、10μm以下の大きさに粉碎された粉末が多く見られた。

図13に示した3種類の粉末を圧力3000kg/cm²でCIP成形した結果、粉碎を行った粉末のみが成形固化されていた。成形体の大きさはφ20×50mmであった。粉碎粉が成形できた理由は、CIP成形性との関係の深い4つの粉末特性に関し、粉末粒子径が小さくなったこと、粉末が粉碎されて粒度分布の巾が広がったことや形状が球形以外の不規則な形に変化したことにより粉末同士が互いに絡み合いやすくなった為と思われる。

3 国内外の同種技術の開発動向

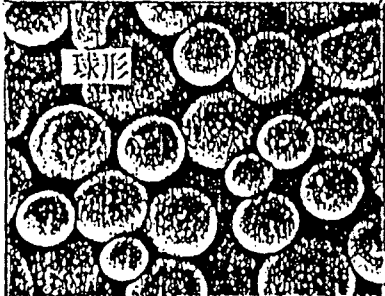
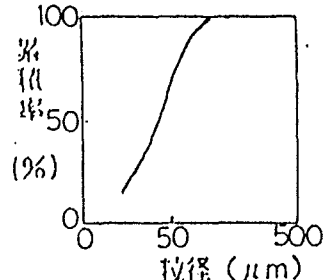
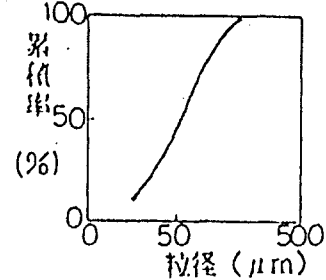
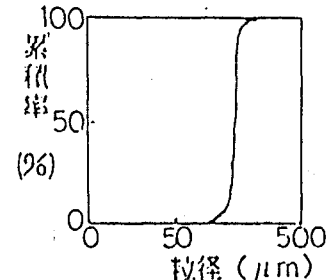
超合金粉末やプレアロイのTi合金粉末を冷間で成形することは一般に不可能とされている。従ってCIP・焼結によりプリフォームを作成した例はない。又現在この種の研究を行っているプロジェクトについての報告は聞いていない。



100 μ m

図1 3時間粉末処理（アジテータ回転数=200rpm）した
LHC法によるTMP-3の処理粉末

表1 Ni基合金粉末特性とCIP成形性の関係

合金 成形の可否 項目	既存合金 (Ni基)		開発合金
	原料粉末	アトライター処理粉末	原料粉末
	成形可	成形可(成形性向上)	成形不可
1. 硬度 (HV kg/mm ²)	320	497	420
2. 平均粒径 (μ m)	43	40 ~ 60	139
3. 形状			
4. 粒度分布			

* 既存合金は硬度が高いものの、平均粒径、形状、粒度分布が良好な為、成形可能である。
開発合金はいずれの特性も、成形には不利な特性値を示しておりCIP成形不可能である。

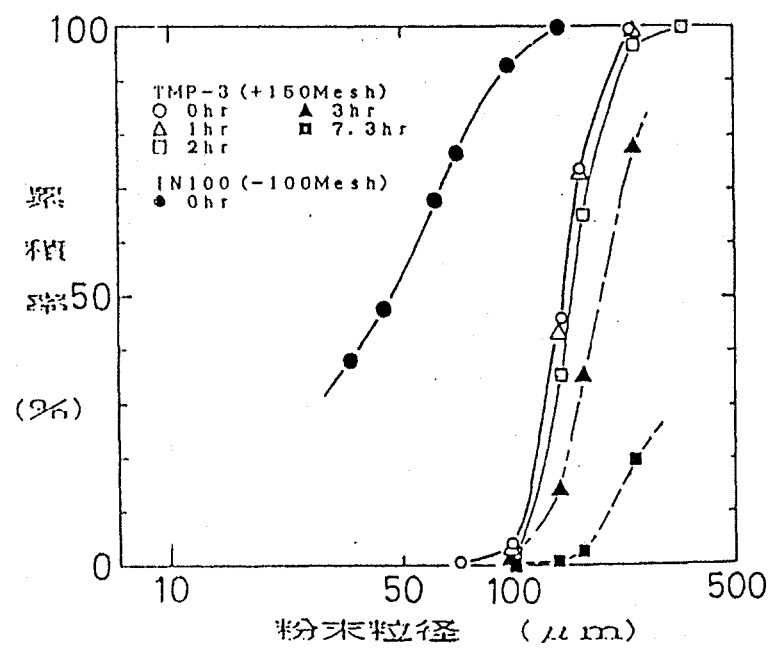


図2 粉末処理を行ったTMP-3粉末の粒度分布

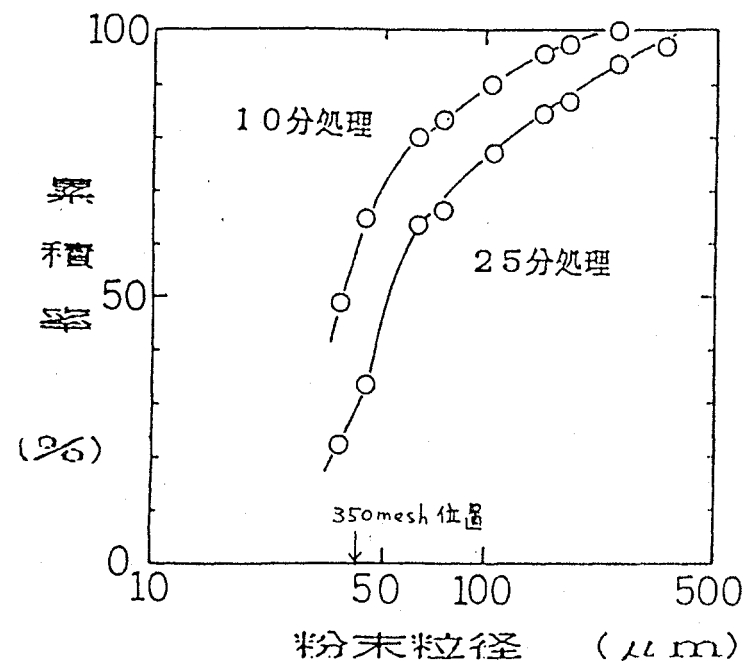


図3 粉末処理を行ったIN100粉末の粒度分布

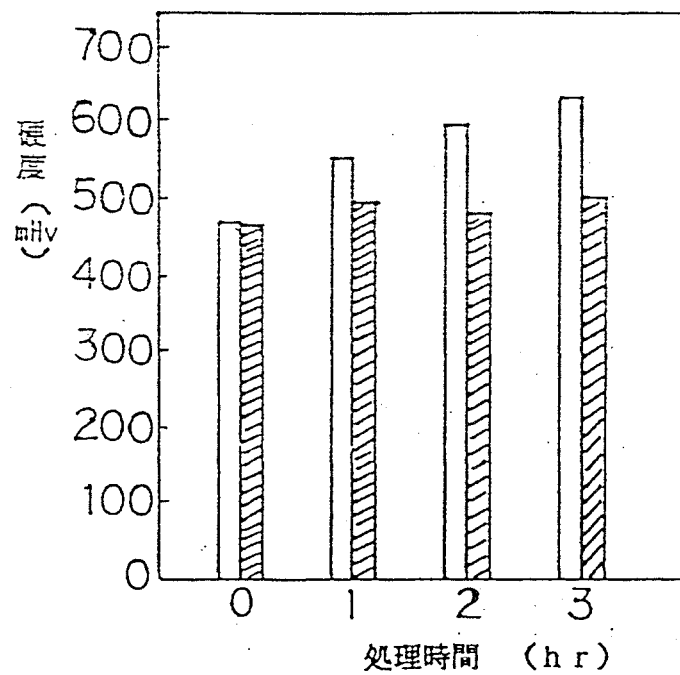


図4 粉末処理を行った粉末とその1100℃での焼鈍粉末の硬度
 (白ぬきは焼鈍前, 斜線は焼鈍後の硬度を示す。
 処理時間はアトライターによる粉末処理時間を示す)



図5 (粉末処理+焼鈍) 粉末のCIP・活性化焼結後の焼結材の組織

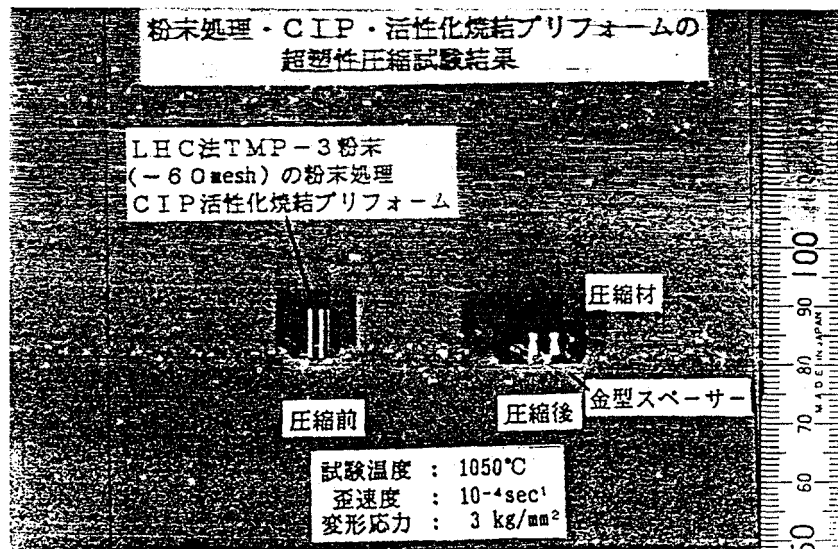


図 6 - a) (粉末処理+CIP+活性化焼結) 材
の超塑性圧縮試験前後の外観

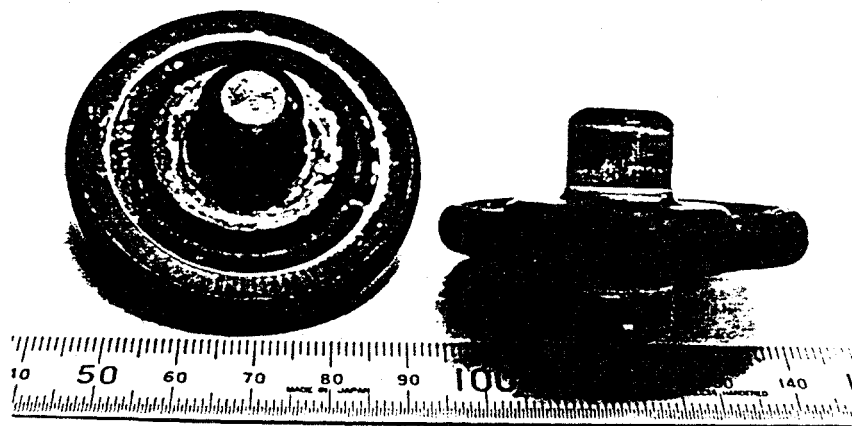
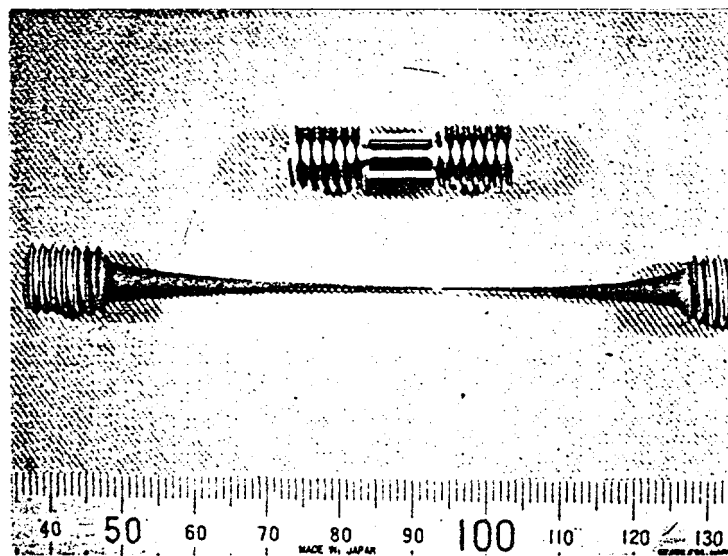


図 6 - b) CIP・活性化焼結プリフォームを超塑性
圧縮して作成したボス付タービンディスク
(最高負荷荷重25tonの超塑性圧
縮評価装置を用いて圧縮した)

表 2 LHC法によるTMP-3粉末の乾式アトライター処理+HIP処理材
の超塑性破断伸び

試料 No	原料粉末の 平均粒径 (μm)	アトライター 処理時間 (hr)	超塑性伸び (%)
1	139	0	<10
2	154	1	135~215
3	//	2	>300
4	//	3	>300
5	139	3	>300

* 超塑性引張条件 : 1040°C $\dot{\epsilon}_0 = 8.33 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$



LHC法によるTMP-3粉末の乾式アトライター処理+HIP処理材
の超塑性引張試片 (粉末処理時間=2時間)

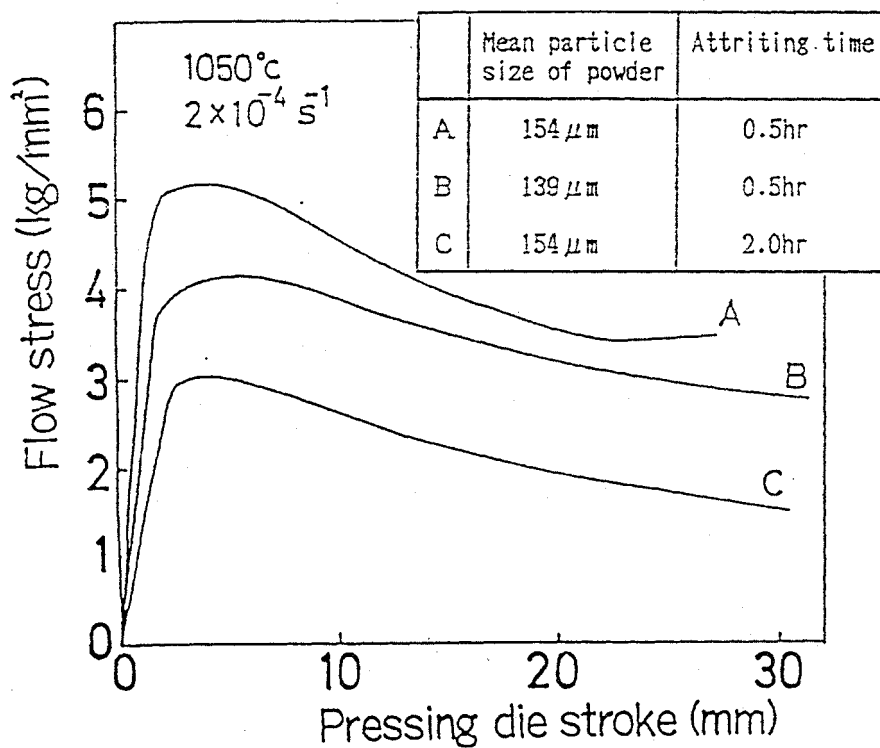


図7 LHC法による開発合金TMP-3のアトライター処理・HIP材の円柱圧縮時の変形挙動

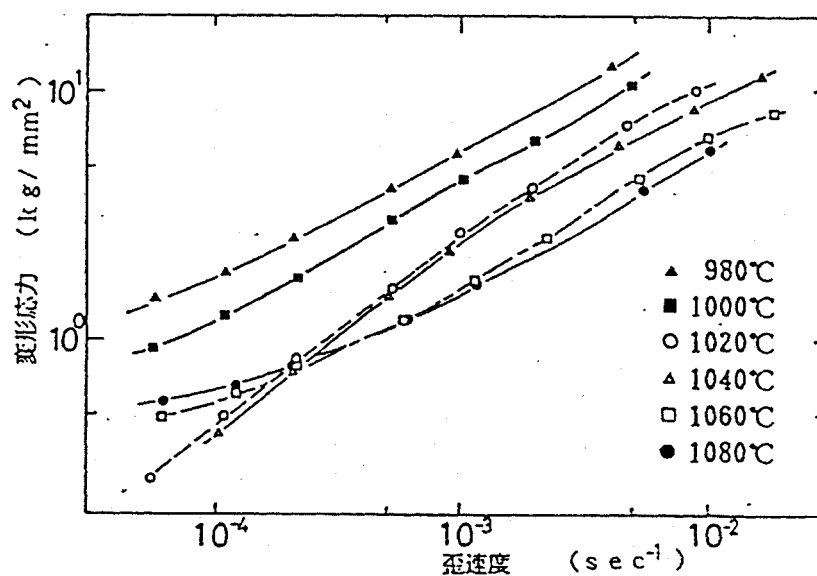


図8-a LHC法による開発合金TMP-3のアトライター処理・HIP材の歪速度と変形応力の関係

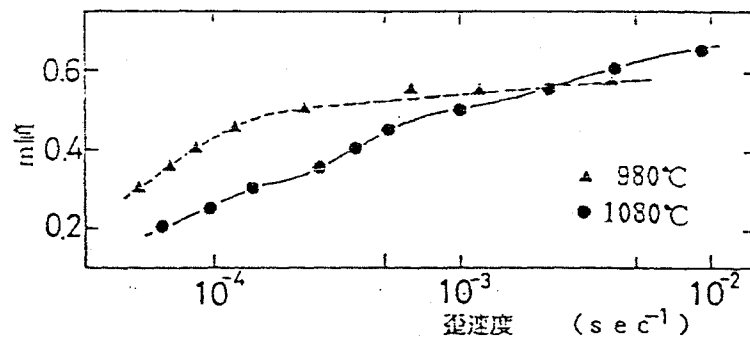


図8-b LHC法による開発合金TMP-3のアトライター
処理・HIP材の歪速度とm値の関係

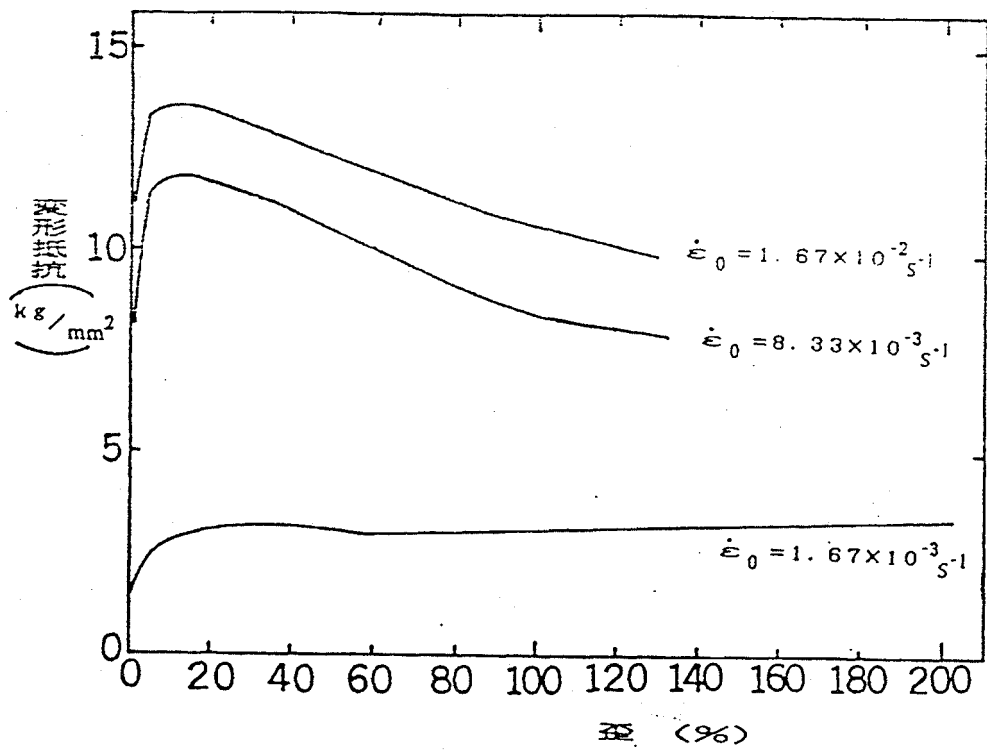


図9 LHC法による開発合金TMP-3のアトライター
処理・HIP材の 1100°C における超塑性圧縮歪と変形抵抗の関係

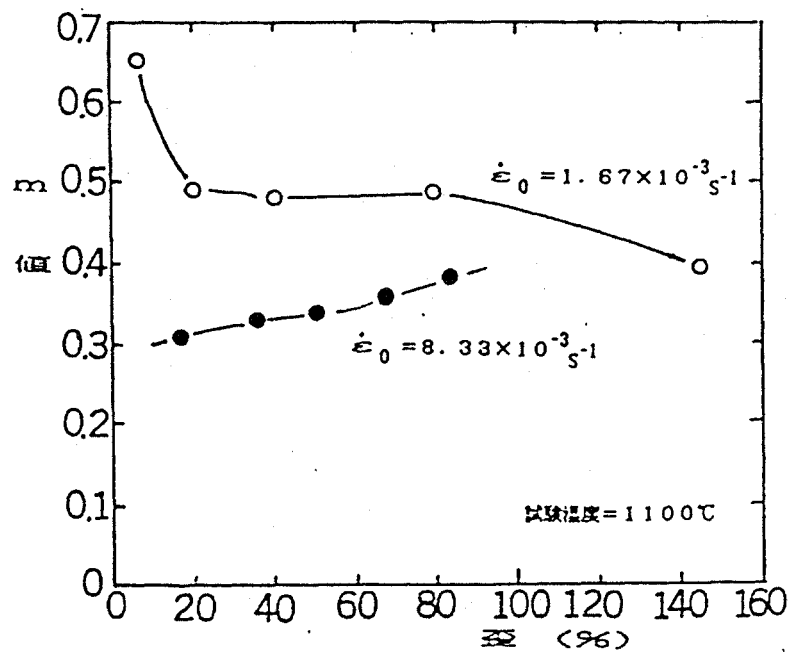


図10 LHC法によるTMP-3合金(粉末処理+HIP)材の
 1100°C における超塑性圧縮歪と m 値の関係



二次電子線像



Fe-K α 線像

20 μ m

図11 IN 100乾式アトライター処理材のEPMAによるX線像

表3 TMP-3HIP材の760℃における引張特性 60年度

試料 No	原料粉末の 平均粒径(μm)	アトライター 処理時間(hr)	アトライター処理後の 粉末酸素濃度(ppm)	引張強さ (kg/mm ²)	伸び (%)	絞り (%)
1	139	0	60	117.7	6.3	9.2
2	"	0.5	90	114.4	1.7	3.9
3	154	1	150	116.9	1.7	4.7
4	"	2	1000	75.2	0	0
5	"	3	270	114.6	2.7	5.5
6	139	3	530	114.5	1.7	3.6

表4 TMP-3合金(HIP+熱処理)材の760℃における引張特性 61年度

原料粉末の 平均粒径(μm)	アトライター 処理時間(min)	磁選処理の 有 無	磁石に付着の 有 無	引張強さ (kg/mm ²)	伸び (%)	絞り (%)
88 (-150 mesh)	20	無	—	96.0	0.7	5.3
"	20	有	磁石に付着	76.7	0.0	0.0
"	20	有	磁石に付着せず	117.8	5.7	8.8
* 139 (-60 mesh)	0	無	—	117.7	6.3	9.2

熱処理条件は全て同一: 1,220℃×2hr AC/1,080℃×4hr AC
843℃×16hr AC/760℃×24hr AC

表5 TMP-3 乾式アトライター処理粉末の磁選処理状態、鉄濃度の関係

粉末の処理状態	酸素濃度	鉄濃度
磁選処理なし	68 ppm	0.55%
磁石に付着	170 ppm	1.2%
磁石に付着せず	54 ppm	0.29%

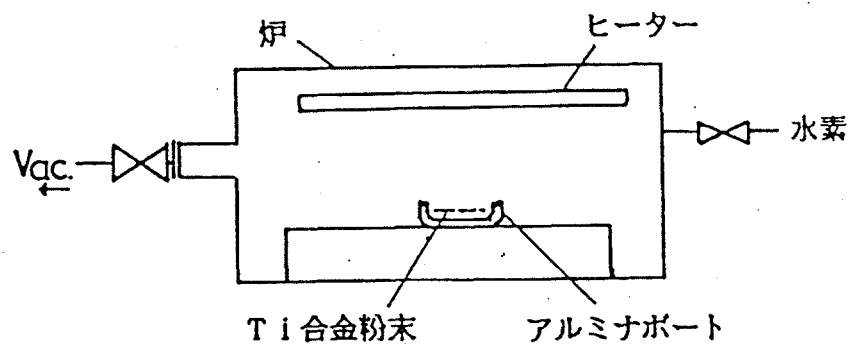
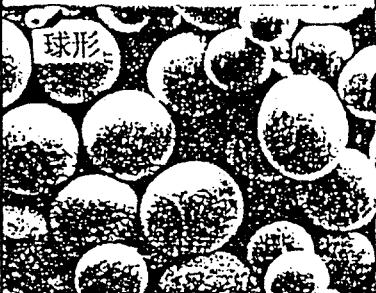
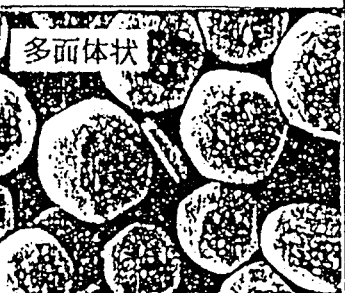
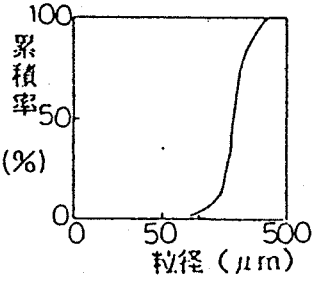
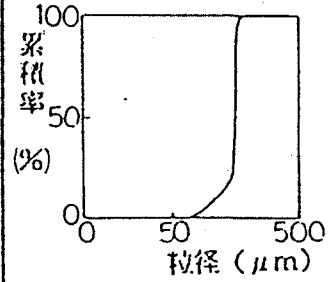
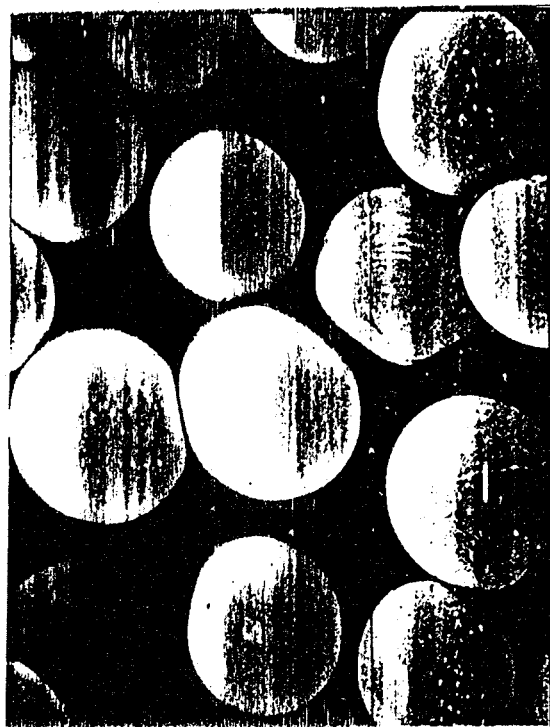


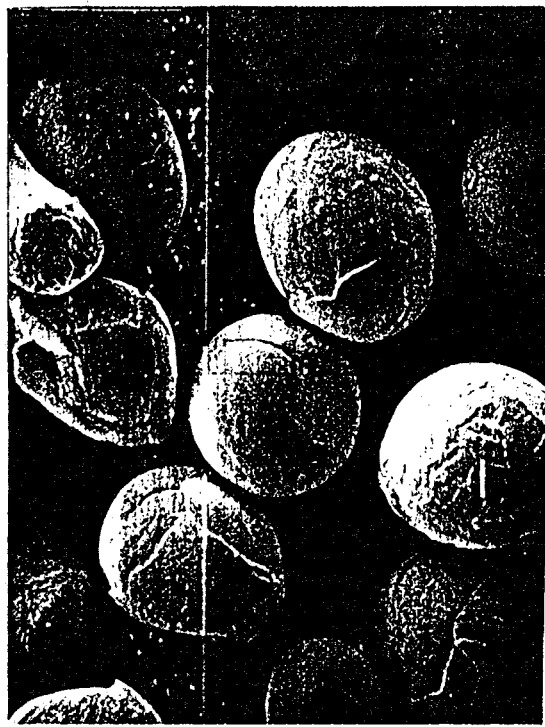
図12 Ti合金の水素化処理装置の概念図

表5 Ti合金粉末の特性

項目	Ti合金粉末	Ti合金粉末 アトライター処理
1. 硬度 (HV kg/mm ²)	350 ~400	400
2. 平均粒径 (μm)	120 ~200	158
3. 形状		
4. 粒度分布		



(a) 水素化処理前



(b) 水素化処理後



(c) 水素化+粉碎+
脱水素化処理後

100 μm

図13 GT-33合金の粉末形状

高性能結晶制御合金後期研究開発

実績報告書(最終報告)

「薄膜材の超塑性」

平成元年 3 月

(株)日立製作所

研究項目名： 高性能結晶制御合金の研究開発

2.超塑性合金技術 (3)超塑性合金製造技術 5)薄膜材の超塑性

研究開発期間：後期

1. 後期研究開発の要旨

1.1 後期研究開発の目標

「開発合金」の薄膜材（「開発薄膜材」）作製技術を確立するとともに、拡散接合等に応用する。

1.2 後期各年度の実施計画のポイント

- (1)昭和60年度：①薄膜材を用いた固相接合の基礎的検討。
②超合金薄膜材作製技術の確立。
- (2)昭和61年度：①薄膜材応用固相拡散接合における接合条件の検討。
②薄膜材応用固相拡散接合における薄膜材組成の検討。
- (3)昭和62年度：①薄膜材応用固相拡散接合における接合後熱処理技術の検討。
②薄膜材応用固相拡散接合専用装置の設計及び製作。
- (4)昭和63年度：①薄膜材応用固相拡散接合における接合前処理技術の確立。
②薄膜材応用低接合圧力とも金固相拡散接合技術の確立。

1.3 後期研究開発の実績のポイント

- (1) 結晶粒を微細化させ変形抵抗の小さな「開発合金」等の薄膜材作製技術を確立するとともに、得られた薄膜材を接合部へ挿入して接合することにより、接合圧力の低減化を実現させた「薄膜材応用低接合圧力とも金固相拡散接合技術」を開発した。ここで接合圧力低減化、及び接合母材と同組成インサート材が必要な固相拡散接合への超塑性薄膜材の応用は世界初の独自技術である。
- (2) さらに、薄膜材組成の調整、接合条件および接合前、後処理等のプロセス条件を検討することにより、Ni基超合金Rene80に関して従来技術による最高接合強度を上回る世界最高の接合強度(高温クリープ強度)を実現させた。

- (3) 本研究で開発した「薄膜材応用低接合圧力とも金固相拡散接合技術」は、母材と同じ組成のインサート材の利用が可能のためにどのような接合母材に対しても適用可能である。また、母材組成と同様のインサート材使用による高接合強度が期待でき、さらに接合後の均質処理等の時間を短縮できるなどの大きなメリットを有している。以上のことから、本研究で開発した新しい技術は、超合金や金属間化合物などの難加工材や耐熱材料の接合技術として次世代産業の基盤技術として大きく成長すると考えられる。さらに、高い接合強度を得るために駆使した手法は、固相接合のみならず様々な角度から先進複合材料等の次世代型新素材開発に応用展開できる。
- (4) 以上の成果に関して、国内外で計25件の成果発表を行った。その中でも超合金関連の学会としては最も権威があり応募論文の半数以上が拒絶されるといわれるInternational Symposium on Superalloys (Sponsored by the High Temperature Alloys Committee of TMS)において、研究内容の独自性と先進性が評価された結果として1984、88年と連続して口頭発表テーマに選ばれた(日本企業唯一)ことは、特筆に値する。
- (5) 特許に関しては、外国出願1件を含めて計8件出願した。現在までに1件の拒絶通知も受けていない。
- (6) ガスタービン等の地上用高温熱機関のみならず、航空さらには宇宙機器用として耐熱材料の開発が盛んである。これら機器は、材料の耐用温度より高温での使用をめざすことから、冷却構造採用が常識化しつつある。そのために、機器の構造が複雑となり接合が重要な要素技術になるとともに、高温使用に耐えるためにはより均質な接合が必要になってきている。以上から、均質な接合部と高い接合強度が期待できる固相拡散接合へ薄膜材応用の目標を定めたことは先見性があったと考えられる。
- (7) (6)項で述べた機器に対しては耐熱性向上を目的とした被覆材や、諸機能を複合高度化させる複合材料の開発が重要であり、米国ではかかる基礎研究が精力的に実施されているとのことである。このような被覆材あるいは複合材料の要素材料として、薄膜材はきわめて重要な素材になり得ると考えられる。さらに、これら材料が実用される場合には、高温強度とともに加工特性の改善が必須である。

このような見地から考えて推進目標として薄膜材の超塑性、およびその製造技術の確立を掲げ、製造条件把握により不活性ガス中下で種々組成の微細結晶粒薄膜材作製技術を確立し、薄膜材の超塑性発現を明らかにしたことは、未来指向型の目標設定であり次世代制度の研究目標として極めて適切であったといえる。以上の成果によりNi基超合金のみならず高融点金属間化合物等先進耐熱材料の薄膜材作製および薄膜材応用新技術開発に関する展望が大きく開けた。

- (8) 厚さわずか数10 μm の薄膜材に関して、1000℃以上の高温引張試験で数100%の伸びを発現させた強度評価技術や電子顕微鏡や各種最新分析機器を駆使して行った組織解析技術等は、いずれにおいても次世代の先端材料開発に必需とされる微構造評価および解析技術を研究開発に实际的に応用したものである。ここで培われた微構造評価・解析技術は世界的に見てもトップレベルにあるといえ、これらの先端技術は後期研究開発のみならず将来に渡って次世代先端材料開発に大きく貢献するといえる。

1.4 残された問題点とその解決策

次世代の基盤技術につながるオリジナル技術の開発に本来の目的がある次世代基盤技術研究開発制度にのっとり研究開発を実施してきた「薄膜材の超塑性」に関する研究開発成果は、世界的に見ても独自の技術であり次世代を担うべき「オリジナル技術の芽」であるといえ、目標成果である従来技術を超えた世界最高の接合強度を実現させた本テーマの目的は達成された。 今後は、開発成果の実用化をめざす。開発成果の実用化に当たっては、開発技術をさらに検討し、最も効果的な大きな成果目標に対して本開発技術を適用していく予定である。具体的な応用対象としては、Ni基超合金、酸化物分散強化合金、高融点金属間化合物、先進複合材料等の次世代先端材料全般としてとらえ実用化を推進していく。

2. 後期研究開発の実績

2. 1 緒 言

ガスタービンやジェットエンジン等の熱機関では、省エネルギーおよび高性能化を目的としてガス温度の高温化が図られており、その温度は合金耐用温度を上まわる傾向にある。そのために、タービンエンジン等の動・静翼では内部に冷却孔を設ける必要性が生じてきている。しかし、冷却孔が複雑化すると精密鑄造による製造は難しくなるために、分割精密鑄造材を接合により一体化して製造することが重要技術になりつつある。

一方、 γ' 相析出強化型 Ni 基超合金は金属材料の中で高温強度が最も高いことから、ガスタービンやジェットエンジンの動翼材に用いられている。Ni 基超合金の接合に関する現状技術には、接合面に母材融点より低融点の Ni-B 系層を設けたことを特徴とする液相拡散接合がある。接合面の低融点層形成に対してはシートメタル、粉末を配置する方法や、接合面にレーザーによる合金層形成、B パックやスパッタ蒸着を行ない B 富化相を形成させる方法などの方法が検討されている。この方法では低接合圧力という特長があるが、耐熱強度に優れる γ' 析出強化型 Ni 基超合金の接合に対しては接合部組成が母材組成と異なるために、通常では接合部均質化処理に長時間を要するとともに、接合強度も母材より下回るものと考えられる。また、酸化物分散強化型超合金の接合では接合部溶融による分散粒子の凝集も問題になる。

それに対して、固相拡散接合では接合圧力は大きくなるが、母材に近似した組成を有するインサート材を用いることによって前述したような均質化処理時間に関する問題点は解決できる。また、インサート材の変形を利用することにより、母材の変形抑制及び密着性向上などが期待できる。従来にも Ni 基超合金の固相接合に関する研究は行なわれているが、 γ' 相析出強化型 Ni 基超合金の接合でインサート材に母材と同種の高強度合金を用いた研究は少ない。これは、 γ' 相析出強化型 Ni 基超合金が鑄造合金であり高温強度が大きいために、接合用インサート材に用いるような薄板加工が難しいこと、および高い接合圧力が必要になることなどが関係している。

それに対して、結晶粒を微細化すれば超塑性の発現などにより γ' 相析出強化型

Ni基超合金のような高温強度の高い材料も低い変形抵抗にすることができ、それを固相拡散接合用インサート材へ応用できれば、次世代産業の基盤技術になりうる低接合応力とも金固相拡散接合技術の開発が期待できる。しかし、 γ' 相析出強化型Ni基超合金は鍛造等の加工による結晶粒微細化は困難である。

そこで弊社では、液体急速凝固法による薄板加工(薄膜材作製)および結晶粒微細化に注目し「薄膜材の超塑性」に関する研究として、結晶粒を微細化させる薄膜材作製技術、および薄膜材を超合金固相拡散接合インサート材へ応用する技術に関して研究を推進してきた。

昭和56年から昭和59年の前期4年間は、薄膜材製造装置を製作するとともに薄膜材製造条件に関して検討し、急速凝固法的一种である双ロール法を用いて数 μm 程度の微細結晶粒を有する薄膜材作製技術を確立し、薄膜材が数百%の伸びとともに小さな変形抵抗を示す超塑性現象を発現することを明らかにした。薄膜材製造装置の外観写真を図1に示す。

昭和60年から昭和63年の後期4年間は、変形抵抗の小さな薄膜材を超合金の固相拡散接合インサート材へ応用する新技術に関して研究を推進してきた。その中で薄膜材を用いた場合の固相拡散接合条件、薄膜材組成に関する基礎検討とともに、固相拡散接合強度向上には接合前に試料表面上の酸化皮膜除去が有効であることを明らかにしてきた。その知見をもとに、酸化皮膜を除去して固相接合する薄膜材固相拡散接合装置を製作した。装置主要部分の外観写真を図2に示す。昭和63年度は、薄膜材固相拡散接合装置における接合前処理条件とともに、本方法による接合強度を高温クリープラプチャー試験で検討した。その結果、従来技術による最高接合強度を上回る接合強度の得られることが明らかとなり、薄膜材の超塑性を応用した新しい接合技術を開発することができた。以下に研究結果を述べる。

2. 2 研究方法

接合母材には、代表的な γ' 相析出強化型Ni基超合金であるRené80を用いた。接合母材は精密鑄造し、X線検査で鑄造欠陥がなく健全であることを確認した丸棒から、直径8mm、高さ10mm、平均面あらしが1 μm になるように機械加工したものを接合試験片として用いた。

薄膜材は、前期で製作した薄膜材製造装置を用いて酸化を防止するために700Torrのアルゴンガス雰囲気下で直径150mmのCu-Be製双ロールおよびノズル孔1mmの石英製ノズルを用いて作製した。作製した薄膜材酸素濃度は全て25ppm以下になっている。作製条件は、ロール周速10m/s、ロール押付力700kgf、溶湯噴出圧3kgf/cm²である。薄膜材形状は厚さ約50~100μm、幅5~15mmである。本報告で用いた主な合金および薄膜材組成を表1に示す。

接合は、二種類の装置で行った。昭和62年度までの装置による接合は、二つのTZM製圧盤の間に母材およびインサート材用薄膜材をサンドウィッチ状に重ねあわせてセットした後に、10⁻⁵Torrの真空雰囲気中で、かご型治具を用いて引張応力を圧縮応力に変換する方法でインストロン型引張試験機で行った。真空ポンプはロータリーポンプと油拡散ポンプを用いた。昭和62年度製作した薄膜材固相拡散接合装置では、薄膜材（接合用インサート材）の両表面及び二個の接合母材片面をイオンガンを用いてドライエッチングによる試料表面クリーニングを行い、それらをマニピレーターを用いて接合母材、薄膜材、接合母材の順に重ねあわせて、これらを高温下で圧縮力を付与して固相接合を行う。接合時の真空度は10⁻⁵Torrである。真空ポンプはクライオポンプとターボ分子ポンプを用いた。接合条件は、昭和62年度までの成果をもとに接合温度1100~1150℃、接合圧力2~5kgf/mm²、接合時間1~3hで検討した。なお、本報告では、特別にことわらない場合は、昭和62年度までの装置による結果とし、昭和62年度製作した薄膜材固相拡散接合装置による場合は、新装置での接合と表現する。

接合強度は引張試験とクリープラプチャー試験で検討した。引張試験の引張速度は、1.7μm/sである。クリープラプチャー試験の試験温度は982℃、負荷応力は19.3kgf/mm²であり、クリープ破断時間で強度を評価した。試験片は、平行部長さ8mm、平行部直径2mmとし、前述接合試験片（接合後）から切り出して用いた。接合界面は、試験片中央にあり、応力軸に対し垂直に位置している。

接合後の熱処理はArガスフロー下、析出相が固溶する1200℃で行ない空冷した。1200℃の熱処理を施した試験片は、as welding材との比較を考慮して1200℃での時効後に1100℃で1hの時効を行っている。

薄膜材表面および接合部は、オージェ電子分光分析（AES）およびエレクトロン

フルーアマイクロナライザ(Electron probe microanalyser:EPMA)で分析した。A ESでは、材料表面から深さ方向の組成分析をArイオンスパッタ(加速電圧 5kV, 励起電流20mA)で表面層をエッチングして行った。測定条件は、加速電圧10kV, 1×10^{-7} A電流 4×10^{-7} A, 1×10^{-5} Paである。EPMAでは、接合部断面の組成分析を行った。加速電圧は15kV, 1×10^{-7} A電流 0.2μ A, 1×10^{-5} Paである。Ni についてはK β 線、他元素はK α 線を用いて分析した。

2. 3 研究開発の結果及び考察

2. 3. 1 接合強度に対する薄膜材の効果

図3に、本研究で種々組成に関して作製技術を確認したNi基超合金薄膜材の外観組織を示す。図4は、as rolled材の透過電子顕微鏡組織であり、直径 1μ m前後の微細結晶粒組織を示している。このような微細結晶粒組織を有するNi基超合金薄膜材が超塑性現象を示すことは前期で明らかにしており、後期ではNi基超合金薄膜材を固相拡散接合用インサート材に応用することを検討した。

はじめに、薄膜材を用いた固相拡散接合における接合条件を検討した。ここで、Ni基超合金中に析出している γ' 相は、1175 $^{\circ}$ C-1200 $^{\circ}$ Cで γ 相中に固溶し、単相状態になる。単相状態では、微細化されている薄膜材結晶粒が粗大化し超塑性現象が発現しやすくなることから、変形量が低下する。この場合、母材の変形抑制及び密着性向上というインサート材の効果が低減し薄膜材を用いた固相接合条件としては好ましくない。以上考慮して本研究での固相接合温度は、1050 $\sim$ 1150 $^{\circ}$ Cとし、接合圧力は薄膜材の変形がおこる30 $\sim$ 70MPaとした。また接合時間は、1800 $\sim$ 5400sで検討した。

図5に基準条件を接合圧力49MPa、接合時間3600s、接合温度1100 $^{\circ}$ Cとし、圧力、時間、温度を変化させて接合した場合の接合条件と接合強度(室温引張強さ)の関係を示す。ここでは固相接合に対する薄膜材の効果を検討するために、接合用インサート材としてIN738LC薄膜材を用いた場合と、接合用インサート材を用いないでRen ϕ 80母材同志を接合した場合とを比較したが、薄膜材を用いた場合では、用いない場合と比べていずれの接合条件でも引張強さが大きくなっている。なお、薄膜材を用いた場合では接合圧力49MPa、接合時間 3600s、接合温度1100 $^{\circ}$ Cの接合条件で接

合強度が最も高くなるので、以後の接合はこの条件で行った。

次に高温引張試験で高温接合強度を検討した。その結果を図6に示す。ここでは、接合用インサート材にIN738LCおよびTMP-3薄膜材を用いた接合継手、薄膜材を用いないで母材同志を接合した接合継手、および母材に関して検討した。図6でも薄膜材を用いたものでは、薄膜材を用いないものより高い接合強度を示した。

これらの結果から、接合用インサート材に用いた薄膜材が接合強度向上に寄与することが明らかになった。ここでの薄膜材効果は、薄膜材インサート材の接合圧力方向厚さが初期厚さの80%前後に変化していたのに対して母材の変形は殆どなかったことから考えると、薄膜材の変形し易さにある。すなわち、母材は精密鑄造材であるために結晶粒が μm 単位と大きく、高温変形強度が高くて変形しづらいが、薄膜材は微細結晶粒を有し、鑄造方向の変形では伸びは360%以上を示し超塑性を発現する。以上から、薄膜材を用いた場合では、接合応力を負荷すると薄膜材表面が変形して活性な新生面が現われて拡散が起こりやすくなり、接合界面間での結合が強固になると推察できる。次に、接合後の熱処理による接合強度改善を検討した。

2. 3. 2 接合後熱処理

図7に、1200℃時効時間と接合継手の室温引張強さの関係を示す。ここでは、インサート材として、炭素の影響を検討する目的でIN738LCの他に、IN738LCから炭素を低減化させたIN738FC, Ni基超合金の主要構成元素で作製しNi基超合金と比べて単純な系であるNi-20Al-5Cr(at%)についても検討したが、as welding材と5h時効材の強度では大きな変化はない。既存合金で最も強度が高かったのは炭素量の少ない5h時効したIN738FCでありその強度は母材強度なみであったが、破断場所は接合界面であった。一方、Ni-20Al-5Crでは既存合金系より高い強度を示し母材破断した。

次に、Ni基超合金が使用される高温での接合強度を検討した。図8に、接合継手の980℃引張強さと1200℃時効時間の関係を示す。図7の室温引張強さの結果とは異なり時効の効果が顕著にあらわれ、既存合金系では母材に匹敵した強度を示し、薄膜材含有炭素量の少ないものが高い強度を示す傾向にある。ここで、980℃引張強さでの時効効果は、時効による結晶粒粗大化である。室温引張強さは結晶粒が微細な程高くなるが、高温域では逆に結晶粒が大きい程強度が増大するためである。一方、高い室温強度を示したNi-20Al-5Cr薄膜材は980℃では既存合金より低い強度し

か示さなかった。これは接合部の組織検討結果から、接合後の熱処理により形成された接合部のTi富化相が高温域で脆くなることが原因である。

2. 3. 3 薄膜材組成

以上の結果から、本接合法に用いる薄膜材組成は、接合界面で有害相の形成をさけるためと、接合後熱処理時間の低減のために、接合母材組成に近似しているものが好適であることが明らかになった。さらに、炭素量の低減が重要である。これは、薄膜材中の炭素が接合界面に形成し接合強度を低下させる炭化物の供給源になるからである。すなわち、用いた薄膜材は、急速凝固されたために、本来炭化物として析出固定されるべき炭素もマトリクス中に強制固溶している。そのために、接合時の昇温および高温保持過程でこれら固溶炭素は拡散しやすい自由表面である接合界面に拡散していく。さらに急速凝固材は、微細結晶粒であるため高速拡散の通路となるべき粒界は多数ある。

2. 3. 4 接合面の酸化皮膜

一方、接合継手としては母材なみの強度を示すとともに破断場所も母材であることが好ましいが、以上の結果では破断場所は接合界面であった。この原因を調査した結果、接合界面には炭化物あるいは酸化物が形成されており、これらの相の存在が接合強度に悪影響を及ぼしていた。ここで、炭化物生成は、薄膜材中の炭素量低減により防止できる。それに対して酸化物形成については、接合前試料表面に酸化皮膜が存在し、それが酸化物生成に影響していることが明らかになった。薄膜材および母材表面の深さ方向分析をArイオンでスパッタしてAESで行い、René80母材表面の任意場所で得られたオージェ電子スペクトル変化から求めた深さ方向の濃度変化を図9に示す。表面部分にO, Al, Cr濃度は高くなっているのが認められる。なお、薄膜材も同様の結果を示している。これらの結果は、母材およびインサート材表面に酸化物等が形成されていることを示している。

2. 3. 5 新装置による酸化皮膜除去

それに対する対策としては、接合前の試料表面に存在する酸化物を除去後接合すればよい。そこで、試料表面に存在する酸化物等の除去とともに装置内での酸化等を防止するために高レベルの真空雰囲気中で接合を行うという基本思想で、薄膜材固相拡散接合装置を製作した。新装置のポイント部分は、試料表面クリーニング機

能および真空度の改善である。そこで、新装置の効果を確認する目的で、新装置で試料表面のエッチングを行ない双ロール法で作製した薄膜材を超合金の固相接合インサート材に利用した場合の接合強度と、従来装置による試料表面のエッチングを行わない場合の接合強度とを比較検討した。接合条件は、接合温度1100℃、接合応力49MPa、接合時間3.6ksである。

図10には、新装置及び従来装置で接合を行った場合のインサート材薄膜材の有無、イオンエッチングの有無に関しての、接合継手の室温引張強度を示す。

図10で、真空度が 10^{-5} Paのものが新装置の結果であるが、薄膜材を使用してイオンエッチングで表面クリーニングを行った場合にのみ母材で破断し、それ以外は接合界面破断であった。ここで、接合強度の増加が最も著しいのは、薄膜材を用いない場合から用いた場合の変化であり、接合強度に対する薄膜材の効果が大きいことが認められる。また、表面クリーニングを行った場合には全て強度が増加した。なお、表面クリーニングを行わない場合の結果を従来装置の結果と比べた場合、真空度が改善された場合の接合継手強度は増加している。以上から、表面クリーニングおよび真空度改善は、それぞれ接合強度増加に寄与しているといえる。

2. 3. 6 接合前処理条件

接合前処理（表面クリーニング）条件として、イオンガンの陰極材質、およびイオンビーム照射条件であるイオン電流に関して検討した。イオンガン電流を400mA、陰極材をWにしてクリーニングした場合のオージェ分析結果を図11に示す。分析は試料を装置外に出して行うために、所定エッチング処理後に、系内で試料表面に金蒸着を行っている。図11の結果では、OやCのピークは認められない。図12は、イオンガン電流が600mAの場合のオージェ分析結果である。金蒸着膜より内側でわずかなCのピークが認められる。これは、イオン電流が大きくなったことから、陰極材のWがエッチングされ、試料表面上に堆積した活性なWと雰囲気中のCが結合した結果と考えている。次に、Wを陰極材に用いた場合の試料表面エッチングレートを面粗さ計でを調査した。その結果を表2に示す。図13は、イオンガン電流を400mAにした場合の面粗さ測定結果である。接合母材の表面半分にはマスクをかぶせてエッチングしたが、試料表面はほぼ均一にエッチングされていることがわかる。以上の結果から、接合前処理であるクリーニングの最適条件をWを陰極に用いイオン電流

を400mAの場合とした。また、試料表面に存在する酸化皮膜厚さは、200Å程度であることから、エッチング時間は300sとした。なお、試料表面をエッチングしてから接合するまでに数分の時間を要するために、エッチング後に雰囲気内で1000s放置後表面に金蒸着を行ってオージェで分析し、接合前の試料表面状態を検討した。その結果を図14に示す。金蒸着膜より内側での試料表面にはOやCのピークは認められない。

2. 3. 7 新装置で接合した場合の接合部組織

炭素量を低減させるとともに、炭素量以外は母材組成に近似しているA-1を薄膜材組成として接合強度を検討した。接合温度1150℃、接合圧力2kgf/mm²、接合時間1hの条件で接合し、接合後1200℃5hさらに1100℃1hの熱処理をした場合の光学顕微鏡で観察した接合部断面組織と接合部EPMA分析結果を図15、図16に示す。薄膜材部分は母材組織と同様の組織を示し、結晶粒も粗大化している。元素分布は、薄膜材部と母材部で大きな差はなく均質な濃度分布を示している。接合界面の炭化物は、接合後処理過程で形成されたものである。

2. 3. 8 クリープラプチャー試験による高温接合強度

クリープラプチャー試験で高温接合強度を検討した。はじめに、接合母材に用いたRené80素材のクリープ強度を求めた。as cast材と1200℃5hの後に1100℃1hの熱処理をした素材について試験したが、破断時間はそれぞれ25hと23.8hと殆ど同じであり、熱処理による素材強度変化は少なかった。また、破断紋りは約7%であった。熱処理をした素材のクリープラプチャー試験片の破断部断面組織を図17に示す。

一方、従来装置で、接合前処理を行わないで接合した後に1200℃5hおよび1100℃1hの熱処理をした試験片のクリープ破断時間は11hであった。クリープ破断試験片の断面組織を図18に示す。破断場所は薄膜材と母材との接合界面である。

次に、新装置で接合前処理を行った場合の接合強度を求めたが、A-1薄膜材を用いて接合した試験片の接合強度は、接合圧力等の接合条件の影響は小さく概略18~19hのクリープ破断時間を示すことが明らかになった。René80の材料規格では、この条件におけるクリープ破断時間は23hであることから、本研究における接合強度は、素材の83%を示したことになる。一方、本研究の母材に用いたRené80の文献による最高接合強度は、ジェネラルエレクトリック社のHoppinらが液相拡散接合方法の一

種であるActivated Diffusion Bonding法(以後、ADB法と略す。)で接合した値である。図19に、Hoppinらが発表しているRené80の拡散接合強度と母材のRené80の強度結果 [G.S.Hoppin and T.F.Berry, Welding Journal, (1970)p.505-s.] に本研究結果を示した。●はHoppinらによる接合強度であり、実線はHoppinらによる母材素材のクリープ破断結果である。それに対して、○が本研究の接合強度である。本研究で開発した方法による接合強度は、HoppinらによるRené80接合強度の最高値よりも高い接合強度が得られることが明らかになった。図20には、接合温度1100℃、接合圧力5kgf/mm²、接合時間3hの条件で接合し、接合後に1200℃5hおよび1100℃1hの熱処理をした試験片のクリープ破断後断面組織を示す。破断部は、薄膜材と母材との接合界面近傍であるが、クリープ破断時間が短い図18の破断部と比べて平坦ではなく、より強固に接合されていることがうかがえる。また、破断していないもう一方の接合部の組織を図18の組織と比べると、接合界面に存在する析出相の量が少ないことが認められる。

次に、長時間使用環境に保持した場合の接合信頼性を検討するために、接合特性のより劣る従来装置で接合した試験片を982℃、低応力でクリープラプチャー試験した。低応力で試験した場合の強度を破断時間の対素材比で比べると、先にのべた19.3kgf/mm²の高応力試験結果と殆ど同じであった。図21は、259.5時間で破断したものであるが、長時間高温でさらされたにもかかわらず炭化物の粗大化や異常な組織などは認められなかった。これは、熱処理温度である1200℃と比べて、Ni基超合金が使用される温度でのMC炭化物の生成、成長は小さいためである。接合前処理を行う新装置での接合では、従来装置による接合と比べて接合界面の一体性が優れる。以上から本研究による接合法は、長時間使用による劣化の影響は従来装置で接合した場合より少なく信頼性の高い接合技術と推察できる。

最後に、以上の研究結果を下記にまとめる。

- (1) 低応力とも金固相拡散接合用インサート材に用いる開発合金、既存Ni基超合金及びNi-Al-X系薄膜材作製技術を開発した。
- (2) 薄膜材を用いた固相拡散接合における好適接合条件を明らかにした。
- (3) 薄膜材応用低応力とも金固相拡散接合に好適な接合後熱処理条件を明らかにし

た。

- (4) 薄膜材固相拡散接合装置を製作し、薄膜材を用いた固相拡散接合においては接合母材およびインサート材表面の酸化皮膜除去が接合強度および接合条件改善に有効であることを明らかにした。
- (5) 低応力とも金固相拡散接合用インサート材として用いるのに好適な薄膜材組成を明らかにした。
- (6) γ' 相析出強化型Ni基超合金Rene80接合母材の γ' 相量にほぼ等しい薄膜材を用いた場合の、982℃クリープラプチャー試験による固相拡散接合強度は、Rene80素材の83%を示す。
- (7) (6)で示した本研究開発方法による接合強度は、Rene80の文献最高接合強度より高い値であり、研究目的である従来技術より高い接合強度の達成を実現できた。
- (8) 本研究による接合法は、長時間使用による劣化の影響は少なく信頼性の高い接合技術と推察できる。

3. 国内外の同種技術の開発動向

Ni基超合金の固相拡散接合技術に関する研究は、国内外において、少なく薄膜材をインサート材に応用しての固相拡散接合技術は、次世代制度の独自技術である。そのため、国内外において同種技術の開発はない。

それに対して、Ni-B系のインサート材等を用いたNi基超合金の液相拡散接合技術に関しては、国外ではプラット&ホイットニー社、ジェネラルエレクトリック社等で、国内では、日立製作所、三菱重工、東芝、三菱金属、石川島播磨重工、大阪大、東工大等で研究がなされている。

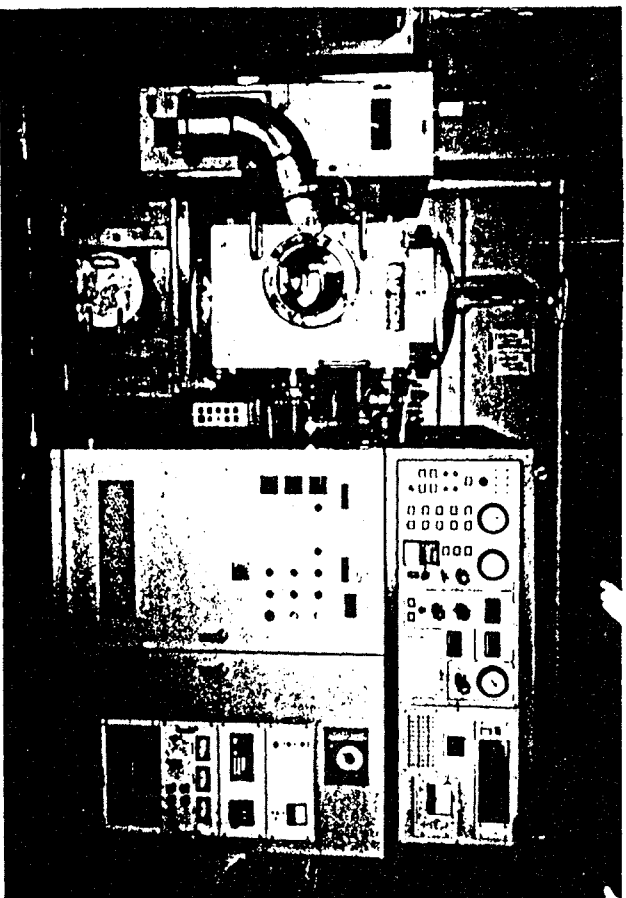


图 1 薄膜材製造装置外觀写真

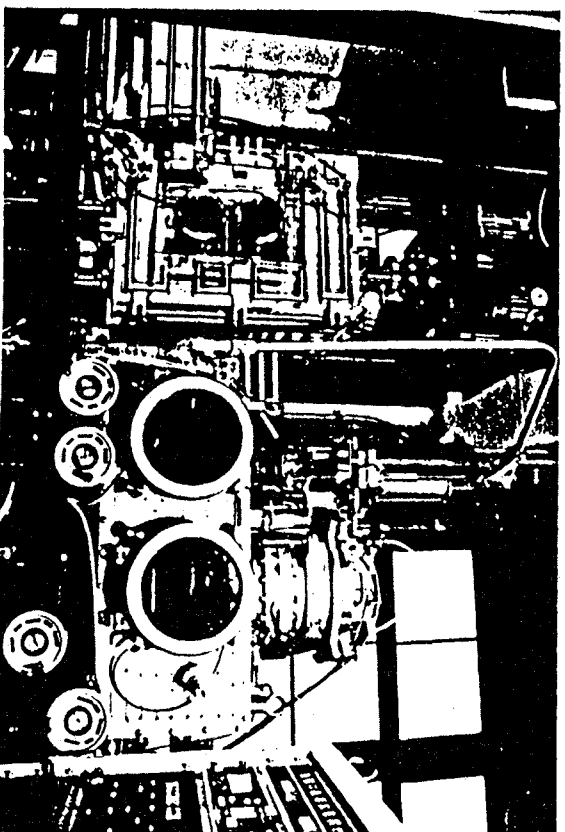


图 2 薄膜材固相拡散接合装置主要部分外觀写真

表1 化学組成 (wt %)

Alloy	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb+Ta	C	Zr	B	Fe	Ni
Rene80	9.51	13.94	3.90	4.06	2.96	5.02	-	0.16	0.04	0.01	-	Bal.
IN738LC	8.63	15.99	1.71	2.52	3.32	3.38	0.48	0.1	0.08	0.01	-	Bal.
IN738FC	8.20	15.60	1.65	2.59	3.23	3.33	2.65	0.007	0.10	0.01	-	Bal.
TMP-3	6.98	10.82	3.11	3.52	3.81	2.83	3.93	0.07	0.05	0.10	0.06	Bal.
A-1	9.89	14.20	4.06	3.81	3.01	5.06	-	0.002	0.04	0.01	-	Bal.

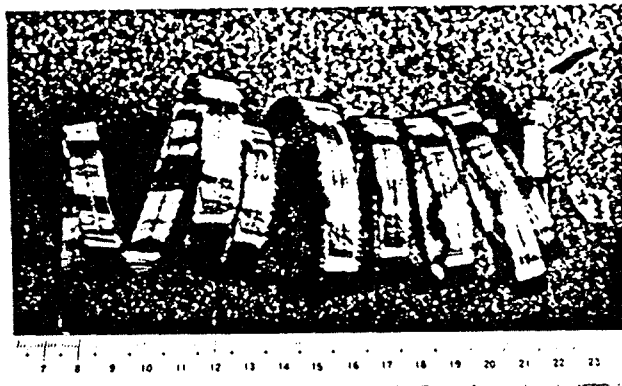


図3 Ni基超合金薄膜材の外観写真



図4 薄膜材as rolled材の透過電子顕微鏡組織

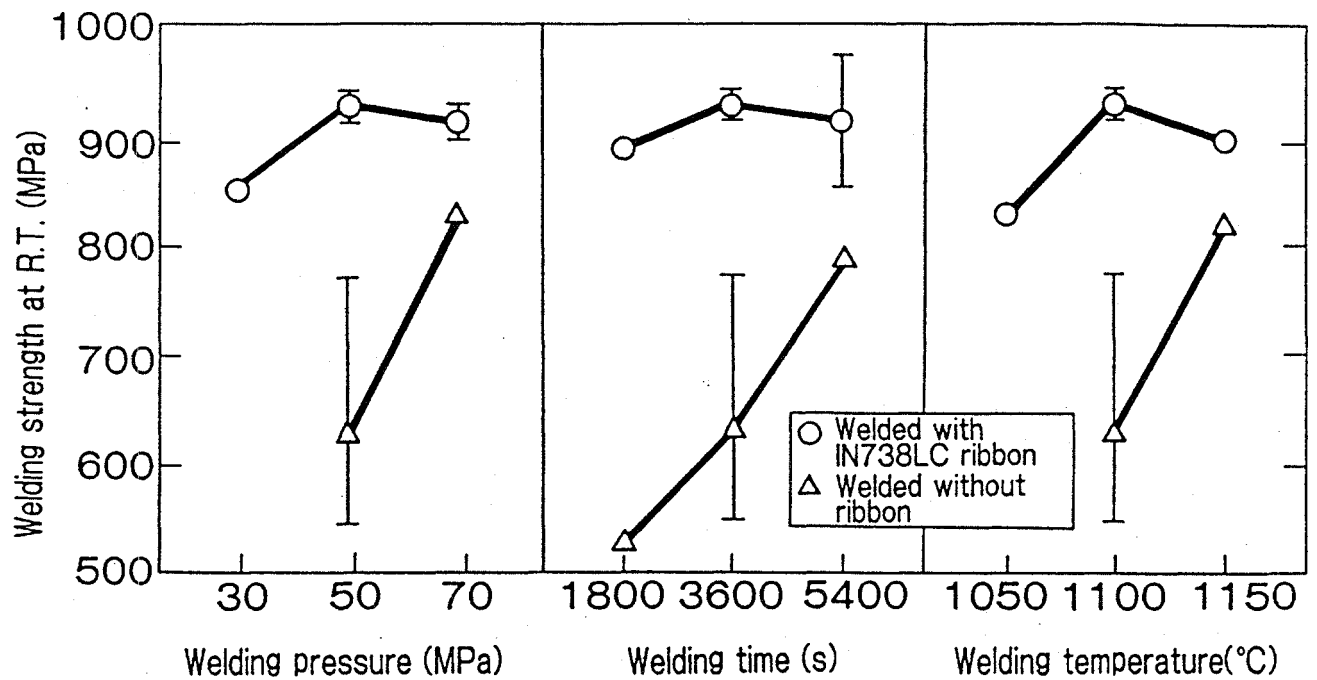


図5 接合条件と接合強度(室温引張強さ)の関係
(基準条件:接合圧力49MPa、接合時間3600s、接合温度1100℃)

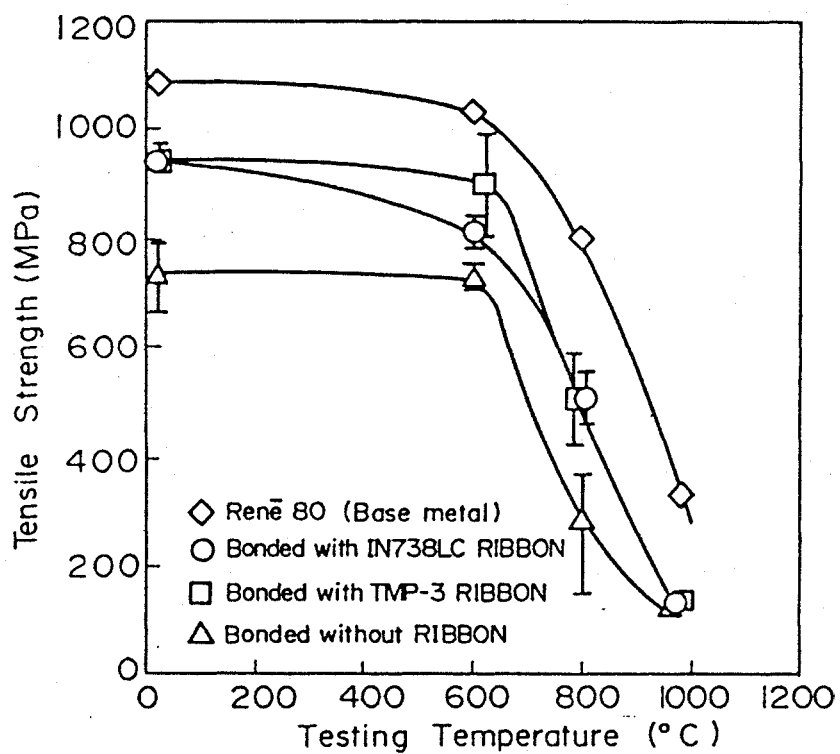


図6 高温接合強度

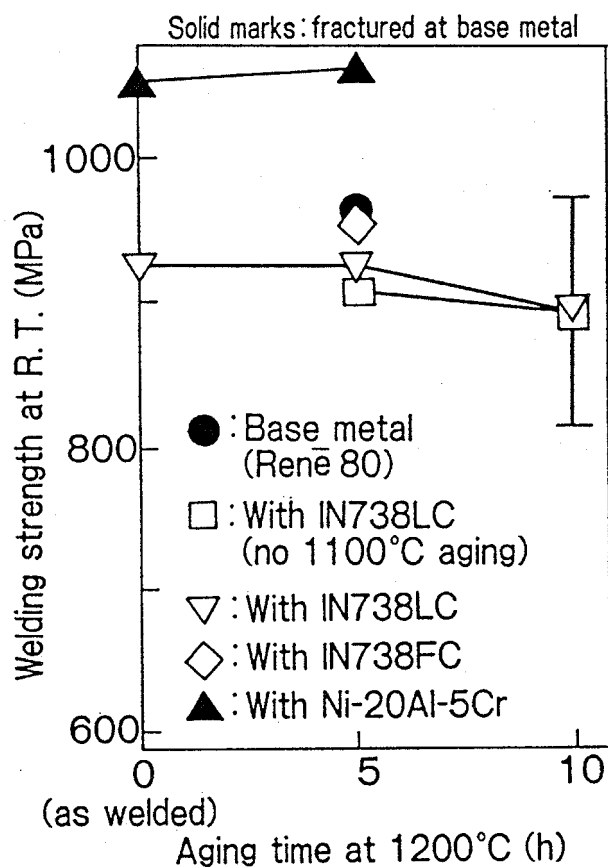


図7 1200°C時効時間と接合継手の室温引張強さの関係

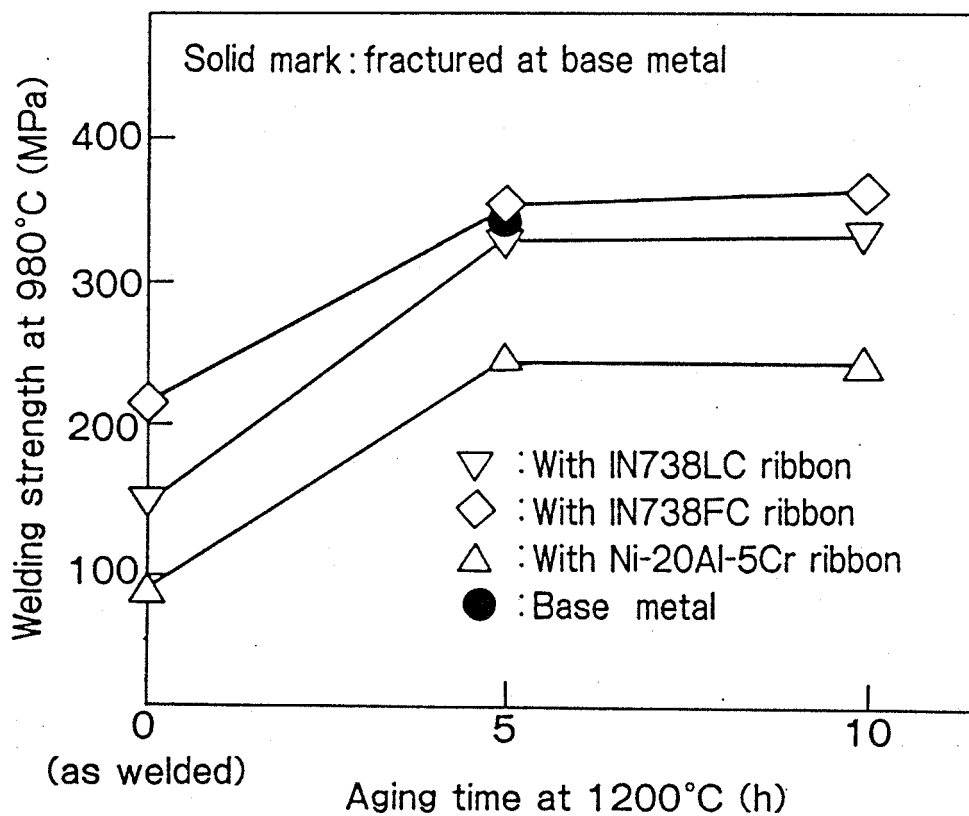


図8 接合継手の980°C引張強さと1200°C時効時間の関係

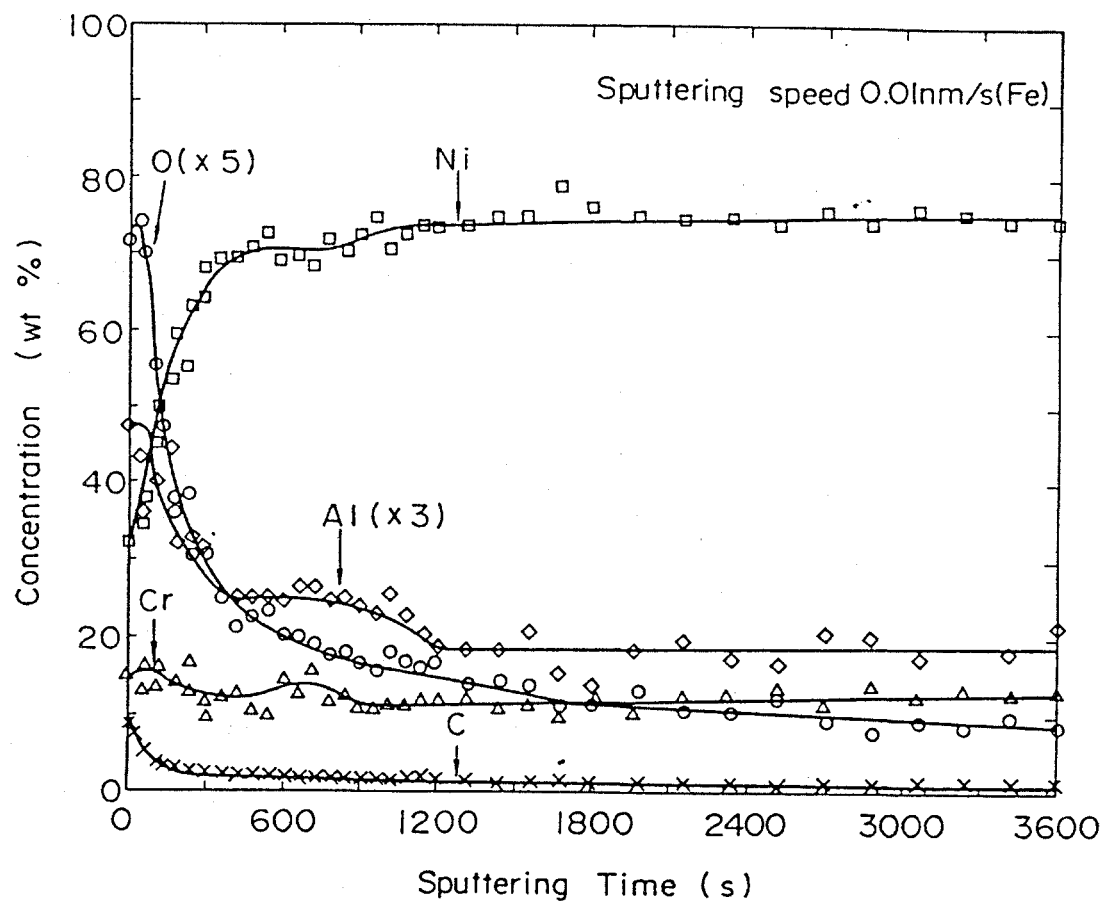


図9 Renē80母材表面の任意場所で得られたオージェ電子スペクトル変化

Fractured position	Base metal		Welded interface	
Welding strength of joints at room temperature (MPa)	961		839	
	955		649	
	926		632	
Cleaning	Cleaned	Not cleaned	Cleaned	Not cleaned
Atmosphere	10 ⁻⁵ Pa		10 ⁻⁵ Pa	10 ⁻³ Pa
Ribbon	Used		Not used	

Welding conditions: Pressure 49MPa, Time 3.6ks, Temperature 1100°C

図10 新装置及び従来装置で接合を行った場合の接合継手の室温引張強度

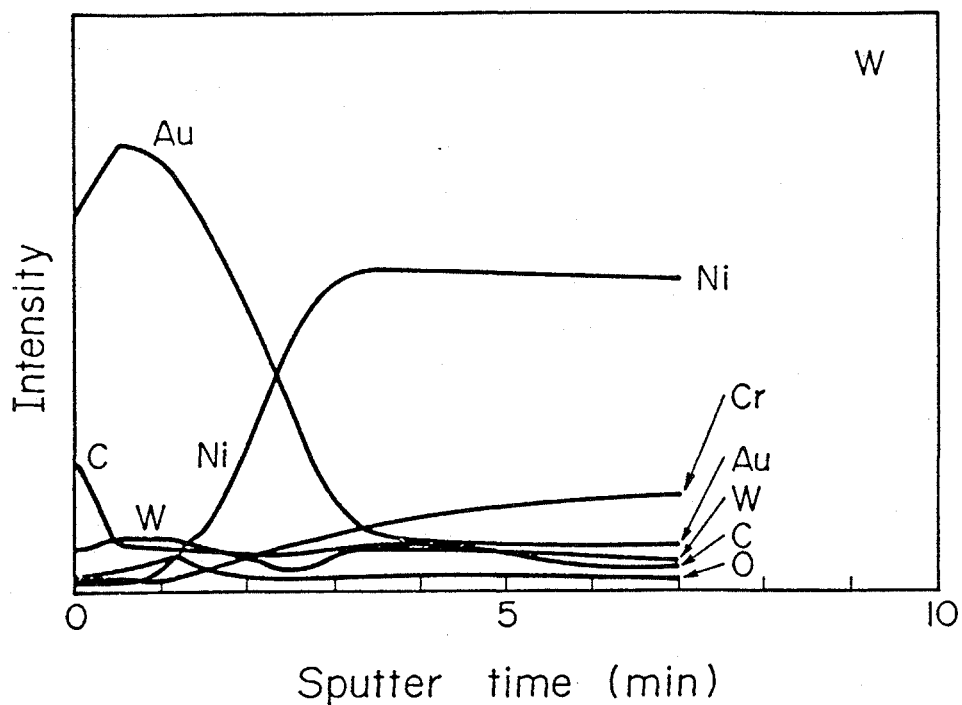


図11 イオンガン電流を400mA、陰極材をWにしてクリーニングした場合のオージェ分析結果

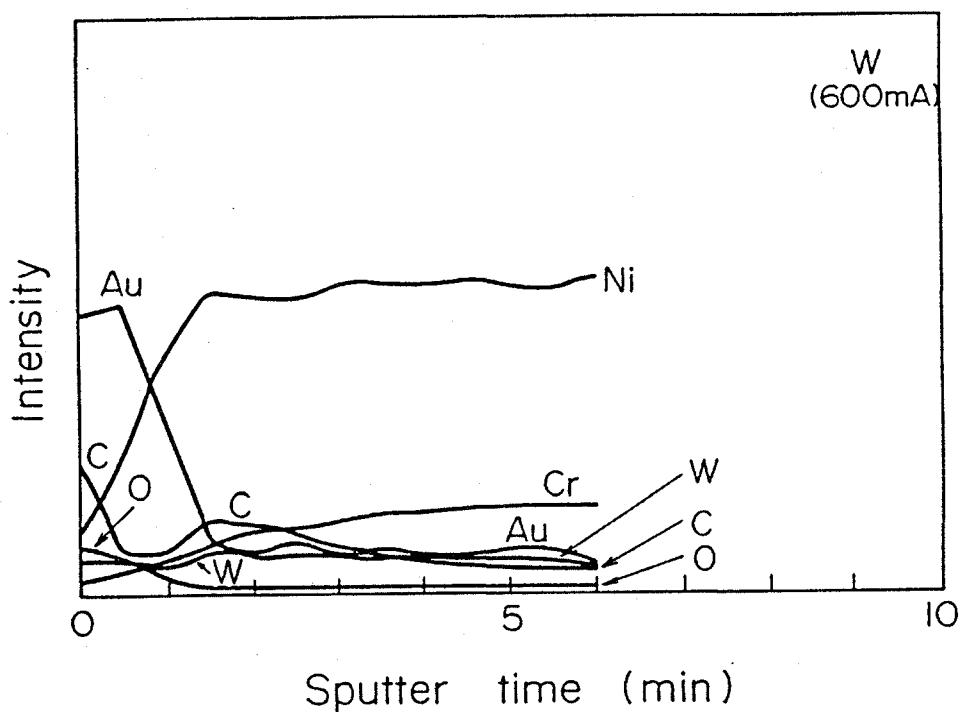


図12 イオンガン電流が600mAの場合のオージェ分析結果

表2 エッチングレート

Ion gun current (mA)	Etching rate ($\text{\AA}/\text{S}$)
200	1.0
400	1.7
600	2.6

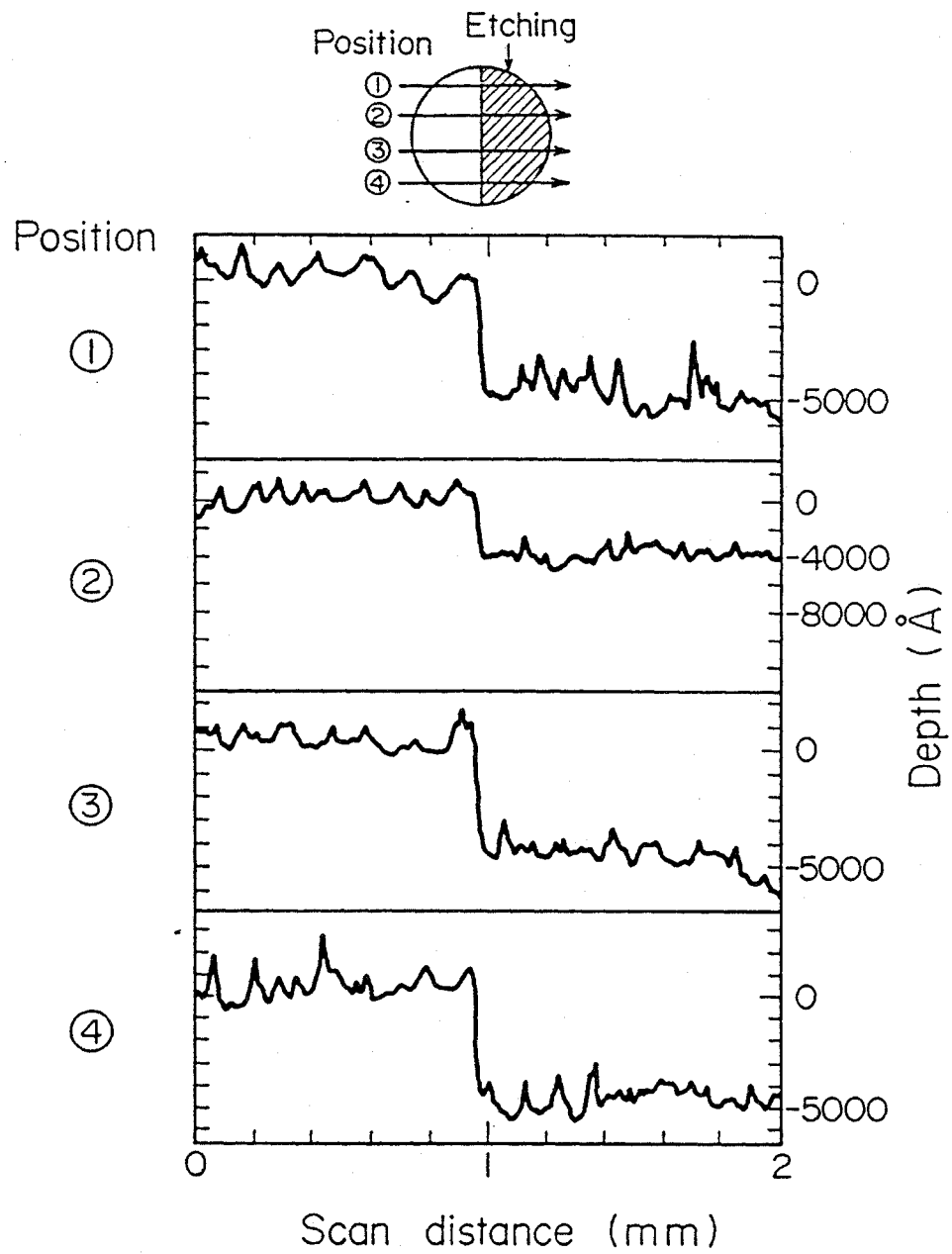


図13 イオンガン電流を400mAにした場合の面粗さ測定結果

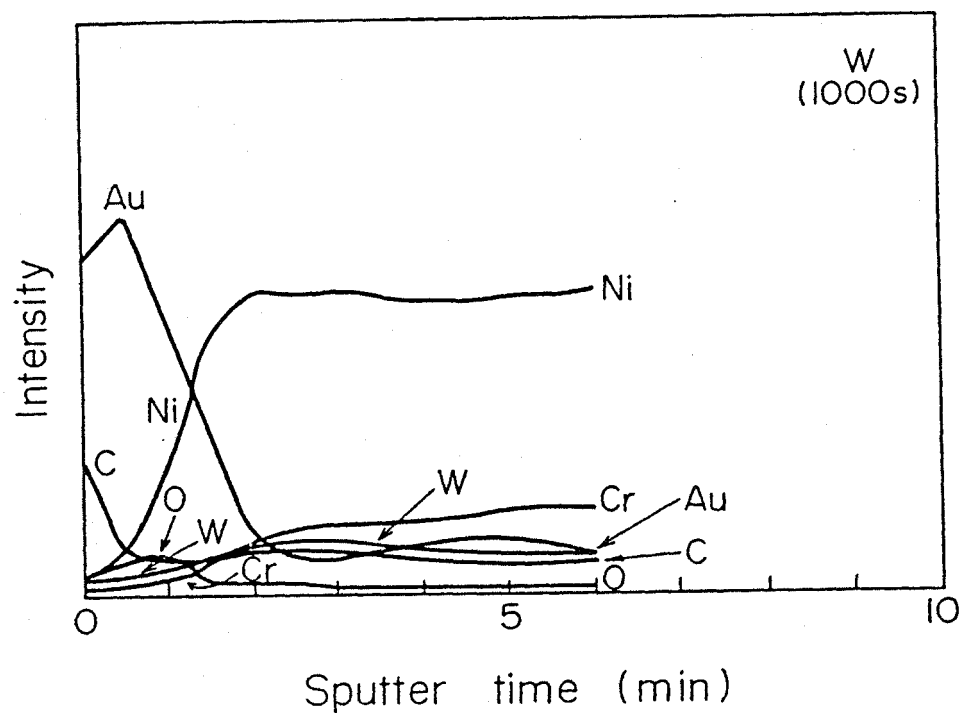


図14 エッチング後に雰囲気内で1000s放置後の接合前試料表面状態

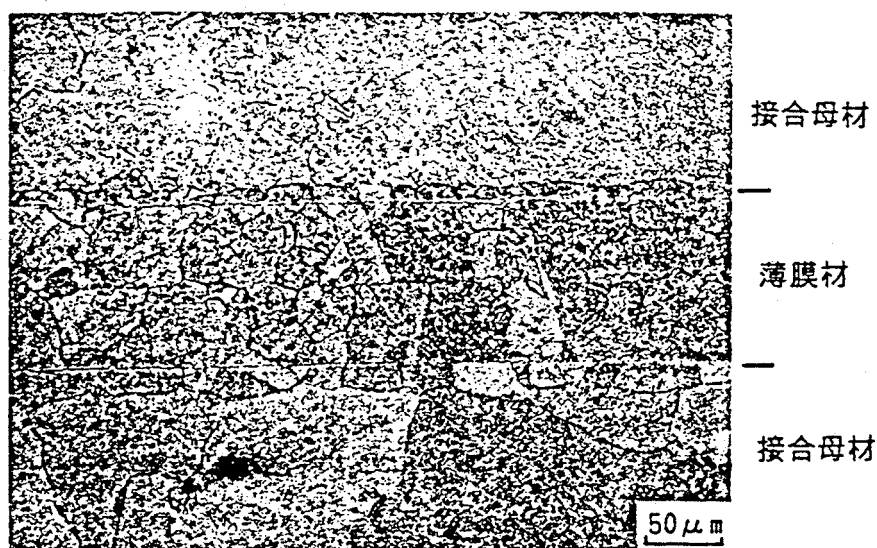


図15 新装置で接合した接合部の光学顕微鏡観察断面組織(A-1薄膜材使用)

(接合温度1150℃, 接合圧力2kgf/mm², 接合時間1h, 熱処理:1200℃5h→1100℃1h)

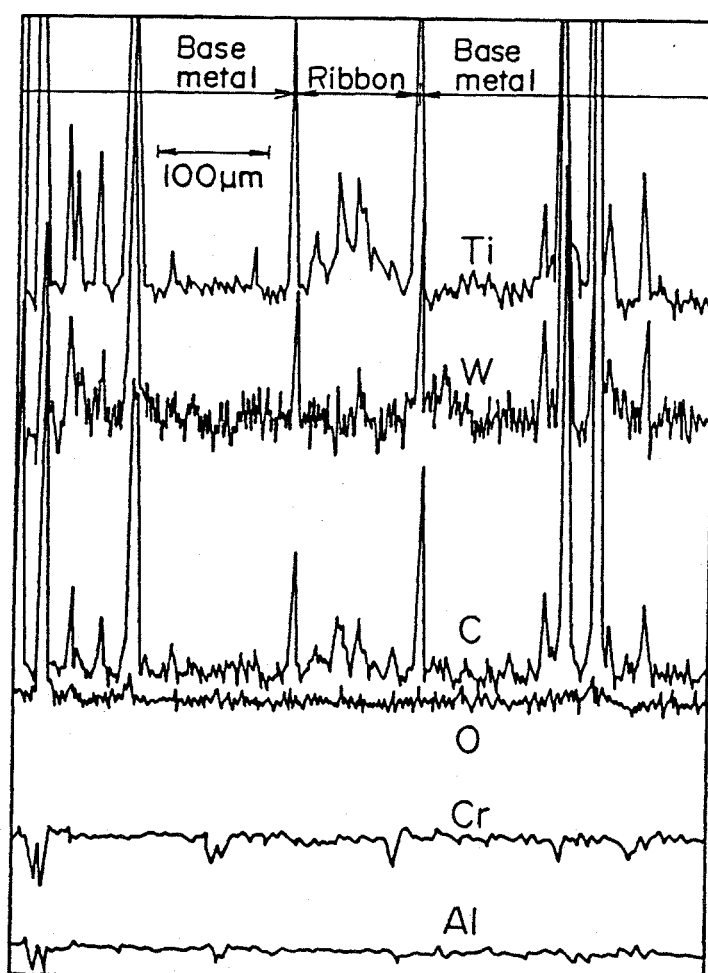


図16 新装置で接合した接合部の接合部EPMA分析結果(A-1薄膜材使用)

(接合温度1150℃, 接合圧力2kgf/mm², 接合時間1h, 熱処理:1200℃5h→1100℃1h)

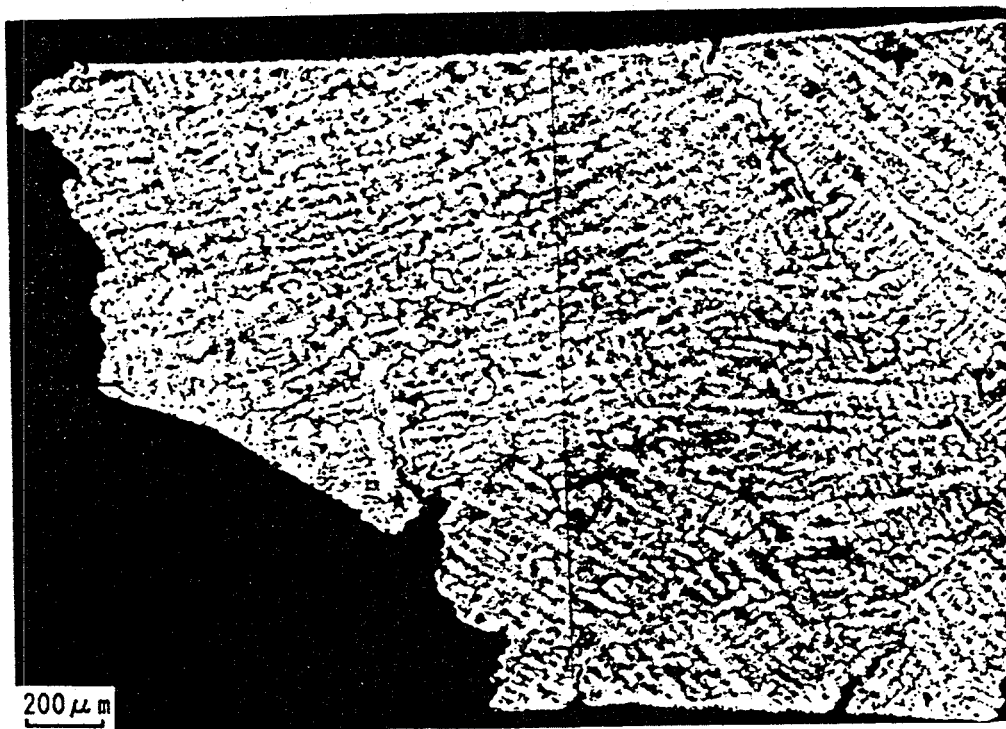


図17 素材のクリープラプチャー試験片破断部断面組織

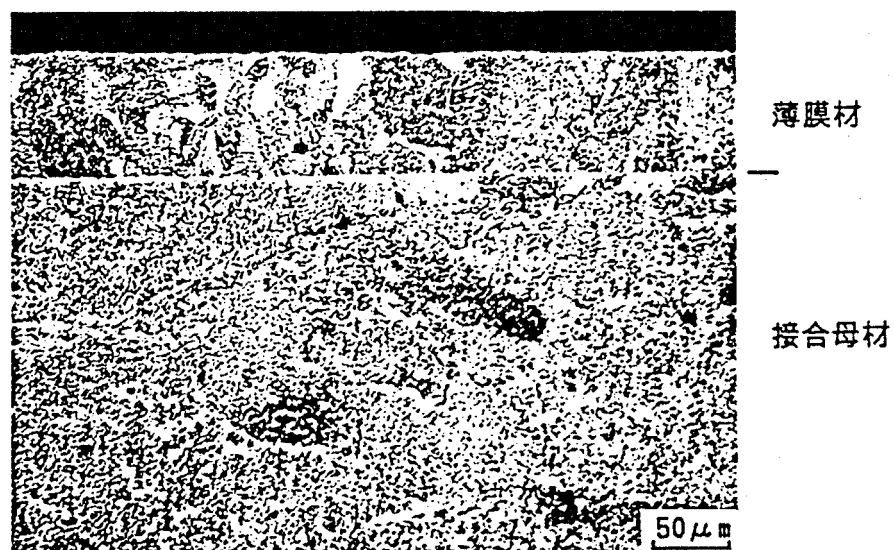


図18 従来装置による接合継手のクリープ破断試験片断面組織

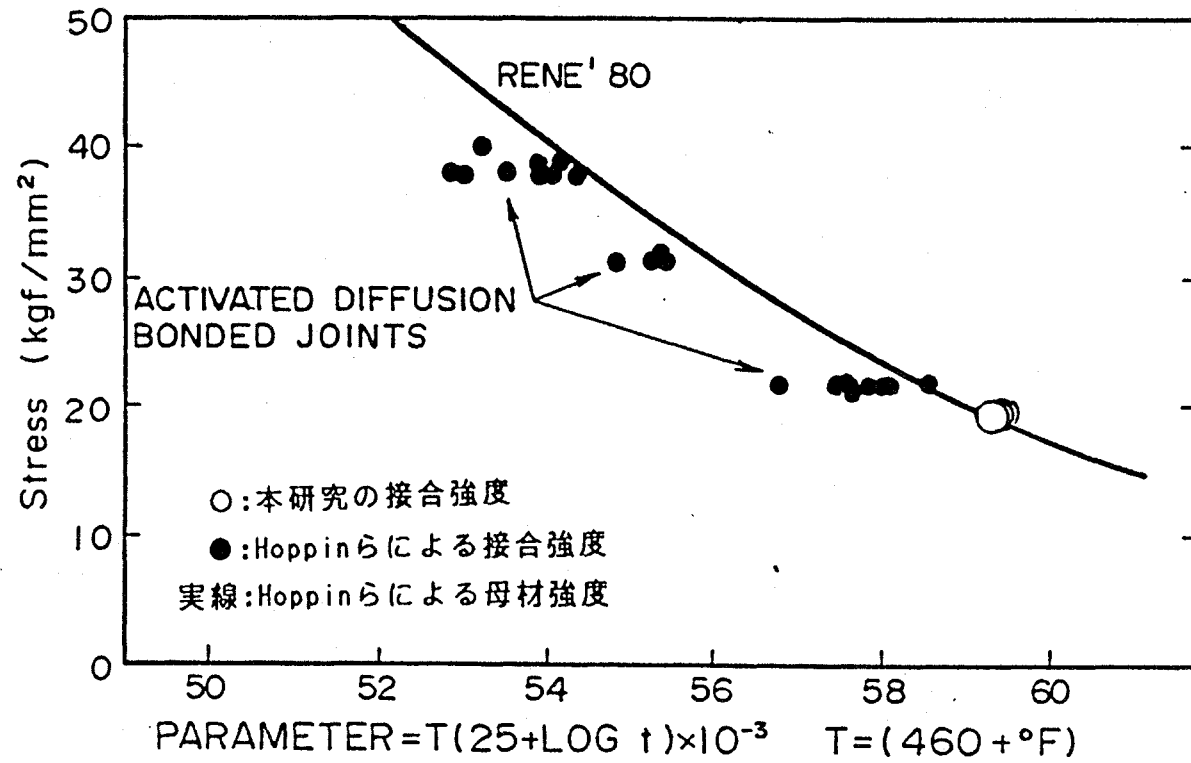


図19 HoppinらのRene80拡散接合強度と母材Rene80強度及び本研究の接合強度

[出典:G. S. Hoppin and T. F. Berry, Welding Journal, (1970)p. 505-s.]

●:Hoppinらによる接合強度、実線:Hoppinらによる母材強度、

○:本研究の接合強度

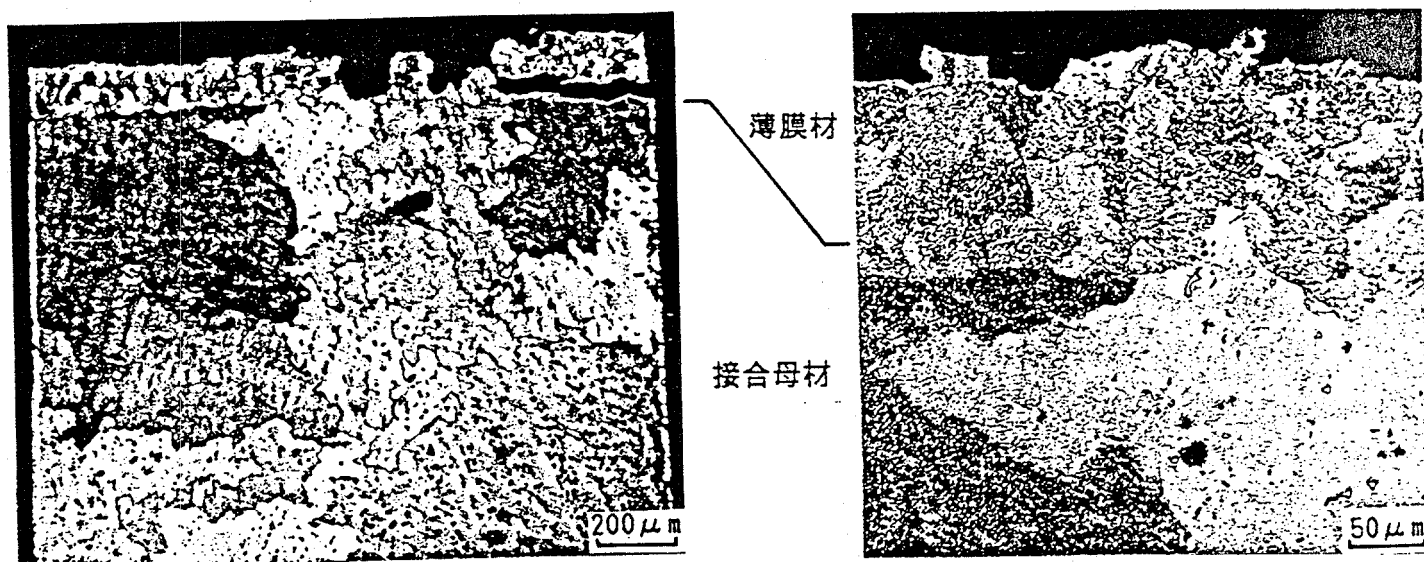


図20 新装置による接合継手のクリープ破断試験片断面組織

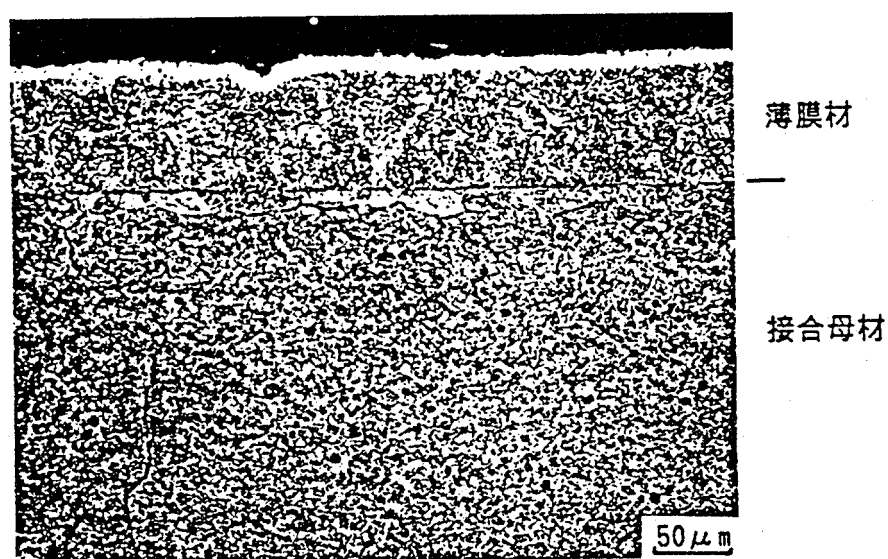


図21 従来装置による259.5時間で破断した継手のクリープ破断試験片断面組織

高性能結晶制御合金後期研究開発
実績報告書（最終報告）

「超塑性合金技術」

「輕量強靱合金」

平成元年3月

科学技術庁
金属材料技術研究所

研究項目名 合金設計技術(軽量強靱合金)

研究開発期間 後期

1. 後期研究開発の要旨

1.1 後期研究開発の目標

複雑形状部品で、300℃の温度中において、 28kgf/mm^2 / g/cm^3 以上の比強度を有し、かつその時10%以上の延性を示すと共にクリープ特性等にも優れた合金(開発合金)を設計し、特性を評価する。

1.2 後期各年度の実施計画のポイント

昭和60年度：開発合金の化学組成及び微細組織と機械的性質の関係の解明

昭和61年度：強度の推定式を用いた合金開発及び設計温度と超塑性特性との関係の解明

昭和62年度：850℃で適用可能な合金設計B法(EPMA データに基づく)の開発及び熱力学に基づく合金設計C法の開発

昭和63年度：酸素の影響を取り入れた総合的な合金設計法の確立及びクリープ特性に及ぼす諸因子の解明

1.3 後期研究開発の実績のポイント

- (1) 複雑形状用合金として、開発目標を上回る特性のGT-33合金を提案した。
- (2) 合金設計法の改良を図り、GT-33合金を上回る特性のGT-45,46,60及び61等の合金を開発した。
- (3) 合金設計手法の高精度化を図ると共に、適用範囲の広い熱力学に基づく合金設計手法を開発した。
- (4) 酸素を含む多元系合金の相平衡の計算式を確立した。

1.4 残された問題点とその解決策

- (1) 開発目標は達成したが、実用に際しては、クリープ強度、疲労強度等のデータが必要不可欠である。今後これらのデータの収集に努める必要がある。
- (2) 侵入型軽元素窒素は、Ti合金の組織及び機械的特性に大きな影響を及ぼすと考えられるが、EPMAによる分析が困難なことから、本プロジェクトにおいては、合金設計に取り入れていない。今後窒素の定量分析技術を確立するとともに窒素を含む多元系Ti合金の相平衡の計算式を確立する必要がある。

2. 後期研究開発の実績

2.1 緒言

合金設計手法の高度化を図るため、従来の二元系状態図に基づくA法に加えて、 α 相と β 相の分析組成データに基づくB法及び適用範囲の広い熱力学に基づくC法の開発を行った。また、合金の超塑性特性及び300℃における引張特性に及ぼす合金組成、及び組織の影響について検討を行い、得られた知見に基づいて合金開発を行った。さらに、合金の実用上重点となるクリープ特性及び、疲労特性についても検討を行った。

2.2 実験及び解析の手法

(1) α 相と β 相の分析組成データに基づく合金設計B法の開発

表1に示す20種類の合金について、900℃×1h-WQの熱処理後、EPMAにより α 相と β 相の組成分析を行い、これらの分析組成データを統計処理することにより、900℃で適用可能な合金設計B法の開発を行った。また、超塑性特性の最適化を図るためには850℃で設計すれば良いことが明らかとなったため、表2に示す15種類の合金を用いて、850℃で適用可能な合金設計B法の開発を行った。

(2) 熱力学に基づく合金設計C法の開発

相の自由エネルギーとして、Hillert による準正則溶体表現[(1)式]を用いて、熱力学に基づく相平衡の計算法[C法]の適用性について、A法及びB法と比較することにより検討した。

$$G = \sum X_i G_i + \sum RTX_i \ln X_i + \sum X_i X_j \{A_{ij} + B_{ij}(X_j - X_i)\} \quad (1)$$

(G: 相の自由エネルギー, X_i : i 元素濃度,

A_{ij}, B_{ij} : i と j の相互作用パラメータ)

(3) 300℃における引張特性に及ぼす β 安定化元素量の影響

α 相と β 相の量比が1:1となる温度を従来の900℃(GT-5~16)から、850℃(GT-33)、800℃(GT-45)、及び750℃(GT-46)と低下させることにより、 β 安定化元素量を変化させた合金を設計し、300℃における引張試験を行った。合金組成を表3に示す。

(4) 300℃における引張特性に及ぼす各種組織、組成因子の影響

表3の合金を用いて、一次 α 相の体積率(V_α)、固溶強化度(dDE^α)、粒径(d_α)及び旧 β 相の1原子当たりの価電子数(e/a^β)を求め、300℃における引張特性との関係について検討した。

(5) 超塑性特性と設計温度の関係

$V_\alpha=0.5$ となる設計温度が900℃(GT-9)、850℃(GT-33)、800℃(GT-45)、及び750℃(GT-46)である4種類の合金(表3参照)を設計し、750~950℃の種々の温度で、 $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の歪速度で超塑性試験を行った。

(6) 強度の推定式を用いた合金開発

α 相の固溶強化度(dDE^α)及び β 相の電子/原子比(e/a^β)から300℃における引張特性を推定する式を用いて、A法により850℃で $V_\alpha=0.5$ となるGT-48~61の8合金(表4参照)を設計し、評価試験を行った。

(7) クリープ特性に及ぼす α 相の固溶強化度及び体積率の影響

α 相の固溶強化度(dDE^α)及び体積率(V_α)の異なるGT-73~77の5種類の合金(表5参照)を設計し、500℃、 28 kgf/mm^2 の条件でクリープ特性の評価を行った。

2.3 研究開発の結果及び考察

(1) α 相と β 相の分析組成データに基づく合金設計B法の開発

- ① 表6及び表7に示す分析組成データに基づき、表8,9に示す β 面の方程式及び各元素の分配比を求め、900℃における合金設計B法を開発した。
- ② 開発したB法による900℃における α 相の体積率及び各元素の α 相及び β 相への分配比に関する計算結果は実測値と良い一致を示し、A法と比べ大幅な精度の向上が得られた。(表10,図1~3参照)
- ③ 同様の手法で850℃におけるB法を開発した。(表11,12参照)
- ④ 850℃におけるB法により、A法と比べ大幅な計算精度の向上が得られた。
(表13参照)

(2) 熱力学に基づく合金設計C法の開発

- ① C法による α 相の体積率の計算値及び各元素の分配比は、実測値と比較的良く一致していた。(表10,図1~3参照)
- ② 準正則溶体近似による熱力学的手法で、多元系Ti合金の α - β 相平衡をかなり良い精度で計算できることがわかった。

(3) 300℃における引張特性に及ぼすβ安定化元素量の影響

- ① β安定化添加元素量の増加と共に引張強度は向上し、開発目標を上回る特性のGT-45及び46合金が得られた。(図4参照)

(4) 300℃における引張特性に及ぼす各種組織・組成因子の影響

- ① 表14に示す各種組織・組成因子と引張特性の関係について重回帰分析を行い、以下の回帰式を得た。

$$\sigma_u \text{ (kgf/mm)} = 207.2 - 318.29 \cdot V\alpha + 119.43 \cdot V\alpha \cdot dDE\alpha + 178 \cdot (1 - V\alpha) \cdot (e/a^\beta - 4) - 19.0 \cdot (1 - V\alpha) \cdot Tag/100 \quad (2)$$

$$El(\%) = -19.86 - 39.28 \cdot V\alpha + 13.08 \cdot dDE\alpha + 2.95 \cdot Tag/100 \quad (3)$$

- ② β相の相安定性は e/a^β 値で判定できることがわかった。

(5) 超塑性特性と設計温度の関係

- ① 各合金とも、850℃以下の温度で400%を超える大きな伸びを示した(図5参照)。
② 最大変形応力は、各合金とも温度の低下に伴い上昇し、特に800℃以下での上昇が著しかった(図6参照)。
③ m値と変形温度及び $V\alpha$ の関係について、重回帰分析により検討した結果[(4) 式]、822℃で $V\alpha = 0.43$ となる合金のm値が最大となることが予測された。

$$m = -17.128(\theta - 1.095)^2 - 0.514(V\alpha - 0.426)^2 + 0.422 \quad (4)$$

θ : 試験温度($K \times 10^{-3}$) $V\alpha$: α相の体積率

(6) 強度の推定式を用いた合金開発

- ① 設計合金中 $dDE\alpha$ 及び e/a^β が最大のGT-60及び61合金は、強度と延性のバランスが良く、GT-45及び46合金を上回る特性を示した(図7参照)。
② 各合金とも、850℃で550%を超える破断伸び、及び20MPaより小さい最大変形応力を示し、(表15参照)優れた超塑性特性を有することがわかった。

(7) クリープ特性に及ぼすα相の固溶強化度及び体積率の影響

- ① $dDE\alpha$ 及び $V\alpha$ が大きくなる程、各クリープ歪に到達するまでの時間は長くなり、クリープ強度が向上した(表5、16参照)。

(8) 高温疲れ特性に及ぼす α 相体積率の影響

α 相体積率が 68、27、10% 合金 GT-69,70,71 (表 17)について、500℃、歪波形 三角波、歪速度 $1.67 \times 10^{-2} \% s^{-1}$ 、全歪幅 0.5、1.0、2.0% の条件で疲れ特性を評価した。2相の量比は疲れ寿命に影響を与えないことが明かとなった。(図8参照)。 α 相及び β 相の寸法・形状の影響が大きいと考えられる。

(9) 酸素の影響

① 分析手法の確立

α -安定化元素である酸素を合金設計法に取り入れるために、酸素の分析手法を確立した。これを用いて、超塑性破断材の表面近傍における酸素の濃度分布を測定した(図9)。

② 酸素を取り入れた熱力学計算手法(C法)の開発

Hillert と Staffansson の副格子モデルを用いて、酸素を含む多元系Ti合金(Ti-Al-Sn-Zr-V-Mo-Cr-Fe-O系)における α - β 相平衡に関するC法を作成するとともに超塑性試験時の酸素の侵入に伴う各合金元素の α 、 β 相への分配挙動を計算した(図10)。EPMAによる実測値と良く一致していた。

3. 国内外の同種技術の開発動向

米国においては、Ti-6Al-4V 合金の超塑性特性の改良、日本国内では三菱金属で冷間加工性に優れた超塑性Ti合金の開発等が試みられている。代表的な最近の開発例を次表で示す。

合金名	開発機関	開発時期	超塑性特性		
			温度 ℃	伸び %	最大変形応力 kgf/mm ²
SP35	三菱金属	1987 年	700	300	6.0
Ti-6Al-4V-2Ni	Rockwell	1983 年	815	720	1.3
6-2-4-6	TIMET	1966 年	850	1400	1.5
GT-60	金材技研	1987 年	850	552	2.2

合金名	300℃における引張特性		
	引張強度 (kgf/mm ²)	比強度 (kgf/mm ² /g/cm ³)	伸び (%)
SP35	100.0	~23.0	18.0
T642	~93.0	21.0	20.0
6246	~112.0	~25.0	7.0
GT-60	139.6	31.0	12.7

表1 900℃における合金設計B法の開発に用いた
合金の化学組成 (at%)

Alloy	Al	Sn	Zr	V	Mo	Cr	Fe	Ti
GT-1	7.7	0.7	—	3.9	—	—	—	bal.
GT-2	6.8	2.0	—	2.8	—	—	—	bal.
GT-3	8.1	—	5.9	2.1	—	—	—	bal.
GT-8	10.2	0.5	1.8	0.5	0.5	1.1	0.8	bal.
GT-8'	10.0	0.6	2.0	0.5	0.5	1.2	0.8	bal.
GT-9	10.1	0.6	1.9	0.5	0.8	0.8	0.8	bal.
GT-10	9.4	0.5	4.6	0.7	0.3	0.6	0.6	bal.
GT-11	9.5	1.0	2.8	0.5	0.3	0.5	1.1	bal.
GT-24	11.5	0.5	5.4	0.6	0.7	0.5	0.8	bal.
GT-25	11.8	0.5	2.9	0.6	0.3	1.5	1.1	bal.
GT-27	11.9	0.5	3.0	2.0	0.3	0.5	1.2	bal.
GT-28	12.0	0.5	2.9	0.6	1.0	1.1	0.9	bal.
GT-29	11.1	1.4	2.9	0.7	0.3	1.5	0.7	bal.
6Al4V	10.2	—	—	3.6	—	—	—	bal.
6242	10.9	0.8	2.2	—	0.5	—	—	bal.
6246	11.1	0.8	2.2	—	3.1	—	—	bal.
TZ-1	5.8	—	—	1.2	0.6	—	—	bal.
TZ-3	12.6	—	—	1.2	3.2	—	—	bal.
TZ-4	8.9	—	—	2.3	1.1	—	—	bal.
TZ-5	11.6	—	—	2.2	2.2	—	—	bal.

表2 850℃における合金設計B法の開発に用いた
合金の化学組成 (at%)

Alloy	Al	Sn	Zr	V	Mo	Cr	Fe	Ti
GT-5	6.4	2.7	6.0	—	0.5	—	—	bal.
GT-6	9.0	2.1	3.7	—	1.3	—	—	bal.
GT-12	9.6	0.7	3.7	0.6	0.3	0.6	0.7	bal.
GT-13	8.0	0.5	3.6	0.5	0.3	0.6	0.6	bal.
GT-14	8.1	0.4	2.7	0.6	0.3	0.5	0.8	bal.
GT-15	8.4	0.8	1.8	0.7	0.3	0.6	0.7	bal.
GT-16	10.7	0.5	5.4	0.7	0.3	0.5	0.9	bal.
GT-17	10.7	0.5	4.5	0.8	0.3	0.6	0.8	bal.
GT-33	11.4	0.5	0.5	1.3	1.4	1.9	1.4	bal.
GT-45	11.0	0.3	0.5	2.6	1.2	2.3	1.3	bal.
GT-46	10.2	0.4	2.7	1.4	1.2	3.2	2.3	bal.

表3 開発合金の化学組成(wt%)

Alloy	Al	V	Sn	Zr	Mo	Cr	Fe	O	Ti
GT-5	3.6	-	6.3	12.1	1.1	-	-	0.09	bal.
GT-9	5.7	0.5	1.4	3.9	1.0	1.3	1.0	0.12	bal.
GT-10	5.0	0.7	1.2	9.1	0.5	0.6	0.7	0.11	bal.
GT-11	5.2	0.5	2.7	5.5	0.6	0.6	1.2	0.12	bal.
GT-15	4.8	0.7	2.1	3.7	0.7	0.6	1.0	0.11	bal.
GT-16	6.0	0.6	1.1	10.6	0.5	0.5	1.2	0.10	bal.
GT-33	6.5	1.4	1.4	1.0	2.9	2.1	1.7	0.11	bal.
GT-45	6.4	2.9	0.9	1.1	2.5	2.5	1.6	0.11	bal.
GT-46	5.7	1.5	0.9	5.1	2.5	3.5	2.6	0.16	bal.

表4 開発合金の化学組成(wt%)

Alloy	Al	Sn	Zr	V	Mo	Cr	Fe	O	N	C	H	Ti
GT-48	6.31	1.68	1.84	0.54	0.53	0.52	3.04	0.10	0.014	0.010	0.001	bal.
GT-49	6.24	1.56	1.82	0.74	1.13	0.49	2.33	0.10	0.013	0.014	0.002	bal.
GT-50	5.88	1.52	3.85	0.73	0.51	0.49	2.31	0.10	0.011	0.036	0.001	bal.
GT-51	6.06	1.52	3.90	0.53	1.13	0.49	1.95	0.10	0.011	0.017	0.001	bal.
GT-52	6.56	1.06	1.01	0.90	3.57	0.49	2.81	0.11	0.010	0.024	0.002	bal.
GT-53	6.91	1.03	1.02	0.90	1.51	3.20	1.33	0.11	0.010	0.028	0.002	bal.
GT-60	7.16	0.47	1.03	1.79	0.51	0.86	3.17	0.10	0.011	0.027	0.004	bal.
GT-61	6.71	1.31	1.97	1.97	0.49	0.59	2.69	0.11	0.011	0.015	0.004	bal.

表5 開発合金の化学組成(wt%)及び各種組成・組織パラメータ

Alloy	Al	V	Sn	Zr	Mo	Cr	Fe	O	N	V α	dDE α
GT-73	7.78	2.02	0.37	1.93	2.71	1.78	1.82	0.13	0.006	0.29	2.64
GT-74	7.67	2.95	0.53	1.04	2.04	1.01	1.61	0.15	0.007	0.32	2.55
GT-75	9.37	2.34	0.83	3.08	3.88	1.27	2.19	0.14	0.006	0.30	3.22
GT-76	10.94	1.64	1.07	3.17	2.09	0.64	1.05	0.11	0.006	0.69	3.27
GT-77	10.69	4.26	0.99	3.42	2.18	1.91	2.36	0.12	0.007	0.26	3.72

V α : The calculated volume fraction of α phase at 850°C

dDE α : The calculated degree of solid-solution strengthening of α phase at 850 °C

表6 α 相の化学組成のEPMAによる分析値 (at%)

Alloy	Al	Sn	Zr	V	Mo	Cr	Fe	Ti
GT-1	9.27	0.63	—	1.59	—	—	—	bal.
GT-2	8.27	1.83	—	1.24	—	—	—	bal.
GT-3	9.65	—	4.43	0.78	—	—	—	bal.
GT-8	11.80	0.47	1.55	0.43	0.04	0.07	0.09	bal.
GT-8'	11.00	0.47	1.59	0.37	0.04	0.22	0.08	bal.
GT-9	11.50	0.46	1.64	0.41	0.08	0.11	0.10	bal.
GT-10	10.52	0.45	3.81	0.48	0.04	0.06	0.08	bal.
GT-11	11.09	0.85	2.31	0.40	0.03	0.05	0.13	bal.
GT-24	12.23	0.39	3.51	0.49	0.04	0.04	0.08	bal.
GT-25	13.84	0.45	2.43	0.48	0.01	0.24	0.13	bal.
GT-27	12.75	0.44	2.00	0.96	—	0.05	0.10	bal.
GT-28	13.05	0.40	1.62	0.50	0.03	0.13	0.11	bal.
GT-29	12.03	1.31	2.15	0.49	—	0.18	0.07	bal.
6-4	11.30	—	—	1.64	—	—	—	bal.
6242	11.64	0.81	2.07	—	0.22	—	—	bal.
6246	13.24	0.78	1.88	—	0.33	—	—	bal.
TZ-1	6.93	—	—	0.70	0.07	—	—	bal.
TZ-3	14.59	—	—	0.71	0.32	—	—	bal.
TZ-4	10.24	—	—	1.22	0.13	—	—	bal.
TZ-5	13.15	—	—	1.08	0.22	—	—	bal.

表7 β 相の化学組成のEPMAによる分析値 (at%)

Alloy	Al	Sn	Zr	V	Mo	Cr	Fe	Ti
GT-1	6.93	0.70	—	5.10	—	—	—	bal.
GT-2	6.15	1.95	—	3.75	—	—	—	bal.
GT-3	7.44	—	6.41	2.18	—	—	—	bal.
GT-8	9.19	0.49	1.82	0.80	0.66	1.38	1.22	bal.
GT-8'	8.51	0.52	1.97	0.68	0.66	1.40	1.12	bal.
GT-9	8.61	0.51	1.88	0.78	1.03	1.12	1.23	bal.
GT-10	8.25	0.52	4.74	1.07	0.40	0.65	0.76	bal.
GT-11	8.51	0.85	2.96	0.79	0.41	0.61	1.36	bal.
GT-24	9.32	0.43	4.46	0.93	0.92	0.58	1.10	bal.
GT-25	10.96	0.48	2.26	0.95	0.27	2.02	1.41	bal.
GT-27	9.75	0.42	2.40	2.22	0.28	0.63	1.43	bal.
GT-28	9.76	0.44	2.27	0.67	0.95	1.11	0.95	bal.
GT-29	8.78	1.40	2.37	0.79	0.27	1.51	0.73	bal.
6-4	8.44	—	—	5.72	—	—	—	bal.
6242	9.22	1.01	2.54	—	2.51	—	—	bal.
6246	10.50	0.83	2.11	—	3.79	—	—	bal.
TZ-1	5.32	—	—	1.72	0.76	—	—	bal.
TZ-3	12.16	—	—	1.52	3.56	—	—	bal.
TZ-4	8.00	—	—	3.26	1.58	—	—	bal.
TZ-5	10.49	—	—	2.78	2.75	—	—	bal.

表8 表7のデータから重回帰分析により求めたβ面の方程式

$X_{Al}^{\beta}(\text{at}\%) = 2.192 + 0.468X_{Zr}^{\beta} + 1.017X_{V}^{\beta} + 2.078X_{Mo}^{\beta} + 1.891X_{Cr}^{\beta} + 1.271X_{Fe}^{\beta}$					
α^*	0.11	0.01	0.00	0.08	1.56
Multivariable correlation coefficient for 20 alloys				0.946	

* The level of significance for each coefficient (%)

表9 表6及び7のデータから重回帰分析により求めた各元素の分配比

$C_{Al} = 1.363 + 0.012X_{Al}^{\beta} + 0.016X_{Sn}^{\beta} + 0.009X_{V}^{\beta} + 0.030X_{Cr}^{\beta}$				
α^*	1.6	16.6	8.8	1.5
Multivariable correlation coefficient for 12 alloys: 0.788				
$C_{Sn} = 0.595 + 0.077X_{Sn}^{\beta} + 0.048X_{V}^{\beta} + 0.065X_{Mo}^{\beta} + 0.186X_{Fe}^{\beta}$				
α^*	2.62	0.68	1.44	0.13
Multivariable correlation coefficient for 14 alloys: 0.834				
$C_{Zr} = 0.686 + 0.045X_{Mo}^{\beta} + 0.124X_{Cr}^{\beta}$				
α^*	7.6	0.85		
Multivariable correlation coefficient for 13 alloys: 0.721				
$C_{V} = 0.475 + 0.021X_{Al}^{\beta} + 0.068X_{V}^{\beta} + 0.018X_{Zr}^{\beta} + 0.039X_{Mo}^{\beta}$				
α^*	9.8	0.01	13.3	11.1
Multivariable correlation coefficient for 18 alloys: 0.875				
$C_{Mo} = 0.08, \quad C_{Cr} = 0.09, \quad C_{Fe} = 0.10$				

* The level of significance for each coefficient (%)

表10 各合金の900℃における α 相の体積率

Alloy	V_α			
	Observed	Calculated		
		A	B	C
GT-1	0.30	0.42	0.25	0.37
GT-2	0.41	0.43	0.36	0.51
GT-3	0.16	0.51	0.21	0.27
GT-5	0.31	0.52	0.004	0.26
GT-6	0.46	0.45	0.36	0.58
GT-8	0.32	0.48	0.28	0.37
GT-9	0.40	0.48	0.31	0.36
GT-10	0.37	0.49	0.30	0.32
GT-11	0.33	0.47	0.34	0.33
GT-12	0.41	0.50	0.32	0.35
GT-13	0.29	0.42	0.19	0.27
GT-14	0.31	0.47	0.27	0.31
GT-15	0.37	0.50	0.31	0.37
GT-16	0.25	0.51	0.37	0.33
GT-17	0.36	0.53	0.37	0.35
GT-33* ¹	0.37	0.36	—	0.28
GT-45* ²	0.31	0.51	—	0.36
GT-46* ³	0.33	0.47	—	0.29
$\bar{d}$		0.13	0.08 (0.06)* ⁴	0.05
sd		0.087	0.068 (0.034)* ⁴	0.038

A: The method based on Ti-X binary phase diagram

B: The method based on composition data of α and β phases

C: Thermodynamical calculation

$\bar{d}$: Average difference between the observed and the calculated V_α ;

$$\bar{d} = \left(\sum_{i=1}^n |\text{observed} - \text{calculated}| \right) / n$$

sd : Sample standard deviation of $\bar{d}$

*¹ at 1123 K, *² at 1073 K, *³ at 1023 K

*⁴ The GT-5 alloy was excluded in the calculation.

表11 850℃におけるβ面の方程式

$X_{Al}^{\beta} \text{ (at\%)} = -1.0675 + 0.6714X_{Zr}^{\beta} + 1.6795X_{V}^{\beta} + 1.6890X_{Mo}^{\beta} \\ + 1.1283X_{Cr}^{\beta} + 1.5142X_{Fe}^{\beta}$			
α^*	20	1	5
	10	10	
Multivariable correlation coefficient for fifteen alloys			0.88

* The level of significance for each coefficient (%).

表12 850℃における各元素の
α相とβ相への分配比

i	Al	Sn	Zr	V	Mo	Cr	Fe
C_i	1.38	1.05	0.91	0.34	0.06	0.12	0.044

表13 各合金の850℃におけるα相の体積率

Alloy	Volume Fraction of α phase at 850 °C		
	Measured	Calculated	
		Method A	Method B
GT-48	0.41	0.51	0.46
GT-49	0.43	0.54	0.48
GT-50	0.50	0.53	0.46
GT-51	0.42	0.56	0.50
GT-52	0.24	0.47	0.27
GT-53	0.24	0.42	0.38
GT-60	0.34	0.47	0.36
GT-61	0.27	0.47	0.36

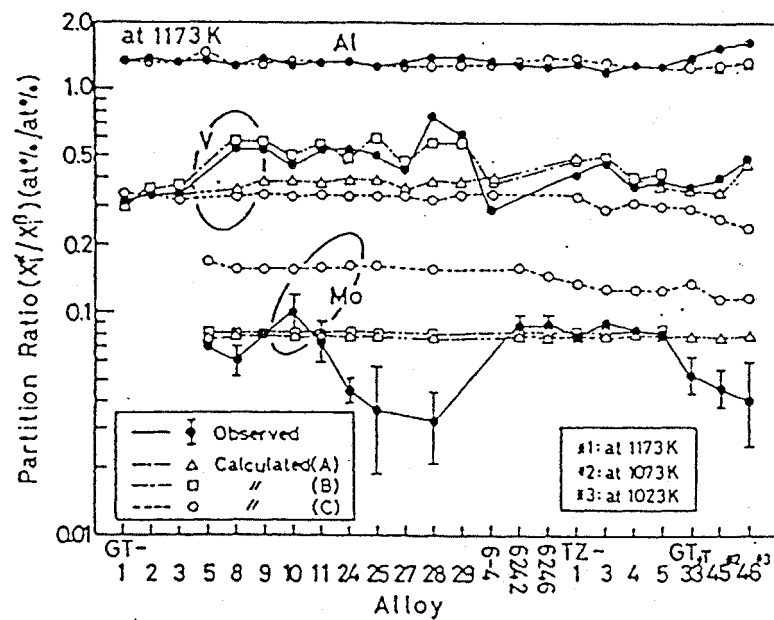


図1 Al, V 及びMoの分配比の実測値とA法、B法及びC法による計算値の比較

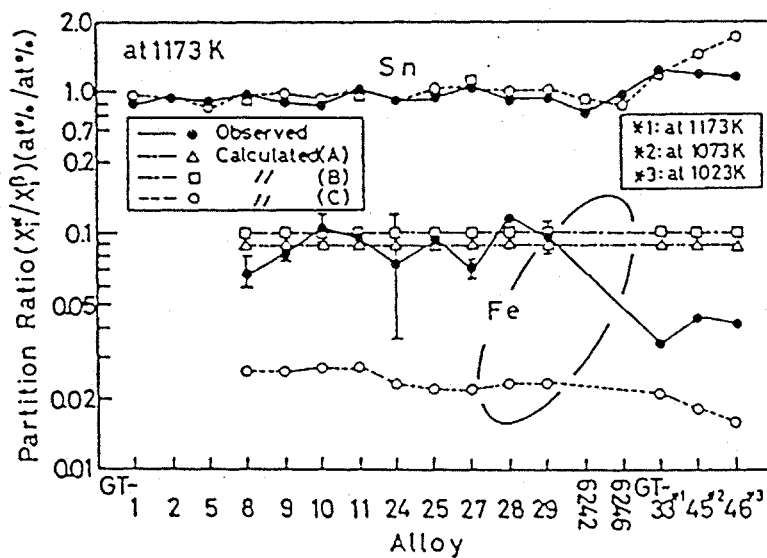


図2 Sn 及びFeの分配比の実測値とA法、B法及びC法による計算値の比較

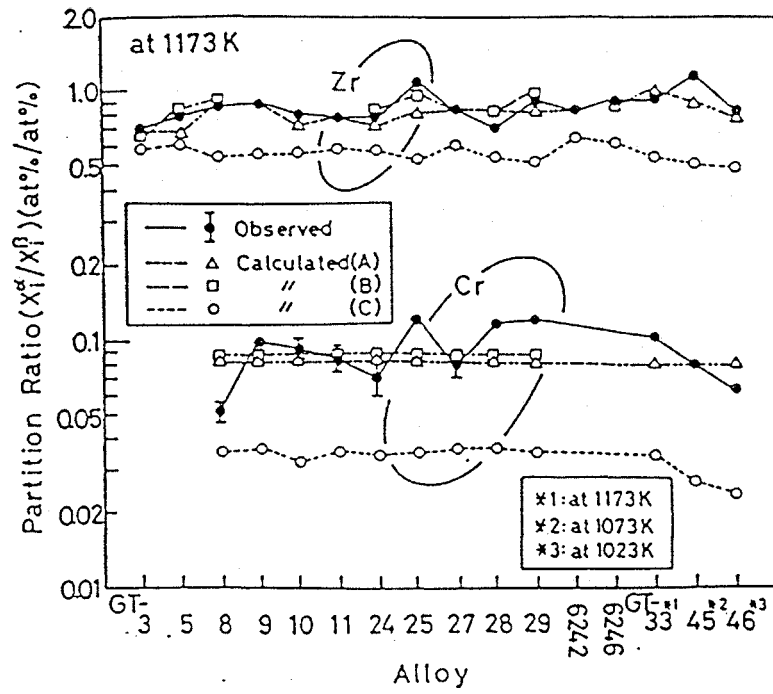


図3 Zr 及びCrの分配比の実測値とA法、
B法及びC法による計算値の比較

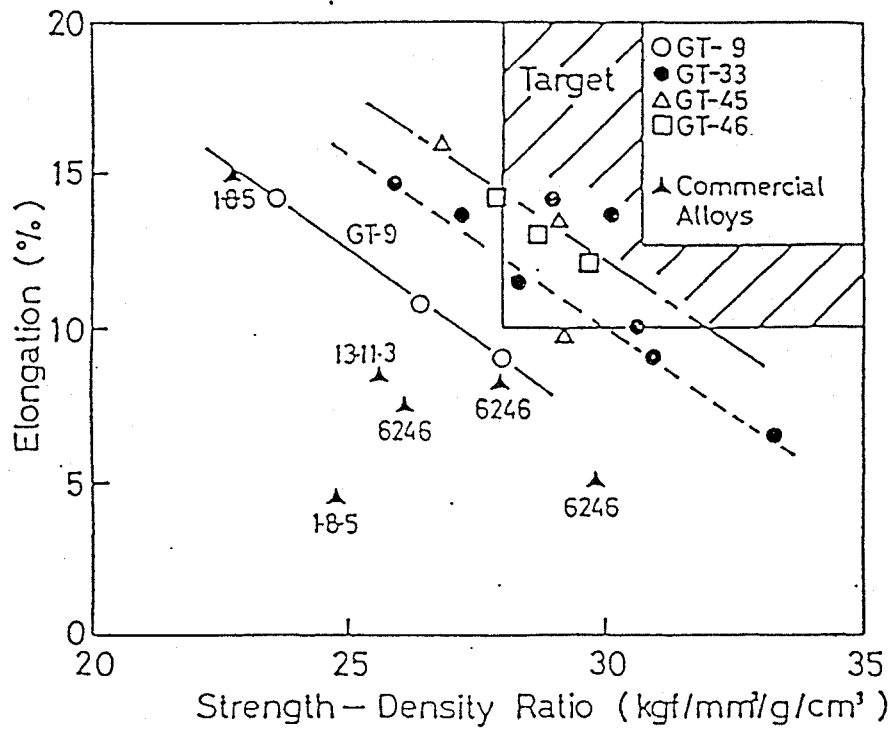


図4 開発合金の300°Cにおける引張特性

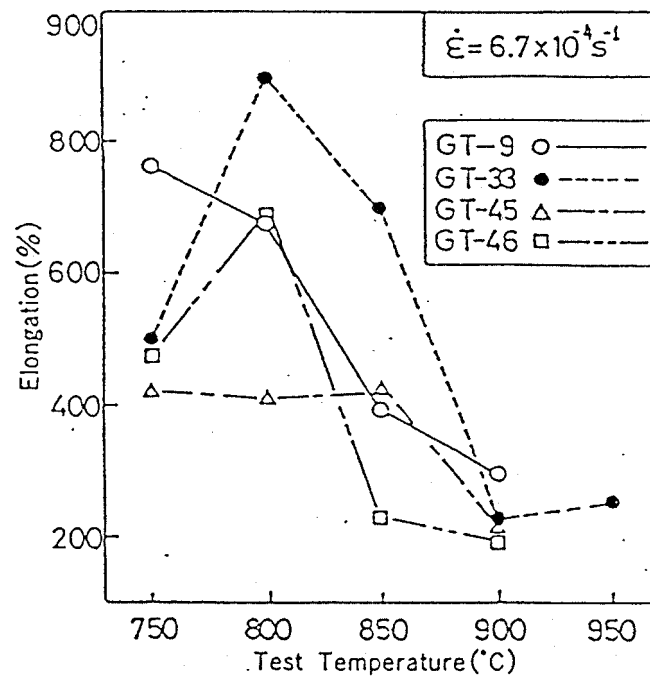


図5 超塑性伸びと試験温度の関係

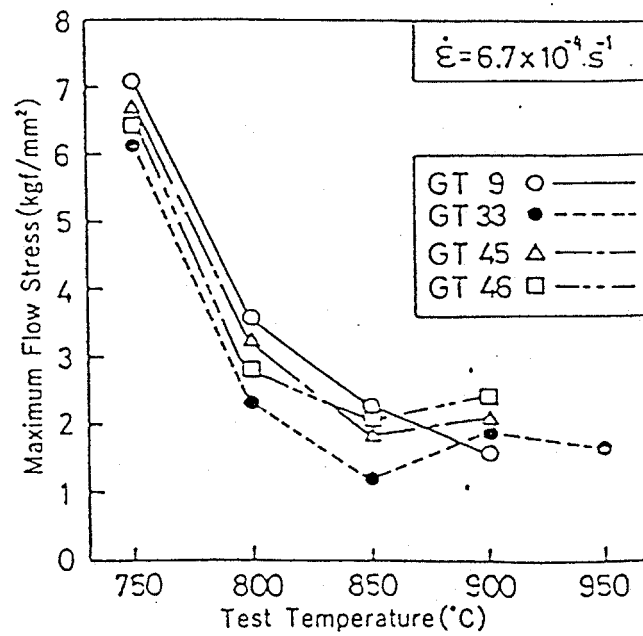


図6 最大変形応力と試験温度の関係

表14 各合金の溶体化処理材における
組織及び組成因子

Alloy	V_α	$d_\alpha(\mu\text{m})$	dDE^α	c/β
GT-5	0.30	3.0	2.08	3.96
GT-9	0.29	2.6	1.92	4.02
GT-10	0.29	2.6	1.94	3.98
GT-11	0.26	3.5	1.97	4.01
GT-15	0.32	3.2	1.74	4.00
GT-16	0.36	3.2	2.11	4.00
GT-33	0.37	1.3	2.28	4.06
GT-45	0.31	1.1	2.21	4.12
GT-46	0.33	1.1	2.25	4.16

V_α : volume fraction of primary α phase

d_α : grain diameter of primary α phase

dDE^α : parameter showing degree of solid-solution strengthening for primary α phase

c/β : electron-atom ratio for prior β phase due to group number

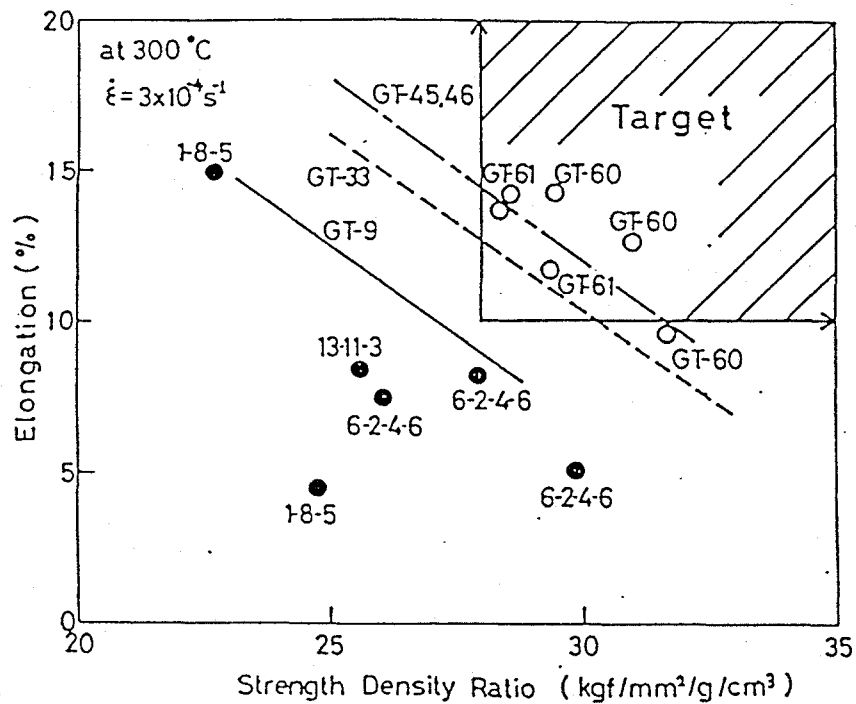


図7 開発合金の300°Cにおける引張特性

表15 開発合金の超塑性特性
(試験温度 850℃、歪速度 $6.7 \times 10^{-4} S^{-1}$)

Alloy	El. (%)	σ_{max} (MPa)
GT-48	610	11.5
GT-49	604	12.0
GT-50	566	10.5
GT-51	616	10.0
GT-52	650	13.0
GT-53	536	13.5
GT-60	552	21.6
GT-61	662	13.5

表16 開発合金のクリープ特性
(試験温度 500℃、荷重 28 kgf/mm²)

Alloy	500℃ — 28kgf/mm ² Exposure Time to Creep Deformation, h		
	0.1%	0.2%	0.5%
GT-73	0.33	1.15	7.00
	0.30	0.80	4.17
GT-74	0.80	2.80	14.17
	0.40	1.05	4.88
GT-75	0.50	1.30	6.58
	0.65	1.65	6.81
GT-76	1.05	3.30	19.60
	0.47	1.75	13.50
GT-77	1.50	4.80	27.50
	2.40	9.20	45.50

表 1. 開発合金の化学組成(wt%)及び各種組成・組織パラメータ

Alloy	Al	V	Sn	Zr	Mo	Cr	Fe	O	N	V α	dDE α
GT-69	8.49	1.23	0.52	0.99	0.35	0.51	1.76	0.11	0.005	0.68	2.43
GT-70	7.20	1.78	0.49	0.85	0.43	0.91	3.23	0.15	0.005	0.27	2.30
GT-71	6.78	1.84	0.51	0.97	0.56	1.10	3.88	0.15	0.005	0.10	2.28

V α : The calculated volume fraction of α phase at 900°C

dDE α : The calculated degree of solid-solution strengthening of α phase at 900°C

表 17. 高温低サイクル疲労特性を調べるために設計した α 体積率
の異なる合金の組成 (w t %) と組成・組織パラメータ

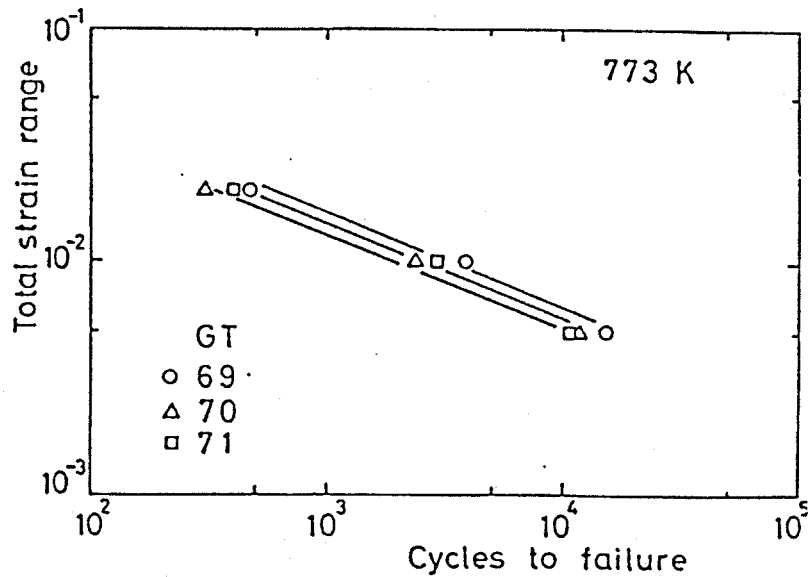


図 8. 高温低サイクル疲労特性に及ぼす α 体積率影響

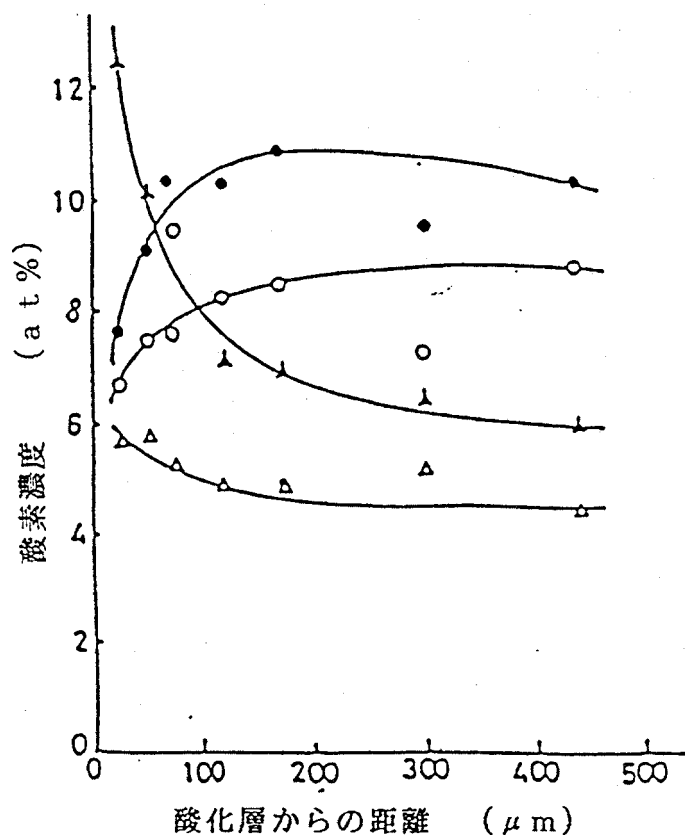


図9．超塑性変形後のGT-9試験片中の酸素及びアルミニウム濃度の分布

- △：β相中の酸素濃度
- ▲：α相中の酸素濃度
- ：β相中のアルミ濃度
- ：α相中のアルミ濃度

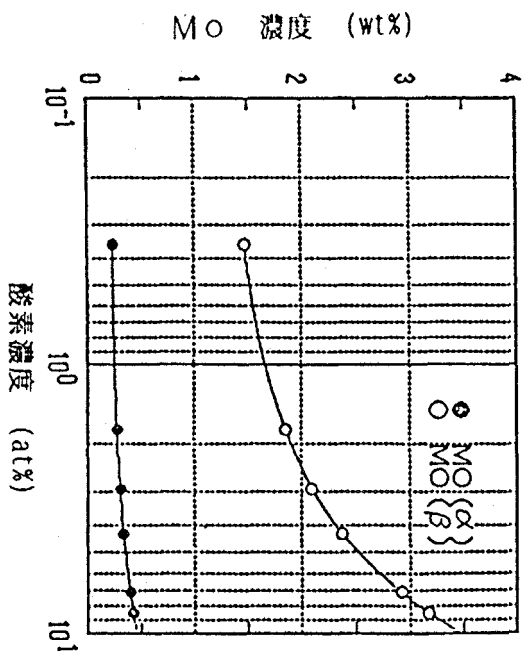
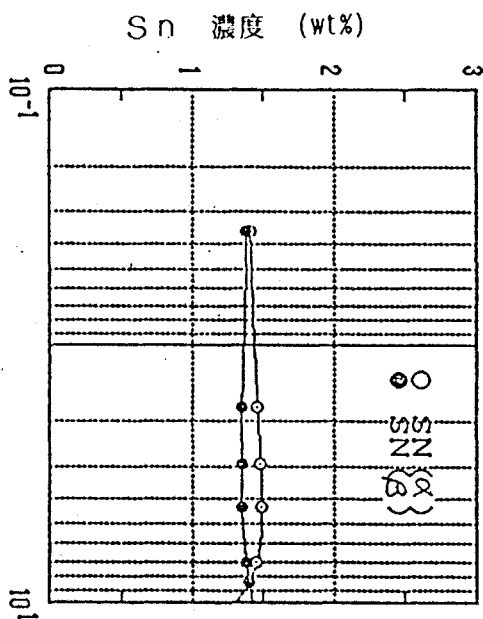
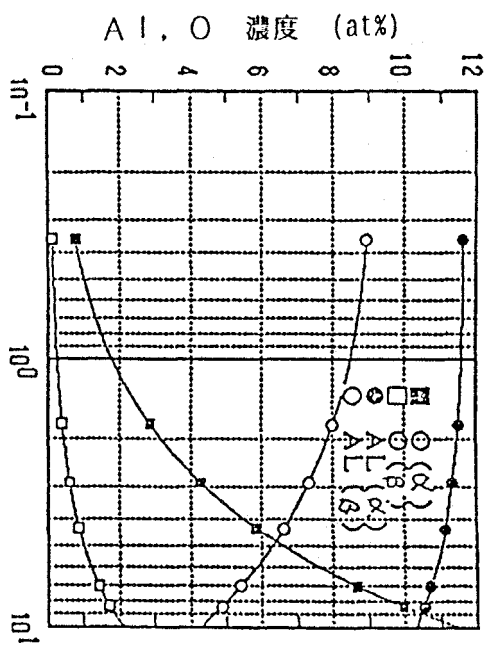


図10. Al, O, Sn, 及びMoの α 相と β 相への分布挙動
に及ぼす炭素量の影響 (計算結果)

高性能結晶制御合金後期研究開発
実績報告書（第3次報告）

軽量強靱合金微粒粉末超塑性技術

平成元年5月

三菱金属株式会社

研究項目名： 軽量強靱合金微粒粉末超塑性技術

研究開発期間： 後期

1. 後期研究開発の要旨

1.1 後期研究開発の目標

(1) 微粒粉末製造技術

前期の実績として平均粒径 $200\mu\text{m}$ 以下、粉末中の酸素量0.2%以下の粉末を製造し、その超塑性特性を調べた。後期は金材研第2次提案合金の粉末製造を行うと共に、粉末製造技術を向上することでより微粒のHIP成形性及び超塑性鍛造性に優れた粉末を得ることを目的とした。

(2) 超塑性鍛造技術

上記粉末を用いて複雑形状部品の超塑性鍛造技術を確立することを目的とした。前期の $\phi 150\text{mm}$ モデルディスク鍛造の結果に基づき、実寸規模の試作を行うため諸設備を設計、製作し、 $\phi 400\text{mm}$ のボス付きディスク、翼付ディスクを製造すること、このための各種基礎技術を確立することを図った。

更に超塑性鍛造材の後熱処理技術を確立して、最終時効後に 300°C における比強度 $28\text{kg}/\text{mm}^2/\text{g}/\text{cm}^3(\text{km})$ 、伸び10%の機械的特性を得ることを目標とした。

1.2 後期各年度の実施計画のポイント

(1) 60年度

1) 微粒粉末製造技術：前期評価結果を踏まえて開発合金GT-9粉末の製造試験を行う。

粉末製造技術を確立し、効率の向上を図る。

2) 超塑性鍛造技術：大型複雑形状部品の超塑性鍛造プリフォーム設計、鍛造方案を検討すると共に大型超塑性鍛造機の検討を行う。

(2) 61年度

1) 微粒粉末製造技術：開発合金GT-33の製造効率の向上と微細粒化を検討する。

2) 超塑性鍛造技術：I) 超塑性鍛造金型保持機構及び加熱装置の設計、製作を行い、加熱特性、温度分布等の基礎データを把握する。II) 試験プレスにより複雑形状品を想定したモデルの超塑性鍛造を行う。

(3) 62年度

1) 微粒粉末製造技術：引き続き製造効率向上と微細粒化、微細組織化を図った。

- 2) 超塑性鍛造技術：イ) 超塑性鍛造時に鍛造材の酸化を防ぐための雰囲気装置を設計製作する。ロ) 上記設備を用いて外径400mm のボス付きディスク、金型を設計製作し、粉末プリフォームの超塑性鍛造を行う。
- ハ) 試験プレスにより複雑形状品モデルの超塑性鍛造を行う。

(4) 63年度

- 1) 微粒粉末製造技術：前年度までの成果に基づき、微細結晶粒粉末の量産技術を確立する。
- 2) 超塑性鍛造技術：イ) モデル実験、解析に基づき、鍛造方案を検討する。ロ) ϕ 400mm 複雑形状ディスク金型を設計、製作し、粉末プリフォームの超塑性鍛造を行う。

1.3 後期研究開発の実績のポイント

(1) 微粒粉末製造技術

前期製作した粉末製造装置に改良を加え、ビレット回転系の機械振動を低減した。更に回転系を従来のモータ駆動から磁気ベアリング使用に変えた。粉末製造装置に磁気ベアリングを使用したのは恐らく世界で初めてであろう。この結果、許容偏心量が増大し、ビレット重量、回転数共に大幅に増加し得た。この2段階の改造によって安定的に製造可能な粉末の平均粒径は、従来の約 $180\mu\text{m}$ から $100\mu\text{m}$ に低下し、5 kg/バッチの粉末製造が可能になった。

プラズマ条件を変えて作動圧力を約 150Torrに高めることができた。又、粉末飛翔経路にHeガスを噴射する冷却系統を改善した。この結果、粉末の冷却速度は $10^{2\sim3} \text{ }^{\circ}\text{C/s}$ から $10^{4\sim5} \text{ }^{\circ}\text{C/s}$ に増加したと考えられる。本装置は急冷粉末の量産設備となり得るものである。

これらの粉末のHIP条件を検討し、低温のHIPにより粒径 $1\mu\text{m}$ 以下のPPBの少ないプリフォームを得た。変形抵抗は 850°C 、 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で約 2.5 kgf/mm^2 と約 1 kgf/mm^2 低減した。

(2) 超塑性鍛造技術

HIP材の変形挙動を調べ、変形経路制御により動的再結晶を加速し、等軸微細粒を得ることによって変形抵抗を約2/3 に低下しうることを見出した。これは超塑性変形において、低い変形抵抗を得るための歪速度を2～4倍高速化しうることを意味する。

ϕ 150mmモデルディスク鍛造のデータに基づき、実寸規模の超塑性鍛造のための金型、加熱装置、雰囲気装置を設計、製作し、 ϕ 400mmボス付きディスクを試作した。ディスク

断面内の累積歪を一様化し、特性を改善するための2行程鍛造を行った。歩留は従来手法の3.4倍となった。又、翼付ディスクでは7.5倍となる。

有限要素法による超塑性鍛造シュミレーションが可能となり、上記2行程鍛造の効果を確認すると共に方案設計が行えるようになった。

φ 150mm翼付ディスクを試作した。超塑性鍛造により完全な翼形成が行えた。この結果に基づき金型を設計、製作し、φ 400mm翼付ディスクを試作した。

超塑性鍛造—溶体化時効材のミニサイズTPによる300℃引張試験の結果、比強度28.7、伸び11.6%と目標値を達成することができた。φ 400mmディスクでは伸びが6～7%と目標を下廻ったが、2段溶体化時効熱処理により伸び8～9%とほぼ目標に達する値が得られた。2行程鍛造材ではボス部の延性、クリープ特性が改善された。

1.4 残された問題点とその解決策

(1)微粒粉末製造技術

プラズマによるビレット溶解条件と回転系のアンバランス生成との相関が掴みきれていない。プロセス解析を更に進めて粒径、セル径を低減し、超急冷粉末製造を試みる必要がある。量産技術としては未だ改良の余地が多く、今後の課題として残っている。

(2)超塑性鍛造技術

超塑性鍛造用の金型は高価で納期が長いことが問題である。これを解決するためにセラミックの使用等を含む安価な金型システムの開発が望まれる。

鍛造力を低減し、型充満特性を改善するための鍛造方案開発を行ってきたが、製品に要求される特性を引き出すための材質制御鍛造方案の開発が必要であろう。これはコンピュータシュミレーション手法の開発により可能と思われる。

実寸翼付ディスクの完全充満を図るとともに、2段溶体化時効の最適条件を把握して実寸規模においても目標特性を達成したい。

デュアルプロパティディスクについては未だ予察実験の域を出ていないが、歪制御及びHDH手法により可能性があることが判った。

2. 後期研究開発の実績

2.1 緒言

金材研の設計した、Ti基軽量強靱合金の微粒粉末製造技術を確立し、これを超塑性を利用して成形加工し、より高性能で複雑形状の成形体を得ることが計画全体の目的である。

後期は、前期の既存合金Ti-6Al-4V 合金、金材研第1次提案合金GT-9を用いた実験に基づき、粉末製造、超塑性鍛造のプロセス開発を行った。61年度より第2次提案合金GT-33に目標を絞った。

粉末製造技術開発では、効率を高めること、より微細な粉末、下部組織を得てHIP成形性及び超塑性特性に優れたプリフォームを得ることを目的としてプロセス改良を行った。

超塑性鍛造技術開発では、材料の変形挙動を調べて効果的に超塑性を発現させることを試みた。又、後期は実寸規模の試作を行うことが目標であるので、そのための諸設備を設計、製作し、試作を行った。

更に、鍛造材の熱処理を検討し、目標性能である高比強度、高延性を得る条件を求めた。

2.2 実験及び解析の手法

2.2.1 微粒粉末製造技術

開発合金粉末製造用ビレットの製造は、合金組成配合→プレス成形→プラズマビーム炉によるハース溶解→同プラズマビーム炉による底引冷却銅モールドを用いるインゴット溶解→機械加工の工程で行った。

62年度はφ400mmディスク鍛造用素材として粉末製造量が増加し、プラズマ溶解炉の能力では不十分であることがわかったので、平行して300kgVA溶解を行い、φ400mmインゴットを鍛造して粉末製造用ビレットを製造した。

前期製作したプラズマビーム回転電極法による粉末製造装置を用いてGT-9、GT-33の粉末製造を行った。装置のプラズマ系、ビレット回転系、飛翔粉末に対する冷却ガス噴射系に逐次改良を加えてビレット周速の増加による粉末の微細化、微細組織化を図った。ビレット回転系については62年度までは既存の増速機の改良を行い、63年度は磁気スピンドルを設置した。

生成粉末の特性評価は、成分の化学分析のほか粒度分布、外観、断面の光顕、SEM観察及びEPMA、Augerの機器分析を行った。

粉末はSUS製の缶に充填、脱ガス後、温度、圧力、時間をパラメータとしてHIPを

行い、組織観察及び引張、圧縮による超塑性特性評価に供した。評価方法としては引張試験においては歪速度急変法による変形応力、 m 値測定、全伸び測定を行った。定歪速度圧縮による変形応力及び擬似 m 値を測定した。

2.2.2 超塑性鍛造技術

(1)開発合金の高温変形挙動

超塑性鍛造条件下での材料挙動を調べるために、鍛造モードを想定した圧縮試験を行った。圧縮方法としてはひずみ速度一定、荷重一定、ひずみ速度を多段に制御する方法などを行い、鍛造方案を検討した。

(2)試験プレスによる超塑性鍛造

ボス付きディスク、翼付ディスクのプラスチックモデル鍛造実験を行い、鍛造金型、方案等を検討した。 $\phi 150\text{mm}$ 翼付ディスク鍛造においてはディスク金型を改造してリム部を彫り込み、そこへプレート押出金型のコマを組合せ、入れ子をすることで側方押出しする金型を設計、製作した。翼想定形状として角形突起、次いで曲面断面突起と、より実物に近い形へと改良を進めた。

鍛造温度は、試験用プレスの能力を考慮して 900°C とした。金型のウェブ部の外端まで材料が据え込まれるまでは $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 、その後は $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ とし、鍛造終期に約25分間クリープ鍛造した。ここで、ひずみ速度はウェブ部の厚さを基準に制御した。

(3)実寸規模の超塑性鍛造技術開発

i) 装置の設計・製作

外径 400ϕ の大形複雑形状部品を超塑性鍛造するための金型保持機構、加熱装置、及び雰囲気装置の設計、製作を行った。

金型保持機構の設計にあたって、温度分布の計算と短時間負荷時の強度計算、累積損傷則を用いたクリープ強度計算から金型寸法、及び材質を決定した。金型加熱装置の設計にあたっては、既設の200t超塑性鍛造プレスを用いて加熱に関する諸データを取り、これと材料物性値を用いた有限要素法解析によって $\phi 400\text{mm}$ ディスク用金型の加熱計算を行った。この計算により放射、伝熱損失、各機器の効率より加熱所要電力を求めた。型内均熱をとるための加熱モードを、有限要素法によって検討すると共に、製作した金型の表面及び内部にセットした熱電対によって温度分布を調べた。

雰囲気装置としては各種の設計を検討したが、最も費用の少ない方法として、プレスフレーム全体を鉄板で覆ってシールする構造を採用した。金型と加熱コイルを内筒で覆い、熱せられたArガスをダクトによって機外に設置された小型の熱交換器へ送って冷却することで、プレス本体への入熱を抑え、油圧回路、センサ、電力ケーブルを保護することにした。真空ポンプは2500m³/hのメカニカルブースタと7600ℓ/minのロータリポンプのセットを用い、 1×10^{-2} Torrまで約60分で排気できる設計とした。

ii) ϕ 400mmボス付きディスクの鍛造

前項で設計、製作した装置を4000t プレスに組込み実寸規模の ϕ 400mmボス付きディスクを試作した。鍛造品形状をこれまで試作してきた ϕ 150mmミニモデルディスクとほぼ相似にし、金型をIN100 で製造した。有限要素法による金型加熱及び熱応力シミュレーションを行い、金型加熱パターンを決定した。

鍛造用プリフォームは、 ϕ 210 ×125Hの上下面に ϕ 100 ×13H の位置決め用の小さなボスを加えた形状にした。素材は、平均粒径 160 μ m のGT-33 HIP材と、比較材としてのTi-6Al-4V ビレット (β 鍛造材) とを用いた。HIP条件はTi自体の熱伝導率が悪いことからマス効果を考慮して 800°C×1700atm ×7hとした。潤滑剤として金型にはBN、プリフォームにはガラスを塗布した。試作実験として、初めに $\dot{\epsilon} = 2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 一定の1行程鍛造を行った。鍛造温度はGT-33 の場合 850°C、比較材のTi-6Al-4V の場合 900°Cとした。又、試験プレスによる試作結果では、ボス部の変形がHIP材を用いても小さく元の粉末境界 (PPB) が観察されたので、ボス部に相当するプリフォーム部分を予鍛造する2行程鍛造により歪を一樣負荷することを考え、プラスチックを用いた平面ひずみモデル実験及びFEMによる変形解析によって2行程鍛造法の可能性を検討した。

上記の結果に基づき、GT-33 HIP材を用いて2行程鍛造を行った。鍛造条件は上記の1行程鍛造と同様にした。

iii) ϕ 400mm翼付ディスクの超塑性鍛造

ϕ 150mm翼付ディスクの試作に基づき、 ϕ 400mm翼付ディスクヘスケールアップした金型を設計、製作した。金型材質はIN100 とし、ブレードはより実物に近い形状で、30° の傾斜角、18° のツイスト角とし、翼数は36枚とした。ツイストを有するブレードを側方押出しする際の材料流動及び鍛造力をプラスチックによるモデル実験及び計算により検討した。この結果にもとずいて ϕ 400mm翼付ディスク鍛造した。素材は平均粒度120 μ m の粉

末のHIP材を用いた。

(4)特性評価

HIP材，鍛造材及びその熱処理材の比強度及び伸びは，初期ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ の引張試験で求めた。疲労特性は片持回転曲げ疲労試験機により測定した。又，クリープ特性は， 500°C ， 40kgf/mm^2 のクリープラプチャー試験を行い，破断寿命で評価した。

2.3 研究開発の結果及び考察

2.3.1 粉末製造技術

2.3.1-1 溶解

GT-9合金粉末製造用ビレットのプラズマ2次溶解においては，インゴットにホットリスやブローホールが形成されやすかった。この合金は偏析を起こしやすいので，Ti-6Al-4V等の場合よりスポンジブリケット寸法を小さくする等の改善を行った。GT-33においても偏析が見られたが，溶解時の投入熱量の増大，引き下げ速度調整による溶湯プール深さの延長等で均質化を図った結果，成分濃度差は改善され，ロット間のバラツキも小さくなった。表1-1に成分分析を示す。

62年度には ϕ 400mmディスク鍛造用素材として粉末の製造量が増加し，プラズマ溶解炉の能力では不充分であったので，平行して300kgVA溶解を行い， ϕ 400mmインゴットを鍛造して粉末製造用ビレットを製造した。ビレット及び粉末の分析値を表1-2に示す。プラズマ溶解材はこの当時の装置真空度不良のため酸素濃度が増加している。VA溶解材は規格のほぼ中央値となっており，トップ，ボトムのバラツキはほとんど見られなかった。また，酸素は極めて少なかった。

2.3.1-2 粉末製造

目標の微細粒粉，微細組織粉を得るためにはビレット径，回転数の増加により周速度を更に大きくすることと生成粉末の冷却速度を向上させることが必要である。ビレットの回転系はオーバーハングがある為，バランスがそもそも取りにくいというえ，粉末製造中の不均一溶解によりアンバランスを生じ，ベアリングの損傷が大きい。

そこで，周速の増大を阻害している機械振動の低減策を検討した。装置各部分のFFT測定を行い，各振動要因の除去，低減を順次行った。

増速機出力軸，ビレットホルダ等を設計変更して軸剛性，ビレット固着力，機械精度の

向上を図った。

これらの改良の結果、機械振動は低減し、オーバーオール値で約30dB改善された。そこで、ビレット重量を漸次増加し、最終的にはビレット径を $\phi 80$ から $\phi 120\text{mm}$ とし周速70m/sec とすることにより平均粒径 $120\mu\text{m}$ の粉末を5 kg/バッチで製造することが可能になり、製造効率が向上した。

又、ホルダ内にダイナミックバランスを組み込み、回転中に生成するアンバランスを吸振することを試み、大きな吸振効果があった。しかし、この方法にも限度があり、 $100\mu\text{m}$ 以下の粉末の量産を行う目的に対しては効果は不十分であった。

そこで、ビレット回転系を従来の増速機から軸受部を非接触とする能動型磁気スピンドルに変更した。このため軸の許容偏心量が大幅に増大し、従来より高速化、ビレット重量増が図れるようになった。装置の限界はまだ明らかではないが、既に以前の装置より高速の周速75m/s ~95m/s で安定した運転が可能となっている。

微細粒化と平行して、粉末の冷却速度を増大して下部組織を微細化することを検討した。

カソードビレット間距離、プラズマソースガス流量等のプラズマ条件を変えて作動圧力を順次低下すると共に、粉末の飛翔経路に対してHeガスを噴射している冷却系統数、流量を増加した。

2.3.1-3 粉末の特性

これらの回転系、プラズマ系冷却系の改善によって粉末は逐次改良された。図1-1に得られた粉末のSEM写真を示す。図1-2に粒度分布の一例を示す。前のデータに比べ平均粒径が低下している。

図1-3に得られた粉末の平均粒径とセル寸法の関係を示す。1, 2, 3の添字は61, 62, 63年度製造の粉末である。冷却系、回転系の改善により下部組織が微細化してきたことを示す。63年度得られた粉末は平均粒径 $100\mu\text{m}$ 程度で、従来の粉末に比較して更に $1\mu\text{m}$ 以上のセル組織の微細化が観察された。この図から、粉末の冷却速度は当初の $10^{2-3}\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ から増加し $10^{4-5}\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ に充分到達していると思われ、微粒化と同時に急冷効果が得られている。この結果は計算とも良く対応している。

2.3.1-4 HIP特性

図1-4に(3)の低温HIP材の組織を示す。(1)から(3)へ粉末の下部組織が改良されたことに伴いHIP組織は微細化し、 $1\mu\text{m}$ 以下の粒径となっている。又、以前見られたPPB

がほとんど消失している。800 °C H I P材は、S T A状態で 300°C、比強度32、伸び4%を示した。(2)材のE P M Aのラインスキャンデータを図1-5に示すが、P P Bはみられるものの α シェルは薄く、成分濃度差もほとんどないことを示している。

2.3.1-5 H I P材の超塑性特性

図1-6にGT-9 H I P材を試験温度 850°Cで圧縮した場合の変形抵抗-ひずみ線図を示す。試験温度 900°Cの場合と比較して、加工軟化の程度が大きく、また変形抵抗がほぼ一定となる定常変形状態に達するひずみも約1.0 と大きくなっている。また、定常変形状態での変形抵抗のレベルは、試験温度 900°Cでの値とほぼ同じである。

図1-7にGT-33 H I P材を $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で圧縮した場合の応力-ひずみ曲線の例を示す。800°Cでは加工軟化型の曲線を描き、850°C、900°Cでは加工初期から変形抵抗がほぼ一定の定常変形状態に達している。GT-33 の超塑性設計温度 850°Cにおける定常変形抵抗は、同温度のGT-9よりも約1kgf/mm²近く高かった。900°Cではほぼ同レベルの変形抵抗を示した。

以上から、GT-33 はGT-9と比べて変形抵抗は少し高い傾向があるが、m値はほぼ同じレベルであり、GT-9合金と大差ない条件で超塑性鍛造できることが分かる。

ϕ 400ディスクの超塑性鍛造に用いたH I PプリフォームからT Pを切出し、定歪速度の圧縮試験を行った。結果を図1-8に示す。初期応力を歪速度に対してプロットして、擬似m値として0.37が得られた。これらのデータにおいて、上記の組織改善の結果、以前のデータより変形抵抗が低下し、 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で約2.5kgf/mm²と従来より約1kgf/mm²低下している。しかし粒径が、1 μm 以下となった試料においても変形抵抗は低下しなかった
しかしながら、この値は金材研が1.3 μm の粒径を持つ熱間圧延材で得た値と近いものであり、2 μm 程度以下で変形抵抗の粒度依存性がなくなっていることを示しているとも考えられる。

2.3.2 超塑性鍛造技術

(1)変形経路の制御

開発合金の加工軟化現象を超塑性鍛造において有効に利用するために、負荷制御方法を検討した。ここでは、基本的な負荷制御方法として、定荷重制御とひずみ速度をひずみに応じて変化させるひずみ速度多段制御をとり上げた。定荷重制御方式における変形応力は

設定荷重に達した時点で最大になり、その後は変形が進むにつれて低下することになる。

ここで、設定荷重が同じで変形応力-ひずみ線図が一致していても、ひずみ速度は、プリフォームの材質、試験温度、設定荷重に到達する時間などの試験条件によって変化する。したがって、また、変形応力-ひずみ速度線図も変化する。

図2-1, 2は同一HIP条件のプリフォームに対して定荷重制御圧縮試験を行った結果を形応力-ひずみ速度線図に表したものである。図中の実線での矢印の方向に変形が進んでいる。図中の数字はひずみの大きさを表している。また、図中の破線の○印及び●印は、各図における同一条件で定ひずみ速度圧縮試験を行ったときの初期最大の変形抵抗および定常変形状態での変形抵抗を参考のために示している。

図2-1は試験温度 900℃において初期設定応力8kgf/mm²相当まで10秒間で直線的に荷重を増大させた結果である。設定荷重に到達した時のひずみは、約0.15であり、従ってその時の変形応力は6kgf/mm²になる。この点の位置は○印で示した破線の延長線上にあり、この変形初期段階までは定ひずみ速度制御圧縮の場合と同様のひずみ速度依存性を示している。その後、 $\epsilon \approx 1$ までひずみ速度の低下と共に変形応力の急速に低下する遷移領域がある。この領域での動的再結晶による加工軟化の程度は、より低速側の定ひずみ速度圧縮の場合よりも大きくなる。これは変形経路の変更により動的再結晶が加速された結果、低変形応力レベルの変形が高ひずみ速度側に移動したと考えられる。この現象によって低ひずみ速度試験での定常変形応力レベルを約2倍の高ひずみ速度側の 10^{-3} s^{-1} オーダーで実現し得たことになる。

(2)試験プレスによる超塑性鍛造

前項の知見を基に、翼枚数36のGT-33 翼付ディスクをクリープ鍛造を積極的に利用して2.2 項で述べた負荷形式で試作した。鍛造に要した時間は、負荷形式 i) の場合約80分、ii) の場合約45分であった。図2-3にii) の方式で鍛造したディスクの全体と翼部の写真を示す。トレーリングエッジ部に厚さ 0.2~0.3mm のバリが見られる。また、図2-4にその荷重-ストローク線図を示す。クリープ鍛造中に生じたストロークは大きく、翼部体積の約67%を押出している。また、鍛造荷重は計算結果と対比するとひずみ速度一定で鍛造した場合の1/3 で済んだと推定される。

図2-5 a), b) にクリープ鍛造開始前から鍛造終了までのひずみ-時間線図とひずみ速

度一ひずみ線図を示す。クリープ鍛造中のひずみ速度の低下は少なく、翼の充満過程の大部分の行程ではほぼ一定のレベルを保っている。また、クリープ鍛造開始後ひずみ速度が一旦低下した後増大する傾向が見られる。これは、比較的累積ひずみの少ないウェブ外周部が押出し変形域のひずみによりHIP組織が等軸化すること、又、後続して変形域に流入する材料の方が累積ひずみが大きくより微細組織になるために、押出し所要力が減少することによると考えられる。更に押出し行程が進むと摩擦が増大するのでひずみ速度の極大値が現れたと考えられる。

この試作の結果、クリープ鍛造を利用すれば鍛造所要力を上げないで超塑性鍛造が可能であること、またその変形はほぼ完全に金型充満する密閉状態まで進行することが分かった。

(3)実寸規模の超塑性鍛造技術開発

i) 装置の設計・製作

φ 400mmのディスク金型を指示するためのダイセットを設計、製作した。有限要素法による温度分布の計算と鍛造負荷時の強度計算、クリープ強度計算から金型寸法をφ 800mmとした。伝熱計算から金型の横分割は軸方向伝熱量を減らし、均熱を改善する上で効果的であることがわかったので、金型は4層で構成した。金型高さは、伝熱とプレスとの取合いとを考慮して上下各々 800mmとした。

金型の材質は上記計算より第1層のディスク金型相当部分は、Ni基超耐熱合金IN100とし、円盤をショウプロセスにより鍛造した。ショウプロセスでは鋳型が厚いために品物は徐冷され、鋳造欠陥が出にくい。押湯設計等に問題があったが、カラーチェック、超音波探傷で欠陥のない鋳造金型が得られた。第2層、第3層金型も高温になるため、同様に製造したNi基713C合金を用い、同様の手法で製造した。第4層は工具鋼製で、ボルスタへの取付けはフランジとなる。

金型加熱のための解析の結果、加熱装置には制御性から単相300Hzの中周波を用いた。装置は電源部、SCR周波数変換器盤、整合盤、上下金型をそれぞれ加熱するコイル、温調盤より構成される。定格出力は各コイル370KWである。加熱コイルは第2層金型をも加熱して均熱をとるよう400mmの長さがある。温調はタップ切替によるマニュアル操作とPID制御とが可能である。

型内均熱をとるための加熱モードを検討した結果、金型外周温度を引き下げ、中心の昇

温を待つ方法では、Ni合金の熱伝導率が低いために温度分布が長時間改善されないことがわかった。そこで昇温後ある程度、内部温度が接近してから均熱所要時間の約30分間通電をとめ、その後放射損失、軸方向伝熱に見合う入熱を与える条件で加熱する方法を試みた。

このときの型内の温度分布を図2-6に示す。発熱領域をはずれた部分ではほぼ直線的な温度分布をしている。型内温度分布の実測点は高温部では計算値とよく対応しているが、第2層下部以下では差が大きい。これは試験用架台においては金型がルーズに締結されているため、各金型間の熱伝達が低温側で抑制されていることに対応している。

製作した雰囲気装置を4000tプレスに組込み試験した結果、所定の能力を示し、ポンプ直前と雰囲気装置本体の双方のゲージで、60分後に 1.2×10^{-2} Torrに達した。到達真空度は 5×10^{-3} Torrであった。この後、Arガスを置換してから金型を加熱し、熱交換器を運転した。熱交入側の配管温度は66°Cに達したが、出側は15°Cであり、交換熱量は約20,000 kcal/hであった。テーブル温度は金型からの伝熱により金型周辺部では150°Cに達したが、テーブル端部では50°Cであった。ケーブル温度は55°C、内筒外の雰囲気温度は30°Cであった。

ii) ϕ 400mmボス付きディスクの鍛造

ϕ 400ディスクの試作実験として、初めに $\dot{\epsilon} = 2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 一定の1行程鍛造を行った。鍛造温度はGT-33の場合850°C、比較材のTi-6Al-4Vの場合900°Cとした。図2-7にGT-33の ϕ 400ボス付きディスクの打上り写真を示す。金型各コーナー部への材料の充填は比較材でも同様に良好であった。図2-8に荷重-ストローク線図の例を示す。

鍛造荷重は、Ti-6Al-4Vの場合、打上りバリ厚5.7mmで3200トン、GT-33の場合、バリ厚4.2mmで2800トンであった。

鍛造後、これらのディスク断面のマクロ組織を調べた。GT-33ディスクにはマクロ組織は観察されなかった。

ディスク鍛造中の変形を有限要素法によって解析した。解析によって得た相当塑性ひずみ等高線の例を図2-9に示す。(a)が1行程鍛造、(b)~(e)が2行程鍛造である。1行程鍛造では、ひずみ量が0.5に達しない領域がボス部の広い範囲に存在しており、また0.25程度のひずみ領域も存在している。ボス部は、鍛造の初期から中期にかけて変形は少なく、ひずみ量はほとんど変化していない。

ボス部の組織及び機械的特性の均質化型を目的として、ボス部を予成形した後逆変形を

与え、累積歪を大きくする2行程の鍛造方案を検討した。

2行程鍛造では、予成形によってボスとなる部分のひずみ量が0.5程度まで上昇している。鍛造中期のボス部のひずみ量にはあまり変化が無く、鍛造終期の型充填で0.2程度増加している。最終ひずみ量は、最も少ない部分でも0.6以上に達し、変形領域が大幅に拡大しており、予鍛造によってボス部を変形させておく2行程鍛造が有効であることが分かった。

この解析結果に基づき、2行程鍛造によって ϕ 400mmディスクを試作した。図2-10に荷重-ストローク線図を示す。予鍛造の段階では1行程鍛造より荷重は高いが、第2行程では1行程鍛造との差は少なかった。

iii) ϕ 400mm翼付ディスクの超塑性鍛造

ϕ 400mmのボス付ディスク試作及び ϕ 150mmの翼付ディスクの試作の結果をふまえて ϕ 400mm翼付金型を設計した。ブレード部の断面形状を図2-11に示す。このディスク金型はIN-100を用い、ショウプロセスにより鋳造した。金型に鋳造欠陥があったため、再度金型応力計算を行ったところ所定の負荷能力がなく、1600トン負荷のクリープ鍛造を行った。このために完全型充填を得ることはできなかったが、ほぼ所期の翼付ディスクを成形し得た。試作品の写真を図2-12、ロードストローク線図、歪-歪速度線図を図2-13、14に示す。

(4)特性評価

図1-4に示すGT-33 (I)の粉末を用い、800℃、2000atm、3hrのHIP処理を行った試料(粉末ロットA)について鍛造、時効の条件を変えて300℃の引張試験を行った。試験を効率的に行うために、圧縮試験片より1 $\frac{1}{2}$ mm $\times$ 4mm $\times$ 平行部10mmのミニサイズ引張試験片を作った。この試験結果を図2-15に示す。金材研のデータとは異なり、強度、延性共に580℃時効で最大値を示した。又、低ひずみ速度で鍛造したものの方が特性に優れていた。この最大値において、比強度28.7、伸び11.6%を示し、開発目標を完全にクリアしている。又、この強度、伸びの値は金材研が強化機構から誘導した重回帰式より計算される値に近いものであった。そこで粉末のロットの異なるもの(B)について確性実験を行い、従来通りのパンケーキから ϕ 5の試験片を切出して試験したところ、同図中点線で示すように強度が低下し目標値には達しなかった。いずれの試料においても金材研データに比べ伸びのレベルが低い、これはすべて絞り不足による局部伸び分の低下であった。

また、 ϕ 400mmディスクよりTPを切出し、溶体化、時効後に引張り、クリープ試験を行った。結果を表2-1に示す。

Aの1行程鍛造材は表1-2のVA溶解材粉末を、Bの2行程鍛造材をプラズマ溶解材粉末を用いている。Aの方が強度が少し高いのはこの組成差によるものと思われる。Aの鍛造材ではL方向の伸びが極端に低く、強度もやや低めになっている。Bではこの伸びの差が小さくほとんど同一レベルになり、強度差もなくなっている。時効後にもこの傾向はあり、580℃の時効材ではAのL方向伸びが大きく低下している。このことからBの2行程鍛造材ではひずみが均一に負荷されるようになったことが明らかである。

次にT方向の特性より時効温度の影響を見ると、A、B材の強度はほぼ目標に達しているが伸びが小さい。

クリープ試験の結果、Aにおいてはクリープ寿命に著しい異方性が現れており、これは伸びと絞りに対応している。Bにおいても、引張試験では判らなくなった異方性が残存しているが、いずれの方向においてもAに比較して著しい改善が見られる。

以上のように300℃における比強度、延性の目標はミニサイズ引張試験において達成したが、パンケーキ鍛造材より切出した試験片では比強度28.3、伸び8.5%、 ϕ 400mmディスクにおいては最高値で比強度28.1、伸び8.2%といずれも目標値をわずかに下廻った。

図1-3(3)の改良粉末を用いてパンケーキ、ディスクの特性を評価した。後熱処理として、従来の条件に加え。均質化と粒成長を目的として2段の溶体化処理を行った。850℃のFCを加えた試料では300℃比強度28.4km、伸び9.1%が得られた。2段溶体化条件を変えた結果を図2-16に示す。この処理によって強度、延性共に改善されているが、最高値で比強度29.2km、伸び8.2%であった。

3. 国内外の同種技術の開発動向

3.1 粉末

国内における企業、研究機関によるTi粉末関係の開発は盛んになってきている。要素粉末法の改良、REP法に関する研究が多い。

REP法によりTiAl等の金属間化合物を試作する試みも見られる。

Ti合金粉末製造技術として、REP法は生産性において劣ることが問題である。この改善のために、ドイツのKruppは、電子ビームを熱源とするPSV法を改良して半連続的に長尺ビレットを真空チャンバ内に供給する方法を開発し、サンプル出荷を開始した模様である。又、米国においてはCrucible等によりスカルアーク溶解したTi合金を底抜きしてガスアトマイズする方法が開発された。これはまだパイロットプラントの域にあるようであるが、粉末製造コストの低減の可能性は大きい。粉末の冷却速度は 10^2 °C/s程度と従来のREP並であるが、将来超音波アトマイズ等の応用により、急冷粉末の製造も可能となる。米国では、レーザーを熱源とする回転電極法の改良手法により、粉末の超急冷を行い、強度特性を改善しようとする研究が多い。Erを含む合金等の超急冷により耐熱性を向上させようとする試みも多い。

これらの急冷凝固合金及び粉末を用いたFRMは新「オリエントエクスプレス」やNASAと国防省の開発している「国家航空宇宙機」(NASP)の構造用候補材料とされており、脚光を浴びている。この研究は国防省のもとに総額4億5千万ドルのフェイズ2研究が1986年から1990年までの計画で進行している。

3.2 HIP

低温高圧HIPやHDH手法により微細組織のHIP材を得て、疲労特性を改善しようとする試みが主として米国で行われている。

これらの研究は米、英、独等の共同研究として進められている。PREP法等を用いて溶製材を凌ぐ疲労特性が得られている。

3.3 鍛造

国内においてもTi合金の恒温鍛造に関する研究、企業による開発が増えつつあり、数社が生産可能な状態にあると思われる。

当研究で行った複雑形状品の超塑性鍛造としては、中国ではクリープ鍛造を利用した翼付ディスクの試作が行われている。

米国のP & Wはこの分野のパイオニアであり、Ni合金で翼付ディスクを試作しているが、DOEの車載ガスタービン計画の終了により開発を中断した模様である。

他に複雑形状品としてスイスのBrown-Boverlli で船用ディーゼルエンジン過給機用インペラの試作が行われているが、まだ実用化されてはいないようである。

Ti合金の恒温鍛造材としては、既にP & Wによりジェットエンジンディスクとして真空チャンバ、TZM金型を用いた生産が行われてきている。更に、溶製材を用いてデュアルプロパティのディスクを恒温鍛造により作る試みが行われており、今後実用化されてゆくものと思われる。Ti合金構造物についても開発が進み、数アイテムがB747, B767, エアバスA320等の民間機に既に使用されている。製造寸法の拡大、ニアネット化が進展しつつある。

これらの恒温鍛造の基礎となる熱、変形の解析については、大学等の研究期間で材料流動、金型設計等のコンピュータソフトの開発が行われている。

3.4 粉末鍛造

擬HIP法も含め、粉末鍛造の研究開発が種々行われている。当研究のように粉末の超塑性鍛造の研究報告が少ないのは、現時点の技術ではコスト高が予想されるためであろう。米軍が本研究の如き内容を企業に研究委託しているという情報もある。

表1-1 GT-9合金成分分析値

成分 Lot No.	Al%	V %	Sn%	Zr%	Mo%	Cr%	Fe%	O %
1	5.77	0.57	1.24	3.72	0.90	1.12	0.84	0.12
2	5.59	0.52	1.16	3.78	0.92	1.00	0.82	0.11
3	5.77	0.55	1.21	3.67	0.92	1.14	0.83	0.09
4	5.80	0.61	1.34	3.72	1.02	1.09	0.89	0.16
5	5.57	0.51	1.05	3.72	0.89	1.03	0.84	0.14
平均値	5.70	0.55	1.20	3.72	0.93	1.07	0.84	0.12
規格値	± 0.3 5.6	± 0.2 0.5	± 0.2 1.2	± 0.2 3.6	± 0.2 0.9	± 0.2 1.2	± 0.2 0.9	0.1~0.2

表1-2 GT-33分析結果

	Al%	V%	Sn%	Zr%	Mo%	Cr%	Fe%	Ti%	O%	C%
方解溶解材粉末	6.31	1.35	1.04	1.07	2.76	2.00	1.68	Bal.	0.21	0.012
VA溶解材ピット	6.60	1.30	1.02	1.00	2.70	2.20	1.60	Bal.	0.058	0.006
VA溶解材粉末	6.37	1.35	1.03	1.02	2.67	2.09	1.66	Bal.	0.09	0.008
規 格 値	6.5 ± 0.3	1.3 ± 0.2	1.0 ± 0.2	1.0 ± 0.2	2.6 ± 0.2	2.1 ± 0.2	1.6 ± 0.2	Bal.	≤ 0.2	≤ 0.05

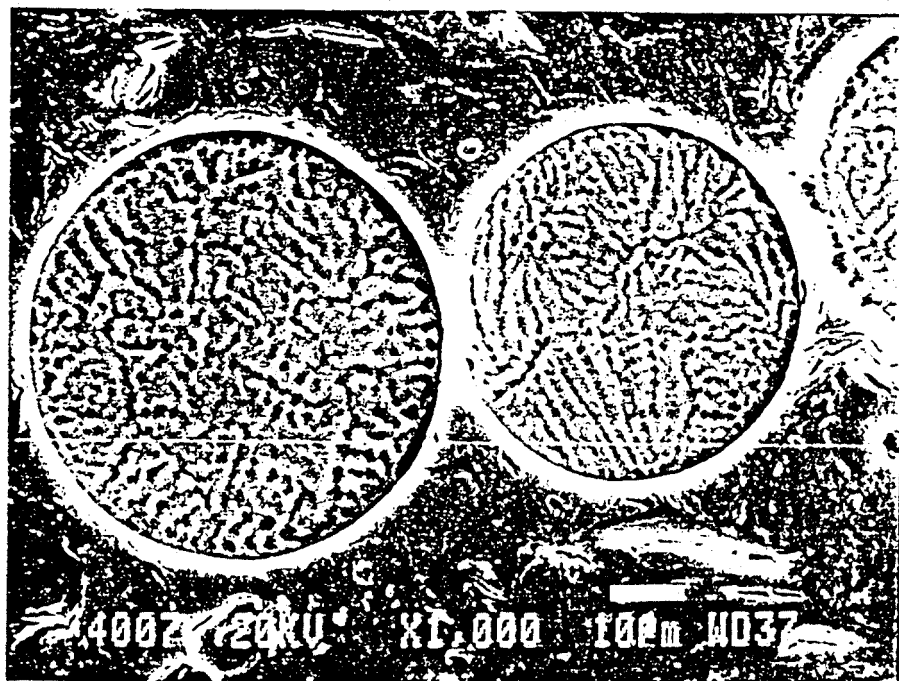


図1-1

GT-33 粉末のSEM写真

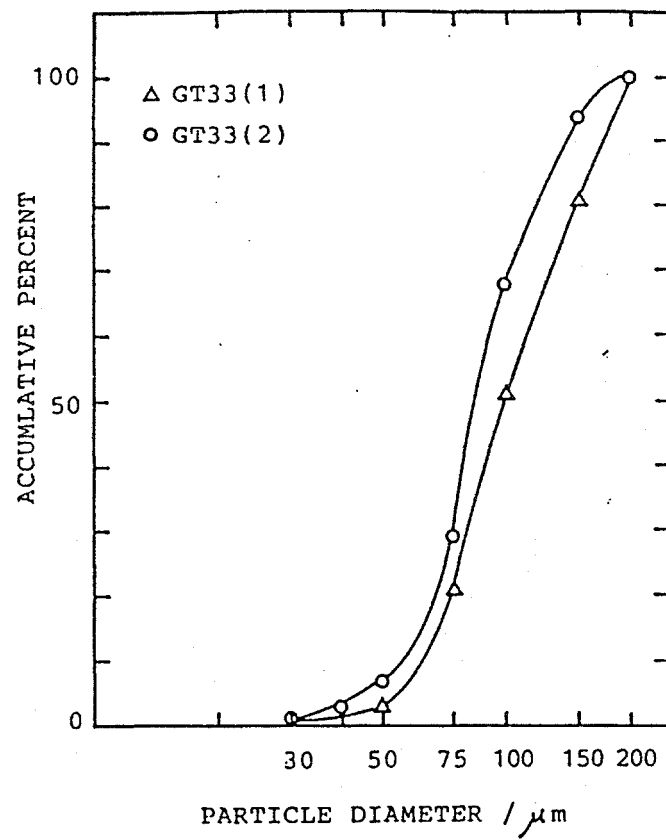


図 1 - 2 GT-33, GT-9及びTi-6Al
-4V合金粉末粒度分布

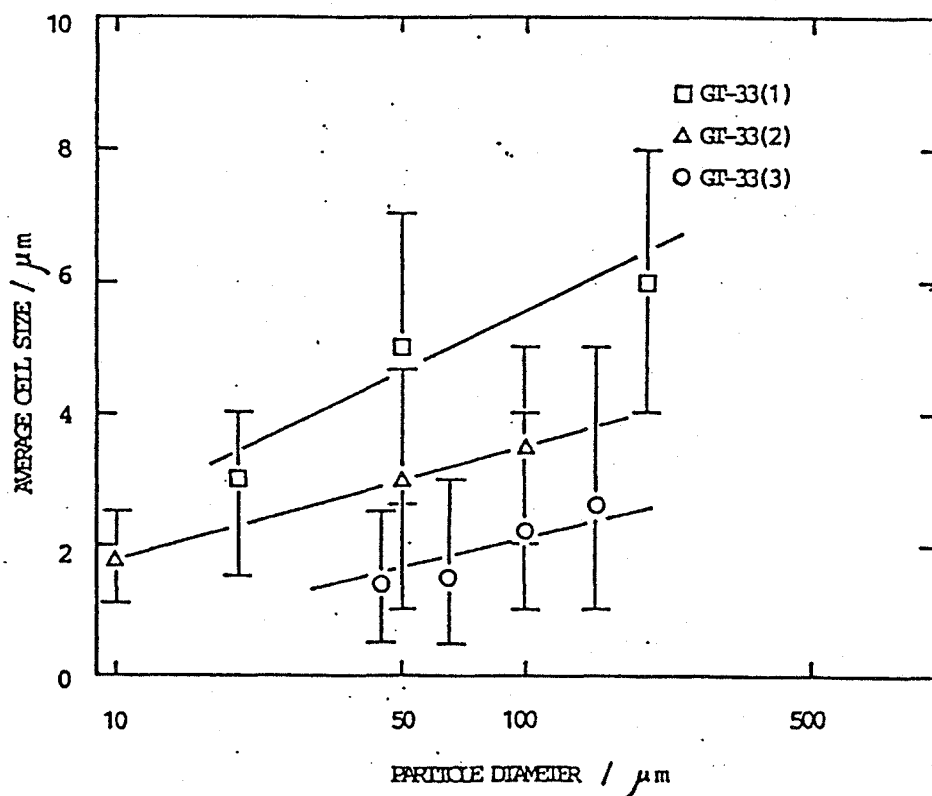


図 1 - 3 GT-33合金の粉末粒径とセル寸法の関係

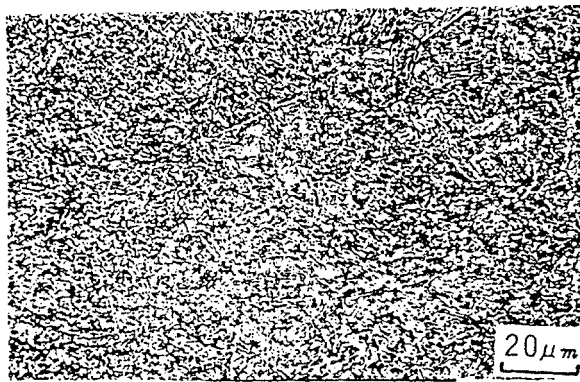


図1-4 HIP材の組織 (740°C × 2000atm × 3hr)

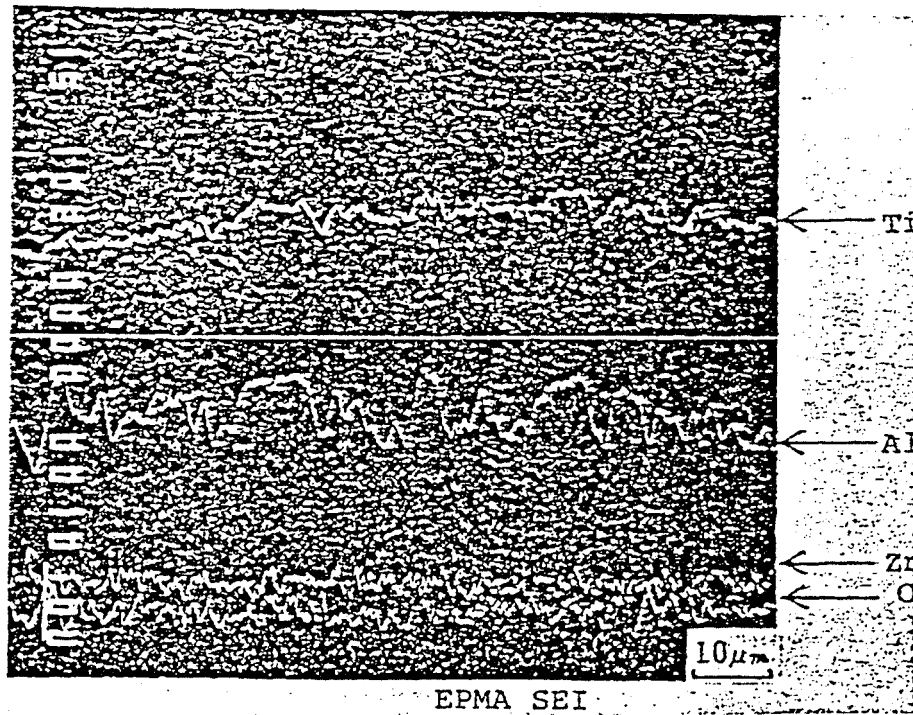


図1-5 HIP材の組織及び組成
(800°C × 1700atm × 7h)

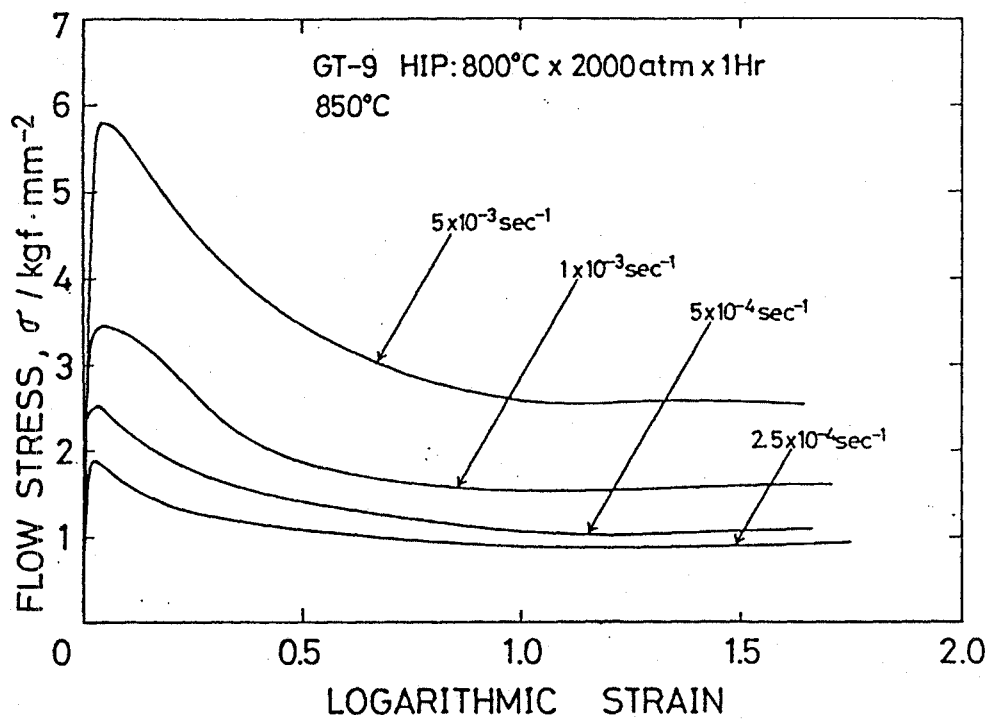


図1-6 定ひずみ速度圧縮試験における
変形抵抗ひずみ線図

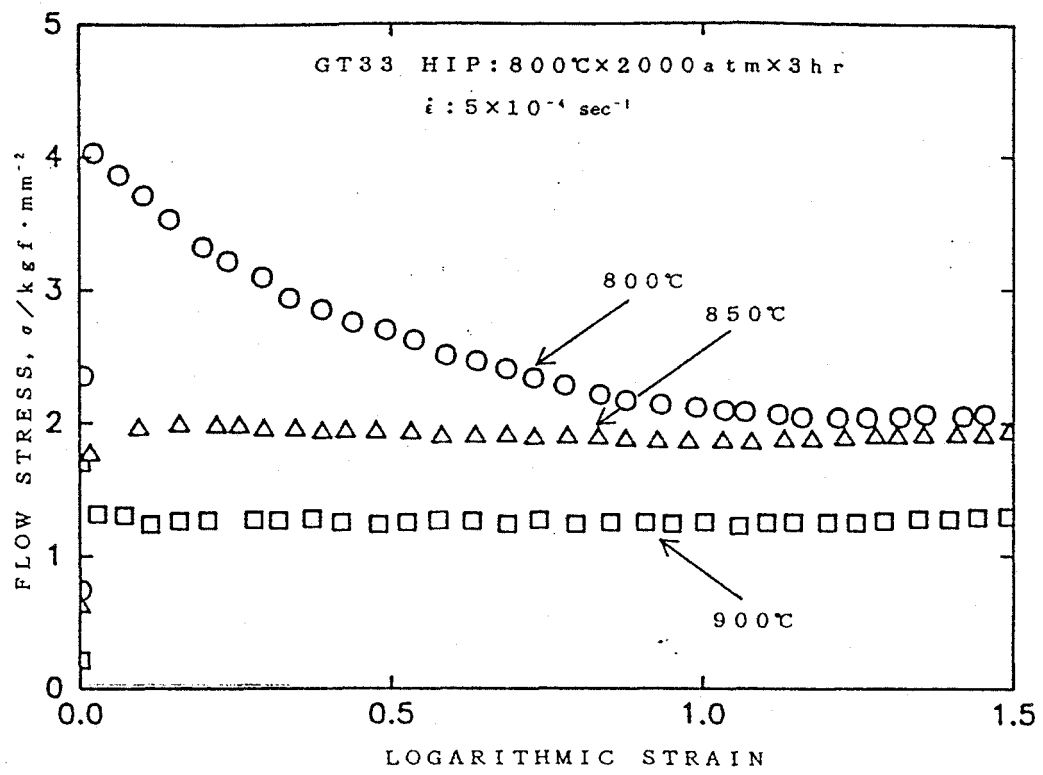
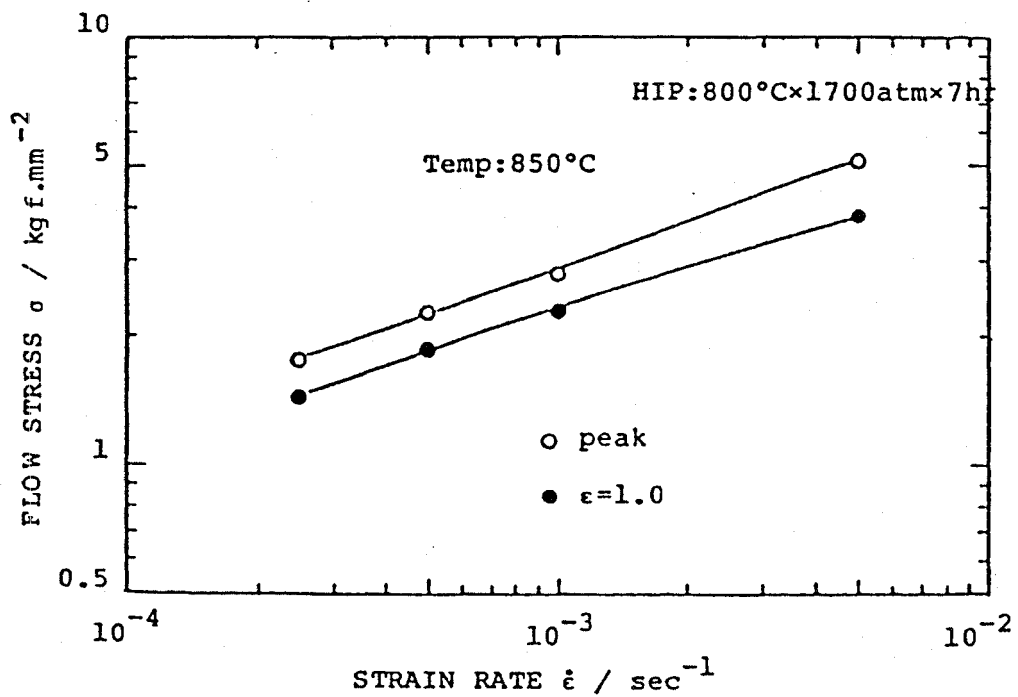


図 1 - 7 GT-33HIP材の定ひずみ速度圧縮試験での応力-ひずみ曲線



(b) 応力 - 歪速度曲線

図 1 - 8 HIP材の圧縮試験

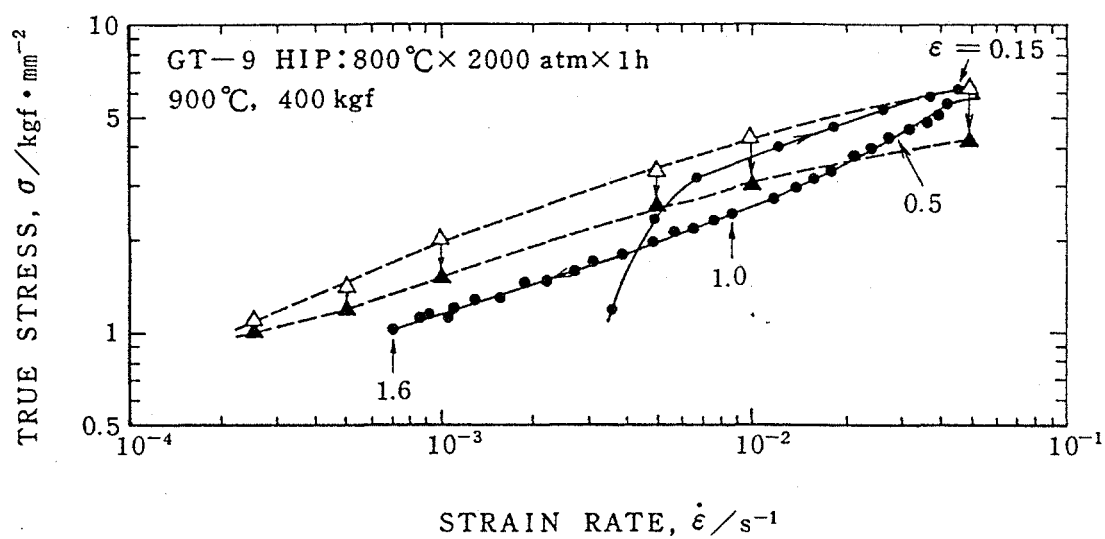


図 2-1 定荷重制御圧縮試験における $\sigma - \dot{\epsilon}$ 関係
(試験温度 900°C, 初期設定応力 8 kg · f / mm²,
○●は定ひずみ速度試験におけるピーク応力, 定常
応力を示す。以下の図も同じ)

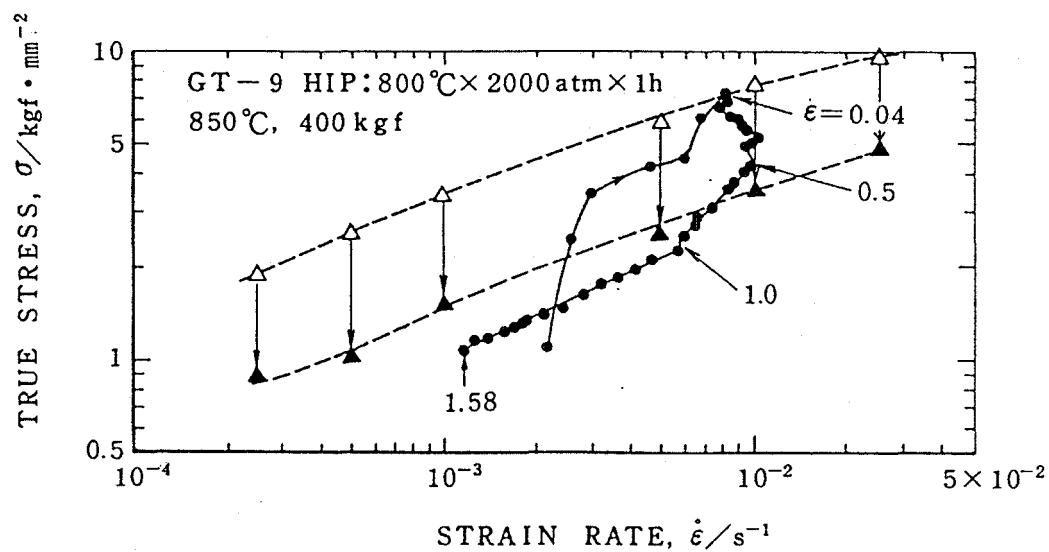
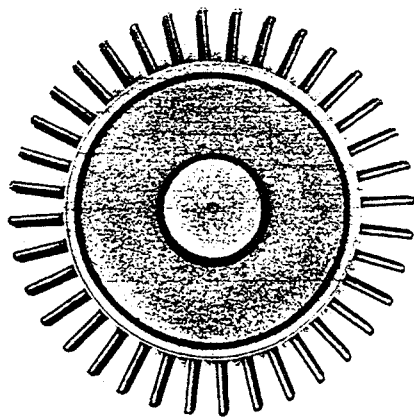
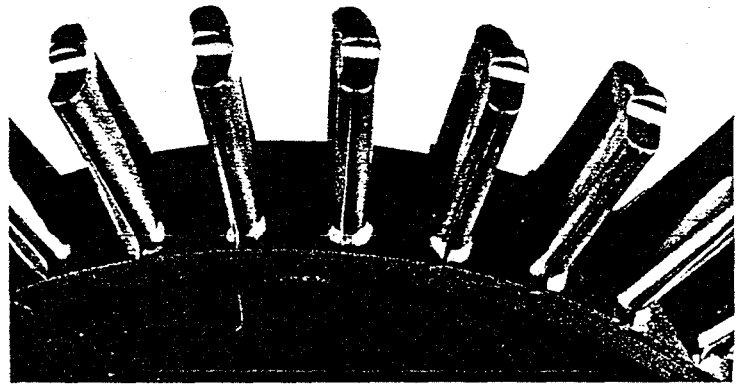


図 2-2 定荷重制御圧縮試験における $\sigma - \dot{\epsilon}$ 関係
(試験温度 850°C, 初期設定応力 8 kg · f / mm²)



(a)



(b)

図 2 - 3 $\phi 150$ 翼付きディスク (GT-33)

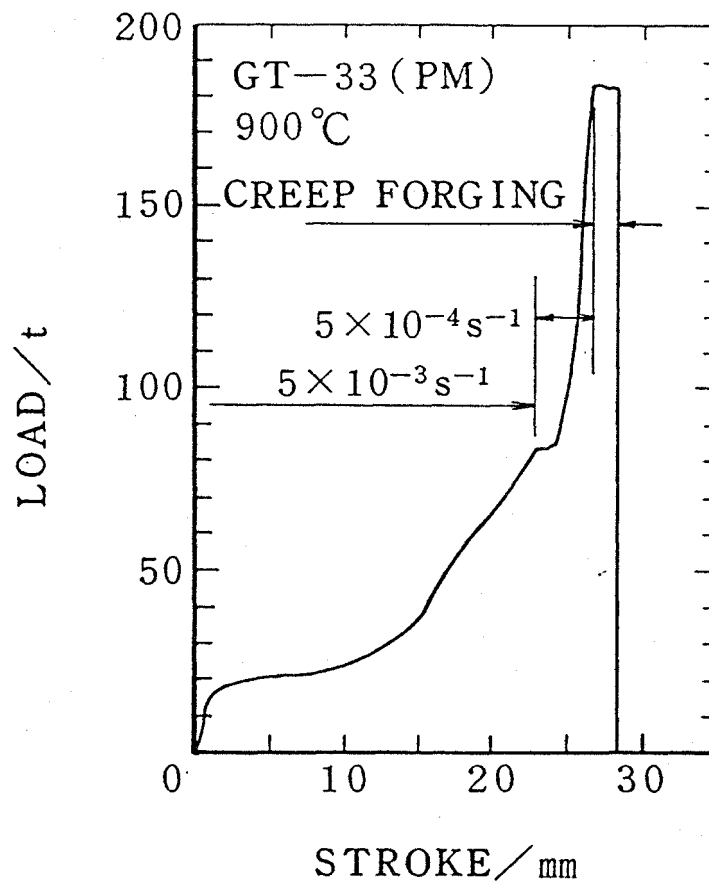
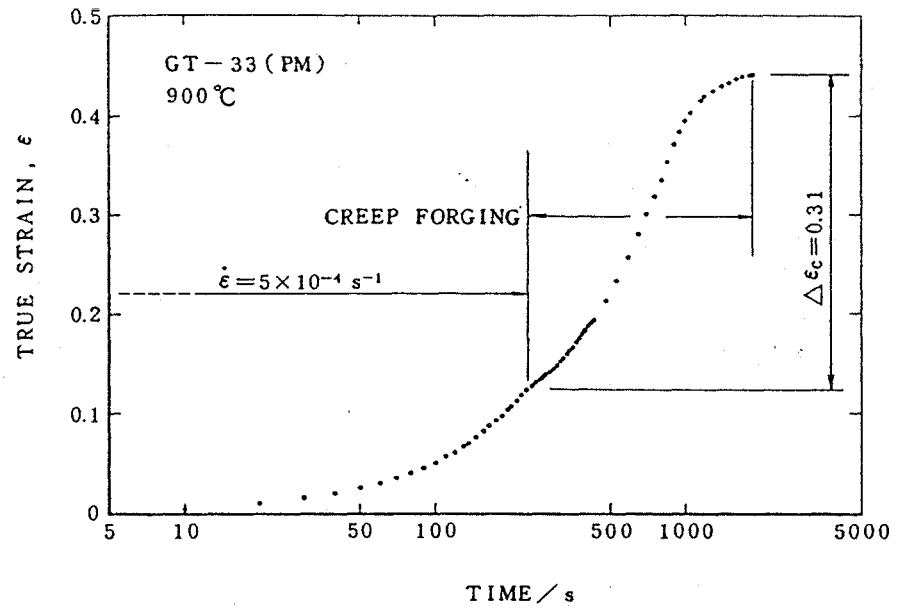
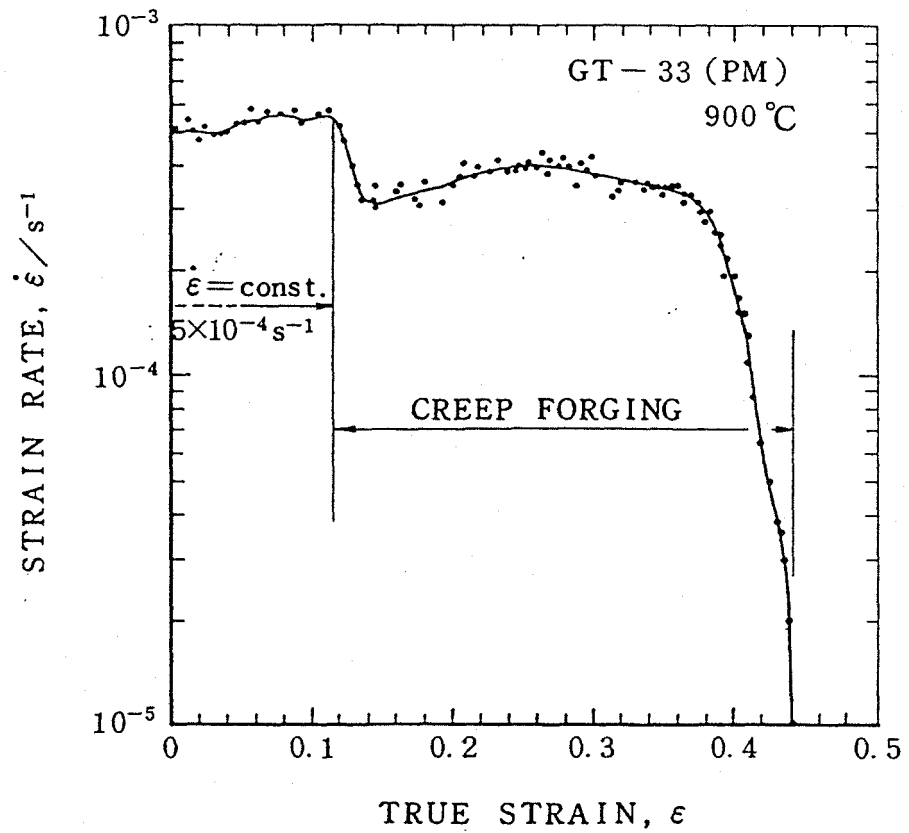


図 2 - 4 $\phi 150$ 翼付きディスク鍛造の
荷重-ロードストローク線図



(a) ひずみ - 時間線図



(b) ひずみ速度 - ひずみ線図

図 2-5 クリープ鍛造における (a) ひずみ - 時間線図
および (b) ひずみ速度 - ひずみ線図

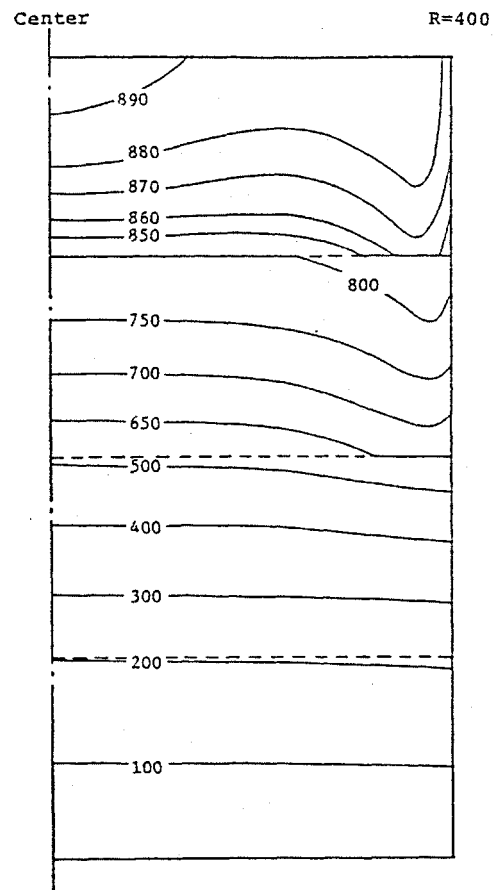


図 2 - 6 金型内の温度分布 (図 2 - 1 - 0 の計算に対応)

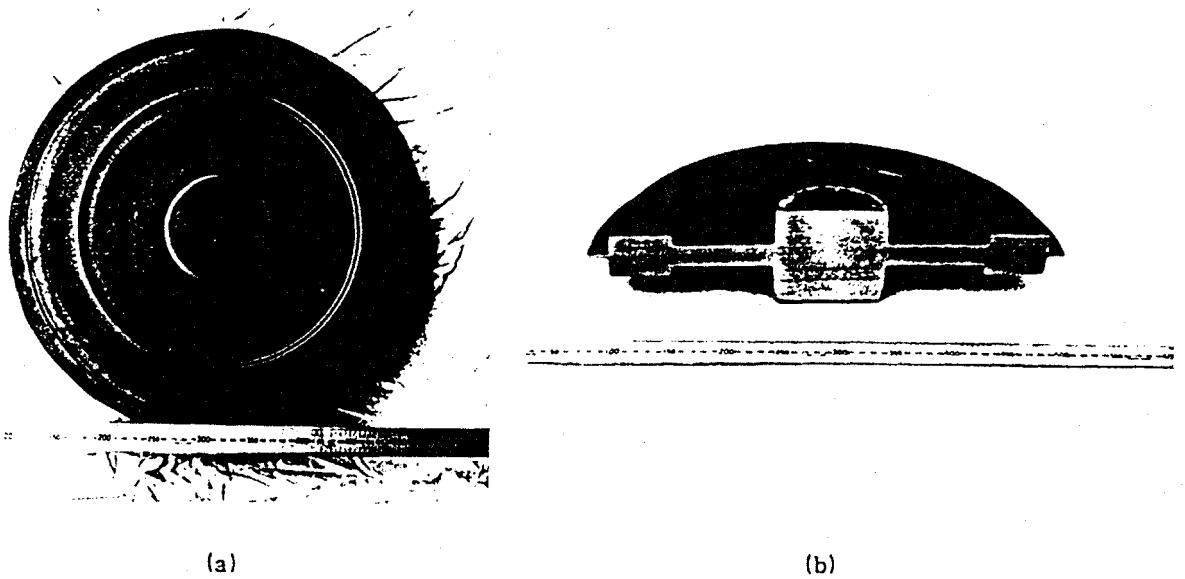


図 2 - 7 $\phi 400$ ボス付きディスク (GT-33)

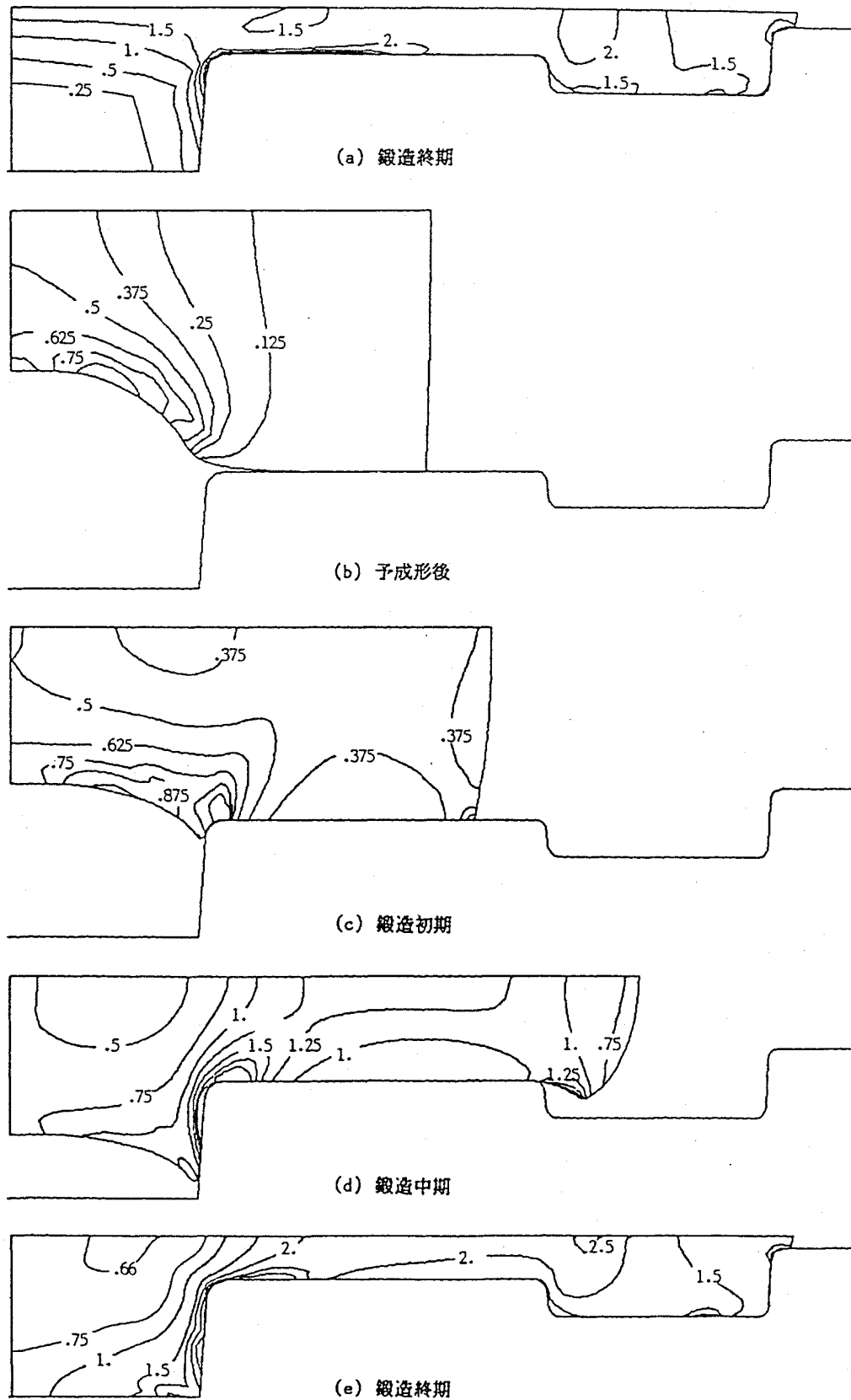


図 2-9 ディスク鍛造解析における相当塑性ひずみ分布
 (a): 1行程鍛造 (b)~(e): 2行程鍛造

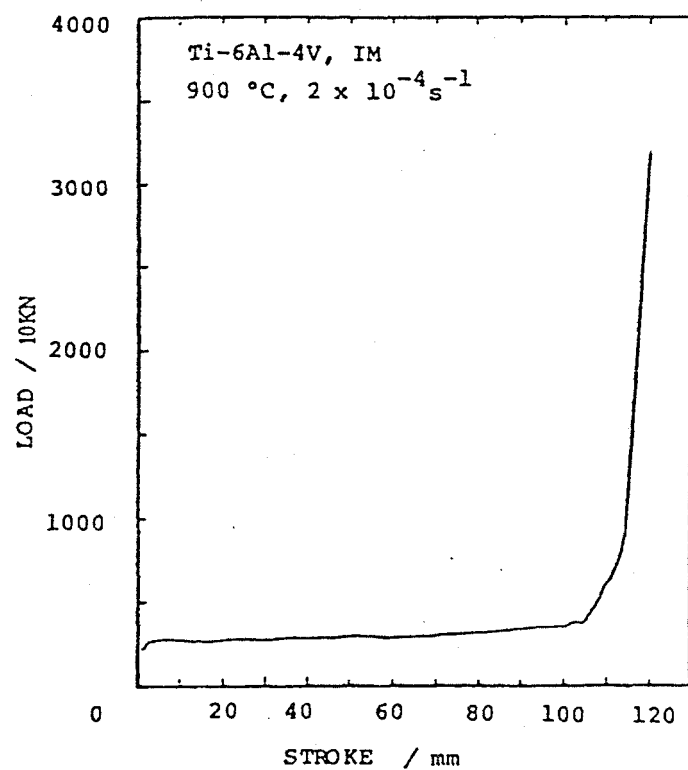


図 2 - 8 $\phi 400$ ボス付きディスク超塑性鍛造の荷重-ストローク線図

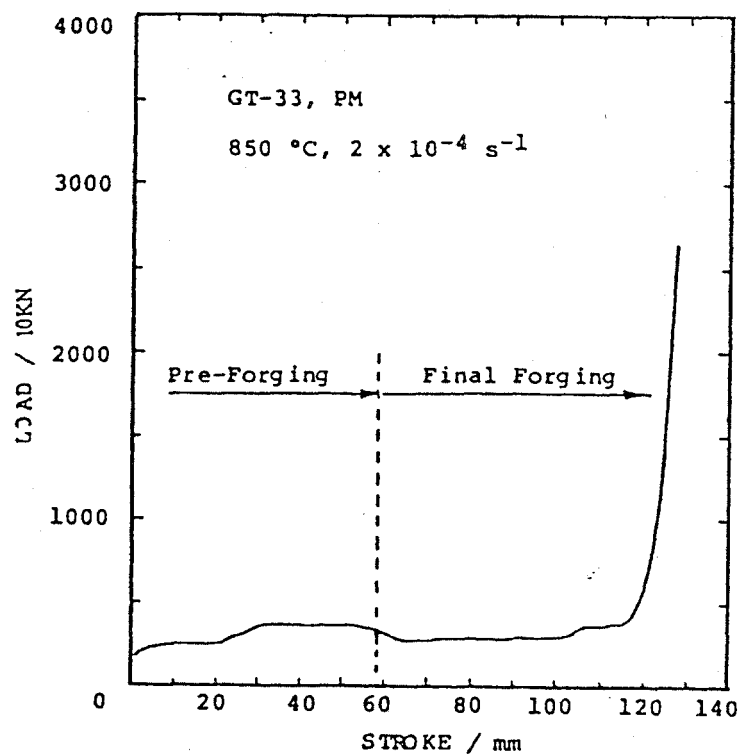


図 2 - 10 2 行程鍛造における荷重-ストローク線図

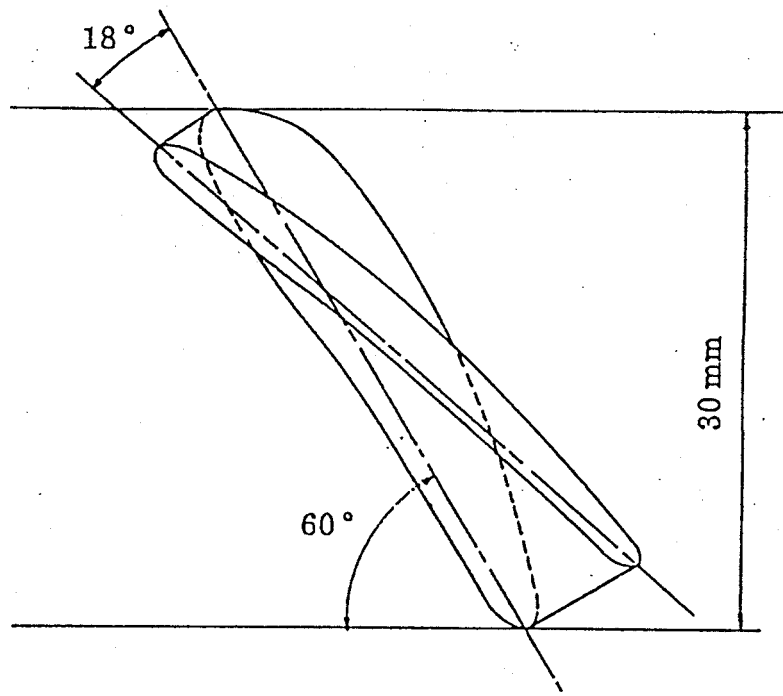


図 2 - 11 $\phi 400\text{mm}$ 翼付きディスクのブレード形状

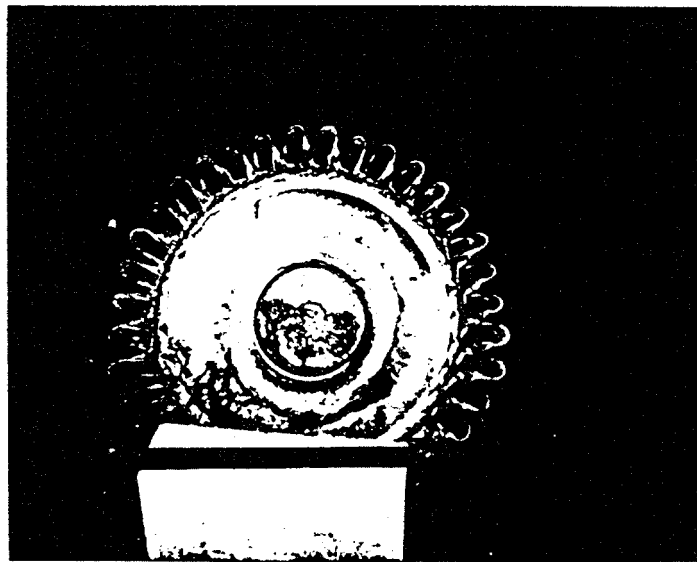


図 2 - 12 $\phi 400\text{mm}$ 翼付きディスク

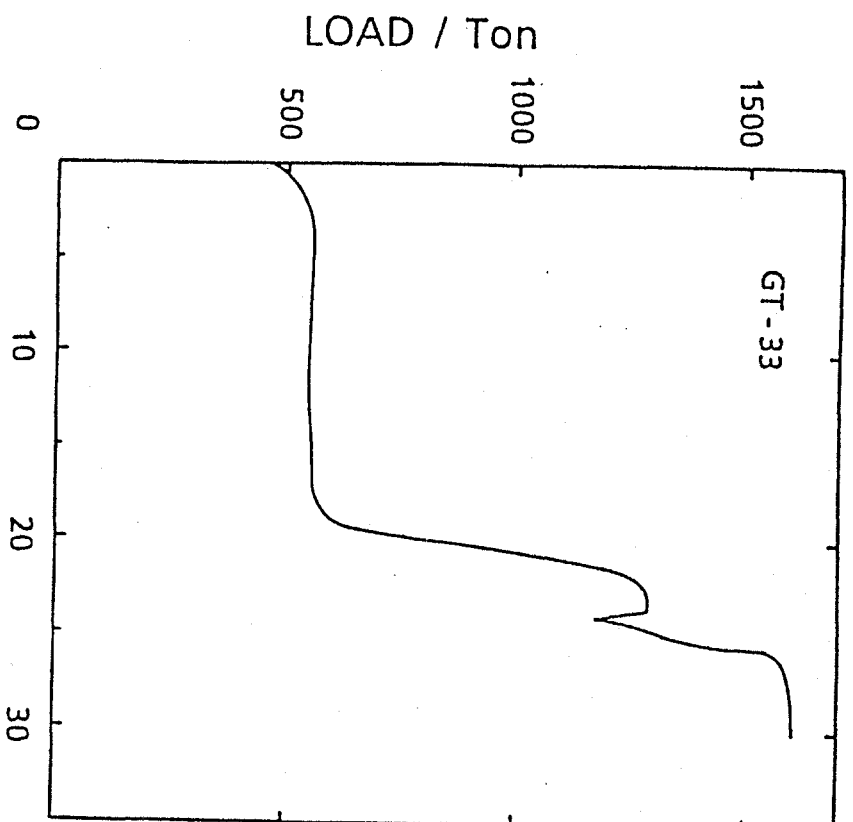


図 2-13 $\phi 400\text{mm}$ 翼付きディスク鍛造時の

荷重-ストローク線図

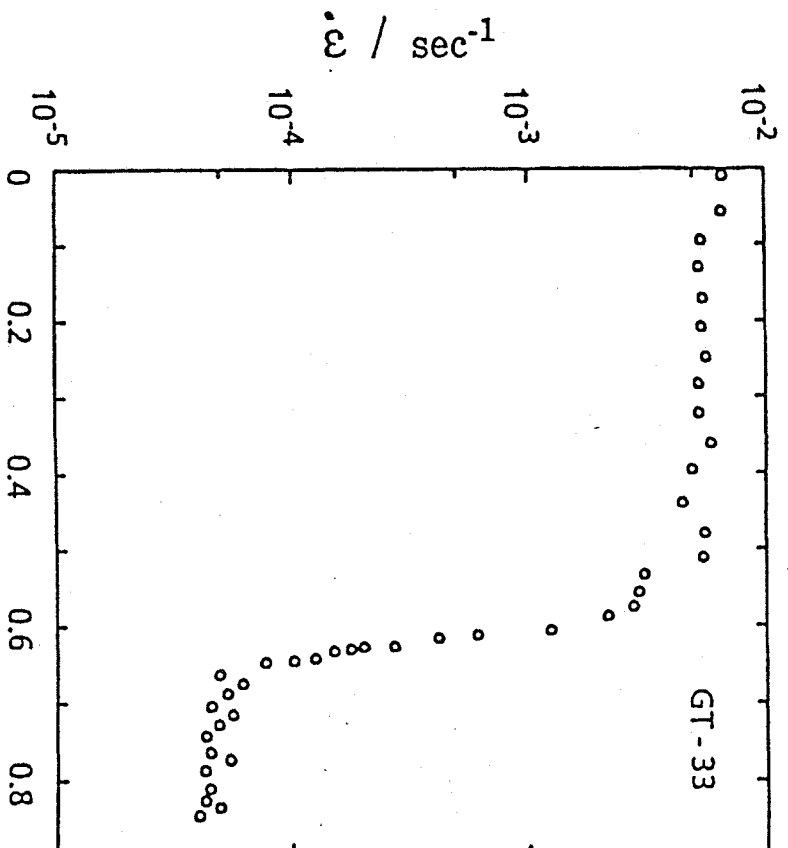


図 2-14 $\phi 400\text{mm}$ 翼付きディスク鍛造時の

歪-歪速度線図

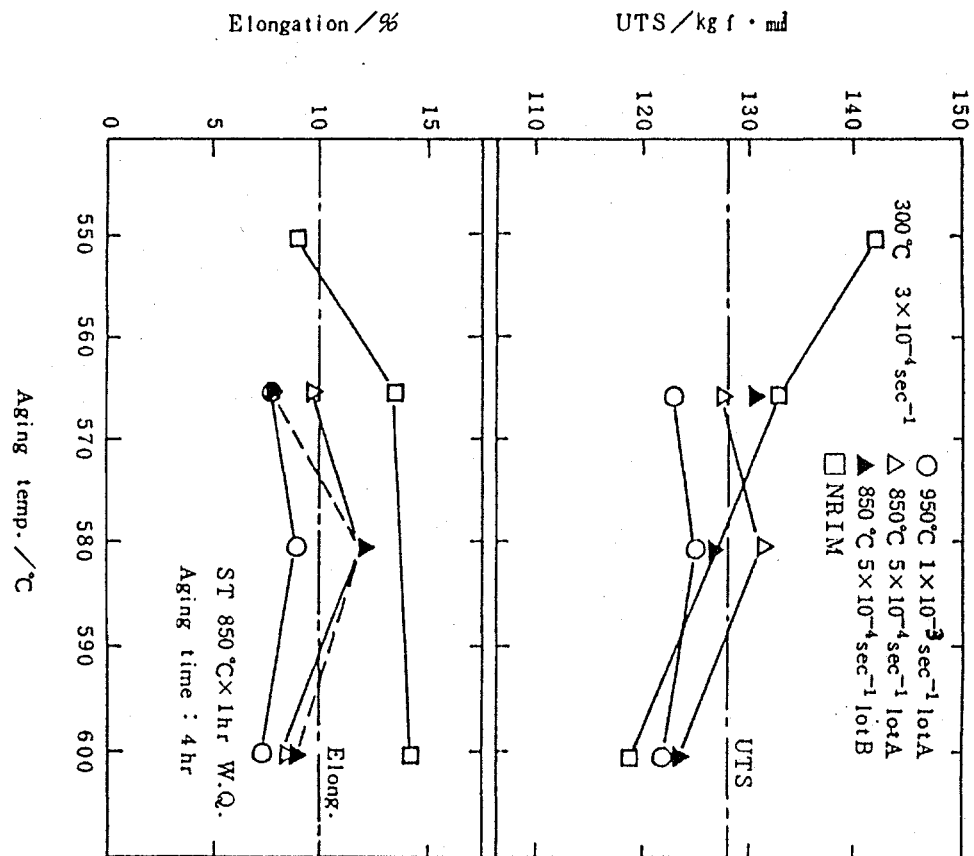


図 2-15 GT33 合金の 300°C 比強度と時効温度の関係

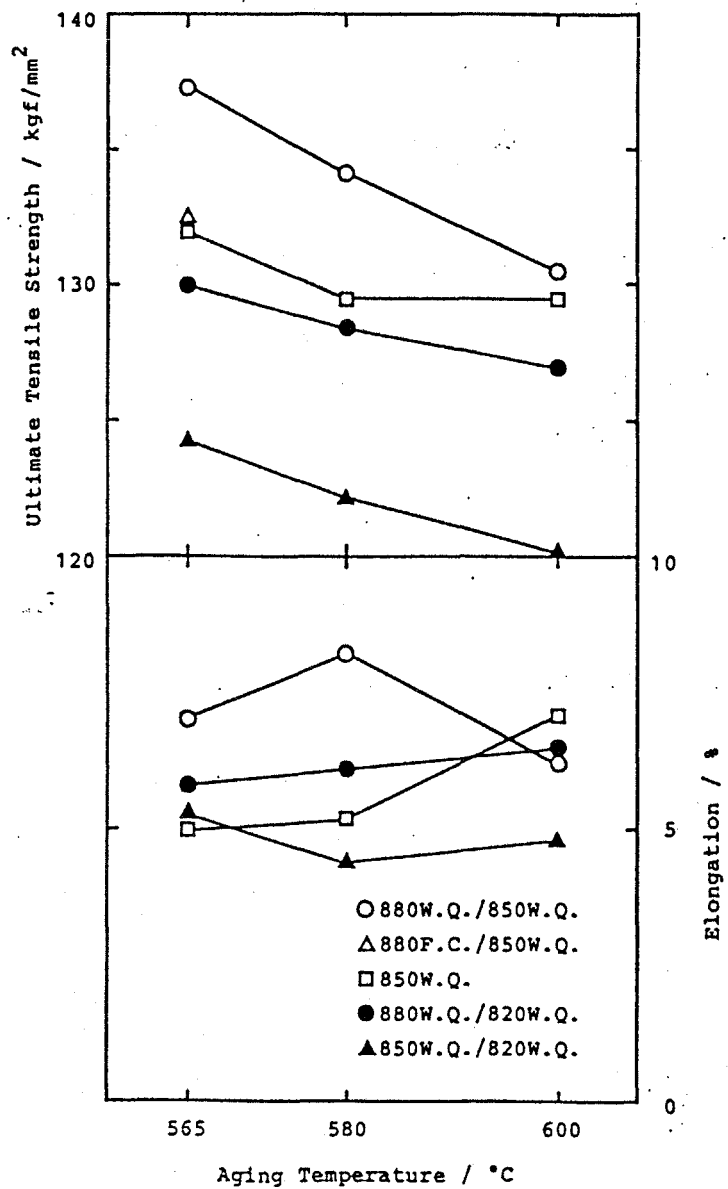


図 2-16 2 段階体化時効材の 300°C 引張特性

表 2 - 1 300 °C引張試験結果 (初期歪速度 $3.3 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$)

	T P 採取 位置・方向	A (1行程鍛造)			B (2行程鍛造)		
		$\sigma_{0.2}$ (kgf/mm ²)	σ_u (kgf/mm ²)	El. (%)	$\sigma_{0.2}$ (kgf/mm ²)	σ_u (kgf/mm ²)	El. (%)
as forged	L	86.4	99.5	5.5	87.8	100.0	13.6
	R	86.8	108.4	11.9	86.5	101.5	16.3
	T	87.7	107.3	12.9	84.6	97.8	15.5
as STA* 時効温度 565°C	T	117.0	133.1	5.8	113.6	127.4	4.1
580°C	L	116.4	125.3	2.2	110.0	124.8	7.5
	R	116.3	132.1	6.1	113.4	129.5	6.3
	T	115.0	130.0	6.2	113.2	127.9	5.5
600°C	T	113.3	127.9	8.2	109.4	122.8	5.4

* 850°C×1h-WQ+ (時効温度) ×4h-AC

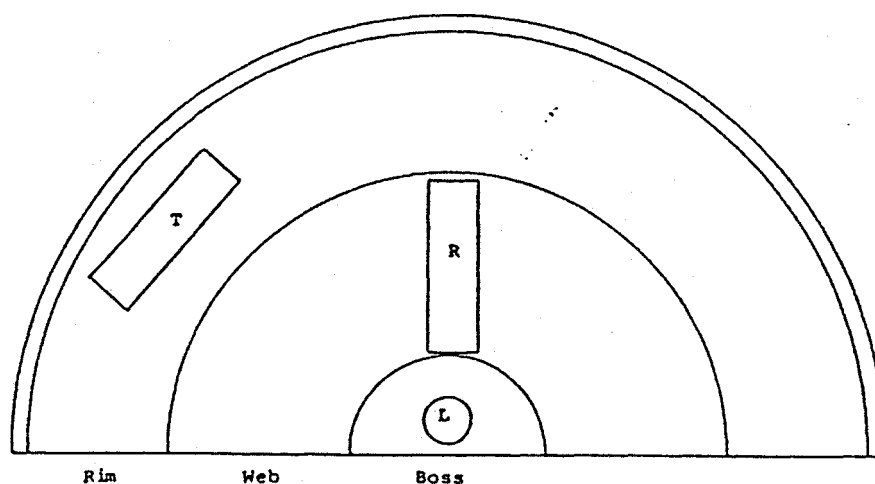


表 2 - 1 クリープラプチャー試験結果 (500°C、40kgf/mm²)

Heat Treatment	T P 採取 位置・方向	A (1行程鍛造)			B (2行程鍛造)		
		Life(h)	El.(%)	R.A.(%)	Life(h)	El.(%)	R.A.(%)
850°C×1h-WQ+ 580°C×4h-AC	L	57~69	7~13	7~16	93~132	21~52	39~52
	R	77~94	29~43	55~70	107~177	37~42	61~70
	T	102~113	39~60	60~71	120以上		

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備考																																																																																																										
1 単結晶合金 技術 (1) 合金設計技術	複雑形状部品で、 1040℃の高温中において14kgf/mm ² の応力に1000時間耐えられ、かつその時の破断伸びが10%以上あると共に、鋳造性、疲労特性、高温耐食性等にも優れた合金（開発合金）を設計し、特性の評価を行う。	(1) 中間形状用にTMS-32,12-2 を提案した。 (2) 複雑形状用にTMS-26提案した。 (3) 合金設計法の高精度化を行った。 (4) 高強度合金を開発した。 開発合金の機械的特性と組織安定性 <table><thead><tr><th rowspan="3">合金</th><th colspan="6">クリープ特性</th><th rowspan="3">αW析出</th></tr><tr><th colspan="3">800℃ ,75kgf/mm²</th><th colspan="3">1040℃ ,14kgf/mm²</th></tr><tr><th>寿命 (h)</th><th>伸び (%)</th><th>絞り (%)</th><th>寿命 (h)</th><th>伸び (%)</th><th>絞り (%)</th></tr></thead><tbody><tr><td>TMS-32</td><td>415</td><td>26.3</td><td>29.9</td><td>1496</td><td>19.0</td><td>44.9</td><td>有</td></tr><tr><td>TMS・12-2</td><td>141</td><td>33.7</td><td>38.4</td><td>2327</td><td>11.7</td><td>51.9</td><td>無</td></tr><tr><td>TMS-26</td><td>345</td><td>26.3</td><td>29.4</td><td>1775</td><td>21.3</td><td>46.2</td><td>無</td></tr></tbody></table> <table><thead><tr><th rowspan="3">合金</th><th colspan="3">700℃, 引張特性</th></tr><tr><th colspan="2">(kgf/mm²)</th><th>(%)</th></tr><tr><th>σ_{0.2}</th><th>σ_u</th><th>El.</th></tr></thead><tbody><tr><td>TMS-32</td><td>98.9</td><td>108.5</td><td>12.7</td></tr><tr><td>TMS・12-2</td><td>105.8</td><td>111.4</td><td>4.8</td></tr><tr><td>TMS-26</td><td>108.0</td><td>123.9</td><td>5.2</td></tr></tbody></table> 最新の高強度単結晶合金のラーソンミラー表示	合金	クリープ特性						αW析出	800℃ ,75kgf/mm ²			1040℃ ,14kgf/mm ²			寿命 (h)	伸び (%)	絞り (%)	寿命 (h)	伸び (%)	絞り (%)	TMS-32	415	26.3	29.9	1496	19.0	44.9	有	TMS・12-2	141	33.7	38.4	2327	11.7	51.9	無	TMS-26	345	26.3	29.4	1775	21.3	46.2	無	合金	700℃, 引張特性			(kgf/mm ²)		(%)	σ _{0.2}	σ _u	El.	TMS-32	98.9	108.5	12.7	TMS・12-2	105.8	111.4	4.8	TMS-26	108.0	123.9	5.2	米国において、高強度化、高耐食性化、を目指した合金開発が行われ、Re、Hfを含む合金が開発されている。これらの合金では、組織安定性も重視されている。また、1990年代の実用化へ向けて総合的な特性評価が行われている。	<table><thead><tr><th rowspan="2">合金名</th><th rowspan="2">開発機関</th><th rowspan="2">時期</th><th colspan="2">クリープ特性 1040℃ 14kgf/mm²</th><th colspan="2">組成 (wt%)</th></tr><tr><th>寿命 (h)</th><th>伸び (%)</th><th>Re</th><th>Hf</th></tr></thead><tbody><tr><td>PWA1484</td><td>PWA</td><td>1988</td><td>~840</td><td>~20</td><td>3</td><td>0.1</td></tr><tr><td>CMSX-4</td><td>C.M.</td><td>1988</td><td>~840</td><td>~20</td><td>3</td><td>0.1</td></tr><tr><td>Rene 4N</td><td>GE</td><td>1987</td><td>—</td><td>—</td><td>0</td><td>0</td></tr><tr><td>SC83</td><td>日立金属</td><td>1986</td><td>3106</td><td>4.8</td><td>0</td><td>0</td></tr></tbody></table>	合金名	開発機関	時期	クリープ特性 1040℃ 14kgf/mm ²		組成 (wt%)		寿命 (h)	伸び (%)	Re	Hf	PWA1484	PWA	1988	~840	~20	3	0.1	CMSX-4	C.M.	1988	~840	~20	3	0.1	Rene 4N	GE	1987	—	—	0	0	SC83	日立金属	1986	3106	4.8	0	0	
合金	クリープ特性						αW析出																																																																																																							
	800℃ ,75kgf/mm ²			1040℃ ,14kgf/mm ²																																																																																																										
	寿命 (h)	伸び (%)	絞り (%)	寿命 (h)	伸び (%)	絞り (%)																																																																																																								
TMS-32	415	26.3	29.9	1496	19.0	44.9	有																																																																																																							
TMS・12-2	141	33.7	38.4	2327	11.7	51.9	無																																																																																																							
TMS-26	345	26.3	29.4	1775	21.3	46.2	無																																																																																																							
合金	700℃, 引張特性																																																																																																													
	(kgf/mm ²)		(%)																																																																																																											
	σ _{0.2}	σ _u	El.																																																																																																											
TMS-32	98.9	108.5	12.7																																																																																																											
TMS・12-2	105.8	111.4	4.8																																																																																																											
TMS-26	108.0	123.9	5.2																																																																																																											
合金名	開発機関	時期	クリープ特性 1040℃ 14kgf/mm ²		組成 (wt%)																																																																																																									
			寿命 (h)	伸び (%)	Re	Hf																																																																																																								
PWA1484	PWA	1988	~840	~20	3	0.1																																																																																																								
CMSX-4	C.M.	1988	~840	~20	3	0.1																																																																																																								
Rene 4N	GE	1987	—	—	0	0																																																																																																								
SC83	日立金属	1986	3106	4.8	0	0																																																																																																								

後期評価関連資料総括表 (案)

名古屋工業技術試験所 作成日記入→平成元年三月

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備考
1. 単結晶合金技術 2). セラミック モールド技術	①複雑形状部品に対応し 高温特性に優れたセラミ ックス鑄型開発技術を確 立する。 ②中間形状、複雑形状部 品に対応し、高温特性及 びアルカリ溶解性に優れ たセラミックス中子を開 発するための基礎技術を 確立する。	1) 単結晶鑄造に耐える機能と構造を有するセラミックシェ ル鑄型の開発。 2) 非晶質構造体(母粒子)へのアルミナ、ジルコン、クリ ストバライトなど結晶質酸化物を母粒子の粒界に分散さ せた、粒界制御型複合セラミック中子用焼結体の確立。 3) 材料組成の確立と粒度構成により焼結体の伸縮制御が出 来ることを明かにして、指定形状(高効率ガスタービン エンジン AGTJ-100B・HPT第1段動翼)での収縮・変形及 び寸法精度を2%以下とする、精度の制御技術を確立。 4) 指定形状(第1段動翼)セラミックス中子の射出成形法 による製造プロセス技術の確立。(製造した中子の関係 企業への供給達成・同各企業での評価試験による実証)	単結晶ガスタービンエンジンのタービンプレード用 セラミックコア製造に関する公開事例は無い、航空機 の性能に係わるものとして不明な点が多い。 我が国では、昭和61年ノリタケカンパニリミテッ ドが米国シャーウッド社より、セラミックコアの製造 法を技術導入した。これは単結晶用は含まれておらず 一方向凝固ブレード迄である。またこの他に同種の技 術導入として小松製作所が米国ハウメット社と提携し ている。 セラミックスや金属粉末を射出成形法により複雑形 状に成形して、焼結部材を開発する研究が注目されて きた。昭和62年、(財)素形材センターに於いて 粉末の射出成形法による焼結部材の開発研究委員会が 組織されて活発なる活動が展開されている。 国立試では名工試のみのようであり経常研究として 粉末の射出成形法による焼結部材の開発研究を当研究 室で行なっている。 地方公設試では関心が高く射出成形機を設置してフ ァインインセラミックスの開発が進められている。 近年粉末技術の進歩は目覚ましく、新素材の用途開 発の一手法として大きく期待されている。	

後期研究開発成果のポイントをまとめた資料（案）

平成元年3月

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
1. 単結晶合金製造技術 1) 単結晶用メルティング・ストック溶製技術	「開発合金」で铸造性に優れたメルティング・ストック（「開発合金メルティング・ストック」）溶製技術を確立し、特性評価を行う。	①メルティング・ストックの溶製技術 イ) メルティング・ストックを電子ビーム炉で再溶解し、微量不純物が溶湯表面のスカム形成に及ぼす影響を明らかにした。 ロ) セラミックス・フィルターによる溶湯濾過によって非金属介在物を除去する技術を検討し、スクラップ配合による清浄メルティング・ストックの溶製技術を開発した。 ハ) 中間形状動翼製造用にTMS31およびTMS12-2のメルティング・ストックを、複雑形状動翼製造用にTMS12-2およびTMS26のメルティング・ストック溶製し、各協同研究期間に提供した。 ②メルティング・ストックの特性評価 イ) 前期に開発した開発合金TMS1およびTMS12の成分を変化させた合金を溶製し、凝固温度およびこれらを単結晶に铸造してクリープ破断特性を調査し、成分の最適化を行った。 ロ) 開発合金TMS12-2およびTMS26の単結晶を铸造し、クリープ破断特性および熱疲労特性を調査した。	ア) セラミックスフィルターによる溶湯濾過および電子ビーム溶解によるメルティング・ストックの清浄度の評価 Special Metals(USA)は1984年に上記技術について「第5回スーパーアロイ国際会議」で報告。 Inconel718などのスーパーアロイについてセラミックス・フィルターによる溶湯濾過を検討。電子ビーム再溶解により介在物の評価を実施し、セラミックス・フィルターによる溶湯濾過の有効性を確認。 既に、Leybold-Heraeusが合金の清浄度を評価する電子ビーム溶解炉を製品化。	

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備考
熱制御単結晶製造 技術の研究開発	「開発メルティング・ストック」を用いて、熱制御による中間形状、複雑形状部品に対応する単結晶鋳造技術を確立し、特性評価を行う。	1. 単結晶実験炉の改造を行った結果、高温度勾配が得られた。 2. 凝固解析及び、鋳造試験を行い、中間形状部品の制御技術を確立した。 更に、その結果をもとに、複雑形状部品の鋳造試験を行い、単結晶鋳造技術を確立した。 3. スカル溶解と、高周波溶解の比較を行い、溶湯の清浄性に関するスルカ溶解の有効性を確認した。 4. 種結晶法の開発を行い、複雑形状翼の良好な鋳造条件を見いだした。 5. 開発合金のクリープ特性を評価し、寿命が次世代目標値を十分満足することを確認した。 また、引張特性のデータを取得した。 6. 中間形状及び複雑形状部品から切り出した試験片でクリープ試験および引張試験を行い丸棒試験片の特性と比較した。 7. 疲労試験を行い、一方向凝固や普通鋳造合金と比較して単結晶合金の特性を評価した。 8. 溶体化熱処理時の再結晶については、熱処理条件の工夫だけでは防止は困難で、製品形状や鋳型材料等にも工夫が必要なることが判明した。	国 内 まだ、実験室レベルや、部品形状試作レベルの所が多いが、一部、実機応用段階に入りつつある。 国 外 タービン動翼及び静翼の製造技術をほぼ確立して実用段階に入っており、今後更に適用拡大の方向にある。 (JT9D-7R4, V2500, PWA2037, RB211-524, RB199等に適用中)	

後期評価関連資料総括表 (案)

元. 3.31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
3) 熱・対流制御 単結晶製造技術	「開発メルティングスト ック」を用いて、熱・ 対流制御による中間形 状、複雑形状部品に 対応する単結晶製造 技術を確立し特性評 価を行う。	①熱・対流制御技術の確立 *二段加熱炉の加熱条件を適正化し、<u>高温度こう配が得られるようにした。</u> *鑄造条件及び鑄型加熱条件を適正化することにより、 〈100〉から10°以内の歩留り95%以上を達成した。 *既存合金(NASAIR-100)及び開発合金(TMS-12-2, TMS-32)を用いた中間形状部品の鑄造実験で、一本 立鑄型では鑄型引出し速度30cm/h、二本立鑄型では 鑄型引出し速度 20cm/h での単結晶製造技術を開発 した。 *既存合金(NASAIR-100)及び開発合金(TMS-12-2, TMS-26)を用いて、鑄型引出し速度 20cm/h での複 雑形状翼の単結晶製造技術を開発した。 *複雑形状翼ではプラットホーム部で新しい結晶が発 生しやすいこと及びミクロシュリンケージが発生す ることを明らかにした。また、これら欠陥の発生は 合金により差があることも明らかにした。 *一方向凝固途中で磁場を付加すると特定の位置に顕 著なフレックルが発生し、それらは、合金の種類及 び鑄型材質で差があることを明らかにした。また、 鑄型引出し速度を大きく、<u>或いは鑄物厚さを薄くす るとフレックルが消失することも明らかにした。</u>	*米国では、ジェットエンジンを生産している。 プラットアンドホイットニー社、P.P.C.社 (旧TRW社)、G.E.社等で研究が盛んで ある。産業用ガスタービンも近い将来適用の 機運にある。 *ヨーロッパでは、ロールスロイス、ティッセン 等で、セレクト法、種付法による単結晶製造技 術の開発が盛んである。 *中国ではまだ大学での研究段階にあると思われ るが詳細は不明である。	

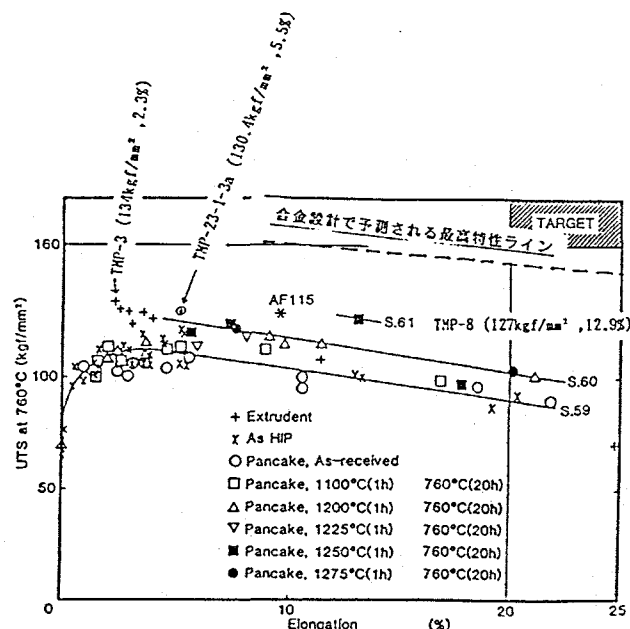
後期評価関連資料総括表（案）

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
		②熱・対流制御単結晶の評価 *各種開発合金について、1040℃－14.0kgf/mmの条件でクリープ試験を行い、次世代の開発目標である破断時間 1000 h 以上を確認した。 TMS-32 ; 1041 ~ 1215 h TMS-12-2 ; 1956 ~ 2503 h TMS-32 ; 1610 ~ 2735 h *既存合金の NASAIR-100 及び CMSX-3 について、クリープ破断強度に対する熱処理条件の影響を検討し、最適な熱処理条件は合金により異なることを明確にした。 *既存合金の NASAIR-100 及び CMSX-3 について、760 °C 及び 1040 °Cにおけるクリープ変形機構を明らかにし、クリープ強度に及ぼす γ' 相の形態の影響を明確にした。 *開発単結晶合金は、700 °C 付近で引張伸びが著しく小さくなることが判った。 *中間形状部品の翼部から採取した板状試験片でクリープ強度を評価した。 *クリープ破断強度に対する試験片の形状効果及び溶体化処理後の冷却速度の影響を明らかにした。 *既存合金 NASAIR-100 は磁場付加によりわずかで<u>はあるが特性が向上した。</u> *開発中子について、溶湯との反応、表面粗さ、寸法等の評価を行い、単結晶鑄造用中子として十分実用に耐えうることを確認した。		

後期評価関連資料総括表 (案)

元. 3. 31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備考
2 超塑性合金技術 (1) 合金設計技術 1) 耐熱強靱合金	複雑形状部品で、760℃の高温中において引張強度が160 kgf/mm ² 以上で、かつその時20%以上の延性を有すると共に、クリープ特性にも優れた合金(開発合金)を設計し、特性の評価を行う。	1) 熱処理の条件と特性との関係の系統的な検討を行い、その成果を学会で発表した。(鉄と鋼投稿中) 2) 微量元素の影響について詳細な検討を行い、学会で発表した。 3) 高温腐食特性を含む一連の評価試験を行い、一部を学会で発表した。 4) 以上の検討結果及び既存合金での特性データに基づいて、新しい合金を設計した。この合金の特性は760℃で強さ150 kgf/mm ² 内外、伸び15%内外と推定され、目標値には及ばないが、既存合金よりはるかに優れた合金と期待される。	本研究プロジェクトの発足当時米国からAF115なる合金が発表され、この分野の合金としてはこれが最強のものとされていた(当プロジェクト内で測定した結果ではこの合金は760℃においてUTS128.7kgf/mm ² 、伸び9.5%である)。その後の合金開発の趨勢は強度の向上よりも、むしろ耐用年数の増加(組織の安定性)の方向にあり強度については、AF115を上回るものは外国では発表されていない。	



Ni基超塑性合金における開発合金の760℃における引張特性

後期評価に関連資料総括表 (案)

元. 3. 31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考																																																																																										
2 超塑性合金技術 (1) 合金設計技術 2) 軽量耐熱合金	複雑形状部品で、300℃の温度において28kgf/mm ² /g/ cm ³ 以上の比強度を有し、その時10%以上の延性を示すと共に、クリープ特性にも優れた合金（開発合金）を設計し、特性の評価を行う。	1)複雑形状用として開発目標を上回る特性のGT-33 合金を提案した。 2)合金設計手法の改良を図り、GT-33 合金を上回る特性のGT-45,46,60 及び61等の合金を開発した。 3)合金設計手法の高精度化を図ると共に、適用範囲の広い熱力学に基づく合金設計手法を開発した。 <table><tr><th rowspan="2">合金</th><th colspan="2">300 ℃での引張特性</th><th colspan="2">850 ℃での超塑性特性</th></tr><tr><th>比強度 kgf/mm² /g/cm³</th><th>伸び %</th><th>伸び %</th><th>最大変形応力 kgf/mm²</th></tr><tr><td>GT-33</td><td>29.0</td><td>11.0</td><td>700</td><td>1.3</td></tr><tr><td>GT-45</td><td>29.1</td><td>13.5</td><td>420</td><td>1.9</td></tr><tr><td>GT-46</td><td>29.7</td><td>12.1</td><td>220</td><td>2.2</td></tr><tr><td>GT-60</td><td>31.0</td><td>12.7</td><td>552</td><td>2.2</td></tr><tr><td>GT-61</td><td>30.3</td><td>10.0</td><td>662</td><td>1.4</td></tr></table>	合金	300 ℃での引張特性		850 ℃での超塑性特性		比強度 kgf/mm ² /g/cm ³	伸び %	伸び %	最大変形応力 kgf/mm ²	GT-33	29.0	11.0	700	1.3	GT-45	29.1	13.5	420	1.9	GT-46	29.7	12.1	220	2.2	GT-60	31.0	12.7	552	2.2	GT-61	30.3	10.0	662	1.4	<table><tr><th rowspan="2">合金名</th><th rowspan="2">開発機関</th><th rowspan="2">開発時期</th><th colspan="3">超塑性特性</th></tr><tr><th>温度 ℃</th><th>伸び %</th><th>最大変形応力 kgf/mm²</th></tr><tr><td>SP35</td><td>三菱金属</td><td>1987 年</td><td>700</td><td>300</td><td>6.0</td></tr><tr><td>Ti-6Al-4V-2Ni</td><td>Rockwell</td><td>1983 年</td><td>815</td><td>720</td><td>1.3</td></tr><tr><td>6-2-4-6</td><td>TIMET</td><td>1966 年</td><td>850</td><td>1400</td><td>1.5</td></tr><tr><td>GT-60</td><td>金材技研</td><td>1987 年</td><td>850</td><td>552</td><td>2.2</td></tr></table> <table><tr><th rowspan="2">合金名</th><th colspan="3">300 ℃における引張特性</th></tr><tr><th>引張強度 (kgf/mm²)</th><th>比強度 (kgf/mm² /g/cm³)</th><th>伸び (%)</th></tr><tr><td>SP35</td><td>100.0</td><td>～23.0</td><td>18.0</td></tr><tr><td>T642</td><td>～ 93.0</td><td>21.0</td><td>20.0</td></tr><tr><td>6246</td><td>～112.0</td><td>～25.0</td><td>7.0</td></tr><tr><td>GT-60</td><td>139.6</td><td>31.0</td><td>12.7</td></tr></table>	合金名	開発機関	開発時期	超塑性特性			温度 ℃	伸び %	最大変形応力 kgf/mm ²	SP35	三菱金属	1987 年	700	300	6.0	Ti-6Al-4V-2Ni	Rockwell	1983 年	815	720	1.3	6-2-4-6	TIMET	1966 年	850	1400	1.5	GT-60	金材技研	1987 年	850	552	2.2	合金名	300 ℃における引張特性			引張強度 (kgf/mm ²)	比強度 (kgf/mm ² /g/cm ³)	伸び (%)	SP35	100.0	～23.0	18.0	T642	～ 93.0	21.0	20.0	6246	～112.0	～25.0	7.0	GT-60	139.6	31.0	12.7	
合金	300 ℃での引張特性			850 ℃での超塑性特性																																																																																										
	比強度 kgf/mm ² /g/cm ³	伸び %	伸び %	最大変形応力 kgf/mm ²																																																																																										
GT-33	29.0	11.0	700	1.3																																																																																										
GT-45	29.1	13.5	420	1.9																																																																																										
GT-46	29.7	12.1	220	2.2																																																																																										
GT-60	31.0	12.7	552	2.2																																																																																										
GT-61	30.3	10.0	662	1.4																																																																																										
合金名	開発機関	開発時期	超塑性特性																																																																																											
			温度 ℃	伸び %	最大変形応力 kgf/mm ²																																																																																									
SP35	三菱金属	1987 年	700	300	6.0																																																																																									
Ti-6Al-4V-2Ni	Rockwell	1983 年	815	720	1.3																																																																																									
6-2-4-6	TIMET	1966 年	850	1400	1.5																																																																																									
GT-60	金材技研	1987 年	850	552	2.2																																																																																									
合金名	300 ℃における引張特性																																																																																													
	引張強度 (kgf/mm ²)	比強度 (kgf/mm ² /g/cm ³)	伸び (%)																																																																																											
SP35	100.0	～23.0	18.0																																																																																											
T642	～ 93.0	21.0	20.0																																																																																											
6246	～112.0	～25.0	7.0																																																																																											
GT-60	139.6	31.0	12.7																																																																																											

後期評価関連資料総括表（案）

作成日記入→ 元.. 3.31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
超塑性 機構の基礎的研究	Ni基超合金による新しい加工プロセスを提案するとともに、超塑性現象を非破壊試験等により解明する。	① 押出しによる種々のプリフォームを受けたNi基超耐熱合金Mod. IN-100の超塑性試験を1050℃で行い、全伸びおよびm値を求めた結果、72%、1100℃押出し後、1070℃×1時間 焼なまし材が、$2.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$付近で最大m値を有することを明らかにした。 ② 後期に開発された新加工法は、IN-100の超塑性発現速度を上述べたように、10^{-2}s^{-1}台と10倍も速めるといふ材質の改善を行うことが、最大の鍵となっている。更に、鍛造時におけるIN-100の保温を恒温ではなく、 (1) 金型材を約 600℃付近まで加熱しておく。 (2) IN-100をS35C鋼材でバックし、鍛造時の温度低下をS35Cバックの中にとどめる。 の2重対策により、通常の鍛造装置でIN-100の鍛造を可能にした。 ③ 鍛造後の結晶粒粗大化熱処理条件は、加熱温度を1200～1275℃とするのが望ましい、ことを明らかにした。 ④ 内部摩擦によって得られた粒界緩和型ピークが、超塑性に対応することを明らかにした。 ⑤ <u>粉末そのものを圧密・固化する鍛造法、すなわち押出し不要の加工プロセスを可能にした。</u>	一般に、Ni基超耐熱合金IN-100の超塑性発現温度は1050～1100℃と高く、かつその変形速度は10^{-3}s^{-1}台と非常に遅い。そのため、米国 P&W社は TZM (0.5% Tiおよび 0.1% Zrを含むMo基合金) と呼ばれる高価な金型材を用い、金型と被加工材を真空チャンバー内で同温度に加熱して、成形加工するというGatorizing法 (恒温鍛造法の一つ) を採用している。 このGatorizing法に対抗しているのが、やはり米国で、Wyman Gordon社およびGE社の Hot Die Forging法と呼ばれる加工法である。 SWAP鍛造は上記二つとは全く異なる加工プロセスである。	

後期評価関連資料総括表（案）

元. 3. 31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
結晶制御技術 固液共存攪拌法による結晶組織微細化制御技術の開発	結晶粒径 $10\ \mu\text{m}$ 以下の合金の創製	連続粘鋳試験装置によって $\text{Al}-17\%\text{Si}$ 合金の結晶粒を $16+5\ \mu\text{m}$ に微細化した。 (60年度のための計画)	国内では昭和62年度に半凝固加工プロセスの研究開発会社（株）レオテックが設立され、固液共存攪拌技術の工業化への研究開発が開始された。国外では固液共存攪拌法を利用した極低温鋳造技術の開発、プロセス開発及び複合材料の製造に研究の主眼が置かれている。	

後期評価関連資料総括表（案）

元. 3.31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
高温成形用型技術	複雑形状部品に対応する高温特性に優れた成形用最適型材料等を確定する。	①大気中でのリング圧縮試験から、セラミックス（SiAlON）型の摩擦係数（せん断摩擦係数値）は、真空中あるいはアルゴン雰囲気中のモリブデン型の、それとほとんど変化の無い、0.12の値を示す。 ②SiC型は連続操業で型表面に微細なチップングを生じるが、靱性の高いSiAlON型では生じない。さらに放電加工により複雑形状型彫りが容易であり鍛造型として優れた特性を持つ。 ③熱伝導率の低いセラミックス型においては、その周囲に金属製の均熱管等を配置し、加熱することにより、良好な温度分布が得られる。 ④小型セラミックス型によるニッケル基合金の大気中恒温鍛造試験から、材料流動及び加工荷重には、真空中あるいはアルゴン雰囲気中でのモリブデン型によるものと違いは無い。 ⑤有限要素法による材料流動及び型応力等の解析結果に基づき、セラミックス型による実物寸法鍛造型の試作および鍛造実験を行い、その設計指針を明らかにした。 ⑥以上の結果から、雰囲気チャンバ等の過大な鍛造設備投資を必要としないセラミックス（SiAlON）型による大気中での鍛造成形を可能とした。	モリブデン型を用いる恒温鍛造技術は、チャンバ・マニピュレータ等の過大な設備投資が必要であり、恒温鍛造の実用化の上でのネックとなっている。このため、モリブデン型に代わり得る型材の探索が急務である。セラミックスはこの点で有用な材料であるが、加工性の問題さらには脆性であること等から、小型かつ単純な円柱形状型での利用の検討（BBC（独）、広島大、名工試）及び応力状態の単純な引抜き型へチップとしての応用（日立金属）がなされているに過ぎず、本研究のような比較的大寸法かつ複雑形状を持つ応力状態の複雑な鍛造型を対象にしたセラミックス型の研究は現状では当研究所以外行われていない。この点より、この研究は関係各方面から注目されている。	

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考																																		
超合金微粒粉末製造技術	複雑形状品に対応し、「開発合金」で成形性及び超塑性鍛造性に優れた微粒粉末(「開発粉末」)の調整技術を確立し特性評価を行う。	1. LHC遠心噴霧実証装置の設計・製作 ①溶解規模の大型化 (5 kg → 50 kg規模) 30φディスク1個採り(20 kg～30 kg)に対応。 ②注湯方式の改良 (傾動 → 底注) 非金属粒子の混入防止 ③ディスク回転数の増大 (15000 rpm → ≤25000 rpm) 粉末の細粒化 (150μm → 72 μm) 2. 粉末製造技術 ①噴霧技術の最適化 ディスク材質として耐熱衝撃性、耐熱性、耐溶損性などの熱的強度とともに10,000Gを超す高遠心力にも耐え得る機械強度が必要であり、材質としてセラミックス系、銅合金系、炭素系の各種ディスクを製作し実験した結果、CCM (Carbon - fiber / Carbon Composite Material)系の合成ディスクと銅合金ディスクにより高速回転域での安定した噴霧が可能となった。 ②高速スピンドルの改善 噴霧初期の注湯負荷による回転数低下防止として、フライホイールを装着し慣性力の増大を図るとともに高速ベアリングの選定とその冷却方式を改善した結果、22000rpm以上の回転数で安定した長時間の噴霧が可能になった。 ③メルティングストックの溶裂技術 前期の50kg VIFによる小銅塊溶裂に代り、実用規模の2ton VIF による中銅塊母材の溶裂を行い、高品位のメルティングストック溶裂技術を確立するとともに、前期に比べ単位重量当たり50%以上のコスト低減ができた。 また、上記で溶裂したメルティングストックのうち、合計約 950kgを協同研究機関へ供給した。	<table border="1"> <thead> <tr> <th></th><th>平均粒径 (μm)</th><th>2次アーム スプレーシング (μm)</th><th>酸素量 (ppm)</th><th>窒素量 (ppm)</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>既存合金 Xenl 76</td><td>125</td><td>1.5</td><td>50～90</td><td>8～20</td></tr> <tr> <td>世界レベル</td><td>80</td><td>0.5～1.3 (68-105 μm 粉末)</td><td>20～50</td><td>17</td></tr> </tbody> </table> <table border="1"> <thead> <tr> <th rowspan="2"></th><th colspan="4">(参考) 超塑性特性</th></tr> <tr> <th>超塑性 伸び 200%</th><th>η 値</th><th>変 形 抵 抗 kgf/mm²</th><th>試 験 条 件*</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>既存合金 Xenl 76</td><td>700</td><td>0.8</td><td>3～5</td><td>T:1050℃ ε̇:4.2×10⁻⁴/s</td></tr> <tr> <td>世界レベル</td><td>1000</td><td>0.66</td><td>2</td><td>T:1010℃ ε̇:4×10⁻⁴/s</td></tr> </tbody> </table> * 温度、歪速度		平均粒径 (μm)	2次アーム スプレーシング (μm)	酸素量 (ppm)	窒素量 (ppm)	既存合金 Xenl 76	125	1.5	50～90	8～20	世界レベル	80	0.5～1.3 (68-105 μm 粉末)	20～50	17		(参考) 超塑性特性				超塑性 伸び 200%	η 値	変 形 抵 抗 kgf/mm ²	試 験 条 件*	既存合金 Xenl 76	700	0.8	3～5	T:1050℃ ε̇:4.2×10 ⁻⁴ /s	世界レベル	1000	0.66	2	T:1010℃ ε̇:4×10 ⁻⁴ /s	1) Superalloys (1976)473 2) Metals Tech. (1980)238 3) Metals Tech. (1981)194 4) Eur. Symp. Powder Metall. 5th ('78) 3.35
	平均粒径 (μm)	2次アーム スプレーシング (μm)	酸素量 (ppm)	窒素量 (ppm)																																		
既存合金 Xenl 76	125	1.5	50～90	8～20																																		
世界レベル	80	0.5～1.3 (68-105 μm 粉末)	20～50	17																																		
	(参考) 超塑性特性																																					
	超塑性 伸び 200%	η 値	変 形 抵 抗 kgf/mm ²	試 験 条 件*																																		
既存合金 Xenl 76	700	0.8	3～5	T:1050℃ ε̇:4.2×10 ⁻⁴ /s																																		
世界レベル	1000	0.66	2	T:1010℃ ε̇:4×10 ⁻⁴ /s																																		

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考																																
超合金微粒粉末製造技術	複雑形状品に対応し、「開発合金」で成形性及び超塑性鍛造性に優れた微粒粉末（「開発粉末」）の調整技術を確立し特性評価を行う。	④粉末の試作 上記で溶製した開発合金（IHP-3）のメルティングストックを用いて、粉末の試作ならびに噴霧用ディスク材質の選定・適正化試験を実施し、試作した粉末の特性を評価するとともに合計約 300kgの粉末を協同研究機関へ供給した。 3. 粉末の特性評価 <table><tr><td colspan="2">粒 度 分 布 (wt%)</td></tr><tr><td>+60</td><td>0</td></tr><tr><td>60/80</td><td>5.8</td></tr><tr><td>80/100</td><td>7.1</td></tr><tr><td>100/145</td><td>7.7</td></tr><tr><td>145/200</td><td>17.7</td></tr><tr><td>200/250</td><td>15.3</td></tr><tr><td>250/300</td><td>33.0</td></tr><tr><td>-350</td><td>13.4</td></tr></table> <table><tr><td>平均粒径 (μm)</td><td>72</td></tr><tr><td>2次アームスペーシング (μm)</td><td>1.5</td></tr><tr><td>酸素量 (ppm)</td><td>60~90</td></tr><tr><td>窒素量 (ppm)</td><td>15~30</td></tr><tr><td>超塑性伸び (%)</td><td></td></tr><tr><td>m値 (-)</td><td></td></tr><tr><td>変型抵抗 (kgf/cm)</td><td></td></tr></table>	粒 度 分 布 (wt%)		+60	0	60/80	5.8	80/100	7.1	100/145	7.7	145/200	17.7	200/250	15.3	250/300	33.0	-350	13.4	平均粒径 (μm)	72	2次アームスペーシング (μm)	1.5	酸素量 (ppm)	60~90	窒素量 (ppm)	15~30	超塑性伸び (%)		m値 (-)		変型抵抗 (kgf/cm)			
粒 度 分 布 (wt%)																																				
+60	0																																			
60/80	5.8																																			
80/100	7.1																																			
100/145	7.7																																			
145/200	17.7																																			
200/250	15.3																																			
250/300	33.0																																			
-350	13.4																																			
平均粒径 (μm)	72																																			
2次アームスペーシング (μm)	1.5																																			
酸素量 (ppm)	60~90																																			
窒素量 (ppm)	15~30																																			
超塑性伸び (%)																																				
m値 (-)																																				
変型抵抗 (kgf/cm)																																				

後期評価関連資料総括表 (案)

平成元年3月31日

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
「高性能結晶制御合金の研究開発」 2. 超塑性合金製造技術 (2)超合金粉末を利用した超塑性加工法	①開発合金を用いて、実用寸法のボス付ディスクを開発する。 ②複雑な形状の羽根付ディスクを開発する。 ③ボス部とリム部で特性の異なるデュアル・プロパティディスクを開発する。	1)開発合金TMP-3の超塑性挙動に関係するHIP及び鍛造条件を把握した。 2)開発合金TMP-3について、鍛造材の結晶粒粗大化因子を明らかにし、その機械的性質を把握した。 3)剛塑性有限要素法による超塑性鍛造の変形シミュレーション技術を開発した。 4)小型試験用の400tfプレス装置を用い、φ150mmボス付ディスクの超塑性鍛造により、大型品鍛造のための基本技術を確立した。 5)大径ボス付ディスクの超塑性鍛造を行うために、HIP固化法による大型鍛造素材の製造技術を開発し、またダイセット加熱装置、金型装置、鍛造品の離型及び搬出装置などの設備を試作した。 6)上記の設備を用いて、開発合金TMP-3製のφ400mmボス付ディスクを超塑性鍛造し、大径ボス付ディスクの超塑性鍛造技術を確立した。 7)デュアルプロパティ部品について、材料選定、鍛造素材製造、超塑性鍛造、熱処理等に関する技術開発を行った。 8)開発合金TMP-3の複雑形状ディスク(φ150mm羽根付ディスク)を超塑性鍛造し、ほぼ良好な形状が得られ、鍛造材の特性も問題はなかった。 9)HIP成形ピレットの標準試験片を用いて、超塑性鍛造した大径ディスクの超音波非破壊試験を行い、内部品質の評価を行った。 10)開発合金製ボス付ディスクの実機適用時の問題点や、可能性を明らかにするために、室温での回転試験を実施した。 <u>試験の結果は良好であった。</u> 11)本年度上期に製作した鍛造材の離型、搬出装置を用いて鍛造ディスクを高温状態で取り出すことにより、高精度(高歩留り)でディスクを製造できることが判明した。	「押し出し+超塑性鍛造」技術 1)粉末押し出しと超塑性鍛造を組合わせたタービンディスクの製造技術として" Gatorizing" プロセスが米国で開発され、初めに軍用F100エンジンに引き続き、数年前より商用エンジンにも搭載が開始された。この技術は研究、開発、実用化のいずれの点においても米国が先導してきた。 2)欧州においても最近軍用エンジンについて、同種技術の採用計画が進んでいる。 「HIP+超塑性鍛造」技術 1)米国では最近押し出しに代わり「HIP+超塑性鍛造」プロセスによるタービンディスクの製造技術が研究されている。 2)上記の技術は、本プロジェクトで取り組んできたものであり、米国と同等のディスク製造技術を開発した意義は極めて大である。 3)国内では、次世代航空機基盤技術研究所において、超塑性鍛造を大気中で実施する研究が進められている。 「デュアルプロパティディスク」の製造技術 1)米国において、鍛造成形したディスクに熱処理を用いたデュアルプロパティディスクの研究開発が実施されている。	

後期評価関連資料総括表（案）

元年. 3. 31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
CIP（ラバープレス）技術	「開発粉末」を用いて、複雑形状プリフォーム（「開発プリフォーム」）の成形・焼結技術を確立するとともに、「開発プリフォーム」を対象に複雑形状部品の超塑性鍛造を行う。	後期目標を達成する為には、 (1) 開発合金粉末の成形・焼結技術の確立と共に (2) 成形・固化されたプリフォームの超塑性特性を改善する必要がある。 (1) 開発合金粉末の成形・焼結技術 (a) 開発合金粉末の成形を行う為、乾式アトライターによる粉末処理技術、処理粉末の焼鈍及び高圧CIP技術の検討を行い、$\phi 8 \times 10$の寸法の小型CIP成形体の作成を可能にした。 (b) 活性化焼結を前期（56～59年度）より効果的に行う方法について検討し、プラズマ発生方法の改善を行った結果、99%以上の密度を有する焼結体を作成した。 (2) 成形・固化されたプリフォームの超塑性技術 CIP・活性化焼結により作成した焼結材の超塑性圧縮試験を$\dot{\epsilon}_0 = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$、$1000^\circ\text{C}$にて行った。 この結果、焼結材の変形抵抗は約$7 \text{ kg/mm}^2$であり、超塑性を示さない材料と比べ、低い変形抵抗で変形が起こることを確認した。圧縮変形材には割れは全く無く、CIP・活性化焼結材が良好な超塑性を示すことが分かった。 又、この研究成果を踏まえて超塑性圧縮評価装置（最	超合金粉末や遠心力アトマイズ法によるNiブレアロイ合金粉末の冷間成形を行うことは一般に不可能とされており、行われていない。従ってCIP・焼結によりプリフォームを作成した例もない。僅かにモールド中に超合金粉末を充填した後、液相焼結で固化した例があるが液相焼結の為、ミクロ偏析等の問題があるものと思われる。 粉末に歪を与える粉末処理の例は謹かに一部の文献と特許に見られるのみである。それらの中には粉末処理を行った粉末を焼鈍した場合に、焼鈍粉末の硬度が$700 \sim 800^\circ\text{C}$以上で急激に低くなり、粉末処理を行わなかった場合の焼鈍粉の硬度よりも低下すると紹介し、さらに粉末に歪を与える方法としてはロールによる方法が効果的としながらも、粉末の大きさが粒子によって異なっている為に粉末に均一な歪を与えることが困難である欠点があるとしている。処理粉末の特性やCIP・焼結後の特性、問題点について次世代の研究の様に詳しく調べた例は無い。	

後期評価関連資料総括表（案）

元年. 3. 31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
CIP（ラバープレス）技術		<u>大負荷荷重25ton）を用いて、CIP・活性化焼結プリフォームを圧縮変形し、ボス付きタービンディスクのミニチュア（外径φ50mm）を作成した。圧縮材に欠陥はなく、プリフォームの型圧縮性が良好であることを確認した。</u> その他の成果 乾式アトライターによる粉末処理が超塑性特性の改善に寄与していることを明らかにした。 即ち、LHC法による-60meshのTMP-3粉末のHIP材が、粉末処理を施さない場合は20%以下の伸びしか得られないのに対し、粉末処理を行った場合300%以上の伸びが得られることを明らかにした。又、粉末処理を行った場合、10^{-2} sec^{-1} 以上の高歪速度においても0.4以上のm値が得られることを明らかにした。		

後期評価関連資料総括表 (案)

1.05.17

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
4) 軽量強靱合金 微粒粉末 超塑性技術	1) 「開発合金」の微細結 晶粒粉末製造を確立す る。 2) 直径 400mmの複雑形状 ディスクの超塑性鍛造 技術を確立する。	1) 前期製作した粉末製造装置に改良を加え、ビレット回転系振動を低減した。 安定製造可能な粉末平均粒径は 180μm から 100μm に低下した。 2) プラズマ条件冷却ガス噴射システムを改善し、粉末のセル寸法は 3$\sim$7μm から 1$\sim$3μm に低下した。 粉末の冷却速度は 10²⁻³ °C/s から 10⁴⁻⁵ °C/s に増加したと考えられる。 3) ビレット重量を増加し、5 kg/バッチの粉末製造が可能になった。 4) 上記粉末のHIP条件を検討し、低温のHIPにより粒径 1μm 以下のPPBの少ないプリフォームを得た。HIP材はSTAで 300°C比強度32.0km, 伸び4.0%を示した。 5) 同材の変形抵抗は 5$\times$10⁻⁴ S⁻¹で約2.5kgf/mm²と従来より約1kgf/mm²低下した。 6) 超塑性鍛造時の変形経路制御により動的再結晶を加速し、変形抵抗を約2/3 に低下もしくは等変形抵抗歪速度を2$\sim$4倍高速化しうることを見出した。 7) 実寸規模の超塑性鍛造のための金型、加熱装置、雰囲気装置を設計、製作し、ϕ400mm のボス付きディスクを試作した。歩留は従来手法の 3.4倍となった。 8) ディスク断面内の累積歪を一様化し、特性を改善するための2行程鍛造を行った。 9) 有限要素法による超塑性鍛造シュミレーションが可能となり、鍛造方案設計を行なえるようになった。 10) ϕ150mm 翼付ディスク金型を設計、製作し、試作した。 超塑性鍛造により完全な翼形成が行えた。歩留は従来手法の 7.5倍となった。 11) 翼部の充満が不完全ではあったが、ϕ400mm 翼付ディスクを試作した。 12) ϕ400mm ボス付きディスク2行程鍛造により延性、クリープ特性が改善した。 13) 2段階溶体化時効熱処理により引張特性を改善した。 14) ミニサイズTPにより比強度28.7km, 伸び11.6%と目標値を達成できた。実寸規模では延性が未達成であるが比強度28.4km, 伸び9.1%とほぼ目標を達成する値が得られた。	1) 粉末 国内におけるTi粉末関係の開発は盛んになってきた。 要素粉末法, REP法に関する研究が多い。 ドイツではPSV法の改良による半連続製造法が開発された。 米国では、レーザーを熱源として粉末の超急冷を行い、強度特性を改善しようとする研究が多い。Erを含む合金等の超急冷により耐熱性を向上させようとする試みも多い。これらの材料は「オリエントエクスプレス」用材料として注目されている。 2) 低温高圧HIPやHDDH手法により微細組織のHIP材を得て、疲労特性を改善しようとする試みが主として米国で行われている。 3) 鍛造 国内においても恒温鍛造に関する研究、企業による開発が増えつつある。 中国で翼付ディスクの試作が行われている。 米国のP&Wはこの試作のパイオニアであるが、DOEの車載ガスタービン計画の終了により開発を中断した模様である。 溶解材を用いてデュアルプロパティのディスクを作る試みが米国で行われている。 米国では恒温鍛造の応用が進み、Ti合金構造物数アイテムがジャンボ等の民間機に既に使用されている。製造寸法の拡大、ニアネット化が進展しつつある。 大学等の研究機関で材料流動、金型設計のコンピュータソフトの開発が行われている。 4) 粉末鍛造 擬HIP法も含め、粉末鍛造の研究開発が種々行われている。 当研究のように粉末の超塑性鍛造の研究報告が少ないのは、現時点の技術ではコスト高が予想されるためであろう。米軍が本研究の如き内容を企業に研究委託しているという情報もある。	

後期評価関連資料総括表（案）

元.3.31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
高性能結晶制御 合金の研究開発 2.超塑性合金技術 (3)超塑性合金 製造技術 5)薄膜材の超塑性	「開発合金」の薄膜材 (「開発薄膜材」)の作製 技術を確立するとともに、 拡散接合等に応用する。	(1)低応力とも金固相拡散接合用インサート材に用いる開発合金、既存Ni基超合金及びNi-Al-X系薄膜材作製技術を確立した。 (2)薄膜材を用いた固相拡散接合における好適接合条件とともに低接合圧力で高接合強度の得られることを明らかにした。 (3)薄膜材を用いた固相拡散接合においては、接合母材およびインサート材表面の酸化皮膜除去が接合強度改善に有効であることを明らかにした。 (4)(3)項知見を基に、薄膜材固相拡散接合装置を製作した。 (5)低接合圧力とも金固相拡散接合用インサート材として用いるのに好適な薄膜材組成を明らかにした。 (6)薄膜材応用低接合圧力とも金固相拡散接合に好適な接合後熱処理条件を明らかにした。 (6)薄膜材応用低接合圧力とも金固相拡散接合に好適な接合前クリーニング条件を明らかにした。 (7) γ' 相析出強化型Ni基超合金Rene80接合母材を同種組成薄膜材を用いて本開発法で接合した場合のクリープラプチャー試験による固相拡散接合強度は、Rene80接合母材素材の83%を示す (8)(7)で示した本研究開発方法による接合強度は、Rene80の文献最高接合強度より高い値であり、研究目的である従来技術より高い世界最高の接合強度の達成を実現できた。 (9)本研究による接合法は、長時間使用による劣化の影響は少なく信頼性の高い接合技術と推察される。	Ni基超合金の固相拡散接合技術に関する研究は、国内外において、少なく薄膜材をインサート材に応用しての固相拡散接合技術は、次世代制度の独自技術である。 それに対して、Ni-B系のインサート材等を用いたNi基超合金の液相拡散接合技術に関しては、国外ではプラット&ホイットニー社、ジェネラルエレクトリック社等で、国内では、日立製作所、三菱重工、東芝、三菱金属、石川島播磨重工、大阪大、東工大等で研究がなされている。	

後期評価関連資料総括表（案）

元.3.31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
		(10)以上の結果から、超塑性を示す薄膜材を応用した新しい接合技術である「<u>薄膜材応用低接合圧力とも金固相拡散接合技術</u>」は、次世代を担う基盤技術に成長するものと期待できる。		

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備考																																																								
3 粒子分散強化合金技術 (1) 合金設計技術	複雑形状部品で、1100℃の高温中において、14kgf/mm ² の応力下で、1000時間以上のクリープ破断寿命に耐え、かつ5%以上の延性を有すると共に、鍛造性、再結晶熱処理性、耐食性等にも優れた合金（開発合金）を設計し、特性の評価を行う。	前期開発合金TMO-2のγ ⁻ とγ相の組成を変えずにγ ⁻ 量を65%, 75%に増したTMO-7とTMO-20合金を開発し、中低温強度を改善した。 <table><tr><th rowspan="2">合金</th><th rowspan="2">γ (%)</th><th colspan="4">クリープ破断強度</th></tr><tr><th colspan="2">1050℃ 16kgf/mm²</th><th colspan="2">850℃ 35kgf/mm²</th></tr><tr><th></th><th></th><th>寿命 (h)</th><th>伸び (%)</th><th>寿命 (h)</th><th>伸び (%)</th></tr><tr><td>TMO-2</td><td>55</td><td>7476</td><td>4.1</td><td>1126</td><td>4.7</td></tr><tr><td>TMO-7</td><td>65</td><td>~15000*</td><td>1.6</td><td>18,314 (テスト中)</td><td></td></tr><tr><td>TMO-20</td><td>75</td><td>~10000*</td><td>1.0</td><td>50,000h* *</td><td></td></tr></table> *,**応力が異なっているので計算による。	合金	γ (%)	クリープ破断強度				1050℃ 16kgf/mm ²		850℃ 35kgf/mm ²				寿命 (h)	伸び (%)	寿命 (h)	伸び (%)	TMO-2	55	7476	4.1	1126	4.7	TMO-7	65	~15000*	1.6	18,314 (テスト中)		TMO-20	75	~10000*	1.0	50,000h* *		INCO社は、MA6000(1979年頃)とAlloy51(1985年)を開発しているが、前者は市販されているが後者はまだ市販されていない。後者は中低温強度を改善している。 <table><tr><th rowspan="2">合金</th><th rowspan="2">γ (%)</th><th colspan="2">クリープ破断強度</th></tr><tr><th>1050℃, 1000h</th><th>850℃, 1000h</th></tr><tr><td>MA6000</td><td>52</td><td>13~16kgf/mm²</td><td>26~31kgf/mm²</td></tr><tr><td>Alloy51</td><td>75</td><td>13.7kgf/mm²</td><td>32kgf/mm²</td></tr></table> MA6000の数値はバラツキが大きく、伸びは2~6%であった。 TMO-20(γ ⁻ = 75%)の900℃, 40kgf/mm ² のクリープ破断寿命は1004h(1989.1.26 現在)で単結晶合金の同条件の寿命より長くなった。 <table><tr><th>合金</th><th>寿命</th></tr><tr><td>TMO-20</td><td>1004h</td></tr><tr><td>CMSX-4</td><td>530h</td></tr><tr><td>TMS-1</td><td>912h</td></tr></table>	合金	γ (%)	クリープ破断強度		1050℃, 1000h	850℃, 1000h	MA6000	52	13~16kgf/mm ²	26~31kgf/mm ²	Alloy51	75	13.7kgf/mm ²	32kgf/mm ²	合金	寿命	TMO-20	1004h	CMSX-4	530h	TMS-1	912h	
合金	γ (%)	クリープ破断強度																																																										
		1050℃ 16kgf/mm ²		850℃ 35kgf/mm ²																																																								
		寿命 (h)	伸び (%)	寿命 (h)	伸び (%)																																																							
TMO-2	55	7476	4.1	1126	4.7																																																							
TMO-7	65	~15000*	1.6	18,314 (テスト中)																																																								
TMO-20	75	~10000*	1.0	50,000h* *																																																								
合金	γ (%)	クリープ破断強度																																																										
		1050℃, 1000h	850℃, 1000h																																																									
MA6000	52	13~16kgf/mm ²	26~31kgf/mm ²																																																									
Alloy51	75	13.7kgf/mm ²	32kgf/mm ²																																																									
合金	寿命																																																											
TMO-20	1004h																																																											
CMSX-4	530h																																																											
TMS-1	912h																																																											

後期評価関連資料総括表（案）

元年. 3. 31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
機械的合金化技術	①微粒粉末及び最適分散粒子（「開発合金原料」）の調製技術を確立する。 ②加工性及び熱処理製に優れた「開発合金」粉末を調製するため、「開発合金原料」の機械的合金化技術を確立する。 ③「開発合金」粉末を用いた複雑形状プリフォーム（「開発プリフォーム」）成形技術を確立する。	メカニカルアロイング及び熱間押出技術を中心に研究を行い、前期（57～59年度）研究開発では400tの押出機によりφ18のTMO-2押出材を作成した。押出材を各共同研究機関に供給し、前期目標のクリープ性能を達成した。 後期では前期の研究成果を踏まえさらに (1) 開発合金原料の調整技術 (2) 機械的合金化技術 (3) 粉末成形技術 の検討を行い、後工程で必要である良好な超塑性特性と再結晶特性を有する太径（φ30）押出材の作成条件を把握した。又、共同研究開発機関へ押出材を供給した。 (1) 開発合金原料の調製技術 数種類のY2 O3 原料粉末の調査を行い、MAに適した微細な粒子径（～200Å）を持つY2 O3 粉末を選定した。 (2) 機械的合金化技術 アジテーター回転速度等のMA条件の改良を行った。この結果MA粉末中の不純元素濃度を下表の様に減少させた。 (3) 粉末成形技術 後工程で、複雑形状品の鍛造を行う為に必要な、従来	Inco社では、MA6000の生産を行っているが、アトライターは専ら研究開発用で、最大30kg/チャージのアトライターが使われている。生産にはボールミル（約1ton/チャージ）が用いられている。ボールミルは回転するドラム径が1.8m、長さ2.4mの大型ボールミルであり、原料粉末は3～4種の粉末（次世代プロジェクトの場合8種以上）が用いられている。 ボールミルを用いる場合、ボール投入量はドラムの15～45vol%ボールミル径とボール径との比は24/1～200/1、又ボールと原料粉末投入量の重量比は40/1～5/1とされている。 押出しは直径280mm、長さ660mm（次世代プロジェクトの場合：直径160mm、長さ300mm）の軟鋼缶にMA粉末を詰めて行っている。 熱間押出しは、5000t級のプレスで行われている。（次世代プロジェクトの場合：1500t）	

後期評価関連資料総括表（案）

元年. 3. 31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考												
機械的合金化技術		(φ18)より太径(φ30)の押出材を作成することを目的として、1500t熱間押出プレスを作成した。 又押出条件の最適化を行い、最適な押出条件(押出温度=1070℃, 押出比=16)を把握した。 (1),(2),(3),の結果、次のような改善された再結晶性と優れた超塑性を有する押出材を作成した。 a. 再結晶性 a-1 静止焼鈍を施した場合の押出材の2次再結晶開始温度[結晶粒が粗大に成長する最低の温度]が、1300℃(61年度)から1230℃(63年度)に低下し、結晶粒成長が起こり易くなった。 a-2 押出材ロットの違いによる再結晶特性の違いを評価し、ばらつきの範囲でほぼ特性が一定であることが明らかになった。 b. 超塑性 押出材が1050℃において10^{-1} sec^{-1}以上の高歪速度で200%以上の超塑性伸びを示すことが明らかになった。 表：MA法の改良前後のMA粉末中の不純物元素濃度 <table><tr><th></th><th>従来法</th><th>改良法</th></tr><tr><td>炭素</td><td>0.84～1.18</td><td>0.42～0.47</td></tr><tr><td>窒素</td><td>0.07～0.11</td><td>0.01</td></tr><tr><td>鉄</td><td>0.49～1.1</td><td>0.15～0.3</td></tr></table> (wt%)		従来法	改良法	炭素	0.84～1.18	0.42～0.47	窒素	0.07～0.11	0.01	鉄	0.49～1.1	0.15～0.3		
	従来法	改良法														
炭素	0.84～1.18	0.42～0.47														
窒素	0.07～0.11	0.01														
鉄	0.49～1.1	0.15～0.3														

後期評価関連資料総括表 (案)

元.3.31

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
「高性能結晶制御合金」 3. 粒子分散強化合金製造技術 2) 粒子分散強化合金鍛造技術	① 開発合金を用いて、中空タービンブレードを開発する。	(1) 初等解析及びモデル実験により、ブレード翼部に関して最適な素材位置、翼傾斜角度等を求め、また空洞用溝付半割れブレード鍛造の問題点を把握した。 (2) 剛塑性有限要素法を用いて中実ブレード鍛造時のメタルフロー解析を行い、素材形状と歪分布状態との関係を明らかにした。 (3) 開発合金TM0-2 の押出ピレットから段付丸棒試験片を加工し、「二回鍛造」法を用いて、半割れブレードの中間形状の恒温鍛造を行い、寸法精度、メタルフロー及び鍛造後のボイドやクラックの有無を調査して、良好に成形できることを確認した。 (4) 「機械加工→鍛造」プロセスにより、開発合金TM0-2 の押出ピレットから板状試験片を加工して、半割れブレードを恒温鍛造し、鍛造時の問題点を把握するとともに成形方法の改善を行った。 (5) 既存合金MA6000及び開発合金TM0-2 の押出ピレットについて、再結晶挙動が得られる恒温鍛造条件を明らかにし、 <u>前項の恒温鍛造プロセスを用いて再結晶特性の優れたつばなし半割れブレードの恒温鍛造技術を開発した。</u> (6) 再結晶挙動が得られる恒温鍛造条件に基づき、半割れブレードの鍛造素材を押出法で成形する新しいプロセスの可能性をモデル実験等により確認し、 <u>このプロセスを用いて、つば付半割れブレードの成形技術を開発した。</u> (7) 半割れブレードの恒温鍛造時の寸法精度を改善するために、鍛造素材及び鍛造材の搬入・搬出装置を開発し、鍛造品の寸法精度の改善と鍛造サイクルの短縮を行った。 (8) 恒温鍛造した半割れブレードを、材料特性評価のために共同研究機関へ提供した。	(1) タービンブレードの精密鍛造技術 粒子分散強化合金製タービンブレードの開発の一環として、MA6000合金の鍛造技術の開発が最近欧米で実施された。 Doncaster Monk Bridge Ltd.は、恒温鍛造法及びスクリーブレスを用いた従来鍛造法によって、比較的形状の単純なブレードの成形を行い、帯域焼鈍法によって一方向に延びた再結晶組織を得て、押出ピレットと同等のクリープ特性を示すブレードを製造した。 しかし、同社は、General Motor - Allison Gas Turbine DivisionのMA6000無冷却タービンブレードの鍛造を行ったが、リーディングエッジ近傍で複雑な塑性変形を受ける部分では、一方向再結晶処理でアスペクト比の大きな結晶粒が得られず、クリープ特性が著しく低くなることを明らかにしている。引続き適正な押出と鍛造プロセスの開発の必要性を指摘している。(1988年のスーパーアロイ国際会議で公表) また、国内では次世代航空機基盤技術研究所が、航空機用ガスタービン静翼の開発を行っている。	

後期評価面に関連資料総括表 (案)

元年3月

研究項目名	後期目標	後期研究開発成果のポイント	国内外の同種技術の開発動向	備 考
(2) 粒子分散強化合金製造技術 3) 熱処理・後加工技術	「開発合金」を用いた複雑形状部品の熱処理技術、および複雑形状部品に対応した拡散接合技術を確立し、特性評価を行う。	熱処理技術については、開発合金の二次再結晶特性におよぼす恒温鍛造の影響を検討し、二次再結晶組織を得るための恒温鍛造の条件を明らかにした。合金の硬さが鍛造により低下することを見出し、二次再結晶能力を維持するための硬さの下限値を示すとともに、これらに対して現象論的説明を加えた。 次に、恒温鍛造により得られた複雑形状部品を一方向再結晶させるための帯域焼鈍条件を明らかにし、一方向再結晶処理した部品の試作を行なった。試作した部品はタービン翼をモデルとしたものであり、このような複雑形状部品の熱処理に対して、半割金型で被覆して帯域焼鈍する方法を考案し、その効果を確認することができた。 後加工技術については、様々な拡散接合法を検討し、施工面からは従来の合金箔を用いた液相拡散接合法がよいことをしめした。新しい接合法として、プラズマ・スパッタによりインサート合金を蒸着して拡散接合する方法を考え、様々な条件での接合試験を試みたが、ボイドの残留を阻止できなかった。従来法より高温強度に優れた接合法を見出すことはできなかったが、接合継手の強度が通常の超合金と比べて低い要因を明らかにするなど今後の研究に役立つ成果が得られた。 特性評価については、TMO-2のクリープ破断強度を求め、目標値を満足することを示すとともに、短時間引張強度、高サイクル疲労強度、ヤング率、コーティング性などの特性を求めた。一方向再結晶を施した複雑形状部品については、主に金属組織面からの検討を行なった。	国外では、粒子分散強化合金を用いた静翼の鍛造・熱処理技術は確立されているが、静翼用の低強度合金に限定されたものであり、鍛造・熱処理ともに従来技術の延長である。国内でも一部同様のことが試みられている。 動翼用の高強度合金については、酸化物分散強化合金開発が不成功に終わった米国ではこの種の研究開発は中断している。欧州では主に産業用ガスタービンを対象に同種の技術が長期間にわたって研究されてきたが、基礎的技術開発はほぼ終了したと見られており、研究開発は収束の傾向にある。 拡散接合技術については、EC諸国のCOST計画で長年、共同研究が行なわれたが、高い接合強度を得るのは困難であるという結論である。プラズマ・スパッタによる蒸着などによる接合性の改良などの研究に指向している企業もある。	

[illegible]

高性能結晶制御合金

単結晶合金技術、セラミックモールド技術

特許一覧表

研究項目名:

(研究機関名)

作成日記入→ 平成元年三月

名古屋工業技術試験所

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
超合金の一方向性凝固鑄造用 インベストメントシェル鑄型の製造法	昭和59年6月29日	625895					昭和 60年12月10日	4557316	米 国	成立

特許一覽表

研究項目名: 単結晶用メルティング (研究機関名) 大同特殊鋼株式会社
・ストックの溶製技術

1989.3

[illegible]

研究項目名： 熱制御単結晶製造技術

元.3.31

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
ニッケル基超合金単結晶の製造方法 (63.9.13→次世代金属・複合材料 研究開発協会へ譲渡)	63年 9月30日	63-244497	←			工技院にて手続中			→	

研究項目：熱・対流制御単結晶製造技術 (株)日立製作所
日立金属 (株)

元.3.31

[illegible]

研究項目名：2.超塑性合金技術

(1)合金設計技術[耐熱強靱合金]（金属材料技術研究所）

元.3.31

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
① 超塑性鍛造用Ni基合金及びその製造方法	59.9.17	59-192591					62.11.27	1411402	日 本	
② 超塑性鍛造用Ni基合金及びその製造法	59.9.18	59-193978							日 本	
③ 超塑性鍛造用耐熱Ni基合金及びその製造方法	62.3.2	62-045130							日 本	
④ 超塑性鍛造用耐熱Ni基合金及びその合金ならびに鍛造物製造方法	63.7.15	63-174948							日 本	

研究項目名：2.超塑性合金技術

(1)合金設計技術[軽量強靱合金] (金属材料技術研究所)

特許名一覧表

元.3.31

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
① 超塑性加工用高強度チタン合金	59.5.28	59-106356	60.12.11	60-251240	61.12.12	61-058544	62.7.23	1389522	日 本	
② 高温比強度の高い超塑性加工用チタン合金(I)	59.9.13	59-190523							日 本	
③ 高温比強度の高い超塑性加工用チタン合金(II)	59.9.13	59-190524							日 本	
④ 超塑性加工に適した高強度耐熱チタン合金	60.7.16	60-155197	62.1.26	62-017145	63.3.4	63-010216	63.10.28	1462741	日 本	
⑤ 超塑性加工に適した高比強度耐熱チタン合金(I)	62.8.3	62-192719							日 本	
⑥ 超塑性加工に適した高比強度耐熱チタン合金(II)	62.8.3	62-192720							日 本	

特許一覧表

研究項目名：超塑性の基礎的研究 (研究機関名) 機械技術研究所

作成日記入→ 元. 3. 31

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
高強度・難加工材の調質成形方法			昭60. 5. 10	60-82648					米国	
METHOD FOR TEMPERING AND WORK- ING HIGH STRENGTH LOW DUCTILE ALLOY	昭59. 10. 3	657248					昭61. 7. 15	4600446	米国	
工具鋼の調質法	昭59	59-9278	昭60. 8. 10	60-152625	昭63. 6. 10	63-28981	平 1. 1. 27	1476646	国内	
高強度・難加工材の成形法	昭59. 6. 4	59-114159	昭60. 12. 19	60-257943					国内	
高強度・難加工材の成形法	昭59. 6. 4	59-114158	昭60. 12. 19	60-257942					国内	
Ni基超耐熱合金の高強度・高延性 化方法	昭60. 2. 12	60-25057	昭61. 8. 20	61-186460					国内	
高強度・難加工材の超塑性ウォム ダイ・パック鍛造法	昭60. 12. 5	60-274105	昭62. 6. 17	62-134130					国内	
METHOD FOR SUPERPLASTIC WARM- DIE AND PACK (SWAP) FORGING OF HIGH-STRENGTH LOW -DUCTILITY MATERIAL	昭61. 12. 5	938468							米国	

[illegible]

特許一覽表

研究項目名：結晶制御技術 (研究機関名) 機械技術研究所

元. 3. 31

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
Method of Manufacture of Highly Ductile Material 高延性材料の製造方法	1985. 11. 14	797, 905					1987. 1. 13	4, 636, 355	米国	可
超塑性合金材料の連続製造装置	59. 11. 14	59-239979	61. 6. 6	61-119632	63. 8. 25	63-42699				
A l - P b 系合金の均質混合法	60. 10. 1	60-218898	62. 4. 13	62-80203						
改質された中空鋳物の製造方法	60. 11. 30	60-270211	62. 6. 12	62-130234						
過共晶 A l - S i 合金の連続製造方法	61. 3. 28	61-70417	62. 10. 6	62-227570						
A l - C u - T i C 合金複合材料の製造方法	61. 4. 17	61-89062	62. 10. 28	62-247037						
金属基複合材料の連続製造装置	62. 3. 4	62-49777	63. 9. 9	63-216919						
電気材料用粒子分散強化銅及びその製造方法	62. 3. 30	62-79425	63. 10. 7	63-242462						
高延性 C u - S i 合金の製造方法	62. 3. 30	62-79427	63. 10. 11	63-243244						
電気材料用粒子分散強化銅及びその製造方法	62. 7. 20	62-180587								
過共晶 A l - S i 合金複合材料の製造方法	62. 10. 8	62-254343								
過共晶 A l - S i 合金複合材料の連続製造方法	62. 10. 8	62-254344								
自溶性攪拌棒による微細化結晶材料の製造方法	62. 10. 8	62-254345								
連続鋳造装置	62. 11. 13	62-286811								
連続鋳造用金属スラリーの連続的成形方法及びその装置	62. 12. 26	62-331331								
Method for Making Hypereutectic Al-Si Alloy Composite Materials	63. 1. 27	63-16486								

特許一覽表

研究項目名：高温成形用型技術の研究（研究機関名）機械技術研究所

元. 3.31

[illegible]

特許一覽表

研究項目名：超合金微粒粉末製造技術（大同特殊鋼（株））

元. 3. 31

[illegible]

特許一覧表

「高性能結晶制御合金」

2. 超塑性合金製造技術

研究項目名：(2)超合金粉末を利用した超塑性加工法

(研究機関名) (株) 神戸製鋼所

平成元年3月31日

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
1) 超塑性鍛造装置	58. 6. 8	58-100824	59.12.18	59-225840	62. 8.20	62-39055	63. 2.25	1425864		成立
2) 超塑性鍛造装置	58. 6. 8	58-100825	59.12.18	59-225841	62. 8.20	62-39056	63. 2.25	1425865		成立
3) 超塑性を利用した粉末焼結体の鍛造方法	58. 6.20	58-109330	60. 1. 8	60-002603	未					63.7.22拒絶予告に対する意見,補正書提出
4) N i 基超合金の超塑性鍛造用ビレットの製造	58. 6.20	58-109331	60. 1. 8	60-002637	未					63.10.4公告決定 公告日, N o. は未定
5) 加工歪速度を制御した超塑性鍛造方法	61. 3. 6	61-047195	62. 9.11	62-207526	未					審査中
6) 鍛造金型の加熱制御方法ならびにその装置	61. 3. 6	61-047196	62. 9.11	62-207528	未					審査中
7) 微細結晶粒を有する超塑性鍛造用素材の製造方法	61. 3. 6	61-047197	62. 9. 9	62-205202	未					審査中
8) 粉末N i 基超合金製タービンディスク等の製造方法	61. 7. 3	61-155112	63. 1.22	63-014802	未					審査中
9) 異種合金の超塑性鍛造によるタービンの耐熱強度部材の製造方法	61. 8.12	61-187709	63. 2.26	63-045308	未					審査中
10) 恒温鍛造用金型	62. 1. 8	62-001116	63. 7.15	63-171239	未					審査中
11) 異種合金の超塑性鍛造によるタービンディスク	62. 8.12	62-199938		63-045308						審査中
12) 異種合金の超塑性鍛造によるタービンディスクの耐熱強度部材ならびにその製造方法	62. 9.29 61. 7. 3 61. 8.12	62-199938 61-155112 61-187709	未						アメリカ (07/102402)	未公開
13) 恒温鍛造用チャンバ上部遮蔽装置	63. 9.16	63-120439	未							未公開

特許一覧表

研究項目名：CIP (カーブレス) 技術 (研究機関名) 住友電気工業㈱

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
超耐熱合金素材のHIPによる製造方法	59. 10. 26	59-224094	61. 5. 22	特開昭 61-104034						
超耐熱合金素材の製造方法	59. 10. 26	59-224095	61. 5. 22	特開昭 61-104035						
超耐熱合金素材の製造方法	60.10.26	PCT/ JP8500595 (US 852966)	1986. 5. 9	W086/02669			1987.12. 1	4710345	米	
	60.10.26	PCT/ JP8500595	1986.12. 3	02031					英	
	60.10.26	〃	〃	〃					仏	
	60.10.26	〃	〃	〃					独	

特許一覧表

研究項目名：軽量強靱合金微粒粉末超塑性技術（研究機関名）三菱金属㈱

1.05.17

特 許 名	出願日	出 願 番 号	公開年月日	公 開 番 号	公告年月日	公 告 番 号	特許登録日	特 許 番 号	出願相手国	成立の可否
超塑性鍛造法	58.04.11	58-62273	59.10.26	59-189025	拒絶理由 62.04.28 62.08.18 62.10.16	→62.06.27 拒絶査定 自発補正	第1回補正			審判請求 62.09.17
金属粉末製造用の真空アトマイズ装置	61.04.04	61-76634	62.10.15	62-235403	拒絶査定 62.03.18					審判請求放棄
高速回転装置	63.06.29	63-159321								
鍛造用金型	63.11.30	63-300715								
Ti合金ディスクの鍛造方法	63.12.09	63-309908								
金属粉末の製造装置	1.03.30	1-								

特許一覧表

研究項目名：高性能結晶制御合金の研究開発 2.超塑性合金技術 (3)超塑性合金製造技術 5)薄膜材の超塑性 ((株)日立製作所)

元.3.31

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
Ni基超塑性合金及びその製造法	昭58.8.3	昭58-141149	昭60.2.20	昭60-33329	昭61.3.22	昭61-9375	昭61.10.29	1343308	日本	
高延性コバルト合金	昭58.11.7	昭58-207450	昭60.6.4	昭60-100642	昭61.10.15	昭61-46529	昭62.5.28	1378810	日本	
Co基超塑性合金及びその製造法	昭59.11.6	昭59-232492	昭61.10.29	昭61-243143					日本	
固相接合用ニッケル合金	昭62.4.16	昭62-91971							日本	
高強度複合材料	昭62.4.16	昭62-91972							日本	
金属圧密化素材の製造法	昭62.10.21	昭62-263720							日本	
Ni基超合金固相接合用インサート材 及び固相接合法	昭62.11.12	昭62-290689							日本	
INSERT MATERIAL FOR SOLID PHASE DIFFUSION WELDING FOR NICKEL BASE SUPERALLOY AND METHOD THEREFOR	昭63.9.20 (手続日)	246708							米国	

研究項目名：3.粒子分散強化合金技術

(1)合金設計技術（金属材料技術研究所）

元. 3. 31

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
① イットリヤ粒子分散型 γ' 相析出強化ニッケル基耐熱合金	59.4.14	59-168761	61.3.10	61-048550					日 本	
② イットリヤ粒子分散型 γ' 相析出強化ニッケル基耐熱合金	60.10.26	60-238616	62.5.8	62-099433					日 本	
③ Gamma-Prime Precipitation hardening Nickel-base Ythoria Particle Dispersion Strengthened Superalloy	61.9.3	NO.903135					63.1.5	USA PAT. 4717435	米 国	
④ イットリヤ粒子分散型 γ' 相析出強化ニッケル基耐熱合金	61.11.6	61-262635	63.5.23	63-118038					日 本	

特許名一覧表

研究項目名：機械的合金化技術（研究機関名）住友電気工業㈱

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
機械的合金化粉末の製造 方法	59. 10. 26	59-224096	61. 5. 22	特開 61-104001						
複合粉末の製造方法	60. 6. 21	60-134191								
分散強化型耐熱焼結 合金の製造方法	60. 6. 21	60-134192								

特許一覧表

「高性能結晶制御合金」

3. 粒子分散強化合金製造技術

研究項目名： 2) 粒子分散強化合金鍛造技術 (研究機関名) (株) 神戸製鋼所

平成元年3月31日

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
(1) 空気穴付タービンブレードの製造方法	63.6.10	63-141497	未公開	未						
(2) タービンブレードの鍛造プリフォームの成形方法及び成形金型	63.9.16	63-229827	未公開	未						
(3) 鍛造用マニプレータ装置	出願中		未公開	未						

特許一覧表

研究項目名： 熱処理・後加工技術 (研究機関名) 石川島播磨工業株式会社

元.3.31

特 許 名	出願日	出願番号	公開年月日	公開番号	公告年月日	公告番号	特許登録日	特許番号	出願相手国	成立の可否
金属組織の制御法	s60.10.30	60-241570	s62.05.13	62-103349	公告決定				日本	
Method for Heat-Treating Metal	s61.10.27	923606							米国	
Methods of Heat-Treating Metal	s61.10.30	8625989	s62.05.13	2182351A					英国	
Verfahren zur Warmenbehandlung eines Metallkorpers	s61.10.29	3636848.2	s62.05.07	3636848A				3636848	西独	

成果発表一覧表

研究項目名：1.単結晶合金技術
(1)合金設計技術（金属材料技術研究所）

元. 3.31

発 表 題 目	発表年月日	発 表 場 所	発表区分
1) Alloy Design for High Strength Nickel-base Single Crystal Alloys 2) 単結晶用Ni基超合金の合金設計 3) Effect of Ta/W Ratio in γ' Phase on Creep Strength of Nickel-base Single Crystal Superalloys 4) 単結晶合金設計技術 5) Development of Nickel-base Superalloys in National Project in Japan 6) Nickel-base Single Crystal Superalloys Developed for a National Project in Japan 7) X-Ray Diffractometric Measurement of Lattice Misfit Between γ and γ' Phase in Nickel-base Superalloys 8) Phase Calculation and Its Use in Alloy Design Program for Nickel-base Superalloys 9) 単結晶合金合金設計技術	昭和59年10月 昭和59年11月 昭和61年 7月 昭和61年11月 昭和61年10月 昭和62年10月 昭和63年 3月 昭和63年 9月 平成元年 3月	Superalloys 1984, p147. 第2回次世代シンポジウム予稿集 Trans. ISIJ, 26(1986) 638. 第4回次世代シンポジウム予稿集 High Temperature Alloys for Gas Turbines and Other Application, (1986) 945. 1987 Tokyo Int. Gas Turbine Congress, III-239. Trans. ISIJ, 28(1988) 219. Superalloy '88. 第6回次世代シンポジウム予稿集	研究論文
1) 超合金単結晶化技術の概要と合金設計 2) Ni基単結晶超耐熱合金のクリープ強さ 3) 耐熱合金の設計 —ミクロ組織と高温特性を予測する— 4) 合金設計	昭和58年 7月 昭和61年 1月 昭和62年 3月 平成元年 3月	第1回次世代シンポジウム予稿集 日本材料科学会研究討論会、 高温における材料の諸問題論文集、p5. 日本の科学と技術、28(1987) 45. 新素材レビュー' 89 P283	総説・解説
1) 単結晶合金技術と粒子分散強化合金技術 2) 超合金単結晶化技術の概要と合金設計 3) 高強度Ni基単結晶耐熱合金の合金設計（合金設計によるNi基耐熱合金-10）	昭和58年 3月 昭和58年 7月 昭和59年 4月	日刊工業新聞社主催・シンポジウム 第1回次世代シンポジウム 日本鉄鋼協会 第107回大会	研究発表

成果発表一覧表

研究項目名：1. 単結晶合金技術

(1) 合金設計技術 (金属材料技術研究所)

元. 3. 31

発 表 題 目	発表年月日	発表場所	発表区分
4) Alloy Design for High Strength Nickel-base Single Crystal Alloys	昭和59年10月	5th Int.Symp.on Superalloys 1984 (セブン・スプリングス)	研究発表
5) Ni基耐熱合金単結晶のクリープ特性に及ぼす熱処理の影響	昭和59年10月	日本鉄鋼協会 第108回講演会	
6) 単結晶用Ni基超合金の合金設計	昭和59年11月	第2回次世代シンポジウム	
7) Ni基単結晶耐熱合金の高温強度に及ぼす γ' 相中のTa/W比の影響	昭和60年 4月	日本鉄鋼協会 第109回講演会	
8) Ni基単結晶超耐熱合金のクリープ強さ	昭和61年 1月	日本材料科学会 研究討論会	
9) ニッケル基超耐熱合金の設計と開発	昭和61年 3月	日本材料学会 塑性加工委員会	
10) 燃焼ガス雰囲気中における単結晶Ni基耐熱合金の高温腐食に対するTa/W比の効果	昭和61年10月	腐食防食協会 秋期討論会	
11) Ni基単結晶合金のクリープ変形時の方位回転と組織変化	昭和61年10月	日本金属学会 秋期大会	
12) Ni基耐熱合金中の γ/γ' 界面転位網の形成とその γ' 析出物寸法・形状への影響(I)	昭和61年10月	日本金属学会 秋期大会	
13) Ni基耐熱合金中の γ/γ' 界面転位網の形成とその γ' 析出物寸法・形状への影響(II)	昭和61年10月	日本金属学会 秋期大会	
14) 単結晶合金設計技術	昭和61年11月	第4回次世代シンポジウム	
15) Ni基超耐熱合金の高温強度	昭和62年 2月	日本材料学会 高温強度部門委員会	
16) Ni基単結晶耐熱合金中の γ 及び γ' 相の格子定数の差の測定	昭和62年 4月	日本鉄鋼協会 第113回講演大会	
17) Nickel-base Single Crystal Superalloys Developed for a National Project in Japan	昭和62年10月	1987年国際ガスタービン会議 東京大会	
18) 開発Ni基単結晶合金TMS-32の高温低サイクル疲れ挙動	昭和62年10月	日本鉄鋼協会 第114回講演会	
19) 放射光によるNi基単結晶耐熱合金中の γ 及び γ' 相の格子定数の差の測定	昭和63年 4月	日本鉄鋼協会 第115回講演会	
20) Ni基単結晶合金の設計と特性評価	昭和63年 4月	日本材料科学会 学術講演会	
21) X-ray Diffractometrics Determination of Lattice Misfit Between γ and γ' Phases in Nickel-Base Superalloys — Conventional X-ray source vs. Synchrotron Radiation	昭和63年 8月	第37回デンバー X線会議	

成果発表一覧表

研究項目名：1.単結晶合金技術

(1)合金設計技術（金属材料技術研究所）

元.3.31

発 表 題 目	発表年月日	発 表 場 所	発表区分
22) Phase Calculation and Its Use in Alloy Design Program for Nickel-Base Superalloys	昭和63年 9月	6th Int. Symp. on Superalloys 1988 (セブン・スプリングス)	研究発表
23) 単結晶合金合金設計技術	平成元年 3月	第6回次世代シンポジウム	
24) Ni基単結晶合金の組織及びクリープ破断特性に及ぼす添加元素の影響	平成元年 4月	日本鉄鋼協会第 117回講演大会	
25) 高強度Ni基単結晶超合金の設計	平成元年 4月	日本鉄鋼協会第 117回講演大会	

次世代産業基盤技術研究開発に関する研究成果発表公開報告書

高性能結晶制御合金

研究項目名 単結晶合金技術。(セラミックモールド技術)

名古屋工業技術試験所

番号	発表標題	発表時期 昭和年月日	発表形式	発表者 所属部課 氏名	備考
1.	セラミックモールドの基礎的性質	昭和57年5月2日	日本鋳物協会 講演会 (オ101回)	金属部 高柳 猛	
2.	Ni基超合金鑄造用セラミックシェルモールドの2,3の性質	昭和57年6月21日	名古屋工業試験会 (オ32回)	金属部 野崎 佳彦	
3.	結晶制御合金の鑄造に関する研究、セラミックコアの試作	昭和60年6月25日	名古屋工業試験会 (オ38回)	金属部 高柳 猛 野崎 佳彦	
4.	セラミック中子の射出成形にお試作	昭和60年10月7日	日本鋳物協会 講演会 (オ108回)	金属部 野崎 佳彦 加藤 清隆	
5.	結晶制御合金の鑄造に関する研究、セラミックコアの射出成形 (2)	昭和60年11月29日	名古屋工業試験会 (オ39回)	金属部 高柳 猛 野崎 佳彦 加藤 清隆	
6.	単結晶鑄造技術	昭和60年11月22日	全国公設機関鑄造技術会議 (オ26回)	金属部 野崎 佳彦	
7.	射出成形によるセラミックコアの製造技術	昭和60年11月	国際協力事業団、講義及びデモ	金属部 野崎 佳彦	
8.	セラミックコアの射出成形による製造技術	昭和61年3月6日	フイルセラミックスフェア、図示と展示	金属部 野崎 佳彦	
9.	セラミックコアの射出成形による製造技術	昭和61年4月14日	新素材展、図示及び展示	金属部 野崎 佳彦	
10.	結晶制御合金の鑄造に関する研究、セラミックスの射出成形に用いる流動化結合剤について	昭和61年7月18日	名古屋工業試験会 (オ40回)	金属部 野崎 佳彦 加藤 清隆	
11.	結晶制御合金の鑄造に関する研究、セラミックスの射出成形による中間形状中子の試作	昭和61年7月18日	名古屋工業試験会 (オ40回)	金属部 加藤 清隆 野崎 佳彦	
12.	セラミックコアの射出成形法	昭和61年9月27日	日本鋳物協会 講演会 (オ110回)	金属部 野崎 佳彦 加藤 清隆	
13.	セラミックコアの焼成収縮に与える添加物の影響	昭和61年9月27日	日本鋳物協会 講演会 (オ110回)	金属部 加藤 清隆 野崎 佳彦	
14.	精密鑄造法 (セラミックモールド法)	昭和61年11月14日	全国公設機関鑄造技術会議 (オ27回)	金属部 野崎 佳彦	

次世代産業基盤技術研究開発に関する研究成果発表公開報告書

高性能結晶制御合金

研究項目名 単結晶合金技術 (セラミックモールド技術)

名古屋工業技術試験所

番号	発表標題	発表時期 昭和年月日	発表形式	発表者 所属部課 氏名	備考
15.	結晶制御合金の鑄造に関する研究、 カスタービシフレートに用いる セラミックコアの射出成形用金型について。	昭和61年12月18日	名古屋工業技術発表会(第41回)	金属部 野崎佳彦 加藤清隆	
16.	粉末の射出成形による焼結部材製造法	昭和62年3月	ファイバセラミックスフェア展示	金属部 野崎佳彦	
17.	セラミック中子の射出成形による製造技術	昭和62年4月20日	鑄造技術普及協会 論文	金属部 野崎佳彦 加藤清隆	
18.	金属粉末の射出成形法	昭和62年5月23日	日本鋳協会 講演大会	金属部 野崎佳彦	
19.	結晶制御合金の鑄造に関する研究 複雑形状セラミックコアの試作	昭和62年7月15日	名古屋工業技術発表会(第42回)	金属部 野崎佳彦 加藤清隆	
20.	セラミックスの射出成形	昭和62年7月15日	名古屋工業技術発表会(第42回)	金属部 野崎佳彦 加藤清隆	
21.	粉末の射出成形用原料の 流動性試験について	昭和62年7月15日	名古屋工業技術発表会(第42回)	金属部 野崎佳彦 加藤清隆	
22.	精密鑄造法	昭和62年9月	定年祭 技術講演会	金属部 野崎佳彦	
23.	シリコン系セラミックモールドの強度	昭和62年10月6日	日本鋳物協会講演大会(第112回)	金属部 野崎佳彦 加藤清隆	
24.	単結晶鑄造とセラミック中子	昭和62年11月19日	全国公設機関鑄造技術会議(第28回)	金属部 野崎佳彦	
25.	金属粉末の射出成形	昭和62年12月2日	名古屋工業技術発表会(第43回)	金属部 野崎佳彦 加藤清隆	
26.	結晶制御合金の鑄造に関する研究 複雑形状セラミックコアの精度について	昭和62年12月2日	名古屋工業技術発表会(第43回)	金属部 野崎佳彦 加藤清隆	
27.	粉末の射出成形法	昭和63年2月10日	日本鋳物協会 技術講演会(第21回)	金属部 野崎佳彦	
28.	粉末射出成形技術	昭和63年3月14日	粉末冶金会 専門講座(第21回・講演)	金属部 野崎佳彦	
29.	単結晶鑄造技術セラミックコア	昭和63年4月18日	ニューマテリアルエンジニアリングショー 工業技術院関係、パネリ展示	金属部 野崎佳彦	
30.	各種粉末の射出成形プロセス技術	昭和63年5月16日	88年新材料新素材特別セミナー(第2回)	金属部 野崎佳彦	

次世代産業基盤技術研究開発に関する研究成果発表公開報告書

高性能結晶制御合金

研究項目名 単結晶合金技術 (セラミックモールド技術)

名古屋工業技術試験所

番号	発表標題	発表時期 昭和年月日	発表形式	発表者 所属部課 氏名	備考
31.	粉末の射出成形技術	昭和63年6月3日	愛知県工業技術研究大会(第13回) (テキスト・特別講演)	金属部 野崎佳彦	
32.	金属粉末の射出成形技術	昭和63年9月13日	粉末射出成形技術研究会 (テキスト・講演)	金属部 野崎佳彦	(主催) 素形材センター
33	結晶制御合金の鋳造に関する研究	昭和63年11月28日	名古屋工業技術研究発表会(第45回)	金属部 野崎佳彦 他 6名	
34	ZrO ₂ 系セラミックシェルモルトについて	昭和63年11月28日	名古屋工業技術研究発表会(第45回)	金属部 野崎佳彦 加藤清隆 他 1名	

成果発表一覧表

研究項目 : 単結晶用メルティング・ストックの溶製技術 大同特殊鋼株式会社

題 目	発表年月日	発 表 場 所 (誌名・巻, 号数等)	発表区分
超清浄メルティング・ストックの 製造技術について	1983. 01	電気製鋼 VOL.54 No.1 電気製鋼研究会	研究論文
Ni基超耐熱合金単結晶の鋳造欠陥に及ぼす不純物元素および鋳造条件の影響	1983. 11	電気製鋼 VOL.54 No.4 電気製鋼研究会	研究論文
超合金単結晶の特性に及ぼすメルティング・ストック組成の影響	1985. 04	電気製鋼 VOL.56 No.2 電気製鋼研究会	研究論文
単結晶超合金用メルティング・ストックの溶製技術	1986. 11	第4回次世代シンポジウム	研究発表

業績リスト

年度	種別	発表題名	発表者	発表場所
昭和58	講演	超合金の単結晶製造技術	中川幸也 (石川島播磨重工業(株))	次世代金属・複合材料シンポジウム (第1回次世代産業基盤技術シンポジウム) 昭和58年7月5日
	講演	単結晶鋳物開発の現状について	錦織徳郎 (石川島播磨重工業(株))	日本航空宇宙学会, 第27回宇宙科学技術連合 講演シンポジウム 昭和58年10月24日
昭和59	研究発表	Ni基超合金の単結晶化およびその性状	大友 暁, 太田芳雄, 中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	日本鉄鋼協会, 昭和59年度春期講演大会 Vol.70-No.5 S.615 昭和59年4月2日
	研究発表	ふく射伝熱による一方向性凝固鋳物の凝固解析	荒瀬良知, 大浜信一 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	日本鋳物協会, 第105回全国講演大会 鋳物(第105回講演概要集) P.105 昭和59年5月19日
	研究論文	Production and Characterization of Ni base Superalloy Single Crystals. (Development of Single Crystal Production Technology. I)	太田芳雄, 大友 暁, 中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所) 錦織徳郎 (同社 航空宇宙事業本部)	日本鉄鋼協会, Transaction ISIJ, Vol.24(1984)
	講演	Development of Solidification Technology for Superalloy in Japan	中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	日本金属学会, 米国AIME, 日本学振123委員会 日米超耐熱合金会議(静岡・富士教育研修所) 昭和59年12月10日
	研究論文	析出硬化型Ni基超合金単結晶の異方性	中川幸也, 寺島久恵, 吉沢広喜, 太田芳雄, 村上和夫 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	石川島播磨技報 Vol.25 No.1(1985)
昭和60	講演	耐熱材料 - 単結晶PWA1480のクリープ強度について -	中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	日本ガスタービン学会, 第13回GTSJガスタービンセミナー 昭和60年1月24日

年度	種 別	発 表 題 名	発 表 者	発 表 場 所
昭和60	講 演	一方向凝固材の製造と特性	中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	先端材料技術協会, 先端材料技術セミナー 昭和60年1月25日
	講 演	鋳造品の凝固解析の動向とその摘要(精密鋳造品)	荒瀬良知 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	(財) 素形材センター, シンポジウム・コンピュータによる鋳造品の凝固解析の摘要とその動向 昭和60年1月29日
	解 説	Ni基超合金の単結晶化	太田芳雄, 中川幸也, 大友 暁, 雑賀喜規 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	日本金属学会 日本金属学会報 Vol.24 No.6('85)P.462~469
	研究論文	Anisotropy of High Temperature Strength in Precipitation-Hardened Nickel-base Superalloy Single Crystals.	中川幸也, 寺島久恵, 吉沢広喜, 村上和夫, 太田芳雄 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	III Engineering Review, Vol.18, No.4 (1985)
		超合金単結晶鋳物製造技術の開発現状	錦織徳郎 (石川島精密鋳造(株) 本社)	第3回次世代産業基盤技術シンポジウム 昭和60年10月31日
昭和61	解 説	単結晶タービンブレード	太田芳雄, 中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	アグネ「金属」 Vol.56 No.3 (1986-3) P.11~16
	その他	ガスタービン用超耐熱材料	中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	日経映像(株) 東京12チャンネル“シンクタンク” 昭和61年8月
	解 説	超耐熱合金の開発とプロセス研究	中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	日本材料学会 関東支部, 第11回シンポジウム, 概要集 P.11~16
	解 説	Investment Casting of Advanced Superalloys	中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	日本鋳物協会 英文誌, Vol.6, P.7~10 1987年4月
昭和62	講 演	Development of single Crystal Technology	中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	ASM Europe Technical Conference 昭和62年9月7日

年度	種 別	発 表 題 名	発 表 者	発 表 場 所
昭和62	講 演	Recent Single Crystal Technology	中川幸也, 太田芳雄 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所) 大浜信一 (同社 航空宇宙事業本部)	1987 TOKYO INTERNATIONAL GAS TURBINE CONGRESS (1987年 国際ガスタービン会議 東京大会 組織委員会) 87 TOKYO IGTC 75 PIII- 231~238
昭和63	解 説	結晶制御合金	太田芳雄, 中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所)	日本塑性加工学会「塑性と加工」 Vol.29 No.326 1988 3 P.199~205 昭和63年3月
	研究発表	Creep Deformation Anisotropy in Single Crystal	太田芳雄, 中川幸也 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所) P. Caron, T. Khan (ONERA)	Superalloys 1988, The Metallurgical Society, Inc. P.215 昭和63年9月20日
昭和63	研究論文	単結晶超合金のクリープ強度の異方性に関する研究	太田芳雄, 中川幸也, 吉沢久恵, 村上和夫 (石川島播磨重工業(株) 技術研究所) 大浜信一 (同社 航空宇宙事業本部) P. Caron, T. Khan (ONERA)	石川島播磨技報 Vol.29 No.2,(1989)

番号	題 目	発表年月日	発表場所	発表区分
1	ニッケル基耐熱合金の単結晶成長に対する熱的要因の影響	58. 5.14	日本鋳物協会第103回全国講演大会	研究発表
2	二次元モデルによる一方向凝固の熱的要因の解析	58. 9. 6	日本鋳物協会第104回全国講演大会	研究発表
3	アルミニウム合金の凝固組織に及ぼす磁場の影響	59. 5.20	日本鋳物協会第105回全国講演大会	研究発表
4	EFFECTS OF THERMAL VARIABLES ON THE GROWTH OF SINGLE CRYSTALS OF NI-BASE SUPERALLOYS	59.10. 7	Proceeding of the Fifth International Symposium on Superalloys	研究発表
5	鋳型引出し式一方向凝固に対する熱的要因の影響	59.11	鋳物 56 (1984) 11, 677	研究論文
6	超合金単結晶の凝固制御技術	59.11.13	第2回次世代産業基盤技術シンポジウム	講演
7	ニッケル基超合金単結晶の方位制御	60. 5.16	日本鋳物協会第107回全国講演大会	研究発表
8	ニッケル基超合金の一方向凝固に対する二次元モデルによる熱解析	60. 6	鋳物 57 (1985) 6, 358	研究論文
9	セレクト法によるNi基超合金単結晶の方位制御	61. 5.11	日本鋳物協会第109回全国講演大会	研究発表
10	ニッケル基超合金の単結晶製造技術	61.11.11	第4回次世代産業基盤技術シンポジウム	講演
11	Ni基単結晶超耐熱合金のクリープ破断特性に及ぼす熱処理の影響	62.10. 9	日本鉄鋼協会第114回講演大会	研究発表
12	セレクト法によるNi基超合金単結晶の方位制御	63. 1	鋳物 60 (1988) 1, 32	研究論文
13	HIGH SPEED SINGLE CRYSTAL CASTING TECHNIQUE	63. 3.22	International Symposium on Basic Technologies for Future Industries	研究発表
14	鋳型引出し式一方向凝固における2段加熱の効果について	63. 5.26	日本鋳物協会第113回全国講演大会	研究発表
15	ガスタービンブレード超耐熱合金の開発動向	63. 7.19	日本金属学会 日本鉄鋼協会中国四国支部大会	研究発表
16	HIGH SPEED SINGLE CRYSTAL CASTING TECHNIQUE	63. 9.12	Proceeding of the Sixth International Symposium on Superalloys	研究発表
17	Ni基超合金の単結晶化技術とその強度	元. 3.23	第6回次世代産業基盤技術シンポジウム	講演
18	Ni基単結晶超耐熱合金のクリープ破断特性に及ぼす熱処理条件の影響	投稿中	鉄と鋼	研究論文
19	鋳型引出し式一方向凝固における二段加熱の効果	投稿中	鋳物	研究論文

成果発表一覧表

研究項目名：2.超塑性合金技術

(1)合金設計技術[耐熱強靱合金] (金属材料技術研究所)

元.3.31

発 表 題 目	発表年月日	発表場所	発表区分
1) Ni基超塑性合金の合金設計	昭和59年 1月	第2回次世代シンポジウム予稿集	研究論文
2) The Effect of γ' Volume Fraction on The Superplastic Behaviour of Nickel-base Superalloys	昭和60年 9月	超塑性国際会議 (ゲルノーブル)	
3) Alloy Design of Nickel-base Superalloys and Titanium Alloys	昭和60年 7月	Progress in Powder Metallurgy 41(1986) 531	
4) Ni基合金粉末のHIPの超塑性鍛造材の加工条件と特性	昭和61年 9月	鉄と鋼 72(1986) 1701	
5) Development of Nickel-base Superalloys in National Project in Japan	昭和61年10月	High Temperature Alloys for Gas Turbines and Other Application (1986) 945	
6) 耐熱強靱合金の合金設計技術	昭和61年11月	第4回次世代シンポジウム予稿集	
7) ゲートライジング法における押出条件と押出しに先立つHIPの効果	昭和61年11月	鉄と鋼 72(1986) 2256	
8) Effects of γ' -Phase Content in Rene-95 and Its Derivative Alloys on Parameters in Superplastic and Tensile Properties at 1030K (1) Superplasticities and Tensile Strengths of the Rods Extruded from HIP-Consolidated Alloy Powder	昭和62年10月	PM Aerospace Materials '87 (スイス)	
9) Effects of γ' -Phase Content in Rene-95 and Its Derivative Alloys on Parameters in Superplasticity and High Temperature Tensile Properties (2) Superplastic Forging of HIP-Consolidated Powder and Tensile Properties of Obtained Materials	昭和62年10月	PM Aerospace Materials '87 (スイス)	
10) Effects of Processing Factors on Mechanical Properties of "Pancake" Prepared by Hot Isostatic Pressing and Superplastic Forging from Nickel-base Alloy Powder	昭和62年11月	Trans. ISIJ 27(1987) 878	
11) Effects of Conditions of Hot Isostatic Pressing and Extrusion on Superplasticity of a Nickel-base Superalloys	昭和62年11月	Trans. ISIJ 27(1987) 884	
12) 粉末冶金法によるニッケル基合金の高温引張特性に与える溶体化処理の時間及び溶体化処理後の熱履歴の影響		鉄 と 鋼 印刷中	
13) 耐熱強靱合金合金設計技術	平成元年 3月	第6回次世代シンポジウム予稿集	
1) Ni基超耐熱合金の超塑性変形特性に及ぼす γ' 量の影響	昭和59年10月	日本金属学会 秋期大会	研究発表
2) Ni基超耐熱合金の超塑性変形特性に及ぼす押出加工条件の影響	昭和59年10月	日本金属学会 秋期大会	
3) Ni基耐熱合金の被削性	昭和59年10月	日本鉄鋼協会 第108回講演会	

成果発表一覧表

研究項目名：2.超塑性合金技術

(1)合金設計技術[耐熱強靱合金] (金属材料技術研究所)

元.3.31

発 表 題 目	発表年月日	発表場所	発表区分
4) Ni基超塑性合金の合金設計	昭和59年 1月	第2回次世代シンポジウム	研究発表
5) The Effect of γ' Volume Fraction on The Superplastic Behaviour of Nickel-base Superalloys	昭和60年 9月	超塑性国際会議 (グルノーブル)	
6) ニッケル基合金粉末HIP・超塑性鍛造した素形材の機械的特性に及ぼす加工条件の影響	昭和60年10月	日本鉄鋼協会 第110回講演会	
7) ゲートライジング法における押出工程の温度及びそれに先立って行なうHIPの効果	昭和61年 4月	日本鉄鋼協会 第111回講演会	
8) Ni基合金の超塑性及び760℃の強度に対する γ' 量の影響 (粉末HIP材を押出したものの超塑性と強度-I)	昭和61年10月	日本鉄鋼協会 第112回講演会	
9) Ni基耐熱鋳造合金の切削抵抗に及ぼす合金組成の影響	昭和61年10月	日本鉄鋼協会 第112回講演会	
10) 耐熱強靱合金の合金設計技術	昭和61年11月	第4回次世代シンポジウム	
11) Ni基合金の超塑性及び760℃の強度特性に対する γ' 量の影響 (粉末のHIP材及びその超塑性鍛造材の強度特性-II)	昭和62年 4月	日本鉄鋼協会 第113回講演会	
12) Ni基合金鋳造材, HIP材及び超塑性鍛造材の熱膨張挙動と高温強度に対する炭素含有量の影響	昭和62年 4月	日本鉄鋼協会 第113回講演会	
13) Effects of γ' -Phase Content in Rene-95 and Its Derivative Alloys on Parameters in Superplastic and Tensile Properties at 1030K (1) Superplasticities and Tensile Strengths of the Rods Extruded from HIP-Consolidated Alloy Powder	昭和62年10月	PM Aerospace Materials '87 (スイス)	
14) Effects of γ' -Phase Content in Rene-95 and Its Derivative Alloys on Parameters in Superplasticity and High Temperature Tensile Properties (2) Superplastic Forging of HIP-Consolidated Powder and Tensile Properties of Obtained Materials	昭和62年10月	PM Aerospace Materials '87 (スイス)	
15) 粉末冶金法で作製したNi基耐熱合金の高温強度に及ぼすB含有量の影響	昭和63年 3月	日本鉄鋼協会 第115回講演会	
16) 各種の方法で作製したニッケル合金の高温腐食性	昭和63年10月	第35回腐食防食討論会	
17) 粉末冶金法によるニッケル基合金の高温引張特性に与える溶体化処理の時間及び溶体化処理後の熱履歴の影響	昭和63年11月	日本鉄鋼協会 第116回講演大会	
18) 耐熱強靱合金合金設計技術	平成元年 3月	第6回次世代シンポジウム	

成果発表一覧表

研究項目名：2.超塑性合金技術

(1)合金設計技術[軽量強靱合金] (金属材料技術研究所)

元.3.31

発 表 題 目	発表年月日	発 表 場 所	発表区分
1) Design of Titanium Alloys	昭和59年 9月	Proc. of 5th Int. Conf. on Titanium, (1984) 1883.	研究論文
2) Ti基合金の合金設計	昭和59年11月	第2回次世代シンポジウム予稿集	
3) Alloy Design of Nickel-base Superalloys and Titanium Alloys	昭和60年 7月	Progress in Powder Metallurgy, 41(1986) 531.	
4) α - β 型チタン合金の引張特性に及ぼす β 安定化元素量の影響	昭和61年 2月	鉄と鋼, 72(1986) 284.	
5) Ti-Al-V 系合金の超塑性挙動に及ぼす α 相及び β 相の量比の影響	昭和61年 2月	鉄と鋼, 72(1986) 292.	
6) The Effect of Volume Fractions of α and β phases in Ti-Al-V Alloys on Superplastic Properties	昭和61年 4月	Trans. ISIJ, 26(1986) 322.	
7) Ni基超耐熱合金と超塑性Ti合金の設計	昭和61年 7月	金属材料技術研究所創立30周年記念講演会 概要集、p19.	
8) X-Ray Microanalysis for Alloy Design	昭和61年 8月	Advances in X-Ray Analysis, 30(1987) 67.	
9) Ni基超耐熱合金と超塑性Ti合金の電算機による合金設計と開発	昭和61年 8月	茨城県工業技術センター, '86最先端技術 講習会概要集	
10) 軽量強靱合金, 合金設計技術	昭和61年11月	第4回次世代シンポジウム予稿集	
11) 超塑性加工に適したTi合金の設計	昭和63年 1月	鉄と鋼, 74(1988) 123.	
12) Design of Superplastic Titanium Alloys Having Improved Strength-Density Ratio	昭和63年 6月	Proc. 6th World Conf. on Titanium, (1988).	
13) Penetration of Oxygen and Its Partitioning Between α and β Phases in Multi-Component Titanium Alloy During Superplastic Forming	昭和63年 6月	Proc. 1988 MRS Int. Meeting in Advanced Materials, (1988).	
14) The Effect of β -stabilizer Content on Tensile Properties of α - β Titanium Alloys	昭和63年 8月	Trans. NRIM, 30(1988) 57.	
15) Methods for Calculation of α - β Equilibria in Multi-Component Titanium Alloys	昭和63年10月	Trans. ISIJ, 28(1988) 802.	

成果発表一覧表

研究項目名：2.超塑性合金技術

(1)合金設計技術[軽量強靱合金] (金属材料技術研究所)

元. 3. 31

発 表 題 目	発表年月日	発 表 場 所	発表区分
16) Effects of Volume Fraction and Grain size on Creep Characteristic of α/β Titanium Alloys	平成元年 2月	ISIJ International 29(1989)165	研究論文
17) 軽量強靱合金合金設計技術	平成元年 3月	第6回次世代シンポジウム予稿集	
1) 「次世代制度」の金属材料 -Ti合金を中心として-	昭和58年 1月	チタニウム・ジルコニウム, 31(1983) 54.	総説・解説
2) 超塑性加工用チタニウム合金	昭和59年11月	工業材料, 32(1984) 26.	
3) 超塑性加工用チタン合金の設計	昭和60年11月	金属, No.11(1985) 14.	
4) 超塑性加工に敵したチタン合金の設計	昭和63年 7月	チタニウム・ジルコニウム, 36(1988) 14.	
1) Ti-6Al-4V系合金の超塑性特性に及ぼす α/β 比の影響	昭和59年 4月	日本金属学会 第94回大会	研究発表
2) Design of Titanium Alloys	昭和59年 9月	5th Int. Conf. on Titanium, Munich, (1984).	
3) EPMAデータを用いたTi合金の合金設計	昭和59年10月	日本金属学会 第95回大会	
4) Ti合金の強度と組織の関係	昭和59年10月	日本金属学会 第95回大会	
5) Ti合金の合金設計	昭和59年11月	第2回次世代シンポジウム	
6) 超塑性加工に適した比強度の高いTi合金の開発	昭和60年 4月	日本金属学会 第96回大会	
7) 超塑性加工に適した比強度の高いTi合金の開発	昭和60年 6月	第32回超塑性研究会、富山	
8) Ti-Al-V系合金の α 相及び β 相の量比の超塑性挙動に及ぼす効果	昭和60年10月	日本鉄鋼協会 第110回大会	
9) α/β 型Ti合金の強度に及ぼす β 安定化元素添加量の影響	昭和60年10月	日本鉄鋼協会 第110回大会	
10) X-Ray Microanalysis for Alloy Design	昭和61年 8月	Advances in X-Ray Analysis, 30(1987) 67.	
11) α 相及び β 相の量比を変えた一連のチタン合金のクリープ特性	昭和61年10月	日本鉄鋼協会 第112回大会	
12) 軽量強靱合金、合金設計技術	昭和61年11月	第4回次世代シンポジウム	

成果発表一覧表

研究項目名：2.超塑性合金技術

(1)合金設計技術[軽量強靱合金] (金属材料技術研究所)

元. 3. 31

発 表 題 目	発表年月日	発 表 場 所	発表区分
13) 超塑性加工に適したTi合金の設計	昭和62年 4月	日本鉄鋼協会 第113回大会	研究発表
14) Ti-Mo合金の相変態に及ぼす水素の影響	昭和62年 4月	日本金属学会 第100回大会	
15) Ti-Mo合金の引張特性に及ぼす水素の影響	昭和62年 4月	日本金属学会 第100回大会	
16) EPMAによる合金中の窒素及び酸素の濃度分布の測定	昭和62年 9月	第24回 X線分析討論会	
17) 次世代プロジェクトにおける比強度の高いTi基超塑性合金の設計	昭和62年 9月	第42回超塑性研究会、東京	
18) 多元系チタン合金における α - β 相平衡の計算法	昭和62年10月	日本金属学会 第101回大会	
19) α + β 型Ti合金設計支援エキスパートシステムの開発 (I)	昭和63年 4月	日本金属学会 第102回大会	
20) Design of Superplastic Titanium Alloys Having Improved Strength-Density Ratio	昭和63年 6月	6th World Conf. on Titanium, Cannes, (1988).	
21) Penetration of Oxygen and Its Partitioning Between α and β Phases in Multi-Component Titanium Alloy During Superplastic Forming	昭和63年 6月	1988 MRS Int. Meeting in Advanced Materials, Tokyo, (1988).	
22) 軽量強靱合金合金設計技術	平成元年 3月	第6回次世代シンポジウム	
23) Ti-Al-Sn-Zr-O 合金における α_2 相析出に関する熱力学的解析	平成元年 4月	日本鉄鋼協会第 117回講演大会	
24) 開発チタン基合金の高温低サイクル疲れ	平成元年 4月	日本鉄鋼協会第 117回講演大会	

超塑性 機構の基礎的研究

1. 成果発表

研究論文

番号	研究項目	掲載紙		発表年月日	備考
		名称	巻号等		
1	高速度工具鋼の再結晶による超微細結晶粒及びその応用	鉄と鋼	Vol. 71 No. 6	昭 60. 4	鳥阪、臼井、中沢
2	Ni基超耐熱合金Mod. IN-100粉末焼結材の加工性と静的再結晶	鉄と鋼	Vol. 72 No. 7	昭 61. 5	鳥阪、中沢、宮川
3	Ni基超耐熱合金Mod. IN-100粉末焼結材の結晶粒微細化を目的とした予加工条件	鉄と鋼	Vol. 72 No. 9	昭 61. 7	鳥阪、中沢、宮川
4	圧延による再結晶微細組織を有するNi基超耐熱合金Mod. IN-100粉末焼結材の超塑性挙動	鉄と鋼	Vol. 72 No. 10	昭 61. 8	鳥阪、中沢、宮川
5	δ/γ 二相ステンレス鋼の超塑性挙動	鉄と鋼	Vol. 73 No. 2	昭 62. 3	鳥阪、鈴木、渡辺 宮川
6	Ni基超耐熱合金Mod. IN-100粉末焼結材の超塑性ウォームダイ・パック鍛造	鉄と鋼	Vol. 73 No. 7	昭 62. 6	鳥阪、加藤、宮川
7	焼結Ni基超耐熱合金粉末押出し材の超塑性挙動と最適加工プロセス	鉄と鋼	Vol. 74 No. 1	昭 63. 1	鳥阪、宮川

番号	研 究 項 目	掲 載 紙		発表年月日	備 考
		名 称	巻 号 等		
7	Ni基超耐熱合金粉末の超塑性ウォームダイ・パック鍛造	鉄と鋼	Vol. 74 No. 11	昭 63.11	鳥阪、加藤、宮川
8	単相ステンレス鋼の再結晶および高温引張挙動	鉄と鋼		昭 63. 7 (投稿中)	鳥阪、鈴木、渡辺 宮川
9	Ni3Al合金の高温酸化性におよぼすY添加の影響	日本金属学会誌		昭 63.11 (投稿中)	落合、鈴木、小島 小林、鳥阪

番号	研究項目	掲載紙		発表年月日	備考
		名称	巻号等		
1	新機能材料について(Ⅰ)	配管技術協会誌	Vol. 22 No. 8	昭 57. 8	鳥阪
2	新機能材料について(Ⅱ)	配管技術協会誌	Vol. 22 No. 9	昭 57. 9	鳥阪
3	新機能材料について(Ⅲ)	配管技術協会誌	Vol. 22 No. 10	昭 57. 10	鳥阪
4	新機能材料について(Ⅳ)	配管技術協会誌	Vol. 22 No. 11	昭 57. 11	鳥阪
5	新機能材料について(完)	配管技術協会誌	Vol. 22 No. 12	昭 57. 12	鳥阪
6	最新塑性加工要覧	塑性と加工	16章加工熱 処理	昭 61. 9	関口、鳥阪
7	組織制御加工プロセス	日本金属学会報	Vol. 27 No. 6	昭 63. 6	鳥阪

研究発表

番号	研 究 項 目	発表機関名等	発表年月日	備 考
1	ハイスの超塑性	金属加工プロセス分科会 ー長岡技科大 (塑性加工学会)	昭59. 1	鳥阪
2	ハイスの超塑性現象とその利用	金属加工プロセス分科会 (塑性加工学会)	昭59. 9.21	鳥阪
3	超合金の結晶粒微細化条件 及びその超塑性挙動	第2回次世代産業基盤 技術シンポジウム	昭59.11.14	鳥阪
4	Ni基超耐熱合金Mod. IN-100粉末 焼結圧延材の加工性	超塑性研究会	昭59.11.19	鳥阪
5	Ni基超耐熱合金Mod. IN-100粉末 焼結材の結晶粒微細化を目的と したプリフォーム条件	日本鉄鋼協会第110回新 潟大会、討論会	昭60.10. 4	鳥阪、中沢、宮川
6	Ni基超耐熱合金Mod. IN-100 粉末焼結・圧延材の静的再 結晶と超塑性	CINO-JAPAN JOINT SYMPOSIUM ON SUPERPLASTICITY 1985, BEIJING (第1回)	昭60.10.15	鳥阪、中沢、宮川
7	Ni基超耐熱合金Mod. IN-100の押 出しによるプリフォーム条件と 超塑性	超塑性研究会(第34回)	昭60.11.11	鳥阪
8	超塑性の基礎的研究	第1回高性能結晶制御合 金総合調査研究委員会 (財、次世代協会)	昭61. 6.12	鳥阪

番号	研 究 項 目	発表機関名等	発表年月日	備 考
9	Gatorizing 加工法の限界に挑戦	金属加工プロセス分科会 ー立命館大学 (塑性加工学会)	昭61. 6.19	鳥阪
10	Ni基超耐熱合金Mod. 1N-100 の結晶粒微細化	第4回次世代産業基盤 技術シンポジウム	昭61.11.12	鳥阪
11	Ni基超耐熱合金Mod. 1N-100 粉末焼結材の結晶粒微細化 を目的とした予加工条件	第2回日中超塑性 シンポジウム	昭61.11.18	鳥阪、中沢、宮川
12	超塑性機構の基礎的研究	高性能結晶制御合金総合 金総合調査研究委員会 (財、次世代協会)	昭62. 6.11	鳥阪
13	Ni基スーパーアロイのプリフォ ーム技術と加工性	結晶制御合金次世代技術 調査委員会 (日本機械工業連合会)	昭62.12.16	鳥阪
14	超塑性を利用したNi基超耐熱合 金の加工技術	第11回S Tスクエアー (筑波) (財) 日本産業技術振興 協会	昭62.12.18	鳥阪
15	超塑性を利用したNi基超耐熱合 金の加工技術	第6回材料フォーラム (京都) 日本材料学会関西支部	昭63. 3.11	鳥阪
16	超塑性機構の基礎的研究	高性能結晶制御合金総合 調査研究委員会 (財、次世代協会)	昭63. 6.16	鳥阪

番号	研 究 項 目	発表機関名等	発表年月日	備 考
17	Ni基超耐熱合金粉末の新加工プロセス	日本鉄鋼協会第116回大阪大会、討論会	昭63.11. 3	鳥阪
18	オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304の高温特性に関する研究 (1)	機械技術研究所 研究発表会	平 1. 2.17	加藤、鳥阪
19	超塑性機構の基礎的研究 ——Ni基超耐熱合金Mod. IN- 100粉末焼結材の超塑性ウォーム ダイ・バック鍛造	高性能結晶制御合金総合 調査研究委員会 (財、次世代協会)	平 1 3.24	鳥阪

講演

番号	研 究 項 目	発表機関名等	発表年月日	備 考
1	材料の高度化	新金属加工プロセス技術 部会 (新素形材技術委員会)	昭59. 5. 25	鳥阪
2	材料の高度化	日本ベアリング工業会	昭60. 3. 27	鳥阪
3	高速度工具鋼の再結晶による超 微細結晶粒とその応用	筑波金属研究連絡会(第 18回)	昭60. 4. 8	鳥阪
4	機械金属材料の研究開発	新素形材の開発動向と今 後の課題 (素形材シンポジウム)	昭60. 6. 28	鳥阪
5	高速度工具鋼の超塑性化とその 応用	型材研究会(第280回) (竹内型材研究会)	昭60. 11. 18	鳥阪
6	高強度・難加工材の超塑性	新素材・新技術研究会 (特殊鋼通信社、シンカ ドエンジニアリング)	昭60. 12. 5	鳥阪
7	超塑性鍛造	素形材シンポジウム (財、素形材センター)	昭61. 7. 30	鳥阪
8	超塑性合金	新素材(合金)研究会 (福島県工業試験所)	昭62. 6. 26	鳥阪
9	Ni基スーパーアロイの超塑性	新材料フォーラム (名古屋) (財)中部科学技術セン ター	昭63. 2. 17	鳥阪

その他――新聞発表

番号	題 目	掲載新聞名	掲載年月日	備 考
1	高速度工具鋼に世界初の超塑性	日経産業新聞 (取材)	昭59.11. 1	鳥阪
2	鍛造加工ができる超高速度工具鋼	日刊工業新聞 (取材)	昭59.11. 1	鳥阪
3	既存材の特性を引き出す	日刊工業新聞 (取材)	昭60. 1.26	鳥阪
4	耐熱合金に超塑性	日経産業新聞 (取材)	昭60. 1.31	鳥阪
5	熱加工システム(上)	日経産業新聞 (投稿)	昭60. 3.26	鳥阪
6	熱加工システム(中)	日経産業新聞 (投稿)	昭60. 3.27	鳥阪
7	熱加工システム(下)	日経産業新聞 (投稿)	昭60. 3.28	鳥阪
8	ニッケル系超耐熱合金、通常鍛造装置で加工	日経産業新聞 (取材)	昭60.12.11	鳥阪
9	超塑性材料、恒温で鍛造	日刊工業新聞 (取材)	昭60.12.11	鳥阪
10	近づく超塑性合金時代	日経産業新聞 ハイテク教室 (投稿)	昭61. 1.13	鳥阪

番号	研 究 項 目	掲 載 紙		発表年月日	備 考
		名 称	巻 号 等		
1	ソフト指向形材料開発の エース”熱加工システム”	M & E (工業調査会)		昭57.10	鳥阪
2	未来を拓く材料技術 (鳥村正治編) ―――本	工業調査会	初版 4章 No. 5, 6	昭57.11.20	鳥阪
3	”熱加工システム”とその シミュレーション装置のソ フトとハード	金属 (アグネ)	Vol. 54 No. 2	昭59. 2	容貝、鳥阪、中沢 金戸、辻
4	The Workability of Powder-Consolidated Nickel-Base Superalloy Mod. IN-100	THCHNOCRAT	Vol. 17 No. 10	昭59.10	鳥阪
5	”熱加工システム”	日工マテリアル	Vol. 2 No. 10	昭59.10	鳥阪
6	材料の高度化のために	金属 (アグネ)	Vol. 54 No. 12	昭59.12	鳥阪
7	材料の高度化	日経ハイテク情 報 (日経産業研究 所)		昭60. 4	鳥阪
8	鍛造加工可能な高速度工具 鋼の開発	BOUNDAR Y	Vol. 1 No. 1	昭60. 5	鳥阪

番号	研 究 項 目	掲 載 紙		発表年月日	備 考
		名 称	巻 号 等		
9	超塑性	トリガー (日刊工業新聞社)		昭60. 6	鳥阪
10	新鉄鋼材料の評価手法と実際	インスベック (工業技術社)	超塑性鋼編	昭60.10	鳥阪
11	高速度工具鋼の超塑性化	日工マテリアル (日本工業新聞社)	Vol. 4 No. 5	昭61. 5	鳥阪
12	組織制御超塑性合金の最新の評価方法を探る	材料フォーラム (産業調査会)	Vol. 2 No. 7	昭61. 8	鳥阪
13	未来産業技術 VOL. IV ―――本	科学技術広報財団 「熱加工システム」		昭63. 7	鳥阪
14	Ni基超耐熱合金の超塑性	島津科学計測 ジャーナル	Vol. 1 No. 1	平 1. 3	鳥阪

その他――著書

番号	題 目	出 版 社		刊行年月日	備 考
		名 称	版		
1	素形材の高機能化をめざして――組織制御加工プロセス入門	産業図書 K. K	初版	昭 62.7. 9	宮川松男 監修 鳥阪泰憲 著
2	超耐熱・超塑性合金	冬樹社	初版	(投稿中)	宮川松男 監修 鳥阪泰憲 著

番号	研 究 項 目	発表機関名等	発表年月日	備 考
1	粒子分散強化合金（ODS）について、将来の動向	粒子分散強化（ODS）技術に関する調査 （財、次世代協会）	昭57. 3	鳥阪
2	超塑性の生じる機構及びその条件	結晶制御合金技術動向調査研究（昭56年度） （財、次世代協会）	昭57. 8	鳥阪
3	材料の高度化、ソフト指向型材料開発、“熱加工システム”の例	一貫融合加工システムに関する調査研究 （日本機械工業連合会、先端加工機械技術振興協会）	昭59. 7	鳥阪
4	新金属加工プロセス技術開発に関する提言	新素形材技術調査報告書（Ⅱ） （財、素形材センター）	昭59. 9	鳥阪
5	3 倍に伸びる超塑性高速度工具鋼 鍛造加工が可能。強度、じん性も向上	日経メカニカル	昭59.12.17	鳥阪
6	超塑性高速度工具鋼	新材料1984 東レリサーチセンター	昭60	鳥阪
7	High-Speed Tool Steel Having Recrystallized Hyperfine Grains and Its Application	Japan Materials News （技術情報サービス）	昭60. 2	鳥阪
8	加工熱処理の例	新素形材技術調査報告書（Ⅲ） （財、素形材センター）	昭60. 9	鳥阪

成果発表一覧集

研究項目：固液共存攪拌法による結晶粒微細化制御技術の開発

(研究機関名) 機械技術研究所

元. 3. 31

1) 研究論文

番号	研究項目	掲載紙		発表年月日	備考
		名称	巻、号等		
1	超塑性合金の高温引張挙動	機械技術研究所	Vol. 37, No. 5	昭和58年5月	市川 洸、木下好司 島村昭治
2	粘鋳法によるAl-Cu2元合金の結晶粒微細化	日本金属学会誌	Vol. 48, No. 6	昭和59年6月	市川 洸、木下好司 島村昭治
3	Al-Cu合金の粘鋳法における攪拌条件と結晶粒微細化	日本金属学会誌	Vol. 49, No. 8	昭和60年8月	市川 洸、石塚 哲 木下好司
4	Grain Refinement in Al-Cu Alloys by Rheocasting	Transactions of the Japan Institute of Metals	Vol. 26, No. 7	昭和60年7月	K. Ichikawa, Y. Kinoshita and S. Shimamura
5	高速回転攪拌凝固によるAl-Pb系合金の製造	日本金属学会誌	Vol. 49, No. 12	昭和60年12月	市川 洸・石塚 哲
6	粘鋳法による結晶粒微細化と高延性材料の製造	塑性と加工	Vol. 27, No. 302	昭和61年3月	市川 洸・石塚 哲・ 木下好司・中沢克紀
7	過共晶Al-Si合金の高速回転攪拌凝固における粘性とミクロ組織	日本金属学会誌	Vol. 50, No. 4	昭和61年4月	市川 洸・石塚 哲
8	Stirring Conditions and Grain Refinement in Al-Cu Alloys by Rheocasting	Transactions of the Japan Institute of Metals	Vol. 28, No. 2	昭和62年2月	K. Ichikawa, S. Ishizuka and Y. Kinoshita
9	Production of Al-Pb Alloys by Rheocasting	Transactions of the Japan Institute of Metals	Vol. 28, No. 2	昭和62年2月	K. Ichikawa and S. Ishizuka

10	Improvement of Microstructure in Hypereutectic Al-Si Alloys by Rheocasting	Transactions of the Japan Institute of Metals	Vol. 28, No. 5	昭和62年5月	K. Ichikawa and S. Ishizuka
11	高速回転攪拌凝固によるCu-Al-Fe合金のミクロ組織の均質化と機械的性質の改善	日本金属学会誌	Vol. 51, No. 11	昭和62年11月	市川 洸・石塚 哲
12	高速回転攪拌凝固によるCu-AlおよびCu-Si 2元合金のミクロ組織の均質化と機械的性質の改善	日本金属学会誌,	Vol. 52, No. 1	昭和63年11月	市川 洸・石塚 哲
13	高速回転攪拌凝固したAl-Cu, Bi-SnおよびBi-Pb共晶合金のミクロ組織と機械的性質	日本金属学会誌	Vol. 52, No. 6	昭和63年6月	市川 洸・石塚 哲
14	Modification of Hypoeutectic Al-Cu, Al-Si and Al-Ni Alloys by Rheocasting	Transactions of the Japan Institute of Metals	Vol. 29, No. 7	昭和63年7月	K. Ichikawa, S. Ishizuka and Y. Kinoshita
15	高速回転攪拌凝固によるRené95系Ni基超合金のミクロ組織の均質化と高温引張特性の改善	日本金属学会誌	Vol. 53, No. 2	昭和64年2月	市川 洸、石塚 哲、遠北正和、木下好司、加藤正仁

2) 総説・解説

番号	研究項目	掲載誌		発表年月日	備考
		名称	巻、号等		
1	レオキャスト法と粘鋳技術	塑性と加工	Vol. 25, No. 286	昭和59年11月	市川 洸
2	粘鋳法による結晶粒微細化技術	第2回次世代産業基盤技術シンポジウムー金属・複合材料技術	予稿集No. 267	昭和59年11月	市川 洸
3	レオカスト	素形材技術調査報告(Ⅰ)	凝固制御・凝固加工技術	昭和59年11月	市川 洸
4	レオカスト	素形材技術調査報告(Ⅱ)	凝固制御・凝固加工技術	昭和61年6月	市川 洸

5	粘鋳法とNi基超合金、第4回次世代産業基盤技術シンポジウム	金属・複合材料技術－予稿集	123頁	昭和61年11月	市川 洸
6	レオキャスト技術の現状	鉄と鋼、	Vol.74, No.1	昭和63年1月	市川 洸
7	半凝固加工技術の現状と課題	熱処理	Vol.28, No.4	昭和63年4月	難波明彦・市川 洸
8	半凝固加工加工プロセスの研究開発動向	金属	54～62頁	昭和64年2月	難波明彦・市川 洸
9	レオキャスト法の最近の動向	素形材	Vol.30, No.2	昭和64年2月	市川 洸

3) 研究発表

番号	研究題目	発表機関名等	発表年月日	備考
1	高速回転攪拌凝固による粒子分散強化銅の製造	日本金属学会熊本大会	昭和62年10月	遠北正和、市川 洸、氏原 誠、岩永真一郎
2	粘鋳法によるCu-Al-Fe合金の製造	日本金属学会熊本大会	昭和62年10月	市川 洸、石塚 哲
3	レオキャスト法と粘鋳技術	日本鉄鋼協会北海道支部素材製造技術分科会	昭和63年7月	市川 洸

4) 講演

番号	研究題目	発表機関名等	発表年月日	備考
1	粘鋳法による結晶粒微細化技術	第2回次世代産業基盤技術シンポジウム－金属・複合材料技術－予稿集267頁	昭和59年11月	市川 洸
2	レオキャスト・チクソキャスト・コンボキャスト・半熔融精錬	素形材シンポジウム「凝固制御・凝固加工技術開発の現状と今後の課題」	昭和61年3月	市川 洸

3	レオカスト	素形材シンポジウム「凝固制御・凝固加工技術	昭和61年9月	市川 洸
4	粘鑄法とNi基超合金	第4回次世代産業基盤技術シンポジウム－金属・複合材料技術－予稿集123頁	昭和61年11月	市川 洸
5	新機能性金属材料の創製	第3回先端技術フォーラム、機械技術協会	昭和62年11月	市川 洸
6	レオキャスト法と粘鑄技術	第87回塑性加工懇談会「半熔融金属の加工技術」	昭和62年11月	市川 洸
7	レオキャスト技術の現状	日本鉄鋼協会主催研究問題懇談会	昭和63年3月	市川 洸
8	粘鑄法による新合金の創製	第20回機械技術研究所講演会	昭和63年10月	市川 洸

成果発表一覧集

研究項目： 高温成形用型技術の研究 (研究機関名) 機械技術研究所

元 . 3.31

1) 研究論文

番号	研究題目	掲載紙		発表年月日	備考
		名称	巻、号等		
1	アルミニウムおよび銅粉末圧密体の熱間押出しにおける加工力と変形	日本金属学会誌	Vol.47. No.3	昭和58.3	大内・高橋
2	軸状突起付きディスク状部品成形における力学的諸特性の検討	機械技術研究所所報	Vol.37. No.4	昭和58.7	大内・中沢・松野
3	恒温鍛造技術の現状と問題点	機械技術研究所所報	Vol.37. No.6	昭和58.11	大内・中沢・松野
4	封入法による異形断面棒の押出し	塑性と加工	Vol.25. No.286	昭和59.11	大内・高橋
5	恒温鍛造用型材料の高温特性	塑性と加工	Vol.26. No.296	昭和60.9	大内・中沢・松野
6	Extrusion of Sections by Immuring Technique (in Chinese)	上海模具技術研究所報告	上海交通大学	昭和61.10	大内・高橋
7	State-of-Technology in Isothermal Forging (in Chinese)	上海模具技術研究所報告	上海交通大学	昭和61.10	大内・中沢・松野
8	高温成形用型技術	第四回次世代シンポジウム	材料技術論文集	昭和61.11	大内
9	閉塞鍛造時のフィン発生挙動の解析	機械技術研究所所報	Vol.41. No.3	昭和62.3	大内
10	チタン、ニッケル基合金のリング圧縮試験 -恒温鍛造技術の研究-	塑性と加工	Vol.28. No.316	昭和62.5	大内・中沢

11	ニッケル基超合金 Mod. IN-100 のディ スク成形加工 - 恒温鍛造技術の研究 - 本論文は、日本塑性加工学会学会賞、 論文賞（平成元年度）を授賞した。	塑性と加工	Vol. 29, No. 326	昭和 63. 3	大内・中沢・松野
12	Load and Material Flow in Hot Extrusion of Aluminium and Copper Powder Compacts	Bulletin of Mech. Eng. Lab.	No. 50	昭和 63	大内・高橋
13	恒温圧延技術の現状と問題点	機械技術研究 所所報		昭和 63	堀端・大内
14	Forging of Nickel-base Superalloy Mod. IN-100	Trans. Jpn. Inst. Metal	Vol. 30, No. 1	昭和 64. 1	大内・中沢・松野

2) 総説・解説

番号	研究題目	掲載紙		発表年月日	備考
		名称	巻、号等		
1	超塑性材料の恒温鍛造技術	金属	Vol. 54, No. 7	昭和 59. 7	大内
2	次世代金属材料開発における材料 試験評価システムの現状	材料試験技術	Vol. 33, No. 2	昭和 63. 4	大内・松野

3) 研究発表

番号	研究題目	発表機関名等	発表年月日	備考
1	金属粉末の熱間押出しにおける加工力と変形	機械技術研究所研究発表会	昭和57.6	大内・高橋
2	等温超塑性鍛造成形法(1)	機械技術研究所研究発表会	昭和57.11	大内・中沢・松野
3	高温成形用型技術	高温成形用型技術調査報告書 ((財) 総合鋳物センター)	昭和58.1	大内・松野
4	等温超塑性鍛造成形法(2)	機械技術研究所研究発表会	昭和58.4	大内・中沢・松野
5	恒温鍛造技術の現状と問題点	機械技術研究所研究発表会	昭和58.7	大内・中沢・松野
6	恒温鍛造用型技術の研究(1)	第34回塑性加工連合講演会 講演論文集	昭和58.10	大内・中沢・松野
7	恒温鍛造用型技術の研究(2)	第35回塑性加工連合講演会 講演論文集	昭和58.10	大内・中沢・松野
8	高温成形用型技術	高温成形用型技術調査報告書 ((財) 総合鋳物センター)	昭和59.1	大内
9	我が国における金属材料 評価設備	金属材料設備報告書 ((財) 素形材センター)	昭和60.1	大内
10	超塑性鍛造シミュレーション技術	鍛造シミュレーション報告書 (日本塑性加工学会)	昭和60.1	大内
11	恒温鍛造用型材料の高温特性	機械技術研究所研究発表会	昭和60.6	大内・中沢
12	Extrusion of Sections by Immuring Technique	Annual Report of JSTP (日本塑性加工学会)	昭和60.6	大内・高橋
13	恒温鍛造用型技術の研究(3)	第36回塑性加工連合講演会 講演論文集	昭和60.10	大内・中沢

14	超塑性鍛造シミュレーション技術	鍛造シミュレーション報告書 (日本塑性加工学会)	昭和61.1	大内
15	超塑性鍛造における熱処理技術	超塑性鍛造における熱処理調査報告書((財)素形材センタ)	昭和61.2	大内
16	チタン合金及びニッケル基合金のリング圧縮試験	昭和61年度塑性加工 春季講演会講演論文集	昭和61.5	大内・中沢
17	閉塞鍛造時のフィン発生挙動の解析	昭和61年度塑性加工 春季講演会講演論文集	昭和61.5	清水・大内
18	高温成形用型技術の研究	高性能結晶制御合金総合調査委員会	昭和61.6	大内
19	塑性加工シミュレータの開発(1)	機械技術研究所研究発表会	昭和61.7	清水・大内
20	塑性加工シミュレータの開発(2)	機械技術研究所研究発表会	昭和61.12	清水・大内
21	モデル実験によるシミュレーション	日本塑性加工学会鍛造分科会 第43回研究集会	昭和62.2	大内
22	新素材データベース用 キーワード集	((財)素形材センタ)	昭和62.3	大内
23	チタン・ニッケル基合金の リング圧縮試験	機械技術研究所研究発表会	昭和62.5	大内・中沢・松野
24	恒温鍛造用型技術の研究(4)	昭和62年度塑性加工 春季講演会講演論文集	昭和62.5	大内・中沢・松野
25	高温成形用型技術の研究	高性能結晶制御合金総合調査委員会	昭和62.6	大内
26	Study on Isothermal Forging	神戸国際シンポジウム	昭和63.3	大内
27	恒温鍛造技術の研究 －超合金のディスク成形加工－	機械技術研究所研究発表会	昭和63.5	大内・松野

28	恒温鍛造用型技術	型技術、Vol.3.No.7	昭和63.6	大内
29	高温成形用型技術	高性能結晶制御合金総合調査委員会	昭和63.6	大内
30	有限要素法によるリジューシング加工の解析	機械技術研究所研究発表会	昭和63.9	清水・大内
31	恒温圧延の現状と問題点	機械技術研究所研究発表会	昭和63.9	堀端・大内・佐野
32	有限要素法によるリジューシング加工の解析	第39回塑性加工連合講演会講演論文集	昭和63.10	清水・大内
33	型鍛造解析に対する汎用有限要素法コードの適用例(その1)	第39回塑性加工連合講演会講演論文集	昭和63.10	大内・小林・立石
34	型鍛造解析に対する汎用有限要素法コードの適用例(その2)	第39回塑性加工連合講演会講演論文集	昭和63.10	大内・佐々木・立石

4) 講演

番号	研究題目	発表機関名等	発表年月日	備考
1	恒温鍛造技術	筑波金属研究連絡会	昭和60.4	大内
2	新材料の塑性加工技術の動向	筑波機械加工フォーラム (日刊工業新聞)	昭和61.9	大内
3	新金属材料の塑性加工技術	岐阜テクノソサエテータ技術講演会	昭和61.11	大内
4	シンポジウム 型コストの低減技術	素軽材センター、型技術協会主催	昭和63.7	大内・松野
5	恒温鍛造用型材料と高温特性	日本鉄鋼協会 第11回チタン材料研究会	昭和63.12	大内

5) その他

番号	研究題目	発表機関名等	発表年月日	備考
1	超塑性合金	日工マテリアル, Vol.1.1, No.5.	昭和58.10	大内
2	難加工材の超塑性加工	日工マテリアル, Vol.3, No.1	昭和60.1	大内
3	新しい鍛造技術とその型材料	プレス技術, Vol.26, No.2	昭和63.2	大内
4	超耐熱合金を鍛造加工、セラミックス型材で成功	日本工業新聞	昭和63.8.18	大内・中沢
5	同上	材料フォーラム, 1988.10	昭和63.10	大内・中沢
6	同上	テックグラム・ジャパン (日商岩井データベース)	昭和64.1	大内・中沢

研究項目名 : 超合金微粒粉末製造技術

研究機関名 : 大同特殊鋼株式会社

1. 成果発表

題 目	発 表 年 月 日	発 表 場 所	発表区分
Ni基超合金粉末の組織微細化に及ぼす噴霧条件の影響	1983. 04.	第105回(春期)講演大会 (社団法人 日本鉄鋼協会)	研究発表
遠心アトマイズした超合金粉末の性状について	1983. 07.	電気製鋼 第54巻 第3号 (大同特殊鋼㈱電気製鋼研究会)	研究論文
MERL76微粒粉末の超塑性特性	1985. 01. 28	超塑性研究会 (超塑性研究所)	研究発表
Ni基超合金粉末の組織微細化に及ぼす噴霧条件の影響	1985. 06	鉄と鋼 第71年 第6号 (社団法人 日本鉄鋼協会)	研究論文
Characteristics of Superalloy Powder Produced by Rapid-Quench Atomization Process.	1985. 07. 16	1985 Annual Powder Metallurgy Conference (San Francisco) Metal Powder Industries Federation	研究発表
遠心噴霧実証装置により試作した粉末の特性について	1986. 11. 11	第4回次世代産業基板技術シンポジウム (財)次世代金属・複合材料研究開発協会 (財)日本産業技術振興協会	研究発表
遠心噴霧法による超合金粉末の諸特性	1987. 10.	電気製鋼 第58巻 第4号 (大同特殊鋼㈱電気製鋼研究会)	研究論文
急速凝固超合金粉末の開発	1987. 11	素形材 昭和63年1月号 (財団法人 素形材センター)	その他
超合金粉末について	1987. 12. 07	日本塑性加工学会 金属加工プロセス分科会	研究発表
超合金微粒粉末製造技術	1989. 3. 23	第6回次世代産業基板技術シンポジウム (財)次世代金属・複合材料研究開発協会 (財)日本産業技術振興協会	研究発表

2. 表彰

1989年4月 社団法人日本金属学会より、本研究開発の成果をはじめとする功労が認められ加藤哲男が栄誉ある「日本金属学会 谷川・ハリス賞」を受賞した。

成果発表一覧表

「高性能結晶制御合金」

2. 超塑性合金製造技術

研究項目名：(2)超合金粉末を利用した超塑性加工法

(研究機関名) (株) 神戸製鋼所

平成元年3月31日

項 目	発表年月日	発表場所 (誌名、巻、号数等)	発表区分
1)結晶粒微細化技術と超塑性	昭和58年 7月 5日	第1回次世代産業基盤技術シンポジウム、予稿集 P.43	研究発表
2)粉末冶金によるNi基超合金の結晶粒微細化及び超塑性特性	昭和58年10月 6日	日本鉄鋼協会、第106回講演大会 「鉄と鋼」Vol.69, No.13(1983)S1147	研究発表
3)微細結晶粒粉末Ni基超合金の超塑性挙動	昭和59年 4月 1日	日本鉄鋼協会、第107回講演大会 「鉄と鋼」Vol.70, No. 5(1984)S681	研究発表
4)Ni基超合金の超塑性鍛造に関する研究 (I) HIPによるNi基超合金超塑性鍛造素材の製作	昭和59年10月19日	日本塑性加工学会、第35回塑性加工連合講演会 講演論文集 P.45	研究発表
5)Ni基超合金の超塑性鍛造に関する研究 (II) モデル材料による超塑性鍛造時の変形解析	昭和59年10月19日	日本塑性加工学会、第35回塑性加工連合講演会 講演論文集 P.49	研究発表
6)Ni基超合金の超塑性鍛造に関する研究 (III) 超塑性鍛造装置の試作と2,3の鍛造実験結果	昭和59年10月19日	日本塑性加工学会、第35回塑性加工連合講演会 講演論文集 P.53	研究発表
7)Isothermal Forging of P/M Superalloy	昭和59年11月12日	International Conference "PM Aerospace Materials '84" (Berne, Switzerland). Metal Powder Report	研究発表
8)Isothermal Forging of P/M Superalloy	昭和59年12月 8日	日本金属学会、米国AIME、日本学振123委員会 日米超耐熱合金会議 (静岡、富士教育研修所)	ポスターセッション
9)新しい熱間等方圧成形法 (HIP)	昭和60年 6月 4日	(株)ジャパン・リサーチ・コーポレーション 粉末冶金のハイテクに関するセミナー	講演
10)Isothermal Forging of As-HIPed Superalloy	昭和60年 7月16日	Metal Powder Industries Federation (MPIF) American Powder Metallurgy Institute (APMI) 1985 Annual Powder Metallurgy Conference, U.S./Japan Symposium "Progress in Powder Metallurgy" Vol.41, P.497-508	研究発表

成果発表一覧表

「高性能結晶制御合金」

2.超塑性合金製造技術

研究項目名：(2)超合金粉末を利用した超塑性加工法

(研究機関名) (株) 神戸製鋼所

平成元年3月31日

項 目	発表年月日	発表場所 (誌名、巻、号数等)	発表区分
11)H I Pにより成形した粉末超合金の超塑性挙動と高温引張特性	昭和60年10月 4日	日本鉄鋼協会、第110回秋季講演大会 「鉄と鋼」Vol.71, No.13(1985)P.397	研究発表
12)H I Pによる新素材の製造	昭和60年10月 8日	日本塑性加工学会、第100回塑性加工シンポジウム 講演概要集 P.45	講演
13)N i 基超合金製ボス付ディスク	昭和60年10月28日	日本経済新聞社、' 8 5新素材展	展示
14)N i 基超合金粉末を利用した超塑性加工法	昭和60年10月31日	第3回次世代産業基盤技術シンポジウム、予稿集 P.199	研究発表
15)I N I O O製超塑性鍛造ディスクの機械的特性	昭和60年11月12日	粉体粉末冶金協会、昭和60年度秋季大会 講演概要集 P.44-45	研究発表
16)H I P処理したN i 基超合金粉末材の超塑性変形挙動	昭和61年 3月	日本塑性加工学会、 「塑性と加工」Vol.27, No.302 (1986-3) P.397-402	研究論文
17)N i 基超合金製ボス付ディスク超塑性鍛造	昭和61年 3月	日本塑性加工学会、 「塑性と加工」Vol.27, No.302 (1986-3) P.429-434	研究論文
18)粉末スーパーアロイ	昭和61年 4月 9日	(株)ジャパン・リサーチ・コーポレーション 第2回粉末冶金のハイテクに関するセミナー P.1-9	講演
19)粉末冶金によるN i 基超合金の再結晶および超塑性挙動	昭和61年 6月	粉体粉末冶金協会、 「粉体および粉末冶金」Vol.33, No.4 (1986) P.193-198	研究論文
20)H I P法による粉末超合金	昭和61年 6月26日	日本金属学会、第V総合分科会シンポジウム P.5-8	講演
21)N i 基超合金ボス付ディスクの超塑性鍛造	昭和61年11月14日	日本材料学会、第35期第3回塑性加工委員会	研究発表
22)N i 基超合金ボス付ディスクの超塑性鍛造	昭和62年 4月 4日	第39回超塑性研究会	研究発表
23)粉末N i 基超合金製ディスクの機械的性質	昭和62年 7月	「神戸製鋼技報」 Vol.37, No.3 (1987) P.11-14	研究論文

成果発表一覧表

「高性能結晶制御合金」

2.超塑性合金製造技術

研究項目名：(2)超合金粉末を利用した超塑性加工法

(研究機関名) (株) 神戸製鋼所

平成元年3月31日

項 目	発表年月日	発表場所 (誌名、巻、号数等)	発表区分
24) N i 基超合金の大径ディスクの超塑性鍛造	昭和62年 9月11日	日本鉄鋼協会、第86回圧延理論部会	研究発表
25) H I P 成形した超合金複合材の超塑性挙動および機械的特性	昭和63年 5月17日	粉体粉末冶金協会、昭和63年度春季大会 講演概要集 P.144-145	研究発表
26) 超塑性鍛造した超合金複合ディスクの機械的特性	昭和63年 5月17日	粉体粉末冶金協会、昭和63年度春季大会 講演概要集 P.146-147	研究発表
27) 超合金アトマイズ粉末の製造技術と粉末の超塑性鍛造への応用	昭和63年 8月	素形材センター. 「素形材」Vol.29, No.10 (1988) P.1-7	研究論文
28) H I P 処理した N i 基超合金粉末材の超塑性変形挙動	平成元年 1月	「神戸製鋼技報」Vol.39, No.1 (1989) P.93-96	研究論文
29) デュアルプロパティディスク	平成元年 6月	バリ、 エアーショー	展示予定

成果発表一覧表

研究題目名：CIP (カ-プレス) 技術

題 目	発表年月日	発 表 場 所 (誌名・巻, 号数等)	発表区分
高圧CIPによるプリフォーム成形	59.11.16	次世代シンポジウム	研究発表
P/M Ni基超合金IN100の超塑性	59.11.17	粉体粉末冶金協会, 昭和59年度秋季大会 (概要集, P. 56)	研究発表
予歪付加を行ったTMP-3粉末HIP材の高温特性	61.10.21	日本鉄鋼協会, 第112回講演大会 (vol. 72, No 13, S1598)	研究発表
Ni基超合金粉末の超塑性促進処理技術	61.11.12	次世代シンポジウム	研究発表
粉末冶金Ni基超合金の超塑性鍛造改善技術	62. 2.25	住友電気 (第130号, P. 121)	研究論文
Superplasticity of HIPped PM Superalloys made from attrited prealloy powder	62.10.13	1988 International Powder Metallurgy Conference	研究発表

成果発表一覧表 (1)

研究項目名：軽量強靱合金微粒粉末超塑性技術（研究機関名）三菱金属㈱

1.05.17

題 目	発表年月日	発 表 場 所	発表区分
チタン合金の粉末と超塑性	1983. 7. 5	第1回次世代産業基盤技術シンポジウムー金属・複合材料技術ー 予稿集 p.49-59 (大手町 農協ホール)	研究発表
Superplastic Forging of Hip'ed Ti-6Al-4V Alloy Preforms	1984. 9.10-14	Fifth International Conference on Titanium (Munich, FRG)	研究発表
プラズマビーム回転法によるチタン合金粉末の製造とその特性 について	1984.11.16	粉体粉末冶金協会秋季講演会 (東京, 早稲田大学)	研究発表
プラズマビーム遠心アトマイズ法によるチタン合金粉末の製造 とその特性	1985. 4. 2	日本鉄鋼協会第109回講演会 (東工大)	研究発表
Isothermal Forging of HIPed Titanium Alloy Preforms	1985. 7.10-14	Annual Powder Met. Conf. US/Japan Joint Symposium on High Performace Powder Metallurgy Alloys (San Fransisco, Calif. USA)	研究発表
チタン系材料の超塑性と加工	1985.10. 4	日本鉄鋼協会第110回秋季講演大会 討論会「最近の超塑性利用技術」 (新 潟) p.145-148	講演 総説・解説
軽量強靱合金の超塑性鍛造	1985.10.31	第3回次世代産業基盤技術シンポジウムー金属・複合材料技術ー 予稿集, p.211-222 (東京商工会議所)	研究発表 研究論文
Superplastic Forging of HIP'ed Ti-6Al-4V Alloy Preforms	1985	"Titanium, Science and Technology" p.673-680	研究論文

成果発表一覧表 (2)

研究項目名：軽量強靱合金微粒粉末超塑性技術（研究機関名）三菱金属㈱

1.05.17

題 目	発表年月日	発 表 場 所	発表区分
チタン合金の超塑性	1986. 3	塑性と加工, 27-302, p. 339-344	総説・解説
粉末チタン合金	1986. 5	粉末ハイテクセミナー	講演
微細結晶粒焼結チタン合金	1986. 6. 26	日本金属学会シンポジウム「焼結高性能合金」 (東京, 科学技術庁金属材料研究所)	講演
焼結チタン合金の圧縮超塑性特性	1986. 11. 22	第37回塑性加工連合講演会 (横浜, 慶応義塾大学理工学部) 講演論文集 p. 117-120	研究発表 研究論文
Isothermal Forging of HIPed Titanium Alloy Preforms	1986	Progress in Powder Metallurgy, 41, p. 509-518	研究論文
加工プロセスと材料特性	1987. 2. 6	塑性加工学会 鍛造分科会 (愛知県中小企業センター)	講演
チタン合金の恒温鍛造	1987. 2. 13	塑性加工学会 金属加工プロセス分科会 (筑波 機械技術研究所)	講演
チタン合金粉末焼結体の超塑性鍛造	1988. 3. 24	次世代産業技術国際シンポジウムー材料と技術革新ー P. 201-203 (神戸国際会議場)	研究発表
Isothermal Forging of HIP'ed Titanium Alloy GT-9 and GT-33	1988. 6. 6-9	Sixth World Conference on Titanium (Cannes, France)	研究発表

成果発表一覧表（3）

研究項目名：軽量強靱合金微粒粉末超塑性技術（研究機関名）三菱金属㈱

1.05.17

題 目	発表年月日	発 表 場 所	発表区分
Ti合金ディスクの恒温鍛造	1988. 10. 26	第39回塑性加工連合講演会 講演論文集 p. 415-418 (横浜, 東工大長津田キャンパス)	研究発表 研究論文
Isothermal Forging of HIP'ed Titanium Alloy GT-9 and GT-33	to be published	Preceedings of 6th World Conference on Titanium	研究論文
Ti合金HIP材の超塑性鍛造	1989. 3. 24	第6回次世代産業基盤技術シンポジウム —金属・複合材料技術 予稿集 P179-191	研究発表 研究論文

成果発表一覧表 (1 / 3)

研究項目名：高性能結晶制御合金の研究開発 2.超塑性合金技術 (3)超塑性合金製造技術 5)薄膜材の超塑性 ((株)日立製作所)

元.3.31

題 目	発 表 年 月 日	発 表 場 所	発表区分等
液体急冷法で製作したNi基及びCo基超合金の組織と機械的性質	昭和58年4月1日	日本金属学会昭和58年度春期大会 (講演概要集P239)	研究発表
液体急冷法で製作した超合金リボンの超塑性挙動	昭和59年4月3日	日本金属学会昭和59年度春期大会 (講演概要集P267)	研究発表
超合金の急速凝固薄膜材の組織と機械的性質	昭和59年7月9日	日本鉄鋼協会鉄鋼基礎共同研究会鉄鋼の急速凝固部会	研究発表
Mechanical Properties and Microstructure of Melt-Spun Superalloy Ribbons	昭和59年10月10日	5th International Symposium on Superalloys.	研究発表
Mechanical Properties and Microstructure of Melt-Spun Superalloy Ribbons	昭和59年10月	SUPERALLOYS 1984 P477 (Proceedings of the 5th International Symposium on Superalloys sponsored by the High Temperature Alloys Committee of TMS of AIME.)	研究論文
難加工材の新成形法—微細結晶粒超合金—	昭和59年11月12~17日	(株)日立製作所技術展 (東京・科学技術館)	その他(展示)
超合金薄膜材の組織と機械的特性	昭和59年11月14日	第2回次世代産業基盤技術シンポジウム—金属・複合材料技術— (予稿集 P285)	研究発表
Microstructure and Superplasticity of Melt-Spun Superalloy Ribbons	昭和59年12月8日	日米超耐熱合金会議 (静岡・富士教育研修所)	その他(ポスター)
Microstructure and Superplasticity of Melt-Spun Superalloy Ribbons	昭和59年12月	SUPERALLOYS P223 (PROCEEDINGS OF JAPAN-US SEMINAR ON SUPERALLOYS)	研究論文

成果発表一覧表 (2 / 3)

研究項目名：高性能結晶制御合金の研究開発 2.超塑性合金技術 (3)超塑性合金製造技術 5)薄膜材の超塑性 ((株)日立製作所)

元.3.31

題 目	発 表 年 月 日	発 表 場 所	発表区分等
Mechanical Properties and Microstructure of Melt-Spun IN738LC, Rene80 and FSX414 Superalloy Ribbons	昭和60年7月16日	1985 Annual Powder Metallurgy conference, U.S./Japan Symposium sponsored by MPIF and APMI.	研究発表
Ni基超合金薄帯の超塑性現象	昭和60年10月15日	第1回日中超塑性シンポジウム (中日超塑性学術論文集P50)	研究発表
The Superplasticity of Melt-Spun Ni-base Superalloy Ribbons	昭和61年10月8日	1986 TMS-AIME Fall Meeting at Orlando, Florida, U.S.A.	研究発表
薄膜材の超塑性現象	昭和61年11月11日	第4回次世代産業基盤技術シンポジウムー金属・複合材料技術ー (予稿集 P173)	研究発表
超塑性を示す薄膜材を利用した超合金の固相接合	昭和62年9月21日	第42回超塑性研究会	研究発表
Rapid Solidification Structures of Ni-base Superalloy Ribbons Produced by Twin-roll Process	昭和62年10月15日	Transactions ISIJ, Vol.28, 1988(645)	研究論文
急速凝固リボンを利用したNi基超合金の固相接合	昭和62年11月19日	(社)溶接学会第10回界面接合研究委員会	研究発表
急速凝固ニッケル基超合金リボンの超塑性現象	昭和63年2月9日	日本鉄鋼協会鉄鋼基礎共同研究会鉄鋼の急速凝固部会	研究発表
急速凝固ニッケル基超合金リボンの超塑性現象及びその応用	昭和63年3月24日	次世代産業技術国際シンポジウムー材料と技術革新ー (予稿集 P222)	研究発表

成果発表一覧表 (3 / 3)

研究項目名：高性能結晶制御合金の研究開発 2.超塑性合金技術 (3)超塑性合金製造技術 5)薄膜材の超塑性 ((株)日立製作所)

元.3.31

題 目	発 表 年 月 日	発 表 場 所	発表区分等
Ni基超合金の接合強度に及ぼす接合条件およびインサート材炭素量の影響	平成1年4月(予定)	(社)溶接学会溶接学会論文集 (投稿中)	研究論文
Application of Melt-Spun Superalloy Ribbons to Solid phase Diffusion Welding for Ni-base Superalloy	昭和63年9月22日	6th International Symposium on Superalloys.	研究発表
Application of Melt-Spun Superalloy Ribbons to Solid phase Diffusion Welding for Ni-base Superalloy	昭和63年9月22日	SUPERALLOYS 1988 P765 (Proceedings of the 6th International Symposium on Superalloys sponsored by the High Temperature Alloys Committee of TMS of AIME.)	研究論文
双ロール法で作製した超合金リボンの機械的性質とその応用	昭和63年10月21日	日本鉄鋼協会鉄鋼基礎共同研究会鉄鋼の結晶粒微細化部会	研究発表
Ni基超合金リボンの超塑性現象と固相拡散接合インサート材への応用	平成1年3月24日	第4回次世代産業基盤技術シンポジウムー金属・複合材料技術ー	研究発表
双ロール法で作製したNi基超合金リボンの凝固組織とその数値解析	平成1年9月(予定)	日本鉄鋼協会鉄鋼の急速凝固部会活動報告書	研究論文
急速凝固Ni基超合金リボンの超塑性現象と固相拡散接合用インサート材への応用	平成1年9月(予定)	日本鉄鋼協会鉄鋼の急速凝固部会活動報告書	研究論文
		以上	

成果発表一覧表

研究項目名：3. 粒子分散強化合金技術

(1) 合金設計技術（金属材料技術研究所）

元. 3. 31

発 表 題 目	発表年月日	発 表 場 所	発表区分
1) 単結晶合金技術と粒子分散強化合金技術	昭和58年 3月	日刊工業新聞社主催・シンポジウム	研究論文
2) 粒子分散強化Ni基超合金の合金設計	昭和59年11月	第2回次世代シンポジウム予稿集	
3) 高性能結晶制御合金プロジェクトにおける合金設計技術	昭和60年10月	第3回次世代シンポジウム予稿集	
4) Ni基超耐熱合金と超塑性Ti合金の設計	昭和61年 7月	金材技研・創立30周年記念研究講演会 予稿集	
5) Development of Nickel-base Superalloys in National Project in Japan	昭和61年10月	High Temperature Alloys for Gas Turbines and Other Application, (1986) 945	
6) 粒子分散強化合金設計技術	昭和61年11月	第4回次世代シンポジウム予稿集	
7) 酸化物分散強化型ニッケル基超合金の開発	平成元年 3月	鉄 と 鋼 第75年 (1989) 3月号 151	
8) 粒子分散強化合金設計技術	平成元年 3月	第6回次世代シンポジウム予稿集	
9) Ni基粒子分散強化合金のクリープ強度におよぼす γ' 相量の効果	昭和59年10月	鉄と鋼 9月号 予定	
10) Effect of the amount of γ' and oxide content on the secondary recrystallization temperature of nickel-base superalloys	昭和59年11月	Metall. Trans. 投稿中	
1) 単結晶合金技術と粒子分散強化合金技術	昭和58年 3月	日刊工業新聞社主催・シンポジウム	研究発表
2) Y_2O_3 分散強化型Ni基開発合金の製作とそのクリープ破断特性	昭和59年10月	日本鉄鋼協会 第108回講演会	
3) 粒子分散強化Ni基超合金の合金設計	昭和59年11月	第2回次世代シンポジウム 金属・複合材料技術	
4) Y_2O_3 分散強化型Ni基開発合金のクリープ特性に及ぼす帯域焼鈍の効果	昭和60年10月	日本鉄鋼協会 第110回講演会	
5) 粒子分散強化合金設計技術	昭和61年11月	第3回次世代シンポジウム 金属・複合材料技術	
6) イットリヤ粒子分散型Ni基合金の押出材の圧縮変形とその再結晶	昭和62年 4月	日本鉄鋼協会 第113回講演大会	
7) γ' 相析出型Ni基酸化物分散強化合金の2次再結晶挙動	昭和63年 4月	日本鉄鋼協会 第115回講演会	
8) 粒子分散強化合金設計技術	平成元年 3月	第6回次世代シンポジウム	

成果発表一覧表

研究項目名：合金設計技術（総合）

元.3.31

発 表 題 目	発表年月日	発 表 場 所	発表区分
1) Nickel-base Superalloys Developed in Two Resent National Project in Japan 2) 金属材料	昭和59年12月 昭和60年 4月	Superalloys (1984) Japan-US Seminar P13 先端技術動向“バイオ・材料・センサ” (科学技術庁・資源調査所編 日刊工業新聞社刊)	総説・解説
1) Nickel-base Superalloys Developed in Two Resent National Project in Japan 2) “次世代”研究開発制度の結晶制御合金部門で試作した高温材料用データベース 3) Alloy Design of Nickel-base Superalloys and Titanium Alloys 4) 高性能結晶制御合金プロジェクトにおける合金設計 5) 新素材の応用と加工技術 6) Ni基超耐熱合金と超塑性Ti合金の設計 7) Ni基超耐熱合金と超塑性Ti合金の電算機による合金設計と開発 8) 電算機による合金設計 9) Development of Nickel-base Superalloys in National Project in Japan 10) 高性能結晶制御合金(Ni合金, Ti合金)の研究の概要 11) Ni基耐熱合金・Ti合金の合金設計 12) Alloy Design of Superplastic Ni-Base and Ti-Base Alloys	昭和59年12月 昭和59年11月 昭和60年 7月 昭和60年10月 昭和61年 6月 昭和61年 7月 昭和61年 8月 昭和61年 9月 昭和61年10月 昭和63年 3月 昭和63年 3月 昭和63年 8月	日米耐熱合金会議（箱根） 高温材料基礎討論会 粉末冶金国際会議（サンフランシスコ） 第3回次世代シンポジウム 金属・複合材料技術 機械学会シンポジウム 金材技研・創立30周年記念研究講演会 茨城県工業技術センター '86最先端技術講習会 東京理科大・生涯教育センター 新素材セミナー第3コース・新金属材料 COST 50 国際会議（ベルギー） 次世代産業技術国際シンポジウム（神戸） 次世代産業技術国際シンポジウム（神戸） 第2回超塑性及び超塑性加工に関する国際会議 （アメリカ）	研究発表

成果発表一覧表

研究題目名 機械的合金化技術

題 目	発表年月日	発 表 場 所 (誌名・巻、号数等)	発表区分
イットリア分散強化型超合金のメカニカルアロイング	59. 4. 2	日本金属学会, 昭和59年度春季(第94回)大会 (Vol. 23臨時増刊 P. 121)	研究発表
Ni基超合金のメカニカルアロイング技術	59.11.16	次世代シンポジウム	研究発表
Y ₂ O ₃ Dispersion Strengthened Nickel Alloy Made by Mechanical Alloying	60. 7.16	"Progress in Powder Metallurgy" (Vol. 41)	研究論文
分散強化型Ni超合金のメカニカルアロイング	60.10. 5	日本鉄鋼協会, 昭和60年度第110回秋季講演大会 (鉄と鋼 Vol. 71, No 13(1985-Sep)P. 410)	研究発表
Y ₂ O ₃ 分散強化型Ni基超合金の合金特性	60.10.	日本金属学会, 昭和60年度第97回秋季大会 (シンポジウム講演予稿一般講演概要 P. 277)	研究発表
Ni基粒子分散強化合金の機械的合金化技術	60.10.31	次世代シンポジウム (予稿集 P. 171)	研究発表
Ni基粒子分散強化合金の機械的合金化技術	61. 3.11	日本材料学会, 第34期第4回塑性加工委員会	研究発表
熱間押出プロセスによるP/M材料開発	61. 9.24	日本材料学会, 材料フォーラム	研究発表
Y ₂ O ₃ 分散強化Ni基合金粉末押出材の高温引張挙動	61.10.20 ~ 22	日本金属学会, 第99回秋期大会 (P. 375)	研究発表
機械的合金化法によるY ₂ O ₃ 分散強化合金の高温酸化	62. 6. 2	粉体粉末冶金協会62年度春季大会 (講演予稿集 P. 126~127)	研究発表

成果発表一覧表

「高性能結晶制御合金」
 3. 粒子分散強化合金製造技術
 研究項目名： 2) 粒子分散強化合金鍛造技術
 (研究機関名) (株) 神戸製鋼所

平成元年3月31日

発表者	発表年月日	発表場所 (誌名、巻、号数等)	発表区分
村井秀夫	昭和61年11月11日	第4回次世代産業基盤技術シンポジウム予稿集、P.75～90	研究発表
村井秀夫、松下富春、津田統、長谷川淳	昭和61年11月21日	日本塑性加工学会、第37回塑性加工連合講演会講演論文集、P.113～116	研究発表
津田統	昭和63年 3月23日	第6回次世代産業基盤技術シンポジウム予稿集、P.23～34	研究発表
(1)粒子分散強化合金によるアレーF鍛造の検討 (2)粒子分散強化合金タービンアレーFの鍛造 (第一報 モチル実験及び剛塑性有限要素法による変形解析) (3)酸化物粒子分散強化合金アレーFの恒温鍛造特性			

熱処理・後加工技術

1. 成果発表

1) 酸化物分散強化合金の一方方向再結晶におよぼす合金元素の影響

美野和明 (石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

日本金属学会、春季講演大会 (昭和59年4月1日) 講演概要集 p. 72 [研究発表]

2) Directional Recrystallization of an ODS Mar M247-1%Y₂O₃ Alloy

美野和明 (石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

International Conference "PM Aerospace Materials '84", Metal Power Report Publishing Service (昭和59年11月13日) Paper No. 18 [研究発表]

3) 粒子分散強化合金の一方方向再結晶処理技術

大友 暁 (石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

(財) 次世代金属・複合材料研究開発協会、(財) 日本産業技術振興協会、第2回次世代産業基盤技術シンポジウム(結晶制御合金セッション)(昭和59年11月13日)[研究発表]

4) 粒子分散強化TMO-2合金の一方方向再結晶挙動とクリープ破断特性

美野和明 (石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

(財) 次世代金属・複合材料研究開発協会、(財) 日本産業技術振興協会、第3回次世代産業基盤技術シンポジウム(結晶制御合金セッション)(昭和60年10月31日) 予稿集 p. 179 [研究発表]

5) 新しいガスタービン翼用超耐熱合金について

美野和明 (石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

日本材料科学会 研究討論会(昭和61年1月17日)「高温における材料の諸問題」論文集 pp. 1-4 [総説・解説]

6) 酸化物分散強化合金の異常粒成長

美野和明(石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

日本金属学会、第99回秋期大会(昭和61年10月21日)講演概要集 [研究発表]

7) Abnormal Grain Growth Behavior of an Oxide Dispersion Strengthened Superalloy

美野和明、中川幸也、大友 暁(石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

「Metallurgical Transaction」、Vol. 18A, pp. 777-784 (昭和62年5月) [研究論文]

8) 二次再結晶

美野和明(石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

「材料科学」Vol. 26, No. 6, pp. 305-309 (昭和62年6月) [総説・解説]

9) Ni 基ODS 合金の恒温鍛造後の再結晶挙動

錦織貞郎(石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

日本金属学会、秋期大会(昭和62年10月11日)講演概要集 p. 501 [研究発表]

10) 酸化物分散強化合金の液相拡散接合

美野和明(石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

日本鉄鋼協会、秋期講演大会(昭和63年11月4日)予講集 No. 791 [研究発表]

11) 酸化物分散強化型合金のアルミナイズ処理

吉沢広喜(石川島播磨重工業株式会社 技術研究所)

日本鉄鋼協会、秋期講演大会(昭和63年11月4日)予講集 No. 792 [研究発表]

「高性能結晶制御合金」の研究開発基本計画

昭和56年 7 月

工業技術院総務部次世代産業基盤技術企画室

「高性能結晶制御合金」の研究開発基本計画

1. 研究開発期間 昭和56年度から8年間

2. 研究開発費総額 約80億円

3. 研究開発の目的

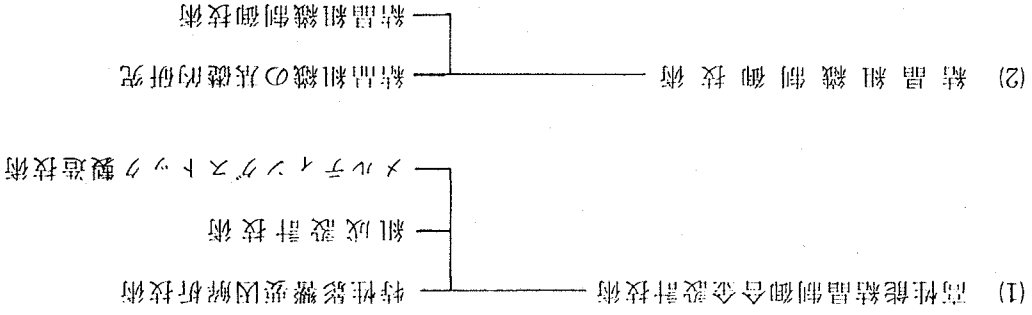
宇宙・航空機、代替エネルギー開発、熱機関、海洋開発等において必要とされる耐熱性、軽量性、等に優れた強靱な金属材料を実現するため、合金設計を踏まえ、成形・加工等を行って金属組織を制御する高性能結晶制御合金にかかわる基盤技術を確立することを目的とする。

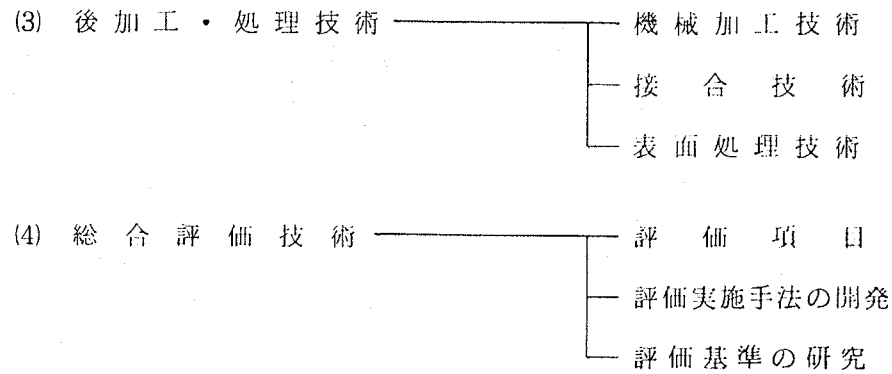
4. 研究開発の目標

高性能結晶制御合金を、耐熱性、靱性、軽量性のそれぞれに重点を置いた超耐熱合金、耐熱強靱合金及び軽量強靱合金に分けて開発することとし、それぞれの目標性能は、別表のとおりとする。

5. 研究開発の内容

上記の目標を達成するために、次の研究開発を行う。





6. 研究開発の方式

全体計画を前期（概ね4年）、後期（概ね4年）に分け、各期の研究開発の重点を次のとおりとする。

前 期

結晶組織制御技術、後加工・処理技術について基礎研究を行うとともに、試験片形状で目標性能の達成を図る。また、総合評価技術についての基礎的研究を行う。

後 期

高性能結晶制御合金素材の開発をさらに進め、結晶組織制御技術及び後加工・処理技術の応用化を行うことにより、複雑形状部品について目標性能の達成を図り、高性能結晶制御合金技術を確立する。

なお、研究開発方式として、並行開発方式を採用するとともに、上記各段階毎に研究開発状況や成果を評価し、当該研究開発実施の最適化を図る。

さらに、目標性能、研究開発内容の見直しについても適宜行うこととする。

別 表 目 標 性 能

分 野	目 標 性 能
超 耐 熱 合 金	① 1,040℃の高温中において、14kgf/mm²の荷重に1,000時間持続して耐えられること。 ② ①の状態に置かれた当該合金体は、10%以上の伸びに耐えられること。
耐 熱 強 靱 合 金	① 760℃の高温中において、160kgf/mm²以上の引張強度を有すること。 ② ①の状態に置かれた当該合金体は、20%以上の伸びに耐えられること。 ③ 本合金体の加工歩留りが本基本計画策定時における従来手法の2倍以上とすること。
軽 量 強 靱 合 金	① 300℃の温度中において、比強度28kgf/g/cm³(引張強度/密度)以上の強さを有すること。 ② ①の状態に置かれた当該合金体は、10%以上の伸びに耐えられること。 ③ 本合金体の加工歩留りが、本基本計画策定時における従来手法の3倍以上とすること。

参考資料 1.

研究開発の必要性

1. エネルギー制約の高まる中であって、エネルギー利用効率の向上は緊急を要する重要課題となっているが、このためにはより高温での熱利用、材料面での軽量化を図ることが必要である。

航空機用ジェットエンジン、自動車エンジン等の熱機関、原子力機器、地熱掘削装置等のエネルギー開発利用機器等の機械装置の性能の上限は、使用される材料の性能限界によって決定されており、高温条件下等で苛酷な荷重条件に耐える強靱材料の開発が求められている。高性能結晶制御合金は、このニーズに応える革新的な合金であり、材料性能の向上を単なる合金成分の選択のみに求めるのではなく、金属結晶組織の高度な制御によって得るものであり、従来の材料性能を飛躍的に向上させることが期待されるため、研究開発を積極的に推進する必要がある。

2. また、軽量性、靱性等に優れた新しい金属材料の出現は、構造、材料の選択の範囲を広げることとなり、宇宙航空機器、原子力関連機器等の技術先端産業をはじめ、従来の輸送機器等の分野でも、機器の信頼性の向上、軽量化による省エネルギー化等の観点から、このような強靱な金属材料の開発が望まれているところである。

参考資料 2.

研究開発の概要

耐熱性、軽量性、耐摩耗性等に優れた強靱な金属材料を、単なる合金成分の選択のみに求めるのではなく、金属結晶組織の制御というところから始めることにより開発することとし、

- (1) 高性能結晶制御合金の性質要因、組織要因、製造要因を分析し、これらを組み込んだ設計技術を開発し、また、これを利用して合金の組成演算を行い、これに実験的検討を加え、高性能結晶制御合金素材を試作するに到る高性能結晶制御合金技術の開発
- (2) 結晶組織の基礎的研究を基にして、合金合計を踏まえ、単結晶化精密鋳造、結晶粒微細化超塑性加工、粒子分散化成形加工等による結晶組織の制御技術に実験的検討等を加え開発を進める結晶組織制御技術の開発
- (3) 高性能結晶制御合金について、熱処理技術、表面処理等の後加工・処理技術の開発
- (4) 総合評価技術の確立による高性能結晶制御合金についての総合的評価の実施

等を行う。

参考資料 3.

研究開発長期計画

項 目	5 6	5 7	5 8	5 9	6 0	6 1	6 2	6 3	備 考
1. 高性能結晶制御合金技術									
特性影響要因解析									
組 成 設 計									
メルティングストック製造									
2. 結晶組織制御技術									
結晶組織の基礎的研究									
結 晶 組 織 制 御									
3. 後加工・処理技術									
機 械 加 工									
接 合									
表 面 処 理									
4. 総合評価技術									
評 価 項 目									
評 価 基 準									
評価実施手法									

参考資料 4.

期待される効果

1. タービンエンジン等熱機関の省エネルギー化、高性能化

タービンエンジン等の熱機関の効率を向上させるためには、利用温度の上昇、機器軽量強靱化等を図ることが重要な課題であるが、苛酷な荷重条件での使用を強いられているタービンエンジンのブレード、タービンディスク等に高性能結晶制御合金を適用することにより燃焼ガス温度を100℃程度上昇させることが可能となるなど、約10%の省エネルギー化、高性能化が図られる。

2. 原子力機器、宇宙開発機器等の信頼性の向上

高性能結晶制御合金は、結晶粒界がない。組織が均質であるといった優れた性質を持っているため、品質性能のばらつきが少なく部材各部の特性も一様である。このため原子力機器、宇宙開発機器等の高い信頼性が要求される機器について、その構造部材として用いることにより信頼性の一層の向上が図られる。

3. 化学機器、地熱掘削装置等の靱性の向上

化学機器に用いられる熱交換器、伝熱管、地熱掘削リグ等の部品に応用することにより、靱性は50%以上向上し、寿命は2倍以上となることが期待される。