



Title	Ni基耐熱合金における粉末成形技術を用いた結晶組織と力学特性の制御に関する研究
Author(s)	日比野, 真也
Citation	大阪大学, 2022, 博士論文
Version Type	
URL	https://hdl.handle.net/11094/89615
rights	
Note	やむを得ない事由があると学位審査研究科が承認したため、全文に代えてその内容の要約を公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、 〈a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed"〉 大阪大学の博士論文について 〈/a〉 をご参照ください。

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

論文内容の要旨

氏 名 (日 比 野 真 也)

論文題名

Ni基耐熱合金における粉末成形技術を用いた結晶組織と力学特性の制御に関する研究

論文内容の要旨

Ni基耐熱合金からなる複雑形状部品の製造に適する粉末成形技術のうち、レーザ粉末床溶融結合 (Laser Powder Bed Fusion: LPBF) 法と金属粉末射出成形 (Metal Injection Molding: MIM) 法を対象とし、合金組成、粉末性状、プロセス条件、熱処理条件に基づいて形成された結晶組織の詳細な評価とその形成過程の解明を通じて、発現する力学特性の制御指針を得ることを目的として、本研究を推進した。

第1章では、強化機構に基づくNi基耐熱合金の分類、結晶組織制御の重要性、LPBF法とMIM法に関する研究動向を記述することを通じて、本研究の目的と意義を明確にした。

第2章では、LPBF法において選択可能な広範なプロセスパラメータの中から、LPBF法に特異な結晶集合組織の形成条件を特定するとともに、その結晶集合組織が力学特性に及ぼす影響を明らかにした。溶融池形状とセル成長方向の観察ならびに熱拡散シミュレーション結果に基づき、結晶学的ラメラ組織 (<110>が造形方向 (Building Direction: BD) に優先配向した (以降、<110>/BD配向と表記) 主層と、<100>/BD配向を有する副層からなる組織)、<100>/BD配向を示す単結晶様組織、<110>/BD配向を示す単結晶様組織の形成過程を解明した。ラメラ組織は、主層と副層の界面効果によって、両単結晶様組織と比較して高い降伏応力を示した。加えて、ラメラ組織に対する荷重軸の選択に伴って、応力伝達係数の変化に応じた更なる高強度化が達成されることを見出した。こうした結晶集合組織形成挙動は、固溶強化型合金と析出強化型合金にて類似であった。

第3章では、 γ' 析出強化型合金を対象に、LPBFプロセス中および熱処理中のクラック発生挙動に及ぼす結晶集合組織の影響を明らかにした。ラメラ組織において、層界面を構成する高角度粒界にクラックが局在したことから、クラックの抑制には高角度粒界が連続しない単結晶様組織が有効であることを見出した。実測されたクラック長さ密度と熱拡散シミュレーションにより算出されたMushy zone体積とに正の相関が認められたことから、クラック発生の起点には凝固割れが関与することが明らかになった。さらに、マテリアルズインテグレーションの手法を駆使して、Mushy zone体積を減少する、すなわち、固相線と液相線の温度差を縮小する新規の合金組成を設計することで、クラックの著しい抑制を実現した。

第4章では、狭い走査間隔によって得られた結晶集合組織の形成過程と熱処理中に生じた再結晶過程とを解明した。走査間隔の狭小化に伴って、密に重ね書きされた溶融池と面内回転したセル成長方向とを特徴とする傾斜回転結晶集合組織の形成を見出した。さらに、熱処理を経た再結晶集合組織は、造形まま材の結晶方位と比較して、<100>軸周りに45°の回転関係にある結晶方位に配向した。これは、LPBFプロセスによって形成されていた当該方位関係にある潜在結晶粒が、セル境界のインヒビター消失とともに異常粒成長することによって形成されたことを明らかにした。発現するクリープ特性は、荷重軸に対する結晶粒の伸長方向 (結晶粒界の方向) に強く依存した。

第5章では、LPBF造形材の再結晶が力学特性の異方性に与える影響について明らかにした。造形方向と面内方向における引張特性の異方性は、引張方向へのテイラー因子、楕円近似結晶粒径、結晶粒形状によって説明された。未再結晶材に内在する面内方向に垂直な柱状結晶粒界での分離に起因して、面内方向では高温脆性破壊が生じた。

第6章では、MIM法において、 γ' 析出強化型合金のクリープ特性改善に向けた結晶組織制御手法を確立した。粉末の炭素含有量と粒度分布に依存する脱バインダ中の炭素汚染度によって、旧粒子境界に分布するMC炭化物の多寡が決定した。インヒビターとして働くこのMC炭化物が、固相線温度近傍の熱処理で徐々に消失することによって異常粒成長が起こることを明らかにした。さらに、粗大な結晶組織によってクリープひずみ速度が大幅に低下し、クリープ破断寿命の向上に至った。

第7章では、本論文を総括した。

論文審査の結果の要旨及び担当者

氏 名 (日 比 野 真 也)			
	(職)	氏 名	
論文審査担当者	主 査	教授	中野 貴由
	副 査	教授	荒木 秀樹
	副 査	教授	安田 弘行
	副 査	教授	小泉 雄一郎
	副 査	教授	石本 卓也 (富山大学 都市デザイン学系)
	副 査	准教授	松垣 あいら

論文審査の結果の要旨

本論文は、粉末を出発材料とする金属レーザー粉末床溶融結合 (Laser Powder Bed Fusion: LPBF) 法ならびに金属粉末射出成形 (Metal Injection Molding: MIM) 法それぞれの長を生かした、Ni 基耐熱合金の特異な結晶集合組織形成ならびに力学特性の制御に関する指針を構築している。固溶強化型、析出強化型のそれぞれの合金種に対し、力学特性の向上、さらには造形中や熱処理過程でのクラック発生の抑制の観点から、最適な組織形態について議論するとともに、マテリアルズインテグレーション (Materials Integration: MI) 手法を駆使して、合金組成や造形条件を最適化し、新規の高機能性 Ni 基耐熱合金を創製している。

第 1 章では、新規合金創出の基準となる既存 Ni 基耐熱合金の強化機構に基づく分類や、熱履歴や残留応力といった LPBF 法ならびに MIM 法のプロセスの特徴を説明している。既存合金にこれら手法を適用して機能向上を図る際の課題を記述し、本研究の目的と意義を明確にしている。

第 2 章では、LPBF 法における既存 Ni 基耐熱合金の結晶集合組織に関するプロセスマップを構築し、LPBF 法に特異的な結晶学的ラメラ組織 (<110>が造形方向 (Building Direction: BD) に優先配向した (以降、<110>/BD 配向と表記) 主層と、<100>/BD 配向を有する副層からなる組織) や、<110>/BD 配向を示す単結晶様組織の形成を報告している。両組織の形成機構を、熱拡散シミュレーションに基づき解明するとともに、ラメラ組織と単結晶様組織の作り分けを実施している。さらに、ラメラ組織は単結晶様組織と比較して高降伏応力であり、荷重軸の選択によりラメラ組織界面での応力伝達係数の変化に応じたさらなる高強度化が達成されることを明らかにしている。こうした結晶集合組織形成挙動は、固溶強化型合金 (Hastelloy-X)、析出強化型合金 (Inconel 718、Inconel 738LC 等) にて類似であることを明らかにしている。

第 3 章では、 γ' 析出強化型合金を対象に、LPBF プロセス中および熱処理中のクラック発生挙動に及ぼす結晶集合組織の影響を明らかにしている。ラメラ組織において、残留応力を駆動力として、層界面を構成する高角度粒界にクラックが局在することを示している。クラックの抑制には、高角度粒界の除去、すなわち単結晶様組織の形成が有効であることを見出している。さらに、クラック密度と Mushy zone 体積とが正の相関関係を示したに基づき、クラック抑制に向けた合金組成の最適化を行っている。具体的には、MI を用い、Mushy zone 体積を減少する、すなわち固相線と液相線の温度差を縮小する新規の合金組成を設計し、LPBF 法での造形において、クラック発生が著しく抑制されることを明らかにしている。

第 4 章では、狭い走査間隔を特徴とするレーザー走査戦略によって傾斜回転結晶集合組織が形成することを見出すとともに、その組織形成過程を解明している。さらに、熱処理中の再結晶過程において、結晶集合組織が造形まま材の結晶方位と比較して、<100>軸周りに 45° の関係にある結晶方位へと回転することを見出している。この特異な再結晶集合組織は、LPBF プロセスによって形成された潜在結晶粒の異常粒成長によって形成されたことを明らかにしている。加えて、クリープ特性は、荷重軸に対する結晶粒の伸長方向 (結晶粒界の方向) に強く依存することを見出している。

第 5 章では、LPBF 造形材の再結晶集合組織が力学特性の異方性に与える影響について明らかにしている。引張特性の異方性を、引張方向へのテイラー因子、楕円近似結晶粒径、結晶粒形状によって考察している。

第 6 章では、MIM プロセスにおいて、 γ' 析出強化型合金のクリープ特性改善に向けた結晶組織制御手法を確立している。粒界に分布し、粒界移動のインヒビターとしてはたらく MC 炭化物が、固相線温度近傍での熱処理で徐々に消失することにより異常粒成長が生じることを明らかにしている。さらに、結晶粒の粗大化によりクリープ破断寿命が向上することを示している。

第 7 章では、本論文で得られた知見を総括している。

以上のように、本論文は、LPBF 法ならびに MIM 法における特徴的な結晶組織の形成と、結果として発現する力学特性の制御指針を提示するものであり、材料工学の発展に寄与するところが大きい。

よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。