

## 【学位論文審査の要旨】

### 1 研究の目的

粉末冶金(PM)は、金属粉末を用いた製造法を表す用語であり、代表的な金属加工法の1つである。粉末冶金プロセスを用いることによって、複雑形状の部品が1つのプロセスでニアネットシェイプ成形可能であり、高濃度合金における合金偏析の問題も回避できる。粉末冶金プロセスには、熱間等方加圧 (HIP)、金属積層造形(AM)および金属射出成形(MIM)などがある。HIP 焼結では部品を密封容器に封入して高温・高圧力下で焼結を行う。しかし、HIP 焼結では旧粒子境界(PPB)での偏析、析出が機械的特性に極めて有害な影響を及ぼす。航空宇宙産業で使用される粉末冶金部品の特性改善を目的として、PPB の悪影響を低減するため、焼結後鍛造加工が施されている。一方、粉末を熔融焼結する選択的レーザー熔融法(SLM)に代表される AM プロセスでは、PPB の問題を克服できる可能性がある上に、中空構造を有するニアネットシェイプ、リードタイムと製造費用の低減が期待される。しかし、積層造形後の微視組織と機械的特性は、従来の鋳造もしくは鍛造後の材料とは異なり、積層造形材を実用に供することができるか否かは、現時点では不明である。また、合金の熱処理条件は、鋳造または鍛造の合金に対して設計されたものであり、積層造形材に対しても適切か明らかでない。

本論文で用いたニッケル基超合金 Alloy718 は、耐酸化性、耐食性および 700℃までの耐熱性に優れているため、航空機やロケットのエンジン、産業用ガスタービンに広く使われている。アルミニウムおよびチタン添加によって強化された  $\gamma'$  相析出型ニッケル基超合金と比べると、本合金は、ニオブ化合物により析出強化されているため耐ひずみ時効割れ性に優れ、積層造形に適している。

このような研究背景に基づいて、本論文ではニッケル基超合金 Alloy718 について、以下の項目を目的として研究を行った。

- 1) HIP 焼結材において、PPB が微視組織と機械的特性へ及ぼす影響について明らかにする。
- 2) 積層造形材において、微視組織と機械的特性の関係を調べ、影響因子を明らかにした上で、特性を改善する後処理について検討する。
- 3) 固相焼結である HIP 焼結材と熔融焼結である積層造形材を比較することにより、粉末冶金における PPB および微細組織の影響を明らかにする。

### 2 研究の方法と結果

本論文は7章で構成されている。

1章では、本研究の背景と目的について述べた。

2章では、HIP 焼結した Alloy718 試料において、粉末表面の汚染により生成する PPB が微視組織と機械的特性に及ぼす影響について述べた。ガスアトマイズ法の粉末において表面の汚染、すなわち、酸素、窒素および炭素を減らすために熱プラズマ液滴精錬 (PDR)法を施し、その効用を調べた。熱処理した HIP 焼結材は、溶解鍛造材に匹敵する強度を室温

と 650℃で示した。しかし、熱処理を施した HIP 焼結材の 650℃における延性は溶解鍛造材の延性よりはるかに低かった。これは高温で PPB がき裂の発生・進展を助長し、延性低下を招くためと考察した。

3 章では、SLM 法で作製した Alloy718 積層造形材について、引張特性における積層方向と熱処理の影響について述べた。熱処理を施した積層造形材の引張強度は溶解鍛造材に匹敵した。しかし、溶体化時効処理(STA)した場合、650℃において、積層面に対して垂直方向試料の延性は、平行方向試料の 4 分の 1 しかなかった。これはデンドライト間の  $\delta$  相粒子の非整合析出と高密度の転位セル組織によるものであり、特に、デンドライト間の  $\delta$  相粒子の形態と配列が高温延性に影響を与えることを明らかにした。

4 章では、SLM 法で作製した Alloy718 積層造形材について、650℃のクリープ特性に及ぼす積層方向と熱処理の影響を調べた。積層造形材のクリープ破断寿命は、溶解鍛造材よりも著しく低かった。さらに、平行方向試料は垂直方向試料よりも低いクリープ寿命と延性を示した。これらは、 $\delta$  相粒子の異常な析出によるものである。すなわち、デンドライト間の  $\delta$  相の形態・配列と高密度の転位セル組織が、SLM 積層造形材のクリープ寿命に影響することが明らかになった。

5 章では、粉末冶金をより深く理解するために、固相焼結である HIP 焼結材と熔融焼結である SLM 積層造形材について比較検討した。HIP 焼結材では、酸化物を中心とする析出物が PPB に沿って高密度に連続して析出する一方で、SLM 積層造形材において、酸化物は熔融凝固過程で分散し、PPB は観察されなかった。それゆえ、PPB に沿った非整合析出物は HIP 焼結材のクリープ寿命と延性に影響を与えるが、SLM 積層造形材では粒子表面汚染に起因する酸化物は均一分散するので、特性に影響を及ぼさないと結論づけた。

6 章では、これまでの研究成果を基に SLM 法で作製した Alloy718 積層造形材の特性向上を目的として、微視組織と機械的特性に対する溶体化熱処理と HIP 処理の影響について調べ、後熱処理が延性向上に有効であることを示した。

7 章は本研究で得られた結果のまとめと、今後の粉末冶金ニッケル基超合金の研究開発に対する提案を述べた。

### 3 審査の結果

本論文の成果は以下の通りである。

- 1) 積層造形材は、従来の溶解鍛造法や鋳造法に匹敵する強度を有することが装置メーカーにより報告されてきた。しかし、本研究において、ニッケル基超合金の積層造形材の高温延性は、従来材に比べ著しく劣ることを見出し、その要因が高密度の転位セル組織と、非整合界面を有する化合物の異常な析出であることを世界に先駆けて明らかにし、定説に新たな知見を加えた。
- 2) 積層造形材の高温延性劣化の影響因子を明らかにした上で、特性を改善する後処理の溶体化熱処理、HIP 処理について検討し、今後の研究開発の指針を示した。

3) 固相焼結である HIP 焼結材と溶融焼結である積層造形材において、析出粒子の分布状態を調べることにより PPB の影響について明らかにした。

以上の知見は、国際的に見ても新規性という点で高く評価できる。

また、本論文で得られた結果は、ニッケル基超合金の積層造形における革新的技術開発にもつながる有益で貴重な指針を与えるもので、工業的寄与は大きいといえる。

以上を総合的に判断した結果、本論文は博士(工学)の学位を授与するに十分な価値あるものと結論される。

#### 4 最終試験の結果

本学学位規定に則り、論文審査委員による論文審査会を3回開催し、本論文の内容及び関連分野に関して、多角的な視点から審査委員による口頭及び筆答の試験を実施した。また、公開の論文発表会を開催して、学内外から参加者を得て多角的な討論を行った。これらの結果を総合的に考慮し慎重に審査した結果、申請者は博士(工学)としての専門科目に関する十分な学力を有するものと認め、最終試験を合格と判定した。