

戦略的創造研究推進事業(ALCA)  
技術領域(プロジェクト名)「清浄粉末の製造技術開発、粉末製造工程および積層造形工程で酸化・窒化などの影響を受けにくい合金開発」  
課題名「研究開発課題名:不純物元素に対しロバストな積層造形ニッケル基超合金の創成」

## 終了報告書

研究開発期間 平成28年11月～令和 3年 9月

研究開発代表者:笥 幸次  
(システムデザイン研究科機械システム工学域、教授)

## ○報告書要約 (和文)

研究開発代表研究者 : 東京都立大学 教授 笥 幸次

研究開発課題名 : 不純物元素に対しロバストな積層造形ニッケル基超合金の創成

### 1. 研究開発の目的

発電に伴う CO<sub>2</sub> 排出量の大幅な削減を原子力や太陽光や風力発電などの再生可能エネルギーの導入で実現しようとしているが、原子力発電設備の再稼働は見通しが難しく、再生可能エネルギーは電力系統安定化の面で課題が山積している。化石燃料を用いる複合発電では、ガスタービンの入口温度が 1700℃までの最新鋭設備の熱効率が 60%を超え CO<sub>2</sub> 排出量の抑制に大きく貢献している。2030 年以降は CO<sub>2</sub> 排出量をより抑制することが望まれており、タービン入口温度を 1800℃まで上昇させることが肝要で、そのためには超高温耐熱材料の開発が喫緊の課題である。本研究で目指す 1800℃という値を達成するために着目している超高温用複合材料、3D プリントによる材料製造プロセスの適用は新しい発想である。さらに今までにない材料と構造を連成した評価手法についても全く新しい開発技術であり、評価手法のコンセプトから構築する必要がある。金属積層造形技術は、多品種少量生産を支える有力な金属部材の製造技術として期待されているだけでなく、省エネルギーにも貢献する製造技術である。また、高耐熱性で難加工な金属部材の製造にも応用が期待される技術であり、その中でも超高温タービン発電の低炭素・省エネルギーの技術としても不可欠であると言える。とりわけ、少ない冷却量で高い冷却効果が得られる高性能冷却技術(トランスピレーション冷却技術)の導入により、タービン翼を保護しタービンの温度を上昇させることで熱効率アップが可能となるが、従来の加工法では、複合冷却構造(擬似トランスピレーション冷却)を有する高温部材の作製が困難であった。複雑な形状も造形する積層造形法を用いることにより、流体力学的に最適化されたこれまでにない複合冷却構造の設計、製造および利用が可能になる。さらに、太陽光、風力等の再生可能エネルギーの大量導入に対応できる、高い熱効率を維持しつつ、始動性や負荷追従性、過渡応答性に優れ、繰返し負荷に耐えうる系統安定化対応型先進ガスタービン発電に最適設計された複合冷却構造を有するタービン翼や燃焼器の開発により、太陽光、風力等の再生可能エネルギー利用を促進し、低炭素社会実現に寄与する。

### 2. 研究開発の概要

本研究開発提案では、金属積層造形における粉末製造工程や積層造形工程における酸素・窒素混入による問題の解決を目指す。金属系の積層造形技術では、粉末の必要箇所だけを熔融凝固して造形するが、粉末表面の酸素・窒素の残存がそのまま造形品に固溶・残存してしまうリスクがある。さらに、未焼結の粉末は再利用されるが、プロセス中の熱履歴により、Al や Ti を含有する Ni 基合金では、粒子表面で酸化や窒化が起こる可能性が高い。粉末冶金において、PPB(Previous Particle Boundary)という表面有害層による強度や靱性の著しい低下の問題があるが、粉末を熔融する積層造形法でも、PPB が残存することが知られている。これらの解決には、清浄な原料粉末を作製し供給し、汚染のないプロセス技術の確立が求められている。そこで、本研究開発では、低酸素、低窒素の清浄粉末の製造技術の開発、および積層造形工程でそれらの汚染を受けにくいプロセスの検討、更には粉末表面由来の酸化、窒化に対しても有効なロバストな合金開発を研究目的とし、将来的には、金属加工業における積層造形技術による省エネと超耐熱合金の難加工性を克服し超高温タービンプレードの開発につなげていく。選択的レーザー溶融法(SLM, Selective Laser Melting)は、金属 3D プリンティング技術の一つであり、リコーターにより金属粉末を造形ステージへ均一に敷き詰め、レーザーを選択的に照射して Ar(アルゴン)中で焼結層を重ねることを繰り返す造形技術である。しかし、レーザー走査中の高い温度勾配が熔融と再凝固

現象を引き起こし、造形プロセス中に材料は激しい温度変動に曝され、Nb(ニオブ)等の合金元素偏析および残留応力による割れが生じる。また、その造形には比表面積の大きい合金粉末を用いるため、既存の鑄造材、鍛造材に比べ混入酸素量が桁違いに大きい。例えば、アトマイズ法で製造される IN718 合金粉末の酸素量は **100–200 ppm** であり、溶解鍛造(C&W)材の **7 ppm** の約 **15–20** 倍と大きく上回っている。酸素混入により、添加元素である Al, Ti 等の易酸化性元素の酸化による消耗、酸素の粒界偏析等で高温強度特性が劣化する。現状では、酸素混入、元素偏析および残留応力により起因するき裂により、層造形材の高温強度特性が低下し、実用に供することが困難である。Al や Ti を含有する Ni 基合金では、粉末製造時に粒子表面で酸化が起こる可能性が高い。そこで、本研究では、粉末表面由来の酸素混入に対して有効なロバストな原料粉末を検討するために、選択的レーザー溶融法により造形した Ni 基超合金について、Y 添加による酸素固定について調べた。酸素混入による高温強度特性劣化が抑制される **Y 添加合金開発**を行った。逆に酸素・窒素の若干高い粉末を用いても、積層造形時に酸素窒素の混入を低減することができれば、酸素・窒素混入に対してロバストなプロセスと見なすことができる。すなわち、**真空レーザー積層造形法**を用いて、造形プロセス中の低酸素・窒素化を目指したが、このプロセスでは、酸素の低減に加え、合金偏析や凝固割れが低減でき、Ar 雰囲気中で造形するプロセスに比べて、クリープ特性が向上することが明らかになった。

#### (1)内容:

選択的レーザー溶融法(SLM, Selective Laser Melting)は、金属 3D プリンティング技術の一つであり、リコーターにより金属粉末を造形ステージへ均一に敷き詰め、レーザーを選択的に照射して Ar(アルゴン)中で焼結層を重ねることを繰り返す造形技術である。しかし、レーザー走査中の高い温度勾配が溶融と再凝固現象を引き起こし、造形プロセス中に材料は激しい温度変動に曝され、Nb(ニオブ)等の合金元素偏析および残留応力による割れが生じる。また、その造形には比表面積の大きい合金粉末を用いるため、既存の鑄造材、鍛造材に比べ混入酸素量が桁違いに大きい。例えば、アトマイズ法で製造される IN718 合金粉末の酸素量は **100–200 ppm** であり、溶解鍛造(C&W)材の **7 ppm** の **15–20** 倍と大きく上回っている(図2)。酸素混入により、添加元素である Al, Ti 等の易酸化性元素の酸化による消耗、酸素の粒界偏析等で高温強度特性が劣化する。現状では、酸素混入、元素偏析および残留応力により起因するき裂により、層造形材の高温強度特性が低下し、実用に供することが困難である。Al や Ti を含有する Ni 基合金では、粉末製造時に粒子表面で酸化が起こる可能性が高い。そこで、本研究では、粉末表面由来の酸素混入に対して有効なロバストな原料粉末を検討するために、選択的レーザー溶融法により造形した Ni 基超合金について、Y 添加による酸素固定について調べた。酸素混入による高温強度特性劣化が抑制される **Y 添加合金開発**を行った。逆に酸素・窒素の若干高い粉末を用いても、積層造形時に酸素窒素の混入を低減することができれば、酸素・窒素混入に対してロバストなプロセスと見なすことができる。すなわち、**真空レーザー積層造形法**を用いて、造形プロセス中の低酸素・窒素化を目指したが、このプロセスでは、合金偏析や凝固割れが低減でき、Ar 雰囲気中で造形するプロセスに比べて、クリープ特性が向上することが明らかになった。

#### (2)成果:

Al や Ti を含有する Ni 基合金では、粉末製造時に粒子表面で酸化が起こる可能性が高い。そこで、本研究では、粉末表面由来の酸素混入に対して有効なロバストな原料粉末を検討するために、選択的レーザー溶融法により造形した Ni 基超合金について、Y 添加による酸素固定について調べた。酸素混入による高温強度特性劣化が抑制される **Y 添加合金開発**を行った。逆に酸素・窒素の若干高い粉末を用いても、積層造形時に酸素窒素の混入を低減することができれば、

酸素・窒素混入に対してロバストなプロセスと見なすことができる。すなわち、**真空レーザー積層造形法**を用いて、造形プロセス中の低酸素・窒素化を目指したが、このプロセスでは、合金偏析や凝固割れが低減でき、Ar 雰囲気中で造形するプロセスに比べて、クリープ特性が向上することが明らかになった。

## ○Report summary (English)

Principal investigator: ○ ○ University professor Koji Kakehi

R & D title: Study of Development of robust additive-manufactured superalloy for impurity contamination

### 1. Purpose of R & D

To reduce oxidation and nitridation of superalloy during gas atomization and additive-manufacturing process, we aim to develop robust superalloy powder with new processing method and also improve the additive-manufacturing process.

### 2. Outline of R & D

#### (1) Contents:

We aim to develop the following technologies:

- (i) robust superalloy powder to reduce contamination by oxygen,
- (ii) a process to refine contaminated powder,
- (iii) clean additive-manufacturing process in vacuum.

#### (2) Achievements:

##### (i) Y added alloy development

Outline: We investigated the oxygen fixation by adding Y to the Ni-based superalloy built by the selective laser melting method. We have developed a Y-added alloy that suppresses deterioration of high-temperature creep properties due to oxygen contamination.

##### (ii) Selective laser melting in vacuum.

We aimed to reduce oxygen and nitrogen during the building process, but it was clarified that this process can reduce alloy segregation and solidification cracking, and that the creep characteristics were found to improve compared to the process of building in an Ar atmosphere.

#### (3) Future developments:

Develop excellent additive manufactured alloys by combining Y addition technology and vacuum laser method.