

平成27年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「Ni基超耐熱合金の組織改質と高機能ターボ部品の開発研究」

成果報告書

平成28年 3月

委託者 関東経済産業局

委託先 鍛造技術開発協同組合

# 目 次

## 第 1 章 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標 ..... 1
- 1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者） ..... 2
- 1-3 成果概要 ..... 5
- 1-4 当該研究開発の連絡窓口 ..... 6

## 第 2 章 本論

### ①試験装置の設計・製作

- ①-1 高温鍛造性評価試験機の設計製作 ..... 7

### ②金型技術の研究開発

- ②-1 HPS 金型の開発 ..... 11
- ②-2 超塑性鍛造用金型の開発（1） ..... 17
- ②-2 超塑性鍛造用金型の開発（2） ..... 19

### ③組織改質プロセスの研究

- ③-1 組織改質方法の研究 ..... 23
- ③-2 改質組織の後工程の研究 ..... 39

### ④鍛造試作による組織改質プロセスの有効性評価 ..... 43

## 最終章 全体総括 ..... 53

## 第1章 研究開発の概要

### 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

自動車エンジンは、ダウンサイジングや低燃費化・高機能化に伴いエンジン内の高温化・高圧化が進み、ターボチャージャー用ウェストゲートバルブ等のエンジン部品は従来のステンレス材から耐熱機能に優れた Ni 基超耐熱合金部品へと置き換わりつつある。しかし、Ni 基合金は鍛造性が悪く、従来の生産技術では生産性が低いため生産コストが高く、コスト低減が課題となっている。

本研究は、高精度かつ高生産性となる Ni 基合金高精密鍛造品の生産技術を実現するため、高圧スライド加工法（以下「HPS 法」という。）による強加工で結晶粒の微細化（以下「組織改質」という。）を行うことにより、Ni 基合金材の鍛造性を改善する技術及びその処理材を素材としてサーボプレス等比較的生産性が高い鍛造設備で組織改質による超塑性が発現する温度での鍛造を行う技術を開発するものである。

本研究は、HPS 法による組織改質ではインコネル 718 をベースに結晶粒径 1 μm 以下の達成、ウェストゲートバルブ用素材サイズφ20×30 mm以上の組織改質を可能にする HPS 試験装置の設計・製作、及び従来の鍛造工法に対する成形荷重の 50%低減、並びにユーザ耐久試験用のウェストゲートバルブ実体試作品の完成を到達目標として推進した。

### 研究の概要

本開発研究では、HPS 法による組織改質コントロール技術の研究と、量産化装置に繋がる大型の試料へ組織改質プロセスを行う HPS 試験装置の開発、及び組織改質プロセスで得られる材料を素材とする新鍛造工法確立のための研究を行った。

昨年度、端面の不健全度を最小限にとどめ少ないスライド量でも大ひずみを印加できる装置として初年度に開発した強加工試験装置(HPS 装置)に既設横押軸と対向する新たな横押軸(B 軸)を追加改造し、前後対向軸による往復 HPS 加工を可能とする装置を開発した。この加工法に対応する金型を設計製作し、各種アルミニウム合金、インコネル 718 に対して HPS 加工を行ったところ、全ての板状材料において 400%を超える超塑性の発現を確認することができた。

新たな課題として、実体ウェストゲートバルブ鍛造に必要な断面積を有した丸棒や角棒試料では板試料と比べてクランプ面積が十分に確保できない理由で滑りが発生しやすく、十分なレベルに結晶粒微細化できておらず、結果、超塑性特性も得られていないことが確認できた。

そこで、本年度は丸棒や角棒に十分なひずみを印加できる工法及び専用金型の設計開発を進めるとともに、HPS 加工を行った板料を複数枚拡散接合することでバルク化するという工法の検討を実施した。

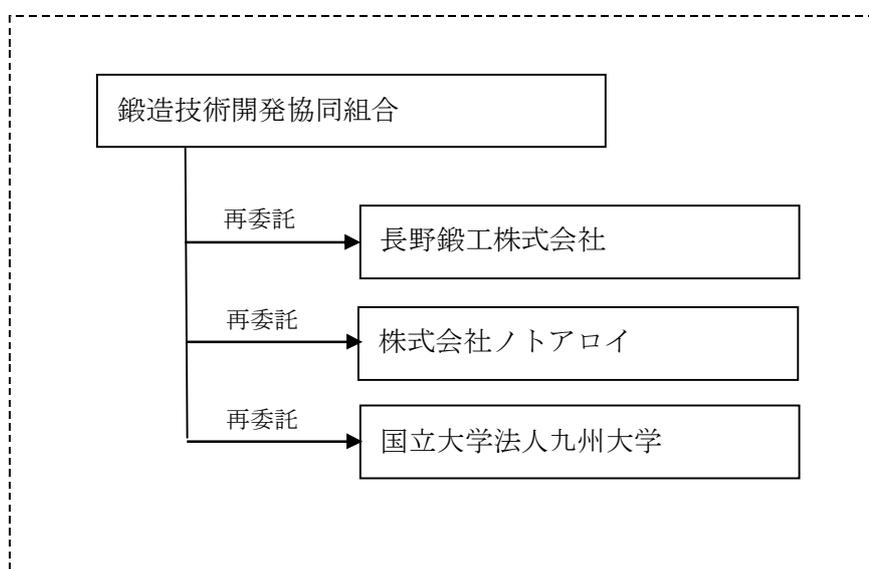
これらの工法で得た HPS 加工材の成形試験として、厳密な条件下で高温圧縮試験を行い、超塑性鍛造条件を把握した上で、速度制御可能なサーボプレスによる実体試作品

超塑性鍛造試作を行った。一連のプロセスを成立させるため、これまでの研究結果を踏まえた金型及び関連装置の研究開発も実施した。

## 1-2 研究体制(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)

本プロジェクトの参加メンバーは、研究の中核として長野鍛工株式会社、金属組織微細化研究を分担する国立大学法人九州大学堀田研究室、および金型材料研究を分担する株式会社ノトアロイ、開発管理と一部開発研究に参加する鍛造技術開発協同組合から構成されている。プロジェクト総括研究代表者は小田切吉治、副総括研究代表者は瀧沢陽一である。

### 1) 研究組織(全体)



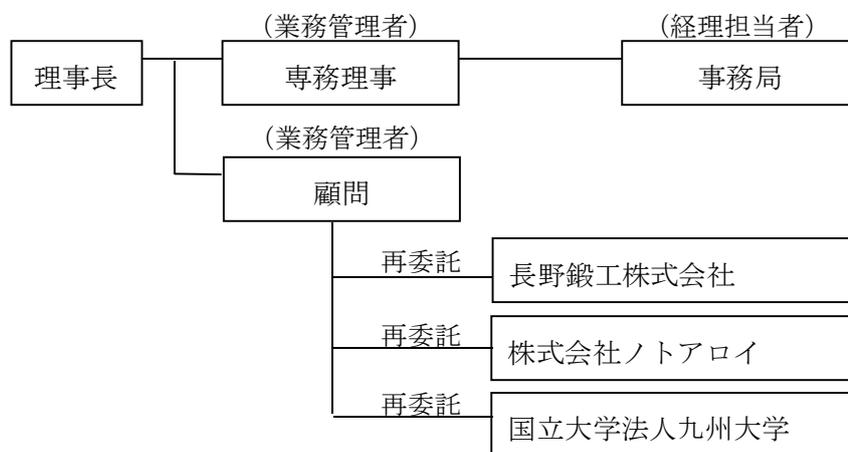
総括研究代表者 (PL)  
長野鍛工株式会社  
取締役 常務執行役員  
技術本部長 小田切 吉治

副総括研究代表者 (SL)  
長野鍛工株式会社  
技術部  
技術担当次長 瀧沢 陽一

## 2)管理体制

### ①事業管理機関

[鍛造技術開発協同組合]

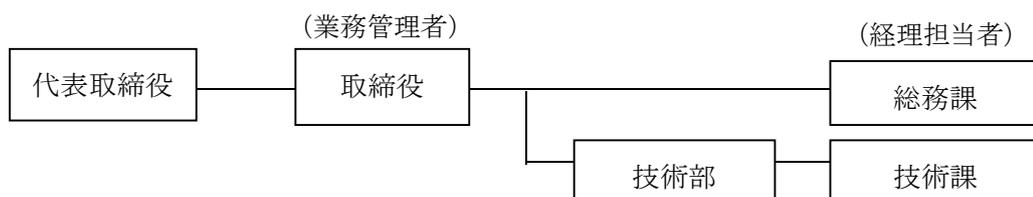


### ②再委託先

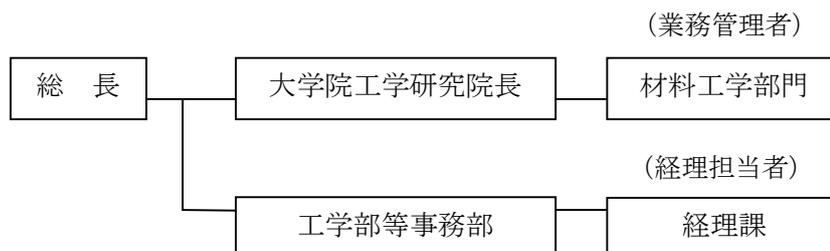
[長野鍛工株式会社]



[株式会社ノトアロイ]



[国立大学法人九州大学]



### 3) 研究員

鍛造技術開発協同組合

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
篠崎 吉太郎	専務理事	①②③④

長野鍛工株式会社

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
小田切 吉治	取締役 常務執行役員 技術本部長	①②③④
瀧沢 陽一	技術部 技術担当次長	①②③④
湯本 学	技術部 技術課主任	①②③④

株式会社ノトアロイ

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
林 憲一	技術部 技術課 課長	②
志田 穰太郎	技術部 技術課 主任	②
向出 保仁	技術部 技術課	②

国立大学法人九州大学

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
堀田 善治	大学院工学研究院 材料研究部門 主幹教授	①③④

### 4) アドバイザー

研究開発推進委員会 委員

氏名	所属・役職
前川 昌三	三菱重工業株式会社 機械設備システムドメイン 自動車部品事業部ターボ技術部 設計一課 課長
安藤 弘行	株式会社ケイ&ケイ 代表取締役社長

### 1-3 成果概要

研究実施項目別に目標達成状況を記述する。

#### ①試験設備の設計・製作

鍛造に供される材料の高温圧縮特性を評価するため、高温鍛造性評価試験機を設計製作した。試験機の最大圧縮荷重は 100kN、加圧速度は 0.2~100mm/min の範囲である。試験機には高温炉を装備し、炉中に配置した試料を確実に 800℃まで高められるように、炉の加熱能力は 900℃にした。アンビルの昇降はサーボモーター駆動とし、正確に位置制御ができるようにした。直径 10mm 程度の円柱試料の試験を想定している。

#### ②金型技術の研究開発

##### ②-1 HPS 金型の開発

高圧スライド加工法 (HPS 法) を用いて、棒状試料を強加工するための金型について研究開発をした。型に 2~4GPa などの高圧力が作用しても割れない材質の選択、及び型設計が必要であった。また、型表面の摩擦を高めるため、型表面は放電加工面をそのまま残したが、梨地であっても、応力集中で破損しない設計にする必要があった。

試料は繰り返し強加工されて印加されるが、パスごとの圧力が一定になるように、型溝の深さを調整した。本方法を用いてインコネル 718 材の硬さを 430HV まで高められた。

また将来の量産に備えて、帯生素材を連続的に強加工するための型を設計・製作した。帯生素材の幅方向にひずみを印加する方法を採用した。幅 100mm のインコネル帯板を用いて、4GPa の強圧した 10mm 幅の型を、幅方向に 5mm ずらす作業を往復させた。続いて素材を 5mm 送る作業を繰り返した。こうして、改質されたインコネル板状試料 (幅 100mm、長さ 150mm、厚さ 1mm) が得られた。

##### ②-2 超塑性鍛造用金型の開発

インコネル 718 を素材とするウェストゲートバルブを 1073K (800℃) にて大気中で恒温鍛造できる金型について研究開発をした。型の材質は、従来の熱間鍛造用型材料では 800℃に耐えられないと思われたので、インコネル 718 を選択した。型材料に必要な特性の一つである耐酸化性について試験をした。試料をマッフル炉中に置き酸化させ、試験前後の試料の重量差より酸化量を計測した。インコネル 718 に耐酸化性は他の材料と比べて極めて良好であり、800℃で使用しても酸化は問題なかった。

インコネル 718 を用いて超塑性鍛造用型を設計・製作した。鍛造品の寸法形状は実体のウェストゲートバルブの最新のトレンドを反映したものとした。設計においては、試料が型内に垂直にセットできること、型、試料の熱膨張による寸法変化があることに留意した。

#### ③組織改質プロセスの研究

インコネル 718 を 800℃において超塑性鍛造できる改質が目標であった。市販の板状試料に高圧スライド加工 (HPS 加工) によりひずみ (相当ひずみ約 8.6) を導入すれば組織は超

微細結晶粒（200 nm）となり、温度 800℃、ひずみ速度  $2 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  において 650% の超塑性を示すことがわかった。

なお、改質された同材料は 700℃ では 400% 以上の超塑性は示さず、750℃ ではひずみ速度が遅いとき超塑性を示した。また、850℃ や 900℃ では、 $2 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$  の速いひずみ速度でも超塑性を示した。

超塑性は格子拡散に支配される粒界すべりによると解釈できた。HPS 加工により超微細粒化した組織は 800℃~900℃ の高温状態に曝してもサブミクロンサイズが安定して保たれ、超塑性鍛造中の熱や前処理で超塑性特性は損なわれないことも分かった。棒状試料への効果的なひずみ導入法は未解決で、課題を残す結果となった。一方、フープ状に巻かれた帯状試料に対して、幅方向に連続的に印加する連続 HPS 法（フープ法）を開発した。これにより改質作業を連続的に行う見通しを得た。

また、超塑性鍛造後のインコネル 718 合金は復元可能であった。復元した試料の室温における引張強度は、時効材の強度と同じであったが、破断伸びは時効材に及ばなかった。これは超塑性変形中に生じたクラックが原因と考えられる。復元試料の 700℃ における引張強度は時効材の強度と変わらず、破断伸びは時効材より向上した。

#### ④ 鍛造試作による組織改質プロセスの有効性評価

高温鍛造性評価試験機を用いて、改質したインコネル 718 の高温圧縮試験をした。試料形状は直径 9mm、高さ 13.5mm の円柱である。この円柱形試料は改質した、幅 10mm、長さ 100mm、厚さ 1mm の板状試料から、直径 9mm の円板を切り出し、これを積層したものである。試験速度は 5mm/min にした。

改質材の圧縮強さは 850℃ において、市販の受領材より 80.5% 低下した。改質材の 800℃ の強度は受領材 850℃ の強度よりも 35.5% 低かった。改質による鍛造の加工圧力低減は十分期待できた。

リンク式サーボプレス H1C400 を用いて、ウェストゲートバルブ実体の鍛造実験を行った。素材は、前記圧縮試験に用いたように改質されたインコネル 718 の円板を積層して円柱状に拡散接合したものである。加工条件のテストのため、純アルミニウムの円柱形素材を用いた鍛造を室温で実施した。アルミニウム素材は健全な鍛造ができ、荷重は 374kN であった。改質したインコネル 718 を 800℃ において鍛造すると、荷重は鍛造条件により 123kN 及び 299kN であり、アルミニウムの鍛造荷重よりも低かった。しかし、試作した鍛造品は製品としてはまだ不完全で、また鍛造品の離型にも課題を残した。

#### 1-4 当該研究開発の連絡窓口

鍛造技術開発共同組合 顧問 岩田健二

Tel: 042-384-3540 Fax: 042-384-3540

E-mail: [k\\_iwata@tanzo-kumiai.or.jp](mailto:k_iwata@tanzo-kumiai.or.jp)

## 第2章 本論

### 1. 実施項目：① 試験設備の設計・製作

#### ①-1 高温鍛造性評価試験機の設計製作

### 2. 27年度研究内容

#### (1) 研究の方法

本年度、HPS加工による結晶粒微細化後の試料を用いた超塑性鍛造試験を計画しているが、事前に厳密な圧縮試験評価による超塑性鍛造の最適条件の絞り込みが必要であると考える。

方法として、昨年度は九州大学保有の高温引張試験機に引張・圧縮変換治具を設け800℃高温下での圧縮試験を試みたが、加熱試験中における引張・圧縮変換治具の変形等、機械的に正確な試験が困難であった。

そこで本年度は800℃高温下かつ幅広い加圧速度での厳密な圧縮荷重評価が可能な高温鍛造性評価試験機を設計製作する。図①-1-1に実際に製作した高温鍛造性評価試験機を示す。



図①-1-1 高温鍛造性評価試験機

## (2) 研究の結果

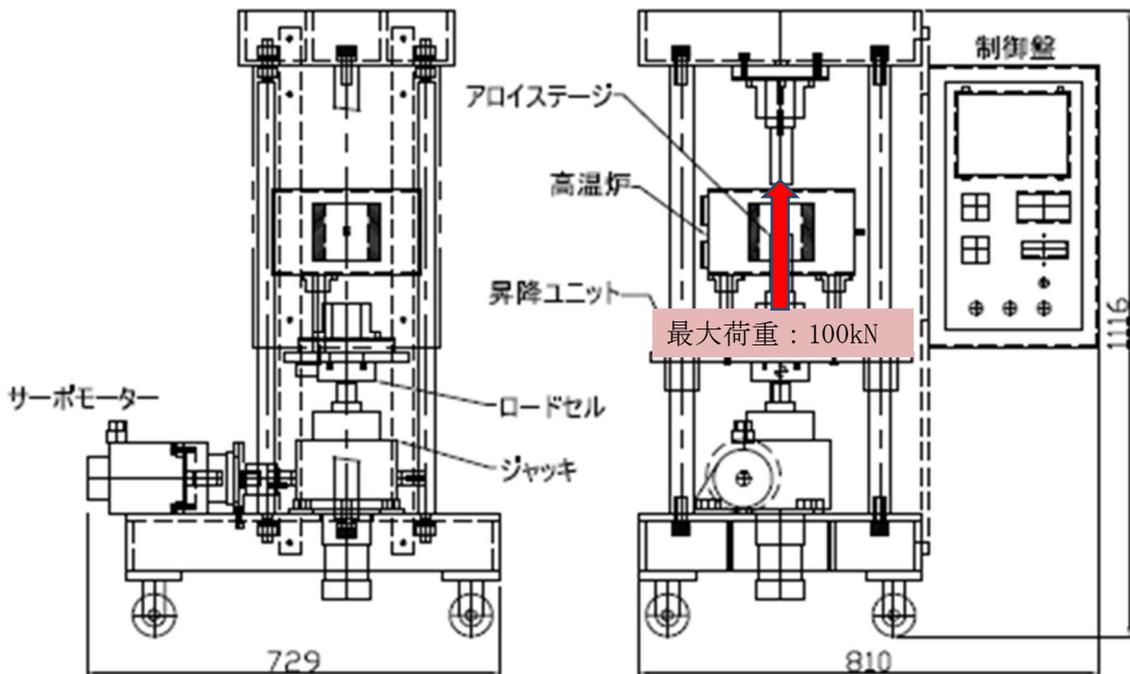
### 2-1) 仕様検討及び動作設計

試験機最大荷重は製作限界値の 100kN とし、加圧速度については幅広い試験に対応できるように、0.2~100mm/min とした（標準試料φ10×15mm に対して初期ひずみ速度  $1.1 \times 10^{-1} \sim 2.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  に対応）。加熱方法はヒーター加熱とし、確実に 800℃加熱可能なよう、900℃ $\pm 10^\circ\text{C}$  とした。試験モードはサーボモーターによる精密な位置制御に加え、HPS 加工後試料を所定時間加圧保持することで拡散接合材が製作可能なよう、加圧制御（タイマーにて最大 24h 保持）の 2 パターン選択可能な仕様とした。

図①-1-2 に高温鍛造性評価試験機の外形図、図①-1-3 に動作概要図を示す。

#### ■基本スペック

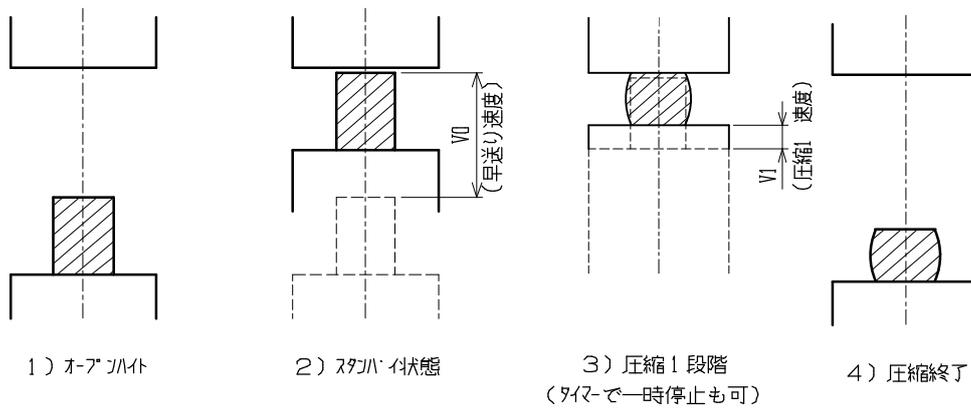
- ・最大荷重 : ~100kN
- ・ストローク : 95mm
- ・加圧速度 : 0.2~100 mm/min



図①-1-2 高温鍛造性評価試験機 外形図

#### ■ロギングデータ

- ・温度 (°C)
- ・荷重 (kN)
- ・位置 (変位量) (mm)



図①-1-3 高温鍛造性評価試験機 動作概要図

### (3) まとめ

実際に製作した高温鍛造性評価試験機を用いて、下記条件にて圧縮試験が正しく行えるか検証を行った。所定の荷重・温度・位置(変位量)のデータが正しく取得できたことから、本試験機の要求機能を満たすことを確認した。図①-1-4 にデータロガーでの検証結果、図①-1-5 に高温圧縮試験時の炉内様子を示す。

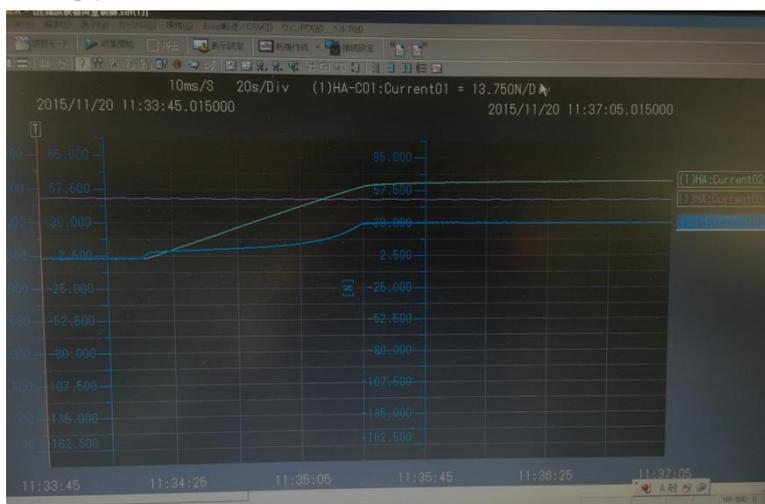
#### 【高温鍛造性評価試験機 試験条件】

##### ■位置制御モード

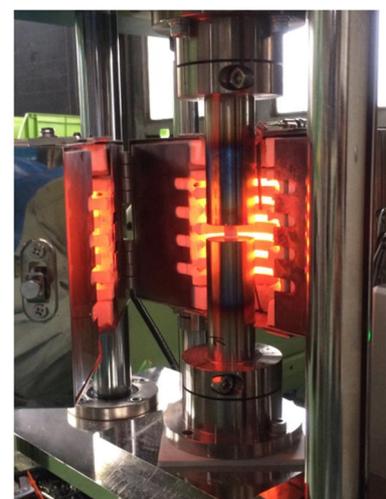
- ①加圧速度 0.2mm/min (最小)
- ②加圧速度 100mm/min (最大)

##### ■加圧制御モード

- ①荷重 : 30kN



図①-1-4 高温鍛造性評価試験機によるデータロガー  
(試験モード：加圧制御モード、設定荷重：30kN)



図①-1-5  
高温圧縮試験時の炉内様子

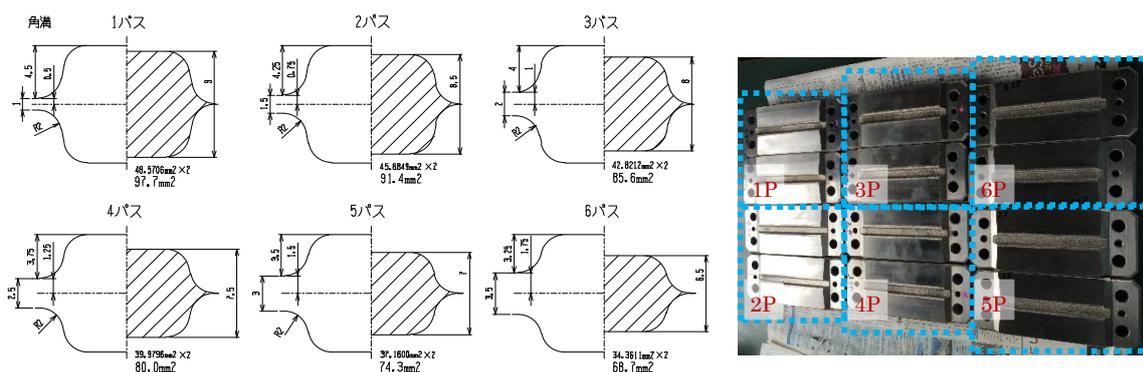
### 3. 総括

- HPS 加工により結晶粒微細化後の試料の超塑性鍛造条件を把握するため、800℃高温下かつ幅広い加圧速度での厳密な圧縮試験を可能とする高温鍛造性評価試験機を設計製作した。
- 製作した高温鍛造性評価試験機は、本研究に必要な要求機能を満たし正常に作動することを確認したため、本プロセスの有効性評価試験装置として用いる。

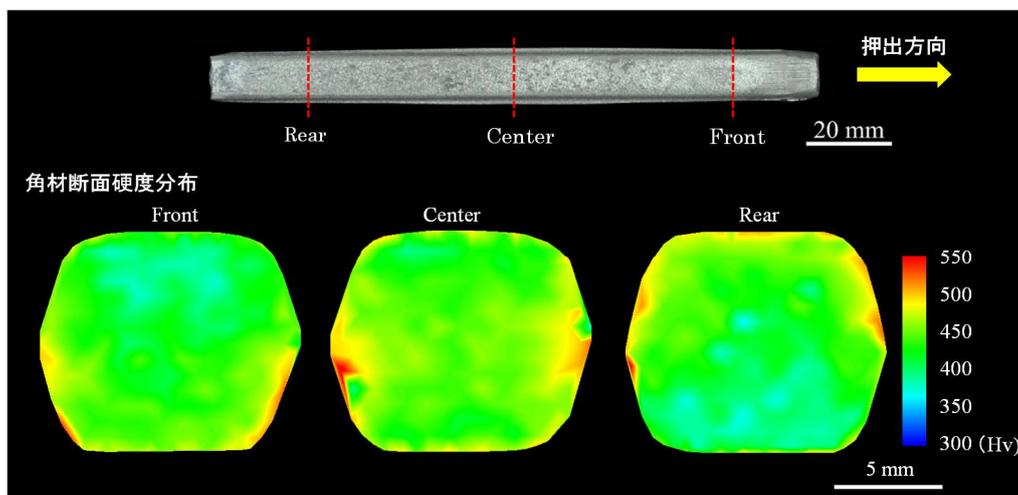


すなわち 15mm×1 パス加工で超塑性の発現が確認されているが、この時に与えたひずみ  $\epsilon$  は 8.66 となり、例えば 10mm 厚みの棒材で同等のひずみを印加するためには 10 倍のスライド量(150mm)が必要となる。現在の金型設計では 1 パスで 150mm スライド加工することはできないが、X15-10R 加工すなわち 15mm×10 パス往復加工(5 往復)を行うことで、同等のスライド量を確保できると考えられる。しかしながら、実際の HPS 加工ではパスごとに試料が前後方向に伸長し、バリを側面側に吐き出すことで試料厚みが減少するため、やがて金型同士が接触する。金型同士が接触しないまでも投影面積が増大することによって単位面積当たりのクランプ圧力は低下し、HPS 加工中にスリップ現象が発生したり、金型が破損するなど、試料に効率よくひずみを印加できないという課題が出てきた。

そこで、パスごとに溝深さを浅くした金型を 6 パス分用意し、1 パスごとに金型交換することで確実に試料を把持し、効率よくひずみを印加できると考えた(同様の狙いで昨年度 4 パス加工にトライしたが超塑性の発現が確認できなかったこと、試料がパスごとに薄肉化し、最終的に 7mm 程度となることを加味して本年度は 6 パス加工を目指した)。図②-1-2 に 6 パス加工型の溝設定と実際に製作した金型を示す。図②-1-3 に棒状試料の硬度試験の結果を示す。



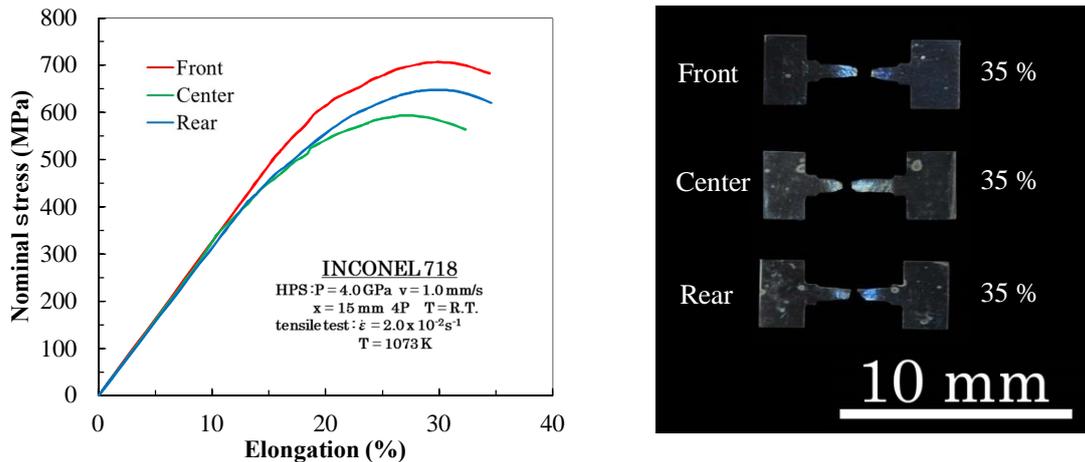
図②-1-2 6パス加工型の溝設定と製作した金型



図②-1-3 6パス加工したインコネル 718 の内部硬度

受領材の硬度は 300HV であったが、6 パス加工した試料では硬度が 430HV 程度に上昇していることが確認できた。ただし、これまでの経験から硬度が 500HV を超えないと超塑性現象が発現しないことを把握しており、ひずみ印加による組織微細化の傾向こそ見られるものの成形性の向上はあまり期待できない状態であると推察された。

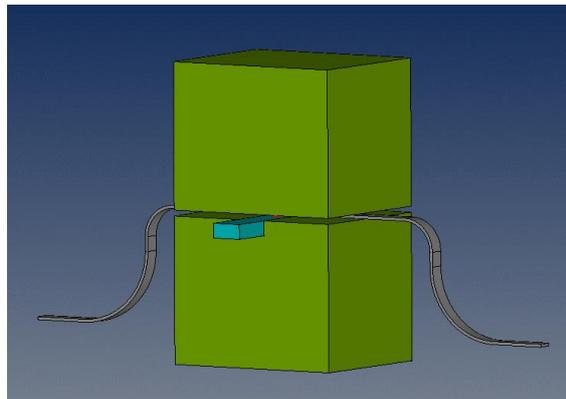
図②-1-4 に 6 パス加工した試料の高温引張試験結果を示す。硬度試験から推察された通り伸びは 35%のみと受領材と同等の結果であり、成形性の改善は見られなかった。



図②-1-4 6 パス加工したインコネル 718 の高温引張試験結果

## 2-2) 带状材連続 HPS 金型の設計開発

棒状試料の改質が未達成の状況の中、組織改質に成功している板状試料からバルク試料を作成する方法として拡散接合による一体化を考案し、実際にトライを行った。拡散接合の試験結果については後述 4 項で説明するが、板状試料を効率よく組織改質することができれば将来量産技術の一つの方法として有用であると考え、带状材連続 HPS 法を実現する金型設計に取り組んだ。带状材連続 HPS 法のイメージ図を図②-1-5 に示す。この工法はプレスフレームの横窓から貫通配置させた带状材に対し、被加工部で所定の HPS 加工を行った後、オーバーラップ部を設ける程度に位置をずらし(带状材を送り出し)、その位置でさらに HPS 加工を行うといった加工を連続的に繰り返すというアイデアで、半無限に組織改質材を製造できる可能性がある。

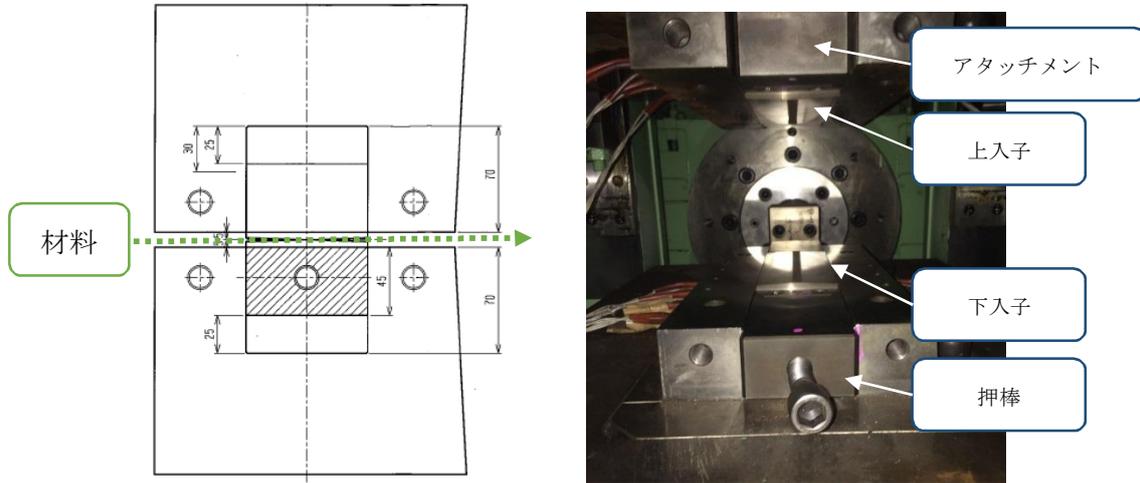


図②-1-5 带状材連続 HPS 法のイメージ図

従来の HPS 法では、コの字状に掘り込まれた上下金型間の正方形の空間を上下型の両壁にガイドされながら押棒がスライドするといった構成をとっていたが、带状材を被加工材とした場合、コの字に曲げながら加工することとなり連続加工は困難であった。そこで、

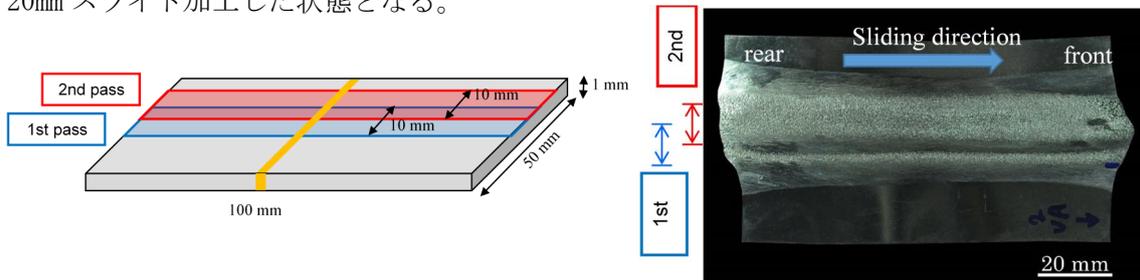
带状材を横方向から直線的に装填、HPS 加工、送り出しできるよう加工部を主型よりも突出させ、押棒は下型内でスライドガイドできるよう厚みを従来押棒の約半分とした。

設計開発した带状材連続 HPS 金型の構成と実際に製作した金型を図②-1-6 に示す。



図②-1-6 带状材連続 HPS 金型の組図と実際に製作した金型

実際に带状材連続 HPS 加工した試料を図②-1-7 に示す。(a)に示す通り、10mm 巾範囲に対し 10mm スライド 1 パス加工を実施した後、加工位置を 5mm ずらして同 2 パス目を実施した。これにより、1 パス加工部は 10mm、オーバーラップ部は計 2 パス加工のトータル 20mm スライド加工した状態となる。



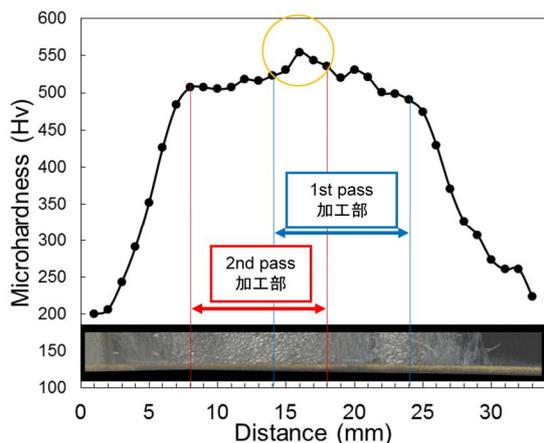
(a) 带状材連続 HPS 試験の加工条件

10mm スライド 1 パスを 2 回実施

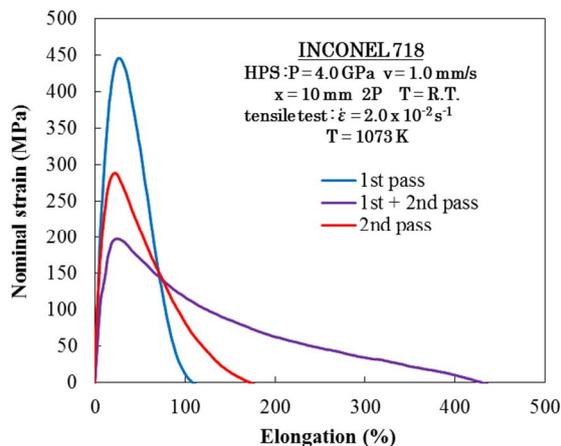
(b) 実際に 2 パス加工した試料

図②-1-7 带状材連続 HPS 加工を行ったインコネル 718

図②-1-8 に内部硬度分布を示す。1 パス目、2 パス目の単独加工部は概ね 500HV を示し、オーバーラップ部については 550HV まで硬度が上昇していることが確認できる。図②-1-9 に高温引張試験の結果を示す。550HV を示したオーバーラップ部は期待通り 400%を超える超塑性伸びが確認できた。

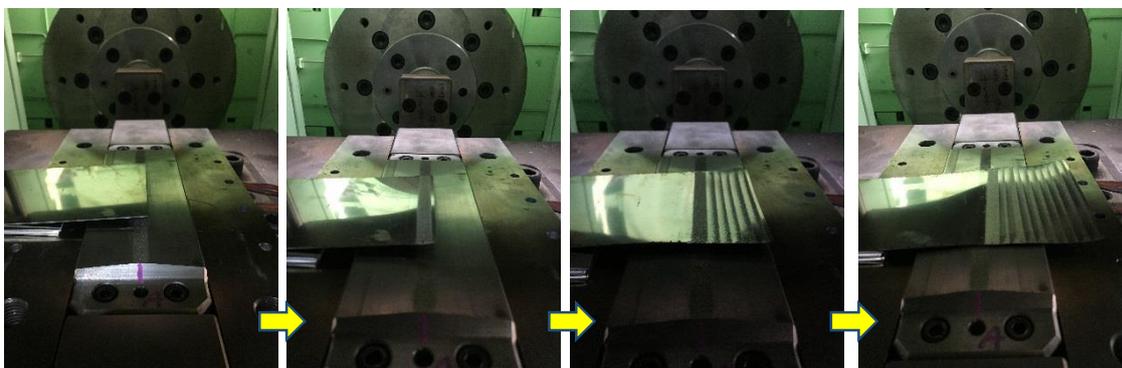


図②-1-8 带状試料の内部硬度分布

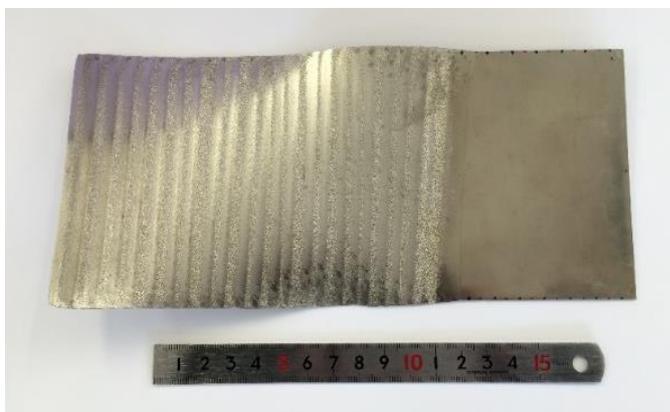


図②-1-9 带状試料の高温引張試験結果

続いて実際の带状材連続 HPS 加工を想定した試験として、より大きな試料に対して連続 HPS 加工を実施した。基礎試験では 10mm スライド 1 パス (X10-1P) としたが、本試験では実用を想定して 5mm スライド 2 パス (X5-2R) = 5mm×1 往復加工とし、1 サイクル加工が終わった段階で 5mm ずらしてさらに加工を続けた。つまり、オーバーラップ部は 5mm スライド 4 パス (X5-4R) = 5mm×2 往復加工 = トータル 20mm スライド加工を行った状態となる。带状材連続 HPS 加工の様子を図②-1-10 に示す。



図②-1-10 带状材連続 HPS 加工試験 2



図②-1-11 作成した大型の带状試料

最終的に 22 パスまで加工を行い概寸法 100×150×1mm という範囲に対して HPS 加工を行うことに成功した。オーバーラップ部の導入ひずみ量は基礎試験と同量であり、加工部のほぼ全域で超塑性の発現が期待できる。

### (3) まとめ

#### 3-1) 棒状試料用HPS金型の設計開発

棒状試料用 HPS 金型への滑り抑制方法としてパス毎に溝深さを変更した金型を 6 パス分設計製作し HPS 加工試験を実施したところ、430HV 程度まで硬度が上昇したものの超塑性が発現する 500HV を超えることはできず、実際の高温引張試験においても 35%伸びと成形性の改善は確認できなかつた。組織改質の傾向は見られるものの棒状試料へのひずみ印加はまだ十分なレベルではなく、強加工試験装置の改造も念頭にさらなる改善が必要である。

#### 3-2) 帯状材連続 HPS 金型の設計開発

将来量産技術の一つとして新工法である帯状材連続 HPS 加工を考案し、これらの試験に対応した専用金型を設計開発した。実際の加工試験により、インコネル 718 材の 10mm 巾範囲に対して X10-1P を行った後、5mm ずらしてさらに 1 パス加工を行ったところ、オーバーラップ部で 400%を超える超塑性伸びを確認した。量産を想定し、5mm スライド 2 パス = 5mm スライド×1 往復加工(X5-2R)を行った後、5mm ずらして同 1 往復加工を施すという加工を 22 回繰り返す、概ね 100×150×1mm 範囲の組織改質に成功した。一連の試験結果より、帯状材連続 HPS 加工は量産実現可能な組織改質技術の一つとして実用化が期待でき、当該新工法に対応した専用金型は設計、製作とも妥当であり、組織改質技術の可能性を広げることにつながった。

### 3. 総括

後述第 3 項に示す通り、板状試料ではインコネル 718 に対して安定した組織改質が行え、超塑性を発現させるレベルに達したが、棒材に対してはひずみ導入の傾向こそ見られるものの成形性が向上するレベルには達しておらず、さらなる研究開発が必要である。

将来量産技術の一つとして考案した帯状材連続 HPS 加工試験では十分にひずみを導入できた部位では超塑性が発現することを確認した。実際に複数回連続加工を行った結果、100×150×1mm といった大きなインコネル 718 組織改質材の作成に成功し、金型構造設計を含む当該新工法の有効性を確認した。

1. 実施項目：②金型技術の研究開発

②-2 超塑性鍛造用金型の開発（1）

2. 27年度研究内容

800℃に耐えうる超塑性鍛造用金型材料として、インコネル718を選定した。高温雰囲気下で使用される金型材料に必要な特性の一つは耐酸化性であるので、今回選定したインコネル718材の耐酸化性を確認する。

（1）研究の方法

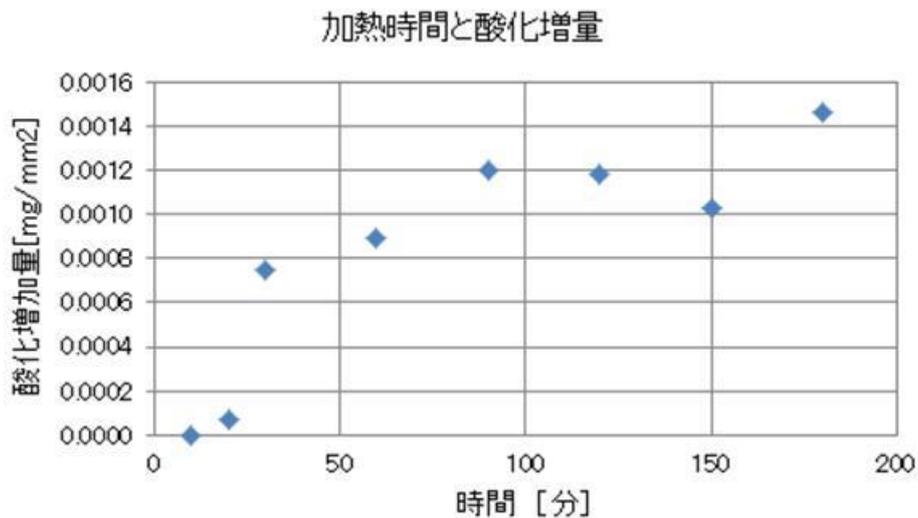
平成25年度に、従来開発してきた材料の耐酸化性評価を行った。そのときと同じ条件下で評価を行い、当時の開発材とも比較できるようにする。800℃という高温において生じる酸化量を計測する実験を行う。

（2）研究の結果

大気雰囲気における酸化試験を行った。試験条件は以下の通りである。

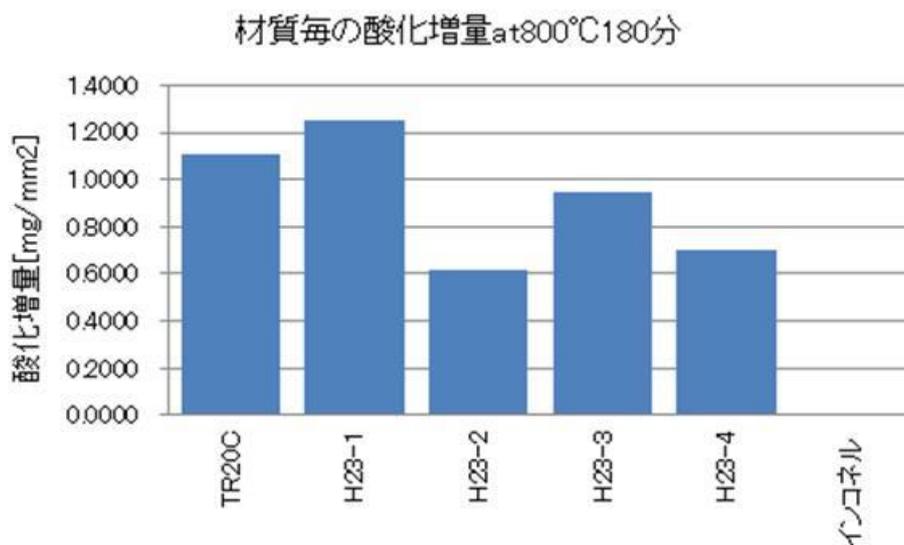
- 1)加熱炉：マッフル炉
- 2)炉内有効寸法：240 (W) × 210 (H) × 295 (D) mm
- 3)炉内容量：14.9L
- 4)N<sub>2</sub> パージ：5L/min
- 5)加熱条件：800℃ 3時間
- 6)試料：インコネル718

酸化増量は試料の加熱前後の重量差で計測した。酸化増量と加熱時間との関係を図②-2-1に示す。ばらつきはあるが、酸化増加量はほぼ時間と共に増加した。



図②-2-1 酸化試験結果

800℃ 3 時間における酸化増加量について、従来の開発材と比較したグラフを図②-2-2に示す。グラフではインコネル718の酸化増加量はほぼゼロで目盛りが読めないため、測定データを表②-2-1に示す。当時有力視されていた開発材 H23-2 の 0.62mg/mm<sup>2</sup>に対して、インコネルは 0.0015 mg/mm<sup>2</sup>と、約 400 倍の差（効果）があった。



図②-2-2 材質別による酸化増量の比較

	酸化増量
TR20C	1.1103
H23-1	1.2500
H23-2	0.6200
H23-3	0.9500
H23-4	0.7000
インコネル	0.0015

表②-2-1 酸化増量データ (mg/mm<sup>2</sup>、800℃×3 時間)

### (3) まとめ

800℃に耐えうる超塑性鍛造用金型材料としてインコネル718を選定し、その耐酸化性を試験した。その結果インコネル718は従来の開発材よりも400倍も優れた性能を示した。このレベルであれば、高温雰囲気下で使用しても耐酸化性については問題ないと思われる。

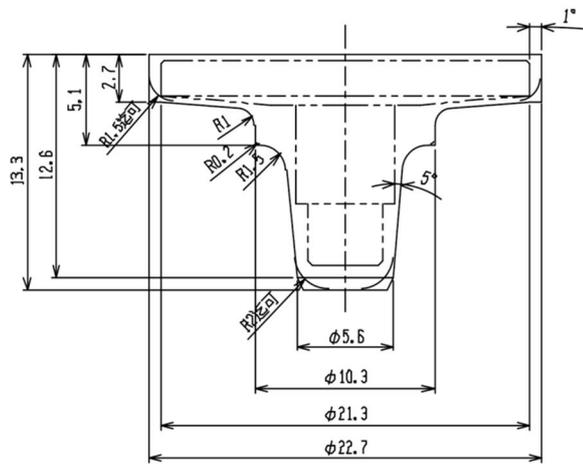
## 1. 実施項目：②金型技術の研究開発

### ②-2 超塑性鍛造用金型の開発（2）

## 2. 27年度研究内容

### （1）研究の方法

これまでの研究では、実体ウェストゲートバルブ試作に必要な材料ボリュームをφ20×30mmとしてきたが、本プロジェクトのアドバイザーである三菱重工業株式会社様より、ウェストゲートバルブのトレンドが傘径φ30~40からφ20程度に小型化しているという情報を取得した。本年度はこれを反映したウェストゲートバルブ形状に加工取代を付与した鍛造形状を設計し、インコネル718製超塑性鍛造用金型を設計製作する。図②-2-3に設計した実体ウェストゲートバルブ鍛造形状を示す。



#### NOTE

- ・2点鎖線は加工形状を示す。
- ・実線は鍛造形状を示す。

図②-2-3

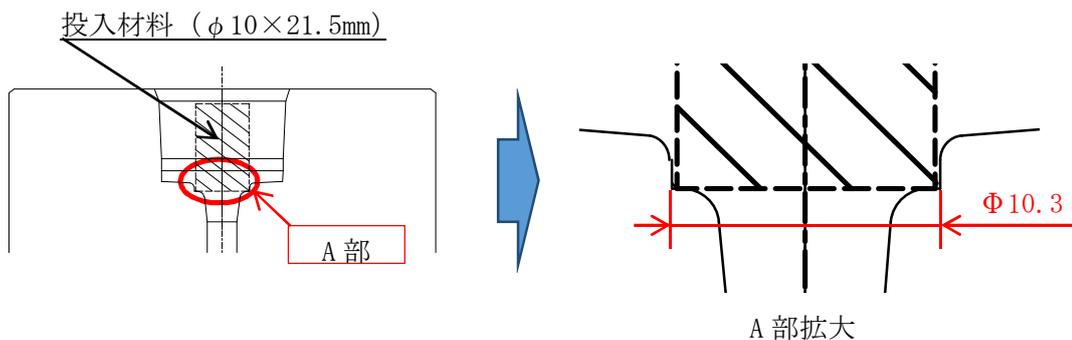
実体ウェストゲートバルブ  
鍛造形状

### （2）研究の結果

金型設計では以下のポイントを踏まえ設計を行った。

#### ①投入材料を型内へ垂直に置くことが可能であること。

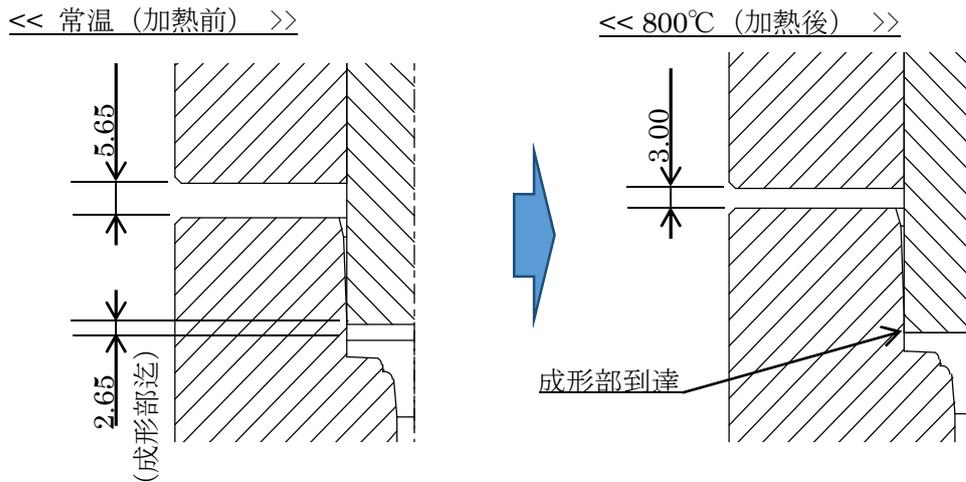
本年度の超塑性鍛造プロセスでは搾出工法による成形を考えており、設計した鍛造形状から投入材料ボリュームをφ10×21.5mmと算出した。投入材料が偏った配置となった場合、偏肉や欠肉等の恐れがあるため、如何に安定して型内へ垂直に配置出来るかがポイントである。今回、投入材料の配置スペースとしてφ10.3のステップを設け対応した。図②-2-4に投入材料の配置方法を示す。



図②-2-4 投入材料の配置方法

②800℃金型加熱時の熱膨張を考慮していること。

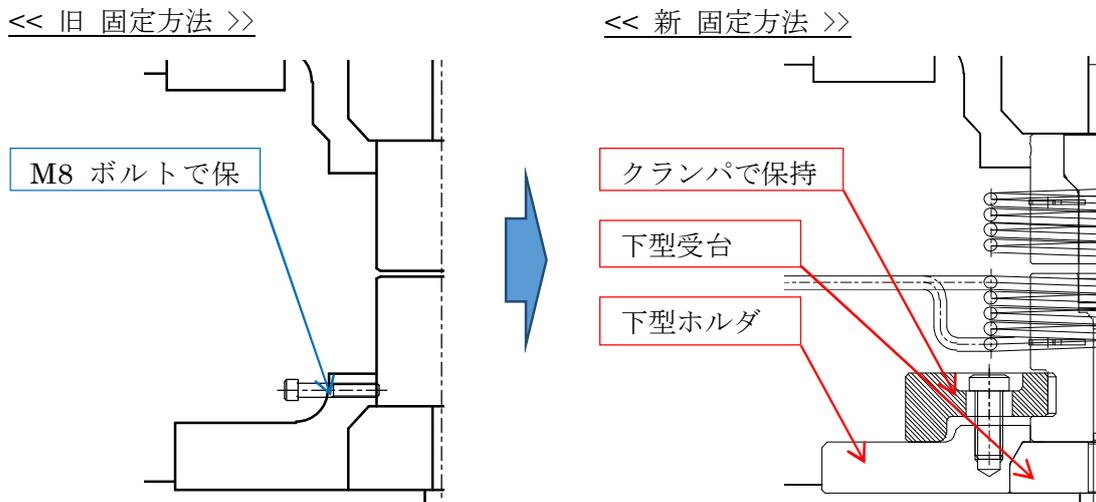
本年度の超塑性鍛造プロセスでは800℃高温下での恒温鍛造を計画している。これまでの研究ではインコネル718製金型を芯部まで800℃加熱させるには、外周部を900℃まで加熱させる必要がある。インコネル718材の900℃加熱時点の熱膨張係数を $17 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ として、常温(20℃)から900℃までの温度変化より寸法伸び尺を1.015と求め、熱膨張後の金型寸法でプレスシャットハイ時のスライドが適正值となるよう金型設計を行った。図②-2-5に加熱前後でのスライド位置の検討図を示す。



図②-2-5 加熱前後でのスライド位置

③安全性を考慮していること。

従来の下型固定方法ではM8ボルト4本で金型側面を締結する方法となり、強度的に弱く、鍛造時に金型が外れる恐れがある。本年度の超塑性鍛造プロセスでは金型外周部に加熱コイルを設けており、金型が外れることで加熱コイルの破損に繋がりがねない。そこで強度不足を解消する為、下型固定方法の見直しを図り、下型保持部品の新規製作を行った。図②-2-6に下型固定方法を示す。



図②-2-6 下型固定方法

上記①～③を踏まえ、実際に設計製作した超塑性鍛造用金型を図②-2-7に示す。



図②-2-7 超塑性鍛造用金型

### (3) まとめ

最新のウェストゲートバルブ形状を反映した鍛造形状、高温加熱保持状態で使用される上での工法・強度等の検討結果を反映した超塑性鍛造用金型が設計製作できた。

### 3. 総括

- 800°Cに耐えうる超塑性用金型としてインコネル718を選定し、インコネル718製ウェストゲートバルブ超塑性鍛造用金型を設計製作した。
- 開発した超塑性鍛造用金型は、本プロセスの有効性評価のためのサーボプレスを用いた超塑性鍛造試験用として用いる。

## 1. 実施項目：③組織改質プロセスの研究

### ③-1 組織改質方法の研究

## 2. 27年度研究内容

### (1)研究の方法

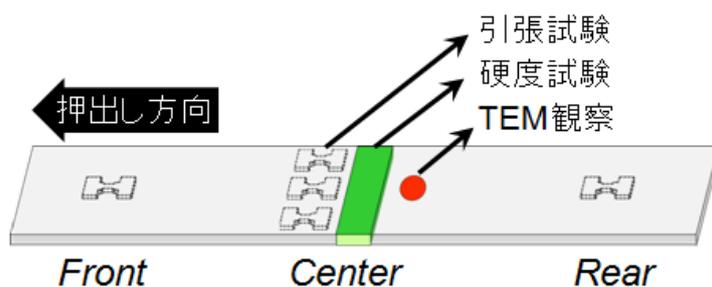
#### 1-1)はじめに

本研究で開発した 500 トン容量の HPS (High-Pressure Sliding) 装置 (以下 500HPS) を用いることで、インコネル 718 超合金は、板状試料で組織改質 (いわゆる結晶粒微細化) が可能となり、400%以上の超塑性が発現できることを確認した。本年度は、まず HPS 加工前の試料の状態 (受領材か溶体化材) が HPS 加工後の特性に及ぼす影響を調べた。また板状試料全体にわたった微細化の均一性や特性の均質性を評価した。さらに、HPS 加工したインコネル 718 合金をいろいろなひずみ速度や温度で高温変形し、超塑性発現のための最適条件を調べるとともに、変形に伴う組織変化を透過電子顕微鏡で観察した。棒状試料では、昨年度の結果を受けて角棒状試料で HPS 加工を行い、超塑性発現の可能性に向けて研究を進めた。以下に、結果をまとめる。

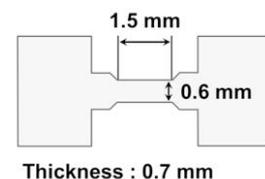
#### 1-2)実験方法

##### 1-2-1)板状試料の作製と HPS 加工

HPS 加工前の板状試料寸法は、板幅 10 mm、長さ 100 mm、厚さ 1 mm とした。試料は、図③-1 に示すようにスライド方向の先端から、Front 部、Center 部、Rear 部と定義し、中心線に沿って各部位より、あるいは Center 部の幅方向の両端と中央の 3 箇所より引張試験片を切り出した。硬度試験用試料は Front 部、Center 部、Rear 部で幅方向に、また透過電子顕微鏡(TEM)による組織観察用試料は Center 部にて板幅中央より円盤状 (直径 3 mm) に放電加工機にて切出した。図③-2 は切出した引張試験片の形状と寸法を示す。



図③-1 500HPS 用の板状試料、および引張試験取出し位置、硬度試験位置、TEM 組織観察位置



図③-2 引張試験片形状と寸法

HPS 加工は受領材と溶体化材で行った。受領材は厚さ 1 mm で市販された圧延材をそのまま試料としたもので、溶体化材は、HPS 加工用に切出した試料を Ar 雰囲気中で石英管に封入し、マッフル炉にて 1010°C で 1 時間保持したあと水冷したものである。

HPS 加工は、加工時のクランプ圧力を  $P=4\text{ GPa}$  とし、室温 ( $T=R.T.$ ) にてスライド速度  $v=1.0\text{ mm/s}$ 、スライド距離  $X=15\text{ mm}$  で行った。

### 1-2-2) 組織観察

TEM による組織観察には、まず直径  $3\text{ mm}$  に切出した円盤状試料を厚さが約  $0.1\text{ mm}$  となるように #2400 のエメリー紙で研磨した。続いてツイングジェット電解研磨法を用いて TEM 用薄膜試料を作製した。電解研磨液として 90%エタノール-10%過塩素酸を用い、付加電圧  $15\text{ V}$ 、 $T=R.T.$  にて電解研磨を行なった。電解研磨で試料作製が困難なものについては、収束イオンビーム (FIB) 装置 FEI Quanta 200i 3D を用いて薄膜試料を作製した。TEM 観察は、日立製作所製透過型電子顕微鏡 H-8100 を用い加速電圧  $200\text{ kV}$  にて行なった。

### 1-2-3) 硬度試験と引張試験

Front 部、Center 部、Rear 部より切出した硬度試験試料は、まず #4000 のエメリー紙で鏡面となるまで研磨した。硬度測定にはマイクロビッカース硬度試験機 (ミットヨ HM-102) を用い、荷重  $0.5\text{ kgf}$ 、付加時間  $15\text{ 秒}$  の条件で行なった。Front、Center、Rear 部での断面にて測定した硬度は、グラフ作成ソフト Origin 9.1 を用いて硬度分布とした。

引張試験は、図③-2 に示す引張試験片を用い、温度  $700\text{-}900^\circ\text{C}$ 、初期ひずみ速度  $\dot{\epsilon} = 5.0\times 10^{-4}\text{-}2.0\times 10^{-2}\text{ s}^{-1}$  の範囲で行なった。

## (2) 研究の結果

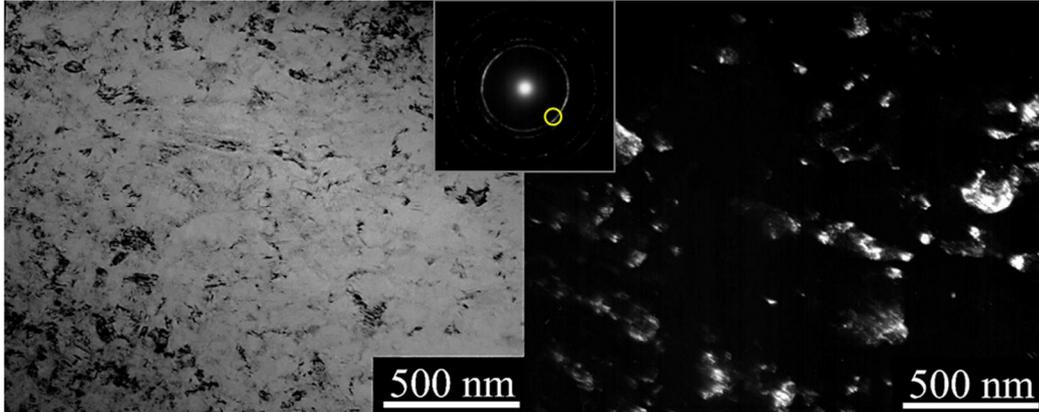
### 2-1) 板材の HPS 加工

#### 2-1-1) 受領材の結晶粒超微細化と超塑性(均質性と異方性の評価)

図③-3 は受領材を HPS 加工後に TEM 観察した結果である。左側に明視野像、右側に暗視野像を示す。この暗視野像は図中中央の制限視野回折(SAED)パターン中の○で囲った回折波を利用して撮影したものである。結晶粒は  $200\text{ nm}$  以下に超微細化され、結晶粒界は巨大ひずみ加工材に特有な不明瞭な状態となっている。図③-4 は HPS 加工後の Front、Center、Rear 部における断面硬度分布である。ここで、UA、UP は上側試料の金型側の面 (Upper Anvil Surface) と押棒側の面 (Upper Plunger Surface) であることを示す。Front 部のみ UA、UP を付しているが、Center 部および Rear 部でも同じである。いずれも均一に硬度が上昇しており、初期硬度  $220\text{ Hv}$  から  $530\text{ Hv}$  程度まで硬化している。この硬度の上昇は HPS 加工によりせん断ひずみが導入され、組織が超微細化されたことによるものである。

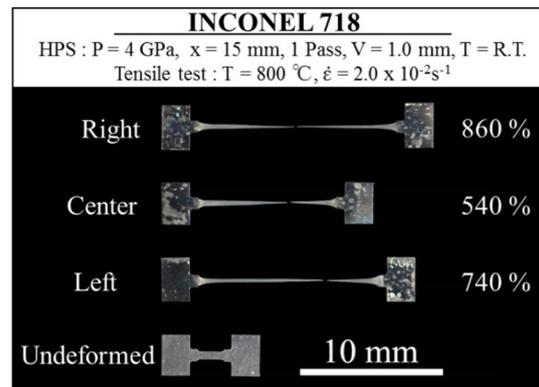
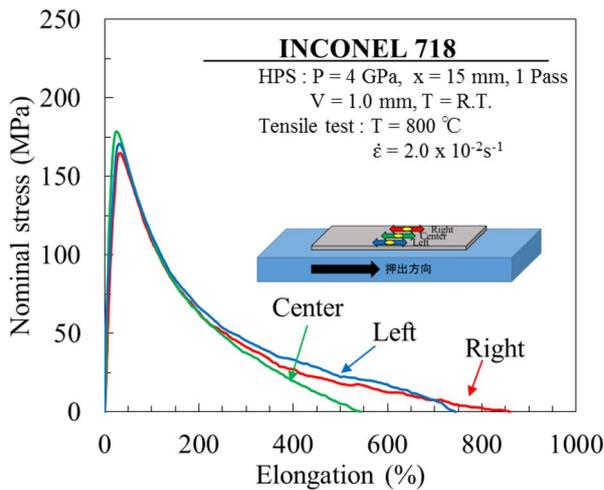
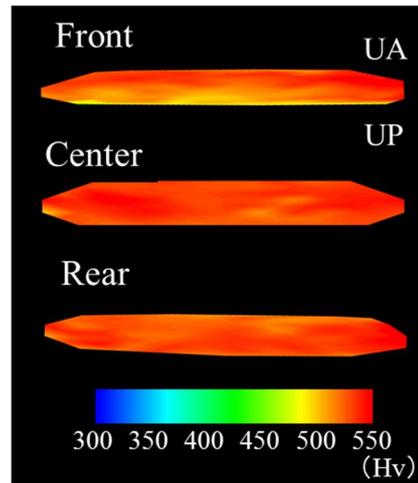
図③-5 は HPS 加工した試料の Center 部における変形能を板幅方向で比較した結果である。変形温度は  $800^\circ\text{C}$  で、初期ひずみ速度は  $2.0\times 10^{-2}\text{ s}^{-1}$  である。最大応力は  $170\text{-}180\text{ MPa}$  で破断伸びは  $540\text{-}860\%$  となり、超塑性の発現が確認された。図③-6 は受領材 HPS 加工試料

の変形能を長さ方向で比較した結果を示している。最大応力は全ての引張試験片で 180 MPa となっており、板材は広い範囲にわたって均一に結晶粒微細化されている。図③-7 は試料の各部で板幅方向に引張試験した結果であり、Front、Center、Rear 部の 3 箇所全てで 400% を超える超塑性伸びを示した。これらの引張試験結果から、本条件で作製した HPS 加工材は異方性がなく超塑性変形することが示された。

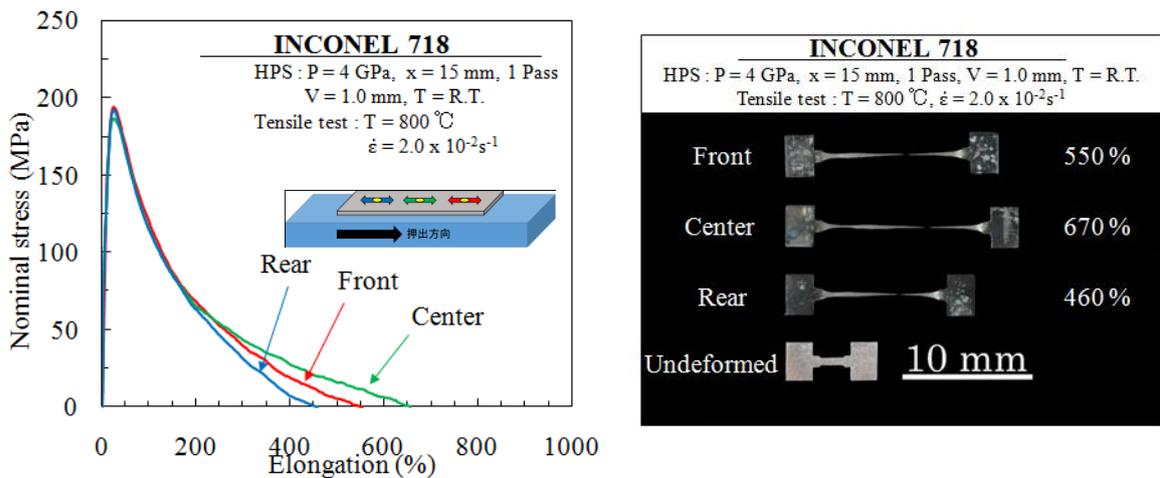


図③-3 受領材を HPS 加工した試料の TEM 観察組織：(左) 明視野像、(中) 制限視野回折パターン、(右) 暗視野像。制限視野回折パターン中の○は暗視野像撮影に利用した回折波。

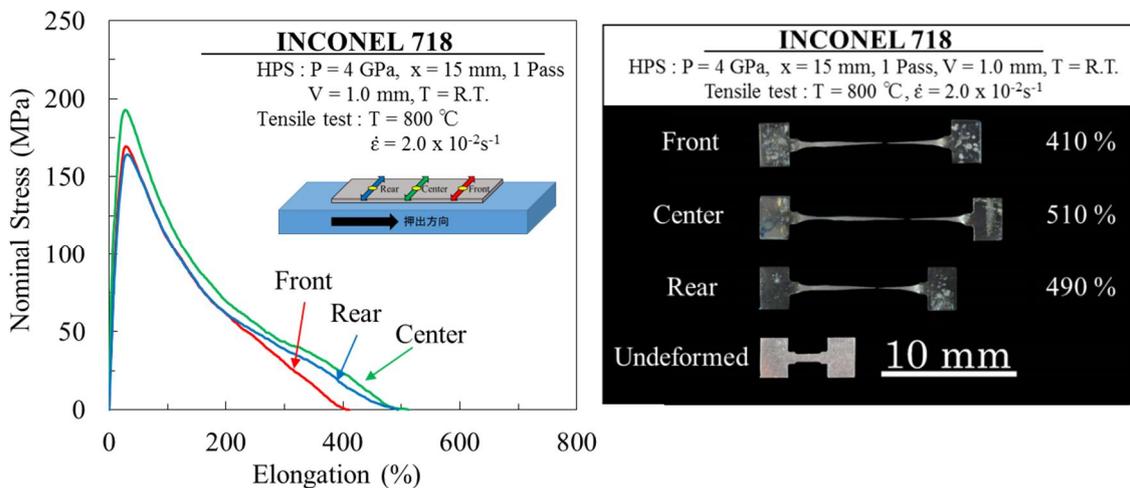
図③-4 受領材を HPS 加工した試料の Front、Center、Rear 部における断面硬度分布。UA、UP はそれぞれ上側試料の金型側の面と押棒側の面。



図③-5 受領材を HPS 加工した試料の Center 部で、長さ方向に変形した時の板幅方向に沿った比較。引張試験は 800°C、 $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  で実施：(左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観



図③-6 受領材を HPS 加工した試料の Front、Center、Rear 部で試料長さ方向に変形した時の比較。引張試験は 800°C,  $2 \times 10^{-2} s^{-1}$  で実施：(左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観



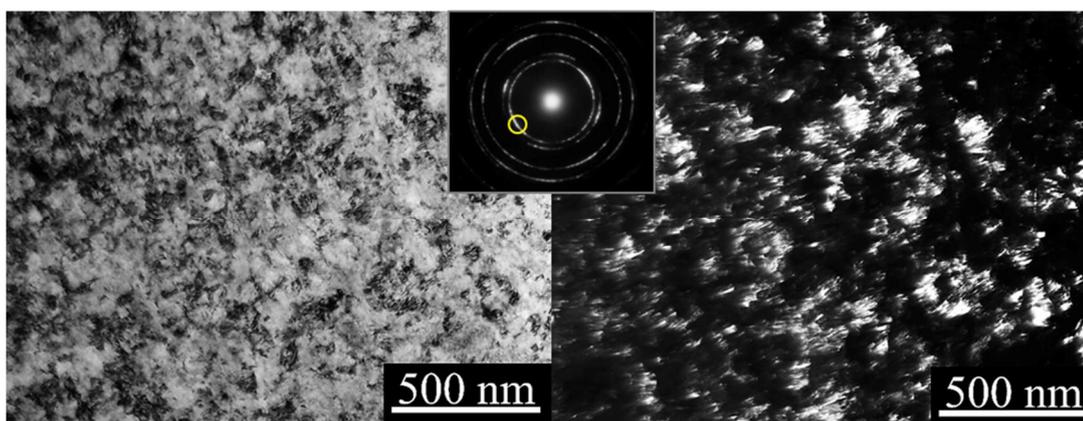
図③-7 受領材を HPS 加工した試料の Front、Center、Rear 部で板幅方向に変形した時の比較。引張試験は 800°C,  $2 \times 10^{-2} s^{-1}$  で実施：(左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観

### 2-1-2) 溶体化材の結晶粒超微細化と超塑性(均質性と異方性の評価)

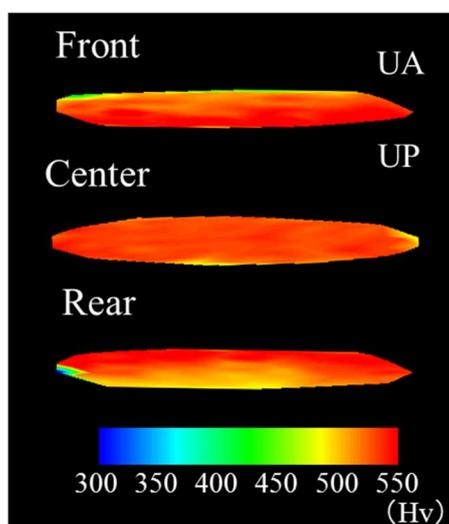
図③-8 は溶体化材に HPS 加工を行なった時の TEM 組織である。左側に明視野像、右側に暗視野像を示す。この暗視野像は SAED パターン中の○で囲った回折波を利用して撮影したものである。受領材に HPS 加工を行なった結果と同様に、結晶粒は 200 nm 以下に超微細化され、結晶粒界は巨大ひずみ加工材に特有な不明瞭な状態となっている。図③-9 は溶体化材を HPS 加工した時の Front、Center、Rear の断面硬度分布である。溶体化処理後の硬度は 190 Hv であったが、HPS 加工によって Center 部では厚みに対して全体が均一に加工され、530 Hv の硬度まで硬化している。一方、Front 部では UA 側に加工が集中して硬度が高く、UP 側の硬度は低い。逆に Rear 部では UA 側が高硬度で UP 側は低硬度となっている。これより、溶体化処理を事前に行なうことでひずみが局所的に集中しやすくなっている。

図③-10 は溶体化後に HPS 加工を施した試料を温度 800°C、初期ひずみ速度  $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  で引張試験を行ない、板幅方向に対する挙動を比較した結果である。最大応力は 160 MPa であり、溶体化をせずに HPS 加工を行なったものよりも 1 割程低下している。破断後は全ての試験片が均一に変形しているが、中央部ではやや伸びが小さい。これは受領材加工時の試験料と同様、板幅の両端部付近では板厚が減少するため、中央部よりも両端部の方が導入されるひずみ量が多いためと考えられる。

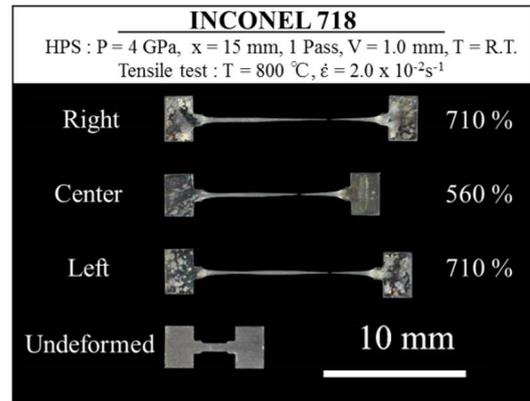
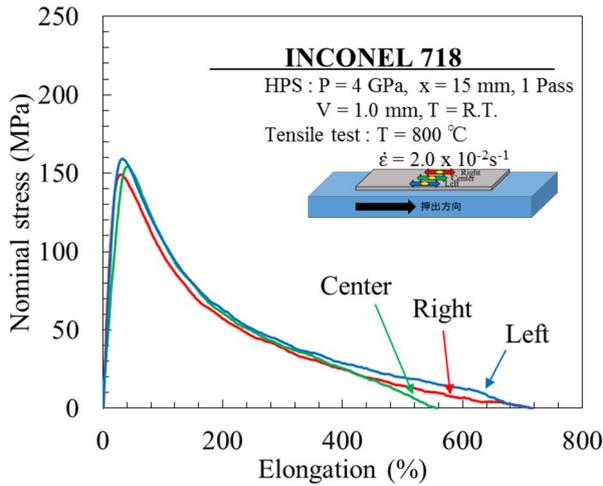
図③-11、図③-12 は溶体化後に HPS 加工して Front、Center、Rear 部をそれぞれ長さ方向と幅方向に引張試験した結果を示している。受領材を HPS 加工した場合と比較すると、伸びは全体的に大きくなっているが、試料ごとの差は大きくなっている。断面硬度分布で示したように、溶体化処理材はひずみが局所的に集中しやすくなる傾向がある。このため、温度 800°C、初期ひずみ速度  $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  で変形した試料では、塑性変形がゲージ部に沿って均一に生じていない領域が観察される。



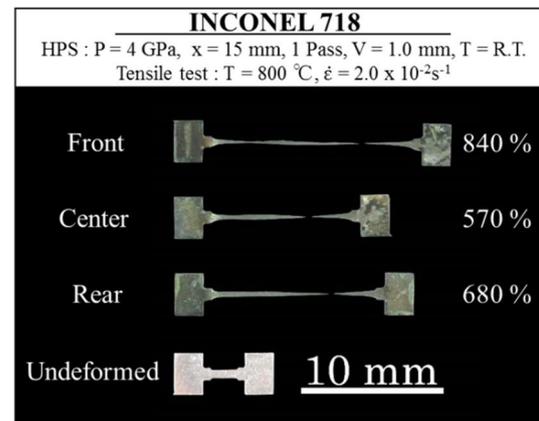
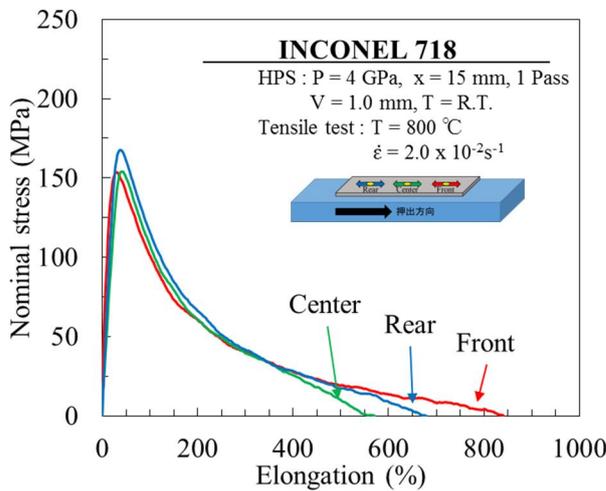
図③-8 溶体化材を HPS 加工した試料の TEM 観察組織：(左) 明視野像、(中) 制限視野回折パターン、(右) 暗視野像。制限視野回折パターン中の○は暗視野像撮影に利用した回折波。



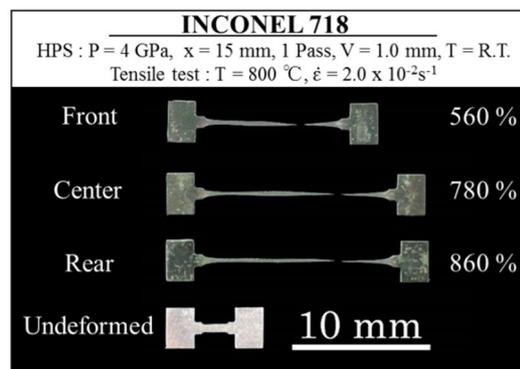
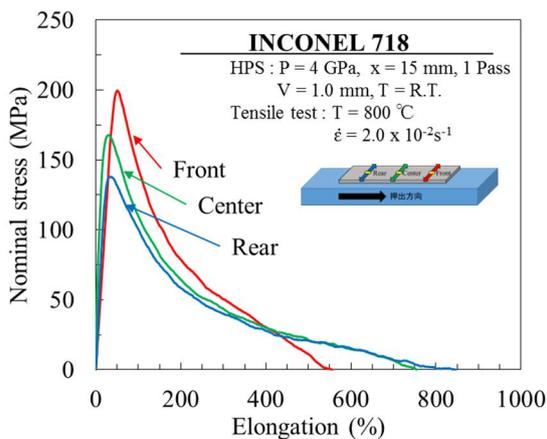
図③-9 溶体化材を HPS 加工した試料の Front、Center、Rear 部における断面硬度分布。UA、UP は上側試料の金型側の面と押棒側の面。



図③-10 溶体化材を HPS 加工した試料の Center 部で、長さ方向に変形した時の板幅方向に沿った比較。引張試験は 800°C,  $2 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  で実施 : (左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観



図③-11 HPS 加工した試料の Front、Center、Rear 部で試料長さ方向に変形した時の比較。引張試験は 800°C,  $2 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  で実施 : (左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観

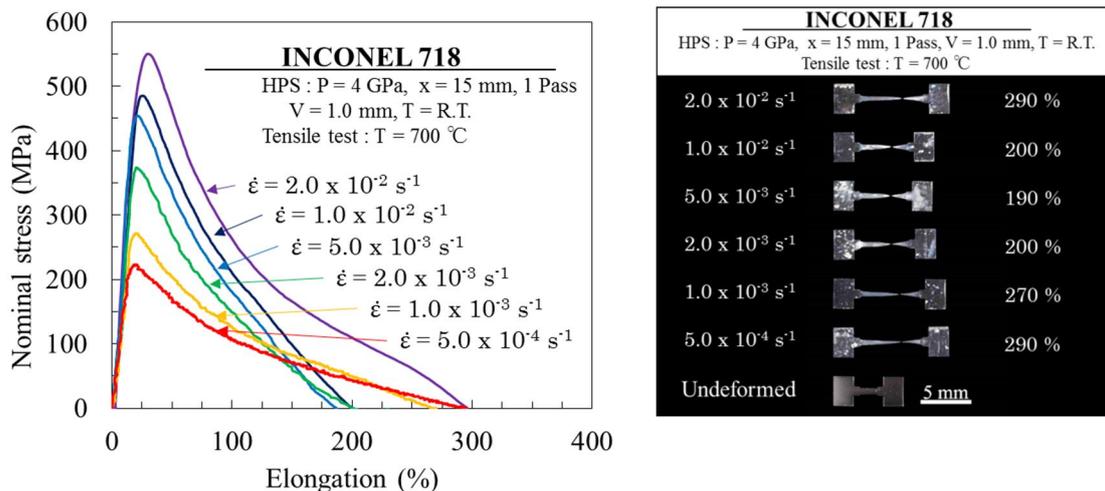


図③-12 HPS 加工した試料の Front、Center、Rear 部で板幅方向に変形した時の比較。引張試験は 800°C,  $2 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  で実施 : (左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観

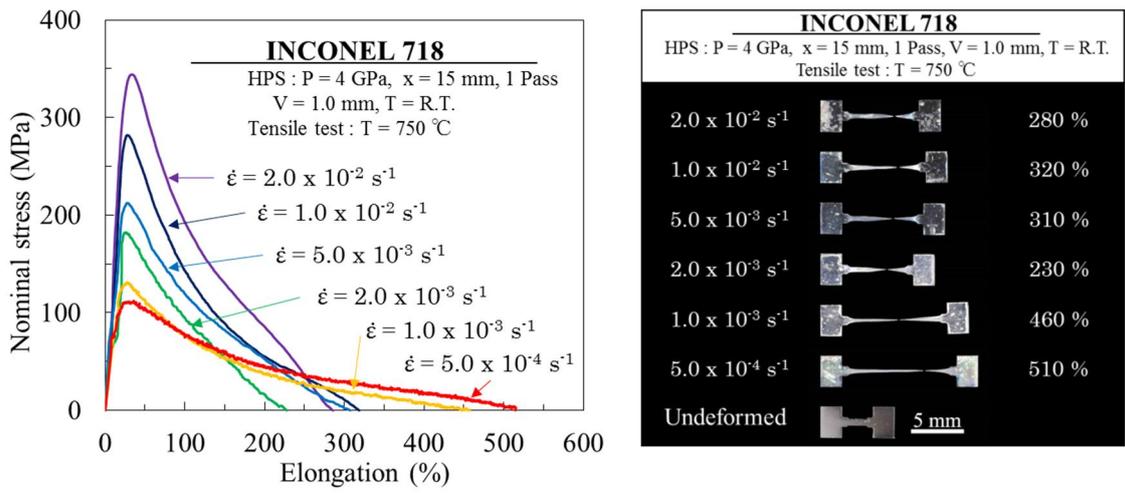
### 2-1-3) 最適な超塑性発現条件と超塑性メカニズム

図③-13、図③-14、図③-15、図③-16、図③-17はそれぞれ温度700℃、750℃、800℃、850℃、900℃で引張試験を行なった結果をまとめたもので、初期ひずみ速度はいずれの温度も $5.0 \times 10^{-4}$ 、 $1.0 \times 10^{-3}$ 、 $2.0 \times 10^{-3}$ 、 $5.0 \times 10^{-3}$ 、 $1.0 \times 10^{-2}$ 、 $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ とした。温度の上昇と初期ひずみ速度の低下に伴い、最大応力が減少していることが確認できる。図③-13に示す700℃での引張試験では、破断伸びはおおよそ200-300%であり初期ひずみ速度にかかわらず400%を超える超塑性は発現しなかった。750℃での引張試験では、図③-14に示すように $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以下の低い初期ひずみ速度のときに400%を超える超塑性伸びが発現した。800℃では、初期ひずみ速度によらず全ての初期ひずみ速度で超塑性変形が見られた(図③-15)。変形温度が850℃になると、延性がさらに上昇して最大伸びが1000%を超え(図③-16)、900℃では1600%に達してゲージ部全体が均一に変形した(図③-17)。初期ひずみ速度が大きいとき1000%以上の大きな延性を示す一方で、ひずみ速度が小さいと伸びは低下している。これは変形中に結晶粒粗大化が生じ、HPS加工により結晶粒微細化した効果が小さくなったため、得られる伸びは減少したと考えられる。結晶粒が粗大化することは、後述する熱処理後の組織観察からも知られる。

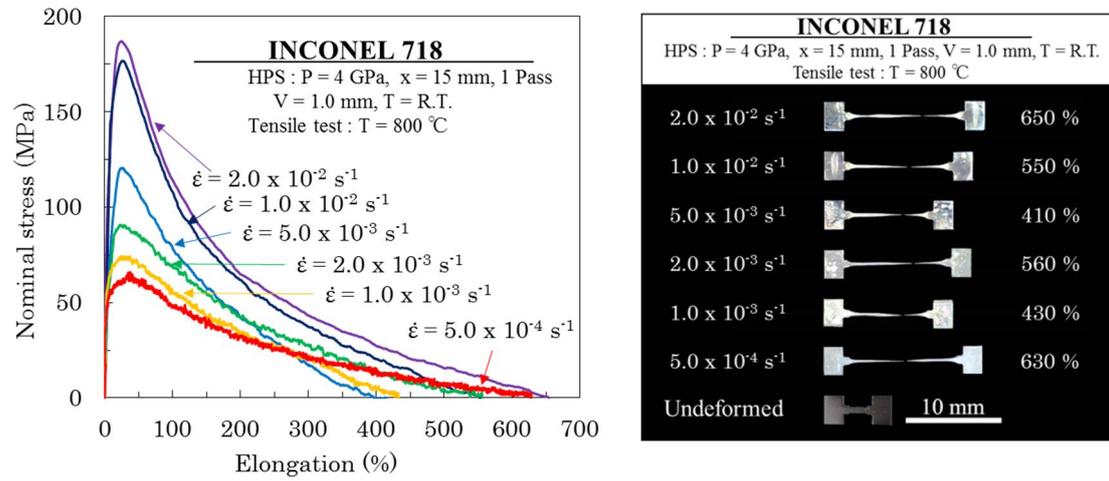
図③-18は、各温度での引張試験の結果より、最大応力と初期ひずみ速度の関係を両対数でプロットしたものである。いずれの温度も良好な直線関係が得られた。直線の傾きからひずみ速度感受性指数(m値)を算出したところ、700℃、750℃、800℃、850℃、900℃でそれぞれ0.25、0.30、0.31、0.30、0.29となった。超塑性変形にはm値が0.3以上必要であり、750℃以上では実際に400%を超える均一な破断伸びが得られることと一致している。そこで、750℃以上での結果をもとにアレニウスプロットすると、図③-19に示すように良い直線関係が得られた。傾きより変形の活性化エネルギーを算出したところ、320 kJ/molとなった。この値は格子拡散の活性化エネルギーとほぼ一致した。すなわち、インコネル718の超塑性変形は格子拡散に支配されたメカニズムで進んでいることが知られる。



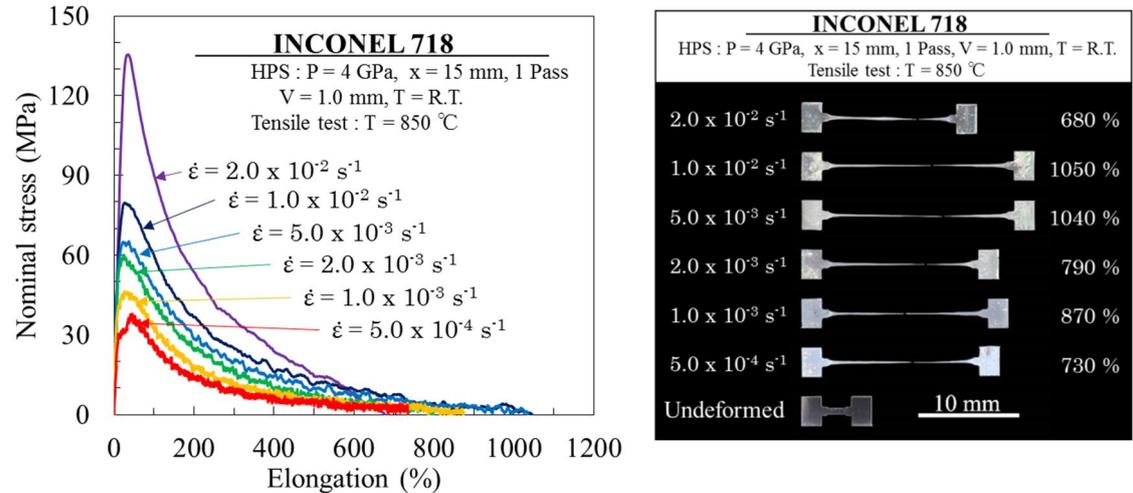
図③-13 HPS加工試料を700℃で $5.0 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ で引張試験したときの  
(左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観



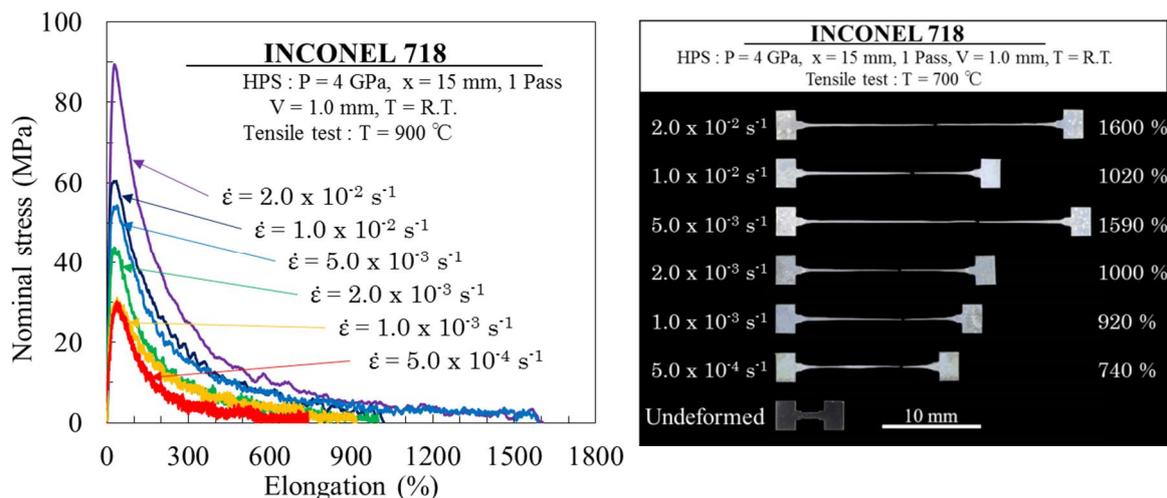
図③-14 HPS 加工試料を 750°C で  $5.0 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  で引張試験したときの(左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観



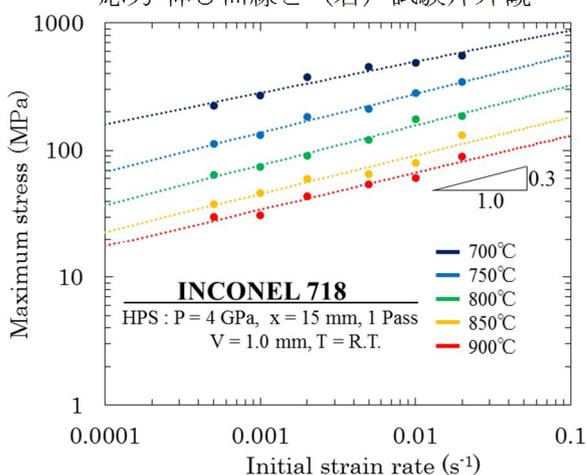
図③-15 HPS 加工試料を 800°C で  $5.0 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  で引張試験したときの (左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観



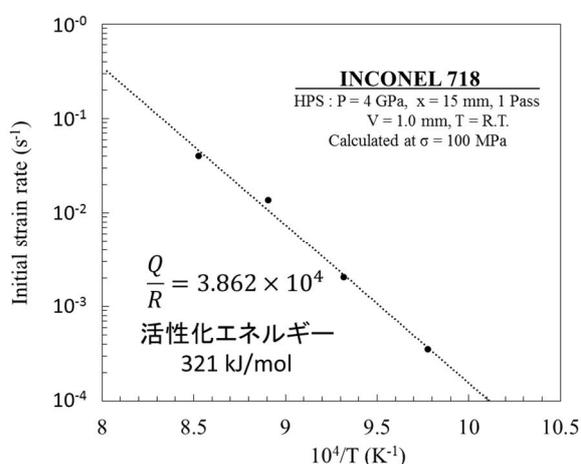
図③-16 HPS 加工試料を 850°C で  $5.0 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  で引張試験したときの (左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観



図③-17 HPS 加工試料を 900°C で  $5.0 \times 10^{-4} \sim 2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  で引張試験したときの(左) 応力-伸び曲線と (右) 試験片外観



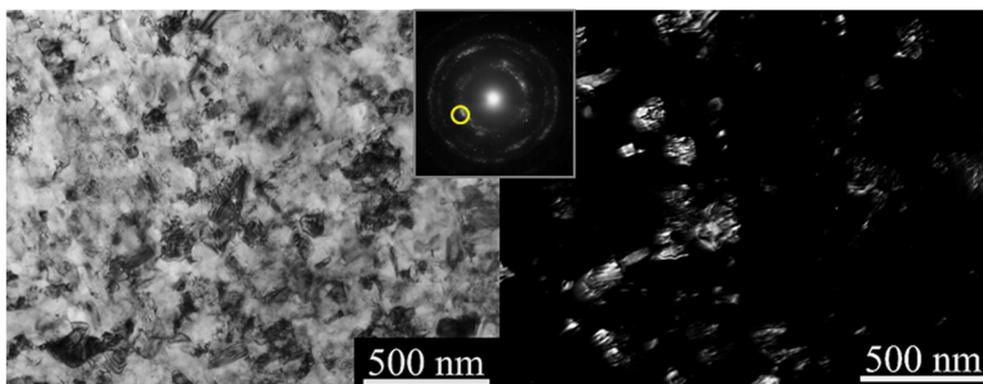
図③-18 HPS 加工した受領材の高温変形。最大変形応力と初期ひずみ速度の関係



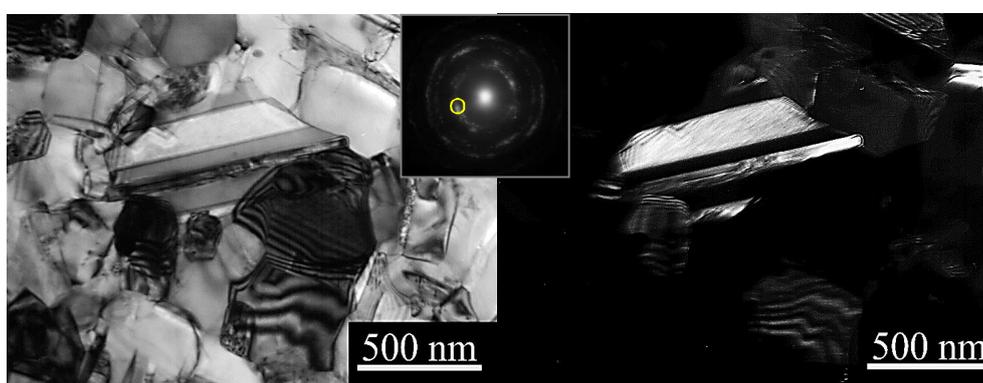
図③-19 100 MPa における初期ひずみ速度のアレニウスプロット

#### 2-1-4) 微細粒組織の熱安定性

HPS 加工で結晶粒超微細化した試料は、実際に超塑性鍛造されるまでに高温時に曝されることになる。したがって、本研究開発では微細粒組織の熱的安定性を調べた。図③-20、図③-21、図③-22 は HPS 加工材を 700, 800, 900 °C でそれぞれ 1 時間保持した時の TEM 観察結果である。左側に明視野像、右側に暗視野像を示す。暗視野像は SAED パターン中の○で囲った回折波を利用して撮影した。700 °C では HPS 加工時の超微細粒組織が保持されており、結晶粒は等軸状で平均結晶粒径はほぼ 200 nm であった。800°C では組織全体で結晶粒界が明瞭になり、回復が進行していて粒内転位が少ない。一方、微細粒内には双晶が確認される。結晶粒径は双晶境界を含まない場合は 490 nm であった。900°C での保持では、転位フリーの等軸状態で結晶粒の成長が進んでおり、双晶境界を含まない平均粒径は 910 nm となった。しかし、それでもサブミクロン状態の超微細粒結晶粒は保持された。



図③-20 HPS 加工試料を 700°C で 1 時間保持したときの TEM 観察

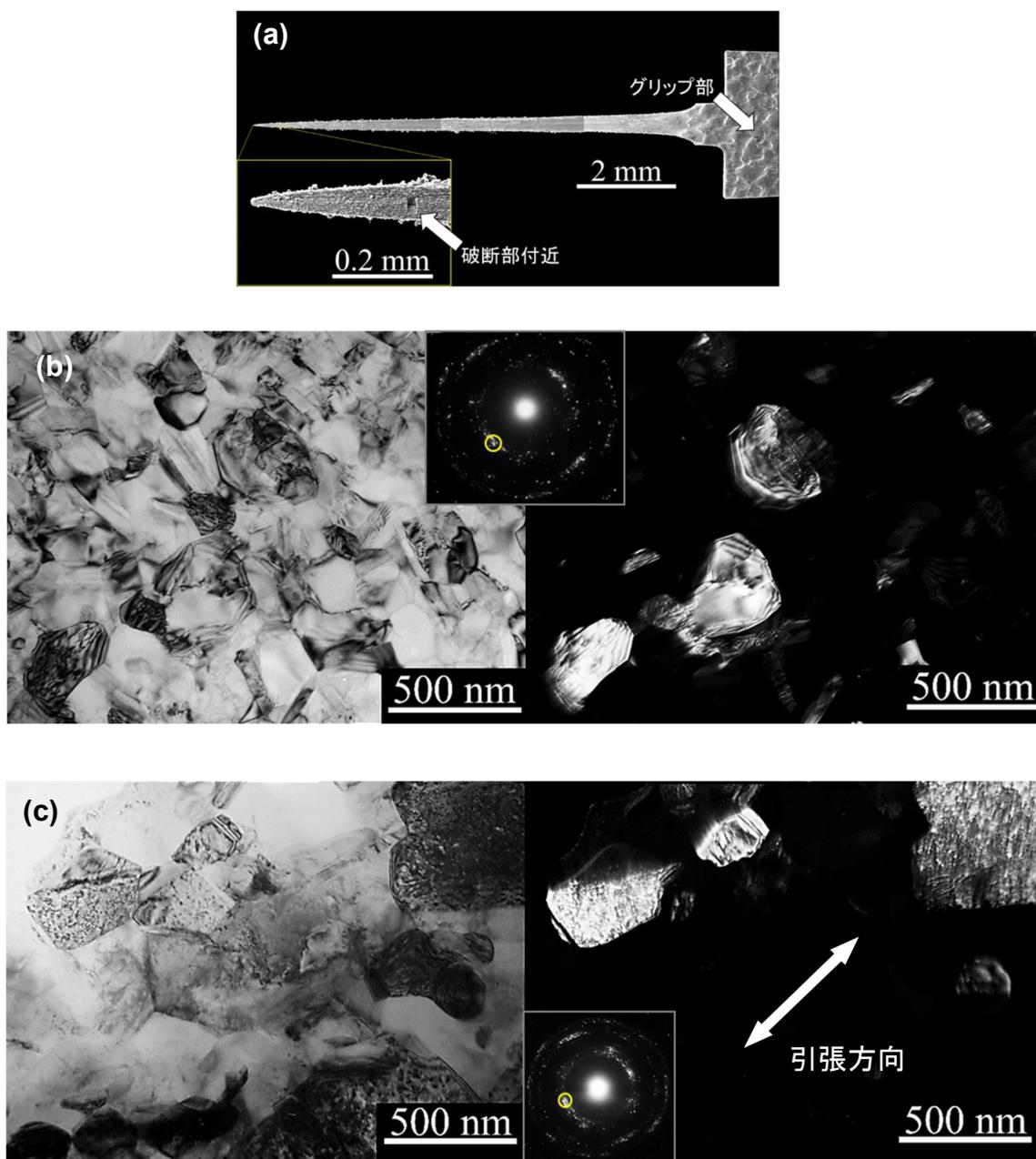


図③-21 HPS 加工試料を 800°C で 1 時間保持したときの TEM 観察



図③-22 HPS 加工試料を 900°C で 1 時間保持したときの TEM 観察

図③-23(a)は受領材を HPS 加工後に 800°C の温度で、初期ひずみ速度  $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  で引張変形したときの試料で、矢印で示したグリップ部と破断部付近の TEM 観察結果を図③-23(b)と図③-23(c)に示す。2つの組織はともに等軸粒で粒径に大きな差はなく、約 500 nm である。しかし、破断部付近の結晶粒内には局所的な転位の蓄積や動的再結晶による生成核は見られず、双晶の形成も少ない。よってこの引張条件下における主要な変形機構は粒界すべりであると考えられる。



図③-23 受領材を HPS 加工した後 800°C で変形した試験片 (a)引張変形後の TEM 観察位置、(b)グリップ部、(c)破断部付近

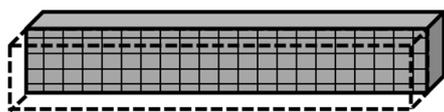
## 2-2)HPS 加工による微細粒棒材の作製

### 2-2-1)ひずみ導入量の評価

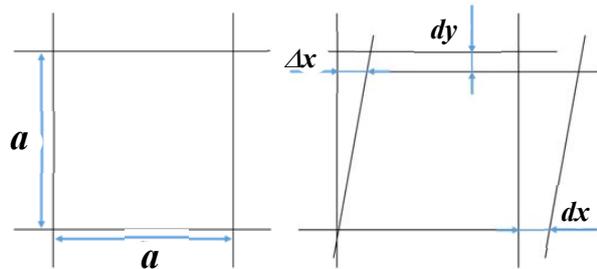
棒状試料へのひずみ導入量が実際にどの程度行われているのか、本年度も図③-24 に示すように試料長軸方向に半割にし、側面にグリッドを付すことで定量的に評価した。昨年度の結果によれば、丸棒材より角棒材の方が導入ひずみ量は大きいことが分かったため、本研究では角棒材を対象とした。

図③-25 は角材の長さ方向断面に対してグリッドを刻んだ試料の HPS 加工前（最上）、圧縮後（スライドさせず圧縮のみ）（2 段目）、HPS 加工後（3 段目）におけるグリッドの変化を示している。4 GPa の圧縮のみの段階では全長が伸びて長くなり、中心から両端に向かってグリッドの変形が大きくなっているが、導入ひずみ量は小さい。4 GPa で  $x=20\text{ mm}$  の HPS 加工を行なうことで、試料はスライド量と同程度に延び、グリッドが大きく変形している。しかし、場所によってグリッドの形状変化は異なり、Center 部では均一に変形しているが、Front 部では UA 側に、Rear 部では UP 側に変形が集中している。

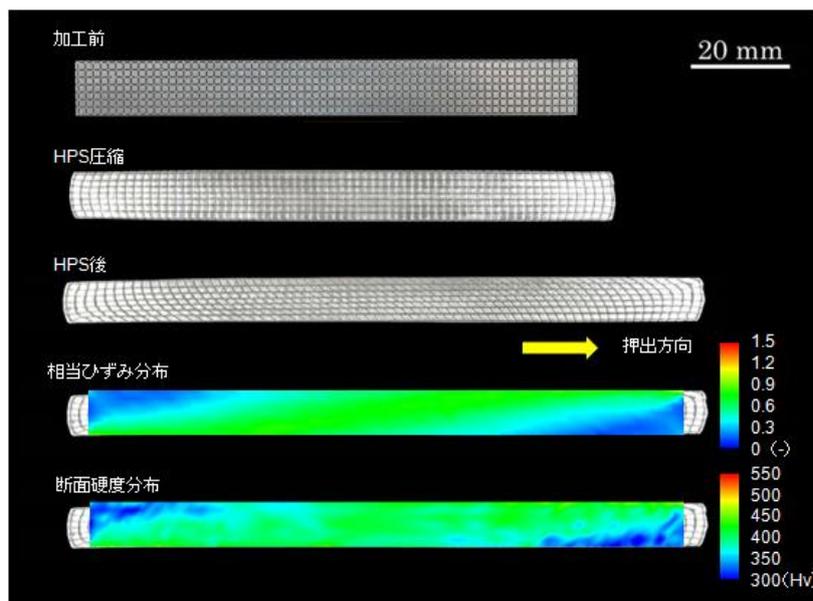
図③-25 はグリッドの変形をもとに、相当ひずみを算出してその分布を示したものである（4 段目）。ここで、相当ひずみの算出には図③-26 に示す  $dx$ 、 $dy$ 、 $\Delta x$  を測定し、 $\epsilon_x=dx/a$ 、 $\epsilon_y=dy/a$ 、 $\gamma_{xy}=\Delta x/(a-dx)$  を求め、von-Mises の式を用いた。相当ひずみ分布図から試料の広範囲にわたってひずみが導入されており、試料の Front 部では UA 側、Rear 部では UP 側のひずみ量が多くなっている。硬度分布（5 段目）と比較すると相当ひずみが多いところは硬度も大きく対応関係にある。このことから、試料断面の硬度上昇は相当ひずみの導入によるものであることが知られる。



図③-24 グリッド試料とグリッド面

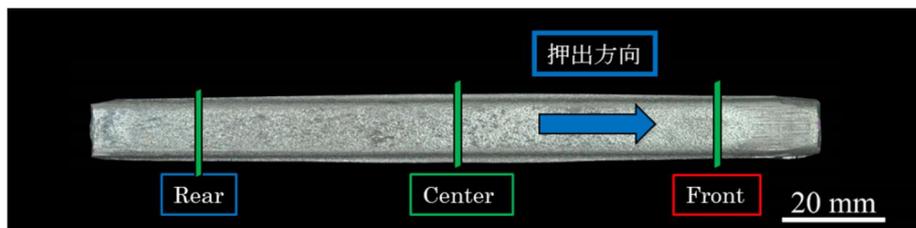


図③-26 (左) HPS 加工前と (右) HPS 加工後のグリッド

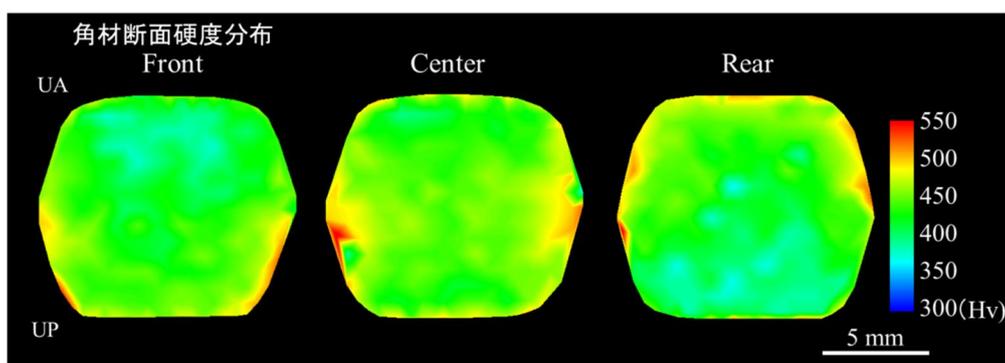


図③-25 (最上) 棒状試料長軸方向断面上のグリッドと、(2 段目) 圧縮下のみのグリッド変形、(3 段目) HPS 加工後のグリッド、(4 段目) 相当ひずみ分布、(5 段目) 硬度分布

図③-27 は角状試料を  $P = 4 \text{ GPa}$ 、 $x = 15 \text{ mm}$ 、4 pass の条件で HPS 加工した試料である。Front 部(端から 20 mm の位置)、Center 部 (試料中央) ,Rear 部(端から 20 mm の位置)において試料断面の硬度分布を測定し、図③-28 に示した。Center 部では断面積全体にわたってほぼ均一に硬度が増加しているが、Front 部では UA 側、Rear 側では UP 側の硬度が大きく増加している。しかし、試料の幅方向ではどの位置でも硬度の上昇量に差は見られないことから、HPS 加工のひずみ導入は試料の幅方向に対して均一であると考えられる。



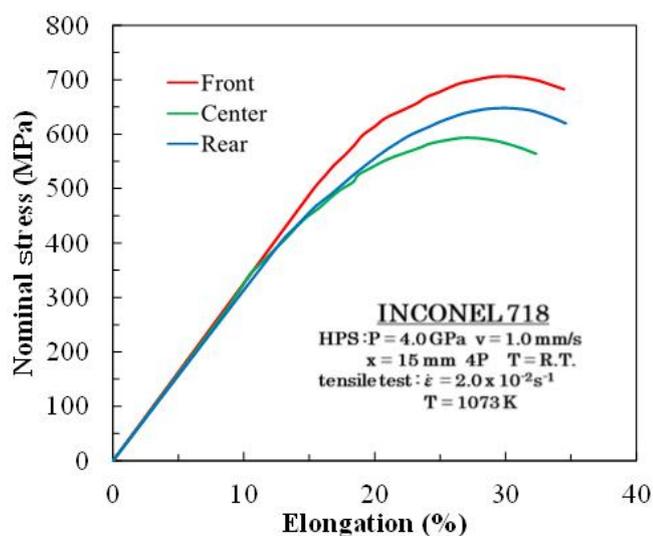
図③-27 HPS 加工した角棒状試料 (HPS:  $P = 4 \text{ GPa}$ ,  $x = 15 \text{ mm}$ , 4 pass) と断面硬度観察位置



図③-28 HPS 加工した角棒状試料の Front, Center, Rear 部における断面硬度分布 (HPS:  $P = 4 \text{ GPa}$ ,  $x = 15 \text{ mm}$ , 4 pass)

### 2-2-2) 高温引張試験

図③-29 は HPS 加工した角棒状試料の Front, Center, Rear 部より引張試験片を切り出し、 $800^\circ\text{C}$  の温度で、初期ひずみ速度  $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  で引張変形したときの応力-ひずみ曲線である。いずれも 20% 程度の塑性伸びで破断し、超塑性の出現には至らなかった。結晶粒を微細化するほど十分にひずみが導入できなかつたためと考える。

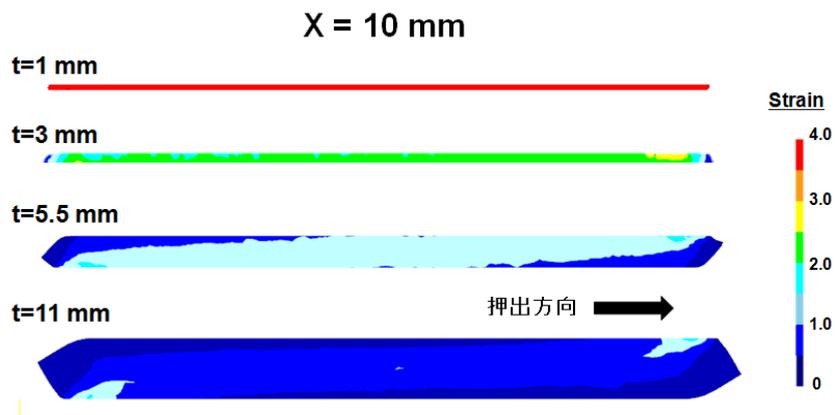


図③-29 HPS 加工した角棒状試料の Front, Center, Rear 部での引張試験の結果

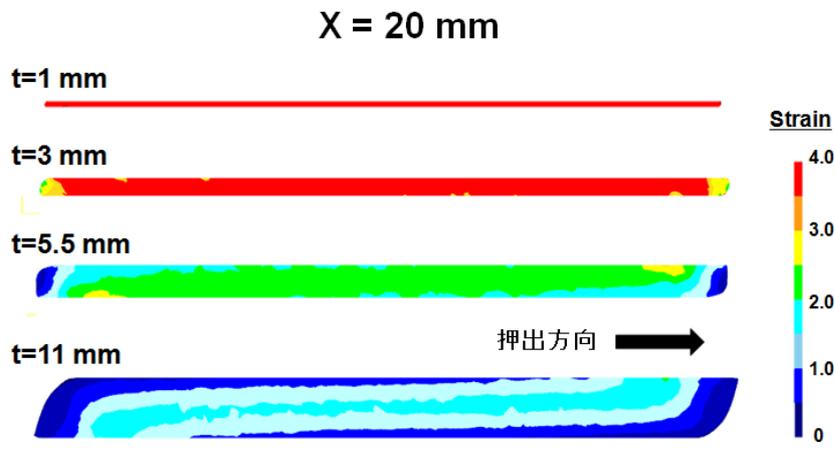
### 2-2-3)シミュレーションによるひずみ分布解析

HPS 加工によるひずみ導入を、シミュレーションソフトウェア DEFORM を用いて解析した。まず、グリッドを用いて得られたひずみ分布状態が DEFORM でどこまで再現できるのかを調べた。つぎに、ひずみが均一に導入できる板厚とはどのようなものかについても解析した。

図③-30、図③-31 はスライド量がそれぞれ  $X=10\text{ mm}$  と  $X=20\text{ mm}$  の場合に導入されるひずみ量とその分布をシミュレーションした結果である。厚さ  $11\text{ mm}$  の試料では、図③-25 のグリッドによるひずみ分布とよく類似しており、基本的に DEFORM によりひずみ導入が解析できることになる。また、このシミュレーション結果によれば、 $X=10\text{ mm}$  のスライド量で厚さ  $1\text{ mm}$  の試料に対してほぼ均一にひずみ導入ができており、 $X=20\text{ mm}$  のスライド量では厚さ  $3\text{ mm}$  の試料まで均一なひずみ導入が可能となっている。本研究では、厚さ  $1\text{ mm}$  の板状試料を使用し超塑性の発現が可能になったことを確認した。したがって、DEFORM によるシミュレーション解析によれば、厚さ  $3\text{ mm}$  の試料でも超塑性発現に繋がるひずみ導入ができることが予測できる。



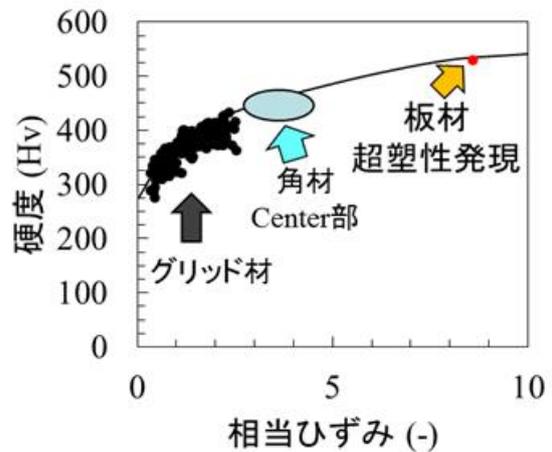
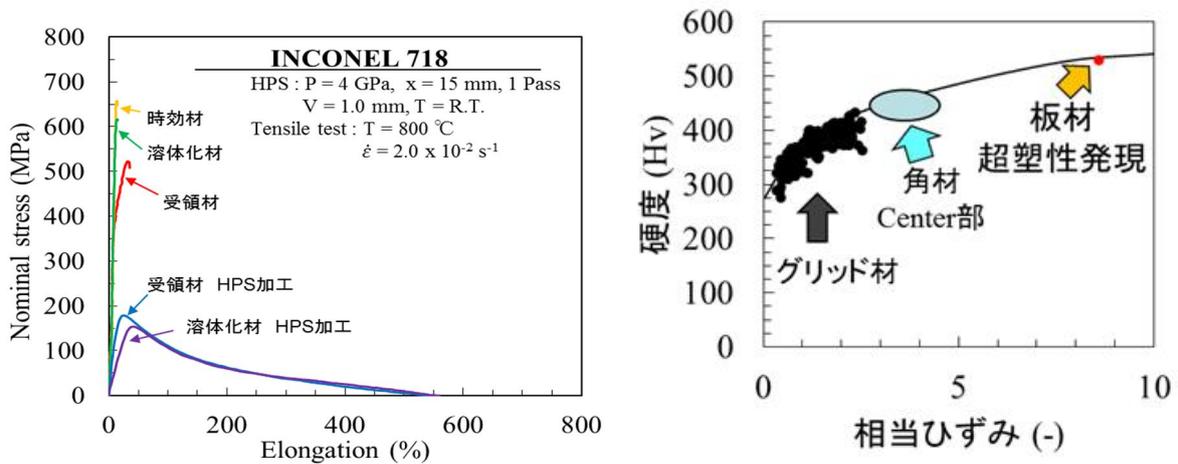
図③-30 HPS 加工で4種類の厚さの試料を  $X=10\text{ mm}$  スライドさせた時の DEFORM によるひずみ分布シミュレーション



図③-31 HPS 加工で4種類の厚さの試料を  $X=20\text{ mm}$  スライドさせた時の DEFORM によるひずみ分布シミュレーション

### (3) 考察（達成点と今後の課題）

インコネル718は厚さ1mmの板状試料ではあるものの、HPS加工をP=4GPaのもとX=15mmのスライド量で行うことにより、結晶粒を200nmに超微細化することができた。750℃では $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の初期ひずみ速度で、また、800℃以上の温度では $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の高ひずみ速度で500%以上の超塑性伸びが発現することを確認した。特に850℃や900℃の温度では1000%を超える超塑性伸びが発現した。この超塑性の出現に伴い、最大変形応力が1/3に低下することができた。図③-32はHPS加工材を、受領材、溶体化材、時効材と比較してまとめたものである。HPS加工を利用した組織改質（結晶粒超微細化）が極めて効果的であることを示すことができた。また、HPS加工材では異方性が小さく、超塑性はひずみ導入時のスライド方向にかかわらず発現することが確認できた。



図③-32 HPS加工材に対して受領材、溶体化材、時効材を800℃、 $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の引張条件と比較  
図③-33 超塑性発現を目指した硬度と相当ひずみとの関係

本研究では、700℃、750℃、800℃、850℃、900℃で引張試験を行ない、初期ひずみ速度も $5.0 \times 10^{-4}$ 、 $1.0 \times 10^{-3}$ 、 $2.0 \times 10^{-3}$ 、 $5.0 \times 10^{-3}$ 、 $1.0 \times 10^{-2}$ 、 $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ と広範囲にわたることによって、ひずみ速度感受性指数が0.3で、変形の活性化エネルギーは格子拡散の活性化エネルギーにほぼ一致することを知ることができた。また変形後の組織を透過電子顕微鏡で確認することにより等軸粒のサブミクロンレベルの結晶粒が確認されたことから、格子拡散に支配された粒界すべりによって超塑性変形が生じることが明らかとなった。超塑性鍛造に重要なことは、800℃~900℃の高温状態に保持しても、結晶粒はサブミクロン状態を保っていることである。本研究のTEM観察より、超塑性鍛造前のワークピース加熱段階で結晶粒の異常な粗大化は起こらないことが確認できた。

棒状試料では、十分なひずみが導入できず、結晶粒が超微細化しないことから、超塑性の発現には至っていない。図③-33は硬度と相当ひずみの関係を試料の形状ごとにまとめてプロットしたものである。超塑性が発現した板材では、導入する相当ひずみが8以上で硬度が

500 Hv を超えている。棒状試料に対していかにこのレベルまでひずみを導入でき硬度を上昇できるかが課題となる。特に硬度測定で超塑性の発現可能性が予知できることはこれまでの研究の成果と言える。DEFORM を使ったシミュレーションも効果的で、厚さ 3 mm 程度の板材であれば、これまで 1 mm 板材に適用してきた HPS 加工条件でも超塑性発現に繋がるひずみ量の導入は可能であると予測される。

一方、板状試料を拡散接合を利用して積み上げることで超塑性が発現する棒状試料にできる可能性がある。コスト上、あるいは仕上りの材質上の検討は必要であるが、視点を変えた棒状試料の作製法として提案される。板状試料では長尺方向に垂直に加工しなげらず連続 HPS 法（フープ法）とすることで大量生産が板状試料で可能になり今後の開発課題として期待できる。

### 3. 総括

- ・本研究では、インコネル 718 の板状試料において 200 nm の結晶粒超微細化が可能になり、異方性は小さく、400% を超える超塑性伸びが 750 °C 以上の温度で発現することが確認できた。また、この超塑性の発現は、格子拡散が支配する粒界すべりによるものと解釈できた。HPS 加工で超微細粒化した組織は 800°C~900°C の高温状態に曝してもサブミクロンサイズの大きさに安定に存在でき、超塑性鍛造時の加熱や前処理が超塑性の発現を損なうことはないことが分かった。
- ・超塑性変形を利用することで、変形応力が 1/3 に低減でき、本研究で開発した超微細粒材を使用すれば成形用金型の長寿命化が期待できる。また、ガス圧や液圧成形などの利用も可能で新たなデザインの部品開発への応用が期待できる。
- ・棒状試料への効果的なひずみ導入は依然として課題であるが、板状試料では長尺方向に垂直に加工しなげらず連続 HPS 法（フープ法）が開発でき大量生産に繋がるプロセスとして展開できることが示される。

## 1. 実施項目：③組織改質プロセスの研究

### ③-2 改質組織の後工程の研究

## 2. 27年度研究内容

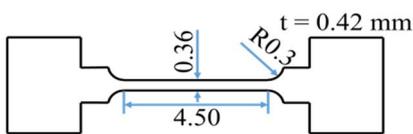
### (1)研究の方法

#### 1-1)はじめに

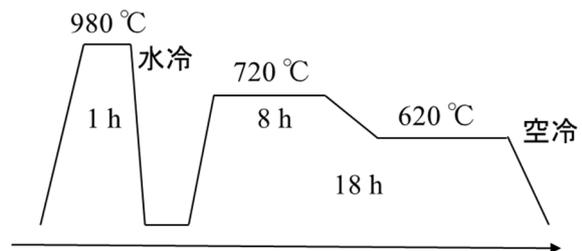
高温で超塑性変形した試料は変形中に結晶粒の粗大化が生じるものの、結晶粒は依然として微細な状態である。微細粒状態のまま耐熱材料として使用できないために、結晶粒を粗大化し、続く析出強化で高温での耐熱性が発揮できるように復元する必要がある。昨年度は時効硬化型の A2024 高力アルミニウム合金で調べたが、本年度はインコネル 718 板材を多量に作製できることになったので、直接その復元性を調べた。

#### 1-2)実験方法

HPS 加工後、温度 800℃、ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ にて 200%まで変形させ、その引張試験片のゲージ部寸法を計測し、図③-34 に示すように強度復元試験片の形状を定めた。変形試料および比較試料に二段階時効処理を施し、実用温度範囲における強度の確認を行った。時効処理は図③-35 に示すように、Ar 雰囲気中 980℃で 1 時間の焼き鈍しを行ない水冷し、720℃で 8 時間、さらに 620℃に温度を下げて合計で 18 時間の時効処理を行い空冷した。強度は、室温と高温(700℃)で初期ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の条件で引張試験を行ない評価した。



図③-34 復元確認のための引張試験片



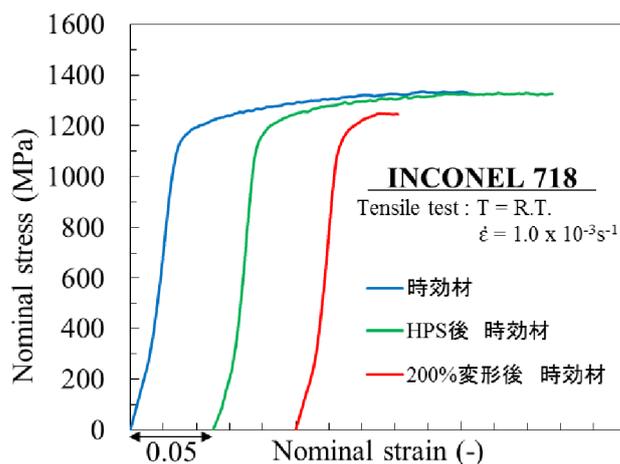
図③-35 復元のための熱処理

### (2)研究の結果

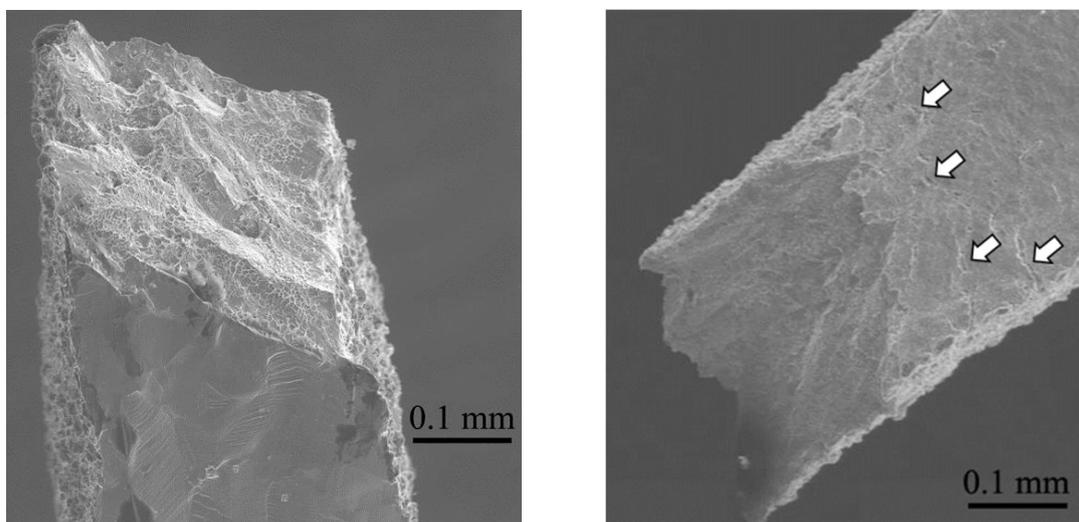
#### 2-1) 超塑性変形後の復元

図③-36 は初期ひずみ速度  $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ にて室温引張試験を行った結果で、HPS 加工しないで時効した試料および HPS 加工後に直接時効した試料と比較した。時効材と HPS 加工後の時効材に違いは見られず、いずれも最大引張強度は 1.3 GPa、破断伸びは 20%程度となった。一方、200%変形後の時効材は他の試験片と同様の引張強度を示したが 5%程度で破断した。

図③-37 は走査型電子顕微鏡により観察した破面で、HPS 加工なしの時効材（左）と 200% 変形後の時効材（右）を比較したものである。いずれも延性的な破面であるが、ゲージ部の表面を比較すると、時効材ではすべり変形の跡が確認できるのに対して、200%変形した試験片では図中矢印で示したように多くのクラックが見られた。従って、200%変形後の試験片でこのようなクラックのために十分な延性が得られなかったと考える。



図③-36 時効試料、HPS 加工後時効した試料、HPS 加工後 200% 変形して時効した試料の室温における引張試験の結果。

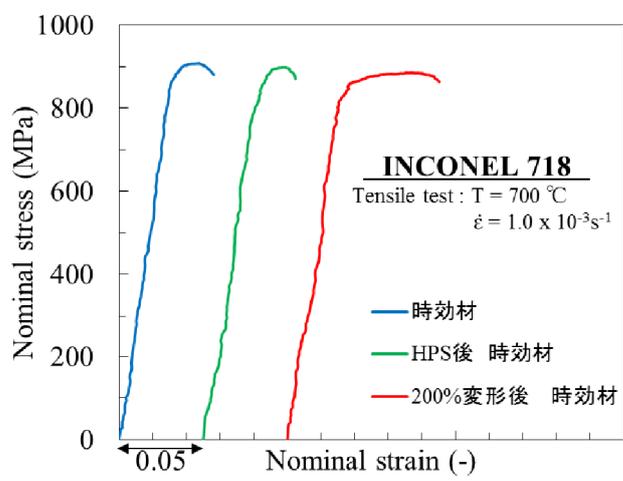


図③-37 (左) 時効試料および (右) HPS 加工後 200% 変形して時効した試料の室温引張試験後の破面観察結果。

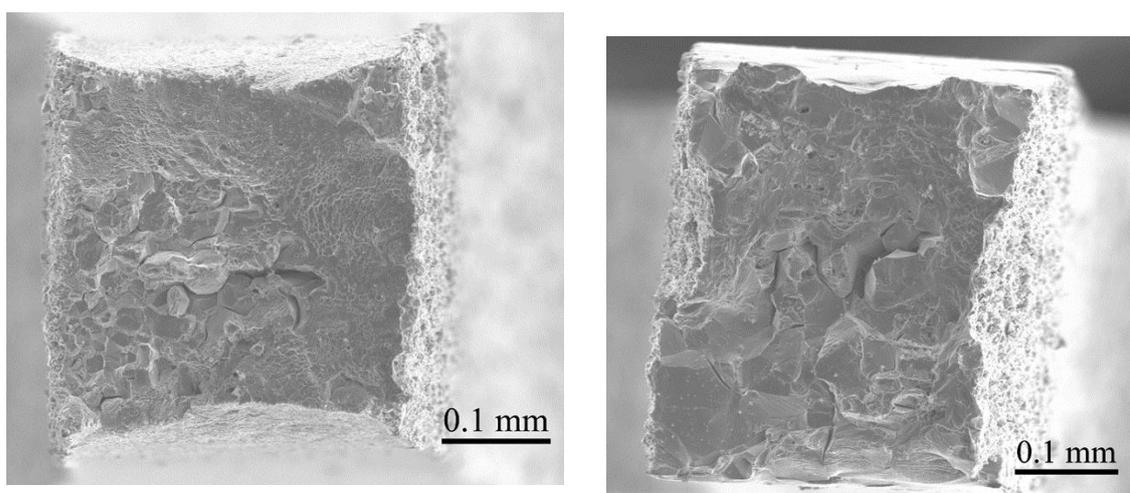
図③-38 は 700℃での高温引張試験により各試験片の変形挙動を比較した結果である。時効材および HPS 加工後の時効材は共に 900 MPa の最大応力を示した直後に破断した。200% 変形後の強度はほぼ同等な強度を示しつつ、比較材よりも優れた伸びを示した。図③-39 は

高温変形後の時効材、200%変形材の破面観察結果である。時効材は全体が脆性破面となっているが、200%変形材は延性破面と脆性破面の両方が存在している。ゲージ部の表面を確認すると時効材はすべり変形と粒界破断の痕跡があり、破面の起点となっている。200%変形材は室温変形時と同様に粒界やすべり系によらないクラックを生じている。このクラックは断面の延性破面に続いており、破断の初期段階で起こったと考えられる。

以上の復元試験により、200%変形後でも焼鈍した後に時効処理を施すことで期待される強度が復元できることが確認された。しかしながら、図③-36、図③-38に示したように変形挙動は200%変形材と未変形材では異なる。高温での復元試験片は粒界破断をしており、粒径の違いが確認でき、変形に影響していると考えられる。



図③-38 時効試料、HPS 加工後時効した試料、HPS 加工後 200%変形して時効した試料の 700°Cにおける高温引張試験の結果。



図③-39 (左) 時効試料および(右) HPS 加工後 200%変形して時効した試料の 700°Cにおける高温引張試験後の破面観察結果。

### 3. 総括

- 超塑性変形後のインコネル 718 合金は復元可能で、室温変形では時効材と同じ引張強度を示したが破断伸びが減少した。これは超塑性変形時にできたクラックが原因と考えられる。700℃での高温変形では、時効材と同じ引張強度を示しつつ、破断伸びが向上した。

## 1. 実施項目：④鍛造試作による組織改質プロセスの有効性評価

### 2. 27年度研究内容

#### ④-1. 圧縮試験

##### (1) 研究の方法

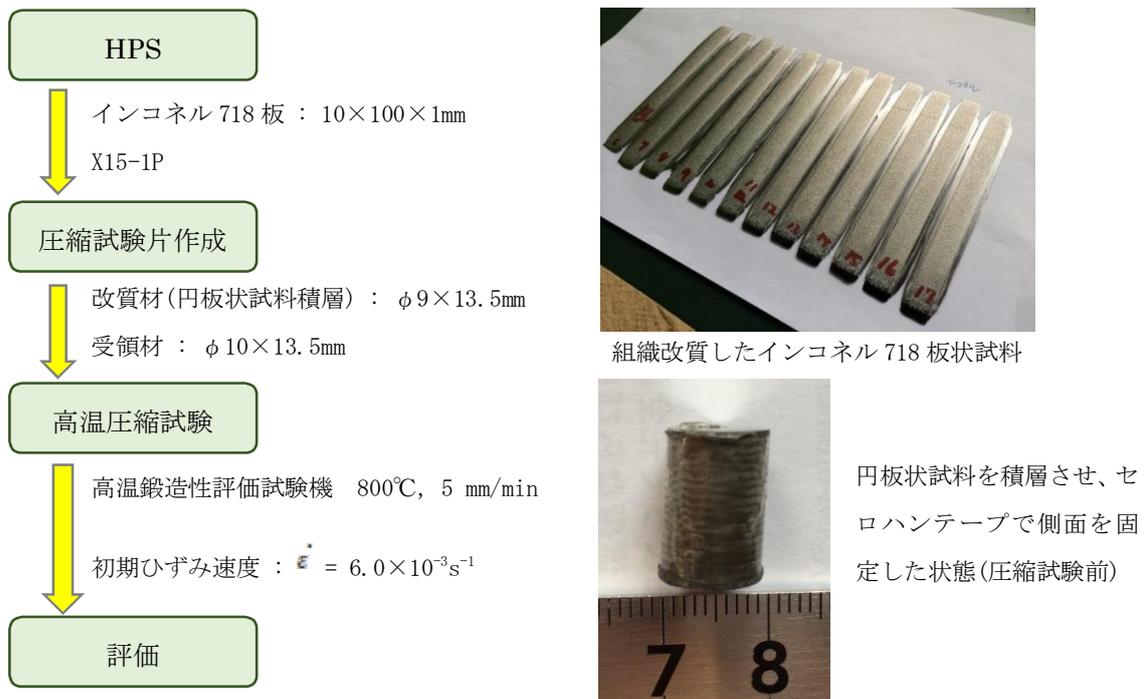
HPS 加工試験によって組織改質された試料を超塑性が発現するひずみ速度で圧縮加工し、超塑性鍛造による低荷重化が実現可能かどうか評価試験を行う。

実際の超塑性鍛造では 400ton サーボプレス装置での試験を予定したが、スライドモーションのサーボ制御が可能とはいえ基本的にはリンクプレスであるため、ひずみ速度の確認が困難であることから、厳密なひずみ速度による圧縮試験が実施できる専用試験装置を本年度開発し、当該試験に用いた。

前述の通り、インコネル 718 の棒材では超塑性が発現するレベルに至っていないため、超塑性が発現する板状試料から円板状試料を切り出し、セロハンテープで仮固定した状態で(具体的には、HPS によって X15-1P 加工した  $10 \times 100 \times 1\text{mm}$  のインコネル 718 試料をワイヤーカットにより  $\phi 9 \times 1\text{mm}$  の円板状試料に切り出し、目安とした  $\phi 9 \times 13.5\text{mm}$  程度に積層させた状態で外周部をセロハンテープ固定)、圧縮試験に用いた。なお、円板状試料の表面は一部エメリー紙によって両面研磨し、一部は時間の都合で黒皮のまま積層させた。な

なお、X15-1P 加工したインコネル 718 板試料は、試験温度  $800^\circ\text{C}$ 、初期ひずみ速度  $\dot{\epsilon} = 2.0 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$  での高温引張試験において、400%を大幅に超える超塑性の発現を確認している。

図④-1 に圧縮試験の手順と圧縮試験片を示す。

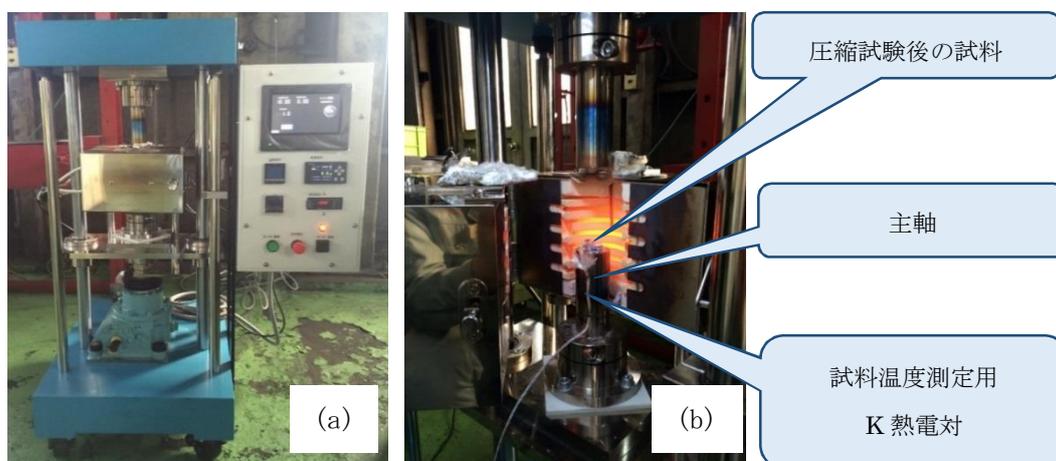


図④-1 試験手順と圧縮試験片

温度及び圧力を加える試験となるため条件的に拡散接合による一体化が期待できる。

圧縮試験条件は、850℃/800℃とし、試験片にK熱電対を接触させた状態で加熱を開始し、試料温度が800℃に到達した段階で加圧スタートとした。また、加圧速度は5mm/minとした。この時の初期ひずみ速度は $6 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ に相当するが、圧縮試験では引張試験とは反対に加工が進むにつれてひずみ速度は速くなる。

安全のため、荷重リミットは8ton、加圧ストロークは10mmに設定し、試験を実施した。高温圧縮試験の様子を図④-2に示す。図④-2(b)は、試験直後の炉内を示したもので、主軸が原点である下限まで下降した状態となっている。



図④-2 高温圧縮試験の様子

試験後の真応力-真ひずみの評価は、初期試料の面積 $S_0$ ×高さ $H_0$ から求めた体積 $V$ を圧縮試験後の全長 $H_E$ で除した値を試験後面積 $S_E$ とし、面積変化量 $S_0 - S_E$ をデータロガーのデータ数で除算することで1ログごとの変化量を求め、ログごとの試験中面積を推測した。データロガーに記録された荷重を各ステップの面積 $S$ で除することで真応力 $\sigma$ を求めた。

## (2) 研究の結果

試料温度850℃で圧縮試験を実施した受領材とHPS組織改質材の試験後の様子を図④-3に示す。同条件での試験にもかかわらず、受領材は2.32mm潰した段階で圧力リミットとした80kNに到達して停止、一方のHPS組織改質材はストローク設定した10mmに到達したことで停止したものの荷重は63.8kNと小さかった。

圧縮試験後の試料詳細形状を図④-4に示す。800℃で高温圧縮試験した組織改質試料は850℃受領材の試験同様、圧力リミ



図④-3 圧縮試験後の試料の違い

ットとした 80kN に到達して停止したが、潰れた量は 7.85mm と大きかった。

受領材; 850°C



試料形状

$\Phi 10 \times 13.52\text{mm}$   
 $\rightarrow \phi 11.2 \times 11.2\text{mm}$   
 (2.32mm 圧縮)

圧縮後断面積

$79.78\text{mm}^2$

圧縮荷重

80.1kN

HPS 組織改質材; 850°C



試料形状

$\Phi 9.07 \times 13.47\text{mm}$   
 $\rightarrow \phi 17.99 \times 3.48\text{mm}$   
 (9.99mm 圧縮)

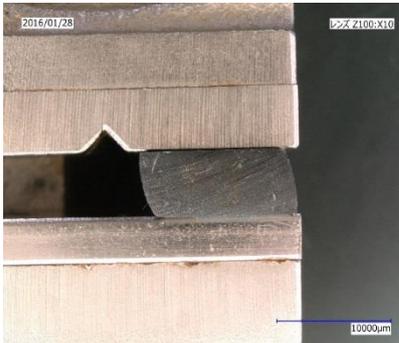
圧縮後断面積

$204.52\text{mm}^2$

圧縮荷重

63.8kN

HPS 組織改質材; 800°C



試料形状

$\Phi 9.07 \times 13.27\text{mm}$   
 $\rightarrow \phi 14.01 \times 5.42\text{mm}$   
 (7.85mm 圧縮)

圧縮後断面積

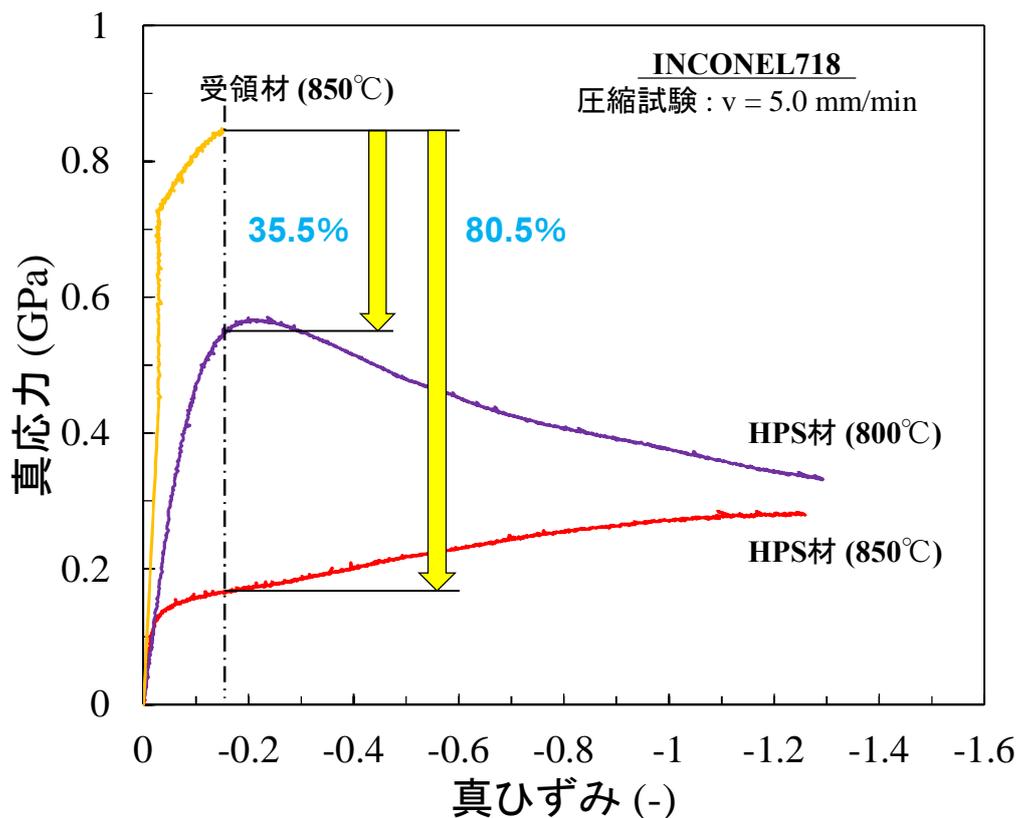
$113.26\text{mm}^2$

圧縮荷重

80.1kN

図④-4 高温圧縮試験後の試料

ただし、試料作成上の都合から、受領材は  $\phi 10\text{mm}$ 、組織改質材は  $\phi 9\text{mm}$  と投影面積が大きく異なることから、そのまま比較評価することはできない。そこで、真応力-真ひずみ線図を作成し、単位面積当たりの強度差で比較評価を行った。真応力-真ひずみ線図を図④-5 に示す。



図④-5 真応力-真ひずみ線図

受領材で得られた最大ひずみ量と同ひずみ量で真応力を比較すると、850°C受領材に対してHPS積層材は80.5%真応力が低減、800°C条件としても35.5%低減しており、組織改質によって大幅な荷重低減効果が得られることを確認した。

### (3) まとめ

高温圧縮試験を実施したところ、850°Cでは受領材に対し80.5%の荷重低減効果を確認した。組織改質材を800°Cで圧縮した条件でも35.5%の荷重低減効果が得られており、組織改質は荷重低減に有効であるといえる。

## ④-2. ウェストゲートバルブ実体試作

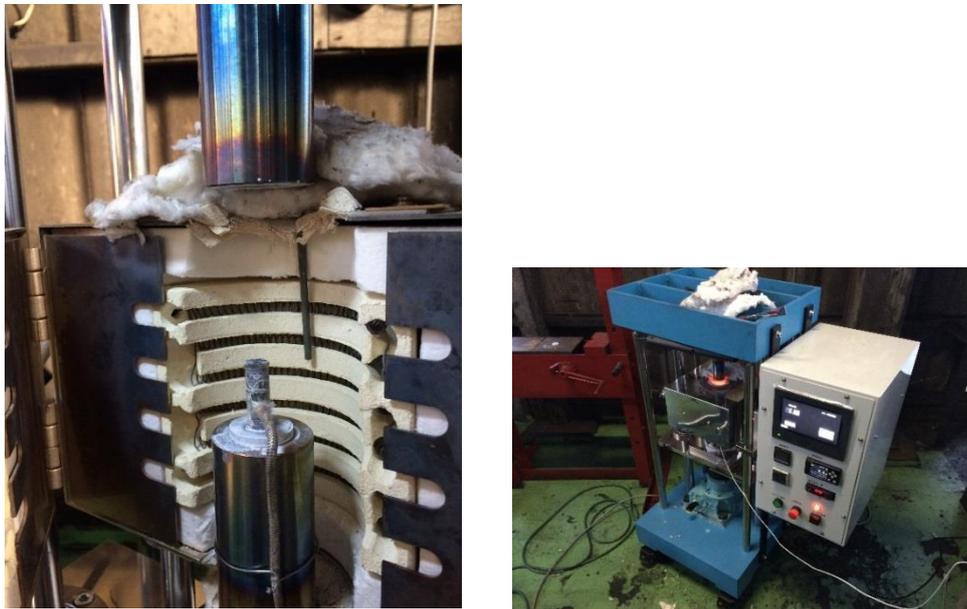
### (1) 研究の方法

組織改質を行った試料により、実体ウェストゲートバルブの実体試作鍛造試験を実施する。丸棒等のバルク試料の組織改質ができれば試料をそのまま鍛造用試料に用いることが可能だが、現時点では棒状試料に対して成形性の向上が確認できていない。そこで、超塑性の発現が確認できているインコネル718板状試料を円板状に切り出し、超塑性鍛造用素材として十分な体積となるよう円板状試料を積層した状態で拡散接合し、超塑性鍛造用試料

とする。

超塑性鍛造では、超塑性鍛造用金型加熱装置によりインコネル 718 製の専用金型を所定の温度に加熱保持し、加熱炉で同等温度に加熱したインコネル 718 組織改質材をスライドモーションの設定が可能なサーボプレスによって超塑性鍛造し、実体品を試作する。

具体的な試料作成手順として、HPS 法によって X15-1P 条件で組織改質した試料をワイヤーカットによって  $\phi 9\text{mm}$  の円板状試料に切り出し、実体試作に必要な体積となるよう 26.5mm まで試料を積層させた。組織改質後の試料厚みは 0.9mm 程度で、一部はエメリー紙により上下面を両面研磨、一部は HPS のままの表面性状でも接合可能ではないかと考え、研磨しないまま接合に用いた。



図④-6 拡散接合の様子

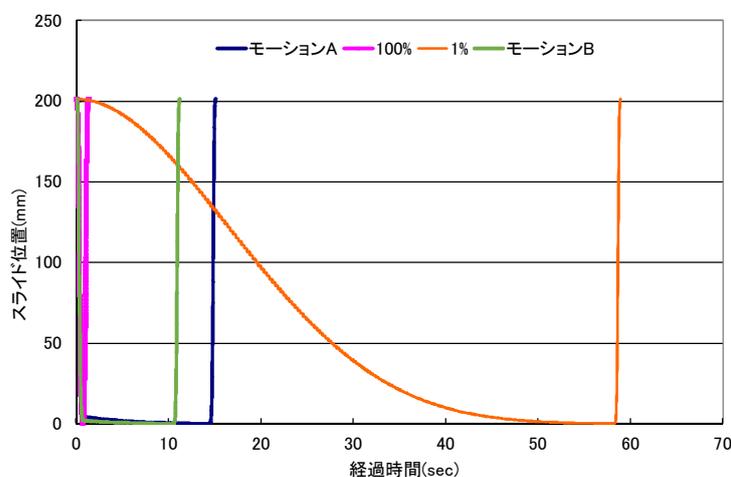
積層させた試料は圧縮試験同様、外周部をセロハンテープで固定した状態で高温鍛造性評価試験機にて加熱し、目安温度とした  $800^{\circ}\text{C}$  に到達したタイミングで圧縮試験装置のストロークを手動操作して 3~4mm 潰し、その状態で 5 分間保持した。なお、この時の圧縮荷重は 10~15kN を検出した。保持後、炉内から試料を取り出し放冷した。

超塑性鍛造では、超塑性現象の利用(低速鍛造)と高生産性(高速鍛造)を両立する装置としてスライドモーションを任意に設定可能なリンク式サーボプレス KOMATSU H1C400 を用いた。一般的に鍛造では下死点直上で急激に荷重が上昇する。これはインプレッション内に肉が充満し、逃げ場を失うことで荷重が上昇するということなのだが、言い換えれば鍛造の全工程において Ni 基合金を超塑性変形させる必要はなく、荷重が上昇する下死点直上範囲のみを超塑性が発現するスライド速度まで低速化させれば効率が良い。そこで本プロセスで

は、下死点直上までは通常加工速度である 100%とし、下死点上任意の設定位置からは通常加工速度の 1%速度まで低速化するというスライドモーションを設計し、これによる超塑性鍛造を試みた。

超塑性鍛造用金型は第 2 章の通りのインコネル 718 製の金型材に実体試作形状のウェストゲートバルブ形状を彫り込んだ。

図⑦-2 にスライドモーションを示す。サーボプレスが通常動作をした場合のモーションが 100%でサイクルタイムは 1.4sec、これに対し 1%は全工程を通常速度の 1%とするモーションでサイクルタイムは 59sec である。モーション A、モーション B は本試験用に設計した独自のモーションで、動作直後は 100%で作動するものの下死点直上の任意設定位置 (A=4.2mm、B=1.7mm)からは 1%となるようスライド速度を調整した専用モーションである。この時のサイクルタイムは、モーション A=15.1sec、B=11.2sec である。100%は生産性が高いが超塑性現象を利用できない。かといって全工程 1%では生産性が非常に低い。これをモーション A や B とすることで、全工程 1%成形に対し 1/4 以下という短時間で超塑性を利用した鍛造が可能となる。なお、1%モーションでの速度は下死点直上 0.5mm 以下では 0.2mm/sec 以下、0.1mm 以下では 0.048mm/sec まで低速化され、これをひずみ速度に換算すると  $5 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$  となる。800°Cで 650%の超塑性伸びが確認した初期ひずみ速度  $2 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  よりも高速ではあるが、成形性の向上は十分期待できる。



モーション	サイクルタイム
パターンA	15.1 sec
パターンB	11.2 sec
100%	1.4 sec
1%	58.9 sec

図④-7 スライドモーション

超塑性鍛造では、金型と試料温度を等温に保ついわゆる等温鍛造もしくは恒温鍛造を実現するため、金型加熱には昨年度開発した超塑性鍛造用金型ヒータを用いて、中央部が 800°Cとなるよう外周測温部 900°Cという条件で加熱した。拡散接合した試料は大気炉にて 800°Cに加熱した。

## (2) 研究の結果

### 2-1) 拡散接合

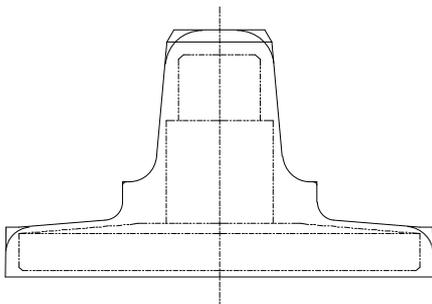
拡散接合した試料を図④-8 に示す。若干のゆがみはあるものの、概ね丸棒状に一体化することができた。2 個目の試料は接合が不十分であったために部分的にバラけてしまい、小接合片の両端面をエメリー紙研磨の上、再度接合した。そのため、一体化はできたものの形状はいびつなものとなった。このことから、接合面はHPS加工したままではなく、両端面を研磨した上で接合することが望ましいことが確認できた。また、直接鍛造用試料を作成するためには安定した接合後の形状確保が必要と考えられ、スリーブを利用する等、今後の検討課題の一つといえる。



図④-8 拡散接合した組織改質材

### 2-2) 超塑性鍛造試験

超塑性用鍛造素材として製作できた試料は図④-8に示す拡散接合試料2個であったため、実体ウェストゲートバルブの試作を行うサーボプレスでの条件出しには A1050 純アルミニウムを用いて、常温条件での仕打ちを行った。試作ウェストゲートバルブの形状を図④-9、仕打ちしたウェストゲートバルブを図④-10 に示す。写真の通り、概ね設計通りの試作形状が確保できた。



図④-9 ウェストゲートバルブ試作図

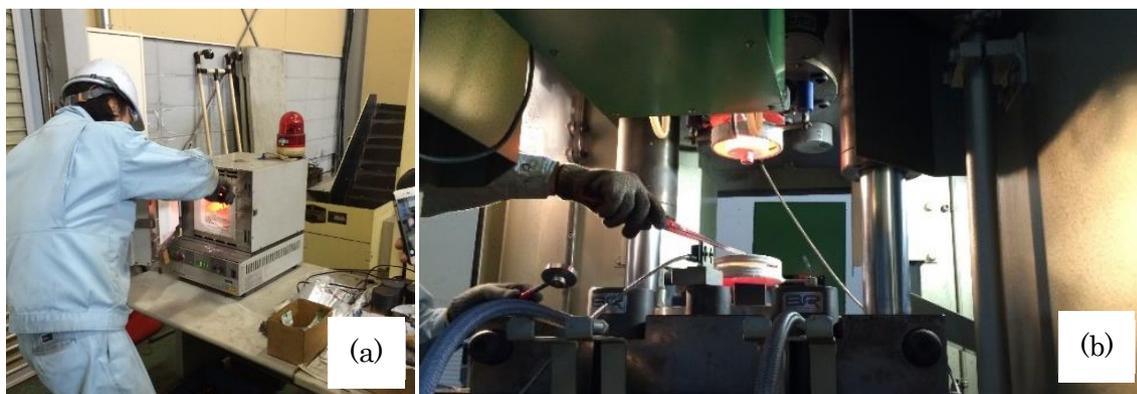


図④-10 A1050 純アルミニウムで仕打ちしたウェストゲートバルブ

組織改質したインコネル材拡散接合素材の超塑性鍛造は上述の通り、金型加熱ヒータによって成形部を800℃に加熱保持したインコネル718型を用いて行う。図④-11に加熱保持したインコネル718製超塑性鍛造用ウェストゲートバルブ金型を示す。下死点のみ超塑性鍛造条件となるよう低速化させる工具動作にプレスのスライドモーションを設定し、実際に試料を装填した鍛造試験を行った。試料の加熱については、800℃に加熱保持したマッフル炉を用いて加熱し、炉内から取り出し、金型へ治具を使って装填した。図④-12(a)にマッフル炉からの試料取り出しの様子と、(b)に治具を用いて組織改質試料を装填する様子を示す。

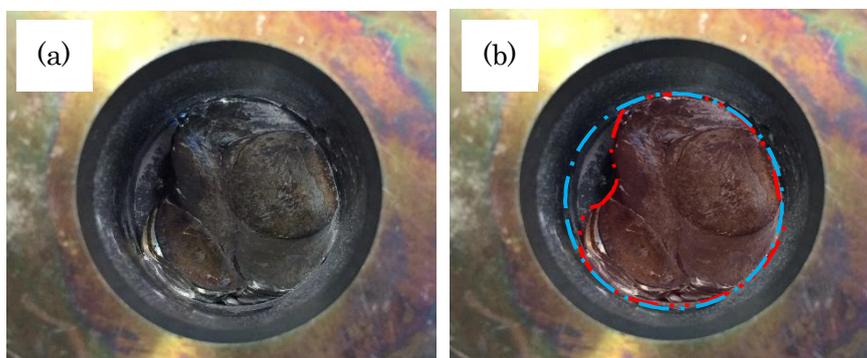


図④-11 加熱した超塑性鍛造



図④-12 超塑性鍛造試験の様子

No.2 のいびつな組織改質材を装填して超塑性鍛造試験を行ったところ、ロックアウトピンが折れ、試料が金型内から取り出すことができなくなった。下型の上面から観察した試料(傘裏側)の様子を図④-13に示す。(a)は見たままの写真、(b)は同じ写真に補助線を追加した図で、青い一点差線が充填すべき傘外径形状、赤い二点差線が変形した形状を示している。通常、このような前方押出鍛造では前方方向への押し出しよりも横方向への充填が先行し、密閉空間に肉が充填し、逃げ場を失ってから軸側に



図④-13 成形後の試料の様子

伸びるという変形挙動が一般的だが、今回試験結果では傘側に肉が充満していない段階で軸側に伸びたため、傘部に大きな欠肉が発生したと思われる。つまり、通常は細孔部への肉流れよりも拘束なしの横方向への変形が優先されるどころ、変形抵抗が小さいことで横方向と軸方向の両方向に同時に変形が進んだのではないかと推測できる。

ロックアウトピンが折れた理由としては、800℃状態で離型材を金型に塗布することができずほぼドライな状態で金型も素材も同じ金属を鍛造したため、金型側面に密着する状態に変形した試料がロックアウトピンの突き上げ強度以上に強固に一体化してしまい、ロックアウト時に折れたと考えられる。800℃に対応できる金型材用離型材はないことから、対策としては金型ではなく試料自体にガラスコーティングを施すことが有効と考える。

ドリル、旋盤を使って破壊しながらも取り出した超塑性鍛造試験試料の残骸を図④-14に示す。全体としては変形が進んでいたことが予想できるものの、ドリルで貫通破壊した中央試料の中心部には拡散接合前の薄い円板状の試料の痕跡がはっきり見て取れ、拡散接合による接合が不十分であったことが確認できた。



図④-14 取り出した超塑性鍛造試料の表と裏

続いて、事前にガラスコーティングを塗布乾燥させた組織改質材の超塑性鍛造試験を実施した。鍛造後の試料を図④-15に示す。初回試験同様、拡散接合が不十分で鍛造時にバラけ、また傘径についても肉が充満しなかったが、ガラスコーティングの効果により、金型内への張り付きは解消された。初回テスト同様、軸側が先行して伸びる傾向がはっきり見て取れることから、組織改質材は通常材と変形挙動が異なると考えられる。

なお、試験時の成形荷重については、常温で鍛造試験（パターン B）を行った A1050 純アルミニウムが 374kN、インコネル 718 組織改質材の 800℃超塑性鍛造試験 1（パターン B）では 299kN、800℃超塑性鍛造試験 2（パターン A）では 123kN と所定形状に成形できてはいないものの常温成形した純アルミニウム以下の荷重で変形することが確認できた。実体試作としては新たな課題が散見される結果となったが、超塑性鍛造試作を通じて本プロセスの有効性を確認することができた。



図④-15 超塑性鍛造後の試料

### （3）まとめ

拡散接合では組織改質した試料を外観上一体化できたものの、接合条件の見直しや接合後形状の改善等、超塑性鍛造については組織改質材料の成形性の変化に対応した金型構造や工法検討、高温下でも対応可能な離型材の検討等、実用化に向けた解決すべき課題が顕在

化した。とはいえ、純アルミニウムを常温成形する荷重以下でインコネルを変形できることが確認でき、本プロセスは有効であることを確認した。

### 3. 総括

高温圧縮試験において受領材に対し組織改質材の圧縮強度が大幅に低減することが確認でき、超塑性成形時の荷重低減効果が期待できた。この現象を利用した超塑性鍛造試験では、常温成形した純アルミニウムよりも低荷重でインコネル 718 を鍛造でき、本プロセスの有効性を確認したが、一方で拡散接合条件の見直し、成形性の変化に対応した金型構造や工法検討、高温下でも対応可能な離型材の検討等、実用化に向け解決すべき課題が顕在化した。

## 最終章 全体総括

自動車エンジン用ターボチャージャーは、以前の高出力を目的とした用途から燃費向上を目的とした用途で搭載されるようになった。これらはいわゆるダウンサイジングエンジンもしくは燃費ターボと呼ばれ、排気量を数十パーセント小さくし、足りない分をターボで補うことで全体の燃費を向上できることから、軽自動車を含む一般車にも広く搭載されるようになり、西欧、北米を中心に急激に市場が拡大している。

ハイブリッド車や電気自動車等は一部先進国で市場拡大が見られるものの、世界市場ではエンジン車の需要増加が見込まれており、特に市場拡大が有望な新興国では価格の高いハイブリッド等の次世代自動車よりも、比較的安価に燃費を向上できるターボチャージャー需要の拡大が当面期待できる。

本研究で事業化対象としたターボチャージャーウェストゲートバルブはエンジンから出た排気ガスがタービン内に入り過ぎないように適度にリークさせる弁で、過吸逃がし弁とも呼ばれる。この部品は従来ステンレス製であったが、エンジンの高効率化に伴う排気温度の高温化を受けて、ステンレス製から Ni 基合金製へと置き換えが進んでいる。Ni 基合金は極めて過酷な環境下で優れた性能を発揮する反面、その部品製造においては難加工材の上位に位置している。鍛造においては変形抵抗が高く、成形に大きなエネルギーが必要であるとともに、薄肉、高精度成形が困難なことから材料歩留まりが悪い厚肉のものしか作れず、コストの低減が課題となっていた。本計画ではこれらの課題を解決する手法として、Ni 基超合金の結晶粒をサブミクロンレベルに超微細化し、超塑性鍛造するという新たな鍛造プロセスの開発に取り組んだ。

従来、市販の Ni 基超耐熱合金をスクリープレス等で熱間鍛造していたが、Ni 基超耐熱合金は変形能が小さく肉厚で精度の低いものしか作れない上、型磨耗が激しいことで精度が保てない等、低コスト、高精度化が困難であった。そこで、本研究では市販の Ni 基超合金材料を組織改質し、材料の成形性を向上することでこれらの課題の解決を目指した。

具体的には巨大ひずみ加工法 (SPD : Severe Plastic Deformation) の一つでプロジェクトの主要メンバーである九州大学によって考案された高圧スライド加工法 (HPS : High-Pressure Sliding) 法を適用することで市販 Ni 基超耐熱合金の結晶粒を超微細化し、成形時に超塑性変形を利用することで、低荷重、高精度化の実現を目指した。

HPS 法では、上下アンビルと中間に位置する押棒との間にそれぞれ試料を配置し、それらを介して試料を押圧し、その状態で押棒を横(長手方向)から押すことでせん断ひずみを試料内部に導入する。この新技術を実現できる装置は九州大学に設置されたプロトタイプを除いて、他には存在しなかった。この技術を実用可能な試料サイズへと大型化し、対応する

金型を開発し、実際に HPS 加工によって組織改質を試みるということが研究初期の大きな課題であった。初年度に HPS 加工可能な強加工試験装置を開発し、2 年目には往復加工を目的に対向軸を追加し、縦軸=500ton、横軸 A=500ton、横軸 B=300ton と 3 軸を有する強加工試験装置を完成させた。図⑤-1 に開発した強加工試験装置を示す。

この試験装置を用いて大型試料の結晶微細化試験を実施し、原理と効果の把握を進めるとともに量産設備構想に有用なノウハウの蓄積を図った。金型ダメージを最小限に抑えつつ効率よく HPS 加工の効果を把握するため、いきなり高強度のインコネル 718 で試験を進めるのではなく、加工難易度の低い材料から試験を実施し、ノウハウを積み上げながら、最終的にインコネル 718 の組織改質に臨んだ。その結果、インコネル 718



図⑤-1 開発した強加工試験装置 (HPS 装置)

の板状試料に対しては X15-1P 加工において広範囲の試験温度、ひずみ速度で 400%を超える超塑性伸びが発現し、目安条件とした 800℃、初期ひずみ速度  $2 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  においても 650%と極めて良好な結果が得られた。この時の引張強度は 180MPa 程度で、受領材の 600MPa 以上に対し 1/3 に低減している。なお、今回評価範囲で最大伸びが得られた条件は、初期ひずみ速度  $2 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 、900℃で 1600%という極めて大きな超塑性伸びが得られた。

一方、棒状試料についてはひずみ導入の傾向は見られるものの十分なひずみを導入できず、成形性の改善には至っていない。加工中のスリップによってひずみが効率よく導入できていないと考えられ、今後金型設計や装置の改良などを念頭にさらなる研究が必要である。

板状試料については広範囲の試験条件に渡り超塑性が発現できるレベルに組織改質できたことから、これを応用した新たな帯状材連続 HPS 加工法を考案し、対応する金型を製作の上、実際にインコネル 718 材に対し 22 回 X5-2R 加工を施したところ、概  $100 \times 150 \times 1 \text{mm}$  範囲の組織改質に成功した。当該工法は帯状材に対して半無限に HPS 加工が行えることから、将来量産技術の一つとして期待ができる。

棒状試料については成形性が向上するレベルに組織改質できていないため、広範囲の試験条件で超塑性が確認できた板試料をワイヤーカットで円板状に切り出し、拡散接合によってバルク化することで高温圧縮試験及び実体ウェストゲートバルブの超塑性鍛造に取り組んだ。

本年度設計製作した高温鍛造性評価試験機による高温圧縮試験では、850℃で試験を行っ

た受領材に対し、HPS 組織改質材の圧縮強度は同温度で 80.5%、800℃でも 35.5%低減と大幅な荷重低減効果が確認できた。これを踏まえ、拡散接合した試料を 800℃に加熱したインコネル 718 製実体ウェストゲートバルブ型に装填し、スライドモーションを変化させることができるサーボプレスで超塑性鍛造試作を行った。サーボプレスでは下死点直上からスライド速度を極端に低速化させるモーションを用いて鍛造した。スライド速度を計算すると、下死点直上 0.5mm 以下では 0.2mm/sec 以下、0.1mm 以下では 0.048mm/sec まで低速化され、ひずみ速度に換算すると  $5 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$  となる。拡散接合の条件が不適で超塑性鍛造時に試料はバラけてしまったが、実体ウェストゲートバルブに近い形状に成形した際の成形荷重は常温で鍛造した純アルミニウムの 1/3 程度と低荷重であった。成形挙動も通常鍛造とは異なる傾向が確認されたことから、超塑性鍛造を想定した金型設計及び工程設計が必今後の課題として挙げられる。これらの検討については、超塑性材料の材料特性を反映した上での CAE 解析が有効と考える。

最終年度となる本年度の研究成果を以下に示す。

- ① 厳密な高温圧縮試験を実施するため、専用の高温鍛造性評価試験機を設計開発した。標準とした  $\phi 10 \times 15 \text{mm}$  試料に対し、初期ひずみ速度  $1.1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1} \sim 2.2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$  と広範囲の試験に対応できる装置を設計製作した。
- ② 昨年度考案した入子交換方式金型を標準採用することで、様々な溝形状の金型を比較的安価に製作でき、組織改質研究と HPS 金型設計要件の絞込みに大きく貢献した。
- ③ 棒状試料の組織改質を行うため、溝深さをパスごとに浅くし計 6 パス加工を行う金型を製作し組織改質試験を実施したところ、ひずみ導入の傾向は見られるものの組織の改質は不十分で成形性の改善には至らなかった。
- ④ 板状試料については安定して超塑性が発現するレベルに組織改質することができるようになったことから、当該技術を応用し、新たな帯状材連続 HPS 加工法を考案し、インコネル 718 材に対し略寸法  $100 \times 150 \times 1 \text{mm}$  の大型組織改質材の作成に成功した。予備試験では同量のひずみを印加した試料にて 400%を越える超塑性の発現を確認しており、実現可能な将来量産技術の一つとして実用化が期待できる。
- ⑤ HPS 加工したインコネル 718 板状試料の高温引張試験では初期ひずみ速度  $2 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 、800℃にて 650%、900℃では実に 1600%という極めて大きな超塑性伸びが得られた。
- ⑥ X15-1P (15mm スライド×1パス)加工を行ったインコネル 718 板状試料からワイヤーカットで円板状に切り出した試料を積層し、本年度設計製作した高温鍛造性評価試験機にて圧縮試験を行ったところ、850℃で試験を行った受領材に対し HPS 組織改質材の圧縮強度は同温度で 80.5%、800℃でも 35.5%低減と大幅な荷重低減効果が確認できた。
- ⑦ X15-1P (15mm スライド×1パス)加工を行ったインコネル 718 板試料からワイヤーカットで円板状に切り出した試料を積層し、高温鍛造性評価試験機にて拡散接合した上でサーボプレスによる超塑性鍛造を実施した。超塑性鍛造試験ではサーボプレスを用い

て、800℃に加熱保持したインコネル 718 製の金型に拡散接合試料を装填し、下死点直上のみを低速化するスライドモーションにて鍛造成形した。拡散接合が不十分であったことから試料は鍛造時にバラけてしまったが、ウェストゲートバルブ形状に近い形状に成形され、常温で鍛造した純アルミニウムの 1/3 の圧縮荷重でインコネル 718 を成形することができた。

#### 今後の課題

- ① 棒状材料の結晶粒微細化を達成し、超塑性鍛造素材の成形性を改善する必要がある。
- ② 連続 HPS 往復加工の際、2 パス目以降のひずみが十分に印加できていないことから、強加工試験装置の上クランプに圧力または位置制御機能を追加改造する等、パスごとのクランプ力の最適化を図る必要がある。
- ③ 改質素材を用いた実体ウェストゲートバルブの超塑性鍛造試作を行い、ターボメーカーにサンプルを提供する。
- ④ 本プロセスの有効性とトータルコストを評価し、事業化の見通しを立てる。

「この報告書には、委託業務の成果として、産業財産権等の対象となる技術情報（未出願又は未公開の産業財産権等又は未公開論文）、ノウハウ等の秘匿情報が含まれているので、通例の取扱いにおいて非公開とする。ただし、行政機関の保有する情報の公開に関する法律（平成11年法律第42号）に基づく情報開示請求の対象の文書となります。」