

インコネルの金属粉末射出成形における 焼結条件と機械的性質に関する研究

田尻 智基^{*1} 西澤 崇^{*1} 中村 憲和^{*1}

Study on Sintering Conditions and Mechanical Properties of Inconel Alloys in Metal Powder Injection Molding

Tomoki Tajiri, Takashi Nishizawa and Norikazu Nakamura

航空機エンジン部品等に用いられるインコネル718は難削性材料であり、金属粉末射出成形（MIM）による効率的な製造が期待されている。しかし、JIS規格にインコネルの機械的性質の記載はなく、企業のMIMによる製品製造を支援するために、基礎データの取得が急務である。本研究では、焼結雰囲気アルゴンを採用し、各種酸素除去手法の導入により高密度な焼結体の作製を試みた。実験の結果、相対密度95 %以上を達成し、溶製材に近い硬さ及び引張強さを得ることができた。また、インコネル625では酸素除去により引張強さが向上する傾向を確認した。また、これらの評価結果をデータベースとしてまとめ、MIMによる製造プロセスの有効な指針を提示した。

1 はじめに

福岡県には自動車、半導体などで技術力を磨き、航空機産業への参入の可能性を秘めた中小企業が幅広い分野において潜在的に存在している。当所では、世界的な成長分野の一つである航空機産業へのそれら企業の参入を技術的な面から支援すべく、航空機ならではの特殊材料に対する加工や評価等のデータベースの構築を実施している。

耐熱合金インコネル718はエンジン部品に用いられているが、難削材であるため、機械加工以外の製造方法が求められている。解決方法の一つに、金属粉末射出成形（以下、MIM）があるが、インコネル718については「金属粉末射出成形材料－仕様¹⁾（JIS Z 2551）」には機械的性質の記載がなく、企業が製品の材料に選定する上で基準がない状態であったため、機械的性質の評価を実施した。

本研究の目的は、MIMにより製造されたインコネル718及びインコネル625焼結体の密度、硬さ、引張強さ、表面組織を網羅するデータベースを作成し、企業の社会実装を支援することである。焼結雰囲気はアルゴン雰囲気とし、さらに酸素除去手法（Getter材、精製器、高純度ガス）を導入することで、その効果を検証するとともに、高密度な焼結体を得ることを目指した。

2 実験方法

2-1 材料

フィードストックは、ガウス（株）製の加熱脱脂用フィードストックを用いた。金属粉末は、ガスアトマイズ粉であり、粒径は20 μm アンダーである。それぞれの化学組成を表1, 2に示す。

表1 インコネル 718 化学組成

[mass%]									
成分	C	Ni	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	Fe	O
分析値	0.047	52.31	19.05	3.02	0.61	0.94	5.06	Bal.	0.043

表2 インコネル 625 化学組成

[mass%]										
成分	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Nb	Fe
分析値	0.008	0.36	0.4	0.003	0.002	62.82	22.53	9.48	3.93	0.08

2-2 成形

射出温度175 $^{\circ}\text{C}$ 、金型温度60 $^{\circ}\text{C}$ の条件下で、手動射出成形機を用いて成形を実施した。金型キャビティには、後述する真空脱脂焼結炉において複数本を同時焼結ができる試験片形状を採用した（図1）。

^{*1} 機械電子研究所

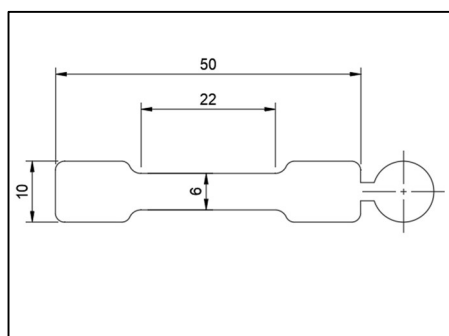


図1 金型キャビティ形状の寸法

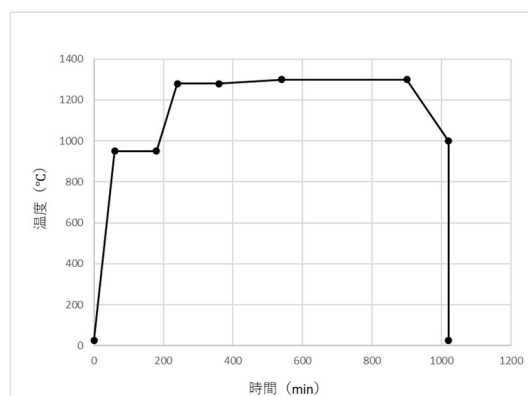


図3 インコネル718の焼結温度パターン

2-3 脱脂・焼結・熱処理

脱脂及び焼結は真空脱脂焼結炉（島津産機システムズ製：VESTA）を用いて実施した。

2-3-1 脱脂

脱脂工程における温度パターンを図2に示す。脱脂は窒素雰囲気下で実施した。インコネル718及びインコネル625のフィードストックは共通のバインダー組成を有するため、両試料に対して同一の温度パターンを適用した。

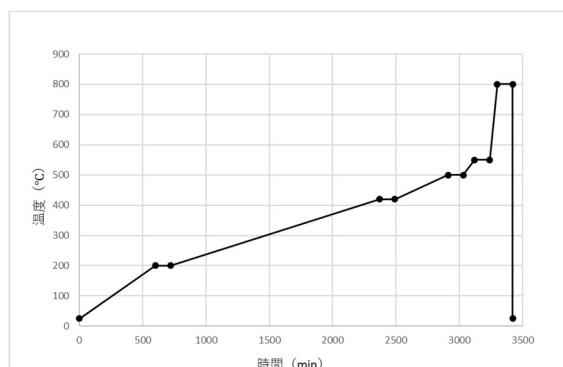


図2 脱脂温度パターン

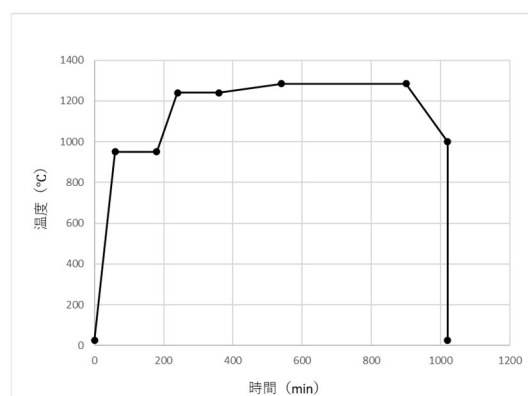


図4 インコネル625の焼結温度パターン

表3に4通りの焼結条件を示す。標準的な雰囲気ガスには一般工業用ガス純度（99.99 %以上）のアルゴンガスを用いた（条件①）。また、一般工業用ガスにガス精製器（大阪ガスリキッド（株）製、FPCC-X）を介することでガス中の水分及び酸素を除去した（条件②）。次に、酸素ゲッター材としてスポンジチタン（東邦チタニウム（株）製）を使用し、図5に示す容器の溝部に充填した。これを蓋で被覆する構造とすることで、ゲッター材により脱酸素化された雰囲気のみがブラウン体（脱脂体）に接触する環境を構築した（条件③）。なお、高純度ガス条件においては、純度99.999 %以上のアルゴンガスを直接使用した（条件④）。

表3 焼結方法

	雰囲気ガス	酸素除去方法
①	一般工業用アルゴンガス	なし
②	一般工業用アルゴンガス	ゲッター材
③	一般工業用アルゴンガス	精製器
④	高純度ガス	なし

2-3-2 焼結

インコネル718及びインコネル625の焼結プログラムを図3, 4に示す。焼結条件の検討において、相対密度95 %以上を達成し、かつ外観上に溶けが認められない最適温度を導出した。その結果、焼結温度をインコネル718では1300 ℃、インコネル625では1285℃ に決定した。



図5 ゲッター材使用容器

2-3-3 熱処理

インコネル718に対しては、1000℃で2時間の加熱後に油冷を施す固溶化熱処理を行った。次いで時効処理として、720℃で8時間保持した後、620℃まで炉冷し、同温度でさらに8時間保持した後に空冷した。一方、インコネル625については、1100℃で2時間の加熱後に油冷を行い、固溶化熱処理を行った。

2-4 評価

焼結状態の確認を目的として、光学顕微鏡による組織観察を実施した。次いで、アルキメデス法を用いて密度測定を行い、相対密度が95%に達していることを確認した。機械的特性の評価として、硬さ測定にはロックウェル硬さ試験機（(株)松沢精機製, MRK-SA）を、引張試験には万能試験機（(株)島津製作所製, オートグラフ AG-100kNX）をそれぞれ用いた。

3 結果と考察

3-1 組織観察

焼結条件による顕著な差は見られなかったため、一般工業用アルゴン雰囲気における組織写真のみを図6, 7に示す。インコネル718, 625共に粒界の析出物を確認できた。また、インコネル718と比較して、インコネル625の空孔は丸みを帯びており、部分的な溶融もしくはガスが発生していることが考えられる。

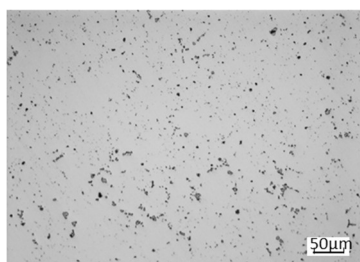


図6 インコネル718組織写真（一般アルゴン雰囲気）

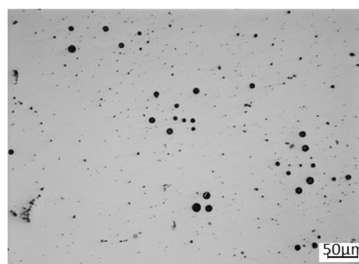


図7 インコネル625組織写真（一般アルゴン雰囲気）

3-2 密度

インコネル718及びインコネル625の各焼結条件における密度測定結果を図8, 9にそれぞれ示す。

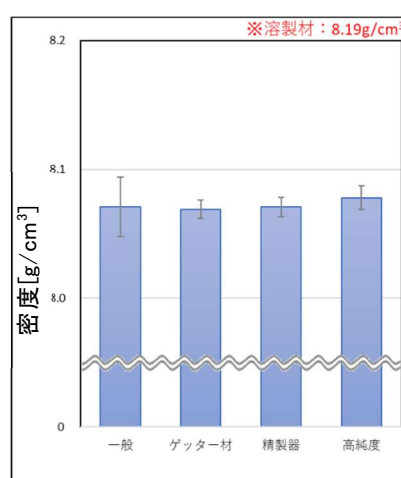


図8 各条件におけるインコネル718の密度

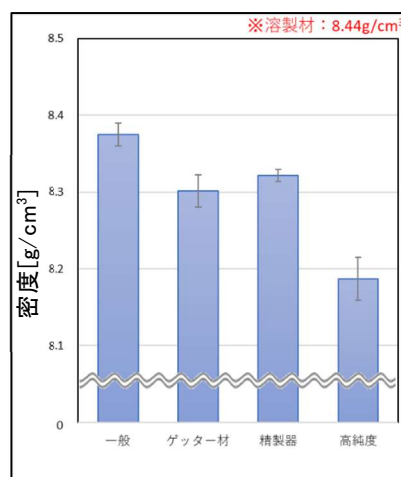


図9 各条件におけるインコネル625の密度

インコネル718については、条件毎の差が小さく、相対密度が98 %以上と十分な密度が得られた。インコネル625については、高純度アルゴンガスにおいて、特に低い密度となった。

3-3 硬さ

インコネル718及びインコネル625の各焼結条件におけるロックウェル硬さの測定結果を図10, 11にそれぞれ示す。インコネル718については、一般工業用アルゴンガス及びガス精製器において、硬さが高い傾向が見られた。また、全ての条件において、溶製材と同等の数値が得られた。インコネル625については、ゲッター材のみが硬さが相対的に低くなる傾向が見られた。

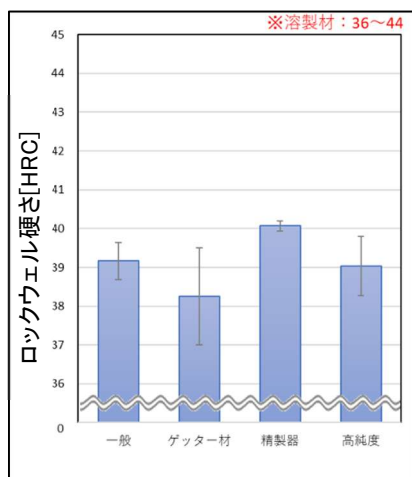


図10 各条件におけるインコネル718の硬さ

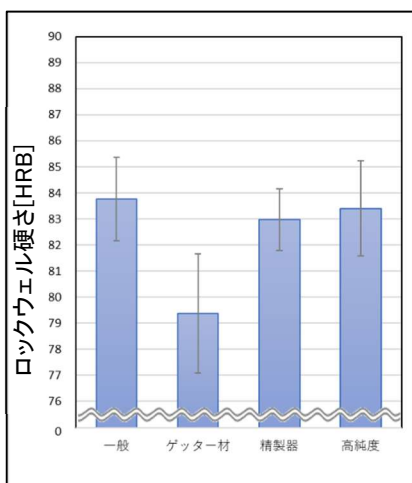


図11 各条件におけるインコネル625の硬さ

3-4 引張強さ

各焼結条件におけるインコネル718及びインコネル625の引張試験結果を図12, 13にそれぞれ示す。インコネル718については、硬さ試験の結果と同様、一般工業用アルゴンガス及びガス精製器を用いる条件下で引張強さが向上する傾向が見られた。一方、インコネル625では、密度測定の結果に反し、ゲッター材の使用及び高純

度アルゴンガス雰囲気において溶製材に匹敵する高い強度が得られた。

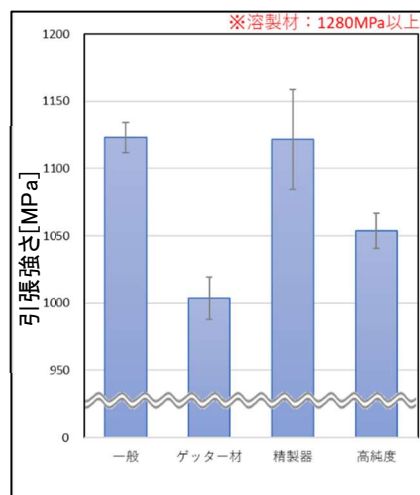


図12 各条件におけるインコネル718の引張強さ

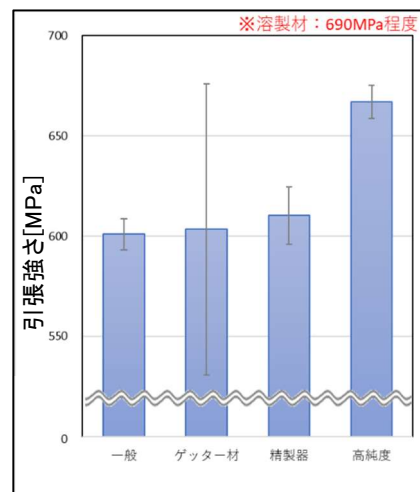


図13 各条件におけるインコネル625の引張強さ

本実験は全条件において同一の焼結温度を採用したが、インコネル625については、雰囲気条件ごとに焼結温度を最適化することで、さらなる高密度化及び機械的性質の向上が可能であると考えられる。

4 まとめ

製品化を目的としたインコネルの機械的性質に関する基礎研究を行った。本研究によって雰囲気の違いが焼結体の状態に影響を与えることが分かった。特にインコネル625は雰囲気中の酸素を取り除く効果が顕著に見られた。

5 参考文献

- 1) 日本規格協会：金属粉末射出成形材料－仕様 (JIS Z 2551), (2021)