

補助事業番号 2023M-341

補助事業名 2023年度耐熱合金用ホットダイ鍛造金型の長寿命化表面処理技術の開発  
補助事業

補助事業者名 長岡技術科学大学 郭 妍伶

## 1 研究の概要

本研究は、表面にNi-Al系皮膜を有する Ni 基耐熱合金製ホットダイ鍛造金型を得るための表面処理法を開発するものである。このNi-Al系金属間化合物の形成することによる高温でも高い強度・硬さを維持できる特徴を活かして、ホットダイ鍛造用金型への適用が期待できる。耐熱合金鍛造用ホットダイ金型に適用することを目的に、表面処理する方法を構築し、金型の試作・試用を行った。600°Cでの高温硬さ試験結果から、熱間鍛造用金型材のSKD61の室温硬さ（HB560）を上回った。耐摩耗性は、Alloy718 ST材と比較し、著しく向上していた。また、ミニチュアホットダイ鍛造の結果から、実際にホットダイ鍛造用金型として使用が可能であると判断できた。以上のことから、高温耐酸化特性に優れ、高温でも高い強度・硬さを維持できる金型素材・表面処理を提案した。

## 2 研究の目的と背景

難加工性材である耐熱超合金の鍛造は非常に難しく、最終形状に近い形状とするためには金型温度と熱間鍛造用素材を高温に加熱し、さらにそれらの温度差が小さい方が有利である。しかしながら、金型温度が高くなると、被鍛造材からの受熱によって金型の耐熱温度を超過し、金型の強度低下や高温酸化や割れ、摩耗、熱疲労による金型表面損傷が発生し、金型寿命が低下する。すなわち、金型寿命の向上は、トータルコストの低減や成形性向上の観点から、高温耐酸化特性に優れ、高い高温強度・高温硬さを維持できる金型が求められる。

本研究は、表面にNi-Al皮膜を有する Ni 基耐熱合金製ホットダイ鍛造金型を得るための表面処理法を開発するものである。このNi-Al系金属間化合物の形成することによる高温でも高い強度・硬さを維持できる特徴を活かして、ホットダイ鍛造用金型への適用が期待できる。耐熱合金鍛造用ホットダイ金型に適用することを目的に、表面処理する方法を構築し、金型の試作・試用を行う。さらに、高温耐酸化特性に優れ、高温でも高い強度・硬さを維持できる金型素材を提案する。

## 3 研究内容

### (1) 表面処理法の検討

Alloy718に各パック粉末でパックセメンテーションを施し、それぞれのコーティング層がホットダイ鍛造用金型に適した性能であるか、断面観察、高温硬さ試験、酸化試験および摩耗試験により評価した。アルミナ化を施した場合、表面にNi<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>相、2層目にはNiAl相が形成し熱力学的に理想的にアルミナイドは形成した。しかしながら、形成したアルミナイド層はボイドの影響により脆く剥がれやすく、金型に適

したコーティングであるとは言えなかった。低活量アルミナ化で形成したアルミナは、緻密で欠陥のないコーティングとなった。また、Al活量を低下させるために金属粉末にNi<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>粉末を使用したため、表面にはNiAl相、2層目にはα-Cr相が形成され熱力学的に理想的にコーティングが形成されていた。これにより600°Cでの高温硬さはAlloy718の溶体化処理（ST）材と比べ向上したが、鍛造用金型の硬さには及ばなかった。低活量Al + Siパックスメンテーションを施した場合、コーティングはアルミナとシリサイドから形成され、ボイドなどの欠陥は確認されず、緻密で良好な化合物層が形成していた。低活量Al + Siパックスメンテーションを施したAlloy718の析出強化による硬さ向上のため熱処理を施した場合、標準熱処理では、母相の析出強化は得られるが、空冷によりコーティングに割れが入った。冷却課程を炉冷で行うパックスメンテーション後直接2段時効を行う熱処理では、標準熱処理と比べて母相の硬さは劣るが、ST材と比べ妥当な硬さ向上が確認され、コーティングに割れや欠陥などの有意な影響は確認されなかった。さらに、高温硬さは609HB5/204であり、熱間鍛造用金型のSKD61の室温硬さを上回った。耐摩耗性は、Alloy718 ST材と比較し、著しく向上していた。ミニチュアホットダイ鍛造の結果から、実際にホットダイ鍛造用金型として使用が可能であると判断できた。

以上のことから、本研究で開発した、Alloy718用の冷却過程を炉冷で行う低活量Al + Si同時パックスメンテーション後直接2段時効を施す熱処理方法は、ホットダイ鍛造用金型を作製する上で高いポテンシャルがあることを示すことができた。これらの研究成果は2023年秋期講演大会、富山2023年9月19日（火）-22日（金）に富山大学五福キャンパスで開催された日本金属学会2023年秋期講演大会にて、“Alloy718 の高温硬さと耐酸化性に及ぼすAl, Al-Si コーティングの影響”のテーマで口頭発表を行った。また、2023年11月06日に長岡市アオーレ長岡で開催された8th STI-Gigaku 2023講演大会にて、“Evaluation of Oxidation Resistance and Coating Layer of Alloy718 Silicon Aluminized by Packed Cementation at 800°C”の内容でポスター発表を行い、Sumitomo Riko Award（住友理工賞）を受賞した。



日本金属学会2023年秋期講演大会の集合写真

### (3) 熱処理による微細組織の影響

シリコン-低活量アルミナイジングを施したAlloy718の一般的な熱処理による微細組織への影響を断面観察および硬さ試験によって評価した。コーティングの微細組織は、熱処理を進めるにつれ拡散が進み、2段時効後には熱力学的に理想的に1層目にシリサイド相、2層目にはアルミナド相が形成していた。XRDの結果から全ての熱処理条件で表面には $Al_2O_3$ が形成されていた。ST後の試料の断面観察により、コーティングと母相の間に亀裂が入っていることがわかった。樹脂込め前にはコーティングが剥がれていた様子が無く、熱処理前後での質量変化は、 $\pm 0.000 \text{ g/cm}^3$ で確認されなかった。そのため、樹脂の収縮応力によって入った亀裂だと考えられ、空冷の急速冷却による熱応力などが原因でコーティングと母層の界面にクラックが入ったことにより亀裂が入りやすくなっていたと考えられる。ビッカース硬さ試験の結果より母相の硬さは、ST:214 HV, 1段時効:442 HV, 2段時効:587 HVとなり、熱処理による母相硬さの向上が確認された。このことから、硬さ向上のためには熱処理が必要であるが、冷却速度を緩くすることでコーティングと母相界面のクラックの形成を防ぐ必要がある。

これらの研究成果、2023年12月2日に富山大学五福キャンパスで開催された日本金属学会北信越支部講演会にて、“Al とSi の同時パックセメンテーションを施したAlloy718の熱処理による微細組織の影響”のテーマで口頭発表を行った。

b



富山大学で北信越支部講演会に発表時の様子

(4) 高温硬さと耐摩耗性に及ぼすパックセメンテーションの影響

低活量Al+Si同時パックセメンテーション後、直接2段時効を施したAlloy718の摩耗試験と600°Cでの高温硬さ試験からコーティングの評価を行った。摩耗試験の結果、摩耗面積がAlloy718(ST材)は4.82 mm<sup>2</sup>であったのに対しコーティングを施した試料は0.071mm<sup>2</sup>と著しく耐摩耗性が向上していた(表1)。また、摩耗によるコーティングの剥がれや母相の出現は確認されなかった。600°Cでの高温硬さ試験結果は609HBW5/204であり、熱間鍛造用金型のSKD61の室温硬さを上回った。これらの研究成果は2024年3月14日に東京理科大学葛飾キャンパスで開催された日本金属学会春季(第174回)講演大会にて、“Alloy718の高温硬さと耐摩耗性に及ぼす低活量Al+Si同時パックセメンテーションの影響”として口頭発表を行った。

表1 各摩耗痕面積の結果

試料	縦 (mm)	横 (mm)	摩耗面積 (mm <sup>2</sup> )
Alloy718 (ST まま材)	3.41	1.80	4.82
Alloy718 (2 段時効材)	3.97	2.15	6.70
低活量アルミナイジング	2.62	1.30	2.68
低活量 Al + Si 同時 パックセメンテーション後直接 2 段時効	1.24	0.730	0.0710



日本金属学会2024年春期講演大会の集合写真

#### 4 本研究が実社会にどう活かされるか—展望

本研究は、従来法より金型寿命の向上や成形性向上の方法として期待されており、低コスト・高強度・高信頼性の耐熱部品を作製することができる。耐熱部品は強度が高いことから軽量化や長寿命化に寄与できるので、自動車や航空機をはじめとする輸送機器の高燃費化や安全性向上を促す。こういった技術が普及することで塑性加工業が盛んな新潟県のものづくりの活性化につながるものと期待される。また、関心を示す県外企業からも問い合わせがあり、複数の共同研究に発展し、社会実装できる可能性が高いという実感を得ている。

#### 5 教歴・研究歴の流れにおける今回研究の位置づけ

一般に耐熱合金のホットダイ金型では、金型素材の結晶粒を微細化や組織制御である金属成分の調整など金型材料の開発が利用されている。このホットダイ金型に対しパックセメンテーション法によるアルミニジング(アルミニウムとの合金化)処理を組み合わせ、全く新しい金型製造技術を開発しようという試みは他に例がない申請者のみであると自負している。金型製造技術として非常に新しいコンセプトである。

#### 6 本研究にかかわる知財・発表論文等

- ① 松下開智, 郭妍伶, 南口誠, “Alloy718 の高温硬さと耐酸化性に及ぼすAl, Al-Si コーティングの影響”, 公益社団法人 日本金属学会 2023年秋期講演大会, 富山, 2023年9月.
- ② Kaichi MATSUSHITA, Yen-Ling KUO, Makoto NANKO, “Evaluation of Oxidation Resistance and Coating Layer of Alloy718 Silicon Aluminized by Packed Cementation at 800°C”, 8th STI-Gigaku 2023, Nagaoka, November 2023.
- ③ 松下開智, 郭妍伶, 南口誠, “AlとSiの同時パックセメンテーションを施したAlloy718の

熱処理による微細組織の影響”, 公益社団法人 日本金属学会・日本鉄鋼協会 北信越支部  
令和 5年度総会・連合講演会, 福井, 2023年12月.

- ④ 松下開智, 郭妍伶, 南口誠, “Alloy718の高温硬さと耐摩耗性に及ぼす低活量Al + Si同時  
パックセメンテーションの影響”, 公益社団法人 日本金属学会 2024年春期講演大会, 東  
京, 2024年3月.

## 7 補助事業に係る成果物

### (1)補助事業により作成したもの

該当なし

### (2)(1)以外で当事業において作成したもの

該当なし

## 8 事業内容についての問い合わせ先

所属機関名: 長岡技術科学大学 機械系

(ナガオカギジュツカガクダイガク キカイケイ)

住 所: 〒940-2188

新潟県長岡市上富岡町1603-1 長岡技術科学大学

担 当 者: 助教 郭 妍伶(ジョキョウ クオ イエンリン)

担 当 部 署: 機械系(キカイケイ)

E - m a i l: kuo@vos.nagaokaut.ac.jp

U R L: <https://ameblo.jp/nanko-nut/>