論 説

UDC 669.14.018.85:669.245:621.771.016.2.011

超耐熱Ni基合金U-520の熱間加工性

斉藤 誠*, 今村 元昭*, 佐藤 友彦**

Hot Workability of Ni-Base Superalloy U-520

Makoto Saitoh, Motoaki Imamura and Tomohiko Satoh

Synopsis

The hot workability of U-520 was studied by means of Gleeble ductility test and tensile test in the temperature range from 925°C to 1240°C at various strain rates.

Hot ductility, measured as reduction of area at fracture, was increased with increasing strain rate below 1025°C and also with decreasing strain rate above 1130°C.

Fractographs and microstructures of such ductile fracture showed typical dimple pattern and recrystallization. Ductility falls abruptly at high strain rate above 1130°C and fractographs of the fracture surface showed local melting similar to that observed at high temperature above 1180°C. Hot ductility depends on the morphology of grain boundary carbide and intergranular γ precipitates: ductility of the furnace-cooled material which contained coarse precipitates of grain boundary carbide and γ is superior below 1025°C but inferior above 1075°C to the air-cooled material which contained no grain boundary carbide and γ .

1. 緒 言

U-520 (Udimet, 米国 Special Metals 社商標) は鍛造 Ni 基合金の中で U-700, Nimonic 115 などに次ぐ優れた高温強度を持っており, 主としてガスタービンの動翼, ディスクなどに多く使用されている。しかしながら基地強化元素の Mo, W, Co と γ ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$) 生成元素として多量の Ti, Al を含むため熱間における変形抵抗は著しく大きい。この合金の再結晶温度は γ の固溶温度 (1060°C)¹⁾ にほぼ近いことが予想されるが, この

温度以下になると加工硬化と γ の析出により変形抵抗が急増し, 変形能が著しく低下する。また, 合金元素を多量に含むため溶融開始温度が低く, 実質的に加工可能な温度範囲は通常 950~1180°C と, 極めて狭いので熱間加工における温度管理が非常に重要となる。

実際の熱間加工はエア・ハンマー, プレス, ロール, あるいは押出機によって行われているが, 初期分塊にはプレスや押出機のように比較的加工速度の遅い設備を用いるのが普通である。しかし, 加工設備の選定や加工条件の設定等は経験的になされる場合が多く, とくに Ni 基超耐熱合金の変形挙動に及ぼすひずみ速度の影響に関する系統的な研究は極めて少ない^{2,3)}。中でも鋳塊に関するものはほとんど見当たらない。ここでは主として鋳塊の熱間加工性に及ぼすひずみ速度の影響を中心

昭和55年6月10日 受付

*大同特殊鋼㈱研究開発本部中央研究所

**大同特殊鋼㈱研究開発本部中央研究所, 渋川研究部

Table 1. Chemical composition of test material.

(wt%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	W	Co	Ti	Al	B	Zr	Fe
0.053	0.04	tr.	0.004	0.004	tr.	Bal.	18.77	6.30	1.07	11.97	3.05	1.85	0.0041	0.02	0.11

にして、ソーキング、柱状晶方向、組織、鍛錬比の影響について実験を行い若干の検討を加えた。

2. 供試材と実験方法

供試材の化学組成を Table 1 に示す。供試材は真空誘導炉—真空アーク炉再溶解による 300kg 鋳塊から切断した Top 部および鍛造過程から採取した中170と $\phi 90$ のビレットを用いた。Photo. 1 に鋳塊 Top 部の縦断面マクロ組織を示す。

熱間加工性の評価には Gleeble 試験を用いたが、ビレットについては高温引張試験も併せて行った。

Gleeble 試験片の採取位置は鋳塊の表面から深さ 20~50mm、長手方向に平行とした。ただし柱状晶方向の影響を見るためのものは柱状晶方向に対する傾角を変えて採取した。

鋳塊から切出した試験片素材(中15)は管状電気炉で 1200°C × 20hr 空冷のソーキング処理を行った。ただし組織の影響を見るものについてはソーキング温度から 1000°C まで炉冷(約 10°C/mim)して $\gamma + \gamma_2$ 相状態とした。またビレットの試験には鍛造のままを用いた。試験片の寸法は Fig. 1 に示す。

Gleeble 試験の方法はつぎのとうりである。

Photo. 1. Macrostructure of ingot top (longitudinal section).

Fig. 1. Dimension of test pieces.

試験片を直接通電により 900~1200°C の表面設定温度まで 100sec で昇温し、60sec 間保持後 0.1~10in/sec の引張速度(平均ひずみ速度 0.25~25/sec)で破断させた。なお平均ひずみ速度は試験片の均一変形長さを 10mm として求めた。また破断後の冷却はすべて空冷とした。温度コントロールのための温度検出は試験片の加熱中央表面にバーカッション溶接したアルメル—クロメル熱電対($\phi 0.25$)によって行った。なお試験片の表面と中心部とでは温度差があるので予め両者の差を補正⁴⁾し、データ整理解析には中心部温度を用いた。

引張試験は Instron 引張試験機を用い、ひずみ速度は 0.0017~0.167/sec, 950~1200°C の温度範囲で行った。

3. 実験結果と考察

3.1 ソーキングの影響

鋳塊から切出した試料を用いてソーキングによる均質化と熱間加工性に対する効果について実験を行った。まずソーキング温度の影響を調べるために 1000~1200°C で 4 hr 保持した後のマイクロ組織を観察した。次に 1150°C × 4, 16hr および 1200°C × 4, 32hr のソーキング後、偏析係数の大きい Ti, Mo, Cr, Al について EPMA によるラインスキャンを行った。

Photo. 2. Microstructure of cast specimens after soaking at various temperatures for 4 hours.

Fig. 2. Electron-probe microanalysis data for as-cast condition.

Photo. 2に鑄造状態およびソーキング後のミクロ組織を示す。デンドライト偏析を完全に消失させるためには少なくとも $1200^{\circ}\text{C} \times 4 \text{ hr}$ 以上のソーキングが必要である。**Fig. 2**は鑄造状態につ

Table 2. Segregation ratio ($C_{\max}/C_{\min}$) for as-cast condition.

Segregation ratio (average)	Elements			
	Ti	Mo	Al	Cr
$C_{\max}$, C/sec	1 620	574	364	7 619
$C_{\min}$, C/sec	1 233	474	315	7 341
$\frac{C_{\max}}{C_{\min}}$	1.33	1.21	1.04	1.16

いて EPMA によりラインスキャンした結果である。この結果を Photo. 2-a) に対比すると、樹間部に相当する部分で Ti, Mo, Al の濃化, Cr の減少があり、樹枝部ではその逆となっている。ラインスキャンの結果から各元素の相対強度の最大値 $C_{\max}$ と最小値 $C_{\min}$ の比を偏析比で表わすと **Table 2** に示すように、Ti の偏析比が最も大きく、ついで Mo, Cr, Al の順である。この傾向はオーステナイト鉄中の偏析係数⁵⁾の順序とほぼ一致している。

Fig. 3は鑄造まま及びソーキングした後の試料

Fig. 3. Effect of soaking on homogenization of cast materials.

Fig. 4. Effect of soaking on hot workability.

を同様にラインスキャンした結果から偏析比を求め、ソーキング条件を Larson-Millar パラメーター P で整理して示したものである。 P の増加とともに偏析比が低下するが、その低下割合は Ti が最も大きく、Al, Cr は僅かである。この結果からソーキングによる均質化は Ti の拡散によるところが大きいといえる。

Fig. 4 は熱間加工性に及ぼすソーキングの効果を示す。ソーキングにより変形抵抗(引張強さ)が零になる温度が上昇し、変形能(絞り値)がピークを示す温度はより高温側に移行している。これ

Fig. 5. Influence of $(Al + \frac{1}{2}Ti)$ contents on γ solubility and liquidus.

は前出の Fig. 3 に示す結果から、ソーキングにより偏析が軽減され、局部溶融温度が上昇して加工温度範囲が広がったものである。このことは Fig. 5 に示す Ni 基合金の γ 生成元素量と溶融温度の関係から、Ti 濃化部分の溶融温度がソーキングにより上昇したものと考えることができる。

1025°C 以下では鋳造ままの延性が優れているが、この理由については後述する。Photo. 3 に鋳造ままの試料を 1025°C で破断させた後のマイクロ組織を示す。クラックは樹間部から生じており、ラメラ状の γ - γ' 共晶と基地の境界に沿って伝播している部分が見られる。

3.2 ひずみ速度の影響

通常の熱間加工におけるひずみ速度はプレスで 0.06~3/sec, ハンマーで 3~100/sec⁶⁾ と非常に広範囲にわたっており、変形機構もひずみ速度によって異なることが予想される。

Fig. 6 は熱間加工性に及ぼすひずみ速度の影響を示す。ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 0.25 \sim 25/\text{sec}$ の範囲では変形抵抗 σ はひずみ速度と共に増加するが、変形能 $R A$ は 1070°C を境として様相を異にする。Fig. 7 はひずみ速度の影響について更に詳細に行った実験結果を σ と $\dot{\epsilon}$ の対数で表示したものである。図から各温度毎に直線は $\log \sigma = m \log \dot{\epsilon} + b$ (m, b は定数) と表わすことができ、この勾配は温度の上昇とともに増加している。

Fig. 8 は変形能に対するひずみ速度の影響を示す。1130°C 以上と 1025°C 以下では実験したひず

a), b) without soaking

Photo. 3. Microstructure of as-cast specimen fractured by Gleeble testing at 1025°C with strain rate of 5/sec.

Fig. 6. Effect of strain rate on hot workability.

Fig. 7. Relation between tensile strength and strain rate at various temperatures.

Fig. 8. Relation between reduction of area and strain rate at various temperatures.

み速度の範囲内で全く逆の挙動を示す。すなわち、ひずみ速度の増加と共に 1130°C 以上では変形能が低下し、1025°C 以下では逆に増大しており、1075°C においてはこれらの中間的な挙動を示している。

ひずみ速度により異なる変形挙動を示す 1130°C および 1025°C における破面をそれぞれ **Photo. 4** および **5** に示す。

1130°C・低ひずみ速度においてはディンプル模様を持つ典型的な延性破面であるが、高ひずみ速度になる程、デンドライト状の脆性破面に変化する。これに対して 1025°C においては低ひずみ速度の場合、デンドライト状となり、粒界延性破面を呈する。ひずみ速度が増す程、デンドライト破面はなくなり、粒内破壊に移行している。

Photo. 6 は破断部縦断面のミクロ組織を示すが、再結晶組織は 1130°C の場合では低ひずみ速度になる程、1025°C の場合は高ひずみ速度になる

Photo. 4. Fractographs of soaked cast specimens fractured by Gleeble testing at 1130°C with various strain rates.

程、顕著である。なお再結晶は粒界、あるいは粒内の炭化物粒子などの周辺から生じている。

1130°C・低ひずみ速度における変形においては動的再結晶のため変形抵抗の減少と変形能の増大が生じたものであり、一方 1130°C・高ひずみ速度においては動的再結晶による応力緩和が生じる時間的余裕のない程急速にクラックが進展したものと考えられる。

これに対して 1025°C においては再結晶温度以下であるために再結晶による応力緩和を生じることができず、ひずみ速度の増加と共に粒界破壊か

ら粒内変形に遷移したものであり、このことは Fig. 9 の模式図⁷⁾に示すように粒界と粒内強度のひずみ速度依存性が異なっているために低ひずみ速度では粒界破壊、高ひずみ速度では粒内破壊したものと考えられる。

Photo. 7 は 1185°C と 1240°C において $\dot{\epsilon} = 5 / \text{sec}$ で引張り、延性零となった破面である。先に示した Photo. 4-e, f と合わせ観察すると、延性零となる破面はいずれもデンドライト状であるが、高倍率では比較的滑かであり、局部的に熔融した形跡が観察される。

Photo. 5. Fractographs of soaked cast specimens fractured by Gleeble testing at 1025°C with various strain rates.

溶融温度より相当低い温度で延性が零になる現象についての従来の説明は必ずしも明確でない。Cederblad 等²⁾は Nimonic 115 の高速引張試験における延性零の温度が粒界に TiC などの析出を十分生じさせた場合に低下することから、硬い TiC 粒子の存在が関係している、つまり、高ひずみ速度においては硬い粒子との界面に生じたクラックが、その先端における再結晶などで応力緩和する時間的余裕がなく、粒界あるいはデンドライト界面に沿って伝播するものと述べている。

Weiss 等⁸⁾は Inconel 600 の Gleeble 試験において融点より著しく低い温度で延性零を示す理由として、粒界溶融を生じる温度が純金属の場合、熱力学的に $0.98T_m$ (T_m : 溶融温度 °K) となるが、不純物を含む合金の場合には粒界偏析によって更に低下することをあげている。しかし、ひずみ速度の影響については述べていない。

高速変形で変形量の大きい場合（例えば圧縮、振り）、断熱的昇温により局部的に溶融することもありうるが、引張変形で延性零を示すような場合

Photo. 6. Microstructure of soaked cast specimens fractured by Gleeble testing at 1130°C and 1025°C with various strain rates.

Fig. 9. Schematic of equicohesive temperature (T_{ec}).

$T < T_{ec}$: Transgranular failure

$T > T_{ec}$: Intergranular failure

にはこのような変形熱による昇温は考えにくい。むしろ、高ひずみ速度になる程、局部溶融個所からのクラックの発生・伝播がより低温でも生じるようになるものと考えられる。

3.3 柱状晶方向の影響

前出の Photo. 1 に示したように鋳塊では顕著な柱状晶が生成する。そこで熱間加工性に対する異方性の影響について調べた。

Fig. 10 は柱状晶方向との傾角を変えて採取した試験片の熱間加工性を示す。変形抵抗は 1075°C 以下において柱状晶方向と平行の場合に最も大きい。1130°C 以上では方向による差がなくなり、この温度はほぼ再結晶温度と一致する。他の Ni 基合金の一方凝固の例⁹⁾からこの柱状晶

Photo. 7. Fractographs of soaked cast specimens fractured by Gleeble testing at various temperatures with strain rate of 5/sec.

Fig. 10. Effect of directionality of columnar structure on hot workability.

方向は〔100〕と見なすことができ、この方向で強度が最大となったものと考えられる。変形能は柱状晶と平行の場合に最も優れているが、この方向で粒界すべりが生じにくいと考えられる。

3.4 組織の影響

通常の熱間加工において加工終了温度近くでは γ の析出が生じるため $\gamma+\gamma'$ 2相状態で変形されることになるので、この状態における加工性についても確認しておく必要がある。

Fig. 11は鋳塊から切出した試料を $1200^{\circ}\text{C} \times 20$ hrでソーキング後、冷却方法を空冷および炉冷とした場合の熱間加工性を比較して示した。 1075°C 以上における延性は空冷材の方が優れているが 1025°C 以下では逆に炉冷材の方が優れており、Fig. 4に示した鋳造ままの試料と同様の傾向である。 1025°C で試験後のミクロ組織をPhoto. 8に示す。空冷材では光顕上、粒界の炭化物、粒内 γ の析出は認められないが、炉冷材では粒界の塊状炭化物と粒内の粗大 γ の析出が特徴的である。いずれもクラックは粒界に沿っているが、Photo. 9に示す破面の走査型電顕像は典型的な粒界延性破面である。しかし炉冷材の方がディンプルサイズは著しく大きく、ボイドの成長速度の遅いことがうかがわれる。

粒内の γ は粒界すべりに対する抵抗となり、粒界の三重点のような個所における応力集中を軽減

する¹⁰⁾役割りをするが、粒界析出相は加工温度が再結晶温度以下と以上の場合とでクラック発生に対する効果が逆転するものと考えられる。すなわち、再結晶温度以下では、クリープにおける粒界割れの場合と同じ考え方から、粒界析出相がつぎの条件を満足するときは粒界割れを阻止する¹¹⁾役目をする。つまり

- (1) 粒子と母相間の整合性が高い
- (2) 粒界移動を生じさせる $1 \sim 2 \mu$ の粒子間隔
- (3) 丸くて剪断強さの大きい粒子

粒界割れに対する粒界析出粒子の役割りについては一般的に次の Stroh の式¹²⁾を用いて説明される。

$$\sigma_s \geq (12\gamma G/\pi L)^{1/2} \quad (1)$$

ここで σ_s はクラックが生じる最大剪断応力、 γ はクラックの表面エネルギー、 G は剛性率、 L はすべり面の長さである。空冷材のように粒界析出のない場合、 L は結晶粒の大きさに相当し、炉冷材では粒界析出相の間隔と見なすことができる。したがって炉冷材の σ_s は空冷材に比べて大きく、粒界割れが発生し難いものと考えられる。いっぽう、 1075°C 以上では再結晶による粒界移動が容易となるが、粒界に未固溶の炭化物が存在する炉冷材では粒界移動が阻止されて炭化物周辺でボイドの発生が助長され、これらが連続してクラックに進展しやすい条件を作るものと考えられる。

3.5 鍛錬比の影響

Fig. 12 に鑄塊および鍛錬比1.5と6.0のビレットの熱間加工性を示す。

鍛錬比の増加と共に延性が向上し、最高の延性を示す温度は上昇しており、再結晶による急速な粒界移動がより高温側で生じることを示してい

Fig. 11. Comparison of hot workability between air- and furnace-cooled materials.

Photo. 8. Microstructure of cast specimens fractured by Gleeble testing at 1025°C with strain rate of $5/\text{sec}$. Materials were air- or furnace-cooled from soaking temperature.

Photo. 9. Fractographs of cast specimens fractured by Gleeble testing at 1025°C with strain rate of 5/sec. Materials were air- or furnace-cooled from soaking temperature.

Fig. 12. Effect of forging ratio on hot workability.

る。なお、ビレットに比べて鑄塊の変形抵抗が小さい理由は結晶粒のサイズが粗大なためと思われる。

3.6 高温変形に関する状態方程式

ひずみ速度と変形抵抗に関してクリープ変形も含めて熱間加工域ではつぎの Garofalo-Sellars の式¹³⁾が成立することが知られている。

$$\dot{\epsilon} = A(\sinh \alpha \sigma)^n \exp(-Q/RT) \quad (2)$$

ここで A , α , n , Q は材料定数, R はガス定数

Fig. 13. Effect of strain rate and temperature on tensile strength.

である。

Fig. 13 はビレット(鍛錬比6.0)の高温引張試験結果から変形抵抗を(2)式にしたがってプロットしたものである。各ひずみ速度における直線の勾配は約 1100°C 付近で明らかに変化していることが判る。これから求めた材料定数は $\alpha = 0.049 \text{ mm}^2/\text{kg}$, $n = 5.73$, $\ln A = 75.6$ となる。これらの定数は田村等¹⁴⁾の求めた Ni 基合金の値にほぼ近い。しかし、 Q の値は約 1100°C 以下で 200 kcal/mol, 1100°C 以上で 60 kcal/mol となるが、前者は

Inconel 617 ($Q=167.8$) に近く、後者はむしろ Inconel 600 ($Q=85.9$) に近い。このことから、変形の律速過程が約1100°Cを境として高温側と低温側とで異なることが推測される。

4. 結 言

U-520 VAR 鋳塊の熱間加工性に及ぼすひずみ速度の影響を中心にソーキング、組織、鍛錬比等の影響について実験を行い、次の結論が得られた。

(1) ソーキングにより1075°C 以上における変形能が向上し、熔融温度の上昇により加工温度範囲が広がる。ただし、1025°C 以下の低温加工領域ではソーキングにより変形能はむしろ低下する。鋳造ままの変形能が優れる理由として、粒内の粗大 γ と粒界の塊状炭化物のため粒界クラックの生じにくいことがあげられる。

(2) 変形能は1130°C 以上の加工でひずみ速度の減少と共に向上するが、これは変形中の動的再結晶によるものである。しかし高ひずみ速度で変形能が低下するのは再結晶が生じる時間的余裕がない程急速にクラックが進展するためと考えられる。1025°C 以下の加工では逆に、高ひずみ速度になる程変形能は高いが、粒界と粒内強度のひずみ速度依存性が異なるためと考えられる。

(3) 延性零となる温度はひずみ速度の増加と共に低下する傾向があり、そのような粒界に溶融相の生じた形跡が認められる。

(4) 鍛錬比が増すと共に変形能は著しく向上するが、これは再結晶による結晶粒の微細化が寄与し、粒界移動を容易にするためと考えられる。

(5) 変形抵抗とひずみ速度の関係は Garofalo-

Sellers の式にしたがって表わすことができるが、約1100°C付近で曲線の勾配が変化しており、この温度の上下で変形機構の異なることが推測される。

(文 献)

- 1) F. Schubert, A. Steinen: TEW-Tech. Ber., **2** (1976), 172
- 2) N. Cederblad, N. J. Grant: Met. Trans., **6A** (1975), 1547
- 3) M. M. Farag, M. M. Hamdy: Met. Trans., **7A** (1976), 221
- 4) R. L. Bieber, B. L. Lake, D. F. Smith: Metals Eng. Q., **16** (1976) 5, 30
- 5) W. A. Tiller: JISI., **193** (1959) 8, 338
- 6) Metals Handbook, 8th Edition, **5** (1970), 119 [ASM]
- 7) H. Conrad: Mechanical Behavior of Materials at Elevated Temperature, ed. by J. E. Dorn, (1961), 218 [McGraw-Hill]
- 8) B. Weiss, G. E. Grotke, R. Stickler: Weld. Res. Sup., **49** (1970), 471-s
- 9) D. A. Woodford, J. J. Frawley: Met. Trans., **5** (1975), 2005
- 10) J. M. Oblak, W. A. Owczarski, D. S. Duvall: Met. Trans., **2** (1971), 1499
- 11) F. Garofalo: 金属クリープの基礎, (足立正雄訳) (1968), 139 [丸善]
- 12) C. W. Weaver: Acta Met., **8** (1960), 343
- 13) F. Garofalo: Trans. AIME., **227** (1963), 351
- 14) 田村, 亀村: 鉄と鋼, **65** (1979) 7, 1104