

Fe 基超耐熱合金 V57 における中間時効処理条件の η 相および機械的性質におよぼす影響*

70625

渡 辺 力 蔵**・九 重 常 男**

Effects of the Intermediate Aging Condition on the Precipitation of η Phase and Mechanical Properties of Iron-Base Superalloy V57

Rikizo WATANABE and Tsuneo KUNO

Synopsis:

Effects of the intermediate aging condition on the cellular precipitation of η phase at grain boundary and mechanical properties of an iron base super alloy, V57 have been investigated and the relationship between the amount of η phase and mechanical properties has been discussed.

η phase increases with the increase of intermediate aging temperature and time, and decreases with raising preheating temperature before the intermediate aging because of γ' precipitation during preheating.

Grain boundary η phase has little effect on tensile strength at room temperature. The increase of grain boundary η phase causes slight decrease of tensile elongation at room temperature, remarkable decrease of stress rupture life and also remarkable increase of stress rupture elongation.

(Received Mar. 7, 1970)

1. 緒 言

Ti を含む γ' [$\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$: fcc] 析出強化型の Fe 基超耐熱合金 V57 の熱処理としては 800°C 以上の温度で中間時効処理を施す場合があるが、この際粒界に層状の η 相 (Ni_3Ti : hcp) が生成するのが普通である。この粒界の層状 η 相は普通クリープ破断延性を低下し¹⁾、切欠クリープ破断強度を低下するとされ²⁾、きわめて有害視されている。しかし一方粒界の層状 η 相は切欠クリープ破断強度を低下しないという文献もあり³⁾、筆者らも粒界に層状 η 相が存在すると逆にクリープ破断延性を増大し切欠クリープ破断強度を高める場合のあることを数多く経験している。いずれにしても粒界 η 相と機械的性質の関係を系統的に調べた研究はほとんどなく、いずれも断片的なデータや推測から論じているにすぎない。本研究では V57 における中間時効処理条件の η 相の生成および機械的性質におよぼす影響を系統的に調べると同時に、 η 相量と機械的性質の関係について定量的な検討を行なった。

2. 試料および実験方法

真空アーク溶解によつて溶製したインゴットを 80 mm 角に鍛造したものを試料とした。試料の化学成分を Table 1 に示す。

試料の外周部から試料の長手方向にそつて試験片を切り出したのち Table 2 に示す熱処理を施した。固溶化処理はすべて 1025°C × 3hr の一定とし、中間時効処理は 800 および 810°C に 1~8hr 保持後空冷のものと 650~750°C で 4 hr 予熱し 800 および 810°C で 3hr 保持後空冷のもの 2 系列とした。予熱はいずれも別炉で行ない所定の温度で所定時間保持したのちすばやく中間時効処理炉に移した。予熱については大型の製品を熱処理する場合のバラツキの減少を目的とする意味と、もう一つ γ' 析出温度で予熱を行ないあらかじめ γ' 相を析出させた場合に後の中間時効温度での η 相の析出挙動がどう変わるかを調べる二つの意味がある。中間時効処理後すべての試験片に対して 732°C × 16hr 空冷の最終時効処理を行ない各種試験片に機械加工した。

常温引張試験は平行部 6.4 mm ϕ 、標点距離 25.4 mm (4D) の試験片で各熱処理につき 2 本ずつ行なつた。クリープ破断試験は平行部 5 mm ϕ 、標点距離 20 mm (4D) の平滑試験片を用い 621°C - 59.8 kg/mm² の一定条件で各熱処理に対し 2 本ずつ行なつた。 η 相量は各引張試験片、クリープ破断試験の隣接部から採取した各熱処理条件に対し 4 個ずつの試験片につき、10%しゅう酸

* 昭和44年10月本会講演大会にて発表

昭和45年3月7日受付

** 日立金属(株)安来工場

Table 1. Chemical composition of sample(%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Cu	Al	Ti	B	N
0.037	0.52	0.15	0.011	0.006	28.30	14.76	1.41	0.32	0.02	0.28	3.26	0.0036	0.004

Table 2. Heat treatment condition.

No	Solution treatment	Intermediate aging treatment	Final aging treatment
1	1 025°C × 3 hr OQ	810°C × 1 hr AC	732°C × 16 hr AC
2	〃	810°C × 2 hr AC	〃
3	〃	810°C × 3 hr AC	〃
4	〃	810°C × 5 hr AC	〃
5	〃	810°C × 8 hr AC	〃
6	〃	800°C × 1 hr AC	〃
7	〃	800°C × 2 hr AC	〃
8	〃	800°C × 3 hr AC	〃
9	〃	800°C × 5 hr AC	〃
10	〃	800°C × 8 hr AC	〃
11	〃	650°C × 4 hr → 810°C × 3 hr AC	〃
12	〃	700°C × 4 hr → 810°C × 3 hr AC	〃
13	〃	750°C × 4 hr → 810°C × 3 hr AC	〃
14	〃	650°C × 4 hr → 800°C × 3 hr AC	〃
15	〃	700°C × 4 hr → 800°C × 3 hr AC	〃
16	〃	750°C × 4 hr → 800°C × 3 hr AC	〃

メタノール溶液にて電解腐食して 20 視野ずつ点算法により測定しその平均をとつた。なお各試験片の結晶粒度は 3 程度であつた。

3. 実験結果

Fig. 1 に中間時効処理温度および時間と常温引張性質との関係を示す。耐力は中間時効温度が 800°C のときは 2hr でピークに達し、それ以上の長時間では漸減する。一方 810°C の中間時効温度では 1hr 以上ではじめから漸減する。引張強さはいずれの時効温度の場合も 3~5hr でピークに達し、それ以上の時間で低下する。伸びおよび絞りも 800 および 810°C の両温度とも時効時間の増大にともない漸減する。Fig. 2 に中間時効処理の予熱温度と常温引張性質の関係を示す。中間時効温度が 800°C のとき予熱温度の上昇にともない耐力、引張強さは上昇するが中間時効温度が 810°C のときは逆に予熱温度の上昇につれてやや低下する傾向がある。伸びはいずれの場合も予熱温度の上昇につれてやや増加する傾向にある。

Fig. 3 に中間時効温度および時間とクリープ破断性質の関係を示す。クリープ破断時間は中間時効時間の増大にともない急激に減少し、逆にクリープ破断伸びおよび絞りは急激に増大する。また中間時効温度が高くなるとクリープ破断時間は減少しクリープ破断伸び絞りは増大する。Fig. 4 に中間時効処理の予熱温度とクリープ破断性質の関係を示す。予熱温度の上昇にともないクリープ破断時間は増大し、クリープ破断伸びおよび絞りは減少

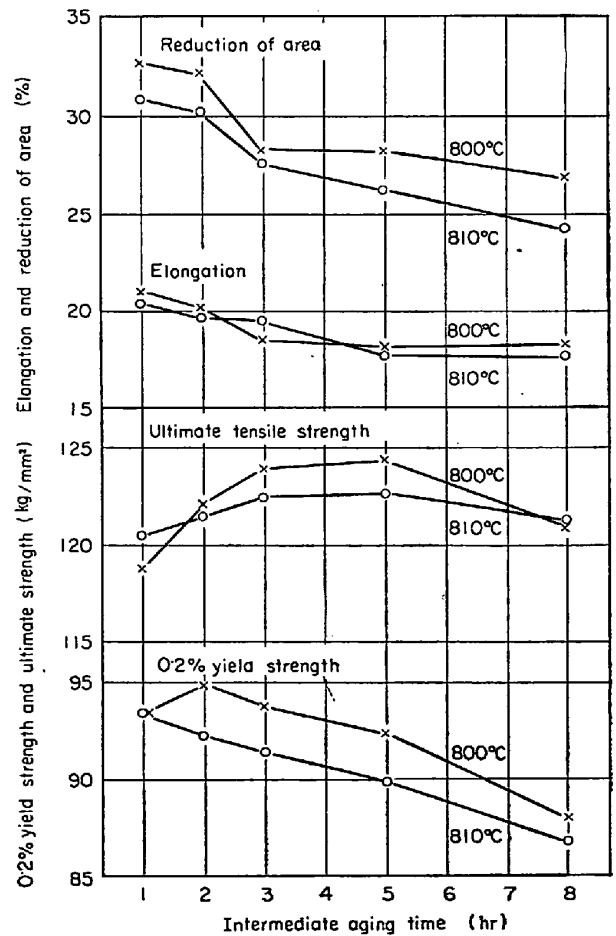


Fig. 1. Effects of intermediate aging time and temperature on the tensile properties at room temperature.

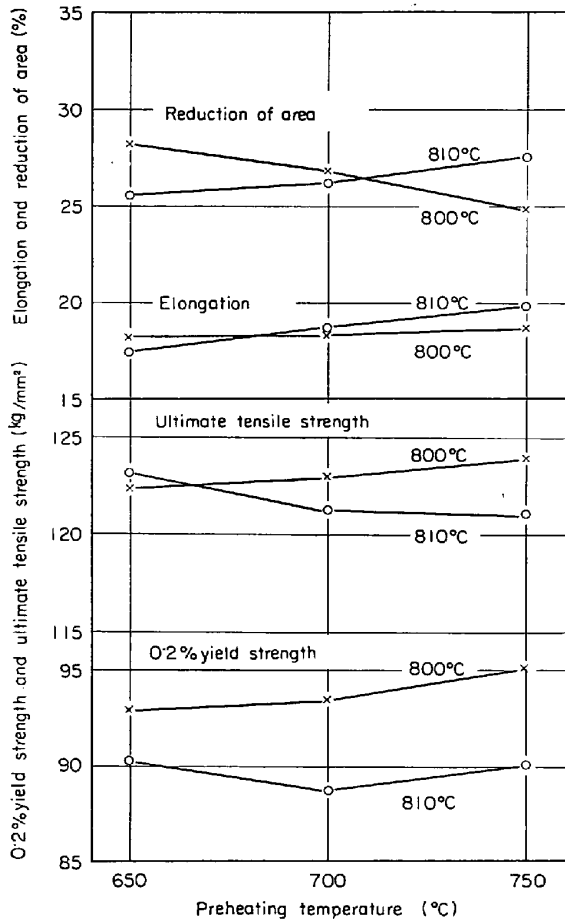


Fig. 2. Effects of preheating temperature of intermediate aging treatment on the tensile properties at room temperature.

する。予熱を入れた場合も中間時効温度が高いほうがクリープ破断時間は短く、クリープ破断伸びおよび絞りは大い。

Photo. 1 に一例として中間時効時間 5hr の場合の組織を示す。粒界付近の黒く見える部分が層状の η 相である。この黒い部分の面積率を測定して η 相の析出量の指標とした。Fig. 5 に中間時効温度および時間と η 相量の関係を示す。中間時効時間の増大にともない η 相量は急増し、また中間時効温度の高いほど η 相量は多い。Fig. 6 に中間時効処理の予熱温度と η 相量の関係を示す。予熱温度が高くなるにつれて η 相量は漸減する。一方この場合も中間時効温度の高いほうが η 相量が多い。

4. 考 察

常温の引張強さと η 相量の関係を Fig. 7 に示すが、ほとんど有意な関係が認められないことからして常温強度は η 相量より γ' 相の析出状態によつておもに影響されるものと考えられる。実際 Fig. 1 で引張強さは時効時間の増大にともないはじめ増大してピークに達しその

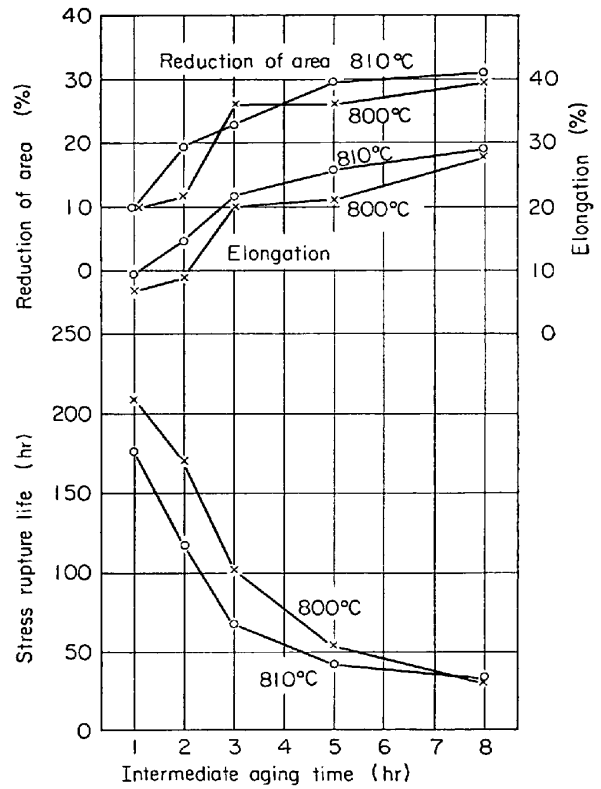


Fig. 3. Effects of intermediate aging time and temperature on 621°C - 59.8 kg/mm² stress rupture properties.

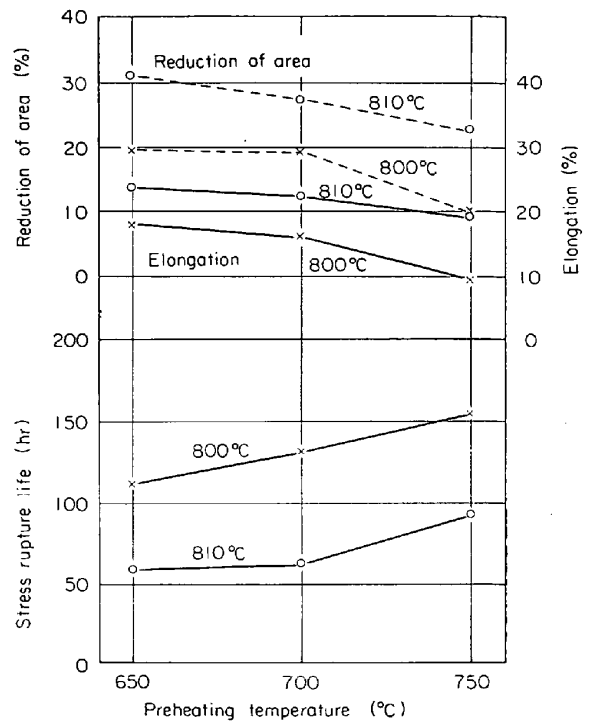


Fig. 4. Effects of preheating temperature of intermediate aging treatment on 621°C - 59.8 kg/mm² stress rupture properties.



a. Aged at 810°C for 5hr.
b. Aged at 800°C for 5hr.

Photo. 1. Examples of micro structure after heat treatment. Dark parts at grain boundary are cellular η phase.

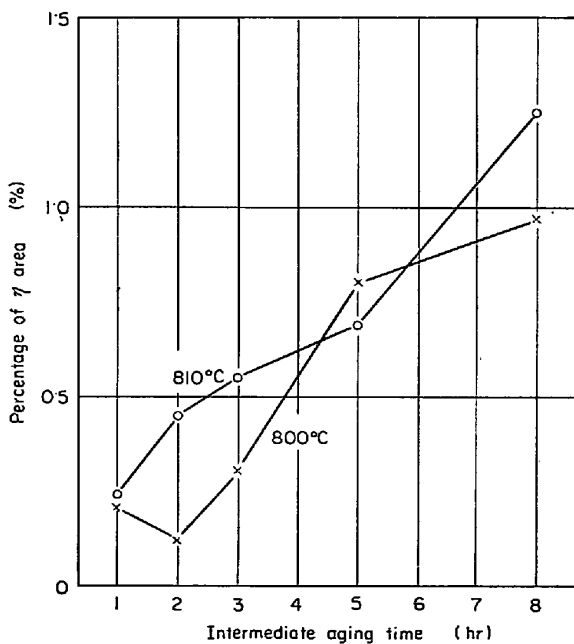


Fig. 5. Effect of intermediate aging time and temperature on the amount of η phase.

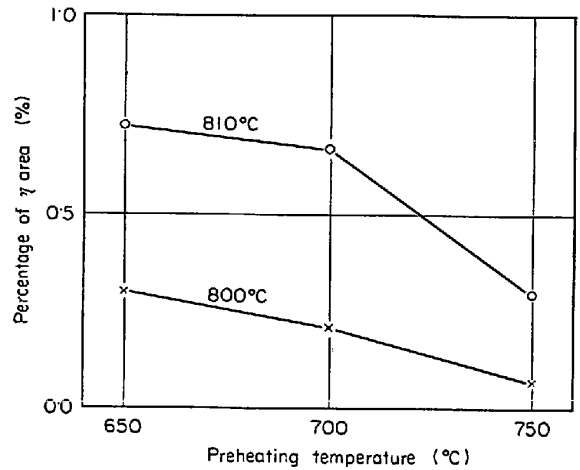


Fig. 6. Effect of preheating temperature of intermediate aging treatment on the amount of η phase.

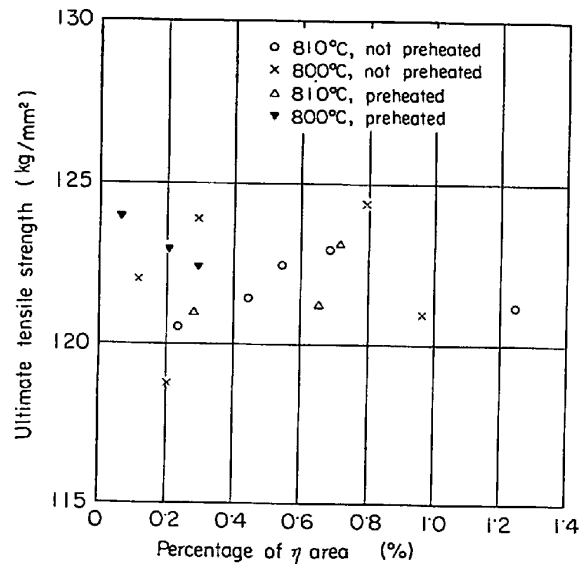


Fig. 7. Relationship between the amount of η phase and room temperature ultimate tensile strength.

後低下しているが、これは γ' 粒度が時効の進行にともない増大しついに過時効現象を呈することに対応している。また Fig. 2 において中間時効温度が 800°C のときは引張強さは予熱温度の上昇にともない増大し、810°C のときは予熱温度の上昇にともない低下しているが、これは予熱時の γ' の析出は予熱温度の高いほど進行するため 800°C の中間時効温度では予熱温度の高いほど γ' 粒度はピーク強度に近くなるのに対し 810°C の中間時効では γ' 粒度が大きく予熱温度の高いほど γ' 粒度が増大しピーク強度から遠ざかるものと解釈される。

一方 Fig. 8 に示すように常温引張伸びは η 相量とやや相関性をもつようで η 相量の増大にともない伸びはやや低下する傾向がある。一般に粒界 η 相がほとんど析出

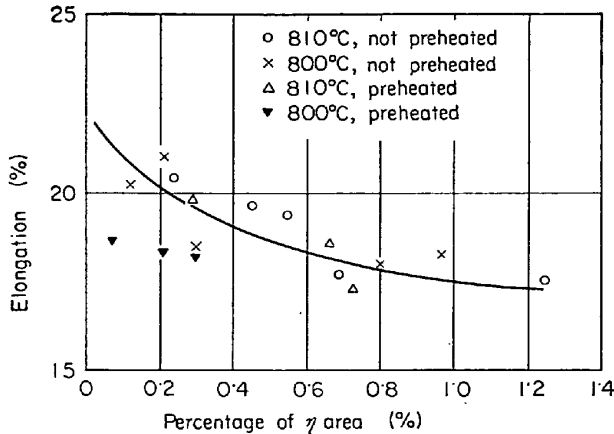


Fig. 8 Relationship between the amount of η phase and room temperature tensile elongation.

しない Incoloy 901 などでも中間時効が進むにつれて常温引張における伸びがごくわずかに低下する傾向が認められ、その意味からは上述の η 相量の増大にともなう伸びの減少はみかけの現象で実際は γ' の過時効や粒界における炭化物などの析出が影響していると考えられないこともないが、Fig. 2 において予熱温度が高くなるほど伸びが増大する傾向からすればやはり η 相が常温の伸びを低くする作用はあるようである。

クリープ破断時間と η 相量との間には Fig. 9 に示すように明りような相関性が認められ、 η 相量が増大するとクリープ破断時間は急激に減少する。一方 Fig. 10 に示すようにクリープ破断伸びも η 相量と明りような相関性をもち、 η 相量が増大するにつれてクリープ破断伸びは急激に増大する。一般に粒界 η 相がほとんどない Incoloy 901 などでも中間時効が進むにつれて比較的低温でのクリープ破断時間は減少し、クリープ破断伸びは増大することからすれば上述の η 相量とクリープ破断時間、クリープ破断伸びの関係はみかけ上のもので γ' の過時効がより大きな影響をおよぼしていると考えられないこともないが、Fig. 4 に示したように予熱温度が高くなるにつれてクリープ破断時間が増大し、クリープ破断伸びが低下することを考慮すればやはり η 相量がクリープ破断時間の低下、クリープ破断伸びの増大に対し他の因子よりずっと大きく影響していることがわかる。

予熱温度の上昇にともない η 相量が減少するのは、粒界 η 相は過飽和 γ マトリックスから析出するので、すでに析出している γ' 相が多いほど η 相の析出傾向が弱く、また γ' 粒度が大きいほど η が析出する前の γ' の固溶¹⁾ に要する時間が長くなり、したがって η の析出に要する時間が長くなるためと思われる。

従来、粒界 η 相が存在すると切欠クリープ破断強度を

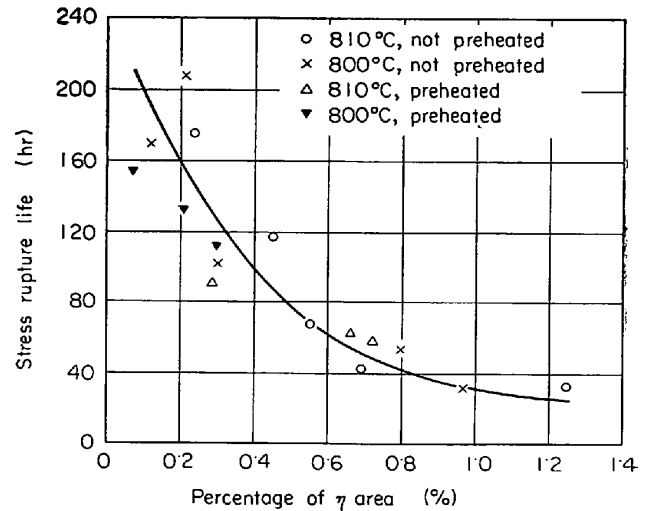


Fig. 9. Relationship between the amount of η phase and $621^{\circ}\text{C}-59.8\text{ kg/mm}^2$ stress rupture life.

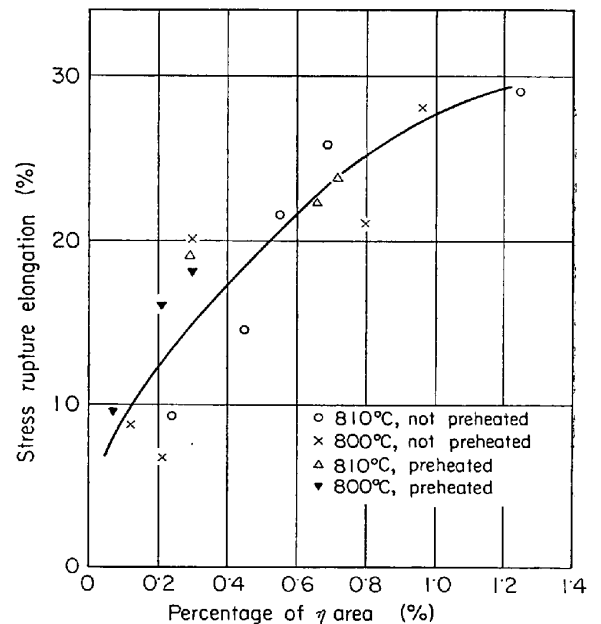


Fig. 10. Relationship between the amount of η phase and $621^{\circ}\text{C}-59.8\text{ kg/mm}^2$ stress rupture elongation.

低下するといわれてきた比較的確な実験的根拠は、METCALFE の A 286 の冷間加工後時効したボルトは η 相を多量に含みクリープ破断寿命が短いという報告³⁾ であるが、この場合は η 相がいちじるしく多量に析出しておりクリープ破断強度そのものが低下したためにボルトの切欠クリープ破断強度も低かつたものと推定され、 η 相によつて切欠脆性を生じたのではないと考えられる。実際筆者らの同じ A 286 のボルトに対する実験では少量の η 相があつた方がボルトの切欠クリープ破断強度は逆に増大する結果をえている。すなわち粒界 η 相は平滑試

試験片に対するクリープ破断強度は低下させるが切欠試験片のクリープ破断強度と平滑試験片のそれとの比(切欠強化比)は高めるものと解釈され、少量の η 相が存在したほうがボルトのような切欠のある材料のクリープ破断強度は増大するものと考えられる。

5. 結 言

V57 の中間時効処理条件の η 相および機械的性質におよぼす影響につき実験し、 η 相量と機械的性質の関係を検討した結果つぎのことがわかった。

(1) 中間時効時間の増大にともない常温引張試験における耐力および引張強さは一度ピークに達したのち漸減する。伸びおよび絞りも時効時間の増大につれてはじめてから漸減する。

中間時効の前に予熱を行なった場合は中間時効温度が800°Cのときは予熱温度の上昇につれて耐力、引張強さは漸増するが、810°Cのときは逆に予熱温度の上昇につれて漸減する。伸びはいずれも予熱温度の上昇につれて漸増する。

(2) クリープ破断時間は中間時効温度、時間の増大につれて急激に減少し、一方クリープ破断伸びは逆に増大する。予熱を行なった場合は予熱温度の上昇につれて

クリープ破断時間は漸増し、クリープ破断伸びは漸減する。

(3) η 相量は中間時効温度、時間の増大につれて急激に増加し、一方予熱を行なった場合は予熱温度の上昇につれて漸減する。

(4) 常温引張試験における耐力、引張強さなどは η 相量と直接の関係をもたないが、伸びは粒界 η 相量の増大につれて漸減する傾向がある。

また粒界 η 相量の増大にともないクリープ破断時間は急減し、クリープ破断伸びは急増する。

文 献

- 1) K. J. IRVINE, D. T. LLEWELLYN, and F. B. PICKERING: J. Iron Steel Inst., 199 (1961) p. 153~175
- 2) G. R. SPEICH and J. B. CLARK: Precipitation from Iron-Base Alloys (1965), p. 84~85, [Gordon and Breach Science Publishers]
- 3) K. METCALFE: Iron Age, 182 (1958) 1, p. 72~74
- 4) G. B. HEYDT: Trans. Amer. Soc. Metals, 54 (1961), p. 220~226
- 5) J. P. STROUP and L. A. FUGLIESE: Metal Prog., 93 (1968) 2, p. 96~100