

## 討34 Ni基耐熱合金Mod. IN-100の押出しによるプリフォーム条件と超塑性

工業技術院機械技術研究所 ○鳥阪泰憲 中沢克紀

長岡技術科学大学

宮川松男

### 1. 諸言

Gatorigging法はNi基超耐熱合金IN-100のタービンディスク用に開発されたもので、この技術の一番大きなポイントは超塑性材を得るための結晶粒微細化を目的としたプリフォームにあり、その詳細は全く公表されていない。しかしながら、この場合押出し時の加工度および押出温度の2点が健全材を得るための決め手になると同時に組織に大きな影響を及ぼすことはいうまでもない。しかしながら、健全材が得られるかどうかは別として、一般にIN-100では加工度を大きくすればするほど微細な組織が得られる<sup>1)</sup>ことから、特に重要な点は後者の押出温度であると思われる。

R. G. Mengiesら<sup>2)</sup>はIN-100の押出しによる結晶粒微細化の支配因子は動的再結晶であるとし、そのためには押出温度の下限は再結晶温度-250K(約1173K)、また上限は $\gamma'$ の固溶温度(約1423K)でなければならないとしている。しかしながら、著者らがMod. IN-100を上記下限温度より若干低い、1123Kで80%圧延した結果、再結晶は何ら認められなかったことから、本研究では、押出しによる結晶粒微細化の支配因子は動的再結晶ではなく、静的再結晶であるという仮定のもとに、Mod. IN-100HIP材を種々の温度および加工度で押出すことにより、健全材を得るための成形限界曲線を求め、得られた健全材の再結晶挙動を軸方向および半径方向に対して調べ、微細組織を有する健全材を得るための最適押出し条件について検討すると同時に、その超塑性挙動を明らかにした。

### 2. 試料および実験方法

試料は米国Homogeneous Metals Inc製の-325メッシュMod. IN-100のアトマイズ粉を用いた。この粉末を大気中でSUS304のカプセル(肉厚1.5mm~2.5mm)に真密度比60~65%で充填し、溶接を行い、最小検出感度 $2 \times 10^{-11}$  Torr  $s^{-1}$ のヘリウム・リーク・ディテクターで全溶接箇所をチェックした後、 $5 \times 10^{-3}$  Torrの脱気を行い、その後密封した。次いで、このカプセルに1373K $\times$ 88.2MPa $\times$ 1hのHIP処理を施した後、粉末界面に付着したArを粉末界面の3重点に凝集させる目的でTIP(Thermal Induced Porosityの略)テストを1453K $\times$ 1h加熱後空冷なる条件で行い、HIP成形時にArガスが微量侵入したかどうかのチェックを行った。その後、SUS304のカプセルを機械加工により除去し、押出し時の加工度の調整およびダイスの保護のために、再度これにS35Cでcasingを行い、次いでラム速度20mm  $s^{-1}$ で押出した。そして、この場合の設定加工度(casingのため、実際の加工度とは異なる)および押出温度は86.3%-1323K, 79.1%-1273K, 69.2%-1373K, 60.3%-1273K, 47.6%-1223K, 47.6%-1373K, 46.9%-1123K, 80.0%-1373Kおよび80.0%-1423Kの9種類とした。

### 3. 実験結果および考察

Mod. IN-100HIP材を先に述べた9種類の条件で押出し、そのときの荷重-時間曲線や押出し後の形状などについて調べた。その結果をFig. 1に示す。図中、Re(%)は設定加工度、Temp.は押出温度、Die.  $\phi$ はダイス径および(R)得られた実際の加工度をそれぞれ示したものである。

押し出し後の試料を軸に直角方向にいくつか切断した結果、荷重-時間曲線に、波うちの見られる条件で押し出した試料にはすべて Fig. 2 に示すような空洞が観察された。そこで、押し出し時に健全材が得られるための成形限界曲線を求めることにした。結果を Fig. 3 に示す。この場合の横軸はすべて実際の加工度をプロットしたもので、図中、実線は力学的因子による成形限界を、破線は押し出し装置の容量による成形限界を示したものである。また、Mod. IN-100 は70%以上の加工度を与えないと微細組織が得られないという事実<sup>1)</sup>および先に述べた Menzies らの条件から、超塑性材を得るための押し出し範囲はおそらく図中、斜線部になるものと思われる。

一般に、プリフォームを押し出しで行えば、その軸方向および半径方向で、ひずみ量が異なるため正確な加工量を把握することができないという欠点があるが、著者らはそのバラツキの度合を調べるために、軸に直角方向にいくつか切断された4種類の健全押し出し材の硬さ分布を調べることにした。4種類ともバラツキについては同様の傾向が見られたので、82%-1273K押し出し材に限ってその結果を Fig. 4 に示す。これから、軸方向に対してはそんなにバラツキはなく、むしろ問題は半径方向であることがわかる。

一般に、Mod. IN-100 HIP 処理材のピッカース硬度は440付近である。しかしながら、上記押し出し材中、1423K、82%押し出し材の中心部を除いてはすべて硬度が440をはるかに越えていた。これは押し出し時、再結晶が完全に終了していなかったための残留応力によるものである。そこで、これら押し出し材に種々の温度で1hの焼なましを施すことにした。Fig. 5 にその結果を示す。なお、図中①は1123K、80%圧延材の結果である。これより、押し出し温度が高くなれば、再結晶終了温度が低温側に移行(図中、①②は1423K、③⑤は1343K)し、特に1423K、82%押し出しになると、その中心部は押し出し時に再結晶が完全に終了していることがわかる。

Phot. 1 は得られた4種類の健全材の中心部Cの再結晶終了組織(写真の②~⑤は Fig. 5 の②~⑤に対応)を示したもので、押し出し温度または焼なまし温度が $\gamma'$ 固溶温度である1423Kになると、結晶粒が急激に粗大化することがわかる。

Fig. 6 は横軸に押し出し温度、縦軸に1hの焼なまし温度をとって上記事実を示したものである。なお、図中○印は Fig. 5 中の①に相当するもので、また Limit は $\gamma'$ 固溶温度を示しており、この温度を越えれば Phot. 1 に示したように結晶粒が急激に粗大化するため、押し出しにおいても、焼なましにおいてもまた超塑性試験においてもこの温度以上は絶対にさげねばならない。以上から、押し出しによる結晶粒微細化の支配因子は次のようにまとめられるものと思われる。

(A) 1273K以下での押し出し

静的再結晶、故に1423Kでの焼なましを必要とする。従って、得られた結晶粒は比較的粗大なものとなる。

(B) 1273K~1423Kでの押し出し

動的再結晶+静的再結晶、故に1273K~1423Kでの焼なましを必要とする。従って、得られた結晶粒は超微細なものとなる。

(C) 1423K以上での押し出し

動的再結晶、故に焼なましは不要。従って、得られた結晶粒は比較的粗大なものとなる。

一般に、超塑性試験または実際の超塑性鍛造を行う場合、試験片または被加工材を所定の温度にもたらすのにかなりの時間を必要とする。

Fig. 7 は1343K-72%押し出し材の時間に対する静的再結晶を示したもので、焼なまし温度は1373K一定である。これより、おおよそ、30minを越えたあたりから再結晶が急激に進行し、1h以内で完全に終了していることがわかる。

行し、1 h 以内で完全に終了していることがわかる。

故に、超塑性試験時にこの程度以上の時間をかけて加熱する場合は、たとえ押し後残留応力が存在していても残留応力除去、すなわち再結晶のための焼なましはあえて行う必要はないものと思われる。もちろんこのことは超塑性試験温度が再結晶終了温度よりも高いことを前提とした上である。

Fig. 6 中の横方向の破線で示したように、一般に Mod・IN-100 の最適超塑性発現温度は 1323 K ~ 1423 K である。そして、この温度範囲を丁度再結晶終了温度にするための押し温度範囲を示したのが図中、縦方向の破線である。すなわち、これらの破線は約 1353 K 付近で押しせば、1373 K 以上で、また約 1393 K 付近で押しせば、1323 K 以上で超塑性試験または超塑性鍛造を行う場合、あえて焼なましを施す必要はないことを示すもので、このことは、押しビレットが大きくなればより一層はつきりするものと思われる。なぜなら、この場合押し後の冷却（普通は空冷）過程で静的再結晶の大部分が完了することが考えられるからである。

以上のような理由から、超塑性のための微細結晶粒を得る最適押し温度は 1353 K ~ 1393 K の範囲内、厳密には 1393 K が最も望ましいものと思われる。この場合、加工度を 70% 以上にすることはもちろんのことである。

次に例として、上記条件を満足する、1373 K - 72% 押し材に 1343 K × 1 h の焼なましを施し、Photo. 1 (⑤) に示す組織に調質した後、これを種々の温度およびひずみ速度で引張り、その超塑性挙動で調べることにした。

Photo. 2 は破断試験を行った後のすべての試験片を示したもので、これより超塑性はひずみ速度が小さくなればなるほど、また試験温度が高くなればなるほど伸び値は増大するというものではなく、最適なひずみ速度および試験温度で最大値を有することがわかる。

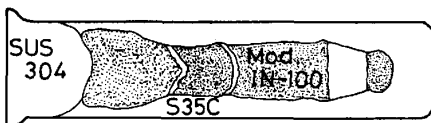
4. 結言

Mod・IN-100 を種々の温度および加工度で押しした結果、健全材の得られる成形限界曲線を求めるとともに以下の諸点を明らかにした。

- (1) 押しによる結晶粒微細化の支配因子は主に静的再結晶で、押し温度が高くなればなるほどその再結晶終了温度は低下する。そしてその場合の最適押し条件は次の通りである。
  - a. 加工度は 70% 以上とする。
  - b. 押し温度は 1353 K ~ 1393 K の範囲内、厳密には 1393 K が最も望ましい。
- (2) 1373 K - 72% 押し後、1343 K × 1 h の焼なましを施した素材は十分超塑性が発現する。

参考文献

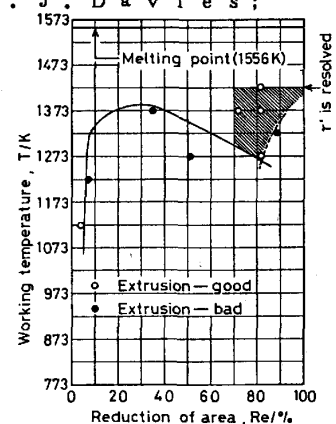
- (1) 鳥坂泰憲, 中沢克紀, 宮川松男: 鉄と鋼 (投稿中)
- (2) R. G. Menzies, J. W. Edington, and G. J. Davies; Metal Science, (1981-5), P. 210



Extrusion

Fig. 2. The sample extruded by bad condition.

Fig. 3. The best conditions of extrusion to obtain the sound sample having the fine grain size.



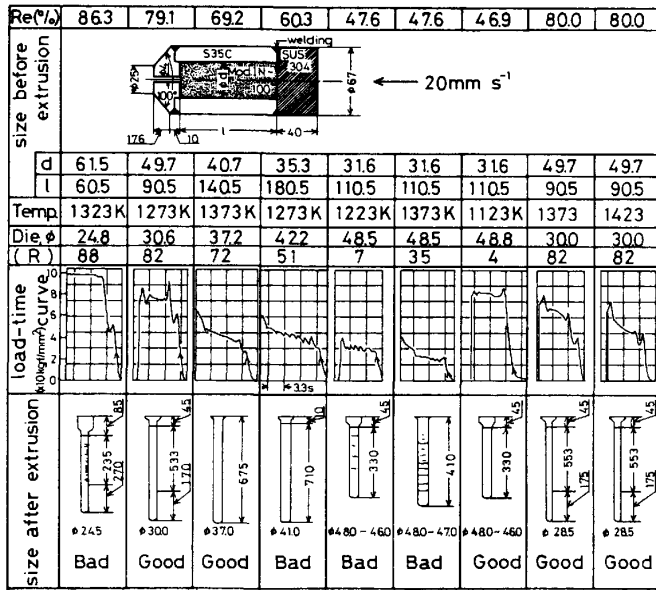


Fig.1. Results of extrusion by various conditions.

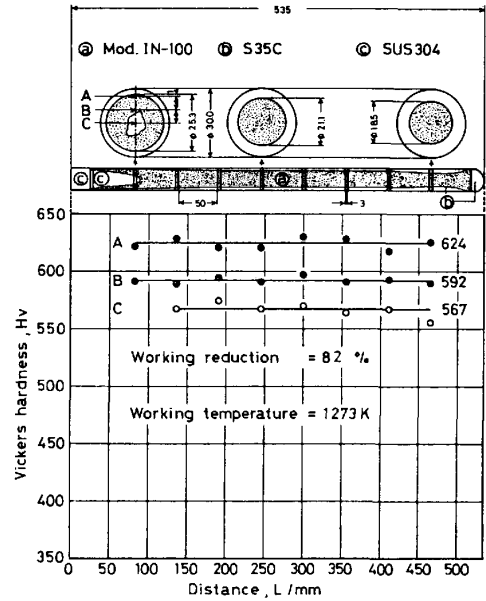


Fig.4. Vickers hardness after extruded with 82% at 1273K.

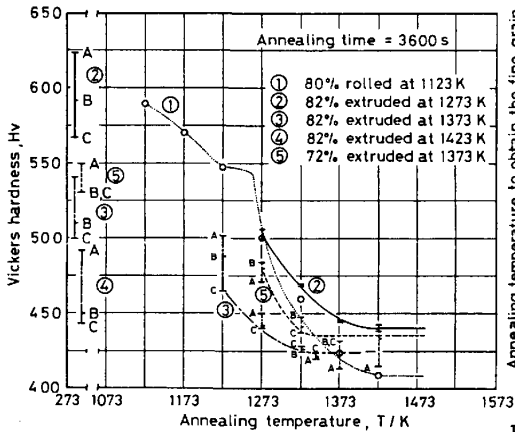


Fig.5. Effect of annealing temperature on the hardness at room temperature.

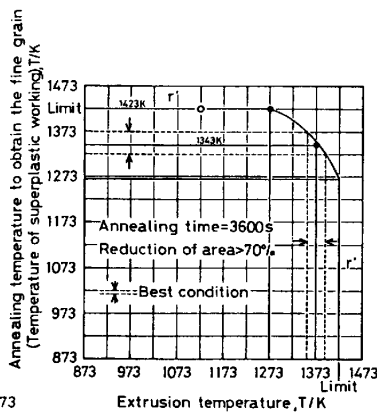


Fig.6. Best condition of extrusion for superplastic working.

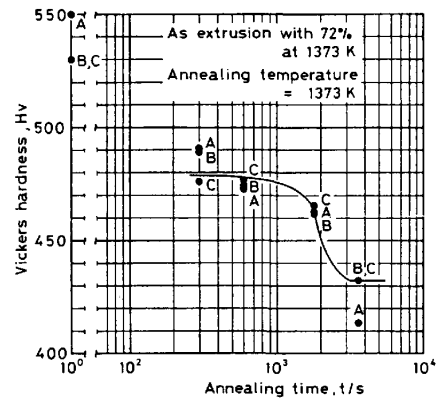


Fig.7. Effect of annealing time on the hardness at room temperature.

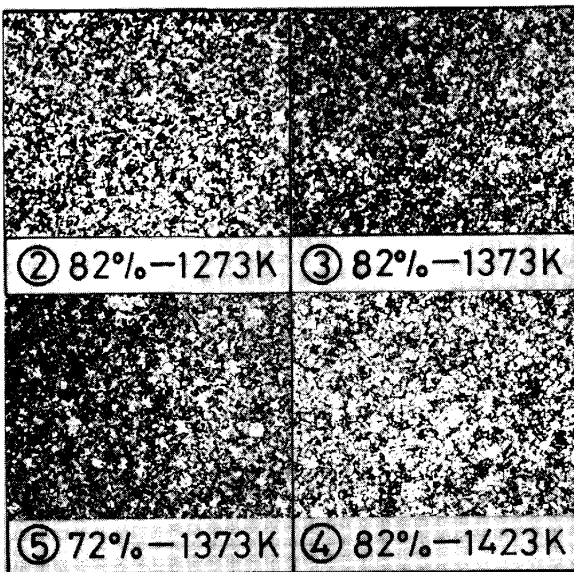


Photo.1. Optical microstructures of Mod. IN-100 after finishing recrystallization. ← → 20μm

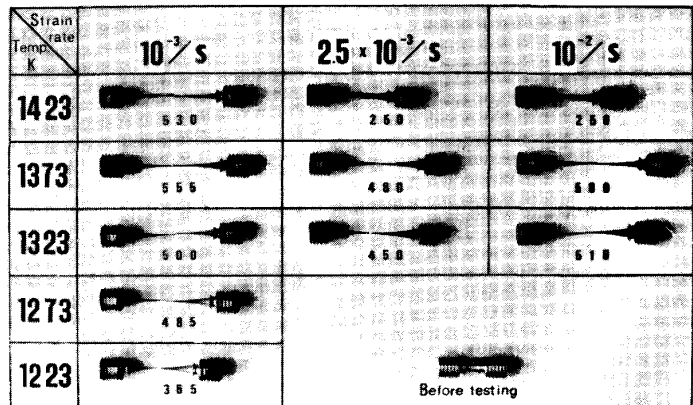


Photo.2. Specimen of Mod. IN-100 after superplastic testing to failure at various temperatures and strain rates.