

© 1986 ISIJ

# Ni 基合金粉末を HIP・超塑性鍛造した素形材 の機械的特性に及ぼす加工条件の影響

技術報告

中沢静夫\*・富塚 功\*<sup>2</sup>・小泉 裕\*・山崎道夫\*<sup>2</sup>

## Effect of Processing Factors on Mechanical Properties of “Pancake” Prepared by HIP and Superplastic Forging from Nickel-Base Alloy Powder

Shizuo NAKAZAWA, Isao TOMIZUKA, Yutaka KOIZUMI and Michio YAMAZAKI

## Synopsis:

Effects of processing factors on the tensile properties and creep properties at 760°C were investigated for “pancakes” (thick circular disks) of a nickel-base superalloy prepared by procedures comprising a powder-making by using HIP-processing a liquid-helium-cooled rotating disk technique, with or without Attritor treatment, and a superplastic-forging developed specifically for this research. Major points of the obtained results were: (1) The HIP-processed material prepared from under-60-Tyler-mesh powder could be forged in a superplastic way only in a deformation rate of  $0.2\text{--}0.5 \times 10^{-4}/\text{s}$ , while that from under-150-Tyler-mesh could in a rate of  $1 \times 10^{-4}/\text{s}$ . The product from the cruder powder had a little superior tensile performance to that from the finer powder. (2) The product obtained by a superplastic-forging at lower temperature and higher deformation rate was apparently softer than that at higher temperature and lower deformation rate. The former had a larger elongation by tensile test and a shorter rupture life by creep test. (3) An Attritor pretreatment preceding HIP-treatment facilitated the superplastic-forging but it deteriorated the creep and tensile property drastically.

### 1. ま え が き

ガスタービンのタービンディスクは現在鍛造材の機械加工で作られており、ガスタービンの部品としては単価の最も高いものの一つである。そこでこの部品の単価の低減と性能の向上を目的として粉末冶金的方法が導入されたが、塑性加工を行わない粉末冶金的方法による製品はその性能に不安があることが判明し、その後粉末冶金と超塑性鍛造との組合せが検討された。ゲートライジング法<sup>1</sup>はこのうち最も著名なものであるが、この方法は微細結晶超塑性の発現の手段として粉末を高温で押し出す方法を利用しており、そのため製品の大きさに対応する押し出し機が必要となり、大型の製品の作製は事実上不可能であるという欠点がある。

そこで、工技院では“次世代産業基盤技術研究開発制度”の一環として、Ni 基合金の粉末を HIP によつて固めた後これに超塑性鍛造を行うというプロセスによつて、押し出し機を使用しないで、この種の用途の素形材を作るプロジェクトを推進している。本報では、このプロジェクトの中で著者らが大同特殊鋼・神戸製鋼所・住友

電工などと共同で行つた一連の研究のうちから、一定の組成の Ni 基合金のメルティングストックから一定の方法で粉末を作り、これを用いて超塑性鍛造により円盤（パンケーキ）を製作して下記の 3 点について検討した結果を報告する。

- 粉末の粒度の大小は超塑性鍛造の難易および製品の特性にどのような影響があるか。
- 超塑性鍛造を低温高速で行うと、高温低速で行つた場合に比べて、製品の性能にどのような影響があるか。
- 粉末にアトリッター処理（強力ボールミル処理）を行うことにより超塑性鍛造の難易および製品の特性にどのような影響があるか。

### 2. 実 験

#### 2.1 試料合金

実験に使用した合金は本研究のために特に設計・試作した TMP-3 と称する  $\gamma'$  析出強化型 Ni 基合金で、その組成は Table 1 のとおりである。この合金は原田らおよび楠らが開発した手法<sup>2</sup>により、René 95 を改良して設計したもので、その  $\gamma'$  相の含有量は 750°C 付

昭和 60 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 60 年 9 月 20 日受付 (Received Sep. 20, 1985)

\* 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku, Tokyo 153)

\*<sup>2</sup> 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

Table 1. Nominal composition of the alloy, TMP-3 (wt%, Ni:bal.).

Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	C	B	Zr
6.9	10.8	3.1	3.4	3.9	2.8	3.9	0.07	0.01	0.05

近で 70% と計算されている。

## 2.2 試料の作製

本研究では試料を Table 2 に A から E で示した 5 とおりの方法で作製した。

Table 2 中の各プロセスのうち特記を要する点は以下のとおりである。

粉末の作製：合金の溶湯を液体ヘリウムで冷却されながら回転している円板上に落下させ、その遠心力を利用する方法 (LHC 法) によつており、その詳細は別に報告されている<sup>3)</sup>。この方法で得られた粉末の粒度分布の一例を Table 3 に示す。

分級：ふるいを使用した。

HIP 処理：軟鋼製の缶中で行い、封入に先だつて脱気をした。

超塑性鍛造：使用した装置はこのプロジェクトのため

に特に用意したもので、真空中で TZM 合金製の周辺部開放式のダイスの付いたラムを用いて、円筒形の試料をその軸方向から圧縮する方式を採っている<sup>4)</sup>。超塑性鍛造前の試料の形状はいろいろの理由から Table 2 に示したように異なっているが、鍛造の際の変形量はできるだけ加工比が一定になるように選定した。超塑性鍛造時の最大変形抵抗を Table 4 に示す。

試験片の製作：得られたパンケーキをまず厚さの方向に 2 分し、これからワイヤーカット法で半径方向に四角柱状の棒を切り出し、この角柱から旋盤加工で径 7 mm の丸棒を作り、これについて Table 2 に示した 4 段熱処理を行つた。なお、これらの熱処理では各段とも加熱後は炉から取り出して放冷した。

## 2.3 特性の試験

前節で述べた径 7 mm の丸棒から Fig. 1 のような試験片を作り、これについて 760°C での引張試験およびクリープ破断試験を行つた。引張試験の変形速度は 0.2 % 耐力までが 0.05 mm/min, それ以後は 1 mm/min とした。またクリープ破断試験の応力は 60.5 kgf/mm<sup>2</sup> とした。

Table 2. Applied processes and conditions thereof.

Conditions		Specimens				
Process factor	Unit	A	B	C	D	E
Powder making Procedure		LHC	←	←	←	←
Classification	Tyl. mesh	-60	-150	-150	60-150	60-150
Atlitior						
Wt. of balls	kg	...	...	...	85	←
Wt. of powder	kg	...	...	...	5	←
Rotation	rpm	...	...	...	195-200	←
Atmosphere	—	...	...	...	Ar	←
Time	h	...	...	...	1	7
HIP						
Initial size						
Diameter	mm	130	102	←	72	←
Height	mm	130	240	←	70	←
Temperature	°C	1 100	←	1 000	1 180	←
Pressure	kgf/cm <sup>2</sup>	1 700	←	1 700	1 800	←
Time	h	3	←	←	1	←
S. P. Forging						
Temperature	°C	1 100	←	1 050	←	←
Rate of str.	×10 <sup>-4</sup> /s	0.2-0.5	1	2	←	←
Initial size						
Diameter	mm	110	75	←	70	67
Height	mm	30	56	←	64	60
Final size						
Diameter	mm	142	125	128	←	116
Height	mm	18	20	19	←	20
Heat treatment						
Step 1. Temperature	°C	1 220	←	←	←	←
Time	h	2	←	←	←	←
Atmosphere	—	Ar	←	←	←	←
Step 2. Temperature	°C	1 080	←	←	←	←
Time	h	4	←	←	←	←
Atmosphere	—	Ar	←	←	←	←
Step 3. Temperature	°C	843	←	←	←	←
Time	h	16	←	←	←	←
Atmosphere	—	Ar	←	←	←	←
Step 4. Temperature	°C	760	←	←	←	←
Time	h	24	←	←	←	←
Atmosphere	—	air	←	←	←	←

LHC=Liquid helium cooling S. P. Forging=Superplastic forging Rate of str. =Rate of stressing  
 ←=Same to the left ...=Atlitior processing missing for these specimens.

Table 3. An example of particle size distribution of powder.

Mesh	+80	+100	+150	+200	+250	+350	-350
%	3.4	25.6	42.4	20.5	3.9	2.8	1.4

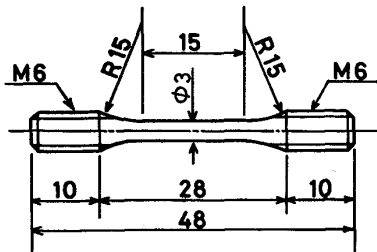


Fig. 1. Test piece for tensile and creep-rupture testings.

### 3. 結果および考察

観測された引張試験及びクリープ破断試験の成績は Table 4 のとおりである。

#### 3.1 粉末の粒度の影響

超塑性鍛造の可否、その際の所要圧力、得られた製品の特性などは粉末の粒度によって大きく左右された。すなわち、1100°Cでの鍛造の場合150メッシュ以下の粒度の合金粉を用いたHIP材は $1 \times 10^{-4}$ /sの速度で健全な製品を得ることができたが(試料B)、60メッシュ以下の粒度の合金粒を用いたHIP材から健全な製品を得るにはその半分以下まで速度を下げる必要があった(試料A)。しかしTable 4の値から知られるように、試料Bに比べ、試料Aの方が変形抵抗はむしろ小さくなった上、熱処理前では試料Aの方が若干強いが脆性的な機械的特性を示した。試料Aの熱処理前の組織と試料Bの熱処理前の組織とを比較すると、試料Aには大きな粉末粒子が砕けたままの角ばった組織の部分(Photo. 1a

のX)が多く見られるのに対し、試料Bでは大きな粉末が含まれていなかったためかこのようなものは少なく、むしろ元の粒子がそのまま残った丸みのあるもの(Photo. 2aのY)が多く見られる。熱処理前に試料Aが若干脆性的なのは、この試料の組織の中にこのような変形しにくい部分が多いためと思われる。また、熱処理後には両試料の間で機械的特性にほとんど差が見られなくなつたが、これは両試料とも熱処理により上に述べたような組織が消え、両者の組織の差がほとんどなくなつ

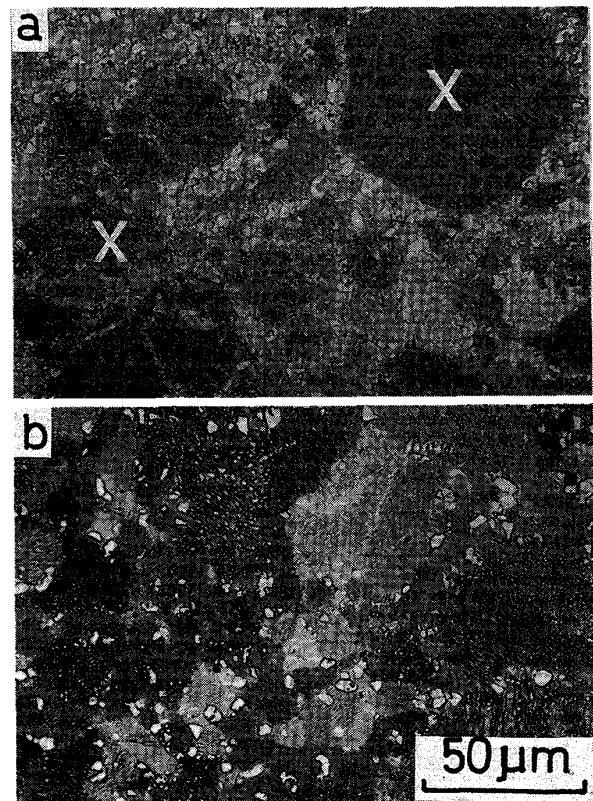
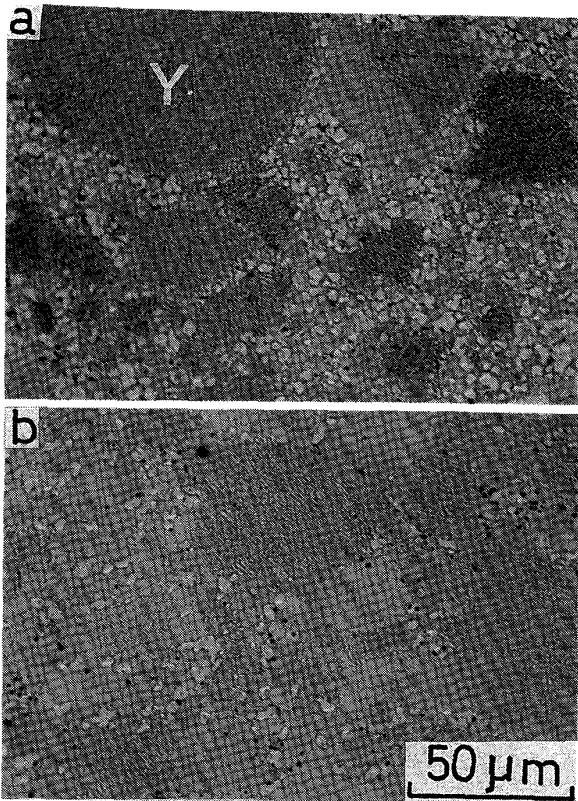
a : Before heat-treatment b : After heat-treatment  
Photo. 1. Microstructures for specimen A.

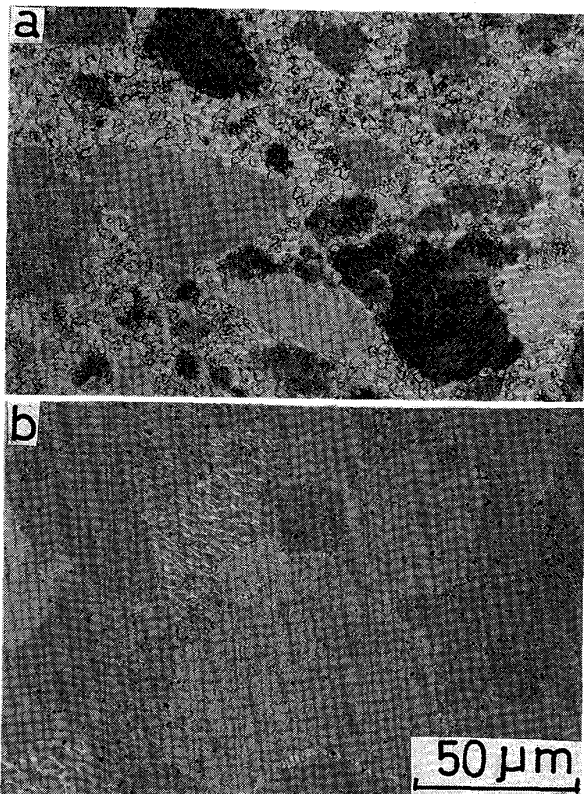
Table 4. Numerical data for specimens A through E.

Testing	Factor	Unit	A	B	C	D	E
Maximum superplastic deformation resistance		kgf/mm <sup>2</sup>	0.8	5.3	13.6	1.5	0.5
Tensile property (before heat-treatment)							
Yield stress*		kgf/mm <sup>2</sup>	87.1	82.4	82.1	76.1	66.8
Strength**		kgf/mm <sup>2</sup>	118.9	103.1	105.7	101.2	96.0
Elongation		%	3.3	5.7	6.3	5.3	3.3
Reduction in area		%	10.2	13.7	13.2	9.5	7.4
Tensile property (after heat-treatment)							
Yield stress*		kgf/mm <sup>2</sup>	87.4	86.3	83.4	78.1	—
Strength**		kgf/mm <sup>2</sup>	120.9	119.7	118.6	107.2	69.8
Elongation		%	4.6	3.9	7.9	2.0	0.9
Reduction in area		%	8.2	7.6	4.2	5.0	4.2
Creep property (after heat-treatment)							
Life		h	148.0	108.4	72.9	13.7	1.4
Elongation		%	4.7	3.4	3.5	1.9	1.0
Reduction in area		%	8.9	7.1	7.2	5.1	4.6

\* 0.2% Yield stress \* Ultimate tensile strength



a : Before heat-treatment b : After heat-treatment  
Photo. 2. Microstructures for specimen B.



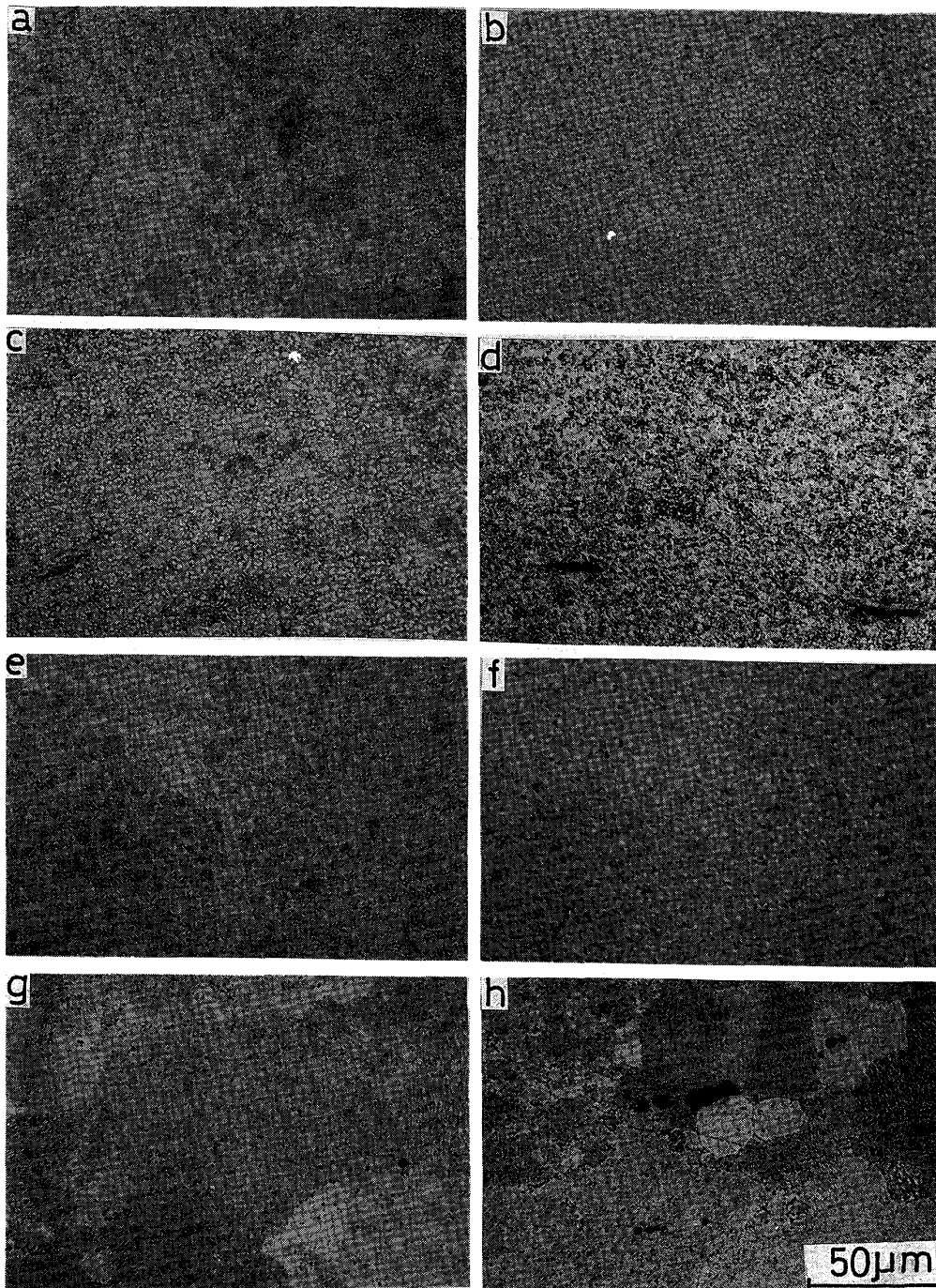
a : Before heat-treatment b : After heat-treatment  
Photo. 3. Microstructures for specimen C.

たこと (Photo. 1b および Photo. 2b) から容易に納得できる。ただし、クリープ寿命には両者でかなりの差があり、試料Aの粗粒材の方が長くなっているが、これは類似の研究のデータとして報告されている傾向<sup>6)</sup>とは必ずしも一致しない。

今回はその理由は明らかにすることはできなかったが、本プロジェクトの関係者は同じ方法で得られた他の試料の場合に、微粉から得られた製品には酸素が多く含まれていたという事実に注目している<sup>6)</sup>。

### 3.2 超塑性鍛造条件の影響

超合金の超塑性鍛造は高温の真空下で、しかも高価な装置と長い時間を要するプロセスであるから、温度を少しでも低くでき、またひずみ速度を少しでも速くできれば、得られる経済的利得は非常に大きい。そこで試料Bより変形温度が低く、しかもひずみ速度が高い超塑性鍛造を試みた。試料Cはこのような方針に基づいて行つた超塑性鍛造によるものである。ここで、この試料の超塑性変形に要する力が試料Bより大きくなるのは当然であるが、さらに製品の機械的特性にもかなりの差が見られた。すなわち、この試料は試料Bと比べると熱処理後にはいわば軟化を示し、引張試験時の伸びが2倍程度に増加し、またクリープ寿命がかなり低下していた。(今回はクリープ伸びが両試料でほぼ同程度であるから、これは試料Cの方がクリープ速度がかなり大きいことを意味する。) 熱処理後の試料Bの組織と試料Cの組織を見ると、Photo. 2bとPhoto. 3bの比較で明らかのように、その差は歴然としており、試料Bでは炭化物などの析出物は結晶の粒界に太目の不連続な点線として観察されるのに対して、試料Cではこれが粒界に細い連続した線として観察されている。Photo. 3bのような結晶粒界が単調で、そこに析出物が細長く存在する組織の合金は、Photo. 2bのように結晶粒界が入り組んでいてそこに析出物が不連続に存在する組織の合金よりクリープ寿命が短くなることは一般的な現象として知られている<sup>7)</sup>ので、熱処理後の試料Cのクリープ寿命が短くなった直接の原因はこのような析出物の形態の差によるものとしてよい。それではこのような組織の差はなぜ生じたかが問題になるが、熱処理の条件は試料B、試料Cとも同一であるから、組織の差はそれ以前の試料の履歴の差、すなわちHIP処理の条件の差もしくは超塑性鍛造の条件の差によるものと考えざるを得ない。HIPの条件の差について見ると、試料Bでは温度が1100°Cであるのに対して試料Cでは温度は1000°Cで、試料Cの方が100°C低くなっている。よつてHIPの温度が低いと試料Cのような組織ができると考えられないこともない



a : Across pressing direction before heat-treatment for specimen D  
 b : Across pressing direction before heat-treatment for specimen E  
 c : Along pressing direction before heat-treatment for specimen D  
 d : Along pressing direction before heat-treatment for specimen E  
 e : Across pressing direction after heat-treatment for specimen D  
 f : Across pressing direction after heat-treatment for specimen E  
 g : Along pressing direction after heat-treatment for specimen D  
 h : Along pressing direction after heat-treatment for specimen E

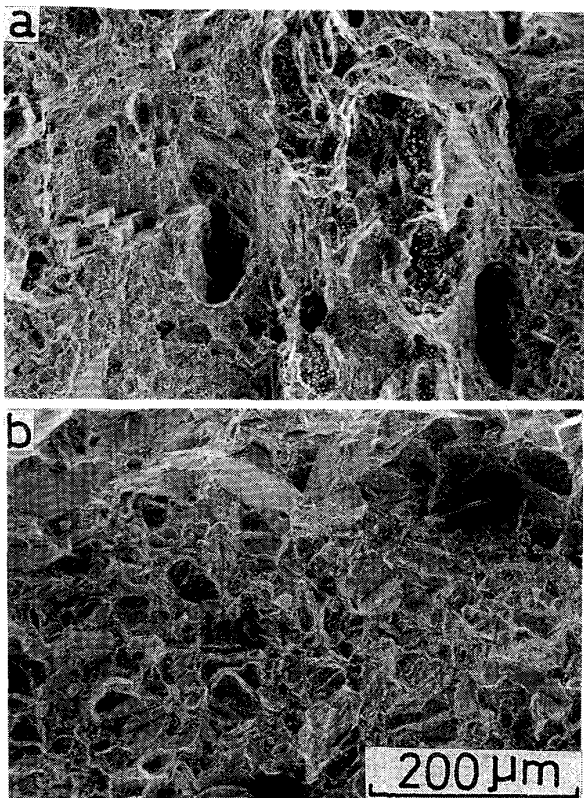
Photo. 4. Microstructures for specimens D and E.

が、著者らは原因はこれよりむしろ超塑性鍛造の条件の差の方にあるのではないかと考えている。その根拠は試料Cより HIP 温度が  $180^{\circ}\text{C}$  高く、超塑性鍛造の条件が試料Cと同一の試料Dや試料Eの熱処理した試料の組

織も試料Cと同一であることにある。

### 3.3 アトリッター処理の影響

LHC 法で製造される Ni 基合金の粉末には比較的粒度の粗い粒子が相当数含まれている。そのためこの方法



a : Specimen E b : Specimen C  
Photo. 5. Fractured surfaces of heat-treated specimens C and E.

で作製した粉末を用いて超塑性鍛造を行おうとする場合には3.1節で見たようにかなり遅いひずみ速度を採用するか原粉から粗粒を取り除く必要が生じる。そこでこのような経済的負担を避けるための手段として、粉末にアトリッター処理を行い予歪みを与えてこれを細粉化することが有効であるかどうかを検討してみた。

Table 2の試料Dおよび試料Eの実験はこのために行つたものである。

Table 4の試料Cの結果とこれらの試料の結果との比較から明らかなように、得られた結論は、少なくとも今回採用したような条件では、アトリッター処理は有害無益であつて、この処理によつて製品の機械的特性は低下し、しかもその傾向が処理時間の増加とともに増大する、さらにその低下の程度は熱処理前の試料よりも熱処理後の試料の方に顕著であるというものであつた。アトリッター処理を行つた試料の機械的特性がこのように劣つてくる直接の原因は、まず第一にその中に含まれているボイドによるものと考えられることができる。Photo. 4のeからhまでの一連の熱処理後の組織写真を見ると、超塑性鍛造時の加圧方向に垂直な面には大きなボイドが見られず、これと平行な面に大きなボイドが見られる。

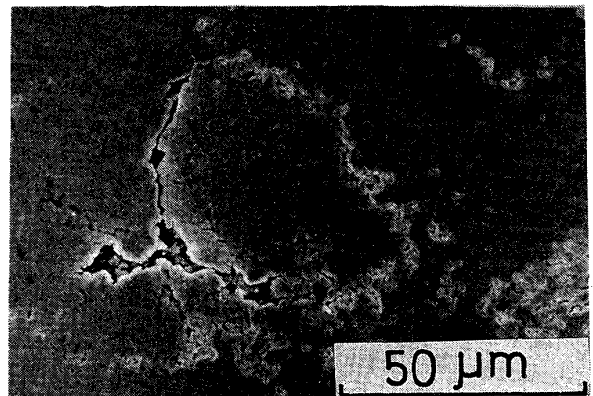


Photo. 6. Array of voids seen in the specimen E before heat-treatment.

このように加圧方向と平行な面の組織にのみボイドが認められるということは、アトリッター処理をした試料の熱処理後のものには（特に試料Eには）大小のボイドがあり、その形が加圧方向に垂直な軸を持つた碁石形であることを示している。Photo. 5は試料Eの熱処理後の破断面を、伸びの最も大きかつた試料Cの熱処理後の破断面と比較したものであるが、試料Eの破断面にはボイドの跡と思われるものが多数認められ、これからこの試料の破断にボイドが大きな役割を果たしていることがうかがえる。

なお、アトリッター処理をした試料の熱処理前の組織は独特のもので、他の試料の熱処理前や熱処理後と比べた場合はもとより、同じ試料の熱処理後と比べても大きく異なつていた。まず、圧縮方向と平行な面ではPhoto. 4のc, dに示すように、圧縮方向と直交する方向の積層構造が認められ、ボイドはこの層の間にクラック状に存在していた。また、試料の圧縮方向と直交する面の組織は等方的で、アトリッター処理1hのものはまだ合金粉末の残骸と思われる比較的大きい組織成分も見られるが、この処理が7hの試料Eではほぼ全体が均質な組織となつていた（Photo. 4のa, b）。この面では光学顕微鏡で見るとはボイドは余り目立たないが、ないわけではなく、SEMで観察すると例えばPhoto. 6のような微細な孔が鎖状に連なっているのが所々に見られた。このような観察結果から、アトリッター処理を行つた試料は熱処理前には細かいボイドを含んでいるとともに、ボイド以外の部分も熱処理後のようには全体が強固に結合して一体化となつた構造を持つてはいないものと考えられ、この試料の機械的特性が劣つている原因には、ボイドの存在のみでなく地金自体強度が小さいことも関係しているものと推定される。

#### 4. 結 論

液体ヘリウム冷却式回転円板法で作製した Ni 基合金粉末から HIP・超塑性鍛造法によつて素形材を作る際の加工条件の影響を検討し次の知見を得た。

a. 60 メッシュ以下の粉末を使用した場合とこの粉末を分級して 150 メッシュ以下のもののみを使用した場合とを比較すると、同一のひずみ速度では後者の粉末の方が超塑性鍛造を容易に行うことができたが、前者の粉末を後者の粉末の半分以下の速度で鍛造した場合は製品の機械的特性はわずかに前者の方が勝っているようであつた。

b. 超塑性鍛造を低温高速で行うと高温低速で行つた場合より試料が見かけ上軟らかくなり、高温引張試験時の伸びが増加し、クリープ寿命が短くなつた。

c. 粉末をアトリッター処理することによつて超塑性鍛造をはるかに容易にすることができたが、製品の特性はこれによつて著しく劣化した。

この研究はまえがきでも述べたように大同特殊鋼株式会社、株式会社神戸製鋼所、および住友電気工業株式会

社の各社の協力を得て行われた。ここで関係者一同の尽力に謝意を表します。

なお、この研究は通商産業省工業技術院次世代産業基盤技術研究開発制度に基づき“高性能結晶制御合金の研究開発”の一環として行われたものである。

#### 文 献

- 1) V. A. TRACEY and C. P. CUTTLER: Powder Metallurgy (1981), p. 32
- 2) 原田広史, 山崎道夫: 鉄と鋼, 65 (1979), p.1059, 楠 克之, 山崎道夫, 神谷久夫: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 109
- 3) 加藤哲男, 草加勝司, 洞田 亮, 市川二郎: 鉄と鋼, 71 (1985), p. 719
- 4) 滝川 博: 第3回次世代産業基盤技術シンポジウム—金属・複合材料技術—予稿集, M-3-2 (1985年11月), p.199
- 5) J. F. BARKER and E. H. VANDERMOLEN: Superalloys—Proc. Proc. 2nd. Intern. Conf. (1972), p. AA1
- 6) 滝川 博: 私信
- 7) C. H. WHITE: The Nimonic Alloys, ed. by W. BETTERIDGES, and J. HESLOP (1974), p. 83 [Edward Arnold]