

論文

ゲートライジング法における押出条件と
押し出しに先だつ HIP の効果

中沢 静夫*・富塚 功*²・小泉 裕*
原田 広史*・山崎 道夫*²

Effects of Pre-hipping and Other Extrusion Conditions
in Gatorizing Process

Shizuo NAKAZAWA, Isao TOMIZUKA, Yutaka KOIZUMI,
Hiroshi HARADA and Michio YAMAZAKI

Synopsis:

Effects of some processing factors in Gatorizing process were investigated for a high-W and high-Ta Ni-base superalloy. Optimum extrusion temperature to obtain extrudents suitable for superplastic forging laid near but below 1200°C, although superplastic deformation was materialized in a temperature range of 1100 through 1200°C. Hiping preceding extrusion caused lower superplasticity and narrower temperature range in which superplastically forgible extrudents were available, while it improved ultimate tensile strength at 760°C and elongation at rupture thereby. Decrease in extrusion ratio caused decrease in pressure required for extrusion, but it caused decrease in superplasticity as well as deterioration of tensile strength at 760°C.

1. ま え が き

超耐熱合金粉末をケーシングに入れ熱間で押し出して微細結晶組織とし、これを超塑性鍛造して所要の製品を得る方法はゲートライジング法として知られている¹⁾。ゲートライジング法では押し出しプロセスが重要なポイントとなるが、どのような条件で押し出しせば良い結果が得られるかについてはデータが少なく²⁾³⁾、特にWやTaなどの含有量の多い合金については報告が見当たらない。また、ゲートライジング法では通常はケーシングには粉末をそのまま充填するが、粉末の代わりに粉末をHIPで固めたものを充填すれば、ケーシングの形状上の制約が少なくなることやケーシング内への試料の充填密度が上昇することによってそれなりの利点があるが、粉末を押し出した場合と比較した例も多くない²⁾。そこで本報では、このような点に関する知見を得るための研究の一部として、一定の組成のニッケル基耐熱合金粉末およびそのHIP材を一定の押し出し比でいろいろな温度で押し出したものについて超塑性特性そのほかの特性の測定を行い、押し出温度とHIPの影響を研究するとともにHIP材については押し出し比の影響も検討した。

2. 実験方法

2.1 合金及び合金インゴットからの粉末の作製

今回の実験に使用した合金は市販のMarM 247合金を上回る高温強度を有する鋳造合金として開発されたTM-321の炭素量を下げた合金で、著者らがTMP-7と称しているものである。その分析組成はC:0.07, Cr:7.75, W:12.19, Co:8.24, Ta:4.15, Hf:0.80, Ti:0.78, Al:5.06, B:0.012, Zr:0.05各重量%, 残Niで、本報告の著者の一部の研究による方法⁴⁾によ

Table 1. Gas contents in the master ingot, powder and hipped material (ppm).

	Master ingot	Powder	Hipped material
N	9	6	—
O	8	97	49
Ar	—	—	1>

Table 2. Size distribution of powder (Tyler mesh).

Mesh	+60	+80	+100	+150	+200	+250	+325	Total
wt%	0	4.15	9.27	25.58	47.05	58.11	78.06	100.0

昭和 61 年 4 月 本会講演大会にて発表 昭和 61 年 2 月 6 日受付 (Received Feb. 6, 1986)

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

*² 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

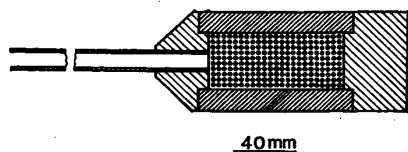


Fig. 1. Casing for powder extrusion.

つて算出した本合金の γ' 相の含有量は 760°C 付近で 65% であつた。また、本合金のインゴット状態のガス含有量は Table 1 のとおりであつた。

合金からの粉末の作製はアルゴンガスを使用したガスアトマイズ法で行つた。得られた合金粉は球形で、そのガス含有量と粒度分布は Table 1 と Table 2 のようであつた。

2.2 HIP 処理と押し

HIP 処理は合金粉末を円筒に詰め、脱気したのち 1500 kgf/cm^2 のアルゴンガスの中に 1100°C で 2h 保持する方法で行つた。HIP 処理を終えた状態でのガス含有量は Table 1 に示したとおりであつた。なお、HIP 処理の条件の影響を検討するために 900 kgf/cm^2 , 1100°C で 2h の HIP 処理を行つたものも 1 回の押しし分だけ用意した。

押しし比は粉末の場合は 9.3 のみ、HIP 材の場合は、9.3 と 5.0 とした。粉末の押ししに使用したケーシングの概略は Fig. 1 に示すようなもので、図の左側に伸びたパイプは排気のためのものである。HIP 材の場合のケーシングはほぼ粉末用のものからパイプを欠いた形状で、この中に長さ 80 mm, 径 38 mm に加工した HIP 材を詰めて押し出した。ケーシングの材質はすべて S35C 材もしくは同等のものである。押ししに際してはまずガス炉で所定の温度まで加熱しその温度に 30 min 保持し、しかる後 400 トン・プレスを用いて押し出した。プレスのラムの速度は 50 mm/s で、これから計算した押ししの所要時間は 20 s 以内である。押し出されたケーシングはそのまま空气中で放冷した。なお、押ししに使用したダイスの径は押しし比 5.0 の場合は 30.5 mm, 押しし比 9.3 の場合は 22 mm であつた。なお、特に作製した圧力 900 kgf/cm^2 の HIP 材は 1100°C , 押しし比 5.0 でのみ押し出した。

2.3 押しし材の X 線検査と試験

押しし材はケーシングを付けたままですべて透過 X 線で中身の検査を行い、その結果に基づいて適当と思われる場所から押し出方向と平行に超塑性特性および高温強度測定用の試料を切り出した。試料は平行部直径 3 mm 長さ 12 mm のねじつきのもので、ねじ部を除き超塑性試験と引張試験に同形のものを使用した。なお超塑性特性

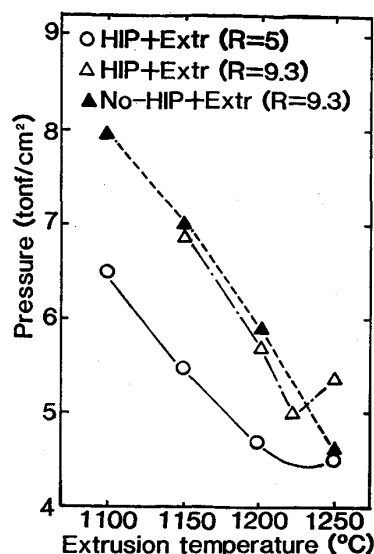


Fig. 2. Required pressure for extrusion.

の試験は Instron 型試験機を使用し、赤外線加熱装置によつて空气中で室温から 1050°C まで $100^\circ\text{C}/\text{min}$ で昇温後その温度に約 15 min 保持し、それから初期ひずみ速度 $1.05 \times 10^{-3}/\text{s}$ でクロスヘッド速度が一定になるようにして破断まで変形を加え、その際の最大変形抵抗および破断までの伸びを測定する方法によつた。また、高温引張試験は同じ装置を用いて 760°C まで $100^\circ\text{C}/\text{min}$ で昇温し同じく約 15 min 保持したのち、クロスヘッドの速度を 0.2% 耐力までは $0.04\text{ mm}/\text{min}$, それ以後は $1.0\text{ mm}/\text{min}$ として破断まで張力を加える方法によつた。なお、各条件での押ししは 1 回で各押ししの試験片の数は原則として 1 本とした。

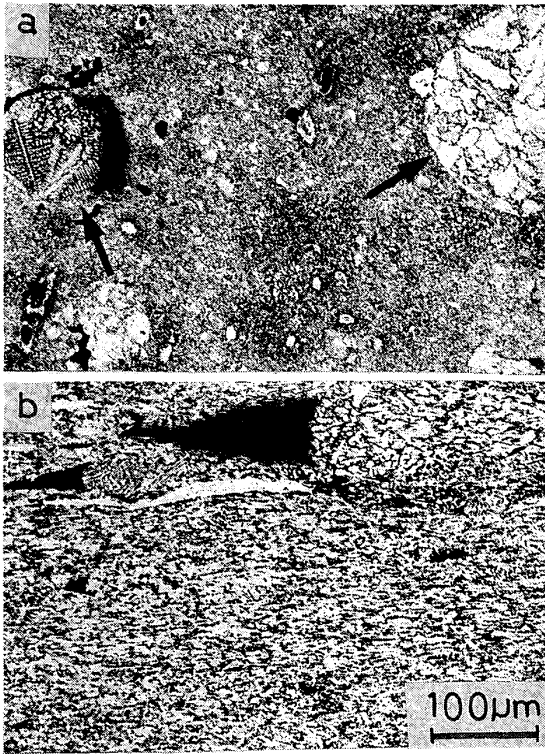
3. 結果および考察

3.1 押ししとその所要圧力

押しし時に大きな圧力が必要になることはゲートライジング法の問題点の一つで、このためにゲートライジング法で製造できる部品の大きさが制限される。

今回の押ししは 2.3 節で述べたような押しし比で、 $1100\text{--}1250^\circ\text{C}$ の範囲で試みたが、このうち 1100°C の場合は HIP 材を比 9.3 で押し出そうとしたものは、使用したプレスの能力の不足により押し出すことができなかった。また押しし比 5.0 で押し出した HIP 圧の異なる二つの試料のうち 1500 kgf/cm^2 で HIP したものは、ケーシングの中の試料が押し出方向に大きく途切れ途切れになつた。

Fig. 2 は押ししの所要圧力を示す。図中に HIP と示したものの値はすべて 1500 kgf/cm^2 で HIP したもののもの、 900 kgf/cm^2 で HIP したものを 1100°C 比



a : Longitudinal crosssection. Direction of extrusion horizontal
Arrow : Hardly-crushed previous particles
b : Transverse crosssection

Photo. 1. Metallurgical structures of a specimen extruded at 1100°C from a hipped material.

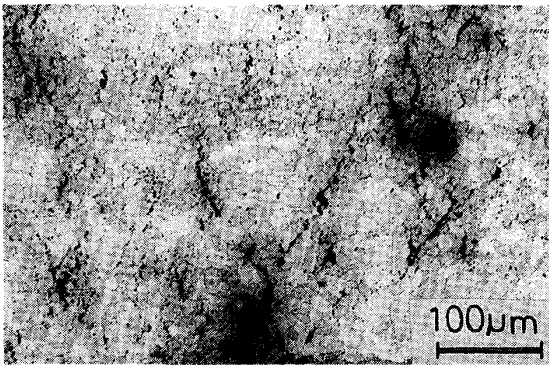
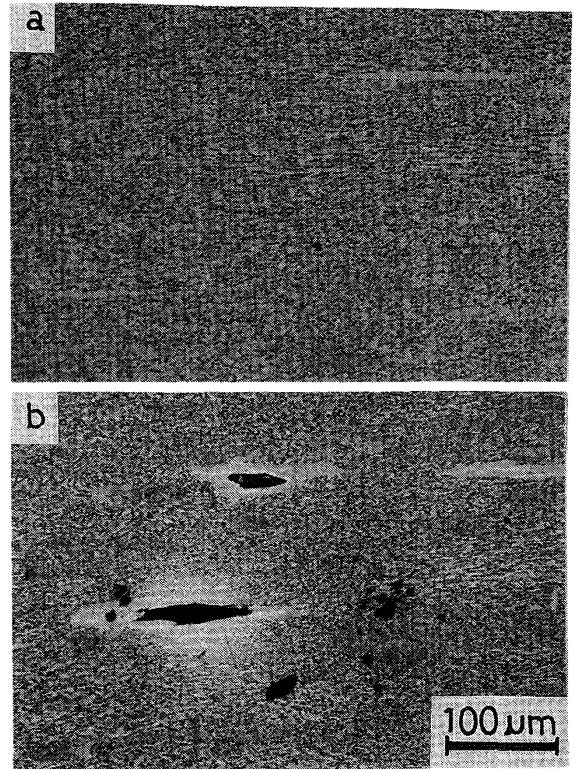


Photo. 3. Cracks in the skin part of the specimen extruded at 1250°C. At a ratio of 9.3 from hipped material, longitudinal crosssection, direction of extrusion horizontal.

5.0 で押し出した場合の値は約 8 tf/cm^2 であった。押し出温度が上昇すると押し出しの所要圧力は一般には減少したが、HIP 材を比 9.3 で押し出した場合にはこれが高温側では上昇に転じているのが認められた。同じ押し出し比で HIP 材を押し出した場合と粉末を押し出した場合とを比較すると、所要圧力は 1150-1225°C の温度範囲では大差ないが、1100°C では HIP 材が押し出せなかつたことや、1250°C では所要の圧力が HIP 材と粉末材とで異なっていることから、上記温度範囲外では HIP



a : From hipped material b : From powder

Photo. 2. Microstructure seen in specimens extruded at 1200°C, at a ratio of 9.3 from hipped material, longitudinal crosssection, direction of extrusion horizontal.

材の方が押し出しにくいとしてよいようである。また押し出し比を 5.0 とした場合は所要圧力は当然減少したが、その度合いは押し出温度の上昇とともにある程度縮まるようである。なお比 5.0 で 1100°C で押し出した際には HIP 圧 900 kgf/cm^2 のものは正常に押し出せたが、HIP 圧 1500 kgf/cm^2 のものは正常には押し出せなかつたことから HIP の圧力も押し出しの可否に影響するようである。

3・2 押し出し材の組織と結晶の粒度

Photo. 1 から 3 に押し出された試料の組織の例を示す。これらの写真からわかるように押し出条件は押し出されたものの組織に影響し、低温で押し出されたものは組織の均一性が低く (Photo. 1)、前 HIP の有無や押し出し比に関係なく、ポイドや Photo. 1a に矢印で示した類の粉末があまり変化を受けずに残っているような所 (以後残留粉末部と呼ぶこととする) がかなり見受けられた。また、1200°C 付近で押し出されたものは、HIP 材の場合はほぼ均一でポイドの少ない組織を持っていたが (Photo. 2)、粉末材の場合は多数のポイドが残っている組織になっていた。さらに、HIP 材を 1250°C で押し出した場合には、押し出された試料のうちソース材に近

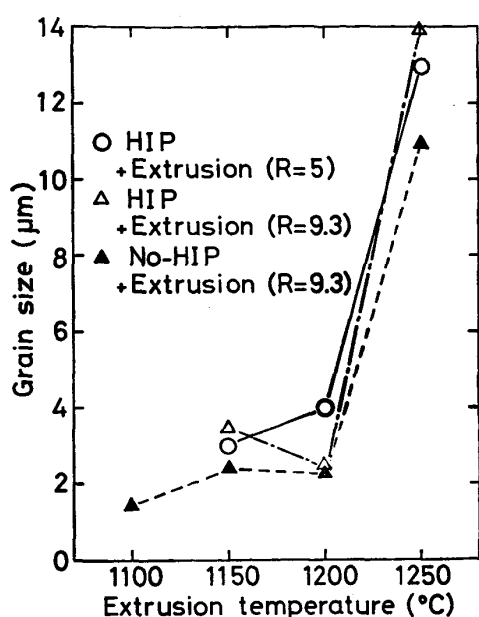


Fig. 3. Average grain sizes of the extruded specimens as determined from SEM pictures. Specimens kept at 1050°C for 1.5h before observation.

い部分にはひび割れが見られたが (Photo. 3), この事実は前述の高温側で押し出しに要する圧力が上昇に転ずることと並んで, 押し出温度に上限があることを示すものである。

HIP 材の場合の押し出し比の影響は, 1200°C で押し出した際には余り顕著でないが, 低い温度では比が小さいと均質性が若干劣るようであった。ちなみに 900 kgf/cm² で HIP したものを比 5.0 で押し出した場合の試料の組織は, 1500 kgf/cm² で HIP したものの組織とは異なっていた。

押し出した試料を超塑性試験の温度である 1050°C に 1.5h 保つたのち, その断面の約 2 万倍の SEM 写真を図形処理装置 (ルーゼックス) にかけて算出した各押し出し材の平均結晶粒度は, Fig. 3 のようであった(この算出に当たっては, 残留粉末部は除外して計算してある。残留粉末部では通例デンドライト組織が残っていた)。この図に HIP 材を比 5.0 で 1100°C で押し出した場合のプロットが欠けているのは, この試料では結晶粒界が粒度の測定に耐えられるほどには鮮明に観察されなかつたことによるものである。図から明らかなように, 押し出温度が 1200°C を超えると結晶の粗大化が急激に進行している。なお, 一般に HIP 材の方が粒度が若干大きくなるようであるが, HIP 材を押し出すときの押し出し比の影響は明確でなかつた。

3.3 超塑性変形時の応力対ひずみ曲線

超塑性試験時の見掛けの応力は, Fig. 4 の実線のよ

うに変形の初期に急激に増大しその後一般にはしだいに減少したが, 一部の試料では末期の応力が変形量に依存せず一定になるものもあつた。見掛けの応力が極大値後減少する要因には本質的なものと副次的なものがあり, 副次的なものとしては変形にともなつて試験片の断面積が減少すること, すなわちくびれによるものと(試験片の平行部全体が均一にのびるとして)変形にともなつて全変形量に対する相対的な変形速度が漸次減少すること, すなわち真のひずみ速度の減少によるものが考えられる。

このうち断面積の減少による分を, a. 超塑性変形が試料片の平行部に限られ, b. 変形によつて試料の体積が変化せずかつ, c. 変形部が常に円柱形を維持して変形するとして一次近似的な補正を行うと応力ひずみ曲線は, 一般にいくつかのステップを持つた右下がりの曲線となつた。Fig. 4 の点線は, このような曲線(これを便宜上補正曲線と呼ぶ)の一例で, 図中に A で示した部分がこのステップの部分である。ステップはこの図では一つだけであるが, 低い温度で変形した場合には数多く見られ, その成因はそれが認められる時点での変形が他の時点での変形に比較し, より一定の速度でかつより円柱形を維持しながら進行していることによるものと考えることができる。その理由は, 補正曲線がなお右下がりになる原因は, 上に述べたところから本質的なものを別とすれば, 真のひずみ速度の低下によるものか, 断面積の補正が十分でなかつたことによるもの (Fig. 5 で説明すれば, 主たる変形部の径が補正に使用した a でなく, 実際は b であつたことによるもの) であると考えられ, これから逆にプロットの右下がりの傾向が小さくなくなつてステップが見られることは, これらの現象のいずれもあまり起きていないことを意味するからである。円柱形の試料に引張応力を加えた際に, 変形速度が一定でかつ円柱形が保たれるような変形は, 高分子材料の変形では広く見られるもので, 変形部が結晶化して硬化するのが原因であるとされている⁹⁾。

ステップは一般には長続きせず短寿命で終わつてしまふが, 変形の末期特に変形の最終段階のステップは, かなり長く続くことがある (Fig. 4 の B 点から C 点まで)。いま変形に要する応力とその応力のひずみ速度感受性が一定である領域を均質領域と呼ぶとすると, 均質領域の大きさが一つの場所では限られていて変形の進行とともにこれがしだいに枯渇してしまふ, それまでの応力では変形が続けられなくなつて変形部が別の離れた所に移動してしまうのが, ステップが終わつてしまふ原因であると考えることができる。もし均質領域の大きさが

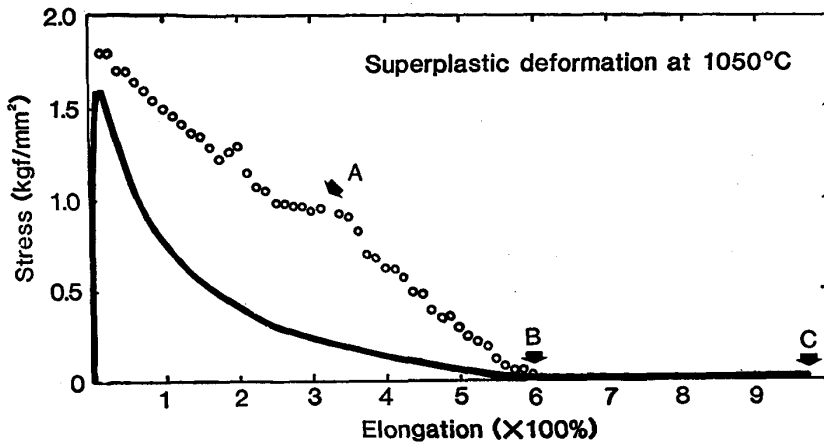


Fig. 4. An example of observed stress-elongation curve (ordinary line) together with its corrected version (dotted line). See text for the denotions A, B and C.

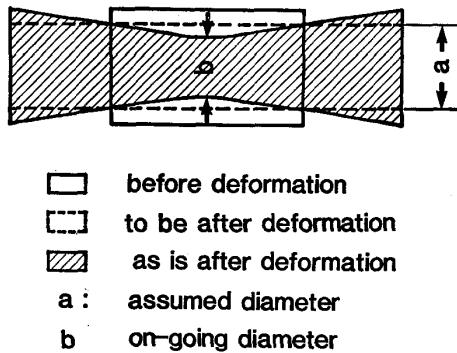
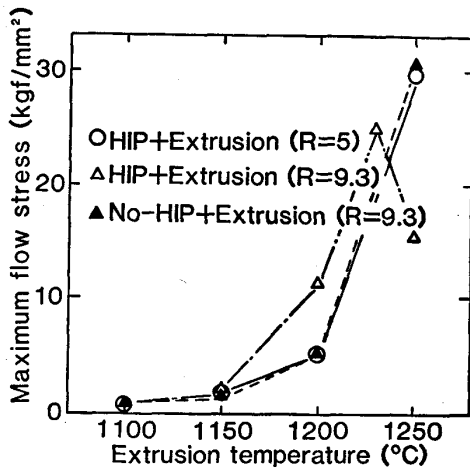


Fig. 5. Schematic crosssections of a deforming specimen. For details see text.



Testing temperature: 1050°C Deformation rate: $1.05 \times 10^{-3}/s$

Fig. 6. Maximum flow stresses observed during superplastic testing.

同じとすると、その均質領域を消費してのびられるのびの長さは、変形前の径が細い場合の方が太い場合より大きい計算となる（例えば均質領域の体積を v とするとき、径 $4d$ から径 $2d$ に変形する際より径 $2d$ から径 d に変形する際の方が、のびが $9v/4d^2\pi$ だけ大きい）が、これが末期のステップが特に長続きする理由と考えられ

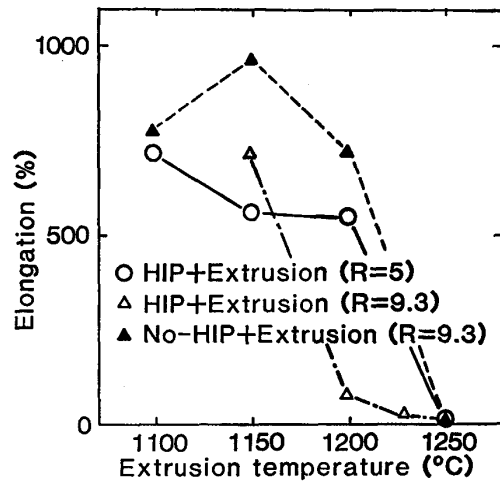


Fig. 7. Observed elongations on the superplastic testing. For testing conditions, see Fig. 6.

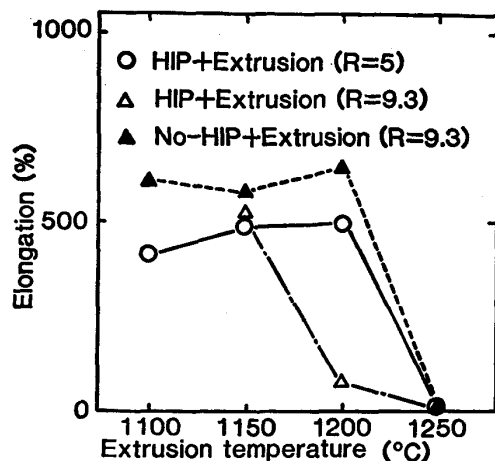
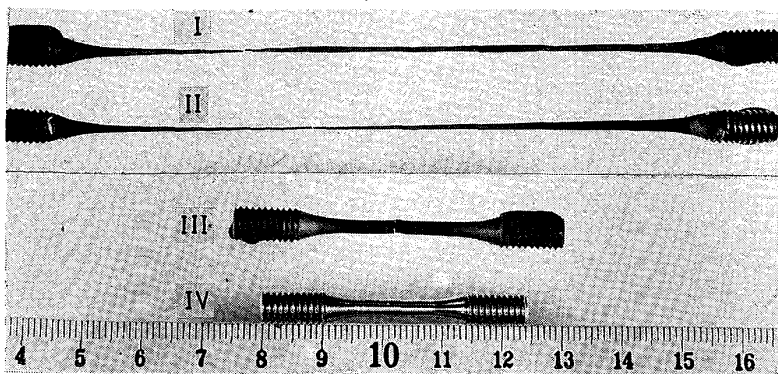


Fig. 8. "Conservatively"-estimated elongations as determined from corrected stress-strain curves. See text for its derivation.

る。

なお、補正曲線は常に右下がりであったが、同じく右下がりでも変形の中期以後の（伸びが100%以後の）プ



- I : Example of large but nonuniform elongation
Specimen : Extruded at 1100°C at a rate of 5.0 from hippent
- II : Example of large and uniform elongation
Specimen : Extruded at 1200°C at a ratio of 9.3 from powder
- III : Example of medium elongation
Specimen : Extruded at 1200°C at a ratio of 9.3 from hippent
- IV : Original test-piece

Photo. 4. Testpieces after superplastic testing. (Scale: 1 div. = 1mm).

ロットの形が上に凸になる場合、勾配が一定の場合および下に凸の場合があつた。この事実は低温で押し出したものは均質領域の規模が小さく、その力学的特性も多様で、のびの進行に伴つて径が急速に減少することを暗示するものであり、これは超塑性試験後の試験片の形状の観察結果 (Photo. 4) によく対応した。

3.4 超塑性変形時の最大変形応力と変形量

超塑性変形応力の最大値 (これは超塑性試験の極く初期に現れるため、事実上は超塑性変形の開始のための応力である) は、Fig. 6 に示すように、比9.3でHIP材を押し出した場合を除いてはほぼ同一の挙動を示した。

破断までの伸びいわゆる超塑性伸びの実測値は、Fig. 7 のとおりであるが、これは上で述べた最後のステップ、すなわち変形の終期に見られる一定の応力の下で、試料の極く一部が大きくのびた分まで加えた値である。このような伸びの値は伸びの実測値という意味では正確なものではあるが、その材料全体の超塑性加工の難易性を示しているものとは考えにくい。そこでこれに代わる材料全体の超塑性加工能の指標として、補正曲線の勾配のある部分を延長した点 (Fig. 4 でいえばB点) ののびを用いることを試みた所、その変化は Fig. 8 のようであつた。この図から見るとHIP材を比9.3で1200°Cで押し出した場合を別とすれば、変形量は1100-1200°Cの押し出温度の範囲では、HIP材粉末ともほぼ500%と推定され、粉末を押し出した方がHIP材を押し出した時より大きくなるようであつた。

このような超塑性変形挙動を Fig. 3 の平均結晶粒度と比較することにより、次のような所見を得ることができる。

イ) この合金の超塑性変形が可能な素材を得るための最適押し出温度は、IN 100 などより高い⁹⁾。これはこの合金の γ' 相の完全溶体化の温度が高く (押し出し前のHIP材で測定した結果では、1250°C と 1300°C の間であつた) 高温で押し出しても、結晶粒が成長しないこ

とによると思われる。

ロ) 結晶粒度が大きくなると、超塑性変形を示さないことはよく知られているが、今回の試料ではこれが10 μm 程度であつた。

ハ) ボイドの存在や残留粉末部は、超塑性変形の大きな妨げにならない。これは、たとえボイドや残留粉末部によつて応力集中が起き、加工硬化したとしてもその加工硬化自身によつて、変形場所が別の所に移つてしまい直ちに試料の破壊に結びつかないためとして理解することができる。

ニ) 1200°C でHIP材を比9.3で押し出した場合の効果から明らかのように、結晶粒が細かいにもかかわらず超塑性特性が良くないことがある。Fig. 3 から試験中にこの試料だけが急速に結晶成長することはないことが確認されているので、この原因としては、A. 結晶粒界が特殊な構造になつていて粒界滑りが起きにくい。B. 超塑性変形時には、(塑性的であれ粒界移動であれ) 結晶自体の変形も必要でこのような変形が、この合金では特に起きにくい二つが候補として挙げられる。A. については、セレーションなど特別な構造は見いだされなかつたが、この試料は前述のように、他の試料よりボイドの量が少ないことから、これが原因である可能性もある。ボイドがあるとそれだけ自由な空間が増え、超塑性変形時の結晶粒の移動がそれだけスムーズにいくと考えられるからである。また、超塑性変形に粒界滑りだけではなく、結晶粒自体の変形も関与していることを示す写真も報告されているので、B. の可能性も否定できない。この試料の結晶粒が超塑性変形試験温度でも、他の試料より変形に大きな力を必要とするであろうことは、後に述べる760°Cでの引張試験の結果から十分予測できることである。

3.5 高温引張試験

高温引張り、すなわち760°Cで高速で変形させた場合の、強度 (極限抗張力) および破断のびと押し出条件と

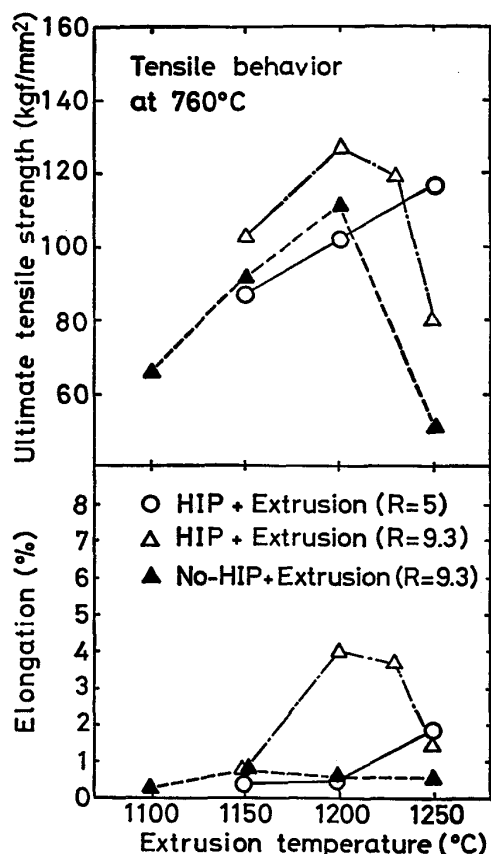


Fig. 9. Tensile strengths and elongations at 760°C.

の関係は、超塑性変形、すなわち 1050°C で緩慢に変形させた場合とは異なり、Fig. 9 に示したとおりであった。

この図では次の3点が注目される。

イ) 強度は、押出温度ともにまず増加し、極大を経て低下する。

ロ) 同じ押出し比では、HIP 材を押し出したときの方が粉末材を押し出したときより、強度・のびとも大きくなる。

ハ) 押出し比を小さくすると曲線が高温側にずれる。このうちイ) については、強度の向上は溶体化温度の上昇ともなう γ' 相の分散の微細化、その後の強度の低下は結晶の疎大化による押し出し時の欠陥によると理解することができる。また、ロ) については HIP 材の方がポイドなどの欠陥が少ないのに加えて、HIP 過程中に既に金属粉末の大部分は潰れてしまうことから、HIP 材の方が転位を多くトラップしているためと考えることができる。ハ) については、押し出し時には試料の実際の温度は、名目的な押出温度より高くなるものと想像されるが、押し出し比が小さいと押出圧力が低くなることから推定されるように、この温度の上昇が少なくなるためでは

ないかと推定される。

4. ま と め

W や Ta を多量に含む Ni 基超耐熱合金に、ゲートライジング法を適用した場合の押し出しの前に行う HIP、押し出温度、押し出し比がプロセス及びその後の中間製品の特性におよぼす影響を検討し次の所見を得た。

イ) 押し出しの温度は低すぎると押し出しに過大な力が必要となり、高すぎると製品が超塑性変形を起こさなかつたり、ひび割れが生じたりする。今回の実験では粉末の場合は押し出しが可能かつ超塑性を示す製品が得られる温度の範囲は 1100-1200°C の間約 100°C であつたが、低温で押し出したものは超塑性特性が十分に均一でなかつた。

ロ) 押し出しの前に HIP を行うと押し出しに必要な応力には大差がなく、760°C での高温引張特性が改善されたが、超塑性伸びが低下し、超塑性加工が可能な押し出し材が得られる押し出温度の範囲が狭くなつた。

ハ) HIP をしてから押し出した場合、押し出し比を下げると押し出しに必要な応力は低下したが、得られた押し出し材の超塑性および機械的特性も低下した。

この研究の遂行に当たりましては(株)神戸製鋼所の関係者の方々にお世話になりました。また、結晶粒径の測定は金属材料技術研究所の松島博士の好意によるものです。ここに記して感謝のしるしとします。

なお、この研究は通商産業省工業技術院の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. CUTLER: Powder Metall. (1981) 1, p.32
- 2) C. H. GESSINGER: Powder Metallurgy of Superalloys, London(1984), p.77 [Butterworth]
- 3) L. N. MOSKOWITZ, R. M. PELLOUX and N. J. GRANT: Superalloys—Processing, Proceedings of the Second International Conference (1972), Z-1 [Metals and Ceramics Information Center]
- 4) 原田広史, 山崎道夫: 鉄と鋼, 65 (1979), p.1059
- 5) 高分子実験学 10—力学的性質II—(高分子学会高分子実験学編集委員会編) (1983), p.323 [共立出版]
- 6) 滝川 博: 第3回次世代産業基盤技術シンポジウム予稿集—金属・複合材料技術—(昭和60年10月31日, 11月1日), p.199
- 7) I. I. NOVIKOV and V. K. PORTNOJ: Superplastizatsion von Legierungen Leipzig (1985), p.70 [VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie]