

© 1988 ISIJ

焼結 Ni 基超耐熱合金粉末押し出し材の 超塑性挙動と最適加工プロセス

論文

鳥 阪 泰 憲*・宮 川 松 男*²

Superplastic Behaviour and Optimum Work Processing of a Powder-consolidated and Extruded Ni-base Superalloy

Yasunori TORISAKA and Matsuo MIYAGAWA

Synopsis :

The powder of nickel-base superalloy Mod. IN-100 was consolidated by hot isostatic pressing and recrystallized under the conditions of extrusion ratio of 72% at 1 373 K and subsequent annealing at 1 343 K × 1 h. The fine grain size of 1.5 μm in diameter was obtained.

The superplastic behaviour of alloy bars mentioned above was investigated in the temperature range of 1 223~1 423 K and in the range of strain rates from 2.5×10^{-4} to 10^{-1} s^{-1} .

The $\ln \sigma$ vs. $\ln \dot{\epsilon}$ curves were obtained. It was shown that the conditions obtaining the maximum strain-rate sensitivity index, m changed from the constant strain rate of 10^{-2} s^{-1} at temperatures above 1 303 K to the constant flow stress of 150 MPa below 1 303 K. Therefore, it was possible to divide the $\ln \sigma$ vs. $\ln \dot{\epsilon}$ curves into six regions according to the deformation behaviour.

Furthermore, it was desirable to decrease the temperature continuously for the purpose of keeping the maximum m during superplastic deformation in tensile test. In fact, the total elongation exceeded extremely as compared with the isothermal test.

Key words : superplastic behaviour ; optimum work processing ; Ni-base superalloy ; Mod. IN-100 ; hot isostatic pressing ; extrusion ratio ; strain-rate sensitivity index ; flow stress.

1. 緒 言

Ni 基超耐熱合金 Mod. IN-100 の超微細結晶粒を押し出しで得る場合、その最適押し出し条件は、①押し出し温度 = 1 353~1 393 K、②押し出し比 = 70% 以上、でなくてはならないことを先の報告¹⁾で明らかにした。

また別の報告²⁾で、種々の予加工を受けた素材の中で、72%、1 373 K 押し出し後 1 343 K × 1 h の焼なまし材は結晶粒径が 1.5 μm と非常に微細で、1 323 K における超塑性試験の結果、従来の IN-100 の最大 m 値が $2 \sim 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で得られているのに対し、 $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ と 10 倍も速いひずみ速度で得られたことを明らかにした。

更に別の報告³⁾で、著者らは、Mod. IN-100 の圧延-再結晶処理材を用い、これらを種々の温度およびひずみ速度で引張った結果、以下のことを明らかにした。

すなわち、種々の試験温度におけるピーク流動応力-ひずみ速度曲線において、最大 m 値の得られる条件が 1 323 K を境に、低温側でピーク流動応力一定であるのに対し、高温側ではひずみ速度一定に変化する。また、種々の試験温度におけるピーク流動応力-ひずみ速度曲線図は、上記変形挙動から六つの領域に分割できる。

そこで本研究では、最適押し出し条件で得られた Mod. IN-100 を種々の温度およびひずみ速度で引張ることにより、その超塑性挙動を調べるとともに、超塑性加工の最適プロセスを検討した。

2. 試料および実験方法

試料は前報¹⁾²⁾と全く同様であるため、本報ではその詳細は省いて概略だけを述べる。

Table 1 に示す米国 Homogeneous Metals 社製の -325 mesh Mod. IN-100 アトマイズ粉末に、1 373 K ×

昭和 61 年 11 月 13 日受付 (Received Nov. 13, 1986)

* 工業技術院機械技術研究所 工博 (Mechanical Engineering Laboratory, Agency of Industrial Science and Technology, 1-2 Namiki Tsukuba 305)

*² 元長岡技術科学大学 工博 (The Technological University of Nagaoka)

Table 1. Chemical composition of Mod. IN-100 atomized powder (wt%).

Material	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Co	Ti	Al
Mod. IN-100 P/M	0.063	<0.05	<0.008	<0.005	<0.003	<0.002	Bal.	12.43	3.40	18.36	4.27	4.84
Material	Nb	Hf	Zr	B	W	Fe	V	Cd+Ta	Pb	Bi	O	N
Mod. IN-100 P/M	—	—	0.053	0.023	0.03	0.088	0.650	<0.02	<0.1(ppm)	<0.2(ppm)	103(ppm)	23(ppm)

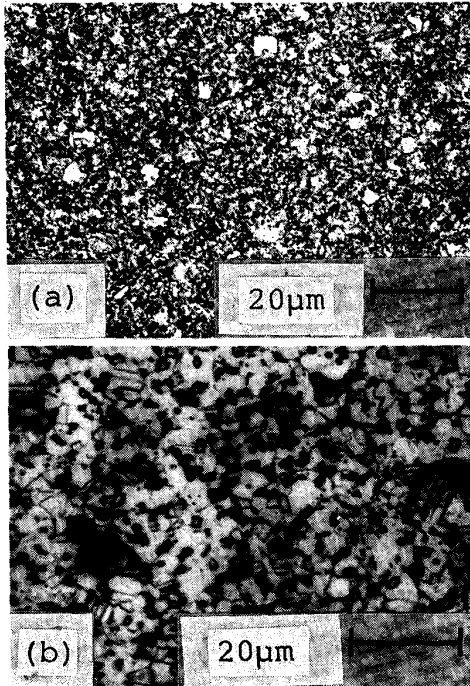


Photo. 1. Optical microstructures of Mod. IN-100 with 1.5 μm (a) and 3.9 μm (b) diam grain size.

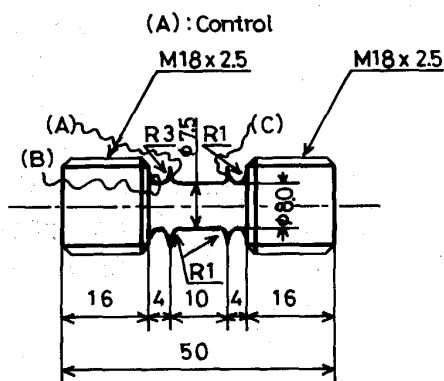


Fig. 1. Size of specimen for superplastic test.

91 MPa \times 1 h の条件で HIP (熱間等方圧プレス) 処理を行った。なお、IN-100 は第 2 相 γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$) をおよそ 60% 含む析出硬化型の合金である。その後、ダイスの保護および押し出し比の調整のため、S35C で封入を行い、ラム速度 20 mm s^{-1} で押し出した。この場合の押し出し比および押し出温度は 72%, 1373 K であった。つ

いで 1343 K \times 1 h の焼なましを行い、結晶粒径を Photo. 1(a) に示すような $1.5 \mu\text{m}$ に調整し、機械加工により Fig. 1 に示す試験片に仕上げた。図中、A, B, C は熱電対位置で、温度制御は A で行つた。また、標点間距離は AC 両側の突起間、すなわち 10 mm とした。そして、真空容器をとりつけた高周波加熱による高温用油圧試験機を用いて、種々の温度およびひずみ速度で、引張試験を行つた。また、比較材として As HIP 材および 82%, 1273 K 押し出し後、1423 K \times 1 h で焼なました試料 (後者の結晶粒径は Photo. 1(b) に示す $3.9 \mu\text{m}$) も用いた。なお、写真中白い部分は母相 (γ) で、黒い部分は第 2 相 (γ') である。

3. 実験結果

Fig. 2 は、結晶粒径を $1.5 \mu\text{m}$ に調整した試験片の破断後の全伸びの結果を、 x 軸に試験温度、 y 軸にひずみ速度、 z 軸に全伸びをとってプロットしたものである。Photo. 2 には、Fig. 2 に示した試験を行つたうちの代表的な試験片を示す。これより、全伸びは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。本来、HIP による粉末焼結体を扱う場合は、Ar porosity によるばらつきのため、1 回の HIP、押し出しの工程から一連の試験を終了しなければならない。しかしながら、本実験では二回の工程から一連の試験を終了した。Fig. 2 において、実験点とプロット曲線に若干の違いが見られるのはこの理由による。Fig. 3, Fig. 4 および Fig. 5 は引張試験時のピーク流動応力を応力-ひずみ曲線から求め、ひずみ速度に対してプロットしたもので、それぞれ $1.5 \mu\text{m}$ 調整材 (以下、A 材と略記する)、 $3.9 \mu\text{m}$ 調整材 (以下、B 材と略記する) および As HIP 材 (以下、C 材と略記する) での結果である。Fig. 3 中、●印は 1 本の試験片を用い、ある温度で流動応力がピークに達した後、除荷し、更に昇温を行つて、同じひずみ速度で再負荷を行うということを繰り返し、5 点を求めた結果である。そして、●印および ●印は 1 本の試験片で、低ひずみ速度側から高ひずみ速度側へそれぞれ 2 点を求めた結果である。また、図中 0.9 などの大きな数字は m 値を、小さな () 内の数字はピーク流動応力を、G. S. は結晶粒径をそれぞれ示している。Fig. 4, Fig. 5 の

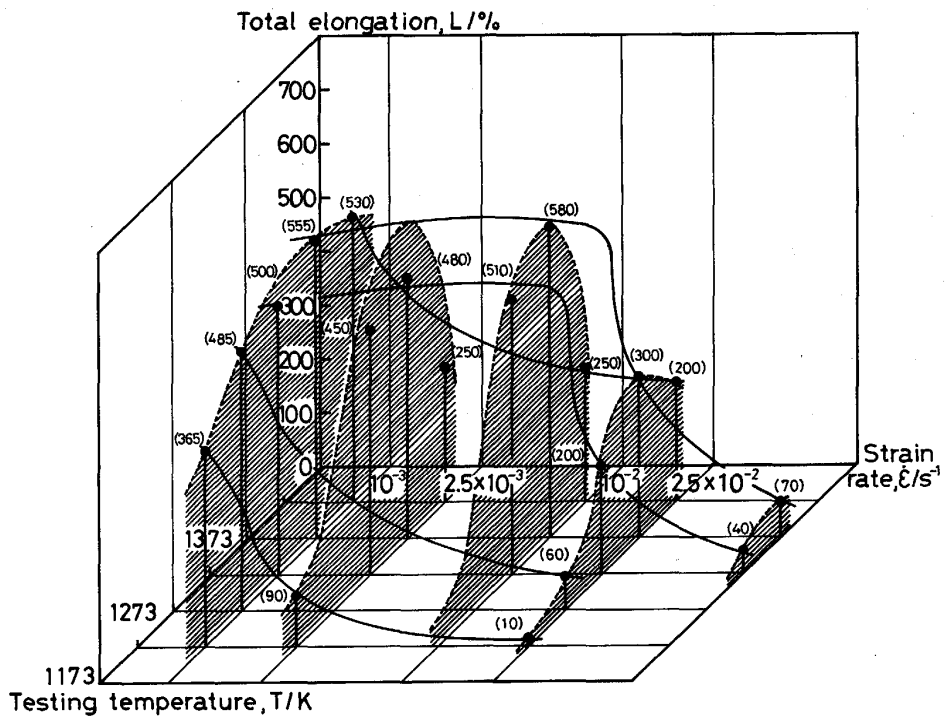
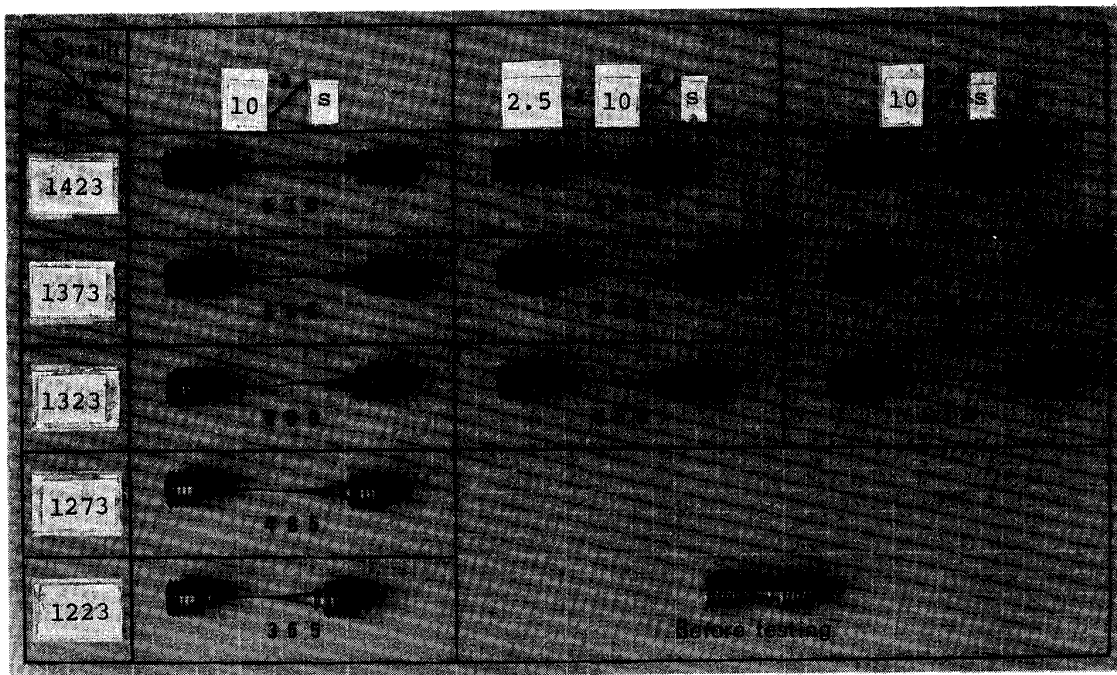


Fig. 2. Effect of testing temperature and strain rate on the total elongation in Mod.IN-100 bars.



Numerals in photo. indicate total elongation (%)
Photo. 2. Specimens of Mod.IN-100 bar after superplastic test.

数字についても同じである。なお、Fig. 3～Fig. 5 中 2 点鎖線および Fig. 3 中 P 点については後述する。ここで、これらの図の曲線の勾配から求まるひずみ速度感受性指数、 m 値についてみると、A 材は、最大 m 値の得

られる条件が、C 材のそれが 10^{-4} s^{-1} 台、B 材のそれが 10^{-3} s^{-1} 台であるのに対し、 10^{-2} s^{-1} 台と著しく、高ひずみ速度側に移行しているのがわかる。なお、Fig. 6 は Fig. 3 についてのみ、 m 値をひずみ速度に対して

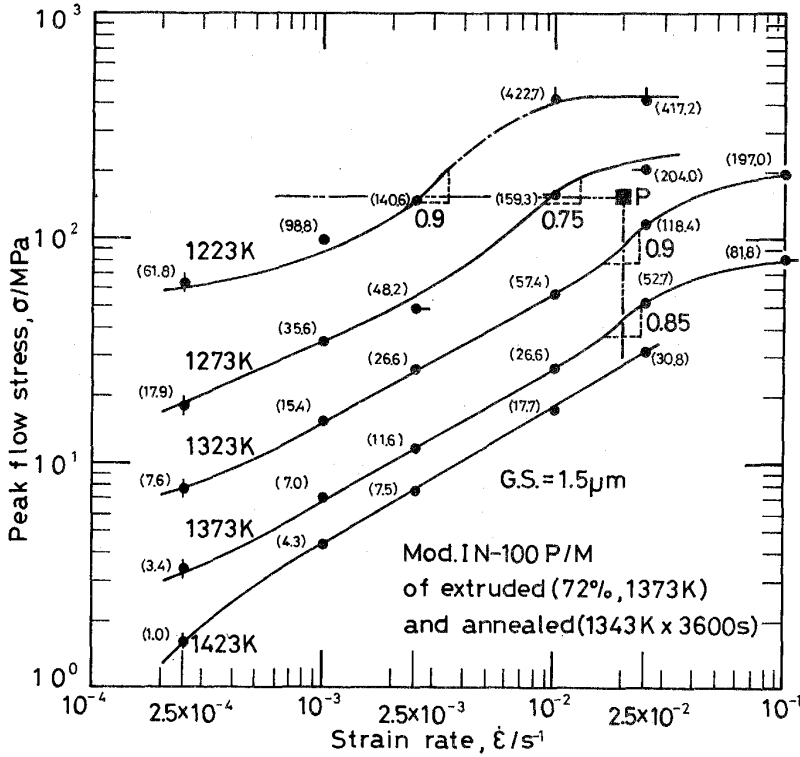


Fig. 3. The $\ln \sigma$ vs. $\ln \dot{\epsilon}$ curves of Mod.IN-100 with $1.5 \mu\text{m}$ diam grain size obtained by superplastic tests performed at temperatures indicated.

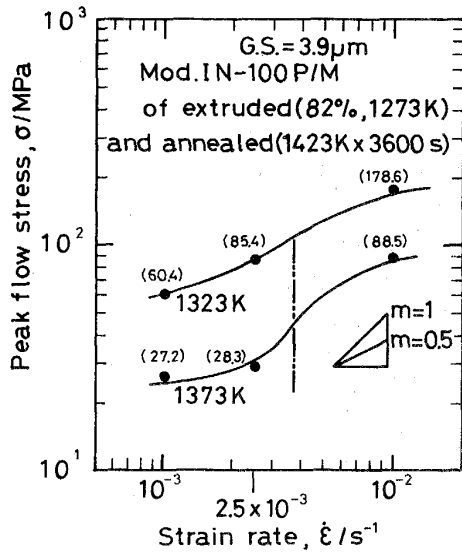


Fig. 4. The $\ln \sigma$ vs. $\ln \dot{\epsilon}$ curves of Mod.IN-100 with $3.9 \mu\text{m}$ diam grain size obtained by superplastic tests performed at temperatures indicated.

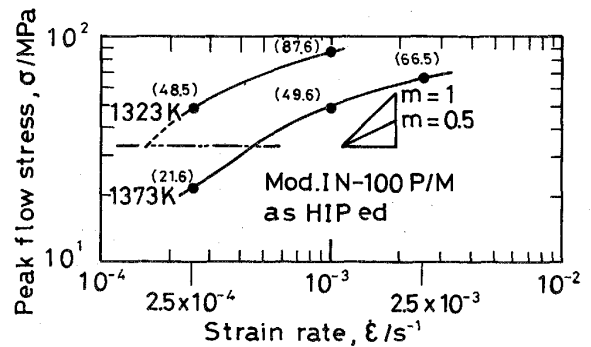


Fig. 5. The $\ln \sigma$ vs. $\ln \dot{\epsilon}$ curves of Mod.IN-100 as HIP obtained by superplastic tests performed at temperatures indicated.

プロットしたものである。

4. 考 察

4.1 超塑性変形挙動

Fig. 3 は先に述べたように、種々の試験温度におけるピーク流動応力-ひずみ速度曲線図であるが、前報³⁾同様、図中2点鎖線で示すように、ある温度を境にして

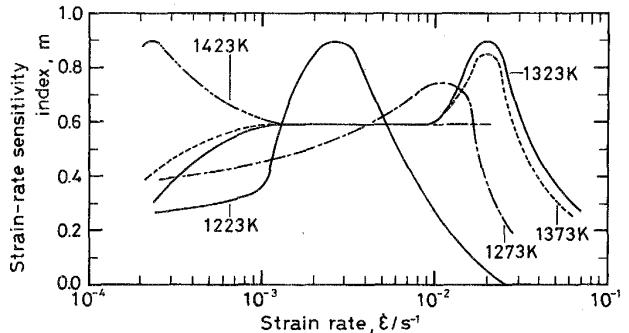


Fig. 6. Variation in m obtained from Fig. 3 with strain rate.

m 値最大の条件が大きく変化しているのがわかる。すなわち、試験温度が約 1303 K (この温度は後述する Fig. 7 から求めた) 以下では約 150 MPa (15.3 kgf/mm²) のピーク流動応力が生じる点で最大 m 値が得られているのに対し、1303 K 以上では、約 $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で最大 m 値が得られている。このことは、1303 K を境に最大 m 値の得られる条件がピーク流動応力一定から、ひずみ速度一定に変化したこと (以下、この温度を遷移温度、この点 P を遷移点と呼ぶ) を示している。いいかえれば、最大 m 値を与える応力が 1303 K を境に温度非依存性から、温度依存性に変化したことを示すものである。なお、試験温度が 1423 K では、最大 m 値は著しく低ひずみ速度側に移行している。試験温度が、 γ' の再固溶温度⁴⁾ とちようど一致していることから、この移行は試験中における組織変化のためと思われる。しかしながら、先に述べたように、Fig. 3 の一番低ひずみ速度における 5 点は 1 本の試験片から求めたものである。そのため、最後の一番高温度における点についてはその精度は確かでない。よって、本当に最大 m 値が低ひずみ速度側に移行しているのかは疑問となる。以上から、試験温度 1423 K については一切議論

しないことにする。

Fig. 7 は試験温度に対し、 m 値最大の条件をひずみ速度 (図中、下側の 2 点鎖線、以下、 $\dot{\epsilon}_m$ とする) およびピーク流動応力 (図中、上側の 2 点鎖線、以下、 σ_m とする) で示したものである。図中、結晶粒径 (Grain Size), $G.S.=1.5 \mu\text{m}$ は A 材の結果を、 $2.1 \mu\text{m}$ および $3.9 \mu\text{m}$ は先の報告³⁾ で示した結果をそれぞれ示したものである。また図中、上側の実線の勾配は後述する Fig. 11 から求めた m 値 \times 活性化エネルギー ($m \cdot Q$) の値を、下側の実線の勾配は後述する Fig. 10 から求めた活性化エネルギー (Q) の値を、それぞれ示したものである。この場合、 $m \cdot Q$ は後述する領域 II に、 Q は領域 II' に対応することになる。ここでの活性化エネルギーは、変形に要するエネルギーのことである。そして、先に述べた遷移温度は 2 点鎖線と実線の交点から求められる。なお、 $\dot{\epsilon}_m$, σ_m および遷移温度で決まる P 点が先に述べた遷移点である。

ここで、加工面からみた場合の超塑性材料の良否を検討する。すなわち、超塑性がより低温側で、またより高ひずみ速度側で発現すれば実際の応用面において最適であることはいうまでもない。よって、実際の加工面では遷移点を実現するような条件が最も望ましいということになる。

したがって、超塑性加工の良否は、従来の最大伸びあるいは m 値だけで評価するのではなく、遷移点の位置でも評価すべきである。

一般に超塑性では、ピーク流動応力-ひずみ速度曲線

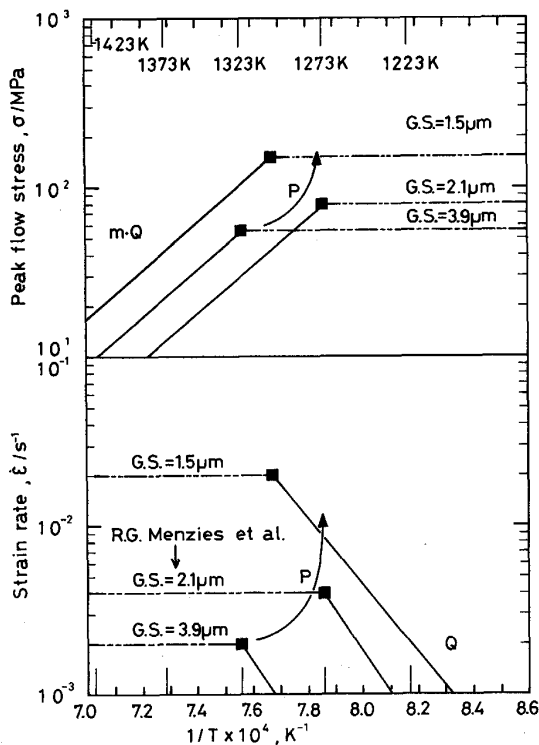


Fig. 7. Transition point (P) reported for superplastic IN-100 with $2.1 \mu\text{m}$ diam grain size by R. G. MENZIES *et al.* and obtained from our investigation for superplastic Mod.IN-100 with 1.5 and $3.9 \mu\text{m}$ diam grain size.

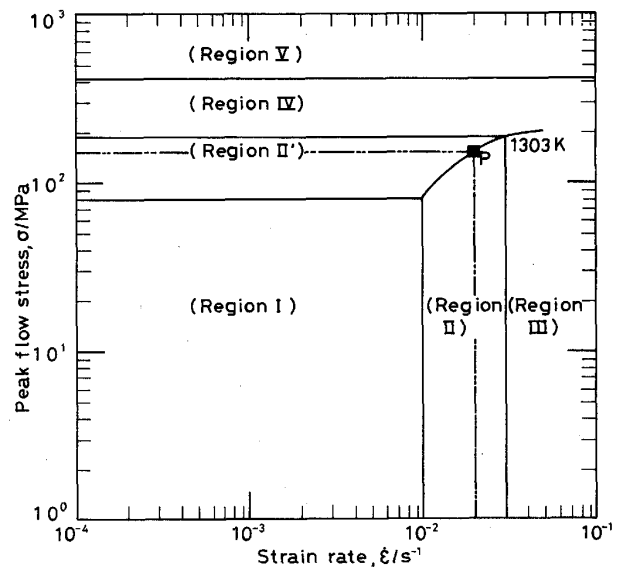


Fig. 8. A schematic diagram summarizing the important features of the mechanical properties of superplastic Mod.IN-100 with $1.5 \mu\text{m}$ diam grain size.

を m 値の大小から三つの領域に分割する⁵⁾。

しかしながら著者らは、遷移点の存在を基準にして、Fig. 3 で示した種々の温度における曲線群を、先の報告³⁾ 同様それらの m 値の変化から Fig. 8 に示す六つの領域に分割することにした。ここで、領域 II の左右および領域 II' の上下の境界が問題になるが、本論文では Fig. 6 から、 m 値が 0.6 をわずかに超える上限と下限のひずみ速度を領域 II および領域 II' の境界とした。Fig. 8 には領域 I, II, II' および III 以外に IV と V をもうけているが、これは低温域における一般の変形が転位運動による通常の塑性変形であるため、ある温度を境にこれより下を領域 V とし、この領域と変形の拡散律速域、すなわち領域 II' および領域 III との中間域を転位クリープタイプの領域 IV としたものである。

次に、以上の領域を活性化エネルギーの立場から検討する。活性化エネルギーの求め方は前報³⁾ と同様であるため、その詳細は省く。

一般に超塑性変形の熱活性化過程におけるひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ は、変形に要する活性化エネルギーを Q とすると、

$$\ln \dot{\epsilon} = \text{const} - Q/RT (\sigma = \text{const.}) \dots (1)$$

$$\ln \sigma = \text{const} + mQ/RT (\dot{\epsilon} = \text{const.}) (2)$$

が得られる。

いま、Fig. 3 から (1) を使つて σ を一定とすれば、 $\ln \dot{\epsilon} - 1/T$ なる関係が Fig. 9 (図中、一点鎖線は推定) に示すように得られ、その直線の勾配から Q の値が求め

られる。また同様に、Fig. 3 から (2) 式を使つて $\dot{\epsilon}$ を一定とすれば、 $\ln \sigma - 1/T$ なる関係が Fig. 10 に示すように得られ、その直線の勾配から $m \cdot Q$ の値が、したがつて m の値が求められることになる。

領域 II における以上の値を求めれば、 Q の値は 323.3 kJmol^{-1} で、 $m \cdot Q$ の値は 270.3 kJmol^{-1} だから、そのときの m 値は 0.84 となる。

まず領域 II', II についてであるが、Fig. 9 から領域 II' における Q の値は若干異なっているのがわかる。これは領域 II' と領域 II の変形機構が明らかに異なっていることを示している。すなわち、Fig. 3 および Fig. 8 で示したように、 σ_m が前者では温度に依存しないのに対し、後者では温度依存性を有していることから、前者では M. F. ASHBY ら⁶⁾ の温度に依存しない“しきい応力”を必要とする拡散律速タイプの粒界すべりが、後者ではこれとは異なつた機構、例えば R. C. GIFFKINS⁷⁾ のコア-マントル理論 (Core-Mantle model) などが考えられる。領域 III では、領域 II', II に比べてはるかに Q の値が大きくなる傾向がある。これはおそらく、粒界すべりから粒内拡散に変形の様式が変わつたためと思われるが、本実験の範囲内では定かでない。次に、領域 IV, V であるが、Fig. 11 から領域 IV では $m \cdot Q$ が減少、すなわち m 値が 0 に近づく傾向のあることがわかる。このことは試験温度が低下するにつれて、変形が拡散依存型から転位運動依存型に変化していくため、流動応力が漸

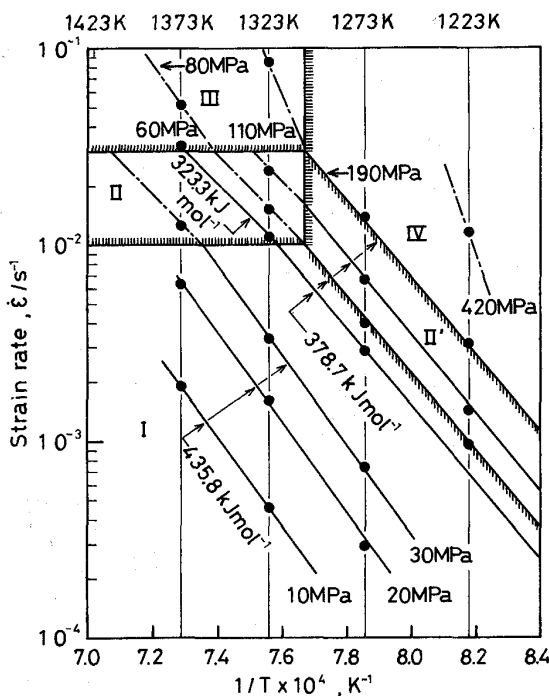


Fig. 9. The relationship between $\ln \dot{\epsilon}$ and $1/T$ at constant stress.

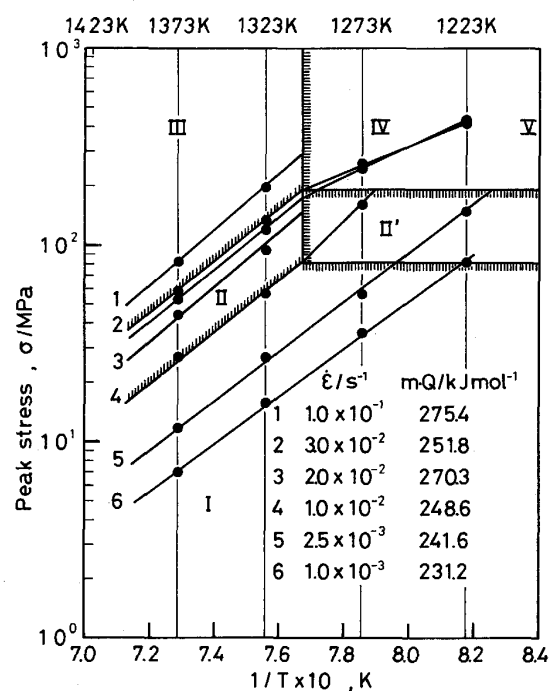


Fig. 10. The relationship between $\ln \sigma$ and $1/T$ at constant strain rate.

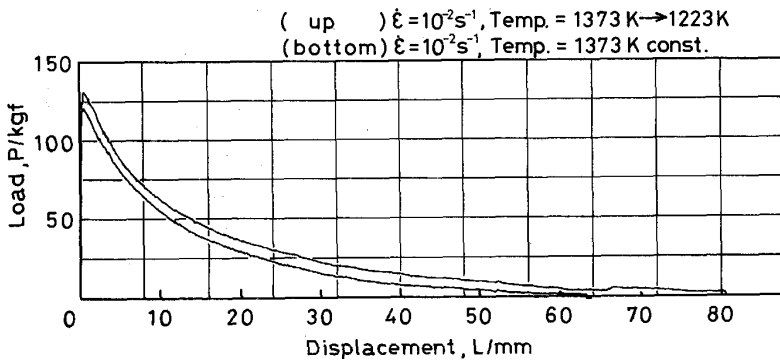


Fig. 11. Load-displacement curves in isothermal superplastic test (bottom) and temperature decreasing superplastic test (up).

時ひずみ速度に依存しなくなつて、 Q 値あるいは $m \cdot Q$ 値を得るのに使用した拡散律速タイプの式が適用できなくなつたことを示している。そして、更に試験温度が下がると完全に転位運動依存型になる。これが領域 V である。最後に領域 I であるが、この領域を議論するには本実験の範囲以内ではデータがあまりにも少ないため、本論文では省くことにする。



Photo. 3. Specimen of Mod. IN-100 after temperature decreasing superplastic test.

4.2 超塑性加工

現在、超塑性を利用した唯一の鍛造方法に、米国 Pratt & Whitney 社が Ni 基超耐熱合金 IN-100 のタービンディスク用に開発した Gatorizing 法⁸⁾⁹⁾ と呼ばれる超塑性恒温鍛造がある。この方法は金型を被加工材と同じ温度に保持しながら鍛造するもので、従来の鍛造材を加工可能にしたという意味で、その歴史的意義は非常に大きいとされている。しかしながら、一般に鍛造では、被加工材のひずみ速度が時間あるいはすべての場所について一定であるということは不可能である。それゆえ恒温鍛造では、被加工材のすべての場所が時間に対し、最大 m 値を満足しているかどうかはなほ疑問となる。

そこで著者らは、本論文で加工中絶えず最大 m 値を満足するような加工法を提案することにした。

一般に、引張りによる超塑性試験では、初期ひずみ速度一定(クロスヘッド速度一定)で行われることが多い。この方法では、時間とともにひずみ速度が伸びに反比例して小さくなるため、本当の全伸びを把握することはできない。そのため、伸びとともに絶えずひずみ速度が一定になるような定ひずみ速度での超塑性試験が採用される。事実、Zn-Al 共析合金 (SPZ) の結果では、前者の初期ひずみ速度一定よりも後者の定ひずみ速度試験の方が得られる全伸びは大きい¹⁰⁾。しかしながら、定ひずみ速度では標準長さ全域にわたつて、各場所すべてがひずみ速度一定であるかという保証は全くない。先に著者らは、Fig. 3 で、2 点鎖線を絶えず満足するような条件を与えてやれば、絶えず最大 m 値を満足していることになることを示した。これは、初期ひずみ速度一定で

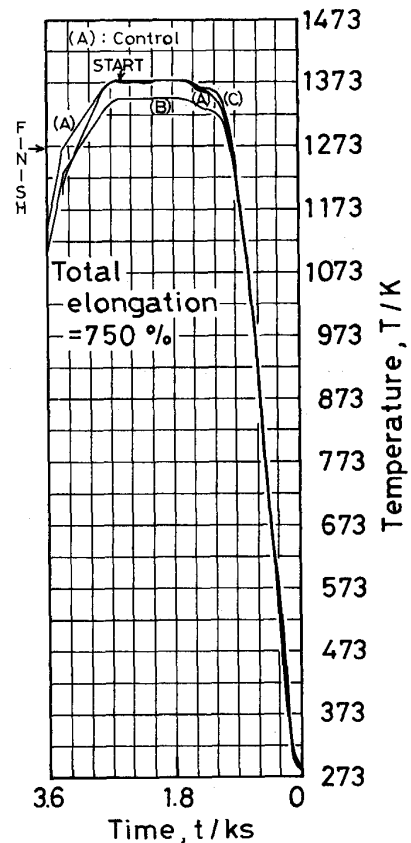


Fig. 12. A temperature distribution in case of temperature decreasing superplastic test.

全伸び試験を行つたならば、試験途中、暫時温度を下げて行くことを意味している。このことを実証するため、

1373 K, 10^{-2} s^{-1} で引張試験を行い, 引張開始とともに温度を下げ (以下, 降温引張りとする), 破断直前には 1223 K になるようにした. 全伸びの結果を Photo. 3 に示す. 1373 K, 10^{-2} s^{-1} の恒温引張りでは 580% であつたのが, この方法では 750% と更に向上することがわかる. Fig. 11 は恒温引張り時の荷重-変位曲線および降温引張り時の荷重-変位曲線を, Fig. 12 は降温引張り時の温度分布を示したものである. なお, 図中の A, B, C は, Fig. 1 の A, B, C に対応する. 降温引張りでは, 恒温引張りに比べて荷重がはるかに大きくなることが予想されるが, Fig. 11 から, そんなに大差のないことがわかる.

以上から, 超塑性加工では必ずしも恒温である必要はなく, むしろ被加工材の各部分が絶えず最大 m 値を満足するように, 適当な温度勾配を時間に対し, 与えてやるのが最良の策であると結論することができる.

すなわち, ラム速度が一定の場合, 時間とともにひずみ速度が小さくなる引張りでは, 温度を暫時降下させるとか, 時間とともにひずみ速度が大きくなる圧縮では, 温度を暫時上昇させるとかの工夫が必要である.

5. 結 言

-325 mesh Mod. IN-100 アトマイズ粉末を HIP 処理した後, 1373 K で 72% の押出しを行い, 1343 K × 1 h の焼なましにより $1.5 \mu\text{m}$ の結晶粒径に調質した後, 種々の温度およびひずみ速度で引張つた結果, 以下の諸点を明らかにした.

(1) 結晶粒径を $1.5 \mu\text{m}$ に調整すると, 最大 m 値の得られるひずみ速度が $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ と著しく増大する.

(2) 種々の試験温度におけるピーク流動応力-ひずみ速度曲線において, 最大 m 値の得られる条件がおよそ 1303 K を境に, 低温側では流動応力一定であつたのに対し, 高温側ではひずみ速度一定に変化する. そしてこの変化点を遷移点とすれば, 遷移点を実現するような条件で加工を行うのが望ましい.

(3) 種々の試験温度におけるピーク流動応力-ひずみ速度曲線は, それらの変形挙動から六つの領域に分類できる.

(4) 超塑性域における材料の変形に必要な活性化エネルギーは $Q = 323.3 \text{ kJmol}^{-1}$ であり, そのときの m 値は $m = 0.84$ となる.

(5) 引張りによる超塑性試験中, 温度を暫時下げていき, 絶えず最大 m 値を満足させてやると, 温度を下げない場合に比較して, 全伸びが著しく向上する.

文 献

- 1) 鳥阪泰憲, 中沢克紀, 宮川松男: 鉄と鋼, **72** (1986), p. 1351
- 2) 鳥阪泰憲, 加藤正仁, 宮川松男: 鉄と鋼, **73** (1987), p. 899
- 3) 鳥阪泰憲, 中沢克紀, 宮川松男: 鉄と鋼, **72** (1986), p. 1567
- 4) 鳥阪泰憲, 中沢克紀, 宮川松男: 鉄と鋼, **72** (1986), p. 815
- 5) B. CHALMERS, J. W. CHRISTIAN and T. B. MASSALSKI: Prog. Mater. Sci., **21** (1976), p. 67
- 6) M. F. ASHBY and R. A. VERRALL: Acta Metall., **21** (1973), p. 149
- 7) R. C. GIFFKINS: Metall. Trans. A, **7** (1976), p. 1225
- 8) Pratt & Whitney Aircraft Group: Technical Report, AFML-TR-77-80, ADA 053614 (1977), p. 95
- 9) 米国特許 No. 35, 9503 (1970 年 7 月 7 日)
- 10) 古城紀雄, 山崎秀樹, 堀 茂徳: 鉄と鋼, **72** (1986), S784