

© 1987 ISIJ

Ni 基超耐熱合金 Mod. IN-100 粉末焼結材の 超塑性ウォームダイ・パック鍛造

論文

鳥阪泰憲*・加藤正仁*²・宮川松男*³

Superplastic Warm-die and Pack Forging of Powder-consolidated Nickel-base Superalloy Mod. IN-100

Yasunori TORISAKA, Masahito KATO^H and Matsuo MIYAGAWA

Synopsis:

The superplastic behaviour (total elongation and strain-rate sensitivity index m) of a powder-consolidated nickel-base superalloy Mod. IN-100 preformed by extrusion under various conditions has been measured at 1 050°C. The results showed that a sample piece extruded with 72% at 1 100°C and annealed at 1 070°C for 1 h had the maximum in m at strain rate about $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Subsequently, the sample piece preformed under the condition as mentioned above, packed in 5 mm-thick carbon steel (S35C) and heated at 1 100°C was superplastically forged at strain rate about $1.8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ using Inconel 713C dies previously heated at about 600°C. As a result, the sample piece was sound after forged.

Furthermore, the results showed that the heat treatment for grain coarsening after superplastic forging should be performed at the temperature range of 1 200–1 275°C.

Key words: superplastic warm-die and pack forging; nickel-base superalloy; Mod. IN-100; strain-rate sensitivity index; extrusion; carbon steel; Inconel 713C; grain coarsening.

1. 緒 言

Gatorizing 法¹⁾²⁾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予加工にあり、その詳細は全く公表されていない。しかしながら、著者らは先の報告³⁾⁴⁾で、断面減少率 70% 以上とし、1 000–1 150°C の条件で押し出せば、健全材が得られ、かつ次の焼なましによつて微細結晶粒を有するようになることを示した。更に、押し出しによる結晶粒微細化の支配因子は

1. 1 000°C 以下での押し出し

押し加工中に動的再結晶が起こらないので 1 150°C×1 h の焼なましを必要とする。それゆえ、支配因子は静的再結晶。よつて得られた結晶粒は比較的粗大なものとなる。

2. 1 000°C 以上 1 150°C 未満での押し出し

押し加工中に動的再結晶が部分的にしか起こらないので 1 000–1 150°C×1 h の焼なましを必要とする。それゆ

え、支配因子は動的再結晶+静的再結晶。よつて得られた結晶粒は超微細なものとなる。

3. 1 150°C 以上での押し出し

押し加工中に動的再結晶が起こるので焼なましは不要。それゆえ、支配因子は動的再結晶。よつて得られた結晶粒は比較的粗大なものとなる。と結論した。また条件 2 で押し出した場合は、一般に IN-100 の超塑性発現温度が 1 050–1 100°C であることから、超塑性試験または実際の超塑性鍛造を行う昇温過程で、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ため、あえて結晶粒微細化のための焼なましを行う必要はないことを明らかにした。

そこで本研究では、Table 1 に示す材料 A, B, C, D および E を使用して 1 050°C での超塑性試験を行い、全伸びおよびひずみ速度感受性指数 m 値を求め、押し出しによる最適予加工条件を検討した。その結果、材料 D では $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 付近で最大 m 値の得られることが見出されたため、材料 D の超塑性ウォームダイ・パック

昭和 61 年 2 月 21 日受付 (Received Feb. 21, 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 Sakura-mura Niihari-gun Ibaraki pref. 305)

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

*³ 長岡技術科学大学 工博 (The Technological University of Nagaoka)

Table 1. Preform conditions.

Material	Preform	Annealing
A	As HIP	—
B	82% extruded at 1 000°C	1 150°C×60 min
C	82% rolled at 850°C	1 150°C×60 min
D	72% extruded at 1 100°C	1 070°C×60 min
E	82% extruded at 1 100°C	—
F	72% extruded at 1 100°C	—
G	72% extruded at 1 100°C	1 275°C×15 min

鍛造への適用の可否（特許出願中）について若干の実験を行い，更に超塑性技術の最終工程である結晶粒粗大化のための熱処理条件について検討を行ったものである。

2. 試 料

先の報告³⁾⁴⁾でその詳細を述べているため，本稿では簡単に記すことにする。

試料は米国 Homogeneous Metals 社製の -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 SUS 304 のカプセル（肉厚 1.5～2.5 mm）に真密度比 60～65% で充填し， 6.7×10^{-1} Pa の脱気を行い，その後密封した。次いでこのカプセルに 1 100°C×91 MPa×1 h の HIP 処理を施した。その後，SUS 304 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 で封入を行い，ラム速度 20 mm s^{-1} で押し出して供試材とした。

押出条件およびその後の焼なまし条件は先の Table 1 に示したとおりである。

3. 実 験 方 法

3.1 超塑性試験

上記供試材から標点間距離を 10 mm とした試験片を切り出し，これを真空容器付の高周波加熱による高温用サーボパルサーを用い，所定の温度（1 050°C）に達してから 10 min 保持後，一定引張速度で引張った。

3.2 超塑性ウォームダイ・パック鍛造（Superplastic Warm-Die and Pack 鍛造の略をとって，以下 SWAP 鍛造と略記する）

Photo. 1 はドーナツ型電気炉（雰囲気は大気中）を Ni 基合金 Inconel 713C を金型材としたダイセットに組み込んだものである。これを 200 t 万能材料試験機のクロスヘッドとベッド間にセットし，あらかじめ金型を本電気炉の最大値である約 600°C 付近まで加熱保持しておき，Fig. 1 に示す S35C でバックされた素材（側面は押出し時の封入材をそのまま利用した）を別の電気炉で 1 100°C×10 min 保持後，ただちに（2～3 s）この素材を上記金型間に装入し， 0.9 mm s^{-1} 付近のベッド移

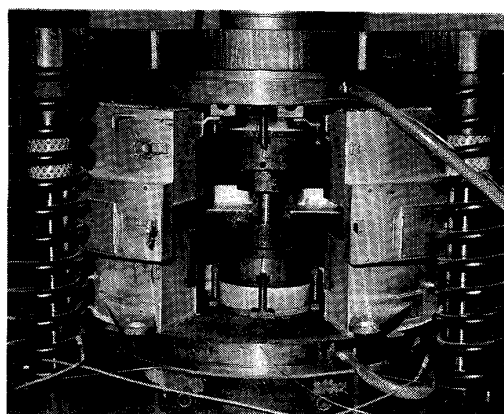


Photo. 1. SWAP forging machine.

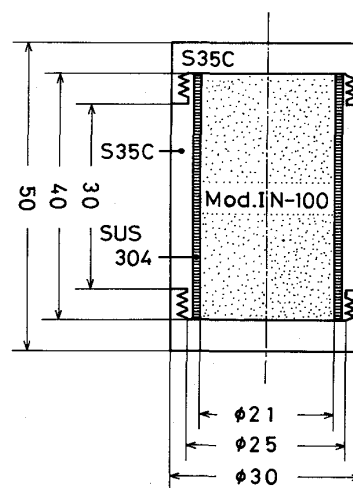


Fig. 1. Size of billet packed with S35C for superplastic warm-die and pack (SWAP) forging.

動速度で鍛造を行った。鍛造直前の被加工材の中心温度はおよそ 1 050°C であった。

なお，試料の潤滑にはガラス系潤滑剤（アチソン（株）製 DG 347M）を用い，上下面，側面とも 1 mm 厚さに塗布した。また，金型の潤滑も試料と同じ潤滑剤を用い，1 mm 厚さとした。

3.3 結晶粒粗大化熱処理

材料 A および材料 D を使用して，1 150°C，1 200°C，1 250°C および 1 275°C の 4 種類の加熱温度で，また 3 min，15 min，1 h，3 h および 24 h の 5 種類の加熱時間で焼なましを行い，線分法でそのときの結晶粒の平均粒径を求めた。

なお，焼なましには Ar 雰囲気電気炉を用いた。

4. 実験結果および考察

4.1 超塑性試験

Fig. 2 は引張試験時の変形応力を荷重-変位曲線の最大荷重点で求め、ひずみ速度に対してプロットしたもので、Fig. 3 はその時の全伸びを示したものである。

これらの図から、ピーク流動応力は材料Aのグループ→材料B, Cのグループ→材料D, Eのグループの順に低下し、延性は逆に向上しているのがわかる。そして、材料BおよびCのグループは先に述べた条件1, 3(本実験では3の条件による押出し材は引張っていないが、先の報告^{3,4)}で示したように、条件3が1と同様の組織であつたことから、条件1による押出し材または圧延材と同様の超塑性挙動を示すものと思われる)に、材料DおよびEのグループは条件2にちょうど一致している。このことは、R. G. MENGESら⁵⁾も指摘しているように、予加工時の押出温度が1150°Cを超えると良好な超塑性が得られないことを意味しており、更に再結晶のための焼なまし温度が1150°Cを超えても得られないことを

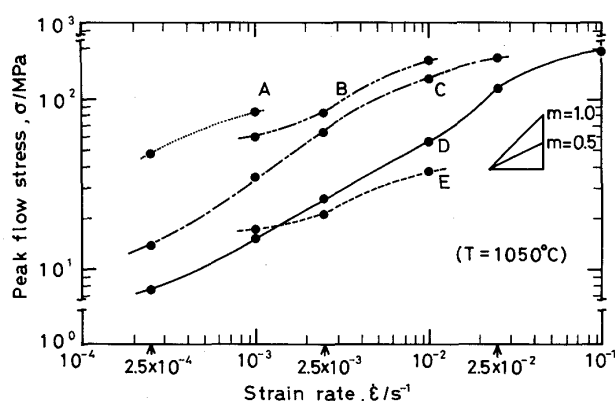


Fig. 2. Peak flow stress versus strain rate for variously preformed Mod. IN-100 at 1050°C.

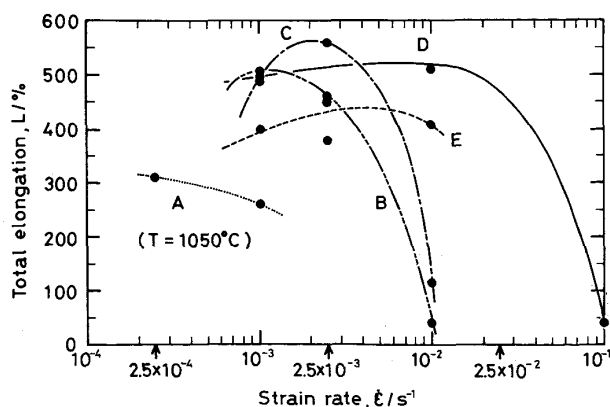


Fig. 3. Effect of strain rate on the total elongation.

意味するものである。特に、1150°Cを経験した材料B, Cのグループの高ひずみ速度側では、極端に延性が低下し始めるようになるのは実際の超塑性鍛造を行う上で致命的である。これに対し、材料D, Eのグループの高ひずみ速度側では、低ひずみ速度側同様、そんなに延性の低下は見られず、逆に材料Dにいたつては m 値が向上しているため、更に全伸びが増し、 $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 付近でピークを持つことが予想される。従来のIN-100の最大 m 値が材料B, CおよびEと同様、 $2 \sim 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ であるのに比し、これは注目し値する。材料DとEにおけるこの大きな相違は1070°C×1hの焼なましの有無から生じるもので、引張試験時、所定の温度に達してから10min保持ではなく、材料Eに限り1h以上の保持を行つていれば、材料D, Eにおける以上のような大きな相違は見られなかつたものと思われる。

4.2 SWAP 鍛造

前節で、材料Dは $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 付近の初期ひずみ速度で最大 m 値を有することを述べた。そこで、例えばこのひずみ速度による全高50mmの試料を15mmの高さにする鍛造を考えると、従来の超塑性恒温鍛造によるひずみ速度では約6min要するのが、約36sで済むことになる。もし、この短時間における被加工材の1050°Cが通常鍛造で保持できれば、金型として高価なTZM(0.5%Ti, 0.08%Zrおよび0.05%Cを含むMo基合金)を使用する必要はなく、またTZMを大気酸化から保護するための大がかりな真空容器も不要になるわけで、その波及効果には著しいものがある。そこで、著者らは上記被加工材の保温を、(1)金型材にInconel 713Cを用い、これを約600°C付近まで加熱しておく、(2)被加工材をS35Cでパックし、加工中における

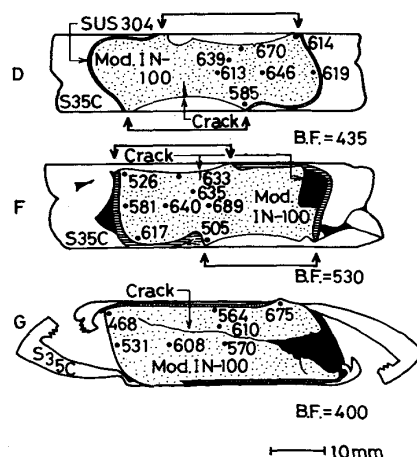


Fig. 4. Distribution of Vickers hardness after SWAP forged. Arrows indicate the shift deformation, and B. F. is the hardness prior to the forging.

Mod. IN-100 の温度低下を防ぐ、の 2 重対策により解決できるのではないかと考え、3・2 で述べた方法で実験を進めることにした。

使用した被加工材は Table 1 で示した材料 D (高ひずみ速度側で超塑性材料) で、比較のために材料 F (高ひずみ速度側で若干の延性材料) および後述する Photo. 4 で示した、材料 F の $1275^{\circ}\text{C} \times 15 \text{ min}$ 焼なまし材、材料 G も用いることにした。

Fig. 4 は鍛造後の材料 D, F, G の断面のスケッチ図

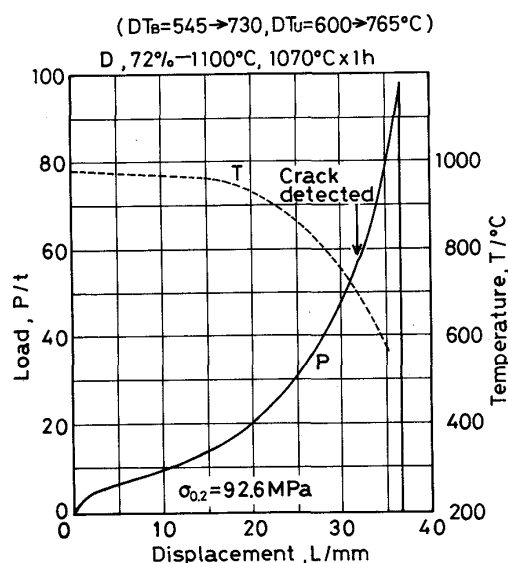


Fig. 5. Load versus displacement diagram and temperature distribution of SWAP forged Mod. IN-100 (Material D). DT_U and DT_B indicate the temperature of upper and bottom part of the inner die, respectively.

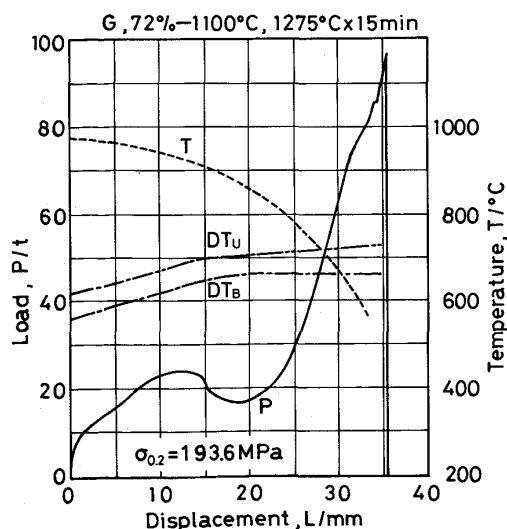


Fig. 6. Load versus displacement diagram and temperature distribution of SWAP forged Mod. IN-100 (Material G).

を示したもので、図中の値はビッカース硬さをそれぞれの場所での 5 点平均 ($300 \text{ gf} \times 10 \text{ s}$) で測定したものである (図中の B.F. は鍛造前のビッカース値を示す)。

また、Fig. 5 および Fig. 6 は材料 D および G の荷重-変位曲線並びに温度変化をそれぞれ示したもので、図中の破線は非接触温度計で測定した被加工材の側面温度を、 DT_B および DT_U は下部金型および上部金型の内部温度を熱電対 (PR) で測定した結果を (Fig. 5 の場合、金型の鍛造途中の温度は測定できなかった) それぞれ示したものである。また、材料 D, F および G に対する 0.2% 耐力は、0.2% ひずみに相当する荷重から S35C の 0.2% 耐力とリング状の S35C の断面積の積を差し引き、IN-100 の断面積で割ることにより求めた。

なお、ベッド移動速度は S35C に対し 0.94 mm s^{-1} 、材料 D, F, G に対し 0.91 mm s^{-1} であった (後者の場合、被加工材の高さを 50 mm とすれば、 $1.8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度に相当する)。

一般に、材料 D, F および G の 3 種類ともに、それらの上下面に座屈によるずり変形が見られ、その度合は Fig. 4 に示したように材料 D → 材料 F → 材料 G の順に大きくなっている。このずり変形はバック材料である S35C と Mod. IN-100 の 0.2% 耐力の相違から生じるもので、Fig. 7 に示すように Mod. IN-100 の 0.2% 耐力が大きくなるほど、生じるずり変形も大きくなる傾向がある。

次に、個々の材料について説明する。

材料 D の変形は Fig. 4 の矢印に示したように、完全固着の状態に進んだため、Mod. IN-100 には変形中大きなたなる形変形 (Barreling) が生じている。しかしながら、それに伴う欠陥は全く観察されない。Fig. 5 に示したように、側面温度が鍛造中期付近で著しく低下していることから、これは側面の S35C の変形応力が増し、静水圧効果を生じたためで、また Mod. IN-100 が

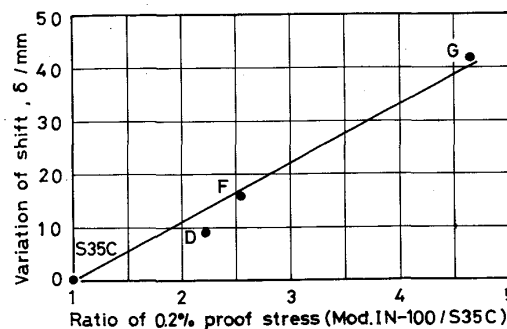


Fig. 7. The relationship between 0.2% proof stress of Mod. IN-100 and variation of shift shown in Fig. 4.

依然と高延性を有していることから、材料Dの変形がたる形変形による大きなひずみに何らクラックの発生を伴うことなく追従していつたためであると思われる。そして、このたる形変形に伴う大きなひずみは Fig. 4 に示したように、飽和に近いビッカース値となつて現れている。更に、1本のクラックが下部の S35C と Mod. IN-100 の境界中央付近に生じている。もし、このクラックが鍛造初期に発生していたならば、クラックは変形の進展につれてかなり成長していたはずで、そのためこのクラックの発生時期は鍛造後期、すなわち Fig. 5 で示した荷重-変位曲線の不連続点を示す矢印で発生したものと思われる（事実、種々の予備実験で、不連続点の全く生じない試料には何らクラックが認められなかった）。

しかしながら、その原因については本実験の範囲内では定かでない。

次に材料Fであるが、S35C と Mod. IN-100 の側面間にもともと存在していた SUS 304（HIP 時の Canning 材の一つ）の変形が材料Dの場合に比し非常に少ない。このことは Mod. IN-100 の側面におけるひずみ量がそんなに大きくなかったことを意味しており、これ

は Fig. 4 で示したビッカース硬度が側面で小さく、ずり変形の生じた対角線方向で大きな値を示していることから明らかである。しかしながら、この小さなひずみにもかかわらず、側面での SUS 304 と Mod. IN-100 の間に大きなクラックが生じたのは問題である。

なお、被加工材下部の S35C と Mod. IN-100 の境界に生じたクラックの発生時期については材料Dと同様である。

最後に材料Gでは、 $1.8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の初期ひずみ速度における Mod. IN-100 の 0.2 耐力が S35C のそれをはるかに超えるため、材料 D, F に見られたずり変形は Mod. IN-100 の中ではなく、上下面の S35C の中で生じることになり、結果として Mod. IN-100 は横倒しを受けることになった。そのため、Fig. 6 で示した荷重-変位曲線には、この横倒しが一つの山となつて現れたのであろう。材料 D, F 同様の 100 t の荷重が加わつてはいるが、金型との接触面積が大きいこと、また Fig. 4 に示したように鍛造後のビッカース値が比較的小さく現れていることから、材料Gの Mod. IN-100 は鍛造中それほど大きなひずみは受けていないと考えられる。もと

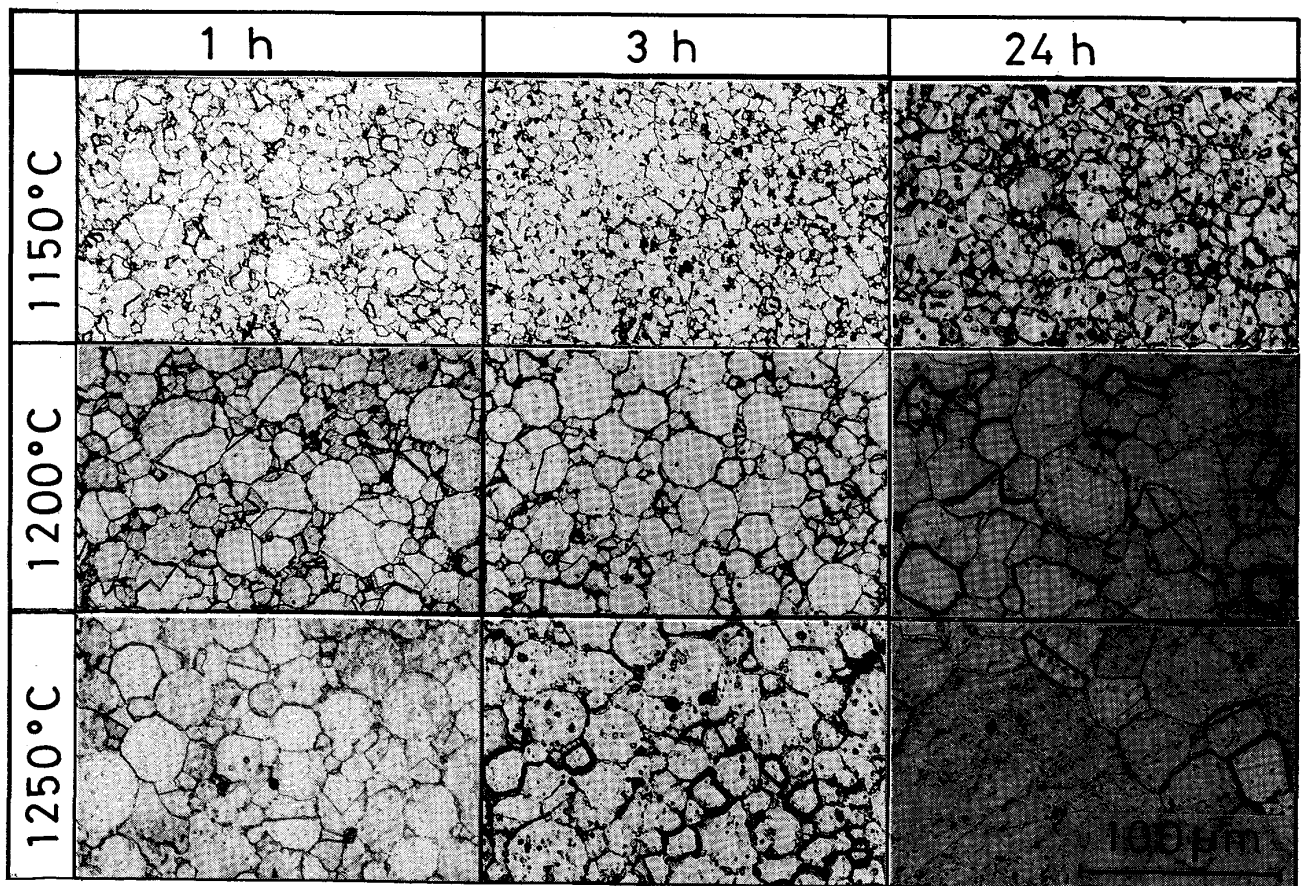


Photo. 2. Optical microstructures of Mod. IN-100 as HIP after annealed.

もこの Mod. IN-100 は脆性材料ではあるが、このわずかなひずみによつて、対角線方向での大きなき裂が生じたことは、材料Gが SWAP 鍛造には全く適していないことを示している。

いずれにせよ、表面近傍に若干のクラックの発生が認められはしたが、材料Dが一定量変形を受けるのに、材料F, G に比し変形荷重が非常に少なく済むこと、および大きなたる形変形にもかかわらず何ら欠陥を発生することなく大変形したことは、従来の高価な TZM を使った恒温鍛造を既存の安価な金型材で置換 (SWAP) できる可能性を示すもので、そのメリットは非常に大きいと思われる。

しかしながら、写真に示す形状に鍛造するのに 100 t を要したことは反省すべきで、今後金型の温度を 700°C にまで上昇させるとか、たとえ拘束が大きくなつても金型と被加工材の間に何層かのセラミックペーパーを装入するとか、またバック厚さを変えるとかなどの保温対策をしつかり構じることにより、上記 100 t を低下させる必要があることはいうまでもない。

また、鍛造後の形状についてもパンケーキ状だけでな

く、ボス付パンケーキ状や更に複雑な形状への SWAP 鍛造の可能性も検討する必要がある。しかし、現時点においてはこれらもすべて今後の課題としたい。

4.3 結晶粒粗大化熱処理

一般に、超塑性鍛造後には高温クリープ強度増大のため、必ず結晶粒粗大化のための熱処理が行われる。

Fig. 8 は Table 1 に示した材料AおよびFの結晶粒

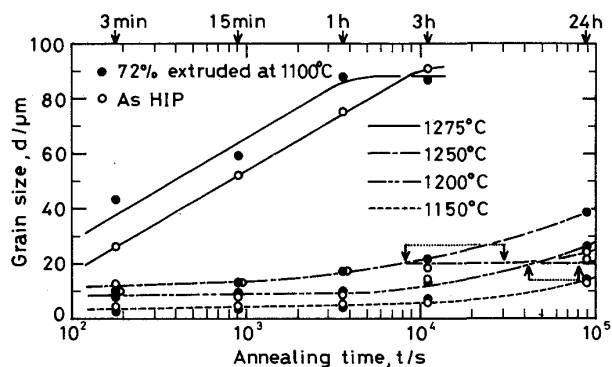


Fig. 8. Effect of heating temperature and time on the grain size.

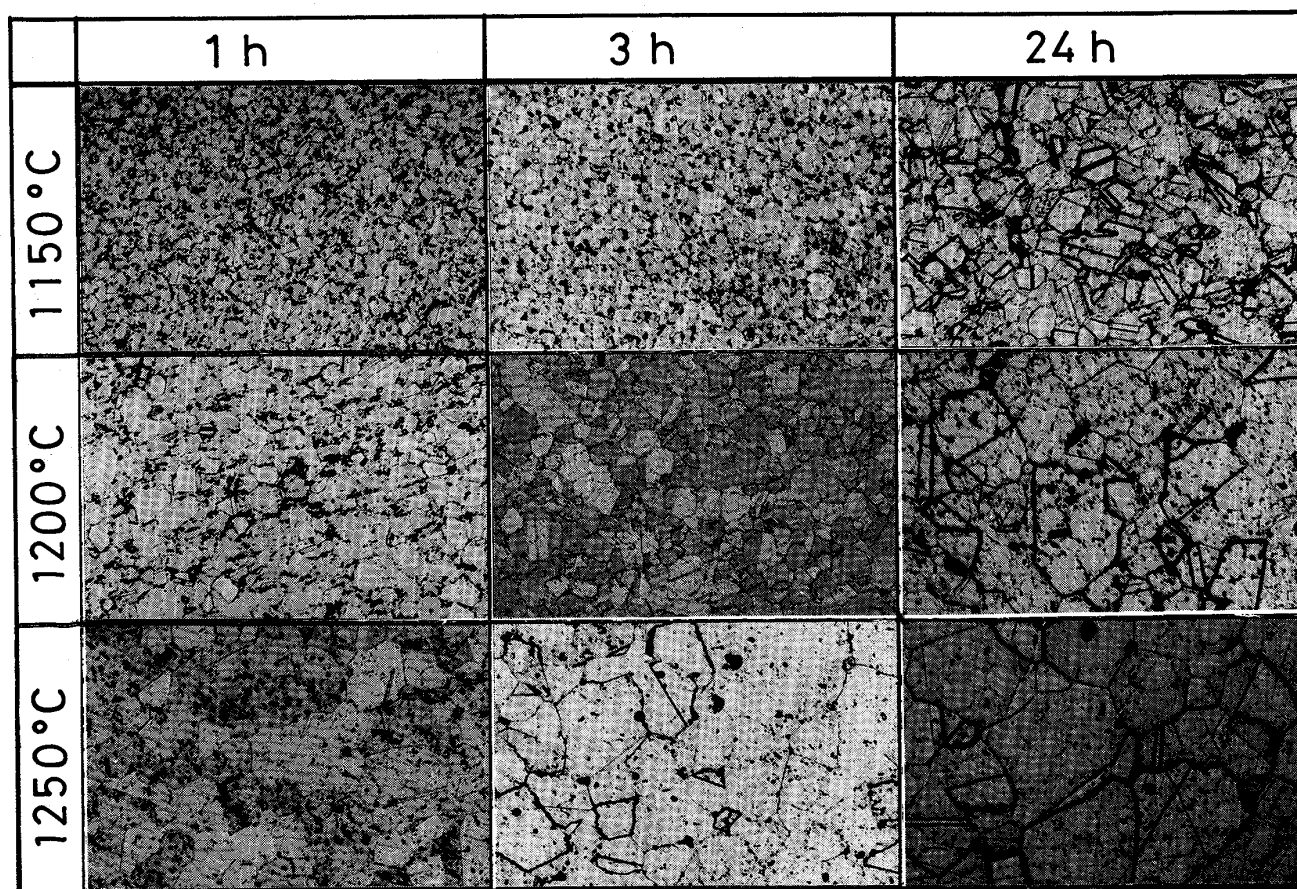
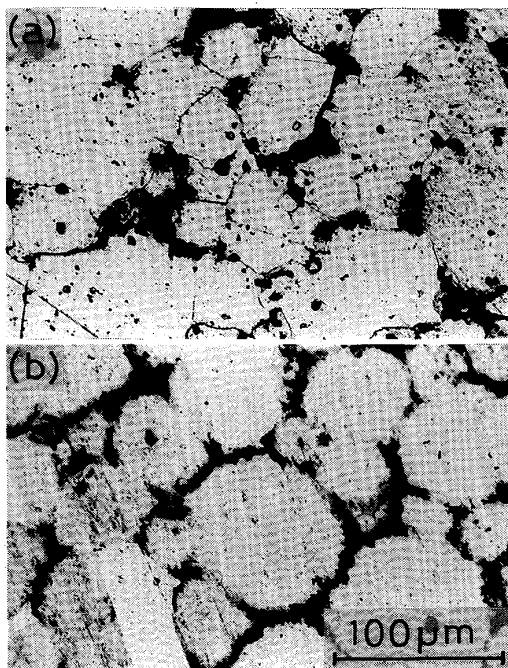


Photo. 3. Optical microstructures of Mod. IN-100 extruded with 72% at 1100°C and subsequently annealed.

径を焼なまし温度および焼なまし時間に対してプロットしたものである。図中矢印間については後述する。Photo. 2 および Photo. 3 は図中の代表的組織を材料 A および材料 F についてそれぞれ示したものである。なお、Photo. 3 は押出し方向から見た中心付近の組織である。これらの図、写真から、焼なまし温度が 1250°C までは、As HIP 材、押出し材ともに焼なまし時間が 3 h を越えた付近から、結晶粒は粗大化の傾向を示し、この傾向は As HIP 材よりも押出し材の方が大きいことがわかる。写真から明らかなように、これは As HIP 材特有の PPB (Prior Particle Boundary の略で、MC 炭化物、特に TiC から構成されている) が結晶粒の成長を阻止、すなわち低時間側では一つの粒子の中にいくつかの結晶粒が存在していたのが、時間とともに成長し、一つの粒子＝一つの結晶粒となつて、図中矢印間で示すように結晶粒の成長が完全に止まったためである。しかしながら、長時間になると 1150°C では 24 h 焼なましを行つても結晶粒は一つの粒子より小さいが、 1200°C では 24 h 付近で PPB を乗り越えて再度粗大化の傾向を見せ始め、 1250°C では 3～24 h の間で粗大化するようになる。

次に、焼なまし温度を 1275°C にすれば、 1250°C 以下とは異なつて、粗大化の傾向はいつそう著しくなり、3 min の加熱時間で As HIP 材、押出し材ともに、 $1250^{\circ}\text{C} \times 24 \text{ h}$ と同程度の結晶粒が得られる。そして、



(a) As HIP (b) Extruded with 72% at 1100°C
Photo. 4 Optical microstructures of Mod. IN-100 after over-annealing.

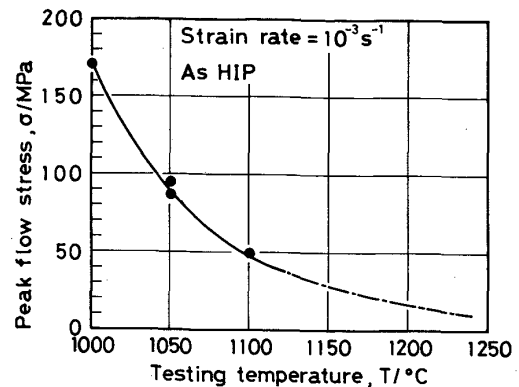


Fig. 9. Peak flow stress at various testing temperatures.

この場合も 1250°C 以下と同様、押出し材の方が As HIP 材よりも粗大化の傾向は大きい。しかしながら、両者とも 1～3 h の加熱時間で結晶粒の成長は完全に飽和に達し、その大きさはおおよそ $90 \mu\text{m}$ 前後である。

Photo. 4 は As HIP 材および押出し材について $1275^{\circ}\text{C} \times 15 \text{ min}$ 加熱後の組織を示したもので、これより PPB は完全に消滅し、先に述べたように結晶粒は短時間加熱で非常に大きくなつていくことがわかる。しかしながら両者とも粒界に若干の溶融した跡が見られる ($1275^{\circ}\text{C} \times 3 \text{ min}$, 1 h, 3 h も同様であつた。なお、結晶粒内の黒点は Ar Porosity である)。これはたとえ結晶粒が大きくなつても機械的性質の著しい低下につながる。よつて、結晶粒粗大化熱処理としては必ず 1275°C 以上は避けなければならない。しかしながら、逆に焼なまし温度を下げすぎ、 1150°C にすると、例えば $20 \mu\text{m}$ くらいに調整するのに数日以上を要することになつて非現実的となる。以上から、理想的な熱処理温度は $1200 \sim 1275^{\circ}\text{C}$ になるのではないと思われる。しかしながら、この温度範囲では、Fig. 9 に示すように、引張強さがかなり低下するため、あまり長時間加熱すると材料の大きさによつては自重によるクリープ変形が生じることが予想される¹⁾。したがつてこの場合には、何らかのクリープ変形の防止策を構想することはもちろんのことである。

5. 結 言

(1) Ni 基超耐熱合金 Mod. IN-100 粉末焼結材に、72%、 1100°C 押出し後、 $1070^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ h}$ 焼なましを施せば、 $1050 \sim 1100^{\circ}\text{C}$ での最大 m 値および最大伸びは $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 付近の高ひずみ速度側で得られるようになる。

(2) 上記 (1) 材は従来の TZM を使つた恒温鍛造

から普通の金型材を使った鍛造への置換を可能とする。

(3) 鍛造後の結晶粒粗大化のための熱処理温度は
1 200~1 275°C が望ましい。

文 献

- 1) Pratt & Whitney Aircraft Group: Technical Report, AFML-TR-77-80, ADA 053614 (1977), p. 95
- 2) 米国特許 No. 35, 9503 (1970 年 7 月 7 日)
- 3) 鳥阪泰憲, 中沢克紀, 宮川松男: 鉄と鋼, 71 (1985), A301
- 4) 鳥阪泰憲, 中沢克紀, 宮川松男: 鉄と鋼, 72 (1986), p. 1351
- 5) R. G. MENZIES, J. W. EDINGTON and G. J. DAVIES: Met. Sci. (1981) 5, p. 210