

単結晶Ni基超合金の熱応力を利用した超塑性成形

Superplastic Forming of Single Crystal Ni-base Superalloy using Thermal Cycling

研究代表者 宇宙科学研究所 助教授 佐藤英一

The Institute of Space and Astronautical Science, Associate Professor, Eiichi SATO

Superplasticity is a phenomenon whereby some crystalline materials exhibit exceptionally large elongation during tensile deformation without fracture. Two types of superplasticity have been reported: structural superplasticity observed in polycrystalline materials having fine equiaxial grains, and internal stress superplasticity observed in composite materials which are subjected to a cyclic temperature change. Although superplasticity has already been found in polycrystalline metals and ceramics, it has not been found in single-crystal materials. Here I report the superplastic deformation in advanced Ni-base single crystal superalloys utilizing internal stress superplasticity. Superalloys are the strongest heat-resistant alloys and are widely used in gas turbine blades of aircraft engines and power plants. They have been developed from cast polycrystals to directionally solidified columnar crystals and recently to single crystal in order to prevent grain boundary sliding which reduces creep resistance. As a result, no plastic forming technique is applicable to the formation of today's advanced single-crystal superalloys. The present method is applicable plastically forming these superalloys into complicated shapes.

1. 研究目的

航空機や発電所におけるガスタービンの性能向上は、非常に重要な課題である。特に高温、大きな遠心力下で使用されるタービンブレードの材料に関しては、現在すべてNi基超合金が使用されている。Ni基超合金は、不規則マトリックス中にL12型の γ' 相が微細に析出した組織を有している。高温においてクリープ寿命を低下させる原因は、結晶粒界に沿った粒界すべりや粒界割れである。したがって製造プロセスが普通鑄造(CC)、一方向凝固(DS)、単結晶凝固(SC)と結晶粒界をなくす方向に進歩してきた。現在、lost-wax法の精密鑄造によるNi基単結晶超合金が実用化の段階に入っている。過去に粉末冶金による微細結晶粒Ni基超合金を微細結晶粒超塑性によって塑性加工した研究例があるが、Ni基単結晶超合金に対してはこれは不可能である。しかしながら次に述べる理由により、内部応力超塑性の手法を用いればこの材料を塑性加工できる可能性がある。

内部応力超塑性は、高温、低応力下である材料に熱サイクルを付加することにより誘起される巨大延

性を指す。内部応力超塑性は、変態超塑性、異方性CTE(熱膨張率)ミスマッチ超塑性、複合材CTEミスマッチ超塑性の3種に分類することができる。これらの中で複合材CTEミスマッチ超塑性のみは、マトリックスが単結晶の場合でも理論的に内部応力超塑性が誘起される。

本研究は複合材CTEミスマッチ超塑性によりNi基単結晶超合金を塑性加工することを試みた。

2. 研究経過

2.1. 実験方法

本研究で使用したNi基超合金はMar-M247で、DS材とSC材を用意した。化学組成は、5.6%Al, 9.2%Co, 8.1%Cr, 1.4%Hf, 0.5%Mo, 3.2%Ta, 0.7%Ti, 10%W, 残Ni(wt%)である。Ar雰囲気中1503Kで2hの溶体化、真空中1089Kで24h時効熱処理を行うことにより、 γ 相中に体積分率70%の一辺0.5 μ mの立方体 γ' 相が規則正しく析出している組織を得た。

DS材は圧縮クリープ試験、SC材は引張クリープ試験に供した。圧縮クリープ試験片は高さ10mm、

外径8mm, 内径5mmの円筒型に, 引張りクリープ試験片はゲージ部が長さ10mm, 直径9mmである丸棒型に機械加工した. 付加応力方向は<001>である. クリープ試験は, 高周波コイルによる誘導加熱により加熱冷却速度と温度域一定の三角波形の熱サイクルあるいは一定温度を付加し, 油圧サーボによって一定荷重を負荷して, 真空中で行った. 温度プロファイルは, 温度域100K, 加熱冷却速度一定10K/sの三角波である.

圧縮クリープ試験では, 試験片は全体が加熱コイル内部にあり, また熱伝導率の小さい石英棒をジグとしたため, 温度分布は均一であった. しかしながら引張りクリープ試験では, コイル中心部分が優先的に過熱され, また熱伝導率の大きなMar-M247製のねじこみ式ジグを用いたため, 試験片中央部と端部では伸びの増加とともに最大50Kの温度差が生じた.

2.2. 実験結果と考察

DS材の熱サイクル圧縮クリープ試験(1373~1473K, ± 10 K/s)および等温クリープ試験(1473K)におけるクリープ曲線(真ひずみ)を Fig. 1 (a) に示す. 初期応力が6.4MPa(熱サイクル)および8.0MPa(等温)の一定荷重を付加し, どちらも真ひずみが0.73の時時点で試験を中止した.

等温クリープ試験では変形開始後すぐにひずみ速度が大きく増加し, 大部分のひずみは三次クリープ領域で得られたのに対し, 熱サイクルクリープ試験ではひずみ速度がほとんどへんかせず, 定常変形状態が続いていた. また等温クリープは熱サイクルクリープよりも平均温度が高いにもかかわらず, 同じひずみ速度を得るために大きな応力を必要としていた. これは熱サイクルによって変形が促進されたことを意味する.

真ひずみ0.73の圧縮クリープ試験前後の試験片の外観を Fig. 1 (b) 試験前, (c) 等温クリープ試験後, (d) 熱サイクルクリープ試験後に示す. Fig. 1 (f), (g) は, (c), (d) に対応する試験片断面の光学顕微鏡写真である. 等温クリープ試験片には, 表面に縦方向の大きなクラックが生じていた. これは試験片上下面の潤滑が不十分でバルジングが生じたためである. これに対して熱サイクルクリープ試験片には, バルジングは同じようなバルジングが生じたにもかかわらずクラックは全く生じなかった. 同様に, 等温クリープ試験片内部(e)では多くのキャビティが観察できるのに対し, 熱サイクルクリープ試験片内部(f)で

は全くキャビティが見られなかった. したがって等温クリープ試験は表面だけでなく内部にも激しい損傷を起こすのに対し, 熱サイクルクリープ試験は損傷を生じさせないことがわかった. このような熱サイクルクリープ条件での損傷のない均一変形は, 内部応力超塑性の特徴の一つである.

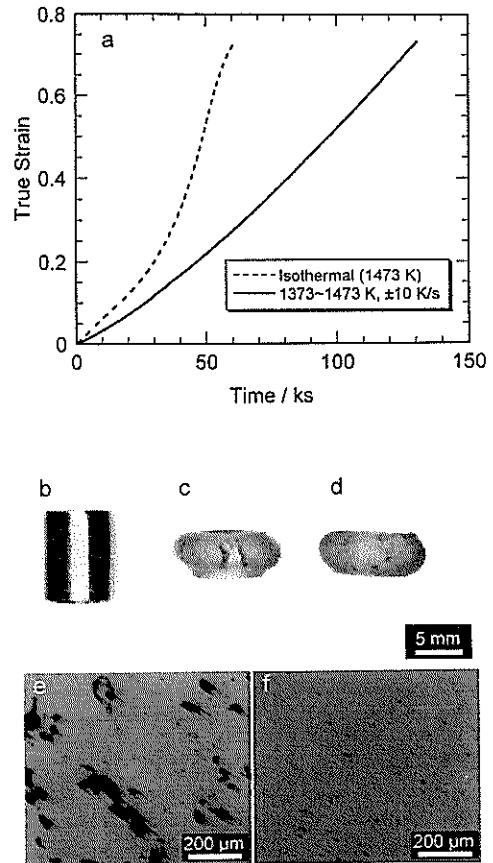


Figure 1 Compression creep behavior of DS superalloy. a, Creep curves of isothermal (broken line) and thermal cycling (solid line) creep tests. The isothermal creep test was performed at 1473 K under an initial applied stress of 8.0 MPa and the thermal cycling creep test was performed at 1373~1473 K, ± 10 K/s under initial applied stress of 6.4 MPa. The tests were stopped at $\epsilon = 0.73$. b, c, d, Photographs of the specimens before deformation, after isothermal creep and after thermal cycling creep, respectively. e, f, Optical micrographs of the inside of the specimens after isothermal creep and after thermal cycling creep, respectively.

次にSC材を用い、1343~1443K、10K/s、初期付加応力5MPaの条件で熱サイクル引張クリープ試験を行った。その結果、試験片の外観を Fig. 2 に示すように、約40hで破断なしに約100%の伸びが得られた。ゲージ中央部が緩やかにくびれているのは、加熱の不均一性(ゲージ端部は中央部より約50K低い)による。

一方同じ材料に対し、1423K、13MPaの条件で等温引張クリープ試験を行ったが、熱サイクルクリープ試験と同じ40h 試験を行っても得られたひずみは1%未満であった。すなわち、熱サイクルを付加することにより、100%以上の破断伸びが非常に短い時間で得られたことになる。

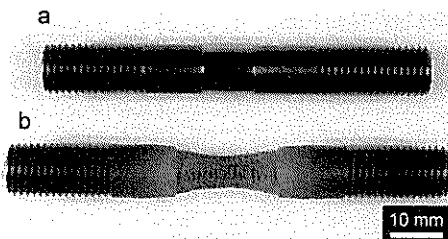


Figure 2 Photographs of the thermal cycling tensile creep specimens of SC superalloy before deformation (a) and after thermal cycling creep at 1343~1443 K and ± 10 K/s under an initial stress of 5.0 MPa (b). SC superalloy showed high elongation of more than 100% without fracture.

Ni基超合金が大きな延性を得るためには、試験中の組織が粒子分散複合材料のような組織でなければならぬが、試験終了後にこの組織のままでは試験前と同様の高強度を得ることができない。そこで引張クリープ試験で100%伸びが得られたSC材に再熱処理(真空中1503Kで2hの溶体化、1089Kで24hの時効)を施した。Fig. 3 (a)は変形前の組織、(b)は変形直後の組織、(c)は再熱処理後の組織である。これらは、鏡面研磨後フッ酸で γ 相を腐食しSEMで観察したもので、 γ' が観察されている。変形前には体積分率の大きな立方体状であった γ' 相が、変形中には体積分率が減少し、かつ球状化、粗大化しているのがわかる。これを再熱処理すると、変形前と同様の体積分率の大きな立方体状の γ' 相が規則正しく配列していることがわかる。

つまり、再熱処理によって引張変形後の試験片は、変形前とほぼ等しい組織になったのである。このこ

とは、熱サイクルクリープ中に試験片が単結晶性および結晶方位を保ったまま均一変形したことも意味する。この結果は、変形後に熱処理を行うことにより、変形前と等しい強度特性を得られることを示唆している。

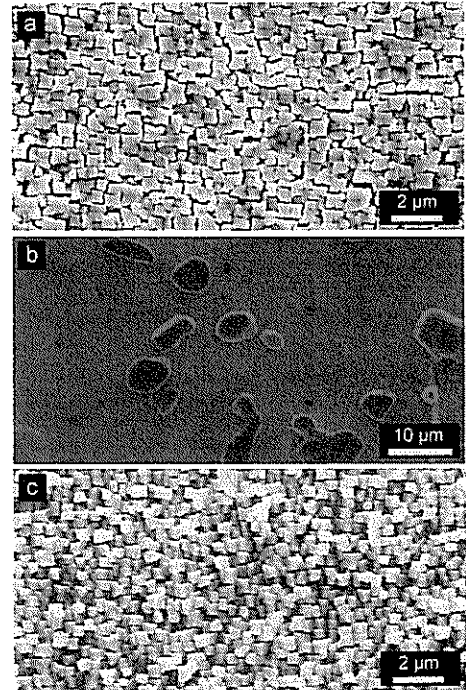


Figure 3 Microstructures of SC superalloy before deformation (a), just after thermal cycling creep (b) and after post-creep heat treatment (c). These are observed by a scanning electron microscope on the surfaces after electrochemical etching of γ matrix. The post-creep heat treatment yields almost the identical microstructure of fine cuboidal γ' precipitates as that before deformation.

3. 研究成果

通常の方法では塑性加工が不可能なNi基単結晶超合金を内部応力超塑性の手法を用いて塑性加工することを試みた。Mar-M247のDS材とSC材を用いて熱サイクルクリープ試験、組織観察を行い、以下のことが確認された。

(1) 熱サイクル圧縮クリープ試験によってDS材は、クラックやキャビティが生成することなく真ひずみ

0.73の圧縮ひずみを示した。

(2) 同様にSC材の熱サイクル引張りクリープ試験を行った結果、約100%の伸びを示した。

(3) 内部応力超塑性変形した後に再熱処理を施すことにより、変形前と等しい γ - γ' 整合組織を得ることができた。変形後の試験片は単結晶でありかつ結晶方位も変化しなかったことが推察される。

4. 今後の課題と発展

本研究により、先進Ni基単結晶超合金の塑性加工への可能性を示すことができた。これは、内部応力超塑性の今後の実用化の一つの方向になるものと期待される。

一方、内部応力超塑性の発現には、何らかの外的環境変化により材料内部に不均一な内部応力を誘起すればよい。これまで本研究も含めて外的環境変化として温度変化のみが扱われてきた。しかしながら、磁歪粒子分散複合材料ならば磁場変化、ピエゾ粒子分散複合材料ならば電場変化により、内部応力超塑性を発現させることが可能ではないかと考えられる。それらの可能性を探っていくことにより、特殊な極限材料や機能性材料などについても、個々の材料に適した外的環境変化を与えて内部応力超塑性を発現させるという方向で、塑性加工の可能性を広げることができるのではないかと考えている。

5. 発表論文リスト

"Internal Stress Superplasticity in Directionally Solidified Alloys", K. Kitazono and E. Sato: *Materials Science Forum*, in press.

"Internal Stress-Induced Single-Crystal Superplasticity in Superalloys", K. Kitazono, E. Sato and K. Kuribayashi: submitted to *Nature*.