

令和 5 年 6 月 10 日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2018～2022

課題番号：18H01742

研究課題名（和文）界面制御によるCo基超合金の新規鍛造プロセスの創製

研究課題名（英文）Interfacial control of Co-based superalloy for new forging process

研究代表者

及川 勝成 (Oikawa, Katsunari)

東北大学・工学研究科・教授

研究者番号：70356608

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,700,000 円

研究成果の概要（和文）：耐熱合金として期待されるCo基超合金の熱間加工性とマイクロ組織の影響について調査を行った。平均粒子サイズが異なる'相粒子を析出させた試料に熱間圧縮を施したところ、Co-Al-W基合金では、'相粒子が小さいほど圧縮荷重が小さくなり、Co-Al-W-Ni-Ti-Ta-B合金では、'相粒子が大きいほど圧縮荷重が小さくなった。このことは、析出強化メカニズムが合金により変化することを示唆している。一方、圧縮後の残留'相粒子を観察するとその大きさが著しく大きくなっており、鍛造加工中に'相粒子が大きくなることが明らかとなった。また、その'相粒子が非整合化することがあきらかとなった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

Co基超合金は、次世代の耐熱合金として期待されている。強化粒子である'相が析出しているときの、熱間変形挙動やその後のマイクロ組織変化については、殆ど研究されてこなかった。本研究では、母相粒径や'相粒子サイズが加工荷重に大きな影響があることを明らかにし、かつ、加工中に析出粒子が粗大化し非整合化することを見出している。以上の知見は、最適加工条件を明らかにすること役立つ。

研究成果の概要（英文）：The effect of microstructure on the hot workability of Co-based superalloys, which are expected as new heat-resistant alloys, was investigated. We prepared samples in which different size of the ' phase particles was precipitated for the hot compression. The smaller the ' phase particles, the smaller the compressive load in Co-Al-W-based alloys, and the larger the ' phase particles, the smaller the compressive load in Co-Al-W-Ni-Ti-Ta-B alloys. This suggests that the precipitation strengthening mechanism varies with the alloy system. The size of the residual ' phase particles after compression was became significantly larger. This suggest that the ' phase particles grow during the forging process. It is also clear that the ' phase particles became incoherent with the matrix phase.

研究分野：材料加工

キーワード：熱間加工 超合金 動的再結晶 ミクロ組織 析出強化

1. 研究開始当初の背景

耐熱合金は、発電や航空機エンジンなどの内燃機関の高温部材として使われる重要な材料である。その中でも Ni 基超合金は、 γ (FCC)母相中に $L1_2$ 構造の γ' 相を整合析出させることにより高温強度を改善した材料である。高温強度だけでなく、室温での靱性にも優れることから、高温部材として広く活用されてきた。しかし、Ni 基超合金は、耐熱温度向上のために種々の合金元素が添加され、貴金属など高価な添加元素も多くなり、更なる高耐熱化が難しくなっている。

Ni 基超合金は、部品用途に応じて熱間制御鍛造、精密鍛造、粉末冶金などの方法で製造される。熱間制御鍛造では、熱間鍛造時に温度および加工量を制御しながら、形状だけでなくマイクロ組織を耐熱部材に適したものに制御する。そのため、熱間鍛造用合金には、耐熱部材としての高温強度だけでなく、熱間塑性加工性が要求される。現状では熱間塑性加工性の確保が、熱間鍛造用耐熱合金の耐熱温度向上の制限となっている。

Co 基超合金は、我々が開発している超合金であるが、Ni 基超合金と同様に γ (FCC)母相中に $L1_2$ 構造の γ' 相を整合析出させた合金で、Ni 基超合金よりも耐熱性に優れる特徴を持つ。しかし、W 濃度が高いため Ni 基超合金よりも再結晶温度が高く、熱間加工性も悪く、鍛造用合金として実用化を考えるには、新しいプロセスの開発が必要と考えられている。

2. 研究の目的

Co-Al-W 基超合金の熱間鍛造性におよぼすマイクロ組織の影響については、報告がほとんど無い。そこで、本研究では、 γ' 相の析出量とサイズの異なる試料を作製し、熱間鍛造性とそのマイクロ組織変化について調査を行い、熱間鍛造に最適なマイクロ組織制御法の確立を目指すものである。

3. 研究の方法

本研究では、Co-Al-W3 元合金と Co-Al-W-Ni-Ti-Ta-B 合金を用いて、熱処理により析出する γ' 相の析出量とサイズを変えた合金を作製し、様々な温度で熱間鍛造するとともに、そのマイクロ組織の調査を行った。

(1) 試料の作製と熱処理

高純度の Co,Al,W,Ni,Ti,Ta,B を用いて、高周波溶解炉を用いて約 300g の試料を作製した。一部の材料は、そのまま熱処理、熱間鍛造工程を施した。もう一部の材料については、冷間で圧延後、溶体化処理、析出処理を施した。析出処理は、900°C-1000°Cの温度で行った。

(2) 組織観察と組成分析

溶体化処理や析出処理などの熱処理をした試料、および熱間鍛造した試料については、走査型電子顕微鏡(SEM)電子線後方散乱(EBSD)により観察を行った。また組成分析は、電子線マイクロアナライザー(EPMA)で行った。粒子サイズ、体積分率などの画像解析は、IMAG-Jを用いて行った。

(3) 熱間鍛造

熱間鍛造は、冷間圧延後の試料から直径 6mm、高さ 9mm の試料を切出し、所定の熱処理を施した後に Thermecmaster-Z を用いて、様々な温度でひずみ速度 0.1-0.001/sで行った。その際、昇温時間を 90s とし、保持時間を 60s とした。

4. 研究成果

(1) Co-Al-W 合金の γ' 相の成長挙動

Co-9Al-10W 合金で、析出 γ' 相の成長挙動について調査を行った。図 1 に 168 時間熱処理した時の SEM 像を示す。いずれの温度においても、立方体状の γ' 相が整合析出していると考え

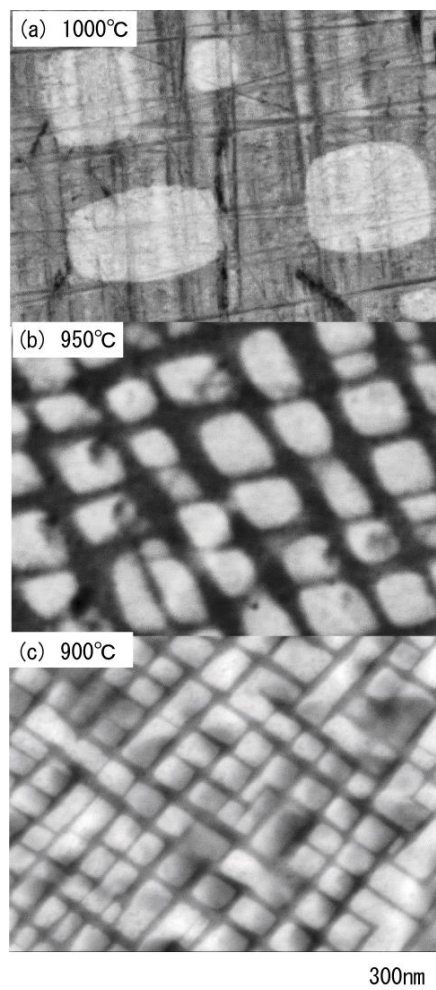


図 1 析出 γ' 相の SEM 像

られるが、1000°Cのほうが900°C比較すると、いくぶん角が丸くなっている。これは、高温のほうが、母相と析出相の濃度ギャップが小さく、整合ひずみが小さいことを意味していると考えられる。また、 γ' 相の大きさは1000°Cのほうが大きくなっている。図2は、 γ' 相のサイズの時間依存を示している。

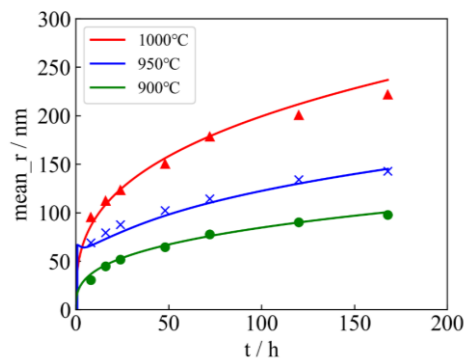


図2 γ' 相粒子の成長挙動

時間が大きくなるほど、析出物の粒子サイズが大きくなるのがわかる。また、温度が高いほど成長速度が速いことがわかる。このデータをLSW(Lifshitz-Slyozov-Wagner)理論で解析した結果、成長速度指数はおよそ3で界面エネルギーは、900°Cの時は0.127J/m²、950°Cの時は0.085J/m²、1000°Cの時は0.076J/m²であった。成長速度指数から、体積拡散が律則していることは明らかである。低温になるほど界面エネルギーが大きくなるのは、界面エネルギーには格子ひずみの効果も含まれており、低温になるほど格子ミスフットの寄与が大きくなったと考えられる。このことは、 γ' 相粒子形状変化とも一致している。

(2) Co-Al-W合金の熱間加工

冷間圧延を施さなかった試料については、加工性が悪く熱間鍛造を行うことができなかった。一方、冷間圧延を施した試料は、初期粒径が100-130 μ m程度であり、熱間鍛造することが可能であった。図3に980°Cにおける熱間鍛造における応力-ひずみ曲線を示す。応力がピークを示し、加工に伴い軟化を示すことは、動的再結晶を生じていることを示唆している。図4は、加工後のIPFマップを示している。低ひずみ速度では、殆ど再結晶しているのにもか

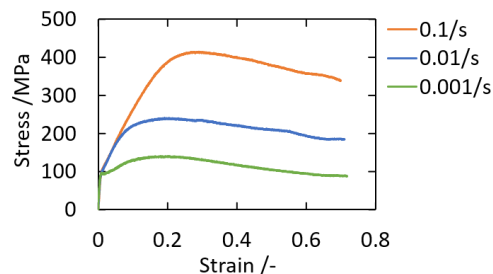


図3 980°Cにおける応力-ひずみ曲線

980°C

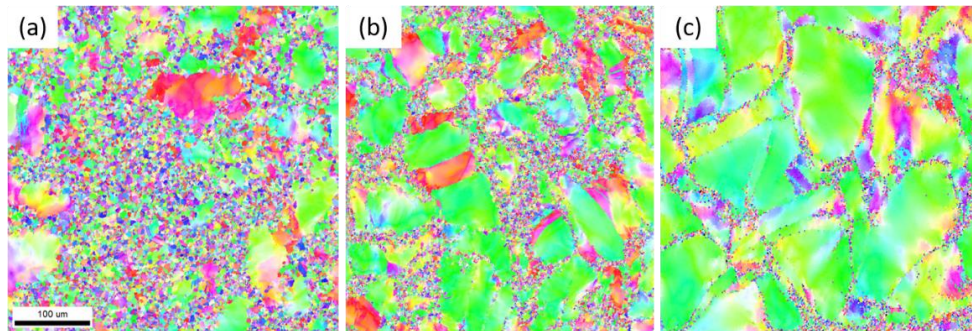


図4 980°C 24時間時効した試料の圧縮後の組織のIPFマップ

(a)0.001/s,(b)0.01/s,(c)0.1/s

かわらず、高ひずみ速度では、再結晶があまり進行していないことがわかる。再結晶部分の母相の平均粒子径は5-10 μ m程度で非常に微細なものとなっていた。この傾向は、Ni基超合金と同様の傾向である。図5は、時効時間を変えた試料(γ' 相の大きさが変化している)の応力-ひずみ曲線である。図3と同様に、ピーク応力を示したのちに、応力が軟化していることから、動的再結晶が生じていると考えられる。時効時間が短い(γ' 相のサイズが小さい)ほうがピーク応力が小さい傾向がある。これは、析出強化機構が、析出物のカッティングによるものと推察される。また、再結晶分率は時効時間が短いほど高くなる傾

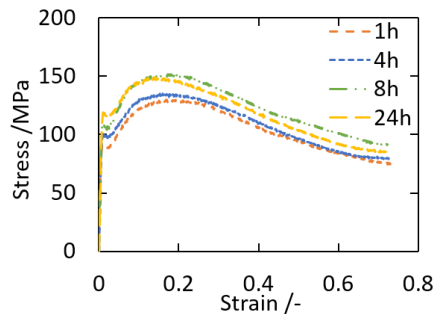


図5 970°Cにおける応力-ひずみ曲線

向がみられた。加工後の γ 相のサイズは 200-300nm と加工前の 5-10 倍の大きさとなっていることが確認された。これは加工中に転位を通じた拡散により、拡散が加速されて、粒子成長が加速されたことが原因と考えられる。図 6 は再結晶後に残留している粗大な γ '相粒子の IPF マップを示している。整合に析出していた γ 相が非整合化していることがわかる。このことは、母相が再結晶する際に、 γ 相は取り残され、そのため母相とは特殊な結晶方位関係をもたない非整合 γ '相粒子になったと考えられる。事前に粗大化してなくても、加工中の γ 相の成長速度は速く、加工と非整合化には適していることが明らかとなった。

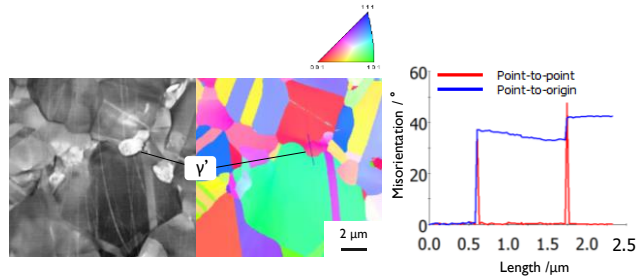


図 6 熱間加工後の IPF マップ像

(3) Co-Al-W-Ni-Ti-Ta-B 合金の γ ' 相の成長挙動

図 7 は、Co-Al-W-Ni-Ti-Ta-B 合金の γ ' 相粒子の成長挙動を示している。本合金においても成長指数は、だいたい 3 であり体拡散律速であることがわかる。120 時間の時に著しく粒子径が大きくなっているのは、粒子の凝集がおきたものを 1 つの粒と計測しているためである。

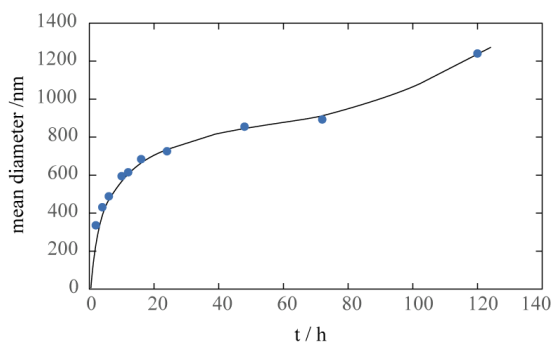


図 7 γ ' 相粒子の成長挙動

(4) Co-Al-W-Ni-Ti-Ta-B 合金の熱間加工

図 8 は、熱処理時間を変えた Co-Al-W-Ni-Ti-Ta-B 合金の熱間圧縮による応力-ひずみ曲線を示している。この曲線においてもピーク応力を示し、高ひずみになると軟化することから、動的軟化が生じていると考えられる。また、降伏応力は、時効時間が長いほど低くなる傾向がある。このことは、この合金では、析出強化がオロワン機構により生じていることを示唆している。時効時間が長いほど動的再結晶率が高くなる傾向を示した。このことは、Co-Al-W 系の時には、時効時間は短めのほうが加工荷重は低く、一方、Co-Al-W-Ni-Ti-Ta-B 合金では時効時間が長いほうが、加工荷重が低くなることを示している。動的再結晶した部分の母相の平均粒径は 4-6 μ m 程度あり、Co-Al-W 系の時とはほぼ同じである。図 9 は再結晶後に残留している粗大な γ '相粒子の IPF マップを示している。Co-Al-W 合金と同様に整合に析出していた γ '相が非整合化していることがわかる。従って、非整合化メカニズムには、析出強化の機構は関係ないことが明らかとなった。

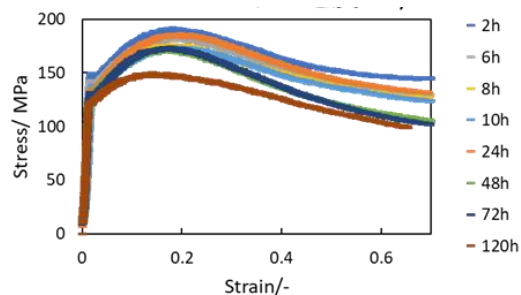


図 8 1180°C で応力-ひずみ曲線への時効時間の影響

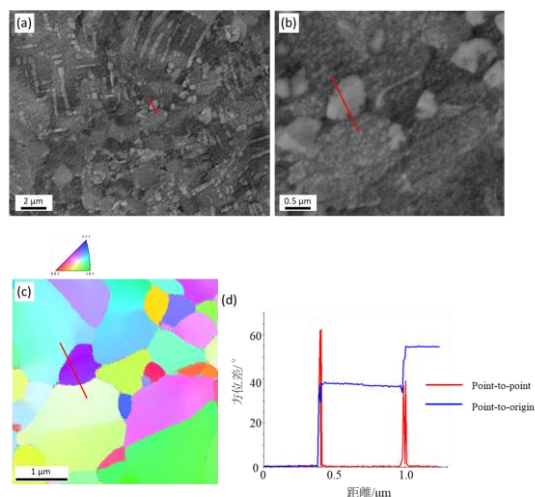


図 9 熱間加工後の IPF マップ像

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計7件（うち査読付論文 7件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Ruan Jingjing, Ueshima Nobufumi, Li Haoge, Oikawa Katsunari	4. 巻 20
2. 論文標題 Phase equilibria, martensitic transformations and deformation behaviors of the subsystem of Cantor alloy-low-cost Fe-Mn-Cr alloys	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materialia	6. 最初と最後の頁 101231 ~ 101231
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.mtla.2021.101231	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Li Haoge, Ruan Jingjing, Ueshima Nobufumi, Oikawa Katsunari	4. 巻 867
2. 論文標題 Investigation on the γ -phase-related equilibria in Cr-Mn-Co system	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of Alloys and Compounds	6. 最初と最後の頁 159024 ~ 159024
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jallcom.2021.159024	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Li Haoge, Ruan Jingjing, Ueshima Nobufumi, Oikawa Katsunari	4. 巻 867
2. 論文標題 Investigation on the γ -phase-related equilibria in Cr-Mn-Co system	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of Alloys and Compounds	6. 最初と最後の頁 159024 ~ 159024
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jallcom.2021.159024	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Li Haoge, Ruan Jingjing, Ueshima Nobufumi, Oikawa Katsunari	4. 巻 127
2. 論文標題 Experimental investigations of fcc/bcc phase equilibria in the Cr-Mn-Ni ternary system	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Intermetallics	6. 最初と最後の頁 106994 ~ 106994
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.intermet.2020.106994	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Aoki Chuya, Date Masayoshi, Ueno Tomonori, Ohno Takehiro, Oikawa Katsunari	4. 巻 51
2. 論文標題 Generation and Progress Behavior of Strain-Induced Abnormally Large Grains in Superalloy 718	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Metallurgical and Materials Transactions A	6. 最初と最後の頁 4022 ~ 4032
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s11661-020-05838-6	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Ruan J.J., Ueshima N., Oikawa K.	4. 巻 814
2. 論文標題 Growth behavior of the δ -Ni ₃ Nb phase in superalloy 718 and modified KJMA modeling for the transformation-time-temperature diagram	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of Alloys and Compounds	6. 最初と最後の頁 152289 ~ 152289
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jallcom.2019.152289	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 J.J. Ruan, N.Ueshima and K. Oikawa	4. 巻 814
2. 論文標題 Growth behavior of the δ -Ni ₃ Nb phase in superalloy 718 modified KJMA modeling for the transformation-time-temperature diagram	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of Alloys and Compounds	6. 最初と最後の頁 152289
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jallcom.2019.152289	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計23件 (うち招待講演 2件 / うち国際学会 5件)

1. 発表者名 S.P. Pendem, N. Ueshima, K. Oikawa
2. 発表標題 Phase equilibria and Diffusion kinetics in Fe-Co-Mn ternary system
3. 学会等名 MRM2021 (国際学会)
4. 発表年 2021年

1 . 発表者名 H.G. Li, N. Ueshima, K. Oikawa
2 . 発表標題 Phase equilibria of the subsystem of Cantor alloy - Cr-Co-Mn alloys
3 . 学会等名 MRM2021 (国際学会)
4 . 発表年 2021年

1 . 発表者名 N.Ueshima, C. Aoki, T. Osada, S. Horikoshi, A. Yanagida, H. Murakami, T. Ishida, Y. Yamabe-Mitarai, K. Oikawa, N. Yukawa, J. Yanagimoto
2 . 発表標題 Development of a prediction model and process-microstructure-property database on forging and heat treatment of superalloy 720Li
3 . 学会等名 The 14th International Symposium on Superalloys (Superalloys 2021) (国際学会)
4 . 発表年 2021年

1 . 発表者名 K. Oikawa, N. Ueshima, J. J. Ruan
2 . 発表標題 Grain growth behavior and dissolution behavior of γ -phase near solvus temperature of superalloy 718
3 . 学会等名 Thermec ' 2021 (招待講演) (国際学会)
4 . 発表年 2021年

1 . 発表者名 P. S. Pragna, N. Ueshima, K. Oikawa, T. Koyama, Y. Tsukada
2 . 発表標題 Determination of Mobility parameters in FCC Co-Fe-Mn Ternary System
3 . 学会等名 日本金属学会2022年春季(第170回)講演大会
4 . 発表年 2022年

1. 発表者名 李 浩歌、上島伸文、○及川 勝成、韓 光植、阿部 太一、大沼 郁雄
2. 発表標題 Cr-MnおよびCr-Mn-Co系の熱力学的解析
3. 学会等名 日本金属学会2022年春期(第170回)講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 スリ プラグナ ベンデム、上島伸文、及川勝成
2. 発表標題 Interdiffusion in Co-Fe-Mn alloys
3. 学会等名 粉体粉末冶金協会2021年度秋季大会(第128回講演大会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 中村丞、上島伸文、及川勝成
2. 発表標題 Alloy 720Liの熱間圧縮における動的再結晶と流動応力の内部変数モデルの構築
3. 学会等名 第72回塑性加工連合講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 李浩歌、上島伸文、及川勝成
2. 発表標題 Cr-Mn系とCr-Mn-Co系状態図の熱力学アセスメント
3. 学会等名 日本金属学会2021年秋期(第169回)講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 中村丞、上島伸文、及川勝成
2. 発表標題 '相の影響を考慮したAlloy720Liの流動応力モデリング
3. 学会等名 日本金属学会2021年秋期(第169回)講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 スリ プラグナ ベンデム、上島伸文、及川勝成
2. 発表標題 Diffusion Kinetics in Ternary Co-Fe-Mn Alloy
3. 学会等名 日本金属学会2021年秋期(第169回)講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 三川陸、荻野勇人、上島伸文、及川勝成
2. 発表標題 Ni-Nb二元系及びNi-Cr-Nb三元系合金の実験状態図
3. 学会等名 日本金属学会2021年秋期(第169回)講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 H. G. Li, N. Ueshima, K. Oikawa,
2. 発表標題 Experimental investigations on Cr-Co-Mn ternary phase diagram
3. 学会等名 日本金属学会2020年秋期(第167回)講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 J. J. Ruan, N. Ueshima, K. Oikawa
2. 発表標題 Phase equilibria in Mn rich corner in Mn Fe Cr ternary system
3. 学会等名 日本金属学会2020年秋期(第167回)講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 中村丞、上島 伸文、及川 勝成
2. 発表標題 Internal State Variablesモデルを用いたAlloy 720Liの流動応力モデリング
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第180回秋季講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 中村丞、上島伸文、及川勝成
2. 発表標題 転位密度ベースモデルを用いたAlloy 720Liの流動応力モデリング
3. 学会等名 日本塑性加工学会第71回塑性加工連合講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 廣川大樹, 上島伸文, 及川勝成
2. 発表標題 Co基超合金の熱間鍛造による γ' 相の析出形態への影響
3. 学会等名 第19回 日本金属学会東北支部研究発表大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Sri Pragna Pendem, N. Ueshima, K. Oikawa
2. 発表標題 Phase Equilibria in Ternary Fe-Co-Mn System at 900
3. 学会等名 第19回 日本金属学会東北支部研究発表大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 H. G. Li, N. Ueshima, K. Oikawa
2. 発表標題 Investigation and thermodynamic assessment on the γ -phase-related equilibria in Cr-Mn-Co system
3. 学会等名 日本金属学会2021年春期(第168回)講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 S. P. Pendem, N. Ueshima, K. Oikawa
2. 発表標題 Phase equilibria and diffusion kinetics in Fe-Co-Mn ternary system
3. 学会等名 日本金属学会2021年春期(第168回)講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 N. Ueshima, D.X. Wen, J.J. Ruan, K. Oikawa
2. 発表標題 Microstructure evolution during dynamic recrystallization and meta-dynamic recrystallization in superalloy718
3. 学会等名 FIMPART'19 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 上島伸文, J.J. Ruan, 温東旭, 及川勝成
2. 発表標題 Ni基超合金の加工組織モデリングと予測
3. 学会等名 日本金属学会第165回講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 廣川大樹, 上島伸文, 及川勝成
2. 発表標題 時効熱処理中のCo-9Al-10Wの '相成長挙動
3. 学会等名 日本金属学会第165回講演大会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究 分 担 者	上島 伸文 (Ueshima Nobuhumi) (10733131)	東北大学・工学研究科・助教 (11301)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------