

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 3 年 6 月 18 日現在

機関番号：11301

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2019～2020

課題番号：19K23566

研究課題名(和文) Stabilizing gamma prime phase using Suzuki segregation to enhance the creep resistance of Co-Ni-based superalloy

研究課題名(英文) Stabilizing gamma prime phase using Suzuki segregation to enhance the creep resistance of Co-Ni-based superalloy

研究代表者

卜 華康 (Huakang, Bian)

東北大学・金属材料研究所・助教

研究者番号：30796230

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,100,000円

研究成果の概要(和文)：申請者ら、超合金の基地を強化ため、鈴木効果と γ' 強化を利用、Co-Ni基超合金を開発した。開発した超合金は室温で高温も延性が低い、クリープ試験を行うと、短い時間内に破断した。断面を観察すると、粒界割れたことを分かっていた。原因は粒界が弱いと考えた。そして、粒界を強化するため、ReがBも添加すると有効を意識し、本計画を提案した。1wt%Reを添加すると、よく伸び、さらに2wt%を添加、引張伸び率が室温で23%、700度で15%に達成した。Reの2wt%を添加、最適化するところを確認された。又は、組織観察により、 γ' 相粗大化を抑えるメカニズムを提案した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

鈴木効果に関する研究は長い時間で興味になっている。特に積層欠陥エネルギー低い生体材料CCM合金における、鈴木偏析が発生しやすい。申請者ら、CCMをベースにして、 γ' 強化を導入、Co-Ni基超合金を開発した。さらに、鈴木偏析は高温で γ' 相粗大化を抑える効果を初発見した。本提案はSTEM観察を行った、その粗大化抑えるメカニズムを解明した。さらに、このCo-Ni基超合金は延性が低い、耐クリープ性が悪い。耐クリープ性アップするため、Reを添加した。Reを添加すると、延性がよく改善された。特に、2wt% Reの添加は、最適化するところを確認された。この研究結果により、未来もといい合金の開発を目指している。

研究成果の概要(英文)：Co-Ni-based superalloy was designed via Suzuki segregation strengthening which showed excellent mechanical properties at RT and high temperature. However, it shows low ductility and poor creep resistance at high temperature. The reason was attributed to the weakness of grain boundary which gives rise to intercrystalline fracture. Thus, it is necessary to enhance the strength of grain boundary. Thus, in the present research proposal, 1, 2, and 3 wt% Re was added into the developed Co-Ni-based superalloy to study how Re influence the grain boundary. Beside that little B is also will be introduced to further strengthening the grain boundary. After addition of 1, 2, and 3 wt% Re, the tensile elongation increased to 14%, 23%, and 20% at RT respectively while 8%, 15%, and 18% at 700 °C. the brittleness was obviously improved due to the enhancement of grain boundary. And the mechanism of how Suzuki segregation slowed down the coarsening of γ' phase was figured out via STEM observation.

研究分野：加工プロセス工学

キーワード：Superalloy Ni-Co-based alloy Suzuki segregation gamma prime

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

高温で超合金の γ' 相の粗大化速度を低減するため、鈴木偏析強化を導入して新しい Co-Ni ベースの超合金を開発した。開発された超合金は、室温から 700 °C までの温度で優れた機械的特性を示した。たとえば、引張降伏応力は 700 °C で 1200 MPa に達した。しかし、開発された Co-Ni ベースの超合金は、引張試験に破断伸びは 3 ~ 7 % と低い値を示していた。さらに、高温で (700 °C) の耐クリープ性がよくない。その原因は粒界が弱く、結晶間破壊を起こす (脆性破壊) ことと考えられた。したがって、粒界の強度を高める必要がある。以前の研究結果によって、Re および B を Ni ベース超合金に添加すると延性が向上する可能性があることを示している。その原因は粒界に沿って Re、B の析出物を形成すること。現在の研究提案では、1、2、および 3 wt% の Re を開発された Co-Ni ベースの超合金に添加され、Re が粒界にどのように影響するかを研究したいである。それに加えて、粒界をさらに強化するために少量の B も導入される。

2. 研究の目的

現在の研究提案の研究目的：

- (1) 鈴木偏析が γ' 相の粗大化を抑制するメカニズムを解明する。
- (2) 高温で鈴木偏析による γ' マトリックスと γ' 相の両方を安定化することによりの超合金の耐用年数 (クリープ寿命) を延長する。

3. 研究の方法

鈴木偏析が γ' 相の粗大化を抑制するメカニズムを解明するため、SEM および走査型透過電子顕微鏡 (STEM) で微細構造を観察し、マトリックス内と γ' 相周辺の偏析元素を確認する。延性が向上するため、さまざまな Re/B 添加し、鍛造材を作る。熱間鍛造、冷間圧延、および時効後、微細構造、特に粒界の形態を SEM、TEM、および STEM によって調査する。延性と強度を調べるため、室温と高温の両方での引張試験を実施する。

4. 研究成果

4.1 鈴木偏析が γ' 相の粗大化の影響

図 1 に示すように冷間圧延と時効後、鈴木偏析と呼ばれる積層欠陥エネルギーの減少により、Cr、Co、Mo が積層欠陥リボンに沿って偏析することが観察された。 γ' 相の周りに積層欠陥が形成されると、個々の γ' 相ナノ粒子を単離する。

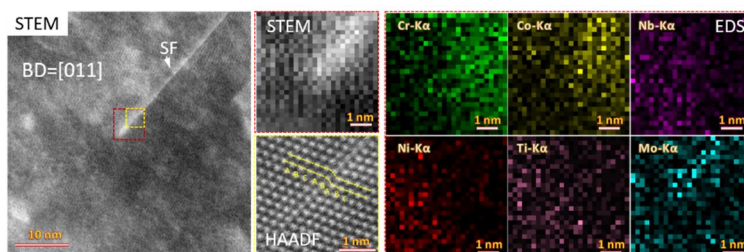


図 1 積層欠陥リボンに沿って偏析することが観察された

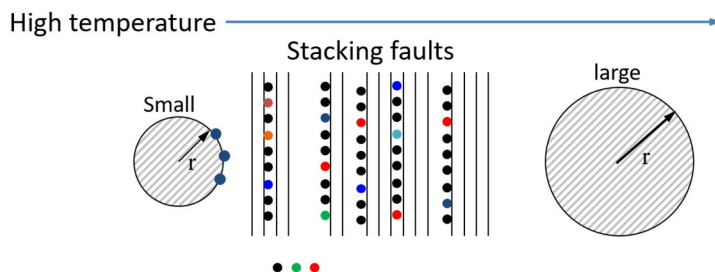


図 2 鈴木偏析が γ' 相の粗大化の影響

一般に、図 2 に示すように超合金における γ' 相の粗大化は小さな γ' 相がマトリックスに溶解し、ここで大きな γ' 相は合金マトリックス中の小さな γ' 相を犠牲にして成長する。これはオストワルド熟成と呼ばれる。本合金では、偏析した元素が転位の動きを抑制し、 γ' 相の形成元素の小さな γ' 相からマトリックスへの拡散速度と、マトリックスから大きな γ' 相の表面への拡散速度を低下させた (図 2)。2 つの γ' 相粒子の間にある積層欠陥は小さな γ' 相の溶解と大きな γ' 相の吸収の両方を抑制された。このように、 γ' 相の粗大化は、積層欠陥に沿って偏析した溶質原子 (鈴木偏析) によって効果的に減速された。

目的(1) “鈴木偏析が γ' 相の粗大化を抑制するメカニズムを解明する”を達成された。

4.2 Re/B を添加して粒界を強化

図 3 に示すように、Re/B を添加した後、強度が下がってないままで室温と高温での引張伸びを改善されました。

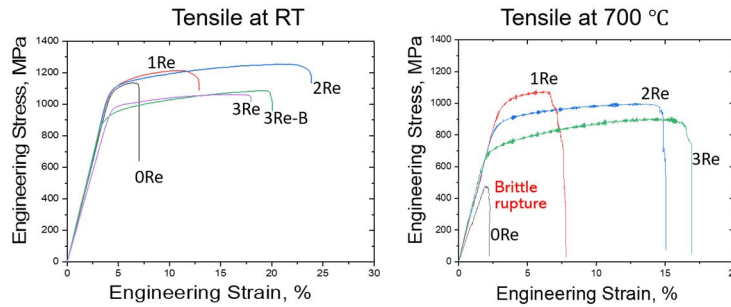


図 3 引張実験によって現在の合金に Re / B を添加した後に室温と高温での引張伸びを改善された。

室温で 1 wt% Re を添加すると、引張強度が 0Re 合金とほぼ同じですが、引張伸びはほぼ 2 倍になりました。さらに、2 wt% Re を添加すると、引張伸びは 23% になりました (0Re 合金の場合、室温での引張伸びは 7% ぐらいである)。引張強度も下がらないことを確認された。これ結果により、Re の添加が粒界の弱さを改善したことを示した。さらに、3 wt% Re を添加すると、引張伸びはまだ 20% を超えている。しかし、引張強度は 0Re、1 Re と 2 Re 合金に比べて低下した (図 3)。その理由は、Re を添加すると、粒界に析出物が出できた。この、析出物はマトリックスに Cr、Mo などを吸収され、固溶強化効果の減少による軟化と考えられた。さらに、少しの B を添加しても、強度と延性の影響はあまりないことを確認された。

700 の場合、0Re 合金に比べて、1、2、と 3 wt% Re を添加し、室温での同じように引張伸びをなっていた (図 3)。図 3 示すように 1、2、と 3 wt% Re を添加した場合、引張伸びは 8%、15%、と 18% に達した。1 Re と比べると 2 Re および 3 Re 合金の引張強度が下がりました。それは室温でのと同じ原因と考えられていた。それでも、2 Re の場合、700 °C での引張強度は 1000 MPa を超え、伸びは 15% ぐらいのは、優れた機械的特性を示す。

また、図 4 に示すように 700 °C での引張試験後の破壊断面を観察結果によって、脆性破壊から延性破壊への変化を確認された。0Re 合金では、結晶粒界が弱い、結晶間破壊が見られた。これは、粒界に析出物の欠乏が SEM 観察によっても確認されていた。1 wt% Re 添加後、破壊の一部は延性のある形態を示します。Re が 2wt% 増加すると、典型的な延性破壊を示す、多くのディンプルが観察された。3 wt% Re を添加後、粒界に沿って析出物を観察された。したがって、開発された Co-Ni ベースの超合金に Re を添加すると、現在の提案で予想されるように、粒界が強化された。開発された Co-Ni ベースの超合金における鈴木偏析によって '相の粗大化を抑制、安定化することができ

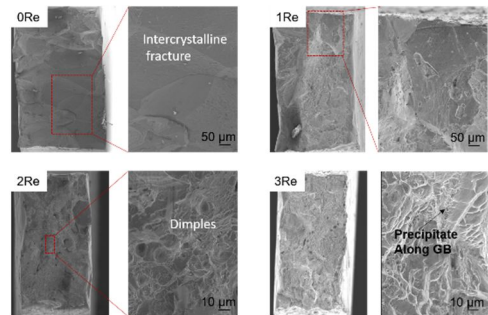


図 4 Re を添加した後の 700 °C での引張試験後の破壊形態

る。さらに、Re を添加により粒界を強化しながら脆性を改善された。目的(2) : " 高温で鈴木偏析による マトリックスと '相の両方を安定化することよりの超合金の耐用年数 (クリープ寿命) を延長する " を達成された。

まとめとして、本提案では、STEM 観察によって鈴木偏析がどのように '相の粗大化を抑制するのメカニズムを解明するための効果的な研究計画を立てていた。さらに、開発された Co-Ni 基超合金に Re を添加すると、粒界の強化により脆性が明らかに改善された。この超合金における、Re 添加粒界の強化及び鈴木偏析による マトリックスと '相の両方の微細構造を安定化と組み合わせ、高温での耐用年数 (クリープ寿命) を延長出来るの保証を提供した。本提案の目的を達成された。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 1件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Lingxiao Ouyang, Rui Luo, Yunwei Gui, Yun Cao, Leli Chen, Yujie Cui, Huakang Bian, Kenta Aoyagi, Kenta Yamanaka, Akihiko Chiba	4. 巻 788
2. 論文標題 Hot deformation characteristics and dynamic recrystallization mechanisms of a Co-Ni-based superalloy	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 139638 ~ 139638
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.msea.2020.139638	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 該当する

〔学会発表〕 計5件（うち招待講演 0件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 Huakang Bian, Kenta Yamanaka, Akihiko Chiba
2. 発表標題 A novel high entropy superalloy strengthened simultaneously by Suzuki segregation and γ' phase
3. 学会等名 2019年度日本塑性加工学会東北・北海道支部若手研究発表会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Lingxiao Ouyang, Huakang Bian, Kenta Yamanaka, Akihiko Chiba
2. 発表標題 High Temperature Deformation characteristics and microstructure evolution of a novel high entropy superalloy
3. 学会等名 2019年度日本塑性加工学会東北・北海道支部若手研究発表会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Lingxiao Ouyang, Huakang Bian, Yujie Cui, Kenta Yamanaka, Kenta Aoyagi, Akihiko Chiba
2. 発表標題 The microstructure and mechanical properties of a high entropy superalloy at elevated temperatures
3. 学会等名 金属学会秋期講演大会（165回）
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 卞華康, 歐陽凌霄, 崔玉傑, 山中謙太, 千葉晶彦
2. 発表標題 The influence of B and Re addition on the microstructure and mechanical properties of Co-Ni-based superalloy
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 卞華康, 歐陽凌霄, 崔玉傑, 山中謙太, 千葉晶彦
2. 発表標題 Enhancing the ductility of Co-Ni-based superalloy at room and elevated temperatures by Re addition
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 2021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

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