技術論文

Technical Paper

ニッケル基超合金の熱間鍛造における

ひずみ回復による軟化現象および第二相析出の影響

櫻井信吾*1,大竹拓至*1,岡島琢磨*2,藤原正尚*1,木村利光*1,湯川伸樹*3

Softening Behavior by Strain Recovery During Hot Forging of Ni-Based Super-Alloys and Influence of Precipitated Secondary Phase Shingo SAKURAI, Takuji OTAKE, Takuma OKAJIMA, Masanao FUJIWARA, Toshimitsu KIMURA and Nobuki YUKAWA

Synopsis

Free forging is one of the forming processes for Ni-based super-alloys to make large parts such as gas turbine discs. For the free forging it is becoming popular to design the process sequence using forging simulation software. The load prediction during the forging should have good accuracy to simulate the forging limit. However, the database of flow stress in ordinary commercial software does not take account of softening behavior by dynamic strain recovery or recrystallization, so that the predicted forging load often does not at all correspond to the actual values during the free forging. In this paper, the softening behavior during a two-step compression test was investigated for Alloy718, which is a common super-alloy although the microstructure is complex due to possibility of two intermetallics precipitating as δ -phase and γ "-phase. Consequently it was made clear that the precipitation of δ -phase accelerated the softening during the forging and the behavior depended on the holding temperature and time in the forging process. A new formula for flow stress was developed from the softening behavior and introduced into the simulation software "simufact forming", so that the accuracy of the predicted forging load could be improved.



日本における一次エネルギーの国内供給は石油・石 炭・天然ガスといった化石燃料の燃焼による火力発電の 割合が大きく,全体の90%以上を占めるため¹⁾,省エ ネルギーの観点から火力発電の熱効率向上は重要であ る.火力発電の熱効率は年々向上し,最新鋭の1600℃ 級コンバインドサイクル発電では約54%を達成してお り,今後1700℃級までの燃焼温度向上により57%程 度までの向上が見込まれている²⁾.火力発電の熱効率向 上には燃焼温度の上昇が効果的である.火力発電用ガス タービンの燃焼側部品のうちディスク・ブレードには高 温での強度・耐食性に優れたニッケル基超合金が用いら れることが多い.このうち、火力発電用ガスタービン ディスクは熱間での鍛造により成形され、その多くは型 鍛造により製造されるが、大同特殊鋼(以下、当社とい う)では自由鍛造により成形する.自由鍛造のプロセス 設計は有限要素法による鍛造・熱処理シミュレーション を用いる手法が一般的であり、特に鍛造荷重予測精度は プロセス設計精度に大きく影響する要素であるが、市販 のシミュレーションソフトウェアには熱間でのひずみ回 復や軟化現象が考慮されておらず、予測精度は低い.

2016年 6月 10日 受付

- *1 大同特殊鋼㈱技術開発研究所(Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd)
- * 2 大同特殊鋼㈱技術開発研究所, 工博(Dr. Eng., Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd)
- * 3 名古屋大学大学院工学研究科, 工博(Dr. Eng., Graduate School of Engineering, Nagoya University)

そこで本報告では、これら製品に汎用的に用いられる Alloy718 について、ディスクの熱間自由逐次成形工程 に着目し、その有限要素法による荷重予測精度向上を目 的とした軟化現象の定量評価を行うことを目的とする.

2. 超合金の鍛造プロセス設計

2. 1 熱間逐次成形における鍛造荷重予測

当社では、火力発電用ガスタービンディスクを自由逐 次鍛造で成形するが、これは、単純形状の金敷を用いる ことによる型費の低減と、適切な鍛造パス設計により所 望される組織・特性を創り込むために必要な製品個体内 の均質性の向上を目的とする.一方、鍛造プロセスは複 雑となり、多岐にわたるため、パス設計が非常に難し い.

Fig. 1 に、一般的なガスタービンディスクの製造プロ セスを示す.製品の機械特性は組織に大きく影響される が、組織に与える鍛造条件の要素としては、熱処理の温 度と時間、および鍛造時の圧下率、圧下速度、さらにリ ヒートと鍛造の繰り返し回数が挙げられる.機械特性に 優れた微細組織を得るには、一度の鍛造工程での一定以 上のひずみ量付与と、適切な温度・時間での加熱処理、 その両方を満たす必要がある.当社では、対象素材の組 織形成に必要なデータベースを採取し、これらを鍛造シ ミュレーションに組み込み、鍛造プロセスを設計してい る. このとき、鍛造コスト抑制の面で、打撃数は最少化 する必要があり、これは、鍛造に用いるプレスの容量を 最大限活かした圧下条件での設計により満たされる.そ のため、シミュレーションによる荷重予測精度は、鍛造 パス設計を行う上で非常に重要である.

鍛造シミュレーションにおいて, 鍛造荷重は, 対象素 材の温度ごとの変形抵抗と, 被鍛造材の形状から予測さ れる. 今回対象とする熱間の自由逐次鍛造では, 打撃間 に被鍛造材の再結晶, ひずみ回復による加工硬化の減少 といった, いわゆる軟化現象が発生するため, 打撃ご との加工硬化を単純加算して鍛造荷重を予測することは 不可能である. 軟化の発生による加工硬化の減少の定 量評価と, 鍛造シミュレーションへの導入による鍛造荷 重予測精度の向上について, 著者らはニッケル基超合金 Alloy706 を対象にこの軟化率の影響を取り込み, 熱間 逐次成形時の荷重予測精度を向上させる手法を採用して いるが³⁾, 今回対象とする Alloy718 は, 鍛造・熱処理 プロセスにおいて, 種々の第二相組織が形成される可能 性があるため, これらの影響を考慮する必要がある.



Fig. 1. Ordinary forging process of gas turbine discs made with Nickel-based super-alloy.

2. 2 ニッケル基超合金Alloy718

Alloy718は析出強化型ニッケル基超合金であり、母 相は保持温度によらず y 相単相であり、1173 K 付近で 保持することでδ相, 973 K付近でγ"相を析出する.代 表的な成分を Table 1 に示す. Alloy718 は, 1273 K 付 近の鍛造温度域で相変態を生じないため、一般的に組 織の微細化には加工熱処理による再結晶が必要である. Fig. 2 に, Alloy718 の再結晶, 粒成長挙動の一例を示す. Alloy718においては一定量の相当塑性ひずみの導入と, 一定温度条件での熱処理により,結晶粒度 #4 程度まで の微細組織が得られる4). さらに, 高温強度を要するガ スタービンディスクにおいてはさらなる組織微細化が必 要な場合があり、長時間の析出処理により意図的に多量 に析出させたδ相を, 鍛造による分断と加熱による球状 化を繰り返して微細分散させ、ピン止め効果を用いた鍛 造プロセスを適用する必要がある. なお, δ相の析出処 理は鍛造温度以下の温度条件で 10⁵ s 単位の熱処理を必 要とし、相計算ソフトウェア ThermoCalc で計算された 飽和析出量に近い析出量が得られる. この析出熱処理に より得られる析出量は、 鍛造時やリヒート時に不可避的 に析出・固溶する量に比べ十分多い.

従来の Alloy718 の鍛造シミュレーション用データ ベースでは、 δ 相の析出・固溶状態を考慮した再結晶・ 粒成長挙動は詳細に調査・適用されているが、 δ 相の析 出が軟化挙動におよぼす影響は十分に定量評価されてい ない、そのため、Alloy718 の軟化率の評価には、 δ 相を 析出させた試験片、析出させなかった試験片の両方の条 件について、調査を実施した.



Table 1. Chemical composition of Alloy718 (mass%).



軟化率の評価 3.

供試材 3. 1

試験片には Alloy718 の真空溶解材を 🛯 22 に丸棒鍛造 した素材を用いた. δ相を析出させない試験片について は1253 K×2 hr の熱処理後,水冷により組織凍結し, 結晶粒度 #4(粒径 88.4 μm) に調整した. δ相を析出さ せた試験片については、1188 K × 36 hr の δ 相析出処理 を実施した.これは、保持時間に対して効率的に析出量 が増加する条件を事前に ThermoCalc により計算した結 果によるものである. その後, 1253 K × 2 hr の熱処理 と水冷処理により、結晶粒度#4に調整した、熱処理完 了後の組織写真を Fig. 3 に示す.

軟化率評価試験 3. 2

Fig. 4 に, 試験に用いた(㈱鷺宮製作所製の熱間加工シ

ミュレータを示す. 本試験機は誘導加熱装置, プレス 機、水冷装置が一体となっており、温度、ひずみ、ひず み速度制御が可能である.また、ロードセル、変位測定 機により、荷重 - 変位が測定可能である。軟化率を定量 評価するにあたり、加工硬化分の応力と、熱間保持中の 加工硬化の回復分の応力をそれぞれひずみ変化分に対 応させ、その割合としての軟化率を定義する. そこで、 Fig. 5, Table 2 に示す条件で2 段の圧下試験を実施し た.このとき、試験片と金敷との間に摩擦が生じると、 試験片の不均一変形による局所的なひずみの増加から, 圧下量とひずみ量の1:1対応が取れなくなり、その後 の熱処理での軟化量を正確に見積ることができない、そ こで、試験片と金型との間の摩擦を限りなくゼロに近づ けるため、試験片上部に潤滑剤塗布用の窪みを設け、シ リコーンオイルとガラス粉を混合した潤滑材を塗布し た. 試験により測定された真応力 (σ) – 真ひずみ (ϵ) の関係(以下, s-s曲線という)について,初段圧下の 結果から、降伏点からの真応力増分である加工硬化量を 求めた.また,熱処理後の2段目の圧下では,降伏点の





(a) without δ-phase Fig. 3. Microstructure of the prepared specimen,

(b) with δ-phase

without δ-phase(heat treated by 1253 K x 2 hr) and with δ -phase(heat treated by 1188K x 36 hr then 1253 K x 2 hr).



Fig. 4. Appearance of forging simulator (500 kN).

採取と、初段の s-s 曲線との比較により、応力・ひずみの回復量を求めた。

軟化率は、熱処理温度・時間条件のほか、熱処理中の 組織変化にも影響される。特に、熱間での多段鍛造工程 では、再結晶の進行状況が大きく影響すると考えられ る. 再結晶挙動を定量評価するため,水冷後の試験片を 湿式エメリーソーを用いて端面中心を通る縦断面にて 半切し、エメリー紙#120、#240、#400、#800、#1000、 #1500 で研削後, アルミナ3 µm 懸濁液を研磨剤として 鏡面研磨した. その後、10%シュウ酸水溶液を用い、 電圧 0.2 V. 通電時間 90 s の条件で電解腐食したのち、 光学顕微鏡により100倍,400倍の組織写真を撮影した. 鍛造後の試験片切断面において、高さ方向に2分の1, 径方向に4分の1の位置を基準とし、100倍隣接視野で 上下に3視野分,計6視野の組織写真を撮影し,再結晶 面積率,再結晶粒径を測定した。再結晶面積率は写真の 600 µm 範囲内での再結晶面積を画像解析ソフトウェア WinROOF2013 により求め、測定面積に対する割合とし て評価した. 再結晶粒径は, 測定した再結晶面積を測定 範囲に含まれる結晶粒数で割り、その平方根、公称粒径 を採用した.

Fig. 6に、2段圧下試験の結果から得られる s-s 曲線 のモデルを示す.実線は1段目圧下,破線は2段目圧下 時のものである.表記・計算の都合上、2段目圧下開始 時のひずみ ϵ_{2s} は、1段目圧下完了時のひずみ ϵ_{le} と同等 とした.このとき、 ϵ_{2s} は、1段目の圧下で得られた s-s 曲線中、同等の応力 σ'_{2s} を必要とする加工硬化分までひ ずみが回復しているとし、この時のひずみ量を ϵ'_{2s} と定 義した上で、軟化率 X_{soften} を

$$X_{\text{soften}} = \frac{X_{\text{rex}}}{X_{\text{soften}}} \tag{1}$$

と定義した.



Fig. 5. Sequence of 2-step compression test.

Material	Alloy718
Workpiece dimension (mm)	φ15×22.5
Reduction (%)	20, 40
Strain rate (s ⁻¹)	6.7
Holding temperature (K)	973, 1073, 1173, 1273
Holding time (s)	3 (All temp.), 30, 300, 3600 (1173, 1273 K only)
δ-phase	precipitated



softening ratio from stress-strain curves.

3 軟化率を考慮した鍛造荷重 予測精度検証試験

本研究で導出・定式化した軟化率による,熱間逐次 鍛造における荷重予測精度の改善効果を確認するため, 前節で定式化した軟化率を有限要素解析ソフトウェア simufact.forming11.0 に導入した.本ソフトウェアでは, 有限要素解析を用いて塑性加工の解析を実施し,環境お よび対象温度,加工速度および方向,加工対象や金敷の 形状,といった各種加工条件から,鍛造荷重やユーザー が定義した加工対象の組織等を計算可能である.

軟化率導入による鍛造荷重予測精度向上を確認するため、4段圧下試験を実施し、採取した鍛造荷重を鍛造シ ミュレーションと比較した.このとき、比較対象とする 鍛造シミュレーションは、軟化率導入あり、軟化率導 入無しの2条件で実施した.試験条件をFig.7, Table 3 に、鍛造シミュレーション条件を Table 4 に示す.

Table 2. Forging condition of 2-step compression test.



Fig. 7. Sequence of 4-step compression test.

Table 3. Forging condition of 4-step compression test.		
Initial micro structure	with δ-phase	
Workpiece size (mm)		
Reduction (%)	15	
Average strain rate (s ⁻¹)	6.7	
Holding temperature (K)	1173	

10

Table 4. Condition of simulation of 4-step compression

Holding time between blows (s)

test.

Software		Simufact.forming 11.0
Analyzed model		2D axis symmetry
Specimen		Plastic-Elastic
Tools		Rigid
Used flow stress		Experimental
Contact condition		Sheer friction <i>m</i> =0.85
Heat conductivity [kW/m²K]	to air	0.12
	to tools	5
Softening ratio		used / not used

3. 4 結果および考察

4.1 軟化率測定結果および δ相有無の影響

熱間逐次成形時の軟化現象は,動的軟化と静的軟化 の2種類に大別される⁵⁾.動的軟化はひずみの累積によ る加工硬化が,加工中の転位の上昇運動や再結晶により 抑制および減少するものであり,その影響は s-s 曲線上 に明確な数値となって現れる.Fig.8に動的軟化を伴う s-s 曲線のイメージ図を示す.s-s 曲線の形状は加工速度 と軟化進行速度に大きく影響し,加工硬化の累積に対し

軟化進行が速い場合,応力は最大値をとった以後一定量 の軟化を経て、単位時間当たりの加工硬化と軟化が釣り 合った以降は一定値となる.柳田,柳本らは、この動的 軟化現象を詳細に調査し、モデル式を提案している⁶⁾. 一方、静的軟化は、動的軟化と同じメカニズム、転位の 上昇運動や再結晶により生じるため、熱処理の温度と時 間に律速されると考えられる.しかしながら、加工を伴 わない工程のため、1段圧下での s-s 曲線上には現れず、 2段以上の圧下試験での s-s 曲線の採取と保持前後の変 化を軟化分として評価する必要があり、その定義手法に は、応力の減少割合とする手法と、ひずみ量の減少割合 とする手法とがある.このうち,応力の減少割合を用い る手法は、高温・大ひずみ等条件など、動的軟化が大き く、ひずみ増加に対する加工硬化の増分がゼロになる場 合等では,正しく軟化率を定量評価できず,評価の信頼 性に乏しいことを,著者らは明らかにしている³⁾. そこ で本研究では軟化現象の評価として、高温保持によるひ ずみ量の減少割合を軟化率として評価することとした.





一連の試験から得られた軟化率*X_{soften}*を, Fig. 9 に示
す. 高温・長時間保持により軟化率の値が大きくなる
傾向が得られた. 先行研究に倣い, Avrami 型の式 (2),
(3) で定式化した軟化率の時間変化を, Fig. 9 にプロットした⁷⁾.

$$X_{soften} = 1 - \exp\left\{\ln - 0.5 \times \left(\frac{t}{t_{0.5}}\right)^n\right\}$$
(2)

$$t_{0.5} = C_1 \times \varepsilon^{c_2} \times \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$$
(3)

ここで、tは圧下間の保持時間、n, C_1 , C_2 は定数, Qは軟化の進行に必要な活性化エネルギー、Rは気体定 数、Tは保持温度であり、 δ 相を析出させた試験片、析 出させなかった試験片の両条件について、上記定数をま とめたものを Table 5 に示す. Qに、 δ 相析出有無で若 干の差分が見られたが, 誤差分と考える. Fig. 10 に, δ 相を析出させなかった試験片について, 973 K, 1073 K, 1173 K, 1273 K で, それぞれ 1 時間保持した条件での組 織写真を示す. 973 K, 1073 K の保持条件では, 鍛造方 向に垂直に伸長した組織のみが観察され, 再結晶の発生 は認められなかった. 1173 K の保持条件では伸長した 粗大組織を囲むように, 粒界から微細かつ等粒状の再結 晶粒が発生・成長する様子が観察され, 1273 K の保持 条件ではほぼ全面が等粒状の再結晶組織で形成されてい た. Fig. 11 に, 1173 K および 1273 K における再結晶面 積率の時間変化を示す. 組織写真から明らかであった通 り, 高温・長時間ほど再結晶が進行していた.





Table 5. Calculated value from experimental data and

the equations (2), (3).

Q	540 (with δ-phase)
(kJ)	545 (without δ-phase)
C1	1.52×10 ⁻²⁷
C ₂	-2.79
n	0.128



Fig. 10. Microstructures after 2-step compression test using the samples without δ-phase.





軟化現象は、加工により材料内部に生じた加工硬化が、 熱処理により回復する現象である。加工硬化は転位の蓄 積により生じ⁸⁾、その軟化の主な要因として、転位の上 昇運動による逆向き転位の合体による消滅と、粒界など に蓄積した転位が新たな粒界となる再結晶が挙げられる。 逆向き転位の合体による回復は低ひずみ・低温領域から 発生するものの遅く、再結晶による回復は高ひずみ・高温 領域でのみ発生するが速い、両者は同時に発生し、ひず み回復の手段として競合する関係にあるが⁹⁰温度により 回復量全体に対する寄与の割合は変化すると考えられる。 Fig. 12 は、これらをモデル化したものであり、Fig. 13 は 試験結果をプロットしたものである. ここから, 軟化に 対する再結晶による回復の寄与は温度に大きく影響され ることがわかる. すなわち, Fig. 13 より, 高温になるほ ど転位の上昇・消滅による回復の寄与が低下する傾向が 得られた.なお、再結晶がごく短時間で完了する高温条 件下では、再結晶が完了した状態にも関わらず軟化が完 了せず, Fig. 13の1273 K × 30 s 保持の結果のように, 数値の逆転がみられることがある.これは、加工中、動 的再結晶によりひずみが回復した後の結晶粒に対し,再 度,再結晶が生じない程度の小さなひずみが付与される ことで加工硬化が生じ、これが熱処理時に軟化した分と して表現されていると考えられる. Fig. 14 に, 1073 K, 打撃間時間3sの2段圧下試験から得られたs-s曲線を示 す.1段目,2段目問わず,δ相の析出により加工硬化が 減少する傾向が得られた.これは、δ相の析出による変 形抵抗のピーク応力が低下する報告¹⁰⁾から説明できる. また, δ相の析出による母相の界面エネルギーの増加が 再結晶を抑制する報告¹¹⁾もあり、δ相の析出により生じ た母相-δ相界面は、母相同士の粒界を介し、粒界同様 に転位の拡散パスとして働き,特に高温領域での動的軟 化の促進, すなわち加工硬化の減少を生じさせたと考え られる. Fig. 15 に, δ相を析出させた試験片, δ相を析出 させなかった試験片,それぞれを1173 K条件で熱処理し たものの組織写真を示す.いずれも再結晶面積率は20% 程度であり、δ相の析出有無が再結晶の進行におよぼす 影響は無いと考えられる。初期粒径の差が降伏点や加工 硬化特性におよぼす影響については、初期粒度を#4程度 に揃えたことで、無視できると考える.以上より、本実 験条件において、軟化に影響する加工硬化量、および再 結晶面積率について、δ相の析出有無は影響せず、Table 5に示す通り、軟化を進行させる活性化エネルギーにも 影響が無い結果となったと考えられる.



Fig. 13. Relationship between time recrystallized area fraction and softening ratio.





Fig. 12. Schematic illustration of relationship between time, recrystallized area fraction and softening ratio.



Fig. 14. Stress-strain curves of 2-step compression test with / without δ-phase.



(a)without δ-phase
(b)with δ-phase
Fig. 15. Microstructure of specimens without δ-phase
and with δ-phase after the compression and
heat treatment.

軟化率を考慮した荷重予測 3. 4. 2 およびその精度検証

Fig. 16 にδ相を析出させた試験片での4段圧下試験 についての変位 - 荷重の測定および計算結果を示す. 実 測の鍛造荷重に対し,軟化率を導入した鍛造荷重予測結 果は、軟化率を導入しなかった場合に比べ、格段に予測 精度が向上した.

また,2段目以降で軟化率を導入しない条件で鍛造荷 重が低く見積られる傾向にあった.これは、応力の極大 値を持つ s-s 曲線について、ひずみの増加に対して応力 が減少する条件が計算に用いられたためである.



Fig.16. Comparison of the forging load for the specimen with δ -phase between experimental and simulation or without softening effect.



Alloy718の熱間逐次成形を模擬した一連の多段圧下 試験とその解析により、以下の知見を得た.

- 1) Alloy718は十分な塑性ひずみが加わった状態で 1173 K 以上の環境で保持すると粒界に再結晶を生じ、軟化 挙動のメカニズムが転位の上昇運動によるひずみ回 復から,再結晶へと変化する傾向が認められた.
- 2) Alloy718に析出, 鍛造・熱処理による δ相を微細分散 化することで粒界ピン止め効果を生じ、軟化現象を 促進する効果があることが分かった.
- 3)得られた軟化率を有限要素解析ソフトウェアに導入 し,予測精度検証試験として, δ相を析出させた試験 片を用いて 4段圧縮試験を実験および計算で実施し, 定式化した軟化率の導入により荷重予測精度が向上 することを示した.

(文 献)

- 資源エネルギー庁:平成27年度エネ 経済産業省 ルギーに関する年次報告 第2部1章 国内エネ ルギー動向, 144.
- 2) 経済産業省 資源エネルギー庁 総合資源エネル ギー調査会 長期エネルギー需給見通し小委員会: 第5回会合 資料3.2
- 3) 櫻井信吾, 森加奈恵, 岡島琢磨, 吉田弘明, 大竹 拓至,石川孝司:第64回塑性加工連合講演会予稿 集, 289.
- 4) 八田武士, 廣中智久, 吉田広明, 五十川幸宏, 益永敦郎: 電気製鋼, 78(2007), 215
- 5) 瀬沼武秀, 矢田浩, 松村義一, 浜鍋修一, 中島浩衛: 鉄と鋼, 70(1984), 1392.
- 6) A. Yanagida and J. Yanagimoto: Material Science and Engineering, A 487 (2008), 510.
- 7) C. M. Sellars: Int. Conf. Hot Working and Forming Process, Metal Society, (1980), 3
- 8) 日本金属学会編:『新版転位論:-その金属学への応 用-』, 丸善株式会社, (1971), 50.
- 9) 古林英一:『再結晶と材料組織: 金属の機能性を引 きだす』, 内田老鶴圃, (2000), 69.
- 10) H. Yuan and W. C. Liu: Material Science & Engineering A, 408(2005), 281.
- 11) A. Agnoli, M. Bernacki, R. Loge, J. M. Franchet, J. Laigo and N. Bozzolo: Superalloys 2012, (2012), 73.







櫻井信吾

大竹拓至

岡島琢磨







藤原正尚

木村利光