

技術資料

Technical Data

Alloy718 の逐次鍛造条件がその後の異常粒成長挙動におよぼす影響

大竹拓至*

Influence of Incremental Forging Conditions on Abnormal Grain Growth Behavior in Alloy718

Takuji OTAKE

Synopsis

Alloy718 is one of the most popular Ni-based superalloys. The pinning effect of δ phase must be used for fine grains. Therefore, hot working and Solution Treatment (ST) are generally performed under δ -solvus temperature. However, it is known that ST with low plastic strain leads to Abnormal Grain Growth (AGG). Since coarse grains may cause a decrease in tensile and fatigue strength, it is necessary to predict and avoid AGG. Previous studies have investigated the effects of strain and strain rate by single compression tests, but few studies have shown the effects of incremental forgings, such as free forging. This study investigated the effect of incremental forging conditions on abnormal grain growth behavior in Alloy718 by two-step compression tests. As a result, it was found that AGG behavior differs depending on the reduction balance in incremental forging, even if the total reduction is the same. Under the test conditions (forging temperature: 980 °C, strain rate: 0.5 s⁻¹, ST: 980 °C for 2 h), AGG occurred when the plastic strain at the 2nd reduction was 0.05 to 0.09. The average grain size after ST was greatly affected by the distribution of Grain Orientation Spread (GOS) values, which represent the strain energy in each grain. It was confirmed that the higher the area fraction with GOS values less than 0.45 °, the smaller the average grain size after ST.

1. 緒言

近年、火力発電設備には発電効率向上のために大型化、燃焼温度の上昇が求められており、耐熱性に優れる Fe-Ni 基超合金 Alloy718 などが使用される。火力発電設備の心臓部の構成部材であるガスタービンディスクは、高温で高速回転するブレードを保持する必要があることから、高温での引張強さ、引張耐力や低サイクル疲労強度が求められ、それらの特性を満足するためには結晶粒を微細化することが有効である。ディスク製品は大型の

鍛造プレスを用いた型鍛造や自由鍛造により成形されるが、安定した製品の品質を得るため、鍛造条件や熱処理温度を緻密に制御しながら製造される。特にこれまでに筆者らは、自由鍛造によるディスク製造工程の最適化を目的に、有限要素シミュレーションを活用した鍛造荷重予測や形状、ミクロ組織、機械特性評価に関連したさまざまな研究・技術開発を実施してきた^{1)~4)}。

Alloy718 の場合、結晶粒微細化のためには再結晶と金属間化合物である δ 相 (Ni₃Nb) のピンニング効果を利用する必要があり、再結晶温度以上かつ δ 相の固溶

2023年8月11日 受付

* 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

温度以下となる 950 ~ 1000 °C の温度範囲で熱間加工と溶体化処理 (Solution Treatment : ST) が行われることが一般的である⁵⁾。しかしながら、この結晶粒微細化過程において、低い塑性ひずみを付与したまま溶体化処理を実施すると、熱処理中の異常粒成長 (Abnormal Grain Growth : AGG) により粗粒の発生を招くことが知られている^{6) ~ 8)}。粗大結晶粒の発生は引張耐力や疲労強度の低下を引き起こす可能性があるため、AGG の発生条件を予測し回避する必要がある。先行研究では AGG の発生を実験的に再現したダブルコーン試験片による圧縮試験を実施し、ひずみやひずみ速度の影響について調査されているが、自由鍛造のような逐次鍛造が AGG におよぼす影響を示した研究は少ない。そこで本研究では、ダブルコーン試験片を用いた 2 段圧縮試験とその後の ST 処理による AGG の発生挙動の観察から、Alloy718 の逐次鍛造条件がその後の異常粒成長挙動におよぼす影響を調査した。

2. 実験方法

供試材として Fe-Ni 基超合金 Alloy718 の鍛造材を使用した。Table 1 に化学成分を示す。δ 相のピンニング効果を利用する場合、構成元素が同じ強化相である γ' 相 (Ni₃Nb) と競合するため、強度が担保されるように高 Nb での成分設計とした。インゴットは真空誘導溶解 (VIM) とエレクトロスラグ再溶解 (ESR) と真空アーク再溶解 (VAR) でのトリプルメルトにて作製した。溶解した材料は凝固組織を破壊するため δ 相固溶温度以上での分塊鍛造を十分に実施したのち、結晶粒微細化のために δ 相固溶温度以下である 980 °C にて繰り返し熱間鍛造を実施した。Fig. 1 に試験片の初期組織を示す。平均粒径 10 μm 程度の微細粒となっており、δ 相の面積率は約 4 % 程度で十分に分断・球状化がなされている。成分偏析による顕著な δ 相析出の偏りは観察されず、均一に分散した組織であった。

試験方法としてはダブルコーン試験片を使用し、(株)鷲宮製作所製の熱間加工シミュレータにより温度制御をしながら 2 段圧縮試験を実施した。Fig. 2 に試験片形状と試験条件を示す。本試験では試験温度を 980 °C、ひずみ速度を 0.5 s⁻¹、総圧下率 (=100 - 圧下後高さ / 初期高さ × 100) を 50 % に固定して、1 段目の圧下率を 50, 49, 48, 47, 46, 45, 43 %, 2 段目の圧下率を 0, 1, 2, 3, 4, 5, 7 % の間で変化させ、2 段目の圧縮後に 9 °C / s で冷却した。加工後の試験片は半分に縦断し、一つはそのまま、もう一つは 980 °C × 2 h → WC (水冷) にて ST 処理を実施した。試験片の縦断面を鏡面研磨したのち、試験片中

心部を後方散乱電子回折 (Electron BackScatter Diffraction : EBSD) により分析した。EBSD の分析方法として二つの手法を用いた。一つは正確な結晶粒径を評価するために逆極点図方位 (Inverse Pole Figure : IPF) を測定した。もう一つは各結晶粒に導入された塑性変形を評価するために、同一結晶粒内においてある測定点と残りすべての測定点間のミスオリエンテーションの平均値である GOS (Grain Orientation Spread : GOS) を測定した⁹⁾。

Table 1. Chemical composition (mass%).

Ni	Fe	Cr	Mo	Nb	Ti	Al	C
53.6	Bal.	18.0	3.0	5.3	1.1	0.6	0.02

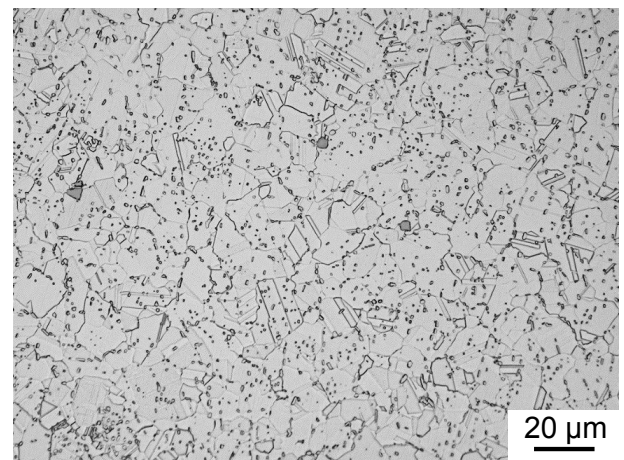
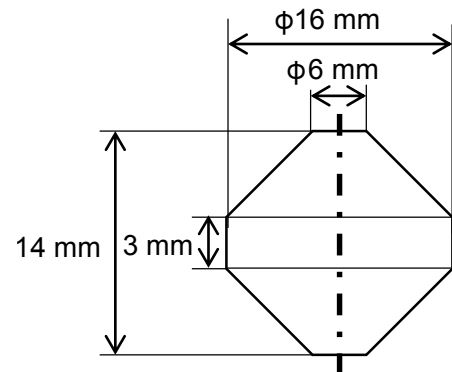
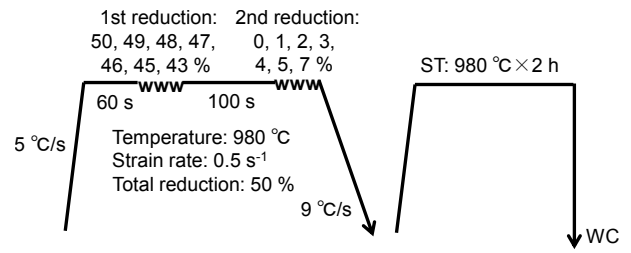


Fig. 1. Initial microstructure.



(a) Shape of the test piece.



(b) Heat patterns.

Fig. 2. Experimental procedures.

3. 結果および考察

3. 1 逐次鍛造におけるAGG発生条件

Fig. 3 に試験片中心部の IPF map を示す。なお、2 段目圧下率 0, 1, 3, 5, 7% の結果を抜粋して示している。各マップには粒界角 5° 、双晶を定義した場合の面積率で重み付けした平均粒径も記載している。全条件を通じて、ある特定の方位に偏った傾向はみられなかった。圧縮ままでは平均粒径 $3 \sim 10 \mu\text{m}$ 程度の微細粒となっていた。圧縮後 ST では圧下率の配分によりその後の粒成長が大きく異なった。特に、2 段目圧下率 1% では平均粒径が $58 \mu\text{m}$ と大きく成長しており AGG の発生が確認された。Fig. 4 に試験片中心部の GOS map を示す。各マップには面積率で重み付けした平均 GOS 値も記載している。圧縮ままでは、2 段目圧下率 3% までは 2 段目圧下率の増加とともに平均 GOS 値も増加し、2 段目圧下率 5% 以降では低下する傾向が得られた。圧縮後 ST では、全条件で平均 GOS 値は 0.3° 程度と低位であることを確認した。

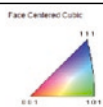
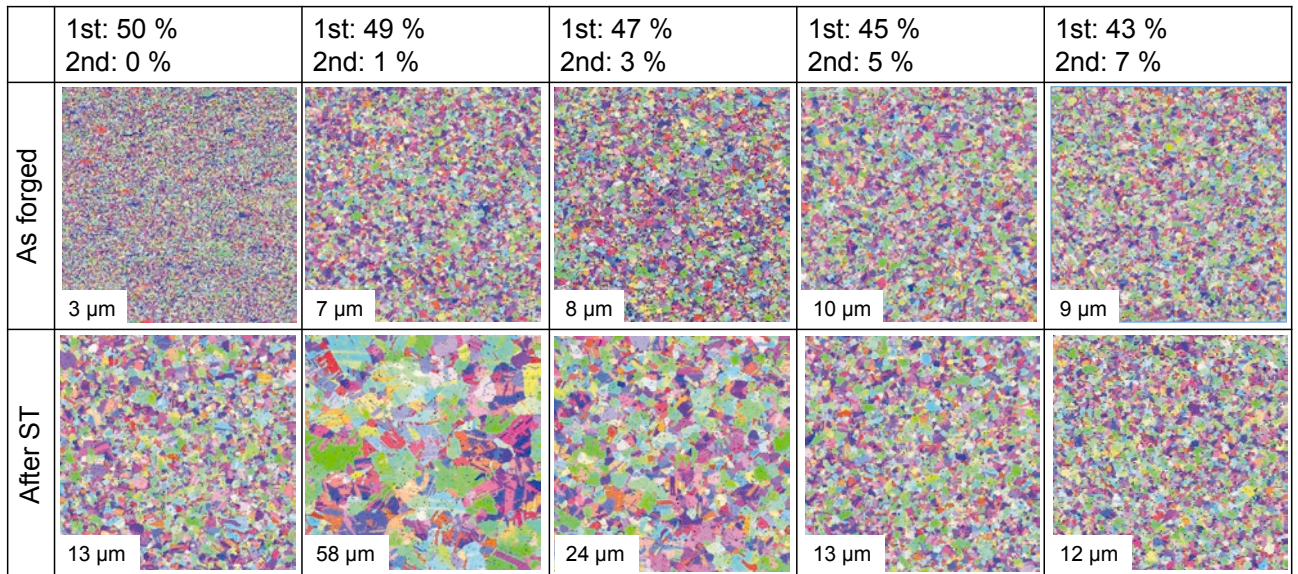
AGG の発生位置については変形中の塑性ひずみと関係することが先行研究⁵⁾ においても知られており、塑性ひずみ 0.1 程度の微小ひずみで AGG が発生するとされている。そこで、塑性加工シミュレーションソフト「Simufact Forming」を用いて相当塑性ひずみ分布を算出した。今回の試験条件では総圧下率を 50% と固定していることから、累積した最終的なひずみ分布は同一となる。圧下率配分によるひずみ分布の違いを表現するため、打撃間の回復や再結晶によるひずみ開放を想定し、2 段目圧縮開始前にひずみをキャンセルした。Fig. 5 に相当塑性ひずみ分布を示す。実験にて AGG が発生した 2 段目圧下率 1% の条件では中心部の塑性ひずみが 0.05 となり、AGG が発生しなかった 2 段目圧下率 3% 以上の条件では中心部の塑性ひずみは 0.14 以上となる。これは、先行研究⁵⁾ の 1 段圧縮試験における AGG 発生ひずみ範囲 $0.05 \sim 0.10$ とおおよそ近い結果となった。このことから、2 段圧縮試験での AGG の発生の有無は鍛造全体を通じた塑性ひずみではなく、2 段目圧下時の塑性ひずみに影響を受けると考えられる。

3. 2 AGG粒成長メカニズム考察

Fig. 6 に塑性加工シミュレーションから算出した 2 段目圧下時の塑性ひずみに対する、EBSD 測定結果から算出した ST 前後の平均粒径と平均 GOS 値の推移を示す。

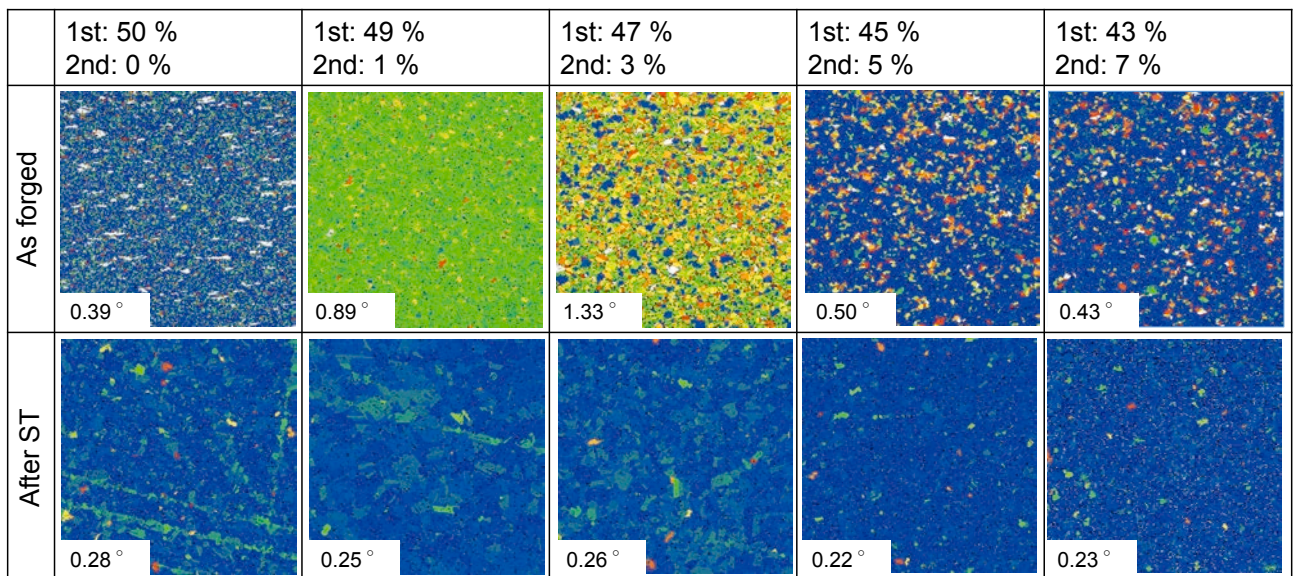
本グラフには 2 段目圧下率 0, 1, 2, 3, 4, 5, 7% のすべての結果をプロットしている。ST 前において、塑性ひずみ 0.14 まではひずみ増加に対して GOS 値の増加が確認された。これは塑性ひずみの導入に対応して粒内方位差が大きくなり、各結晶粒がもつひずみエネルギーが高くなったためと考えられる。塑性ひずみ 0.14 以上では逆に GOS 値の低下が確認された。これは加工中の動的再結晶の進行により、粒内方位差が小さい結晶粒の割合が増えたためと考えられる。ST 後の GOS 値は一律に低位となっており、ひずみエネルギーが解放されたと考えられる。ST 後の粒径は塑性ひずみ $0.05 \sim 0.10$ の範囲で粗大化する傾向が確認された。AGG は加工時に蓄積されたひずみエネルギーを駆動力として発生するとされている⁸⁾ が、ST 前の GOS 値のピークと ST 後の粒径のピークは完全には一致しない傾向であった。このことから、ST 後の粒径を決める因子として、平均 GOS 値以外の要素があると予想された。

Fig. 4 の ST 後の粒径がピークとなる 2 段目圧下率 1% の GOS map に着目すると、一様に GOS 値が高い様子が確認され、動的再結晶は発生していないと考えられる。一方、ST 前の GOS 値がピークとなる 2 段目圧下率 3% の GOS map に着目すると、所々に GOS 値が低い結晶粒が確認され、動的再結晶が発生していると考えられる。Fig. 7 に GOS map から抽出した ST 前の GOS 値分布を示す。2 段目圧下率 0% は GOS 値が低い所にピークがあり分布が偏っているのに対し、2 段目圧下率 1% では GOS 値が高い所にピークがあり広く分布している。2 段目圧下率 3% ではピークこそ GOS 値が低い所にあるが、GOS 値が高いところまで広く分布している。先行研究⁸⁾ にて AGG はひずみエネルギーを駆動力としており、ひずみエネルギーがある閾値を超えると結晶粒が析出物のピンニングを超えて成長することで、AGG が発生することが知られている。そこで、ひずみエネルギーに対応する GOS 値にある閾値を設けて面積率を整理した。先行研究では KAM (Kernel Average Misorientation) 値の約 0.8° が閾値とされていたが、今回の試験結果では AGG が発生しなかった 2 段目圧下率 0% の GOS 値分布が 0.45° 以下に偏ることから、GOS 値 0.45° を閾値とした。Fig. 8 に GOS 値が 0.45° 以下の面積率と ST 後の平均粒径の関係を示す。GOS 値が 0.45° 以下の面積率が大きいほど ST 後の粒径が小さくなっており、累乗近似で良い相関が見られた。このことから、AGG により成長する ST 後の粒径は、導入されたひずみエネルギーの総量でなく、ひずみエネルギーがある閾値以下となる結晶粒の割合によって決まると推察される。



100 μm

Fig. 3. IPF maps on the center of test pieces.



100 μm

Fig. 4. GOS maps on the center of test pieces.

Equivalent plastic strain

※Strain of 2nd reduction

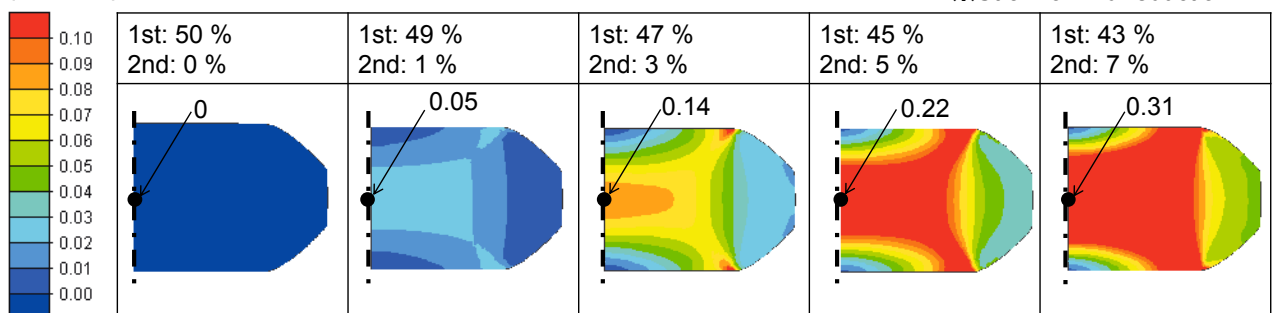
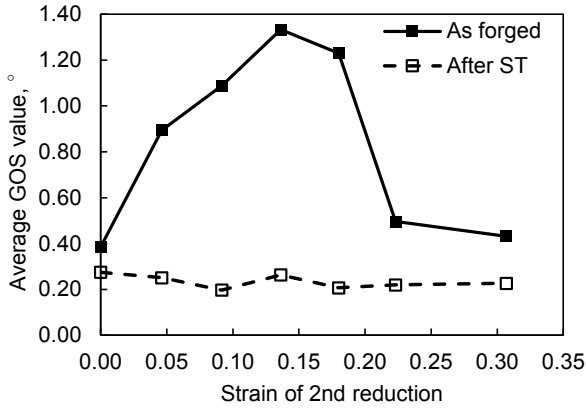
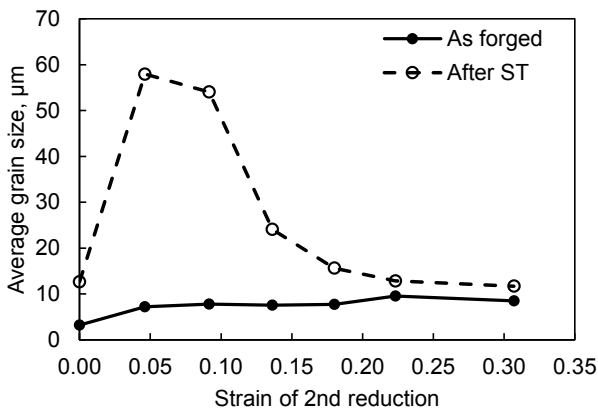


Fig. 5. Distribution of equivalent plastic strain.



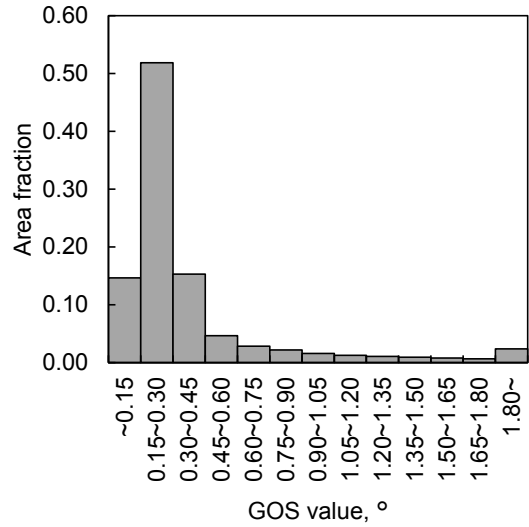
(a) Relationship between GOS value and strain.



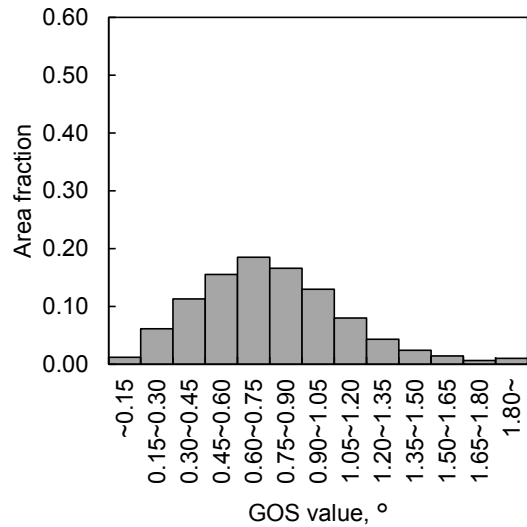
(b) Relationship between grain size and strain.

Fig. 6. Comparison of microstructural evolution between as forged and after ST.

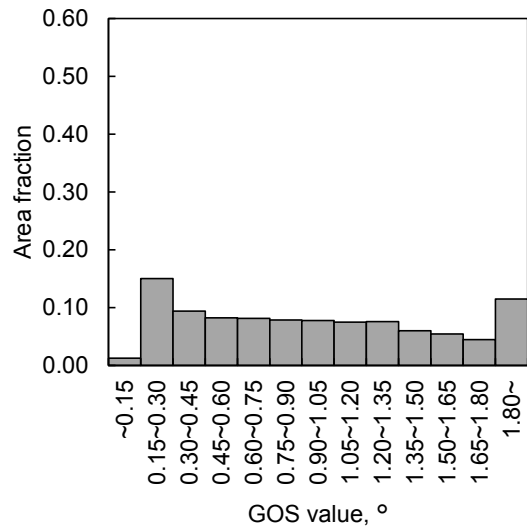
Fig. 9 にこれまでの結果より考察した AGG による粒成長メカニズムのイメージを示す。今回の 2 段圧縮試験においては、打撃間の回復や再結晶により 1 段目圧下時に蓄積されたひずみエネルギーは解消されるため、2 段目圧下時の塑性ひずみが ST 後の粒径に大きく影響すると思われる。塑性ひずみが 0.05 程度と低い段階では、動的再結晶はあまり発生せずすべての結晶粒にひずみエネルギーが蓄積される。この状態で ST をすると、AGG の核となるひずみエネルギーが低い結晶粒が少ないため、AGG による粒成長が他の粒成長と競合せずに結晶粒径が大きくなると考えられる。もう少し加工を加えて塑性ひずみが 0.14 程度になると、導入させたひずみエネルギーの総量としては最大となるが、所々で動的再結晶が発生し、部分的にひずみエネルギーが低い結晶粒ができる。この状態で ST すると、AGG の核となるひずみエネルギーが低い結晶粒が多くなり、AGG による粒成長が他の粒成長と競合することで結晶粒径があまり大きくなると考えられる。さらに加工を加えて塑性ひずみ 0.22 以上となると、ほぼ全面が動的再結晶してひずみエネルギーが低い状態となる。この状態で ST すると、AGG の駆動力となるひずみエネルギーが少ないことであまり粒成長しないと考えられる。



(a) 2nd reduction: 0 % (strain: 0).



(b) 2nd reduction: 1 % (strain: 0.05).



(c) 2nd reduction: 3 % (strain: 0.14).

Fig. 7. GOS value distribution of as forged.

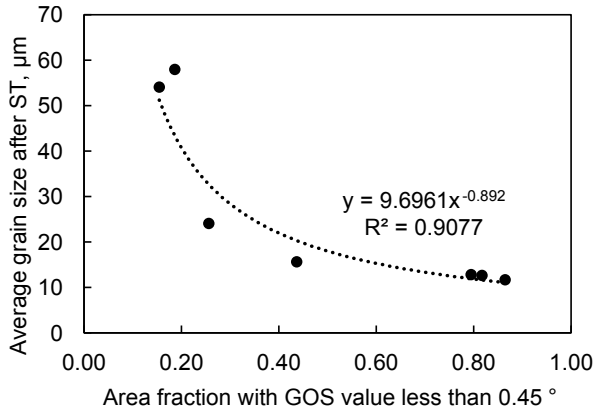


Fig. 8. Relationship between grain size after ST and area fraction with GOS value less than 0.45°.

4. 結 言

本研究では、ダブルコーン試験片を用いた2段圧縮試験とその後のST処理によるAGGの発生挙動の観察から、Alloy718の逐次鍛造条件がその後の異常粒成長挙動におよぼす影響を調査した。その結果、熱間逐次鍛造においては総圧下率が同一であっても、圧下配分によりAGGの挙動が異なることが分かった。今回の試験条件（鍛造温度980℃、ひずみ速度0.5 s⁻¹、ST条件980℃×2h→WC）においては、2段目圧下時の塑性ひずみが0.05～0.10の場合にAGGが発生する傾向が確認された。また、ST後の平均粒径は各結晶粒に蓄積されたひずみエネルギーを表すGOS値の分布に大きく影響され、GOS値が0.45°以下の面積率が高いほどST後の平均粒径が小さくなる傾向が確認された。

2nd reduction	0 %	1 %	3 %	5 %
Strain energy	Small	Medium	Large	Small
Number of nuclei	Large	Small	Medium	Large
Grain growth	Small	Large	Medium	Small

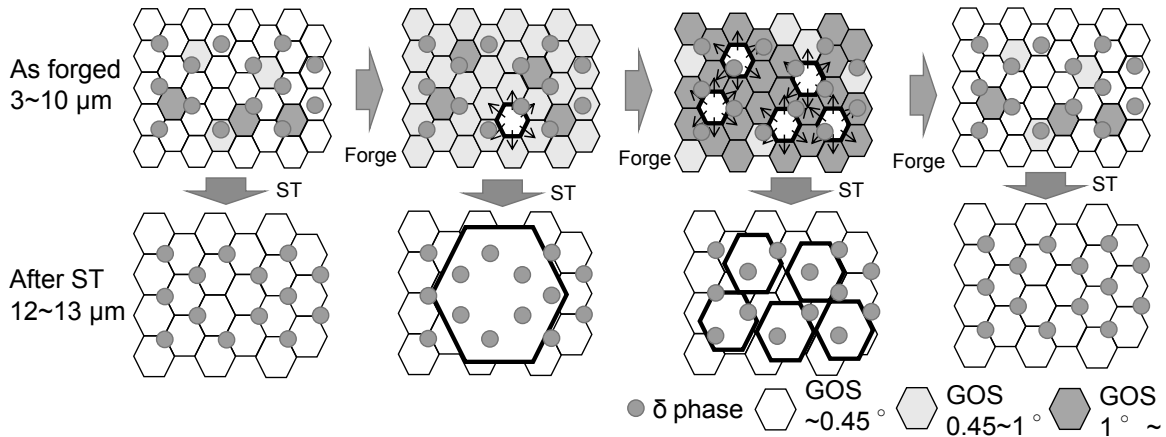
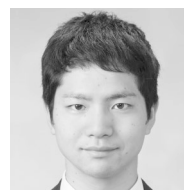


Fig. 9. Relationship between strain distributions as forged and grain size after ST.

(文 献)

- 1) 櫻井信吾, 大竹拓至, 岡島琢磨, 藤原正尚, 木村利光, 湯川伸樹: 電気製鋼, 87(2016), 13.
- 2) 大竹拓至, 岡島琢磨: 電気製鋼, 90(2019), 115.
- 3) 大竹拓至, 杉野敦, 岡島琢磨, 本橋功会, 黒田秀治, 御手洗容子: 電気製鋼, 92(2021), 101.
- 4) 大竹拓至, 杉野敦, 岡島琢磨: 電気製鋼, 93(2022), 79.
- 5) 青木宙也, 及川勝成: ぶらすとす, 4(2021), 37, 18.
- 6) E. A. Loria: Superalloys 718, 625, 706 and Derivatives, TMS, 2005, 15.
- 7) A. Agnoli, M. Bernacki, R. Logé, J.-M. Franchet, J. Laigo and N. Bozzolo: Metallurgical and Materials Transactions A, 46(2015), 4405.
- 8) C. Aoki, T. Ueno, T. Ohno and K. Oikawa: Journal of Materials Processing Tech., 267(2019), 26.
- 9) 木村英彦, 王昀, 秋庭義明, 田中啓介: 日本機械学会論文集A編, 71(2005), 712, 118.



大竹拓至