

(Ni₃Al + NiAl) 金属間化合物の

超塑性変形を利用した加工プロセスの研究

西東京科学大学 理工学部 物質工学科

助教授 落合鍾一

(平成4年度奨励研究助成 AF-92031)

1. 研究の背景

近年、実用的に有望な先端的耐熱材料としてNi₃Al及びNiAlの単相系アルミナイド金属間化合物が注目されているが、これらを組み合わせた多相系金属間化合物については研究の緒についたばかりである¹⁾²⁾。(Ni₃Al + NiAl) 2相金属間化合物は高温からの焼入れと焼戻しからなる熱調質処理を施すことによりラメラ構造を持つ微細組織とすることができ、その2相化合物は高温で超塑性を示すことが明らかとなっている³⁾⁴⁾。しかし、これまでのところNi系アルミナイドに対し超塑性変形を利用して板やパイプなどの形状に塑性加工した例は見あたらない。そこで、本研究ではNiAlとNi₃Alからなる2相系金属間化合物の超塑性加工プロセスの確立を目指して、組織及び超塑性特性におよぼす加工と熱処理の影響を調べた。

2. 研究成果の概要

2.1 実験方法

試料の組成はベースとなるNi-34mol% Al合金にボロンを微量添加したNi-33.9mol% Al-0.1mol% Bである。電解Ni (99.9%)、高純度Al (99.99%) 及びB (99.5%) を原料として、アルゴン雰囲気のもとアーク溶解炉にて溶製した。得られたボタンインゴットを遠心鑄造炉にて再溶解後円柱状鑄塊とした。これより直径3mm長さ6mmの試料を切り出し、圧縮用試験片を得た。

本研究では熱処理の影響を調べるため、1273Kx3days + 1073Kx2daysの均質化熱処理のみのもの、続いて1573Kx7.2ks保持後363Kの油浴中に焼入れ1073Kx10h

に焼戻す熱調質処理を施したもの、また均質化熱処理後、同じ熱調質処理を2段施したもの、及び加工熱処理の影響を調べるため均質化熱処理後1073Kで16%圧縮ひずみを加えた後、熱調質処理を施したものの計4種類の試料を用意した。ここで1073KはNi₃AlとNiAlの構成比率が1:1になる温度であり、1573KはNiAl単相領域となる温度に相当する。各試料について光学顕微鏡及び走査型電子顕微鏡による組織観察、X線回折試験及び1073Kでの高温圧縮試験を行った。圧縮試験は酸化防止のためアルゴンガス雰囲気とし、ひずみ速度変換試験を適用した。

2.2 実験結果及び考察

微細組織の代表例として、均質化熱処理後熱調質処理を施したものを図1に示す。(a)の光学顕微鏡写真からわかるように全体として均一微細組織となっている。(b)の走査型電子顕微鏡による組織像からNi₃AlとNiAlが交互に積み重なったラメラ構造となっていることが明らかである。2段の熱調質処理を施した試料及び加工熱処理により予ひずみを与えた後熱調質処理を施した試料においても同様な微細なラメラ構造が観察できた。しかし、これらの組織は1段の熱調質処理のみの場合と比較して、ラメラ間隔がやや増大していることが見いだされた。2段の熱調質処理を施した主な理由に、初段の熱調質処理により得られた微細2相組織をベースにすることで、マルテンサイト組織の微細化につながるがあった。しかし、溶解時に形成された旧NiAl粒界は2段の熱調質処理によっても残存し、必ずしもさらなる微細化に寄与しないことが判明した。また、1073Kでの前加工によって旧NiAl粒界が破壊し、再結晶に

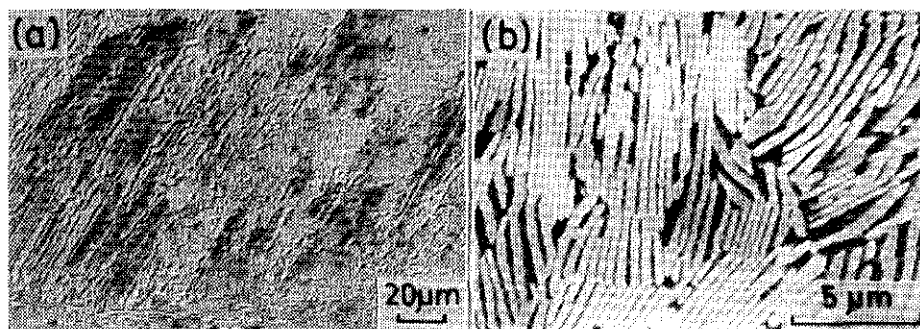


図1 熱調質処理後の組織 ; (a) 光学顕微鏡による (b) 走査型電子顕微鏡による

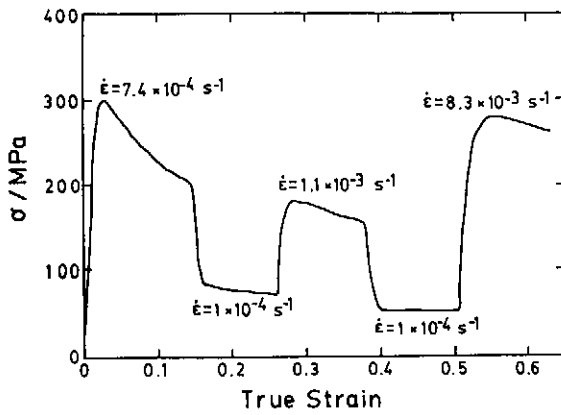


図2 均質化熱処理後熱調質処理を施した試料の1073Kにおける真応力-真歪曲線

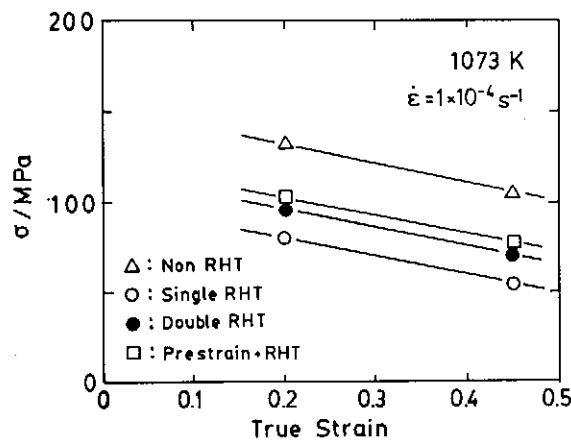


図3 変形応力に及ぼす熱処理及び予加工の影響

より組織が微細化することが期待されたが、その効果が現れたとはいえない。これは予ひずみが16%に過ぎず、鑄造組織の破壊が不十分であったことが原因と考えられる。一方、均質化熱処理のみの試料においては粒径50 μm以上の粗大なNi₃AlとNiAlから構成される組織が見いだされた。

1073Kでのひずみ速度変換法に基づく圧縮試験で得られた真応力-真ひずみ曲線の代表例として、図2に均質化熱処理後熱調質処理を施した試料の場合を示す。ひずみ速度を変えることにより5ステップの構成となっており、一般にひずみ速度が大きいほど高い変形応力となる傾向がある。本研究で調べた4種類の試料について1073K、ひずみ速度 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 一定での変形応力を比較したものが図3である。均質化熱処理のみの試料が最も変形応力が高く、1段の熱調質処理を施したものが最も小さな応力で変形することが明らかである。これに対して、2段の熱調質処理を加えたもの、また加工熱処理により予ひずみを与えたのち熱調質処理したものは両者のほぼ中間の値となった。これらの序列は組織の微細化の程度に対応していると考えられる。Backofenはネッキング発生を抑制する因子としてひずみ速

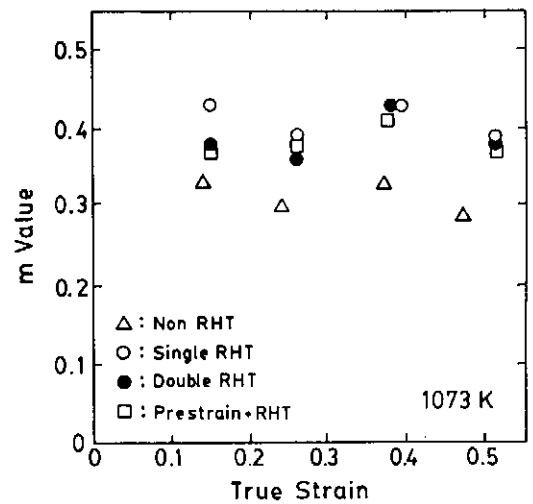


図4 m値のひずみ依存性と熱処理及び予加工の影響

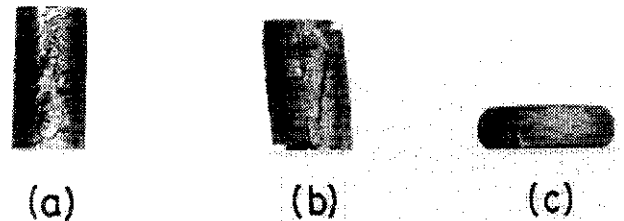


図5 熱調質処理材の形状；(a) 加工前 (b) 室温での圧縮加工後、(c) 1073Kでの圧縮加工後

度感受性指数 m 値を導入し、超塑性の目安として0.3以上であることを提唱している⁵⁾。そこで次式に基づいて m 値を求めた。

$$\sigma = A \dot{\epsilon}^m \quad (1)$$

ここで A は比例定数である。その結果を図4に示す。 m 値はひずみに対してそれほど変化しないことがわかる。1段の熱調質処理のみの試料が平均0.4の最も大きな m 値が得られ、0.3以上の超塑性条件を満たしている。2段の熱調質処理を加えたもの、また加工熱処理により予ひずみを与えたのち熱調質処理したものは、変形初期では1段の熱調質材に比べ m 値は低いものの、変形の進行と共に1段の熱調質材に匹敵する m 値が得られることがわかる。それに対して、均質化熱処理のみの試料は m 値が4種類の試料のうちで最も低く、約0.3の値であった。しかし、粗粒のNi₃AlとNiAlの2相系においてこれまでこのような高い m 値が報告された例はなく大変興味深い。

図5に熱調質処理材の圧縮加工前の試料形状 (a)、室温での圧縮加工後の形状 (b)、及び、1073Kでの圧縮加工後の形状 (c) を示す。室温での変形では10%ほどの変形ひずみの後ぜい性破壊しているのに対し、1073Kでは円盤状に

なるまで変形でき表面に亀裂は全く生じていないことが明らかである。これは超塑性変形がぜい性な本2相金属間化合物に対する有力な塑性加工プロセスであることを示唆している。

3. 結言及び今後の展開

本研究では、超塑性をNiAlとNi₃Alからなる2相系金属間化合物の塑性加工プロセスに応用すべく、組織及び超塑性特性に及ぼす加工と熱処理の影響を調べた。その結果、超塑性の発現のためには熱調質処理は1段で充分であること、また、旧NiAl粒界の消失とマルテンサイトの微細化のためには16%を超える前加工ひずみの導入が必要なことが明らかとなった。粗大な組織状態でもm値の0.3を得たことはボロン添加との関連も含めて大変興味深い。また、超塑性加工による圧縮変形で割れない円盤状製品を製造できたことは今後、本金属間化合物の塑性加工プロセスに超塑性が充分応用可能であることを示している。これらの詳細については今後のさらなる課題である。

4. 謝 辞

本研究は、天田金属加工機械技術振興財団より奨励研究助成を得て行われたものであり、ここに厚く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 落合鍾一、野口 修、上野 学；日本金属学会誌,51 (1987),686.
- 2) 落合鍾一、上野 学；日本金属学会誌,52 (1988),157.
- 3) 落合鍾一、山田郁朗、小島 陽；日本金属学会誌,54 (1990),301.
- 4) 落合鍾一、土肥義治、山田郁朗、小島 陽；日本金属学会誌,57 (1993),214.
- 5) W.A.Backofen, I.R.Turner and d.H.Avery； Trans. ASM,57 (1964),980.