

AE法によるニッケル基分散強化合金の 中間温度ぜい性に関する研究

徳島大学 工学部 機械工学科

講師 高木 均

(平成4年度奨励研究助成 AF-92029)

1. 研究の背景

ニッケル基耐熱合金の多くは、ある温度域で変形能がきわめて低下するため、熱間加工を行うときに問題になっている。これはニッケルの高温変形特性に由来すると考えられる。なぜなら、ニッケル自体が準静的な引張変形をうけると1073K付近を中心にして著しく変形能が低下する、いわゆる中間温度ぜい性を発現することが知られているからである⁽¹⁾。しかしそのぜい化発現プロセスの詳細は依然として明らかではない。そこで本研究ではNi-NiO分散強化合金および純ニッケルを用いて室温から1273Kの広い温度範囲で引張試験を実施して、両材の高温加工性を調査し、ニッケルの中間温度ぜい性に及ぼすNiO分散粒子の影響およびぜい化機構をアコースティック・エミッション法(AE法)を用いて検討することを目的とする。

中間温度ぜい性に関する研究は主に銅合金⁽²⁾⁽³⁾、分散強化合金⁽⁴⁾⁽⁵⁾、ニッケル合金⁽¹⁾⁽⁶⁾について行われている。銅合金については、大森ら⁽²⁾によって無酸素銅にも中間温度ぜい性が現れ、不純物として含有する酸素の影響ではないことを報告している。鈴木ら⁽³⁾は銅中の硫黄量を低減させた再精製純銅(S<1 mol ppm)や普通の純銅に微量のTiを添加した試料では中間温度ぜい性が現れないことを見出し、このぜい性消滅の現象は固溶硫黄量の低減により動的再結晶が起こりやすくなることに起因すると報告している。分散強化合金については、Pavinich and Raj⁽⁴⁾がCu-SiO₂合金について、尾中ら⁽⁵⁾がCu-GeO₂合金について調査し、623~773Kの温度域でぜい性が現れ、この原因として粒界上の分散粒子を起点とするボイドの発生とその後の成長によって、結晶粒界でぜい性的な破壊が起きるためであると報告している。純ニッケルについては大森ら⁽¹⁾が1123K付近で延性が最小になるが、このぜい性はひずみ速度の増大により消滅することを明らかにしている。そして、他の合金と同様に変形とともに結晶粒界に生成した微小ボイドが成長し、それらが連結・合体することにより、粒界破壊してぜい化すると報告している。

これまでの研究から、中間温度ぜい性の原因が結晶粒界に生成する微小ボイドであると認識されている。しかし、そのボイド発生機構がdeformation controlな現象か

diffusion controlな現象かということは明かではない。本研究では、発生する微弱なAE信号をモニターするため、上記の過程がdeformation controlな現象であればAEが発生すると予想されるのでこの点を明らかにすることができると考えられる。

2. 実験方法

2.1 試料作成方法

(1) 板状試験片

ペレットNi(純度99.97%以上、INCO社製)とあらかじめ作製したNi-NiO焼結ビレットをアルゴン雰囲気中で高周波誘導溶解したのち鉄製金型に铸造し、NiO量を0.3~4.2wt%まで6種類に変えたインゴットを作製した。各インゴットを冷間・熱間圧延し厚さ約1.1mmの板に加工した。この板材を試験片の長手方向が圧延方向と一致するように短冊状(55×10mm)に切断し、放電加工および研磨加工により板状試験片(標点部:12×4×1mm)に仕上げた後、結晶粒の調整を行うため真空中で1273K×3.6ksの熱処理を施して供試材とした。比較材として用いた純Ni材も同一のペレットNiを用いて同様な手順で作製した。

(2) 丸棒状試験片

用いた原材料は板状試験片と同じである。アルゴン雰囲気中で高周波誘導溶解し、鉄製金型に铸造してNiOを0.8~3.0wt%まで3種類に変えたインゴットを作製した。これらのインゴットを冷間・熱間圧延し、厚さ約12mmの板に加工した。次にこの板材を試験片の長手方向が圧延方向と一致するように角棒状(12×12×50mm)に切断し、標点部(20×φ4mm)を旋削加工した。最終的な結晶粒の調整を行うため板状試験片と同様に真空中で1273K×3.6ksの熱処理を施して供試材とした。比較材としての丸棒状純Ni材試験片は、同一のペレットNiを用いて同様な手順で作製した。

2.2 高温引張試験

高温引張試験は、インストロン形万能試験機に電気炉を取り付けて大気中で行った。試験片はカンタル線巻管状電気炉によって加熱した。温度は試験片の標点部両端にスポ

ット溶接したアルメル-クロメル熱電対 (JIS K 熱電対) で測定した。試験は室温から1273Kまでの温度範囲で初期ひずみ速度一定 (板状試験片の場合は $6.9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、丸棒状試験片の場合は $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) で行った。

2.3 AE測定

図1は、試料加熱用真空電気炉 (0.5Pa) とAE計測装置 (U-PLOT、NF社製) のブロックダイアグラムである。電気炉内の試料で発生したAE波はステンレス製導波棒 ($\phi 4 \times 330\text{mm}$ 、SUS304製、AE波減衰率 = -4dB) を介し、AEセンサー (共振周波数 = 200kHz) で電気信号に変換される。AE信号はプリアンプで50dBまで増幅し、バンドパスフィルター (100-1000kHz) をかけ、メインアンプ (ダイナミックレンジ = 50dB) でさらに増幅され対数変換した。そして、しきい値よりも大きい信号をイベントデータとして処理する。また、合計100dB増幅され対数変換されたAE信号を二乗平均したRMS電圧もペンレコーダに記録した。加熱速度は $5.0\text{K} \cdot \text{min}^{-1}$ で行った。測定温度は試料表面に固定した熱電対で測定した。なお、AE測定の際のしきい値電圧は $100 \mu\text{V}$ である。

3. 実験結果

3.1 高温引張試験結果

図2は、一例として、室温 (R. T.) から1273Kまでの6温度で丸棒状試験片を引張試験して得た分散強化材 (0.8wt% NiO) と純Ni材の公称応力-公称ひずみ曲線を示す。分散強化材の変形応力は純Ni材よりも大きくなり、NiO添加による高温強化が確認された。873K以上で試験した場合、純Ni材と分散強化材の曲線が振動している。このような応力-ひずみ挙動は純Ni材を高温で圧縮試験したときにも観察されており、この現象は変形中の動的再結晶によるものと考えられる。

図2で、破断伸びに注目すると、室温では純Ni材と分散強化材の伸びはほぼ同じになるが、873K以上で試験した場合、分散強化材の伸びは純Ni材の約半分に低下する。ただし、1273Kで試験した場合、分散強化材の伸びは純Ni材と同程度になる。

一般的に、酸化物分散強化合金の伸びは母相単相材よりも著しく小さくなることが知られており⁽⁷⁾、その理由は酸化物/母相界面において微視的クラックが容易に発生して

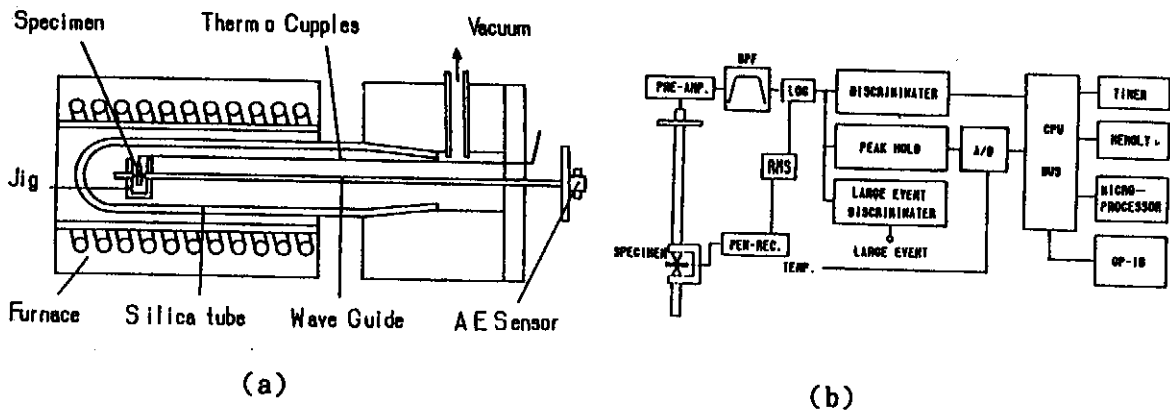


図1 試料加熱用真空電気炉 (a) とAE解析装置のブロックダイアグラム (b)

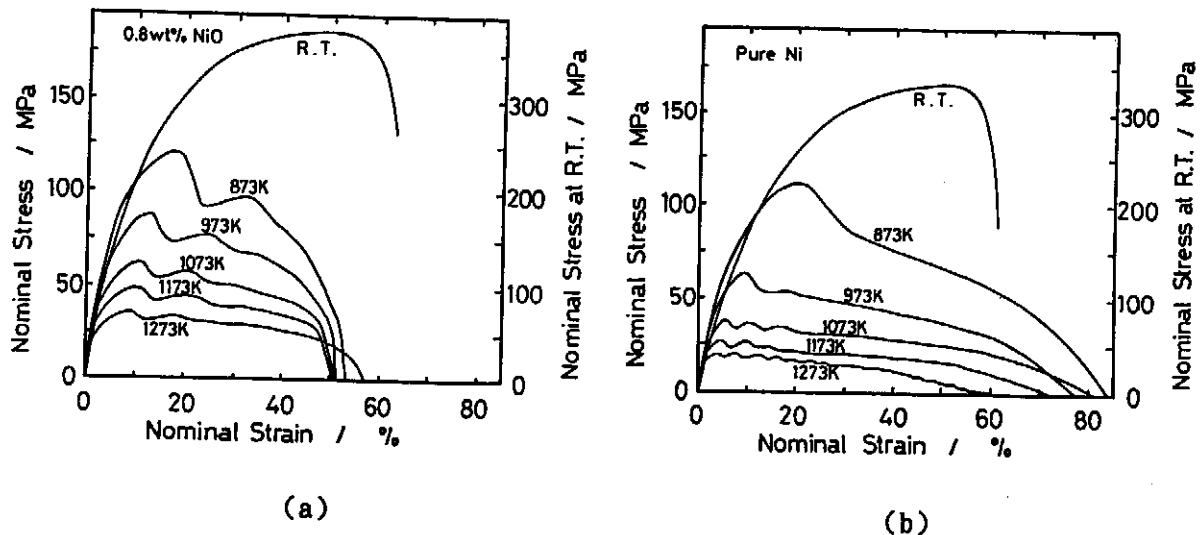


図2 種々の試験温度における分散強化材 (a) と純Ni材 (b) の公称応力-公称ひずみ曲線 (丸棒状試験片)

空洞に成長するために延性低下が起こるとされている。しかし、本研究の分散強化材の伸びはすべての試験温度で約50%以上あり十分延性的であることがわかった。この高い延性はNiO粒子自身の変形能が他の Al_2O_3 、 SiO_2 などの酸化物のそれらと比較して高いことに由来していると考えられる。すなわち、NiO粒子が変形することにより粒子回りの応力集中が緩和されるため、酸化物/母相界面に生じた微視的クラックの空洞への成長が抑制され、その結果高い延性が得られるものと考えられる。

図3はNiO量の異なる分散強化材と純Ni材の破断伸びの試験温度依存性を示す。なお、用いた試験片の形状は板状である。純Ni材では試験温度の上昇につれて伸びが大きくなるのに対して、分散強化材では1000K付近の温度域で伸びが急減し、1073K付近で極小値を示すようになる。この

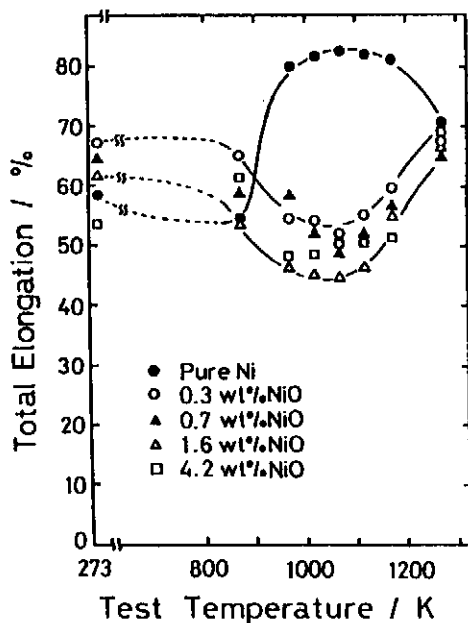


図3 純Ni材と分散強化材の伸びと試験温度の関係 (板状試験片)

ような中間温度域における延性の低下は、一般に“中間温度ぜい性”と呼ばれる現象である。

3.2 AE測定結果

図4 (a)、(b) は1073Kまでの加熱過程における分散強化材 (1.8wt% NiO材) と純Ni材のAE測定結果である。純Ni材の場合、全般的にAEイベント数は少なく973K近傍で小さいピークを示す。それに対して分散強化材の場合、純Ni材よりも多数のAEイベントが発生している。分散強化材の場合のピークは1073K付近になる。この温度は図3に示した延性最小温度とほぼ一致している。

この様に延性が最小になる温度域でAEイベントが発生するという事は、この温度域で転位の運動あるいは母相と分散粒子との界面はくり・界面割れなどのエネルギー解放機構が活動していることを意味する。図4の (a) と (b) を比較してみると、AEイベントの全体的な傾向は似ているので、1073K付近のAEイベントが界面はくり・界面割れなどのエネルギー解放機構によるものとは考えにくく、転位運動によるAEイベントであると推察される。このように、大森ら⁽¹⁾が報告したように中間温度ぜい性の現象では、deformation controlな機構が存在することを支持する結果が得られた。

3.3 組織観察結果

引張変形に伴うNi-0.8wt% NiO材の組織変化を調べるために、絞りが極小になった1173Kで種々のひずみ ϵ まで引張変形させた後、試験片内部の組織をSEM観察した結果を図5に示す。引張変形前 ($\epsilon = 0\%$) ではNiO粒子の周囲にポイドや割れなどはいっさいみられないが、 $\epsilon = 2\%$ まで変形させると、引張軸に垂直なNi母相-NiO粒子界面にポイドが発生するようになる。この場合、直径が約 $1\mu m$ 以上のNiO粒子の周囲でのポイド発生が大半を占め、直径が約 $1\mu m$ 未満の粒子の周りにはほとんどポイドが発生し

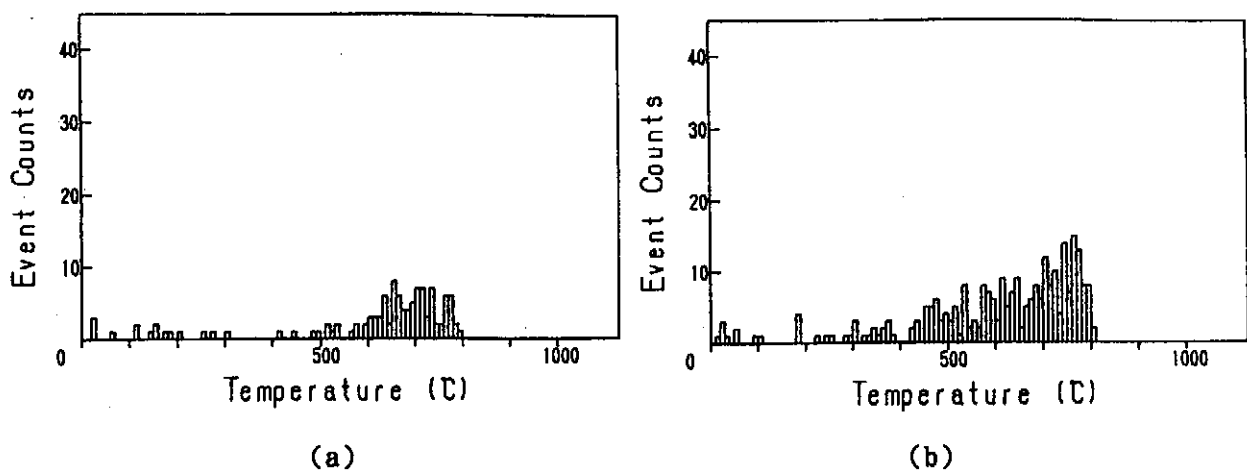
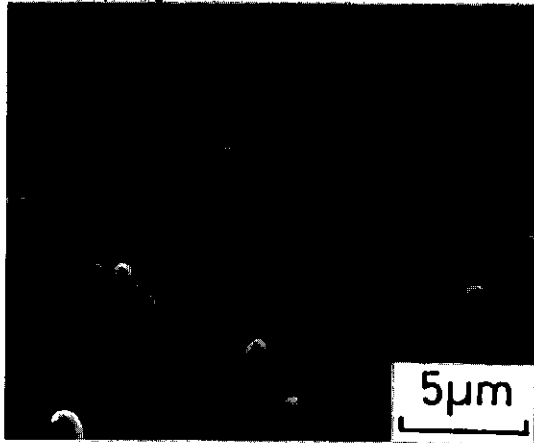
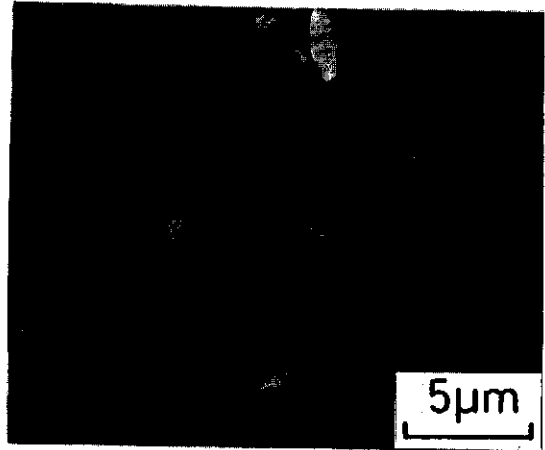


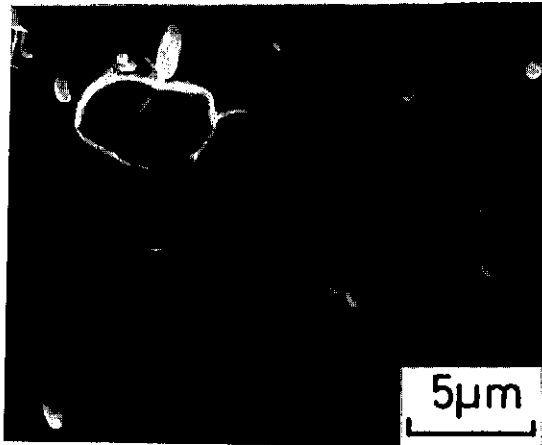
図4 昇温中に発生するAEイベント数と温度の関係：
(a) 純Ni材、 (b) 分散強化材



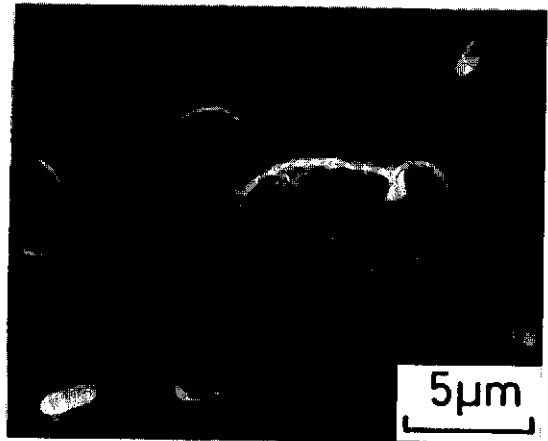
① $\epsilon = 0\%$



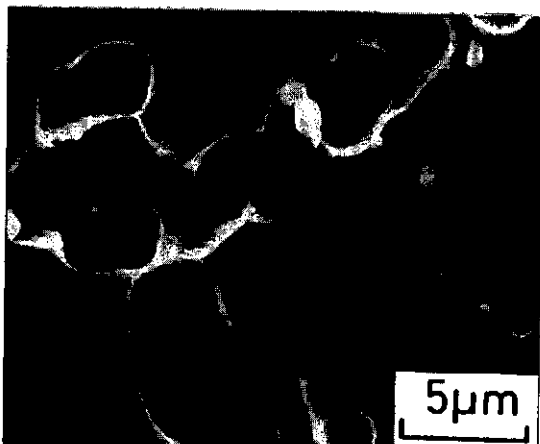
② $\epsilon = 2\%$



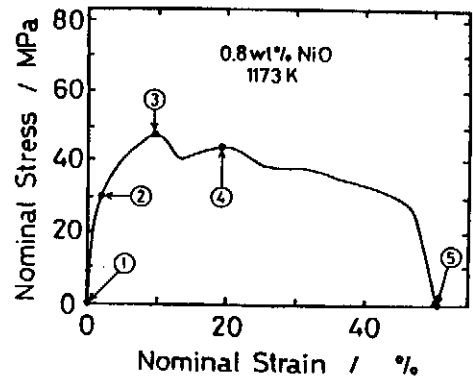
③ $\epsilon = 9\%$



④ $\epsilon = 17\%$



⑤ $\epsilon = 50\%$



Stress-strain curve

図5 Ni-0.8wt% NiO材を1173Kで引張変形したときの組織変化 (SEM写真): 引張軸は上下方向、丸棒状試験片

ていない。すなわち、変形の初期において約 $1\mu\text{m}$ 以上の比較的大きいNiO粒子界面にのみボイドが発生している。 $\epsilon = 9\%$ 、 17% と変形が進行するにつれて個々のボイドは成長して大きくなり、隣合った数個のボイドが合体して連結ボイドを形成している。この連結ボイドは粒界上のNiO粒子を起点とするボイドが成長して形成されたもので、粒内のNiO粒子を起点とするボイドの連結は認められなかった。以上の観察より、粒界割れのプロセスは約 $1\mu\text{m}$ 以上の比較的大きいNiO粒子の界面にボイドが発生し、それが粒界に沿って合体することによって粒界割れになると結論される。

4. 結 言

Ni-NiO系分散強化材の高温引張試験ならびに昇温時のAE計測を行い、以下のことが明らかになった。

- ・分散強化材は1000K付近の温度域で伸びが急減し、1073K付近で極小値を示す、いわゆる”中間温度ぜい性”を示した。
- ・延性が最小となる1073K近傍で多数のAEイベントが発生した。このことは、中間温度ぜい性の現象では、deformation controlな機構が活動していることを示す。
- ・分散強化材の破壊は延性粒界割れにより起こる。粒界上に存在する約 $1\mu\text{m}$ 以上の比較的大きいNiO粒子の界面に発生したボイドが起点となり、それが粒界に沿って合体して粒界割れになる。

謝 辞

最後に、本研究を遂行するに当たり御援助を頂いた天田金属加工機械技術振興財団に深く感謝の意を表します。

参考文献

- (1) 大森正信、伊藤操、吉田総仁：日本金属学会誌、47 (1983), 775.
- (2) 大森正信、吉永芳豊、間庭秀世：日本金属学会誌、34 (1970), 791.
- (3) 鈴木寿、伊藤吾郎：日本金属学会誌、48(1984), 1016.
- (4) W. Pavinich and R. Raj: Met. Trans., 8A(1977), 1917.
- (5) 尾中晋、加藤雅治、田中良平：日本金属学会誌、50 (1986), 141.
- (6) F. N Rhines and P. J. Wray: Trans. ASM, 54 (1961), 117.
- (7) H. J. Seemann: Memoires Scientifiques Rev. Met., (1964), 117.