

# 718 合金の溶体化処理による金属組織制御

## Control of Alloy 718's Metallographic Structures through Solution Heat Treatment

青木 宙也\*  
Chuya Aoki

上野 友典\*  
Tomonori Ueno

大野 丈博\*  
Takehiro Ohno

718 合金のミクロ組織と機械的特性に及ぼす、溶体化処理後の冷却速度の影響について調査した。本研究では、熱間加工した材料を 982°C で 1 時間保持する溶体化処理を行い、600°C までの冷却速度が 1 ~ 199°C/min の範囲内となるように制御冷却を行った後、2 段階時効を実施した。結晶粒サイズは溶体化処理後の冷却速度に関わらず、13 ~ 16  $\mu\text{m}$  の範囲で概ね一定を維持していた。 $\delta$  相の面積率は、冷却速度が 5°C/min 以下で顕著に増加した。溶体化処理後の冷却速度が小さいほど、試験温度 649°C での引張試験において 0.2% 耐力は低下した。試験温度 621°C、試験応力 724 MPa でのクリープ抵抗は、冷却速度が約 50°C/min で最大となった。

This study investigated how cooling rates influence the microstructures and mechanical properties of alloy 718 after a solution heat treatment. Hot-worked materials were solution heat-treated at 982°C for one hour, followed by controlled cooling to 600°C—with the cooling rates ranging between 1 and 199°C/min—and double aging treatments after that. Grain size ranged between 13 and 16  $\mu\text{m}$ , and remained virtually constant regardless of the cooling rates. The  $\delta$ -phase area ratio increased significantly at a cooling rate of 5°C/min or less. When the cooling rate is low, 0.2 percent proof stress in a tensile test at 649°C is reduced. Creep resistance under the conditions of 621°C and 724 MPa peaked when the cooling rate was about 50°C/min.

● Key Word : Solution heat treatment, Cooling rate, Microstructure

● Production Code : HS718

● R&D Stage : Research

## 1. 緒言

718 合金は、1950 年代に開発された鍛造用超耐熱合金で、現在でも主に発電用ガスタービンや航空機エンジンに多く使用されている。 $\gamma''$ -Ni<sub>3</sub>Nb と  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>(Al, Ti) の析出強化相を微細に析出させることで高温でも高い強度を得ている。718 合金の特徴のひとつに、 $\gamma''$  は準安定相の D0<sub>22</sub> 構造で、安定な D0<sub>a</sub> 構造の  $\delta$ -Ni<sub>3</sub>Nb に変態すると強化能が失われてしまうことが挙げられる。しかし、 $\delta$  相は結晶粒成長抑制のためのピンニング粒子として必要とされる析出相である。高い耐力や疲労強度を得るには微細な結晶粒組織が要求される。熱間加工の工程で  $\delta$  相のピンニング効果により微細な再結晶粒組織をつくり込み、その後の溶体化処理も  $\delta$  相の析出温度域で行うことで微細結晶粒を維持する。

その他、実際の製造では、溶体化処理後の冷却工程も強度特性を左右する。溶体化処理後の冷却速度が小さく冷却中に  $\delta$  相が過度に析出する場合、その後の時効処理で  $\gamma''$  の析出量が減少する。あるいは冷却中に  $\gamma''$ ,  $\gamma'$  が析出し、

過時効になることで強度が低下する。製品の肉厚が厚い場合、材料の表層部と中心部で強度特性が異なる原因となる。一方、製品が薄くても断面形状が複雑である場合、冷却速度が速いほど材料内部の残留応力の分布が大きくなることが報告されている<sup>1)</sup>。これは、機械加工時に材料が変形する原因となる。残留応力に起因する変形を抑制するためには、溶体化処理後の冷却速度は小さい方が好ましいが、強度低下を招く。溶体化処理後の冷却速度に対して、強度特性の変化を知ることは、製造上、重要な要素のひとつと言える。したがって、本研究では、金属組織や機械的特性に及ぼす溶体化処理後の冷却速度の影響を把握することが目的である。

## 2. 実験方法

本研究で使用した 718 合金の主要化学成分は表 1 の通りである。図 1 に示す実験フローに従い、熱間鍛造後、リング圧延を実施したリング材を素材とした。リング材の円

\* 日立金属株式会社 高級金属カンパニー

\* High-Grade Metals Company, Hitachi Metals, Ltd.

周方向から、直径 14 mm、長さ 150 mm の丸棒を採取し、982℃で 1 時間保持の溶体化処理を施した後、種々の冷却速度で制御冷却した。冷却速度は、同形状のダミーサンプルの中心で測温し、600℃に達するまでの時間から算出した。その後、時効処理として、718℃で 8 時間保持した後、621℃まで炉冷し、次いで 621℃で 8 時間保持した後、空冷を施した。

金属組織の評価として、結晶粒径および  $\delta$  相の面積率の測定、析出強化相の形態観察を実施した。結晶粒径は、溶体化処理材を EBSD (Electron Backscatter Diffraction : 電子線後方散乱回折装置) により測定し、結晶方位差が 15°以上の境界線を結晶粒界として算出した。 $\delta$  相の面積率は、時効処理材の反射電子像を撮影し、白く見える化合物を  $\delta$  相として画像解析を行った。その他、析出強化相の形態については、時効処理材の  $\gamma''$  と  $\gamma'$  を、FE-TEM (Field Emission Transmission Electron Microscope : 電解放射型透過型電子顕微鏡) により観察した。

機械的特性の評価として、室温硬さ、試験温度 649℃の引張試験、試験温度 621℃、試験応力 724 MPa のクリープ試験を実施した。

表 1 718 合金の主要成分

Table 1 Typical chemical composition of alloy 718

(mass%)				
C	Ni	Cr	Mo	Co
0.022	54.07	18.09	2.97	0.27
Al	Ti	Nb	Fe	B
0.52	0.99	5.4	Bal.	0.004

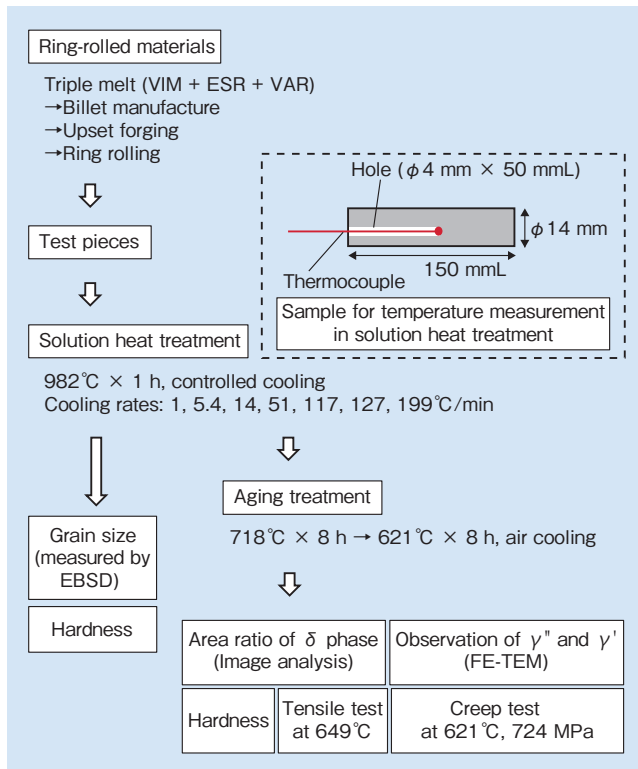


図 1 実験フローチャート  
Fig. 1 Experiment flow chart

### 3. 実験結果

#### 3.1 金属組織に及ぼす溶体化処理後の冷却速度の影響

図 2 (a) (b) に、982℃で溶体化処理した後、それぞれ 1℃/min、199℃/min の冷却速度で冷却した溶体化処理材について、EBSD 測定による結晶粒界像の一例を示す。青線の境界線が方位差 15°以上で定義した結晶粒界、赤線の境界線は  $\Sigma 3$  の対応粒界 (双晶境界) である。ほぼ整粒組織であると言える。図 3 に、溶体化処理後の冷却速度に対する、EBSD で測定した結晶粒径を示す。各冷却速度での平均結晶粒径は概ね 13 ~ 16  $\mu\text{m}$  である。図 2、3 から本研究に供した素材は整粒組織で、結晶粒径は溶体化処理後の冷却速度に関係なく同程度であると判断した。

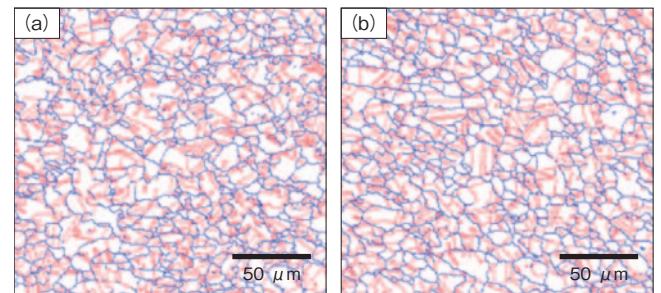


図 2 溶体化処理材の EBSD 結晶粒界像

溶体化処理後の冷却速度 (a) 1℃/min (b) 199℃/min

Fig. 2 Electron backscatter diffraction (EBSD) images (grain boundary of materials after undergoing solution heat treatment) (a) cooling rate at 1°C/min and (b) 199°C/min

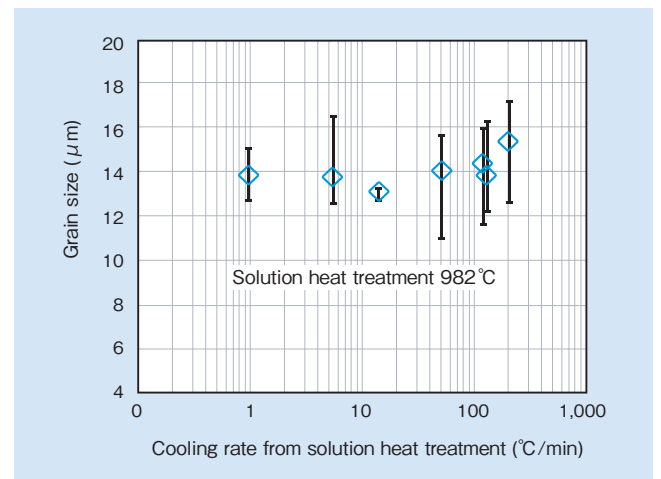


図 3 溶体化処理後の冷却速度に対する結晶サイズ

Fig. 3 Variations in grain size as an outcome of cooling rates after solution heat treatment

図 4 (a) (b) に、溶体化処理後、それぞれ 1℃/min、199℃/min で冷却し、次いで時効処理した反射電子像の一例を示す。白く見える化合物は  $\delta$  相である。図 4 (a) の冷却速度 1℃/min 材は、図 4 (b) の冷却速度 199℃/min 材と比較して、 $\delta$  相の面積率が大きい。図 5 に溶体化処理後の冷却速度に対する  $\delta$  相の面積率を画像解析で算出した結果を示す。溶体化処理後の冷却速度が小さくなるにつれて  $\delta$  相の面積率は増加している。少なくとも 5℃/min 以下の冷却速度で、 $\delta$  相の面積率は顕著に増加している。

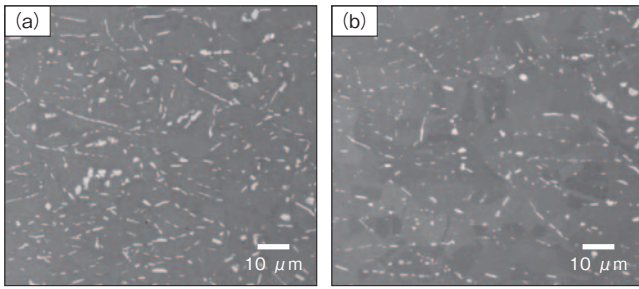


図4 時効処理材の反射電子像  
溶体化処理後の冷却速度 (a) 1°C/min (b) 199°C/min  
Fig.4 Backscattered images of materials after undergoing aging treatment (a) cooling rate after solution heat treatment at 1°C/min and (b) 199°C/min

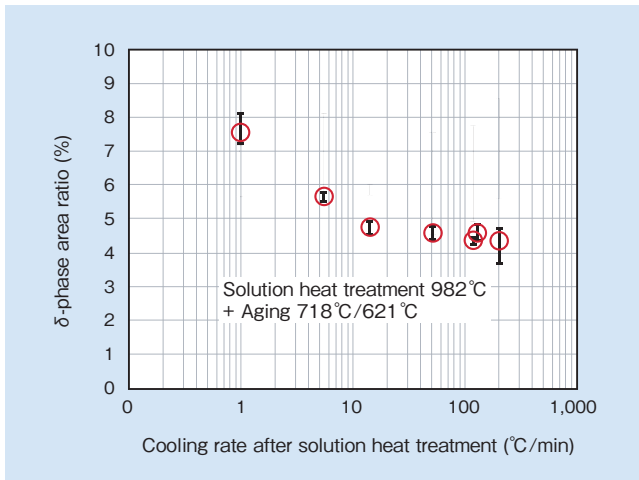


図5 溶体化処理後の冷却速度に対するδ相の面積率  
Fig.5 δ-phase area ratio as an outcome of cooling rates after solution heat treatment

溶体化処理後、それぞれ1°C/min、199°C/minで冷却し、次いで時効処理したFE-TEM暗視野像を図6(a)(b)に示す。図6(a)は $\gamma'$ と $\gamma''$ -X variant、図6(b)は $\gamma'$ と $\gamma''$ -Y variantである。 $\gamma''$ は自身のa軸方向に伸びた楕円形状で、その方向は $\gamma$ のa軸方向と概ね一致する。 $\gamma'$ は等方的な形状である。図6(a)(b)を比較して、溶体化処理後の冷却速度に対して $\gamma''$ と $\gamma'$ の形態に変化はない。しかし、それらのサイズについては冷却速度1°C/minで大きく成長していることがわかる。

ところで、析出の形態は母相との格子ミスマッチの影響を受ける。718合金の場合、 $\gamma$ 、 $\gamma'$ 、 $\gamma''$ の格子定数は次のように報告されている<sup>2)</sup>。

- $a_\gamma = 0.3616 \text{ nm}$
- $a_{\gamma'} = 0.3605 \text{ nm}$
- $a_{\gamma''} = 0.3624 \text{ nm}$ ,  $c_{\gamma''} = 0.7460 \text{ nm}$

格子定数の値から、 $\gamma''$ はc軸よりもa軸で $\gamma$ と格子の整合性が良いため、自身のa軸方向に沿って成長する。したがって、 $\gamma''$ の形態は、立体的には円盤状であると考えられる。 $\gamma'$ は格子定数の異方性がなく、 $\gamma$ との整合性が良いため等方的に析出する。

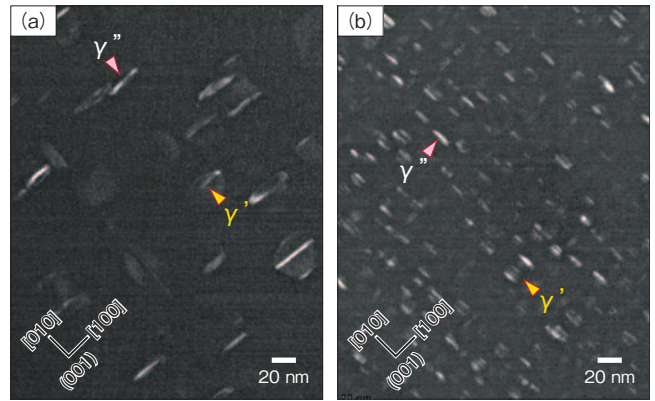


図6 時効処理材のFE-TEM暗視野像  
溶体化処理後の冷却速度 (a) 1°C/min (b) 199°C/min  
Fig.6 Field-emission transmission-electron microscopy (FE-TEM) dark field images of materials after undergoing aging treatment (a) cooling rate after solution heat treatment at 1°C/min and (b) 199°C/min

### 3.2 機械的特性に及ぼす溶体化処理後の冷却速度の影響

図7に溶体化処理後の冷却速度に対する、溶体化処理材および時効処理材の室温硬さを示す。溶体化処理材の硬さは、冷却速度が少なくとも50°C/min以下で上昇する傾向にあり、溶体化処理後の冷却中に析出強化相が析出していることを示唆している。一方、時効処理材の硬さは、溶体化処理後の冷却速度が遅くなるにつれて低下している。

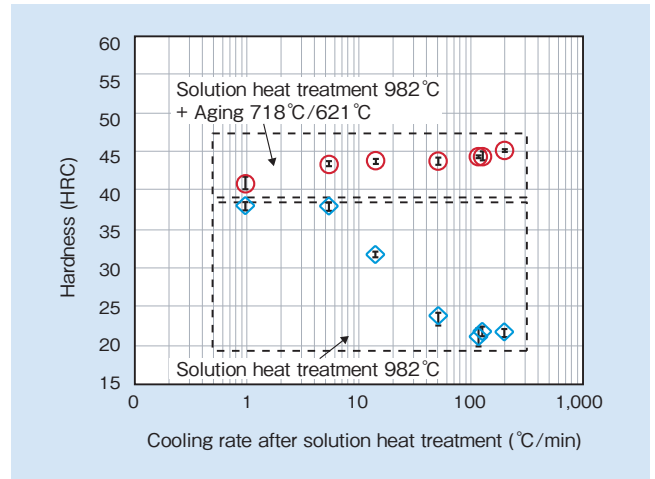


図7 溶体化処理後の冷却速度に対する室温硬さ  
Fig.7 Hardness at room temperature as an outcome of cooling rates after solution heat treatment

図8に試験温度649°Cでの引張試験における0.2%耐力を示す。溶体化処理後の冷却速度が小さくなるにつれて0.2%耐力が低下している。図7の時効処理材における室温硬さと同様の傾向である。

図9に試験温度621°C、試験応力724 MPaでのクリープ試験結果を示す。0.2%クリープの到達時間は、溶体化処理後の冷却速度が約50°C/minで最も長い。また、0.2%クリープ到達時間は、少なくとも冷却速度5°C/min以下で顕著に低下している。

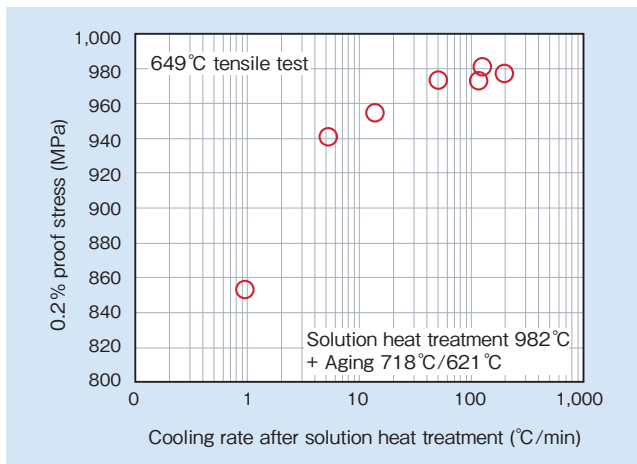


図8 溶体化処理後の冷却速度に対する引張特性  
Fig.8 Tensile property as an outcome of cooling rates after solution heat treatment

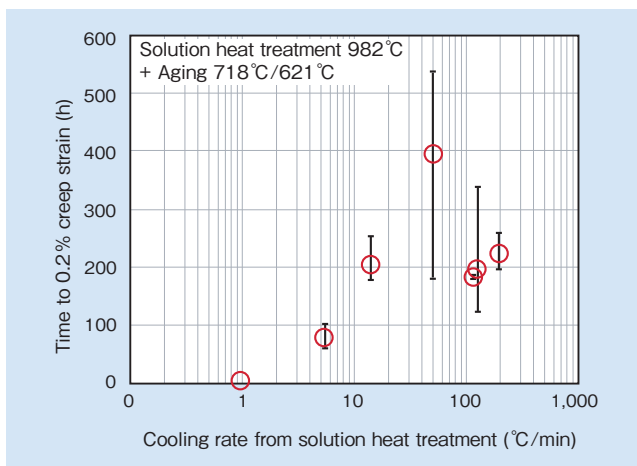


図9 溶体化処理後の冷却速度に対するクリープ特性  
Fig.9 Creep resistance as an outcome of cooling rates after solution heat treatment

材料物性計算ソフトウェア JMatPro<sup>®</sup> version8 (Sente Software 社製, 「JMatPro」は Sente Software 社の登録商標) で計算した 718 合金の 982°C から冷却したときの CCT 図 (Continuous, Cooling, Transformation: 連続冷却変態線図) を図 10 に示す。CCT 図から,  $\delta$  相は冷却速度が 10°C/min 以下,  $\gamma''$  および  $\gamma'$  は冷却速度が約 50°C/min 以下のとき, 冷却中にそれぞれ析出し始めることが予想される。これは図 5 の溶体化処理後の冷却速度が 5°C/min 以下で,  $\delta$  相の面積率が大きく増加することや, 図 7 の溶体化処理後の冷却速度が 50°C/min 以下のとき溶体化処理材の室温硬さが上昇することの実験結果と概ね一致する。

本研究では, 図 3 の評価結果から結晶粒径は溶体化処理後の冷却速度に関係なく概ね同程度であることを述べた。溶体化処理後の冷却速度に対する強度変化の挙動は, 冷却中の  $\delta$  相の析出により, その後の時効処理で  $\gamma''$  の析出量が減少すること, 冷却中に  $\gamma''$  および  $\gamma'$  が析出することで過時効組織になることが, 強度低下の原因であると推察される。加えて, 溶体化処理後の冷却速度が 100°C/min 以上でクリープ強度が低下する原因は, 冷却中に発生する熱応力の影響が示唆される。

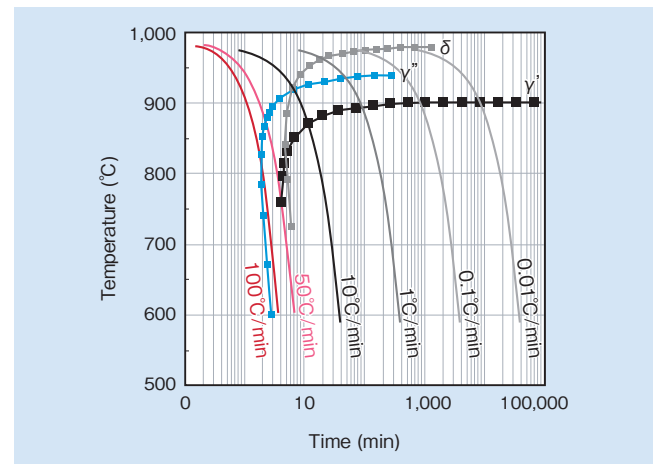


図10 JMatPro で計算した 718 合金の CCT 図  
Fig.10 CCT diagram of alloy 718 as calculated by JMatPro

#### 4. 結 言

718 合金の金属組織や機械的特性に及ぼす, 982°C の溶体化処理後の冷却速度の影響について調査した結果, 以下の結論を得た。

- (1) 溶体化処理後の冷却速度は 50°C/min 程度が好ましい。同条件でのクリープ強度のばらつき原因の解明は今後の課題である。
- (2) 溶体化処理後の冷却速度が 5°C/min 以下のとき, 時効処理後の 0.2% 耐力とクリープ強度が低下する。冷却中に  $\delta$  相が顕著に析出することに起因する  $\gamma''$  相の析出量減少, および  $\gamma''$ ,  $\gamma'$  の過時効組織が原因と考えられる。

#### 引用文献

- 1) 服部博, 竹川光弘: 熱処理 44 巻 4 号, p.209-215.
- 2) S. T. Wlodek and R.D. Field: Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, (1994), p.659.



青木 宙也  
Chuya Aoki  
日立金属株式会社  
高級金属カンパニー  
冶金研究所  
技術士(金属部門)



上野 友典  
Tomonori Ueno  
日立金属株式会社  
高級金属カンパニー  
冶金研究所  
博士(工学) 技術士(金属部門)



大野 文博  
Takehiro Ohno  
日立金属株式会社  
高級金属カンパニー  
冶金研究所  
博士(工学) 技術士(金属部門)