

タービンディスク用Ni-Co基超合金TMW[®]-4M3のマイクロ組織制御

Controlling of the Microstructure of Ni-Co Base TMW[®]-4M3 Alloys for Turbine Disc Applications

小林 信一*

Shinichi Kobayashi

伊達 正芳*

Masayoshi Date

大野 文博*

Takehiro Ohno

長田 俊郎**

Toshio Osada

川岸 京子**

Kyoko Kawagishi

井 誠一郎**

Seiichiro Ii

原田 広史**

Hiroshi Harada

* 日立金属株式会社
金属材料事業本部

Advanced Metals Division,
Hitachi Metals, Ltd.

** 国立研究開発法人
物質・材料研究機構

National Institute for Materials
Science

タービン用途の Ni-Co 基超合金 (TMW-4M3) ディスクを溶製鍛造プロセスで作製し、マイクロ組織と機械的性質について評価した。本研究のディスクは、外径 600-650 mm、厚さ 170 mm 程度のサイズであり、これに 1,144°Cでの溶体化処理と 650°Cおよび 760°Cでの時効処理を施した。1次 γ' 相の体積率は約10%で、平均結晶粒径は 12 μm 程度の比較的均質なマイクロ組織を得た。2次および3次 γ' 相の体積率は39%であり、2次 γ' 相の形態はオクトデンドライト状であった。725°Cにおけるクリープ破断寿命は、引張延性やクリープ延性、低サイクル疲労寿命を損なうことなく良好であった。

A Ni-Co base superalloy (TMW-4M3) disc for turbine application was produced via cast and wrought route. Microstructures and mechanical properties of this disc was investigated. In this study the disc with diameter of 600-650 mm and thickness of 170 mm were solution heat treated at 1,144°C followed by 650°C and 760°C aging. A relatively homogeneous microstructure having volume fraction of the primary γ' phase of 10% and average grain size of about 12 μm was obtained. The volume fraction of the secondary and tertiary γ' phases was 39% in total. The secondary γ' morphology was octodendritic. The creep rupture life at 725°C was good without impairing the tensile ductility, creep ductility, and low cycle fatigue life.

● Key Words : Ni-Co base, turbine disc
● Production Code : TMW[®]-4M3

● R&D Stage : Prototype

1. 緒言

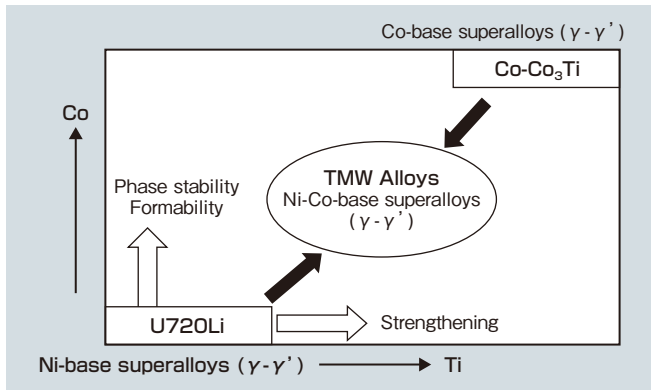
発電用ガスタービンや航空機エンジンの高効率化のため、タービンディスクの耐用温度向上が望まれている。タービンディスクには Ni 基超合金が広く使用されており、使用温度域や応力域が過酷になるほど、高強度の合金が用いられる。Ni 基超合金は fcc 構造 (面心立方格子構造) である γ 相 (Ni 固溶体) に、 $L1_2$ 構造である γ' 相 (基本組成 Ni_3Al) が整合析出した $\gamma - \gamma'$ 二相組織を有しており、これにさまざまな元素を添加させることで γ および γ' 相が強化されている。また Ni 基超合金は γ' 相の量が増加するほど高温強度は高まり、約 65% で最大となるが¹⁾、タービンディスク材においては熱間鍛造などのプロセスが困難となることから制限がある。

タービンディスクは溶製鍛造材と粉末冶金材に大別され、粉末冶金材の方が γ' 相の量を高められることから高温強度に優れるが、高価であり不純物の混入防止など品質管理面でも難点がある^{2), 3)}。一方、溶製鍛造材は、粉末冶金材と比較してプロセスが安価であるが、 γ' 相量が増加するほど熱間加工が困難になる結果、マイクロ組織が

不均質になりやすく、未再結晶粒も残存しやすい^{3), 4)}。現在、普及している溶製鍛造材の中で、最も γ' 相量が多い合金に Alloy720Li (γ' 相量 45%) がある⁵⁾。

国立研究開発法人 物質・材料研究機構 (National Institute for Materials Science : NIMS) が開発した TMW[®] 合金は、Ni 基超合金と Co 基合金を融合させた Ni-Co 基超合金^{2), 6), 7)}である。TMW 合金の開発思想²⁾を図 1 に示す。TMW 合金は、Co 基合金 (Co-Co₃Ti) が Ni 基超合金と同様、 $\gamma - \gamma'$ 二相組織を有することに着目し、Alloy720Li をベースに Co-Ti 合金を配合することで、高温強度の向上に成功した合金である。TMW 合金は、実用合金として有望な TMW-2, TMW-24, TMW-4M3 の 3 合金について、既に外径 440 mm 程度で厚さ 65 mm 程度の実規模ディスクが試作されており、この中で TMW-4M3 は最もクリープ強度が高いことが報告されている^{2), 6), 7)}。TMW-4M3 は従来の溶製鍛造材と比較して高温強度に優れているため、溶製鍛造材を代替すれば高効率化を図ることができ、粉末冶金材を代替すればコストメリットが生まれる可能性がある。

● TMW は NIMS の登録商標です。

図1 TMW合金の開発思想²⁾Fig.1 Concept of development for TMW alloys²⁾

2016年に設立された「NIMS-日立金属次世代材料開発センター」における取り組みの一環として、現在TMW-4M3ディスクの実用化を見据えた共同研究が行われている。TMW-4M3の優れたクリープ強度は、結晶粒内における $\gamma-\gamma'$ 二相組織の変形機構に由来する。図2にTMW-4M3の試験温度725℃、試験応力630MPaにおける0.2%クリープ変形時のTEM(Transmission Electron Microscope: 透過型電子顕微鏡)観察結果を示す。図2より、TMW-4M3のクリープ変形は{111}面上で微細な双晶(変形双晶)を形成しながら進行する特長を示している。この変形双晶は、Co-Ti合金の配合によって γ 相の積層欠陥エネルギーが低下し、且つ γ' 相の逆位相境界エネルギーが向上することで誘起されている⁸⁾。TMW-4M3はこの変形機構により従来のNi基超合金よりも優れたクリープ強度を示す。

このように特異な変形機構を有するTMW-4M3であるが、結晶粒径制御の観点で改善の余地が残されている。

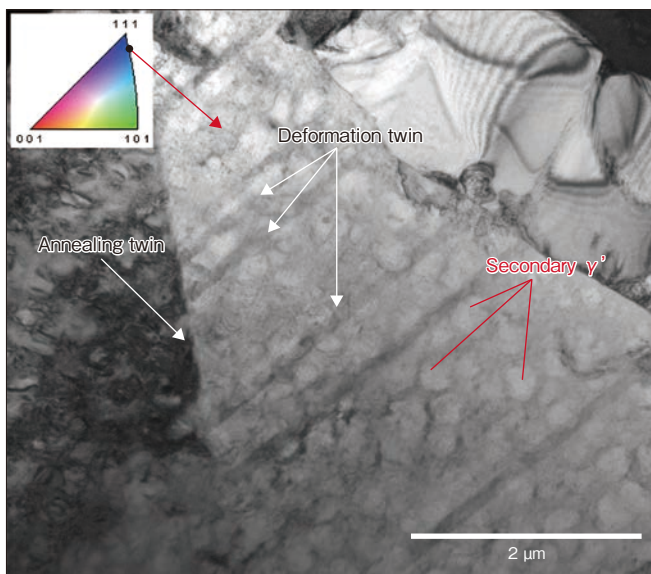


図2 TMW-4M3の725℃、630MPaにおける0.2%クリープ変形時のマイクロ組織

Fig.2 Microstructure of TMW-4M3 with 0.2% creep strain at 725°C under 630 MPa

TMW-4M3は γ' 相量が49-50%と非常に多いためにディスクのマイクロ組織が不均質となりやすい^{9), 10)}。過去の報告¹⁰⁾では、溶体化温度1,100℃においてはピン止め粒子である1次 γ' 相が多いために比較的均一な結晶粒の組織が得られているが、溶体化温度をより高温の1,120℃へと高めると1次 γ' 相の不均質さが起因して、結晶粒も部分的に粗大になることが述べられている。結晶粒の部分的な粗大化は、低サイクル疲労特性¹¹⁾やクリープ延性の低下を招く。一方で、溶体化温度を高めると、結晶粒径および2次、3次 γ' 相の析出量が増大するため、クリープ寿命は向上する⁷⁾。従って、1次 γ' 相や結晶粒径の分布がより均質なディスクが得られれば、温度の高い溶体化処理を施しても、低サイクル疲労特性やクリープ延性といった特性を低下させずに、クリープ寿命が向上することが期待できる。

またタービンの種類や部位によって必要となるディスクのサイズや形状は異なっており、TMW-4M3をさまざまなタービンディスクで使用するためには、ディスクのスケールアップも重要である。一般に、TMW-4M3のような γ' 相の多い合金において、マイクロ組織が均質で且つ大型のディスクを製造することは容易ではないが、過去の研究¹¹⁾では、ビレット段階で γ' 相の分布や再結晶挙動を意図的に制御することで、マイクロ組織が均質なディスクが得られている。従って、本研究でも同様の工程を適用し、ディスクサイズのスケールアップを試みた。

本研究では外径 ϕ 600-650 mmの型打ディスクにて、クリープ特性の向上を図ることとした。溶体化温度は1,144℃とし、ディスクのマイクロ組織と引張特性、クリープ特性、低サイクル疲労特性について調査した。

2. 実験方法

2.1 ビレット製造方法

TMW-4M3の化学組成を表1に示す。TMW-4M3のインゴットはVacuum induction melting (VIM), Electroslag remelting (ESR), Vacuum arc remelting (VAR)からなる三重溶解法にて作製した。得られたVARインゴットには均質化処理を施し、自由鍛造プレスで据戻戻しおよび鍛伸を行って ϕ 300 ~ 320 mmのビレットとした。

表1 TMW-4M3の化学組成

Table 1 Chemical composition of TMW-4M3 (mass%)				
Ni	Cr	Co	Mo	W
Bal.	13.3	24	2.8	1.2
Ti	Al	C	B	Zr
6.3	2.3	0.014	0.015	0.03

2.2 ディスク鍛造条件

上記2.1節で得られたピレットを用いて、外径630-650 mm、厚さ170 mm程度の型打鍛造ディスクを、ホットダイ鍛造で作製した。結果として、ディスクは外観キズや偏心の無いものが得られた(図3)。

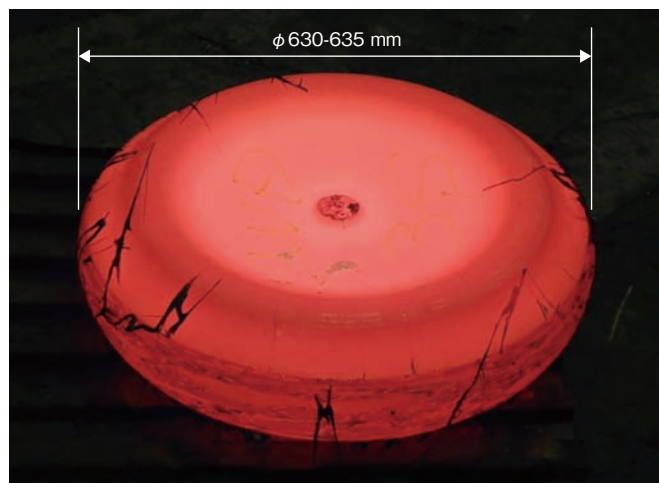


図3 TMW-4M3型打鍛造ディスクの外観写真
Fig.3 Photography of TMW-4M3 disc close-die forged

2.3 ディスク熱処理条件

上記2.2節で得た型打鍛造ディスクにて、温度1,144°Cで6時間保持となる溶体化処理を施した後、油冷により冷却した。その後、時効処理として温度650°Cで24時間保持した後に空冷し、次いで温度760°Cで16時間保持した後に空冷した。

2.4 ディスク評価

2.4.1 ミクロ組織評価

熱処理後のディスク外周部から採取したサンプルによりミクロ組織観察を実施した。鏡面研磨後、Kalling液により腐食したサンプルを作製し、光学顕微鏡によりミクロ組織の均質性を評価した。また結晶粒径は、鏡面研磨後のサンプルでEBSD (Electron Back Scatter Diffraction: 電子線後方散乱回折)を用い測定した。結晶粒径は、粒界の方位差が15°以上となる粒界を結晶粒界とし、 $\Sigma 3$ 対応粒界と1次 γ' 相を除外して算出した。1次 γ' 相の観察は光学顕微鏡により実施し、面積率を算出した。2次および3次 γ' 相の観察は、FE-SEM (Field Emission Scanning Electron Microscope: 電界放出形走査電子顕微鏡)により実施し、面積率を算出した。

2.4.2 機械試験

熱処理後のディスクの外周部よりTangential方向に素材を採取し、引張試験とクリープ試験をそれぞれ実施した。引張試験はASTM E8およびE21に準拠し、平行部が

$\phi 6.35$ mmの試験片を用いて、室温から760°Cの試験温度範囲で実施した。クリープ試験はASTM E139に準拠し、平行部が $\phi 6.35$ mmの試験片を用いて、試験温度725°C、試験応力310 MPaから840 MPaで実施した。またディスクの内部から外周側にかけてTangential方向に素材を採取し、ひずみ制御の低サイクル疲労試験を実施した。低サイクル疲労試験はASTM E606に準拠し、平行部が $\phi 6.35$ mmの試験片を用いて、全ひずみ範囲が0.8%および1.2%、ひずみ比が0、周波数が0.5 Hzで実施した。ディスク内側は試験温度を400°Cとし、ディスク中間を650°Cおよび704°C、ディスク外周側を725°Cおよび760°Cとした。

3. 実験結果および考察

図4にディスク外周部の熱処理後ミクロ組織を示す。1次 γ' 相と結晶粒径のバラつきは少なく、未再結晶粒の無い均質なミクロ組織が得られていることが確認できた。図5に同じ部位におけるEBSDの結晶粒界像を示す。黒



図4 熱処理後のディスク外周部のミクロ組織
Fig.4 Microstructure of the disc at perimeter after heat-treatment

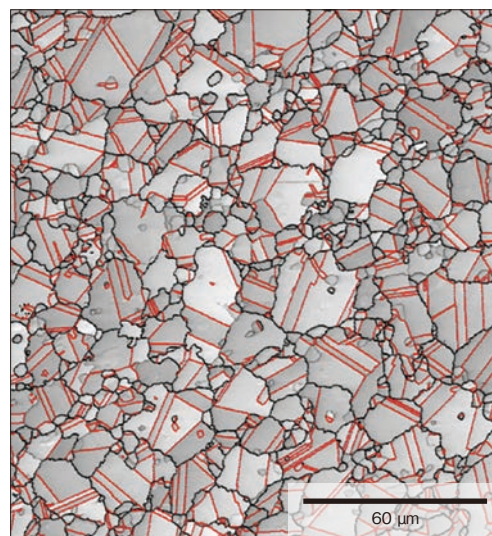


図5 熱処理後のディスク外周部のEBSD像(黒線は方位差15°以上の粒界。赤線は $\Sigma 3$ 境界)
Fig.5 EBSD image (GB and IQ image) of the disc at perimeter after heat-treatment. Black line is random boundary and red line is $\Sigma 3$ boundary

線が方位差 15° 以上で定義した結晶粒界であり、赤線が $\Sigma 3$ 対応粒界 (双晶境界) である。平均結晶粒径は 12 μm 程度であり、最大粒径は 41 μm であった。図 6 に本研究材の溶体化温度と平均結晶粒径および 1 次 γ' 体積率との関係を過去の報告^{6), 10)}と併せて示す。本研究材は、溶体化温度を高めたことにより、1 次 γ' 体積率が減少し、平均結晶粒径が増大していることが確認できた。これは溶体化温度の向上によって、1 次 γ' 粒子による粒界ピン止め効果が減少し、結晶粒が成長したもの¹²⁾と考えられる。

図 7 にディスク外周部における結晶粒内の SEM 像を示す。本研究材の 2 次 γ' 相および 3 次 γ' 相の平均粒子径はそれぞれ 230 nm および 25 nm 程度であり、2 次 γ' 相はオクトデンドライト状の形態を有していた。このオクトデンドライト状の γ' 相は、比較的緩慢な冷却過程で形成される。過去の報告^{6), 10)}では、2 次 γ' 相が球状であり、平均粒子径は 60-70 nm 程度と本研究材より微細である。この違いは、本研究材がより厚みのあるディスクであるためであり、油冷中の冷却速度が緩慢であったためと考えられる。図 8 に各 γ' 相の体積率を示す。本研究

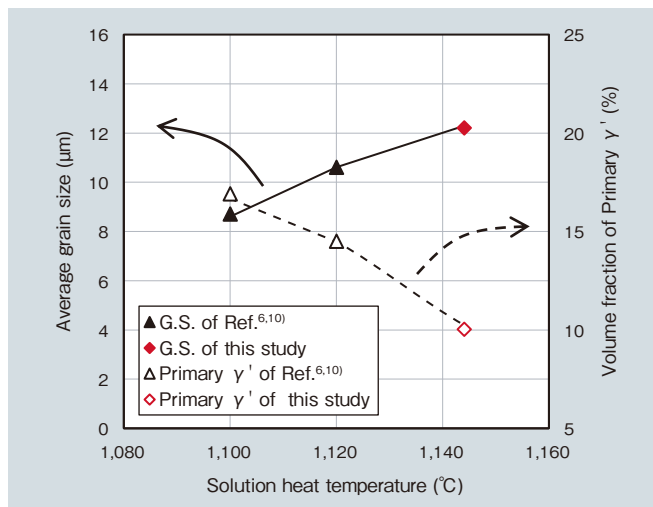


図 6 溶体化温度と平均結晶粒径、1 次 γ' 体積率の関係
Fig. 6 Relationship between solution heat-treatment temperature, average grain size and volume fraction of primary γ'

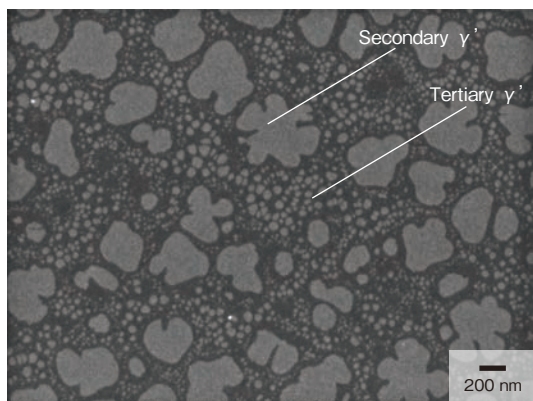


図 7 熱処理後のディスク外周部の SEM 像
Fig. 7 SEM image of the disc at outside after heat-treatment

材と過去報告の全 γ' 相体積率は共に 49% 程度とほぼ同じであり、本研究材は 1 次 γ' 相の体積率が 10% 程度と少なく、2 次および 3 次 γ' 相の量が多いことが確認できた。

図 9 に引張特性を示す。本研究材の 0.2% 耐力は試験温度が高くなるに従い、緩やかに低下する傾向にあった。また過去の報告と比較すると、本研究の 0.2% 耐力は室温から 400°C までは 50 ~ 90 MPa 程度、650°C から 725°C までは 20 ~ 40 MPa 程度低いことが分かった。この理由は、図 7 の通り、2 次 γ' 相が粗大であったためと考えられる。一方、引張強さは過去の報告と同程度であり、破断伸びは 725°C までの温度域で高くなる傾向にあった。

図 10 に試験温度 725°C における 0.2% クリープ寿命時

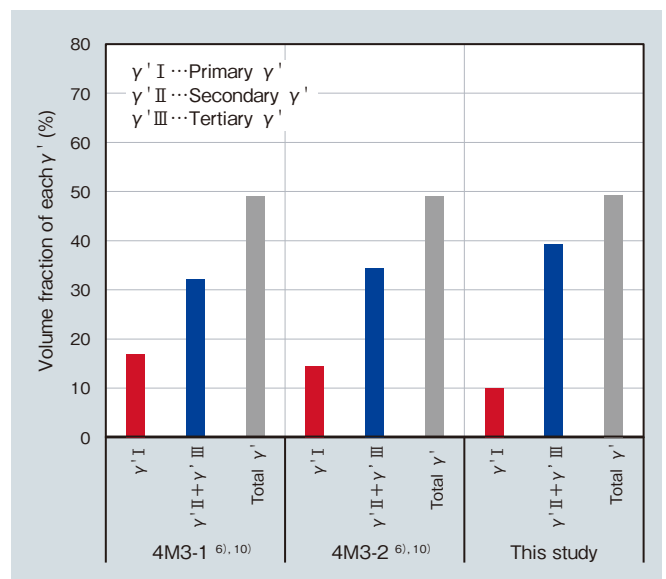


図 8 TMW-4M3 ディスクの 1 次、2 次、3 次 γ' 体積率
Fig. 8 γ' volume fraction of TMW-4M3 disc after heat-treatment

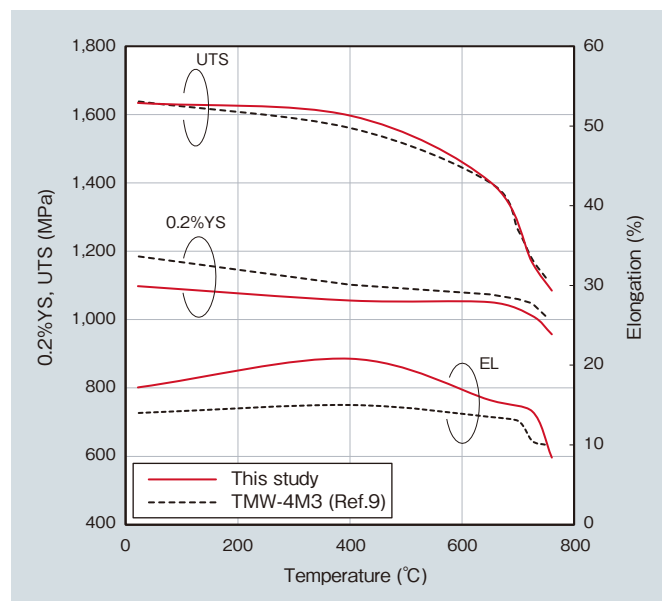


図 9 TMW-4M3 ディスクの引張特性
Fig. 9 Tensile properties of TMW-4M3 disc

間と、破断寿命をラーソンミラーパラメータで示す。図 10 (a) より、本研究材の 0.2% クリープ寿命時間は過去の報告とほぼ同等であるが、応力 630 MPa 以上の高応力側ではやや劣り、反対に 480 MPa 以下の低応力側では優れることが分かった。高応力側でやや 0.2% クリープ寿命時間が低下した理由は、図 9 における 0.2% 耐力の結果と同様、2 次 γ' 相が粗大であったことが起因していると考えられる。一方、低応力側で 0.2% クリープ寿命時間が向上した理由は、結晶粒径の粗大化の影響と考えられる。結晶粒径が大きくなると、粒界すべりが抑制されるためである。図 10 (b) より、本研究材のクリープ破断寿命は、840 MPa から 414 MPa の広い応力域で過去の報告よりも高くなることが分かった。特に、応力 480 MPa 以下と

なる低応力下での破断寿命は明確に向上しており、溶体化温度の向上によって、より広い応力域で優れたクリープ特性を有する TMW-4M3 ディスクが得られることが示された。図 11 に試験温度 725°C、試験応力 630 MPa における破断伸びの比較を代表として示す。本研究ディスクの破断伸びは 20% 以上と比較的良好であり、溶体化温

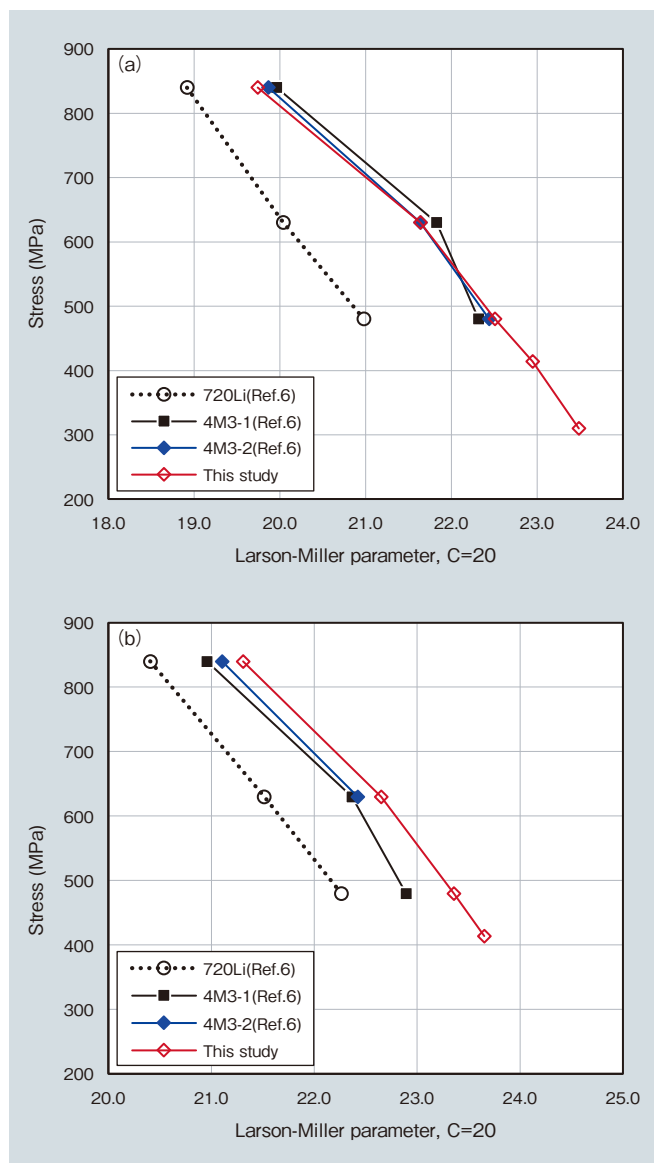


図 10 TMW-4M3 ディスクの 725°C におけるクリープ特性
 (a) 0.2% クリープ寿命のラーソンミラーパラメータと試験応力の関係
 (b) クリープ破断寿命ラーソンミラーパラメータと試験応力の関係
 Fig. 10 Creep properties of TMW-4M3 disc at 725°C:
 (a) Larson-Miller parameter of 0.2% creep life,
 (b) Larson-Miller parameter of creep rupture life

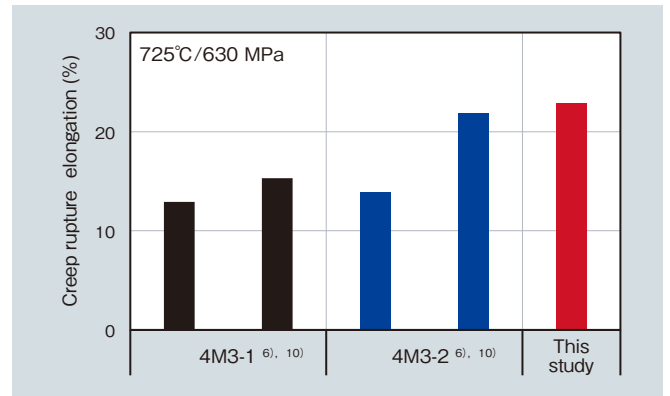


図 11 725°C / 630 MPa におけるクリープ破断伸び
 Fig. 11 Creep rupture elongation at 725°C under 630 MPa

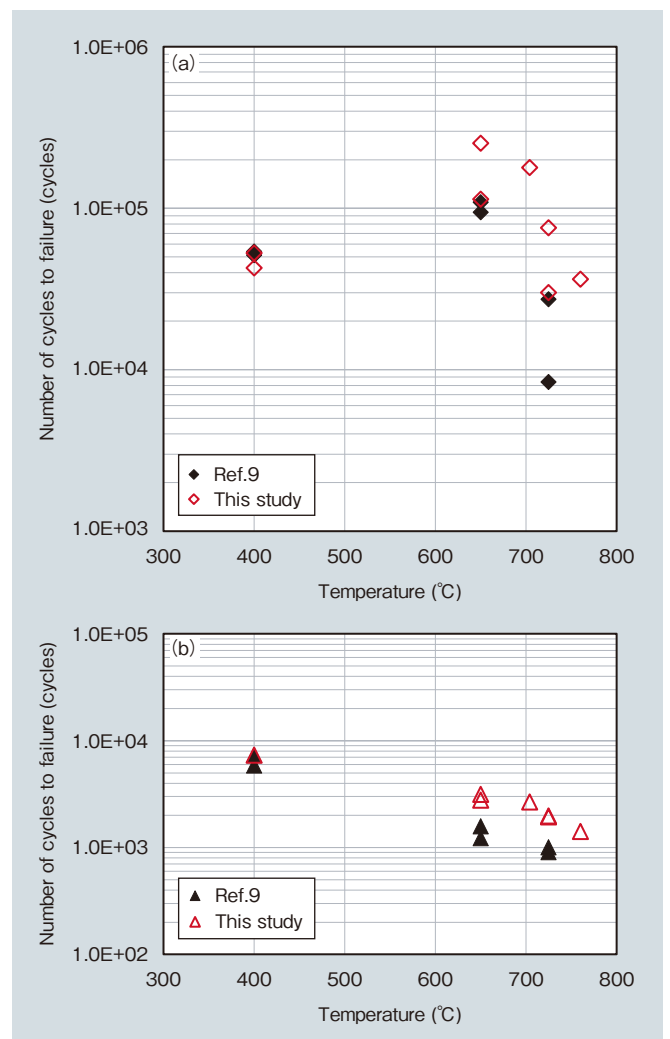


図 12 400°C から 760°C における低サイクル疲労寿命 (ひずみ比: 0, 周波数: 0.5 Hz, 全ひずみ範囲: (a) 0.8%, (b) 1.2%).
 Fig. 12 Low cycle fatigue life from 400°C to 760°C (strain ratio: 0, frequency: 0.5 Hz), $\Delta \epsilon_{total}$: (a) 0.8% and (b) 1.2%

度を向上させてもクリープ延性の低下がみられないことを確認した。

図 12 に全ひずみ範囲 0.8% および 1.2% における低サイクル疲労寿命を示す。試験温度 400℃ における疲労寿命は過去の報告と同程度であり、試験温度 650℃ 以上の高温域においては同等以上となることが分かった。試験温度 400℃ における疲労寿命は、最大の結晶粒径に大きく依存するため¹¹⁾、結晶粒径の均質性が重要となる。本研究材は、クリープ特性の向上を狙いとして溶体化温度を向上したにも関わらず、過去の報告と同程度であるので、より少ない 1 次 γ' 相量でマイクロ組織の均質性を維持できたことが示唆される。加えて、試験温度 650℃ 以上の疲労寿命が良好であった理由については、引張延性が良好であったことや、650℃ 以上の温度域にて疲労の起点となっていると推定される炭化物のサイズが関係していると考えられる⁹⁾。

4. 結言

三重溶解法による溶製鍛造法にて、外径 630-650 mm、厚さ 170 mm となる TMW-4M3 の型打鍛造ディスクを得た。これに温度 1,144℃ の溶体化処理を施し、時効処理を行った後、マイクロ組織とクリープ特性、低サイクル疲労特性を調査した。以下に結論をまとめる。

- (1) ディスクの平均結晶粒径は 12 μm 程度であった。 γ' 相の総量は 49% 程度であり、このうち 1 次 γ' 量は 10% 程度、2 次および 3 次 γ' 相は 39% 程度であった。2 次 γ' 相の形態はオクトデンドライト状であった。
- (2) 機械的性質は、引張延性やクリープ延性、低サイクル疲労寿命を損なうことなく、クリープ破断寿命が広い応力範囲で良好な値を示した。

5. 謝辞

本研究は、国立研究開発法人 物質・材料研究機構と日立金属株式会社の間で 2016 年度より設立された「NIMS-日立金属次世代材料開発センター」における研究活動の一環として行われたものである。本論文の執筆にあたっては、NIMS の小野嘉則博士、横川忠晴博士に多くのご助言を頂いた。この場を借りて感謝の意を申し上げる。

引用文献

- 1) 原田, 他: 鉄と鋼, Vol.65 (1979), No.7, p.327-336.
- 2) 横川, 他: 日本金属学会誌, Vol.74 (2010), No.3 221-225.
- 3) C.Crozet, et al.: Superalloys2016, (2016), p.437-446.
- 4) Joseph A. Heaney, et al.: Superalloy 718 and Derivatives 2014, (2014), p.67-77.
- 5) M. P. Jackson, et al.: Mater. Sci. Eng. A, (1999) 259, p.85-97.
- 6) Y. Gu, et al.: Superalloys2012, (2012), p.903-910.
- 7) J. Fujioka, et al.: Proceedings of International Gas Turbine Congress 2015 Tokyo, (2015), p.333-338.
- 8) Y. Yuan, et al.: Superalloys2012, (2012), p.35-42.
- 9) Z. Zhong, et al.: Materials Characterization 67, (2012), p.101-111.
- 10) Z. Zhong, et al.: Metallurgical and Materials Transactions A, Vol.43A, (2012), p.1017-1025.
- 11) S. Kobayashi, et al.: Superalloys2016, (2016), p.849-857.
- 12) 長田, 他: 日本金属学会誌, Vol.74 (2010), No.10 p.688-696.



小林 信一

Shinichi Kobayashi
日立金属株式会社
金属材料事業本部
冶金研究所
技術士 (金属部門)



伊達 正芳

Masayoshi Date
日立金属株式会社
金属材料事業本部
冶金研究所
技術士 (金属部門)



大野 文博

Takehiro Ohno
日立金属株式会社
金属材料事業本部
冶金研究所
博士 (工学) 技術士 (金属部門)



長田 俊郎

Toshio Osada
国立研究開発法人 物質・材料研究機構
博士 (工学)



川岸 京子

Kyoko Kawagishi
国立研究開発法人 物質・材料研究機構
博士 (工学)



井 誠一郎

Seiichiro Ii
国立研究開発法人 物質・材料研究機構
博士 (工学)



原田 広史

Hiroshi Harada
国立研究開発法人 物質・材料研究機構
博士 (工学)