

Ni-Cu合金の再結晶挙動に及ぼす加工条件の影響

Effect of working condition on recrystallization behavior of Ni-Cu alloy

淵上 太一*

Taichi FUCHIGAMI

Synopsis: Grain size of metal has an important effect on hot and cold workability and the size is generally controlled by recrystallization. In this report, microstructure after various hot-working was observed for the purpose of clarifying the behavior of recrystallization of Ni-Cu alloy. Test pieces taken from Ni-Cu ingot were hot-worked by a high-temperature compression machine in a variety of conditions. After hot-working, microstructure observation was carried out.

As a result, dynamic recrystallization hardly occurred for the alloy within the range of test conditions. On the other hand, when hot-worked specimens were kept at the same or lower temperature than the hot-working temperature after hot-working, the alloy underwent static recrystallization.

Since grain growth is promoted as holding temperature becomes high, there exists a temperature range where grain size is kept fine after recrystallization.

Key words: Ni-Cu alloy; dynamic recrystallization; static recrystallization; nucleation-growth mechanism; bulging mechanism

1. 諸言

ニッケル基合金は高温強度や耐食・耐熱特性などの諸性質が極めて優れた材料であり、航空機部品や化学プラント、海水環境などの一般のステンレス鋼や耐熱鋼では耐えられないような厳しい環境下で使用される。なかでもNi-Cu合金は耐食性に優れた材料であり、海水環境、苛性ソーダやアンモニア等のアルカリ環境、非酸化性酸の環境にて使用できる数少ない合金の一つである。この合金は機械的性質にも優れ、化学プラントや海水環境用途でのボルトやナット、ポンプ部品、シャフト、ボイラ用給水管、熱交換器・復水器用管、電子機器部品などに用いられている。

しかしながらこのNi-Cu合金は結晶粒の粗大化が起こりやすく、熱間加工性の低下、すなわち製造性の悪化を招くことがある。結晶粒径が熱間加工性に及ぼす影響を調査したところ、試験前の結晶粒が小さいほど絞りが高い領域が広く、熱間加工性が優れているという結果が得られた (Fig.1)。すなわち、熱間加工性を向上させるためには結晶粒の微細化および粗大化の抑制が重要であるといえる。

一般に結晶粒の微細化には再結晶が利用されている。この再結晶は熱間加工中に連続的に発生する動的再結晶と、冷間もしくは熱間加工後の加熱により起こる静的再結晶と

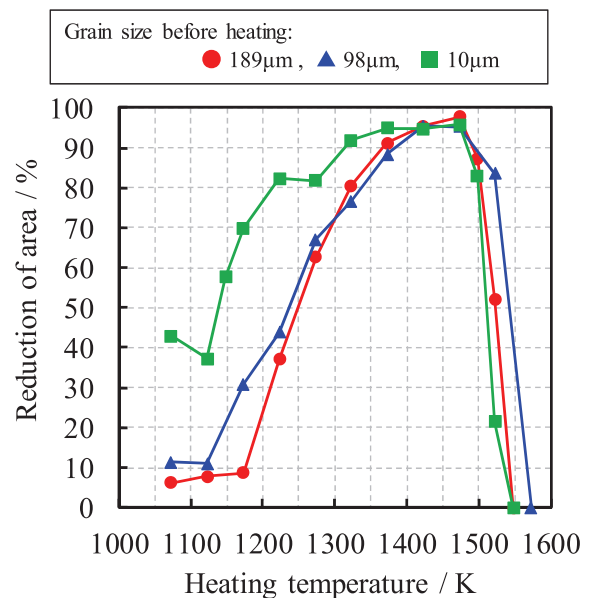


Fig.1 Effect of grain size before heating on reduction of area by Gleeble test

に分けられる。また動的・静的再結晶のいずれもさらに2つの機構に分けられ、粒界の一部がひずみ誘起粒界移動によって張り出し、ひずみがない領域が形成されるB機構 (bulging mechanism) と、基底と異なる方位をもつひず

* 研究・開発センター 新商品・技術開発室 商品開発グループ

みのない新しい粒が核生成・核成長により形成されるNG機構 (nucleation-growth mechanism) とがある (Fig.2)。結晶粒の微細化という観点からはB機構での再結晶は望ましくなく、NG機構での再結晶が起こることが望ましい。

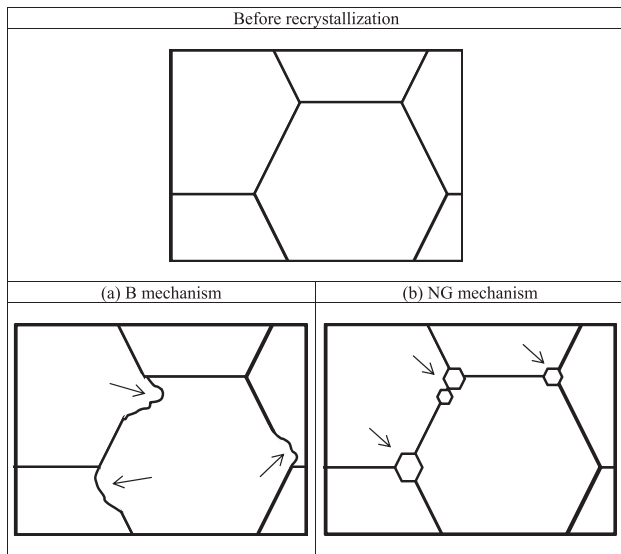


Fig.2 Schematics of two recrystallization mechanisms: (a) bulging mechanism and (b) nucleation-growth mechanism

これまでに様々な金属の動的再結晶に及ぼす初期結晶粒の影響や、Ni-Cu合金の熱間加工性に及ぼす合金元素の影響に関する研究がなされてきた^{1)~6)}。しかしながら、Ni-Cu合金の再結晶挙動に及ぼす加工条件に関する研究は行われていない。そこで本報告ではNi-Cu合金を用いて、再結晶挙動に及ぼす加工条件の影響について調査した結果を示す。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材として用いたNi-Cu合金の化学成分をTable 1に示す。析出硬化元素としてAlおよびTiを添加した成分系である。50kg真空溶解炉にて製造したインゴットの中周から、長手方向に $\phi 8 \times 12\text{mm}$ の試験片を作製した。

Table1 Chemical composition of the investigated alloy /mass%

Grade	C	Si	Mn	Ni	Cu	Fe	Al	Ti
Ni-Cu alloy	0.14	0.15	0.62	Bal.	29.97	0.76	3.05	0.53

2.2 再結晶挙動の調査方法

2.2.1 動的再結晶挙動の調査

熱間加工の再現には富士電波工機製の熱間加工再現装置サーメックマスターZを用いた。試験パターンの模式図をFig.3 (a)に、熱間加工後の結晶粒度の測定位置の模式図をFig.4に示す。高周波加熱にて所定の温度まで加熱後

10sec保持し、所定のひずみ速度にて所定のひずみ量まで加工を加え、Arガスにより急速冷却した。加熱温度 T_1 は1323~1473Kまで50K毎、ひずみ量 ϵ は10%、20%、ひずみ速度 ϵ' は0.18/sec、0.36/secとした。冷却後の試験片の中心を通るように長手方向に切断後、中心付近の再結晶粒の面積率を算出して評価した。

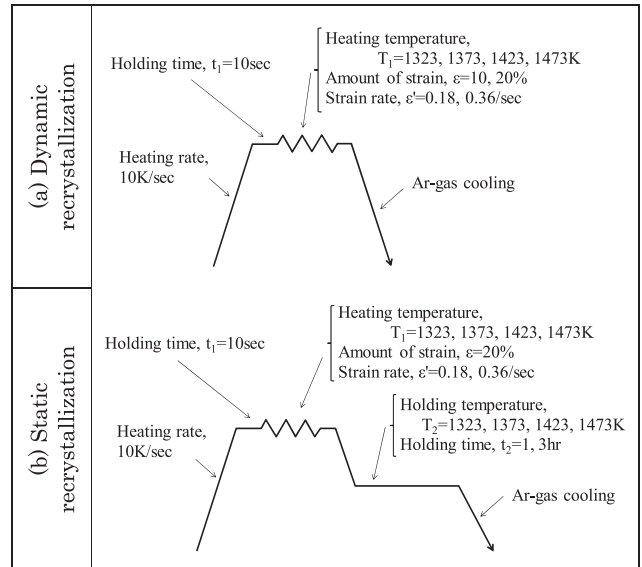


Fig.3 Schematic illustration showing test patterns

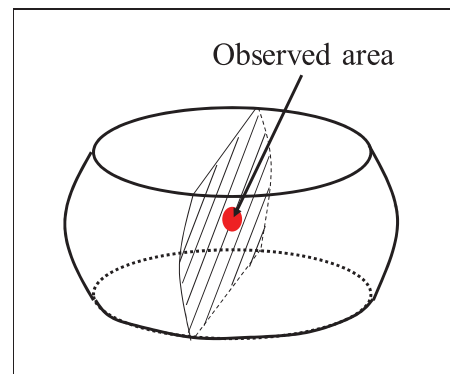


Fig.4 Schematic illustration of observed area after hot-working

2.2.2 静的再結晶挙動の調査

試験パターンの模式図をFig.3 (b)に示す。①熱間加工前の加熱温度 T_1 と加工後の保持温度 T_2 が同じ温度である条件と、②熱間加工前の加熱温度 T_1 よりも加工後の保持温度 T_2 が低い温度である条件に関して調査を行った。加熱温度 T_1 は1323~1473Kまで50K毎、ひずみ量 ϵ は20%、ひずみ速度 ϵ' は0.18/sec、0.36/sec、保持温度 T_2 は1323~1473Kまで50K毎、保持時間 t_2 は1hr、3hrとした。冷却後の試験片の中心を通るように長手方向に切断後、中心付近の再結晶粒の粒度番号を比較して評価した。

3. 実験結果

3.1 動的再結晶挙動の調査結果

試験後の代表的なミクロ組織をFig.5に示す。B機構の再結晶の例では粒界の張り出しが認められた箇所に矢印を、またNG機構の再結晶の例では旧粒界の位置を破線で示した。すべての試験条件でB機構の再結晶が見られたが、 $T_1=1423\text{K}$, $\epsilon=20\%$, $\epsilon'=0.18/\text{sec}$ (高温、高ひずみ量、低ひずみ速度) の条件以外ではNG機構の再結晶はほぼ認められなかった。NG機構による動的再結晶粒の面積率をFig.6に示す。前述の条件でわずかにNG機構の再結晶が見られたがそれも極少量 (面積率で約1.2%) であり、核生成を伴う動的再結晶はほぼ起きないことがわかった。

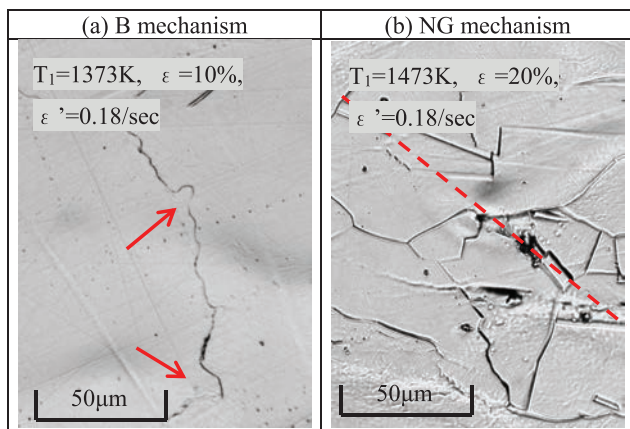


Fig.5 Examples of microstructure after dynamic recrystallization test

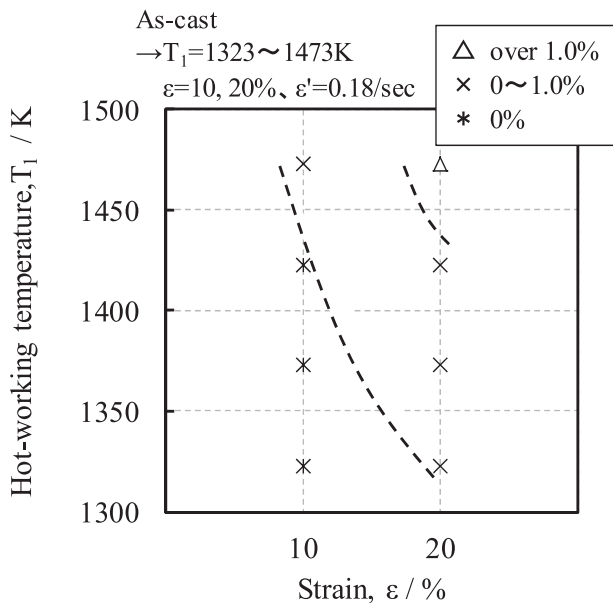


Fig.6 Area ratio after dynamic recrystallization test

3.2 静的再結晶挙動の調査結果

①熱間加工前の加熱温度 T_1 と加工後の保持温度 T_2 が同じ温度である条件での代表的なミクロ組織をFig.7に示す。全ての条件において、観察したほぼすべての領域でNG機構の再結晶が認められた。熱間加工後の高温保持が結晶粒度に及ぼす影響をFig.8に示す。保持温度が高いほど粒度番号が小さく、これはいずれの保持温度でもNG機構の再結晶が起きたが、保持温度が高いほど再結晶後の粒成長が顕著であったためだと考えられる。

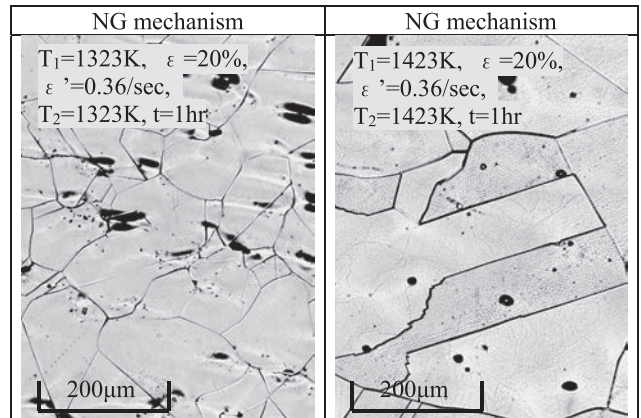


Fig.7 Example of microstructure after static recrystallization test of which holding temperature is same as hot-working temperature

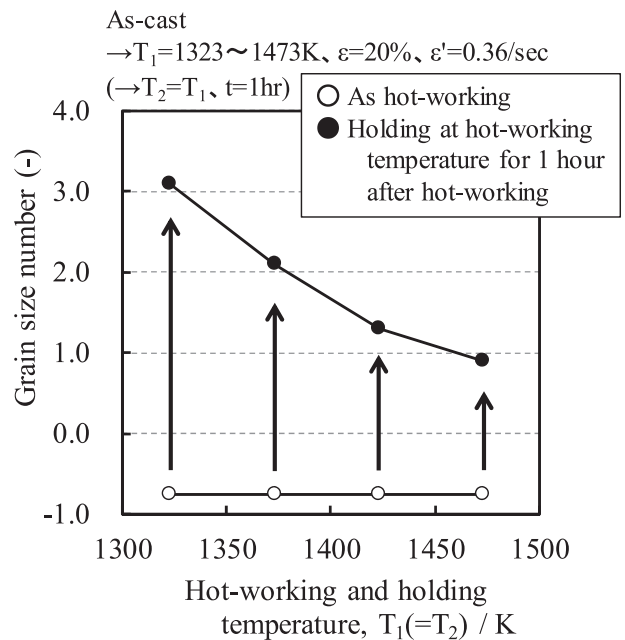


Fig.8 Effect of holding temperature after hot-working on recrystallization grain size number

②熱間加工前の加熱温度 T_1 よりも加工後の保持温度 T_2 が低い温度である条件での代表的なミクロ組織をFig.9に、保持時間が結晶粒度に及ぼす影響をFig.10に示す。加工温度と加工後保持温度が異なる場合もNG機構での再結晶が見られ、加工後の保持温度が高いほど結晶粒成長が促進されていた。また保持時間を変化させた場合、1323および1373K保持では、1~3hrの間は保持時間に関わらず結晶粒度はほぼ一定であったが、1423K保持では保持時間の増加に伴い明らかな粒成長が起こった。

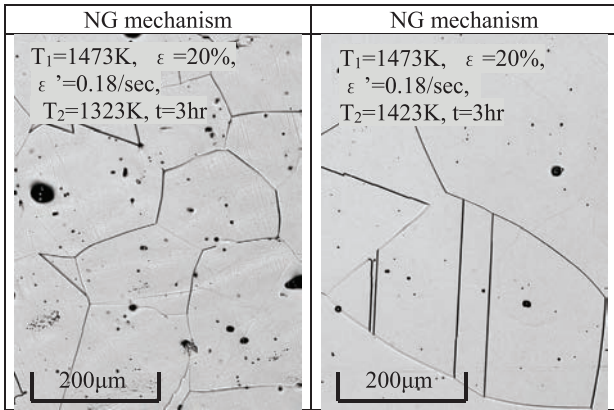


Fig.9 Example of microstructure after static recrystallization test of which holding temperature is lower than hot-working temperature

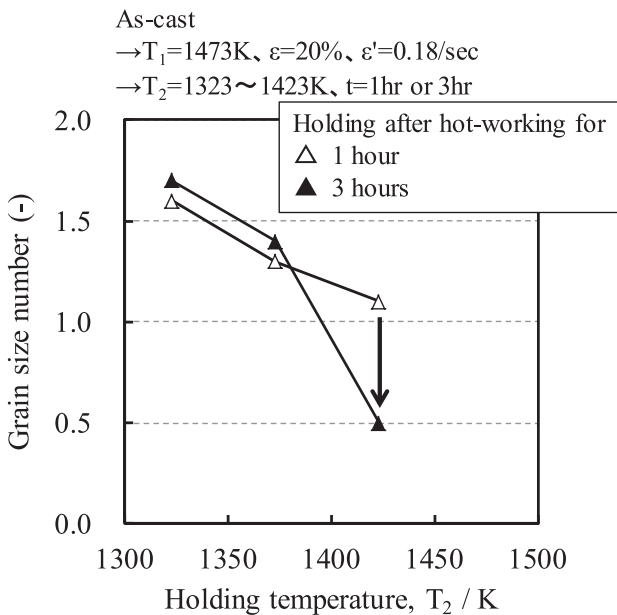


Fig.10 Effect of holding temperature and time after hot-working on recrystallization grain size number

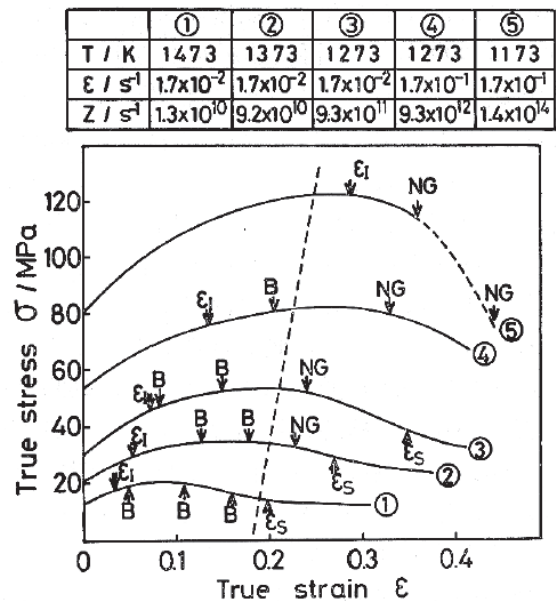
4. 考察

今回の実験条件では、 $T_1=1423\text{K}$, $\epsilon=20\%$, $\dot{\epsilon}=0.18/\text{sec}$ (高温、高ひずみ量、低ひずみ速度) の条件以外ではNG機構の動的再結晶は認められなかった。これはひずみ量20% (真ひずみ $\epsilon_1=0.22$) ではB機構が支配的であったためと考えられる。一般に動的再結晶がいずれの機構により生成するかはZener-Hollomon因子 Z によって決まると言われている。ここでZener-Hollomon因子を示す。

$$Z = \dot{\epsilon}' \times \exp(Q/RT) \dots\dots (1)$$

Z : Zener-Hollomon因子 (/sec)、 $\dot{\epsilon}'$: ひずみ速度 (/sec)、 Q : 見かけの活性化エネルギー (kJ/mol)、 R : 気体定数 (J/K/mol)、 T : 温度 (K) である。牧ら⁷⁾が行ったFe-31Ni-0.3Cの動的再結晶挙動に関する調査では、高 Z 変形 (Fig.11、⑤) では再結晶の開始段階 (ϵ_1) からNG機構が支配的であるのに対し、低 Z 変形 (Fig.11、①) の場合には再結晶の開始から定常状態に至る ϵ_S までB機構が支配的に起こるという結果を得ている。本研究での見かけの活性化エネルギー Q が牧らの調査結果と同等であるとはいえないが、もし同じと仮定すると、 Z 因子は $1 \times 10^{11} \sim 6 \times 10^{12}$ 程度の範囲となり (Fig.11、③~④の範囲)、NG機構が生じ難かった試験結果と一致する。

また熱間加工後に高温保持することで、NG機構での静的再結晶を起こすことがわかった。1323~1373Kの1~3hr保持では結晶粒度に違いはなかったものの、1423Kの3hr保持では明らかな粗大化が起こった。このように、静的再結晶の促進と粒成長の抑制に適する温度-時間条件があることがわかった。



B : bulging mechanism, NG : nucleation-growth mechanism

Fig.11 Change in formation mechanism of dynamic recrystallization with ϵ and Z in Fe-31Ni-0.3C austenitic alloy⁷⁾

5. 結言

Ni-Cu合金を用いて再結晶挙動に及ぼす加工条件の影響について調査した結果、以下の知見を得た。

- (1) 本調査条件範囲では、NG機構での動的再結晶はほぼ起こらないことがわかった。これはZener-Hollomon因子Zの値が小さかったためと考えられる。
- (2) 熱間加工後に高温保持を行うと、NG機構での静的再結晶が起こることがわかった。熱間加工後の保持温度が高いと再結晶後の粒成長が促され、1423K×3hr以上ではより顕著に粒成長が起こることがわかった。すなわち、静的再結晶の促進と粒成長の抑制には適する温度-時間条件がある。

参考文献

- 1) D.Ohadi, M.H.Parsa, H.Mirzadeh:Materials Science & Engineering A, 565 (2013), 90
- 2) H.Mirzadeh, M.H.Parsa, D.Ohadi:Materials Science & Engineering A, 569 (2013), 54
- 3) S.V.S.Murty, S.Torizuka, K.Nagaki, T.Kitai, Y.Kogo:Materials Science and Technology, 26 (2010) 7, 879
- 4) A.DEHGHAN-MANSHADI, P.D.HODGSON: METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, 39A (2008), 2830
- 5) 西本学,高橋渉,志田善明:鉄と鋼, 78 (1992) 8, 1399
- 6) 馬場義雄,金子純一:軽金属, 31 (1981) 8, 553
- 7) 牧正志,田村今男:鉄と鋼, 70 (1984) 15, 2073

■ 著者



淵上 太一