

## ニッケル基超合金のせん断変形によるマクロ偏析及び凝固割れの形成過程のその場観察

### In-situ Observation of Formation Process of Macroseggregation and Solidification Cracking by Shear Deformation in Nickel-Based Superalloys

西村 友宏, 小森 康平, 浦川 裕翔  
Tomohiro Nishimura, Kohei Komori, Yutaka Urakawa

(株)神戸製鋼所  
Kobe Steel, Ltd.

ニッケル基超合金の凝固割れの特徴（合金元素）を明らかにすることを目的として、時間分解 X 線イメージングによってせん断変形過程のその場観察を行った。BL20B2 の高輝度単色光を用い、毎秒 1 枚の時間分解でせん断変形の過程を撮影した。せん断変形させた箇所から離れた箇所において、割れが形成した。固液共存体である試料中を、歪を伝播することで、割れが形成したと示唆される。

**キーワード：** ニッケル基超合金、せん断変形、凝固割れ

#### 背景と研究目的：

CO<sub>2</sub> 削減、省エネの観点から、発電用ガスタービンや航空機ジェットエンジンの一層の高効率化が求められている。そのためには、部材軽量化やタービン入口の温度上昇が有効となる。そこで、軽量耐熱材料の開発が盛んに行われており、コバルト基合金、ニッケル基超合金、チタンアルミ基合金などが開発されてきた。その中でも特にニッケル基超合金は、高温強度、耐食性、耐酸化性に優れた特長を有しており、現在でも特性向上のための合金設計（新合金開発）が盛んに行われている。そのため、今後もニッケル基超合金の使用は拡大すると期待される。

ニッケル基超合金は、鋳造用と鍛造用の 2 種類がある。鋳造用では、鋳塊の品質が製品性能に直結する。鍛造用でも、鋳塊の品質によっては鍛造性が悪化するなどの問題が起こり得る。そこで、ニッケル基超合金の使用拡大のためには、高品質な鋳塊を低コストで製造できる技術が必要となる。

ニッケル基超合金は一方向凝固、ロストワックス法などのプロセスで鋳塊が製造されている。これらの製造プロセスでは、凝固収縮や溶質分配などに起因して鋳造欠陥（マクロ偏析や凝固割れなど）が形成する。鋳造欠陥は機械特性低下などに直結することに加えて、熱処理工程や鍛造工程での除去が困難である場合が多いため、鋳造工程で低減する必要がある。ニッケル基超合金は添加元素が多いため、特に鋳造欠陥が形成しやすい。また、特性向上とトレードオフの関係で鋳造性が悪化することもあり、鋳造欠陥の一因となる。そこで、低コストで高品質な鋳塊製造技術確立には、鋳造欠陥の理解が必要となる。高品質な鋳塊の製造によって、鍛造工程などの最適化（時間短縮、低温化など）が可能となり、製造工程全体でのコストダウンに繋がることも期待できる。

放射光を用いた時間分解 X 線イメージングによる凝固その場観察が、高温での現象を把握する上で有効な手法となっている[1]。これまで、鉄鋼材料などで多くの興味深い知見が蓄積されてきた。また、固液共存状態の試料（固液共存体）をせん断変形させた際の挙動をその場観察することで、マクロ偏析や凝固割れの形成機構を解明する取組も行われている[2]。そこで、ニッケル基超合金においてせん断変形過程をその場観察することで、鋳造欠陥の形成を時間発展（形成位置や形成時期など）で実証的に理解できると期待される。

そこで本研究では、時間分解 X 線イメージングによる凝固その場観察技術を応用して、固液共存体をせん断変形させる実験を行い、ニッケル基超合金のマクロ偏析・凝固割れの挙動(形成位置や形成時期など)を明らかにすることを目的としている。

### 実験：

X線の上流側から、1)光源、2)モノクロメーター、3)X線シャッター・スリット、4)吸収板、5)真空チャンバー(加熱炉+試料)、6)検出器を配置した。

試料を一定速度で室温から加熱し、固液共存体となった状態で温度保持した。その後、試料下部からアルミナ棒を押し込み、試料をせん断変形させた。試料が割れなかった場合は、昇温を再度行い、アルミナ棒を押し込んでせん断変形させた。これを繰り返すことで、割れの形成過程を観察した。観察は毎秒1枚の時間分解で実施した。加熱炉内には温度勾配は殆ど付いていないため、試料内の温度はほぼ均一である。試料形状は2 mm x 4 mm x 0.2 mmとした。X線エネルギーは28 keVとした。透過像の空間分解能は1ピクセル2.74 μmであった。

### 結果および考察：

一例として、Ni-21Cr(mass%)二元系合金におけるせん断変形の過程の透過像を図1に示す。割れに影響の大きい元素を明確化するために、二元系合金で実施した。また、Cr濃度はインコネルを参考にして選択した。固液共存状態になった段階で、温度を保持して、試料の左下からアルミナ棒を挿入することで、せん断変形を行った。試料中には粒界が形成しており、粒界には液膜が存在していた。

せん断変形をしている過程において、割れが形成した(赤矢印で示した箇所)。今回の実験から、少なくともCrが含まれることで割れが発生することが明らかとなった。割れはアルミナ棒の近傍ではなく、離れた箇所で発生した。せん断変形によって生じた歪が試料中を伝播し、割れやすい箇所(例えば粒界におけるマクロ偏析の形成箇所)において割れが発生したと考えられる。

### 今後の課題：

ニッケル基超合金(例えばインコネル相当合金など)やその他の元素の二元系合金での割れの特徴を明らかにする。

### 参考文献：

- [1] H. Yasuda et al., *ISIJ Int.* 51 (2011), 402-408.
- [2] T. Nagira et al., *Scripta Mater.* 64 (2011), 1129-1132.

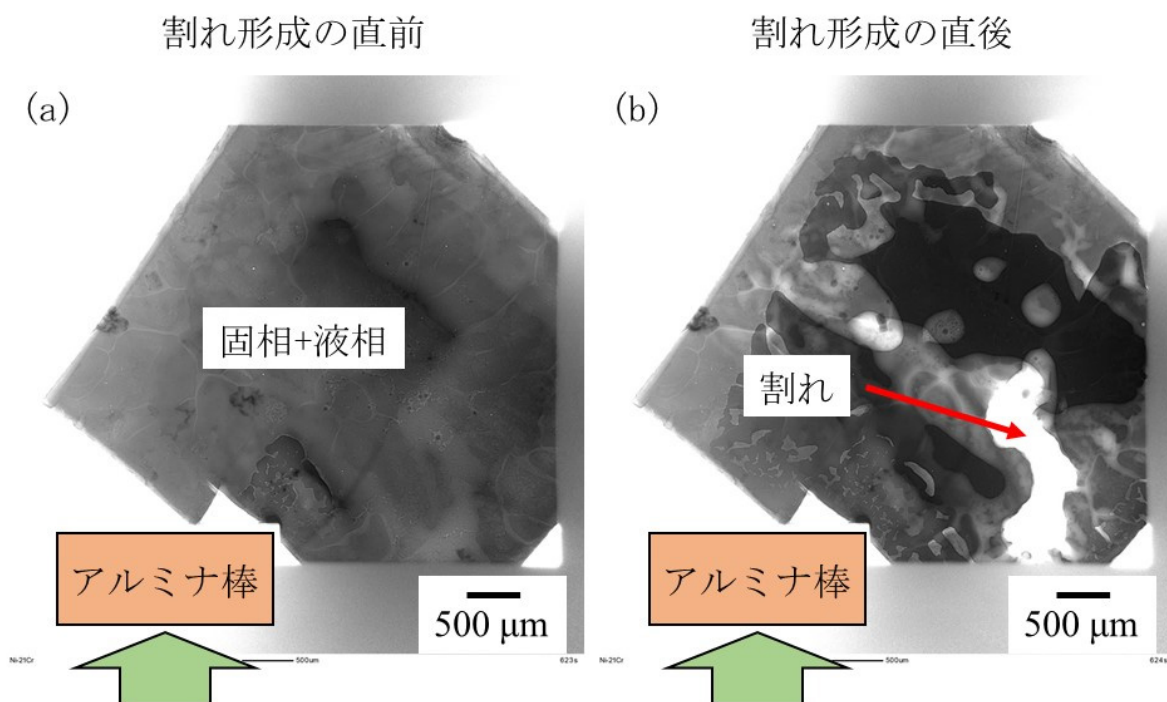


図1 Ni-21Cr 二元系合金のせん断変形の過程を撮影した透過像