

# 耐熱合金 A-286 に関する研究

小原 嗣朗・立沢 清彦

## A Study on the Heat-Resisting Alloy A-286

By

Shiro KOHARA, Kiyohico TATSUZAWA

**Abstract:** An experimental investigation was carried out on high temperature properties and recrystallization of the heat-resisting alloy A-286. The temperature dependence of hot hardness resembled to that of high temperature tensile strength, but the temperature dependence of long-time hot hardness did not correspond to that of long-time rupture strength. The effect of cold working before the aging treatment was investigated. Overaging occurred faster with increasing cold working. In general, the average grain size increased with aging time regardless of reduction. When the reduction of cold working is lower, the average grain size decreased with increasing reduction, but increased when reduction is higher. It was revealed from these results that recrystallization is accelerated when precipitation occurs simultaneously.

Thermal expansion of the alloy was also measured and the coefficient of thermal expansion was determined to be  $20.50 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  through the temperature range 20-1000°C.

### 概 要

耐熱合金 A-286 について、高温硬度と他の機械的性質の関連を研究した結果、高温硬度の変化は引張強さの変化と対応するすことを認めた。次に、溶体化処理の後に冷間加工を行なって時効処理を行なうと、析出が著しく促進されることを明らかにした。またこの過程と同時に起こる再結晶は、加工度が増すほど平均粒径が大きくなることを示した。さらに時効処理をした後の熱膨張係数の測定を行なって、20~1000°C の温度範囲の熱膨張係数が、 $20.50 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  であることを決定した。

### 1. ま え が き

現在、ジェットエンジン用の耐熱合金として広く使用されている A-286 合金は、ニッケル・クロム鋼の一種であって、一般に 700°C までの温度範囲で高い強度が要求される用途に用いられている。F-104 に搭載されている J79 エンジンには、タービンローターやタービンフレームあるいはアフターバーナーなどにこの合金が実際に使用されている。この合金は鍛造、加工ができるので薄い板材にすることが可能であり、また溶接も可能であるので、J79 エンジンでは、静止部は軽量で強度のある板金構造が用いられているが、これが J79 エンジンの性能向上の一因にもなっている。この合金は、米国の Allegheny Ludlum Co. によっ

て開発され、ジェットエンジンへの応用は主として Ryan Aeronautical Co. によって行なわれた。

この合金についてももう少し詳しく述べると、まず組成は、出典によって多少の差があるが、第1表 [1]~[4] に示すようである。この合金の共通な組成範囲、および典型的な組成を示すと第2表 [5] のようである。鉄にニッケルとクロムを加えたニッケル・クロム鋼は、

第1表 A-286 合金の組成

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Ti	Al	V	B	Fe	文献
0.08	1.35	0.50	15	26	1.25	2.0	0.25	0.3		Bal.	[1]
0.08	1.6	0.65	15.00	25.00	1.25	2.10	0.20	0.30	0.003	Bal.	[2]
0.05	1.35	0.50	15	26	1.25	2.0	0.2	0.3		Bal.	[3]
0.05	1.35	0.95	15.0	26.0	1.25	2.00	0.20	0.3		Bal.	[4]

第2表 A-286 合金の標準組成と標準熱処理条件

		C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Ti	Al	V	Fe
組 成	範囲	0.08 max.	1.00 ~2.00	0.40 ~1.00	0.04 max.	0.04 max.	13.50 ~16.00	24.00 ~28.00	1.00 ~1.50	1.75 ~2.25	0.35 max.	0.10 ~0.50	Bal.
	標準	0.045	1.35	0.95	0.021	0.018	15.52	26.06	1.25	1.95	0.02	0.32	Bal.
熱処理		溶体化処理: 982°C (1800°F) × 1 hr → 油焼入 時効処理: 718°C (1325°F) × 16 hr → 空冷											

強度と耐熱性のすぐれた材料であるが、それには Ni と Cr の量の割合によって幾つかの系統がある。この合金は、そのなかで 16Cr-25Ni 鋼という分類 [6] に入るものである。これにさらに析出硬化に有効な Mo, Ti, Al, V などの合金元素が加えられているが、合金の成分の半分以上が鉄であるということは、経済的に非常に有利な材料とされている。

この合金は、いわゆる析出硬化型の合金であるが、これは溶体化処理の後に加工成形を行なったものを、時効処理によって強度を出させるのであるから、同じ Fe 基耐熱合金でも加工硬化型の合金にくらべると、取扱いが容易である。この合金は、Fe に Ni を合金させることによって高温のオーステナイト状態が安定化され、室温に至るまで変態が起こらない。したがってこの合金は非磁性である。この合金の時効硬化に最も影響のある化合物は、Ni<sub>3</sub>Ti [2] あるいは Ni<sub>3</sub>(Ti, Al) [7] であるとされている。これらの相は、900°C 以上の温度で地に固溶されるので、不適当な熱処理によって過時効の状態になった場合でも、900°C 以上の温度に加熱することによって再び析出物を固溶させることができる。このことも、この合金が広く使われている一因である。この合金は、溶体化処理および時効処理の条件によって強度が非常に変化する [2], [8]。したがって最適の熱処理条件として、第2表のような条件が推奨されている。この合金の物理的性質および機械的性質については、諸所にばらばらに発表されているが、一つの表にまとめられている例は少なく、またそれぞれの数値にもかなりの差がある。第3表はそれらの数値のうち最も適当と思われるものを選んでまとめたものである。

A-286 合金については、すでに多くの研究が発表されているが、ここでは高温硬度と高温

第3表 A-286 合金の諸特性

融解温度	1400~1430°C	
密度	7.94 g/cm <sup>3</sup>	20°C
熱伝導率	0.0359 cal/cm <sup>2</sup> /cm/sec/°C	150°C
熱膨張係数	16.5 × 10 <sup>-6</sup> /°C	20~100°C
弾性係数	2.11 × 10 <sup>4</sup> kg/mm <sup>2</sup>	20°C(時効後)
降伏強さ	64.0 kg/mm <sup>2</sup>	"
引張強さ	105.5 kg/mm <sup>2</sup>	"
伸び	24%	"

強度との関連、冷間加工と再結晶および結晶粒成長の関係、および熱膨張率の測定などに関して行なった実験の結果について述べる。

## 2. 実験方法

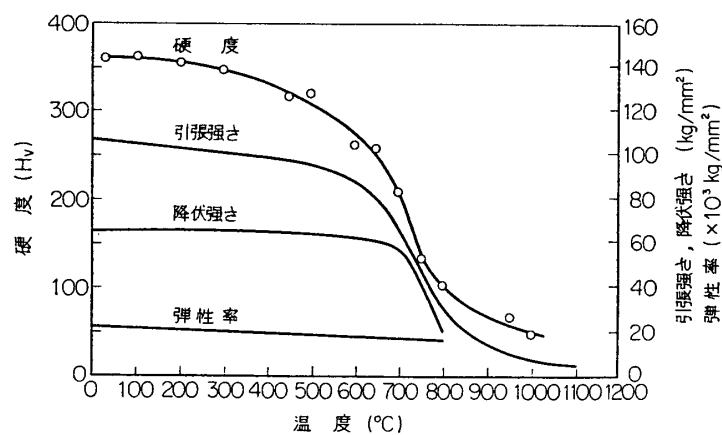
実験に用いた試料は国内で製造された材料で、その化学分析値は第4表に示すとおりである。

第4表 実験試料の化学分析値

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Ti	Al	V	B	N	O	Fe
0.05	0.87	1.24	0.005	0.014	15.41	26.18	1.20	1.90	0.19	0.31	3 × 10 <sup>-4</sup>	13 × 10 <sup>-3</sup>	34 × 10 <sup>-4</sup>	Bal.

る。融解は大気中で行なって、 casting 後熱間鍛造によって棒状に仕上げたものを素材に用いた。溶体化および時効処理は、第2表に示す標準の条件によって行なった。それ以外の熱処理も含めて、加熱する場合は表面の酸化を防ぐためにすべてアルゴン雰囲気で行なった。

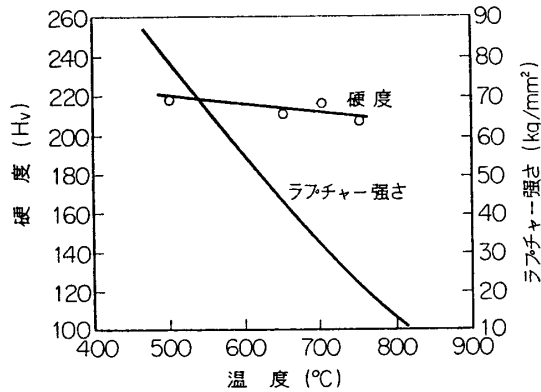
試料の高温硬度の測定は、日本光学 EOF-4 型高温微小硬度計によって行なった。加工および熱処理に伴う平均粒径の変化の測定は、顕微鏡写真によって測定した。また熱処理の過程で生じる析出物を、レプリカによって電子顕微鏡で観察した。これら顕微鏡の試料作製の際には、Marble 試薬および HCl : HF : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> = 1 : 1 : 2 の腐食液を用いた。熱膨張率の測定は、雅慶電機 GEW 式光学式膨張計によって行なった。



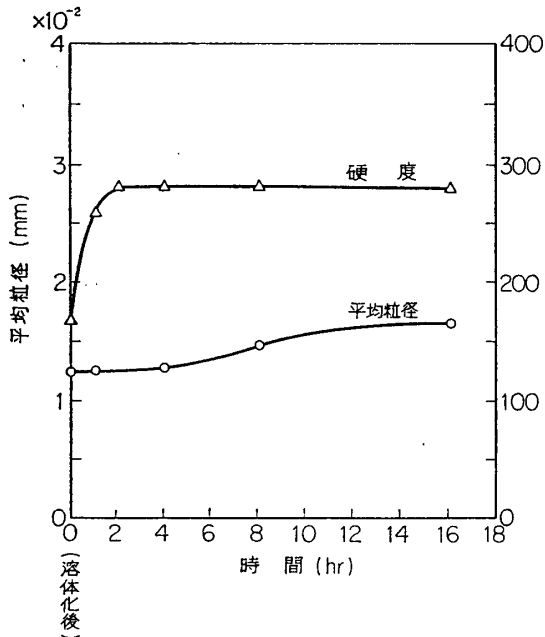
第1図 高温硬度と他の機械的性質（引張強さ、降伏強さ、弾性率）との対応

3. 実験結果および考察

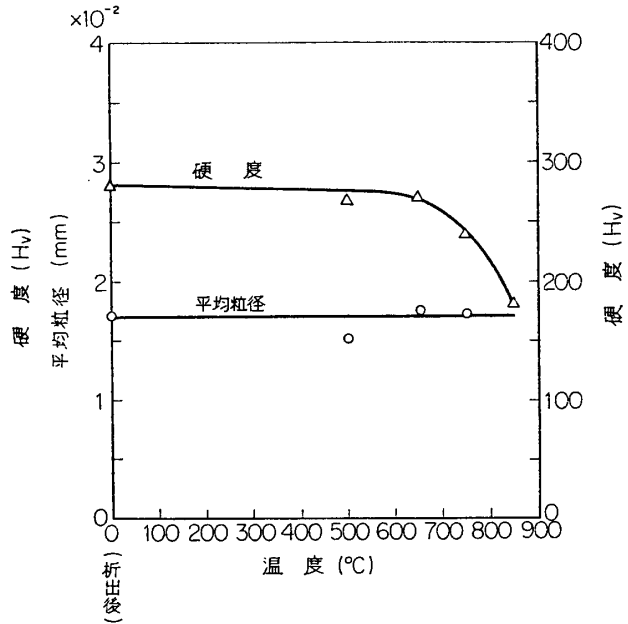
最初に、時効処理後の材料の高温硬度を測定して、高温における他の機械的性質と比較してみた。第1図は測定した高温硬度と、引張強さ[4]、降伏強さ[4]、弾性率[9]との比較であるが、高温硬度の変化は引張強さの変化と最もよく一致している。次に、高温硬度とラプチャー強さを比較してみた。第2図は、100 hr-ラプチャー強さと100 hr-高温硬度の比較で



第2図 100 hr-高温硬度と100 hr-ラプチャー強さとの対応



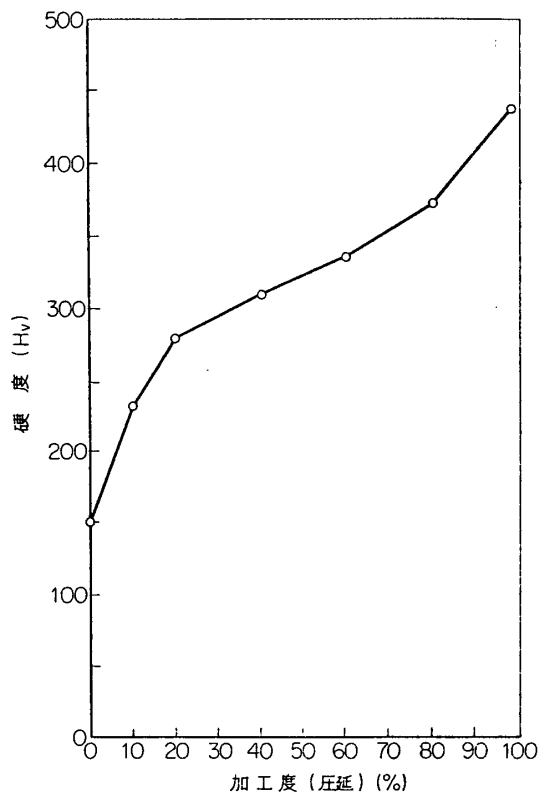
第3図 時効処理の過程における硬度と平均粒径の変化



第4図 時効処理後の硬度および平均粒径の温度に対する変化

ある。この測定では、高温硬度計のなかで試片を連続して100 hr 保つことは困難であったので、他の炉で相当時間保った後に試片を硬度計内に移して、再び同温度に保って100 hr 経過後硬度測定した。この場合は、前の例と異なり、高温硬度の変化はラプチャー強さの変化と必ずしも対応しない。すなわち温度に対して硬度はほとんど下がらないが、ラプチャー強

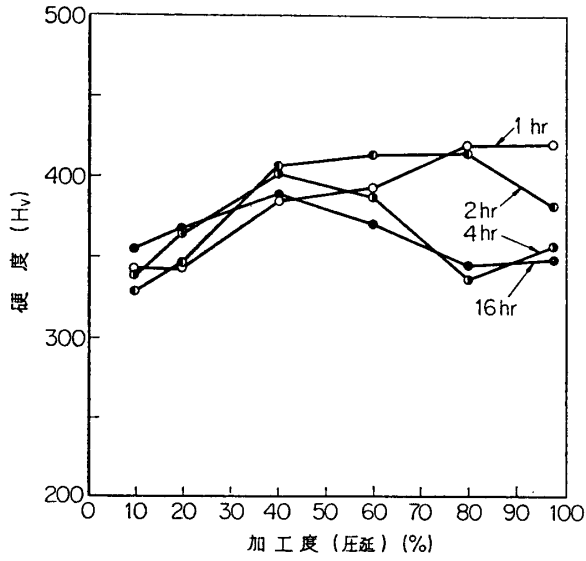
さは著しく減少している。100 hr というような長い時間高温に保たれた後であるから、析出はかなり進行して過時効に近い状態に達しているとする、析出物の大きさと分布状態が材料の強さおよび硬度に及ぼす影響に差があると考えられる。またこれに関連して結晶粒の成長などによる組織変化ということも考えられる。特に高温で応力が加わっている場合は、転位の移動、空格子点および異種原子の拡散、サブグレインの成長などが起こりやすいから、結晶粒界の移動も容易に起こると想像される。そのような状態と同じ条件ではないが、時効の過程における硬度の変化と平均粒径の変化、および時効処理後さらに高温に保った場合の、硬度の変化と、平均粒径の変化を測定した結果を、第3図および第4図に示す。これらの実験結果は、時効の過程においてはわずかながら結晶粒の成長が起こるが、時効処理が終わった後に高温に保ったものでは、ほとんど平均粒径に変化がないことを示している。これはおそらく析出過程の初期には、溶体化処理の際に生じた焼入ひずみの解消と、析出の際の原子の移動などが結晶粒界の移動を促進するためであろう。



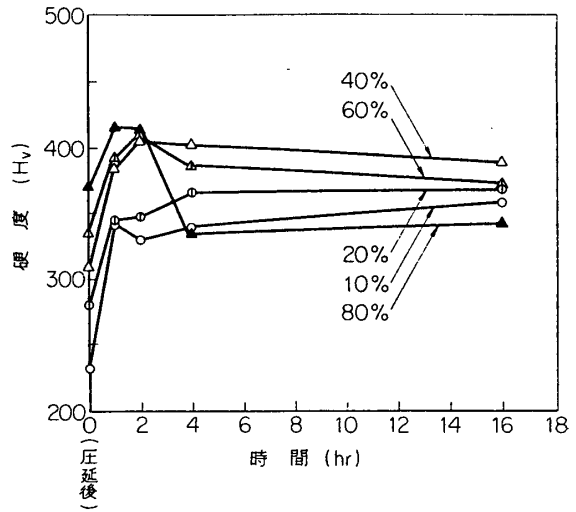
第5図 溶体化処理後の冷間加工による加工硬化

A-286 は、析出硬化型の合金であるから、溶体化処理の後に加工して所期の成形を行ない、その後時効処理によって強度を増すことが可能である。それで、溶体化処理後の状態における加工性と、加工に続いて時効処理を行なった場合時効過程において起こる再結晶と結晶粒成長について実験を行なった。982°C×1 hr の溶体化加熱の後に油焼入した状態の材料は圧延によって容易に変形し、側面に多少の割れを生じたが98%まで冷間圧延することが可能であった。この場合の加工硬化の様子は、第5図のようである。特に高加工度になると、加工硬化は著しくなる。このように溶体化処理後冷間圧延を加えた試片に、716°C×16 hr の時効処理を行なった場合、時効の過程における硬度の変化を測定した結果が、第6図および第7図である。第6図は、加工度が高いほど析出が促進され、高加工度のものは716°C×16 hr の標準の時効処理ですでに過時効気味になることを示している。このことは第7図ではもっと明瞭で、60%以上の加工度では析出が著しく促進され、2時間以内で最高硬度に達し、その後は硬度が減少していくことを示している。これらの結果から、この合金を溶体化処理の後に冷間加工によって成形する場合は、加工度を適当な限度に止める必要があることがわかる。

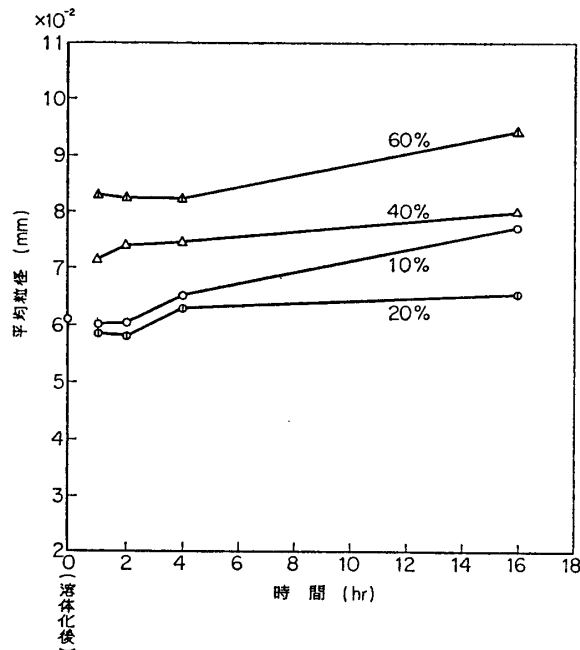
これと並行して行なった試片内の平均粒径の測定は、大変興味ある結果を示した。このよ



第6図 溶体化処理後の冷間加工度と時効過程における硬度変化



第7図 時効過程における溶体化処理後の冷間加工による硬度変化



第8図 時効過程における溶体化処理後の冷間加工による平均粒径の変化

うな析出の過程と同時に起こる再結晶の現象に関しては、これまでにほとんど研究されていない。加工度が増して析出が促進されると、再結晶がどのように変化するかという実験の結果は第8図に示されている。全体としての傾向は、時効時間とともに平均粒径が増加している。これは再結晶後に結晶粒成長が起こっていることを示している。しかし興味ある事実は、20%までの加工度の場合には加工度の増加によって平均粒径が減少しているが、40%以上

の加工度の場合、これと逆に平均粒径は加工度とともに増加する傾向を示しているということである。このことは、第6図、第7図の硬度変化の曲線と対応させると、冷間加工によって析出が促進されたためと考えることができる。結晶粒界と異種原子との相互作用 [10] によって、結晶粒界の移動は一般に析出物によって妨げられるが、このように析出が促進された状態では、結晶粒界の移動が容易になるか、あるいは結晶粒界の移動も促進される現象が起こるのであろう。時効処理の過程における顕微鏡組織を示す写真1からも、加工度の高

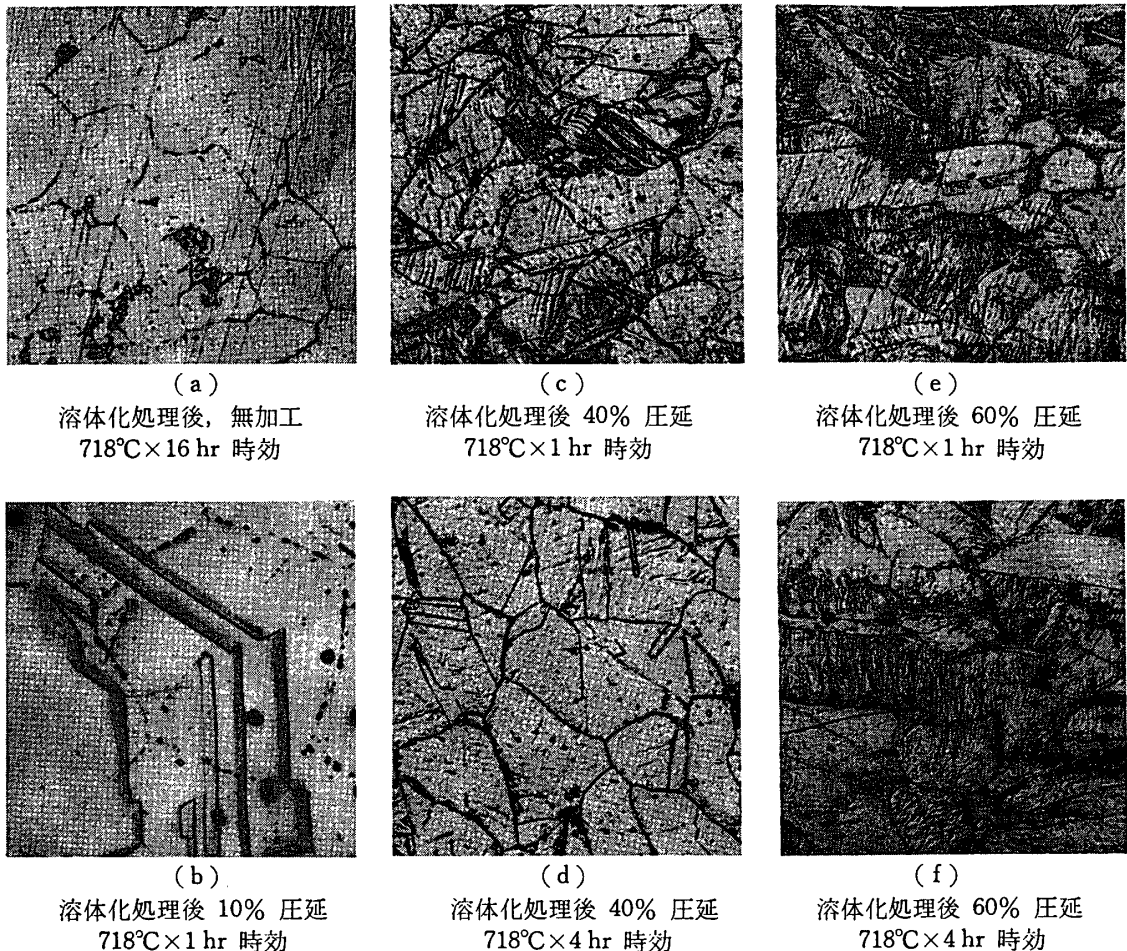
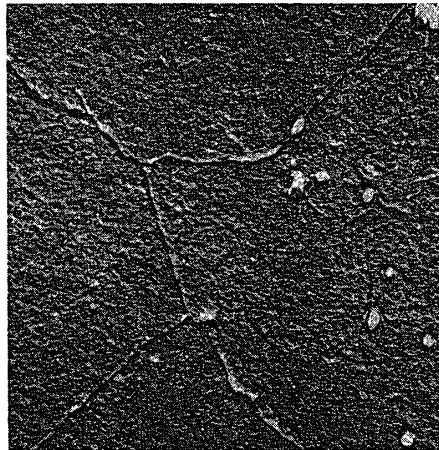


写真1 時効処理の過程における顕微鏡組織の変化  
(a), (c), (d), (e), (f)×100, (b)×400

いものほど析出物が多いことが認められる ((e), (f)). 40%圧延以上になると再結晶粒が圧延方向に伸びて、著しく異方的になることが認められる ((c), (e), (f)). しかし40%程度の圧延では結晶粒の成長とともに次第に等方的になるが (d), 60%圧延では再結晶が進んでも結晶粒の異方性はあまり変化しない (f) 溶体化処理後加工を行なわないで析出処理をした場合 (a) に比較すると、冷間加工を行なった場合は 1) 再結晶後に結晶粒の形に方向性が生じること、2) 双晶が多く認められること、3) 析出物が多く認められること、などの特徴がある。

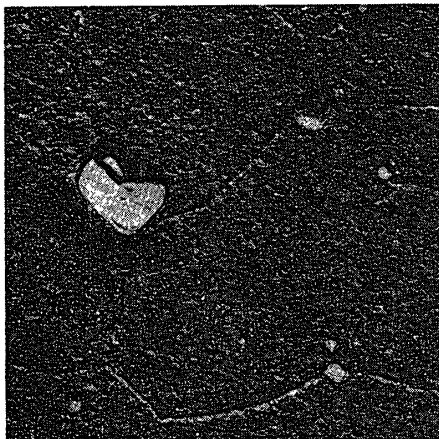
再結晶の起こらない限界の加工度は、圧延加工の場合は5~10%の圧延率であるとされている[2]が、この実験の場合は(b)に示すように、10%圧延の場合でも元の粒界(析出物の列で示されている)とは全く異なった位置に新しい粒界が現われていることから、再結晶が起こる限界の加工度はもっと低いと推定される。このような元の粒界に沿った析出物の列は、時効時間の経過とともに次第に消失する。



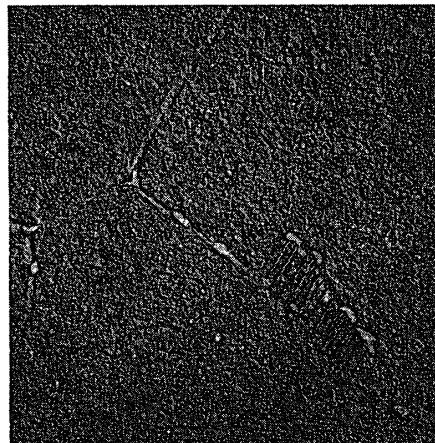
(a)



(b)



(c)



(d)

写真2 時効処理の過程で生じた析出物の電子顕微鏡写真  
溶体化処理後 718°C×16 hr 時効 (×2000)

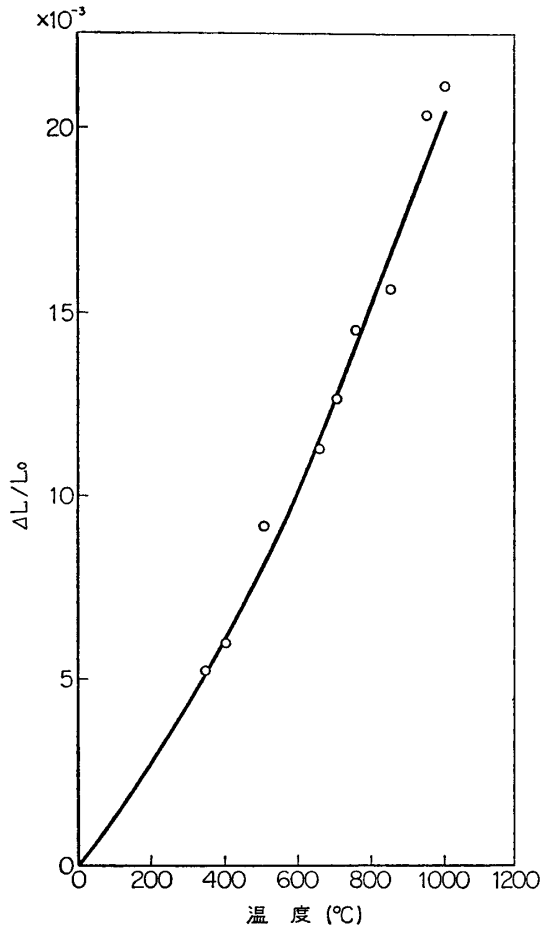
A-286 合金の時効の過程で析出する化合物は、

$\text{Ni}_3\text{Ti}$	$\eta$ 相
$\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$	$\gamma'$ 相
$\text{Ni}_{13}\text{Si}_6\text{Ti}_8$	G 相
TiC	Carbide 相
$(\text{Mo}, \text{Ti})(\text{Cr}, \text{Mn}, \text{Fe}, \text{Si})_2$	Laves 相

などであるとされている[7], [11], [12], [13]. 実際に観察される析出物は、写真2の電子顕微鏡写真に示すように、1) 結晶粒内に現われる析出物(a), 2) 結晶粒界に現われる



析出物 (b), 3) 結晶粒内または粒界に現われるかなり大きい塊状の析出物 (c), 4) 結晶粒界に層状の特有の形状で現われる析出物 (d), に分類される. 今回の実験ではこれらの析出物の同定を行なったわけではないので, はっきりしたことはいえないが, おそらく (a), (b) のような析出物は,  $\eta$  相,  $\gamma'$  相, G 相などであり, (c) のような析出物は Carbide 相であろう. (d) のような析出物は  $\eta$  相あるいは TiC と考えられているが, 以前行なった TiC-Ni



第5表 A-286 合金の熱膨張係数の測定値

温度(°C)	熱膨張係数 [×10 <sup>-6</sup> /°C]
1000	20.50
900	19.96
800	19.09
700	18.16
600	17.08
500	16.08

第9図 時効処理後の熱膨張率の測定結果

サーメットの研究 [14] の際に観察された析出物の形状からの類推によって, Ti と Ni の中間化合物であるように考えられる.

最後に時効処理を行なった後の材料の熱膨張係数の測定を行なった. 膨張率の測定結果を第9図に示す. この合金は時効の間に約0.6%の密度変化がある [2] とされているが, 時効処理後の合金を高温に加熱した場合は, 1000°C までの温度範囲で著しい変化は認められなかった. またこの測定結果から計算した熱膨張係数の値を第5表に示す. 他に発表されている熱膨張係数の値 [9] と比較すると, 低温領域ほど誤差が大きい. これは用いた膨張計が光学式のものであって, 炉内の明るさによって精度が変化し, 高温領域の方が精度がよいためであると考えられる.

#### 4. む す び

以上の実験結果を要約すると次のようである。

- (1) A-286合金の高温硬度の温度に対する変化は、引張強さの変化によく対応する。しかしラプチャー強さの変化とは対応しない。
- (2) 溶体化処理を行なった後のA-286合金は、かなりよく冷間加工できる。90%以上の冷間圧延も可能である。
- (3) 溶体化処理後冷間加工を行なったA-286合金は、時効処理を行なうと加工度が高いほど析出が促進される。圧延加工の場合60%以上の圧延率では標準の時効処理の間に容易に過時効になる。
- (4) 析出が促進された状態で同時に再結晶が起こると、再結晶粒の平均粒径は加工度が高いほど大きくなる傾向がある。
- (5) 時効処理後のA-286合金の熱膨張係数の測定を行なって、20~1000°Cの温度範囲の熱膨張係数が、 $20.50 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であることを決定した。

本研究は、V/STOL 総合研究のなかの材料班の研究として行なったものである。

1966年4月20日 材料部

#### 参 考 文 献

- [1] *Metals Handbook vol. 1*, ASM, 1961, 467.
- [2] L. J. Hull: *Metal Progress*, **76**, 1959, 6, 76.
- [3] W. F. Simmons: *Metal Progress*, **80**, 1961, 4, 84.
- [4] *Super-Strength Alloys STP No. 160*, ASTM, 1954, 204.
- [5] *ibid*, 69.
- [6] 佐藤: 日本航空学会誌, **11**, 1963, 20.
- [7] 長谷川, 寺崎: 材料試験, **10**, 1961, 90, 70.
- [8] 長谷川, 寺崎: 鉄と鋼, **48**, 1962, 607.
- [9] 金属材料, **1**, 1961, 5, 82.
- [10] K. Lücke, K. Detert: *Acta Metallurgica*, **5**, 1957, 628.
- [11] H. J. Beattie, Jr., W. C. Hagel: *Trans. AIME*, **209**, 1957, 911.
- [12] 長谷川, 寺崎: 鉄と鋼, **48**, 1962, 1586.
- [13] 長谷川, 寺崎: 鉄と鋼, **49**, 1963, 160.
- [14] 仁木, 小原, 田尻, 立沢: 窯業協会誌, **69**, 1961, 169.