

CAE 技術を活用した Alloy718 合金管製造技術

Manufacturing Technology for Alloy718 Seamless-Tubing Utilizing CAE Techniques

名越 亮太^{*1} 真見 智静^{*2} 三浦 滉大^{*3} 逢坂 彰太^{*4} 名倉 一隆^{*5}

西川 公介^{*6} 澤田 俊之^{*7} 西川 元裕^{*8} 藤松 威史^{*9}

NAGOSHI Ryota, MANAMI Tomochika, MIURA Kodai, AISAKA Shota, NAGURA Kazutaka,
NISHIKAWA Kosuke, SAWADA Toshiyuki, NISHIKAWA Motohiro, FUJIMATSU Takeshi

1. 緒言

Ni基耐熱合金は、近年のエネルギー効率向上要求や航空機エンジンの燃焼温度の高温化、さらには洋上風力や水素関連機器など新規市場の拡大を背景に、世界的に需要が増大している材料である。その中でも Alloy718は、優れた高温強度、耐食性、加工性を兼ね備え、航空宇宙、発電、石油化学、エネルギー分野など多岐にわたる用途で広く採用されており、Ni 基合金市場において占める割合も高い。したがって、Alloy718の適用領域拡大を目的とした製造技術の高度化は材料産業における重要な研究課題となっている。

当社は、特殊溶解プロセスであるESR (Electro-Slag Remelting) およびVAR (Vacuum Arc Remelting) 設備を備え、製鋼から棒鋼、さらにシームレス鋼管まで一貫して製造できる国内でも数少ない特殊鋼メーカーである。この一貫生産体制は、溶解品質管理の徹底、組成の均質化、介在物の低減、さらに最終製品形状までを見据えたプロセスの最適設計を可能とし、高付加価値材料の開発において優位な特徴である。近年、当社ではこの強みを最大限に活かすことによる成長市場への拡販を狙いとして、Ni基合金管の製造技術開発に積極的に取り組んでいる。本報告では管の試作対象として先に述べたAlloy718を選択した。

Alloy718の自由鍛造・型鍛造のプロセスモデリング研究^{1,2,3)} は数多く存在する。一方、熱間押出成形に関しては、棒押出の研究⁴⁾ はあるものの、管押出に関してはほとんどない。また、他のNi基合金の管押出においてもAlloy 690⁵⁾、617B⁶⁾、740Hおよび028⁷⁾ といった一部合金に関する報告に限られている。熱間押出成形の場合、プロセスパラメータが多く、それらのパラメータと成形品のミクロ組織との関係、製造時に必要な押出機の荷重容

量について実験的に得るのは困難である⁷⁾。これらの状況を踏まえ、本報告で示すようにCAE (Computer Aided Engineering) 技術を活用した熱間押出モデルおよび組織予測モデルを構築し、それに基づきAlloy718 管の熱間押出による成形試作を行なった。そして、得られた成形品の品質について予測精度との対比を行い、Ni基合金管製品の安定製造のための基盤技術が構築できたことを確認した。

2. 事前検討

2.1 塑性加工シミュレーションによる試作工程の最適化

2.1.1 押出手法

Ni基合金管の製造方法として、高合金の鋼管製造に適し、シームレス管の成形が可能なユージン・セジュールネ式⁸⁾ が注目される。当社では、同方式を用いて様々な鋼種の鋼管製品を製造している。この方式では、小ロット対応も容易であるため、高付加価値品の製造方法として適していると考えられる。

Ni基合金の製造性に関して、特にAlloy718は熱間加工時の変形抵抗が高く、正偏析部での $\gamma + \text{Ni}_2\text{Nb} \rightarrow \text{L}$ の共晶溶解現象⁹⁾ に起因した内部欠陥発生が起こる温度（オーバーヒート温度と呼ばれる）が、他のNi合金と比べて低いという特徴を有する。このため、製造のためのプロセスウィンドウが狭く、製造条件を最適化することが不可欠となる。

特に前述のユージン・セジュールネ式熱間押出は強加工を伴うプロセスのため、加工発熱が大きく、押出中に温度上昇が生じてオーバーヒートを招くリスクがある。これにより、ピレット加熱温度は過度に高く設定することができず、変形抵抗を大きく下げられないなかで、成形荷重を押出機的能力範囲内に収める条件を設定することが成形実現のキーとなる。

*1 研究・開発センター プロセス開発室 塑性加工グループ

*2 技術企画管理部 軸受・構造用鋼グループ

*3 研究・開発センター 新商品開発室 商品開発2グループ

*4 技術企画管理部 高合金鋼グループ

*5 鋼管製造部 鋼管製造課長

*6 生産技術部 鋼管技術グループ長

*7 研究・開発センター セネラルマネージャー

*8 研究・開発センター プロセス開発室長

*9 研究・開発センター 部長 博士 (工学)

そこで、Ni基合金の代表的材料であるAlloy718を対象に、CAE解析を用いて最適な押出条件の検討を行った。

2.1.2 シミュレーション条件

シミュレーションの条件をTable 1に示す。商用の有限要素シミュレーションソフトであるSimufact™ Formingを使用して、2次元軸対称モデルを作成した。モデリングする工程は加熱された中空ビレットが大気中で搬送され、コンテナにセットされた後、押出されるまでを対象とした。押出工程を模擬したシミュレーションモデルをFig. 1に示す。ここで、ビレットは剛塑性体、コンテナ、マンドレル、およびダイスは剛体としてそれぞれ設定し、計算を行った。

Table 1 Simulation condition of hot extrusion

Software	Simufact™ Forming v2024.4
Model	2D plane axis symmetry
Mesh	Quadrilateral
Alloy	Alloy718
Billet geometry	φ150 x 500 mm
Friction coefficient	Identified experimentally
Convective heat transfer coefficient	50 W/(m ² · K)
Initial number of elements	16805

2.1.3 加工発熱量の見積り

オーバーヒートのリスクを確認するため、シミュレーションにより押出時におけるビレットの加工発熱量の見積りを行った。押出前のビレットの中周ならびに押出直後の管の肉厚中心それぞれの代表温度の関係をFig. 2に示す。押出前後の温度同士には線形の関係が見られ、初期の温度条件によらず加工による温度上昇は約110℃と概ね一定であった。

以上の温度解析結果と、熱間加工実験から求めたオーバーヒート温度との比較に基づきビレット加熱温度を決定した。

2.1.4 押出条件の改善

前節で得られたビレット加熱温度の検討結果に基づき、押出機を用いたテストを4本実施した。その結果、押出成形に成功したのは4本中1本のみであった。押出できなかった要因解析の結果、ビレット搬送中の温度低下に伴う変形抵抗の増加、そして変形抵抗の増加に伴う押出荷重の増加が原因であると推定した。ただし、製造条件の設定上、ビレット搬送中の温度低下を考慮に入れてビレット加熱温度を高温化することは難しいため、ビレット加熱温度の工夫による改善には限度があると考えられる。

そこで、総合的に押出条件見直しを図ることとし、「ダイス形状の変更」、「押出比の低減」、および「加熱と搬送方法の改善」を押出荷重低減のキーポイントとして、シミュレーションを活用して低減効果を評価した。改良工程

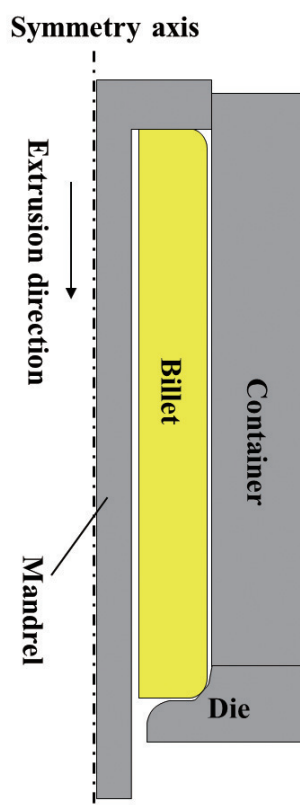


Fig. 1 Schematic illustration of hot extrusion process.

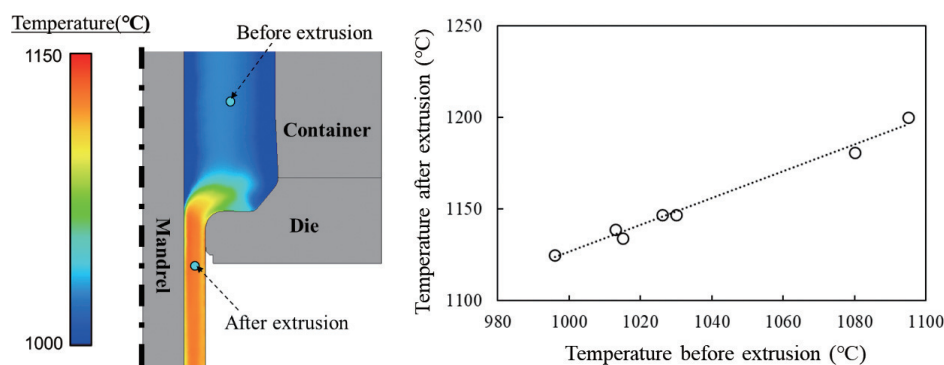


Fig. 2 Relation between representative temperature of billet before and after hot extrusion.

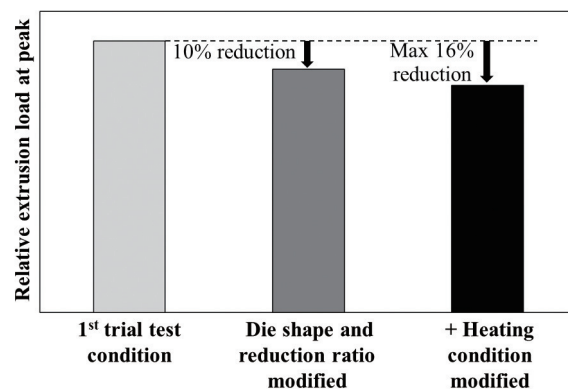


Fig. 3 Calculated extrusion load.

での計算押出荷重の結果をFig. 3に示す。従来条件と比較して、プレス荷重を最大で約16%低減できることが予測された。また、押出比の低減によって加工発熱を低減できると予想され、オーバーヒートのリスクを抑えた製造がより容易となる加工条件が見出された。

以上のように、CAEを駆使して押出条件の最適化を図り、試作条件を決定した。

2.2. ミクロ組織予測モデル

2.2.1 再結晶と粒成長モデル

前節では、シミュレーションを活用し、製品の割れ無かつ設備能力にて成形可能なAlloy718管の製造条件について検討した。一方、ミクロ組織因子として、結晶粒径は強度特性に影響を及ぼすことから、用途に応じて結晶粒径を適切に制御することが望まれる。Ni基合金は、安定結晶構造としてFCC構造をとり、相変態が生じないことから、鋼において一般に行われている相変態を活用した結晶粒径制御を利用できない。そこで、主に熱間加工時に導入されるひずみを駆動力として利用した再結晶を経由させた結晶粒径制御や、第二相として生成する金属間化合物の δ 相を粒界ピンニングに活用した粒成長の制御が行われている。結晶粒径を予測可能なモデルも提案されており、再結晶挙動と再結晶粒径、それに続く粒成長の各過程をひずみ量、ひずみ速度、温度などを変数として定式化したSellarsら¹⁰⁻¹¹⁾によって提唱されたモデルが知られている。

Ni基合金管をユージン・セジュールネ法により製造する過程では、被加工材の熱間加工中に動的再結晶が起こり、その後はダイスと押出材との摩擦熱や押出材自身の加工発熱によって温度が上昇し、それに伴う粒成長が起こると推測される。Fig. 4に熱間押出成形のシミュレーション結果を示す通り、押出材内部には相当ひずみと温度の分布が存在

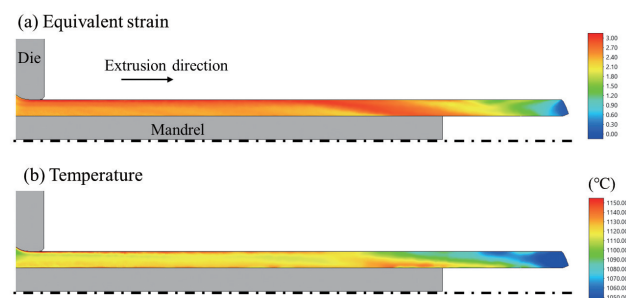


Fig. 4 Contour maps of (a) equivalent strain and (b) Temperature during hot extrusion.

する。このような押出材のひずみと温度履歴を実験的に再現することは困難であり、シミュレーションによる結晶粒径予測技術が不可欠である。

そこで、製品品質を担保する製造条件導出を支援する基盤技術として前節のCAEモデルと結晶粒径予測モデルを連成解析して熱間押出成形時の結晶粒径を予測する検討を行った。

結晶粒径予測モデルには、Ni基合金へ適用され有効性が確認されているSellarsら¹⁰⁻¹¹⁾の提唱した(1) - (4)式を用いた。各式中の材料定数については、Alloy718を対象とした文献値¹²⁻¹³⁾ならびにThermec Master Z(富士高周波工機(株))による圧縮試験から得られたピークひずみの温度・ひずみ速度依存性から同定した再結晶における活性化エネルギーを用いた。また、粒成長の活性化エネルギーについても、報告されている値¹³⁾の他に高温圧縮-高温保持の実験における結晶粒径の変化をもとに算出した値を用いた。そして、下式(1) - (4)が組み込まれた商用のFEMソフトウェアDEFORMTM-HTを用い、Table 2に示す熱間圧縮実験を模したシミュレーションを行った。圧縮試験片の各部位における結晶粒径を観察により算出し、シミュレーションの計算結果と比較することで妥当性を確認した。

(動的再結晶率)

$$X_{DRX} = 1 - \exp \left[-0.693 \left(\frac{\varepsilon - a_1 \varepsilon_p}{\varepsilon_{0.5}} \right)^k \right] \quad (1)$$

$$\varepsilon_{0.5} = a_2 \times d_0^{h_2} \times \varepsilon^{n_2} \times \dot{\varepsilon}^{m_2} \times \exp \left(\frac{Q_2}{RT} \right) \quad (2)$$

(動的再結晶粒径)

$$d_{DRX} = a_3 \times d_0^{h_3} \times \varepsilon^{n_3} \times \dot{\varepsilon}^{m_3} \times \exp \left(-\frac{Q_3}{RT} \right) \quad (3)$$

(粒成長)

$$d^{m_4} = d_0^{m_4} + t \times \exp \left(-\frac{Q_4}{RT} \right) \quad (4)$$

式(1) - (4)において、 X_{DRX} は動的再結晶率、 ε はひずみ、 $\varepsilon_{0.5}$ は動的再結晶率が50%となるひずみ、 ε_p は応力-ひずみ曲線の応力の極大値におけるひずみ、 $\dot{\varepsilon}$ はひずみ速度、 d_0 は初期結晶粒径、 d_{DRX} は動的再結晶粒径、 d は粒成長後の結晶粒径、 Q_i ($i=1 \sim 4$)は活性化エネルギー、 R は気体定数、 T は温度(K)、 t は時間(s)および

Table 2 Experimental condition of compression test.

Specimen geometry	Reduction (%)	Intermediate layer	Strain rate (s ⁻¹)	Test temperature	Dwelling time	Cooling medium
φ8 × 12 mm (Cylinder)	70	Mica	30	Compression: 1000 °C Dwelling: 1050 , 1100°C	0 , 30 , 60 s	N ₂ gas

k 、 a_i 、 h_i 、 n_i 、 m_i ($i=1\sim4$) は材料定数である。Table 3 に式 (1) - (4) に使用した定数を示す¹²⁻¹³⁾。

2.2.2 予測モデルの妥当性

構築した動的再結晶予測モデルの精度検証を行うため、Table 2の条件における高温圧縮加工直後にガス急冷をすることで動的再結晶組織を凍結する実験とそれを模したシミュレーションを行った。Fig. 5 (a) - (c) に、得られた相当ひずみ、結晶粒径分布、および結晶粒径の実験値と

の比較を示す。圧縮試験における不均一な塑性ひずみ分布、それに伴う結晶粒径の変化が捉えられている。特に熱間押出しシミュレーション (Fig. 4 (a)) で予測された高ひずみ領域と同程度のひずみ量となるPoint I～II (ひずみ量2～3程度) では、実験値と計算値の結晶粒径は概ね一致しており、動的再結晶モデルの精度は良好であった。また、Fig.6に動的再結晶率の実験値との比較を示す。相当塑性ひずみの分布に応じた動的再結晶率の変化が精度良く計算されていることを確認した。

Table 3 Constants used in the dynamic recrystallization model.¹²⁻¹³⁾

$X_{DRX}(\%)$	a_1	k			
	0.83	$2^{12)}$			
$\varepsilon_{0.5}$	a_2	h_2	n_2	m_2	Q_2
	0.1343 ¹²⁾	0	0	0.0515 ¹²⁾	24720
$d_{DRX}(\mu\text{m})$	a_3	h_3	n_3	m_3	Q_3
	106020 ¹²⁾	0	0	-0.203	97440
$d(\mu\text{m})$	m_4	t	Q_4		
	3 ¹³⁾	9.8×10^{19} ¹³⁾	437000 ¹³⁾ (441500)		

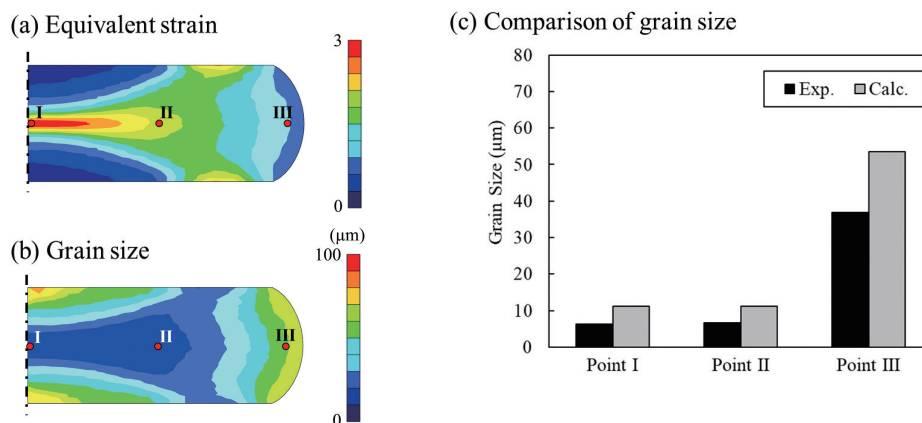


Fig. 5 Contour maps of (a) equivalent strain, (b) grain size and (c) comparison between experimental and calculated grain size after compression test.

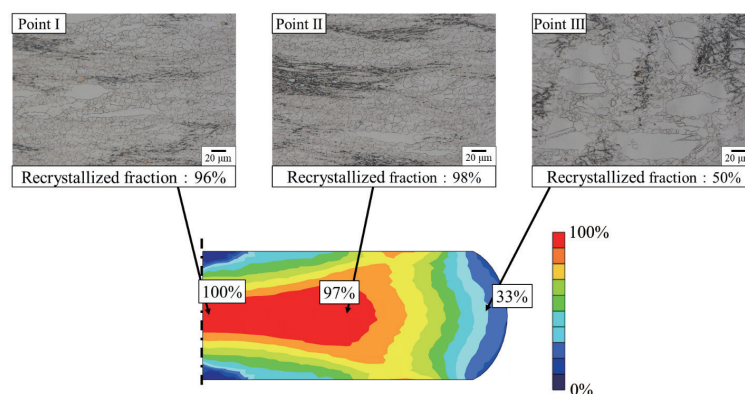


Fig. 6 Comparison between experimental results and calculated distribution of dynamic recrystallized fraction.

次に、粒成長モデルの妥当性を検証するため、高速圧縮加工後に高温での保持を加える実験およびシミュレーションを行った。保持温度、保持時間を変更した条件における結晶粒径をFig. 7に示す。実験結果では、1050℃保持における粒成長と比べ、1100℃保持では急激に粒成長が進行している。シミュレーション結果においても、この挙動を概ね再現できているものの、Naらのパラメータ¹³⁾を適用した場合、実験とは10 μ m以上の差が見られた。そこで、実験の結晶粒径から活性化エネルギーを同定した値($Q_4=441.5\text{kJ}$)を使用した結果、1050~1100℃での加熱において、60秒程度の保持時間であれば、粒成長の予測精度は $\pm 10\mu\text{m}$ 以内に収まることを確認した。

3. 実験方法

3.3 試作工程

Table 4に熱間押出試作に用いたAlloy718の化学成分を示す。試作工程はFig. 8に示すように、一般的に行われるダブルメルトのインゴットを自由鍛造により熱間成形し、それに機械加工を加えて熱間押出用のビレットを製造した。熱間押出は2.1のシミュレーションで決定した条件にて実施した。熱間押出後の素管にコールドピルガー¹⁴⁾を用いた冷間加工を行って最終形状を得た。

3.4 評価方法

結晶粒径予測モデルの妥当性を検証するため、押出成形後に水冷した材料を切出し、押出方向に平行な断面を観察した。10%シュウ酸電解エッチング(3V)により粒界を現出させた。結晶粒径は切断法により評価し、平均切片長さを公称粒径に換算した値を結晶粒径として扱った。

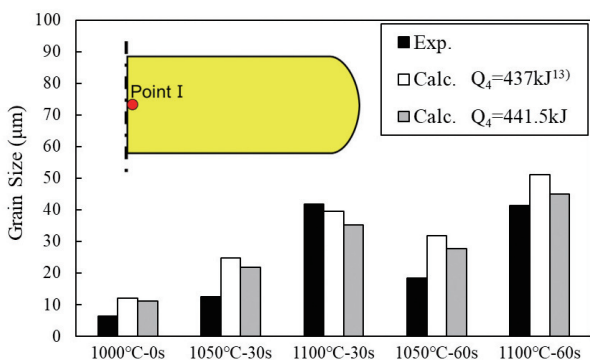


Fig. 7 Comparison of experimental and calculated grain sizes after compression and dwelling at 1000 and 1050 °C .

コールドピルガー後、溶体化処理を加えた材料に対し組織観察と力学特性評価を行った。AMS 5590の規格に基づき、ビッカース硬さ試験、引張試験および結晶粒径評価を実施した。引張試験は溶体化ままと時効後の2水準で実施した。時効条件は760 °C-10 h-炉冷(55 °C/h)→649°C-8 hである。なお、本報告ではコールドピルガーの塑性解析と静的再結晶のシミュレーションは実施しておらず、今後の課題とする。

4. 実験結果

4.1 熱間押出

Fig. 9に熱間押出後鋼管の冷却中の外観を示す。大きな割れ無く成形できたことを確認した。また、Fig. 10に押出ままの試作材の結晶粒径とシミュレーションによる計算値との比較を示す。実測値は、冷却が速い外径側から中心に向かって粗大化する傾向であった。計算値は実測値の傾向を再現しており、かつ相対的な差は5 μm 以下である。この結果は本モデルの予測の有効性を支持している。

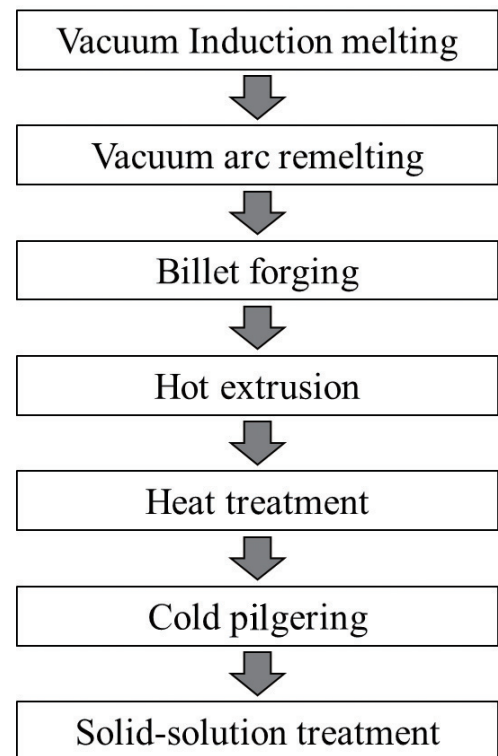


Fig. 8 Brief manufacturing process of seamless tube of Alloy718

Table 4 Chemical composition of Alloy718 (mass%)

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Ti	Al	Nb	Fe
0.04	0.07	0.04	53.04	19.11	2.9	0.63	0.94	5.2	Bal.

4.2 最終製品

Table5にコールドピルガー後、溶体化処理を加えたAlloy718管の粒径（粒度番号で表記）と力学特性をまとめて示す。また、Fig. 11に肉厚中心部の代表的な光学顕微鏡画像を示す。最終的に得られた粒度番号は6.7~7.5であり、かつ整粒であることを確認した。また、力学特性はAMS規格を満たしており、押出以降の製造工程においても問題無く製造できている。

5. まとめ

CAEによる事前のシミュレーションと、その結果を踏まえた熱間押出成形によるAlloy718の継目無鋼管の試作を行った。ピレット加熱温度、ダイス形状、押出比の最適化を図ることで、狙いの最終形状を得ることができた。ま

た、押出後の結晶粒径を動的再結晶および粒成長モデルを用いて予測した結果は、押出製品の観察結果と一致することを確認した。これらの結果は、本研究で構築したモデルが予測に有効であることを示す。さらに、押出製品にコールドピルガーによる圧伸と溶体化を施した製品をAMS 5590に基づき評価した結果、硬さ、粒度、引張特性ともに規格を満たすことを確認した。今後は、押出工程を活用したNi基合金管のさらなる製造寸法範囲の拡大および適用可能合金の拡張に取り組む予定である。

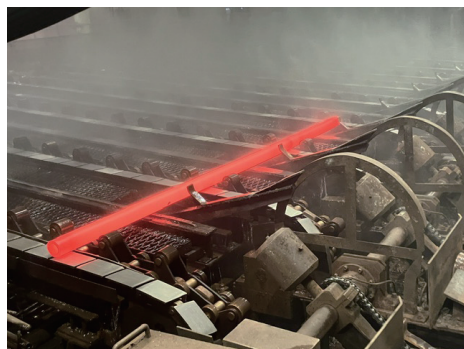


Fig. 9 Appearance of seamless tube after hot extrusion.

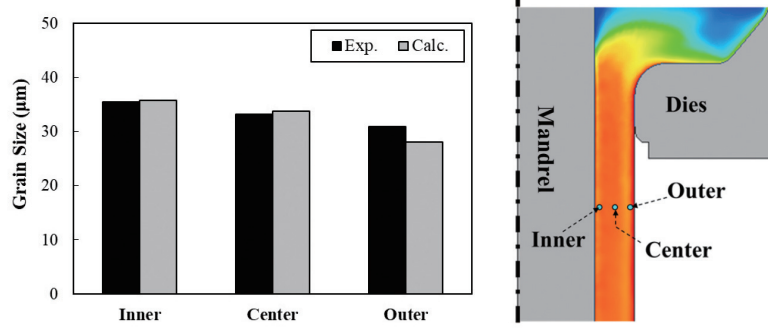


Fig. 10 Comparison of measured and calculated grain sizes at the inner, center, and outer regions of prototyped tube after hot extrusion.

Table 5 Grain size, hardness and tensile properties at room temperature of final product in seamless tube. The values in parentheses indicate the ranges specified by the relevant standard.

Condition	Grain size	Hardness HV	0.2% proof stress MPa	Tensile strength MPa	Elongation %
As-solid solution treated	6.7~7.5(≥3)	200	418(≤586)	873(≤1000)	53 (≥30)
Aging treated	—	451(≥344)	1200 (≥1000)	1480 (≥1172)	48 (≥15)

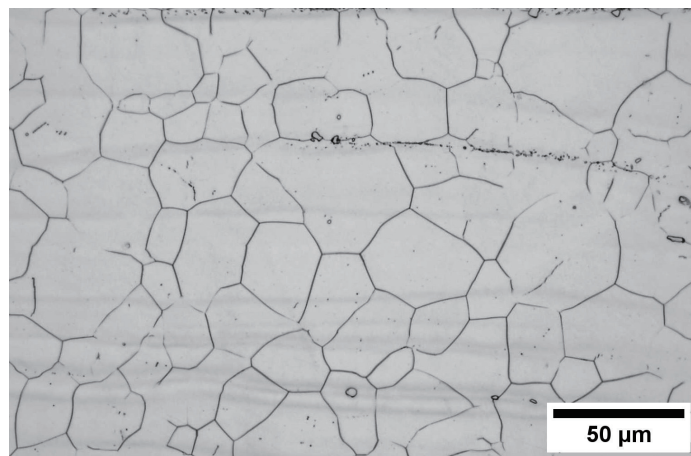


Fig. 11 Cross-sectional optical micrograph of final product in Alloy718 seamless tube.

参考文献

- 1) 河野正道, 電気製鋼, 73 (2002) 3, 161-168.
- 2) 八田武士, 廣中智久, 吉田広明, 五十川幸宏, 益永敦郎, 電気製鋼, 78 (2007) 3, 215-223.
- 3) H. Y. Zhang, S. H. Zhang, Z. X. Li, M. Cheng, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 224 (2009) 1, 103-110.
- 4) S. Bacchetti, M. A. Coppola, F. D. Bona, A. Lanzutti, P. Miotti, E. Salvati, F. Sordetti, *Metals*, 13 (2023) 6, 1129.
- 5) H. Jiang, L. Yang, J. Dong, M. Zhang, Z. Yao, *Materials & Design*, 104 (2016) , 162-173.
- 6) H. Jiang, J. Dong, M. Zhang, L. Zheng, Z. Yao, *J. Alloys Compd.*, 647 (2018) , 338-350.
- 7) H. Jiang, L. Li, J. Dong, X. Xie, *Prog. Nat. Sci.: Mater. Int.*, 28 (2018) 3, 391-398.
- 8) 西原静夫, 日本金属学会会報, 2 (1963) 8, 441-448.
- 9) 姜承勲, 出口友穂, 山本郁, 大城桂作, 白井誠, 日本金属学会誌, 67 (2003) 11, 675-680.
- 10) C. M. Sellars, W. J. McG. Tegart, *International Metallurgical Reviews*, 17 (1972) , 1-24.
- 11) J. H. Beynon, C. M. Sellars, *ISIJ International*, 32 (1992) 3, 359-367.
- 12) J. T. Yeom, C. S. Lee, J. H. Kima, N. K. Park *Materials Science and Engineering*, 449-451 (2007) , 722-726.
- 13) Y. S. Na, J. T. Yeom, N. K. Park, J. Y. Lee, *Journal of Materials Processing Technology*, 141 (2003) , 337-342.
- 14) 本田親定, Sanyo Technical Report, 2 (1995) 1, 88-91.