

Ni 基超合金インコネル 718 の中高温疲労における破壊機構*

皮籠石 紀雄^{*1}, 燕 怒^{*2}, 後藤 真宏^{*3}
陳 強^{*4}, 王 清遠^{*5}, 大園 義久^{*6}Fracture Mechanism in Fatigue of Ni-Base Superalloy Inconel 718
at Elevated TemperaturesNorio KAWAGOISHI^{*7}, Nu YAN, Masahiro GOTO,
Qiang CHEN, Qingyuan WANG and Yoshihisa OHZONO^{*7} Department of Mechanical Engineering, Kagoshima University,
1-21-40 Korimoto, Kagoshima-shi, Kagoshima, 890-0065 Japan

In order to investigate the fracture mechanism in fatigue of Ni-base superalloy at elevated temperatures, rotating bending fatigue tests were carried out for Inconel 718 at 500°C and 600°C up to 10^8 cycles. At both temperatures, fracture occurred from a subsurface of the specimen in long life region, though the origin of fracture was the specimen surface in short life region. Consequently, $S-N$ curves showed a two-step shape in elevated temperature tests. Although a surface crack was observed similar to the result at room temperature even in long life region at elevated temperatures, the surface crack stopped propagating. In this case, intergranular cracks were observed at an origin of subsurface fracture. The subsurface damage was initiated at the early stage of fatigue life.

Key Words: Fatigue, Rotating Bending, Inconel 718, Elevated Temperature, Long Life Region, Fracture Mechanism, Intergranular Crack

1. 結 言

耐熱性や耐食性に優れた Ni 基超合金は、ロケットエンジンやタービン翼等苛酷環境下で稼動する機器の材料として使用されることが多い。そのためクリープや高温下での疲労に関する多くの研究が行われている^{(1)~(8)}。しかしこのような環境下で使用される場合、最近とくに注目されてきた 10^7 回を超える長寿命域の疲労強度や疲労破壊の機構、さらにそれらに及ぼす繰返し速度の影響等解明すべき課題が多い。著者らはこれまで、代表的な Ni 基超合金であるインコネル 718 の 600°C 以下における回転曲げ荷重下の中高温疲労特性について検討し、試験温度が高くなると、静強度や切欠き材の疲労強度、さらにき裂伝ば抵抗は低下するが、平滑材の疲労強度は逆に室温より高温の方が高くなることを示した。そして、応力繰返しに伴う試験片表面

の変化を連続的に観察した結果、平滑材の疲労強度が室温より高温で高くなる主な理由は、き裂の発生と初期伝ば過程で高温酸化による抑制作用が生じるためであることを明らかにした^{(9)~(11)}。また高温の場合およそ 10^7 回以下の寿命域では表面破壊が生じるが、それを越えた長寿命域では内部を起点とした粒界割れを原因として破壊が生じることを明らかにした⁽¹²⁾。しかし内部き裂の発生時期やその機構等詳細について明らかにするまでには至っていない。

そこで本研究では、Ni 基超合金の中高温下における長寿命域の疲労特性を明らかにするためインコネル 718 の回転曲げ疲労試験を行い、応力繰返しに伴う試験片の表面と内部の変化および破面を詳細に調べ、長寿命域における破壊のプロセスとその機構について検討した。

2. 材料、試験片および実験方法

用いた材料は市販の Ni 基超合金インコネル 718 (直径 13mm の丸棒) である。その化学成分は、0.02C, 0.11Si, 0.12Mn, 0.009P, 0.001S, 52.64Ni, 18.67Cr, 3.09Mo, 0.09Co, 0.01Cu, 0.66Al, 0.90Ti, 0.004B, 5.12Nb+Ta(mass%) である。素材に 982°C, 1h の溶体化処理とそれに続く 2 段階時効 (720°C, 8h の後, 621°C, 8h の時効処理) を行ってから、図 1 に示す形状寸法の試験片に機械加工

* 原稿受付 2004 年 10 月 18 日。

^{*1} 正員, 鹿児島大学工学部(☎ 890-0065 鹿児島市郡元 1-21-40)。^{*2} 鹿児島大学大学院理工学研究科。^{*3} 正員, 大分大学工学部(☎ 870-1192 大分市大字旦野原 700)。^{*4} 正員, 高知工業高等専門学校機械工学科(☎ 753-8508 南国市物部乙 200-1)。^{*5} 四川大学工学部(中国, 四川省)。^{*6} 鹿児島大学機器分析センター。

E-mail: hiro@mech.kagoshima-u.ac.jp

した. S-N 曲線を求める場合, 図 1 (a) の平滑材を, 応力繰返しに伴う表面状態の変化を観察する場合, 疲労被害の領域が限定される図 1 (b) の部分切欠き材を用いた. また, 高温で, 低応力下における内部き裂の発生時期を調べるために, 内部破壊が起る低応力域から表面破壊が起る高応力域に変化させる二段二重変動応力試験を行ったが, その際も表面き裂の観察が同時に行いやすい部分切欠き材を用いた. 部分切欠き材の応力は, 切欠きを無視した公称応力で示した. 図 2 と表 1 に熱処理後の組織の反射電子組成像と機械的性質をそれぞれ示す. 粒界には Ni_3Nb の析出 (図 2 中の 1) が, また粒内や粒界近傍には Ti, Nb を含む析出物 (図 2 中の 2) が確認された (粒界における析出物の確認は, 走査型電子顕微鏡とエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置を用いて行った). なお, 平均結晶粒径は約 $20\mu\text{m}$ であった. 試験片表面は, エメリーペーパーによる研磨の後, 電解研磨で約 $20\mu\text{m}$ 除去し最終仕上げした. 試験片表面の観察はレプリカ法で行ったが, 高温の場合, 適当な繰返し毎に試験機を停止し, 試験片を空冷してからレプリカを採取した. そして応力の再負荷は, 温度が所定の値に達してから 1 時間保持後とした. 温度の調節は, 試験片表面から約 3mm 離れた位置におかれた電気炉内の熱電対を用いて自動的に行ったが, その際の温度の変動は $\pm 5^\circ\text{C}$ であった.

用いた試験機は, 高温用の小野式回転曲げ疲労試験機 (容量 $100\text{N}\cdot\text{m}$, 繰返し速度約 50Hz) である. 実験は 500°C および 600°C , 大気中で行った. ここで, 試験温度として 500°C と 600°C を選定したのは, タービンディスクさらには現在実用に供されつつある自動車用エンジンのバルブの使用温度であること, 前述したように, これまでの研究で, 上記温度下の長寿命域で内部破壊が生じたが, その詳細は明らかでないことを考慮したためである.

3. 実験結果および考察

3.1 疲労破壊の起点について 図 3 に, 500°C と 600°C での平滑材の S-N 曲線を示す. 同図には, 先に報告した室温の結果⁽¹²⁾も実線のみで示した. 短寿命域を除き, 疲労強度は室温より高温の方が高い. これは先に報告したように^{(9)~(11)}, 室温の場合, 有限寿命域では全寿命の多くがき裂伝ばで占められ, また明確な疲労限度が存在し, それは表面き裂の伝ば限界で決まるが, 高温下における表面き裂は, 発生に対し酸化膜が, そして伝ばに対し酸化物誘起き裂開口が原因とな

り, 抑制されることに起因している. しかし, 高温下では 10^7 回を越えるような長寿命域になっても破壊は起こり, S-N 曲線の形状はいわゆる二段折れ曲がりを示している.

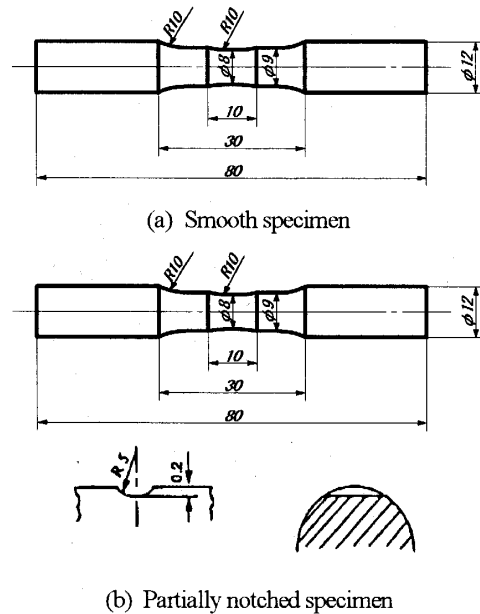


Fig. 1 Shape and dimensions of specimens

Table 1 Mechanical properties

Temperature °C	0.2% proof stress MPa	Tensile strength MPa	True breaking stress MPa	Reduction of area %
R.T.	1147	1372	2073	38.1
500	1050	1236	1876	40.9
600	1008	1159	1858	44.0

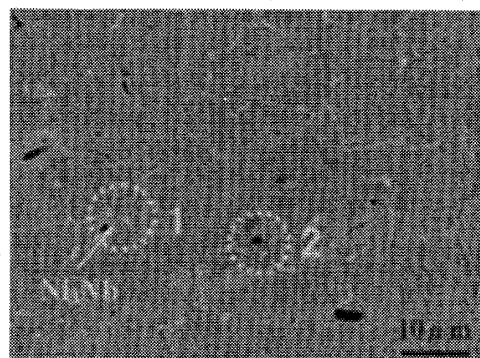


Fig. 2 SEM backscattered electron images
(1. Grain boundaries and Ni_3Nb precipitates on the boundaries, 2. Ti, Nb containing precipitates)

図4は、平滑材のS-N曲線で水平となる近傍 ($N_f \approx 10^6 \sim 10^7$ 回) の応力よりわずかに低い応力を繰返した場合の表面状態の変化を、部分切欠き材を用いて求めた 500°C と 600°C におけるレプリカ写真である。また、図5は、図4の場合に対するき裂伝ば曲線である。いずれの温度でも、表面を起点に発生したき裂が伝ばしているが、それは疲労寿命の初期の段階で停留している

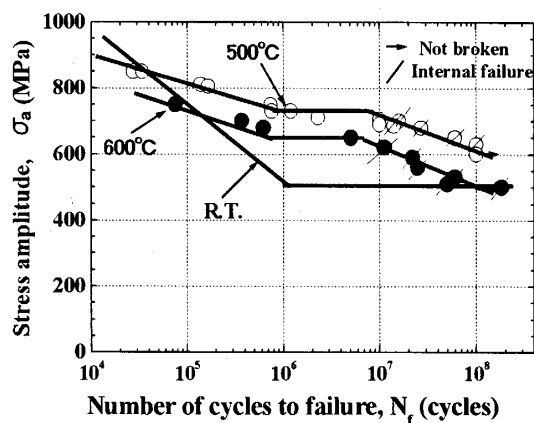


Fig. 3 S - N curves of smooth specimen

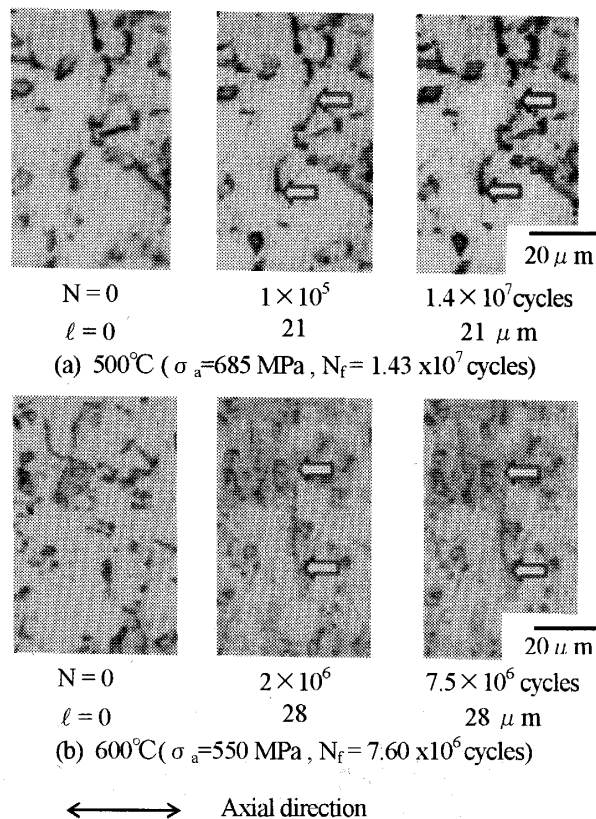


Fig. 4 Change in surface state of partially notched specimen due to stress repetitions

る。すなわち、S-N曲線における水平部は表面破壊に対する疲労限度に相当しており、このことに関しては室温の結果⁽¹²⁾と同様であり、温度による相違はみられない。しかし高温の場合、高応力下では酸化によるき裂の発生と伝ばの遅れが生じるものの表面き裂が再伝ばし破壊したが⁽¹¹⁾、図4、5に示した低応力の場合、表面き裂は停留した状態から急速に破壊が生じている。

図6は、500°Cにおける平滑材の破面写真を、S-N曲線が水平となる応力より高い場合と低い場合で示したものである。高応力下ではき裂は試験片表面のすべりを起点に発生し内部へ伝ばしており、その場合、明瞭なストライエーションが観察される。ところが、低応力下ではすべりによる表面き裂は観察されるものの、マクロ写真でわかるように、表面より少し内部のところに粗い破面が観察される。そして破面の模様は、粗い部分を中心にき裂が拡大したことを示しており、S-N曲線の水平部の応力以上でみられた停留状態の表面き裂が再伝ばし、急速破壊した場合⁽¹¹⁾とは異なることがわかる。また破面の粗い部分の拡大写真からわかるように、そこには多くの粒界割れとみられる損傷が観察される。このことは、低応力、長寿命域では表面き裂は発生してもそれは疲労寿命の初期の段階で停留する一方、内部で粒界割れが発生し、それが最終破壊に導くことを示している。なお図6(b-4)に示すように、低応力下での破面にもストライエーションは観察される(以上のことは、600°Cの場合でも同様であった)。

3.2 疲労き裂の発生時期と破壊の機構について

以上述べたように、高温の場合 $10^6 \sim 10^7$ 回より短い寿命域では、表面から発生した疲労き裂が伝ばし、スト

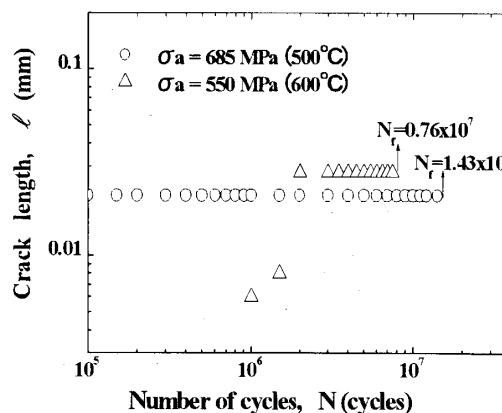


Fig. 5 Crack growth curves in partially notched specimen

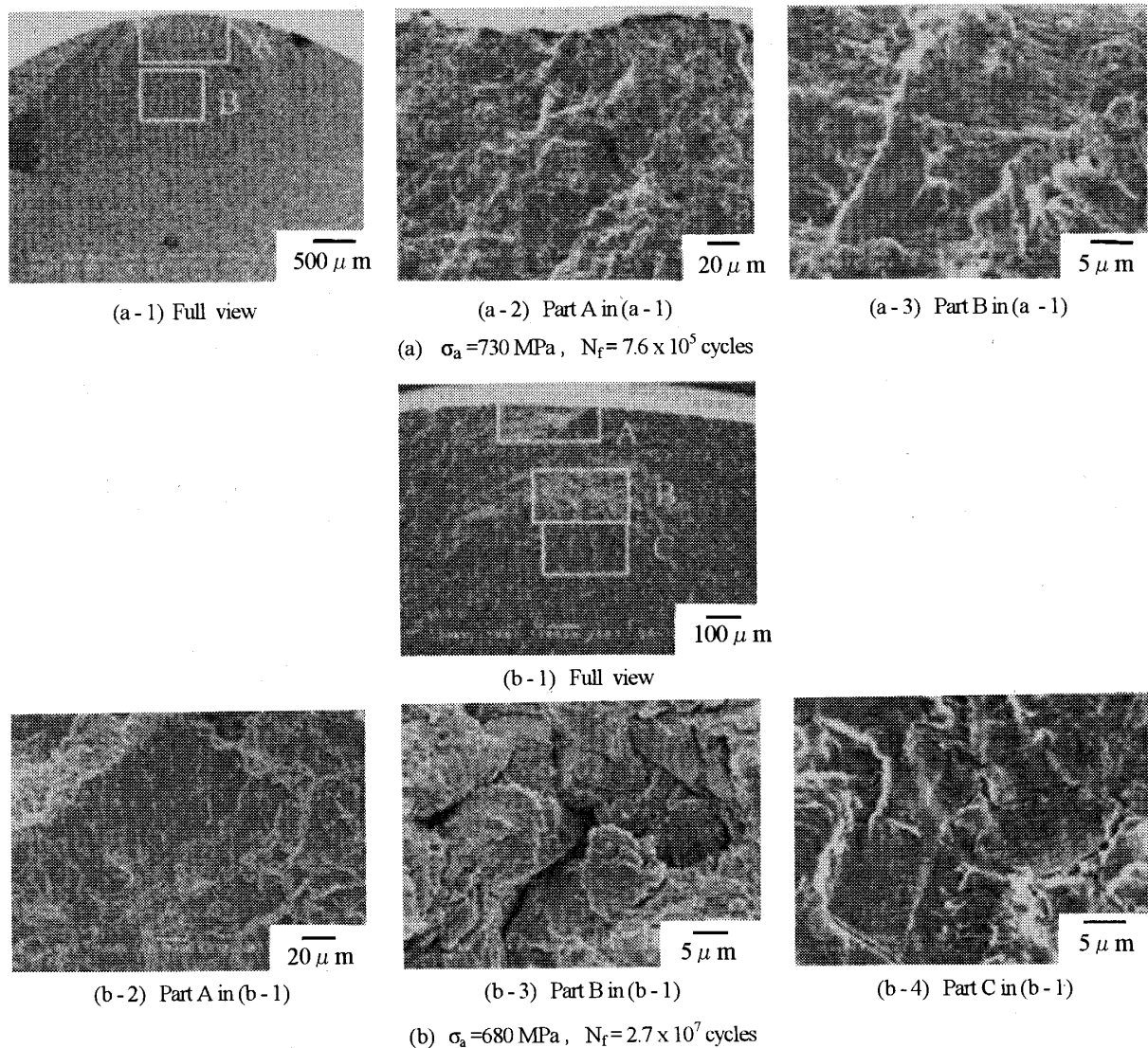


Fig.6 Fracture surfaces of smooth specimens (500 °C)

ライエーション機構で破壊する。これに対し、長寿命域では表面き裂は発生するもののそれは停留する一方、試験片内部では粒界割れが生じ、そこを起点に破壊しており、短寿命域と長寿命域では破壊の機構は異なる。したがって、高温の長寿命域の場合、破壊のプロセスや機構を明らかにするためには繰返し過程における内部の損傷の変化を調べる必要がある。そこで以下では応力繰返しに伴う内部損傷の発生と成長およびその機構を、表面き裂の状態との対応が観察しやすい部分切欠き材の結果に基づき検討する。

前報⁽¹⁾で明らかにしたように、表面破壊が生じる場合のき裂の発生時期は疲労寿命の極く初期であり、全寿命のほとんどは短い表面き裂の伝ば寿命で占められる。また図5からわかるように、内部破壊が生じる場合であっても、表面き裂は早期に発生する。しかしその場合、表面き裂は停留し、破壊の原因にはならない。

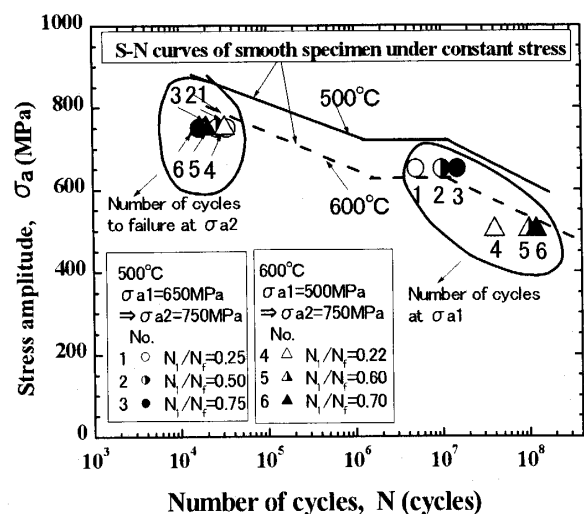
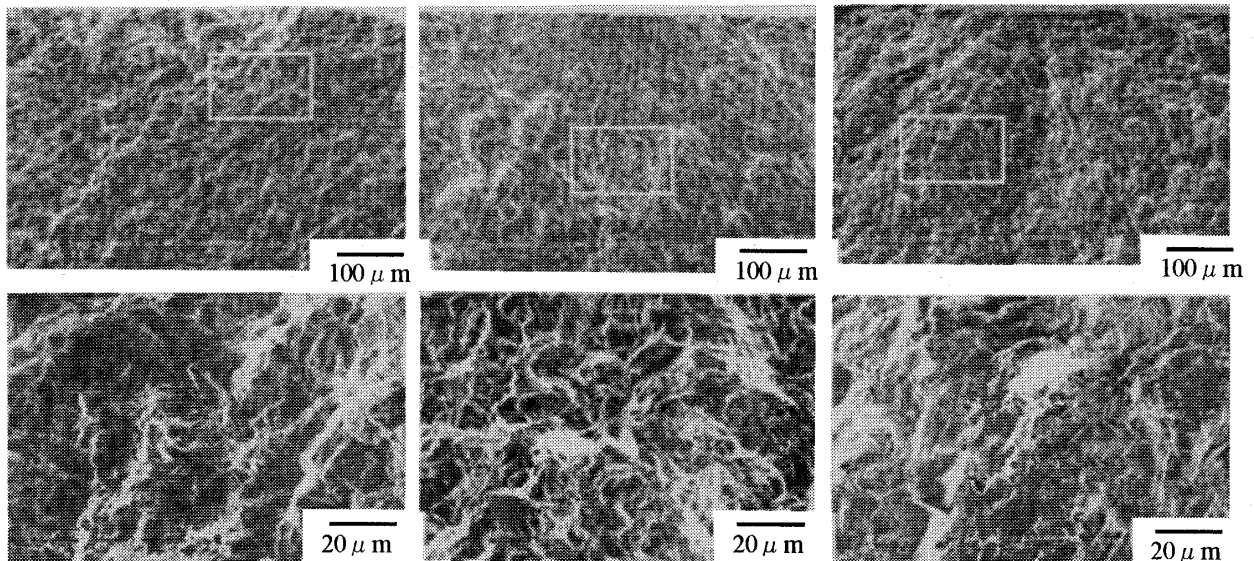
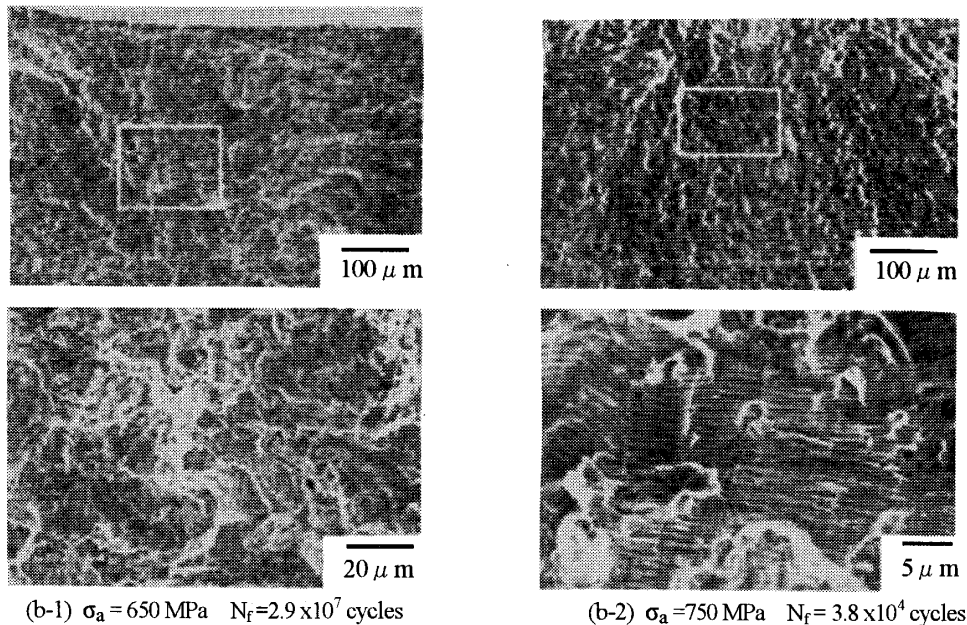


Fig.7 Change in fatigue life by repetitions of low stress



(a-1) $N_I/N_F = 0.25$ ($N_I = 5.0 \times 10^6$ cycles) (a-2) $N_I/N_F = 0.50$ ($N_I = 1.0 \times 10^7$ cycles) (a-3) $N_I/N_F = 0.75$ ($N_I = 1.5 \times 10^7$ cycles)

(a) Under two step loading ($\sigma_{a1} = 650$ MPa \rightarrow $\sigma_{a2} = 750$ MPa)



(b-1) $\sigma_a = 650$ MPa $N_F = 2.9 \times 10^7$ cycles

(b-2) $\sigma_a = 750$ MPa $N_F = 3.8 \times 10^4$ cycles

(b) Under constant stress

Fig.8 Fracture surfaces of partially notched specimens (500°C)

図 7 は、500°C、600°C で内部に粒界割れが生じる長寿命域に相当する低応力 (500°C の場合 650MPa、600°C の場合 500MPa) を特定の繰返し負荷した後、表面破壊 (すなわちストライエーション支配の破壊) が生じる過大応力 (500°C、600°C ともに 750MPa) で破壊させた場合の疲労寿命の変化を示している。図中の実線は一定応力下における平滑材の S-N 曲線であり、比較のため示した。また、図中に示した一段目の応力における相対寿命 N_I/N_F の基準となる一定応力 650MPa あるいは 500MPa 下における疲労寿命 N_F は、それぞれ

3 本の試験片を用いて求めた平均寿命である (500°C の場合 $N_F = 2.02 \times 10^7$ cycles, 600°C の場合 $N_F = 1.8 \times 10^8$ cycles)。

図 8 は、図 7 に示した変動応力下で破壊した試験片のうち、500°C の場合を例に、高応力と低応力それぞれ一定応力下での結果と比較して示した破面写真である。また図 9 は、図 8 に示した試験片のうち $N_I/N_F = 0.25$ で、応力を低応力から高応力に変化させたときの試験片表面写真である。

図 7 ~ 図 9 の結果からわかることを列挙すると以下のようにになる。

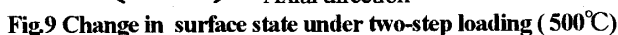


図 11 は、室温と 600°C の試験で 10^7 回以上の応力繰返しにより破断した場合の試験片の非破断部における断面（表面より約 30 μm 内部）で調べた EPMA による Cr の線分析結果である。Cr 量は両温度とも粒界近傍で減少しているが、600°C の方が減少量は少なく、高温下での疲労中の加熱による Cr_7C_3 炭化物の生成はないものと考えられる。なお、粒界酸化も確認されなかつ

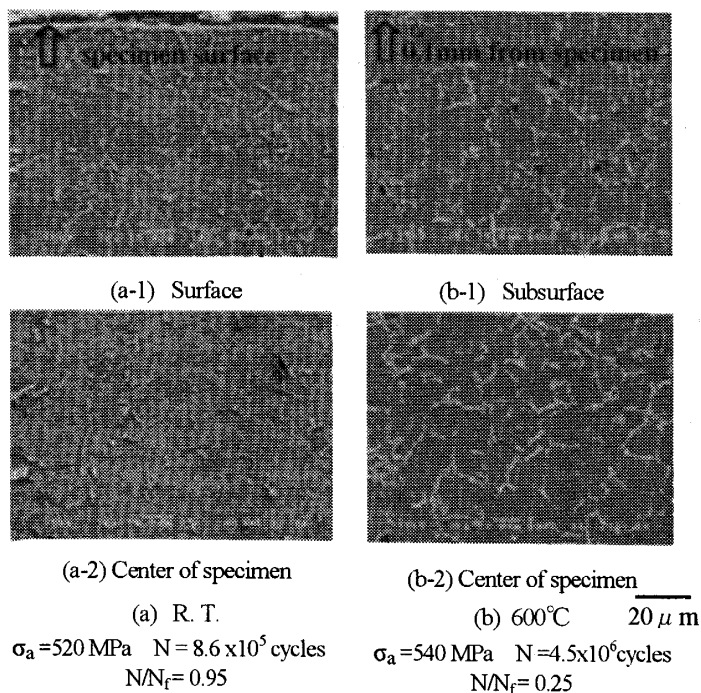


Fig.10 Microstructure of cross section after fatigue tests

た。

以上の結果から、図 10 で観察された高温疲労材における粒界近傍の顕著な腐食は、加熱に起因した酸化物や炭化物生成等の組織変化によるものではなく、粒界における力学的損傷に起因したものであり、クリープと同様な粒界すべりが生じたことを示唆している。

そこで、高温、長寿命域で生じた粒界割れを起点とする内部破壊の機構を推定すると次のようになる。

高温の場合でも、応力レベルに関係なく広範囲の寿命域でき裂は表面から発生する。その場合、高温酸化によりき裂の発生と初期伝ばは抑制されるが、応力が高い場合、表面き裂は一次停留するのみでその後再伝ばし、破壊する。しかし低応力の場合、長時間の弛化で表面き裂は完全に停留する一方、内部では応力繰返しによる粒界すべりが生じ、ついには粒界割れが生じる。この場合、すべりが粒内でなく粒界で発生するのは、本材の強化要因である析出物 γ' (Ni_3Al , Ni_3Nb) は 800°C 前後まで強度低下は生じないため^{(15), (16)}、高温であっても粒内強度の低下は小さいのに対し、粒界には応力集中（応力集中の原因は粒界の存在だけでなく、 Ni_3Nb の存在も考えられる）が生じやすいためだと考えられる。

このように、本結果における粒界割れはクリープにおけるそれと類似している。しかし、高温になるほどクリープ損傷の影響は大きくなるが、本研究のように、

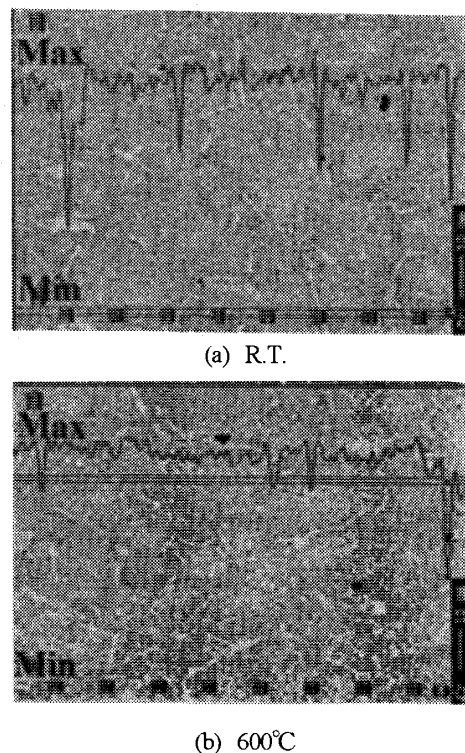


Fig.11 Element analysis by EPMA

(===== : analyzed portion)

繰返し速度が高い場合クリープの影響は無視できる⁽¹⁷⁾ ので、粒界すべりの機構に関する詳細についてはさらに検討を要する。またインコネル 718 の場合、粒内割れを起点とした内部破壊も報告されている⁽¹⁸⁾。本論文では、図 6 に示した破面と図 10 に示した粒界損傷から、内部破壊の起点を粒界割れと判断したが、現在このことについてもさらに詳細に検討中である。なお、上述した 500°C と 600°C における内部破壊の機構には相違はみられない。したがって、疲労寿命が 500°C より 600°C で短くなったのは、前報^{(9)~(11)} で明らかにしたように、高温程変形抵抗は小さく（表 1）なるためであり、変形抵抗の大きな室温下の疲労寿命より長寿命となったのは表面き裂の伝ばが抑制されたためである。

以上のように、疲労寿命が 10^7 回程度までの疲労強度を評価する場合、応力の繰返し依存による設計基準が適用される⁽⁹⁾ が、それ以上の長寿命になると時間依存型の強度評価が必要になる。

4. 結 論

耐熱材料である Ni 基超合金の中高温下における長寿命域の疲労特性を明らかにするため、インコネル 718 を用いて 500°C および 600°C で回転曲げ疲労試験を行った。応力繰返しに伴う試験片の表面状態の連続観察、破面観察および内部の組織変化を調べ、長寿命域

における破壊のプロセスとその機構について検討した結果、以下の結論を得た。

(1) 500°Cおよび600°Cにおける S-N 曲線は二段折れ曲がりの形状を呈した。

(2) S-N 曲線における水平部より高い応力では、ストライエーション支配の表面破壊が、低い応力では、粒界割れを主とする内部破壊が生じた。

(3) 内部破壊が生じる低応力域でも表面き裂は発生するが、それは疲労寿命の初期の段階で停留した。

(4) 内部破壊が生じる低応力から表面破壊が生じる高応力に変化させる二段二重の変動応力試験を行うと、低応力の繰返しが多いほど高応力での破断寿命は短く、また破面には多くの粒界割れが観察された。

(5) 内部破壊が生じる場合の内部における疲労被害は、疲労寿命の初期の段階で確認できた。

謝辞

EPMA による元素分析は(株)日本電子応用研究センターで行われたものであり、その際ご協力いただいた同センターの田形昭次郎氏、佐藤亜弥子氏、高橋秀之氏および同社福岡支店の宮尾敬一氏に謝意を表する。

文 献

- (1) Floreen, S., Metall. Trans., 6A(1975), 1741-1749.
- (2) 吉葉正行・宮川大海・藤代大, 機論, 50A-456 (1984), 1443-1452.
- (3) Maccagno, T.M., Koul, A.K., Immariageon, J.P., Culte, L., Allen, R. and L'esperance, G., Metall. Trans., 21A(1990), 3115-3125.
- (4) Zheng, D. and Ghonem, H., Metall. Trans. 23A(1992), 3169-3171.
- (5) 岡崎正和・山田英実・能美伸一郎, 材料, 44-498(1995), 348-354.
- (6) 鈴木秀人・西野創一郎・松山健也, 機論, 62A-597(1996), 1146-1151.
- (7) Andersson, H., Persson, C. and Hansson, T., Inter. Jour. of Fatigue, 23(2001), 817-827.
- (8) 駒崎慎一・庄子哲雄・千葉秀樹・阿部宏紀, 機論, 67A-654(2001), 280-287.
- (9) 皮籠石紀雄・陳強・西谷弘信・後藤真宏・田中秀穂, 機論, 63A-615(1997), 2298-2302.
- (10) 皮籠石紀雄・陳強・西谷弘信・後藤真宏・近藤英二, 機論, 64A-615(1998), 2869-2875.
- (11) 陳強・皮籠石紀雄・後藤真宏・西谷弘信・近藤英二・大園義久, 機論, 65A-637(1999), 1954-1961.
- (12) 皮籠石紀雄・陳強・大坪謙一・燕怒・近藤英二・王清遠, 機論, 68A-672(2002), 1192-1197.
- (13) Floreen, S. and Kane, R.H., Metall. Trans., 10A(1975), 1745-1751.
- (14) Ghonem, H.G., and Zheng, D., Mater. Sci. and Eng., A150(1992), 151-160.
- (15) 堀内康・宮川大海・藤代大, 鉄と鋼, 69-1(1983), 97-106.
- (16) 蔵本英一, 金属学会会報, 14-8(1975), 567-573.
- (17) 竹内伸, 金属学会会報, 18-4(1979), 249-255.
- (18) 小林一夫・山口弘二・早川正夫・木村恵, 鉄と鋼, 90-1(2004), 33-36.