

Ni 基超合金の疲労き裂発生および初期伝ばに 及ぼす高温酸化膜の影響*

皮籠石 紀雄^{*1}, 大園 義久^{*2}, 陳 強^{*1}
後藤 真宏^{*3}, 田中 秀穂^{*1}, 近藤 英二^{*1}

Effect of Oxide Films on a Fatigue Crack Initiation and its Early Growth of Ni-Base Super Alloy

Norio KAWAGOISHI, Yoshihisa OZONO, Qiang CHEN,
Masahiro GOTO, Hideho TANAKA and Eiji KONDO

Rotating bending fatigue tests were carried out for Ni base super alloy Inconel 718 at room temperature and elevated temperatures of 300°C, 500°C and 600°C in order to investigate the effect of surface oxidation at the elevated temperatures on the fatigue crack initiation and its early growth process. The fatigue strength was higher at the elevated temperatures than at room temperature when stress levels were low. This phenomenon was caused from that the growth of a crack smaller than the size of a few grains was suppressed at the elevated temperatures, though the growth of a larger crack was accelerated. The main reason for the suppression of the early growth of a small crack was a formation of oxide films on the specimen surface at the elevated temperatures.

Key Words: Fatigue, Nickel-Base Super Alloy, Elevated Temperature, Crack Initiation, Crack Growth Rate, Oxide Film

1. 緒 言

腐食性や温度等機器の使用環境がますます厳しくなる中で、耐食性と耐熱性に優れた Ni 基合金の使用が増大している。このような背景から、本合金のクリープ特性、疲労特性等に関する研究も活発に行われている^{(1)~(3)}が、疲労き裂の発生および微小き裂の伝ばに関する研究は必ずしも十分ではない⁽⁴⁾⁽⁵⁾。とくに高温の場合、温度変化に伴う強度変化のみでなく、高温酸化皮膜もき裂発生や初期伝ばに影響することが考えらるが、それに関してはほとんど研究されていない。

本研究では、Inconel 718 の室温、300°C、500°Cおよび600°Cの温度下で回転曲げ疲労試験を行い、疲労強度とくにき裂の発生および初期伝ばに及ぼす高温環境の影響について検討した。

2. 材料、試験片および実験方法

用いた材料は、Ni 基超合金 Inconel 718 である。その化学成分を表 1 に示す。素材に 982°C、1 h 保持後

水冷の溶体化処理とそれに続く 720°C、8 h、保持後炉冷で 620°C に冷却、さらに 8 h 保持して空冷する時効処理を行ってから、試験片に機械加工した。

表 2 に、室温、300°C、500°C および 600°C 下における静的な機械的性質を示す。

図 1 に試験片の形状および寸法を示す。き裂発生および初期伝ば挙動を調べる場合、き裂発生箇所を限定するため浅い部分切欠きを加工した試験片を用い、き裂伝ば抵抗を調べる場合、小穴付試験片を用いた。部分切欠きおよび小穴の詳細は図 1 に示すとおりである。試験片は、すべて機械加工の後電解研磨により表面を約 20 μm 除去してから実験に供した。

表面観察およびき裂長さの測定は、室温、高温ともにレプリカ法により行ったが、高温の場合適当な応力繰返しごとに試験機を停止し、試験片を室温まで冷却してから行った。き裂長さは試験片表面に沿う円周方向の長さで定義した。なお、レプリカ採取のための冷却と再加熱による疲労寿命への影響をみるため、500°C において、冷却と再加熱を繰返す場合と連続試験する場合の比較実験を行ったところ両者における疲労寿命の差はほとんど認められなかった。

用いた試験機は、高温用小野式回転曲げ疲労試験機(容量 100 N・m、繰返し速度 50 Hz)である。

* 原稿受付 1996 年 12 月 26 日。

^{*1} 正員、鹿児島大学工学部 (☎ 890-0065 鹿児島市郡元 1-21-40)。

^{*2} 鹿児島大学工学部。

^{*3} 正員、大分大学工学部 (☎ 870-1192 大分市大字旦野原 700)。

3. 実験結果および考察

3・1 S-N 曲線 図2に部分切欠材の S-N 曲線を示す。高応力域を除けば、500°Cまでの疲労寿命は温度上昇に伴い増加する。この傾向は応力が低いほど顕著であり、 10^7 回で定義した疲労限度は室温で 460 MPa であるのに対し、300°Cで 600 MPa、500°Cで 680 MPa と高温になるほど高くなる。しかしながら 600°Cになると 500°Cよりも疲労強度が低下していることから、高温による疲労限度の上昇限界は 500°C から 600°Cの間に存在するものと考えられる。

図3に小穴材の S-N 曲線を示す。図3には比較のため、図2に示した部分切欠材の S-N 曲線も破線で示してある。小穴材の場合、部分切欠材の結果とは逆に疲労寿命は温度が高いほど短くなる。また小穴材の S-N 曲線の傾きはすべてほぼ等しく、それはまた室温の部分切欠材の結果ともほぼ等しい。

3・2 き裂の発生および初期伝ば挙動 前述のように疲労強度に及ぼす高温環境の影響は、部分切欠材と小穴材と異なる。それは小穴材の場合、疲労寿命のほぼ 100%がき裂伝ば寿命であるのに対し、部分切欠

材の場合、き裂発生寿命および小穴径以下の寸法のき裂伝ば寿命も無視できないことに関係しているものと考えられる。そこで以下では、き裂発生および初期伝ば挙動に及ぼす高温環境の影響を、主として室温と 500°Cの場合との比較に基づき検討する。

図4~7は、部分切欠材で得られたき裂発生および伝ばにおける特徴を示したものである。すなわち、図4は、室温および 500°Cの温度下で生じた応力繰返しに伴う表面状態の変化を示しており、図5は、き裂発生状態をより詳細にみるための室温および 500°Cにおける SEM による拡大写真(表面)である。また、図6、7は、500°Cの結果を例にき裂断面(光学)写真および破面(SEM)写真を示している。図4~7に示した結果は、実験したすべての温度でほぼ同様であり、温度によるき裂の発生および伝ば挙動さらに破壊機構への影

Table 1 Chemical composition

wt. %														
C	Si	Mn	P	S	Al	Cr	Mo	Co	Cu	Al	Ti	Fe	B	Nb+Ta
0.03	0.05	0.06	0.008	0.002	52.26	18.5	3.08	0.27	0.02	0.55	0.96	19.18	0.004	5.03

Table 2 Mechanical properties

Temperature	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_b (MPa)	σ_T (MPa)	ψ (%)
R.T.	1320	1461	2320	70.0
300°C	1127	1335	1987	44.0
500°C	1050	1254	1734	38.4
600°C	1070	1226	1848	45.0

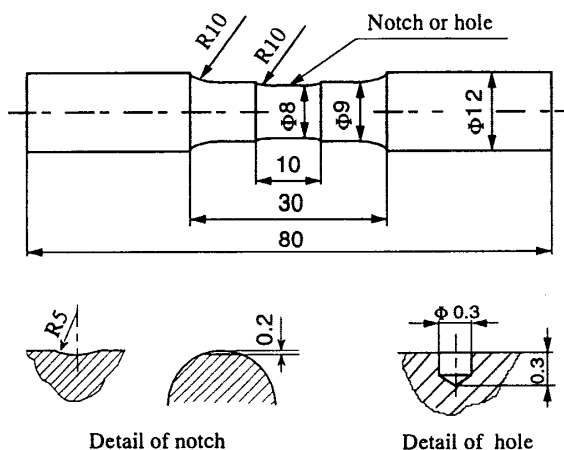
 $\sigma_{0.2}$: 0.2% proof stress σ_T : True breaking stress σ_b : Tensile strength ψ : Reduction of area

Fig. 1 Shape and dimensions of specimen

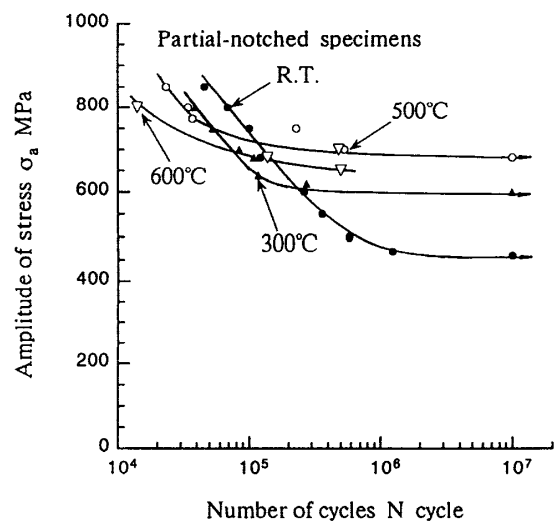


Fig. 2 S-N curves (partial notched specimen)

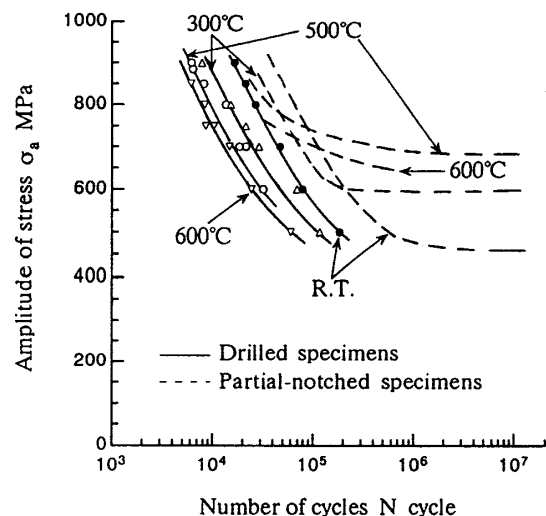


Fig. 3 S-N curves (drilled specimen)

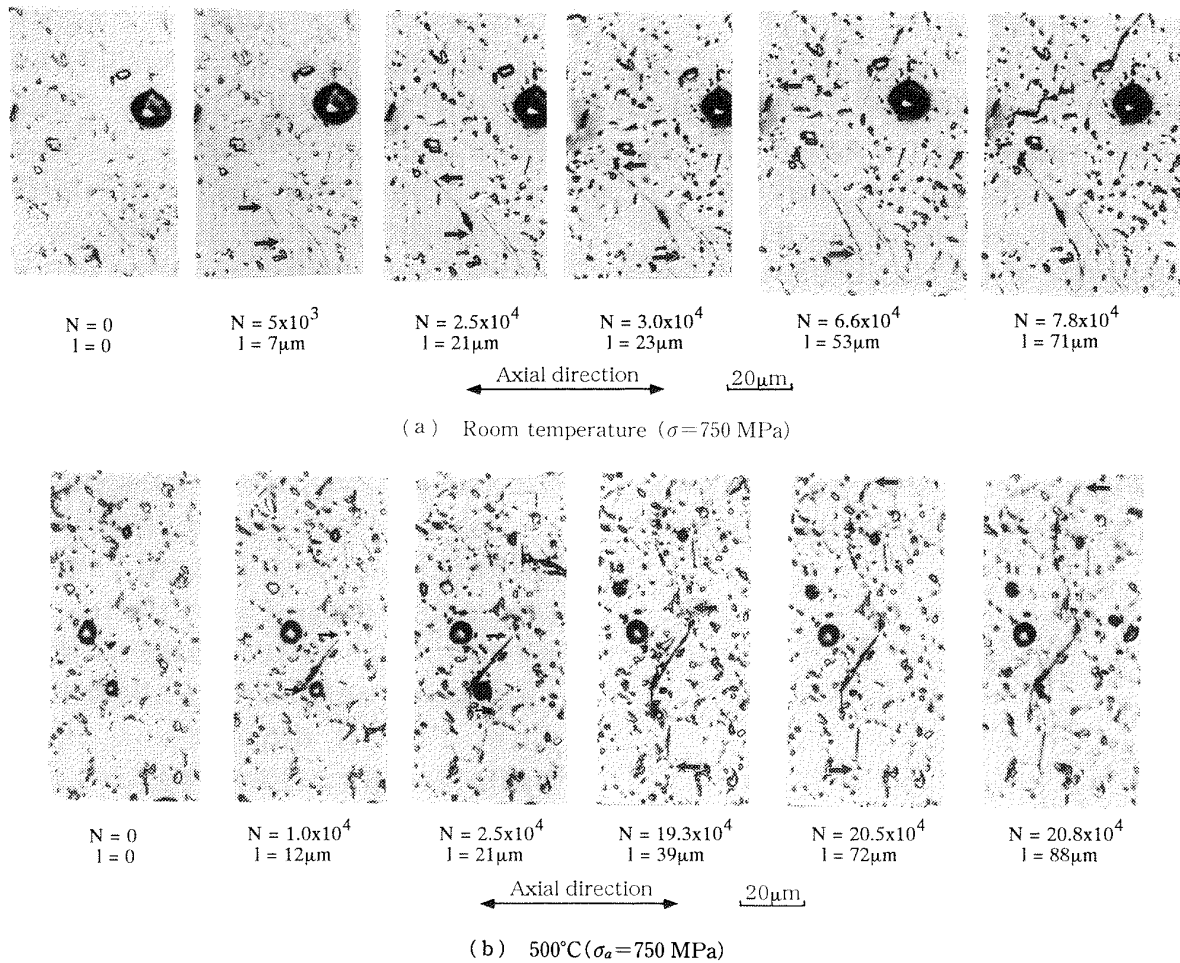


Fig. 4 Change in surface state of specimen

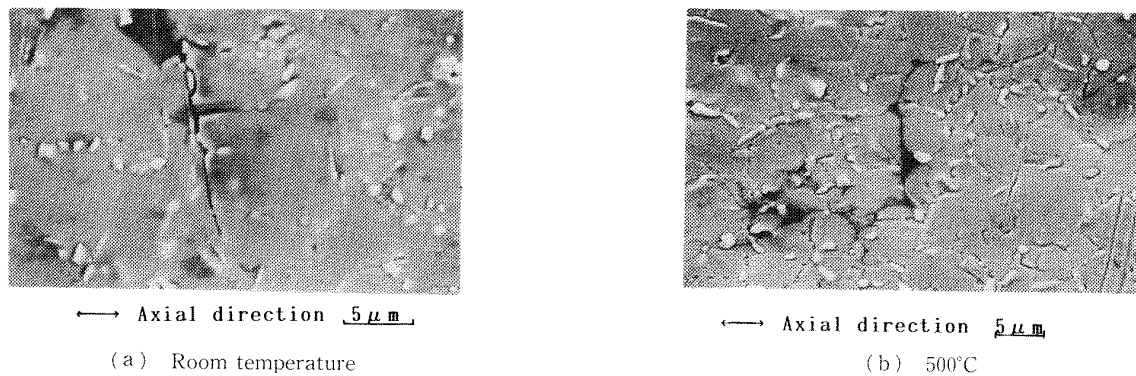


Fig. 5 SEM photographs of initiated crack

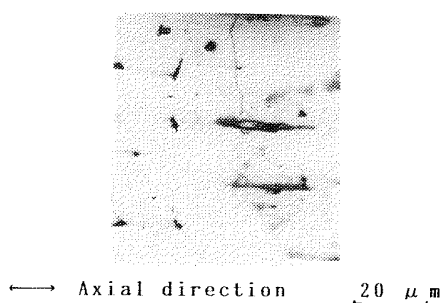


Fig. 6 Photograph of crack (cross section, 500°C)

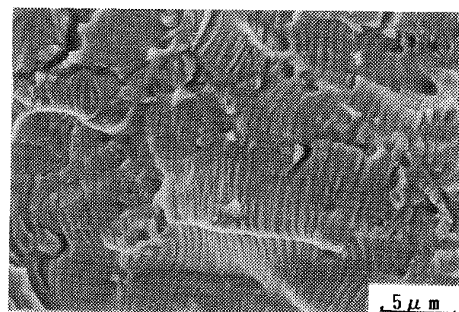


Fig. 7 Fractograph (500°C)

響はほとんどないことを示している。

図8は、室温および500°Cにおける部分切欠材のき裂伝ば曲線であり、図9は、図8の結果($\sigma_a = 700$ MPa の場合)から求めたき裂伝ば速度とき裂長さの関係を示している。図9には小穴材の結果も比較として示した。これらの図からわかるように、両温度におけるき裂発生時期には大きな差異は認められないが、500°Cの場合20 μm 前後のき裂の伝ば過程で顕著な停滞がみられ、き裂がかなり長くなると逆に、室温より500°Cのほうがき裂伝ば速度は大きくなる。室温と500°Cでき裂伝ば速度の大きさが逆転するときのき裂長さは100 μm 前後であり(図9)、逆転後のき裂伝ば速度は、室温、500°Cでそれぞれ小穴材と部分切欠材で

ほぼ等しい。すなわち、高温環境は、き裂発生初期の非常に短いき裂の伝ばに対しては抑制因子、ある程度以上に成長した後のき裂伝ばに対しては加速因子と、疲労に対し相反する二つの影響をもつことがわかる。このことが前述した $S-N$ 曲線で示された部分切欠材と小穴材の疲労強度に及ぼす温度の影響が異なった理由である。なお応力が高くなると初期き裂伝ばにおける停滞期間は短くなる。

図10は、部分切欠材におけるき裂伝ば曲線の横軸を、破断寿命で基準化した相対繰返し数で表したものである。室温の場合、繰返しの早期に発生したき裂は伝ば過程全域にわたってマクロには定常的な成長をし、全寿命のほとんどが1 mm 以下の微小き裂伝ば過程で支配されるのに対し、500°Cの場合き裂発生後の初期伝ばにおける抑制とその後のき裂伝ばにおける加速を反映して、数十 μm 以下のき裂伝ばの期間が多くを占めるため、両温度における $l-N/N_f$ 関係は大きく異なる。このことは、高温の場合いったんき裂がある長さ(図10から数結晶粒程度と考えられるが、き裂伝

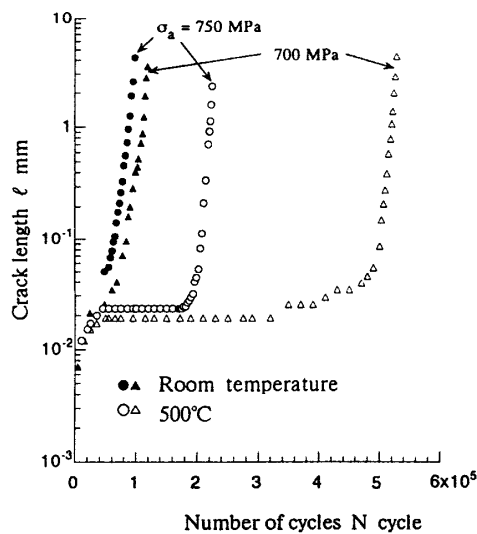


Fig. 8 Crack growth curves (partial notched specimen)

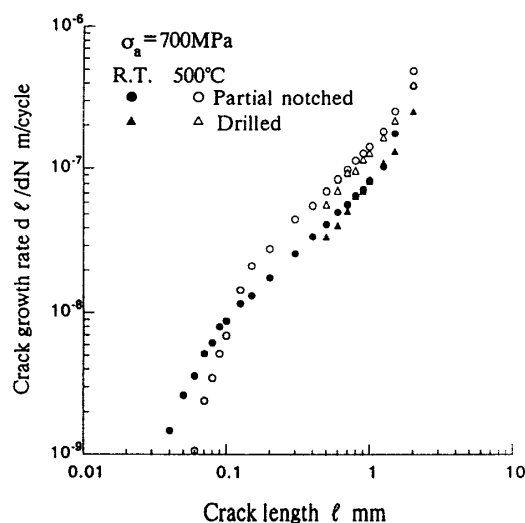


Fig. 9 Relationship between crack growth rate and crack length (partial notched and drilled specimens)

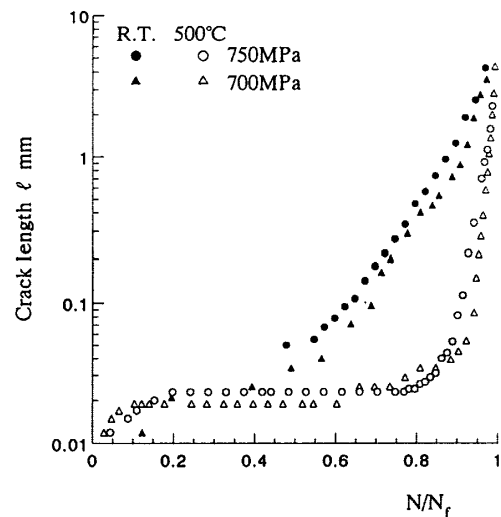


Fig. 10 $l-N/N_f$ curves (partial notched specimen)

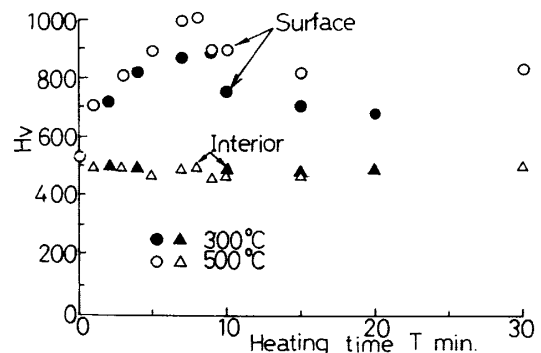


Fig. 11 Distribution of hardness (300, 500°C)

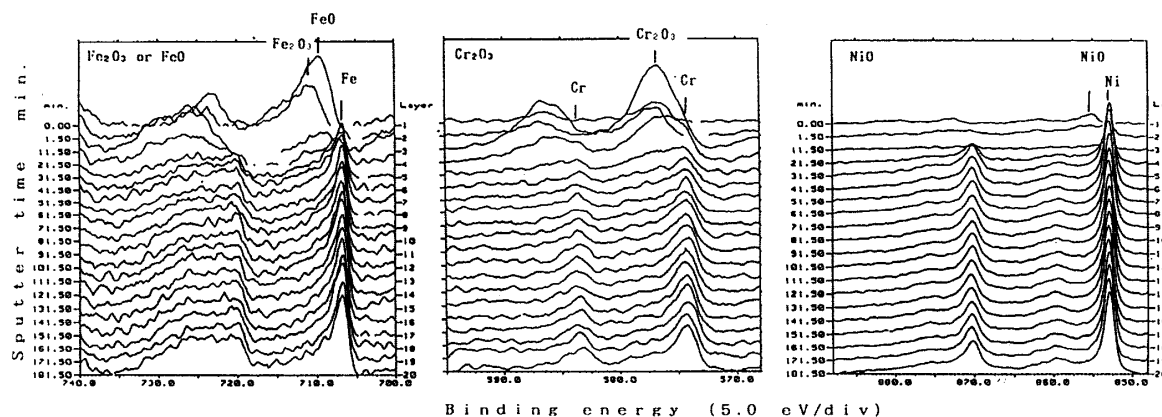


Fig. 12 Element analysis by ESCA (after heating for 10 min. at 500°C)

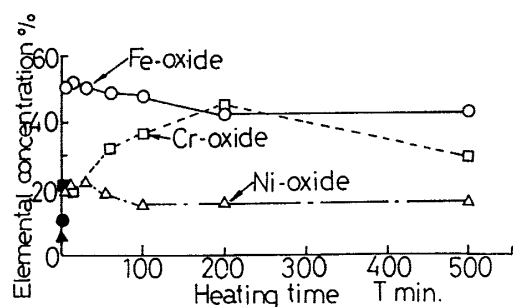


Fig. 13 Change in elemental concentration of oxides arise along with heating time

ば抑制のメカニズムとの関係も含め今後検討を要する)以上になると急速に成長することを意味しているので、実用上注意を要する。

3・3 表面および内部の硬さ変化に及ぼす温度の影響
高温の場合試験片表面には高温酸化による酸化皮膜が形成され、それによるき裂発生および伝ばへの影響も考えられる。そこで以下では、疲労き裂発生と伝ばに対する高温の影響を、表面および内部の硬さ変化に及ぼす温度の影響の点から検討する。

図 11 は、300°Cおよび 500°Cにおける加熱時間と試験片表面および内部の硬さ〔ビッカース硬さ(50 g)〕の関係を示したものである。ここで加熱時間とは、所定の温度に達した後の時間を意味しており(室温から 300°Cまたは 500°Cまでの昇温時間はそれぞれ約 25 分、約 50 分である)、測定は試験片を室温まで冷却してから行った。したがって、硬さ変化や後述の高温酸化は昇温時間の影響が含まれるため厳密な評価はできないが、ここでは半定量的評価にとどめる。また硬さ測定は、単に温度の影響のみを対象とし、応力繰返しの効果は考慮していない。すなわち、無負荷状態で所定時間加熱後、室温まで冷却してから表面硬さを測定し、さらに電解研磨で表面を除去して内部硬さを測定した。図 11 からわかるように、加熱により表面の硬さ

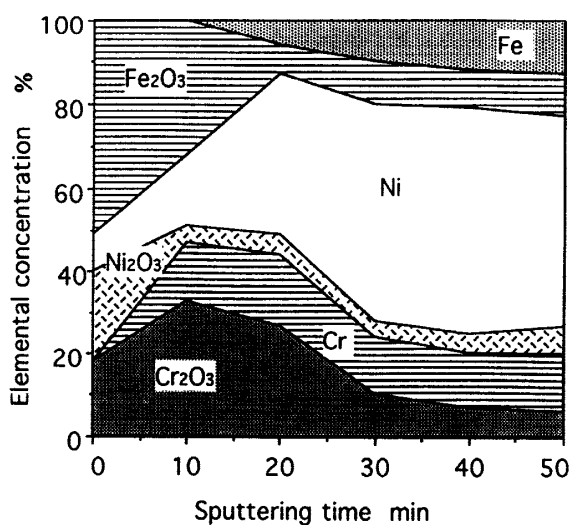


Fig. 14 Elemental concentration of oxides (after heating for 10 min. at 500°C)

はいったん上昇してから多少軟化するが、ある時間経過後は加熱前よりはかなり硬化した一定値に飽和するのに対し、内部硬さは加熱直後から軟化し、ある時間経過後一定値に飽和する。そして、飽和時の表面と内部の硬さの差はかなり大きく、加熱により表面が硬化されているのがわかる。これらの傾向は、300°Cの場合でも同様であるが、最大硬さに達するまでの時間および硬さの飽和する時間はいずれも温度が高いほうが早く、また温度が高いほうが内部硬さは低くなる傾向が認められる。

図 12 は、加熱により表面にいくらかの酸化物が形成されているかを調べるため行った ESCA(X 線光電子分光法)による表面分析結果(500°Cに昇温後約 10 分加熱後測定)を示している。表面には主として Fe, Cr および Ni の酸化物が形成され、その他 Mo の酸化物もわずかに認められた。そしてこれらの酸化膜の厚さは加熱時間の増加に伴い増大した。したがって、加熱

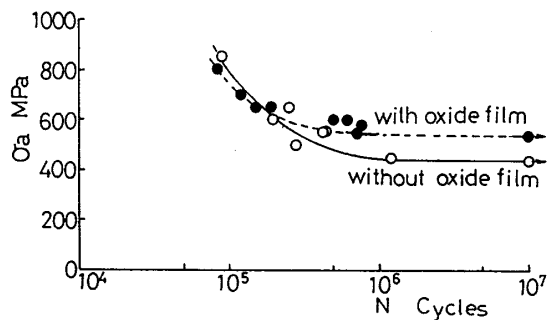


Fig. 15 S-N curves (tested at room temperature after heating for 10 min. at 500°C)

によるき裂発生や表面硬さの変化にはこれらの酸化物の割合や深さ分布が関係するものと考えられる。

図 13 は、表面で観察した上記 3 種類の酸化物の割合を、500°C での加熱時間との関係で示したものである。図中黒ぬり印は加熱前の状態で、白抜き印が加熱後の結果である。

図 14 は、500°C、10 分加熱後の酸化物の深さ方向の割合を示したものである。図 13、図 14 からわかることを列挙すると以下になる。(1)Cr 酸化物は室温でも容易にかつ強固に形成されるが、その割合は加熱に伴い徐々に増大し、ある値に飽和する傾向がみられる。(2)Fe 酸化物は加熱により急速に増加するが、全酸化物に占める割合としては 10 分前後にピークを示し、その後多少減少する傾向がみられるものの、酸化物の中で最も多くの割合を占めている。このような時間に伴う Fe 酸化物の割合の変化は、図 11 に示した表面硬さの時間的変化に対応しており、表面硬さに対し Fe 酸化物の主たる関与が示唆される。

3.4 き裂発生と初期伝ばに及ぼす酸化皮膜の影響

以上述べたように、500°C 以下においては長寿命域における疲労寿命は室温より高温のほうが長く、それは高温の場合発生初期のき裂伝ばが抑制されたためである。そしてその理由として、高温により形成された酸化皮膜の影響が示唆された。

そこで、酸化皮膜のき裂発生および初期き裂伝ばへの影響を調べるために、次のような実験を行った。すなわち、最も表面硬化が大きい 500°C、10 分間加熱の試験片を作成し、酸化皮膜の形成された試験片とその表面酸化皮膜を電解研磨により除去した試験片を用いて室温でき裂発生および初期伝ば挙動を調べた [このときの試験は、直径 5 mm の小形試験片を用い、小形の小野式回転曲げ疲労試験機(容量 15 N・m、繰返し速度約 55 Hz)で行った]。

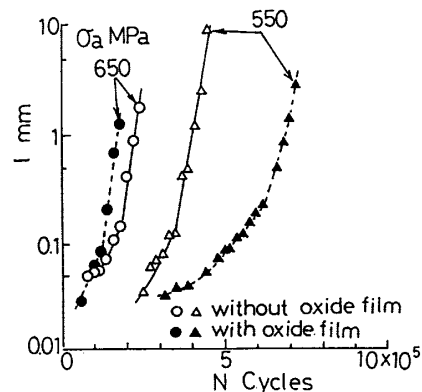


Fig. 16 Crack growth curves (tested at room temperature after heating for 10 min. at 500°C)

図 15、16 はその結果であり、各試験片の S-N 曲線とき裂伝ば曲線を示している。これらの結果は室温下で得られたものであるため、高温下における酸化皮膜の機械的性質や変形挙動およびき裂発生への影響、さらに素材への温度変化による影響等温度条件が異なり定量的には評価できないが、傾向としては図 2 および図 8 の結果とよく対応しており、応力が低い場合、酸化皮膜により初期のき裂伝ばが抑制されているのがわかる。

4. 結 論

Ni 基超合金 Inconel 718 の高温における疲労き裂の発生および初期伝ばに及ぼす高温酸化皮膜の影響を調べるため、部分切欠試験片と小穴試験片を用いて、室温、300°C、500°C および 600°C で回転曲げ疲労試験を行った。得られた結論を要約すると以下のようになる。

(1) 部分欠材の疲労強度は、高応力域では高温になるほど低いが、低応力域では逆に温度上昇に伴い増加し、500°C 付近で最大値を示してから減少傾向を示す。

(2) 500°C の場合、高温酸化に起因したき裂の初期伝ばにおける顕著な停滞が生じる。

文 献

- (1) Sessions M. L., ほか 2 名, *Mater. Sci. Eng.*, **27**(1977), 17-24.
- (2) Ghonem, H., ほか 2 名, *Fract. Eng. Mater. Struct.*, **16**(1993), 565-576.
- (3) 松原雅昭・新田明人, 機論, **57**-540, A(1991), 1726-1731.
- (4) 岡崎正和・ほか 2 名, 材料, **43**-490(1994), 860-866.
- (5) 岡崎正和・ほか 2 名, 材料, **44**-498(1995), 348-354.