

論 文

Ni 基析出強化型超合金のクリープ破断寿命の
化学組成からの推定方法藤岡 順三*・宮下 卓也*・村瀬 宏一*²西山 幸夫*²・松田 昭三*²A Predicting Method of the Creep Rupture Life of Nickel-Base
Precipitation Hardened Superalloys from Chemical CompositionJunzo FUJIOKA, Takuya MIYASHITA, Hirokazu MURASE,
Yukio NISHIYAMA, and Shozo MATSUDA

Synopsis :

The program for estimating the creep rupture life at 900°C from chemical composition has been developed on nickel-base precipitation hardened superalloys.

In this program, the steady state creep rate ($\dot{\epsilon}_S$) and the creep rupture life (t_r) have been estimated by Evans-Harrison's and Monkman-Grant's equations, respectively, which have been represented by the following equations.

$$\dot{\epsilon}_S = B' \{ (\sigma - \sigma_0) / \sigma_{0.05} \}^{3.5} \dots\dots\dots (1)$$

$$\log t_r + m \cdot \log \dot{\epsilon}_S = c \dots\dots\dots (2)$$

σ , σ_0 and $\sigma_{0.05}$ are applied stress, friction stress and 0.05% proof stress, respectively. B' is the constant for all alloys. m and c are constants for each alloy. σ_0 , $\sigma_{0.05}$, m and c have been represented as a function of structural factors calculated from chemical composition. Relationship between σ_0 and structural factors has been led by the theoretical analysis based on the dislocation theory.

About 80% of the experimental creep rupture lives have fallen within a factor of two of the estimated lives at the various stress levels corresponding to the lives up to 10⁴ h as for twenty eight alloys. Especially, for cast alloys with higher γ' volume fraction, the creep strength has been estimated accurately by this program.

1. 緒 言

Ni 基析出強化型超合金は、オーステナイトマトリクス (γ 相) 中に微細整合析出した γ' 相 [Ni₃(Al, Ti, Nb, Ta)] によつて強化された超耐熱材料であり、各種ガスタービン用高温部材として、近年著しい発達を遂げている。これらの高温部材の設計要求値として、クリープ破断強度、熱疲労強度および耐食耐酸化性などが挙げられる¹⁾。従来、材料選定の際には、上記の高温特性は、新規に開発が進められているデータのない合金に関しては、析出強化作用を有する Al, Ti, 固溶強化作用を有する Co, Mo, W および耐食耐酸化性を付与する Cr などの含有量による定性的推定手法によつて主に評価されてきた。しかし、化学組成からの電算機を利用した定量的推定が可能になれば、多くの候補材料から非常に効率

良く材料が選定できる。

最近、合金開発の分野では、理論的な考察あるいは統計的手法を用いて、合金設計が行われている^{2)~9)}。この中で、渡辺ら⁶⁾⁷⁾は、従来の組織要因²⁾⁸⁾に関するデータを分析し、電算機演算によつて合金元素含有量のすべての組み合わせの中からあらかじめ有効な合金組織を抽出し、この限定された有効組成に関して、実験的検討を加えて最終的に実用上有用な合金組成を求めるという手法によつて、合金開発を行つている。さらに、原田ら⁹⁾は、渡辺らの手法を踏まえて、 $\gamma'/(\gamma+\gamma')$ 界面を γ' 組成によつて数式化するなどの、新しい合金設計プロセスを加味して、クリープ破断強度および耐硫化腐食性の優れた TM-47, 49 合金を開発している。しかしながら、これらの手法は、新合金の開発のための合金設計を主目的としているので、化学組成、熱処理条件、クリー

昭和 55 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 55 年 10 月 13 日受付 (Received Oct. 13, 1980)

* 川崎重工業(株)技術研究所 (Technical Institute, Kawasaki Heavy Industries, Ltd., 1-1 Kawasaki-cho Akashi 673)

*² 川崎重工業(株)技術研究所 工博 (Technical Institute, Kawasaki Heavy Industries, Ltd.)

ブ試験温度および付加応力などをインプットすれば破断寿命がアウトプットされるといった定量的な評価までは行っていないので、材料評価プロセスに適用することは難しい。

そこで、本研究においては、電算機を使用した合金設計法に、金属学的理論解析を加味した手法によつて、化学組成から 900°C における定常クリープ速度 ($\dot{\epsilon}_s$) とクリープ破断寿命 (t_r) を算出する推定式の作成を試みた。

2. クリープ破断寿命推定式作成の方針

2.1 破断寿命推定の基本的考え方

化学組成から $\dot{\epsilon}_s$, t_r を推定する手順を Fig. 1 に示す。まず、化学組成から組織要因を WOODYATT らの方法¹⁰⁾ と DECKER らの方法¹¹⁾ の折衷的方法⁶⁾⁷⁾ によつて作成したプログラムを用いて算出する。これらの組織要因は図中に示すが、この中で、 γ' 相中の Ti, Al の原子分率の比である C_{Ti}/C_{Al} は逆位相境界エネルギーに比例する¹²⁾。

次に、このようにして得られた組織要因から $\dot{\epsilon}_s$ と t_r を算出するのであるが、媒介する式として EVANS and HARRISON の式 [(1) 式]¹³⁾¹⁴⁾ および MONKMAN and GRANT の式 [(2) 式]¹⁵⁾ を採用した。(1) 式は、 $\dot{\epsilon}_s$ の応力依存性に従来用いられてきた SHERBY and BARRETT の式¹⁶⁾ などとは異なり、純金属から分散強化型合金まで、friction stress σ_0 と 0.05% 耐力 ($\sigma_{0.05}$) だけで整理可能な式で、定数 B' は材料に無関係に一定である。すなわち、初期付加応力 (σ) の代わりに $\sigma - \sigma_0$ を導入することによつて、応力指数を 3.5 の一定値として取り扱うことができ、 $\sigma_{0.05}$ を導入することによつて、定常クリープの活性化エネルギー、拡散定数、積層欠陥エネルギーおよびヤング率などを考慮する必要がなくなる。

Table 1. Chemical composition and heat treatment. (wt%)

Alloy designation	Element														Other
	C	Si	Mn	Cr	Co	Mo	Al	Ti	Nb	B	Zr	Fe	Cu	Ni	
Inconel 700(W)*	0.07	0.10	0.10	14.95	29.10	3.28	2.53	1.97	—	—	—	0.17	0.05	Bal.	
MM 007(C)	0.09	0.35	0.01	8.16	9.71	5.82	5.91	0.62	0.004	0.016	0.040	0.05	—	Bal.	4.33Ta, 1.5Hf, 0.03W
Waspaloy (W)	0.08	0.03	0.02	19.55	13.65	4.40	1.39	3.06	—	0.004	0.62	0.32	0.01	Bal.	0.004P, 0.008S
Inconel X 750(W)	0.03	0.20	0.35	15.31	0.84	—	0.97	2.27	1.01	—	—	7.43	—	Bal.	—
Udimet 500(W)	0.07	0.10	0.10	18.70	19.20	4.00	3.01	2.99	—	0.004	—	0.16	0.10	Bal.	—
MM 004 (C)	0.03	0.06	0.01	12.33	—	3.89	5.65	0.42	(Nb+Ta) 1.70	0.010	0.080	0.12	0.03	Bal.	1.37Hf 0.005S
Inconel 713C(C)	0.13	0.15	0.03	13.10	0.05	4.42	6.19	0.93	(Nb+Ta) 2.46	0.011	0.090	0.10	0.03	Bal.	0.004S
René 100 (C)	0.17	0.10	0.10	9.20	14.30	2.90	5.47	4.82	—	0.014	0.040	0.12	0.10	Bal.	0.84V, 0.001S, 0.01P
IN738LC (C)	0.11	0.02	0.05	15.80	8.20	1.70	3.45	3.41	0.80	0.011	0.030	0.05	0.05	Bal.	0.01P, 1.9Ta, 2.6W

* (W) : Wrought Alloy (C) : Cast Alloy

Heat Treatment

Inconel 700 : 1180°C×2h, A.C. +870°C×4h, A.C. Waspaloy : 1010°C×4h, W.Q. +843°C×4h, A.C. +760°C×16h, A.C.

Inconel X 750 : 1150°C×2h, A.C. +845°C×24h, A.C. +705°C×20h, A.C. Udimet 500 : 1088°C×4h, A.C. +843°C×24h, A.C.

+760°C×16h, A.C. IN738LC : 1120°C×2h, A.C. +845°C×24h, A.C. MM007, MM004, Inconel 713C, René 100 : As Cast

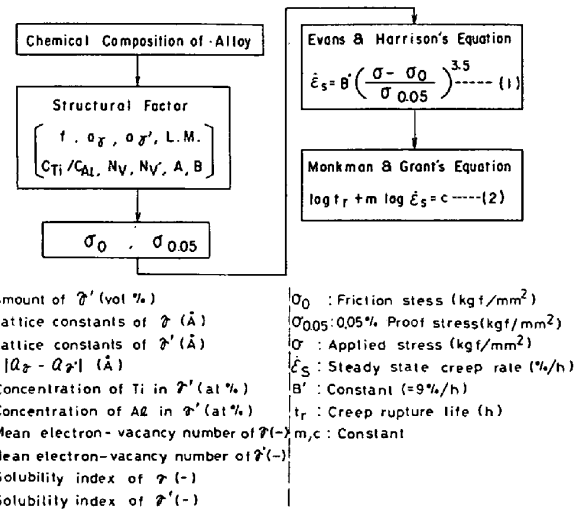
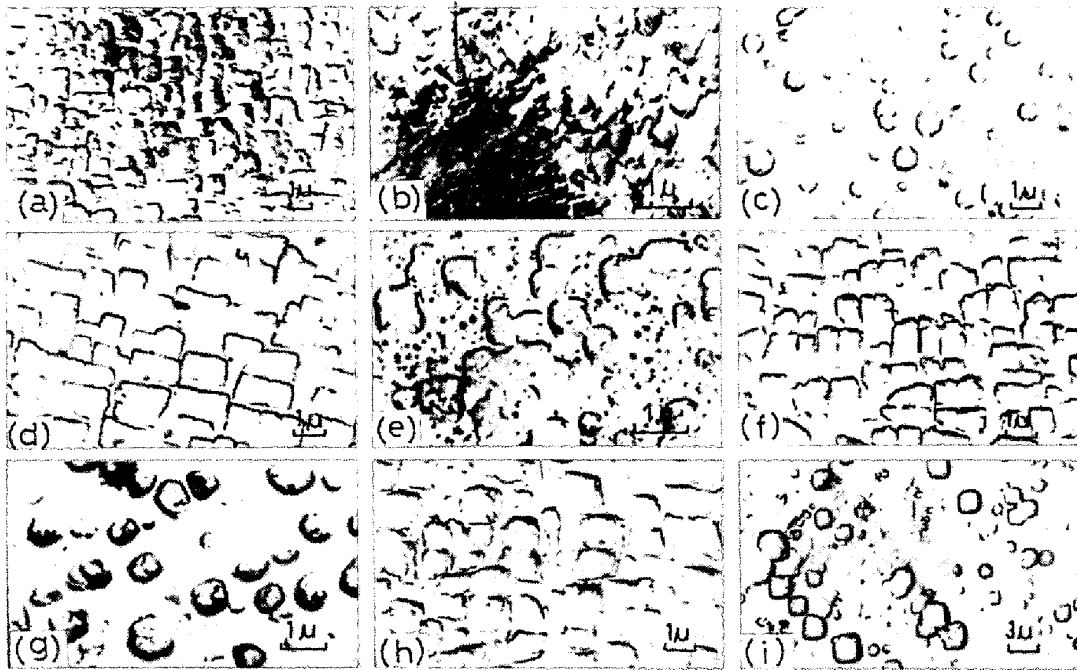


Fig. 1. Flow chart for estimating creep rupture life from chemical composition.

そこで、(1)式中の σ_0 , $\sigma_{0.05}$ および(2)式中の定数項 m , c を組織要因によつて、ある温度で定量化できれば、Fig. 1 に示した手順により、化学組成からその温度での $\dot{\epsilon}_s$ と t_r が求まる。

2.2 推定式作成のための実験

2.1 項で述べたように、 $\dot{\epsilon}_s$ および t_r を求めるためには、 σ_0 , $\sigma_{0.05}$, m および c と組織要因との定量的な関係を求める必要がある。そのために、まず最初に、9種のNi基析出強化型超合金について、 σ_0 , $\sigma_{0.05}$, m および c を実験によつて求めた。Table 1に、これらの合金の化学組成と熱処理条件を示す。ただし、この9種の合金は、組織要因の中でクリープ強度に最も大きな影響を与えようと考えられる f の計算値が、15~70 vol% にわたるように選んだ。実験はすべて 900°C で行つた。 σ_0 の測定は、WILLIAMS らの手法^{17)~21)} で行つた。 $\sigma_{0.05}$ は、ひずみ速度が $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ の条件下での引張試験を行つて求めた。 m および c を求めるために、クリープおよ



(a) Inconel 713C, (b) Inconel x750, (c) Inconel 700, (d) René 100, (e) Udimet 500, (f) MM 007, (g) IN 738LC, (h) MM 004, (i) Waspaloy

Photo. 1. Result of TEM showing size, morphology and distribution of γ' particles.

びクリーブ破断試験を、各合金について5応力レベルで行った。そして、これらの実験から、 $\dot{\epsilon}_s$ および t_r を求めた後に、(2)式から m および c を算出した。

次に、この9種合金の試験前における γ' 粒子半径 (r) を透過型電子顕微鏡を用いて2段レプリカ法によつて測定した。Photo. 1 に示すように、個々の合金とも γ' 粒子の大きさ、形態および分布状態が異なっている。なお、 r の測定は、微細な γ' 粒子を除外し、 γ' 粒子

Table 2. Structural factors of 9 alloys for deducing equations.

Alloy Designation	f [vol%]	a_{γ} [Å]	$a_{\gamma'}$ [Å]	L.M. [Å]	N_v	N_v'	A	B	$\frac{C_{Ti}}{C_{Al}}$	r [μ]
Inconel 700	300	35769	35805	00036	2157	2489	0.66	0.46	0.455	0.169
MM007	623	35846	35822	00024	2082	2364	0.79	0.41	0.091	0.407
Waspaloy	21.6	35813	35904	00090	2149	2353	0.80	0.87	1.536	0.218
Inconel x750	16.2	35628	36039	00411	1695	2261	0.47	1.51	2.829	0.108
Udimet500	34.1	35851	35830	00020	2338	2412	0.86	0.57	0.646	0.123
MM004	55.7	35795	35800	00005	2060	2332	0.82	0.38	0.057	0.496
Inconel 713C	58.5	35806	35795	0.001	2.110	2.337	0.84	0.37	0.068	0.380
René 100	68.0	35821	35791	00031	2.263	2.383	0.72	0.42	0.425	0.423
IN 738 LC	48.9	35809	35889	00080	2.241	2.331	0.84	0.78	0.609	0.311

N. B. : Values of r (radius of γ' particle) are experimental ones obtained from results of TEM showing size, morphology and distribution of γ' particle.

の形状が球と仮定して行つた。Table 2 に、 r の測定結果を他の組織要因と共に示す。

2.3 性質要因と組織要因との定性的関係

クリーブ破断強度、高温耐力および組織安定性などと組織要因との間の定性的な関係については、これまでに報告されており⁶⁾⁷⁾²²⁾、高温強度に最も影響を与える組織要因は γ' 粒子の体積率 (f) である。この他に、 $\dot{\epsilon}_s$ は、 γ' 相の積層欠陥エネルギー (SFE') と滑り面上の γ' 粒子の中心間距離 (d')²³⁾ が小さくなると減少し、 $\sigma_{0.05}$ は、 γ' 相の逆位相境界エネルギー (APBE')^{24)~26)} が大きくなると増加する¹⁰⁾。このような定性的な関係を念頭に置いて、2.2 項で述べた方法によつて実験的に求めた σ_0 、 $\sigma_{0.05}$ および m 、 c と組織要因との定量的な関係を、解析によつて求めた。ただし、後述するように、 σ_0 の値は、実験によつて求めた値を直接用いなかった。

3. 推定式の作成手順および作成結果

3.1 σ_0 の組織要因による定量化

R. LAGNEBORG と B. BERGMAN²⁷⁾ は、析出強化型合金のクリーブ変形中の back stress (σ_P) の σ 依存性を転位論によつて説明している。この考え方を Fig. 2 に示す。ただし、本研究では $\sigma_P = \sigma_0$ と仮定した。すなわち、析出強化型合金のクリーブ変形においては、 σ の熱成分である有効応力がほぼ零に等しく、非熱成分である内部応力 (internal stress)^{28)~30)} 中の転位構成成分

(σ'_0) がクリープ変形に寄与し、粒子分散成分である σ_P が σ_0 として働くと考えた。 σ_0 は、低 σ 領域では (5) 式で示されるように σ に対して傾き a で直線的に増加し、転位は上昇運動 (by-pass 機構) によつて γ' 粒子を乗り越えて進む。中間 σ 領域では (6) 式で示されるように σ に対して一定で、転位は、 γ' 粒子間距離が小さい場合には主に cutting 機構で、大きい場合には主に Orowan 機構で γ' 粒子を通過する。高 σ 領域では (7) 式で示されるように σ に対して傾き b で直線的に減少し、このような高 σ 下では γ' 粒子の γ 相との整合歪み (LM) が増加して、転位の γ' 粒子に対する cutting 機構が働かなくなると考えられる。

以上のような考え方をもとにして、 σ_0 の組織要因による定量化を進めた。そのためには、Fig. 2 に示した線図を各合金について求める必要があるが、 σ_0 の測定には非常に多くの労力を要するので、次のような手順によつて σ_0 を求めた。まず、9 種合金に関して、それぞれ一つの σ に対する σ_0 を実験によつて求めた。次に、(1) 式の変形式である下記の (8) 式に、 σ 、 $\sigma_{0.05}$ および $\dot{\epsilon}_s$ を代入し、 σ_0 の逆計算値を求め、 σ_0 の実測値と対比した。この結果を Fig. 3 に示す。

$$\sigma_0 = \sigma - \sigma_{0.05} \cdot \sqrt[3]{\dot{\epsilon}_s / B'} \dots\dots\dots (8)$$

9 種合金とも、 σ_0 の実測値と逆計算値とがかなり良好な一致を示すので、以下 (8) 式から得られる σ_0 の逆計算値の組織要因による定量化を進めた。なお、求められた関係式は、それぞれの図中に示した。

Fig. 2 に示した (5) ~ (7) 式中の a 、 b 、 σ_{c1} および σ_{c2} を組織要因によつて定量化できれば、低 σ から高 σ までにおける σ_0 が求まるが、 a の値は 9 種合金とも約 0.75²¹⁾ であり、高 σ 側の σ_0 のデータ数が少ないため、以下 σ_{c1} の組織要因による定量化を進めた。

f が大きいほど、より高 σ 側で by-pass 機構から cutting あるいは Orowan 機構に遷移すると考えて、 σ_{c1} を f で整理した。その結果を Fig. 4 に示す。 σ_{c1} と f との関係式として (9) 式が得られたが、 $\pm 2.55 \text{ kgf/mm}^2$ の誤差範囲がある。

この誤差 $\{(0.537f - 3.21) - \sigma_{c1}\}$ を A' で整理した結果を Fig. 5 に示す。MM 007 を除くと、その誤差と A' との間に、熱処理材と As Cast 材とに区別して、それぞれ (10)、(11) 式に表される相関関係がある。ただし、 A' の値は下記の (12) 式²³⁾ によつて r と f から算出した。

$$A' = \sqrt[3]{2\pi / (0.03f)} \cdot r \dots\dots\dots (12)$$

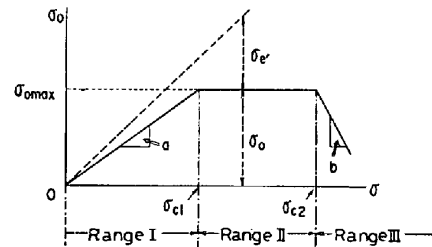
以上のようにして得られた σ_0 の組織要因による推定

式 (5) ~ (12) 式を用いて計算した σ_0 - σ 線図を、 σ_0 の逆計算値のプロットと対比させた結果を、Fig. 6 に示す。Inconel X750 と Udimet 500 以外は、かなり良好な一致を示す。

3.2 $\sigma_{0.05}$ の組織要因による定量化

$\sigma_{0.05}$ に最も大きな影響を与える f ³¹⁾ を用いて、 $\sigma_{0.05}$ を整理した結果を Fig. 7 に示す。 $\sigma_{0.05}$ と f との関係式として (13) 式が得られたが、 $\pm 5.25 \text{ kgf/mm}^2$ の誤差範囲がある。

この誤差 $\{(0.484f + 12.3) - \sigma_{0.05}\}$ を C_{Ti}/C_{Al} と $a_{\gamma'}/a_{Ni_3Al}$ とで整理することを試みたが (a_{Ni_3Al} は γ' 相の基本組成である Ni_3Al の格子定数で 3.567 \AA)、 $a_{\gamma'}/a_{Ni_3Al}$ ではこの誤差と相関関係が得られなかつた



- $\sigma_0 = \sigma_{\sigma'_0} + \sigma_0 \dots\dots\dots (3)$
 $\sigma_{\sigma'_0}$: Component due to dislocation structure of internal stress
 $[= \alpha G b' \rho^{1/2} \dots\dots\dots (4)]$
 σ_0 : Component due to particle dispersion of internal stress
 Range I: Low-stress range where dislocations surmount particles by climbing motion. $\langle \sigma_0 = a\sigma \dots\dots\dots (5) \rangle$
 Range II: Middle-stress range where particle passage occurs by Orowan or cutting mechanism. $\langle \sigma_0 = \sigma_{0,max} = a\sigma_{c1} \dots\dots\dots (6) \rangle$
 Range III: High-stress range where lattice mismatch between γ and γ' increases and cutting mechanism doesn't occur. $\langle \sigma_0 = b(\sigma - \sigma_{c2}) + a\sigma_{c1} \dots\dots\dots (7) \rangle$

Fig. 2. Variation of friction stress with applied stress.

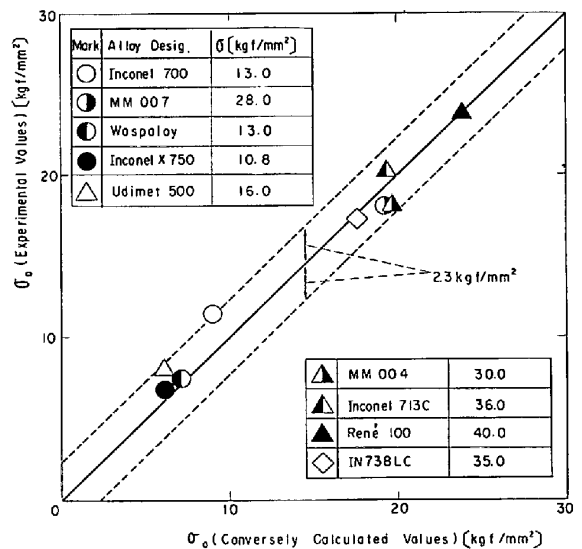


Fig. 3. Comparison of values calculated conversely by EVANS and HARRISON'S Equation with experimental values for friction stress (σ_0).

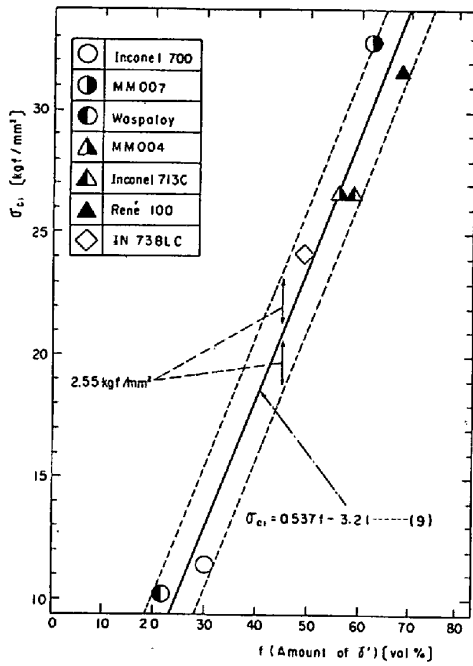
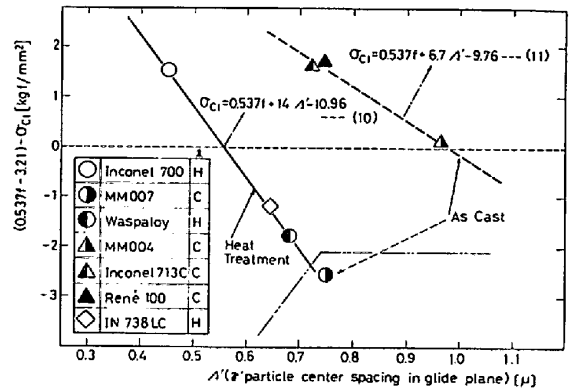


Fig. 4. Effect of amount of γ' on σ_{e1} .

のに対して、 C_{Ti}/C_{Al} では相関関係が得られた。その結果を Fig. 8 に示す。 f が小さい Waspaloy と Inconel X750 を除くと、その誤差と C_{Ti}/C_{Al} との関係式として (14) 式が得られた。

従つて、 f が 26 vol% 以下の合金には (13) 式を、 f が 26 vol% より大きな合金には (14) 式を適用して $\sigma_{0.05}$ を算出したところ、この計算値と実測値とは、Fig. 9 に示されるようになりに良好な一致を呈し、誤差範囲は



* H : Heat Treatment C : As Cast

Fig. 5. Effect of γ' particle center spacing in glide plane on $\{(0.537f - 3.21) - \sigma_{e1}\}$.

$\pm 3.44 \text{ kgf/mm}^2$ に減少した。ただし、(13) 式と (14) 式の適用境界としての $f = 26 \text{ vol}\%$ の値は、(14) 式では整理できなかった合金中で f が大きい方の Waspaloy、と (14) 式で整理できた合金中で f が最小の Inconel 700 との、 f の平均値を採つたものである。

3.3 m および c の組織要因による定量化

m および c と組織要因との相関性は現段階では明らかでないが、両者とも、Ni 基析出強化型超合金の高温特性に最も大きな影響を与える組織要因である f で整理した。この結果を Fig. 10 に示す。 m は Waspaloy と Udimet 500 を除くと (15) 式で表され、 c は Inconel X750 を除くと (16) 式で表される。

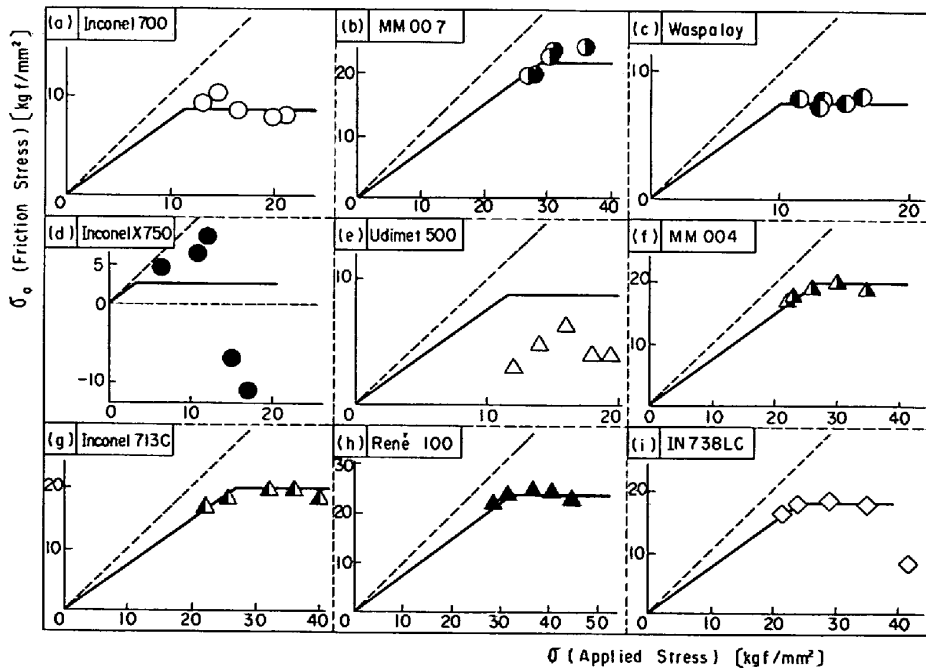


Fig. 6. Comparison of estimated values (—) with values calculated conversely ($\circ, \bullet, \circ, \bullet, \triangle, \blacktriangle, \blacktriangle, \blacktriangle, \diamond$) of friction stress corresponding to applied stress.

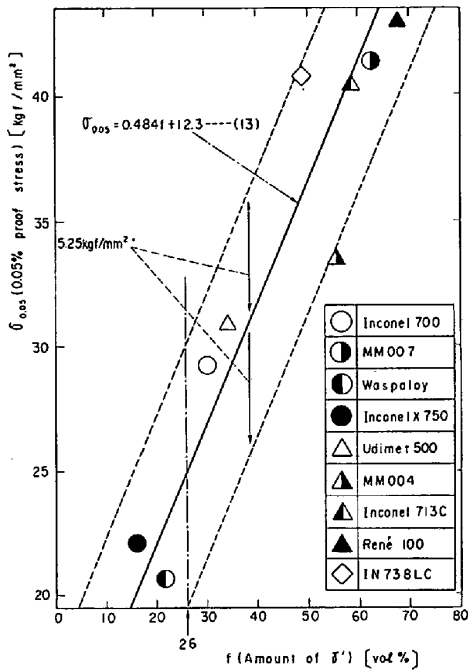


Fig. 7. Effect of amount of γ' on 0.05% proof stress.

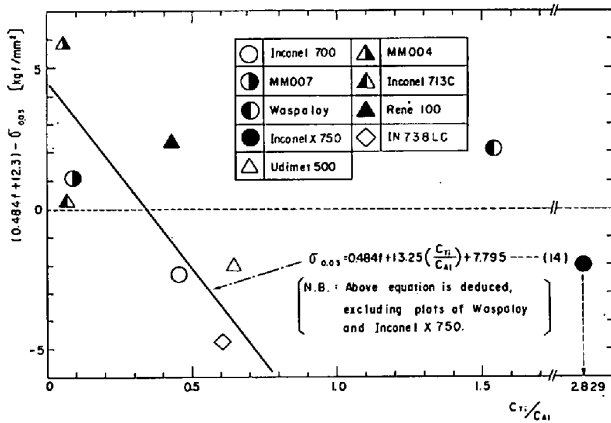


Fig. 8. Effect of (C_{Ti}/C_{Al}) on $\{(0.484f + 12.3) - \sigma_{0.05}\}$

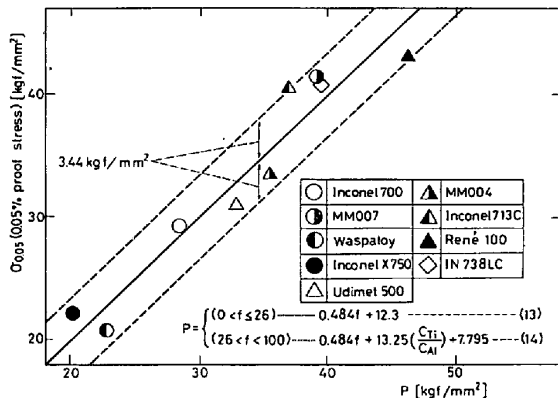


Fig. 9. Comparison of estimated values with experimental values of 0.05% proof stress.

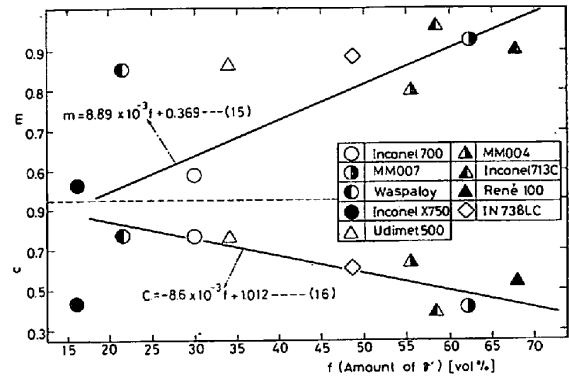


Fig. 10. Effect of amount of γ' on m and c in MONKMAN and GRANT's equation.

Table 3. Equations for estimating creep rupture life.

	$\dot{\epsilon}_s = B' \left(\frac{\sigma - \sigma_{cl}}{\sigma_{0.05}} \right)^{3.5} \dots \dots \dots (1)$	$\log t_r + m \log \dot{\epsilon}_s = c \dots \dots \dots (2)$
	$0 \leq \sigma < \sigma_{cl}$ [Range I]: $\sigma_0 = 0.75\sigma \dots \dots \dots (5)$	
	$\sigma_{cl} \leq \sigma$ [Range II]: $\sigma_0 = 0.75\sigma_{cl} \dots \dots \dots (6)$	
	(If Data of radius of γ' particle doesn't exist,)	
	$\sigma_{cl} = 0.537f - 3.21 \dots \dots \dots (9)$	
σ_0	(If Data of radius of γ' particle exists,)	
	Heat Treatment: $\sigma_{cl} = 0.573f + 14A' - 10.96 \dots \dots (10)$	
	As Cast: $\sigma_{cl} = 0.537f + 6.7A' - 9.76 \dots \dots \dots (11)$	
	$A' = \left(\frac{2\pi}{0.03f} \right)^{1/2} r \dots \dots \dots (12)$	
$\sigma_{0.05}$	$0 < f \leq 26$: $\sigma_{0.05} = 0.484f + 12.3 \dots \dots \dots (13)$	
	$26 < f < 100$: $\sigma_{0.05} = 0.484f + 13.25 \left(\frac{C_{Ti}}{C_{Al}} \right) + 7.795 \dots (14)$	
m, c	$m = 8.89 \times 10^{-3} f + 0.369 \dots \dots \dots (15)$	
	$c = -8.6 \times 10^{-3} f + 1.012 \dots \dots \dots (16)$	

3.4 推定式の作成結果

3.1~3.3で行った理論的解析により得られた σ_0 , $\sigma_{0.05}$, m および c の組織要因からの推定式を, Table 3 にまとめて示す.

4. 推定式による $\dot{\epsilon}_s$ と t_r の試算結果

Table 3に示すように, σ_0 , $\sigma_{0.05}$, m および c を表中の (5)~(16) 式を用いて計算し, これらの値を (1), (2) 式に代入すれば, 900°C における任意の σ に対する $\dot{\epsilon}_s$ と t_r とが推定できる. ただし, σ_{cl} を (9) 式から求めると r のデータがなくても化学組成だけから $\dot{\epsilon}_s$ と t_r を推定できるが, 透過型電子顕微鏡写真などによる r のデータがある場合には, (10)~(12) 式を活用することによつて, $\dot{\epsilon}_s$ と t_r の推定精度の向上が期待される. この Table 3 から明らかなように, $\dot{\epsilon}_s$ と t_r とは, f と C_{Ti}/C_{Al} , そして r のデータがある場合には A' に依存し, 中でも特に f が大きな比重を占める.

まず最初に, 本研究で推定式作成に必要なデータを採用した9種合金に関して, 化学組成と r から 900°C にお

ける $\dot{\epsilon}_s$ と t_r を算出し、実測値と比較した。その結果をそれぞれ Fig. 11, 12 に示す。 $\dot{\epsilon}_s$ に関しては、実測値の約 70% が計算値の $\times 1/2 \sim \times 2$ の範囲に入っており、約 80% が $\times 1/4 \sim \times 4$ の範囲に入っている。 t_r に関しては、 $\dot{\epsilon}_s$ の推定精度より高く、実測値の約 80% が計算値の $\times 1/2 \sim \times 2$ の範囲に入っており、約 95% が $\times 1/4 \sim \times 4$ の範囲に入っている。 $\dot{\epsilon}_s$ と t_r とともに計算値と実測値との対応がよくないのは、Inconel X750 と Udimet 500 といった比較的 f の少ない合金で、動翼材などに使用される f が多くて角状の γ' 粒子が密に配列している鑄造合金の $\dot{\epsilon}_s$ や t_r は、本推定式によつて、かなりの精度で算出が可能である。

次に、本推定式を上述の9種合金以外の合金に適用して、900°Cにおける t_r の計算値と実測値とを比較した。この結果を Fig. 13 に示す。ただし、この場合、 r のデータがないために、化学組成だけから推定した。この場合も、実測値の約 60% が計算値の $\times 1/2 \sim \times 2$ の範囲に入っており、約 90% が $\times 1/4 \sim \times 4$ の範囲に入っている。No. 64 BC では、 10^4 時間程度まで t_r の計算値と実測値が良好な一致を示しており、本推定式がかなり長時間の t_r まで高精度で算出できるものと期待される。さらに、Fig. 13 中にプロット③~⑤で示した Inconel 713C の成分変化材の $\sigma = 25 \text{ kgf/mm}^2$ での t_r によるクリープ強度順位は、計算値と実測値とで同じである。

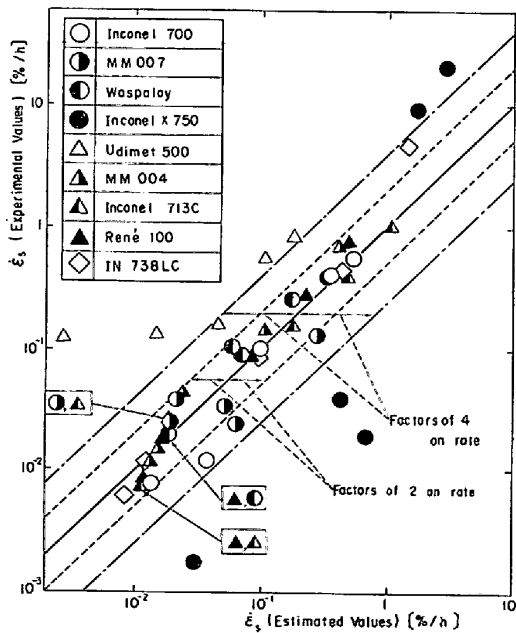


Fig. 11. Comparison of estimated values with experimental values of steady state creep rate.

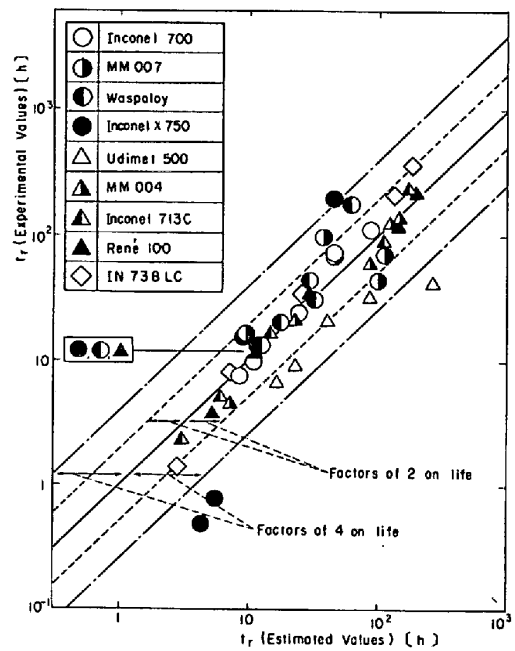


Fig. 12. Comparison of estimated values with experimental values of creep rupture life.

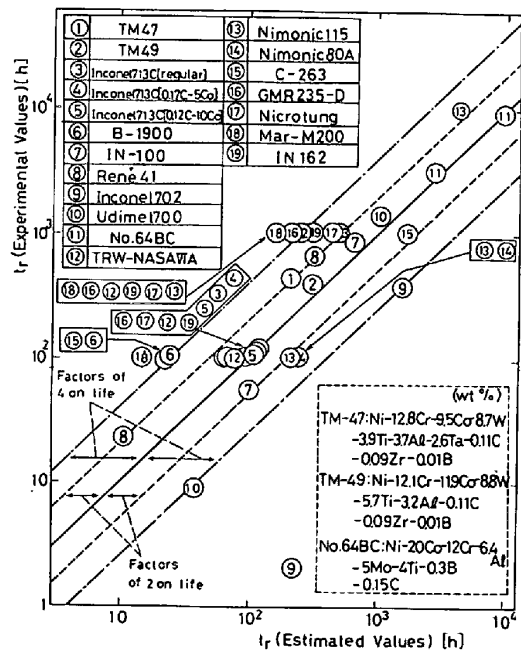


Fig. 13. Comparison of estimated values with experimental values of creep rupture life, on alloys except 9 ones used for deducing equations.

5. 考 察

σ_0 , $\sigma_{0.05}$, m および c を組織要因によつて定量化して 900°C での $\dot{\epsilon}_s$ と t_r の推定式を作成し、試算によつてその精度を確認した。推定式に含まれる組織要因は、 f と C_{Ti}/C_{Al} 、そして r のデータがある場合にはさらに A' から構成され、特に f の占める割合が大きい。そして、作成された推定式はかなりの精度で $\dot{\epsilon}_s$ と t_r の予

測を可能とすることから、Ni 基析出強化型超合金の 900°C 付近でのクリーブ強度には f が最も大きな影響を与えることを示している。しかしながら、 σ_0 , $\sigma_{0.05}$, m および c と組織要因との定量的な相関を導く際に、相関からはずれる例外の合金を除いた。従つて、相関からはずれた原因を明らかにすることは、本推定法の適用可能範囲および今後の問題点を明確にするために重要なことと考えられるので、以下にこれらの点について考察を加える。

σ_0 - σ の関係における σ_{c1} が Inconel X750 と Udimet 500 については求めることができず、その結果これらの合金の $\dot{\epsilon}_s$ と t_r は精度よく推定できなかつた。この理由は次のように考えられる。Fig. 2 に示した LAGNEBORG and BERGMAN の理論²⁷⁾は LM が非常に小さい場合を仮定している。また、 f が 20 vol% 以下の合金では常温でも γ' 粒子径が 280 Å 以上で by-pass が起こるとされている¹¹⁾。従つて、 f が 16.2 vol% である Inconel X750 ではクリーブ変形中に cutting が起こらないので σ_0 が一定の Range II が表れず、さらに、LM が他の合金に比べて非常に大きいため上記の理論が適用できない結果、 σ_{c1} が求められないと考えられる。一方、Udimet 500 は、他の合金と異なつて、Photo. 1 に示すように約 1.5 μ の γ' 粒子の間に約 0.1 μ の小さな γ' 粒子が多量に析出している。このように小さな γ' 粒子は cutting されやすいので¹¹⁾³²⁾より低応力側で Range I から II への遷移が起こり、Fig. 4 のように σ_{c1} を f だけで整理すると他の合金に比べて σ_{c1} が非常に小さなものになると考えられる。なお、 f の大きい鑄造合金の As Cast 状態では、凝固後の冷却中に非常に微細 (約 100 Å) な cooling γ' が析出していることが予想されるが³¹⁾、この cooling γ' は 700°C 以上でマトリクスに固溶するので³³⁾、900°C でのクリーブ変形には寄与しない。

Fig. 5 に示すように、 σ_{c1} - f の相関のズレ $\{(0.537f - 3.21) - \sigma_{c1}\}$ を A' で整理した結果 As Cast 材と熱処理材とに分かれて整理された。このことは、 $\{(0.537f - 3.21) - \sigma_{c1}\}$ には A' では表現しきれず、しかも As Cast 材と熱処理材とで異なる因子が影響していることを示している。前述したように cooling γ' は 900°C のクリーブ変形中はマトリクスに固溶しているので、Fig. 4 に示した σ_{c1} - f 関係の f はクリーブ変形に寄与する f で整理すべきであるが、ここでは cooling γ' も含めた f で整理されている。一方、Fig. 5 の A' の中の r の測定の際には cooling γ' を考慮していない。すなわち、Fig. 4 中の As Cast 材で cooling γ' も含めた

f で σ_{c1} を整理したことが、Fig. 5 において熱処理材と As Cast 材に分かれた理由の 1 つになつていて考えられる。

次に、 $\sigma_{0.05}$ と組織要因との相関について考察を行う。高温耐力と組織要因との関係については多くの研究が行われているが、 γ' 粒子が cutting される条件下での高温耐力は f と r/r' 境界の性質、 γ' 粒子自身の性質に依存する。この中で、 r/r' 境界の性質を表す組織要因は LM とこれによつてもたらされる整合歪みで、 γ' 粒子自身の性質を表す組織要因は APBE' と γ' 粒子の固溶強化因子であり、この固溶強化因子は $a_{r'}$ (あるいは $a_{r'}/a_{Ni_3Al}$) で代表させることができる⁶⁾。BEARDMORE 等³¹⁾が f を 20~100 vol% に変化させた Ni-Cr-Al 合金の耐力の温度依存性を調べた結果によると、850°C までの耐力の大小は f だけでは説明できないが、850°C 以上ではほぼ f と耐力とは比例関係にある。そして、この現象は耐力が最大値を示すピーク温度を過ぎてからの APBE' の減少による耐力の低下によつてもたらされている³¹⁾。また、LEVERANT ら³⁴⁾は、Mar-M 200 の耐力が、760°C までは APBE' に、それ以上では APBE' と γ' 粒子自身の流動応力に支配されることを示している。一方、整合歪の重要性については支持する意見³⁵⁾と批判的な意見があり^{12)36)~38)}、重要な場合も低温に限られるようである³⁹⁾³⁵⁾。以上の理由から、本研究においては、まず最初に $\sigma_{0.05}$ に最も影響を与える f で整理し、 $\sigma_{0.05}$ と f との相関のズレ $\{(0.484f + 12.3) - \sigma_{0.05}\}$ を APBE' と密接な関係にある C_{Ti}/C_{Al} と $a_{r'}/a_{Ni_3Al}$ ¹²⁾³⁹⁾ で整理することを試みた。 $\{(0.484f + 12.3) - \sigma_{0.05}\}$ と C_{Ti}/C_{Al} の相関は、Fig. 8 に示すように、 f が 26 vol% 以上の合金について得られたが、 f が 26 vol% 以下の合金に対して C_{Ti}/C_{Al} で整理できないのは、前述したように、cutting が起こらないために γ' 粒子自身の性質に耐力が依存しないためであると考えられる。一方、 $a_{r'}/a_{Ni_3Al}$ で整理できなかつたのは次のような理由によるものと考えられる。DECKER¹¹⁾の解析によると、400°C あたりまでの γ' 粒子自身の強化は Cr, Ti, Mo(W) によつて、800°C では Ti, Nb, Ta によつてもたらされる。しかしながら、 γ' 粒子中の Al を Ti, Nb, Ta で置き換えても $a_{r'}$ の増加は小さい³³⁾。従つて、 γ' 粒子の 900°C 付近での固溶強化を表すためには、 $a_{r'}$ 以外の因子を用いなければならないと考えられる。ただし、 C_{Ti}/C_{Al} は、Mo(W) の γ' 粒子中への固溶量が増すことに伴う C_{Al} の低下によつても増加するため、Mo(W) 量も γ' 粒子の固溶強化に間接的に影響している可能性も考えられる。

6. 結 言

本研究では、Ni 基析出強化型超合金のクリープおよびクリープ破断強度を、主として化学組成から算出するために、電算機を利用した組織要因の算出と金属学的理論解析による推定式の作成を展開した。

そして、この推定式に基づいて、本研究で推定式作成に必要なデータを採つた9種合金に関して、化学組成と r から900°Cにおける $\dot{\epsilon}_s$ と t_r を算出した結果と実測値を比較したところ、両者の間にかなりよい一致が得られた。

次に、上述の9種合金以外の合金に関して、化学組成だけから900°Cにおける t_r を算出した結果と実測値を比較しても、両者の間にかなりよい一致が得られ、No. 64BCでは、 10^4 時間程度まで良好な一致を示した。さらに、Inconel 713Cの成分変化材の等付加応力での t_r によるクリープ強度順位が、計算値と実測値とで同じであり、Inconel 713Cレベルの合金に対して、この推定式の精度が特によいと考えられる。

従つて、本推定式は、 r のデータがない場合でも、動翼材などに使用される f が多くて角状の γ' 粒子が密に配列している铸造合金の、900°Cにおける長時間クリープの $\dot{\epsilon}_s$ や t_r を精度よく算出可能だと、期待できる。

記 号

$\dot{\epsilon}_s$: 定常クリープ速度 [%/h]
 t_r : クリープ破断寿命 [h]
 f : γ' 粒子の体積率 [vol%]
 a_r : γ 相の格子定数 [Å]
 $a_{r'}$: γ' 相の格子定数 [Å]
 LM : a_r と $a_{r'}$ の差の絶対値 (Lattice Mismatch) [Å]
 C_{Ti} : γ' 相中の Ti の原子分率 [at%]
 C_{Al} : γ' 相中の Al の原子分率 [at%]
 N_v : γ 相の平均電子空孔数 (Average Electron-vacancy Number)
 N'_v : γ' 相の平均電子空孔数
 A : γ 相の固溶指数
 B : γ' 相の固溶指数
 σ_0 : 内部応力の粒子分散成分 (Friction Stress) [kgf/mm²]
 $\sigma_{0.05}$: 0.05% 耐力 [kgf/mm²]
 B' : 定数 [=9%/h]
 σ : 初期付加応力 [kgf/mm²]
 m, c : 定数
 r : γ' 粒子半径 [μ]
 SFE' : γ' 相の積層欠陥エネルギー [erg/cm²]
 A' : すべり面上の γ' 粒子の中心間距離 [μ]
 APBE' : γ' 相の逆位相境界エネルギー [erg/cm²]
 σ_p : Back Stress [kgf/mm²]

σ'_0 : 内部応力の転位構成成分 [kgf/mm²]
 α : 転位障害物の強度を示す無次元定数 [=0.6~1.2]
 G : 剪断弾性係数 [kgf/mm²]
 b' : Burgers Vector の大きさ [mm]
 ρ : 転位密度 [mm/mm³]
 a : 定数 [=0.75]
 b : 定数
 σ_{0max} : Friction Stress の付加応力第2領域における値 [kgf/mm²]
 σ_{c1} : 付加応力第1領域から第2領域に遷移する臨界応力 [kgf/mm²]
 σ_{c2} : 付加応力第2領域から第3領域に遷移する臨界応力 [kgf/mm²]
 a_{Ni_3Al} : γ' 相の基本組成である Ni₃Al の格子定数 [=3.567 Å]

文 献

- 1) 湯川夏夫: 日本金属学会会報, 11 (1972) 10, p. 707
- 2) 湯川夏夫: 学振 123 委研究報告, 18 (1977) 3, p. 291
- 3) H. E. COLLINS, R. J. QUIGG, and R. L. DRESHFIELD: Trans. ASM, 61 (1968), p. 711
- 4) 大村泰三: 学振 123 委研究報告, 14 (1973) 3, p. 165
- 5) 大村泰三, 佐平健彰, 迫ノ岡晃彦, 米沢 登: 鉄と鋼, 62 (1976) 1, p. 1363
- 6) 渡辺力蔵, 九重常男: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 2274
- 7) 渡辺力蔵, 九重常男: 学振 123 委研究報告, 15 (1974) 1, p. 17
- 8) 金子秀夫: 日本金属学会会報, 8 (1969) 8, p. 532
- 9) 原田広史, 山崎道夫: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 1059
- 10) L. R. WOODYATT, C. T. SIMS, and H. J. BEATTIE: Trans. Met. Soc. AIME, 236 (1966), p. 519
- 11) R. F. DECKER: 'Strengthening Mechanisms in Nickel-Base Superalloys', Steel Strengthening Mechanisms Symposium, Zurich, (May. 1969)
- 12) L. K. SINGHAL: Script. Met., 5 (1971), p. 959
- 13) W. J. EVANS and G. F. HARRISON: Metal Sci. J., 10 (1976) 9, p. 307
- 14) W. J. EVANS and G. F. HARRISON: Metal Sci. J., 13 (1979) 11, p. 641
- 15) F. C. MONKMAN and N. J. GRANT: Proc. ASTM, 56 (1956), p. 593
- 16) C. R. BARRETT and O. D. SHERBY: Trans. Met. Soc. AIME, 233 (1965), p. 1116
- 17) K. R. WILLIAMS and B. WILSHIRE: Metal Sci. J., 7 (1973), p. 176
- 18) K. R. WILLIAMS: Metal Sci. J., 10 (1976) 9, p. 332
- 19) J. C. GIBELING and W. D. NIX: Metal Sci. J., 11 (1977) 10, p. 453
- 20) H. BURT, J. P. DENNISON, and B. WILSHIRE: Metal Sci. J., 13 (1979) 5, p. 295
- 21) W. J. EVANS and G. F. HARRISON: Metal Sci. J., 13 (1979) 6, p. 346

- 22) R. F. DECKER: *Met. Trans.*, 4 (1973) 11, p. 2495
- 23) A. MELANDER and P. A. PERSSON: *Metal Sci. J.*, 12 (1978) 9, p. 391
- 24) P. A. FLINN: *Trans. Met. Soc. AIME*, 218 (1960) 2, p. 145
- 25) B. H. KEAR, J. M. OBLAK, and A. F. GIAMEI: *Met. Trans.*, 1 (1970) 9, p. 2477
- 26) 辛島誠一, 及川 洪, 渡辺忠雄: *日本金属学会会報*, 5 (1966) 8, p. 517
- 27) R. LAGNEBORG and B. BERGMAN: *Metal Sci. J.*, 10 (1976) 1, p. 20
- 28) 長谷川正, 及川 洪: *日本金属学会会報*, 11 (1972) 3, p. 192
- 29) L. J. CUDDY: *Met. Trans.*, 1 (1970) 2, p. 395
- 30) H. CONRAD: *J. Metals*, 16 (1964) 7, p. 582
- 31) P. BEARDMORE, R. G. DAVIES, and T. L. JOHNSTON: *Trans. Met. Soc. AIME*, 245 (1969), p. 1537
- 32) W. I. MITCHELL: *Z. Metallk.*, 57 (1966), p. 586
- 33) R. G. DAVIES and T. L. JOHNSTON: "The Metallurgical Design of A Superalloy", 3rd Bolten Landing Conf. on Ordered Alloy, ed. by B. H. KEAR et al., Claitors Publishing Division, Baton Rounge, La., (1970), p. 447
- 34) G. R. LEVERANT, M. GELL, and S. W. HORKINS: "The Influence of the γ' Precipitate on the Elevated Temperature Strength and Drformation Characteristics of A Nickel-Base Alloy", 2nd Int. Conf. Strength of Metals and Alloys, ASM (1970), p. 1141
- 35) J. R. MIHALISM and R. F. DECKER: *Trans. Met. Soc. AIME*, 218 (1960), p. 507
- 36) S. M. COPY and B. H. KEAR: *Trans. Met. Soc. AIME*, 239 (1967), p. 984
- 37) V. A. PHILLIPS: *Phil. Mag.*, 16 (1967), p. 103
- 38) V. A. PHILLIPS: *Script. Met.*, 2 (1968), p. 147
- 39) R. H. HAM: "Strengthening by Ordered Precipitates", 3rd Bolten Landing Conf. on Ordered Alloy, ed. by, B. H. KEAR et al., Claitors Publishing Division, Baton Rouge, La., p. 365