

© 1983 ISIJ

論文

Ni 基超合金の高温高サイクル疲労特性への 微細組織の影響

山本 優*・大塚祐二*²・宮川大海*・藤代 大*³

Effect of Microstructure on High Temperature High-cycle Fatigue Properties in a Ni-base Superalloy

Masaru YAMAMOTO, Yuhji OOTSUKA, Ohmi MIYAGAWA, and Dai FUJISHIRO

Synopsis :

Effects of grain size, γ' particle size and grain boundary configuration on high-cycle fatigue properties of a Ni-base superalloy Inconel 751 were studied over a wide range of temperature up to 900°C.

Below 750°C, fatigue life increased as grain size decreased because of the slower propagation rate of fatigue cracks which generated along coarse slip bands. When the temperature raised up to 900°C, the intergranular cracking became predominant with decreasing grain size since dislocations could be readily released from pile-ups by recovery and intergranular oxidation might be accelerated, while transgranular cracking still remained in coarse grained specimens. The propagation rate of intergranular cracks was so much higher as compared with the transgranular ones that the maximum fatigue life at 900°C was attained at the specimen of medium grain size in which the mixed trans- and inter-granular cracking occurred. Zigzag grain boundaries with coarse carbides had not a beneficial effect on the fatigue strength and fracture mode at 900°C even when the intergranular cracking took place. It was also found that effects of γ' particle size and temperature on fatigue strength were related not only to changes in dislocation-particle interaction with particle size, but also to temperature dependence of strength of γ' particle itself.

1. 緒 言

ガスタービン部材や内燃機関用排気弁などは運転中の温度や負荷の変動、振動等により動的な応力やひずみを受けるので、これらの部材に使用される耐熱合金では高温疲労特性が引張強度やクリープ破断強度とともに設計上重要である。室温ならびに高温の疲労強度は一般に結晶粒径¹⁾²⁾や第2相粒子の大きさや分散状態³⁾⁴⁾、転位下部組織⁴⁾⁵⁾などの微細組織に依存するが、これらの影響は材料のすべり特性と密接に関連していることが知られている¹⁾²⁾⁴⁾⁶⁾。Ni 基超合金の多くは金属間化合物 γ' 相 [Ni₃(Al, Ti)] の分散によつて強化されているが、 γ' 相はそれ自身の変形強度が特異な温度依存性⁷⁾⁸⁾を示したり、粒子の大きさによつて転位のすべり機構が異なる⁸⁾などの特徴をもつので、すべり特性が温度や γ' 粒子サイズによつて大きな影響を受けることが考えられる。さらに高温になつて粒界破壊が生じるようになると、粒界析出物の性質や形態ならびに粒界形状もまた疲労強度に影響をおよぼす可能性がある⁹⁾¹⁰⁾。

そこで本研究では、高負荷ディーゼルエンジンの排気弁などに使用されている γ' 強析出硬化型 Ni 基超合金 Inconel 751 を用いて、高温高サイクル疲労強度への結晶粒径や γ' 粒子サイズ、粒界形状の影響を 900°C までの広い温度範囲にわたり明らかにした。疲労による損傷はまず試験片表面に集中して生じる¹¹⁾ので、とくに表面に現れるすべりの形態やき裂を連続的に観察し、これを疲労変形中の転位組織と関連づけて、上記微細組織の影響を検討した。

2. 供試材と実験方法

供試材には Table 1 の化学組成をもつ Inconel 751 を用いた。Table 2 には微細組織を制御するための熱処理条件を示した。まず結晶粒径は溶体化温度を 1200, 1150, 1100°C として平均結晶粒径約 210 μ の粗粒、約 140 μ の中粒、約 70 μ の細粒に調整した。時効処理は疲労試験温度での 24 h 保持 (室温試験では 750°C × 24 h) を標準とし、 γ' 粒子サイズを変えるために 750°C × 1000 h の過時効も行つた。また室温試験では時効を

昭和 54 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 57 年 1 月 6 日受付 (Received Jan. 6, 1982)

* 東京都立大学工学部 工博 (Faculty of Technology, Tokyo Metropolitan University, 2-1-1 Fukazawa Setagaya-ku 158)

*² 東京都立大学大学院 (現: 新日本製鉄(株)) (Graduate School, Tokyo Metropolitan University, Now Nippon Steel Corp.)

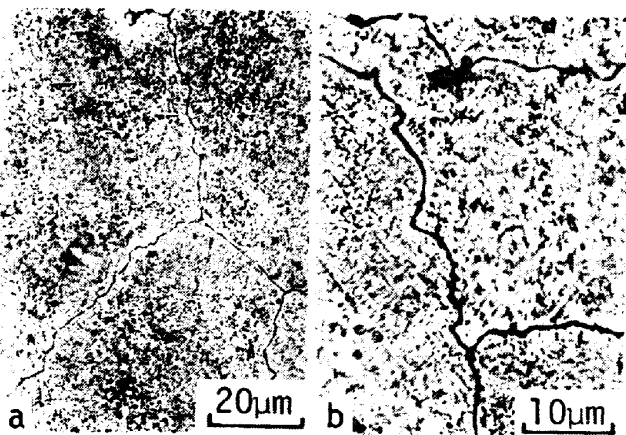
*³ 日鍛バルブ(株) (Nittan Valve Co., Ltd.)

Table 1. Chemical composition of Inconel 751 (wt%).

C	Si	Mn	S	Ni	Cr	Ti	Al	Fe	Cu	Nb+Ta
0.06	0.15	0.06	0.007	bal.	14.53	2.39	1.07	6.52	0.03	0.96

施さない溶体化材も用いた。粒界炭化物の形態と粒界形状を制御するために、溶体化加熱後直ちに γ' 相の固溶温度¹²⁾ 直上の 975°C で 6 h 保持する直接時効を行い、Photo. 1 のように粒界形状をジグザグ状に整え、通常の直線状粒界をもつ溶体化一時効材と比較した。

疲労試験は小野式回転曲げ疲労試験機 (周波数 1500 rpm) を用いて、おもに室温、750°C、900°C で行った。疲労試験片は平行部の直径 8 mm、長さ 16 mm の平滑材で、機械加工後、表面を約 50 μ 電解研磨してから試験に供した。表面き裂の観察には適当な繰返し数ごとに試験を中断し、高温試験では負荷したまま試験片を空冷してから、アセチルセルロースフィルムを貼り付けて、レプリカ膜を採取して行った。疲労変形中の転位構造の観察は寿命の約 1/2 の繰返し数で中断した試験片の平行部から切り出した薄円板の外周部になるべく近いところから薄膜を採取して行った。また破面の走査電顕観察



a) 1200°C×2h→975°C×6h(DA)→WQ+900°C×24h→AC
 b) 1100°C×2h→975°C×6h(DA)→WQ+900°C×24h→AC

Photo. 1. Zigzag grain boundaries of directly-aged specimens.

Table 2. Heat treatments used in this study.

Solution treatment	Aging treatment	Test temperature	Notation
1100°C×2h→WQ	750°C×24h→AC 900°C×24h→AC	RT, 750°C 900°C	Fine grain-aged
1150°C×2h→WQ	750°C×24h→AC 900°C×24h→AC	750°C 900°C	Medium grain-aged
1200°C×2h→WQ	no aged 750°C×24h→AC 750°C×1000h→AC 900°C×24h→AC	RT RT, 750°C RT, 750°C 900°C	Coarse grain-no aged "-aged "-over aged "-aged
1100°C×2h→975°C×6h(DA)→WQ	900°C×24h→AC	900°C	Fine grain-DA
1200°C×2h→975°C×6h(DA)→WQ			Coarse grain-DA

も併せて行った。

3. 実験結果

3.1 高サイクル疲労強度

室温の疲労試験結果を Fig. 1 に示す。各熱処理材はいずれも明瞭な耐久限を示さない。時効材を比較すると、結晶粒径が小さいほど疲労強度は高く、他の積層欠陥エネルギーの低い合金^{1)~3)}と同様の結晶粒径依存性が認められる。つぎに粗粒の溶体化材、時効材、過時効材を比較すると、疲労強度は溶体化材が最も低く、 γ' 粒子の分散によって疲労強度は増大する。しかし、過時効材は時効材よりも高い疲労強度を示し、室温の疲労強度に対しては γ' 粒子サイズが粗大の方が有利であるといえる。

750°C の結果を Fig. 2 に示す。疲労強度が結晶粒径が小さいほど高くなる点は室温の場合と同様であるが、室温と比べて S-N 曲線の勾配が非常にゆるやかとなる。また各熱処理材ともに 10⁶ 回程度以上の高繰返し数側の疲労強度は室温より高くなる。さらに、 γ' 粒子サイズの影響が室温の場合とは逆転し、微細 γ' 粒子をもつ時

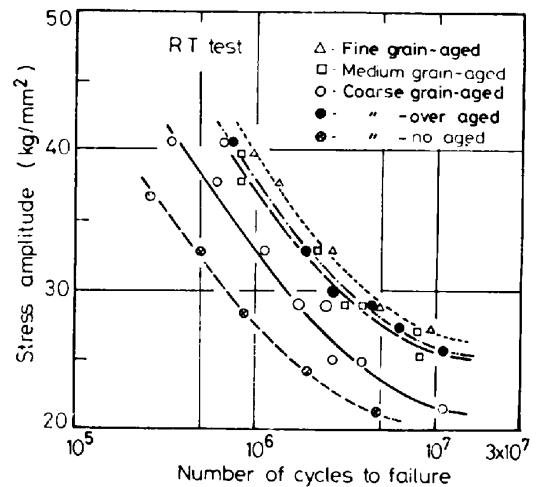


Fig. 1. S-N curves of Inconel 751 with different grain sizes and γ' particle sizes tested at room temperature.

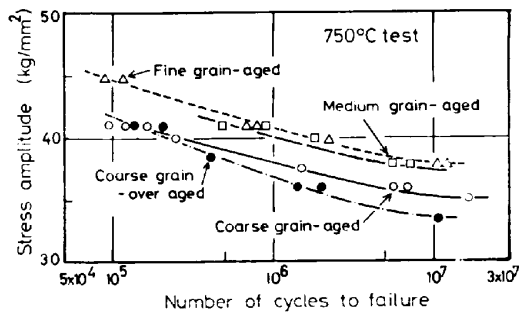


Fig. 2. S-N curves of Inconel 751 with different grain sizes and γ' particle sizes tested at 750°C.

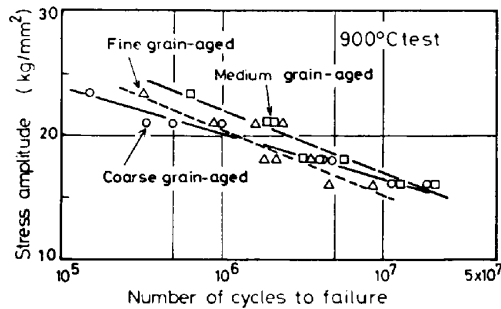


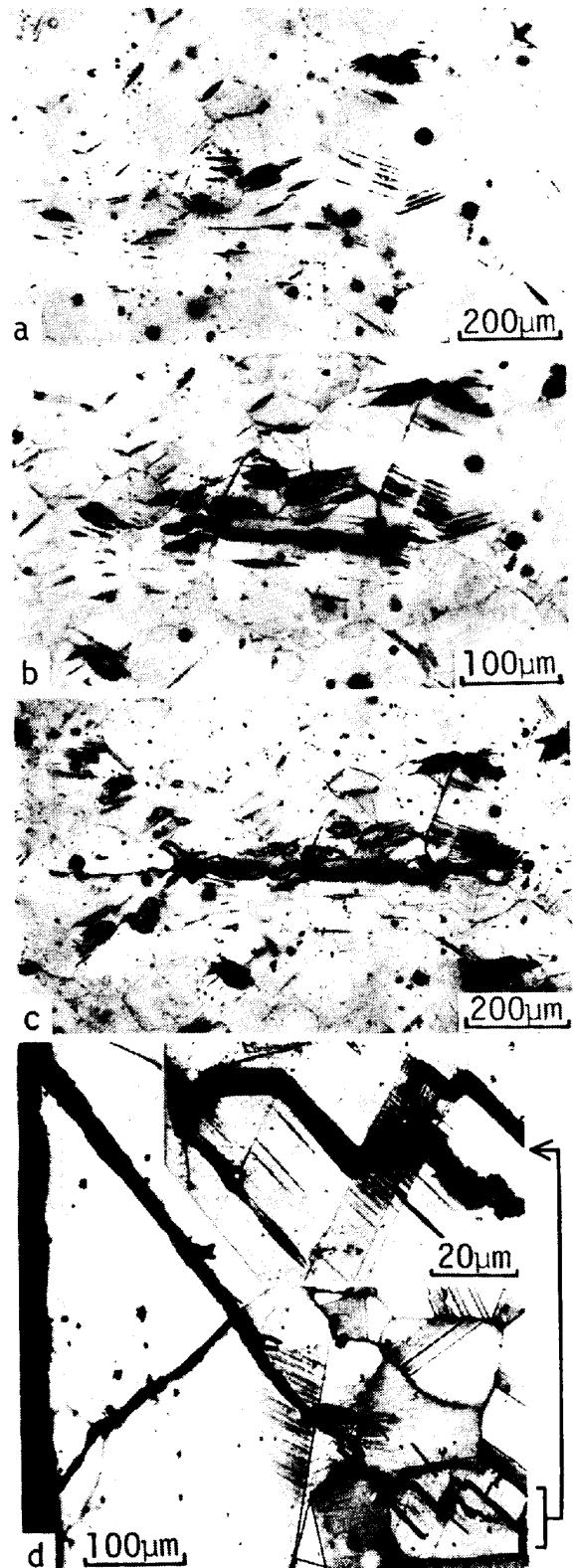
Fig. 3. S-N curves of Inconel 751 with different grain sizes tested at 900°C.

効材の方が粗大 γ' 粒子をもつ過時効材よりも高い疲労強度を示す。

さらに試験温度が 900°C まで高くなると, Fig. 3 のように疲労強度の結晶粒径依存性は約 2×10^6 回を境に低繰返し数側と高繰返し数側とで異なっている。すなわち, 低繰返し数側の寿命は中粒材が最も大きく, ついで細粒, 粗粒の順となるが, 粗粒材の S-N 曲線の勾配が中粒, 細粒材よりもゆるやかなために, 高繰返し数側では粗粒材の方が細粒材よりも大きな寿命を示すようになる。

3.2 表面き裂の発生・成長挙動

疲労による損傷は一般にまず試験片表面に集中して生じるので, 表面でのすべり帯やき裂の連続的な観察を行った。高温でのき裂観察用試験片の寿命は試験中断(冷却-再加熱)の影響により Fig. 2 や Fig. 3 の S-N 曲線における寿命とは必ずしも一致しないが, 表面き裂の形態および寿命の結晶粒径, γ' 粒子サイズ依存性は連続試験の結果と同じ傾向を示した。Photo. 2 に 750°C で中粒-時効材に最終破断をもたらした表面き裂の形成過程を示す。試験片表面には寿命のごく初期から Photo. 2a) のようなほぼ結晶粒径の長さの粗いすべり帯が多数形成される。これらのすべり帯は繰返し数の増加につれて密度を増すとともに, 幅が広がり, き裂であることが確認できるようになる。このき裂はすべり帯がそ



a) $N = 5.0 \times 10^5$ cycles (6% N_f) b) $N = 3.2 \times 10^6$ cycles (40% N_f) c) $N = 6.8 \times 10^6$ cycles (85% N_f) d) Secondary crack in longitudinal cross section

Photo. 2. Typical surface cracks a)~c) and secondary crack d) in medium grain aged specimen tested at 750°C under 40 kg/mm². Stress axis is vertical.

であるように、短時間のうちにほぼ一結晶粒径の長さまで達しているようである。やがてこれらのき裂先端から隣接する結晶粒内へと粗いすべり帯が形成されて、これに沿ってき裂は成長をはじめ(Photo. 2b)。その後もき裂は前方に形成された粗いすべり帯に沿って成長を続ける(Photo. 2c)。Photo. 2d)は縦断面で観察した二次き裂の例であるが、き裂は内部へ向かつて粗いすべり帯に沿って成長を続けており、表面き裂と同様の成長過程をとることがわかる。このような疲労き裂の発生・成長過程は室温においても全く同様であり、またき裂密度は若干異なるが、結晶粒径や γ' 粒子の分散状態による相違はほとんどない。

そこで、Fig. 4 と Fig. 5 には室温と 750°C において破断に到った表面き裂の成長曲線の例を示した。ここではすべり帯もき裂の初期状態としてき裂長さに含めている。いずれの場合も表面き裂は寿命のごく初期に形成

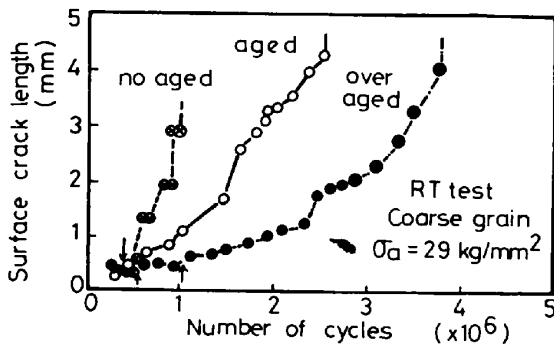


Fig. 4. Surface crack growth curves of coarse-grained Inconel 751 with different γ' particle sizes tested at room temperature.

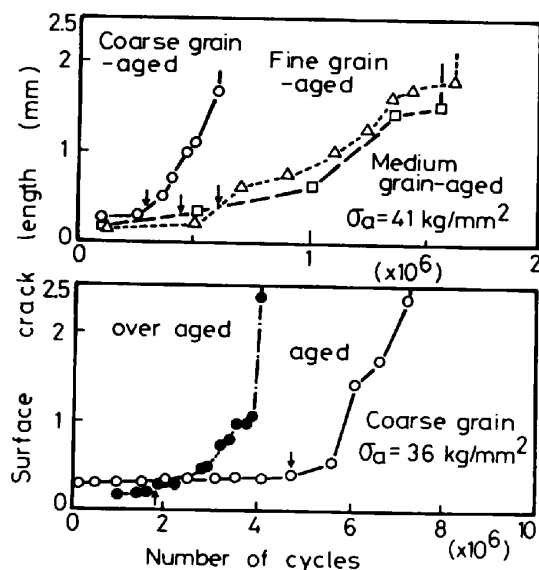
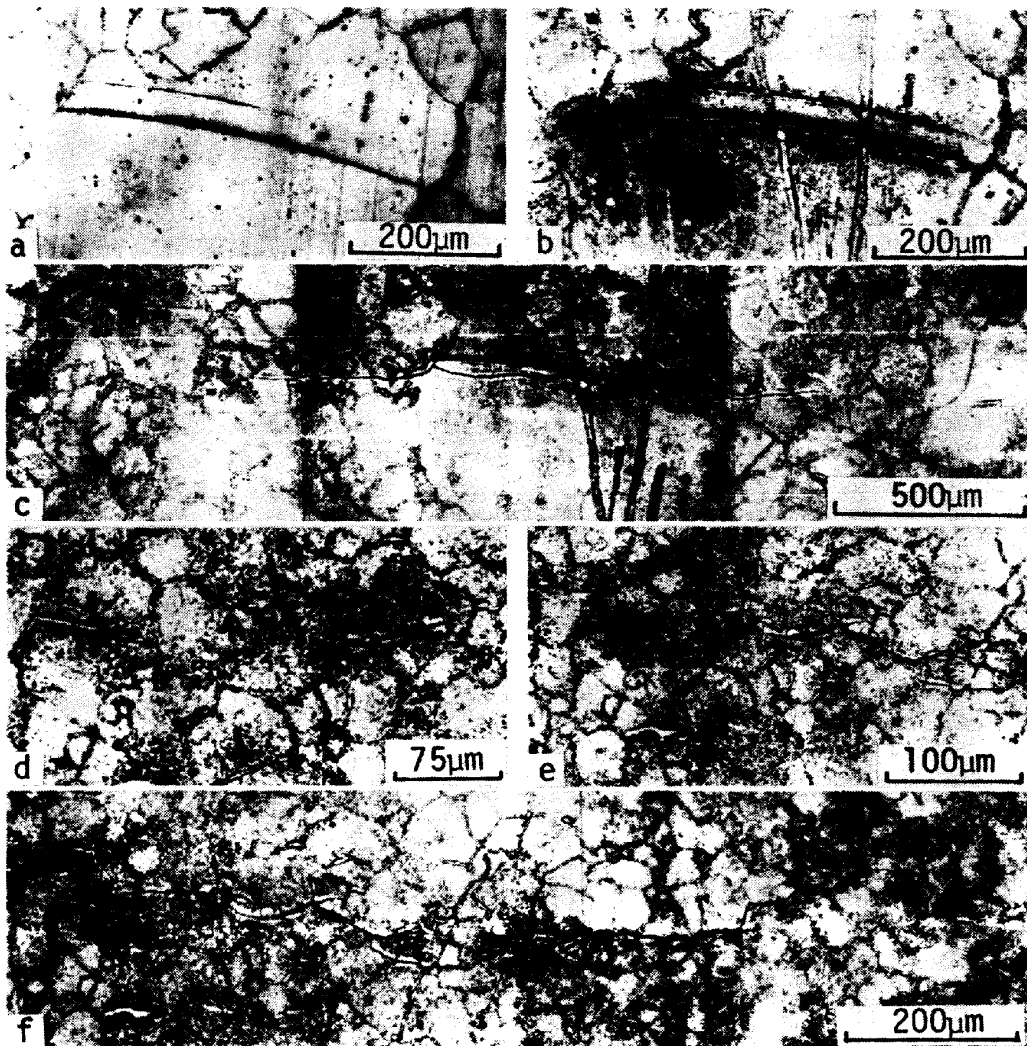


Fig. 5. Surface crack growth curves of Inconel 751 with different grain sizes and γ' particle sizes tested at 750°C.

されるが、しばらくは一結晶粒径程度の長さまで停滞した後、ゆつくりと成長をはじめ、成長期間が寿命の大部分を占めている。き裂長さの増加は必ずしも連続的ではなく、粒界で止められるために、数結晶粒径程度の長さまでステップ状となる場合が多い。結晶粒径や γ' 粒子の分散状態の影響はき裂が発生した結晶粒から隣接する結晶粒へと成長をはじめめる時期、およびその後の成長速度にみられる。すなわち、Fig. 4 の室温の結果で γ' 相の析出の影響をみると、隣接する結晶粒へと成長をはじめめる時期(おおよその繰り返し数を図中の矢印で示す)とその後の成長速度は溶体化材、時効材、過時効材の順に遅くなる。このように、 γ' 粒子の存在はき裂の成長を抑制するが、室温では γ' 粒子サイズが粗大の方が疲労き裂の成長に対しては大きな抵抗を与える。これに対して Fig. 5 の 750°C では、室温の場合とは異なり、 γ' 粒子サイズが微細な方がき裂の成長は抑制されている。また Fig. 5 で 750°C における結晶粒径の影響をみると、結晶粒径が小さいほど隣接する結晶粒へと成長する時期とその後の成長速度は遅くなっている。この傾向は室温においても全く同様であつた。このように 750°C 以下では、疲労き裂はすべり帯に沿って発生、成長し、結晶粒径や γ' 粒子の分散はおもにき裂の成長過程に影響をおよぼしていることがわかる。

つぎに、900°C における表面き裂の観察例を Photo. 3 に示す。粗粒材の表面き裂は Photo. 3 a)~c) のように寿命初期からの粗いすべり帯の形成とそこから粒内き裂の発生・成長という過程で生じる。この過程は 750°C の場合と本質的には同様であるが、900°C においては粗いすべり帯の密度が非常に低く、き裂は自ら進展する機会が多い。これに対して Photo. 3 d)~f) の細粒材においては、粗いすべり帯はほとんど観察されず、寿命の中期になつて応力軸にほぼ垂直な粒界から小さなき裂が発生し、急速に粒界を伝ばして破断に到る。このように細粒材では 900°C になると粒界破壊が生じ、破面も Photo. 4a) のように全面が粒界ファセットから形成されている。しかしながら粒界ファセット上には Photo. 4b) のように細かなストライエーションが形成されている。このことは粒界き裂の成長がクリープにおけるような粒界キャビテーションによるものではなく、粒界近傍の塑性変形の結果として生じることを示している。表面き裂の成長曲線を比較しても、Fig. 6 のように結晶粒径によるき裂成長挙動の相違は明瞭で、粗粒材の表面き裂は寿命初期に形成されて、比較的ゆつくりと成長するのに対し、細粒材の表面き裂は寿命中期に発生するが、その後の成長速度は非常に速い。このため寿命としては細粒材と粗粒



a) Coarse grain-aged, $N=2.0 \times 10^4$ cycles ($0.5\% N_f$) b) Coarse grain-aged, $N=9.1 \times 10^5$ cycles ($22\% N_f$)
 c) Coarse grain-aged, $N=4.0 \times 10^6$ cycles ($95\% N_f$) d) Fine grain-aged, $N=1.8 \times 10^6$ cycles ($78\% N_f$)
 e) Fine grain-aged, $N=2.1 \times 10^6$ cycles ($91\% N_f$) f) Fine grain-aged, $N=2.2 \times 10^6$ cycles ($96\% N_f$)

Photo. 3. Typical surface cracks of coarse and fine grain-aged specimens tested at 900°C under 18 kg/mm^2 . Stress axis is vertical.

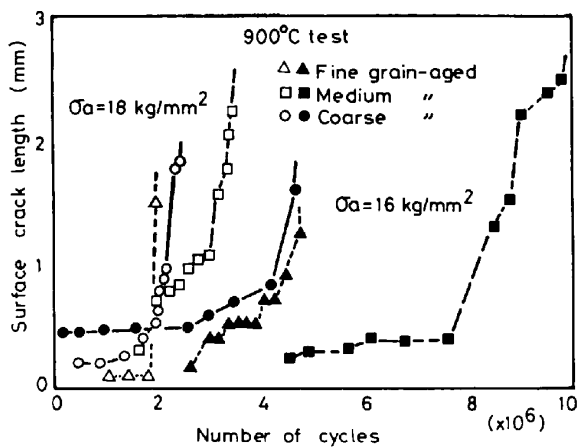


Fig. 6. Surface crack growth curves of Inconel 751 with different grain sizes tested at 900°C .

材はあまり変わらない。中粒材の表面き裂は細粒材と同様に寿命中期に粒界に沿って発生するが、その後は粒界と粒内を混合した経路を進展し、き裂成長速度は粗粒材と同程度に遅い。このように中粒材ではき裂の発生時期と成長速度が遅いため寿命は最も長くなっている。

3.3 疲労変形組織

疲労変形中の転位組織の観察を予想寿命の約 $1/2$ の繰返し数で中断した試験片にて行つた。その代表例を Photo. 5 と Photo. 6 に示す。室温の場合、溶体化材 (Photo. 5a) では結晶学的方位に配列した集積転位列が結晶粒内に一樣に多数形成される。時効材と過時効材では転位密度は著しく低く、局所的に Photo. 5b), c) のような粒界や双晶境界に集積した転位列が観察される。両者における集積転位の形態を比較すると、時効材では直線状の転位が密に集積し、転位列の長さも長い、過

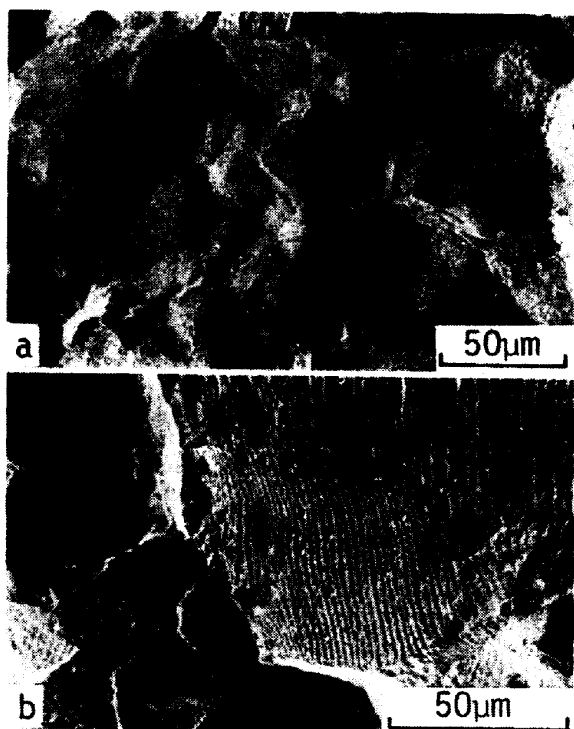


Photo. 4. Fractographs of fine grain-aged specimen failed at 900°C under 18 kg/mm².

時効材では転位は粒子の間で張り出し、転位間の間隔も広い。したがって、転位の運動機構としては、微細 γ' 粒子をもつ時効材では転位が粒子をせん断し、粗大 γ' 粒子をもつ過時効材では転位は粒子の回りを by-pass する機構が働いていると考えられる。750°C においても Photo. 5d), f) のように集積転位列が形成され、その中の転位の形態が γ' 粒子サイズにより異なる点は室温とほぼ同様である。しかし、この温度では集積転位列の他に Photo. 5e) のような分散した転位が多数観察されるようになる。さらに 900°C まで温度が高くなると、Photo. 6 のように転位密度が著しく増加するとともに、転位は比較的一様に分布するようになる。とくに細粒材 (Photo. 6c)) では方向性をもつた転位配列はほとんど見られなくなる。しかし、粗粒材 (Photo. 6b)) では方向性をもつた転位配列がわずかに残っている。

以上のように本合金のすべりは基本的には planar なモードで生じるが、温度が高くなるにつれて集積転位列形成の傾向が小さくなる。このことは高温においては回復過程が進行しやすく、集積転位列からの転位の解放が加速されることを示している。

3.4 900°C の疲労強度への粒界形状の影響

3.2 節で述べたように、900°C まで温度が上昇すると細粒材においては粒界破壊が生じ、寿命が低下する。そこで、このように疲労において粒界破壊が生じる場合の寿命に対する粒界形状の影響を Photo. 1 のようなジグ

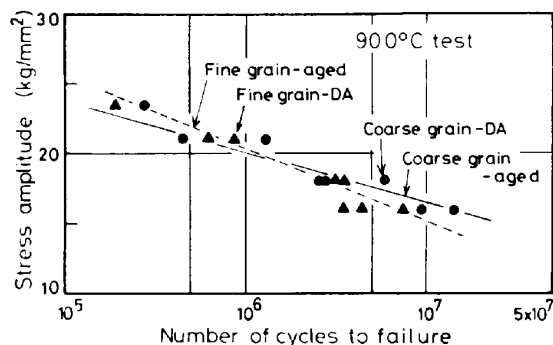


Fig. 7. S-N curves of directly-aged Inconel 751 tested at 900°C.

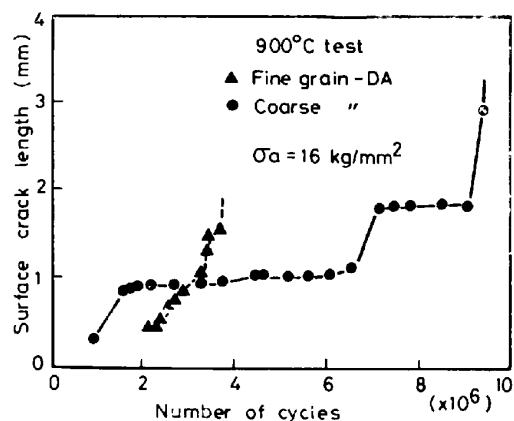


Fig. 8. Surface crack growth curves of directly-aged Inconel 751 tested at 900°C.

ザグ状粒界をもつ直接時効材を用いて 900°C で調べた。その結果を Fig. 7 に示す。細線で示した直線状粒界をもつ通常の時効材と比較すると、細粒、粗粒材とも疲労寿命は粒界形状によつてほとんど影響されない。破壊様式も粗粒-直接時効材ではすべり帯からの粒内破壊、細粒-直接時効材では粒界破壊と通常の時効材と同様である。さらに表面き裂の成長挙動も Fig. 8 のように、通常の時効材 (Fig. 6) と同様に、粗粒-直接時効材では寿命初期に形成されたき裂がゆつくりと成長するのに対し、細粒-直接時効材では寿命中期に発生したき裂が急速に伝ばして破断に到る。このように、高サイクル疲労においては粒界破壊の生じる高温においても、粒界の粗大炭化物や粒界形状は破壊様式、き裂成長過程にはほとんど影響しない。

4. 考 察

4.1 疲労強度の結晶粒径依存性

本合金の結晶粒径依存性は 750°C 以下と 900°C では、両温度域での転位構造や疲労破壊様式の相違と関連して全く異なる。750°C 以下の温度では planar なすべりが生じ、疲労強度は結晶粒径が小さいほど大となるが、こ

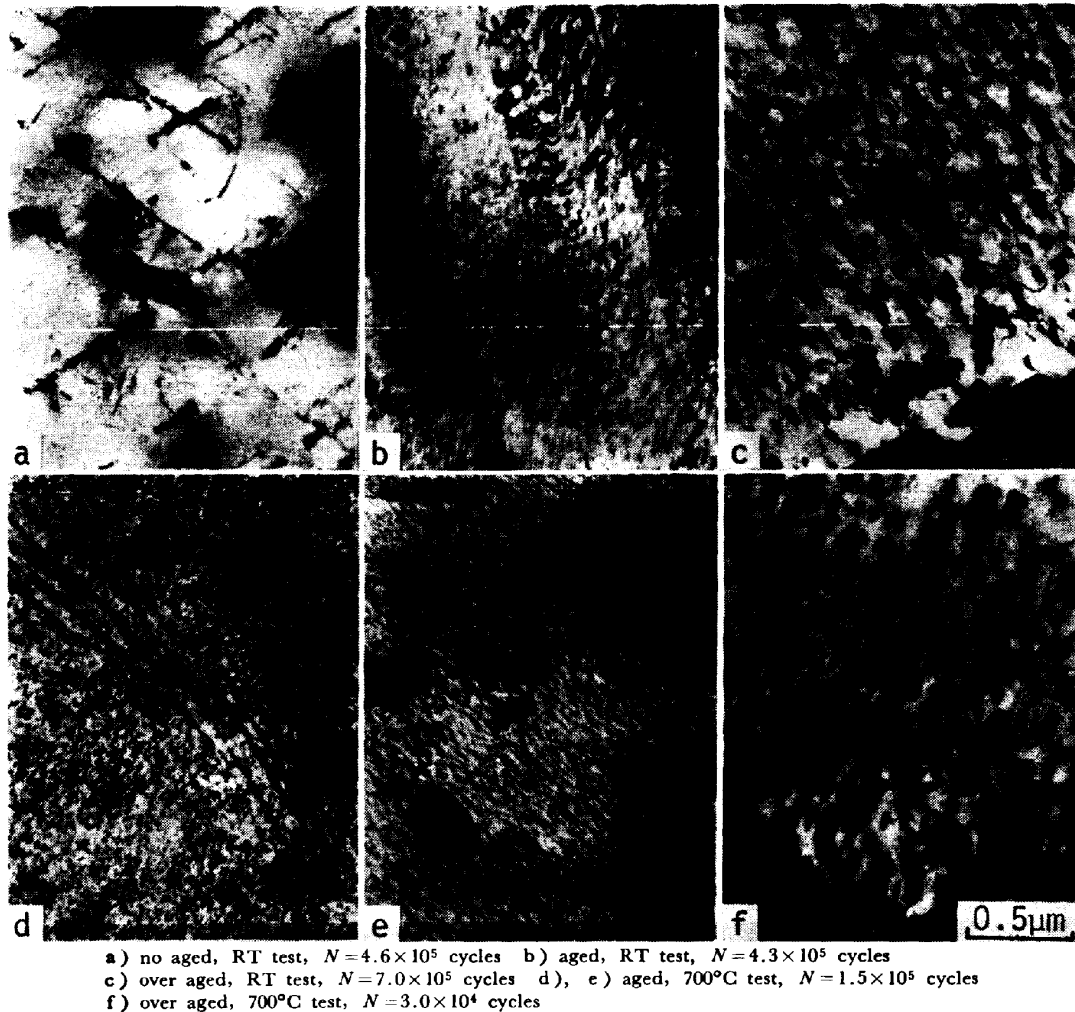
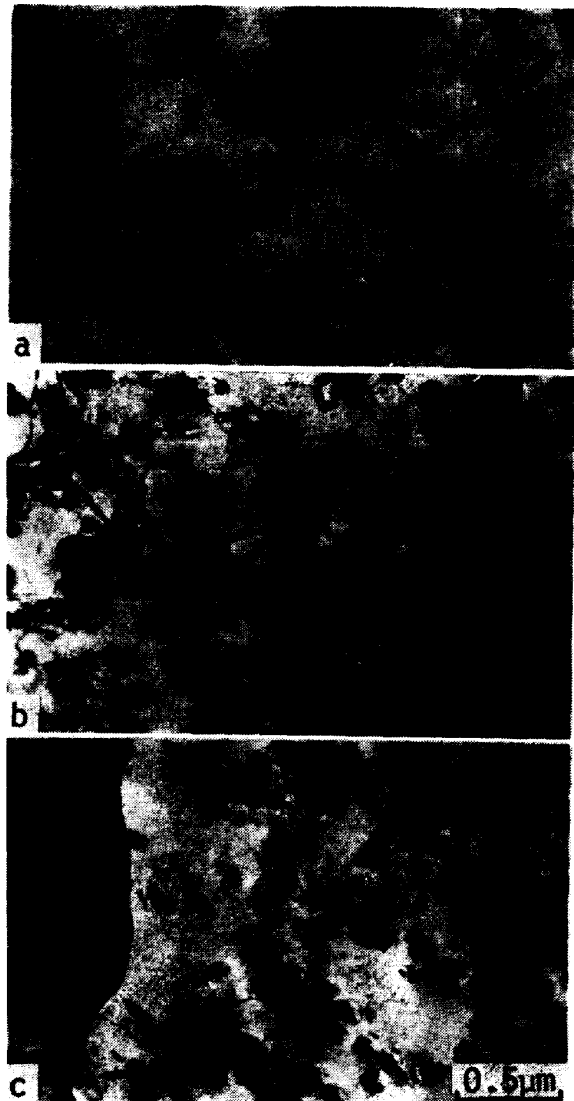


Photo. 5. Transmission electron micrographs of Inconel 751 fatigue-deformed at room temperature under 34 kg/mm^2 and at 750°C under 41 kg/mm^2 .

れと同様の結晶粒径依存性は他の planar なすべりの生じる金属や合金においても観察されている¹⁾²⁾。一般に、stage II 型き裂は非結晶学的に成長し、その成長速度は微細組織には影響されないといわれているので、このような疲労強度の結晶粒径依存性はすべり帯に沿う stage I 型き裂の発生と成長の速度に関連していると考えられている¹⁾。しかしながら、本合金の疲労き裂は数 mm の長さまで粗いすべり帯に沿って成長し、しかもき裂は発生時にすでにほぼ一結晶粒径の長さがあつて、その後も結晶粒単位で成長する傾向にあり、いわゆる stage II 型き裂の成長は破面観察からは破断直前にしか見られない。したがつて、本合金の結晶粒径依存性はおもにき裂の成長過程に関連して、つぎのように考えられる。すなわち、ほぼ一結晶粒径の長さにあつて発生したき裂は粒界で止められるが、この場合結晶粒径が大きいほどその先端での応力集中が大きくなり、これによつて隣接結晶粒内での粗いすべり帯の形成が促進され、き裂の成長が容易となる。その後もき裂はすべり帯に沿つて成

長するが、結晶粒ごとに方向を変えねばならないので、粒界が伝ばへの障害となり、結晶粒が大きいほどき裂が出会う粒界が少なく、成長速度が速くなる。この結果、 750°C 以下の疲労強度は結晶粒径が大きいほど低下すると思われる。

一方、 900°C になると回復過程が進行し、転位は一樣に分散するようになり、(Photo. 6)、すべり帯からのき裂形成が困難となる。このような高温では粒界酸化が著しいであろうから、粒界の脆化が生じたり、あるいは粒界近傍では Cr, Ti, Al などの酸化物形成元素が欠乏して粒界近傍に変形が集中することが考えられる。これらの結果として粒界でのき裂形成が容易となり、粒界破壊の傾向が現れるようになる。しかも粒界破壊は長時間側になるほど酸化の進行により加速されるであろうから、長時間側で急激な寿命の低下を生じる。しかしながら、結晶粒径が大きいとすべり帯に集中したひずみが大きいために回復過程が進行しても集中したひずみは完全には分散せず (Photo. 6b)、すべり帯におけるき裂の形成・



a), b) Coarse grain-aged, $N=2.0 \times 10^6$ cycles
c) Fine grain-aged, $N=8.0 \times 10^5$ cycles

Photo. 6. Transmission electron micrographs of Inconel 751 fatigue-deformed at 900°C under 18 kg/mm².

伝ばによる粒内破壊の傾向が残る。しかもこの場合には長時間側になるほど回復過程の進行によつてひずみの分散が促進され、すべり帯からのき裂形成が困難となるであろうから、長時間側での寿命の低下が小さい。以上を総合すると、粗粒材では 900°C においても粒内破壊様式が残り、その S-N 曲線の勾配もゆるやかであるのに対し、結晶粒径が小さくなるにつれて粒界破壊へと変わり、S-N 曲線の勾配も急になつて、長時間側では粗粒材と細粒材での寿命の逆転が生じたと考えられる。中粒材は両者の中間の中間的な状態で、粒界と粒内の混合型の破壊様式を示し、そのためにき裂の発生と成長が遅く、900°C では最も大きな寿命を示したのである。

4.2 疲労強度の温度および γ' 粒子サイズ依存性

時効材における疲労強度の温度依存性を Fig. 9 にま

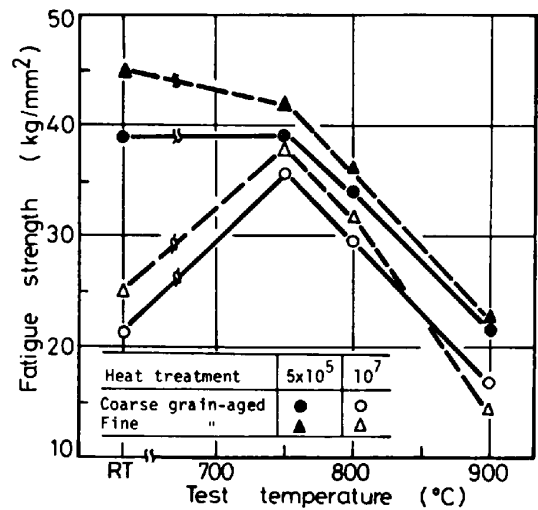


Fig. 9. Variation in fatigue strength with test temperature.

とめて示す。10⁷ サイクル程度の高繰り返し数側の疲労強度が室温に比較して 750°C の方が約 1.6 倍も高いことが特徴的である。これは同図からわかるように、5 × 10⁵ サイクル程度の低繰り返し数側の疲労強度水準が温度上昇に伴い減少するものの、その低下が約 750°C までは非常に小さいことと、さらに Fig. 1 と Fig. 2 を比較すると明らかなように S-N 曲線の勾配が 750°C では室温におけるよりもはるかにゆるやかで、低繰り返し数側と高繰り返し数側での疲労強度の差が非常に小さいことによるものである。以下この点についてさらに考察する。

一般に高サイクル疲労強度は材料の引張強さや破壊強さに依存する¹³⁾。本合金の時効材の引張強さと 0.2% 耐力は Fig. 10 のように温度上昇につれて減少するが、750°C までの低下は室温に比べて 15~20% と小さい。

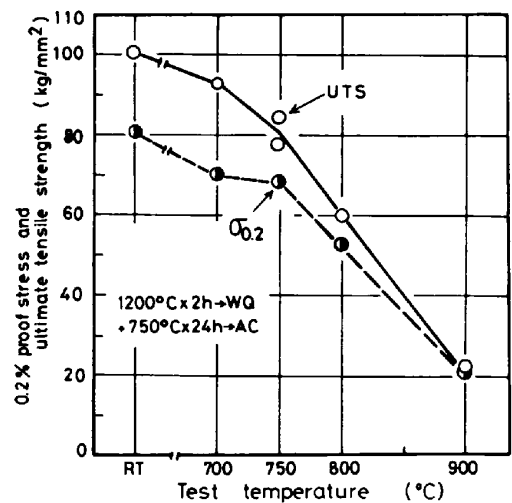


Fig. 10. Tensile strength and 0.2% proof stress of Inconel 751.

時効材では γ' 粒子が微細なために転位は粒子をせん断して運動するので(Photo. 5d), 合金の変形強度は母相と γ' 相の両者の変形強度に依存する. 母相の変形強度は温度上昇につれて低下するが, γ' 相のそれは 750°C 程度まではむしろ増大する⁷⁾⁸⁾. このため, 合金の強度は Fig. 10 に示したように 750°C 程度の温度まではあまり低下しないのである. この結果, 時効材では 10^6 サイクル以下の低繰り返し数側の疲労強度は 750°C 程度まであまり大きな低下を生じない. つぎに, 疲労変形組織の温度による相違をみると, Photo. 5e) のように, 750°C では集積転位列の他に孤立した転位が多く見られるようになり, 回復過程による集積転位列からの転位の分散が生じる. このようなひずみの分散が生じると, すべり帯からのき裂の発生および成長が遅延するが, この影響は長時間側になるほど著しいであろう. したがって, 高温・長時間側での寿命の低下は小さくなり, 750°C では S-N 曲線の勾配が非常にゆるやかになつたものと考えられる.

さて, つぎに疲労強度の γ' 粒子サイズ依存性について述べる. 本合金の疲労強度の γ' 粒子サイズ依存性は Fig. 1 と Fig. 2 のように, 室温と 750°C とでは逆転する. 両温度での疲労き裂の発生, 成長過程は γ' 粒子サイズによつては変わらないが, 転位の運動機構は γ' 粒子サイズによつて異なる. γ' 粒子が微細な場合には転位は直線状で, 部分的には転位対もみられ(Photo. 5b), d)), 転位は粒子をせん断する. 一方, γ' 粒子が粗大な場合には転位は粒子間で湾曲し(Photo. 5c), f)), 主としてオロワン機構が生じている. このように転位の運動機構の相違により, 室温においては集積転位列中の転位の間隔は γ' 粒子が微細な方が密となる(Photo. 5b), c)). このため, γ' 粒子が密な方がすべり帯へのひずみの集中が大きく, き裂の発生, 成長が容易となつて, 疲労寿命は γ' 粒子が粗大な場合よりもかえつて短くなるのである. 温度が上昇すると, γ' 粒子自身の変形強度が増大するので, 転位が γ' 粒子をせん断する場合には合金の変形抵抗の低下は抑制される. これに対し, 転位がオロワン機構で運動する場合には合金の変形抵抗は γ' 粒子の性質によつてほとんど影響されないので, 温度の上昇に伴つて合金の変形抵抗は低下する一方である. このように, 転位の運動機構によつて合金の変形抵抗の温度依存性が異なるために, 750°C においては γ' 粒子が微細な場合により大きな疲労強度が得られたと考えられる.

4.3 疲労強度への粒界形状の影響

900°C まで温度が高くなると細粒材においては粒界破

壊を生じるが, この場合でも粗大炭化物をもつジグザグ状粒界は疲労強度にはほとんど影響を与えない. 900°C においては 4.1 で考察したように, すべり帯へ集中したひずみが急速に分散するとともに, 粒界酸化などの進行によつて結晶粒径が小さくなるほど粒界き裂形成の傾向が大となるが, この場合にも粒界フェセット上には Photo. 4b) のように細かなストライエーションが明瞭に認められる. したがって, 900°C においても高サイクル疲労の場合にはクリープにおけるような粒界キャビテーションによる典型的な粒界破壊は起こらず, き裂先端での塑性変形の結果として, 粒内き裂と本質的には同じ機構で粒界き裂は成長すると考えられる. 900°C になると Photo. 6c) のように粒界近傍には幅約 0.5~1 μ の無析出帯が形成される. 透過電顕によつてはこの無析出帯に転位が集中することは認められなかつたが, 粒界き裂先端での無析出帯における局所的な変形がき裂の成長と関連していることが考えられる. いずれにしても 900°C においても高サイクル疲労における粒界き裂は粒界近傍での塑性変形の結果として生じると考えられるので, クリープの場合とは異なり, 粒界の粗大炭化物の形態や粒界形状は疲労強度にはほとんど影響しないと考えられる.

5. 結 言

γ' 粒子の分散する Ni 基超合金 Inconel 751 における 900°C までの高温高サイクル疲労強度への結晶粒径, γ' 粒子サイズ, 粒界形状の影響を転位組織と表面き裂の観察に基づいて検討した. 得られたおもな結果は以下のとおりである.

(1) 高サイクル疲労強度は 750°C 以下では結晶粒径が小さいほど大となる. この温度範囲では Planar なすべりによつて生じた粗いすべり帯に沿つてき裂が発生, 成長するために, 結晶粒径が小さいほどき裂の成長が遅くなることによるものである. 一方, 900°C では回復過程の進行によつてすべり帯からのき裂の形成が結晶粒径が小さいほど困難となり, 粒界破壊が生じる. 粒界き裂は発生は遅いが, 成長速度は非常に速いので, 結晶粒径が小さいとかえつて疲労強度は低下し, むしろ粒内-粒界混合型の破壊を示す中間の結晶粒径において疲労強度は最大となる.

(2) 疲労強度の温度依存性は低繰り返し数側と高繰り返し数側では異なり, 10^6 サイクル以下の疲労強度は温度が高くなるにつれて低下するのに対し, 10^7 サイクル程度の疲労強度は 750°C 付近で極大を示す. これは, γ' 粒子自身の変形強度の特異な温度依存性のため

に、本合金の強度の温度依存性が 750°C 付近までは小さいことと、750°C では回復過程の進行により長時間側になるほどすべり帯へ集中したひずみが分散し、長時間側での寿命の低下が小さいことによるものである。

(3) 室温では γ' 粒子サイズが粗大な方が、750°C では逆に微細な方が疲労強度は高くなる。これは転位と γ' 粒子との相互作用が微細粒子ではせん断型、粗大粒子では by-pass 型と異なることに関連している。すなわち、室温では粒子が粗大なほど集積転位の密度が低いためにき裂の発生・成長が遅くなるのに対し、粒子が微細な場合の疲労強度は、 γ' 粒子自身の変形強度の増大による影響を受け、温度が上昇しても低下が小さいためと考えられる。

(4) 粗大な炭化物をもつジグザグ状粒界は、900°C で粒界破壊が生じる場合でも疲労強度にはほとんど影響しない。このことは、高サイクル疲労における粒界破壊は粒界近傍での塑性変形の結果として生じ、粒界すべりなどの破壊への寄与が小さいためと考えられる。

文 献

1) A. W. THOMPSON and W. A. BACKOFEN: Acta

- Metall., 19 (1971), p. 597
- 2) H. A. ABDEL-RAUF, T. H. TOPPER, and A. PLUMTREE: ASTM STP 520 (1973), p. 300
- 3) J. H. WEBER and J. BOMFORD: Metall. Trans., 7A (1976), p. 435
- 4) H. F. MERRIK, D. H. MAXWELL, and R. C. GIBSON: ASTM STP520 (1973), p. 285
- 5) M. N. MENON, and W. H. REIMANN: J. Mater. Sci., 10 (1975), p. 571
- 6) M. O. SPEIDEL and A. PINEAU: High Temperature Alloys for Gas Turbines (1978), p. 469 [Applied Science Publisher]
- 7) S. M. COPLEY and B. H. KEAR: Trans. Metall. Soc. AIME, 239 (1967), p. 977
- 8) N. S. STOLOFF: The Superalloys, ed. by C. T. SIMS and W. C. HAGEL (1972), p. 79 [John Wiley and Sons]
- 9) J. C. RUNKLE and R. M. PELLOUX: ASTM STP 675 (1979), p. 501
- 10) B. K. MIN and R. RAJ: ASTM STP 675 (1979), p. 569
- 11) 西谷信二, 高尾 隆: 日本機械学会論文集, 40 (1974), p. 3254
- 12) 山本 優, 宮川大海, 持木良美: 学振 123 委研究報告, 17 (1976), p. 49
- 13) R. W. LANDGROF: ASTM STP 467 (1970), p. 3