

Inconel 713Cの γ' 相の形態と クリープ強度特性に及ぼす応力の影響

永井 秀雄*・木村 一弘*・阿部 富士雄*・八木 晃一*

Effect of Stress on Morphology of γ' -phase and Creep Strength Properties of Inconel 713C

Hideo NAGAI, Kazuhiro KIMURA, Fujio ABE and Koichi YAGI

Synopsis : Creep rupture strength and morphology of γ' phase of Inconel 713C, especially the effects of both long-term creep deformation and applied stress on γ - γ' microstructure, have been investigated mainly at 1000°C. The scatter band of creep rupture strength has increased with decrease in stress. Rafted γ' structure has not been formed during creep deformation at 47MPa, but formed under the stresses higher than about 100MPa. Morphology of γ' phase was assessed by both the distribution of γ' phase with respect to angle with stress axis and the aspect ratio of γ' -phase. It has been concluded that higher stresses are needed for polycrystalline Ni-based superalloy to form a rafted γ' structure and the stress dependence of γ - γ' microstructure developed should be considered for a long-term service at elevated temperature.

Key words : Inconel 713C ; Ni-base superalloy ; rafted γ' structure ; creep ; long-term creep strength.

1. 緒言

エネルギー効率がよく、環境負担性が少ない等の利点を有する複合サイクル発電システムの有効性が高く評価され、発電用大型ガスタービンの需要が高まっている^{1)~3)}。そのため、航空宇宙用に活発な研究開発が行われてきた γ' 析出強化型Ni基耐熱合金が、発電用大型ガスタービンの高温構造部材として広く利用されてきている。

γ' 析出強化型Ni基耐熱合金のクリープ強度は γ' 相の体積率や析出形態等のマイクロ組織と密接に関連しており、高いクリープ強度を得るためには γ' 相の体積率を65%程度にし、 γ' 相が応力軸と垂直方向に連結・成長した、ラフト構造と呼ばれるマイクロ組織形態を形成することが重要である^{4)~11)}。発電用ガスタービンの高温構造部材には、航空宇宙用機器での利用に比べて長時間の使用に耐えることが要求される。したがって、クリープ強度がマイクロ組織形態に強く依存するNi基超合金を高温で長時間使用するためには、マイクロ組

織の長時間安定性を十分に調査・検討する必要がある。しかし、 γ' 析出強化型Ni基超合金に関しては、1万時間を超える長時間のクリープ強度特性やマイクロ組織の安定性に関して検討した報告はほとんどない。そこで本研究では、金属材料技術研究所クリープデータシート¹²⁾の長時間データを用いて γ' 析出強化型Ni基超合金であるInconel 713Cの長時間クリープ強度特性と γ' 相の形態変化を調べ、 γ' 相の形態に及ぼすクリープ変形及び応力の影響について検討を行った。

2. 供試材及び実験方法

金材技研クリープデータシートプロジェクトでは、8合金のInconel 713Cに関して、850から1000°Cの温度範囲で最長約9万時間までのクリープ破断データを取得している¹²⁾。本研究では、それらの中で casting時に接種していない3合金を用いた。供試材の化学組成を規格範囲¹³⁾と併せてTable 1

Table 1. Chemical compositions (mass%) of alloys studied.

Alloy	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Cu	Co	Ti	Al	N	B	Nb+Ta	Zr	Fe	Ni	
Requirement ¹³⁾	0.08 ~ 0.20	≤0.50	≤0.25		≤0.015	12.00 ~ 14.00	3.80 ~ 5.20	≤0.50	≤1.00	0.50 ~ 1.00	5.50 ~ 6.50		0.005 ~ 0.015	1.80 ~ 2.80	0.05 ~ 0.15		≤2.50	
A	0.12	0.08	0.04	0.002	0.005	12.20	5.07	0.06	0.65	0.84	6.05	0.0017	0.015	2.06	0.14	1.45	bal.	
B	0.11	<0.2	tr.	0.006	0.005	13.40	4.70	<0.1	0.96	0.85	6.10	0.0027	0.008	2.30	0.10	<1.5	bal.	
C	0.13	0.05	tr.	0.003	0.005	13.30	4.30	tr.	tr.	0.70	5.98	0.0010	0.004	2.21	0.15	0.30	bal.	

平成6年11月24日受付 平成7年3月3日受理 (Received on Nov. 24, 1994; Accepted on Mar. 3, 1995)

* 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Tsukuba 305)

に示す。供試材は真空高周波溶解炉で溶解した後、接種せずに真空精密鍛造されている。合金B及びCはクリープ試験片の形状に直接鍛造したが、合金Aについては直径22mmの丸棒に鍛造した後、機械加工によりクリープ試験片を作成した。なお、すべての試験片について浸透探傷法による検査¹⁴⁾を行い、鍛造欠陥のないことを確認した。

クリープ試験には直径10mm、標点間距離50mmのつば付き引張クリープ試験片を用い、鍛造ままの状態試験に供した。クリープ試験は850~1000°C、応力29~353MPaの範囲で大気中で行った。

受け入れ材、クリープ破断試験片及びクリープ試験を中断した試験片について、走査型電子顕微鏡(SEM)による組織観察を行った。破断試験片及び中断試験片については試験片平行部の応力軸と平行な断面を観察したが、破断試験片についてはとくに、破断面から約10mm以上離れた場所を観察した。いずれの試料についても腐食液には王水を用いた。 γ' 相の連結・成長方向と応力軸とのなす角度及び連結・成長した γ' 相のアスペクト比はランダムに撮影した複数視野のSEM写真から測定した。なお、これらの測定は各試料とも、8000 μm^2 以上の視野について行った。

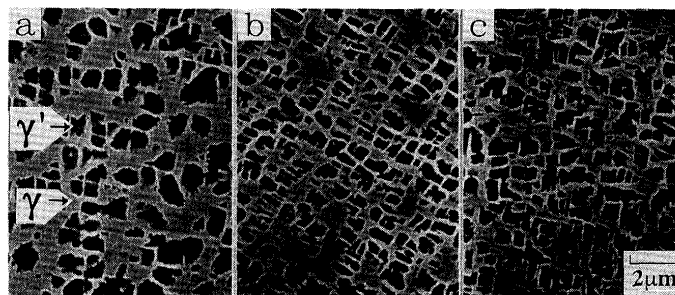
3. 実験結果及び考察

3.1 供試材の組織

供試材3合金の鍛造組織をFig. 1に示す。いずれの合金にも、一辺が1 μm 以下の微細な立方体状の γ' 相が多数観察される。合金Aは他の合金に比べ γ' 相粒子が若干大きく、その分散状態も多少まばらであるが、これは他の合金より直径が2倍程度大きな棒状に鍛造されているためであると思われる。

3.2 クリープ破断強度特性

供試材3合金のクリープ破断データをFig. 2に示す。



a) Alloy A b) Alloy B c) Alloy C

Fig. 1. Secondary electron images of the as-cast alloys.

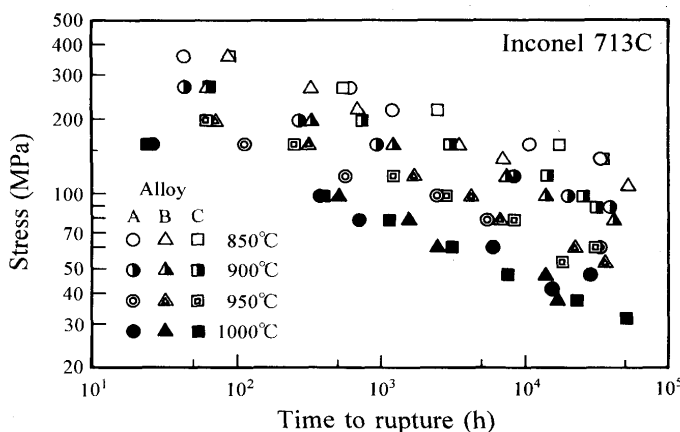
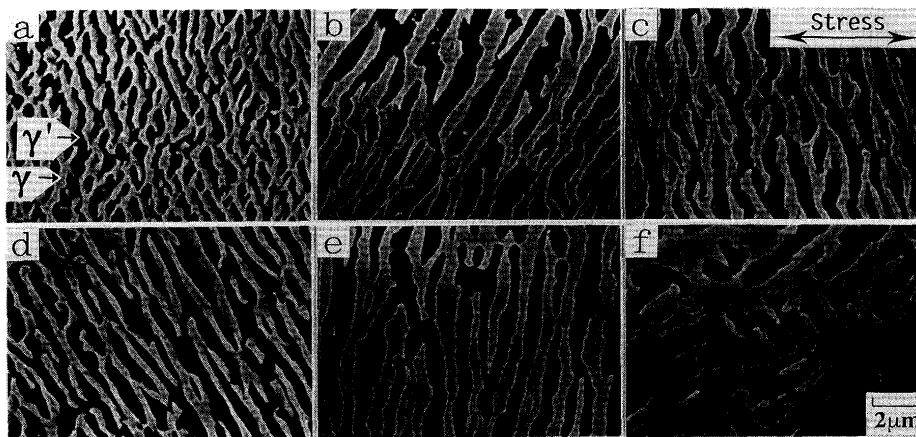


Fig. 2. Creep rupture strength properties of the alloys at 850-1000°C.

850°Cでは合金Bが他の合金に比べ若干低いクリープ破断強度を示すが、いずれの試験温度においても合金間にクリープ破断強度の明確な有意差は認められない。一方、いずれの試験温度においてもクリープ破断強度には若干のばらつきが認められるが、1000°Cではクリープ破断強度のばらつきに明確な応力あるいは時間依存性が認められる。すなわち、



a) 850°C-265MPa, $t_R = 326.9\text{h}$ b) 950°C-157MPa, $t_R = 317.9\text{h}$ c) 1000°C-157MPa, $t_R = 26.6\text{h}$
 d) 850°C-157MPa, $t_R = 3514.7\text{h}$ e) 950°C-61MPa, $t_R = 36305.0\text{h}$ f) 1000°C-47MPa, $t_R = 13994.8\text{h}$

Fig. 3. Secondary electron images of Alloy B ruptured at 850, 950 and 1000°C. t_R indicates time to rupture.

高応力・短時間側ではいずれの合金も同程度のクリープ破断強度を示すが、低応力・長時間側ではクリープ破断強度のばらつきの程度が増大している。なお、クリープ破断伸びはいずれの合金も破断時間の長短によらず約15%以下であった。

3・3 クリープ破断時の金属組織

Fig. 3に850, 950及び1000°Cにおける合金Bの高応力・短時間破断材と低応力・長時間破断材のSEM組織を示す。850及び950°Cでのクリープ破断材と1000°Cの高応力・短時間破断材では γ' 相が応力軸と垂直に近い単一方向に連結・成長した明確なラフト構造が認められる。しかし、1000°Cの低応力・長時間破断材ではマイクロ組織形態が大きく異なり、ラフト構造は全く認められない。合金A及びCについても、1000°Cの低応力・長時間破断材でのみラフト構造が観察されなかった。

1000°Cにおいて157, 98, 78及び47MPaの各応力でクリープ破断した合金BのSEM組織をFig. 4に示す。157MPaでのクリープ破断材(a)では明確なラフト構造が認められ、98MPaでのクリープ破断材(b)においても γ' 相は若干粗大化しているが、応力軸と垂直に近い方向に連結・成長したラフト構造が明確に認められる。しかし、さらに応力が低い78MPaでのクリープ破断材(c)では γ' 相は単一の方向ではなく複数の方向に連結・成長しており、連結・成長した γ' 相の長さも短く、ラフト構造は観察されない。また、最も低応力・長時間で破断した試料(d)でもラフト構造は全く認められない。このように、1000°Cでクリープ破断した試料のマイクロ組織は応力あるいは破断時間に強く依存し、高応力・短時間

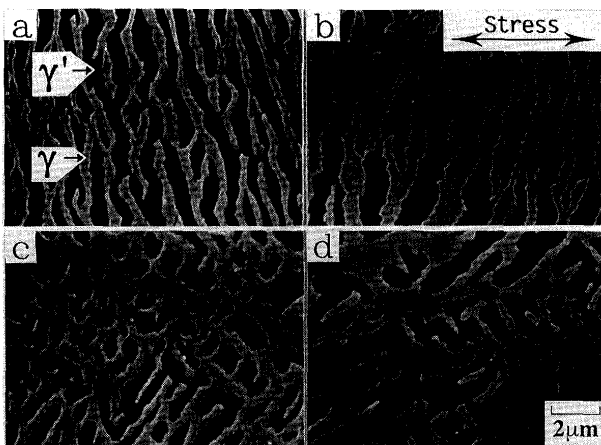
破断材では明確なラフト構造を形成するが、低応力・長時間破断材ではラフト構造が観察されないことが明らかとなった。なお、このようなマイクロ組織の応力あるいは破断時間依存性は、他のキャストにおいても同様に観察された。

3・4 γ' 相の析出形態の定量化

前節では1000°Cでクリープ破断した試料のマイクロ組織が応力の高低、あるいはクリープ破断時間の長短に強く依存することを明らかにした。本節では1000°Cでクリープ破断した試料のマイクロ組織を定量的に評価する。

1000°Cにおいて157, 98, 78及び47MPaの各応力でクリープ破断した合金Bについて、 γ' 相の連結・成長方向と応力軸とのなすみかけの角度、 θ を断面組織から測定し、その相対頻度をFig. 5に示す。最も高応力の157MPa破断材(a)では、ほとんどすべての θ が 90 ± 30 度の範囲内にあり、90度を中心とした正規分布を示す。しかし、低応力では γ' 相の成長方向と応力軸がなす角度は広い範囲で分布しており、最も低応力の47MPa破断材(d)では γ' 相の成長方向と応力軸との間に相関が認められない。

1000°Cでクリープ破断した3合金について γ' 相のみかけのアスペクト比[†]を測定し、クリープ破断時間に対して整理してFig. 6に示す。図中のデータプロットは平均値であり、標



a) 157MPa, $t_R = 26.6$ h b) 98MPa, $t_R = 517.2$ h
c) 78MPa, $t_R = 1587.0$ h d) 47MPa, $t_R = 13994.8$ h

Fig. 4. Secondary electron images of Alloy B ruptured at 1000°C under 157, 98, 78 and 47MPa. t_R indicates time to rupture.

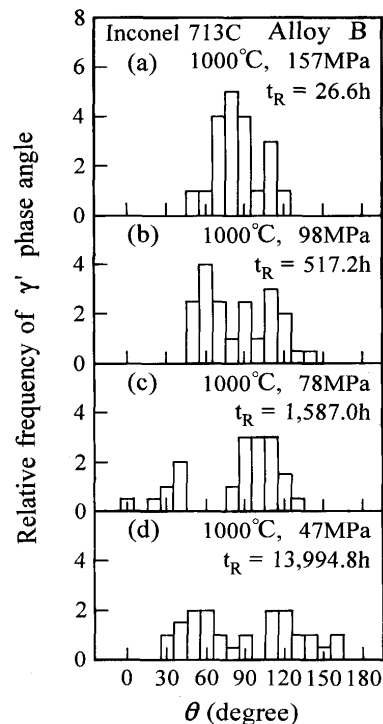


Fig. 5. Distributions of γ' -phase with respect to angle with the stress axis, θ , for Alloy B ruptured at 1000°C under 157, 98, 78 and 47MPa. (20 different areas were measured for each specimen.)

† アスペクト比は5000倍で撮影したSEM写真から γ' 相の長さ幅を測定し、長さを幅で除すことにより求めた。Fig. 4(a)からわかるように、 γ' 相が著しく長く連結・成長した高応力・短時間破断材では、大半の γ' 相が撮影視野をはみ出しており、そのため、アスペクト比を過小評価している。また、断面組織から求めたみかけの値のため、本測定で求めた γ' 相のアスペクト比は厳密には正確ではないが、マイクロ組織の違いは十分に表現していると思われる。

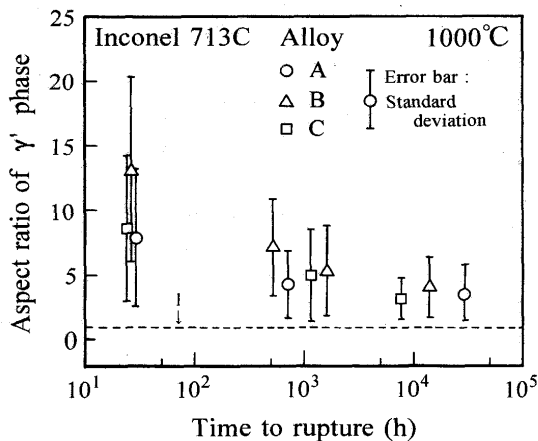


Fig. 6. Changes in the aspect ratio of γ' phase with increase in rupture time of the alloys crept at 1000°C.

準偏差の範囲を誤差棒で示す。高応力・短時間破断材ではいずれのキャストも10程度の大きな値を示すが、クリープ破断時間が長くなるとアスペクト比は徐々に減少し、1万時間程度では5以下の小さな値を示す。

以上のように、マイクロ組織の違いは γ' 相の連結・成長方向と応力軸とのなす角度の分布や γ' 相のアスペクト比により定量的に評価することができ、ラフト構造の形成の有無を判定することができることがわかった。

3・5 クリープ変形に伴う γ' 相の形態変化

γ' 相析出強化型Ni基超合金のクリープ強度は γ' 相の体積率や析出形態と密接に関連し、高いクリープ強度を発現するためには γ' 相が応力軸と垂直方向に連結・成長したラフト構造を形成することが重要である^{4)~9)}。しかし1000°Cでは、高応力・短時間破断材では明確なラフト構造が認められたが、低応力・長時間破断材ではラフト構造が観察されなかった。その原因としては、(1)マイクロ組織が時間の経過あるいはクリープ変形に依存し、短時間側で形成されたラフト構造が長時間のクリープ変形中に壊れたこと、あるいは、(2)マイクロ組織の形態が応力に依存し、ラフト構造を形成するには高応力が必要であるという2つのことが考えられる。そこで本節では、マイクロ組織に及ぼす時間の経過あるいはクリープ変形の影響について検討する。

合金Bについて、破断材でラフト構造が観察されない条件である1000°C-47MPaでのクリープ試験を24h及び1100hで中断し、SEMによる組織観察を行った。なお、試験を中断した24hは明確なラフト構造が観察された高応力・短時間破断材の破断時間(157MPa-26.6h)と同程度である。1000°C-47MPaでのクリープ試験を中断した上記2試料と破断材のSEM組織をFig. 7に示す。クリープ試験時間の増加に伴い γ' 相は粗大化しているが、いずれの試料においてもラフト構造は観察されず、 γ' 相の連結・成長方向と応力軸との間に相関は認められない。

1000°C-47MPaでのクリープ試験を24h及び1100hで中断し

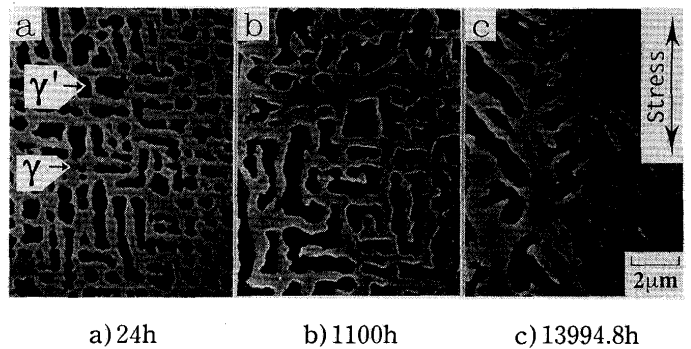


Fig. 7. Secondary electron images of Alloy B crept for (a) 24h, (b) 1100h and (c) 13994.8h (creep ruptured) at 1000°C-47MPa.

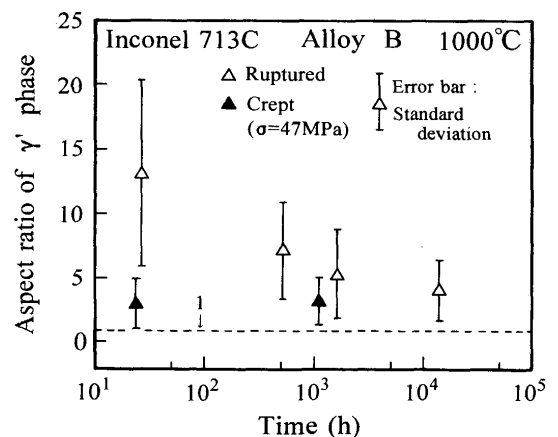


Fig. 8. Changes in the aspect ratio of γ' phase with increase in time of Alloy B crept for 24h and 1100h at 1000°C-47MPa. The data for creep ruptured at 1000°C under 157, 98, 78 and 47MPa are shown for comparison (open symbol).

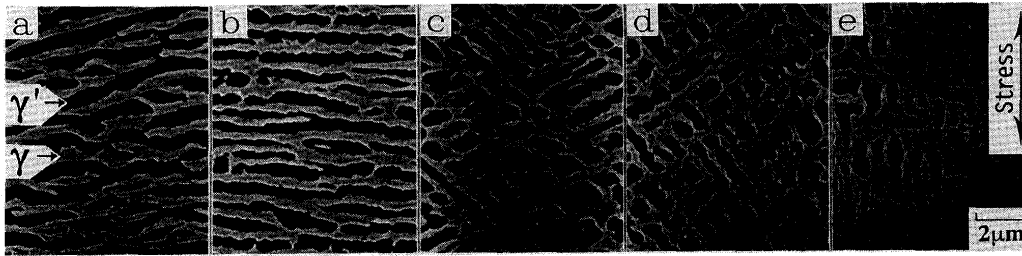
た試験片について γ' 相のアスペクト比を測定し、破断材の結果と併せてFig. 8に示す。 Δ 印で示したクリープ破断材は短時間側では10以上の大きなアスペクト比を示し、試験時間の増加に伴い減少する。しかし、低応力のクリープ試験を中断した試料(\blacktriangle 印)はいずれも小さなアスペクト比を示しており、47MPaの低応力でクリープ試験した試料は試験時間の長短を問わず、破断材も含めてアスペクト比は3~4のほぼ一定値である。

したがって、1000°Cの低応力・長時間破断材でラフト構造が観察されないのは、短時間側で形成されたラフト構造が時間の経過あるいはクリープ変形により壊れたのではなく、低応力下ではラフト構造が形成されないためであることが明らかとなった。

3・6 γ' 相の形態に及ぼす応力の影響

前節では γ' 相の形態が応力に依存し、低応力下ではラフト構造が形成されないことを明らかにした。本節では、 γ' 相の形態に及ぼす応力の影響について検討する。

明確なラフト構造が観察された1000°C-157MPaでの破断材のクリープ破断時間は26.6hである。そこで、1000°C、応



a) Ruptured at 157MPa, $t_R=26.6h$ b) Crept for 24h at 118MPa c) Crept for 24h at 98MPa
d) Crept for 24h at 78MPa e) Crept for 24h at 47MPa

Fig. 9. Secondary electron images of Alloy B creep ruptured at 1000°C-157MPa (a) and crept for 24h at 1000°C under 118MPa(b), 98MPa(c), 78MPa(d) and 47MPa(e).

力118, 98, 78及び47MPaでのクリープ試験を24hで中断し、SEMによる組織観察を行った。1000°C-157MPaでの破断材と、1000°C-118, 98, 78及び47MPaの各応力でのクリープ試験を24hで中断した試料のSEM組織をFig. 9に示す。157MPaでのクリープ破断材と118MPaでのクリープ試験を24hで中断した試料では、 γ' 相が応力軸と垂直に近い単一方向に連結・成長した明確なラフト構造が認められる。しかし、98MPaでのクリープ中断材では γ' 相が2方向に連結・成長する傾向が認められる。低応力側の78及び47MPaでのクリープ中断材でも γ' 相が2方向に連結・成長しており、応力の低下に伴い γ' 相のアスペクト比が低下する傾向も認められる。

1000°C-118, 98, 78及び47MPaの各応力でのクリープ試

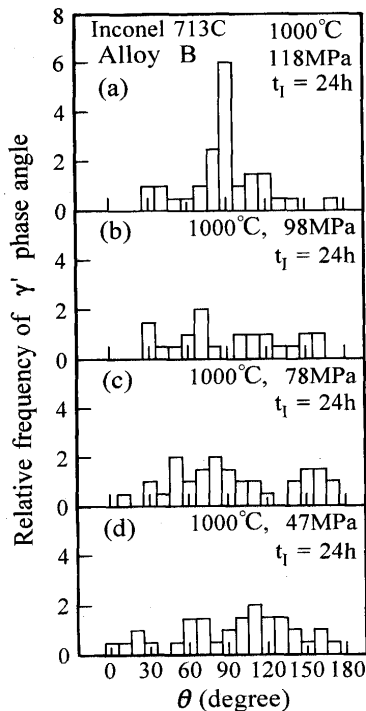


Fig. 10. Distributions of γ' -phase with respect to angle with the stress axis, θ , for Alloy B crept for 24h at 1000°C under 118, 98, 78 and 47MPa. (20 different areas were measured for each specimen.)

験を24hで中断した試料について、 γ' 相の連結・成長方向が応力軸となすみかけの角度、 θ を断面組織から測定し、その相対頻度をFig.10に示す。118MPaでのクリープ中断材では応力軸に対して90度の方向に γ' 相が優先的に連結・成長している。しかし、98MPa以下の応力でのクリープ中断材では γ' 相の連結・成長方向と応力軸となす角度は広範囲に平均的に分布しており、両者の間に相関は認められない。

1000°C-118, 98, 78及び47MPaの各応力でのクリープ試験を24hで中断した試料と、1000°C-157MPaでの破断材の γ' 相のアスペクト比を応力に対して整理してFig.11に示す。157MPaでのクリープ破断材は10以上の大きなアスペクト比を示すが、応力の低下に伴いアスペクト比は減少し、100MPa以下でのクリープ中断材はいずれも5以下の小さなアスペクト比を示す。これらの結果から、1000°Cにおいて γ' 相が応力軸と垂直に近い単一方向に連結・成長したラフト構造を形成するためには、約100MPa以上の高応力を負荷する必要があるものと結論される。

γ - γ' 二相組織では、 γ' 相は母相 γ の $\{100\}$ 面上を $\langle 100 \rangle$ 方向に成長する。 γ' 相の成長界面に対して垂直方向に応力が負荷されると、 γ 相と γ' 相の格子定数ミスフィットと弾性変形とが相互に関連して、 γ' 相は容易に連結・

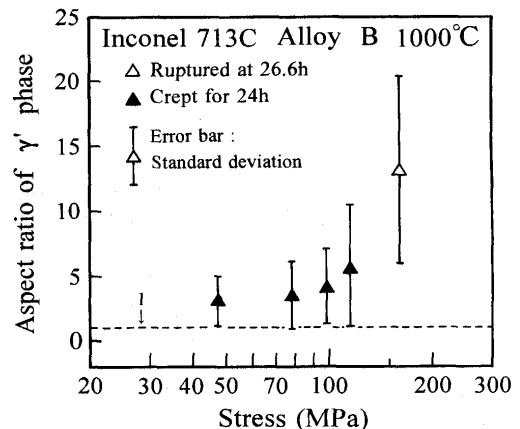


Fig. 11. Relation between stress and aspect ratio of γ' -phase of Alloy B crept for 24h at 1000°C under 118, 98, 78 and 47MPa and creep ruptured at 1000°C-157MPa.

成長する^{4)~6)}。本供試材のように多結晶体の場合、(1 0 0)、(0 1 0) 及び (0 0 1) の3つの {1 0 0} 面のなかで、面と垂直方向に最も高い応力が負荷された {1 0 0} 面、すなわち応力軸に対する角度が最も90度に近い {1 0 0} 面で γ 相が優先的に連結・成長する。そのため、 γ 相が応力軸に対して垂直に近い単一の方向に連結・成長したラフト構造が形成されるものと考えられている。したがって、多結晶体の場合、応力が低下すると3つの異なる {1 0 0} 面に対して垂直方向に負荷される応力の差が低下し、 γ 相が優先的に成長する単一の {1 0 0} 面が決定されないため、ラフト構造が形成されなくなったものと推察される。1000°Cの低応力側でクリープ破断強度のばらつきが増大するのは、結晶粒の結晶方位が試験片により異なり、 γ 相のラフト構造の形成の程度も異なるためであると推察される。

以上の結果から、 γ 相の析出形態がクリープ強度と密接に関連する γ 析出強化型Ni基超合金の多結晶材料を高温で長時間使用する場合、 γ 相の析出形態が応力に強く依存することを十分に考慮して長時間クリープ強度特性を的確に評価することが重要であると結論した。

4. 結言

3合金のInconel 713Cを用い、850~1000°Cで最長約5万時間までのクリープ破断強度特性と γ 相の析出形態を調べ、1000°Cでのマイクロ組織に及ぼすクリープ変形及び応力の影響を検討した結果、以下の結論を得た。

(1) クリープ破断強度には3合金間で明確な有意差は認められないが、1000°Cでは長時間側に移行するのに伴いクリープ破断データのばらつきの程度が増大した。

(2) 850~950°Cでのクリープ破断材と1000°Cの高応力・短時間破断材では γ 相が応力軸と垂直方向に連結・成長したラフト構造が形成されていたが、1000°Cの低応力・長時間破断材ではラフト構造は観察されなかった。

(3) γ 相の連結・成長方向と応力軸とのなすみかけの角度及び γ 相のみかけのアスペクト比でラフト化の程度を評価できた。

(4) γ 相のラフト構造が観察されない1000°Cでの低応力・長時間破断材と同一のクリープ試験条件下では、短時間側においてもラフト構造は認められなかった。

(5) 1000°Cでは γ 相の析出形態は応力に強く依存し、ラフト構造は高応力下では形成されるが、約100MPa以下の低応力では形成されない。そのことがクリープ破断強度のばらつきが増大した原因であると推察した。

(6) 以上の結果より、多結晶体の γ 析出強化型Ni基超合金を1000°Cの高温で長時間使用する場合、高応力・短時間側と低応力・長時間側では γ 相の析出形態が大きく異なることを十分に考慮して長時間のクリープ強度特性を的確に評価することが重要であると結論した。

最後に、本研究の遂行にあたって、有益なご助言をいただきました金属材料技術研究所 材料設計研究部 室長原田広史博士に深く感謝いたします。

文 献

- 1) 田中良平：学振123委研究報告，18 (1977)，p.225
- 2) 西 義澈：学振123委研究報告，18 (1977)，p.347
- 3) 渡辺力蔵，九重常男：学振123委研究報告，18 (1977)，p.347
- 4) D. D. Pearson, F. D. Lemkey and B. H. Kear: Superalloys, 1980, (1980), p.513
- 5) J. K. Tien and R. P. Gamble: Met. Trans. A, 3 (1972), p.2157
- 6) M. V. Nathal and L. J. Ebert: Met. Trans. A, 16 (1985), p.427
- 7) J. W. Brooks and P. J. Bridges: Superalloys, 1988, (1988), p.33
- 8) 原田広史，山崎道夫，小泉 裕：鉄と鋼，65 (1979)，p.1049
- 9) 近藤義宏，北崎直弥，行方二郎，大井成人，服部 博：鉄と鋼，80 (1994)，p.568
- 10) 薄田 寛，辻 一郎，河合久孝，伊藤 眸：学振123委研究報告，19 (1978)，p.179
- 11) 草開清志，張 小岷，大岡耕之：鉄と鋼，79 (1993)，p.113
- 12) 金材技研クリープデータシート，No. 29B (1990)
- 13) Aerospace Material Specifications (AMS), 5391A (1965)
- 14) JIS Z 2343 (1982)