

耐熱疲労特性に優れた肉盛合金の開発

梶原 伸治*・大西 邦彦*・角谷 茂*・友野 裕*
木田 忠伯*²・磯本 辰郎*³

Development of a Superalloy with Excellent Fatigue Property

Shinji KAJIWARA, Kunihiko ONISHI, Shigeru SUMIYA, Yutaka TOMONO, Tadahiro KIDA and Tatsuro ISOMOTO

Synopsis : An attempt has been made to develop new alloys with high thermal fatigue resistance and interpret the thermal fatigue behavior based on the relation between plastic strain range and related elongation in tension test at elevated temperatures. The thermal stresses that lead to thermal fatigue failures are generally induced by rapid change in temperature due to start and stop of plants, so that the total number of cycles involved is relatively small. Resistance to thermal fatigue depends on the material properties such as a coefficient of thermal expansion, heat conductivity and resistance to the strains incidental to temperature change. At present work, three types of modified NCF625 alloys were candidates to control the material properties by changing the contents of elements such as aluminum, titanium and iron, and were cast as ingots for the test. Thermal fatigue behaviors of examined alloys were evaluated at elevated temperatures between 773K and 1073K, and between 773K and 1073K. As a result, it was derived that the modified NCF625 alloy containing 1% titanium, 1% aluminum, and 1% iron showed the highest thermal fatigue strength. It was found, from the thermal fatigue tests, that this alloy had thermal fatigue resistance about two times that of NCF625. The alloy thus selected was gas atomized to powder and PTA welded on a carbon steel plate, and it was confirmed that there was no problem found on the metallurgical structure and hardness distribution.

Key words: fatigue tests; superalloys; low cycle fatigue strength; plasticity; temperature amplitude; tensile strength; welding alloy.

1. 緒言

製鉄用耐熱ロールおよびエンジンの排気弁やピストンなどの燃焼室部材などは、運転の開始および停止あるいは運転条件の変動に伴う熱応力に加えて、定常運転時における比較的高温の温度振幅による一定サイクルの熱ひずみ、熱応力も重畳して負荷される¹⁾。これらの現象に対応する熱疲労特性や高温低サイクル疲労特性は機器の比較的短期間の寿命評価を行うため重要であり^{2,3)}、従来、種々の研究がなされている⁴⁻⁷⁾。また、部材表面に肉盛溶接されるものでは、溶接性・粉末溶製の可否などの問題もある。

これらの高温機器の耐熱疲労に適した材料の選択あるいは開発を行う際に、引張強度や延性など材料特性の温度依存性やそれら物性値と熱疲労寿命の関係を知ることは重要である。その理由は、熱疲労特性の評価では、熱疲労は温度変動によって応力が発生する現象であり、熱伝導率・比熱・密度などの材料物性によっても発生する熱ひずみ・熱応力が変化するからである。しかしながら、これらの特性の把握は一般に容易ではない。これらの困難を避けるため、従来、高温下での引張試験によって得られる材料特性から低サイクル疲労寿命を推定する研究が多数行われている。これまで、高温低サイクル疲労に関する報告は多く、最高

使用温度がクリープの支配的な温度域であるものは、最高温度に等しい一定温度のクリープ試験および低サイクル疲労特性によって評価する手法が採用され、その精度も検討されている⁵⁻⁹⁾。しかしながら、高温低サイクル疲労は、塑性ひずみの蓄積による損傷、クリープ損傷および酸化などの影響が相互に関連した現象であるため、試験結果の解釈が材料の種類および試験条件に大きく影響されるため、試験および評価の困難さが示されている⁹⁻¹⁸⁾。小野寺ら¹⁹⁾は、塑性ひずみが支配的なひずみ範囲における高温低サイクル疲労強度は高温引張強さの大小よりも延性の影響度が大きいことを実験的に明らかにしている。

本研究では、特に高温下での熱疲労特性に優れた材料の開発を目的として、Ni基超合金であるNCF625をベースとして、耐力を向上させた上で必要な延性を確保するという相反する物性値の最適なバランスを持つ肉盛材料の開発を行った。まず、NCF625をベースとして、Al, Tiを変化させ、さらなる析出効果をめざした材料2種類を溶製した。また、Feは材料の強度を低下させるのでFeを減量した材料も1種類溶製した。ただし、Feの減量は溶接性の悪くならない範囲で行った。次に、静的機械特性より長寿命の期待される候補材の抽出を行った。さらに、ひずみを零に制御した状態で温度負荷を与える実験による寿命評価を行った。そ

平成12年2月22日受付 平成12年7月4日受理 (Received on Feb. 22, 2000; Accepted on July 4, 2000)

* 日立造船(株)技術研究所 (Technical Institute, Hitachi Zosen Corp., 2-2-11 Funamachi Taisho-ku Osaka 551-0022)

* 2 山陽特殊製鋼(株)開発企画部 (Development and Planning Department, Sanyo Special Steel Co., Ltd.)

* 3 山陽特殊製鋼(株)技術研究所 (Technical Research Laboratory, Sanyo Special Steel Co., Ltd.)

Table 1. Chemical compositions (mass %).

Alloy	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Al	Ti	Nb	Fe
NCF625	0.015	0.31	0.32	0.007	0.002	Bal.	21.48	8.96	0.27	0.23	3.44	3.01
Alloy A	0.019	0.32	0.33	0.007	0.003	Bal.	21.57	9.02	0.06	1.02	3.51	2.85
Alloy B	0.022	0.35	0.32	0.007	0.002	Bal.	21.56	9.05	1.47	2.00	3.53	2.78
Alloy C	0.018	0.33	0.33	0.007	0.002	Bal.	21.53	9.00	1.03	1.04	3.56	2.84

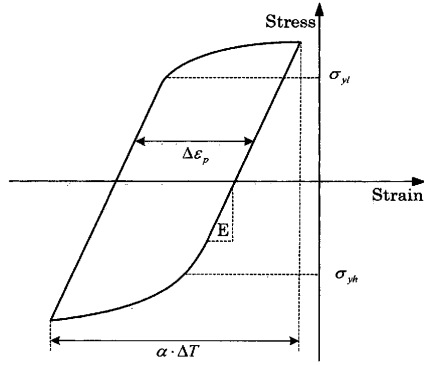


Fig. 1. Stress-strain hysteresis loop.

の結果、NCF625をベースとした耐熱疲労強度に優れた新肉盛材料を開発することができた。

2. 目的

773Kから1173Kまでなどの比較的高温の温度振幅による一定サイクルの熱ひずみ、熱応力が負荷される場合の高温熱疲労の評価は、Manson-Coffin式^{2,3)}など種々の方法で行われているが、このような温度範囲で、決定的な評価式がないのが現状である。このような場合の応力-ひずみヒステリシスループの模式図をFig. 1に示す。このときの塑性ひずみ幅 $\Delta \epsilon_p$ は次式のように表される。

$$\Delta \epsilon_p = \alpha \cdot \Delta T - \frac{(\sigma_{yh} + \sigma_{yl})}{E} \dots \dots \dots (1)$$

ここに、

- α : 線膨張係数, 1/K
- ΔT : 温度振幅, K
- σ_{yh} : 高温側の降伏応力, MPa
- σ_{yl} : 低温側の降伏応力, MPa
- E : ヤング率, MPa

である。この塑性ひずみが蓄積した結果、破断に至ると考えられている。そこで、Fig.1および式(1)より、次の点に着目し、材料開発・評価を行った。

- ① 降伏応力 σ_{yh} , σ_{yl} を大きくする。
- ② 破断延性を大きくする。

通常、①と②の機械的性質は材料性能を改良する上で相反するものである。つまり、一般には降伏応力を向上させると破断延性は低下し、破断延性を向上させると降伏応力は低下する。そこで、それぞれの特性がバランスよく兼ね

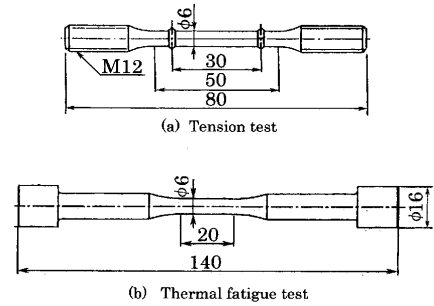


Fig. 2. Shape and size of test specimens (dimension in mm).

合い、相反する物性値の最適なバランスを見出し、熱疲労特性を向上させることを考えなければならない。そこで、ニッケル基の超合金であるNCF625をベース金属として、Al, TiおよびFeの成分を変化させ、最適値を求めた。

3. 実験方法

3.1 供試材料

供試材料の化学成分をTable 1に示す。Alloy Aは、NCF625をベースにAlおよびTiを各1%ずつ添加したもので、Alloy BはAlおよびTiを各2%ずつ添加したものである。また、Alloy CはAlおよびTiを各1%ずつ添加し、Feを1%に抑えたものである。

3.2 材料試験方法

3種の材料および基準材NCF625について、室温から1173Kでの線膨張係数、熱伝導率およびヤング率を計測した。ただし、線膨張係数は示差膨張検出方式膨張測定装置、熱伝導率はレーザフラッシュ式熱定数測定装置、ヤング率は共振法高温弾性率測定装置によってそれぞれ計測した。

また、引張強さ、0.2%耐力、破断伸びおよび絞りは高温引張試験によって求めた。高温引張試験の試験片形状・寸法をFig. 2(a)に示す。また、Fig. 2(b)は後述する熱疲労試験に用いた試験片形状・寸法である。

次に、Coffin型高温サーボ熱疲労試験装置の外観をFig. 3に示す。熱疲労試験は、試験片の15mmの評点間を高周波誘導加熱で1073Kあるいは1173Kまで加熱し、空気吹付けによって773Kまで冷却を行うことによって温度サイクルを与える。その際、常時評点間のひずみが零になるように試験機の引張・圧縮によって応力を制御した。加熱・冷却は60 sec/cycleで行った。供試材としては、NCF625および候補材Alloy Cの2種類、温度負荷については773K-1073K

および773K-1173Kの温度範囲の2種類について行った。

4. 実験結果および考察

4.1 試験片組織例

供試材のAs Cast組織を Fig. 4に示す。これらの、マトリックスはオーステナイト相で、微細な γ' 相が析出している。Fig. 4(a)のNCF625では共晶 γ' 相は少ないが、Fig.

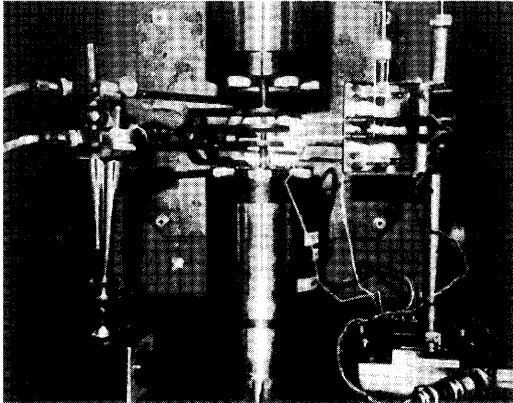


Fig. 3. Thermal fatigue test apparatus.

4(c)のAl, Tiを最も多く含む Alloy Bではデンドライト間に多量の γ' 相が析出しネット状組織を形成していることがわかる。

4.2 材料物性測定結果

計測された線膨張係数, ヤング率および熱伝導率をそれぞれ Fig. 5(a)から Fig. 5(c)に示す。また, 高温引張試験で得られた引張強さ, 0.2%耐力, 破断伸びおよび絞りそれぞれ Fig. 6(a)から Fig. 6(c)に示す。なお, これらの機械的性質はAs-Cast材での計測結果である。ヤング率, 引張強さおよび耐力は析出強化の影響で, Al, Tiの含有量の多いものほど高くなっており, 伸びおよび絞りは逆の傾向を示している。

4.3 熱疲労実験

4.3.1 供試材料

Fig. 5およびFig. 6の材料特性を用いて, 式(1)によって, 最高温度を1073Kおよび1173Kの2種類, 最低温度として室温および773Kとしてそれぞれ塑性ひずみ範囲の計算を行った。計算された塑性ひずみ範囲を Table 2に示す。ただし, Alloy Aのヤング率についてはAlloy Cのものを用いた。表中で零値であるのは熱ひずみが弾性範囲内であることを表わしている。Table 2より, NCF625, Alloy A, Alloy

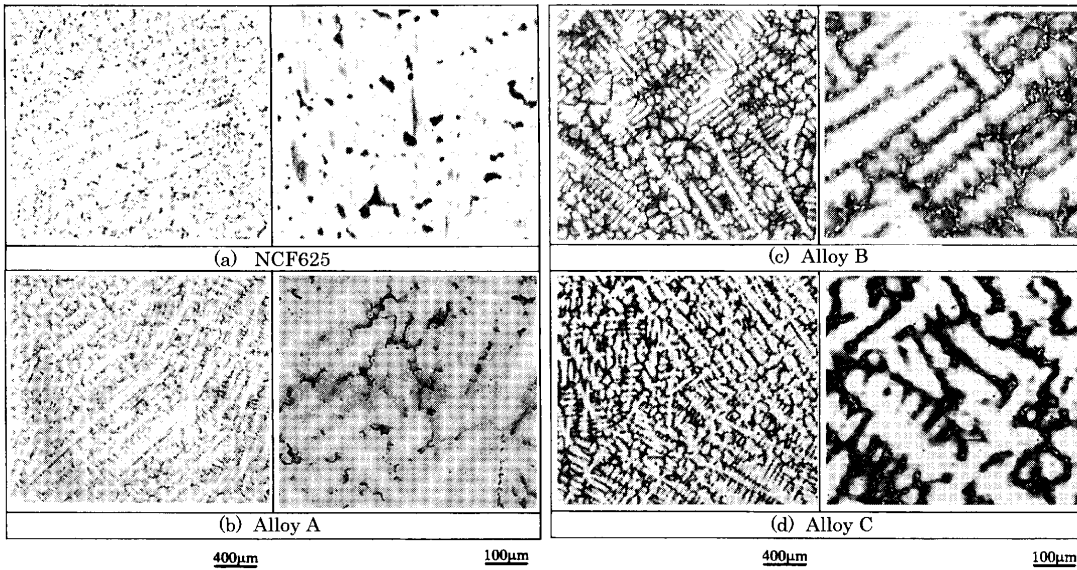


Fig. 4. Microstructures of as cast NCF625, Alloy A, Alloy B and Alloy C.

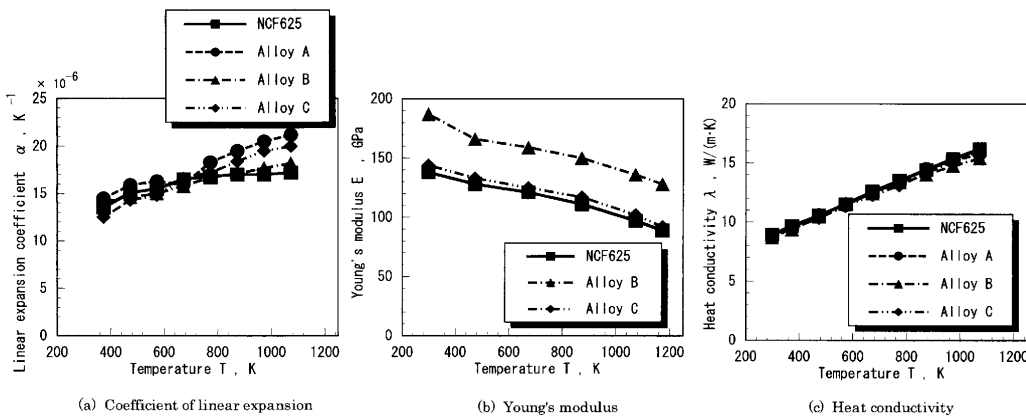


Fig. 5. Change of material physical properties with temperature.

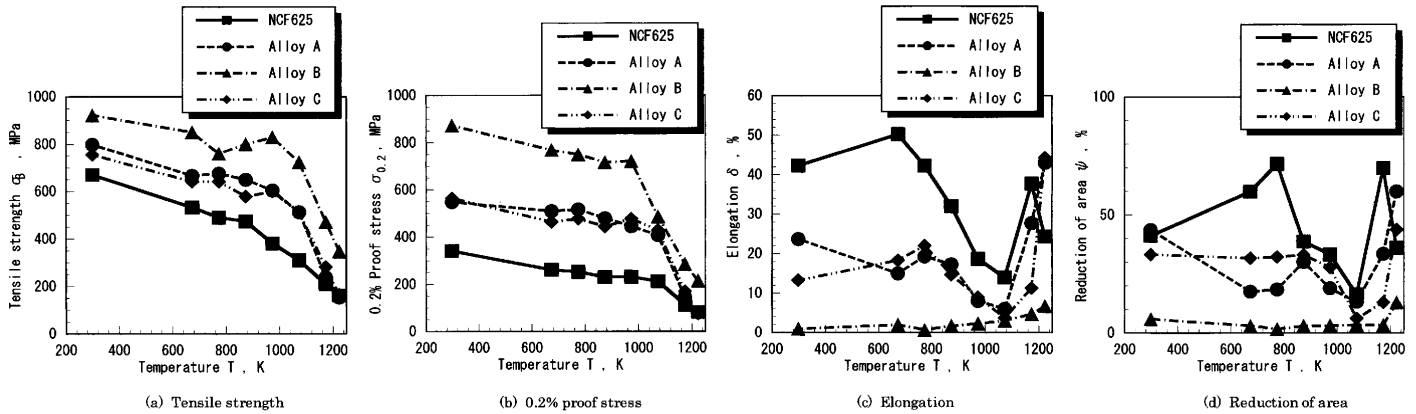


Fig. 6. Change of material mechanical properties obtained by high temperature tensile tests.

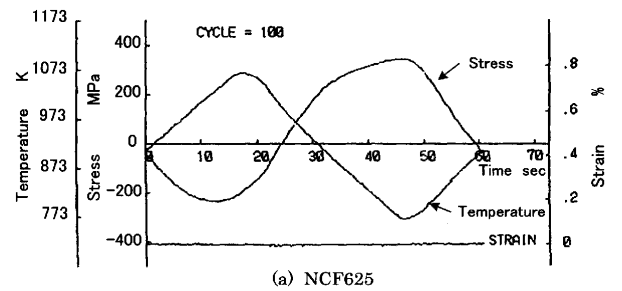
Table 2. Calculation results of inelastic strain range.

		Temp. range	NCF625	Alloy A	Alloy B	Alloy C
Upper temp.: 1073K	Thermal strain range, $\Delta\epsilon$, %	R.T.~1073K	1.19	1.38	1.25	1.26
		773K~1073K	0.51	0.59	0.52	0.56
	Inelastic strain range, $\Delta\epsilon_p$, %	R.T.~1073K	0.72	0.61	0.41	0.45
		773K~1073K	0.07	0	0	0
Upper temp.: 1173K	Thermal strain range, $\Delta\epsilon$, %	R.T.~1173K	1.41	1.55	1.41	1.46
		773K~1173K	0.68	0.80	0.70	0.75
	Inelastic strain range, $\Delta\epsilon_p$, %	R.T.~1173K	1.01	0.97	0.68	0.84
		773K~1173K	0.32	0.17	0	0.14

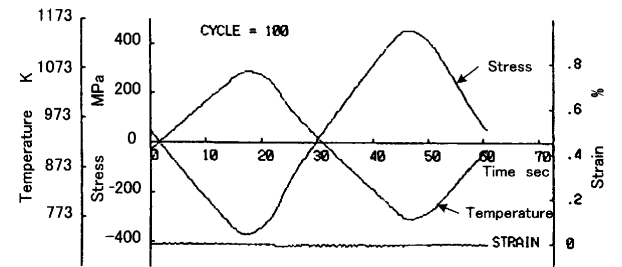
B, Alloy C の塑性ひずみ範囲を比較すると, Alloy A は 773–1173K の塑性ひずみ範囲が大きく, Alloy B は破断ひずみが極端に小さいため, 耐熱疲労寿命に乏しいと考えられる。Alloy C を NCF625 と比較すると, 室温から 1073K においては, Alloy C の塑性ひずみ範囲が小さく, 773K から 1073K の温度域では Alloy C は弾性範囲内であり, いずれの条件においても Alloy C が NCF625 よりも優れている。また, 最高温度が 1173K の場合は, 室温および 773K からのいずれの温度範囲においても Alloy C の塑性ひずみ範囲が NCF625 よりも小さく, 耐熱疲労寿命に優れていると推定される。そこで, 熱疲労実験については, 熱疲労寿命の優れた候補材として Alloy C を選定し, NCF625 と比較, 検討した。

4.3.2 実験結果

Fig. 3 に示した実験機による熱疲労実験で得られた 773K から 1073K の温度範囲における温度, 応力およびひずみの 1 サイクルにおける変化の一例を Fig. 7 に示す。Fig. 7(a) は NCF625 の場合, Fig. 7(b) は Alloy C の場合である。Fig. 7 から NCF625 では応力が約 200 MPa を超えたあたりから非線形になり, 塑性ひずみが生じているが, Alloy C では, 応力は温度と線形関係にあり, 塑性ひずみはほとんど生じていないことがわかる。次に, 773K から 1173K の温度範囲における温度, 応力およびひずみを Fig. 8 に示す。Fig. 8(a) は NCF625 の計測結果, Fig. 8(b) は Alloy C の計測結果である。Fig. 8 から NCF625 の場合は, 1173K より約 1100K に降下したあたりで降伏し, 応力が非線形になり, 最低温度



(a) NCF625



(b) Alloy C

Fig. 7. Time evolution of stress, strain and temperature (Temperature: 773–1073K).

773K では約 330 MPa となっている。一方, Alloy C においては, 1173K より約 1000K に降下したときに非線形になり, 最低温度 773K のときに 500 MPa の応力が発生していることがわかる。ひずみについては, いずれの場合も零に制御されていることがわかる。

破断繰返し数と最高温度の関係を Fig. 9 に示す。Fig. 9 より, 本条件下で Alloy C は NCF625 と比較して約 2 倍の熱疲労寿命をもっていることがわかる。また, 破断サイクル数と式(1)から求められた塑性ひずみの関係を Fig. 10 に示す。この Fig. 10 より Alloy C は塑性ひずみが小さく寿命が長いことがわかる。

4.4 NCF625 に対する Fe, Ti および Al の合金化の影響

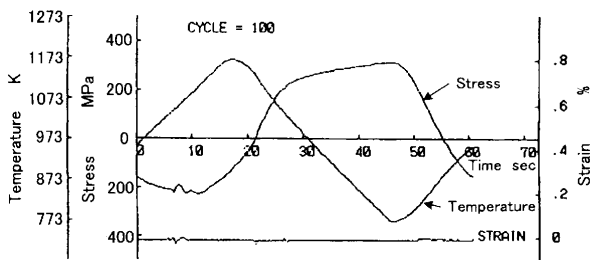
NCF625 では炭化物等の γ' [$\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$] や M_{23}C_6 , M_6C の析出物が生じる。Al および Ti を多量に添加した Alloy B では, Fig. 4(b) に示したように γ' 相が多量に析出している。この γ' 相は, 温度の上昇に対して強度が上昇するという

特異な性質を有しているため、その量が最も多いAlloy BがFig. 6に示したように1000K付近で最も高い強度を示している。しかしながら、Alloy Bは、低温から高温に至るまでほとんど延性を有しておらず、 γ' 相の増大は、著しく延性を低下させることがわかる。Alloy Cは、Al, Tiの添加量がNCF625とAlloy Bのほぼ中間にあるため、比較的高い強度と靱性を兼ね備えているものと思われる。

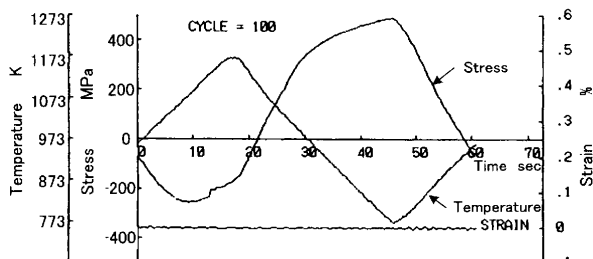
5. 粉体肉盛施工例

肉盛施工に用いるAlloy Cの粉末の走査型電子顕微鏡(SEMと略す)写真をFig.11に示す。この粉末はArガスアトマイズされたものであり、球状の良好な形態を示していることがわかる。

肉盛施工例として、鋼板にAlloy Cを粉体肉盛溶接(PTA)した断面マクロ組織をFig.12に示す。Fig.12(a)は断面、Fig.12(b)は表面のマクロ組織である。施工は、鋼板の表面上に肉盛厚みが約5mmとなるように3層の肉盛溶接を行い、その後、肉盛厚みが4mmになるように表面を機械加

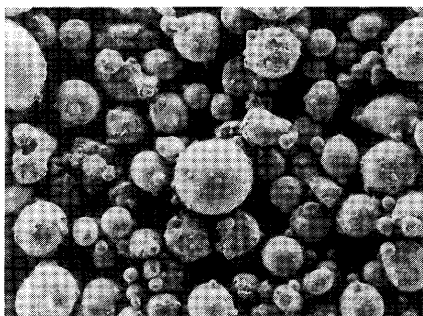


(a) NCF625

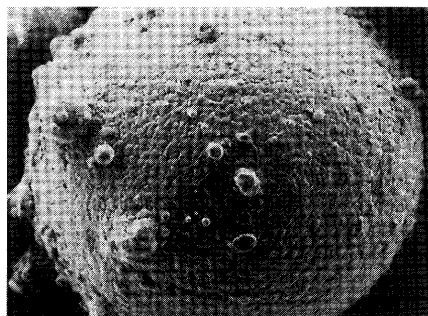


(b) Alloy C

Fig. 8. Time evolution of stress, strain and temperature (Temperature: 773–1173K).



(a) Overview



(b) Surface of a powder

100 μm

工したものである。次に、NCF625およびAlloy Cの肉盛部断面の硬さ分布をFig.13に示す。ただし、縦軸はマイクロビッカース硬さ、横軸は、母材と肉盛材料の境界からの距離である。肉盛部の硬さはNCF625よりAlloy Cの方が若干高いことがわかる。また、Alloy Cの肉盛部表面部分を電子線マイクロアナライザー(EPMA)による線分析を行った。結果をFig.14に示す。Fig.14より、主要元素は均一に分布し、肉盛部は十分に均質であることがわかる。これらFig.12, Fig.13およびFig.14より、PTA施工による肉盛部分への母材への希釈は小さく、表層では合金の特性が維持されていることがわかる。

6. 結言

NCF625をベースとした耐熱疲労特性に優れた材料を開

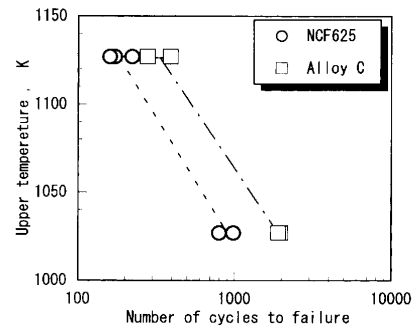


Fig. 9. Relationship between number of cycles to failure and upper temperature (Lower temp.: 773K).

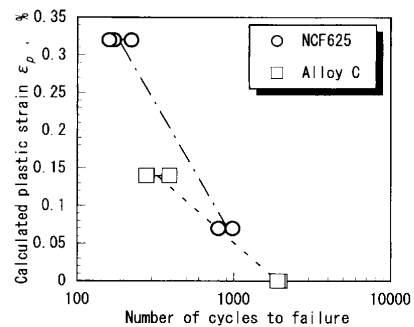


Fig. 10. Relationship between number of cycles to failure and calculated plastic strain.

Fig. 11. SEM photographs of Alloy C powder.

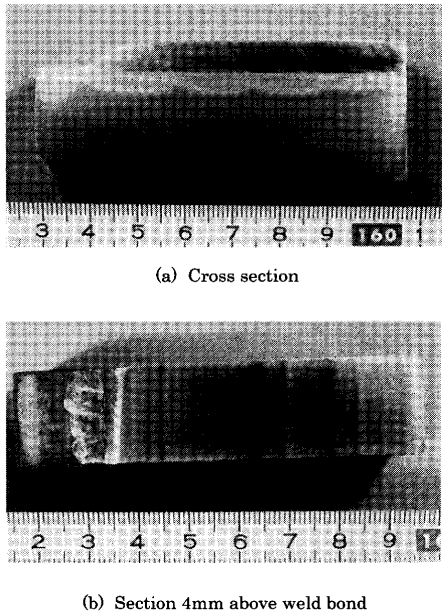


Fig. 12. Macro structure of welded Alloy C.

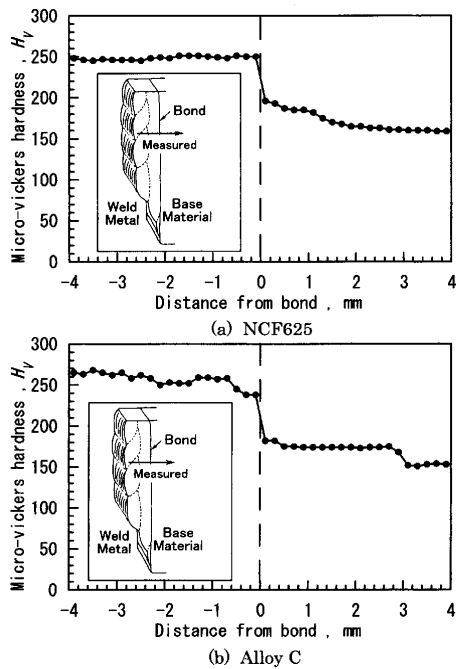


Fig. 13. Distribution of micro-vickers hardness across welding bond.

発し、以下の知見を得た。

(1) NCF625をベースにAl, TiおよびFeを調整した3種類の材料の物性値を測定し、室温-1073K, 773-1073K, 室温-1173Kおよび773-1173Kの熱塑性ひずみ範囲を計算した結果、NCF625のAlを1%, Tiを1%, Feを1%にしたもの(Alloy C)の耐熱疲労寿命が優れていると予想された。

(2) 熱疲労試験を行った結果、Alloy CはNCF625と比

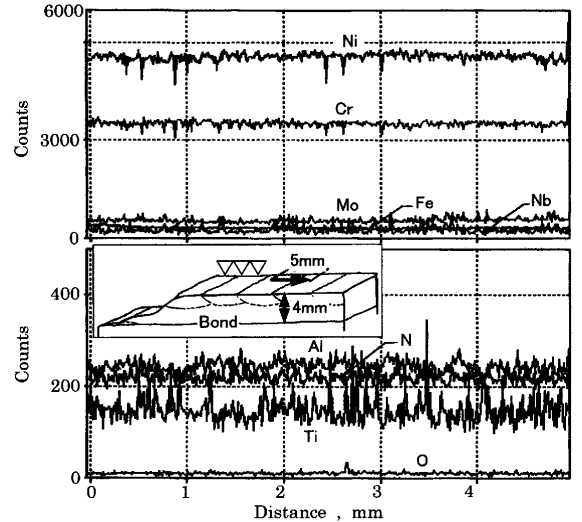


Fig. 14. Line analysis of EPMA 4mm above welding bond.

較して、約2倍の耐熱疲労寿命を持つことがわかった。

(3) 実用面でAlloy Cの粉末を製造し、PTAによる肉盛溶接施工を行った結果、NCF625より高めの硬度を有する均質な肉盛層が得られた。

文 献

- 1) A.Kuwayama, K.Yamamura, K.Ohnishi, Y.Kondo and T.Mizushima: *CAMP-ISIJ*, **8** (1995), 153.
- 2) 熱応力と熱疲労, 平 修二編, 日刊工業新聞, 東京, (1974), 101.
- 3) 機械材料学第4版, 日本材料学会, 京都, (1993), 120.
- 4) R.Ohtani: *Sci. Mech.*, **32** (1980), 1129; 1263.
- 5) T.Inoue: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **32** (1983), 594.
- 6) K.Tokimasa and M.Miyahara: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **60A** (1994), 591.
- 7) S.S.Manson: *Fracture Mech.*, **2** (1966), 327.
- 8) L.F.Coffin: *Trans. ASME*, **76** (1954), 791.
- 9) M.Miyahara and K.Tokimasa: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **41** (1992), 1760.
- 10) H.Hattori, M.Kitagawa and A.Ohtomo: *Tetsu-to-Hagané*, **73** (1987), 536.
- 11) J.F.Tavernelli and L.F.Coffin Jr.: *Trans. Am. Soc. Met.*, **51** (1959), 438.
- 12) S.Matsuoka, M.Yuyama and S.Nishijima: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **52A** (1986), 1831.
- 13) H.Ibuchi, H.Kimura, M. Sakane, M.Ohnami, M.Muramatsu and K.Fujiyama: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **39** (1990), 522.
- 14) Y.Kadoya, T.Goto, K.Kawamoto and K.Sugai: *J. Soc., Mater. Sci., Jpn.*, **39** (1990), 517.
- 15) T.Yokomaku, M.Kinefuchi, S.Terada, H.Sugimura and Y.Minokata: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **46** (1997), 288.
- 16) N.Kawagoishi, Q.Chen, H.Nishitani, M.Goto and H.Tanaka: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **63A** (1997), 2298.
- 17) P.G.Forrest and K.B.Armstrong: *J. Inst. Met.*, **94** (1966), 204.
- 18) W.L.Mankins, J.C.Hosier and T.H.Bassford: *Metall. Mater. Trans.*, **5** (1974), 2579.
- 19) H.Onodera, Y.Ro, T.Yamagata and M.Yamazaki: *Tetsu-to-Hagané*, **71** (1985), 85.