

Ni基超合金 Alloy718の高温疲労における内部破壊

小林 一夫*・山口 弘二*・早川 正夫*・木村 恵*

Internal Fracture of Nickel-base Alloy718 in High Temperature Fatigue

Kazuo KOBAYASHI, Koji YAMAGUCHI, Masao HAYAKAWA and Megumi KIMURA

Synopsis : We investigated the fatigue properties at high temperatures of fine grain and coarse grain nickel-base Alloy718.

In the fine grain material, the fatigue strength normalized by the tensile strength was 0.51 at 10^7 cycles. In contrast, the fatigue strength of the coarse grain material was 0.32 at the same cycles, although the fatigue strengths in the range from 10^3 to 10^5 cycles are the same for both materials.

The fracture appearances fatigued at around 10^6 cycles showed internal fractures originating from the flat facets of austenite grains for both materials. The difference in fatigue strength at 10^7 cycles between the fine and coarse grain materials could be explained in terms of the sizes of the facets from which the fractures originated.

Key words : nickel-base Alloy718; fatigue; high-temperature; internal fracture; facet.

1. 緒言

Ni基 Alloy718は、 γ' (Ni₃Nb)などの析出物を分散強化させた超合金で、高温強度が高く、加工性や溶接性などにも優れている¹⁾。そのため、構造用耐熱材料として広く用いられている。

Alloy718は、国産ロケット H-IIAのエンジン用主要構造材料としても用いられている²⁾。この材料は、製造履歴、熱処理条件等の違いによって結晶粒サイズなどの微細組織に違いが生じ、その結果、材料強度特性に影響を及ぼす。この影響を明らかにしておくことは、工学的に重要である。

物質・材料研究機構(NIMS)では、宇宙開発事業団(NASDA)、材料メーカ、ファブリーケータと協力して、国産ロケット材料の基礎的な強度特性データ³⁾の整備に着手した。

本研究は、データシートの一環として行った Alloy718の結果と、過去に国際共通試験^{4,5)}で実施した結果を合わせて、Alloy718の高温疲労強度を検討したものである。具体的には、オーステナイト結晶粒が異なる2種類の Alloy718について、高温疲労強度に及ぼす結晶粒度依存性を破壊機

構の観点から検討したものである。

2. 供試材と実験方法

2.1 供試材料

供試材は、Table 1に示す細粒材と粗粒材、2種類の Alloy718である。化学成分はほとんど同じで、溶体化温度(960°Cと1045°C)の違いによって結晶粒の大きさが異なったものと思われる。両材の金属組織写真をFig. 1に示す。両材の粒径は、細粒材が約10~20 μm 、粗粒材が約100~200 μm 程度である。両材の高温引張強度をTable 2に示す。

2.2 試験方法

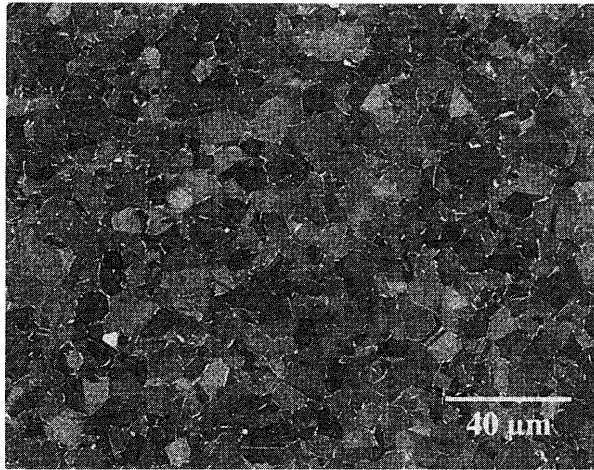
疲労試験は、油圧サーボ型疲労試験機を用いて、軸荷重制御により応力比-1の正弦波で行った。周波数は10Hzである。試験片形状は、直径3mmで平行部長13mmの円筒型である。試験片の加熱には、電気抵抗炉を用いた。細粒材の試験温度は、国際共通試験^{4,5)}と合わせるため550°Cで行い、粗粒材は宇宙材料強度データシートの試験として600°Cで行った。10⁷サイクル以上の繰返し数負荷で破断

Table 1. Chemical composition (mass%) and heat treatment conditions.

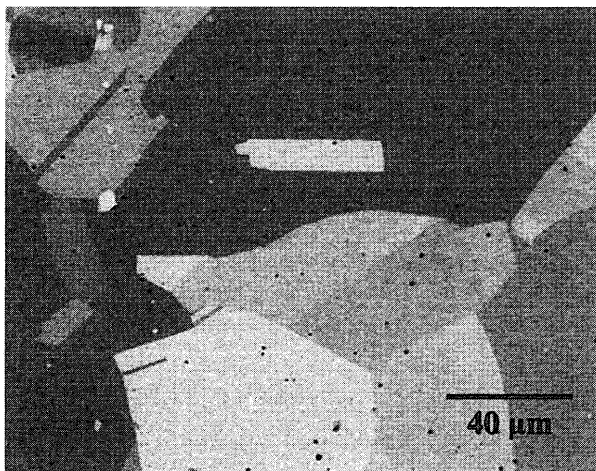
Material	C	Si	S	P	Mn	Ni	Cr	Mo	Fe	Cu	Co	Ti	Nb	Al	Ta
Fine grain material	0.023	0.03	0.0017	0.002	0.03	52.3	18	3.18	19.5	0.005	0.02	0.98	5.35	0.49	--
Coarse grain material	0.032	0.09	0.0001	0.006	0.12	53.6	18.64	2.95	18.05	0.04	0.15	1.02	5.11	0.479	0.017

Fine grain material : 960°C/1h(AC)+720°C/8h(FC)+620°C/8h(AC)

Coarse grain material : 1045°C/1h+(720°C/8h+620°C/10h)X2



(a) Fine grain material.



(b) Coarse grain material.

Fig. 1. Microstructure of materials used.

Table 2. Tensile properties of materials used.

Material	Temperature (°C)	0.2% proof stress (MPa)	Tensile stress (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
Fine grain material	550	1042	1212	20.6	50.6
Coarse grain material	600	956	1089	21.0	56.2

しなかった場合は、試験を終了し打ち切りデータとした。なお、細粒材については国際共通試験^{4,5)}で実施したひずみ制御高温低サイクル疲労試験データ^{4,5)}も採用した。

疲労試験後、電界放射型走査電子顕微鏡(FE-SEM)で破面および断面を詳細に観察した。

3. 実験結果

3.1 S-N 曲線

Fig. 2 に両材の疲労試験結果を S-N 線図で示す。なお、両材で試験温度が異なるため、縦軸の疲労強度は、応力振

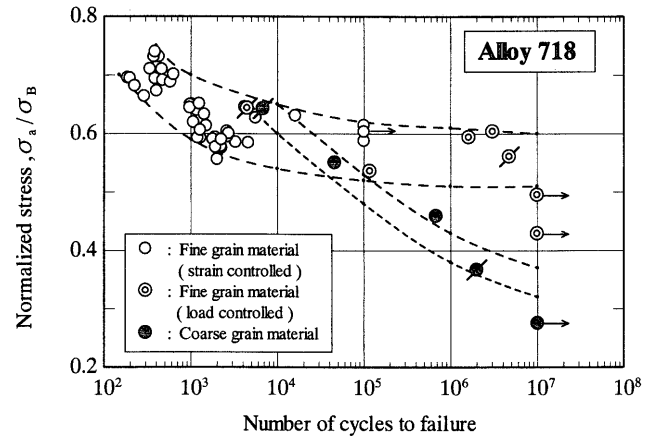


Fig. 2. Fatigue strengths of fine and coarse grain materials.

幅 σ_a をそれぞれの温度における引張強度 σ_B で規格化した。細粒材については、荷重制御疲労試験データ (図中○印) に加え、ひずみ制御疲労試験で得られた低サイクルデータ (図中●印) を寿命中期の代表的応力振幅を用いてプロットした。そのため、低サイクル域から高サイクル域までを一本の滑らかな疲労寿命曲線で表せた。

Fig. 2 から、細粒材の 10^7 サイクルにおける規格化した疲労強度は、下限値で 0.51 であった。この値は、多くの鉄鋼材料が引張強度の半分、0.5 である⁶⁾ こととほぼ一致する。一方、粗粒材は、 10^3 から 10^4 サイクル域では細粒材とほぼ同じ疲労強度を示すが、 10^5 サイクル以降で急激に低下している。 10^7 サイクルにおける規格化した疲労強度は下限値で 0.32 となり、細粒材に比べて大きく低下した。

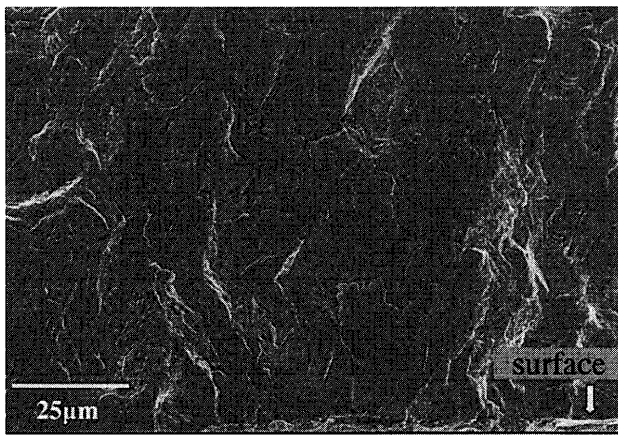
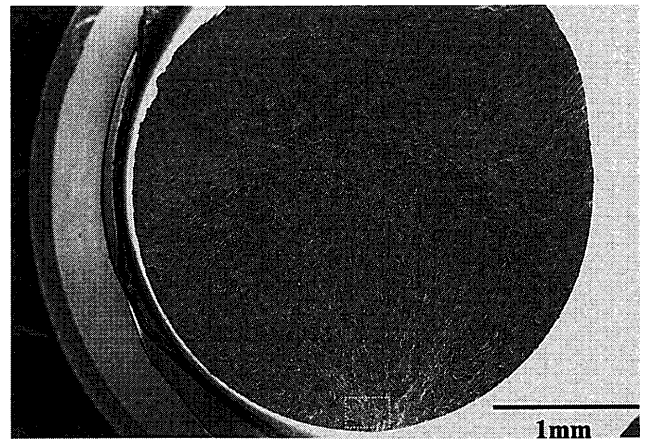
3.2 疲労破面観察

Fig. 2 の S-N 曲線上に / 印を添えて示した 10^3 サイクル域および 10^6 サイクル域で破断した両材の破面観察結果を Fig. 3 から Fig. 5 に示す。Fig. 3 は、 10^3 サイクル域で破断したもので、両材とも試験片表面から疲労き裂が発生している。さらに、き裂が成長し内部に入ると、破面は明瞭なストライエーションを伴う粒内破壊を示していた。

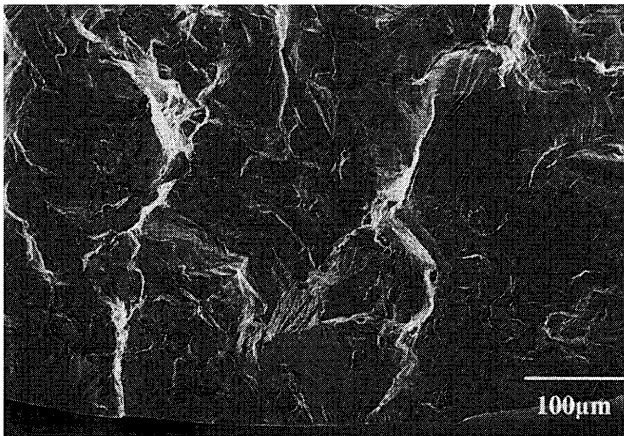
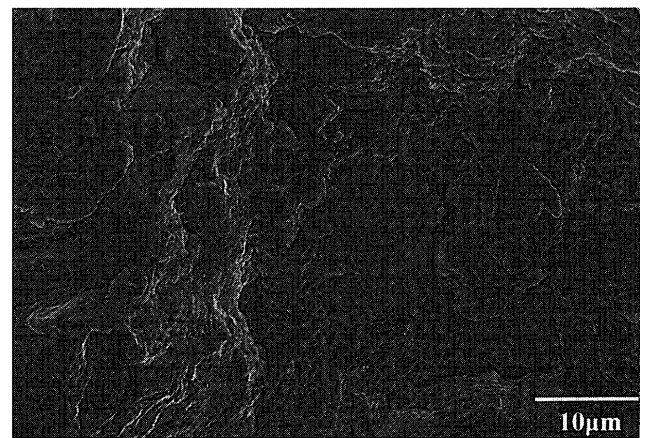
Fig. 4 および Fig. 5 は、 10^6 サイクル域で破断したそれぞれの材料の破面である。低倍率の写真から疲労き裂の起点部がわかり、起点部を拡大すると、両材とも試験片表面から内部に少し入ったところに平坦に見えるファセットが見られる。このファセットの大きさは、各材料の結晶粒サイズとほぼ一致している。ファセット上には、非金属介在物のようなものは発見できなかった。

ファセットの結晶組織学的検討をするため、ファセットの大きい粗粒材の破断試験片の起点部を、円周表面から内部に向かって徐々に研磨してゆき、ファセットを横切る縦断面試料を作製して FE-SEM で観察した。Fig. 6 に、研磨後の破面写真とその位置に対応した縦断面の組織写真を示す。

Fig. 6 から、疲労き裂の起点部の大きなファセットは、

(a) Fine grain material. ($N_f = 4.48 \times 10^3$ cycles)

(a) Initiation site.

(b) Coarse grain material. ($N_f = 6.82 \times 10^3$ cycles)

(b) High-magnificent image.

Fig. 3. Fracture surfaces fatigued in low-cycle region.

荷重軸に対して45度の傾きを持っている。さらに、その近傍にも、さまざまな大きさのファセットが見られる。その中の右側にある小さなファセットに対応した断面組織には、き裂面に平行な焼鈍双晶が見られることから、ファセットは(111)面であると推定できる⁷⁾。

4. 考察

破面観察の結果から、Alloy718の疲労破壊の起点は、両材とも 10^3 サイクル程度の低サイクル域では、通常の疲労破壊である表面であり、その後の伝播は粒内であったため、疲労強度の差異は大きく現れなかったと考えられる。しかし、 10^6 サイクルの高サイクル域では、Fig. 6の写真などから(111)のすべり面がすべり分離した内部欠陥であると考えられた。この内部欠陥は、起点近傍に複数形成されていたが、その中で最も大きい欠陥が疲労き裂の起点になっていた。細粒材でも同様の破壊形態が観察され、Fig. 4(b)のように 10^6 サイクルで内部破壊を示していた。このようなすべり分離による欠陥が、なぜ通常の疲労破壊のような表

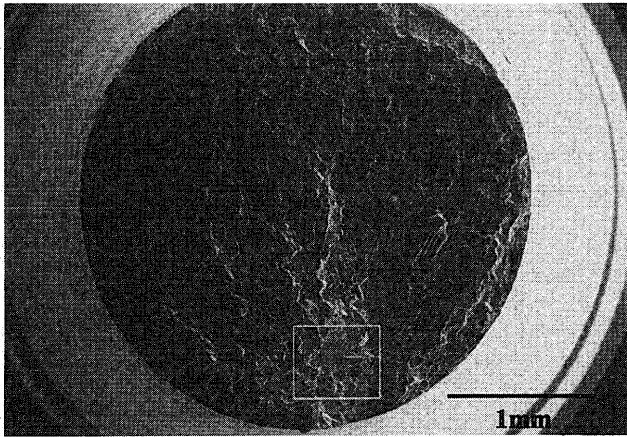
面ではなく、内部で形成されたのかは今のところ不明である。高強度鋼のフィッシュアイ疲労破壊（内部破壊）においても、繰返し引張・圧縮下で表面から少し内部に入った最大の非金属介在物が起点となっている。

非金属介在物などの内部欠陥の寸法から疲労限を推定する式として、村上⁸⁾は次式を提案している。

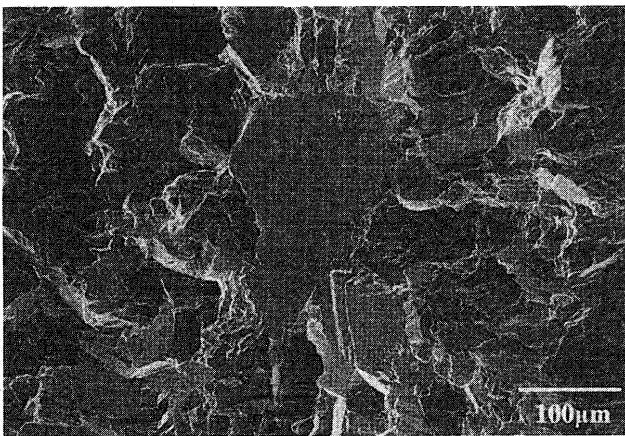
$$\sigma_w = 1.56(Hv + 120)/(\sqrt{\text{area}})^{1/6} \dots \dots \dots (1)$$

ここで、 σ_w は疲労強度、Hvはヴィッカース硬さ、 $\sqrt{\text{area}}$ は欠陥を荷重軸に垂直に投影する面積の平方根である。式(1)は、疲労強度が硬さのような機械的特性に比例し、欠陥の大きさ（投影面積）の平方根の1/6乗に反比例することを意味している。

今回、細粒材および粗粒材とも起点はすべり面がすべり分離した内部欠陥であるが、非金属介在物を起点とする村上⁸⁾の疲労強度評価式を用いて、粗粒材と細粒材の疲労強度の違いを評価してみる。ただし、高温の硬さは、Table 2の高温引張強度が両材で大きな違いがないことから、等しいと仮定する。Fig. 4(b)とFig. 5(b)に示した粒内ファセットの面積を求めると、細粒材が $1.2 \times 10^2 \mu\text{m}^2$ で粗粒材が



(a) Initiation site.



(b) High-magnificent image.

Fig. 5. Fracture surface for the coarse grain material.

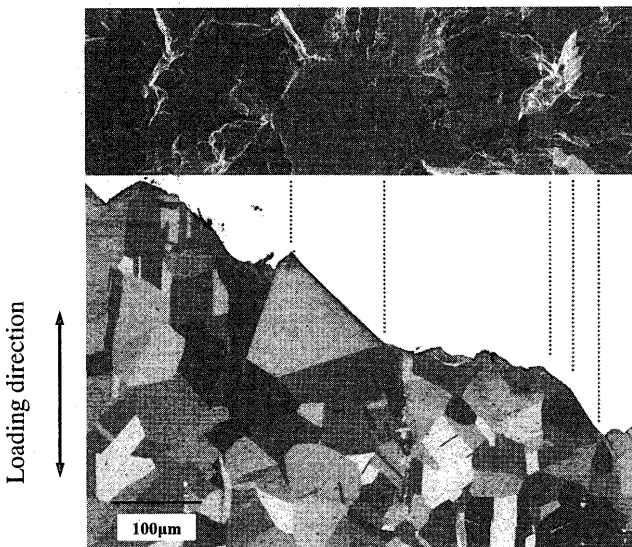


Fig. 6. Fracture surface and cross-section at crack initiation site.

$2.5 \times 10^4 \mu\text{m}^2$ となった。式(1)を用いて粗粒材と細粒材の疲労強度の比を、ファセット面積の平方根の1/6乗の比から計算すると0.64となる。一方、Fig. 2に示したS-N曲線から求めた疲労強度の比は0.63(=0.32/0.51)となり、式(1)から求めた値とよく一致した。このことから、粒内ファセットは試験中に発生した内部欠陥として働き、非金属介在物と同様に疲労破壊の起点となって高サイクル疲労強度を低下させたと考えられた。

このようなAlloy718を用いて部材の疲労設計する場合には、細粒に熱処理したもののほど長期疲労強度の点からは有利であるといえる。

5. 結言

オーステナイト結晶粒が異なる2種類のNi基超合金Alloy718について、高温疲労特性を調べ、粒度依存性について検討した。得られた結果は、以下のとおりである。

(1) 細粒材の疲労寿命特性は、低寿命域の 10^2 サイクルから 10^7 サイクルの長寿命域まで一本の滑らかな曲線で表せた。 10^7 サイクルにおける疲労強度は、引張強度比で約0.51であった。

(2) 粗粒材の疲労強度は、 $10^3 \sim 10^4$ サイクル域では、細粒材とほぼ同じであったが、 10^5 サイクル以降で顕著に低下した。 10^7 サイクルにおける疲労強度は、引張強度比で0.32と低くなった。

(3) 10^6 サイクル域での破壊形態は、両材とも内部破壊を呈し、起点は結晶粒サイズの平坦なファセットであった。

(4) 粒内ファセットが疲労き裂の起点となることから、欠陥を起点とする疲労強度の評価式(村上の式)で、粗粒材と細粒材の疲労強度の違いを説明できた。

文 献

- 1) R.Cozar and A.Pineau: *Metall. Trans.*, **4** (1973), 47.
- 2) Aerospace Material Specification AMS 5663J, The Engineering Society for Advancing Mobility Land Sea Air and Space, Warrendale, (1997), 1.
- 3) NIMS Space Use Materials Strength Data Sheet Nos. 0, 1, 2, National Institute for Materials Science, Tsukuba, (2003).
- 4) M.Kitagawa and K.Yamaguchi: *Tetsu-to-Hagané*, **78** (1992), 1434.
- 5) M.Kitagawa, K.Yamaguchi, Y.Fukuda, R.Komine and H.Hirata: *ISIJ Int.*, **33** (1993), 817.
- 6) S.Nishijima, A.Ishii, K.Kanazawa, S.Matsuoka and C.Masuda: NRI Material Strength Data Sheet Technical Document, No.15, National Research Institute for Metals, Tokyo, (1989), 53.
- 7) D.マックリー著, 田中 実, 米谷 茂, 布村成具訳: 金属の機械的性質, 共立出版, 東京, (1970), 89.
- 8) Y.Murakami: *Metal Fatigue—Effects of Small Defects and Non-metallic Inclusions—*, Elsevier, Oxford, (2002), 75.