単結晶 Ni 基超合金のクリープにおけるひずみ軟化

笥 幸次¹ 高橋 智²

¹東京都立科学技術大学工学部機械システム工学科
²東京都立大学大学院工学研究科機械工学専攻

J. Japan Inst. Metals, Vol. 68, No. 8 (2004), pp. 611-614
© 2004 The Japan Institute of Metals

Strain Softening in Creep Deformation of Single-Crystal Ni-Based Superalloy

Koji Kakehi¹ and Satoru Takahashi²

¹*Dept. of Mechanical Engineering, Tokyo Metropolitan Institute of Technology, Hino 191-0065*
²*Dept. of Mechanical Engineering, Tokyo Metropolitan University, Hachioji 192-0397*

The creep strength of single crystals of Ni-base superalloys has been interpreted in terms of the Schmid factors and multiplicity of {111}<112> type slip systems in the intermediate temperature ranges. {111}<112> type slip greatly decreases creep rupture life even in the third generation alloys which contain Rhenium by strain softening. Therefore, it is very important to investigate strain softening behavior of Ni-based superalloys to put advanced superalloys to practical application. The purpose of the present investigation is to study the strain softening in the creep deformation and to understand the resultant changes of creep behaviors on each orientation. It was found that strain softening was occurred by <112> viscous slip and deformation twinning in the [001] and [011] orientations, respectively, and that there was incubation period prior to strain softening. In the [111] creep, strain softening was not observed because it is very difficult for dislocations to cut the precipitates.

(Received May 20, 2004; Accepted June 28, 2004)

Keywords: single crystal, nickel-based superalloy, stain softening, creep, {111}<112> slip systems, intermediate temperature, crystallographic orientation

1. 緒 言

700℃ から 800℃ にかけての中温度域において、単結晶 Ni 基超合金のクリープ強度の異方性は{111}<112>すべり系の活動により説明することができ¹⁻³⁾、このすべり系の活動により生じる結晶塑性異方性によりそのクリープ挙動は大きく変化する^{4,5)}。特に、クリープの初期段階において{111}<112>すべりが活動すると、ひずみ軟化が生じクリープ強度が著しく低下する。このひずみ軟化により、航空機のタービン動翼の空冷孔付近では過大な応力が発生する⁶⁾。また、Re 添加量の高い先進超合金でもひずみ軟化によりクリープ寿命が著しく低下することから⁷⁾、単結晶 Ni 基超合金に特有のクリープ初期において観察されるひずみ軟化現象について明らかにすることは、タービン動翼の空冷孔付近で生じる過大な応力の解析、先進単結晶超合金の実用化という観点からも重要である。そこで、本研究では、顕著な{111}<112>すべりを生じる合金を用いて、ひずみ軟化の応力依存性について

明らかにした。

2. 実 験 方 法

供試材の化学組成を Table 1 に示す。この合金をブリッジマン法により単結晶化した。背面反射ラウエ法による方位解析の後、この単結晶インゴットから所定の方位のクリープ試験片をワイヤ放電加工機により切り出した。試験片は、平行部寸法 2.7 mm×3.0 mm×18.5 mm の肩付き試験片である。1150℃ で 5 h のひずみとり焼きなましを行った後、1255℃ で 10 h の溶体化熱処理を施し空冷した。溶体化処理後、1100℃ で 10 h の 1 段階時効熱処理により γ' 粒子径を 0.44 μm に調整した。マトリックスチャネル中に微細な 2 次析出粒子を分散させるために、時効熱処理後急冷した。クリープ試験は、この合金のピーク温度付近の 700℃ で行った。クリープ試験は、公称負荷応力 740~900 MPa で行った。初期応力負荷方位は標準ステレオ三角形の頂点の[001]、[011]、[111]方位とした。

Table 1 Chemical composition.

	Cr	Mo	Co	W	Ta	Ti	Al	Si	V	Ni
mass%	10.11	2.50	9.97	0.04	0.07	4.75	5.73	>0.01	0.93	Bal.
atomic%	10.55	1.41	9.18	0.01	0.02	5.38	11.52	>0.01	0.90	Bal.

3. 実験結果

3.1 時効熱処理後の組織

時効熱処理後の試料の γ' 粒子の形状は、立方体形で、粒子径は $0.44\ \mu\text{m}$ であった。Fig. 1 に示すように、立方体状析出粒子の間の γ チャンネル中には微細な 2 次析出粒子が観察された。

3.2 主要 3 方位におけるクリープ試験

Fig. 2 にクリープ試験の結果を示す。[001]方位では(Fig. 2(a)), 780 MPa 以上の負荷応力において異常に大きな 1 次クリープ域が観察された。負荷応力が増加すると 1 次クリープひずみが大きくなった。[011]方位では, Fig. 2(b) に示すように, 740 MPa まで応力を下げるとクリープ破断寿命は大幅に長くなったが, これはクリープひずみの潜伏期間が大幅に増加したためである。[$\bar{1}11$]方位では(Fig. 2(c)), 負荷応力は最大で 900 MPa であり, [001]および[011]に比べて大きいにもかかわらず極めて高いクリープ変形抵抗を示した。しかし, いずれの応力でも破断延性が低いため寿命はそれほど長くない。クリープ曲線が負荷応力 820 MPa のときの主要 3 方位のひずみ-ひずみ速度線図を Fig. 3 に示す。[001]方位ではひずみ軟化後ひずみ硬化した。それに対し, [011]方位はひずみ軟化後ひずみ硬化を生じないため極めて短時間で破断した。[001]および[011]方位はひずみ軟化が観察されるのに対し, [$\bar{1}11$]方位では, ひずみ軟化がみられなかった。この結果, すべてのひずみの範囲で[$\bar{1}11$]方位のクリープ速度は[001]および[011]方位に比べ小さくなった。

[011]方位と[001]方位のそれぞれのひずみ軟化において, その直前にひずみの潜伏期間が観察されたが, [$\bar{1}11$]方位において潜伏期間はみられなかった。[011]方位と[001]方位における潜伏時間と応力との関係を Fig. 4 に示す。[001]方位に比べ, [011]方位では 780 MPa 以下の低応力域で応力依存性が大きいことが分かる。Fig. 5(a)に[001]方位のクリープひずみとクリープ速度との関係を示す。いずれの応力でも, クリープ初期から顕著なひずみ軟化が見られ, 異

Fig. 1 The microstructure after aging heat treatment at 1100°C for 10 h.

Fig. 2 Influence of stress on creep curves of (a) [001], (b) [011] and (c) [$\bar{1}11$] oriented specimens.

Fig. 3 Relationship between creep strain and creep rate of crystals of three major orientations at 820 MPa.

Fig. 4 Comparison of incubation period between [001] and [011] orientations.

Fig. 5 (a) Relationship between creep strain and creep rate, and (b) stress dependence of primary creep strain in the [001]-oriented specimen.

常に大きな 1 次クリープひずみがひずみ軟化により生じていることが分かる。一般的には、1 次クリープとは、定常域に至る以前のひずみ硬化領域をいうが、単結晶超合金ではこのひずみ軟化領域を含めて 1 次クリープ領域と呼ぶ^{1,2)}。いずれの応力でも、このひずみ軟化後あるひずみ量に達すると急激にひずみ硬化した。この遷移点に対応するひずみの量は、応力が高くなるほど大きくなり、結果として、Fig. 5

Fig. 6 (a) Stress dependence of secondary creep rate in the [001] orientation and (b) comparison with [111] orientation.

(b)に示すように応力が高くなると 1 次クリープひずみ量も大きくなった。[001]方位における 2 次クリープ速度と応力との関係を Fig. 6(a)に示す。図中の有効応力 (Effective Stress) とは、1 次クリープひずみによる断面減少を補正した応力である²⁾。応力指数は 12.5 と、析出強化合金特有の大きな値となった。[111]方位と[001]方位との比較を Fig. 6(b)に示す。[001]方位は全領域が加速クリープ域であり定常クリープはみられなかったため、図には[111]方位と[001]方位の結果のみ示した。[111]方位の 2 次クリープ速度は[001]方位に比べてすべての応力で低く、データのばらつきが大きい。

4. 考 察

[001]方位と[011]方位において明確なひずみ軟化がみられた (Fig. 3)。この合金の[001]方位では(111)[112]すべりによる広範囲にわたる γ/γ' 組織のせん断が生じ、大きな 1 次クリープひずみが生じる³⁾。これまでに、(111)[112]すべりに関して、詳細な観察が行われてきた。[001]方位付近のクリープにおいて、 γ チャンネル中の $a/2\langle 112 \rangle$ 転位対が γ' 粒子をせん断する⁸⁻¹¹⁾。この 2 本の $a/2\langle 112 \rangle$ 転位は、 γ' 粒子内では intrinsic/extrinsic 積層欠陥対を挟む 3 つの $a/6\langle 112 \rangle$ Shockley 転位対 (super-Shockley 転位¹²⁾) に分解している^{13,14)}。このすべりは、正味のバーガースベクトルが $a\langle 112 \rangle$ の粘性すべり¹⁴⁾である。すなわち、この合金でも(111)[112]すべりが生じることから^{3,15)}、[001]方位でのひずみ軟化は、 $a\langle 112 \rangle$ 粘性すべりにより生じたものである。

この方位では、ひずみ軟化後、あるひずみ量でひずみ硬化する。これは、ひずみ増加に伴い界面転位網が形成され $a\langle 112 \rangle$ 転位による γ' 粒子のせん断が阻止されクリープ抵抗が増加するためと考えられる³⁾。

[011]方位においてもひずみ軟化がみられた (Fig. 3)。これまでの研究で、この方位では、 γ' 相および γ 相を貫く変形双晶により、見かけ上(111)[$\bar{2}11$]すべりが生じることが明らかになっている³⁾。変形双晶 (mechanical twin) は、通常、高速荷重負荷 (shock loading) や極低温などの限られた条件下で、bcc および hcp 金属中で生じる。活動可能なすべり系を多く有する fcc 金属においては、特殊な場合を除いては、双晶変形は主たる変形メカニズムにはならない。しかし、何らかの理由ですべり系が拘束された場合、および、双晶形成に必要な応力がすべり変形に対する臨界分解せん断応力より低くなったときに双晶が発生する¹⁶⁾。強化相である γ' 粒子の強度は 650~800°C のピーク温度まで上昇する^{17,18)}。ピーク温度付近で双晶形成に必要な応力がすべり変形に対する臨界分解せん断応力を下まわったために、この合金では特異な双晶変形が生じたのであろう。Ni 基超合金における変形双晶については、Kear⁸⁾ と Guimier and Strudel¹⁹⁾ が、それぞれ形成の過程のメカニズムを示している。[011]方位では潜伏期間に及ぼす応力の影響は大きかった (Fig. 4)。潜伏期間は、双晶転位が形成されるまでの時間であることから¹⁶⁾、双晶転位を形成するのに要する γ/γ' 界面で転位増殖および相互反応がクリープ負荷応力の影響を顕著に受けることを示している。一旦双晶転位が形成されると、双晶の厚みが急速に増しひずみ速度が急激に大きくなる。さらに、[011]方位は、 $\{111\}\langle 112 \rangle$ すべり系が活動するとき二重すべり方位であるが、一度どちらかのすべり系が活動すると、そのすべり系のシュミット因子が大きくなり単一すべりとなるため、Fig. 2(b)に示すように、ひずみ硬化せず短時間で破断したものと考えられる。

[001]および[011]方位では、明らかなひずみ軟化がみられたのに対し、 $[\bar{1}11]$ 方位ではみられなかった (Fig. 3)。これは、 $[\bar{1}11]$ 方位では、[001]および[011]方位とは異なり $\{111\}$ 面上のすべり系に対するシュミット因子が小さいため、転位が γ' 粒子をせん断することが困難になり、 γ チャンネル中を転位が迂回運動し相互作用でひずみ硬化するためである。 $[\bar{1}11]$ 方位の迂回メカニズムによるクリープは以下に述べる因子より成り立っている。(1) $\{100\}\langle 110 \rangle$ すべりに対するシュミット因子が 0.4714 と高く、 γ' 粒子が 3 次元的に規則正しく配列しているため、界面上をらせん転位がすべることにより、立方体すべり (cube slip) が活動する²⁰⁾。(2)らせん転位は、2つの $\{111\}$ すべり面上を繰り返して交差すべりすることにより、薄い γ チャンネル中をすべり運動する^{20,21)}。(3) γ チャンネルは 3つの $\{001\}$ 面に沿って配列しているため、 $[\bar{1}11]$ 方位では、応力軸に対して対称性が高く、3つ型の γ チャンネルに対して等しく高い応力が働く²⁰⁾。(4)(111)面上を $[\bar{1}10]$ 方向と $[\bar{1}01]$ 方向にすべる共面すべりにより変形が進む²²⁾。しかし、この試験で用いた 1 段階時効材では、2 次析出 γ' 粒子が、 γ チャンネル中に微細に析出しており (Fig. 1)、 γ チャンネル中の転位のすべり運動の障害となるため、クリープ

速度および応力の影響とも小さくなった (Figs. 2(c) and 3) と考えられる。

5. 結 言

(1) [001]方位のクリープでは、正味のバーガースペクトルが $a\langle 112 \rangle$ の粘性すべりに起因するひずみ軟化により異常に大きな 1 次クリープが生じる。負荷応力が増加すると、1 次クリープひずみが大きくなった。

(2) [001]方位では、ひずみ軟化後ひずみ硬化し 2 次クリープに遷移する。2 次クリープの応力指数は 12.5 と析出強化合金特有の大きな値となった。

(3) [011]方位のクリープでは、変形双晶によりひずみ軟化が生じ、破断までひずみ軟化が続く。負荷応力が低下すると双晶転位が形成されるまでの潜伏期間が長くなった。

(4) $[\bar{1}11]$ 方位ではクリープでは、 $\{111\}$ 面上のせん断応力が小さく、 γ' 相のせん断が困難なため、ひずみ軟化は生じない。結果として、変形抵抗が大きくなり、クリープ強度の応力依存性は小さくなった。

文 献

- 1) G. R. Leverant and B. H. Kear: Metall. Trans. **1** (1970) 491-498.
- 2) R. A. MacKay and R. D. Maier: Metall. Trans. A **13A** (1982) 1747-1754.
- 3) K. Kakehi: Metall. Mater. Trans. A **30A** (1999) 1249-1259.
- 4) P. Caron, Y. Ohta, Y. G. Nakagawa and T. Khan: *Superalloys 1988*, (The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1988) pp. 215-224.
- 5) P. Caron and T. Khan: *Strength of Metals and Alloys*, (Pergamon Press, 1989) pp. 893-898.
- 6) D. W. MacLachen and D. M. Knowles: Fatigue Fracture Engineering Materials Struct **25** (2002), 399-409.
- 7) C. M. F. Rae, K. Kakehi and R. C. Reed: Proc. of 7th Liege Conference of Materials for Advanced Power Engineering, Liege (Belgium), 2002, pp. 207-216.
- 8) B. H. Kear: *Order-Disorder Transformations in Alloys*, ed. by H. Warlimont, (Springer (Verlag Berlin Heidelberg, New York) pp. 440-474.
- 9) C. M. F. Rae, N. Matan and R. C. Reed: Mater. Sci. Eng. **A300** (2001) 125-134.
- 10) G. R. Leverant and B. H. Kear: Metall. Trans. **1** (1970) 491-498.
- 11) B. H. Kear, J. M. Oblack and A. F. Giamei: Metall. Trans. **1** (1970) 2477-2486.
- 12) J. Courbon, F. Louchet, M. Ignat, J. Péissier and P. Debrenne: Philos. Mag. Letters **63** (1991) 73-78.
- 13) B. H. Kear, A. F. Giamei, G. R. Leverant and J. M. Oblack: Scr. Metall. **3** (1969) 123-130.
- 14) B. H. Kear, A. F. Giamei, G. R. Leverant and J. M. Oblack: Scr. Metall. **3** (1969) 455-460.
- 15) K. Kakehi: Metall. Mater. Trans. A **31A** (2000) 421-430.
- 16) G. E. Dieter: *Mechanical Metallurgy*, 3rd ed., (McGraw-Hill Book Co., New York, NY, 1986) pp. 132-135.
- 17) S. M. Copley and B. H. Kear: Trans. TMS-AIME **239** (1967) 977-984.
- 18) S. M. Copley and B. H. Kear: Trans. TMS-AIME **239** (1967) 984-992.
- 19) A. Guimier and J. L. Strudel: Proceedings of the Second International Conference on the Strength of Metals & Alloys, ASM **3** (1970) 1145-1149.
- 20) V. Sass, U. Glatzel and M. Feller-Kniepmeier: Acta Metall. Mater. **44** (1970) 1967-1977.
- 21) R. Vökl, U. Glatzel and M. Feller-Kniepmeier: Scr. Metall. Mater. **31** (1994) 1481-1486.
- 22) P. Caron, T. Khan and Y. G. Nakagawa: Scr. Metall. **20** (1986) 499-502.