Inconel 718 の機械的特性に及ぼす熱処理の影響

林 啓介* 笥 幸次

首都大学東京大学院理工学研究科機械工学専攻

J. Japan Inst. Metals, Vol. 74, No. 8 (2010), pp. 501-507
© 2010 The Japan Institute of Metals

Effect of Heat Treatment on Mechanical Properties of Inconel 718

Keisuke Hayashi* and Koji Kakehi

Department of Mechanical Engineering, Graduate School of Science and Engineering, Tokyo Metropolitan University, Tokyo 192-0397

The effect of γ'' (Ni_3Nb) particle size on the mechanical properties and deformation mechanism of Inconel 718 was investigated. In this study, two kinds of aging heat treatment were used to obtain different γ'' particle size. The effect of γ'' size on the tensile/compressive proof, creep and fatigue strengths at 24°C and 650°C were studied. When the average size of γ'' particle was 18 nm, they were considered to be sheared by the group of $1/2\langle 110 \rangle$ dislocations during tensile deformation. When the average size of γ'' particle was 42 nm, the tensile deformation was occurred by the passage of deformation twins at 650°C. The creep and fatigue strengths were considered to be decreased as the deformation mechanism changed from dislocation's shearing of γ'' particle to deformation twins. The tension/compression anisotropy in single crystal Ni-base superalloys has been reported when the deformation twin is observed. However, in the polycrystalline Inconel 718, in spite of existence of the deformation twin, the anisotropy in yield strengths was not observed.

(Received December 28, 2009; Accepted April 13, 2010)

Keywords: Inconel 718, aging treatment, creep, fatigue, tension/compression anisotropy

1. 緒 言

析出強化型合金である Inconel 718 はジェットエンジンディスク材や、溶接性の良さからロケットエンジン等の航空宇宙構造材として現在幅広く使用されている¹⁾。析出強化相として γ'' 粒子 (Ni_3Nb) および γ' 粒子 (Ni_3Al) が析出するがその体積率は 4:1 であるため²⁾、Inconel 718 の機械的強度は γ'' 粒子の粒径に強く依存する。しかし強化相である γ'' 粒子が D_{022} 構造であり γ 母相内に 3 種類のバリエーションの γ'' 粒子が析出することなどから、変形機構は複雑であるため不明な点が多い³⁾。また Ni 基超合金の単結晶は、変形双晶により特異な引張/圧縮塑性異方性を有する^{4,5)}。一方、変形双晶が形成される多結晶合金における引張/圧縮塑性異方性については明確されていない。そこで本研究では、2 種類の時効熱処理を施し γ'' 粒子のサイズを変化させ、引張、圧縮、クリープおよび疲労強度を調べ、 γ'' 粒子径が機械的特性に及ぼす影響を調べることで、Inconel 718 の変形メカニズムについて検討することを目的とした。

2. 実 験 方 法

本研究では供試材として溶解鍛造合金 Inconel 718 を用いた。Table 1 に供試合金の化学組成を示す。試験片は受入材より切出し後、異なる 2 種類の時効熱処理を施した。すなわち、共通の溶体化処理 982°C/1 h (水冷) を施した後、時効処理として、718°C/8 h (炉冷; 37.8°C/h) + 621°C/8 h (空冷) の熱処理 A および 750°C/24 h (空冷) の熱処理 B を施した試験片を試験に供した。試験片の形状を Fig. 1 に示す。引張試験は 24°C および 650°C、圧縮試験は 24°C のみで行った。クリープ試験は 650°C にて 550 MPa の定荷重、疲労試験は 650°C において荷重制御により、周波数 $f=25$ Hz、応力比 $R=0.1$ にて行った。

3. 実 験 結 果

3.1 熱処理後の組織

Fig. 2 に受入材および熱処理後の SEM 組織を示す。平均

Table 1 Chemical composition of Inconel 718 (mass%).

Ni	Cr	Nb + Ta	Mo	Ti	Al	Co	Mn	Cu	C	Si	B	Fe
53.29	17.71	5.27	2.96	0.96	0.48	0.44	0.05	0.02	0.026	0.05	0.0026	Bal

* 首都大学東京大学院生 (Graduate Student, Tokyo Metropolitan University)

結晶粒径は受入材，熱処理 A 材および熱処理 B 材の全ての試料で約 $25\ \mu\text{m}$ であり，いずれの熱処理でも結晶粒成長は見られなかった．また全ての試料において粒界上，双晶境界上および粒内に γ'' 相の変態相である δ 相 (Ni_3Nb) が析出していた．Fig. 3 に粒内の TEM 組織を示す．受入材では γ'' 粒子の析出は見られなかったが，熱処理 A 材および熱処理 B 材では γ'' 粒子が微細に析出しているのが観察された．ただし γ' 粒子については， $[001]$ 入射の回折像において，回折点が γ'' 粒子の回折点と重なる．一般には，楕円状の γ'' 粒子と球状の γ' 粒子というように粒子形状で区別できる可能性があるが，今回得られた TEM 写真では，粒子が微細で γ'' 粒子と γ' 粒子を明確に区別することはできなかった． γ'' 粒子の粒径に関しては形状が楕円状のものだけを選び測定した．その結果 γ'' 粒子の粒径は長軸平均長さがそれぞれ熱処

理 A 材で $18\ \text{nm}$ (Fig. 3(b))，熱処理 B 材では $42\ \text{nm}$ であった (Fig. 3(c))．

3.2 試験結果

Fig. 4 に応力-ひずみ曲線を示す． 24°C の試験では受入材，熱処理 A 材および熱処理 B 材の 0.2% 耐力はそれぞれ $579\ \text{MPa}$ ， $1228\ \text{MPa}$ および $916\ \text{MPa}$ となり熱処理 A 材が一番高い強度を示した．破断伸びに関しては熱処理 A 材および熱処理 B 材ともに約 20% でありほぼ変わらなかった (Fig. 4(a))． 650°C の試験では受入材，熱処理 A 材および熱処理 B 材の 0.2% 耐力はそれぞれ $533\ \text{MPa}$ ， $1008\ \text{MPa}$ および $833\ \text{MPa}$ であり， 650°C においても熱処理 A 材が一番高い強度を示した．破断伸びに関しては，受入材および熱処理 B 材では 24°C の場合とほぼ変わらない値を示した．それに対して，熱処理 A 材は 24°C に比べ，強度が低下したにもかかわらず，破断伸びは約半分まで低下した (Fig. 4(b))．Fig. 5 (a) にクリープ曲線を Fig. 5 (b) にクリープひずみ速度-クリープひずみ線図を示す．熱処理 B 材は熱処理 A 材に比べクリープひずみ速度が大きく，寿命も 57% と大きく低下した．Fig. 6 に $S-N$ 曲線を示す．熱処理 B 材の最大応力 $750\ \text{MPa}$ の試験は $8\ 131\ 042$ サイクルで中断し，矢印で記してある．熱処理 A 材は熱処理 B 材に比べ高い疲労強度を示した．Fig. 7 に 24°C における引張と圧縮の応力-ひずみ曲線を示す．熱処理 A 材および熱処理 B 材ともに，引張と圧縮の 0.2% 耐力はほぼ等しい．

Fig. 1 Shape and dimensions of specimens of (a) tensile test and creep test, (b) compressive test and (c) fatigue test.

Fig. 2 SEM micrographs of (a) as-received billet, (b) heat treatment A and (c) heat treatment B.

Fig. 3 TEM micrographs of (a) as-received billet (BF, BD $\sim$ 011), (b) heat treatment A (DF, BD $\sim$ 001) and (c) heat treatment B (DF, BD $\sim$ 001).

Fig. 4 Stress-strain curves at (a) 24°C and (b) 650°C.

Fig. 5 (a) Creep curves and (b) creep rate-creep strain curves at 650°C.

3.3 試験後の組織

Fig. 8 に熱処理 A 材の試験後の TEM 組織を示す. 引張試験後の組織では転位密度が高いため, 個々の転位を観察す

ることは出来なかった (Fig. 8(a)) が, 明確にすべり面 {111} に沿ったすべり帯が多数観察された. クリープ試験後の組織では, すべり帯は見られなかったが, すべり面 {111} に沿っ

た転位によるせん断が観察された (Fig. 8(b)). また疲労試験後の組織では, 引張試験後の組織と同様にすべり面 $\{111\}$ に沿ったすべり帯が観察された (Fig. 8(c)). Fig. 9 に熱処理 B 材の試験後の TEM 組織を示す. 熱処理 B 材では試験後の全ての組織において, すべり帯は観察されず γ 母相および γ'' 粒子内に変形双晶が観察された.

4. 考 察

γ'' 粒子の変形メカニズムに及ぼす γ'' 粒子のサイズの影響について検討する. 試験温度 650°C においては, γ'' 粒子径

Fig. 6 Influence of aging treatment on $S-N$ curves at 650°C .

Fig. 7 Comparison between the tensile and compressive stress-strain curves at 24°C ; (a) heat treatment A and (b) heat treatment B.

Fig. 8 TEM microstructure of heat-treatment-A specimens after (a) tensile test, (b) creep test and (c) fatigue test under the maximum stress of 1100 MPa . The tests temperature was 650°C . $\text{BD} \sim 011$

Fig. 9 TEM microstructure of heat-treatment-B specimens after (a) tensile test, (b) dark field image of (a), (c) creep test and (d) fatigue test under the maximum stress of 1000 MPa. The test temperature was 650°C. BD~011

が 18 nm であった熱処理 A 材では引張試験、クリープ試験および疲労試験後の組織において転位によるせん断、およびそれに伴うすべり帯が観察された。一方 γ' 粒子径が 42 nm であった熱処理 B 材では引張試験、クリープ試験および疲労試験後の全ての組織において、変形双晶が観察された。また Sundararaman らの研究²⁾では、室温の引張試験において γ' 粒子径が 24 nm を境にして変形メカニズムが転位によるせん断から双晶変形に変化することが報告されている。以上の結果より試験によって多少の差は見られたが γ' 粒子の変形メカニズムは、試験方法および温度によらずその粒子サイズによって大きく二つに整理することが出来る。一つ目は、 γ' 粒子径 18 nm で見られた転位によるせん断であり、二つ目は γ' 粒子径が 42 nm で見られた変形双晶による変形である。Jackson らは⁶⁾、 γ' 析出強化型合金である Udimet 720Li において室温および 600°C にて最大の強度を与える微細 γ' 粒子の最適サイズが存在し、その値はおおよそ 40 nm であり、それを境に変形メカニズムが、相互作用が弱い転位対 (weakly coupled dislocations) によるせん断から転位同士の影響が大きい強い転位対 (strongly coupled dislocations) による切断へと変化することを示している。ほぼ同じ粒子径の γ' 粒子で析出強化される Inconel 718 においても、析出粒子が 20~40 nm 付近を境に変形メカニズムが変化するものと考えられる。まず、粒子径が 18 nm の熱処理 A 材の γ' 粒子の変形メカニズムについて検討する。Fig. 10(a)に γ' 粒子

D0₂₂ 構造を示す。さらに γ 母相内には γ' 粒子 D0₂₂ 構造の c 軸が γ 母相 FCC 構造の [001], [010] および [100] に対して平行となる 3 種類のバリエーションの γ' 粒子が析出することから、それぞれのバリエーションの最密原子面 (111) の模式図を Fig. 10(b)~(d) に示す。ここで [001] をバリエーション I, [100] をバリエーション II および [010] をバリエーション III と定義する。また本来 D0₂₂ 構造は (111) の 6 層の積層から成るが簡略化のため繰返しを除いた 3 層のみを示す。なお本文において指数は、D0₂₂ 構造は FCC 構造を二つ重ねた形であり、 γ 母相との関係性が簡便になることから γ 母相の FCC 構造を基準とする。 γ' 粒子サイズ 18 nm の熱処理 A 材ではすべり帯が観察され、変形メカニズムは転位によるせん断であると考えられる (Fig. 8)。そこでまずバリエーション I のみについて考える。(111) の原子配列を崩さずにせん断することが出来るバーガースベクトルの候補を考えると Table 2 のようになる^{2,7)}。候補 (i), (ii) および (iii) は転位の活動に対し大きなバーガースベクトルおよび大きな逆位相境界 (APB: Anti-phase boundary) 領域を形成するため (iv) の転位運動がバリエーション I にとって最も容易となる。次に他の 2 種類のバリエーションを含む全てのバリエーションの粒子のせん断を考え、そのせん断プロセスを Fig. 11 に示す。バリエーション II およびバリエーション III の粒子においては、候補 (iv) の 2 つの $1/2[110]$ 転位がせん断すると逆位相界面を形成する (Fig. 10(c), (d))。しかし、バリエーション II およびバリエーション III では候補 (ii) のよ

Fig. 10(a) Unit cell of the D0₂₂ structure (γ'' phase-Ni₃Nb) and atomic arrangement on close packed (111) plane of D0₂₂ structure; (b) variant I, (c) variant II and (d) variant III.

Table 2 Candidates for Burgers vectors of the dislocations which can shear the γ'' precipitates without change in atomic arrangement of (111) plane in the D0₂₂ structure.

(i) ; $12 \times 1/6[\bar{1}2\bar{1}]$, $12 \times 1/6[\bar{2}11]$
(ii) ; $4 \times 1/2[01\bar{1}]$, $4 \times 1/2[\bar{1}01]$
(iii) ; $3 \times 1/6[11\bar{2}]$
(iv) ; $2 \times 1/2[\bar{1}10]$

うに $1/2[\bar{1}10]$ 転位が 4 つ切り込むことで元の規則格子に戻る。したがって、 γ 母相および 3 種類全てのバリエーションのせん断を生じさせるのは候補(iv)だけでなく候補(ii)も含めた $1/2\langle 110 \rangle$ 転位 4 つの運動であると考えられる。粒子径が 18 nm の熱処理 A 材では、以上に述べた相互作用が弱い $1/2\langle 110 \rangle$ 転位群によるせん断により変形したと考えられる。

次に熱処理 B 材の変形メカニズムについて検討する。 γ'' 粒子サイズ 42 nm の熱処理 B 材では変形双晶が観察された (Fig. 9)。まずバリエーション I についてのみ考える。双晶変形が生じるメカニズムは、 γ'' 粒子 D0₂₂ 構造の (111) 6 層全てにおいて生じたバリエーション I においては $1/6[11\bar{2}]$ 転位の運動によるものである。変形双晶はこれら双晶転位が支柱転位 (pole dislocation) のまわりを螺旋状に回転して形成される⁸⁾。すなわち、マトリックス中の $1/2\langle 110 \rangle$ 転位間の相互作用により、これらの双晶転位とその支柱となる転位が形成されたものと考えられる。またこの方位への運動は APB を形成することなしに双晶転位がせん断できるため大規模な双晶組織を形成することができると考えられる (Fig. 10(b))。バリエーション I と同様にバリエーション II では $1/6[\bar{2}11]$ 、バリエーション III では $1/6[1\bar{2}1]$ が APB を形成することなく双晶変形できる方位である (Fig. 10(c), (d))。しかし以上のような方位関係であるため同一 (111) 上において 3 種類全てのバリエーションが APB を形成することなく双晶変形するとは考え難い。よって実際には以下のような変形プロセスが働いている

Fig. 11 The dislocation-particle shearing process in three kind of variants. Cross-hatching in the particle indicates the presence of the anti-phase boundary.

Fig. 12 Intergranular fracture surface of heat-treatment-A specimen after tensile test at 650°C.

と考えられる。 $1/6\langle 11\bar{2} \rangle$ 転位が運動することで 3 種類のバリエーションのうち一つは APB を形成することなく双晶変形が可能であり、その結果として大規模な双晶変形へと発達する。しかし残りの 2 つは APB を伴う複合積層欠陥 (CSF: Complex stacking fault) を形成する。したがって APB が生じたまま大規模に発達することは困難であるため微小な変形双晶に留まると考えられる。また双晶は主として γ'' 粒子内で観察され、一部が γ 母相をも貫いている (Fig. 9(a), (b))。応力が負荷されたことにより、まず積層欠陥エネルギーが低い γ'' 粒子内に双晶変形が生じ、その後、積層欠陥エネルギーがより高い γ 母相をも貫いたと考えられる。

上記したように変形メカニズムが γ'' 粒子サイズによって変化する要因として変形双晶の形成プロセスが考えられる。既述したように、変形双晶を形成するためには、マトリックス転位間反応により形成される双晶転位と支柱転位の形成が必要になるが⁸⁾、 γ 母相/ γ'' 粒子界面がそれらの形成サイトになると考えられる。すなわち、 γ'' 粒子が小さい場合には、マトリックス転位が γ'' 粒子を容易にせん断し界面で転位がトラップされにくく、必要な転位反応サイトを提供できないため変形双晶が生じないと考えられる。それに対し、 γ'' 粒子サイズ 42 nm の熱処理 B 材では、 γ'' 粒子が成長することにより転位のせん断に対する抵抗が大きくなり、界面で

転位がトラップされ転位間反応により双晶転位と支柱転位が形成されるため変形双晶が生じたと考えられる。結果として熱処理 B 材は転位のせん断より変形抵抗の低い変形双晶メカニズムに変化したため、降伏強度、クリープ強度および疲労強度等の機械的強度が低下したと考えられる。また引張破断延性において、24°C に比べ 650°C では熱処理 A 材のみ大きく低下したが (Fig. 4)、これは試験片表面から粒界が酸化され、粒界割れ (Fig. 12) を生じたためであると考えられる。

最後に引張/圧縮塑性異方性について検討する。単結晶 Ni 基超合金では、単軸応力下、変形双晶形成の異方性に基づく特異な降伏応力の引張/圧縮異方性が存在する^{4,5,9,10)}。しかし、Inconel 718 多結晶鍛造材では、変形双晶が観察されたにもかかわらず (Fig. 9)、Fig. 7 に示すように熱処理 A 材および熱処理 B 材ともに引張と圧縮の 0.2% 耐力の間に顕著な相違は見られなかった。これは、(1) 多結晶材ではランダムに結晶粒が配向しているため、個々の結晶の塑性異方性が相殺される。(2) 個々の結晶の周囲の結晶粒の拘束により多軸応力下におかれることが要因として考えられる。

5. 結 言

- (1) γ'' 粒径 18 nm の熱処理 A 材では転位によるせん断が

主な変形メカニズムであるのに対し、 γ'' 粒径 42 nm の熱処理 B 材では双晶変形が主な変形メカニズムとなる。

- (2) 変形メカニズムが γ'' 粒子の成長に伴って転位によるせん断から双晶変形へと変化することで、機械的強度が低下した。

- (3) 熱処理 A 材および熱処理 B 材ともに引張と圧縮の耐力はほぼ等しく、異方性はみられなかった。

文 献

- 1) Y. Watanabe, T. Hashimoto and M. Yoshida: Technical Report of National Aerospace Laboratory, NAL-TR- 1285 (1996).
- 2) M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay and S. Banerjee: *Acta Metall.* **36** (1988) 847.
- 3) L. Xiao, D. L. Chen and M. C. Chaturvedi: *Scr. Mater.* **52** (2005) 603.
- 4) K. Takehi: *Scr. Mater.* **41** (1999) 461-465.
- 5) M. Yamashita and K. Takehi: *Scr. Mater.* **55** (2006) 139-142.
- 6) M. P. Jackson and R. C. Reed: *Mater. Sci. Eng. A* **259** (1999) 85-97.
- 7) J. M. Oblak, D. F. Paulonis and D. S. duvall: *Metall. Trans.* **5** (1974) 143.
- 8) J. Weertman and J. S. Weertman: *Elementary Dislocation Theory*, (Oxford University Press, 1992) p. 139.
- 9) D. M. Shah and D. N. Duhl: *Superalloys 1984*, (1984) pp. 105-114.
- 10) F. E. Heredia and D. P. Pole: *Acta Metall.* **34** (1986) 279-285.