溶解鍛造 Ni 基超合金 Inconel 718 の強度特性に及ぼす Pb の影響

飯島 有理* 筧 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. Met. Mater. Vol. 78, No. 5 (2014), pp. 201-204
© 2014 The Japan Institute of Metals and Materials

Effect of Pb on the Mechanical Properties of Inconel 718

Yuri Iijima* and Koji Kakehi

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

In this study, the effect of the addition of a low-melting element, Pb, on the mechanical properties of Inconel 718 was studied using another alloy, Alloy 718Pb, which contains more Pb than the Aerospace Material Specifications (AMS) limit. Tensile tests and creep tests at 650°C were conducted. Pb did not affect any tensile properties, but it decreased the creep rupture life and creep rupture elongation of Alloy 718Pb. Segregation of Pb to the grain boundary was identified. We discuss the results in terms of the segregation effect of Pb to the grain boundary. [doi:10.2320/jinstmet.J2013089]

(Received December 26, 2013; Accepted February 24, 2014; Published May 1, 2014)

Keywords: Inconel 718, lead, creep, grain boundary segregation

1. 緒 言

一般に原料となる Ni や添加合金元素は、微量の不純物元素を含有している。S, Se, As, Sb, Bi, Sn 等の元素は、 $0.4 T_m$ から $0.7 T_m$ の温度範囲で純 Ni の延性を低下させ、特に S は粒界に偏析して顕著に延性を低下させ、0.0010 mass% から 0.0020 mass% に増加すると、著しい高温脆化が生じることが知られている¹⁾。融点 327.5°C の低融点元素である Pb は、広く原料金属中に含まれており、原料 Ni 中に、Inconel 718 (Special Metals 社の登録商標) の AMS (Aerospace Material Specifications) 規格値を上回る Pb が残留していることもあり、また合金原料を添加する際にも混入する²⁾。超合金のリサイクルが近年検討されているが、その際に Pb をはじめとする有害元素が混入する可能性がある³⁾。ステンレス鋼では、Pb のような低融点元素は粒界に偏析して、高温延性に悪影響を及ぼす⁴⁾。一方、現在では環境問題から添加元素として使用されていないが、Pb は、室温での鋼の機械的性質にあまり影響を及ぼさないため、被削性を向上させる目的で炭素鋼や工具鋼に 0.1~0.4% 程度添加されていた⁵⁾。超合金においては、Pb が高温強度特性にどのような影響を及ぼすのか不明な点が多い。Inconel 718 は良好な加工性、強度、溶接性を有するため、産業界で最も広く使用されている重要な Ni 基超合金であるが、Pb の影響につい

て調べた研究は見当たらない^{6,7)}。そこで本研究では 718 合金の機械的特性に及ぼす Pb の影響を明らかにすることを目的とし、AMS 規定量を超える Pb を含有した 718 合金を作製して引張およびクリープ試験を行い、AMS 規定量以下の Inconel 718 合金との比較評価を行った。

2. 供試材および実験方法

Table 1 に本実験で用いた供試合金の組成を AMS 規格値と共に示す。718 合金の機械的特性に及ぼす Pb の影響を調べるため、0.0035 mass% Pb を含有する Ni 原料を用いて、AMS 規格値の 0.0005 mass% より多い 0.0018 mass% を含有した合金を溶解鍛造し試験に供した。この合金を以降 Alloy 718Pb とする。比較材として、Inconel 718 を用いた。Alloy 718Pb は VIM (Vacuum Induction Melting, 真空高周波溶解) + ESR (Electro-slag Remelting, エレクトロスラグ再溶解) の二重溶解後、鍛造を施しピレットを作製した。供試合金について化学分析を行った (Table 1)。C, S は、燃焼-赤外線吸収法 (LECO CSLS600)、O, N は不活性ガス-加熱融解法 (堀場 EMGA-520)、Pb, Se, Bi は、誘導結合プラズマ質量分析 (Inductively Coupled Plasma-mass Spectrometry)、その他の元素は発光分光分析 (島津 PDA-5500 II) を用いた。

また、比較材として Inconel 718 の試験片も試験に供した。供試合金および比較材とも、溶体化処理 968°C/4 h (WQ) のち、2 段階効処理 718°C/8 h + 621°C/8 h (AC) を施した。鍛造材の組織は部位による影響を受けるため⁸⁾、ピレ

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

Table 1 Chemical composition of experimental alloys.

		(mass%)													
		Ni	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	Co	Mn	Fe	Pb	S	P	Bi	Se
Alloy 718Pb		52.61	18.93	5.050	3.020	0.930	0.520	0.090	0.070	Bal.	0.0018	0.004	0.013	<0.00003	0.0001
Inconel 718		53.29	17.71	5.270	2.960	0.960	0.480	0.440	0.050	Bal.	<0.0005	0.002	0.004		
AMS	min.	50.0	17.0	4.75	2.80	0.650	0.200								
	max.	55.0	21.0	5.50	3.30	1.15	0.800	1.00	0.350	Bal.	0.0005	0.015	0.015	0.00003	0.0003

Fig. 1 SEM and TEM micrographs of (a), (c) Alloy 718Pb and (b), (d) Inconel 718.

ットの外周から 20 mm 以内の部位より、厚さ 3 mm の薄板をワイヤー放電加工機にて切り出した後、平行部寸法 2.8 mm × 3.0 mm × 19.6 mm の引張試験片およびクリープ試験片を切り出した。引張試験は初期ひずみ速度 $4.25 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、試験温度は室温である 24°C、および 650°C にて大気中で行った。また、クリープ試験は、レバー比 10 : 1 の定荷重型引張クリープ試験機を用い、650°C、550 MPa で大気中にて行った。破断後の試験片は、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて破面観察を行った。平均結晶粒径の算出には、光学顕微鏡組織からインターセプト法を用いて求めた。その際、双晶境界は粒界には含めなかった。組織観察には SEM および透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた。また、TEM に付随したエネルギー分散型 X 線分析(EDS)装置にて元素分析を行った。SEM は JEOL 社製 JSM-5200、TEM は JEM-3200FS を用いた。EDS 分析は TEM に付随した JEOL 社製の JED-2300 システム(検出器 EX-34063JGT、解析ソフト Analysis Station3.8.0.33)を用いた。

3. 実験結果

3.1 熱処理後の組織

Fig. 1(a), (b)に熱処理後の SEM 組織を示す。どちらの試料でも、結晶粒界に沿って δ 相が析出しており、さらに結晶粒内のすべり線や双晶に沿って直線的に析出する δ 相も観察された。光学顕微鏡写真を用いてインターセプト法にて平均結晶粒径を算出したところ、Alloy 718Pb が約 15 μm 、Inconel 718 が約 10 μm であった。Fig. 1(c), (d)に Alloy 718Pb および Inconel 718 の γ マトリックスにおける TEM 組織を示す。 γ' ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$) 相とその両サイドに強化相である楕円形の γ'' (Ni_3Nb) 相が析出していた⁹⁾。Alloy 718Pb および Inconel 718 の組織に明確な違いは観察されず、Pb が添加されることによる粒界形態、強化相の析出形態の組織に大きな差異はないことがわかった。

3.2 引張試験

Table 2 に室温引張試験結果を示す。0.2%耐力および引

張強度に関して、両試験片の間で明確な差は見られなかった。650℃における引張試験結果も同様に、Alloy 718Pb と Inconel 718 の引張特性に明確な差は見られなかった (Table 2)。

Table 2 Tensile properties of Alloy 718Pb and Inconel 718.

Test temperature, $T/^{\circ}\text{C}$	24		650	
Alloy	Alloy 718Pb	Inconel 718	Alloy 718Pb	Inconel 718
0.2% proof stress, σ_Y/MPa	1138	1213	894	988
Tensile strength, σ_T/MPa	1558	1604	1129	1159
Elongation, $\varepsilon(\%)$	18.0	17.5	12.6	10.7

Fig. 2 Creep curves of all specimens tested at 650℃ and 550 MPa.

3.3 クリープ破断試験

Alloy 718Pb と Inconel 718 に対して行ったクリープ試験の結果を Fig. 2 に示す。Alloy 718Pb は Inconel 718 と比較して破断寿命が 10 分の 1 程度に低下し、破断伸びも 30～40% 程度となった。Alloy 718Pb のビレット中心部から切り出した試験片のクリープ曲線も、参考データとして示した。切り出し部位によらず、クリープ特性が低下していることは明らかである。Inconel 718 が、ディンプルを伴う延性破面であったのに対し、Alloy 718Pb では粒界破壊の特徴が見られた (Fig. 3)。また、試験片の側面では粒界に沿った割れが観察された (Fig. 4)。

4. 考 察

供試合金の化学組成 (Table 1) において、Ni 超合金の高温強度に対し有害とされる S, Bi, Se は、いずれも AMS 規格以下であったが、Pb 量は規格値 0.0005 mass% を超える 0.0018 mass% であった¹⁰⁾。Fig. 5 に、Alloy 718Pb における粒界近傍の Pb の EDS 分析結果を示す。B1, B2 および B3 点は結晶粒界、G1 および G2 点は結晶粒内の分析点である。結晶粒界にあたる B2, B3 点では結晶粒内の G1, G2 点よりも数十倍大きな含有量を示しており、結晶粒界に Pb が偏析していることが明らかになった。Mao らは、0.0005 mass% Pb を含有する Fe 基超合金 GH871 を用いてオージェ電子分光分析を行ったところ、粒界に 0.89 mass% (0.20 at%) Pb が偏析し、1200～1700 倍も濃化しているこ

Fig. 3 Fracture surfaces of creep specimens of (a) Alloy 718Pb and (b) Inconel 718.

Fig. 4 (a) OM and (b) SEM micrographs of creep specimen of Alloy 718Pb.

	Pb (mass%)
B1	-
B2	0.19
B3	0.23
G1	0.01
G2	0.02

Fig. 5 EDS analysis of Pb around the grain boundary in Alloy 718Pb specimen.

とを見出した¹¹⁾。界面における分析精度が高いオージェ電子分光分析において、高濃度の Pb 粒界偏析が確認されおり、供試合金でも、EDS 分析値(Fig. 5)以上の Pb が粒界に偏析しているものと考えられる。また、Pb は、Ni 中において粒界偏析指数(Grain boundary enrichment factor)が 10^3 と高く粒界に偏析する傾向がある¹²⁾。これらのことから、Pb は、粒界に偏析する傾向が強い元素と考えられる。Seah らは、Pb や Bi などの Ni と反応しない元素が粒界偏析した場合、結晶粒間の結合力が低下することを示した^{12,13)}。つまり、Alloy 718Pb では Pb 偏析により結晶粒間の結合力が低下し、粒界脆化が生じたと考えられる。 γ' 析出合金においても、Pb 量の増加とともにクリープ寿命は低下し、本研究よりも低い 0.0010 mass% 程度の Pb でもクリープ特性が顕著に低下する¹²⁾。超合金のクリープ強度が、粒界の Pb 偏析の影響を大きく受けることは、析出強化型超合金に共通する事象であると考えられ、こうしたことから、超合金の製造プロセスにおいて Pb の低減が重要である。真空溶解時間を長くすることにより、Pb 量を劇的に減少させることができることから、真空溶解プロセスの十分な時間の確保が必要と考えられる²⁾。

Alloy 718Pb は、Inconel 718 と比較してクリープ寿命は 1/10、破断伸びは半分以下に低下したが(Fig. 2)、引張試験では、強度、延性ともほとんど低下しなかった。これは、クリープでは、高温中で応力に長時間保持されることに関係していると考えられる。超合金においては、高温保持中に粒界が酸化され、クリープ寿命が低下する¹⁴⁾。しかし、Ellingham ダイアグラムにおいて Pb は酸化物されやすい元素ではなく¹⁵⁾、Pb が粒界酸化を促進した可能性は低い。こうしたことから、クリープ中の応力時効により Pb の粒界偏析が促進された可能性が高いが、今後検討が必要である。

5. 結 言

- (1) Alloy 718Pb と Inconel 718 の顕微鏡組織に違いは見られなかった。
- (2) Alloy 718Pb において、結晶粒界に Pb 偏析が確認された。
- (3) 粒界における Pb 偏析により結晶粒間の結合力が低下したため、Alloy 718Pb では、クリープ延性、寿命とも低下した。

文 献

- 1) C. L. White, J. H. Schneibel and R. A. Padgett: Metall. Trans. A **14**(1983) 595.
- 2) G. L. R. Durber and M. Boneham: Metal Technology **11**(1984) 428-437.
- 3) C. Loier and J. Y. Boos: Metall. Trans. A **12**(1981) 1223-1233.
- 4) L. Myllykoski and N. Suutala: Metal Technology **11**(1983) 453-460.
- 5) K. Monma: *Testuko-zairyougaku*, (Steel and Iron Engineering), (Jikkyo-Shuppan, 1972) pp. 188-196.
- 6) R. P. Jewett and J. A. Halchak: *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, ed. by E. A. Loria, (TMS, 1991) pp. 749-760.
- 7) D. F. Paulonis and J. J. Schirra: *Superalloys 718, 625 and Various Derivatives*, ed. by E. A. Loria, (TMS, 2001) pp. 13-23.
- 8) Y. Tsuboi and K. Kakehi: J. Japan Inst. Metals **69**(2005) 202-205.
- 9) R. Cozar and A. Pineau: Metall. Trans. A **4**(1973) 47-59.
- 10) G. W. Meetham: Metal Technology **11**(1984) 414-418.
- 11) Z. Mao, X. Xise, J. Dong and Q. Lin: Special Steel **22** No. 3 (2001) 13-16.
- 12) M. McLean and A. Strang: Metal Technology **11**(1984) 454-464.
- 13) M. P. Seah: Acta Metall. **28**(1980) 955.
- 14) D. A. Woodford: Metall. Trans. A **12**(1981) 299-308.
- 15) J. M. West: *Basic Corrosion and Oxidation*, trans. by T. Shibata, (Sangyo-Tosho, 1983).