インコネル 617 合金の高温低サイクル疲労特性に 及ぼす真空雰囲気の影響[†]

服 部 博* 北 川 正 樹* 大 友 暁*

Effect of Vacuum Environment on High Temperature Low-Cycle Fatigue Properties of Inconel 617

by

Hiroshi HATTORI, Masaki KITAGAWA, and Akira OHTOMO

(Research Institute, Ishikawajima-Harima Heavy Industries, Co. Ltd., Tokyo)

In order to study the effects of vacuum environment on high temperature low-cycle fatigue properties of Inconel 617, a set of strain controlled fatigue tests were carried out at 1000°C in air and vacuum environments.

The fatigued specimens were metallographically examined by means of optical and scanning electron microscopies and electron probe microanalysis.

The following conclusions were obtained:

(1) The low-cycle fatigue life decreased as follows; in air < in poor vacuum (≈ 1.3 Pa) < in vacuum ($\approx 2 \times 10^{-2}$ Pa).

(2) The difference of fatigue lives in air and in vacuum environments tended to become smaller for the specimen with coarser grains.

(3) The environmental dependence of fatigue life can be explained based on the property of oxide scale, decarburization and internal oxidation behaviors, and the crack propagation rate.

(Received Oct. 29, 1982)

キー・ワード：高温，低サイクル疲労，真空，雰囲気効果，Inconel 617

1 緒 言

耐熱合金のクリープ温度域における低サイクル疲労特性は，クリープ疲れ相互作用として古くから指摘されている変形の繰返し中に生じるクリープの寄与により影響を受けると共に，雰囲気による環境効果の寄与も含まれていることは良く知られている¹⁾。したがって，高温における疲労強度評価にはクリープ効果と環境効果を明確に分離して行う必要があるが，現状の高温構造設計手法では環境効果に関する配慮が不充分である。

高温疲労における雰囲気，特に酸化の影響に関する研究は比較的多いが，それらを集録した解説の結論で指摘されているように高温疲労における雰囲気の影響は材料，温度，負荷形式などにより非常に複雑で，その傾向も一見全く相反する場合もあり，充分なデータ

が蓄積されていない。耐熱鋼およびステンレス鋼の疲労における高温酸化の影響については，かなり現象が把握されているが²⁾，0.8 Tm 近傍の高温で使用される Ni 基耐熱合金については不明な点が多い。

Ni 基耐熱合金は，高温で表面にも密で安定な酸化スケールを生成させることで耐食性を維持しているが，高温ガス炉 (HTGR) ヘリウム冷却材のような低酸素ポテンシャル雰囲気では，表面酸化皮膜の保護性が充分でないので高温酸化あるいは酸化皮膜の性質だけでは高温疲労における雰囲気の影響を評価できない。

HTGR は最も高温域で高温構造設計手法を用いる機器で，高温環境効果データの蓄積が行われており，著者らも高温酸化およびそれに起因する影響は Ni 基耐熱合金の高温疲労評価における環境効果の基礎と考え，HTGR 温度域での疲労特性に及ぼす真空雰囲気の影響を把握しようと試みている。現在著者らは HTGR 温度を対象として，実用段階にある高温強度の優れた伝熱管用 Ni 基耐熱合金 Inconel 617 と Hastelloy XR について真空中での高温疲労特性の研究を行って

[†] 本報を「Ni 基耐熱合金の高温低サイクル疲労特性に及ぼす雰囲気の影響 (第1報)」(Effect of Environment on High Temperature Low-Cycle Fatigue Properties of Nickel Base Superalloy, I) とする。

原稿受理 昭和57年10月29日

* 正 会 員 石川島播磨重工業(株)技術研究所 東京都江東区豊洲

Table I. Chemical composition of Inconel 617.

Chemical composition (wt %)										
C	Si	Mn	S	Fe	Cr	Co	Mo	Al	Ti	Ni
0.09	0.14	0.02	0.002	0.44	21.90	12.39	8.96	1.28	0.57	Bal.

いるが、本論文では Inconel 617 の高温低サイクル疲労特性に及ぼす真空雰囲気の影響について検討を行ったので報告する。

2 実験方法

供試材は、Table I に化学組成を示す Ni 基耐熱合金 Inconel 617 であり、直径 25.4 mm の丸棒に熱間加工後に固溶化熱処理 (1177℃/1 hr, 水冷) を施し、結晶粒度は ASTM 粒度番号 3 に調整されている。Table II に引張特性を示す。

Table II. Tensile properties of Inconel 617.

Temperature (°C)	0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
R.T.	329.5	764.9	56	46
900	127.5	215.7	68	62
1000	73.5	132.4	78	66

高温疲労試験片の形状を Fig. 1 に示すが、雰囲気の影響を広範囲に受けるよう直径 10 mm、平行部 30 mm の平滑丸棒型を採用し、平行部表面は加工による条痕を除去するため 800 番エメリー紙で軸方向に仕上げ、試験前に充分脱脂してある。試験機は雰囲気チェンバーをもつ高周波誘導加熱方式の電気油圧サーボ疲労試験機で、試験片平行部標点距離 25 mm のひずみ制御による高温低サイクル疲労試験を実施した。ひずみ波形は両振り対称三角波、ひずみ速度 10^{-3} (1/sec) である。試験温度は 1000℃、温度分布は $\pm 5^\circ\text{C}$ 以内で、雰囲気は油回転ポンプ、拡散ポンプの組合せで真空度約 1.3 Pa と 2×10^{-2} Pa の二真空雰囲気と大気である。

Fig. 1. Dimensions of fatigue test specimen.

本報告における破断繰返し数 (N_f) は、引張側荷重が飽和安定値より 25% 低下した繰返し数で定義し、試験は荷重が 50% 低下するまで継続した。なお、本試験では安定した実験を行うためひずみ速度 10^{-3} (1/sec) を採用したが、試験温度が 1000℃ という高温である

ため、繰返される非弾性ひずみ成分には塑性ひずみの外にクリープひずみ成分が含まれている。

疲労試験後、表面、表面近傍縦断面および主き裂について光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡による観察と、EPMA による成分分析を実施して、表面状態、環境に起因する材質変化とき裂の発生、伝ばについて検討を加えた。

3 実験結果

3.1 高温低サイクル疲労特性

Fig. 2 に全ひずみ範囲と破断繰返し数の関係で整理した大気および真空雰囲気での疲労強度の比較を示す。同一ひずみ範囲における破断寿命は、大気 < 弱真空 < 真空の順に長寿命になる。寿命差はひずみ範囲の大小に依存せずほぼ平行であり、真空を基準にすると弱真空では約 75%，大気で約 50% に寿命は低下し、本条件下では A286 鋼や SUS 304 鋼で観察されているひずみ範囲の小さな、すなわち負荷時間の長い領域ほど寿命差が増加するという雰囲気効果の時間依存性は顕著に認められない。

Fig. 2. Low-cycle fatigue lives of Inconel 617 at 1000°C in air and vacuum environments.

Fig. 3 に $1/2N_f$ におけるヒステリシス・ループより求めた応力-ひずみを使用した繰返し応力-ひずみ曲線を示す。低ひずみ側の応力値にはほとんど雰囲気の影響は認められないが、高ひずみ側は試験所要時間が短いにもかかわらず雰囲気の影響は顕著であり、大気 > 弱真空 > 真空の順に応力値は低下している。変形応力における雰囲気の効果について、表面酸化膜と転位の集積に基づくモデルで検討した報告はあるが、本結果を充分説明できず今後検討する必要がある。

Fig. 3. Cyclic stress-strain relation of Inconel 617 at 1000°C in air and vacuum environments.

Fig. 4. Changes in tensile stress amplitude with increasing strain cycling for Inconel 617 at 1000°C in air and vacuum environments.

Fig. 4 に同一ひずみ範囲でのひずみ繰返しに伴う引張側応力振幅の変化の例を示す。本図の応力振幅は、実験のばらつきを排除する意図で、各試験の1サイクル目の引張最大応力値で割って無次元化してある。各雰囲気ともひずみ繰返し数の増加に伴い応力振幅は極めてわずかであるが減少し、全寿命の約80%程度から急激に減少している。曲線は各雰囲気とも良く似た形状をしており、応力振幅の急激に減少を始める繰返し数が、大気<弱真空<真空の順に長寿命側にずれる傾向にある。1000°Cにおける Inconel 617 は変形繰返しに伴う材質の変化がほとんどなく、応力値の減少はき裂の発生および伝ばによる横断面積の減少に対応するので、両真空に比較して大気の方が応力値の低下として把握できる程度の大きさのき裂に早く成長するといえる。

3・2 表面およびき裂の観察

Fig. 5 に示す各雰囲気での表面酸化皮膜の比較のため実施した、試験終了後の表面および表面近傍縦断面の SEM 観察結果には、雰囲気により顕著な差異が認められた。

すなわち、大気では厚い密な酸化皮膜と多孔質の内層が存在し、負荷に垂直な方向に母材結晶粒の半分程度の割れが観察される。弱真空での酸化皮膜は薄く、内層は多孔質である。酸化皮膜は負荷に垂直な方向にはほぼ平行に割れ、一部ははく離しており、皮膜の割れと一致する部分をもつ表面き裂も発生している。真空での酸化皮膜は極めて薄く、皮膜直下は多孔質ではなく離が顕著で、表面き裂の発生も観察された。

観察された表面き裂は、大気、弱真空では内部まで酸化しているが、真空では内部の酸化は認められない。

Fig. 6 に主き裂発生部およびき裂先端部（表面より約6mm）の光学顕微鏡観察結果を示す。各雰囲気ともき裂発生部は粒界割れで、進展部も粒界割れが支配的である。両真空で観察された粒界がエッチング液で腐食されない領域は、脱炭層に対応している。大気では表面、主き裂とも脱炭層は存在せず、弱真空では表面および表面より2~3mmの範囲の主き裂両側に脱炭層が認められる。真空では表面のみに弱真空の場合より深い脱炭層が存在する。主き裂に脱炭層が認められた弱真空では、き裂の中まで設定された真空圧が供給されたか不明であり、き裂部での表面酸化に酸素が消費されて真空圧が低下し、脱炭が起りやすい雰囲気になったものと思われる。

き裂発生頻度を比較すると、大気でのき裂発生数は極めて少なく、両真空では脱炭層に多数の表面き裂の発生が観察された。Fig. 7 に大気、真空での試験片表面の EPMA による Cr および Al の特性X線分析の一例を示す。Fig. 6 で観察された両真空での多数の表面き裂は、内部酸化による Al の粒界酸化に関連しており、粒界酸化の著しい粒界を起点に優先的に表面き裂が多発したものと思われる。雰囲気を問わず表面に Al

Fig. 5. Scanning electron micrographs of the surface of Inconel 617 specimens fatigued at 1000°C in air and vacuum environments. Cyclic loading axis is horizontal; Total strain range, 0.6%.

Fig. 6. Microstructures and main cracks of Inconel 617 specimens fatigued at 1000°C in air and vacuum environments; total strain range, 0.6%.

Fig. 7. Backscattered electron and X-ray images of the surface of Inconel 617 specimens fatigued at 1000°C in air and vacuum environments; total strain range, 0.6%.

の酸化に対応する Al の凝集が観察され、また線分析で明かなように脱 Cr 層が存在する。表面での脱 Cr 量は弱真空が最も多いが、試験時間が異なるにもかかわらず各雰囲気での脱 Cr 層の深さは、ほぼ同程度である。酸化皮膜中の Cr 濃縮は大気が最も多く、両真空では酸化皮膜のはく離のため Cr 濃縮は少ない。

主き裂先端においては、各雰囲気とも脱炭、脱 Cr および Al の優先酸化による凝集は観察されなかった。

4 考 察

4・1 疲労強度に及ぼす酸素分圧の影響

環境効果を整理する因子として、各雰囲気での酸素分圧で整理したのが Fig. 8 に示す結果である。酸素分圧に注目した Smith らの研究⁷⁾では、SUS 316 鋼の 500 および 800°C の繰返し曲げ疲労寿命の酸素分圧依存性には遷移領域があり、寿命は酸素分圧の減少に伴って急激に増加するが、その前後では変化しないと報告されている。Fig. 8 中の実線は Ni 基耐熱合金の 1000°C での低サイクル疲労寿命にも同様な遷移領域が存在すると仮定して引いたものである。Smith らの報告での遷移領域の酸素分圧は $10^2 \sim 10^{-1}$ Pa の範囲で

Fig. 8. Effect of oxygen pressure on low-cycle fatigue life of Inconel 617 at 1000°C.

あり、本実験の真空度約 2×10^{-2} Pa の雰囲気⁵⁾での酸素分圧はこの領域外に相当する。一方、朝田らの SUS 304 鋼の 650°C の研究では、 10^{-7} Pa 程度の高真空までの低サイクル疲労寿命の増加が認められ、クリープ効果が大きい場合は 10^{-4} Pa 域での真空度の差は疲労寿命に影響を与えないとの報告もある。

残念ながら、本実験の真空雰囲気の疲労強度が酸素

分圧に依存しない飽和した強度かどうか判断できない。酸化効果の定量化には、酸化の影響が無視でき、雰囲気に影響されない基準としての真空雰囲気の疲労強度が不可欠であり、引続き検討する予定である。

4・2 真空雰囲気効果に及ぼす結晶粒度の影響

破面形態に雰囲気による差がなく、すべて粒界割れが支配的であることが観察されたので、粒界と雰囲気との関連を明確にするため結晶粒度を変えた Inconel 617 の疲労強度における雰囲気効果を調べた。供試材は前述の実験に用いた素材を 1250℃ に加熱し、高温での結晶粒成長を利用して粒度が ASTM 粒度番号 0.5 より粗粒（平均直径約 300 μ m）に粗大化させた固溶化熱処理材である。

Fig. 9 に粗粒材の大気、真空での疲労寿命の比較を示す。結晶粒が粗粒になると、Fig. 2 で観察された真空雰囲気による疲労寿命の増加の効果が低減して、大気と真空での疲労寿命にほとんど差がなくなることが認められる。詳細は後述するが、細粒の試料で観察された表面き裂発生頻度における雰囲気効果が、粗粒になると顕著に現れないことが一因と考えられる。

Fig. 9. Comparison of low-cycle fatigue lives in air and vacuum for Inconel 617 with coarse grains.

4・3 Inconel 617 の真空雰囲気での疲労寿命についての一考察

本実験における大気と真空の疲労寿命における雰囲気効果は、(1)表面き裂の発生とそれに続く雰囲気起因する表面変質層での伝ばの段階、(2)主き裂の内部への伝ばの段階に分けて考えると理解しやすい。

表面き裂発生および微小き裂の段階を考えると、大気では表面酸化皮膜が厚く、ち密で密着性も良いので変形の繰返しで酸化皮膜が割れると、その箇所に変形が集中してき裂発生点になりやすく低繰返し数でき裂の発生が起り、またき裂発生頻度が少くなると推察できる。一方、真空では酸化皮膜は薄く、はく離しやすいので酸化皮膜の割れは変形の集中部としては有効ではなくなり、雰囲気効果に起因する材質変化である脱炭および内部酸化がき裂発生を支配するようになる。

すなわち、粒界の Al の内部酸化の影響で表面き裂の発生は容易になるが、き裂発生頻度が高いためき裂先端でのひずみ集中が緩和されることと、脱炭による

表面延性の向上によりき裂の内部への伝ばが遅れると考えられる。

表面領域を伝ばした以降のき裂伝ば段階では、ひずみ繰返しに伴う応力値の低下挙動から明らかなように、き裂伝ばに対応するある一定の応力減少に費やされる繰返し数は真空の方が多く、伝ば速度が遅いようである。以上のき裂発生段階と伝ば段階を総合して雰囲気による寿命差が生じたと考えられる。

一方、粗粒の試料で疲労寿命における雰囲気効果が低減する原因としては、粗粒であるため、表面に粒界割れが発生した場合き裂に集中するひずみは大きく、雰囲気効果で弱化している他の粒界にき裂を発生するよりは容易に伝ばを開始する可能性があり、雰囲気による表面き裂発生頻度に差が生じ難く、またクリープひずみ成分が発生する温度域であることを考慮すると、粒界に蓄積する粒界すべり量が粗粒になると大きくなり、朝田らが報告しているようにクリープ効果が支配して雰囲気効果が低減する可能性が考えられる。

5 結 言

Ni 基耐熱合金の高温低サイクル疲労特性に及ぼす雰囲気の影響を基礎的に明らかにすることを目的として、Inconel 617 の 1000℃ での高温低サイクル疲労特性に及ぼす真空雰囲気の影響を検討して、以下のような結論を得た。

(1) 疲労寿命には雰囲気効果が認められ、大気<弱真空（真空度約 1.3Pa）<真空（真空度約 2×10^{-2} Pa）の順に増加する。

(2) 雰囲気効果の因子として酸素分圧で疲労寿命を整理すると、ひずみ範囲に依存せず酸素分圧の低下に伴い疲労寿命の増加する傾向が把握できた。しかしながら、酸化効果の定量化には雰囲気に影響されない疲労強度を決定する必要がある、本条件より高真空中で確認せねばならない。

(3) 結晶粒が粗粒の試料では、真空雰囲気による疲労寿命の増加が低減し、大気と差がなくなる。

(4) Inconel 617 の 1000℃ での疲労寿命における雰囲気効果は、酸化皮膜の効果、雰囲気効果に起因する表面変質層でのき裂発生の容易さとき裂発生頻度、および主き裂の雰囲気による伝ば速度の差で説明できる。

（昭和57年9月17日 第20回高温強度シンポジウムにて講演）

参 考 文 献

1. L. F. Coffin, ASTM STP 520, 5 (1973).
2. 本間恒夫, 日本金属学会会報, **14**, 257 (1975).
3. 金澤健二, 防食技術, **29**, 41 (1980).
4. たとえば大谷隆一, 第20回高温強度シンポジウム前刷集, p. 81 (1982).
5. 朝田泰英, 三橋俊作, 森下正樹, 日本機械学会講演論文集, No. 810-11, 75 (1981).
6. 大南正瑛, 坂根政男, 今村龍三, 第18回高温強度シンポジウム前刷集, p. 78 (1980).
7. H. H. Smith, P. Shahinian and M. R. Acter, Trans. Met. Soc. AIME, **245**, 947 (1969).