粉末超合金 MERL76 の高温疲労特性におよぼす 欠陥と組織の影響†

横 幕 俊 典* 滝 川 博** 豊 田 裕 至***

Effects of Defects and Microstructure on the Elevated Temperature Fatigue Property of P/M Superalloy MERL76

by

Toshinori YOKOMAKU*, Hiroshi TAKIGAWA** and Hiroshi TOYODA***

Elevated temperature fatigue tests were conducted on P/M HIP'ed superalloy, MERL 76. The defects, such as precipitates on the prior particle boundaries (PPBs), gas-porosities and nonmetallic inclusions, were found at fatigue origins. The relation between defect size, a_i , and fatigue life, N_f , was independent of defect types and was formulated as

$$N_f \cdot \Delta \sigma_{eq}^m = h \cdot a_i^{1-m/2}$$

$$\Delta \sigma_{eq} = \Delta \sigma \sqrt{1 + \frac{2Eg(n)}{n+1} \cdot \frac{\Delta \epsilon_p}{\Delta \sigma}}$$

where m : the exponent in crack propagation law, $da/dN = C\Delta K^m$, h : a material constant, E : Young's modulus, $g(n)$: a function of cyclic strain hardening exponent, n , and $\Delta \epsilon_p$: plastic strain range.

The relation between threshold stress, $\Delta \sigma_{th}$, and defect size, a_i , was also expressed as

$$\Delta K_{th} = 2/\pi \cdot \Delta \sigma_{th} \sqrt{\pi(a_i + a_0)}$$

where ΔK_{th} : threshold stress intensity factor for long cracks. The value, a_0 , was about 0.1 mm, which coincided with the size estimated by an experimental relationship between grain size and a_0 on steels.

The usage of Ar-treated powders and the hot-work after HIP'ing improved fatigue life since they prevented PPB failure. Furthermore, the usage of fine powders is preferable because it can reduce the size of pores and inclusions.

Key words: P/M superalloy, Fatigue, Defect, Small crack propagation, Fracture mechanics

1 緒 言

航空機エンジンやガスタービン用耐熱超合金の製造プロセスとして粉末冶金法が注目されている。それは、本法によれば従来の鍛造法では不可能であったより高合金の製造が可能になり、また鑄造材のような偏析や鑄造欠陥を防止できる上、コスト低減につながるニアネット成型も可能であるからである。しかし、一方では不注意な粉末の取扱いや製造装置上の原因によって、不純物、ポロシティ、粉末表面析出物など、粉末冶金特有の欠陥や組織を生じる場合があり、これが機器の要求性能、特に疲労特性に悪影響を与える。^{1)~3)}

粉末超合金の疲労特性向上のためには欠陥を除去するプロセスの確立が不可欠であるが、それに先立ち組織や欠陥の影響を定量的に評価することは、改善すべ

き因子が明確になるだけでなく、粉末製品に適切な強度設計や品質管理基準を確立する上でも重要である。

そこで本研究では、航空機エンジンディスク用材料である粉末超合金 MERL76 を対象に、高温疲労特性に及ぼす製造プロセスの影響を欠陥と組織との関連において明らかにした。また、欠陥寸法と疲労寿命および疲労強度の関係を破壊力学的な観点から考察した。

2 実 験

2.1 供試材

Table I の成分を有するメルティングストックを用い、Ar ガス噴霧法により粉末を作製した。この粉末を -60, -80 および -325 メッシュ (それぞれ 250, 177 および 44 μm 以下の粒径に対応) に分級後、Ar ガスを充てんした容器中に保存した。このうち一部は

† 本報を「粉末超合金の高温疲労に関する研究 (第1報)」(Study on Elevated Temperature Fatigue of P/M Superalloy, I) とする。

原稿受理 平成元年 3 月 6 日 Received Mar. 6, 1989

* 正 会 員 (株)神戸製鋼所機械研究所 神戸市西区高塚台, Mechanical Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd., Takatsukadai, Nishi-ku, Kobe

** (株)神戸製鋼所開発実験センター 神戸市中央区脇浜町, Technical Development & Testing Center, Kobe Steel, Ltd., Wakihamacho, Chuo-ku, Kobe

*** (株)神戸製鋼ヨーロッパ イギリス・ロンドン, Kobe Steel Europe Ltd., High Holborn, London

Table I. Chemical composition of MERL76 melting stock (wt%).

Cr	Co	Mo	Al	Ti	Nb	Hf	B	Zr	C	Ni
12.2	18.6	3.16	4.97	4.33	1.33	0.41	0.02	0.07	0.023	Bal.

大気に暴露した。

この粉末を内径 20 mm の円筒状ステンレスカプセルに封入し、HIP（高温静水圧加圧）および熱処理の後、機械加工により試験片を切り出した。HIP 処理の温度、圧力、保持時間はそれぞれ 1163°C、98 MPa、3 時間とした。また、熱処理条件は 1163°C/2 時間 → 871°C/40 分 → 982°C/45 分 → 649°C/16 時間とした。

一部の試験片については、カプセルに粉末を充てんの際、その中央部に一個のアルミナ粉末を内視鏡用かんしにより導入し、人工欠陥材を作製した。アルミナ粉末の大きさは 0.05 ~ 1 mm の範囲で変化させた。

Table II. Mechanical properties of HIP'ed plus heat treated MERL76.

Mesh size	Temp. (°C)	0.2 % proof strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
-80	23	1148	1540	18.0	20.9
	600	1141	1536	12.3	16.3
-325	23	1165	1575	19.0	21.5

また、45 mmφ の HIP ビレットを 1100°C で熱間押し出し加工（押し出し比 5）したのも試験に供した。

熱処理後の供試材の引張性質を Table II に示す。

2・2 高温疲労試験

疲労試験は、高周波誘導加熱式の引張・圧縮電気油圧サーボ疲労試験機により、直径 7 mm、平行部 16 mm の平滑丸棒試験片を用いて行った。試験片は、#

1200 のエメリー紙で軸方向に研磨し、周方向の機械加工傷を除去した。試験波形には、応力比 0、周波数 2.5 Hz の正弦波を用い、試験温度は 635°C とした。

人工介在物が試験片表面上に存在したものについて、介在物からのき裂伝ば速度を、適当な繰返し数ごとに採取したレプリカ像から求めた。

2・3 破面解析

疲労試験後、走査型電子顕微鏡により起点部付近の破面観察と EDX 分析を行い、起点部の欠陥の種類と寸法を調べた。欠陥寸法 a_i として、内部欠陥の場合には欠陥に外接する円の半径を、表面欠陥の場合には試験片表面からの最大深さをそれぞれ測定した。

3 実験結果および考察

3・1 疲労破壊の起点における欠陥と組織の特徴

どの試験片にも Fig. 1 のように明瞭な起点部が認められた。無作為に選んだ 30 本の試験片（人工欠陥材は除く）について起点部の欠陥の種類と寸法を Table III に示す。初期粉末境界（prior particle boundary = PPB）から破壊した場合には欠陥寸法として PPB 領

Fig. 1. Fracture surface of fatigue specimen.

Table III. Types and size of defects at fatigue failure origins.

Defect size 2a (mm)	Handled in air			Handled in Ar-gas	
	~60 mesh as HIP	~325 mesh as HIP	~60 mesh + Extrusion	~80 mesh as HIP	~325 mesh as HIP
~0.025					
0.025~0.050	P, P	PPB, I			I
0.050~0.075		PPB, I	P, P	I	I
0.075~0.100	I, P	I, PPB+I		I, S	
0.10~0.15		PPB		I, I, I	
0.15~0.20	I				
0.2~0.3	PPB				
0.3~0.4	PPB				
0.4~0.5	PPB				
0.5~0.6	PPB, PPB				
0.6~0.7	PPB				
0.7~0.8					
0.8~0.9					
1.0~1.1	PPB				

(Note) PPB: Prior Particle Boundary
I: Inclusion
P: Porosity
S: Stage I crack

域全体を取り囲む円の半径を採用した。以下に観察例を示す。

(1) 非金属介在物

非金属介在物には二種類の形態が認められた。

ひとつは Mg, Al, Ca などの酸化物からなる塊状介在物である (Fig. 2 (a), (b))。この介在物は粉末製造装置に起因するもので、例えば粉末製造時に溶湯によって侵食を受けた耐火物の混入などによるものであろう。

もうひとつは主として Al, Ti, Hf の酸化物の微粒子からなる凝集介在物である (Fig. 2 (c), (d))。これらの元素は析出強化や粒界強化を目的として添加されているが、酸素との親和力が極めて大きいので、粉末製造過程や HIP 処理過程で雰囲気やカプセル中の微量の酸素と反応して介在物を形成したと考えられる。

(2) ポロシティ

Fig. 3 (a) にポロシティからの破壊例を示す。このポロシティはアトマイズ時に粉末内部に Ar ガスが捕捉されたもの (同 (b) 図) か、粉末表面の吸着ガスが HIP 処理時に粉末三重点に集まったもの (同 (c) 図) と思われる。前者のポロシティは粗大な粉末に認められた。

なお、HIP 処理後、さらに熱間押し出し加工を付与したのも、ポロシティから破壊しており、熱間加工によってもポロシティは消失しないことがわかる。

(3) 初期粉末境界 (PPB)

大気中に暴露した粉末を使用した as HIP 材では、Fig. 4 (a) に示すように PPB を起点として破壊するケースが多く、欠陥寸法としては介在物やポロシティに比べて大きくなる。PPB 上には同図 (b) のような Hf 酸化物の微粒子が認められたが、これは HIP 処理時に吸着ガスと、合金成分である Hf との反応によって生じたと考えられる。

(4) すべり

Fig. 5 に示す例では起点部に一、二粉末粒径程度の極めて平坦な面が認められる。これは結晶学的なすべりに基づく stage I ファセットと思われる。適正な製造プロセスによって欠陥を特定の寸法以下にできれば、すべりによる材料本来の疲労破壊が起きると考えられる。

3・2 疲労特性におよぼすプロセス条件の影響

Fig. 6 に各種粉末材の疲労強度-寿命線図を示す。図中のバンドは Eng と Evans の MERL76 のデータ⁵⁾である。

(a) Chunky inclusion.
(b) Mg-characteristic X-ray image of chunky inclusion.
(c) Granular inclusion.
(d) Line analysis of granular inclusion.

Fig. 2. Fatigue initiation at an inclusion.

Fig. 3. Fatigue initiation at a porosity and related microstructures.

大気中に暴露した粗粒材（-60 メッシュ）は寿命のパラツキが大きいが、これは Table III に示すように欠陥寸法のパラツキに寄因するものである。特に、短寿命の試験片の起点には寸法の大きな PPB 分離が認められ、PPB 破壊の発生は、疲労寿命を著しく低下させることがわかる。大気暴露材でも細粒材（-325 メッシュ）では、PPB およびポロシティ寸法が小さくなるため、疲労寿命がかなり改善される。

一方、Ar ガス中でハンドリングした場合には、粗粒材（-80 メッシュ）、細粒材（-325 メッシュ）とも良好な疲労寿命を示した。今回の試験では両者に有意な差がなかったが、Table III に示すように粗粒材の方が起点部の介在物寸法が大きく、この点では不利である。今後更にデータ数を増やす必要があると思われる。

Fig. 6 には HIP + 熱間押出し材のデータも示した

Fig. 4. Fatigue initiation at PPB's (prior particle boundaries).

が、大気暴露材でも熱間加工を付与すれば疲労特性に最も悪影響を与える PPB による破壊を防止できるため寿命が改善されることがわかる。

3・3 疲労寿命と欠陥寸法の関係

2・3 で定義した破壊起点部の欠陥寸法 a_i と疲労寿命 N_f の関係を Fig. 7 に示す。本図は自然欠陥（介在物、PPB、ポロシティ）のほかアルミナを導入した人工欠陥のデータも含んでいるが、欠陥の種類の影響はほとんど受けていない。欠陥ごとにき裂発生寿命には差があると思われるが、低サイクル領域ではこの差が小さいであろう。Fig. 7 において a_i の大きい領域と、小さい領域で N_f 軸に平行になる傾向があり、

Fig. 5. Stage I fatigue crack.

Fig. 6. Stress vs. fatigue life.

この間ではほぼ直線になっている。前者の領域では材料の破壊じん性に対応する欠陥寸法に漸近すると考えられ、後者の領域での関係は応力ごとに停留欠陥寸法が存在することを示している。

3・4 欠陥からのき裂伝ば特性

試験片表面上のアルミナから発生したき裂の伝ば挙動を Fig. 8 に示す。本例のように低サイクル疲労においてはかなり初期にき裂が発生し、寿命の大部分がき裂伝ばで占められている。半無限体の半円表面き裂と仮定し、応力拡大係数範囲 ΔK とき裂伝ば速度 da/dN の関係を Fig. 9 に示す。図中の実線は本材の長いき裂に対する伝ば速度である。⁶⁾ き裂発生当初は長いき裂材より高速で伝ばしているが、大部分 (Fig. 8 の

Fig. 7. Relation between defect size and fatigue life.

場合は全寿命の 90% 以上) は長いき裂の伝ば則である次式に従って伝ばしている。

$$da/dN = C \Delta K^m \quad (1)$$

ここに、 $C = 1.64 \times 10^{-12}$, $m = 3.63$ 。また、 ΔK は次式で与えられる。

$$\Delta K = F \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \quad (2)$$

Fig. 8. Fatigue crack propagation curve from an artificial inclusion.

Fig. 9. Fatigue crack propagation rate vs. cyclic stress intensity factor on the small and long crack.

ただし、 F はき裂および試験片形状により決まる定数である。したがって、欠陥寸法 a_i と不安定破壊時のき裂寸法 a_f を与えれば式 (1) を積分して次式が得られる。

$$N_f \cdot \Delta\sigma^m = h \cdot (a_i^{1-m/2} - a_f^{1-m/2}) \quad (3)$$

$$h = -(\pi F^2)^{-m/2} \cdot \{C(1-m/2)\}^{-1}$$

微小欠陥 ($a_i \ll a_f$) に対しては上式は次式で近似できる。

$$N_f \cdot \Delta\sigma^m = h \cdot a_i^{1-m/2} \quad (4)$$

そこで Fig. 7 のデータを改めて $N_f \cdot \Delta\sigma^m$ と a_i の関係で Fig. 10(a) に示した。なお、 $\Delta\sigma$ は 0.02% 繰返し耐力 $\Delta\sigma_{0.02}$ ($=1098 \text{ MPa}$) で正規化した。図中の破線は $\Delta\sigma < \Delta\sigma_{0.02}$ のデータのトレンド曲線である。 $\Delta\sigma < \Delta\sigma_{0.02}$ のデータは寿命に関してトレンド曲線の 1/2

と 2 倍のバンド内にはほぼ収まっているが、塑性変形が無視できない $\Delta\sigma > \Delta\sigma_{0.02}$ のデータは低寿命側に位置している。

そこで、塑性状態にも適用可能な形で式 (4) を一般化する。微小なき裂を含む弾塑性体の J 積分範囲 ΔJ は巨視的な応力-ひずみのヒステリシスにおける塑性ひずみ幅 $\Delta\varepsilon_p$ を用いて次式で与えられる。

$$\Delta J = \Delta K^2/E + \frac{2\pi F^2 g(n)}{n+1} \cdot \Delta\sigma \cdot \Delta\varepsilon_p \cdot a \quad (5)$$

ここで、 E : ヤング率、 n : 繰返し加工硬化指数、 $g(n) = 3.85\sqrt{1/n}(1-n) + n\pi(n+1)$ である。

等価応力および等価応力拡大係数として

$$\Delta\sigma_{eq} = \Delta\sigma \sqrt{1 + \frac{2Eg(n)}{n+1} \cdot \frac{\Delta\varepsilon_p}{\Delta\sigma}} \quad (6)$$

$$\Delta K = F \Delta\sigma_{eq} \sqrt{\pi a} \quad (7)$$

を定義すると、式 (5) の J 積分は

$$\Delta J = \Delta K_{eq}^2/E \quad (8)$$

で表される。弾塑性状態の一部として式 (1) の小規模降伏状態のき裂伝ば則が成立するわけであるから、一般化したき裂伝ば則は次式となる。

$$da/dN = C \Delta K_{eq}^m \quad (9)$$

したがって、結局式 (4) の $\Delta\sigma$ を $\Delta\sigma_{eq}$ に変えて弾塑性状態まで拡張した次の関係式が得られる。

$$N_f \cdot \Delta\sigma_{eq}^m = h \cdot a_i^{1-m/2} \quad (10)$$

Fig. 10(b) に $N_f \cdot \Delta\sigma_{eq}^m$ と a_i の関係を示す。欠陥の小さい領域でややバラツキが大きいのが、 $N_f \cdot \Delta\sigma^m$ に比べるとデータの収束度が改善されており、 J 積分の適用が妥当であることを示している。

3.5 き裂伝ば下限界応力と欠陥寸法

Fig. 7 の N_f - a_i 関係から、特定の欠陥寸法以下で寿命が無限大になる、すなわち欠陥からのき裂伝ば下限界条件が存在することが示された。この下限界を与える欠陥寸法と応力範囲 $\Delta\sigma_{th}$ の関係を Fig. 11 に示す。図中の直線は式 (2) に長いき裂の下限界応力拡大係数

Fig. 10. Relation between defect size and stress-modified fatigue life.

Fig. 11. Relation between threshold stress and defect size.

$\Delta K_{th} = 12 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ を用いたときの関係である。すなわち、

$$\Delta K_{th} = F \Delta \sigma_{th} \sqrt{\pi a_i} \quad (F = 2/\pi) \quad (11)$$

実験点は a_i の大きい領域で式 (11) に漸近する傾向があるが、 a_i が小さくなるほど $\Delta \sigma_{th}$ は式 (11) の関係よりもかなり小さくなっている。これは微小欠陥に対する下限応力拡大係数が、長いき裂のそれより小さくなるためと考えられる⁸⁾。この点を考慮して El Haddad⁹⁾ は、実際のき裂長さ a_i に対して $a_i + a_0$ なる仮想き裂を導入し、下限応力 $\Delta \sigma_{th}$ を次式で求めた。

$$\Delta K_{th} = F \Delta \sigma_{th} \sqrt{\pi(a_i + a_0)} \quad (12)$$

また、田中らは粒界阻止すべり帯モデルにより式 (12) を理論的に導出し、種々の鋼に対して a_0 の材料組織、降伏応力、応力比依存性を実験的に評価した^{10), 11)}。応力比 0 の場合、フェライト系およびマルテンサイト系の鋼に対してそれぞれ次式が成り立つとしている。

$$a_0 = 4.8d/F^2 \quad (\text{フェライト系鋼}) \quad (13)$$

$$a_0 = 10.7\lambda/F^2 \quad (\text{マルテンサイト系鋼}) \quad (14)$$

ここで、 d : フェライト結晶粒径、 λ : 転位の平均自由行程である。本合金においても Fig. 5 からすべり帯が粒界で阻止された状況がうかがえ、粒界阻止すべり帯モデルが適用できるように思われる。本材の平均結晶粒径は約 $10 \mu\text{m}$ であり、これを式 (13) に用いると、無限体中の円形き裂に対して $a_0 = 0.12 \text{ mm}$ となり、Fig. 11 に示すように実験点と良い一致を示す。

ただし、式 (13) はフェライト系の鋼に対して得られたものであり、 γ 析出型のオーステナイト系 Ni 基合金にもそのまま当てはまるか今後さらに検討を要する。

4 結 論

製造上の因子 (粉末処理条件、粒度、HIP 後の熱間加工の有無など) を種々変えた粉末超合金 MERL 76 について高温疲労試験を行ない、破壊の起点を詳細に調査した結果以下の知見が得られた。

(1) 疲労破壊の起点には、主として初期粉末境界 (PPB)、ポロシティ、非金属介在物が観察された。

大気に暴露した粉末を使用すると、PPB 破壊の確率が高く、この場合欠陥寸法としてかなり大きくなるので疲労特性に著しい悪影響を与える。しかし、Ar ガス中で処理した粉末を使用するか、HIP 後さらに熱間加工を付与すれば PPB 破壊が防止され寿命が改善される。また、微粉末を使用すれば PPB、ポロシティ、介在物の寸法を減少できるので、疲労寿命が向上する。

(2) 欠陥寸法 a_i と疲労寿命 N_f の間には欠陥の種類によらず次式の関係が近似的に成立する。

$$N_f \cdot \Delta \sigma_{eq}^m = h \cdot a_i^{1-m/2}$$

ここで、 m はき裂伝ば則 $da/dN = C\Delta K^m$ の指数、 h は定数、 $\Delta \sigma_{eq}$ は塑性変形を考慮した次式の有効応力である。

$$\Delta \sigma_{eq} = \Delta \sigma \sqrt{1 + \frac{2Eg(n)}{n+1} \cdot \frac{\Delta \varepsilon_p}{\Delta \sigma}}$$

ここで、 E はヤング率、 $g(n)$ は繰返し加工硬化指数 n の関数、 $\Delta \varepsilon_p$ は塑性ひずみ幅である。

(3) 下限応力 $\Delta \sigma_{th}$ と欠陥寸法 a_i の関係は長いき裂の伝ば下限応力拡大係数 ΔK_{th} を用いて

$$\Delta K_{th} = 2/\pi \cdot \Delta \sigma_{th} \sqrt{\pi(a_i + a_0)}$$

で近似できる。ここに a_0 は約 0.1 mm であり、田中らの鋼における結晶粒径と a_0 の関係式と一致する。

(昭和59年11月7日 第22回高温強度シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) W. Betz and T. Track, Powder Metallurgy International, **13**, 195 (1981).
- 2) C. C. Law and M. J. Blackburn, Metallurgical Society of the AIME Annu. Meeting, Las Vegas, NV., 93 (1980).
- 3) D. A. Jablonski, Mat. Sci. and Eng., **48**, 189 (1981).
- 4) 滝川 博, 岩井健治, 河合伸泰, 横幕俊典, 粉末および粉末冶金, **33**, 251 (1986).
- 5) R. D. Eng and D. J. Evans, NASA Contractor Report, 165549 (1982).
- 6) 横幕俊典, 太田定雄, 豊田裕至, 第22回高温強度シンポジウム講演前刷集, 127 (1984).
- 7) C. F. Shih and J. W. Hutchinson, J. of Eng. Mat. Tech., **98**, 289 (1976).
- 8) C. W. Brown, J. E. King and M. A. Hicks, Mat. Sci., **18**, 374 (1984).
- 9) M. H. El Haddad, K. N. Smith and T. H. Topper, J. Eng. Mat. Tech., **101**, 42 (1979).
- 10) K. Tanaka, Y. Nakai and M. Yamashita, Int. J. of Fracture, **17**, 519 (1981).
- 11) 田中啓介, 材料, **33**, 961 (1984).