Inconel 718 のレーザー表面溶体化プロセスのモデリングと予測†

劉 六 法* 廣 瀬 明 夫** 小 林 紘二郎**

Modeling and Prediction of the Laser Surface Annealing Process of Inconel 718

by

Liufa LIU*, Akio HIROSE** and Kojiro F. KOBAYASHI**

Hydrogen embrittlement (HE) of aged Inconel 718 was decreased by the laser surface annealing (LSA) process. By varying LSA process parameters, the applicable parameter scope of the LSA process was established concerning a plate with 3mm thickness. Dissolution kinetics of the γ'' phase in this alloy was deduced via thermal cycling experiments. Via finite element method (FEM) simulations, laser absorption coefficients of the sample surface were deduced and the thermal process of each LSA process was calculated. With these thermal simulation results, the annealed surface layer thickness and the hardness distribution profile were calculated based on the established kinetic prediction equations of γ'' dissolution process. Good agreements between the calculated and the measured results showed feasibilities of applying this modeling and prediction approach to practical applications.

Key words : Hydrogen embrittlement, Laser annealing, Inconel 718, FEM simulation, Annealed surface layer

1 緒 言

Inconel718は析出硬化型のNi基超合金であり、主にマトリックスに分布する γ'' 相の整合ひずみにより強化される。^{1)~3)}923Kまでの温度範囲で高い強度、良好な延性などの優れた機械的性質および耐高温酸化性を有することから、ガスタービンエンジンなどによく使用されている。燃料が液体水素であるロケットのエンジンにも適用されるが、水素にさらされる場合にぜい化が生じることが重要な問題である。^{4)~6)}その水素ぜい化機構に関する研究はよくなされているが、^{4)~7)}水素ぜい化感受性の低減についての研究はまだ少ない。Inconel 718溶体化材は時効材より水素ぜい化感受性が大幅に緩和されるが、強度や耐クリープ性が不足するため構造部材として用いることができない。従って、時効材の強度低下を防ぎ、その水素ぜい化感受性を低減する手法の確立が重要である。

本研究は、構造物の応力集中部が水素ぜい化に最も敏感であることから、レーザー表面溶体化プロセスによりそのような局部を溶体化させ、水素ぜい化感受性を低減することにより、構造物全体の水素による破壊を抑制する手法を提案するものである。この手法を実用化するためには、表面溶体化層の形成を予測する手法の確立が重要である。組織観察の結果からレーザー表面溶体化プロセスによる溶体化層の形成は主に γ'' 相の溶解により生

じることが分かった。即ち表面溶体化層の形成を予測するためには、熱サイクルによる γ'' 相の溶解の解明が必要である。そこで、本研究では、Inconel 718に熱サイクル付加実験を行い、 γ'' 相の溶解速度式を導出した。また、平板を用いてレーザー表面溶体化実験を行い、適用するレーザー表面溶体化プロセスパラメーター範囲を実験的に確定した。次いでレーザー表面溶体化プロセスの有限要素 (FEM) シミュレーションを行い、溶体化層における硬さ分布およびその厚さを γ'' 相の溶解速度式に基づいて計算し、実測と比較した。以上の結果よりInconel 718のレーザー表面溶体化プロセスのモデリングおよび予測手法を提案した。

2 実験方法

2・1 供試材

供試材の化学組成をTable Iに示す。供試材Aを水素ぜい化試験に、供試材Bをレーザー表面溶体化実験に用いた。供試材は1253Kで1.2ks保持により溶体化した後、993K、28.8ks保持後炉冷で893Kに冷却し、その温度で28.8ks保持後に空冷する二段時効熱処理を行った。溶体化材には δ 相および炭化物が分布しており、時効材にはそれらのほかに強化相である γ'' 相も析出している。溶体化材および時効材の平均硬さはそれぞれ約225HV、450HVと測定された。

Table I. Chemical compositions of Inconel 718 used in the present research (mass%).

Material	Ni	Cr	Fe	Nb+Ta	Mo	Ti	Al	Co	Mn	Si	Cu	C
A	52.57	18.47	18.40	5.14	2.95	0.99	0.39	0.34	0.16	0.08	0.04	0.04
B	52.07	18.54	19.25	5.35	3.04	1.01	0.51	0.02	0.15	0.002	0.01	0.03

† 原稿受理 平成 13 年 8 月 24 日 Received Aug. 24, 2001

* 大阪大学大学院工学研究科生産科学専攻 〒565-0871 吹田市山田丘, Manufacturing Sci. Dept., Graduate School, Osaka Univ., Yamadaoka, Suita, 565-0871

** 正 会 員 大阪大学大学院工学研究科生産科学専攻 〒565-0871 吹田市山田丘, Manufacturing Sci. Dept., Graduate School, Osaka Univ., Yamadaoka, Suita, 565-0871

2・2 レーザー表面溶体化実験

120×60×3mm の合金板を用いて、2.5kw の CO₂ レーザーによりレーザー表面溶体化実験を行った。レーザーの移動方向を 60mm の方向とした。レーザーのデフォーカス距離を 20, 30, 40, 50mm に、レーザーの移動速度を 2～41.7mm/s に変化させた。20, 30, 40, 50mm のデフォーカス距離に対するレーザーのビーム直径はそれぞれ 5.28, 7.66, 10.4, 12.4mm であった。レーザーの吸収率に及ぼす試験片表面状態の影響を防ぐため、板の表面を 400 番の研磨紙により研磨し、アセトンで洗浄した。試験片からレーザー発振器へのレーザーの反射を防ぐため、レーザー照射表面を水平面に対して 12° に傾斜させた。全ての実験は、大気中で行い、レーザーと同軸に Ar ガスシールドを行った。

レーザー表面溶体化処理を施した試料を切り出し、ビード断面をエメリー紙およびバフにより研磨し、鏡面に仕上げた。その後、マイクロビッカース硬度計により、表面から 50 μ m ごと 1.96N の荷重で硬さ分布を測定した。ここで溶体化材およびレーザー表面溶体化域の平均硬さは約 225HV であるが、そのばらつきは 210～250HV の範囲になる。そこで、表面溶体化層の硬さ分布からその厚さを明確に定義するため、硬さが 250HV 以下となる領域を溶体化域深さとした。また、研磨面は 10% 蔭酸水溶液を用いて、10V の電圧で約 15 秒の電解腐食を行い、光学顕微鏡により組織観察を行った。 δ 相および炭化物の観察は走査型電子顕微鏡 (SEM) により行った。 γ'' 相は透過型電子顕微鏡 (TEM) により観察した。TEM 試料は機械研磨により作製した薄膜を用いて 3mm 直径の試料に打ち抜き、243～233K で Tenupol-II を用いてエタノール 20%、過塩素酸 80% の溶液により電解研磨して作製した。

2・3 水素ぜい化試験

水素ぜい化感受性に及ぼす表面溶体化層の効果を調べるため、Fig. 1 に示すような試験片を時効材より作製し、2.5kw の CO₂ レーザーを照射して表面溶体化試験片とした。29.4MPa 水素雰囲気中および 0.1MPa 大気中で引張試験を行い、延性および強度の変化を調べた。レーザー表面溶体化プロセスは、レーザーのデフォーカスを 20mm に、回転速度を 25mm/s あるいは 33.3mm/s として回転させた試料にレーザーを照射して行った。照射を行いながらレーザーを試験片の軸に沿って 1mm ずつ移動させ、幅 10mm の溶体化域を形成させた。また、比較するため、溶体化材および時効材により同様の試験片を作製し、同じ雰囲気および引張条件で引張試験を行った。

Fig. 1. Tensile specimen for evaluating the effects of LSA processes on HE sensitivity of Inconel 718 (Unit : mm).

全ての引張試験において引張速度は 1.67×10^{-3} mm/s とし、室温で実験を行った。また、さらに厳しい水素ぜい化試験として、あらかじめ試験片内部にまで水素を吸蔵させた実験を行った。この実験では、引張試験片を 800K, 25MPa の水素雰囲気下で 2 時間で保持して水素を吸蔵させた。その後、室温まで冷却した後、29.4MPa の水素および 0.1MPa の大気中で引張試験を行った。

2・4 再現熱サイクル試験

γ'' 相の溶解速度式を導くため、直径 3mm、長さ 10mm の円柱状試験片を用いて、加熱速度を 70, 100, 150K/s とし、ピーク温度を 1070K～1393K まで変化した熱サイクル付加実験を行った。冷却過程の影響を防ぐため、ヘリウムガスの噴射により急冷却 (300K/s 以上) を行った。硬さの測定は 2.3 節と同じようにして行った。この熱サイクル試験の結果に基づいて、 γ'' の溶解速度式を導出し、レーザー表面溶体化プロセスのモデリングに用いた。また、 γ'' 相の体積率と材料の硬さの相関を導出するため、2・2 節と同じようにして TEM 観察を行った。一つの試料につき、50 万倍の倍率で TEM 明視野像を撮影し、画像ソフトにより分析して、 γ'' 相の面積率を測定し、体積率に換算した。 γ'' と γ' の識別が非常に困難であるため、体積率を測定する際に、 γ'' 相と γ' 相を区別せずに測定を行った。Inconel 718 に分布する γ' 相の体積率が γ'' 相よりはるかに少ないため、それによる誤差は無視できると考えられる。

2・5 レーザー表面溶体化プロセスの熱サイクルの測定

2・2 節のレーザー表面溶体化試験を行う際に、平板の裏面に直径 1.5mm、深さ約 2mm の穴をあけ、熱電対をそれらの穴の底面に接合し、熱サイクルを測定した。実験終了後に試料を熱電対の位置で切断し、断面観察によって熱電対の深さ、またビード中心から熱電対のずれ距離を精確に実測した。この結果はシミュレーションによるレーザー吸収率の推定に用いた。

3 結果と検討

3・1 レーザー表面溶体化実験

レーザー照射により形成された表面溶体化層の光学顕微鏡写真を Fig. 2 (a) に、その表面層における硬さ分布を Fig. 2 (b) に示す。SEM による時効材の観察結果を Fig. 3 (a) に、溶体化層の SEM 写真を Fig. 3 (b) に示す。これらの写真が示すように、レーザー表面溶体化により δ 相および炭化物に大きな変化は認められなかった。レーザーの入熱によるビードの温度が δ 相さらに炭化物の溶解温度より高くなった可能性があるが、レーザーによる加熱速度および冷却速度が極めて高速であったため、サイズが大きい δ 粒子および炭化物粒子が溶解するための反応時間が不十分だったと考えられる。次に、レーザー照射により形成された溶体化層および母材の組織を TEM により観察した。Fig. 4 に示すように、母材には γ'' 粒子が分布しているが、レーザーによる溶体化域には γ'' 粒子の分布は認められなかった。また、Fig. 2 (b) に示すように、溶体化域の硬さが溶体化材と同程度の 250HV 以下であることから、この領域の組織は溶体化材と同一であると考えられる。よって、レーザーの照射による溶体化層の形成は主に γ'' 粒子の溶解によって生じたと考えられる。

Fig. 2. A softened surface layer formed via the laser surface annealing process (Defocus distance : 20mm, laser traverse speed : 25mm/s). (a) Optical image ; (b) hardness distribution of the laser annealed surface layer.

Fig. 3. Secondary electron images of the aged Inconel 718 and laser annealed surface layers. (a) δ and carbides particles in the aged Inconel 718 ; (b) δ and carbide particles in the laser annealed surface layers.

本研究で用いた 20, 30, 40, 50mm のデフォーカスにより形成された表面溶体化層の厚さとレーザーパラメータの相関を Fig. 5 に示す。デフォーカス距離を固定すれば、レーザー移動速度の増加とともに、単位時間に試験片に吸収されたエネルギーが減少するため、形成された表面溶体化層が薄くなる。一方、レーザー移動速度が遅すぎると、表面層が溶融する。表面溶融が生じると表面形状が不整となったり、割れや欠陥が生じる危険性があるため、不適切と考えられる。したがって、Fig. 5 には表面溶融を生じない場合の溶体化層深さのみをプロットした。また、デフォーカス距離の増大とともに、単位面積あたりのレーザーエネルギーが低下するため、レーザー移動速度がより遅くなっても、溶融が発生せずによ

り深い溶体化層が形成された。しかしながら、デフォーカスが増大すると表面溶融を生じずに溶体化できる有効なレーザー速度の範囲が縮小した。

3・2 水素ぜい化試験

29.4MPa 水素および 0.1MPa 大気中で溶体化材、時効材、またレーザー表面溶体化材について行った引張試験の結果を Fig. 6 に示す。Fig. 6 (a) に示すように、大気中でのレーザー表面溶体化材の絞りは時効材と同程度であったが、29.4MPa 水素中では時効材より大幅に改善され、溶体化材と同程度になった。このことから、レーザー表面溶体化プロセスが Inconel 718 時効材の水素ぜい化感受性の低減に有効であると考えられる。ここで引張試験時の水素による絞りの低下は、最大荷重以降で局部収縮

(a)

(b)

Fig. 4. Microstructure comparison between the laser annealed surface layer and the aged alloy. (a) γ' particles distributed in the aged Inconel 718 ; (b) No γ' particle observed in the laser annealed surface layers.

Fig. 5. Laser process parameter scopes corresponding to the experimental conditions in the present research.

が生じる領域において、き裂の発生、進展が水素により促進されることによることである。従って、レーザー表面溶体化により、き裂の発生する表面近傍での水素ぜい化感受性が大幅に改善されることが、水素によるき裂の発生、進展を抑制し、絞り向上をもたらしたと考えられる。一方、Fig. 6 (b) に示すように、レーザー表面溶

体化材の強度は時効材より約 15% 低下したか、溶体化材より大幅に高まった。これは、レーザー表面溶体化による溶体化域が表面近傍に限定されるためである。本研究で用いた引張試験片の直径が 6mm であったが、タービンエンジンのような実際の構造物のサイズはこれよりはるかに大きいため、レーザー表面溶体化による強度低下は実際にはほとんど無視できると考えられる。

同じように、水素を吸蔵させた試験片を 29.4MPa 水素中で引張試験した時の絞り値は、時効材では 10% となり、水素吸蔵しない場合より大幅に低下した。これに対して、表面溶体化材は水素吸蔵しない場合と同程度の 20% の値を示し、大幅に改善された。これより試料中心部まで水素の侵入した場合でもレーザー表面溶体化により水素ぜい化感受性を大幅に低減できることが明らかになった。

3・3 再現熱サイクル試験およびそれによる γ' 相の溶解速度式の導出

3・3・1 再現熱サイクル試験 再現熱サイクル試料の硬さを測定し、加熱速度およびピーク温度との相関を Fig. 7 にまとめて示す。ヘリウム噴射による冷却速度は加熱速度より十分に速いため、 γ' 相は主に加熱過程で溶

(a)

(b)

Fig. 6. Hydrogen embrittlement sensitivity of the LSA-treated aged Inconel 718 was improved to be comparable with the as-solution alloy with little loss of strength. (a) Reduction of area ; (b) Tensile strength.

Fig. 7. Hardness varied with heating rate and peak temperature.

解されたと思われる。これは後述する γ'' 相の溶解速度式を導出する際の前提である。Fig. 7 に示すように、試験片の硬さは熱サイクルの加熱速度およびピーク温度に影響され、加熱速度が遅いほどまたピーク温度が高くなるほど低下することが分かった。

3・3・2 γ'' 相の体積率と硬さの相関の推定 Fig. 7 に示した熱サイクル試験における硬さ変化は γ'' 相の溶解によるものである。レーザー表面溶体化域での溶体化も同様であるが、実際には溶体化域で γ'' 相の体積率を実測することは極めて困難であり、溶体化挙動を硬さ分布から判断することとなる。したがって、溶体化域の予測にあたっては、溶解速度式の導出とともに、 γ'' 相の体積率と硬さの相関を求めておくことが必要である。そこで、本研究では、Inconel 718 時効材は主に γ'' 相の整合ひずみにより強化されることに基づいて、材料の硬さと γ'' 相の体積率の相関の推定を行った。

γ'' 相の整合ひずみによる強化機構に基づいて、 γ'' 粒子を半径 R 、板厚 $2h$ である円盤形粒子とし、Oblak^{1), 2)} はその強化効果を Eq.(1) により推定した。

$$\Delta\tau = 1.7\mu|\epsilon|^{3/2} \left[\frac{h^2 f(1-\beta)}{2bR} \right]^{1/2} \quad (1)$$

但し、 $\Delta\tau$: γ'' 粒子の強化による臨界分解せん断応力 (CRSS) の増大、 μ : せん断剛性係数、 ϵ : 整合ミスフィット、 b : バーガースベクトル、 β : c 軸がパーカースベクトルと垂直な関係になっている粒子の割合、 f : γ'' 相の体積率である。

硬さと臨界せん断応力が線形相関を有することから、Eq.(2) が成立する。

$$\frac{\Delta Hv}{\Delta Hv_{\max}} = \frac{\Delta\tau}{\Delta\tau_{\max}} \quad (2)$$

ここでは、 $\Delta Hv_{\max}$ は時効材と完全溶体化材の硬さの差である。2・1 節に述べたように、時効材と完全溶体化材の硬さがそれぞれ 450HV、225HV であるため、 $\Delta Hv_{\max}$ は 225HV と得られた。 ΔHv は任意の溶体化熱処理材と完全溶体化材の硬さの差である。

γ'' 粒子の形状が粒子サイズに依存しない、即ち粒子の厚さと直径の比が溶解過程において一定と仮定すれば、Eq.(3) が成立する。また、Eq.(1) におけるパラメーター m 、 e 、 b 、 b が粒子形状に依存しないと仮定すれば、Eq.(2) に Eq.(1) および Eq.(3) を代入すると、Eq.(4) となる。

$$\frac{h}{h_0} = \left(\frac{f}{f_0} \right)^{1/3} \quad (3)$$

$$\Delta Hv = \left(\frac{f}{f_0} \right)^{2/3} \cdot \Delta Hv_{\max} \quad (4)$$

本研究で検討するのは溶解による γ'' 相体積率の変化率であるため、それを定義し、Eq.(5) に示す。

$$Xv = 1 - \frac{f}{f_0} \quad (5)$$

但し、 f_0 、 f はそれぞれ時効材および熱処理された材料における γ'' 相の体積率である。Eq.(5) を Eq.(4) に代入すれば、Eq.(6) となる。

$$Xv = 1 - \left(\frac{\Delta Hv}{\Delta Hv_{\max}} \right)^{3/2} \quad (6)$$

新たな変数として、熱処理による材料の硬さの変化率 X_H を Eq.(7) のように定義すれば、 Xv との相関が Eq.(8) となる。

$$X_H = \frac{Hv_{\max} - Hv}{Hv_{\max} - Hv_0} = 1 - \frac{\Delta Hv}{\Delta Hv_{\max}} \quad (7)$$

$$Hv = 1 - (1 - X_H)^{3/2} \quad (8)$$

Eq.(8) に基づいて、材料硬さの変化率と γ'' 相体積率の変化率との換算ができる。再現熱サイクル試験片に対して測定した Xv から、Eq.(8) を用いて計算した X_H と実測の硬さから求めた X_H の比較をまとめて Fig. 8 に示す。計算値と実測値が良好に一致していることから、Eq.(8) に基づいて、材料の硬さと γ'' 相体積率の相互換算ができると考えられる。

3・3・3 γ'' 相の溶解速度式の推定 Inconel 718 における γ'' 相の溶解速度式に関する従来の報告がないため、本研究では、 γ'' 相の溶解が Avrami 式に従うと仮定して、再現熱サイクル試験の結果に基づいてこの仮定を証明し、Avrami 式の係数を決定した。定温条件での Avrami 式を Eq.(9) に示す。⁸⁾

$$Hv = 1 - \exp(-kt^n) \quad (9)$$

ここで、 Xv 、 t 、 n はそれぞれ反応率、時間変数、指数定数である。 k は Arrhenius 型の温度依存性を有する速度定数であり、Eq.(10) に定義される。

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (10)$$

ここで、 Q 、 R 、 T はそれぞれ、活性化エネルギー、ガス定数、温度である。 k_0 は温度に依存性がない定数。

Fig. 8. Comparison between measured and calculated X_H .

定温の場合は、 k が定数であるため、Eq.(9)の両辺の対数を求めると、Eq.(11)になる。Eq.(11)により、いわゆる Avrami プロットを行うことで、Avrami 型の反応であるかどうかを検証でき、係数 n および k の計算もできる。

$$\ln[-\ln(1-Xv)] = \ln k + n \ln t \quad (11)$$

しかしながら、本研究では、 γ'' 相の溶解は熱サイクル過程で生じているので、以下に示すように Avrami 式の非等温過程への拡張を行う必要がある。

再現熱サイクルを無限小の時間ステップに分割して考慮すれば、各時間ステップで γ'' 相の溶解反応が定温反応であるとの仮定が成立する。温度 T での等温変態率が Xv になる時間を $t_{Xv}(T)$ とすれば、変態率に対する加算性を仮定すると、 Xv になる条件は Eq.(12)で与えられる。^{9)~11)}

$$\int_{T_0}^T \frac{1}{t_{Xv}(T)} \cdot \frac{dT}{dT} \cdot dT = 1 \quad (12)$$

ここで、 dt は無限小の時間ステップであり、 dT は温度変化である。 T_0 は反応の始点温度である。

ところで、Eq.(10)を Eq.(9)に代入し、また式 (13) のように新たな変数 ΔE を定義して、 $t_{Xv}(T)$ を求めると、Eq.(14)になる。

$$\Delta E = \frac{Q}{n} \quad (13)$$

$$t_{Xv}(T) = \left[\frac{1}{k_0} \cdot \ln \left(\frac{1}{1-Xv} \right) \right]^{\frac{1}{n}} \cdot \left[\exp \left(-\frac{\Delta E}{RT} \right) \right]^{-1} \quad (14)$$

Eq.(14)を Eq.(12)に代入すると、Eq.(15)が得られる。

$$\int_{T_0}^T \left[\frac{1}{k_0} \cdot \ln \left(\frac{1}{1-Xv} \right) \right]^{\frac{1}{n}} \cdot \exp \left(-\frac{\Delta E}{RT} \right) \cdot \frac{dT}{dT} \cdot dT = 1 \quad (15)$$

温度 T に依存しない項を積分の外に出し、温度微分項を消去して、また式を Xv について整理すると、Eq.(15)から Eq.(16)が得られる。

$$Xv = 1 - \exp \left\{ -k_0 \left[\int_{T_0}^T \exp \left(-\frac{\Delta E}{RT} \right) \cdot dT \right]^n \right\} \quad (16)$$

但し、 t_0 は反応開始の時刻であり、 t は加熱過程におけるある時刻である。Doyle¹²⁾の手法に従い、新たな変数 θ を定義し、Eq.(17)に示す。

$$\theta = \int_{t_0}^t \exp \left(-\frac{\Delta E}{RT} \right) \cdot dt \quad (17)$$

以上より非等温過程の Avrami 式として、以下の Eq.(18)、Eq.(19)が得られる。

$$Xv = 1 - \exp(-k_0 \theta^n) \quad (18)$$

$$\ln[-\ln(1-Xv)] = \ln k_0 + n \ln \theta \quad (19)$$

Eq.(19)の k_0 および n は温度に依存性がないため、 $\ln[-\ln(1-Xv)]$ と $\ln \theta$ の間に線形相関が成立すれば、 γ'' 相の熱サイクルによる溶解過程が Avrami 型であると結論でき、 k_0 および n も求められる。

ここで、 θ を求めるためには、 ΔE を決定する必要がある。前述のように、本研究で行った再現熱サイクル試験の冷却速度が加熱速度より十分に速かったため、 γ'' 相の溶解が加熱過程に発生したと仮定することができる。それで、Doyle の手法を適用すると、加熱速度 ϕ の熱サイクルで、温度が T_0 から T に変化した時の θ は Eq.(20)により与えられる。¹²⁾

$$\theta = \frac{\Delta E}{\Phi T} \left[P \left(\frac{\Delta E}{RT} \right) - P \left(\frac{\Delta E}{RT_0} \right) \right] \quad (20)$$

但し、 P は P 関数であり、Eq.(21)の近似式を用いた。

$$\log P_y = -2.315 - 0.4567y \quad (21)$$

ここで、 y は任意の変数である。

本研究で行った再現熱サイクルの開始温度、即ち T_0 は室温であり、その温度では γ'' 相の溶解が発生しないため、Eq.(20)は Eq.(22)となる。

$$\theta = \frac{\Delta E}{\Phi R} P \left(\frac{\Delta E}{RT} \right) \quad (22)$$

異なる加熱速度 ϕ_1 および ϕ_2 による熱サイクルで、反応率が等しい点では、 θ も等しい。したがって、加熱速度 ϕ_1 で温度 T_1 、加熱速度 ϕ_2 で温度 T_2 において反応率 Xv が等しくなったとすれば、

$$\frac{\Delta E}{\Phi R} P \left(\frac{\Delta E}{RT_1} \right) = \frac{\Delta E}{\Phi_2 R} P \left(\frac{\Delta E}{RT_2} \right) = \text{const.} \quad (23)$$

ここで、Eq.(21)を用いると、Eq.(24)が得られる。

$$\log \Phi_1 + 0.4567 \frac{\Delta E}{RT_1} = \log \Phi_2 + 0.4567 \frac{\Delta E}{RT_2} = \text{const.} \quad (24)$$

Eq.(24)により、再現熱サイクル試験の結果を用いて、 $\log \phi$ と $1/T$ の相関を表す Ozawa プロット¹³⁾を行うことで ΔE を求めることができる。その結果を Fig. 9 に示す。異なる反応率 ($Xv = 2/8, 3/8, 4/8, 5/8, 6/8$) ごとに得られた $\log(\phi)$ と $1/T$ の線形関係からそれらの傾きを平均して、 ΔE を $1.35 \times 10^5 \text{ J/mol}$ と推定した。

この ΔE を Eq.(17)に代入して、各熱サイクルに対応する θ を求め、 $\ln[-\ln(1-Xv)]$ と $\ln \theta$ の相関を Fig. 10 にまとめた。良好な線形関係を有していることから、 γ'' 相の溶解が Avrami 型の速度式で記述できると推定される。また、その傾きから、 n の値は 2.25 と得られた。

Fig. 9. Ozawa plot with various reaction rates.

Fig. 10. $\ln[-\ln(1-Xv)]$ vs. $\ln \theta$ plot.

3・4 レーザー表面溶体化プロセスの FEM 熱伝導シミュレーション

3・4・1 FEM シミュレーションモデルの構築 本研究で行ったレーザー照射プロセスを Fig. 11 に示すようにモデル化した。ビードの幅が試験片のサイズより大幅に小さいため、面 abcd に対する対称と仮定することができ、その半分を FEM シミュレーションのモデルとした。

本研究のレーザープロセスでは試験片の表面が溶融しないため、溶解潜熱の影響、またふく射による熱の発散を無視し、その熱伝導式は Eq.(25) に従うとした。

$$\frac{\partial(\rho c T)}{\partial t} = \nabla(k \nabla T) \quad (25)$$

ここでは、 ρ , c , k はそれぞれ Inconel 718 の密度、比熱、熱伝導率である。 T は材料の温度である。

前述のように、Fig. 11 の“abcd”はシミュレーションで熱絶縁面としたため、境界条件としては Eq.(26) に示す。ここでは $\frac{\partial T}{\partial n}|_{\Gamma}$ は試験片表面 Γ における温度勾配ベクトルである。 n は Γ における単位ベクトルで、プラスの方向は試験片の内部から外部である。

$$k \frac{\partial T}{\partial n}|_{\Gamma} = 0 \quad (\Gamma = 'abcd' \text{ の場合}) \quad (26)$$

ほかの境界条件および初期条件は Eq.(27) ~ Eq.(30) に示すようである。試験片の周囲の大気温度はレーザープロセス中で室温に固定した。

$$k \frac{\partial T}{\partial n}|_{\Gamma} = -h(T - T_a)|_{\Gamma} \quad (\Gamma \neq 'abcd' \text{ の場合}) \quad (27)$$

$$k \frac{\partial T}{\partial n}|_{\Gamma} = q \quad (\text{レーザービーム中}) \quad (28)$$

$$T = T_0 \quad t = 0 \quad (29)$$

$$T_a = T_0 \quad t \geq 0 \quad (30)$$

ここで、 h は Inconel 718 の熱伝達係数である。 T_a は周囲の空気温度である。 q は試験片にあたるレーザービーム中で単位面積を通じて入熱するエネルギーである。レーザーのエネルギー密度分布を Gaussian 型であると仮定して、 q を計算した。 T_0 は室温である。 $t = 0$ はレーザー照射の開始時間である。

h は Holman^[4]の理論にしたがって計算し、試験片側面、上面、下面に対してそれぞれ 3.28, 2.84, 1.26 Jm⁻¹sec⁻¹ K⁻¹ となった。

Inconel 718 の密度は 8220 kg/m³ を使い、温

Fig. 11. Schematic LSA process for the FEM simulation.

度に依存しないと仮定した。比熱と熱伝導率は温度に依存する物理特性であり、それぞれの値を文献^[15]の値を用いた。

3・4・2 レーザー吸収率の推定 Inconel 718 のレーザー吸収率に関する報告がないため、レーザーの吸収率を変化させてシミュレーションを行い、2・5 節に述べた方法により測定したビード中心からの熱電対の距離および材料表面からの深さにより決定されたポイントの熱サイクルの実測値との比較に基づいてレーザー吸収率を推定した。シミュレーションによる計算値と実測値の比較の例は Fig. 12 に示すとおりである。

この方法により推定されたレーザー吸収率は 20, 30, 40, 50mm のデフォーカスに対してそれぞれ 21.5, 20, 18.5, 17% であった。

3・4・3 レーザー照射による表面溶体化層深さの計算

3・4・2 項で得られたレーザー吸収率を用いて、全てのレーザー表面溶体化プロセスの FEM シミュレーションを行い、表面から 50μm もしくは 100μm ごとの熱サイクルを求め、それを用いて θ を計算して硬さに換算した。そして、各表面溶体化層における硬さ分布の計算値と実測値と比較した (Fig. 13)。また 250HV の硬さになった表面層を溶体化層とする定義に基づいて計算した溶体化層厚さの実測値と計算値を比較した (Fig. 14)。Fig. 13 お

Fig. 12. Comparison between calculated and measured thermal cycle (Df : 30mm, Laser traverse speed 16.7mm/s).

(Thermo couples depth : 0.835mm, Distance from the bead center : 1.6mm).

Fig. 13. Comparison between calculated and measured hardness distribution (Df = 20mm, Laser traverse speed = 25mm/s).

Fig. 14. Comparison between calculated and measured thickness of the annealed surfaces.

および Fig. 14 に示すように、溶体化域での硬さ分布および溶体化深さとも計算の結果は実測値とよく一致していた。

また、溶融を発生せずに溶体化層を形成できるレーザー照射プロセスのパラメーター範囲を実測の結果と比較して、Fig. 15 に示す。各デフォーカスで溶体化層が形成できるレーザー速度範囲は、よく実測値と一致している。

Inconel 718 のレーザー表面溶体化では、表面溶体化層は γ'' 相の溶解により形成する。Eq. (17) および Eq. (18) が示すように、 γ'' 相の溶解は熱履歴、即ち加熱時間とピーク温度に大きく影響される。前述のように、デフォーカス距離が増加すると、ビーム径が増大し、レーザービーム中のエネルギー密度が減少する。このため、ビード中心部で溶融が発生するまでに要する時間が長くなり、熱伝導により形成できるビードの幅および深さが大きくなると考えられる。一方、適用できるレーザー速度の範囲が狭くなるため、デフォーカスを大きくした場合には、レーザー速度の制御が重要である。

以上のように本方法により予測された表面溶体化層の厚さおよびレーザープロセスパラメーター範囲の計算値と実測値が良好に一致したことから、この手法が Inconel 718 のレーザー表面溶体化プロセスの予測に有効であると結論できる。

Fig. 15. Comparison between calculated and measured laser parameter scope.

4 結 論

Inconel 718 のレーザー表面溶体化プロセスによる水素ぜい化感受性の低減効果を調べ、そのプロセスによる表面溶体化層の形成を予測する手法を検討した。得られた結論は次の通りである。

(1) Inconel 718 時効材をレーザーにより照射して、表面に溶体化層を形成させることで、合金の水素ぜい化感受性を低減することができた。この表面溶体化層の形成による強度の減少はわずかであった。

(2) 再現熱サイクル試験の結果より、 γ'' 相の溶解が Avrami 型であることが判明され、Avrami 式の係数 n および ΔE をそれぞれ 2.25, $1.35 \times 10^5 \text{ J/mol}$ と推定した。

(3) 板厚 3mm の Inconel 718 平板についてレーザー表面溶体化プロセスを行い、表面溶融を生じずに溶体化できるレーザープロセスパラメーター範囲を求めた。

(4) レーザー照射プロセスの FEM シミュレーションを行い、実測の熱サイクルとの比較に基いて本研究の条件で材料のレーザー吸収率を 20, 30, 40, 50mm のデフォーカスに応じてそれぞれ 21.5, 20, 18.5, 17% と推定した。

参 考 文 献

- 1) D. F. Paulonis, J. M. Oblak and D. S. Duvall, Trans. ASM, **62**, 611 (1969).
- 2) J. M. Oblak, D. F. Paulonis and D. S. Duvall, Metall. Trans., **5**, 143 (1974).
- 3) Y.-F. Han, P. Deb and M. C. Chaturvedi, Met. Sci., **16**, 555 (1982).
- 4) S. Fukuyama, K. Yokogawa, M. Araki, H. Aoki and Y. Yamada, J. Soc. Mater. Sci. Jpn., **40**, 736 (1991).
- 5) S. Fukuyama, K. Yokogawa, Y. Yamada and T. Iida, Tetsu to Hagane, **78**, 860 (1992).
- 6) P. D. Hicks and C. J. Altstetter, Metall. Trans. A, **21A**, 365 (1990).
- 7) J. He, S. Fukuyama, K. Yokogawa and A. Kimura, Mater. Trans., JIM, **35**, 689 (1994).
- 8) M. J. Avrami, J. Chem. Phys., **7**, 1103 (1939) **8**, 212 (1940) **9**, 177 (1941).
- 9) M. Umemoto, K. Horiuchi and I. Tamura, Trans. ISIJ, **23**, 690 (1983).
- 10) 西本和俊, 溶接学会誌, **58**, 527 (1989).
- 11) 梅本 実, 溶接, “溶接部の材料挙動のモデリングとシミュレーション”, 溶接学会溶接冶金研究委員会編, p.109 (1999).
- 12) C. D. Doyle, J. Appl. Polym. Sci., **5**, 285 (1961).
- 13) T. Ozawa, Bull. Chem. Soc. Jpn., **38**, 1881 (1965) J. Therm. Anal., **2**, 301 (1970) J. Therm. Anal., **5**, 563 (1973).
- 14) J. P. Holman, “Heat transfer, 3rd edition”, p.219 (1972) McGraw-Hill Inc..
- 15) Luo Xiangjun, Doctoral thesis of Hiroshima Univ., 122 (1999).