インコネル718の4 Kにおける破壊機構*

萱 森 陽 一^{*1}, 寺 本 徳 郎^{*2}
斎 藤 正 克^{*3}, 西 村 俊 則^{*4}

Fracture Mechanism of Inconel 718 at 4 K

Youichi KAYAMORI, Tokuo TERAMOTO,
Masakatsu SAITO and Toshinori NISHIMURA

An elastic plastic fracture toughness test was carried out at 4 K and 290 K to clarify the fracture mechanism of Inconel 718. It was revealed, at 4 K, that pop-in behavior was dominant until final fracture and that this material was quite brittle. The elastic plastic fracture toughness corresponds well with plane strain fracture toughness. The tearing modulus is comparatively low if the energy level just before final pop-in is employed to obtain the J - R curve. On the other hand, at 290 K, this material is ductile although the fracture toughness is less than that at 4 K. The material strength contributes to the difference in fracture toughness between 4 K and 290 K. Microscopic examination shows that, at 4 K, a small dimple zone is often located at the initial crack front although a cleavage facet or twinning is dominant at the fracture surface. However, at 290 K, only a dimple zone is found on the fracture surface.

Key Words: Inconel 718, RCT Specimen, Fracture Toughness, Tearing Modulus, 4 K, Pop-In, Serration, Dimple, Cleavage Facet, Twinning, Inclusion

1. 緒 言

インコネル 718 を代表とするニッケル基超合金は本来耐熱合金として開発されたものであるが、その高強度を買われ最近ではさまざまな環境下でも使用されるようになってきた。すでにスペースシャトルの液体燃料貯蔵容器材として使われているが、新しい応用としては超伝導応用機器の構造材料等が考えられており、今後極低温における有用性は増してゆくものと思われる。一方、インコネルの破壊強度は介在物の大きさ・含有率に強く影響され、また結晶粒径にも依存することが知られており⁽¹⁾、さらに詳しい破壊機構の解明が必要とされている。西村ら⁽²⁾は常温および極低温下で平面ひずみ破壊靱性試験を行ったが、得られた靱性値が極低温でやや上昇する傾向がみられた。この原因の一つとして、靱性の温度依存性が降伏・引張強度のそれに対応する、つまり切欠感度が鈍いためと推定したが詳しい機構は判明しなかった。

そこで本研究ではインコネル 718 を供試し、常温(290 K)および液体ヘリウム温度(4 K)における弾塑性破壊靱性試験を行った⁽³⁾。また、走査電子顕微鏡(SEM)を用いた破面観察、および電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)を用いた成分分析により、破壊の機構を検討した。

2. 供試材料および実験方法

2・1 供試材料 実験に供試した材料は、ニッケル基超合金の一種であるインコネル 718 の真空誘導溶解(VIM)材である。鋳造後、熱間鍛造により粒径をそろえ、980°Cで1時間の溶体化処理を施した。その後、以下のごとく二段時効処理した。

- (1) 720°Cで8時間保持。
- (2) 620°Cまで炉冷した後、8時間保持。
- (3) 常温まで空冷。

表1にその化学成分を示す。本研究で使用したインコネル 718 は従来の成分で通常の時効処理を施しており、 γ' や γ'' の粒内析出硬化型マトリックスの体積含有率は少なく、また粒径はサブミクロンサイズと予想される。したがって破壊発生に大きく寄与することはないと考えられる。むしろ粒界にはニオブやチタンの金属間化合物がかなり析出している可能性が高い。こ

* 平成4年10月1日 第70期全国大会講演会において講演、原稿受付 平成4年11月24日。

^{*1} 学生員、筑波大学大学院(〒305 つくば市天王台1-1-1)。

^{*2} 筑波大学構造工学系。

^{*3} 正員、筑波大学構造工学系。

^{*4} 正員、日鉱特殊金属(株)日立工場(〒317 日立市宮田町3453)。

の材料から引張試験片およびラウンドコンパクトテンション(RCT)試験片(C-R 方向)を採取した。

2・2 引張試験 図1に引張試験片の寸法と形状を示す。引張試験はクライオスタットを取付けたスクリュタイプ万能試験機を用いて、常温および液体ヘリウム温度において、変位速度を0.2 mm/min に設定して実施した。荷重はロードセル、変位はクロスヘッド変位をダイヤルゲージにより測定した。

2・3 破壊靱性試験 本実験では直径約35 mmの丸棒材からRCT試験片を採り出した。その寸法および形状を図2に示す。このRCT試験片に、油圧式疲労試験機を用い疲労予き裂を2 mm程度導入した後、引張試験と同様に常温および液体ヘリウム温度において、変位速度0.2 mm/min で負荷した。荷重はロードセル、荷重線変位は予き裂開口部に取付けたクリップゲージで測定し、X-Yレコーダにプロットした。弾塑性破壊靱性 J_{IC} の算出に関しては、複数試験片法を採用した。

3. 実験結果および考察

3・1 引張試験 常温および4 Kにおける試験片

表1 化学成分(wt. %)

Ni	Fe	Cr	Nb	Mo	Ti	Al	Co
52.1	18.6	19.7	4.7	3.0	0.9	0.6	0.2

Cu	Si	C	P	B	S	O	N
0.02	0.1	0.05	0.001	0.004	0.001	6 ppm	33 ppm

図1 引張試験片(単位:mm)

図2 RCT試験片(単位:mm)

の破断状況を図3に示す。破断した試験片を観察すると、常温では中央部付近がネッキングしており、すべりの発生による明かなせん断破壊である。一方、4 Kではネッキングはわずかであり、ほとんど変形を伴わずに破断している。破断面はせん断型であるが主破面以外にも割れが見られた。得られた応力-伸び曲線を図4に示す。4 Kの降伏点(0.2%耐力)、引張強度および加工硬化率は常温における値より大きくなるが、破断伸びはいずれの温度においても10数パーセント程度でほぼ等しい。このような傾向はTobler⁽⁴⁾やLogsdonら⁽⁵⁾による試験結果にもみられる。fcc金属やその合金の延性はしばしば温度に依らずほぼ等しくなっており、ニッケルをベースとする超合金インコネル718もこれに該当すると言える。また4 Kでは負荷中に発生する可聴音に対応して応力-伸び曲線にセレーションが示されるが、これは降伏後の変形双晶の発生が寄与していると思われる⁽⁶⁾。

3・2 破壊靱性試験 RCT試験片を過荷重破断させた場合の荷重-荷重線変位曲線を図5に示す。常温では可聴音もなく最大荷重点までゆるやかに荷重が増加し、見かけ上延性的であるのに対し、4 Kでは線形域を過ぎたあたりから小規模のポップインが複数回生

図3 引張試験片の破断状況

図4 応力-伸び曲線

じ、その後急激に破断に至っている。したがって、4 Kにおいてはポップインを主体としたマクロ的にはかなり脆性的な挙動を示すようであるが、一方では図4からわかるように10数パーセントの破断伸びを示すためミクロ的にはやや延性を呈する可能性がある。なお常温と4 Kにおける荷重-荷重線変位曲線の初期こう配の差は主に初期き裂長さの違いによる。

本実験で用いるRCT試験片はJSME基準⁽⁷⁾およびASTM規格⁽⁸⁾で採用されるCT試験片とは形状が異なるが、 J 積分の算定に当たってはこれらの規格に準拠して求めた。また延性き裂発生点に対応する J_{in} を求めるため、複数試験片法を用いた。図6に常温および液体ヘリウム温度における J - R 曲線を示す。4 Kではポップインが支配的であったためデータ点は多少ばらつきが多いが、得られた R 曲線はJSME基準とASTM規格でほぼ違いはない。また本供試材では常温・4 KともSEM観察の結果ストレッチゾーンは見られなかったため、鈍化直線はASTM規格で推奨されている以下の式を用いた。

$$J = 2\sigma_{fs}\Delta a \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで σ_{fs} は流動応力、 Δa はき裂長さ増分である。鈍化直線と R 曲線の交点から求まる J_{in} は次式

$$B, b_0 \geq 25 \frac{J_{in}}{\sigma_{fs}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

を満足しているため、常温・4 Kとも有効な弾塑性破壊靱性 J_{IC} とみなせる。ここで上式の B は試験片厚さ、 b_0 はリガメント長さである。表2に本実験で得られた J_{IC} 、さらには以下の式で与えられる破壊靱性 $K_{IC}(J)$ 、およびテアリングモデュラス T_{mat} を示す。

$$K_{IC}(J) = \sqrt{\frac{EJ_{IC}}{1-\nu^2}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$T_{mat} = \frac{E}{\sigma_{fs}^2} \frac{dJ}{da} \quad \dots\dots\dots (4)$$

ここで E は縦弾性係数、 ν はポアソン比である。4 K

図5 荷重-荷重線変位曲線

における J_{IC} は常温における値よりも大きくなった。4 Kの降伏・引張強度が常温の値よりも大きく、破断伸びが同程度であることを考慮すると、破壊靱性の温度依存性が降伏・引張強度のそれに対応するためと考えられる。つまり初期き裂先端のひずみが引張試験の破断ひずみに等しくなった時にき裂が発生すると仮定すれば、破壊靱性は強度に比例すると言えよう。また竹内ら⁽⁹⁾はオーステナイト系ステンレス鋼を用いた実験結果から、高剛性試験機を用いた場合に限定して、 T_{mat} によってき裂発生後の安定伝ばの程度を分類できている。もちろん延性破壊の不安定条件は T_{mat} の大小関係のみから求まるものではなく、負荷条件に依存して変わる T_{app} が T_{mat} を越えたときである。本研究においても荷重点の剛性が高い場合に限定すれば、今回得られた T_{mat} はいずれの場合もかなり小さい。竹内らによれば常温・4 Kとも不安定なき裂進展が生ずることになるが、本供試材は常温ではき裂は安定伝ばしている。インコネル718に対し新たな T_{mat} の分類が必要になると思われる。

ところで本供試材は前述したように、4 Kにおいてはポップインを主破壊形態とするが、このような場合にはき裂の開口とともに荷重落下が顕著であるため、

表2 各温度の破壊特性

Temp. K		J_{IC} kN/m	$K_{IC} (J)$ MPa $\cdot$ m ^{1/2}	T_{mat}
4	JSME	30.2	82.7	1.29
	ASTM	32.0	85.0	1.27
290	JSME	18.4	64.5	1.08
	ASTM	18.1	64.1	1.53

図6 J - R 曲線

JSME 基準や ASTM 規格で定められた J 積分の算定法の適用に問題がある。つまり除荷に伴うき裂の開口は試験機の剛性に依存するところが大きいので、ポップイン後の荷重-荷重線変位曲線下の面積がき裂の進展に寄与したと考えるより、ポップイン直前に与えられたエネルギーによりき裂が瞬時に進展したと考えるのが妥当である。そこで最終ポップインによる荷重落下が最も顕著であることを考慮し、最終ポップイン後のエネルギーレベルに基づく J 積分から求める通常の R 曲線とは別に、最終ポップイン直前のエネルギーレベルに基づく J 積分に修正することにより求める R 曲線を考えてみた。具体的には、 J 積分の算定に用いる荷重-荷重線変位曲線下の面積として、通常は図 7 に示した除荷直前までの面積 ($A+B$) を用いるが、ここでは最終ポップイン発生点までの面積 A のみを用いて計算する。JSME 法を用いた場合について修正された J - R 曲線を図 8 の点線で示す。この方法では最終ポップインが大きいほど修正される J 積分も大きくなるため、その結果通常の R 曲線よりも傾きは小さくなり T_{mat} は約 50% 減少した。つまり本供試

図 7 J 積分の算定に用いる荷重-荷重線変位曲線下の面積

図 8 修正された J - R 曲線 (JSME 基準)

材の 4 K における破壊挙動はかなり脆性を示すことがわかった。また本実験における 4 K での $K_{Ic}(J)$ は西村ら⁽²⁾が行った平面ひずみ破壊靱性試験の K_{Ic} (80 MPa $\cdot$ m^{1/2}) とほぼ一致する。このことからポップインを考慮した J - R 曲線が有効であると思われる。

3.3 微視的破壊機構 各温度で破断した RCT 試験片の破面を SEM により観察した。図 9 は常温における破面で、き裂は下から上へ進展し、初期き裂前縁は矢印で示してある。疲労予き裂の破面のはディンプル状の破面が支配的になっていることから、常温における破壊形態は粒内の延性引裂き破壊であるといえる。図 10 は 4 K における破面で、(a) は 150 倍で撮ったものである。やはりき裂は下から上へ進展し、初期き裂前縁を矢印で示してあるが、き裂進展方向と垂直に部分的な凹凸による白い筋模様が観察される。この筋はたいてい初期き裂前縁に存在し、き裂進展直後に比較的多くみられるが、板厚全体に及んでいることはない。(b) は初期き裂前縁近傍を拡大したもので、帯状のディンプル破面がみられ、これが(a)の白い筋模様に相当する。ディンプル帯の幅は 10 から 20 μ m 程度で、本供試材の結晶粒径である 20 から 50 μ m よりも小さいことから、ここでは粒内の延性引裂き破壊が起こっているといえる。このディンプル径は数マイクロメートル程度で、常温におけるディンプル径とほぼ一致していた。ディンプル以外の大部分はへき開ファセットを含む脆性状の破面であり、粒内へき開割れによるポップインを伴った破壊が生じていると思われる。また(b)の上部に変形双晶が一部みられるが、破壊の初期に双晶面の分離やはく離が生じたため⁽¹⁰⁾であり、この変形双晶がへき開き裂の発生・成長を促進しているものと考えられる⁽¹¹⁾。(c) は初期き裂前縁より少し先の破面だが、やはりディンプル状破面と脆性状の破面がみられる。つまり 4 K においてはまずディ

図 9 常温における破面

ンプルによる粒内の延性引裂き破壊が起こり、その後変形双晶をきっかけとした粒内へき開割れが起こり、それらが破壊の初期に繰返されることが複数のポップインに対応していると思われる。

図11は4 KにおけるRCT試験片中央部のき裂の断面であるが、すべり線に類似した平行な線群に沿った割れが一部見られる。これからも変形双晶をきっかけとした割れ発生の様子が伺える。なお、このような線でみられる変形帯を双晶であると判断した根拠は、引張試験中に発生する可聴音に対応して図4の応力-伸び曲線にセレーションが示されたことにある。結局、4 Kでは初期き裂前縁に発生したディンプルが J_{Ic} の

増加に寄与し、その後のへき開割れによって T_{mat} が減少したと考えられる。

次に4 Kにおいて破面形態が変化する、つまりディンプル状破面と粒内へき開割れが交互に発生する原因を考察する。図12は4 KにおけるRCT試験片のディンプル状破面とへき開破面の境界のEPMAによる成分分析結果である。図中の上下二つの線で、それぞれ上がチタン、下がニオブの分布状態を示す。矢印で示される位置にNbTiの炭化物が確認されることから、破面形態の変化は介在物に影響されることがわかる。この場合には粒界に達した安定延性き裂が応力集中源となる介在物によってへき開割れ発生を引き起こしたと考えられる。しかし、へき開破壊が常に介在物を起点として生ずるとは限らず、結晶粒内の変形双晶の割れやはく離自体が原因になる場合もあると考えられる。今後、結晶粒径の影響も含めて、介在物の大きさ・含有率と破壊挙動の関係を調べる必要がある。

図10 4 Kにおける破面

図11 4 Kにおけるき裂の断面

図12 EPMAによる成分分析結果

4. 結 言

常温および液体ヘリウム温度において、インコネル718を供試した引張試験および弾塑性破壊靱性試験を行った。さらにSEMを用いた破面観察、およびEPMAを用いた成分分析により、破壊の機構を検討した。その結果、以下の結論を得た。

(1) 引張試験の結果、4 Kの降伏点および引張強度は常温のそれよりも大きい、破断伸びは常温・4 Kともほぼ等しい。

(2) 破壊靱性試験においては、4 Kではポップインを主体とする脆性挙動を示す。一方、常温ではポップインは全く生ぜず、見かけ上延性的である。

(3) 4 Kにおける弾塑性破壊靱性 J_{Ic} は常温における値より大きい。これに対し、最終ポップインを考慮して得られた4 Kのテアリングモデュラス T_{mat} は常温の値より小さい。

(4) SEM観察の結果、常温ではディンプル状破面が支配的であるのに対し、4 Kでは一部ディンプル状破面と粒内へき開割れが多くみられる。このことから、本供試材の破壊形態は常温では延性引裂き破壊を呈するが、4 Kではポップインを伴う脆性破壊と延性引裂き破壊が初期に繰返される。

(5) 成分分析の結果、ディンプル状破面とへき開破面の境界にNbTiの炭化物が確認された。つまり4 Kにおける破壊形態の変化は粒界では介在物に影響される。しかし粒内における破壊形態の変化については γ' や γ'' の析出硬化型マトリックスが起因することもあるが、今後透過電顕などによる詳しい分析が必要となろう。

最後に、本実験を遂行するに当たり多大なご協力をいただいた日鉱共石(株)総合技術本部の傳田岳史氏に感謝の意を表する。

文 献

- (1) Logsdon, W. A., ほか2名, *Proc. 3rd Int. Cryo. Mat. Conf.*, (1979), 137.
- (2) 西村・ほか2名, 機構論, No. 910-71(1991-11), 327.
- (3) 萱森・ほか2名, 機構論, No. 920-78(1992-9), 301.
- (4) Tobler, R. L., *Cryogenics*, **16**(1976), 669.
- (5) Logsdon, W. A., ほか2名, *Proc. 2nd Int. Cryo. Mat. Conf.*, (1977), 197.
- (6) 小寺沢, 材料強度学要論, (1985), 21.
- (7) 弾塑性破壊靱性 J_{Ic} 試験方法, JSME S 001, (1981).
- (8) Standard Test for J_{Ic} , A Measurement of Fracture Toughness, *ASTM E 813-81*(1981).
- (9) 竹内・ほか3名, 機論, **51**-470, A(1985), 2256.
- (10) Denda, T., ほか2名, *Met. Trans.*, **A**, **23**(1992), 519.
- (11) 荻山・ほか2名, 材料, **41**-465(1992), 926.