IN 718 の疲労き裂伝ば機構に及ぼす清浄度の影響*

傳 田 岳 史^{*1}, 菊 地 祐 久^{*2}
寺 本 徳 郎^{*3}, 斉 藤 正 克^{*3}

Effect of Cleanliness on Fatigue Crack Growth Mechanism of IN 718

Takeshi DENDA, Hirohisa KIKUCHI,
Tokuo TERAMOTO and Masakatsu SAITO

It is widely understood that the fatigue life of nickel-base superalloys is greatly increased as a consequence of the inclusion elimination in the melting process. Electron beam cold hearth remelting is a recently developed technique that offers the most dramatic improvements in the cleanliness of superalloys. However, the relation between fatigue characteristics and cleanliness has not been well investigated. In this work, fatigue crack growth rate tests were conducted at ambient temperature on commercial grade IN 718 and electron beam melted clean IN 718. The fatigue crack growth rate test shows that small surface cracks in the clean materials propagate considerably slower than those in the conventionally processed materials. In contrast to the behavior of small cracks, long through cracks propagate faster in the clean materials than in the conventionally processed materials. Since the small crack initiation and propagation period is the major portion of the fatigue life, the behavior of small cracks has a more important effect on the fatigue life than the behavior of long cracks.

Key Words: IN 718, Cleanliness, Small Surface Crack, Fatigue Crack Growth Rate, Inclusion, Grain Size

1. 緒 言

ニッケル基合金の疲労寿命は、合金の清浄度に大きく影響されることが知られている。近年、高清浄度溶解技術の進歩により、疲労き裂の起点となる欠陥、特に非金属介在物の量と大きさを制御して、疲労寿命を格段に長くすることが可能となってきた。電子ビームコールドハース溶解法(EBCHR: Electron Beam Cold Hearth Remelting)はニッケル基合金中の非金属介在物を除去する最新のプロセスであり⁽¹⁾、ジェットエンジンの回転部品用ニッケル基合金の製造等に応用が始められている⁽²⁾。しかし、製品の安全性を確保し、寿命を正しく予測するためには、微小な欠陥等から発生した疲労き裂が伝ばし、大きなき裂へと成長して破壊に至るまでのき裂伝ば機構を統合的に把握する必要がある。ニッケル基合金の疲労き裂伝ば機構に関して、介在物の影響を積極的に取扱った例はほとんどなく、定量的に評価されたニッケル基合金の

「清浄度」と、き裂伝ば機構との関連性を調べた研究は見当たらない。本研究では、電子ビームボタン溶解法により清浄度を分析した4種類のIN 718の、長い貫通き裂の疲労き裂伝ば試験および表面微小疲労き裂発生伝ば試験を室温で行い、清浄度の影響を検討した。前報⁽³⁾で示したようにIN 718の疲労き裂伝ば特性は結晶粒径の影響を受ける。粗い結晶粒の材料と細かい結晶粒の材料とで清浄度の影響を調べるため、4種類の供試材料のうち、2種類は粗結晶粒で清浄度の高いものと低いもの、他の2種類は細結晶粒で清浄度の高いものと低いものとした。

2. 供 試 材 料

供試材料は、真空誘導溶解により溶製し、鍛造した、粗結晶粒のもの(CG-VIM)、真空誘導溶解の後に真空アーク溶解により再溶解し、鍛造した細結晶粒のもの(FG-VAR)、真空誘導溶解の後に電子ビームコールドハース溶解し、鍛造した粗結晶粒のもの(CG-EB)および細結晶粒のもの(FB-EB)の4種である。

粗結晶粒材には、下記の条件により溶体化処理および時効処理を施した。

溶体化処理: 980°C×1h → Air Coll

時効処理 : 720°C×8h

* 平成6年3月29日・第71期通常総会講演会において講演、原稿受付 平成6年3月29日。

*1 正員, (株)ジャパンエナジー (〒105 東京都港区虎ノ門2-10-1)。

*2 学生員, 筑波大学大学院 (〒305 つくば市天王台1-1-1)。

*3 正員, 筑波大学構造工学系。

表 1 供試材の化学成分 [wt.%]

	C	P	S	Nb	Ti	Al	Mn	Fe	Co	Mo	Cr	Cu	Si	Mg	Ni	B	O	N
CG-VIM	0.048	0.001	0.0017	4.74	0.89	0.55	0.01	18.64	0.20	2.99	19.72	0.02	0.10	0.0002	52.10	0.004	0.0009	0.0033
FG-VAR	0.040	0.003	0.0005	5.38	0.98	0.60	0.09	18.89	0.15	2.88	18.13	0.07	0.11	0.0009	52.29	0.005	0.0005	0.0063
CG-EB	0.048	0.001	0.0019	4.86	0.90	0.55	0.01	18.64	0.20	3.02	19.38	0.02	0.09	0.0002	52.29	0.004	0.0005	0.0024
FG-EB	0.031	0.001	0.0007	5.30	1.02	0.50	0.012	18.53	0.35	3.01	17.91	0.08	0.12	0.0002	53.10	0.004	0.0005	0.0030

表 2 供試材の機械的性質

	ASTM G.S. No.	Ave. Grain Size (μm)	0.2%PS (MPa)	UTS (MPa)	Elong. (%)
CG-VIM	5	65	1105	1284	18
FG-VAR	10	11	1195	1435	12
CG-EB	6	45	1107	1321	16
FG-EB	10	11	1131	1480	8

↓
Furnace Cool to 620°C at 55°C/h
↓
620°C×8 h → Air Cool

細結晶粒材には、細かい粒径を維持するため、下記の Direct Aging Process により時効処理を施した。

時効処理 : 720°C×8 h

↓
Furnace Cool to 620°C at 55°C/h
↓
620°C×8 h → Air Cool

表 1 にそれぞれの材料の化学成分を示す。表 2 に機械的性質を示す。

ニッケル基合金の清浄度評価方法としては、電子ビームボタン溶解法⁽⁴⁾による非金属介在物分析が広く行われている。これは、電子ビームにより 1 kg 程度の供試材を真空中で半球形の水冷銅鑄型に溶かし落とし、溶体を保持する間に低比重の非金属介在物を浮上させ、凝固後に、浮上した非金属介在物粒子の数と大きさの測定および化学成分分析を行うものである。本研究では、Leybold 社製 ES-1-60 形電子ビームボタン溶解装置を用いてボタンサンプルの溶解を行い、日本電子製 JCMA 733 形 EPMA 装置を用いて非金属介在物粒子の計量および化学成分分析を行った。結果を表 3 に示す。すべての材料で主たる介在物は Al_2O_3 であった。窒素濃度の高い FG-VAR 材ではこのほかに TiN が多く検出された。2 μm よりも小さい介在物は、結晶粒径、NbC に代表される粒界に析出した炭化物に対して十分に小さく、有害なものとはみなされないため⁽⁵⁾、2 μm 以上の粒子の計量を行った。

電子ビームコールドハース溶解された材料は、従来

表 3 電子ビームボタン溶解法による非金属介在物分析

	Inclusions/kg $\geq 2\mu\text{m}$	Inclusions/kg $\geq 25\mu\text{m}$	Largest Particle μm	Major Inclusions
CG-VIM	≈ 5000	≈ 1000	380	Al_2O_3
FG-VAR	≈ 10000	≈ 1000	340	TiN , Al_2O_3
CG-EB	105	24	45	Al_2O_3
FG-EB	50	4	35	Al_2O_3

表 4 介在物粒子間の平均距離

	CG-VIM	FG-VAR	CG-EB	FG-EB
Inter-Inclusion Distance (μm)	290	230	1060	1360

プロセスで溶製された材料に比して、介在物粒子数、最大粒子の大きさともに大幅に低減されていることがわかる。いま 2 μm 以上の介在物粒子が供試材中に規則的に配位されており、粒子の中心位置が立方体格子の頂点にあると仮定し、隣接する粒子の中心間距離を介在物粒子間の平均距離として求めると、表 4 に示すようになる。

3. 試験片形状および試験方法

疲労き裂伝ば機構の比較のため、コンパクトテンション試験片を用いて長い貫通き裂の疲労き裂伝ば試験を室温で行った。島津製作所製油圧サーボ試験機を用いて、 $R=0.1$ で 10 Hz の正弦波を負荷した。応力拡大係数範囲 (ΔK) = 20 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ で予き裂を導入した後、 ΔK 漸減試験により $\Delta K < 20 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ の ΔK と疲労き裂伝ば速度 (da/dN) の関係を求めた。 $\Delta K > 20 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ の ΔK と da/dN の関係は、 ΔP = 一定として求めた。き裂長さは東京衡機製クラックメータを使用し、交流電気ポテンシャル法により測定した。試験中 50 Hz で 1~5 A の定電流を流した。また、適宜負荷周波数を 0.2 Hz に落として電気ポテンシャル出力波形を記録した。電流供給端子と電圧検出端子の取付位置と交流電気ポテンシャル測定装置のブロックダイアグラムは図 1 に示すとおりである。また、疲労き裂伝ば試験中き裂先端から 2 mm の位置(図 1 参照)にひずみゲージを貼り付けて、電気ポテンシャルの出力とひずみゲージの出力の比較を行った。

表面微小疲労き裂発生伝ば機構の比較のため、三点曲げ試験片を用いて疲労き裂発生伝ば試験を室温で行った。三点曲げ試験片は、支点間距離 40 mm×幅 5 mm×高さ 10 mm の形状で、表面は加工変質層の除去のために電解研磨の後に 1 μ m のダイヤモンドペーストで研磨した。油圧サーボ試験機を用いて、 $R=0.1$ で 10 Hz の正弦波を ΔP = 一定として負荷した。 ΔP は試験片表面中央部で最大応力 $\sigma_{\max}$ が 0.2% 耐力のほぼ 80% となる $\sigma_{\max}=960$ MPa を与えた。試験途中で適宜試験機を停止してき裂の光学顕微鏡写真を撮影し、写真上でき裂長を測定した。ジグを介し負荷した状態で写真撮影を行ったため、き裂が開口し、先端が明りように観察された。

図 1 コンパクトテンション試験片と交流電気ポテンシャル測定装置の概要

図 2 き裂長さと電気ポテンシャルの関係

図 3 時間軸に対してプロットした電気ポテンシャルと荷重の波形の例 (CG-VIM 材で $\Delta K=9.8$ MPa $\cdot$ m $^{1/2}$)

4. 試験結果

4.1 長い貫通き裂の疲労き裂伝ば速度 図 2 に示すように、コンパクトテンション試験片を用いた疲労き裂伝ば速度の測定範囲内 ($0.2 W < a < 0.7 W$) では、き裂長さと電気ポテンシャルの直線関係が得られた。負荷サイクルに伴い電気ポテンシャル出力も軽微な周期的変動を示すが、平均荷重時の電気ポテンシャル出力をき裂長さに対応させた。図 3 に示すのは時間軸に対してプロットした電気ポテンシャルと荷重の波形の例であり、CG-VIM 材で $\Delta K=9.8$ MPa $\cdot$ m $^{1/2}$ にて記録したものである。最小荷重付近で電気ポテンシャル波形が荷重波形に追従せずに停滞する部分が見られる。これは、最小荷重付近でのき裂の閉口によるものと考えられる。図 3 の結果について、電気ポテンシャルを荷重に対してプロットしたものが図 4 である。き裂の開口に対応すると考えられる荷重 (P_{op}) とき裂の閉口に対応すると考えられる荷重 (P_{cl}) はこの場合ほぼ等しく、 $P_{op}=P_{cl}$ である。図 5 はひずみゲージの出力と荷重の関係の例を示すグラフである。図中の $\Delta K_{eff}/\Delta K$ は電気ポテンシャルと荷重の関係から求めた P_{cl} を用いて算出したものである。 $\Delta K_{eff}/\Delta K$ の変化に対応してひずみゲージの出力と荷重の関係に変化がみられる。電気ポテンシャルと荷重の関係から有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} を算出し、 ΔK と ΔK_{eff} の関係

図 4 電気ポテンシャルと荷重の関係の例

図 5 ひずみゲージの出力と荷重の関係

を図6にまとめた。FG-EB, FG-VAR および CG-EB はほとんど差はなく, CG-VIM が低い ΔK , つまり ΔK_{th} 近傍でより裂閉口の影響が大きいことがわかる。

実験から得られた長い貫通き裂の ΔK , ΔK_{eff} と da/dN の関係を図7および図8に示す。粗結晶粒材, 細結晶粒材ともに, 清浄度の高いEB材のき裂伝ば速度が高い傾向にある。また, EB材同士の比較では, 結晶粒径によらず, ほぼ同様な ΔK - da/dN および ΔK_{eff} - da/dN の関係が得られた。

コンパクトテンション試験片の破面観察の結果, 各材料ともき裂開口の影響の大きくなる ΔK_{th} 近傍では, き裂はすべり面に沿って伝ばし, 粗いファセット状の外観を呈す。 ΔK の増加に伴いファセット状破面率が低下し, 平坦なストライエーションを伴う破面が優勢となる。図9(a)および(b)にそれぞれ ΔK_{th} 近傍と $\Delta K=30 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 付近での CG-EB 材の破面写真を示す。また, 図9(c)および(d)はそれぞれ ΔK_{th} 近傍と $\Delta K=30 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 付近での CG-VIM の破面写真

図6 電気ポテンシャルと荷重の関係から求めた有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} と ΔK の関係

図7 コンパクトテンション試験片を用いて求めた長い貫通き裂の ΔK , ΔK_{eff} と da/dN の関係 (粗結晶粒材)

である。結晶粒径の大きい CG-VIM の ΔK_{th} 近傍では特に粗い破面が形成されている。 ΔK_{th} 近傍でのき裂閉口は, この破面の違い, すなわち, き裂伝ば機構の違いに大きく依存するものと考えられる。疲労き裂先端に形成される繰返し塑性域寸法 r_{rpz} は平面応力状態を仮定すると, 次の式で表される⁽⁶⁾。

$$r_{rpz} = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Delta K}{2\sigma_y} \right)^2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで $R=0.1$, σ_y を 0.2%耐力に相当する 1100 MPa とし, ΔK をすべての材料でファセット状の破面が観察される $\Delta K=10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ とすると, $r_{rpz}=6.6 \mu\text{m}$ である。 r_{rpz} は平均結晶粒径よりも小さく, 結晶粒界での転位の捕捉が生じにくい。き裂先端の結晶粒のオリエンテーションによってはき裂先端を含む粒の中の限られたすべり系しか作用せずに, あるすべり帯に沿ったき裂伝ばが生じ, 別のすべり帯に生じた割れと連結することによって結晶粒断面がファセット状に平坦に破断したような破面が多く観察されるものと考えられる。この場合, 局所的にはき裂にモード I とモード II の混成した負荷が働き, 図10のモデル⁽⁷⁾に示すような破面の粗さ, あるいはき裂の屈曲に起因したき裂閉口が生じやすくなるものと考えられる。最も結晶粒径の大きい CG-VIM 材で特に破面が粗かったため, このモード II の負荷と破面粗さ誘起のき裂閉口が顕著に現れ, 低 ΔK の領域での ΔK_{eff} の著しい減少により ΔK_{th} が他の材料よりも高くなったと考えられる。 ΔK の増加に伴い平坦なストライエーションを伴う破面が優勢となると, このようなモード II の負荷と破面の屈曲に起因したき裂閉口は起きにくくなる。

4.2 表面微小疲労き裂の伝ば速度 図11に, 各

図8 コンパクトテンション試験片を用いて求めた長い貫通き裂の ΔK , ΔK_{eff} と da/dN の関係 (細結晶粒材)

材料中で観察された表面微小き裂のうち、最も早く発生、伝ばしたもののき裂長さと負荷の繰返し数の関係を示す。細結晶粒材のほうが表面微小き裂の発生と伝ばにより長い時間を費やし、高纯净度化によりさらに表面微小き裂の発生と伝ばに要する時間が延長される。本試験では、き裂発生・伝ばの起点は、図12(a)および(b)に示すように、介在物を起点とするものと、すべり帯から成長するものに大別された。

図13および図14にそれぞれ粗結晶粒材と細結晶粒材の ΔK と da/dN の関係を長い貫通き裂の結果とともに示す。観察の結果、表面き裂はほぼ半円き裂とみなせるため、 K 値の算出に当たっては、試験片表面のき裂先端における K 値をNewmanらの式⁽⁸⁾を用いて算出した。図から明らかなように、いずれの場合も微小き裂が長大化するに従い長い貫通き裂の結果に近づいてくる。また、結晶が細かく、清浄度の高いものほど、低い伝ば速度を示す。

また、表面微小き裂は ΔK_{th} 近傍で長い貫通き裂に比べて極めて高速に伝ばする。 ΔK_{th} 近傍では表面微小

き裂、長い貫通き裂ともにファセット状の破面を呈し、すべり帯に沿ったき裂伝ばが生じている。しかし、表面微小き裂ではき裂長さがきわめて短く、図10のモデルに示すようなき裂の屈曲とモデルIIの負荷に起因したき裂閉口は起きにくく、長い貫通き裂に比べて大きな ΔK_{eff} が得られていることが、高速き裂伝ばの原因のひとつであると考えられる。図15はCG-VIM中を最も速く伝ばした表面微小き裂の開閉口挙動の電気ポテンシャルによる測定の結果を、長い貫通き裂の結果と比較したものである。CG-VIM中の長い貫通き裂では ΔK_{th} 近傍でき裂閉口が顕著であるのに対して、

(a) 最大荷重 (b) 最小荷重
図10 き裂の屈曲に起因したき裂閉口のモデル

図11 表面微小き裂の長さ・繰返し数

(a) CG-EBの ΔK_{th} の近傍 (b) CG-EBの $\Delta K=30$ MPa $\cdot$ m $^{1/2}$ 付近

(c) CG-VIMの ΔK_{th} 近傍 (d) CG-VIMの $\Delta K=30$ MPa $\cdot$ m $^{1/2}$ 付近

図9 コンパクトテンション試験片破面

(a) CG-VIM材で介在物を起点としたき裂 (b) CG-EB材ですべり帯から発生したき裂

図12 表面微小き裂の例

表面微小き裂では同程度の ΔK ではずっと低い荷重レベルで P_{cl} が現れている。

長い貫通き裂では結晶粒径の大きなものが ΔK で整理した場合に低い伝ば速度を示したのとは反対に、微小き裂では結晶粒径の大きなものが高い伝ば速度を示した。長い貫通き裂の場合、低 ΔK 領域でき裂先端の塑性域寸法が二次元的に平均結晶粒径に比べて小さくても、コンパクトテンション試験片の板厚を考えれば塑性域の中に必ず結晶粒界が多数存在しており、き裂は粒界の抵抗を受けながら進むのに対し、微小き裂は三次元的に微小であり、き裂先端の塑性域全体が1個から数個の結晶の中に入ってしまう。前報⁽³⁾で示したように微小き裂は粒界の抵抗を受けずに粒内を進むときには極めて高速であり、結晶粒径が大きいほど粒界の抵抗を受けずに長い距離を伝ばできるため、粗結晶粒材では微小き裂の伝ば速度が高くなるものとする。

図 13 粗結晶粒材中の表面微小き裂の ΔK と da/dN の関係

図 14 細結晶粒材中の表面微小き裂の ΔK と da/dN の関係

5. 清浄度の影響について

表 2 に示されたように、高純度の EB 材は引張強度が高く破断伸びが低い傾向にあるが、電子ビーム溶解では溶製過程で介在物粒子を除去することが核生成因子の低減につながり、凝固過程でより微細で多数の炭化物が析出するという副次的効果があること⁽⁹⁾、また、ガス成分、Mg 等の微量元素が溶製過程で揮発除去されたことにより粒界、マトリックスの清浄度が高くなり、機械的強度に影響を与えていることなどが寄与していると考えられる。このことを詳しく調べるために、種々の結晶粒径の材料について行ったビッカース硬度試験の結果を図 16 に示す。すべての材料には同じ標準的時効処理を施した。図に示された各点は試料上で無作為に選んだ 10 から 20 の測定点での測定値の平均値である。ビッカース硬度の粒径依存性が認められる。また、明らかに電子ビーム溶解した材料が低い硬度を示している。ビッカース硬度は一般的に引張強度と正の相関があるものと考えられるから、この結果は表 2 に示された引張試験の結果と一見矛盾するように感じられる。次に、清浄度の上で最も差の大きな FG-EB と FG-VAR について、マイクロビッカース試験機を用いて求めた粒界と粒内の硬さを図 17 に示す。各点は 10 から 20 の測定点での測定値の平均値である。結晶粒径の影響を除くために平均結晶粒径 200 μm の試料を用い、また、時効硬化の影響を除いてマトリックスの清浄度の影響がよくわかるように、溶体化処理のみを施した。図 16 に示した巨視的な硬さのデータと同様に、電子ビーム溶解材は全般的に軟らかい。FG-VAR でみられる粒界の硬さと粒内の硬さの差に比べて、FG-EB では粒界と粒内でより大きな硬さの差が生じていることが特徴的である。結晶粒界は単にオリ

図 15 表面微小き裂と長い貫通き裂の開閉挙動の比較

エンタージョンを異にする結晶粒の境界面であるのではなく、炭化物や微量元素の偏在するある幅を持った領域と考えられるが、圧痕の大きさに比べれば極めて幅が狭い。したがって、ここで粒界の硬さと言っているのは、正確には粒界を含む領域の硬さである。

さて、多結晶金属の降伏応力は、材料固有の内部抵抗(単結晶の強さ)、粒界の強化機構および結晶粒径に影響を受けるものであり、このことは次のように Petch の式で表現されている。

$$\sigma_{ys} = \sigma_0 + k \cdot D^{-1/2} \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 σ_{ys} は降伏応力、 σ_0 は材料固有の内部抵抗、 k は粒界の強化機構に依存する定数、 D は結晶粒径である。電子ビーム溶解した高純度材で粒内の硬さが低いことから、上式において σ_0 が低いことが予想される。しかし、同程度の結晶粒径のもので比較して高純度材の σ_{ys} が低くなっていないこと、FG-EB で粒界と粒内で大きな硬さの差が生じていることから、粒界の強化機構に依存する定数 k は高純度材で高くなっているものと考えられる。凝固過程で析出したより微細で多数の炭化物⁽⁹⁾ が高純度材の粒界強化の主たる要因と考えられる。

本試験で得られた長い貫通き裂の ΔK と da/dN の関係で、細結晶粒材が高い伝ば速度を示すことは、他のニッケル基合金の試験結果⁽¹⁰⁾ と一致する。清浄度が高くなると、細結晶粒化と同様に、伝ば速度を高める効果がある。しかし、き裂閉口の影響を除いて ΔK_{eff} で整理すると長い貫通き裂の伝ば速度の差は数倍以内のものである。

微小き裂においては $\Delta K = 5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 付近では最高速の CG-VIM と最低速の FG-EB の間には数十倍以上に達する伝ば速度の差を生じた。FG-EB は同じ細結晶粒の FG-VAR と比較しても顕著に低速であ

る。高純度材のものが低い伝ば速度を示したが、清浄度が微小き裂の伝ば速度に及ぼす影響を考えると、表 4 に示したように介在物粒子間の距離は結晶粒径やき裂先端の塑性域寸法に比べてはるかに大きいため、介在物に起因した応力集中や、介在物とマトリックスの境界はく離による強度の低下といった、介在物の存在そのものにより引き起こされる事象が支配的な問題と考えることはできない。やはり、マイクロピッカー試験で確認された、清浄度の違いによる粒内と粒界の強化の機構の差が大きく影響しているものと考えられる。き裂先端の塑性域の大きさが結晶粒径と同程度か小さい微小き裂においては限られた方向のすべり系のみが作動しやすく、同一のすべり面上での Reverse Slip⁽¹¹⁾ が生じやすいと考えられるが、侵入形元素としてあるいは介在物形成元素として結晶格子をひずませる不純物ガス成分が少ないために粒内の抵抗が少ない電子ビーム溶解した高純度材ではさらに Reverse Slip が生じやすいと考えられる。結果として高純度材でき裂伝ば速度が低下しているものとする。

表面微小き裂の発生に対しては介在物の存在は大きな影響がある。図 12(a) に例を示したように、表面微小き裂は介在物を起点として発生する場合がある。本試験のような曲げ試験では、試験片表面で応力が最大となる位置、すなわち、微小き裂の発生の確率が最も高い位置が限定されてしまうが、平滑な試験片に軸方向に負荷を与える疲労試験の場合には、介在物を起点として疲労き裂が発生、伝ばする確率が高くなる。著者らが FG-VAR の丸棒形試験片を用いて行った寿命が 10^4 から 10^6 サイクル程度となる疲労試験⁽¹⁾ では、ほとんどすべての場合疲労き裂の起点は表面近くの介在物であり、繰返し荷重の負荷が始まるとすぐに起点の介在物からき裂の伝ばが始まるとみなせた。また、

図 16 CG-VIM と CG-EB のピッカース硬さの比較

図 17 FG-VAR と FG-EB の粒界と粒内の硬さの差

寿命の大半は微小き裂の伝ば期間であった。ひとたび介在物から表面微小き裂が発生伝ばを始めると、介在物の大きさが疲労寿命に少なからぬ影響を与えることは容易に想像できる。もし、同じ材料で作られたふたつの試験片で、大きさの違う介在物を起点として同時に疲労き裂が伝ばを開始したとすると、介在物の大きさを初期き裂長さと考えれば、初期き裂長さの差分をき裂が伝ばするのに要する時間だけ、疲労寿命に差が生じることになる。例えば、図 11 の表面微小き裂の長さと繰返し数の関係から $10\ \mu\text{m}$ のき裂が $50\ \mu\text{m}$ に成長するまでの繰返し数は、FG-VAR では 1×10^5 サイクルにも及ぶものである。したがって、非金属介在物の量と大きさの低減は、表面微小き裂の発生と伝ばを妨げる効果がある。

清浄度の高いものほど低い表面微小き裂の伝ば速度を示すこと、 10^4 から 10^6 サイクルの寿命となる疲労試験では寿命の大半は微小き裂の伝ば期間であること、ひとたび介在物から表面微小き裂が発生伝ばを始めると、起点の介在物の大きさが表面微小き裂の伝ば期間に影響を及ぼすことから、平滑材の表面あるいは表面近傍の介在物等の欠陥から微小き裂が発生して巨視的なき裂へと成長し $K_{\max}$ が一定値に達したときに材料が破壊するとすれば、高清浄度化によるニッケル基合金の疲労寿命の延長は、表面微小き裂の伝ば速度の差と起点となる欠陥の大きさの差により、高清浄度材で表面微小き裂の伝ば期間が延長されることによるものと考えることができる。

6. 結 言

本研究では、電子ビームコールドハース溶解した高清浄度の IN 718 と従来プロセスで溶製された IN 718 を用いて疲労き裂伝ば試験を行い、疲労き裂伝ば機構に及ぼす清浄度の影響を調べた。得られた知見は次のとおりである。

(1) コンパクトテンション試験片を用いた長い貫通き裂の伝ば速度試験では、各材料ともき裂閉口の影響の大きくなる ΔK_{th} 近傍では、き裂はすべり面に沿って伝ばし、破面はファセット状である。き裂閉口の影響の最も大きかった CG-VIM で最も大きなファセットが観察された。 ΔK の増加に伴いファセット状破面率が低下し、平坦なストライエーションを伴う破面が優勢となり、き裂閉口が起りにくくなる。

(2) 粗結晶粒材、細結晶粒材ともに、清浄度の高い EB 材の長い貫通き裂伝ば速度が従来材に比べて高

い傾向にある。また、EB 材同士の比較では、結晶粒径によらず、ほぼ同様な $\Delta K\text{-}da/dN$, $\Delta K_{\text{eff}}\text{-}da/dN$ の関係が得られた。き裂閉口の影響を除いて ΔK_{eff} で整理すると、結晶粒径と清浄度の違いによる長い貫通き裂の伝ば速度の差は数倍以内のものである。

(3) 長い貫通き裂の挙動とは対照的に、表面微小き裂では清浄度の高い EB 材が従来材に比べて低い伝ば速度を示す。

(4) 表面微小き裂は ΔK_{th} 近傍で長い貫通き裂に比べて極めて高速に伝ばする。 ΔK_{th} 近傍では表面微小き裂、長い貫通き裂ともにファセット状の破面を呈し、すべり帯に沿ったき裂伝ばが生じている。表面微小き裂ではき裂長さが極めて短くき裂の屈曲とモード II の負荷に起因したき裂閉口は起きにくく、長い貫通き裂に比べて大きな ΔK_{eff} が得られていると考えられる。結晶粒径と清浄度の違いによる表面微小き裂の伝ば速度の差は極めて大きく、 $\Delta K = 5\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 付近では最高速の CG-VIM と最低速の FG-EB の間には数十倍以上に達する伝ば速度の差を生じた。FG-EB は同じ細結晶粒の FG-VAR と比較しても顕著に低速である。

(5) 10^4 から 10^6 サイクルの寿命となる疲労試験で平滑材の表面あるいは表面近傍の介在物等の欠陥から微小き裂が発生して巨視的なき裂へと成長し $K_{\max}$ が一定値に達したときに材料が破壊するとすれば、高清浄度化によるニッケル基合金の疲労寿命の延長は、表面微小き裂の伝ば速度の差と起点となる欠陥の大きさの差により、高清浄度材で表面微小き裂の伝ば期間が延長されることによるものと考えることができる。

文 献

- (1) Denda, T., ほか 2 名, *Met. Trans., A*, **23**(1992), 519.
- (2) Koenig, R. J., *Electron Beam Melting and Refining*, (1991), 14.
- (3) 傳田・ほか 3 名, 機論, **60**-576, A(1994), 1746.
- (4) Quested, P. N., ほか 1 名, *Electron Beam Melting and Refining*, (1989), 10.
- (5) 出川, 溶融金属中における非金属介在物の挙動解析と分離技術, 日本金属学会, (1992), 17.
- (6) Rice, J. R., Fatigue Crack Propagation, *ASTM STP*, **415**(1967), 247.
- (7) Tien, J. K., *Superalloys, Superceramics and Supercomposites*, (1989), 396, Academic Press.
- (8) Murakami, Y., *Stress Intensity Factors Handbook*, **2** (1987), 712.
- (9) Hartmann, D., ほか 1 名, *Electron Beam Melting and Refining*, (1991), 211.
- (10) Brown, C. W., ほか 1 名, *Met. Sci.*, **18**(1984), 347.
- (11) Lasalmonie, ほか 1 名, *J. Mater. Sci.*, **21**(1986), 1837.