放電コーティングした Ni 基超合金の高温疲労強度特性*

菅間良太^{*1}, 阪口基己^{*2}, 岡崎正和^{*3}High Temperature Fatigue Properties of
Micro Spark Coated Ni-based SuperalloyRyohta KAMMA^{*4}, Motoki SAKAGUCHI and Masakazu OKAZAKI^{*4} Department of Material Engineering, Nagaoka University of Technology,
Kamitomioka-machi, Nagaoka-shi, Niigata, 940-2188 Japan

High temperature fatigue properties of the Inconel 718 superalloy specimens to which a Co-based wear resisting alloy, Stellite31, was coated by the Micro Spark Coating (MSC) method, were investigated as well as the microstructural stability. It was shown that the microstructure of the coating was almost stable even after the long term isothermal aging at 480°C by 1 000 h in air, while it changed significantly at 650°C. In the latter, increase in hardness was seen, associated with an evolution of oxide rich phases. The fatigue properties of the coated specimens revealed a complex behavior depending on the loading level and test temperature: in high cycle regime the coated specimens showed shorter fatigue lives than the Inconel 718 substrate, while the former longer than the latter in low cycle regime. It was suggested that high temperature fatigue properties were influenced by two phenomena: one was the prior substrate surface characterization that might be affected by MSC process; and the other was a load transfer capability of the coated area, depending on the test temperature and exposure time.

Key Words: Micro Spark Coating (MSC), Gas Turbine, Repair, Fatigue at Elevated Temperature, Low Cycle Fatigue (LCF), High Cycle Fatigue (HCF), Microstructure

1. 緒言

先進ガスタービンの高温部材は、使用位置に応じた複雑な負荷状態に曝される。これらの部材にはクリープ強度や高温疲労強度だけでなく耐腐食・耐酸化性も必要であり、各種Ni基超合金が広く用いられている。この種の部材は高価・高付加価値である反面、補修が困難であり、通常の溶接法による補修が適用できないとされている¹⁾。近年では市場からの要求の高まりによって、ろう付け法や溶射法を用いた補修方法なども数多く提案されているが、いずれの手法も補修時の入熱による変形や熱影響域の形成、補修部位の強度不足などが課題として残っている²⁾。本研究では施工対象に対する熱的影響が少ない表面処理技術であるマイクロ・スパーク・コーティング（以下、MSCと略）法の超合金補修に対する適用の可能性を検討する第一歩として、MSC法によって製作したInconel718コーティング試験片（MSC試験片）の高温における長時間組織安定性と高温疲労強度を検討した。

2. マイクロ・スパーク・コーティング法

図1のように、MSC法は放電加工法と類似した原理により、コーティング・ブロック（C/B）と呼ばれる皮膜材料粉末を焼結した特殊電極の一部を溶融・分離し、施工対象上に堆積させることによって皮膜を形成する表面処理技術である³⁾。この手法はマスキングや機械加工による前後処理無しで局所施工が可能な表面処理技術であり、施工条件の選定により、金属材料だけでなくセラミック材料を多孔質から緻密な皮膜組織まで形成可能であることから、高温部材や高融点材料の補修、耐熱コーティングなど広い分野で実用化が検討されている。

Fig.1 Schematic illustration of MSC.

* 原稿受付 2009年8月20日。

^{*1} 学生員, 長岡技術科学大学大学院工学研究科(〒940-2188 長岡市上富岡町1603-1)。^{*2} 正員, 長岡技術科学大学。^{*3} 正員, フェロー, 長岡技術科学大学。

E-mail: kanma@stn.nagaokaut.ac.jp

3. 試験片準備方法および実験方法

本研究では全ての実験を通し、基材として Inconel718 を、MSC による成膜材料には耐磨耗 Co 合金:Stellite31 を使用した。MSC の施工には放電加工機を転用した装置を使用し、Inconel718 基材上に厚さ約 400 μ m の MSC を施工した試験片を作製した。一連の試験片作製に際しては、(株) IHI の協力を得た。

高温疲労試験には平滑丸棒試験片を用い、高サイクル疲労 (HCF) 試験用には平行部基材寸法が $\phi 3.5$ mm (直径) $\times 13$ mm (長さ) の試験片を、低サイクル疲労 (LCF) 試験用には同じく $\phi 6$ mm $\times 15$ mm の試験片を製作した。機械加工後、平行部を #1500 までの SiC 研磨紙を用いて研磨した。MSC 試験片は、研磨後に MSC の施工を行い、700 $^{\circ}$ C $\times 1$ 時間の真空熱処理を加えた。

図 2 に MSC を施工した高温曝露試験片の断面の概観 (図 2(a)) および皮膜内微視構造 (図 2(b)) を示す。この試験片に対し、マッフル炉を用いて大気中 480 $^{\circ}$ C、ならびに 650 $^{\circ}$ C にて高温曝露試験を行った。保持時間は 10 時間・100 時間・1000 時間とした。試験後の皮膜に対し、皮膜内空隙率の測定とビッカース硬さの測定を行い、高温曝露による皮膜の形態的・力学的特性の変化を検討した。なお、空隙率の測定は、SiC 研磨紙によって #4000 まで研磨し、0.3 μ m のアルミナ砥粒で研磨仕上げした試験片断面の SEM 写真を介し、自作の画像処理ソフトを用いて行った。また、硬さ試験は皮膜の積層方向と垂直な面上で行い、押し込み荷重 4.9N、保持時間 10sec の条件で行った。

HCF 試験および LCF 試験は、480 $^{\circ}$ C ならびに 650 $^{\circ}$ C で行い、試験片の加熱は高周波加熱装置によって行った。試験の制御は、HCF 試験では荷重制御、LCF 試験では押し当て式高温変位計を用いたひずみ制御で行い、応力比、ひずみ比はいずれも完全両振り型 ($R=-1$) とした。破損寿命は、HCF 試験では試験片の破断サイクル数として、LCF 試験では荷重値が定常状態におけるその 70% に低下したサイクルとして定義した。

(a) low magnification (b) high magnification
Fig.2 Original microstructure of MSC specimen.

4. 実験結果および考察

4.1 高温曝露試験 480 $^{\circ}$ C および 650 $^{\circ}$ C 大気中で 10 時間曝露した後の MSC の微視構造を図 3(a), (b) に示す。曝露前の皮膜組織である図 2 と比較すると、480 $^{\circ}$ C で曝露した皮膜にはほとんど変化が見られないのに対し (図 3 (a)), 650 $^{\circ}$ C で曝露した皮膜では空隙率が減少し (後述)、かつて空隙であった領域を中心として色の濃い (グレー) 領域が広がっている (図 3 (b))。EDS 分析の結果、この領域は初期組織の酸化物であることがわかった。図 4 に皮膜内空隙率の計測結果を示す。これより、480 $^{\circ}$ C の高温曝露では空隙率がほとんど変化せず、650 $^{\circ}$ C で曝露すると、空隙率が顕著に低下することがわかる。図 5 に MSC のビッカース硬さを測定した結果を示す。微視構造と同様、480 $^{\circ}$ C で曝露した時には硬さに大きな変化はないが、650 $^{\circ}$ C で曝露した時の皮膜の硬さは 10 時間の曝露であっても曝露前の 3 倍以上に増加した。ここで、650 $^{\circ}$ C で 1000 時間曝露した MSC 内に形成されたグレー領域 (図中、Secondary area と表示) 内の局所的な硬さを測定したところ、 $HV=500$ 程度と色の薄い領域のそれよりも相対的に高かったことから、650 $^{\circ}$ C で曝露した皮膜の著しい硬さ増加には、皮膜の焼結の進行に加えてこの酸化物領域の形成が寄与していると推察される。

(a) exposed at 480 $^{\circ}$ C $\times$ 10h (b) exposed at 650 $^{\circ}$ C $\times$ 10h
Fig.3 Microstructures after the thermal exposure tests.

Fig.4 Changes of cavity fraction with the thermal exposure time at 480 $^{\circ}$ C and 650 $^{\circ}$ C.

Fig.5 Changes of the Vickers hardness during the thermal exposure tests at 480 $^{\circ}$ C and 650 $^{\circ}$ C.

4・2 高温疲労試験 HCF 試験で得られた S-N 曲線を図 6 に示す。縦軸の応力振幅 (σ_a) は負荷荷重を基材のみの断面積で除して算出した値をとっている。図 6 より、MSC 試験片の破損寿命は、基材単体試験片と比較して 480℃では短くなっているのに対し、650℃ではほぼ同等となっていることがわかる。一方、破損寿命におよぼす試験温度の影響に注目すると、MSC 試験片の寿命には試験時間依存性があることがわかる。すなわち、高応力振幅領域（短寿命）では 650℃での破損寿命が短い、低応力振幅領域（長寿命）では逆に 480℃よりも 650℃での寿命が長くなっている。

図 7 に LCF 試験で得られた寿命を示す。試験はいずれもひずみ振幅： $\Delta\epsilon=0.6\%$ 、ひずみ速度 $10^{-3}/\text{sec}$ の下で行っている。図 7 より、MSC 試験片の破損寿命は基材単体試験片よりも長いことがわかる。

SEM を用いて HCF・LCF 試験後の MSC 試験片の皮膜-基材界面を観察した結果、MSC の施工によってできたと思われる旧基材表面のうねり部からき裂が発生している様子が観察された（図 8）。これはいずれの試験温度でも確認されており、MSC 試験片の HCF・LCF 疲労寿命に影響を及ぼしたと考えられる。

Fig.6 Results of HCF test.

Fig.7 The comparison of LCF lives at $\Delta\epsilon=0.6\%$

Fig.8 Fatigue crack nucleated from substrate/MSC interface.

一方、試験後の皮膜硬さを測定した結果、前節の高温曝露試験後の結果（図 5）と同様に、480℃の HCF および LCF 試験では皮膜硬さは変化せず、650℃では

試験時間とともに硬さが増加していた。これより、650℃では試験期間中に皮膜組織変化とそれによる硬さの上昇が生じた結果、皮膜の荷重分担能が増加し、上述の HCF 寿命の温度依存性をもたらし一因になったと解釈できる。また、LCF 試験中の応力-ひずみのヒステリシスループから、同一のひずみ範囲の下では、MSC 試験片の非弾性ひずみ範囲が基材試験片に比べて小さいことが実験的に確かめられた（この理由については追加実験により現在確認中である）。以上のことから、MSC 試験片の LCF 試験では、旧基材界面のうねりによりき裂発生が助長されたものの、MSC 試験片の非弾性変形量が小さくなったことによって、き裂進展速度は減少し、これら正負の効果が重畳した結果として、破損寿命が長くなったものと考えられる。

5. 結言

本研究では、マイクロ・スパーク・コーティング (MSC) の高温環境下における長時間組織安定性と Ni 基超合金の高温疲労特性に与える影響を検討した。その結果以下のことが明らかとなった。

(1) 480℃での高温曝露では皮膜の空隙率、硬さに変化は生じなかったが、650℃では短時間の曝露であっても顕著な空隙率の減少と硬さの増加が生じた。

(2) MSC 試験片の高サイクル疲労寿命は、480℃では基材単体試験片より短く、650℃ではほぼ同等となった。一方、低サイクル疲労寿命は、いずれの温度でも MSC 試験片の方が長くなった。このような MSC 試験片の寿命特性は、高温負荷中の MSC の荷重分担能の変化と、MSC 施工によるき裂発生寿命への影響が重畳した結果であることが強く示唆された。これを受け、現在、界面の特性、およびそれが基材の疲労強度に及ぼす影響、MSC 内の残留応力と密着強度の温度依存性などについて検討中であり、近く報告したい。

謝辞

本研究の遂行にあたり、試験片材料の供与および、MSC 施工に関して、株式会社 IHI 航空宇宙事業本部 生産センター・生産企画部に多大なご協力をいただいた。

文献

- (1) Ishii, J., The repairing technics for high temperature components of gas turbine (in Japanese), *Journal of the Gas Turbine Society of Japan*, vol.29, No.5, (2001), pp.18-25.
- (2) Henry L. Bernstein, "Materials issues for users of gas turbines", *Proceedings of the 35th Turbomachinery symposium*, No.1, (2006-11), pp1-pp15.
- (3) Ootera, I., Ochiai, H., Watanabe, M., Yoshizawa, H., The wear resistant MSCoating (in Japanese), *Journal of the Gas Turbine Society of Japan*, Vol.35, No.5 (2007), pp.18-23.