

論 文

一方向凝固した Ni 基超耐熱合金の
クリープ強度と γ' 粒度の関係末光 毅*・田中照司*²・藤岡順三*²・西山幸夫*²Relationship between Creep Strength and γ' Size in a Directionally
Solidified Nickel-base Superalloy

Takeshi SUEMITSU, Shoji TANAKA, Junzo FUJIOKA and Yukio NISHIYAMA

Synopsis:

Correlations of γ' size distributions with creep and creep rupture properties at 900°C under the stress of 30.0kgf/mm² were investigated using materials three-step heat treated at various solution temperatures on a directionally solidified nickel-base superalloy CM247LC. Size distributions of extracted γ' particles were measured by means of photo-extinction and sedimentation. It became clear that creep rupture lives and minimum creep rates were dependent most preferably on the amount of eutectic γ - γ' phase, and that, irrespective of solution temperatures and material conditions such as as-cast or heat-treated conditions, the minimum creep rates became higher and the creep rupture lives became lower highly correlatively as the volume fractions of γ' larger than 2 μ m in eutectic γ - γ' regions to the total amount of γ' became greater. According to observations of substructures formed during secondary creep region and secondary cracks formed during creep rupture tests, it was found that eutectic γ - γ' phase did not only contribute inefficiently to creep deformation resistance, but also accelerated crack propagation. This fact is considered to explain possibly the role of eutectic γ - γ' phase in creep properties mentioned above.

1. 緒 言

ガスタービンの熱効率と比出力を高めるために、タービン入口温度の上昇がはかられてきた¹⁾。それに対応して、最も使用条件の苛酷なタービンプレードに用いられる Ni 基超耐熱合金のクリープ強度の上昇の努力がなされてきたが、従来の等軸晶材のクリープ破断強さはほぼ限界に達している²⁾。こうした組成改良の限界に対して、製造技術とりわけ凝固組織制御により性質を改善した一方向凝固 (以下 DS と略す) プレードが開発されて、すでに実用化されており、最近では単結晶プレートも実機に採用されつつある^{3)~6)}。

DS 材のクリープ強度に影響する主な組織要因として、デンドライト組織の粗さ、 γ' 相 (L_{12} 型規則格子) の形態、粒度および分布が挙げられる^{7)~12)}。 γ' 相は固相線近傍でデンドライト境界に生じる共晶 γ - γ' 相とその後の冷却過程や熱処理中に析出および成長する γ' 相に分類され、さらに後者は比較的大きな γ' (2 次 γ')

と 0.1 μ m 以下の非常に微細な γ' (Cooling γ') に分けられる¹³⁾。この中で、共晶 γ - γ' 相を減少させ、2 次 γ' 粒子の量を増加させることによって、クリープ強度が高まることは等軸晶材¹⁴⁾、DS 材^{7)~10)12)} および単結晶材¹¹⁾ のいずれに対しても認められている。DS 材については、JACKSON ら¹²⁾ が、画像処理を用いて求めた 0.5 μ m 以下の γ' 粒子の体積分率と 982°C におけるクリープ破断寿命とが良い相関を示すことを報告している。DS 合金は等軸晶よりも凝固速度が遅いために¹⁵⁾、偏析により γ' 粒度の分布が極めて不均一になる。したがって、画像処理による方法では、微細な γ' 粒子が広い領域で不均一に分布している状況を、その中の 1 部の粒度分布測定で判断することになるために、かなりの誤差を伴うと考えられる。また、クリープ破断寿命を 0.5 μ m 以下の γ' 粒子の体積分率で整理することに対する物理的根拠は示されておらず、検討の余地を残していると考えられる。

本研究では、発熱鋳型法⁹⁾¹⁶⁾¹⁷⁾により DS 化した CM 247 LC について、種々の温度の溶体化処理を施した後、所定の時効処理をした供試材の 900°C における

† 本論文では、この γ' 相を最初に析出する共晶 γ - γ' 相および Cooling γ' と区別するために、2 次 γ' 相と呼ぶことにする。

昭和 60 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 61 年 3 月 26 日受付 (Received Mar. 26, 1986)

* 川崎重工業(株)技術研究所 (Technical Institute, Kawasaki Heavy Industries, Ltd., 1-1 Kawasaki-cho Akashi 673)

*² 川崎重工業(株)技術研究所 工博 (Technical Institute, Kawasaki Heavy Industries, Ltd.)

クリープおよびクリープ破断特性と γ' 粒度分布との関係を検討した。なお、 γ' の粒度分布を正確に把握するために、電解抽出と沈降式粒度分布測定を組み合わせた実験手法を用いた。

2. 実験方法

2.1 供試材および熱処理

実験に用いた材料は Ni 基超耐熱合金 CM 247 LC であり、化学組成を Table 1 に示す。CM 247 LC は Mar-M 247 を DS 用に改良した合金で、炭素量や有害な不純物元素量を低減しているのが特徴である¹⁸⁾。

発熱鋳型法により $20 t \times 80 w \times 100 l$ mm の DS 板を作製した。本方法は、鋳型の側面をテルミットの発熱体により保温し側面からの熱の放出を防止して、鋳型の底部から熱を一方向に奪うことにより一方向に凝固させるものである⁹⁾¹⁶⁾¹⁷⁾¹⁹⁾。

溶体化処理は 1210°C 、 1230°C 、 1250°C および 1270°C のおおよその温度で 2 h 保持し、空冷した。さらに、溶体化処理後、コーティングサイクル (M : $1080^\circ\text{C} \times 8$ h, 空冷) 時効処理 (L : $870^\circ\text{C} \times 20$ h, 空冷) の熱処理を施した。タービンブレード用 DS 材では通常このような熱処理が行われるが、本論文では、このような熱処理を施した材料を 3 段熱処理材と呼ぶ。

2.2 組織の観察および定量解析

2.2.1 組織の観察

鋳放し材、溶体化処理材および 3 段熱処理材の結晶粒の成長方向に垂直な面を切断、鏡面研磨後、腐食し、光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡により炭化物および γ' 相の形態と分布状態の観察を行った。腐食液は光学顕微鏡観察にはマープル試薬 (10gCuSO_4 , 50m/HCl , $50\text{m/H}_2\text{O}$) を、走査型電子顕微鏡観察にはグリセリア (10m/HNO_3 , 30m/HCl , 40m/l グリセリン) を用いた。

2.2.2 組織の定量解析

γ' 相の電解抽出は 1 % 硫酸アンモニウム + 1 % クエン酸水溶液を用いて 1.75 V vs. CE (Saturated Calomel Electrode) の電圧下で行った²⁰⁾。多くの抽出残渣は抽出液中に浮遊しているので、遠心沈降法による強制沈殿、上澄液の廃棄およびエチルアルコールによる抽出液の希釈を繰り返し、抽出液中の残渣の濃化と残渣

の洗浄を行った。この後、室温で乾燥し、重量分率、粒度分布、形態および化学組成を調べた。なお、この残渣中には炭化物も含まれている。

また、炭化物については 10 % 塩酸 + 1 % 酒石酸メタノール溶液中で 1.25 V vs. SCE の電圧下で電解抽出し、 γ' 相の場合と同様に洗浄、乾燥の後、残渣を得た²⁰⁾。さらに 10 % 塩酸 + 少量の過酸化水素水溶液で酸洗いの後、エチルアルコールによる洗浄および乾燥を行い、得た残渣の重量分率を調べた。

抽出した γ' 相の粒度分布は光透過法による沈降式粒度分布測定により決定した。最初に液体中に十分均一に分散させておいた粒子は、その沈降速度が粒径により異なるために、時間が経過すると、ある深さにおける粒子濃度に変化を起こす。本方法はこの粒子濃度を光の透過量として検出することにより、粒度分布を調べる方法である²¹⁾。

2.3 クリープおよびクリープ破断試験

鋳放しおよび 3 段熱処理を施した DS 板より結晶粒の成長方向に平行に $\phi 6 \times 24$ G.L. mm のつば付中実丸棒の試験片を採取した。DS 板では結晶粒の成長方向で 2 次デンドライトアーム間隔が約 $30\text{ }\mu\text{m}$ から $100\text{ }\mu\text{m}$ の間で変化するが¹⁶⁾、試験片間でこの差異をなくすために、常に試験片の中央をチルプレートから 50 mm という一定の位置にするように注意した。クリープおよびクリープ破断試験は 900°C 、 30.0 kgf/mm^2 で行なった。クリープ破断後の試験片については、応力方向に平行な面で切断、鏡面研磨後、マープル試薬でエッチングし、2 次き裂の発生および伝播位置と組織との関係を調べた。

最小クリープ速度領域で変形中の下部組織を調べるために、鋳放し材より結晶粒の成長方向に平行に、平行部が $2 t \times 13 w \times 32 l$ mm の板状の試験片を採取し、前述と同じ試験条件でクリープ中断試験を行った。中断時間は前述のクリープ試験の結果より決定した。中断方法は CARRY ら²²⁾ の方法に従い、下部組織が回復しないように除荷の前に室温近傍まで強制空冷した。試験後の試験片の平行部の中央付近から応力方向に平行な薄片を切り出し、ジェット式薄膜作製機にて 10 % 過塩素酸エチルアルコール溶液を用いて薄膜を作製し、透過型電子顕微鏡で加速電圧 200 kV にて観察を行った。

Table 1. Chemical compositions of CM247LC (wt%).

C	Si	S	Cr	Mo	Co	W	Ta	Ti	Al	Hf	B	Zr	Ni
0.071	0.007	6*	8.0	0.50	9.2	9.4	3.2	0.70	5.55	1.4	0.015	0.022	Bal.

* ppm

3. 実験結果および考察

3.1 組織の観察

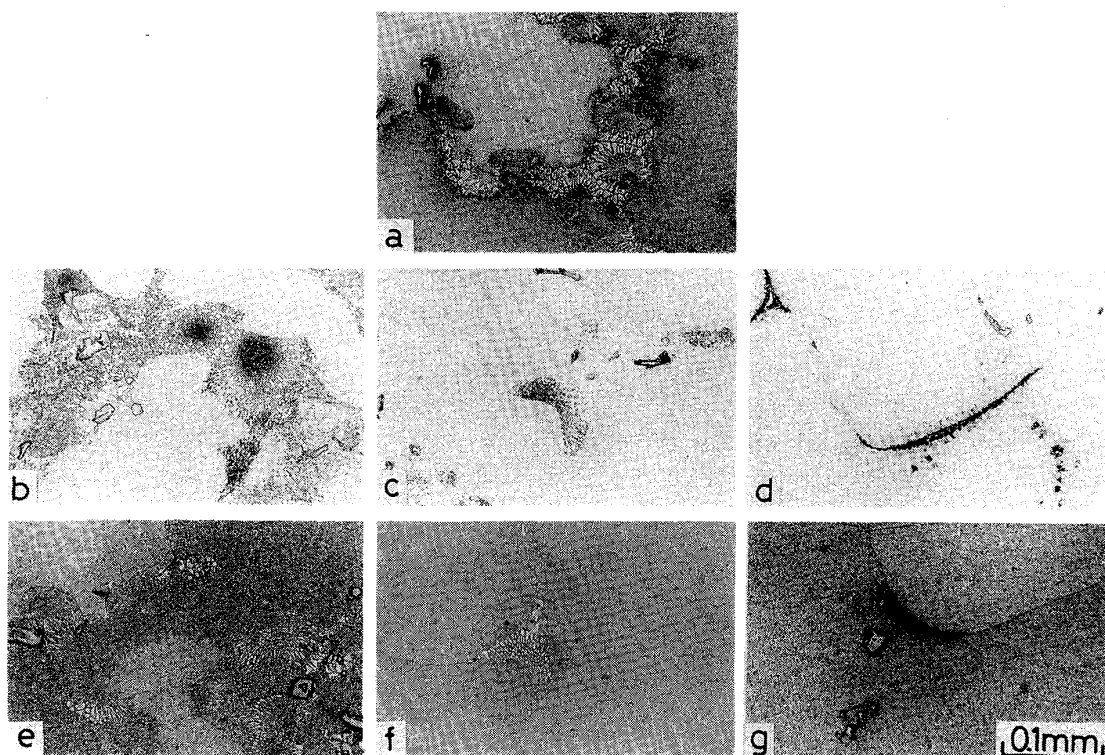
鑄放し材，溶体化処理材および3段熱処理材の光学顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。鑄放し材ではデンドライト境界に多くの共晶 γ - γ' 相が見られるが，溶体化処理を施すことにより，その量が減少することがわかる。また溶体化処理温度を上げるほどその程度は著しく，1270℃では共晶 γ - γ' 相はほとんど見られない。1270℃で溶体化処理をしたものでは，デンドライト境界に欠陥が見られるが，これは初期溶融による欠陥と思われる。また炭化物の形態の熱処理による顕著な差異は見られない。

デンドライトコア部の電子顕微鏡写真を Photo. 2 に示す。鑄放し材では1 μm 程度の角状の2次 γ' 粒子が見られこの γ' 粒子には個別に存在するものと，合体してさらに大きな粒子になるものがある。1210℃の溶体化処理材では0.5~1.0 μm の丸みをおびた2次 γ' と0.1 μm 以下の Cooling γ' の混合組織を呈している。大きな2次 γ' はこの熱処理で固溶できない γ' 相であり，微細な γ' 粒子は一度固溶し，冷却中に核生成，成長および粗大化したものと考えられる。その後の熱処理

により，おのこの大きさの γ' 粒子が凝集粗大化し，1.0~1.5 μm の角状の粗大な2次 γ' と0.4 μm 程度の角状の2次 γ' となり，さらに微細な Cooling γ' も出現する。一方，1230℃の溶体化処理材のデンドライトコア部は0.1 μm 以下の微細な γ' が均一に分布する組織を呈している。その後の熱処理により，その微細な γ' が凝集粗大化し，0.3~0.4 μm の角状の2次 γ' 粒子が均一に分布した組織になり，同時に2次 γ' 粒子間のマトリクスで0.1 μm 程度の微細な Cooling γ' が見られる。溶体化処理温度が1250℃または1270℃の3段熱処理材でも，デンドライトコア部の2次 γ' の粒度および分布は溶体化処理温度が1230℃の3段熱処理材と全く同じである。つまり2次 γ' の粒度は溶体化処理後の冷却速度やその後の熱処理条件に依存し，完全に固溶さえすれば溶体化処理温度には全く関係がないと言える。

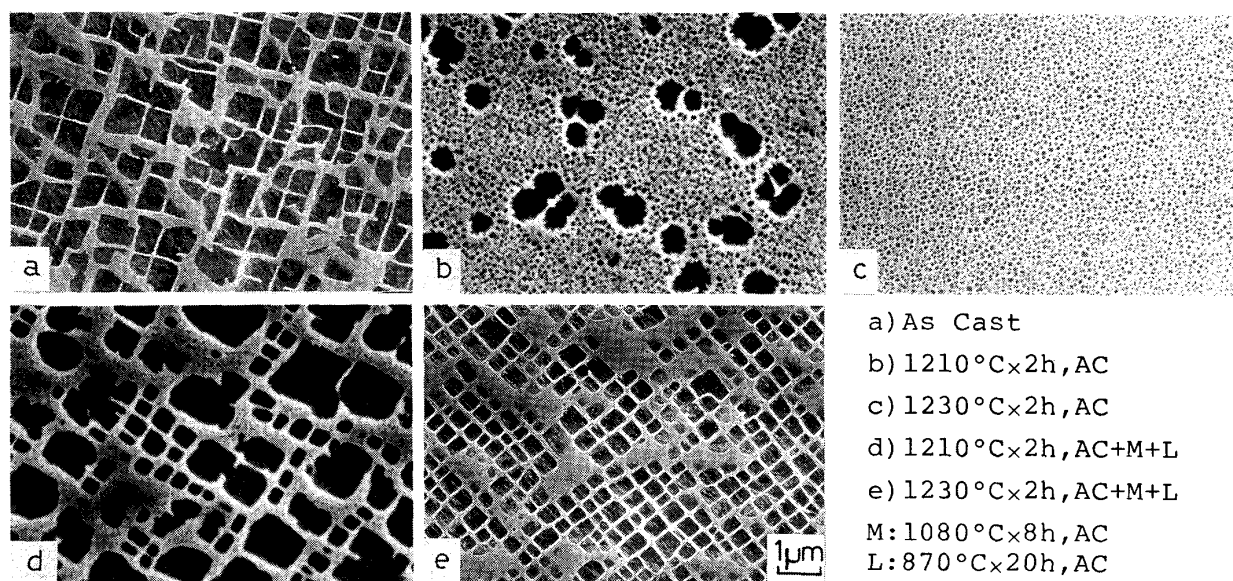
3.2 組織の定量解析

Table 2 に，本研究に用いた CM 247 LC の化学組成およびこの材料の鑄放し状態のものから抽出した γ' 相の化学組成を，KRIEGER²⁰⁾ の Mar-M200 のデータと比較した結果を示す。両方の γ' 相の組成式は合金組成の種類と含有量によく対応しており，Ta と Cb の入れ



a) As Cast b) 1230℃×2h, AC c) 1250℃×2h, AC d) 1270℃×2h, AC
e) 1230℃×2h, AC+M+L f) 1250℃×2h, AC+M+L g) 1270℃×2h, AC+M+L
M: 1080℃×8h, AC L: 870℃×20h, AC

Photo. 1. Optical microstructures of DS CM247LC.

Photo. 2. Morphologies of γ' phases in dendrite core region of DS CM247LC.Table 2. Chemical compositions of γ' phase extracted from as-cast DS CM247LC.

Element	Cr	Mo	Co	W	Ti	Al	Ta	Ni			
Weight percent	2.84	0.18	7.18	7.99	0.94	7.15	5.78	68.0			
Atomic percent	3.21	0.11	7.17	2.53	1.18	15.58	1.88	68.2			
Formula for the extracted gamma prime $\text{Ni}_{2.73} \text{Co}_{0.29} \text{Cr}_{0.13} \text{Al}_{0.62} \text{Ti}_{0.05} \text{Ta}_{0.08} \text{W}_{0.10}$											
Formula for the extracted gamma prime of Mar-M200 ²⁰⁾ $\text{Ni}_{2.64} \text{Co}_{0.30} \text{Cr}_{0.12} \text{Al}_{0.59} \text{Ti}_{0.15} \text{Cb}_{0.04} \text{W}_{0.16}$											
Compositions of CM247LC and Mar-M200									(wt%)		
Element	C	Cr	Mo	Co	W	Ta	Ti	Al	Hf	Cb	Ni
CM247LC	0.07	8.0	0.50	9.2	9.4	3.2	0.70	5.55	1.4	—	Bal.
Mar-M200	0.15	9.0	—	10.0	12.5	—	2.0	5.0	—	1.8	Bal

代わりやその他の元素については合金の含有量の大小に従った組成式中の係数の変化が認められる。また、KRIEGE ら²⁰⁾ が指摘しているように γ マトリクスによる汚染が著しい場合には Cr 量が多くなるが、この残渣では素材よりも Cr 量がかなり低い。以上のことより、抽出した残渣は γ' 相が主体であり、 γ マトリクスによる汚染は無視しうると考えられる。

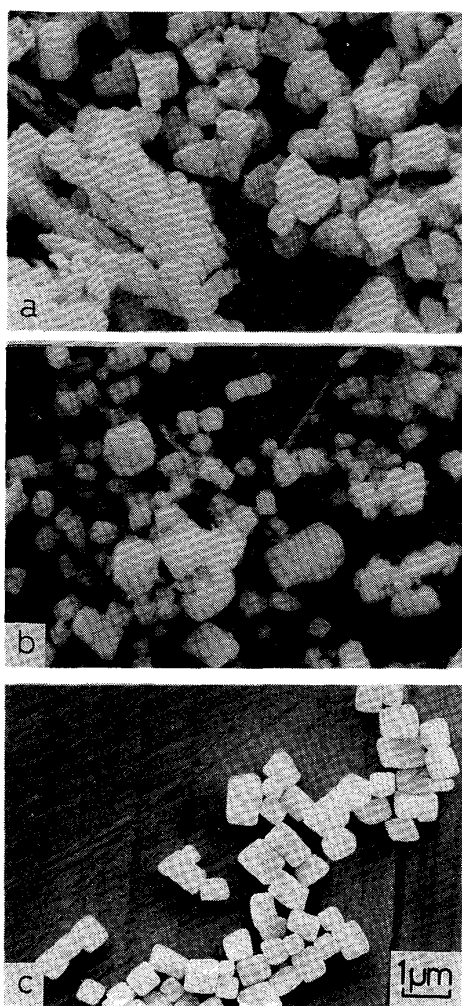
抽出した γ' 相の形態を Photo.3 に示す。Photo.2 と Photo.3 を比較すると、抽出残渣とバルクで観察された γ' 相は大きさや形態が一致しており、このことは微細な γ' 相を分解することなしにすべての粒度の γ' 相が抽出されたことを示している。鑄放し材では、共晶 γ - γ' 相から抽出された扇状のかなり粗大な γ' や 2 次 γ' 粒子が観察される。これらの 2 次 γ' 粒子の中には、合体しているものもあり、その多くは 8 個の粒子が合体し、大きな立方体に近い形態を示している。溶体化処理温度

が 1210℃ の 3 段熱処理材の抽出残渣では、1.0~1.5 μm と約 0.4 μm の 2 種類の大きさの 2 次 γ' 粒子およびその表面に付着している 0.1 μm 以下の非常に微細な Cooling γ' が見られ、溶体化処理温度が 1230℃ 以上になると、抽出された 2 次 γ' 粒子の形態および大きさが均一化し、多くが約 0.4 μm の角状を呈すようになる。

抽出した γ' 相の体積分率はすべて約 60% であり、ここではすべての試料について γ' 相の総量を一定と考える。また、炭化物の重量分率は 0.5~0.8% であったので、 γ' 相の粒度分布測定の際には、炭化物が与える影響は極めて小さいと考え、無視することにした。

抽出した γ' 相の粒度分布を Fig.1 に示す。このグラフは級の幅を 0.1 μm にとったヒストグラムを連続的な曲線として表したものである。鑄放し材では、0.7~0.8 μm にピークをもつなだらかな分布曲線が見られる。3 段熱処理を施することにより、このピーク位置が 0.7~0.8 μm から 0.3~0.4 μm に変化する。また、溶体化処理温度が高くなるほど、ピークがより顕著になり、2 μm 以上の粗大な γ' が減少する。

Photo.2 に示した組織観察結果および Photo.3 に示した抽出した γ' の形態観察結果より、 γ' 粒度とその種類の関係は次のようになる。共晶 γ - γ' 中の γ' 相は粗大で 2 μm 以上である。鑄放し材で見られる角状の 2 次 γ' は単独では 0.5~1.0 μm で、合体した場合には 1.0~2.0 μm である。溶体化処理により一度固溶し、後熱処理により凝集粗大化した 2 次 γ' はほぼ均一に 0.3~0.4 μm となる。また、凝固後の冷却中あるいは高温での熱処理後の冷却中に析出する Cooling γ' は



a) As Cast b) 1210°C x 2h, AC+M+L c) 1270°C x 2h, AC+M+L
M: 1080°C x 8h, AC L: 870°C x 20h, AC
Photo. 3. Morphologies of γ' phases extracted from DS CM247LC.

0.1 μm 以下である。

以上のことより、Fig.1 中のピークは 2 次 γ' を示している。また、1210°C の溶体化処理を施した 3 段階熱処理材のピーク位置が 0.3~0.4 μm に移動し、それ以上の温度で溶体化処理を施してもこのピークの位置が変わらないという事実は、鑄放し材のデンドライトコア部で見られた 2 次 γ' のほとんどが 1210°C の溶体化処理温度でも固溶することを裏付けている。ピークが溶体化処理温度の上昇に伴いより顕著になるのは、共晶 γ - γ' 中の粗大な γ' 相が固溶し、0.3~0.4 μm の 2 次 γ' として再析出することに起因するものと考えられる。

溶体化処理温度による 0.5~1.0 および 2.0 μm 以下の γ' 粒子の総 γ' 量に対する体積分率の変化を Fig.2 に示す。上述したような γ' 相の大きさとこの結果の比較から、2.0 μm 以下の γ' とは共晶 γ - γ' 中の γ' 相

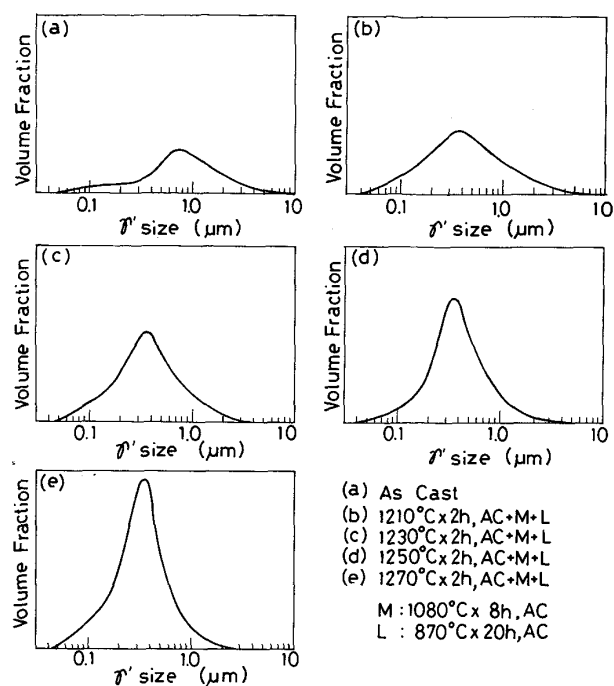


Fig. 1. γ' size distributions in DS CM247LC.

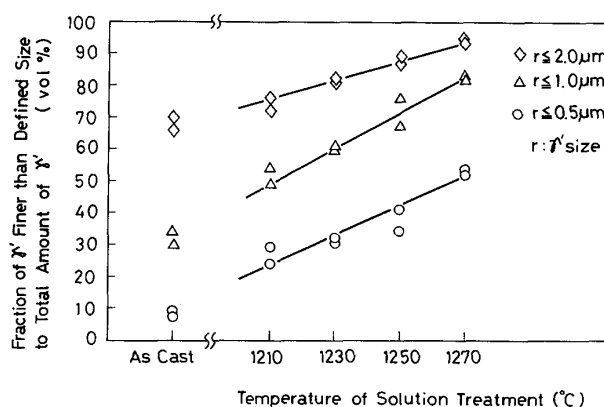


Fig. 2. Relationship between solution temperatures and volume fractions of γ' finer than defined size to total amount of γ' in three-step heat treated DS CM247LC.

以外のすべての γ' を示しており、1.0 μm 以下とは共晶 γ - γ' 中の γ' 相と合体し粗大化した 2 次 γ' 以外の γ' を示し、さらに 0.5 μm 以下とは溶体化処理により一度固溶し、後熱処理により凝集粗大化した 2 次 γ' と Cooling γ' を示していることがわかる。JACKSON ら¹²⁾ の提案している 0.5 μm 以下というのは、溶体化処理により固溶し、再析出した γ' の粒度に相当する。いずれの γ' 粒度で区分しても、その体積分率は溶体化処理温度の上昇に対して、ほぼ直線的に増加する。また、共晶 γ - γ' 中の γ' 相は 2.0 μm 以上であることから、鑄放

し材では総 γ' 量の約 30 % がこの γ' 相であるが、溶体化処理によりその量が減少し、1270 °C の溶体化処理によりほとんど完全に消滅することが示され、組織観察結果とよく対応する。

3.3 クリープ強度と γ' 粒度の関係

3 段階熱処理材の溶体化処理温度とクリープおよびクリープ破断特性を Fig.3 に示す。なお、図中には鑄放し材のクリープおよびクリープ破断特性も示す。いずれの熱処理材も鑄放し材よりも低いクリープ速度と長いクリープ破断寿命を示している。また、1250 °C までは溶体化処理温度の上昇に伴い最小クリープ速度が低くなり、それに対応してクリープ破断寿命が長くなっているが、1250 °C と 1270 °C では、最小クリープ速度およびクリープ破断寿命の差異はほとんどない。なお、破断伸びや絞りは鑄放し材およびいずれの熱処理材でもほとんど差異はない。

クリープ破断寿命と粒度で区分した γ' の総 γ' 量に対する体積分率の関係を Fig.4 に示す。クリープ破断寿命と体積分率とがよい相関を示しており、このことはクリープ破断寿命が溶体化処理温度による相異あるいは鑄放し材と熱処理材の相異を含めて、総 γ' 量に対するある粒度以下の γ' の体積分率 (以下 γ' vol% と略す) という一つの因子で統一的に整理できることを示しているが、JACKSON ら¹²⁾ の報告にあるように、0.5 μm 以

下の γ' 粒子が占める分率で整理するよりもむしろ 2.0 μm 以下の γ' 粒子が占める分率で整理する方がばらつきが小さくなっている。また、 γ' vol% に対するクリープ破断寿命の変化率も 2.0 μm 以下の γ' vol% で整理したものが最も大きい。今、図中で $r \leq 2.0 \mu\text{m}$ の tr (破断寿命) - γ' vol% 関係に注目すると、長寿命側の γ' vol% が 93, 89, 82 % の 3 点は溶体化処理温度が 1230 °C 以上の材料で、前述したように 3 者のデンドライトコア部の γ' 相の分布状態はまったく同じで、共晶 γ - γ' 相の量だけが異なる。すなわち、この 3 点の tr - γ' vol% 関係は共晶 γ - γ' 相の量だけに支配されている。一方、 γ' vol% が 73 および 68 % の点はおおの 1210 °C の溶体化処理温度の 3 段階熱処理材および鑄放し材であり、両者のデンドライトコア部の γ' 相の分布状態は異なり、おおの 1210 °C の 3 者の分布状態とも異なっている。それにもかかわらず、5 点のすべてのデータが $r \leq 2.0 \mu\text{m}$ の tr - γ' vol% 関係で最も高い相関を示し、さらに γ' vol% に対するクリープ破断寿命の変化率が 2.0 μm 以下の γ' vol% で整理したのにおいて最も大きいということは、クリープ破断寿命に対して共晶 γ - γ' 相の量が最も大きな影響を与えることを示している。

クリープ破断材の 2 次き裂の状況を Photo.4 に示す。2 次き裂はデンドライト境界の共晶 γ - γ' 相や炭化物に集中している。これは共晶 γ - γ' 相がき裂の伝播しやすい領域であることを示しており、共晶 γ - γ' 相がクリープ破断寿命に著しい悪影響をおよぼすことがわかる。

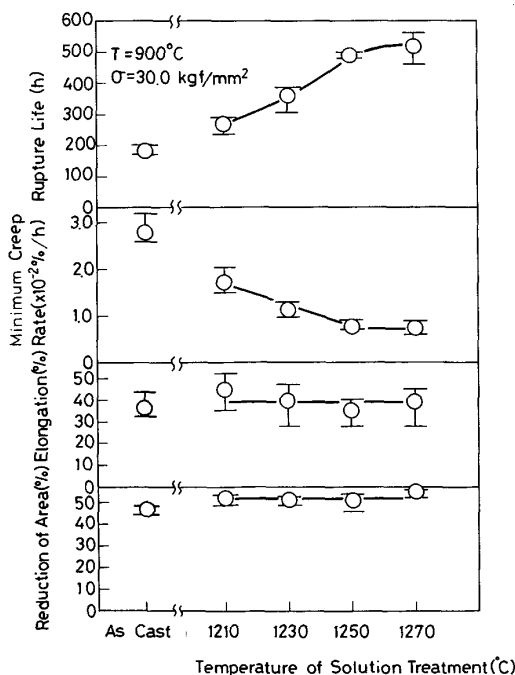


Fig. 3. Variations of creep and creep rupture properties with solution temperatures in three-step heat treated DS CM247LC.

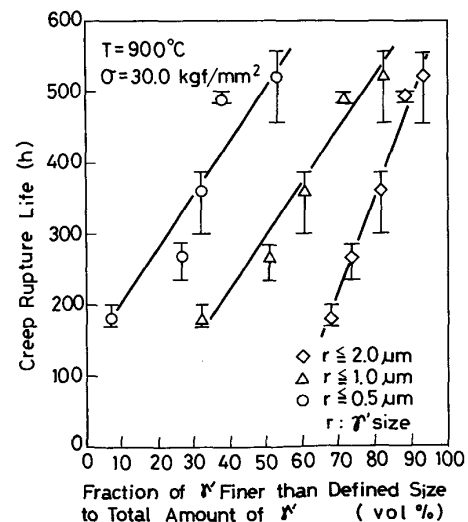


Fig. 4. Relationship between creep rupture lives and volume fractions of γ' finer than defined size to total amount of γ' in as-cast and three-step heat treated DS CM247LC.

最小クリープ速度と粒度で区分した γ' の総 γ' 量に対する体積分率の関係を Fig.5 に示す. 両者の関係はほぼ直線で近似することができるが, クリープ破断寿命の場合と異なつて, 区分した粒度による相関性の高低の相異は認められない. しかしながら, γ' vol% に対する最小クリープ速度の変化率は $2.0 \mu\text{m}$ 以下の γ' vol% で整理したものが最も大きく, 最小クリープ速度は共晶 γ - γ' 中の γ' 相の量に最も大きく依存していると考えられる.

Photo.5 に最小クリープ速度領域の変形中に中断した試験片の下部組織を示す. 角状の 2 次 γ' 相が析出して

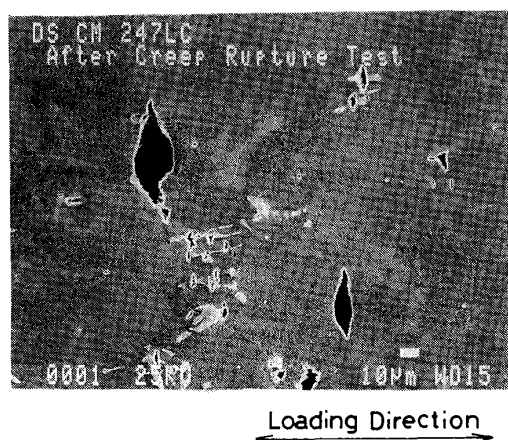


Photo. 4. Secondary cracks observed after creep rupture test at 900°C and 30.0 kgf/mm^2 , $t_r=170.5 \text{ h}$ in as-cast DS CM247LC.

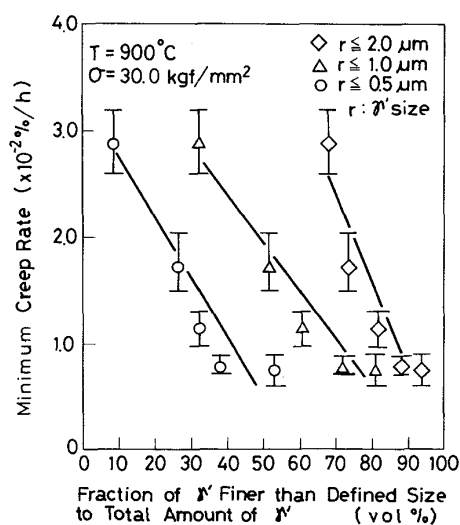
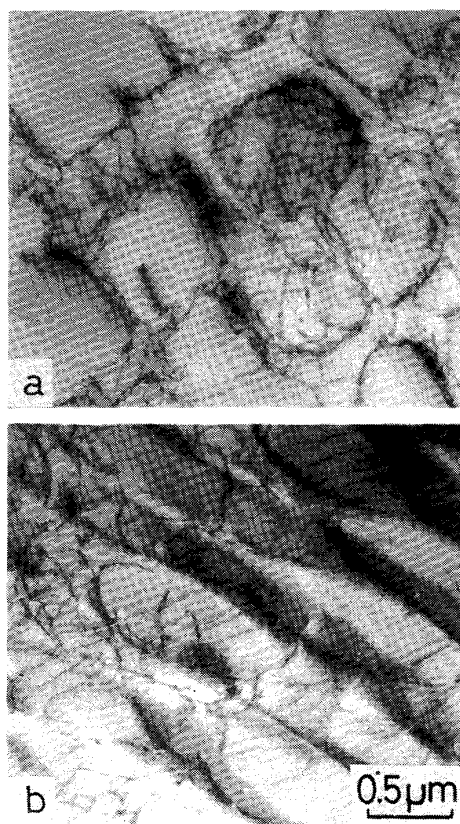


Fig. 5. Relationship between Minimum creep rates and volume fractions of γ' finer than defined size to total amount of γ' in as-cast and three-step heat treated DS CM247LC.

いるデンドライトコア部では, 2 次 γ' 相を剪断する転位は見られず, CARRY らの報告²²⁾にあるように, γ/γ' 界面でネットワークを形成する転位, 2 次 γ' 相に堆積する転位, および 2 次 γ' 相でピンニングされ γ' 粒子間の γ マトリクスで孤を描く転位が見られ, 変形抵抗が大きいと考えられる. この下部組織から, バイパス機構が変形を支配しており, すべり面上の γ' 相の粒子間距離が変形抵抗に対して最も重要な要因であると考えられる²²⁾. 一方, 共晶 γ - γ' 相でも, γ' 中に転位は見られないが, 転位の堆積が見られず, 転位がほとんど障害なしに自由に動いており, 変形抵抗が比較的小さいことを思わせる. これらの結果は, 共晶 γ - γ' 相と 2 次 γ' 相では転位の運動に対する抵抗がかなり異なり, 共晶 γ - γ' 中の $2.0 \mu\text{m}$ 以上の粒度をもつ γ' 相の存在がクリープ変形抵抗を小さくしていることを示している.

上記のように, 共晶 γ - γ' 中の γ' 相を除いた γ' 相の総 γ' 量に対する体積分率すなわち $2.0 \mu\text{m}$ 以下の γ' 相の総 γ' 量に対する体積分率との相関は, 最小クリープ速度よりも破断寿命に対してより高い. クリープ破断寿命はクリープ変形とき裂の発生・成長の両者によ



a) Dendrite core b) Eutectic γ - γ' phase

Photo. 5. Substructures of deformation in minimum creep rate region on as-cast DS CM247LC (900°C - 30.0 kgf/mm^2 , testing time: 15 h, $\epsilon=0.4\%$).

つて決まるが、共晶 γ - γ' 相の存在がこの両者に悪影響をおよぼすことが最小クリープ速度領域の変形中に形成された下部組織とクリープ破断材の 2 次き裂の観察により明らかになっている。このことが、前述の相関性の相異をもたらしたものと考えられる。

4. 結 言

ガスタービンのブレード用材料である一方向凝固した CM247LC について、種々の温度で溶体化処理を行い、その後所定の時効処理をした材料の組織とクリープおよびクリープ破断特性を調べた。大きさや存在箇所が非常に不均一な本合金の γ' 相の粒度分布を定量的に求めるために、電解抽出と沈降式粒度分布測定を組み合わせた実験を行った。そして、900℃、30.0 kgf/mm² のクリープおよびクリープ破断試験を行い、これらの特性と γ' の粒度分布の相関を調べた。得られた主な結果を以下に示す。

(1) γ' 相の粒度分布測定の結果、鑄放し材ではかなり幅広い粒度の分布が見られるが、より高い溶体化処理温度の 3 段熱処理材ほど粒度が均一化することがわかった。このことの一要因として、共晶 γ - γ' 相は鑄放し材ではかなり多いが、より高い温度の溶体化処理を施すほど減少し、1270℃ の溶体化処理によりほとんど消滅することで説明される。また、粒度のピークが鑄放し材では 0.7~0.8 μm にあつたが、3 段熱処理材では 0.3~0.4 μm に変化していた。

(2) 900℃、30.0 kgf/mm² のクリープおよびクリープ破断特性を調べた結果、いずれの熱処理材も鑄放し材よりも低い最小クリープ速度と長いクリープ破断寿命を示し、1250℃ までの溶体化処理温度の上昇に伴い最小クリープ速度が小さくなり、それに対応してクリープ破断寿命が向上するが、溶体化処理温度が 1250℃ と 1270℃ では、2 次クリープ速度およびクリープ破断寿命の差異はほとんどなかった。また、破断伸びや絞りは、鑄放し材およびいずれの熱処理材でも、ほとんど差異はなかった。

(3) クリープ破断寿命と最小クリープ速度は、溶体化処理温度による相異あるいは鑄放し材と熱処理材の相異を含めて、総 γ' 量に対するある粒度以下の γ' の体積分率という一つの因子で統一的に整理できることが明らかになった。その中でも両者の特性は共晶 γ - γ' 相の量に最も大きく依存し、2 μm を超える粒径を有する共晶 γ - γ' 中の γ' 相の総 γ' 量に対する体積分率が增加すると、高い相関をもつてクリープ破断寿命は低下し、最小クリープ速度は増加することが認められた。

(4) 共晶 γ - γ' 相の存在はクリープ変形抵抗およびき裂の伝播に悪影響を及ぼし、クリープ変形中の下部組織観察および破断材の 2 次き裂観察の結果がこのことを裏付けた。

本研究をとりまとめるにあたり、懇切なる御教示を賜わった大阪大学工学部稔野宗次教授ならびに佐分利敏雄助教授に謝意を表します。

文 献

- 1) W. F. SIMMONS: Current and Future Materials Usage in Aircraft Gas Turbine Engines, Metal and Ceramics Information Center Report, MCIC-73-14 (1973)
- 2) J. C. FRECHE and G. M. AULT: Superalloys-Metallurgy and Manufacture-, proc. 3rd Int. Sympo. Superalloy, Seven Springs, U.S.A. (1976) Sept., p. 297
- 3) C. T. SIMS: Superalloys 1984, proc. 5th Int. Sympo. Superalloys, Seven Springs, U.S.A. (1984) Oct., p. 399
- 4) F. L. VERSNYDER and E. R. THOMPSON: Alloys for the Eighties, ed. by R. Q. BARR (1980), p. 69 [Climax Molybdenum Comp.]
- 5) J. MAYFIELD: Aviation Week & Space Technology, 1 (1979) Oct., p. 69
- 6) J. E. NORTHWOOD: NGTE M78054 (1958)
- 7) B. J. PIEARCEY, B. H. KEAR and R. W. SMASHEY: Trans. ASM, 60 (1967), p. 634
- 8) J. E. NORTHWOOD and T. HOMEWOOD: Metallurgia and Metal Forming, 41 (1974), p. 254
- 9) 末光 毅, 田中照司, 藤岡順三, 村瀬宏一, 西山幸夫: 学振 123 委員会研究報告, 24 (1983) 3, p. 433
- 10) B. J. PIEARCEY and B. E. TERKELSON: Trans. Metall. Soc. AIME, 239 (1967), p. 1143
- 11) T. E. STRANGMAN, G. S. HOPPIN III, C. M. PHIPPS, K. HARRIS and R. E. SCHWER: Superalloy 1980, proc. 4th Int. Sympo. Superalloys, Seven Springs, U.S.A., (1980) Sept., p. 215
- 12) J. J. JACKSON, M. J. DONACHIE, R. J. HENRICKS and M. GELL: Metall. Trans., 8A (1977), p. 1615
- 13) R. F. DECKER and C. T. SIMS: The Superalloys, ed. by C. T. SIMS et al. (1972), p. 33 [John Wiley & Sons]
- 14) P. ALDRED: René 125, Development and Application, National Aerospace Engineering and Manufacturing Meeting, Los Angeles, SAE, (1975) Nov.
- 15) M. MCLEAN and F. SCHUBERT: High Temperature Alloys For Gas Turbines, ed. by D. COUTSOURADIS et al. (1978), p. 423 [Applied Science Publishers]
- 16) S. TANAKA, T. SUEMITSU, J. FUJIOKA and Y. NISHIYAMA: Proc. Japan-US Seminar on Superalloys, shizuoka, Japan, JIM, (1984) Dec., p. 175
- 17) 田中照司, 末光 毅, 藤岡順三, 西山幸夫, 福迫達一: 鋳物, 投稿中
- 18) K. HARRIS, G. L. ERICKSON and R. E. SCHWER: Superalloys 1980, proc. 4th Int. Sympo. Superalloys, Seven Springs, U.S.A., (1980) Sept., p. 215
- 19) L. W. SINK, G. S. HOPPIN III and M. FUJIE: NASA CR-159464 (1984)
- 20) O. H. KRIEGE and J. M. BARIS: Trans. ASM, 62 (1969), p. 195
- 21) 株式会社セイシン企業 ミクロン・フォート・サイザー取扱説明書
- 22) C. CARRY and J. L. STRUDEL: Acta. Metall., 25 (1977), p. 767