第 2 世代 Ni 基単結晶超合金 TMS-82+ の長時間クリープ特性

小 泉 裕 原 田 広 史 小 林 敏 治 横 川 忠 晴

物質・材料研究機構材料研究所超耐熱材料グループ

J. Japan Inst. Metals, Vol. 69, No. 8 (2005), pp. 743-746
© 2005 The Japan Institute of Metals

Long-Term Creep Property of a Second-Generation Nickel-Base Single-Crystal Superalloy, TMS-82+

Yutaka Koizumi, Hiroshi Harada, Toshiharu Kobayashi and Tadaharu Yokokawa

High Temperature Materials Group, Materials Engineering Laboratory, National Institute for Materials Science (NIMS),
Tsukuba 305-0047

Long component-life of at least two years under a daily start and stop condition is required on turbine blades and vanes in land-based power plants. For this reason, a creep rupture life of 10000 hours or longer is required for the application of Ni-base superalloys. In this paper, long-term creep property of more than 15000 hours was analyzed for a second-generation Ni-base superalloy, TMS-82+. Consequently, Larson-Miller parameters in the range of $C = 12-14$ resulted in good fits over the short-to-long-term creep rupture life, even though $C = 20$ is conventionally used for Ni-base superalloys. In addition, the creep strength of TMS-82+ exceeds that of CMSX-4 under wide range of stress/temperature conditions, especially under the higher temperature and lower stress condition.

(Received April 25, 2005; Accepted July 27, 2005)

Keywords: nickel-base superalloys, single crystal, second-generation, creep, TMS-82+, Larson-Miller Parameter (LMP)

1. 緒 言

Ni 基単結晶超合金の実機使用を考えたとき航空機ジェットエンジンの場合、最大負荷のかかる時間が離陸時の数分と短く、従って 1 万フライトを想定した場合でも約 1000 h 程度のクリープ試験データで十分である。しかし、発電用ガスタービンの場合には最大負荷運転が 2 年以上にわたって繰り返されることが要求されている。このため材料開発の段階では 1000 h 程度のクリープ試験により候補材料を選定するものの、実用化を考えた場合、短くても 10000 h のクリープ試験データが必要になる。

本研究では第 2 世代 Ni 基単結晶超合金 TMS-82+ で得られた最長 15000 h 以上の長時間クリープデータを用いて、そのクリープ特性について報告する。

2. 実 験 方 法

TMS-82+¹⁾ は第 2 世代単結晶超合金に相当し、物質・材料研究機構 (NIMS) の「新世紀耐熱材料プロジェクト²⁾」において株式会社東芝との共同研究で開発された合金である。開発にあたっては NIMS で開発した合金設計プログラムを用いている。合金設計プログラム³⁾ は、合金組成から γ/γ' 平衡・相安定性・比重・融点・溶体化熱処理温度・格子定数ミ

スフィット・クリープ破断寿命・耐高温腐食性など合金開発にあたって必要なパラメータを重回帰式や実験式を用いて計算する汎用のソフトである。TMS-82+ の特徴を列記すると特に高温クリープ強度に優れ、TCP 相の析出も少なく、長時間の組織安定性に優れている。铸造性も良好で翼長 300 mm の大型単結晶翼の铸造が出来ている。TMS-82+ の組成を同世代の CMSX-4 とともに Table 1 に示す。

本研究では一方向凝固炉を用いて高速凝固法により直径約 10 mm 長さ約 130 mm の単結晶を铸造した。固溶化熱処理と時効熱処理を施した後、平行部直径 4 mm、同長さ 20 mm、ねじ部を含む全長 60 mm のクリープ試験片 (Fig. 1) を切削および研削加工により作製した。なお、試験片には引張り軸の方位が $\langle 001 \rangle$ 方向から 10° 以内のもののみを使用した。

クリープ試験は試験温度 800~1150°C、試験応力 78~392 MPa の条件で行った。クリープ試験の伸び測定は試験温度により測定方法を変えた。金属材料のクリープ試験では一般に試験片 2 箇所に突起を設けて測定金具の移動量を炉外のダイヤルゲージで測定している。この方法では Fig. 2 のよ

Table 1 Nominal compositions (mass%Ni-bal.) of the alloys.

	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta	Hf	Si	Re
TMS-82+	7.8	4.9	1.9	8.7	5.3	0.5	6.3	0.1	0.4	2.4
CMSX-4	9.6	6.4	0.6	6.4	5.6	1.0	6.5	0.1	—	3.0

Fig. 1 Schematic draw of creep test piece.

Fig. 2 Conventional extensometer made with metal.

Fig. 3 The creep elongation of a specimen under creep test condition over 1000°C is measured with non-contact extensometer in this study. By using two CCD cameras and image processing techniques, creep elongation of a specimen is measured precisely by the non-contact extensometer.

うに測定金具自身の変形により測定精度の低下を招くおそれがあることから測定金具の使用を 900°C のクリープ試験までとした。1000°C 以上のクリープ試験については試験片に設けた 2 箇所の突起部間の変形量を炉外から CCD カメラを用いて画像処理を行うことで変形量を非接触で測定した (Fig. 3)⁴。このように非接触で 15000 h もの長時間クリープ試験の変形量を測定することは著者等も経験がなく、本研究のクリープ試験が初めての試みである。

3. 結果と考察

3.1 TMS-82+ の長時間クリープ試験結果

本研究において 1000°C, 98 MPa の試験条件で行ったクリープ試験結果を Fig. 4 に示す。この試験は炉外から CCD カメラを用いて非接触で変形量を測定した。1000°C という高温で 15000 h を超える試験時間であったが、クリープ変形量はクリープ試験開始から終了まで安定して取得できた。クリープ試験途中で加熱炉中央部に設けた透明石英製の窓が曇ってしまうことがあったが、交換時は試験温度に影響を与えないよう工夫がなされており、簡単に透明石英を交換できた。Fig. 4 の 1000°C, 98 MPa のクリープ試験結果から TMS-82+ は定常クリープ域が長く 1% クリープひずみ到達時間は 13000 h を超えている。

3.2 クリープ試験結果

短時間クリープ試験と長時間クリープ試験の結果を統合し Larson-Miller Parameter (LMP) で整理して Fig. 5 に示す。ここで横軸 LMP は

$$P = (T + 273)(C + \log t) \times 10^{-3}$$

T : クリープ試験温度 (°C)

t : クリープ破断寿命 (h)

C : 定数

従来 Ni 基超合金には $C=20$ が用いられている値である。

Fig. 4 The prolonged creep-test result of 15000 hours or more. Creep deformation is measured by non-contact extensometer. Result of long-term creep test for TMS-82+ under the condition of 1000°C, 98 MPa.

Fig. 5 Optimization of coefficient C of the Larson-Miller parameter for long-term creep rupture life.

図中の 245 MPa, 137 MPa, 98 MPa におけるクリープ試験データをみると $C=20$ では各応力域でデータ値が分散しており, $C=20$ では短時間クリープ試験から長時間クリープ試験をまとめて統合的に説明することが出来ない. そこで C 値を変化させて一つの図面に示した. $C=18, C=16$ で各応力域のデータ値が収束していき $C=14 \sim 12$ でよく収束し, その後 $C=11, C=10$ と再び分散する傾向がわかった. この結果を更に詳細に検討するため 245 MPa, 137 MPa, 98 MPa の結果について, それぞれの標準偏差を求めた結果を Fig. 6 に示す. その結果, クリープ試験応力域により C 値に最適値があることがわかった. すなわちクリープ試験応力が 245 MPa では標準偏差が最小値を示す $C=14.5$ が最適値であり, クリープ試験応力 137 MPa では $C=11.7$ が最適値である. またクリープ試験応力が小さい 98 MPa では $C=12.5$ が最適値であった. また, Fig. 5 図中 $C=20$ で整理したのを見ると 900°C, 1000°C および 1100°C において応力を下げて試験した長時間側で実測値よりも長いクリープ寿命を予測した結果が得られた. このように Ni 基超合金に用いられている $C=20$ ではなく, 小さい C 値のほうがよい理由は次のように考えられる. 元来, Larson-Miller 法では低応力・長時間のクリープ寿命を長く見積もる傾向にあること⁵⁾, また, 試験温度や応力を低下させたことにより, クリープ破断メカニズムがたとえば cutting から climbing に変わるためと考えられる⁶⁾.

TMS-82+ と同世代の Ni 基単結晶超合金 CMSX-4 は COST 501 program で最適な LMP について検討された. それによると $C=14.07$ が最適値であったと報告されている⁷⁾.

TMS-82+ と CMSX-4 について $C=14$ で整理した LMP 線図を Fig. 7 に示す. TMS-82+ は長時間クリープ試験においても全温度・応力域で同世代の CMSX-4 より優れたクリープ強度を示し, 特に高温低応力のクリープ強度が優れている. TMS-82+ が高温低応力のクリープ強度が優れている理由として試験片長手方向に対し垂直に γ' 相が連結したラフトの形成と γ/γ' 界面の細かい転位網の形成により良好なクリープ特性を示したものと考えられる⁸⁾. 図中 398 MPa,

Fig. 6 The optimal value of Larson-Miller Parameter.

Fig. 7 Larson-Miller plot ($C=14$) for the evolution of creep rupture strength of TMS-82+ compared with CMSX-4.

245 MPa および 137 MPa の位置に試験中の TMS-82+ をプロットしてある. これらが破断するのは 10 数年先になると予測されるが, 得られつつある長時間クリープカーブがすでにガスタービン設計にとって貴重なデータになっていることは言うまでもない.

4. 結 言

タービン翼用超合金の実用化を目指し長時間クリープデータの取得を第 2 世代 Ni 基単結晶超合金 TMS-82+ で実施中である. クリープ破断寿命が 15000 h 以上の長時間クリープデータを用いて, そのクリープ特性について検討し, 以下のことを明らかにした.

- (1) 1000°C のクリープ試験温度で 15000 h を超えるクリープ変形量を非接触で測定できた.
- (2) TMS-82+ は, 従来用いられている Larson-Miller Parameter の $C=20$ では短時間クリープ試験から長時間クリープ試験をまとめて統合的に説明することが出来ないことが明らかとなった.

(3) TMS-82+の短時間クリープ試験から長時間クリープ試験をまとめて統合的に説明するには Larson-Miller Parameter の $C=12\sim14$ が適切であることが明らかとなった。

(4) 長時間クリープ試験の結果を含めた TMS-82+ と同世代の CMSX-4 を Larson-Miller Parameter の $C=14$ で比較した場合、本試験条件の全温度・応力域で TMS-82+ のクリープ強度が優れていることが明らかとなった。

本研究の遂行にあたり、株式会社東芝の吉岡洋明氏、日野武久氏に有益な助言をいただきました。ここに記し、深く感謝いたします。

文 献

- 1) T. Hino, Y. Yoshioka, Y. Koizumi, T. Kobayashi and H. Harada: *Proc. Sixth International Conference on Materials for Advanced Power Engineering 2002*, European Committee (2002) pp. 303-312.
- 2) <http://sakimori.nims.go.jp>
- 3) H. Harada, K. Ohno, T. Yamagata, T. Yokokawa and M. Yamazaki: *Superalloys 1988* (TMS AIMA, 1988) pp. 733-742.
- 4) S. Nakazawa, Y. Koizumi, H. Harada and N. Nakayasu: *Report of the 123rd committee on Heat-Resisting Materials and Alloys* (Japan Society for the Promotion of Science, **37**, 1996) pp. 263-266.
- 5) E. Nakajima and K. Maruyama ed.: *Materials Science of High Temperature Strength*, Uchida-Roukaku-ho (1997), pp. 251-264.
- 6) J. X. Zhang, T. Murakumo, K. Koizumi, T. Kobayashi and H. Harada: *Acta Mater.* **52**(2003) 5073-5081.
- 7) C. K. Bullough, M. Toullos, M. Oehl and P. Lukas: *Proc. Sixth International Conference on Materials for Advanced Power Engineering 1998*, (European Committee, 1998) pp. 861-878.
- 8) T. Hino, Y. Yoshioka, Y. Koizumi, T. Kobayashi and H. Harada: *Superalloys 2000*, (TMS AIMA, 2000) pp. 729-736.