Ni 基超合金の高温疲労き裂伝ば特性に及ぼす 一方向凝固結晶組織の影響†

山 本 真 人* 新 田 明 人** 北 村 隆 行***

Effect of Elongated Grain on High-Temperature Fatigue Crack Propagation Property of Ni-Based Superalloy

by

Masato YAMAMOTO *, Akito NITTA ** and Takayuki KITAMURA ***

In order to clarify the crack propagation property of Nickel-based directionally solidified superalloy, longitudinal loading (L-type) specimens and transverse loading (T-type) specimens were subjected to the high temperature fatigue crack propagation tests. Fatigue crack propagation rate was correlated fairly well with effective stress intensity factor range ΔK_{eff} , regardless of specimen type (L or T), stress range, and R ratio. In detail, crack propagation rate in T specimen showed eminent fluctuation and it was partially accelerated to 3 to 5 times faster than the average. Detailed observation of specimens revealed that the fluctuation was strongly dependent on the micro-structure along the crack propagation path. Both of transgranular and intergranular crack types were observed on the crack propagation path of T specimen, while that in L specimen showed only the transgranular type. Moreover, transgranular crack showed two different failure planes, they were along {111} or {001} planes, respectively. Since most part of the whole tests were governed by transgranular cracking, they showed mostly the same propagation property. Intergranular crack in T specimen showed much faster propagation than the transgranular crack, and caused eminent fluctuation of propagation rate.

Key words : Directionally solidified superalloy, High-temperature fatigue, Crack propagation, Effective stress intensity factor range, Micro-structure

1 緒 言

超合金のき裂伝ばに関する研究はこれまでも数多く行われてきている。^{1)~16)}巨視的に等方材料とみなせる多結晶超合金に対しては、有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} で伝ば速度が良好に整理されている。^{1)~4)}また、単結晶超合金に対しても ΔK_{eff} の有効性が指摘されるとともに、き裂伝ば経路や速度の結晶方位依存性が検討されている。^{5)~13)}しかし、一方向凝固超合金 (DS 超合金) のき裂伝ば挙動については、等方性多結晶や単結晶と比較して研究例が少ない。^{14)~16)}DS 超合金の結晶粒は長軸方向に 100 μ m 以上、短軸方向に数 100 μ m から数 mm の大きな粒径を有し、それらはガスタービン動翼等の構造体に破損をもたらす主き裂と同じオーダーの寸法である。さらに、すべての結晶粒の長軸は <001> に配向しており、その異方性がき裂伝ばに影響を及ぼすと考えられる。従来の破壊力学は、き裂が微視組織より十分大きい場合を想定しており、その不均一性を平均化した均質体に対する連続体力学を基盤としている。¹⁷⁾一方、DS 超合金はき裂寸法と微視組織の大きさが同程度であり、不均一性を陽に考慮する必要がある。工学的判断によりマクロ破壊力学を適用する場合にも、その有効性の程度を明らかにしておく必要がある。

他方、我が国の現在の主力発電用ガスタービンは 1300℃級であり、その初段階動翼には遠心力の作用する翼長手

方向に結晶粒界を持たず、高いクリープ強度が期待できる DS 超合金が用いられている。燃焼ガスの高温化と動翼冷却の強化によって、動翼内部に発生する熱応力も増大する。その結果、動翼におけるき裂発生が散見されることとなり、き裂伝ば特性の評価が重要視されている。

そこで、本研究では発電用ガスタービン用一方向凝固超合金の高温疲労き裂伝ば試験を実施し、その伝ばに及ぼす微視組織の影響を明らかにした。

2 疲労き裂伝ば試験方法

2・1 供試材および試験片

供試材は、発電用ガスタービン用 γ/γ' 析出強化形一方向凝固超合金であり、化学組成を Table I に示す。結晶成長方向長さ 180mm、幅 120mm、厚さ 20mm の板状に精密鍛造後、溶体化および時効熱処理により、強化組織である γ' 相を析出させた。Fig. 1 に供試材のマクロ組織を示す。結晶成長方向 <001> の結晶粒長さは数 10mm 以上ある。結晶成長方向と直交する横断面では、粒径は数 100 μ m から数 mm であり、結晶成長軸回転方向の結晶方位は結晶粒毎にランダムである。

Table I. Chemical composition of tested material. (wt%)

C	Al	B	Co	Cr	Mo	Ta	Ti	W	Zr	Ni
0.10	3.03	0.02	9.56	13.93	1.56	2.77	4.90	3.86	0.01	Bal.

† 原稿受理 平成 16 年 4 月 26 日 Received Apr. 26, 2004

* 正 会 員 財 電力中央研究所 〒201-8511 狛江市岩戸北, Central Res. Inst. Elect. Power Industry, Iwadokita, Komae, 201-8511

** 正 会 員 財 電力中央研究所 〒240-0196 横須賀市長坂, Central Res. Inst. Elect. Power Industry, Nagasaka, Yokosuka, 240-0196

*** 正 会 員 京都大学大学院工学研究科 〒606-8501 京都市左京区吉田本町, Kyoto Univ., Sakyo-ku, Kyoto, 606-8501

Fig. 1. Macroscopic microstructure of tested material.

試験片は、結晶成長方向および結晶成長方向と 90° の角度をなす横断方向から採取した。以下では結晶成長方向試験片を L 材、結晶横断方向の試験片を T 材とする。試験片形状を Fig. 2 に示す。試験部は直径 18mm の丸棒からワイヤーカットを用いて厚さ 5mm の平板に加工した。T 材においては、平行部板厚方向と結晶粒成長方向を一致させ、平板加工を実施した。その後、放電加工およびワイヤーカットにより試験片中央部に貫通ノッチを導入した。平行部は、1000 番までの研磨紙およびダイヤモンドペーストにより鏡面に仕上げた。試験片は、あらかじめ試験温度である 870°C において、本試験より最大応力拡大係数 $K_{\max}$ が小さくなるよう、 $^{18)} \pm 200\text{MPa}$ または $\pm 150\text{MPa}$ （それぞれ、本試験の $\sigma_{\max} = 400\text{MPa}$ および 250MPa ）の低応力条件でノッチ底から疲労予き裂を発生させた後、本試験に供試した。

2・2 試験装置および試験条件

疲労き裂伝ば試験には閉ループ制御方式の電気機械式疲労試験装置を用いた。加熱は4ターンの高周波誘導加熱装置によって行い、試験片中央部にスポット溶接した白金-白金ロジウム熱電対により所定の試験片温度である870℃とした。貫通ノッチ中央部上下に押し付けた標点間距離1.5mmのパイゲージ式開口変位計により、き裂開閉口点を求めた。き裂長さは、周波数約400Hzの交流電位差法によりき裂中央部上下 $\pm 1\text{mm}$ の位置にスポット溶接したセンシングリードにおける電位差の変化を測定し、板厚方向の平均き裂長さを求めるポテンシャル法を用いた(カレントリードは試験片中央部上下 $\pm 10\text{mm}$ の位置にスポット溶接した)。さらに、CCDカメラを用いた試験片表面の断続観察により、表面き裂の成長を追った。なお、あらかじめ同一材料を用いたピーチマークを導入する疲労き裂伝ば試験により電位差とき裂長さの校

Fig. 2. Geometry of center cracked plate specimen.

正を行うとともに、ポテンシャル値が環境温度や周囲の電源負荷変動等に影響を受けず、長時間安定して計測できることを確認した。またき裂前縁部のトンネリングがき裂半長の 10% 以下であることを確認した。

疲労き裂伝ば試験条件を Table II に示す。ここでは、L 材と T 材に対して、同一の試験条件を適用した。公称応力制御（荷重制御）三角波形、最大応力は 250MPa および 400MPa の 2 条件であり、400MPa 条件については応力比 ($R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max}$) -1, -0.5, 0 の試験を実施した。ただし、 $\sigma_{\max}$ および $\sigma_{\min}$ は、1 サイクル中の最大応力および最小応力である。

3 疲労き裂伝ば試験結果

Fig. 3 にき裂全長 $2a$ とき裂伝ば速度 da/dN の関係を示す。き裂伝ば速度は、各サイクル中の最大ポテンシャル値からき裂長さを算出し、19 点間平均の伝ば速度を最小 2 乗近似により算出した。ただし、このようにして求めた da/dN は後述のように大きな変動を示したが、Fig. 3 および Fig. 5 では平均的伝ば挙動を議論するため、Stineman 関数によるスムージングを行い、高い周波数の変動成分を取り除いたものを示している。いずれの条件においても、き裂の伝ば速度はき裂長さとともに単調に増加している。伝ば速度の増加割合はいずれの条件とも、両対数グラフ上でほぼ平行に推移するが、同一き裂長さで比較すると伝ば速度の絶対値は条件によって異なる。まず、同じ試験条件の L 材および T 材に注目すると、いずれの条件でも両材のき裂伝ば速度は良く一致していることが分かる。すなわち、大局的には試験片方位によるき裂伝ば速度の異质性は顕著でない。次に $\sigma_{\max} = 400$ MPa の 3 条件においては、 R 比が小さい条件、すなわち応力範囲の大きい条件ほど、伝ば速度が速い。しかし、 $\sigma_{\max} = 400$ MPa, $R = 0$ と $\sigma_{\max} = 250$ MPa, $R = -1$ の 2 条

Table II. Test conditions.

No.	Specimen	Temperature [°C]	$\sigma_{\max}$ [MPa]	R ratio	Frequency [Hz]	Symbol in figure
1	L	870	400	-1	0.1
2	T			0	0.13
3	L
4	T
5	L
6	T		250	-1	0.16
7	L
8	T

Fig. 3. Relationship between crack propagation rate and crack length.

件を比較すると、前者の応力範囲 400MPa に対し、後者は 500MPa と大きいにも関わらず、伝ば速度は前者を下回っている。この逆転は、 R 比の差に伴い、両者でき裂の開閉口点が異なるために生ずるものと考えられる。すなわち、本材料のき裂伝ば速度の支配因子として、応力範囲のみならず開閉口挙動を挙げることができる。そこで、それぞれの試験ごとにき裂開口比 U を調べた。Fig. 4 に、繰返し数 N と開口比 $U = (\sigma_{\max} - \sigma_{op}) / (\sigma_{\max} - \sigma_{\min})$ の関係を示す。ここで、 σ_{op} はき裂開口応力であり、開口変位 $CCOD$ と応力 σ のヒステリシスループの折れ曲がる点の応力とした。

R 比が -1, -0.5, 0 と大きくなるほど U も 0.5, 0.7, 1.0 と大きくなる傾向が見られる。試験開始から終了まで対数グラフ上でほぼ均等な間隔で代表サイクルを 20 点程度選び、それぞれの U を滑らかに結ぶフィッティング曲線を決定して各サイクルの U を求めた。これと次式により有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} を算出した。

$$\Delta K_{eff} = U \Delta K \quad (1)$$

ただし

$$\Delta K = (\sigma_{\max} - \sigma_{\min}) \sqrt{\pi a} F \quad (2)$$

ここで、 F は形状係数であり中央き裂付き帯板の一樣引張の解¹⁹⁾を用いた。Fig. 5 に、 da/dN と ΔK_{eff} の関係を示す。L 材と T 材、応力条件、 R 比によらず、全ての試験結果が同一のバンド内に整理できる。本結果より、供試材料の高温疲労き裂伝ばは、大局的にはマクロな破壊力学量 ΔK_{eff} に支配され、き裂伝ばに及ぼす異方性の影響も顕著ではない。

一方、Fig. 5 を詳細に見ると、うねり状の伝ば速度の増減速がある。このような増減速は T 材において顕著に見られ、最も顕著な箇所ではき裂伝ば速度がその前後より 3 から 5 倍まで増速する。L 材では、その程度は T 材と比較して小さい。増減速は結晶粒径と同レベルの数 100 μm から数 mm オーダーで発生しており、複数の試験片における変動波形の再現性もない。これらより、微視組織の関与が示唆される。

Fig. 6 に、T 材、 $\sigma_{\max} = 400\text{MPa}$ 、 $R = -0.5$ の試験を例にとり、き裂長さとき裂伝ば速度の関係を示す。実線はポテンシャル値から求めたものであり、●印は CCD カメラにより表面き裂長さを断続観察した結果から求めたものである。なお、表面き裂の伝ば速度は、2 点間のき裂伝ば量をその繰返し数で除したものである。プロットの x 軸は、2 点のき裂長さの平均値とした。なお、図中の破線は表面き裂の増減速傾向を見やすく示すため、加重平均を取った回帰曲線である。

ポテンシャルおよび表面観察から求めた da/dN は、いずれも変動が大きい。両者とも、細かい増減に加えて周期の大きいうねり状の変動が重畳している。また、表面観察結果のみに特徴的に、局所的に伝ば速度が減少している。伝ば速度の細かい増減については、後に破面観察結果を示すとおり、き裂伝ば経路が滑り方位に応じて細かく変動すること等がその要因として推察されるが、その変動幅は Fig. 5 に示した各試験片毎の伝ば速度のばらつきの範囲内に内包されるため、詳細はここでは議論しない。また、試験片表面における局所的な伝ば速度低下については後述することとし、ここではうねり状の変動に注目する。うねり状の変動は、変動の小さい $a > 5\text{mm}$

Fig. 4. Change in crack opening ratio.

Fig. 5. Relationship between crack propagation rate and effective stress intensity factor range.

Fig. 6. Crack propagation rate of T-type specimen under the condition of $\sigma_{\max} = 400\text{MPa}$ and $R = -0.5$.

の領域の延長線上より高い伝ば速度を示し、とくに低 da/dN でその幅が大きくなる傾向にある。ただし、変動幅は両者で異なり、表面き裂の da/dN がおよそ 5 ~ 10 倍程度変動するのに対し、ポテンシャルベースのそれは 3 ~ 5 倍程度である。

ポテンシャル値より求めた da/dN には $2a = 2.1, 3.5$ および 4.4mm で明瞭なピークがあり、その前後はき裂伝ば速度の遅い領域である。これに対し、表面き裂伝ば速度は $2a = 1.8 \sim 2.1, 3.4 \sim 3.6$ および 4.2mm の領域で速く、その前後が遅い領域である。傾向的には両者は良く一致している。そこで以下では、表面のき裂伝ば挙動が板厚方向に平均的な伝ば挙動も代表しうるものと考え、

表面き裂に注目してうねり状の伝ば速度の増減と微視組織の関係について考察を進めた。

4 疲労き裂伝ば速度の増減挙動と微視組織の関係

Fig. 7 に L および T 試験片でそれぞれ観察された代表的な破面を、タイプ別に示す。それぞれを Types A ~ C とする。Type A は L および T 試験片に、Type B および C は T 試験片のみに見られた。Type A と Type B は、粒内破壊である。Type A では、き裂面は平坦であり、き裂伝ば方向とほぼ垂直に不明瞭な縞模様の模様が観察される。Type B では、縞模様はき裂進展方向と 50 ないし 60° の角度を有している。これは Fig. 9 で後述するように複数の {111} および {100} 滑り系を乗り換えながらき裂が伝ばする際の幾何学的形状に符合する。また同様の超合金材の疲労き裂が微視的には {111} または {100} 滑り面に平行であるとの報告²⁰⁾もあり、Type B のき裂面は微視的にはこれらの面で構成されているものと考えられる。なお、2 タイプに見られる縞模様は、その間隔や連続性等から、ストライエーションとは異なる。Type C は粒界破壊である。破面の凹凸が大きく、縞模様は見られない。き裂のタイプは板厚方向はほぼ同一であるが、き裂の伝ばとともに頻繁に変化する。

試験終了後の試験片表面を深さ約 100 μm まで研磨して酸化膜を除去し、王水でエッチングした上で走査型電子顕微鏡で写真撮影した。そのき裂および粒界の形状をトレースして作成したスケッチを Fig. 8 に示す。なお、同図にはき裂伝ば速度を合わせて示している。結晶粒中の矢印は [100] および [010] の結晶方位を示している。方位は試験片表面に観察される一辺 1 μm 程度の正方形形状の γ' 析出組織の各辺が <100> 方位と平行であることから判断した。紙面垂直方向は、結晶成長方向 [001] である。

4.1 き裂伝ば経路

Fig. 8 に破面のタイプを合わせて示す。Type A と B の部分に注目すると、応力軸と [100] 方位が近接した場合には Type A であり、応力軸が [110] 方位に近い場合には Type B である。前者はき裂が巨視的にも微視的にも (100) と平行な面を伝ばし、後者は巨視的には (110) 面と

平行だが、微視的には {111} および {100} と平行な面を伝ばする。

Fig. 9 は、{100} 面で切り取った立方体を考え、[100] または [110] に応力軸を取った場合を示している。応力軸が [100] の Type A では、{111} の各面に作用する分解せん断応力 (RSS) は等しく、特定の面が選択的に活動しにくい。また、{100} の各面にはせん断力は作用しない。一方、応力軸と垂直に、γ' より強度の低い γ チャネルや γ/γ' 粒界が存在するため、破面がこれに沿うと考えられる。巨視的には単一の (100) 面をき裂が伝ばするか、近接する (100) 面にき裂の乗り換えを生じる。この結果得られるき裂面は、平坦で、かつき裂進展方向と垂直に縞模様のあるき裂面となる。

応力軸が [110] の Type B では、RSS は 4 つの {111} <110> および {111} <110> すべり系で高い。結晶成長軸周りに若干の回転が加われば、RSS のアンバランスはさらに強くなり特定のすべり系が活動しやすい。そこで、これらのすべり系を伝い、かつ巨視的なき裂面が応力軸と平行な (110) 面となるように、Fig. 9 のように、複数の {111} および {100} を乗り換えてき裂が伝ばするものと考えられる。すべり面の乗り換えの際に生じる <110> 方位の折れ線は、応力軸方向へ投影すると、き裂伝ば方向と 54.7° の角度をなす縞模様となる。

4.2 き裂伝ば速度

Fig. 8 中のハッチング部分は、組織観察で粒界き裂と判断された部分を示している。Type C とハッチングは一致しており、両観察結果が整合していることが分かる。き裂伝ば速度の速い領域 (図中実線の楕円で囲った部分) は、結晶粒界 (ハッチング) と一致している。すなわち、粒界き裂の場合には、粒内き裂の 5 ~ 10 倍の伝ば速度を示す。粒内き裂の速度はき裂伝ばとともに滑らかに増加し、Fig. 5 において ΔK_{eff} と良好な線形関係を持つ部分に相当する。すなわち、L 材、T 材を問わず、粒内き裂の伝ば速度は ΔK_{eff} に対して同等の伝ば特性であり、このため大局的には両材料の伝ば特性が一致したものと考えられる。なお、Fig. 8 において、き裂伝ば経路に占める粒界き裂の割合は、き裂の成長とともに減少し、これ

Fig. 7. Typical crack surface types. ($\sigma_{max} = 400\text{MPa}$, $R = 0.5$)

Fig. 8. Surface crack propagation property of T specimen.

に応じてき裂伝ば速度の局所的な増加も、長いき裂では顕著ではない。この傾向は Fig. 5 の他の試験条件でも共通である。すなわち、き裂の成長に伴って伝ば速度が速くなると、き裂は遠方応力に垂直な結晶粒内を伝ばしようとする傾向が強まり、微視組織の影響が漸減していくものと推察される。

$a = 1.5 \sim 2.0\text{mm}$ の Type A き裂と $a = 2.2\text{mm}$ 以降の Type B き裂の伝ば速度が、ほぼ同一の線上 (図中破線のだ円部) にあることも重要である。すなわち、両者の巨視的なき裂伝ば速度には差がない。また、Type A と B に共通して伝ば速度の小刻みな変動があり、とくに低伝ば速度のピークが特徴的に現れる。 $a = 0.95$ および 1.85mm の詳細顕微鏡写真 (a) および (b) に例示するとおり、低伝ば速度ピークはサブクラックの発生箇所と一致する。サブクラックは、き裂が進行方向とほぼ垂直な結晶粒界と交差する場合 (a) と、粒内き裂の一部が、近接する (100) 面内へ分岐した場合 (b) の 2 種類である。なお、Fig. 6 をみると、このような伝ば速度の急減速は、表面き裂のみで見られ、ポテンシャル値ではその傾向が顕著ではない。すなわち、サブクラックは局所的であり、その局所き裂伝ば速度に影響を及ぼしているものと考えられる。

5 結 言

ガスタービン用一方向凝固超合金の結晶成長方向 (L) およびこれと直交する横断方向 (T) から試験片を採取し、高温疲労き裂伝ば挙動を明らかにした。試験片の微視組織とき裂伝ば速度の関係について検討し、以下の知見を得た。

(1) 供試材の高温疲労き裂伝ば速度は、大局的には有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} で整理可能である。しかし、局所的には変動が大きく、板厚方向の平均値で da/dN が 3 ～ 5 倍程度まで増速する部分がある。

(2) T 材は微視組織がき裂に及ぼす影響が板厚方向に均一である。これに対応し、微視組織が試験片表面の局

所き裂伝ばのみならず、平均的なき裂伝ば (ポテンシャル値によって評価) にも大きな影響を及ぼす。

(3) T 材の破面様相は Types A ～ C の 3 種類に分類される。A および B は粒内型であり、結晶方位と応力軸の関係により伝ば経路が異なる。C は粒界型である。破面の Type は板厚方向に同一であるが、き裂伝ばとともに頻繁に変化する。

(4) 粒界型き裂の伝ば速度は、粒内型のそれに比べて平均的に 3 ～ 5 倍、表面の局所で 5 ～ 10 倍速い。

(5) 粒内型き裂の伝ば速度は、Type A と B で大差はない。粒内き裂伝ばでは低伝ば速度のピークが観察されるが、これらはサブクラックの発生と対応する。サブクラックは内面き裂が結晶粒界をまたぐ場合と粒内き裂の一部が (100) 面内へ分岐する場合の 2 種類が存在するが、伝ば速度の減速はいずれも局所的なものである。

参 考 文 献

- 1) 山本真人, 緒方隆志, 第 39 回高温強度シンポジウム前刷集, 26 (2001).
- 2) S. Floreen and R. H. Kane, Procs. of the 4th Intl. Sym. on Superalloys, 595 (1980).
- 3) P. Shahinian and K. Sadananda, Procs. of the 5th Intl. Sym. on Superalloys, 741 (1984).
- 4) W. Hoffelner, Procs. of the 5th Intl. Sym. on Superalloys, 771 (1984).
- 5) 山本真人, 新田明人, 緒方隆志, 材料, **50**, 510 (2001).
- 6) K. S. Chan and G. R. Leverant, Metallurgical Transactions A, **18A**, 593 (1987).
- 7) B. A. Lerch and S. D. Antolovich, Metallurgical Transactions A, **21A**, 2169 (1990).
- 8) 岡崎正和, 大島 繁, 能美伸一郎, 材料, **43**, 860 (1994).
- 9) V. Lupinc and G. Onfrio, Materials Science and Engineering, **A202**, 76 (1995).
- 10) M. B. Henderson and J. W. Martin, Acta Materialia, **44**, 111 (1996).
- 11) J. Telesman and L. J. Ghosn, ASME J. of Engineering for Gas Turbines and Power, **118**, 399 (1996).
- 12) S. Pommier, C. Prioul and P. Bompard, Fatigue Fract. Engng Mater. Struct., **20**, 93 (1997).
- 13) F. Schubert, T. Rieck and P. J. Ennis, Procs. of the 9th Intl. Sym. on Superalloys, 341 (2000).
- 14) 大谷隆一, 北村隆行, 堤 三佳, 三木秀樹, 日本機械学会論文集, **A-59**, 933 (1993).
- 15) M. S. Gopala Krishna, A. M. Sriramamurthy and V. M. Radhakrishnan, Scripta Materialia, **35**, 1325 (1996).
- 16) M. Okada, M. Tsutsumi, T. Kitamura and R. Ohtani, Fatigue Fract. Engng Mater. Struct., **21**, 751 (1998).
- 17) D. Broek, "Elementary Engineering Fracture Mechanics, 4th ed.", p.8 (1986) Martinus Nijhoff Publishers.
- 18) ASTM Standard, E647-95a.
- 19) H. Tada, P. C. Paris and G. R. Irwin, "The stress Analysis of Cracks Handbook", 2.1 (1973) Del Research Corp.
- 20) S. H. Ai, V. Lupinc and G. Onfrio, Scripta Metall. et Mater., **29**, 1385 (1993).

Fig. 9. Estimation of crack propagation path in Type A and Type B crack.