Ni 基単結晶超合金のクリープ疲労き裂進展特性*

松原 雅 昭^{*1}, 新 田 明 人^{*1}Crack Propagation Properties of a Single Crystal Ni-Base Superalloy
Under Creep-Fatigue Loading

Masaaki MATSUBARA and Akito NITTA

This paper describes an experimental study on crack propagation properties of a single crystal Ni-base superalloy, CMSX-2, under creep-fatigue loading. The following points were made clear: (1) The crack propagation properties of CMSX-2 under creep-fatigue loading were approximately divided into two types, cyclic dependent, PP and PC waves, and time dependent, CP and CC waves, ones similar to those of polycrystalline metals. (2) The result is due to a difference of fracture modes, gamma prime transphase fracture in cyclic dependent crack propagation and gamma prime interphase fracture in time dependent crack propagation. (3) In time dependent crack propagation, the resistance to crack propagation under CP loading was smaller than that under CC loading because of a difference of creep in the process of compression, similar to that in polycrystalline austenitic stainless steel at a high temperature.

Key Words: Crack Propagation, Creep, Fatigue at Elevated Temperature, J -integral, Fracture Mechanics, Nonferrous Metal, Single Crystal

1. 緒 言

単結晶超合金はその性状から、普通鋳造および一方凝固鋳造超合金と比較した場合、単に高温強度のみならず耐食性にも優れていることが期待され、商業用ガスタービン動・静翼への実用化が図られつつある。著者らはこの状況に鑑み、単結晶超合金の実用化を図る上で重要であると考えられるクリープ疲労強度について実験的検討を行う⁽¹⁾とともに、その環境効果についても検討を加えた⁽²⁾。ところで、単結晶超合金のガスタービン動・静翼への適用を考える場合には、き裂発生に着目した評価のみならず、クリープ疲労相互作用下でのき裂進展挙動についても検討を行っておく必要があるものと考えられる。これまでの単結晶超合金のき裂進展挙動については線形破壊力学パラメータである応力拡大係数を用いた検討がなされている⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。しかし、クリープ疲労き裂進展挙動を検討するためには、高強度材料である単結晶超合金についても非線形破壊力学的取扱いが必要となる。これまでに単結晶超合金のクリープ疲労き裂進展挙動に関して非線形破壊力学的見地から検討を行った例は見当たらない。

い。また、単結晶超合金製試験片はひとつの結晶粒からなるために、試験片中でのクリープ疲労き裂進展挙動が、例えば多結晶金属における微小き裂のような挙動を示すのかどうかといった点を明らかにすることも学術的に意味あることと思われる⁽⁶⁾。そこで、本報では単結晶超合金のクリープ疲労き裂進展挙動についての実験的検討結果について述べる。

2. 実験方法

2.1 供試合金 供試合金は既報⁽¹⁾⁽²⁾と同じ米国 Cannon-Muskegon 社製の単結晶専用合金 CMSX-2 である。試験片の結晶方位は〔001〕からの偏差が 12° 以内となるようにした。供試合金の化学組成を表 1 に、熱処理条件を表 2 に、室温における機械的性質を表 3 にそれぞれ示す。

2.2 試験片および試験装置 試験片の形状寸法図を図 1 に示す。試験片は単結晶鋳造された中空素材より加工され、空冷ガスタービン翼を想定した薄肉中空試験片となっている。平行部中央に $\phi 0.8$ mm の円孔を設けてき裂のスタータとした。さらに、この円孔の上下両側に 10 mm の間隔でき裂開口変位測定用アタッチメントをスポット溶接により取付け、石英ガラス棒押し当て式伸び計を用いてき裂開口変位を測定し

* 原稿受付 平成 3 年 1 月 28 日。

^{*1} 正員, (財)電力中央研究所 (〒201 柏江市岩戸北 2-11-1)。

た。き裂長さは倍率約 30 倍の測微顕微鏡により試験中随時測定した。

試験装置には直流サーボモータ駆動負荷の電気機械式引張圧縮疲労試験機を用いた。試験片は高周波誘導加熱方式により加熱され、温度は試験片中央にスポット溶接された熱電対により検出され、き裂開口変位を測定している区間内を所定の試験温度の ± 5 度以内に収めている。

2・3 試験条件 表 4 に試験条件を示す。試験温度は既報⁽¹⁾⁽²⁾と同じく石炭ガス化複合発電プラントのトップサイクルのガスタービン動翼で実際に動翼部分がさらされると考えられる 1173 K (900°C) とした。試験はすべて荷重制御で行い、荷重負荷波形としては図 2 に示す 4 種類の波形（以後、本論文ではそれぞれ PP, PC, CP および CC 波形と記す）を採用した。

3. 実験結果

図 3 にき裂半長と繰返し数との関係を各負荷波形について示す。各負荷波形とも、円孔から両側に進展したき裂半長に対して繰返し数との関係を示すが、負荷

波形に関係なくき裂の長さは繰返し数の増加とともにほぼ単調に増加している。また、同じ繰返し数に対してき裂半長は PP, PC, CP および CC 波形の順で長くなっており、CP および CC 波形のほうが PP および PC 波形の場合よりも同じき裂長さに到達するまでの繰返し数が短くなっている。

図 4 にき裂半長とき裂進展速度の関係を各負荷波形について示す。図 4 のき裂半長は図 3 における実験点間の中間値であり、き裂進展速度は実験点間の区間平均値である。図 4 の結果からも明らかなことであるが、同じき裂半長に対するき裂進展速度は時間依存型の負

表 4 クリープ疲労き裂進展試験条件

Temperature K	Maximum stress MPa	Minimum stress MPa	Stress waveform	Frequency without holding Hz	Tension hold time minutes	Compression hold time minutes	Symbol in figures
1173	294.21	-294.21	PP	0.5	0	0	○
			PC		0	10	△
			CP		10	0	▽
			CC		10	10	□

表 1 供試合金の化学組成 (wt%)

	Cr	Co	W	Mo	Ta	Al	Ti	C	Hf	B	Zr	Re	Ni
CMSX-2	7.9	4.7	7.9	0.6	6.0	5.75	1.02	0.0016	<0.001	<0.001	<0.005	—	Bal.

表 2 供試合金の熱処理条件

Material	Heat Treatment Conditions
CMSX-2	1589K×3h, AC→1253K×5h, AC→1143K×20h, AC

表 3 供試合金の室温における機械的性質

Material	Yield strength MPa	Tensile strength MPa	Elongation %
CMSX-2	938.5	939.5	6.0

図 1 試験片形状寸法

図 2 荷重負荷波形

荷波形 (CP および CC 波形) のほうが繰返し数依存型の負荷波形 (PP および PC 波形) よりも大きくなっている。大谷ら⁷⁾によれば、多結晶金属のクリープ疲労き裂進展は負荷過程中的引張半サイクルの負荷形態に依存し、それは二つのタイプ、すなわち繰返し数依存型 (PP および PC 波形) と時間依存型 (CP および CC 波形) に分類される。図 4 からはその傾向がうかがわれる。また、すべての負荷波形について 0.5 から 1.0 mm 程度の間隔でき裂進展速度が大きく増減する区間がある。

図 5 はき裂進展速度 dl/dN と PP および PC 波形では疲労 J 積分範囲 ΔJ_f , CP および CC 波形ではクリープ J 積分範囲 ΔJ_c との関係を示す。なお、 ΔJ_f は図

図 3 き裂半長と繰返し数の関係

図 4 き裂半長とき裂進展速度の関係

6 (a) に示す荷重 P と標点間距離 10 mm での軸方向変位 V のヒステリシスループ中面積 S_p を用いて次式により評価した。

$$\Delta J_f = \Delta K_{eff}^2/E + S_p/Bb \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 ΔK_{eff} : 有効応力拡大係数範囲、 E : 縦弾性係数、 B : 板厚および b : リガメント幅である。

クリープ J 積分範囲 ΔJ_c は図 6 (b) に示す荷重 P と標点間距離 10 mm での軸方向変位 V のヒステリシスループ中の面積 S_c を用いて次式により評価した。

$$\Delta J_c = S_c/2Bb \quad \dots\dots\dots (2)$$

dl/dN は実験で得た図 3 に示すき裂進展曲線 (き裂半長と繰返し数の関係) を平滑化し、その接線こう配より評価している。PP および PC 波形における dl/dN - ΔJ_f 関係については、両者により対応がある。CP および CC 波形における dl/dN - ΔJ_c 関係についても、それ

図 5 クリープ疲労き裂進展特性

(a) 疲労 J 積分範囲

(b) クリープ J 積分範囲

図 6 破壊力学パラメータの評価法

それぞれの負荷波形について両者により対応があるが、同じ ΔJ_e 値に対して CP 波形の方がき裂進展速度が高くなっている。

したがって、 $dl/dN-\Delta J_e$ 関係については PP および PC 波形に関係なく単一のき裂進展特性として表せるが、 $dl/dN-\Delta J_e$ 関係については CP および CC 波形でき裂進展特性が若干異なっており、厳密には単一のき

裂進展特性として表すことができない。ただし、工学的には概略多結晶金属の場合と同様に単結晶超合金のクリープ疲労き裂進展挙動は繰返し数依存型 ($dl/dN-\Delta J_e$ 関係) と時間依存型 ($dl/dt-\Delta J_e$ 関係) に大別できるようである。

4. 考 察

図 4 に示したき裂半長とき裂進展速度との関係において 0.5 から 1.0 mm 程度の間隔でき裂進展速度が大きく増減する理由として次のことが考えられる。図 7 は供試材料のデンドライト組織をその成長方向と垂直な断面で観察したものである。この図より、観察面 (き裂進展面と同じ方向) でのデンドライト寸法 (一次デンドライトの直径と二次デンドライトの長さの和) はほぼ 0.5 から 1.0 mm であり、上記のき裂進展速度が増減する間隔と一致することがわかり、この増減の原因はデンドライト間隔に起因するものと推定される。すなわち、多結晶金属では結晶粒界近傍でき裂進展速度が減少することが報告されているが⁽⁸⁾、単結晶

図 7 結晶方向と垂直な方向のデンドライト組織

(a) PP 波形

(b) PC 波形

(c) CP 波形

(d) CC 波形

図 8 走査形電子顕微鏡による破面観察結果

図 9 主き裂面近傍の微小き裂発生状況

超合金では結晶粒界はなく、比較的マクロな界面であるデンドライト境界を有していることにより、このようなき裂進展速度の増減が生じたものと考えられる。ただし、図 7 から明らかなようにデンドライト境界はき裂進展面上を二次元的に分布しており、加えて明確にはデンドライト内と境界とを区別してき裂進展速度を測定することが難しく、速度の増減する位置を特定しているわけではないので、現状推定できるのはこの程度である。

図 5 の結果より、工学的には単結晶超合金のクリープ疲労き裂進展に関しても、概略繰返し数依存型と時間依存型に大別される。通常多結晶金属ではその相違は粒内と粒界破壊という二つの破壊タイプの相違によって説明される。しかし、単結晶超合金は粒界を有さないで上記の破壊のタイプ分けは不可能であり、繰返し数依存型と時間依存型両方のき裂進展ともに粒内破壊となる。図 8 は PP, PC, CP および CC 波形について走査電子顕微鏡による破面観察を行った結果である。CP および CC 波形では明確に γ' (Ni_3Al) 相界面が観察されることから、き裂は γ' 相界面に沿って進展しているものと考えられる。PP および PC 波形では CP および CC 波形の場合のように明りょうには γ' 相界面は観察されない。PP および PC 波形で推定される破壊様式は γ' 相内割れであるが、 γ' 相界面も同時に観察されるのは実験中の単位繰返し数当たりのき裂進展量、すなわちき裂進展速度がほぼ γ' 相の大きさと同じオーダーであるためと考えられる。以上より、結晶粒界のない単結晶超合金において概略繰返し数依存型と時間依存型にき裂進展タイプが分けられるのは破壊様式が γ' 相内割れと相界割れに分けられることに起因していることがうかがわれる。

また、同じ時間依存型のき裂進展であっても、CP 波形のほうが同じクリープ J 積分範囲に対してき裂進展速度が高くなるのは、次のことが考えられる。図

9 は CP および CC 波形でのき裂近傍の軸方向断面を観察したものであるが、CP 波形のほうが主き裂付近に微小き裂が多数発生している。周ら⁹⁾ はクリープの影響が顕著となる温度 (1073 K) での SUS 304 鋼の時間依存型クリープ疲労き裂進展では圧縮クリープの影響によって微小き裂の生成に相違が生じ、CP と CC 波形ではき裂進展抵抗が異なり、CP 波形では多数の微小き裂によりき裂進展抵抗が低下することを報告している。本実験においても図 5 と図 9 に示す結果から上記 SUS 304 鋼と同じことが言えるものと思われる、その結果として CP 波形でのき裂進展抵抗が低下したようである。

5. 結 言

Ni 基単結晶超合金 CMSX-2 についてクリープ疲労き裂進展実験を行い、以下の知見を得た。

(1) CMSX-2 のクリープ疲労き裂進展特性は工学的には、多結晶金属の場合と同様に繰返し数依存型 ($dl/dN-\Delta J_f$ 関係) と時間依存型 ($dl/dN-\Delta J_c$ 関係) のものに大別される。また、両者の破壊様式は概略、前者が γ' 相内割れ、後者が γ' 相界割れに分類できる。

(2) ただし、本研究での試験温度 (1173 K) では、時間依存型のき裂進展において多結晶金属の場合と同様に圧縮クリープの有無によって微小き裂の生成状況が異なり、CP 波形の場合のほうが CC 波形の場合よりもき裂進展抵抗が低下するようである。

日本電子(株)製走査顕微鏡 JSM-6400 F による破面観察にご協力いただいた同社昭島製作所電子光学機器技術本部・小野幸氏に深謝致す次第である。

文 献

- (1) 松原・新田・桑原, 材料, 39-441 (1990), 723.
- (2) 松原・新田・桑原, 材料, 40-454 (1991), 113.
- (3) Crompton, J. S. and Martin, J. W., *High Temperature Alloys For Gas Turbine* 1982, (1982), 611.

- (4) Howland, C. and Brown, C. W., *Fatigue* 84, 3 (1984), 1349.
 - (5) Bouse, G. K., *Superalloys 1984*, (1984), 751.
 - (6) 大谷, 機論, 52-478, A (1986), 1461.
 - (7) 大谷・山田・柏木・松原, 機論, 48-435, A (1982), 1378.
 - (8) 岡崎・矢田・遠藤, 第36期学術講演会前刷, (1987-5), 10.
 - (9) 周・大谷・北村, 第28回高温強度シンポ, (1990-12), 77.
-