一方向凝固 Ni 基超合金のクリープに伴う 電気化学的特性の変化と損傷評価*

駒 崎 慎 一^{*1}, 庄 子 哲 雄^{*2}
武 市 徹 也^{*3}, 佐 藤 実^{*4}

Changes in Electrochemical Properties of Directionally Solidified Ni-base Superalloy Due to Creep and Damage Evaluation

Shin-ichi KOMAZAKI, Tetsuo SHOJI,
Tetsuya TAKEICHI and Minoru SATO

Changes in electrochemical properties of directionally solidified Ni-base superalloy CM 247 LC due to creep have been investigated. The electrochemical polarization technique has been applied to creep-ruptured and creep-interrupted specimens under various creep condition in order to examine a detectability of creep damage. Experimental results on electrochemical polarization measurements revealed that the peak current density " I_p " and " I_{pr} " which appeared at a specific potential during potentiodynamic polarization reactivation measurements in dilute glyceregia solution increased with increased thermal history and showed a good correlation with Larson-Miller Parameter value. I_p and I_{pr} value reflected both a thermal aging effect and a stress effect, and increased with a creep life fraction. The increases in I_p and I_{pr} were mainly corresponded to increases in preferential dissolution rate of γ' phase at γ/γ' interface. This preferential dissolution was considered as a result from degradation of corrosion resistance of γ' phase at γ/γ' interface which may be attributable to creep damage accumulation. As a consequence, the creep damage in CM 247 LC can be quantitatively evaluated by the electrochemical technique.

Key Words: Nondestructive Inspection, Electrochemistry, Creep, Electrochemical Property, Directionally Solidified Ni-base Superalloy, γ' Phase, γ -Channel, γ/γ' Interface, Creep Damage Evaluation

1. 緒 言

近年、複合発電プラントにおける発電効率向上を目的として、タービン入口ガス温度 1500°C 級の高高温高効率ガスタービンの開発が進められている⁽¹⁾。これに対応して、最も使用条件の過酷なタービン翼に用いられる Ni 基超合金のクリープ強度の向上がはかられてきており、従来の等軸晶材に比べ高温強度、耐腐食性に優れた一方向凝固(DS)および単結晶(SC) Ni 基超合金の凝固組織制御合金ブレードが開発されて、一部実用化されている。

これまで、DS、SC 材をはじめ Ni 基超合金において、高温時効に伴う γ' 相の粗大化や応力負荷条件下での Raft 構造形成あるいは粒界炭化物の粗大化等の組織変化が材料の機械的特性に影響することが各研究

機関で報告されている^{(2)~(5)}。一般に、このような微視組織変化は材料損傷として巨視量に現れ軟化、脆化、クリープおよび疲労特性の劣化等をもたらす。基底負荷運転を前提としたガスタービンにおいては第一段動翼におけるクリープ損傷が、また、変動負荷運転を前提とした際には第一段静翼、動翼、燃焼室構造部材の熱疲労損傷が最も重要かつ配慮すべき損傷となる。しかし、損傷の組織変化を考慮に入れた微視的メカニズムはいまだ明確にされてはおらず、その詳細な解明およびそれに立脚した非破壊評価法の開発が緊急の課題である。通常、動翼や静翼で使用される非破壊評価法には目視検査、染色浸透検査、渦電流探傷法などがある。これら手法はき裂検出を目的としており、き裂の存在を許容する静翼の寿命評価には有効である。しかし、き裂を許容しない動翼ではき裂発生以前の累積損傷を検出できる高精度な非破壊評価法の開発が必要不可欠である。

これまでに、クリープ損傷の指標として γ' 相の粗大化⁽⁶⁾⁽⁷⁾ やクリープキャビティ⁽⁸⁾⁽⁹⁾ に着目した損傷評価の試みがいくつかなされてきているが、精度、定量性あるいは計測量と損傷機構との関係の明確さなどの

* 原稿受付 1997 年 9 月 3 日。

^{*1} 正員、東北大学大学院(☎ 980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉)。

^{*2} 正員、東北大学工学部。

^{*3} 東北大学工学部。

^{*4} 正員、東北電力(株)火力部(☎ 980-8550 仙台市青葉区一番町 3-7-1)。

点で必ずしも確立された手法ではない。

本研究ではガスタービン動翼材である一方向凝固Ni基超合金CM 247 LCを対象とし、高温クリープ損傷機構の解明および損傷機構に立脚した非破壊評価技術の開発を目的として、クリープ損傷材および熱時効材について、その電気化学的特性を調べ、寿命消費率、時効履歴、微視組織等との関係を種々検討した。

2. 供試材および試験方法

2・1 供試材 供試材は一方向凝固Ni基超合金CM 247 LCであり、その化学組成を表1に示す。CM 247 LCにHIP処理の後溶体化処理と時効処理の熱処理を施した。以後これを未使用材(As-received)と呼ぶ。この未使用材を用いて加熱時効およびクリープ破断試験をあらかじめ実施し、その試料を後述する組織観察および電気化学的計測に供した。加熱時効は温度850～1050℃、時効時間100～10000hの範囲で行い、またクリープ破断試験は温度800～1000℃、応力108～549 MPaの範囲で大気中で実施した。加熱時効およびクリープ破断試験条件を詳細にまとめたものを表2、3にそれぞれ示す。クリープ破断試験結果をLarson-Miller形パラメータで整理したものを図1⁽¹⁰⁾に示すが、試験温度によらず定数20のLMPで統一的に整理されているのがわかる。

さらに、クリープの寿命消費に伴う微視組織および電気化学的特性値の変化を調べるために、種々の損傷

度の異なる中断材を作製した。クリープ中断試験は直径4.5 mmの平滑試験片を用い、表4に示すように1000℃大気中、応力154 MPaで実施し、寿命消費率0.05, 0.15, 0.4, 0.6, 1.0の中断材および破断材を作製した。クリープ破断および中断試験片はともにゲージ部の柱状晶方向が負荷方向と平行となるように採取した。なお、表3、4中には、クリープ試験後にRaft構造が認められたものには○印を、そうでないものには×印を記してある。

2・2 組織観察 未使用材、加熱時効材、クリープ破断材および中断材について、走査形電子顕微鏡(SEM)による組織観察を行った。クリープ破断材および中断材については試験片ゲージ部とグリップ部をそれぞれ軸方向に二分割した断面を観察した。いずれの試料についても腐食液としてグリセリジア(塩酸、硝酸、グリセリンの配合比が3:1:1の混合液)を用いた。また、クリープに伴う γ' 相の形態変化を定量的に調査するために、クリープ破断材および中断材の各試料における γ' 相の面積率、アスペクト比をSEMおよび画像処理装置を用いて計測した。なお、観察はすべて柱状晶方向と平行な面に対して行った。

2・3 電気化学的計測方法 未使用材、加熱時効材、クリープ破断材および中断材について、それぞれはんだ付けによりリード線を接続した後、計測面のみが露出するようにエポキシ樹脂を用いて樹脂埋めし試料電極とした。クリープ破断材および中断材において

Table 1 Chemical composition of CM 247 LC

Ni	Co	W	Cr	Al	Ta	Mo	Ti	Hf
Bal.	9.5	9.5	8.0	5.6	3.0	0.5	0.8	1.4

(wt%)

Table 2 Conditions of thermal aging

Temperature, °C	Aging time, h
850, 950, 1050	100
	300
	1000
	3000
	10000

Table 3 Results and conditions of creep rupture tests

Temperature, °C	Stress, MPa	Rupture time, h	Raft	Specimen
800	549	862	×	R1
	461	3311	×	R2
900	343	189	×	R3
	284	656	×	R4
	225	2143	○	R5
1000	157	264	○	R6
	108	1683	○	R7

Table 4 Results and conditions of creep interrupt tests

Temperature, °C	Stress, MPa	t/t _r	Time, h	Raft	Specimen
1000	154	0.05	12.5	×	I1
		0.15	36.75	○	I2
		0.4	95	○	I3
		0.6	150	○	I4
		1.0	245	○	I5

Fig. 1 Creep rupture test results⁽¹⁰⁾

Fig. 2 Examples of microstructures of CM 247 LC

はゲージ部とグリップ部をそれぞれ軸方向に二分割した後切断面が計測面となるように試料電極を作製した。なお、組織観察同様、電気化学的計測はすべて柱状晶方向と平行な面に対して行った。

計測に際して、計測面を1μmダイヤモンド・ペーストまで湿式研磨し、隙間腐食を避けるため計測面周辺部を絶縁性塗料により被覆した後計測面を万能投影機で10倍に拡大して面積を測定し、電流値をこの値で除して電位-電流密度曲線を得た。アノード分極用電解液として1NHCl(600g)+0.1NHNO₃(200g)+グリセリン(0.5mol)の混合水溶液(改良グリセリジア水溶液)を用い、窒素脱気(15min)、-1500mV(vs. SCE:以下同じ)でのカソード処理(15min)の後腐食電位から電位掃引速度0.5mV/sで+150mVまで掃引し3分間保持した後、同じ掃引速度で卑方向に逆掃引しアノード分極曲線を計測した。なお、検出電解液は1回の計測ごとに新しいものと交換し、計測中液温は30±1°Cに保った。

3. 結果および考察

3.1 組織観察 クリープ中断材(1000°C, 154MPa)のゲージ部において観察された組織を図2(b), (c)に示す。図2(b), (c)に見られるように、寿命消費率0.15以降の試料においてγ'相が負荷応力軸に対して垂直方向に粗大化(Raft構造形成)しているの

Fig. 3 γ' area fraction plotted as a function of life fraction

が観察された。また、クリープ破断材ではC5~C7の試料においてのみRaft構造が認められた。なお、図2(d), (e)に示すように、無負荷とみなせるグリップ部のγ'相は等方的に凝集粗大化しているのみであった。寿命消費率0.05のクリープ中断材を含め等方的に粗大化しているγ'相においてはその立方体の角部が時効に伴い丸くなってきており、長時間側のものについては一部球状に近いものも観察された。

そこで、γ'相の形態変化に着目しクリープ中断材におけるγ'相の面積率およびアスペクト比を定量的に計測した。γ'相の面積率と寿命消費率との関係を図3に示す。図3からわかるようにγ'相の面積率は応力

の有無によらず約0.55~0.6でほぼ一定であった。このような観察結果は等軸晶材⁽¹¹⁾⁽¹²⁾や単結晶材⁽¹³⁾においても報告されており、使用前熱処理段階で析出が完了している γ' 相の量は時効および応力の有無によらずほぼ一定のようである。また、クリープ破断材および加熱時効材においても多少ばらつきはあるものの γ' 相の面積率は熱履歴によらずほぼ一定であった。次に、 γ' 相のアスペクト比を測定した結果を図4に示す。図4より、単純時効材(クリープ試験片グリップ部)のアスペクト比が寿命消費率によらず一定であるのに対して、応力時効下(クリープ試験片ゲージ部)ではアスペクト比が寿命消費に伴いいったん増加し、最大値を示した後再び減少しているのがわかる。これは近藤ら⁽¹³⁾の観察結果と一致し、Raft構造は安定ではなく寿命末期のクリープ速度が上昇する領域で崩れていくことを示している。なお、破断時のアスペクト比はおおよそ7であり、クリープ破断試験でRaft構造が認められた試料C5~C7でのアスペクト比もそれとほぼ同等の値であった。近藤ら^{(13)~(15)}は応力時効により γ/γ' 界面の γ -channel側に転位が集積し γ -channel内にも転位密度が高い領域が観察されるのに対し、 γ' 相中には転位が観察されないことから、クリープ変形は γ' 相ではなく γ -channelが担っていると報告している。さらに、最小クリープ速度の増加と γ -channel幅の拡大には正比例の関係があり、また γ -channel幅と転位の曲率半径が一對一に対応するという結果から、クリープ抵抗の低下は γ' 相の大きさや形状には依存せず、 γ -channelにおける転位の曲率半径の増加に起因すると結論している。本研究でのクリープ破断試験の結果、図1に示すようにRaft構造形成の有無によらず破断特性が定数20のLMPで統一的に整理されていることから γ' 相の形状そのもの

はクリープ破断特性に大きく影響しないことが推測される。

1000°C, 154 MPaの条件下でのクリープ中断材(寿命消費率0.05, 0.15, 0.4, 0.6)および破断材における組織観察の結果、クリープ破断材においては粒界炭化物近傍のクリープキャビティ(図5)やキャビティから成長した貫粒形き裂さらには表面き裂が観察された。この貫粒き裂は負荷応力軸に対してほぼ垂直に成長・進展していた。しかし、クリープ寿命の半分以上を消費しているはずの寿命消費率0.6の中断材をはじめすべての中断材においてはこのような幾何学的損傷は認められなかった。これより、少なくともこのような条件下でのクリープ損傷の寿命中期までの支配的損傷因子はクリープキャビティ形成等による幾何学的損傷ではなく、組織変化に基づく材質劣化つまりは γ -channel, γ' 相の微視的な構造変化であると考えられ、クリープ中期までは材質型劣化に着目して評価する必要があると思われる。

3.2 アノード分極特性 組織変化に基づくクリープ損傷の定量的な非破壊計測・評価法の開発を目的として電気化学的計測法による基礎的検討を行った。著者ら⁽¹⁶⁾は先に、Ni基超合金INCONEL 718の高温疲労損傷の定量的計測を目的としてグリセリジア系水溶液中でのアノード分極特性の調査を行い、 γ' 相の優先的溶解量を反映したアノード電流のピークが分極線上に現れることを報告した。そこで、本報ではクリープに伴う電気化学的特性の変化を調べるために改良グリセリジア水溶液を用いたアノード分極曲線の測定を行った。

未使用材と寿命消費率0.4の中断材で計測された分極曲線の例を図6に示す。貴方向および卑方向掃引時において0 mV~+50 mVの間でピーク電流密度が観察され、このピーク電流密度は加熱時効および応力時効により顕著に増加した。以後、貴方向掃引時のピー

Fig. 4 γ' aspect ratio plotted as a function of life fraction

Fig. 5 Creep cavity initiated at grain-boundary carbides

ク電流密度を“ I_p ”，卑方向へ逆掃引時のそれを“ I_{pr} ”とそれぞれ定義した。Raft 構造が形成されている寿命消費率 0.15, 0.4, 0.6 の中断材ゲージ部とすべてのクリープ破断材ゲージ部では I_{pr} が I_p より大きな値を示したのに対して，Raft 構造が形成されていない寿命消費率 0.05 の中断材ゲージ部と破断材のグリップ部を含めた単純加熱時効材においては I_p のほうが大きかった。

ピーク電流密度が観察される電位域での試料表面の溶解挙動を明確にするために，ピーク電流に到達した

Fig. 6 Examples of polarization curves

後に分極計測を中断し，その後計測表面の SEM による観察を行った。未使用材，クリープ破断材 (1 000°C, 154 MPa) のゲージ部およびグリップ部を用いて，ピーク電流密度 I_{pr} が現れる卑方向掃引時の +25 mV 近傍で分極計測を中断した際の計測表面の様子を図 7 に示す。図 7 より， γ' 相が優先的に溶解しており，さらにすべての試料において主として γ/γ' 界面近傍の γ' 相側がより顕著に溶解しているのがわかる。この界面近傍の選択的溶解は未使用材 [図 7(a)] に比べグリップ部 [図 7(b)] およびゲージ部 [図 7(c)] のほうがより顕著であり，界面の溶解痕の幅もグリップ部およびゲージ部のほうが未使用材より広いようである。また，ゲージ部 [図 7(c)] では γ' 相内の明らかに γ/γ' 界面近傍とは異なる箇所でも負荷方向とほぼ平行に溶解している溝状溶解痕が多数認められる。なお，分極計測後および貴方向掃引時のピーク電流密度 I_p が現れる電位で分極計測を中断した際の試料表面においても同様な傾向が認められ，さらに +20 mV での定電位エッチングでも γ/γ' 界面近傍の γ' 相側での選択的溶解痕が観察された。次に，主として γ' 相側の界面近傍に見られる溝状溶解痕の深さ方向への進展挙動を調べるために，ピーク電流密度 I_{pr} が現れる

(a) As-received

(b) Grip of creep ruptured specimen (1 000°C, 245 h)

(c) Gauge of creep ruptured specimen (1 000°C, 154 MPa, 245 h)

Fig. 7 Polarization measurement surfaces after holding at the potential I_{pr} appeared for 10 min

(a) As-received

(b) Grip section of creep ruptured specimen (1 000°C, 245 h)

(c) Gauge section of creep ruptured specimen (1 000°C, 154 MPa, 245 h)

Fig. 8 Cross section of polarization measurement surfaces after holding at the potential I_{pr} appeared for 10 min

電位に到達した後その電位で10分間保持した後分極計測面の断面観察を行った。分極計測面に金蒸着を施した後に断面を負荷方向と平行となるようにとった。図8に分極計測面の断面を1/2 μm ダイヤモンド・ペーストまで湿式研磨した後グリセリジアにてエッチングした様子を示す。図8(c)で見られる最上層は金蒸着層であり、未使用材[図8(a)]およびグリップ[図8(b)]ではそれが剥離したため写真上に現れていない。クリープ破断材ゲージ部[図8(c)]において未使用材[図8(a)]に見られない深さ方向への溶解痕の進展が認められる。この断面で見られる選択的溶解は分極計測表面でのそれと同様に主として γ/γ' 界面近傍の γ' 相側で生じているのがわかる。クリープ破断材を用いた計測により、この断面における界面近傍の選択的溶解の進展量がピーク電位での保持時間の増加により増加することを確認している。さらに、このピーク電位保持中に γ -channelはほとんど溶解せず、分極計測表面で認められる γ/γ' 界面近傍での溝状溶解痕の形状および幅もほとんど変化せず、ピーク電位保持中の溶解は深さ方向のみに進むようである。なお、グリップ[図8(b)]においても多少とも深さ方向への溶解進展の痕跡が認められたが、進展量は少なくかつ観察された箇所はまばらであった。

このような γ/γ' 界面近傍の γ' 相側の選択的溶解はクリープあるいは加熱時効過程で界面近傍あるいは γ, γ' 相に生じた極めて微視的な構造変化がもたらした腐食特性の変化を表すものであり、これがクリープ損傷材における I_p および I_{pr} の顕著な増加に反映されているものと考えられる。

3.3 クリープに伴う電気化学的特性の変化 未使用材、加熱時効材、クリープ破断材および中断材の

各試料で計測された I_p および I_{pr} をLarson-Miller形パラメータに対してプロットした結果をそれぞれ図9, 10に示す。図9, 10より、 I_p および I_{pr} は材料の熱履歴を反映しており、その値はLarson-Miller形の時効パラメータにより整理できることがわかる。また、 I_p および I_{pr} 、特に I_{pr} は応力の有無をも敏感に反映している。 I_p および I_{pr} は高LMP側で飽和に達する傾向が見られるもののクリープ時の熱履歴および応力条件と密接に関係しており、応力の有無をも含めた損傷の代用特性値として有望であると考えられる。一方、クリープ中断材においては、 I_p および I_{pr} が寿命初期に顕著に増加した後寿命中盤以降でほぼ飽和状態に達する傾向が認められた。これは、本計測法では寿命中盤以降の界面近傍における微視的構造変化の検出が困難であるか、もしくは界面近傍で生じている現象そのものが飽和していることを意味している。しかし、寿命消費率0.05および0.15の試料で計測された I_{pr} 値は未使用材のそれぞれのそれぞれ2.2倍、5.3倍であった。このことは、本計測法によりクリープ寿命の極初期における界面近傍の構造変化を高感度に検出できることを示唆しており、本計測法は寿命初期におけるクリープ損傷の非破壊評価法として有望であると期待される。今後はより広範囲に温度、応力条件を変化させたクリープ中断材のデータを採取することにより、本計測法を損傷評価法として確立していくことが可能と考えられる。

このクリープあるいは加熱時効に伴う I_p および I_{pr} の増加、つまり界面近傍での電気化学的特性変化の要因については現時点では明らかではない。Schmidt⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾らは単結晶Ni基超合金SRR 99で熱時効により γ/γ' 界面の γ' 相側におけるCrやCoの固溶

Fig. 9 Changes in I_p as a function of LMP

Fig. 10 Changes in I_{pr} as a function of LMP

強化元素濃度が γ' 相中心部に比べ低下していることや、逆に γ/γ' 界面の γ' 相側でAlやWの濃度の高い領域が観察されることを報告している。また、Hopgoodら⁽¹⁹⁾⁽²⁰⁾はSRR 99において時効後に γ/γ' 界面の γ -channel側に高Cr濃度領域が形成されているのを確認している。このようなことから、界面近傍での電気化学的特性の変化は上述したような界面近傍におけるCrあるいはCo, Al, W等の固溶元素濃度の不均一化の負荷応力による加速効果を反映していることが推測される。しかしながら、その詳細な検討は今後の課題であり、STEM-EDXによる界面近傍での固溶元素の濃度プロファイル計測やICP質量分析等による検出電解液への溶出元素濃度の計測など多角的な検討が必要であろう。

損傷メカニズムを含め電気化学的検出機構解明のための上記計測を行う前段階として、未使用材に冷間圧延(圧下率約60%)により塑性変形を与えた試料および冷間加工後に1000°Cで2hおよび95hの時効処理を施した試料の計3種類の圧延加工材を用意し、それ

らに対してアノード分極曲線の計測を行った。計測された3種類の圧延加工材のアノード分極曲線の例を0.4クリープ中断材ゲージ部(I 3)と800°C, 549 MPaの条件でのクリープ破断材ゲージ部(R 1)の結果と併せて図11に示す。冷間圧延ままの材料においては他の試料で見られない+80 mV近傍からの電流密度の急増が認められる。分極計測後の計測表面のSEMによる観察を行った結果、多数の孔食状溶解痕が認められた。この+80 mV近傍からの電流密度の増加は塑性ひずみが局所的に集中した領域の孔食を反映しているものと考えられる。一方、圧延後時効処理した試料のアノード分極曲線を計測した結果、計測された分極曲線と極めて類似したものがクリープ損傷材の中にいくつか認められた。圧延後1000°C, 95hの時効処理を施した試料の I_p および I_{pr} 値を含めそのアノード分極曲線は0.4クリープ中断材のそれとほぼ同じであり、同様に、圧延後1000°C, 2hの時効処理を施したものは800°C, 549 MPa条件下でのクリープ破断材の分極曲線とほぼ同じであった。このように、圧延時効材の電気化学的特性はクリープ損傷材のそれと極めて似ており、このことは圧延時効材とクリープ損傷材に類似の組織変化が生じており、それを本計測法が検出していることを意味している。圧延後1000°C, 95hの時効処理を施した試料の分極計測後の計測表面のSEM観察の結果を図12に示す。図12より、 γ -channel, γ' 相の形態は時効処理中の再結晶により未使用材と異なるものの、クリープ損傷材同様主として γ/γ' 界面近傍の γ' 相側が選択的に溶解しているのが認められる。

図6あるいは図9, 10からわかるように熱履歴が同等であっても応力の有無により電気化学的特性が大きく異なる。さらに、冷間加工によりひずみを導入したものとクリープ損傷材の電気化学的特性もやはり異なる。しかしながら、ひずみ導入の後時効処理するこ

(a) Creep damaged materials

(b) Cold worked materials

Fig. 11 Example of polarization curves

Fig. 12 Specimens surface (cold work +1000°C, 95h) after anodic polarization measurement

とによりクリープ損傷材での電気化学的特性を再現することができる。このことから、クリープ損傷材において、主として γ/γ' 界面近傍の γ' 相側で生じる電気化学特性変化 (I_p および I_{pr} の上昇) はひずみ導入と時効処理すなわち転位の導入と溶質元素等の拡散の相互作用によって生じる極めて微視的な界面近傍の組織変化に起因しているものと推察できる。

いずれにせよ、クリープ寿命初期において γ/γ' 界面近傍では微視的な構造変化が生じており、この構造変化は電気化学的特性値 I_p および I_{pr} の変化として高感度に検出可能である。

4. 結 言

本研究ではガスタービン動翼材である一方向凝固 Ni 基超合金 CM 247 LC を対象とし、高温クリープ損傷機構の解明および損傷機構に立脚した非破壊評価技術の開発を目的として、クリープ損傷材および熱時効材について、その電気化学的特性を調べ、寿命消費率、時効履歴、微視組織等との関係を種々検討した。その結果、以下の知見を得た。

(1) クリープ破断材においては粒界炭化物近傍のクリープキャビティやキャビティから成長した貫粒形き裂さらには表面き裂が観察された。しかし、寿命消費率 0.6 までの中断材においてはこのような幾何学的損傷は観察されておらず、クリープ破断寿命の中盤までは材質型劣化に着目して評価することが肝要である。

(2) 改良グリセリジア水溶液を用いたアノード分極曲線の計測により得られたピーク電流密度 I_p および I_{pr} は加熱時効および応力時効により顕著に増加した。この I_p および I_{pr} の増加は主として γ/γ' 界面近傍に生じた極めて微視的な構造変化がもたらした電気化学特性の変化による γ' 相内の γ/γ' 界面近傍の選択的溶解量の増加を反映していた。

(3) I_p および I_{pr} は材料の熱履歴を反映しており、その値は Larson-Miller 形の時効パラメータにより整理され、さらにそれは応力の有無をも敏感に反映していた。また、本計測法によりクリープ寿命の初期における界面近傍の微視的な構造変化が高感度に検出でき、本計測法が寿命初期におけるクリープ損傷の非破壊評価法として有望であることが示された。

また、未使用材にひずみを導入した後時効処理することによりクリープ損傷材と同様な電気化学的特性を再現できることが確認された。

今後、さらに種々の応力またさまざまな温度条件でのクリープ試験を通して、クリープ過程での Raft 構造に見られる γ -channel, γ' 相の形態変化や γ -channel, γ' 相内および粒界炭化物等の微視的な変化に着目し損傷の本質をさらに明確にしていく必要がある。

本研究(の一部)は東北大学・東北電力(株)の共同研究として行われたものである。CM 247 LC 素材、加熱時効材およびクリープ損傷材の一部は三菱重工業(株)高砂研究所より提供していただいたものである。関係各位に深く感謝する。

文 献

- (1) 新田明人, 機誌, 99-929(1996), 251-256.
- (2) Nathl, M. V., Mackey, R. A. and Miner, R. V., *Met. Trans., A*, 20(1989), 133-141.
- (3) Mackey, R. A. and Ebert, L. J., *Met. Trans., A*, 16(1985), 1969-1982.
- (4) 大野丈博・渡辺力蔵・吉成明, 鉄と鋼, 75-6(1989), 964-971.
- (5) 土井裕之・櫻村哲夫・玉置英樹・福井寛, *CAMP-ISIJ*, 5(1992), 967.
- (6) 柏谷英夫・吉岡洋明・斉藤大蔵・藤山一成, 非破壊検査, 46-1(1997), 50-57.
- (7) 金谷章宏・楠本淳一・渡邊肇・中村重義・今野晋也, *CAMP-ISIJ*, 9(1996), 1218-1221.
- (8) Worthmann, J., *Mater. Sci. Tech.*, 1(1985), 644-650.
- (9) Lindblom, Y., *Mater. Sci. Tech.*, 1(1985), 636-641.
- (10) 三菱重工業(株), 私信.
- (11) 吉岡洋明・岡部永年・斉藤大蔵・藤山一成・岡村隆成, 材料, 45-6(1996), 699-704.
- (12) 吉岡洋明・斉藤大蔵・村上格・藤山一成・柏谷英夫, *CAMP-ISIJ*, 9(1996), 1214-1217.
- (13) 近藤義宏・北崎直弥・行方二郎・大井成人・服部博, 鉄と鋼, 80-7(1994), 568-573.
- (14) 近藤義宏・行方二郎・大井成人・服部博, *CAMP-ISIJ*, 9(1996), 1226-1229.
- (15) 星指吉見・近藤義宏・行方二郎・大井成人・服部博, *CAMP-ISIJ*, 9(1996), 495.
- (16) 駒崎慎一・渡辺豊・庄子哲雄, 機論, 63-611, A(1997), 1481-1488.
- (17) Schmidt, R. and Feller, K. M., *Met. Trans., A*, 23(1992), 745-757.
- (18) Schmidt, R. and Feller, K. M., *Sci. Met. Mater.*, 26(1992), 1919-1924.
- (19) Hopgood, A. A. and Martin, J. W., *Mater. Sci. Eng.*, 82(1986), 27-36.
- (20) Hopgood, A. A. and Nicholls, A., Smith, G. D. W. and Martin, J. W., *Mater. Sci. Tech.*, 4(1988), 146-152.