EBSP 法を用いた高温材料の損傷評価*

渡邊 肇^{*1}, 楠元 淳一^{*2}, 金谷 章宏^{*1}
佐藤 順^{*3}, 今野 晋也^{*3}, 市川 国弘^{*4}

Damage Evaluation of High Temperature Materials by EBSP Analysis

Hajime WATANABE^{*1}, Junichi KUSUMOTO, Akihiro KANAYA, Jun SATO, Shinya IMANO
and Kunihiro ICHIKAWA^{*1} Kyusyu Electric Power Co., Inc. Research Laboratory
2-1-47, Shiobaru, Minami-ku, Fukuoka, 815-8520, Japan

Fatigue and creep damage of Ni-base superalloys have been investigated using the electron back-scattering diffraction pattern (EBSP) method. The damage caused by high temperature fatigue test is detected as misorientation, and localize at the surface of damaged specimens. The value of misorientation tends to increase with increasing the fatigue damage. Creep damage is also evaluated as the misorientation, but localized around grain boundaries and interfaces of precipitates. The misorientation has a good correlation with the creep strain. Among some misorientation parameters applied in this study, orientation distribution (OD) shows better sensitivity and relativity to the damage than the other misorientation parameters.

Key Words : EBSP, Misorientation, Fatigue, Creep, Damage Evaluation

1. 緒 言

近年, ガスタービン発電プラントでは, 高効率化を目的とした燃焼温度の上昇に伴って, 高温部品の使用環境も厳しくなっている. 一方で, ランニングコスト低減の観点から, 高温部品の延命化, また補修・交換周期の適切な判定が求められており, そのためには高精度な材料損傷評価方法の確立が重要である.

現在の高温部品の損傷評価方法としては, 実機使用部品から微小試験片を採取して, 実際に機械試験を行う方法が一般的である. 近年, EBSP 法 (Electron Back-Scattering diffraction Pattern : 電子後方散乱図形) を用いた損傷評価手法の研究が行われている⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾. EBSP 法は電子線回折の一種であり, 回折パターンを解析することによって, 材料の結晶方位や結晶構造を同定する用途で利用されている⁽⁵⁾. 塑性変形した材料中では, 転位が蓄積されて結晶方位の変化が生じるため, これを測定することによって, 材料の変形を評価することが可能である. EBSP 法による損傷評価は未だ研究段階であり, 評価方法は確立されていないのが現状であるが, 従来の手法では検出が難しい, 局所的な変形や, 初期の損傷を定量的に評価できる可能性を有している. そこで本研究では, 高温材料の損傷評価方法の一つとして EBSP 法に着目し, その基礎的検討として, ガスタービン材料の模擬損傷材について EBSP 分析を行い, 低サイクル疲労およびクリープ損傷率と方位差関数の相関を調査した.

2. 実験方法

2・1 模擬損傷材の作製

EBSP 分析を行う模擬損傷材の試験条件を表 1, 2 に示す. 低サイクル疲労損傷材の素材には, ガスタービンの

* 原稿受付 2010 年 9 月 17 日

^{*1} 正員, 九州電力(株) 総合研究所 (〒815-8520 福岡県福岡市南区塩原 2-1-47)^{*2} 九州電力(株) 総合研究所 (〒815-8520 福岡県福岡市南区塩原 2-1-47)^{*3} (株)日立製作所 日立研究所 材料研究所 (〒319-1292 茨城県日立市大みか町 7-1-1)^{*4} 正員, (株)日立製作所 電力システム社 日立事業所 (〒317-8511 茨城県日立市幸町 3-1-1)

E-mail: kunihiro.ichikawa.ve@hitachi.com

燃焼器等に用いられる鍛造 Ni 基合金 (Ni-20Cr-20Co-6Mo-0.5Al-2Ti[mass%]) を用いた。クリープ損傷材には、動翼等に使用される精密鑄造 Ni 基合金 (Ni-15Cr-10Co-3Al-5Ti-3Ta-2Mo-4W[mass%]) を用いた。各試験の損傷率は、それぞれ前もって測定した破断繰返し数、時間を基準として定義した。すなわち、疲労損傷率＝中断した繰返し数／破断繰返し数、クリープ損傷率＝中断時間／破断時間である。

Table 1 Fatigue test condition

Temp. (°C)	Strain range (%)	Strain rate (%/sec)	Number of cycles, N (counts)	Damage, N/Nf(%)
800	0.5	0.1	198	5
			595	15
			1983	50

Table 2 Creep test condition

Temp. (°C)	Stress (MPa)	Creep strain, ε (%)	Time, t (h)	Damage, t/tr (%)
900	261	0.7	28	10
		1.5	69	25
		3.0	139	50
850	312	0.7	62	10
		1.2	156	25
		2.6	312	50
800	383	0.5	128	10
		1.0	319	25
		1.8	638	50

2・2 EBSP 分析

所定の損傷率になるように試験を中断し、試験片平行部を応力軸と平行に切断した断面について EBSP 分析を実施した。EBSP 分析には、TexSEM Laboratories 製 OIM (Orientation Imaging Microscope) を装備した FE-SEM (Field-Emission Scanning Electron Microscope : 電界放射型走査電子顕微鏡, 日立製 S-4300SE) を用いた。

3. 結果と考察

3・1 疲労損傷材の EBSP 分析結果

図 1 に低サイクル疲労損傷材 (損傷率 50%) の EBSP 分析結果を示した。分析範囲の大きさは $500 \times 500 \mu\text{m}$ であり、分析のステップ間隔は $2 \mu\text{m}$ とした。IPF (Inverse Pole Figure : 逆極点図) は、結晶方位を色づけして示したものである。今回の分析では 15° 以上の方位差がある界面を結晶粒界として定義している。通常、一つの結晶粒は同一の結晶方位を有しているため、同じ色で示されるが、試料表面では矢印で示すように、同じ結晶粒であるにも関わらず色に変化しており、局所的な変形が生じていることが視覚的に確認できる。このような微小領域の方位差を定量的に評価する関数として KAM (Kernel Average Misorientation), GAM (Grain Average Misorientation), OD (Orientation Distribution) を用いて評価を行った⁽⁵⁾。それぞれの方位差関数の定義は図 2 に示すとおりである。KAM は、ある測定点と同じ粒内で隣接する測定点の間の方位差の平均値であり、各測定点に対して値が決まる関数である。GAM は、粒内の全ての隣接する測定点の方位差の平均値であり、結晶粒に対して固有の値で与えられる。OD は、最初に算出した結晶粒の平均方位と同じ結晶粒中の測定点の方位差であり、KAM と同様に各測定点で固有の値を有している。

Fig. 1 EBSD results of fatigue damaged specimen (N/Nf = 50%)

KAM(Kernel Average Misorientation)	GAM(Grain Average Misorientation)	OD(Orientation Distribution)
Average misorientation between a point and its neighbors within the grain. $KAM_4 = \frac{\alpha_{2,4} + \alpha_{5,4} + \alpha_{6,4} + \alpha_{7,4}}{4}$	Average misorientation of all neighboring points within the grain. $GAM = \frac{\sum_{i=1}^m \alpha_i}{m}$	Average misorientation between each point (1, 2, ..., m) and the point with the average orientation (Ave.) within the grain.

Fig. 2 Definition of misorientation parameters of EBSD analysis

図 1 では、いずれの方位差関数マップにおいても、試料表面では明るい色で示される領域が広くっており、比較的大きな方位差が発生していることが明らかである。反面、損傷率 50% (破断回数の 1/2) になっても、試料内部にはほとんど方位差は発生せず、未損傷の状態からほとんど変化していないことが分かった。

図 3 には、図 1 の分析視野において、分析範囲を変化させて方位差解析を行った結果を、試料表面からの距離の関数として示している。比較のために試料表面を含まない内部の分析結果も示しているが、いずれの方位差関数でも分析範囲が試料表面に近いほど平均方位差が大きくなっている。方位差の絶対値では OD が最も大きく、KAM と GAM は同程度である。これは、方位差関数の定義に起因しており、基本的に隣接する分析点の方位差で算出される KAM, GAM に対して、離れた分析点の方位差を利用する OD の方が大きな値になると考えられる。分析範囲が大きくなっていくに従って、表面の寄与が小さくなるため方位差は小さくなり、500μm 程度では試料内部の分析結果と同程度の方位差になってしまう。これらの結果から、疲労損傷を受けた材料の EBSD 分析では、試料表面に限定して行うことが効果的と考えられ、疲労損傷を捉えるためには分析範囲を適切に選ぶ必要がある。

Fig. 3 Correlation between average misorientation and EBSD analysis area.

損傷率と方位差の関係を図 4 に図示した。500×150 μm の分析範囲で 3 視野の分析を行った結果と、その平均値をプロットしている。KAM では方位差と損傷率の相関はあまり鮮明に表れておらず、ほぼ横ばいの結果である。15%以上では、わずかに方位差が増加する傾向が見られるが、損傷率が小さい材料の疲労損傷を、今回の分析条件で定量的に評価するのは難しく、分析条件の検討が必要と考えられる。GAM もほぼ同様の結果であった。一方、OD では損傷率の増加に伴って方位差の平均値も大きくなる傾向が見られ、良い相関が認められる。図 3 にも見られたように、KAM や GAM に比べて損傷に対する感度が高いことも考えると、疲労損傷の評価に関して、今回検討した方位差パラメータの中では OD が最も適していると考えられる。ただし、各個の分析位置によるばらつきが見られるのも事実である。これは、測定誤差ではなく、材料の結晶粒径や結晶方位の差異によって疲労損傷が必ずしも均一に導入されないことが原因と推察される。分析位置や条件を検討し、より一層分析精度を向上させることが今後の課題である。

Fig. 4 Correlation between average misorientation and fatigue damage.

3・2 クリープ損傷材の EBSP 分析結果

疲労損傷は材料表面で発生していたが、一般的にクリープ損傷は材料内部に生じ、結晶粒界や析出物と母相の界面で発生したクリープボイドが時間と共に連結してき裂に成長すると考えられている。そこで、クリープ損傷材は、結晶粒界や析出物周辺に着目して分析を行った。図 5 に、クリープ損傷材の EBSP 結果を示す。分析視野の大きさは 200×200 μm としたが、鋳造組織のために結晶粒が大きく、この分析では 2 つの結晶粒しか含まれていない。粒界付近では、鋳造の際に形成したとみられる炭化物が多く析出していることも確認された。OD 図で顕著に現れているが、矢印で示すように、結晶粒界および析出物の周辺部で方位差が生じていることが分かる。他の温度、損傷率の試料でも同様の傾向にあることが確認された。

Fig. 5 EBSP results of creep damaged specimen ($T=800^{\circ}\text{C}$, $t/t_r=50\%$)

各試験材について、疲労損傷材と同様に 3 視野を分析して方位差の平均値による評価を行った。図 6 は OD について、(a)損傷率と(b)クリープひずみとの相関を示している。損傷率 10%と 25%で逆転しているものも見受けられるが、各温度とも損傷率が大きくなるにつれて、OD 値も大きくなる傾向にある。損傷率 50%における OD 値は試験温度によって差があるが、これはクリープ変形量が異なるためと考えられる。(b)では OD 値とクリープひ

ずみ量は試験温度によらず良い相関を示すことが分かった。KAM, GAM では、クリープひずみ量で整理しても明瞭な関係性は見られなかった。低ひずみ領域では、これらの方位差関数に基づく評価が難しいことが指摘されており⁽⁶⁾、本研究の分析条件でも同様の結果となっている。OD に関しては KAM, GAM と比較して感度が高く疲労損傷と同様に損傷評価パラメータとして有望であると考えられるが、より一層の高精度化が望まれる。また、最適な分析条件は結晶粒径や鍛造、鋳造といった材料組織に依存することも予想されることから、今後、種々の材料についてデータを拡充していくことが必要と考える。

Fig. 6 Correlation between average misorientation and (a) damage, and (b) creep strain.

4. まとめ

ガスタービン材料の低サイクル疲労損傷、およびクリープ損傷模擬材について EBSP 分析を行い、以下の知見を得た。

- (1) 低サイクル疲労損傷材では、方位差の変化が材料表面に集中しており、方位差平均値は損傷率と共に大きくなる傾向にある。材料内部では方位差の変化はほとんど認められない。
- (2) クリープ損傷材では、結晶粒界や析出物界面に損傷が集中しており、方位差とクリープひずみの間には良好な相関関係が見られる。
- (3) EBSP 法の方位差関数の中でも OD (Orientation Distribution) は低サイクル疲労およびクリープ損傷の双方に対する感度が高く、損傷率との相関も良好であることから、損傷評価パラメータとして有望である。

文 献

- (1) Yuge, K., Terada, Y. and Matsuo, T., "Change in Stress Axis with Creep Deformation in g-Single Phase Ni-20mass%Cr Single Crystal within Standard Stereographic Triangle", *Advanced Materials Research*, Vols. 15-17 (2007), pp. 864-869.
- (2) 釜谷昌幸, “電子後方散乱回折による結晶方位差分布の測定”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol. 74, No. 739 (2008), pp. 15-22.
- (3) 与田利花, 横幕俊典, “後方散乱電子回折像(EBSP)を用いた SUS316 のクリープ損傷評価”, 材料とプロセス, Vol.19, No.3(2006), P450
- (4) Wilkinson, A. J. and Dingley, D. J., "Quantitative Deformation Studies Using Electron Back Scatter Patterns", *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 39 (1991), pp. 3047-3055.
- (5) Schwarts A. J., Kumar, M. and Adams B. L., *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science* (2000), Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York
- (6) 高久歴, 齊藤大蔵, 吉岡洋明, “ハステロイ X のクリープにともなう結晶方位分布変化とそれに及ぼす結晶粒径の影響”, 鉄と鋼, Vol. 95, No. 2 (2009), pp. 154-160.