Ni 基一方向凝固超合金の高温低サイクル疲労き裂発生に対する 結晶特性の影響評価

横山 喬^{*1}, 関原 傑^{*1}

Effect of crystallographic properties on low cycle fatigue crack initiation at elevated temperature for Ni-based directionally solidified superalloy

Takashi YOKOYAMA^{*1} and Masaru SEKIHARA^{*1}^{*1} Research and Development Center, Mitsubishi Hitachi Power Systems, Ltd.
3-1-1 Saiwai-cho, Hitachi-shi, Ibaraki 317-0073, Japan

Received 12 March 2015

Abstract

Low cycle fatigue tests at elevated temperature were conducted on a Ni-based directionally solidified superalloy subjected to transverse loading. To investigate the effect of the arrangement and the orientation of crystal grains on the crack initiation, the electron back-scatter diffraction (EBSD) method was applied on the surface of the tested specimens. In addition, finite element analysis that considered the plastic behavior of crystal grains and the crystal grain shape on the specimen surfaces was performed to evaluate the relationship between the crack initiation and the local stress that develops near the grain boundaries. The results are summarized below. As for the effect of crystallographic properties in the specimen surface, many cracks initiated near the grain boundaries that neighbored the grains whose secondary axis was inclined to the normal direction of specimen surface by more than 35 degrees because the longitudinal stress larger than the nominal stress developed near those boundaries. The crack location was not confirmed to correlate with the grain boundary misorientation between the neighboring grains on the surface. However, most cracks initiated near the grain boundaries that neighbored the grain whose secondary axis was more inclined than the grain located in the opposite surface. The results of FEM analysis revealed that high stress developed near those grain boundaries. In addition, the location where high resolved shear stress developed generally corresponded to the crack location and that it correlated with the number of crack initiation cycles.

Key words : Low cycle fatigue, Ni-based superalloy, EBSD, Crystal plasticity

1. 緒 言

火力発電機器のさらなる高温化, 高効率化を達成するために, 高温強度に優れた材料の適用が進められている。その一つである Ni 基一方向凝固超合金材 (DS 材) は, 凝固方向に直交する結晶粒界の発生を抑制した材料である。各結晶粒は柱状となり, 凝固方向の結晶方位は揃っている一方, 直交する面内の方位はランダムである。また, 凝固速度が遅いため, 結晶粒サイズは比較的大きい。従って, 各結晶粒の方位等の性質が凝固直交方向の巨視的な特性に影響を及ぼすと考えられ, 疲労き裂の発生, 進展に関する研究が行われている (宮崎, 馬場, 2012)。冷却構造を有する火力発電機器の高温部品においては, 部品内の温度勾配によって熱応力が発生するため, 運転サイクルにおける低サイクル疲労に対する評価が求められる。

結晶の性質を分析するための方法として, 電子線後方散乱回折法 (EBSD 法) が近年広く利用されている。EBSD 法では, 材料表面の結晶方位の分布を得ることができ, 方位差に基づいて局所的な非弾性ひずみの評価が可能となる。このことから, 方位差を利用した疲労やクリープ損傷の評価法が提案されている (藤山, 2012)。一方, シミュレーションによる結晶粒内のひずみ分布評価法として, 結晶粒の形状や性質を再現した有限要素解析が行われている。結晶粒の弾性特性を用いた解析 (宮崎, 馬場, 2011, 釜谷, 北村, 2006a) の他, その構成則として結

晶塑性モデルが提案され (Asaro, 1983, Méric et al., 1991), これまでに単結晶材や粗大結晶粒を有する材料への適用が検討されてきた (Méric et al., 1991, Dunne et al., 2007). Ni 基 DS 材の結晶粒サイズは大きいことから, このような解析手法は Ni 基 DS 材のひずみ分布評価に適していると考ええる.

本研究では, Ni 基 DS 材の高温疲労強度に対する結晶粒の配置や結晶方位の影響を明らかにすることを目的として, 凝固直交方向の負荷を受ける Ni 基 DS 材の高温低サイクル疲労試験を行い, 試験片表面の EBSD 分析により結晶組織とき裂発生位置との関係を考察する. また, 結晶粒の塑性挙動をモデル化した有限要素解析により, 粒界付近に発生する局所応力を用いてき裂発生を評価する. 結晶組織の特性に起因する異方性を有する強度特性を把握することで, 強度評価における不確実性を除き, 高温条件で使用される製品の信頼性を向上させることが可能となる.

2. 試験方法および有限要素解析手法

2・1 高温低サイクル疲労試験

長手方向を Ni 基 DS 材の凝固方向に直交させた試験片を用いて低サイクル疲労試験を行った. 試験片を図 1 に示す. 試験片の平行部を長さ 20 mm × 幅 10 mm × 厚さ 3.8 mm の平板状とし, 試験片の幅方向を凝固方向に一致させた. 試験にはモータ駆動式の疲労・クリープ試験機を使用し, 電気炉にて試験片を加熱した. 試験温度は, 平行部の外側にスポット溶接した熱電対により制御し, 実機の使用環境を考慮して 900 °C に設定した. 試験片の温度を均一にするために, 制御熱電対の指示値が 900 °C に達した後, ± 2 °C の範囲で 1 時間保持した. 試験は, 試験片の平行部に接触するゲージ長 16 mm の伸び計を使用してひずみ制御で行った. 試験条件を表 1 に示す. 負荷する公称全ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_n$ として 0.8 % から 0.5 % の値を設定した. 負荷波形は三角波とし, 両振り負荷 (ひずみ比 -1) とした. 実機の運転サイクルを想定した準静的な負荷を実現するため, ひずみ速度を 0.02 % / s とした.

各試験の過程において試験を数回中断し, 表面に発生するき裂長さをレプリカ法により測定した. 測定間隔は, 各試験の疲労寿命に応じて設定した. 短寿命であった $\Delta\epsilon_n = 0.8$ % および 0.7 % の試験では 50 ~ 100 サイクルごとにき裂長さを測定した. 一方, 長寿命となった $\Delta\epsilon_n = 0.5$ % の試験では, 1,000 サイクルごとにき裂長さを測定した.

2・2 結晶方位分析

試験後, EBSD 法を用いて試験片表面の結晶組織観察を行った. 図 2 に示すように, 長さ 20 mm × 幅 10 mm の両平面部 (面 a, b) から, 幅方向の両端部を除いた中央部の長さ 20 mm × 幅 8 mm の領域を観察面とした. 分割された小片に対して所定の表面仕上げを行い観察試料とした. 観察においては観察面を複数の領域に分割して観察を行い, 得られた方位データを連結して観察面全体の方位データとした. 測定ピッチは, 結晶粒の形状が再現されることを考慮して 30 μm とした.

2・3 結晶塑性有限要素解析

本研究で使用した DS 材の結晶粒はミリメートル程度と大きいため, 凝固直交方向の巨視的な機械的特性や強度特性は, 個々の結晶粒の方位や隣接する結晶粒との方位差に影響されるものと考ええる. そこで, EBSD 分析で

Fig. 1 Plate shape test specimen

Table 1 Test conditions

No.	Temperature [°C]	Strain range $\Delta\epsilon_n$ [%]	Strain ratio ($\epsilon_{\min}/\epsilon_{\max}$)
1	900	0.8	-1
2		0.7	
3		0.5	

得られた試験片表面の結晶粒形状と結晶方位に基づいて構成した結晶有限要素モデルを作成して、粒界付近の局所的な挙動を評価した。モデル化領域は観察領域に等しく $20\text{ mm} \times 8\text{ mm}$ とした。この領域を一辺 0.1 mm の三次元 8 節点ソリッド要素で分割し、EBSD 分析結果に基づいてその要素領域を最も多く占める方位を各要素に設定した。ただし、モデル化領域の周囲の拘束の影響を考慮して、長手方向両側に 4 mm ずつ、幅方向両側に 1 mm ずつ、モデル化領域の外側に外周部と同じ材料特性を持つ要素を追加した。

有限要素モデルにおいて、板厚方向の方位差の影響を正確に評価するためには、板厚方向の結晶粒形状についてもモデル化を行う必要がある。複数断面の EBSD 分析結果を利用して三次元的な結晶粒形状を得る方法が提案されている (Lewis et al., 2006)。ところで、本研究で使用する材料は柱状の結晶粒を有する。また、図 2 の面 c, d について別途 EBSD 分析を行った結果、厚さ方向に存在する結晶粒は 1~3 個であった。このことから、表面の結晶粒形状と結晶方位を再現した上で、板厚方向の結晶粒形状を簡略化したモデルを用いても、き裂発生に関係する表面の応力分布を概ね把握すること可能であると考えられる。そこで、本研究では EBSD 分析で得られた面 a, b の表面結晶粒形状を再現した両表面の有限要素モデルを板厚の $1/2$ ずつ面直方向に押し出してボリュームを作成し、板厚中央で接合したモデルにより、板厚と相対する面の材料特性の影響を簡易的に考慮することとした。試験片 No. 1 の解析モデルを図 3 に示す。図 3 (a) に示す三次元モデルは、図 3 (b) (c) に示す両表面の有限要素モデルを押し出し、接合して作成した。両表面からの押し出し厚さの影響については、4・2 節にて考察する。境界条件として、試験において負荷したひずみ範囲に相当する長手方向変位を、長手方向の端面に負荷した。

解析に適用する結晶粒の材料特性に関して、弾性特性に加え、結晶格子のすべり挙動のモデル化に基づく結晶塑性モデルを適用した。塑性モデルとして、Caillaud ら (Méric et al., 1991) によって提案された粘塑性構成モデルを採用した。ここでは、Ni 基超合金単結晶の巨視的な降伏、硬化等の挙動を、以下の八面体および六面体すべり系の挙動を介してモデル化した。八面体すべり系は、面心立方格子を持つ Ni 材における稠密面である $\{111\}$ 面上の $\langle 011 \rangle$ 方向のすべり系である。結晶格子の対称性により、12 個の独立な八面体すべり系が存在する。一方、六面体すべり系は、 γ 相の存在に起因する $\{001\}$ 面上の $\langle 011 \rangle$ 方向のすべり系である。対称性により 6 個の独立

Fig. 2 Division of parallel gauge part for EBSD analysis (unit, mm)

Fig. 3 Finite element model of specimen No. 1

な六面体すべり系が存在する。低温では八面体すべり系が支配的であるが、高温では六面体すべり系の活動が加わり、本研究で対象とする 900 °C では両者の活動が現れる。従って、八面体すべり系と六面体すべり系を合わせて 18 個のすべり系を考慮してすべり挙動をモデル化する。

まず、巨視的に作用する応力 σ によってすべり系 s に作用する分解せん断応力 τ^s は、応力 σ とすべり面の方位テンソル $\mathbf{m}^s$ のテンソル積によって式 (1) で表される。

$$\tau^s = \mathbf{m}^s : \boldsymbol{\sigma}, \quad m_{ij}^s = \frac{1}{2} (n_i^s l_j^s + n_j^s l_i^s) \quad (1)$$

ここで、 $\mathbf{n}^s$ はすべり面の法線ベクトル、 $\mathbf{l}^s$ はすべり方向ベクトルである。また、すべり面上のせん断ひずみ速度、すなわちすべり速度 $\dot{\gamma}_v^s$ は、巨視的な粘塑性すべり速度 $\dot{\varepsilon}_v$ と式 (2) のように関係付けられる。

$$\dot{\varepsilon}_v = \sum_s \mathbf{m}^s \dot{\gamma}_v^s \quad (2)$$

式 (1) (2) により巨視的な応力 σ 、ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_v$ とすべり面上での分解せん断応力 τ^s 、ひずみ速度 $\dot{\gamma}_v^s$ が関係付けられた。さらに、すべり面上での分解せん断応力 τ^s とひずみ速度 $\dot{\gamma}_v^s$ の構成則を式 (3) のように関係付けることにより、微視的な挙動に基づく巨視的な挙動の再現が可能となる。

$$\dot{\gamma}_v^s = \left\langle \frac{|\tau^s - \mathbf{x}^s| - \mathbf{r}^s}{K} \right\rangle^n \text{sign} (\tau^s - \mathbf{x}^s) \quad (3)$$

ここで、 $\mathbf{x}^s$ は背応力、 $\mathbf{r}^s$ は抗応力、 K , n は粘性を特徴づける材料定数である。硬化挙動に寄与する転位の運動として、転位は硬い γ' 相内を貫通せず、幅約 0.1 μm の γ 相内や γ/γ' 相境界を移動することや、転位間の相互作用により運動が影響を受けることが観察されている。これらの運動のモデル化に基づいて、等方硬化や移動硬化の定式化が行われる。Cailletaud らのモデルにおいては、各すべり系の挙動を再現するためにそれぞれ 9 つのパラメータを同定する必要がある。大きな結晶粒で構成される材料においては、これらのパラメータの同定には、単結晶材の試験結果を用いることが可能であると考えられる。しかし、本研究では単結晶材を使用せずに、Ni 基 DS 材の平滑試験片を模擬した有限要素モデルを用いて、試験結果が再現されるよう以下の方法で材料パラメータを同定した。

負荷方向を凝固方向、直交方向、および 45° 方向に一致させた 3 方向の平滑試験片を模擬して、図 4 (a) に示す複数の結晶粒を含む有限要素解析モデルを作成した。結晶粒の断面サイズは、実際の結晶粒を想定して 10 mm^2 程度とした。各結晶粒の方位の設定について、疲労試験片の EBSD 分析結果より、隣接する結晶粒の間で、凝固方向に直交する面内の方位に相関はないと考えられた。そのため、3 方向の試験片に対応する各モデルに含まれる結晶粒の凝固方向に直交する面内の方位は、結晶粒ごとに独立に一樣乱数に基づいてランダムに設定した。また、凝固方向の方位は、素材の方位測定結果に基づいて 5° 以内のばらつきをランダムに設定した。3 つのモデルについて、各結晶粒の方位の組み合わせを 5 通りずつ準備して、解析に供した。フィッティングの対象とする試験条件は、試験温度 900 °C、ひずみ速度 0.02 %/s で実施した、3 方向の引張試験、および凝固方向と直交方向の低サイクル疲労試験とした。ここでは、各試験で得られた応力ひずみ関係を再現するよう、材料パラメータの同定を行った。引張試験については、ひずみ 3% までを対象として 0.5% ごとのひずみに対応する応力値の試験結果と解析結果の偏差をフィッティングの尺度とし、3 方向の引張試験に対する応力値の偏差の和に基づいて材料パラメータを判定した。疲労試験については、1 サイクル中 0.05% ごとのひずみに対応する応力値の偏差を尺度とした。

材料定数の最適化には、作業の自動化を図るために、ANSYS の確率設計モジュール (ANSYS, Inc., 2008) を使用した。9 つの粘塑性特性に対して、ラテンハイパーキューブ法により効率化したモンテカルロサンプリングにより値の組み合わせを設定して解析を行った。100 ケースの解析結果から回帰分析を行い、各粘塑性特性の値を

決定した。決定した各すべり系に対する 9 つの粘塑性特性のうち、式 (3) において陽に表れる代表的な 2 つのパラメータ K , n , および弾性特性を表 2 に示す。粘塑性特性は、Ni 基単結晶材 AM1 に対して示された値 (Méric et al., 1991) をベースとして、本研究で使用了材料に対して最適化を図った。設定した材料パラメータを用いて、3 方向の引張試験をモデル化して解析を行った結果を図 4 (b) に示す。

なお、多結晶材料においては粒界と転位の相互作用より粒界付近の応力やひずみが影響を受けるため、この相互作用を考慮した粒界のモデル化が提案されている (Ma et al., 2006)。この相互作用は DS 材においても発生すると考えられるが、本研究で使用了材料においては隣接する結晶粒の方位差が大きく、負荷方向のヤング率の差による応力分布への影響の方が大きいと考えられるため、粒界の特性のモデル化は導入せず、隣接する結晶粒を構成する要素と節点を共有するのみとした。従って、図 3 に示した有限要素モデルで発生する応力分布は、主に隣接する結晶粒の方位の違いに起因するヤング率の差によるものと考えられる。

3. 結 果

3・1 試験結果

まず、試験後の表面におけるき裂進展の様子を示す。図 5 に、試験片 No. 1 の試験後の表面写真を示す。図中、き裂位置を矢印で示すとともに、代表的なき裂に記号を付した。これより、平面部 (面 a, b) において多数のき裂が見られ、ほぼ幅方向に進展している。一方、端面 (面 c, d) にもき裂が見られるが、角部で平面部のき裂と連結したものや、角部の近傍に存在するものが多い。他の試験片においても、き裂は主に平面部に発生し、幅方向に進展した。試験を中断して観察したき裂の様子を図 6 に示す。これより、試験の初期に粒界上の複数の位置から発生したき裂が、試験の経過に伴って進展、合体し、幅方向に延伸したことが分かる。粒界上において応力は分布するものと考えられるが、一つの粒界上の多数の位置で同時期にき裂が発生したことから、粒界に発生する応力の他、粒界の特性や、酸化等がき裂発生に影響したものと考えられる。破面観察を行った結果、破面には幅方向に平行な筋が確認された。従って、平面部表面の粒界に発生したき裂が幅方向に進展して端部に達した後、厚さ方向に進展したものと推測される。

図 7 に、試験片 No. 1 の平面部 (面 a, b) に発生した代表的なき裂 A, A', B, C のき裂長さの推移を示す。図中、試験片 No. 1 において公称応力が安定した後、その値が 75 % まで低下した繰返し数を N_{75} で示す。これより、試験開始後初期にき裂が発生したことが分かる。き裂 A と A' は 300 サイクルまでに連結し、全幅 (10 mm) を進

Table 2 Material parameters for elastic and two representative visco-plastic properties at 900 °C

(a) Elastic properties

E [MPa]	ν	G [MPa]
81000	0.36	93000

(b) Visco-plastic properties K and n

Slip systems	K [MPa]	n
Octahedral	1200	3.3
Cubic	1000	3.9

(a) FEM model

(b) Tensile stress-strain relations

(Test temperature: 900 °C, strain rate: 0.02 %/s)

Fig. 4 Stress-strain relations of three directions of test specimen and finite element model

展しているが、これは N_{75} よりも小さいサイクル数である。従って、上述のように、き裂は表面付近に渡って進展した後厚さ方向に進展し、公称応力が低下したと考えられる。

3・2 EBSD 観察結果

まず、図 8 (a) (b) に試験片 No. 1 における観察面の面直 (ND) 方向の方位 (以後、面直方位と呼ぶ) の分布を示す。前述したように、き裂は主に平面部に発生し、表面を幅方向に進展したことから、平面部 (面 a, b) について観察した結果を示す。面 a, b は表裏の関係にあり、図中の三角形で示した位置が対応している。便宜上、各面に現れた結晶粒、および代表的なき裂に番号を付した。図中、不連続であっても近傍に存在し、同等の方位を示す結晶粒については内部で連続した同一の結晶粒とみなした。面 a, b の結晶粒は主に $[001] \sim [101]$ の方位 (赤～黄～緑) を示していることから、幅方向が凝固方向にほぼ一致していることが確認できる。しかし、 $[111]$ に近い方位 (紫～青) を示す結晶粒も確認できる。これは、凝固方向が平面部の面外方向に傾いていることを示すが、原因は不明である。

次に、得られた結晶組織の情報より、き裂発生位置について考察する。結晶粒界とき裂発生位置の関係に関して、面 a に発生したき裂 A は、結晶粒 (10) と (12) の粒界付近で発生、進展したことが分かる。また、面 b に発生したき裂 B は結晶粒 (2') と (3') の粒界で、き裂 C は結晶粒 (6'), (9'), (10') の粒界付近で発生、進展したことが分かる。上記の他に複数のき裂が観察されたが、き裂は主に粒界付近で発生、進展した。特に、負荷方向に対する結晶主軸の傾きが大きく、 $[101]$ 方位に近い面直方位を示す結晶粒に隣接する粒界において多くのき裂が確認できる。そこで、すべての試験片を対象として各結晶粒の面直方位を表すベクトルを求め、さらに凝固方向に垂直な面内に投影したベクトルを求めた。そして、この投影されたベクトルと観察面の法線方向のなす角度 θ を求め、き裂が発生した結晶粒と発生しなかった結晶粒とに分けて 5° 間隔で整理した。角度 θ の定義を図 8 (c) に示す。これ

Fig. 5 Surface of tested specimen No. 1

Fig. 6 Crack propagation

Fig. 7 Variation in crack length of specimen No. 1

に基づいて、き裂が発生した結晶粒の割合を整理した結果を図9に示す。ただし、図8から分かるように、多くの結晶粒の凝固方向は試験片幅方向に近いので、面直方位を表すベクトルは、凝固方向に垂直な面内に投影したベクトルにほぼ一致する。ここで、結晶粒(7)のような、結晶粒の幅方向長さが2 mm以下である小さな結晶粒は、厚さ方向の寸法も小さく、長いき裂が発生する可能性は低いと考え評価から除外した。これより、凝固方向に垂直な面内に投影した面直方位ベクトルと観察面法線のなす角 θ が $15^\circ \sim 35^\circ$ の結晶粒の約20%にき裂が発生し、 35° 以上ではその割合は急激に上昇することが分かる。

また、表面における粒界でのき裂の発生に対しては、各結晶粒の方位に加えて、結晶粒界を介して試験片表面で隣接する2つの結晶粒が有する面直方位ベクトルのなす角度が影響するものと考えられる。ここでは、この角度を表面における粒界方位差と定義する。表面における粒界方位差は、粒界におけるひずみの不整合を引き起こす。本研究で使用したNi基超合金材と同様に炭素等の粒界強化元素を含む双結晶材のひずみ制御による低サイクル疲労試験では、表面における粒界方位差が 12° を超えると公称応力が上昇し疲労寿命が短くなることが示されている(Tamaki et al., 2000)。一方、面直方位が $[1\ 0\ 1]$ に近い結晶粒は負荷方向のヤング率が大きいため、試験片の板厚中央を介して厚さ方向に隣接する2つの結晶粒が有する面直方位ベクトルのなす角度により、厚さ方向に不均一な応力分布が発生する。ここでは、この角度を厚さ方向の方位差と定義する。

例えば、試験片No.1において、き裂Bの位置では、面bの結晶粒(2')の凝固方向に垂直な面内に投影した面直方位ベクトルと観察面法線のなす角度 θ は 30.2° 、面aの対応する結晶粒(13)の角度 θ は 2.8° である。厚さ方向の方位差は、対象とする結晶粒の角度 θ から、相対する結晶粒の角度 θ を引いた値とする。従って、対象とする結

Fig. 8 Orientation map in the normal direction of the observed surfaces for specimen No. 1.

Fig. 9 Ratio of cracked grains for 5 degree intervals of the angle θ between grain orientation vector projected in the plane perpendicular to the solidification direction and surface normal direction

Fig. 10 Distribution of grain misorientation in the surface and in the thickness directions

晶粒の面直方位が相対する結晶粒の面直方位よりも $[101]$ に近い場合に、厚さ方向の方位差は正となる。これより、結晶粒(2')の結晶粒(13)に対する厚さ方向の方位差は $+27.4^\circ$ である。逆に、結晶粒(13)の結晶粒(2')に対する厚さ方向の方位差は -27.4° である。従って、き裂Bの位置では面bの方が負荷方向の弾性係数が大きいため、公称応力より大きな応力が発生し、き裂が発生したものと考えられる。き裂Cの位置でも同様に、面bの結晶粒は面aの対応する結晶粒よりも面直方位は $[101]$ に近い。

そこで、すべての試験片の表面の結晶粒界を対象として、結晶粒界を介して表面で隣接する2つの結晶粒の間の粒界方位差、および結晶粒界に隣接する結晶粒と厚さ方向に相対する結晶粒の間の厚さ方向の方位差と、き裂発生との関係を図10に示す。これより、厚さ方向の方位差が正となる結晶粒、すなわち、面直方位が相対する結晶粒の面直方位よりも $[101]$ に近い結晶粒に隣接する粒界において多くのき裂が発生したことが分かる。一方、表面における粒界方位差とき裂発生の有無については有意な相関は認められなかった。表面、および厚さ方向の方位差とも応力を上昇させる効果があるものと考えられるが、厚さ方向の方位差の効果の方が大きかったものといえる。

3・3 解析結果

有限要素解析により粒界付近の応力とき裂発生位置の関係を考察する。図8に示したように、対象とした凝固直交方向の負荷を受けるNi基DS材においては、結晶粒界はほぼ負荷方向に垂直である。このような粒界においては、粒界垂直応力がき裂発生的主要因素であると考えられる(釜谷, 北村, 2006b)。そこで、試験片No. 1について、最大引張時($\epsilon_u = 0.4\%$)の負荷方向応力 σ_x 分布を図11(a)に示す。応力値は公称応力で正規化した。また、き裂発生位置を破線で示す。正規化した応力値は、0.60から1.41の範囲に分布している。き裂A, B, Cの位置は、粒界に隣接する一方の結晶粒で公称応力より高い応力が発生した位置と対応していることが分かる。き裂Dのような小さな表面結晶粒の粒界に発生したき裂についても、高応力位置と対応していることが分かる。一方、き裂Eのように低応力と評価された位置に発生したき裂もある。これは、有限要素モデルにおいて厚さ方向の結晶粒形状が再現されていないことが影響し、この位置では試験において発生した応力値とのかい離があったことが考えられる。

一方、高温での試験のため、試験後の試験片表面においてすべり線を確認することはできなかったが、き裂の発生に先立ってすべり変形が発生した可能性が考えられる。粒界付近のすべり挙動は、分解せん断応力と対応することが確認されている(澄川他, 2001)。そこで、主すべり系における分解せん断応力 τ_{RSS} 分布を図11(b)に示す。応力値は公称応力で正規化した。これより、 τ_{RSS} 分布は σ_x 分布と同様にき裂発生位置との対応が認められ

Fig. 11 Stress distribution of specimen No. 1 normalized by the nominal stress σ_{01}

るが、面 **b** のき裂 **B** の位置のように、 σ_x 分布に比べて粒界近傍において局所的に高い値を示す傾向がある。

図 9 において、凝固方向に垂直な面内に投影した面直方位ベクトルと観察面法線のなす角 θ が 35° 以上の結晶粒では、き裂が発生する結晶粒の割合が多いことを示した。そこで、すべての試験片を対象として、各結晶粒の角度 θ と、結晶粒に隣接する粒界に発生する σ_x 、および τ_{RSS} の関係を、き裂が発生した結晶粒と発生しなかった結晶粒に分けて図 12 に示す。応力値は各試験片の公称応力 σ_0 で正規化した。これより、 σ_x 、 τ_{RSS} とも、角度 θ が大きくなるにつれて、応力値が上昇する傾向にあることが分かる。また、き裂が発生した結晶粒の多くは、 σ_x は公称応力以上、 τ_{RSS} / σ_0 は結晶粒のシュミット因子の最大値である 0.5 以上となる高応力域にあった。特に、 35° 以上になると、大部分の結晶粒がこの高応力域にあり、き裂が発生する結晶粒の割合が多くなった原因と考えられる。

また、図 10 においてき裂発生に対しては厚さ方向の方位差の効果が大きいことを示したが、粒界部の応力値に対しても同様に方位差の影響が表れるものと考ええる。そこで、すべての試験片の結晶粒界を対象として、粒界部の分解せん断応力値に対する方位差の影響を図 13 に示す。ここで、有限要素解析では図 11 に示すように粒界上に応力が分布するものの、図 6 に示したように粒界上では多数の位置で同時期にき裂が発生することから粒界に平均的に発生する応力がき裂発生に影響するものと考え、応力値は結晶粒界の長さで平均し、各試験片の公称応力で正規化した。図 13 (a) より、方位差に対して応力値のばらつきは大きいものの、厚さ方向の方位差が正で大きな値を示す結晶粒に隣接する粒界、すなわち、対象とする結晶粒の面直方位が $[1\ 0\ 1]$ に近く、相対する結晶粒の面直方位が $[0\ 0\ 1]$ に近い場合に、対象とする結晶粒に隣接する粒界において応力が高くなる傾向が確認できる。図 13 (b) に示す表面における粒界方位差についても、方位差が大きいほど高い応力が発生する傾向が認められるが、厚さ方向の方位差ほど明確ではない。

(a) Normalized longitudinal stress

(b) Normalized resolved shear stress

Fig. 12 Relation between stress on the grain boundary normalized by the nominal stress of each specimen σ_0 and the angle θ between grain orientation vector projected in the plane perpendicular to the solidification direction and surface normal direction

(a) Effect of grain misorientation in the thickness direction

(b) Effect of grain misorientation in the surface

Fig. 13 Relation between resolved shear stress on the grain boundary normalized by the nominal stress of each specimen σ_0 and averaged by the grain boundary length, and grain misorientation.

4. 考 察

4・1 粒界形状による応力分布への影響

これまで、試験片の平行部を対象として、0.1 mm の格子状の要素分割による解析結果を示した。この要素分割はモデルの作成が容易である一方、結晶粒界形状が再現できていないため粒界付近における応力分布の再現性を確認する必要がある。そこで、試験片 No. 1 の粒界を含む領域を対象として、5 μm ピッチで行った EBSD 分析結果に基づいて粒界形状を再現した詳細モデルを作成した。解析領域、および詳細モデルを図 14 に示す。詳細モデルにおいて、粒界に隣接する要素のサイズは、平均して一辺約 10 μm である。格子状モデルの変位分布を詳細モデルの端面に境界条件として設定したブーミング解析を実施し、要素分割方法による粒界付近の応力分布への影響を評価した。

図 15 に、格子状モデルと詳細モデルの負荷方向応力 σ_x と分解せん断応力 τ_{RSS} の分布を示す。これより、詳細モデルでは粒界形状の凹凸が多いため、粒界に沿う応力の変化が大きい。しかし、両モデルで応力値に大きな差は生じておらず、格子状モデルにより粒界付近の応力分布を概ね再現できることを確認した。

4・2 結晶粒厚さによる応力分布への影響

3・3 節において、き裂が発生した粒界の一部は、厚さ方向の結晶粒形状を簡略化した有限要素モデルを用いて得られた高応力位置と対応していないことを示した。そこで、結晶粒厚さによる応力分布への影響を評価する。本研究で使用した試験片において、厚さ方向に存在する結晶粒は 1~3 個程度であったことから、簡易的な評価として、まず図 16 (a) に示す接合された 2 個の結晶粒が引張負荷を受ける場合を考える。結晶粒は弾性体と仮定し、結晶粒 1 のヤング率を E_1 、板厚を t_1 、結晶粒 2 のヤング率を E_2 、板厚を t_2 とする。公称引張応力を σ_0 とし、両結晶粒で等しい引張ひずみが発生すると仮定すると、各結晶粒内に発生する引張応力 σ_1, σ_2 は次式で表される。

Fig. 14 Zooming model for surface (a) of specimen No. 1.

Fig. 15 Stress distribution of surface (a) of specimen No. 1 obtained by zooming analysis, normalized by the nominal stress σ_{01}

$$\sigma_1 = \frac{E_1(t_1 + t_2)}{E_1 t_1 + E_2 t_2} \sigma_0, \quad \sigma_2 = \frac{E_2(t_1 + t_2)}{E_1 t_1 + E_2 t_2} \sigma_0 \quad (4)$$

本研究で使用した Ni 基 DS 材では、凝固方向と試験片幅方向が一致した場合、表面の面直方位は[001]から[101]の範囲にある。本研究における試験条件（900℃）では、[101]方位のヤング率は、[001]方位に対して約2倍大きい。そこで、結晶粒1は[101]方位が、結晶粒2は[001]方位が負荷方向に一致すると仮定し、式（4）において $E_1 = 2E_2$ として、結晶粒の板厚による両結晶粒に発生する応力への影響を評価した。図16（b）に示す結果より、結晶粒1には $1\sigma_0$ から $2\sigma_0$ の応力が発生し、結晶粒2には $0.5\sigma_0$ から $1\sigma_0$ の応力が発生する。また、結晶粒1の厚さが全厚の0.25倍から0.75倍の範囲で変化した場合には、結晶粒1の応力は $1.60\sigma_0$ から $1.14\sigma_0$ 、結晶粒2の応力は $0.80\sigma_0$ から $0.57\sigma_0$ に変化する。結晶粒1については、厚さの変化による応力への感度が大きい、この範囲では、両結晶粒の厚さを同等と仮定することにより、両結晶粒に発生する応力の傾向を把握することが可能であると考えられる。上記の検討は厚さ方向に隣接する2つの結晶粒のみを対象としたものであり、実際の試験片においては負荷方向に隣接する結晶粒の影響や、粒界における応力変化が発生するが、試験片表面の結晶粒界に発生する応力に対する結晶粒厚さによる感度は同程度であると考えられる。

次に、試験片 No. 1 を対象として、両表面から押し出す結晶粒厚さを変化させて、応力分布への影響を評価する。各結晶粒厚さを 0.11 mm, 0.19 mm, 0.27 mm とした場合の、最大引張時（ $\varepsilon_n = 0.4\%$ ）の負荷方向応力 σ_x 分布を図17に示す。応力値は、両表面からの押し出し厚さが等しい場合の公称応力 σ_{01} で正規化した。結晶粒厚さによる応力への影響が顕著な例として、面 a では結晶粒(12)、面 b では結晶粒(10')が挙げられる。結晶粒(12)は薄くなるにつれて応力は低下している。結晶粒(12)は厚さ方向に隣接する結晶粒(5')よりも面直方位が小さく、負荷方向のヤング率は小さい。従って、結晶粒(12)が薄くなるにつれて断面の変形は結晶粒(5')が支配するようになるが、結晶粒(5')は負荷方向のヤング率が大きく変形が小さくなるため、ヤング率の小さい結晶粒(12)の応力は低下したものと考えられる。一方、結晶粒(10')は薄くなるにつれて応力は上昇している。結晶粒(10')は厚さ方向に隣接する結晶粒(9)よりも負荷方向のヤング率が大きいため、結晶粒(10')が薄くなるにつれて負荷方向のヤング率が小さい結晶粒(9)の影響により変形が大きくなるため、結晶粒(10')の応力は上昇したものと考えられる。

概して、厚さ方向の方位差が正となる結晶粒、すなわち、表面の面直方位が相対する結晶粒の面直方位よりも[101]に近い結晶粒は、薄くなると応力が上昇し、厚さ方向の方位差が負となる結晶粒、すなわち、表面の面直方位が相対する結晶粒の面直方位よりも[001]に近い結晶粒は、薄くなると応力が低下する傾向にあることが分かる。き裂Eに隣接する結晶粒(8)は、厚さ方向の方位差が正であるため、薄くなるにつれて応力が上昇している。すなわち、粒界にき裂が発生した結晶粒(8)は、厚さ方向に隣接する結晶粒よりも薄かった可能性がある。

4・3 粒界におけるき裂発生寿命評価

最後に、き裂が発生した粒界を対象として、各試験の最大引張時の分解せん断応力 τ_{RSS} によりき裂発生繰返し

Fig. 16 Effect of crystal grain thickness on the developed stress in a two-grain system bonded in the thickness direction

数 N_c を整理した結果を図 18 に示す。応力値は、試験片 No. 1 の最大引張時 ($\epsilon_n = 0.4\%$) の公称応力 σ_{01} で正規化した。ここで、測定したき裂長さの推移から表面き裂長さが 1 mm に達した繰返し数を推定し、 N_c とした。これより、異なるひずみ範囲で試験を行った 3 つの試験片の結果が部分的に重なることや、1 つの試験片においても直線上の関係が確認できることから、試験片に作用する巨視的な応力によらず粒界部の局所的な挙動によってき裂の発生を評価できるといえる。

Fig. 17 Effect of grain thickness on longitudinal stress σ_x distribution of specimen No. 1 normalized by the nominal stress σ_{01} obtained by the FE model with both surface sides of the same thickness

Fig. 18 Relation between resolved shear stress on the grain boundary normalized by the nominal stress of specimen No. 1, σ_{01} and number of crack initiation cycles N_c

5. 結 言

凝固直交方向の負荷を受ける Ni 基一方向凝固超合金の高温低サイクル疲労試験を行った。また、試験片表面の結晶方位分析と、表面の結晶粒形状を板厚方向に押し出して簡易的に試験片の結晶粒をモデル化した結晶塑性有限要素解析によりき裂発生に対する結晶組織の影響を考察し、以下の結論を得た。

(1) き裂は、凝固方向に垂直な面内に投影した面直方位ベクトルと観察面法線のなす角が 15° 以上である結晶粒に隣接する粒界で主に発生した。特に、 35° 以上の結晶粒に隣接する粒界で多くのき裂が発生した。有限要素解析より、 35° 以上の結晶粒の大部分で、負荷方向応力が公称応力以上となり、き裂が発生する結晶粒の割合が多くなった原因と考えられる。

(2) 表面で隣接する 2 つの結晶粒の間の粒界方位差、および厚さ方向に相対する結晶粒の方位差によるき裂発生への影響について、表面の粒界方位差による影響は有意ではなかった。一方、厚さ方向の方位差の影響に関して、表面の面直方位が相対する結晶粒の面直方位よりも $[1\ 0\ 1]$ に近い結晶粒に隣接する粒界において大部分のき裂が発生した。また、対象とする結晶粒の面直方位が $[1\ 0\ 1]$ に近く、厚さ方向に相対する結晶粒の面直方位が $[0\ 0\ 1]$ に近い場合に、対象とする結晶粒に隣接する粒界に高応力が発生する傾向があることを確認した。

(3) 有限要素解析により得られた、分解せん断応力の高い粒界はき裂発生位置と概ね対応し、1 つの試験片内、および異なるひずみ範囲を負荷した試験片の粒界き裂について、き裂発生繰返し数との関係を示した。

(4) 0.1 mm の格子状の要素分割を行った有限要素モデルと表面の粒界形状を再現した有限要素モデルとで、粒界部に発生する負荷方向応力、および分解せん断応力に顕著な差は生じなかったことから、用いた格子状の要素分割により概ね粒界部の応力を評価できることを確認した。

(5) 有限要素解析モデルにおいて、両表面からの結晶粒形状の押し出し厚さをパラメータとした解析により、表面の面直方位が厚さ方向に相対する結晶粒の面直方位よりも $[1\ 0\ 1]$ に近い結晶粒は、薄くなると応力が上昇することを示した。これより、両表面から結晶粒形状を板厚の $1/2$ ずつ押し出して作成した有限要素モデルを用いた解析においてき裂位置と高応力位置の対応が認められなかった粒界については、結晶粒厚さを再現することにより、き裂発生と応力の対応を示すことができる可能性を示した。

以上より、結晶組織の特性を考慮した強度評価を、特に高応力部位に適用することにより、製品の疲労寿命をより精度良く予測することが期待できる。

本研究の一部は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構による補助金で実施した。

文 献

- ANSYS, Inc., ANSYS 応用解析テクニックガイド (2008), p. 41.
- Asaro, R. J., Crystal plasticity, *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 50 (1983), pp. 921-934.
- Dunne, F. P. E., Wilkinson, A. J. and Allen, R., Experimental and computational studies of low cycle fatigue crack nucleation in a polycrystal, *International Journal of Plasticity*, Vol. 23 (2007), pp. 273-295.
- 藤山一成, 高温機器における余寿命診断技術開発の最前線, 1. EBSD 観察に基づく余寿命診断技術の開発, *材料*, Vol. 61, No. 11 (2012), pp. 919-924.
- 釜谷昌幸, 北村隆行, 3 次元多結晶モデルによる応力腐食割れ発生局所応力評価, *材料*, Vol. 55, No. 11 (2006a), pp. 1027-1032.
- 釜谷昌幸, 北村隆行, 3 次元多結晶モデルによる結晶粒界における局所応力評価, *INSS Journal*, Vol. 13 (2006b), pp. 128-136.
- Lewis, A. C., Bingett, J. F., Rowenhorst, D. J., Gupta, A., Geltmacher, A. B. and Spanos, G., Two- and three-dimensional microstructural characterization of a super-austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 418 (2006), pp. 11-18.
- Ma, A., Roters, F. and Raabe, D., On the consideration of interactions between dislocations and grain boundaries in crystal plasticity finite element modeling – Theory, experiments, and simulations, *Acta Materialia*, Vol. 54 (2006), pp. 2181-2194.
- Manonukul, A. and Dunne, F. P. E., High- and low-cycle fatigue crack initiation using polycrystal plasticity, *Proceedings of the Royal Society of London A*, Vol. 460 (2004), pp. 1881-1903.
- Méric, L., Poubanne, P. and Cailletaud, G., Single crystal modeling for structural calculations: Part 1 – Model presentation,

Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 113 (1991), pp. 162-170.

宮崎信弥, 馬場秀成, 粗大結晶粒ニッケル合金の疲労き裂発生および進展挙動特性, 材料, Vol. 60, No. 6 (2011), pp. 540-546.

宮崎信弥, 馬場秀成, ニッケル基合金の疲労き裂発生および進展挙動—多結晶 FEM に基づく健全性評価手法の検討—, 材料, Vol. 61, No. 2 (2012), pp. 106-110.

澄川貴志, 和田大志, 橋本 敏, 北村隆行, 高サイクル疲労下におけるすべり変形挙動に及ぼす界面の影響, 日本機械学会論文集 A 編, Vol. 67, No. 656 (2001), pp. 732-739.

Tamaki, H., Yoshinari, A., Okayama, A. and Nakamura, S., Development of a low angle grain boundary resistant single crystal superalloy YH61, Superalloy 2000 (2000), pp. 757-766.

References

ANSYS, Inc., ANSYS applied analysis technical guide (2008), p. 41 (in Japanese).

Asaro, R. J., Crystal plasticity, Journal of Applied Mechanics, Vol. 50 (1983), pp. 921-934.

Dunne, F. P. E., Wilkinson, A. J. and Allen, R., Experimental and computational studies of low cycle fatigue crack nucleation in a polycrystal, International Journal of Plasticity, Vol. 23 (2007), pp. 273-295.

Fujiyama, K., The Frontier of technology development in remaining life assessment for high temperature components, I: Technology development in remaining life assessment based on EBSD observation, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 61, No. 11 (2012), pp. 919-924 (in Japanese).

Kamaya, M. and Kitamura, T., Evaluation of local stress for stress corrosion crack initiation by three-dimensional polycrystal model, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 55, No. 11 (2006a), pp. 1027-1032 (in Japanese).

Kamaya, M. and Kitamura, T., Evaluation of local stress at grain boundaries by three-dimensional polycrystalline model, INSS Journal, Vol. 13 (2006b), pp. 128-136 (in Japanese).

Lewis, A. C., Bingett, J. F., Rowenhorst, D. J., Gupta, A., Geltmacher, A. B. and Spanos, G., Two- and three-dimensional microstructural characterization of a super-austenitic stainless steel, Materials Science and Engineering A, Vol. 418 (2006), pp. 11-18.

Ma, A., Roters, F. and Raabe, D., On the consideration of interactions between dislocations and grain boundaries in crystal plasticity finite element modeling – Theory, experiments, and simulations, Acta Materialia, Vol. 54 (2006), pp. 2181-2194.

Manonukul, A. and Dunne, F. P. E., High- and low-cycle fatigue crack initiation using polycrystal plasticity, Proceedings of the Royal Society of London A, Vol. 460 (2004), pp. 1881-1903.

Méric, L., Poubanne, P. and Cailletaud, G., Single crystal modeling for structural calculations: Part 1 – Model presentation, Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 113 (1991), pp. 162-170.

Miyazaki, S. and Baba, H., Property of fatigue crack initiation and propagation behavior of a coarse-grain Ni alloy, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 60, No. 6 (2011), pp. 540-546 (in Japanese).

Miyazaki, S. and Baba, H., Fatigue Crack initiation and propagation behavior of a nickel alloy; A Study of structural integrity assessment method based on polycrystalline FE analysis, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 61, No. 2 (2012), pp. 106-110 (in Japanese).

Sumigawa, T., Wada, T., Hashimoto, S. and Kitamura, T., Effect of interface boundary on slip behavior in the high cycle fatigue (Analysis of slip in two-phase (α/γ) stainless steel bicrystal), Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.67, No.656 (2001), pp.732-739 (in Japanese).

Tamaki, H., Yoshinari, A., Okayama, A. and Nakamura, S., Development of a low angle grain boundary resistant single crystal superalloy YH61, Superalloy 2000 (2000), pp. 757-766.