

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年6月3日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2008～2012

課題番号：20560662

研究課題名（和文）ニッケル基合金のクリープ疲労特性に及ぼす金属組織依存性の解明

研究課題名（英文）Characterization of creep-fatigue properties and microstructure for nickel based alloy

研究代表者

早川 正夫（HAYAKAWA MASAO）

独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性評価ユニット・グループリーダー

研究者番号：50354254

研究成果の概要（和文）：主蒸気温度 700℃級発電プラント機器の使用環境を念頭において、ニッケル基合金アロイ 617（53Ni-22Cr-12Co-9Mo）の 700℃におけるクリープ疲労特性と金属組織（結晶粒度）の影響を調べた。その結果、三角波低サイクル疲労特性、クリープ破断特性ならびに引張ひずみ保持台形波低サイクル疲労特性に関して、寿命に及ぼす結晶粒度の影響はほとんど顕在化しなかった。また、クリープ疲労寿命の解析には、時間消耗則より延性消耗則の方が適していた。

研究成果の概要（英文）：Creep-fatigue properties and microstructure of nickel based alloy 617 (53Ni-22Cr-12Co-9Mo) were investigated in consideration of the usage environment for the advanced ultra super critical (A-USC) power plant (main steam-temperature 700 °C class). The influence of grain size on creep fatigue lives was hardly actualized. Moreover, the ductility exhaustion method was suitable better than time fraction rule for the analysis of the creep fatigue life.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	900,000	270,000	1,170,000
2009年度	800,000	240,000	1,040,000
2010年度	700,000	210,000	910,000
2011年度	700,000	210,000	910,000
2012年度	300,000	90,000	390,000
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：構造・機能材料

キーワード：ニッケル合金、高温疲労、低サイクル疲労、金属組織

1. 研究開始当初の背景

2007年(社)日本機械学会は、エネルギー機器の効率/出力向上を実現するために必要な材料力学分野のロードマップを提示している。そこでは汽力(火力)発電プラント機器の主蒸気圧力/温度の暦年変遷が示されており、社会・技術ニーズとして、2000年以後では超高温高压化が重要視され、特に2010年以後では主蒸気温度 700℃級(あるいは

は超級)機の開発を挙げている。このニーズに対して、材料力学の果たす役割は、耐熱材料の使用条件の苛酷化に対応して、実際の構造を実現するための設計・製作・保守・運用に係わる評価技術を供給することであるとされている。火力発電プラントでは起動停止や昼夜の変動負荷運転によって構造部材には熱応力や熱ひずみが発生し、その繰り返しのよって熱疲労損傷(クリープと疲労の重畳作

用)を受けることが問題となっており、熱疲労を克服する耐熱材料の開発によって、主蒸気温度の高温化が図られてきた。そのため詳細なクリープ疲労特性(引張保持、圧縮保持、引張・圧縮保持)が取得され、安全側の疲労波形を用いて実機的设计に反映されてきた。実際、主蒸気温度 630°Cまでの今日に至るまでは鉄鋼材料をベースとした新高クロム耐熱鋼の開発によって高温化が達成されてきた。しかしながら、700°Cの高温環境中では、高クロム鋼では十分なクリープ強度の保てないことが明確なことから、ニッケル基合金をベースとした耐熱材料の開発が既に始まっている。

(財)発電設備技術検査協会(発電技研)は2006年度火力関係設備効率化技術調査を行い、高温・高圧条件下における新材料、新技術等に関する国内・国外に関する調査報告を行っている¹⁾。調査報告書¹⁾によると、欧州プロジェクトでは、高温部にニッケル基合金を適用する計画としているが、高強度のクリープ強度を有するアロイ 617あるいはアロイ 617をベースとした改良アロイ 617が候補材とされている。

これまでアロイ 617は、高温ガス炉関連の国内開発プロジェクト(1970-80年代)において高温部材の候補材として取り上げられ、900-1000°Cでは高温疲労特性に及ぼす波形や結晶粒径の影響が調べられている。1000°Cでは結晶粒径が大きい程、高温低サイクル疲労寿命は短くなり、引張保持のクリープ疲労波形で疲労寿命が短くなることが報告されている。このように高温ガス炉の使用環境におけるアロイ 617の高温疲労特性は比較的詳細に調べられている。

しかしながら、700°C級火力発電プラントを対象とした温度環境中におけるアロイ 617の疲労特性に関しては、前述の発電技研の調査報告書に述べられている通り、クリープ強度に関する調査と同様に国内データが少ないために海外の文献調査が中心になっているが、700°C超級火力発電プラントの欧州プロジェクトでは生データが全く開示されていない上に、学術文献においても疲労特性に及ぼす試験波形や金属組織の影響が十分に明らかにされていないことがわかった。

1) (財)発電設備技術検査協会「平成 18 年度火力関係設備効率化技術調査報告書」平成 19 年 3 月

2. 研究の目的

本研究では、主蒸気温度 700°C級発電プラント機器の使用環境を念頭において、ニッケル基合金アロイ 617の 700°Cにおける種々の波形(引張保持、圧縮保持、引張・圧縮保持)におけるクリープ疲労特性に及ぼす金属組

織の影響を調べた。金属組織の影響としては結晶粒度の違いに加え、疲労破断に至るまでの粒界析出物と粒内析出物の分布バランスを評価し、金属組織因子と疲労特性劣化メカニズムの関係を考察した。

3. 研究の方法

ニッケル基合金アロイ 617の 700°Cにおけるクリープ疲労特性に及ぼす金属組織の影響を解明するために、(1)溶体化再加熱処理によって異なる結晶粒度に調整したアロイ 617を準備した。(2)高温引張試験、(3)クリープ破断試験、(4)三角波低サイクル疲労試験、(5)引張りずみ保持台形波低サイクル疲労試験を実施した。(6)疲労破面を観察し、破壊メカニズムを検討すると共に、(7)微細組織を観察した。破面・組織観察には、電界放射型走査電子顕微鏡(FE-SEM)と原子間力顕微鏡(AFM)ならびに透過電子顕微鏡(TEM)を用いた。特に、粒界上における析出物の偏析に注目した。

4. 研究成果

(1) 疲労試験前の金属組織

受入れ材(As-received)の組織写真を図 1(a)に示す。混粒材で圧延方向に沿って、細粒層と粗粒層が並ぶ傾向にある。結晶粒度は 3.0(70%)と 5.0(30%)である。層状に並んだ混粒組織を解消するために、1220°Cで 1 時間保持(Solution-treated)した後の組織写真を図 1(b)に示す。結晶粒度は 1.5 である。

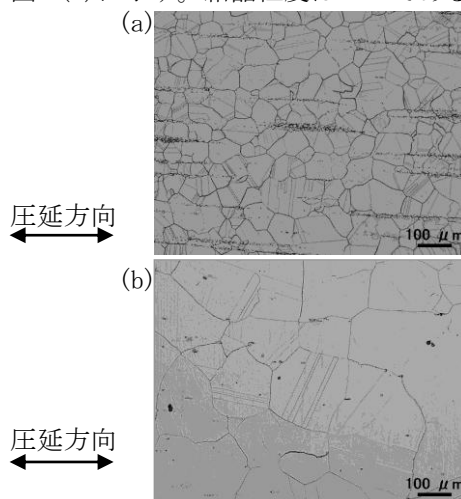


図 1 アロイ 617 の受入れ材(As-received)と再加熱材(Solution-treated)の組織写真。

(2) 高温引張特性

0.2%耐力と引張強度を図 2(a)に、伸びと絞り(b)にそれぞれ示す。図中には文献値も示している^{2, 3)}。As-received と Solution-treated の引張強度は、それぞれ 25°Cでは 790MPa と 747MPa で、400°Cで 665MPa と 593MPa、600°Cで 627MPa と 565MPa、700°Cで 608MPa と

539MPa、800°Cで404MPaと409MPaとなっている。700°Cでは70MPaの差がある。

As-receivedとSolution-treatedの0.2%耐力は25°Cでは340MPaと306MPaで引張強度に比べて、半分以下である。それぞれ400°C-800°Cでは250MPaと200MPa程度である。

As-receivedとSolution-treatedの700°Cにおける伸びは63%と57%で、絞り率は46%と44%となり、絞りの方が伸びよりも小さい。引張破面の縦断面を観察すると、粒界に沿った割れが確認されることから、延性の低さと関係していると思われる。

また、(c)にはAs-receivedの応力-ひずみ曲線(2本試験)を示している。高温では顕著なセレーションを示すことが判る(Solution-treatedも同様)。

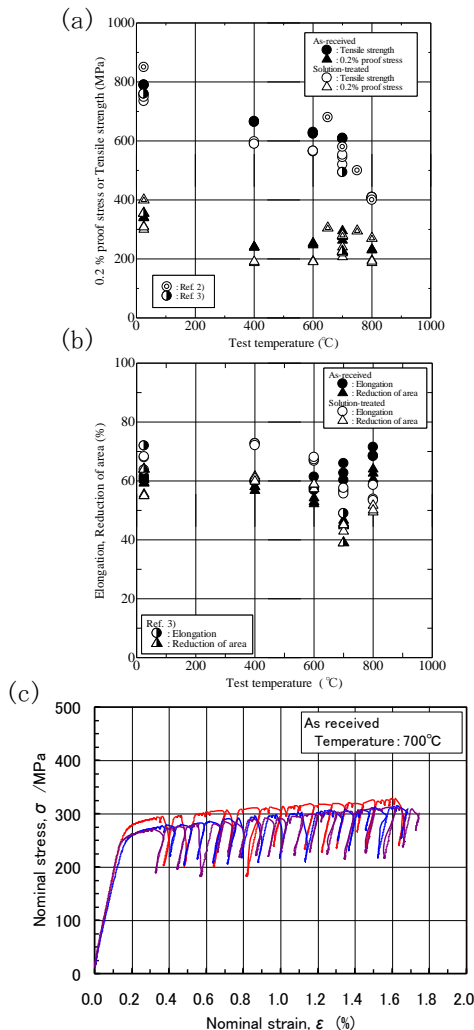


図2 As-receivedとSolution-treatedの(a)引張強度と0.2%耐力、(b)伸びと絞り、(c)700°Cにおける応力-ひずみ曲線。

2) T. Satoh, et al., JSPS Report of the 123rd Committee on Heat-Resisting Materials and Alloys, Vol. 44, 2003, 225
 3) Y. Noguchi, et al., Pro. 8th Int. Conf. on Creep and Fatigue at Elevated Temperature, CREEP2007-26471, 2007

(3) クリープ破断特性

As-receivedとSolution-treatedの700°Cにおけるクリープ破断時間(a)と延性値(b)を図3に示す。参考までに他鋼種(NCF800HとSUS304)の結果も示している。アロイ617のクリープ破断応力が際立って高いことが判る。一方、クリープ破断延性値(絞りから計算)はSUS304やNCF800Hより小さく、延性の低いことが判る。1000時間程度までのクリープ破断特性にはAs-receivedとSolution-treatedの間に差は無いと言える。

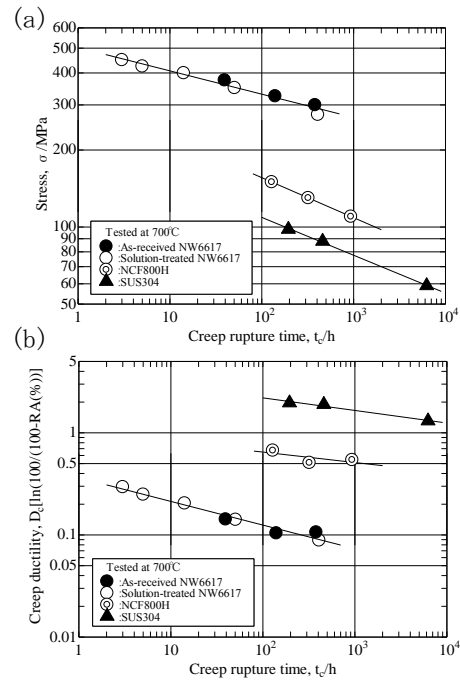


図3 As-receivedとSolution-treatedの(a)応力とクリープ破断時間、(b)破断延性と時間の関係。

(4) 三角波低サイクル疲労特性

As-receivedとSolution-treatedの700°Cにおける対称三角波低サイクル疲労寿命の比較を図4に示す。Solution-treatedに関しては、ひずみ速度 1×10^{-3} /sと 5×10^{-3} /sで行っている。両材の差は小さく、ひずみ速度依存性も小さいことが判る。なお、両材とも顕著な繰返し硬化挙動を示している。

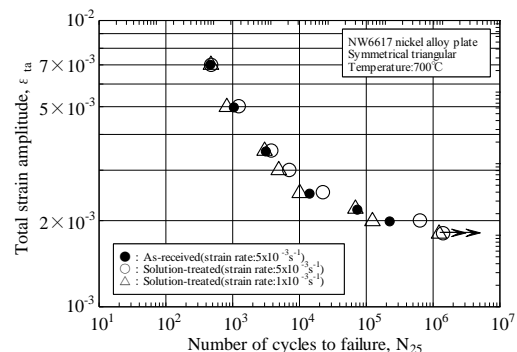


図4 As-receivedとSolution-treatedの700°Cにおける三角波低サイクル疲労特性。

(5) クリープ疲労特性

As-receivedとSolution-treatedの700°Cにおける対称三角波、引張ひずみ保持(0.1h保持)、圧縮ひずみ保持台形波(0.1h保持)による寿命比較を図5(a)と(b)にそれぞれ示す。Solution-treatedに関しては、引張ひずみ保持時間が1hと引張・圧縮両ひずみ保持の試験も行っている。両材とも対称三角波、圧縮ひずみ保持、引張ひずみ保持の順に寿命が短くなっている。また、両保持は引張ひずみ保持と同程度で、引張ひずみ保持では保持時間の長い方が短寿命である。(c)は両材の比較である。引張ひずみ保持、圧縮ひずみ保持ともに両材間の寿命差は小さいことが判る。

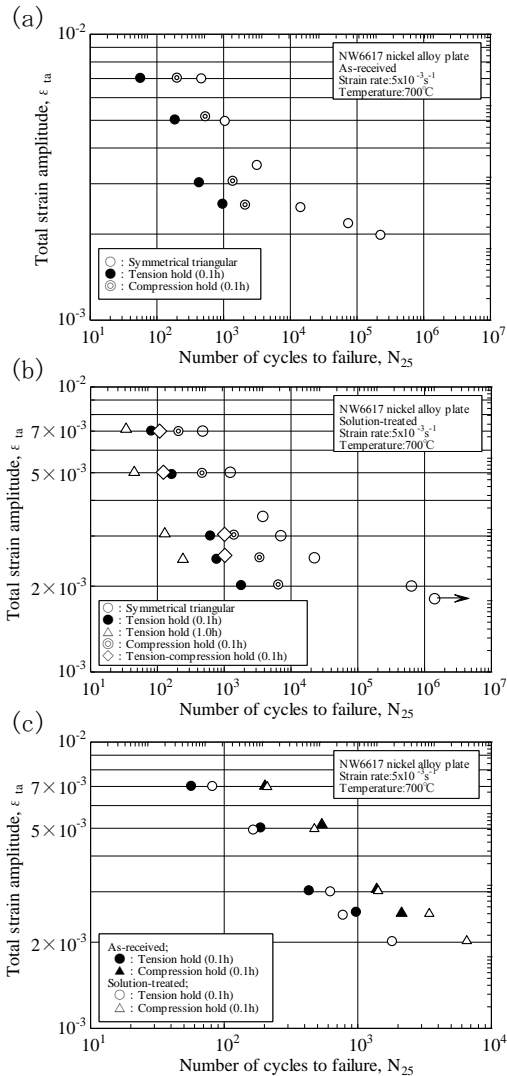


図5 (a)As-receivedと(b)Solution-treatedの700°Cにおける対称三角波、引張ひずみ保持、圧縮ひずみ保持台形波による寿命比較、(c)両材の比較。

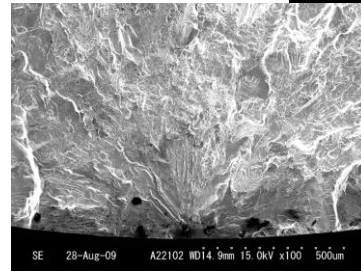
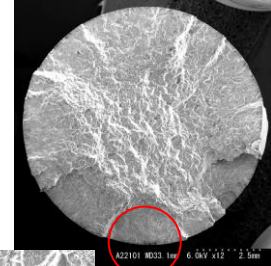
(6) 破面観察

Solution-treatedの700°Cにおける対称三角波、引張ひずみ保持、圧縮ひずみ保持台形波による疲労破面を図6に示す。両材とも

に対称三角波では、破壊は表面起点でき裂は粒内を伝播している。一方、圧縮ひずみ保持では破壊の起点部は表面に複数あり、起点近傍には粒界が一部みられるが、き裂は粒内を伝播している。また、引張ひずみ保持でも破壊起点は表面に複数ある。起点近傍は粒界に覆われており、き裂の伝播も粒界であった。

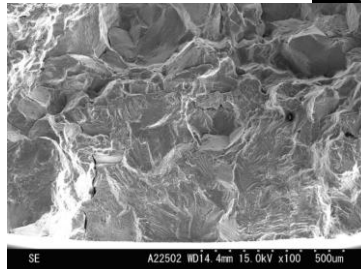
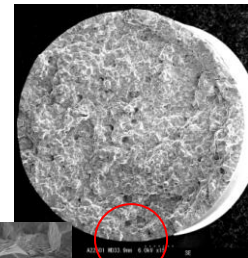
(a)対称三角波
ひずみ範囲0.5%
 $N_{25} = 1.25 \times 10^3$

As-receivedも同様。



(b)圧縮ひずみ保持
ひずみ範囲0.5%
 $N_{25} = 4.73 \times 10^2$

As-receivedも同様。



(c)引張ひずみ保持
ひずみ範囲0.5%
 $N_{25} = 1.66 \times 10^2$

As-receivedも同様。

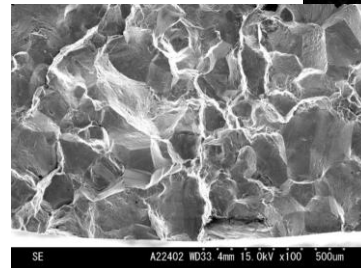
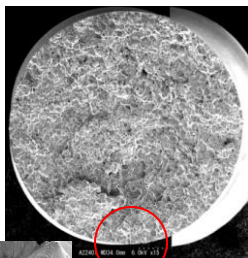


図6 Solution-treatedの疲労破面様相。

(7) 微細組織観察

Solution-treated に対して、無負荷 700°C で 264h (11day) 保持した時効材の TEM による微細組織像を図 7 に示す。①粒内の転位は $\langle 110 \rangle$ 方向に伸び、交差したスリップ転位が主体である。②スリップバンド (すべり帯) の形成は少ない。③粒界上には 0.05~2 μm 程度の粒状、板状の析出物 (M_{23}C_6 や M_6C) (M: Mo, Cr, Co, Ni) が全面的に覆うように析出している。④粒内の転位上 (転位はすべりが主体)、双晶上には 10~100nm 程度の粒状、板状の析出物 (M_{23}C_6) が密に析出している。

図 8 に Solution-treated の 25°C における対称三角波低サイクル疲労破断材 (ひずみ範囲 0.4%, $N_{25}=1.20 \times 10^5$) の微細組織を示す。①組織は集積した転位が一方のスリップバンドを形成している結晶粒とスリップバンドが交差した結晶粒とで構成されている。一方主体の結晶粒では、スリップバンド内の転位密度が高い一方、スリップバンド間の転位が少なくなっている。また、交差している結晶粒ではスリップバンドが少なく、転位も少ない結晶粒が多かった。②粒内において明瞭な析出物は認められなかった。③粒界にはフィルム状の析出物 (M_{23}C_6) が多く認められる (双晶界面には認められない)。

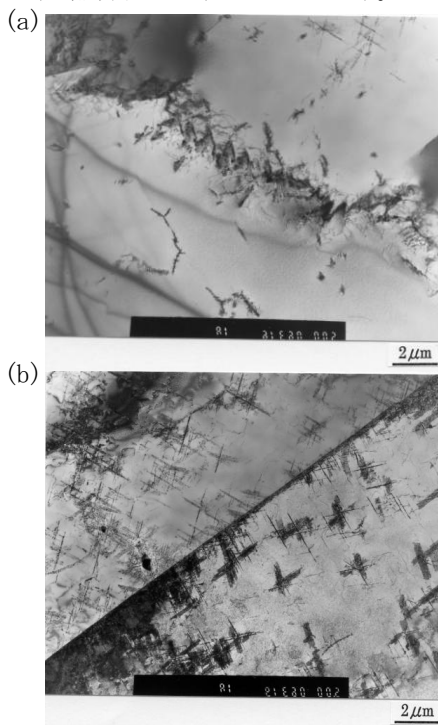


図 7 Solution-treated の無負荷 700°C で 264h (11day) 保持した時効材の微視組織で、(a)粒界と (b)双晶。

図 9 に Solution-treated の 700°C における対称三角波低サイクル疲労破断材 (ひずみ範囲 0.4%, $N_{25}=2.28 \times 10^5$) の微細組織を示す。①一方のスべりが支配的で転位密度が高い。②粒界上に粒状、板状の大きな M_{23}C_6 が全

面的に覆うように析出している。②粒界の一部に 0.2~0.5 μm の M_6C (M: Mo, Cr, Co, Ni) が析出している。また、介在物としても 2~5 μm の M_6C が認められる。③粒内の転位上には 10~100nm の微細な M_{23}C_6 が全面的に析出している。

図 10 に Solution-treated の 700°C における圧縮ひずみ保持台形波低サイクル疲労破断材 (ひずみ範囲 0.4%, $N_{25}=6.54 \times 10^3$) の微細組織を示す。セル化の途中のようで、転位の集積が観られるが、セルは出来ていない。転位は比較的少ないようである。粒界を全面的に覆うように析出物が存在している。

図 11 に Solution-treated の 700°C における引張ひずみ保持台形波低サイクル疲労破断材 (ひずみ範囲 0.4%, $N_{25}=1.82 \times 10^3$) の微細組織を示す。すべり線上に転位の集積が観られ、間の転位が少なくなっている。少しセル化している。粒界を全面的に覆うように析出物が存在している。

図 12 に As-received の 700°C における対称三角波低サイクル疲労破断材 (ひずみ範囲 0.4%, $N_{25}=2.28 \times 10^5$) の微細組織を示す。①集積した転位が一方 (一部交差) のスリップバンドを形成している部分が多く認められる。②粒内の転位上には 10~100nm 程度の粒状、板状の析出物 (M_{23}C_6) が多く析出している。③粒界には 0.05~0.3 μm 程度の析出物 (M_{23}C_6 や M_6C) が多く認められる (双晶界面には少ない)。④偏在的に、0.5~1 μm 程度の粒状介在物 (M_{23}C_6 や M_6C) が認められる場合もある。

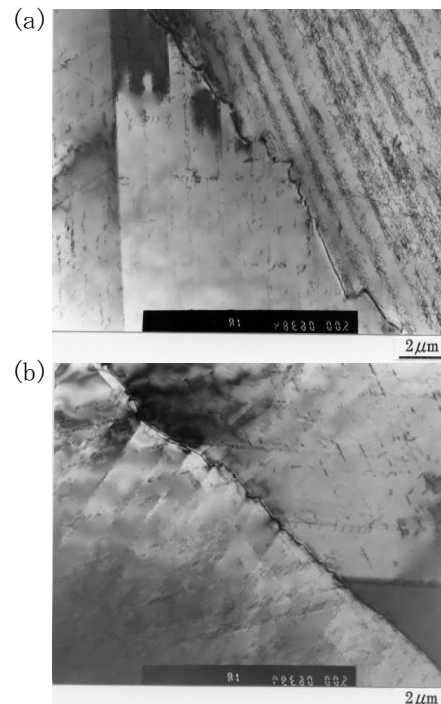


図 8 Solution-treated の 25°C における対称三角波低サイクル疲労破断材 (ひずみ範囲 0.4%, $N_{25}=1.20 \times 10^5$) の粒界近傍の微細組織。

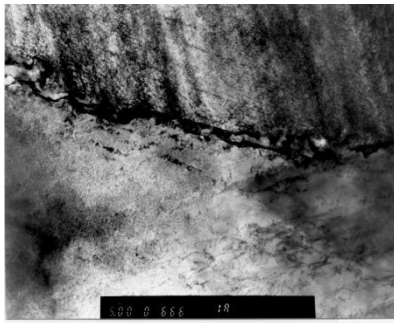


図9に Solution-treated の700°Cにおける対称三角波低サイクル疲労破断材（ひずみ範囲0.4%、 $N_{25}=2.28 \times 10^5$ ）の微細組織



図10に Solution-treated の700°Cにおける圧縮ひずみ保持台形波低サイクル疲労破断材（ひずみ範囲0.4%、 $N_{25}=6.54 \times 10^3$ ）の微細組織

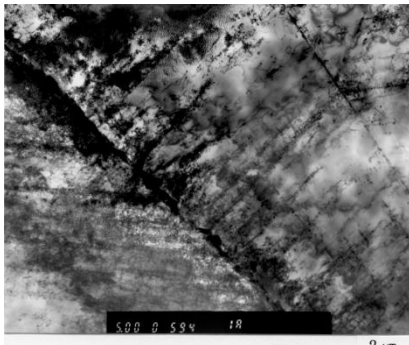


図11 Solution-treatedの700°Cにおける引張ひずみ保持台形波低サイクル疲労破断材（ひずみ範囲0.4%、 $N_{25}=1.82 \times 10^3$ ）の微細組織。



図12 As-receivedの700°Cにおける対称三角波低サイクル疲労破断材（ひずみ範囲0.4%、 $N_{25}=2.28 \times 10^5$ ）の粒界近傍の微細組織。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計4件）

① Kazuo KOBAYASHI, Masao HAYAKAWA, Megumi KIMURA, Creep-fatigue interaction properties of nickel-based superalloy 617, ACTA METALLURGICA SINICA, 査読有り, Vol. 24, 2011, 125-131

② Kazuo Kobayashi, Masao Hayakawa, Megumi Kimura, Koji Yamaguchi, Characterization of fatigue property for 316FR at elevated temperatures, strength, Fracture and Complexity, 査読有り, Vol. 6, 2010, 129-139

③ 早川正夫, 木村恵, 小林一夫, クリープ疲労特性に優れるフェライト系耐熱鋼(12Cr-2W)のサブグレイン組織解析、圧力技術、査読有り、47巻、2009、154-160

④ 早川正夫, 木村恵, 小林一夫, クリープ疲労したフェライト系耐熱鋼(12Cr-2W)のサブグレイン組織解析、圧力技術、査読有り、47巻、2009、107-114

〔学会発表〕（計3件）

① 早川正夫, 木村恵, 前田芳夫, 小林一夫 ニッケル合金板 NW6617(Ni-22Cr-12Co-9Mo)の長期高温低サイクル疲労特性、日本鉄鋼協会、2012年3月28日、横浜市

② Masao Hayakawa, Kazuo Kobayashi, Megumi Kimura, Yoshio Maeda, Creep-fatigue interaction of Alloy617 (Ni-22Cr-12Co-9Mo) EPRI Creep-Fatigue Experts Workshop 6, 2011年10月18日、プサン、韓国

③ 早川正夫, 小林一夫, 木村恵, ニッケル基超合金アロイ617の長期高温低サイクル疲労特性の解明、日本材料学会第48回高温強度シンポジウム、2010年12月3日、高知市

6. 研究組織

(1) 研究代表者

早川 正夫 (HAYAKAWA MASAO)

独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性評価ユニット・グループリーダー

研究者番号：50354254

(2) 研究分担者

小林 一夫 (KOBAYASHI KAZUO)

独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性評価ユニット・主幹研究員

研究者番号：00354259

(3) 研究分担者

木村 恵 (KIMURA MEGUMI)

独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性評価ユニット・主任研究員

研究者番号：20354251