

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 6 日現在

機関番号：12608

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2013

課題番号：24760073

研究課題名(和文) 耐熱超合金の疲労き裂進展における結晶粒界の役割に関する実験的検討

研究課題名(英文) Experimental investigation on the role of grain boundary in fatigue crack propagation of Ni-base superalloys

研究代表者

阪口 基己 (Sakaguchi, Motoki)

東京工業大学・理工学研究科・准教授

研究者番号：60452083

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円、(間接経費) 1,020,000円

研究成果の概要(和文)：Ni基耐熱超合金の疲労き裂進展に焦点を当て、単結晶材および一方向凝固材から切り出した小型CT試験片に対する室温での疲労き裂進展試験を行った。まず、単結晶材を用い、試験片の結晶方位と板厚がき裂進展挙動に与える影響を検討し、その結果を基に、一方向凝固材での結晶粒界の役割について検討した。その結果、単結晶材での疲労き裂進展は進展経路・進展速度ともに結晶方位の影響を強く受け、一方向凝固材ではそれに結晶粒界の影響が加わることが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：Fatigue crack propagation in thin-wall superalloys were experimentally investigated at room temperature, employing miniature compact tension (CT) specimens directly extracted from as-cast Ni-base superalloys. At first, the effect of crystallographic orientation on the fatigue crack propagation was investigated, using a single crystal (SC) Ni-base superalloy with different primary orientations. Based on the test result of the SC specimens, some significant interactions between the crack and grain boundaries were discussed, using a directionally solidified (DS) superalloy. It was found from a series of experiments that the Stage I fatigue crack propagation rate in both SC and DS superalloys were significantly affected by the primary crystallographic orientation and the vicinity of the grain boundaries.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械材料・材料力学

キーワード：疲労 破壊力学 耐熱材料 き裂進展

## 1. 研究開始当初の背景

先進ガスタービンの高温構造材に用いられる Ni 基耐熱超合金は優れた高温強度を誇るが、タービン稼働中には多くの損傷を受け、材料中には多数のき裂が発生する。材料の寿命管理や長寿命化には、発生したき裂の進展特性を正確に把握することが不可欠である。これまでも、Ni 基超合金の疲労き裂進展については実験・解析を通じた多くの研究が行われてきたが、実構造材で生じる現象には評価・予測が困難なものが多く、経験的な情報に頼らざるを得ない。これは、以下の背景に大きな要因がある。

1) 実験室での疲労き裂進展試験には厚さ 5mm 程度の標準寸法試験片が用いられるのに対し、実機では冷却構造を持つ薄肉材(板厚 0.5~1mm)が使用される。超合金のき裂進展は、粒の結晶学的方位やすべり、結晶粒界や隣接する結晶粒からの拘束といった結晶学的因子の影響を強く受けるため、板厚方向に結晶粒が数個程度しかない場合にはこれらの影響がより顕著になり、標準試験片とは異なるき裂進展挙動をとる。

2) 超合金部材は室温から 1000°C 超までの広い範囲の温度サイクルを受けるが、項目 1) で挙げた結晶学的因子の影響は強い温度依存性を示し、また、高温環境では時間依存型の組織変化や粒界脆化が生じるため問題がさらに複雑になる。

これらの問題解決の糸口として、研究代表者は、板厚 0.5mm の小型 CT 試験片に対応した疲労き裂進展試験装置を開発し、実機タービン翼から採取した小型試験片の疲労き裂進展挙動を検討してきた。その結果、Ni 基超合金多結晶材では、小型試験片におけるき裂進展速度は標準試験片より 5 倍以上高くなり、そのき裂進展抵抗はタービン実機使用により大きく低下すること、そして、これらのき裂進展挙動には結晶粒界の持つき裂遅延効果が大きく関わっていることを実験的に明らかにしてきた。実機タービン翼のき裂進展特性について、実機材からサンプルを直接採取して評価した例はなく、この成果を工業的にも大きな新規性を持つ。この成果を発展させ、疲労き裂進展における結晶粒界の役割を、粒界を挟む粒の結晶方位や幾何学的配置の関数として評価し、また、その役割に与える温度や時間依存型現象の影響を実験的に抽出できれば、超合金部材の信頼性の高い寿命予測法が確立できるとの着想に至った。

## 2. 研究の目的

ガスタービン高温構造材料である Ni 基耐熱超合金の疲労き裂進展をターゲットにし、実機材と同程度の厚さを持つ小型サンプルを用いた実験により、疲労き裂進展における結晶粒界の役割を明らかにすることを目的とした。粒界近傍のき裂進展挙動に及ぼす、(i) 試験片板厚、(ii) 粒界を挟む結晶粒の方

位と方位差、(iii) き裂面と粒界の幾何学的配置、(iv) 試験温度、(v) 時間依存型の組織変化や粒界脆化の影響を個別に抽出しながら、耐熱超合金の損傷評価・余寿命診断技術の向上に資する疲労き裂進展モデルの構築を目指した。

## 3. 研究の方法

まず、これまでに開発してきた小型サンプル用の疲労き裂進展試験機を基に、サンプルに負荷を伝達する特殊治具や負荷を伝える負荷ピンの改良により、850°C 高温下での実験が可能な新しい試験装置を組み上げた。これを用い、Ni 基超合金の単結晶材を対象にし、負荷方向と 1 次結晶方位の幾何学的関係および試験片の板厚が疲労き裂の進展形態と進展速度に及ぼす影響を検討した。つぎに、一方向凝固材の casting 方向から垂直な面から切り出した小型試験片に対する疲労き裂進展試験を行い、初期ノッチ先端の結晶粒の方位が異なるように意図的に異なる方向からサンプルを切り出しながら、き裂進展及ぼす結晶粒の方位と結晶粒界の影響について検討し、単結晶材から得られた結果と統合して、き裂進展とすべり、および、結晶粒界との相互作用について考察を加えた。また、これらの実験に加え、有限要素モデルを用いた弾塑性解析を行い、き裂先端の力学場を与える試験片板厚や結晶方位、き裂の分岐や屈曲の影響についても検討を行った。

## 4. 研究成果

## 4-1 単結晶材の疲労き裂進展

疲労き裂進展試験によって測定されたき裂進展速度 ( $dA/dN$ ) をせん断応力拡大係数範囲 ( $\Delta K\tau$ ) によって整理した結果を図 2 に示す。負荷方向が結晶学的  $\langle 100 \rangle$  方位となる試験片の結果を図 2(a)、 $\langle 110 \rangle$  方位となる試験片の結果を図 2(b) に示しており、図 2(a) には標準試験片(板厚 5mm)の結果をデータバンドとして併記している。ここで  $A$  はき裂面の傾きを考慮した実き裂長さ、 $\Delta K\tau$  はき裂面上に働くせん断応力から求めた応力拡大係数範囲である。まず、 $\langle 100 \rangle$  試験片における板厚依存性に注目すると(図 2(a))、板厚 0.5mm のき裂進展速度は板厚 3mm の場合に比べ、全ての  $\Delta K\tau$  の範囲で  $dA/dN$  が大きくなっていることが分かる。また板厚 2mm の試験片では、 $\Delta K\tau$  の小さな領域におけるき裂進展速度は板厚 3mm のものと同程度の値を示し、 $\Delta K\tau$  の大きな領域におけるき裂進展速度は板厚 0.5mm のものと同程度の値となった。この理由について考察すると、板厚 2mm の試験片では、破面は  $\Delta K\tau$  の小さな領域では複数のすべり面で構成され、 $\Delta K\tau$  の大きな領域では単一のすべり面であった。一方、3mm- $\langle 100 \rangle$  試験片の破面は複数のすべり面で構成され、0.5mm- $\langle 100 \rangle$  試験片の破面は単一のすべり面から構成されていた。つまり、 $\langle 100 \rangle$  試験片のき裂進展速度に見られる板厚依存性は、板

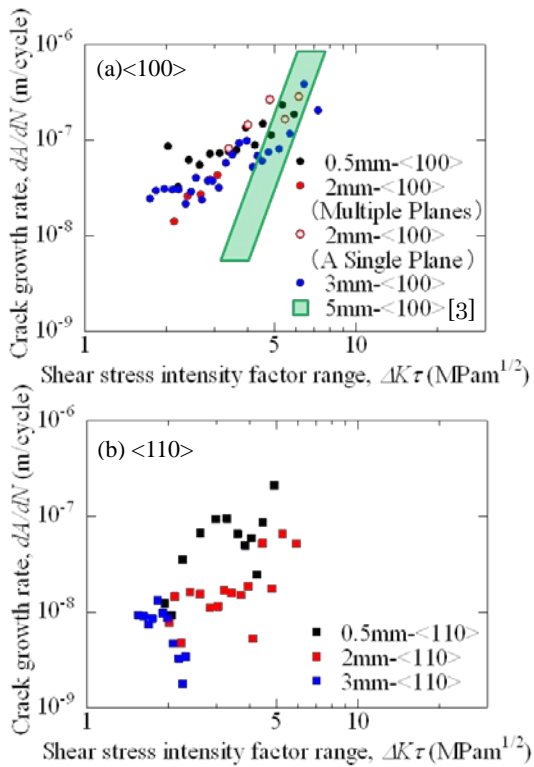


図1 Ni基超合金単結晶材の疲労き裂進展試験の結果。

厚の変化に伴うき裂進展形態の相違に起因すると推測される。同様に、図2(b)を基に<110>試験片のき裂進展速度を比較すると、き裂進展速度は板厚0.5mmの場合で最も大きく、板厚が2mm, 3mmと増加するにつれき裂進展速度は低下した。<110>試験片の場合でも、板厚が0.5mmの試験片の破面は単一のすべり面であったが、板厚が2mm, 3mmと増加するにつれ破面の凹凸はより複雑になっ

た。このことから、<110>試験片においても<100>試験片の場合と同様に、き裂進展速度の板厚依存性は板厚の増加に伴うき裂進展形態の変化が要因であると考えられる。

#### 4-2 一方向凝固材の疲労き裂進展

一方向凝固材の疲労き裂進展試験により得られた破面、き裂進展経路ならびに進展速度を併せて図3に示す。まず、き裂進展経路に着目すると、初期ノッチ先端の結晶粒が負荷方向に対して<100>方位に配向しているDS<100>試験片、ならびに<110>方位に配向しているDS<110>試験片のいずれも、単結晶材と同様に各結晶粒の{111}すべり面に沿ってき裂が進展していることがわかる。また、両試験片のき裂進展速度に着目すると、両試験片とも粒界近傍(図3中の薄い黒色で示す領域)において、き裂進展速度が低下しており、その程度はDS<110>でより顕著なことが分かる。粒界近傍でき裂進展速度が低下した理由としては、き裂先端のすべりが隣接する結晶粒によって阻害されたからだと考えられる。また、その進展速度の低下の度合いは、DS<110>のように進展経路が大きく屈曲した場合により顕著であることから、き裂進展経路の屈曲の程度が進展速度低下の度合いに影響していると推察される。この屈曲の程度には、隣接する結晶粒内の{111}すべり面の幾何学的な位置関係が影響を与えていると考えられるが、今後のより系統的な検討が求められる。

#### 4-3 第I段階疲労き裂に対するFEM解析

前節までに記述した通り、本申請課題で行った室温での疲労き裂進展試験では、単結晶材、一方向凝固材ともに疲労き裂はすべり面に沿った第I段階型のき裂進展挙動を示し

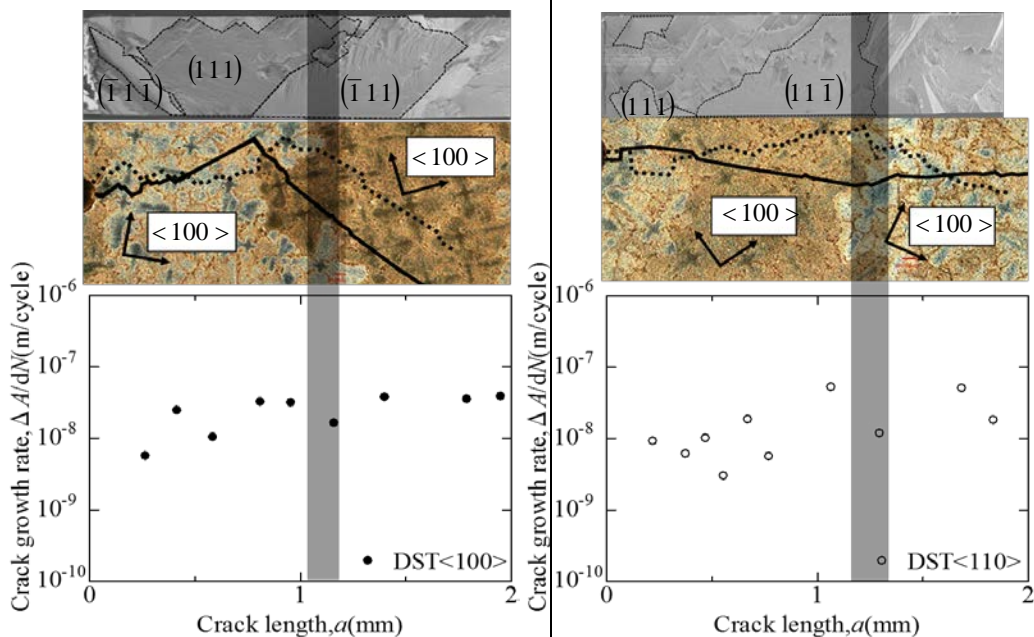


図3 Ni基超合金一方向凝固材の疲労き裂進展試験結果

た。そこで本研究では、実験に用いた小型 CT 試験片を 2 次元有限要素モデルで再現し、結晶方位と試験片板厚がき裂進展挙動に与える影響について弾塑性解析により検討を加えた。

まず、結晶方位の異なるモデルに対し負荷を加え、せん断応力拡大係数を用いて評価を行い、その結果と実際の単結晶 Ni 基超合金を用いた疲労き裂進展試験結果の比較を行った。切欠きから直進したき裂を持つモデルは、解析を行ったすべての場合において屈曲方向のすべり面上のせん断応力拡大係数が大きくなった。また、き裂長さが長くなるに従って、屈曲方向と直進方向のせん断応力拡大係数の差が大きくなった。このことから、き裂長さが長くなるほど、き裂が屈曲しやすくなるという傾向が見られる。<100>モデルと<110>モデルを比較すると、どのき裂長さに対しても<100>モデルのせん断応力拡大係数が大きくなった。これは同じ投影き裂長さを持つ<100>試験片と<110>試験片が存在した場合、<100>試験片の方がき裂進展速度が早くなる可能性が高いことを示しており、その結果は実験結果と定性的に一致している。屈曲したき裂をモデル化して解析を行った結果、屈曲直後の屈曲後実き裂長さ  $a'$  が小さい領域では直進方向のせん断応力拡大係数の方が大きい、屈曲後き裂長さが長くなるにつれて屈曲方向のせん断応力拡大係数が大きくなり、一定の長さに達した時点で直進方向のそれを逆転する。このことから、屈曲後実き裂長さが長くなる時き裂の再屈曲が起きやすくなるという傾向が確認された。

つぎに、板厚の厚い試験片（板厚 5 mm 程度）は平面ひずみ状態、板厚の薄い小型試験片（板厚 0.5 mm 程度）は平面応力状態にあると仮定し、それぞれの応力状態下でのき裂先端のせん断応力拡大係数が結晶方位やき裂長さによりどのような変化をするか比較、検討した。その結果、いずれの条件についても平面応力のせん断応力拡大係数が平面ひずみのせん断応力拡大係数より大きくなっており、き裂進展速度は平面ひずみ状態よりも平面応力状態で大きくなることを意味している。すなわち、標準試験片よりも小型試験片の方がき裂進展速度が速くなることを意味しており、これは実験結果とも定性的に一致した。

以上、本研究課題で得られた成果の特色は、実機材と同程度の厚さを持つ小型サンプルを用い、疲労き裂進展における試験片板厚、結晶粒の方位、結晶粒界の影響を実験的に抽出した点にある。得られた成果は、微視組織的微小き裂の問題に対する新たな洞察を与えるだけでなく、粒や粒界の最適設計を通じた高信頼性材料の設計・開発にも応用が効き、新たな粒界設計工学への学術的新展開が図れると期待される。

## 5. 主な発表論文等

（研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線）

〔雑誌論文〕（計 2 件）

1. Ni 基超合金における第 I 段階疲労き裂進展に関する実験的検討, 阪口基己, 井上裕嗣, 岡崎正和, 日本機械学科論文集, 査読有（投稿済）

2. Fatigue crack propagation in thin-wall superalloys component; Experimental investigation via miniature CT specimen, M. SAKAGUCHI, T. TSURU, M. OKAZAKI Superalloy 2012, (Warrendale, PA; TMS, 2012), pp.431-437, 査読有

〔学会発表〕（計 3 件）

・耐熱超合金の第 I 段階疲労き裂進展についての実験的検討, 阪口基己, 神山大知, 木村俊之, 井上裕嗣, M&M2014 カンファレンス, 福島（2014 年 7 月発表予定）, 査読有

・Ni 基超合金薄肉材の疲労き裂進展に関する実験的検討, 神山大知, 阪口基己, 井上裕嗣, 第 51 回高温強度シンポジウム, 長崎, 2013 年 12 月 5 日

・Roles of plastic and creep strains in the directional coarsening of a Ni-base single crystal superalloy, M. Sakaguchi, M. IKE, M. Okazaki, Plasticity 2013 (2013, Nassau, Bahamas), 2013 年 1 月 9 日, 招待講演, 査読有

〔図書〕（計 0 件）

〔産業財産権〕

○出願状況（計 0 件）

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
出願年月日：  
国内外の別：

○取得状況（計 0 件）

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
取得年月日：  
国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.ichizai.mep.titech.ac.jp/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

氏名：阪口 基己 (Sakaguchi Motoki)

研究者番号：60452083

東京工業大学 理工学研究科 准教授

(2) 研究分担者

( )

研究者番号：

(3) 連携研究者

( )

研究者番号：