

科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成 年 月 日現在

機関番号：14501
研究種目：挑戦的萌芽研究
研究期間：2012～2012
課題番号：24656411
研究課題名（和文） Ni基超合金のクリープ変形におよぼす亜粒界の空間的分布の影響
研究課題名（英文） Effect of geometrical distribution of sub-grain boundaries on creep properties of Ni-based superalloys
研究代表者 田中 克志（TANAKA KATSUSHI） 神戸大学・大学院工学研究科・教授 研究者番号：30236575

研究成果の概要（和文）：

Ni基超合金単結晶合金中にはデンドライト境界に幾何的に要求される転位が存在する。本研究ではクリープ変形におよぼす亜粒界の空間的分布の影響を明らかにした。結晶成長方向（亜粒界伸張方向）に平行、および垂直な方向へ圧縮応力を加えたクリープ試験では、平行方向のクリープの強度は非常に大きく初期クリープ歪も小さかった。また、亜粒界を内部に含まないマイクロ試験片を用いる高温低応力クリープ変形試験の試験装置を開発した。

研究成果の概要（英文）：

Geometrically required dislocations are distributed at sub-grain boundaries that corresponds to interfaces of dendrites grown in Ni-based superalloys. In the present study, we have performed compressive creep tests to observe the development of creep dislocation networks at gamma/gamma-prime interfaces, and of parallel raft structure. When a compressive stress is applied along to the growth direction, the magnitude of primary creep is very small compared with that applied perpendicular to the growth direction. We have constructed a creep testing machine that can use a very small specimen without dislocation networks in it.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,100,000	930,000	4,030,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：超合金，クリープ変形，デンドライト境界，幾何的必要転位，引張圧縮非対称性

1. 研究開始当初の背景

Ni基超合金ではその耐用温度を決定する高温低応力引張クリープではクリープ初期にラフト構造と呼ばれる組織を形成し、クリープ転位の運動を阻害することが知られている。また、弾塑性解析により、ラフト構造の形成にはクリープ転位が大きな役割を果たしていることが明らかになっている。

縦ラフト構造を形成する圧縮クリープの初期クリープ歪が横ラフト構造を形成する引張クリープの10分の1以下と極端に小

さいことが報告されている。クリープ転位が感じるべき駆動力の観点からは、初期クリープ歪量はラフト構造の種類によらず格子不整合の絶対値で決まるべきであり、圧縮クリープで観察される非常に小さな初期クリープ歪を説明することは困難である。その後、他の研究者が行ったNi基超合金の圧縮クリープ試験においても同様な小さな初期クリープ歪が報告されていることが分かった。

Ni基超合金のクリープ変形はこれまでに数え切れないほどの報告があり、その組織変

化過程についてもすでに多くの研究がなされている。言うまでも無く、クリープ変形においてクリープ転位がどのように運動するかは直接クリープ特性を支配するものとして重要である。そのクリープ転位の源として亜粒界が重要であるとされているにもかかわらず、その働きを直接確かめようとした研究は無い。これは、多く研究されている結晶成長方向を応力軸とする横ラフト構造を形成する合金では、亜粒界からデンドライト内部へ均等に転位が侵入できる状態にあると考えられ、この状態は亜粒界の空間的分布が最も目立たない状態であるので亜粒界の空間的分布が意識されることは無かったと考えられる。耐熱材料では1%のクリープ歪が耐用時間の一つの目安になることを考えると、0.4%近い初期クリープ歪が亜粒界の幾何配置を考慮して使用することで小さな初期クリープ歪になるならば非常に大きなクリープ特性の向上をもたらすものであり、このような小さな初期クリープ歪となる条件を知ることが重要である。

2. 研究の目的

縦ラフト構造生成の条件下で、亜粒界の分布とラフト構造の幾何学的方位関係を変えたクリープ試験を行い、クリープ転移源としての亜粒界の空間的分布がクリープ特性に与える影響を明らかにする。また、微小試験片を用いることで亜粒界を含まない場合のクリープ特性も明らかにする。

3. 研究の方法

一般に広く行われているクリープ試験では、引っ張り応力下で横ラフトを形成させる。しかしながら、亜粒界の空間分布と応力負荷時における転位の張り出し方向の関係を考慮すると、圧縮応力下で縦ラフトを形成させた場合、結晶成長方向と平行に応力が負荷された場合は転位は亜粒界近傍にとどまることが予想されるため、亜粒界の空間分布の影響をより明確に示すことができる。また、結晶成長方向に垂直な $\langle 100 \rangle$ 方向を応力軸とするため、あまり大きな試料を得ることができないが、この問題も圧縮クリープ試験とすることで解決できる。ここでは亜粒界の伸張方向と応力負荷方向との関連を明らかにするために、応力負荷方向として結晶学的には等価な $\langle 100 \rangle$ 方向であっても結晶成長方向に平行であるか垂直であるかを分けてクリープ試験を行う。

熱処理後試料、クリープ試験片、クリープ中断試験片についてSEMによる内部組織観察を行う。ここではラフト化の進行の程度について亜粒界の位置との関係を中心に観察する。ラフト化の程度を研究代表者らが提唱しているフーリエ変換によるSEM像の

画像解析で定量化し、ラフト化がどこから進行していくのかを明らかにする。これによって亜粒界から侵入するクリープ転位の動きと内部組織変化との対応を明らかにする。

4. 研究成果

クリープ試験を行った結果、図1に示すように応力を結晶成長方向に対して垂直な方向に加えた場合には大きな初期クリープ歪を示すのに対して、同じ大きさの応力を結晶成長方向に対して平行に加えた場合には非常に小さな初期クリープ歪しか示さなかった。この結果はこれまで断片的に報告されてきた結果と一致するものである。このような初期クリープ歪の大きさの違いを明らかにするために試料中でどのようにクリープ変形が進行しているかについて考察を行った。

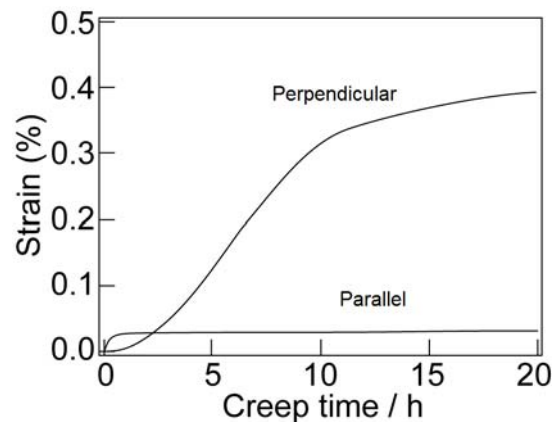


図1 引張クリープと圧縮クリープの比較

応力が負荷されたときにクリープ転位を感じる試料内部で受ける応力は、加えた外部応力に γ 相と γ' 相の格子定数の違いからくる整合歪を生み出す内部応力を加えたものである。また、その内部応力の平均的な大きさは γ 相のクリープ変形量の関数として表すことができる。その依存性は γ 相の eigen 歪を

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{\text{eff}}^* = \begin{pmatrix} \varepsilon_0 - \frac{a_\gamma}{a_{\gamma'}} \frac{\varepsilon_p}{2} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_0 - \frac{a_\gamma}{a_{\gamma'}} \frac{\varepsilon_p}{2} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_0 + \frac{a_\gamma}{a_{\gamma'}} \varepsilon_p \end{pmatrix}$$

のように表すことで表現できる。ここで ε_p は γ 相のクリープ変形歪であり、 a_γ 、 $a_{\gamma'}$ はそれぞれ γ 相、 γ' 相の格子定数、 ε_0 は格子定数ミスフィットである。

そのクリープ転位に働く実効力を計算すると図2のようになる。この計算では γ 相のみがクリープ変形し、かつ γ 相は均一にクリ

一変形することを仮定している。図2中の実効応力が0となる γ 相のクリープ歪量は、 γ 相の体積率(約 0.45)を考慮した時に図1の引張クリープ時の初期クリープ歪量と良い一致を示す。このことは応力負荷方向が結晶成長方向と垂直な場合は図2の計算に用いた仮定、すなわち γ 相が均一にクリープ変形し、それによって変化する内部応力によってクリープ変形が抑えられるモデルが現実を良く表していることを示している。一方、応力軸方向が結晶成長方向に平行な場合の圧縮クリープにおける非常に小さい初期クリープの実験値を説明するためには、図2の計算で用いた試料全体が均一に変形するようなクリープ歪を仮定することが間違いであり、初期クリープ変形は試料内の限られたごく一部の領域で起こっていると考える必要がある。

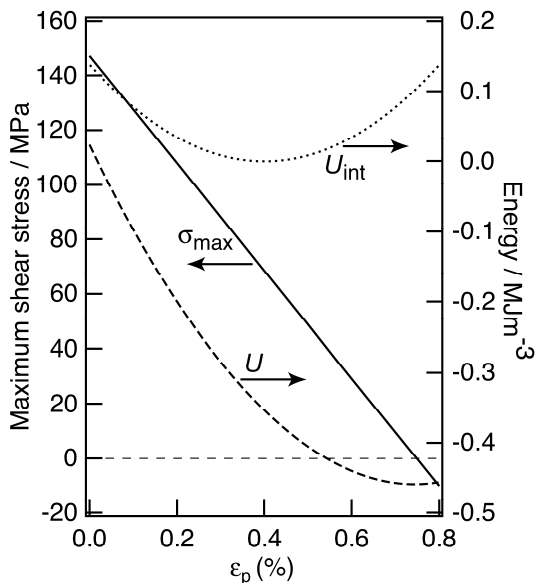


図2 クリープ転位に働く実効応力、内部弾性エネルギー、全エネルギーと γ 相の塑性変形量の関係

このような実験事実はクリープ転位の源となるデンドライト境界に位置する幾何学的必要転位網の分布に強く影響を受けていると考えられる。内部応力場の分布を考慮すると、圧縮クリープにおいてはクリープ転位は圧縮応力方向に平行な γ 相チャンネルに沿って移動することができるが、圧縮応力に垂直な方向へは移動することが困難である。このような内部応力の下ではデンドライト境界の幾何的配置がクリープ転位の試料中への侵入形態に大きな影響を及ぼすことが考えられる。すなわち図3のように亜粒界が応力負荷方向に平行に分布する場合、そこから発生するクリープ転位は亜粒界に沿った

移動を強いられ、試料内部に侵入することは困難となる。そのため、応力負荷時にくりー王変形が局所的な領域のみで起こり、そこで局所的な内部応力場によってクリープ変形が抑えられた結果、初期クリープ量が小さくなったと考えられる。

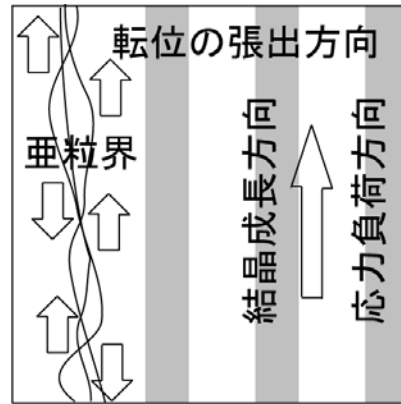


図3 デンドライト境界の亜粒界から発生するクリープ転位の異動形態の模式図

以上のような考察によって、圧縮クリープ時の応力負荷方向と結晶成長方向の幾何的方位の違いによる初期クリープ量の違いを説明することができた。同じ温度と応力、同じ組成の材料を用いてもクリープ変形量が異なることは特筆すべきものである。なぜならば、小さな初期クリープ量は実用的にはその価値が高いからである。すなわち、同じ材料を用いても、同じ温度と応力下で、あるクリープ変形量に到達するまでにより長時間を要するようになると考えられる。このことは新たな材料を開発することなく、実質的に長いクリープ寿命を得ることに相当し、大きな経済効果が期待できるからである。本研究では圧縮クリープにおける初期クリープ変形量の違いを明らかにしたが、同様な幾何的配置の違いによる効果は引張クリープにおいても生じることが期待される。ただし、この結晶成長方向との方位関係が明確に示されるのはいわゆる縦ラフト構造をつくるような状態であるため、引張クリープで同様な内部応力場を発生させるためには、いわゆる格子定数ミスフィットを正にする材料設計が必要となる。現在広く用いられている材料は格子定数ミスフィットが負のものばかりであるので、今後この方針に従った新たな材料開発を進める必要があると考えられる。

本研究では内部にデンドライト境界を含まないような微小試験片を用いることができる微小クリープ試験機の開発も行った。現在までの実験では特別変わった結果は得られていないが、今後実験を進めていくことで、クリープ変形に及ぼす亜粒界の影響をより明らかにしていくことができると考えている。

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)

[その他]
ホームページ等
<http://mm4.scitec.kobe-u.ac.jp/>

6. 研究組織
(1) 研究代表者
田中 克志 (TANAKA KATSUSHI)
神戸大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号：30236575