

機関番号：14401

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2008～2010

課題番号：20560074

研究課題名(和文) 一方向凝固超合金の真空中における下限界近傍高温疲労き裂進展特性と破面の定量評価

研究課題名(英文) Near-Threshold Fatigue Crack Growth Characteristics and Quantitative Evaluation of Relevant Fracture Surface of Directionally Solidified Superalloy in a Vacuum at Elevated Temperatures

研究代表者

辻 昌宏 (TSUJI MASAHIRO)

大阪大学・工学研究科・助教

研究者番号：10132630

研究成果の概要(和文)：一方向凝固 Ni 基超合金を用いて、真空中および大気中環境下における下限界近傍高温疲労き裂進展試験を行った。 $K_{max}$  上昇により、「見かけの下限界」挙動が発生し、それ以下のき裂進展挙動には、温度、荷重周波数、および荷重波形依存性を持つことが解った。試験後の破面の観察を AFM を用いて行った。観察された高温疲労破面に対して、フラクタル次元に基づく破面の定量的評価を行い、真空中では、 $K_{max}$  が大きくなるにつれフラクタル次元も大きくなること解った。

研究成果の概要(英文)：Fatigue crack growth experiments in the near-threshold region were conducted in a vacuum and in the air for directionally solidified Ni-based superalloy at elevated temperature. The so-called “apparent threshold” behavior occurred by  $K_{max}$  increased, and it was found that the crack growth behaviors below that had the temperature, loading frequency, and loading waveform dependences. Observations of fracture surfaces after those experiments were made by AFM. Fractal analysis was applied to the data and quantitative evaluations for those fracture surfaces were attempted. It was found that fractal dimensions increased as  $K_{max}$  increased in a vacuum.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	2,000,000	600,000	2,600,000
2009年度	800,000	240,000	1,040,000
2010年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			
年度			
総計	3,600,000	1,080,000	4,680,000

研究分野：機械工学

科研費の分科・細目：機械材料・材料力学

キーワード：高温疲労，下限界，見かけの下限界，真空中，破壊力学，破面解析，一方向凝固超合金。

## 1. 研究開始当初の背景

大型構造物の寿命延伸，余寿命評価，あるいは寿命管理による結果としての余寿命延伸が，世界的にも緊急で重要な課題となってきた。そのため，寿命評価で検討すべき主要

な項目である疲労強度評価がより重要になってきた。また、「省エネ」という言葉を聞かない日は無い昨今，その対策の観点からも，例えば，ガスタービンでは入口ガス温度が益々高温になってきている。そのため，高

温疲労強度のすぐれた耐熱合金が開発され  
実用化されつつある。しかし、それらの開発  
に材料評価、すなわち高温における疲労き裂  
の進展挙動の把握が追いついていないのが  
現状である。ジェット旅客機の、一方向凝固  
ニッケル基超合金(DS 合金)が使用されてい  
たエンジンのタービン翼が破壊した事故が  
幾つか報告されているが、これらの事故例を  
鑑みても、この材料の高温疲労下限界特性を  
十分研究し把握する必要があることは明白  
である。また、NHK 特集で本種と同様のター  
ビン材が取り上げられ、その急務性が広く一  
般にも訴えられた。

ニッケル基超合金は、対高温材料として開  
発されたものであり、単結晶材に関する研究  
が行われた。しかし、単結晶では、大きな部  
材を作成するのは非常に困難である。従って、  
注目されてきたのは、多結晶一方向凝固材で  
ある。また、ニッケル基超合金は、結晶中の  
デンドライト組織に大きな影響を受けるため、  
その方向と高温疲労き裂の進展経路や進展  
速度に関する研究が行われたが、下限界近  
傍の挙動に関する研究は行われていない。さ  
らに、高温条件下では、酸化膜が形成され、  
これがき裂進展に影響を与えることは、定性  
的に示されているが、より精度の良い評価を  
行うには、酸化膜が存在しない真空環境中  
での基材の真の挙動を捕らえる必要がある。

また、上記事故を鑑みても、その解析が必  
ず必要である。事故解析には、破面の様相を  
定量化し比較的容易に破面解析が行える一  
つの評価方法として、フラクタル解析が提唱  
されている。

## 2. 研究の目的

多結晶一方向凝固ニッケル基超合金に対  
し、下限界近傍の高温疲労き裂進展実験を真  
空中および大気中で行い、それらのき裂進展  
速度および下限界値、あるいは、「見かけの  
下限界」値を、真空中および大気中で互いに  
比較・検討し、さらに、温度、荷重周波数、  
および荷重波形を変化させることにより、本  
材料の下限界近傍における高温疲労き裂進展  
特性、およびそれらに及ぼす酸化膜の影響  
等を明らかにする。

また、実験を行った後の試験片破面のフラ  
クタル解析等を実施することにより、破面の  
定量評価を行い、結晶方位・構造、雰囲気  
すなわち主に酸化膜による不可逆変形、およ  
び荷重変動等のフラクタル次元等に及ぼす影  
響を明らかにし、事故解析の基本となるデー  
タベースの構築をめざす。

## 3. 研究の方法

多結晶一方向凝固ニッケル基超合金  
MGA1400 に対し、荷重履歴の影響が小さい  
 $K_{max}$  一定  $\Delta K$  漸減試験法を用い、真空中およ

び大気中で下限界近傍の高温疲労き裂進展  
試験を行った。また、き裂進展が下限界に達  
したと思われた後に、 $\Delta K$  を保持した状態で  
 $K_{max}$  のみを上昇させた。 $K_{max}$  上昇後その  
 $K_{max}$  を一定に保ち、 $\Delta K$  漸減試験を行った。なお、  
初期応力比  $R$  は 0.5 以上、真空中試験におい  
ては真空度を  $5.0 \times 10^{-5}$  MPa 以上に保った。そ  
れらのき裂進展速度および下限界値、あるい  
は、上記の高温特有の現象である「見かけの  
下限界」からのき裂の再進展挙動が発生する  
場合には、その「見かけの下限界」値を真  
空中および大気中で互いに比較・検討するこ  
とにより、酸化膜のそれらに及ぼす影響を明  
らかにすることを試みた。

さらに、き裂進展挙動の温度依存性、荷重  
周波数依存性、および荷重波形依存性を調べ  
るため、実験温度を  $800^{\circ}\text{C}$ 、 $850^{\circ}\text{C}$ 、および  
 $900^{\circ}\text{C}$ 、と順次変更して実験を行った。荷重  
周波数は、3 Hz および 30 Hz の二種類を  
用いた。また、高温クリープ・疲労の分野で  
よく使用されている荷重波形を応用した CP  
(上鋸波形) および PC (下鋸波形) 波形  
の場合の比較を、真空中および大気中の実験  
に対して行い、また、それら荷重波形相互の  
結果を比較・検討した。

実験後の試験片を、常温大気中で破面を打  
たないように高応力比  $R$  で破断させ、その破  
面および試験片側面を、原子間力顕微鏡  
(AFM) およびデジタルスコープを用いて観  
察することにより、き裂の再溶着、転位の破  
面への放出、あるいは酸化膜によるそれらの  
阻止の状況を調べた。それらにより、き裂進  
展速度、下限界値、および周波数依存性に及  
ぼす酸化膜の影響を、より明確にすることを  
試みた。

また、AFM の観察結果のデータを用いて、  
フラクタル解析を行った。その方法としては、  
最も一般的な Box Counting 法を用いた。

次に、比較として結晶制御がなされてい  
ない普通鋳造超合金(CC 合金)に対しても同様  
の実験を行い、DS 合金に対する実験から得ら  
れた値と CC 合金のそれらとを互いに比較・  
検討することにより、本超合金の下限界挙動  
の解明に重要な因子である結晶方位・構造、  
粒界のき裂進展阻止挙動、および酸化膜によ  
る不可逆変形の下限界近傍高温疲労き裂進  
展特性に及ぼす影響を明らかにすることを  
試みた。

## 4. 研究成果

一例として、DS 材の真空中  $900^{\circ}\text{C}$  におけ  
る実験から得られた  $\Delta K$  とき裂進展速度  $da/dN$   
との関係を、図 1 に示す。図 1 中に示すよ  
うに、再進展現象が発生している。 $800^{\circ}\text{C}$  の場  
合には再進展現象がほぼ発生しなかった。こ  
のことから、再進展挙動の温度依存性が存在  
することがわかった。

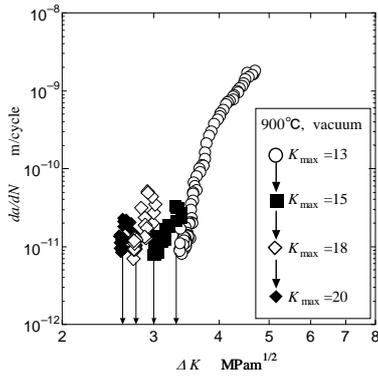


図1 き裂進展特性(DS材：真空中900°C)

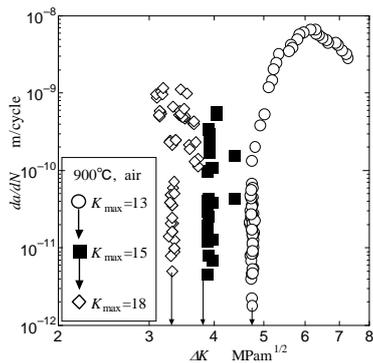


図2 き裂進展特性(DS材：大気中900°C)

図2にDS材の大気中900°Cにおける実験から得られた $\Delta K$ とき裂進展速度 $da/dN$ との関係を示す。大気中では、 $K_{max}$ を上昇させた場合に、真空中に比較して十分なき裂の再進展が認められた。また、「見かけの下限界」値 $\Delta K_{th}$ も、真空中に比較して大気中のほうが大きくなっている。これは、酸化膜の影響であると考えられる。すなわち、大気中ではき裂が進展した場合、即座にその破面は酸化する。この酸化膜がき裂の進展を阻止していると考えられる。 $K_{max}$ 上昇時にその酸化膜が破壊され、再度、急激にき裂が進展するものと考えられる。

CC材の大気中900°Cにおける実験から得られた $\Delta K$ とき裂進展速度 $da/dN$ との関係を、

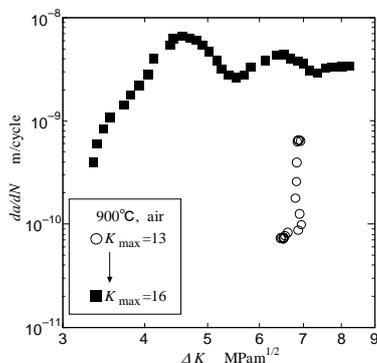


図3 き裂進展特性(CC材：大気中900°C)

図3に示す。図中においては、クリープの影響が顕著に認められ、 $K_{max}=13\text{MPam}^{1/2}$ 、 $\Delta K=6.5\text{MPam}^{1/2}$ 付近で「見かけの下限界」の様相を呈したが、き裂が停止することはなかった。また、 $K_{max}$ を上昇させることによる、き裂の再進展が認められた。

大気中900°Cにおける、CC材およびDS材のそれぞれの結果である図3および図2において、両者の違いは顕著に現れている。 $K_{max}=13(\text{MPam}^{1/2})$ の場合において比較を行うと、DS材は $\Delta K=4.8(\text{MPam}^{1/2})$ 付近で「みかけの下限界」に達しているが、CC材では $\Delta K=7(\text{MPam}^{1/2})$ 付近からき裂進展速度が急激に減少し、 $\Delta K=6.5(\text{MPam}^{1/2})$ 付近で「見かけの下限界」に達していると考えられる。この $K_{max}$ 値の場合には、 $\Delta K_{th}$ はDS材よりもCC材の方が高いことが確認できた。しかしながら、CC材においては、 $K_{max}=16(\text{MPam}^{1/2})$ に上昇させたところ、き裂が急激に進展し、破断したのに対し、 $K_{max}$ 値は異なるが、DS材にはき裂の再進展が認められたものの、その後停止した。このことから、900°Cにおいては、DS材の方が高温疲労強度に優れていることが確認できる。

なお、CC材の真空中における実験は、行うことが出来なかった。

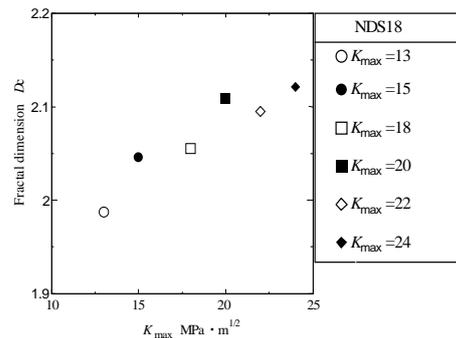


図4 立法BC方によるフラクタル次元(DS材：真空中、850°C)

850°Cにおいて真空中高温疲労き裂進展試験を行った後の試験片に対し、AFMを用いて破面形状を観察した後、その高さデータに、立方B.C.法を適用することにより、疲労き裂破面の評価を行った。AFMによる破面計測の走査範囲は60000(nm)×60000(nm)とした。解析結果を図4に示す。得られたフラクタル次元は1.98~2.12となっており、 $K_{max}$ が大きくなるにつれフラクタル次元も大きくなる傾向が認められた。

DS材に対する高温疲労き裂進展挙動の荷重周波数依存性を調べる実験を行った結果の例を図5に示す。図5は、大気中900°Cでの試験の結果における、繰返し数 $N$ とき裂進展速度 $da/dN$ との関係を示す。図からわかるように、荷重周波数が $f=30\text{Hz}$ と $f=3\text{Hz}$ の場

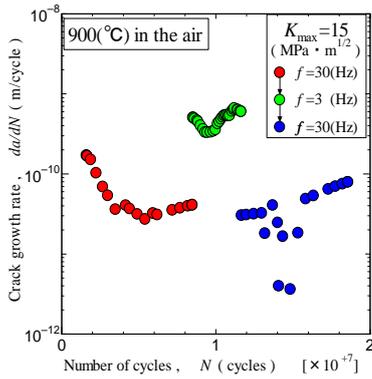


図5 繰返し数とき裂進展速度との関係 (DS材：大気中900°C)

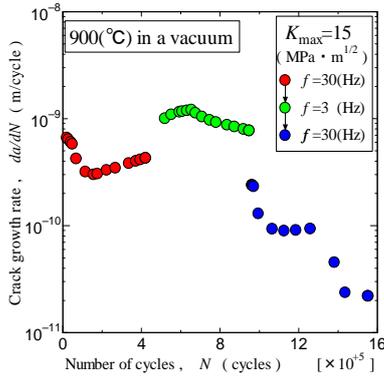


図6 繰返し数とき裂進展速度との関係 (DS材：真空中900°C)

合で、大きく進展速度が異なっている。したがって、荷重周波数依存性が認められ、時間依存型き裂進展挙動が支配的であると考えられる。また、図6に示すように真空中900°Cにおいても、異なる荷重周波数間において、進展速度が異なっている。したがって、900°Cにおいては、真空中の場合も大気中と同様に荷重周波数依存性が認められ、時間依存型き裂進展挙動が支配的であると考えられる。

なお、真空中800°Cおよび850°Cにおけるき裂進展挙動には明瞭な荷重周波数依存性は認められなかった。したがって、その環境下では、繰返し数依存型き裂進展挙動が支配的であると考えられる。荷重周波数依存性について得られた成果を以下にまとめる。

大気中800°C、850°C、900°Cおよび真空中900°Cにおけるき裂進展挙動には荷重周波数依存性が認められたため、時間依存型き裂進展挙動が支配的であると考えられる。一方、真空中800°Cおよび850°Cにおけるき裂進展挙動には明瞭な繰返し速度依存性は認められず、繰返し数依存型き裂進展挙動が支配的であると考えられる。真空中900°Cにおいては繰返し速度依存性が認められたため、高温であるほど繰返し速度依存性の影響は大きくなり、クリープの影響の程度の差が

荷重周波数依存性に影響を与えていると考えられる。

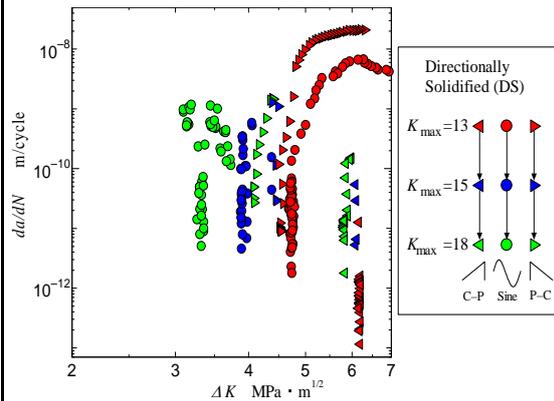


図7 き裂進展特性 (DS材：大気中900°C)

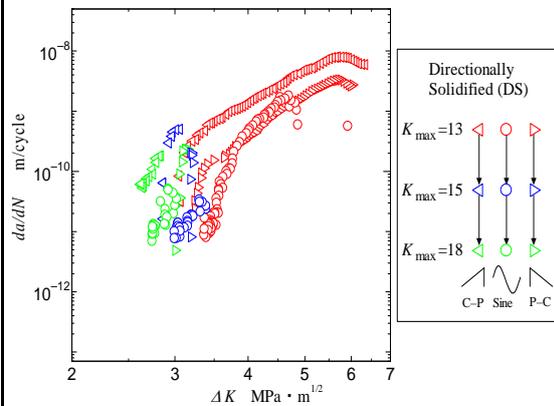


図8 き裂進展特性 (DS材：真空中900°C)

DS材に対する高温疲労き裂進展挙動の荷重波形依存性について調べた結果を図7および図8に示す。荷重波形としては、CP(上鋸)およびPC(下鋸)荷重波形の二種類を用いた。

図7より、大気中900°Cにおいては、CP波形荷重を負荷した場合、き裂進展がほとんど認められない。一方PC波形荷重を負荷した場合には、き裂の進展が認められた。したがって、図7中に示すように、き裂進展速度 $da/dN$ は、PC波形で行った試験の方が大きな値をとっている。CP波形においてき裂進展がほとんど認められなかったのは、CP波形では、負荷過程が、PC波形に比べて長時間となるため、酸化膜の付着が容易となり、き裂進展が阻害されたことが考えられる。

図8中に示すように、真空中900°Cにおいては、大気中900°Cにおける結果とは異なり、両方の波形においてき裂進展が認められる。また図8中において、 $K_{max}=13 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ に対応する $da/dN$ を比較すると、CP波形で荷重を負荷した場合の $da/dN$ の方がPC波形で荷重を負荷した場合の $da/dN$ よりも大きいことがわかる。大気中の結果とは異なり、CP波形の方が $da/dN$ が大きくなっているのは、酸

化膜の影響が小さく、また、CP 波形によるクリープの影響によるものと考えられる。

以上より、大気中および真空中 900°Cにおけるき裂進展挙動には明らかな荷重波形依存性が存在することがわかった。

#### 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小谷 昌弘, 松本 光右, 浅井 康司, 辻昌宏, 久保 司郎, 「ニッケル基超合金材の下限界近傍における大気中および真空中高温疲労き裂進展挙動の荷重波形依存性とその破面」, 日本機械学会M&M 2 0 1 1 材料力学カンファレンスCD-ROM論文集, 査読無, CD-ROM (2011)Paper No.505 (掲載可).

②小谷 昌弘, 佐藤 充朗, 久保 司郎, 辻昌宏, 「真空中および大気中におけるニッケル基超合金の下限界近傍高温疲労き裂進展挙動の繰り返し速度依存性」, 日本機械学会 M & M 2 0 1 0 材料力学カンファレンス CD-ROM論文集, 査読無, CD-ROM No.10-9 (2010)Paper No.1103.

[学会発表] (計 4 件)

①小谷 昌弘, 辻昌宏, 久保 司郎, 「Ni 基超合金材の大気中および真空中における下限界近傍の高温疲労き裂進展挙動の荷重波形依存性」, 日本機械学会関西支部第 86 期定時総会講演会講演論文集, No.114-1, 2011.3.19, p.6-7. 京都市.

②小谷 昌弘, 佐藤 充朗, 辻昌宏, 久保司郎, 「Ni 基超合金材の大気中および真空中における下限界近傍の高温疲労き裂進展挙動の周波数依存性」, 日本材料学会関西支部第5回若手シンポジウム, 2010.12.10. 神戸市.

③佐藤 充朗, 小谷 昌弘, 辻昌宏, 久保司郎, 「Ni 基超合金材の大気中および真空中における下限界近傍の高温疲労き裂進展挙動の周波数依存性」, 日本機械学会関西支部第85期定時総会講演会講演論文集, No.104-1, 2010.3.17, p.3-31. 神戸市.

④山下 敦史, 佐藤 充朗, 辻昌宏, 久保司郎, 「ニッケル基超合金の真空中および大気中における高温疲労き裂進展挙動」, 日本機械学会M&M 2 0 0 8 材料力学カンファレンスCD-ROM論文集, CD-ROM No.08-6 (2008) 9.16, Paper No.306. 滋賀県草津市.

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

辻昌宏 (TSUJI MASHIRO)  
大阪大学・工学研究科・助教

研究者番号：10132630

##### (2) 研究分担者

久保 司郎 (KUBO SHIRO)  
大阪大学・工学研究科・教授  
研究者番号：20107139