

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24年6月5日現在

機関番号：82110

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2010～2011

課題番号：22760549

研究課題名（和文） ニッケル基単結晶超合金の高温化クリープその場観測

研究課題名（英文） In situ evaluation of high temperature creep deformation behavior of single-crystal nickel-based superalloy

研究代表者

塩田 佳徳（SHIOTA YOSHINORI）

独立行政法人日本原子力研究開発機構・量子ビーム応用研究部門・博士研究員

研究者番号：90556010

研究成果の概要（和文）：クリープ変形にともなうニッケル基単結晶超合金の結晶方位の位置分布が中性子回折によって評価された。局所結晶回転と結晶方位の広がりがクリープ時間ともない増加した。合金の破断は局所結晶回転のある場所の近くで生じたことから、局所結晶回転は破断前の損傷位置を特定することに利用することができる。損傷位置特定の可能性を非破壊測定の間空間マッピングが容易である中性子回折によって示した。

研究成果の概要（英文）：The positional distribution of crystallographic orientation in single-crystal nickel-base super-alloy specimens with creep deformation was evaluated by neutron diffraction. The local crystal rotation and the broadening of crystallographic orientation increased gradually with the creep time. The local crystal rotation can be used to specify the damage location before rupture, because the rupture of alloy was generated near the place with local crystal rotation. The possibility in a localization of damage was shown by neutron diffraction that the spatial mapping of the nondestructive measurement was able to be facilitated.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	3,100,000	930,000	4,030,000
2011年度	100,000	30,000	130,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,200,000	960,000	4,160,000

研究分野：量子ビームを利用した材料研究

科研費の分科・細目：材料工学、構造・機能材料

キーワード：高温材料、量子ビーム科学

1. 研究開始当初の背景

ニッケル基単結晶超合金は高温下で優れたクリープ抵抗を有することから、飛行機や発電用タービンのブレード部材に使用されている。タービンエンジン内部は高温と回転

応力という過酷な環境下になるため、ブレードの予期せぬ破損が起こる事がある。ブレード破損に起因する機器の故障は、人命および経済的損失と直結するため、損傷の非破壊評価技術が必要とされている。特に破壊の起点となる材料内部の局所的変形について解明

する必要がある。

2. 研究の目的

タービンブレードの使用状況を考慮した場合、材料に与えられる影響は高温下で一定応力を負荷し続けた状態、高温クリープ変形に相当する。本研究では、タービンブレードの母材である Ni 基単結晶超合金の高温下クリープ変形中のその場観察を中性子回折によって行い、材料の損傷過程における結晶方位の回転および歪みを調査する。タービンブレードの損傷箇所、損傷状況を判別可能となる測定技術のための知見を得る。

3. 研究の方法

(1) 実験試料として Ni 基単結晶超合金 CMSX4 を単結晶化処理(鋳造と熱処理)、結晶方位に沿った試験片加工により準備した。また、いくつかの試料にクリープ加速試験を施し、その試験中断材を実験試料に用いた。

(2) 作製した Ni 基単結晶超合金について回折実験を行い、クリープ損傷時に起こる局所的な結晶回転及び材料中の相間の歪みを評価した。また、中性子回折装置に引張試験機と加熱装置を取り付け、高温クリープ下にてその場での中性子回折実験を行った。

(3) クリープ中断材の金属組織と結晶方位の分布を SEM による組織観察と EBSD 解析による方位解析によって調べた。

4. 研究成果

(1) クリープ変形量の異なるニッケル基単結晶超合金の試験片について、材料内の結晶方位分布を回折実験によって調べた。その結果、クリープ変形初期には見られなかった局所的な結晶方位の変化がクリープ変形後の試験片に見られた。また、試験片を多方向から測定する事によって局所的な結晶方位の変化は螺旋状である事がわかり、fcc 主すべり変形の蓄積により引き起こされた結晶回転と考えられた。図 1 に合金局所に観察された結晶方位の変化を初期の結晶方位からの変化角(球面角)と結晶方位の広がり幅(回折ロック幅)として示す。局所的な結晶方位の変化はクリープ変形量が増加するに従って顕著に見られ、破断材ではこの部位を起点として破断していることが観察された。クリープ試験中断材について EBSD 解析を

行った。ラフト構造が崩壊し粗粒化した後の材料組織サイズでも $1\mu\text{m}$ 程度であるために鮮明な方位解析結果は得られなかったが、結晶方位の材料内分布は中性子回折で得られた結果と同様であり、これまでの測定結果の妥当性を示した。結晶方位分布を中性子回折で測定することで、局所的な結晶方位の変化と広がりを損傷の指標とし非破壊で損傷を評価することが可能である。

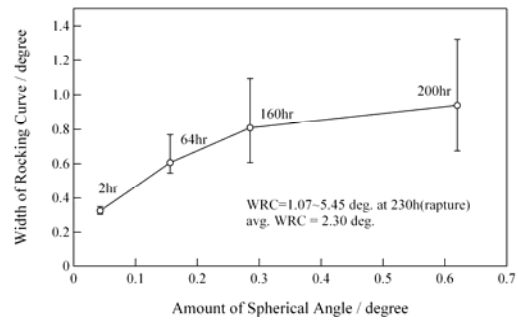


図 1 クリープ変形に伴う Ni 合金局所の球面角(横軸)と回折ロック幅(縦軸)

(2) タービン母材である Ni 基単結晶超合金の高温下クリープ変形中のその場観察を白色中性子回折によって行い、材料の損傷過程における結晶方位変化および格子ミスフィットについて応力軸とその垂直軸の材料内分布を調査した。 γ - γ' 格子ミスフィットはラフト構造の形成と崩壊の起こる 1 次クリープ、3 次クリープ域で顕著な緩和があり、特に母相である γ 相の格子定数の差で応力軸とその垂直軸に異方性が見られることが分かった。

(3) 非破壊かつ損傷の起点となるミクロな現象を定量観察する方法として X 線や中性子線回折が挙げられ、特に中性子線が有用と考えられる。X 線に比べ透過能の良い中性子線を利用した測定は実用されているタービンブレードの耐酸化コーティングを透過して内部材料に関して非破壊かつ空間分解能をもった情報を得ることが可能である。空間分解能をもつ測定は、破壊の起点となる損傷が部材中のどこで発生するかを特定可能にするという意味で重要である。本研究で得られた結晶方位変化も空間分布測定により初めて得られた結果である。また、空間分解能のある測定は損傷メカニズムを理解する上で新たな情報を与える可能性がある。ミスフィットひずみはラフト構造の形成と崩壊のパラメータとして従来から着目されてきたが、2 次クリープ変形中の変化が少ないこ

とから、クリープ損傷を定量評価する事は難しいと考えられていた。中性子回折で結晶方位と格子ミスフィットの材料内分布を同時に測定したところ、すべり変形の蓄積の結果として起こる局所的な結晶方位変化のある部位で格子ミスフィットに増減があり、両測定を行うことで材料内の変形部位と変形量定量化の可能性が示唆された。今後、ブレード材の非破壊損傷測定のために、さまざまな材種において材料内分布測定の系統的な研究が望まれる。

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)

[学会発表] (計2件)

- ① 塩田佳徳、Creep damage evaluation of single-crystal nickel-base super alloy on positional distribution of crystallographic orientation、1st Asia-Oceania Conference on Neutron Scattering、2011年11月22日、つくば国際会議場 (茨城県)
- ② 塩田佳徳、中性子回折による Ni 基単結晶超合金の高温クリープ変形後の損傷分布測定、日本中性子科学会、2010年12月11日、片平さくらホール (東北大学)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

塩田 佳徳 (SHIOTA YOSHINORI)
独立行政法人日本原子力研究開発機構・量子ビーム応用研究部門・博士研究員
研究者番号：90556010

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし