

Ni 基超合金のクリープ、疲労損傷の非破壊評価法の基礎検討

Basic Study of Non-destructive Evaluation of Creep or Fatigue Damage of Ni-based Superalloy

東北大学大学院工学研究科 赤星 国晃 Kuniaki AKAHOSHI Student Member
東北大学大学院工学研究科 鈴木 研 Ken SUZUKI Member
東北大学大学院工学研究科 三浦 英生 Hideo MIURA Member

In order to assure the reliability of advanced gas turbine systems, it is very important to evaluate the damage of high temperature materials such as Ni-based superalloys under creep and fatigue conditions quantitatively. The refractive index of the gamma-prime phase was found to be smaller than that of the gamma phase in the Ni-based superalloy, when the wavelength of an irradiated laser beam is shorter than 500 nm. Therefore, it is possible to evaluate the creep damage of this material quantitatively and non-destructively by observing the change of the microstructure (rafting) using a scanning laser microscope.

Keywords: Non-destructive Evaluation, Creep, Fatigue, Ni-based Superalloy, Scanning Laser Microscope

1. 緒言

ガスタービン高温部材の中でも特に過酷な環境下で使用されるガスタービン動翼材の経年劣化には、クリープや疲労が挙げられる。一方向凝固 Ni 基超合金 CM247LC におけるクリープ損傷の支配的因子は、材料表面に形成された窒化アルミニウム (AlN)、および材料内部の粒界上に析出・粗大化した炭化物、粒界上の共晶 γ/γ' 相界面等において発生したき裂の成長であると考えられている。材料の寿命消費率が 50% を過ぎたあたりから、クリープ損傷の進行に伴い発生するキャビティの密度がわずかに増加し始め、80% 以降においては急激に増加することが明らかになっている。このキャビティ密度の増加が寿命後期における急激な変形量の増加に関与し、破壊の支配的因子であると考えられる。

60%を超えるような非常に高い体積率の γ' 相を有する Ni 基超合金として CM247LC が使用されている。本合金は他の Ni 基超合金と同様に析出強化型合金である。母相である γ 相中に析出強化相である γ' 相が微細に分散された構造となることで耐熱特性の向上が図られている。この合金をクリープ時効させると、新材時において立方体状に整然と析出していた γ' 相が、応力負荷方向とは垂直方向に互いに連なる現象が観察される。この現象は Raft 化 (Rafting) と呼ばれ、応力軸に

対して垂直方向に形成される (図 1 参照)。この Raft 化が、転位の上昇運動を抑制しクリープ特性向上 (変形抵抗の増加) に寄与すると考えられてきた微細分散構造を破壊し、粒内き裂の進展が容易となるため急激にクリープ損傷が進行するものと考えられている^{1), 2)}。実際にこの Raft 化が生じた試料では、き裂の進展経路が結晶粒界から結晶粒内へと明確に変化していることが確認されている。このクリープ損傷の進行過程において、分散された γ' 相、 γ' 相の寸法が粗大化、層状化することから、この各組織の代表寸法変化を測定することができれば、クリープ損傷の進行度合いを定量的に評価できる見通しも得られている³⁾。したがって、この微細組織変化を非破壊・非接触で測定することができれば、実機における損傷の進行を評価することができる。

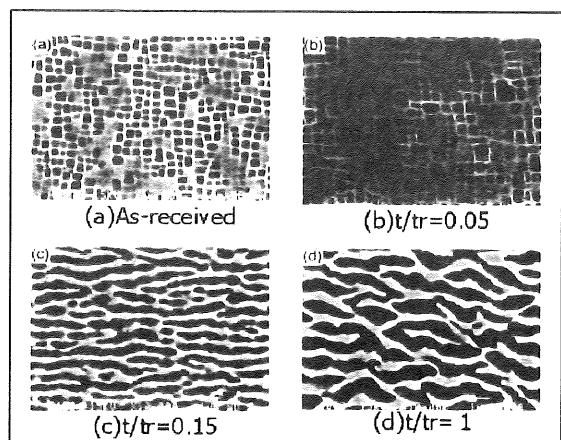


Fig. 1 Texture change of Ni-base superalloy caused by creep damage (tr : life time)

連絡先:赤星国晃,〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉
6-6-11-716,東北大学工学研究科エネルギー安全科学国際研究センター, e-mail:akahoshi@rift.mech.tohoku.ac.jp

Table 1 Composition of Ni-base superalloy (CM247LC)

C	Cr	Co	Mn	W	Ta	Al	Ti	B	Zr	Hf	N
0.07	8	9	0.5	10	3.2	5.6	0.7	0.015	0.010	1.4	bal.
(wt %)											

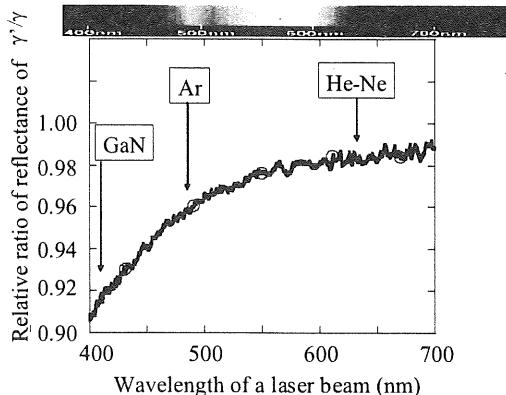


Fig. 2 Wavelength dependence of the reflectance of γ and γ' phases

可能となり、余寿命診断や部品交換時期の判断の定量化、高信頼化の加速が期待できる。

そこで、本研究ではこの Raft 化に起因した Ni 基超合金内部における局所的な γ 相、 γ' 相の分散組織変化の非破壊・非接触評価を、走査型レーザ顕微鏡を応用して試みた概要について報告する。

2. 組織変化の観察原理

一般に金属元素の光学的反射率には波長依存性が存在し、各元素固有のスペクトル分布を示す。例えば銀の反射率は可視光領域ではほぼ一定であるのに対し、金の反射率は波長約 520 nm で急激に減少することが知られており、この波長依存性がそれぞれの色を決定している。したがって、材料の中に反射率の波長依存性が異なる領域が混在している場合には、観察波長を最適化すると各領域を分離観察できる可能性がある。実際、レーザ光を使用してアモルファス相中の微結晶領域の観察成功例などが報告されている。そこで、本研究の対象である Ni 基超合金内の γ 相と γ' 相それぞれの光学的反射率の波長依存性を測定した。

実験に使用した一方向凝固 Ni 基超合金 CM247LC の主要組成を表 1 に示す。本合金に対し、温度 900°C で一軸応力 216 MPa を連続して所定の時間負荷し、クリープ強度を測定するとともに、電子顕微鏡を使用して組織変化を観察し、粗大化した各相の位置を確認して

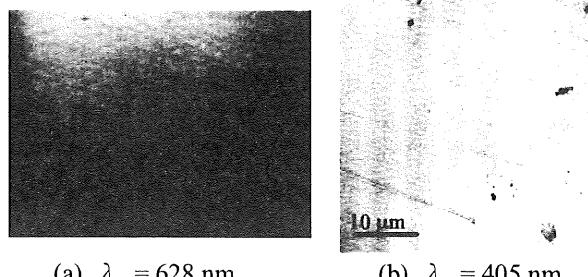


Fig. 3 Effect of wavelength of a laser microscope on the quality of scanning laser micrographs

測定視野内が単一の相からなることを確認した。

図 2 に γ 相の反射率強度で規格化した γ' 相反射率の波長依存性測定例を示す。両相の反射率は、波長が 550 nm 以上の長波長領域では実質的に同一であり、相違は認められない。しかし、波長が 500 nm 以下の短波長側では、 γ' 相の反射率は γ 相のそれと比較して単調に減少し、波長 400 nm では強度比は約 91% と相対的に 9% もの相違が存在することが明らかとなった。したがって、紫外～青色レーザ光を使用して Ni 基超合金表面に発生する組織変化 (γ 相と γ' 相の粗大化や層状化) を観察できる可能性を示すことができた。

3. 走査型ブルーレーザ顕微鏡によるクリープ損傷の非破壊・非接触観察

観察系には（株）レーザテック社製のブルーレーザ顕微鏡を使用した。赤外線加熱を使用し、室温から約 1000°C までの温度範囲で、試料に対し 50 N のロードセルを使用して単純引張、疲労及び三点曲げ試験法による曲げ負荷を与えるながら試料表面の組織や形状変化を in-situ 観察することができる。試験雰囲気も真空から不活性ガス、空気雰囲気まで制御可能である。

まず、図 2 に示した反射率の波長依存性を実証することを目的に、クリープ破断した試料の組織を波長を変化させて観察した結果を図 3 に示す。図 3(a)は、 γ 相と γ' 相の反射率に実質的な相違が無いと考えられる波長 628 nm の He-Ne レーザを使用した場合の試料表面観察例である。本試料では、走査型電子顕微鏡観察結果から Raft 化が確認されたが、レーザ光では明瞭には確認することができなかった。しかし、観察波長を両相の分離観察が期待された 405 nm に変更することで、同図(b)に示したように明確に γ 相と γ' 相の Raft 化を確認することができた。したがって、観察レーザ光の波長を最適化することで、Ni 基超合金における微

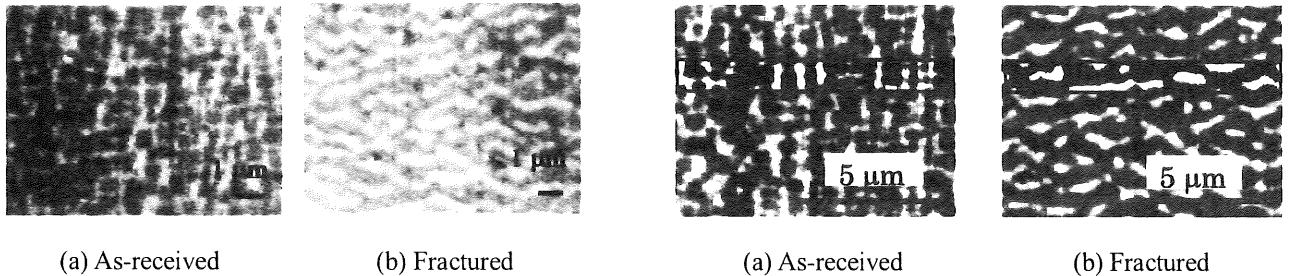


Fig. 4 Scanning laser micrographs of an as-received sample and a fractured sample

細組織変化 (γ 相と γ' 相の粗大化や Raft 化) を非破壊・非接触で可視化できる見通しが得られた。

そこで次に、観察波長は 405 nm 一定として、クリープ損傷レベルの異なる試料の組織変化観察を試みた。図 4 にクリープ負荷前の試料（図(a)）と破断試料（図(b)）の観察例をそれぞれ示す。各図（写真）中の相対的に白く見える（反射率が高い）領域が γ 相、黒く見える領域が γ' 相にそれぞれ対応しているものと考えている。負荷前の試料においては両相が微細分散（平均粒径：数 100 nm）されている状況が捉えられている。一方、破断した試料（図(b)）では負荷方向は図の上下方向においては負荷と直交する方向に両相が層状に再配列（Raft 化）している状況が明確に捉えられている。したがって、走査型ブルーレーザ顕微鏡を応用することで、Ni 基超合金内の微細組織（ γ 相と γ' 相の分散状況）を非破壊・非接触でかつ定量的に観察できることが実証された。今後画像処理技術を応用し、積分処理や二値化処理を施すことによって、画質はさらに向上できるものと考えている。

4. 微視組織の代表寸法測定方法の最適化

クリープ損傷評価のパラメータとしては一軸負荷に垂直方向の γ' 相長さ、また一軸負荷と垂直方向の γ' 相長さと平行方向の γ' 相長さの比といった代表寸法を用いることが有効である³⁾。しかし、 γ 、 γ' 相の各代表組織寸法を決定する場合に、最適な評価領域形状（寸法）があると考えられることから、図 5 に示すように長方形の評価領域を設定し、その幅を変化させ、代表寸法の測定を試みた。図中には参考のため測定例を濃く表示している。長方形の幅は、新材における分散 γ' 相粒径の代表寸法である 0.5 μm とその二倍の 1.0 μm 、半分の 0.25 μm として評価を行った。また、今回は寿命全域における各パラメータの傾向を把握するた

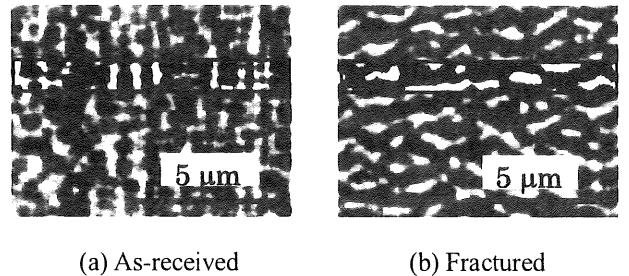


Fig. 5 Measurement of the aspect ratio of the shape of a gamma-prime phase (black areas)

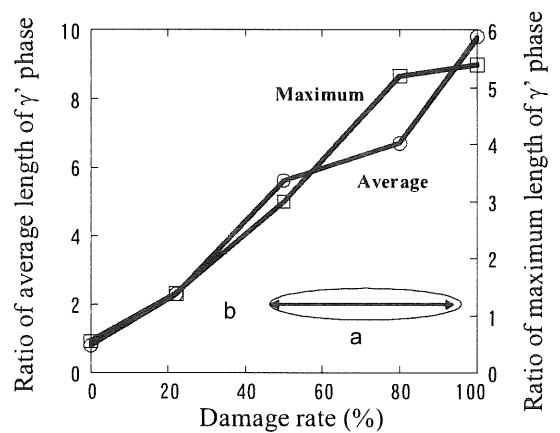


Fig. 6 Change of the aspect ratio of shape of the gamma-prime phase during an uni-axial creep test

め、試験片には新材、寿命 50%、100% のものをそれぞれ用いた。

クリープ損傷に伴う γ' 相組織の代表寸法変化の一例を図 6 に示す。Raft 化に伴い成長する γ 相あるいは γ' 相組織は、図 4 にも示したように必ずしも直線的に連なった形状とはなっていない。例えば組織の代表長さとしては島状組織の中心線に沿った長さを採用すべきではあるが、自動画像処理に基づく非破壊検査システムの構築を意識して、今回は島状組織を内包する長方形（楕円）形状を仮定し、その短・長辺寸法を組織の代表長さと定義した。したがって、成長した島状組織の代表寸法は、負荷と垂直あるいは平行方向の連続した長さ（幅）となり、実際の組織寸法とは異なった数値になる。今回は典型的な組織につき 15 μm 平方領域の組織観察を行い代表長さを決定した。短軸方向寸法には極小値をとる損傷率が存在するが、相対変化率は長軸方向変化の方が大きいため、結果としては損傷の進行にほぼ比例してこの寸法比（アスペクト比）は単調に増加する。平均値、最大値いずれも単調に増加

しているので、損傷評価にはいずれの値も使用可能である。以上、Ni基超合金CM247LCの一軸負荷環境におけるRaft化に起因した γ 相あるいは γ' 相組織の代表寸法がクリープ損傷率にほぼ比例して増加することが明らかとなった。したがって、組織変化の観察を非破壊で実施することが可能となつたことから、各組織の代表寸法（一軸負荷と直交方向の代表長さから組織形状を橿円（長方形）近似した場合の長軸と短軸の寸法比）を測定することで、クリープ損傷状態を定量的に評価できる見通しが得られた。今後さらに評価試験片を増やし、統計的にも最も組織変化を定量的に表す評価手法を確立する予定である。

5. 疲労損傷評価への適用検討

これまで、Ni基超合金の結晶粒内組織が、クリープ損傷の進行に伴い粒子分散組織から層状化組織に変化すること、その形状変化を測定することで定量的な損傷の進行状況を評価できる可能性が高いことを明らかにしてきた。近年、同じNi基超合金において、疲労破壊の進展挙動に関しても高温環境では、粒界き裂進展から粒内き裂進展に破壊モードが変化する場合があることが報告されている。このような疲労破壊過程の変化も結晶内の微細組織の変化に起因している可能性が想定される。そこで次に、一軸の繰返し負荷を与え疲労破壊させたNi基超合金における破断面近傍の結晶内組織について同様にレーザ顕微鏡を使用して観察評価した。

疲労試験は900°Cにおいて負荷振幅300 MPa、周波数f=0.01 Hzで行った。破断させた試験片の表面組織観察を行った結果を図7に示す。観察は破断面から約1 mm離れた点(a)と、その位置からそれぞれ約1.5 mm離れた点(b)(c)の合計三点で行った。(c)点においては、粒内組織は初期状態の分散組織とほぼ一致しており、特に大きな変化は認められない。しかし、破断面に近づく(b)点においては分散状態はほぼ保たれてはいるものの、一部の隣接粒子間で結合が開始している状況が確認される。さらに破断面から約1 mm離れた位置である(a)点では明確に層状化現象の発生が認められている。この層状化現象が認められた試料は破壊モードが粒界破壊ではなく、粒内破壊（き裂進展）を生じたものである。このように、一軸負荷により疲労破壊（粒内き裂進展）した試料においても破断面近傍においてクリープ損傷した試料と同様な層状化現象が発生しているこ

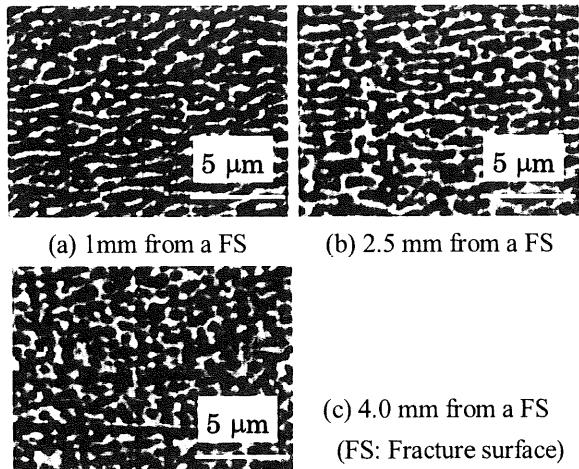


Fig. 7 Scanning laser micrographs of a sample fractured by a fatigue test

とが初めて明らかになった。

したがって、Ni基超合金においては、結晶粒内の微細組織変化を観察し、その組織形状変化を定量的に評価することで、損傷の進行メカニズム（クリープか疲労か）に依存せず、粒内き裂進展に伴う破断寿命を決定する材料損傷率を定量的に評価できる可能性があるものと考えられる。実際のタービン翼においては複雑な負荷が発生しており、本組織変化が統一的な材料損傷評価パラメータとして使用できる可能性が高いことから、今後さらに詳細に検討を進めていく。

6. 結言

Ni基超合金CM247LCの一軸負荷環境における高温クリープあるいは疲労損傷の非破壊・非接触評価方法の確立を目指し、青色レーザ光を使用することで、合金内の微細組織（ γ 相と γ' 相の分散状況）を明確に観察でき、その組織形状寸法変化から損傷度合いを定量的に評価できる見通しを得ることができた。

謝辞

本研究の一部は、日本学術振興会科学研究費補助金、東北大学21COEプログラムの支援によるものである。

参考文献

- [1]駒崎、庄子、武市、佐藤、機論、Vol. 64-623A, 1997, (1998).
- [2]駒崎、庄子、佐藤、機論、Vol. 65-633A, 1147, (1999).
- [3]赤星、小川、三浦、庄子、機械学会東北学生会第35回卒業研究発表講演会講演論文集、(2005.3), pp. 51-52.