

高温クリープ条件下における IN100 合金の き裂分岐挙動と材料組織強靱化機構

南雲佳子* 横堀壽光 杉浦隆次 松崎 隆 伊藤雄介

東北大学大学院工学研究科

J. Japan Inst. Metals, Vol. 74, No. 3 (2010), pp. 142-148
© 2010 The Japan Institute of Metals

Branch Cracking Behavior under High Temperature Creep Condition Related to the Microstructural Strengthening Mechanism of IN100

Yoshiko Nagumo*, A. Toshimitsu Yokobori, Jr., Ryuji Sugiura, Takashi Matsuzaki and Yusuke Ito

Graduate School of Engineering, Tohoku University, Sendai 980-8579

Recently, the development of the high-efficiency technology for gas turbine and jet engine is required to minimize carbon dioxide and nitrogen oxide emission. It is effective way to increase the operational temperature to develop the high-efficiency technology for high temperature instruments. To increase the operating temperature, advanced nickel based superalloys have been developed as a turbine blade material.

Even though a nickel based superalloy is used for a structural component, creep damages and creep cracks may be caused due to the external tensile load under high temperature conditions. Therefore, a predictive law of creep crack growth life is necessary to maintain operational safety.

This study is aimed to clarify the branch cracking behavior due to the microstructural strengthening mechanism of polycrystalline nickel based superalloy IN100 under the creep condition. The creep crack growth tests were conducted at a temperature of 900°C. The creep crack growth behavior and creep damage formulation were observed by in-situ observational system and SEM/EBSD. Additionally, two dimensional elastic-plastic creep finite element analyses were conducted for the model, which describes the experimental results. The creep crack growth behavior and the creep damage progression were found to be affected by the distribution behaviors of grains and grain boundaries around the notch tip. By comparison of experimental results with mechanical analysis using FEM analyses, mechanisms of the creep crack growth and the creep damage formulation were clarified.

(Received October 14, 2009; Accepted November 19, 2009)

Keywords: branch cracking, creep, nickel based superalloy, finite element analysis, microstructural strengthening

1. 緒 言

近年、ガスタービンやジェットエンジンの高効率化のため運転温度の高温化が進められており、そのための先進耐熱材料が開発されている。発電用ガスタービンや航空機用エンジンにおいて、高温強度、耐腐食の観点から最も過酷な環境に曝されるタービン翼等の材料として Ni 基超合金が用いられている¹⁾。高温耐熱材料である Ni 基超合金は、Ni を主体とした母相である γ 相に、 Ni_3Al を基本組成とする立方体状の γ' 相を析出させた析出強化組織により高いクリープ強度を有している¹⁾。実際の使用条件は、燃焼ガスによる高温環境下において回転による遠心負荷および冷却孔やブレード取り付け部等の形状に起因する切欠き効果によるき裂の発生を考慮しなければならない。このため、本材料を安全に効率的に使用の上でき裂成長寿命予測が必要とされているが、Ni 基超合金のクリープき裂は材料強化組織に深く関わる特有の

複雑なき裂成長挙動を示すことから、その破壊機構の解明および破壊余寿命予測法の構築が必要とされている^{2,3)}。また、特にクリープ脆性材料と呼ばれる材料のクリープき裂成長長さはクリープ延性材料に対してかなり短いので²⁻⁴⁾、クリープき裂発生段階での研究も必要となる。この段階での材料の損傷形成機構の解明は、クリープき裂発生寿命を特定する上で重要であり、微視き裂の発生と材料強化組織との関連性の解明が必要とされている。これまでの研究から Ni 基超合金の損傷形成挙動およびき裂成長挙動は、析出強化組織である γ' 相の影響を受け、複雑な挙動を示すことが報告されている⁵⁾。

本研究では、1950年代後半に開発され、航空機用ジェットエンジンのタービン動翼に使用されている多結晶 Ni 基超合金 IN100 合金を用いた In-situ 観察クリープき裂成長試験によるクリープき裂成長挙動およびクリープ損傷形成挙動の観察および FE-SEM/EBSD (Electron Backscatter Diffraction) 解析による微視的損傷の形成挙動の解明を行い、さらに、これらの実験で観察されたき裂成長挙動および損傷形成挙動について、実験に基づく解析モデルを用いて著者等が作

* 東北大学大学院生 (Graduate Student, Tohoku University)

成した二次元弾塑性・クリープ有限要素法による力学解析を行うことにより IN100 のき裂分岐挙動の力学的考察^{5,6)}と材料組織強靱化機構の検討を行った。

2. In-situ 観察高温クリープき裂成長試験

2.1 実験方法

本研究で使用した供試材は、航空機用エンジンのタービン動翼材として用いられている多結晶 Ni 基超合金 IN100 である。本供試材の化学組成および機械的性質をそれぞれ Table 1, 2 に示す³⁾。また、試験片は厚さ 1.5 mm、幅 4 mm の平板試験片の平行部に深さ 0.25 mm の V 型切欠きを両側に有した DEN (Double edge notch) 試験片である。試験片形状および寸法を Fig. 1 に示す。この試験片を用いて、Fig. 2 に示す In-situ 観察機構を有した高温クリープ・疲労試験機において試験温度 $T=900^{\circ}\text{C}$ 、負荷応力 $\sigma=327\text{ MPa}$ の高温クリープき裂成長試験を行った。本試験機は、光学顕微鏡と CCD カメラによって、炉下部より試験片切欠き近傍の変形および損傷形成挙動をリアルタイムに観察することができる⁷⁾。

また、In-situ 観察からクリープ損傷が確認されなかった

Table 1 Chemical composition of IN100 in mass%.

C	Cr	Co	Mo	Ti
0.18	10.00	15.00	3.00	4.70
Al	B	Zr	V	Ni
5.50	0.01	0.06	0.90	Bal.

Table 2 Mechanical properties of IN100.

Temperature (°C)	0.2% proof stress (MPa)	Tensile stress (MPa)	Elongation (%)
25	781	918	5.9
	787	1000	8.0
732	861	1026	7.3
850	605	858	5.9

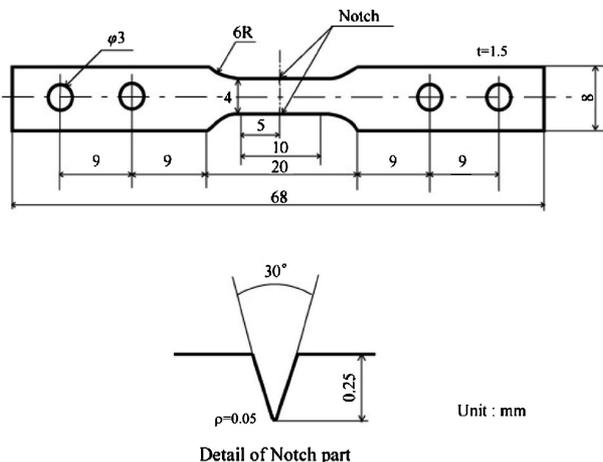


Fig. 1 The geometry and size of a DEN specimen.

試験片について中断試験を実施し、FE-SEM/EBSD による結晶方位解析を行った。結晶方位解析のため、エメリー研磨 (#320~#4000)、バフ研磨 (3 μm, 1 μm, 1/4 μm および 1/10 μm) の後、コロイダルシリカ 0.05 μm による半化学研磨の手順で試料調整を行った。

2.2 実験結果

試験片の伸びの指標として、クリープき裂成長試験中の In-situ 観察画像より計測した切欠き開口変位から式(1)により導出される相対切欠き開口変位 (Relative Notch Opening Displacement, $RNOD$) を用いた⁸⁾。

$$RNOD = \frac{\phi - \phi_0}{\phi_0} \quad (1)$$

ここで、 ϕ は切欠き開口変位、 ϕ_0 は初期切欠き開口量である。

試験温度 $T=900^{\circ}\text{C}$ 、負荷応力 $\sigma=327\text{ MPa}$ の同一条件下で 2 本の試験片に対して実施したクリープき裂成長試験から得られた切欠き開口変位特性を Fig. 3 に示す。横軸は試験時間 t を破壊寿命時間 t_f で無次元化した値 t/t_f 、縦軸は $RNOD$ である。Fig. 3 より両試験片の $RNOD$ 特性は異なる挙動を示すことがわかった。次節に、2 本の実験から得られた結果を示す。

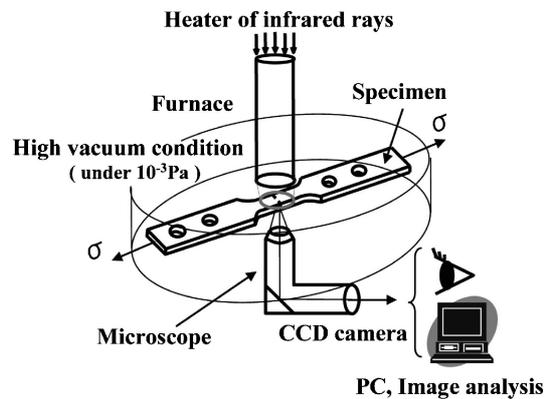


Fig. 2 High temperature creep-fatigue testing machine with in-situ observational system.

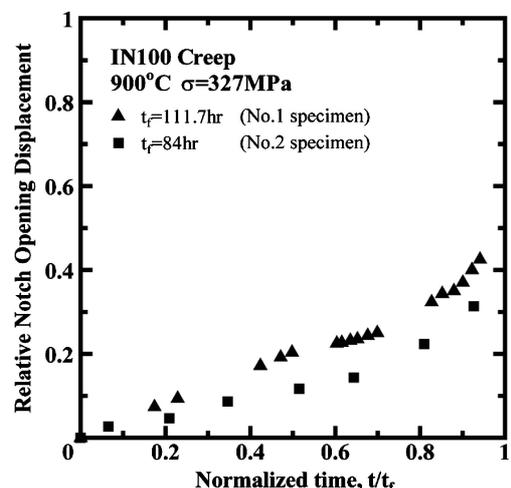


Fig. 3 Characteristic of creep deformation ($RNOD$).

2.2.1 粒界損傷型き裂成長

Fig. 3 に示す破壊寿命が $t_f=111.7$ hr であった試験片(▲印の実験点)を No. 1 試験片とする. $t/t_f=0.46$ における In-situ 観察画像を Fig. 4 に示す. 本試験片においては *RNOD* が増加したにもかかわらず, Fig. 4 に示す In-situ 観察画像からは巨視的なクリープ損傷が明確には観察できなかつた. そこで, $t/t_f=0.46$ においてクリープ途中止め試験を実施し, 試験片切欠き部の EBSD による結晶方位解析を行っ

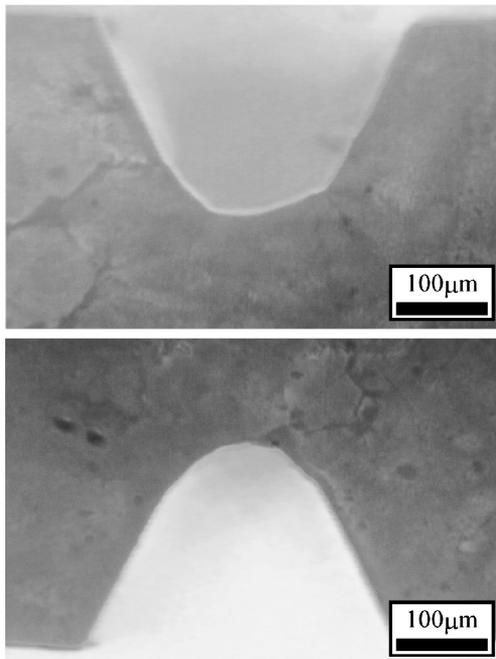


Fig. 4 In-situ observational result of No.1 specimen (Intergranular).

た. 解析により得られた結晶方位分布図(Inverse pole figure map)と KAM (Kernel Average Misorientation : 局所方位差)図をそれぞれ Fig. 5 の(a)および(b)に示す. KAM 図は EBSD 解析における解析点間の結晶方位差を色で表しており, 赤色に近いほど方位差が大きいことを示している. Fig. 5(a)から試験片平行部の板幅 4 mm の解析領域内に多数の結晶粒が存在し, 切欠き部近傍に多数の結晶粒界が存在していることがわかった. また, KAM 値とひずみには対応関係があることが報告されている⁹⁾ことから, Fig. 5(b)より, $t/t_f=0.46$ の段階において KAM 値が高い試験片板幅全域の結晶粒界においてクリープ損傷が発生していると考えられる. また, 試験後のき裂成長経路観察結果を Fig. 6 に示す. Fig. 6 よりクリープき裂は, Fig. 5(b)に示した粒界におけるクリープ損傷中を成長したと考えられる.

2.2.2 粒内損傷型き裂成長

Fig. 3 に示す破壊寿命が $t_f=84$ hr であった試験片(■印の実験点)を No. 2 試験片とする. $t/t_f=0.81$ における試験片の切欠き近傍の In-situ 観察結果を Fig. 7 に示す. Fig. 7 より切欠き延長方向から 45° 方向に損傷が形成されることが確認できた. また, 試験後のき裂成長経路観察結果を Fig. 8 に示す. Fig. 8 よりクリープき裂は Fig. 7 に示した In-situ 観察結果の切欠き延長方向に対して 45° 方向に発生したクリープ損傷に沿って成長したと考えられる. 前節と同様に EBSD を用いた結晶方位解析を行った. 結晶方位解析結果を Fig. 9 に示す. Fig. 9 から, 切欠き部が一つの大きな結晶粒内であったことがわかり, その結晶のすべり面は最大せん断応力方向と一致していた. このことから材料組織強化機構により, Fig. 7 に示すように切欠き延長方向から 45° の方向へ微視き裂が発生するため, 引張応力に垂直に成長する巨

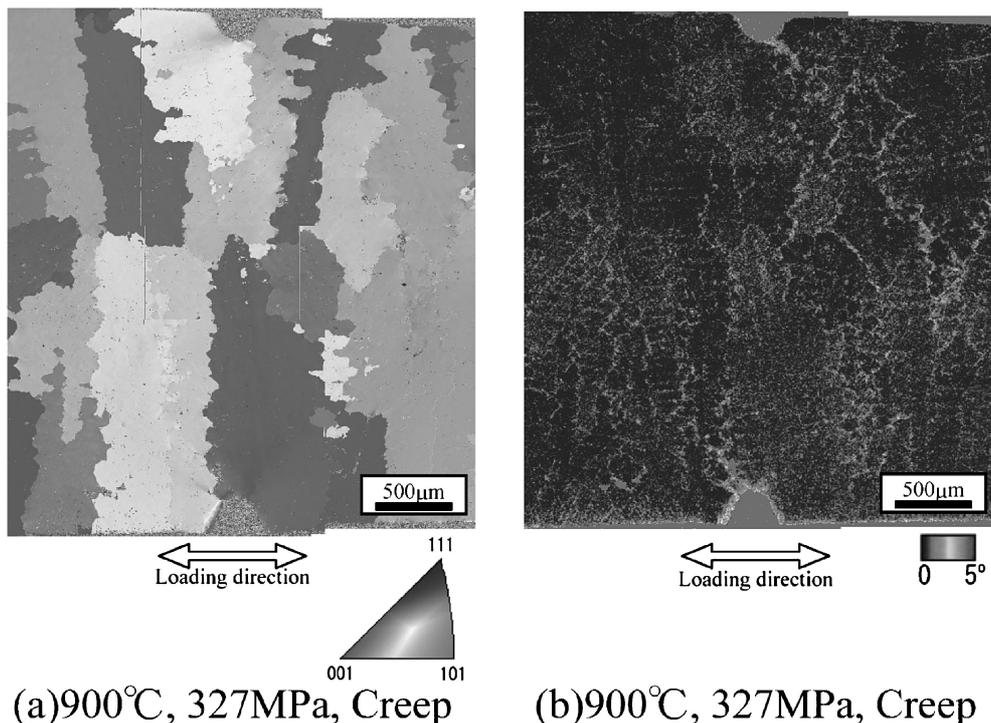


Fig. 5 SEM/EBSD observational result of No. 1 specimen (Intergranular).

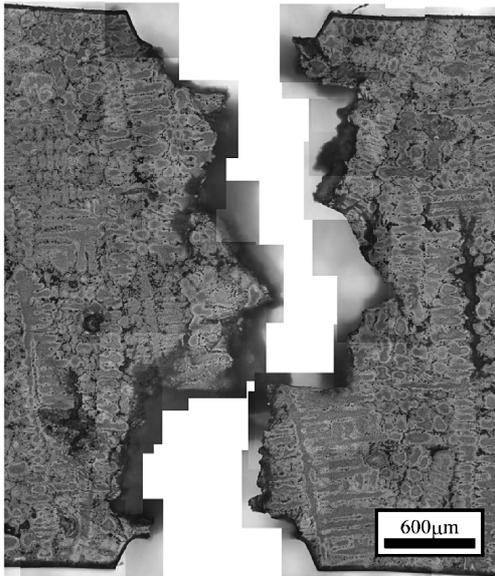


Fig. 6 Creep crack growth path of No. 1 specimen (Intergranular).

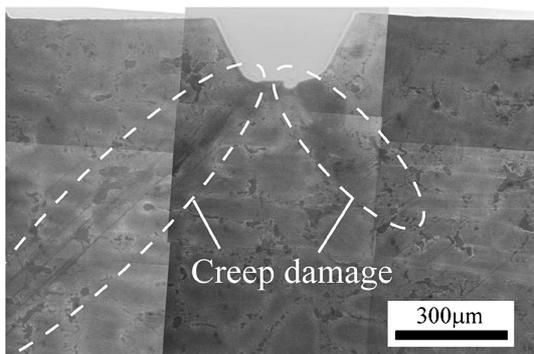


Fig. 7 In-situ observational result of No. 2 specimen (Trans and Intergranular).

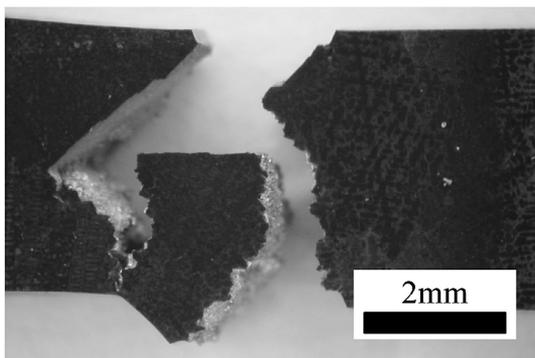


Fig. 8 Creep crack growth path of No. 2 specimen (Trans and Intergranular).

視き裂の成長が抑制されることがわかる。そして、最終破断領域においては、これらが急速に連結して巨視き裂となり最終破断に至ったと考えられる。この領域は粒界割れであった。

2.2.3 材料組織分布によるき裂成長経路の相違

クリープき裂成長試験より切欠き先端の結晶粒および結晶粒界の材料組織分布によりクリープき裂および損傷の発生形態が異なり、異なったき裂の分岐挙動を示すことがわかつ

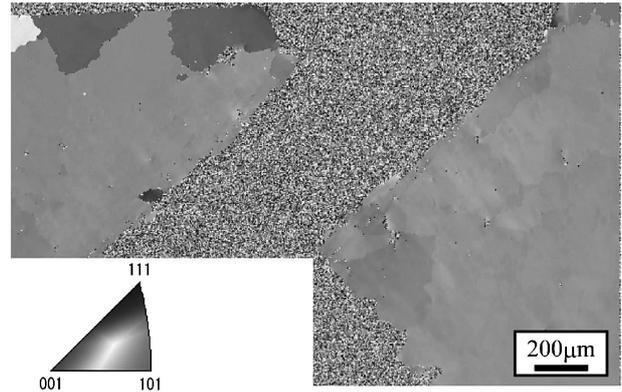


Fig. 9 Inverse pole figure map of No. 2 specimen (Trans and Intergranular).

た。そこで、き裂の分岐挙動の力学的考察のため、次節において、二次元弾塑性・クリープ有限要素法を用いた力学解析を行う。

3. 二次元弾塑性・クリープ有限要素解析

3.1 解析モデル

第 2 節に示したクリープき裂成長試験から得られたき裂の分岐挙動について、二次元弾塑性・クリープ有限要素解析を実施し、力学的考察を行った。Fig. 6 および Fig. 8 に示した破壊形態より作成した解析モデルを Fig. 10 および Fig. 11 に示す。Fig. 10 は結晶粒の分布を想定して力学的物性値を Table 3¹⁰⁾ の 1 および 2 を用いて交互に変化させた切欠きモデルである。本実験で用いた試験片は、切欠き寸法に対して結晶粒径が非常に大きいことから、単結晶 Ni 基超合金で報告されている引張軸に対する結晶粒方位による塑性異方性¹¹⁾が考えられる。そこで、Table 3 の 1 に示す Hard 側の力学的物性値については、実験データに基づいているが、Soft 側については、クリープ発生領域の定性的挙動を得るため、概算的に Hard 側の約半分の値に設定した。境界条件は、DEN 試験片の対称性から x 軸上すべての節点の y 方向変位を拘束、試験片中心軸となる y 軸と平行な $x=2.0$ 上すべて節点の x 方向変位を拘束した。Fig. 11 は力学的物性値を Table 3 の 1 に示す物性値として切欠き延長方向から 45° 方向にき裂成長する斜めき裂成長モデルである。境界条件は、Fig. 10 と同じく初期き裂を除く x 軸上すべての節点の y 方向変位を拘束、 y 軸と平行な $x=2.0$ 上すべて節点の x 方向変位を拘束した。これらの解析モデルは Fig. 1 に示した DEN 試験片について軸対称性を考慮した $1/4$ 領域となっている。解析モデルは、三角形 6 節点アイソパラメトリック平面要素を用いており⁵⁾、力学的物性値は節点ごとに設定されている。また、Fig. 10 のモデルについては破線を境にして各節点に異なる力学的物性値を与えている。切欠きモデルの総節点数は 424、総要素数は 761 であり、斜めき裂成長モデルの総節点数は 3520、総要素数は 1693 である。

3.2 解析方法

Fig. 10 に示した力学的物性値を交互に変化させた解析モ

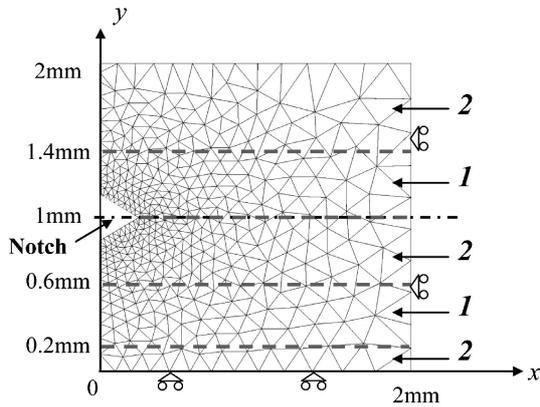


Fig. 10 Finite element model with a V notch.

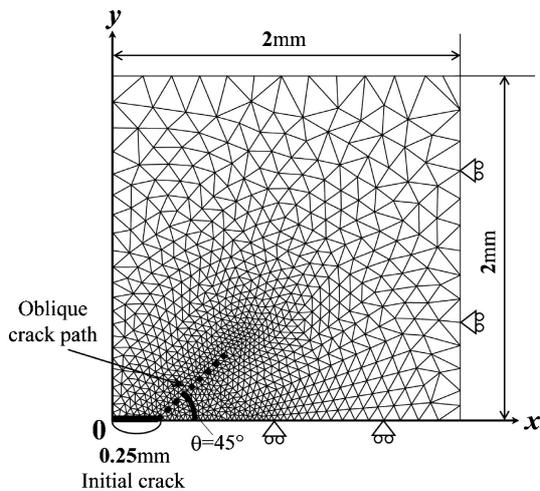


Fig. 11 Finite element model with an oblique crack path.

Table 3 Material properties for FEM analysis.

	E (GPa)	ν	σ_Y (MPa)	H^p (GPa)	Norton's law	
					A (MPa $^{-n}$ hr $^{-1}$)	n
Hard : 1	85.3	0.3	507.9	6.5	2.0×10^{-23}	7.0
Soft : 2	42.65	0.3	207.9	3.5	2.0×10^{-23}	7.0

デルを用いて、二次元弾塑性・クリープ有限要素解析を行い、異なる力学的物性値の分布による損傷発生挙動を調べた。また、Fig. 11 に示した斜めき裂成長モデルについてはペナルティ関数を用いた節点解放型二次元弾塑性・クリープ有限要素解析を行い^{5,6)}、斜めき裂成長の力学的考察を行った。実験結果に基づいて、45°方向にき裂が成長するとした本モデルにおいては、き裂成長経路上の同じ座標に二重に節点を配置し、ペナルティ関数を用いて互いの節点の変位を拘束している。き裂開口角度 2°以上という節点解放条件が満たされると、逆反力を増分的に負荷して、二重節点間の拘束を解放し、互いに独立した節点として解析を行っている。

荷重条件は、解析モデルの x 軸に平行な $y=2.0$ 上すべての節点に対して y 方向変位を与えることによる変位制御であるが、この負荷変位によって生じる応力-ひずみは定常ク

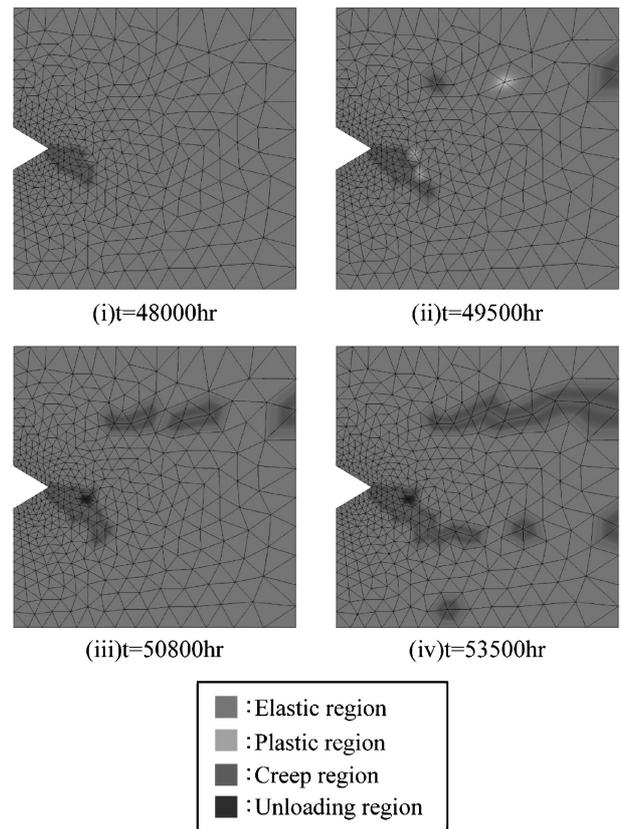


Fig. 12 Creep damage formulation of a notch model in Fig. 10.

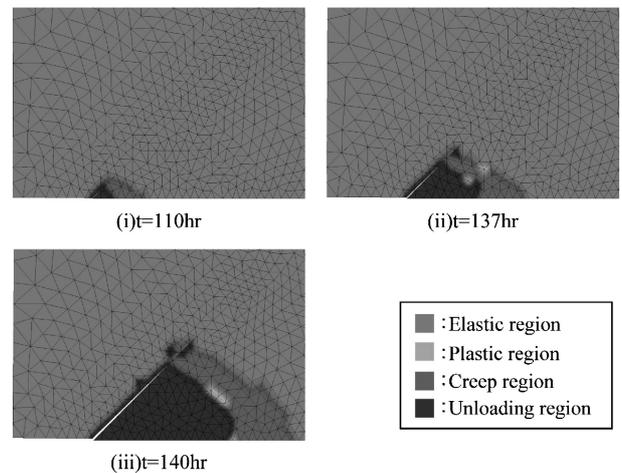


Fig. 13 Creep damage formulation of an oblique crack model in Fig. 11.

リープの Norton 則を用いて解析しており、応力制御定常クリープ結果と対応している。

3.3 解析結果

異なる力学的物性値が分布する Fig. 10 に示した解析モデルによる解析結果を Fig. 12 に示す。Fig. 12 の (i)~(iv) は解析時間ごとのクリープ損傷形成挙動を表しており、赤い領域がクリープ領域を示している。本解析結果におけるクリープ領域は巨視的クリープ損傷にかかわるクリープ進行域であることから、クリープ損傷を表すと考えられる。Fig. 12 よ

りクリープ領域は切欠き先端から切欠き延長方向に対して 45° 方向に発生した後、力学的物性値の異なる境界において発生、成長することがわかった。このことから力学的物性値の境界上においてクリープ領域が拡大することにより切欠き先端のクリープ領域の拡大が抑制されていると考えられる。

次に、Fig. 8 に示した斜めき裂成長を模擬した斜めき裂成長モデルにおける解析結果を Fig. 13 に示す。Fig. 13 の (i) ~ (iii) は解析時間ごとのクリープ損傷形成挙動を表している。Fig. 13 より、クリープ領域は斜めき裂の成長とともに拡大し、その領域は斜めき裂先端から切欠き延長方向である $\theta = 0^\circ$ 方向へ分布している。Fig. 13 の (i) ~ (iii) に対応する解析時間における切欠き延長方向 ($\theta = 0^\circ$) の相当応力分布を Fig. 14 に示す。Fig. 14 より切欠き延長方向に高相当応力部が発生することに起因して、クリープ損傷の蓄積が生じていることがわかる。これらの結果より、本試験片の破壊挙動は、Fig. 15 に示すように切欠き延長方向においてクリープ損傷蓄積量 (Fig. 15 の斜線部) がある臨界値に達した時、き裂が発生し、45° の斜めき裂と連結することによる急速破壊を示したと考えられる。

3.4 解析結果と実験結果の比較

解析結果と実験結果との比較により、実験から得られたき裂成長挙動の力学的考察を行う。粒界損傷型の試験片について、切欠きモデルによる解析から得られた Fig. 12 のクリー

プ損傷形成箇所は Fig. 5 に示した実験から得られたクリープ損傷と定性的に一致していた。また、解析から得られた $RNOD$ と塑性仕事 W_p の関係および $RNOD$ 特性を Fig. 16, 17 に示す。Fig. 16 より、損傷の蓄積を表す W_p は $RNOD$ と対応して増加することがわかった。Fig. 17 より、解析結果の $RNOD$ 特性は、Fig. 3 の ▲ 印で示したクリープき裂成長試験から得られた $RNOD$ 特性と同様に、線形増加特性を示している。このことから、分散型の損傷が発生する場合は $RNOD$ (クリープ変形) の線形増加特性が発現することが示された。

粒内損傷型の試験片について、解析から得られた $RNOD$ と塑性仕事 W_p の関係および $RNOD$ 特性を Fig. 18, 19 に示す。Fig. 18 より W_p は $RNOD$ と対応して増加し、その特性は一次遅れ応答関数に類似した飽和関数の特性を示すことがわかった。Fig. 19 の結果から解析により得られた $RNOD$ 特性は、Fig. 3 の ■ 印で示したクリープき裂成長試験から得られた $RNOD$ 特性と同様に、下に凸の非線形増加特性を示すことがわかった。このことから、損傷が集中して蓄積される場合、 $RNOD$ (クリープ変形) の非線形増加特性が発現することが示された。

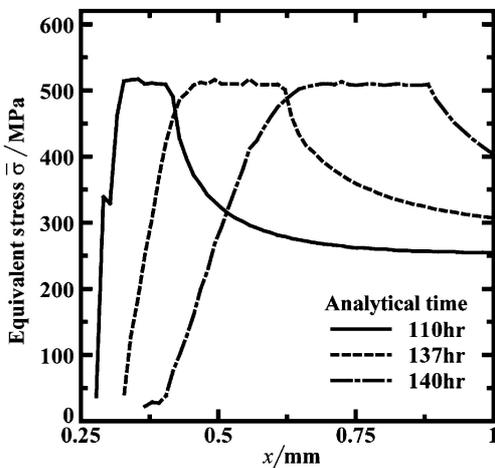


Fig. 14 Distribution of equivalent stress on x axis ($\theta = 0^\circ$) around the notch tip.

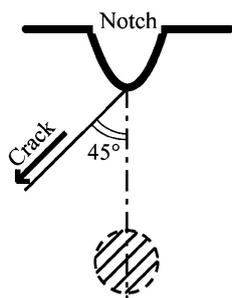


Fig. 15 Schematic illustration of creep damage concentration at the extended notch direction.

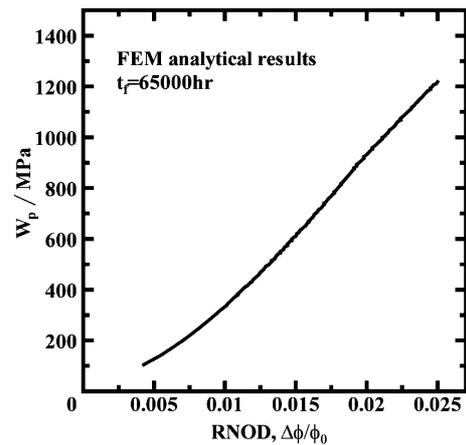


Fig. 16 The relationship between analytical plastic deformation work W_p and analytical $RNOD$ of a notch model.

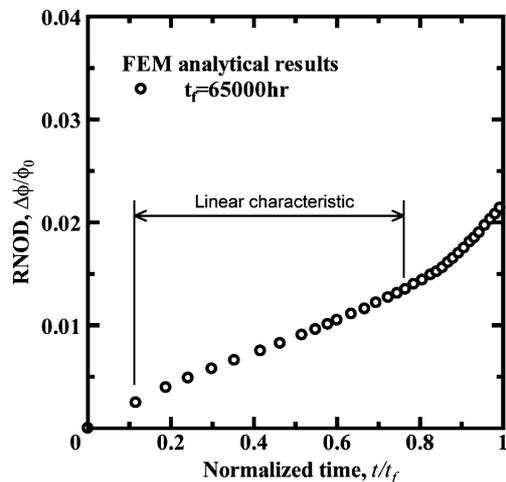


Fig. 17 Characteristic of analytical creep deformation of a notch model.

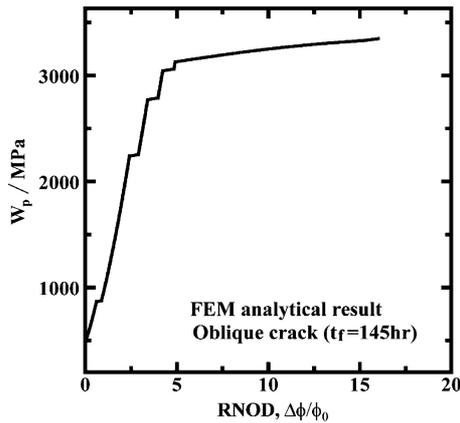


Fig. 18 The relationship between analytical plastic deformation work W_p and analytical RNOD of an oblique crack model.

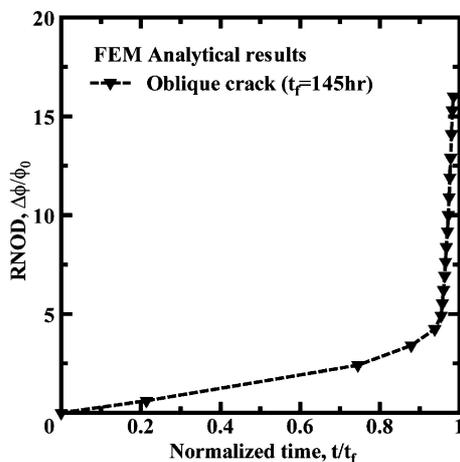


Fig. 19 Characteristic of analytical creep deformation of an oblique crack model.

4. 結 言

本研究では、多結晶 Ni 基超合金 IN100 合金を用いた In-situ 観察クリープき裂成長試験および FE-SEM/EBSD による結晶方位解析により、損傷形成挙動とき裂成長挙動の観察を行い、さらに、実験で観察されたき裂成長挙動を模擬した解析モデルを用いて、二次元弾塑性・クリープ有限要素法による力学解析から IN100 のき裂分岐挙動の力学的考察と材

料組織強硬化機構の検討を行った。本研究により得られた結果を以下に示す。

(1) In-situ 観察クリープき裂成長試験からクリープ脆性材料である IN100 のき裂成長様式は、切欠き近傍の応力集中部と結晶粒界との相互の位置関係に大きく影響され、これによりき裂成長形態が異なることが示された。

(2) 二次元弾塑性・クリープ有限要素法と EBSD 観察によりクリープ変形・き裂成長および損傷形成挙動解析を行い、実験によるクリープ変形、き裂成長および損傷形成特性の発現機構を力学的観点から明らかにすることができた。また、材料強化組織および結晶粒分布によるき裂の分岐挙動の発現に起因する IN100 合金における材料組織強硬化機構が明らかとなった。

(3) 結言(1), (2)の結果から、多結晶 Ni 基超合金 IN100 におけるクリープき裂寿命予測においては、その平均値的な寿命予測式の構築に先立って、材料組織と応力集中部との位置関係によるき裂成長寿命の変動発現機構を材料組織と力学の融合解析により解明することが必要であることを示した。

文 献

- 1) H. Harada and T. Yokokawa: *Materia Japan* **42**(2003) 621–625.
- 2) A. T. Yokobori, Jr. and T. Yokobori: *Advances in Fracture Research, Proc. ICF7*, eds. K. Salama, K. Ravi-chander, D. M. R. Taplin and P. Rama Rao, (Pergamon Press, 1989) pp. 1723–1735.
- 3) A. T. Yokobori, Jr., T. Uesugi, T. Yokobori, A. Fuji, M. Kitagawa, I. Yamaya, M. Tabuchi and K. Yagi: *J. Mater. Sci.* **33** (1998) 1555–1562.
- 4) A. T. Yokobori, Jr., T. Yokobori, T. Nishihara and T. Yamaoka: *Materials at High Temperatures* **10**(1992) 108–118.
- 5) H. Takeuchi, A. T. Yokobori, Jr., S. Hosono, D. Kobayashi and K. Sato: *J. Japan Inst. Metals* **71**(2007) 452–457.
- 6) Y. Nagumo, A. T. Yokobori, Jr., R. Sugiura, T. Matsuzaki and Y. Ito: *J. Japanese Soc. Str. Frac. Mat.* **43**(2009) 29–35.
- 7) A. T. Yokobori, Jr., Y. Kaji and T. Kuriyama: *Advances in Fracture Research, Proc. of ICF 10 in the content of special session (special lecture) of CDrom, Honolulu, 2001*, eds.: K. Ravi-chandar, B. L. Karihaloo, T. Kishi, R. O. Ritchie, A. T. Yokobori, Jr. and T. Yokobori, (Organized by Elsevier-Science, 2001).
- 8) A. T. Yokobori, Jr., T. Yokobori, T. Kuriyama and T. Kako: *Advances in Fracture Research, Proc. of ICF 6*, eds.: S. R. Valluri, *et al.*, (Pergamon Press, 1984) p. 2181.
- 9) Y. S. Sato and H. Kokawa: *Journal of JWS* **68** No. 8 (1999) 16–20.
- 10) Central Research Institute of Electric Power Industry: *Research Paper* (2000), T99024, in Japanese.
- 11) K. Kakehi: *J. Japan Inst. Metals* **63**(1999) 326–332.