

1500°C級ガスタービン用 Ni 基超合金のクリープ・疲労損傷に伴う ナノスケール組織変化分析と材質劣化原因の解明 Microstructure Analysis of Creep Damaged Ni-based superalloy

鈴木 研^a、加藤 健一^b、大坂 恵一^c、三浦英生^a

Ken Suzuki^a, Kenichi Kato^b, Keiichi Osaka^c, Hideo Miura^d

^a 東北大学、^b 理化学研究所、^c 高輝度光科学研究センター

^aTohoku Univ., ^bRIKEN, ^cJASRI,

クリープ中断試験を施した Ni 基超合金 (CM247LC) について、大型放射光施設 SPring-8 の BL02B2 を使って X 線回折法による組織変化分析を行った。寿命消費率の異なる試料について分析を行ったところ、寿命消費率 80% 材及び破断材では Ni₃Al (γ' 相) に相当する超格子のピークが見られなかった。これより、Ni 基超合金の析出強化相である γ' 相の結晶構造は、クリープ損傷の進行により L1₂ 型規則構造から大きく変化する可能性が示された。

X-ray diffraction technique was used to characterize the microstructure of Ni based superalloy CM247LC after a creep test at 900 °C and 216 MPa. For a fatigue sample and 80% creep damaged one, the 110 L1₂ superlattice reflection peak of Ni₃Al (γ' phase) vanished. From this result, we assume that the ordered L1₂ structure of Ni₃Al changes to the disordered fcc structure under high temperature creep condition.

背景と研究目的

省エネルギー化と地球環境への負荷低減の観点から、ガスタービン燃焼ガス温度の高温化による発電効率の向上が求められている。この高温化に対応するため、Ni 基超合金に代表される耐熱金属材料においては、一方向凝固材、単結晶材などが開発され耐用温度の向上が実現されてきた。しかし、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タービン動翼材は、高温燃焼ガス中において長時間の回転運動による遠心力を受けるため、過酷な環境での長時間運用に伴うクリープ損傷などの経年劣化の発生が危惧されている。

現在の 1500°C 級ガスタービン動翼には、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一方向凝固 Ni 基超合金等が用いられている。この合金をクリープ時効させると、図 1 に示すように、新材時において立方体状に整然と析出していた γ' 相 (あるいは γ 相) が応力負荷方向とは垂直方向に互いに連なり、層状化する現象が観察される。この現象は Raft 化 (Rafting) と呼ばれ、一軸負荷環境では応力軸に対して垂直方向に各相が成長する。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するため、急激にクリープ損傷が進

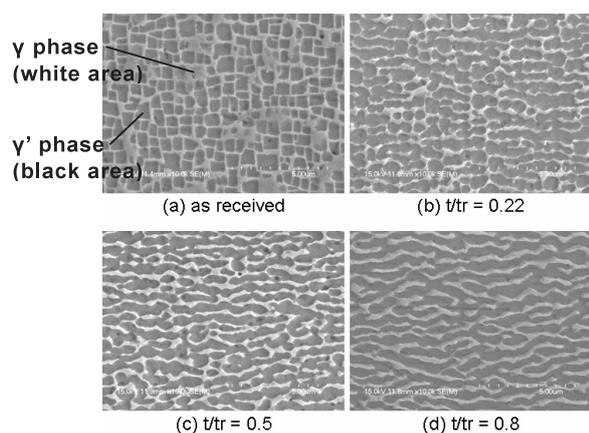


Fig. 1 Texture change of Ni-based superalloy caused by creep damage (tr: life time)

行するものと考えられている。また、粒内でき裂が進展していたことから、結晶内部における点欠陥の発生や構成原子の拡散により組成及び構造が変化し、材質が劣化したと考えることができる。

そこで本研究では、現在 1500℃ 級ガスタービンの第 1 段動翼などに使用されている一方方向凝固 Ni 基超合金 (CM247LC) のクリープ劣化メカニズムの解明を目的とし、負荷レベル (損傷時間) が異なる複数の試験片に対して X 線回折法による結晶構造 (γ、γ' 混相組織) 分析を行った。

耐熱合金の材質劣化機構をナノレベルで解明することによって、劣化・損傷機構に立脚した非破壊評価及び耐熱合金設計が可能になることから、発電プラントの安全性・信頼性の確保のために特に重要な課題であるとともに、ナノテクノロジー分野における研究としても大変重要である。

供試材及び実験

観察用試料には CM247LC 新材、クリープ破断材、寿命消費率の異なるクリープ中断材を用いた。クリープ試験条件は温度 900℃・

応力 216MPa にて行い、得られた破断時間 (tr) は 2214 時間であった^{1,2)}。この破断時間を基に試験時間の異なるクリープ中断試験を行い、寿命消費率 10%、22%、50%、80% のクリープ中断材を用意した。これら試料に対し、ビームライン BL02B2 にて X 線回折実験を行った。

結果及び考察

Ni 基超合金 CM247LC は 60% を超える非常に高い体積率の γ' 相を有する。クリープ損傷の進行に伴う γ' 相の Raft 化が寿命に強い影響を及ぼしていることから、X 線回折による結晶構造解析では γ' 相に着目して検討を行った。γ' 相の主な構成相である Ni₃Al は L1₂ 型規則格子を有するため (100)、(110) 面からのピークが回折パターンに現れる。そこで、寿命消費率の異なるサンプルに対し、これら Ni₃Al 特有の回折ピークの変化を検証した。

図 2 に寿命消費率に対する X 線回折パターンの変化を示す。2θ = 22 (deg) 付近のピークが Ni₃Al (110) 面からの回折ピークに相当する。回折ピークをみてみると新材、10%材ではピーク位置にほとんど変化がない。一方、22%材、50%材ではピークが低角側にシフトしている。これはクリープひずみによるものと思われる。50%材と 22%材を比較すると、50%材の方が新材や 10%材に近い角度にピークがみられる。図 1 の SEM 観察結果をみてみると、22%材は完全に Raft 化しきっていないのに対し 50%材は Rafting が完成していることから、Raft 化の前後で γ' 相結晶内部の応力、ひずみ状態が変化している可能性がある。一方、寿命消費 80%材、破断材では Ni₃Al による規則格子の回折ピーク

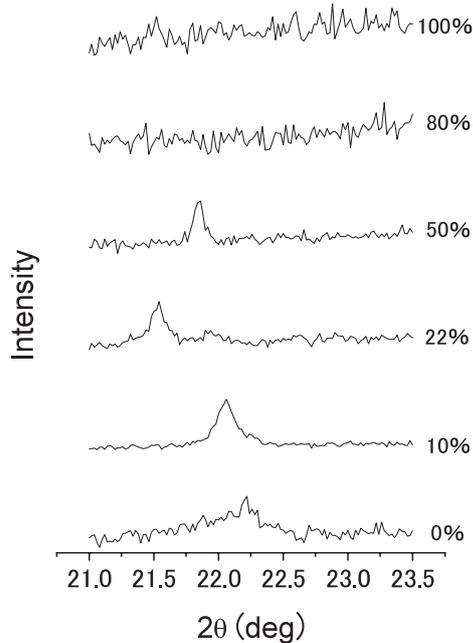


Fig. 2 X-ray diffraction pattern of Ni-based alloy (CM247LC)

がみられなかった。 $2\theta = 46$ (deg) 付近の (220) 面のピークは確認されたため、クリープ寿命末期の γ' 相は寿命初期の γ' 相とは異なり、 $L1_2$ 型規則格子をもたない fcc 構造であると考えられる。Ni 基超合金のクリープに伴う結晶構造変化に関し、同じ CM247LC において、 γ 及び γ' 相の固溶元素分布が寿命消費率によって変化することが報告されている³⁾。特に寿命中期において γ/γ' 相界面に Cr、Co が偏析する。これら実験結果より、本研究で観察された γ' 相の $L1_2$ 型規則構造の消失は、構成元素特有の拡散挙動によって引き起こされたものと考えられる。また、分子動力学解析により、一軸負荷環境において γ/γ' 界面近傍で応力依存の異方的拡散挙動の存在が確認されていることから⁴⁾、Ni 基超合金のクリープ過程における微視組織変化及び材質の劣化は、応力と組成に依存したナノスケールでの拡散現象によって進行すると考えられる。

今後の課題

クリープ損傷による組織変化を連続的な現象と同定するため、今後は、同一試験片の同一場所において負荷と分析を繰り返し実施できるようにその場観察と負荷が可能な設備を開発し、系統的な分析を実践する必要があると思われる。

参考文献

- 1) S. Komazaki, T. Shoji, T. Takechi and M. Sato, Trans. JSME, Vol. 64, No. 623-A, (1998), pp. 1997.
- 2) S. Komazaki, T. Shoji, H. Chiba and H. Abe, Trans. JSME, Vol. 67, No. 654-A, (2001), pp. 689.
- 3) 仁木ら、M&M2006 材料力学カンファレンス講演論文集、(2006.8), pp.633.
- 4) 三浦ら、第 55 回理論応用力学講演会講演論文集、(2006.1), pp. 563.

論文発表状況・特許状況

日本機械学会東北支部第 42 期講演会にて発表予定