

Ni 基単結晶超合金の引張りおよび圧縮クリープ特性の異方性と対称性

Effect of anisotropy and asymmetry on tensile and compressive creep of Ni-base single crystal superalloy

ルール大学ポーフム 齊藤 拓馬
研究期間 2024年2月5日～2024年10月31日
滞在研究機関 Chair for Materials Science and Engineering,
Institute of Materials, Ruhr-University Bochum
共同研究者等 Prof. Dr.-Ing. Gunther Eggeler
区分 個人 B

Nickel (Ni)-base single crystal superalloys are used for jet engine and gas-turbine components which are required to have excellent high temperature strength to improve the thermal efficiency of the system. In this context, anisotropy and asymmetry on creep properties, and their relationship with alloy composition are significant to understand the performance of the alloys in service. This report summarizes the effects of alloying element cobalt (Co) on compressive creep response and its deformation mechanism at 800 °C and various applied stress using Co-containing and Co-free alloys with microstructural characterization. At the beginning of the compressive creep, Co presence enlarged the primary creep strain with enough large stress. Single slip of the dislocations with stacking fault is responsible for this larger primary creep strain. At the end of the compressive creep, Co presence enlarged the ductility. Twin formation in vast region is responsible for this high ductility. Above effects by Co existence is associated with stacking fault energy in the γ matrix.

研究目的

Ni 基単結晶超合金は FCC (Face Centered Cubic) 構造を有する不規則固溶体である γ 相が母相となり、 $L1_2$ 構造を有する規則相である γ' 相が析出したマイクロ組織を有する。この材料は、ジェットエンジンや発電用ガスタービンのタービン動翼として用いられるコア材料である。その高温強度が優れるほどそれらの機関は高い熱効率での運転が可能となるため、より優れた高温強度を発揮する合金の開発が求められる。タービンは高速回転することからタービン動翼には遠心力による引張り応力が常時負荷され、引張りクリープ変形が生じる。一方でタービン動翼内部では冷却空気が通るための複雑な内部構造を有しており、局所的な熱膨張の差に起因する圧縮クリープ変形も生じる。これらの観点から、引張りおよび圧縮クリープの差異(対称性)を把握することは実用上重要である。また、Ni 基単結晶超合金は長手方向が $[001]$ となることが理想であるが、産業上結晶方位のばらつきが生じることは避けられず、高温強度への影響が

懸念される(異方性)。以上の観点から、Ni 基単結晶超合金の高温クリープ特性における対称性と異方性の起源を学術的に解明し、合金組成との関連を明らかにすることが求められている。

塑性変形の素過程は、結晶中の線欠陥である「転位」の挙動である。そして、転位を中心とした変形組織の観察は変形メカニズムを同定するための重要な手段である。そのため、本研究課題では変形組織の観察を通じて Ni 基単結晶超合金の高温クリープ特性における対称性と異方性の起源と合金組成との関連を解明することを意図した。本報告では、その枠組みの中で現在までに特に成果がまとまった「圧縮クリープ特性と合金組成」に関する研究を中心に報告する。

研究経過

1. 試料作製とクリープ試験

Ni 基単結晶超合金の主要構成元素であるが強度への寄与が不明瞭である Co に着目し、互いに近い合金組成を有するが Co を含有する Co-containing 合金と Co を含まない Co-free 合金を供試材として選定した。一方向凝固鑄造にてそれらの合金の単結晶を得た後に、単結晶試料の結晶方位を背面反射ラウエ法にて計測した。このとき、使用するそれぞれの試料の結晶方位が[001]から同程度離れていることを確認し、クリープ変形中では単一のすべり系が働くことと推定された。単結晶試料から圧縮クリープ試験片を放電ワイヤー加工にて切り出して、800°C および 735MPa ならびに 900MPa 等の複数の応力値にて各圧縮クリープ試験を実施した。

735MPa の圧縮クリープ試験では、クリープ変形初期に着目すると、Co-containing 合金は 5%程度の大きな一次クリープひずみが観測される一方、Co-free 合金では一次クリープひずみは観測されなかった。また、クリープ変形後期に着目すると、Co-containing 合金はクリープひずみが 25%に到達しても破壊しない高い延性を示す一方で、Co-free 合金はわずか 5%程度のクリープひずみで急激な破壊に至った。この結果から、Co が一次クリープおよび破壊現象に大きな影響を与えていると示唆された。

900MPa の圧縮クリープ試験のクリープ変形初期では、Co-containing 合金は 735MPa のそれと比較して、より大きな一次クリープひずみを示すとともに、Co-free 合金でも一次クリープが確認された。一方でクリープ変形後期では、Co の有無にかかわらず両者とも 30%程度まで破壊せず、高い延性を示した。

2. TEM による変形組織観察と一次クリープ

クリープ変形を早期に中断した試料を用意し、それぞれの試料を電解研磨法にて薄膜化、転位観察用の試料を作製した。その試料を使用して、透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscopy: TEM)による組織観察を行った。

735MPa において、大きな一次クリープを示した Co-containing 合金では積層欠陥が同一のすべり面上で観察され、積層欠陥を有する転位による単一すべりが働いていることが分かった。一方で、一次クリープを示さない Co-free 合金では積層欠陥が複数のすべり面上で観察され、仮定に反して、積層欠陥を

有する転位による多重すべりが働いていることが分かった。この観察より、Co の存在は積層欠陥を有する転位の単一すべりを促進させ、その結果大きなクリープひずみが生じることが分かった。

900MPa では、Co の有無に関わらず一次クリープひずみが観測された。双方の合金で積層欠陥を有する転位による単一すべりが確認され、特に Co-free 合金を用いた 735MPa および 900MPa における圧縮クリープ特性の比較によっても、大きな一次クリープひずみは積層欠陥を有する転位の単一すべりに由来する、ということが確認した。

3. EBSD による変形組織観察と破壊挙動

破壊後あるいは破壊に近いクリープ変形後期の試料に対して、表面を機械研磨した後に、電子線後方散乱回折法(Electron BackScatter Diffraction: EBSD)分析を実施し、変形組織の解析を行った。

735MPa のクリープ試験にて、高い延性を示した Co-containing 合金では試料中央部の広範囲で厚い双晶が頻度高く形成されクラックの生成と進展が妨げられていたのに対して、破壊が急激で伸びが小さかった Co-free 合金では試料中央部のより狭い範囲で薄い双晶が低頻度に形成されていた。Co-free 合金で観察されるクラックの周囲では再結晶組織が伴っていたため、その再結晶組織の形成には高い応力集中が必要であると考えられる。したがって、Co の存在は双晶形成を促進し、応力集中を要する再結晶組織ならびにクラックの形成を阻害することで、大きな延性を示したと考えられる。

900MPa のクリープ試験では双方の試料が高い延性を示し、735MPa にて高い延性を示した Co-containing 合金のような、試料中央部で広範囲に形成される双晶が観察された。735MPa と 900MPa の比較によっても、高い延性は広範囲で形成される双晶組織に由来されると確認された。

考察

本報告では Ni 基単結晶超合金の主要構成元素である Co の存在が、圧縮クリープ特性に対して顕著な差異をもたらし、その起源が変形組織にあることを示している。Co はほぼ全ての Ni 基単結晶超合金が含有しその含有量も 0-12 wt.%程度と少なくないため、本成果は高強度化を目指す合金設計・方位制御に対して極めて有益な知見を提供する。

Coの存在は γ 相の積層欠陥エネルギーを低下させることで知られ、Co-containing合金における大きな一次クリープひずみの原因である転位の単一すべりは、 γ 相における低い積層欠陥エネルギーに由来する転位の低頻度な交差すべりであると仮説を立てている。また、Co-containing合金における高い延性の原因である広範囲における双晶形成は、 γ 相における低い積層欠陥エネルギーに由来する低い双晶形成応力であると仮説を立てた。いずれにせよCoの存在が γ 相の積層欠陥エネルギーを低下させ一次クリ

ープ挙動ならびに破壊挙動を大きく変化させることが示唆される。

研究の発表

誌上発表

1. T. Saito, M. Yuyama, H. Murakami, Journal of Alloys and Compounds, Effect of cobalt presence on creep properties of Ni-based single crystal superalloys at intermediate temperature, 1022(2025), 179871.