

γ/γ' 微細構造を考慮した単結晶 Ni 基超合金の高温疲労特性評価[†]

阪 口 基 己^{*} 岡 崎 正 和^{**}

High Temperature Fatigue Life Analysis of Single Crystal Ni-Base Superalloys Considering γ/γ' Microstructure

by

Motoki SAKAGUCHI^{*} and Masakazu OKAZAKI^{**}

Strain controlled thermo-mechanical fatigue (TMF) and low cycle fatigue (LCF) tests were conducted in a single crystal Ni-based superalloy, CMSX-4, under various test conditions. At first, it was shown experimentally that the superalloy revealed the TMF and LCF lives associated with some unique characteristics, which were not always interpreted well, so far as the traditional stress-based and/or strain-based criteria were employed: e.g., Manson-Coffin law and Ostergren method. New micromechanics model is proposed to estimate the TMF and LCF lives taking account of the unique microstructure of superalloys. The proposed method enabled us to estimate some unique characteristics in the TMF and LCF failures of superalloys, although some quantitative hurdles should be overcome further.

Key words: Single crystal Ni-base superalloy, Low cycle fatigue, Thermo-mechanical fatigue, γ/γ' microstructure, Eshelby's micromechanics theory, Mori-Tanaka's theory, Plastic work

1 緒 言

単結晶 Ni 基超合金は高温領域において優れたクリープ強度を有することから、ジェットエンジンや産業用ガスタービンの動静翼材として実用化が進められている。^{1), 2)} ガスタービン高温部材として使用される場合、Ni 基超合金は遠心力によるクリープに加え、機械的振動による高サイクル疲労 (HCF)、それが冷却孔などの応力集中部で起きることによる低サイクル疲労 (LCF)、さらには、熱応力と外力との重畳によって生じる熱機械的疲労 (TMF) など各種の高温疲労^{*1} 環境におかれることになる。¹⁾

これまでも、単結晶 Ni 基超合金の高温疲労に関しては多くの研究が行われてきたが、^{3)~8)} それらの中には超合金特有の現象がいくつか見られる (2 章参照)。しかし、これらの特徴を系統的に評価した研究は報告されていないと思われる。また、Ni 基超合金においては、それらに特有の γ/γ' 微細構造が重要な役割を果たしていることが指摘されてきたが、その役割を定量的に扱った研究も数少ない。^{9), 10)}

本稿では、まず、単結晶 Ni 基超合金 CMSX-4 に対し、種々の条件下で行った LCF, TMF 試験の結果をまとめ、単結晶超合金の疲労特性について検討する。その後、単結晶超合金特有の γ/γ' 微細構造を考慮に入れた力学的モデルを提示し、それに基づいて超合金に固有の特性を統一的に評価できないか検討する。

2 これまでの研究とその問題点

単結晶 Ni 基超合金の低サイクル疲労 (LCF) を対象とした研究はこれまでも多くなされてきている。^{3)~6)} 一般に、単結晶超合金は、耐熱鋼や多結晶超合金などと比較して実用温度域での非弾性変形をあまり示さないため、Manson-Coffin 則¹¹⁾に従った非弾性ひずみ範囲による寿命評価よりも、応力を基準とした方が整理しやすいとされている。^{3), 4)} しかし、試験条件に依存して応力範囲 ($\Delta\sigma$) の影響が強くなる場合、最大引張応力 ($\sigma_{\max}$) や平均応力 (σ_{mean}) の効果が大きく出る場合などがあり、個々に寿命評価パラメータを使い分けているのが現状のように見受けられる。

一方、単結晶超合金の TMF については、公開されている情報そのものが少ない。^{3), 7), 8)} 従来の金属材料においては、一定温度下で行う LCF 試験の結果を用いて TMF 寿命を推測する手法が歴史的に多く用いられており、ある程度の成功をおさめてきた。¹²⁾ しかし、Ni 基超合金の場合、主要強化相である γ' 相の強度が温度に対して逆温度依存性を示すことから、¹⁾ 材料の変形・破壊機構が温度に強く左右され、この結果として上記のような近似が成り立たないことが指摘されている。^{3), 13), 14)} これらの知見の多くは多結晶材を対象としたものであるが、単結晶材の場合には γ' 析出相の体積率がさらに高くなるため、多結晶材で報告されている特徴がさらに顕著になると考えられる。³⁾

以上のように、単結晶 Ni 基超合金の TMF や LCF などの疲労破損に対する明確な寿命評価手法は確立されて

^{*1} 本論文では、HCF, LCF, TMF の総称として「高温疲労」という用語を用いることにする。

[†] 原稿受理 平成 17 年 7 月 19 日 Received July 19, 2005

^{*} 学生会員 長岡技術科学大学大学院 〒940-2188 長岡市上富岡町, Graduate Student, Nagaoka Univ. of Tech., Kamitomioka-cho, Tomioka, 940-2188

^{**} 正 会 員 長岡技術科学大学工学部機械系 〒940-2188 長岡市上富岡町, Professor, Dept. of Mech. Eng., Nagaoka Univ. of Tech., Kamitomioka-cho, Tomioka, 940-2188

いない。その大きな要因は、単結晶超合金が γ 母相と γ' 析出相からなる複合組織を有しており、さらに、析出相が無視できない体積率（通常は 50% 前後）を有しているにも関わらず、材料全体に加わる応力やひずみといったパラメータにより寿命を評価している点にあると思われる。本稿の主目的は、超合金特有の組織因子を考慮した寿命評価手法を構築することにある。モデル計算の詳細については第 5 章で記述する。

3 供試材および実験方法

供試材は CMSX-4 単結晶超合金である。この材料に前報³⁾と同様の溶体化、時効処理を施した。この段階で材料中に含まれる γ' 析出物の大きさは約 $0.5\mu\text{m}$ 、その体積率は約 65% であった。³⁾これらの供試材から試験片軸方向が $\langle 001 \rangle$ 方向に対して ± 5 度以内になるよう直径 6.5mm の平滑丸棒試験片を機械加工した (Fig. 1)。

本研究で行った試験とそれらの条件を総括して Table 1 に示す。これらの試験はすべて電気油圧サーボ試験機を用い、大気中、ひずみ制御で行った。行った試験は、(i) ひずみ速度の大きな波形 (f-f 型波形) を繰返す LCF 試験、(ii) ひずみ速度の小さな波形 (s-s 型波形) を繰返す LCF 試験、ならびに (iii) ひずみと温度が同位相となる in-phase 型の TMF 試験、(iv) ひずみと温度が逆位相となる out-of-phase 型 TMF 試験、(v) ひずみと温度の位相差を 90 度とした Diamond-phase 型 TMF 試験である。試験温度は、LCF 試験については 400°C と 900°C 、TMF 試験については $400 \sim 900^\circ\text{C}$ とした。ひずみ比は、LCF 試験については完全両振り型 ($R_\epsilon = \epsilon_{\min}/\epsilon_{\max} = -1$)、片振り引張型 ($R_\epsilon = 0$)、片振り圧縮型 ($R_\epsilon = -\infty$) の 3 タイプ、TMF 試験は全て完全両振り型とした。以後、特に断わらない限り、各実験結果については、この Table 1 中に示す記号に従って表すことにする。

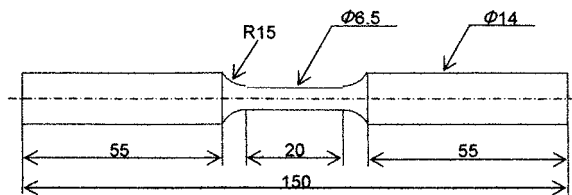


Fig. 1 Geometry of fatigue specimen used. (Dimension in mm)

4 実験結果

4.1 繰返し応力ひずみ関係

LCF 試験、および、TMF 試験において得られた応力ひずみのヒステリシスループのうち、 $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$ の試験で得られたものを Fig. 2 に示す。 $\Delta\epsilon_{\text{mech}}$ は力学的ひずみ範囲を表しており、LCF 試験においては全ひずみ範囲 ($\Delta\epsilon$) に、TMF 試験においては、全ひずみから自由膨張ひずみを差し引いたひずみに対応する。

Fig. 2 (a) より、 400°C で行った f-f 型 LCF においては、非弾性変形は生じず、弾性変形のみが生じていたことがわかる。これに対して 900°C での f-f 型 LCF においては (Fig. 2 (b))、約 0.05% 程度の小さな非弾性ひずみが生じていることがわかる。

ひずみ速度の小さい s-s 型の 900°C LCF においては (Fig. 2 (c))、f-f 型の LCF (Fig. 2 (b)) と比較して顕著な違いは見られない。

ひずみ比 (R_ϵ) が異なる s-s 型 900°C LCF を比較すると (Fig. 2 (c), (d), (e))、片振り引張型 ($R_\epsilon = 0$; Fig. 2 (d))、片振り圧縮型 ($R_\epsilon = -\infty$; Fig. 2 (e)) の 1 サイクル目においてのみ大きな塑性変形が見られ、その後の繰返し過程においてはどのひずみ比においても非弾性ひずみ範囲は約 0.05% と小さい。また、試験開始時には、片振り引張型では引張側に、片振り圧縮型では圧縮側に平均応力が生じているが、 $N_f/2$ 時においては、どのひずみ比においても平均応力がほぼ 0 となる。

一方、 $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$ で行った TMF 試験 (Fig. 2 (f), (g)) においては、in-phase 型 (Fig. 2 (f)) では引張側で、out-of-phase 型 (Fig. 2 (g)) では圧縮側で優先的に非弾性変形が生じたことを表す TMF 特有のヒステリシスループを示している。^{3), 7), 8), 12)}非弾性ひずみ範囲は 900°C LCF の場合と同様に 0.05% 程度と非常に小さい。また、試験中の平均応力は in-phase 型で圧縮、out-of-phase 型で引張となるが、片振り LCF の場合 (Fig. 2 (d), (e)) と異なり、繰返し数の増加に伴い、それぞれ、圧縮側、引張側に大きくなる。

4.2 疲労寿命

LCF, TMF 試験で得られた疲労繰返し数 (N_f) と力学的ひずみ範囲 ($\Delta\epsilon_{\text{mech}}$) との関係を図 3 に示す。また、 $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$ で固定し、棒グラフとして比較したものを

Table 1 LCF and TMF tests program employed.

Test type	Strain wave-form	Frequency (Hz)	Temp.-strain phase difference (°)	Max. Temp. (°C)	Min. Temp. (°C)	Strain ratio	Symbol
LCF	f-f	1/30	-	400	400	- 1	●
				900	900		■
	s-s	1/600		900	900	0	△
						- 1	□
						- ∞	▽
TMF	In-phase	1/600	0	900	400	-1	⊙
	Out-of-phase		180				⊗
	Diamond-phase		90				◆

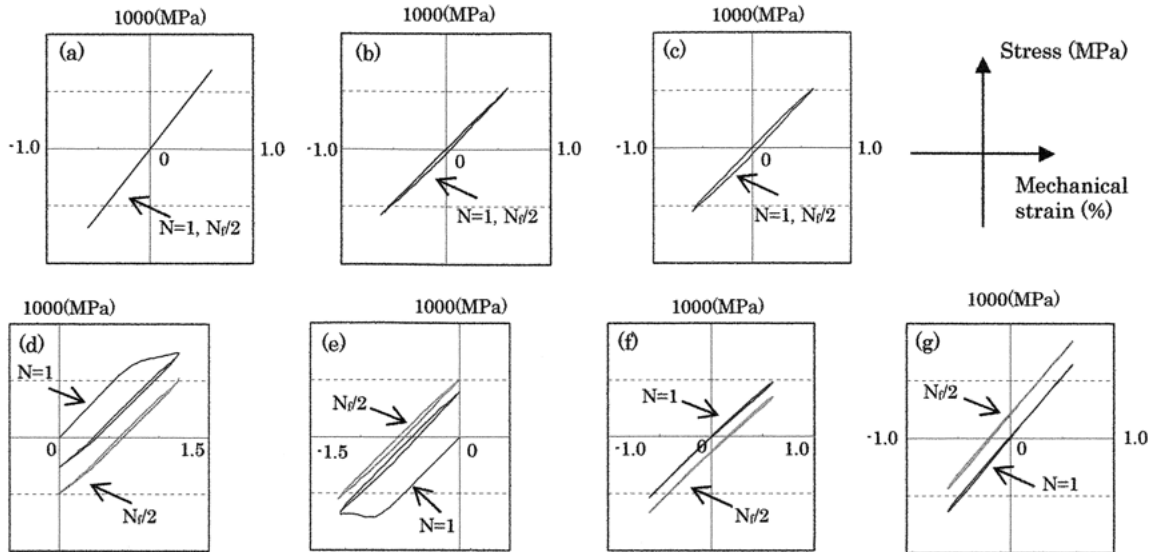


Fig. 2 Hysteresis loops obtained from LCF and TMF tests under the condition of $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$. (a) LCF at 400°C (f-f, $R_\epsilon = -1$), (b) LCF at 900°C (f-f, $R_\epsilon = -1$), (c) LCF at 900°C (s-s, $R_\epsilon = -1$), (d) LCF at 900°C (s-s, $R_\epsilon = 0$), (e) LCF at 900°C (s-s, $R_\epsilon = -1$), (f) TMF in-phase ($R_\epsilon = -1$), (g) TMF out-of-phase ($R_\epsilon = -1$).

Fig. 4 に示す。Fig. 3, 4 から単結晶超合金の LCF, TMF について以下の特性が見出される。

- (i) LCF 寿命の温度依存性について：
f-f 型波形の 400°C LCF (Fig. 3 中、記号●) と 900°C LCF (■) を比較すると、400°C LCF の寿命が長い。
- (ii) LCF 寿命のひずみ速度依存性について：
f-f 型 900°C LCF (■) と s-s 型 900°C LCF (□) を比較すると、f-f 型の寿命が長い。
- (iii) LCF 寿命のひずみ比依存性について：
s-s 型 900°C LCF において、両振り型 ($R_\epsilon = -1$; □), 片振り引張型 ($R_\epsilon = 0$; △), および、片振り圧縮型 ($R_\epsilon = -\infty$; ▽) の 3 つのひずみ比の寿命の間には顕著な差はない。
- (iv) TMF 寿命の温度ひずみ位相条件依存性について：
in-phase 型 (◎), out-of-phase 型 (⊠), diamond 型 (◇) の TMF 寿命を比較すると、in-phase 型 TMF の寿命が最も短く、ついで out-of-

phase 型、diamond 型となっている。従来の金属材料の TMF においては引張側での温度が最も高い in-phase 型の寿命が最も短くなり、ついで diamond 型、out-of-phase 型になると考えられていることを踏まえると、¹²⁾ 上述の依存性は、単結晶超合金に特有のものであると言える。

- (v) TMF 寿命と LCF 寿命の相関性について：
耐熱鋼などの金属材料においては、in-phase 型 TMF 寿命はその最高温度での LCF 寿命で、一方、out-of-phase 型 TMF の寿命はその温度サイクルの中間温度での LCF 寿命で近似できると考えられている。¹²⁾ Fig. 3, 4 における 900°C LCF 寿命と in-phase 型 TMF 寿命を比較すると、若干の相違はあるものの、両者の寿命はおおよそ等しくなっており、この近似は本単結晶材に対しても成り立つと言ってよい。一方、out-of-phase 型 TMF に

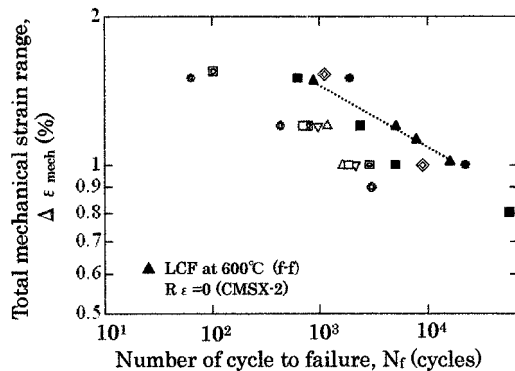


Fig. 3 LCF and TMF lives of CMSX-4. Symbols are follow to Table 1.

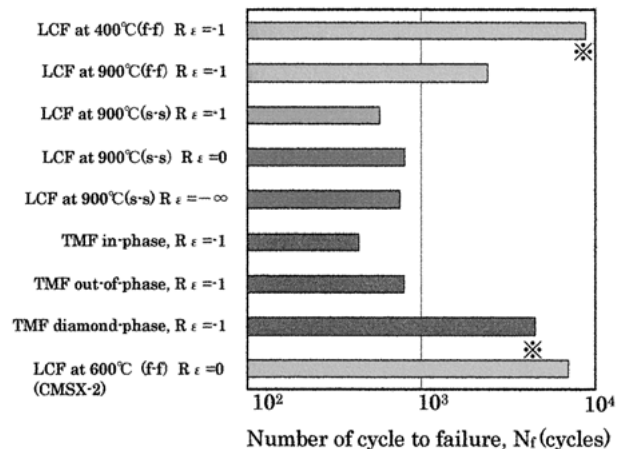


Fig. 4 Bar graph of LCF and TMF lives under the condition of $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$. The symbol “*” represents the data interpolated from the best fit S-N curve.

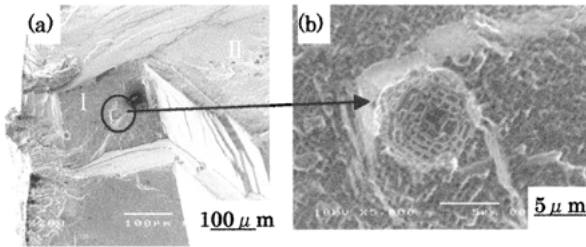


Fig. 5 LCF fracture surface of CMSX-4. (at 400°C, $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$, $R_\epsilon = -1$)

対しては（本実験条件における中間温度は 650°C），直接比較できる結果は取得していないが，試みに CMSX-2 の 600°C における LCF⁴⁾ と比較すると，明らかに out-of-phase の寿命が短くなっており（Fig. 4），上述の近似には無理があると言える。

4・3 破壊形態

疲労破壊した試験片破面の SEM 写真を Fig. 5, 6 に示す。400°C, $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$ の f-f 型 LCF 試験における破面の場合（Fig. 5 (a)），負荷軸とほぼ垂直なき裂発生・初期成長部分（図中，領域Ⅰ）と負荷軸から大きく傾いた {111} すべり面（図中，領域Ⅱ）から構成されている。大部分は後者の面からなるが，これは最終的に不安定破壊した領域である。前者の破面は主に {001} 面から構成されており，起点には球状の内部欠陥が存在している（Fig. 5 (b)）。

これに対して，in-phase 型 TMF における破面は（Fig. 6 (a)），球状欠陥から発生したいくつもの小さなき裂が {001} 面上を伝ばした小破面群から構成されており，それらが合体して最終破断した様相を呈している。また，球状欠陥周辺の初期き裂進展においては（Fig. 6 (b)）， γ' 相の大きさにほぼ対応した規則的な模様が観察できる。 γ' 相は {001} 面上に析出すること，および，この領域の破面は荷重軸と垂直になっていることから，初期き裂は {001} 面上の γ 母相中，もしくは， γ/γ' 界面近傍の γ 相を伝ばしたものと考えられる。⁴⁾

紙面の都合上，他の試験条件における破面写真は省略するが，900°C LCF の片振り圧縮型の破面は Fig. 5 に，そして，900°C LCF の片振り引張型，両振り型，out-of-phase 型 TMF の破面は，おおよそ Fig. 6 の破面に類似していた。すなわち，今回行った試験条件においては，最終的なマクロ破壊形態に相違はあるものの，内部欠陥から生じたき裂が γ 相中，あるいは， γ/γ' 界面における {001} 面を進展するという点においては共通している。

4・4 疲労寿命と各種巨視的力学パラメータ

4・2 節で検討した単結晶超合金の LCF, TMF 寿命特性は力学的全ひずみ範囲をベースとしたものであるが，これらの強度特性を統一的に扱える力学的パラメータを検討することは工業的に重要なことである。本節では，従来からよく用いられている力学的パラメータとして，試験中定常時の非弾性ひずみ範囲 ($\Delta\epsilon_{\text{in}}$)，応力範囲 ($\Delta\sigma$)，および，Ostergren 流のエネルギー的パラメータ ($\sigma_{\text{max}} \cdot$

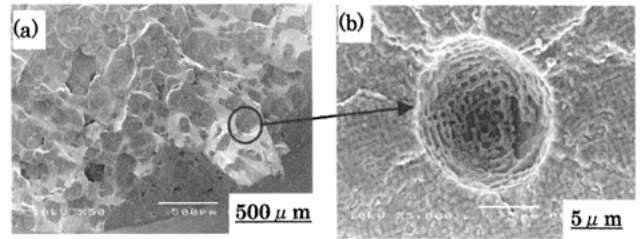


Fig. 6 TMF fracture surface of CMSX-4. (in-phase, $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$, $R_\epsilon = -1$)

$\Delta\epsilon_{\text{in}}$) を取り上げ，それぞれのパラメータの有用性について検討する。なお，以下の検討では $N_f/2$ の段階における応力やひずみの応答をパラメータとして用いることにする。また，定常時のヒステリシスループに非弾性変形が認められないものについては，非弾性ひずみ範囲として $\Delta\epsilon_{\text{in}} = 10^{-5}$ を暫定的に用いる。この 10^{-5} という値は，通常の π ゲージ型高温ひずみ計の分解能に相当する。

(i) 非弾性ひずみ範囲を基準としたとき

寿命 N_f と $\Delta\epsilon_{\text{in}}$ との関係を図 7 (a) に示す。図より， $\Delta\epsilon_{\text{in}}$ のみによる取り扱い，900°C LCF のひずみ比やひずみ速度の影響についてはある程度統一的に扱えるものの，TMF を含めた取り扱いには適さないことがわかる。また，必然的に，非弾性変形を示さないような領域を扱うことはできず，ある程度の非弾性変形挙動を示す場合においても，絶対値が小さくばらつきが大きい。

(ii) 応力範囲を基準としたとき

Fig. 7 (b) は寿命 N_f を $\Delta\sigma$ を縦軸にとって整理したものである。既述のとおり，本実験の範囲では弾性ひずみが大部分を占めるため，力学的全ひずみ範囲 ($\Delta\epsilon_{\text{mech}}$) と寿命との関係（Fig. 3）に類似したものとなる。 $\Delta\sigma$ ベースの取り扱いにおいては，in-phase 型 TMF と s-s 型 900°C LCF がほぼ同一直線状となり，非弾性ひずみ範囲では説明のつかなかった現象がある程度説明可能となる。しかし，温度環境が異なり，変形挙動の相違が存在するような条件間の比較（例えば 4・2 節 (i), (ii) などの特徴）に関しては，むしろ誤った解釈を与える可能性があり，これのみを用いるのは適当ではない。これらのことは，応力範囲の代わりに最大引張応力 (σ_{max}) を用いて評価した場合についても同様である。

(iii) Ostergren 流パラメータを基準としたとき

非弾性ひずみ範囲や応力範囲による取り扱いが共通して持つ問題は，ヒステリシスループが非対称である場合に，平均応力の存在を考慮できないことにある。Ostergren 流のエネルギーパラメータは，このような観点から，非弾性ひずみ範囲 ($\Delta\epsilon_{\text{in}}$) と引張側の最大応力 (σ_{max}) を掛け合わせることによって平均応力の違いを考慮可能にしたものである。各試験における寿命 N_f と $\Delta\epsilon_{\text{in}} \cdot \sigma_{\text{max}}$ の関係を Fig. 7 (c) に示す。これより，Fig. 7 (a) と比較してわずかな改良点は見受けられるものの， $\Delta\epsilon_{\text{in}}$ をベースとしているという意味で大きな相違はない。

以上の検討から，ここで挙げた 3 つの巨視的力学パラ

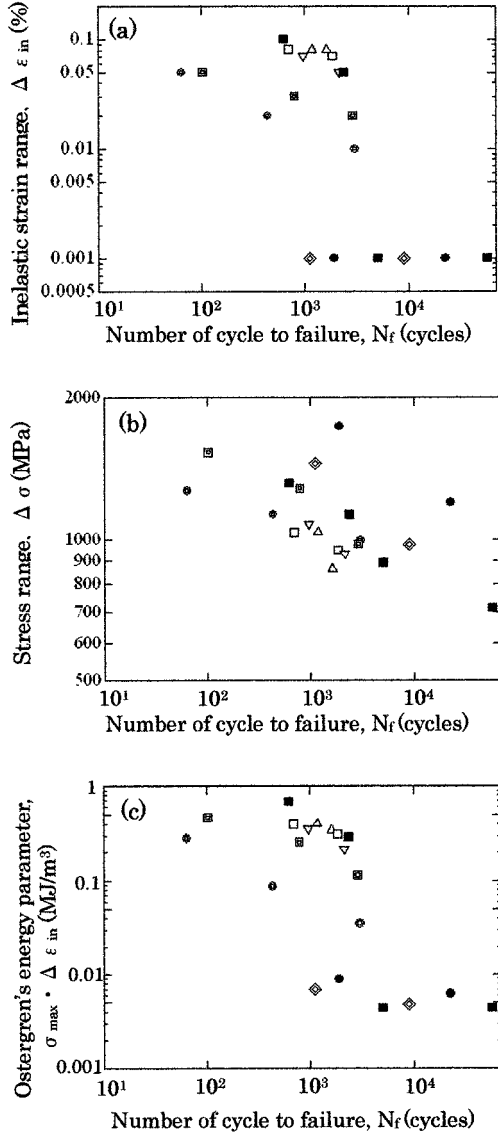


Fig. 7 LCF and TMF lives on basis of (a) in-elastic strain range ($\Delta\epsilon_{in}$), (b) stress range ($\Delta\sigma$) and (c) Oostergren's energy parameter ($\sigma_{max} \cdot \Delta\epsilon_{in}$). Symbols are follow to Table 1.

メータの中で、すべての影響や相違を統一的に取り扱えるものは皆無であることがわかる。特にTMF寿命に与える温度ひずみ位相条件の影響、TMFとLCFとの相関性についての取り扱いは困難である。これは、単結晶 Ni 基超合金の高温強度を考える上で、歴史的によく用いられてきた巨視的なパラメータのみでは限界があることを意味している。

5 考 察

第4章での検討から、単結晶 Ni 基超合金の疲労特性、特にTMFに関しては、従来の力学的取り扱いでは評価が困難であることが明らかとなった。この原因としては、単結晶 Ni 基超合金が γ 母相と γ' 析出相からなる composite 構造を有しており、また、そのき裂発生・初期進展が γ 母相、あるいは、 γ/γ' 界面で生じているにもかかわらず、第4章で取り上げた巨視的力学パラメータが、 γ' も含めた材料全体としての力学状態しか考慮していないことが

考えられる。^{9), 10)}そこで本稿では、 γ/γ' 複合組織が持つ構造因子の影響を考慮に入れ、繰返し負荷下での γ 相がおかれる力学状態に注目した検討を行いたい。

5・1 計算モデル

本研究では、単結晶 Ni 基超合金の γ/γ' 組織を、 γ 母相の中にそれとは弾性的特性が異なる γ' 析出物が体積率 V_f で均一に分散した複合相材料系としてモデル化した。 γ' の立方体形状をモデル化したひとつの近似として、Fig. 8に示す球状の γ' を考えた。ここで初期状態として、 γ/γ' 間に格子定数の差に起因したミスフィット δ が等方的に存在しているとした。 δ はそれぞれの格子定数 a_γ 、および、 $a_{\gamma'}$ を用いて式(1)のように定義している。

$$\delta = 2 \cdot \frac{(a_{\gamma'} - a_\gamma)}{(a_{\gamma'} + a_\gamma)} \quad (1)$$

なお、 γ 、 γ' ともに等方弾完全塑性体であるとした。

式(1)で定義したミスフィット(δ)は外的応力が加わらない状態においても、 γ 、 γ' 各相中に $\langle\sigma_{ij}(\delta)\rangle_\gamma$ 、 $\langle\sigma_{ij}(\delta)\rangle_{\gamma'}$ なる応力を生じさせる。¹⁵⁾また、このような材料系に負荷が加わった場合、母相と析出物では弾性的特性が異なるため、外的応力(σ_{ij}^A)に加え、この弾性的不均一性を補うための応力 $\langle\sigma_{ij}(inh)\rangle_\gamma$ 、 $\langle\sigma_{ij}(inh)\rangle_{\gamma'}$ が各相に生じる。¹⁵⁾さらに、材料系が塑性変形するような場合には、母相と析出物では塑性変形能が異なるため、塑性ひずみが不均一に生じ、それにより新たな内部応力 $\langle\sigma_{ij}(p)\rangle_\gamma$ 、 $\langle\sigma_{ij}(p)\rangle_{\gamma'}$ が加わることになる。¹⁵⁾これらの応力が重畳する結果として、 γ 、 γ' 各相には

$$\begin{aligned} \langle\sigma_{ij}\rangle_\gamma &= \sigma_{ij}^A + \langle\sigma_{ij}(inh)\rangle_\gamma + \langle\sigma_{ij}(\delta)\rangle_\gamma + \langle\sigma_{ij}(p)\rangle_\gamma \\ \langle\sigma_{ij}\rangle_{\gamma'} &= \sigma_{ij}^A + \langle\sigma_{ij}(inh)\rangle_{\gamma'} + \langle\sigma_{ij}(\delta)\rangle_{\gamma'} + \langle\sigma_{ij}(p)\rangle_{\gamma'} \end{aligned} \quad (2)$$

で表される応力が加わることになる。ここで、式(2)中の γ' 相中に生じる各応力は、Eshelbyの等価介在物理論を応用した以下の式により算出可能である。^{15), 16)}

$$\begin{aligned} \langle\sigma_{ij}(inh)\rangle_{\gamma'} &= C_{ijkl}^{\gamma'} (S_{klmn} \epsilon_{mn}^*(inh)(1 - V_f) + V_f \epsilon_{kl}^*(inh) + \epsilon_{ij}^A) \\ &= C_{ijkl}^{\gamma'} (S_{klmn} \epsilon_{mn}^*(inh)(1 - V_f) + V_f \epsilon_{kl}^*(inh) - \epsilon_{kl}^*(inh) + \epsilon_{ij}^A) \end{aligned} \quad (3.1)$$

$$\begin{aligned} \langle\sigma_{ij}(\delta)\rangle_{\gamma'} &= C_{ijkl}^{\gamma'} (S_{klmn} \epsilon_{mn}^*(\delta)(1 - V_f) + V_f \epsilon_{kl}^*(\delta) - \epsilon_{kl}(\delta)) \\ &= C_{ijkl}^{\gamma'} (S_{klmn} \epsilon_{mn}^*(\delta)(1 - V_f) + V_f \epsilon_{kl}^*(\delta) - \epsilon_{kl}^*(\delta)) \end{aligned} \quad (3.2)$$

$$\begin{aligned} \langle\sigma_{ij}(p)\rangle_{\gamma'} &= C_{ijkl}^{\gamma'} (S_{klmn} \epsilon_{mn}^*(p)(1 - V_f) + V_f \epsilon_{kl}^*(p) - \epsilon_{kl}(p)) \\ &= C_{ijkl}^{\gamma'} (S_{klmn} \epsilon_{mn}^*(p)(1 - V_f) + V_f \epsilon_{kl}^*(p) - \epsilon_{kl}^*(p)) \end{aligned} \quad (3.3)$$

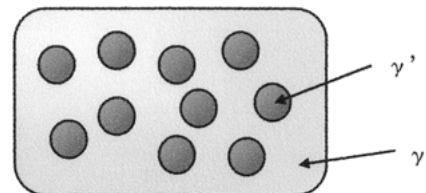


Fig. 8 Model of superalloy microstructure containing spherical γ' precipitates.

これらの3つの式はそれぞれテンソル表記しており, それぞれ6つの連立方程式を表す. 式 (3.1)中の ε_{mn}^{inh} , 式 (3.2)中の $\varepsilon_{mn}^{\delta}$, 式 (3.3)中の ε_{mn}^p は Eshelby が言うところの等価存在物の固有ひずみである.¹⁶⁾ C_{ijkl} および C'_{ijkl} は γ 母相および γ' 析出相の弾性係数, S_{klmn} は Eshelby テンソルを表す.¹⁶⁾ また, 式 (3.1)中の ε_{ij}^A は析出相が存在しないときの外部応力により生じるひずみである. 式 (3.2)中の $\varepsilon_{kl}(\delta)$, および, 式 (3.3)中の $\varepsilon_{kl}(p)$ は, それぞれ, γ 母相を基準とした時の γ' 相中のミスフィットひずみ, および, 塑性ひずみを表しており, 次の式 (4.1), (4.2)の場合を考えている.

$$\varepsilon_{11}(\delta) = \varepsilon_{22}(\delta) = \varepsilon_{33}(\delta) = \delta, \text{ other } \varepsilon_{ij}(\delta) = 0 \quad (4.1)$$

$$\varepsilon_{11}(p) = \varepsilon_{22}(p) = -\frac{p}{2}, \varepsilon_{33}(p) = p, \text{ other } \varepsilon_{ij}(p) = 0 \quad (4.2)$$

また, 式 (2)中の γ 相中応力は, 式 (3.1)から(3.2)で求める γ' 相中応力を Mori-Tanaka の平均場の理論¹⁷⁾に適用することで次のように求められる.

$$\langle \sigma_{ij}(inh) \rangle_{\gamma} = -\frac{V_f}{1-V_f} \cdot \langle \sigma_{ij}(inh) \rangle_{\gamma'} \quad (5.1)$$

$$\langle \sigma_{ij}(\delta) \rangle_{\gamma} = -\frac{V_f}{1-V_f} \cdot \langle \sigma_{ij}(\delta) \rangle_{\gamma'} \quad (5.2)$$

$$\langle \sigma_{ij}(p) \rangle_{\gamma} = -\frac{V_f}{1-V_f} \cdot \langle \sigma_{ij}(p) \rangle_{\gamma'} \quad (5.3)$$

詳細については前報に記述した.¹⁸⁾ これらの手法を繰返し負荷に対して拡張すれば, 疲労中の応力とひずみの関係が計算できる.

疲労寿命を予測するには, 繰返し負荷による損傷を何らかの物理量で表現する必要がある. 繰返し負荷過程中的力学的物理量と疲労寿命 N_f とを結び付けるひとつの考え方として, 繰返し負荷中になされる塑性仕事量 W_p の累積値がある限界に達したときに材料中にき裂が発生すると考えるものがある.¹⁹⁾

$$W_p \cdot N_f = C \quad (6)$$

ここで W_p は, 塑性ひずみの増分 $d\varepsilon_{ij}^p$ とその時の応力を用いて

$$W_p = \oint \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij}^p \quad (7)$$

と定義されるものであり,¹⁹⁾ 積分は1サイクルの繰返し負荷過程に対応して行う.

一方, 超合金は γ と γ' からなる複合材料系であるが, Fig. 5, 6 に示したように, き裂発生, および, 初期き裂進展は γ 母相中, あるいは, γ/γ' 界面近傍で生じていることから, 本研究では γ 母相のき裂発生寿命 $\hat{N}_f$ γ 母相の破損寿命 $\hat{N}_f$ 超合金全体としての寿命, と考えた. そして, γ 母相のき裂発生寿命と塑性仕事 ($W_p(\gamma)$) の間に

$$W_p(\gamma) \cdot N_f = C \quad (8)$$

が成立すると考えた. 式 (8)に従えば, 超合金の寿命 N_f は $1/W_p(\gamma)$ に比例することになる.

5・2 計算結果

本稿では, 単結晶 Ni 基超合金の γ 母相, および, γ' 析出相の力学的特性, 体積率, γ/γ' 間格子ミスフィットの値として Table 2 に示す値を用いた. これらの値は次のように暫定的に決定したものである (これらを系統的に実測した例は少ない). まず, ミスフィットについては実測結果¹⁾を用いた (温度によらず一定と近似している). また γ と γ' の降伏応力については, 材料系が負荷の増加とともに弾性変形 $\rightarrow \gamma$ 母相のみ塑性変形 $\rightarrow \gamma'$ 相も含めた系全体が塑性変形という順番で変形が進行すること⁵⁾を前提にして, Fig. 2 に示したヒステリシスループを再現できるような値として選択した. また, 各相の縦弾性係数は 900℃における実測結果²⁰⁾を用い, 400℃から 900℃の間で温度によらず一定であると単純化した.

5・2・1 繰返し負荷下の巨視的応力ひずみ関係 モデル化した材料系が, $\Delta \varepsilon_{mech} = 1.2\%$ の 900℃ LCF, in-phase 型 TMF, および, out-of-phase 型 TMF に対応する繰返し負荷を受けた場合に予測された巨視的応力ひずみ関係のヒステリシスループを実験により得られた定常時 ($N = N_f/2$) のループと比較する形で Fig. 9 に示す. なお, TMF については, 温度環境が負荷サイクル中に変化することを近似して, in-phase 条件下 (Fig. 9 (a)) においては, 引張側負荷中の γ と γ' の降伏応力は 900℃におけるそれらに等しく, 一方, 圧縮側負荷過程中的それらは 400℃における値に等しいとした. ただし, 上述のとおり, 弾性係数の温度依存性は考慮に入れていない. Fig. 9 より, このひずみ範囲における変形挙動は, すべての条件において, 1 サイクル目は, 弾性変形 (Fig. 9 中, 原点 $\rightarrow$ 点①), γ 母相のみ塑性変形 (① $\rightarrow$ ②), 除荷 (② $\rightarrow$ ③), γ 母相のみ逆降伏 (③ $\rightarrow$ ④), 逆除荷 (④ $\rightarrow$ ⑤), γ 母相のみ再降伏 (⑤ $\rightarrow$ ②) という順序で変形が進行する. そして, 本計算の条件では, 2 サイクル目以降は② $\rightarrow$ ③ $\rightarrow$ ④ $\rightarrow$ ⑤ $\rightarrow$ ②という1サイクル目と同じ負荷経路を通り, それ以降もヒステリシスループの変化はなく, ラチェットは生じない. Fig. 9 において, 900℃ LCF (Fig. 9 (b)) については, 計算により予測されたループが実験結果とよく一致するのに対し, in-phase 型 TMF (Fig. 9 (a)), および, out-of-phase 型 TMF (Fig. 9 (c)) については平均応力に若干の違いが見られる. これは, 本モデルがクリープや回復等の時間依存現象を考慮していないことに起因していると思われる.

Table 2 Material properties of γ matrix and γ' precipitates used for the numerical calculations.

	Young's modulus (GPa)	Poisson's ratio	Volume fraction	Yield stress (MPa)			Lattice misfit of γ' with matrix (%)
				400℃	650℃	900℃	
γ	80	0.30	0.35	700	600	500	-0.1
γ'	95	0.30	0.65	1000	1100	750	

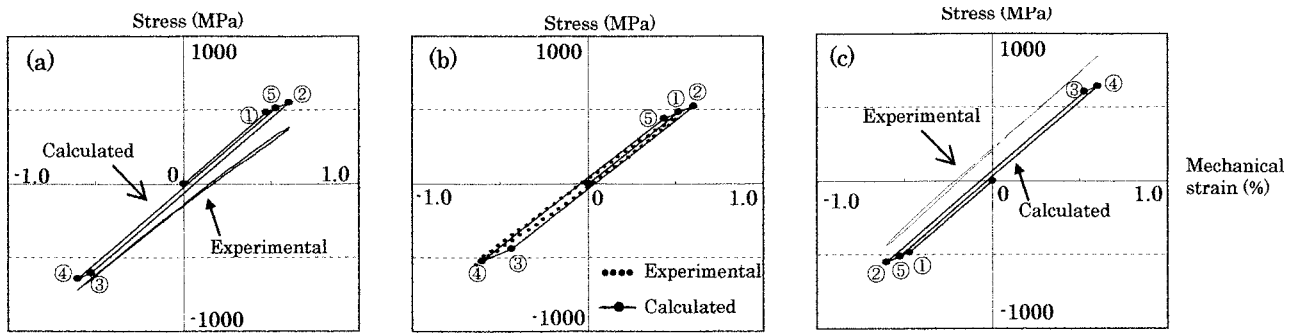


Fig. 9 Hysteresis loops under the condition of $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$ estimated from numerical calculation.

(a) TMF in-phase ($R_e = -1$), (b) LCF at 900°C ($R_e = -1$), (c) TMF out-of-phase ($R_e = -1$).

5・2・2 繰返し負荷下の寿命予測 Fig. 10 は, $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$ の条件下において, ひずみ比, 温度, および, 温度-ひずみ位相条件等の試験条件が超合金の疲労寿命に与える影響について, 定常時 (本モデルにおいては 2 サイクル目以降) の 1 サイクル中の負荷により γ 母相が受ける塑性仕事の逆数 ($1/W_p(\gamma)$) を比較する形で表したものである. 本モデルにおいてはひずみ速度の影響を考慮に入れていないため, LCF 寿命のひずみ速度依存性についての予測はできないが, 4・2 節で挙げた (i), (ii), (iv), (v) に関して以下の影響が予測されている.

(i) LCF 寿命の温度依存性について

LCF におけるき裂発生寿命は 900°C のものより 650°C のものが, また, 650°C のものより 400°C における寿命が長くなると予測される. これらの予測は実験結果 (Fig. 3, 4) とよく一致する.

(ii) LCF 寿命のひずみ比依存性について

900°C LCF におけるき裂発生寿命は, ひずみ比の影響をほとんど受けないと予測される. この予測も実験結果 (Fig. 3, 4) と一致する.

(iii) TMF 寿命の温度ひずみ位相条件依存性について
TMF においては, 温度ひずみ位相条件が in-phase 型のものと out-of-phase 型のものではき裂発生寿命の相違がほとんどないと予測される. すなわち, 4・4 節で検討した各種力学パラメータでは説明のつかなかった温度ひずみ位相条件の影響も, 微細構造を考慮した本モデルを用いれば合理

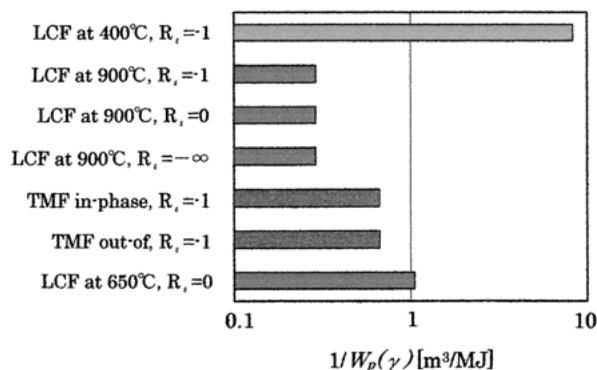


Fig. 10 Bar graph of estimated crack initiation lives under the condition of $\Delta\epsilon_{\text{mech}} = 1.2\%$.

的に説明可能である. また, diamond-phase 条件下での寿命が 650°C LCF 寿命とほぼ等しいと見なすならば, diamond-phase 寿命が out-of-phase や in-phase よりも長くなるという実験結果も説明がつく.

(iv) TMF 寿命と LCF 寿命の相関性について

out-of-phase 型 TMF の寿命は 650°C LCF のものより短くなると予測される. この予測は実験結果とも一致する. しかし, in-phase 型 TMF の寿命は 900°C LCF での寿命と比較して長くなると予測され, この点については実験結果と必ずしも一致しない.

以上の寿命予測の妥当性を 4・4 節で取り上げた 3 つの巨視的パラメータによる取り扱いと比較するため, 実験により得られた疲労寿命 (N_f) と $W_p(\gamma)$ の関係を Fig. 11 に示した. 繰返し負荷の定常時において γ 母相が弾性変形のみを示し, 塑性仕事 ($W_p(\gamma)$) が 0 になると予測される条件については, $W_p(\gamma) = 0.01$ としてプロットしている. Fig. 11 と Fig. 7 の比較により, 本稿で提示した γ/γ' 微細構造を考慮に入れた寿命予測法は, 従来の巨視的パラメータでは説明のつかなかった超合金の疲労特性の多くを評価可能にしていることがわかる. しかし, より定量的な予測を行うためには, Table 2 に暫定的に設定した各相の基礎物性値の取得, 立方体形状の γ' 相へのモデ

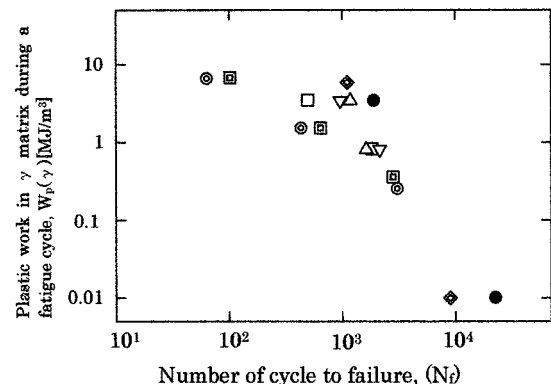


Fig. 11 LCF and TMF lives on the basis of calculated plastic work in γ matrix, $W_p(\gamma)$. Symbols are follow to Table 1.

ルの拡張, クリープや回復など時間依存現象の導入など, さらに, 今後, 検討すべき項目も多い。

6 結 言

本研究では, まず, 単結晶 Ni 基超合金 CMSX-4 に対する様々な条件下での低サイクル疲労 (LCF) 試験, および, 熱機械疲労 (TMF) 試験を行い, 試験温度, ひずみ速度, ひずみ比が LCF 寿命に与える影響, ならびに, 温度ひずみ位相条件が TMF 寿命に与える影響, さらに, LCF と TMF の相関性について検討した。その結果, 本超合金は, 従来の耐熱材料とは異なる独特な疲労特性を示すことが明らかとなった。これらの特性に対しては, 従来の巨視的力学パラメータのみでは適切な評価が困難であることも示した。これらの問題点の解決のため, Eshelby の等価介在物理論, Mori-Tanaka の近似法を基に, 単結晶 Ni 基超合金のミクロ組織を考慮した寿命予測モデルを提案した。提案したモデルは, 今後, 改良すべき点がいくつかあるものの, 従来の手法では得られなかった挙動を定性的に予測することができ, これらは実験結果とも一致するものであった。

本研究の遂行にあたり平成 17 年度科学研究費補助金 (特別研究員奨励費 #1705454), ならびに, 平成 15 年度科学研究費 (#15360046) の援助を受けた。関連各位に謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) H. Harada and M. Okazaki, "High temperature strength of Ni-based superalloys and coatings for advanced gas turbines", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.51, No.7, pp.836-842 (2005).
- 2) T. M. Pollock and A. S. Argon, "Directional coarsening in nickel-base single crystals with high volume fractions of coherent precipitates", *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol.42, No.6, pp.1859-1874 (1994).
- 3) M. Okazaki, K. Take, K. Kakehi, Y. Yamazaki, M. Sakane, M. Arai, S. Sakurai, H. Kaneko, Y. Harada, A. Itoh, T. Okuda, I. Nonaka, K. Fujiyama and K. Nanba, "Collaborative research on thermo mechanical and isothermal low cycle fatigue strength of Ni-base superalloys and protective coatings at elevated temperature in the Society of Material Science", *Japan, ASTM STP*, Vol.1428, pp.180-194 (2003).
- 4) M. Okazaki, T. Imai, T. Satoh and S. Nohmi, "Fatigue small crack growth in a single crystal Ni-base superalloy at elevated temperature", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.41, No.467, pp.1261-1267 (1992).
- 5) V. Brien, B. Decamps, "Low cycle fatigue of a nickel based superalloy at high temperature", *Material Science and Engineering A*, Vol.316, pp.18-31 (2001).
- 6) N. Tada, R. Ohtani and A. Wada, "High temperature fatigue of the nickel base single crystal super-alloy CMSX-2.", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.52, No.2, pp.132-138 (2002).
- 7) H. Zhou, H. Harada, Y. Ro and I. Okada, "Investigations on the thermo-mechanical fatigue of two Ni-based single crystal superalloys", *Material Science and Engineering A*, Vol.394, pp.161-167 (2005).
- 8) S. A. Kraft and H. Mughrabi, "Thermo-mechanical fatigue of the monocrystalline nickel-base superalloy CMSX-6", *ASTM STP*, Vol.1263, pp.27-40 (1996).
- 9) R. Estevez, G. Hoinald and P. Franciosi, "Hardening anisotropy of γ/γ' superalloy single crystal-II, numerical analysis of heterogeneity effects.", *Acta Materialia*, Vol.45, No.4, pp.1567-1584 (1997).
- 10) B. Fredelich, "A microstructural model for the monotonic and the cyclic mechanical behavior of single crystal superalloys at high temperatures", *International Journal of Plasticity*, Vol.18, pp.1-49 (2002).
- 11) S. S. Manson, "Thermal Stress and Low cycle Fatigue" (1976) McGraw Hill.
- 12) S. Taira and R. Ohtani, "Netsuouryoku to Netsuhirou", pp.128-143 (1977) Nikkan-Kogyo-Shinbunsha.
- 13) K. Kuwabara, A. Nitta and T. Kitamura, "Thermal-mechanical fatigue life prediction in high temperature component materials for power plant", *Proceedings of the ASME International Conference on Advances in Life Prediction Method*, pp.131-141 (1983).
- 14) H. L. Bernstein, T. S. Grant, R. C. McClung and J. M. Allen, "Prediction of thermal-mechanical fatigue life for gas turbine blades in electric power generations." *ASTM STP*, pp.212-238 (1993).
- 15) T. Mura and T. Mori, "Micromechanics", pp.23-32 (1976) Baihu-Kan.
- 16) J. W. Eshelby, "Elastic inclusions and inhomogeneities.", *Progressive Solid Mechanics*, Vol.2, pp.87-140 (1961).
- 17) T. Mori and K. Tanaka, "Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions.", *Acta Metallurgica*, Vol.21, pp.571-574 (1973).
- 18) M. Sakaguchi and M. Okazaki, "Micromechanics approach to the morphology of cellular microstructure in single crystal Ni-based superalloy", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.54, No.2, pp.122-129 (2005).
- 19) D. E. D. E. Martin, "An energy criterion for low cycle fatigue", *Transaction of the American Society of Mechanical Engineers, Journal of Basic Engineering*, Vol.83, pp.565-571 (1961).
- 20) M. Osawa, H. Shiraishi, T. Yokokawa, H. Harada and T. Kobayashi, "3D-FEM calculations of rafting in Ni-base superalloys based on high temperature elastic and lattice parameters.", *Superalloys 2004*, pp.977-985 (2004) TMS.