

DB
2390
2008
HG

Ni 基単結晶超合金の クリープ構成式に関する 研究

伊津野 仁史

システム情報工学研究科
筑波大学

2008年 7月

寄贈
伊津野仁史氏

08010177

目 次

第 1 章 研究の背景と目的

1.1 緒言	1
1.2 Ni 基超合金の歴史	4
1.3 仮想タービン	7
1.4 Ni 基超合金のクリープ強度	9
1.5 Ni 基超合金のクリープ曲線の特徴	12
1.6 本研究で用いたクリープ試験方法	17
1.7 本研究の目的と構成	18
参考文献	21

第 2 章 クリープ構成式の提案

2.1 緒言	24
2.2 従来のクリープ構成式	
2.2.1 非定常クリープ曲線	25
2.2.2 改良 θ 法	26
2.2.3 改良 θ 法による Ni 基超合金の クリープ曲線近似	27
2.3 Ni 基超合金のためのクリープ構成式	
2.3.1 新しいクリープ構成式	30
2.3.2 一次クリープ前期領域	31
2.3.3 一次クリープ後期領域	34
2.4 新しいクリープ構成式の提案	36
2.5 結言	38

第3章 クリープ構成式の実クリープ曲線

への適用と解析

3.1 緒言	40
3.2 クリープ構成式の実クリープ曲線への適用	
3.2.1 クリープ構成式の説明	40
3.2.2 試験条件	41
3.2.3 パラメータフィッティング結果	42
3.2.4 クリープ速度の算出	45
3.2.5 パラメータフィッティング結果(長時間)	47
3.3 クリープ構成式のパラメータの解析	
3.3.1 一次クリープ前期領域(A_1 、 c_1 および μ)	50
3.3.2 一次クリープ後期領域(β)	54
3.3.3 β が非常に小さいクリープ曲線	57
3.4 パラメータの重回帰分析	
3.4.1 研究の目的	61
3.4.2 実験手法	61
3.4.3 重回帰分析結果	65
3.5 パラメータの因子分析	
3.5.1 研究の目的	69
3.5.2 実験手法	69
3.5.3 因子分析結果	70
3.6 結言	75

参 考 文 献	77
第 4 章 クリープ曲線予測	
4.1 緒言	79
4.2 クリープ曲線の直接予測	
4.2.1 実験手法	80
4.2.2 予測結果	81
4.2.3 予測性の検証	85
4.2.4 温度-応力条件の外挿	88
4.3 初期クリープ挙動からの後期クリープ 挙動予測	
4.3.1 予測の必要性	90
4.3.2 実験手法	91
4.3.3 予測結果と考察	92
4.4 結言	99
参 考 文 献	100
第 5 章 総括	
5.1 緒言	101
5.2 本研究のまとめ	101
5.3 Ni 基超合金のためのクリープ構成式に 関する今後の課題	105
謝 辞	106
研 究 業 績	107

第 1 章

研究の背景と目的

1.1 緒言

航空機ジェットエンジンや火力発電用ガスタービンなど、ガスタービン機関は様々な分野において欠かせないものとなっている (Fig. 1-1)。ガスタービン機関は比較的熱効率が高く、発電設備で用いられているガスタービン単体の熱効率は35%前後に達している¹⁻¹⁾。しかしながら、地球環境保全や化石燃料の有効利用の観点から、ガスタービン機関の更なる高効率化によるCO₂削減や燃料消費量の改善が急務となってきた。一般に熱機関のエネルギー変換効率は入熱側と廃熱側の温度差に比例するため、ガスタービンにおいてはタービン入口温度が高ければ高いほど、すなわちガスタービン燃焼温度が高いほどタービンは高効率となる。現在、前述の観点から発電分野においてはタービン入口温度が1700℃、熱効率56%以上となる超高効率複合型発電ガスタービンの開発が進められている¹⁻¹⁾。また、航空機分野においては例えば2009年就航予定のボーイング-787型、2010年就航予定のエアバス A-350XWB 搭載のジェットエンジンは燃料消費量の10%以上の改善が要件となっている。

Fig. 1-2にガスタービン機関の例を示す。これは航空機用ターボファンジェットエンジンの模式構造であるが、発電用ガスタービンについても基本的には同構造である。

ガスタービンの動作原理を以下に示す。空気圧縮機によって圧縮された空気は燃焼器内で燃料と混合され、燃焼するこ

とで高温・高圧の燃焼ガス流となる。この燃焼ガス流がタービン入口からタービン静翼を通じてその背後にある回転機であるタービン動翼に噴射され、これを回転させる。このタービン動翼と先ほどの空気圧縮機は同軸となっており、燃焼ガスの熱エネルギーが空気圧縮機とファンを駆動し、推進力を得る構造となっている。

小型ガスタービンなどを除き、通常のタービン入口温度は $1100^{\circ}\text{C} \sim 1500^{\circ}\text{C}$ に達する。動翼を空冷構造とした場合でも、動翼表面温度において $900^{\circ}\text{C} \sim 1100^{\circ}\text{C}$ の条件に耐える動静翼部材が必要である。また、タービン動翼はしばしば音速に近い高速で回転するため、遠心力によるクリープ変形や破断に対する強度が求められている。この過酷な使用条件に耐える動静翼材料として、優れた高温強度を持つ γ' 相析出強化型Ni基超合金(以下、Ni基超合金と略)が唯一、実用化されている¹⁻²⁾。

冒頭に述べたようなガスタービンの高効率化のためには、この過酷な使用環境におかれるタービン動静翼材用の更に優れた耐熱材料が求められている。このため、より優れた高温クリープ強度をもつNi基超合金の開発が必要である。また、後述するようにNi基超合金のクリープ挙動を精密に記述できるクリープ構成式が必要となっている。

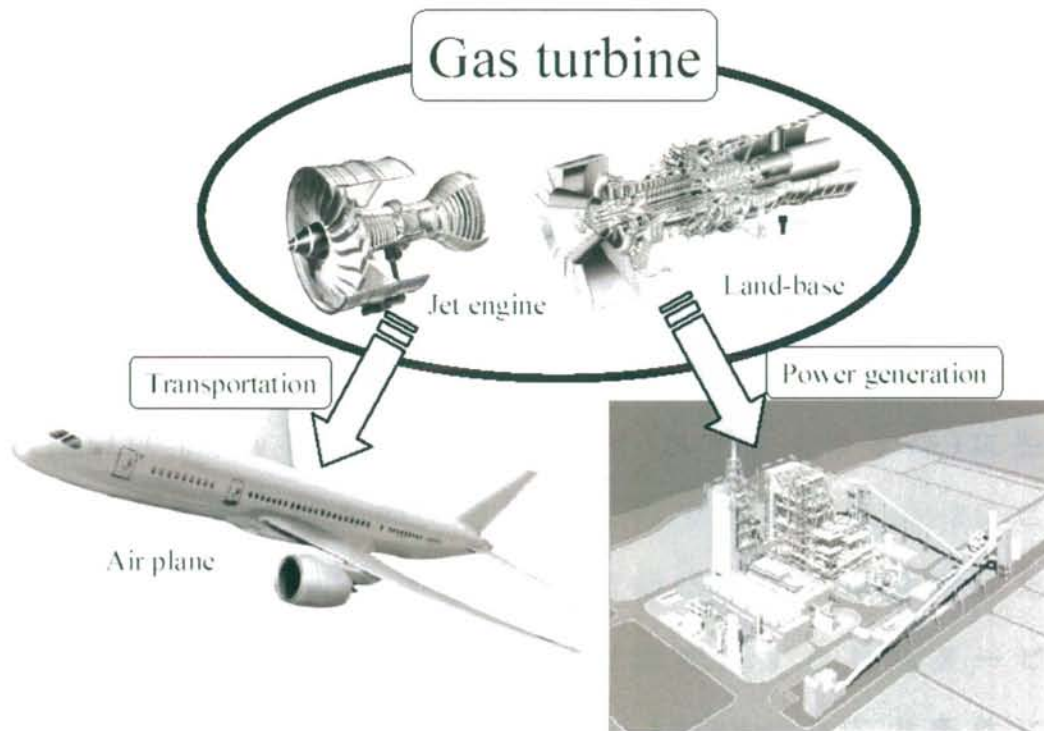


Fig.1-1 Gas turbines are used in many stages in our living field.

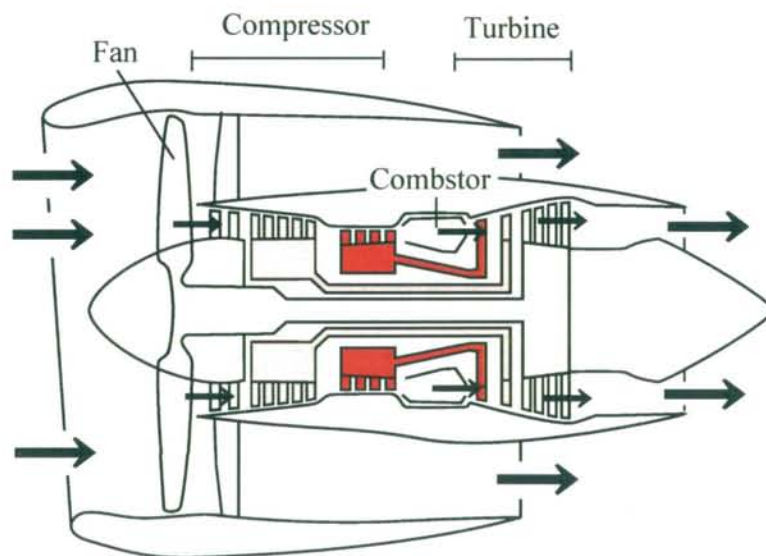


Fig.1-2 A schematic structure of a single-shaft jet engine for airplanes.

1.2 Ni 基超合金の歴史

Ni 基超合金は Fe 基合金である Ni-Cr 耐熱鋼の耐熱性向上のために Ni 添加量を増加させた結果、Fe 量と逆転するという経緯で開発されてきた。現在、動静翼に使用されている Ni 基超合金は1940年初頭に開発された英国 MondNickel 社による N80合金が端緒といわれており、Al の添加により金属間化合物 Ni_3Al (以下、 γ' 相と略) を Ni 母相 (以下、 γ 相と略) に整合析出させ、高温強度を向上させたものである。Fig1-2にこの Ni 基超合金の開発史を図示する。横軸は合金が開発された年であり、縦軸は合金の1000時間耐用温度、すなわちタービン用耐熱材料の重要な評価基準である137MPa の応力条件における1000時間のクリープ破断寿命に耐えられる温度である。Ni 基超合金の開発とはすなわち耐用温度の向上であったことが見てとれる。

Ni 基超合金の耐用温度向上は W、Mo といった高融点元素の添加による固溶強化と製造プロセスの進歩によって行われてきた。初期においては鍛造によって製造されていたが、高温強度の上昇に伴う加工の困難化、翼の冷却の必要性によるより複雑な翼内部構造等の要請から普通鑄造により製造されるようになった。さらに鑄造時において結晶成長方向を特定方向に制御することにより主応力方向の引張強度を担保した一方向凝固合金と進化してきた。現在ではこの手法を更に進化させ、部材全体を単一の結晶として鑄造することにより結晶粒界をなくし、主応力方向以外の強度までを保障した単結晶合金まで製造されるに至っている。

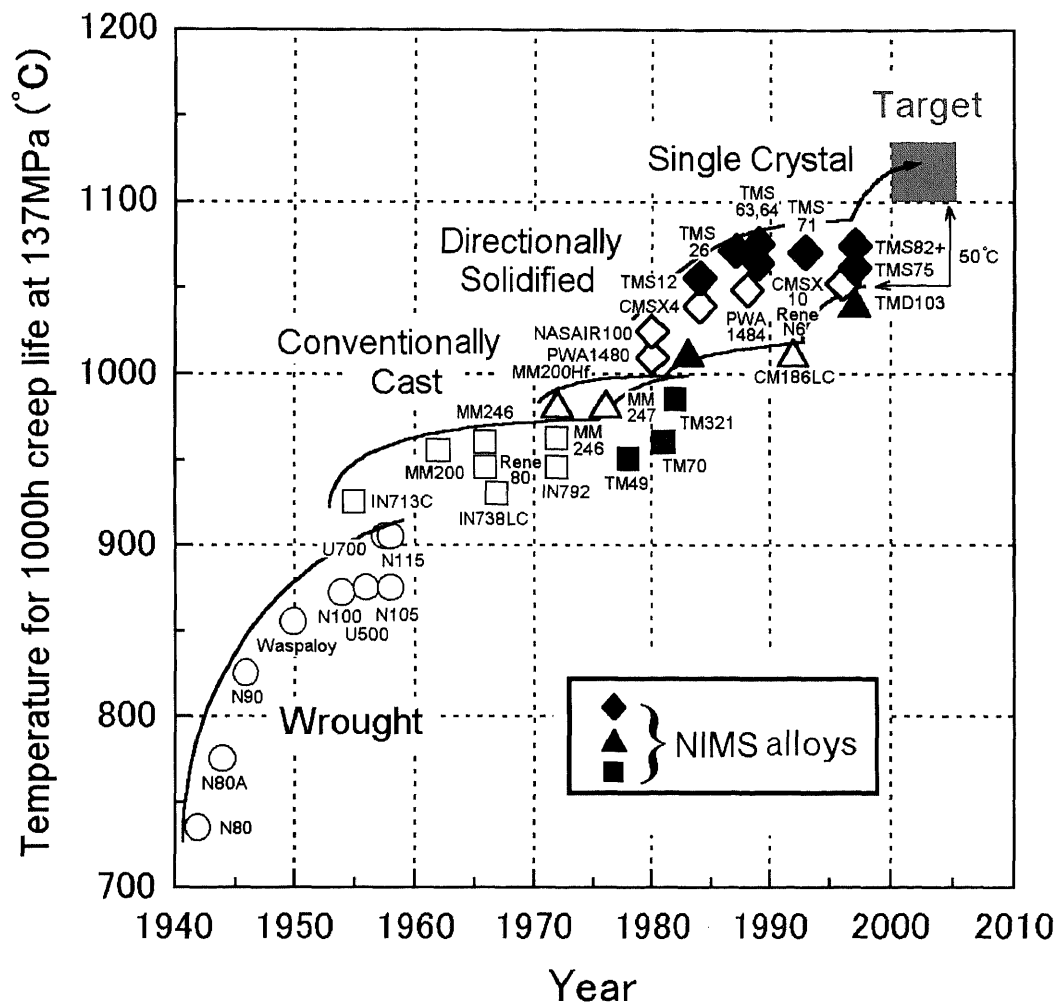


Fig.1-3 Improvement of temperature capability of the Ni-base superalloys.

The capability is mainly improved with alloy making process.

Table 1-1に代表的な Ni 基単結晶超合金の組成を示す。第1世代から第5世代までの代表的な商用合金である PWA1480、CMSX-4、CMSX-10、TMS-138¹⁻³⁾、MX-4、世界最高の1100℃耐用温度を記録した TMS-162¹⁻⁴⁾の各合金の組成を示した。

先述したとおり、Ni 基超合金の歴史はすなわち耐用温度の向上の歴史であった。単結晶合金においても、初期の第1世代合金^{1-5), 1-6), 1-7)}から、Re を3wt%程度含む第2世代合金^{1-8), 1-9), 1-10)}、Re の添加量を5～6wt%に増した第3世代合金^{1-11), 1-12), 1-13)}、Ru 等の白金族元素を含む第4世代合金^{1-3), 1-14), 1-15)}と開発が進められ、耐用温度の向上が図られてきた。拡散の遅い高融点元素を多く含む第3世代合金などにおいては容易に有害相が析出することが問題となっていたが、第4世代合金においては、貴金属元素の添加により組織安定性の向上が図られている。また、この組織安定性を利用して、さらなる元素の添加が可能である。現在では Ru の添加量を6wt%ほどに増した第5世代合金の開発が進められている。特に白金族元素はタービンの低温部である800℃程度を想定した条件においては組織安定化元素としてだけではなく固溶強化元素としても有用であり、このため第5世代合金は高温-低応力条件から低温-高応力条件に至るまですぐれたクリープ強度をもつ合金となっている。

第4・第5世代合金において多く添加される貴金属は一般に高額であるが、他方、これらの添加による性能向上に伴う効率化・燃費向上も著しいものがあると考えられる。国際的なエネルギー事情の変化に伴ってタービンの運用コストにも格

段の注意が払われるようになってきている。実際の合金設計においては、製造コストとこれら使用コストとのバランスを勘案した、使用目的に合致した合理的な添加元素選択が必要となると考えられる。

Table 1-1 Some examples of compositions of Ni-base single crystal superalloys

(Wt%)												
Alloy	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Nb	Ta	Hf	Re	Ru	Gen.
PWA1480	5.0	10.0	-	4.0	5.0	1.5	-	12.0	-	-	-	1 st
CMSX-4	9.6	6.4	0.6	6.4	5.6	1.0	-	6.5	0.1	3.0	-	2 nd
CMSX-10	3.0	2.0	0.4	5.0	5.7	0.2	0.1	8.0	0.03	6.0	-	3 rd
TMS-138	5.8	2.8	2.9	5.8	5.8	-	-	5.6	0.1	4.9	2.0	4 th
MX-4	16.5	2.0	2.0	6.0	5.55	-	-	8.25	0.15	5.95	3.0	4 th
TMS-162	5.8	2.9	3.9	5.8	5.8	-	-	5.6	0.1	4.9	6.0	5 th

1.3 仮想タービン

タービン動翼用の材料評価の一環として、開発材料を用いた部材を実際のタービンに組み込んで長期間にわたって実機運用し、諸特性を評価するタービン実機試験が必要不可欠である。しかしながら、この実機試験の実施にはタービン製作、およびその長期運用が必要であるため、人的・金銭的成本が膨大となり、その機会が非常に制限される。このため、計

計算機上において仮想に構築したタービンを用い、タービン実機試験を計算機上でシミュレートする仮想タービンによる評価手法が考えられている^{1-16), 1-17)}(Fig. 1-4)。

仮想タービンはタービン設計プログラム、合金設計プログラム^{1-18), 1-19), 1-20)}、熱サイクル設計プログラム、および設計パラメータデータベースからなり、任意の材料の使用時におけるタービン効率、燃料消費量、CO₂排出量、冷却空気量等を計算することができる。このうち合金設計プログラムは添加元素量と任意の温度-応力条件から合金組織因子、それを元にした高温クリープ寿命の予測を行うものである。本プログラムにより、数多くの添加元素および添加量の膨大な組み合わせから逐一合金特性を決定する労力を省くことができる。また逆に、タービンの要求性能に見合った材料特性を持つ合金を探索することも可能であり、このため合理的な合金開発が期待できる。しかしながら現在、Ni基超合金のクリープ挙動を予測することはできない。

実際のタービン使用環境においては、合金のより精密な機械的特性も重要である。回転部とタービンフレームや動翼自体の変形にともなう効率の低下等が考えられる。このため例えば部材の各部位の1%クリープ寿命や最小クリープ速度等、部材の変形挙動をタービンに取り入れることが望ましい。より精密にタービン動翼の変形挙動を把握するためには、様々な温度-応力条件における引張クリープ歪量を求め、それぞれのクリープ挙動を精密に記述可能なクリープ構成式が必要である。クリープ曲線全体が予測可能となれば最小クリープ速

度、1%クリープ寿命等をはじめ、任意の部位における任意の時点での部材の変形挙動が把握可能であり、より高性能な仮想タービンを構築することが可能である。

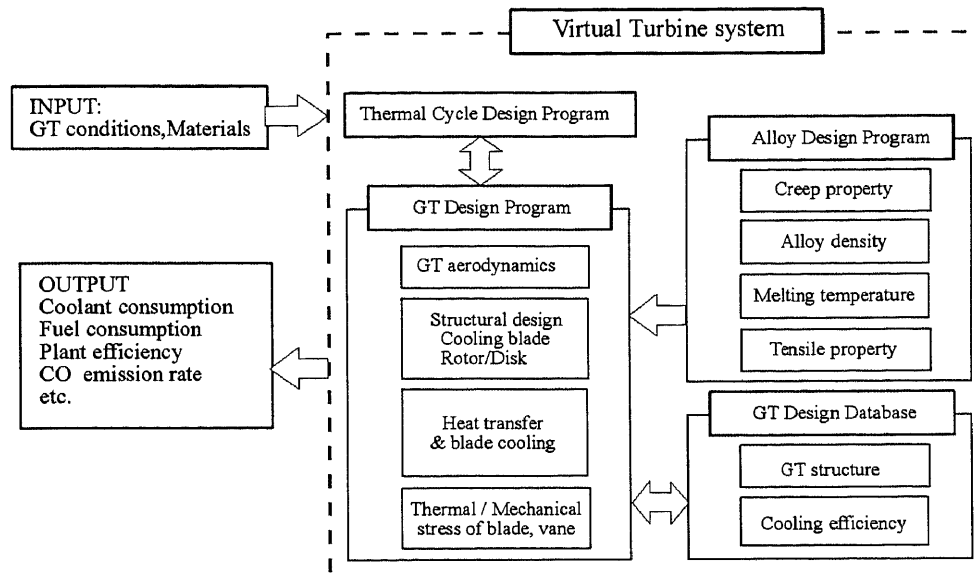


Fig.1-4 A schematic diagram of the virtual gas turbine (VT).

1. 4 Ni 基超合金のクリープ強度

Ni 基超合金の強化機構は主に

- γ / γ' 両相の固溶強化
- γ' 相のラフト化による強化

の2つからなっている。特に、高温-低応力条件においては先述したような固溶強化に加えて、 γ' 相のラフト化がクリープ挙動を支配する要因である。

ラフト化について詳細に説明する。Ni 基超合金は初期組織において、fcc 構造を持つ母相である γ 相中に $L1_2$ 構造を持つ γ' 相が立方体状に整合析出する二相構造を持っている (Fig.1-5)¹⁻²¹⁾。両相の界面は整合であるが、わずかな格子定数の違いによって互いに拘束しあい、界面エネルギーが高い

状態にある。高温-低応力条件において Fig.1-5の上下方向から外部応力が加わると、相対的に柔らかい γ 相が先に変形する。これにより γ/γ' 相界面の界面エネルギーが外部応力方向では小さくなり、それ以外の方向では大きくなる。このため界面全体のエネルギーが減少する方向に合金元素が移動し、 γ' 相は応力と垂直方向に異方的粗大化(ラフト化)を起こす(Fig.1-6)。

このため、外部応力にともなって γ 相に導入された転位はこのラフト構造をなす γ' 相によって運動を遮断され、界面にスタックされる。このラフト構造がNi基超合金の高温-低応力条件における優れたクリープ強度に大きく寄与しているといわれている。

また、ラフト形成に関与する組織因子は γ/γ' 相の格子ミスフィット¹⁻²²⁾及び γ' 相体積率である。先述のように、Ni基超合金は数多くの添加元素を様々な割合で含む多くの合金が開発されているため、格子ミスフィット及び γ' 相体積率は合金ごとに変動する。この変動を反映して、一般にNi基超合金のクリープ挙動は合金の組成ごとに多様に変化する。

なお、本研究においては格子ミスフィット量を次のように定義した。これは γ/γ' 両相における格子定数の差がきわめて小さいためである。 a_γ を γ 相の格子定数、 $a_{\gamma'}$ を γ' 相の格子定数として、格子ミスフィット δ を

$$\delta = (a_{\gamma'} - a_\gamma) / a_\gamma \times 100(\%) \quad \cdots (1-1)$$

と定義する。

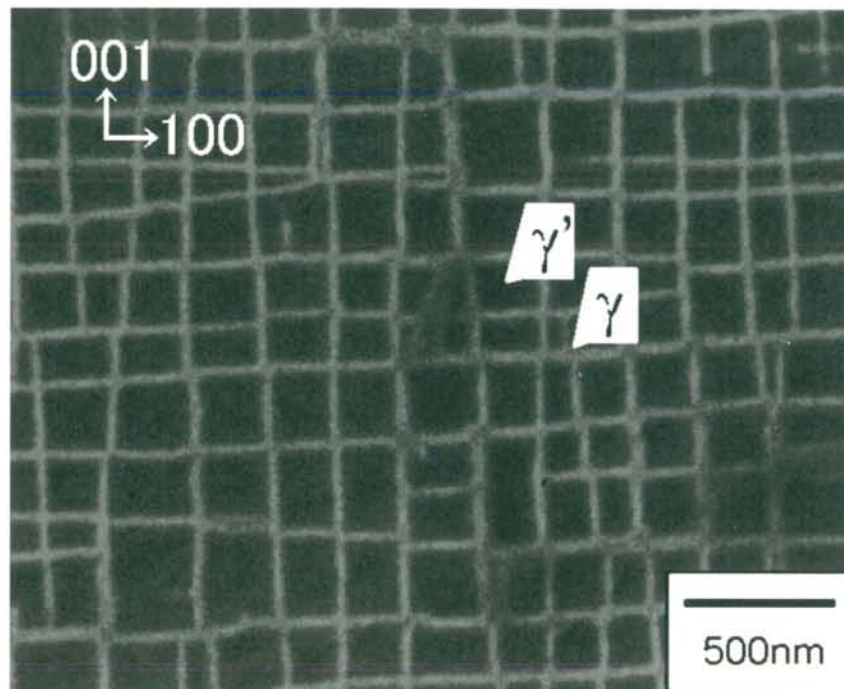


Fig.1-5 Typical initial microstructure of a Ni-base single crystal superalloy.

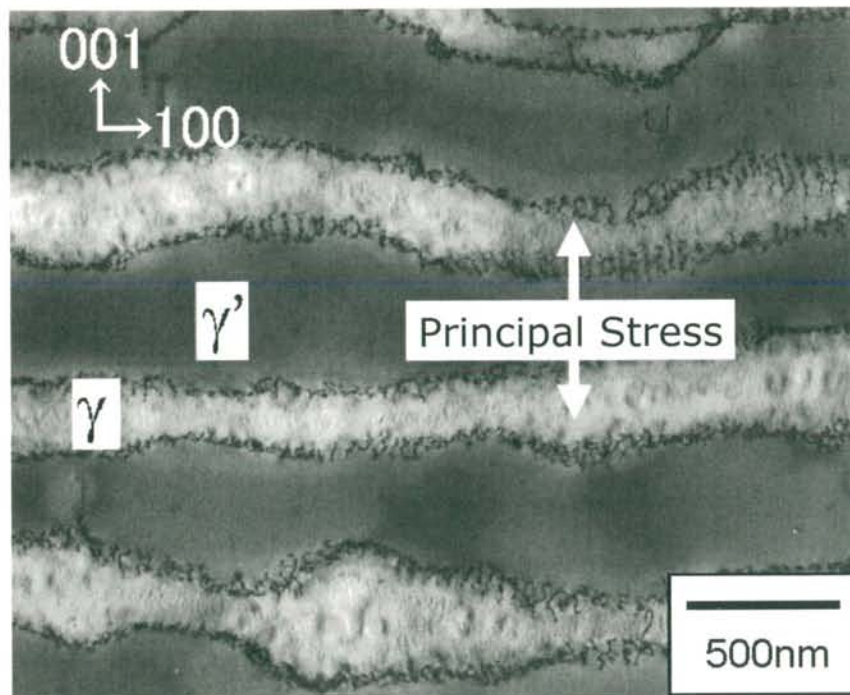


Fig. 1-6 The rafting structure of a Ni-base single crystal superalloy.

1.5 Ni 基超合金のクリープ曲線の特徴

Ni 超合金はその優れたクリープ強度に対応した特異なクリープ挙動をもつことが知られている。代表的な固溶強化合金であるステンレス鋼のクリープ曲線と代表的な析出強化型 Ni 基単結晶超合金のクリープ曲線を示した (Fig. 1-7 及び Fig. 1-8)。ステンレス鋼のクリープ曲線はクリープ速度が減少する遷移クリープである一次クリープ部、定常域と呼ばれるクリープ速度が一定の二次クリープ部、およびクリープ速度が加速度的に上昇する加速クリープである三次クリープ部に明瞭に区分することができる。すなわちこのクリープ曲線は、加工硬化と転位の上昇という古典的なクリープ挙動¹⁻²³⁾

によって解釈可能である。

これに対し、Ni 基超合金のクリープ曲線は特に高温-低応力条件において特異である。まず、クリープ試験開始後すぐに急激なクリープ速度の上昇、および急激な低下が見られる（S 字状のクリープ曲線）。ここで低下したクリープ速度はそのまま、破断に比較的近い領域まで維持される。このため、Ni 基超合金はすぐれた高温クリープ強度をもつ。その後、比較的急激に指数的伸びを示し、破断に至る。

この形状は前述したようにクリープ試験による外部応力によって引き起こされる Ni 基超合金の組織のラフト化に伴うものといわれている。S 字状の部分がラフト形成過程に対応し、このラフト構造は急激な指数的伸びの部分に至るまで持続する。

この特異なクリープ曲線形状により、Ni 基超合金の高温-低応力条件におけるクリープ挙動は明瞭な二次クリープ領域を持たない。本研究においては S 字状の領域を含む長いクリープ速度低下域を一次クリープ部、その後のクリープ速度が加速する領域を便宜的に二・三次クリープ部と表現する。また、S 字状の領域に着目するという観点からこの部分を一次クリープ前期領域、その後のゆるやかなクリープ速度の領域を一次クリープ後期領域と呼ぶことにする。

高温-低応力条件における Ni 基超合金のクリープ特性は組織変化の観点からは以下のように説明できる。

一次クリープ前期領域においては、負に大きな格子ミスフィット量がラフトの形成速度と関係を持つといわれている

¹⁻²²⁾。このため、一次クリープ前期領域の形状は格子ミスフィット量、およびそれに影響を及ぼす添加元素や組織因子を反映していると考えられる。

ラフト形成後、 γ/γ' 相整合界面には γ' 相に進入できなかった転位が転位網を形成し、界面に固着する。この転位網の発達による加工硬化のため、一次クリープ後期領域において低いクリープ速度が継続すると考えられる。他方、一旦転位が γ' 相内に導入されると、 γ' 相は $\{112\}$ すべり面に沿って変形し、 γ' 相界面は回転する。このため γ/γ' 界面が乱れ、ラフトの分断が見られるようになる。このラフト分断により転位がふたたび運動をはじめ、二・三次クリープが引き起こされることにより他の材料には見られない比較的急激なクリープ変形を示し、破断に至る。

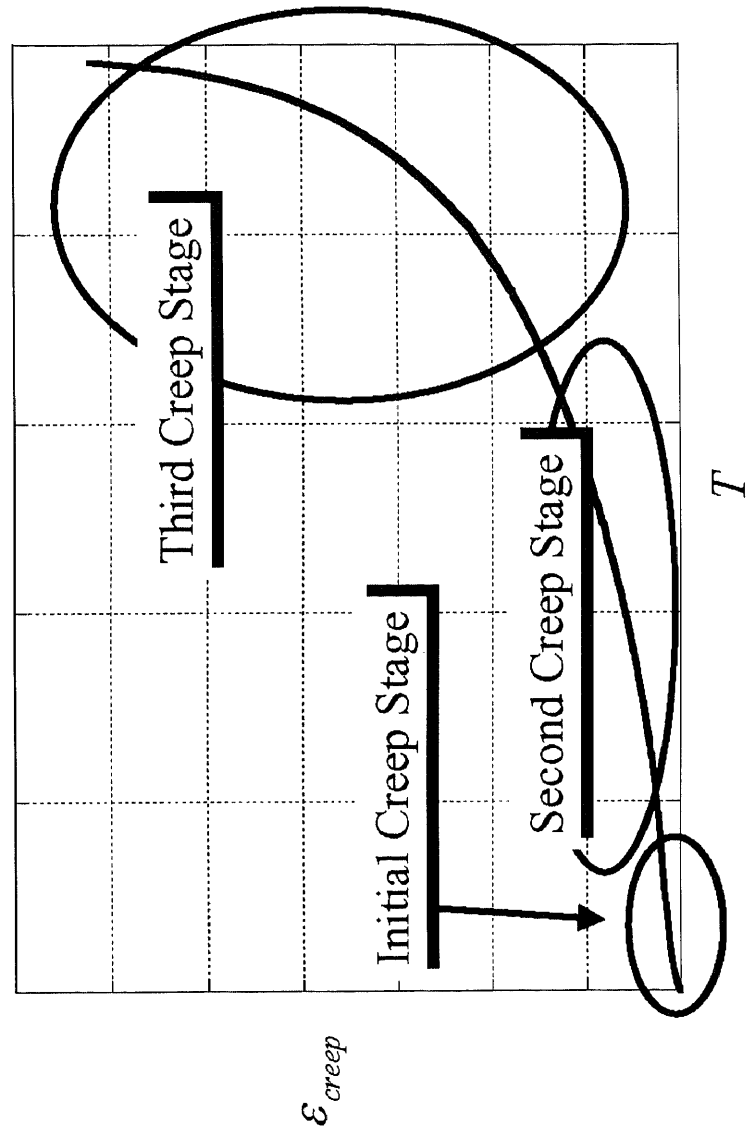


Fig.1-7 A schematic figure of a creep curve of a stainless-steel.

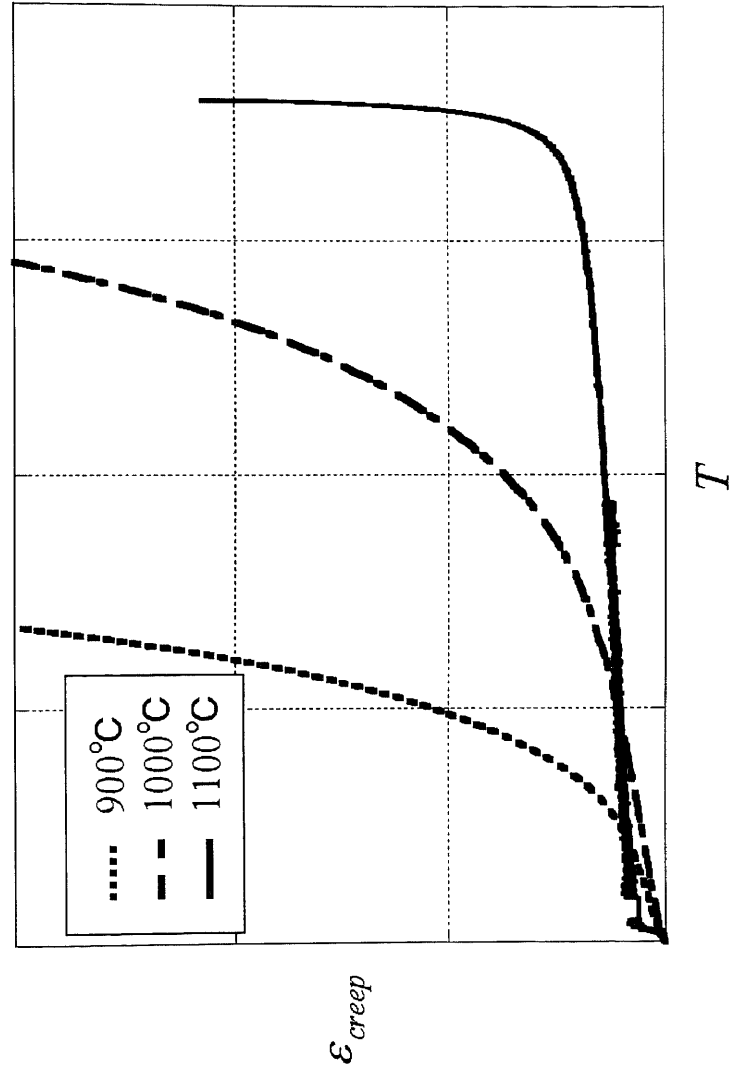


Fig. 1-8 A schematic figure of creep curves in 900°C, 1000°C, 1100°C of a Ni-base superalloy.

1.6 本研究で用いたクリープ試験方法

本研究で取り扱った Ni 基超合金のクリープ試験結果はすべて以下の方法で取得された。

試験片は一方凝固炉を用いて作成し、固溶化熱処理および溶体化処理が行われた Ni 基単結晶超合金である。結晶の成長方向は試験片の長手方向である。

クリープ試験は JIS Z2271(1999)¹⁻²³⁾に基づいて行った。Fig. 1-9に示す円筒つば付き試験片を用いて常温から昇温を開始し、試験温度において4hの保持を行った後に負荷を行った。

一般の金属材料のクリープ試験においては、試験片の両端に設けられた2箇所の突起に伸び金具と金属製ロッドを取りつけ、炉外のダイヤルゲージに歪み量を伝達することで測定される。しかしながら試験温度が1000℃を超える場合、金具自身の変形、金具と試験片との元素拡散等が原因で測定精度の低下を招くことが知られている。このため1000℃以上のクリープ試験においては円筒つば付き試験片のつば部を CCD カメラで直接観察し、画像処理により試験片の伸びを追従する非接触試験機¹⁻²⁴⁾を用いたクリープ試験を行った。



Fig. 1-9 A creep test specimen used in this study, prepared to JIS-Z2271 standard (length: 60mm, gauge length: 20mm, radius: 4mm).

1. 7 本研究の目的と構成

冒頭で述べたように、航空機用・発電用ガスタービンのさらなる高効率化が急務となっている。高効率ガスタービンを実現するためには Ni 基超合金の高性能化が必須であるが、Ni 基超合金のクリープ破断寿命だけでなく、高温下の組織変化に伴う特異なクリープ挙動を把握することも重要と考える。このためには、Ni 基単結晶超合金の特異なクリープ挙動をよく再現できるクリープ構成式が必要である。また、このクリープ構成式は Ni 基超合金の実機における使用環境を反映して、幅広い温度-応力条件に対応できることが望ましい。

本研究は、これまで知られているクリープ構成式では記述できなかった Ni 基超合金の特徴あるクリープ挙動を忠実に表現できるクリープ構成式を開発し、さらに任意の合金組成および温度-応力条件からクリープ曲線を予測することで、効率的な Ni 基超合金の開発に寄与することを目的とした。

第1章では本論文の目的について述べる。Ni 基超合金開発

の歴史、開発状況及び使用環境について述べ、優れた高温クリープ強度が組織変化によることを述べた。また、仮想タービンによる合理的な合金開発・実用化の観点から、合金組成などからクリープ曲線を予測可能な Ni 基超合金のためのクリープ構成式の必要性について述べる。

第2章では Ni 基超合金のための新しいクリープ構成式を提案する。Ni 基超合金のクリープ曲線の特徴について述べる。Ni 基超合金の高温-低応力条件におけるクリープ曲線が既存のクリープ構成式では説明不可能であることを述べ、一次クリープ前期領域、一次クリープ後期領域における Ni 基超合金のクリープ挙動を説明可能なクリープ構成式の形状を考察し、従来にはなかったラフト化という大規模な組織変化を説明可能なクリープ構成式を提案する。

第3章では提案したクリープ構成式の実クリープ曲線への適用と解釈について述べる。構成式中の各パラメータがクリープ曲線形状とどのように対応しているかを述べ、パラメータフィッティングによるクリープ曲線の再現性について述べる。また、各パラメータへの合金組成および組織因子の影響を見るため、パラメータを合金の添加元素および組織因子で重回帰分析した結果について述べる。最後に、パラメータを多変量データと考え、これらに潜在する共通因子を抽出する目的で因子分析を行った結果について報告する。

第4章では提案したクリープ構成式を用いたクリープ曲線予測について述べる。まず、第3章で作成した重回帰式を用い、温度-応力条件ごとに任意組成の合金に対するクリープ曲線

の直接予測を行う。次に長時間クリープ試験において初期クリープ挙動から後期クリープ挙動を予測するという要請を請け、未破断のクリープ試験におけるクリープ曲線からその後のクリープ曲線の推定を試みる。

第5章では、第2章から第4章で述べた研究結果を総括するとともに、本研究の将来展望と課題および問題点について述べる。

参考文献

- 1-1) H. Harada: 金属 Vol.75(2005) No.7 pp 7-13
- 1-2) 吉岡洋明, 土井裕之, 武田淳一郎, 難波浩一, 岡田郁生,
武 浩司, 伊藤健之: 日本ガスタービン学会誌, 32, 4-47.
- 1-3) J.X.Zhang, T. Murakumo, Y. Koizumi, T. Kobayashi, H.
harad, S. Masaaki, Jr: Mat. And Mat. Trans. A, 33A(2002)
p. 3741
- 1-4) Y. Koizumi, K, Chou, T. Kobayashi, T. Yokokawa,
H.Harada, S. Aoki, T. Arai: J. Japan. Inst. Metals 67,
No.9(2003) pp. 468-471
- 1-5) T.Khan and P.Caron: proc. International Council of
the Aeronautical Sciences, ICAS, (1986) 944-950.
- 1-6) G.P.Holman: Precis. Met. 38, (1980) 47-50.
- 1-7) K.Harris, G.L.Erickson, R.R.Schwer: ASME, (1983)
11-22.
- 1-8) T.Hino, T.Kobayashi, Y.koizumi, H.Harada, and
T.Yamagata: Superalloys 2000, TMS, (2000) 729-736.
- 1-9) A.D.Cetel and D.N.Duhl: Superalloys 1988, TMS, (1988)
235-244.
- 1-10) K.Harris, G.L.Erickson, W.D.Brentnall, J.M.
Aurrececochea and K.G.Kubarych: Superalloys 1992, TMS,
(1992) 297-306.
- 1-11) Y.Koizumi, T.Kobayashi, T.Yokokawa, T.Kimura,
M.Osawa and H.Harada: Proc. Materials for Advanced
Power Engineering 19980, European Committee, (1998)

1089-1098.

1-12) W.S.Walston, K.S.O'Hara, E.W.Ross, T.M.Pollock and
W.H.Murphy: Superalloys 1996, TMS, (1996) 27-34.

1-13) G.L.Erickson: Superalloys 1996, TMS, (1996) 35-44.

1-14) H.Harada: Proc. Materials Design Approaches and
Experiences, TMS, (2001) 29-39.

1-15) 原田 広史, 横川 忠晴, 尾高 聡子, 吉田 豊明, 小河 一郎,
野崎 次郎, 佐伯 祐史: 仮想タービン計算方法, 特願
2001-155459 号 (2001).

1-16) H.Saeki, T.Yokokawa, H.Harada, Y.Fukuyama, and
T.Yoshida: International Gas Turbine Congress, JGTA,
(2003) TS-122.

1-17) H.Harada, K.Ohno, T.Yamagata, T.Yokokawa, and
M.Yamazaki: Superalloys 1988, TMS, (1988) 733-742.

1-18) T.Yamagata, H.Harada, S.Nakazawa and M.Yamazaki:
Superalloys 1984, TMS, (1984) 157-166.

1-19) H.Harada, T.Yamagata, S.Nakazawa, K.Ohno and
M.Yamazaki: Proc. High Temperature Materials for Power
Engineering 1990", European Committee, (1990) 1319-
1328.

1-20) F.R.N.Nabarro and H.L.de Villiers: "The Physics of
Creep", Taylor & Francis (U.K.), (1995) 227-236.

1-21) D.A.Grose and G.S.Ansell: Metall. Trans., 12A,
(1981) 1631-1645.

1-22) 丸山 公一, 中島 栄治 高温強度の材料科学

(1997) pp. 21-23 内田老鶴圃

1-23) JIS Z 2271 (1999)

1-24) 中澤静夫, 小泉裕, 原田広史, 中安則次: 学振耐熱材料第 123 委員会研究報告, 37, (1996) 263-266.

第2章

クリープ構成式の提案

2.1 緒言

第1章で述べたように、Ni 基超合金の特異なクリープ挙動を組織変化の観点から説明するためには、Ni 基超合金のための新しいクリープ構成式を提案する必要がある。

Ni 基超合金はクリープ試験中にラフト化と呼ばれる特徴ある組織変化を起こす^{2-1), 2-2)}。このラフト化が Ni 基超合金の優れた高温クリープ強度を発現させる要因となっている。また、このラフト化を反映して Ni 基超合金のクリープ挙動は従来のクリープ解釈に当てはまらない特異なものとなっている。

ラフト化に伴い、Ni 基超合金のクリープ曲線は一次クリープ中において特異な S 字状クリープ領域を持つ。これは特にクリープ試験開始後すみやかにラフトが形成される高温-低応力条件において顕著である。この後、ラフト完成によってゆるやかなクリープ速度の低下が起こり、このクリープ速度が低い一次クリープ後期領域が持続することで Ni 基超合金の高温クリープ寿命は長い。その後、ラフト組織の乱れに伴ってクリープ速度はふたたび増加し、破断に至る。

一方、低温-高応力条件においては元素拡散が遅く、ラフト化が比較的ゆっくりと進行する。このため、ラフト化に対応する一次クリープ中の急激な S 字状の領域は顕著ではない。また、低温-高応力条件においてはラフト組織形成以外に固溶強化による γ/γ' 組織そのものの強度により、比較的クリー

プ速度の低い領域が長く継続する傾向にある。

本章では、Ni 基超合金の組織変化に対応したこの特異なクリープ曲線形状をよく再現可能なクリープ構成式を提案する。

2.2 従来のクリープ構成式

2.2.1 非定常クリープ曲線

クリープ挙動の定式化を目的としたクリープ構成式はこれまでにいくつか提案がなされている。

クリープ速度 $\dot{\epsilon}$ は以下の式で説明される。 ρ を転位密度、 b は転位のもつすべり量である Burger's vector の大きさ、 M をテラー因子、 v を転位の速度として、

$$\dot{\epsilon} = \rho b v_g \quad \dots (2-1)$$

ただし

$$v_g = v / M \quad \dots (2-2)$$

である。

原理的には上記微分方程式を解けばクリープ構成式が得られることになるが、右辺の各変数は一般に外部/内部応力の関数であり、本式を積分することは容易ではない。このため、従来から経験式に基づくクリープ構成式が考えられ、経験式と本式とを結びつける試みが行われてきた²⁻³⁾。

古典的には、クリープ変形が定常変形であるとの観点に立った定常クリープ項を含むクリープ構成式が考えられてきた。

これは定常クリープ構成式と呼ばれる。これに対して特に高温材料の場合は析出強化を担う析出物が外部応力のもとで変形するために不安定であり、変形機構は一般に定常ではあり得ない。よって定常項を含まない非定常クリープの考え方に基づく非定常クリープ構成式が考えられている。非定常クリープ構成式としては指数的伸びを組み合わせた θ 法、対数的伸びであると解釈した Ω 法²⁻⁴⁾などが知られている。特に θ 法は高温材料において適用例が多い。

2.2.2 改良 θ 法

以下に改良 θ 法の概略を示す。

三次クリープ領域を含めた全クリープ領域を表現できる構成式として、Wilshire & Evansによる θ 法

$$\varepsilon = \theta_1(1 - \exp(-\theta_2 t)) + \theta_3(\exp(\theta_4 t) - 1)$$

… (2-3)

が提案されている²⁻⁵⁾。ここで θ_1 、 θ_2 、 θ_3 、 θ_4 は合金ごとに変化するパラメータであり、温度・応力の関数である。この構成式では定常項が存在せず、二次クリープ領域は一次・三次クリープでそれぞれ卓越する変形機構が両者の中間でつりあった状態であると解釈される。

丸山らはこれを改良して、

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + A(1 - \exp(-\alpha t)) + B(\exp(\alpha t) - 1) \quad \dots (2-4)$$

式を提案した(改良 θ 法)²⁻⁶⁾。ここで ε_0 は瞬間ひずみ、 α 、 A 、 B はパラメータである。本式はクリープ変形が非定常変形であると仮定し、クリープ変形が転位によるものであると仮定して θ 法から理論的に導かれることがわかっている²⁻⁷⁾。丸山らは先の θ 法をCr-Mo-V鋼のクリープ曲線に適用し、打ち切りひずみ量を決定すれば $\theta_4 = \theta_2$ とできることを示した²⁻⁸⁾。特に改良 θ 法は瞬間ひずみ ε_0 を含めてパラメータ数がわずか4つであり、取り扱いにおいても簡便である。

2.2.3 改良 θ 法によるNi基超合金のクリープ曲線近似

この改良 θ 法を用いた、NIMS開発のTMS-75合金の1100℃/137MPa条件におけるクリープ曲線のフィッティング結果をFig.2-1に示す。本合金の合金組成をTable 2-1に示す。改良 θ 法は変形開始時で実測値からずれることが知られており²⁻⁷⁾、また先述したように打ち切りひずみ量以降では原理的に近似ができない。また図に示されるようにNi基単結晶合金のクリープ曲線の特徴づけるS字状の一次クリープ前期領域を原理的に表現できない。

第1章で述べたように一次クリープ前期領域はラフトの形成過程と密接に関連している。従って、ラフトの形成による組織強化がクリープ挙動を支配する大きな要因であるNi基超合金の高温-低応力条件におけるクリープ曲線においては、本構成式の適用は適当でない。これまで提案されてきたクリ

ープ構成式において、ラフト化といったクリープ試験中の特殊かつ大きな組織変化を考慮したものは今まで知られていない。Ni 基超合金のクリープ挙動を忠実に表現するためには、ラフト化に対応したクリープ解釈を反映する必要がある。

Table 2-1 Normal chemical composition of TMS-75.

(wt%)										
Alloy	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta	Hf	Re	Ni
TMS-75	12.0	3.0	2.0	6.0	6.0	-	6.0	0.1	5.0	Bal.

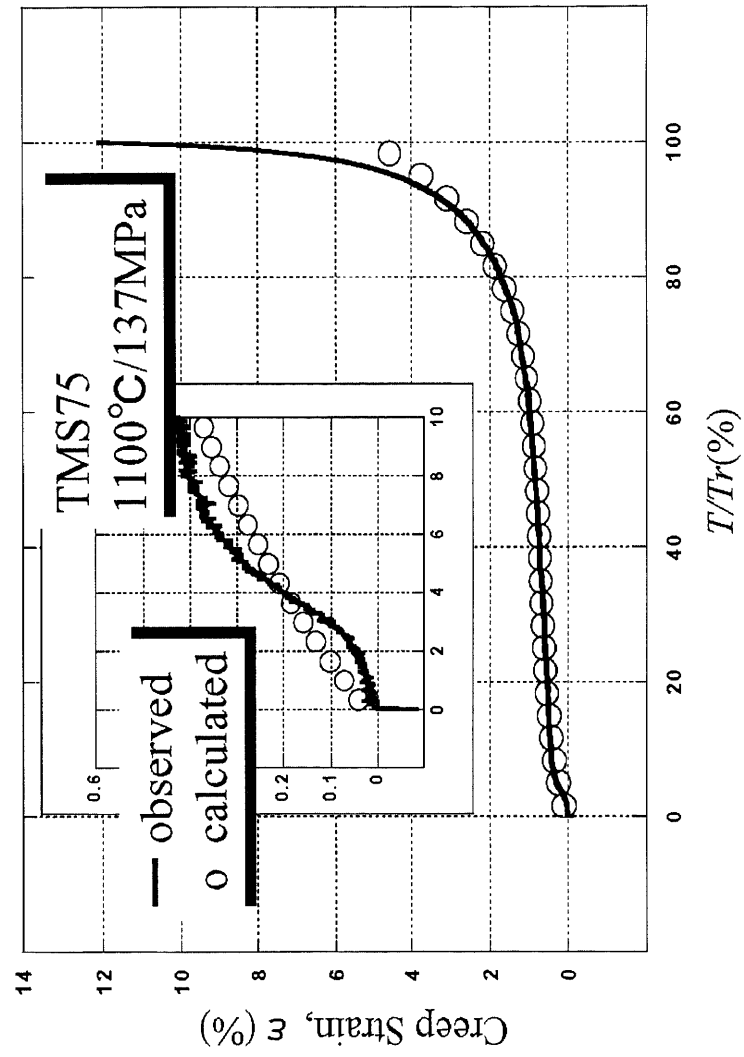


Fig.2-1 Regression of the creep curve of TMS-75 by a modified theta-method
where T_r ;rupture life(h), cut off strain;3.21%.

2.3 Ni 基超合金のためのクリープ構成式

2.3.1 新しいクリープ構成式

これまでに述べた理由から、新たなクリープ構成式を提案する必要がある。提案するクリープ構成式は以下の要件を満たすものである。

まず、Ni 基超合金特有のクリープ試験中の大きな組織変化に伴うクリープ曲線の形状を説明可能であることが必要である。具体的には、試験開始後すみやかに進行するラフト化によって引き起こされる特異な S 字状のクリープ曲線形状、およびその後のラフト界面における転位網の固着とその微細化にともなう低いクリープ速度の持続がクリープ構成式によって表現できる。この結果、提案されるクリープ構成式は Ni 基超合金の高温-低応力条件において特有のクリープ挙動を原理的に説明・再現可能なものとなる。

また、提案する構成式は最終的には仮想タービンへの組み込みを目指している。このため、提案する構成式を用い、添加元素や組織因子を説明変数として任意の合金および任意の温度-応力条件におけるクリープ挙動を直接、予測可能である形式とする。クリープ曲線全体が予測可能であれば最小クリープ速度、1%クリープ寿命等のみならず任意の時点での部材の変形挙動が把握可能であり、より高性能な仮想タービンを構築することが可能である。

以上のことから、Ni 基単結晶超合金のクリープ構成式は以下の項で説明するような形式をとることとした。

2.3.2 一次クリープ前期領域

まず、特徴的な S 字状を示す一次クリープ前期領域においてクリープ構成式がどのような形であるべきか考察した。

先述したように、Ni 基超合金の初期組織は母相である γ 相の中に立方体状の γ' 相が整合析出する二相構造である (Fig. 2-2(a))。高温条件下で外部応力が加わると γ/γ' 各組織は粗大化するが、この過程において γ' 相は界面エネルギーを減少させるために、応力と垂直方向に異方的粗大化を起こす。この結果、 γ' 相は応力に垂直な面に平板状に結合するラフト組織を形成する (Fig. 2-2(b))。一方、試験開始時においてより柔らかい γ 相に導入された転位は γ/γ' 界面に到達するまで移動を続ける。 γ' 相のラフト化に伴って γ チャンネルも粗大化するので、この転位の移動量は増大する。やがてラフトが完成すると転位は界面に完全にスタックされ、移動しなくなる。

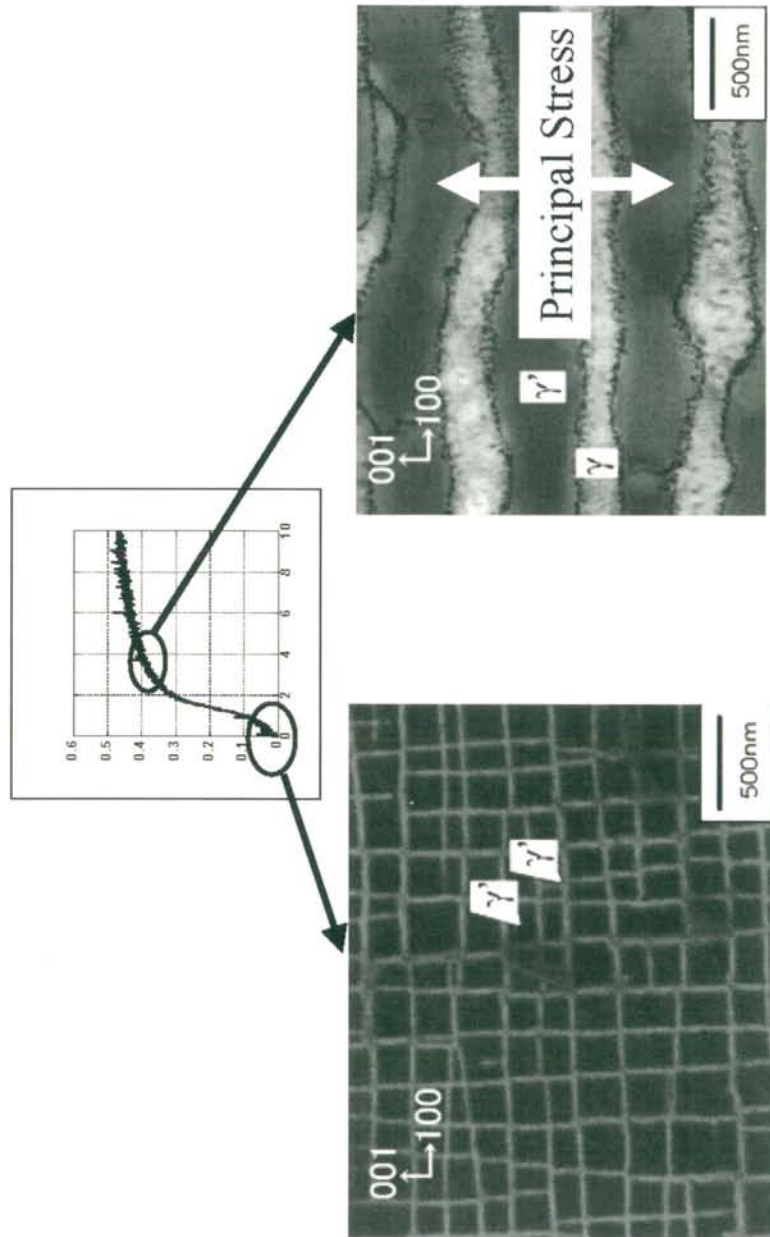
クリープ速度は転位密度と転位の移動速度に比例するため、ラフト完成までのクリープ歪みは転位の移動と組織粗大化を成長過程、転位のスタックを飽和過程とした成長-飽和現象として捉えた。

そこで、クリープ構成式中で一次クリープ前期領域を表す項を次のように提案した。 t を時間、 I を一次クリープ前期領域の歪量として

$$I = \exp(-\exp(-(t - \mu)/c_1)) \quad \dots (2-5)$$

この式は一般には $\dot{y} = y \exp(-bt)$ という微分方程式を満たし、人口統計学などで Gompertz 曲線²⁻⁹⁾と呼ばれている成長-飽和曲線の一種である。本式は $t \rightarrow -\infty$ で0、 $t \rightarrow \infty$ で1に漸近する。ここで μ は S 字状領域の場所を規定するオフセットである。また c_1 は S 字状の立ち上がりの度合いを表す。

Fig.2-2 Rafting of a Ni-base superalloy and its S-shaped creep curve.



(a) The initial γ - γ' structure.

(b) The rafted structure.

2.3.3 一次クリープ後期領域

次に、ラフトが完成した後の一次クリープ後期領域におけるクリープ曲線形状について考察した。

ラフト完成後、導入された転位は γ/γ' 界面にスタックされて絡みあい、それ以上移動できずに微細な転位網を形成する。この転位網は新たな転位の導入に伴って発達する。このため、新たに導入された転位の移動速度はそれまでにスタックされた転位の量に反比例して減少する。このような大きな変形抵抗の増大の結果、転位の運動を積分した量であるクリープ歪みは対数的伸びを示すと考えられる (Fig. 2-3(a))。

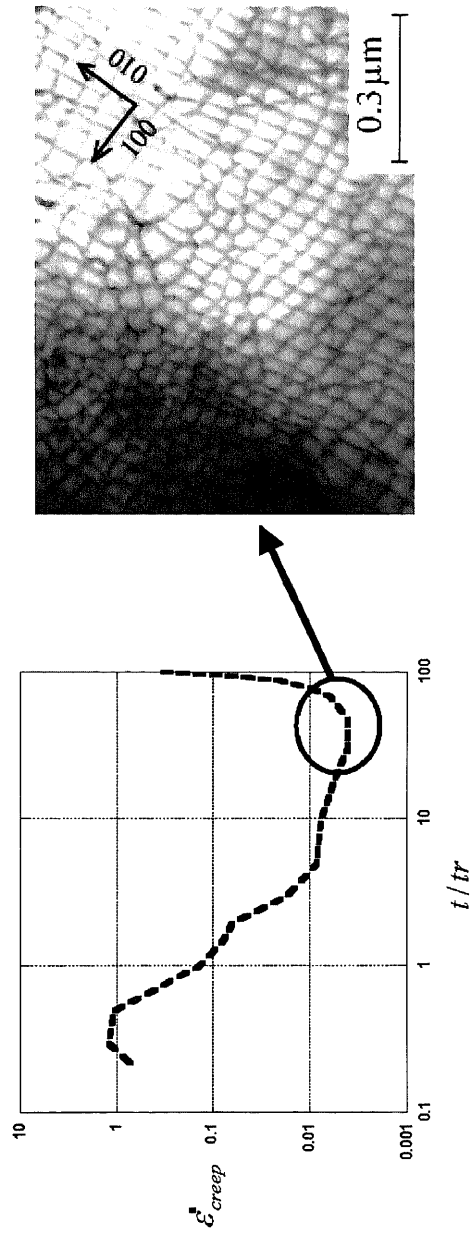
しかしながらラフトを形成している γ' 相中にひとたび転位が導入されると、 γ' 相は $\langle 112 \rangle$ すべり面に沿って回転し、応力と垂直な面からラフト界面が傾き、不安定となる。このラフト組織の乱れのため、スタックされた転位が再び運動を始める。この結果クリープ挙動は二・三次クリープ領域に移行し、クリープ加速現象ののちに破断に至ると考えられる。

一次クリープ後半に対してはこの対数的伸びに対応するため、

$$\log(\beta t + e) \quad \dots (2-6)$$

という項が必要である。但しこの \log は自然対数を底とするものとし、 β は対数項の大きさを示すパラメータであり、また e はネイピア数、すなわち自然対数の底である。なお、 $\beta = 0$ なら本式=1となることに注意する必要がある。

Fig.2-3 The relationship between dislocation networks and the decrease of creep ratio.



- (a) The decrease of creep ratio until the rapid rupture point.
- (b) The dislocation network at the last stage of initial creep.

2.4 新しいクリープ構成式の提案

以上の考察から、以下の形のクリープ構成式を提案する。
 ε を全クリープ歪量として

$$\varepsilon = A_1 \times I' + S_2 + S_3 \quad \dots (2-7)$$

但し

$$I' = \exp(-\exp(-(t - \mu)/c_1)) \times \log(\beta t + e) \quad \dots (2-8)$$

$$S_i = A_i \exp((t - \lambda)/c_i) \quad \dots (2-9)$$

先述した S 字状の一次クリープ前期領域、およびその後の対数的伸びの一次クリープ後期領域を表現するのが I' 項であり、その後の二・三次クリープ部分に対応して $S_i (i=2, 3)$ という指数項が加算されている。 A_i は S 字状の領域におけるクリープ歪量に対応する。

Fig. 2-4 に破断寿命で正規化した形で本式を模式的に図示した。◇が一次クリープ領域であり、それに S_2 および S_3 を加算した曲線が全体の曲線となっている。また A_1 が一次クリープ歪量に対応し、 μ が一次クリープ持続時間、 λ が破断寿命を規定するオフセットとなっている。

本構成式は任意の Ni 基超合金のクリープ曲線全域に対して適用可能である。なお、パラメータの数は適用性の自由度を考慮して A_1 、 A_2 、 A_3 、 c_1 、 c_2 、 c_3 、 λ 、 μ 、 β の 9 種類である。

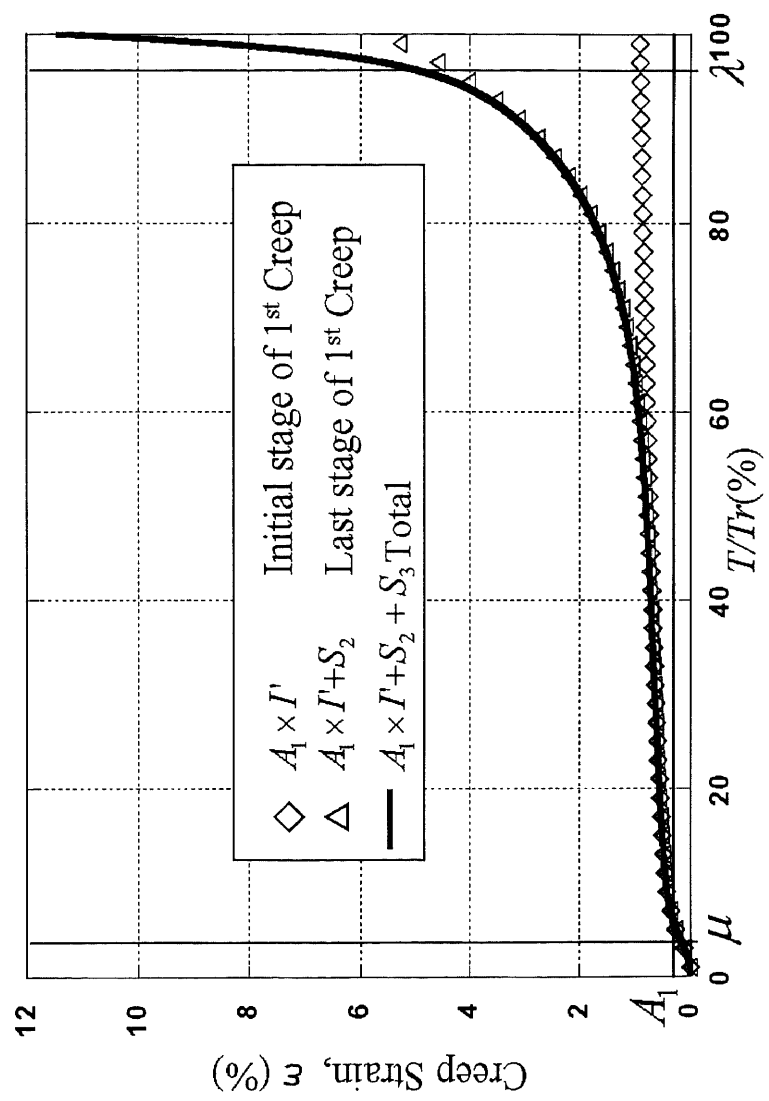


Fig.2-4 Figure of the new creep constitutive equation.

2.5 結言

従来のクリープ構成式を Ni 基超合金に適用した場合の問題点を述べ、Ni 基超合金のための新しいクリープ構成式の必要性を述べた。クリープ曲線の形状およびその部分における組織変化に具体的に対応した式を考察した上で、仮想タービンへの組み込みを視野に入れたクリープ曲線を提案した。

Ni 基超合金のクリープ曲線初期における特徴ある S 字状の挙動に対してはラフト形成にともなう転位の移動-固着現象を成長-飽和曲線として説明した。またそれに引き続く低いクリープ速度を持つ一次クリープ後期領域に関しては、転位の移動速度が転位の導入量と反比例すると考え、クリープ構成式中对数的項を持つと考えた。さらにこれらの項に加速クリープ領域を加算した形の新しい構成式を提案した。

本章で提案した構成式は9つのパラメータを持ち、Ni 基超合金の特異なクリープ曲線形状を説明可能である。次章以降において、本構成式の適用性と解釈、および予測性について述べる。

参考文献

- 2-1) J. X. Zhang, T. Murakumo, Y. Koizumi, T. Kobayashi, H. Harada and S. Masaki Jr.: *Metal. Mater. Trans.* 33A(2002) pp.3741-3746
- 2-2) T. Ichitsubo, D. Koumoto, M. Hirao, K. Tanaka, M. Osawa, T. Yokokawa and H. Harada: *Acta Materialia* 52(2003) pp. 4033-4044
- 2-3) 村上澄男: "環境・高温強度学" 駒井謙治郎, 大谷隆一編 p.286(1984) オーム社
- 2-4) Prager, M: *Proc. Of Int'l Conf. On Strength Materials*(1994) pp.571-574 JIM
- 2-5) R. W. Evans, I. Beden and B. Wilshire: *Proc. 2nd Inter. Conf. On Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures*, ed. By B. Wilshire and D. R. J. Owen (Pineridge Press, Swansea, UK, 1984) p. 1277
- 2-6) K. Maruyama, C. Harada and H. Oikawa: *J. Soc. Mater. Sci., Japan* 34(1985) pp.1289-1295
- 2-7) K. Maruyama and H. Oikawa: *J. Japan Inst. Metals* 55(1991) pp.1189-1193
- 2-8) K. Maruyama, C. Harada and H. Oikawa: *J. Soc. Mater. Sci., Japan* 34(1985) pp.1289-1295
- 2-9) B. Gompertz: *Phil. Trans. Roy. Soc. London* 123(1832) pp. 513-585

第3章

クリープ構成式の実クリープ曲線への 適用と解析

3.1 緒言

第2章において、Ni 基超合金のための新しいクリープ構成式を提案した。この構成式は一次クリープ前期領域および一次クリープ後期領域の特徴あるクリープ曲線形状に対応した項を持ち、Ni 基超合金の高温-低応力条件特有のクリープ曲線を原理的に説明することが可能である。

本章においては、実際のクリープ曲線に対する本構成式の適用性を検証する。まず、実際のクリープ曲線に対して、構成式中各パラメータの最適値を決定（以下パラメータフィッティングと略）した。また、これによって得られたそれぞれのパラメータに対し、合金組成・組織因子との相関を調べるために重回帰分析を行った。また、パラメータ同士の相関を見るための因子分析についても行った。

3.2 クリープ構成式の実クリープ曲線への適用

3.2.1 クリープ構成式の説明

第2章において提案した構成式は以下のとおりである。

$$\varepsilon = A_1 \times I' + S_2 + S_3 \quad \dots (3-1)$$

$$I' = \exp(-\exp(-(t - \mu) / c_1)) \times \log(\beta t + e) \quad \dots (3-2)$$

$$S_i = A_i \exp((t - \lambda)/c_i) \quad \dots (3-3)$$

ここで ϵ はクリープひずみであり、 I' 、 S_2 、 S_3 はそれぞれ一次クリープ領域、二・三次クリープ領域に対応する式である。一次クリープ領域の形状決定には(2)式にあらわれるパラメータ A_1 、 c_1 、 μ 、 β が、二・三次クリープ領域に対しては(3)式のそれぞれ A_2 、 c_2 、 A_3 、 c_3 、二次および三次クリープ領域に対して λ が強く関与している。 β は対数的ひずみに対応する項である。本式は Ni 基超合金の特徴ある一次クリープ領域での高温クリープ挙動を忠実に再現する部分を I' とし、それに一般的な指数曲線を加算したものと考えることができる。

以下、本構成式を用いたパラメータフィッティングについて説明する。

3.2.2 試験条件

本構成式を用い、合計55試験のクリープ曲線に対して非線形最小2乗法によるパラメータフィッティングを行った。本フィッティングを行った各合金の試験条件は以下の5条件である。

- 1100℃ / 137MPa において23種類
- 1000℃ / 245MPa において11種類
- 900℃ / 392MPa において14種類

以上3条件の NIMS における通常のクリープ試験条件、および

以下2条件における長時間クリープ試験である。

- 1000℃ /137MPa において3種類
- 900℃ /245MPa において4種類

本構成式のフィッティングにおいて決定しなければならないパラメータ数は9であり、このため非線形最小2乗法によるフィッティングに関しては市販ソフトの Kaleidagraph(R)³⁻¹⁾を用いた。このプログラムに実装された非線形最小自乗法は Gauss-Newton 法³⁻²⁾と最急降下法³⁻³⁾の中間の手法である Levenberg-Marquardt 法^{3-4), 3-5)}である。また近似精度に関しては、誤差0.01%を目標にパラメータフィッティングを行った。以下にこのフィッティング結果について説明する。

3.2.3 パラメータフィッティング結果

NIMS開発合金である TMS-162³⁻⁶⁾の 1100℃ /137MPa 条件におけるクリープ曲線のパラメータフィッティング結果を Fig. 3-1 に示す。本合金の組成および得られた各パラメータの値を Table 3-1 および Table 3-2 に示す。S字状の一次クリープ前期領域、および低いクリープ速度が持続する一次クリープ後期領域がよく表現されている。また、本構成式はクリープ全域の再現が可能であり、第2章で説明した改良 θ 法において導入されていた打切り歪量等の制約なしに破断までの全クリープ曲線がフィッティングできている。

破断直下のクリープ挙動は先述したとおり単純なものではなく、加速域後期のクリープ挙動の定式化そのものにはあまり意味がない。この定式化が困難なクリープ加速域後半は

主にクリープ構成式の S_3 という項で表現しているが、この項特有のパラメータ A_3 、 c_3 についてはその意味づけが難しいと考えられる。しかしながら、加速域後半における定式化困難な部分を一つの項にまとめてしまうことで、それ以外の項におけるクリープ挙動の忠実な再現性、および予測性の向上が期待されると考える。

Table 3-1 Normal chemical composition of TMS-162.

(wt%)											
Alloy	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta	Hf	Re	Ru	Ni
TMS-162	5.8	2.9	3.9	5.8	5.8	-	5.6	0.1	4.9	6.0	Bal.

Table 3-2 Fitted parameters for the creep curve of TMS-162, 1100°C/137MPa.

A1	A2	A3	c1	c2	c3	μ	λ	β
0.62	3.03	0.92	3.00	38.94	7.01	4.04	1050.1	0.00315

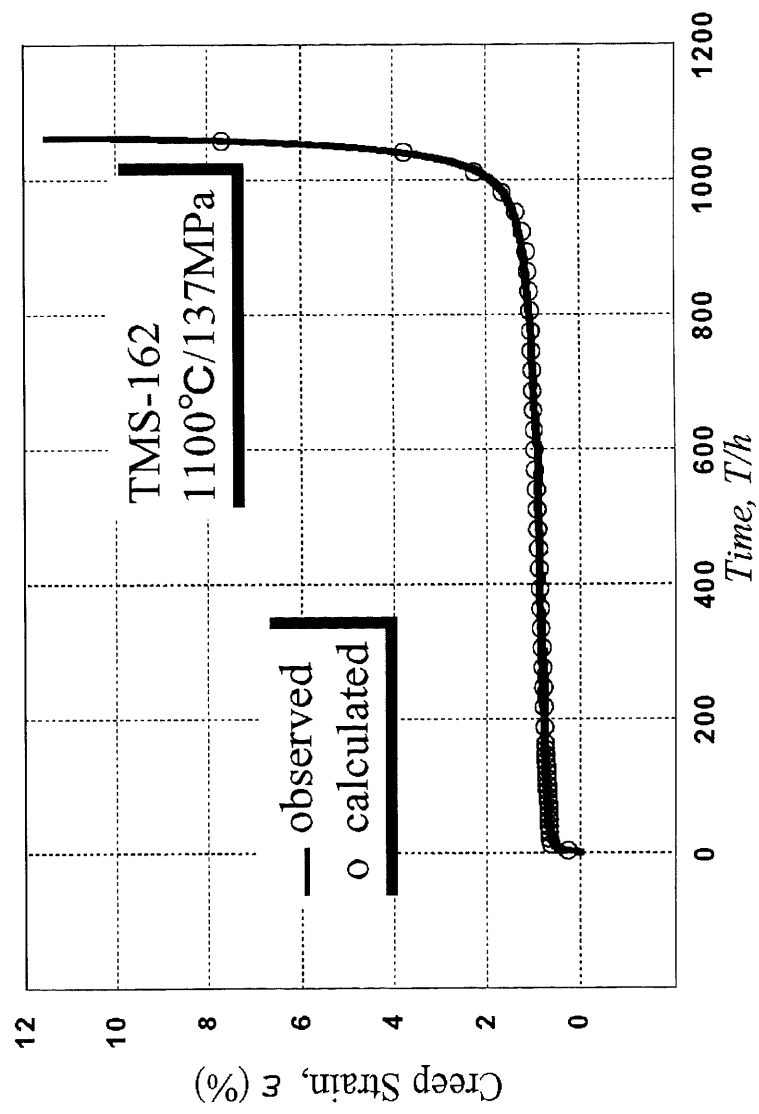


Fig 3-1 A creep parameter fitting with the creep constitutive equation.

3.2.4 クリープ速度の算出

一般に、高温材料は最小クリープ速度の大小で評価されることが多い。一方、現在行われている Ni 基超合金のクリープ試験、特に長時間試験においては測定点数が膨大になり、また歪量が階段状に計測されることが多い。さらに非接触式クリープ試験機を使用した高温条件下でのクリープ試験においては、炉内の熱対流による観察像のゆらぎも存在する。このため、実験データ間の直接差分からクリープ速度を求めることは困難であった。この問題の解決のために移動平均法や Lagrange の補間法が用いられていた。しかし、移動平均法においてはローパスフィルタ効果のため、クリープ初期の微細な変化が失われることが多い。また Lagrange の補完法においては測定点が比較的等間隔であることに起因する周波数成分を除外することができず、クリープ速度の算出の自動化は困難であった。微分可能なクリープ構成式によるクリープ曲線のよい近似式が求められれば、各測定点においてこの式の微分値を求めることによって、煩雑な操作なしに実験データから最小クリープ速度を求めることが可能になる。

3.2.3節で得られた TMS-162合金によるクリープ曲線近似から得られたクリープ速度-時間曲線を Fig.3-2に示す。クリープ曲線から手作業で求めた曲線を比較のために示してある。本図は両軸ともに対数軸で示してある。全体としてよくクリープ速度が求められている。特に、初期の S 字部分における速度の急激な変化、および高温-低応力条件において顕著な一次クリープ後期領域におけるクリープ速度のゆるや

かな低下が明瞭に把握できる。

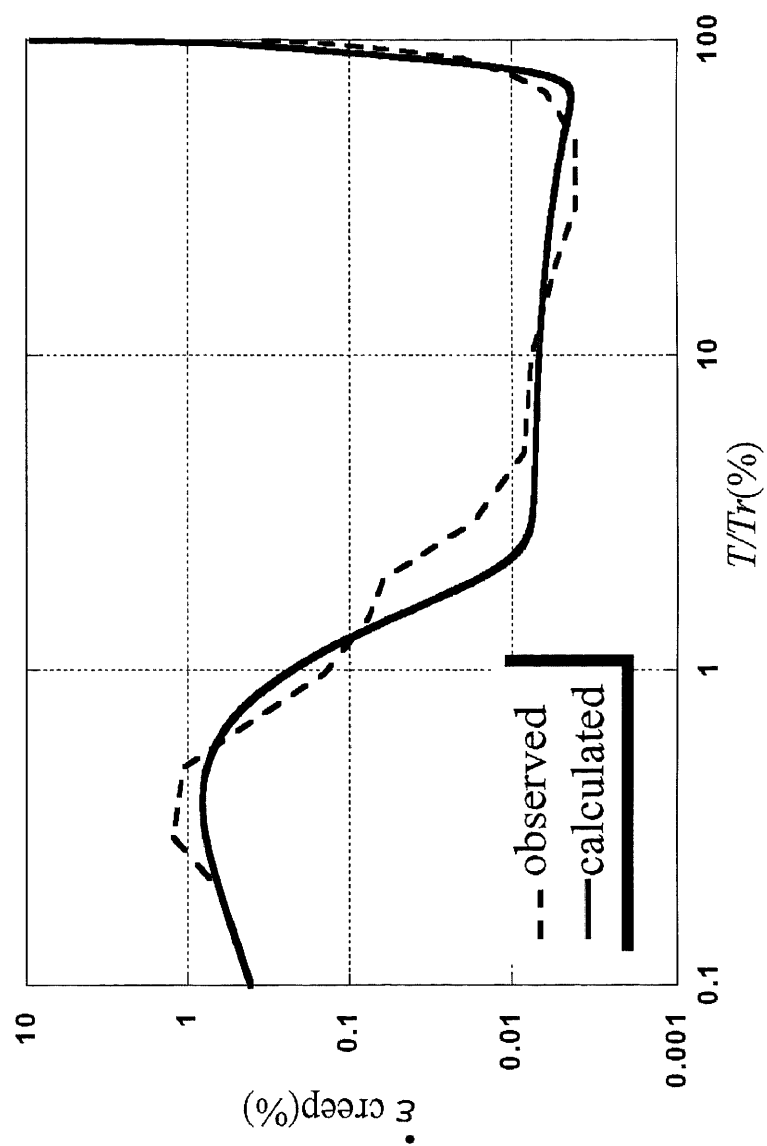


Fig. 3-2 Creep ratio calculation using the creep constitutive equation.

3.2.5 パラメータフィッティング結果(長時間)

次に、長時間クリープ試験条件でのクリープ曲線への適用性について述べる。

Ni 基超合金の高温強度が非常に高いために、クリープ試験は一般に非常に長時間を要する。従来のクリープ試験条件は航空機エンジンを模擬したもので、温度条件に対して応力条件が比較的高く、試験時間も1000h 程度のものではあった。これに対し、より長時間運用する発電タービン実機の使用条件に即した適切な条件での長時間にわたる評価も必要であるという観点から、従来の条件より低応力条件とした1000℃/137MPa および900℃/245MPa 条件における10000h 以上の長時間クリープ試験が進められている³⁻⁷⁾。

Fig.3-3に本構成式を用いた商用合金 PWA1484合金³⁻⁸⁾の1000℃/137MPa における長時間クリープ曲線に対する適用結果を示す。本合金の組成および得られた各パラメータの値をTable 3-3および Table 3-4に示す。この合金の本試験条件における初期伸び量は比較的小さく、二次クリープ初期の対数的伸びは無視できるほど小さいと考えられた。このため第3章の3.3.4節において後述するが、 $\beta=0$ に対応する式を適用している。

このフィッティングにおいても初期伸びから二・三次クリープ域まで、よい再現性が得られていることがわかる。ほぼすべての長時間クリープ試験曲線への適用においてはフィッティングのR値が高く、再現性が高いことが示された。

前述のような長時間クリープ試験においては、温度条件に

比べて応力が低いことから、破断に至るまでの試験時間が数千～数万時間となる場合がある。この試験期間の長さという制約から、長時間クリープ試験の実施は限られたものとなっている。第4章で後述するが、本構成式の長時間クリープ試験への適用性の高さは、本条件におけるクリープ挙動解釈に対するいくつかの新しい知見を与えることが期待される。

Table 3-1 Normal chemical composition of PWA1484.
(wt%)

Alloy	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta	Hf	Re	Ru	Ni
PWA1484	10	5	2	6	5.6	-	9	-	-	-	Bal.

Table 3-2 Fitted parameters for the creep curve of PWA1484,
1000°C/137MPa.

A1	A2	A3	c1	c2	c3	μ	λ	β
0.31	2.33	37.98	112.83	271.53	38.73	72.99	2077.3	-

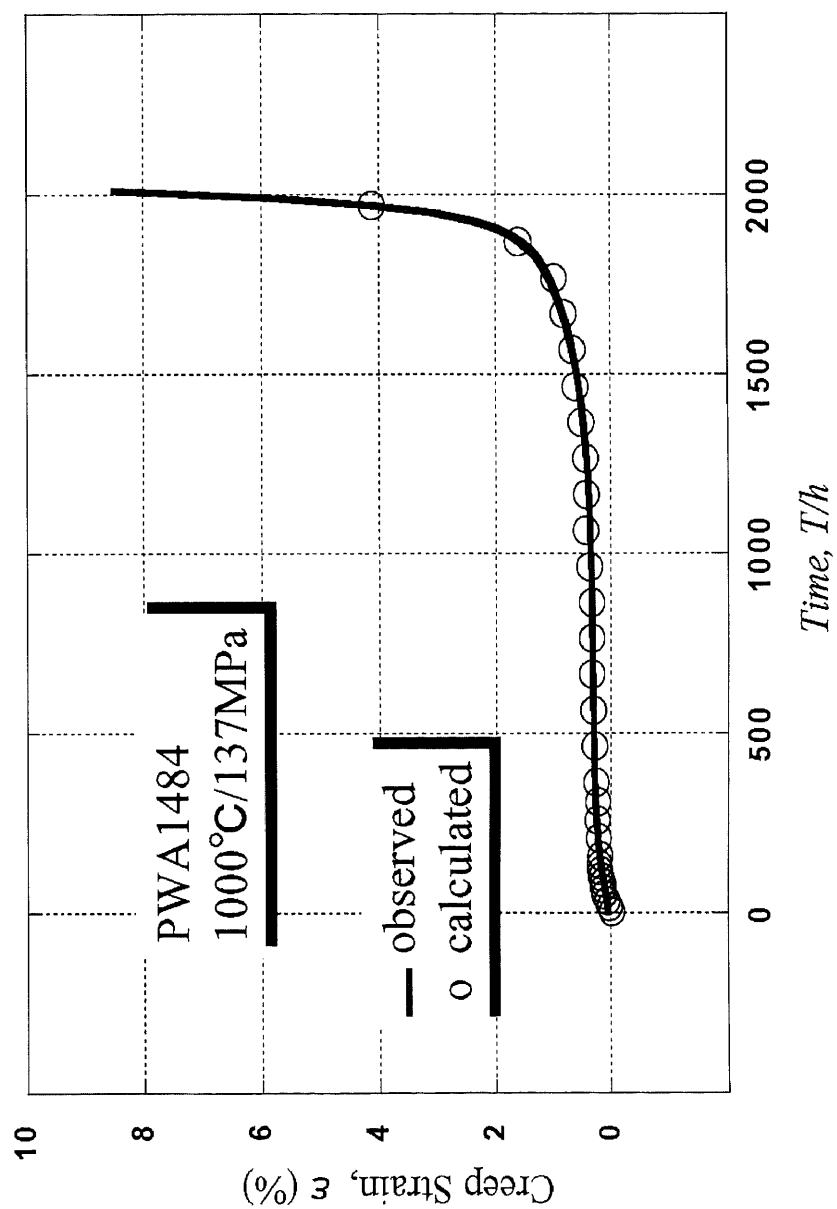


Fig.3-3 A long time creep curve regression using the creep constitutive equation.

3.3 クリープ構成式のパラメータの解析

3.3.1 一次クリープ前期領域 (A_1 、 c_1 および μ)

3.2節で述べた各フィッティングによって明らかになった、パラメータの変動傾向について考察する。

本構成式のパラメータ A_1 、 c_1 および μ は、Ni 基超合金の高温-低応力条件において特徴的な S 字状の一次クリープ前期領域において重要なパラメータである。

Fig. 3-4に A_1 の大小と一次クリープ前期領域の形状の変化を模式的に示した。 A_1 が大きくなれば一次クリープ前期領域を通しての歪量が大きくなる。すなわち、 A_1 はラフトが形成されるまでの全歪量を意味している。また、本パラメータは Ni 基超合金のクリープ挙動を合金組織の点で特徴づけるラフト化の度合に密接に関連している。

同様に c_1 および μ も、ラフト化と密接に関連しているパラメータと解釈することができる。Fig. 3-5に c_1 とクリープ曲線形状との関係、Fig. 3-6に μ とクリープ曲線形状との関係をそれぞれ示す。 c_1 が大きくなれば S 字領域の立ち上がりが緩やかになり、 c_1 が小さければ急速に立ち上がる。すなわち、 c_1 が小さければそれだけラフトの形成速度が速い。また、 μ が大きくなれば一次クリープ前期領域の持続時間が長くなる。つまり、ラフトの形成速度が遅いことに対応する。

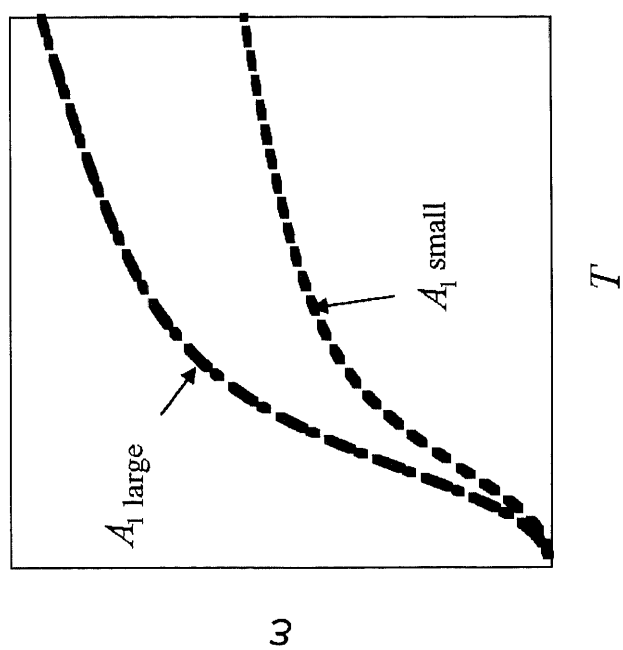


Fig. 3-4 Figure of the effect of the largeness of A_1 .

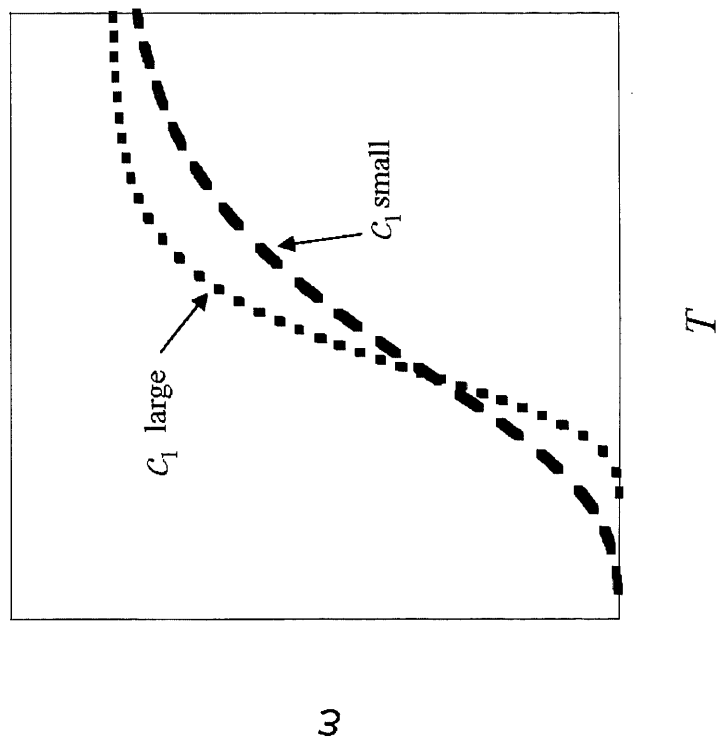


Fig. 3-5 Figure of the effect of the largeness of c_1 .

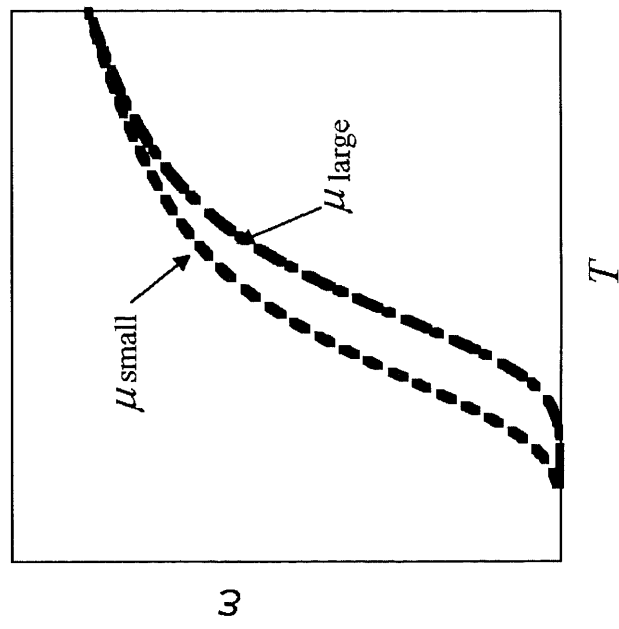


Fig. 3-6 Figure of the effect of the largeness of μ .

3.3.2 一次クリープ後期領域 (β)

次に一次クリープ後期領域における重要なパラメータである β について説明する。

Fig. 3-7に β の変動によるクリープ曲線の形状変化の図を示す。 β が大きくなると一次クリープ後半のクリープ速度が増加する。すなわち β は、一次クリープ後期領域における対数的なクリープ速度変化に関連する。このパラメータはラフト界面における転位網の固着、および新たに導入される転位の堆積の程度に関連している。

Fig. 3-8に1100℃/137MPa 条件における A_1 と β との相関を示した。両パラメータの間には弱い逆相関が見られる。すなわち、 β が小さい、つまりラフト組織が転位の移動を阻害している場合には、一次クリープ前期領域の歪量が逆に大きい。このことは、ラフト界面における微細な転位網の形成のためには、一次クリープ前期領域において大量の転位が導入されている必要があることを示唆している。大量に導入された転位が、ラフト界面によってスタックされた分が一次クリープ後期領域におけるクリープ強度を担保していると考えられる。

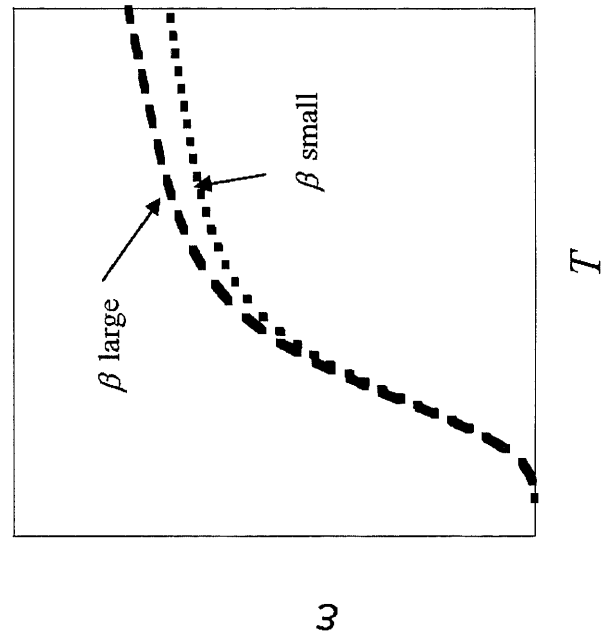


Fig. 3-7 Figure of the effect of the largeness of β .

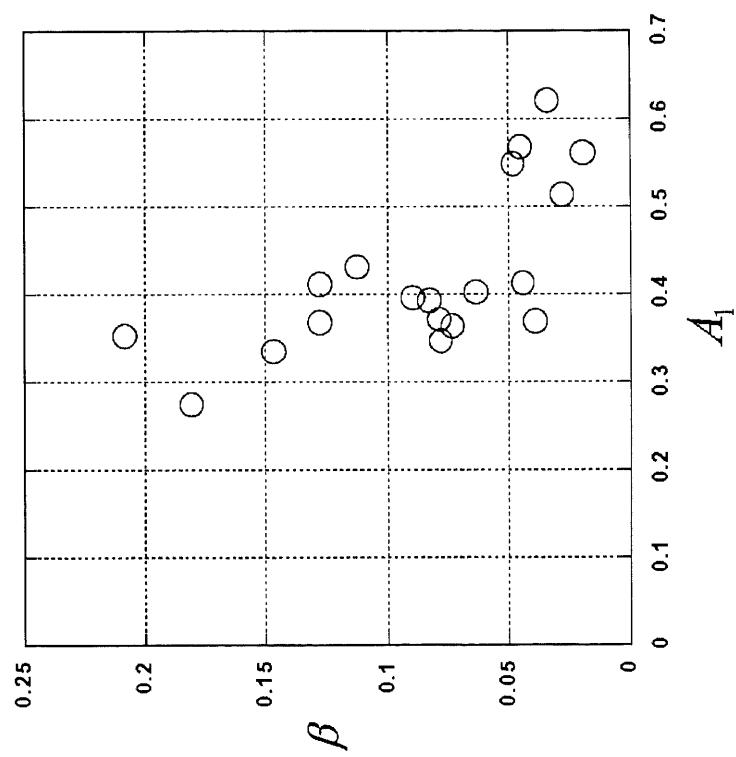


Fig. 3-8 Correlation between A_1 and β at 1100°C/137MPa.

3.3.3 β が非常に小さいクリープ曲線

一方、900℃/392MPa 条件のような低温-高応力条件においては一次クリープ領域が明瞭でないクリープ挙動を示すものも多く見られる。Fig. 3-9は TMS-162合金の900℃/392MPa 条件におけるクリープ曲線である。この形のクリープ曲線に本式を適応すると、一次クリープ領域が非常に小さいものとして表現された。また、対数部分にふくまれるパラメータ β の値が計算誤差と比較して有意ではなくなるほど小さくなった。Fig. 3-9 のようなクリープ曲線は、二次クリープ領域初期における対数的なクリープ変形が見られない非対数的クリープ曲線 ($\beta = 0$) であるとした。すなわち、

$$\varepsilon = I \times (A_1 + S_2 + S_3) \quad \dots (3-4)$$

但し

$$I = \exp(-\exp((t - \mu)/c_1)) \quad \dots (3-5)$$

および

$$S_i = A_i \exp((t - \lambda)/c_i) \quad \dots (3-6)$$

である。Fig. 3-9におけるフィッティングはこの式を適用したものである。本適用で得られたパラメータの値を Table 3-5 に示す。

β が極端に小さいクリープ曲線はいずれもこのような形状のものであった。今回の検討においては1000℃/245MPa 条件において約7割、900℃/392MPa 条件においてはすべての合

金において0ないし非常に小さい値として計算された。また、クリープ曲線形状において $\beta = 0$ となるような場合には A_1 も非常に小さく、一次クリープ前期領域自体がそれほど明瞭ではない。

Fig. 3-10 に各種合金のクリープ曲線のパラメータフィッティングで得られた $1100^{\circ}\text{C}/137\text{MPa}$ 条件と $900^{\circ}\text{C}/392\text{MPa}$ 条件における A_1 の値を示す。 $1100^{\circ}\text{C}/137\text{MPa}$ に比べ、 $900^{\circ}\text{C}/392\text{MPa}$ 条件における A_1 の値が小さいことがわかる。このことは、低温-高応力条件、すなわちラフト形成が全試験時間に対して比較的ゆるやかである条件においては、高温-低応力条件で顕著であったラフト界面への転位の固着という現象がクリープ曲線にそれほど明瞭には現れていないことを意味している。

Table 3-5 Fitted parameters for the creep curve of TMS-162, $900^{\circ}\text{C}/392\text{MPa}$.

A1	A2	A3	c1	c2	c3	μ	λ	β
0.072	20.67	5.78	39.47	196.86	32.41	33.17	1009.3	-

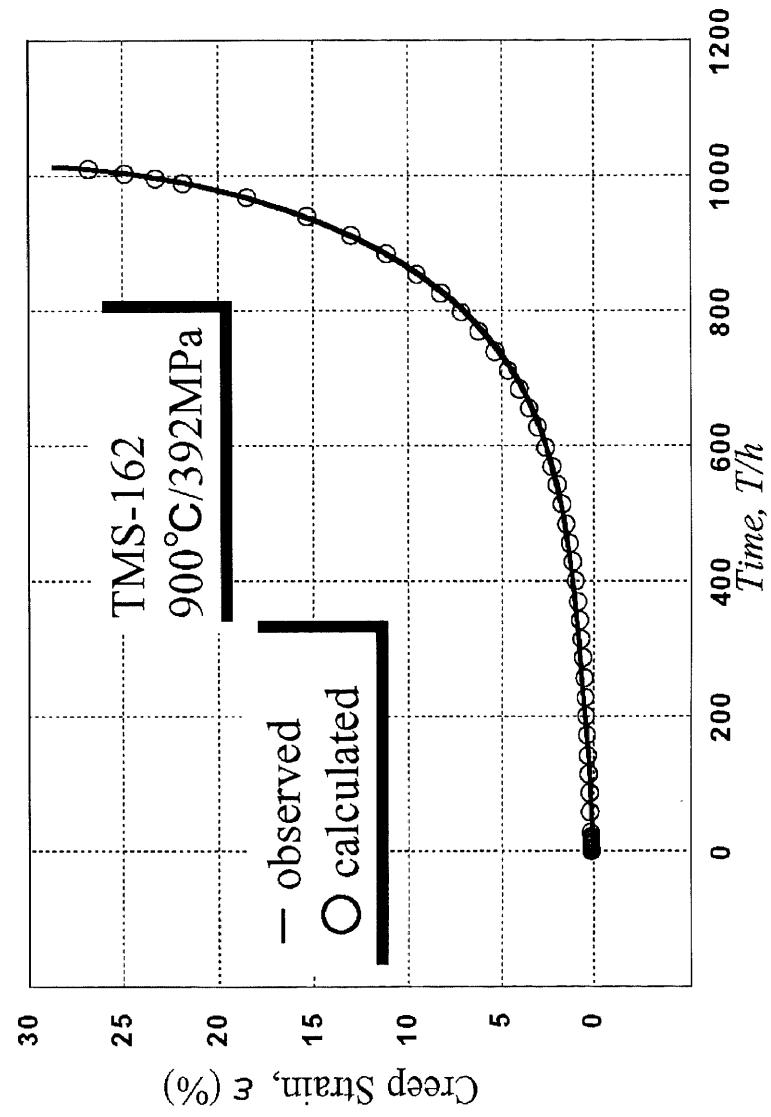


Fig. 3-9 A non-logarithmic creep curve.

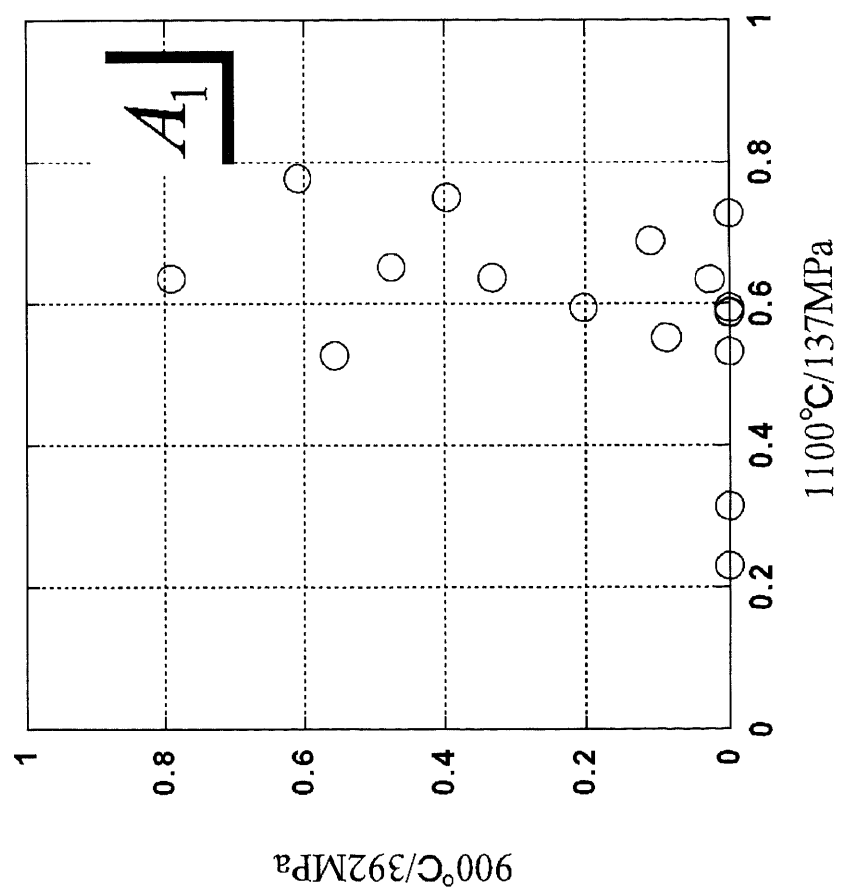


Fig.3-10 Variance of A_1 between 1100°C and 900°C.

3.4 パラメータの重回帰分析

3.4.1 研究の目的

一般に、ある温度-応力条件におけるクリープ挙動は合金の組成や組織といった要素によって決定されるものである。また、本構成式のパラメータはクリープ曲線の形状とそれぞれ関連している。このため、パラメータは合金組成および組織因子によって説明されると考えられる。本項ではフィッティングによって得られたパラメータと合金組成との関係を見るため、重回帰を用いたパラメータの解析を行った。

3.4.2 実験手法

以下に示す手順で重回帰分析を行い、パラメータを解析した。

- (1) 1100℃/137MPa、1000℃/245MPa、900℃/392MPa の各条件における10～20合金のクリープ曲線にクリープ構成式を適用する
- (2) クリープ試験によって得られたクリープ曲線に対して上式による非線形フィットを行い、各パラメータの組を決定する
- (3) 得られたパラメータの組に対し、 γ' 相中の添加元素濃度、組織因子である格子ミスフィットおよび γ' 相量を説明変数とした重回帰分析を行う
- (4) 重回帰分析に用いた合金群、およびその他の合金について(2)の結果をもとに A_i 、 c_i 、 μ 、 λ の組を計算し、得られたクリープ予測曲線と実測のクリープ曲線と

を比較する

なお、重回帰式の自由度を高くする目的で、 γ' 相中の添加元素のうち Co、Cr、Mo、W、Ti、Ta、Re、Ru の8種類を、また予測可能な組織因子として格子ミスフィット(負値)、 γ' 相量を説明変数の候補として取り扱った。さらにこれら説明変数の候補に対して、外挿性の向上を目的として変数選択法を適用し、パラメータごとに各説明変数の t -検定値ないし R^2 値を高くする回帰モデルを決定した。

なお、 γ' 相中の元素濃度、格子ミスフィット(負値)および γ' 相量の予測に関しては NIMS において開発されている合金設計プログラム ADP^{(3-9), (3-10), (3-11)}を用いた。本プログラムは与えられた合金組成から任意温度条件での γ/γ' 平衡組成を精度よく計算するプログラムである。この平衡組成から γ' 相量、格子ミスフィット等の組織因子を精度よく求めることが可能である。

Table.3-6(a) The differences of coefficients in 900°C, 1000°C and 1100°C
(without β).

		A ₁	A ₂	A ₃	C ₁	C ₂	C ₃	μ	λ
Cr	1100°C	-	-	-	-	21.02	-3.25	-2.55	-
	1000°C	0.63	8.45	9.69	-6.61	-	-4.46	1.71	3.87
	900°C	2.27	0	0	0	0	8.80	0	-54.71
Mo	1100°C	0.18	0	0	8.18	-32.89	2.55	2.38	-2.43
	1000°C	-	-10.47	-16.64	-	-4.42	-4.46	-1.64	-7.24
	900°C	1.18	34.14	2.23	-12.90	39.80	13.51	-	34.00
W	1100°C	0.16	-4.30	-7.35	-	-	-1.38	-1.39	-
	1000°C	-	4.38	-	-3.41	-	-	-	-
	900°C	-3.98	13.80	5.11	-	20.71	13.51	-43.26	105.04
Ti	1100°C	-	-	-	-	12.97	-	-	-
	1000°C	-	-8.00	-4.85	3.69	-7.60	-3.22	-1.30	-
	900°C	-	-	-	-	-	-	37.87	-
Ta	1100°C	-0.03	-1.64	-2.73	-1.71	4.80	-0.33	-	0.35
	1000°C	-	-	-	1.13	-0.62	-0.41	-0.40	0.61
	900°C	-	20.93	-8.83	-10.08	29.31	7.63	-10.51	46.17

Table.3-6(b) The differences of coefficients in 900°C, 1000°C and 1100°C
(without β).

		A ₁	A ₂	A ₃	C ₁	C ₂	C ₃	μ	λ
Re	1100°C	0.64	-21.05	-32.10	-	80.87	-11.69	-12.06	3.40
	1000°C	2.27	0	14.80	0	-26.14	-	-	8.91
	900°C	-6.02	-	-	-	15.22	18.33	19.25	144.19
Ru	1100°C	-0.11	6.09	10.20	2.06	-16.85	1.05	1.51	-1.46
	1000°C	-	2.33	1.87	-3.23	-	-66	-	-
	900°C	-	3.33	-0.48	-	7.38	1.17	-2.14	2.38
Misfit	1100°C	-0.57	28.74	51.49	41.51	0	0	0	-9.89
	1000°C	-	-	-11.00	-	-	-	-	-24.38
	900°C	8.59	120.68	-	-30.09	134.99	-	14.50	42.24
Vf	1100°C	-0.38	-20.40	-29.81	-8.20	163.29	0	-5.67	11.49
	1000°C	-3.20	0	0	60.38	28.27	0	0	-37.79
	900°C	10.90	99.61	-	-	-	-	39.85	-

3.4.3 重回帰分析結果

Table 3-6(a) および Table 3-6(b)にこの重回帰結果を示す。なお、Table 3-6に示すパラメータの値はクリープ曲線そのものの形状に着目する観点から、破断時間で正規化したクリープ曲線で得られたフィッティングパラメータを重回帰分析した結果である。

温度-応力条件にかかわらず説明変数としてパラメータに大きく影響を与えている添加元素は Cr、Mo、Ta、Re であった。Ni 基超合金のクリープ挙動においては、これら4元素による固溶強化の影響が推察される。一方、組織因子については、ラフトの形成速度と密接な関係を持っているといわれている格子ミスフィットは高温-低応力条件の一次クリープ前期領域に関するパラメータに対して支配的傾向が見られ、この関係が裏付けられている。しかし、その他では低温-高応力条件の A_2 および c_2 に対してのみ強く影響していた。

重回帰係数の正負に着目することで、各説明変数がパラメータに与える影響度を見ることができる。W、Ti および格子ミスフィットは各パラメータに対する影響度が温度・応力条件にかかわらず比較的一定の傾向を示す。Re および Ru に関しては温度-応力条件によって各パラメータへの影響度が逆転しているものの、おおまかに温度との間に線形関係の傾向が見られる。これに対して他の説明変数は変動が大きかった。例えば Mo は、Ni 基超合金のクリープ曲線を特徴づける部分である一次クリープ前期領域に関係するパラメータ A_1 、 c_1 、 μ のいずれについても明確な影響を見いだせなかった。

パラメータ c_2 および c_3 に対しては説明変数として格子ミスフィットを考慮していない。格子ミスフィットは Ni 基超合金のクリープ特性を特徴づける意味では除きがたい変数ではあるが、先述したとおり回帰モデルの外挿性を高めるという純粹に統計学上の理由で格子ミスフィットを取り除いたためである。格子ミスフィットおよび γ' 相量は ADP+によって、合金組成から直接予測される量であるため、本重回帰式においても格子ミスフィットおよび γ' 相量が合金組成とオーバーフィットしている可能性は否めない。

Mo は固溶強化および格子ミスフィットの(絶対値への)増大を目的として添加された元素である。例えば $900^{\circ}\text{C}/392\text{MPa}$ 条件においては c_2 を大きくさせる、つまり一次クリープ後期領域から二次クリープ前期領域におけるクリープ速度を低くする側に働いている一方、 $1100^{\circ}\text{C}/137\text{MPa}$ 条件においては全く逆である。これは $900^{\circ}\text{C}/392\text{MPa}$ 条件においては格子ミスフィットに強く支配されるラフト形成による強化よりも、Mo の固溶強化作用が大きく働いているためと考えられる。一方、ラフトがすみやかに形成される $1100^{\circ}\text{C}/137\text{MPa}$ 条件においては大きな格子ミスフィットが γ/γ' 界面への転位網形成を促進していることと考えられる。

γ' 相量に関しては組織因子としてクリープ挙動に影響を及ぼすことが予想されたが、重回帰結果は一次クリープ域に関係するパラメータ A_1 、 c_1 、 μ において多少、高温-低応力条件で負、低温-高応力条件で正の影響を示すにとどまっている。これは先述したように、 γ' 相量が $0.5\sim 0.7$ 程度と変動が

少ないことや、回帰式においてオーバーフィッティングの傾向を示したものと考えられる。

対数的部分に関係するパラメータ β に関しては先述したとおり、低温-高応力条件において値が小さい。このため、1100℃/137MPa 条件および一部の1000℃/245MPa 条件におけるクリープ曲線においてのみ考察する。1100℃/137MPa 条件および一部の1000℃/245MPa における β の重回帰分析結果を Table. 3-7に示す。

1100℃/137MPa および1000℃/245MPa の両条件において、Re および格子ミスフィット量が β の変動に大きく寄与していることがわかった。特にすべてのクリープ曲線に対して β が計算された1100℃/137MPa 条件においては、格子ミスフィットの絶対値に対する重回帰係数が大きく、 β を増加させていることがわかる。また、この条件においては γ' 相量、Re が β を小さくしている。

なお、Cr、Ta、Re および γ' 相量に関しては1100℃/137MPa 条件と1000℃/245MPa 条件において符号が逆転している。1000℃/245MPa 条件においては β のための重回帰式に使用可能であったクリープ曲線の本数は4本と極端に少なかった。このため、この逆転が本質的なものか、自由度の小ささに起因する誤差であるかを判断することは難しい。

Table.3-7 The differences of coefficients for β between 1000°C and 1100°C.

β						
	Co	Cr	Mo	W	Ti	Ta
1100°C	-0.003	-0.107	0.094	-0.012	0.085	0.018
1000°C	-0.066	0.453	-0.314	-0.119	-	-0.131
	Re	Ru	misfit	Vf	Intercept	
1100°C	-0.370	0.010	0.416	-0.388	0.463	
1000°C	1.434	-	3.453	2.918	- 1.0356	

3.5 パラメータの因子分析

3.5.1 研究の目的

本構成式の9つのパラメータはNi基超合金のクリープ曲線の特徴を表現しているが、一つのクリープ挙動に対して複数のパラメータが寄与している可能性が考えられる。例えば A_1 と C_1 と μ はいずれも一次クリープ域を説明するパラメータであるが、例えば A_1 が変化しなくても μ が小さくなれば一次クリープの速度が増すことになり、 C_1 は小さくなる。このように、複数のパラメータがそれぞれ相関を持つために、本構成式の特定のパラメータのみに着目してクリープ挙動を議論することには困難が伴う。そこで、パラメータの組を多変量データと考え、これらが持つ共通因子を因子分析によって見出し、本構成式とクリープ挙動とを定性的に結びつけることとした。

3.5.2 実験手法

1100℃/137MPa 条件における19種類の合金、1000℃/245MPa 条件における11種類の合金、900℃/392MPa 条件における11種類の合金に対するクリープ曲線のフィッティング結果を用い、試験条件ごとにパラメータの組に因子分析をほどこし、共通因子の組を得た。この際、Ni基超合金のクリープ曲線が大きく一次クリープ前期領域、一次クリープ後期領域、二・三次クリープ域にわけられることから、得られる因子数を3前後と仮定し、探索的因子分析手法を用いて因子探索を行った。また、探索の結果得られた共通因子への各パラメータの

因子負荷量、すなわち各因子がパラメータに反映する程度を表す数値から、それぞれの共通因子が何を表しているかについて考察を行った。

なお、因子分析手法としては統計用プログラミング言語 R³⁻¹²⁾ の環境を用い、社会統計学の分野において配布され使用されている関数群³⁻¹³⁾を用いて統計処理を行った。

3.5.3 因子分析結果

Table. 3-8に900℃/392MPa 条件下でのフィッティングに対する因子分析結果を示す。同条件において因子分析に用いたクリープ曲線数(サンプル数)が11本である。共通因子数は2であり、この二因子による累積寄与率は83.9%となった。パラメータの各因子への因子負荷量の絶対値に着目すると、両方の因子に対して同程度の負荷を持つパラメータはなく、因子への負荷が明瞭に分離している。このことから、本試験条件でのパラメータの共通因子はそれぞれ、二・三次クリープ因子と初期伸び因子であると考えることができる。

Table. 3-9に各試験条件で得られた因子数と、因子の解釈を示す。高温-低応力条件と低温-高応力条件において、パラメータの因子負荷量には多少異なった傾向が見られた。900℃/392MPa 条件および1000℃/245MPa 条件において因子数は2であり、それぞれ一次クリープ領域と二・三次クリープ領域を表現する因子である。これに対して高温-低応力域においては因子数3~4が適切であり、それぞれ一次クリープ前期領域、一次クリープ後期領域、二・三次クリープ領域、および因子

負荷の多いパラメータとの関係を見出せなかった因子である。

一次クリープ前期領域に関しては、温度-応力条件にかかわらず A_1 、 C_1 、 μ の3つのパラメータが同一の潜在因子を持つ。一次クリープ前期領域の潜在因子、すなわちラフトの形成に関する因子は、この3つのパラメータに大きく影響を及ぼしていると考えられる。ラフトの形成が比較的遅い低温-高応力条件においても、ラフト形成という現象がクリープ曲線上に明瞭に現れていることを示している。

一方、一次クリープ後期領域に関係するパラメータに着目すると、高温-低応力条件においては対数的伸びを示すクリープ曲線を説明するためのパラメータ β と二・三次クリープ領域に関係するパラメータ A_2 、 λ が同一の潜在因子を持つという結果が得られている。 β はラフト界面に固着した転位網による転位の移動障害を表すパラメータと考えられるが、この現象と二・三次クリープ領域において A_2 、 λ を決定する現象、つまりラフトの乱れによるクリープ加速現象が関係を持つという結果となった。ラフト界面への転位網の固着と転位網の形成によりクリープ速度は減少するが、その程度は転位密度に依存する。これがクリープ加速現象に対しては、より多くの転位が移動し、急激な変形を齎すという形で影響を及ぼしていると考えられる。

これに対して低温-高応力条件においては先述のとおり β が除かれているが、一次クリープ前期領域を除いた残りのパラメータは同一の潜在因子を持つとされた。低温-高応力条件

においてはサンプル数が高温-低応力条件に比べて相対的に少ないため、本結果はこの条件において共通因子を完全には分離できていない可能性がある。しかし、仮に本条件における因子数が2であると考えたと、低温-高応力条件においては一次クリープ後期領域の低いクリープ速度を決定する因子と、その後のクリープ加速現象に関する因子が本質的には同一のものであると解釈できる。すなわち、一次クリープ後期領域においては、高温-低応力条件においては β が、低温-高応力条件においてはその代わりに A_2 、 A_3 、 c_2 、 c_3 および λ の5パラメータがクリープ挙動の鍵を握っている。

また C_2 に関しては、高温-低応力条件においては特定の因子への負荷量が高いという傾向を見出だすことができなかった。 C_2 はこの試験条件下ではクリープ挙動に対して独立性が高いパラメータであると考えられる。

Table 3-8 Result of a factor analysis for 900°C/392MPa.

Parameter	2nd/3rd Creep Stage Factor	Initial Creep Stage Factor	Communality
A1	0.075	0.937	0.883
A2	-0.861	-0.230	0.794
A3	0.930	0.251	0.928
c1	0.328	0.910	0.952
c2	0.854	0.398	0.887
c3	0.827	0.265	0.755
μ	0.338	0.944	1.005
λ	0.712	0.037	0.509
Square Sum Loadings	3.755	2.959	
Proportion	46.9	37.0	
Cumulative Proportion	46.9	83.9	

Table 3-9 Inclination of loadings of parameters of
the creep constitutive equation for each factor.

	Initial Creep Stage Factor	2nd Creep Stage Factor	3rd Creep Stage Factor	Exception
900°C/392MPa, 1000°C/245MPa	A_1, C_1, μ	$A_2, A_3, C_2, C_3, \lambda$		
1100°C/137MPa	A_1, C_1, μ	A_2, λ, β	A_3, C_3	C_2

3.6 結言

第2章で提案したクリープ構成式のパラメータについて説明を行った。また900℃～1100℃/137MPa～392MPa条件下における55合金のパラメータフィッティングを行った。また、パラメータと合金組成との相関およびパラメータ同士の相関についても検討した。

本構成式中のパラメータ A_1 、 c_1 および μ は、Ni 基超合金の高温-低応力条件における一次クリープ前期領域の S 字状の形状を表現する重要なパラメータである。本パラメータは Ni 基超合金のクリープ挙動を合金組織の点で特徴づけるラフト化の度合に密接に関連している。また β は、一次クリープ後期領域におけるゆるやかなクリープ速度に関連する。このパラメータはラフト界面における転位網の形成および新たに導入される転位の堆積に関連している。

本構成式を用いたパラメータフィッティングに関しては、特に高温-低応力条件において、クリープ速度-時間曲線においては Ni 基超合金特有のクリープ挙動が忠実に再現された。なお、1000℃/245MPa 条件より低温-高応力側においては β が 0 であるクリープ曲線が圧倒的に多かった。このため、低温-高応力条件においてははじめから、 $\beta = 0$ である非対数的クリープ構成式をフィッティングモデルとして取り扱った。これは低温-高応力条件においてはラフト形成が遅く、転位の固着、転位網の形成という現象がクリープ挙動に明瞭に現れていないと考察した。

得られたフィッティング結果をもとにして、各パラメータ

と合金組成および合金の組織因子との相関を見る目的から、これらを説明変数として重回帰分析を行った。重回帰分析結果は各説明変数である添加元素および組織因子が各クリープ曲線部位に与える影響を明瞭に表していた。

また、提案したクリープ構成式のパラメータを多変量データと考え、これに因子分析をほどこすことでパラメータが潜在的に持つクリープ曲線の特徴を抽出することができた。得られた因子は、従来定性的にいわれてきた Ni 基超合金のクリープ曲線の特徴を代表するものと考えられる。因子分析という統計的手法により、パラメータを支配する因子を見出すことができた。低温-高応力条件においては高温-低応力条件と比較して因子数が少なく、また一次クリープ後期領域のパラメータと二次・三次クリープ領域のパラメータとが共通因子を持つことが示唆された。また、高温-低応力条件においてはクリープ曲線の特徴を表す因子とあまり関係しないパラメータが存在することも明らかになった。

本構成式の適用性を踏まえ、次章において本構成式を使用したクリープ曲線の予測について述べる。

参考文献

- 3-1) <http://www.synergy.com/>
- 3-2) Björck, A.: Numerical methods for least squares problems. SIAM, Philadelphia(1996) pp.
- 3-3) P. Debye: Math. Ann., 67(1909) pp.535-558
- 3-4) Levenberg, K.: A Method for the Solution of Certain Problems in Last Squares, Quart. Appl. Math. Vol. 2, (1944) pp. 164-168
- 3-5) Marquardt, D.: An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters, SIAM J. Appl. Math. Vol. 11(1963), pp. 431-441.
- 3-6) Y. Koizumi, Z. Jianxin, T. Kobayashi, T. Yokokawa, H. Harada, Y. Aoki and M. Arai: J. Japan Inst. Metals 67(2003) pp.468-471
- 3-7) Y. Koizumi, H. Harada, T. Kobayashi, T. Yokokawa; J. Japan Inst. Metals, Vol.69 No. 8(2005) pp. 743-746
- 3-8) A. D. Cetel and D. N. Duhl: Superalloys 1988 (TMS, 1988), pp.235-244
- 3-9) H. Harada, K. Ohno, T. Yamagata, T. Yokokawa, and M. Yamazaki: Superalloys 1988, TMS, (1988) 733-742.
- 3-10) T. Yamagata, H. Harada, S. Nakazawa and M. Yamazaki: Superalloys 1984, TMS, (1984) 157-166.
- 3-11) H. Harada, T. Yamagata, S. Nakazawa, K. Ohno and M. Yamazaki: Proc. High Temperature Materials for Power Engineering 1990", European Committee, (1990) 1319- 1328.

3-12) <http://www.r-project.org/>

3-13) <http://aoki2.si.gunma-u.ac.jp/R/Rstat.pdf>

第4章

クリープ構成式を用いたクリープ曲線の予測

4.1 緒言

本章では、第3章において述べた本クリープ構成式の適用性を踏まえ、本クリープ構成式を用いたクリープ曲線そのものの予測について述べる。

従来、クリープ構成式を用いたクリープ予測は個々の合金、個々の試験条件について加速クリープ試験に対するパラメータフィッティングを行い、この結果を長時間側に外挿する等の手法で行われていた⁴⁻¹⁾。これに対し、本研究においては実際のクリープ試験の結果を用いずに直接、クリープ曲線を予測することを試みた。

まず、第3章で得た重回帰式を用い、任意の組成によるパラメータの外挿を行った。各パラメータの合金組成および組織因子による温度-応力条件ごとの重回帰式に対し、任意の合金の合金組成を代入してパラメータを決定し、クリープ予測曲線を得た。また、異なった温度-応力条件における重回帰式を比較することで、外挿による温度-応力条件下での重回帰式を求め、これを用いて同様の手法により任意組成の合金のクリープ曲線予測も行った。

また、初期のクリープ曲線の挙動から後期のクリープ挙動を予測することを試みた。一次クリープ領域に関係するパラメータを用いて二・三次クリープ領域の各パラメータに関する重回帰式を得た。破断に至っていないクリープ曲線を本構成式によってパラメータフィッティングした結果、得られた

一次クリープ前期領域および後期領域に関係するパラメータから、重回帰式を用いてまだ知られていない二・三次クリープ領域のパラメータを予測し、クリープ後期領域のクリープ挙動予測を行った。

4.2 クリープ曲線の直接予測

4.2.1 実験手法

第1章で述べたように、仮想タービンを精密化し、すぐれた高温特性をもつ Ni 基超合金を開発するためには、部材の精密なクリープ挙動が合金組成および予測可能な組織因子により精密に記述できる必要がある。本構成式の仮想タービンへの適用においては、合金組成および予測可能な組織因子により、クリープ曲線の直接予測が可能であることが必要である。

第3章において、クリープ構成式のパラメータが合金組成および予測可能な組織因子によって重回帰できることを述べた。本章においてはこの重回帰式を用い、任意組成の合金の任意条件におけるクリープ曲線予測について研究した。既存、ないし任意合金の目的とする温度-応力条件における γ' 組成および組織因子を計算し、第3章において述べた同温度-応力条件に対応する重回帰式に代入することでクリープ予測曲線のパラメータの組を得た。なお、 γ' 組成、格子ミスフィット(負値)および γ' 相量の予測に関しては第3章同様、NIMS において開発されている合金設計プログラム ADP+(4-4), (4-5), (4-6) を用いた。

4.2.2 予測結果

Fig. 4-1は重回帰式に用いた TMS-75合金の組成を、本研究の重回帰式を用いて再計算したパラメータを用いて再現した内挿側のクリープ曲線予測である。Ni 基超合金の高温-低応力下において特徴的である S 字状の一次クリープ部を持つクリープ曲線が比較的よく再現されている。一次クリープ前期領域の持続時間を支配するパラメータ μ の計算値が実際に比べて全体的に大きくなる傾向があったため、予測側の一次クリープ前期領域の一致性は高くない。本研究において用いた重回帰式は予測性向上を目的としたため、予測 μ 値が正の範囲に収まるように説明変数の選択を行っている。しかし一般に μ は小さな値を取るため、任意組成の合金に対する μ 予測値は実際より大きくなる傾向にあった。一次クリープ後期領域以降については、合金によってばらつきがみられたものの、パラメータの回帰性はおおむね良好であった。

Fig. 4-2は重回帰分析に用いなかった TMS-160合金の1100℃/137MPa 条件について予測計算したクリープ曲線である。本合金の合金組成を Table 4-1に示す。これは合金組成および組織因子から全くの外挿として得られたクリープ予測曲線である。内挿側の予測と同様の傾向が見られるが、 A_2 の予測精度が全体的に高くないため、一次クリープ後期領域から二・三次クリープ前期領域にかけてのクリープ速度がより低く予測されている。一次クリープ後期領域の持続時間、二・三次クリープ領域の形状に関して実試験と同様の曲線形状を得られた。

Table 4-1 Normal chemical composition of TMS-160.

(wt%)

Alloy	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta	Hf	Re	Ru	Ni
TMS-160	5.9	2.9	3.1	5.9	5.9	-	5.9	0.1	4.9	4.0	Bal.

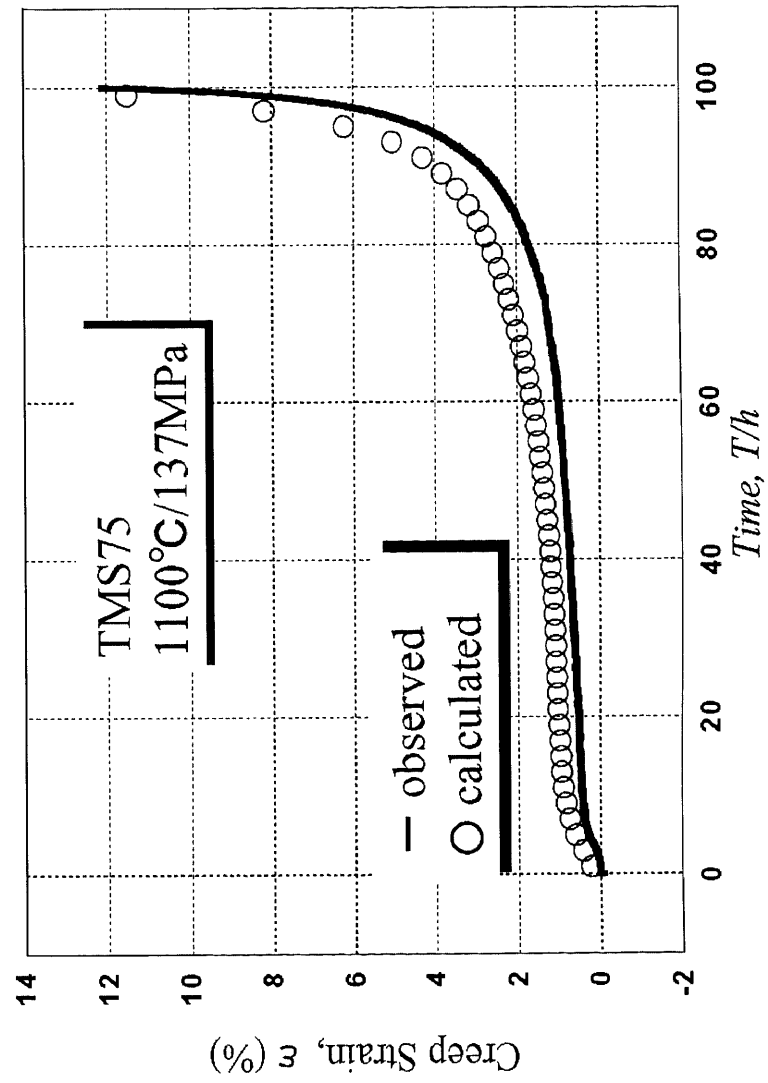


Fig.4-1 A creep curve prediction for TMS-75 1100°C/137MPa by interpolation.

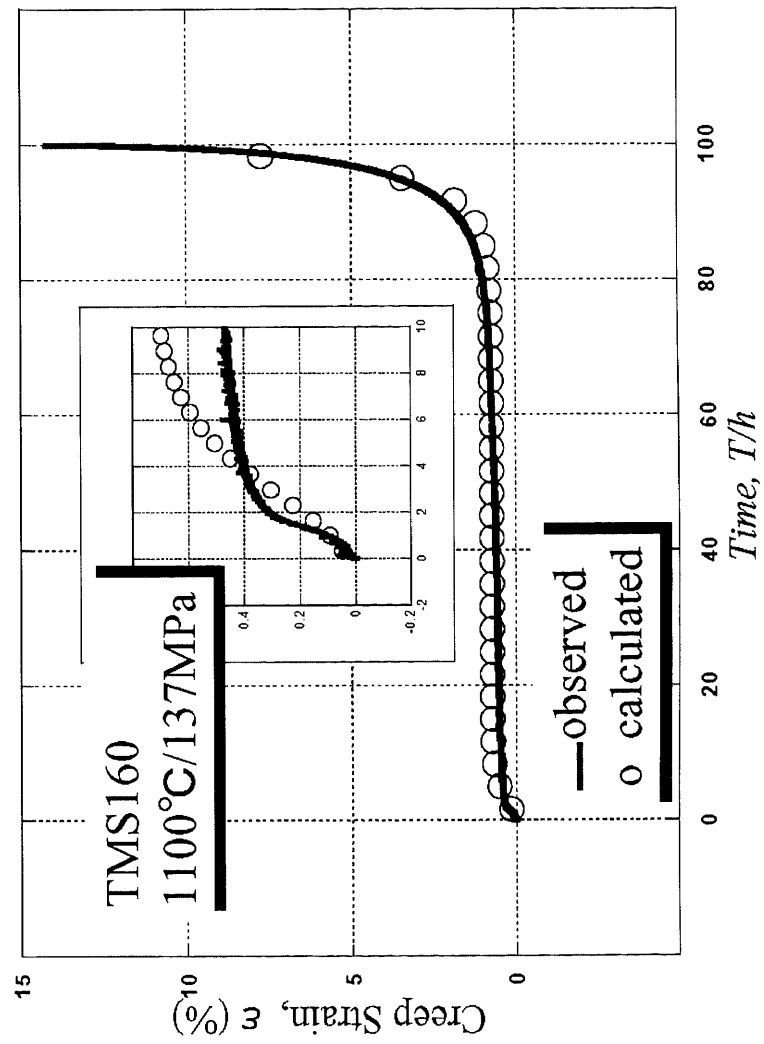


Fig.4-2 Comparison of the creep curve of TMS-160 with calculated one.

4.2.3 予測性の検証

本予測に用いた重回帰式は標本集団の特性および標本数によって予測精度が変化すると考えられるため、重回帰式のセンシビリティを検証した。第3章で行った変数選択法と同様の手法で選択された同一の説明変数の組に対し、重回帰に用いたクリープ曲線の標本数を変化させた条件で重回帰式を2組作成し、両式に基づいたクリープ曲線予測を比較することとした。本研究においては900℃/392MPa条件において、重回帰に用いたクリープ曲線の標本数を11(セット a)、14(セット b)と変化させた両条件において作成した重回帰式から、重回帰式によって未知組成の合金のパラメータを予測した。得られた2組の重回帰係数を Table 4-2に示す。

TMS-75合金の900℃/392MPa条件において、セット a、セット bそれぞれの重回帰式に対し、 γ' 組成、格子ミスフィット及び γ' 相量を用いた計算結果によって得られたクリープ曲線予測を Fig. 4-3に示す。◇がセット a、□がセット b、黒実線が同合金の同条件における実際のクリープ曲線である。

セット a、セット bいずれにおいてもパラメータの予測性は同等であった。本実験の結果、重回帰式によるパラメータ予測手法は妥当であると考えられる。

Table 4-2 Coefficients of multi regression analysis with samples of 11 and 14.

		Co	Cr	Mo	W	Ti	Ta	Re	Ru	misfit	Vf	Inter- cept
A1	set a	0.30	8.41	-	-16.22	-	-3.53	-24.60	-	-4.31	-	36.591
	set b	0.30	8.66	-	-16.64	-	-3.57	-25.18	-	-4.663	-	37.417
A2	set a	3.89	-	-38.41	-	-	-31.55	-6.57	-	110.96	-	97.779
	set b	2.47	-	-44.19	-	-	-33.44	5.49	-	99.249	-	115.51
A3	set a	-	-	-370.83	436.13	-393.73	-216.52	-	-98.42	1012.24	-	-
	set b	-	-	-411.08	476.26	-406.1	-233	0	-52.98	952.4	-	-
c1	set a	-	349.74	-38.72	-432.24	-129.52	-33.3	-1118.85	-	-	-	894.7
	set b	0	4848	-2422.6	-6033.3	-2151.6	-2792.5	-11768.8	-	-	-	18814
c2	set a	-	-	-275.33	-	-	-216.95	-	-	550.79	-	900.11
	set b	-	-	-220.67	-	-	-179.2	-	-	462.52	-	759.52
c3	set a	-33.51	750.78	-595.04	-	-1001.64	-439.97	-1517.23	-	-	-	1488.8
	set b	-36.33	839.78	-642.42	-	-1123.62	-474.34	-1722.14	-	-	-	1595.6
μ	set a	-	249.72	-	-	-353.66	-	-954.59	-6.31	-	-68.356	76.072
	set b	-	2104.9	-	-	-3411	-	-7683.7	278.2	-	-4548.8	2759.8
λ	set a	154.7	-	-3066.2	-5088.3	3108.3	-3329.2	-	-478.5	9047.8	-	20120
	set b	170.1	-	-3010.62	-5188.09	3237.75	-3319.2	-	-424.38	8912.7	-	20128

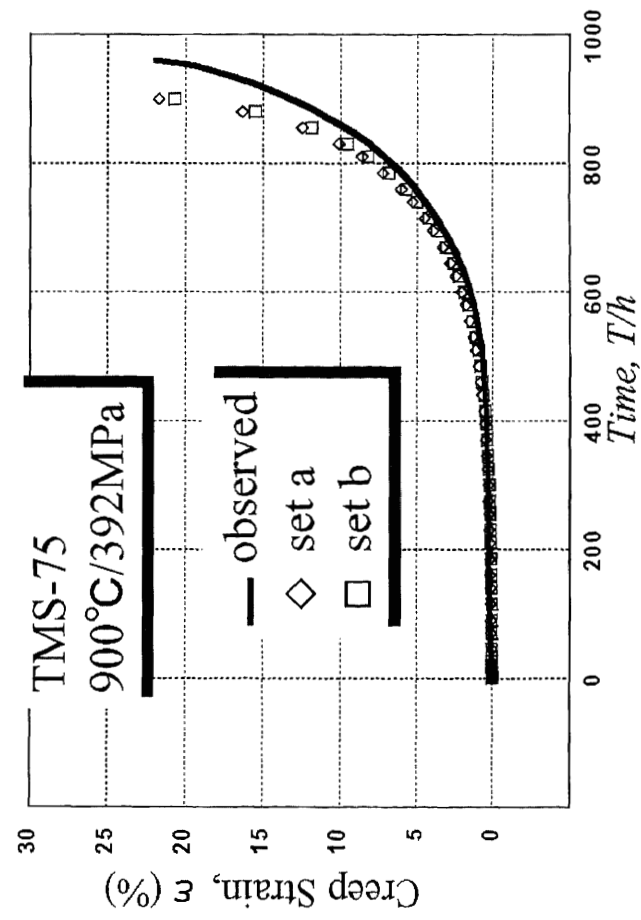


Fig.4-3 A creep curve prediction with a multi-regression on 11 and 14 sample curves.

4.2.4 温度-応力条件の外挿

次に、重回帰式を使用した任意温度-応力条件でのクリープ曲線予測を、外挿側で試みた。

第3章において作成した重回帰式は温度-応力条件ごとのものであったが、1100℃/137MPa、900℃/392MPaの2条件における重回帰式の説明変数である各添加元素および組織因子の係数の平均値を用いた重回帰式を作成した。計算したTMS-75合金の1000℃における γ' 組成および格子ミスフィット、 γ' 相量を代入してパラメータを求め、予測した1000℃/245MPaにおけるクリープ曲線をFig.4-4に示す。黒線で示した実測値はTMS-75の同条件における実際のクリープ曲線である。

この内挿結果は完全に温度のみに着目している。一般にNi基超合金においてよく使用されるTime Temperature ParameterであるLarson-Millerパラメータ⁴⁻⁷⁾により温度条件を補償すれば、応力と材料強度には線形関係が存在すること考えられる。この線形関係により、温度条件1000℃における応力条件245MPaは1100℃/137MPa条件と900℃/392MPa条件の間における条件であると仮定し、両条件における重回帰式の係数の平均値から単純に計算したものである。しかしながら本研究におけるクリープ構成式を使用して、全く独自に得られたものにも関わらず、比較的良好なクリープ曲線を予測することができた。

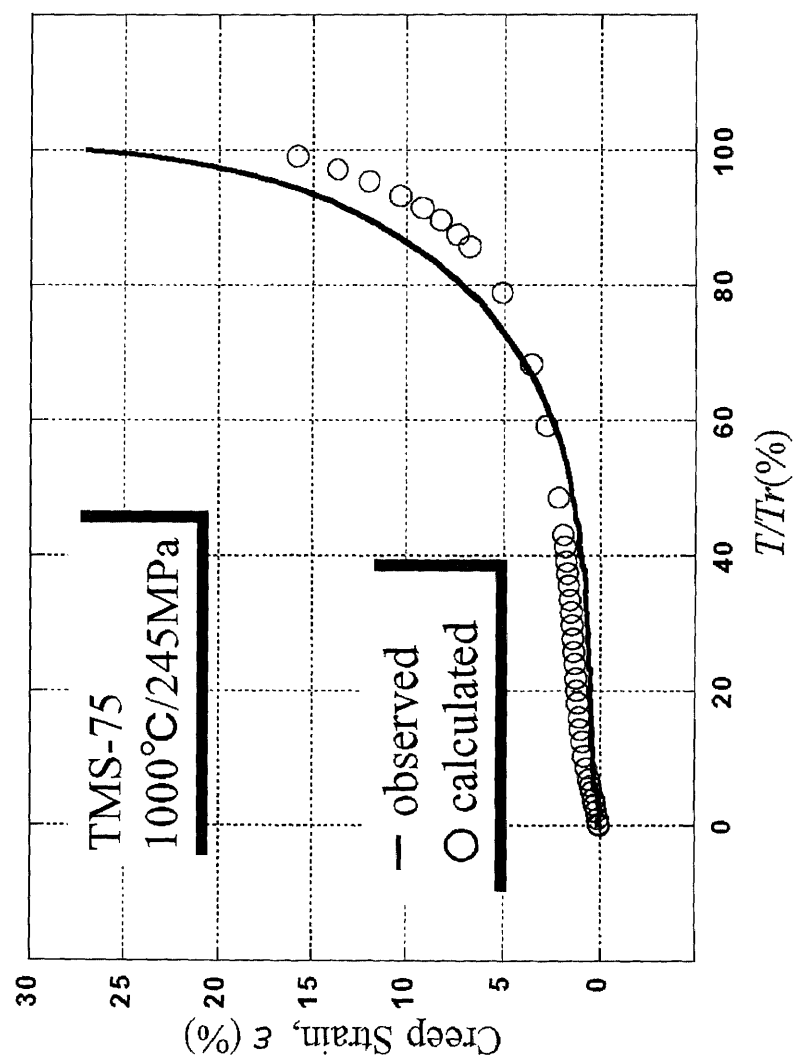


Fig.4-4 A creep curve prediction by a simple interpolation.

4.3 初期クリープ挙動からの後期クリープ挙動予測

4.3.1 予測の必要性

先述したとおり、一般にクリープ試験は最大応力を想定した条件において行われる。従来においては、特に航空機用エンジンへの使用を想定して行われてきた。航空機用エンジンにおいては、最大負荷となる条件は離発着時であり、比較的短時間である。このため、約1万フライトを想定した場合でもクリープ試験時間は材料寿命において1000h程度が想定されていた。

これに対し、発電用ガスタービンの場合、使用環境は航空機用エンジンと比べて低応力であるものの、最大負荷条件において約2～5年ほどの運転が可能であることが要求されている。このため、発電用ガスタービンの実用材料開発においては、少なくとも航空機用の10倍、10000h時間以上のクリープ試験データが求められている。長時間クリープ試験はこの目的をもって行われている、従来のクリープ試験に比べて応力条件の低いクリープ試験である⁴⁻²⁾。

第3章で述べたように、高温-低応力条件においてパラメータは一次クリープ前期・後期領域、および二次・三次クリープ領域ごとに潜在因子を持ち、また各パラメータの因子負荷量に対する考察から、潜在因子の分離性は比較的高いと考えられた。すなわち異なる潜在因子を持つパラメータの相関はそれほど高くはない。しかしながら、より低温-高応力条件においては、一次クリープ前期領域以外のパラメータは共通の潜在因子を持っていた。このため、一次クリープ前期領域以

外のパラメータを一つ選び、このパラメータを他のパラメータによって予測することが可能であることが推察される。

特に長時間クリープ試験における温度-応力条件ではクリープ試験数そのものが少なく、第3章で述べたように多くの添加元素を説明変数とした重回帰分析を行いにくい。このような試験条件においても、一次クリープ後期領域のパラメータの近似精度が高ければ、それらを説明変数とした二・三次クリープ領域におけるパラメータ群の推定が可能であると考えられる。特に、試験条件温度が1000℃から900℃である条件においては、一次クリープ後期領域以降のパラメータに対する因子の分離性がそれほど高くないため、一次クリープ後期領域までのクリープ曲線のフィッティングからその後のクリープ挙動を予測することが可能であると考えられる。本項ではこの予測性について検討を試みた。

4.3.2 実験手法

前項におけるクリープパラメータ相互の相関関係に基づき、クリープ挙動の予測について試みた。

本構成式は前章 Fig. 3-1に示したようにそれぞれ一次クリープ前期・後期領域である I' ないし I 、および二・三次クリープを表す S_2 及び S_3 の3つの部分に分割できる。このため、破断に達していないクリープ曲線に対して本構成式の I' ないし I および S_2 のみを適用することで、クリープ途中までの段階のよい近似を得ることができる。一方、第3章で述べたように各クリープ領域のパラメータ同士に相関があることもわかっている。破断までの挙動がわかっている数本のクリープ曲

線のフィッティング結果をもとに、 S_3 に表れるパラメータに対して、 I' ないし I および S_2 のパラメータからの重回帰式を求め、また未破断の時点でのクリープ曲線に I' ないし I および S_2 をフィットして得られたパラメータを代入すれば、クリープ後期に関連するパラメータの予測を行うことができると考えられる。

4.3.3 予測結果と考察

Fig. 4-5に物質・材料研究機構が開発した TMS-82+合金⁴⁻³⁾の900℃/245MPaにおけるクリープ試験結果を示す。本合金の合金組成を Table 4-3に示す。この長時間クリープ試験は完了しているが、試験開始から3500h 付近でクリープ伸びのデータが欠損しており、クリープ曲線全体についてのパラメータフィッティングは不可能であった。この中断した曲線に $I \times (A_1 + S_2)$ という形の二次クリープまでの部分を含むクリープ構成式(部分構成式)を適用した結果を重ねて描写した。

Fig. 4-5にデータ欠損点までのフィッティング結果を重ねて描写した。図から分かるように、破断点までのよいパラメータフィッティングができている。破断まで達しているいくつかの合金のパラメータをサンプルデータとして、 S_3 に関するパラメータ A_3 、 c_3 、 λ について、それ以外のパラメータである A_1 、 A_2 、 c_1 、 c_2 、 μ による重回帰式を作成した。得られた重回帰式に対し、フィッティングで得られたパラメータを代入し、本試験における A_3 、 c_3 、 λ を予測した。

二次・三次クリープに関係するパラメータの予測に関しては、どの程度のクリープ試験時間が必要であるかを確認した。具体的には、欠損せずに得られている部分の実測クリープ曲線を0～500h、0～1000h…という具合に段階的に試験時間の範囲(cut off)を設定し、それぞれに対する部分構成式のパラメータフィッティングを行い、一次クリープ領域のパラメータから二・三次クリープ領域を記述するパラメータの計算を試みた。

Table 4-3 Normal chemical composition of TMS-82+.
(wt%)

Alloy	Co	Cr	Mo	W	Al	Ti	Ta	Hf	Re	Ru	Ni
TMS-82+	7.8	4.9	1.9	8.7	5.3	0.5	6.0	0.1	2.4	-	Bal.

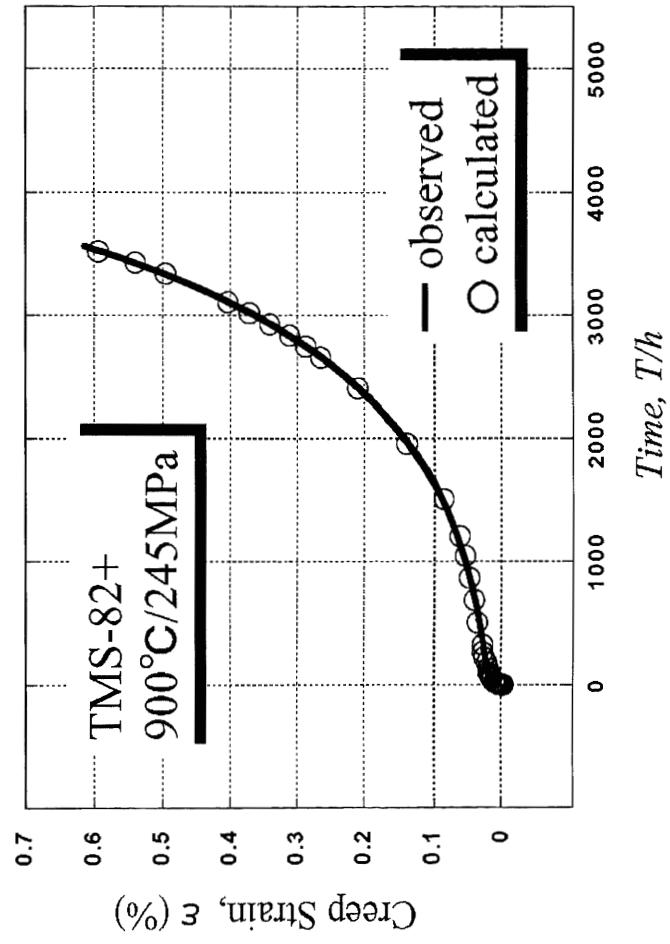


Fig.4-5 Long time creep curve regression with a corrupted creep data.

実験結果の例として例として三次クリープの時点を記述するパラメータである λ について述べる。まず λ に対する重回帰分析の説明変数としてふさわしいパラメータを変数選択法によって求め、 A_2 、 c_1 、 c_2 、 μ の4つのパラメータを説明変数とする重回帰分析を破断に達しているデータについて行った。次に、各 cut off 時間に対応する A_2 、 c_1 、 c_2 、 μ の組をフィッティングで求めた。計算されたパラメータを Table 4-4 に示す。さらに前に作成された重回帰式により、それぞれの cut off に対応する λ を計算した。

データ破損点までのクリープ曲線への部分構成式 $I \times (A_1 + S_2)$ のパラメータフィッティングで便宜的に得られた λ の値は4000強であった。一方、この試験での破断寿命は5522h と測定されており、値に開きがある。

Fig. 4-6に上記の操作で得られた λ の計算結果を示す。 λ は先述したとおり、破断寿命とほぼ同様な値を持つパラメータである。比較のために Fig. 4-6には本試験での実際の破断寿命である5522h をプロットした。Cut off 時間が2000時間以降において、 λ が破断寿命に急速に近づいていることがわかる。すなわち、この試験においては、全試験時間の約2/3の時点において破断寿命の予測ができたことになる。第3章で述べたとおり、本構成式の1000℃/245MPa 条件および900℃/392MPa 条件においては二次クリープを記述するパラメータと三次クリープを記述するパラメータが同一の潜在因子を持つ。従って本研究の結果は、低温-高応力条件において二次クリープの挙動までが明らかになれば破断寿命が推定できる可

能性を示しており、先の研究結果を支持していると考えられる。

なお、本実験に用いた試験条件である900℃/245MPa条件におけるクリープ曲線のサンプル数は4本と少なく、第3章で行ったようなパラメータの組に対する因子分析による考察は不可能であった。

Table 4-4 Fitted parameters with every cut off stages
of TMS-82+, 900°C/245MPa.

Cut off time	A1	A2	c1	c2	μ	λ
500h	0.021	9.41	35.18	168	26.74	1544.4
1000h	0.023	0.21	44.36	381.38	40.88	1715.5
1500h	0.025	0.25	53.02	482.78	52.3	2120.3
2000h	0.0057	0.614	36.88	929.99	22.99	3400.5
2500h	0.003	0.62	34.66	981.46	21.52	3474.4
3000h	0.023	1.22	90.83	823.12	143.99	4020.7
Lack point	0.004	0.94	27.34	1083.1	17.14	4010.5

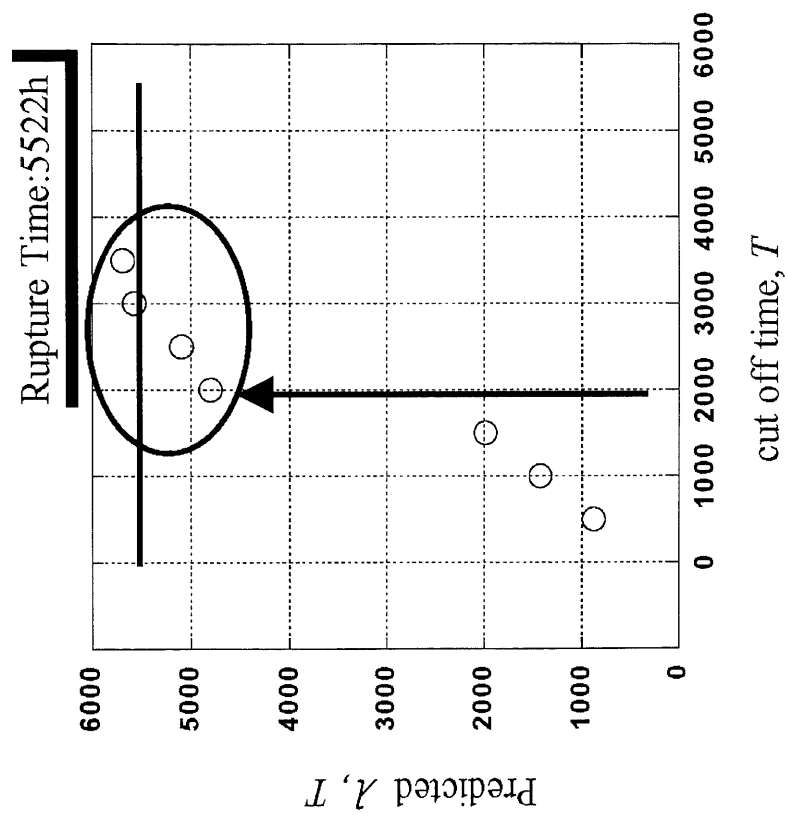


Fig.4-6 Prediction of λ with each cut off time of TMS-82, 900°C/245MPa.

4.4 結言

第2章において提案した Ni 基超合金のための新しいクリープ構成式が Ni 基超合金の特に高温-低応力条件のクリープ曲線に対するよい再現性を持つことを利用し、クリープ曲線の予測が可能か否かを試みた。この、クリープ構成式を用いた任意のクリープ曲線予測は本研究が初めてであると思われる。

本構成式のパラメータは温度・応力条件ごとに合金の組成および組織因子によって重回帰できる。このことから、組成および予測可能な組織因子を用い、任意組成の合金に対するクリープ曲線の予測を行った。このクリープ曲線予測は従来行われたことはないが、本構成式を用いることにより、これが可能であることを示した。また、重回帰分析に用いるサンプル数を増すことによって、クリープ曲線の予測性が向上することが明らかになった。

第3章において行った本構成式に表れるパラメータの因子分析結果から、一次クリープ後期領域までのクリープ挙動からその後のクリープ挙動が予測可能であることが明らかになっている。このため、初期のクリープ挙動から後期のクリープ挙動を外挿可能である。本章においては特に長時間クリープにおける挙動予測性について、クリープ後期領域に関係するパラメータを外挿することにより予測を行った。特に長時間試験においては、ある程度まで試験を行えばその後のクリープ挙動がある程度、予測可能であることが示された。

文献

- 4-1) R. W. Evans, J. D. Parker and B. Wilshire: Recent Advances in Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Ed. By B. Wilshire and D. R. J. Owen, Pineridge Press, U. K., (1982) p.135
- 4-2) Y. Koizumi, H. Harada, T. Kobayashi and T. Yokokawa: J. Japan Inst. Metals, Vol. 69, No.8(2005) pp.743-746
- 4-3) T. Hino, T. Kobayashi, Y. Koizumi, H Harada and T. Yamagata: *Superalloys 2000* (TMS, 2000), pp. 729-736
- 4-4) H.Harada, K.Ohno, T.Yamagata, T.Yokokawa, and M.Yamazaki: *Superalloys 1988*, TMS, (1988) 733-742.
- 4-5) T.Yamagata, H.Harada, S.Nakazawa and M.Yamazaki: *Superalloys 1984*, TMS, (1984) 157-166.
- 4-6) H.Harada, T.Yamagata, S.Nakazawa, K.Ohno and M.Yamazaki: *Proc. High Temperature Materials for Power Engineering 1990*", European Committee, (1990) 1319- 1328.
- 4-7) F. R. Larson, J. Miller: *Trans. ASME* 74(1952) p. 765

第5章

総括

5.1 緒言

本研究では、効率的な Ni 基超合金の開発に寄与することを目的として、Ni 基超合金の特徴あるクリープ挙動に対するよい再現性・予測性をもつ新しいクリープ構成式を提案した。第1章から第4章までにおいて、研究の背景および各研究内容について述べた。本章においては、本研究のまとめを述べるとともに、本クリープ構成式当初の目標である仮想タービンに組み込む際の展望および課題について述べ、本研究の総括を行う。

5.2 本研究のまとめ

第1章においては、本研究の背景について述べた。優れた高温強度をもつ Ni 基超合金の開発の必要性について説明し、特に本合金の優れた高温強度の要因は Ni 基超合金の特徴ある組織変化によるクリープ挙動であることを述べた。この組織変化の特徴を踏まえ、Ni 基超合金の効率的な開発のためには、Ni 基超合金のクリープ曲線を忠実に再現できる新しいクリープ構成式が必要であることを述べた。また、応用例である仮想タービンについても述べた。

第2章においては、従来のクリープ構成式を Ni 基超合金に適用した場合の問題点を述べるとともに、具体的にクリープ曲線の形状およびクリープ領域における組織変化に対応した式の形状を考察し、仮想タービンへの組み込みを視野に入れ

た Ni 基超合金のためのクリープ曲線を提案した。Ni 基超合金のクリープ曲線初期における特徴ある S 字状の挙動はラフト形成にともなう転位の運動-阻害現象を成長-飽和曲線として説明した。また、それに引き続く一次クリープ後期領域におけるクリープ速度の低下に関しては転位の運動速度が転位の導入量と反比例すると仮定し、クリープ構成式中に対数的項を持つと考えた。この項に加速クリープ領域を加算した形の新しい構成式を提案した。本章で提案した構成式は9つのパラメータを持ち、Ni 基超合金の特異なクリープ曲線形状を説明可能である。

第3章においては、第2章で提案した Ni 基超合金のためのクリープ構成式のパラメータについて説明を行った。また多くの試験条件下で、様々な合金の $900^{\circ}\text{C} \sim 1100^{\circ}\text{C} / 137\text{MPa} \sim 392\text{MPa}$ 条件のクリープ曲線に対するクリープ構成式のパラメータの決定、すなわちパラメータフィッティングを行った。また、構成式中のパラメータと合金組成との相関およびパラメータ同士の相関についても検討した。

本構成式中のパラメータ A_1 、 c_1 および μ は、Ni 基超合金の高温-低応力条件における一次クリープ前期領域において S 字状の変化を表現する重要なパラメータである。本パラメータは Ni 基超合金のクリープ挙動を合金組織の点で特徴づけるラフト化の度合に密接に関連している。また β は、一次クリープ後期領域におけるゆるやかなクリープ速度に関連する。このパラメータはラフト γ/γ' 界面における転位網の固着及び新たに導入される転位の堆積に関連している。

本構成式を用いたパラメータフィッティングに関しては特に、高温-低応力条件におけるクリープ速度-時間曲線において Ni 基超合金特有のクリープ挙動が忠実に再現された。なお、1000℃/245MPa 条件より低温-高応力条件においては β が 0、すなわち対数的伸びを示さないクリープ曲線が圧倒的に多かった。このため、低温-高応力側においてははじめから、 $\beta = 0$ である非対数的クリープ構成式をフィッティングモデルとして取り扱った。これに関しては低温-高応力条件においてはラフト界面への転位網固着という現象がクリープ挙動に明瞭に現れていないと考察した。

フィッティング結果をもとにして、各パラメータと合金組成および合金の組織因子との相関を見る目的から、合金組成および合金の組織因子を説明変数とした重回帰分析を行った。この重回帰分析結果は各説明変数である添加元素および組織因子が各クリープ曲線部位に与える影響を表していた。

また、提案したクリープ構成式のパラメータについて因子分析を行い、パラメータが潜在的に表すクリープ曲線の特徴を抽出することができた。得られた因子は、従来定性的にいわれてきた Ni 基超合金のクリープ曲線の特徴を代表するものと考えられる。因子分析という統計的手法により、パラメータを支配する因子を見出すことができた。低温-高応力条件においては高温-低応力条件と比較して因子数が少なく、また一次クリープ後期領域のパラメータと二次・三次クリープ領域のパラメータとが共通因子を持つことが示唆された。また、高温-低応力条件においてはクリープ曲線の特徴を表す因子

とあまり関係しないパラメータが存在することも明らかになった。

第4章においては、提案したクリープ構成式が、特に Ni 基超合金の高温-低応力条件のクリープ曲線を非常によく表現できるということを利用し、クリープ曲線の予測性を検討した。このクリープ構成式を用いた、任意の合金のクリープ曲線予測は本研究が初めてであると思われる。

本構成式のパラメータは温度・応力条件ごとに合金の組成および組織因子によって重回帰できる。この結果をもとに、 γ' 組成、 γ' 相量および格子ミスフィットを用い、任意組成の合金に対してクリープ曲線の直接予測を行った。その結果、本構成式を用いたクリープ曲線の直接予測は十分な精度で可能であることを示した。また、重回帰分析に用いるサンプル数を増すことによって、クリープ曲線の予測性が向上することも明らかになった。また、第3章において、本構成式に表れるパラメータの因子分析結果により、一次クリープ後期領域までのクリープ挙動からその後のクリープ挙動が予測可能であることを示唆したが、本章においては特に長時間クリープにおける挙動予測性について、クリープ後期領域に関係するパラメータを外挿することにより予測を行った。特に長時間試験においては、ある程度まで試験を行えばその後のクリープ挙動が予測可能であることが示された。

第5章においては本研究を総括するとともに、本研究を踏まえての今後の課題について述べた。

5.3 Ni 基超合金のためのクリープ構成式に関する今後の課題

本構成式の適用性については Ni 基超合金の組織に起因するクリープ挙動を表現することを目的とし、900℃～1100℃/137MPa～392MPa の条件のみ検証した。Ni 基超合金は800℃以下というような温度-応力域において少なからず使用されることもある。このような条件では Ni 基超合金は一般にラフト化を起こさず、組織はクリープ試験中に初期組織からほとんど変化しない。このような条件でも本構成式を適用できるようにするためには例えば γ -channel の幅、 γ' 相のサイズといった Ni 基超合金の初期組織そのものに関連する要素を考慮する必要があると考えられる。

また、第4章で述べた重回帰式による任意合金のクリープ曲線予測に関しては、例えば長時間クリープ試験など、試験数そのものが少ない条件がある。このため、温度-応力条件によっては精度の高い重回帰式を求めることが未だ困難である。本構成式を仮想タービンに組み込むにあたっては、クリープ曲線の予測性向上のためにより多くの合金による広範な温度-応力条件でのクリープ試験結果を盛り込む必要がある。上に述べた低温-高応力条件におけるクリープ挙動の忠実な記述・予測性に関する研究とともに、予測精度の向上・適用性の検証が今後の研究課題である。

謝 辞

本論文をまとめるにあたり主査として、ご懇切なる御指導、御教示を賜った筑波大学大学院 システム情報工学研究科 構造エネルギー工学専攻教授 河井昌道博士、また本論文の審査委員としてご指導をいただいた筑波大学大学院 システム情報工学研究科 構造エネルギー工学専攻教授 渡部修博士、寺本徳郎博士、鈴木弘之博士、筑波大学大学院 システム情報工学研究科 構造エネルギー工学専攻講師 松田哲也博士に深甚なる感謝を申し上げます。

本研究は物質・材料研究機構 超耐熱材料グループにおいて行われました。本研究を遂行するにあたり、長期にわたって直接暖かいご指導を賜った物質・材料研究機構 超耐熱材料センター センター長 原田広史博士、同センター 高強度材料グループ 横川忠晴博士、同センター 超耐熱材料センター坂本正雄博士、北嶋具教博士ならびに先輩諸氏に心より感謝の意を表します。

さらに、本研究の推進にあたり、貴重なるご助言ならびに実験協力などを頂いた物質・材料研究機構 超耐熱材料センター 超耐熱材料グループ小泉裕博士、小林敏治博士ならびに共同研究者、実習生、事務参事として研究遂行にご協力いただいた方々に深く謝意を表します。

平成20年7月

研究業績

原著論文

1. 伊津野仁史，横川忠晴，小泉裕，尾高聡子，原田広史：“Ni 基単結晶超合金の組織因子を用いたクリープ構成式” 日本金属学会誌 68(2004), pp. 526-529
2. 伊津野仁史，横川忠晴，原田広史：“対数-指数関数による Ni 基超合金のクリープ曲線近似” 日本金属学会誌 69(2005) pp. 229-232
3. 伊津野仁史，横川忠晴，原田広史：“Ni 基超合金の組織因子を用いたクリープ構成式の温度-応力条件に対する適応性” 日本金属学会誌 69(2005) pp. 735-738
4. 伊津野仁史，横川忠晴，原田広史：“組織因子および温度-応力を考慮した Ni 基超合金のクリープ曲線近似” 日本金属学会誌 70(2006) pp. 200-203
5. 伊津野仁史，横川忠晴，原田広史：“Ni 基超合金のためのクリープ構成式の低温-高応力適用性” 日本金属学会誌 70(2006), pp. 674-677
6. 伊津野仁史，横川忠晴，原田広史：“Ni 基超合金のためのクリープ構成式の因子分析” 日本金属学会誌 71(2007)

7. 伊津野仁史，小泉裕，横川忠晴，原田広史：“Ni 基単結晶超合金のクリープ構成式による長時間クリープ予測” 日本金属学会誌 71(2007) pp. 712-715

口頭発表

1. 伊津野仁史，横川忠晴，小泉裕，尾高聡子，原田広史：“Ni 基超合金のためのクリープ構成式”，日本金属学会2003年秋期大会講演概要集(2003) p. 443
2. 伊津野仁史，横川忠晴，小泉裕，尾高聡子，原田広史：“Ni 基単結晶超合金の組織因子を用いたクリープ構成式” 日本金属学会2004年春期大会講演概要集(2004) p. 279
3. 伊津野仁史，横川忠晴，原田広史：“対数-指数関数による Ni 基超合金のクリープ曲線近似” 日本金属学会2004年秋期大会講演概要集(2004) p. 410
4. 伊津野仁史，横川忠晴，原田広史：“Ni 超合金のクリープ曲線の温度-応力依存性” 日本金属学会2005年春期大会講演概要集(2005) p. 165
5. 伊津野仁史，横川忠晴，原田広史：“組織因子および温度-

応力を考慮した Ni 超合金のクリープ曲線近似” 日本金属学会 2005 年秋期大会講演概要集 (2005) p. 171

6. 伊津野仁史, 横川忠晴, 原田広史: “Ni 超合金のためのクリープ構成式の低温-高応力適用性” 日本金属学会 2006 年春期大会講演概要集 (2006) p. 473

7. 伊津野仁史, 横川忠晴, 原田広史: “Ni 超合金のためのクリープ構成式の因子分析” 日本金属学会 2006 年秋期大会講演概要集 (2006) p. 183

8. 伊津野仁史, 小泉裕, 横川忠晴, 原田広史: “Ni 単結晶超合金のクリープ構成式による長時間クリープ曲線予測” 日本金属学会 2007 年春期大会講演概要集 (2007) p. 281

9. 尾高聡子, 横川忠晴, 伊津野仁史, 小泉裕, 杉本武, 藤岡順三, 原田広史: “Ni 基超耐熱合金の特許データベースの構築” 日本金属学会 2005 年秋期大会講演概要集 (2005) p. 172