

研究成果報告 1

CrMoV鍛鋼のクリープ疲労条件下の
ボイド成長挙動とシミュレーション

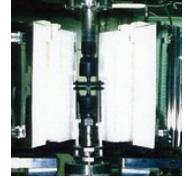
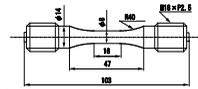
緒方 隆志



ひずみ制御クリープ疲労試験

[供試材料&試験片形状]

蒸気タービンロータ材 (CrMoV鍛鋼)

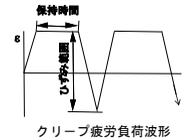


試験装置

[試験条件]

No.1 温度:600°C ひずみ範囲:0.5%
引張ひずみ保持時間5時間
破損寿命:735回
中断試験(破断寿命比):20, 40, 60, 80%

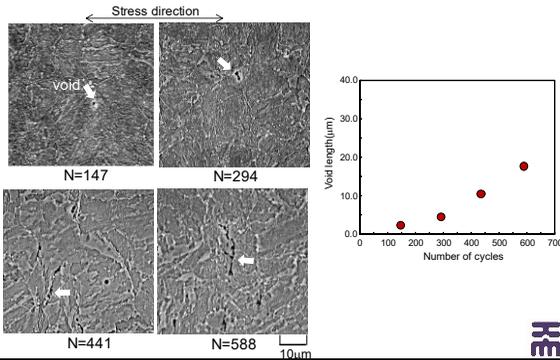
No.2 温度:600°C ひずみ範囲:0.7%
引張ひずみ保持時間1時間
破損寿命:364回
中断試験(破断寿命比):25, 50, 75%



クリープ疲労負荷波形

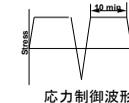


損傷中断材の組織観察結果

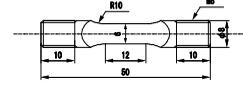


走査型電子顕微鏡(SEM)内応力制御クリープ疲労試験

温度:600°C 最大引張応力:180MPa 応力保持時間:10min



応力制御波形



SEM内試験片形状



コロラ

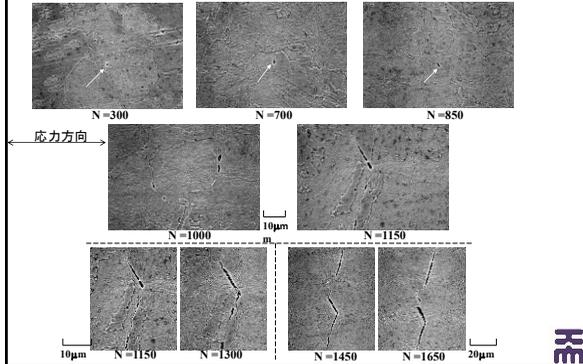
試験装置外観



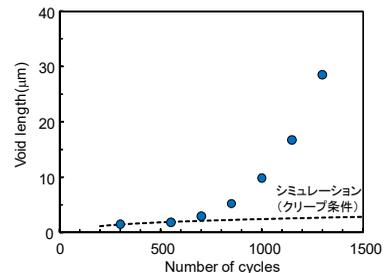
試験片取付け部

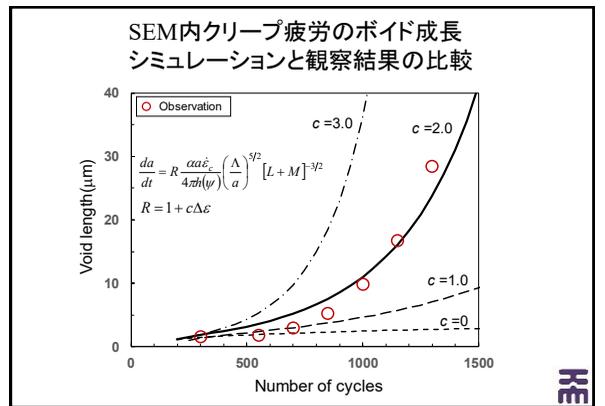
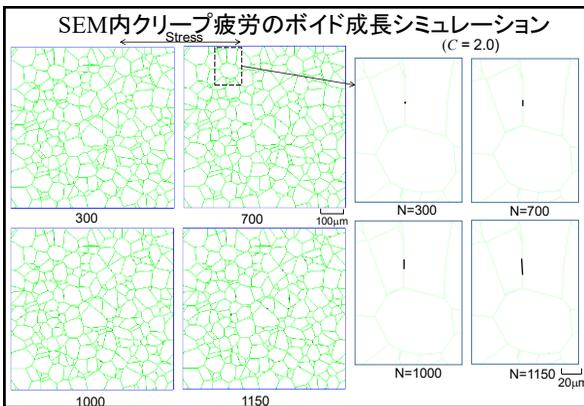
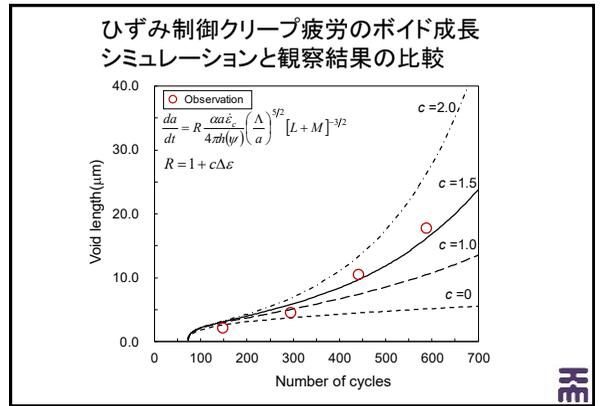
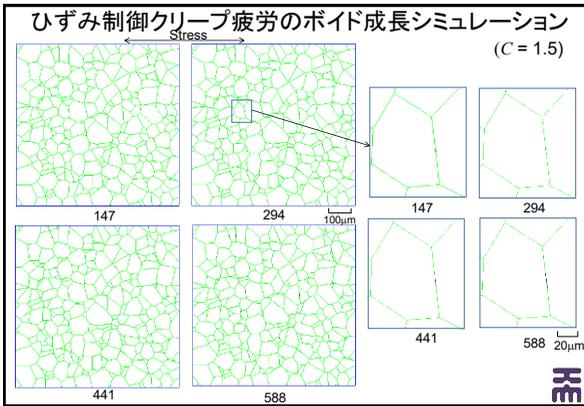
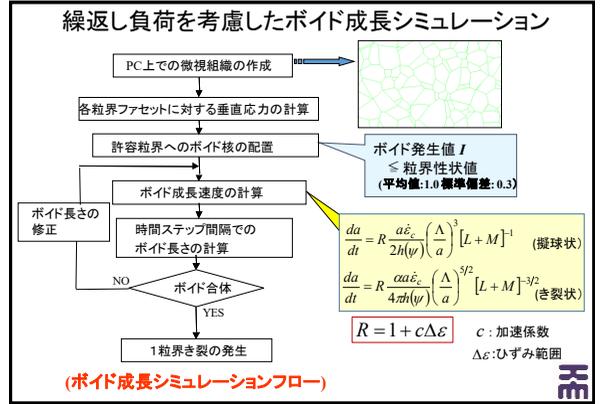
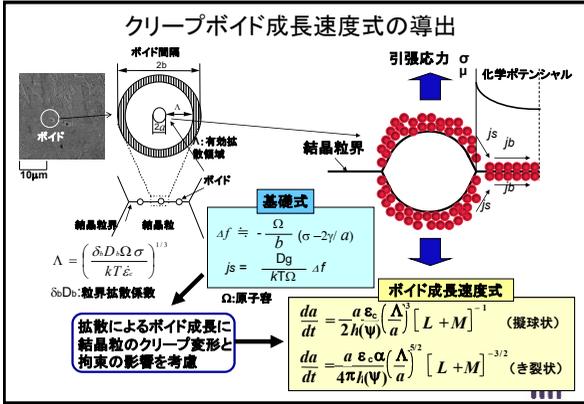


SEM内クリープ疲労試験におけるボイド観察結果



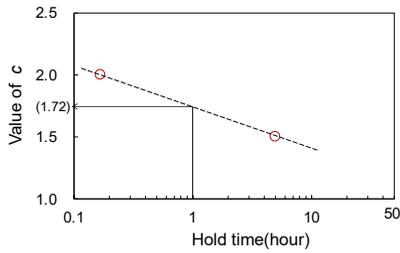
SEM内クリープ疲労試験におけるボイド成長挙動





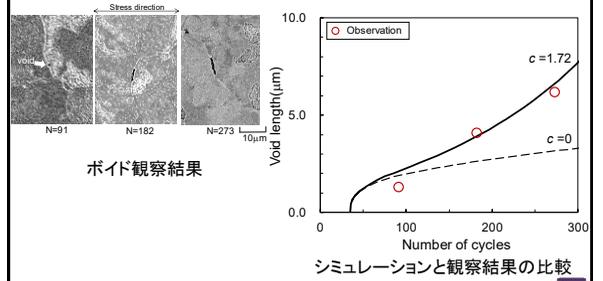
加速係数 c の保持時間依存性

$$R = 1 + c\Delta\varepsilon$$



HE

1時間ひずみ保持クリープ疲労試験に基づくボイド成長シミュレーションの検証



HE

まとめ

- 5時間引張ひずみ保持試験での中断試験片においては、破損寿命の40%程度までは長さ1~2μmの擬球状のボイドが観察され、60%および80%で中断した試験片では擬球状に加え、き裂状に遷移した最大長さ10μmを超えるボイドが観察された。
走査型電子顕微鏡内の10分最大応力保持試験では、繰返し数300回で直径約1μmの擬球状ボイドが、700回で楕円状ボイドが、1150回では10μm程度のき裂状ボイドが観察された。
- クリープ疲労条件下の任意の繰返し数で観察されたボイドの最大長さは、クリープ条件を仮定した場合のシミュレーションによる予測結果を大きく上回り、**ボイド成長に繰返し負荷の影響が認められた**。そこで、クリープ条件下のボイド成長速度に負荷ひずみ範囲に依存する**加速項を乗じたボイド成長速度式を定義した**。
- ボイド成長速度式の加速項に含まれる加速係数を適切に決定することにより、**応力制御およびひずみ制御クリープ疲労条件下の任意の繰返し数でのボイド最大長さを予測できることを示した**。また、加速係数は保持時間が長いほど低下することが示唆され、これを考慮することにより、ひずみ範囲0.7%、1時間ひずみ保持条件下でのボイド最大長さを予測できることが確認された。

HE

研究成果報告 2

CrMoV鍛鋼環状切欠き試験片の
ボイド成長シミュレーションに基づく
クリープ損傷評価

緒方 隆志



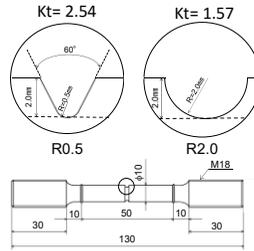
CrMoV鍛鋼環状切欠きクリープ試験片

試験温度: 600°C 公称応力: 195~300MPa(破断試験)
公称応力: 195MPa(中断試験)

$$\text{損傷率 (\%)} = \frac{\text{中断時間}}{\text{破断時間}} \times 100$$

R0.5 → 25% ~ 92%

R2.0 → 38% ~ 80%



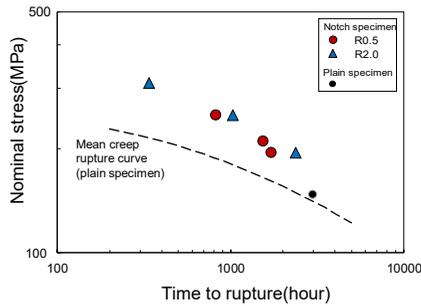
環状切欠き試験片形状



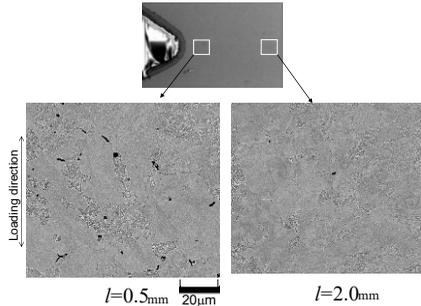
クリープ試験装置



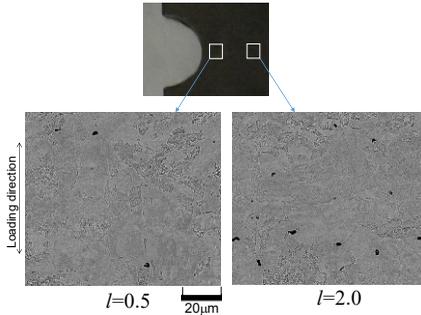
環状切欠き材のクリープ破断強度



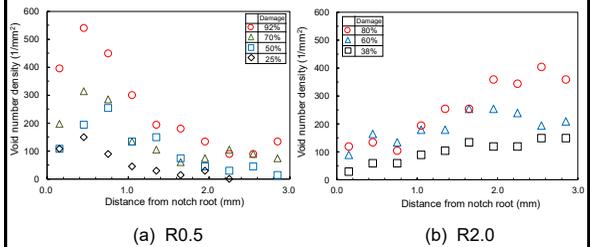
クリープ損傷材の観察結果(R0.5, 92%損傷材)



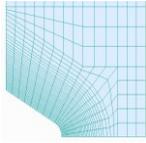
クリープ損傷材の観察結果(R2.0, 80%損傷材)



ボイド個数密度の計測結果



環状切欠き試験片の弾塑性クリープ解析



R0.5

切欠き部の要素分割

節点数 8419
要素数 7101

解析条件

- 設定温度 : 600°C
- 切欠き底断面公称応力 : 195MPa

弾塑性解析: $\epsilon = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{K}\right)^{1/n}$

クリープの構成式: Bailey-Norton則

$$\dot{\epsilon}_{ceq} = B\sigma_{eq}^n + A\sigma_{eq}^l m t^{m-1}$$

$\dot{\epsilon}_{ceq}$: クリープひずみ速度(1/hr)

σ_{eq} : 応力(MPa)

B, n, A, l, m : 材料特性

B	n	A	l	m
1.06×10^{31}	5.86	4.26×10^{-16}	5.51	0.35

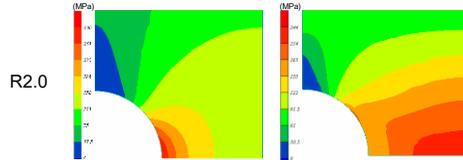
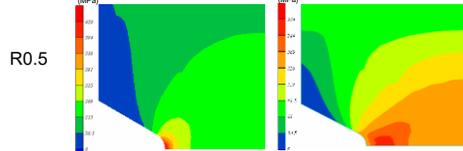
解析コードは電力中央研究所が開発した有限要素解析プログラムを使用



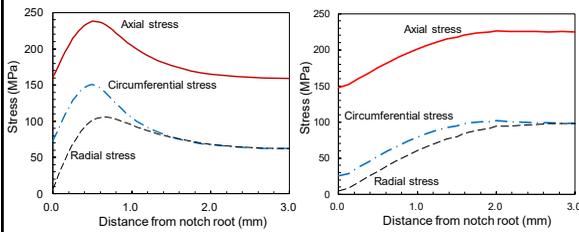
切欠き部の軸方向応力分布

負荷直後

破断時間近傍



切欠き底断面での破断時間近傍の応力成分分布

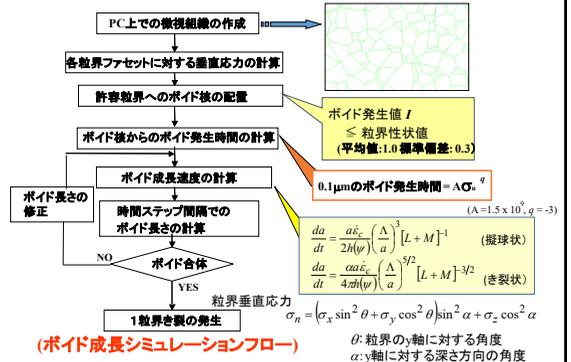


(a) R0.5

(b) R2.0

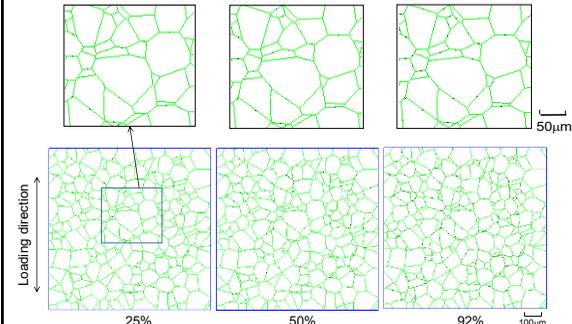


ポイド発生・成長シミュレーション手法



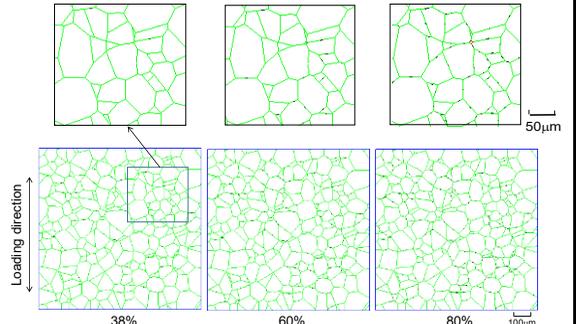
ポイド成長シミュレーション結果(R0.5, 195MPa, $I=0.3-0.6$)

$I = 0.8$

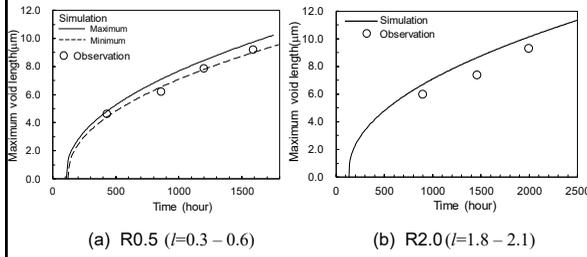


ポイド成長シミュレーション結果(R2.0, 195MPa, $I=1.8-2.1$)

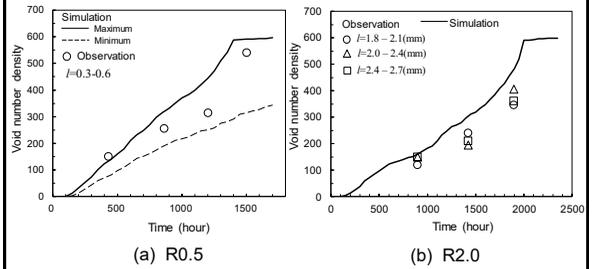
$I = 0.8$



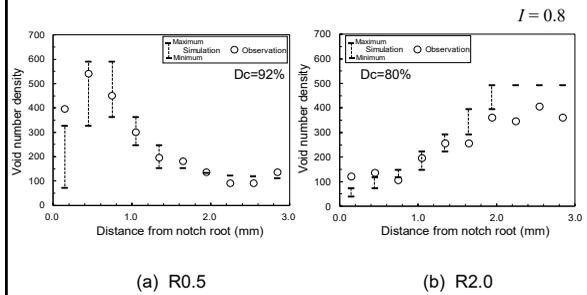
ポイド最大長さのシミュレーションと観察結果の比較



ポイド個数密度変化のシミュレーションとの比較



ポイド個数密度分布のシミュレーションとの比較



まとめ

- 切欠き材は、平滑材に比べクリープ変形速度が遅く、破断時間が長い**切欠き強化を示した**。切欠き材の破断時間は、R0.5に比べ弾性応力集中係数の小さいR=2.0が長時間となった。
- 応力解析結果より、切欠き底断面では**3軸引張応力状態**を呈し、**軸方向応力はR0.5では切欠き底から0.5mm程度、R2.0では試験片中心部近傍で最大となる**ことがわかった。これより、多軸応力場の**変形拘束が切欠き強化の主因**であることが示唆された。
- 切欠き材は、平滑材に比べポイド個数密度が顕著に多く、その分布は最大主応力、多軸係数の分布と対応していた。**ポイド成長シミュレーションを適用して、切欠き底断面での多軸応力場のポイド個数密度の損傷に伴う変化を概ね予測**することができた。

研究成果報告3

CrMoV鍛鋼の旋削加工特性

千葉工業大学
瀧野日出雄

平成27年度 私立大学戦略的研究基盤形成支援事業
「エネルギー・航空運搬機器の安全性向上に資する高精度マルチスケール評価評価体系の構築」
平成28年度 研究成果報告シンポジウム 2017年2月22日 千葉工業大学

CrMoV鍛鋼

- ・優れた高温強度を持つ金属材料
- ・火力・水力発電所の発電機用ロータ等の金属材料



発電機用ロータ

大太平洋製鋼HPより
<http://pacificsteelmfg.co.jp/products/rotor.htm>

本研究の目的

汎用の金属材料ではないためか、
切削加工に関する研究は見られない。

機械加工によって
高品位面を
効率良く得る

エネルギー産業等の
機器の信頼性の確保
や寿命延伸

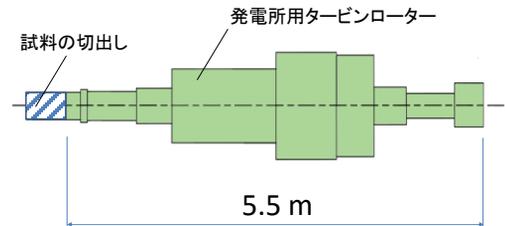
【本研究の目的】

部品製造に広く用いられている旋削加工において、

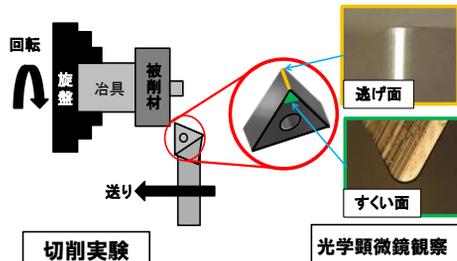
- ・CrMoV鍛鋼の切削特性を明らかにする。
- ・最適切削条件を見出す

試料：CrMoV鍛鋼

実際のタービンロータのブランク材
の末端部を利用



実験方法：工具摩耗の測定



さまざまな切削条件, 工具

工具摩耗長の測定

実験方法：工具

工具	母材	結合材
サーメット	TiCN	Co, Ni
超硬	WC	Co



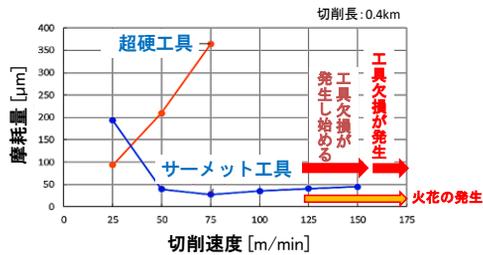
サーメット



超硬(K種)

チップブレイカー以外の幾何学形状は同じ

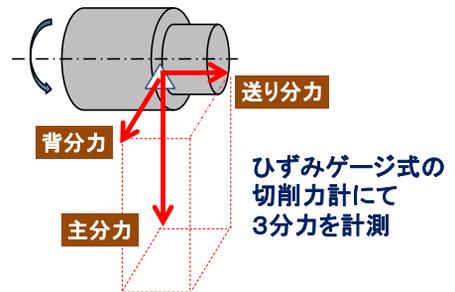
実験結果：工具摩耗



- ・サーメットの方が摩耗は小、50~100m/minが良好
- ・サーメットでは、低切削速度で摩耗大

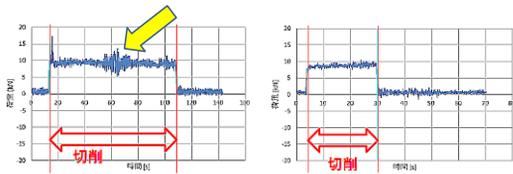
実験方法：切削力計測

サーメットの低切削速度での摩耗の原因調査



実験結果：切削力計測

計測結果の一例（主分力）

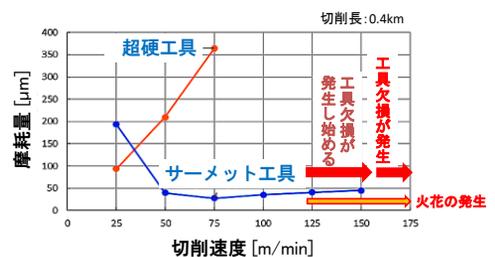


切削速度25m/min

切削速度100m/min

- ・切削力に顕著な違いはない
- ・低速での摩耗の原因は、構成刃先の生成か

実験結果：工具摩耗



- ・サーメットの方が摩耗は小、50~100m/minが良好
- ・サーメットでは、低切削速度で摩耗大

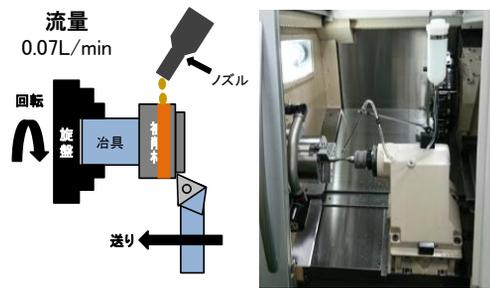
油剤を用いた切削

切削速度125m/min以上で
火花が発生して、工具が損傷

切削油剤の供給による
損傷抑制の検討

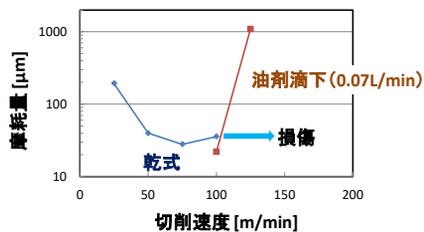
潤滑作用 : 油剤滴下(0.07 L/min)
潤滑・冷却作用: 油剤噴射(110 L/min)

実験方法：油剤を用いた切削



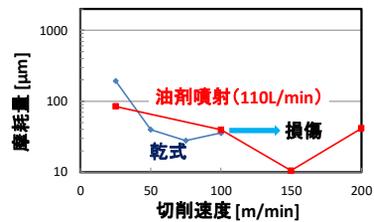
切削油滴下の方法

実験結果：油剤滴下



微量の油剤(油剤滴下): 工具摩耗低減, 損傷抑制

実験結果：油剤噴射



油剤(油剤噴射): 工具摩耗低減や損傷抑制

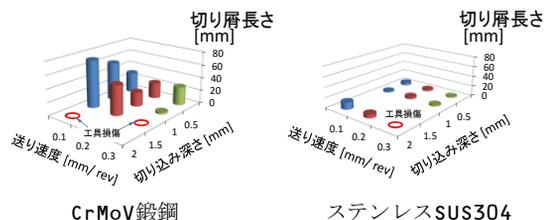
実験結果：油剤噴射



切削速度150m/min以上: 治具に切り屑が絡まる
 → 切削中の切り屑分断方法の検討が必要

実験結果：切削条件と切り屑長

油剤未使用での切削実験



CrMoV鍛鋼

ステンレスSUS304

CrMoVは切り屑が分断されにくい

まとめ

- ◆ 超硬工具とサーメット工具とは、サーメット工具の摩耗が少ない。切削速度50~100m/minで低摩耗。
- ◆ サーメット工具では、100m/minを越える高切削速度において、工具が損傷。
- ◆ 油剤供給(110L/min)により、高切削速度でも工具損傷は防げる。しかし、切屑が連続するために、実用的には問題あり。切屑分断の検討が必要。

研究成果報告4

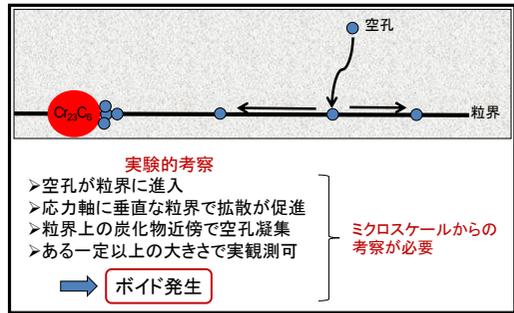
多結晶金属のクリープ変形挙動の解明に向けた
原子スケール解析

原 祥太郎

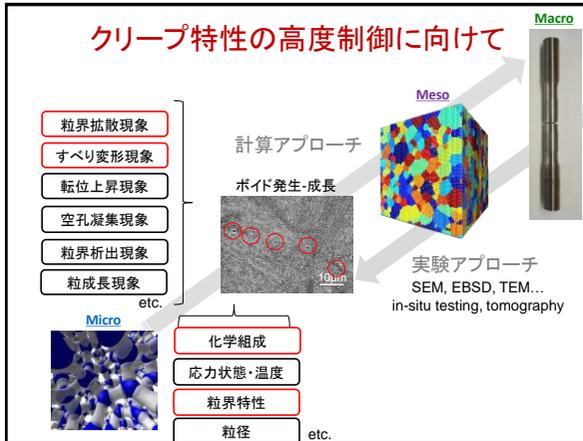


クリープポイドの発生・成長の原子描像

※中村誠, 緒方隆志, クリープポイド発生観察によるポイド発生モデルの開発, 電力中央研究所, 研究報告: 2009.



クリープ特性の高度制御に向けて

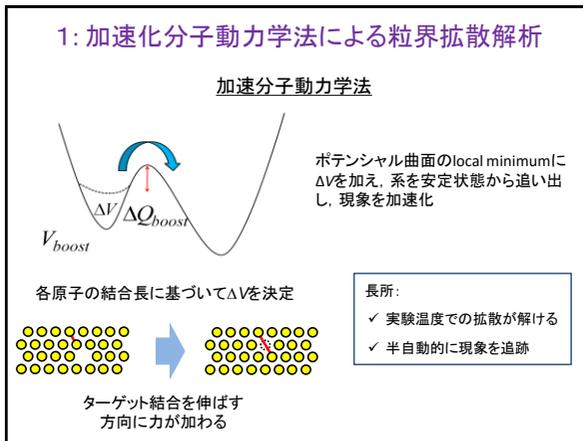


本年度の原子スケール研究課題

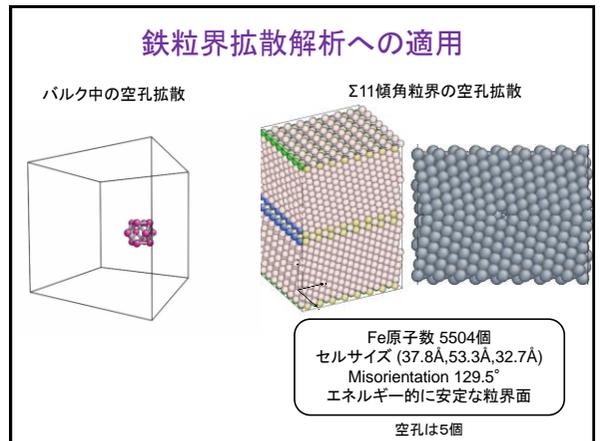
クリープ耐性の更なる向上に向けて:

- ✓ 加速化分子動力学法による粒界拡散パラメータ導出
- ✓ 分子動力学法による合金ナノ多結晶変形解析

1: 加速化分子動力学法による粒界拡散解析

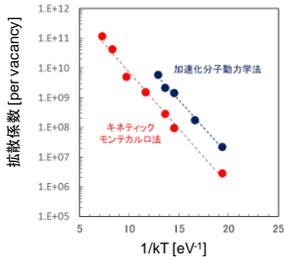


鉄粒界拡散解析への適用

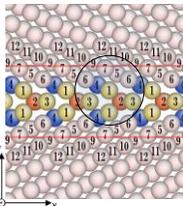


妥当性検証

キネティックモンテカルロ法 (KMC) との比較



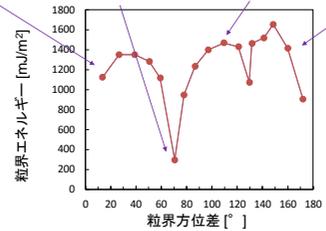
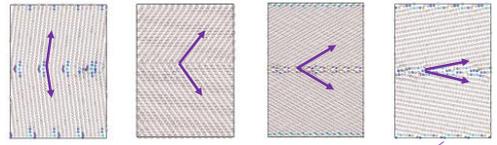
$\Sigma 11$ 傾角粒界のKMC法



全ての原子位置組み合わせに対し移動エネルギーのデータベースを作成

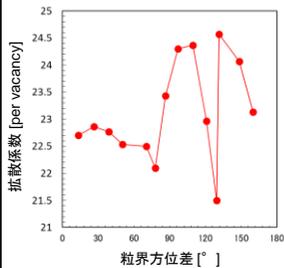
- ✓ 両者でよい一致 (差は振動のエントロピー項)
- ✓ 自己拡散移動エネルギー ~0.86 eV

様々な<110>対称傾角粒界への適用

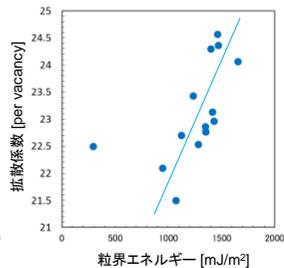


粒界特性と粒界拡散の関係

粒界方位差と拡散係数の関係



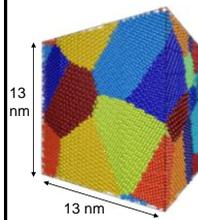
粒界エネルギーと拡散係数の関係



- ✓ エネルギーや幾何学パラメーターと移動速度は相関
- ✓ 粒界特性の違いでおおよそ10倍程度の移動速度の差

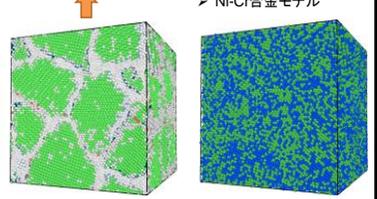
2:合金ナノ多結晶体の高温変形解析

➢ Niナノ多結晶モデル



➢ Ni-Fe合金モデル

➢ Ni-Cr合金モデル

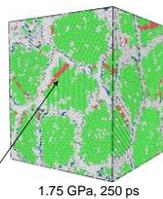
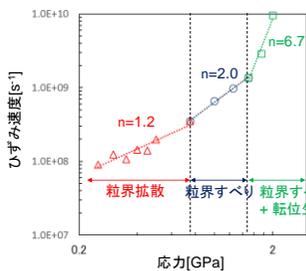


- ポロノイ多結晶体 (ランダム配向)
- 結晶粒数: 13
- 周期境界条件
- LAMMPSコード
- EAMポテンシャル
- 温度: 1073 K
- 応力: 0.25 ~ 2 GPaで一定

Niナノ多結晶体の変形メカニズムの遷移

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{1}{d} \right)^p \sigma^n \exp \left(-\frac{\Delta Q}{k_B T} \right)$$

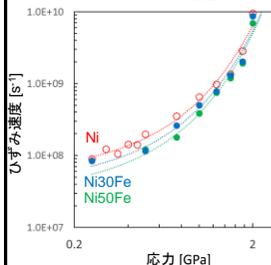
T: 温度 σ : 応力 d: 結晶粒径
n: 応力指数 p: 結晶粒径指数



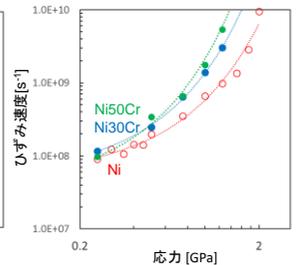
- ✓ Wangら (PRB 2011) のCu多結晶の解析結果とも一致

Ni-Fe, Ni-Cr合金ナノ多結晶体解析

Ni-Fe合金

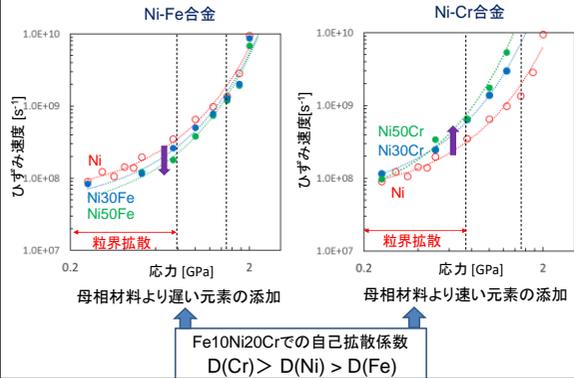


Ni-Cr合金

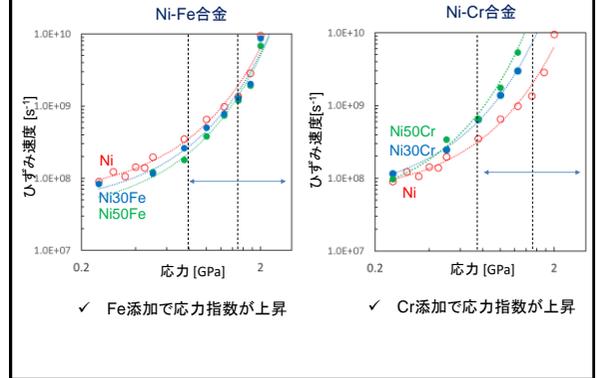


- ✓ Fe添加によりひずみ速度低下
- ✓ Fe添加量にも依存
- ✓ Cr添加によりひずみ速度増加
- ✓ Cr添加量にも依存

低応力領域での添加元素の効果



高応力領域での添加元素の効果



まとめ

➤ 加速分子動力学法をbcc鉄の<110>対称傾角粒界における空孔拡散プロセスに適用し、粒界拡散の拡散係数を取得可能とした。

→ 今後は、本手法をNi₃Alなどの複雑な系に発展

➤ 分子動力学法を用いたナノ多結晶体の高温変形解析を実施し、作用応力に依存した変形機構を明示するとともに、添加元素が与える影響を明らかにした。

→ 今後は、本手法をクロム炭化物を含む複雑な系に発展

研究成果報告 5

電子顕微鏡その場観察のための 計測要素技術開発

菅 洋志

背景

マルチスケール損傷評価体系構築のための電子顕微鏡観察

マイクロスケール

- 結晶(100nm)
- ボイド(10nm)
- 走査型電顕 (SEM)
- クリープ変形機構
- 小型装置、連続観察

ナノスケール

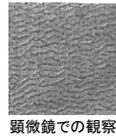
- 結晶粒界 (1nm)
- アドアトム (sub nm)
- 透過型電顕 (TEM)
- クリープ疲労
- 試料製作、MEMS

背景

従来



アルコール等で
腐食

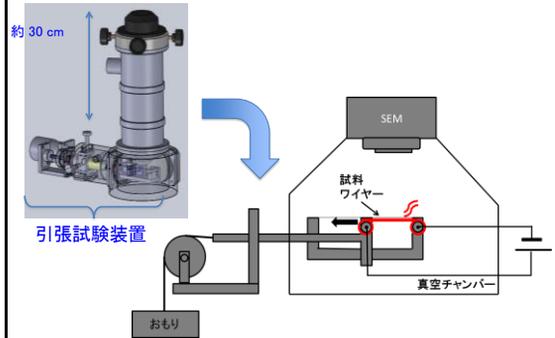


その場観察

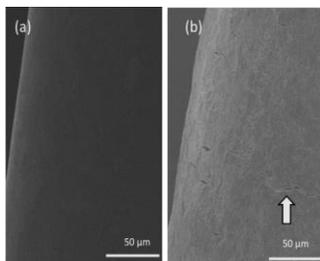
- 微細構造 (結晶) を観察可能
- 微細構造変化を観察可能



小型試験装置の試作

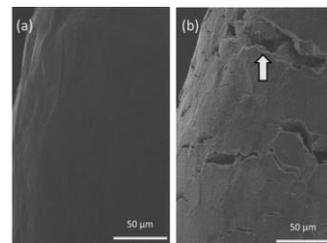


引っ張り前後のニッケルワイヤーのSEM写真



(a) 引っ張り前 (b) 高温クリープ試験1時間経過時点

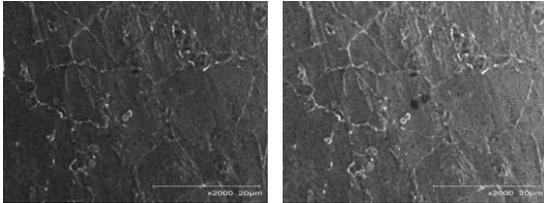
破断後のニッケルワイヤーのSEM写真



(a) 加熱なし (b) 加熱あり

Ni-wire 表面のポイド観察

650 °C, 280 MPa



10 min

20 min 30 min

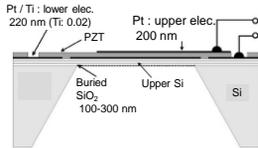
今後の課題

- 小径線材の小型その場観察装置の試作
- Ni Wire 表面のポイドを観察
- Ni基合金試料の観察
- ポイド成長の観察

ダイアフラム構造

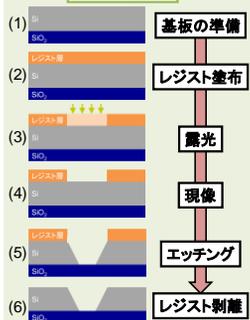
多くのリソグラフィー工程により、長時間・高コスト化

ダイアフラム構造



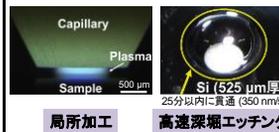
S.Lee et al.: Sensors and Actuators, A 125, pp.242(2006).

従来の作製工程

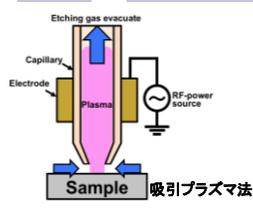


マイクロプラズマによるダイアフラム構造作製

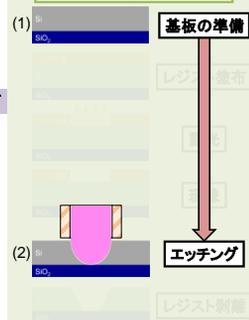
吸引プラズマ法を用いることで簡便に作製できるか？



局所加工

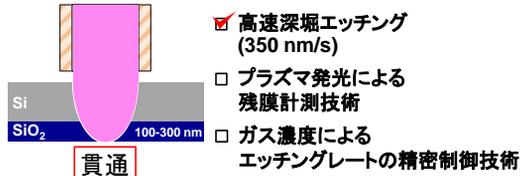


吸引プラズマ法による作製工程



SiO₂ダイアフラム構造作製技術

エッチングレート 350 nm/s では SiO₂(100-300 nm)を残存することは困難



吸引プラズマ法を用いた
SiO₂ダイアフラム構造作製技術の確立

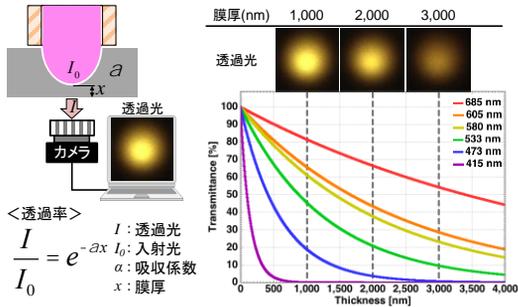
SiO₂ダイアフラム構造作製技術

エッチングレート 350 nm/s では SiO₂(100-300 nm)を残存することは困難



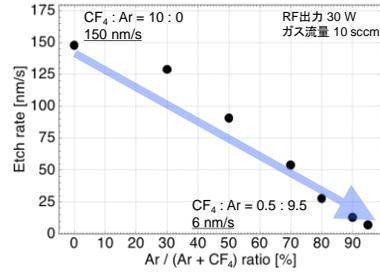
吸引プラズマ法を用いた
SiO₂ダイアフラム構造作製技術の確立

プラズマ発光による残膜計測技術 プラズマ発光をモニタリングすることで膜の厚さを制御



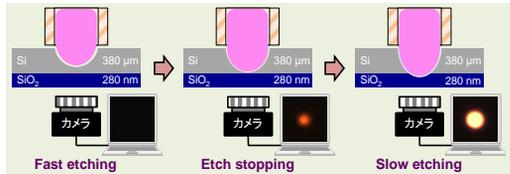
ガス濃度による加工レートの精密制御

RF出力、ガス流量、Ar希釈濃度の調節により
エッチングレート 350 nm/s (高速) ~ 6 nm/s (低速) に制御が可能



CF₄ / Ar混合ガスにおけるAr希釈濃度によるエッチングレート依存性(Si)

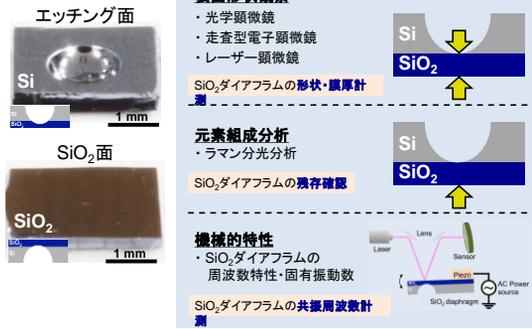
吸引プラズマ法を用いたSiO₂ダイアフラム構造作製



プラズマエッチング条件

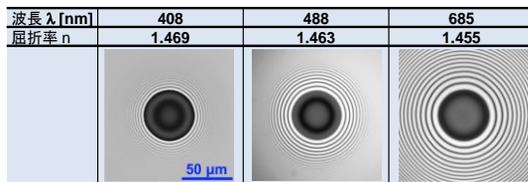
	Fast etching	Slow etching
RF-source power [W]	40	30
Gas	CF ₄ (100%)	CF ₄ (5%) Ar (95%)
Gas flow [sccm]	16	10
Capillary-sample gap [μm]	100	100
Pressure [Pa]	Chamber 1250 Capillary exit 850	Chamber 930 Capillary exit 630
Etch rate [nm/s]	Si 350 SiO ₂ N. A.	12

SiO₂ダイアフラム構造の評価方法

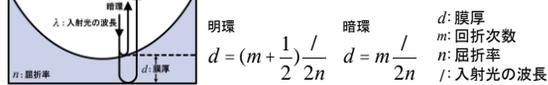


レーザー顕微鏡による膜厚計測

ダイアフラムの厚さ $d = 69 \sim 120$ nm

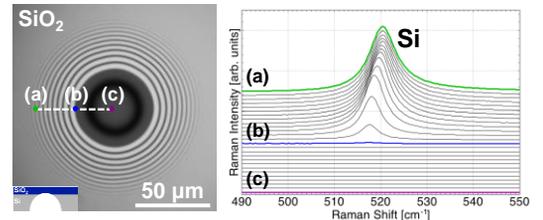


<光干渉縞によるSiO₂膜厚を計測>



ラマン分光による元素組成分析

直径 50 μm の SiO₂ ダイアフラムの残存を確認

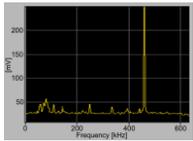


D. Guan et al.: J. Microtech. Microeng. 24 (2014).
E. Anastassakis et al.: Solid State Commun. 8 (1970).

SiO₂ダイアフラム構造の共振周波数計測

直径50 μmのSiO₂ダイアフラムの共振周波数は 440 kHz

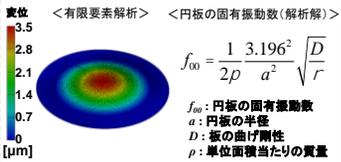
SiO₂ダイアフラムの周波数特性



共振周波数
430~450 kHz

SiO₂ダイアフラムの固有振動数

ダイアフラム(Φ50 μm, 100 nm厚)を凸面固定の条件で計算



固有振動数
 $f_{00} = 440$ kHz

$$f_{00} = \frac{1}{2\rho} \frac{3.196^2}{a^2} \sqrt{\frac{D}{r}}$$

f_{00} : 円板の固有振動数
 a : 円板の半径
 D : 板の曲げ剛性
 ρ : 単位面積当たりの質量

今後の課題

- TEMその場観察のためのダイアフラム形状の加工技術を開発
- その場観察用チップの試作
- その場観察用TEMホルダの作製