



耐熱金属材料の10万時間クリープ特性の評価と 高温クリープ研究の新たな展開

田中 千秋*・八木 晃一*²

Evaluation of 100000h Creep Properties on Heat Resistant Steels and Alloys and
Further Development of Research on High Temperature Creep

Chiaki TANAKA and Koichi YAGI

Key words : creep deformation; creep fracture; 100000h creep data; heat-resistant steels and alloys; NRI Creep Data Sheets; microstructure change; life prediction.

1. はじめに

金属材料技術研究所が国産高温用金属材料のクリープデータシート作成に昭和41年に着手してから27年が経過した。この間クリープデータシート作成活動は継続して実施され、信頼性の高い長時間クリープ試験を実施し、その結果を基に多数のデータシートを発刊してきた。クリープデータシート作成の計画、長時間クリープ試験データ取得の状況、試験温度計測用熱電対の特性、データの解析などに関してはこれまでまとめて紹介する機会もあった^{1)~5)}。しかし、長時間クリープ試験に基づく研究成果に関しては個々に報告してきており、必ずしも全体を概観したものはない。

金属材料技術研究所がクリープデータシート作成のため活動してきた年月は決して短いものではない。この間に技術開発の方向は変化し、社会経済は激変し、軽薄短小がもてはやされ、新素材がブームになるなど、長時間クリープ試験を継続実施していくには難問が次から次へと押し寄せてきた。しかし、このような周囲を取りまく変化にもかかわらず、金材技研クリープデータシート活動は斯界の支持を得、幸いにも我々は自らの信ずる道を進んでくることができた。クリープデータシート作成業務を開始した当時には、クリープ試験を実施する研究機関が世界中にかなりあったが、一つ欠け、二つ欠けして、現在では広範な材料・実験条件で長時間クリープ試験を実施している中立的研究機関は世界で金属材料技術研究所以外見当たらなくなっている。このため、金材技研クリープデータシートにおける長時間クリープ試験データは極めて貴重な財産であり、またそれを評価・解析した研究成果も貴重な知見である。最

近、それらの成果の中に高温強度に関する理解を深めるばかりでなく、新たな研究分野を開拓することを示唆するようなものも得られつつある。

そこで、本報告では、金材技研クリープデータシート作成活動及びそれに関連して実施した研究の中で得られた主な成果を概観するとともに、今後高温クリープ研究で新たに展開すべき方向を示してみたい。

2. 金材技研クリープデータシート作成

2・1 供試材料

金材技研クリープデータシート作成では日本鉄鋼協会クリープ委員会(当時)に分科会が設置され、産業界や学協会からの意見や情報を十分配慮して計画が進められてきた²⁾。試験材料は同委員会及び分科会の要望に基づいて決められた。その要望に基づいて選定された41材種についてクリープ試験が実施されてきたが、平成元年度及び2年度にMod. 9 Cr-1 Mo鋼、9 Cr-2 Mo鋼、低炭素・中窒素316鋼(SUS316FR)の3材種が加わり、現在では供試材料は44材種となっている。これは、資源エネルギーの有効利用や地球環境問題との係わりから将来のエネルギープラントで使用されると目される高温用構造材料についてデータを取得しておくことが重要であるという判断に基づいている。

2・2 長時間クリープ試験の状況

金材技研クリープデータシートでは10万時間データを求めることを一つの目標にしている。現在までに10万時間を超えた長時間クリープ試験の試験片本数は538本であり、このうち破断した試験片本数は169本、試験を中止した試験片

平成5年7月2日受付 平成5年9月10日受理 (Received on July 2, 1993; Accepted on Sep. 10, 1993) (依頼解説)

* 金属材料技術研究所材料設計研究部部長 (Materials Design Division, National Research Institute for Metals)

* 2 金属材料技術研究所環境性能研究部部長 (Environmental Performance Division, National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku Tokyo 153)

本数は142本、現在なお試験続行中の試験片本数が227本である。破断した試験片での最長試験時間は、炭素鋼はSB480 (0.3C鋼)で141286.6h (500°C, 88MPa), 低合金鋼はASTM A470-8 (1Cr-1Mo-0.25V鋼)で158116.5h (500°C, 235MPa), オーステナイト鋼はSUS321HTB (18Cr-10Ni-Ti鋼)で179256.5h (700°C, 37MPa), 超合金はInconel 713Cで51154.9h (950°C, 53MPa)となっている。なお、破断時間が20万時間を超えると予想された試験は中止している。

2.3 クリープデータシートの刊行

金材技研クリープデータシートは1~2万時間の破断データが得られた時点で初版を出版し、その後データが蓄積された時点で改訂版を出版している。3~5万時間の破断データを記載した改訂版をA版、10万時間のデータを含む改訂版をB版と称し、このB版が最終版とも言うべきものである。Table 1は現在までの金材技研クリープデータシートの出版状況を示す。初めての初版は昭和47年に、初めてのA版は昭和51年に、そして初めてのB版は昭和61年に出版し、その後次々と出版してかなりの材種はA版までの刊行を終了しており、現在残されたB版を出版するための長時間クリープ試験を続行中である。

なお、金材技研クリープデータシート活動で得られた膨大なデータを基に、金属材料技術研究所と日本科学技術情報センター (JICST) とが共同研究を行って材料強度データベース (クリープ及び疲労) が構築され、平成2年3月からJICSTより一般に提供されている。

2.4 今後の活動計画

超合金の中にはA版を最終版とするものもあり、今後のB版の出版予定数は約20である。B版の出版までには平均して試験材料のサンプリングから約20年を要しており、まだ初版、A版を出さなければならないものがあること、またクリープ曲線に関するデータシートの出版を予定していることなどから、本活動の終了までには今後10数年を要すると見積もられている。この間かなりの年数がまだあるので、将来重要となるとと思われる供試材料のサンプリングに関する関係者の方々のご意見、ご要望を踏まえながら計画を立てていく予定である。また、クリープデータシート作成に係わって実施された研究成果など現在のクリープデータシートのフォーマットでは公表できない情報については資料集として公表することとし、当面の資料集としては試験技

Table 1. Publications of NRIM Creep Data Sheets.

	Materials	Heats	Publications			
			1st edition	2nd edition	Final edition	Total
Carbon steels	3	19	3	2	1	6
Low alloy steels	14	141	14	14	5	33
High alloy steels	18	159	15	14	5	34
Superalloys	9	47	9	7	6	22
Total	44	366	41	37	17	95

術編や金属組織写真集などの刊行を計画している。

3章以降に述べるように長時間クリープ試験結果を使ってクリープに関する広範な研究を展開しているが、極めて興味深い知見を得ることができ、金材技研クリープデータシート作成活動は高温強度研究にとって汲めども尽きぬ泉の源となっている。その一部の成果を以下に記述するが、今後データや知見をますます蓄積することによって、材料開発や材料信頼性向上に大いに寄与できるものと思われる。

3. 長時間クリープ変形特性

3.1 クリープ変形挙動の分類

クリープに関する教科書にはクリープ曲線はひずみ速度が減少する遷移クリープ、ひずみ速度が一定の定常クリープ、そしてひずみ速度が増加する加速クリープの3つの部分よりなると示されている。しかし、実際の長時間クリープ曲線の形状は複雑である。Fig. 1は2.25Cr-1Mo鋼のクリープ曲線の形態をクリープ試験の条件 (温度と応力) ごとに分類した結果を示す⁹⁾。ここで、クリープ曲線の形態を分析する場合、クリープひずみ・時間曲線からは判断が難しい場合があったので、クリープ速度・時間曲線を用いて検討を行った。教科書的なクリープ曲線は低温・高応力条件のみでみられ、高温・低応力条件でのクリープ曲線は定常クリープがなく、遷移と加速クリープから構成されており、特に低応力ではほとんど加速クリープからなっている。このクリープ変形挙動の特徴は多くの材種で共通してみられる。

3.2 クリープ変形特性の評価

高温・低応力での長時間クリープ曲線は遷移クリープと加速クリープとからなっていた。耐熱鋼が高温に曝されると炭化物などが析出し、一時的に強化される場合もあるが、析出物は熱的に不安定なため粗大化し、強度が徐々に低下する。クリープ変形ではマトリックスの変形による加工硬化と微細組織変化による軟化とが同時に進行していると考えられる。EvansとWilshireはクリープによる硬化と軟化が

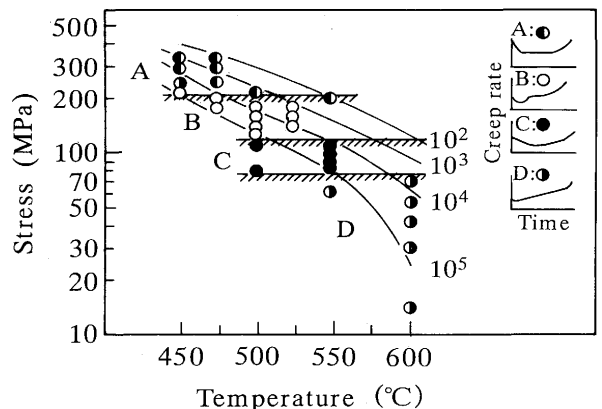


Fig. 1. Classification of creep deformation behaviours for 2.25Cr-1Mo steel.

同時に進行しているとして、 θ 投影法と呼ばれるクリープ曲線表示式を提案している⁷⁾。一方、丸山らは硬化と軟化の速度定数を同一とした修正 θ 法を提案している⁸⁾；

$$\epsilon = \epsilon_0 + A\{1 - \exp(-at)\} + B\{\exp(at) - 1\} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 ϵ_0 、 A 、 B 、 α は実測のクリープ曲線を最も忠実に表現するよう求められる定数である。遷移クリープと加速クリープの速度定数 α を等しいとするこの手法はかなり大胆な発想のものであるが、 θ 投影法よりも取扱いが容易である。

Fig. 2は1.3Mn-0.5Mo-0.25Ni鋼の5ヒートについてクリープ曲線を修正 θ 法で解析した結果を示す⁹⁾。本鋼種の場合、

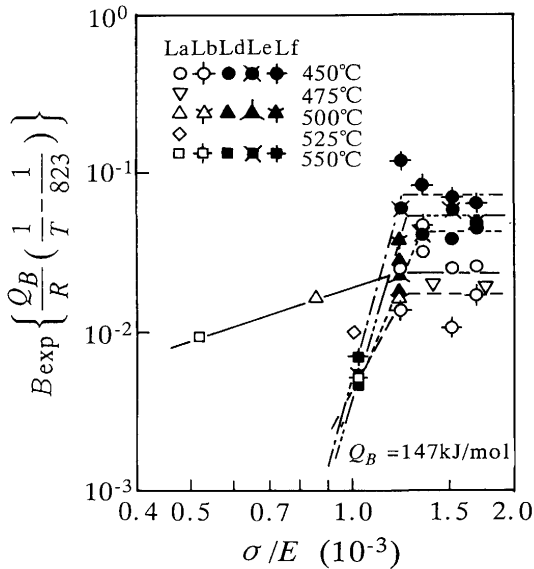


Fig. 2. Stress dependence of parameter B in modified θ projection concept for all heats of 1.3Mn-0.5Mo-0.25Ni steel.

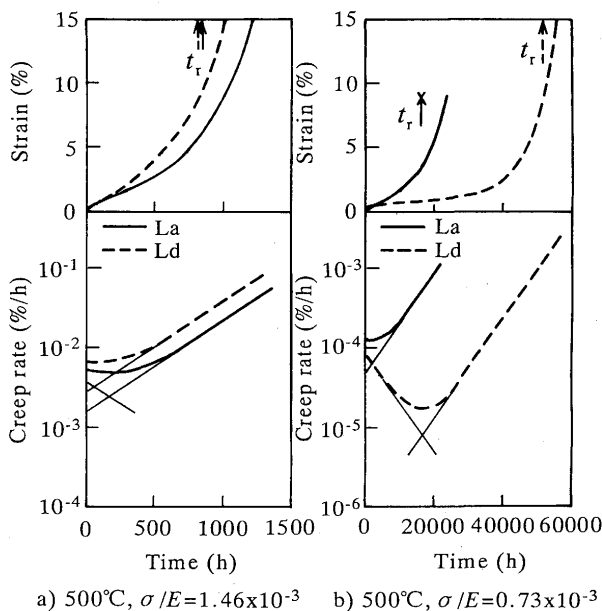


Fig. 3. Effect of parameter B on creep deformation behaviour for heats La and Ld of 1.3Mn-0.5Mo-0.25Ni steel. The creep curves were predicted by modified θ projection concept.

合、4つの定数の中で B 値のみにヒートによる応力・温度依存性の違いがみられた。すなわち、ヒートLaを除いて他のヒートの B 値は応力の低下に従って急減している。Fig. 3は解析で得られた4つの定数の応力・温度依存性を用いて、高応力条件 ($\sigma/E = 1.46 \times 10^{-3}$) 及び低応力条件 ($\sigma/E = 0.73 \times 10^{-3}$) のクリープ変形挙動を推定した結果である。推定された寿命は矢印で示す実測の破断寿命とほぼ一致している。低応力条件で B 値が大きいヒートLaは加速クリープが早期に生じており、析出物の粗大化が激しく、サブグレイン化も顕著であった。一方、低応力条件で B 値が極めて小さいヒートLdは加速クリープの開始が遅く、微細な析出物が多数観察された。

修正 θ 法を用いてクリープ曲線の解析を1Cr-0.5Mo鋼、1.25Cr-0.5Mo-Si鋼、2.25Cr-1Mo鋼、12Cr鋼などで行っている¹⁰⁾¹¹⁾。この結果、長時間クリープ変形挙動は加速クリープ部分を表現する式(1)の第3項、すなわち B 値及び α 値によってほとんど支配され、しかもこれら両値は微細組織変化と関連していることを示唆する結果が得られつつある。

従来、クリープ変形挙動を特徴づけるパラメーターとして最小クリープ速度や指定ひずみ値到達時間などが用いられてきた。しかし、これらの値はクリープ曲線そのものの形状を示すわけでなく、微視組織変化と密接に関連するクリープ変形挙動を評価するのに向いているとはいえない。一方、修正 θ 法によるクリープ曲線表示式の定数は軟化に関連した微細組織変化をうまく捉えており、今後の発展が期待できる。

3.3 長時間応力リラクセーション特性

応力リラクセーションはクリープ変形の結果として生ずる現象であり、前節に述べたようにクリープ変形が金属組織変化の影響を受けるのであれば、応力リラクセーション挙動は当然金属組織変化を反映していると予想される。Fig. 4はSUS316鋼について全ひずみ0.20%で長時間応力リラクセーション試験した場合の残留応力・時間曲線である¹²⁾。500°C及び550°Cでは一般的なリラクセーションの挙動とは異なって残留応力が上昇し、その後低下するという現象がみられた。この残留応力の上昇は炭化物の析出により固溶炭素量が低下し、格子定数が減少することが原因である。一方、600°C以上では残留応力は低下するのみであるが、650°Cの2000h付近で急激に低下している。これはLaves相(Fe_2Mo)の析出で固溶Mo量が低下し、そのためマトリックスのクリープ強度が低下したことによる。応力リラクセーション挙動が微細組織変化の影響を受けている例は他の材種でも観察されている¹³⁾。

本実験に使用した応力リラクセーション試験機のひずみ検出感度は $1 \mu m$ 以下である¹⁴⁾。このような高感度の試験機を用いると、炭化物や金属間化合物の析出によるひずみ変化や強度変化を残留応力の変化として捉えることができ、微細組織変化とクリープ強度との動的依存関係を理解する

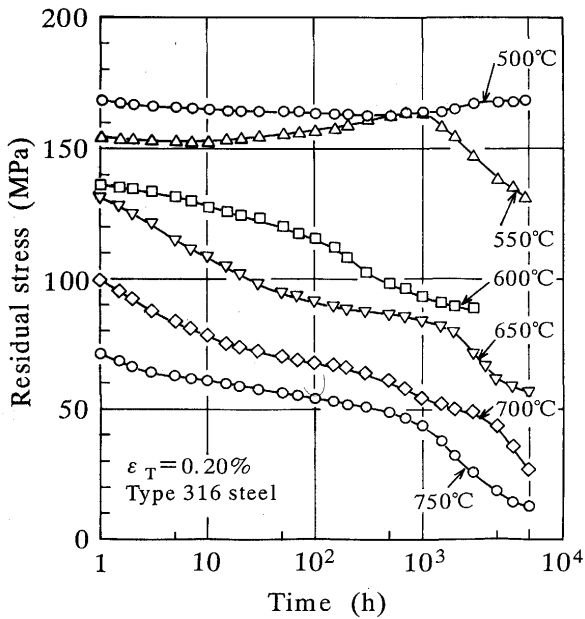


Fig. 4. Long-term stress relaxation curves of SUS316.

ことができる。応力リラクゼーション試験はこのような微細組織変化とクリープ変形挙動とを動的に捉える実験方法として優れている。

4. 長時間クリープ破壊特性

4.1 クリープ破壊機構の解明と領域図の作成

金属材料をクリープ試験すると、材料は結晶粒内や結晶粒界で壊れる。一般に高応力条件の場合には粒内で、低応力条件の場合には粒界で破壊する。ある温度・応力条件の場合にどのような破壊形態になるかを一目瞭然に表現する破壊機構領域図がAshbyらによって多くの材料について作られ、報告されている¹⁵⁾。しかし、これらは破壊の前兆となるクリープ損傷特性までも十分に捉えたものではない。

金属材料はクリープ中に微細組織が時々刻々変化し、その微細組織変化によってクリープ強度は影響を受ける。クリープ中に粒界に形成されるキャビティやき裂、そしてその成長も微細組織の影響を受ける。このため、クリープ破壊機構に及ぼす温度・応力の影響を理解するためには、微細組織変化に関連したクリープ損傷メカニズムを明らかにし、それに根拠をおいてクリープ破壊形態を整理することが重要である。Fig. 5は金材技研クリープデータシート作成で得られた試験片の金属組織観察や破壊形態の解析を基にして作られたSUS304鋼のクリープ破壊機構領域図である¹⁶⁾。この図では粒内破壊や粒界破壊といった形態上の情報だけでなく、粒界破壊の原因となったくさび型の割れやキャビティといったクリープ損傷の形態、またキャビティ形成の要因になる微細組織(炭化物、 σ 相などの金属間化合物)との係わりなどの情報を与えており、従来にない新しい発想に基づく貴重なクリープ破壊機構領域図となっている。Fig.

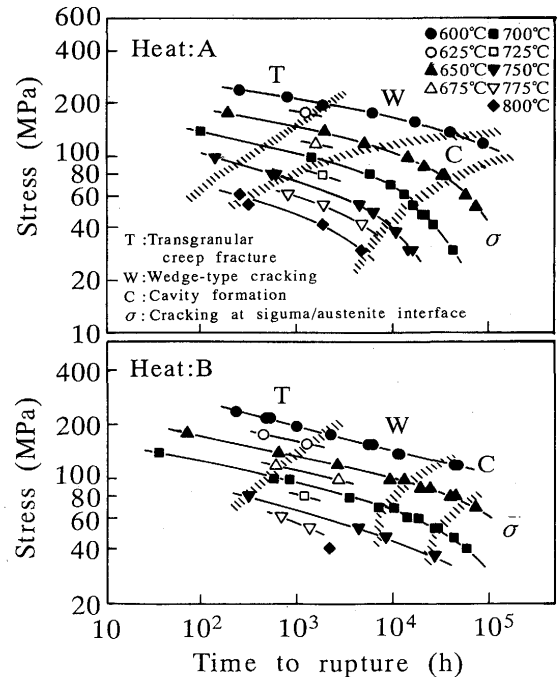


Fig. 5. Creep fracture mechanism maps shown on stress-rupture curves for heats A and B of SUS304.

5ではSUS304鋼の2つのヒート(ヒートA及びB)の破壊機構を示している。高応力・短時間から低応力・長時間になるに従って現れる破壊の形態は両ヒートとも同じであるが、別の破壊形態へ移行する境界はヒートによって違っている。これは両ヒート間での微細組織が変化する時間の違いなどが原因しているためである。SUS304鋼以外にもクリープ破壊機構領域図のヒート間差の例が示されているが、その原因は金属組織変化である¹⁷⁾¹⁸⁾。

クリープ破壊の形態は粒界すべりや拡散に基づいたクリープ損傷メカニズムに起因して生ずることから、それぞれの損傷メカニズム理論を用いて計算することによりクリープ破壊機構領域図を作成することも試みられている¹⁹⁾。このような理論的解析によってクリープ破壊のおおよその傾向を把握することができるが、解析モデルの選択や計算に用いた係数の信頼性に問題があるため、厳密な議論はできない。また、上記のようにキャビティの生成では金属組織変化の影響を強く受けることから、長時間クリープ試験による研究結果を踏まえたより高度なクリープ損傷理論の構築が必要である。

4.2 クリープ破壊機構領域図の余寿命予測への適用

クリープ破壊機構領域図は材種のみならず、ヒート間でも異なることが明らかになった。現在の知識を基に理論的にヒートごとのクリープ破壊機構領域図を作成することは無理である。長時間クリープ試験結果に基づいて作成されたクリープ破壊機構領域図は高温機器構造部材の余寿命を予測する上で貴重な情報を与えてくれる。例えば、それは注目すべき微視組織を教えてくれたり、損傷評価に当たって粒界キャビティ量を計量することが意味あることかどう

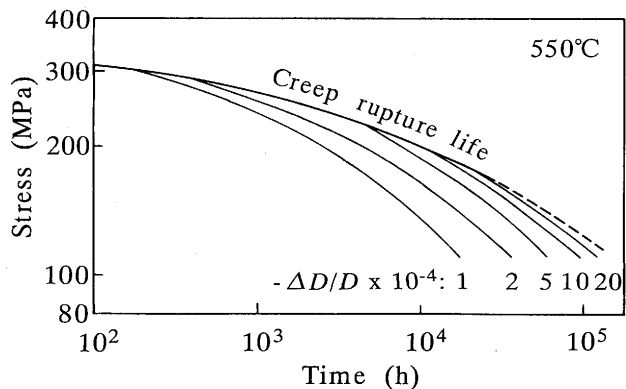


Fig. 6. Constant density change curves and rupture curve of 1Cr-1Mo-0.25V steel.

かを示してくれる。

1Cr-1Mo-0.25V鋼の長時間クリープ寿命は粒界キャビティの形成・成長に支配されている。Fig. 6は、粒界キャビティ生成量を密度変化として計量し、その結果に基づいて作成された破断までの密度変化線図である²⁰⁾。この図を使うと、長時間使用された部材の余寿命が密度計量結果から予測できる。

4・3 巨視的クリープき裂成長に及ぼす微視的クリープ損傷の影響

前章までの議論でクリープ破壊の形態が温度・応力条件に依存していることが明らかになった。巨視き裂が長時間使用された構造部材に存在する場合、き裂の成長はき裂先端に形成される微視的クリープ損傷に影響されるであろう。Fig. 7は1万時間を超える長時間クリープき裂成長試験から得られたクリープき裂成長速度を非線形破壊力学パラメータ C^* で評価した結果である²¹⁾。クリープき裂成長速度と C^* との関係には破壊様式の依存性が認められ、くさび型き

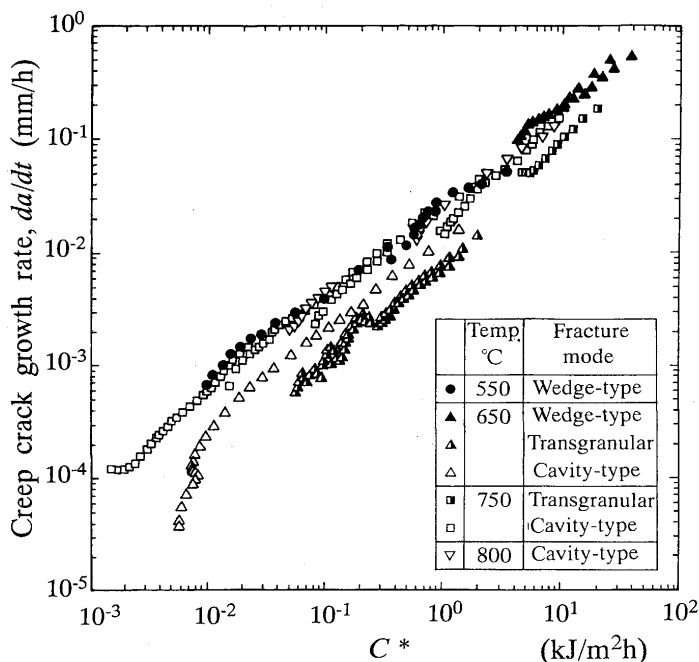


Fig. 7. Relationship between creep crack growth rate vs. C^* parameter for SUS316.

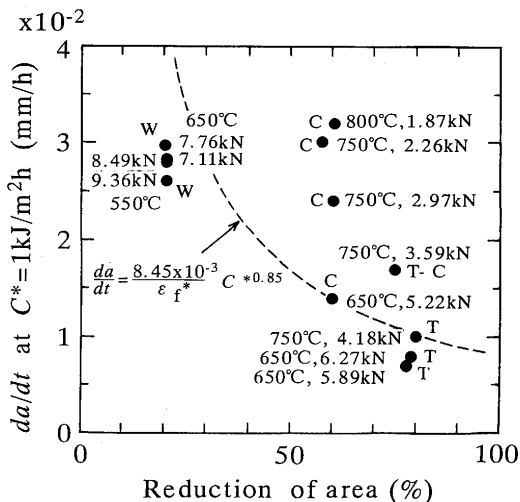


Fig. 8. Relationship between creep crack growth rate da/dt at $C^*=1\text{kJ/m}^2\text{h}$ vs. reduction of area for SUS316.

裂による粒界破壊の場合には両者の関係はバンドの上限に、粒内破壊の場合にはバンドの下限に位置している。また、キャビティによる粒界破壊の場合のクリープき裂成長速度は粒内破壊の場合よりも速く、くさび型き裂の場合とほぼ同程度である。

クリープき裂成長速度はき裂先端の材料の破断延性と関連すると報告されている²²⁾。そこで、クリープき裂成長試験での温度・荷重条件に対応するクリープ試験の破断延性値を用いてクリープき裂成長速度の評価を試みた。結果をFig. 8に示す。図中の破線は破断延性値から推定されたクリープき裂成長速度である。粒内破壊(T)及びくさび型き裂による粒界破壊(W)の場合には実験値と推定値とがほぼ一致しているが、キャビティによる粒界破壊(C)の場合には実験値の方が推定値よりも速くなっている。これはキャビティが関与して破壊する長時間負荷条件の場合、き裂先端に大きなクリープ損傷域が形成され、それによってき裂成長速度が加速するためである²³⁾。

このようにクリープ破壊機構領域図はクリープき裂成長挙動を検討する場合に有力な道具になる。また、それはクリープき裂成長挙動を研究する場合にミクロ的な視点が重要であることをも教えてくれる。クリープ破壊機構領域図を適用することでクリープ疲労相互作用下の損傷評価及び寿命予測が効果的にできることも報告されている²⁴⁾。

4・4 加速試験による寿命予測

構造材料のクリープに関する破壊寿命は長時間試験に基づかなければわからないとはいえ、実際の現場では短時間の内に推定しなければならないことが多い。寿命推定法は数多く提案されているが、推定する条件よりも温度を上昇させ、応力を推定する条件と同じにしたIso-stress法が比較的良い推定値を与えるとされている。金材技研クリープデータシート作成で得られた長時間クリープ試験結果を用いてこの方法の有効性の検証が行われている。Fig. 9はその成

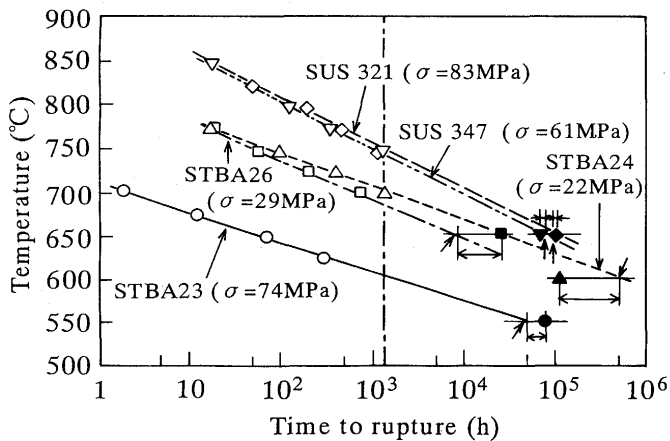


Fig. 9. Long-term life prediction from short rupture data (open symbols) by Iso-stress method (→; predicted life and solid symbols; observed one).

果の一部を示したものである²⁵⁾。SUS321やSUS347のように推定値(矢印で示した実験点の延長と温度との交点)と実測値とが比較的良くあっているものもあるが、STBA24, STBA23, STBA26の場合には良好に予測できたとはいえない。これは金属組織が変化し、それが変形挙動や破壊に影響を及ぼすことを無視しているためである。クリープ破断寿命の予測法を開発する場合、実験データをうまく回帰する手法に力を注ぐだけでなく、金属組織や破壊メカニズムが取り込めるような手法を開発することに関心が向けられる必要がある。

4.5 フェライト系耐熱鋼の基底クリープ強度

金属材料は高温下で複雑な微視組織変化が起これ、クリープ変形や破壊がそれに影響されるため、長時間クリープ試験に基づくメカニズムの解明・理解が必要であることを示した。しかし、長時間試験といっても限度がある。長時間を極めた究極のクリープ強度とはどのようなものであろうか。クリープ研究の草創紀頃にはクリープに限界応力があるという説もあったようである²⁶⁾。Fig.10は金材技研クリープデータシート材の中から選んだCr無添加の0.5Mo鋼から12Cr-1Mo-W-V鋼までの10鋼種のフェライト系耐熱鋼についての応力とラーソンミラーパラメータ(定数; 20)との関係である。この図で低温・短時間側、すなわち高応力では鋼種による強度差が大きい、高温・長時間側、すなわち低応力では鋼種による強度差は小さくなり、全10鋼種の強度はあるレベルに収斂する傾向が認められる。フェライト系耐熱鋼の応力-破断時間関係は一般に逆S字型を示し、長時間側で強度の低下を示す。この強度の低下は金属組織変化によって強化機構が弱められるためである。Fig.10に示した高温・長時間側で収斂した強度レベルは逆S字後の応力-破断時間関係に対応している。このことから、この収斂した強度レベルは長時間側で安定した金属組織と対応するものであり、それは鋼種によらずフェライト系耐熱鋼の高温・長時間側で金属組織が安定した状態での基本的なクリープ

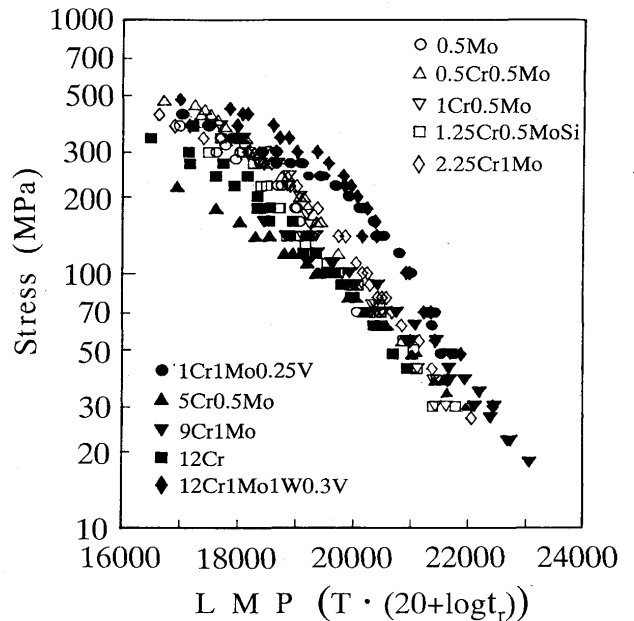


Fig. 10. Relationship between stress and Larson-Miller Parameter of ferritic heat resisting steels.

強度であると考えられ、基底クリープ強度と呼んでいる²⁷⁾。

従来から長時間側では熱処理などの影響が弱まり、クリープ強度に差がなくなることは報告されてきているが、基底クリープ強度概念はこれとはいささか違う。新たに打ち出された基底クリープ強度概念は単に長時間側で強度差がなくなることを示すだけでなく、フェライト系耐熱鋼の場合に材種によらず一定強度レベルになることを示した点で卓見である。従来のフェライト系耐熱鋼では長時間側で強度レベルが材種によらず同じになることから、今後の材料開発では基底クリープ強度レベルに容易に到達しないように金属組織変化を遅らせる工夫が求められる。さらに、その強度レベルが微量元素に依存することも示唆されていることから、この点からも今後の新たな展開が期待できる。

5. 高温長時間クリープ研究の新たな展開

5.1 金属組織変化・変形・破壊のダイナミクス

金属材料の微視組織は高温クリープ中に生き物のように変化し続け、その結果、クリープ変形挙動や破壊が影響を受ける。また、クリープ変形が微視組織変化に影響を与えることも多い。このため、高温クリープでは変形や破壊のみならず金属組織変化も加えたダイナミックなアプローチが要求される。クリープに関する構成式の中に組織や損傷に関する状態量を取り入れようとする試みが行われてきた²⁸⁾²⁹⁾が、金属材料で現実に起きている現象を取り扱えるものはまだない。それは時効による金属組織変化だけでも極めて複雑なためである。

Fig.11はSUS316鋼(ヒートFとL)の時間・温度・析出物線図(TTP図)を示す¹⁷⁾。炭化物及び金属間化合物(σ及び

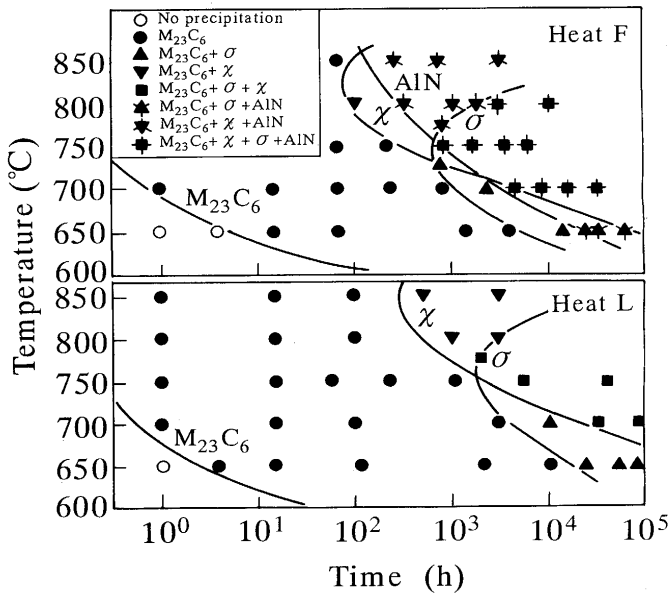


Fig. 11. Time-temperature-grain boundary precipitation diagrams for heats F and L of SUS316.

χ 相)の析出開始時間に両ヒートでそれほど違いはないが、ヒートFではアルミニウムの窒化物AlNが析出している。このAlNは結晶粒界にわずかに析出するが、キャビティ形成を速め、破断寿命を低下させる。このように、クリープ変形や破壊に関する研究ではまずその基盤としてTTP図を整備することが重要である。

また、3章で述べたことであるが、クリープ変形表示式を導出する場合、実験点を単に再現するだけでなく、その表示式における定数値が金属組織変化と関係するかどうかを十分吟味し、金属組織変化が捉えられるようなクリープ表示式を考案するように模索すべきである。この点で修正 θ 法はかなり有力な手段になると思われる。さらに、金属組織変化とクリープ破壊形態とは密接な関連を有していることから、クリープ破壊機構領域図の作成に当たっては金属組織変化を表現するTTP図も合わせて蓄積すべきである。こうすることによって、金属組織変化・変形・破壊に関するダイナミクスを確立するための基礎固めができるであろう。

5・2 クリープ変形理論の見直し

長時間クリープ曲線は遷移クリープと加速クリープによって構成されており、教科書で示されているような定常クリープは認められることは少ない。そして、長時間クリープ曲線は硬化と軟化過程からなる修正 θ 法で良く表示でき、しかも加速クリープ域を表す係数と速度定数が微視組織変化と関連しているようである。修正 θ 法によれば最小クリープ速度は単に遷移クリープと加速クリープとの遷移点であって、メカニズム的な意味はない。クリープに関して応力と最小クリープ速度との関係を用いてクリープ変形メカニズムが議論されることもあるが、その議論の前に最小クリープ速度がどういう意味を持っているか十分に吟味する

必要がある³⁰⁾。そして、むしろ遷移点でのひずみ速度としての意味しかない最小クリープ速度よりも微視組織変化を的確に捉えたクリープ曲線表示式や構成式を基に変形メカニズムを検討すべきである。

5・3 金属組織・損傷・破壊のビジュアル化

表や図による数値データの表示よりも画像の方が直感的に分かりやすく、しかも多くの情報を伝えることができる。例えば、先に示したTTP線図はどのような析出物が観察されるかの情報を与えてくれるが、その析出物の量や分布などの情報は与えてくれない。一方、金属組織写真にTTP線図が加われば情報量は豊富になる。近年コンピュータ技術の進歩によって以前よりも画像情報をファイリングし、保存しておくことができるかに便利になった。このため、長時間クリープ試験材や時効材の金属組織情報を写真などの画像としてファイリングし、必要なときにそれから数値化することができるようになりつつある。金属材料技術研究所では金材技研クリープデータシートの活動の一環として金属組織の写真や金属組織を解析した成果などをまとめたものを提供していく計画である。

ボイラ材の金属組織に関する情報が米国・EPRIの要請を受けてAptechで作成されている破壊ハンドブックの中で集められている³¹⁾。また、高温構造物の寿命評価エキスパートシステムの中で長時間使用された構造材料の金属組織を画面で見ることができるとソフトが開発されつつある³²⁾。それらのハンドブックやシステムをより良くするためには、金属組織に関する画像や解析結果などの情報を地道に蓄積することが重要である。

しかし、このように実験例を探し、蓄積しても、希望した条件の金属組織や損傷事例が常に得られるわけではない。このため、手持ちの情報や知見を基にシミュレーションする技術開発も重要である。高温下での超合金とコーティング相との拡散による金属組織変化のシミュレーション³³⁾やクリープ疲労微小き裂の発生と成長に関するシミュレーション³⁴⁾などのような金属組織変化やクリープ損傷形成・破壊過程に関するシミュレーションは今後の高温研究の新しい方向であると考えられる。

5・4 希薄固溶強化

前章でフェライト系耐熱鋼の長時間クリープ強度について述べ、長時間ではクリープ強度がある強度レベル、すなわち基底クリープ強度に収斂することを示した。この基底クリープ強度はどのような因子によって規定されているのであろうか。基底クリープ強度を支配する強化因子は本質的に時間により変化しないものである。このことから、それは析出強化や加工硬化ではなく、マトリックスの固溶強化であると考えられる。Fig.10に示した10鋼種以外にさらに炭素鋼などの長時間クリープ強度も含めて分析してみると、フェライト系耐熱鋼の基底クリープ強度は0.03wt%のMo量を含む炭素鋼の強度とほぼ一致していた³⁵⁾。かなりの量のCr

やMoなどを含むフェライト系耐熱鋼も高温で長時間保持されると析出強化などの強化機構が失われ、微量なMoによる固溶強化のみが残り、炭素と0.03wt%のMoによる強化が安定に保持される。0.03wt%Moの炭素鋼のクリープ強度、すなわちフェライト系耐熱鋼の基底クリープ強度を純鉄のクリープ強度と比較すると寿命で4桁程度大きく、炭素と微量なMoの固溶により極めて大きな強化が得られている。しかし、従来このような非常に微量な固溶元素による希薄固溶状態における強化機構に関しては解明が行われておらず、微量なMoの固溶によりなぜ大きな強化が得られるのか十分な説明はされていない。今後、基底クリープ強度の把握に基づく超長時間クリープ強度特性の評価、余寿命予測法の高精度化のため希薄固溶強化機構の解明が必要である。

さらに、希薄固溶強化機構の解明は新たな材料開発にとっても有効である。今後の地球環境を考慮した材料開発にとっては合金元素をなるべく加えず、合金元素をスリム化した材料の開発が求められている³⁶⁾。このような材料にとって希薄固溶強化機構は開発の重要な指針を与えるものと期待される。

6. おわりに

10万時間を超える長時間クリープ特性について、金材技研クリープデータシート作成活動で得られた研究成果を基に概括した。長時間クリープ試験を実施し、その結果を解析することにより、長時間クリープ特性にとって金属組織変化を把握することが重要であることが改めて指摘された。そして、長時間クリープ特性の解明の先に新たな研究課題や領域があることも指摘した。しかし、この新しい研究領域へ到達するためにはTTP線図作成、クリープ変形挙動の解析、クリープ損傷・破壊機構の解明など基盤の確立が重要である。このためには、長時間クリープ特性研究の基本となる金材技研クリープデータシート作成の事業を継続し、完遂することが必要である。

本報告は金材技研クリープデータシート作成に係わった諸先輩及び同僚の研究成果を取りまとめたものであり、研究成果を使わせていただいた皆様に感謝いたします。金材技研クリープデータシート作成事業は金属材料技術研究所の多分野にわたる職員の支援のみならず、官庁、大学、企業、学協会など多くの方々のご協力・ご支援を得て実施されてきているものです。ご協力いただいた方には深く感謝するとともに、今後とも益々のご支援のほどよろしくお願ひしたい。また、本報告の機会を与えてくださった日本鉄鋼協会編集委員会に深く感謝いたします。

文 献

- 1) 横井 信：材料, **22** (1973), p.188
- 2) 横井 信, 池田定雄, 伊藤 弘, 馬場栄次：鉄と鋼, **65** (1979), p.2076
- 3) 横井 信, 門馬義雄：鉄と鋼, **65** (1979), p.831
- 4) 伊藤 弘, 江頭 満, 宮崎秀子, 門馬義雄, 横井 信：鉄と鋼, **72** (1986), p.1944
- 5) 田中千秋：耐熱金属材料第123委員会研究報告, **28** (1987), p.273
- 6) 坂本正雄, 八木晃一, 森下 弘, 久保 清, 門馬義雄, 田中千秋：材料, **39** (1990), p.674
- 7) R.W.Evans and B.Wilshire: Creep of Metals and Alloys, (1985), p.197 [Inst. Met., London]
- 8) 丸山公一, 原田千里, 及川 洪：材料, **34** (1985), p.1289
- 9) 九島秀昭, 渡部 隆, 八木晃一, 丸山公一：鉄と鋼, **78** (1992), p.918
- 10) 九島秀昭, 渡部 隆, 八木晃一, 田中千秋, 丸山公一：耐熱金属材料第123委員会研究報告, **33** (1992), p.143
- 11) 九島秀昭, 木村一弘, 八木晃一, 丸山公一：材料とプロセス, **6** (1993), p.1626
- 12) 大場敏夫, 八木晃一, 田中千秋, 久保 清：材料, **36** (1987), p.117
- 13) 大場敏夫, 金丸 修, 八木晃一, 田中千秋：日本材料学会第27回高温強度シンポジウム前刷集, (1988), p.36
- 14) C.Tanaka and T.Ohba: Trans. NRIM, **20** (1978), p.138
- 15) 例えば, R.J.Fields, T.Weerasooriya and M.F.Ashby: Metall. Trans., **11A** (1980), p.333
- 16) 新谷紀雄, 京野純郎, 田中秀雄, 村田正治, 横井 信：鉄と鋼, **69** (1983), p.1668
- 17) 新谷紀雄, 田中秀雄, 村田正治, 貝瀬正次, 横井 信：鉄と鋼, **71** (1985), p.114
- 18) 京野純郎, 新谷紀雄, 九島秀昭：鉄と鋼, **75** (1989), p.972
- 19) D.A.Miller and T.G.Langdon: Metall. Trans., **11A** (1979), p.1635
- 20) 新谷紀雄, 京野純郎, 横井 信：鉄と鋼, **70** (1984), p.573
- 21) 田淵正明, 久保 清, 八木晃一：材料, **41** (1992), p.1255
- 22) K.M.Nikbin, D.J.Smith and G.A.Webster: Trans. ASME, J. Eng. Mat. Tech., **110** (1979), p.369
- 23) 田淵正明, 久保 清, 八木晃一：鉄と鋼, **79** (1993), p.732
- 24) K.Yagi, O.Kanemaru, K.Kubo and C.Tanaka: Fatigue Fract. Engng Mater. Struct., **9** (1987), p.395
- 25) O.Kanemaru, M.Shimizu, T.Ohba, K.Yagi, Y.Kato and K.Hattori: Int. J. Pres. Ves. & Piping, **48** (1991), p.167
- 26) I.Finnie, W.R.Heller著, 鈴木房幸訳：工業材料のクリープ, (1960), p.3 [コロナ社]
- 27) 木村一弘, 九島秀昭, 八木晃一, 田中千秋：鉄と鋼, **77** (1991), p.667
- 28) Y.N.Rabotonov: Creep Problems in Structural Members, (1969), p.234 [North-Holland Publishing Company, Amsterdam, London]
- 29) B.F.Dyson and M.McLean: ISIJ Int., **30** (1990), p.802
- 30) B.Wilshire: Proc. 4th Int. Conf. on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, ed. by B.Wilshire and R.W.Evans, (1990), p.1 [The Institute of Metals, London]
- 31) Boiler Tube Failure Metallurgical Guide, Vol.1 and 2, TR-102433-V1 and V2, (1993), [EPRI]
- 32) K.Kussmaul, A.Jovanovic, K.Maile and H.Kautz: Proc. 5th Int. Conf. on Creep of Materials, ed. by D.A.Woodford, C.H. A.Townley and M.Ohnumi, (1992), p.471 [ASM Intern.]
- 33) 吉岡洋明, 齊藤大蔵, 村上 格, 藤山一成, 岡部永年：第30回高温強度記念シンポジウム前刷集, (1992), p.28
- 34) 多田直哉：京都大学学位論文, (1992)
- 35) 木村一弘, 九島秀昭, 八木晃一, 田中千秋：耐熱金属材料第123委員会研究報告, **33** (1992), p.131
- 36) 八木晃一：金属, **63** (1993) 6, p.5