

改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ変形ともなう 硬度と下部組織の変化

遠藤 孝雄*・増山 不二光*²・朴 奎俠*

Change in Hardness and Substructure during Creep of Mod.9Cr-1Mo Steel

Takao ENDO, Fujimitsu MASUYAMA and Kyu-Seop PARK

Synopsis : In order to investigate the structural degradation process during creep, interrupted creep tests were conducted of a Mod.9Cr-1Mo steel in the range of stress and temperature from 71 to 167 MPa and 873 to 923K. The change of hardness and tempered martensitic lath width were measured in the grip and gauge parts of interrupted specimens. The lath structure was thermally stable in static conditions, but was not stable during creep, and the structural evolution was enhanced by creep strain. The relation between the change in lath width and strain was described in the form, $\Delta W = \alpha(W_s - W_0) \cdot \varepsilon$, where ε is the strain, W_0 is the initial lath width, W_s is the final lath width depending solely on stress, and α is the constant of the magnitude of $0.67 \mu\text{m}/\text{strain}$. The change in Vickers hardness was expressed by a one-valued function of creep life consumption ratio. A model describing the degradation process of tempered martensitic structures was proposed on the assumption that dislocations were eliminated by the migration of lath boundaries. The model could explain the relation between change in hardness and creep life consumption ratio satisfactorily. The influence of precipitates on subboundaries was discussed in connection with the abnormal subgrain growth appearing in low stress regime.

Key words: creep; creep life; life assessment; lath width; hardness; subgrain.

1. はじめに

9Cr-1Mo 鋼 (T9) の改良は米国で始まり、1983年には改良9Cr-1Mo 鋼が規格化された^{1,2)}。同鋼は高温強度が優れており、しかも熱膨張係数が小さいので1985年以来我が国でも利用され始め、火力発電設備における利用量も増加し続けている。その結果、長期間使用した部品も増加し、寿命評価技術の高精度化が重要な課題になっている。

改良9Cr-1Mo 鋼の余寿命予測をするために、構成方程式に関する研究³⁻⁶⁾、組織変化に関する研究⁷⁻⁹⁾、クリープ変形中に生じる析出粒子の成長に関する研究¹⁰⁾、クリープ強度と組織に関する研究¹¹⁻¹⁵⁾などが行われてきた。これらの研究の中で九島ら¹⁴⁾の観察結果は注目に値する。彼らはクリープ時間が約1万時間を越えると現れるクリープ寿命およびクリープ歪の低下が旧オーステナイト粒界近傍で生じる不均一な下部組織の回復と関係があることを見いだした。鈴木ら¹⁵⁾は、この現象の詳細を明らかにするべく、旧オーステナイト粒界近傍の炭化物を調査し、NbやVを含むMXを消費しながら旧オーステナイト粒界近傍に優先析出する成長速度の大きいZ相を見いだした。これらの観察に基づき、彼らはオーステナイト粒界近傍に現れるZ相が下部組織の異常な不均一回復の原因であると結論してい

る。これらの現象は、長時間クリープ後に現れるクリープ強度の劣化を理解するうえで重要であるが、短時間域の組織回復挙動の研究も長時間域の回復挙動を理解するうえで重要である。本稿では、硬度や焼戻しマルテンサイトラスの幅の変化、これらの変化とクリープ寿命消費率との関係を定量的に取扱い、下部組織の正常な変化と低応力長時間クリープ中に生じる不均一な回復挙動について議論する。

2. 実験方法

受入材の改良9Cr-1Mo 鋼 (ASME SA-213 T91) は1313K、1hの焼ならし後1053Kで2hの焼戻しを施したもので、その化学組成をTable 1に示す。試験片は、平行部6mmφ、標点間距離30mmの肩付き丸棒試験片である。クリープ中断試験はAおよびBの二系統で、いずれも大気中で行った。系統Aの応力および温度はそれぞれ157から186 MPaおよ

Table 1. Chemical composition in mass%.

C	Si	Mn	P	S	Ni
0.1	0.25	0.4	0.016	0.005	0.04
Cr	Mo	Nb	Al	V	N
8.4	0.9	0.07	0.005	0.21	0.044

平成14年4月18日受付 平成14年6月10日受理 (Received on Apr. 18, 2002; Accepted on June 10, 2002)

* 横浜国立大学工学研究院 (Graduate School of Engineering, Yokohama National University, 79-5 Tokiwadai Hodogaya-ku Yokohama 240-8501)

* 三菱重工業 (株) 長崎研究所 (Nagasaki Research & Development Center, Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.)

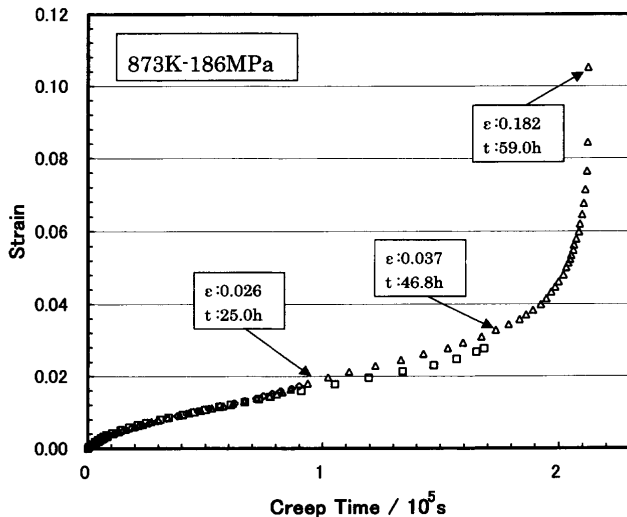


Fig. 1. An example of interrupted and uninterrupted creep curves tested at 186 MPa and 873K.

び873から898K, 系統Bの応力および温度はそれぞれ71から115 MPaおよび873から923Kである。系統Aのクリープでは歪と時間を連続的に記録した。系統Aのクリープ中断試験では掴み部とゲージ部のマイクロビッカース硬度測定とTEM観察を行った。系統Aのビッカース硬度の測定では荷重を2 kgf, 時間を30秒とした。B系統の硬度は超音波硬度計を用いて測定した。AおよびB系統の初期硬度はそれぞれ225および214であった。系統Bのクリープ中断試験では硬度測定のみを行い, クリープ曲線を記録しなかった。系統AおよびBの最長クリープ時間は, それぞれ1185時間と18736時間である。

TEM観察では焼戻しマルテンサイト組織のラス幅の変化に注目し, ラス幅の変化を測定した。焼戻しラスマルテンサイト組織は, クリープの初期において矩形状であるが, 歪が増加すると等軸状になる。ラスが明らかに矩形状をしているときには短い辺をラス幅として測定し, 歪が増加してラスが球形になった場合は直径を測定した[†]。本研究におけるラス幅は100個以上のラス幅の平均値である。

3. 実験結果

3.1 クリープにともなう硬度の変化

中断しないクリープ曲線および中断材のクリープ曲線の一例をFig. 1に示し, 中断時間と中断歪を図中に示した。これらのクリープ曲線の特徴は, 焼戻しマルテンサイト鋼に共通して見られる比較的長い第1次クリープ³⁾が存在することである。クリープ中断試験後にはゲージ部および掴み部の室温硬度を測定した。便宜上, 22.4から1185時間までの硬度比 (H/H_0) の変化と657から18736時間までの硬

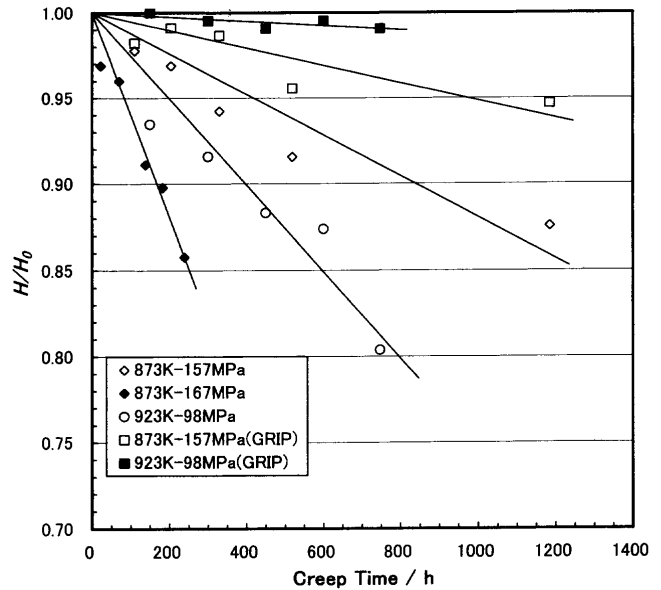


Fig. 2. Change in Vickers hardness ratio (H/H_0) with creep time for the interrupted specimens whose interruption time is from 657 to 18736 h, where H_0 and H are the ambient hardness before and after creep interruption, respectively.

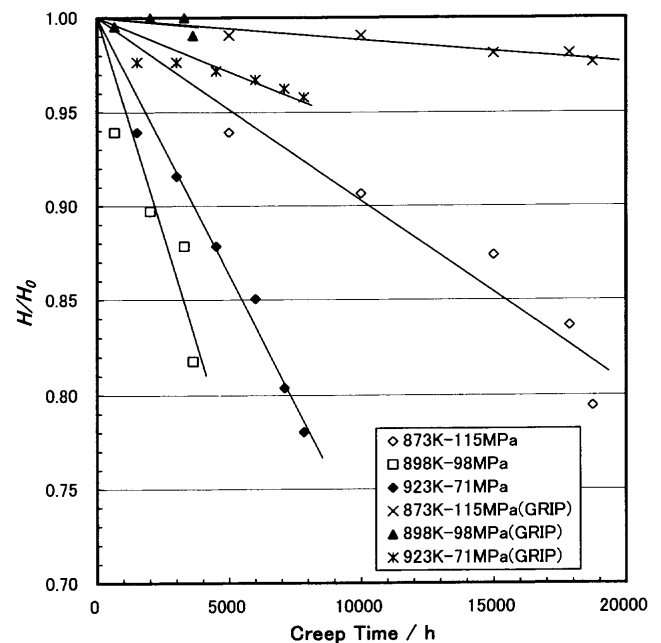


Fig. 3. Change in Vickers hardness ratio (H/H_0) with creep time for the interrupted specimens whose interruption time is from 22.4 to 1185 h.

度比 (H/H_0) の変化を別々に時間の関数としてFig. 2およびFig. 3に示す。直線の傾きはクリープ条件に依存するが, 硬度比の減少は近似的に直線で表すことができる。ここでは, グリップ部ではゲージ部に比べて硬度減少が小さくほとんど変化していないことは注目すべきことである。これ

[†] 等軸の亜結晶粒をラスと呼ぶのは適当ではないが, クリープの初期においてラス状をしているので歪が増加して等軸になった場合でもここではラスと呼び, その境界をラス境界と呼ぶことにする。

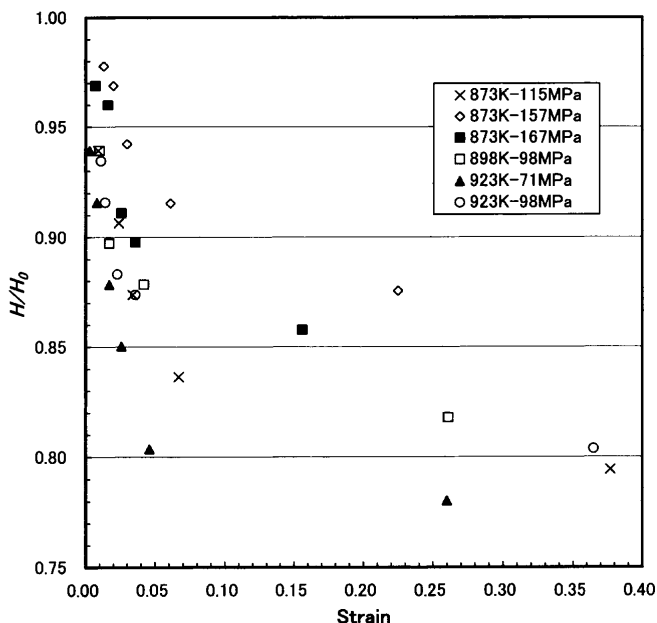


Fig. 4. Relation between the change in hardness ratio and creep strain.

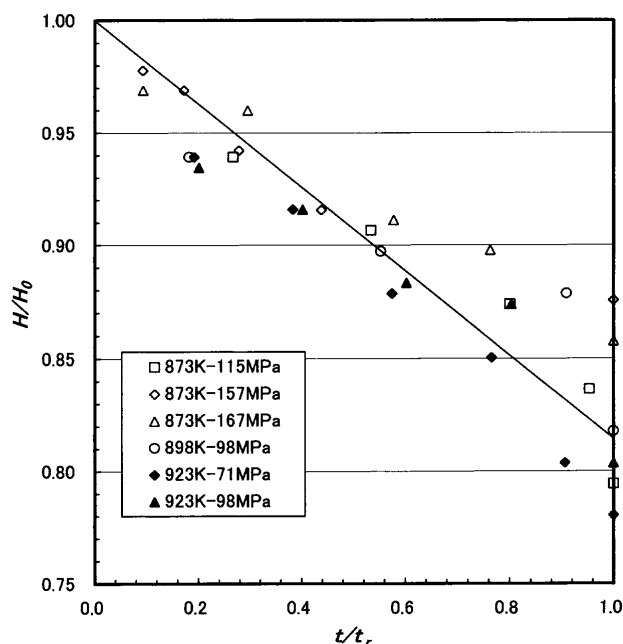


Fig. 5. Relation between hardness ratio and life consumption ratio (t/t_r), normalized time divided by the corresponding creep life, t_r .

は、本鋼の組織が熱的に安定で、歪が加わらないと硬度の減少が起こらないことを示している。

Fig. 4は硬度と歪との関係で、図から歪が小さい領域において硬度の変化が大きいことがわかる。Fig. 5は硬度の変化と寿命消費率(LCR)、クリープ寿命で除した規格化時間との関係である。LCRが1に近づくバラツキはあるが硬度比はLCRの関数として以下のように表すことができる。

$$H/H_0 = 1 - 0.19 (t/t_r) \dots \dots \dots (1)$$

3.2 中断材のラス組織

前節で述べたようにゲージの硬度はLCRの関数として減少する。それゆえ中断試験片のTEM観察を行った。Fig. 6(a)は受入材のラス組織である。マルテンサイトラス組織の配向はランダムで平均ラス幅は0.54 μm であった。ラスの内にはマルテンサイト変態時に導入された高密度の転位組織が存在しており、旧オーステナイト粒界、ポケット境界、ブロック境界およびラス境界には、多くの析出物が見られる。これらの形や大きさから多くは $M_{23}C_6$ 型炭化物粒子であることがわかる。Fig. 6(b)からFig. 6(d)は温度873K、応力167MPaの中断試験で得た試験片のゲージ部におけるラス組織で、中断歪は図中に示してある。注目すべきことは、クリープ歪が増加するにつれてラス幅は増大し、ラスの形も初期の矩形から次第に崩れて等軸状に変化することである。澤田ら⁷⁻⁹⁾が示しているように、ラス内の転位密度は、歪が増加するにつれて減少している。観察結果の中には、析出物が整然と並んでいるところにラス境界が観察されない場合があった。これらの並んだ炭化物はクリープ試験前にラス境界が存在していた位置を示している。Fig. 6(e)は掴み部のラス組織で、ゲージ部の組織とは異なり、むしろ受入材の組織に近い。実際、クリープ破断後のグリップ部におけるラス幅は0.55 μm で、受入材のラス幅にほぼ等しい。この事実は、掴み部の硬度変化が小さいことと符合しており、ゲージ部の硬度減少がラス境界の移動によって生じる転位密度の減少に起因するという考えを支持している。

3.3 クリープ変形にともなうラス幅の変化

既に述べたように、ラス幅は歪の増加とともに増加するので、ラス幅の変化を測定した。改良9Cr-1Mo鋼のクリープ変形にともなう下部組織の変化については、既に幾つかの報告がある^{9,13,15)}。本実験で測定したラス幅と他の研究者の結果を歪の関数としてFig. 7に示した。図からラス幅はクリープ歪が増加するにつれて増加し、ラス幅の増加率、 dW/de は歪がクリープ破断歪に近づくにつれて減少することがわかる。

一般に、クリープ破断はくびれによる局所伸びをとともなうので、薄膜を作成するために採取した試料の歪はクリープ破断歪よりも小さいことに注意を払う必要がある。なぜなら、薄膜用の試料はネッキングから十分離れたところから採取するからである。Fig. 7において、破断歪近傍では dW/de が小さくなる理由はこのような事情と考えられる。それゆえ、破断時のデータを省いてラス幅と歪の関係を図示した結果がFig. 8である。図から明らかに、 W は線形則に従って歪とともに増加する傾向があり、同じ温度で比較すると、直線の勾配は応力に依存している。Fig. 8からラス幅の変化は以下のように表される。

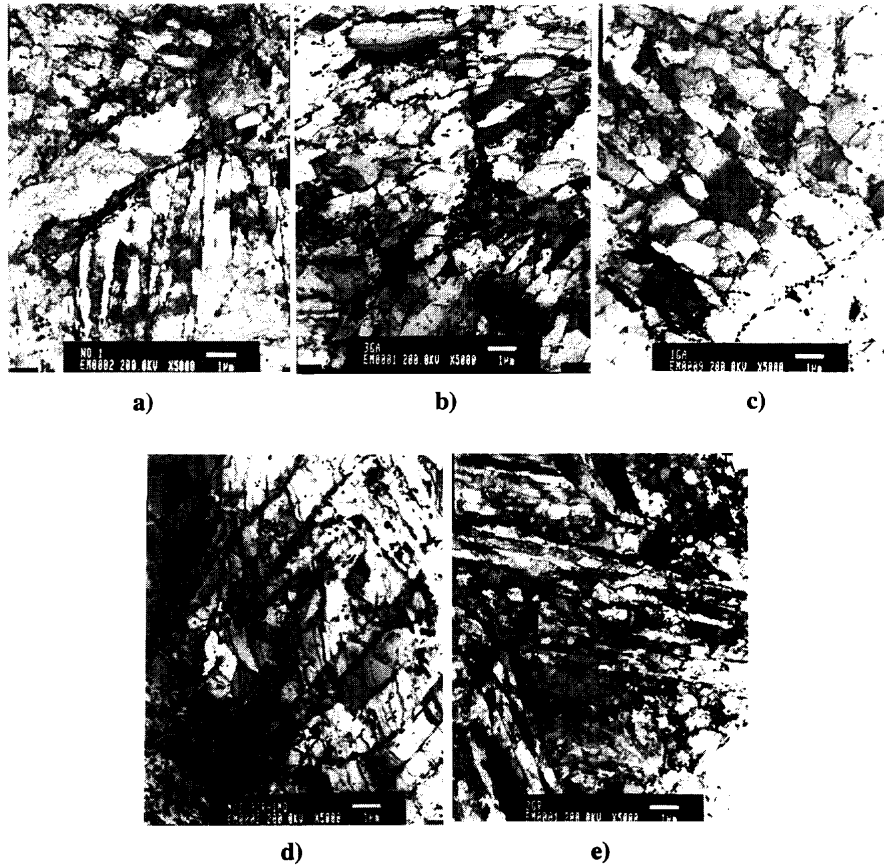


Fig. 6. TEM micrograph showing the change of tempered martensitic structures with creep strain. Testing stress and temperature are 167 MPa and 873K, respectively. (a) as-received, lath width (w)=0.54 μm , (b) ϵ =5.5%, and w =0.74 μm , (c) ϵ =8.2%, and w =0.90 μm , (d) ϵ =15.6%, and w =0.99 μm , (e) substructures of a grip part after creep rupture.

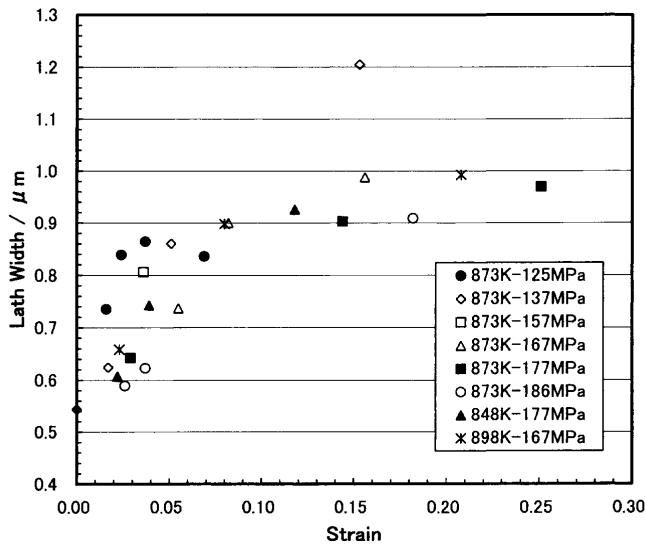


Fig. 7. Lath width as a function of creep strain.

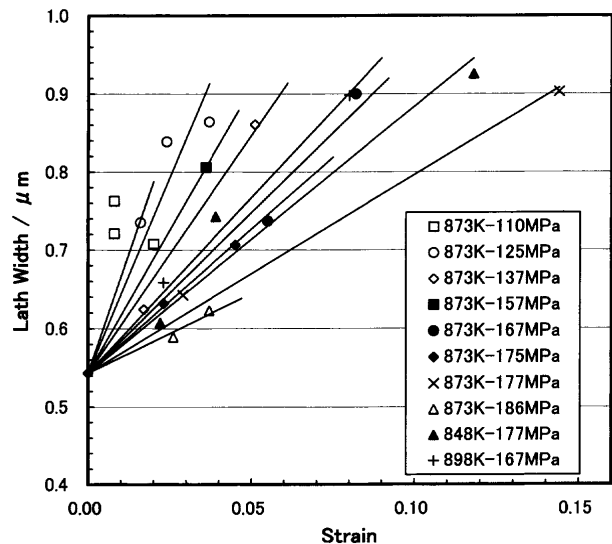


Fig. 8. Plot of lath width against creep strain by omitting the data near rupture strain.

$$\Delta W = \beta \epsilon \dots\dots\dots (2)$$

ここに、 β は直線の勾配 ($\beta = dW/d\epsilon$) である。

4. 考察

4.1 ラス幅の応力および歪依存性

Fig. 8における直線の勾配 β は明らかに応力に依存している。しかし、ラス幅は応力のみ依存する一定値に近づ

くことを考慮すれば、高応力ではラス幅が小さな最終値に近づくから、直線の勾配 dW/de が応力に依存するのはむしろ当然に思える。そこで、 ΔW の値を最終的に到達するラス幅 (W_s) とラス幅の初期値 (W_0) との差、($W_s - W_0$) で除した値を歪に対してプロットした結果を Fig. 9 に示す^{t2}。ばらつきはあるがこの結果から、応力にも温度にも依存しない1本の直線でラス幅と歪との関係が表現できる。ラス幅 W と歪との関係を定式化すると以下のようなものである^{t3}。

$$\Delta W = \alpha(W_s - W_0) \cdot \varepsilon \dots \dots \dots (3)$$

ここに、 α は定数で、 $\alpha \approx 6.7 \mu\text{m}/\text{歪}$ である。

4.2 ラス組織の成長過程

これまでに述べたように掴み部のラス組織は実質的には変化しない。これはラス境界が析出物によってピン止めされ、応力の助けがなければ簡単には移動できないことを示している。しかし、いったん析出物の拘束から脱出すると、界面エネルギーを駆動力にして比較的簡単に成長しているように見える。そこで、界面エネルギー (Γ) を駆動力にして成長する結晶粒界の取り扱いと同様に考え、ラスの成長速度 (dW/dt) を以下の式で表現する^{16)t4}。

$$dW/dt = k\Gamma(1/W - 1/W_s) \dots \dots \dots (4)$$

ここに、 k は比例定数で、 $W \sim W_0$ のときには以下のように近似できる。

$$dW/dt = k\Gamma(W_s - W_0)/(W_s \cdot W_0) \dots \dots \dots (5)$$

またラス境界の傾角を θ とすると、ラス境界の界面エネルギー¹⁷⁾ は以下のように近似できる。

$$\Gamma \approx A \cdot \theta (\ln B - \ln \theta) \approx A \cdot \theta \approx Ab/h \dots \dots \dots (6)$$

ここに、 A 、 B は定数、 h はラス境界における転位の間隔、 b はバーガースベクトルの大きさである。式(6)のように、 Γ はラス境界における転位の間隔に逆比例する。従って、運動転位がラス境界に吸収されるとラス境界の界面エネルギーは増加すると考えられる。

ここで、ラスの内部にある転位を便宜上3種に分類する。第1は析出粒子や他の転位による拘束が比較的弱い転位群、第2は拘束が中程度の転位群、第3は拘束が強い転位群である。第1の転位群は比較的初期に活動を開始し、焼戻しマルテンサイト鋼の大きな第1次クリープ歪を担うが、相互消滅して第1次クリープの後期には密度を減らすであろう^{t5}。続いて、第2の転位群が活動を始めるが、こ

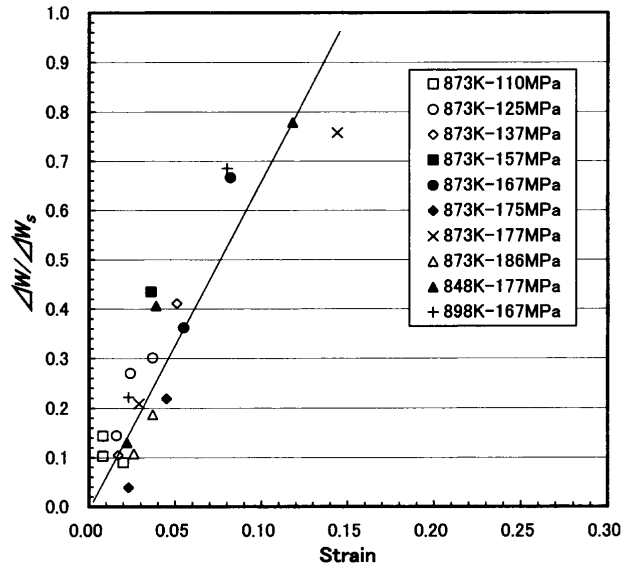


Fig. 9. Relation between ΔW divided by ($W_s - W_0$) and creep strain, where W_0 is the initial lath width, and W_s is the final lath width depending solely on stress.

これらの転位は第1群の転位よりも長距離運動するのでクリープ歪に寄与し、これらの転位の一部はラス境界に到達して界面エネルギーの増加に寄与する。第3は‘もつれた’転位や析出物によって強く拘束された転位群で、内部応力を高めるのに寄与し、ラス境界が移動してこれらの転位群を掃引した場合には吸収されて界面エネルギーの増加に寄与すると仮定する。このように、ラス境界が転位を吸収する過程は複雑であるが、簡便のために第2の分類に属する転位群がラス境界に入る場合をここでは考える。

第2の転位群が単位時間にラス境界に入る数は‘転位のもつれ’から開放された転位の生成速度 (ρ) に比例する。一方、歪速度は $\dot{\rho}$ に比例するからラス境界の界面エネルギーは歪速度に比例する。これらのことを考慮すると式(5)は次式のように表される。

$$dW/dt = k' \dot{\varepsilon} (W_s - W_0) \dots \dots \dots (7)$$

ここに、 k' は定数であり、式(7)から次式を得る。

$$\Delta W = k' \varepsilon (W_s - W_0) \dots \dots \dots (8)$$

式(8)は、式(3)と同じ形である。式(7)を導く過程で $W \sim W_0$ と仮定したが、実際には W が W_0 からかなり外れても式(3)は成立する。これは、ラス境界が移動中に吸収する転位の界面エネルギーに対する寄与率が変形の後期に増

t2 破断歪に対応する最終的なラス幅あるいは亜結晶粒径の評価は5節に示す経験式を用いた。
 t3 式(3)の関係は澤田⁹⁾も報告している。
 t4 マルテンサイトラスの成長の駆動力として界面エネルギーとラスの内部に存在する高密度の転位が考えられる。4.3節で議論するように、ラス境界が移動して転位を吸収し、粒内の転位密度が低下すると式(9)が成立する場合が想定できる。このような場合、 $3\Gamma \geq Gb^2W\rho$ が成立すれば界面エネルギーの寄与が歪エネルギーの寄与を凌駕する。ここに、 Γ 、 G 、 b 、 W および ρ はそれぞれ、界面エネルギー、剛性率、バーガースベクトルの大きさ、結晶粒径および界面を挟む二つの結晶粒の転位密度の差である。この判断基準によれば、成長の駆動として最も重要なのは、本研究の場合界面エネルギーである。
 t5 改良9Cr-1Mo鋼の第1次クリープは対数クリープによって記述できる。対数クリープは一般に転位の消耗理論によって導くことができるので、この事実は第1次クリープが孤立転位の消耗過程であるという仮定に有利な事実である。

大するためと考えられる。

4.3 硬度と寿命消費率との関係

焼戻しマルテンサイト組織鋼は高い初期転位密度を持っているが、クリープ変形中に転位密度は減少し、その結果組織が劣化する。現在、どのような機構でこれらの転位がクリープ変形中に減少するのかは明らかではない。それゆえ本節では、硬度の低下する理由をラス境界の移動と関係づけて説明することを試みる。

いま、初期転位密度を ρ_0 、初期のラス幅を W_0 で表し、ラス境界が ΔW だけ移動したときにラス境界によって掃引された領域の転位がすべてラス境界に吸収されると仮定すると、ラスの内部の平均転位密度は ρ_0 から ρ へと変化し、 ρ は以下のように表される。

$$\rho = \rho_0 (W_0/W)^2 \dots \dots \dots (9)$$

室温の硬度は、クリープ変形中に残存する転位の平方根に比例するので、式(9)および式(3)から次式を得る。

$$H - H_0 = [(W_0 - W)/W] \cdot H_0 \approx -[(W_s - W_0)/W] \cdot 6.7\varepsilon \cdot H_0 \dots \dots \dots (10)$$

式(10)と実験から得た式(1)と関係づけるために、クリープ歪 (ε) とクリープ寿命消費率 (LCR) を以下の方法で関係づけることを試みる。Fig.10はFig.1に対応する歪速度の対数と真歪との関係である。図から明らかなように、歪速度の対数と真歪との間には比較的広い歪範囲にわたって直線関係が成立するので、以下の関係が成立する¹⁸⁻²⁰⁾。

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln \dot{\varepsilon}_0 + \Omega \varepsilon \dots \dots \dots (11)$$

ここに、 $\dot{\varepsilon}$ は刻々の歪速度、 $\dot{\varepsilon}_0$ はクリープの全域で式(11)が成立すると仮定したときに期待される仮想的初期歪速度、 Ω は直線の勾配 (歪速度加速因子) である。式(11)がクリープの全域で成立すると仮定すれば、クリープ破断時間は式(12)で近似できる^{19,20)}。また、式(11)を時間で積分して式(12)を用いるとクリープ曲線は式(13)で表すことができる。

$$t_f = 1/(\Omega \dot{\varepsilon}_0) \dots \dots \dots (12)$$

$$\varepsilon = (1/\Omega) \cdot \ln[1/(1-t/t_f)] \dots \dots \dots (13)$$

ここで、式(13)を以下のように近似する。

$$\varepsilon \approx \phi(1/\Omega) \cdot (t/t_f) \dots \dots \dots (14)$$

式(14)の ϕ はクリープ歪を寿命消費率 (t/t_f) で表すために導入した値で、次式で表される。

$$\phi = \frac{\ln[1/(1-t/t_f)]}{t/t_f} \dots \dots \dots (15)$$

式(15)から明らかなように、 t/t_f が小さいときには1.0に近づくが、 t/t_f が1.0に近いときには、およそ7程度まで変化

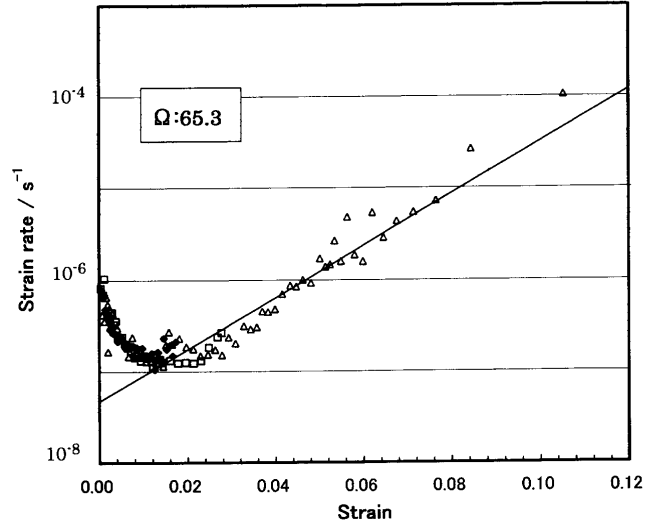


Fig. 10. Relation between logarithm of strain rate and true strain corresponding to Fig. 1.

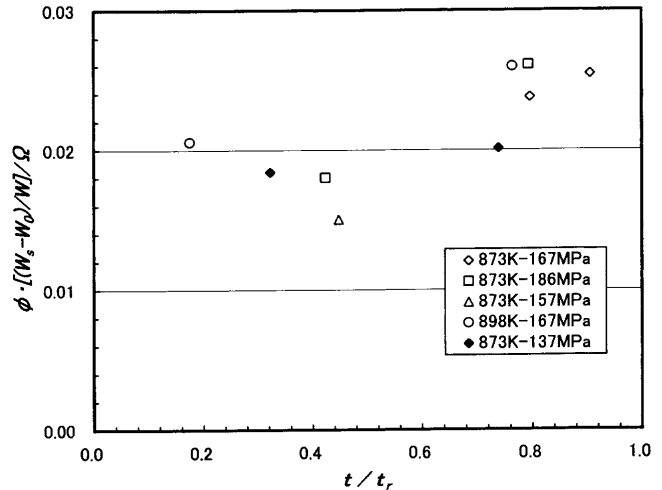


Fig. 11. Relation between the magnitude within the brackets of Eq. (16) and LCR, (t/t_f).

する。式(10)、および式(14)を用いると式(10)は以下のように表される。

$$H/H_0 = 1 - 6.7 \cdot [(1/\Omega) \cdot \{(W_s - W_0)/W\} \cdot \phi] \cdot (t/t_f) \dots \dots \dots (16)$$

実際、 Ω の値は応力および温度に依存する³⁾。しかし、本実験条件ではおよそ64程度である。式(16)における大括弧の値を算出して t/t_f との関係を図示するとFig.11になる。ばらつきはあるが、式(16)の大括弧内部の値はおよそ一定で、その値は0.02程度であるから、式(16)における (t/t_f) の前の値は0.13程度になる。この値は式(1)における0.19と比べると65%である。これは全転位の内の65%がラス境界の移動で吸収消滅し、残りの転位は、孤立転位や中程度の拘束を受けた転位が移動の過程で相互消滅したことを示唆している。

4.4 ラス組織の不均一回復

改良9Cr-1Mo鋼は、クリープ時間が約1万時間を越える

と高応力側、すなわち短時間側から外挿したクリープ寿命よりも実際のクリープ寿命が短くなり、クリープ破断歪も減少することが知られている^{15,21,22)}。最近、この原因がZ相の出現と亜結晶粒組織の異常回復に関係があると報告されているので、本研究で得た知見との関係について以下で議論する。

受入材は、焼きならしの過程で生じたラスマルテンサイト組織を有しているが、これらの組織に存在する旧オーステナイト粒界、パケット境界、およびブロック境界は焼戻し過程で析出したM₂₃C₆やMXの粒子でピン止めされている。負荷が小さいグリッパ部において組織が安定なのは、析出粒子が転位および各種の境界をピン止めしているためと考えられる。しかし、ゲージ部ではラス境界の移動によって転位密度が減少する。これは、クリープの初期段階においてラス境界が析出物によるピン止め力に抗して移動していることを示唆している。以下では、どの程度のクリープ応力ならばクリープ変形中にラス境界が移動できるかを検討する。

ラス境界を構成する転位は応力が負荷され、ラス境界を構成する転位の昇成分が空孔で補われる条件では、応力が負荷されると移動できる²³⁻²⁵⁾。ここでラス境界上の析出物の平均間隔をΛ、析出物の平均半径をRとする。高温では、ラス境界の移動を妨げている原因は析出物のピン止め力^{26,27)}のみであると仮定する。この場合、ラス境界をRだけ移動させるに要する仕事と、ピン止めを脱出することによって生じた界面のエネルギー増加は等しいので、ラス境界が析出物の拘束から脱出するのに要する応力は次式で表される。

$$\tau = \frac{\pi \Gamma R h}{\Lambda^2 b} \dots\dots\dots(17)$$

ここに、hはラス境界における転位の間隔、Γはラス境界の界面エネルギーである。一方、ラス境界の界面エネルギーΓが、Γ=αGb²/hで与えられるとすると、τは次式で与えられる。

$$\sigma = \frac{\alpha M \pi G b R}{\Lambda^2} \dots\dots\dots(18)$$

ここに、Mはテイラー因子である。鈴木ら¹⁵⁾のフィルタード電子顕微鏡写真を見るとラス境界にはM₂₃C₆とMXが密に析出し、Rは50-2000 nm程度、Λは500 nm程度である。試みにΛ=500 nm、R=1000 nm、G=6245 MPa、b=2.48 nm、α=0.5、M=2.0を式(18)に代入するとσの値は約100 MPa程度となる。本研究で扱ったデータは100 MPa以上であるから、クリープ変形の初期に亜粒界が析出物の拘束から開放されていると考えられる。これに対し、クリープ応力が

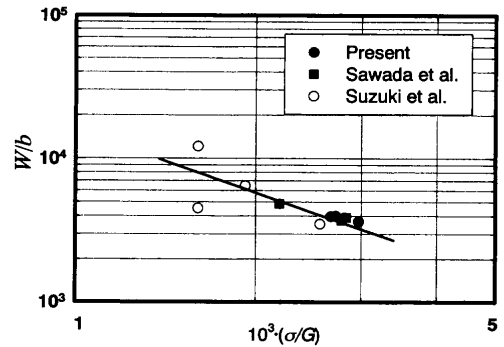


Fig. 12. Relation between normalized subgrain size (*W/b*) at *t/t_r*=1 and normalized stress (*σ/G*).

小さい場合は、ラス境界が移動できないので、析出物の成長によってΛが増加し、ピン止め力が低下しないかぎりラス境界は移動できないから転位密度は減少しないと考えられる。実際、鈴木ら¹⁵⁾が観察したラス組織の異常成長はこの条件に該当すると思われる。このような状況では、二次再結晶と同様なラス組織の異常成長が起こることが推測される。

Fig.12はクリープ破断時 (*t/t_r*=1) のラス幅と規格化応力との関係を図示したもので、図中の直線は定荷重クリープ試験で得られた澤田ら⁹⁾の結果と本研究の結果を基にして描いたもので、破断時のラス幅と応力との関係は *W/b* = *m*(*σ/G*)で表され、*m*の値は16.3である¹⁶⁾。同様な関係が単相材料でも確認されており²⁸⁾、その場合の定数は20である。このことは、応力が100 MPa以上では、改良9Cr-1Mo鋼の亜結晶が *t/t_r*=1において単相材料の定常状態の亜結晶粒径に近いことを示している。鈴木ら¹⁵⁾は、応力が100 MP以上では、亜結晶粒の面積率と亜結晶粒径との関係が正規分布であるが、σ=100 MPの場合には、二つの極大を持つ分布を示し、小さいほうのピークは約1 μm²、大きいほうは7 μm²で、時には数十 μmに達する粗大な亜結晶粒径も存在すると報告している。Fig.12からも明らかなように、小さいほうの亜結晶粒径は *t/t_r*=1のときに期待される亜結晶粒径よりも小さい。この事実は、応力が100 MPaの場合、クリープ破断時に至っても、多くの亜結晶が応力負荷状態で到達する究極のラス幅に到達していないことを示唆している。低応力・長時間後に生じるZ相の出現、下部組織の異常性長、クリープ変形中に生じる析出物のオストワルド成長とクリープ拳動等の関係については、今後更なる研究が必要である。

5. まとめ

改良9Cr-1Mo鋼のクリープ変形にともなう組織の劣化過程を究明する目的で、温度873から923K、応力71から

¹⁶⁾ Gは改良9Cr-1Mo鋼の剛性率で、823<*T*<923Kにおいて *G*(MPa)=-47*xT*(K)+103572)^{8,9)}を用いた。

167 MPaの間でクリープ中断試験を行い、室温硬度とラス幅の変化を測定し、これらの関係を定式化した。得られた結果は以下のようなものである。

- (1) 改良9Cr-1Mo鋼の組織は、静的時効条件では熱的に安定であるが、組織の劣化は歪によって加速される。
- (2) クリープ中断試験でクリープ変形にともなう硬度の変化はクリープ寿命消費率の関数として表され、本文中の式(1)で記述できる。
- (3) 焼戻しラスマルテンサイトの幅は歪の関数であり、両者の関係は式(3)で表される。
- (4) 結晶粒成長モデルを基礎にして焼戻しラスマルテンサイトの成長過程は半定量的に説明できる。
- (5) ラスマルテンサイトの幅の成長にともなう転位密度の低下を仮定し、硬度変化と寿命消費率との関係を説明するモデルを提示した。このモデルを基にして硬度の変化を評価すると、ラス境界の移動によって生じる転位密度の減少によって硬度変化の65%を説明することができる。
- (6) ラス境界に沿って存在する析出物の役割と下部組織の正常および異常成長と関係づけて議論した。

文 献

- 1) ASTM A213-83.
- 2) ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Case 1934. Seamless Modified 9Cr-1Mo Section I.
- 3) K.S.Park, F.Masuyama and T.Endo: *Tetsu-to-Hagané*, **84** (1998), 526.
- 4) K.S.Park, F.Masuyama and T.Endo: *Tetsu-to-Hagané*, **85** (1999), 492.
- 5) K.S.Park, F.Masuyama and T.Endo: *ISIJ Int.*, **41** (2001), S86.
- 6) K.S.Park, F.Masuyama and T.Endo: *J. Jpn. Inst. Met.*, **63** (1999), 597.
- 7) K.Sawada, K.Maruyama, R.Komine and Y.Nagae: *Tetsu-to-Hagané*, **83** (1997), 466.
- 8) K.Sawada, M.Takeda, K.Maruyama, R.Komine and Y.Nagae: *Tetsu-to-Hagané*, **84** (1998), 580.
- 9) K.Sawada, K.Maruyama, Y.Hasegawa and T.Muraki: Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, ed. by T.Sakuma and K.Yagi, Tras Tech Publications, Swiss, (1999), 109.
- 10) E.Cerri, E.Evangelista, S.Spigarelli and P.Bianchi: *Mater. Sci. Eng.*, **A245** (1998), 285.
- 11) K.Hamada, K.Tokuno and T.Takeda: *Nucl. Eng. Des.*, **139** (1993), 277.
- 12) F.Masuyama and N.Nishimura: Proc. 10th Conf. on the Strength of Materials, Jpn. Inst. Met., Sendai, (1994), 657.
- 13) A.Orlova, J.Bursik, K.Kucharova and V.Sklenicka: *Mater. Sci. Eng.*, **A245** (1998), 39.
- 14) H.Kushima, K.Kimura and F.Abe: *Tetsu-to-Hagané*, **85** (1999), 841.
- 15) K.Suzuki, S.Kumai, H.Kushima, K.Kimura and F.Abe: *Tetsu-to-Hagané*, **86** (2000), 550.
- 16) M.Hillert: *Acta Metall.*, **13** (1965), 227.
- 17) W.T.Read, Jr: Dislocations in Crystals, McGraw-Hill, New York, (1953), 155.
- 18) R.Sandstrom and A.Konyr: ICM3, Vol. 2, Cambridge, (1972), 275.
- 19) T.Endo and J.Shi: Proc. 10th Conf. on the Strength of Materials, Jpn. Inst. Met., Sendai, (1994), 665.
- 20) M.Prager: Strength of Materials, ed. by H.Oikawa, K.Maruyama, S.Takeuchi and M.Yamaguchi, JIM, Sendai, (1994), 571.
- 21) C.R.Brinkman, D.J.Alexander and P.J.Maziasz: Presented at the Jt. ASME/IEEE Power Generation Conf., ASME, New York, (1990).
- 22) 高温変形特性データ集, 日本鉄鋼協会編, 東京, (1994), 117.
- 23) S.F.Excell and D.H.Warrington: *Philos. Mag.*, **26** (1972), 1121.
- 24) H.Fukutomi and R.Horiuchi: *J. Jpn. Inst. Met.*, **43** (1979), 1025.
- 25) H.Fukutomi and R.Horiuchi: *J. Jpn. Inst. Met.*, **45** (1981), 574.
- 26) C.S.Smith: *Trans. AIME*, **175** (1948), 151.
- 27) T.Nishizawa, I.Ohmura and K.Ishida: *Mater. Trans., JIM*, **38** (1977), 950.
- 28) J.E.Bird and A.K.Mukherjee and J.E.Dorn: Quantitative Relations between Properties and Microstructures, ed. by D.J.Brandon and A.Rosen, Israel University Press, Jerusalem, (1969), 225.