

改良型9Cr-1Mo鋼の応力急変試験による 運動転位密度の評価

早川 弘之*・寺田 大将*²・吉田 冬樹*³・中島 英治*³・後藤 康史*

Evaluation of Mobile Dislocation Density of Modified 9Cr-1Mo Steel by Stress Change Test

Hiroyuki HAYAKAWA, Daisuke TERADA, Fuyuki YOSHIDA, Hideharu NAKASHIMA and Yasufumi GOTO

Synopsis : The quantitative evaluation of the relationship between creep deformation and microstructure is important in order to improve the accuracy of the residual creep life evaluation of power boilers and turbines. In this study to characterize the creep deformation mechanism of a Modified 9Cr-1Mo Steel used in newly constructed boilers, stress change tests were conducted during creep tests. It was confirmed that the dislocation behavior during the creep tests were in viscous manner because of no instant plastic strain observed at stress increments and transient backward creep behavior after stress reduction. Mobilities of dislocation evaluated by observed backward creep behaviors after stress reductions and internal stresses evaluated by the changes of creep strain rate in stress increments were stable during creep deformation. Mobile dislocation densities were evaluated with the estimated mobilities of dislocation and the changes of creep strain rate in stress increments. Variation of evaluated mobile dislocation densities with creep strain showed same tendency of variation of creep strain rate. Therefore mobile dislocation density is the dominant factor that influences the creep strain rate in creep deformation of this steel. The internal stress of mobile dislocation can be considered to be originated from the line tension of bowing mobile dislocation in this steel.

Key words: creep; modified chromium molybdenum steel; stress change test; dislocation mobility; mobile dislocation density; internal stress.

1. 緒言

火力発電ボイラ・蒸気タービン設備の高温部材として、近年、高Crフェライト系耐熱鋼の開発・実用化が推進されている^{1,2)}。これらの耐熱鋼は固溶強化、析出強化およびマルテンサイト組織による強化を組合わせてクリープ強度が高められており、その微細組織の変化とクリープ変形挙動との関連を定量的に評価することが、耐熱鋼の開発や余寿命評価にとって、今後さらに重要になると考えられる。

応力急変試験はクリープ試験中に応力を変化させる試験であり、クリープ試験から得られるひずみ速度、破断時間および破断伸び等の情報以外に応力急変時の瞬間ひずみやひずみ速度の変化の情報が得られる。これらの情報を基にクリープ負荷応力の有効応力と内部応力への分離および運動転位密度の算出が可能であり、Al-Mg固溶体^{3,4)}、Cu-Al固溶体^{5,6)}およびFe-Mo固溶体⁷⁾でその有効性が確認されている。

本報では、近年、火力発電ボイラの高温部に使用されている改良型9Cr-1Mo鋼(ASME SA213 T91)を対象にクリープ変形挙動と微細組織の変化との関連を評価する一環として、応力急変試験を実施し、クリープ変形挙動について解析を実施した。

2. 実験方法

2.1 供試材および試験片

本研究で用いた供試材は改良型9Cr-1Mo鋼(ASME SA213 T91)であり、Table 1に化学組成を示す。本材料は焼きならし(1045°C-10 min)と焼戻し(780°C-1h)の熱処理が施されており、焼戻しマルテンサイト組織を有している。クリープ試験片は平行部直径6 mmφ、平行部長さ30 mmのつば付き丸棒状クリープ試験片である。

2.2 クリープ試験と応力急変試験

クリープ試験と応力急変試験は容量1.5 ton、レバー比1:10の4連マルチクリープ試験機で実施した。試験中の伸

Table 1. Chemical compositions of steel (ASME SA213 T91) used in this study.

											/mass%	
C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Nb	SOL.Al	N	
0.08	0.23	0.46	0.0014	0.002	8.15	0.05	0.91	0.19	0.007	0.02	0.047	

平成15年4月21日受付 平成15年6月22日受理 (Received on Apr. 21, 2003; Accepted on June 22, 2003)

* 九州電力(株)総合研究所 (Research Laboratory, Kyushu Electric Power Co., Inc., 2-1-47 Shiobaru Minami-ku Fukuoka 815-8520)

*2 九州大学大学院生 (Graduate Student, Kyushu University)

*3 九州大学大学院総合理工学研究院 (Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University)

び測定は、通常のクリープ試験の場合と同様に、つば間の伸びを治具を介して測定した。クリープ試験条件は温度640~700°C、応力39~72 MPaの定荷重試験である。試験片の加熱は3段式電気抵抗炉で行い、温度制御はPID方式である。試験中の温度変動は ± 1 K、試験片平行部に沿った温度差は ± 2 Kであった。

応力急変試験は初期から加速域の真ひずみが約7%までの範囲で5回程度行った。各回の応力急変試験は、初期応力の1%、2%、5%および10%の急増と急減（戻し）を荷重の負荷と除荷をすることによって行った。変位の測定にはストローク長10mm、0.1 μ m精度の高精度リニアゲージを用い、デジタルカウンターを介して、応力急変時には約0.2秒間隔でデータをパソコンへ取り込んだ。この変位測定によるひずみの分解能は $\pm 1.6 \times 10^{-6}$ である。

3. 結果および考察

3.1 クリープ曲線

Fig. 1に各クリープ試験条件でのクリープ寿命消費率（破断時間に対する時間比）とクリープひずみの関係を示す。試験条件によらず、ひずみ速度は最小クリープ速度になるまで低下し、その後、定常クリープ域はほとんど存在しない。また、最小クリープ速度を示した後、加速クリープ域が存在した。クリープひずみに占める加速域の割合が非常に大きい。

3.2 応力急変時の瞬間ひずみ

Fig. 2は応力急変試験の一例で、クリープひずみ6.4%で応力を9.8 MPa急変した時の変位-時間曲線である。急増直後と急減直後に遷移域が存在し、急減時には負の遷移域が観測された。その他の条件においても同様に応力急変直後には遷移域が認められた。

Fig. 3は各クリープ試験条件における応力急変試験によって得られた急変応力量 $|\Delta\sigma|$ と瞬間ひずみ量 $|\Delta\epsilon|$ の関係を示したものである。応力急増時の瞬間ひずみ量 $|\Delta\epsilon^+|$ と急減時の瞬間ひずみ量 $|\Delta\epsilon^-|$ はほぼ一致しており、急変応力量に比例して増加し、その勾配から求められるヤング率は600~700°Cで得られた本材料のヤング率141~165 GPaとほぼ一致した。したがって、応力急変によって生ずる瞬間ひずみは弾性ひずみであることがわかる。

3.3 転位の易動度の評価

Fig. 2に示したように応力急増と急減直後には遷移域が存在し、応力急減時にはひずみ速度が負の遷移域が観測される。本材料はマルテンサイト組織であり、初期転位密度が高く、析出物の分布状態やマルテンサイトラス幅から⁸⁾推察すると、本試験応力 σ と同等となるオローワン応力 σ_{or} ($\sigma_{or} = MGb/\lambda_{cr}$, M : テーラー因子, G : 剛性率, b : バーガースベクトルの大きさ) が発生する障害間隔 λ_{cr} 以下の障害間隔が多数存在し、それらに引っかかり張り出し

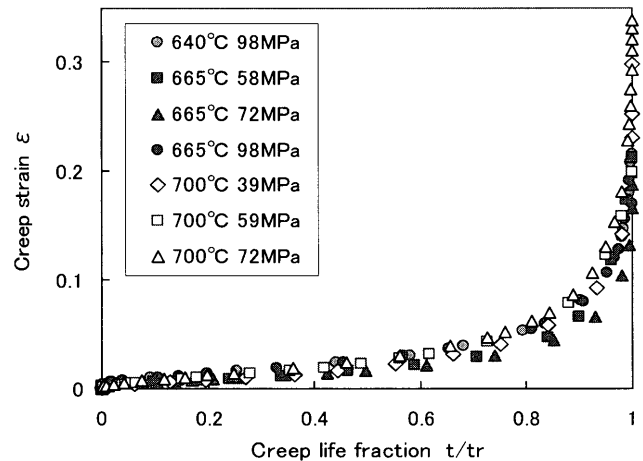


Fig. 1. Relationships between creep life fraction t/tr (normalized by creep rupture time tr) and creep strain ϵ of ASME SA213 T91 Steel on various creep conditions.

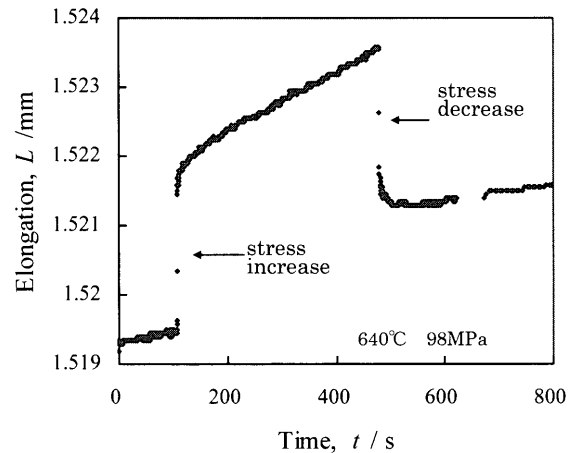


Fig. 2. Variation of elongation with time during 10% stress change at 6.4% creep strain.

て停止している転位が多く存在するものと考えられる。Fig. 4に示すように、せん断応力 τ を受けている転位が障害間隔 λ に運動を阻止され、曲率半径 ρ_0 で張り出した状態で停止している場合を考える。この場合、障害間隔 λ に運動を阻止された転位に働く力はせん断応力 τ による $\tau b\lambda$ と張り出しによる転位の線張力 T の釣り合いから、 $\tau b\lambda = 2T \sin \theta$ の関係にある。ここで、転位の線張力に $T = Gb^2/2$ を用い、Fig. 4に示すように $\sin \theta = \lambda/2\rho_0$ であるから、曲率半径 ρ_0 は $\rho_0 = Gb/2\tau$ となる。ここで、応力を急増すると曲率半径は $\rho_1 = Gb/2(\tau + \Delta\tau)$ となるまで張り出し運動を開始し、 $2\rho_1 < \lambda \leq 2\rho_0$ の障害間隔で張り出しを開始した転位は障害を突破し、 $\lambda \leq 2\rho_1$ の障害間隔で張り出しを開始した転位は曲率半径 ρ_1 となった時点で停止する。 $\lambda \leq 2\rho_1$ の障害間隔の転位が応力急減直後に応力と釣り合うように曲率半径 ρ_1 から ρ_0 に粘性的に負の運動をすることで応力急変直後に遷移域があると考えられる。この考え方に基づき既報において転位の易動度を評価した結果、理論的に求め

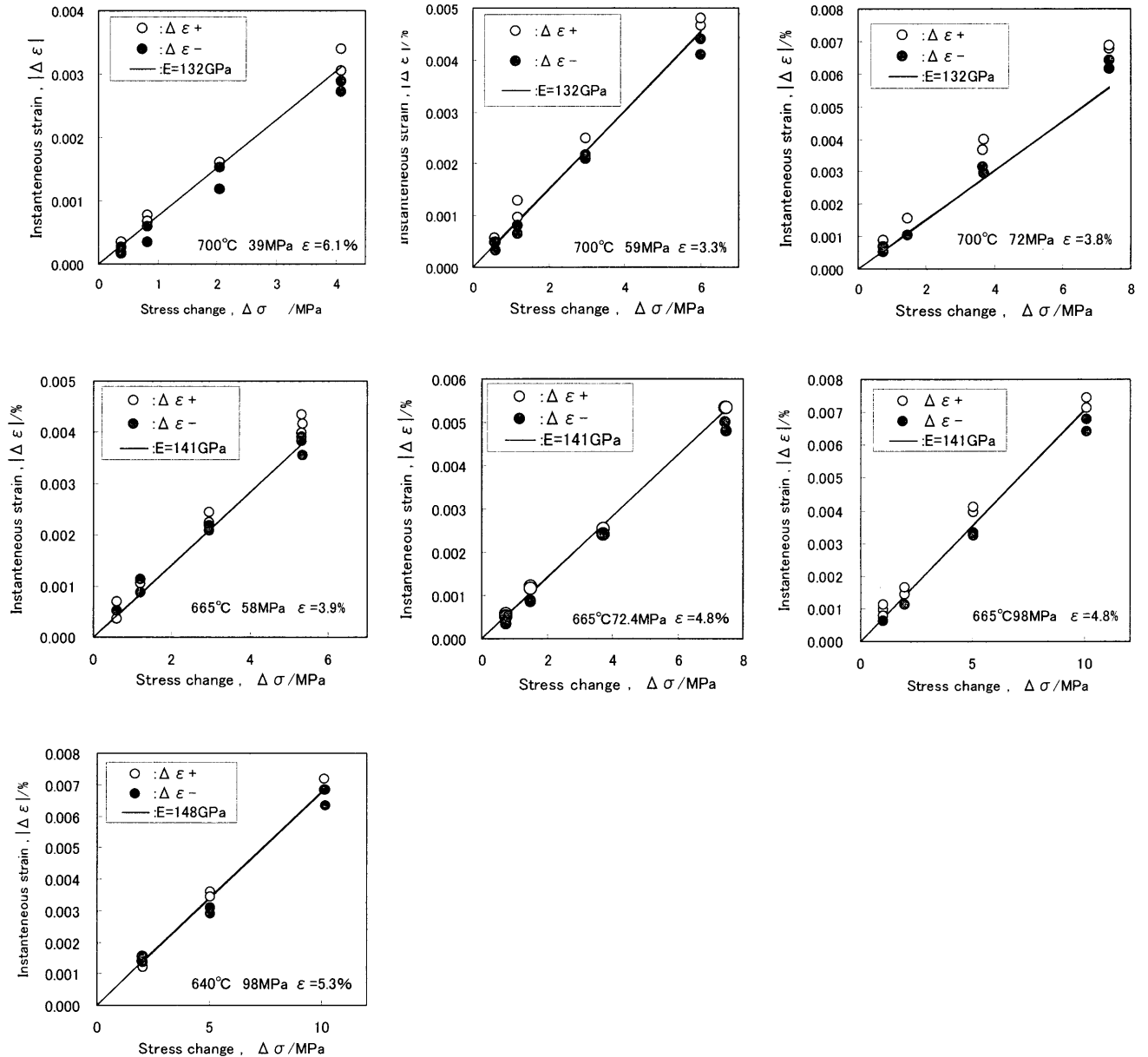


Fig. 3. Relationships between stress change value $|\Delta\sigma|$ and instantaneous strain $|\Delta\epsilon|$ by stress change tests.

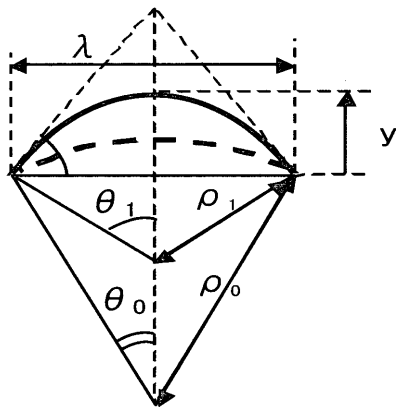


Fig. 4. Variation of curvature radius ρ of a bow-out dislocation trapped in spacing λ of obstacles with stress change from τ to $\tau + \Delta\tau$.

られたFe-Mo鋼の転位の易動度⁹⁾と良く一致することを確認した¹⁰⁾。既報による手法¹⁰⁾に基づいて応力急減時の遷移挙動から評価した各試験条件における転位の易動度とクリープひずみとの関係をFig. 5に示す。クリープ変形に伴う転位の易動度の変化は顕著ではなく、試験温度が高いほど転位の易動度は大きくなる傾向がある。

3.4 運動転位に働く内部応力の評価

応力急変時に顕著な瞬間塑性ひずみは観測されず、応力急変時の遷移挙動は転位が粘性的な挙動をとることで説明づけられることから、運動転位の平均速度は有効応力 σ_e に比例し、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ はオローワンの式を基に次式で表すことが可能である。

$$\dot{\epsilon} = (2/M^2)\rho_m \cdot bB\sigma_e \dots\dots\dots(1)$$

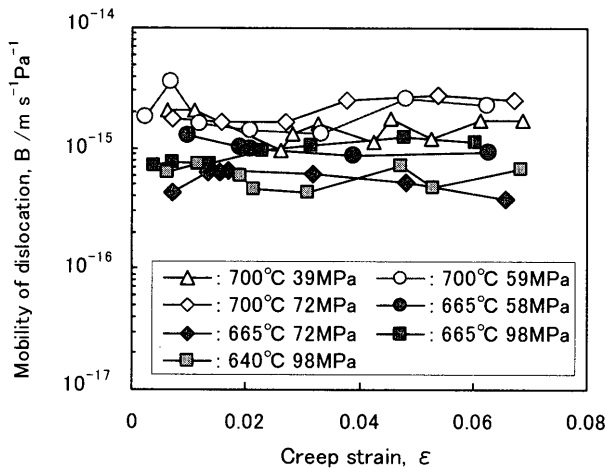


Fig. 5. Variation of mobility of dislocation B with creep strain obtained by stress change tests at various creep conditions.

有効応力 σ_e は負荷応力から内部応力を差し引いたものである。そこで、応力急変前のひずみ速度 $\dot{\epsilon}_1$ は次式のように表すことができる。

$$\dot{\epsilon}_1 = (2/M^2)\rho_m \cdot bB(\sigma - \sigma_i) \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 σ_i は運動転位に働く内部応力である。

応力急増直後の遷移域では、応力急増前に運動していた転位の他に、急増前には負荷応力と釣り合い張り出して停止していた λ_{cr} より小さい障害間隔に引っかかった転位が活動するが、遷移完了後は安定したひずみ速度となっており、その活動は完了しているものと考えられる。この応力急増後の遷移完了時点でのひずみ速度 $\dot{\epsilon}_2$ は次式で表される。

$$\dot{\epsilon}_2 = (2/M^2)\rho'_m \cdot bB(\sigma + \Delta\sigma - \sigma'_i) \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 ρ'_m 、 σ'_i はそれぞれ応力急増時の遷移完了後の運動転位密度と運動転位の内部応力である。

運動転位密度と運動転位の内部応力は急増前と遷移完了後とでは変化していると考えられるが、転位が粘性的な挙動を示すことから $\Delta\sigma$ が微小であれば運動転位密度や内部応力の変化はわずかと考え、 $\dot{\epsilon}_2$ と $\dot{\epsilon}_1$ の変化量を $\Delta\dot{\epsilon}$ とし、式(2)と(3)から運動転位の内部応力 σ_i を次式により求めた。

$$\sigma_i = \sigma - \dot{\epsilon}_1 / (\Delta\dot{\epsilon} / \Delta\sigma)_{\Delta\sigma \rightarrow 0} \dots\dots\dots (4)$$

ここで、応力急変直前の内部応力を求めるために、 $(\Delta\dot{\epsilon} / \Delta\sigma)_{\Delta\sigma \rightarrow 0}$ の値として Fig. 6 に一例を示すように応力急変試験の $\Delta\sigma$ と $\Delta\dot{\epsilon}$ の関係から $\Delta\sigma$ が零での接線の傾きを用いた。Fig. 7 にクリープひずみに対する各試験条件の内部応力分率（内部応力の負荷応力に対する割合）の変化を示す。クリープひずみに対する内部応力分率の変化には顕著な傾向はみられず、また試験温度、応力条件との明瞭な相

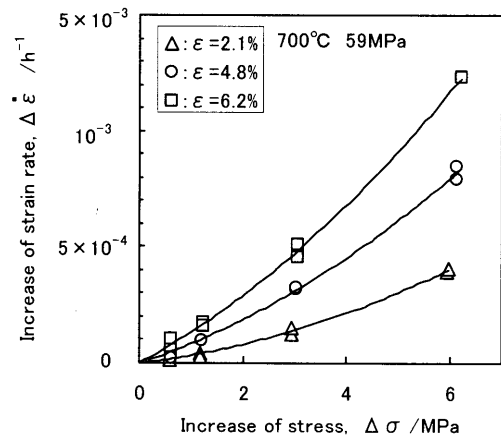


Fig. 6. Increase of stress $\Delta\sigma$ vs. increase of strain rate $\Delta\dot{\epsilon}$ by stress change tests at creep strain $\epsilon=2.1\%$, 4.8% and 6.2% (700°C , 59 MPa).

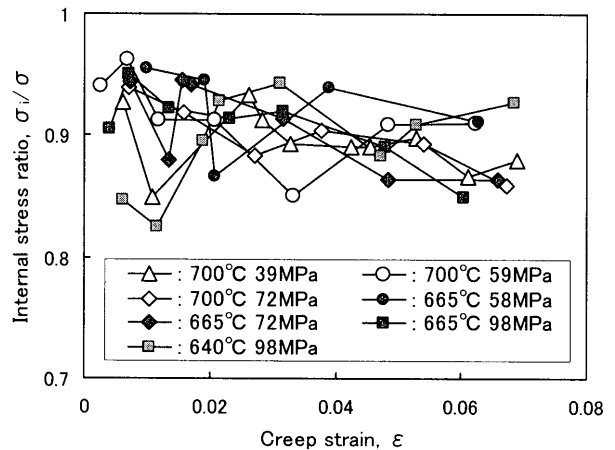


Fig. 7. Variations of internal stress ratio σ_i/σ with creep strain obtained by stress change tests.

関はなく、内部応力分率は83~96%の範囲となった。

3.5 運動転位密度の評価

運動転位密度 ρ_m は式(2)と(4)より次式で表される。

$$\rho_m = (\Delta\dot{\epsilon} / \Delta\sigma)_{\Delta\sigma \rightarrow 0} (M^2 / 2bB) \dots\dots\dots (5)$$

ここで、 $b=2.49 \times 10^{-11}\text{ m}$ 、 $M=2.9$ とした。また、 B には Fig. 5 に示した各試験条件の平均値を用いた。求めた運動転位密度とクリープひずみの関係を Fig. 8 に示す。運動転位密度は応力が大きいほど高く、同じ応力で比較すると温度が高いほど高い傾向にある。

運動転位密度とクリープひずみ速度の変化例を Fig. 9 に示す。運動転位密度は初期に低下し、その後増加傾向を示し、ひずみ速度の変化傾向と一致していることがわかる。

4. 考察

4.1 運動転位に働く内部応力

内部応力分率は試験応力によって明瞭な相関がみられず、クリープひずみの変化にかかわらず、ほぼ90%程度

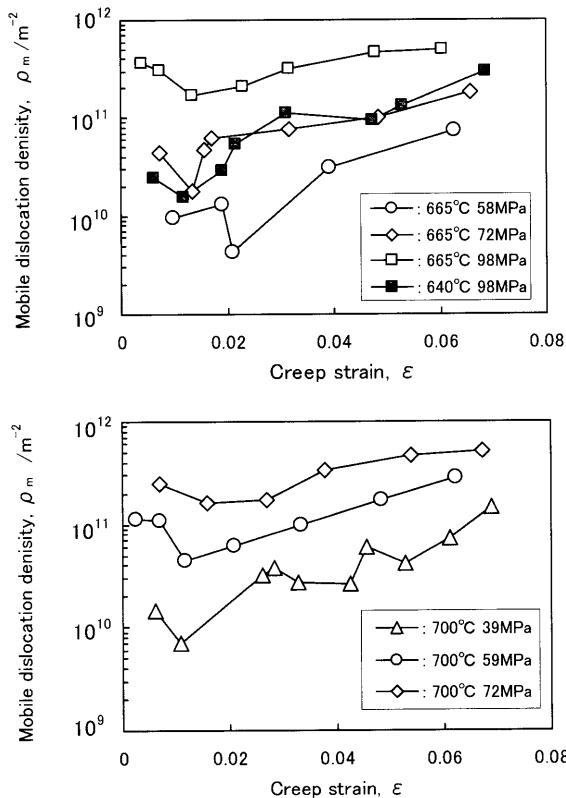


Fig. 8. Variations of mobile dislocation density with creep strain obtained by stress change tests.

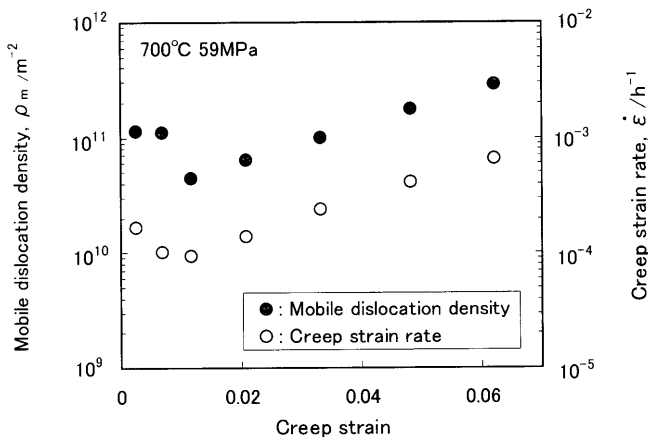


Fig. 9. Variation of creep strain rate and mobile dislocation density with creep strain.

である。一方、運動転位密度はクリープひずみとともに変化していることから、本結果においては運動転位に働く内部応力は運動転位密度と相関がない。また、クリープ中断材のTEM観察結果ではラス粒内の転位密度は $10^{13} \sim 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 程度でクリープひずみとともに減少傾向にあることが報告されており⁸⁾、内部応力が転位間の相互作用によるものであれば、内部応力はクリープひずみの増加とともに減少傾向を示すはずである。そこで、障害物に引っかかった転位が張り出す際に転位の線張力によって運動方向に対し負の力を受けることを運動転位に働く内部応力の発生原因と仮定して考察した。

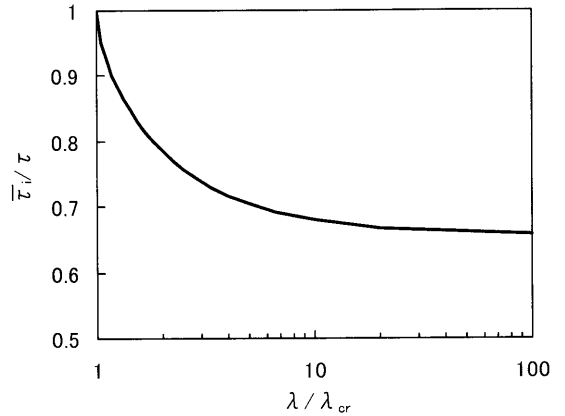


Fig. 10. Relationship between λ/λ_{cr} and calculated average internal stress ratio $\bar{\tau}_i/\tau$.

運動転位は λ_{cr} より大きい障害間隔 λ に引っかかっている転位と考えられ、せん断応力 τ を受けて転位が張り出し運動している過程では転位の線張力によって運動方向に対し負の力が働き、ある曲率半径 ρ の時、転位に有効に働く応力 $\tau_e(\rho)$ は式(6)で表される。

$$\tau_e(\rho) = \tau - Gb/2\rho \dots\dots\dots (6)$$

この時の転位の運動速度 $v(\rho)$ は、 $\lambda_{cr} = Gb/\tau$ の関係を用いて、次式で表される。

$$v(\rho) = B\tau(1 - \lambda_{cr}/2\rho) \dots\dots\dots (7)$$

ρ は y とFig. 4から式(8)の関係で表される。

$$\rho = y/2 + \lambda^2/8y \dots\dots\dots (8)$$

一方、平均内部応力分率 $\bar{\tau}_i/\tau$ は次式で表される。

$$\bar{\tau}_i/\tau = 1 - \bar{v}/(B\tau) \dots\dots\dots (9)$$

ここで、 \bar{v} は転位が運動した $y=0$ から離脱($y=\lambda/2$)までの距離をそれに要した時間 t で除した平均速度である。 t は次式で表されることから、

$$t = \int_0^{\lambda/2} dy/v(y) \dots\dots\dots (10)$$

\bar{v} は、式(7)、式(8)を用いて次式で表される。

$$\bar{v} = \lambda/2 \int_0^{\lambda/2} dy / (B\tau(1 - \lambda_{cr}/2(y/2 + \lambda^2/8y))) \dots\dots\dots (11)$$

したがって、平均内部応力分率 $\bar{\tau}_i/\tau$ は次式で表され、 λ と λ_{cr} によって決まる。

$$\bar{\tau}_i/\tau = 1 - \lambda/2 \int_0^{\lambda/2} (dy / (1 - \lambda_{cr}/2(y/2 + \lambda^2/8y))) \dots\dots\dots (12)$$

Fig.10は λ を λ_{cr} で規格化した場合の平均内部応力分率の計算結果である。平均内部応力分率は λ/λ_{cr} が大きいほど小

さくなるが、 λ/λ_{cr} が100においても平均内部応力分率は約0.66である。本応力急変試験で得られた内部応力分率の上限值96%と下限値83%はFig.10から各々 λ_{cr} の1.54倍と1.03倍の障害間隔 λ で張り出し運動する転位が受ける平均内部応力分率に相当する。応力急変試験で得られた内部応力分率がクリープひずみによって顕著に変化していないことから、運動転位が通過する障害間隔のクリープひずみに伴う変化は大きくないと考えられる。以上のように、本応力急変試験で得られた運動転位の内部応力は λ_{cr} より大きい障害間隔を運動する転位が張り出す時の転位の線張力によるものと考えられることで説明可能である。

4.2 運動転位密度の変化に及ぼす因子

運動転位密度は転位の運動を阻止する障害物の分布変化と対応していると考えられる。障害物としては不動転位や析出物、粒界等が考えられるが、ここでは最も細かく分散していると考えられる析出物を想定し、転位との相互作用が吸引型⁴⁾の場合を考える。転位と析出物の相互作用が吸引型になるのは、母相のbccと析出物の結晶構造が全く異なる場合には妥当な仮定である。この場合、転位が障害物間を通過できるか否かは障害間隔のみによって決まる。

以上のことを前提に応力急変試験によって得られた運動転位密度の変化傾向について考察すると、Fig. 8に示した応力が高いほど運動転位密度が高くなる傾向は、応力が高いほど転位が突破できる臨界間隔 λ_{cr} が小さくなり、より狭い障害間隔でも転位が突破できるためと考えられる。また、温度が高いほど運動転位密度が高くなる傾向は、温度が高いほど剛性率が低くなり転位が突破できる臨界間隔 λ_{cr} が小さくなること、また、高温の方が析出物の粗大化・消失が迅速であることから理解することができる。

本研究による応力急変試験から求めた運動転位密度は報告されているTEM観察による転位密度⁸⁾の1/10以下で、加速域では増加傾向を示している。この理由は、マルテンサイト組織では変態によって多くの転位が存在するが、これらの転位がすべて運動転位ではないこと、また加速域では転位の運動の障害となり得る転位組織の回復や析出物の粗大化・消失により λ_{cr} より大きい障害間隔が増加することで運動可能な転位が増加することが考えられる。加速域では、運動転位の内部応力はクリープひずみに伴い顕著な変化はなく、運動転位密度だけが増加していることから、加速域においても運動転位が通過する障害間隔は λ_{cr} より顕著に大きくはならず λ_{cr} より大きい障害間隔の割合が増す効果が大きいことが考えられる。

今後、転位の運動の障害間隔を決定づける組織的要因を抽出し、運動転位密度の関係について定量的に検討してい

く必要がある。

5. 結言

改良型9Cr-1Mo鋼のクリープ変形機構を応力急変試験により検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

(1) 応力急変時に顕著な瞬間塑性ひずみは観測されず、応力急変時の遷移挙動は転位が粘性的な挙動をとることで説明づけられることから、本試験条件におけるクリープ変形中の転位は粘性的な挙動をしていると考えられる。

(2) 応力急減直後のひずみ速度が大きく変化する負の遷移現象から各試験条件でのクリープひずみと転位の易動度の関係を求めた。その結果、クリープひずみに対する転位の易動度の変化は顕著ではなかった。また、得られた転位の易動度は理論的に求められた値とほぼ一致した。

(3) 応力急増前後のひずみ速度の変化から運動転位の内部応力と有効応力を分離した。内部応力分率はクリープひずみや試験条件による明瞭な傾向は認められず、83~96%の範囲であり、これは運動転位が突破可能な障害間隔を張り出して運動する際に転位の線張力によって受ける負の平均応力と考えることで説明できた。

(4) 応力急増前後のひずみ速度の変化と(2)で得られた転位の易動度から運動転位密度を評価した。その結果、運動転位密度はひずみ速度の変化傾向と一致していることがわかった。

文 献

- 1) F.Abe, M.Igarashi, S.Wanikawa, M.Tabuchi, T.Itagaki, K.Kimura and K.Yamaguchi: Proc. 7th Int. Conf. on Creep and Fatigue at Elevated Temperatures, JSME, Tokyo, (2001), 433.
- 2) S.Yamamoto, T.Kan, M.Igarashi, F.Masuyama, N.Komai and T.Yokoyama: *Therm. Nucl. Power*, **48** (1997), 836.
- 3) H.Yoshinaga, S.Matsuo and H.Kurishita: *J. Jpn. Inst. Met.*, **48** (1984), 35.
- 4) H.Nakashima, K.Iwasaki, S.Gotou and H.Yoshinaga: *J. Jpn. Inst. Met.*, **52** (1988), 180.
- 5) S.Kikuchi, J.Shimizu, H.Baba and M.Adachi: *J. Jpn. Inst. Met.*, **41** (1977), 1272.
- 6) S.Kikuchi, J.Shimizu, Y.Sugie, H.Yokoyama and M.Adachi: *J. Jpn. Inst. Met.*, **41** (1977), 944.
- 7) H.Nakashima, H.Nakagaki, H.Kurishita and H.Yoshinaga: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **27** (1987), 395.
- 8) K.Sawada, K.Maruyama, R.Komine and Y.Nagae: *Tetsu-to-Hagané*, **83** (1997), 466.
- 9) H.Hayakawa, D.Terada, F.Yoshida, H.Nakashima and Y.Goto: *J. Jpn. Inst. Met.*, **69** (2003), 22.
- 10) D.Terada, F.Yoshida, H.Nakashima, H.Abe and Y.Kadoya: Proc. 1st Int. Conf. on Advanced Structural Steels, NIMS, Tsukuba, (2002), 175.