

高Crフェライト鋼の高温での擬弾性挙動解析に基づく組織因子の評価

澤田 浩太*・久保 清*・木村 一弘*

Evaluation of Microstructural Factors of High Chromium Ferritic Steel Based on Analysis of Anelasticity Behavior at High Temperature

Kota SAWADA, Kiyoshi KUBO and Kazuhiro KIMURA

Synopsis : Deformation behavior after abrupt stress loading at 923 K was investigated on ASME-P92 steel in the as tempered condition and after creep. Anelastic deformation originated from elastic bending of lath boundaries occurs in the crept specimen as well as the steel in the as tempered condition. Instantaneous plastic strain after stress increment was not observed up to 200 MPa in the tempered and crept specimen, except for the specimen crept up to tertiary stage in which the instantaneous plastic strain occurs under higher stresses larger than 150 MPa. Magnitude of anelastic displacement after stress reduction decreases with creep deformation, indicating that contribution of lath boundaries to anelastic deformation is small in the crept specimens in contrast with the tempered specimen. Lath boundaries migrate and annihilate during creep, resulting in increase of lath width. Therefore, number of lath boundaries contributing to the anelastic deformation decreases with creep deformation, meaning that anelastic displacement of the crept specimens is lower than that of the tempered specimen. The anelastic displacement decreases with increasing lath width, indicating that evaluating the anelastic displacement can be used as an assessment of change of the lath structure during creep deformation.

Key words : high Cr ferritic steel; creep; anelastic deformation; lath structure.

1. 緒言

環境問題としての二酸化炭素排出量削減のためには、火力発電プラントの発電効率向上が欠かせない。プラントの高効率運転すなわち蒸気条件の高温・高圧化を実現するためには高クリープ強度を有する耐熱鋼が必要である。特に高Crフェライト系耐熱鋼のクリープ強度および耐水蒸気酸化特性の向上を目指した研究が活発に行われている¹⁻⁴⁾。焼戻しマルテンサイト組織を有する高Crフェライト系鋼では、クリープ変形中に転位密度の減少⁵⁾、ラス・ブロック幅の増加^{5,6)}、析出物の成長等が同時に起き、これら組織変化は複雑である。クリープ強度向上のためには、これら複雑な組織変化を定量的に評価し、それに基づいて各組織変化を抑制する合金設計をする必要がある。一方、既に実機で使用されている耐熱鋼の信頼性評価のためには、高温・長期間使用に伴う前述のような組織変化や機械的損傷を定量的に評価し、材質劣化機構を解明する必要がある。

一般に、高Crフェライト鋼においては走査型あるいは透過型電子顕微鏡により、マルテンサイト組織の解析⁷⁾、析出物のサイズ・分布評価⁸⁾が行われている。これらの組織解析では局所的な領域に関する詳細情報が得られる。しかしながら、マルテンサイト組織は複雑で必ずしも均一で

はないと考えられるため、機械的特性と組織を結びつける上では、各局所領域の組織を総合したものを反映した材料全体を表す情報が有用である。ところで、応力急変試験^{9,10)}や応力瞬間負荷試験¹¹⁾などのように、材料に高速で負荷を加え、それに対する応答特性を解析することにより組織情報を得る手法が、高温変形機構を論ずる手段として提案されている。これらの手法で得られる情報は、機械試験によるため材料全体の組織分布を反映したものと考えられる。早川ら¹²⁾は改良9Cr-1Mo鋼において、クリープ変形中の応力急変前後の変形挙動を解析することにより、転位の運動様式、内部・有効応力、可動転位密度、転位の易動度等を評価できることを報告した。著者ら¹³⁾はASME-P92鋼、マルテンサイト組織を持つ各種モデル鋼の熱処理材(変形前)において、高温で応力瞬間負荷試験を行い、Fig. 1¹³⁾に示すようにラス組織(セル構造)の存在が負荷および除荷直後に擬弾性変形を引き起こすこと、さらにラス境界がより多数の析出物で覆われた鋼種では擬弾性変形量が小さいことを報告した。

以上のように、応力急変試験や応力瞬間負荷試験により得られる微小な変形挙動を解析することは、マルテンサイト組織を持つ高Crフェライト鋼の組織評価に有用である。

本研究では、ASME-P92鋼において、クリープ変形途上

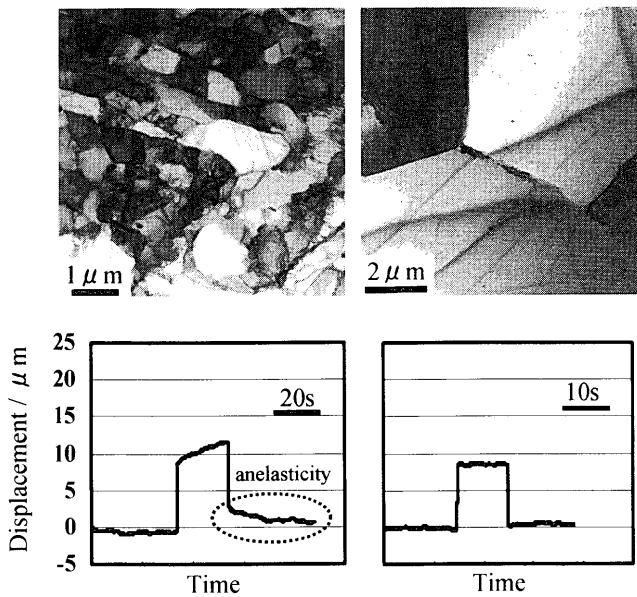


Fig. 1. Deformation behavior at 923K after abrupt stress loading in 9Cr model steels. Applied stress is 100 MPa.

Table 1. Chemical composition (mass%) and heat treatment condition of the steel examined.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V
0.11	0.1	0.45	0.012	0.003	0.17	8.82	0.47	0.19

Nb	W	N	Al	B	Normalizing	Tempering
0.06	1.87	0.047	0.01	0.002	1343 K, 2 h A.C.	1053 K, 2 h A.C.

で試験を中止した試験片を作製し、各試験片において高温で応力瞬間負荷試験を行い、応力負荷前後の微小な擬弾性変形挙動を解析することにより、本鋼のクリープ変形中の組織変化過程を評価することを目的とした。

2. 実験方法

供試鋼はASME-P92鋼であり、化学組成および熱処理条件をTable 1に示す。試験前の硬さはHV216であった。応力瞬間負荷試験では、できるだけ高速で所定の荷重を負荷するために、直径4 mm、標点間距離20 mmの試験片を用いた。したがって、クリープ中断試験も同一の試験片を用い、変形途上で中断し、その後応力瞬間負荷試験に供した。クリープ試験条件は923K・100 MPa（破断時間3738.7 h）とし、1705 h（ひずみ：0.021）および3026 h（ひずみ：0.037）で試験を中断した。なお、中断試験材の平行部ではくびれによる局所的な断面減少は認められなかった。応力瞬間負荷試験には油圧サーボ式試験機（島津サーボパルサEHF-EG50kN・T）を用いた。抱き込み式伸び計（差動トランス付、標点間距離15 mm）により試験片の変位を直接測定した。感度±0.1 mm/Vの差動トランスを使用し、ノイズを平均化処理により取り除いた結果、変位の測定精度は0.5 μmであった。荷重および変位の信号は試験機の制御系

とは別系統で収集し、採取間隔は2 msである。試験温度は923K（大気中）で、試験片の加熱には抵抗加熱炉を用い、±1K以内に制御した。応力瞬間負荷試験は約10～15 MPaの初期応力を負荷した状態から所定の値まで応力を負荷し、20 s間応力を保持した後、初期応力まで除荷するサイクルを繰り返し、段階的に負荷応力を増加させ、最大200 MPaまで行った。負荷に要した時間は最大200 msであり、ひずみ速度に換算すると $1 \times 10^{-3} \sim 7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の範囲である。

クリープ変形前および応力瞬間負荷試験後の中断試験材について透過型電子顕微鏡による組織観察を行った。応力瞬間負荷試験後には最大0.003程度（実測）の塑性ひずみが認められたが、試験時間も短いので応力瞬間負荷試験に供する前と組織はほとんど変わらないと考え組織観察に供した。

3. 結果および考察

3.1 クリープ中断試験

Fig. 2に923 K・100 MPaにおけるクリープ曲線および同条件の中断試験でのクリープ曲線を示す。破断まで行った試験¹⁴⁾では直径10 mm、標点間距離50 mmの試験片を用いたので、本研究での試験片形状と異なるが、Fig. 2(a)より3つのクリープ曲線は良く一致しており、試験片形状の違いはクリープ挙動に影響していない。Fig. 2(b)より、中断時間1705 hおよび3026 hはそれぞれ最小クリープ速度到達時間および加速域に対応していることが分かる。

3.2 応力瞬間負荷に伴う変形挙動

Fig. 3に熱処理材（変形前）および中断試験材に100 MPa、140 MPaの応力を瞬間負荷および除荷した直後の変形挙動を示す。いずれの試験片においても応力負荷に伴い瞬間ひずみが生じ、その後応力を保持している間に時間に依存した変形が生じ、除荷に伴い瞬間ひずみが戻り、その後に時間に依存した変形の戻り、すなわち擬弾性変形を示す。100 MPaでは除荷後に変位はほぼ零に戻るため負荷時に塑性変形は生じていない。一方、140 MPaでは除荷後に変位は零に戻らないことから負荷時に若干のクリープ変形が生じたと考えられる。中断試験材における除荷後の変形の戻り（擬弾性変形）量は、熱処理材に比べて小さい傾向が認められるが、詳細は後述する。Fig. 4は高温・応力下でラス境界が弾性的に張り出す様子を模式的に示したものである。除荷するとラス境界は点線で示す元の位置へ戻る。すなわち、セル構造を持たない組織においては擬弾性が生じないことから(Fig. 1¹³⁾、擬弾性はラス境界の弾性的な張り出しにより起こるものと考えられる。事実、サブバウンダリーの弾性的な張り出しに基づいて理論的に見積もられた内部応力は、応力急減試験法で求められた内部応力とよく一致することが報告されている¹⁵⁾。クリープ中断

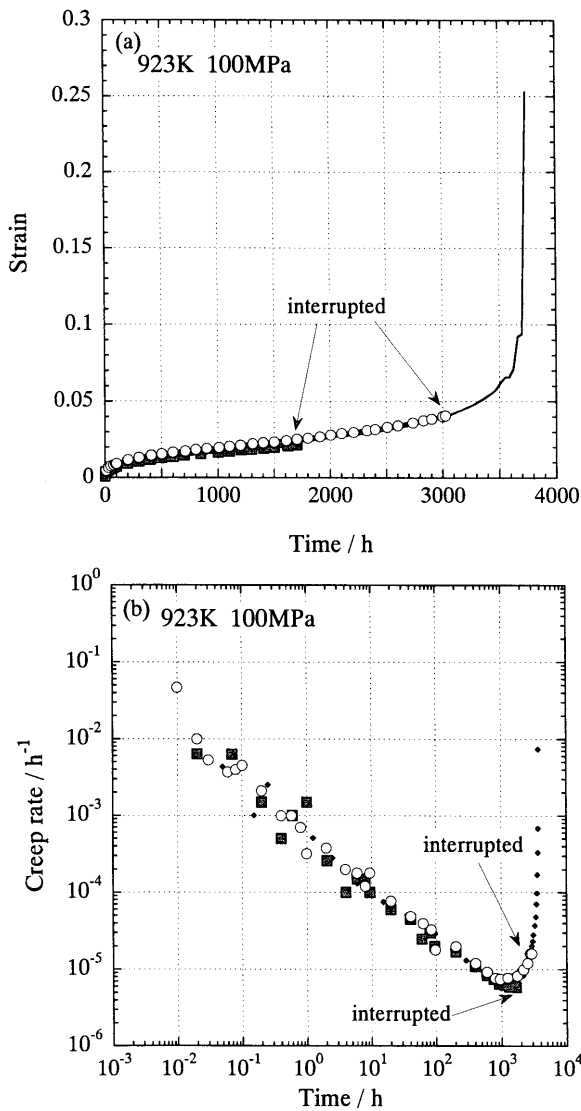


Fig. 2. (a) Creep curve and (b) creep rate-time curve.

試験材の組織は変形前とは当然異なっていると予想されるが、Fig. 3よりいずれも擬弾性が認められていることから、中断試験材でもマルテンサイト組織は保持されていることが推定される。Fig. 3の変形挙動の詳細を解析するために、次項ではFig. 5に示す模式図に従って、応力を負荷および除荷した直後の瞬間変位量、擬弾性による変位量をそれぞれ定量的に比較した。応力負荷後の時間に依存した変位量には、擬弾性変形とクリープ変形が含まれ複雑になっていることから、ここでは擬弾性変形部のみを抽出するために除荷後の変形の戻り量を擬弾性変位量とした。

3.3 瞬間ひずみおよび擬弾性ひずみの比較

Fig. 6に、応力40~200 MPaを負荷した時の瞬間変位 (Fig. 5の①および②) を熱処理材、中断試験材において測定した結果を示す。各試料において瞬間変位量は負荷応力の増加に伴い直線的に増加し、3026h中断試験材を除いて、応力負荷および除荷後の瞬間変位量は全応力範囲で一致している。したがって、3026h中断試験材の高応力域を除いて、応力負荷に伴う瞬間塑性ひずみは生じない。瞬間変位

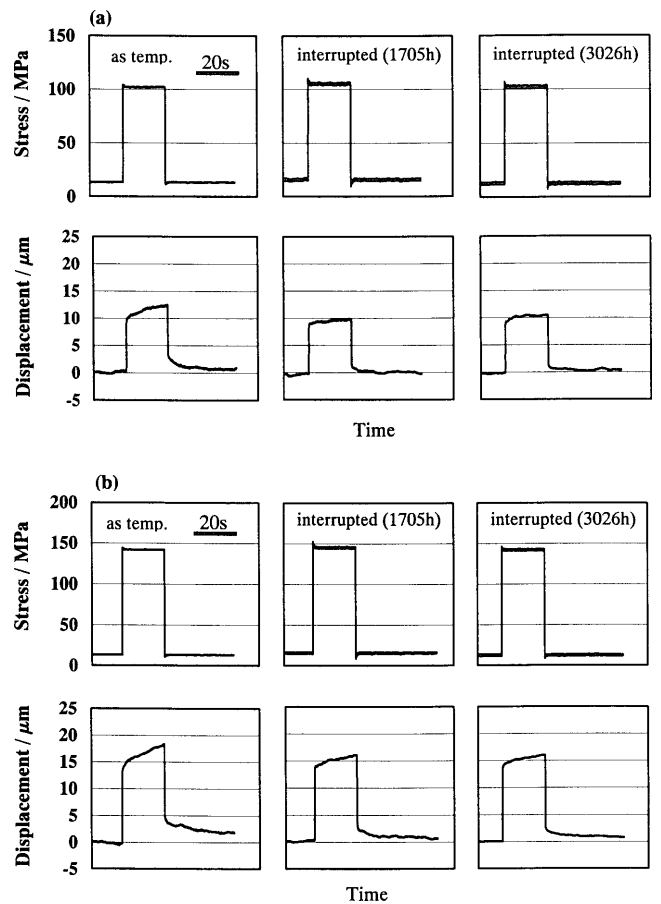


Fig. 3. Deformation behavior upon abrupt stress loading at 923K in the tempered and crept specimens. Applied stress: (a) 100 MPa, (b) 140 MPa.

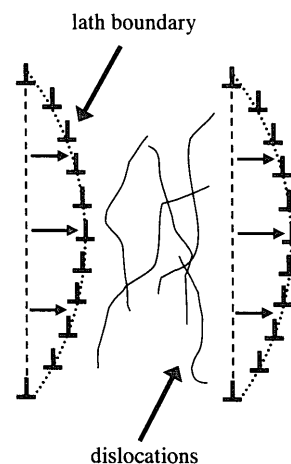


Fig. 4. Schematic interpretation of the elastic bending of lath boundaries under applied stress.

量と応力の関係をほぼ直線と見なせることから、弾性係数を見積もったところ、約142 GPaであり、文献値162 GPa¹⁶⁾に近い値であった。3026h中断試験材では、150 MPa以上の高応力域で、応力負荷後の瞬間変位量が除荷後のそれに比べて大きくなるため、瞬間塑性ひずみが生じていることが分かる。このことは応力瞬間負荷時に転位の長距離運動が起きたことを示している。本鋼の場合、マルテンサイト

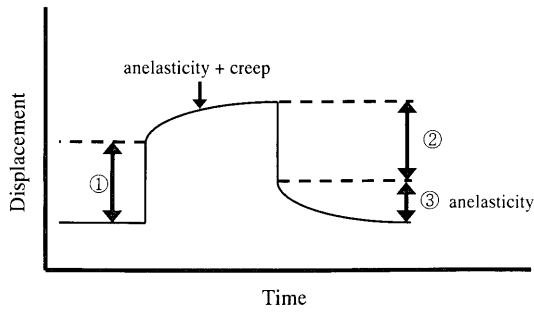


Fig. 5. Schematic illustration of anelasticity upon abrupt stress loading.

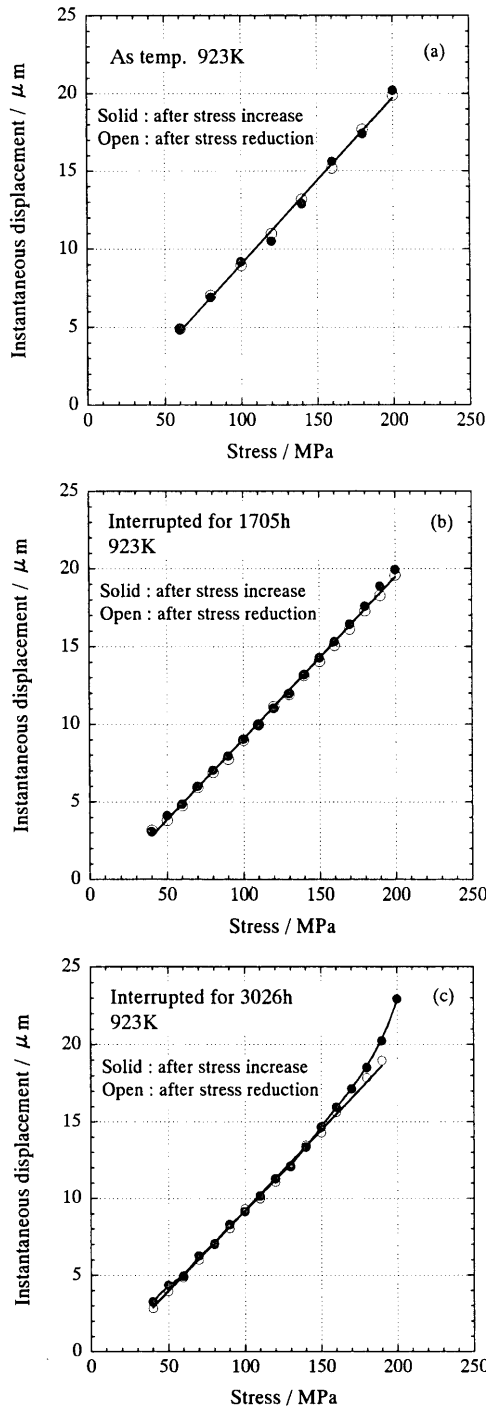


Fig. 6. Relationship between instantaneous displacement and applied stress at 923K in the (a) tempered and (b), (c) crept specimens.

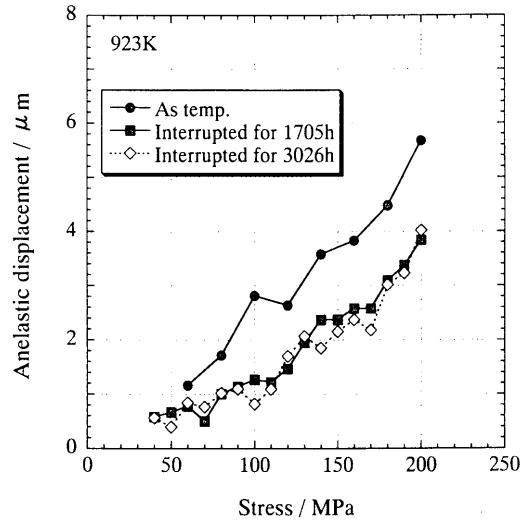


Fig. 7. Relationship between anelastic displacement after stress reduction and applied stress at 923K.

ラス内の可動転位¹⁷⁾の運動が瞬間塑性ひずみを引き起こすと考えられ、可動転位の障害物としてはラス内のMX炭窒化物および不動転位がある。熱処理材および1705h中断試験材では、障害物が可動転位の長距離運動を抑制しているのに対して、Fig. 2に示すように、3026h中断試験材はクリープの加速域で中断しており、加速を引き起こす組織変化のうち、MX炭窒化物の成長は遅く1705~3026hの間の粒子サイズ変化は極めて小さいため¹⁸⁾、特にラス内の不動転位密度の減少が可動転位の長距離運動を容易にしたものと考えられる。瞬間塑性ひずみを生じる応力は、クリープの加速域での弱化の程度を推定する指標になり得ると思われる。

Fig. 7に、40~200 MPaの負荷応力を除荷した後の擬弾性変位量 (Fig. 5の③) を熱処理材、中断試験材において測定した結果を示す。各試料において擬弾性変位量は負荷応力の増加に伴い増加する。また、中断試験材の擬弾性変位量は熱処理材のそれに比べて全応力範囲で小さい。3026h中断試験材の擬弾性変位量は1705h中断試験材のそれとあまり変わらない。本鋼の擬弾性はラス境界の弾性的な張り出しによって起きていると考えられるため¹³⁾、Fig. 7の結果から中断試験材ではラス境界の張り出し量が熱処理材に比べて小さいと考えられる。中断試験材のラス境界上では、クリープ変形によってM₂₃C₆やMX炭窒化物の成長、Laves相の析出が起きている¹⁹⁾。Laves相の析出数密度はM₂₃C₆の1/30程度²⁰⁾であることから、ラス境界のピン止め効果への寄与は小さく、ここではM₂₃C₆およびMX炭窒化物の成長のみを考慮する。中断試験材では析出物の凝集粗大化のため、ラス境界のピン止め効果は熱処理材に比べて小さく、むしろラス境界は張り出し易い状況にあると考えられ、これはFig. 7の結果と矛盾する。そこで次項において、熱処理材および中断試験材のラス組織観察結果とFig. 7との関係を検討する。

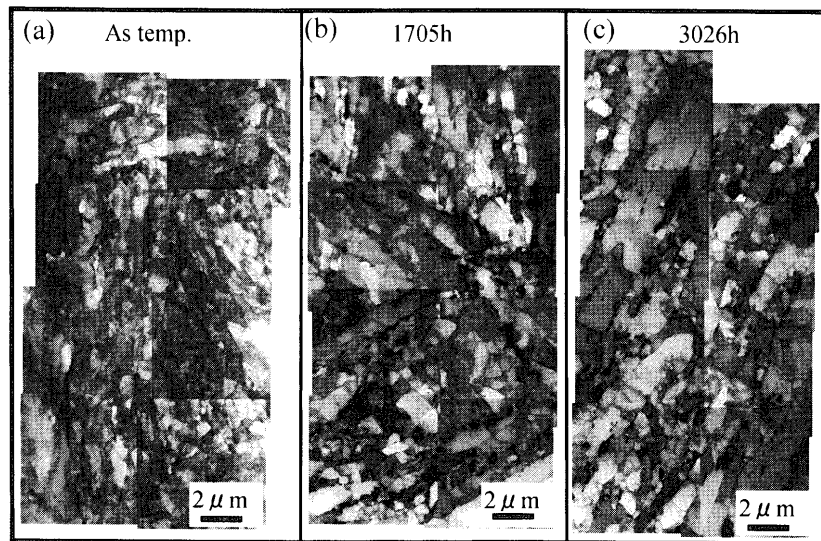


Fig. 8. Change of lath structure during creep at 923K under 100 MPa.

3.4 クリープ変形に伴う組織変化と擬弾性挙動

Fig. 8に熱処理材、1705h中絶試験材および3026h中絶試験材のTEM観察結果を示す。クリープ変形により、明らかにラス組織が回復していることが分かる。1705h中絶試験材と3026h中絶試験材のラス組織にはあまり大きな差は認められない。前項で述べたように、クリープ変形により析出物の成長も認められる。熱処理材、1705h中絶試験材および3026h中絶試験材の平均ラス幅は、それぞれ0.33 μm、0.50 μm、0.55 μmであり、これはクリープ変形によりラス境界の移動、合体消滅が起こり、ラス境界の数が減少することを示唆する。つまり、中絶試験材では擬弾性変形に寄与するラス境界の数が減少しているために、Fig. 7に示すように熱処理材に比べて擬弾性変位量が小さいと考えられる。ところで、ラス幅 d とラス内の転位密度 ρ の間には下記の関係があることが分かっている^{21,22}。

$$\rho = \frac{B}{d^2} \dots\dots\dots(1)$$

ここで B は定数である。クリープ中にはラス内の転位密度の減少も起こり、ラス内転位が擬弾性挙動に影響を及ぼす可能性もある。しかし、硬さがHV132で転位密度が本鋼に比べて大幅に低いと推定され、かつセル構造を持つ9Cr-3Coモデル鋼において、同一応力下で本鋼と同程度の擬弾性変形量が確認されていることから¹³、ラス（セル）境界が擬弾性変形の主要原因と考えられる。3.3で述べたように、クリープ変形中にラス境界上で起きる析出物の凝集粗大化による析出密度減少は、ラス境界の弾性的な張り出しを起こし易くするが、クリープ変形によるラス境界そのものの減少が擬弾性変位量の減少に寄与する効果がより大きいため、Fig. 7の結果を示したものと考えられる。Fig. 9に、100~180 MPaの負荷応力を除荷した後の擬弾性変位量（Fig. 5の③）と平均ラス幅の関係を示す。ラス幅の増加

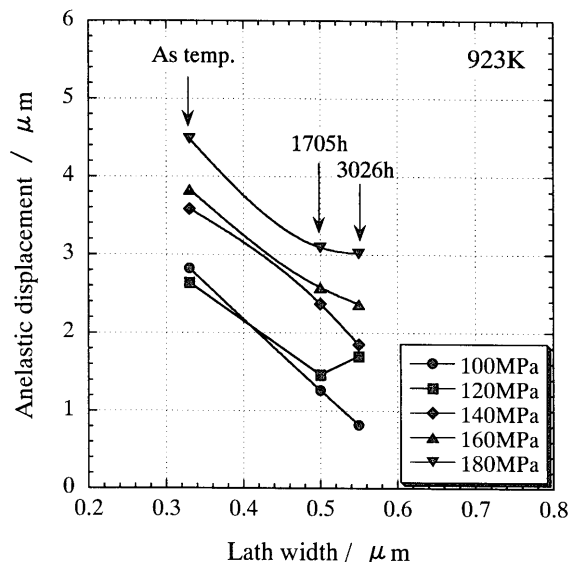


Fig. 9. Relationship between anelastic displacement and average lath width in the tempered and crept specimens.

（ラス境界の減少）に伴い擬弾性変位量は減少していることが分かる。このように、擬弾性変形量を定量化することによって、ラス組織の回復の程度を推定することができる。

4. 結言

ASME-P92鋼のクリープ中絶試験材において、応力瞬間負荷試験に伴う微小変形挙動を解析することによって以下の結果が得られた。

(1) 熱処理材、中絶試験材（1705hおよび3026h）ともに応力瞬間負荷・除荷後にラス境界の存在に起因する擬弾性が認められた。したがって、中絶試験材においてもラス組織は大きくは崩れていないことが組織観察によらずに

推定できる。

(2) 熱処理材, 1705 h 中断試験材において, 応力瞬間負荷および除荷に伴う瞬間ひずみは広い応力範囲で一致していることから, 瞬間塑性ひずみは生じない。3026 h 中断試験材では約 150 MPa 以上で瞬間塑性ひずみが認められ, これはクリープ変形によるラス内析出物の粗大化および不動転位密度の減少が顕著になり, 可動転位の長距離運動が可能になったためと考えられる。

(3) 中断試験材の応力除荷後の擬弾性変形量は, 広い応力範囲で熱処理材に比べて小さい。中断試験材の平均ラス幅は熱処理材に比べて大きく, クリープ変形により擬弾性変形に寄与するラス境界の数が減少し, 結果として擬弾性変形量が小さくなる。平均ラス幅と擬弾性変形量の間には相関が認められ, 擬弾性変形量変化でラス幅の変化を推定できる可能性がある。

文 献

- 1) F.Abe, H.Okada, S.Wanikawa and M.Tabuchi: Proc. 6th Liege Conf. on Materials for Advanced Power Engineering, ed. by J.Lecomte-Beckers *et al.*, Forshungs-zentrum, Jülich GmbH, Jülich, (1998), III, 1397.
- 2) M.Staubli, K-H.Mayer, W.Giselbrecht, J.Stief, A.DiGianfrancesco and T-U.Kern: Proc. 6th Liege Conf. on Materials for Advanced Power Engineering, ed. by J.Lecomte-Beckers *et al.*, Forshungs-zentrum, Jülich GmbH, Jülich, (1998), II, 1065.
- 3) M.Igarashi: *Materia*, **42** (2003), 266.
- 4) Y.Kadoya: *Materia*, **42** (2003), 276.
- 5) K.Sawada, K.Maruyama, R.Komine and Y.Nagae: *Tetsu-to-Hagané*, **83** (1997), 466.
- 6) Y.Hirakawa, Y.Kadoya and H.Nakashima: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 1227.
- 7) F.Yoshida, D.Terada, H.Nakashima, H.Abe, H.Hayakawa and S.Zaefferer: Proc. of 3rd Conf. on Advances in Material Technology for Fossil Power Plants, The Institute of Materials, London, (2001), 143.
- 8) P.Hofer, H.Cerjak, B.Schaffernak and P.Warwichler: *Steel Res.*, **69** (1998), 343.
- 9) H.Oikawa: *Philos. Mag.*, **A 37** (1978), 707.
- 10) H.Yoshinaga, S.Matsuo and H.Kurishita: *J. Jpn. Inst. Met.*, **48** (1984), 35.
- 11) F.Yoshida and H.Nakashima: *Key Eng. Mater.*, **171-174** (2000), 261.
- 12) H.Hayakawa, D.Terada, F.Yoshida, H.Nakashima and Y.Goto: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 1076.
- 13) K.Sawada, K.Kimura and F.Abe: *Mater. Sci. Eng.*, **A358** (2003), 52.
- 14) NIMS Creep Data Sheet, No. 48, National Institute for Materials Science, Tokyo, (2002).
- 15) A.S.Argon and S.Takeuchi: *Acta Metall.*, **29** (1981), 1877.
- 16) DATA PACKAGE FOR NF616 FERRITIC STEEL (9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb) Second Edition, ed. by Nippon Steel Corporation, 1994.
- 17) H.Nakashima, F.Yoshida and H.Abe: *Materia*, **39** (2000), 422.
- 18) K.Sawada, K.Kubo and F.Abe: *Mater. Sci. Technol.*, **19** (2003), 732.
- 19) J.Hald and L.Korcakova: *ISIJ Int.*, **43** (2003), 420.
- 20) 竹田正明: 東北大学大学院工学研究科修士論文, (1999), 42.
- 21) Y.Kadoya and E.Shimizu: *Tetsu-to-Hagané*, **86** (2000), 189.
- 22) K.Sawada, M.Takeda, K.Maruyama, R.Ishii, M.Yamada, Y.Nagae and R.Komine: *Mater. Sci. Eng.*, **A267** (1999), 19.