

令和 3 年 6 月 16 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2018～2020

課題番号：18H01739

研究課題名（和文）高温における亜粒界強化機構の解明

研究課題名（英文）Elucidation of subgrain boundary strengthening mechanism at high temperature

研究代表者

中島 英治（Nakashima, Hideharu）

九州大学・総合理工学研究院・教授

研究者番号：80180280

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,500,000円

研究成果の概要（和文）：本研究はクリープ変形における亜粒界強化のメカニズムの解明を目的とする。フェライト系耐熱鋼について、固溶強化型合金の高温変形において確立された試験方法と理論的取扱いを応用して亜粒界による抵抗理論モデルの構築を行った。独自に開発した超高精度単軸クリープ試験により 10^{-10} s⁻¹オーダーの極低速クリープ変形の測定に成功した。これにより、高応力と低応力では最小ひずみ速度の応力依存性が異なることを明らかにした。また、超高精度クリープ試験法によって応力急変試験を行った結果、瞬間塑性ひずみ生じることが明らかとなり、フェライト系耐熱鋼は内部応力支配の変形挙動を示すことが明らかとなった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究により、フェライト系耐熱鋼における亜粒界強化メカニズムは高応力域と定応力域で異なることが明らかとなった。このことは同材料の実用応力域とこれまで加速試験が行われていた応力域では変形メカニズムが異なることを意味しており、今後、実用条件下での同材料の余寿命予測において重要な知見となることが期待される。

研究成果の概要（英文）：The purpose of this study is to elucidate the mechanism of subgrain boundary strengthening in creep deformation. For ferritic heat-resistant steels, a resistance theory model based on subgrain boundaries was constructed by applying the test methods and theoretical handling established for high-temperature deformation of solid solution reinforced alloys. We succeeded in measuring ultra-low strain rate creep deformation on the order of 10^{-10} s⁻¹ by our original ultra-high precision uniaxial creep test. From this, it was clarified that the stress dependence of the minimum strain rate differs between high stress region and low stress region. In addition, as a result of performing a stress sudden change test by the ultra-high precision creep test method, it was clarified that instantaneous plastic strain occurs, and that ferritic heat-resistant steel exhibits deformation behavior controlled by internal stress.

研究分野：高温強度学

キーワード：クリープ 亜粒界 耐熱鋼

1. 研究開始当初の背景

高温で金属に荷重がかかると、時間の経過とともに塑性ひずみが増加するクリープ変形が生じる。クリープ変形は、ひずみの時間変化量であるひずみ速度によって特徴づけられ、ひずみ速度は材料内部組織とその動的変化に強く依存する。中でも、亜粒界の存在状態がひずみ速度に密接に関係していることは古くから知られており、亜粒界による抵抗力(非熱的降伏応力) σ_{sg} は、 $\sigma_{sg} = 10 \sim 11 Gb / \lambda$ (G: 剛性率, b: バーガースベクトルの大きさ, λ : 亜粒界の間隔) という経験式で見積もられる。興味深いことに、この経験式から得られる抵抗力は同じ間隔で存在する第2相粒子による分散強化に比べて3~4倍も大きいものであるが、10~11という係数の物理的意味は全く不明であり、なぜ亜粒界によってこのような大きな変形抵抗が生まれるのかというメカニズムは未解明である。このように、亜粒界強化については経験的な理解に留まっているにも関わらず、たとえば、産業上最も重要な耐熱金属材料のひとつであるフェライト系耐熱鋼では、亜粒界(マルテンサイトラス)をクリープ強化の主要素とした組織設計がなされており、得られる高温強度に対する学問的根拠が欠落した状態といえる。

2. 研究の目的

以上のような学術的背景を踏まえ、本研究では、「高温において材料中を運動する転位に対して、亜粒界は『どのようなメカニズムで』『どの程度の』抵抗を生じているのか」という点を研究の核心をなす学術的「問い」に掲げ、亜粒界による粘性抵抗の定式化と理論モデルの構築・一般化を通じて、上記の「問い」に対する回答を得ること目的とする。

3. 研究の方法

本研究では、申請者らがフェライト系耐熱鋼について明らかにした実験事実から導かれた、「亜粒界の存在によって転位が受ける抵抗力は転位の運動速度に応じて変化し、極めてゆっくりと転位が運動する状況下においては、その抵抗力が失われる」という仮説の検証を出発点とする。実用耐熱鋼として用いられる ASME 規格 Grade 91 鋼に対し、試験温度 650、試験時間 2.7×10^5 s、試験応力 30 MPa ~ 110 MPa で単軸引張クリープ試験を実施した。ここで、極低応力での高精度クリープ試験を可能とするために新たな試験装置を考案した。この試験装置では、変位分解能の問題を解決するため、変位計を従来使用していたリアゲージ(変位分解能 1 μ m)から分光干渉レーザー変位計(変位分解能 10 nm)に変更した。さらに、熱膨張・収縮の影響を低減するため、従来では一試験につき1本の試験片を使用していたところを、本実験では一試験につき2本用いて、それぞれを密着させた状態で、片側の試験片にのみ負荷をかける装置構成を考案した。これにより、一方の試験片にはクリープ変形と熱膨張・収縮による変形、もう一方の試験片には熱膨張・収縮による変形のみが生じ、その差分を測定することで、純粋なクリープ変形のみが取得可能であると期待される。以後、改良前の試験装置を従来装置と呼び、改良後の装置を新規装置と呼ぶ。

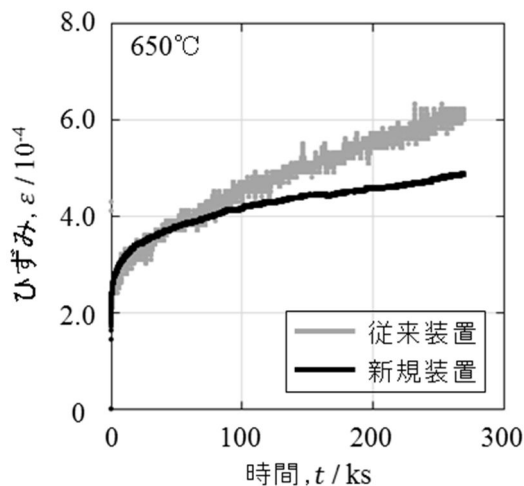


図1 ひずみ-時間曲線

4. 研究成果

図1に、従来装置および新規装置による650 - 30 MPaでのクリープ変形のひずみ-時間曲線を示す。従来装置では変位分解能の低さに加えて、熱膨張・収縮の影響を受けてひずみが大きく変動している。ひずみ速度はひずみ-時間曲線の時間微分値であるため、このデータから正確なひずみ速度を評価することは非常に困難である。一方、新規装置では、従来装置と比較して非常に滑らかな曲線が得られている。この曲線ではひずみ速度の定量評価が可能となり、試験中断時点(2.7×10^5 s)におけるひずみ速度は $2.9 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ であった。このように、新規装置を用いることで、

10^{-10} s^{-1} オーダーの極低ひずみ速度クリープ変形を短時間試験で評価することに成功した。この新規装置を用いて、650 - 30, 50, 70, 90, 110 MPa の条件でひずみ-時間曲線を取得し、最小ひずみ速度の応力依存性を評価した結果を図2に示す。ただし、本研究では試験終了時点($2.7 \times 10^5 \text{ s}$)におけるひずみ速度を最小ひずみ速度と定義した。図2では、応力域によって異なる最小ひずみ速度の応力依存性が見られた。ここで、本研究でのクリープ試験時間は非常に短時間であり、試験中の微細組織変化は無視できるほどに小さい。したがって、図2の最小ひずみ速度の応力依存性の変化は、低応力域と高応力域でのクリープ変形機構そのものの違いによると結論できる。

低応力域と高応力域での具体的な変形機構を考察するため、クリープ試験中に応力を $\Delta\sigma$ だけ急変し、その際に生じる瞬間塑性ひずみ $\Delta\varepsilon$ を測定する応力急変試験を実施した。瞬間塑性ひずみの有無により、転位が高速移動と障害物での停止を繰り返す場合(回復律速)と転位が有限の速度で粘性運動する場合(すべり律速)に大別できる。本研究では、クリープ試験開始から $2.7 \times 10^5 \text{ s}$ 後に応力 $\Delta\sigma=1, 2, 5, 10 \text{ MPa}$ を負荷・除荷した際に生じた $\Delta\varepsilon$ を低応力域(50 MPa)と高応力域(110 MPa)のそれぞれの条件で測定した。図3に応力急変試験で得られた $\Delta\sigma$ と $\Delta\varepsilon$ の関係を示す。同じ応力変化量に対して、低応力域では瞬間塑性ひずみはほぼ検出されず、一方で、高応力域では瞬間塑性ひずみが生じていることがわかる。したがって低応力域と高応力域では転位の運動様式が異なり、低応力域ではすべり律速が、高応力域では回復律速が支配的な転位クリープが生じていると結論された。

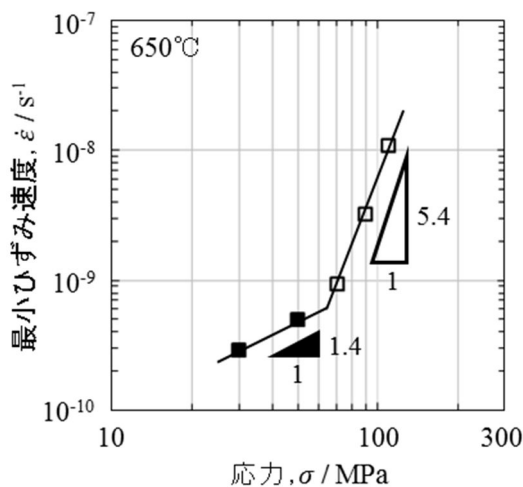


図2 最小ひずみ速度の応力依存性

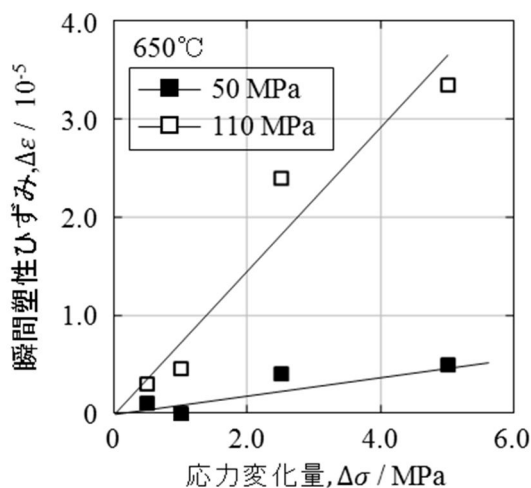


図3 同一応力変化量に対する瞬間塑性ひずみの有無

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 1件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 山崎重人, 光原昌寿, 中島英治
2. 発表標題 クリーブ試験の改良と応用
3. 学会等名 鉄鋼協会「高温材料の高強度化」第4回研究会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 山崎重人
2. 発表標題 高精度クリーブ試験による フェライト系耐熱鋼の変形挙動評価
3. 学会等名 日本材料学会 2020年度第4回高温強度部門委員会（招待講演）
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 加藤由輝, 山崎重人, 光原昌寿, 中島英治
2. 発表標題 高ひずみ分解能単軸クリーブ試験による極低ひずみ速度変形挙動の評価
3. 学会等名 平成30年度日本金属学会・日本鉄鋼協会・軽金属学会九州支部合同学術講演会
4. 発表年 2018年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	山崎 重人 (Yamasaki Shigeto) (00804741)	九州大学・総合理工学研究院・助教 (17102)	

6. 研究組織（つづき）

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究 分 担 者	光原 昌寿 (Mitsuhara Masatoshi) (10514218)	九州大学・総合理工学研究院・准教授 (17102)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関