

研究種目：基盤研究 (B)

研究期間：2007～2009

課題番号：19360318

研究課題名 (和文) 耐熱構造材料の極低ひずみ速度試験法の開発と余寿命評価

研究課題名 (英文) Development of Ultra Low Strain Rate Creep Testing Method and Creep Life Assessment of Heat Resistant Structural Materials

研究代表者

中島 英治 (NAKASHIMA HIDEHARU)

九州大学・大学院総合理工学研究院・教授

研究者番号：80180280

研究成果の概要 (和文) : 本研究では、耐熱構造材料の実用環境下での高温変形挙動を明らかにするために、極低ひずみ速度試験法としてコイルばねクリープ試験法を開発し、Sn系合金、アルミニウム合金、オーステナイト系ステンレス鋼およびフェライト系耐熱鋼の各種金属材料の高温変形挙動を調査した。その結果、いずれの試料においても明瞭なクリープ曲線を得ることができ、従来の単軸クリープ試験法よりも100倍以上も低いひずみ速度領域の変形挙動を捉える事ができた。

研究成果の概要 (英文) : In this study, in order to clarify a high temperature deformation behavior of heat resistant structural materials, a helical spring creep testing method as an ultra low strain rate creep test was developed. Furthermore, the high temperature deformation behavior of tin alloys, aluminum alloys, austenitic stainless steels and ferritic heat resistant steels were investigated. As these results, we could obtain clear helical spring creep curves, and get the high temperature deformation behavior at ultra low strain rate which is 100 times lower than uniaxial tensile creep testing method.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	13,000,000	3,900,000	16,900,000
2008年度	1,500,000	450,000	1,950,000
2009年度	1,500,000	450,000	1,950,000
年度			
年度			
総計	16,000,000	4,800,000	20,800,000

研究分野：構造材料物性学

科研費の分科・細目：材料工学 構造・機能材料

キーワード：耐熱構造材料、極低ひずみ速度、高温変形、クリープ、余寿命評価

1. 研究開始当初の背景

高温における金属材料の変形挙動は格子欠陥の運動に拡散が関与するため非常に複雑な物理現象である。しかしながら、多くの発電プラントや機械構造物に金属材料が用いられており、その変形挙動や破壊挙動を明らかにすることは必要不可欠である。現に、国内における火力発電プラントの使用は20年を超えており、高温・長時間の材料の寿命予測が重要視されている。

現在、高温構造材料の長時間変形特性を評価する方法として、負荷応力を一定とした単軸引張クリープ試験が実施されている。特に日本においては独立行政法人 物質・材料研究機構において超長時間クリープが実施されている。この研究成果は世界的に貴重な価値あるデータとして高く評価されており、学術的にも非常に重要である。しかし、このような超長時間にわたる試験を今後も継続することは非常に困難であり、今日の材料開発のスピードに対応できないと考えられる。したがって、長時間のクリープ変形挙動すなわち、極低ひずみ速度変形挙動を従来よりも短時間の測定によって明らかにすることができれば、工業的にも重要な知見が得られると期待される。

2. 研究の目的

本研究では上記に示した背景のもと、新たな極低ひずみ速度変形領域における高温材料試験法を開発するとともに、得られた結果を用いて未開拓の極低ひずみ速度変形領域における高温材料科学を構築することを最終目標としている。

一般に、金属材料の高温・長時間すなわち低ひずみ速度での変形は、拡散クリープによって起こると考えられている。しかしながら、このような低ひずみ速度領域における実験は従来法である単軸引張クリープ試験では、測定精度の問題で行うことが困難である。

そこで本研究では、従来法とは異なる極低ひずみ速度領域のクリープ変形挙動を明らかにするために、コイルばねクリープ試験法を採用し、高精度に測定するための測定手法ならびに測定装置を製作することを第一の目的とした。さらに、本測定手法を用いることによって種々の金属材料の極低ひずみ速度変形挙動を捉えることを第二の目的とし、本領域における変形機構について検討することを最終目的として研究を実施した。

3. 研究の方法

本研究で採用したコイルばねクリープ試

験について説明する。コイルばねクリープ試験は、試験片をコイルばね状にすることで、平行部長さを従来の単軸引張試験片よりも長くすることができるため、クリープに伴う変位を測定することより極微小のひずみを捉えることが可能な試験法となる。

コイルばねクリープ試験でのせん断応力とせん断ひずみの関係は以下のように表される。コイルばねの線径を d 、コイル径を D 、荷重を P 、試験前のピッチ間隔からの増加量を δ とするとコイルばね表面におけるせん断応力 τ とせん断ひずみ γ は、それぞれ

$$\tau = \frac{8PD}{\pi d^3} \quad (1)$$

$$\gamma = \frac{\delta d}{\pi D^2} \quad (2)$$

となる。また、単軸クリープ試験と比較するためにフォン・ミーゼスの関係式を用いて相当応力 σ 、相当ひずみ ε に変換すると、それぞれ

$$\sigma = \sqrt{3}\tau \quad (3)$$

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad (4)$$

となる。

また、本研究では、線材に加工が困難な試料においては、丸棒試料からのコイルばねクリープ試験片の作製を行った。その際には、コイル断面は長方形となるので、上記の式(1)と式(2)は、下記のように表わされる。

$$\tau = \frac{PD}{2k_2 a^2 b} \quad (5)$$

$$\gamma = \frac{2k\delta a}{\pi D^2} \quad (6)$$

となる。ここで、 a と b は長方形断面の各辺の長さ ($a < b$) k 及び k_2 は b/a に依存する係数である。

本研究では、図1に示すようにコイルばねクリープ試験中のピッチ間隔の変化を連続的にLEDによる光学測定器によって捉え、試験前のピッチ間隔からの増加量 δ を算出し、クリープ曲線を取得した。また、高温での使用が可能となるように、図2に示すような電気炉を組み合わせたコイルばねクリープ試験機を作製した。本試験機は、約 800°C を上限とするコイルばねクリープ試験を変位測定精度約 $0.1\mu\text{m}$ で行うことが可能である。

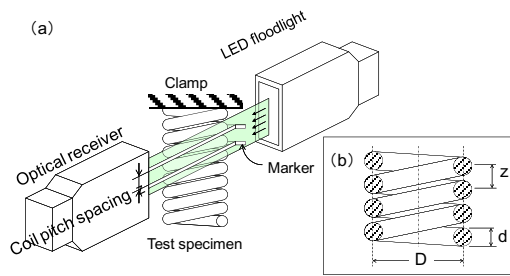


図1 コイルばねクリープ試験機の模式図
(a) LED 光学式変位測定器、(b)試験片断面

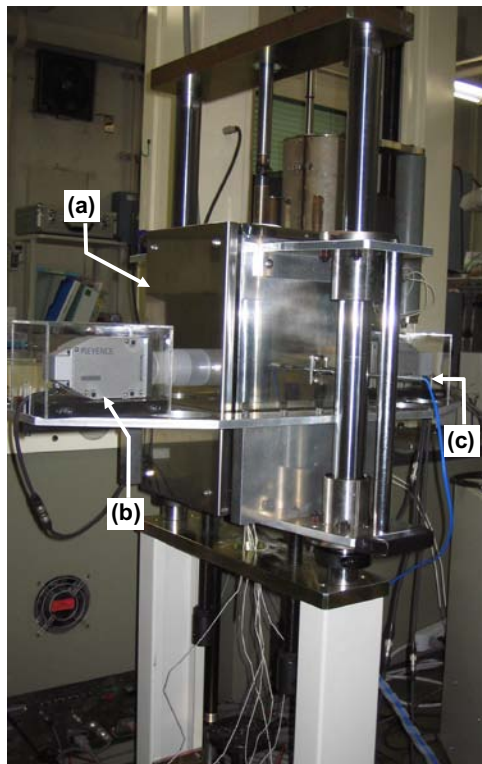


図2 電気炉を組み合わせたコイルばねクリープ試験機、(a) 電気炉、(b) 光学式変位測定器、(c) 制御用熱電対

また、得られたクリープ曲線からクリープ変形機構を議論する上で最も重要である定常ひずみ速度の求め方として、本研究では下記の Li らが報告した式を採用した。

$$\varepsilon = \dot{\varepsilon}_s t + \frac{\dot{\varepsilon}_s}{k} \ln \left\{ 1 + \frac{\dot{\varepsilon}_i - \dot{\varepsilon}_s}{\dot{\varepsilon}_s} (1 - e^{-kt}) \right\} \quad (7)$$

ここで、 ε はひずみ、 $\dot{\varepsilon}_i$ は初期ひずみ速度、 $\dot{\varepsilon}_s$ は定常ひずみ速度、 k は転位の増殖速度定数に関するパラメータである。

得られた定常ひずみ速度と負荷応力の関係から高温変形機構を議論する上で重要な応力指数を求めた。

本研究で対象とした主な試料は、Sn 系合金、アルミニウム合金、オーステナイト系ステンレス鋼およびフェライト系耐熱鋼である。

本成果報告書では、Sn 系合金によって得られた結果を中心に報告する。

4. 研究成果

(1) Sn 系合金のコイルばねクリープ変形挙動
試料は Sn-37Pb 合金と Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金の2種類の線材を用いた。研究方法に示したコイルばねクリープ試験を 301K (28°C) で種々の負荷応力にておこなった。図3に代表的なクリープ曲線を示す。

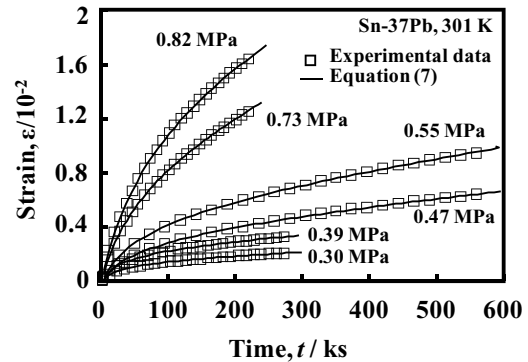


図3 Sn-37Pb 合金のクリープ曲線

いずれの応力においても明瞭な加工硬化型のクリープ曲線を得ることができた。同様に、Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金についても明瞭なクリープ曲線が得られた。得られた実測データと式(7)で示したフィッティングカーブにより、各条件での定常ひずみ速度を求め、負荷応力と定常ひずみ速度の両対数プロットを図4と図5に示す。

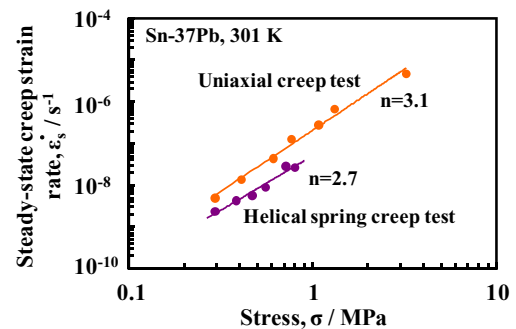


図4 Sn-37Pb 合金の定常ひずみ速度と負荷応力の関係

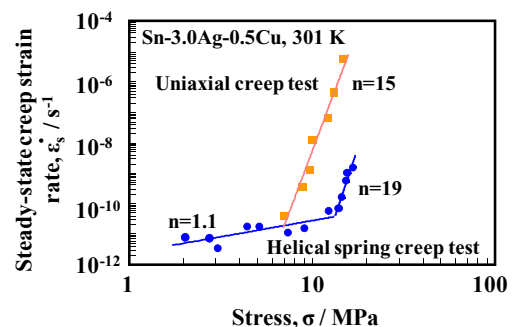


図5 Sn-3.0Ag-0.5Cu 合金の定常ひずみ速度と負荷応力の関係

両図には、コイルばねクリープ試験と同条件によって行った単軸クリープ試験結果も併せて示す。一般に、高温変形機構を議論する上で、負荷応力と定常ひずみ速度の間に $\dot{\epsilon}_s = A\sigma^n$ の関係が成り立つので、図4と図5から応力指数 n を求めたところ、図に示す値となった。Sn-37Pb合金では、両試験法ともに約3となった。本合金は共晶組織を有していることと応力指数が約3であることからSnとPbの異相界面すべりによる変形が生じていることを示唆する結果であった。また、Sn-3.0Ag-0.5Cu合金においては、約14MPaにおいてコイルばねクリープ試験結果では応力指数が19から1へと大きく遷移することが明らかになった。単軸クリープ試験の応力指数は15となっており、遷移は確認されなかった。単軸クリープ試験の定常ひずみ速度とコイルばねクリープ試験の定常ひずみ速度の相違は、熱処理に伴う結晶粒径等内部組織の変化が強く影響していると考えている。実際に同一熱処理を施した場合、同じ負荷応力では同じ定常ひずみ速度が得られることを確認している。コイルばねクリープ試験は、単軸クリープ試験よりも極低ひずみ速度での変形挙動を捉えているため、本手法によって変形機構が遷移することが明らかにされた。Sn-3.0Ag-0.5Cu合金の高い応力指数は、組織観察の結果、結晶粒内に Ag_3Sn や Cu_6Sn_5 のような析出物が存在することによって、析出強化による応力指数が大きくなったといえる。また、応力指数1の領域は粒界すべりもしくは、拡散クリープによる変形が生じていることが示唆された。

以上のようにSn系合金の301Kでのコイルばねクリープ試験により、従来法である単軸クリープ試験よりも低ひずみ速度領域の変形挙動を捉えることに成功し、応力指数による変形機構の議論においてはコイルばねクリープ試験によって行うことは妥当であることが確認された。

(2) その他の合金のコイルばねクリープ変形挙動

本研究では、Sn系合金だけでなく、15Cr系耐熱鋼、SUS316オーステナイト系ステンレス鋼、5356Al-Mg系合金など種々の金属材料のコイルばねクリープ試験を実施した。

特に耐熱鋼などは線材に加工することが困難であることから、丸棒もしくは管材からせん状に穴をあけることによって、図6の中央に示すような長方形断面のコイルばねクリープ試験片を準備し、測定を行った。その結果、Sn系合金と同様に明瞭なクリープ曲線を得ることに成功した。

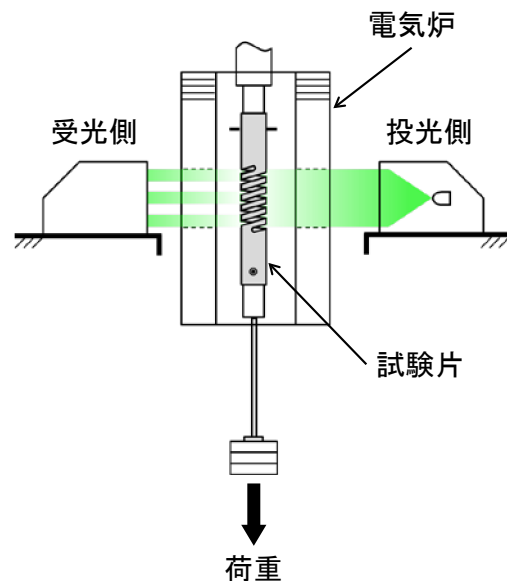


図6 長方形断面のコイルばねクリープ試験片を用いた試験機の模式図

種々の応力での試験を行った結果、低応力域では応力指数が低下する変形機構の遷移がいずれの合金においても生じることを確認した。以上のように本研究で開発・製作したコイルばねクリープ試験法では、種々の金属材料をコイルばね状に加工することが可能であれば、線材だけでなく試験が可能であることが分かった。

(3) 本研究で得られた新たな知見と今後の展開

本研究では各種金属材料の極低ひずみ速度領域の変形挙動をコイルばねクリープ試験により捉えることに成功した。これまで、単軸クリープ試験では得ることができなかった領域であるため、理論的に考えられてきた変形機構と異なる現象が確認された。

一般に応力指数が1程度の変形機構は拡散クリープであることがこれまで説明されてきた。ところが、種々の金属材料の応力指数1の領域のコイルばねクリープ試験後の組織観察を行ったところ、明らかに転位による変形が生じていることが分かった。これは、新たな極低ひずみ速度領域での高温変形機構が存在することを示唆するものであり、今後の詳細な研究により、解明しなければならない。このことは、これまで世界的に認識されていた拡散クリープ等、低応力・低ひずみ速度領域での高温変形機構について再度議論を生む結果であると考えられる。本研究期間終了後も、国際会議等で本成果を議論し、新たな高温材料科学の構築を行っていく。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計5件)

- ① 鴛渕孝太、光原昌寿、池田賢一、波多聰、中島英治、大塚智史、皆藤威二、井上賢紀、『ODS-9Cr フェライト鋼の微細組織と低ひずみ速度クリープ変形挙動』耐熱金属材料第123委員会研究報告、No. 51, pp. 39-45, 2010、査読なし
- ② S. Yamasaki, M. Mitsuhara, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima, “Evaluation of Low Rate Creep Behavior in Stainless Steel by Herical Spring Creep Test”, Proc. 11th Cross Straits Symp. Mater. Ener. Environ. Sci., pp. 175-176, 2009、査読なし
- ③ K. Oshibuchi, M. Mitsuhara, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima, S. Ohtsuka, “Creep Behavior of Oxide Dispersion Strengthened-9Cr Ferritic Steels under High-Temperature and Low-Stresses Conditions”, Proc. 11th Cross Straits Symp. Mater. Ener. Environ. Sci., pp. 110-111, 2009、査読なし
- ④ 石橋正博、藤本健資、池田賢一、波多聰、中島英治、『コイルばねクリープ試験法による Sn 系はんだ合金の低応力域における高温変形挙動』日本金属学会誌、No. 73, pp. 373-380, 2009、査読あり
- ⑤ 藤本健資、石橋正博、山崎重人、池田賢一、波多聰、中島英治、『コイルばねクリープ試験法による低応力下でのクリープ変形挙動解析』耐熱金属材料第123委員会研究報告、No. 49, pp. 39-44, 2008、査読なし

[学会発表] (計19件)

- ① 申俊杰、光原昌寿、池田賢一、波多聰、中島英治、『コイルばねクリープ試験法による Al-Mg 系合金の低ひずみ速度変形挙動の評価』日本金属学会 2010 年春期 (第 146 回) 大会、2010 年 3 月 28 日、筑波大学
- ② 鴛渕孝太、光原昌寿、池田賢一、波多聰、中島英治、大塚智史、皆藤威二、井上賢紀、『ODS-9Cr フェライト鋼の微細組織と低ひずみ速度クリープ変形挙動』日本学術振興会 耐熱金属材料第123委員会、2010 年 3 月 8 日、東京工業大学
- ③ 鴛渕孝太、光原昌寿、池田賢一、波多聰、中島英治、大塚智史、『ODS-9Cr フェライト鋼の三次元構造観察の可能性』第 51 回日本顕微鏡学会九州支部総会・学術講演会、2009 年 12 月 5 日、九州工業大学
- ④ S. Yamasaki, M. Mitsuhara, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima, “Evaluation of Low

Rate Creep Behavior in Stainless Steel by Herical Spring Creep Test”, The 11th Cross Straits Symposium on Materials, Energy, and Environmental Sciences (CSS-11), 2009.11.12, Korea

- ⑤ K. Oshibuchi, M. Mitsuhara, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima, S. Ohtsuka, “Creep Behavior of Oxide Dispersion Strengthened-9Cr Ferritic Steels under High-Temperature and Low-Stresses Conditions”, The 11th Cross Straits Symposium on Materials, Energy, and Environmental Sciences (CSS-11), 2009.11.12, Korea
- ⑥ 山崎重人、光原昌寿、池田賢一、波多聰、中島英治、木村光男、『コイルばねクリープ試験法による 15Cr 鋼の低温クリープ挙動評価』日本金属学会 先進材料の高温強度と組織研究会「平成 21 年度夏の学校」、2009 年 8 月 9 日、兵庫県
- ⑦ 鴛渕孝太、光原昌寿、池田賢一、波多聰、中島英治、大塚智史、『ODS-9Cr フェライト鋼のクリープ変形における応力指数変化としきい応力の相関』日本金属学会 先進材料の高温強度と組織研究会「平成 21 年度夏の学校」、2009 年 8 月 9 日、兵庫県
- ⑧ 上田卓、池田賢一、波多聰、中島英治、『5000 系アルミニウム合金の低応力クリープ変形挙動』日本金属学会九州支部・日本鉄鋼協会九州支部・軽金属学会九州支部共催 平成 21 年度合同学術講演大会、2009 年 6 月 6 日、九州工業大学
- ⑨ 鴛渕孝太、光原昌寿、池田賢一、波多聰、中島英治、大塚智史、『コイルばねクリープ試験法を用いた ODS フェライト鋼の低応力クリープ変形挙動』日本金属学会九州支部・日本鉄鋼協会九州支部・軽金属学会九州支部共催 平成 21 年度合同学術講演大会、2009 年 6 月 6 日、九州工業大学
- ⑩ 山崎重人、光原昌寿、池田賢一、波多聰、中島英治、木村光男、『コイルばねクリープ試験法によるマルテンサイト鋼の低温クリープ変形挙動』日本金属学会九州支部・日本鉄鋼協会九州支部・軽金属学会九州支部共催 平成 21 年度合同学術講演大会、2009 年 6 月 6 日、九州工業大学
- ⑪ 山崎重人、光原昌寿、池田賢一、波多聰、中島英治、『コイルばねクリープ試験法による高 Cr 鋼の低速クリープ挙動評価』日本鉄鋼協会第 157 回春季講演大会、2009 年 3 月 29 日、東京工業大学
- ⑫ 光原昌寿、山崎重人、池田賢一、波多聰、中島英治、『コイルばねクリープ試験法による SUS304 鋼のクリープ挙動解析』

- 日本鉄鋼協会第 156 回秋季講演大会、
2009 年 9 月 24 日、熊本大学
- ⑬ 池田賢一、藤本健資、石橋正博、山崎重人、波多聰、中島英治、『コイルバネクリープ試験法による Sn 合金のクリープ変形挙動解析』日本金属学会 先進材料の高温強度と組織研究会「平成 20 年度夏の学校」、2008 年 8 月 8 日、長野県
- ⑭ 山崎重人、光原昌寿、池田賢一、波多聰、中島英治、『コイルばねクリープ試験法による SUS304 鋼のクリープ変形挙動解析』日本金属学会九州支部・日本鉄鋼協会九州支部共催 平成 20 年度合同学術講演会、2008 年 6 月 7 日、九州大学
- ⑮ 藤本健資、石橋正博、山崎重人、池田賢一、波多聰、中島英治、『コイルバネクリープ試験法による低応力下でのクリープ変形挙動解析』日本学術振興会 耐熱金属材料第 123 委員会、2008 年 3 月 3 日、東京工業大学
- ⑯ K. Fujimoto, M. Ishibashi, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima, “Creep Deformation Behavior of Sn-3.0Ag-0.5Cu Solder at Low Stresses”, The 9th Cross Straits Symposium on Materials, Energy, and Environmental Sciences (CSS-9), 2007.11.21, Korea
- ⑰ 藤本健資、石橋正博、池田賢一、波多聰、中島英治、『コイルばねクリープ試験法による Sn-Ag-Cu 合金の低応力下でのクリープ変形挙動の解析』日本金属学会 2007 年第 141 回秋期大会、2007 年 9 月 19 日、東京工業大学
- ⑱ 藤本健資、石橋正博、池田賢一、波多聰、中島英治、『コイルばね試験法によるスズ合金の低応力クリープ変形挙動の評価』日本金属学会 先進材料の高温強度と組織研究会「平成 20 年度夏の学校」、2007 年 8 月 29 日、高知工科大学
- ⑲ 石橋正博、藤本健資、池田賢一、中島英治、『コイルばねクリープ試験法による鉛フリーはんだの低応力挙動解析』日本材料学会第 56 期学術講演会、2007 年 5 月 19 日、名古屋大学

6. 研究組織

(1)研究代表者

中島 英治 (NAKASHIMA HIDEHARU)

九州大学・大学院総合理工学研究院・教授
研究者番号：80180280

(2)研究分担者

波多 聰 (HATA SATOSHI)

九州大学・大学院総合理工学研究院・准教授
研究者番号：60264107

池田 賢一 (IKEDA KEN-ICHI)

九州大学・大学院総合理工学研究院・助教
研究者番号：20335996

光原 昌寿 (MITSUHARA MASATOSHI)

九州大学・大学院総合理工学研究院・特任助教

研究者番号：10514218