

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 14 日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23360296

研究課題名(和文) マルテンサイト系耐熱鋼の寿命評価学

研究課題名(英文) Life Evaluation of Heat Resistant Steels with a Tempered Martensite Structure

研究代表者

丸山 公一 (MARUYAMA, Kouichi)

東北大学・工学(系)研究科(研究院)・名誉教授

研究者番号：90108465

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 14,900,000円、(間接経費) 4,470,000円

研究成果の概要(和文)：長時間のクリープ寿命は、時間-温度-パラメータ(TTP)法で評価するが、高クリープ強度フェライト(CSEF)鋼では過大評価が起きる。CSEF鋼ではクリープ寿命の活性化エネルギーQが長時間側で低くなる。これが過大評価の主原因であることを示した。CSEF鋼のクリープ寿命データを、各領域内ではQ値が一定となるように分けした後、TTP法を適用してクリープ寿命を評価した。この領域区分法を使えば、クリープ寿命が適切に評価できることを立証した。CSEF鋼では長時間側と短時間側で転位組織の回復プロセスが異なる。この損傷機構変化が、長時間側でQ値が低下する主原因である。

研究成果の概要(英文)：Long-term creep life is estimated by time-temperature-parameter (TTP) methods. Such TTP methods overestimate creep life of creep strength enhanced ferritic (CSEF) steels. Decrease in activation energy Q for creep life in long-term creep of the steel is shown to be the cause of the overestimation. Creep life data of CSEF steel are divided into several data sets so that Q is unique in each divided data set, and then analyzed by a TTP method for creep life estimation. It has been proved that this multi-region analysis can properly estimate long-term creep lives. In creep of CSEF steels, recovery process of dislocation substructure is different between short-term and long-term creep. This change in damage process is the major cause of the decrease in Q value in long term-creep.

研究分野：材料工学

科研費の分科・細目：構造・機能材料

キーワード：耐熱材料 高クロム鋼 クリープ変形 クリープ破壊 組織劣化 損傷 寿命評価 長寿命化

1. 研究開始当初の背景

クリープ強度を高めたフェライト鋼(CSEF鋼)は、石炭火力発電の高効率化に貢献している。火力発電プラントの設計や運転では、高温構造部材として使うCSEF鋼の使用条件での長時間クリープ強度が必要である。その値は、短時間の試験で得たクリープ寿命 t_r を長時間へ外挿することにより評価する。その際に次のOrr-Sherby-Dornの式を使う。

$$\ln t_r - (Q/RT) = f(\sigma) \quad (1)$$

ここで Q は見かけの活性化エネルギー、 R は気体定数、 T はクリープ温度、 $f(\sigma)$ はクリープ応力 σ の関数である。しかしこの長時間クリープ強度評価では、過大評価が繰返され、過大評価の防止は重要課題であった。

2. 研究の目的

(1) 長時間クリープ強度の評価

本研究は上記の現状に鑑み、長時間クリープ強度の過大評価を防止する方法論を見出すことを目的とする。

(2) クリープ損傷機構

本研究では、長時間クリープ寿命を高精度評価する方法として、クリープ寿命 t_r の領域区分解析を利用する。この方法は試験条件によってクリープ損傷プロセスが変化し、その結果、クリープ挙動(t_r の温度、応力依存性)が変化するという考えに立つ。ここでは、CSEF鋼でのクリープ損傷プロセスを解明し、領域区分法に科学的裏付けを与えることを目的とする。

3. 研究の方法

(1) 長時間クリープ強度の評価

クリープ寿命 t_r の定式化に使う(1)式は、図1(a)に示すように、 $\ln t_r$ と $(1/RT)$ の間に直線関係があり、直線の傾きを決める Q 値は解析するデータ内で変化しないことを前提としている。図1(b)のように2つの活性化エネルギー Q_H と Q_L をとる領域があり、長時間側で小さな Q_L をとる場合を考える。この図では太い帯がデータバンドを示している。図1(b)のデータに(1)式を適用してデータを解析すると、図の実線の回帰直線を得る。この線を長時間へ外挿して t_r を評価すると、データバンドを長時間へ外挿した真の値を過大評価する。以上のことから明らかなように、クリープ損傷プロセスが変化し、 Q 値が変化をすると、クリープ寿命を過大評価することになる。過大評価を防ぐには、解析するデータを同じ Q 値をとる領域毎に区分し、領域毎にクリープ寿命データを定式化して評価する必要がある。そこで、この領域区分解析の妥当性を検証した。

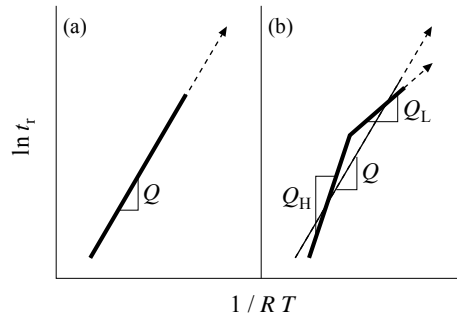


図 1

(2) クリープ損傷機構

種々の条件でクリープ試験して得た材料の損傷プロセスを解明するために、クリープ変形中および時効中の転位組織や析出物の変化を透過電子顕微鏡観察で定量化した。また、組織変化を非破壊評価する手法として、硬さ変化を計測した。

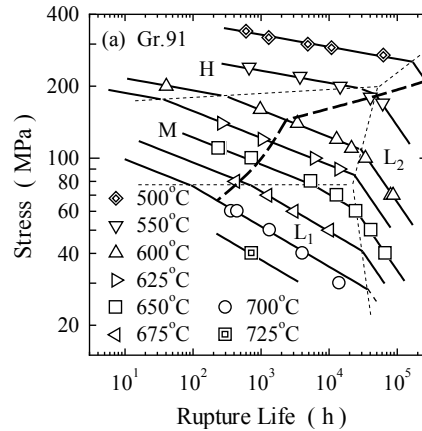


図 2(a)

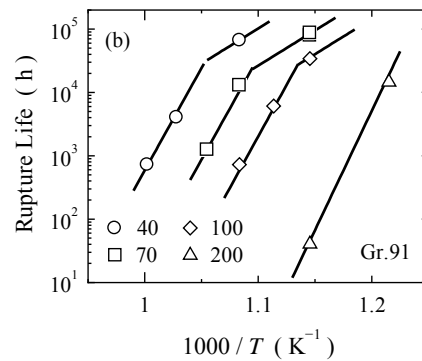


図 2(b)

4. 研究成果

(1) 長時間クリープ強度の評価

本研究では、(1)式の $f(\sigma)$ として次式を使った。

$$f(\sigma) = \ln t_0 - n \ln \sigma \quad (2)$$

ここで t_0 は材料定数、 n は応力指数である。図 2(a) に Gr.91 鋼のクリープ寿命と応力の関係を示す。図には n が異なる 4 つの領域 H, M, L_1 と L_2 がある。各領域で、(1)(2)式に基づいてデータを定式化した。実線は得られた回帰曲線である。4 つの応力におけるクリープ寿命と温度の関係を図 2(b) に示す。図中の実線は回帰直線である。低温・長時間側で Q 値が低下することを確認できる。類似の Gr.92 と 122 鋼のクリープ寿命データでも、同様の挙動が確認された。この様に CSEF 鋼は図 1(b) と同じ挙動を示し、全データをまとめて定量化すると、長時間寿命を過大評価する状況にある。

長時間のクリープ寿命がどの程度適切に評価できるかを検証するために、次の検討を行った。図 3 の白抜き記号は、Gr.122 鋼板材の 2005 年に得られていたクリープ寿命 t_r データである。これを図中の一点鎖線を境として Q 値が大きい短時間と Q 値が小さい長時間に分け、(1)(2)式を使って各領域の t_r を定式化した。図中の実線は得られた回帰曲線（寿命予測）である。この材料では、その後に長時間データが追加取得され、2013 年にクリープデータシート最新版が発行された。追加データを図中に黒塗り記号で示す。これらのデータは予測とよく一致し、領域区分を正しく行えば、2 倍長時間の t_r を正しく予測できることが立証できた。

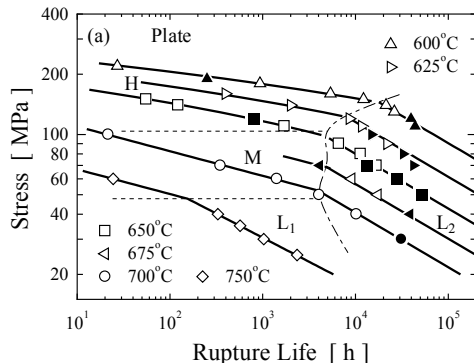


図3

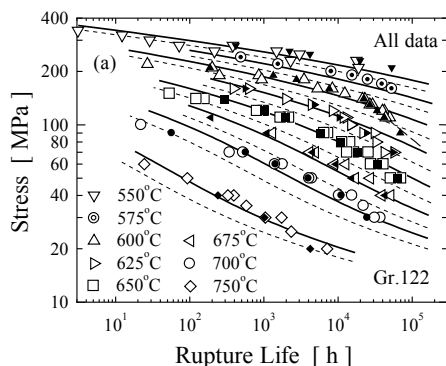


図4

一般には、領域区分解析ではなく、1)全データ、2)500 時間より長いデータ、3)0.2%耐力の半分 ($\sigma_{0.2}/2$) 以下のデータなどを解析し

て、長時間寿命を評価している。この様な従来の解析と領域区分解析で評価した結果がどの程度違うか調べた。従来法の解析には次式を使った。

$$(\log t_r + C)T = a_0 + a_1 \log \sigma + a_2 (\log \sigma)^2 + a_3 (\log \sigma)^3 \quad (3)$$

ここで C と $a_0 \sim a_3$ は実測データと回帰曲線が最もよく一致するように決める定数である。図4にGr.122鋼、3ヒート、139点のデータを示す。全データの解析で得た回帰曲線を図4に実線で示す。点線は90%信頼区間の下限値である。600 の最長試験データ ($t_r = 69000\text{h}$) は、 10^5h で破断する応力を考えるのに重要なはずであるが、既に90%信頼区間の下限値より下にある。図中にはチューブ材のデータ（同一ヒート）が塗りつぶし記号で示してある。600 の長時間の塗りつぶし記号を外挿すると、破線に沿って t_r が変化しており、600 での 10^5h 破断応力は、回帰曲線（実線）が予測する値より明らかに低い。

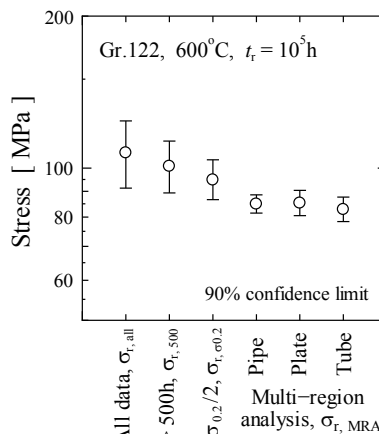


図5

図3の領域区分解析や図4の従来法で評価した 10^5h 破断強度 σ_r をまとめて図5に示す。通常解析の結果として、1)全データ、2)500hより長いデータ、3) $\sigma_{0.2}/2$ より低応力のデータを解析して得た値を示す。 σ_r の値は、この順に低下する。より正しいと考えられる領域区分法による評価値は、通常の解析では最も低い値を与える $\sigma_{0.2}/2$ 基準のデータ選択による値より更に11%低い。図中の誤差棒は、 10^5h 破断応力の信頼区間を示す。通常解析では、1)全データ、2)500hより長いデータ、3) $\sigma_{0.2}/2$ より低いデータの順に誤差棒が短くなり、領域区分解析の誤差棒（強度の不確かさ）は更に短い。以上のことから、CSEF鋼の長時間クリープ寿命を評価する際には、領域区分解析が不可欠であると結論された。

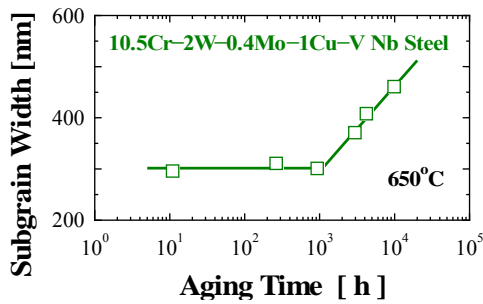


図6

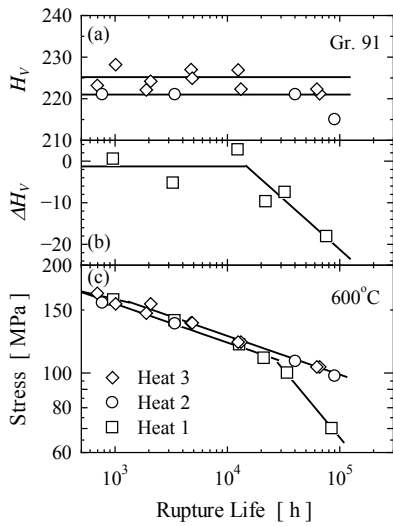


図7

(2) クリープ損傷機構

CSEF鋼では、焼ならし時にマルテンサイト変態し、多量の転位が導入され、高温焼もどし時に転位組織がある程度回復し、微細な亜結晶粒からなる材料内部組織になる。この微細亜結晶粒組織がCSEF鋼の高い高温強度を支えていること、また、 $M_{23}C_6$ やMX析出物が微細分散されて亜結晶粒の熱安定性を確保していることを明らかにした。この亜結晶粒組織は、変形によって粗大化し（変形誘起回復）、CSEF鋼の変形抵抗が低下し、破壊へ進む。この亜結晶粒粗大化が、この鋼での主なクリープ損傷である。ところで、CSEF鋼を高温に長時間加熱すると、析出物が凝集・粗大化し、亜結晶粒を微細に保つ力が減る。その結果、高温加熱ただけでも、亜結晶粒は粗大化する（熱的回復）。図6に熱的回復（亜結晶粒粗大化）の様子を示す。対数時間で見ると、熱的回復が無視できる「短時間」と、それが顕著に進行する「長時間」領域があることが分かる。短時間でのクリープ損傷は「変形誘起回復」のみであるが、長時間では、これに「熱的回復」が重畳される。熱的回復の重畳が長時間領域（例えば図2の領域 L_2 や L_1 ）での強度低下や Q 値減少が起きる主要原因であることを実験的に明らかにした。

熱的回復は、例えばクリープ試験片つかみ

部の硬さを測れば評価できる。熱的回復の重畳が領域 L_2 (L_1) 出現の原因であるなら、クリープ強度急減とつかみ部の硬さ低下に対応があるはずである。図7(a)(b)に示した熱的回復の開始と(c)のクリープ強度急減はよく対応することが確認できた。

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11件)

“高クロムフェライト鋼のクリープ破断時間における温度依存性の変化”, 丸山 公一, 中村純也, 吉見享祐, 鉄と鋼, 100 (2014), 414-420. 査読有

10.2355/tetsutohagane.100.414

“Thermal vacancy behavior analysis through thermal expansion, lattice parameter, and elastic modulus measurements of B2-type FeAl”, Mi Zhao, Kyosuke Yoshimi, Kouichi Maruyama, Kunio Yubuta, Acta Materialia, 64 (2014), 382-390. 査読有

10.1016/j.actamat.2013.10.051

“A Comparison of Microstructural Strengthening for Thermal Creep and Radiation Damage Resistance of Titanium Aluminide Alloys”, H. Zhu, T. Wei, D. Carr, R. Harrison, L. Edwards, D. Seo, K. Maruyama, J. Nuclear Materials, 438 (2013), 190-192. 査読有

10.1016/j.jnucmat.2013.03.020

“Effect of solute atoms on thermal fatigue properties in ferritic stainless steels”, Hiroki Ota, Tetsuyuki Nakamura, Kouichi Maruyama, Materials Science Engineering A, 586 (2013), 133-141. 査読有

10.1016/j.msea.2013.08.007

“Contribution of recovery mechanisms of microstructure during long-term creep of Gr.91 steels”, H. Ghassemi-Armaki, R.P. Chen, K. Maruyama, M. Igarashi, J. of Nuclear Materials, 433 (2013), 23-29. 査読有

10.1016/j.jnucmat.2012.09.026

“Strain-induced Coarsening of Nanoscale Precipitates in Strength Enhanced High Cr Ferritic Steels”, Hassan Ghassemi Armaki, Ruiping Chen, S. Kano, Kouichi Maruyama, Yasushi Hasegawa, Masaaki Igarashi, Materials Science and Engineering A, 532 (2012), 373-380. 査読有

10.1016/j.msea.2011.10.105

“Long-term microstructural degradation and creep strength in Gr.91 steel”, R.P. Chen, H. Ghassemi Armaki, K. Maruyama, M. Igarashi, Materials Science and Engineering A, Vol.528 (2011), 4390-4394. 査読有

10.1016/j.msea.2011.02.060
“Creep Behavior and Degradation of Subgrain Structures Pinned by Nanoscale Precipitates in Strength-Enhanced 5 to 12 Pct Cr Ferritic Steels”, Hassan Ghassemi Armaki, Ruiping Chen, Kouichi Maruyama, Masaaki Igarashi, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 42 (2011), 3084-3094. 査読有

10.1007/s11661-011-0726-8
“Microstructural degradation mechanisms during creep in strength enhanced high Cr ferritic steels and their evaluation by hardness measurement”, Hassan Ghassemi Armaki, Ruiping Chen, Satoshi Kano, Kouichi Maruyama, Yasushi Hasegawa, Masaaki Igarashi, Journal of Nuclear Materials, 416 (2011), 273-279. 査読有
10.1016/j.jnucmat.2011.06.007

“Development of Oxide Dispersion Strengthened Steels for High Temperature Nuclear Structural Applications”, H. Zhu, T. Wei, R. Harrison, L. Edwards, K. Maruyama, Engineering Asset Management and Infrastructure Sustainability, edited by J. Mathew, L. Ma, A. Tan, M. Weijnen and J. Lee, Springer-Verlag, London, (2011), 1147-1160. 査読有

“Microstructural Degradation during High Temperature Exposure up to 10⁵ h and its Effects on Creep of Gr. 91 Steel”, R.P. Chen, H. Ghassemi Armaki, K. Maruyama, Y. Minami, M. Igarashi, Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants, Edited by D. Gandy, J. Shingledecker, R. Viswanathan, ASM International, Materials Park, OH, USA, 2011, 654-666. 査読有

〔学会発表〕(計10件)

Kouichi Maruyama, Junya Nakamura, Kyosuke Yoshimi: “Prediction of Long-term Creep Rupture Life of Grade 122 Steel by Multi-region Analysis”, ASME Symposium on Elevated Temperature Application of Materials for Fossil, Nuclear, and Petrochemical Industries, 2014年3月25 - 27日, ルネッサンスホテル, Seattle, USA
丸山公一, 中村純也, 吉見享祐: “先進高Crフェライト鋼のクリープ破断寿命における温度依存性の変化”, 日本鉄鋼協会, 2014年3月21 - 23日, 東京工業大学, 東京都

Kouichi Maruyama, Junya Nakamura, Kyosuke Yoshimi: “Evaluation of Long-term Creep Rupture Life of Strength Enhanced High Cr Ferritic Steel on the Basis of its Temperature Dependence”, 7th International Conference on Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants, 2013年

10月22 - 25日, ヒルトンホテル, Waikoloa, HI, USA

丸山公一: “クリープ機構の遷移と加速試験条件”, 日本金属協会, 2013年9月17 - 19日, 金沢大学, 金沢市

丸山公一: “火力発電高効率化に向けた高温材料の課題”, 日本鉄鋼協会, 2013年9月17 - 19日, 金沢大学, 金沢市

丸山公一: “高Crフェライト鋼のクリープ損傷プロセスとその高温長時間使用による遷移”, 日本金属学会, 2013年3月27 - 29日, 東京理科大学, 東京都

K. Maruyama, J. Nakamura, K. Yoshimi: “Methodology of Creep Life Evaluation for Strength Enhanced High Cr Ferritic Steel”, Energy Materials-High Temperature Materials Conference, 2012年10月18 - 19日, Loughborough University, Loughborough, UK

K. Maruyama, R.P. Chen, J. Nakamura, M. Igarashi: “Modeling of Microstructural Degradation during Long-term High-Temperature Creep of Strength Enhanced High Cr Ferritic Steel”, IUTAM Symposium on Advanced Materials Modelling for Structures, 2012年4月23 - 27日, Ecole de Mines, Paris, France

丸山公一: “先進高Cr鋼でのクリープ損傷機構の遷移”, 日本鉄鋼協会, 2012年3月28 - 30日, 横浜国立大学, 横浜市

K. Maruyama, R.P. Chen, J. Nakamura, M. Igarashi: “Microstructural Damage Mechanism during Long-term Creep of Strength Enhanced High Cr Ferritic Steel”, The 6th International Conference on Creep, Fatigue and Creep-fatigue Interaction, 2012年1月22 - 25日, ラディソンホテル, Mamallapuram, India

6. 研究組織

(1) 研究代表者

丸山 公一 (MARUYAMA, Kouichi)
東北大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号: 90108465

(2) 研究分担者

中村 純也 (NAKAMURA, Junya)
東北大学・大学院工学研究科・助教
研究者番号: 60613031