

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 21 日現在

機関番号：11301

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2013

課題番号：24760573

研究課題名(和文)陽電子消滅法による耐熱鋼の新しい余寿命予測法の開発

研究課題名(英文) Creep degradation assessment for creep-strength-enhanced ferritic steels by positron annihilation spectroscopy

研究代表者

井上 耕治 (Inoue, Koji)

東北大学・金属材料研究所・准教授

研究者番号：50344718

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,500,000円、(間接経費) 1,050,000円

研究成果の概要(和文)：陽電子消滅法は、空孔や転位などの原子スケールの格子欠陥を敏感に検出することが可能な手法であるため、この手法をフェライト系耐熱鋼に適用することで、高温クリープ変形に伴う原子スケールの格子欠陥の初期挙動から耐熱鋼の余寿命予測を行うことが可能であるか検証を行った。平均陽電子寿命はクリープ試験片のねじ部ではほとんど変化しないが、平行部はクリープ時間とともに減少し、ねじ部の温度効果と平行部の温度と歪みの効果の差を明瞭に捉えた。平行部の平均陽電子寿命はクリープ変形の遷移、定常、加速領域にほぼ対応して3段階で減少することが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：Creep degradation of creep-strength-enhanced ferritic steels was studied by positron lifetime spectroscopy. Creep time dependence of mean positron lifetime consists of three regions that are a decrease in initial stage, gradual decrease in middle stage, and large decrease before rupture. These regions almost correspond to transient, steady-state, and accelerating regions, respectively. Furthermore, increase of the mean positron lifetime in the initial creep time from that before creep test corresponds to formation of precipitates during the creep test in the steels. Creep life assessment by the mean positron lifetime is demonstrated.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造機能材料

キーワード：陽電子消滅 クリープ

1. 研究開始当初の背景

地球温暖化問題が叫ばれている現在、地球温暖化の原因の1つといわれているCO₂排出を減らすことは非常に重要であり、火力発電においては、CO₂排出削減に向けた高効率化への取り組みが行われている。耐熱性フェライト鋼は、火力発電用大口径ボイラー管等に広く用いられているが、高効率化に伴う最近の使用条件の高温・高圧化に伴い、材料の高強度化そして高精度余寿命予測が求められている。特に、クリープ劣化に伴う余寿命を早期に高精度で予測する手段として新たな検査法に基づく予測法が強く求められている。陽電子消滅法は材料中の空孔型欠陥を敏感に検出できるため、陽電子寿命法を用いてクリープ劣化を空孔型欠陥の挙動として捉えることで、クリープ変形に伴う原子レベルの格子欠陥の挙動観察からクリープ破断時間を高精度で予測する方法の検討を行った。

2. 研究の目的

陽電子は、電子の反粒子であり正の電荷を持っている。そのため、欠陥のない材料では、陽電子はその正電荷の故にイオン殻から離れた位置すなわち格子間位置で存在確率が最も高い。ところが、材料中に空孔やその集合体、転位などイオン殻密度が低い部分が存在すると、陽電子はそこに捕獲され、その位置で電子と対消滅し、線を放出する。この線を検出することで、空孔型欠陥の情報を得ることが可能である。この陽電子消滅法を耐熱鋼のクリープ試験片に適用し、陽電子による空孔型欠陥の挙動観察から耐熱鋼のクリープ劣化評価(クリープ余寿命予測)を行うことを目的とした。

3. 研究の方法

フェライト系耐熱鋼の中でも代表的な9Cr-1Mo鋼(以下M9Sと呼ぶ)と改良9Cr-1Mo鋼(以下M4と呼ぶ)を試料として用いた。M9S鋼については温度625~675、応力90~115MPaの様々なクリープ条件で、M4鋼については温度650、応力100MPaでクリープ試験を行った。クリープ試験中断材および破断材に対して陽電子寿命測定を行った。

陽電子寿命測定装置はBaF₂を用いたシンチレーション検出器とデジタルオシロスコープからなる。陽電子線源は²²Naを用いた。線源強度は約1MBqである。

フェライト系耐熱鋼中の空孔型欠陥に陽電子が捕獲されると、そこでは電子密度が低いため陽電子寿命は長くなる。例えば、図1に示すように、欠陥が無い場合、陽電子は格子間位置に存在し、鉄の場合には陽電子寿命は約100ps程度であるが、陽電子が原子空孔に捕獲されると、陽電子は原子空孔に局在し、陽電子と電子の波動関数の重なりが小さくなるため陽電子寿命は長くなり、原子空孔では陽電子寿命は約180ps程度、転位では陽電子寿命は約140-150ps程度である。フェライ

ト系耐熱鋼中のような複雑な組織の材料で様々な欠陥が材料中に存在する場合には、陽電子寿命スペクトルにおいて各欠陥成分に成分分離が困難な場合がある。そのような場合には、様々な欠陥成分における陽電子寿命を平均化した平均陽電子寿命値を用いることがある。今回は、この平均陽電子寿命を用いた空孔型欠陥の挙動観察から、耐熱鋼のクリープ劣化評価を行った。



図1. 鉄中の(a)バルク(完全結晶部)における陽電子密度、(b)原子空孔に捕獲された場合の陽電子密度。

4. 研究成果

図2にM9S鋼(温度650、応力90MPaと110MPa)とM4鋼(温度650、応力100MPa)の平均陽電子寿命(ねじ部、平行部)と歪み速度のクリープ時間変化を示す。上図が歪み速度、下図が陽電子平均寿命のクリープ時間変化である。平均陽電子寿命はねじ部の温度効果と平行部の温度と歪みの効果の差を明瞭に捉えている。マルテンサイト変態で導入された転位や各種界面は、クリープ試験中に回復して数(面)密度は減少し、それに伴い平均陽電子寿命はクリープ時間とともに減少するはずであり、M9S鋼では、予想通りとなっている。このことは、陽電子寿命法が空孔型欠陥の変化としてクリープ劣化を捉えていることを示している。しかも陽電子寿命法は、最小クリープ速度に到達するよりも早い段階で、すでに材料の劣化を捉えており、

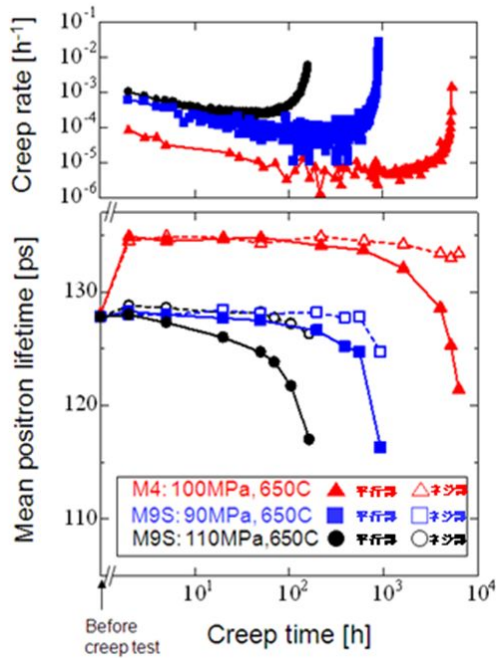


図 2. M9S 鋼 (温度 650 、応力 90MPa と 110MPa) と M4 鋼 (温度 650 、応力 100MPa) の(上図)歪み速度のクリープ時間変化、(下図)平均陽電子寿命(ねじ部、平行部)のクリープ時間変化。

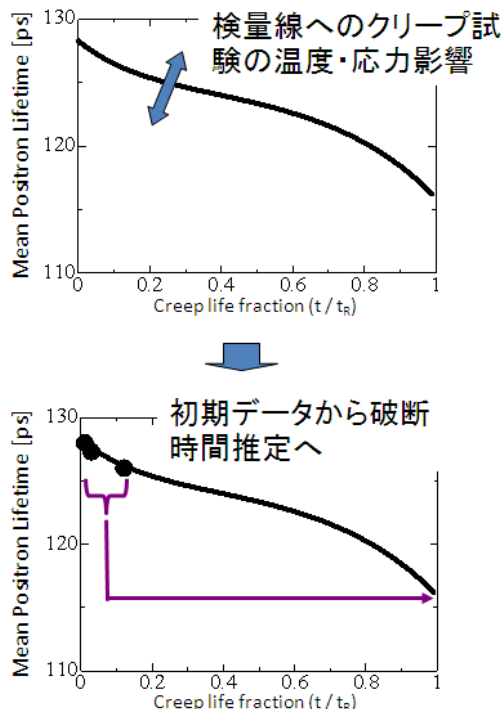


図 3. 平均陽電子寿命によるクリープ余寿命予測。

早期余寿命推定等に活用できると期待される。一方、クリープ強度の高い M4 鋼では、初期に陽電子平均寿命は上昇しており、この上昇は、他の手法では計測困難な 650 保持

中に新たに析出した微細析出物による材料強化を捕えている。陽電子寿命法は耐熱材料の強化機構解明にも活用できると期待される。

クリープ余寿命予測は、図 3 に示すように、まずは、様々なクリープ条件における平均陽電子寿命のクリープ時間変化を、ある関数(マスターカーブ(検量線))のパラメータの変化として捉える。次に、あるクリープ試験条件における平均陽電子寿命のクリープ時間依存性を、内外挿によって求めたパラメータ値を用いてマスターカーブから予測する。そして、予測変化をクリープ中断材の実験データにあてはめることで、初期のクリープ試験時間におけるデータから破断時間を見積もることを行った。図 4 に一例(M9S、クリープ条件 90MPa, 650)を示す。各クリープ中断時間までのデータから破断時間を推定した。本実験に用いた鋼種では、破断時間の 10-20%程度のクリープ時間で、20%の精度でクリープ余寿命を予測する結果を得ている。

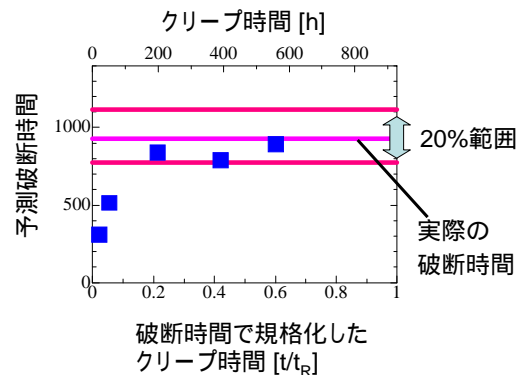


図 4. M9S 鋼 (温度 650 、応力 90MPa) における各クリープ時間までのデータから破断時間を推定。

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)

[学会発表](計 3 件)

(1) 井上耕治 陽電子消滅法による耐熱鋼のクリープ劣化評価

第 49 回放射線科学研究会(招待講演)
2012 年 10 月 19 日 ~ 2012 年 10 月 19 日
大阪

(2) 井上耕治、浜田知和、中井基継、杉田一樹、五十嵐正晃、白井泰治

陽電子寿命法によるフェライト系耐熱鋼のクリープ劣化評価

日本金属学会 2012 年秋期(第 151 回)大会
2012 年 09 月 17 日 ~ 2012 年 09 月 19 日
愛媛大学

(3) K. Inoue, T. Hamada, M. Nakai, K. Sugita,
M. Igarashi, Y. Shirai
Creep damage detection in refractory
ferritic steels by positron annihilation
spectroscopy
12th International Conference on Creep and
Fracture of Engineering Materials and
Structures
2012年05月27日～2012年05月31日
Kyoto

〔その他〕

6. 研究組織

(1) 研究代表者

井上 耕治 (INOUE KOJI)
東北大学・金属材料研究所・准教授
研究者番号：50344718