

令和 5 年 6 月 1 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2020～2022

課題番号：20H02466

研究課題名（和文）フェライト系耐熱鋼溶接部の局所クリープ特性評価と組織改質による強度低減の抑制

研究課題名（英文）Evaluation of Local Creep Properties in Weld Joints of Ferritic Heat-Resistant Steels and Control of Creep Strength by Microstructural Modification

研究代表者

光原 昌寿（Mitsuhara, Masatoshi）

九州大学・総合理工学研究院・准教授

研究者番号：10514218

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 14,000,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、多角的組織解析手法によりHAZの微細組織を明確に捉え、デジタル画像相関法と高温クリープ試験法を組み合わせることによりHAZでの局所クリープ変形挙動を直接的に評価した。母相であるマルテンサイト組織と、組織中に分散する析出物を定量評価し、HAZにおける微細組織の定量的区分法を確立した。この定量区分法を、クリープ変形後の試料に応用することで、ポイドの集中的な発生箇所を特定し、それが炭化物の析出密度と密接な関係性を持つことを明らかにした。また、本研究で開発したDICクリープ試験法により、溶接継手内においてクリープひずみが集中する箇所を具体的に特定することに成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

高温用構造材料の多くは、構造物の中に組み込まれる際に溶接を必要とする。溶接継手の高温での寿命は、溶接時に形成する溶接熱影響部によって支配され、強度が半分ほどに激減することもある。したがって、溶接継手の高温変形機構とその破壊機構を理解し制御することは、安全安心に長時間にわたって材料を使用する観点から極めて重要である。本研究で確立した組織区分法と局所変形挙動解析手法は、溶接継手の変形と破壊の学理を議論する上で貴重なデータを創出できる有用な実験手法であり、学術的意義・社会的意義が高い。

研究成果の概要（英文）：In this study, the microstructure of HAZ was clearly captured by a multi-dimensional microstructural analysis method, and the local creep deformation behavior in HAZ was directly evaluated by combining Digital Image Correlation and high temperature creep test methods. A quantitative classification method for microstructures in HAZ was developed by quantitatively evaluating the martensitic microstructure, which is the matrix phase, and precipitates dispersed in the microstructure. By applying this quantitative classification method to specimens after creep deformation, the locations of concentrated voids were identified, which were found to be closely related to the precipitation density of carbides. In addition, the creep test method developed in this study succeeded in specifically identifying the locations where creep strain was concentrated within the welded joint.

研究分野：材料工学

キーワード：高Crフェライト系耐熱鋼 溶接継手 溶接熱影響部 クリープ変形 ラスマルテンサイト 電子顕微鏡 結晶方位解析 デジタル画像相関法

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

## 1. 研究開始当初の背景

本研究では、火力発電ボイラ用蒸気配管の主要鋼材である高 Cr フェライト系耐熱鋼(9~12wt.%Cr を含むマルテンサイト鋼)に着目する。この鋼は、製造コストが安価で、熱膨張係数が小さく熱伝導度が高いという長所を活かし、主蒸気管や管寄せなどの大型の蒸気配管に利用されている。時に数百 m ほどの長さにもなるそれら配管材では、至る箇所に溶接が施されているが、溶接継手では健全な母材と比べて高温強度が半分ほどに激減するという深刻な問題を抱えている。その原因は、母材と溶接金属との間に形成される溶接熱影響部(Heat Affected Zone: HAZ)にある。

溶接継手での強度低下を解決するためには、溶接時の急速加熱・冷却によって非平衡に形成される HAZ の組織を理解し、そのクリープ変形・破壊機構を明らかにする必要がある。図 1 は、溶接時の入熱により変化する本鋼の微細組織の模式図

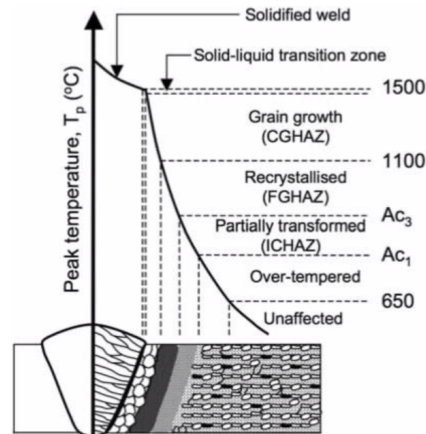


図1 HAZにおける微細組織の模式図

(J.A.Francis et al. Mater. Sci. Tech. 22 (2016), 1387 より引用)である。溶接時の最高加熱温度は、溶接金属と母材の境目である溶融境界からの距離に依存して変化する。溶接時、最高加熱温度が  $Ac_3$  点を十分に超えた領域を粗粒 HAZ(Coarse-grained HAZ: CGHAZ)、 $Ac_3$  点の直上であった領域を細粒 HAZ (Fine-grained HAZ)、 $Ac_1$  点から  $Ac_3$  点の間であった領域を部分変態域 (Intercritical HAZ: ICHAZ) と呼び、その横には  $Ac_1$  点直下でオーバーテンパーされた母相が続く。それら微細組織をさらに複雑にするのが、溶接後熱処理(Post Weld Heat Treatment: PWHT)である。これは、溶接残留応力の低減を目的として  $730\sim 760^\circ\text{C}$  程度で実施される必須の熱処理である。この熱処理中にマルテンサイト組織は回復し、析出物は生成・成長する。その結果、CGHAZ、FGHAZ、ICHAZ といった組織区分を明確にすることは困難になる。しかし、溶接継手のクリープ強度や破壊機構を議論する上で、それらの組織を分離して議論することは極めて重要である。

溶接継手で発生するクリープ破壊は、亀裂の発生箇所によって Type I から Type IV の 4 種類に分けられる。Type I や Type II は溶接時の欠陥や残留応力、母材と溶接金属との強度のミスマッチによって生じる。CGHAZ で発生する Type III は比較的低温・高応力側の試験条件で、FGHAZ または ICHAZ を起点とする Type IV は高温・低応力条件でそれぞれ発生する。したがって、耐熱鋼の実用条件で特に問題になるのは Type IV 破壊であり、その発生プロセスは一般に以下のよう考えられている。

(i) 溶接中およびクリープ変形中の組織変化により、FGHAZ または ICHAZ のクリープ強度が著しく低下する。

(ii) FGHAZ または ICHAZ への変形の集中と母材・溶接金属からの変形拘束(応力多軸度の増加)により FGHAZ または ICHAZ の結晶粒界でボイドの発生が集中的に起こる。

(iii) いくつかのボイドが連結して亀裂となり、材料が破壊される。

この破壊発生プロセスには未解明な部分が多く残されている。例えば、近年発表されている多く関連論文においても、破壊起点に関する記述は FGHAZ と ICHAZ が混在している。すなわち我々は、「クリープ変形中にボイドを優先的に発生・成長させる領域が FGHAZ であるか、ICHAZ であるか?」という基本的な事柄を理解できていない。また、Type IV 破壊の起点が粒界上ボイドの発生と連結であることはよく知られた事実であるにも関わらず、ボイドの生成と成長をクリープ変形パラメータと関連付けて定量的に議論された例はほとんどない。これには、クリープ試験法の問題点関わっている。

一般に、粒界上ボイドの発生速度や成長・合体挙動を理解し予測するためには、その領域におけるクリープ変形機構や変形速度、発生しているクリープひずみ、さらにはボイド周囲に生成する局所ひずみの緩和挙動をそれぞれ定量的に計測、解析する必要がある。しかし、溶接継手に関して、これら変形パラメータが正確に測定された研究例はほとんどない。溶接継手をクリープ試験片とした場合には、そのゲージ部に母材、HAZ および溶接金属が含まれる。HAZ の中でも、溶接時の最高加熱温度に依存した組織差がある。したがって、試験片ゲージ部の長さの時間変化を一括して計測する一般的なクリープ試験では、HAZ のみの変形挙動を計測することは不可能である。

## 2. 研究の目的

本研究の目的は、HAZ における微細組織の区分方法を定量的に定め、HAZ におけるクリープ変形挙動の評価法を確立することである。それらの成果は、HAZ の強度低下を抑制しうる材料

組織改質法を提案する上で貴重な知見となる。

### 3. 研究の方法

本研究では、発電プラント内での多くの使用実績を持つ ASME 規格 Grade 91 (代表組成として Fe-0.1C-9Cr-1Mo-0.2V-0.07Nb-0.05N(全て wt.%)、以下では Gr.91 鋼と呼称)の溶接継手を試料とした。溶接後、残留応力低減のための PWHT を施した。

(1) HAZ における微細組織の定量的区分法の確立  
試料に機械研磨と化学研磨を施し、ひずみのない清浄な試料表面とした後、走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope : SEM) を用いた後方散乱電子回折 (Electron Back-Scatter Diffraction : EBSD) 測定により結晶方位情報を得た。また、HAZ の硬さ変化を調べるため、ビッカース硬さ試験を行った。

(2) HAZ におけるクリープ変形挙動評価法の確立  
試料表面に付けたランダムパターン画像の変化から変形中の局所変位を定量解析するデジタル画像相関 (Digital Image Correlation : DIC) 法とクリープ試験を組み合わせた力学試験法 (DIC クリープ試験と呼称する) を用いた試験法を開発した。試料には、Gr.91 鋼の溶接継手を用いた。溶接継手の肉厚中央部付近から、HAZ が試験片中央部に位置し、溶接線が荷重負荷方向に垂直になるように、正方形断面を持つ角柱状クリープ試験片を切り出した。試験片表面を湿式研磨し、耐熱スプレーを噴霧させることで試料表面にランダム模様を形成させた。その後、試験片をクリープ試験機に装着し、温度 650°C、試験応力 70 MPa または 85 MPa の条件で単軸引張クリープ試験を行った。試験片表面のランダム模様の変化を 1 時間毎に炉外のカメラで撮影し、その画像シリーズの DIC 解析から、試験片に発生する平均ひずみと局所ひずみの発達を評価した。

### 4. 研究成果

(1) HAZ における微細組織の定量的区分法の確立

図 2 に、HAZ を母相側 (Base Metal: BM) から溶接金属側 (Welded Metal: WM) に至るまで約 5000  $\mu\text{m}$  の広範囲にわたって測定した EBSD マップを示す。図の左上が母材、右下が溶接金属である。旧オーステナイト粒径は母材では数十  $\mu\text{m}$  であるが溶接部に近づくにつれて微細になっていく。さらに溶接部に近づくに徐々に粗大化し、溶接金属では極めて粗大になるという HAZ における組織の変化と分布がわかる。この変化をより定量的に示すために、PWHT を行っていない溶接まま材について、EBSD マップから単位面積当たりのラス境界とパケット境界長さを算出した結果を図 3 に示す。図 3 中にはビッカース硬度の分布も示している。図より、HAZ のある部分で単位面積当たりのパケット境界長さが増加、すなわちパケット径の微細化が生じる部分が存在し、ほぼ同じ領域においてラスの微細化とビッカース硬度の上昇が生じていることがわかる。元々の母材は焼戻された材料であるが、この部分では溶接時にオーステナイト変態が生じ、その後の冷却でマルテンサイト変態したことにより焼入れままのマルテンサイトが混在しているために、ラスが微細で硬度が高いと理解される。また、溶接時の加熱が瞬間的であることに加えてフェライトとオーステナイトの二相状態であることによって、オーステナイト粒が十分に成長できず、このことが旧オーステナイト粒径と相関があるパケット径の微細化を引き起こしていると考えられる。したがって、ラス・パケット径の微細化とビッカース硬度

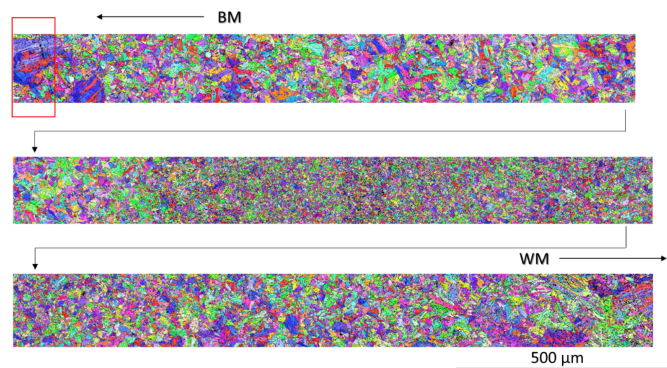


図 2 HAZ の広域 EBSD 測定結果

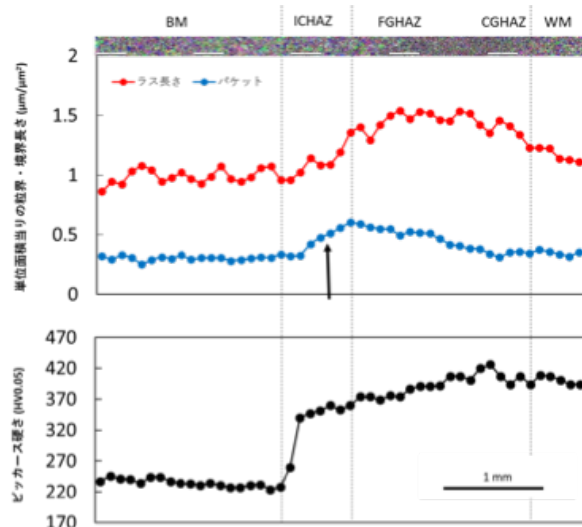


図 3 HAZ の領域区分法の提案

の上昇が生じ始めた領域が ICHAZ であると決定できる。さらに、パケット径が極小値(単位面積当たりのパケット境界長さが極大値)をもつ部分において、すべての結晶粒がオーステナイト変態したと見なせば、ここから溶接金属側が FGHAZ であり、そして徐々に旧オーステナイト径が粗大化していき CGHAZ に達すると識別できる。このように、EBSD 測定で得られた結晶粒界情報とビッカース硬度を組み合わせることで、HAZ を客観的に領域分けすることに成功した。

図 4 は、図 3 と同様の方法で溶接継手のクリープ中断材 (650°C, 50 MPa, 2000 時間中断) の HAZ を評価した結果である。一部で著しいラスの粗大化 (単位面積当たりのラス境界長さの減少) とビッカース硬度の低下が生じていることがわかる。この領域は FGHAZ に相当し、その方位差ヒストグラムを解析すると、マルテンサイト組織に特有の結晶方位関係に起因する方位差ピークが消失しており、マルテンサイトが完全に回復し等軸フェライト化していることが明らかとなった。ビッカース硬度の低下からもわかるように、この領域では微細組織によるクリープ強化能が失われた状態であり、局所的に著しいクリープ弱化が生じているといえる。そこで、クリー

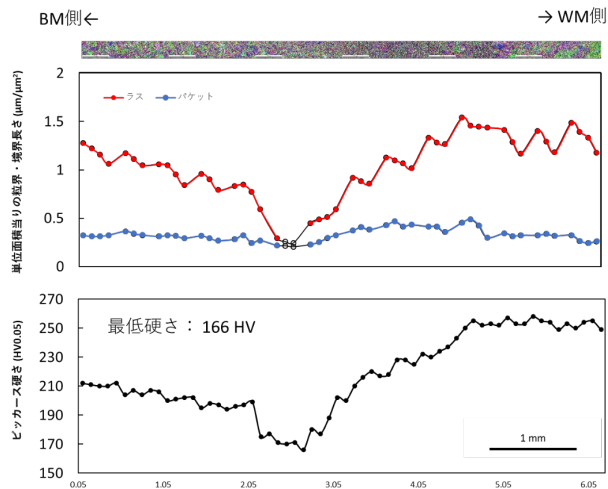


図 4 クリープ中断材における境界長さと硬さの変化

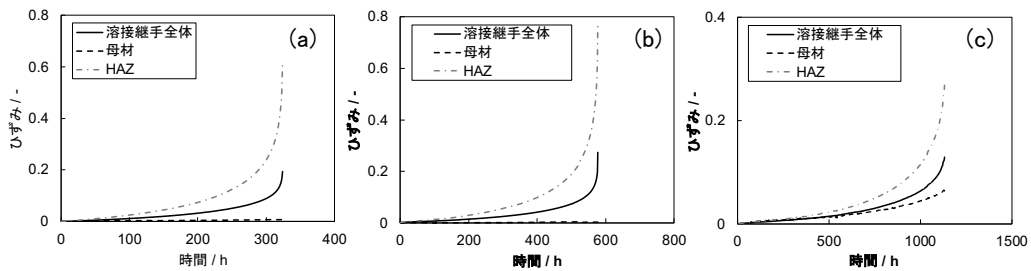


図 5 DIC クリープ試験から得られたクリープ曲線; (a) 2 mm×2 mm 断面、(b) 4 mm×4 mm 断面、(c) 6 mm×6 mm 断面

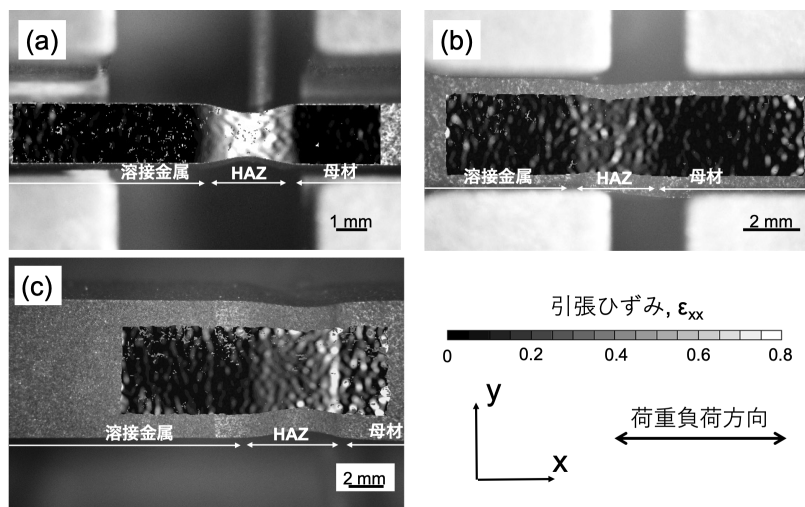


図 6 70 MPa でクリープ試験した各試験片の破断直前の外観写真とひずみマップ; (a) 2 mm×2 mm 断面、(b) 4 mm×4 mm 断面、(c) 6 mm×6 mm 断面

プ変形中のボイドの生成量を調査したところ、この FGHAZ の領域に集中的にボイドが生成していることが明らかになった。すなわち、本実験条件において、破壊が生じるのは FGHAZ であることが明確に示された。

## (2) HAZ におけるクリープ変形挙動評価法の確立

図 5 に、70 MPa で DIC クリープ試験した各試験片のクリープ曲線をそれぞれ示す。ここで、各図には、溶接継手の平均的なひずみ変化に加えて、母材のみ、または、HAZ のみに着目して描いたクリープ曲線も併せて示す。いずれのひずみも、当該領域において、解析ソフトウェア上で荷重負荷方向に沿った疑似的な伸び計を設置して算出した。図より、どの試験片でも、HAZ にてクリープ変形中のひずみの発達が顕著であることがわかる。本研究では、2 mm×2 mm 断面、4 mm×4 mm 断面、6 mm×6 mm 断面の試験片を用いたが、2 mm×2 mm 断面、4 mm×4 mm 断面の試験片では、母材は破断に至るまでほとんど変形していない。一方で、6 mm×6 mm 断面の試験片では、母材もいくらかクリープ変形している。HAZ のみの強度はどの試験片でも同様であるため、6 mm×6 mm 断面の試験片では、HAZ の変形を母材が拘束する反作用として、母材の変形が強制されたと考えることができる。これにより、クリープ変形中の塑性域は母相側へも広がり、結果として、溶接継手としての破断時間の長寿命化が引き起こされることがわかった。図 6 に、解析結果の一例として、70 MPa でクリープ試験した各試験片の破断直前の外観写真にひずみマップを重ねたものを示す。ここで、ひずみは、図中に示すように x, y 軸を設定した場合の  $\varepsilon_{xx}$  (荷重負荷方向への引張・圧縮ひずみ) を表示している。どの試験片においても HAZ にひずみの集中が起こっている様子は、図 5 に示したクリープ曲線の結果と一致する。このように、本研究では HAZ における局所的なひずみ発達を捉える試験法の確立に成功した。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 0件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 光原昌寿, 中島英治	4. 巻 63
2. 論文標題 画像相関法による局所クリープ変形挙動解析手法の開発	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 耐熱金属材料第123委員会研究報告	6. 最初と最後の頁 121-128
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 光原昌寿, 石橋怜輝, 早川弘之, 中島英治	4. 巻 63
2. 論文標題 デジタル画像相関クリープ試験法による9Crフェライト系耐熱鋼溶接継手の局所ひずみ解析	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 耐熱金属材料第123委員会研究報告	6. 最初と最後の頁 207-211
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計5件（うち招待講演 4件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 光原昌寿
2. 発表標題 クリープ損傷に関する教科書的理解
3. 学会等名 日本鉄鋼協会 高温材料の高強度化 第6回研究会（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 光原昌寿, 奥村啓太, 山崎重人, 中島英治
2. 発表標題 加速クリープの学理構築のためのDICクリープ法の開発
3. 学会等名 日本鉄鋼協会 高温材料の高強度化 第6回研究会（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 光原昌寿, 山崎重人, 中島英治
2. 発表標題 高精度または多機能なクリープ試験法の開発
3. 学会等名 日本金属学会2020年秋期(第168回)講演大会(招待講演)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 光原昌寿
2. 発表標題 高Crフェライト系耐熱鋼の高温強度を理解するための材料組織評価の工夫
3. 学会等名 日本鉄鋼協会2021年春季(第181回)講演大会(招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 石橋怜輝, 光原昌寿, 早川弘之
2. 発表標題 耐熱鋼溶接継手におけるクリープ変形中の局所ひずみ分布
3. 学会等名 日本金属学会2023年春季(第172回)講演大会
4. 発表年 2023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
---------------------------	-----------------------	----

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
---------	---------