

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 6 月 12 日現在

機関番号：12601

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2009～2011

課題番号：21360048

研究課題名（和文）クリープボイドの三次元幾何形状の計測とボイド体積率による新しい余寿命評価法

研究課題名（英文）Measurement of three-dimensional geometry of creep void, and new method for residual life prediction by void volume ratio

研究代表者

酒井 信介 (SAKAI SHINSUKE)

東京大学・大学院工学系研究科・教授

研究者番号：80134469

研究成果の概要（和文）：高温機器の損傷モードにクリープがあり、余寿命はクリープボイドと呼ばれる微小な空孔の統計的性質により評価される。従来はボイドの二次元の評価を行っていたが、本研究では 3D-EBSD 法と電子顕微鏡画像を併用して、クリープボイドの三次元幾何形状を計測する手法を開発し、三次元的な評価を可能にした。そして、クロムモリブデン鋼のクリープ損傷材に適用し、ボイドの体積率、時間による形状の変化、発生しやすい粒界と応力の関係について明らかにした。

研究成果の概要（英文）： Creep is one of the failure mode of high temperature equipment. Residual life is estimated by statistic analysis using feature of creep void that is small vacancy. Previously, the two dimensional analysis for void is used. In this research, method for measurement of three-dimensional geometry of void is developed by combining 3D-EBSD method and SEM images. The method enabled three-dimensional analysis of void. The method is applied to Chrome Molybdenum Steel that has been creep damaged. In the results, the void volume ratio, the variation of geometry by time and the relationship between grain boundary with void and stress direction are clarified.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009 年度	9,300,000	2,790,000	12,090,000
2010 年度	2,900,000	870,000	3,770,000
2011 年度	2,800,000	840,000	3,640,000
年度			
年度			
総計	15,000,000	450,000	19,500,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：材料設計・プロセス・物性・評価

## 1. 研究開始当初の背景

火力発電プラントなどでは累積運転時間が 20 万時間を超える高経年プラントが年々増加している。こうした高温機器の損傷モードの一つがクリープである。クリープの余寿命評価法には A パラメータ法やボイド面積率法など様々な方法があるが、いずれにせよ

鋼材中に発生するクリープボイド（以下、ボイド）と呼ばれる微小空洞の統計的性質を評価する手法である。

しかし、ボイドは三次元の空洞であるものの、研究開始当初ではボイドの断面形状や面積など二次元の評価にとどまっており、三次元的な検討はなされてこなかった。

その一方で、鋼材のマイクロ組織の三次元形状を計測する手法に、電子線後方散乱法 (EBSD) とシリアルセクションング法を組み合わせた 3D-EBSD 法がある。計測対象に対して EBSD 観察と研磨を繰り返して、三次元形状の断面画像群を作成する。そして、画像群を連結して三次元形状を再構築する手法である。3D-EBSD 法により、Lewis らはオーステナイト系ステンレス鋼について結晶粒の三次元形状を計測している。また、Adachi らはセメントタイトのラメラ組織について三次元形状の計測をおこなった。このように 3D-EBSD 法は鋼材のマイクロ組織の三次元形状計測に有効であると言われている。

## 2. 研究の目的

本研究では、3D-EBSD 法をクリープ損傷材に応用し、ボイドの三次元形状の計測をおこなうことを目的とする。しかし、ボイドは空孔であり結晶構造では無いので、結晶方位像のみでは断面形状を求めることはできない。そこで、本研究では結晶方位像と走査型電子顕微鏡 (SEM) 像を併用することで、ボイドの三次元形状を計測した。クリープ損傷材は破断材と中断材を用意し、寿命消費率と三次元形状の関係について求めた。

## 3. 研究の方法

### (1) ボイドの三次元幾何形状計測方法

使用した EBSD は OIM (Orientation Image Microscopy) 検出器 (EDAX-DigiViewIII) とデータ収集用ソフトウェア OIM Data Collection 5.1 を使用した。EBSD は FE-SEM (エリオニクス製 ERA-8800FE) に取り付けられている。本装置は 4 本の検出器が真空チャンバーについているため、70° 傾いた EBSD 用ステージであっても明瞭な SEM 画像を得ることができる。そのため、結晶方位像と同じ視野の SEM 画像を EBSD 測定時に取得することができ、両者の間にずれは無い。

ボイドを OIM 検出器で測定した場合、空洞であることから方位は存在せず、菊池パターンの無い画像が得られる。しかし、OIM Data Collection ではこの画像を処理して CI (Confidence Index) 値はほぼゼロであるが、方位を決定してしまう。したがって、EBSD で得る逆極点図 (IPF マップ) ではボイドは表現できない。また、Image Quality (IQ 値) マップではボイドと粒界の区別が困難である。

また、SEM 画面上で観察されるボイドは、特に微小の場合コンタミネーションや介在物との区別が難しい。そこで、ボイドは粒界上に存在する空洞という条件から、結晶方位像が得られる粒界と SEM 画像を重ね合わせることでボイドの判別をおこなった。そして、ボイドの三次元形状計測には SEM 画像を使用し、結晶粒界の三次元形状には結晶方位像を

用いた。

断面画像の作成には機械研磨を用いた。研磨は丸本ストルアス製 (テグラフォース) の自動研磨機を用い、最終研磨には同社製コロイダルシリカ (OP-U, 0.04 μm) を使用した。断面画像の間隔は研磨速度により異なる。研磨速度は研磨機の加圧、回転数、計測試料の機械的性質や埋め込み樹脂内における研磨面の樹脂と計測試料の面積比などに依存する。したがって、ここでは予めビッカース圧痕を用いて研磨速度の見積をおこない、必要な画像間隔を得るための研磨時間を設定する必要がある。

ボイドの三次元形状を計測するための手順を図 1 に示す。手順はデータ収集と、データ解析に分けられる。

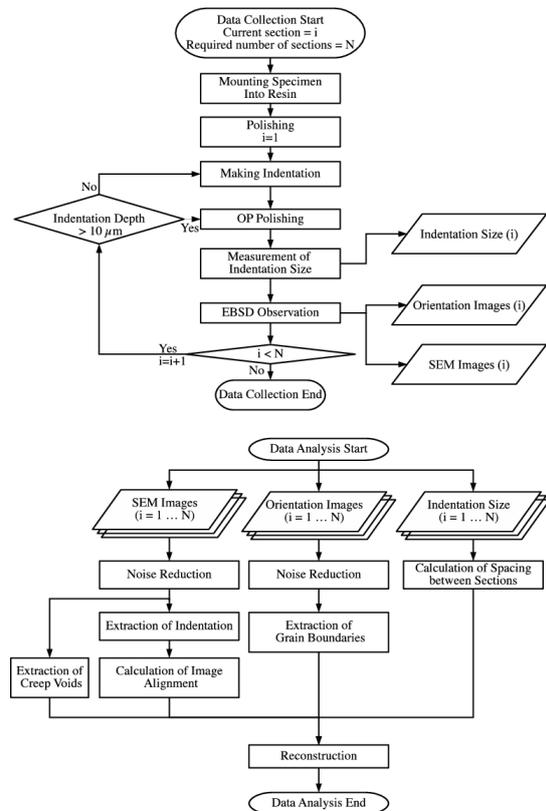


図 1 ボイドの三次元幾何形状計測方法

データ収集では、はじめに試験片を導電性の樹脂に埋め込んだ後、最終研磨までおこなう。次に、研磨面にマイクロビッカース (FISHERSCOPE HM2000) で圧痕を計測視野周辺に 2 箇所作成する。これは研磨した深さの計測と、三次元像を再構築する時に断面画像の位置合わせに使用する。機械研磨を用いる場合、研磨のたびに EBSD 用試料台から試験片を取り外さなければならないため、断面画像事にずれが生じる。そこで、圧痕をずれを補正するための基準として使用した。次に、OP-U で研磨を行った後、圧痕の大きさを計測し EBSD 観察を行う。EBSD 測定では、結晶方位像と SEM 濃淡像 (256 階調) を同時に得る。

圧痕の大きさは断面画像の間隔と等しい研磨量を計測するために必要である。計測はキーエンス製レーザー顕微鏡(VK-9500)で行った。測定の後、圧痕深さが $10\mu\text{m}$ 以下である場合は、再度圧痕を作成する。必要な数( $N$ )の断面画像を計測した後、データ解析を行う。

データ解析は、1) 結晶方位像から粒界の抽出、2) SEM画像からクリープボイドの抽出、3) 断面画像間のずれ量の計算、4) 断面画像間の間隔の計算を行ったのち、三次元再構築を行い終了する。

はじめに1)～3)の処理のため、方位像とSEM画像のノイズ消去を行う。次に1)については方位差が $15^\circ$ 以上ある場所を粒界として抜き出した画像を作成した。2)については圧痕を除いたSEM画像の濃淡値の平均値( $\mu$ )と標準偏差( $\sigma$ )を求め、 $\mu-3\sigma$ を閾値として画像を二値化した。3)については、まずSEM画像を二値化して全ての断面画像で圧痕の形状のみの画像を作成する。断面画像間のずれ量は、 $i$ 番目の画像の平行移動と回転を行った画像と、 $i+1$ 番目の画像について相関係数を計算し、最も大きくなる移動量と回転角を求めた。これを $i=1-N$ まで適用し、角断面画像間のずれを求める。SEM画像と結晶方位像は同一の断面画像であれば、ずれはないとしているため、SEM画像のずれ量のデータはそのまま結晶方位像のずれ量とした。最後に断面画像間の間隔の計算は $i$ 番目と $i+1$ 番目で計測された圧痕の対角線の長さの差と圧死の形状から求めた。ただし、三次元可視化や体積計算では断面画像の間隔は一定とし、値は間隔の平均値を用いた。また、研磨面が水平に研磨されない場合は、アル断面を観察したときに圧痕の形状が正方形では無くなることが考えられる。しかし、目視で観察する限り圧痕の形状はほぼ正方形であったため、本論文では水平に研磨されていると仮定して解析を行っている。

以上のデータをそろえた後、三次元形状を作成し、結晶粒界とクリープボイドの可視化を行った。

#### (2) 供試材

1Cr-1Mo-0.25V 鍛鋼のクリープ試験の破断材と中断材を供試材とした。クリープの試験条件は、単軸クリープ試験(中実丸棒試験片、直径 $10\text{mm}$ 、平行部長さ $50\text{mm}$ )、温度 $580^\circ\text{C}$ 、応力 $180\text{MPa}$ 、破断時間 $4200$ 時間である。中断材は破断時間の25、50、75%の時間で作成された。タービンロータの実際の使用条件は $530^\circ\text{C}$ 、 $100\text{MPa}$ 程度であり、このときの破壊機構は粒界ボイドによる破壊である。クリープ試験条件は、同じ損傷メカニズムを再現できる条件で、かつ破断時間が短くなるような条件である。

供試材の金属顕微鏡写真を図2に示す。組織はベイナイトである。ボイド(VOID)は旧オ

ーステナイト粒界(GB)上に多く観察される。

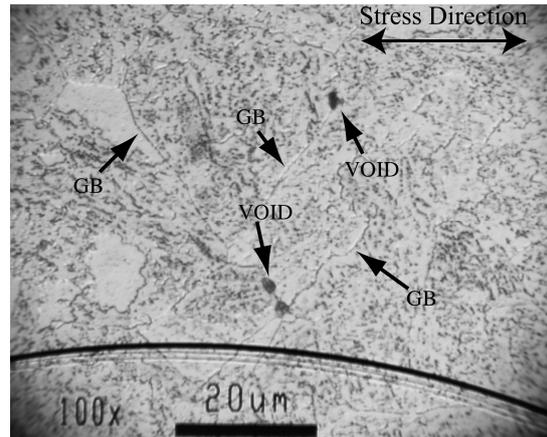


図2 1Cr-1Mo-0.25V 鋼の結晶組織

計測用試験片は破断材と中断材からそれぞれ1箇所を切り出して作成した。計測面は丸棒試験片の長手方向に平行となる面にした。研磨はコロイダルシリカを用いて行い、断面画像の間隔が $0.5\mu\text{m}$ となるように、研磨時間3分30秒、加圧力 $10\text{N}$ 、回転数 $150\text{rpm}$ とした。本研究では埋め込み用樹脂(丸本ストルアス製ポリファスト)と計測試料の研磨面における面積比がほぼ均一になるように試験片から切り出したため、研磨時間は試験片に関わらず同じ時間を用いている。

#### (3) EBSDの測定条件

EBSDの測定条件は、SEM倍率を600倍、計測領域を $100\mu\text{m}$ 四方、分解能を $0.5\mu\text{m}$ 、相をフェライトとした。断面画像数は40とした。したがって、幅もしくは長さが $0.5\mu\text{m}$ 以下のボイドについては、計測対象から除外している。なお、1画像の計測に必要な時間は約25分である。各試験片から1視野を計測した。

#### 4. 研究成果

##### (1) ボイドの三次元幾何形状計測結果

図3にボイドの三次元幾何形状を計測した結果を示す。三次元再構築と表示には三次元モデリングソフトウェアのIMODを用いた。

直方体は計測領域の境界を示す。灰色は旧オーステナイト粒界、オレンジ色はクリープボイド、矢印は粒界三重点を示す。応力は全て $y$ 方向である。

ボイドは主に旧オーステナイト粒界上に発生しており、試験時間が進むにつれボイドの個数も増えていることがわかる。これはクリープ損傷の進行と対応している。

##### (2) ボイドの三次元形状と発生箇所

図3から4種類のボイド形状に分類した。結果を図4に示す。(a)は球状のボイド、(b)は楕円の長軸を回転軸に回転した形状(長球)、(c)は楕円の短軸を回転軸に回転した形状(扁球)、(d)は偏球状のボイドが繋がった形状である。分類は目視で行った。

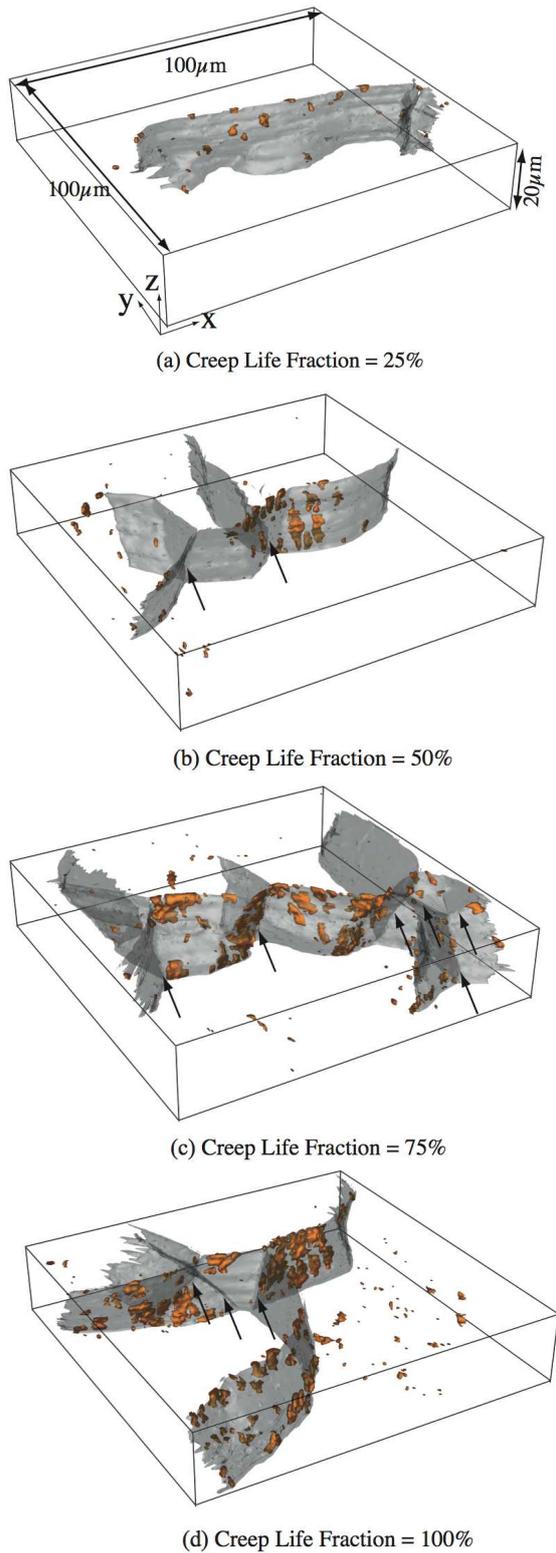


図3 クリープボイドの三次元幾何形状計測結果

25%損傷材では球形が支配的であるが、損傷が進行するにつれ長球と扁球が増えている。さらに100%では偏球が結合したボイドが多く計測されている。偏球の形状はボイドが旧オーステナイト粒界に沿って成長している結果と考えられる。一方で球形のボイドは

損傷度に関係なく存在していることから、仮に主き裂が存在していたとしても、損傷の過程で発生と成長が起きていると考えられる。

ボイドは図3より2個の結晶粒が接している面に主に発生している。一方で図3内矢印で示している3個以上の結晶粒が交わってできる粒界の線の箇所にはボイドはほとんど発生していない。

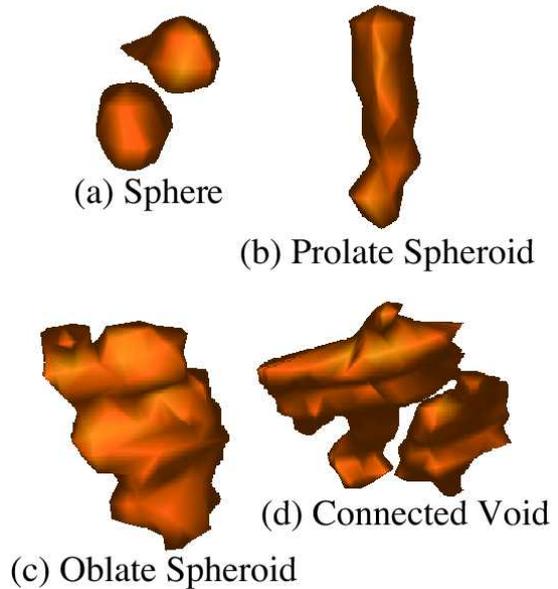


図4 ボイドの三次元幾何形状分類結果

図5は100%損傷材をZ方向から見た状態である。Aにはボイドが多く存在している、一方でBはボイドが相対的に少ない。すなわちボイドは応力方向(y)に垂直な面に多く発生し、応力と平行である粒界には発生しにくいことがわかる。

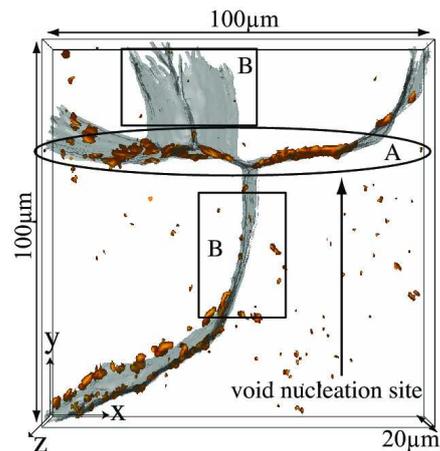


図5 旧オーステナイト粒界とクリープボイドの関係

### (3) ボイドの空間分布

図6にボイドの動径分布、図7にボイドのサイズの分布を示す。ボイドのサイズはボイドの体積を球に置き換えたときの直径とし

た。試験時間が長くなるほど、矢印に示すように個数密度は距離に関わらず増加している。これは、損傷が進むにつれボイドが次々と発生していることを示している。また、100%損傷材においても、サイズが $2\mu\text{m}$ 以下のボイドが破面から $1\text{mm}$ 程度離れたところに大量に存在していることから、クリープ寿命後期であってもボイドは発生していることがわかる。

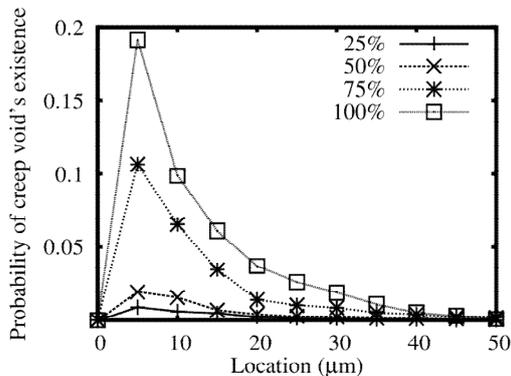


図6 ボイドの動径分布  
図7 ボイドサイズの分布

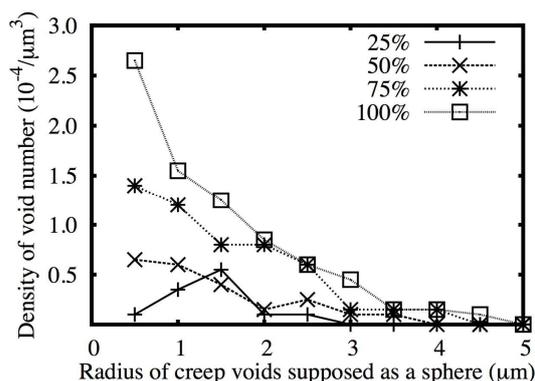


図8 ボイドサイズと累積体積率

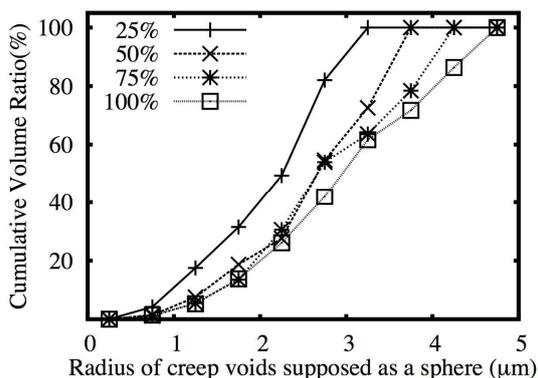


図8はボイドのサイズとボイドの体積がボイド全体積に占める累積割合である。100%損傷材では、図7より $1.5\mu\text{m}$ 以下のボイドが多くあるが、体積の割合はボイド全体積の9.5%である。したがって、 $1.5\mu\text{m}$ 以下のボイドは100%損傷材において支配的な損傷では

ない。一方、 $2.5\mu\text{m}$ 以上のボイドの体積は全体の65.9%であり、こちらが支配的であることがわかる。また、25%損傷材では $2.5\mu\text{m}$ 以下のボイドが全体積の65%を占めており、他の損傷材と比べて相対的に小さいボイドが支配的である。50%と75%の損傷材については25%と100%の中間の分布である。

これらの結果から、クリープ損傷が進行するとボイドは大きくなるが常に発生もしている。寿命初期であれば小さいボイドが支配的で、特定のボイドが大きいと言うことはなかった。続いて寿命後期では、体積の割合で見ると成長したボイドが支配的であり、発生するボイドは数が多いが影響は少ない。

#### (4) 溶接熱影響部(HAZ)への応用

本研究では、これまで2次元の画像により評価してきたクリープボイドについて、三次元幾何形状を計測し、空間分布について検討を行った。

クリープボイドの三次元幾何形状の計測を実現したことは国内外において初の成果であり、さらに鋼中におけるボイドの空間分布を明らかにした。

しかし、本研究で用いた供試材はボイドが一様に鋼中に分布していることが前提である。火力発電所などの配管ではHAZに発生するボイドが問題となっている。しかし、HAZでは板厚方向にボイドの分布が一様ではない。したがって、ボイドの分布が一様でないような材料においても、ボイドの空間分布を明確にする必要がある。しかし、このような材料の場合、本研究の手法は非常に多くの時間が必要となることから、適用が困難である。観察領域は狭い( $\sim 50\mu\text{m}$ )が自動的な計測が可能となるFIB-SEMなどを用いて、HAZにおけるボイドの空間分布を明らかにすることが望まれる。

#### 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1件)

① 山際謙太、片岡哲志、泉聡志、酒井信介、3D-EBSD法と電子顕微鏡画像を併用したクリープボイドと結晶粒界の三次元幾何形状の計測、日本機械学会論文集(A編)、査読有、Vol. 76、No. 772、2010、1799-1805

〔学会発表〕(計5件)

① 片岡哲志、山際謙太、泉聡志、酒井信介、シリアルセクション法による結晶組織の三次元可視化、日本機械学会材力部門講演会、札幌、2009年7月  
② Kenta YAMAGIWA、Saotshi KATAOKA、Measurement method of 3-dimensional geometry of creep void, and its

application to estimation of creep residual life, HOLSIP09, Utah, USA, March/2010.

- ③ Kenta YAMAGIWA, Satoshi TAKAOKA, Satoshi IZUMI, Shinsuke SAKAI, Measurement of three dimensional geometry of creep void and grain boundary with combining 3D-EBSD method and SEM images, and its application to 1Cr-1Mo-0.25V turbine rotor steel, International Conference on Fracture and Strength, Sendai, Japan, Oct./2010.
- ④ Kenta YAMAGIWA, Satoshi KATAOKA, Satoshi IZUMI, Shinsuke SAKAI, MEASUREMENT OF THREE DIMENSIONAL GEOMETRY OF CREEP VOID AND GRAIN BOUNDARY WITH COMBINING 3D-EBSD METHOD AND SEM IMAGES, ASME PVP2011, Baltimore, USA, July/2011
- ⑤ Kenta YAMAGIWA, Takahiro HIRAMSTSU, Satoshi KATAOKA, Satoshi IZUMI, Shinsuke SAKAI, Quantitative Analysis of Three-dimensional Geometry of Creep Void Observed in 1Cr-1Mo-0.25V Turbine Rotor Steel, ATEM11, Kobe, Japan, Sep./2011

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

酒井 信介 (Shinsuke SAKAI)  
東京大学・大学院工学系研究科・教授  
研究者番号：80134469

### (2) 研究分担者

泉 聡志 (Satoshi IZUMI)  
東京大学・大学院工学系研究科・准教授  
研究者番号：30322069  
原 祥太郎 (Shotaro HARA)  
東京大学・大学院工学系研究科・特任講師  
研究者番号：10401134  
山際 謙太 (Kenta YAMAGIWA)  
独立行政法人労働安全衛生総合研究所・主任研究員  
研究者番号：90371096