

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 27 年 4 月 10 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24360292

研究課題名(和文)金属材料の極低ひずみ速度クリープ挙動とその微視的機構の解明

研究課題名(英文)Clarification of ultra low strain rate creep behavior and its microscopic mechanism of metal material

研究代表者

中島 英治(Nakashima, Hideharu)

九州大学・総合理工学研究科(研究院)・教授

研究者番号：80180280

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 11,200,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、火力発電プラント等の高温構造部材の破壊につながる現象である金属材料の極低ひずみ速度の時間依存型(クリープ)変形に関して、変形を高精度に測定・解析する手法を確立した。また、電子顕微鏡を用いた詳細な微細組織観察の結果、従来研究で行われていた高ひずみ速度域での変形と本研究で実施した極低ひずみ速度域での変形では、鋼の微細組織中で強化因子として作用する要素が異なることを明らかにした。

研究成果の概要(英文)：An ultra-low strain rate time-dependent (creep) deformation causes the destruction of the heat-resistant material for the thermal power plant. In this study, we have established a method to measure and analyze it with high accuracy. We have also performed detailed microstructural observation using electron microscopes. By combining the two methods, it was revealed that the microstructural elements which act as a reinforcing factor in the steel changes under the ultra-low strain rate condition unlike that of the conventional experiment conditions.

研究分野：金属材料の高温変形

キーワード：クリープ 耐熱金属材料 微細組織 電子顕微鏡 極低ひずみ速度

### 1. 研究開始当初の背景

降伏応力未満の応力下でも塑性変形が進む現象、すなわち、クリープは、高温構造用部材の寿命に関わる重要な研究対象である。実用的側面から、特に year オーダーの長時間スケールで進行する極低ひずみ速度クリープへの興味が高まっている。極低ひずみ速度クリープの評価は、単軸試験片のひずみ測定精度に限界があるために一般に難しく、変形機構の理解は理論的予測に頼っているのが現状である。最近の精密な実験によって低応力クリープの機構が少しずつ明らかになってきているが、最小ひずみ速度  $10^{-10}\text{s}^{-1}$  以下の領域の変形機構は現在も未知である。前述の問題を解く鍵を見出すべく、申請者らは、ばねクリープ試験法に注目した。本手法は、試験片をばねにすることでひずみ測定精度を格段に向上させており、 $10^{-10}\text{s}^{-1}$  以下の極低ひずみ速度におけるクリープひずみを観測できる。申請者らはまず、豊富な標準クリープデータが報告されている実用鋼やハンド材料を対象として、ばね試験片によるクリープ試験を実施してきた。その結果、中程度のひずみ速度域では単軸試験片とばね試験片で良い対応が得られることがわかった。一方、単軸試験片でのクリープデータのない極低ひずみ速度域では、ばねクリープ試験データを正しく評価するために種々の注意を要することがわかってきた。申請者らは、ばね試験片の変形に関する様々な角度からの検討、及び電子顕微鏡を用いたナノ組織解析を行い、極低ひずみ速度クリープの変形機構の検討と評価技術の開発を具体的に進めて、その成果が徐々に論文発表できるレベルに至ってきた。今後、実験解析技術を更に高めれば、前述の未知なクリープ機構の問題に踏み込むことが可能となり、実機環境下での極低ひずみ速度クリープの理解に貢献できるとの着想に至った。

### 2. 研究の目的

本研究では、極低ひずみ速度クリープを高精度に測定できるばねクリープ試験装置を製作するとともに、ばね試験片による力学試験データの解析手法の確立を目指す。更に、収差補正走査透過電子顕微鏡等を用いた先端的ナノ構造解析、及び第一原理・分子動力学法による理論計算を実施し、マクロ特性とミクロ構造を繋げるアプローチをとる。耐熱構造材料の用途を有する鉄、ニッケル及びそれらの合金を研究対象とし、極低ひずみ速度クリープの変形機構を統一的に解明する。

### 3. 研究の方法

クリープ試験装置の開発と並行して、極低ひずみ速度ばねクリープ試験を行った。試料には純ニッケルとフェライト系耐熱鋼を用い、微細組織パラメータとして、結晶粒径や固溶元素濃度、析出物の分散状態を熱処理によって変化させた。これらの微細組織に関し

て各種電子顕微鏡法を用いて定量的に評価し、クリープ変形挙動との相関を検討した。クリープ変形挙動の検討事項としては、最小ひずみ速度の応力または温度に対する依存性の評価や、粘弾性変形の評価、応力急変による塑性ひずみの検出を行った。

### 4. 研究成果

まず、材料の結晶粒径と極低ひずみ速度クリープとの相関に関する基礎的な知見を得ることを目的として、純ニッケルを用いて結晶粒径が異なる試料の作製条件を検討し、コイルばねクリープ試験を行った。その結果、図1に示すように、500 において平均結晶粒径  $25\ \mu\text{m}$  の試料では  $20\ \text{MPa}$ 、 $120\ \mu\text{m}$  の試料では  $10\ \text{MPa}$  においてクリープ変形挙動が変化することを確認し、クリープ変形挙動が変化する応力値に結晶粒径依存性があることを実験的に明らかにするとともに、これらの境界値よりも高応力と低応力では転位運動の挙動が変化していることを明らかにした。

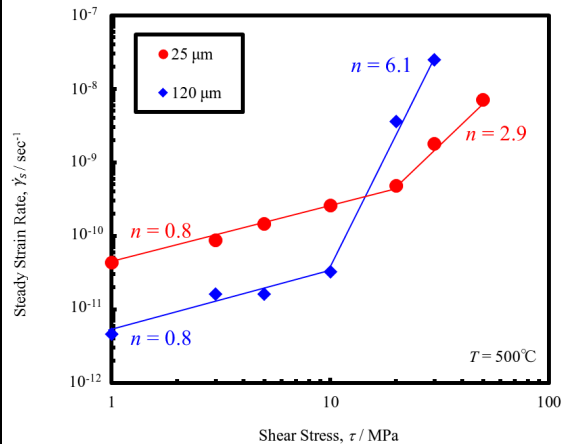


図1 純ニッケルの 500 における定常ひずみ速度の応力依存性

次に、耐熱構造材料の実用環境を想定して長時間時効を施したフェライト系耐熱鋼の極低ひずみ速度クリープ変形挙動と時効による組織変化について定量評価を行った。その結果、本研究で用いたフェライト系耐熱鋼の最小構造単位であるマルテンサイトラス幅は  $700\ \text{nm}$  の時効時間とともに増大し、 $5000\ \text{h}$  時間時効で飽和した。このラス組織によるしきい応力以上の負荷応力ではラス幅が増大するとクリープ強度が低下するという相関がみられたが、しきい応力以下の極低ひずみ速度クリープ変形領域ではその相関は見られないことが明らかになった。フェライト系耐熱鋼に最大  $10000\ \text{h}$  の長時間時効を施し、作製した時効材の微細組織と極低ひずみ速度クリープ変形挙動の対応関係を定量的に評価した。その結果、本研究で用いたフェライト系耐熱鋼の主要な析出物である  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  炭化物の分散状態は未時効材で最も疎であり、 $700\ \text{nm}$  で  $1000\ \text{h}$  の時効によって最も密と

なり、その後、時効時間とともに疎になっていた。時効に伴う M23C6 炭化物の分散状態の変化傾向と、極低ひずみ速度域における各時効材のひずみ速度の大小関係の間には明瞭な相関が見られた。ひずみ速度に対するマルテンサイトスラス幅と M23C6 炭化物の分散状態の関係を相関係数で整理し、クリープ試験の負荷応力に対してプロットしたものが図 2 である。相関係数の絶対値が 1 に近いほど両者の間に強い相関があり、0 に近いほど相関が弱いことを意味している。図 2 からわかるように、比較的高いひずみ速度域においてはマルテンサイトスラス組織が転位運動の主要な障害となるのに対して、極低ひずみ速度域では M23C6 炭化物へと主要な障害が変化していることが明らかとなった。

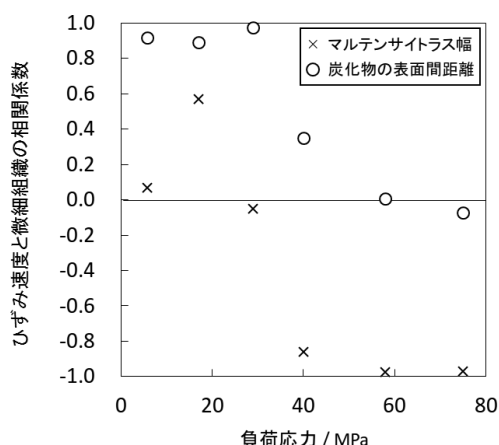


図 2 ひずみ速度と微細組織の相関係数と負荷応力の関係

以上に加えて、塑性的なクリープ変形と同時に生じる粘弾性変形について、その評価方法を確立し、見かけのクリープ曲線から粘弾性変形の寄与分を差し引いて評価することに成功した。その結果、特にフェライト系耐熱鋼の極低応力クリープ試験では、見かけのクリープ曲線に占める粘弾性変形によるひずみの割合が 60%以上となり、極低ひずみ速度クリープ挙動を正確に評価するためには粘弾性変形を考慮することが極めて重要であることが明らかとなった。また、図 3 に示すように、極低応力クリープ試験において三万秒毎に荷重の負荷・除荷を繰り返した結果、クリープ変形の進行に伴って粘弾性変形によるひずみが減少することが明らかとなった。このことは、粘弾性変形を生じさせている可動転位や亜粒界などのフェライト系耐熱鋼中の微細組織要素が変形とともに減少したことを示しており、これらの微細組織要素が極低ひずみ速度クリープ変形においても重要な役割を担っていることが示唆された。

また、極低応力では変形の局所性が増すと考えられるため、広範な領域中の局所的な転位組織を観察するための手法として、走査電

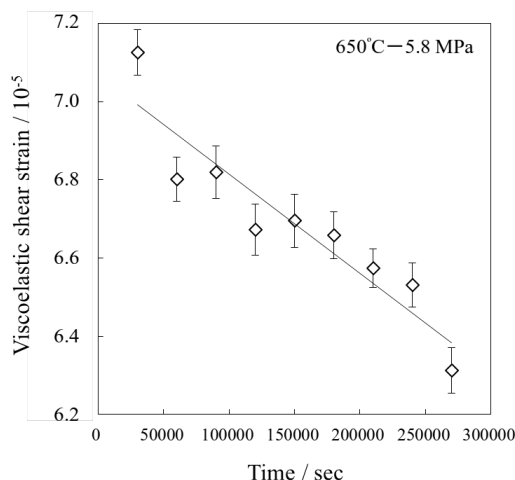


図 3 三万秒毎に負荷・除荷を繰り返した際に生じた粘弾性ひずみの変化

子顕微鏡を用いた電子線チャネリングコントラスト法を適用し、フェライト系耐熱鋼とニッケル基耐熱合金に関して転位組織観察法を実施した。その結果、本手法による転位組織観察と転位密度評価が可能であることを見出した。さらに、ニッケル基耐熱合金のクリープ変形材では、単一の結晶粒内においても場所に応じて最大で 100 倍程度の転位密度差が存在することを明らかにした。

#### 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 12 件)

S. Yamasaki, M. Mitsuhashi, K. Ikeda, S. Hata and H. Nakashima  
"3D visualization of dislocation arrangement using scanning electron microscope serial sectioning method"  
Scripta Materialia, Vol. 101(2015), pp. 80-83.

(査読有り)

10.1016/j.scriptamat.2015.02.001

S. Yamasaki, M. Mitsuhashi, K. Ikeda, S. Hata and H. Nakashima

"Low stress creep deformation in long time aged ferritic heat-resistant steel"  
Materials Transactions, Vol. 55(2014), pp. 842-849.

(査読有り)

10.2320/matertrans.M2013427

山崎重人, 光原昌寿, 波多聰, 中島英治  
"コイルばねクリープ試験法により評価した Grade T91 鋼の低応力クリープ変形"

鉄と鋼, Vol. 100(2014), pp. 688-695.

(査読有り)

10.2355/tetsutohagane.100.688

J. Shen, K. Ikeda, S. Hata and H. Nakashima  
"Abnormal transient creep" in fine-grained AL-5356 alloy observed at low strain rates by high-resolution strain measurement"  
Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol. 23(2013), pp. 1209-1214.  
(査読有り)  
10.1016/S1003-6329(13)62585-6

[学会発表](計23件)

網分拓海, 波多聰, 中島英治  
「Ni 基合金 Alloy617 のクリープ変形における組織変化の局所性」  
第169回日本鉄鋼協会春期講演大会  
2015年3月19日  
東京大学(東京都目黒区)

山崎重人, 光原昌寿, 波多聰, 中島英治  
「耐熱合金中の転位組織のSEM電子線チャネルリングコントラスト観察」  
平成26年度3月期耐熱金属材料第123委員会  
2015年3月5日  
東京工業大学(東京都大田区)

波多聰  
「金属材料組織観察のための透過電子顕微鏡技法の開発と応用」  
日本金属学会第154回春期講演大会  
2014年3月22日  
東京工業大学(東京都大田区)

山崎重人, 光原昌寿, 池田賢一, 波多聰, 中島英治  
「高Crフェライト系耐熱鋼の低応力クリープ変形に及ぼす微細組織の影響」  
平成25年度3月期耐熱金属材料第123委員会  
2014年3月3日  
東京工業大学(東京都大田区)

S. Yamasaki, M. Mitsuhashi, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima  
"Evaluation of creep strain in austenitic heat-resistant steel by local crystallographic orientation analysis"  
6th International 'HIDA' conference (HIDA-6)  
2013年12月2日  
Crown Plaza ANA Hotel (長崎県長崎市)

小池幸司, 山崎重人, 光原昌寿, 池田賢一, 波多聰, 中島英治  
「純ニッケルの極低ひずみ速度クリープの変形機構の解明」  
日本金属学会第153回秋期講演大会  
2013年9月17日  
金沢大学(石川県金沢市)

山崎重人, 光原昌寿, 池田賢一, 波多聰, 中島英治  
「オーステナイト系耐熱鋼の局所結晶方位解析によるクリープひずみの評価」  
第165回日本鉄鋼協会春期講演大会  
2013年3月28日  
東京電機大学(東京都足立区)

S. Yamasaki, M. Mitsuhashi, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima  
"Low stress creep deformation behavior of ferritic heat-resistant steel subjected to long-term aging"  
The 5th International Workshop New Methods of Damage and Failure Analysis of Structural Parts  
2012年9月12日  
オストラバ(チェコ共和国)

山崎重人, 光原昌寿, 池田賢一, 波多聰, 中島英治  
「長時間時効を施した高Crフェライト系耐熱鋼のクリープ変形挙動」  
平成24年度7月期耐熱金属材料第123委員会  
2012年7月9日  
東京工業大学(東京都大田区)

S. Yamasaki, M. Mitsuhashi, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima  
"Creep behavior at ultra-low strain rate in 9% Cr steel studied by helical spring creep test"  
12th International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures (Creep2012)  
2012年5月30日  
Kyoto TERRSA(京都府京都市)

[図書](計0件)

[産業財産権]  
出願状況(計0件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:  
出願年月日:  
国内外の別:

取得状況(計0件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:

出願年月日：  
取得年月日：  
国内外の別：

〔その他〕  
ホームページ等

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

中島 英治 (NAKASHIMA, Hideharu)  
九州大学・総合理工学研究院・教授  
研究者番号：80180280

##### (2) 研究分担者

波多 聡 (HATA, Satoshi)  
九州大学・総合理工学研究院・教授  
研究者番号：60264107

##### (3) 研究分担者

池田 賢一 (IKEDA, Ken-ichi)  
北海道大学・工学(系) 研究科(研究院)・  
准教授  
研究者番号：20335996