

## 9%Cr 鋼の溶接熱影響部の細粒域で生じるクリープ損傷の進展挙動の評価 Evaluation for Progress Behavior of Creep Damage in the Fined Grain Region of Heat Affected Zone in 9%Cr Ferrite Steel

鶴田 秀樹<sup>a</sup>, 吉田 公亮<sup>a</sup>, 戸田 裕之<sup>b</sup>  
Hideki Tsuruta<sup>a</sup>, Kimiaki Yoshida<sup>a</sup>, Hiroyuki Toda<sup>b</sup>

<sup>a</sup>株式会社 IHI, <sup>b</sup>九州大学  
<sup>a</sup>IHI Co., Ltd., <sup>b</sup>Kyushu University

高クロム鋼溶接継手の損傷は、主に溶接熱影響部(HAZ: Heat Affected Zone)の細粒域において発生し、タイプ IV 損傷と呼ばれている。タイプ IV 損傷のメカニズムは、クリープボイド(微小な空孔欠陥)が結晶粒界上に発生した後、それらが成長・合体することで裂状の欠陥となり、最終的な破断に至るものである。そこで、高クロム鋼溶接継手の HAZ 細粒域で発生するクリープボイドの成長・合体を予測するシミュレーション手法を構築し、ボイラ配管のクリープ寿命評価を高精度化することで、適切な定期検査時期の設定などのボイラ配管の保守計画に貢献することが期待される。

2015B1617 では、HAZ 細粒域におけるクリープ損傷の進展挙動を把握するため、切欠き入りのミニチュアクリープ試験片を用い、BL20XU において X 線マイクロトモグラフィによりクリープボイドの 3 次元観察を実施した。また、クリープ損傷過程の in-situ 観察により、同一試験片におけるボイドの発生・進展挙動を観察した。クリープ損傷中期から末期において、ボイドおよび析出物は、新たに発生するよりも既存のものが成長する方が、優先的に生じている様子が確認された。

**キーワード：** クリープ、ボイド、X 線マイクロトモグラフィ、in-situ 観察

### 背景と研究目的：

超々臨界圧(USC)ボイラの蒸気配管には、クリープ強度と熱的特性に優れる高クロム鋼が使用されている。しかしながら、高クロム鋼の溶接継手は母材に比べてクリープ強度が大幅に低く、そのことが問題となっている。高クロム鋼溶接継手の損傷は、主に HAZ の細粒域において発生し、タイプ IV 損傷と呼ばれている。タイプ IV 損傷のメカニズムは、クリープボイドが結晶粒界上に発生した後、それらが成長・合体することで裂状の欠陥となり、最終的な破断に至るものである。そのため、シミュレーションによって配管内部のボイドの発生・進展を予測することができれば、これまでの表面のボイド観察に基づく余寿命診断に比べて、ボイラ配管の余寿命評価の精度・信頼性を格段に向上させることができる。ボイドの発生・進展シミュレーション手法を構築するためには、ボイドの発生・進展メカニズムを詳細に把握することが不可欠である。そのためのツールとして、ボイドの発生状況を 3 次元的に把握することが可能な X 線 CT 観察技術は有効な技術である。なかでも、高輝度放射光施設 SPring-8 の X 線 CT 観察装置は数  $\mu\text{m}$  程度のボイドを識別できる分解能を有していることから[1]、SPring-8 の X 線 CT 装置を用いることで従来手法では 2 次元的にしか把握できなかったボイドの発生・進展挙動を 3 次元的に把握することが可能となり、タイプ IV 損傷のメカニズムの理解が一層深まることが期待できる。そこで、本研究では、ボイドの発生・進展シミュレーション手法を構築することにより、ボイラ配管の余寿命評価を高精度化することを目的とする。そのために、SPring-8 の X 線 CT 装置を用いることで、結晶粒界上におけるボイドの優先的な発生位置を明らかにし、ボイド発生・進展メカニズムを詳細に把握する。それらの実測によって得られる情報を考慮したタイプ IV 損傷の発生と進展に関する物理モデルを構築し、粒界上に作用する応力や時間履歴に対するボイド発生量や成長量を予測できるシミュレーションを構築する。

## 実験：

### 供試材料およびクリープ試験条件

本研究に用いた供試材料は、SCMV28 鋼である。タイプ IV 損傷は、HAZ 細粒域において、周囲の材料組織から変形の拘束を受けることにより、局部的に応力多軸度が上昇し、ボイドの発生と成長が促進されることで生じるとされる。そこで、HAZ 細粒域の応力状態を模擬するため、図 1 に示すような切欠きを導入したミニチュアクリープ試験片を製作した。X 線 CT 観察では、観察可能な視野が 1 mm 程度であるため、ミニチュアクリープ試験片の切欠き底直径を 1 mm 以下にすることで、1 本の試験片でクリープ試験と CT 観察を交互に繰り返す行うことを可能とした。それを最終破断に至るまで複数回に亘って繰り返すことにより、1 本の試験片におけるクリープ損傷の時間発展挙動を 3 次的に観察することが可能である。2015B1617 では、試験温度 650°C、応力 70 MPa でクリープ試験を実施し、クリープ寿命比 25%、51%、76%の段階において試験片評定部に含まれるクリープボイドを観察した。

### 放射光 X 線マイクロトモグラフィの観察条件

高輝度放射光施設 SPring-8 の BL20XU において、単色光 X 線マイクロトモグラフィを実施した。X 線 CT 観察のセットアップを図 2 に示す。検出器は CMOS (ORICA FKASH)、20 倍の光学レンズ、 $\text{Lu}_2\text{SiO}_5:\text{Ce}$  シンチレータで構成される。X 線エネルギーは 37.7 keV、試料と検出器間距離は 65 mm に設定した。露光時間は、800msec である。試料が 180°回転する間に 1500 枚の透過像を撮像した。時間分解能としては、1 スキャンあたり 25 分間の時間を要する。X 線イメージングによって得られた画像の画素あたりのサイズは 0.5  $\mu\text{m}/\text{pixel}$  程度である。

## 結果および考察：

ミニチュアクリープ試験は、クリープ寿命比 25%、51%、76%で中断し、それぞれの寿命比毎に X 線マイクロトモグラフィを実施した。図 3 にクリープ寿命比 51%、76%における試験片の切欠き部におけるボイドおよび析出物の 3 次元分布を示す。ボイドおよび析出物を赤色で示し、素材を灰色で示す。クリープ損傷の進行に伴い、赤色の領域が増加している傾向が確認された。本供試材では、X 線 CT 画像上で析出物が検出されており、ボイドと析出物を画像上で区別することが今後の課題である。本供試材では、主に  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ 、 $\text{M}_6\text{X}$  型炭窒化物により析出強化が行われている。しかしながら、Cr、Nb、V の複合窒化物 [Cr : Nb(V) : N = 1 : 1 : 1] である Z 相が、結晶粒界近傍で優先的に成長することにより、析出強化相の MX 炭化物が消失する要因となり、長時間経過後にクリープ破断強度が急激に低下するとされている。X 線 CT 画像上で検出されている析出物は、X 線 CT の分解能を基準に考えると、Z 相やラーベス相である可能性が高いと考えられる。



図 1. ミニチュアクリープ試験片の外観図

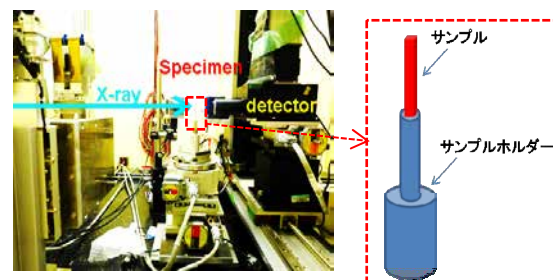


図 2. X 線 CT 観察のセットアップ

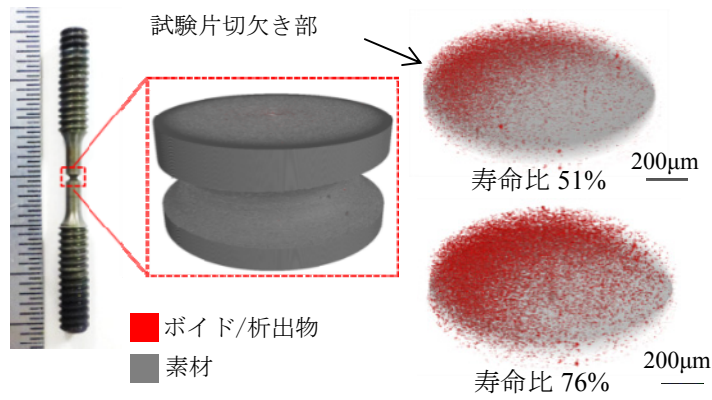


図 3. 試験片切欠き部の 3 次元観察結果

図 4 にクリープ寿命比 51%と 76%の切欠き部の同領域における拡大図を示す。A 領域では、クリープ時間の増加に伴い、ボイドおよび析出物が成長している様子が確認される。同一な特徴物を画像上で対応付けることにより、寿命比間における各々の特徴物の成長量や成長方向の違い(球状化、楕円体)が計測可能である[2]。一方で、B 領域では、ほとんど成長していない特徴物が検出されており、クリープ環境下で成長しないことと、圧延方向に伸長した形状から介在物であると考えられる。

図 5 にボイドおよび析出物の平均直径と寿命比の関係、個数密度と寿命比の関係を示す。クリープ損傷の進行に伴い平均直径および個数密度は、それぞれ 23.0%、14.7%増加することが確認された。この結果から、クリープ寿命比 51% から 76%の範囲におけるクリープ損傷挙動としては、発生よりも成長の方が優先的に生じていることが示された。クリープ寿命比 51%と 76%において、切欠き部に含まれるボイドおよび析出物の直径の分布を図 6 に示す。クリープ寿命比 51%と 76%の比較により、切欠き部に含まれるボイドと析出物の成長の様子が定性的に確認された。今後、各寿命比における観察結果と切欠き部の応力状態を比較することで、応力、時間、成長量を変数としたボイド成長モデルの構築に取り組んでいく。

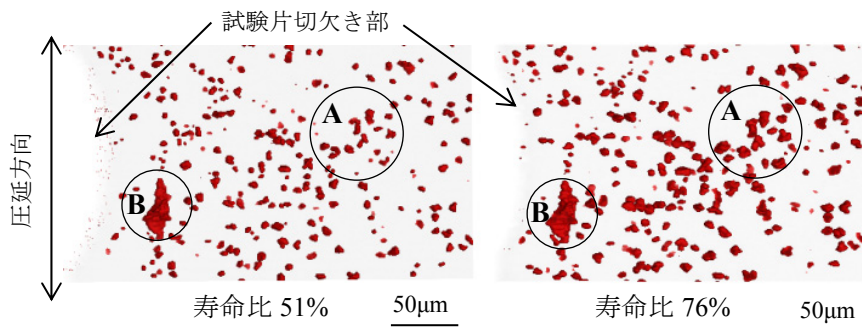


図 4. 切欠き部の 3 次元観察結果(拡大図)

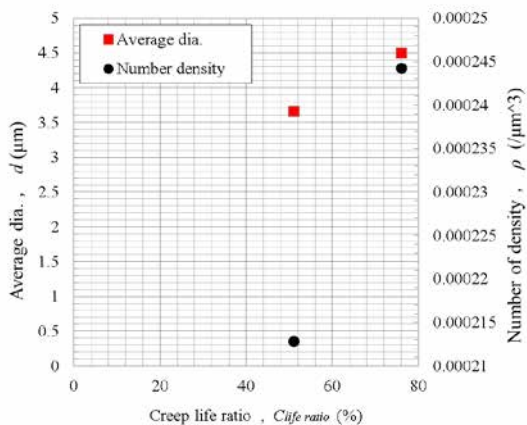


図 5. ボイド及び析出物の平均直径と体積率

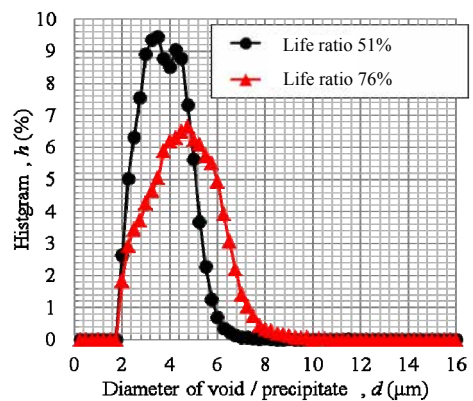


図 6. ボイド及び析出物の直径の分布

#### 今後の課題：

現状で得られている X 線 CT 画像では、クリープボイドと析出物が検出されており、両者を画像上で濃淡レベルから区別することができていない。この対策として、SEM-EDX により X 線 CT 画像上で検出されている析出物の成分分析を行うことにより、析出物の組成を明らかにするとともに、3 次元形態から両者の違いを把握する。さらに、クリープ損傷過程において、ボイドと析出物の成長挙動の違いに着目し、in-situ 観察によって得られた画像データから、画像解析により両者を区別していくことを検討している。

#### 参考文献：

- [1] C.Gupta et al., *Materials.Science & Engineering A*, **24**, 525-538 (2013).
- [2] M.Kobayasi et al., *Acta Materialia*, **56**, 2167-2181 (2008).