

9%Cr 鋼の溶接熱影響部におけるクリープボイドの発生・成長に
及ぼす多軸応力場の影響の評価
Evaluation for the Effect of Stress Triaxiality on Initiation and Growth
Behavior of Creep Damage in the Fined Grain Region of Heat Affected
Zone in 9%Cr Ferrite Steel.

鶴田 秀樹^a, 吉田 公亮^a, 戸田 裕之^b
Hideki Tsuruta^a, Kimiaki Yoshida^a, Hiroyuki Toda^b

^a株式会社 IHI, ^b九州大学
^aIHI Co., Ltd., ^bKyushu 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。

2016A1539 課題では、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。クリープ損傷過程の in-situ 観察により、クリープ寿命比 0% ~ クリープ寿命比 40% の段階におけるボイド進展過程を連続的に観察した。今後は、ボイド発生に寄与する介在物の影響について、得られた X 線 CT 画像から明らかにする必要がある。

また、実機肉厚相当の平板継手試験片を用いたクリープ中断試験を行い、溶接継手部の HAZ 細粒域におけるクリープボイドの発生分布を定量的に評価した。ボイドの発生、成長および連結挙動が、結晶粒径や局所的な応力拘束の影響を受けることが想定される。さらに、HAZ 細粒域におけるボイド体積率とクリープ寿命比に関する関係式を策定した。ボイド体積率が計測できれば、クリープ寿命の推定が可能となることが示唆される。ただし、検出可能なボイドが 1 μm 程度であることについて留意が必要であり、損傷初期のデータの精度があまり高くない。したがって、寿命比 20% 以下の損傷段階では、従来法である SEM 観察を適用することで、ボイドの発生量や発生位置について確認する必要がある。

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、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 μm 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[2]。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す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

2 種類の試験片形状によるクリープ試験の破断試験及び中断試験を実施し、タイプ IV 損傷材におけるクリープボイドの 3 次元観察を行った。図 1(a) は、実機のボイラ配管と同等の肉厚を有する平板継手試験片であり、より実機に近い損傷挙動を再現することが可能である。試験温度 650 °C、応力 60 MPa でクリープ試験を実施し、所定の寿命消費率のクリープ中断材を製作した。図 1(b) で示すように板厚方向に沿って、観察用サンプルを採取した。観察用サンプルは、溶接金属、溶接熱影響部、母材の 3 種類の相を含んでいる。2015A 期から 2015B 期のビームタイムでは、クリープ寿命消費率 0%、20%、60%、80%、100% の段階において CT 観察を行った[3]。2016A1539 課題では、寿命消費率 40% の段階について、CT 観察実験を行った。

図 2 は試験片評定部の直径が 1 mm 以下のミニチュアクリープ試験片であり、切断加工を伴わず CT 観察をすることが可能な形状をしている。したがって、クリープ中断試験と CT 観察を交互に繰り返すことにより、一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。2015B 期では、試験温度 650 °C、応力 60 MPa でクリープ中断試験を実施し、クリープ損傷の中期から末期において、CT 観察を実施した。2016A1539 課題では、クリープ損傷初期におけるボイド発生挙動について観察する。

放射光 X 線 CT 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 3 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、800 msec 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。

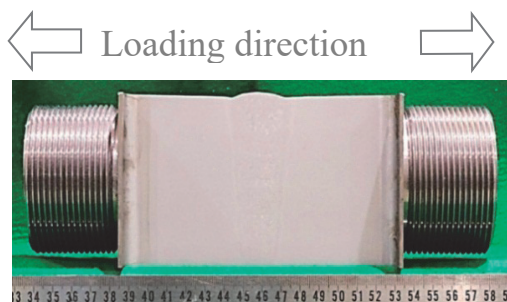


図 1(a) 平板継手試験片の外観図

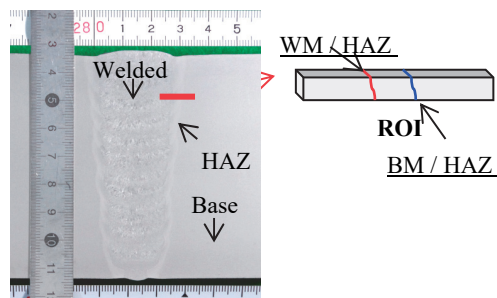


図 1(b) X 線 CT 観察用サンプル採取の模式図



図 2 ミニチュアクリープ試験片の外観図

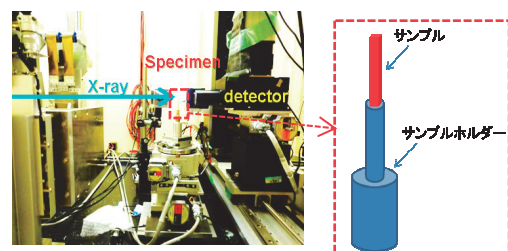


図 3 X 線 CT 観察のセットアップ

結果および考察：

ミニチュアクリープ試験片における3次元観察結果

図4にクリープ寿命比0%、20%、40%の段階における試験片の切欠き部におけるポイドおよび介在物の3次元分布を示す。ポ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。さらに、図4とは異なる方向から観察したCT観察像を図5に示す。紙面垂直方向に40μm分の画像を重ねて示している。試験片中央部ではほとんどポイドが生じておらず、試験片切欠き部に局部的にポイドが生じていることが観察される。切欠き効果により、局部的に応力集中する箇所でポイドが優先的に発生したものと想定される。また、本供試材を用いたCT観察では、X線CT画像上で介在物とポイドを検出することが可能である。そこで、ポイドと介在物を画像上で区別することで、ポイド発生挙動に及ぼす介在物の影響について明らかになることが期待される。クリープ変形に伴い、ポイドは成長するものの、介在物については成長しないため、これらの特徴について画像上で区別が可能と考えられる。

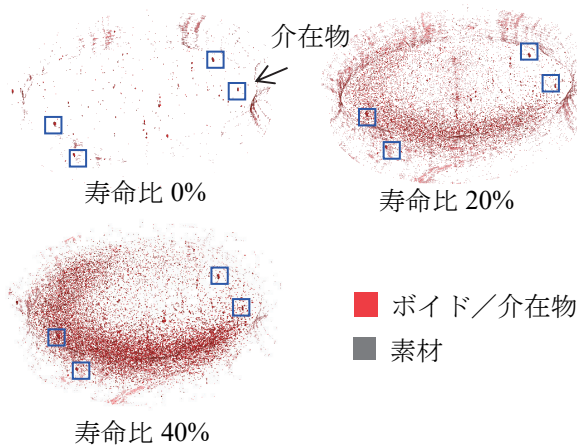


図4 ミニチュアクリープ試験片の切欠き部におけるポイドの3次元観

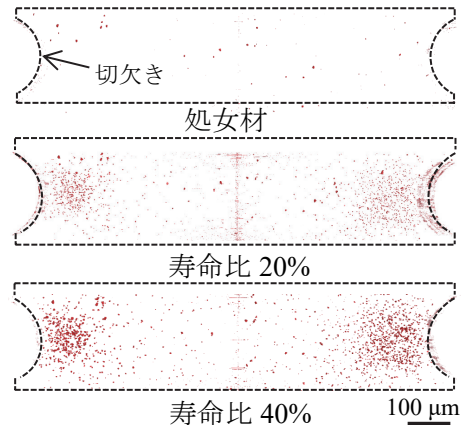


図5 試験片切欠き部におけるポイド観察結果 (紙面垂直方向に40μm分のCT画像を重ねて作成)

平板継手試験片におけるクリープ損傷の3次元観察結果および定量評価

図6に平板継手試験片の各寿命比におけるX線CT観察結果を示す。平板溶接継手の板厚方向に沿って、最もクリープ損傷量の多い位置を確認し、X線CT用サンプルを採取した。溶接線から硬さ最小位置までの範囲を関心領域としてCT観察を行った。20161539課題では、寿命比40%の段階についてCT観察を行った。クリープポイドおよび介在物を赤色で示し、素材を灰色で示す。寿命比0%においては、試験前のためポイドは生じていない。したがって、赤色で示す特徴点は介在物である。介在物の発生量は長手方向に沿ってほとんど変化が無く、HAZ内で均一に分

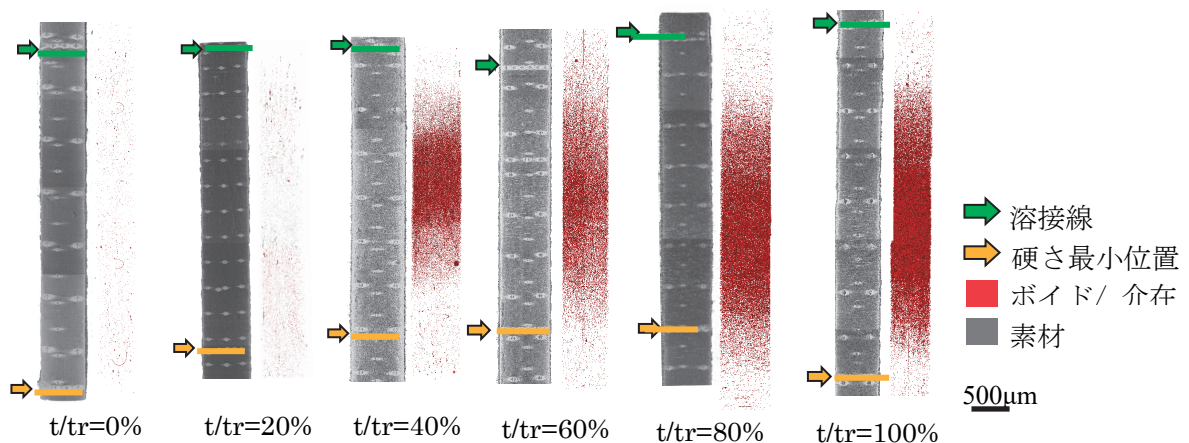


図6 平板継手試験片におけるポイドの3次元観察結果

布していることが確認された。また、寿命比 17%の段階では、寿命比 0%と類似していることから、ボイドがほとんど生じていないことが確認される。ただし、検出分解能の制約上、1 μm 以下のボイドが検出できないことに留意する必要がある。さらに、寿命比 40%以上では、寿命比の上昇に伴い HAZ 内における長手方向への損傷範囲の拡大と、赤色領域の濃さ（サイズの増大）が増加していることが確認される。

図 7 に応力軸方向の硬さ分布とボイド体積率（約 0.002%の介在物を含む）の分布を示す。ここで、体積率は応力軸方向に 250 μm ピッチで微小サンプルを分割し、各々の領域において、ボイドの総体積を試料サイズ（約 W600 μm×H250 μm×T600 mm）で除することにより求めた。溶接線から 2375 μm の位置の HAZ 細粒域 (B 領域) において、ボイド体積率の最大値は 1.99%であり、ボイド発生量が局在化する位置が確認された。図 8 の A,B,C 領域に含まれるボイドのサイズ分布を図 9 に示す。それぞれの領域において、平均ボイドサイズは、2.75 μm, 6 μm, 4.5 μm であった。ボイド数は、6500 個, 1500 個, 150 個であり、A 領域に対して、B 領域ではボイド数が 1/4 ,C 領域では 1/43 となった。A,B,C 領域に含まれる代表的なボイドについて、100 μm×100 μm×100 μm の範囲の 3 次元観察結果を図 9 に示す。A 領域では、真球に近い形状の微小なボイドが発生しているものの、ボイドの合体はほとんど生じていない。B 領域では、単一ボイドの成長が進行し、複数個のボイドが連結することにより、ボイドは粗大かつ歪な形状をしている。一方で、C 領域では、ほとんどボイドは生じておらず、形状および寸法から介在物であると推測される。次に、各寿命比におけるボイドの 3 次元観察結果を図 10 に示す。図 9 と同様に体積率が最も高い位置のボイド分布を示す。寿命比 40%では、成長やボイド同士の連結が進んでいないことから、球状に近い形状のボイドが分布している。寿命比 60%では、ボイド成長に伴い、一部連結したボイドも確認される。寿命比 80%段階では、ボイドの連結が多く生じており、いびつな形状をしたボイドが観察される。寿命比 100%段階（破断材）では、ほとんどのボイドが連結し、クリープき裂を形成する前段階の状態が観察されていると言える。各寿命比における W600 μm×H250 μm×T600 mm の範囲で計測したボイドサイズ分布と個数の関係を図 11 に示す。寿命比 40%以降においては、クリープ損傷の上昇に伴って、ボイドの平均サイズが右方向に遷移し、サイズのバラつきを表す正規分布の幅が拡大する傾向が示された。寿命比 100%の損傷段階では、ボイドの連結に伴い平均結晶粒径の 10 μm を超えるボイドが多数分布していることが示された。各寿命比におけるボイド体積率の最大値を計測し、ボイド体積率とクリープ寿命比に関するグラフを図 12 に示す。これらのグラフから、式(1)に示すように、体積率と寿命比の関係式を策定した。ここで、 V_f はボイド体積率(%), t/t_r はクリープ寿命比(%)を示す。式(1)により、体積率からクリープ寿命の推定が可能となる。

$$V_f = 8E-06(t/t_r)^{2.9162} \quad (1)$$

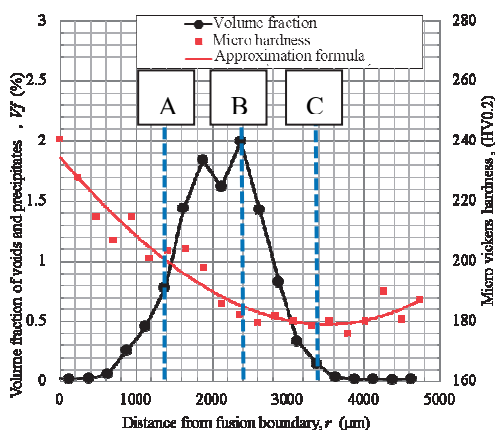


図 7 ボイド体積率と硬さ分布の関係（寿命比 80%）

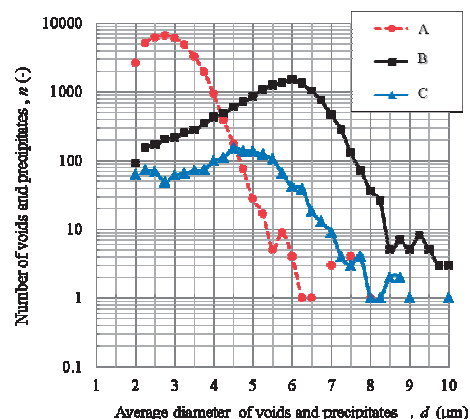


図 8 各領域におけるボイドのサイズ分布

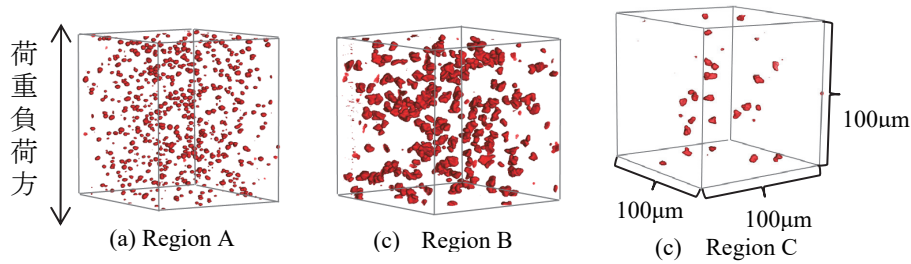


図9 寿命比 80%の各 A,B,C 領域に含まれるボイドの3次元像

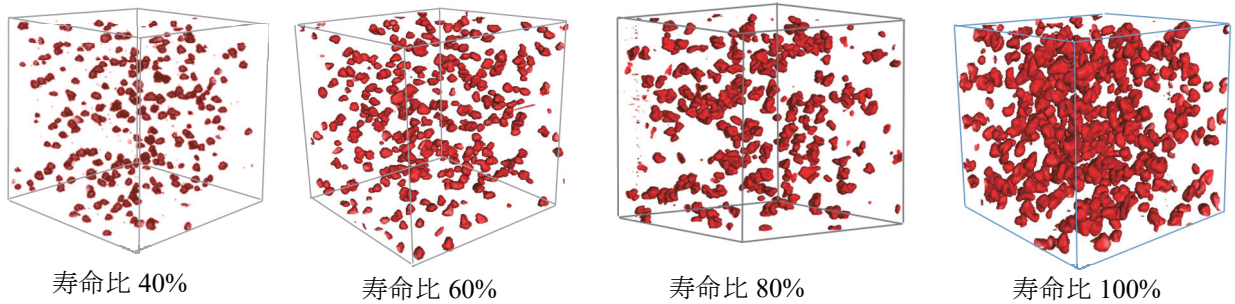


図10 各寿命比におけるボイドの3次元分布（微小領域）

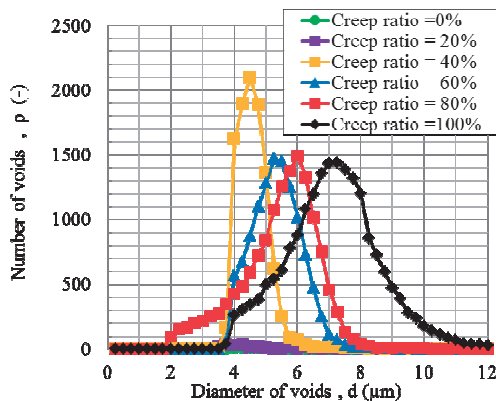


図11 各寿命比におけるボイド体積率の最大となる位置におけるボイドサイズ分布

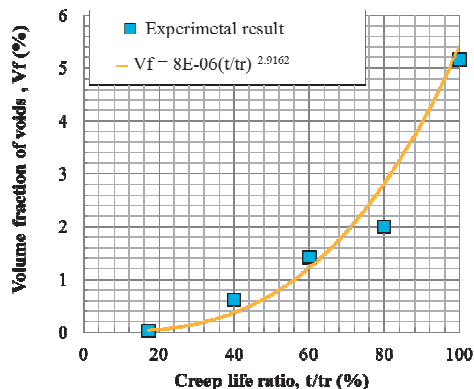


図12 寿命比とボイド体積率の関係

結論：

2016A1539 課題では、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。クリープ損傷過程のin-situ観察により、クリープ寿命比0%～クリープ寿命比40%の段階におけるボイド進展過程を連続的に観察した。今後は、ボイド発生に寄与する介在物の影響について、得られたX線CT画像から明らかにする必要がある。

また、実機肉厚相当の平板継手試験片を用いたクリープ中断試験を行い、溶接継手部のHAZ細粒域におけるクリープボイドの発生分布を定量的に評価した。ボイドの発生、成長および連結挙動が、結晶粒径や局所的な応力拘束の影響を受けることが想定される。さらに、HAZ細粒域におけるボイド体積率とクリープ寿命比に関する関係式を策定した。ボイド体積率が計測できれば、クリープ寿命の推定が可能となることが示唆される。ただし、検出可能なボイドが1μm程度であることについて留意が必要であり、損傷初期のデータの精度があまり高くない。したがって、寿命比20%以下の損傷段階では、従来法であるSEM観察を適用することで、ボイドの発生量や発生位置について確認する必要がある。

参考文献：

- [1] C.Gupta et al. *Materials.Science & Engineering A*, **24**, 525-538 (2013).
- [2] H.Tsuruta et al. *APCFS2016*, 286-287 (2016).
- [3] H.Tsuruta et al. 平成 27 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2015A), 2015A1712.