

9Cr-1Mo 鋼溶接継手の溶接熱影響部におけるクリープボイドの成長と合体挙動に及ぼす応力場の影響の評価

Evaluation for the Influence of Stress Field on Growth and Coalescence Behavior of Creep Void in the Heat Affected Zone of the 9Cr-1Mo Steel Welded Joints.

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

^a株式会社 IHI, ^b九州大学, ^c公益財団法人高輝度光科学研究センター
^aIHI Co., Ltd., ^bKyushu University, ^cJASRI

高 Cr 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 Cr 鋼溶接継手の HAZ 細粒域で発生するクリープボイドの発生・成長・連結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。

2017B1586 課題では、高 Cr 鋼溶接部で生じるボイドの時間変化に伴う発生量や成長量を計測し、ボイド発生プロセスに及ぼす応力状態の影響について明らかにするため、ミニチュア試験片を用いたクリープ中断試験と、SPring-8 の BL20XU において放射光 X 線 CT による損傷過程の連続観察を実施した。寿命比 $t/t_r=0\%$, 17.7% , 40% , 60% , 70% , 80% については、前回のビームタイム(2016A1539[1], 2017A1547[2])で取得しており、それらの継続として、2017B1586 課題では寿命比 $t/t_r=90\%$, 95% の段階において、試験片内部に生じるボイドの 3 次元観察を実施した。また、試験片の破断後においても同様に、破面上下を X 線 CT により観察を行った。

試験片切欠き形状を模擬した FE 解析により応力状態を取得し、応力状態とボイド個数密度の関係性を評価した。以下に本実験課題で得られた結果を示す。

- (1) 本の試験片におけるクリープ損傷過程を連続的に観察し、寿命比に伴うボイドの個数密度の増加傾向や、ボイドの成長速度を定量的に明らかにした。
- (2) ボイド個数密度は、定常クリープ域においては、切欠き先端から $50\sim 100\ \mu\text{m}$ の領域で最大となり、ボイド発生分布と最大主応力の分布には相関性が高いことが確認された。
- (3) 加速クリープ域において、介在物を起点に生じたボイドと、それ以外のボイドでは成長挙動が異なることが確認された。介在物の周囲で変形が拘束されたため、ボイド成長が急加速したことが要因として考えられる。

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 Cr 鋼が使用されている。しかしながら、高 Cr 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 Cr 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 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[3]、SPring-8 の X 線 CT 装置を用いることで従来手法では 2 次元的にし難く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[4]。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。

実験方法および解析方法：

供試材およびクリープ試験

供試材には、板厚 80 mm の 9Cr-1Mo 鋼 (ASME Grade 91 steel) を用いた。熱処理として、1050°C で 95 分間の焼きならし後、780°C で 95 分間の焼き戻しが施されている。供試材の化学組成を表 1 に示す。また、室温および試験温度である 650°C における機械的性質を表 2 に示す。溶接継手は供試材料に 3° の V 字開先を加工し、初層 TIG 溶接、残層被覆アーク溶接にて製作した。その後、溶接後熱処理として 740 °C で 3.5 h 保持した。図 1 に溶接継手材の溶接部のマクロ組織を示す。1 本の試験片の同じ領域を連続的に観察することにより、クリープ損傷過程におけるボイド個数の増加傾向や、ボイドの成長速度を把握できるように、図 2 に示すミニチュアクリープ試験片を製作した。X 線 CT 観察において、観察可能な視野が 1 mm 程度であるため、試験片切欠き底の最小断面部を 1 mm 以下とした。HAZ 細粒域におけるボイド進展挙動を把握するため、HAZ 細粒域と対応する位置を特定して試験片を採取した。クリープ試験は、温度 650 °C で、公称応力 70 MPa (荷重を最小断面で除した値) の条件より、99.99%純度のアルゴンガスを連続的に送入することで、不活性雰囲気中で実施した。同形状の試験片を用いたクリープ破断試験により、破断寿命 t_r は 1705h であった。試験時間を破断時間で除して求められる寿命比 t/t_r が 17.7%, 40%, 60%, 70%, 80%, 90%, 95%, 100%(破断後のサンプル) の段階でクリープ試験を中断し、切欠き底に生じるクリープ損傷を X 線 CT により非破壊的に観察した。図 3 に、クリープ試験により得られたクリープひずみ曲線を示す。寿命比 $t/t_r=17.7\% \sim 60.0\%$ の範囲では、クリープひずみ速度が一定となる定常クリープ域であることが確認される。さらに、寿命比 $t/t_r=70\%$ 以上の段階では、クリープひずみ速度が徐々に増加する加速クリープ域が確認される。また、丸印の時点で試験を中断し、X 線 CT 観察を行った。なお、寿命比 $t/t_r=0\%, 17.7\%, 40\%, 60\%, 70\%, 80\%$ については、前回のビームタイム (2016A1539[1], 2017A1547[2]) で取得しており、それらの継続として、2017B1586 課題では寿命比 $t/t_r=90\%, 95\%, 100\%$ の段階において、試験片切欠き部の X 線 CT 観察を実施した。得られた三次元観察結果を図 4 に示す。個々のボイドの数や形状を捉えることができおり、十分な分解能で観察が可能であることを確認した。

表 1. 化学組成(mass%)

C	Si	Mn	P	S
0.1	0.37	0.43	0.014	0.002
Cr	Ni	Mo	V	Nb
8.55	0.04	0.98	0.19	0.08

表 2. 機械的特性(室温, 650 °C)

	0.2% proof stress MPa	Tensile strength MPa	Elongation %	Reduction of area %
RT	528	687	22.7	74.8
650°C	194	271	28.7	93.7

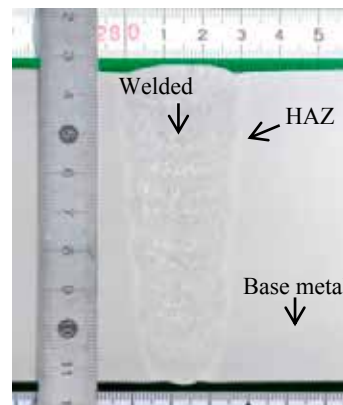


図 1. 改良 9Cr-1Mo 鋼の溶接継手材

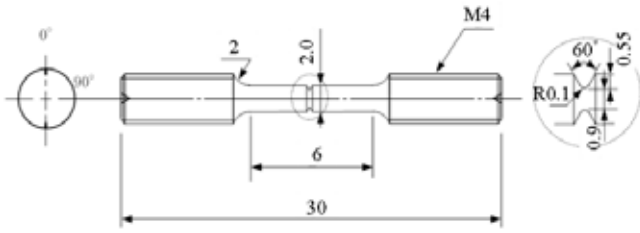


図 2. ミニチュアクリープ試験片

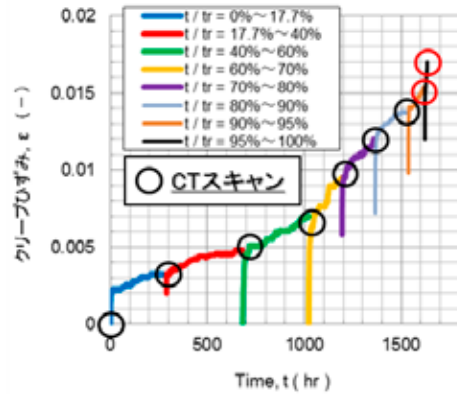


図 3. クリープひずみ曲線における X 線 CT 観察位置

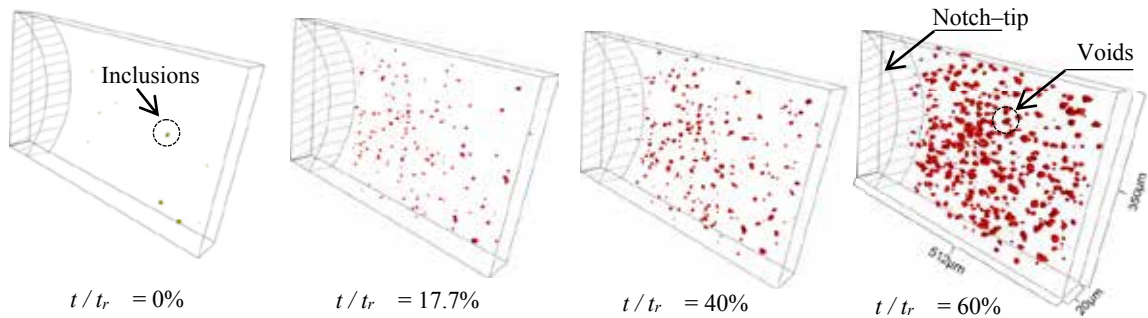


図 4. 切欠き部近傍におけるボイドの 3 次元観察結果

放射光 X 線 CT によるボイド観察方法

高輝度放射光施設 SPring-8 の BL20XU において、ミニチュアクリープ試験片の切欠き底に生じるボイドの 3 次観察を行った。X 線 CT 観察のセットアップを図 4 に示す。検出器は CMOS (ORICA FKASH), 20 倍の光学レンズ, Lu₂SiO₅:Ce シンチレータで構成される。X 線エネルギーは 37.7 keV, 試料と検出間距離は 65 mm に設定した。露光時間は 300 msec である。試料が 180°回転する間に 1800 枚の透過像を撮像した。1 スキャンあたりに必要とされる時間は、15 分間であった。1 辺が 1mm 程度のサンプルを用いた場合、得られた X 線 CT 画像の 1 画素あたりのサイズは 0.5 μm 程度となった。

有限要素法による弾クリープ解析方法

X 線 CT 観察によって得られたクリープ損傷分布と応力状態の関係性を把握することを目的として、シミュレーションにより試験片切欠き部に生じる応力分布を計算した。シミュレーションには汎用有限要素 (FE) 解析コード ABAQUS 2016 を用いた [5]。図 5 に示すように、軸対称要素により FE 解析モデルを作成した。材料物性として、縦弾性係数 E は 125 GPa とし、ポアソン比 ν は 0.3 とした。クリープ構成式には、クリープひずみ速度と応力の関係をべき乗で近似している式 (1) に示す Norton 則を用いた。ここで、クリープ係数 B とクリープ指数 n は、標準的な丸棒試験片を用いたクリープ試験から取得し、それぞれ $4.53 \times 10^{-15} (\text{MPa}^{-n}\text{h}^{-1})$, 5.97 とした。

$$\dot{\epsilon}_{min} = B\sigma^n \quad (1)$$



図 5. 放射光 X 線 CT 装置の外観図

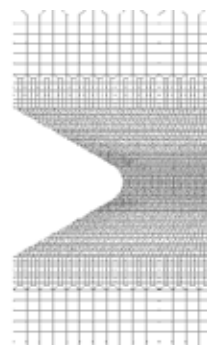


図 6. 有限要素解析モデル

実験結果および解析結果：

クリープ損傷の連続観察

図7にミニチュアクリープ試験片の切欠き部周辺におけるボイド観察結果(X線CT断層像)を示す。各寿命比において、同一な領域のX線CT断層像を抽出している。寿命比 $t/t_r = 0\%$ (試験前)では、切欠き底に少量の介在物が存在している。寿命比 $t/t_r = 17.7\%$ では、切欠き先端近傍で微小なボイドの発生が確認される。また、介在物を基点として発生したボイドも確認される。寿命比 $t/t_r = 40.0\% \sim 60.0\%$ では、クリープ試験時間の増加に伴い、ボイド個数の増加やボイドサイズが増大していく様子が確認される。寿命比 $t/t_r = 70.0\%$ では、単体のボイド同士の連結が生じていることが確認された。また、介在物を基点として発生したボイドのサイズが、介在物とは無関係に生じたボイドよりも粗大であることが確認される。寿命比 $t/t_r = 70.0\%$ 以降では、ボイド発生に伴う試験片内の断面積が減少することで変形抵抗が低下し、試験片が大きく変形する。そのため、延性的な変形の進行とともに介在物付近で局所的に変形が拘束されることで多軸度が上昇し、介在物に隣接するボイドが優先的に成長したとして推察される。寿命比 $t/t_r = 80.0\%$ ではボイドの連結割合が増加し、寿命比 $t/t_r = 90.0\% \sim 95.0\%$ では、切欠き先端の近傍に限定されるが、ボイド連結による巨視的なき裂の形成が確認される。切欠き底付近におけるボイド連結からき裂形成により破壊に至っており、比較的に平坦な破面であった。一方、試験片中央部では、ディンプルを形成した延性破面を呈していることが確認される。以上のことから、HAZ 細粒域で生じる Type IV き裂の形成過程を捉えることができた。また、介在物を起点として発生したボイドと、それ以外で生じたボイドの成長過程の違いについて明らかにした。X線CT画像上では、可視化できていない結晶粒界との関連性の把握や、個々のボイド成長挙動をモデル化することが、今後の課題として挙げられる。

クリープ損傷の定量解析結果

画像解析により、X線CT画像からボイドの個数、表面積、体積、重心座標、球形度を定量的に計測した。さらに、切欠き先端から $50 \mu\text{m}$ 毎に空間領域を設定し、ボイドの個数密度、体積率、平均直径を算出した。ボイド個数密度を切欠き先端からの距離で整理した結果を図8に示す。ボイド個数密度の最大値は切欠き先端から $50 \mu\text{m} \sim 100 \mu\text{m}$ の範囲であることが示された。ただし、寿命比 $t/t_r = 60\%$ と $t/t_r = 70\%$ の比較では、 $t/t_r = 70\%$ の方がボイド個数密度は少ない。 $50 \sim 100 \mu\text{m}$ の範囲でボイド連結が顕著に生じており、連結により個数が減少したことが要因として考えられる。さらに、寿命比の増加に伴い、個数密度の最大値が右に遷移することが確認される。

弾クリープ解析結果

有限要素解析により求めた切欠き部周辺に働く最大主応力分布(MPa)を図9に示す。図8の定量解析結果と図9の応力解析結果の比較より、定常クリープ域の範囲内では、それぞれの最大値が切欠きからの距離で $50 \sim 100 \mu\text{m}$ の範囲に位置していることから、ボイド個数密度と最大主応力に高い相関性が示された。最大主応力をベースとしたボイド発生モデルが有効的であることが示唆された。

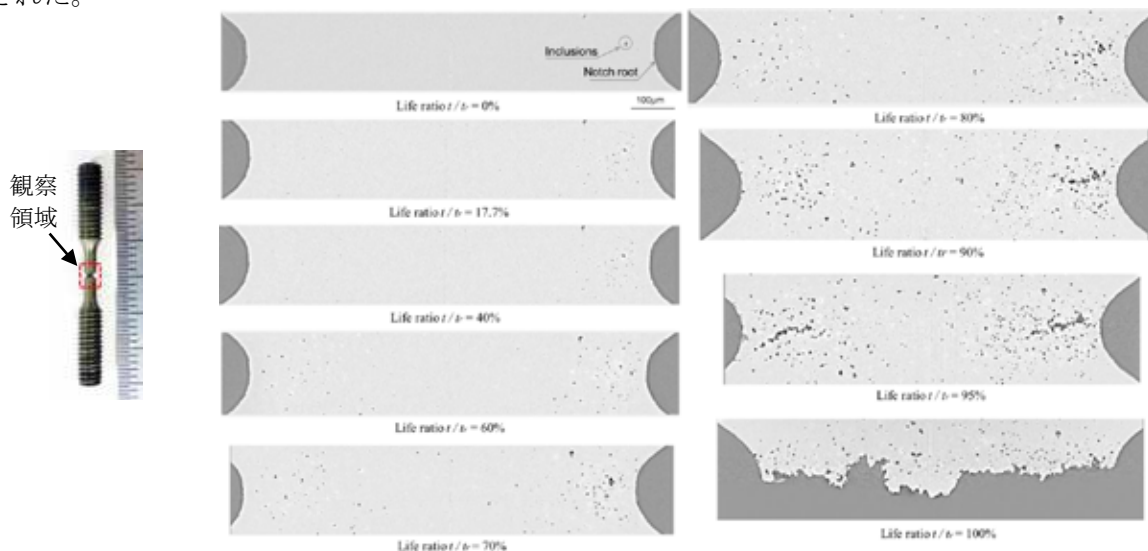


図7. 試験片切欠き部におけるボイド発生・進展挙動の連続観察

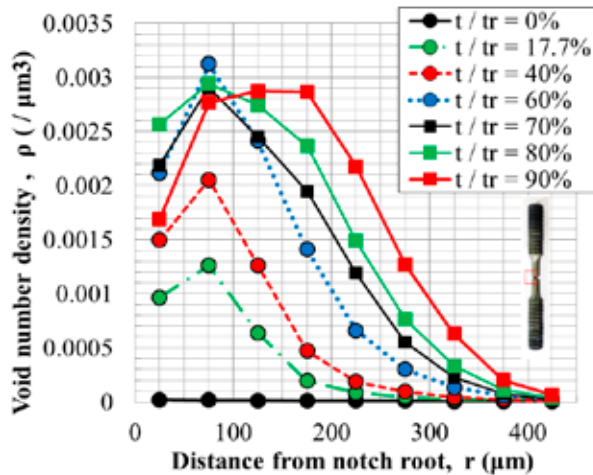


図 8. ボイド個数密度分布

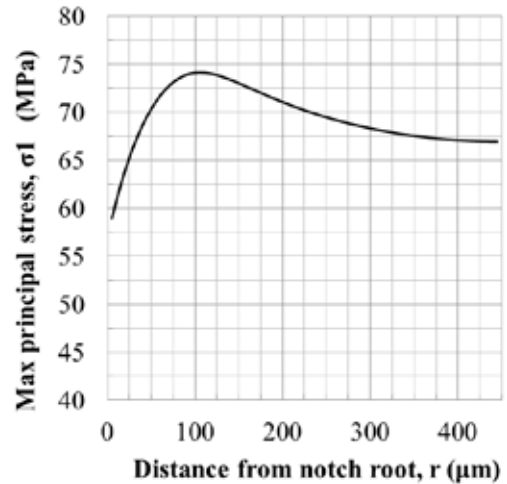


図 9. 最大主応力分布

結論：

2017B1586 課題では、高 Cr 鋼溶接部で生じるボイドの時間変化に伴う発生量や成長量を計測し、ボイド発生プロセスに及ぼす応力状態の影響について明らかにするため、ミニチュア試験片を用いたクリープ中断試験と、SPring-8 の BL20XU において放射光 X 線 CT による損傷過程の連続観察を実施した。寿命比 $t/t_r=0\%$, 17.7% , 40% , 60% , 70% , 80% については、前回のビームタイム (2016A1539, 2017A1547) で取得しており、それらの継続として、2017B1586 課題では寿命比 $t/t_r=90\%$, 95% , 100% の段階において、試験片内部に生じるボイドの 3 次元観察を実施した。また、試験片切欠き形状を模擬した FE 解析により応力状態を取得し、応力状態とボイド個数密度の関係性を評価した。以下に本実験課題で得られた結果を示す。

- (1) 本の試験片におけるクリープ損傷過程を連続的に観察し、寿命比に伴うボイドの個数密度の増加傾向や、ボイドの成長速度を定量的に明らかにした。
- (2) ボイド個数密度は、定常クリープ域においては、切欠き先端から $50\sim 100\ \mu\text{m}$ の領域で最大となり、ボイド発生分布と最大主応力の分布には相関性が高いことが確認された。
- (3) 加速クリープ域において、介在物を起点に生じたボイドと、それ以外のボイドでは成長挙動が異なることが確認された。介在物の周囲で変形が拘束されたため、ボイド成長が急加速したことが要因として考えられる。

参考文献：

- [1] 鶴田秀樹 他、平成 28 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 (2016A), 2016A1539.
- [2] 鶴田秀樹 他、平成 29 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 (2017A), 2017A1547.
- [3] C.Gupta et al. *Materials.Science & Engineering A*, **24**, 525-538 (2013).
- [4] H.Tsuruta et al. *APCFS2016*, 286-287 (2016).
- [5] Abaqus version 2016, *Analysis user's manual*, Simulia, 2016