G030104

P91 鋼・環状切欠き丸棒試験片内のクリープボイド発生と応力多軸性の関係

小林 謙一^{*1}, 吉田 和樹^{*2}, 吉田 公亮^{*3}, 弥富 政享^{*4}

Relationship Between Creep Voids Formed in the Circumferentially Notched Bar Specimens and the Multi-axial Stress State

Ken-ichi KOBAYASHI^{*1}, Kazuki YOSHIDA, Kimiaki YOSHIDA and
Masataka YATOMI^{*1} Mechanical Engineering Course, Graduate School of Engineering, Chiba University
Inage-ku, Chiba 263-8522, Japan

P91 steel is a new heat-resistant material developed for the next-generation power plant and shows the good performance in mechanical properties under elevated temperatures. However, it is well known that the so-called type-IV creep damage/crack occurs in a Heat Affected Zone (HAZ) of the P91 weld joint, and that it reduces the rupture life of structural components remarkably. The HAZ area becomes to be a multi-axial stress state due to the restriction by the base and the weld metals. Although it is supposed that the multi-axial stress state has a close relation to the nucleation of creep voids, experimental studies on the creep damage under the multi-axial stress state have not been conducted enough so far. This is because these tests usually have some difficulties due to intricate and large-scale equipments. Circumferentially notched bar specimens can make various multi-axis stress states inside the notch root. In this study, creep damage tests were carried out over a long period of time employing the notched specimen of P91 steel. Subsequently, the development and distributions of creep voids inside the notch root were examined interrupting creep tests three times. Furthermore, coefficient of the multi-axial stress state in the notch root was calculated using an FEM and compared with the distribution of creep void ratio per unit area. It was shown that there was a good relation between the multi-axis stress state and the distribution of creep voids.

Key Words : Creep, Multi-Axial Stress, Notched Specimen, Creep Void, HAZ, FEM

1. 緒 言

発電効率を大幅に向上させるため、近年、主蒸気温度 700°C、主応力 35MPa とした超々臨界圧発電が計画されている⁽¹⁾。しかしながら、主要な構造部材である高クロム・フェライト鋼の溶接熱影響部 (HAZ) 細粒域には Type-IV 損傷と称されるクリープボイド / き裂が HAZ 内部に発生し、構造物全体の健全性を著しく低下させる。このため、高信頼性のもとで高温構造機器を保守管理するには、HAZ 細粒域におけるクリープ損傷メカニズムを明らかにし、これを防ぐ手段を構築する必要がある。HAZ 内部の応力状態は、HAZ 両側から母材と溶接金属で拘束されるため、多軸応力状態となる⁽²⁾。一般に、応力の多軸性が大きくなると部材は脆性化するため、多軸応力状態下にある HAZ 細粒域でクリープ損傷が顕著に現れるとされている⁽³⁾。しかしながら応力の多軸状態とクリープボイドの発生・成長の関係は、まだ実験的に十分明らかにされていない。これは、様々な多軸応力状態を実現できるクリープ試験⁽⁴⁾が一般的にかなり難しいことに依る。一方、環状切欠丸棒試験片 (以下、切欠試験片) は、切欠先端半径、切込み深さや試験片直径等の幾何形状を変化させると切欠底内部に各種の多軸応力状態を実現できる。前報⁽⁵⁾では純アルミニウムを用いてクリープボイド形成過程を実験的に検証し、ボイド発生箇所 / 累積と応力多軸性係数の関係を明らかにした。本研究では、次世代の高クロム・フェライト鋼の一種である P91 鋼・切欠試験片を用い、長時間クリープ試験中に生じるクリープボイドの発生・成長と応力多軸性との関係を、クリープ中断試験を行いながら実験的に検

^{*1} 正員, 千葉大学大学院 工学研究科 人工システム科学専攻 機械系コース (〒263-8522 千葉市稲毛区弥生町 1-33)

^{*2} 学生員, 千葉大学大学院 工学研究科

^{*3} 正員, (株) IHI (〒235-8501 横浜市磯子区新中原町 1)

^{*4} (株) IHI

E-mail: k-cobayashi@faculty.chiba-u.jp

Table 1 Chemical compositions of P91 steel (w t%).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Nb
0.1	0.38	0.42	0.0011	0.001	8.43	0.04	0.98	0.2	0.08

Fig.1 Dimensions and configuration of circumferentially notched bar specimen.

討した。クリープ損傷量を定量的に計測するには各種方法があるが、本研究では破断および中断試験片の切欠き部縦断面内を SEM で観察、撮影し、各画像内でのクリープボイドを同定した後、単位面積当たりのボイド面積比を算出した。また、切欠試験片内の応力多軸性係数を弾塑性クリープ FEM 解析で求め、前述のクリープボイド面積比の分布と比較・検討した。

2. クリープ損傷試験

2・1 供試材料および試験片

供試材料には改良 9Cr-1Mo 鋼である P91 鋼を用いた。その化学成分を表 1 に示す。本研究では、HAZ 細粒域の組織を再現するため、870°C x 5min の熱処理後、徐冷 (90°C /min) し、720°C x 2h の溶接後熱処理を行った。光学顕微鏡で試料組織観察を行った結果、細粒域組織が再現されていた。実験に用いたクリープ試験片は図 1 に示す環状切欠丸棒試験片である。1 本の試験片には同一形状寸法の切欠きを 2 つ付けた。これは破断試験片でも未破断部の切欠内部のクリープ損傷を計測し、中断試験片による損傷過程と比較するためである。また両切欠きは干渉効果がほぼ生じない範囲にある。なお切欠試験片の切欠先端半径は 0.57mm であり、その弾性応力集中係数は 2.31⁽⁶⁾ であった。

2・2 実験方法および実験結果

実験にはテコ比 10:1 の定荷重クリープ試験機を用いた。破断試験および中断試験はすべて大気中で行い、試験温度は 600°C 一定、試験荷重 P は 3400N (最小断面での初期公称応力 $\sigma=136\text{MPa}$) 一定とした。この試験条件でのクリープ破断時間 t_b は 3160h (=131.7 日) であった。

図 2 は実験で得られた (a) クリープ曲線と (b) クリープ速度線図である。切欠試験片によるクリープ変形は小さく、大半は切欠部に生じる。ただし切欠部のみの変形量を電気炉外で測定するのは困難なため、本研究では 2 つの切欠きを挟んだ標点間 (30mm: 図 1 参照) の変位量を測定し、これを標点間長さで除したものを便宜的に切欠試験片のクリープひずみと称する。切欠内部生じる系時的なクリープ損傷を測定するため、3 つのクリープ中断試験を個別に実施した。今回、破断時間 t_b の 70%, 80%, 90% を中断時間に設定したが、すべてのクリープ変形過程が破断試験片と同一とはならなかった (図 2(a))。このため、破断試験片の各目標時間に生じたクリープひずみとなった時間で停止したものをそれぞれ 70% 損傷試験 ($0.7t_b$), 80% 損傷試験 ($0.8t_b$), 90% 損傷試験 ($0.9t_b$) と称する。すなわち、破断時のひずみ ($\epsilon_f=0.035$) を基準にして、これら 3 つの中断試験での変形量の比 ϵ/ϵ_f は 0.38, 0.48, 0.57 となった。このとき、各クリープ損傷試験での実際の中断時間はそれぞれ 2425h, 2516h, 3562h となった (図 2(a))。なお、すべての中断試験で、クリープ変形速度～クリープ変形の軌跡は、破断試験結果のものと良く一致した (図 2(b))。

図 3 は破断試験片の破面マクロ写真である。中央部にある約 3mm 径の青く変色した部位が最終破断部である。中断試験片の切欠底表面には顕著なクリープき裂が存在しなかったことより、切欠底内部に生じたクリープボイドが破断直前に順次、連結して、最終破断したものと推定される。

3. クリープ損傷量の計測と損傷過程

3・1 試料準備

多軸応力状態となる切欠底断面内でのクリープ損傷量 (クリープボイド数および面積) を計測するため、破断お

Fig.2 Creep curves and creep rate behaviors in the ruptured and the interrupted tests at the initial load of 3400N and at the temperature of 600°C.

Fig.3 Fractured surface.
($\sigma=136\text{MPa}$, $t_r=3160\text{h}$)

Fig.4 Evaluation of creep voids inside the notch. The number of SEM photo for evaluation was 476 for each specimen. The lower notch for the ruptured specimen is selected as an inspection area and the upper notch for the interrupted ones shown in red rectangles.

よび中断試験後の試験片切欠部を樹脂埋めし、引張軸に沿ってワイヤ放電加工機で切断した。このときワイヤ径 $\phi 0.6\text{mm}$ を考慮して切断面は中心軸より 0.3mm オフセットさせた。本研究で観察した試料は中心軸上ではなく、中心軸から 0.6mm オフセットした断面上のものである。切断後の試料は #1500 まで順次エメリーペーパーで研磨・仕上げ後、アルミナ #2000 でバフ研磨を行った。さらに試料表面はピクリン酸アルコールを含ませた綿棒で 10~20 秒ほど腐食して観察した。

3・2 クリープボイドの計測と分布

クリープボイドの発生・成長を定量化するため、研磨・腐食した切欠底縦断面を SEM (日本電子 JSM-6610LA) で、それぞれ 576 枚写真撮影した (図 4 左、倍率 1000 倍)。観察視野として、破断試験片は未破断部の下部切欠底を、中断試験片は破断部となる上部切欠底とした (図 4 中央および右の赤色矩形部分)。使用した電気炉が縦型環状炉であったため、上部切欠部の温度は下部切欠部より約 2°C ほど高かったことに依る。

図 5(a) は SEM 写真の一例である ($t=3562\text{h}$, $t/t_r=0.9$, 切欠底近傍)。破断に近い状態であったため、画像内にはクリープボイドが多数観察された。しかしながら全 SEM 画像からクリープボイドの有無を判定し、面積を算出するには多大な労力と時間を要するため、計測には自動ボイド検出ツールを用いた。ただし本ツールだけでは画像の明度・コントラストによってクリープボイドを見逃す場合があり、このときは適宜、手動で修正した。なお析出物やその欠落箇所はクリープボイドと見なさず、手動にて計測から除外した。図 5(b) 中の赤丸印が、図 5(a) から検出・判定されたクリープボイド例である。

Fig.5 SEM image on the longitudinal section of notched specimen interrupted at $t=3562\text{h}$. After binarizing the image creep voids shown in red circles in Fig.(b) were counted for the evaluation of creep voids.

Fig.6 Distributions of creep voids inside the notch root as the ratio of creep void area to unit area for each interrupted specimen.
(a) $t/t_r=0.7$, (b) $t/t_r=0.8$, (c) $t/t_r=0.9$, (d) $t/t_r=1.0$.

Fig.7 Distance L from the center line in the section observed.

Fig.8 Meshing and boundary conditions of notched specimen in FEA.

クリープ損傷は、各 SEM 画像内でのクリープボイド総面積 ΣS_v を画像面積 S で除した、ボイド面積比 $\Sigma S_v/S$ で評価した。図 6(a)~(d) は各中断試験片と破断試験片の内部損傷状態をボイド面積比 $\Sigma S_v/S$ で視覚的に表したものである。ここで破断試験片 (図 6(d)) は未破断部 (下部切欠部) を観察したため、他の中断試験片と比べ、ボイド面積比 S_v/S 値は全般的に小さめな値となった。中断試験では、いずれもボイド面積比 $\Sigma S_v/S$ 値が切欠底表面より 0.3mm ほど内部に入った領域近傍で最も大きくなった。また S_v/S 値は切欠底最小断面から、 $30^\circ \sim 65^\circ$ 方向に拡がっていた。図 4 中央の破断試験片・縦断面の上部切欠破断部を観察するとボイド面積比 $\Sigma S_v/S$ の分布方向と良く一致している。また $t/t_r=0.9$ の中断試験片内部観察でもクリープボイド連結によるクリープき裂は観察されなかったことより、クリープボイドは破断直前に急速に連結して、破断に至ったと考えられる。なお仔細に見ると、図 6 ではボイド面積比 $\Sigma S_v/S$ の分布は必ずしも中断時間 (変形) に比例していない。これは観察試料面が中心軸からズレていたためと考え、図 7 はこれを模式的に表したものである。すなわち観察面と中心軸からのズレ L が大きくなると、観察試料の中心部は切欠底の浅い部位でのボイド分布状況に近づく。切欠底中心部よりも切欠底直下でクリープボイドが形成されるため、ボイド面積比 $\Sigma S_v/S$ の分布は試験時間と比例しなかったものと考えられる。ちなみに各中断試験片のズレ L を観察試料の断面直径 d (図 7) より算出したところ、(a) $t/t_r=0.7$ で $L=1.207\text{mm}$, (b) $t/t_r=0.8$ で $L=0.501\text{mm}$, (c) $t/t_r=0.9$ で $L=0.343\text{mm}$, (d) $t/t_r=1.0$ で $L=0.334\text{mm}$ となっており、上記観察結果と符合していた。

SEM 画像を観察・撮影後、断面内のピッカース硬さ分布を 4.9N, 20sec の条件で測定した。本材料は試験前

Fig.9 Comparison between the creep equation employed in FE analysis and experiments.

Fig.10 Distributions of triaxial factor inside the notch root analyzed by the FEM at $t=4000h$.

HV=202 であったが、試験時間とともに HV=179 まで低下（軟化）した。断面内の硬さ分布は、前述したボイド面積比 $\Sigma S_v/S$ 値とほぼ同じ分布状態となった。

4. 弾塑性クリープ FE 解析

多軸応力下のクリープ損傷は、応力の多軸度の上昇に伴う破断延性の低下と関係するものと考えられる。本研究では次の応力多軸性係数 $\lambda^{(7)}$ の分布と実験結果を比較した。

$$\lambda = \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{\sigma_{eq}} = \frac{3\sigma_m}{\sigma_{eq}} \quad (1)$$

ここで $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ は主応力、 σ_m は平均応力、 σ_{eq} はミーゼス型の相当応力である。

数値計算には汎用有限要素解析ソフト ANSYS (Ver.13.0) を用い、切欠底断面内の応力多軸性係数 λ の分布を求めた。解析には四面体 8 節点ソリッド要素を用い、1/4 軸対称一般化平面ひずみ条件で解析した（図 8、要素数：499、節点数：1570）。クリープ構成式には第 1 次クリープと第 2 次クリープを組み合わせた次式 (2) を使用した。

$$\epsilon_c = C\sigma^{\alpha}t^p + B\sigma^n t \quad (2)$$

$C=1.32 \times 10^{-9}, \alpha=2.84, p=0.50, B=5.01 \times 10^{-40}, n=16.6$; ϵ_c :mm/mm, σ :MPa, t :h

図 9 は、式 (2) のクリープ構成式と単軸クリープ試験結果を比較したもので、両者は比較的良く一致している。クリープ損傷試験と同じく、端面に 3400N (切欠底での公称応力 $\sigma=136\text{MPa}$) を負荷した弾塑性クリープ FEM 解析を行った結果、切欠底表面で引張方向の応力成分（第 1 主応力）が最大となったが、第 2 および第 3 主応力成分は切欠底よりやや内側で最大となった。一方、式 (1) に示す応力多軸性係数 λ の分布を示したものが図 10 ($t=4000h$) である。荷重負荷（弾塑性解析）後のクリープ解析では切欠底内で応力再配分が生じるものの、 $t=10h$ から応力分布状態はほとんど変化しなかった。図 6 と図 10 を比較すると、クリープボイドの成長 / 発展方向がやや異なるものの、応力多軸性とボイド発生領域は良い相関性が認められた。

5. 結 言

多軸応力下のクリープボイドの発生・成長過程を実験的に検証するため、次世代・高効率発電プラント用耐熱構造材料である P91 鋼・環状切欠丸棒試験片を用いて、多軸応力状態下のクリープボイド発生 / 進展を実験的に調べた。また弾塑性クリープ FEM 解析による応力多軸性係数の分布と実験によるクリープボイド分布を比較した。その結果、以下のことが明らかになった。

- (1) 損傷寿命比 $t/t_f=0.7, 0.8, 0.9$ のクリープ中断試験で得た SEM 画像からボイド面積比 $\Sigma S_v/S$ の分布を求めたところ、クリープ損傷は切欠底表面ではなく、0.3mm ほど内部に入った箇所に数多く発生し、引張軸に対し約 $30^{\circ}\sim 65^{\circ}$ 方向に損傷範囲が拡大する傾向にあった。
- (2) 弾塑性クリープ FEM 解析から求めた切欠断面内の応力多軸性係数の分布は、実験でのボイド面積比と強い相関があった。

謝辞、文献 省略