SUS316L オーステナイト系ステンレス鋼のクリープ損傷にともなう 超音波減衰と材料微視組織の変化[†]

大谷 俊博* 武井 和生**

Change of Ultrasonic Attenuation and Microstructure Evolution during Creep of SUS316L Austenite Stainless Steels

by

Toshihiro OHTANI* and Kazuo TAKEI**

Electromagnetic acoustic resonance (EMAR) is a contactless resonant method with an electromagnetic acoustic transducer (EMAT). This method is free from extra energy losses, resulting in the measurement of intrinsic ultrasonic attenuation in solids. In this study, the EMAR was applied to detect the creep damage of an Austenite Stainless Steel, SUS316L. The material was exposed to the temperature of 973K at various stresses. We measured ultrasonic attenuation for 1-8-MHz frequency range as the creep advanced. The attenuation coefficient exhibits much larger sensitivity to the damage accumulation than the velocity. In a short interval, between 60% and 70% of whole life, attenuation experiences a large peak, being independent of the stress. This novel phenomenon is interpreted as resulting from microstructure changes, especially, dislocation mobility. This is supported by TEM observations for dislocation structure. This technique has a potential to assess the damage advance and to predict the creep life of metals.

Key words : Creep damage, Stainless Steel, EMAT, Ultrasonic attenuation, Non-contact evaluation, Dislocation

1 緒 言

高温高压下で使われる火力発電プラント機器の多くは、実働時間が10万時間を超えても運転されている。これらの機器は、30～40年前に建設されたものが多く、経年劣化が進んでいるにもかかわらず運転されているのが現状である。¹⁾また地球温暖化の原因となっている二酸化炭素の排出量を抑える目的から、これらエネルギープラントにおいては、エネルギー供給量を維持しつつ、高効率化が図られ、更に高温・高压の運転に移行する傾向がある。また、1980年代の電力需要形態の変化により、DSS, WSSのような頻繁な始動停止や急速な負荷変動などの過酷な運転が強いられるようになり、これらエネルギープラントの構成材料の損傷・劣化はますます加速する傾向にある。このような状況下において、火力発電プラント設備の安全性と信頼性を保つためには、非破壊的に構成材料の健全性・余寿命を評価する技術は必要不可欠である。^{2)～4)}

火力発電プラントの経年劣化の中で、クリープ損傷は、重要な問題であり、従来から多くの研究が行われてきた。現在、クリープ損傷を評価する方法としては、レプリカ法が多く使われている。^{5), 6)}しかしこの手法は、現場の熟練者の経験的な判断で行われる場合が多く、膨大な時間と労力を要し、ごく限られた範囲の検査しかできないという問題点がある。また、クリープ損傷は、運転時間の経過とともに累積され、その損傷は、構成材料全体に

広がり、必ずしも表面から損傷していくとは限らないという特徴をもつ。^{7)～9)}したがって、クリープ損傷評価には、材料内部の損傷が検出可能であり、非破壊的に現場で、広範囲の計測が容易な検査手法が熱望されてきた。

本研究では、上述の条件を満足すると思われる電磁超音波共鳴法 (EMAR 法)^{10), 11)}を用いて金属材料のクリープ損傷と超音波特性の変化、特に減衰係数との関係を解明し、EMAR 法の実機への適用性について議論する。EMAR 法は、非接触で超音波を送受信できる電磁超音波探触子 (EMAT) を共鳴測定に適用した計測手段である。EMAR 法による超音波減衰測定では、接触に関わるエネルギー損失がなく、材料の絶対的な超音波減衰係数の測定が可能である。試験片には、高温機器に用いられるオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L を用いた。大気中、数種類の単軸応力を負荷し、クリープ損傷の進行にともなう超音波特性の変化を調べた。EMAT としては、板材の厚さ方向に横波を受送信する横波 EMAT^{10), 11)}を用いた。クリープ試験中の伸びと時間の関係に基づき、改良法¹²⁾と破断パラメータ P_α ¹³⁾から破断寿命を推定し、試験終了時の寿命消費率を求めた。その結果、寿命消費率と減衰係数の間にはよい相関関係が認められた。また、減衰係数はクリープ寿命の60～70%の間でピークを示した。これは負荷応力に依存していなかった。

光学顕微鏡、走査型および透過型電子顕微鏡により、内部組織の変化を観察した。その結果、減衰係数は、ク

[†] 原稿受理 平成16年12月7日 Received Dec. 7, 2004

* 正 会 員 ㈱荏原総合研究所 材料研究室 〒251-8502 藤沢市本藤沢, Materials Lab., Ebara Research Co., LTD., Hon-Fujisawa, Fujisawa, 251-8502

** 荏原総合研究所機械研究室 〒251-8502 藤沢市本藤沢, Mechanical Lab., Ebara Research Co., LTD., Hon-Fujisawa, Fujisawa, 251-8502

リープの進行にともなう転位組織の変化に反応して変化すること。さらに、転位振動の弦モデル¹⁴⁾により減衰係数と転位組織の関係が対応つけられることがわかった。

2 実験方法

2・1 試験片と試験条件

本研究に用いた試験片の形状を Fig. 1 に示す。幅 18 mm、長さ 35 mm、厚さ 5 mm であり、いずれも圧延方向は、長手方向である。素材はオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L を用いた。熱処理方法は、固溶化処理：1343K、1hr 保持後水冷を行った。化学成分を Table I に、室温での機械的性質は 0.2% 耐力が 261MPa、引張強さが 580MPa、破断伸びが 59% であった。

クリープ試験は、縦型単レバー式クリープ試験機と加熱電気炉を用い、大気中 973K で行った。またクリープ試験材と隣接して参照試料を置き、熱履歴だけの影響を調べた。

(1) 中断試験法：1 本の試験片に対して、定期的にクリープ試験を中断し、室温にて超音波特性を計測した後、試験を再開する。これを破断に至るまで繰り返す。荷重負荷時間は 20h または 100h とした。応力は 100、110 と 120MPa を用いた。

(2) 連続試験法：多数の試験片を用意し、それぞれを所定のクリープひずみに至るまでクリープ試験を行い、その後、室温にて超音波特性を計測する。応力は 100MPa とした。

中断試験においては、一本の試験片について超音波特性の変化を観察できるため、実機の定期点検での計測に近い状況である。一方、超音波特性の変化の要因を議論するためには、内部組織の変化を組織観察する必要があるため、連続試験も必要であった。

2・2 横波 EMAT

横波 EMAT は、トラック状に巻いた平面コイルと一対の永久磁石からなり、ローレンツ力を利用して、試料表面に垂直に伝播する横波を受送信する (Fig. 2 参照)。ここで用いた横波 EMAT の受送信の有効面積は $10 \times 10 \text{ mm}^2$ である。EMAR 法の計測原理と減衰係数の計測方法は文献 (10)、(11) に示されている。

EMAT を高出力のパースト波信号 ($\sim 1000V_{PP}$, $\sim 50\mu s$) で励起し、測定物に超音波を入射する。入射され

Fig. 2. Structure of shear-wave EMAT.

た超音波は板の両面で反射を繰り返す、入射面に到達するたびに、同じ EMAT によって電気信号に変換される。受信信号にはスーパーヘテロダイン処理を行い、入射波と同一周波数成分の振幅を検出している。¹¹⁾

共鳴スペクトルは、送信周波数を掃引しながら個々の周波数で振幅を検出することによって得られる。板材の場合、 n 次の共鳴周波数 f_n は $f_n = nc/(2d)$ で表され、等間隔に現れる。ここで、 C は測定物中での横波音速、 d は板厚である。減衰係数を求めるには、各共鳴周波数で EMAT を励起して共鳴状態をつくり、励起後の残響を測定することで減衰曲線を得る。^{10), 11)} この曲線に指数関数を近似して減衰係数 α を決定する。

2・3 組織観察

光学顕微鏡 (OM)、電解放射型走査電子顕微鏡 (FE-SEM)、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて組織観察を行った。TEM 用試料はワイヤーカットにより厚さ $200\mu m$ 程度まで薄く切り出した後、電解研磨にて作製した。電解研磨に用いた溶液は 10% 過塩素酸-エタノールである。観察には日立製作所製 H-800 透過型電子顕微鏡 (加速電圧 200kV) を用いた。これらの組織観察写真をスキャナーでコンピュータに取り込み、その後の解析に用いた。

3 結果

3・1 中断試験法

クリープ試験片に 100MPa、110MPa と 120MPa の応力を負荷した。Fig. 3 に、クリープ進展に伴う横波の共鳴周波数 ($1 \sim 7\text{MHz}$) における減衰係数 α の変化を示す。この結果は、973K、応力 120MPa におけるクリープ試験の結果である。破断時間 334.1h であった。横波の偏方向は、荷重方向と平行である。また、参照試験片での減衰係数の変化も示す。減衰係数は周波数依存性を示すとともに、クリープ開始から 210h まで増加し、その後減少し、また破断近くで急増した。それに対し、参照試験片では減衰係数の変化は小さい。

Fig. 4 に、約 3.5MHz (第 11 次共鳴モード) の共鳴周波数での減衰係数とクリープひずみの関係を示す。この結果は、応力 100MPa、110MPa、120MPa に対するものである。100MPa に対応する破断時間は 1108.1h であり、110MPa では 605h、120MPa では 334.1h であった。減衰係数は、いずれの応力においても、クリープ試験開始からひずみがおおよそ 25% からまでは急激に増加し、ピークを示した後、ひずみが約 40 ~ 60% になるまで急激に減少し、その後は破断まで急増する。低応力の方が

Fig. 1. Specimen geometry.

Table I. Chemical composition of SUS316L. [wt%]

Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
1.260	0.029	0.011	12.090	17.250	2.050	Bal

Fig. 3. Frequency dependence of the shear-wave attenuation for the polarization in the stress direction. (Interrupted test, 120MPa, 973K)

Fig. 4. Relationship between attenuation coefficients of the 11th modes and creep strains under 100, 110 and 120MPa. The polarization is parallel to the stress direction. (Interrupted test, 973K)

減衰係数の増加は多い。また減衰係数は、クリープひずみに明瞭には依存していない。この変化は他の共鳴周波数でも同様であった。

Fig. 5 には、応力 100MPa における減衰係数 α と相対音速比 $\Delta V/V_0$ (V_0 : 初期の音速)、クリープひずみおよびクリープひずみ速度と寿命消費率 t/t_r (クリープ時間/破断時間) との関係を示す。共鳴周波数は第 11 次の共鳴モードである。減衰係数は、クリープ開始から増加し、 $t/t_r = 0.6$ でピークを示す。その後 $t/t_r = 0.85$ まで減少し、破断まで急増する。一方、音速は $t/t_r = 0.85$ までわずかに増加し、破断直前で急増する。最大変化量は 3% 程度である。クリープひずみ速度は、クリープ開始後から α の極大値を示す $t/t_r = 0.6$ までほぼ一定になり、その後急増していく。クリープ損傷評価には音速と減衰係数を併用することが有効な手段となる。Fig. 5 の変化は他の応力や他の共鳴周波数でも同様であった。

3・2 連続試験法

クリープ試験片に 100MPa の応力を負荷した 12 本の試験片を用いて異なるクリープひずみの試験片を作製した。Fig. 6 には、100MPa で得られた試験片のクリープひずみと時間の関係を示す。個々の点がそれぞれ一つの試験片を表す。クリープひずみとクリープ時間は良い相関関係を示していない。つまりクリープ時間が長い程、

Fig. 5. Relationship between attenuation coefficient and velocity evolution of 11th resonant mode, creep strain and strain rate. (Interrupted test, 973K, 100MPa)

クリープひずみが大きいわけではなく、同一条件のクリープ試験を行ってもクリープ時間とクリープ損傷の間に強い相関関係はない。言い換えると、クリープ時間だけではクリープ損傷度を表せない。

次に 5 次 (共鳴周波数 1.5MHz 近傍)、8 次 (2.5MHz 近傍)、11 次 (3.5MHz 近傍) そして 14 次 (4.5MHz 近傍) モードにおける減衰係数とひずみの関係を Fig. 7 に示す。減衰係数はひずみが約 28% まで増加を示し、ピークに達した後 45% まで減少しその後増加する。連続試験法でも中断試験法と同様な傾向である。ピークが現れるひずみもほぼ等しい。この変化は他のモードでも同様の变化であった。以上から、クリープひずみと減衰係数に単調ではないが密接な関係のあることがわかった。個々の試験片の破断時間や破断ひずみが等しいなら、これを寿命評価に役立てることが可能であるが、これらは試験片や応力で異なる。そこで、それぞれの試験片のクリープ曲線から寿命消費率を推定し、減衰係数と対比した。推定寿命消費率 t/t_r は、丸山らが提案した改良 θ 法¹²⁾ と破断パラメータ P_α ¹³⁾ を用いて、推定破断時間 t_r を求め、実際のクリープ時間 t を除して t/t_r を求めた。Fig. 8 には、 t/t_r とクリープひずみの関係を示す。クリープひずみ変化が、1 本の曲線で整理され、 t/t_r とクリープひずみには良い相関関係があることがわかる。

次に、Fig. 7 の結果において横軸を t/t_r に変換した結

Fig. 6. Creep strain versus time. (Continuous test, 100MPa, 973K)

Fig. 7. Relationship between the attenuation coefficients of the 5th, 8th, 11th and 14th resonant modes and the creep strain. (Continuous test, 100MPa, 973K)

果を Fig. 9 に示す。減衰係数は $t/t_r = 0.6$ まで増加を示し、ピークに達した後 $t/t_r = 0.85$ まで減少しその後急激に増加している。

Fig. 10 に第 11 共鳴モードの減衰係数 α , 相対音速比 $\Delta V/V_0$ (V_0 : 初期音速), クリープひずみと推定寿命消費率 t/t_r の関係を示す。Fig. 5 の中断試験の結果と同じ傾向である。このことは、試験法 (中断, 連続) による組織変化の違いがないことを示している。したがって、連続試験法で得た試験片の内部組織を観察することで、クリープ進行にともなう超音波特性変化の要因を知ることができる。

Fig. 8. Creep strain versus the estimated life fraction. (Continuous test, 100MPa, 973K)

Fig. 9. Relationship between the attenuation coefficients of the 5th, 8th, 11th and 14th resonant modes and the estimated life fraction. (Continuous test, 100MPa, 1073K)

4 考 察

クリープ損傷にともなう多様な組織変化の中から、下記に示す減衰係数に影響を及ぼす因子を取り上げ^{15), 16)} それぞれについて定量的検討をした。ポイドや微小き裂はごく末期以外で発生していなかったので除く。

- 1) 結晶粒界による散乱。
- 2) 析出物による散乱。
- 3) 転位による吸収。

4・1 結晶粒界による散乱

$t/t_r = 0.45$ の試料の光学顕微鏡による組織写真を Fig. 11 に示す。応力方向は写真の長手方向である。粒内および粒界に析出物が見られる。これらの組織写真をコンピュータに取り込み、個々の結晶粒の面積を計算し、結晶粒が球状であると仮定して、平均結晶粒径を求めた。その結果を Fig. 12 に示す。無負荷で 973K で 2000h 保持した参照試験片の結果 (●印) も示す。クリープによって結晶粒径は単調に増加している。その増加量は $5\mu\text{m}$ ほどであった。また $t/t_r = 0.45$ から応力方向への結晶粒の変形が見られた。参照試験片においても結晶粒径の粗大化が見られた。結晶粒径が、超音波の波長に比べて十分小さい場合、粒界での散乱による減衰 α_s は式 (1) で表される。¹⁶⁾

$$\alpha_s = Sd^3f^4 \quad (1)$$

ここで、 S は散乱因子と呼ばれる定数、 d は平均結晶粒径、 f は周波数である。減衰係数の変化は、ほぼ一定である粒径変化とは対応していない。よって結晶粒による散乱の減衰係数への寄与は小さく、粒径変化の効果も無視してよい。

Fig. 10. Attenuation and velocity evolutions of the 11th resonant mode and creep strain. (Continuous test, 100MPa, 973K)

Fig. 11. OM micrograph of a crept specimen at $t/t_r = 0.45$. (Continuous test, 100MPa, 973K)

Fig. 12. Change of grain size as creep progresses.
(Continuous test, 100MPa, 973K)

4・2 析出物による散乱

Fig. 13 に $t/t_r = 0, 0.45$ の試料の SEM 観察の結果を示す。クリープ前 ($t/t_r = 0$) の Fig. 13 (a) では、粒界では析出物は見られない。クリープが進行すると (Fig. 13 (b), $t/t_r = 0.45$) では、粒界に析出物が析出している。この析出物 (Fig. 13 (b) 中の矢印 C) をエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX) で分析したところ、Cr 系の炭化物 ($M_{23}C_6$ と推察) の析出物であることがわかった。Fig. 14 は SEM 観察写真をコンピュータに取り込み、粒界の析出物の粒径と数密度を測定した結果である。また OM 観察と同様に参照試験片の結果も示す。クリープ進行により析出物の粒径は $t/t_r = 0.32$ から単調に急激に減少し、 $t/t_r = 0.6$ 以降一定になる。一方、数密度は $t/t_r = 0.32$ から急激に減少し $t/t_r = 0.6$ 程度から一定になる。 $t/t_r = 0.6$ で析出物の凝集・粗大化が終了する。析出物の大きさは平均で $0.7\mu\text{m}$ 程度であった ($t/t_r = 0.6$)。参照試験片で

Fig. 13. SEM micrographs of the crept specimens at $t/t_r = 0, 0.45$. (Continuous test, 100MPa, 973K)

は、クリープ試験片より析出物は粗大化し数密度は低くなっている。

ここで観察している超音波の波長 ($>0.3\text{mm}$) より析出物は十分小さく、Rayleigh 散乱領域を考える必要がある。このとき、減衰係数 α_s は式 (2) で表わされる。^{15), 16)}

$$\alpha_s = n\gamma/2 \sim Ca^2(ka)^4, (ka \ll 1) \quad (2)$$

ここで、 n は散乱体の数密度、 γ は散乱断面積、 k は超音波の波数、 a は散乱体の半径、そして C は散乱体の体積密度と性状 (析出物あるいはボイド) から決まる定数である。また、SEM 観察の結果をもとに式 (2) から実際に α_s を計算したところ、 $\alpha_s = 1.01 \times 10^{-12} \mu\text{s}^{-1}$ となり、実測値の 1% にも達しない。したがって、析出物による散乱は本測定での α の変化にほとんど関与していないと結論できる。以上より、 α は転位による吸収を反映していると考えられる。

4・3 転位による吸収

超音波による変動応力が加わったとき、転位はこれとともに振動し、超音波エネルギーが吸収されると考えられている。Granato と Lücke は、このような転位の振動を、粘弾性体中の弦の振動としてモデル化し、¹⁴⁾ 減衰係数 α と転位密度 Λ 、平均転位長さ L との関係を以下のように導いた。

$$\alpha = A_1 f^2 \Lambda L^4 \quad (3)$$

ここで、 A_1 は正の定数であり、剛性率、ポアソン比、転位運動の比粘弾性係数、バーガースベクトルに依存する。 f は周波数である。このモデルによると、減衰係数は転位密度 Λ と転位の平均長さ L の 4 乗に比例する。転位を釘付けする因子として転位網、格子間不純物原子や点欠陥がある。ただし、注意すべきことは、式 (3) がすべての転位を対象としているわけではなく、可動転位すなわち超音波のような低応力波に対しても振動できる転位だけを対象にしていることである。結晶粒界、セル壁やサブバウンダリーに堆積している転位は、 α に貢献できない。したがって可動転位は結晶粒界、セル壁やサブバウンダリーに堆積した転位を除いたもので、これらが減衰の原因となる。電磁超音波共鳴で測定した減衰係数は、多結晶純銅や低炭素鋼の疲労損傷^{17)~19)} や SUS304 鋼、2.25 Cr-1Mo 鋼や Ni 基耐熱合金 Waspaloy の高温クリープ変

Fig. 14. Changes of the average diameter and number density of precipitates as the creep progress.
(Continuous test, 100MPa, 973K)

形^{20)~22)}にともなう転位構造の変化を検出できることが明らかとなっている。それゆえ、本研究の減衰係数の変化もこれを反映していることは十分に考えられる。

そこで、TEMにより転位組織の変化を観察した。観察例をFig. 15に示す。Fig. 15 (a)はクリープ前の状態を、Fig. 15 (b)~(d)は、それぞれ $t/t_r = 0.32, 0.60, 0.85$ 付近の組織を示す。クリープ前の組織では、転位はランダムに分布し転位密度は低い。転位長さは $0.5\mu\text{m}$ から $0.6\mu\text{m}$ であった。試料の観測可能な範囲において、セルを形成している部位は見られなかった。Fig. 15 (b)は、Fig. 9においてクリープ進行にともない α が増加している組織である。転位の再配列が進み、転位が凝集したセル境界 (Fig. 15 (b)) と再配列が進んでいない領域が混在していた。試料の観測可能な範囲において再配列が進んでいない領域が6割程度見られた。その場所では、ほとんどの転位はランダムに分散し、転位密度はクリープ前の状態より高くなっていた。Fig. 15 (c)は α が極大値を示した

組織である。Fig. 15 (c)に示すような転位の再配列が進んだセル構造の組織が7~8割程度占めていた。セル内部の転位密度はクリープ前の状態と同様に低かった。転位の再配列が進んでいない領域の転位密度は $t/t_r = 0.32$ より高くなっていた。Fig. 15 (d)は α が減少後再び増加し始める時点の組織である。転位の再配列が全体に進み、比較的大きめのセルやサブグレインと小さめのものが混在していた。大きめのものは細分化が進んでいるものも見られる。大きめのものの内部の転位密度は小さめのものより高くなっていた。

Fig. 16はTEM観察で得た多数の組織写真をデジタル化してコンピュータで取り込み、転位密度と転位平均長さを測定した結果である。またSEM観察と同様に参照試験片の結果も示す。ここで対象とした転位は、粒界やサブバウンダリーに堆積した転位ではなく、結晶粒内の炭化物や他の転位に釘付けされた転位および可動転位だけである。なぜならば、これらの転位こそが減衰変化の

Fig. 15. TEM micrographs of crept specimens at $t/t_r = 0, 0.32, 0.60$ and 0.85 . (Continuous test, 100MPa, 973K)

主要因であるからからである。Fig. 16において Λ_1 は $t/t_r = 0.6$ まで増加した後、 $t/t_r = 0.8$ まで減少している。その後破断まで増えている。また L_1 も Λ_1 と同様な変化をした。参照試験片は、クリープ試験片よりも転位密度は低くなっていた。このTEM観察による Λ_1 と L_1 を用いて、式 (3) から減衰係数を算出した。結果を実測値 (○印) とともに Fig. 17 に示す。ただし、定数 A_1 はクリープ前の試料に対して、実測値と計算値が一致するように決定した。Fig. 17 の計算値を実測値と比較には、 $\Lambda_1 \propto \Lambda$, $L_1 \propto L$ という仮定が必要である。 Λ と L は、超音波の微小振幅においても可動な転位に対するものであり、TEM観察によって得られた Λ_1 と L_1 には必ずしも一致しない。すなわち、TEM観察された可動転位が実際の超音波により振動するかどうか観察することは不可能である。一般に転位線上に点欠陥が吸着・釘付けされており、それら点欠陥の間隔が L に相当する。つまり $L_1 > L$ となる。また、転位を釘付けする点欠陥同士の相互作用を考えると、長い転位線ほど隣り合う点欠陥の距離が広がると考えられる。Fig. 17 を見ると計算値 α の変化は実測値 α の変化と対応しており、これは上の仮定の妥当性を示すとともに、減衰係数変化の主要因が転位振動によるエネルギー吸収であることを強く裏付ける結果である。以上の考察から、本研究で観測された減衰係数の変化は転位構造の変化に起因すると結論できる。

Granato と Lücke は減衰係数と同様に音速に対しても以下の式を導いた。

$$\Delta V = V_0 = -A_2 \Lambda L^2 \quad (4)$$

ここで A_2 は正の定数である。転位密度と長さの増加は音速の減少をまねくはずである。しかし Fig. 10 において減衰係数が極大値を示す点では、音速に変化は見られていない。これは Cr や Mo 系の弾性的に硬い炭化物の析出の増加とそれに伴って、母材自身の弾性係数が増えたためと考えられるが、明らかではない。今後の検討課題である。

Fig. 15 で示した転位構造の変化や Fig. 16 の孤立転位の密度変化は、過去の報告^{23)~27)}にも見られた。これらをもとに、Fig. 10 に示すようにクリープ進行にともなう組織変化と減衰係数の関係を3段階に別け説明すると以下ようになる。Fig. 10 におけるクリープ曲線において、クリープひずみ速度は常に増加していることがわかる。ここでクリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ は式 (5) のように記述する。^{28), 29)}

$$\dot{\epsilon} \sim A_3 \sigma^m n(\epsilon) v(\epsilon) \quad (5)$$

ここで σ は応力、 $n(\epsilon)$ は転位密度 (クリープひずみ ϵ の時、変形に寄与した転位密度)、 $v(\epsilon)$ は転位の運動速度、 A_3 , m は定数とする。

(1) 第1段階 ($0 < t/t_r < 0.6$) : Fig. 10 より、 ϵ は増加していることから、クリープ初期から転位の運動 (すべり、増殖) が起こっていることがわかる。この段階の初期から結晶粒界へ析出物の析出が起こる。クリープ進行に伴う析出物の凝集・粗大化の進行 (Fig. 14) と転位数の増加 (Fig. 15 (b)) から、固溶炭素および転位線上の固着点 (炭素原子) が減少し、その結果、固着点長さが長くなり、転位が動きやすくなったと考えられる。その結果 L が大きくなり減衰が増加する。また転位の再配列が始まり、転位が凝集したセルが形成される。セル組織の領域はクリープ進行と共に増加していく。増殖した転位はセル境界の形成に費やされ、セル内部の可動転位はセル境界に吸収され、内部転位密度は低下する。一方転位の再配列が進んでいない領域では転位は、転位密度はクリープ進行と共に増加していく。その結果、 Λ が増大し、 α が増加する。

(2) 第2段階 ($0.6 \leq t/t_r < 0.85$) : この段階は、セル境界が活発に形成されセル組織が全体を占め、そしてサブグレインへの移行する段階である。また結晶粒界へ析出物の析出の速度は低下し (Fig. 14 参照)、その析出物の凝集・粗大化も鈍る。クリープ進行とともに全転位密度はさらに増加する。そして新たに生成された転位はセル境界の形成に費やされる。その結果セル境界近傍の転位間隔も狭くなっていく。また転位間の相互作用が強くなり転位の運動に抗する応力を生じさせる。これが加工硬化に対応する。²⁷⁾セル内では、転位密度は低下し、転位の間隔は広くなり転位の運動に抗する応力は低下する。これが回復に対応する。²⁷⁾セル組織が全体を占めることにより可動転位密度は急激に減少する。これにともない可動転位密度 Λ が急激に低下し、 α の極大値が現れる。その時点のクリープひずみは20%程度であり、寿命の6割に相当する (Fig. 10)。

(3) 第3段階 ($0.85 \leq t/t_r$) : この段階は、結晶粒界の析出物の凝集・粗大化は飽和する。クリープ進行とともに全転位密度はますます増加し続け、内部エネルギー

Fig. 16. Change of the dislocation density and length α_s creep progress. (100MPa)

Fig. 17. Comparison between calculated and measured α_s of the 11th resonant mode. (100MPa)

は上昇する結果、回復が起こりセル構造の転位網は急速に回復してサブグレインの形成が加速される。²⁷⁾これが $t/t_r = 0.80$ 近傍から始まる。サブグレインの形成による内部エネルギーの低下によって転位に作用する有効応力は大きくなり転位運動・生成が容易になる。その結果サブグレイン内の転位密度は増加し、 α が増加する。 $t/t_r = 0.85$ あたりの最小点は加工硬化と回復がバランスする点と考えられる。

$t/t_r = 0.6$ 付近で現れた減衰係数のピークは増殖した転位が再配列しセル構造で全体的に占められた段階に対応すると考えられる。SUS304 鋼, 2.25Cr-1Mo 鋼やワスパロイにおいても同様にクリープ損傷過程の減衰係数のピーク現象を捕らえている。^{20)~22)}このことは本測定法の普遍性を示すものである。また、電磁超音波共鳴法はクリープ進行に伴う材料全体の内部組織変化(転位組織や析出物の数密度や粒径)をとらえることができ、損傷評価および余寿命予測に有効であると考えられる。

5 結 論

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L のクリープ損傷に伴う微視的組織の変化を電磁超音波共鳴法で測定する減衰係数と音速の変化から評価した。以下のことが明らかになった。

(1) 超音波減衰はクリープ寿命の 60 ~ 70% の間で極大値を示した。その極大値がみられる時点は、増殖した転位が再配列しセル構造で全体的に覆われた時点と析出物の凝集・粗大の速度が一定になる時点と一致した。これは負荷応力に依存していなかった。

(2) 超音波減衰は、クリープ損傷に対して敏感に反応し、それは結晶粒界と析出物による散乱減衰よりも、転位による吸収減衰に支配される。

(3) 弦モデルにより、超音波減衰と転位組織の変化を対応つけられる。

(4) 超音波減衰は、クリープひずみや時間より寿命消費率と良い相関関係を持つ。

(5) EMAR 法はオーステナイト系ステンレス鋼材料のクリープ損傷評価と寿命予測を行える可能性を持っている。

(6) 減衰係数と音速の両方をモニタリングすることで、より精度の高い寿命評価が可能になる。

(7) 今後は負荷履歴影響やより長寿命なクリープを含んだ損傷評価および余寿命予測の研究を行っていきたい。

参 考 文 献

- 1) R. Viswanathan, "Damage mechanism and life assessment of high temperature components", p.59 and p.225 (1989) ASM International, Metals Park Ohio.
- 2) 日本鉄鋼協会, 構造材料の信頼性評価技術委員会, 構造材料の寿命・余寿命評価のための計測技術に関する調査 (1983).
- 3) 日本鉄鋼協会特定基礎研究会, 耐熱鋼の高温クリープおよびクリープ疲労損傷材のレプリカ法による非破壊的損傷量/寿命評価 (1991).

- 4) 科学技術庁研究開発局編, 構造材料の信頼性評価技術の開発に関する研究, 第 II 期成果報告書 (1989).
- 5) B. Neubauer and U. Wedel, In *Advances in Life Prediction Methods*, Woodford, D. A., Whitehead, J. R. Editors., American Society of Mechanical Engineerings, New York, 307 (1983).
- 6) R. T. Delong, "Standard Practice for Prediction and Evaluation of Field Metallographic Replicas", E12-87 (1987) American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- 7) C. E. Jaske, F. A. Simonen and D. B. Roach, *Hydrocarbon Processing*, **62**, 63 (1983).
- 8) 川上敏幸, 押川辰也, 渡邊 肇, 福島一夫, 仲庭正義, 日本機械学会平成 4 年度材料力学部門講演論文集, No.930-71, 508 (1993).
- 9) 吉川州彦, 福島一夫, 日本機械学会講演論文集, No.964-1, 94 (1996).
- 10) M. Hirao, H. Ogi and H. Fukuoka, *Rev. Sci. Instrum.*, **64**, 3198 (1993).
- 11) M. Hirao and H. Ogi, "EMATs for Science and Industry : Nondestructive Ultrasonic Measurements", p.39 (2003) Kluwar Academic Publishers, Boston.
- 12) 丸山公一, 原田千里, 及川 洪, *材料*, **34**, 1289 (1985).
- 13) K. Maruyama and H. Oikawa, *Trans. ASME, J. Pressure Vessel Technol.*, **109**, 142 (1987).
- 14) A. Granato and K. Lucke, *Journal of Applied Physics*, **27**, 583 (1956).
- 15) R. Truell, C. Elbaum and B. B. Chick, *Ultrasonic methods in Solid State Physics*, Academic Press, New York and London (1969).
- 16) K. Goebbels, "Res. Tech in NDT", **4**, p.87 (1980) Academic Press, London.
- 17) M. Hirao, H. Ogi, N. Suzuki and T. Ohtani, *Acta Materialia*, **48**, 517 (2000).
- 18) H. Ogi, T. Hamaguchi and M. Hirao, *Metal. and Mater. Trans. A.*, **31A**, 1121 (2000).
- 19) T. Ohtani, H. Ogi, Y. Minami and M. Hirao, *J. Alloys and Compounds*, **310**, 440 (2000).
- 20) 大谷俊博, 荻 博次, 平尾雅彦, 日本機械学会論文集, **A-67**, 454 (2000).
- 21) 大谷俊博, 荻 博次, 平尾雅彦, *材料*, **51**, 195 (2002).
- 22) 大谷俊博, 荻 博次, 平尾雅彦, *材料*, **53**, 692 (2004).
- 23) C. R. Barrett, W. D. Nix and O. D. Sherby, *Trans. ASM.*, **59**, 3 (1966).
- 24) A. Orlova and J. Cadek, *Phil. Mag.*, **28**, 891 (1973).
- 25) T. Hasegawa, Y. Ikeuchi and S. Karashima, *Metal Sci. J.*, **6**, 78 (1972).
- 26) 岡崎正和, 橋本昌光, 佐田 隆, *材料*, **41**, 1729 (1992).
- 27) 辛島誠一, 鉄と鋼, **65**, 820 (1974).
- 28) 丸山公一編著, 中島英治著, "高温強度の材料科学", p.111 (1997) 内田老鶴圃.
- 29) J. Cadek, "Creep in Metallic Materials", p.95 (1988) Elsevier, Amsterdam.