高温用合金鋼ボルト材のクリープ損傷にともなう超音波減衰特性と材料微視組織の変化[†]

大谷 俊博^{*} 荻 博次^{**} 平尾 雅彦^{***}

Acoustic Damping Characterization and Microstructure Evolution during Creep of a High Temperature Bolting Steel

by

Toshihiro OHTANI^{*}, Hirotsugu OGI^{**} and Masahiko HIRAO^{***}

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 a Cr-Mo-V steel, JIS-SNB16 which is used for high temperature bolt. The material was exposed to the temperature of 923K at various stresses. We measured ultrasonic attenuation for 1-7-MHz frequency range as the creep advanced. The attenuation coefficient exhibits much larger sensitivity to the damage accumulation than the velocity. The attenuation experiences a peak at around 30% and a minimum value at 50% of the creep life, being independent of the applied stress. This novel phenomenon is interpreted as resulting from microstructure changes, especially, dislocations' recovery. This is supported by TEM observations for dislocation structure. EMAR exhibited a potential for the assessment of damage advance and the prediction of the remaining creep life of metals.

Key words : Creep damage, Cr-Mo-V steel, EMAT, Ultrasonic attenuation, Non-contact evaluation, Dislocation

1 緒 言

火力発電プラントの構成材料の経年劣化においてクリープ損傷は重要な問題である。^{1)~3)}現在, クリープ損傷を評価する方法としてレプリカ法が広く使われている。^{4), 5)}しかし, この手法は, 現場の熟練者の経験的な判断で行なわれる場合が多く, 膨大な時間と労力を要し, 限られた範囲の検査にしか適用できないという問題点を有する。また, クリープ損傷では運転時間の経過とともに損傷が累積されるが, 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行くとは限らないという特徴をもつ。⁶⁾そこで, クリープ損傷評価には, 材料内部の組織変化が検出可能で, 非破壊的に広範囲の計測が容易な検査手法が熱望されている。³⁾

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)^{7), 8)}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, 従来の接触型超音波探触子のような試料や音響結合剤との接触に関わるエネルギー損失がなく, 材料の高精度な減衰係数 (単位時間あたりの減衰係数) の測定が可能である。試験片には, 高温用ボルト材として広く用いられている Cr-Mo-V 鋼 SNB16

を用いた。^{1), 9)}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送信する横波 EMAT⁸⁾を用いた。クリープ試験中の伸びと時間の関係に基づき, 修正 θ 法¹⁰⁾と破断パラメータ P_{α} ¹¹⁾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。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。

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。ゲージ部は幅 18mm, 長さ 35mm, 厚さ 5mm である。また圧延方向は, 長手方向である。素材は市販の SNB16 を用い下記の熱処理をおこなった: 1283K で 2 時間保持後空冷,

Fig. 1 Specimen geometry.

[†] 原稿受理 平成 17 年 8 月 26 日 Received Aug. 26, 2005

^{*} 正 会 員 株式会社総合研究所 材料研究室 〒251-8502 藤沢市本藤沢, Materials Lab., Ebara Res. Co., LTD., Hon-Fujisawa, Fujisawa, 251-8502

^{**} 大阪大学大学院基礎工学研究科 〒560-8531 豊中市待兼山町, Grad. Sch. of Eng. Sci., Osaka Univ., Machikaneyama, Toyonaka, 560-8531

^{***} 正 会 員 大阪大学大学院基礎工学研究科 〒560-8531 豊中市待兼山町, Grad. Sch. of Eng. Sci., Osaka Univ., Machikaneyama, Toyonaka, 560-8531

1223Kで2時間保持後油冷後、963Kで6時間保持後空冷。化学成分をTable 1に示す。室温および923Kにおける機械的性質は、0.2%耐力が778MPa, 253MPa, 引張強さが834MPa, 304MPa, 破断伸びが22.0%, 41.2%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923K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。以下に示す2種類のクリープ試験をおこなった。

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50hとした。応力は55, 45, 35と25MPa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35と25MPaとした。25MPaは9本、35MPaは10本の試験片を用いた。

中断試験においては、1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對の永久磁石からなり、磁わい効果を利用して、試料表面に垂直に伝播する横波を受送信する (Fig. 2 参照)。⁸⁾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。横波は、微視構造 (ポイド、転位など) の変化を検出するには縦波より優れており、¹²⁾EMAT は容易に横波の送受信が可能であるので横波用 EMAT を用いた。EMAT の原理、EMAR 法の計測原理と共鳴周波数および減衰係数 (単位時間あたりの減衰係数) の計測方法は文献 8 において詳解されている。この減衰係数は音速に依存するが、音速変化が内部摩擦に与える影響は小さい。

Table 1 Chemical composition of SNB16 [wt%].

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Fe
0.420	0.290	0.66	0.016	0.009	1.090	0.51	0.28	Bal

Fig. 2 Structure of shear-wave EMAT.

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 $200\mu\text{m}$ 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。また同時にビッカース硬さ (荷重 0.98N, 20s 保持) 測定をおこなった。計測には明石製作所製 DMH-1 を用いた。

3 結 果

3・1 中断試験法

クリープ進展に伴う横波の共鳴周波数 (1 ~ 7MHz) における減衰係数 α の変化を Fig. 3 に示す。この結果は、923K, 応力 35MPa におけるクリープ試験の結果である。破断時間は 759.1h であった。横波の偏向方向は、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 200h まで増加し、その後 400h まで急激に減少し、また破断近くで急増した。それに対し、参照試験片では加熱後 200h まで増加しその後はほぼ一定であった。偏向方向が荷重方向と垂直な場合も同様な傾向を示した。

Fig. 4 に、第 11 次共鳴モード (約 3.5MHz) 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。25MPa に対応する破断時間は 1018.1h であり、35MPa で

Fig. 3 Frequency dependence of the shear-wave attenuation for the polarization in the stress direction (Interrupted test, 35MPa, 923K).

Fig. 4 Relationship between attenuation coefficients of the 11th modes and creep strains under 25, 35, 45 and 55MPa. The polarization is parallel to the stress direction (Interrupted test, 923K).

759.1h, 45MPa で 292.0h そして 55MPa では 258.5h 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よそ 5% までは急激に増加し、ピークを示した後、ひずみが約 7~10% になるまで急激に減少し、その後は破断まで急増する。応力の違いによる減衰係数の差異はない。また減衰係数は、クリープひずみに単調には依存していない。

Fig. 5 には、応力 25MPa 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、 $t/t_r = 0.3$ でピークを示す。その後 $t/t_r = 0.5$ まで減少し、破断まで急増する。一方、音速は $t/t_r = 0$ から $t/t_r = 0.3$ (α が極大を示す) まで僅かに減少する。 $t/t_r = 0.5$ まではほぼ一定、その後破断まで減少する。最大変化量は 4% 程度である。クリープひずみ速度は、クリープ開始から $t/t_r = 0.2$ まで減少した後 $t/t_r = 0.6$ まで一定になり、その後は破断まで増加している。この変化は遷移、定常と加速クリープに対応している。 α が極大値を示す点 ($t/t_r = 0.3$) と音速の変化が一定になる点が同時期であった。このような α や音速の変化は単調ではないため、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。これら以上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

Fig. 6 には、25MPa と 35MPa 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。

次に 25MPa における 5 次 (共鳴周波数 1.5MHz 近傍)、8 次 (2.5MHz 近傍)、11 次 (3.5MHz 近傍)、14 次 (4.5MHz 近傍) と 17 次 (5.5MHz 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 5% まで増加を示し、ピークに達した後 10% 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な変化であった。以

Fig. 5 Relationship between attenuation coefficient and velocity evolution of 11th resonant mode, creep strain and strain rate (Interrupted test, 923K, 25MPa).

Fig. 6 Creep strain versus the time (Continuous test, 35MPa and 25MPa, 923K).

Fig. 7 Relationship between the attenuation coefficients of the 5th, 8th 11th, 14th and 17th resonant modes and creep strain (Continuous test, 25MPa, 923K).

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¹⁰⁾と破断パラメータ P_α ¹¹⁾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。2つの応力下で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。

Fig. 9 に第 11 共鳴モードの減衰係数 α 、相対音速比 $\Delta V/V_0$ 、クリープひずみ、クリープひずみ速度と推定寿命消費率 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

Fig. 8 Creep strain versus the estimated life fraction (Continuous test, 35MPa and 25MPa, 923K).

Fig. 9 Attenuation and velocity evolutions of the 11th resonant mode, creep strain and strain rate (Continuous test, 25MPa, 923K).

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。

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^{13), 14)}それぞれについて定量的検討をした。ボイドや微小き裂はごく末期以外で発生していなかったため除く。

- 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。

1)および2)の影響をレーリー散乱領域における散乱理論^{15)~18)}をもとに検討した結果これらの減衰係数への寄与は本研究において観測された減衰係数の値に比べて十分小さいことがあきらかとなった。^{13), 14)}したがって、本研究では3)の転位による吸収が減衰係数変化に最も大きく貢献すると考える。

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¹⁹⁾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。

$$\alpha = A_1 \Lambda L^4 f^2 \quad (1)$$

ここで、 A_1 は正の定数であり、剛性率、転位運動の比粘弾性係数、転位の有効線張力、バーガースベクトルに依存する。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 (1) 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。

Pahutova ら²⁰⁾も同様にセル壁やサブバウンダリーに堆積していない転位や三次元的な転位網を形成した転位を自由転位と定義している。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^{21)~24)}やオーステナイト系ステンレス鋼、2.25Cr-1Mo 鋼や Ni 基耐熱合金の高温クリープ変形^{15)~18)}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十分にこれを反映していると考えられる。

そこで、TEM により転位組織の変化を観察した。観察例を Fig. 10 に示す。Fig. 10 (a) はクリープ前の状態を、Fig. 10 (b)~(d) は、それぞれ $t/t_f = 0.21$, 0.54 , 0.84 付近の組織を示す。図中の上下方向が荷重方向である。クリープ前の組織では、伸長的なセル構造が数多く見られた。一部分、等軸的なセル構造も見られた。いずれのセル境界も明瞭ではない。セル内の転位同士は絡み合い、転位密度は高い。Fig. 10 (b) は、Fig. 9 において α がピークを示す少し手前の組織である。等軸的なセル構造が多く見られる。一部伸長的なセル構造が見られた。セル内の転位密度は高い。Fig. 10 (c) は α が極小値を示した組織である。Fig. 10 (b) と同様に大部分が等軸的なセル構造で、一部伸長的なセル構造やサブグレインが見られる。サブグレインのサイズは Fig. 10 (b) と同等程度であるが、セル構造のサイズは大きくなっている。セルおよびサブグレインの境界は、Fig. 10 (b) より明瞭にな

Fig. 10 TEM micrographs of crept specimens at $t/t_f = 0, 0.21, 0.54$ and 0.84 (Continuous test, 25MPa, 923K).

り、セルやサブグレイン内の転位密度は低くなっている。Fig. 10 (d) は α が急増している組織である。大部分がサブグレインで、一部等軸的なセル構造や伸長的なセル構造が見られる。セルおよびサブグレインの境界はより一層明瞭になっている。セルやサブグレイン内の転位密度は Fig. 10 (c) よりかなり低くなっている。

Fig. 11 と Fig. 12 に 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解析した結果を示す。また無負荷、923K で 1200h 保持した参照試験片の結果 (○印) も示した。Fig. 11 はクリープ進行中のセルおよびサブグレインの平均径の変化を示す。クリープ開始とともにセルおよびサブグレインの平均径は増加し、 α が急増する ($t/t_r = 0.6$) から急激に粗大化していく。破断近くの $t/t_r = 0.84$ ではそのサイズは初期値の 5 倍以上になっていた。参照試験片において、その平均径は増加しているが、クリープ試験片 ($t/t_r = 0.84$) ほど大きくない。セルおよびサブグレイン平均径の増加は、加熱だけでも荷重が加わった方が加速される。

次にセルおよびサブグレイン内の転位密度 Λ_1 と転位平均長さ L_1 の測定結果を Fig. 12 に示す。転位密度の計測には Keh らの手法²⁵⁾を用いた。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主要因であるからである。Fig. 12 において Λ_1 は $t/t_r = 0.2$ まで増加した後、 $t/t_r = 0.5$ まで減少す

る。その後急激に低下していく。また L_1 は $t/t_r = 0.2$ まで増加した後、 $t/t_r = 0.5$ まで僅かに低下または一定になる。その後増加していく。参照試験片は、クリープ試験片 ($t/t_r = 0.84$) と同程度の転位密度であるが、転位長さは短い。次に Fig. 12 の Λ_1 と L_1 (平均値) を用いて、式 (1) から減衰係数を算出した。結果を実測値 (▲印) とともに Fig. 13 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. 16 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 (0.1nm オーダー程度) 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できない。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. 13 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同時に、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。¹⁹⁾

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

ここで A_2 は正の定数である。音速は転位密度 Λ と転位の平均長さ L の 2 乗に比例し、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。Fig. 5 および Fig. 9 において減衰係数が極大値を示す点では、音速の変化が見られる。また $t/t_r = 0.6$ 以上の減衰係数が急増する領域でも音速は急激に低下している。これは音速の変化も転位振動によることを裏付けている。

クリープ損傷による Cr-Mo-V 鋼の主たる組織劣化は、

- (1) 転位組織の回復 (転位の再配列、転位の消滅)
- (2) 炭化物の析出および粗大化

が挙げられる。²⁶⁾ その結晶粒径や炭化物の変化を調べた。Fig. 14 に $t/t_r = 0$ (未使用材)、0.67 の試料の SEM による組織写真を示す。荷重方向は図中の左右方向である。

Fig. 11 Changes of cells or sub-grains width as creep progresses (Continuous test, 25MPa, 923K).

Fig. 12 Changes of the dislocation density and length as creep progresses (Continuous test, 25MPa, 923K).

Fig. 13 Comparison of the calculated and measured α 's of the eleventh resonant mode (25MPa, 923K).

Fig. 14 SEM micrograph of the crept specimens at $t/t_r = 0, 0.67$ (Continuous test, 25MPa, 923K).

未使用材はベイナイト組織を呈し旧オーステナイト粒界は明確には観察できなかった。微細なブロック粒を持ち、微細な析出物が見られた (Fig. 14 a)。これらの組織写真をコンピュータに取り込み、個々のブロック粒の面積を計算し、粒形が球状であると仮定して、平均ブロック粒径を求めた。その結果を Fig. 15 に示す。またピッカース硬さの変化も示す。TEM 観察と同様に参照試験片の結果も示す。ブロック粒径はクリープ開始から指数関数的に増加している (粗大化)。参照試験片のブロック粒の粗大化はクリープ材初期 ($t/t_r = 0.14$) と同程度であった。一方硬さの変化は、クリープ開始と指数関数的に減少している (軟化)。その変化は Fig. 11 のセルおよびサブグレインの幅の変化と反比例の関係にある。参照試験片の軟化はクリープ材より小さく、クリープ材初期 ($t/t_r = 0.14$) と同程度であった。これはクリープによる軟化は、加熱だけによる軟化より激しいことを示している。

Fig. 14 に示す析出物 (図中の矢印) 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_3C_6 と推察)⁹⁾ の析出物であることがわかった。

Fig. 15 Changes of grain size and hardness as creep progresses (Continuous test, 25MPa, 923K).

Fig. 16 Changes of number density and size of precipitates as creep progresses (Continuous test, 25MPa, 923K).

Fig. 16 には SEM 観察写真から測定した析出物の数密度と粒径を示す。また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数密度は急激に減少し、析出物の大きさは急激に増加している。クリープ開始とともに析出物の凝集・粗大化が進行していることが分かる。クリープ末期 ($t/t_r = 0.84$) では析出物数密度はクリープ前の $1/3$ 以下に、平均径は 2 倍以上になっていた。参照試験片では、クリープ試験片より析出物の凝集・粗大化は低い。

Fig. 10 と Fig. 11 で示した転位構造の変化や Fig. 12 の可動転位の密度変化は、過去の報告^{20), 27)~33)}にも見られた。またこれらをもとに、Fig. 9 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。

(1) 第 1 段階 ($0 < t/t_r < 0.3$) : クリープ初期から転位密度が増加するとともに (Fig. 12 より)、転位組織が整理され、伸長的なセル構造から等軸的なセル構造に変化する (Fig. 13 (b))。セルの粗大化 (Fig. 11) と析出物の凝集・粗大化 (Fig. 16) が進み硬さの低下 (Fig. 15) が起こる。また析出物の凝集・粗大化は固溶炭素および転位線上の固着点の減少と固着点長さの増加を引き起こし、転位が動きやすくなる。¹⁶⁾ その結果 Λ と L の増大から減衰が増加する。

(2) 第 2 段階 ($0.30 \leq t/t_r < 0.5$) : この段階は、ひずみ速度がほぼ一定下でクリープが進行し (定常クリープに対応)、セル境界が活発に形成され等軸的セル構造が全体を占め、一部サブグレインに移行する。³⁴⁾ 析出物の析出の速度は増加し、析出物の凝集・粗大化がいつそう進む (Fig. 16)。クリープ進行にともない新たに生成された転位はセル境界の形成に費やされる。セル壁を形成する転位密度は増加するが、セル内部転位密度は低下する。その転位密度の低いセル組織が全体を占めることにより可動転位密度 Λ が急激に減少し、 α の極大値が現れる。その時点のクリープひずみは 5% 程度であり、寿命の 30% に相当する (Fig. 5 および Fig. 9)。

(3) 第 3 段階 ($0.5 \leq t/t_r$) : この段階は、ひずみ速度が急増し (加速クリープに対応)、析出物の凝集・粗大化がいつそう進む (Fig. 16)。クリープ進行ともなうさらなる全転位密度は内部エネルギーを上昇させ、セル構造の転位網に回復が起こりサブグレインの形成が加速され

Table 2 Life fraction at attenuation peak in some materials.

Materials	SNB16	2.25Cr-1Mo	SUS304	SUS316L	Waspaloy
Life fraction at attenuation peak	25-30%	50-60%	30-40%	60-70%	35-40%

る。そのサブグレインの成長により粒界に大きな傾きを持ち内部の転位密度の低いサブグレインができる。そのサブグレインを核にして再結晶が生じる。³⁵⁾また粗大化した析出物は、サブグレインの形成や再結晶の生成を起りやすくしている。³⁶⁾その結果 Λ の急激な減少と、 L の増加により α が増加する。その結果 α の極小値が現れる。その時点のクリープひずみは 10% 程度であり、寿命の 5 割に相当する (Fig. 5 および Fig. 9)。

$t/t_r = 0.30$ 付近で現れた減衰係数のピークは定常クリープの開始であり、回復の開始である。 $t/t_r = 0.50$ 付近の減衰係数の最小値は加速クリープの開始に対応すると考えられる。クリープ寿命前半で減衰係数がピークを示すことは、これまでステンレス鋼、2.25Cr-1Mo 鋼、Ni 基耐熱超合金鋼のような全く異なる材料においても観察された。^{15)~18)}それぞれの材料のピークを示す寿命比 t/t_r を Table 2 に示す。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、材質軟化や析出物の粗大化) 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 言

高温用合金鋼ボルト材 SNB16 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約 30% で極大値を、寿命の約 60% で極小値を示した。それらの時点は定常クリープと加速クリープの開始点と一致した。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、それは結晶粒界や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・音速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) クリープ進行中の硬さの変化は、セル壁やサブグレインの幅の変化と反比例にある。

(6) EMAR 法はフェライト系 Cr-Mo-V 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。

(7) 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。

参 考 文 献

- 1) R. Viswanathan, "Damage mechanism and life assessment of high temperature components" pp.1-20 and pp.225-228 (1989) ASM International, Metals Park, Ohio.
- 2) R. B. Dooley and R. Viswanathan, editors, "Life extension and assessment of fossil power plants" Proceedings of Conference in Washington, ERPICS5208 (1987) Electric Power Research Institute, Palo Alto, CA.
- 3) B. Raj, V. Moorthy, T. Jayakumar and R. K. Bhanu Sankara, "Assessment of microstructures and mechanical behavior of metallic materials through non-destructive characterization" International Materials Review, Vol.48, pp.273-325 (2003).
- 4) B. Neubauer and U. Wedel, "Restlife estimation of creep components by means of replica" In Advances in Life Prediction Methods, D. A. Woodford and J. R. Whitehead, Editors., American Society of Mechanical Engineerings, New York, pp.307-314 (1983).
- 5) R. T. Delong, "Standard practice for prediction and evaluation of field metallographic replicas, E12-87" (1987) American Society for Testing and Materials, Philadelphia.
- 6) C. E. Jaske, F. A. Simonen and D. B. Roach, "Predict reformer furnace tube life", Hydrocarbon Processing, Vol.62, pp.63-68 (1983).
- 7) M. Hirao, H. Ogi and H. Fukuoka, "Resonance EMAT system for acoustoelastic stress measurement in sheet metals" Rev. Sci. Instrum., 64, pp.3198-3205 (1993).
- 8) M. Hirao and H. Ogi, "EMATs for Science and Industry: Nondestructive Ultrasonic Measurements", pp.1-102 (2003) Kluwar Academic Publishers, Boston.
- 9) H. Everson and J. O. D. Dulieu, "Low ferritic bolting steel for steam turbine applications: durehete steels" ASM/ERPI Conference, Advances in Material Technology for Fossil Power plant, pp.375-383 (1987).
- 10) K. Maruyama, C. Harada and H. Oikawa, "A strain-time equation applicable up to tertiary creep stage", Journal of Society of Materials Science, Japan, Vol.34, pp.1289-1295 (1985).
- 11) K. Maruyama and H. Oikawa, "An extrapolation procedure of creep data for St Determination: with special reference to Cr-Mo-V steel", Transaction of American Society of Mechanical Engineerings, Journal of Pressure and Vessel Technology., Vol.109, pp.142-148 (1987).
- 12) H. Ogi, N. Suzuki and M. Hirao, "Noncontact Ultrasonic Spectroscopy on Deforming Polycrystalline Copper; Dislocation Damping and Acoustoelasticity", Metallurgical and Materials Transactions A, 29A, pp. 2987-2993 (1998).
- 13) R. Truell, C. Elbaum and B. B. Chick, "Ultrasonic methods in solid state physics", pp.159-249 (1969) Academic Press, New York and London.
- 14) K. Goebbels, "Structure analysis by scattered ultrasonic radiation", Research Technology in NDT, Vol.4, pp.87-157 (1980) Academic Press, London.
- 15) T. Ohtani, H. Ogi and M. Hirao, "Change of ultrasonic attenuation and microstructure evolution in crept stainless steel", Transaction of Japanese Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.67, pp.454-461 (2000).

- 16) T. Ohtani, H. Ogi and M. Hirao, "Change of ultrasonic attenuation and microstructure evolution in crept 2.25%1% Mo Steels", Journal of Society of Materials Science, Japan, Vol.51, pp.195-201 (2002).
- 17) T. Ohtani, H. Ogi and M. Hirao, "ultrasonic attenuation peak during creep of a Nickel-base superalloy with electromagnetic acoustic resonance", Journal of Society of Materials Science, Japan, Vol.53, pp.692-698 (2004).
- 18) T. Ohtani and K. Takei, "Change of ultrasonic attenuation and microstructure evolution during creep of SUS316L austenitic stainless steels", Journal of Society of Materials Science, Japan, Vol.54, pp.607-614 (2005).
- 19) A. Granato and K. Lücke, "Theory of mechanical damping due to dislocation", Journal of Applied Physics, Vol.27, pp.583-593 (1956).
- 20) M. Pahutova and J. Cadek, "Transients in creep of 16Cr-12Ni-2.5 Mo austenitic steel II: structure", Materials Science and Engineering, Vol.62, pp.33-40 (1984).
- 21) M. Hirao, H. Ogi, N. Suzuki and T. Ohtani, "Ultrasonic Attenuation Peak during Fatigue of Polycrystalline Copper", Acta Materialia, Vol.48, pp.517-524 (2000).
- 22) H. Ogi, T. Hamaguchi and M. Hirao, "Ultrasonic Attenuation Peak in Steel and Aluminum Alloy During Rotating Bending Fatigue" Metallurgical and Materials Transactions A, Vol.31A, pp.1121-1128 (2000).
- 23) T. Ohtani, H. Ogi, Y. Minami and M. Hirao, "Ultrasonic Attenuation Monitoring of Fatigue Damage in Low Carbon Steels with Electromagnetic Acoustic Resonance (EMAR)", Journal of Alloys and Compounds, Vol.310, pp.440-444 (2000).
- 24) H. Ogi, Y. Minami and M. Hirao, "Acoustic study of dislocation rearrangement at later stages of fatigue", Journal of Applied Physics, Vol.91, pp.1849-1854 (2002).
- 25) A. S. Keh and S. Weissmann, "Electron Microscopy and Strength of Crystal", pp.231-299 (1963) Interscience, New York.
- 26) T. Matsuo, T. Kisanuki, R. Tanaka and S. Kobayashi, "Creep damage of 1Cr-1Mo-1/4V steel" Tetsu to Hagane Vol.70, pp.565-572 (1984).
- 27) C. R. Barrett, W. D. Nix and O. D. Sherby, "The Influence of Strain and Grain Size on the Creep Substructure of Fe-Si", Transactions of the American Society for Metals, Vol.59, pp.3-15 (1966).
- 28) A. Orlova and J. Cadek, "Some substructure aspects of high-temperature creep in metals", Philosophical Magazine., Vol.28, pp.891-899 (1973).
- 29) T. Hasegawa, Y. Ikeuchi and S. Karashima, "Internal Stress and Dislocation Structure during Sigmoidal Transient Creep of a Copper-16 at.-% Aluminum Alloy", Metal Science Journal, Vol.6, pp.78-82 (1972).
- 30) V. L. Sikka, H. Nahm and J. Moteff, "Some Aspects of Subboundary and Mobile Dislocations during High Temperature Creep of AISI 316 and 304 Stainless Steels", Materials Science and Engineering, Vol.20, pp.55-62 (1975).
- 31) S. Takeuchi and A. S. Argon, "Review Steady-State Creep of Single-phase Crystalline Matter at High Temperature", Journal of Materials Science, Vol.11, pp.1542-1566 (1976).
- 32) M. Okazaki, M. Hashimoto and T. Sada, "An Approach on Nondestructive Detection of Creep Damage in SUS316 Steel Through Ultrasonic Attenuation Properties", Journal of Society of Materials Science, Japan, Vol.41, No.47, pp.1729-1735 (1992).
- 33) S. Karashima, "Recent Studies on Mechanisms of High Temperature Creep of Metals", Tetsu to Hagane, Vol.65, pp.820-830 (1974).
- 34) H. Kimura, "Zairyo Kyodo no Kangaekata" pp.386-387 (2005) Agune technical center, Japan.
- 35) T. Goto, "Non-destructive detection of creep damage for Cr-Mo-V steel forgings", Tetsu to Hagane, Vol.32, No.32, pp.563-569 (1983).
- 36) H. Sudo, I. Tamura and Y. Nishizawa, "Kinzokusoshikigaku", pp.114-129 (1988) Maruzen, Tokyo, Japan.