8Cr-W-V-Ta 系酸化物分散強化鋼のクリープ強さに及ぼす 焼きならし温度の影響[†]

篠塚 計^{*} 田村 学^{*} 江阪 久雄^{*}
谷川 博康^{**} 芝 清之^{**}

Effect of Normalizing Temperature on Creep Strength of 8Cr-W-V-Ta Oxide Dispersion Strengthened Steels

by

Kei SHINOZUKA^{*}, Manabu TAMURA^{*}, Hisao ESAKA^{*}, Hiroyasu TANIGAWA^{**} and Kiyoyuki SHIBA^{**}

In international thermonuclear experimental reactor (ITER), reduced activation ferritic/martensitic steels will be used for plasma-facing materials. However, raising the operating temperature is planned in order to elevate efficiency of electric power generation in a prototype fusion reactor. Oxide dispersion strengthened (ODS) steels are promising candidate for high temperature and plasma-facing materials. In the 8Cr-W-V-Ta ODS steels, δ -ferrite grains which exist in martensite and elongate to the hot-rolling direction affects creep deformation behavior. The ratio of δ -ferrite is dependent on normalizing temperature. In this work, the relation between normalizing temperature and creep strength of the 8Cr-W-V-Ta ODS steel was investigated. Two kinds of as-received ODS steels, 8Cr-2W-V-Ta and 8Cr-1W, were normalized at 1050°C for 1 h. Specimens of different normalizing temperatures were prepared by re-normalizing the as-received specimens at 950°C and 1250°C for 1 h. Creep tests were performed at 700°C and 205 MPa in parallel to the hot-rolling direction. Microstructures of specimens were observed using OM, and Vickers hardness tests were performed. The area fraction of δ -ferrite decreased with the increase of normalizing temperature in 8Cr-2W-V-Ta, but the fraction of the specimen normalized at 1050°C was highest in 8Cr-1W. Minimum creep rates decreased as the area fraction and Vickers hardness of δ -ferrite increased. The time-to-rupture increased with increasing the area fraction of δ -ferrite. Although creep-cavities formed along δ -ferrite in martensite, the progress toward main-crack was obstructed by δ -ferrite. Therefore, the increase in the area fraction of δ -ferrite contributed not only to the decrease in the minimum creep rate but also to the delay of the main-crack propagation.

Key words : Reduced activation ferritic/martensitic (RAF/M) steel, Oxide dispersion strengthened (ODS) steel, δ -ferrite, Minimum creep rate, Creep cavity

1 緒 言

国際熱核融合実験炉 (ITER) は、現在、フランスのカダラッシュで建設が行われている。ITER で発生する高速中性子の遮蔽と熱エネルギー変換を行い、さらにトリチウムの生成を行う構造体をテスト・ブランケット・モジュール (TBM) という。日本が設計する TBM は、低放射化フェライト鋼 F-82H (Fe-8%Cr-2%W-0.2%V-0.04%Ta : mass%) を用いて製造されることが決定している。¹⁾しかし、その次の核融合原型炉ではプラントとしての経済性が視野に入れられるため、TBM の設計温度を ITER より高温にする必要があり、高温強度の優れた低放射化材料が求められている。その有力な候補として酸化物分散強化 (Oxide Dispersion Strengthened : ODS) フェライト/マルテンサイト鋼がある。この鋼は、Ti を含む合金に機械的手法で Y₂O₃ を混合させ、最終的に 1 ~ 5nm の Y-Ti 複合酸化物を均一分散させることによって強化されている。^{2)~6)}ODS 鋼の開発は主に 8 ~ 18mass%Cr 鋼で進められているが、

ODS 鋼は圧延工程などに起因する機械的性質の異方性を示すことが知られている。鵜飼らは特殊な再結晶化熱処理を施すことによって異方性を軽減した高速増殖炉用の燃料ピンを開発した。^{2), 3)}一方、Cr 濃度を下げることによりマルテンサイト組織とすることでも機械的性質の異方性の改善とじん性の向上が期待され、芝らは F-82H をベースにした 8Cr-2W-V-Ta 系 ODS 鋼 (J1) を試作した。⁷⁾著者および芝らのグループは J1 のクリープ現象を調べ、マルテンサイト系 ODS 鋼の中では J1 が最強のレベルにあり、かつ、異方性も少ないことを明らかにした。⁸⁾また、J1 とベース組成が少し異なる ODS 鋼 (J2) のクリープ現象を比較し、マルテンサイト中に存在する δ -フェライトが多いほどクリープ抵抗は大きく、かつ、 δ -フェライト自体が主き裂の伝ばを抑えるために J1 の破断時間が長いことを明らかにした。⁸⁾ δ -フェライトの形状は圧延方向に伸びているため製造過程に依存すると考えられるが、その体積率は製造の最終工程である焼きならし温度の影響が大

[†] 原稿受理 平成 21 年 10 月 28 日 Received Oct. 28, 2009 ©2010 The Society of Materials Science, Japan

^{*} 正 会 員 防衛大学校機能材料工学科 〒239-8686 横須賀市走水, Dept. of Mater. Sci. & Eng., National Defense Academy, Hashirimizu, Yokosuka, 239-8686

^{**} (独)日本原子力研究開発機構 〒319-1195 茨城県那珂郡東海村, Japan Atomic Energy Agency, Naka-gun, Ibaraki, 319-1195

Table 1 Chemical composition of J1 and J2. "Ex. O" was calculated by subtracting the amount of oxygen content in Y_2O_3 from the total amount of oxygen in a specimen. (mass%)

	C	Cr	W	V	Ta	Y_2O_3	Ti	Ex. O	Fe
J1	0.16	7.85	1.90	0.18	0.10	0.368	0.19	0.092	Bal.
J2	0.16	8.05	1.01	<0.01	<0.01	0.381	0.20	0.089	Bal.

きい。そこで本研究は、8Cr-W-V-Ta 系 ODS マルテンサイト鋼のクリープ変形挙動を明らかにするため、焼きならし温度を変化させた J1 と J2 のクリープ強さと組織の関係を解析した。

2 実験方法

J1 と J2 の化学組成を Table 1 に示す。J1 は W が 2 mass%, V, Ta がそれぞれ 0.18mass%, 0.1mass% であるが、J2 は W が 1mass% であり、V, Ta を含まない。なお、作製時のメカニカル・アロイング (MA) 過程で Ar 雰囲気に含まれる不純物の酸素が MA 粉末に取り込まれるが、受け入れ材に含まれるすべての酸素量から Y_2O_3 の酸素量を差し引いた値を Ex. O として Table 1 に示した。J1 と J2 の作製は(株)コベルコ科研で行ったが、要点は次の通りである。1) 基本成分の合金粉末に Y_2O_3 粉末を加え、Ar 中で MA を行った。2) MA 粉末は真空中 400°C で 3h 脱気した後、ステンレス製カプセルに封入して、1150°C、205MPa で 1h の HIP 処理を行った。3) 1100°C に加熱後、板厚を 67mm から 25mm まで熱間圧延した。4) 1050°C、1h の焼きならし、750°C、2h の焼き戻しを行った。

これらを受け入れ材とし、950°C と 1250°C で 1h の焼きならしを行った後、750°C、2h の焼き戻しをした試料を

準備した。受け入れ材および再焼きならしをした試料のクリープ試験片は、圧延方向に平行に採取し、直径 5mm、ゲージ長さ 25mm、あるいは直径 6mm、ゲージ長さ 30mm に機械加工後、ゲージ部は #4000 まで SiC 研磨紙で研磨した。クリープ試験は、温度 700°C、負荷応力 205MPa で行った。各試料の組織は、圧延方向に平行な断面を光学顕微鏡で観察した。フェライト組織を明瞭に観察するため、観察試料は 5% 塩酸-1% ピクリン酸-メタノール溶液で腐食させた。また、荷重 98N でビッカース硬さ測定、および 49mN でマイクロビッカース硬さ測定を行った。

3 結果および考察

3・1 J1 と J2 の組織と硬さ

Fig. 1 に J1 と J2 の受け入れ材および受け入れ材を 950°C と 1250°C で再焼きならしおよび焼き戻した試料の光学顕微鏡写真を示す。一般にフェライト鋼は最終の焼きならしと焼き戻しによりほぼ試料の組織や微粒子の状態が決定されるので、受け入れ材は再熱処理をしていないが、焼きならし温度の 1050°C と表示する。全ての試料で大部分の領域は、焼き戻しマルテンサイト組織を示しているが、他に白く見える領域が見られる。圧延方向は写真の上下方向であり、白く見える組織は圧延方向に引

Fig. 1 Optical micrographs of longitudinal cross-section of J1 and J2. The whitish grains elongated in the hot-rolling direction are δ -ferrite. The hot-rolling direction is the up-and-down direction of photographs.

Table 2 Area fraction of δ -ferrite and Vickers hardness of J1 and J2.

	Normalizing temperature (°C)	Area Fraction of δ -ferrite	HV10	HV of δ -ferrite	HV of martensite	HV by law of mixture
J1	950	0.123	431	610	406	431
	1050	0.082	416	602	404	420
	1250	0.050	401	583	381	391
J2	950	0.037	405	591	380	388
	1050	0.060	379	577	371	383
	1250	0.013	362	531	357	359

き伸ばされている。この組織は熱間圧延工程で形成されたものであるが、本研究ではこの組織を δ -フェライトと呼ぶ。Fig. 1 で示した写真と同倍率の他の 4 カ所の写真から画像解析ソフトウェアを用いて求めた δ -フェライトの面積率を Table 2 に示す。J1 の δ -フェライトの面積率は、焼きならし温度を 950°C から 1250°C に上げると 0.123 から 0.050 に単調に減少した。この挙動は通常の耐熱鋼と同様であり、J1 の組成が本研究の焼きならし温度範囲でオーステナイトと δ -フェライトの 2 相共存域にあるためと考えられる。一方、J2 では 1050°C の δ -フェライトの面積率が最も大きく、焼きならし温度 950°C、1250°C の順で面積率が減少している。J1 と同様に 950°C での面積率は 1050°C より大きくなると予想されたが、結果は異なった。J2 の 950°C の組織は、他に比べ δ -フェライトの分布が不均一であり、形状も圧延方向との相関が小さいことが測定値に影響している可能性はあるが、詳細は不明である。いずれにせよ、焼きならし温度が同じ場合 δ -フェライトの面積率は J1 の方が大きい。これは J1 の方が W および V の濃度が高く、これらの元素がフェライトフォーマーのためである。なお、 δ -フェライトの視認性を良くするために腐食を深くし、写真のコントラストを強くしたために、写真には黒い点が見られるが、3・3 節で述べるキャビティではない。また、Fig. 1 で示すように旧オーステナイト粒界やパケット粒界、ブロック粒界は確認できないため、それらのクリープ強さに対する影響についての解析は行えないが、焼きならし温度が 1250°C ではオーステナイト粒は粗大になり、950°C は受け入れ材と大差ないと予想される。通常のフェライト系耐熱鋼では焼きならし温度の上昇に従ってクリープ強さが向上するが、3・2 節で示すように J1 と J2 では逆にクリープ強さが低下している。このことは、旧オーステナイト粒界などのクリープ強さに及ぼす影響が小さいためと思われる。

Table 2 には 98N で測定した各試料のピッカース硬さ HV10 も示すが、J1 のほうが J2 に比べて少し硬く、J1 と

J2 とともに焼きならし温度の降下に従って硬さは増大した。また、950°C で焼ならした J2 を除けば ODS 鋼は δ -フェライトが多いほど硬いことが分かる。

通常の耐熱鋼では、 δ -フェライトの転位密度は十分低い。ためマルテンサイトに比べて軟らかく、 δ -フェライトの生成によって硬さは低下すると考えられている。一方、J1 の受け入れ材の δ -フェライトとマルテンサイト領域をマイクロピッカース硬さ計を用い 49mN で測定したときの写真を Fig. 2 に示すが、Fig. 2 にかから分かるように、通常の耐熱鋼とは逆に δ -フェライトの方がマルテンサイトより明らかに圧痕は小さい。そこでその幅が 10mm 程度の δ -フェライトの硬さを測定し、平均値をマルテンサイト領域と比較して Table 2 に示した。どの試料でも δ -フェライトの硬さは 600 前後で、マルテンサイト領域は 400 前後であり、 δ -フェライトはマルテンサイト領域よりもはるかに硬く、焼き戻されたマルテンサイト領域でも焼き戻した F-82H (およそ 220HV10)⁹⁾ よりもはるかに硬いことが分かる。

Fig. 2 Optical micrograph showing traces of micro-Vickers tip on d-ferrite and martensite matrix of as-received J1.

焼き戻した J1 と J2 のビッカース硬さ HV10 は概ね 400 程度であるが, この値は F-82H の焼きならし状態とほぼ同じであり, 焼き戻した状態よりもかなり硬い. このように ODS 鋼が焼き戻した状態でも極めて高い硬さを示すのは数 nm の Y-Ti 複合酸化物による微細分散粒子の影響であることは自明である.¹⁰⁾ また, Table 2 に示した ODS 鋼の δ -フェライトの方がマトリックスよりも硬いことは 9Cr 系 ODS 鋼でも報告されている.¹¹⁾ Ukai ら¹¹⁾ は, その理由として, δ -フェライト (原典では残留フェライトと呼んでいる) 中に存在する酸化物粒子の粒径がマルテンサイト中の粒子よりも小さいためと説明している. なお, J1 では Ta や V の炭化物粒子は TEM 観察や電解抽出残渣の XRD 分析からは確認できず, また, Cr 炭化物は F-82H に比べ, やや小さいものの, その数密度は酸化物粒子に比べて極めて小さい.⁸⁾

Table 2 に示したマイクロビッカース硬さの個々の値を見ると, δ -フェライトでもマルテンサイト領域でも低温で焼ならしたほうが大きく, 同じ熱処理条件では J1 の硬さは J2 より常に大きいことが分かる. このことは, δ -フェライトもマルテンサイト領域でも微細分散粒子によって硬化していることに変わりはないが, 熱処理によって酸化物分散粒子の状態が変化していることを示している.

Miller ら¹²⁾ は, フェライト系 ODS 鋼である MA957 を 1300°C で熱処理をしたときの微細酸化物の数密度をアトムプローブ法で分析した結果, 熱処理時間の経過に従い数密度が減少することを示している. J1, J2 でも δ -フェライトだけでなくマルテンサイト領域も焼きならし中にその温度の上昇に伴い酸化物粒子の数密度が減少し, ビッカース硬さの低下を引き起こしたと考えられる.

δ -フェライトのマイクロビッカース硬さの測定ではその幅が 10 μm 程度のものを選別して測定を行ったが, δ -フェライトの深さは保証できないため, 測定値にある程度の誤差が含まれるものと思われる. そこで, Table 2 に示した数値の妥当性を確認する目的で, δ -フェライトの面積率 (f_δ) と δ -フェライトのビッカース硬さ (HV_δ), およびマルテンサイトのビッカース硬さ (HV_m) から, 以下の線形複合則を適用して試料のビッカース硬さの計算値を求め, 結果を Table 2 に併せて示した.

$$HV = f_\delta HV_\delta + (1 - f_\delta) HV_m \quad (1)$$

Table 2 に示すように, 荷重 98N で測定したビッカース硬さと複合則から求めたビッカース硬さはよく一致した. このような二相組織をもつ材料の硬さに線形複合則を適用することの妥当性はすでに溶接部で確認されている.¹³⁾ したがって, この検証から δ -フェライトがマルテンサイト領域よりも硬いこと, および焼きならし温度を下げることによって δ -フェライト量が増えるとともに両方の相に含まれる酸化物粒子が微細になり硬くなるというマイクロビッカースの測定値は, 妥当と考えられる.

3・2 クリープ挙動

J1 のクリープ破断時間は, 焼きならし温度の降下に従い増加した. Fig. 3 に J1 のクリープ曲線および時間一ひずみ速度曲線を示す. 受け入れ材および再焼きならし材

とも破断伸びは 1% 程度であり, 通常の耐熱鋼に比べ破断伸びはかなり小さい. Fig. 3 の時間一ひずみ速度曲線に記した矢印は, 遷移クリープがほぼ終了したところであり, その速度を最小クリープ速度とした. J1 は最小クリープ速度を示した後も破断の直前に至るまで低いクリープ速度を維持し続けるため, 1050°C と 1250°C では最小クリープ速度よりも低いクリープ速度を示しているところもある. しかし, ここでは粗大なクリープ・キャビティが成長する前のクリープ速度と焼きならし温度の関係を明らかにする目的で, 矢印で示した速度を最小クリープ速度と定義した. 焼きならし温度 1050°C と 1250°C の試料の最小クリープ速度は $1 \times 10^{-3} \%$ /h 程度であるが, 950°C の試料では約 $2 \times 10^{-4} \%$ /h と小さくなっている. また, 通常の耐熱鋼のような明確な加速域を示さず, 徐々にクリープ速度を増加させ, ネッキングを生じることなく破断した. Fig. 4 に J2 のクリープ曲線および時間一ひずみ速度曲線を示す. 図中の矢印の意味は Fig. 3 と同じである. J2 のクリープ破断時間は 1050°C で最も長く, 1250°C では著しく減少した. J2 の破断伸びは 2% 程度であり J1 より大きい, 破断時間は短くなった. 最小クリープ速度は, 950°C と 1050°C の試料では約 $2 \times 10^{-2} \%$ /h であり, J1 と比べ 1 桁以上大きく, 1250°C の試料では約 $1 \times 10^{-1} \%$ /h と他の J2 に比べ大きく増加した. 950°C で焼きならした試料はクリープ速度が減少を示している途中で破断し, 他の試料は J1 と同様に緩やかにクリープ速度を増加させたあと, 破断した. また, J1 と同様にすべての試料でネッキングは生じなかった.

Fig. 3 The strain and the strain rate as a function of time in relation to the normalizing temperature of J1.

Fig. 4 The strain and the strain rate as a function of time in relation to the normalizing temperature of J2.

Table 3 Time-to-rupture and minimum strain rate of J1 and J2.

	Normalizing temperature (°C)	Time-to-rupture (h)	Minimum strain rate (%·h ⁻¹)
J1	950	821	2.0×10^{-4}
	1050	438	1.0×10^{-3}
	1250	324	1.2×10^{-3}
J2	950	62.3	2.0×10^{-2}
	1050	71.4	1.5×10^{-2}
	1250	6.8	1.2×10^{-1}

Table 3 には各クリープ試験での破断時間と最小クリープ速度を示すが、Table 2 に示した硬さ (HV10) と Table 3 に示した最小クリープ速度の対数の間には強い相関がある。しかし、 δ -フェライトと地のマルテンサイト領域のどちらがクリープ抵抗に寄与しているかを知るためには、式 (1) の線形複合則では不十分であり、次式によって最小クリープ速度を重回帰分析した。

$$\log \dot{\epsilon}_{\min} = A + B f_{\delta} HV_{\delta} + C (1 - f_{\delta}) HV_m \quad (2)$$

J1 と J2 の測定結果を区別せずに重回帰分析を行うと、 $A = 1.0 \times 10$ 、 $B = -3.7 \times 10^{-2}$ 、 $C = -3.1 \times 10^{-2}$ が得られた。Fig. 5 は個々の試料に対して計算した最小クリープ速度を実測値に対してプロットしたものであるが、J1 の 1250°C 焼きならし試料を除き、計算値と実測値はよく一致しており、A、B、C の値は妥当なものと考えられる。J1 を 1250°C で焼きならした試料の最小クリープ速度の計算値は実測値よりも 1 けた程度大きくなった。この試料の光学顕微鏡写真（以下に示すクリープ破断材を含む）

Fig. 5 Relation between calculated and measured minimum strain rate of J1 and J2.

では δ -フェライトの面積率が低いことを除いて、他の試料と大きな差は認められなかった。したがって、現時点では J1 の 1250°C 材の最小クリープ速度が回帰式に乗らない理由は不明である。

式 (2) の回帰係数 B の絶対値は C より大きく、 δ -フェライトの増加が最小クリープ速度の低下により大きく寄与することが分かる。 δ -フェライトは硬いのでマルテンサイト領域に比べてクリープ変形しにくいと考えられる。したがって、マルテンサイト領域が変形する場合、周囲の δ -フェライトから塑性拘束¹⁴⁾を受け、見かけ上クリープ抵抗が向上すると思われる。このために回帰係数 B の絶対値が C より大きくなったものと考えられる。

回帰式の意味するところは、塑性拘束効果を除けば、前節に述べた硬さと同じである。すなわち、マルテンサイト系 ODS 鋼の最小クリープ速度を下げるためには、化学組成の最適化以外に、焼きならし温度を下げて、 δ -フェライトを増やすとともに、酸化物をより微細に分散させることが有効と思われる。

3・3 破断材の組織とキャビティ

Fig. 6 に各試料の破断材の破面近傍の光学顕微鏡写真を示す。写真の上下方向が圧延方向であり、かつ負荷方向である。Fig. 7 には各試料の破断材での典型的なキャビティを高倍率にして示す。写真で白く見える粒が δ -フェライト、概ね $1\mu\text{m}$ 以上の黒く見える部分がキャビティである。全ての試料でキャビティが生成しており、生成場所は一部で δ -フェライトとマルテンサイトとの界面もあるが、ほとんどはマルテンサイト地の中であった。Fig. 7 から分かるように、J1 のキャビティは δ -フェライトに沿うように負荷方向に細長く生成しており、焼きならし温度が低くなるに従い長くなる傾向を示した。また、950°C と 1050°C の試料では、キャビティ同士が連結したと思われる様式も認められた。J2 では、焼きならし温度 950°C と 1050°C の試料で負荷方向に長く伸びたキャビティ

Fig. 6 Optical micrographs of longitudinal cross-section near fracture surface of J1 and J2. The loading direction is the up-and-down direction of photographs.

が観察されるが、その長さはJ1のキャビティより概ね短いものであった。J2を1250°Cで焼きならした試料では負荷方向に長いキャビティはわずかししか確認できず、円形あるいはくさび形の小さなキャビティが多く確認された。

ODS鋼のクリープ・キャビティは、同じマルテンサイト系である9Cr系ODS鋼や^{15), 16)}フェライト系ODS鋼のMA957でも観察される。¹⁷⁾Sakasegawaら¹⁵⁾は、キャビティの周囲にはTi酸化物が確認されることから、キャビティの生成場所はMA粉末のPPB (Prior Particle Boundary) であると説明している。また、破断材では、PPBを起点とするキャビティが製造時の熱間押し出し方向およびクリープ負荷方向に長く伸びた状態で観察されている。J1, J2も文献15)と同様の製法であるため、TiやOの濃化を確認してはいないが、J1, J2においてもPPBがキャビティの発生場所である可能性が高いと思われる。キャビティの成長過程についての詳細は別途報告する予定であるが、¹⁸⁾J1を700°C, 191MPaでクリープ変形させた場合、破断時間に対し5%経過した時点で最小クリープ速度を示し、破断時間の25%で中断した試料を観察した結果ではマルテンサイト中にキャビティが多数存在していた。さらに、破断時間50%, 75%での中断材、および破断材の観察では、 δ -フェライトに沿うようにキャビティが細長く成長していた。 δ -フェライトに沿って負荷方向に伸びたキャビティは負荷断面積をほとんど減少させないので、クリープ速度の上昇を引き起こさないものと考えられる。また、その中断材のビッカース硬さは、クリープ試験時間の経過に従って低下しており、動的回復が見られた。Fig. 3でのクリープ速度の緩やかな上昇も同様に動的回復によるものと考えられ、キャビティの成長による真応力の増加ではないと考えられる。

J1, J2は、ネッキングを生じることなく負荷方向に直交

する方向へ主き裂が伝ばすることによって破断する。Fig. 8はJ1を熱間圧延方向に直交して試料を切り出し、クリープ破断させた試料の断面写真であるが、き裂の進展が δ -フェライトの直前で停止しており、 δ -フェライトが主き裂の伝ばを抑制していると判断できる。⁸⁾当然、圧延方向と平行に切り出した試料でも主き裂は δ -フェライトによって伝ばを抑制されると予測できる。焼きならし温度を変えても、 δ -フェライトの形状が相似的に変化し、分布も一様であるなら、 δ -フェライトの面積率が高くなるほど主き裂の伝ばが抑制される確率が高くなり、その結果、クリープ破断時間が長くなると推察される。Fig. 9にクリープ破断時間と δ -フェライトの面積率の関係を示す。前述のとおりJ1の1250°CおよびJ2の950°C処理材は他の試料と傾向が違っているので、Fig. 9を定量的に議論するだけの根拠はないが、予想したとおりJ1とJ2とも δ -フェライトが多いほど破断時間は長くなることが分かる。回帰式を δ -フェライトの面積率を0に外挿した切片は、J1の方がJ2より大きい。これをMonkman-Grantの関係を使って最小クリープ速度に読み替え、式(2)が成り立つものと考え、Wを多く含むVおよびTaを添加したJ1のマルテンサイトの酸化物がJ2より微細であると推察できる。

通常の耐熱鋼では δ -フェライトはクリープ強さに対する弱化要因となることが知られている。¹⁹⁾一方、ODSフェライト鋼における δ -フェライトはビッカース硬さが通常鋼とは逆に高い値を示す。 δ -フェライトを増やすために焼きならし温度を下げると、 δ -フェライト自身およびマルテンサイト領域も硬くなる。 δ -フェライトはマルテンサイトのクリープ変形に対し塑性拘束する作用を持つため、マルテンサイト領域のクリープ変形抵抗が増加し、破断寿命が長くなると考えられる。さらに、 δ -フェライ

Fig. 7 Optical micrographs of high magnification of longitudinal cross-section to loading direction of ruptured J1 and J2.

Fig. 8 Optical micrograph of the ruptured J1. The progress cavities are blocked by δ-ferrite grains.

Fig. 9 Relation between time-to-rupture and area fraction of δ-ferrite of J1 and J2.

トはPPBから発生したキャビティを出発点とした主き裂の伝ばに対して抵抗になるため、 δ -フェライトの増加は破断寿命を延ばす効果も与えると考えられる。

4 結 言

1050°Cで焼きならした酸化物分散強化フェライト鋼 J1 (8Cr-2W-V-Ta) と J2 (8Cr-1W) について、受け入れ材、および 950°C と 1250°C で再焼きならした試料の組織観察を行った。また、各試料の熱間圧延方向に対し、700°C、205MPaでのクリープ試験と破断材の組織観察を行った結果、以下のことを明らかにした。

(1) J1 では焼きならし温度の降下に従ってクリープ破断時間が増加するが、J2 のクリープ破断時間は 1050°C で最も長く、1250°C では著しく減少する。

(2) J1, J2 ともマルテンサイト組織中に熱間圧延方向に伸びた δ -フェライト粒が存在する。 δ -フェライトの面積率は、J1 では焼きならし温度の降下に伴い増加し、J2 では 1050°C の時が最も多く、950°C、1250°C の順に減少する。

(3) ピッカース硬さ HV10 は、J1, J2 とも焼きならし温度の降下に従って増加する。マルテンサイトと δ -フェライトのマイクロピッカース硬さ測定結果も同様であり、 δ -フェライトはマルテンサイトよりも非常に高い値を示す。

(4) 試験した範囲では J1 の最小クリープ速度は J2 に比べ 1 桁以上低い値を示す。J1 および J2 の最小クリープ速度は、 δ -フェライトの面積率と δ -フェライトおよびマルテンサイトの硬さの関数として表せる。J1 の最小クリープ速度は、硬い δ -フェライトの塑性拘束によってさらに低下する。

(5) δ -フェライトはき裂の伝ばを抑制し、クリープ破断時間を増大する。

参 考 文 献

- 1) K. Shiba, M. Enoda and S. Jitsukawa, "Reduced activation martensitic steels as a structural materials for ITER test blanket", *Journal of Nuclear Materials*, Vols.239-333, pp.243-247 (2004).
- 2) S. Ukai, S. Mizuta, T. Yoshitake, T. Okuda, M. Fujiwara, S. Hagi and T. Kobayashi, "Tube manufacturing and characterization of oxide dispersion strengthened ferritic steels", *Journal of Nuclear Materials*, Vols.283-287, pp.702-706 (2000).
- 3) S. Ohtsuka, S. Ukai, M. Fujiwara, T. Kaito and T. Narita, "Improvement of 9Cr-ODS martensitic steel properties by controlling excess oxygen and titanium contents", *Journal of Nuclear Materials*, Vols.329-333, pp.372-376 (2004).
- 4) H. Kishimoto, M. J. Alinger, G. R. Odette and T. Yamamoto, "TEM examination of microstructural evolution during processing of 14CrYWTi nanostructured ferritic alloys", *Journal of Nuclear Materials*, Vols.329-333, pp.369-371 (2004).
- 5) R. Schublin, T. Leguey, P. Sptig, N. Baluc and M. Victoria, "Microstructure and mechanical properties of two ferritic/martensitic steel", *Journal of Nuclear Materials*, Vols.307-311, pp.778-782 (2002).
- 6) V. de Castro, T. Leguey, A. Muoz, M. A. Monge, P. Fernndez, A. M. Lancha and R. Pareja, "Mechanical and microstructural behavior of Y₂O₃ ODS EUROFER 97", *Journal of Nuclear Materials*, Vols.367-370, pp.196-201 (2007).
- 7) K. Shiba and K. Nakamura (private communication).
- 8) K. Shinozuka, M. Tamura, H. Esaka, K. Shiba and K. Nakamura, "Creep behavior of oxide dispersion strengthened 8Cr-2WVTa and 8Cr-1W steels", *Journal of Nuclear Materials*, Vol.384, pp.1-5 (2009).
- 9) M. Tamura, H. Kusuyama, K. Shinozuka and H. Esaka, "Tempering process and precipitation behavior of 8%Cr-2%WVTa steel", *ISIJ International*, Vol.47, No.2, pp.317-326 (2007).
- 10) S. Ukai, T. Nishida and H. Okuda, "Development of oxide dispersion strengthened ferritic steels for FBR core application, (I)", *Journal of Nuclear Science and Technology*, Vol.34, No.3, pp.256-263 (1997).
- 11) S. Ukai, S. Ohtsuka, T. Kato, H. Sakasegawa, N. Chikata, S. Hayashi and S. Ohnuki, "High-temperature strength characterization of advanced 9Cr-ODS ferritic steels", *Materials Science and Engineering A*, Vols.510-511, pp.115-120 (2009).
- 12) M. K. Miller, D. T. Hoelzer, E. A. Kenik and F. K. Russell, "Nanometer scale precipitation in ferritic MA/ODS alloy MA957", *Journal of Nuclear Materials*, Vols.338-341, pp.338-341 (2004).
- 13) Y. Mikami, M. Mochizuki, Y. Hashiba, T. Hasegawa, S. Ohkita and M. Toyoda, "Evaluation of fraction of microstructure and hardness distribution in weld metal subjected to multiple thermal cycles", *Quarterly Journal of the Japan Welding Society*, Vol.23, No.4, pp.564-570 (2005).
- 14) T. Shintomi, Y. Hashimoto, I. Chikushi, M. Mochizuki and M. Toyoda, "Deformation and ductile crack initiation in weld HAZ softening joints", *Quarterly Journal of the Japan Welding Society*, Vol.21, No.3, pp.411-418 (2003).
- 15) H. Sakasegawa, S. Ohtsuka, S. Ukai, H. Tanigawa, M. Fujiwara, H. Ogiwara and A. Kohyama, "Microstructural evolution during creep of 9Cr-ODS steels", *Fusion Engineering and Design*, Vol.81, pp.1013-1018 (2006).
- 16) H. Sakasegawa, S. Ohtsuka, S. Ukai, H. Tanigawa, M. Fujiwara, H. Ogiwara and A. Kohyama, "Particle size effects in mechanically alloyed 9Cr ODS steel powder", *Journal of Nuclear Materials*, Vols.367-370, pp.185-190 (2007).
- 17) R. L. Klueh, J. P. Shingledecker, R. W. Swindeman and D. T. Hoelzer, "Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys", *Journal of Nuclear Materials*, Vol.341, pp.103-114 (2005).
- 18) K. Shinozuka, M. Tamura, H. Esaka and H. Tanigawa, "Microstructural behavior of 8Cr-ODS martensitic steels during creep deformation", *Journal of Nuclear Materials* (submitted).
- 19) M. Yoshida and M. Igarashi, "Long-term creep deformation characteristics of advanced ferritic steels for USC power plants", *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, Vol.84, pp.37-43 (2007).