クリープ疲労条件下でのキャビティ成長過程に関する理論的検討*

荒井 正行^{*1}, 緒方 隆志^{*1}Theoretical Consideration of Cavity Growth Process
under Creep-Fatigue Conditions

Masayuki ARAI and Takashi OGATA

The major factor dominating creep and creep-fatigue failure at high temperature for SUS304 stainless steel is the nucleation and growth of creep cavities on grain boundaries. In this study, previously proposed cavity growth models for creep conditions were expanded to give models for creep-fatigue condition. The analytical cavity growth rate was compared with experimental data obtained in our previous study. As a result, it was found that the cavity growth process under stress-controlled creep-fatigue conditions continuously observed by the SEM could be explained using the cavity growth rate equation consisting of the sum of constrained diffusion-controlled and deformation-controlled growth rates. Also, a cavity growth mechanism map, which can be applied to various load patterns, was developed based on the models for cavity growth in creep conditions.

Key Words: Creep, Creep-Fatigue, Creep Cavity, Damage Mechanism, Cavity Growth Mechanism Map

1. 緒 言

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 304 に代表される一般的な耐熱鋼においては、高温下での低応力負荷ならびに低ひずみ負荷に起因した無数のクリープキャビティが材料表面および内部の結晶粒界に発生・成長し、これらの連結を経て 1 結晶粒長さの微小き裂が発生することが知られている。経年劣化した火力発電プラントでは、機器の寿命管理のためにこのクリープキャビティの発生状況を種々の方法を利用して計測し、その残存寿命の把握に努めている。

ところで、このような寿命支配因子として位置付けられているクリープキャビティの成長メカニズムについては、おもに高温下でのクリープ負荷を想定した理論的検討が行われているだけであり、実験的検証に基づいた理論の妥当性についてはほとんど調べられていない。また、これまでに行われてきた実験的検証においては、試験を途中止めた試験片の縦断面あるいは破損した試験片の破面を観察した結果からメカニズムを推測するに留まっている状況にあった⁽¹⁾。

このために、著者ら⁽²⁾⁽³⁾は走査形電子顕微鏡と高温

疲労試験機と組み合わせた試験装置を用いて、クリープならびにクリープ疲労試験を行い、キャビティ発生・成長から微小き裂発生までの微視的損傷過程を把握してきた。特にクリープ試験においてはキャビティ成長理論の妥当性について検証を行い、拘束拡散律速キャビティ成長モデルが実験結果にほぼ一致することを示した。しかしながら、実機においてはクリープ負荷とともに引張・圧縮負荷が重畳される、いわゆるクリープ疲労負荷におかれるのが一般的な負荷形態とされる。

このために本研究では、クリープ負荷からクリープ疲労負荷へキャビティ成長モデルを拡張し、これまでに著者らが実施してきた実験結果との比較を行うとともに、キャビティ成長過程に及ぼす繰返し負荷の影響を検討する。

2. キャビティ成長モデル

2章では、これまでに各応力・ひずみレベルに対して提案されているクリープ負荷下でのキャビティ成長モデルについて整理し、クリープ疲労負荷形態へのモデルの拡張を試みる。

本研究で対象とするキャビティのモデルを図1に示す。ある粒界ファセットにはキャビティが周期的に存

* 原稿受付 1996年1月29日。

^{*1} 正員、(財)電力中央研究所 (〒201 狛江市岩戸北2-11-1)。

在しており、このファセットを取り囲む多結晶は規則的に配置された六角形形状の結晶粒により構成された材料として取り扱うものとする。さらに、後述する試験結果との比較のために二次元平面応力状態を仮定する。このときに、クリープ条件下キャビティ成長モデルは、おおむね以下の3種類に分類される。

(1) 変形律速キャビティ成長モデル⁽⁴⁾

材料に強制負荷される無限遠方での応力が極めて高く、これにより生じる非弾性ひずみ速度が速い場合には、粒界に想定されたキャビティは周囲に生じた非弾性ひずみ速度に直接律速されて成長するというモデルである。 c をキャビティ半径、 $\dot{\epsilon}_{in}$ を無限遠方での非弾性ひずみ速度とすれば、キャビティ成長速度は、

$$\frac{dc}{dt} = \kappa \dot{\epsilon}_{in} c \quad \dots\dots\dots (1)$$

で表される。ここで、 κ は材料の変形抵抗ならびにキャビティの形状に依存した定数であり、Hancock⁽⁴⁾によれば一般的な工業材料に対しては $\kappa = 0.8$ とみなしてよいとしている。

(2) 拡散律速キャビティ成長モデル⁽⁵⁾

変形律速キャビティ成長モデルで対象としている無限遠方応力に比べて負荷応力が低く、非弾性ひずみ速度が定常クリープ速度に一致する場合には、粒界に等間隔に配置されたキャビティが純粋に粒界拡散に律速されて成長するというモデルである。このメカニズムによるキャビティ成長速度は、

$$\frac{dc}{dt} = \frac{D}{\pi} \left\{ \frac{1}{c} - \frac{1}{c_0} \right\} \frac{\sigma^\infty - \sigma_0}{\frac{1}{2} \left(\frac{c^2}{c_0^2} + c_0 \right) - c} \quad \dots\dots\dots (2)$$

で表される。ここで、 D は粒界拡散パラメータであり、

$$D = \frac{D_b \delta \Omega}{kT} \quad \dots\dots\dots (3)$$

Fig. 1 Polycrystal forming uniform grain array subjected to far field stress

で表される。ここで、 $2c_0$ はキャビティ間隔、 D_b は粒界拡散係数、 δ は粒界幅、 Ω は原子容、 k は Boltzmann 定数、 T は絶対温度を表す。また、 σ^∞ は無限遠方での応力、 σ_0 はキャビティ先端での表面力を表す。

(3) 拘束拡散律速キャビティ成長モデル⁽⁶⁾

非弾性ひずみ速度が極めて低い場合には、周囲の結晶粒の変形速度によって拡散支配のキャビティ成長速度が拘束されるというモデルである。これによるキャビティ成長速度は、

$$\frac{dc}{dt} = \frac{D}{\pi} \left\{ \frac{1}{c} - \frac{1}{c_0} \right\} \times \frac{\sigma^\infty - \sigma_0}{\frac{1}{2} \left(\frac{c^2}{c_0^2} + c_0 \right) + \frac{L^3}{\beta d} \frac{c}{c_0} \left(\frac{1}{c} - \frac{1}{c_0} \right) - c} \quad \dots\dots\dots (4)$$

で表される。ここで、 L は material length scale⁽⁷⁾ であり、

$$L = \left(\frac{D \sigma^\infty}{\dot{\epsilon}_{in}} \right)^{1/3} \quad \dots\dots\dots (5)$$

で表される。このパラメータの物理的意味の詳細については省略する⁽³⁾ が、 L の大小によって純粋な拡散支配、周囲での結晶粒の変形支配、これらの連成支配により成長メカニズムを分類することができる。ここで、 $\beta = \sqrt{3}n\pi/2$ 、 n はクリープ指数、 $2d$ は結晶粒径を表す。

上述したおのおののキャビティ成長モデルの相違を明確にするためのキャビティ成長速度線図を図2に示す。ここで、式(1)から式(5)で用いられる非弾性ひずみ速度、クリープ指数については、実験により得られた 873 K での定常クリープ速度と応力の関係⁽⁸⁾ を

Fig. 2 Relationship between cavity growth rate and tensile stress under uniaxial creep condition

用いた。また、粒界拡散係数をはじめとする金属組織的物性値は前報⁽³⁾と同一のものをを用い、キャビティ半径を $1\mu\text{m}$ 、キャビティ間隔を $5\mu\text{m}$ 、結晶粒径を $22\mu\text{m}$ として想定して線図を作成した。図2より、変形律速成長速度は、他のモデルにより得られる成長速度に比べて高応力側で速い。また、拡散ならびに拘束拡散律速成長速度は、低応力側で顕著な相違が現れるが、約 200MPa 以上から両者が一致する。著者らが先に行った実験結果⁽³⁾により得られたキャビティ成長速度が拘束拡散律速キャビティ成長速度に近かったこと、さらに上述した中・高応力側において拡散律速キャビティ成長速度が拘束拡散成長速度と一致することから、低・中応力範囲では拘束拡散律速成長速度によってキャビティ成長過程が表現できるものと考えられる。このため本研究では、負荷応力の広範囲にわたったキャビティ成長メカニズムが、図2のABCに沿って変化するものと仮定する。

これによりおのおののキャビティ成長モデルに依存しない表現として、加算法則に基づいた次式のキャビティ成長速度が成立する。

$$\frac{dc}{dt} = \left(\frac{dc}{dt}\right)_{\text{deform}} + \left(\frac{dc}{dt}\right)_{\text{diffusion}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

ここで、おのおののメカニズムが遷移する領域においては、相互作用の影響があるものと考えられるが、本研究では簡単のためにこの影響を無視した。

図2においては、負荷応力に対するメカニズムの変化について注目したが、負荷形態がクリープ疲労となる場合には、ひずみ速度、とりわけ非可逆的な成分としての非弾性ひずみ速度も成長メカニズムを支配する重要な因子となるものと考えられる。このため、非弾

性ひずみ速度を考慮して図2を再整理したものを図3に示す。図3は、「キャビティ成長メカニズムマップ」と言えるものであり、図中太線を境界にして変形律速キャビティ成長メカニズムと拘束拡散律速キャビティ成長メカニズムとに分けられる。図3より c/c_0 が小さい、すなわちキャビティがキャビティ間隔に比べて非常に小さい領域では、広範囲にわたって拘束拡散がキャビティ成長メカニズムを支配する。さらにキャビティが成長するにつれて、そして非弾性ひずみ速度（あるいは応力）の大きさに依存して変形が卓越してくる支配領域が現れてくることがわかる。

3. クリープ疲労負荷への キャビティ成長モデルの適用

3・1 応力制御クリープ疲労の場合 1サイクル中にわたるキャビティの成長過程を調べるためには、応力と非弾性ひずみ速度を把握する必要がある。このために3・1節では、以下に示す方法によって実験から得られた hysteresis loop により簡便に応力、ひずみ値を規定した。

まず、弾性範囲において応力増分とひずみ増分の関係は、

$$\Delta\epsilon_e = \frac{\Delta\sigma}{E} \quad \dots\dots\dots (7)$$

で与えられる。ここで、 E は Young 率であり、上式においては降伏応力 σ_y 以下に対しての増分計算が保証される。

非弾性ひずみについては、塑性ならびにクリープひずみ成分に分離できるものとすれば、塑性ひずみ増分は、

$$\Delta\epsilon_p = Km\sigma^{m-1}\Delta\sigma \quad \dots\dots\dots (8)$$

ならびに、クリープひずみ増分は、

$$\Delta\epsilon_c = \dot{\epsilon}_c \Delta t \quad \dots\dots\dots (9)$$

で与えられるとすると、これにより非弾性ひずみ増分量は $\Delta\epsilon_{in} = \Delta\epsilon_p + \Delta\epsilon_c$ で表される。ここで、 K, m は材料定数、 $\dot{\epsilon}_c$ は定常クリープ速度を表し、本研究においては、応力保持中のひずみ増加率がほぼ一定となる値を用いた。

この結果、全ひずみ増分量は以下のように表される。

$$\Delta\epsilon = \Delta\epsilon_e + \Delta\epsilon_{in} \quad \dots\dots\dots (10)$$

最後に式(7)から式(10)で用いられるすべての材料定数を、実験により得られた hysteresis loop から最小二乗法により best fit することで求めた。

上述した手順に従って算出した応力、ひずみ速度をもとに応力制御クリープ疲労条件下でのキャビティ成

Fig. 3 A typical cavity growth mechanism map

長過程について考える。本研究で対象としたクリープ疲労試験条件は、873 K、最大引張応力 147 MPa、引張・圧縮負荷過程での応力速度は 117.6 MPa/s、最大引張応力位置での保持時間 1 h、応力比 $R = -1$ である。また、本試験条件下での応力・ひずみ増分の計算に用いた値を表 1 に示す。

図 4 に応力制御クリープ疲労条件がキャビティ成長メカニズムマップに占める領域を示す。図から、引張保持中ではキャビティの大きさに依存せずに拘束拡散に律速されてキャビティが成長することがわかる。また、引張・圧縮負荷過程においては、非弾性ひずみ速度が降伏応力到達時点から最大応力到達時点まで連続的に変化するために $\dot{\epsilon}_{in}/\sigma$ が約 0.1 のデータバンドを有しており、このような値に依存して約 $c/c_0 = 0.02$ を境界として拘束拡散から変形律速へキャビティ成長メカニズムが変化することがわかる。

上記により得られたクリープキャビティ成長速度と実験結果⁽³⁾との比較を図 5 に示す。図 5 に丸印で示されている実験値は著者がすでに報告しているもの

であり、走査形電子顕微鏡と高温疲労試験とを組み合わせた試験装置によりクリープ疲労試験を実施し、繰返し数が約 20 サイクルの間隔で試験片表面に発生したキャビティ長さを計測することで、キャビティ成長速度を算出したものである。また、図中実線は変形律速 [式(1)]、破線は拘束拡散律速 [式(4)] キャビティ成長モデルに対応した成長速度を表す。実験値のばらつきはキャビティ半径に依存して大きくなるが、これは前報⁽⁹⁾で報告した結晶粒オーダでの微視的ひずみ分布のばらつきがクリープ疲労において大きかったために、キャビティが大きくなると周囲のひずみ分布の影響を受けやすくなったことによるものと考えられる。このような大きなばらつき幅をもつ実験値は、クリープ条件下では一致していた拘束拡散成長モデルに比べて高くなり、変形律速成長モデルがほぼ実験値の上限を与えていることがわかる。これは、保持中のクリープ負荷効果による拘束拡散メカニズムに加えて繰返し負荷による非弾性ひずみ速度がキャビティ成長に影響したことによるものと考えられる。

次に、繰返し負荷過程がキャビティ成長速度に与える影響について考察する。引張りと圧縮負荷が成長メカニズムに影響を与えるものと考え、実験により得られたキャビティ成長速度はほぼ拘束拡散成長速度に一致することが予想されるが、これは図 5 に示される実験結果と一致しない。一方、既報⁽³⁾においては、キャビティ形状への圧縮負荷の効果は“キャビティ変形”として観察されており、このことからキャビティ成長メカニズムに与える繰返し負荷の影響は、引張負

Table 1 Material constants under stress controlled creep-fatigue test

Young modulus [MPa]	150000
Yield stress [MPa]	35.0
m	3.0
K ($\Delta\sigma > 0$)	6.0×10^{-28}
K ($\Delta\sigma < 0$)	6.6×10^{-28}
Minimum creep rate [1/s]	7.15×10^{-10}

Fig. 4 Cavity growth mechanism map showing area of dominant growth process in stress-controlled creep-fatigue test

Fig. 5 Comparison of cavity growth rate in creep-fatigue between experimental data and models

Fig. 6 Change in cavity radius during a stress-controlled creep-fatigue cycle

Table 2 Constants used in calculation of strain hold behaviour

Initial stress [MPa]	226.4
Relaxation stress [MPa]	69.15
Hold time [s]	3600

荷過程において生じた非弾性ひずみ速度により律速されているものといえる。ただし、実験データを詳細に見ると、約 $0.7 \mu\text{m}$ 以上からキャビティ成長速度が減少するデータ(図5中の $1 \times 10^{-14} [\text{m/s}]$ 上に並んでいるデータ群を示し、この速度よりも遅い成長速度がすべてプロットされている)も存在したが、これは粒界近傍での微視的ひずみの分布⁹⁾ からキャビティの一部が圧縮負荷の影響を顕著に受けたためと考えられる。

さらに1サイクル中でのキャビティ成長過程を式(6)を用いて詳細に調べた結果を図6に示す。図4に示されるメカニズムの遷移する境界線から、キャビティ半径が約 $0.1 \mu\text{m}$ 以下では拘束拡散律速メカニズムが支配的となって成長し、キャビティ半径が約 $0.5 \mu\text{m}$ からは拘束拡散に加えて引張負荷過程による変形律速メカニズムの影響を受けてキャビティが成長することがわかる。

以上により、応力制御下クリープ疲労におけるキャビティ成長過程は、引張応力により生じた非弾性ひずみ速度による変形律速キャビティ成長メカニズムと応力保持中での拘束拡散律速キャビティ成長メカニズムとがサイクルを通じて連続的に作用するものといえる。

3.2 ひずみ制御クリープ疲労の場合 3.1節と

Fig. 7 Cavity growth mechanism map showing area of dominant growth process in strain-controlled creep fatigue test

同様の方法によりひずみ制御下に対するキャビティ成長過程について考える。

対象とされる条件は、873 K、全ひずみ範囲1%、最大引張ひずみでの保持時間を1hとした。また、キャビティ成長解析に必要なとなる1サイクルにわたる応力と非弾性ひずみ速度については、引張・圧縮ひずみ負荷中で生じる非弾性ひずみ速度を試験において強制的に試験片に与えるひずみ速度に等しく 0.001 1/s とし、引張ひずみ保持中に生じる応力緩和挙動下での応力とひずみは、

$$\sigma = \sigma_i - \Delta\sigma_R \frac{\ln(t+1)}{\ln(T_h+1)} \quad \dots\dots\dots (11)$$

ならびに、

$$\dot{\epsilon}_{in} = \frac{\Delta\sigma_R}{E \ln(T_h+1)} \frac{1}{t+1} \quad \dots\dots\dots (12)$$

から算出した。ここで、 σ_i は初期応力、 $\Delta\sigma_R$ は緩和応力、 T_h は保持時間を表す。表2に式(11)ならびに式

Fig. 8 Change in cavity radius during a strain controlled creep fatigue cycle

Fig. 9 Change in cavity growth rate during strain hold

(12)で用いた定数を示す。

得られた非弾性ひずみ速度と応力とからひずみ制御下クリープ疲労に対するキャビティ成長メカニズムマップに占める領域を図7に示す。これによれば、引張保持中では応力緩和中の応力と非弾性ひずみ速度の範囲に依存して低ひずみ速度側では拘束拡散に支配されてキャビティが成長するが、キャビティが大きくなると変形律速メカニズムに支配される領域が一部現れてくることがわかる。また、引張・圧縮ひずみ過程は応力制御クリープ疲労の場合と同様にキャビティが小さい場合には拘束拡散、キャビティが大きくなるにつれて変形に律速される。

次に1サイクル中でのキャビティ成長量を詳細に把握するため、hysteresis loopとキャビティ成長量との関係を図8に示す。図8は、応力制御と同様に引張負荷過程のみを考慮して計算を行った。図8より繰返し毎でのキャビティ成長メカニズムは、引張ひずみ過

程での変形律速成長メカニズムとひずみ保持中での変形律速と拘束拡散律速との連成によるものであることがわかる。ひずみ保持中でのキャビティ成長メカニズムの変化について調べるために、拘束拡散と変形メカニズムとが顕著に連成するキャビティ半径1μmでのキャビティ成長速度と保持時間との関係を図9に示す。これによりひずみ保持開始直後約1sまでは変形メカニズムが卓越しているとともに、約18sまでこのメカニズムの影響を受けながらおもに拘束拡散に律速されてキャビティ成長することがわかる。

4. 結 言

本研究では、クリープ負荷からクリープ疲労負荷へキャビティ成長モデルを拡張し、実験結果との比較を通じてその妥当性を検討するとともに、キャビティ成長過程に及ぼす繰返し負荷の影響を調べた。この結果、拘束拡散律速と変形律速モデルとの線形和で表されるキャビティ成長速度が、応力制御クリープ疲労試験により得られた実験結果とほぼ一致することが明らかとなった。また、キャビティ成長メカニズムマップを用いることにより、任意負荷形態に対するキャビティ成長のメカニズムを容易に推定できる可能性を示した。最後に、キャビティ成長過程に与える繰返し負荷の効果は、本条件においては、応力制御では引張応力による変形律速メカニズムと応力保持中での拘束拡散律速メカニズムとが繰返し負荷中連続的に作用すること、またひずみ制御では、引張ひずみ速度による変形律速メカニズムとひずみ保持中に変形と拘束拡散とに律速されてキャビティが成長するものと考えられた。

文 献

- (1) 荒井正行・緒方隆志, 電力中央研究所調査報告, T 92032(1993).
 - (2) 緒方隆志・荒井正行・新田明人, 材料, **44** 496(1995), 52-58.
 - (3) 荒井正行・緒方隆志・新田明人, 機論, **61**-583, A(1995), 508-515.
 - (4) Hancock, J. W., *Met. Sci.*, **10**(1981), 319-325.
 - (5) Hull, D. and Rimmer, D. E., *Phil. Mag.*, **1**(1959), 673-687.
 - (6) Dyson, B. F., *Met. Sci.*, **10**(1987), 349-361.
 - (7) Rice, J. M. (Wolf, S. 編), *Time Dependent Fracture of Materials at Elevated Temperature U. S. Department of Energy Report CONF 790236 UC-25*, (1979), 130, Germantown, Md.
 - (8) 緒方隆志・新田明人, 材料, **41**-471(1992), 1767-1773.
 - (9) 荒井正行・緒方隆志・新田明人, 機論, **62**-599, A(1996), 1549-1556.
-