603

オーステナイト系ステレンス鋼の クリープ疲労条件下で形成される結晶粒内方位差

(財)電力中央研究所

○野本明義 緒方隆志

1. 緒言

発電機器で使用される高温構造材料では、クリープ 疲労変形の進行に伴い粒界キャビティが発生すること が知られており、その発生メカニズムの解明が材料の 損傷, 寿命評価のために重要である. そのためには, キャビティ発生以前の材料内の応力やひずみなどの力 学的状態を把握する必要がある.金属材料を変形する と結晶格子回転を生じるが、隣接する結晶粒からの拘 束により同一結晶粒内でも変形量が異なる.そのため、 格子回転量に差異が生じ、結晶粒内で方位差を生じる ことになる.この結晶粒内の方位差を計測することが. 材料内の力学的状態を知るひとつの手がかりとなると 考えられる。このような観点からの検討例は、最近で は単軸引張、クリープ変形の例 ¹⁾が見られるが、クリ ープ疲労については明らかになっていない。そこで本 研究では、材料内の力学的状態を検討するための知見 を得ることを目的に、クリープ疲労条件下における結 晶粒内の方位差を計測した.

2. 実験方法

2・1 クリープ疲労損傷材の作製 供試材には SUS304 および 316FR オーステナイト系ステンレス鋼を 用いた。縦、横 1000mm、厚さ 50mm の圧延板から圧延 方向と試験片軸が一致するように,試験部が ϕ 10mm× 16mmの試験片を作製した。ひずみ制御によるクリープ 疲労試験を、温度 650℃、ひずみ範囲 1.0%、60 分の引 張保持付きの条件で行い、N/Nf (Nf:破断回数)が 0.1,0.35,0.75 になる損傷材を作製した。比較のため、 温度 650℃で、初期応力が SUS304 は 127MPa, 316FR は 176MPa で、t/tr(tr:破断時間)が 0.1,0.3,0.8 のクリ ープ損傷材も作製した。ここで tr は, クリープ疲労条 件の Nf に至るまでの時間と概ね同じになるように設 定した.

2・2 組織観察および結晶方位計測 負荷応力方向 に平行な面を精密切断砥石で切り出し、機械研磨、電 解研磨の後, SEM 観察および結晶方位計測に供した。 結晶方位計測には TSL 社製方位顕微鏡を使用し、2µm 間隔で 800µm×800µmの領域を計測した。結晶粒内 の方位のばらつきを表すパラメータとして、本研究で は測定点間の方位差を用いた。方位差は、測定点間の 共通回転軸周りの回転角を求め、そのうちの最小のも のとした。

3. 結果と考察

3・1 結晶粒内の平均的な方位差 図1に, クリー プ, クリープ疲労条件下における, 変形の進行にとも



Fig.1 Relationship between damage ratio and misorientation

なう結晶粒内方位差の平均値の変化を示す. ここで、 方位差は,同一セル内を計測しないよう,各測定点か ら4µmはなれた場所との方位差とした.変形の進行 度合いは寿命消費率(t/tr または N/Nf)で示した. SUS304, 316FR ともに、結晶粒内の方位差は、変形の進行に伴 い単調増加することがわかる。また、クリープ、クリ ープ疲労いずれの条件でも,同程度の寿命消費率に対 してほぼ同程度の方位差を示す。クリープ疲労変形に よって蓄積されるクリープひずみを、応力-ひずみ関 係から算出すると、Nfに至った段階でおおよそ40%程 度であった. これはクリープの破断ひずみ量とほぼ同 等であり、このことから、本計測によって得られた結 晶粒内の方位差は、平均的には概ね材料内に蓄積され たクリープ変形量に対応するものと考えられる。一方、 今回の条件でクリープ,クリープ疲労変形させた場合, 同程度の寿命消費率でみると、 クリープ疲労条件下の 方が粒界キャビティの発生頻度が高いことがわかって いる²⁾.キャビティの発生が粒界近傍における局所変 形によると考えると、クリープとクリープ疲労条件下 では、結晶粒界近傍での変形の分布、ここでは結晶方 位の分布が異なるものと考えられる。そこで、結晶粒 内の方位の状態について調べた。

3・2 結晶粒内の方位差の分布 図2に316FRの 35%クリープ中断材と,30%クリープ疲労中断材を対象 に,結晶粒の中央付近から粒界近傍にかけて,隣り合 う計測点間の方位差を調べた代表的な結果を示す.こ れらの条件下では,平均的な結晶粒内方位差はほぼ同 程度である.クリープ中断材では,結晶粒の中心部か ら粒界にかけて、測定点間の方位差は比較的一定に推移している.一方で、クリープ疲労条件下では、隣り合う計測点間の方位差は、結晶粒の中央部ではクリープ条件とほとんど変わりがないが、粒界近傍で急に上昇する傾向が見られるようになる.荒井ら³⁰は、SUS304について、試験片表面に描かれたグリッドの変位から結晶粒内のひずみ分布を求めた結果、粒界近傍でひずみが大きくなることを示している.同様に今回の結果も、クリープ疲労条件下では、結晶粒界近傍に変形がより集中している状態を反映したものと考えられる. 今回の試験範囲内では、方位差の急な上昇は、結晶粒界から概ね10μm以下の距離で生じていた.この傾向はSUS304でも同様であった.なお、クリープ条件下



Fig.2 Misorientation change in a grain



でも変形が進行すると粒界近傍における方位差の上昇 が見られるようになるが, 顕在化するのは寿命比が 0.8 程度以上と破断に近い段階になってからであった.

図3は図2と同一の試料について,結晶粒内の荷重 軸方向から見た面法線の分布を標準三角形内に示した ものである.図中,実線で囲まれた領域が一つの結晶 粒についての測定結果に対応している.クリープ疲労 条件に比べ,クリープ条件下では,結晶方位がより広 がって分布する傾向が見られる.また,クリープ条件 では,比較的一方向に分布が見られるようである.こ のような結晶粒内の方位分布の差異は,各条件下での 結晶粒内への変形の蓄積過程の差異を反映したものと 考えられるが,詳細については今後検討していく予定 である.

4. 結言

- (1)クリープ,クリープ疲労変形に伴い,結晶粒内には 方位差で方位差を生じるようになる.その平均値は, 概ね蓄積されるクリープひずみ量に対応している.
- (2)クリーブ疲労条件下では、結晶粒界近傍で方位の変 化が大きい傾向がある.一方、結晶粒内の方位の分 布については、クリープ条件下の方が大きくなる傾 向傾向が見られる.これは、各条件下での結晶粒内 変形の蓄積過程の差異を反映したものと考えられる が、この成因については、今後検討していく予定で ある.

参考文献

- 美和,福岡,吉澤,日本金属学会誌, 64, 1, 50 (2000).
- 2) T.Ogata and M.Arai, Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 873, 21(1998)
- 3) 荒井, 緒方, 新田, 電力中央研究所報告, T96050(1996)



Fig.3 Orientation Distribution in a grain