

214 10Cr-1Mo-1W-VNbN 鍛鋼クリープ損傷材の EBSP 法による ミスオリエンテーション分布計測

名城大学[院] ○斎藤崇司 恒川卓也 日東工業(株) 井上育男
名城大学理工 藤山一成 来海博央

Measurement of Misorientation Distribution through EBSP for Crept 10Cr-1Mo-1W-VNbN Steel Forging

Takashi SAITO, Takuya TSUNEKAWA, Ikuo INOUE

Kazunari FUJIYAMA and Hirohisa KIMACHI

1 緒 言

高 Cr フェライト系耐熱鋼は、高温プラント用構造部材として開発され、蒸気タービン・ボイラなどに使用されている。これらの材料は実機使用中にクリープなどによる劣化・損傷を受けるが、そのメカニズムは十分明らかにされているとは言えない。これまでの研究では透過型電子顕微鏡 (TEM) などを用いた組織観察によって劣化・損傷を評価する試みがなされているが、定量的評価は容易ではない。一方、近年ではミクロ構造のデジタル解析技術が発展し EBSP 法 (Electron Back Scatter Diffraction Pattern: 後方散乱電子線解析) が広く応用されて成功をおさめている。そこで複雑なミクロ組織を有する高 Cr フェライト鋼のクリープ損傷に対して EBSP 法による観察及び評価が可能であるかについて検討する。

2 供試材^{1),2)}及び実験方法

2.1 供試材 供試材はタービンロータの余長部から採取したものである。Table 1 及び Table 2 に化学組成及び熱処理条件を示す。焼戻し材について、873K において 196MPa でのクリープ試験を行い、クリープ破断時間は 6579h (100%) であり、中断材は 1315.8h, 2631.6h (20%, 40%) の供試材を準備した。Fig. 1 に未使用材・中断材 (40%)・破断材 (100%) の供試材の TEM 写真を示す。供試材は複雑なマルテンサイトラス(以後、ラスと呼ぶ)構造を示す。

2.2 研磨条件 EBSP 測定では電子線の反射回折による菊池パターンを元に結晶方位解析を行うため、観察表面の状態が重要となる。観察面には砥粒径の 1/3 程度の加工ひずみ層が導入されるのに対し、電子線の進入深さが 50nm と非常に浅いため、供試材における最適研磨条件を見出すためが必要となってくる。そこで、未使用材・中断材・破断材それぞれについて粗研磨、精研磨、仕上げの三手順で研磨時間を変えて行った。粗研磨には耐水サンドペーパーの #180~#2000 を用い研磨時間は各段階につき、およそ 30 分以上とした。精研磨には砥粒サイズ 6 μ m~0.25 μ m のダイヤスプレーを用い、1 時間行った。仕上げに関しては、砥粒サイズ 0.04 μ m の懸濁液を用いた琢磨を行なった。琢磨には、化学的研磨と機械的研磨を併用することのできる琢磨懸濁液 (Struers OP-S)³⁾ により表面の加工ひずみをできる限り除去した。研磨時間を長くすると表面が腐食され過ぎてしまい、逆に短すぎると表面の加工ひずみが十分に除去できなくなるために、本供試材に対しての研磨時間は 5 分とした。

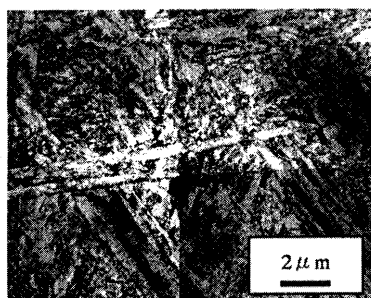
2.3 結晶方位解析 結晶方位測定は、日本電子製サーマル電界放出形走査電子顕微鏡 (JEOL: JSM7000FS) に取り付けた結晶方位解析装置 (Tex SEM Laboratory: OIM 4.0) で行なった。観察を行なった面は、クリープ試験片平行部の中央断面で、外表面近傍、試験片中心部とそれらの中央部の 3 箇所を測定点とした。

Table 1. Chemical composition (mass. %).

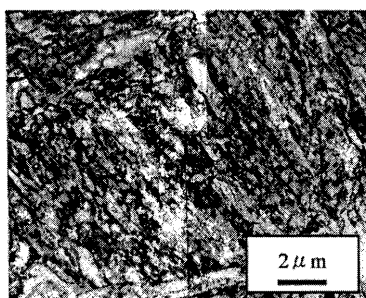
C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	V	W	Nb	N
0.15	0.03	0.64	0.69	10.0	0.99	0.19	1.01	0.05	0.04

Table 2. Heat treatment condition.

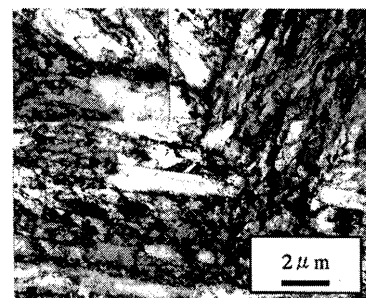
Normalizing	1st tempering	2st tempering
323K x 5h $\rightarrow$ O.Q.	843K x 14h $\rightarrow$ A.C.	923K x 17.5h $\rightarrow$ A.C.



(a) Unused



(b) 40% crept



(c) 100% crept

Fig. 1. TEM thin-foil micrographs.

3 実験結果及び考察

3.1 結晶方位解析 Fig. 3 に琢磨まで行った破断材の同じ場所を 10000 倍で観察を行なった SEM 像, TOPO 像 (Topography), 逆極点図方位マップ (IPF マップ) である. IPF マップの IQ 値 (Image Quality), CI 値 (Confidence Index) がそれぞれ 190.77, 0.63 と比較的に高いことから今回の観察が適正であったものと考えられる. また, TOPO 像からラスに相当する表面形態が認められる. そこで結晶方位測定により得られた解析画像からラスの成長及び転位密度の変化に及ぼすクリープの影響についてミスオリエンテーションの変化に着目して定量化を試みた.

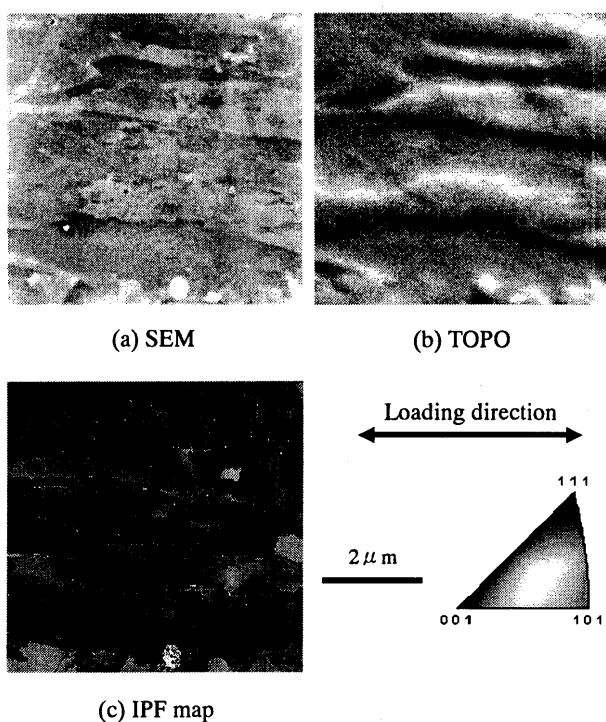
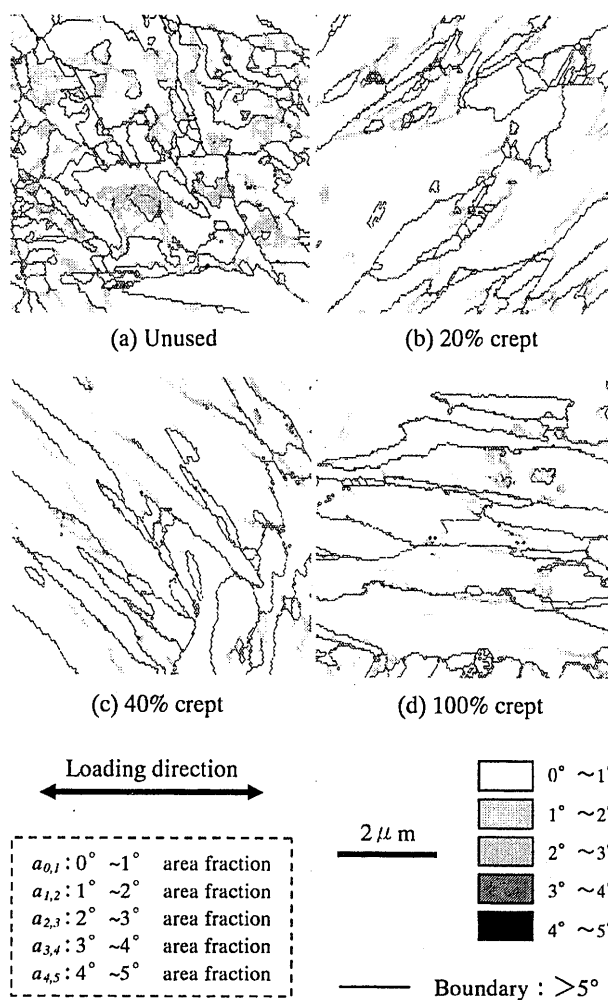


Fig. 3. SEM and EBSD observation for 100% crept sample.

3.2 ミスオリエンテーション解析 未使用材・中断材・破断材について, ラス内の転位下部組織をミスオリエンテーション分布マップ, すなわち, Kernel Average Misorientation (KAM) マップとして表わした. KAM マップとは, 個々の測定点におけるミスオリエンテーションを示すものであり, 測定点の近接する 6 点の中で方位差が基準値以上のものは除外するため, 基準値未満の点の平均により測定点のミスオリエンテーションを得るものである.

Fig. 4 に KAM マップによる測定結果を示す. ミスオリエンテーションは 5° 以下の方位差であるとして, 5° 以上は境界とみなし黒線にて示す. マップより, クリープによってラス境界が減少することと, ミスオリエンテーションがラス境界に集中して分布することが分かる.

Fig. 5 に KAM_{ave} (Averaged KAM; KAM の面積平均) と初期値 HV_0 で規格化した硬度比 HV/HV_0 をクリープ試験時間に対してプロットして示す. KAM_{ave} は, 2~4 箇所



$$KAM_{ave} = (0.5 \cdot a_{0,1} + 1.5 \cdot a_{1,2} + 2.5 \cdot a_{2,3} + 3.5 \cdot a_{3,4} + 4.5 \cdot a_{4,5}) / 5$$

Fig. 4. Kernel average misorientation map for steel.

の視野についての平均と上下限を示す. クリープの初期において, KAM_{ave} と硬度比は同様の低下傾向を示す. なお, 破断時の KAM_{ave} は低下傾向を示さないが, 破断時におけるひずみの導入などの影響も含め, さらにデータを蓄積して検討を行う必要がある.

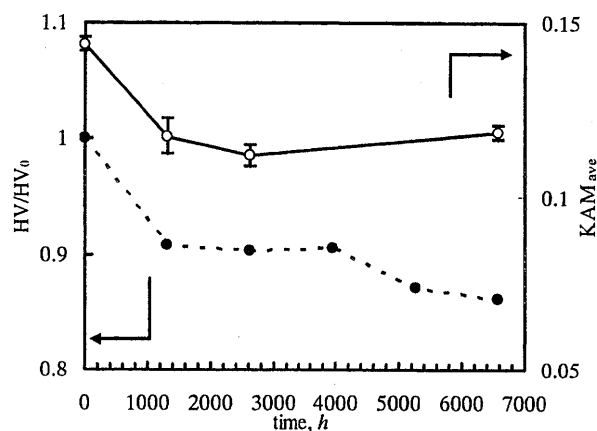


Fig. 5. KAM_{ave} and measurement result of hardness for crept steel.

4 結言・参考文献(省略)