

527 10Cr-1Mo-1W-VNbN 鍛鋼の EBSD 観察と硬さ計測による クリープ損傷の温度・応力依存性評価

名城大学[院]○森敬太 斎藤崇司 名城大学 藤山一成
名城大学 来海博央 (株)東芝 石井龍一 日野武久

Evaluation of Temperature and Stress Dependence of Creep Damage Evolution through EBSD Method and Hardness measurement for the Creep damaged 10Cr-1Mo-1W-VNbN Steel Forging

Keita MORI, Takashi SAITO, Kazunari FUJIYAMA,
Hirohisa KIMACHI, Ryuichi ISHII and Takehisa HINO

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、組織形態が複雑であるためミクロレベルでの定量的把握は十分になされているとは言えない。近年ではミクロ構造のデジタル解析技術が発展しEBSD法 (Electron Back Scatter Diffraction Pattern: 後方散乱電子線解析) が結晶構造変化の際に、広く応用されて成功をおさめている。しかし、EBSD法から得られる指標がどの程度定量的に損傷と関係づけられる指標であるかは明確ではない。

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EBSD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。また、併せてナノインデントを用いて、微小領域の硬さ計測との関係を調べ、さらに、転位密度の変化とEBSD観察によって得られるパラメータの関係を検討する。

2 供試材^{1),2)}及び実験方法

2.1 供試材 供試材は、タービンロータ用の高Crフェライト系鍛鋼であり、Table 1 及び Table 2 に化学組成及び熱処理条件を示す。焼き戻し材について、839K~903Kにおいて127.5MPa~245MPaでのクリープ試験を行った。このうち839K~245MPaのクリープ条件に関しては、中断材14580.35h(50%)を用い、873K~196MPaでは、20~80%、903K~127.5MPaでは、20%と60%の中断材を用いた。

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
823K x 5h→O.Q.	843K x 14h→A.C.	923K x 17.5h→A.C.

2.2 試料調整 EBSD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。そこで、未使用材・中断材・破断

材それぞれについて粗研磨(耐水サンドペーパー#180~2000まで)、精研磨(砥粒サイズ3μm~0.1μmアルミナ懸濁液)、仕上げ(機械的及び化学的研磨の併用ができるコロイダルシリカ研磨)の三手順で研磨時間を変えて行った。

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) に取り付けられた結晶方位解析装置 (Tex SEM Laboratory: OIM 4.6) 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。また、硬さを計測した後でのEBSD観察を行いEBSD指標と硬さとの対応関係を調べた。なおEBSD指標には、KAM(Kernel Average Misorientation)を用いた。

2.4 微小硬さ測定 微小硬さ測定は株式会社ミツトヨ製微小表面材料特性評価システム MZT-522を用い、クリープ試験片並行部中央断面の粒内、粒界近傍をナノインデントーション法により圧子を圧入した。その後、SEMにより圧痕部の縦・横幅を測定しビッカースの硬さ式(JIS Z 2244)により硬さHV_{0.05}を算出した。試験荷重は、ブロック幅以内に圧痕を圧入出来るように、5mNで測定を行なった。

3 実験結果及び考察

3.1 EBSD観察 Fig.1に破断材の同じ場所を500倍と10000倍のIPF(Inverse Pole figure)マップを示す。マップには特徴的なマルテンサイト組織が明瞭に現れ境界の判断が容易にできる。粒の直径が60~90μm程度であり、供試材の旧オーステナイト粒径とほぼ一致する。さらに旧オーステナイト粒界もTEMよりも容易に観察できることが分かる。またIQ値(Image Quality) がそれぞれ180.8, 190.6であり、CI値(Confidence Index)も0.701, 0.624と比較的に高いことから、本観察条件は良好であったと認められる。そこで、結晶方位測定により得られた解析画像からブロックの成長及び転位密度の変化にクリープが及ぼす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。

3.2 ミスオリエンテーション解析 Fig.2にKAM値とクリープ損傷量の関係を KAM_{ave} 及びそのばらつき幅について示す。また KAM マップの数値化には、0°~5°の各段階でのミスオリエンテーション値を重み付きの面積比を求めて計算した。式(1)で得られる値を KAM_{ave} とした。

$$KAM_{ave} = \left\{ \sum_{i=1}^5 \frac{2i-1}{2} A_f(i-1, i) \right\} \quad (1)$$

クリープ損傷量 t/t_c の増加とともに KAM 値の低下傾向が認められる。これは転位密度の回復と対応していると考えられ、EBSD法による KAM 値の表示がクリープ中の転位組織の変化を詳細に捉えるものであることが示唆される。

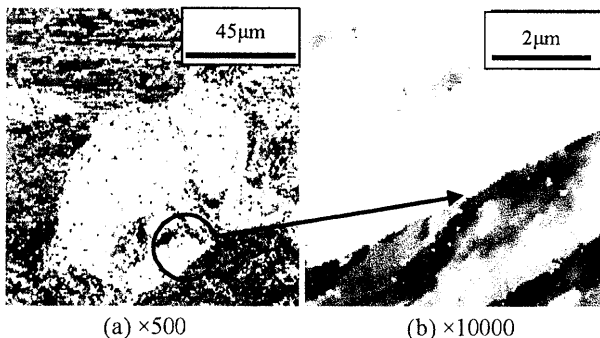


Fig.1 Inverse pole figure map of ruptured material (839K-245MPa).

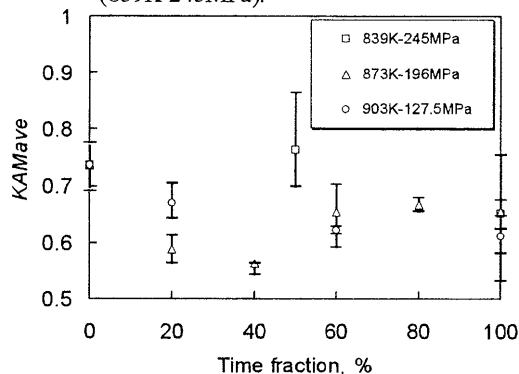


Fig.2 KAM vs creep time fraction for crept material.

3.3 硬さ試験とEBSD観察の対応 Fig.3に硬さ HV_n と5000倍の観察結果での圧痕部を除外した KAM マップより数値化した硬さ計測位置近傍の KAM 値の関係を示す。

硬さ HV_n がクリープ損傷量の増加に伴い低下しており、 KAM 値の低下も確認できる。ここで硬さ HV_n と転位密度 ρ との関係が加工硬化理論に基づき式(2)で表されるものとする。

$$HV = \eta \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad (2)$$

ただし、グラフ上で概ね1/2の傾きを示すことから式(2)より HV と KAM 値の間にもほぼ成立しており、 KAM 値は ρ に対応するものと考えられる。

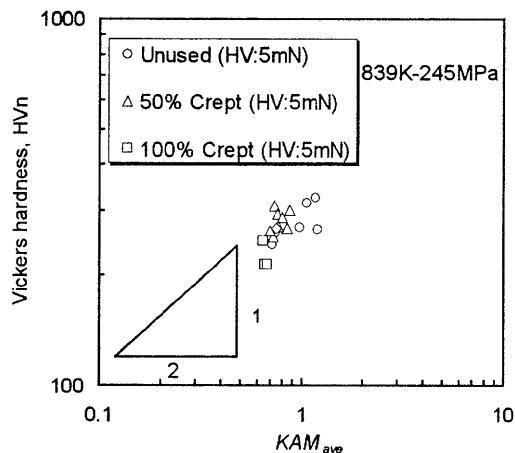


Fig.3 Relationship between Vickers hardness and KAM_{ave} .

3.4 KAM によるクリープ損傷評価式 転位密度 ρ の時間 t に対する変化は、転位の増殖と回復の項の和として、次式で表わされるものとする。

$$\frac{d\rho}{dt} = A_1 \rho - A_2 \rho^2 \quad (3)$$

ただし A_1 , A_2 : 変数

積分して係数の表記を整理すると

$$\rho = \frac{A_1 \exp(A_1 t)}{A_2 \exp(A_1 t) + \exp(A_1 C_1)} \quad (4)$$

ただし C_1 : 積分定数

転位密度 ρ の $t=0$ における初期値を ρ_0 として、 ρ/ρ_0 を時間の関数として式(4)を変形すると、次式となる。

$$\frac{\rho_0}{\rho} = \frac{\rho_0 A_2}{A_1} + \frac{A_1 - A_2 \rho_0}{A_1} \exp(-A_1 t) \quad (5)$$

前節の検討により、 ρ と KAM 値の変化傾向は比例すると考えられることから、式(5)において ρ を KAM_{ave} に、 ρ_0 を KAM_{ave0} に読みかえて、次式を得る。

$$\frac{KAM_{ave0}}{KAM_{ave}} = \frac{KAM_{ave0} A_2}{A_1} + \frac{A_1 - A_2 KAM_{ave0}}{A_1} \exp(-A_1 t) \quad (6)$$

KAM_{ave}/KAM_{ave0} の推定式によりクリープ損傷時間との関係をFig.4に示す。3つのクリープ条件を用いており、クリープ条件が異なることにより、推定線の傾きや A_1 , A_2 が若干変化する。従って、 A_1 , A_2 に温度・応力の依存性があると言えるが、時間分岐によるプロットでは KAM_{ave}/KAM_{ave0} が平均的に約0.8以下でクリープ破断にいたると判断される。また、クリープ損傷初期において顕著な変化が見られた。

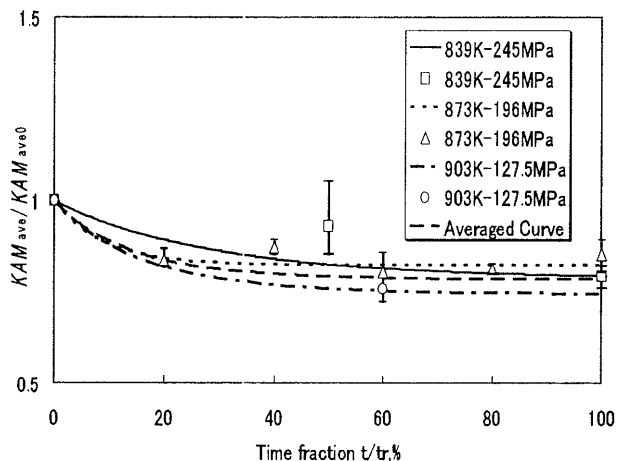


Fig.4 KAM_{ave}/KAM_{ave0} and creep time fraction and estimation curve for crept material.

4 結 言

- (1) ナノインデントによる硬さ HV_n と KAM 値は、 $HV_n \propto KAM_{ave}$ に近い傾向を示し、さらに、硬さと転位密度の関係から KAM が転位密度に対応することを明らかにした。
- (2) KAM の時間変化に対する推定式を、転位密度の変化式と同形式として導き、実験結果と対応する結果を得た。

参考文献 省略