

NCF800H合金のクリープ破壊機構に基づく クリープき裂成長挙動の評価

田淵 正明*・久保 清*・八木 晃一*

Evaluation of Creep Crack Growth Behavior of NCF800H Alloy Based on Creep Fracture Mechanism

Masaaki TABUCHI, Kiyoshi KUBO and Koichi YAGI

Synopsis : In order to investigate the relationship between microscopical creep fracture mechanism and creep crack growth rate, creep crack growth tests were conducted on CT specimens of NCF800H alloy. Wedge-type intergranular fracture, transgranular one and cavity-type intergranular one were observed at 873K, 923K and 973K, and 1073K, respectively. For an equal value of C^* parameter, creep crack growth rate was the fastest under wedge-type fracture condition, and secondary under cavity-type fracture condition and the slowest under transgranular fracture. Similar dependence of crack growth rate on fracture mode had been observed in creep crack propagation of a SUS316 steel. This corresponds with the difference of creep fracture ductility. Under the cavity-type fracture condition, creep crack growth rate increased as the damaged zone ahead of the crack tip increased. This effect could be explained by Riedel's crack growth model based on the grain boundary cavitation. Therefore, it is necessary to take the effect of creep damaged zone into account, when we evaluate the creep crack growth rate of structural components used for long time at high temperature.

Key words : creep crack growth behavior ; NCF800H alloy ; C^* parameter ; creep fracture mode ; wedge-type crack ; intergranular cavity.

1. 緒言

高温機器部材中には、潜在欠陥や、使用時に疲労や応力腐食等で発生したき裂が存在する場合があります。高温運転中でのき裂の成長が問題となる。このため、高温クリープ条件下でのき裂の成長の可能性や、成長速度を評価することは、機器の安全性、信頼性の確保の上から重要とされている。クリープき裂の成長速度を評価するための種々の破壊力学的研究が行われてきた。その結果、 C^* パラメータ^{1)~5)}がき裂先端の応力場、ひずみ場を支配し、クリープき裂成長速度を特徴づけるパラメータであると考えられている。

クリープき裂の成長は、クリープ変形特性や破断特性に支配されるので、き裂の成長速度は金属組織の変化や破壊機構の変化に影響されるものと考えられる。クリープ破壊機構は、温度・応力条件によって変化する⁶⁾。このため、き裂成長挙動がクリープ破壊機構によってどのような影響を受けるか、検討の必要があると思われる。

前報⁷⁾ではSUS316鋼について、くさび型き裂による粒界破壊とキャビティ型の粒界破壊をする条件下では、粒内破壊の場合に比べて、同一 C^* 値に対するクリープき裂成長速度が速くなることを明らかにした。

本研究では、石油化学プラント等に使用されているNCF800H合金について以下の検討を行った。NCF800H合金では、 γ' 相の析出する温度域での粒界割れが問題となっており⁸⁾、このような条件下でのクリープき裂成長挙動を把握する必要がある。また高温・長時間使用では、き裂先端にキャビティ等のクリープ損傷領域が形成される。この損傷域のき裂成長速度に及ぼす影響についての実験的検討はあまりない。以上の理由でNCF800H合金について種々の温度・応力条件でのクリープ試験からクリープ破壊機構の変化を調べ、破壊機構の異なる条件下でクリープき裂成長試験を行い、クリープき裂成長速度とクリープ破壊機構の関連性について検討した。また破壊機構によるき裂成長速度の差を評価する方法について考察した。

2. 実験方法

2・1 供試材及び試験片

供試材はNCF800H合金の板(板厚:20mm)で、その化学成分分析値及び熱処理条件をTable 1に示す。クリープ試験は10 ϕ , 50G. L. の丸棒試験片を用いて行った。クリープき裂成長試験にはFig. 1に示すCT試験片を用いた。試験片

Table 1. Chemical composition (wt.%) and heat treatment condition.

C	Si	Mn	S	Ni	Cr	Fe	Cu	Al	Ti
0.06	0.4	1.0	0.001	31.9	20.0	45.4	0.03	0.35	0.46

Heat treatment : 1170°C × 24min → Water quench

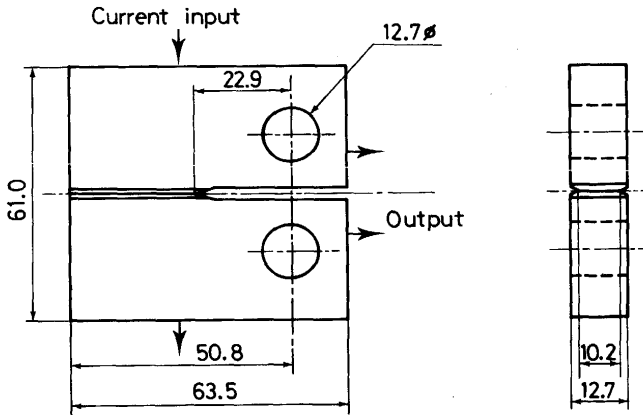


Fig.1. Geometry and size of CT specimen tested.

は圧延方向に対して垂直にき裂が進展するように採取した。疲労予き裂を3mm室温で導入後、板厚の20%のサイドグループを機械加工により設けた。

2・2 クリープき裂成長試験方法及び評価方法

クリープき裂長さは直流電気ポテンシャル法を用いて計測した。き裂開口量はコネクター間の変位を伸び計で炉外に取り出す方法で計測した。クリープき裂成長試験方法の詳細は、VAMAS国際共同研究のガイドライン⁹⁾と同じである。クリープき裂成長試験は、873、923、973、1073Kで各温度2荷重レベルで行った。

クリープき裂成長速度は C^* パラメータで評価した。 C^* の計算には以下の簡便式¹⁰⁾を用いた。

$$C^* = \frac{n}{n+1} \frac{P d\delta/dt}{B_N(W-a)} \left(\gamma - \frac{\beta}{n} \right) \dots \dots \dots (1)$$

$$\gamma = \frac{2(1+\alpha)(1+a/W)/(1+\alpha^2) + \alpha(1-a/W)}{(1+a/W) + \alpha(1-a/W)} \dots \dots \dots (2)$$

$$\beta = \frac{\alpha}{\alpha + (1+a/W)/(1-a/W)} \dots \dots \dots (3)$$

$$\alpha = \sqrt{\{2a/(W-a)\}^2 + 2\{2a/(W-a)\} + 2} - \{2a/(W-a) + 1\} \dots \dots \dots (4)$$

ここで、 n ：クリープ指数、 P ：荷重、 W ：試験片板幅、 B_N ：サイドグループ底の板厚、 $d\delta/dt$ ：荷重線変位速度、 a ：き裂長さである。

3. 結果及び考察

3・1 NCF800H合金のクリープ破壊機構

Fig. 2 に、NCF800H合金の丸棒試験片のクリープ試験が

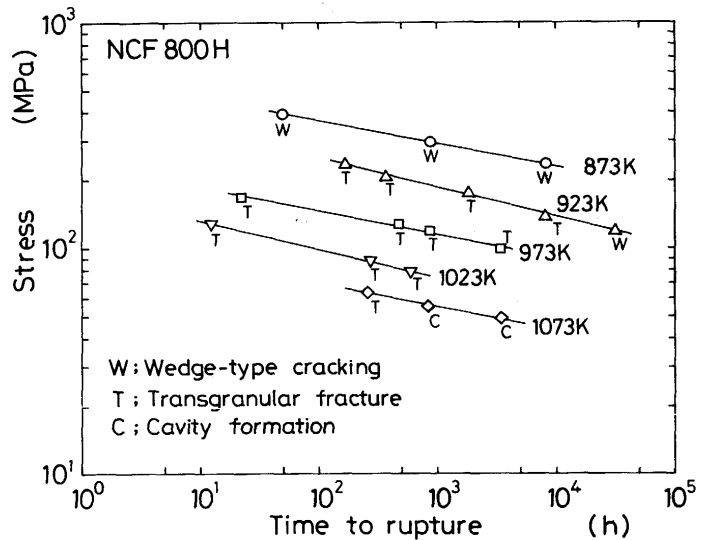


Fig.2. Stress vs. time to rupture curves and creep fracture mode of round bar specimens.

ら得られた、応力と破断時間の関係を示す。図中のプロットの添え字は、各条件でのクリープ破壊のメカニズムを調べた結果を示す。873Kと923Kの長時間試験(30000h)では、くさび型き裂による粒界破壊、923、973、1023Kでは粒内破壊が、1073K長時間側ではキャビティ型の粒界破壊が観察された。

Fig. 3 には、丸棒試験片のクリープ破断絞りと時間との関係を示す。破断延性はクリープ破壊のメカニズムと関連性があり、くさび型粒界破壊を示すものでは、粒内破壊の場合より延性が低い。また、キャビティ型粒界破壊を示す1073Kでは長時間側で延性が低下傾向にある。

Fig. 4 は、丸棒試験片のネジ部、及び時効材のビッカース硬さの時間変化を示したものである。873Kで最も速く硬さが増加し、923Kそして973Kと温度が増加するにつれ硬さの上昇する速度が遅くなっている。この硬さ変化は、 γ' 相の析出によるものと考えられる¹¹⁾。873Kでのくさび型き裂による粒界破壊は、マトリックス硬さの著しい増加に対し粒界

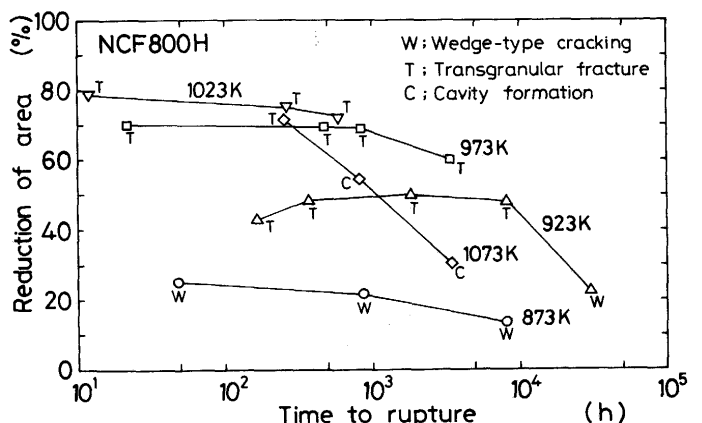


Fig.3. Relationship between reduction of area vs. time to rupture of round bar specimens.

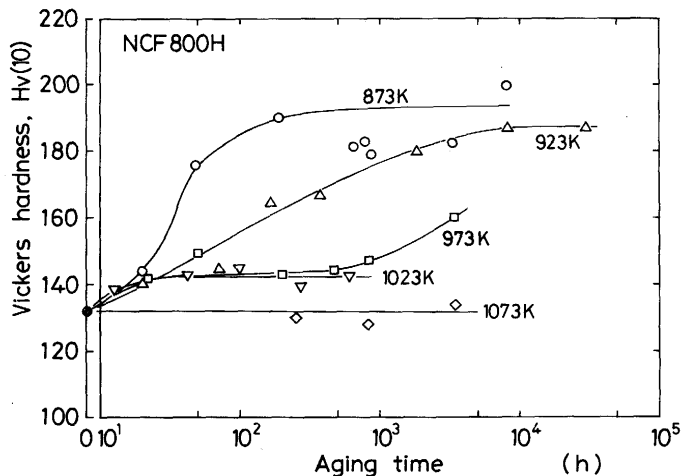


Fig. 4. Changes in Vickers hardness during isothermal aging.

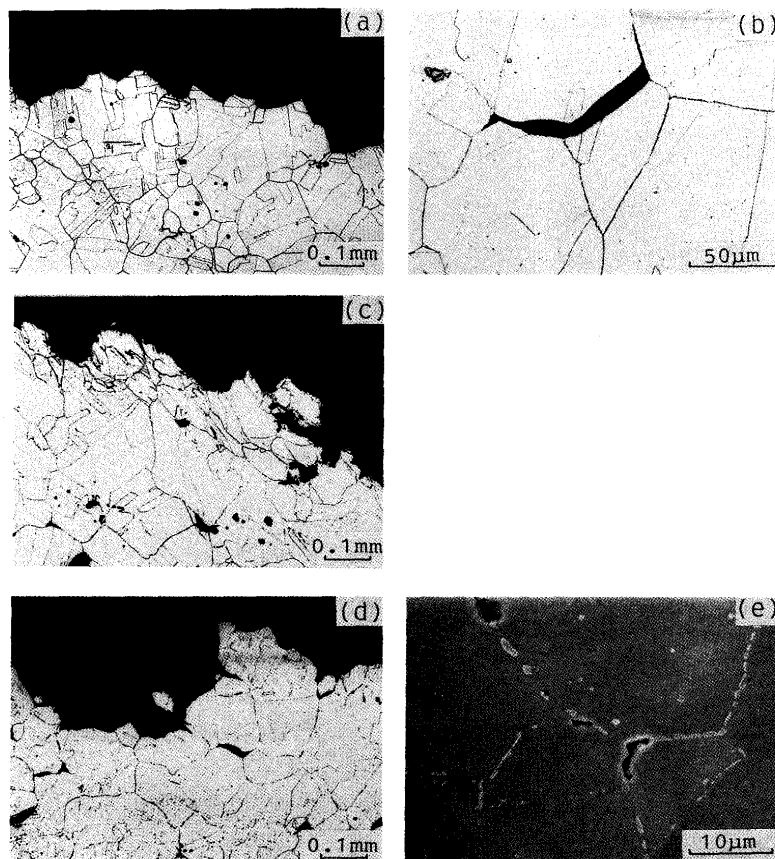
強度が相対的に低いことによるものと考えられる。これに対し、923K、973K及び1023Kでは γ 相の析出は遅く、短時間側では粒内強度が低いために粒内破壊したと考えられる。一方、高温長時間側では粒界炭化物が粗大化することもある、キャビティ型の粒界破壊となったと考えられる。

クリープき裂成長試験は、各クリープ破壊機構に対応す

るような条件で行った。Fig. 5はクリープき裂成長試験後のCT試験片の垂直断面の組織である。873Kでは鋭い粒界き裂が進展している。き裂進展部近傍にはFig. 5 (b)のようなくさび型の粒界き裂が多少観察される程度で、損傷はほとんどない。923K及び973Kではき裂進展部近傍の結晶粒の変形が873Kに比べ大きく、き裂は粒内を進展している。1073Kでは、き裂進展部近傍の広い範囲に数多くの粒界キャビティや粒界き裂の損傷が観察された。Fig. 5 (e)に見られるように、粒界に $M_{23}C_6$ が析出しその界面で損傷が生じていた。これらCT試験片で観察されたき裂成長のメカニズムは、丸棒試験片のクリープ破壊機構と対応するものであった。

3・2 NCF800H合金のクリープき裂成長挙動

Fig. 6にクリープ破壊機構の異なる条件下で得られた、クリープき裂長さ ($a-a_0$, a_0 : 初期き裂長さ) 及び荷重線変位 (δ) の時間変化曲線の一例を示す。横軸の時間は破断時間 t_f で規格化して示した。クリープき裂成長挙動はクリープ破壊機構によって異なった特徴を持つ。くさび型粒界破壊であった873Kでは、定常域におけるき裂の成長量は非常に小さく加速域で急速に破壊に至る。一方、粒内破壊条件である973Kの場合には定常域が長く、寿命の多くを加速域が占めている。また荷重線変位がき裂成長量に比べて大きく



(a), (b) 873K, 13.69kN
(c) 973K, 4.36kN
(d), (e) 1073K, 2.61kN

Fig. 5. Microstructures observed near fracture surface of CT specimens.

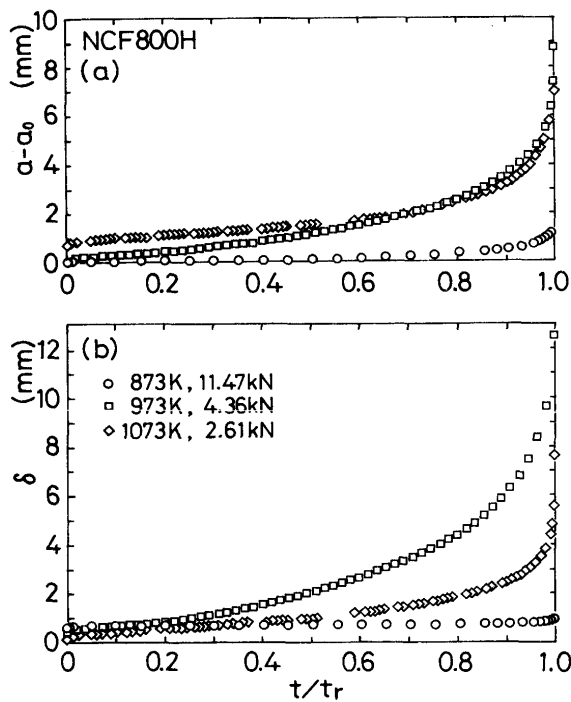


Fig.6. Relationship between (a) creep crack length ($a-a_0$), (b) load line displacement (δ) vs. normalized time (t/t_r) curves.

なっている。この曲線の各破壊機構ごとの特徴は、SUS316鋼の場合⁷⁾と同じ傾向にあった。

クリープき裂成長速度の評価には、応力拡大係数や正味断面応力で評価するよりも良好な関係が得られたので、 C^* パラメータを用いた。 C^* の計算は式(1)～(4)に従って行った。計算に必要なNorton則のクリープ指数 n 、定数 A は丸棒試験片のクリープ試験から得られた応力-最小クリープ速度の関係から求めた。その値をTable 2に示す。

Fig. 7に供試材のクリープき裂成長速度 da/dt を C^* パラメータで評価した結果を示す。Fig. 7の各プロットの試験条件、破断時間、破壊機構はTable 3に示した。 C^* で評価した場合には、き裂成長初期にTail部¹²⁾が観察されたが、Fig. 7ではTail部は省略してあり、本報告では定常域以降のき裂成長速度について論じる。Fig. 7の da/dt - C^* 関係には約8倍の幅のばらつきがある。同じ粒内破壊であった923Kと973Kのき裂成長速度の差は比較的小さい。また同じ温度での試験荷重による da/dt の差も比較的小さい。従ってFig. 7に見られるき裂成長速度の差は、主にクリープき裂成長のメカニズムの違いによると考えられる。くさび型粒界破壊を示す873Kでは、粒内破壊する場合と比較すると約8倍の差がみられる。またキャビティ型粒界破壊の場合には、くさび型粒界破壊と粒内破壊の中間のき裂成長速度となっている。このき裂成長速度の破壊様式による差は、SUS316鋼で観察されたもの⁷⁾と同じ傾向にあった。き裂成長速度が破壊メカニズムによって異なる原因として、材料の破断延性の差が考えられる。Fig.3に示したように破断延性は、粒内破壊>

Table 2. Material constants of Norton's rule.

Temp. (K)	A (MPa $^{-n}$ h $^{-1}$)	n
873	7.57×10^{-34}	11.4
923	2.13×10^{-34}	12.9
973	1.80×10^{-39}	16.5
1023	6.52×10^{-24}	10.3
1073	2.84×10^{-27}	13.1

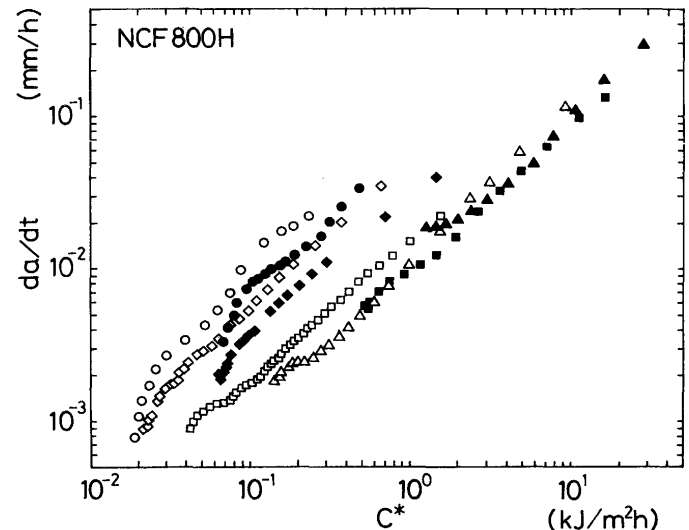


Fig.7. Relationship between creep crack growth rate vs. C^* parameter of NCF800H alloy.

Table 3. Creep crack growth testing conditions, fracture time, fracture mode and plot symbols used in Fig. 7.

	Temp. (K)	Load (kN)	t_r (h)	Fracture mode
●	873	13.69	172	Wedge-type
○		11.47	476	Wedge-type
▲	923	11.71	148	Transgranular
△		8.98	858	Transgranular
■	973	7.62	217	Transgranular
□		4.36	1321	Transgranular
◆	1073	3.11	1050	Cavity-type
◇		2.61	2404	Cavity-type

キャビティ型粒界破壊>くさび型粒界破壊となる傾向があり、き裂成長速度はこの逆の順に大きい。

大規模クリープ状態でのクリープき裂成長速度と C^* パラメータとの関係は次式のように表すことができる。

$$\frac{da}{dt} = BC^* \dots \dots \dots (5)$$

Fig. 8 (a)は、Fig. 7の da/dt - C^* 関係から求められた $C^*=1$ (kJ/m 2 h)に対応するクリープき裂成長速度 (式(5)の B の値に対応する)を縦軸に、各クリープき裂成長試験と試験温度、破断時間が等しい平滑丸棒試験片の破断絞りを横軸にとった図である。Fig. 8 (b)はSUS316鋼についての結果である。 da/dt - C^* 関係が破断延性値に依存することについて

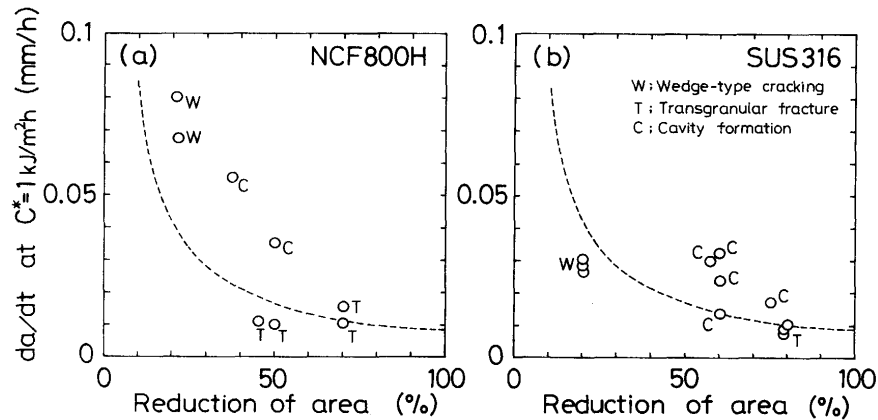


Fig.8. Relationship between da/dt at $C^*=1\text{kJ/m}^2\text{h}$ vs. reduction of area of round bar specimen ruptured at the same time as CT specimen in (a)NCF800H and (b)SUS316.

て、Nikbin¹³⁾らは次式の関係を導入している。

$$\frac{da}{dt} = \frac{8.45 \times 10^{-3}}{\epsilon_f^*} C^{*0.85} \dots \dots \dots (6)$$

ここで da/dt は mm/h, C^* は $\text{kJ/m}^2\text{h}$ の単位をもつ。 ϵ_f^* はクリープ破断延性である。式(6)で示される関係をFig. 8中に破線で示す。Fig. 8から、両材料ともき裂成長速度がくさび

型粒界破壊>キャビティ型粒界破壊>粒内破壊となる理由は、 da/dt - C^* 関係が式(6)の様な形で破断延性に依存していると考えればおおよそ説明できることがわかる。しかし、キャビティ型粒界破壊をする場合には、高温・低荷重側(長時間側)でき裂成長速度が破線で示した予測値よりも速くなる傾向があった。

Fig. 9は、破壊機構の異なる条件下でクリープき裂成長試験をき裂成長の加速域で中断し、主き裂先端を観察した結果である。くさび型粒界破壊(Fig. 9(a))と粒内破壊(Fig. 9(b))の場合には、単一のき裂が進展しき裂先端に損傷域は観察されない。これに対し、キャビティ型粒界破壊に対応する条件(Fig. 9(c))の場合には、き裂先端の広い範囲に粒界クリープ損傷域が観察された。このことから、実機が使われる長時間のクリープき裂成長速度を予測するにあたっては、き裂先端に形成されるクリープ損傷域の影響¹⁴⁾を考慮に入れる必要があると思われる。

3・3 き裂先端に損傷を伴う場合のクリープき裂成長モデルとの比較

Riedel¹⁵⁾は、き裂先端での粒界キャビティの成長・合体によってき裂が成長するモデルを提案し、き裂成長速度を求めている。Riedelらは、き裂先端の破壊がひずみ支配によると仮定すると、拡散支配とするよりも実験とよく一致すると報告している¹⁵⁾。Fig.10に示すようにき裂先端の粒界に一樣な間隔 λ でキャビティが発生し、ひずみ支配によりき裂が成長する場合のクリープき裂成長速度は(7)式で与えられる。

$$\frac{da}{dt} = \frac{\pi \tilde{\sigma}_e^n (A\lambda)^{1/(n+1)}}{0.4(\lambda/d)(\tilde{\sigma}_e/\tilde{\sigma}_I) \sin(\pi\alpha)} \cdot \left(\frac{C^*}{I_n}\right)^\alpha \cdot \left[\left(\frac{a-a_0}{\lambda}\right)^{1/(n+1)} - \frac{\Gamma(\alpha)}{\Gamma(2-\alpha)\Gamma(2\alpha-1)} \right] \dots \dots \dots (7)$$

$$\alpha = n/(n+1) \dots \dots \dots (8)$$

ここで、 d は粒界ファセット長さ、 $\tilde{\sigma}_e$ 及び $\tilde{\sigma}_I$ はそれぞれ規格

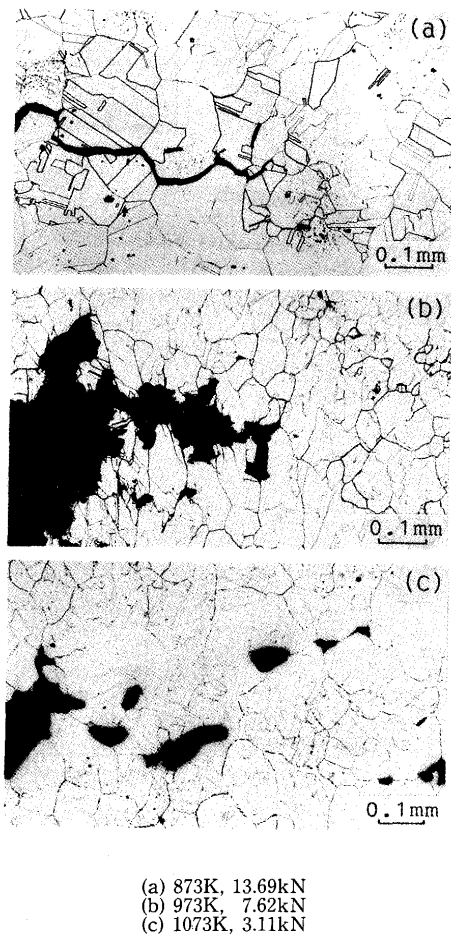


Fig.9. Microscopical features of creep crack tip observed in CT specimens interrupted.

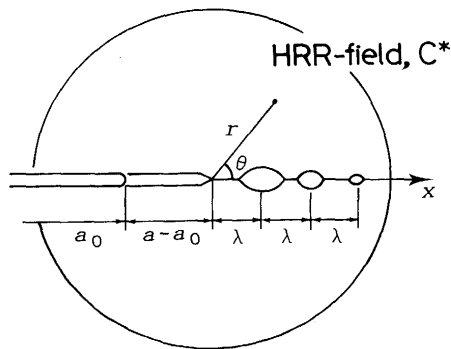


Fig.10. Creep crack growth by grain boundary cavitation.

化された相当応力及び最大主応力¹⁶⁾, I_n は n の無次元関数¹⁶⁾である。式(7)のようにクリープき裂成長速度は, 厳密には C^* だけでなくき裂成長量 $(a-a_0)$ の $1/n+1$ 乗にも依存する¹⁷⁾。そのため $(a-a_0)$ の値が小さい部分で, $\log(da/dt) - \log(C^*)$ 関係はthresholdの形となるが, n が大きいので定常から加速域でのき裂成長速度を議論する場合にはこの影響は小さく, $\log(da/dt) - \log(C^*)$ 関係は直線となる。

Fig.11にNCF800H合金の1073Kの場合と, SUS316鋼の1023Kの場合について, λ を変化させた時の da/dt を式(7)に従って計算した結果を, 実験値とともに示す。ここでは, $a-a_0 = 2$ (mm)のときの da/dt を計算し, $\log(da/dt) - \log(C^*)$ 関係を直線で図示した。両材料とも本実験範囲では, 1ファセットにキャビティが10個から20個生成すると仮定すると実験結果と良く合う。式(7)で長時間試験ほどキャビティ間隔 λ が小さくなると考えられるから, キャビティ型粒界破壊の場合に, 試験時間が長くなるにつれてき裂成長速度が速くなると考えられる。Ashbyら¹⁸⁾もき裂先端のボイドの面積率が増加すると, クリープき裂成長速度が速くなるとしている。

Fig.12に両材料でクリープき裂近傍で観察された粒界損傷の一例を示す。実際には粒界損傷はかなり広い範囲で観察され, キャビティ間隔は一様ではないので, Riedelらのモデ

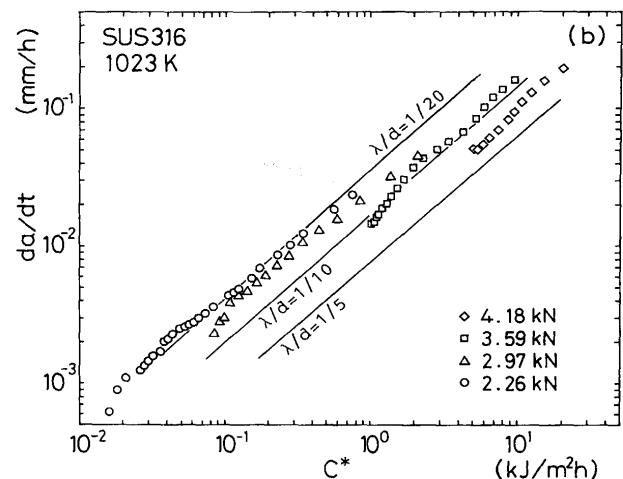
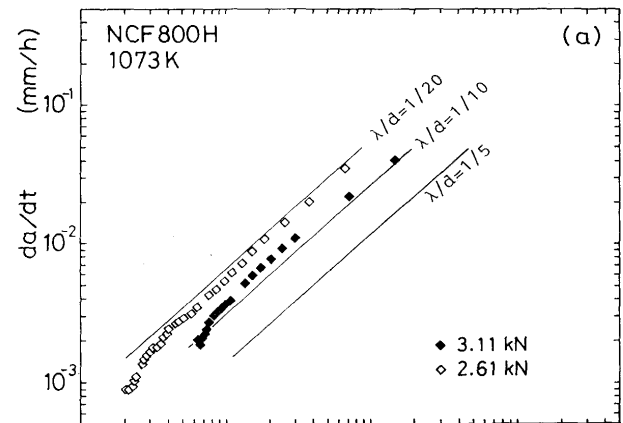
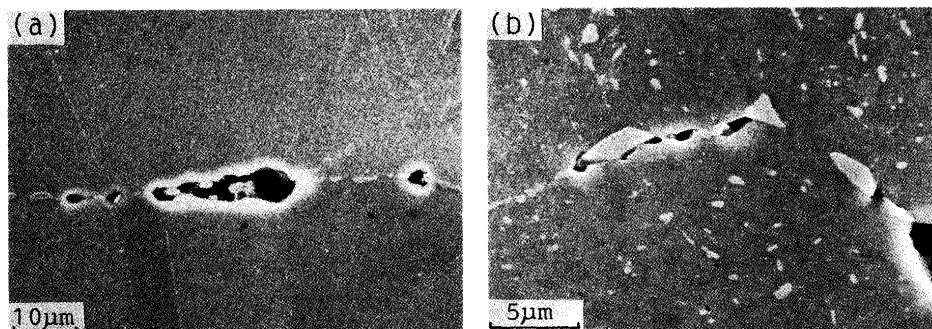


Fig.11. Comparison of creep crack growth model by grain boundary cavitation with experimental results in (a)NCF800H and (b)SUS316.

ルをき裂成長速度の予測に直ちに用いるのは難しいが, 短時間側のデータから長時間使用の場合を予測するときの指針として, 今後研究が更に進められる課題と考えられる。

4. 結言

NCF800H合金についてCT試験片を用いて, クリープき裂成長試験を行い, クリープき裂成長挙動を破壊メカニズ



(a) NCF800H, 1073K, 2.61kN
(b) SUS316, 1023K, 2.26kN

Fig.12. Grain boundary cavities observed near the creep crack of CT specimens.

ムとの関連から検討した。主な結果は以下のようである。

(1) NCF800H合金は、873Kでは結晶粒が γ' 相の析出によって強化されているので、鋭いくさび型粒界き裂により粒界破壊した。1073Kでは粒界の $M_{23}C_6$ とマトリクス界面でキャビティ型の粒界破壊をした。その中間の温度域では粒内破壊であった。これは丸棒試験片、CT試験片共に同じ傾向であった。

(2) NCF800H合金の $da/dt-C^*$ 関係は破壊様式に依存しており、くさび型き裂による粒界破壊の場合のクリープき裂成長速度が最も速く、キャビティ型の粒界破壊、粒内破壊の順であった。この傾向はSUS316鋼の場合と同じであった。

(3) クリープ破断延性はクリープ破壊機構によって異なり、 $da/dt-C^*$ 関係がクリープ破断延性に依存することを考慮すれば、破壊機構によるき裂成長速度の差はおおよそ予測できることを明らかにした。

(4) キャビティ型の粒界破壊によって主き裂が成長する場合には、き裂先端での粒界損傷が著しい条件ほどき裂成長速度が速くなる傾向にあった。Riedelらのモデルを使ってその傾向が説明できることが示された。高温・長時間側のクリープき裂成長速度の予測にあたってはき裂先端に形成される損傷域の影響も考慮する必要があると考えられた。

最後に、本研究の供試材を提供下さいました出光エンジニアリング(株)、清水健一氏ならびに紙本孝雄氏に感謝い

たします。

文 献

- 1) J.D.Landes and J.A.Begley : Mechanics of Crack Growth, ASTM STP 590, (1976), p.128
- 2) M.P.Harper and E.G.Ellison : J.Strain Analysis, **12** (1977), p.167
- 3) 小寺沢良一, 森 時彦 : 材料, **26** (1977), p.948
- 4) 大路清嗣, 小倉敬二, 久保司郎 : 日本機械学会論文集, **44**(1978), p.382
- 5) R.Ohtani and S.Taira : Trans. ASME, J.Eng. Mater. Tech., **110** (1979), p.369
- 6) 田中秀雄, 村田正治, 新谷紀雄 : 鉄と鋼, **74** (1988), p.2009
- 7) M.Tabuchi, T.Ohba and K.Yagi : ISIJ International, **30**(1990), p.847
- 8) 園家啓嗣, 富沢幸雄 : 鉄と鋼, **77** (1991), p.699
- 9) 横堀武夫, 田中千秋, 八木晃一, 北川正樹, 富士彰夫, 田淵正明, 横堀寿光 : 鉄と鋼, **76** (1990), p.503
- 10) H.A.Ernst : Fracture Mechanics, 14th Symp. -Vol. I, Theory and Analysis, ASTM STP 791, ed. by J.C.Lewis and G.Sines, (1983), p. I-499
- 11) M.Weisz : Proc. Petten Int. Conf. Alloy800, (1978), p.91
- 12) A.T.Yokobori and T.Yokobori : Engineering Fracture Mechanics, **29** (1986), p.186
- 13) K.M.Nikbin, D.J.Smith and G.A.Webster : Trans. ASME, J. Eng. Mater. Tech., **110** (1979), p.369
- 14) 大谷隆一, 北村隆行, 周 璋生 : 材料, **40** (1991), p.1290
- 15) H.Riedel : Fracture at high temperatures, ed. by B.Ilschner and N.J.Grant, (1987), p.273 [Springer-Verlag, Berlin]
- 16) J.W.Hutchinson : J. Mech. Phys. Solids, **16** (1968), p.337
- 17) S.Kubo, K.Ohji and K.Ogura : Engineering Fracture Mechanics, **11-2** (1979), p.315
- 18) A.C.F.Cocks and M.F.Ashby : Scripta Metallurgica, **16**(1982), p.109