



# 9Crフェライト系耐熱鋼のΩ法解析とクリープ強化機構のΩ値への影響

光原 昌寿\*・寺田 大将<sup>\*2</sup>・池田 賢一<sup>\*3</sup>・中島 英治<sup>\*3</sup>

Creep Curve Analysis  $\Omega$  with Method and Effect of Creep Strengthening Mechanism on  $\Omega$  Value in 9Cr Ferritic Heat-resistant Steels

*Masatoshi MITSUHARA, Daisuke TERADA, Ken-ichi IKEDA and Hideharu NAKASHIMA*

**Synopsis :**  $\Omega$  method is effective for an assessment of creep life time. In this study, creep curves of 9Cr ferritic heat-resistant steels were analyzed by the  $\Omega$  method. Samples were four types of 9Cr steel, which were fundamental 9Cr steel, solid solution hardened steel containing W, precipitation hardened steel with MX and precipitation hardened steel with MX and Laves phase. The comparison between rupture time in creep tests and creep life time assessed by the  $\Omega$  method indicated that the life assessment of the  $\Omega$  method was sufficiently effective in the 9Cr steels. In addition, we investigated the dependence of  $\Omega$  value on stress applied in creep test. In the case of the precipitation hardened steels,  $\Omega$  value had the strong dependence on stress. This dependence indicated that  $\Omega$  value has relevance to creep deformation mechanism.

**Key words:**  $\Omega$  method; creep deformation; life assessment; ferritic heat-resistant steel; creep strengthening mechanism.

## 1. 緒言

現在、日本の火力発電プラントの多くは10万時間以上運転された経年プラントであり、中には設計寿命である30~40年を超えたものもある。このようなプラントでは、構造部材の部分的な交換によって、寿命延長措置がなされている。これは、プラントの新設よりも部分的な交換の方が経済的に優れているからである。プラント用構造部材の最適交換時期を知るために、的確な寿命評価法が必要である。特に主要構造部材であるフェライト系耐熱鋼においては、その寿命評価技術の確立に向けた研究が盛んに行われている<sup>1-3)</sup>。耐熱材料の寿命を評価するためには、その材料のクリープ変形挙動を推定する必要がある。クリープ変形挙動の推定には、クリープ曲線の定式化が有効であり、これまでクリープ曲線を記述するためのクリープ構成式が多く提案されている<sup>4,5)</sup>。しかしながら、これらのクリープ構成式はクリープ曲線の形状を規定する多くの係数を含んでおり、その取り扱いが複雑であるものが多い。

近年、加速クリープ域において、ひずみ速度の対数とひずみとの間に線形関係があることが明らかになった<sup>6)</sup>。この線形関係を用いたクリープ曲線の解析法を $\Omega$ 法<sup>7)</sup>と呼ぶ。 $\Omega$ 法では、線形関係における傾き $\Omega$ と初期ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ を用いてクリープ曲線を記述する。また、 $\Omega$ 値と $\dot{\epsilon}_0$ を用いて、寿命を予測することが可能である。 $\Omega$ 法による

クリープ曲線の表現の妥当性と寿命予測の精度についてはいくつかの研究結果が報告されており、特に2.25Cr-1Mo鋼などの低合金鋼<sup>8)</sup>やMod.9Cr-1Mo鋼<sup>9)</sup>について $\Omega$ 法の有効性が確認されている。しかしながら、 $\Omega$ 法による寿命評価を実用するためには、より多くの耐熱鋼における $\Omega$ 法解析結果の蓄積が必要である。また、様々な鋼種における $\Omega$ 法の解析結果を統一的に評価するためには、 $\Omega$ 法に用いられる係数の材料学的意味を把握することが重要である。特に $\Omega$ 値は、クリープ変形の後期におけるひずみ速度の加速度的因子であるため、その値はクリープ変形を律速する機構やクリープ変形中の組織変化に依存したものになる。この $\Omega$ 値の特性を理解することによって、 $\Omega$ 法を単なるクリープ曲線の表現法としてだけでなく、クリープ変形機構やクリープ強化機構を推定する手段として用いることができる。本研究では、材料の組織やその組織に起因するクリープ強化機構が $\Omega$ 法の係数へ及ぼす影響を調べることを目的に、析出物などの内部組織を変化させた4種類の9Crフェライト系耐熱鋼において、 $\Omega$ 法によるクリープ曲線解析を行った。また、 $\Omega$ 値の応力依存性に注目して、その材料学的意味について検討を行った。

平成19年9月18日受付 平成19年11月26日受理 (Received on Sep. 18, 2007; Accepted on Nov. 26, 2007)

\* 九州大学大学院総合理工学府院生 (Graduate Student, Kyushu University, 6-1 Kasuga-kouen Kasuga Fukuoka 816-8580)

\* 2 大阪大学大学院工学研究科知能・機能創成工学専攻 (Department of Adaptive Machine Systems, Graduate School of Engineering, Osaka University)

\* 3 九州大学大学院総合理工学研究院融合創造理工学部門 (Faculty of Engineering Sciences, Kyushu University)

Table 1. Chemical compositions and heat treatments.

		Steel A	Steel B	Steel C	Steel D
Chemical composition (wt.%)	C	0.0012	0.0009	0.10	0.10
	Cr	9.10	9.13	9.02	8.99
	W	<0.01	2.97	<0.01	2.95
	V	<0.003	<0.003	0.20	0.20
	Nb	<0.003	<0.003	0.05	0.05
	Co	3.06	3.08	3.01	3.06
	N	0.001	0.001	0.05	0.05
	Si	0.01	<0.01	0.01	<0.01
	Mn	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
	P	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003
	S	0.0016	0.0017	0.0017	0.002
Heat treatment		Normalizing 1050°C-1h/AC + 1050°C-2h/WQ	Normalizing 1050°C-1h/WQ	Normalizing 1100°C-1h/AC Tempering 760°C-2h/AC	Normalizing 1100°C-1h/AC Tempering 780°C-2h/AC

## 2. 実験方法

### 2・1 試料とクリープ試験

本研究では4種類の9Crフェライト鋼のクリープ曲線を、 $\Omega$ 法を用いて解析した。各試料の化学組成と焼ならし・焼戻し処理条件をTable 1に示す。本研究では、4種類の試料について、Table 1に示したようにそれぞれA鋼、B鋼、C鋼およびD鋼として表記する。A鋼とB鋼は、CとNをほとんど含んでおらず、組織中に炭窒化物の析出は起こらない。一方、C鋼では $M_{23}C_6$ やMX型析出物が、D鋼ではそれに加えてLaves相が析出している。また、B鋼とD鋼はそれぞれA鋼とC鋼に3 wt%のWが添加されており、Wによる固溶強化が図られている。また、Table 1に示したように、試料によって熱処理条件が異なるのは、初期組織における鋼種ごとの硬さの差異を極力無くすためである。

各鋼のクリープデータの収集は、社団法人日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会耐熱鋼・耐熱合金の高強度化研究会の研究の一環として行われた<sup>10)</sup>。クリープ試験温度は600°C、650°Cおよび700°Cであり、負荷応力は35 MPaから250 MPaである。

### 2・2 $\Omega$ 法によるクリープ曲線解析

$\Omega$ 法では、加速クリープ域におけるひずみ速度の対数とひずみの間の線形関係を用いて、クリープ曲線を次式で示す。

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln \dot{\varepsilon}_0 + \Omega \varepsilon \quad \dots \dots \dots (1)$$

式(1)で、 $\Omega$ は傾きであり、 $\dot{\varepsilon}_0$ はひずみが0の時の初期ひずみ速度である。式(1)を積分し変形すると、破断時間 $t_r$ は次式で示される。

$$t_r \equiv \frac{1}{\Omega \dot{\varepsilon}_0} \quad \dots \dots \dots (2)$$

式(2)に示したように、 $t_r$ は $\Omega$ 値と $\dot{\varepsilon}_0$ の2つの係数のみで求めることができる。そのため、 $\Omega$ 値と $\dot{\varepsilon}_0$ をクリープ曲

線から正確に算出することが $\Omega$ 法による寿命評価精度の向上に対して重要である。

$\Omega$ 値と $\dot{\varepsilon}_0$ はひずみ速度の対数とひずみの関係を用いて算出される。そのため一般的には、クリープ試験から得られる時間とひずみの関係をひずみとひずみ速度の関係に変換し、 $\Omega$ 値と $\dot{\varepsilon}_0$ を算出する。クリープ変形は引張変形などに比べてひずみ速度が非常に小さく、クリープ実験結果の微分値として求めたひずみ速度は実験誤差が大きい。そのため、ひずみ-ひずみ速度曲線ではなく時間-ひずみ曲線から $\Omega$ 値と $\dot{\varepsilon}_0$ を算出することができれば、より正確な値を算出できると考えられる。本研究では、時間とひずみの関係のまま各係数を求める方法を新たに提案する。さらにひずみとひずみ速度の関係から求めた係数と時間とひずみの関係から求めた係数を比較し、クリープ曲線をより正確に表現できる係数の算出方法について考察する。

本研究では、ひずみとひずみ速度の関係から係数を算出する方法を $\Omega$ -1解析と呼称する。 $\Omega$ -1解析ではまずひずみと時間の関数を時間で微分することによってひずみ速度を算出する。実際のクリープ試験では、ある測定間隔で試験開始からの経過時間とひずみを計測する。クリープ試験はひずみ速度が非常に小さいため、測定間隔によっては測定間のひずみ速度が0となる。そのため、できる限り滑らかなひずみ-ひずみ速度曲線を得るために、ひずみ速度の算出は適当な測定間隔ごとに行った。得られたひずみとひずみ速度の対数の関係における加速クリープ域を最小二乗法によって直線近似し、 $\Omega$ 値と $\dot{\varepsilon}_0$ を求めた。

本研究では、時間とひずみの関係から係数を算出する方法を $\Omega$ -2解析と呼称し、その算出方法を以下に述べる。

式(1)を変形すると次式が得られる。

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp(\Omega \varepsilon) \quad \dots \dots \dots (3)$$

この式を積分するとひずみと時間の関係は

$$\varepsilon = \frac{1}{\Omega} \ln \left\{ \frac{1}{\exp(-\Omega\varepsilon_0) - \Omega\dot{\varepsilon}_0 t} \right\} \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

で表される。ここで、 $\varepsilon_0$ は $t=0$ 時の瞬間ひずみであるが、実際のクリープ曲線には遷移クリープ域が存在するため、この遷移クリープひずみも $\varepsilon_0$ に含まれることにする。式(4)にクリープ試験から得られる実測の時間とひずみを代入して $\Omega$ 値、 $\varepsilon_0$ および $\dot{\varepsilon}_0$ が得られると合理的であるが、式(4)のひずみは時間に対して線形ではない。式(4)は次式のような時間の一次関数に変形することができる。

$$\exp(-\Omega\varepsilon) = \exp(-\Omega\varepsilon_0) - \Omega\varepsilon_0 t \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

ここで、 $\Omega$ にある適当な値を代入すると各時間における $\exp(-\Omega\varepsilon)$ を求めることができる。この値と時間を最小二乗法により解析すれば係数 $\Omega\dot{\varepsilon}_0$ と $\exp(-\Omega\varepsilon_0)$ を求めることができ、 $\varepsilon_0$ と $\dot{\varepsilon}_0$ を算出することができる。実際には $\Omega$ 値に1から300まで整数を代入し、各 $\Omega$ 値における $\varepsilon_0$ と $\dot{\varepsilon}_0$ を

算出した。代入した $\Omega$ 値、算出した $\varepsilon_0$ と $\dot{\varepsilon}_0$ を再び式(5)に代入すれば、式(5)は時間とひずみの関数式となる。したがって、その関数式と実測の時間-ひずみ曲線の間の残差平方和平均を用いてそれらの類似性を評価すれば、実測の時間-ひずみ曲線をもっとも正確に表現できる関数式が導出できる。Fig. 1にC鋼における700°C, 40 MPaのクリープ曲線に対して、式(5)に代入した $\Omega$ 値と残差平方和平均の関係を示す。残差平方和平均の値はある $\Omega$ 値で最小となる。このときに実測のクリープ曲線とΩ法による予測クリープ曲線の間の差がもっとも小さいことになる。そこで、実測のクリープ曲線との残差平方和の平均値において最小値を与える $\Omega$ 値、その $\Omega$ 値と式(5)を用いて算出される $\varepsilon_0$ および $\dot{\varepsilon}_0$ を最適な値として採用した。

### 3. 結果と考察

#### 3・1 Ω法による解析結果

Table 2にC鋼のクリープ試験結果と、それぞれのクリープ試験条件において算出された各係数を示す。クリープ試験時間が長く試験中の測定数が多い場合、Ω-1解析とΩ-2解析の各算出方法によって計算された係数に大きな違いは見られない。一方、試験中の測定数が少ないと、特に測定数が200点以下の場合、各係数の値は算出方法によって異なることがわかる。Fig. 2にC鋼の650°C, 100 MPaにおける(a)時間-ひずみ曲線と(b)ひずみ-ひずみ速度曲線を示す。またΩ-1解析とΩ-2解析で計算された係数を用いて再現したクリープ曲線をそれぞれ破線と実線で併せて示す。Ω-1解析による係数から再現された時間-ひずみ曲線はクリープ後期において実測の曲線から大きくずれており、正確に曲線を再現できていない。一方、Ω-2解析の場

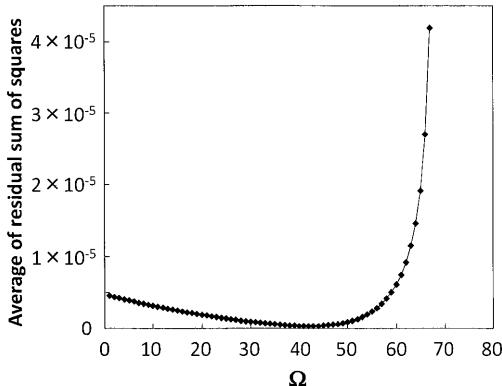


Fig. 1. Change of residual sum of squares between strain measured in creep test and one estimated by Eq. (5).

Table 2. Rupture time and parameters of Ω method estimated from creep curve.

Temperature (°C)	Applied Stress (MPa)	Rupture Time (h)	Number of measuring point	Interval for strain rate calculation	Ω-1		Ω-2	
					Ω	$\dot{\varepsilon}_0$ ( $s^{-1}$ )	Ω	$\dot{\varepsilon}_0$ ( $s^{-1}$ )
600	210	385	552	14	85	$4.6 \times 10^{-9}$	86	$4.3 \times 10^{-9}$
	190	817	985	20	116	$1.3 \times 10^{-9}$	109	$1.4 \times 10^{-9}$
	180	1065	1310	20	118	$8.1 \times 10^{-10}$	104	$9.3 \times 10^{-10}$
	170	1528	1363	20	100	$6.9 \times 10^{-10}$	116	$6.0 \times 10^{-10}$
	150	5505	1707	20	204	$7.1 \times 10^{-11}$	216	$6.3 \times 10^{-11}$
	140	7916	2168	20	208	$5.9 \times 10^{-11}$	209	$5.9 \times 10^{-11}$
650	120	350	165	10	173	$3.6 \times 10^{-9}$	138	$4.9 \times 10^{-9}$
	110	477	179	6	108	$6.2 \times 10^{-9}$	123	$5.2 \times 10^{-9}$
	100	782	194	10	255	$1.1 \times 10^{-9}$	155	$2.0 \times 10^{-9}$
	80	4802	1599	20	77	$6.1 \times 10^{-10}$	74	$6.7 \times 10^{-10}$
	70	8954	2538	20	56	$4.8 \times 10^{-10}$	55	$4.9 \times 10^{-10}$
700	70	109	68	6	95	$2.2 \times 10^{-8}$	70	$2.7 \times 10^{-8}$
	60	542	282	12	52	$8.6 \times 10^{-9}$	48	$8.7 \times 10^{-9}$
	50	1213	620	20	47	$3.6 \times 10^{-9}$	47	$3.4 \times 10^{-9}$
	45	1963	993	20	40	$2.9 \times 10^{-9}$	40	$2.7 \times 10^{-9}$
	40	3612	1802	20	41	$1.5 \times 10^{-9}$	42	$1.4 \times 10^{-9}$
	35	6286	3307	20	36	$9.9 \times 10^{-10}$	35	$1.0 \times 10^{-9}$

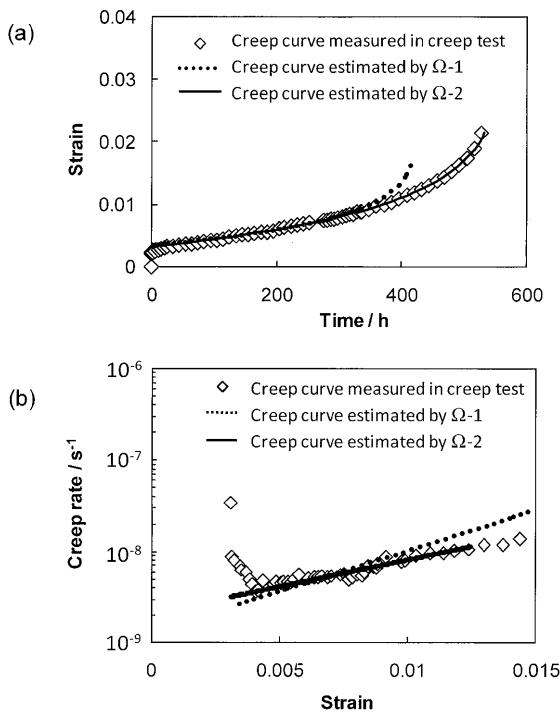


Fig. 2. Comparison of creep curves between one measured in creep test and one estimated by  $\Omega$  method.

合、再現された曲線は実測値と良く一致しており、 $\Omega$ -2解析によって算出された係数が $\Omega$ -1解析で得られた係数よりも正確であることがわかる。 $\Omega$ -1解析でのクリープ曲線再現精度の低下は、Fig. 2(b)に示したように、ひずみと時間の関係をひずみとひずみ速度の関係に変換する際、測定数の少なさに起因するひずみ速度のばらつきによるものである。そのため、測定数が多くなると両算出方法での結果に差がなくなったものと考えられる。一方、Fig. 2(a)に示したように、時間-ひずみ曲線は、測定数が少ない場合でもばらつきが少ない。そのため、 $\Omega$ -2解析では、測定数に依らず正確な曲線が再現できたと考えられる。このように、 $\Omega$ -2解析では $\Omega$ -1解析よりも正確にクリープ曲線を表現する係数を算出できることが示された。そこで、本研究では、各鋼のクリープ寿命評価と各係数の材料学的意味に関する考察を行う際に、 $\Omega$ -2解析により算出した係数の値を用いた。

$\Omega$ 法による予測寿命とクリープ試験から実測された破断時間の比較をFig. 3に示す。Fig. 3中には予測寿命と破断時間が一致する直線を示した。鋼種やクリープ試験条件の違いに依らず、ほとんどの点が直線付近にあることから、 $\Omega$ 法を用いてクリープ寿命を精度良く評価することができることがわかる。このことから、9Crフェライト系耐熱鋼に対する $\Omega$ 法を用いた寿命評価の有効性が示された。

### 3・2 各係数への固溶強化および析出強化の影響

Fig. 4に各鋼種の700°Cでのクリープ試験から得られた破断時間と応力の関係を示す。A鋼とB鋼については、B鋼にWが添加されている以外の化学組成の変化はなく、

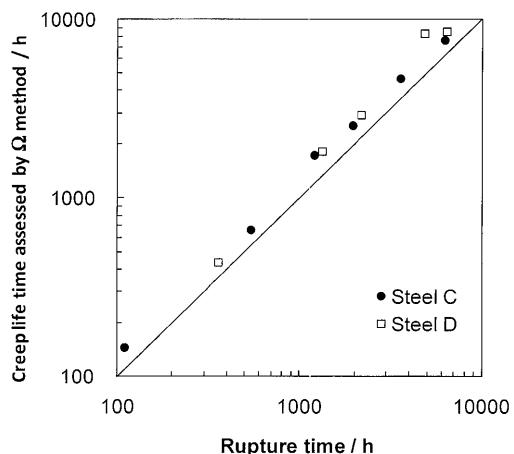


Fig. 3. Comparison between rupture time and creep life assessed by  $\Omega$  method.

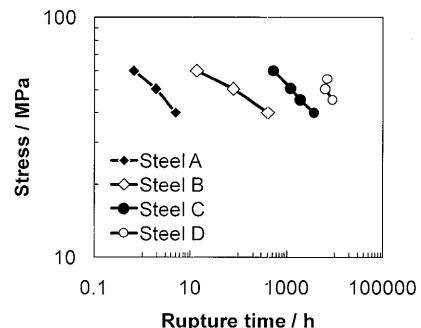


Fig. 4. Relationship between rupture time and stress in creep tests at 700°C.

初期組織はともにマルテンサイト組織である<sup>10)</sup>。したがって、Fig. 4に見られるA鋼とB鋼のクリープ強度の違いはWによる固溶強化によるものである。また、C鋼とD鋼はA鋼とB鋼に比べクリープ強度が高い。C鋼とD鋼は、組織中にM<sub>23</sub>C<sub>6</sub>やMXなどの析出物を含んでいる<sup>9)</sup>。したがって、C鋼とD鋼がA鋼とB鋼に比べクリープ強度が高いのは、析出強化によるものである。また、C鋼とD鋼のクリープ強度の違いはD鋼にWが添加されていることによるもので、D鋼では析出強化に加えて固溶強化が同時にクリープ強度に寄与している。Fig. 5に各鋼の700°C、40~60 MPaにおけるクリープ曲線から算出された $\dot{\varepsilon}_0$ と $\Omega$ 値の最小ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_{\min}$ との関係について示す。 $\dot{\varepsilon}_0$ は $\dot{\varepsilon}_{\min}$ と良い相関を示しており、 $\dot{\varepsilon}_{\min}$ が小さいほど $\dot{\varepsilon}_0$ も小さくなる。 $\dot{\varepsilon}_0$ は、加速クリープ域に見られるひずみ速度の対数とひずみの直線関係を外挿して算出される。したがって、 $\dot{\varepsilon}_0$ は $\Omega$ 値と加速クリープ域におけるひずみ速度の値に依存する。加速クリープ域における $\dot{\varepsilon}_{\min}$ が関与するため、 $\dot{\varepsilon}_{\min}$ も $\dot{\varepsilon}_0$ に対して間接的に影響を及ぼすことになる。Fig. 5(b)に示したように、各鋼の $\Omega$ 値には違いがあった。それにもかかわらず $\dot{\varepsilon}_0$ は $\dot{\varepsilon}_{\min}$ と良い相関を示しており、 $\dot{\varepsilon}_0$ は $\Omega$ 値よりも $\dot{\varepsilon}_{\min}$ に強い依存性を示す値であることがわかった。そのため、 $\dot{\varepsilon}_0$

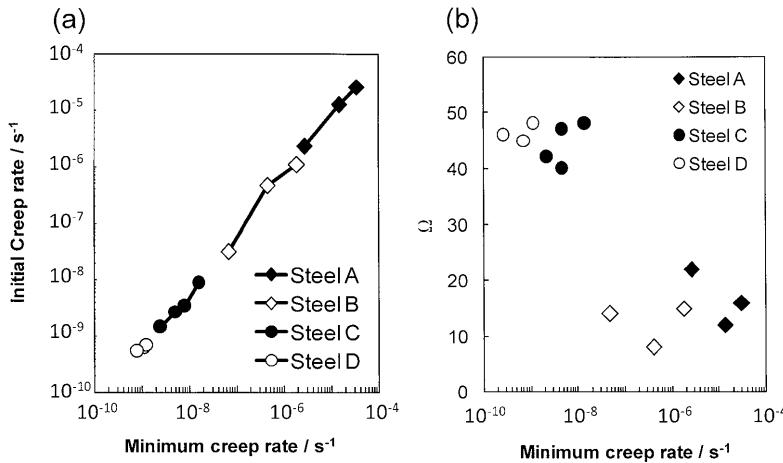


Fig. 5. Relationship between minimum creep rate and parameters of  $\Omega$  method, (a) initial creep rate and (b)  $\Omega$ .

は固溶強化または析出強化された鋼において低下したものと推察される。一方、 $\Omega$ 値についてA鋼とB鋼またはC鋼とD鋼の間で変化はほとんどなく、Wによる固溶強化は $\Omega$ 値に影響を及ぼしていない。析出物を含むC鋼とD鋼でA鋼とB鋼に比べ $\Omega$ 値が上昇しており、析出強化の場合は固溶強化とは異なり $\Omega$ 値に影響を及ぼしている。 $\Omega$ 値はクリープ変形後半のひずみ速度の加速度的因子である。したがって、クリープ強化によって $\Omega$ 値に何らかの変化が起こることは合理的である。しかしながら、析出強化された鋼で $\Omega$ 値が上昇するのは、クリープ強度の高い鋼のほうがひずみ速度の増加が起こりやすくなるため、一見矛盾する。この現象の理解には $\Omega$ 値の材料学的意味についての定性的理解が必要である。

Wの固溶が $\Omega$ 値に影響を及ぼさない理由として、Laves相の析出による母相中のWの固溶量の低下によって固溶強化が失われた可能性が考えられる。抽出残渣法によるW析出量の測定結果から、D鋼においてクリープ試験前のW析出量は0.34 wt%，700°C，60 MPaのクリープ試験後におけるW析出量は1.71 wt%であった<sup>10)</sup>。したがって、クリープ変形後であっても1wt%程度のW固溶量があることが分かっている。1wt%のW固溶量であっても、転位は溶質雰囲気との相互作用を起こすと考えられる<sup>11)</sup>。したがって、クリープ破断まで固溶強化はクリープ強度に寄与していると考えるのが妥当であり、Wの固溶量と $\Omega$ 値の関係についてはさらなる検討が必要である。

### 3・3 $\Omega$ 値の応力依存性

Fig. 6にC鋼とD鋼における $\Omega$ 値の応力依存性について示す。クリープ試験条件が低温・高応力の場合、 $\Omega$ 値は応力の増加とともに減少するのに対して、クリープ試験条件が高温・低応力の場合には、 $\Omega$ 値は応力の上昇とともに増加している。これらの傾向は、 $\Omega$ 値が組織やクリープ変形機構に強く依存したものであることを示しており、その依存性を理解するためには $\Omega$ 値の持つ材料学的な意味を知

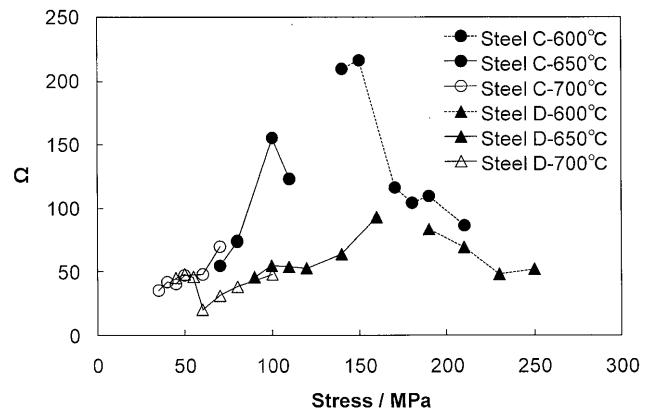


Fig. 6. Dependence of  $\Omega$  on stress applied in creep tests.

Table 3. Relation between  $n$  and  $\Omega$  at 700°C.

	$n$	$\Omega$
Steel A	6	12 ~ 22
Steel B	8	8 ~ 15
Steel C	5	35 ~ 70
Steel D	5	20 ~ 48

る必要がある。

一般に、定荷重引張クリープ変形における最小ひずみ速度は以下のように負荷応力 $\sigma$ のべき乗で記述されることが多い。

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n = A\sigma_0^n \exp(n\varepsilon) \dots \quad (6)$$

ここで、 $A$ と $n$ は応力に依存しない定数であり、 $n$ は応力指数である。また、 $\sigma$ は真応力である。式(6)を変形することによって、次式を得ることができる。

$$\ln\dot{\epsilon} = \ln(A\sigma_0^n) + n\varepsilon \dots \quad (7)$$

式(1)と式(7)より、次式で示すように $\Omega$ 値は $n$ 値に等し

くなることがわかる。

$$\Omega = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \varepsilon} = n \quad \dots \dots \dots \quad (8)$$

Table 3 に各試料の 700°C クリープ試験における最小ひずみ速度と負荷応力の関係から算出した  $n$  値と  $\Omega$  値の比較を示す。A 鋼と B 鋼では式(8)で示したように、 $n$  値と  $\Omega$  値は近い値であることがわかる。一方、C 鋼と D 鋼では  $n$  値と  $\Omega$  値は大きく異なっている。C 鋼と D 鋼では、組織中の析出物がクリープ変形中の変形抵抗として働く。そのため、実際にクリープ変形に寄与する応力は、負荷したものから変形抵抗分を差し引いたものとして考える必要がある。この変形抵抗をしきい応力  $\sigma_{th}$  として、式(6)は

$$\dot{\epsilon} = A(\sigma - \sigma_{th})^n = A(\sigma_0 \exp \varepsilon - \sigma_{th})^n \quad \dots \dots \dots \quad (9)$$

で表される。式(1)と式(9)から、 $n$  値と  $\Omega$  値の関係は

$$\Omega = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \varepsilon} = n \frac{\sigma - \frac{\partial \sigma_{th}}{\partial \varepsilon}}{\sigma - \sigma_{th}} \quad \dots \dots \dots \quad (10)$$

となる。式中の偏微分項はクリープ変形中のしきい応力の変化を示す。本鋼種におけるしきい応力は主にラス組織内に微細分散する MX 型析出物によるものであると考えられる。MX 型析出物は高温安定性に優れ、クリープ変形中における成長速度は M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> などに比べて非常に小さい<sup>12)</sup>。したがって、偏微分項は、実質的には 0 と近似することができ、式(10)は次式で表される。

$$\Omega = n \frac{\sigma}{\sigma - \sigma_{th}} \quad \dots \dots \dots \quad (11)$$

式(11)において右辺の  $n$  以外の項は 1 よりも大きい。そのため、析出物を含む C 鋼と D 鋼では、 $\Omega$  値は  $n$  値よりも大きな値を示したと考えられる。また、 $n$  値が一定であれば、 $\Omega$  値は応力の低下に伴って徐々に増加し、負荷応力としきい応力が等しいときに  $\Omega$  値は無限大に発散する。これは、C 鋼と D 鋼について低温・高応力域でみられた  $\Omega$  値の応力依存性と良く一致する。

一方、高温・低応力域では、 $\Omega$  値は応力の低下とともに小さくなる。 $n$  値が本研究におけるクリープ試験条件の範囲で一定であると仮定した場合、高温・低応力域での  $\Omega$  値の応力依存性を式(11)では説明できない。したがって、高温・低応力域と低温・高応力域での  $\Omega$  値の応力依存性の違いは、 $n$  値の変化によるものであると推察される。

$n$  値はクリープ変形を律速する変形機構に依存した値であり、 $n$  値の変化はクリープ変形機構の変化に対応することが知られている<sup>13)</sup>。一般に、高温・低応力域でのクリープ変形における  $n$  値は低温・高応力域における値より小さくなる。Fig. 7 に C 鋼における最小ひずみ速度の応力依存

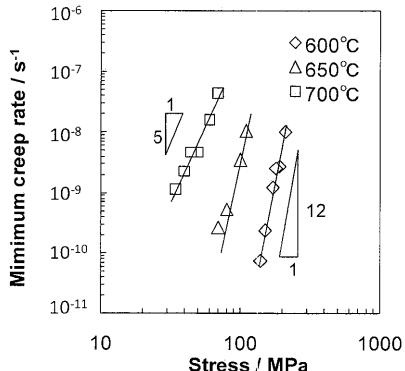


Fig. 7. Dependence of minimum creep rate on stress in steel C.

性について示す。クリープ試験温度 600°C と 700°C では、最小ひずみ速度は応力の  $n$  乗で表すことができ、 $n$  値はそれぞれ 12 と 5 であった。Cr-Mo 鋼においてこれまで報告されている  $n$  値<sup>13-15)</sup>と照らし合わせると、600°C では転位のすべり運動が、700°C では転位の上昇運動がクリープ変形を律速していると考えられる。一方、クリープ試験温度 650°C では、 $n$  値は応力の低下に伴い低下している。また、この  $n$  値が変化する応力域は、 $\Omega$  値が応力の低下に伴って小さくなる領域に対応する。このような応力域では式(11)における  $n$  と  $\sigma_{th}$  の値が変化することになる。転位がすべり運動する場合、転位は粒内の析出物の間を張り出すことにより通過する。一方、転位が上昇運動する場合、転位は析出物を乗り越えて通過することができる。そのため、転位が上昇運動する場合では、 $\sigma_{th}$  は非常に小さくなる。したがって、650°C のクリープ試験では応力の低下に伴って  $n$  と  $\sigma_{th}$  の値が双方とも小さくなり、 $\Omega$  値も減少したものと考えられる。このように、 $\Omega$  値の応力に対する変化はクリープ変形機構と密接に関係している。つまり、応力の低下に対する  $\Omega$  値の急激な增加は、負荷応力がしきい応力に近づいたことを示しており、応力の低下に対する  $\Omega$  値の急激な減少は異なるクリープ変形機構に遷移したことを見唆している。このように、クリープ曲線を  $\Omega$  法によって解析することで、クリープ変形機構の変化を詳細に把握することができると考えられる。

#### 4. 結言

9Cr フェライト系耐熱鋼のクリープ試験結果について  $\Omega$  法を用いて解析し、その有効性について評価した。また、算出されたと  $\Omega$  値に対する各クリープ強化機構の影響について調査した。本研究にて得られた結果について以下にまとめる。

- (1) ひずみとひずみ速度の関係から  $\Omega$  法における各係数を算出する従来の方法と本研究で提唱したひずみと時間の関係を用いて算出する方法を比較した結果、ひずみと時

間の関係を用いることで、より高精度にクリープ曲線を予測することができた。この精度の差は、クリープ試験中の測定点が少ないほど顕著となり、ひずみと時間の関係をひずみとひずみ速度の関係に変換する際の誤差が、Ω法によるクリープ曲線予測の精度に影響をおよぼしたものと考えられる。

(2) 9Crフェライト系耐熱鋼におけるΩ法解析の結果、Ω法によって予測されるクリープ曲線とクリープ試験から得られたクリープ曲線は非常に良い一致を示した。また、寿命評価の正確性も十分であった。このことから9Crフェライト系耐熱鋼においてΩ法は有用なクリープ曲線解析法であることが示された。

(3)  $\dot{\varepsilon}_0$ は $\dot{\varepsilon}_{\min}$ に強い依存性を示す値であることがわかった。したがって、固溶強化や析出強化によって、クリープ強度が向上した場合、 $\dot{\varepsilon}_0$ は低下した。一方、Ω値は析出強化された鋼では上昇するが、固溶強化の影響はほとんど見られなかった。

(4) Ω法におけるクリープ曲線構成式とべき乗則クリープ域におけるひずみ速度の式から、Ω値はn値と一致することが示された。一方、組織中に析出物が存在する場合、析出物が生み出すしきい応力によって、クリープ変形に寄与する実際の応力が減少するため、Ω値はn値より大きな値となることがわかった。

(5) C鋼とD鋼におけるΩ値の応力依存性を検討した結果、ある応力を境にその依存性の傾向が変化することが

明らかになった。この現象は、クリープ変形機構の遷移と対応するものであった。

本研究は社団法人日本鉄鋼協会 材料の組織と特性部会耐熱鋼・耐熱合金の高強度化研究会において行われたクリープ試験の結果を用いて解析を行ったものである。ここに特記して深甚な感謝の意を表する。

## 文 献

- 1) S.Yokoi and Y.Monma: *Tetsu-to-Hagané*, **65** (1979), 832.
- 2) B.J.Cane: *Int. J. Pressure Vessels Piping*, **10** (1982), 11.
- 3) H.Okamura, R.Ohtani, K.Saito, K.Kimura, R.Ishii, K.Fujiyama, S.Hongo, T.Iseki and H.Uchida: *Nucl. Eng. Des.*, **193** (1999), 243.
- 4) R.W.Evans, J.D.Parker and B.Wilshire: *Int. J. Pressure Vessels Piping*, **50** (1992), 147.
- 5) F.B.Dyson and M.McLean: *ISIJ Int.*, **30** (1990), 802.
- 6) R.Sandström and A.Kondyr: 3rd ICM, Cambridge, U.K., 2, (1979), 275.
- 7) M.Prager: *J. Press. Vess. Tech.*, **117** (1995), 95.
- 8) J.Shi and T.Endo: *Tetsu-to-Hagané*, **80** (1994), 795.
- 9) K.Maruyama, I.Nonaka, K.Sawada, H.Sato, J.Koike and H.Umaki: *ISIJ Int.*, **37** (1997), 419.
- 10) Final Report of Research Group on Strengthening of Heat Resisting Steel and Alloy, Iron and Steel Institute of Japan, Tokyo, (2000).
- 11) T.Fujita, T.Yamada and N.Takahashi: *Tetsu-to-Hagané*, **61** (1975), 357.
- 12) S.Spigarelli, E.Cerri, P.Bianchi and E.Evangelista: *Mater. Sci. Technol.*, **15** (1999), 1433.
- 13) R.Viswanathan: *Metall. Trans. A*, **8A** (1977), 877.
- 14) K.Maruyama, K.Sawada, J.Koike, H.Sato and Y.Yagi: *Mater. Sci. Eng. A*, **A224** (1997), 166.
- 15) S.Spigarelli and E.Quadrini: *Mater. Des.*, **23** (2002), 547.