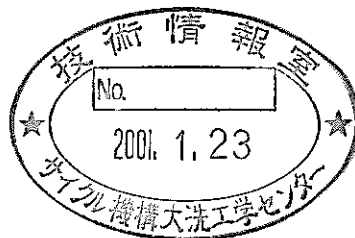


改良9Cr-1Mo鋼のクリープ損傷と  
ラス組織回復の局所化  
(研究報告)

2000年9月



核燃料サイクル開発機構  
大洗工学センター

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合には、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村村松4番地49

核燃料サイクル開発機構

技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to :

Technical Cooperation Section.

Technology Management Division.

Japan Nuclear Cycle Development Institute

4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki 319-1184, Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)  
2000

## 改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ損傷とラス組織回復の局所化 (研究報告書)

永江 勇二\*, 青砥 紀身\*

### 要旨

本研究では、Mod.9Cr-1Mo 鋼の複数の長時間クリープ破損試験片の破面からの距離とラス幅の変化を精緻に観察することで、破損位置決定に至る損傷進行の局所化を評価検討した。

複数のクリープ破損試験片の破面からの距離とラス幅の関係を調査した結果、破面に近づくにつれてラス幅が大きくなっていることが分かった。受入時には、ラス幅の大きな違いがないことから、クリープ損傷の進行により局所的なラス組織回復が生じているものと考えられる。

このラス組織回復の原因を調査するために、析出物の粗大化によりラス組織の局所的な回復が生じると考え、破面からの距離による析出物の面積率および大きさの比較を行った。その結果、破面から距離が異なっても析出物の面積率および大きさには違いがないことが分かった。従って、析出物の粗大化が局所的ラス組織回復の原因ではないと考えられる。

---

\* 大洗工学センター 要素技術開発部 機器・構造安全工学グループ

A study on a relationship between localization of recovery in lath structure  
and creep damage in Mod.9Cr-1Mo steel

Yuji Nagae\*, Kazumi Aoto\*

ABSTRACT

In this study, the change of lath structure with the increase of distance from fractured surface was observed in detail and the localization of creep damage to decide fracture position was investigated.

As the results of the relationship between lath width and distance from fractured surface, the lath width obviously increased as a distance from fractured surface decreased. Lath widths in different positions of as-received specimen were almost same. These result indicates that recovery of lath structure localizes with creep damage.

It was considered that the coarsening of precipitates caused localization of recovery in lath structure. Area fraction of precipitates and cross-section of each precipitate in different positions from fractured surface were measured and compared. There were no differences in area fraction of precipitates and cross-section of each precipitate in different positions. Therefore it was found out that the reason for localization of recovery of lath structure was not coarsening of precipitates.

---

\* Structural Safety Group, Advanced Technology Division, O-arai Engineering Center

## 目次

1. 緒言	1
2. 実験方法	2
2. 1 クリープ試験	2
2. 2 組織観察	2
3. 実験結果	4
3. 1 受入試験片のラス幅測定	4
3. 2 破面からの距離とラス幅	4
4. 考察	6
4. 1 ラス組織回復局所化の原因	6
5. 結言	8
謝辞	9
参考文献	10

## 図表リスト

表 2.1 Mod.9Cr-1Mo 鋼の化学組成と熱処理条件	11
表 2.2 金属組織観察を行ったクリープ破断試験片の試験条件	12
写真 2.1 ラス組織の例	13
写真 2.2(a)TEM 観察用薄膜試料採取位置 (FUF6B0)	14
写真 2.2(b) TEM 観察用薄膜試料採取位置 (FUF6A8)	15
写真 2.2(c) TEM 観察用薄膜試料採取位置 (FTF6E1)	16
写真 2.2(d) TEM 観察用薄膜試料採取位置(受入試験片)	17
図 3.1 破断面からの距離とラス幅 (受入試験片)	18
図 3.2(a)破断面からの距離とラス幅 (FUF6B0)	19
図 3.2(b) 破断面からの距離とラス幅 (FUF6A8)	20
図 3.2(c) 破断面からの距離とラス幅 (FTF6E1)	21
写真 4.1 破断面からの距離の違いによる金属組織観察結果 (FUF6B0)	22
図 4.2 破断面からの距離と析出物面積率 (FUF6B0)	23
図 4.3(a) 破断面から 14mm 付近の析出物面積分布 (FUF6B0)	24
図 4.3(b) 破断面から 20mm 付近の析出物面積分布 (FUF6B0)	25
図 4.3(c) 破断面から 33mm 付近の析出物面積分布 (FUF6B0)	26

## 1. 緒言

本研究では、高速増殖炉の蒸気発生器材料として開発された、改良 9Cr-1Mo 鋼に注目する。高 Cr フェライト系耐熱鋼は、マルテンサイト組織、析出強化、固溶強化により高温強度が確保されている。本鋼は高いクリープ延性を有し、マルテンサイト組織の回復や析出物の成長などによりクリープ変形が促進される。オーステナイト系ステンレス鋼では、結晶粒界キャビティの成長・連結過程を計測すれば、破断に至るどの段階にあるかを推定できるとされている[1-3]。しかし、十分なクリープ延性を有するフェライト鋼やマルテンサイト鋼では、キャビティが観察されるのは破断寿命のごく近傍である。従って、このような材料の場合には他の指標が必要となる。

高温クリープでは、破壊に先立って塑性変形がおき、それがクリープひずみとして観察される。このクリープひずみと寿命との間には密接な関係がある[4]。そこで延性材料では、ひずみの計測によりクリープ損傷の評価が行われている[5]。一方、高温使用中の金属組織変化を計測し、寿命評価する方法がある[6]。著者らは以前、強化因子の一つであるマルテンサイトラス組織のラス幅が、クリープ損傷評価に利用できることを提案した[7-8]。

破壊に先立つクリープ変形を引き起こす微細組織の変化が、クリープ寿命の大半を占めると考えられる。ラス幅はクリープ変形速度と密接な関係があり[9,10]、ラス幅の変化は、金属組織変化とクリープ寿命を関連づける上で有用な指標と考えられる。つまり、ラス幅の局所的な増大により、ラス幅の局所的な増大を生じる場所はクリープ変形速度が増加しひずみが集中し、破損場所となることが考えられる。そこで、本研究では、複数の長時間クリープ破損試験片の破面からの距離とラス幅の変化を精緻に観察することにより、ラス幅の局所的な変化（試験片内におけるラス幅の不均一な回復）と破損位置との関連を検討した。

## 2. 実験方法

### 2. 1 クリープ試験

本研究で用いた改良 9Cr-1Mo 鋼は、熱間圧延板材である。その化学成分と熱処理条件を表 2.1 に示す。2 種類のヒート (F2, F6) の材料を用いたがその化学成分はほぼ変わらない。また、熱処理もほぼ同じである。さらに、両ヒートのクリープ破断時間には大きな差がなく初期ラス幅も大きな差がなかったことから同一材料と見なした。クリープ試験片は、その応力軸方向が圧延方向と平行となるように切り出した。平行部直径 10mm、標点間距離 50mm の丸棒試験片である。単レバー型クリープ試験機により、大気中で定荷重クリープ破断試験を行った。

### 2. 2 金属組織観察

金属組織観察に供したクリープ破断材の試験条件を表 2.2 に示す。823K, 873K および 923K の温度において最長のクリープ破断時間を持つクリープ破断材を選択した。クリープ破断試験片では、破断面を有する試験片が 2 本できる。そのうち、金属組織観察には破断面からツバ部の長さの長い試験片を用いた。また、受入時のラス幅を測定するために、試験を行っていない試験片の平行部を使用した。

ラス組織変化は透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて観察した。TEM 観察用薄膜試料は、試験片の平行部ほぼ中央部から応力軸方向と平行に切り出した。その後、超音波ディスクカッターにより TEM 観察用薄膜試料として採取したい場所に直径  $\phi$  3mm の TEM 観察用薄膜試料を採取した。さらに、金属組織観察のしやすい TEM 観察用薄膜試料を電解研磨で作成するために、 $\phi$  3mm の TEM 観察用薄膜試料の中央部をディンプルグラインダーで約 20  $\mu$  m 研磨した。その後、電解研磨を行った。電解研磨条件は以下のとおりである。



電解液：過塩素酸 50ml + 酢酸 950ml

電圧：41V

電流：0.5mA

液温：15～20℃

1つの TEM 観察用薄膜試料につき、20 視野の観察を行った。観察終了後、金属組織写真から 150 前後のラス幅を測定し、ラス幅の平均値を求めた。ラス幅は写真 2.1 に示しているものである。

また、TEM 観察用薄膜試料の採取位置（破断面からの距離）が分かるように TEM 観察用薄膜試料の外観撮影を行った。その結果を写真 2.2(a)～(d)に示す。この写真をもとに破断面からの距離を求めた。また、くびれについてもこれらの写真から判断した。くびれ位置についても図中に記載している。

### 3. 実験結果

#### 3. 1 受入試験片のラス幅測定

クリープ損傷とともにラス組織の回復が局所的になるかどうかを判断するためには、受入時のラス幅に場所による違いがあるかどうかを調査しておく必要がある。そこでまず、試験片形状を有した受入平行部のラス幅を測定した。受入試験片の平行部のラス幅の測定結果を図 3.1 に示す。ラス幅の最小値は  $0.51 \mu\text{m}$ 、最大値は  $0.54 \mu\text{m}$  であった。受入試験片のラス幅の平均値は  $0.52 \mu\text{m}$  であり、場所によるラス幅の違いはほとんどないと考えられる。

#### 3. 2 破面からの距離とラス幅

各クリープ破断材の破断面からの距離とラス幅の測定結果を図 3.2(a)~(c)に示す。いずれのクリープ破断材においても、ツバ近傍と破断面近傍でのラス幅の大きさを比較すると、破断面近傍でのラス幅の方がツバ近傍のそれよりも大きくなっている。ツバ近傍と破断面近傍でのラス幅の大きさの差はいずれの試験片においても約  $0.3 \mu\text{m}$  である。受入試験片の平行部においては場所の違いによるラス幅の大きさの違いはほとんどないことを考えると、これらの図はいずれのクリープ破断材においても破断面に近づくとつれラス幅が明らかに増大していることを示している。澤田らは、クリープ破断材のラス幅の測定より、負荷応力によりラス幅の飽和値が決まり、ラス幅の変化率は温度・応力に依存しない式で表されると報告している[7-8]。従って、くびれがある部分では断面積が減少することにより応力が増大し、結果としてラス幅が増大することが考えられる。一方、くびれのない部分では負荷応力および温度が同じであり、ラス幅の変化率、つまりラス幅は同量であることが推測される。しかし本観察では、くびれがない部分でも破断面に近づくとつれラス幅が明らかに増加していることが

観察されている。破断面からの距離がクリープ損傷過程の経時変化と対応していると考えられるので、クリープ損傷進行に伴いラス幅増加、つまり転位組織回復の局所化を生じていることを示している。

## 4. 考察

### 4. 1 ラス組織回復局所化の原因

Mod.9Cr-1Mo 鋼のクリープ破断材の破断面からの距離とラス幅の変化を精緻に観察した結果、くびれのない部分（同負荷応力部分）においても破断面に近づくとラス幅が大きくなる傾向が見られた。このラス組織回復の局所化の原因を考えるために、（1）場所による初期ラス幅の違い、（2）析出物の面積率および大きさの2点について検討した。

まず、受入材において場所によりラス幅が異なるかどうかを検討した。受入時に局所的にラス幅の大きい部分がある場合には以下のことが考えられる。ラス幅の増加はラス壁を構成している転位の移動によると考えられる。その場合、ラス幅が大きい場所では転位が移動しやすいと考えられる。従って、クリープ負荷を受けることにより、ラス幅が大きい部分ではラス幅の小さい部分と比較して、ラス幅が大きくなる可能性があると考えられる。受入時のラス幅測定結果は3.1項に示してあるとおりである。ラス幅測定の結果、受入時のラス幅の最小値は  $0.51\mu\text{m}$ 、最大値は  $0.54\mu\text{m}$  であった。従って、受入試験片の平行部においては場所によるラス幅の違いは少ないことが分かる。初期のラス幅の場所による違いはほとんどなく、クリープ損傷の進行によるラス組織の局所的な回復は初期ラス組織による可能性は小さいと考えられる。

次に、析出挙動と破断面からの距離との関連を調査した。佐藤らは、Mod.9Cr-1Mo 鋼においてクリープ変形に伴い炭化物の粗大化を生じそれに伴い炭化物の量が減少し、ラス幅が増大すると報告している[11]。また阿部は、析出物の粗大化がラス境界の移動に影響を与えると報告している[12]。従って、局所的な析出物の粗大化により、ラス組織の回復の局所化が生じる可能性が考えられる。そこで、破断面からの距離と析出物の大きさと面積率の関係を求めることとした。

析出物の面積率および大きさは、走査型電子顕微鏡の反射電子像を用いて 3000 倍で 25 視野観察し求めた。析出物の観察を行ったクリーブ破断試験片の試験条件は、温度 823K、応力 177MPa、破断時間 22366 時間のものである。金属組織観察はくびれのない場所で 14mm、20mm および 33mm である。なお、このクリーブ破断試験片のくびれは破断面から約 10mm から見られている。反射電子による金属組織観察の結果を写真 4.1 に示す。白く観察される部分が析出物である。この金属組織写真から画像解析装置を用い析出物の面積率と析出物の大きさを求めた。破断面からの距離と析出物面積率との関係を図 4.2 に、破断面からの距離に対する析出物の大きさと分布を図 4.3(a)~(c) に示す。析出物の大きさとして、析出物 1 個の断面積を求めた。析出物面積率は破断面からの距離が変わっても、約 0.7% であり違いがないことが分かる。また、析出物の大きさの分布においても、破断面からの距離が変わってもその分布は同じであることが分かる。これらの結果は、局所的な析出物の粗大化はないことを示している。つまり、ラス組織の局所的な回復は析出物の粗大化によるものではないと考えられる。

## 5. 結言

改良 9Cr-1Mo 鋼の、種々の条件におけるクリープ破断試験材の破面からの距離とラス幅の変化を精緻に観察することで、破損位置決定に至るクリープ損傷進行の局所化を検討し、以下の結果を得た。

(1) 受入時にはラス幅の違いはほとんどないが、クリープ破断試験片にはくびれがない場所においても場所によりラス幅に大きな違いがあった。破断面に近づくにつれラス幅が明らかに大きくなっていた。これはクリープ損傷の進行によりラス組織の回復が局所的に生じることを示している。さらには、ラス組織の局所的な回復場所が破壊の起点となることを示している。

(2) ラス組織回復の局所化の原因について、局所的な析出物の粗大化によりラス組織の局所化を生じると考え、析出物の面積率および大きさの比較を行った。その結果、析出物の面積率および大きさは破断面からの距離が異なっても変化していないことが見いだされた。局所的な析出物の粗大化は生じておらず、析出物の粗大化が原因ではないと考えられる。

## 謝辞

本研究は、平成7年度から平成10年度まで行われた核燃料サイクル開発機構と東北大学工学研究科、丸山公一教授、澤田浩太大学院生（現科学技術庁金属材料技術研究所、博士）との先行基礎工学分野に関する研究協力における成果をもとに得られたものである。本研究成果はこの研究協力なしには得られなかったものであり、丸山公一教授、澤田浩太博士に深甚なる謝意を表します。

また、本研究において金属組織観察準備および金属組織観察に協力して頂いた（株）常陽産業の富田正人氏に深甚なる謝意を表します。

参考文献

- [1] 金属材料技術研究所研究報告集, Vol.11, 29, (1990).
- [2] 角屋好邦, 後藤徹: 「Cr-Mo-V 鍛鋼の損傷力学に基づくクリープ損傷評価」, 材料, 41, 1736, (1992).
- [3] 新谷紀雄: 「高温構造材料の余寿命予測技術開発」, 鉄と鋼, 73, 1089, (1987).
- [4] 浅川幸一, 大友暁, 雑賀喜規: 「ボイラー用 2.25Cr-1Mo 鋼管の外径ひずみによるクリープ余命の推定」, 鉄と鋼, 65, 869, (1979).
- [5] 吉澤廣喜, 中代雅士, 木原重光, 馬木秀雄: 「長時間使用した 2.25Cr-1Mo 鋼伝熱管の Intra-granular Distortion によるクリープ損傷評価」, 鉄と鋼, Vol.82, 1011, (1996).
- [6] 増山不二光: 「耐熱合金鋼のクリープ特性と疲労」, 日本金属学会会報, 35, 753, (1996).
- [7] 澤田浩太, 丸山公一, 小峰龍司, 永江勇二: 「Mod.9Cr-1Mo 鋼のクリープ寿命評価に関する研究 (その1) クリープ破断材の損傷組織の定量化」, PNC TN9410 97-035. (1997)
- [8] 澤田浩太, 丸山公一, 小峰龍司, 永江勇二: 「改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ変形中の組織変化と寿命評価」, 鉄と鋼, 83, 466, (1997).
- [9] F.Masuyama and N.Nishimura: "Effect of Structures and Residual Elements on Creep Behavior of Modified 9Cr-1Mo Steel", Proc. 10th Int. Conf. on the Strength of Materials (ICSMA10), p657,(1994).
- [10] G.Eggeler, J.Hald, M.Cans and J.Phillips: "On the Influence of Subgrain Boundaries and Carbides on Creep of Tempered Martensite Ferritic Steels", Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, The Inst. Materials, London, p527,(1993).
- [11] 佐藤誠, 長谷川泰士, 村木太郎, 丸山公一: 「W 含有高 Cr フェライト系耐熱鋼のクリープ強度とサブグレイン組織安定性の相関」, 日本金属学会誌, 64, 371, (2000).
- [12] 阿部富士雄: 「9Cr-W 鋼のクリープ変形中のラスの粗大化過程」, CAMP-ISIJ, 12, 440, (1999).



表2.1 Mod.9Cr-1Mo鋼の化学組成と熱処理条件

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Nb-Ta
F2ヒート	0.10	0.40	0.43	0.014	0.001	0.07	8.73	0.96	0.22	0.090
F6ヒート	0.10	0.39	0.42	0.014	0.001	0.06	8.75	0.97	0.21	0.089

Al	N	Normalizing	Tempering
0.013	0.0510	1323K, 3.0ks	1053K, 3.6ks
0.012	0.0505	1323K, 3.9ks	1053K, 5.1ks

表2.2 金属組織観察を行ったクリープ破断試験片の試験条件

試験片番号	温度/K	応力/MPa	破断時間/h	素材ヒート
FUF6B0	823	177	22366	F2
FUF6A8	873	118	15716	F2
FTF6E1	923	73.5	7614	F6

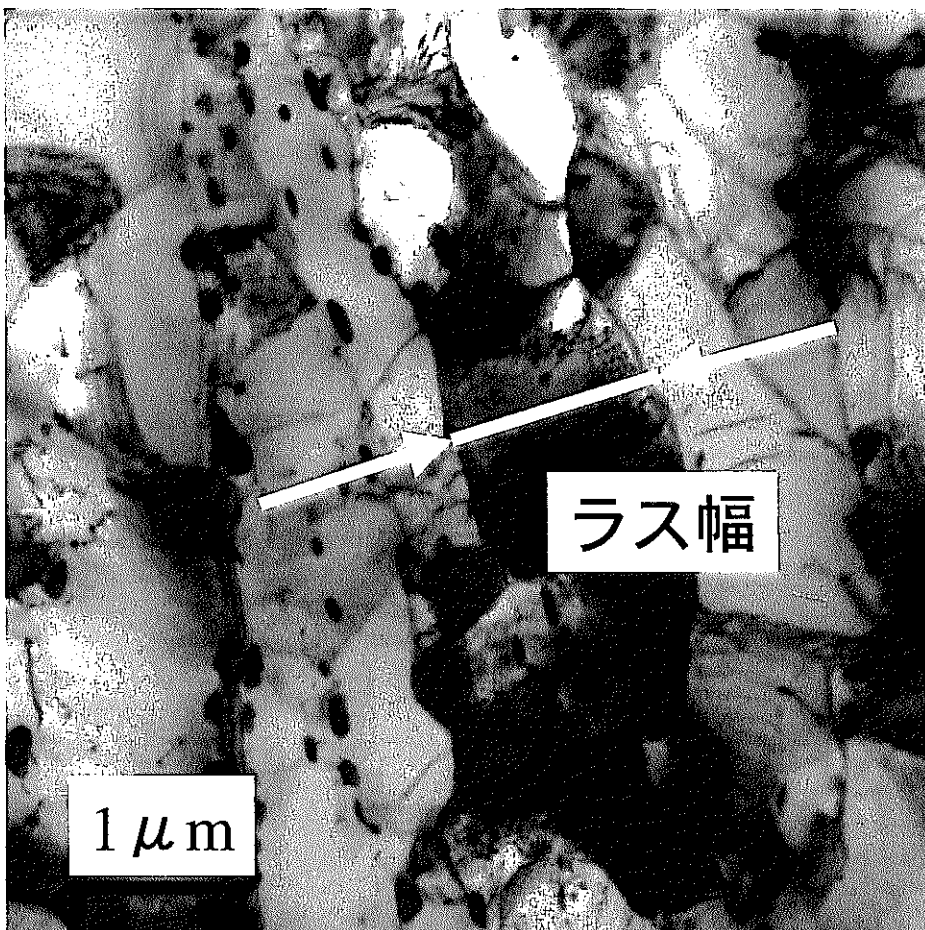


写真2.1 ラス組織の例

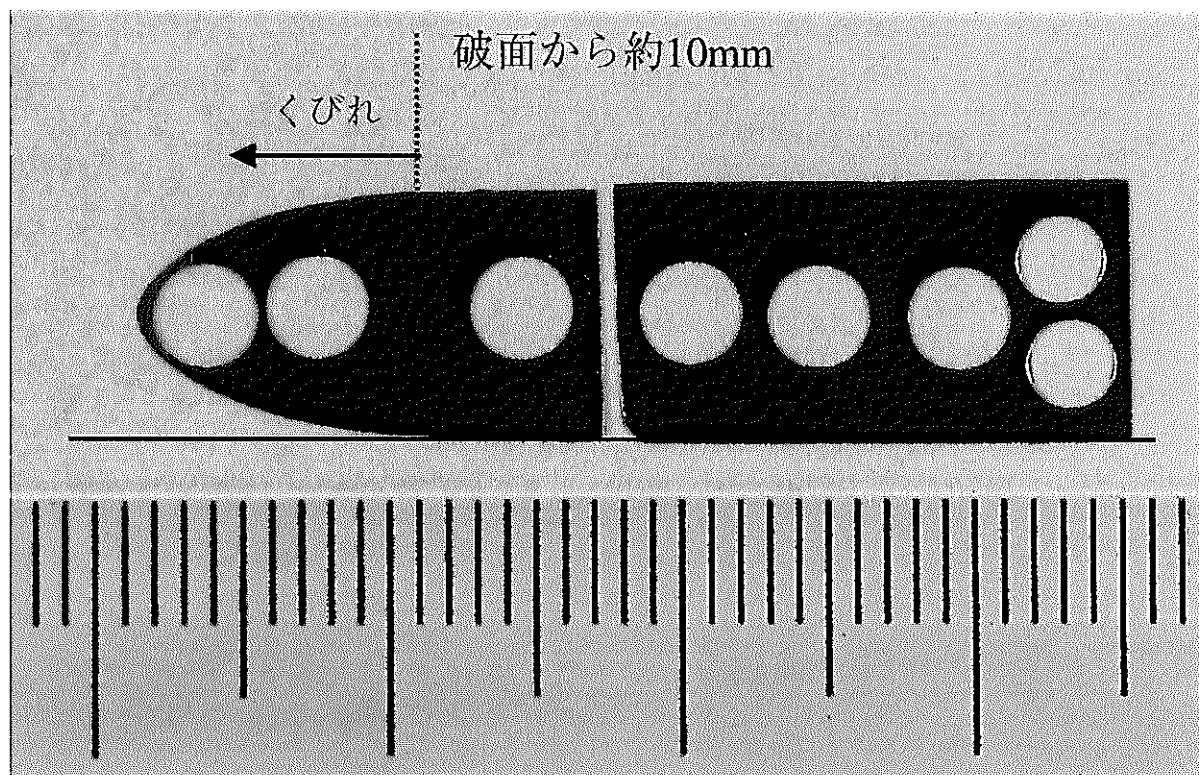


写真2.2(a) TEM観察用薄膜試料採取位置 (FUF6B0)

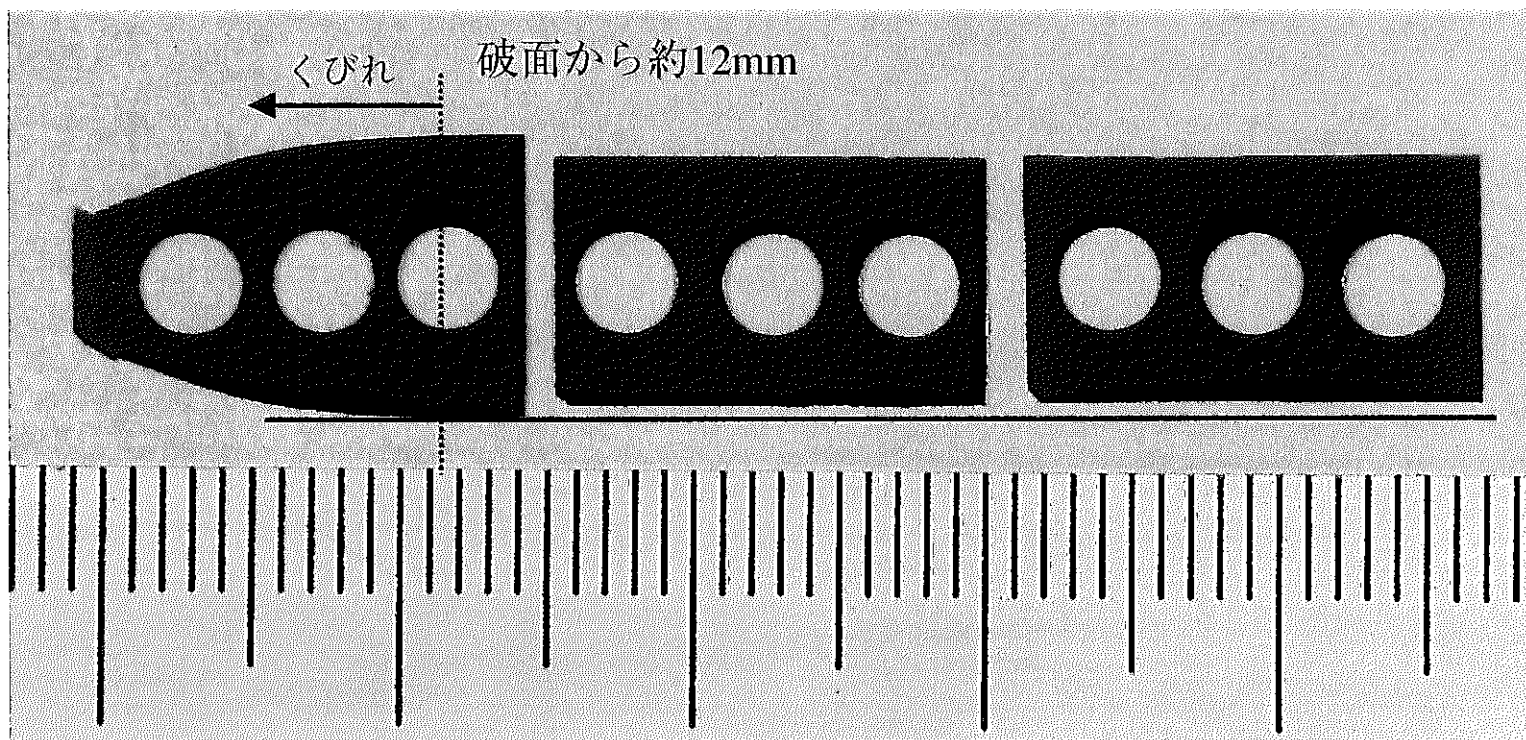


写真2.2(b) TEM観察用薄膜試料採取位置 (FUF6A8)

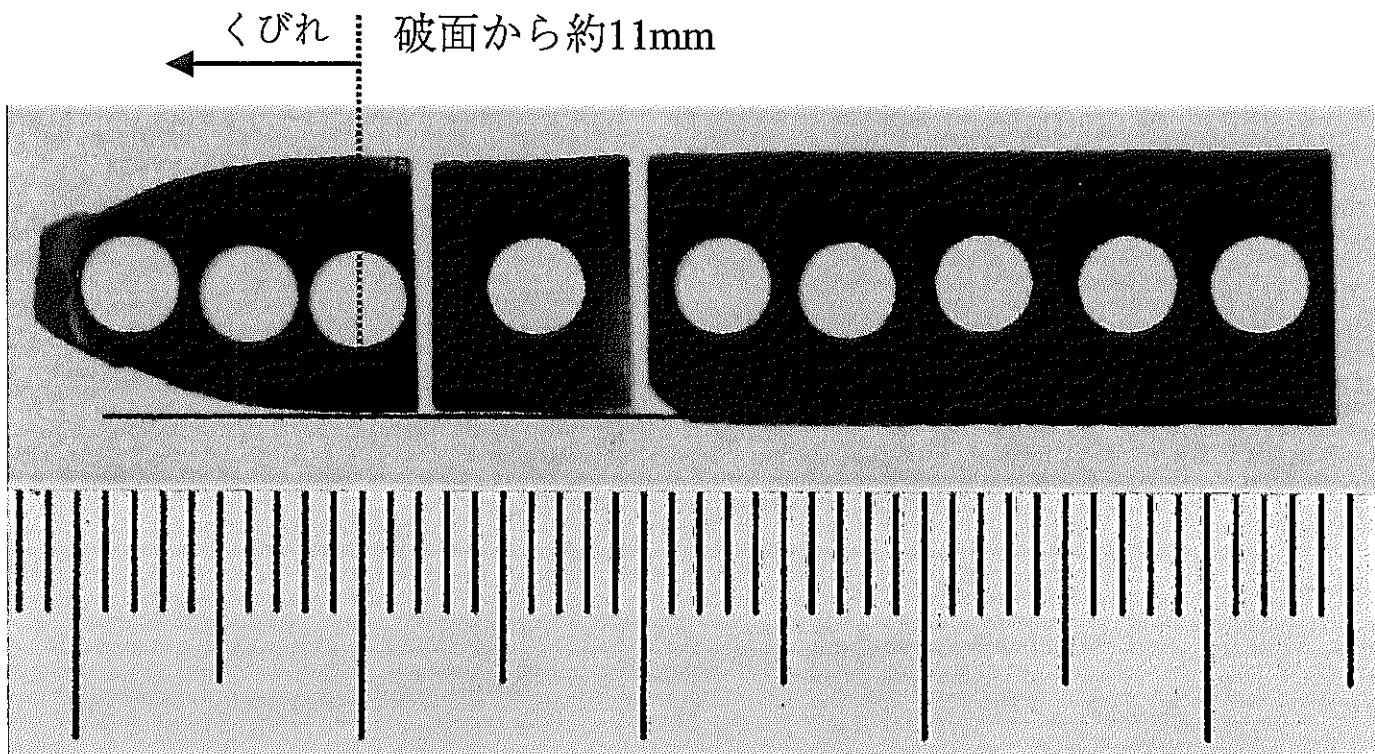


写真2.2(c) TEM観察用薄膜試料採取位置 (FTF6E1)

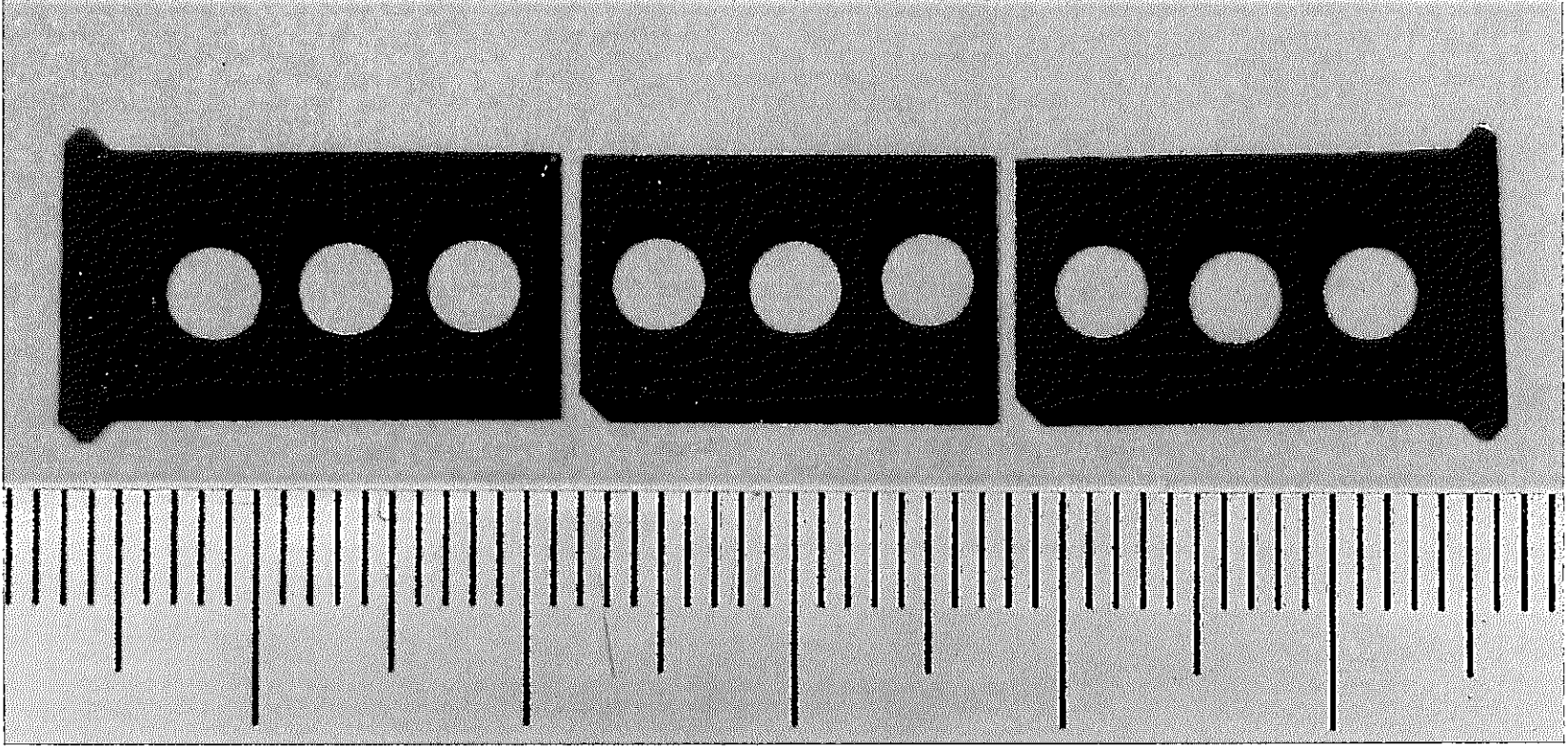


写真2.2(d) TEM観察用薄膜試料採取位置 (受入試験片)

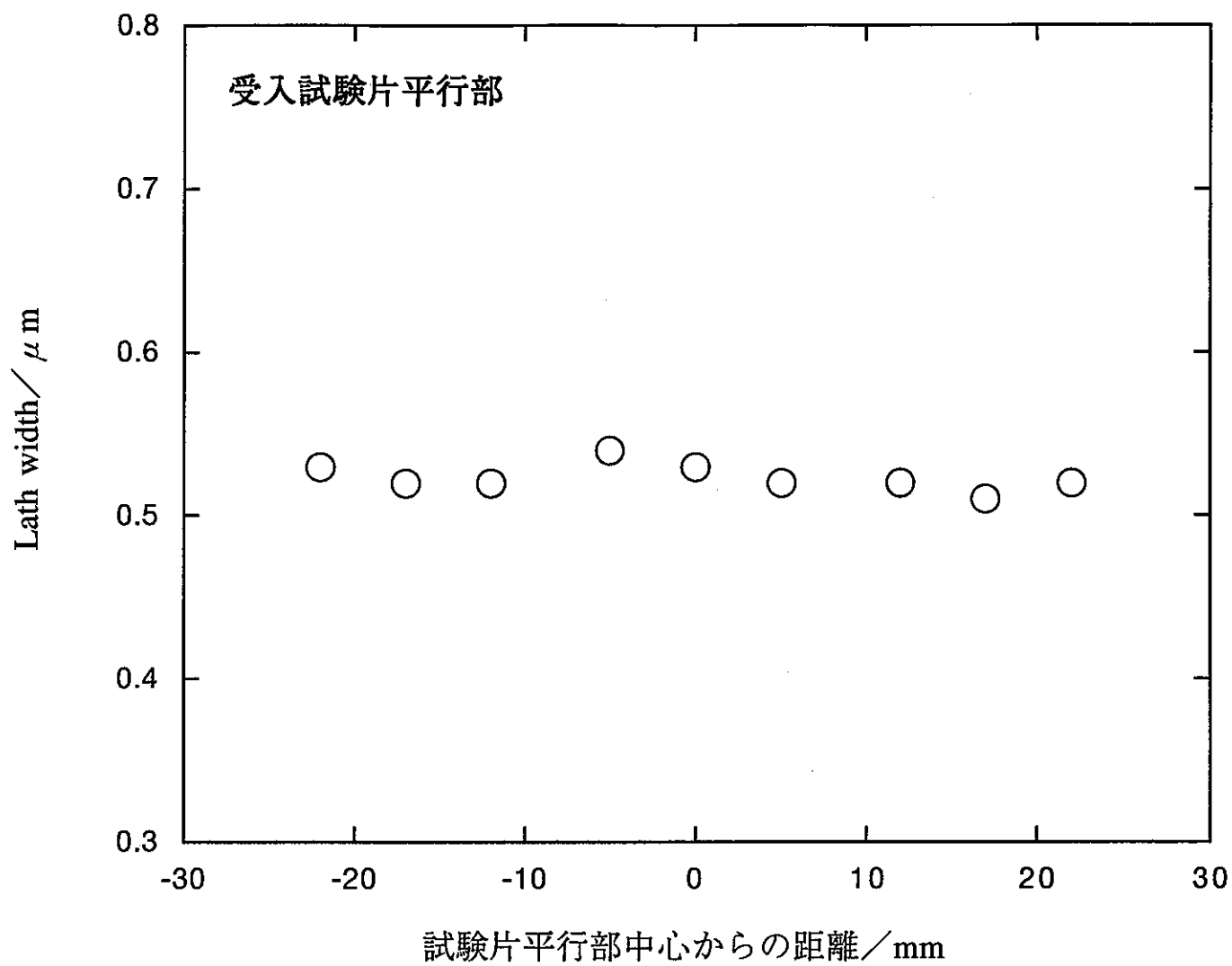


図3.1 破断面からの距離とラス幅（受入試験片）



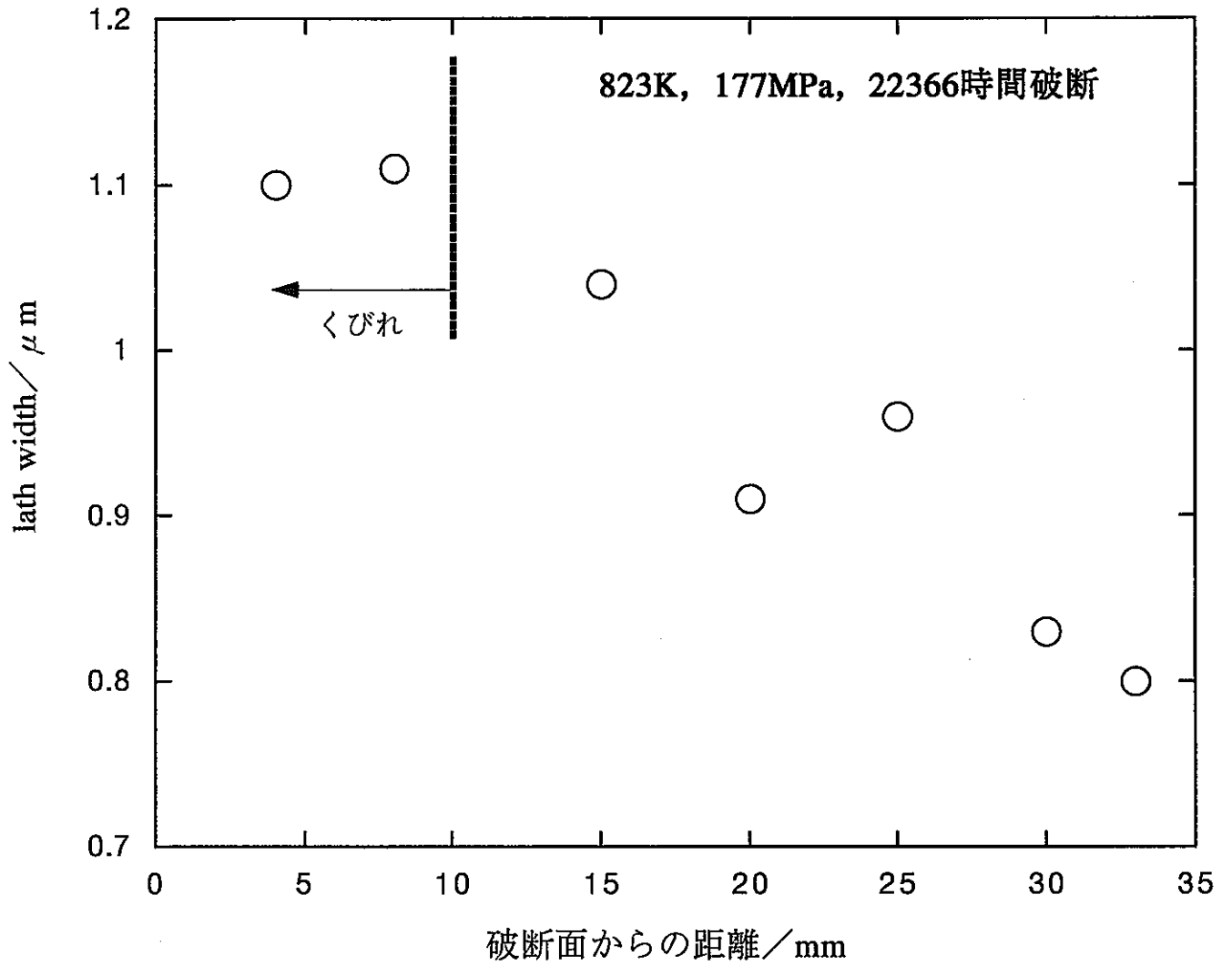


図3.2(a) 破断面からの距離とラス幅 (FUF6B0)

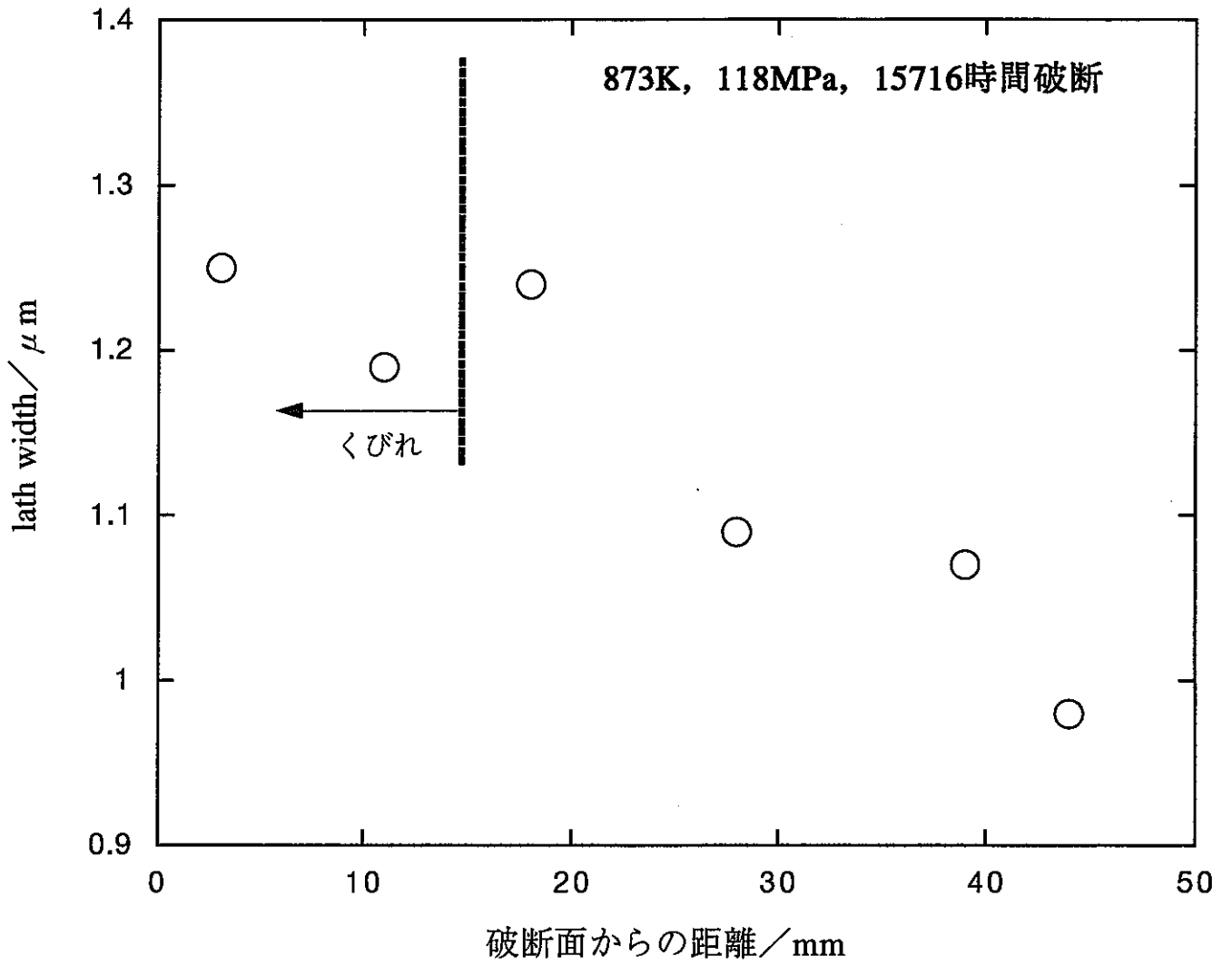


図3.2(b) 破断面からの距離とラス幅 (FUF6A8)

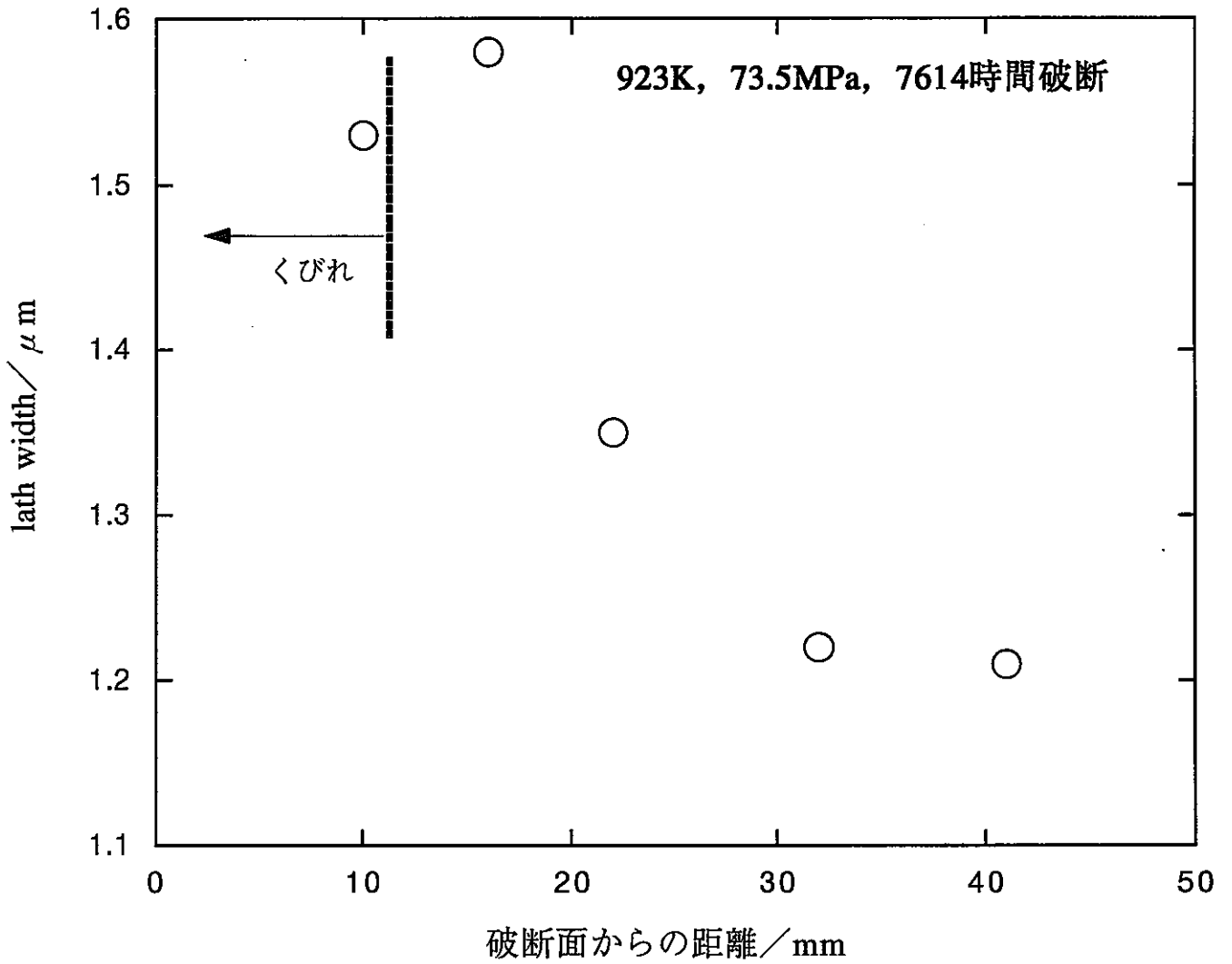


図3.2(c) 破断面からの距離とラス幅 (FTF6E1)

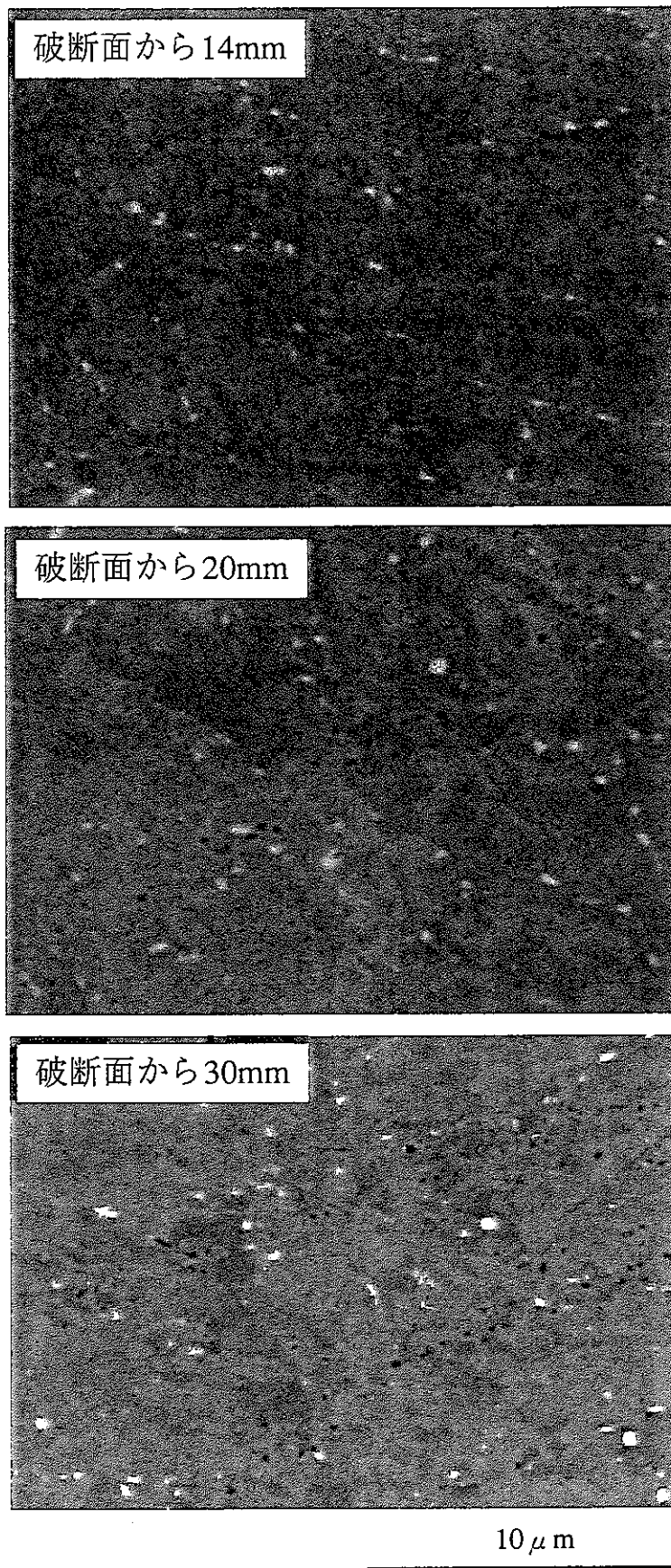


写真4.1 破断面からの距離の違いによる金属組織観察結果 (FUF6B0)

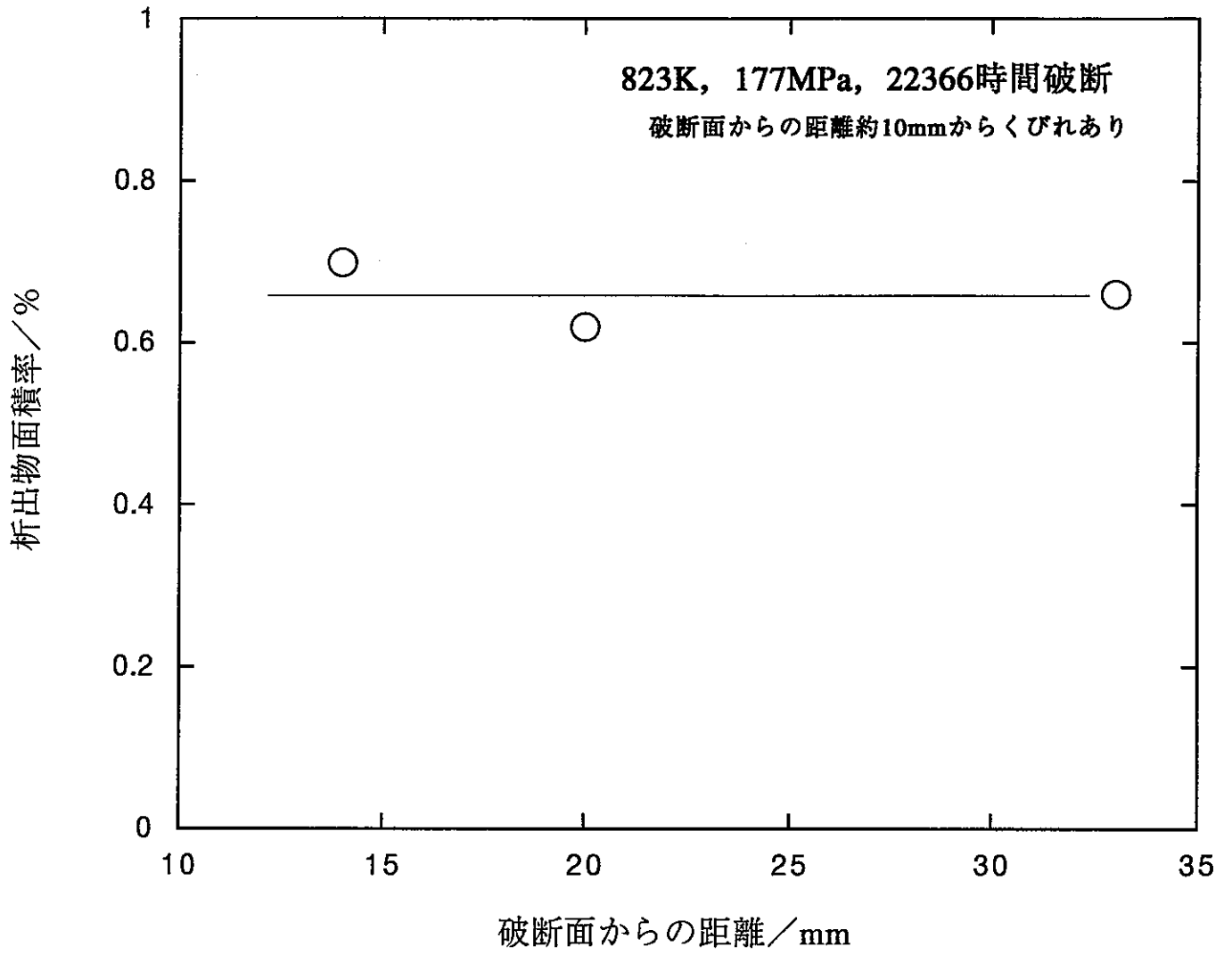


図4.2 破断面からの距離と析出物面積率 (FUF6B0)

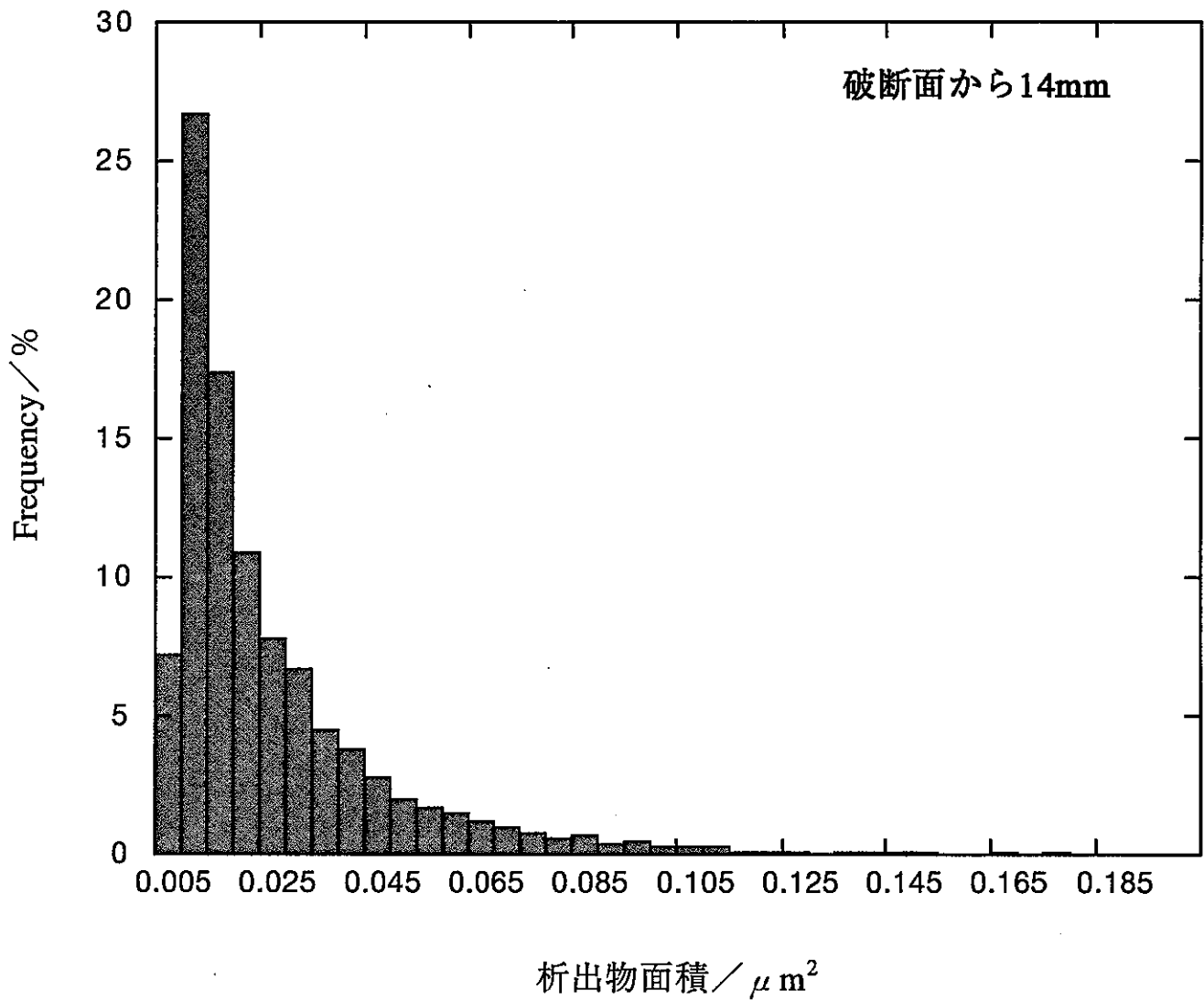


図4.3(a) 破断面から14mm付近の析出物面積分布 (FUF6B0)

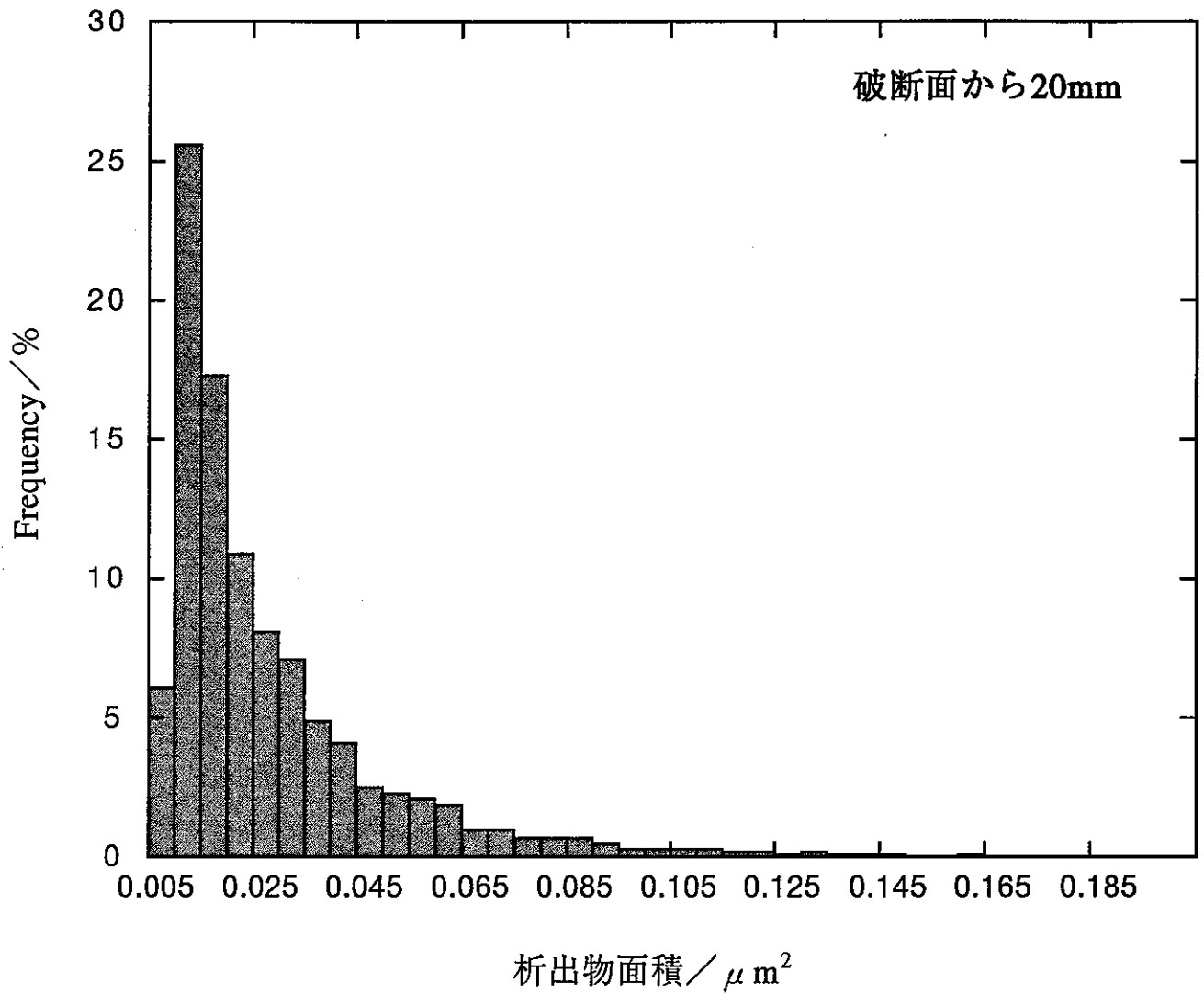


図4.3(b) 破断面から20mm付近の析出物面積分布 (FUF6B0)

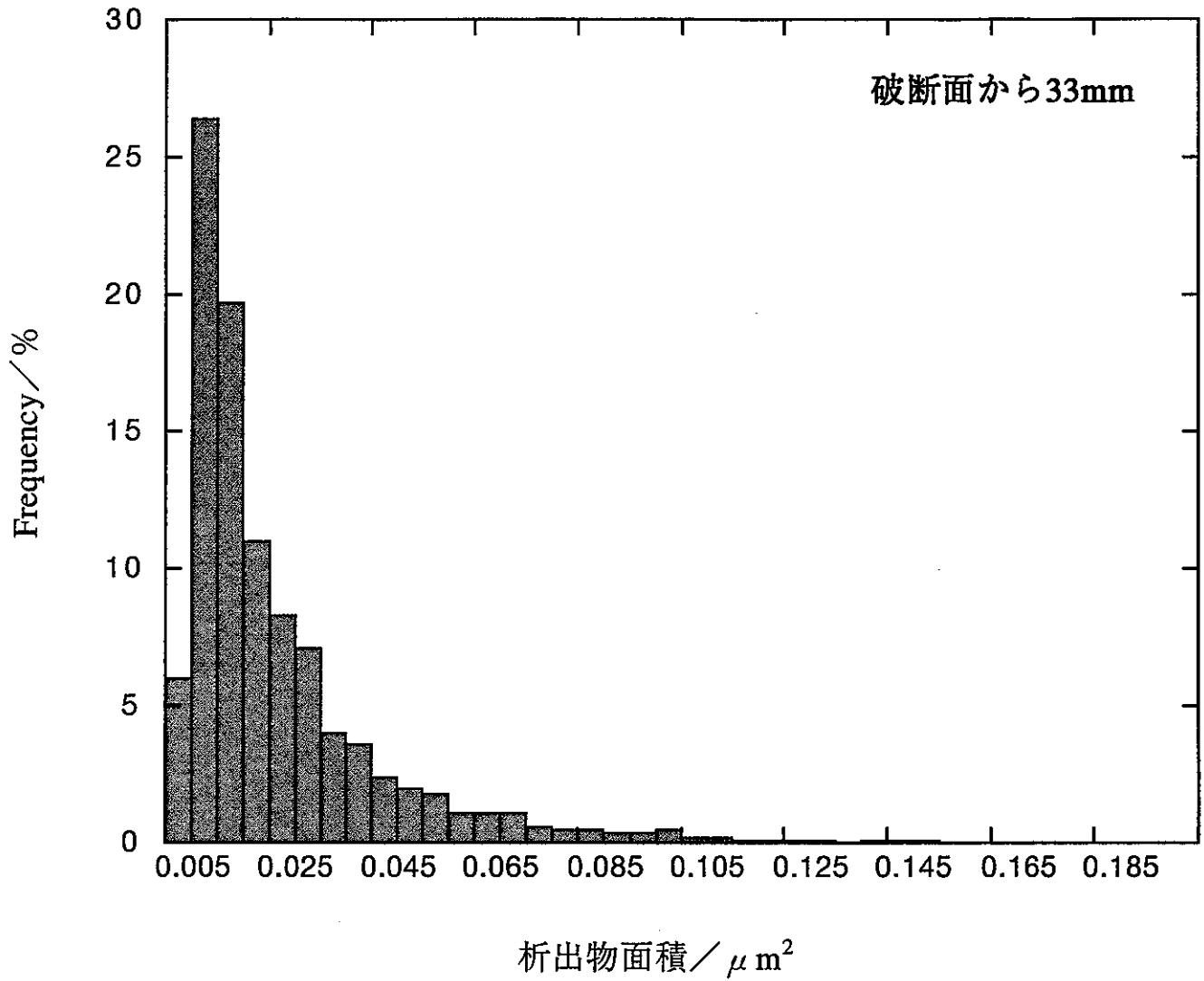


図4.3(c) 破断面から33mm付近の析出物面積分布 (FUF6B0)