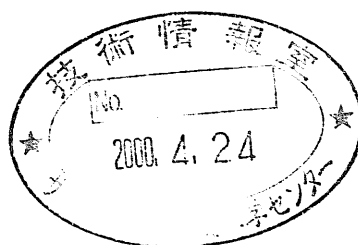


# 高温下におけるキャビティ生成・成長の加速・抑制因子 (研究報告)

1999年11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・転載する場合は、下記にお問い合わせ  
してください。

〒319-1194 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 319-1194,  
Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)  
1999

高温下におけるキャビティ生成・成長の加速・抑制因子  
( 研究報告書 )

向井将一\*, 上野文義\*

要旨

多結晶金属に多軸応力を負荷した場合、変形抵抗の違いによる変形拘束の他に、応力多軸性の影響による変形拘束も加わる。このため単軸応力条件下でのクリープに対して、等2軸応力条件下では結晶粒内・粒界におけるクリープによる損傷度合いが異なることが予想される。そこで、クリープにより生じる粒界キャビティの生成・成長に影響を及ぼす要因を明らかにするため、単軸及び等二軸クリープ試験終了後のSUS304鋼を用いて破断時間に及ぼす応力多軸性の影響、および組織観察による結晶粒変形の分布特性と変形拘束との関連性について調べた。その結果、以下の知見を得た。

- (1) 応力と破断寿命の関係は、等応力条件下では単軸試験に比べ等2軸応力試験の方が長くなる。
- (2) 結晶粒の最大径方向が負荷方向となす角度の分布は、単軸条件の場合、 $xy$ 面では負荷応力が小さくなるにつれて分布のピークが平坦になる。一方、等2軸条件の場合、 $xy$ 面では負荷応力によらず分布は平坦なままである。 $zx$ 面では負荷応力が小さくなるに伴い分布のピークが平坦となる。
- (3) 結晶粒のアスペクト比の分布は、単軸条件の場合、 $xy$ 面では負荷応力が小さくなるにつれて分布のピークが1に近づく。一方、等2軸条件の場合、 $xy$ 面では負荷応力によらずのピークは1付近にある。  $zx$ 面では負荷応力が小さくなるに伴い分布のピークが1に近づく。
- (4) 単軸条件に比べ等2軸条件ではキャビティの成長が加速される傾向が見られた。

---

\* 大洗工学センター ナトリウム安全工学試験部 機器・構造安全工学グループ

## **The acceleration factor and inhibitor of the generation and growth of the cavity in high temperature**

**Shoich MUKAI\*, Fumiyoshi UENO\***

### **Abstracts**

In order to clarify the factor that the relevance to the effect of the stress multiaxiality on the time to rupture and the relevance between disposition characteristic of the deformation and restraint of the deformation of the grain were examined by the SEM microscopy observation using SUS304 steel stressed uniaxiality and multiaxiality. As the result, a following knowledge was obtained.

- (1) In comparison with the uniaxial test under the constant stress condition, time to rupture of the biaxial stress test is lengthened on the relation between life and stress.
- (2) The distribution is flattened on the angular distribution of the largest grain diameter with the decrease of the applied stress in  $xy$  plane, when the uniaxial stress was taken. On the other hand, the case in which biaxial stress was taken, the distribution remains flat in  $xy$  plane without depending on the applied stress. The distribution is flattened on the angular distribution of the largest grain diameter with the decrease of the applied stress in  $zx$  plane.
- (3) The peak of the distribution of the aspect ratio of grain get closer to 1 the case in which the uniaxial stress was taken on that with the decrease of the applied stress in  $xy$  plane. On the other hand, the case in which biaxial stress was taken there is a peak of the distribution near 1 without depending on the applied stress. The peak of the distribution of the aspect ratio of grain in  $zx$  plane get closer to 1 with the decrease of the applied stress.
- (4) In comparison with the uniaxial stressing under the constant stress condition, it tends to accelerate the growth of the cavity in biaxial stressing.

---

\* Structural Safety Group, Safety Engineering Division, Oharai Engineering Center

## 目次

1. 緒言	1
2. 試験方法	
2.1 結晶粒形状測定	2
2.2 キャビティ測定	3
3. 試験結果	
3.1 破断時間及び変形挙動への応力多軸性の影響	3
3.2 結晶粒変形への応力多軸性の影響	4
3.3 キャビティ発生分布への応力多軸性の影響	5
4. 考察	
4.1 単軸及び等2軸応力下での破断強度	6
4.2 結晶粒の変形と変形拘束	7
5. 結言	9
6. 謝辞	9
7. 参考文献	10

## 圖表一覽

- Table1 Test conditions and results.
- Table2 Chemical compositions of material tested.
- Table3 Results of image analysis.
- Fig.1 Definition of principal direction.
- Fig.2 Definition of parameters.
- Fig.3 Correlation of time to rupture with max. principal stress.
- Fig.4 Creep curves in uniaxial tests.
- Fig.5 Creep curves in biaxial tests.
- Fig.6 Relationship between life ratio and creep strain rate in uniaxial test.
- Fig.7 Relationship between life ratio and creep strain rate in multiaxial test.
- Fig.8 Microstructure of aged materials.
- Fig.9 Microstructure of materials in uniaxial tests.
- Fig.10 Microstructure of materials in biaxial tests.
- Fig.11 Histogram of  $\theta$  of aged material.
- Fig.12 Histogram of  $\theta$  in uniaxial test.
- Fig.13 Histogram of  $\theta$  in biaxial test.
- Fig.14 Histogram of aspect ratio of aged material.
- Fig.15 Histogram of aspect ratio in uniaxial tests.
- Fig.16 Histogram of aspect ratio in biaxial tests.
- Fig.17 Relationship between time to rupture and mean of A.
- Fig.18 Morphology of cavities in uniaxial tests.
- Fig.19 Morphology of cavities in biaxial tests.
- Fig.20 Histogram of gradient of cavitated grain boundary from loading direction in uniaxial tests.
- Fig.21 Histogram of gradient of cavitated grain boundary from loading direction in biaxial tests.
- Fig.22 Relationship between time to rupture and areal density, areal fraction of cavity in each test.
- Fig.23 Relationship between max. principal stress and ratio of transgranular fracture.
- Fig.24 Relationship between max. principal stress and min. creep strain rate.
- Fig.25 Relationship between max. principal stress and density ratio of dislocation, density ratio of move dislocation.

## 1. 緒言

火力発電プラント等の既設高温機器のなかには運転開始から 20 年以上経過したものがあり、その数は今後増え続けると予想される。このため、機器の適切な保守管理を行うためには使用部材のクリープ損傷を寿命初期の段階から評価できるクリープ損傷評価技術の確立が不可欠である。

高速炉や火力発電プラントの使用条件のようなクリープの影響が顕著となる高温・低応力条件下では、耐熱材料は次の 3 つの段階を経て破壊に至る。

- (1) 多数のクリープキャビティが結晶粒界上に発生し、それらが合体を伴いながら成長する段階
- (2) 結晶粒界長さ程度の微小き裂が多数発生し、それらが合体を伴いながら伝ばする段階
- (3) 優先的に伝ば、合体した微小き裂が巨視き裂を形成し、それが破壊力学則に従いながら伝ばする段階

しかし、巨視き裂が発生するのは寿命末期であり、このような条件下での損傷機構は内部の粒界キャビティの成長により説明できることが示されている [1]。このうち (1) の段階における構造材の微視的損傷機構を明らかにすることは、クリープ損傷評価技術の確立をはかるうえで根底をなす事柄である。また、実機構造物は無数の形状不連続部を有するが、これらの部位では多軸応力場が生じる。このため多軸応力下でのクリープ破壊のメカニズムを定量的に把握することもまた重要である。例えば、近年では老朽化が進んだプラントのボイラ配管溶接部の HAZ 細粒域に発生する Type IV クラックの発生メカニズムは溶接継手近傍の材質的不均一に起因する力学的拘束あるいは多軸応力場の発生が影響を及ぼすことが指摘されている [2]。

過去の研究において、クリープ破断への応力多軸性の影響を検討したものとして、環状切欠き試験片を用いたクリープ試験に関する研究がある。負荷応力が同じであっても切欠き係数が変化することにより破断寿命が大きく変化することが報告されている [3]。その他に、十字型試験片を用いてクリープ試験を行い、ミーゼス型相当応力一定の 2 軸応力下では、最大主応力/最小主応力の比が大きくなる、すなわち単軸から等 2 軸応力条件に変化するに従い、破断寿命が増加することが報告されている [4]。また、キャビティの生成・成長挙動に関する研究は、主に中実丸棒試験片を用いてクリープ試験を行い、破断試験片の破面あるいは中断試験で得られた試料を観察することにより行われている。これより、試験時間の初期段階で多数のキャビティが発生し、試験時間が経過するにつれてキャビティの大きさやその数が増加すること [5] や応力が高い試験条件ではキャビティがき裂形状をなし、応力が低くなるほど円盤形状をなしていること、そしてキャビティが粒界 3 重点に多数発生

していること [6] が明らかにされている。しかし、これらに関する研究はほとんどが単軸応力下で行われたものであり、等 2 軸応力のような応力条件下で行われたものは皆無に等しい。

ところで、多結晶金属に応力を負荷すれば、巨視的には変形が均一であっても、微視的に見れば個々の結晶粒の変形抵抗の違いに起因する結晶粒の変形拘束により、微視的な変形は必ずしも均一とならない。さらに、多軸応力場では、変形抵抗の違いによる変形拘束の他に、応力多軸性の影響による変形拘束も加わる。このためクリープによる結晶粒内および結晶粒界での損傷度合いが異なることが予想される。

本研究では、応力及び応力多軸性により微視的な変形挙動が異なることが予想されることから、粒界キャビティの生成・成長に影響を及ぼす要因を明らかにするため、SUS304 鋼の単軸及び等二軸クリープ試験終了後の金属組織を観察することにより破断時間に及ぼす応力多軸性の影響、および組織観察による結晶粒変形の分布特性と変形拘束との関連性について検討した。

## 2. 試験方法

測定には 923K・大気中の単軸及び等 2 軸応力条件で得られた SUS304 の試料を用いた。試験条件 [4] および材料の化学成分をそれぞれ Table1, Table2 に示す。なお、応力負荷は Fig.1 に示す座標系に従い行われた。

### 2.1 結晶粒形状測定

測定は破断部から約 5mm 離れた領域を対象に 200 倍で撮影した電顕写真から得られた粒界トレース像に画像処理を施すことにより結晶粒形状を認識させた。そして、得られたデータに統計処理を施し、各試料を代表するパラメータ値とした。観察した試料の結晶粒の数は各試料につき 200~600 個であった。観察は Fig.1 の座標系に従い  $xy$  面について行った。また、等 2 軸応力条件においては  $xz$  面についても行った。結晶粒変形を定量化する方法として Fig.2 に示す結晶粒の最大径角度  $\theta$  [7,8] とアスペクト比  $A$  [8,9] を求めた。すなわち、最大径角度は結晶粒の最大径の方向が荷重方向となす角度、アスペクト比は結晶粒に外接する荷重方向と平行な辺を持つ長方形の縦横の 2 辺の比として定義した。ここで、最大径角度は単軸条件では、最大径の方向が荷重方向と一致するとき  $\theta = 0^\circ$ 、荷重方向と直交するとき  $\theta = \pm 90^\circ$  とした。また、等 2 軸条件では、観察面が  $xy$  面の場合、 $y$  方向の荷重方向を  $= 0^\circ$ 、 $x$  方向を  $\theta = \pm 90^\circ$  とし、 $xy$  面では荷重方向 ( $x$  方向) は  $\theta = 0^\circ$ 、荷重方向と直交する方



向( $z$ 方向)を $\theta = \pm 90^\circ$ とした。

## 2.2 キャビティ測定

キャビティの測定は結晶粒変形の測定を行った領域から500倍の倍率で任意に10視野を選び、その領域に含まれるすべてのキャビティを5000倍で写真撮影し、観察野における個数密度及び面積密度を求めた。なお、画像ノイズとの識別が困難であるため、キャビティの直径が約 $0.2\mu\text{m}$ 以上のものを対象とした。また、十分に成長したキャビティはき裂との区別が難しいが、ここでは $3\mu\text{m}$ 以下のものをキャビティとして扱った。

## 3. 試験結果

### 3.1 破断時間及び変形挙動への応力多軸性の影響

Fig.3に最大主応力 $\sigma_{\max}$ と破断時間 $t_r$ との関係を示す。同図より同じ負荷を与えた場合、単軸応力条件に比べて等2軸条件の破断寿命が長くなることがわかる。

Fig.4, Fig.5にTable1に示した条件での単軸応力及び等2軸応力下でのクリープ曲線を示す。なお、座標系はFig.1に従うものとする。同図より、単軸応力下では負荷方向( $\diamond$ 印)では最大約60%、最小でも25%程度のクリープひずみが生じており、負荷応力が高くなるほど破断時の伸びも大きくなる。これに対して、2軸応力下( $\circ, \diamond$ 印)では条件によらず負荷方向に生じるひずみは20%程度しかなく、破断時の伸びはほとんど変化しない。また、負荷を受けていない方向のひずみ(単軸: $\circ, \diamond$ 印, 等2軸: $\triangle$ 印)は、負荷方向でのひずみに比べて単軸と等2軸での違いはほとんど見られない。

Fig.4, Fig.5で得られたクリープ曲線より求めた単軸応力下及び等2軸応力下における各軸方向のクリープひずみ速度と寿命比との関係をFig.6, Fig.7に示す。なお、負荷を受けていない方向のひずみ速度(単軸: $\circ, \diamond$ 印, 等2軸: $\triangle$ 印)は体積不変則により負の速度を持つが、ここでは負荷方向のひずみ速度と比較するため、正の値として扱った。Fig.6より高応力条件では、全寿命においてひずみ速度は遷移・定常・加速の3つの領域を持つことがわかる。しかし、低応力条件では、ひずみ速度は遷移域を経て一度極小値をとり、その後定常領域に達し、再び加速域に入る傾向をもつことがわかる。Fig.7より等2軸応力条件下の場合でも、単軸と同様の傾向が見られるが、その程度は小さい。

### 3.2 結晶粒変形への応力多軸性の影響

Table3 に各試験条件における画像解析の結果を示す。Fig.8～Fig.10 に測定で用いた試料の結晶粒界の様子を示す。また各試験条件における粒界トレース像に画像処理を施して得られた最大径角度分布を Fig.11～Fig.13 に示す。

Fig.11 より、受入れ材、212Hr.、19809Hr.のいずれの条件でも角度分布はほとんど平坦であるが、結晶粒の角度分布のピークがわずかに負荷方向に見られる。しかし、3つのケースの値がほとんど同じであることから圧延の影響であると考えられる。また、受入れ材と19809Hr.時効材とでは、角度分布に違いが見られないことから、時効による炭化物の析出等が角度分布に及ぼす影響はほとんどないと考えられる。

Fig.12 より単軸応力下では、いずれの条件でも  $\theta = 90^\circ$  付近に分布のピークがみられ、応力が高くなるにつれて負荷方向に伸びた結晶粒の割合が高くなる。これは、負荷応力が大きいと試験片に大きな変形が生じ、無負荷時ではランダムであった結晶粒変形が負荷方向に揃うことを示している。しかし、負荷応力が小さくなるに従い、分布のピークは小さくなる傾向が見られる。また(c)のxy面の分布は受け入れ材に近い分布を示すことがわかる。これに対して、Fig.13の等2軸応力条件の場合、xy面では単軸応力に比べて比較的大きな応力が負荷されているにもかかわらず、 $\theta$  は  $-90^\circ \leq \theta \leq 90^\circ$  にわたってほとんど平坦な分布を示し、単軸応力下で見られた変形が方向性はみられない。また、zx面では、負荷方向で分布のピークが見られる。しかし、見かけ上は単軸と同じ負荷条件であることを考えると、Fig.12(a)と13(b)ではほぼ同じ応力が負荷されているにもかかわらず、角度分布の挙動が大きく異なり、zx面での負荷方向への変形が単軸条件の場合に比べ抑制されていることがわかる。

アスペクト比の分布を Fig.14～Fig.16 に示す。Fig.14 より、受入れ材、212Hr.、19809Hr.のいずれの条件でもアスペクト比がほとんど1近傍にあり、時効時間によらず直交する2方向の長さが等しいことがわかる。Fig.15の単軸応力下では、応力が小さくなるに従い分布のピークが1に近づく傾向が見られ、応力が小さくなると負荷方向に伸びた結晶粒の割合が減少することがわかる。また、Fig.15(c)のxy面では分布のピークが1付近にあり、変形が等方的に起きている。

これに対して、Fig.16の等2軸応力下のxy面では、単軸応力に比べ比較的大きな応力が負荷されているにもかかわらず分布のピークが1付近にあり、結晶粒の変形が等方的に起きていることがわかる。これは、単軸応力負荷では負荷方向に結晶粒の変形が起こるのに対して、等2軸応力負荷では、Fig.5

から明らかなように負荷方向に生じるひずみがほとんど同じ大きさであるため、結晶粒は最初の形状比を保ちながら変形が進行すると考えられる。しかし、 $zx$ 面では負荷応力が高いほど分布のピークが1より離れる傾向が見られる。

Fig.17 はアスペクト比の平均値  $A_m$ と破断時間との関係を示したものである。なお、図中の破線は受け入れ材の値をあらわす。同図より、単軸条件の  $xy$ 面では、 $A_m$ は破断時間が長くなるにつれて受け入れ材の値に近づき、結晶粒の負荷方向への変形が小さくなることがわかる。また、データが1点しかないが、 $zx$ 面では  $A_m$ は受け入れ材とほとんど差がない。破断時間が長くなるにつれて負荷方向( $xy$ 面)と半径方向( $xy$ 面)での結晶粒の変形に差が無くなることが予想される。これに対して、等2軸条件の  $xy$ 面では、変形が等方的に生じるため、 $A_m$ は破断時間によらずほとんど変化しない。しかし、 $xy$ 面では、破断時間が長くなるにつれて受け入れ材の値に近づき、結晶粒の負荷方向への変形が小さくなることがわかる。また、 $xy$ 面での結晶粒の変形は、見かけ上は単軸条件の  $xy$ 面での結晶粒変形と等価であるとみなすことができるが、単軸条件に比べ大きな応力が負荷されているにもかかわらず  $A_m$ の値は小さい。この原因として、応力多軸性の影響により巨視的変形が単軸条件の場合に比べ抑制されていることと対応して、結晶粒の変形も抑制されていることが考えられる。また、等2軸条件でも、破断時間が長くなるにつれて  $A_m$ の値の変化は程度が少ないものの単軸条件と同様の傾向がみられることが予想される。すなわち、単軸条件では、破断時間が長くなるに従い負荷方向とその直交方向の結晶粒の変形に差が無くなることを示している。また、等2軸条件でも同様の傾向が見られることから、単軸長時間での結晶粒変形は等2軸条件でのものと良く似た破壊形態を示すことが予想される。

### 3.3 キャビティ発生分布への応力多軸性の影響

Fig.18, 19 に SEM 観察により得られた各条件における代表的なキャビティの写真を示す。また、画像解析を施すことにより得られたキャビティが発生した結晶粒界の負荷方向からの傾きの分布をそれぞれ Fig.20, 21 に示す。

Fig.18, 19 より、キャビティは単軸応力負荷、等2軸応力負荷の場合ともに炭化物と母材の界面と思われる場所から発生する傾向が見られた。

Fig.20, 21 より単軸応力条件の場合では負荷応力が小さくなるにつれてキャビティが発生する結晶粒界の角度分布のピークが負荷方向からその垂直方向に変化することがわかる。また(c)の  $zx$ 面での分布は、負荷方向で最大のピークをとり、Fig.20(a)や(b)と良く似た傾向を示す。一方、等2軸条件では、

xy と zx 面での分布の違いはほとんど見られず，負荷方向との対応関係も見られない。

Fig.22 に単位面積におけるキャビティの個数(面積密度)と破断時間，及び単位面積に占めるキャビティの面積の割合(面積率)と破断時間との関係を示す。同図より，面積密度は応力条件によらず，破断寿命が長くなるにつれて増加する傾向が見られる。また，xy と zx 面での面積密度の違いもほとんど見られない。一方，面積率は，いずれの応力条件・観察面においても破断寿命が長くなるにつれて増加する。一方，等 2 軸条件でのものは単軸条件のものに比べ大きな値をとる。これより，単位面積に生じるキャビティの数は応力状態によらず，ほとんど同じである。しかし，面積密度は単軸条件に比べ等 2 軸条件でのものの方が大きいことから，等 2 軸条件下ではキャビティの成長が加速されることが示唆される。

#### 4.考察

##### 4.1 単軸及び等 2 軸応力下での破断強度

Fig.3 より同じ負荷を与えた場合，単軸応力条件に比べ等 2 軸条件の破断寿命のほうが長くなる結果が得られた。この点と破壊機構との関連について検討した。Fig.23 に各応力条件での破断面に占める粒界破面の割合(粒界破面率)と負荷応力との関係を示す。同図より，単軸、等 2 軸条件ともに負荷応力が小さくなるほど粒界破面率は増加し，破壊形態が粒内破壊から粒界破壊に遷移する様子がわかる。また，負荷応力が同じであれば，単軸に比べ等 2 軸条件下での粒界破面率は大きい。粒界破壊が主に結晶粒界に発生したキャビティの連結により起こるとするなら，応力多軸性の影響によりキャビティの生成・成長が活発に起こり， Fig.22 で示した結果を裏づけることになる。

次に，これを変形の立場から検討すると，Fig.6,7 で示した最小ひずみ速度を用いて求めた単軸及び等 2 軸応力条件での最小クリープひずみ速度と負荷応力との関係を Fig.24 に示す。なお，最小クリープひずみ速度は，ひずみ速度が最小値を示す時点でのひずみとその点から 0.2%増加した点とがなす勾配として求めた。同図より，負荷応力が同じとき，等 2 軸条件での最小クリープひずみ速度は，単軸条件でのものに比べ小さいことがわかる。Fig.24 における負荷応力と最小ひずみ速度との関係は次のように表される。

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n \quad (1)$$

これより，単軸条件では負荷応力が小さくなると共に n の値は，n=9.33, 11.03, 16.45 の順に増加する。また，等 2 軸条件下では 150MPa 付近までは n=8.93

となり、単軸条件の場合に近い値をとる。データ点が少ないため断定は出来ないが、等2軸条件でも、負荷応力が小さくなるにつれて単軸条件と同様に  $n$  の値が変化する傾向が予想される。しかも、単軸・等2軸ともに  $n$  の値が変化する点は Fig.23 において粒界破面率が 50% を超える点とほぼ対応していた。新谷らによれば SUS304 のクリープ試験を行い、破断寿命が長くなるに伴ない、破壊機構が粒内破壊、くさび型き裂破壊、キャビティ型破壊、 $\sigma$  相型破壊の順に遷移することを報告している [10]。新谷らの報告した破壊機構が遷移する時間と本研究で得られた  $n$  の値が変化する時間ともほぼ対応しており、Fig.24 の  $n$  の値の変化は破壊機構を反映した結果であると考えられる。

#### 4.2 結晶粒の変形と変形拘束

Baily-Hirsch の関係より応力と転位密度との間には次の関係が成り立つ。

$$\sigma = A\sqrt{\rho} \quad (2)$$

ここで、 $\sigma$  は応力、 $\rho$  は転位密度である。これより、ある負荷応力を基準とすれば、

$$\frac{\rho}{\rho_{ref}} = \left( \frac{\sigma}{\sigma_{ref}} \right)^2 \quad (3)$$

なる関係が得られる。また、Orwan の関係より、ひずみ速度と運動転位密度との間には次の関係が成り立つ。

$$\dot{\epsilon} = A\rho_m b v \quad (4)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}$  はひずみ速度、 $A$  は定数、 $\rho_m$  は運動転位密度、 $b$  はバーガース・ベクトル、 $v$  は転位の平均運動速度である。また、 $v$  は近似的に次のように与えられる。

$$v \cong v_0 \exp\left(-\frac{H_0}{kT}\right) \quad (5)$$

ここで、 $v_0$  は定数、 $H_0$  は活性化エネルギー、 $k$  はボルツマン係数、 $T$  は温度である。これより、温度一定条件では  $v$  は一定となり、

$$\dot{\epsilon} \propto \rho_m \quad (6)$$

なる関係が得られることがわかる。これより、ある負荷応力のときのひずみ速度を基準とすれば、次の関係が成り立つ。

$$\frac{\rho_m}{(\rho_m)_{ref}} = \frac{\epsilon}{\epsilon_{ref}} \quad (7)$$

Fig.25(a),(b)に 196MPa の単軸応力を負荷した場合を基準として、生じた転位密度と運動転位密度の割合の変化を示す。なお、等 2 軸試験の場合については、負荷方向に生じる値の平均を用いた。Fig.25(a)より、材料に負荷をかけることにより導入される転位密度の割合は最大の負荷応力の場合と最小の負荷応力の場合とでは 10 倍程度の違いでしかないのに対して、Fig.25(b)からわかるように運動転位密度の割合は約  $10^4$  倍の違いがあることになる。このことは、応力負荷により導入される転位密度は負荷応力の大小によらずほぼ等しいが、運動転位密度は負荷応力が小さくなるにつれ、著しく減少することから、析出物や結晶粒界といった障害物により動けない転位の割合が増加したことが予想される。

材料に初期荷重をかけると同時に転位が導入され、負荷応力が大きいほど導入される転位密度も大きくなる。そして、変形が進むにつれて転位の増殖および運動も活発になる。その一方で、結晶粒界や析出物等の障害物により転位の運動は妨げられる。また、負荷時に導入された転位も障害物として転位の運動を妨げる。このため、析出物や結晶粒界では転位の堆積に起因する局所的な応力集中が生じることが予想される。しかし、十分大きな応力が与えられれば、障害物により運動が妨げられた転位は、動きやすい別のすべり面を動くことが出来る。このため、転位の堆積が起こることにより生じる局所的な応力集中は緩和されると考えられる。

和田らは室温で予変形した SUS304 を温度・応力一定条件でクリープ試験を行うと、予変形が大きいほどクリープ速度は低く、延性は低下し、破断時間が長くなることを報告している [11]。このことは、冷間加工により導入された転位が多いほど障害物に堆積する転位も多くなり、クリープ速度、延性はともに低下し、破断時間は伸びることを示している。これと関連して、初期荷重を負荷した際、負荷応力に比例して障害物に堆積する転位の数も増加する。しかし、負荷応力が降伏応力以上であれば、運動転位は障害物をさけて別のすべり面を動くことが出来る。また、変形と共に転位密度は増加するが、転位同志の反応により消滅するため、結果的には減少すると考えられる。これに対して、降伏応力以下では、変形が転位の上昇により律則され、障害物に堆積した転位はすべりが起こるまで動くことが出来ないため、負荷応力が降伏応力以上の場合に比べ、障害物に堆積した転位が多くなることが予想される。高応力条件では破断延性が大きく、クリープ速度が速いのに対して、低応力条件では破断延性が小さく、クリープ速度も遅いことと対応すると考

えられる。また、Fig.9に見られた、低応力条件ではクリープひずみ速度が、一度最小値をとり、再び定常値をとることも説明できる。

負荷応力が降伏点より大きいと、負荷応力により与えられたエネルギーは結晶粒がすべり変形を起こすことにより消費される。これに対して、結晶粒がすべり変形を起こすことができない降伏点以下では、転位が堆積する析出物界面や結晶粒界にエネルギーが蓄えられる、すなわち損傷が蓄積されることになる。そして、エネルギーが析出物の界面や結晶粒界に蓄えられることにより析出物の界面や結晶粒界で垂直応力を生じると考えられる。キャビティはこれらの垂直応力により律速されることから、降伏応力を境にした微視的な組織形成の違いがキャビティの生成・生長挙動に影響を及ぼしていることが予想される。

## 5. 結言

単軸及び等 2 軸応力条件下で損傷を受けた SUS304 を用いて結晶粒形状の測定を行い、結晶粒変形と粒界キャビティの発生との関連性及び応力多軸性の影響について検討を行い以下の知見を得た。

- (1) 応力と破断寿命の関係は、等応力条件下では単軸試験に比べ等 2 軸応力試験の方が長くなる。
- (2) 結晶粒の最大径方向が負荷方向となす角度の分布は、単軸条件の場合、 $xy$  面では負荷応力が小さくなるにつれて分布のピークが平坦になる。一方、等 2 軸条件の場合、 $xy$  面では負荷応力によらず分布は平坦なままである。 $zx$  面では負荷応力が小さくなるに伴い分布のピークが平坦となる。
- (3) 結晶粒のアスペクト比の分布は、単軸条件の場合、 $xy$  面では負荷応力が小さくなるにつれて分布のピークが 1 に近づく。一方、 $xy$  面では負荷応力によらず、ピークは 1 付近にある。 $zx$  面では負荷応力が小さくなるに伴い分布のピークが 1 に近づく。
- (4) 単軸条件に比べ等 2 軸条件ではキャビティの成長が加速される傾向が見られた。

## 6. 謝辞

最後に、本研究を行うに当たり、常陽産業(株)富田正人氏、菅谷全氏の協力を得た。また、坂根政男 立命館大学 教授には、研究を進めるうえで有用な助言をいただいただけでなく、貴重な等 2 軸クリープ試験で得られた金属組織の使用を快諾していただいた。これらの人々に深く感謝する。最後に、

機器構造安全工学グループの関係各位に改めて感謝する。

## 7. 参考文献

- [1]桜井ほか，日本金属学会誌，48-8，771(1984)
- [2]山内ほか，高温強度シンポジウム前刷集，70(1995)
- [3]たとえば桜井ほか，材料，47,1743(1984)
- [4]向井ほか，材料，45，559(1996)
- [5]Cane,B.J.,Greenwood,G.W.,Metal. Sci.,9,55(1975)
- [6]Chen,I-W.,Argon,A.S.,ActaMet., 29, 1759(1981)
- [7]石崎ほか，火力原子力発電，40，549(1989)
- [8]馬木ほか，石川島播磨技報，29，162(1989)
- [9]野中ほか，材料とプロセス，1-6，1762(1988).
- [10]新谷ほか，鉄と鋼，69，1668(1983)
- [11]和田ほか，材料，35，398(1986)



Table1 Test conditions and results.

## (a) uniaxial tests at 923K in Air

Stress(MPa)	Time to Rupture(hr.)	Min. creep strain rate(%/hr.)
176.4	26.0	1.08E-04
137.2**	212.3	8.59E-04
117.6	1039.0	4.28E-03
107.8	1740.8	1.42E-02
98.0**	3884.8	3.20E-02
88.2	8454.2	1.45E-01
78.4**	19809.2	1.18E+00

## (b) biaxial tests at 923K in Air

Stress <sup>*1</sup> (MPa)	Rupture time(hr.)	Min. creep strain rate <sup>*2</sup> (%/hr.)
196.0**	178.4	8.21E-02
166.6	554.0	1.56E-02
148.0	2598.0	6.83E-03
127.4**	4720.0	8.00E-04

\*1 Mises' equivalent stress

\*2 Mises' equivalent strain

\*\* use for analysis

Table2 Chemical compositions of material tested.

## (a) material for uniaxial test

wt. /%

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.05	0.59	0.87	0.026	0.002	8.94	18.59

## (b) material for biaxial test

wt. /%

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.05	0.52	1.31	0.280	0.02	8.44	18.31

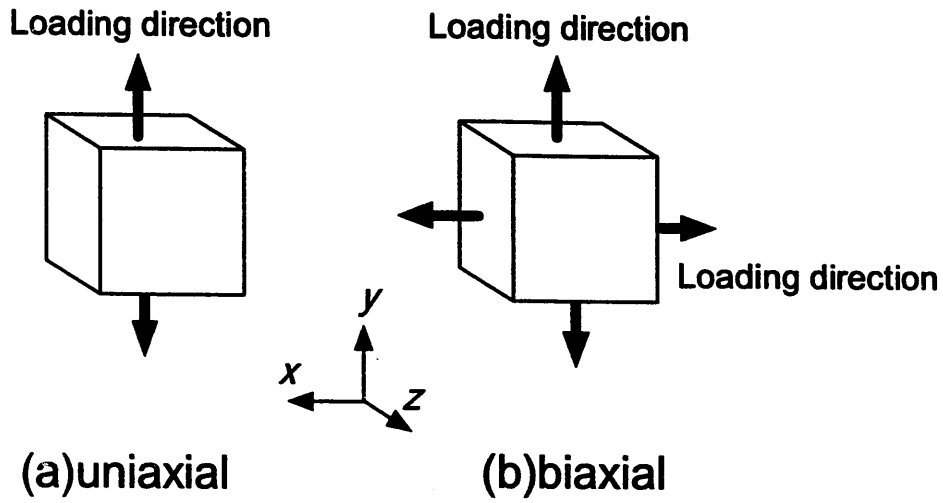
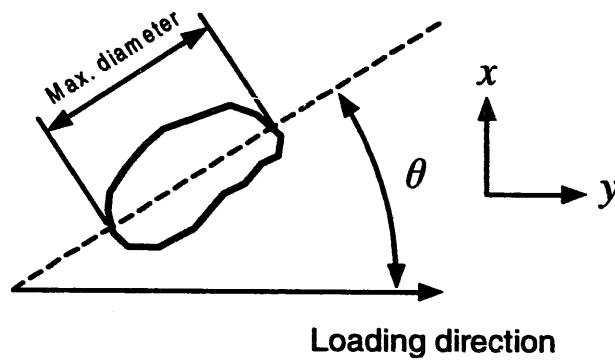
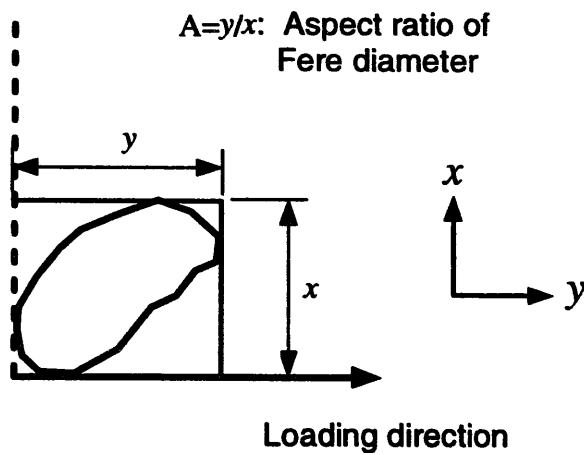


Fig.1 Definition of principal direction.

$\theta$  : Inclination of loading direction



(a) inclination of loading direction



(b) aspect ratio of fere diameter

Fig.2 Definition of parameters.

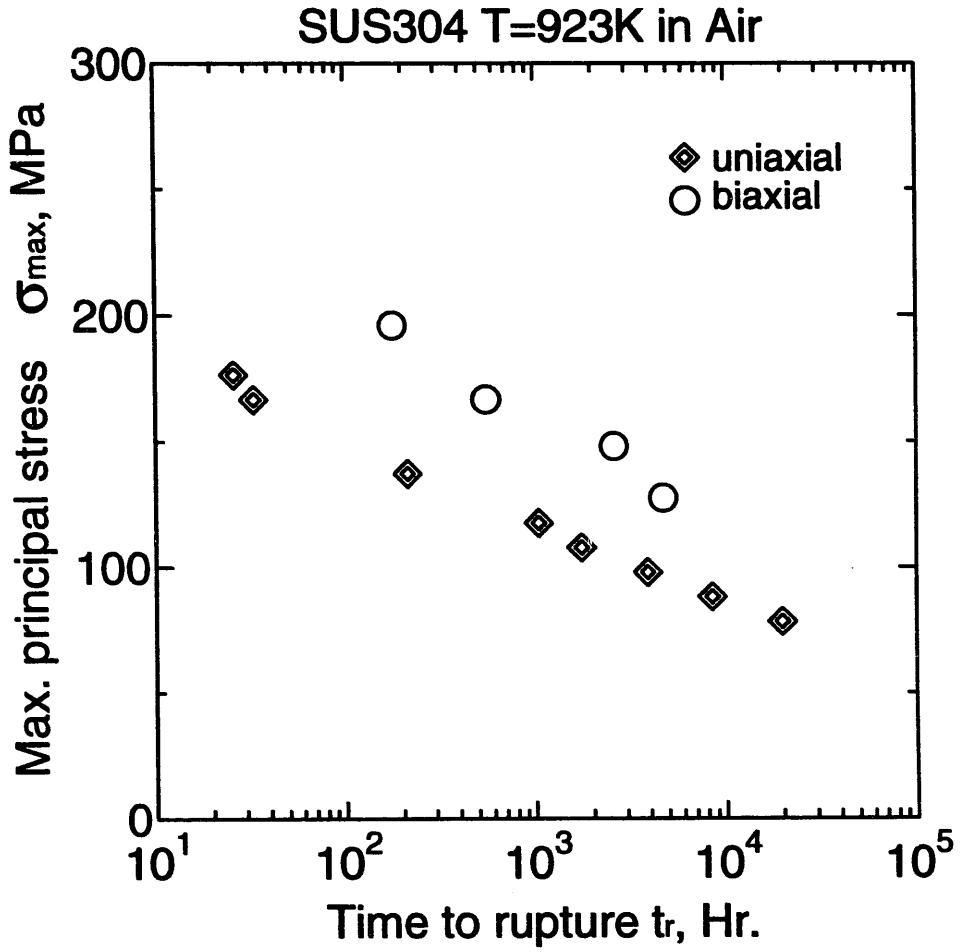


Fig.3 Correlation of time to rupture with max. principal stress.

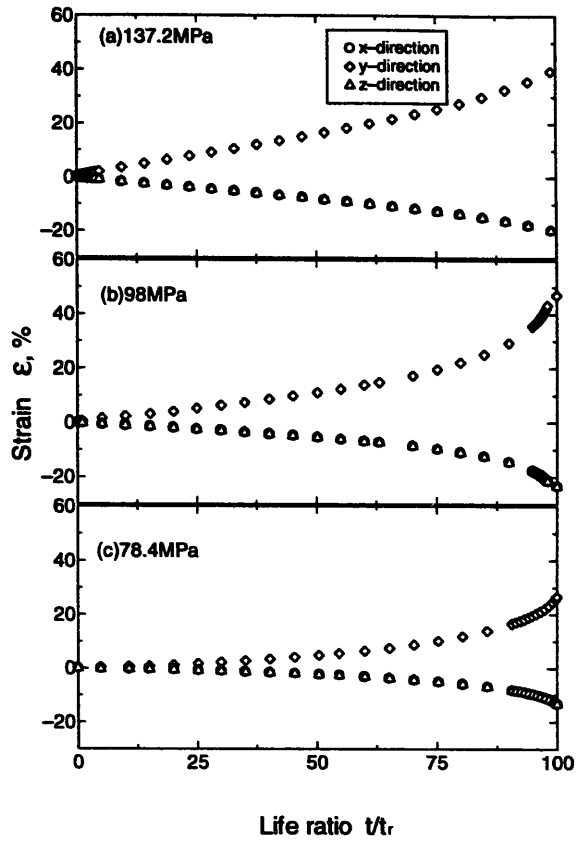


Fig.4 Creep curves in uniaxial tests.

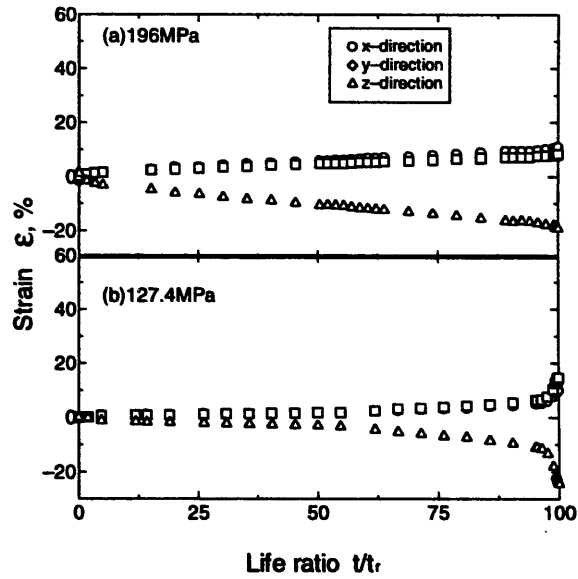


Fig.5 Creep curves in biaxial tests.

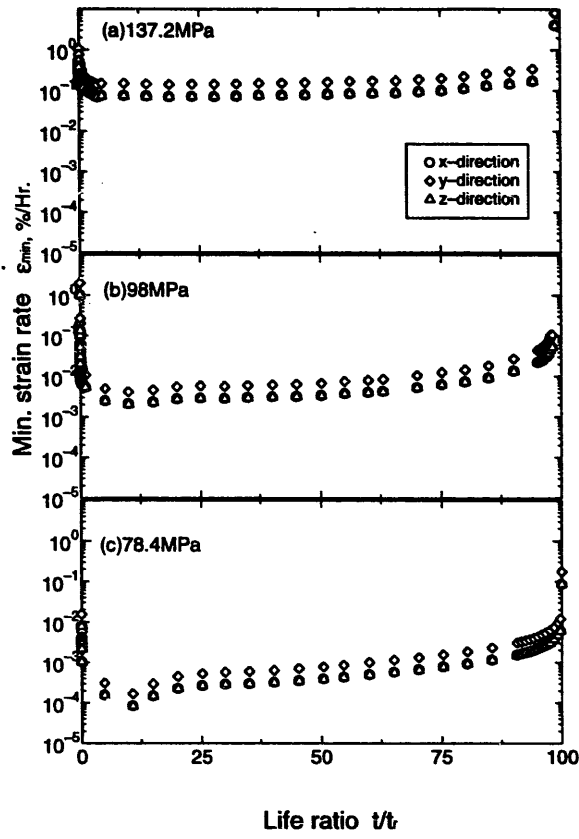


Fig.6 Relationship between life ratio and creep strain rate in uniaxial test.

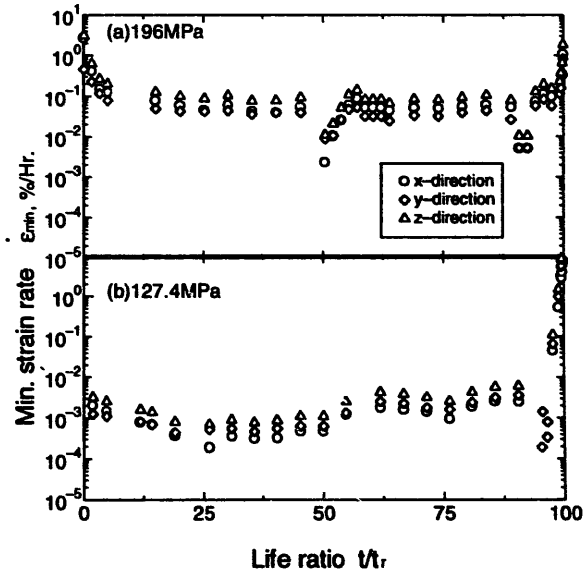


Fig.7 Relationship between life ratio and creep strain rate in multiaxial test.

Table3 Results of image analysis.

(a)aged material.

T.P. No.	Time to rupture(hr.)	Direction	Number of grain	S <sub>m</sub>	A <sub>m</sub>
A	As received	<i>x-y</i>	1145	44.54	1.24
B	212.3	<i>x-y</i>	1227	43.73	1.35
D	19809.2	<i>x-y</i>	1006	44.58	1.34

(b)uniaxial tests.

T.P. No.	Time to rupture(hr.)	Direction	Number of grain	S <sub>m</sub>	A <sub>m</sub>
B	212.3	<i>x-y</i>	317	16.81	3.11
C	3884.8	<i>x-y</i>	233	25.29	2.13
D	19809.2	<i>x-y</i>	287	35.00	1.60
		<i>z-x</i>	1153	46.87	1.26

(c)biaxial tests.

T.P. No.	Time to rupture(hr.)	Direction	Number of grain	S <sub>m</sub>	A <sub>m</sub>
E	178.4	<i>x-y</i>	647	46.84	1.26
		<i>z-x</i>	1143	31.07	1.74
F	4720.0	<i>x-y</i>	514	48.86	1.18
		<i>z-x</i>	1418	42.48	1.45

S<sub>m</sub>: Standard deviation of distribution of gradient from loading directionA<sub>m</sub>: Mean of aspect ratio

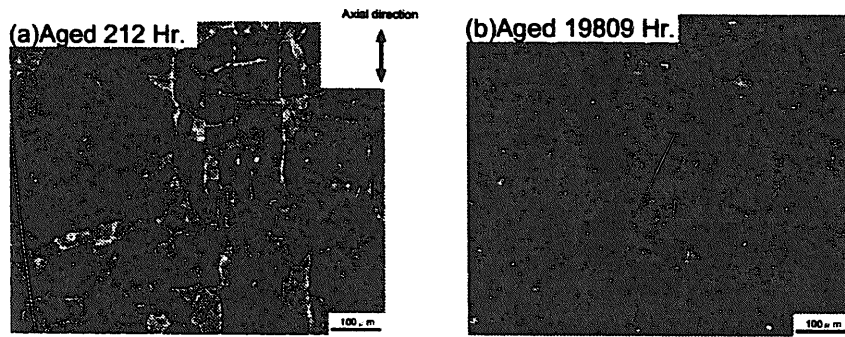


Fig.8 Microstructure of aged materials.

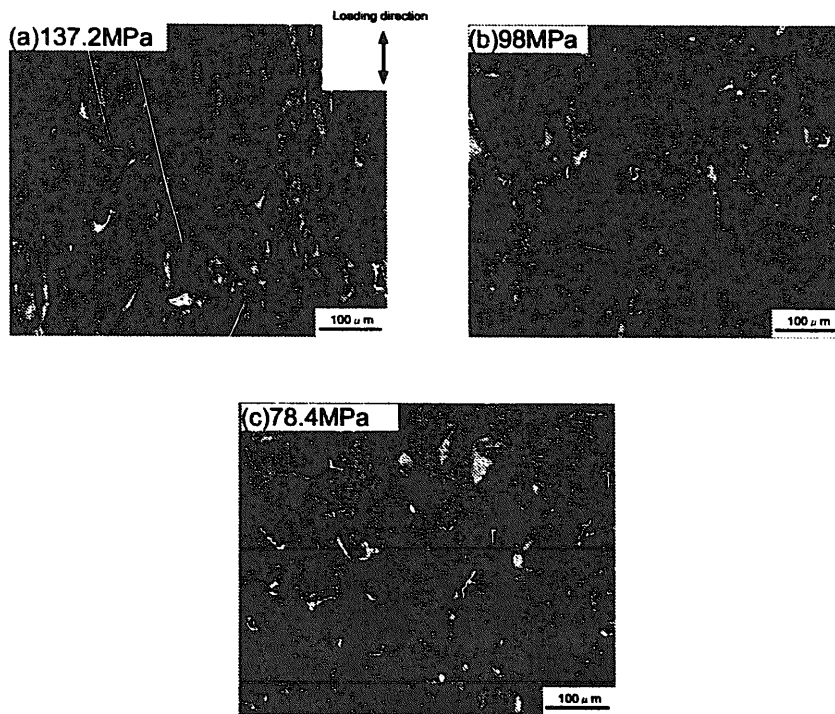


Fig.9 Microstructure of materials in uniaxial tests.

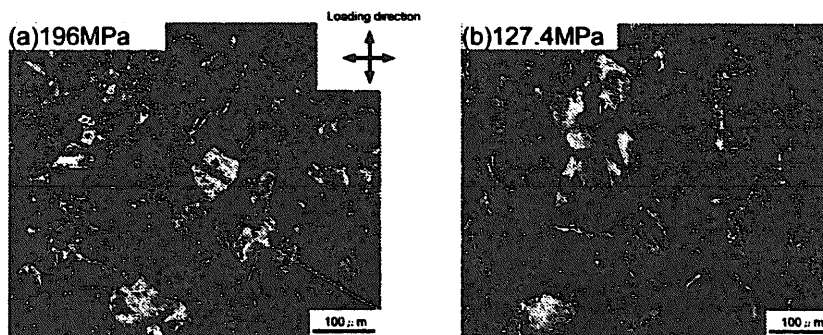


Fig.10 Microstructure of materials in biaxial tests.

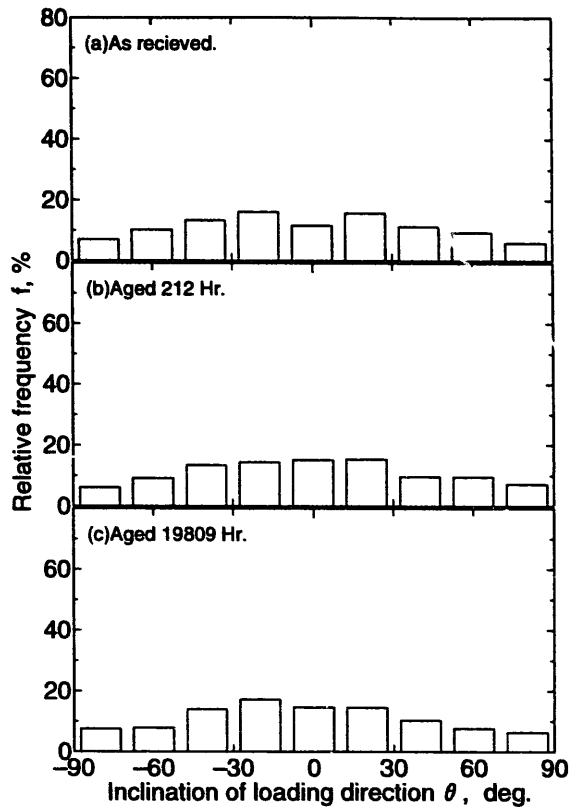


Fig.11 Histogram of  $\theta$  of aged material.

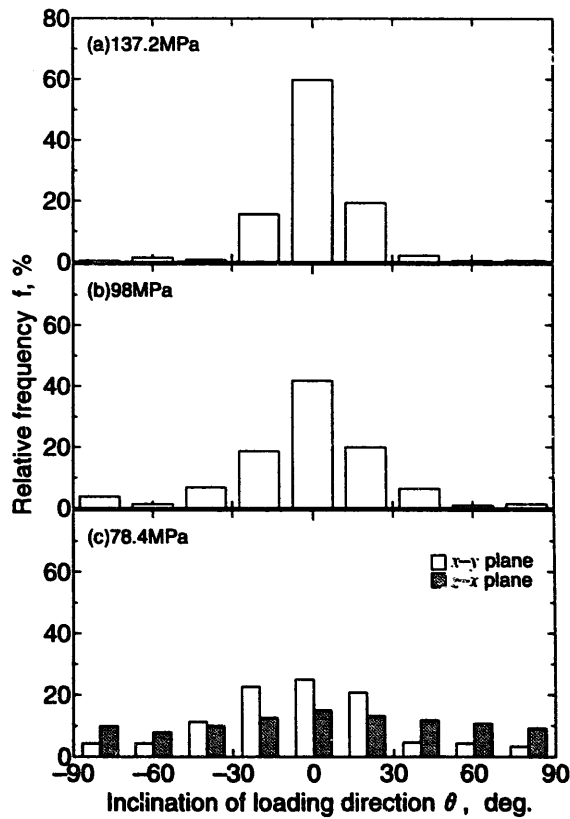


Fig.12 Histogram of  $\theta$  in uniaxial test.



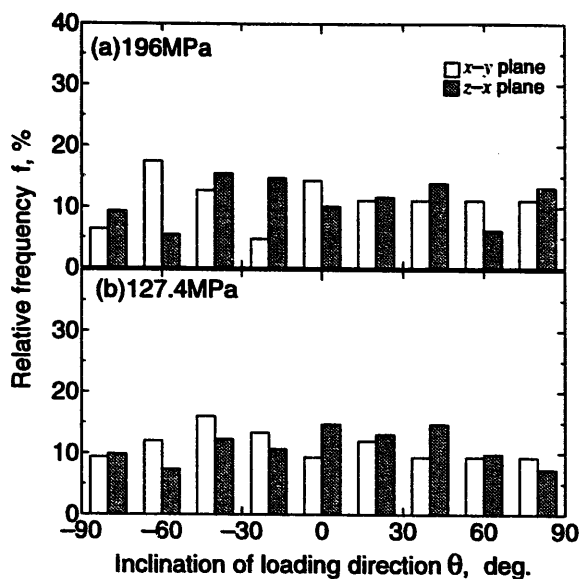


Fig.13 Histogram of  $\theta$  in biaxial test.

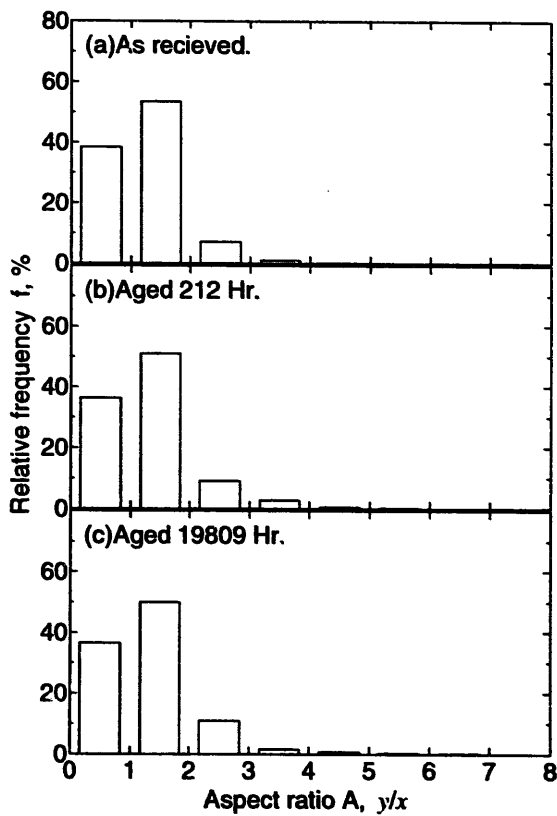


Fig.14 Histogram of aspect ratio of aged material.

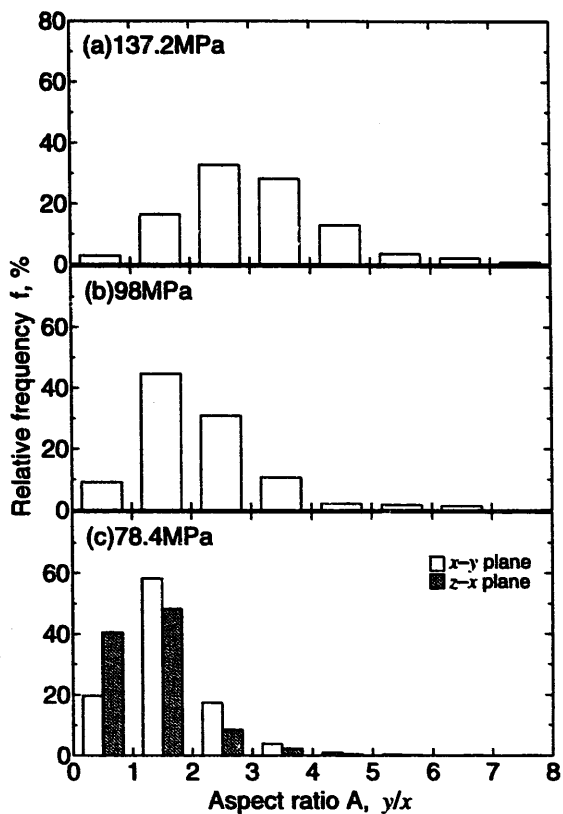


Fig.15 Histogram of aspect ratio in uniaxial tests.

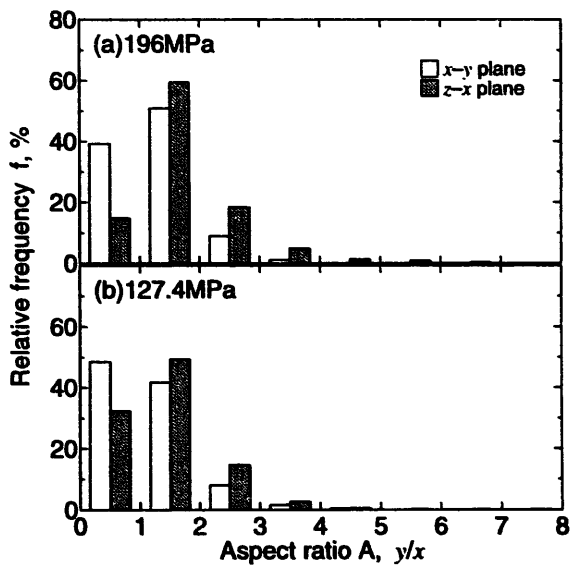


Fig.16 Histogram of aspect ratio in biaxial tests.

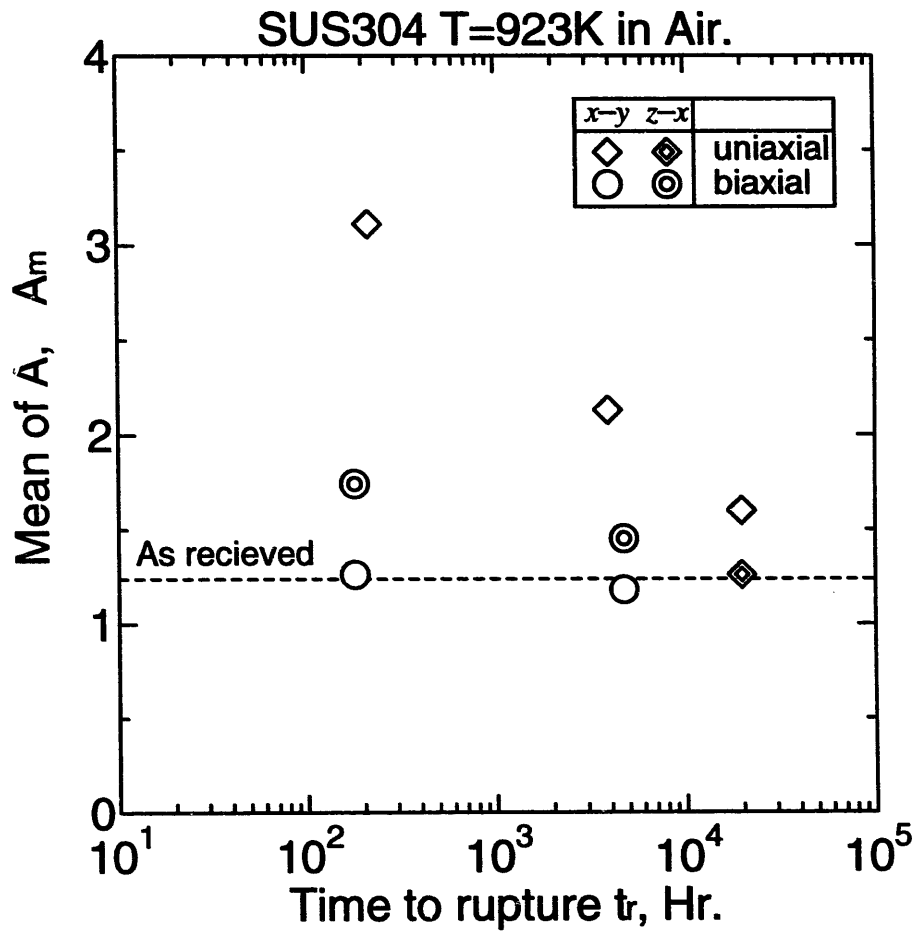


Fig.17 Relationship between time to rupture and mean of A.

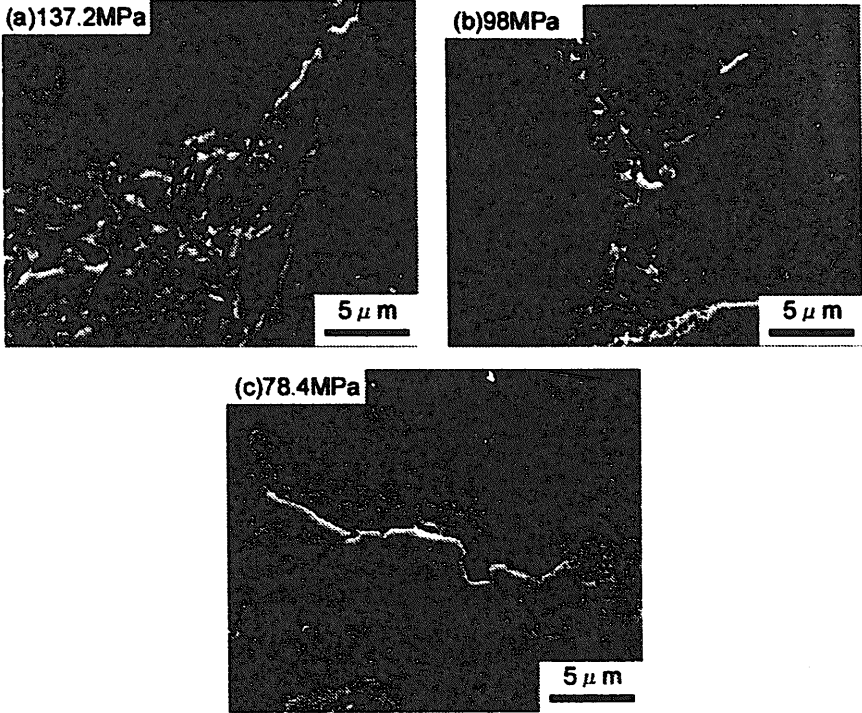


Fig.18 Morphology of cavities in uniaxial tests.

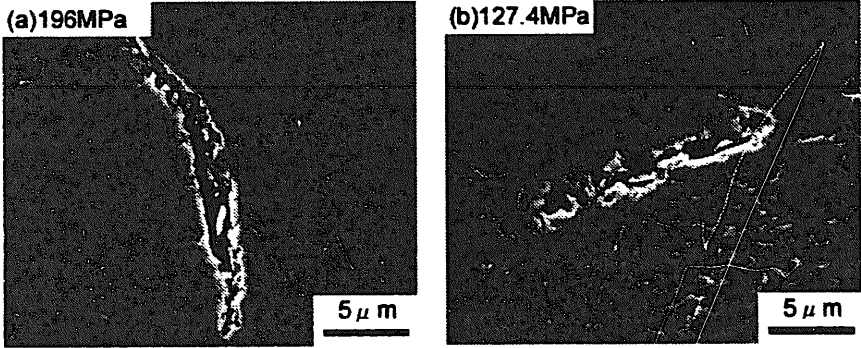


Fig.19 Morphology of cavities in biaxial tests.

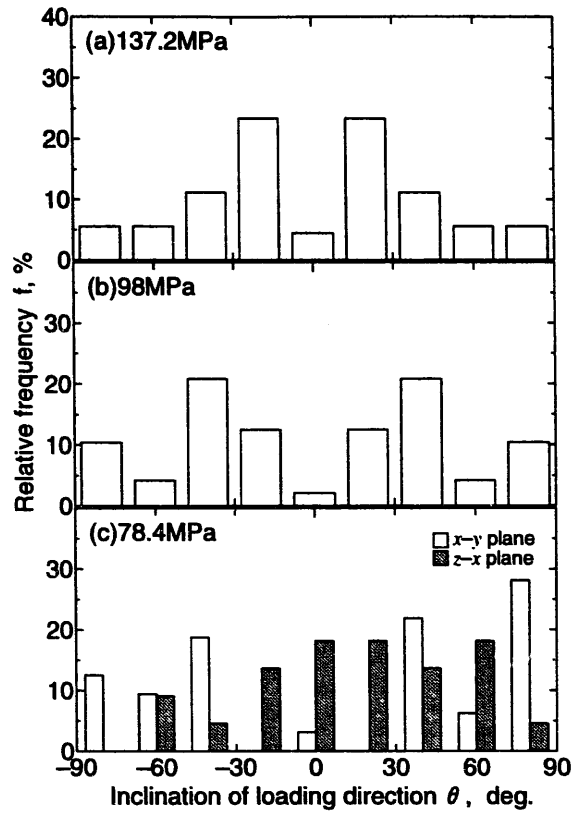


Fig.20 Histogram of gradient of cavitated grain boundary from loading direction in uniaxial tests.

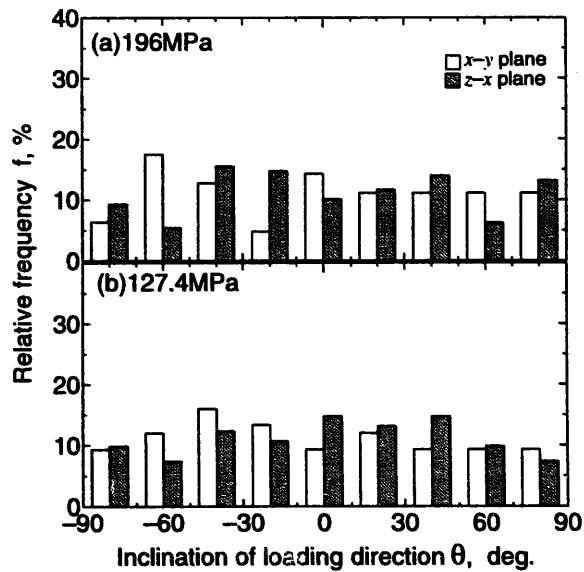


Fig.21 Histogram of gradient of cavitated grain boundary from loading direction in biaxial tests.

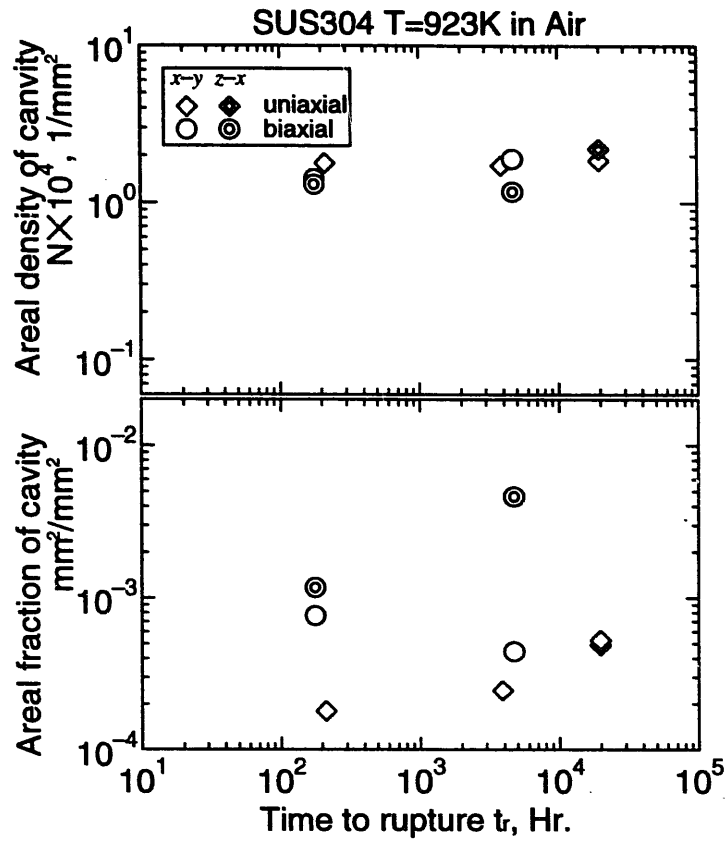


Fig.22 Relationship between time to rupture and areal density, areal fraction of cavity in each test.

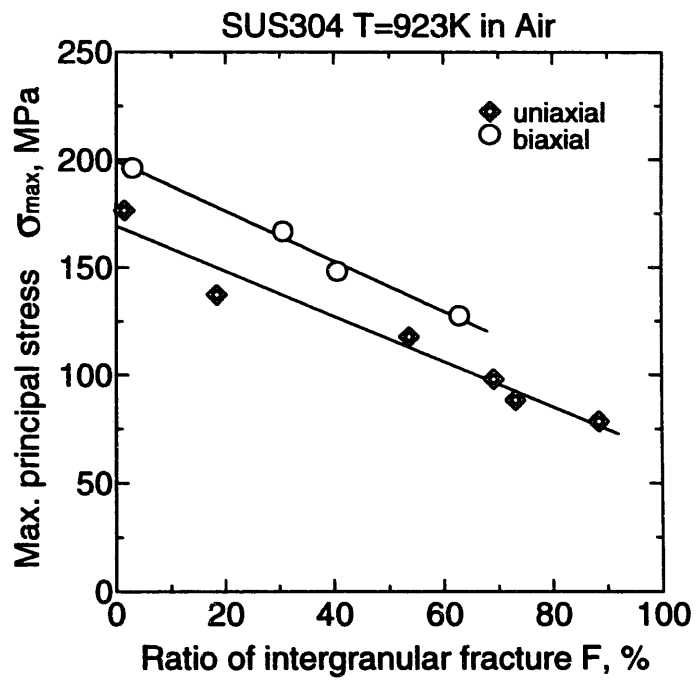


Fig.23 Relationship between max. principal stress and ratio of transgranular fracture.

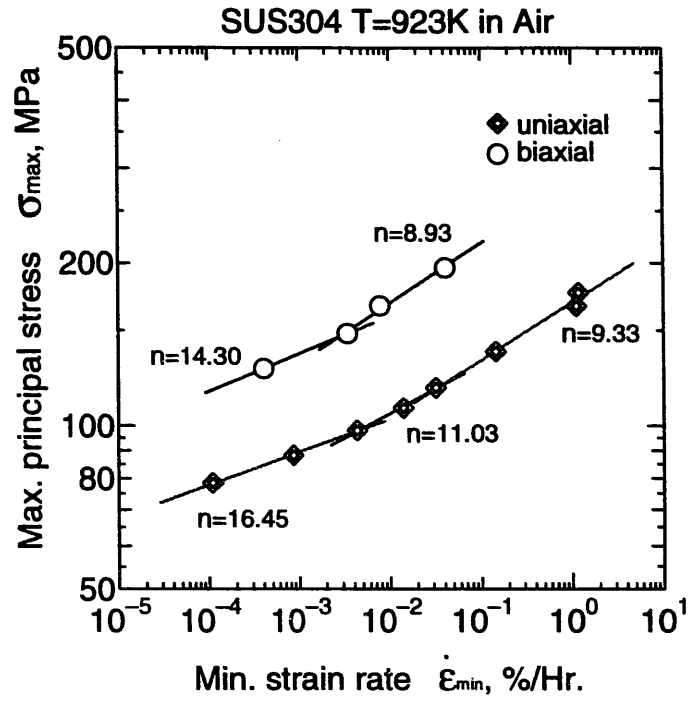


Fig.24 Relationship between max. principal stress and min. creep strain rate.

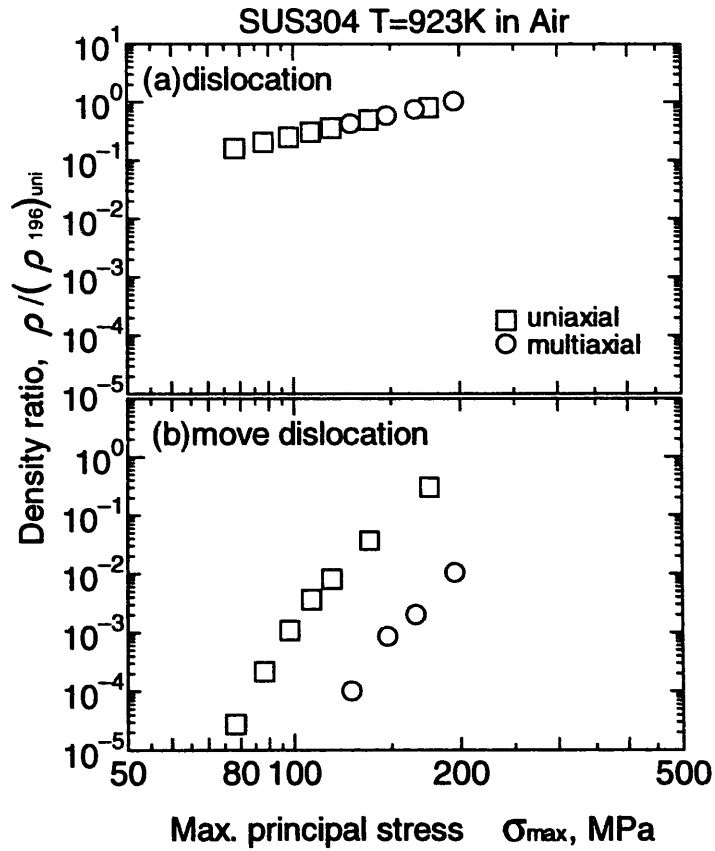


Fig.25 Relationship between max. principal stress and density ratio of dislocation, density ratio of move dislocation.