

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

— 先行基礎工学分野に関する平成8年度報告書 —

1997年3月

動力炉・核燃料開発事業団

大洗工学センター

複製又はこの資料の入手については、下記にお問い合わせ下さい。

〒311-13 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002

動力炉・核燃料開発事業団

大洗工学センター

システム開発推進部技術管理室

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to : Technology Management Section, O-arai Engineering Center, Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation 4002 Narita-machi, O-arai-machi, Higashi-Ibaraki, Ibaraki-Ken 311-13, Japan.

動力炉・核燃料開発事業団

(Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation) 1997

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

ー 先行基礎工学分野に関する平成8年度報告書ー

澤田 浩太*・丸山 公一**・小峰 龍司***・永江 勇二***

要旨

材料がクリープ変形すると、種々の組織変化が起こる。これらの組織変化は、クリープ寿命の推定に使用できる場合がある。本報では、高速炉の蒸気発生器材料として開発された Mod.9Cr-1Mo 鋼のクリープ変形に伴う組織変化を調査し、どの組織因子が寿命評価において適切かを検討した。

巨視的な組織変化であるボイド成長、ラス組織の応力軸方向への配向、結晶粒の伸びはくびれ部のみで顕著である。したがって、これらの組織変化は寿命評価には使用できない。

微視的な組織因子のうち、ラス幅、ラス内の転位密度は変形により大きく変化する。変形初期からラス幅は増加し、転位密度は減少する。これらの組織変化は三次クリープ域の変形加速の原因である。ラス幅、ラス内の転位密度は、破断前に飽和値に達する。飽和値は温度に依存せず、応力のみによって決まる。本材料が実際に使用される低応力では、これらの組織因子が大きく変化する。したがって、ラス幅、ラス内の転位密度は寿命評価に有用な組織因子である。

変形部の硬さは、ラス幅、ラス内の転位密度と相関があり、硬さ測定により、これらの組織変化を評価することが可能である。

* 研究生 (東北大学工学部 材料物性学専攻)

** 客員研究員 (東北大学工学部 材料物性学科 教授)

*** 大洗工学センター 安全工学部 機器・構造安全工学室

Creep Life Assessment of Mod.9Cr-1Mo steel.

(Part I) Quantitative evaluation of microstructural damage in creep rupture specimens.

Kota Sawada* Kouichi Maruyama** Ryuji Komine*** Yuji Nagae***

ABSTRACT

Several microstructural changes take place in a material during the course of creep. These changes can be a measure of creep life consumption. In this paper, microstructural changes in Mod.9Cr-1Mo steel were studied in order to examine their ability as the measure of creep life consumption.

Macroscopic structural changes, such as void growth, rotation of lath structure toward the tensile axis and elongation of grains, are evident only in the necked portion of ruptured specimens. These macroscopic structural changes are not useful for creep life assessment.

Lath width increases and dislocation density within lath decreases with increasing creep duration. These changes in dislocation substructure start in the early stage of creep life, and cause the increase of strain rate in the tertiary creep stage. The lath width and the dislocation density reach a stationary value before rupture. The stationary values are independent of temperature, and uniquely related to creep stress normalized by shear modulus. The extent of these microstructural changes are greater at lower stresses under which the material is practically used. These facts suggest that the lath width and the dislocation density within lath can be a useful measure of creep life consumption.

Hardness of crept specimens is closely related to the lath width and the dislocation density within lath. The changes of these microstructural features can be evaluated by the measurement of hardness.

* Research Worker (Graduate Student, Tohoku University)

** Visiting Researcher (Faculty of Engineering, Tohoku University)

*** Structural Safety Section , Safety Engineering Division , Oarai Engineering Center

目次

1. 緒言	1
2. 実験方法	3
2.1 試料および機械試験	3
2.2 組織観察	3
2.2.1 光学顕微鏡による組織観察	3
2.2.2 透過型電子顕微鏡による組織観察	4
2.2.3 観察条件	4
2.2.4 硬さ測定	4
3. 実験結果	5
3.1 光学顕微鏡による組織観察	5
3.2 透過型電子顕微鏡による組織観察	6
3.2.1 焼き戻し材および破断材の組織	6
3.2.2 中断材の組織	8
4. 考察	10
4.1 クリープ寿命と組織変化の相関	10
4.2 クリープ速度を増加させる弱化因子	11
4.3 硬さと組織の相関	13
5. 結言	15
6. 参考文献	16

- Table 1 Chemical compositions and heat treatment of the Mod.9Cr-1Mo steels studied.
- Table 2 Lath width and dislocation density at various conditions.
- Table 3 Hardness of rupture and as tempered specimens.
- Fig.1 Relationship between stress and (a) time to rupture, and (b) reduction of area.
- Fig.2 Optical microstructure before creep.
- Fig.3 Optical microstructure of rupture specimens. (a) Necked region, (b) gauge section.
- Fig.4 Optical microstructure of gauge section without etching. 873K 118MPa $t_r=11770h$
- Fig.5 Lath structure before creep.
- Fig.6 Changes in lath structure. (a) 823K 177MPa $t_r=22366h$, (b) 873K 118MPa $t_r=11770h$, (c) 923K 118MPa $t_r=75.6h$, (d) 923K 73.5MPa $t_r=7614h$.
- Fig.7 Relationship between lath width and true stress normalized by the shear modulus.
- Fig.8 Effect of temperature on lath structure. (a) Before creep, (b) grip of rupture specimen.
- Fig.9 Dislocation structure within lath of as tempered and crept specimens.
(a) As tempered, (b) 873K 118MPa, (c) 923K 73.5MPa.
(a), (c) $g = 01\bar{1}$, (b) $g=002$.
- Fig.10 Relationship between dislocation density and true stress normalized by the shear modulus.
- Fig.11 (a) Creep curve and (b) strain rate as a function of time.
- Fig.12 Change of lath width as a function of time at 873K 177MPa.
(a) Before creep, (b) steady state (40h), (c) tertiary stage (110h).
- Fig.13 Average lath width and dislocation density as a function of (a) strain and (b) time.
- Fig.14 Change of distribution of lath width after creep.
- Fig.15 Relationship between hardness of crept specimens and true creep stress.
- Fig.16 Correlation of lath width (d) and dislocation density to hardness.

1. 緒言

改良9Cr-1Mo鋼は高速増殖炉の蒸気発生器材料として開発されたものである。この鋼はオーステナイト系耐熱鋼と同等なクリープ破断強度を持ち、温度差により生じる熱応力が小さいという特徴を持つ。また、従来までの9Cr-1Mo鋼に少量のV, Nbを添加し、熱的に安定なV,Nbの炭化物あるいは窒化物を析出させることによって高いクリープ破断強度を確保している。

プラント機器材料の寿命評価を行う方法は破壊的方法と非破壊的方法に大別され、種々の具体的手法が提案されている。⁽¹⁾ 非破壊の手法の多くは、高温使用中の組織変化に注目する。例えば、CrMo鋼溶接熱影響部の粗粒域においては M_6C の析出率および球状化率と、ポイド面密度を組み合わせ、寿命比を求める。⁽²⁾ 低延性の粒界破壊を示すSUS304においては、ポイド密度変化と、粒界 σ 相の析出量を組み合わせ、寿命比を評価する。⁽³⁾

本材料はマルテンサイト組織に加えて、熱的に安定なV,Nbの炭窒化物により強化されている。V,Nbの炭窒化物の大きさや量は、クリープ変形中あまり変化しない。^{(4),(5)} また、9Cr-1Mo鋼にVを添加した材料では、 $M_{23}C_6$ の成長も遅い。⁽⁶⁾ 寿命評価では評価精度の観点から、使用中にできるだけ大きく変化するものが望ましい。そこで、本実験では、変化が小さい析出物は検討から除外した。析出物以外で大きく変化する可能性のある組織因子として以下のものに注目した。

1. ボイドの発生・成長
2. 動的再結晶
3. 結晶粒形状の変化
4. ラスマルテンサイトのラス幅および転位密度変化

本研究では改良9Cr-1Mo鋼のクリープ破断材および中断試験材の組織観察を種々の条件で行い、クリープ変形に伴う組織変化の特徴を捉え、先に述べた種々の組織因子のうちどれが損傷評価の対象となる可能性があるかを検討した。

2. 実験方法

2.1 試料および機械試験

本実験に用いた改良9Cr-1Mo鋼は熱間圧延板材でありその化学成分と熱処理条件をTable 1に示す。2種類(F2、F6)の材料を用いたがその化学成分はほぼ変わらない。熱処理条件もほぼ同じである。また、両者のクリープ破断強度には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長手方向が圧延方向と平行となるように切り出されたゲージ平行部直径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クリープ破断試験を行った。中断試験はF2材において873K・177MPaで行った。

2.2 組織観察

2.2.1 光学顕微鏡による組織観察

焼き戻し材、破断材(ゲージ部、ねじ部)、中断材(ゲージ部)の観察を行った。観察用試料は破断材、中断材ともにダイヤモンドカッターにより、長手方向と平行に切り出し、エメリ紙により粗研磨を行い、最後にバフ研磨を行った。ボイドが存在する場合、腐食によりボイドが拡大される可能性があるため、バフ研磨後の鏡面の観察も行った。

腐食条件は以下のとおりである。

腐食液：ピクリン酸1g+エタノール100ml+塩酸3ml

腐食時間：2～3分

液温：室温

2.2.2 透過型電子顕微鏡による組織観察

焼き戻し材，破断材(ゲージ部，ねじ部)，中断材(ゲージ部)の観察を行った。

破断材，中断材ともに長手方向と平行に約1mm厚の薄板を切り出し，エメリ紙

により約80 μ m程度まで粗研磨を行った後，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

液温：15～20℃

電子線の入射方向は $Z = [011]$ とし， $g = 01\bar{1}$ ， $g = 002$ を選択し，観察した。

2.2.3 観察条件

Fig.1にF2材およびF6材の応力と破断時間の関係を示す。温度，応力の組織に及ぼす影響を個別に調べるため，図中の矢印で示した条件の破断材の組織を中心に観察した。

2.2.4 硬さ測定

種々の組織因子を総合したものを反映している硬さの測定を行った。焼き戻し材，破断材(ゲージ平行部，ねじ部)，中断材(ゲージ平行部，ねじ部)の硬さをビッカース硬度計(荷重1kg)により測定した。

3. 実験結果

3.1 光学顕微鏡による組織観察

Fig.2に焼き戻し材の光顕組織を示す。ラスマルテンサイト単相組織を示しており旧 γ 粒径は約20 μm である。Fig.3に873K・118MPa ($t_r=11770\text{h}$)で破断した材料の破断部付近(くびれ部)および平行部の組織を示す。くびれ部では、応力軸方向に比較的平行な方向にボイドが認められる。ボイドは特に粒界に発生しているわけではないようである。また、ランダムな配向をしていたラス組織が応力軸方向に揃い、結晶粒は応力軸方向に伸びた形状になっている。これらの組織は、異なる条件で破断した材料でも認められた。

平行部では、結晶粒形状は等軸のままで、ラス組織の配向はランダムである。また、応力軸方向に並んだボイドが認められる。ボイドは比較的球形に近く、その大きさは破断部に比べて小さい。

ゲージ平行部およびくびれ部の観察より、結晶粒形状の変化、ラス組織の応力軸方向への配向、ボイド成長はくびれ部のみで顕著であることが分かった。

Fig.4に腐食を行わず、鏡面を観察した結果を示す。腐食を行った場合と同様に、ボイドが認められ、腐食によるボイドの拡大は顕著ではない。なお、弱化原因となる動的再結晶は観察されなかった。Fig.1に示すように、本材料は延性が高く、三次クリープ後期においてくびれを作って延性的に破壊する。したがって、前述した組織変化は寿命後期において顕著に現れるため、寿命評価に利用する組織因子としては適当ではない。

3.2 透過型電子顕微鏡による組織観察

3.2.1 焼き戻し材および破断材の組織

Fig.5に焼き戻し材の電顕組織を示す。マルテンサイトのラスが認められる。ラス幅の平均は $0.53\mu\text{m}$ である。ラス境界上には析出物が存在しており、ほとんどは M_{23}C_6 である。⁽⁷⁾

Fig.6に種々の条件の破断材下部組織を示す。焼き戻し材と比較すると破断材のラス幅は大きくなっている。また、高温・長時間側ではラス形状が等軸化しつつある。同一応力で温度が異なる(b)と(c)を比較した場合、温度の違いによるラス幅の違いはあまり大きくないようである。

(d)を見るとラス内に析出物が並んで存在しているが、これらはラス境界が移動する前に境界上に存在していたものと考えられる。このことはラス境界上にある析出物は境界の移動を完全には抑制できないことを示している。今後は、ラス境界の安定性という観点から、境界上の析出物成長についても調べる必要がある。Table2に各条件における破断材のラス幅の平均値を示す。なお、1試料につき140~150のラス幅を測定した。ラス幅は焼き戻し材の2~4倍大きくなっている。また、同一応力では温度が異なってもラス幅は近い値になる。

ところで純金属をクリープ変形させた時に形成されるサブグレイン径と応力の間には一定の関係があることが知られている。⁽⁸⁾ 多くの実験からサブグレイン径 d と応力 σ の関係は経験的に次式で表される。⁽⁸⁾

$$\frac{d}{b} = a \left(\frac{G}{\sigma} \right) \quad (1)$$

ここで b はバーガース・ベクトルの大きさ、 G は剛性率、 a は定数である。

マルテンサイトラスのそれぞれのセルはサブグレインと同等と考えられる。

そこで、Fig.7にラス幅と応力の関係を示す。横軸の応力は真応力で、破断材平行部の断面積から、真の破断ひずみを見積もり、計算して得られたものである。ラス幅は応力と一定の関係があり、温度に依らないことがわかる。Fig.7では $a=11.4$ であった。多くの純金属の実験から得られた a の値は約10と報告されており、本実験で得られた値とほぼ一致している。この結果は改良9Cr-1Mo鋼 (873K)、⁽⁹⁾ 12Cr系鋼 ⁽¹⁰⁾ においても報告されている。

Fig.7の結果からラス境界移動後、最終的に飽和するラス幅が温度の影響をあまり受けないことが示唆される。そこで、焼き戻し材と破断材ねじ部の組織を比較した。Fig.8に焼き戻し材および923K・73.5MPa($t_r=7614h$)での破断材ねじ部の組織を示す。ラス幅の平均値は焼き戻し材、ねじ部ともに約 $0.5\mu m$ であり、両者に違いは認められない。したがって、ラス幅の飽和値に及ぼす温度の影響はほとんどないと考えられる。

Fig.9に焼き戻し材および破断材のラス内転位組織を示す。マルテンサイト変態時に導入された多量の転位は焼き戻し後もかなり残っている。破断材の転位密度は焼き戻し材に比べて低い。Table2に種々の条件で破断した材料の転位密度をまとめて示す。破断材ねじ部と焼き戻し材の転位密度はほとんど変わら

ない。このことは、ラス内の転位は熱的に安定であることを示している。

Fig.10に破断材のラス内の転位密度と真応力の関係を示す。転位密度 ρ と真応力 σ の間には一定の関係があり、次式で表現される。

$$\sigma = M\phi_D Gb\sqrt{\rho} \quad (2)$$

ここで、 $M(\approx 3)$ はテラー因子、 ϕ_D は転位間の相互作用で決まる定数である。

なお、実験結果では $\phi_D \approx 0.6$ となり、多くの材料での報告値(0.3~0.5)とほぼ一致している。(2)式の関係は温度に依らない。また、実際に材料を使う低応力ほど、転位密度は低下する。

3.2.2 中断材の組織

破断材の組織観察よりクリープ変形によってラス幅は増加し、ラス内の転位密度は低下することがわかった。そこでラス幅と転位密度を損傷評価対象の候補と考え、クリープ変形にともなう変化の過程を中断試験により調べた。

Fig.11に873K・177MPaにおけるクリープ曲線を示す。中断試験は図中に示す定常域、加速域で行った。Fig.12に焼き戻し材、定常域および加速域の組織を示す。変形の進行にともないラス幅は増加している。Fig.13にラス幅の平均値および転位密度と時間およびひずみの関係を示す。ラス幅はひずみ約0.2付近で応力により決まる飽和値に達する。ひずみ0.2以降のひずみは主にくびれによるものである。時間との関係を見るとラス幅および転位密度は破断付近まで連続的に変化している。ただし、転位密度はばらつきが大きく、ラス幅に比べて測定が困難であることから、寿命評価の精度という観点からの問題が残る。

以上から本材料の場合、ラス幅が損傷評価の指標として望ましい。

4. 考察

4.1 クリープ寿命と組織変化の相関

SUS304やSUS316などのオーステナイト系耐熱鋼は、クリープ変形の初期においてボイドが粒界に発生し、それらが成長・合体することにより破壊する。したがって、ボイドを主なクリープ損傷とみなし寿命との相関が調べられている。⁽³⁾

一方、本材料は粒界破壊せず、ボイドは特に粒界に発生するわけではなく、その成長は加速域後半において特に顕著になるため他の組織因子と寿命比との相関を調べる必要がある。ラス幅は変形初期から加速域後半あるいは破断付近まで連続的に変化する。したがって、加速域後半まではラス幅の変化が寿命評価の手段として可能性がある。ラス幅の飽和値は応力に逆比例するため、応力が低いほど、ラス幅の増加が顕著になりラス幅の変化を検出することが容易になる。例えば923K・73.5MPaではラス幅は変形前の約4倍に増加する。

本研究ではラス幅の変化の過程を一つの条件でしか調べていないため、ラス幅の増加が飽和するひずみあるいは時間は特定できていない。例えば同一応力で温度が異なる場合、(1)式よりラス幅の飽和値は等しいが、例えばラス境界上の析出物の安定性が異なればその増加の過程は異なる可能性がある。また、ラス幅と時間あるいはひずみの関係を定式化できれば寿命評価が可能になると考えられる。以上から、今後は種々の温度・応力において、クリープ変形にともなうラス幅の変化の過程を調べる必要がある。

4.2 クリープ速度を増加させる弱化因子

電顕組織観察から、変形中ラス幅は増加し、ラス内転位密度は減少することがわかった。ラス幅と同等とみなせるサブグレイン径とクリープ速度の間には経験的に以下の関係があることが知られている。⁽¹¹⁾

$$\dot{\epsilon} \propto \left(\frac{d}{b}\right)^3 \quad (3)$$

ここで d はサブグレインサイズ、 b はバーガース・ベクトルの大きさである。(3)式からラス幅(=サブグレイン径)が増加するとクリープ速度が増加することがわかる。したがって、ラス幅の増加は弱化原因の一つと考えられる。改良9Cr-1Mo鋼において、初期のラス幅を変化させた実験で、クリープ強度はラス幅が小さいほど高くなることが報告されている。^{(12), (13)} ラス境界(サブバウンダリー)をhard regionと考えれば変形中にラス幅が増加し、hard regionが減少することにより材料が弱化すると考えることができる。⁽¹²⁾

一般に純金属では定常域において(1)式より決まる大きさのサブグレインが形成され、安定する。しかし、本材料の場合、破断付近までラス幅は連続的に増加する。これはラス境界上に存在する析出物が境界の移動を遅延しているためである。Fig.14に、ラス幅の分布が変形とともに変化していく様子を示す。

ラス幅の分布は、変形とともに、全体的にラス幅の大きい側に移動する。

本材料の初期組織ではマルテンサイト変態時に多量の転位が導入され、それらの相互作用により内部応力が存在する。一般にクリープ速度と内部応力の間

には以下の関係がある。

$$\dot{\epsilon} \propto (\sigma - \sigma_i)^m, \quad \sigma_i = M\phi_D Gb\sqrt{\rho} \quad (4)$$

ここで、 σ は付加応力、 σ_i は内部応力、 M はテーラー因子、 ϕ_D は係数、 G は剛性率、 ρ は転位密度である。変形とともに転位密度が減少すると内部応力が減少し、クリープ速度は増加する。したがって、転位密度減少も三次クリープでの変形加速の原因である。

以上、ラス幅とラス内転位密度の変化とクリープ強度弱化的関係について述べたが、析出物の粗大化も材料を弱化する。

本材料は $M_{23}C_6$ 、 $V(C,N)$ 、 $Nb(C,N)$ 、Laves相の析出物によって強化されている。改良9Cr-1Mo鋼の $M_{23}C_6$ の成長速度定数⁽⁹⁾は従来の9Cr-1Mo鋼のそれ⁽⁶⁾に比べて約1/4に低下している。この理由は $M_{23}C_6$ に含有されたVが成長を遅らせていると考えられている。したがって、 $M_{23}C_6$ の粗大化は顕著ではないと考えられる。

V、Nbの炭窒化物は球状 $Nb(C,N)$ の核に翼状の $V(N,C)$ が析出した形態で、ラス内に微細析出しており、翼状の析出物はV-wingと呼ばれている。⁽⁴⁾ V-wingは転位のクライムを抑制し、オロワン機構で高い変形抵抗を与えている。⁽¹⁴⁾ $V(C,N)$ 、 $Nb(C,N)$ の析出量、V-wingの長さは変形中あまり変化しない。^{(4), (5)} したがって、 $V(C,N)$ 、 $Nb(C,N)$ の粗大化による弱化的も起きないと考えられる。

Laves相は変形中に析出するが、923K以上ではほとんど析出しない。⁽¹⁵⁾

Fig.1を見ると923Kを境にクリープ破断強度が特に変化しているわけではない

ことから、Laves相のクリープ強度に対する寄与は小さいと考えられる。

以上、析出物の材料弱化に及ぼす影響について述べたが本材料では変形に伴う析出物の大きさの変化は小さい。しかし、ラス境界移動の遅延などの間接的な影響については今後、調べる必要がある。

4.3 硬さと組織の相関

組織観察より、本材料ではラス幅や転位密度が、寿命評価に利用できる可能性がある。これらの組織因子は常温での硬さと関係があり、硬さ測定により、これらの組織因子の変化を推定できる可能性がある。また、寿命評価手法の簡便さという観点からも、硬さ測定は有用な手段と考えられる。

Table3に焼き戻し材、破断材ねじ部、破断材平行部の硬さ測定の結果を示す。焼き戻し材と比べて、破断材平行部の硬さは低下しているが、破断材ねじ部の硬さはあまり変わらない。すなわち、変形しないと硬さは変化しないことがわかる。このことは、破断材ねじ部のラス幅や転位密度が、加熱だけでは変化しなかったことと対応している。

Fig.15に破断材平行部の硬さと、破断時の真応力の関係を示す。硬さと真応力の間には、温度に依らない一義的な関係がある。このことは、Fig.7やFig.10と類似している。つまり、ラス幅や転位密度と硬さの間に一義的な関係がある可能性がある。そこで、Fig.16にラス幅および転位密度と硬さの関係を示す。ラス幅と硬さの関係は以下の式で表される。

$$Hv = Hv_0 + k / d \quad (5)$$

ここで、 Hv_0 と k は定数で、実験結果では $k = 6.21 \times 10^{-5} \text{MPa} \cdot \text{m}$ となる。この関係は温度に依らない。また、中断材も(5)式の関係に従う。したがって、ラス幅の変化は硬さにより推定できる。

転位密度も同様に、硬さと密接な関係がある。また、この関係も温度に依存しない。

5. 結言

Mod.9Cr-1Mo鋼の種々の条件におけるクリープ破断材および中断材の組織観察、硬さ測定より得られた結果をまとめると以下のようになる。

- 1) 光顕観察から、ボイド成長、マルテンサイトラス組織の応力軸方向への配向、結晶粒形状の変化はくびれ部のみで顕著に起こる。したがって、これらの組織因子は寿命評価には利用できない。
- 2) TEM観察で、クリープ変形により、マルテンサイトラス組織のラス幅が増加し、ラス内の転位密度が減少する。これらの転位組織変化が三次クリープの要因と考えられる。
- 3) ラス幅およびラス内の転位密度の飽和値は温度に依存せず、応力のみによって決まる。また、材料を実際に使う低応力では、大幅な変化が予想される。
- 4) ラス幅およびラス内の転位密度は変形に伴い、連続的に変化する。したがって、ラス幅およびラス内の転位密度と寿命比との関係を明らかにすれば、寿命評価の手段として使用できる。
- 5) 硬さは、ラス幅およびラス内の転位密度と一定の関係がある。この関係から、硬さ測定によりラス幅やラス内の転位密度の変化を推定できる。

参考文献

- 1) 丸山公一：溶接学会誌, **63** (1994), 576.
- 2) 増山不二光：日本金属学会会報, **35** (1996), 753.
- 3) 金属材料技術研究所研究報告集, **11** (1990), 29.
- 4) K.Tokuno, K.Hamada, R.Uemori, T.Takeda and K.Itoh : Scripta Metall. Mater., **25** (1991), 871.
- 5) K.Tokuno, K.Hamada and T.Takeda : JOM, April (1992), 25.
- 6) V.Foldyna, A.Jakobová, A.Gemperle and R.Riman : Creep and Fracture of Engineering Materials and Structure, ed. by B.Wilshire and R.W.Evans, The Inst. Metals, London, (1990), 507.
- 7) J.M.Vitek and R.L.Klueh : Metall.Trans.A **14A** (1983), 1047.
- 8) S.Takeuchi and A.S.Argon : J. Mater. Sci., **11** (1976), 1542.
- 9) S.Straub, P.Polcik, W.Besigk, W.Blum, H.König and K.H.Mayer : steel res., **66** (1995), 402.
- 10) W.Blum and S.Straub : steel res., **62** (1991), 72.
- 11) O.D.Sherby, R.H.Klundt and A.K.Miller : Metall. Trans.A, **8A** (1977), 843.
- 12) G.Eggeler, J.Hald, M.Cans and J.Phillips : Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, ed. by B.Wilshire and R.W.Evans, The Inst. Materials, London, (1993), 527.
- 13) F.Masuyama and N.Nishimura : Proc. 10th Int. Conf. on the Strength of Materials (ICSMA 10), ed. by H.Oikawa et al., (1994), 657. [JIM]
- 14) 浜田, 徳納, 土田, 武田 : CAMP-ISIJ **6** (1993), 1634.
- 15) 遠山, 南, 石沢 : CAMP-ISIJ **5** (1992), 2034.

Table 1 Chemical compositions and heat treatment of the Mod.9Cr-1Mo steels studied.

	(mass%)									
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Nb-Ta
F2	0.10	0.40	0.43	0.014	0.001	0.07	8.73	0.96	0.22	0.090
F6	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

Table 2 Lath width and dislocation density at various conditions.

	Temp. / K	Stress / MPa	Lath width / μ m	dislocation density / m^{-2}
F2	823	245	0.80	5.3×10^{13}
	823	177	0.92	4.6×10^{13}
	873	177	0.97	6.6×10^{13}
	873	118	1.16	
F6	873	118	1.27	4.9×10^{13}
	923	118	1.47	1.3×10^{13}
	923	73.5	2.16	1.2×10^{13}
grip	923	73.5	0.55	3.2×10^{14}
as tempered			0.53	1.6×10^{14}

Table 3 Hardness of rupture and as tempered specimens.

	Temp. / K	Stress / MPa	Hardness
F2	823	245	209.4
	823	177	198.7
	873	177	202.4
	873	118	189.5
F6	873	118	179
	923	118	174.8
	923	73.5	161.4
grip	923	73.5	209.4
as tempered			215.2

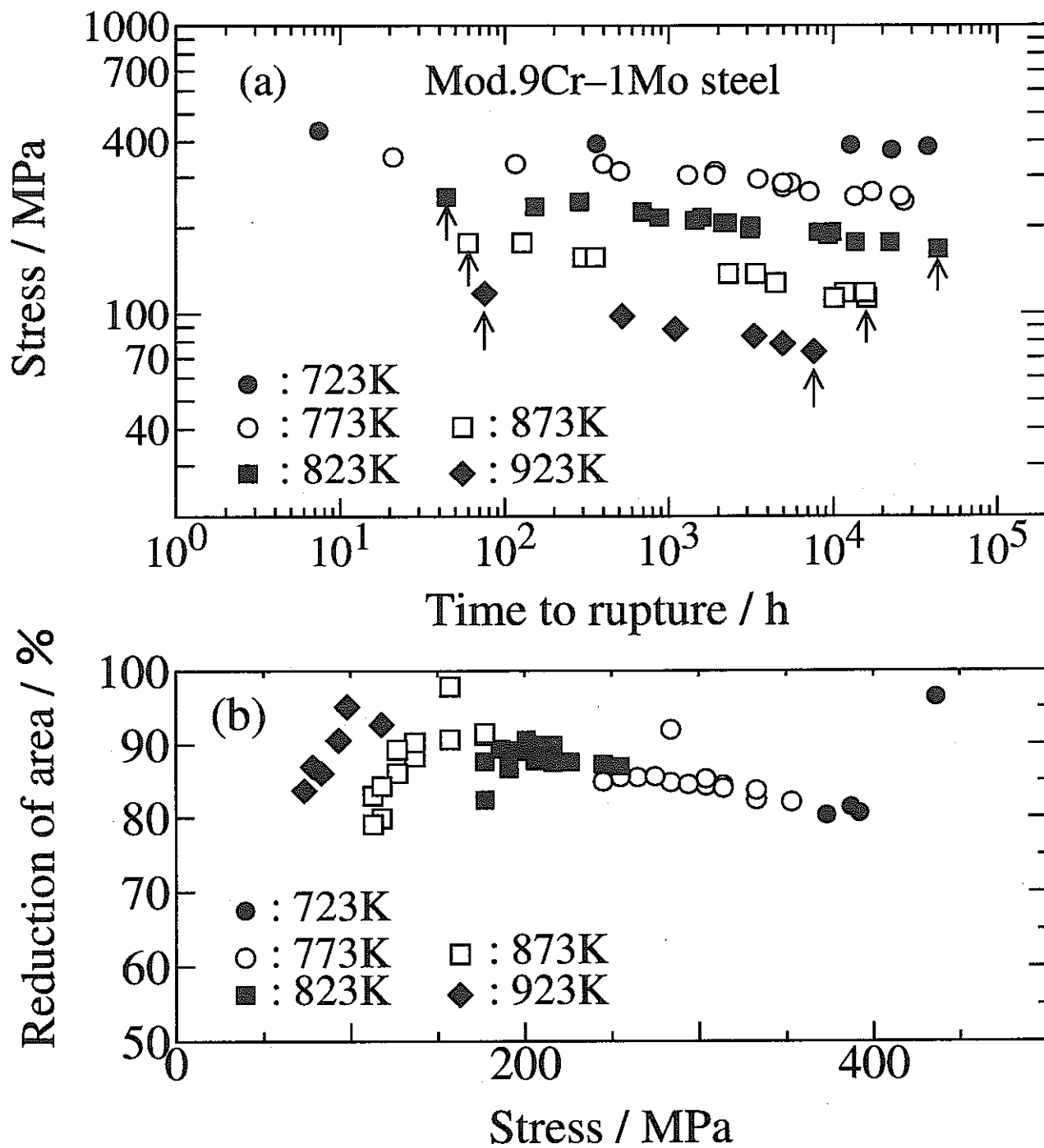


Fig.1 Relationship between stress and (a) time to rupture, and (b) reduction of area.

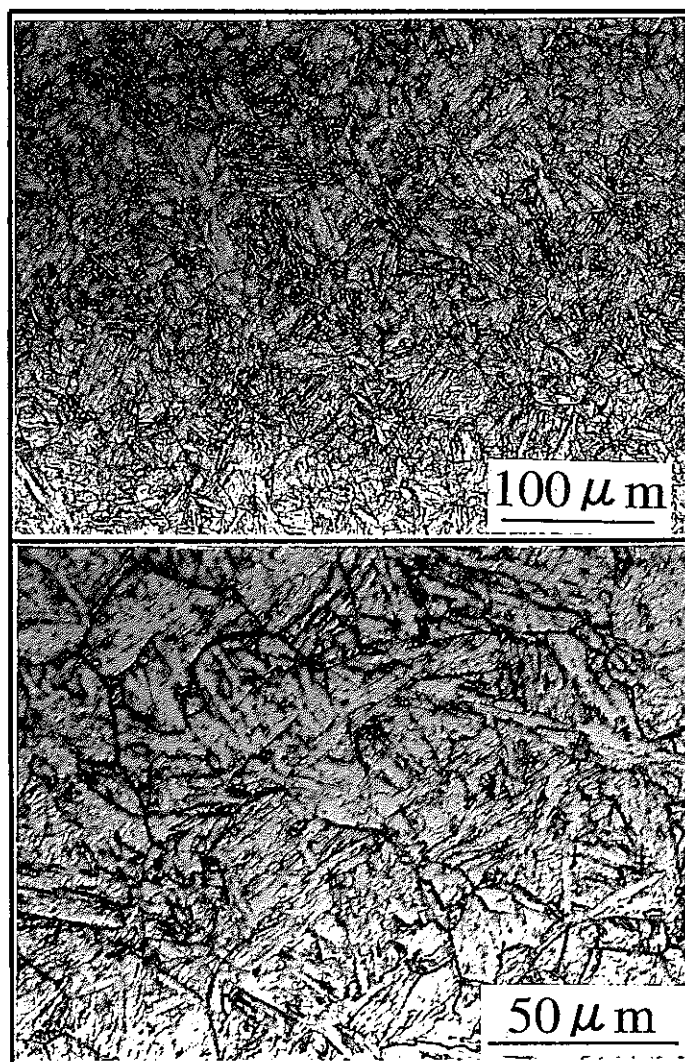


Fig.2 Optical microstructure before creep.

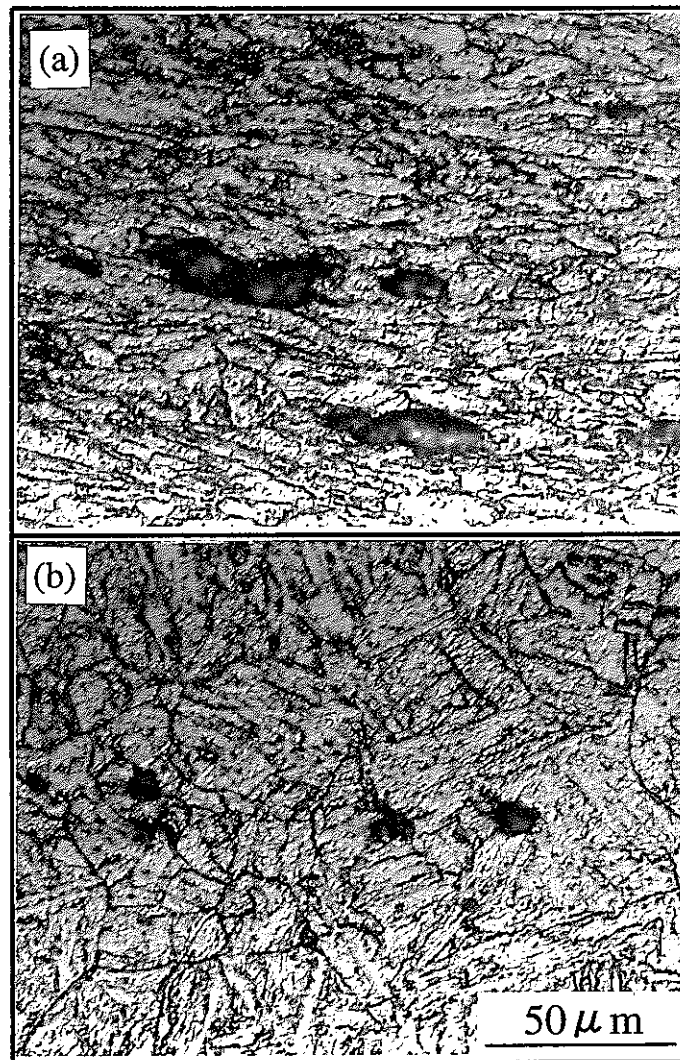


Fig.3 Optical microstructure of rupture specimens.
(a) Necked region, (b) gauge section.



Fig.4 Optical microstructure of gauge section without etching.

873K 118MPa $t_r=11770h$

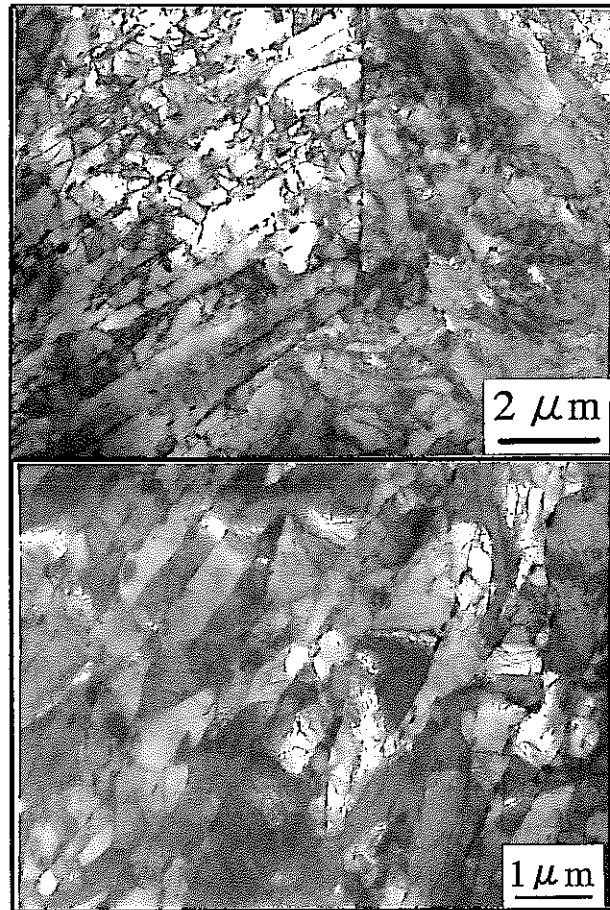


Fig.5 Lath structure before creep.

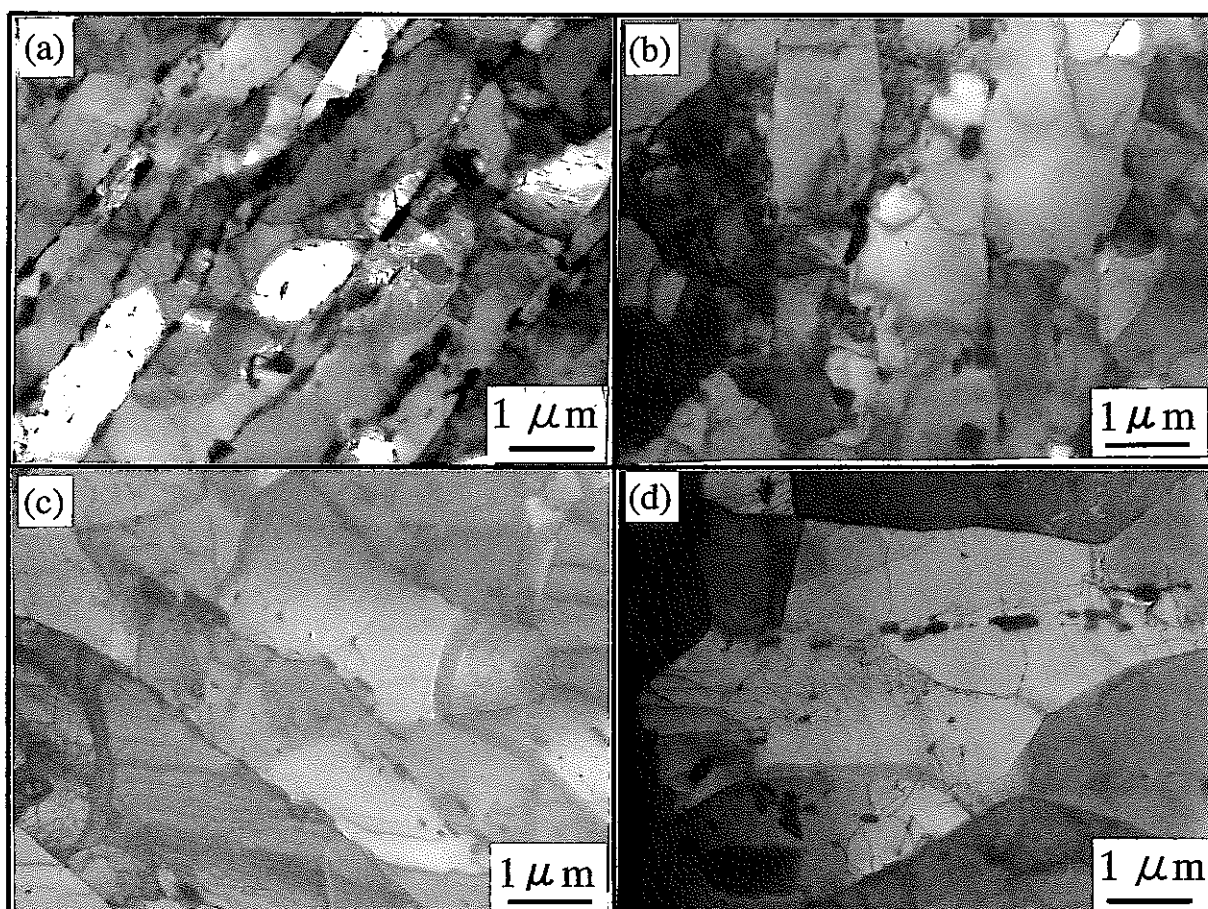


Fig.6 Changes in lath structure. (a) 823K 177MPa $t_r=22366h$, (b) 873K 118MPa $t_r=11770h$, (c) 923K 118MPa $t_r=75.6h$, (d) 923K 73.5MPa $t_r=7614h$.

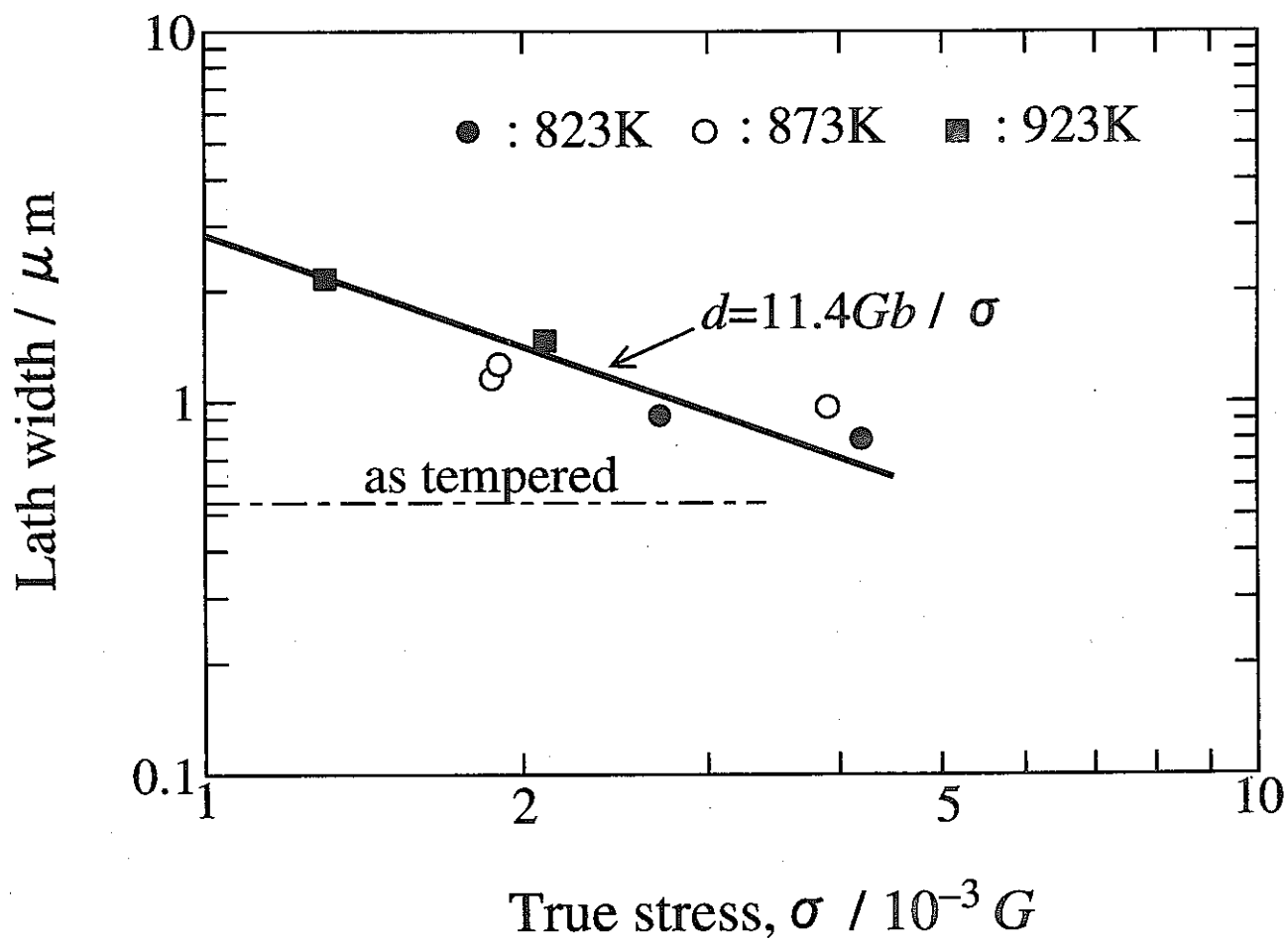


Fig.7 Relationship between lath width and true stress normalized by the shear modulus.

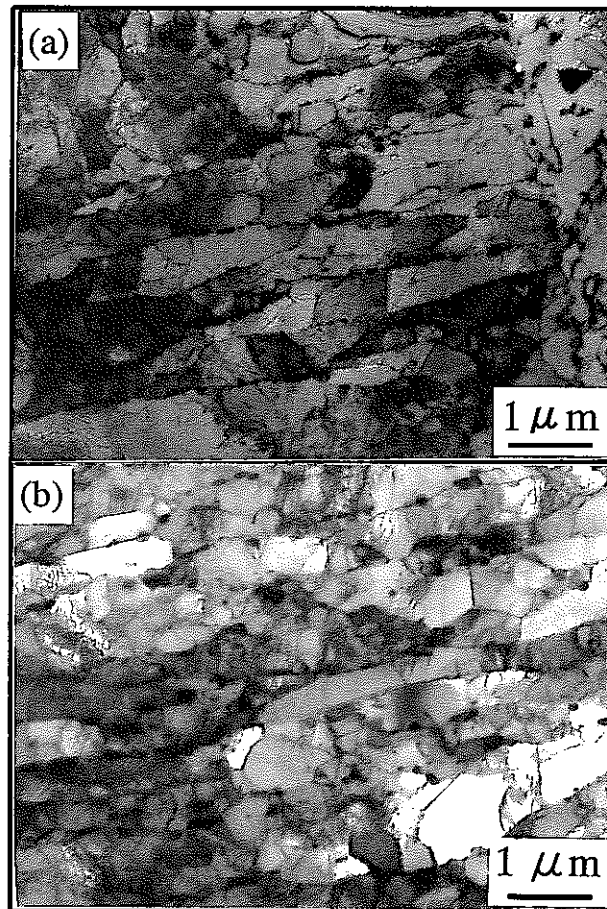


Fig.8 Effect of temperature on lath structure.
(a) Before creep, (b) grip of rupture specimen.

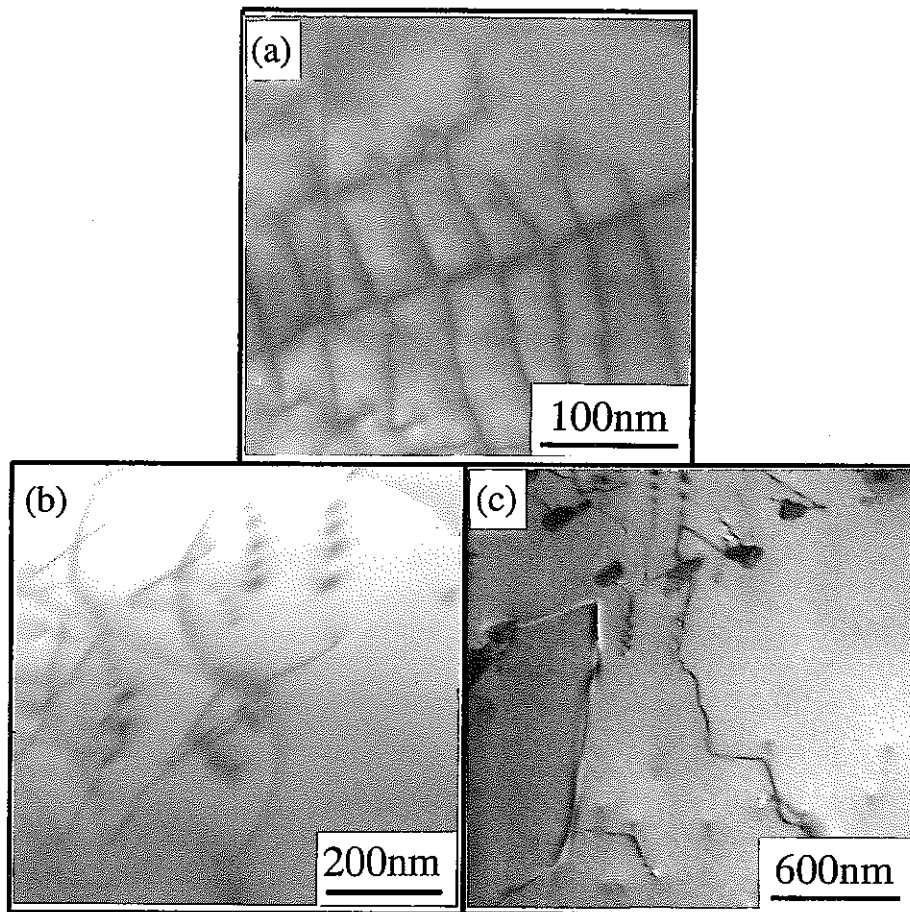


Fig.9 Dislocation structure within lath of as tempered and crept specimens.

(a) As tempered, (b) 873K 118MPa, (c) 923K 73.5MPa.

(a), (c) $g=01\bar{1}$, (b) $g=002$.

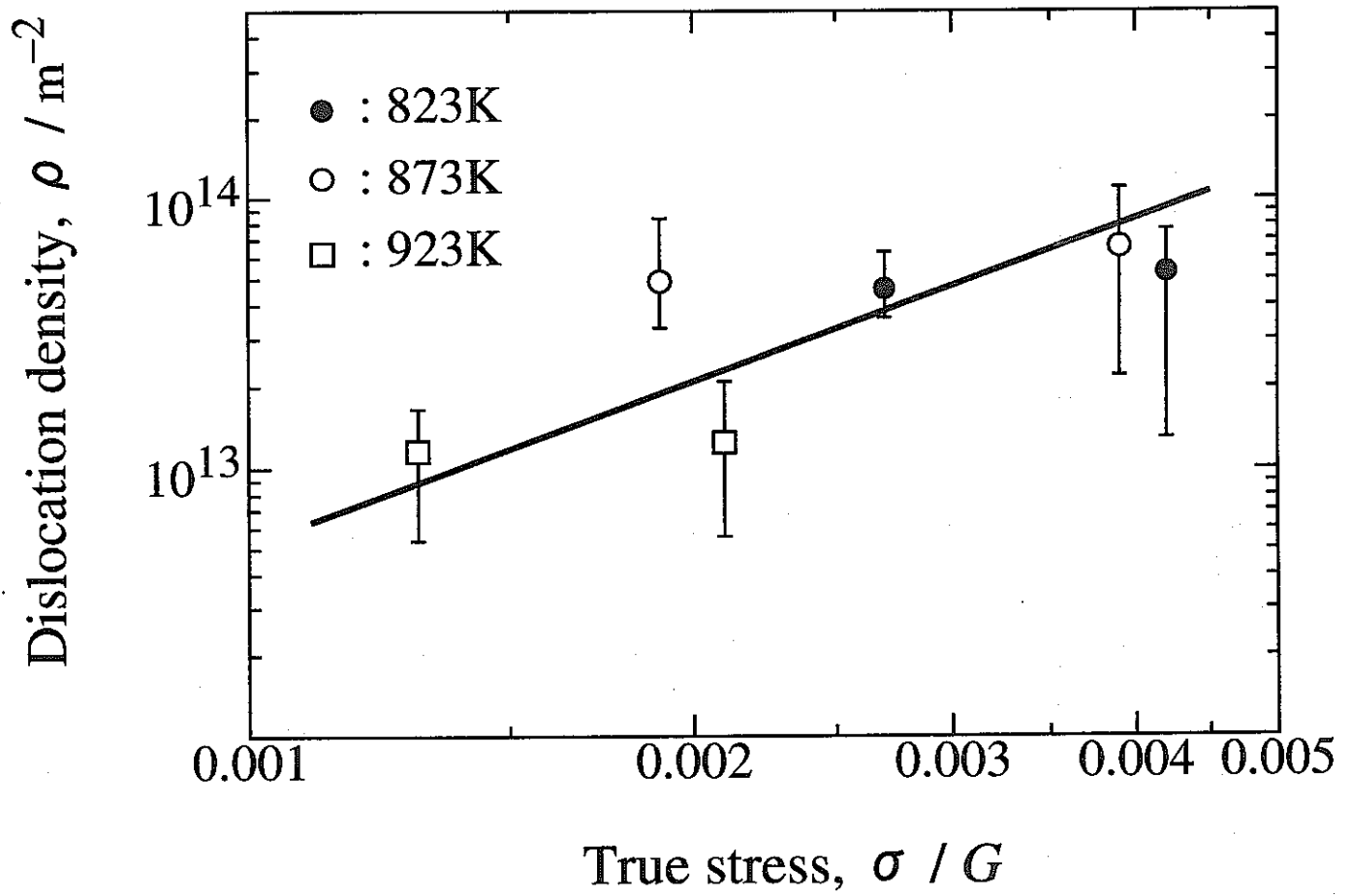


Fig.10 Relationship between dislocation density and true stress normalized by the shear modulus.

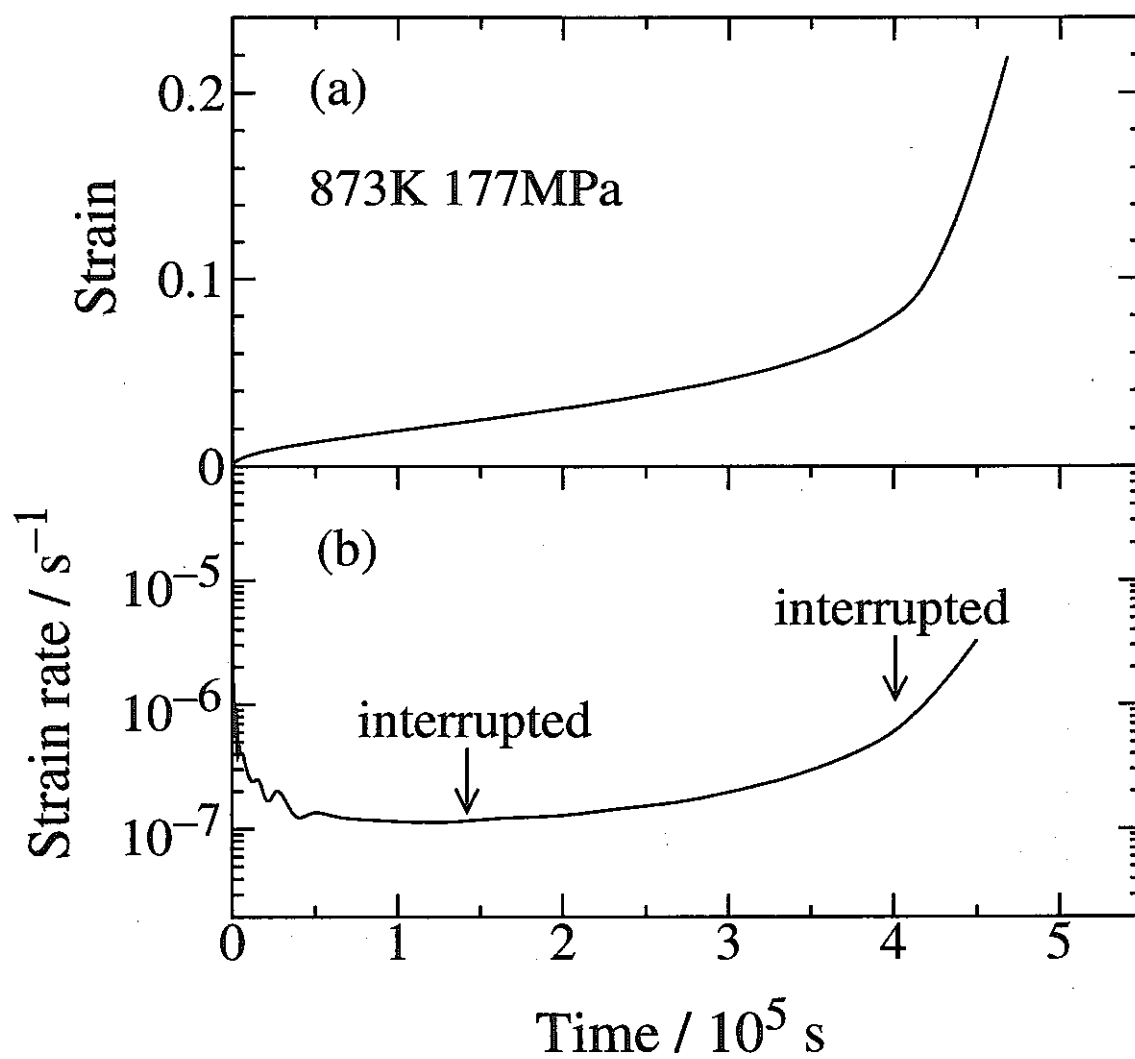


Fig.11 (a) Creep curve and (b) strain rate as a function of time.

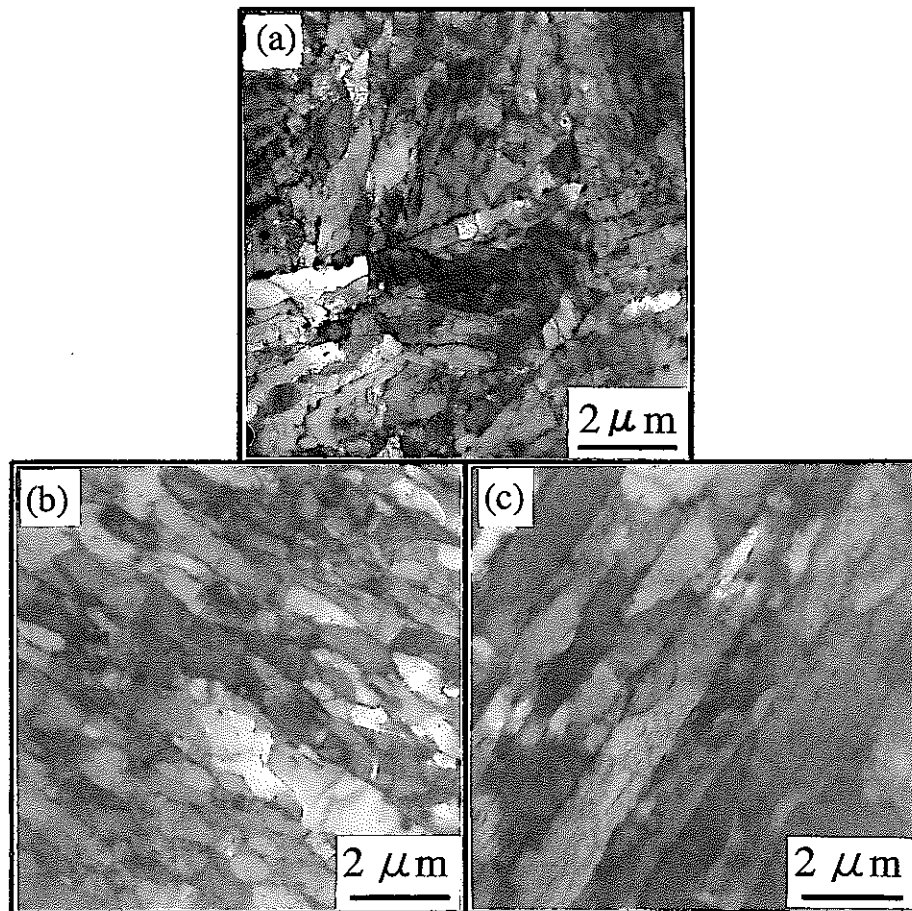


Fig.12 Change of lath width as a function of time at 873K 177MPa.

(a) Before creep, (b) steady state(40h), (c) tertiary stage(110h).

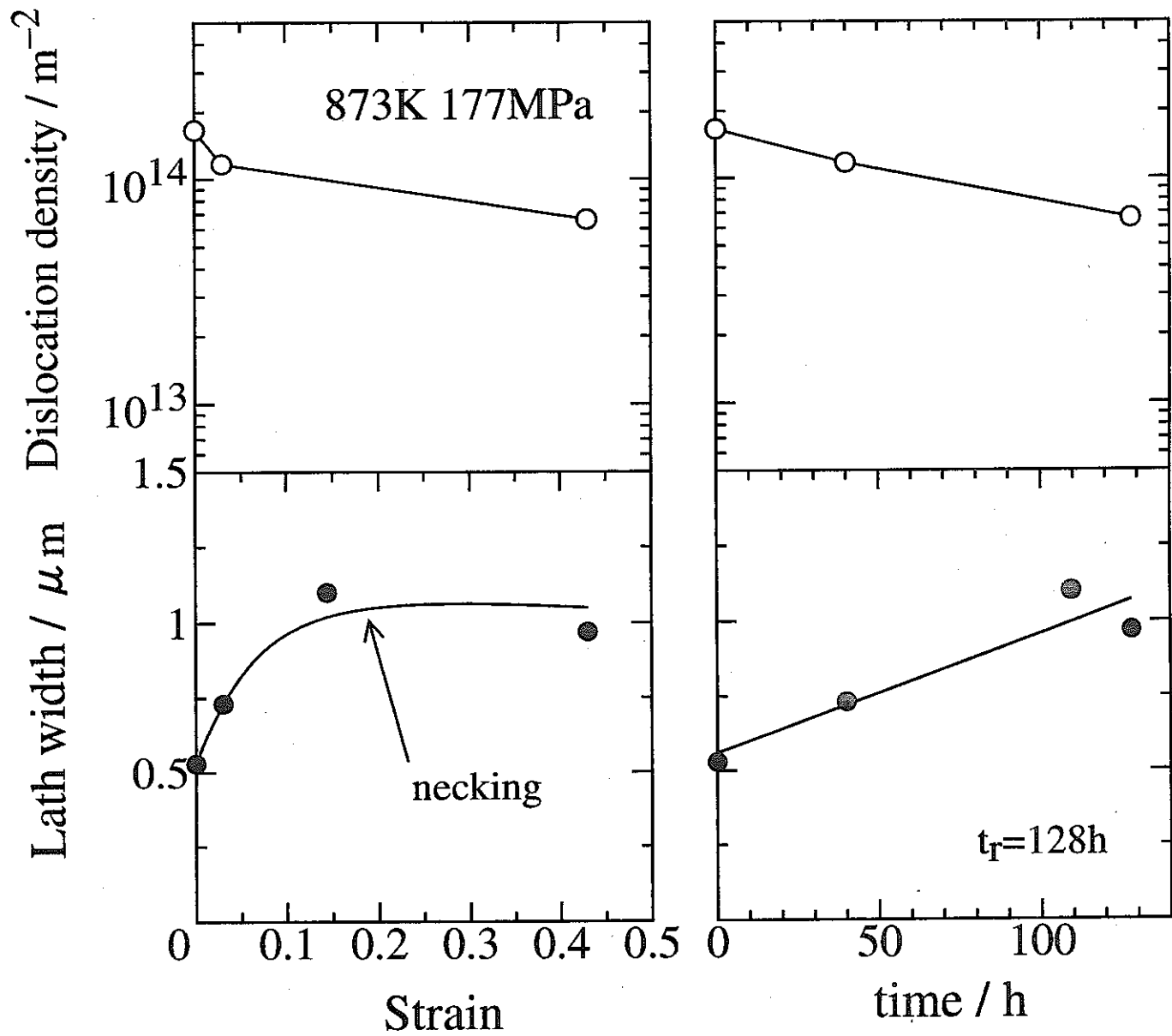


Fig.13 Average lath width and dislocation density as a function of (a) strain and (b) time.

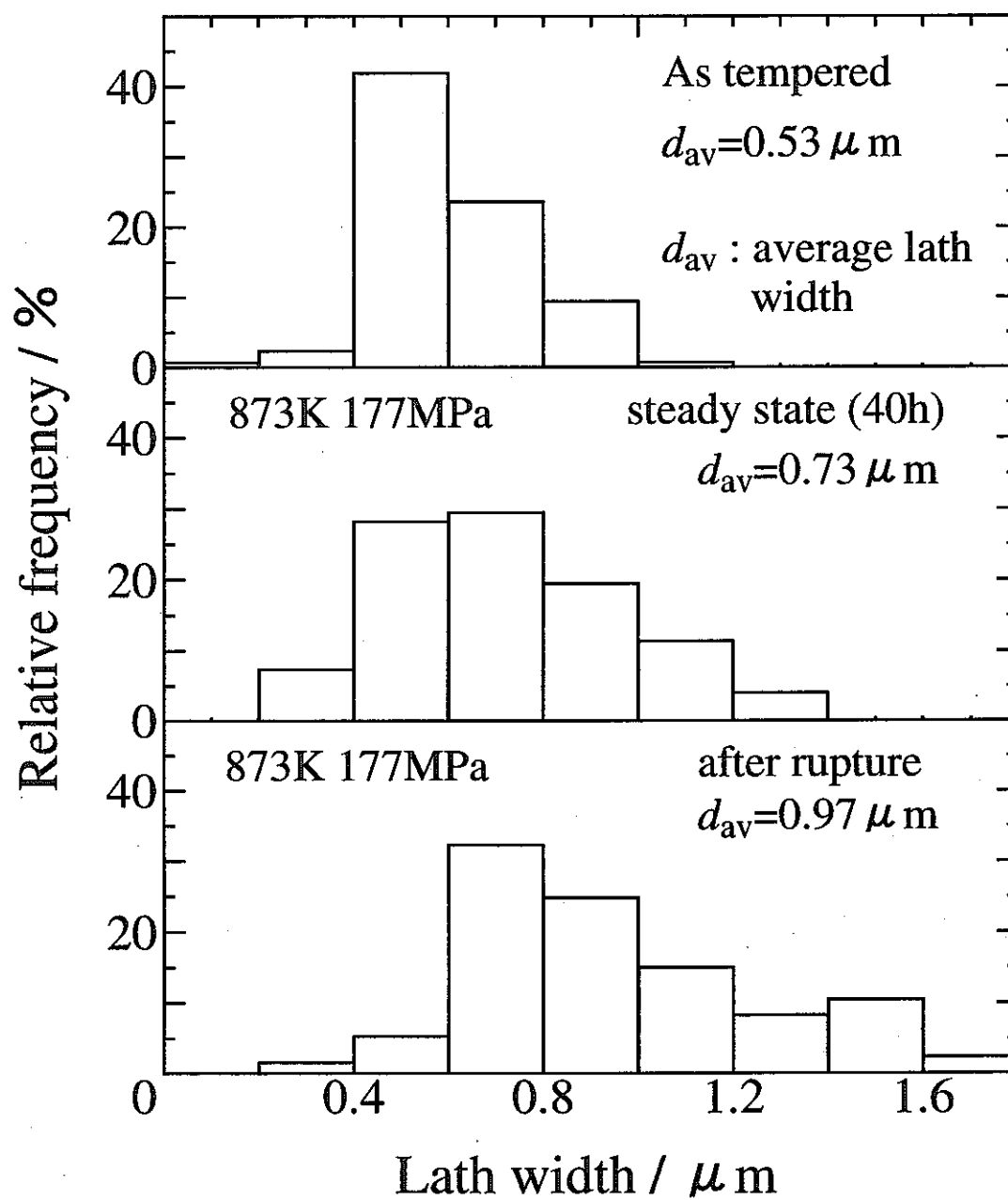


Fig.14 Change of distribution of lath width after creep.

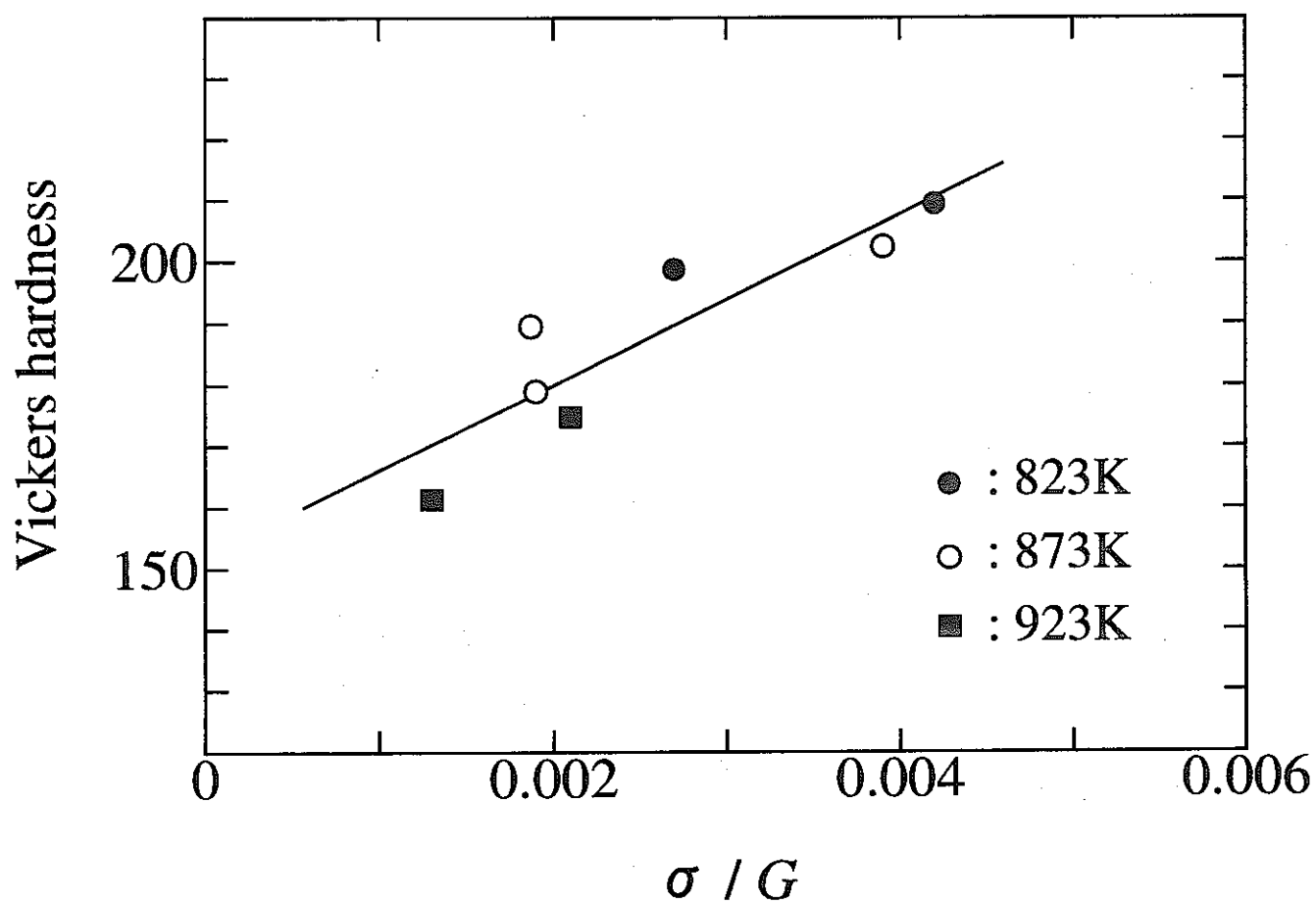


Fig.15 Relationship between hardness of crept specimens and true creep stress.

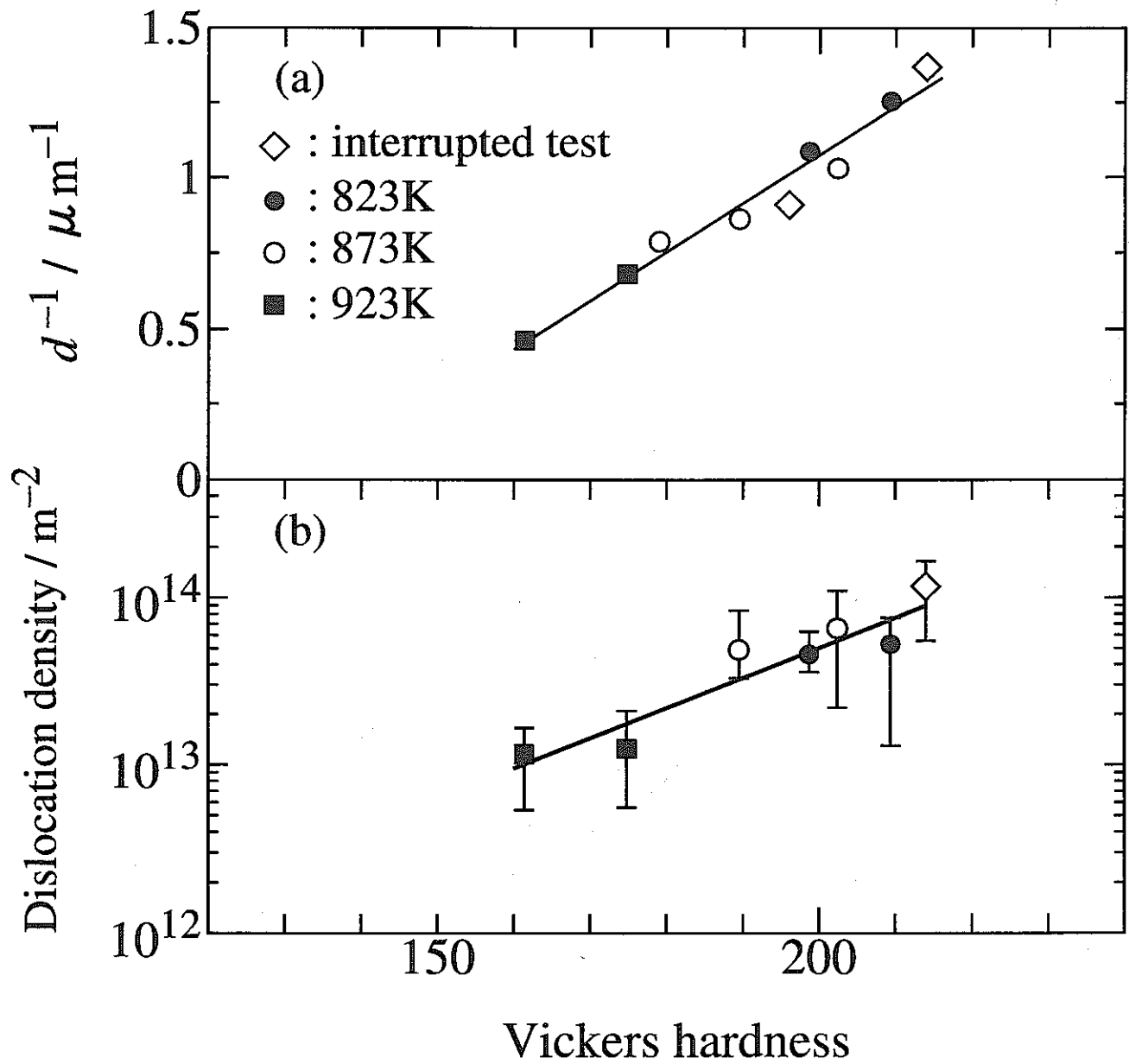


Fig.16 Correlation of lath width(d) and dislocation density to hardness.