

修士論文

Cr-Mo-V 鍛鋼タービンロータの
クリープ損傷評価への高温硬さ試験の適用
1p ~ 85p 完

平成 15 年 2 月 14 日 提出

指導教官 酒井 信介 教授

16198 村上 隆司

目次

第1章 緒言	5
1.1 背景	5
1.2 火力発電プラントの高温機器の余寿命評価法	5
1.3 硬さ法による損傷及び余寿命評価の現状	6
1.3.1 タービンロータの損傷部と非損傷部	6
1.3.2 クリープ損傷量と硬さ低下量の対応	7
1.3.3 硬さと損傷量のマスターカーブの作成	7
1.3.4 寿命の評価	7
1.4 硬さ法による損傷評価の精度向上	10
1.5 本研究の目的	10
1.6 本論文の構成	10
第2章 高温硬さを用いた経年プラント設備の損傷評価	11
2.1 高温硬さのクリープ損傷評価への適用	11
2.1.1 従来の硬さ法による損傷評価のメリットと問題点	11
2.1.2 損傷・余寿命評価における高温硬さのメリットと問題点	11
2.2 本研究における提案手法	12
2.2.1 高温硬さを用いた硬さ法	12
2.2.2 高温硬さによる引張りクリープ構成式推定法	14
2.3 本論文の流れ	16
第3章 高温硬さ実験手法	17
3.1 供試材及び試験片	17
3.2 高温硬さ測定装置	19
3.2.1 高温硬さ試験機の性能	22
3.3 実験手法と条件	24
3.3.1 高温硬さ実験	24
3.3.2 押込みクリープ実験	25
3.4 微視組織調査方法	26

第 4 章	実験結果	27
4.1	高温硬さ実験結果	27
4.1.1	カップリング部と高温中心孔部及び外周部の温度-硬さ曲線	27
4.1.2	室温と 600℃におけるカップリング部、中心孔部及び外周部の硬さの差	29
4.2	押し込みクリープ実験結果	30
4.2.1	カップリング部と中心孔部の応力指数の値	30
4.2.2	カップリング部と中心孔部及び外周部の活性化エネルギーの算出	34
4.3	カップリング部と中心孔部及び外周部の組織観察結果	36
第 5 章	考察	40
5.1	硬さの温度依存性	40
5.1.1	各部位の温度硬さ曲線	40
5.1.2	室温と 600℃における部位間の硬さの差に関する統計的取り扱い	40
5.1.3	各部位間の硬さの平均値の差に関する両側検定	43
5.1.4	カップリング部と中心孔部及び外周部の平均硬さの区間推定	43
5.2	押し込み試験時の室温と高温における微視的変形についての考察	45
5.2.1	室温と高温におけるクリープ変形の有無	45
5.2.2	室温と高温におけるカップリング部と中心孔部の硬さの差の変化の考察	46
5.3	損傷のクリープ特性に与える影響	48
5.3.1	長時間使用による中心孔部と外周部の損傷の違い	48
5.3.2	クリープ損傷による Cr-Mo-V 鍛鋼のクリープ特性の変化	48
5.3.3	外周部の損傷によるクリープ特性の変化	50
5.4	引張りクリープ試験結果との比較	51
5.4.1	引張りクリープ試験結果からの各部位の応力指数の算出	51
5.4.2	作用応力の大きさの違いによる応力指数の変化の検討	58
5.5	絶対評価による損傷評価手法の提案	60
5.5.1	硬さクリープ試験を用いたクリープ構成式の推定	60
5.5.2	推定された構成式の精度の検証	62
5.5.3	クリープ構成式推定による損傷評価手法の有効性	65
5.6	本研究で提案した高温硬さを用いた損傷及び余寿命評価の手順	66
第 6 章	結論	67
付 録 A	統計解析手法	71
A.1	分散既知の 2 つの正規母集団の平均の差に関する検定	71
A.2	平均値の区間推定	72

付 録 B クリープ解析手法	73
B.1 押し込みクリープ理論式の導出方法	73
B.2 押し込みクリープ試験結果からの活性化エネルギーの算出	75
B.3 Larson-Miller Parameter を用いた応力指数の算出法	76
付 録 C ナノインデンテーション実験	77
C.1 ナノインデンテーション試験	77
C.2 ナノインデンテーション試験結果	77

目 次

1.1	硬さ低下量を用いた損傷評価のためのマスターカーブ [2]	8
1.2	硬さ低下比を用いた損傷評価のためのマスターカーブ [2]	9
2.1	室温と 600 °Cにおける損傷部と非損傷部の硬さの差の変化	13
2.2	カップリング部の荷重保持時間-硬さプロット	15
2.3	本論文のフローチャート	16
3.1	タービンロータ材概略図	18
3.2	製作した試験片	18
3.3	高温硬さ試験機 QM	19
3.4	温度制御装置	20
3.5	高温加熱炉	21
3.6	試料ホルダー	21
4.1	カップリング部と中心孔部及び外周部の温度-硬さ曲線	28
4.2	カップリング部の荷重保持時間-硬さ曲線	31
4.3	中心孔部の荷重保持時間-硬さ曲線	31
4.4	外周部の荷重保持時間-硬さ曲線	32
4.5	500 °Cにおけるカップリング部、中心孔部及び外周部の荷重保持時間- 硬さ曲線	32
4.6	600 °Cにおけるカップリング部、中心孔部及び外周部の荷重保持時間- 硬さ曲線	33
4.7	700 °Cにおけるカップリング部、中心孔部及び外周部の荷重保持時間- 硬さ曲線	33
4.8	カップリング部の荷重保持時間-温度曲線	34
4.9	中心孔部の荷重保持時間-温度曲線	35
4.10	外周部の荷重保持時間-温度曲線	35
4.11	カップリング部の光学顕微鏡写真 (150 × 190 μm)	36
4.12	中心孔部の光学顕微鏡写真 (150 × 190 μm)	37
4.13	外周部の光学顕微鏡写真 (150 × 190 μm)	37
4.14	SEM による中心孔部のボイド観察 1	38

4.15 SEMによる中心孔部のボイド観察2	38
4.16 SEMによる外周部のボイド観察	39
5.1 室温におけるカップリング部の硬さ値の正規確率プロット	41
5.2 600℃におけるカップリング部の硬さ値の正規確率プロット	41
5.3 室温における中心孔部の硬さ値の正規確率プロット	42
5.4 600℃における中心孔部の硬さ値の正規確率プロット	42
5.5 室温における外周部の硬さ値の正規確率プロット	42
5.6 600℃における外周部の硬さ値の正規確率プロット	42
5.7 室温と600℃におけるカップリング部、中心孔部、外周部の平均硬さ の95% 区間推定量	44
5.8 損傷部と非損傷部の0.2% 耐力	47
5.9 600℃におけるカップリング部と中心孔部の荷重保持時間-硬さ曲線	49
5.10 カップリング部の応力-歪み速度曲線	52
5.11 中心孔部の応力-歪み速度曲線	52
5.12 外周部の応力-歪み速度曲線	53
5.13 カップリング部のクリープ引張り試験結果のLMP-応力曲線	55
5.14 中心孔部のクリープ引張り試験結果のLMP-応力曲線	56
5.15 外周部のクリープ引張り試験結果のLMP-応力曲線	56
5.16 Cr-Mo-V 鍛鋼の応力-歪み速度プロット [19]	59
5.17 カップリング部の推定構成式の精度	63
5.18 中心孔部の推定構成式の精度	64
B.1 硬さH一定条件における荷重保持時間 t の値の算出方法	75
C.1 ナノインデンテーションによるカップリング部の変位-荷重曲線 (荷重 1g)	78
C.2 ナノインデンテーションによるカップリング部の変位-荷重曲線 (荷重 5g)	79
C.3 ナノインデンテーションによる中心孔部の変位-荷重曲線 (荷重1g)	79
C.4 ナノインデンテーションによる中心孔部の変位-荷重曲線 (荷重5g)	80
C.5 ナノインデンテーションによる外周部の変位-荷重曲線 (荷重1g)	80
C.6 ナノインデンテーションによる外周部の変位-荷重曲線 (荷重5g)	81

表 目 次

2.1	算出した値	15
3.1	供試材の化学成分	17
3.2	高温硬さ測定実験条件	24
3.3	押込みクリープ実験条件	25
4.1	室温と 600℃におけるカップリング、中心孔部及び外周部野の硬さの 平均値、標準偏差の値	29
4.2	カップリング部と中心孔部及び外周部の各温度における応力指数 n の値	30
4.3	カップリング部、中心孔部及び外周部の活性化エネルギーの値	34
5.1	室温と 600℃におけるカップリング、中心孔部及び外周部野の硬さの 平均値、標準偏差、分散の値	41
5.2	室温と高温における押込み試験時に生じる変形の違い	45
5.3	中心孔部と外周部で考えられる損傷の種類	48
5.4	カップリング部と中心孔部及びの各温度における応力指数 n の値	49
5.5	カップリング部と外周部の各温度における応力指数 n の値	50
5.6	応力-歪み速度曲線から求めたカップリング部の応力指数の値	54
5.7	応力-歪み速度曲線から求めた中心孔部の応力指数の値	54
5.8	応力-歪み速度曲線から求めた外周部の応力指数の値	54
5.9	Larson-Miller パラメータを用いて算出したカップリング部の応力指 数の値	57
5.10	Larson-Miller パラメータを用いて算出した中心孔部の応力指数の値	57
5.11	Larson-Miller パラメータを用いて算出した外周部の応力指数の値	57
5.12	600℃におけるカップリング部の引張りクリープ試験結果	62
5.13	引張りクリープ試験結果を用いて算出した値	62
5.14	600℃における中心孔部の構成式推定に必要な値	62
C.1	ナノインデンテーションによるカップリング部、中心孔部、外周部の 硬さ値	81

C.2 ナノインデンテーションによるカップリング部、中心孔部、外周部の ヤング率	82
---	----

第1章 緒言

1.1 背景

原子力発電所が増加したことにより火力発電プラントの需要が以前と比べて低下した現在においても、火力発電所は電力供給源として今なお重要な役割を担っている。現在稼働中の火力発電プラントのうち過半数が累積運転時間が10万時間を超える、いわゆる経年火力ユニットとなっており、設計耐用年数を超えて運転を行っているプラントは年々増加の一途をたどっている。また、設計時はベースロード運転を想定されていたが、電力供給のベースロード負担の原子力へと移行に伴い、これらの経年火力プラントは夏場などのピーク電力需要時の負荷調整の役割を担うことになってきている。これによって、負荷変動運転、起動・停止回数の増加を余儀なくされ、過酷な条件下での使用を強いられている。このような運転状況において、これら経年火力発電プラントの適切な設備診断は安定運用と寿命延伸を測るためにも必要不可欠となっており、中でもボイラ、タービンといった高温で使用される火力設備の特徴的な経年劣化損傷である高温下でのクリープ・疲労損傷の余寿命評価の精度向上は重要な課題となっている。

1.2 火力発電プラントの高温機器の余寿命評価法

ボイラや蒸気タービン等の高温機器に対し現在行われている余寿命評価は大きく、破壊法、非破壊法及び解析法の3つに分けることができる[1]。引張りクリープ試験に代表される破壊法は、最も信頼性が高いとしてアメリカ等でよく用いられている。破壊法は精度が高い反面、試験を行えるサンプルの入手に難がある。非破壊法は破壊法ではとは異なり、試験対象を測定した後も使用することができるというメリットがある。また、解析法は条件設定により様々な運転条件に対応した評価を行うことができる。これらの手法の技術基盤は1988年度より行われた、国のプロジェクト「設備診断技術実証試験」によって形作られた。その中で、各手法の適用性が実証され、適用可能な手法が大幅に拡大されることとなったが、特に非破壊法では数多くの手法が提案・検証され使用可能となった。以下に代表的な非破壊手法を挙げる。

タービンロータのクリープ余寿命評価に用いられる非破壊手法

- 硬さ法

- 電気抵抗法
- A パラメータ法
- 超音波法
- キャビティ平均長さ法

ボイラのクリープ余寿命評価に用いられる非破壊手法

- 硬さ法
- 電気抵抗法
- 組織対比法
- ボイド面積率法
- A パラメータ法
- 超音波法

なお、□で囲った手法は1987年5月の通商産業省通達において「余寿命診断技術に関する指針」に採用された方法である。

1.3 硬さ法による損傷及び余寿命評価の現状

火力発電プラントの蒸気タービンロータによく用いられているCr-Mo-V鍛鋼は高温にさらされ、さらに応力が作用することにより、炭化物の粗大化や転移組織の回復が起き材料は軟化する。従って、硬さは材質劣化や損傷量の程度を把握するのに有効となっている。ここで、最も良く用いられる手法の一つである硬さ法の手法を説明する。

1.3.1 タービンロータの損傷部と非損傷部

火力発電プラントの蒸気タービンロータは、実機使用時の温度分布において、ほぼ室温と同等の温度にて使用される部位と使用時に500℃以上となる高温部がはっきりとわかれており、室温と同様の温度で使用されるカップリング部は、高温下で生じるクリープの影響を受けずに、材料の製造初期状態を比較的良好に維持していると考えられる。したがって、カップリング部は硬さ法において非損傷材として扱われる。

1.3.2 クリープ損傷量と硬さ低下量の対応

高温下で応力を受けた状態での長時間使用により、Cr-Mo-V 鍛鋼の組織は影響を受け、クリープボイドが発生しクリープ損傷を受ける。ボイドは時間とともに増加し、成長・合体してき裂となり最終的には破断へと至ることになる。高温・応力下での長時間使用によってボイドの増加が進む一方で、炭化物の粗大化や転位組織の回復が生じ、材料は軟化が進行する。硬さ法では、この軟化と材料のクリープ損傷量を対応付けし、硬さの測定値から寿命の推定を行う。

1.3.3 硬さと損傷量のマスターカーブの作成

硬さ法では、硬さの低下量もしくは低下比を損傷の量と対応付けして寿命の評価を行う。したがって、硬さと損傷量の関係をあらかじめ知っておく必要があり、評価のためのマスターカーブを作成することになる。マスターカーブは、非損傷材についてクリープ試験を行って作成する。クリープ試験の対象として、未使用材もしくは非損傷材とみなせるカップリング部を用いる。クリープ破断時間 t_r とし、 t 時間での中断材の硬さ低下量 $\Delta H = H_0 - H_t$ (H_0 : 初期硬さ) もしくは低下比 $RH = H_t / H_0$ とその時点での損傷量 t/t_r を対応付けしマスターカーブを作成する。マスターカーブの例を図 1.1、1.2 に示す。

1.3.4 寿命の評価

マスターカーブが作成できていれば、評価したい部位の硬さ低下量もしくは低下比をマスターカーブに照らし合わせることで、損傷量の推定が行える。

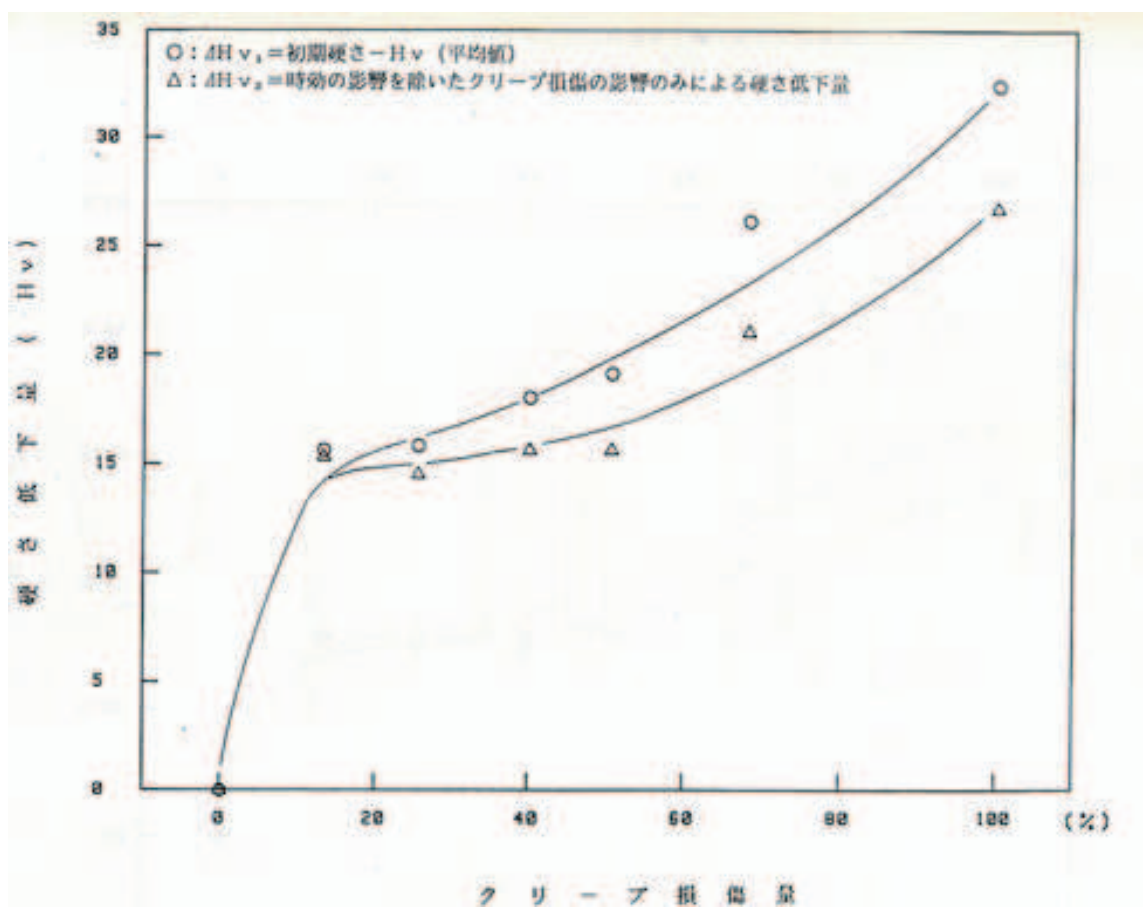


図 1.1: 硬さ低下量を用いた損傷評価のためのマスターカーブ [2]

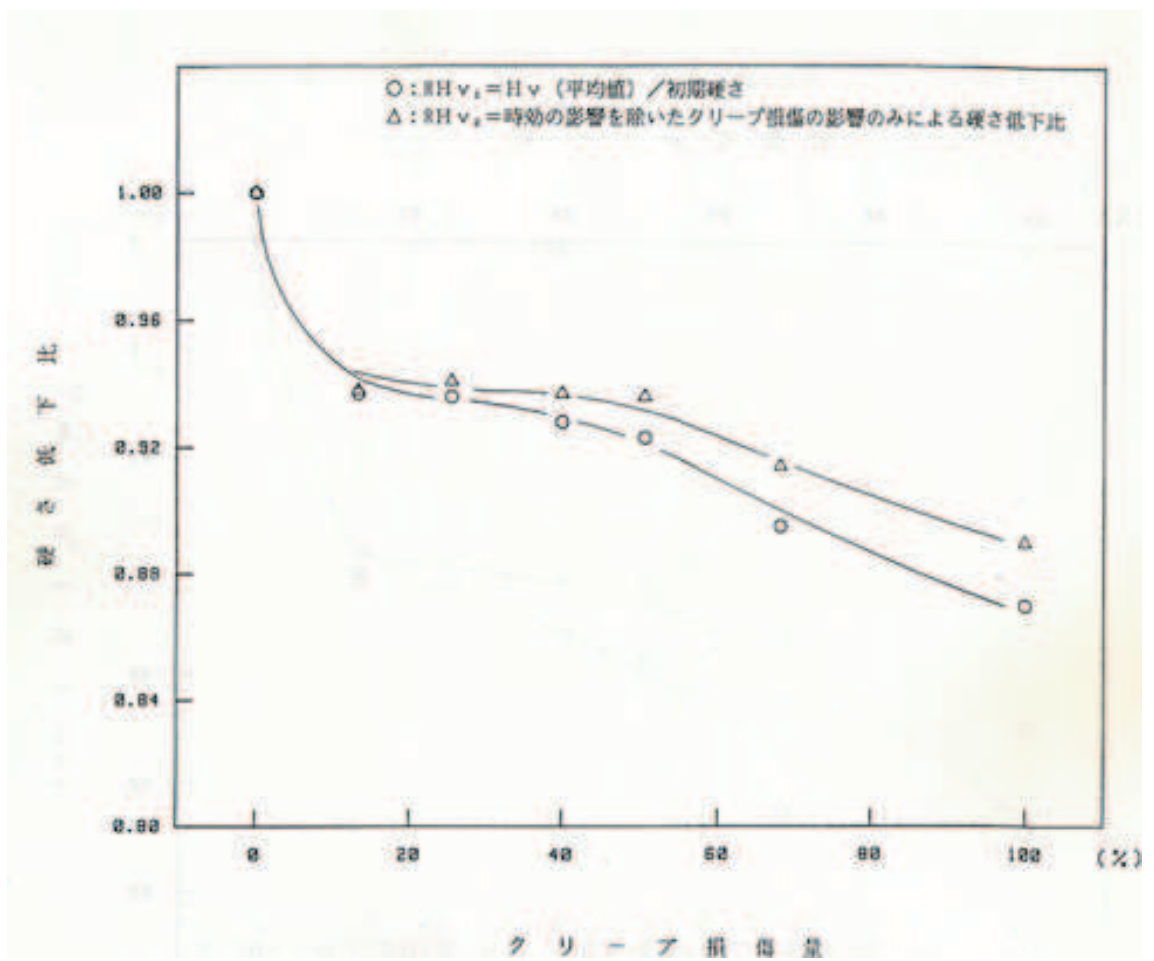


図 1.2: 硬さ低下比を用いた損傷評価のためのマスターカーブ [2]

1.4 硬さ法による損傷評価の精度向上

21 世紀に入り原子力の技術が進歩していくであろうが、当分の間火力発電は電源構成の半分近くを占めるものと予想されている [1]。したがって、経年火力発電プラントの安全な運転、寿命の延伸は重要な課題であり、精度良い評価手法の確立は今後ますますその重要性を増していくと考えられる。

硬さ法は、最も良く用いられる手法の一つであり、今後も重要な評価手法として余寿命の診断精度の向上が望まれている。本研究では硬さ法の精度の向上を目指し、高温物性をよりよく評価できる可能性がある高温硬さの適用について検討する。

1.5 本研究の目的

本研究では、高温での使用による材料の損傷を、高温でなおかつ非破壊的に行う手法として高温硬さに注目し、従来は常温にて行われている損傷評価の精度を向上できないか、検討を行う。試験対象として 20 万時間以上使用した Cr-Mo-V 鍛鋼高中圧タービンロータの廃却材を用い、長時間使用による損傷が高温硬さ値に与える影響から、損傷量の推定を行う手法について考察する。

1.6 本論文の構成

第 1 章 緒言 では、本研究の背景や目的について述べる。

第 2 章 高温硬さを用いた経年プラント設備の損傷評価 では、室温硬さと高温硬さのそれぞれのメリットと問題点を示し、損傷評価の精度向上の観点から本研究目的の意義を示す。

第 3 章 高温硬さ実験手法 では、本研究で行った高温硬さ測定実験についての方法を示す。

第 4 章 実験結果 では、行った実験の結果を整理し、クリープ特性値等の主要値の算出を行う。

第 5 章 考察 では、得られた結果に対し室温と高温における硬さの違いのメカニズムを考察し、また、押し込みクリープからクリープ構成式の評価を行う。

第 6 章 結論 では、本論分の結論を述べ、今後の課題を提示する。

第2章 高温硬さを用いた経年プラント設備の損傷評価

2.1 高温硬さのクリープ損傷評価への適用

2.1.1 従来の硬さ法による損傷評価のメリットと問題点

硬さ法は、最も良く用いられる余寿命評価手法の一つとなっている。その理由として以下に挙げるようなメリットがある。

- 室温での硬さ測定は測定が簡便である。
- 小さな試験片で試験ができる。もしくは、マイクロビッカース試験機等を用いて非破壊的に直接測定することもできる。

これらの利点がある一方で以下に示すような問題点が挙げられる。

- マスターカーブの作成のために引張りクリープ試験を実施しなければならない。
- 未使用材の入手が困難な場合、タービンロータではカップリング部を非損傷材として扱うが、損傷部と非損傷部の区別が明瞭でないボイラ等では初期硬さを求めることが困難である。

硬さ法では factor of 2 の精度でもって、損傷評価が行われている [1] が、実機を対象とした現実の問題として必ずしも満足 of いくものとはいえない。また一方で、材料の高温力学物性評価は、実際の使用環境に近い条件下での試験によって評価されることが望ましいと考えられ、室温から得ることのできる高温物性には限界があると考えられる。高温で生じるクリープ損傷の評価を高温で行うことによって、より正確な材料の高温物性評価が行える可能性があり、損傷評価の精度向上につながると考えられる。

2.1.2 損傷・余寿命評価における高温硬さのメリットと問題点

これまで火力発電プラントの損傷・余寿命評価において、高温で生じるクリープ損傷を高温で評価しようという試みはほとんど行われていない。ここで、高温硬さをクリープ損傷評価に適用する際に考えられるメリットと問題点を以下に示す。

高温硬さを用いた損傷評価のメリット

- 室温では得ることのできない高温物性の情報を高温硬さから得ることができ、損傷評価の精度を向上できる可能性がある。
- 少量の試料で試験を行うことができるため、実機に影響を及ぼさない程度の試料の摘出により準非破壊的に評価を行える可能性がある。

高温硬さを用いる問題点

- 高温にて測定をするため、室温での評価に比べて測定が困難である。
- 現段階では完全に非破壊な試験を行うことができない。

これまで、高温硬さに関する数々の研究において、室温では得ることのできない情報を得ようとする試みがなされてきた。近年では、高温硬さから材料のクリープ特性を評価できる可能性等も文献で紹介されている [7]～[12][21]～[16]。その一方で、火力発電設備の損傷評価の現場では、非破壊かつ簡便に測定が行える室温硬さが好まれており、高温硬さは高温物性を知る上で有効な手段となる可能性があると考えられる。しかし、実用上の問題から注目されてこなかった。高温硬さを用いることで損傷評価の精度が向上されることが示されれば、経年火力プラントの余寿命評価にとって大きな一歩となると考えられる。

2.2 本研究における提案手法

2.2.1 高温硬さを用いた硬さ法

従来の硬さ法は 1.3 に示すように、室温における硬さを用いた余寿命評価である。しかし、本研究にて非損傷材 (Coupling part) と損傷材 (Bore part) について、室温硬さと高温硬さの比較を行ったところ、クリープ損傷による硬さの変化は高温硬さのほうが室温硬さよりも顕著に現れることがわかった。図 2.1 は室温と 600℃における硬さの 95% 信頼区間を示している。図でもわかるように非損傷部と損傷部の硬さの差が 600℃で室温よりも広がっている。したがって、1.3 節で示した手順と同様に高温硬さによるマスターカーブを作成することができれば、損傷材と非損傷材の硬さの差もしくは比を用いて損傷量の推定を行うことができる。この際に、硬さの差の絶対値が大きい高温硬さ法は精度において有利であると考えられる。

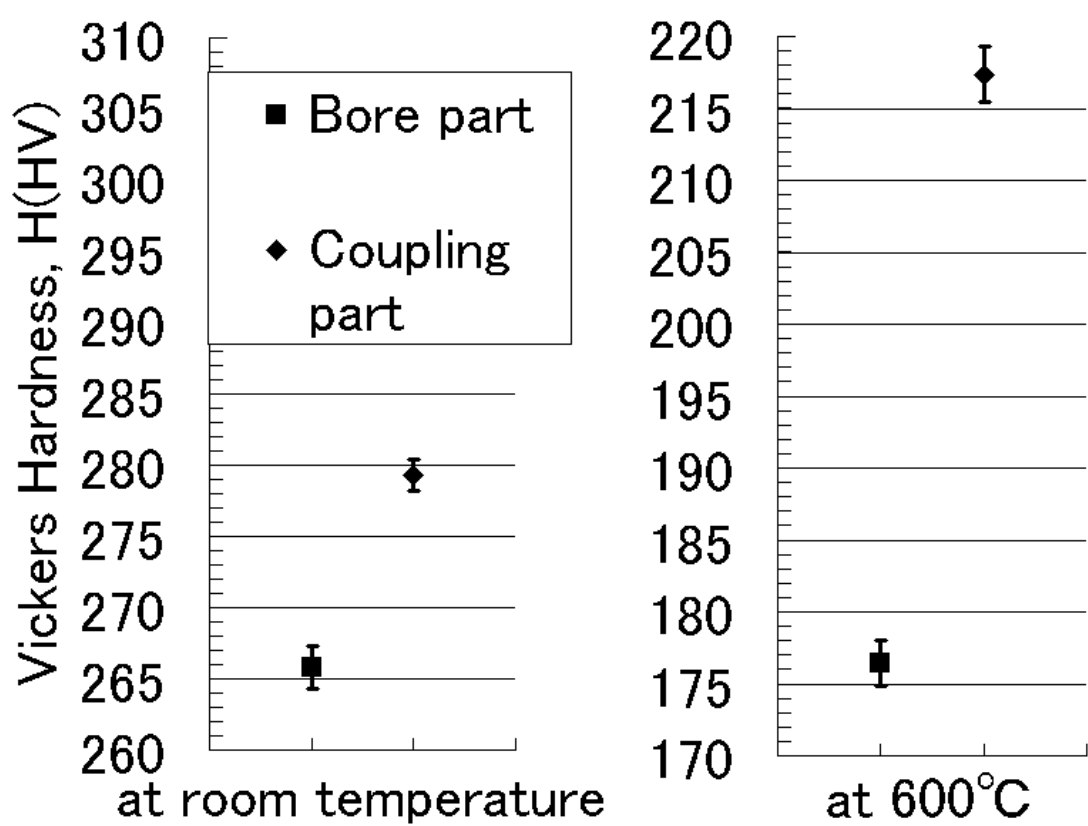


図 2.1: 室温と 600 °Cにおける損傷部と非損傷部の硬さの差の変化

2.2.2 高温硬さによる引張りクリープ構成式推定法

クリープ構成式はそれそのものが材料の破断寿命を表し、通常は引張りクリープ試験によって破壊的に求められてきた。引張りクリープ試験から構成式を求める場合、各温度で最低でも2回以上の試験を必要とした。しかし、今回提案する手法では1回の引張り試験結果から構成式を算出することができる。また、さらに改良することで純粋に高温硬さ試験のみからクリープ構成式を特定できる可能性も考えられる。以下に提案する手法を示す。

押込みクリープ式の Norton 型クリープ構成式への変換

硬さは以下に示す押込みクリープの式に従うことが様々な研究から確認されている [8]～[12][15][16]。

$$-n \ln H = \ln B - \frac{Q}{RT} + \ln t \quad (2.1)$$

ただし、 n 、 H 、 B 、 Q 、 R 、 T 、 t はそれぞれ、応力指数、硬さ、材料定数、活性化エネルギー、温度、荷重保持時間である。この式を幾何的な条件から以下のように Norton 型のクリープ構成式の形へと変換した。

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{2n} \tilde{B} \alpha^n \sigma^n \quad (2.2)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}$ 、 $\tilde{B}$ 、 α 、 σ はそれぞれ、クリープ歪み速度、材料定数、定数、応力である。よって、式(2.2)において $\tilde{B}$ 、 n 、 α の値が求まれば、クリープ構成式を特定できることになる。

各値の決定

n 、 $\tilde{B}$ の値は式(2.1)にしたがい、硬さ H を荷重保持時間 t の関数として両対数プロットした、傾きと切片の値から求めることができる。図2.2にCr-Mo-V鍛鋼非損傷材(タービンロータカップリング部)の荷重保持時間-硬さプロットを示す。600℃におけるカップリング部の n と $\tilde{B}$ の値は表2.1のようになった。これらの値と、別途引張り試験から得たデータ $\sigma = 205.8[MPa]$ 、 $\dot{\epsilon} = 1.313 \times 10^{-3}$ を式(2.2)に代入することで定数 α が求まる。このようにしてクリープ構成式は以下のように推定することができる。

$$\dot{\epsilon} = 1.92 \times 10^{-39} \sigma^{14.0} \quad (2.3)$$

式(2.3)に $\sigma = 215.6[MPa]$ を代入すると、 $\dot{\epsilon} = 2.5128 \times 10^{-3}$ となり、実測値 2.425×10^{-3} を比較的よく推定できていると言える。

本手法を用いた損傷評価の精度

クリープ構成式はクリープ挙動そのものを記述したものであるため、構成式を精度よく求めることは損傷評価の精度向上に直接つながることである。これまでの非破壊損傷評価においては、損傷を硬さをはじめとする様々な物理量と対応付けることで相対的な評価をしているに過ぎなかった。クリープ構成式は引張りクリープ試験などの破壊手法によってしか得られていなかったが、従来破壊しなければ得ることのできなかった高温物性が非破壊的に得ることができれば損傷評価手法の技術は著しく前進することになる。そういった意味で、本研究にて提案した損傷評価手法はこれまでにない画期的な手法であると考えられる。

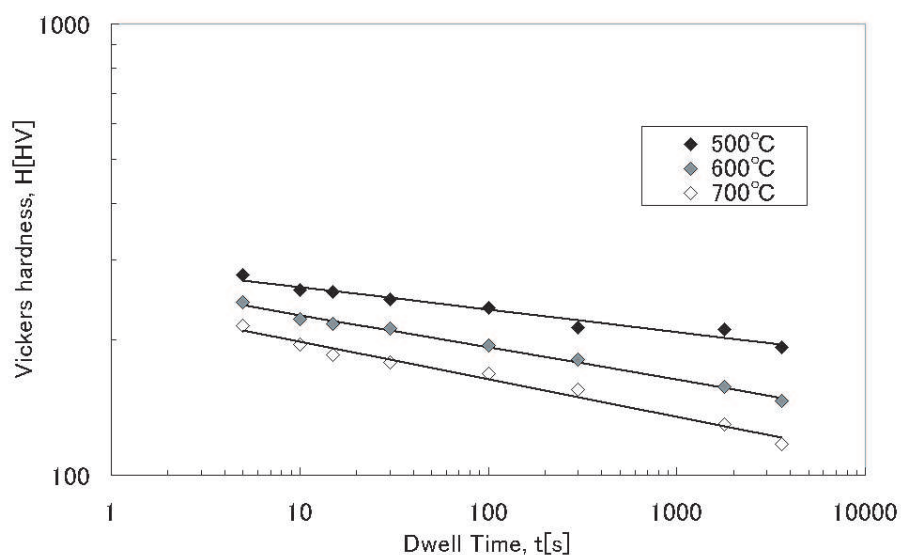


図 2.2: カップリング部の荷重保持時間-硬さプロット

表 2.1: 算出した値

n	13.95
$\tilde{B}$	1.3912E-34

2.3 本論文の流れ

本論文の流れを簡単なフローチャートにして示す。

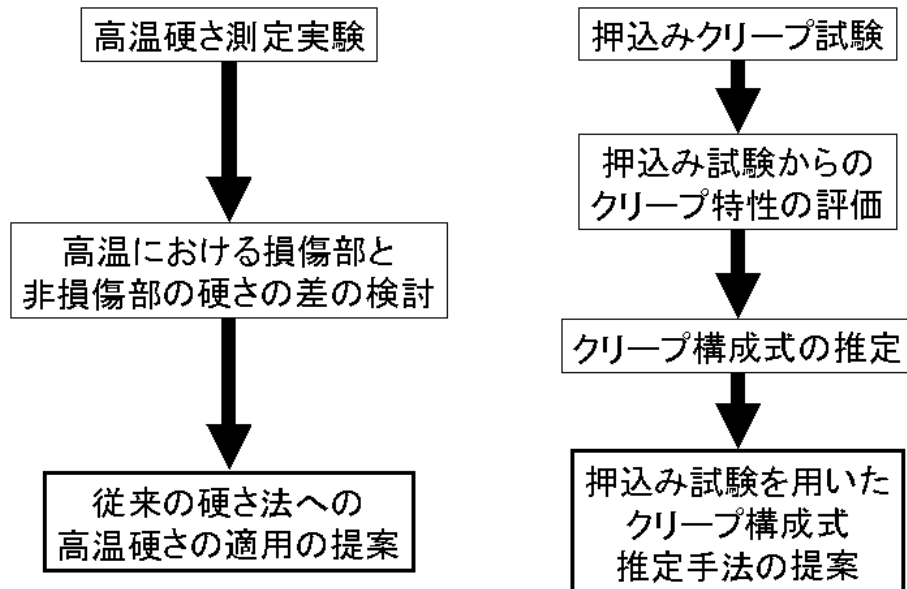


図 2.3: 本論文のフローチャート

第3章 高温硬さ実験手法

本章では、本研究にて行った高温硬さ測定実験の手法について述べる。高温硬さ測定実験の一般的な知識は文献を参照されたい [3][4][5]。

3.1 供試材及び試験片

本実験には供試材として、電中研からいただいた約 20 万時間使用した Cr-Mo-V 鍛鋼の高中圧タービンロータ廃却材を用いた。試験を実施した供試材の化学成分を表 3.1 に、タービンロータ形状を図 3.1 に示す。なお、供試材の組織は焼き戻しベイナイト組織で、熱処理として 970 °C で焼き入れの後 680 °C で焼き戻しを行ったものである。

タービンロータは使用時に低温部と高温部が明瞭に区別でき、低温部は材料の製造初期状態を比較的よく維持していると考えられる。本研究では、長時間使用によりクリープ損傷が生じていると考えられる高温部の中心孔部から試験片を採取し、実験を行った。また、経年劣化の状況を把握する比較対象として、常温で使用されており経年劣化及び損傷を受けていないと考えられるカップリング部 (CP 部) においても、高温部中心孔部と同様の試験を実施した。また、高温部中心孔部と同様に高温にて使用された高温部外周部についても試験片を採取し試験を行った。

試験片は、カップリング部と高温部中心孔部、外周部から切り出し、 $5 \times 5 \times 10$ mm の直方体形状に切断したのち、 5×10 mm の 1 面に対し電解研磨を行い試験面とした (図 3.2)。

表 3.1: 供試材の化学成分

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Cu	Ni	As	Sn	Sb
高温部	0.28	0.36	0.53	0.020	0.016	1.06	1.10	0.300	0.12	0.36	0.017	0.013	0.003
CP 部	0.28	0.34	0.52	0.018	0.017	1.06	1.10	0.290	0.12	0.37	0.017	0.013	0.003

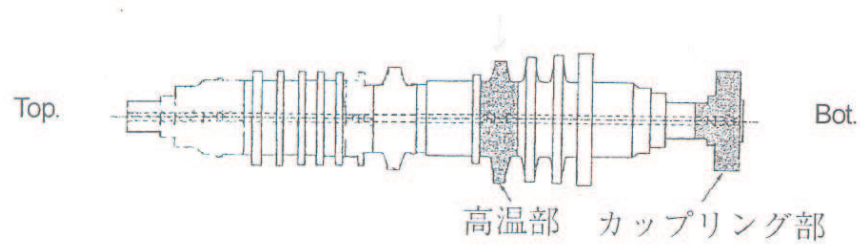


図 3.1: タービンロータ材概略図

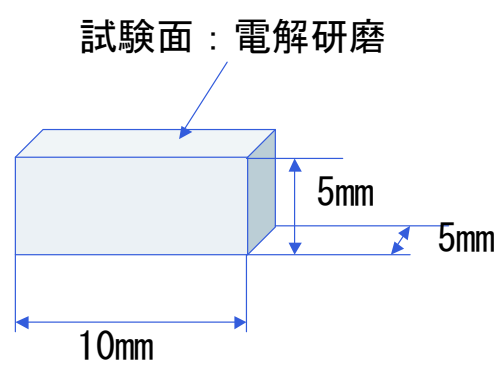


図 3.2: 製作した試験片

3.2 高温硬さ測定装置

本実験に使用したニコン社製の高温硬さ測定装置 QM を図 3.3、3.4 に示す。また、加熱ヒータと試料ホルダーの写真を図 3.5、3.6 に示す。



図 3.3: 高温硬さ試験機 QM



図 3.4: 温度制御装置

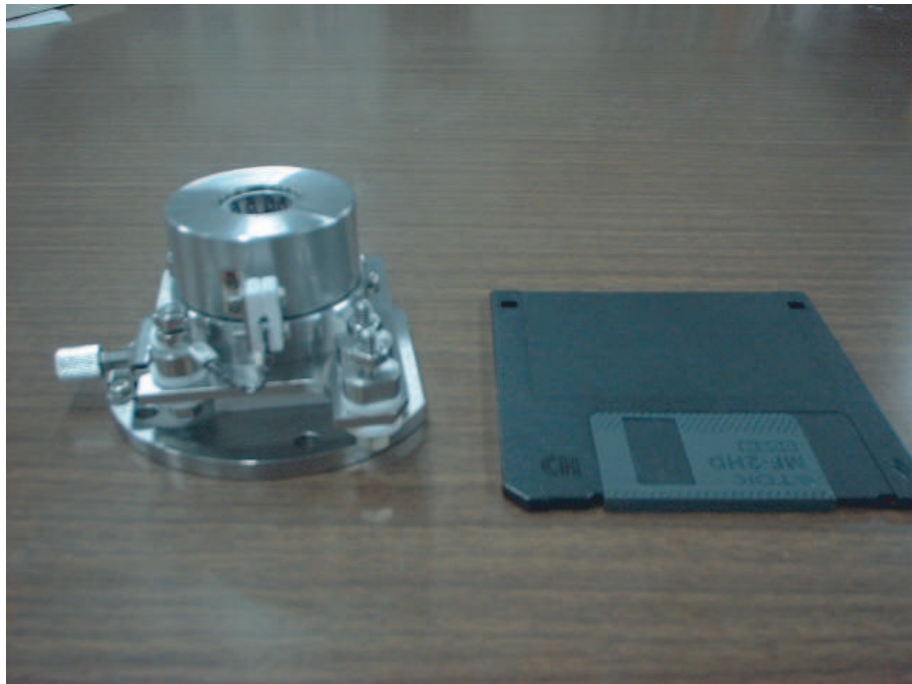


図 3.5: 高温加熱炉



図 3.6: 試料ホルダー

3.2.1 高温硬さ試験機の性能

本実験に使用した高温硬さ試験機の性能を簡単に示す。

加熱温度

高温加熱炉を用いて室温から 1600℃まで測定可能。ヒータは 700W。

温度制御装置

干野 EH-121-01(調節記録計、応答速度高速改造型)を使用。

雰囲気

10^{-5} torr までの真空にした後に不活性ガスである高純度アルゴンガス (標準) を使用。アルゴン以外のガスにも対応可能。

試料の制御

前後、縦、横方向ともに 12mm の移動範囲を持ち、圧痕の最小読取り値は縦、横方向ともに 0.01mm となっている。

圧子

マイクロビッカース圧子またはヌープ圧子を用いることができる。ビッカース圧子はダイヤモンド、サファイア製があり、ヌープ圧子はダイヤモンド製のみがある。

荷重

50、100、200、300、500、1000g の 6 種類の切り替えが可能で、荷重の負荷方法は自動と手動の選択ができる。また、荷重保持時間は 0.1～999.9 まで 0.1 秒刻みで設定できるデジタルタイマが付属している。

顕微鏡

総合倍率が 100 ×、200 ×、400 ×の 3 種類用意されている。

その他

電源 AC100V 50、60Hz 最大 30A

所要冷却水 1.5～2l/分

大きさ 1600(幅) × 800(奥行) × 1500(高さ)mm

床面積 1600(幅) × 800(奥行)mm

重量 約 300kg

3.3 実験手法と条件

高温硬さ測定及び押し込みクリープ実験はニコン社製の高温硬さ測定装置 QM(図 3.3)を用いて行った。硬さの測定はダイヤモンド製のビッカース型圧子を用いて行った。ダイヤモンドは大気中では高温において試験片と反応してしまうおそれがあるため、 5×10^{-4} torr 程度まで真空をひいた後に、雰囲気を 99.999% Ar 流気とし、不活性ガス中で実験を行った。硬さは、押し込み後に圧痕の 2 つの対角線の長さを測定し、その平均値から、対角線長さと硬さの対応表を用いて算出した。

3.3.1 高温硬さ実験

高温硬さ測定手法を以下に示す。

高温部中心孔部、外周部及びカップリング部から切り出した試験片に対し、それぞれ室温から 1200 °C まで 20 °C おきに硬さの測定を行った。荷重は 500gf とし、荷重保持時間 30s として測定を行った。各温度でまず 5min の試験片予熱を行い、その後圧子を押し込み 5min 荷重を保持することで圧子の予熱を行った。その後各温度で 2 回の押し込みを行い平均をとった。

また、室温と実機使用温度に近い 600 °C に注目し、それぞれの温度におけるカップリング部、中心孔部及び外周部の硬さの差に関して、データのバラツキを考慮に入れた評価を行った。硬さのデータはバラツキを有すると予想されるため、室温と 600 °C においてカップリング部、中心孔部ともに 100 回程度の硬さ測定を行った。100 回の測定に際し圧子の予熱は行わずに測定を行った。得られたサンプルの平均値の差について、両側検定を用いてバラツキを考慮して統計的に評価を行った。これらの実験条件を表 3.2 にまとめた。

表 3.2: 高温硬さ測定実験条件

	各温度における硬さ測定実験	室温と 600 °C における硬さ測定実験
測定温度	室温から 1200 °C まで 20 °C おき	室温及び 600 °C
圧子	ダイヤモンドビッカース圧子	ダイヤモンドビッカース圧子
荷重	500gf	500gf
負荷速度	65 μ m	65 μ m
荷重保持時間	30s	30s
試験片予熱	5min	5min
圧子予熱	5min	なし
雰囲気	99.999% Ar	99.999% Ar

3.3.2 押込みクリープ実験

硬さの時間依存性を調べる目的で押込みクリープ実験を行った。手法を以下に示す。

押込みクリープ実験の条件と手順

硬さクリープ実験では硬さを荷重保持時間の関数として測定した。各荷重保持時間ごとの硬さの値を測定し荷重保持時間-硬さ曲線を作成する。本実験はカップリング部と高温部中心孔部及び外周部の各部位に対し 500、600 と 700 °C について、それぞれの温度で荷重保持時間を 5、10、15、30、100、300、1800、3600s として測定した。300s までの各荷重保持時間においては少なくとも 5 回、1800 及び 3600s については 1 もしくは 2 回の測定を行いそれぞれ平均をとった。実験条件を表 3.3 にまとめた。

押込みクリープ実験結果の解析手法

押込みクリープは以下で示す式に従うことが Sargent と Ashby[8] によって知られている。

$$-n \ln H = \ln B - \frac{Q}{RT} + \ln t \quad (3.1)$$

この式の導出は付録及び文献 Sargent と Ashby[8] を参照されたい。この式より、材料のクリープ変形に応力が及ぼす影響を示す値である応力指数 n が、温度一定条件の荷重保持時間 t と硬さ H の両対数プロットの傾きから算出できることが分かる。また、硬さ一定条件における絶対温度 T の逆数と荷重保持時間 t の自然対数のプロットの傾きから、活性化エネルギー Q を求めることができる。本実験から得られた結果を式 (3.1) に基づいて整理し、応力指数 n 、活性化エネルギー Q を求め、押込みクリープ試験の変形機構、クリープ特性の評価を行う。

表 3.3: 押込みクリープ実験条件

測定温度	500、600 及び 700 °C
圧子	ダイヤモンドビッカース圧子
荷重	50gf
負荷速度	約 0.7µm/s
荷重保持時間	5~3600s
試験片予熱	5min
圧子予熱	なし
雰囲気	99.999% Ar

3.4 微視組織調査方法

Cr-Mo-V 鍛鋼廃却ロータ材試験片を用いて微視組織を調べた。Cr-Mo-V 鍛鋼は、高温のもとで応力が長時間作用するとクリープ損傷を受け、その影響として炭化物の粗大化や粒界におけるボイドの発生等の組織変化が生じることが知られている。実機使用時に低温であったカップリング部と高温であった中心孔部、外周部の各部位に対し、SEM を用いて組織や粒界析出物やボイドの発生を調べカップリング部と中心孔部、外周部において組織にどのような変化が生じているかを調査し、長時間使用によるクリープ損傷の有無を調べた。

第4章 実験結果

本章では、第3章で示した実験方法に基づいて行った高温硬さ実験及び押込みクリープ実験の結果を示す。

4.1 高温硬さ実験結果

4.1.1 カップリング部と高温中心孔部及び外周部の温度-硬さ曲線

カップリング部と高温部中心孔部及び外周部についての室温から 1200 °C までの温度-硬さ曲線を図 4.1 に示す。図 4.1 をみると、室温から約 700 °C まで温度の上昇とともに硬さは徐々に低下する。700 °C から 780 °C の温度においては軟化の勾配が急になり、温度の上昇に伴い著しく硬さは低下する。780 °C 以上の温度になると再び軟化の勾配は緩やかになり、温度の上昇とともに硬さは徐々に低下していく。

カップリング部と高温部 (中心孔部及び外周部) の結果を比較すると、700 °C 付近までは硬さは高温部で小さい値となっている。700 °C 以上の温度ではカップリング部と高温部の硬さはほぼ等しい値となってしまう、硬さの差は確認できなくなっている。

また、高温部において中心孔部と外周部の温度-硬さ曲線を比較すると、温度によって中心孔部と外周部の大小はまちまちで、硬さの絶対値に関する判断はこの結果からはできなかった。各温度の硬さの値は 2 回測定した平均の値であり、サンプルが小さいためにバラツキの影響が無視できなくなっていると考えられる。

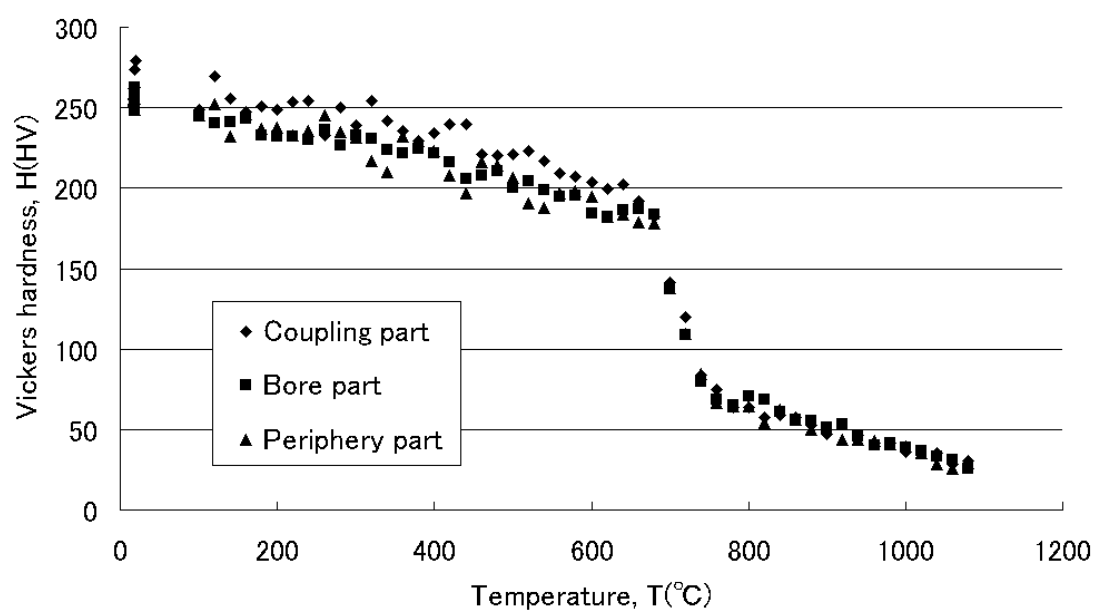


図 4.1: カップリング部と中心孔部及び外周部の温度-硬さ曲線

4.1.2 室温と 600 °Cにおけるカップリング部、中心孔部及び外周部の硬さの差

室温と実機使用温度に近い 600 °C に注目しそれぞれの温度でカップリング部と高温中心孔部及び外周部の硬さを 100 回程度測定した。測定結果から算出した平均値、標準偏差を求めた。これら求めた値を表 4.1 に示す。これを見ると、室温におけるカップリング部と中心孔部の硬さの差は 13 であるが、600 °C では 41 と大きくなっていることがわかる。外周部でも、室温ではカップリング部との硬さの差が 8 であったのに対し、高温では 19 と大きくなっている。また、中心孔部と外周部との比較では、室温では硬さの差は 5 とそれほど大きくないが、600 °C では硬さの差は 22 とひろがっている。これらの結果から、部位間の硬さの差は 600 °C において大きくなっていることがわかるが、得られたサンプルはバラツキを有するため、バラツキを考慮した定量的な扱いが必要と考えられる。

表 4.1: 室温と 600 °C におけるカップリング、中心孔部及び外周部野の硬さの平均値、標準偏差の値

部位	測定温度	平均値 (HV)	CP 部の硬さとの差	標準偏差
カップリング部	室温	279	-	5.5
中心孔部		266	13	7.1
外周部		271	8	7.3
カップリング部	600 °C	217	-	9.5
中心孔部		176	41	7.6
外周部		198	19	5.4

4.2 押し込みクリープ実験結果

4.2.1 カップリング部と中心孔部の応力指数の値

カップリング部と中心孔部及び外周部について 500、600、700 °C で荷重保持時間を変えて硬さ測定を行った。実験の結果、それぞれの部位で各温度で時間とともに硬さが低下することが確認された。荷重保持時間-硬さ曲線を図 4.2～4.7 に示す。第 3 章で示した式 (3.1) から、荷重保持時間-硬さ曲線の傾きから応力指数 n が求まることからわかる。荷重保持時間-硬さ曲線から算出した応力指数の値を表 4.2 に示す。表 4.2 より、応力指数の値は各部位で、温度が高くなると小さくなる傾向を示している。これは図 4.2、4.3 を見るとわかるとおり、温度が高いほど荷重を保持することによる硬さの低下量が大きくなることを示している。一方、カップリング部と中心孔部の応力指数を比較すると、各温度で中心孔部のほうが大きい値となっていることが分かる。また、カップリング部と外周部の比較でも同様に各温度で外周部のほうが応力指数が大きくなることがわかった。これは、荷重を保持することによる硬さの低下量が、カップリング部のほうが高温部 (中心孔部及び外周部) よりも大きいことを示している。これより、各温度・荷重保持時間における硬さは高温部 (中心孔部及び外周部) のほうがカップリングよりも小さい値となっているが、その差は荷重保持時間を増加に伴い小さくなることになる。このことは図 4.5、4.6、4.7 において確認することができる。また、室温において行った押し込みクリープ実験では荷重保持時間の影響による硬さの低下はカップリング部、中心孔部及び外周部ともに見られなかった。

表 4.2: カップリング部と中心孔部及び外周部の各温度における応力指数 n の値

	500 °C	600 °C	700 °C
カップリング部	20.0	14.0	12.0
中心孔部	31.1	16.7	12.7
外周部	28.6	23.7	14.8

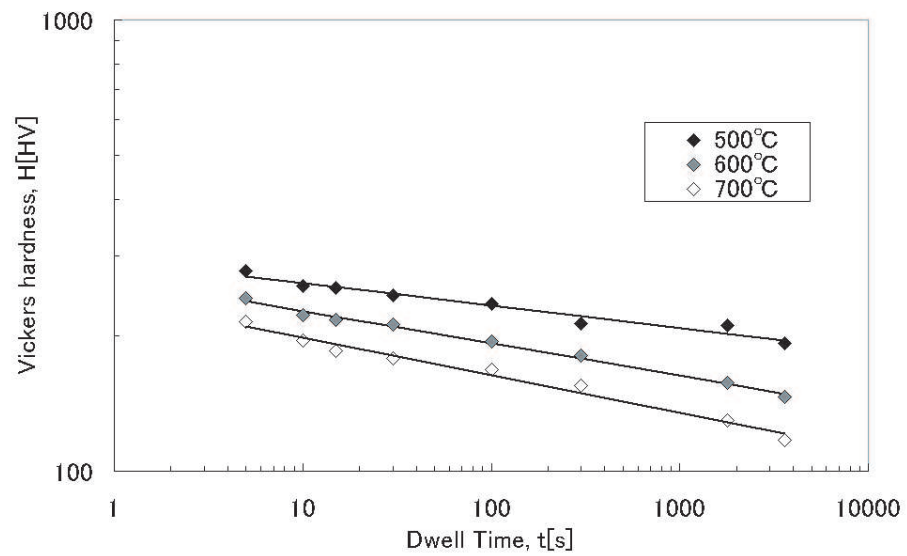


図 4.2: カップリング部の荷重保持時間-硬さ曲線

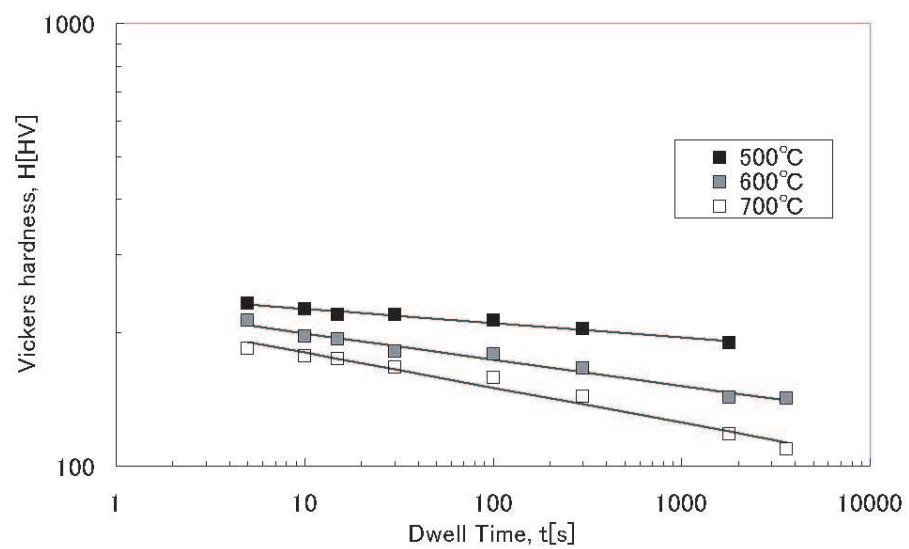


図 4.3: 中心孔部の荷重保持時間-硬さ曲線

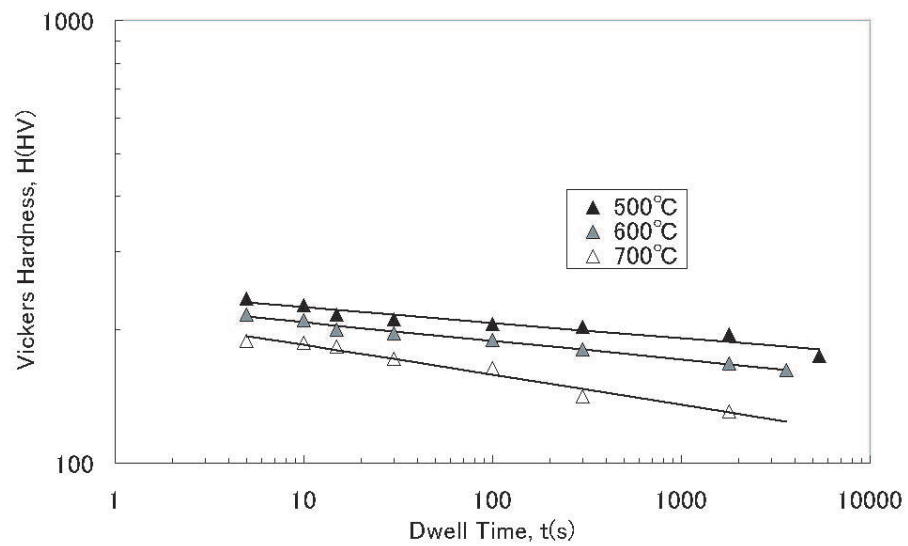


図 4.4: 外周部の荷重保持時間-硬さ曲線

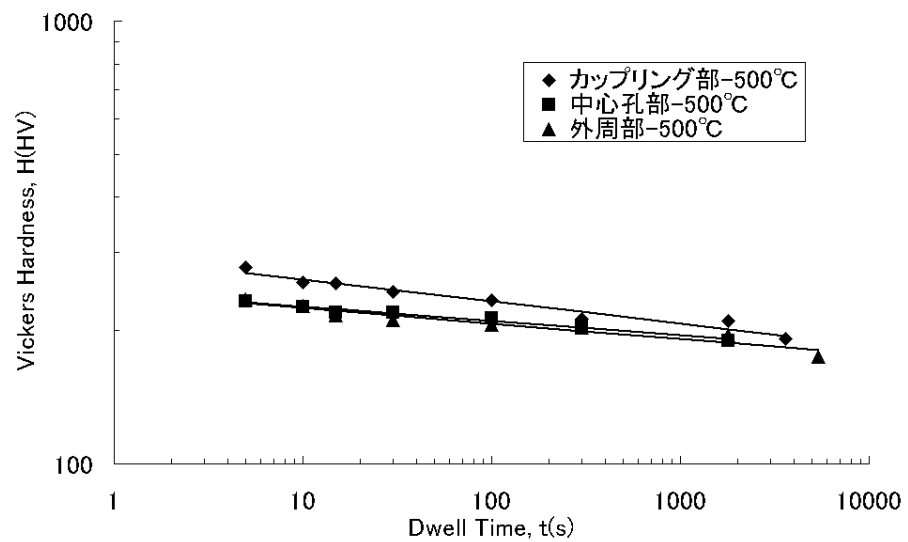


図 4.5: 500 °Cにおけるカップリング部、中心孔部及び外周部の荷重保持時間-硬さ曲線

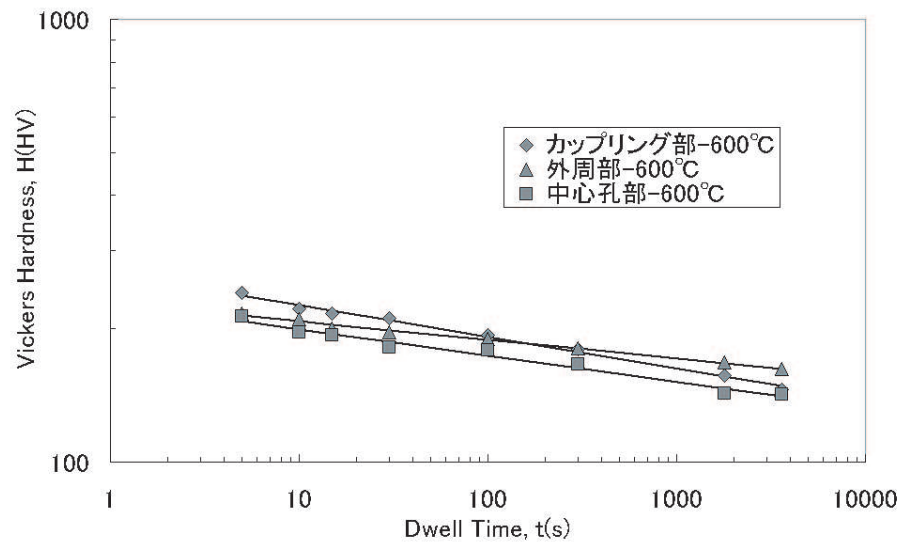


図 4.6: 600 °Cにおけるカップリング部、中心孔部及び外周部の荷重保持時間-硬さ曲線

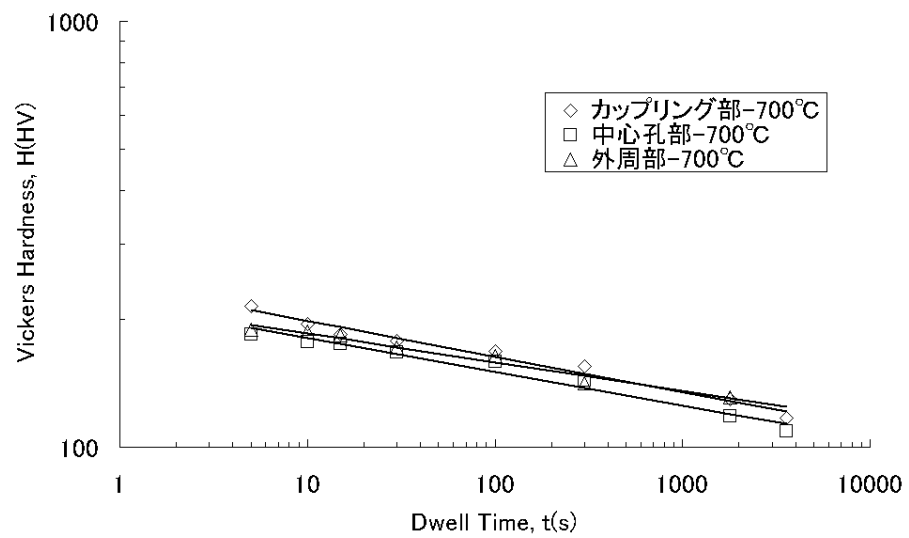


図 4.7: 700 °Cにおけるカップリング部、中心孔部及び外周部の荷重保持時間-硬さ曲線

4.2.2 カップリング部と中心孔部及び外周部の活性化エネルギーの算出

カップリング部、中心孔部及び外周部の活性化エネルギーを算出した。算出方法は付録を参照されたい。等しい硬さにおける荷重保持時間-温度の逆数プロットを図 4.8、4.9、4.10 に、直線のフィット具合を表す R-2 乗値と算出した活性化エネルギーの値を表 4.3 に示す。活性化エネルギーの値はカップリング部と外周部では同様の値となったが、中心孔部で異なった値となっている。図 4.9 と、表 4.3 より、中心孔部の結果の直線へのフィット具合はカップリング部と外周部に比べ低くなっていることがわかる。よって、実験の精度が活性化エネルギーの値の違いに関係していることが考えられる。表 4.2 で、500℃における中心孔部の応力指数値は他の値に比べ非常に大きいものとなっている。500℃における中心孔部の値は正確に測定できていない可能性があり、その影響が活性化エネルギーの値にも及んでいる可能性がある。

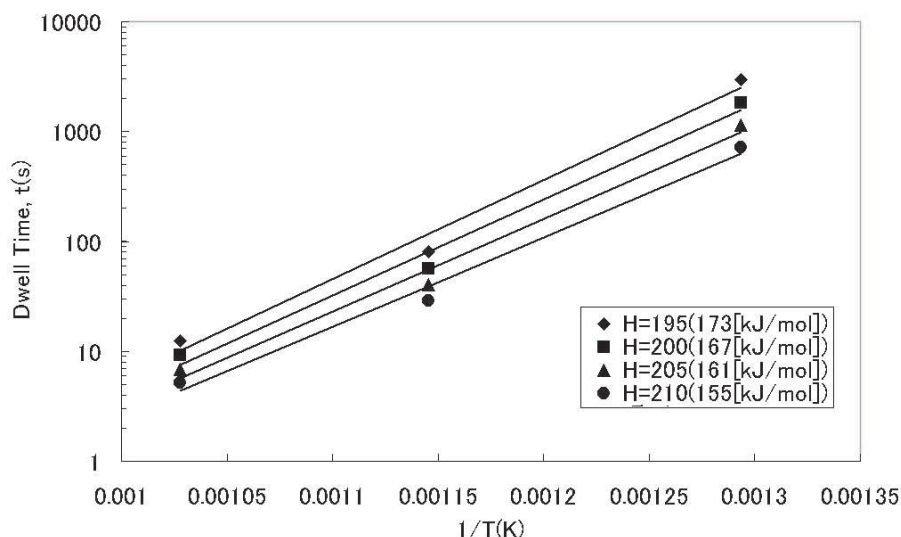


図 4.8: カップリング部の荷重保持時間-温度曲線

表 4.3: カップリング部、中心孔部及び外周部の活性化エネルギーの値

	R-2 乗値	活性化エネルギー [kJ/mol]
カップリング部	0.99	155～173
中心孔部	0.95	186～189
外周部	0.99	155～175

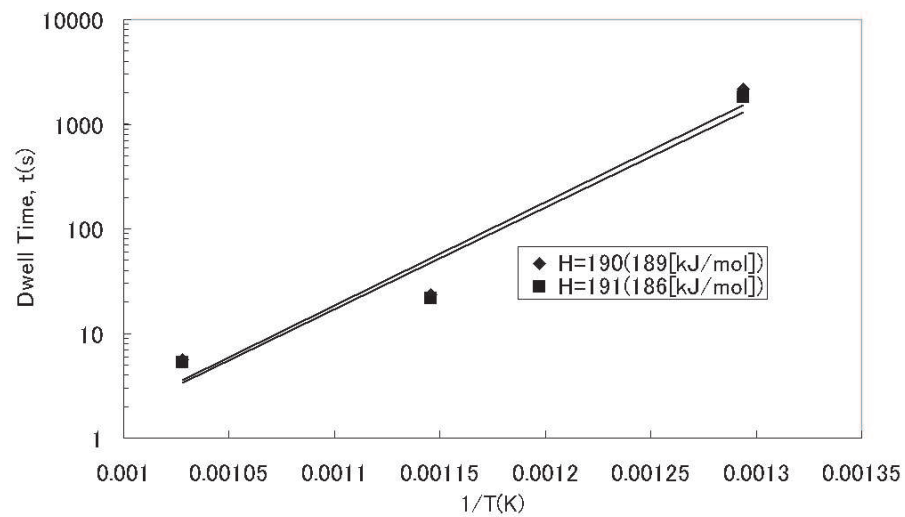


図 4.9: 中心孔部の荷重保持時間-温度曲線

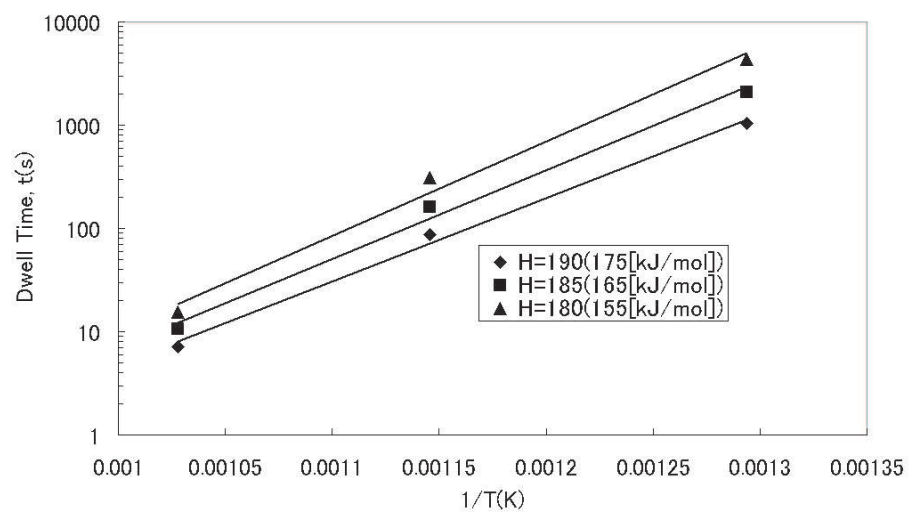


図 4.10: 外周部の荷重保持時間-温度曲線

4.3 カップリング部と中心孔部及び外周部の組織観察結果

カップリング部と中心孔部及び外周部について SEM 観察を行った。各部位の光学顕微鏡写真を図 4.11、4.12、4.13 に示す。図 4.12 に多数見られる黒いものは、介在物と考えられる。この介在物は外周部でも見られるが中心孔部ほど多くはない。カップリング部ではほとんど見られないことがわかる。また、クリープボイドの発生の有無を観察した結果、カップリング部ではボイドの発生は見られなかった。一方、中心孔部、外周部では図 4.14、4.15 に示すようにボイドが発生しており、 1mm^2 に 15 個程度のボイドが観察された。これから、高温部 (中心孔部及び外周部) では長時間使用によるクリープ損傷が生じていることがわかった。

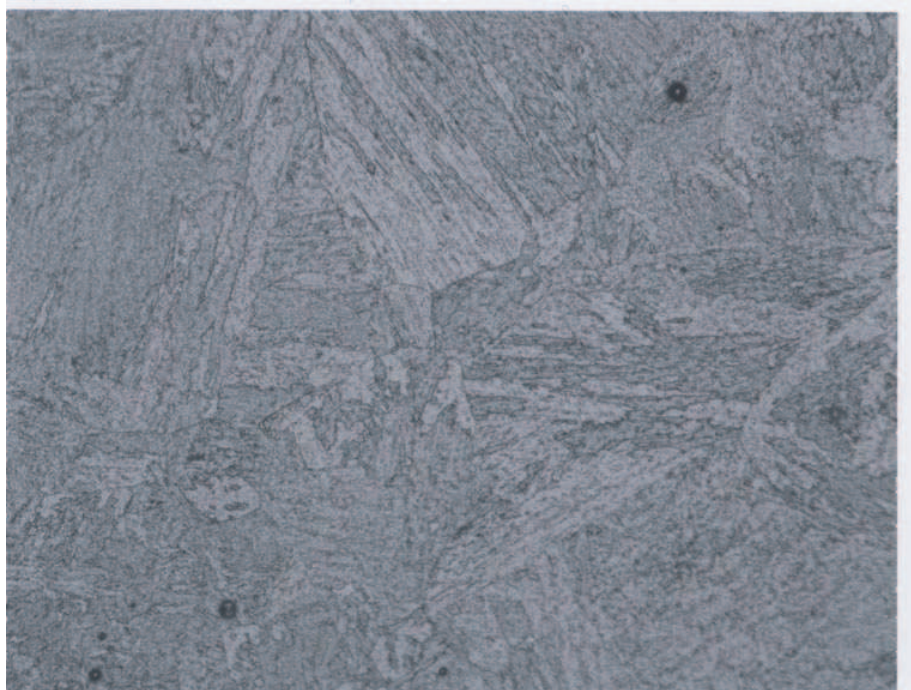


図 4.11: カップリング部の光学顕微鏡写真 ($150 \times 190\mu\text{m}$)

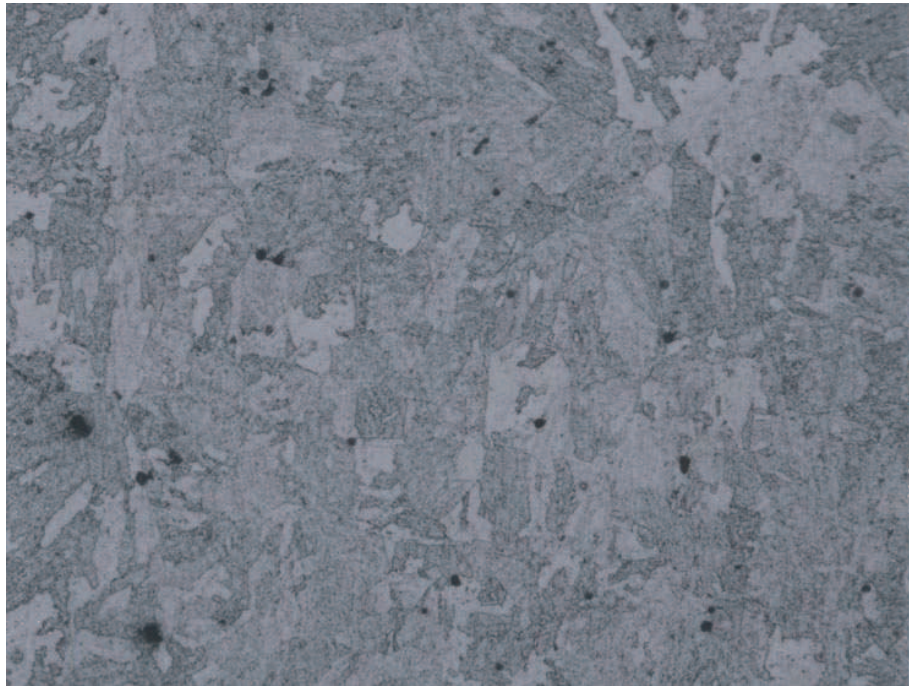


図 4.12: 中心孔部の光学顕微鏡写真 ($150 \times 190\mu\text{m}$)

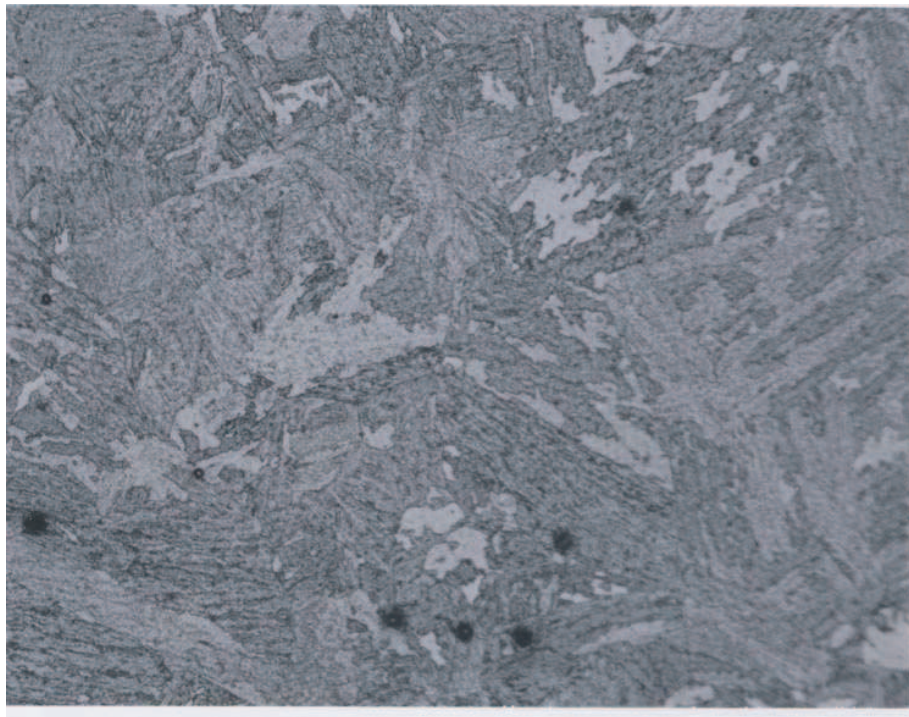


図 4.13: 外周部の光学顕微鏡写真 ($150 \times 190\mu\text{m}$)

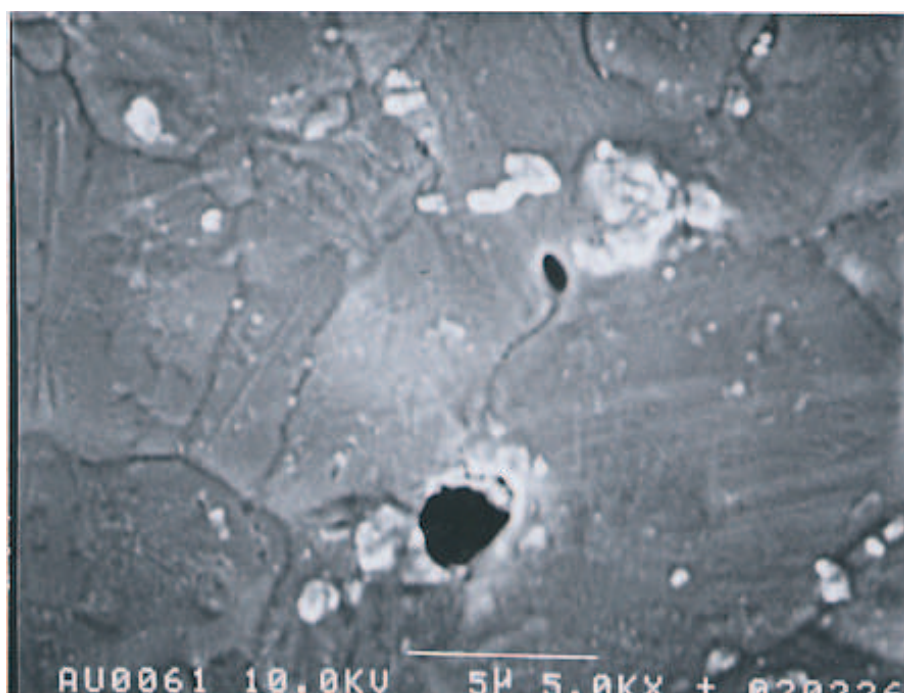


図 4.14: SEM による中心孔部のボイド観察 1

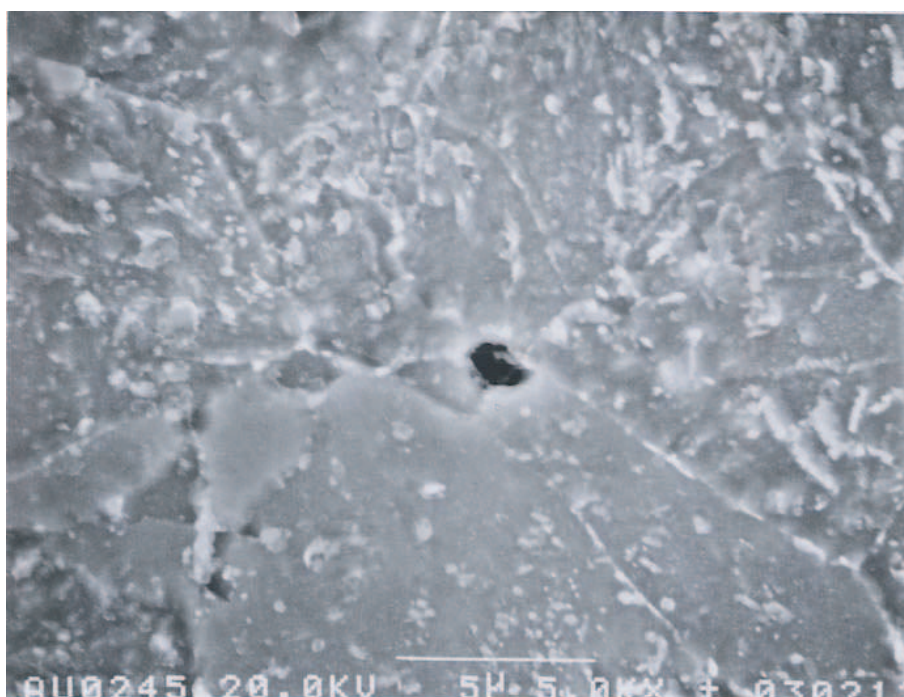


図 4.15: SEM による中心孔部のボイド観察 2

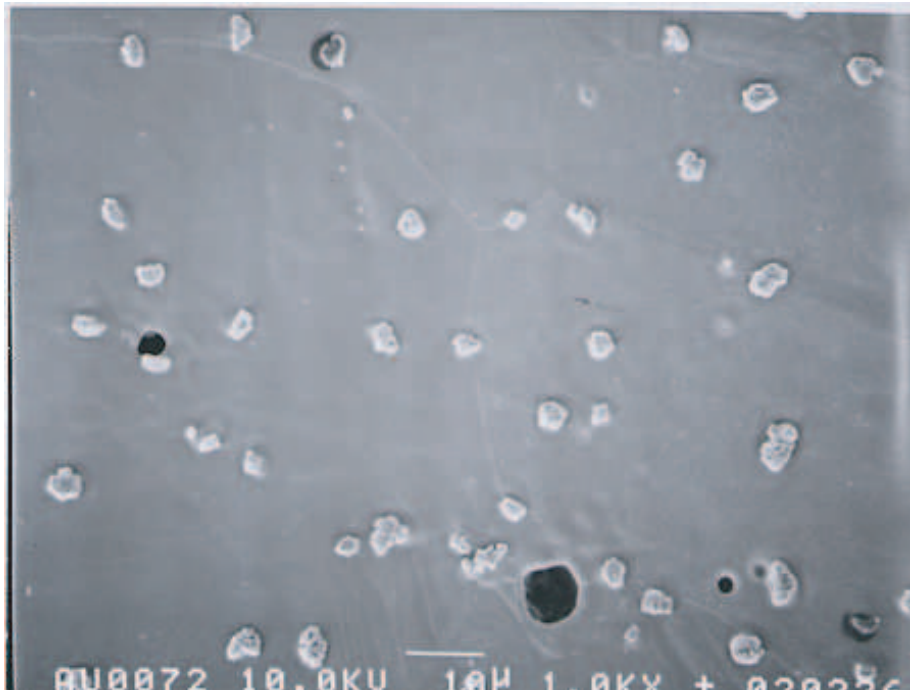


図 4.16: SEM による外周部のボイド観察

第5章 考察

5.1 硬さの温度依存性

5.1.1 各部位の温度硬さ曲線

図に示した温度-硬さ曲線では各部位で700℃付近までは緩やかな低下を示している。しかし、700℃付近の変態点で軟化の勾配は鋭くなり、急激に軟化を始める。この700℃付近の変態点までは、ベイナイト組織で安定していると考えられ、変態点を超えると組織の変態を起こし軟化すると考えられる。この変態点は焼き戻しの温度とほぼ一致することが知られており、本実験に用いたCr-Mo-V鍛鋼の焼き戻し温度が約680℃であることと合致している。700℃付近での変態の後、780℃付近に第二の変態点が存在し、この温度異常では再び軟化の勾配が緩やかになっている。この、第二変態点は α 鉄から γ 鉄へと遷移する点であると考えられる。これらの高温硬さ挙動は一般的な鉄鋼材について知られている高温硬さ挙動とよく一致している[3]～[5]。

各部位ごとに見ていくと、第一変態点までの各温度では、高温部で(中心孔部及び外周部)カップリング部に比べて硬さの値が小さくなっている。しかし、それ以降ではほぼ一致してしまい、部位間の硬さの差がなくなってしまう。したがって、高温硬さを用いた余寿命評価では第一変態点以前の温度で行う必要があると考えられる。中心孔部と外周部では各温度で硬さの大小が異なっており、この図からは評価が行えなかった。また、高温部とカップリング部との比較においても、高温部での軟化は認められるが、定量的な評価は行うことができない。したがって、次節では室温と600℃に注目して定量的な硬さの評価を行う。

5.1.2 室温と600℃における部位間の硬さの差に関する統計的取り扱い

4.1.2にて各部位の硬さの平均値の差は室温よりも600℃で大きくなった。しかし、これらのサンプルはバラツキを有するため、バラツキを考慮した統計的な扱いが必要と考えられる。そこで、バラツキを定量的に扱うために各サンプルを正規確率紙にプロットしてR-2乗値を求め直線性を確認した(図5.1～5.4)。各サンプルの平均

値、標準偏差、直線へのフィット具合を示す R-2 乗値を表 5.1 に示す。ここで、表 5.1 に示した R-2 乗値が 1 に近い値となっていることから、サンプルは正規分布に従うと仮定してよいことがわかる。従って、サンプルのばらつきは正規分布に従うとして、以下各部位間の硬さの差について統計的な評価を行う。

表 5.1: 室温と 600 °C におけるカップリング、中心孔部及び外周部野の硬さの平均値、標準偏差、分散の値

部位	測定温度	平均値 (HV)	CP 部の硬さとの差	標準偏差	R-2 乗値
カップリング部	室温	279	-	5.5	0.996
中心孔部		266	13	7.1	0.989
外周部		271	8	7.3	0.957
カップリング部	600 °C	217	-	9.5	0.991
中心孔部		176	41	7.6	0.995
外周部		198	19	5.4	0.996

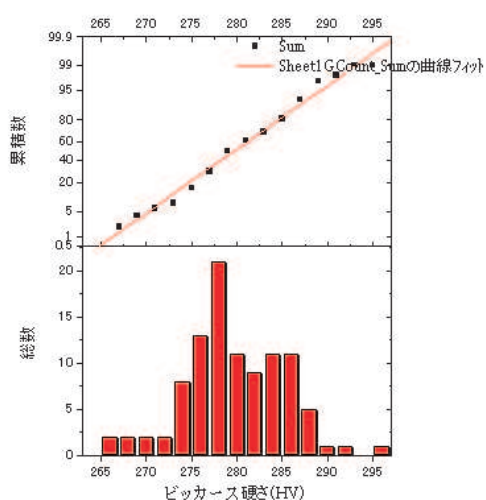


図 5.1: 室温におけるカップリング部の硬さ値の正規確率プロット

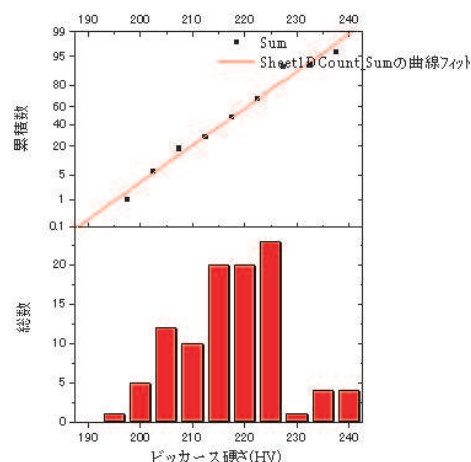


図 5.2: 600 °C におけるカップリング部の硬さ値の正規確率プロット

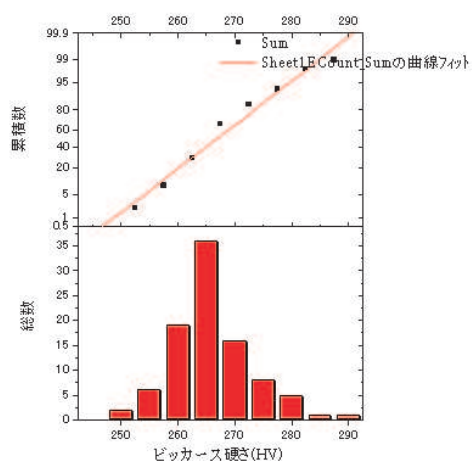


図 5.3: 室温における中心孔部の硬さ値の正規確率プロット

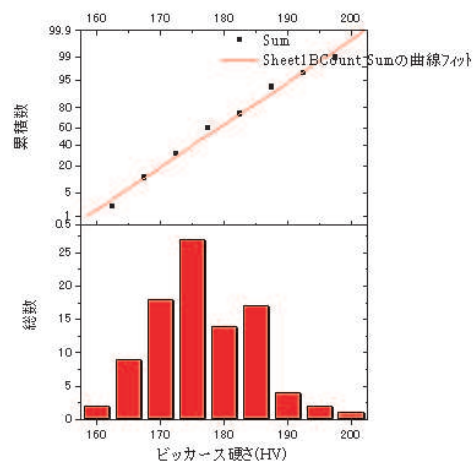


図 5.4: 600 °Cにおける中心孔部の硬さ値の正規確率プロット

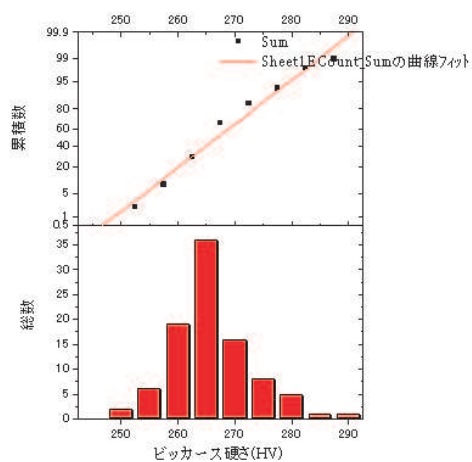


図 5.5: 室温における外周部の硬さ値の正規確率プロット

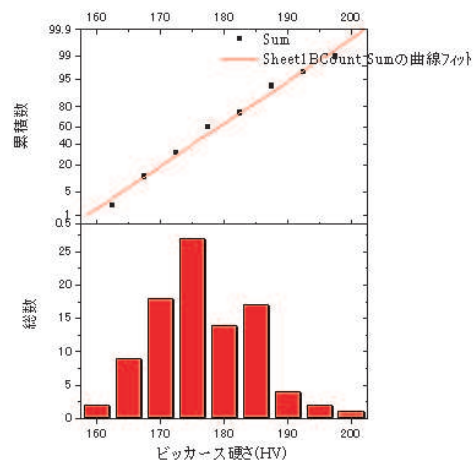


図 5.6: 600 °Cにおける外周部の硬さ値の正規確率プロット

5.1.3 各部位間の硬さの平均値の差に関する両側検定

表 5.1 に示したように、各部位間の硬さの平均値の差の大きさは室温と 600℃で異なった値となっている。この差をバラツキを含めた上で統計的に有意な差といえるかどうかの検定を行った。検定には、サンプルが正規分布に従うとした場合の両側検定を用いて行った。両側検定の手法については付録及び文献 [13][14] を参照されたい。両側検定の結果、室温におけるカップリング部と中心孔部の硬さの差、カップリング部と外周部の硬さの差及び中心孔部と外周部の硬さの差は、いずれも 95% の有意水準で有意な差であることが分かった。また、600℃においても、各部位間の硬さの差は同様に有意な差であると示された。これにより、室温と 600℃いずれにおいても、異なる部位における硬さの差は統計的に有意な差と言えることがわかった。次に、サンプルの平均値が存在する区間推定量を算出し、室温と高温とで比較を行う。

5.1.4 カップリング部と中心孔部及び外周部の平均硬さの区間推定

サンプルが正規分布に従うとして平均値の区間推定を行った。区間推定の手法については付録及び文献 [13][14] を参照されたい。求めた 95% の区間推定量を図 5.7 に示す。これより、カップリング部と中心孔部の硬さの差は室温において測定した場合よりも 600℃でより明瞭な差となって現れることがわかった。硬さの差に関する両側検定の結果から、室温と 600℃では、異なる部位で得られる硬さの差はいずれの温度でも統計的に有意であることが分かったが、その差の絶対値が 600℃でより明瞭になることでより精度の高い損傷との対応付けが可能になると考えられる。

室温硬さと高温硬さの値には、これまで示したような違いが現れることが分かったが、これは室温と高温で生じる微視的変形の差異が原因と考えられる。以下において、押込み試験時の室温と高温での変形機構に着目し、室温硬さと高温硬さの物理的な意味を考察する。

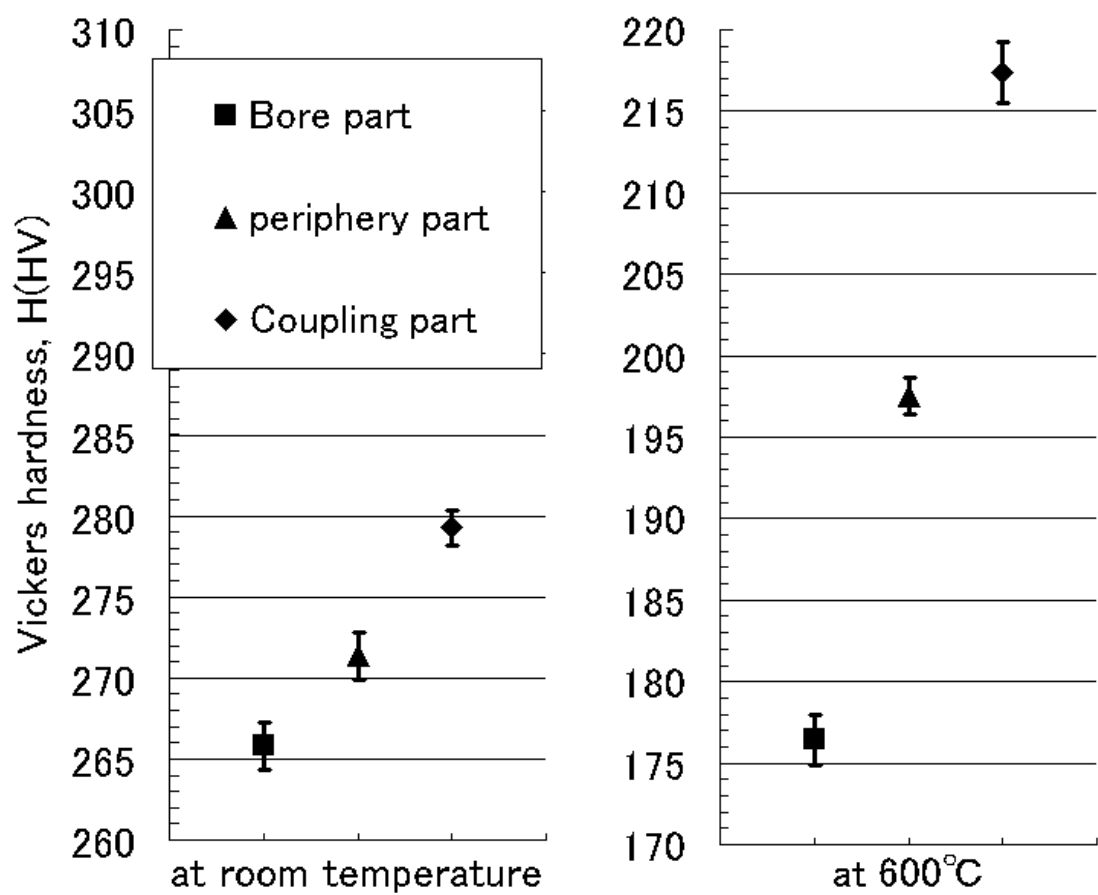


図 5.7: 室温と 600 °Cにおけるカップリング部、中心孔部、外周部の平均硬さの 95% 区間推定量

5.2 押し込み試験時の室温と高温における微視的変形についての考察

前節で 600℃で硬さを測定することによって、部位間の硬さの差が室温による測定よりも明瞭な差となって現れることを統計的に示した。本節ではこの原因について、押し込み試験時における微視的な変形に注目し室温硬さと高温硬さの物理的な意味の違いについて考察を行う。

5.2.1 室温と高温におけるクリープ変形の有無

圧子が押し込まれた直後の圧子直下の塑性域における相当応力は非常に高く材料の降伏応力を超えているため、降伏による変形を生じる。変形が進むと塑性域は同心半球状に広がって行き [15][16]、荷重は一定のため相当応力は低下し、微視的降伏応力と一致したところで降伏による塑性変形が終了する。今回の押し込みクリープ実験において、室温による測定では荷重保持時間を変えても硬さが変化しなかったため、室温では、降伏による塑性変形終了後は変形を生じないと考えられる。一方、高温における押し込みクリープ実験では、荷重保持時間の増加とともに硬さの低下が見られた (図 4.2～4.7)。これは、降伏による塑性変形の後にさらにクリープ変形による圧子の落ち込みが進み、それに伴い硬さが低下していったものと考えられる。室温と高温における押し込み試験時に生じる変形を表 5.2 にまとめた。

室温にて押し込み硬さを 0.1、5s で硬さの測定を行ったところ、ほぼ硬さの値に変化はなかった。5s 以降は変形を生じないことから、全荷重がかかってから 5s 以内に塑性変形は終了したとみなしてよいことが分かった。高温においても 5s 以内に塑性変形は終了していると考えられる。今回の押し込みクリープ実験は荷重保持時間 5s から測定を行ったが、測定した押し込み時間内ではデータは降伏による変形は含んでおらず、クリープ変形のみを反映していると考えられる。

表 5.2: 室温と高温における押し込み試験時に生じる変形の違い

温度	押し込み試験時に生じる変形
室温	押し込み開始時の降伏による塑性変形
高温	押し込み開始時の降伏による塑性変形＋クリープ変形

5.2.2 室温と高温におけるカップリング部と中心孔部の硬さの差の変化の考察

室温硬さは圧子押込み時の降伏による塑性変形のみを反映し、高温硬さは降伏による変形に加えクリープによる変形も含んでいると考えられる。カップリング部と中心孔部の硬さの差 (以下 ΔH) は図 5.7 に示すように、室温よりも 600 °C で明瞭となることを示したが、その原因について考察を行う。

図 4.6 より、600 °C においては中心孔部の方がカップリング部よりも軟化の勾配が緩やかなために押込み時間とともに ΔH は小さくなっていくことが分かる。また、このことは 500、700 °C にも言える。よって、 ΔH が大きくなる原因はクリープによる変形ではないことがわかる。したがって、 ΔH の大きさは降伏による塑性変形量の大きさに起因するものと考えられる。図 5.8 に損傷部と非損傷部の 0.2% 耐力の温度変化を示す。これを見ると、それぞれの部位で、0.2% 耐力は温度の上昇とともに低下し、その差は室温に比べて高温で大きくなっていることが分かる。これにより、微視的な降伏応力の差も高温では大きくなっていると考えられ、降伏による塑性変形量の差が拡大する、つま ΔH が大きくなると考えられる。損傷部では室温に比べ高温で微視的な降伏応力がより小さくなるため、塑性息の変形応力がより小さな値になるまで変形が進み、軟化する。

以上のことから、室温よりも 600 °C で ΔH が大きくなるのは、温度の上昇により微視的な降伏応力の差が大きくなるためであることが分かった。損傷による微視的降伏応力の変化のメカニズムについては更なる検討が必要である。

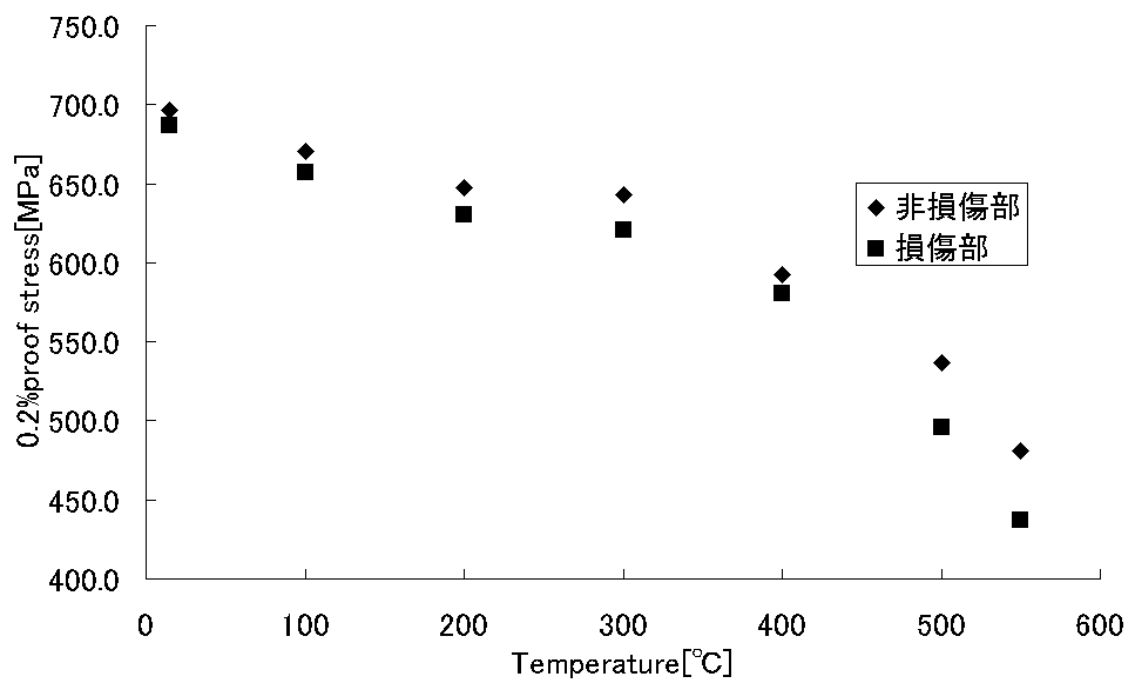


図 5.8: 損傷部と非損傷部の 0.2% 耐力

5.3 損傷のクリープ特性に与える影響

組織観察の結果から、タービンロータの高温部(中心孔部及び外周部)では長時間使用による損傷が生じていることがわかった。硬さの低下に見られるカップリング部と高温部の諸物性の違いはこの損傷によるものと考えられる。本節では硬さクリープ試験から得られた結果をもとに、損傷がCr-Mo-V鍛鋼のクリープ特性に与える影響について考察する。

5.3.1 長時間使用による中心孔部と外周部の損傷の違い

各部位の組織観察により、中心孔部と外周部の両方でボイドが観察され、一般的なCr-Mo-V鍛鋼の損傷の様子と類似していることより、両部位は高温での長時間使用によって損傷を受けていることが分かった。中心孔部と外周部の損傷量については、硬さが違うため、2つの部位における損傷は異なっていると考えられる。実機使用時には、ロータの回転による遠心力のために、相当応力は中心孔部の方が外周部より高くなっていることが有限要素解析の結果などから分かっている[17]。よって、高温・応力下での長時間使用によるクリープ損傷は中心孔部で大きくなると考えられている。一方、外周部は1000回を越える起動停止による熱疲労の影響を強く受けるため、クリープ損傷に加え疲労による損傷を受けていると考えられる。中心孔部と外周部の損傷の形態について表5.3にまとめた。中心孔部と外周部では損傷の発生原因に差があるために、損傷を同様のものとして比較することはできないと考えられる。したがって、以下の議論ではクリープ損傷の影響の検討として主に中心孔部を中心に考察を行う。

表 5.3: 中心孔部と外周部で考えられる損傷の種類

部位	損傷の種類
中心孔部	クリープ損傷
外周部	クリープ損傷+熱疲労損傷

5.3.2 クリープ損傷によるCr-Mo-V鍛鋼のクリープ特性の変化

4.2.1にて算出した応力指数の値は、その材料のクリープ特性を示す物理量であり、値の大きさからクリープ変形機構の推定などを行うことができる。押込みクリープ試験から得られた、カップリング部と中心孔部の、600℃における荷重保持時間-硬さ曲線を図5.9に、各温度における応力指数の値を表5.4に示す。中心孔部では、各

温度で、カップリング部に比べ応力指数が低下しているがこれは長時間使用によるクリープ損傷の影響からクリープ特性が変化したためと考えられる。カップリング部での応力指数の値は12~20の範囲であり、中心孔部の600℃と700℃の応力指数の値はこの範囲に含まれるため、カップリング部と中心孔部では同様の変形機構によりクリープが進行していると考えられる。500℃における中心孔部の応力指数値は他のものと比べて非常に大きな値となっているため、変形機構が異なっている可能性がある。変形機構についての考察は後述する。このようにクリープ損傷の影響によりクリープ特性の変化は応力指数の値によく現れており、その影響を押込みクリープ試験から評価できることがわかった。

表 5.4: カップリング部と中心孔部及の各温度における応力指数 n の値

	500℃	600℃	700℃
カップリング部	20.0	14.0	12.0
中心孔部	(31.1)	16.7	12.7

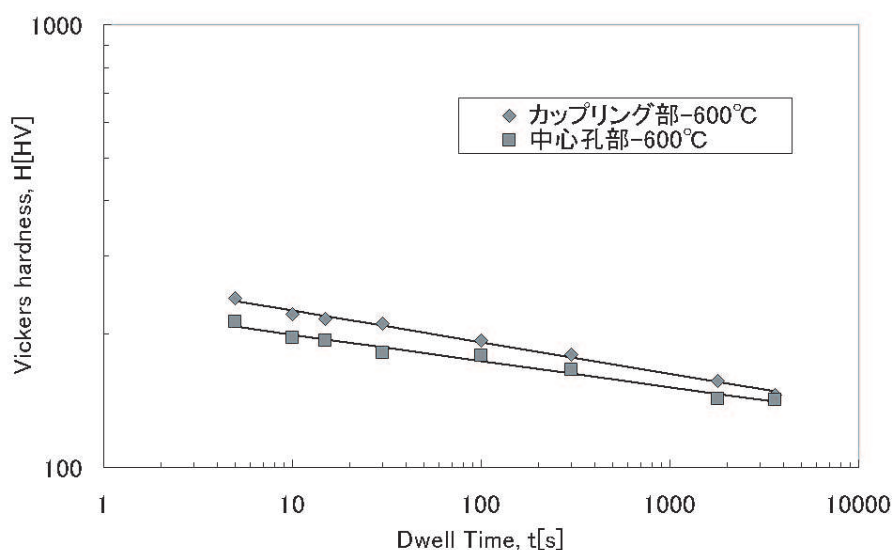


図 5.9: 600℃におけるカップリング部と中心孔部の荷重保持時間-硬さ曲線

5.3.3 外周部の損傷によるクリープ特性の変化

表 5.3 に示したように、外周部ではクリープに加え疲労の損傷も無視できない。したがって、中心孔部とは異なったクリープ特性の変化を示すと考えられる。押込みクリープ試験から得られた、カップリング部と外周部の、各温度における応力指数の値を表 5.5 に示す。これをみると、外周部でも各温度で、カップリング部に比べて応力指数の値は大きくなっているが、中心孔部に比べて非常に大きい値となっている。カップリング部と中心孔部の比較から、損傷によって応力指数の値が上昇する傾向があるが、中心孔部よりもクリープ損傷が小さいと考えられる外周部で応力指数は中心孔部よりも大きくなっている。外周部ではクリープ損傷と応力指数の変化の傾向が一致しておらず、やはり熱疲労による損傷の影響があることが考えられる。

表 5.5: カップリング部と外周部の各温度における応力指数 n の値

	500 °C	600 °C	700 °C
カップリング部	20.0	14.0	12.0
外周部	28.6	23.7	14.8

5.4 引張りクリープ試験結果との比較

本実験の結果との比較のために、電力中央研究所(電中研)で同材料について行った引張りクリープ試験結果の解析をおこなった。

5.4.1 引張りクリープ試験結果からの各部位の応力指数の算出

電中研が行った引張りクリープ試験の結果を応力-歪み速度曲線で整理し応力指数を算出した。カップリング部と中心孔部及び外周部の応力-歪み速度の両対数プロットを図 5.10、5.11、5.12 に、算出した応力指数を表 5.6、5.7、5.8 に示す。カップリング部の結果をみると応力指数の値が、550℃の試験では 300[MPa] 付近で 5.0 から 15.4 へ、600℃の試験では 200[MPa] 付近で 3.5 から 13.2 へと遷移していることが分かる。中心孔部の試験結果はサンプルの数が少なく、試験を行った応力の範囲も小さいため明瞭な遷移は現れなかった。外周部でも応力の値による応力指数の遷移は見られなかった。

また、Larson-Miller パラメータ-応力曲線の傾きから応力指数 n を算出した。算出手法は付録を参照されたい。カップリング部と中心孔部及び外周部の Larson-Miller パラメータ- $\ln \sigma$ グラフを図 5.13、5.14、5.15 に示す。これをみると、CP 部の Larson-Miller パラメータ- $\ln \sigma$ グラフは 2 つの曲線からなると考えることができ、それぞれの傾きに対応した応力指数の値が算出される。この 2 つの直線も、図 5.10、5.11 の場合と同様に高応力側と低応力側とで分けることができ、それぞれの応力範囲で算出される応力指数の値が異なる。中心孔部では 1 つの直線で表されるとして整理した。外周部ではカップリング部と同様に 2 つの異なる傾きの直線によって整理することができ、傾きが変化するのはカップリング部で見られる応力による応力指数の遷移と関係があると考えられる。算出した応力指数の値を表 5.9、5.10、5.11 に示す。CP 部の異なる応力範囲での応力指数の値は大きく異なっている。

これらの結果から、Cr-Mo-V 鍛鋼の引張りクリープ試験では遷移応力が存在し、遷移応力前後で応力指数の値が変化することがわかる。

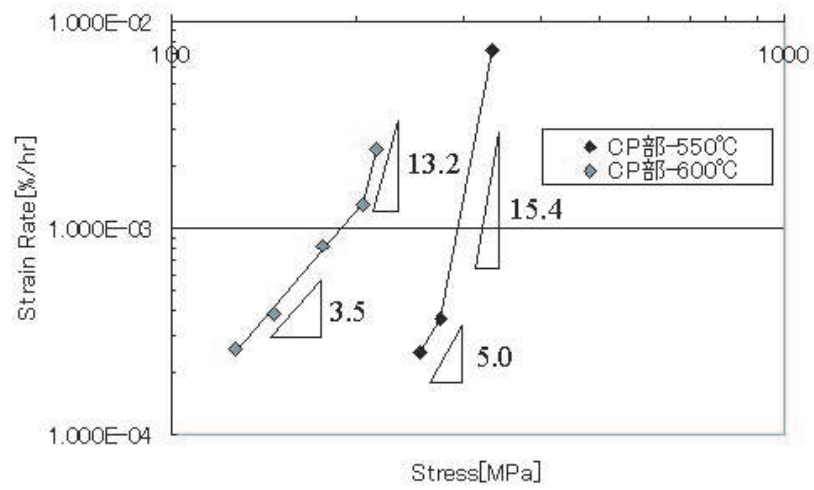


図 5.10: カップリング部の応力-歪み速度曲線

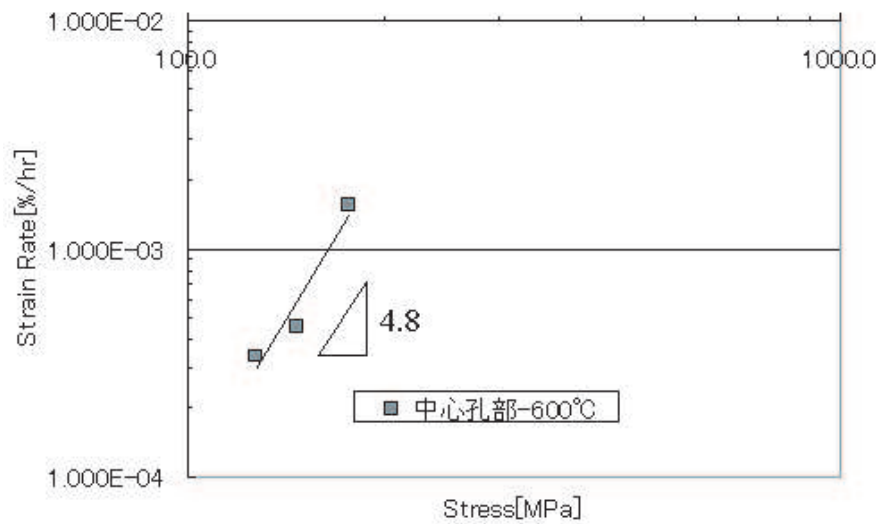


図 5.11: 中心孔部の応力-歪み速度曲線

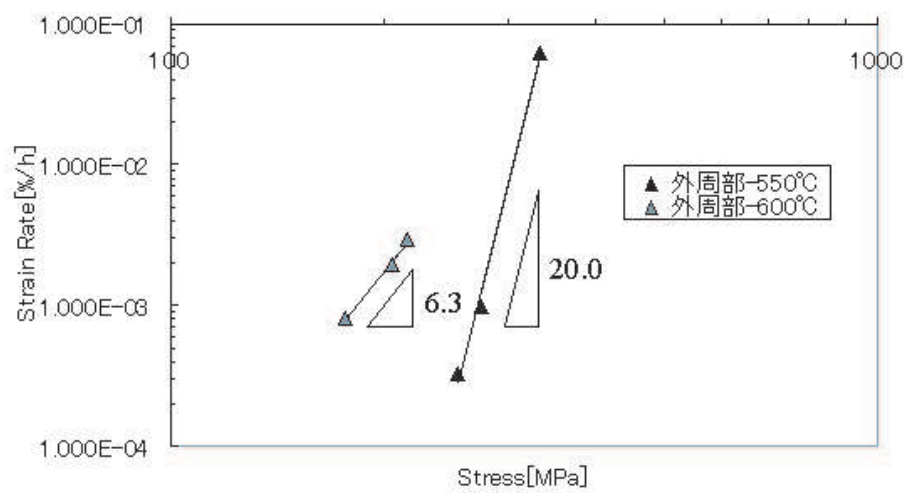


図 5.12: 外周部の応力-歪み速度曲線

表 5.6: 応力-歪み速度曲線から求めたカップリング部の応力指数の値

試験応力	550 °C	600 °C
低応力	5.0	3.5
高応力	15.4	13.2

表 5.7: 応力-歪み速度曲線から求めた中心孔部の応力指数の値

試験応力	550 °C	600 °C
低応力	-	4.8

表 5.8: 応力-歪み速度曲線から求めた外周部の応力指数の値

試験応力	550 °C	600 °C
低応力	-	6.3
高応力	20.0	-

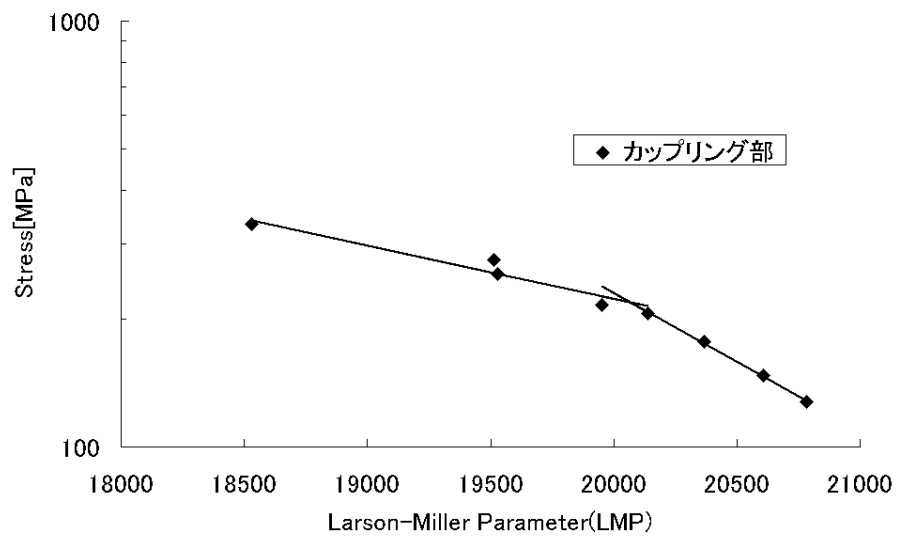


図 5.13: カップリング部のクリープ引張り試験結果の LMP-応力曲線

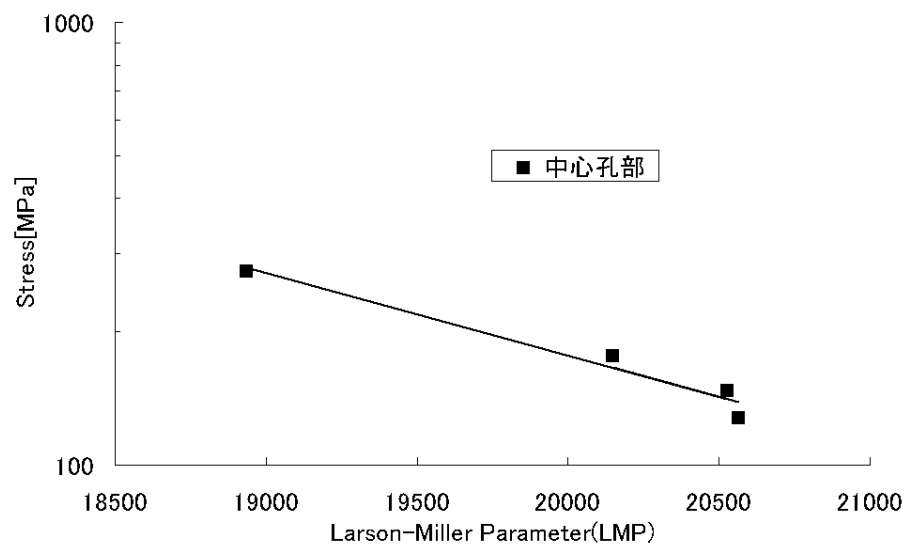


図 5.14: 中心孔部のクリープ引張り試験結果の LMP-応力曲線

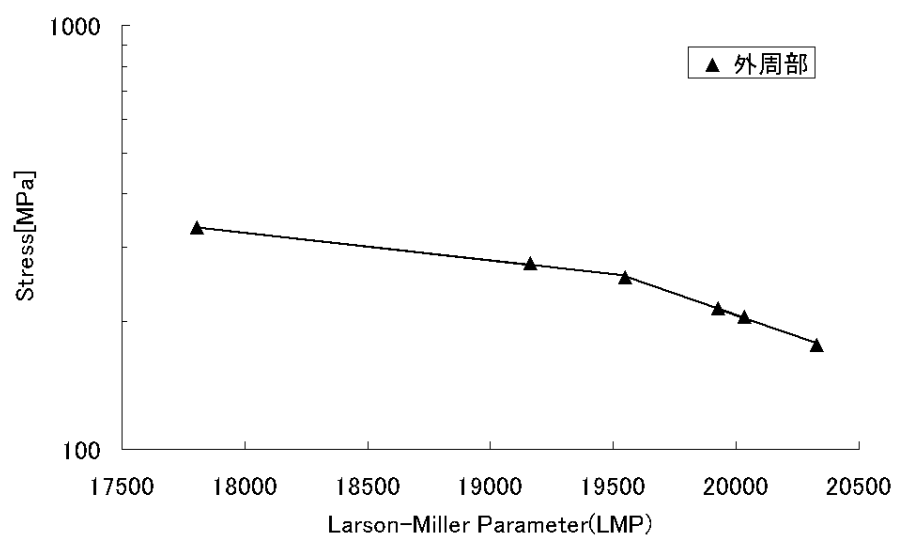


図 5.15: 外周部のクリープ引張り試験結果の LMP-応力曲線

表 5.9: Larson-Miller パラメータを用いて算出したカップリング部の応力指数の値

試験応力	550 °C	600 °C
低応力	3.8	3.5
高応力	9.7	9.2

表 5.10: Larson-Miller パラメータを用いて算出した中心孔部の応力指数の値

試験応力	550 °C	600 °C
低応力	6.5	6.2

表 5.11: Larson-Miller パラメータを用いて算出した外周部の応力指数の値

試験応力	550 °C	600 °C
低応力	(6.0)	5.6
高応力	18.5	(17.5)

5.4.2 作用応力の大きさの違いによる応力指数の変化の検討

図5.16に、角屋ら[19]が行った、10万時間以上使用した1Cr-1Mo-0.25V 鍛鋼について引張りクリープ試験の結果を示す。これによると、各温度において200～300[MPa]で応力指数が3～4程度から14～20に遷移しているのがわかる。また、角屋らは、応力指数の遷移と同時に遷移する応力近傍では粒界破壊から粒内破壊へと変化しており、遷移応力以下では主に転位の粒界運動によって、遷移応力以上では主に転位の粒内運動によって変形が進行していると報告している。

角屋らの行った結果と、図5.10、5.11、5.12は傾向が非常に良く一致しており結果の妥当性が示される。また、表5.9の結果は、各温度において、ある応力以上で応力指数の値が遷移する傾向は一致しているが、応力指数の値は高応力側で異なっている。いずれの手法でも引張りクリープ試験のサンプルが少ないため、応力指数の値に影響が出ていると考えられる。

次に、押込みクリープ試験の結果について検討を行う。一般に押込み試験では圧子直下の塑性域の相当応力が大きくなることが知られている[15][16]。今回本研究において行った押し込みクリープ実験では、硬さが110～280[HV](MPa)の範囲で行われており、塑性力学に基づく近似計算によって圧子直下の塑性域における相当応力は数倍程度と見積もられる[15][16]。これはCr-Mo-V 鍛鋼の遷移応力以上の範囲であると考えられ、表4.2に示した応力指数は、遷移応力以上の応力で引張りクリープ試験を行った場合の応力指数の範囲と良い一致を示している。従って、押込み硬さクリープ実験では転位の粒界運動に律速された変形が起こっていると考えられる。

遷移応力以上の応力範囲における引張りクリープ試験結果と押込みクリープ試験の結果は、ともに、温度が大きくなると応力指数の値が小さくなっている。また、カップリング部と中心孔部の比較では中心孔部で応力指数値が大きくなる傾向が一致している。したがって、クリープ損傷によるCr-Mo-V 鍛鋼のクリープ特性の変化を押込みクリープ試験から評価できることがわかる。

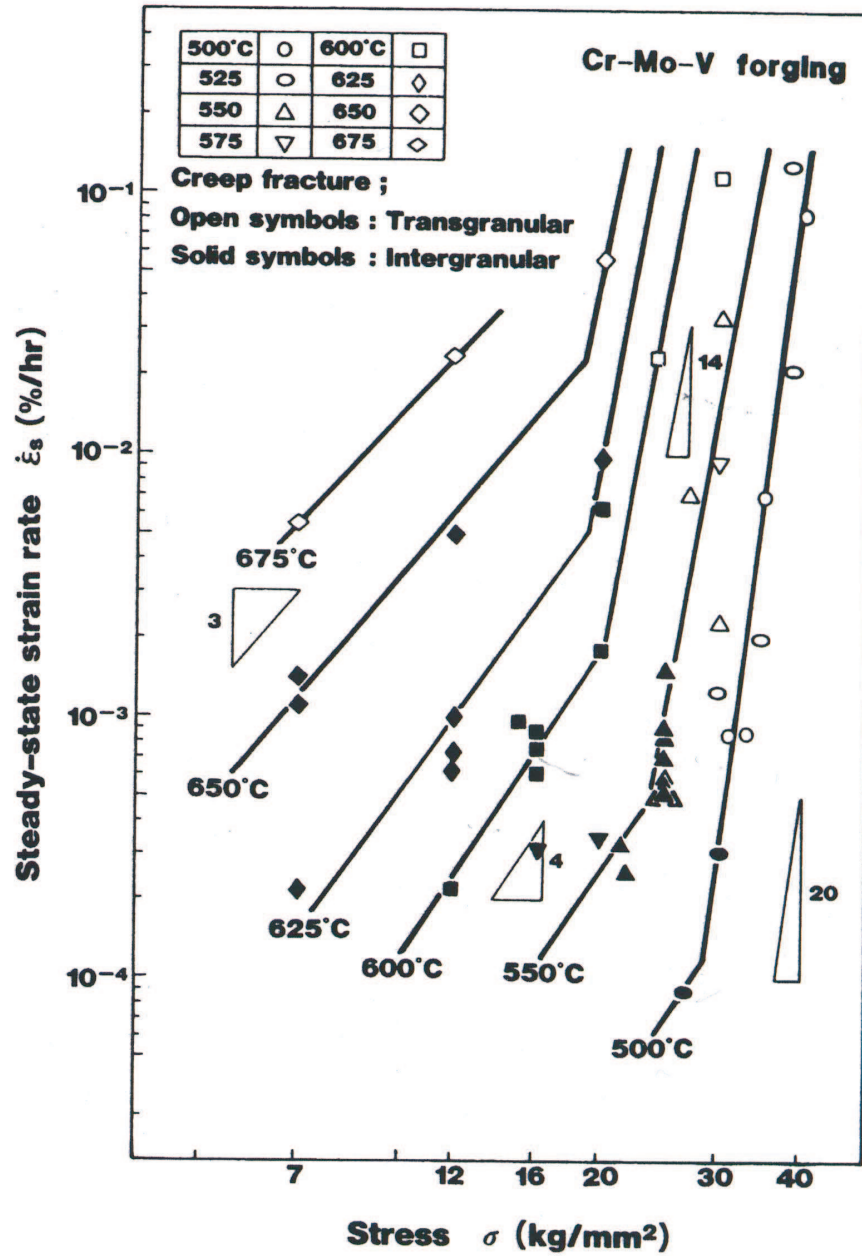


図 5.16: Cr-Mo-V 鍛鋼の応力-歪み速度プロット [19]

5.5 絶対評価による損傷評価手法の提案

硬さ法をはじめとする非破壊手法は、クリープや疲労による損傷を硬さ等の物理量と対応付けして損傷の量を見積もる、いわゆる相対的な評価手法であった。それに対し、クリープ構成式のようにそれそのものが材料の寿命を表すものを推定するといった手法は絶対的な評価手法とすることができ、これらは破壊的に行われてきた。したがって評価精度の高い絶対的手法を非破壊的に行うことができれば、損傷評価の技術の進歩を著しく促すものと考えられる。そこで、本研究において、高温硬さからクリープ構成式を算出する手法について提案を行う。

5.5.1 硬さクリープ試験を用いたクリープ構成式の推定

前節において、高温における硬さクリープ試験から求まる応力指数の値は、200～300[MPa] 以上の高応力における引張りクリープ試験の結果と良く一致していることを示した。このことは、高温硬さを用いて材料のクリープ特性を推定できる可能性を示している。よって、押込みクリープ式(式 B.11) から、一般的な引張りクリープ特性を表す、Norton 型のクリープ構成式

$$\dot{\epsilon} = C\sigma^n \quad (5.1)$$

を導出できないか検討を行う。

まず、式 B.11 を以下のように簡略化して考える。

$$-n \ln H = \ln \tilde{B} + \ln t \quad (5.2)$$

ただし、

$$\tilde{B} = B \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (5.3)$$

である。これより、

$$H^{-n} = \tilde{B}t \quad (5.4)$$

を得る。この両辺を時間 t について微分すると、

$$-n \frac{\dot{H}}{H^{n+1}} = \tilde{B} \quad (5.5)$$

となる。これを以下のように変形する。

$$-n \frac{\dot{H}}{H} = \tilde{B} H^n \quad (5.6)$$

ここで、硬さは C_1 を定数、 F を荷重、 A を水平面投影面積として、

$$H = C_1 \frac{F}{A} \quad (5.7)$$

とでき、また、幾何的条件から C_2 を定数として、

$$A = C_2 u^2 \quad (5.8)$$

と、おくことができる。ここで u は垂直方向の押込み変位である。式 (5.7)、(5.8) より、

$$H = C_3 \frac{F}{u^2} \quad (5.9)$$

となる。ただし、 $C_3 = C_1/C_2$ である。ここで、式 (5.9) の両辺を時間 t で微分すると、

$$\dot{H} = -2C_3 F \frac{\dot{u}}{u^3} \quad (5.10)$$

となる。式 (5.9)、式 (5.10) を式 (5.6) に代入すると、

$$2n \frac{\dot{u}}{u} = \tilde{B} H^n \quad (5.11)$$

を得る。押込みクリープでは、歪み速度 $\dot{\epsilon}$ は次式

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{u}}{u} \quad (5.12)$$

によって定義されるから、式 (5.11) は

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{2n} \tilde{B} H^n \quad (5.13)$$

となる。ここで、ビッカース硬さは F 、 S をそれぞれ試験荷重 [N]、圧痕の表面積 [mm^2] とすると、

$$HV = 0.102 \frac{F}{S} \quad (5.14)$$

と、定義されていることから、 α を定数として、

$$HV = \alpha \sigma \quad (5.15)$$

とおくことができると仮定する。これを、式 5.13 に代入すると、

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{2n} \tilde{B} \alpha^n \sigma^n \quad (5.16)$$

となる。

よって、 n 、 $\tilde{B}$ 、 α が求まれば式 (5.16) は式 (B.14) の形と一致する。 n 、 $\tilde{B}$ は押込みクリープ試験結果から求まるため、これに引張りクリープ試験結果を加えて α の算出を行う。用いる引張り試験データとして、600℃におけるの CP 部の結果を採用した。温度、応力範囲が一致するのはこの条件でのデータしかなかった。使用した引張り試験データを表 5.12 に示す。

表 5.12: 600 °Cにおけるカップリング部の引張りクリープ試験結果

	応力 [MPa]	クリープ速度 [% /hr]
	205.8	1.313×10^{-3}
	215.6	2.425×10^{-3}

表 5.13: 引張りクリープ試験結果を用いて算出した値

引張りクリープデータ	n	$\tilde{B}$	α
	13.95	1.3912E-34	0.569188882
	13.95	1.3912E-34	0.567739721

$\tilde{B}$ の値を図 4.2 の 600 °C の近似直線の切片から算出し、 α のデータを用いて求めた α の値を表 5.13 に示す。

表 5.13 で α の値の平均を取り、 $\alpha = 0.668$ として、式 (5.16) に代入すると、

$$\dot{\epsilon} = 1.88 \times 10^{-39} \sigma^{14.0} \quad (5.17)$$

となりクリープ構成式を推定することができた。

また、ここで用いた α を用いて、600 °C における中心孔部のクリープ構成式を推定すると、表 5.14 より

$$\dot{\epsilon} = 4.85 \times 10^{-46} \sigma^{16.8} \quad (5.18)$$

となった。

表 5.14: 600 °C における中心孔部の構成式推定に必要な値

n	$\tilde{B}$	α
16.80954782	2.16719E-40	0.568464302

5.5.2 推定された構成式の精度の検証

ここで推定したクリープ構成式の精度の検証を行う。600 °C におけるカップリング部、中心孔部の推定構成式をそれぞれ引張りクリープ試験結果の応力-歪み速度曲線上にプロットしたものをそれぞれ図 5.17、5.18 に示す。図 5.17 をみるとカップリ

ング部の推定構成式は、高応力における引張りクリープ試験結果を非常に良い精度で推定できていることがわかる。一方、中心孔部の推定構成式は、高応力における引張りクリープ試験結果のサンプルがないために精度の検証が行えないが、低応力における引張りクリープ試験結果の近似直線と推定した構成式の交点が約 210[MPa]で予測される遷移効力とおおよそ一致していると考えられる。中心孔については高応力での引張りクリープ試験を行いその結果を用いて推定した構成式の精度を検証する必要があると考えられる。

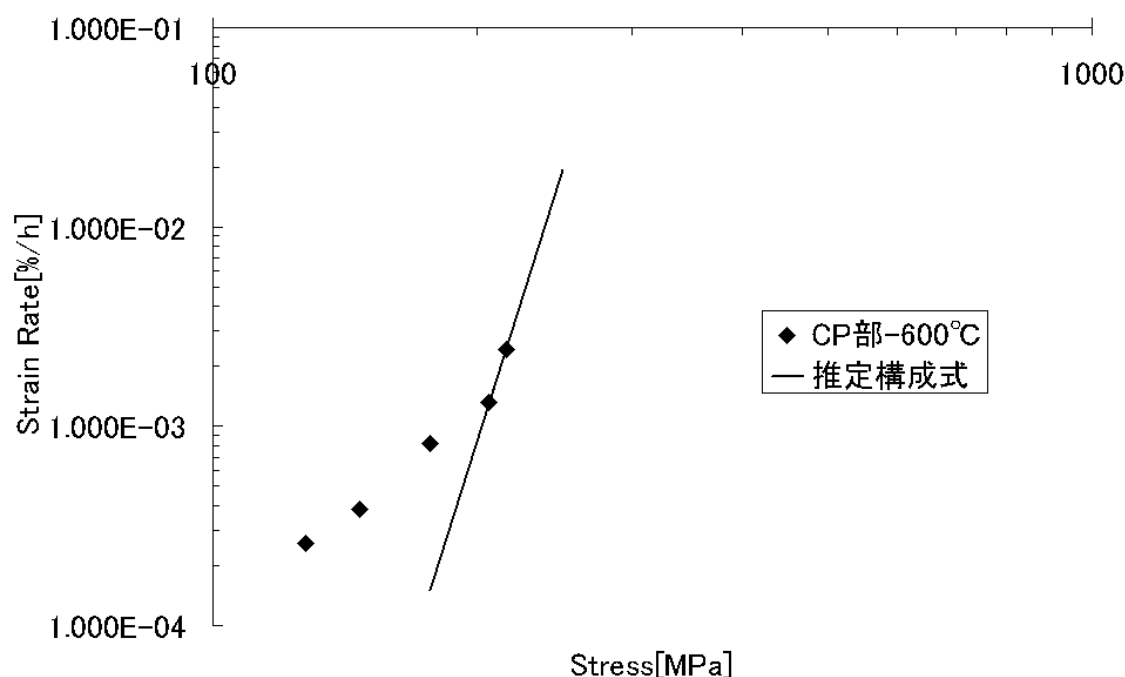


図 5.17: カップリング部の推定構成式の精度

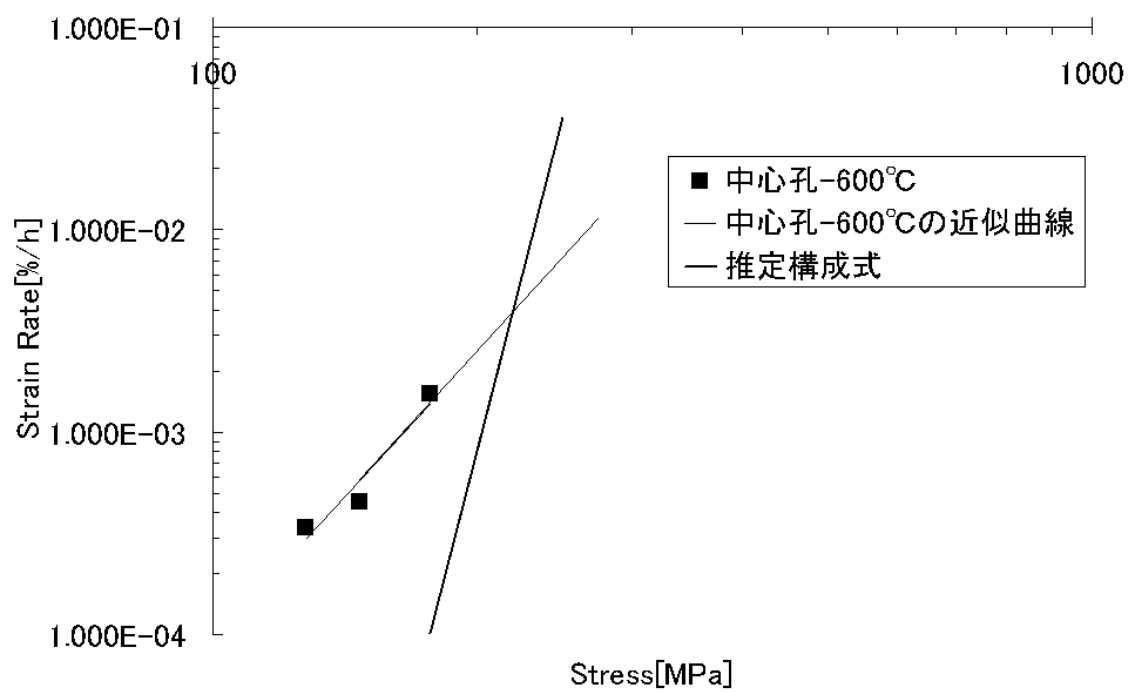


図 5.18: 中心孔部の推定構成式の精度

5.5.3 クリープ構成式推定による損傷評価手法の有効性

クリープ構成式推定法の利点と問題点及び展望

押込みクリープ試験から材料のクリープ構成式を推定し余寿命を評価する手法の利点と問題点を以下に示す。

1. 材料の寿命に相当するクリープ構成式を直接算出でき、精度の高い評価が行える。
2. 引張り試験が1回でよく、必要なサンプルと手間を低減できる。
3. 遷移応力以下でのクリープ特性は押込みクリープ試験では測定できない。

本手法では以上のような利点と問題点が考えられる。上記3は非常に重要な問題であり、本手法の適用には十分注意がいる。この問題の解決法として、圧子形状を変えることで押込みの変形応力を低くすることが考えられる。円柱型圧子でも押込みクリープ現象が生じることが知られており [9][23][24]、作用応力を任意に指定した押込みクリープ試験を行える可能性もある。

本手法は、ボイラ等、非損傷部が明確でないために非損傷部と損傷部の比較による評価が行いにくい部材についても、損傷部について直接的に評価が行える可能性があり、大きなメリットといえる。また、今回は引張りクリープ試験結果を利用して算出した α の値をFEM解析などから推定できる可能性があり、その場合、引張りクリープ試験による破壊抜きで構成式が求まることになる。

以上のように、本研究での提案手法は大きな可能性をもつと考えられ、今後の更なる改良により大きな成果が期待できる。

5.6 本研究で提案した高温硬さを用いた損傷及び余寿命評価の手順

本研究において、高温における損傷を室温で評価する手法であった硬さ法に対し、高温硬さを用いた硬さ法を提案し、硬さ法に用いる硬さの差がより顕著な差となって現れることを示した。一方、押込みクリープ試験を利用したクリープ構成式算出手法を提案し、実際に求めた構成式の検証を行った。これにより、破壊評価に匹敵する精度をもつ画期的な非破壊手法のガイドラインを示すことができ、非破壊手法のもつ可能性の幅は大きく広がったと言えるであろう。

以下に、本研究して提案した損傷評価手法の手順を簡単に示す。

高温硬さを用いた硬さ法手順

1. 未使用材、もしくは非損傷材についてクリープ中断試験を行う。
2. 各中断材について高温硬さ測定を行いマスターカーブの作成を行う。
3. 損傷部について高温硬さ測定を行い、初期硬さからの低下量もしくは低下比とマスターカーブから損傷量を算出する。

押込みクリープ試験を用いたクリープ構成式算出法

1. 損傷材について押込みクリープ試験を行い荷重保持時間と硬さの関係から応力指数等の定数を決定する。
2. 引張りクリープ試験を行い(1点でよい)残りの定数を決定し構成式を求める。

第6章 結論

本研究では Cr-Mo-V 鍛鋼の廃却タービンロータ材に対し、高温硬さを用いた損傷評価及び余寿命評価の検討を行った。押込みクリープ試験からクリープ特性を評価することで高精度の余寿命評価手法を開発・提案した。本研究の結論を以下に示す。

- (1) 高温硬さを用いた硬さ法による損傷評価手法を提案した。Cr-Mo-V 鍛鋼の硬さは長時間使用による損傷により低下し、その低下量は室温よりも高温でより明瞭な差となって現れることが分かった。これにより、硬さの差を用いた損傷評価を行う場合は高温で行う方がより精度の高い評価を行うことができると考えられる。
- (2) Cr-Mo-V 鍛鋼について押込みクリープ試験を行い、クリープ特性が押込みクリープ試験から評価できることを示し、カップリング部の 600℃ についてのクリープ構成式を算出した。算出した構成式はカップリング部の 600℃ のクリープ特性を精度良く評価できることが確認でき、高温硬さから構成式を求める損傷評価法を提案し、ガイドラインを示した。

今後の課題

今後の課題として、引張り試験を用いずに押込みクリープ試験のみからの構成式の算出方法の確立が挙げられる。また、低応力に対応した押込み試験から構成式を算出する検討が必要である。本手法は火力発電設備であるボイラにも有効であると考えられるため、ボイラ材を用いた押込みクリープ試験を行いボイラ材への適用の検討が課題として挙げられる。

あとがき

謝辞

本研究は東京大学大学院 工学系研究科 酒井信介教授のご指導の下に進められました。お忙しい中、私の研究のために何度となく時間を割いていただき感謝しております。電中研でのミーティングの際に酒井先生が同席してくださる時のなんと心強かったことか。本研究を提出できたのも、先生のお力無しでは考えられないことです。修論として自分的にも面白くなってきたことでの卒業となってしまいましたが、このように研究を楽しく行えたのも先生のおかげだと思います。本当にありがとうございました。

泉聡志講師には、研究一般に関わることは当然のことながら、例えば生活面(健康面)等といったことまで、数え切れないほどの指導をしていただきました。いつまでたってもまともな文章を書けるようにならない私を見捨てることなく、細部まで指導していただきありがたく思っています。私は、泉先生がいなければちゃんと研究をしていなかったかもしれないと思うことすらありました。そんな私が、こうして修士論文を書き上げることができたのは泉先生のお力添えがあったからに他なりません。導いてくださいましてありがとうございました。

浅川武技官は実験機材の調達など、細かいことをいつも快くひきうけてくださり本当に助かりました。何かと時間のかかる実験でも、浅川さんがいてくれたおかげで安心して席をはずすことができました。いつか、水がこぼれてしまい実験室が水浸しになった時も手伝ってくださり感謝しています。8号館の端でさみしい実験室でも楽しく実験できたのは浅川さんのおかげであります。ありがとうございました。

富永敏文先生には実験機全般にわたってサポートしていただきました。古い機械なため、何かとトラブルが多かった実験でしたが、富永先生が面倒をみてくださり、また修理はいつも迅速に行ってくださいまして、本当にありがとうございました。大変な実験でしたが、富永先生の助け無しでは到底終了させることはできませんでした。色々お世話になりました。

電中研の新田さん緒方さん楠元さん今村さんにも大変お世話になりました。私は知識があさく酒井先生なしでは話についていくことさえままならないことも多々ありましたが、ミーティングのたびに実のあるお話を聞くことができ、大変有意義でありましたし、それなしでは本研究がこうしてまとまることもなかったです。特に楠

元さんは私の急な注文などにも快く、すぐに対応していただきまして本当に感謝しております。ありがとうございました。

高梨さんは私の研究に関連する知識をたくさんお持ちだったので、色々と初歩的な質問に対応していただいたり、たくさんの貴重なアドバイスなどいただきましてありがとうございました。SEM 観察も手伝っていただいたりとお世話になりました。

ジャンさんもお世話になりました。

夜中はなにかと寂しい研究室でしたがジャックサニーさんは、たいてい夜遅くまでいたため、寂しくなくて助かりました。恐がりな私にはありがたかったです。

山際さんには数え切れないほどの恩があります。SEM 観察など、面倒見のよい山際さんはいつも快く手伝ってくれ、感謝しております。これからは茶色いもの意外のものもきちんと食べてくださいね。

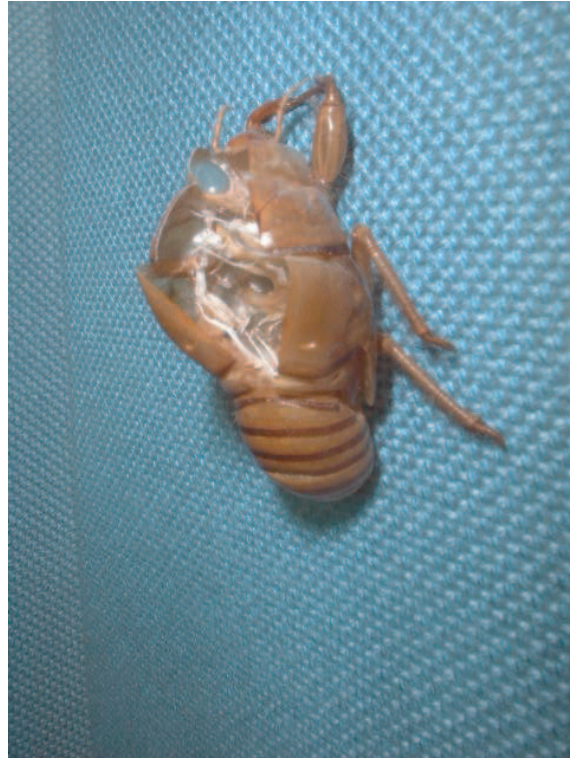
原さんは公私ともに大変お世話になりました。研究室に原さんがいたことでどんなに楽しく、そして心強かったことか。原さんのいる研究室でよかったとずっと思っていました。D の道は長く険しいのかもしれませんが。でもあなたなら大丈夫です。頑張ってください。

M1 の連中はああ見えてみんな結構個性が強く本当に楽しませていただきました。私が食事のバランスに気をつけるようになったのも M1 のみんなのおかげです。横山君と三宅君をお手本にし熊谷君とチャン君を反面教師にしました。熊谷君に「村上さんはオタクですね」と言われたのが、私のこの1年で最も価値のあるお言葉でした。M1 はみな研究熱心で下からの突き上げはきつかったですが、そのおかげで奮起して頑張ってこれたと思います。君たちなら来年の修論は問題ないと思います。頑張ってください。

4 年生は謎な人種が多くて本当に面白かったです。大変な時期を一緒に頑張ることができて嬉しかったです。

修士論文を通して様々な勉強をしたことで得るものがたくさんありました。私にとって実り多き研究なったことを心から嬉しく思うとともに、それらがたくさんの人の力によって支えられてきた実感がわいてきました。言い尽くせないほどの感謝の気持ちで一杯ですが、これをもって謝辞とさせていただきます。本当にありがとうございました。

著者近影



やっとおとなになりました

付 録 A 統計解析手法

A.1 分散既知の2つの正規母集団の平均の差に関する検定

正規母集団 $N(\mu_1, \sigma_1^2)$ からの大きさ n_1 の標本の平均を $\bar{x}_1$ とし、正規母集団 $N(\mu_2, \sigma_2^2)$ からの大きさ n_2 の標本の平均を $\bar{x}_2$ とする。これらの標本が独立で、 σ_1^2, σ_2^2 はどちらも既知であるとする、 $\bar{x}_1 - \bar{x}_2$ は正規分布 $N(\mu_1 - \mu_2, \sigma_1^2/n_1 + \sigma_2^2/n_2)$ に従う。

ここで、仮説

$$H_0 : \mu_1 - \mu_2 = 0$$

を対立仮説

$$H_1 : \mu_1 - \mu_2 = \delta \neq 0$$

に対し検定する。

ここで、仮定 H_0 が正しいのに H_0 を棄却する、第1種の誤りの起こる確率を α とすると、仮定 H_1 の棄却域は

$$\left| \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\sqrt{\sigma_1^2/n_1 + \sigma_2^2/n_2}} \right| > z_{\alpha/2} \quad (\text{A.1})$$

となる。ただし、 Z_α は標準正規分布の $100(1-\alpha)$ パーセント点であり、 $P(z < z_\alpha) = 1 - \alpha$ で与えられる。

$\bar{x}_1 - \bar{x}_2$ が式 (A.1) を満たす (満たさない) ならば、 $100\alpha\%$ 有意水準で $\bar{x}_1$ は $\bar{x}_2$ と有意に異なる (異なるない) ことになる。

A.2 平均値の区間推定

$(x_1, \dots, x_n)$ が正規分布 $N(\mu, \sigma^2)$ からの確立標本ならば、標本平均 $\bar{x}$ は正規分布 $N(\mu, \sigma^2/n)$ に従うことが知られている。これは

$$P \left[-z_{\alpha/2} < \frac{\sqrt{n}(\bar{x} - \mu)}{\sigma} < z_{\alpha/2} \right] = 1 - \alpha \quad (\text{A.2})$$

が成り立つことを意味する。かっこ内の不等式を解いて式 (A.2) を書きかえると、

$$P \left[\bar{x} - z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}} < \mu < \bar{x} + z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right] = 1 - \alpha \quad (\text{A.3})$$

となる。式 (A.3) は、本質的には区間

$$\left[\bar{x} - z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}}, \bar{x} + z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right]$$

あるいは、

$$\left[\bar{x} \pm z_{\alpha/2} \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right] \quad (\text{A.4})$$

が μ を含む確立が $1 - \alpha$ であることを示す。したがって、式 (A.4) は μ の $100(1 - \alpha)$ 信頼区間もしくは区間推定量となる。

付 録 B クリープ解析手法

B.1 押込みクリープ理論式の導出方法

Sargent と Ashby[8] が行った、高温硬さを用いてクリープ特性を調べるための定式化を以下に示す。 $\dot{\epsilon}$ 、 $\dot{\epsilon}_0$ 、 σ_s 、 σ_0 をそれぞれひずみ、基準応力作用時ひずみ、偏差応力、基準応力（ただし、クリープ機構が支配的になる直前の応力を基準とする）とおくと、

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \left(\frac{\sigma_s}{\sigma_0} \right)^n \quad (\text{B.1})$$

が成り立つ。ここで α を動的定数とすると、

$$\dot{\epsilon}_0 = \alpha \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (\text{B.2})$$

である (Q , R , T はそれぞれクリープ活性化エネルギー、気体定数、絶対温度)。また、 C_1 を定数とすると、荷重 F と圧痕の面積 A との間には、

$$\sigma_s = C_1 \frac{F}{A} \quad (\text{B.3})$$

という関係がある。また、押込み変位 u とひずみ速度の関係は、

$$\dot{\epsilon} = \frac{C_2}{\sqrt{A}} \left(\frac{du}{dt} \right) \quad (\text{B.4})$$

で表される。ここで、式 (B.3)、(B.4) を式 (B.1) に代入すると、

$$\frac{du}{dt} = \dot{\epsilon}_0 \frac{\sqrt{A}}{C_2} \left(\frac{C_1 F}{\sigma_0 A} \right)^n \quad (\text{B.5})$$

を得る。また、幾何的条件より、

$$u = C_3 \sqrt{A} \quad (\text{B.6})$$

が成り立つ。ここで、式 (B.6) を時間について微分して、式 (B.5) に代入すると、

$$\frac{dA}{dt} = C_4 \dot{\epsilon}_0 A \left(\frac{F}{A \sigma_0} \right)^n \quad (\text{B.7})$$

を得る。ここで、 $C_4 = 2C_1^n/(C_2C_3)$ である。

式 (B.7) を時間について積分すると、

$$A = A_0 + (nC_4\dot{\epsilon}_0)^{\frac{1}{n}} \left(\frac{F}{\sigma_0} \right) t^{\frac{1}{n}} \quad (\text{B.8})$$

となる。ここで、 $H = F/A$ より、

$$H(t) = \left(1 - \frac{A_0}{A} \right) \left(\frac{\sigma_0}{(nC_4\dot{\epsilon}_0 t)} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (\text{B.9})$$

となる。 $A \gg A_0$ の場合式 (B.9) は簡単に、

$$H(t) = \frac{\sigma_0}{(nC_4\dot{\epsilon}_0 t)^{\frac{1}{n}}} \quad (\text{B.10})$$

と書くことができる。式 (B.10) は、式 (B.2) を代入して両辺の対数をとると、定数 B を用いて、

$$-n \ln H = \ln B - \frac{Q}{RT} + \ln t \quad (\text{B.11})$$

と書くことができる。

このようにして、式 (3.1) が算出される。

B.2 押し込みクリープ試験結果からの活性化エネルギーの算出

押し込みクリープにおいて、硬さ、荷重保持時間、活性化エネルギーには以下の関係がある(式3.1)。

$$-n \ln H = \ln B - \frac{Q}{RT} + \ln t \quad (\text{B.12})$$

この式より、硬さ一定の条件のもとで $1/T - \ln t$ 曲線の傾きから活性化エネルギー Q が求まることが分かる。しかし、硬さ一定のデータをサンプルから得ることは困難であるため、 t - H 曲線を利用して H 一定における t の値を算出した。図 B.1 に示すように各温度における t - H 曲線と H = 一定の直線との交点の t を算出する。その値を用いて $1/T - \ln t$ 曲線を作成した。

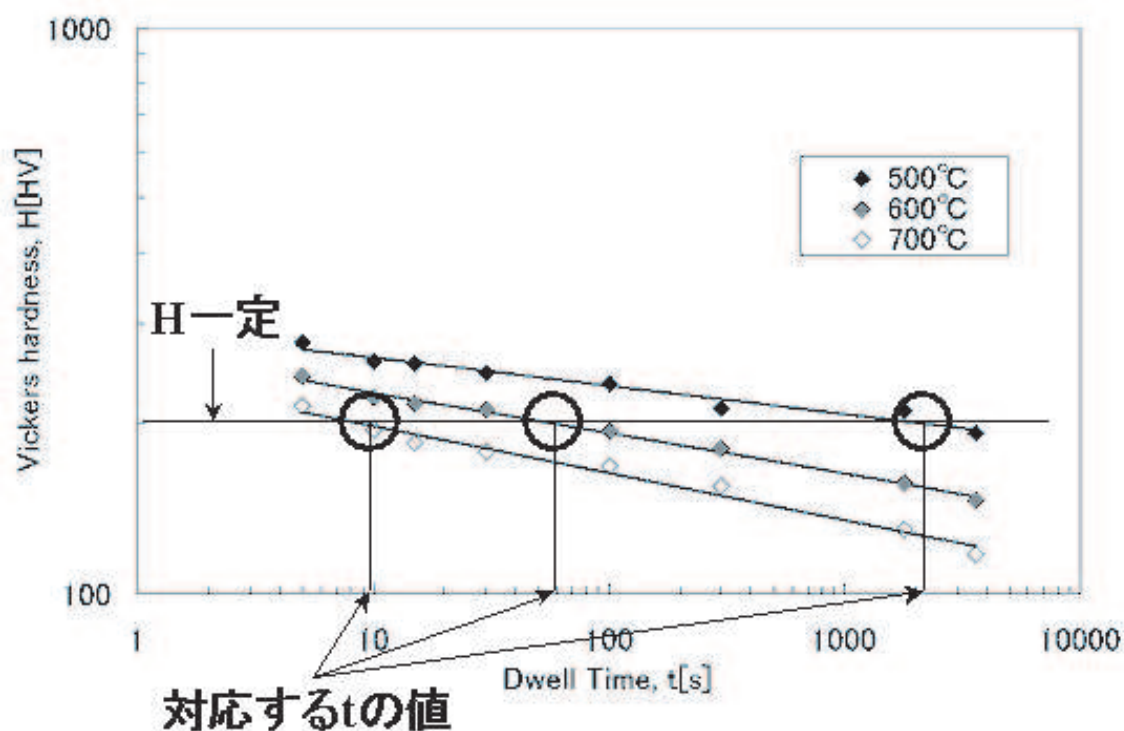


図 B.1: 硬さ H 一定条件における荷重保持時間 t の値の算出方法

B.3 Larson-Miller Parameter を用いた応力指数の算出法

Larson-Miller Parameter(以下 LMP) は、 T を温度 ($^{\circ}\text{C}$) $\dot{\epsilon}$ をクリープ歪み速度 ($1/\text{h}$)、 C を材料定数 (Cr-Mo-V 炭鈹では経験的に 20 であることがわかっている) とすると、以下で定義される [25]。

$$LMP = (T + 273) (C - \log \dot{\epsilon}) \quad (\text{B.13})$$

ここで、クリープ曲線の 2 次クリープを表す構成式として最も良く用いられる Norton 型の構成式

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \quad (\text{B.14})$$

を式 (B.13) に代入すると、

$$\log \sigma = \frac{(C - \log A)}{n} - \frac{LMP}{n(T + 273)} \quad (\text{B.15})$$

を得る。よって LMP-応力のプロットの近似直線 $\log \sigma = a + bLMP$ から、

$$n = -\frac{1}{b(T + 273)} \quad (\text{B.16})$$

が得られる。以上のようにして応力指数値を算出する。

付 録 C ナノインデンテーション実験

通常の硬さ試験では押込み荷重 100mN～10N の微小硬さ (マイクロインデンテーション) 試験であり、最近の電子機器、原子力機器などの発達にともない、薄膜などの、微小硬さ試験でも測定困難な μm スケールもしくはそれ以下のオーダーでの機械的性質の評価が必要となってきた。そのため、押込み荷重を μN のオーダーで制御し、そのときの試料への圧子の侵入深さを nm の分解能で測定するナノインデンテーション試験が盛んに行われるようになってきている [26]。

従来の硬さ試験では、圧痕を光学顕微鏡等を用いて観察し、その面積等から硬さの算出を行う。一方、ナノインデンテーション試験では、nm の測定精度を持つ垂直変位系を用いて、変位-荷重曲線を得ることができる。よって、従来の硬さ試験からは得られなかった負荷から除荷までの連続的な挙動を見ることができ、これにより硬さだけではなくヤング率の算出も可能となっている。

本章では、本研究に用いた Cr-Mo-V 鍛鋼タービンロータ廃却材についてナノインデンテーション試験を行い硬さ、ヤング率の測定結果を示す。また、得られた結果と本研究にて行った微小硬さ試験結果との比較を行う。

C.1 ナノインデンテーション試験

エリオニクス製ナノインデンテーションテスター (ENT-1100a) を用いてナノインデンテーション試験を行った。カップリング部、中心孔部、外周部の各部位について荷重を 1g と 5g としてそれぞれ測定を行い各部位の硬さを調べた。荷重 1g の試験では 11 回、5g の試験では 6 回の測定を行った。試験温度は室温とし、室温で行った微笑硬さ試験結果との比較を行う。

C.2 ナノインデンテーション試験結果

カップリング部、中心孔部、外周部の 3 つの部位に対してナノインデンテーション試験を行った。各部位に対し荷重 1gf、5gf で行った試験の変位-荷重曲線を図 C.1～C.6 に示す。荷重 1g での測定と 5g での測定の変位-荷重曲線を比較すると、荷重 1g のグラフでは荷重 5g で測定したものに比べて、非常にバラツキが大きくなっていることがわかる。ナノインデンテーション試験は表面の粗さが測定に大きな影響

を表し、今回の試験では試験面を電解研磨しているが、荷重 1g での試験に十分な程粗さの低下ができていなかったと考えられる。荷重 5g で行ったものは比較的再現性が高い結果となっている。

また、算出した硬さ値を表 C.1 に示す。この結果から、荷重を 1g で行った実験では標準偏差の値が非常に大きく、バラツキが大きいことが分かる。荷重が 5g の場合は、1g で行った場合よりもバラツキが小さいことがわかる。また、マイクロインデンテーションの結果と同様に、ナノインデンテーション試験においても中心孔部ではカップリング部に比べ硬さが小さいことがわかった。

また、算出したヤング率の値と標準偏差を表 C.2 に示す。ヤング率は除荷曲線から求めることができる。除荷が始まると、まずは弾性変形した分だけ変位が回復する。したがって、除荷開始時の変位-荷重曲線の傾きを用いてヤング率の計算が行えることがわかる。荷重 1g と 5g の結果を比べると、硬さの値と同様に、荷重 1g の結果では標準偏差が 5g のものと比べて非常に大きくなっており表面の粗さの影響を受けていると考えられる。また、部位間ではヤング率の差はないと考えられる。

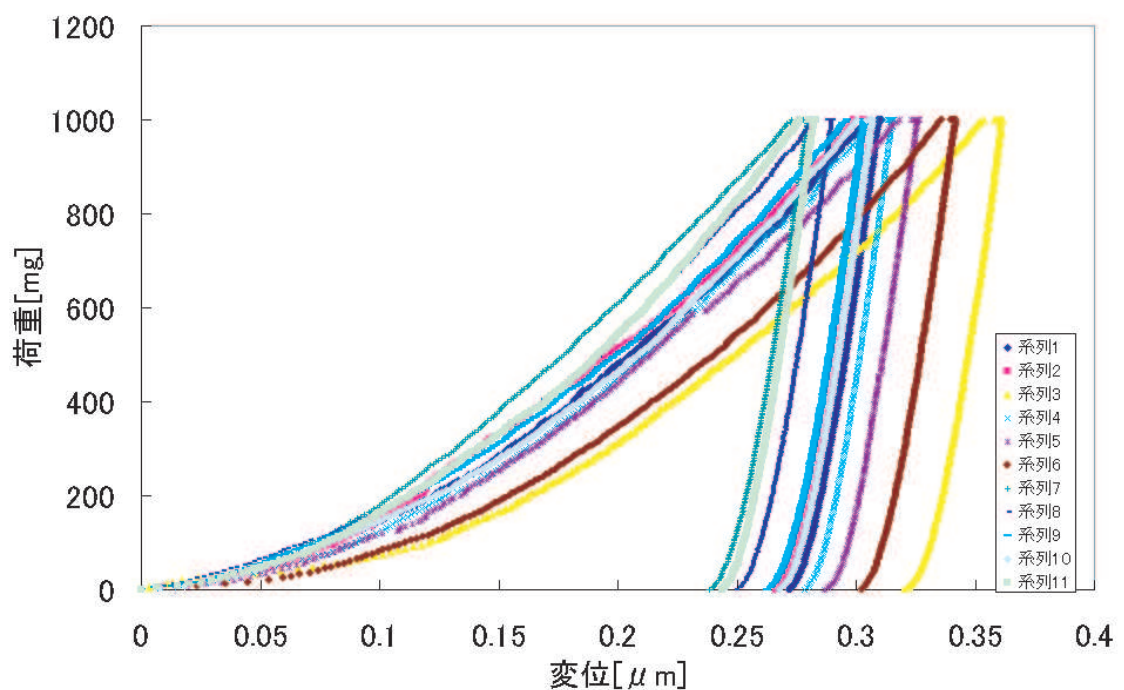


図 C.1: ナノインデンテーションによるカップリング部の変位-荷重曲線 (荷重 1g)

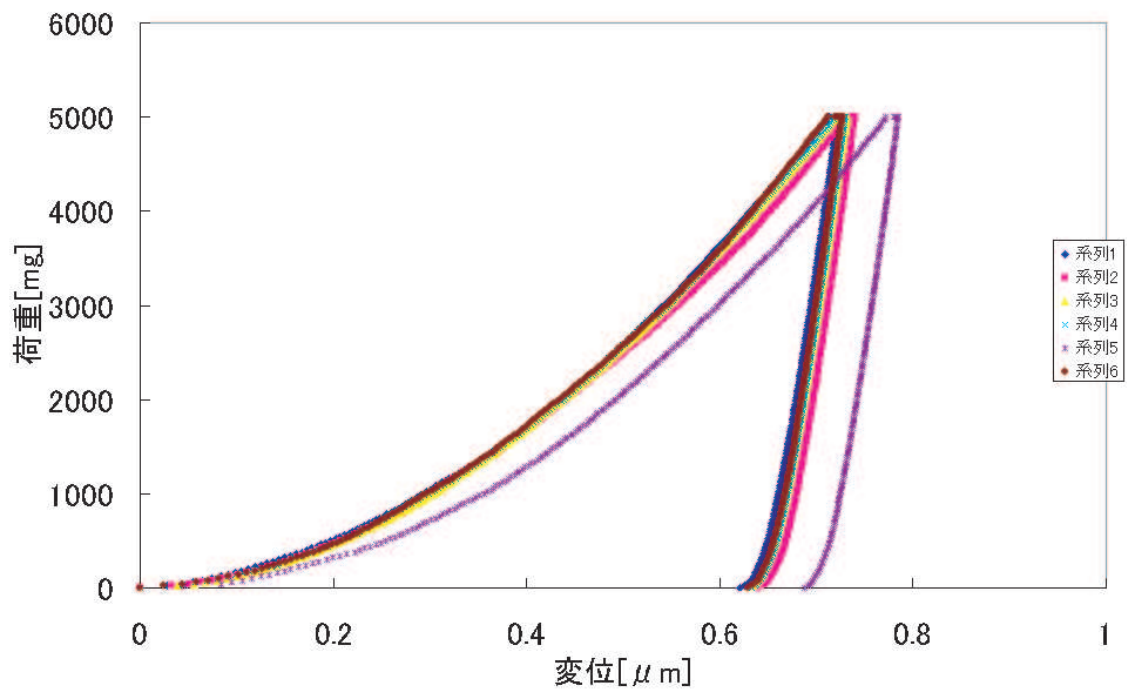


図 C.2: ナノインデンテーションによるカップリング部の変位-荷重曲線 (荷重 5g)

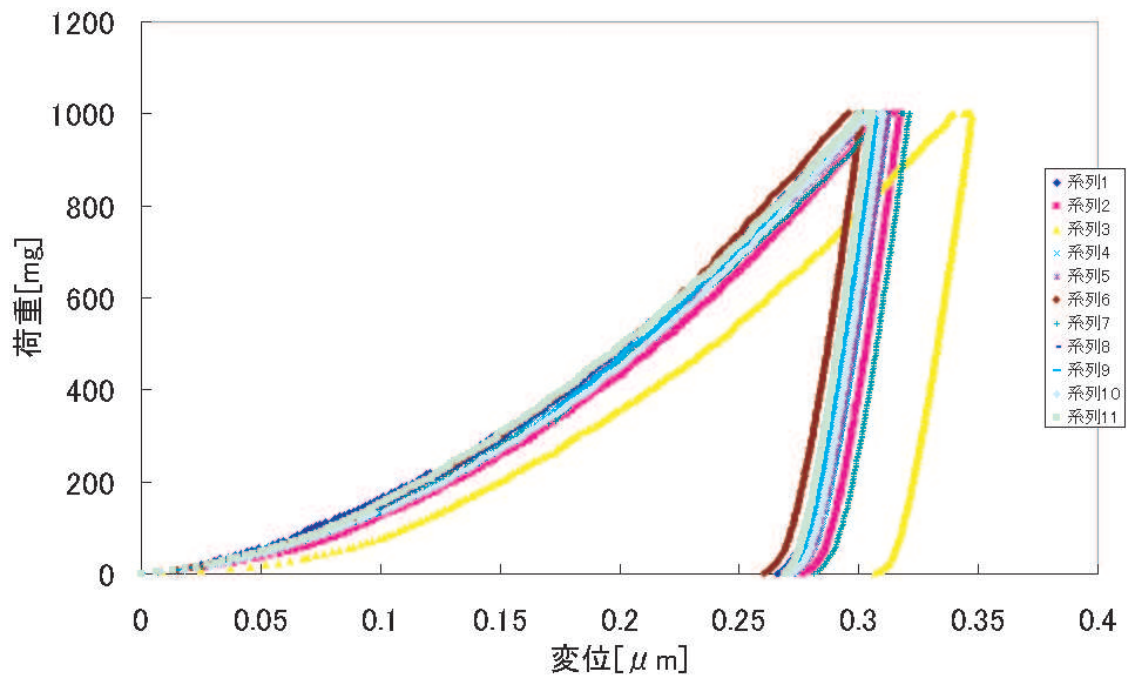


図 C.3: ナノインデンテーションによる中心孔部の変位-荷重曲線 (荷重 1g)

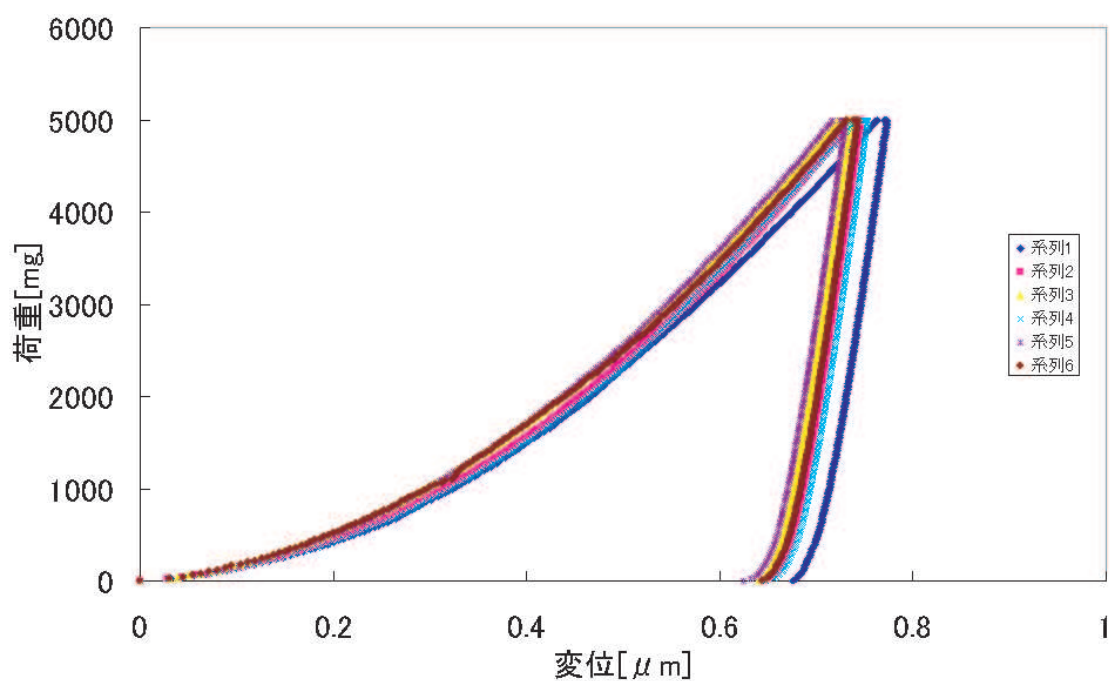


図 C.4: ナノインデンテーションによる中心孔部の変位-荷重曲線 (荷重 5g)

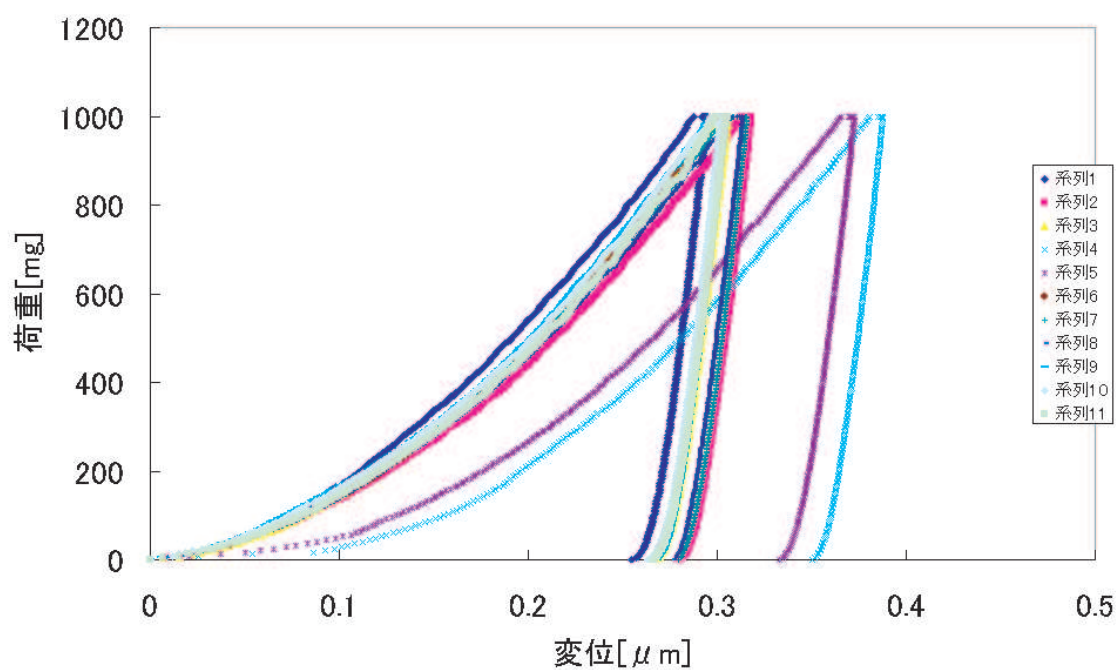


図 C.5: ナノインデンテーションによる外周部の変位-荷重曲線 (荷重 1g)

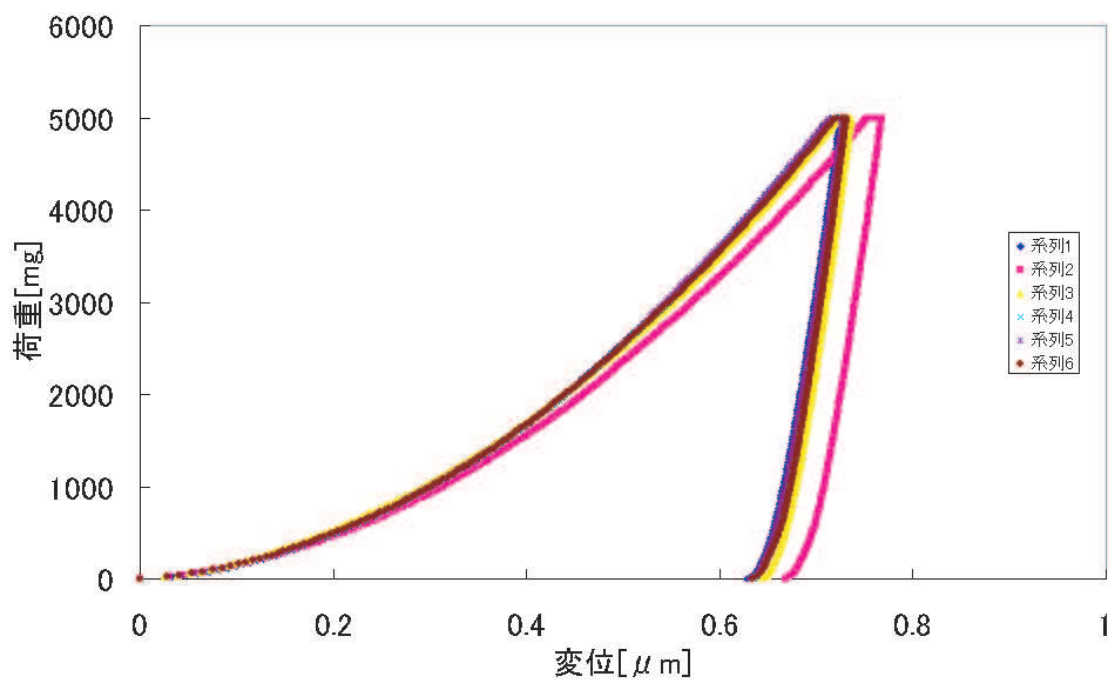


図 C.6: ナノインデンテーションによる外周部の変位-荷重曲線 (荷重 5g)

表 C.1: ナノインデンテーションによるカップリング部、中心孔部、外周部の硬さ値

		荷重 1g	荷重 5g
カップリング部	平均値	491.9	422.6
	標準偏差	78.9	26.7
中心孔部	平均値	465.9	410.2
	標準偏差	35.8	15.8
外周部	平均値	449.0	420.5
	標準偏差	74.8	16.4

表 C.2: ナノインデンテーションによるカップリング部、中心孔部、外周部のヤング率

		荷重 1g	荷重 5g
カップリング部	平均値	2.37×10^4	2.04×10^4
	標準偏差	1.64×10^3	5.90×10^2
中心孔部	平均値	2.45×10^4	2.12×10^4
	標準偏差	1.43×10^3	6.32×10^2
外周部	平均値	2.41×10^4	2.03×10^4
	標準偏差	1.28×10^3	6.03×10^2

参考文献

- [1] 新田明人, “火力発電プラントの余寿命評価”, 日本機械学会誌 98, pp.117-120, 1995
- [2] 財団法人 発電設備技術検査協会, “設備診断技術実証試験報告書”, 1993
- [3] 富永敏文, “鋼の高温硬さ評価”, トライボロジスト 42(6), pp.419-424, 1997
- [4] 富永敏文, “高温硬さ測定”, 精密工学会誌 55(8), pp.1337-1341, 1989
- [5] 富永敏文, “東京大学博士論文「鋼の高温硬さに関する研究」”, 1995
- [6] Yang-Tse Cheng, Che-Min Cheng, “What is indentation hardness?”, *Surface and Coatings Technology* 133-134, pp.417-424, 2000
- [7] W.B. LI, J.L. Henshall, R.M. Hooper and K.E. Easterling, “The mechanisms of indentation creep”, *Acta metall. mater. Vol39, No. 12*, pp.3099-3110, 1991
- [8] P.M. Sargent and M.F. Ashby, “Indentation creep”, *Materials Science and Technology* 8, pp.594-601, 1992
- [9] R.S. Sundar, T.R.G. Kutty, D.H. Sastry, “Hot hardness and creep of Fe₃Al-based alloys”, *Intermetallics* 8, pp.427-437, 2000
- [10] G. Sharma, R.V. Ramanujan, T.R.G. Kutty, G.P. Tiwari, “Hot hardness and indentation creep studies of a Fe-28Al-3Cr-0.2C alloy”, *Materials Science and Engineering A278*, pp.106-112, 2000
- [11] T.R.G. Kutty, T. Jarvis, C. Ganguly, “Hot hardness and indentation creep studies on Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe alloy”, *Journal of Nuclear Materials* 246, pp.189-195, 1997
- [12] B.L. Shen, T. Itoi, T. Yamasaki and Y. Ogino, “Indentation creep of nanocrystalline Cu-TiC alloys prepared by mechanical alloying”, *Scripta mater.* 42, pp.893-898, 2000

- [13] 石井恵一, 堀素夫共訳, “工学系のための統計概論”, 培風館, 1982
- [14] 市田嵩, 鈴木和幸, “信頼性の分布と統計, 日科技連”, 1984
- [15] 藤原雅美, “押込みクリープ試験法”, 金属 71(3), pp.256-263, 2001
- [16] 藤原雅美, “インデンテーション法による材料の力学物性評価”, 軽金属 52(6), pp.282-290, 2002
- [17] 新田明人, 高橋由起夫, 緒方隆志, 金田修, 桑原和夫, “経年火力蒸気タービンロータの余寿命評価”, 火力原子力発電 37(9), pp.917-930, 1986
- [18] 西野精一, 塩沢和章, 斉藤憲一, 中久文, “クリープ変形に基づく Cr-Mo-V 鋼の余寿命評価”, 日本機械学会論文集 (A 編) 59(8), pp.1895-1900, 1993
- [19] 角屋好邦, 後藤徹, “Cr-Mo-V 鍛鋼のクリープ変形とクリープ破断特性”, 鉄と鋼 76(7), pp.1171-1178, 1990
- [20] R. Singh and S. R. Singh, “Remaining creep life study of Cr-Mo-V main steam lines”, *Int. J. Pres. Ves. & Piping* 73, pp.89-95, 1997
- [21] 岡田厚正, 山本恭永, 依田連平, “純金属の高温硬さと硬さクリープ特性”, 鉄と鋼 73(9), pp.1186-1192, 1987
- [22] 丸山公一, 中島英治, “高温強度の材料科学 クリープ理論と実用材料への適用”, 内田老鶴圃, 2002
- [23] Z.F. Yue, M. Probst-Hein and G. Eggeler, “Determination of creep parameters from indentation creep experiments: a parametric finite element study for single phase materials”, *Materials at high temperatures* 17(4), pp.449-456, 2000
- [24] Z.F. Yue, G. Eggeler, B. Stöckhert, “A creep finite element analysis of indentation creep testing in two phase microstructures (particle/matrix- and thin film/substrate-systems)”, *Computational Materials Science*, pp.37-56, 2001
- [25] Shiqiang Deng and Richard Warren, “Creep Properties of Single Crystal Oxides Evaluated by a Larson-Miller Procedure”, *Journal of the European Ceramic Society* 15, pp.513-520, 1995
- [26] 大村考仁, “ナノインデンテーション法の装置と原理”, 表面技術 51(3) pp.255-261, 2000

以上

1～ 85 ページ 完

修士論文

平成15年 2月14日 提出

16198 村上 隆司