

卒業論文

配管溶接熱影響部における
クリープボイドの三次元幾何形状の計測
p.1~p.64 完

平成 24 年 2 月 3 日提出

指導教員 泉 聡志 准教授

100187 興石 和輝

目次

第1章	序論	7
1.1	研究の背景	7
1.2	研究の目的	10
1.3	本論文の構成	11
第2章	クリープボイドの三次元観察手法	12
2.1	シリアルセクションング法	12
2.2	EBSD 法	12
2.3	3D-EBSD 法	15
2.3.1	試料の準備	15
2.3.1.1	試料埋め込み	15
2.3.1.2	機械研磨	16
2.3.1.3	圧痕作成	17
2.3.2	連続断面観察	18
2.3.2.1	研磨	18
2.3.2.2	研磨量測定	19
2.3.2.3	SEM, EBSD 観察	20
2.3.3	三次元構築	21
2.3.3.1	整列	21
2.3.3.2	三次元構築	22
第3章	溶接熱影響部における結晶組織	23
3.1	溶接部の結晶組織	23
3.1.1	マクロで見た組織分布	23
3.1.2	ミクロで見た組織	24
3.2	腐食	26
3.3	レーザー顕微鏡での観察	27
第4章	9Cr-1Mo 鋼の観察条件および2次元観察	30
4.1	9Cr-1Mo 鋼	30
4.2	観察試料の成分と形状	31
4.2.1	成分	31
4.2.2	試験片形状	32
4.3	クリープ試験条件	33
4.3.1	破断材	33
4.3.2	中断材	34
4.4	観察条件	35

4.4.1	SEM, EBSD 観察条件	35
4.4.2	研磨機および圧痕作成条件	36
4.4.3	OIM 解析条件	37
4.5	観察結果	38
4.5.1	25%損傷材	38
4.5.2	50%損傷材	39
4.5.3	100%損傷材（破断材）	40
4.5.4	HAZ 細粒部の結晶粒	41
第 5 章	3D-EBSD 法を用いた 9Cr-1Mo 鋼の三次元観察とその評価	42
5.1	損傷評価法	42
5.1.1	EBSD 画像による評価	42
5.1.1.1	Misorientation	42
5.1.1.2	GAM (Grain Average Misorientation)	43
5.1.2	ボイドによる評価	44
5.1.2.1	ボイド面積率, 体積率	44
5.1.2.2	ボイドの三次元形状	45
5.2	観察結果：ボイドの三次元形状	46
5.2.1	三次元構築条件	46
5.2.2	25%損傷材	47
5.2.3	50%損傷材	48
5.2.4	100%損傷材	49
5.2.5	ボイド面積率・体積率	51
5.3	観察結果：粒界との関係	52
5.3.1	結晶方位差比較	52
5.3.2	25%損傷材	53
5.3.3	50%損傷材	54
5.3.4	100%損傷材	55
5.3.5	結晶粒径	56
5.4	考察	57
5.4.1	1Cr-1Mo 鋼との比較	57
5.4.2	クリープボイドの成長モデル	59
第 6 章	結論	61
6.1	本研究における結論	61
6.2	今後の課題	61
	謝辞	62
	参考文献	63

目次

図 1-1	クリープボイドの成長	7
図 1-2	クリープボイドの深さと実際の損傷	8
図 1-3	溶接部におけるクリープ破断特性	9
図 2-1	菊池パターン	13
図 2-2	EBSD 装置の概略	13
図 2-3	SEM 像(左)と EBSD 像(右)の比較	14
図 2-4	回転研磨機	16
図 2-5	圧痕形状	17
図 2-6	ビッカース硬さ試験機	17
図 2-7	ビッカース圧痕の形状	19
図 2-8	レーザー顕微鏡	19
図 2-9	SEM,EBSD 装置	20
図 2-10	圧痕による整列	21
図 2-11	三次元化のイメージ	22
図 3-1	溶接部組織の模式図	23
図 3-2	2.25Cr-1Mo 鋼の 70%損傷材 EBSD 像	24
図 3-3	2.25Cr-1Mo 鋼の 70%損傷材 SEM 像	25
図 3-4	9Cr-1Mo 鋼 50%損傷材腐食後観察試料	26
図 3-5	9Cr-1Mo 鋼 100%損傷材：母材	27
図 3-6	9Cr-1Mo 鋼 100%損傷材：溶金部	27
図 3-7	9Cr-1Mo 鋼 100%損傷材：細粒部	28
図 3-8	9Cr-1Mo 鋼 100%損傷材：粗粒部	28
図 3-9	9Cr-1Mo 鋼 100%損傷材腐食後観察試料	29
図 4-1	試験片形状	32
図 4-2	破断後の試験片	32
図 4-3	クリープ曲線	33
図 4-4	クリープ曲線	34
図 4-5	SEM, EBSD 観察：25%損傷材	38
図 4-6	SEM, EBSD 観察：50%損傷材	39
図 4-7	SEM, EBSD 観察：100%損傷材①	40
図 4-8	SEM, EBSD 観察：100%損傷材②	40
図 4-9	結晶粒径の破断寿命に対する変化	41
図 5-1	ベイナイト組織による Misorientation 分布	43
図 5-2	ベイナイト組織における粒界の分類	43

図 5-3	ボイド形状.....	45
図 5-4	クリープボイドの 3 次元像：25%損傷材	47
図 5-5	クリープボイドの 3 次元像：50%損傷材	48
図 5-6	クリープボイドの 3 次元像：100%損傷材①.....	49
図 5-7	クリープボイドの 3 次元像：100%損傷材②.....	50
図 5-8	ボイド面積率・体積率と寿命消費率の関係.....	51
図 5-9	結晶粒界における misorientation の分布	52
図 5-10	結晶粒界：25%損傷材.....	53
図 5-11	結晶粒界：50%損傷材	54
図 5-12	100%損傷材	55
図 5-13	各損傷材における結晶粒径	56
図 5-14	1Cr-1Mo 鋼 50%損傷材.....	58
図 5-15	1Cr-1Mo 鋼 100%損傷材.....	58
図 5-16	ボイド発生モデルの模式図	59
図 5-17	ボイドの成長と結晶粒界.....	60

表目次

表 2-1	IMOD 使用コマンド一覧.....	22
表 4-1	化学成分（質量%）	31
表 4-2	機械的特性	31
表 4-3	SEM, EBSD 観察条件.....	35
表 4-4	研磨機使用条件	36
表 4-5	それぞれの損傷材における平均研磨量	36
表 4-6	圧痕作成条件	36
表 4-7	OIM 解析条件	37
表 4-8	OIM の Cleanup 条件	37
表 5-1	IMOD モデル作成条件.....	46
表 5-2	IMOD モデル観察条件.....	46
表 5-3	各試験片におけるクリープ試験条件	57

第1章 序論

1.1 研究の背景

現在我が国において累積運転時間が 20 万時間を超える高経年火力プラントが増加している．そのため，既存設備の寿命延伸と検査の合理化によって補修コストを低減することが求められている．寿命延伸を図るためには，プラントで使用されている代表的な機器であるタービンロータやボイラなど，高温条件下で用いられるものの損傷メカニズムの把握が必要である [1][2]．

高温機器の寿命はクリープボイドの発生と成長が大きく影響していると言われている [3][4]．クリープボイドとは，空孔の拡散により決勝粒界に発生する孔のことである [5]．このクリープボイドが高温下で決勝粒界に発生し，それらが徐々に成長かつ連結しながら巨大化する．やがて微小亀裂，巨視亀裂となり，最終的には機器を破壊するまでに至る（図 1-1） [6]．したがって，クリープボイドの発生成長挙動を把握することが重要となる．

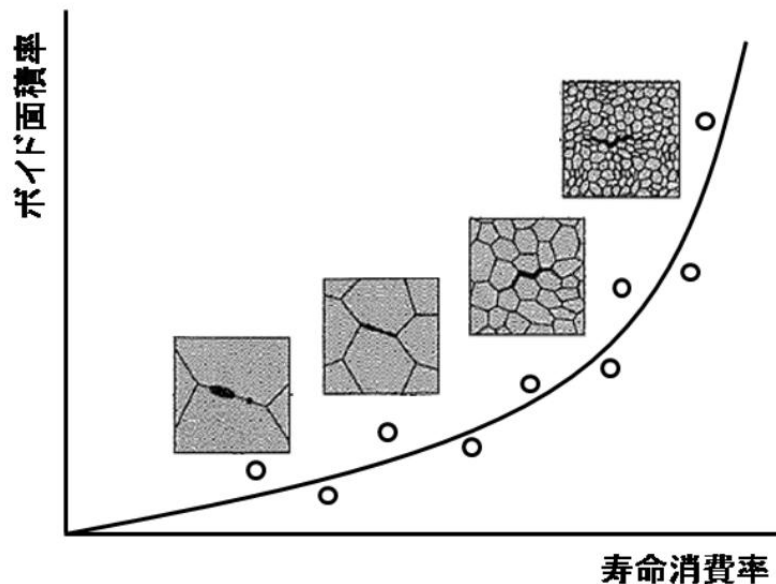


図 1-1 クリープボイドの成長

従来のクリープ損傷評価の手法としてボイド面積率等が挙げられるが、これは二次元観察に基づくものであり、材料内部の実際の三次元組織は反映されていない。これによって深さ方向にどれだけボイドが伸びているかどうかという情報が与えられないため、表面のボイド面積が同じならば同じ処理をされてしまうという問題が生じる。本来クリープボイド及び粒界は三次元的な形状をしているため、深さ方向の情報も付加し、三次元幾何形状や体積を評価しなければならない。つまり、従来の表面のみを観察するという二次元手法ではなく、三次元という現実に近い観察をしてより正確に損傷過程を見ようというのが背景にある。

以上の背景を踏まえ、当研究室の片岡^[7]がEBSD(Electron Backscatter Diffraction Pattern: 電子線後方散乱回折パターン)法^{[8] [9] [10]}とシリアルセクション法^[11]を組み合わせた3D-EBSD法^[12]を応用した、クリープボイドと結晶粒界の三次元観察手法を確立した。したがって今回の研究ではこの方法に則って三次元化を行う。

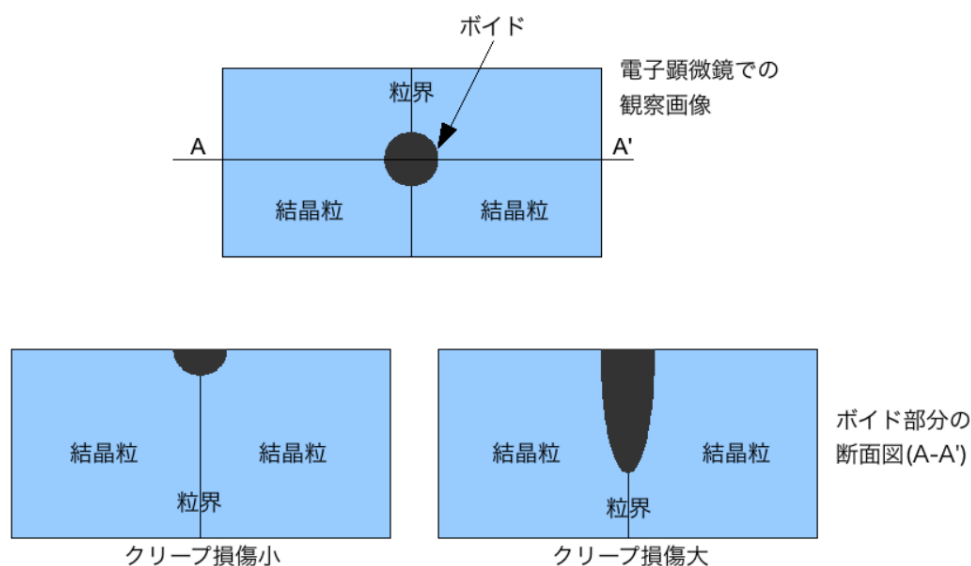


図 1-2 クリープボイドの深さと実際の損傷

今回本研究で扱う材料は改良 9Cr-1Mo 鋼である．これは低合金鋼に比べ高温強度に優れ，非常に多くの高温蒸気配管に使用され，同鋼母材のクリープ強度特性や損傷評価法に関してはすでに研究が行われてきた．しかし，改良 9Cr-1Mo 鋼は母材に比べて溶接部においてクリープ強度が顕著に低下しているということが指摘されており，実際にその溶接部での噴破事例も報告されている．そしてその溶接継手材については高温強度データが限られており，未だ研究の途上にある．したがって同鋼の溶接継手部に対するクリープ損傷評価法の構築とそれに基づく適切な余寿命評価が急務な課題とされている [13]．

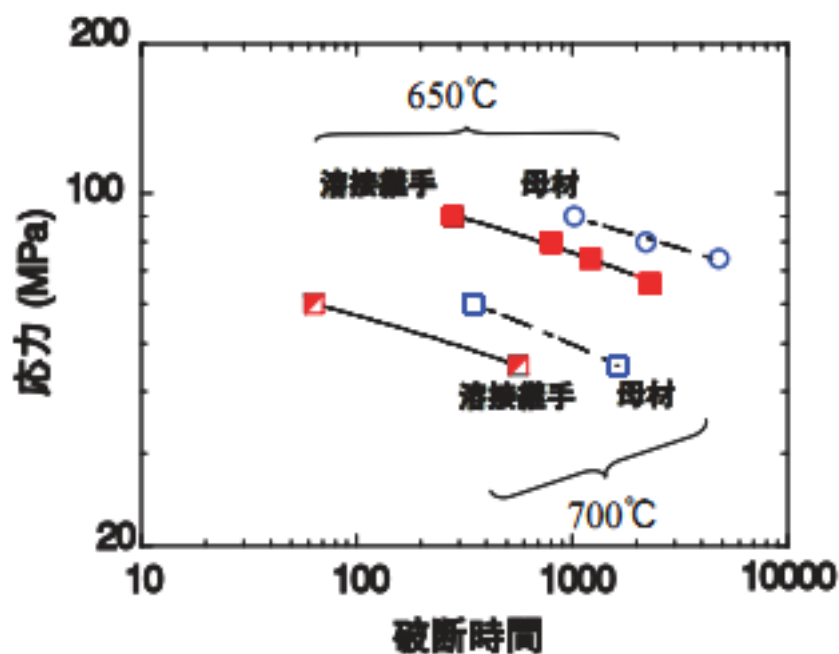


図 1-3 溶接部におけるクリープ破断特性 [13]

1.2 研究の目的

本研究では、改良 9Cr-1Mo 鋼の溶接熱影響部の三次元形状の把握を目的とする。クリープボイドの三次元形状，三次元空間分布，粒界との関係を観察により把握し，溶接熱影響部と母材や溶金部との比較，さらには先行研究で三次元化された 1Cr-1Mo 鋼との比較，溶接細粒部でのボイドの成長モデルの構築を行う。

1.3 本論文の構成

第1章 序論

本論文の背景及び目的を述べた。

第2章 クリープボイドの三次元観察手法

本研究で使用した EBSD 法や 3D-EBSD 法について述べる。特に先行研究で確立された三次元観察手法について詳細に説明を行う。

第3章 溶接熱影響部における結晶組織

溶接熱影響部について詳しく見ていく。

第4章 9Cr-1Mo 鋼の観察条件と 2 次元観察

本研究で用いる試験片の条件を述べる。さらに EBSD での観察条件を示し、観察結果の二次元画像を載せる。

第5章 3D-EBSD 法を用いた 9Cr-1Mo 鋼の三次元観察とその評価

観察試料に対して 3D-EBSD 法を適用する。またその評価、考察をする。

第6章 結論

本論文の成果を述べる。

第2章 クリープボイドの三次元観察手法

先行研究により，シリアルセクションニング法と EBSD 法を組み合わせた 3D-EBSD 法によりクリープボイドおよび結晶粒界の三次元構築を行う手法が確立されている．本章ではその手法について説明を行う．

2.1 シリアルセクションニング法

シリアルセクションニング法とは，表面観察と表面研磨を繰り返して得られた断面画像から 3 次元像を再構築する方法である．試料を鏡面に研磨し，顕微鏡で断面観察を行う．これをまた研磨し観察することで連続的に断面画像を取得する．得られた多くの断面画像を同じ位置になるように補正し整列させてそれらを連続化することによって三次元画像が得られる．

研磨する方法としては，FIB 研磨と機械研磨との二種類が挙げられる．FIB 研磨は，機械研磨に比べて高分解能であるが，観察範囲は $50\text{ }\mu\text{m}$ 立方が限界なのでより広範囲の観察を行うには機械研磨のほうが適当である．そこで，今回の研究では機械研磨を行う．

2.2 EBSD 法

EBSD (Electron Backscatter Diffraction Pattern: 電子線後方散乱回折パターン) 法とは，SEM (Scanning Electron Microscope: 走査電子顕微鏡) 試料室内で 70° 程傾斜した試料に電子線を照射し，その後方散乱回折によるパターンを検出し，その照射点での結晶方位を測定する方法である^[9]．この回折パターンを菊池パターンといい，高感度 CCD カメラで取り込む．菊池パターンの一例を以下に示す．

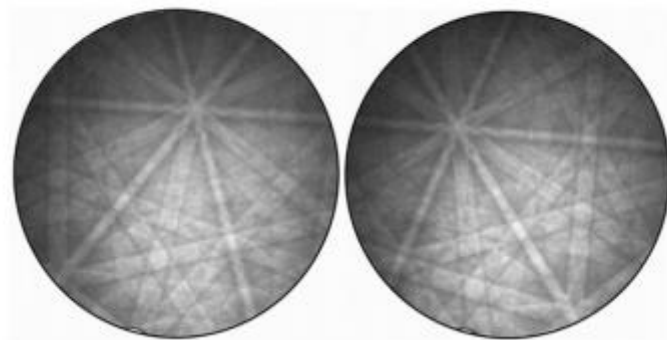


図 2-1 菊池パターン

この菊池パターンはその照射点における結晶構造及び結晶方位に依存するので、この画像を解析することで同一結晶粒が同定できる。また、EBSD の装置の概略は下図のようになっている。

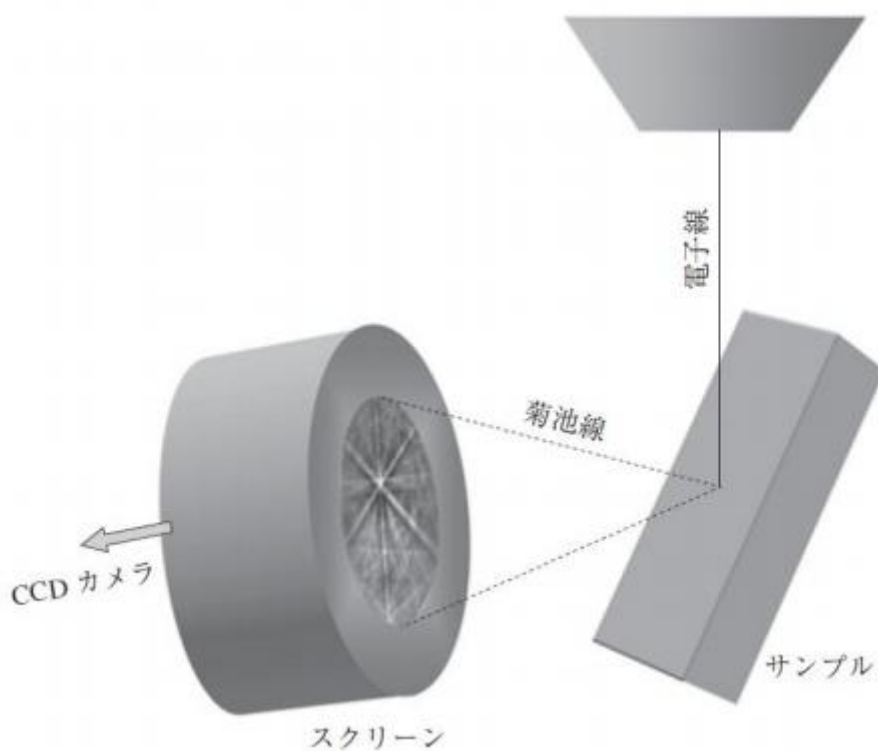


図 2-2 EBSD 装置の概略

EBSD 法を用いることで、どのような方位で結晶粒が存在しているのかを特定することができ、より重要なこととしてはそれらの境目である結晶粒界を可視化できるという役割である。一方でボイドは判定することができない。もちろんボイドが存在している点であっても結晶方位のデータは得られるが、結晶粒が存在していないので意味を成さない。したがって、ボイドを観察する際には SEM を、結晶粒界を観察する際は EBSD 法を使用することになる。

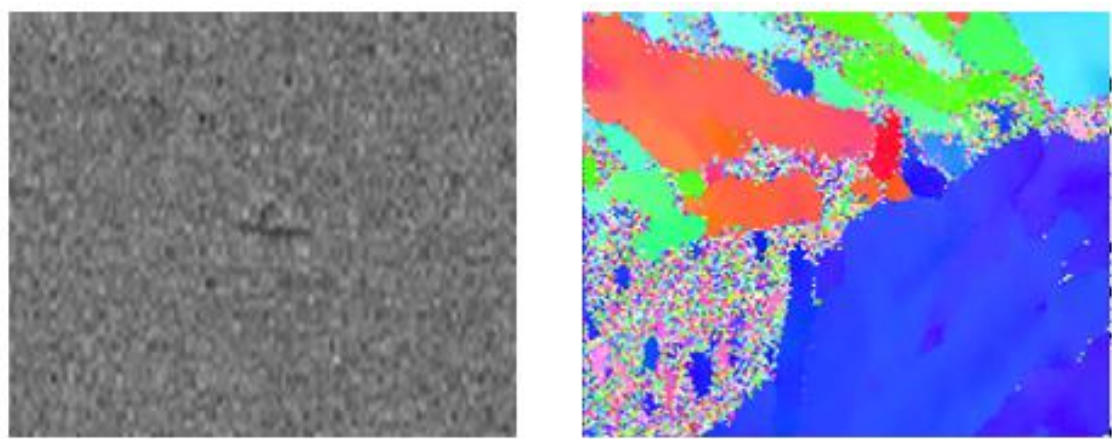


図 2-3 SEM 像(左)と EBSD 像(右)の比較

2.3 3D-EBSD 法

3D-EBSD 法は上記のシリアルセクション法と EBSD 法を組み合わせた方法である。すなわち，断面画像を観察する際に SEM 像と EBSD 像をそれぞれ取得し，それらの二次元像から三次元像を再構築する方法である^[7]。具体的な手順を以下に示す。

2.3.1 試料の準備

まずは金属試料の表面を鏡面に仕上げる。さらにその後の処理で必要となってくる圧痕の作成をする。

2.3.1.1 試料埋め込み

観察金属をカーボン系充填剤含有導電性フェノール樹脂という熱硬化性樹脂に埋め込み，観察試料を作成する。埋め込みには，熱間埋込装置 CitoPress-1 を用いた。シリンダ直径は $\phi 25$ とした。

2.3.1.2 機械研磨

試料切り出しの際の加工ひずみ層を取り除き、鏡面に仕上げる作業である。手順としては、まず Si-C による面出し研磨，次に研磨砥粒の粒径 $3\text{--}15\text{ }\mu\text{m}$ である精研磨，さらに研磨砥粒の粒径 $1\text{--}9\text{ }\mu\text{m}$ のダイヤモンド琢磨を行い，最後に粒径 $0.04\text{ }\mu\text{m}$ のコロイダルシリカを使った酸化物琢磨を行う。これは徐々に表面をきれいに研磨し鏡面に仕上げるためである。なお，酸化物琢磨は以下 OP（Oxide Polishing）とする。



図 2-4 回転研磨機

2.3.1.3 圧痕作成

圧痕作成には2つの意味合いがある．1つ目は研磨量の測定である．研磨は時間を決めて行うが，必ずしも同じ研磨量になるとは限らないので毎回測定する必要がある．2つ目の役割はZ方向の整列の目印である．観察の方法の性質上，全く同じ領域を撮っていくというのは不可能なので得られた画像を後で整列しなければならない．

圧痕作成には，マイクロビッカース硬さ試験機（FISCHERSCOPE HM2000）を用いた．圧痕作成の注意点としては，EBSD 観察領域の外側かつ SEN 観察領域の内側に打つということである．

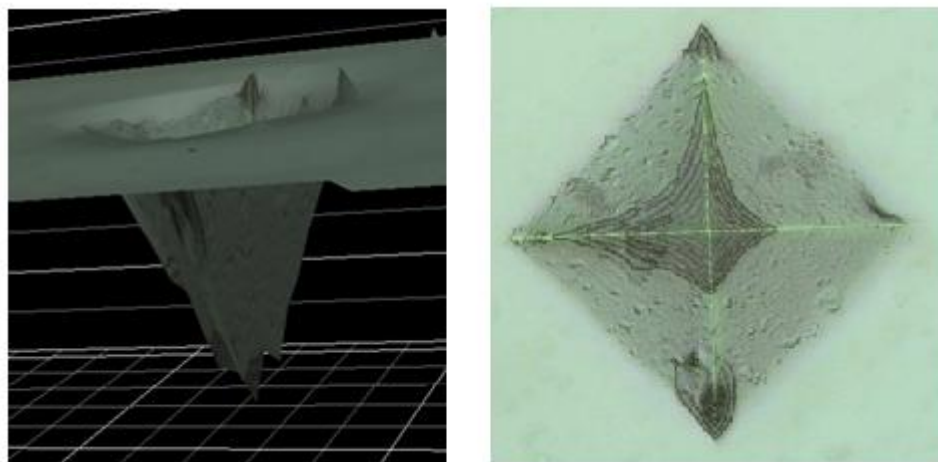


図 2-5 圧痕形状



図 2-6 ビッカース硬さ試験機

2.3.2 連続断面観察

以下では，研磨し EBSD 観察をするという作業を繰り返す．

2.3.2.1 研磨

シリアルセクショニング方における研磨は OP で行う．当初は振動研磨機で行なっていたが，一時間あたり $0.1\ \mu\text{m}$ という非常に遅い研磨ペースであったので 50 枚程度の画像を取る今回の研究には不適當であると判断し，先行研究と同じように OP で行うこととなった．

研磨量はバフにかかる加圧力と時間によって制御する．研磨後は十分に水洗い，乾燥をする．

2.3.2.2 研磨量測定

研磨量の測定はビッカース圧痕の形状を利用する．圧痕の形状は図 2-7 のような正四角錐になっているため研磨量 Δh は以下のように求められる．

$$\Delta h = \frac{\Delta d}{2\sqrt{2} \tan 68^\circ}$$

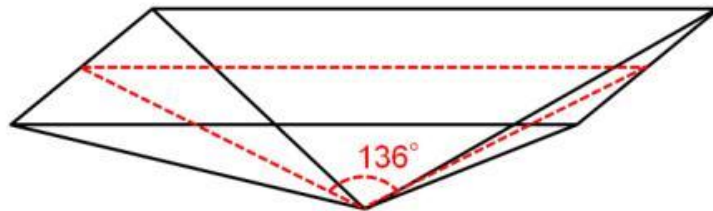


図 2-7 ビッカース圧痕の形状

ここで， d は圧痕の対角線長さを表し， Δd は研磨前と研磨後の対角線長さの差を表している．なお，対角線長さ d の測定にはレーザー顕微鏡（Keyence VK-9500）を使用した．



図 2-8 レーザー顕微鏡

2.3.2.3 SEM, EBSD 観察

EBSD 観察により，断面の結晶方位画像を得る．観察には SEM（Elionix ERA-8800FE）, OIM 検出器（EDAX-DigiView）を用いた．観察の際は SEM 像と EBSD 像の中心が一致するように観察範囲を設定する．他にも Scan step 等において最適な設定を施す．

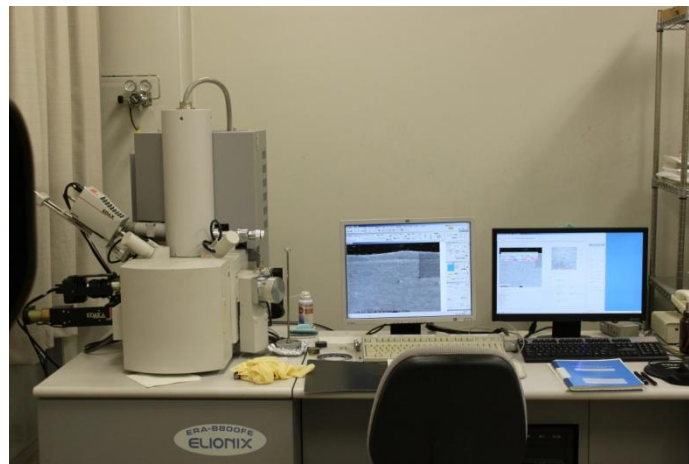


図 2-9 SEM,EBSD 装置

2.3.3 三次元構築

得られた画像データを処理する手順を以下に示す.

2.3.3.1 整列

断面の SEM 画像から圧痕のみを抽出する. 抽出方法は圧痕を黒で, それ以外の部分を白で表すというものである. 抽出にはフリーソフト GIMP (GNU Image Manipulation Program) を使用した. 得られた圧痕抽出画像を図 2-10 のように平行移動と回転を組み合わせることによって, 複数枚の画像を整列させるデータを得る. この圧痕画像はあくまで整列させるデータを得るためであって, 圧痕画像自体については三次元化に使用しない.

同様に断面 SEM 画像からボイドのみを圧痕抽出画像と同じ要領で抽出する. さらに断面 EBSD 画像から粒界抽出画像を得る. 次にそれらの抽出画像を圧痕によって得られた整列データに則って平行移動, 回転を行い整列させる.

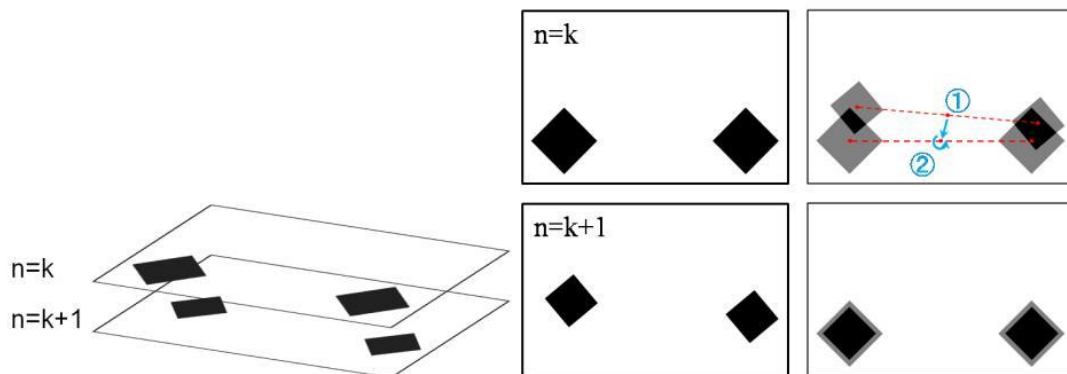


図 2-10 圧痕による整列

2.3.3.2 三次元構築

三次元構築の際にはセクション間の補間が必要となってくる．その補間を含めた三次元化を行うツールとして IMOD (Image processing, Modeling and Display program) を用いた．IMOD で使用したコマンドは以下の通り（表 2-1）．

表 2-1 IMOD 使用コマンド一覧

tif2mrc	TIFF から MRC への変換
imodauto	自動輪郭作成
smoothsurf	スムージング
imodmesh	表面のメッシュ作成
3dmodv	IMOD 3 次元モデルを表示
imodinfo	モデルの情報入力

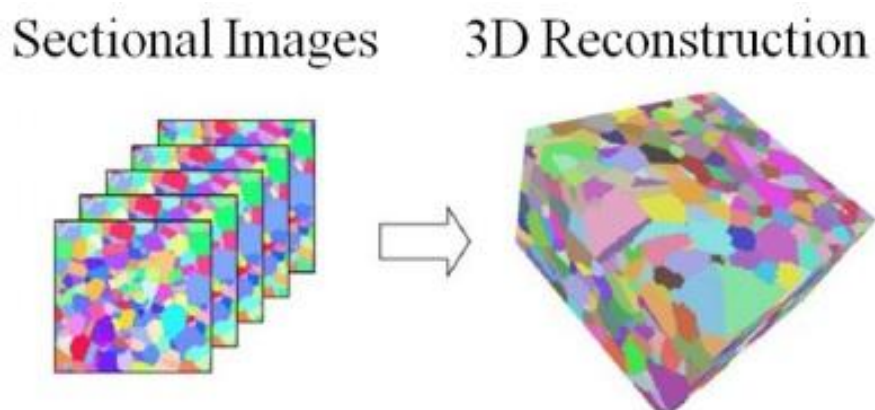


図 2-11 三次元化のイメージ

第3章 溶接熱影響部における結晶組織

ここでは本研究で扱う溶接熱影響部（以下 HAZ: Heat Affected Zone）に関して詳しく説明していく。

3.1 溶接部の結晶組織

まず大まかな組織分布を説明し，そのそれぞれの部分での結晶粒の一例を SEM 像，EBSD 像を交えながら紹介していく。

3.1.1 マクロで見た組織分布

二つの金属を溶接する際には高温状況下で溶金を用いて行う。その際，2つの金属が結合するのではなく図 3-1 のような組織分布となる。

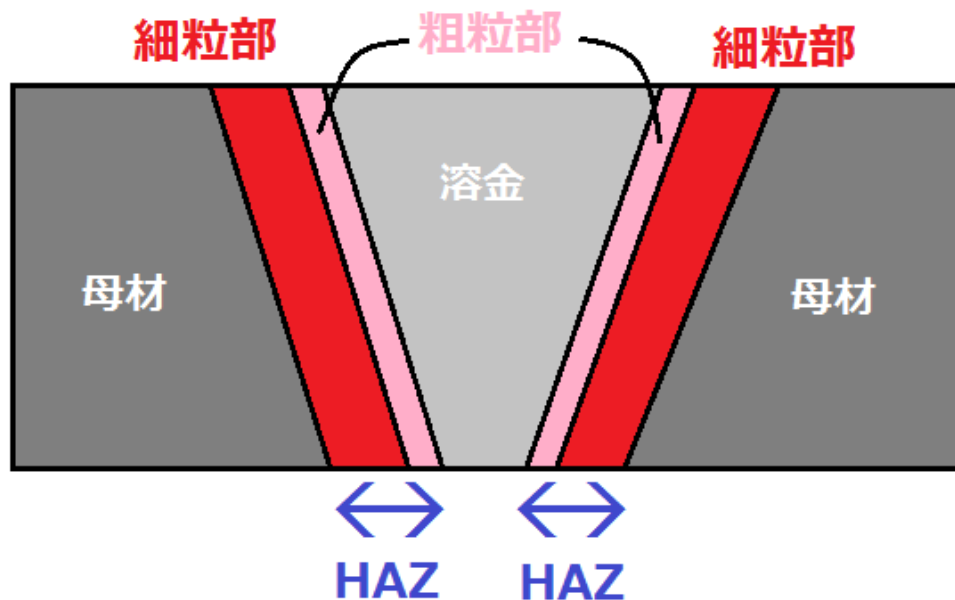


図 3-1 溶接部組織の模式図

母材とは用いている金属材料のことで、HAZ 細粒部、HAZ 粗粒部、溶金の順序に並んでいる。序論では細粒部と粗粒部を区別せず一概に HAZ と述べたが、正確にはこの二種類に分けることができる。実際にクリープ強度が極端に低下する部分というのは HAZ の中でも細粒部である。したがって本研究でも HAZ の細粒部に焦点を当てていくことになる。

3.1.2 ミクロで見た組織

実際に上記 4 パターンの結晶組織が EBSD 像でどのように見ることができるのかを先行研究の例を上げる [14]。

図 3-2 は本研究とはクロムの成分量が異なっているが 2.25Cr-1Mo 鋼である。(a)は母材、(b)は溶金、(c)は HAZ 粗粒部、(d)は HAZ 細粒部の結晶方位像となっている。この画像から、母材や溶金部に比べて HAZ の結晶粒はものすごく小さいことが見て取れる。さらに、スケールが違うことに注意して比較すると、HAZ の中でも細粒部というのは結晶粒が小さく、その形がはっきりしている。大きさにしてだいたい数 μm から 10 μm 程度となっている。

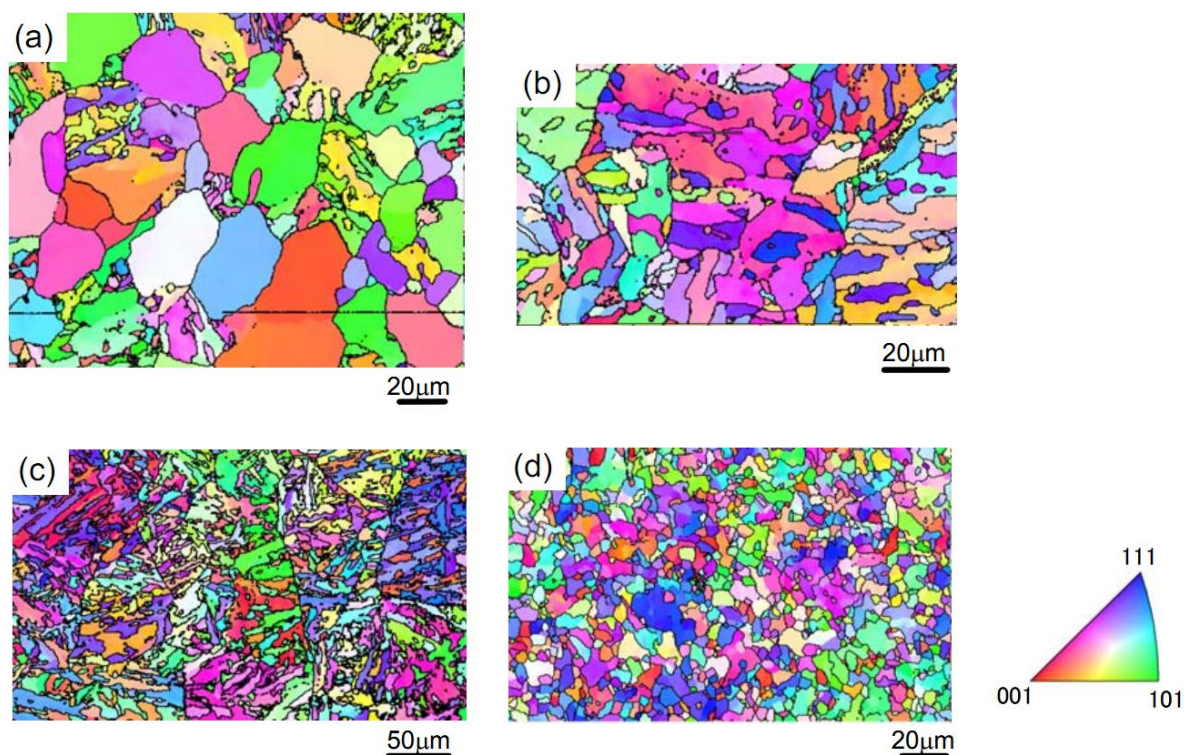


図 3-2 2.25Cr-1Mo 鋼の 70%損傷材 EBSD 像 [14]

(a)母材 (b)溶金 (c)HAZ 粗粒部 (d)HAZ 細粒部

次に、同じ試料（2.25Cr-1Mo 鋼の 70%損傷材）で SEM 像を比較する．こちらも(a)は母材，(b)は溶金，(c)は HAZ 粗粒部，(d)は HAZ 細粒部となっている．

母材と溶金部ではボイドの発生は見られない．一方，HAZ ではボイドが確認できる．粗粒部においては，連結されたボイドが発生している．これは応力方向に垂直な旧オーステナイト粒界上で生じていると考えられている．また，細粒部では粗粒部よりも大きいボイドが存在している．こちらは粒界三重点に発生すると考えられている．

このように，ボイドの発生は明らかに HAZ に起きやすく，これが HAZ での損傷を招く要因となっていると言える．

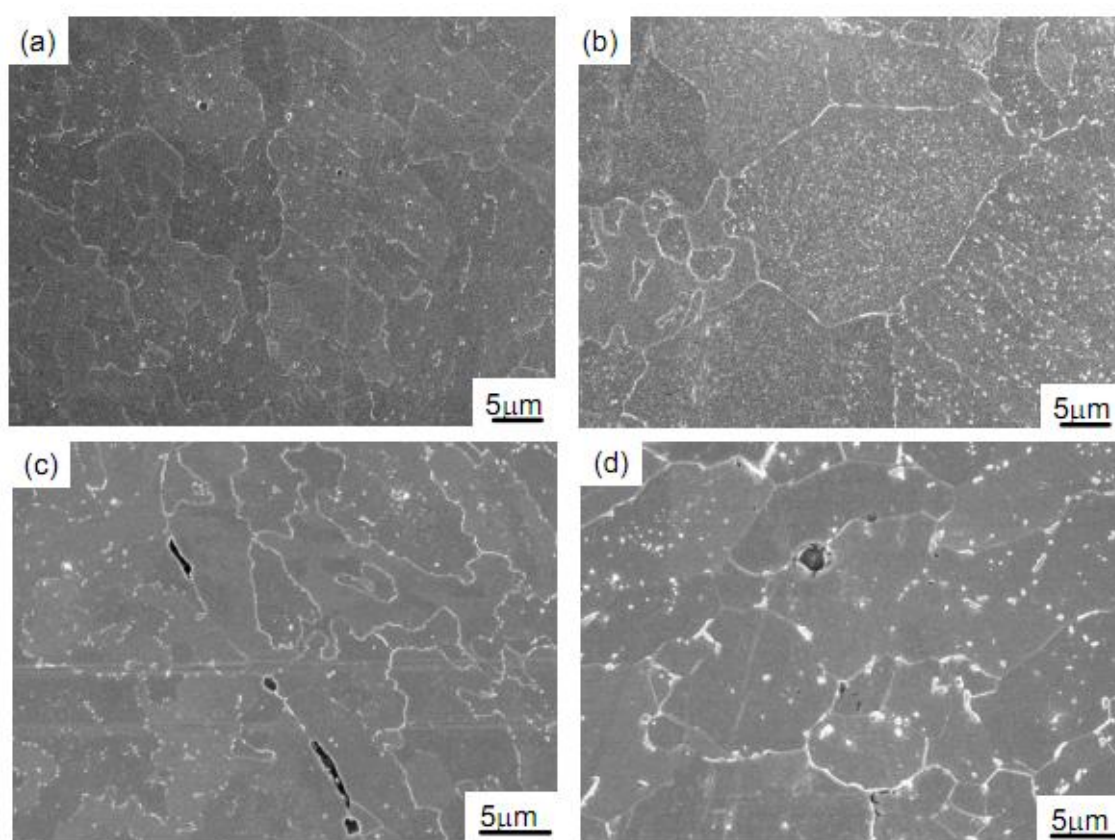


図 3-3 2.25Cr-1Mo 鋼の 70%損傷材 SEM 像 [14]

(a)母材 (b)溶金 (c)HAZ 粗粒部 (d)HAZ 細粒部

3.2 腐食

溶接部の組織分布は説明したが、実際観察する際には試料は鏡面に研磨されていてどこが HAZ なのか、その中でも細粒部なのか、ということが表面状態から判断できない。もちろんボイドの形状や密度から狙うこともできるが、信頼性に欠ける。

そこで、HAZ かどうかを判断できるように腐食をして可視化する。腐食とは金属を酸化還元反応させることである。具体的には 1/20 に希釈した王水を用意し、金属表面を一分ほど動かしながら浸す。結晶粒界が白くなるので、結晶粒が細かい HAZ はくっきり浮かび上がり、肉眼でも HAZ の判定ができる。

図 3-4 は本研究で用いる 9Cr-1Mo 鋼 50%損傷剤の試料を腐食したものである。光学顕微鏡を用いて撮影した。腐食前は区別がつかなかった HAZ がしっかり見て取れる。ただし、帯状の HAZ の中の細粒部と粗粒部の判別はできない。したがって、HAZ の中でも母材側が細粒部、溶金側が粗粒部という情報と EBSD 像での結晶粒から判別しなければならない。

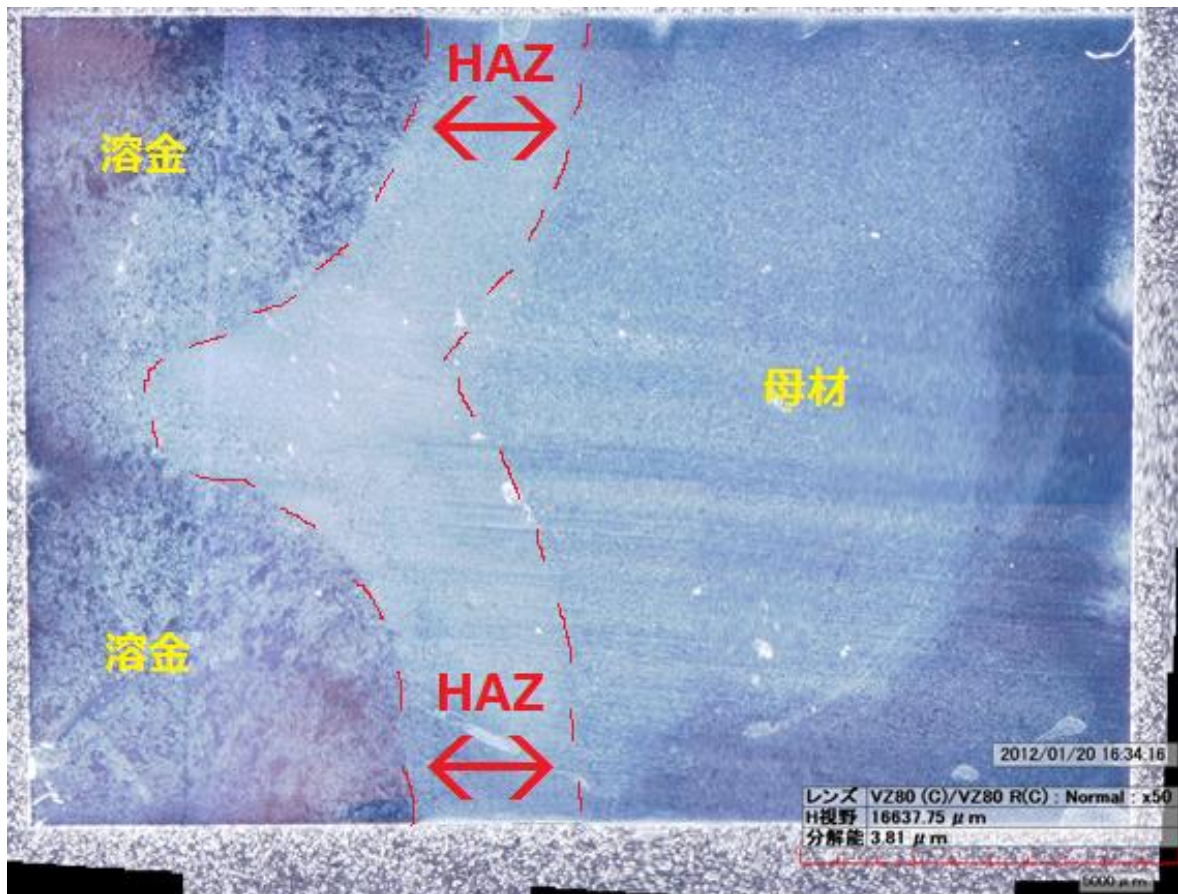


図 3-4 9Cr-1Mo 鋼 50%損傷材腐食後観察試料

3.3 レーザ顕微鏡での観察

表面を腐食した状態では結晶粒界がある程度可視化されているのでレーザー顕微鏡でそれぞれの表面状態を観察し，腐食による結果が正しいことを確認する．



図 3-5 9Cr-1Mo 鋼 100%損傷材：母材



図 3-6 9Cr-1Mo 鋼 100%損傷材：溶金部

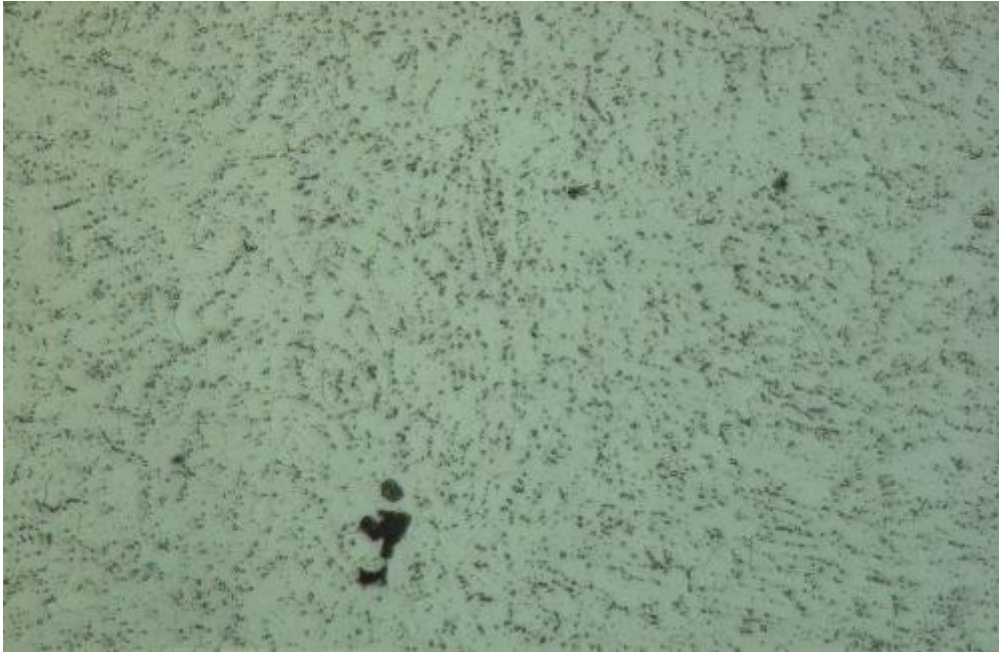


図 3-7 9Cr-1Mo 鋼 100%損傷材：細粒部



図 3-8 9Cr-1Mo 鋼 100%損傷材：粗粒部

いずれも 9Cr-1Mo 鋼の 100%損傷材，すなわち破断材であり，観察領域は $86\mu\text{m} \times 140\mu\text{m}$ である．レーザー顕微鏡では図 3-9 のように直線上に画像を撮った．①から④の順に溶金部，粗粒部，細粒部，母材となっている．特徴としては 3.1.2 で説明したとおりの結晶粒の大きさになっていることが観察できる．さらに，ボイドという面でも細粒部に集中していることが見て取れる．

したがって腐食による HAZ の判定は可能であることが言えた．

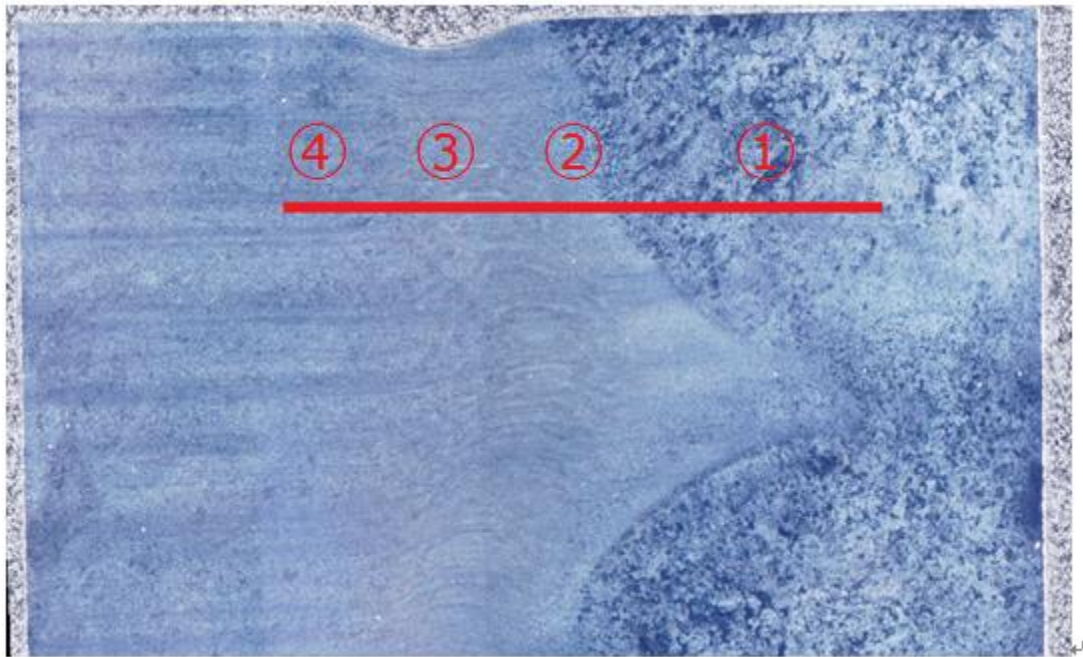


図 3-9 9Cr-1Mo 鋼 100%損傷材腐食後観察試料

第4章 9Cr-1Mo 鋼の観察条件および2次元観察

本章では、本研究で用いる 9Cr-1Mo 鋼の説明と観察試験片について詳細に記述し、2次元での観察結果を述べる。

4.1 9Cr-1Mo 鋼

9Cr-1Mo 鋼は9%の Cr と1%の Mo の他にも微量の V や Nb を含有する場合が多い。金属組織はマルテンサイト相を焼戻しして得られる焼戻しマルテンサイトとなっている。焼戻しマルテンサイトとは、マルテンサイト組織から余剰となった C が放出されて Cr と結合することで $M_{23}C_6$ として析出した状態のことである。また、焼戻しマルテンサイト組織の中に δ フェライトを含有している場合もある。9~12Cr 鋼のことを一般にフェライト鋼呼ばれている。

次に性質についてみていくと、熱伝導率、熱膨張率、耐応力腐食割れ性等が優れているが、耐高温腐食性は劣る。この特徴を生かして 9Cr-1Mo 鋼は発電ボイラ管、タービン、原子炉等の耐熱材料として用いられている [15]。

4.2 観察試料の成分と形状

本研究で使用した試験片の詳細なデータを載せる.

4.2.1 成分

9Cr-1Mo の熱処理条件を述べる. まず, 1050℃で1時間保ちその後空冷する. 次に, 焼戻しのため 780℃で1時間保ち空冷するという手順である.

また, 化学成分と機械的特性を表 4-1 と表 4-2 でそれぞれまとめておく.

表 4-1 化学成分 (質量%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
0.09	0.25	0.43	0.016	0.001	8.37	0.15

Mo	V	Nb	Al	N
0.89	0.20	0.07	0.00	0.049

表 4-2 機械的特性

試験温度 (℃)	0.2%耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	伸び (%)	絞り (%)
室温	501	669	29	77
550	340	407	26	87
600	275	336	32	91
650	197	268	43	93

4.2.2 試験片形状

試験片の形状を図 4-1 に示す。溶接金属がちょうど試験片中央部となるように加工される。

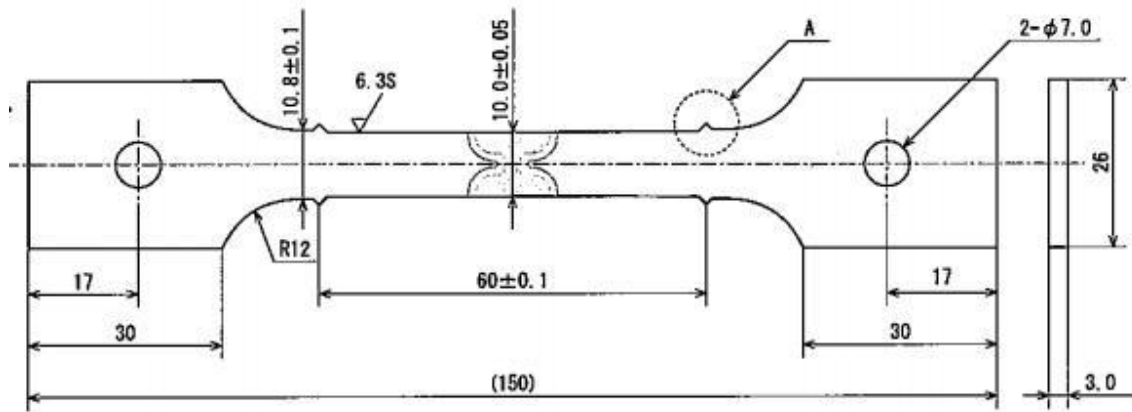


図 4-1 試験片形状

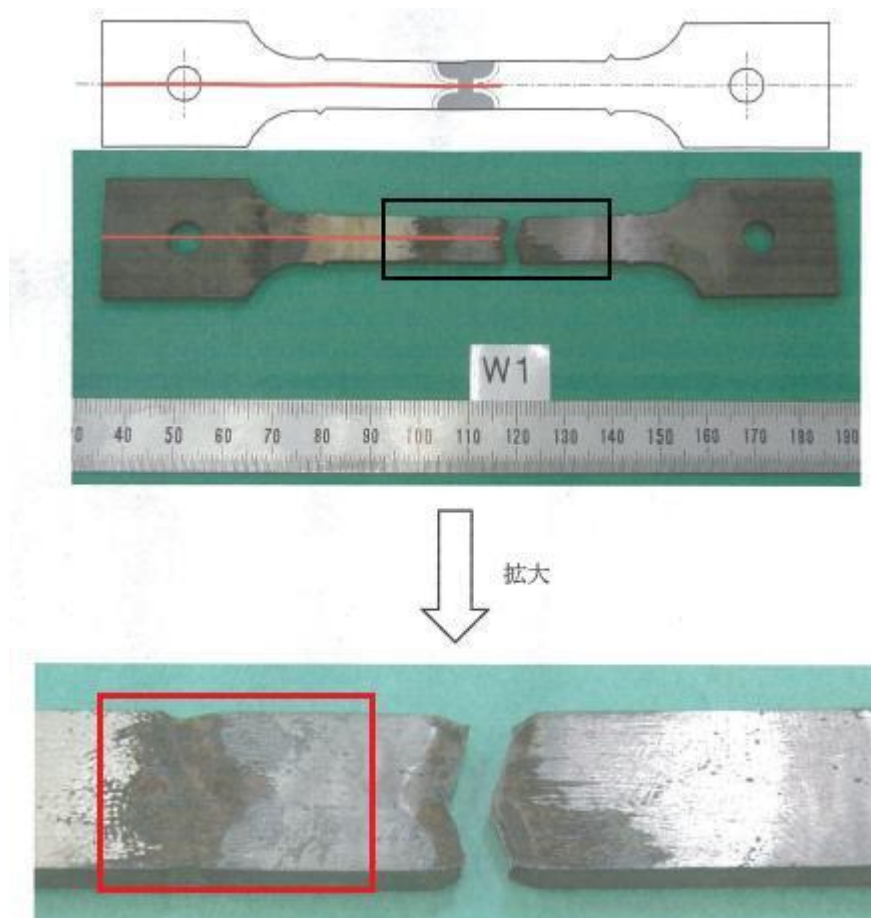


図 4-2 破断後の試験片

図 4-2 はクリープによる 100%損傷材（破断材）の外観である．文字通り破断しているが，その破断位置はちょうど HAZ に沿っていることが読み取れる．試験片の形状から HAZ は二箇所にできるので，観察領域はまだ破断していない方の部分とする．具体的には図 4-2 下部の赤く囲った部分である．よって破断材といっても破断面を観察しているわけではないということを注意しておきたい．

4.3 クリープ試験条件

クリープ試験は神戸工業試験場で行われた．その試験条件について述べる．

4.3.1 破断材

試験温度は 650℃，試験応力は 90MPa で行った．破断するまでの時間は 228.5 時間であった．実際の試験による，時間とクリープひずみの関係を図 4-3 に示す．

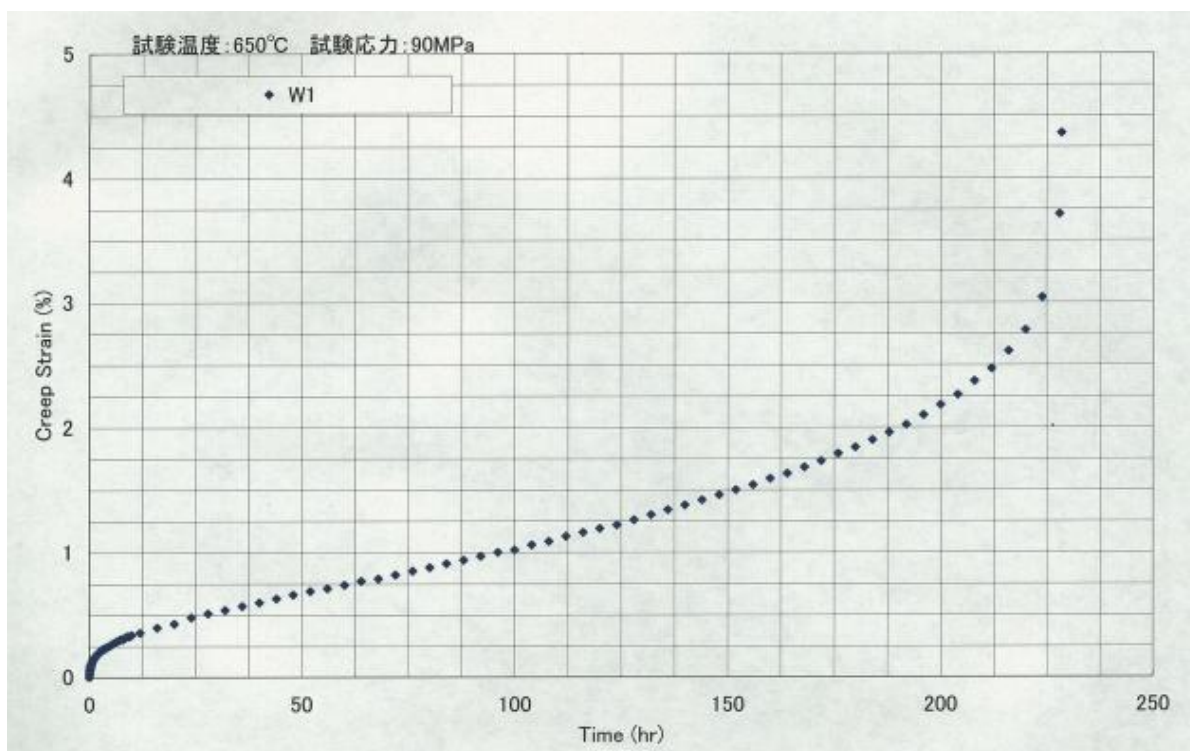


図 4-3 クリープ曲線

4.3.2 中断材

上記の破断材の試験条件をそのまま適用すると試験を停止するまでの時間が短くなってしまい、誤差が大きくなってしまう。そこで、試験応力を下げることで破断時間を伸ばす方法をとっている。

同温度に対し、試験応力を 60MPa とすると、破断時間は 1881.1 時間にまで延伸した。したがってこの試験条件、破断時間を元に中断材を作成する。すなわち、破断時間を 100%の損傷とし、その半分である 940 時間を 50%の損傷、さらにその半分の 25%の損傷と考えて、途中止めクリープ試験を実施する。いずれも試験温度は 650℃である。

なお、以下に他の試験応力条件における破断時間との関係のグラフを載せる。曲線は実験データによる近似曲線である。

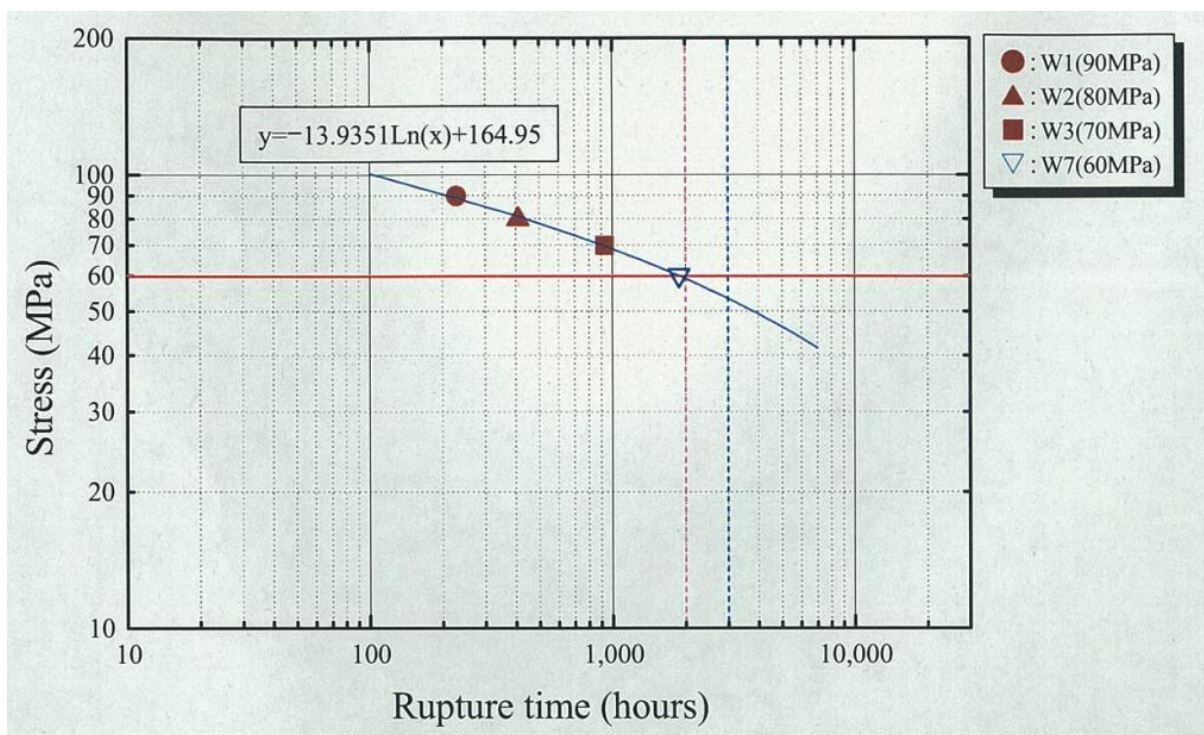


図 4-4 クリープ曲線

4.4 観察条件

3D-EBSD 法を用いて 3 次元観察する際の SEM や EBSD の観察条件，研磨機，圧痕作成条件，OIM 解析条件を記す．

4.4.1 SEM, EBSD 観察条件

SEM, EBSD の使用をする際には多くの条件を設定する必要があるが，ここでは代表的な点のみを表 4-3 に記載する．

表 4-3 SEM, EBSD 観察条件

SEM 倍率	25%損傷材：800 倍 50%損傷材：800 倍 100%損傷材：600 倍
加速電圧	20kV
WD(SEM)	20mm
WD(OIM)	25%損傷材：20 50%損傷材：20 100%損傷材：18
Binning	8×8
Scan Type	Hexagonal Grid
EBSD 観察領域	100 μ m × 100 μ m
Scan step	0.5 μ m
Scan Phase	Ferrite

4.4.2 研磨機および圧痕作成条件

まず研磨機の使用条件を記す．先行研究のデータを元におおよそ $0.2\ \mu\text{m}$ の研磨ができるように研磨時間を設定した．実際の平均研磨量は表 4-5 にまとめた．この平均研磨量が三次元化する上でのセクション間の距離となってくる．

表 4-4 研磨機使用条件

研磨時間	1m30s
加圧力	10N
回転数	150rpm

表 4-5 それぞれの損傷材における平均研磨量

	平均研磨量
25%損傷材	$0.32\ \mu\text{m}$
50%損傷材	$0.28\ \mu\text{m}$
100%損傷材①	$0.28\ \mu\text{m}$
100%損傷材②	$0.26\ \mu\text{m}$

次に圧痕作成条件を記す．圧痕は直接断面画像に現れてこないのでできるだけオーバーラップの回数を減らすという意味で先行研究よりも荷重を大きく，クリープ時間も長めに設定した．

表 4-6 圧痕作成条件

最大荷重	1500mN
最大荷重までにかかる時間	15s
クリープ時間	15s

4.4.3 OIM 解析条件

得られた結晶方位データから画像を作成する条件である．結晶粒界の定義は結晶方位差 5° 以上としている．また，データをそのまま画像にするとボイドの部分など意味のないデータまで色つきデータとして出力してしまう．そこで，OIM の解析ソフトに含まれている Cleanup を行う．その条件も以下に記載する．

表 4-7 OIM 解析条件

Minimum Boundary Misorientation	2°
Grain Tolerance Angle	5°
Minimum Grain Size	2pixel
Minimum Confidence Index	0

表 4-8 OIM の Cleanup 条件

Grain Dilation	5° ,2pixel
Neighbor CI Correlation	$CI \geq 0.2$
IQ Cut off	$IQ > 10\%$

4.5 観察結果

実際に得られた試験片に対し，二次元での表面状態を観察した．すべて HAZ の細粒部を観察領域としている．観察画像はそれぞれの損傷材について，三次元化のために複数枚得られるが，その中の一例として以下に示す．

それぞれ SEM 像とそれに対応する EBSD の IPF マップである．IPF マップは IQ 値を $\text{IQ} \geq 10\%$ の条件にすることでボイドでのデータを無効化した．なお，観察領域はすべて $100\text{ }\mu\text{m} \times 100\text{ }\mu\text{m}$ である．50%損傷材のみ SEM をスロースキャンにしていないので少し画像が荒くなっている．

4.5.1 25%損傷材

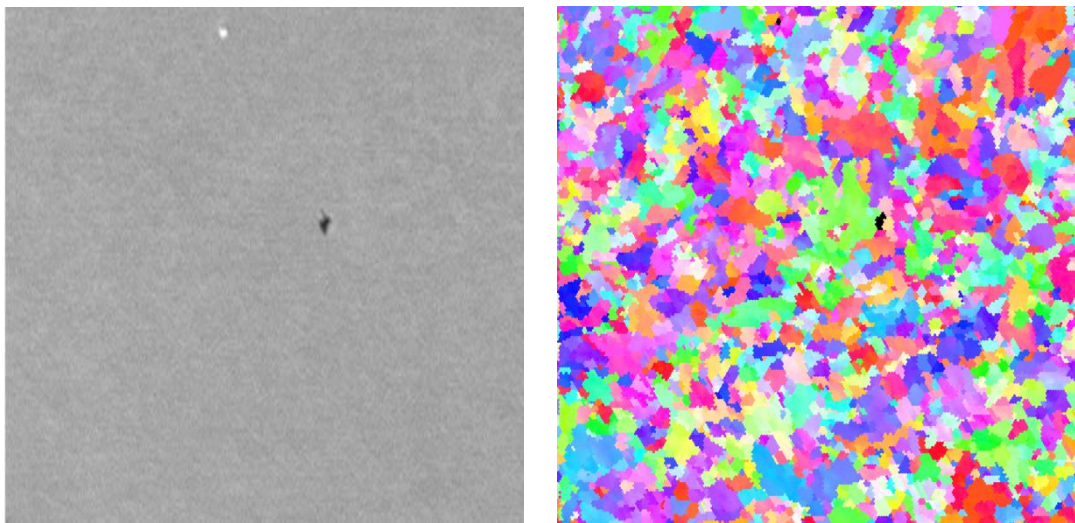


図 4-5 SEM, EBSD 観察：25%損傷材

結晶粒は大部分を $1, 2\text{ }\mu\text{m}$ の非常に細かいものが占めていて，一部に $5\sim 10\text{ }\mu\text{m}$ のものが存在している．ボイドは $5\text{ }\mu\text{m}$ 程度である．

4.5.2 50%損傷材

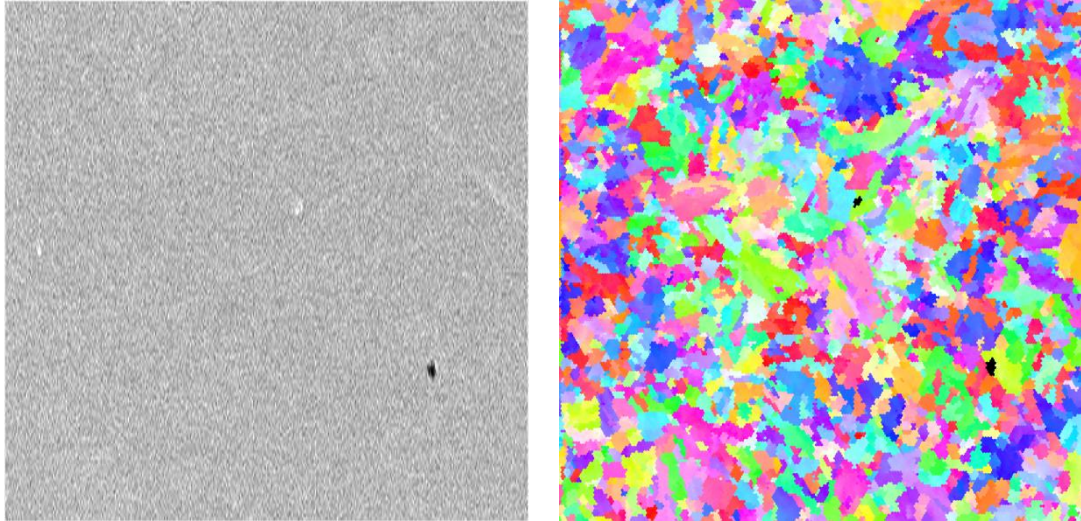


図 4-6 SEM, EBSD 観察：50%損傷材

結晶粒は $1, 2 \mu\text{m}$ のものが多いが、25%損傷材に比べると少し割合は低下した。その代わりに粗大な結晶粒が増加している。ボイドの大きさとしては 25%損傷材と比較してもさほど変化はない。

4.5.3 100%損傷材（破断材）

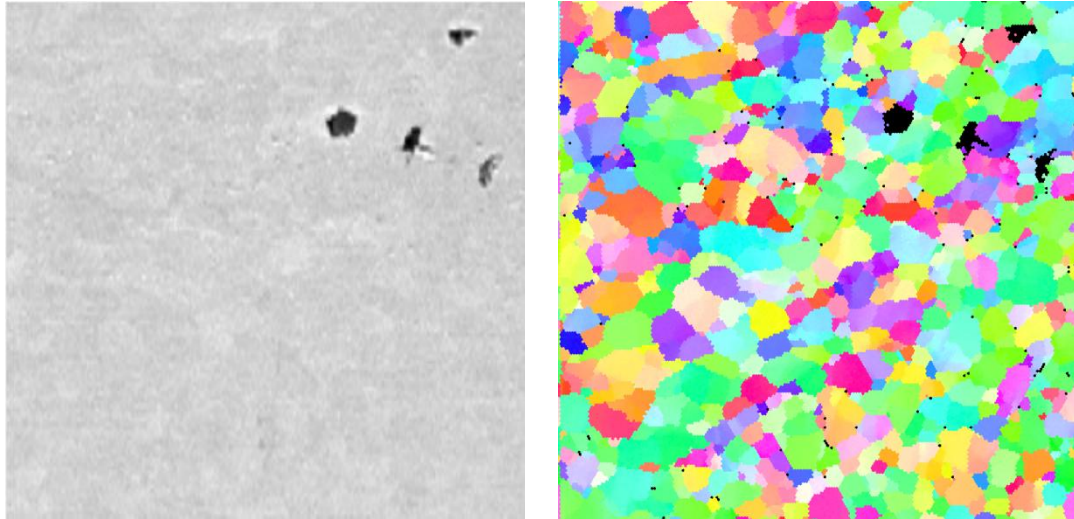


図 4-7 SEM, EBSD 観察：100%損傷材①

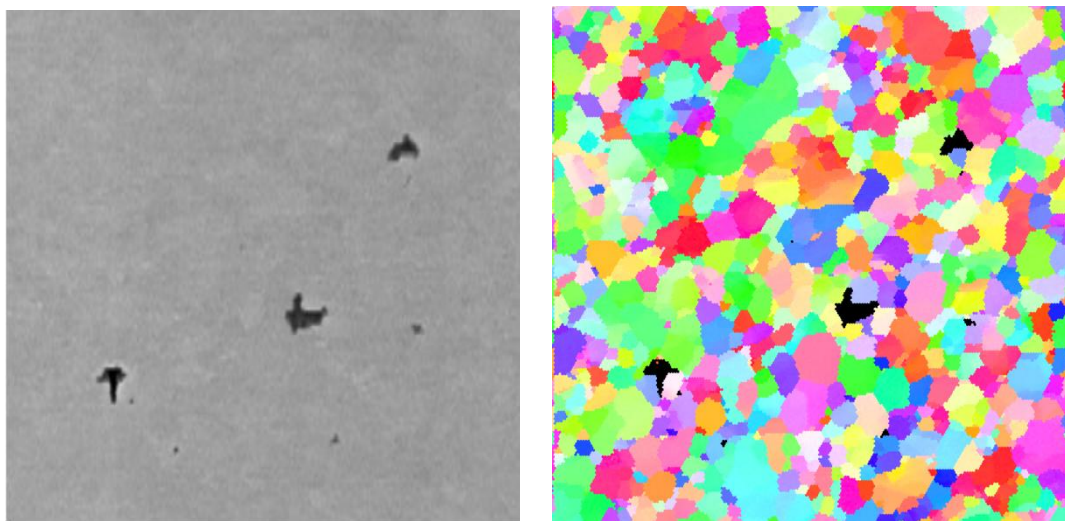


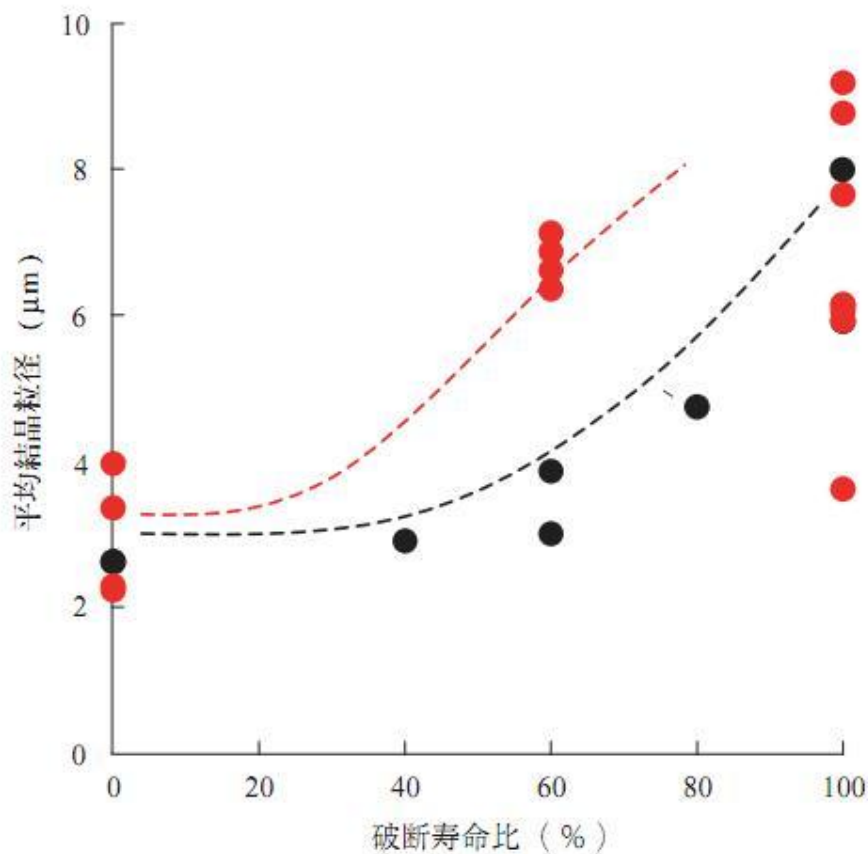
図 4-8 SEM, EBSD 観察：100%損傷材②

100%損傷材は異なる地点で二箇所観察をした．破断材は一見して分かる通り結晶粒とボイドのそれぞれのサイズが格段に大きくなっている．結晶粒はほとんどが $5\sim 10\mu\text{m}$ のものとなっており，損傷初期の極端に小さい結晶粒はほぼ存在していない．ボイドに至っても $10\mu\text{m}$ 程度の巨大なものが点在している．

4.5.4 HAZ 細粒部の結晶粒

上記観察画像によって、損傷が進むにつれて結晶粒が粗大化しているということが示された。ところが溶接部以外の組織で結晶粒が変化していくという例はあまり多くない。これは、HAZ 細粒部の特徴であることが報告されている^[16]。

HAZ 細粒部の結晶方位差が 15° 以上の粒界に関してしてみると、損傷初期には存在していた微細な結晶粒が消失し、粗大な回復や再結晶粒が生じる。異なる溶接条件による熱履歴についても結晶粗大化をすることがわかっている（図 4-9）。ただし入熱条件によって若干挙動は変わっていることが読み取れる。いずれにせよ HAZ 細粒域の組織変化がボイドの生成の一つの要因であり、結晶粒の急激な成長がその部分の寿命を消費した現れであると考えられる。



(注) 黒が高入熱条件，赤が低入熱条件を示す。

図 4-9 結晶粒径の破断寿命に対する変化^[16]

第5章 3D-EBSD 法を用いた 9Cr-1Mo 鋼 の三次元観察とその評価

本研究の観察結果とその評価，さらに考察を行う．

5.1 損傷評価法

観察結果を示す前に，今回用いられている評価方法について記述する．大まかに EBSD 像による評価とボイドによる評価に分けられる．

5.1.1 EBSD 画像による評価

EBSD 像は基本的に結晶粒を可視化することで粒界を導出するために用いられるので，評価も粒界が主となってくる．

5.1.1.1 Misorientation

Misorientation とは，ピクセル間の結晶方位差のことである．ピクセルごとに結晶方位データを与えられているので，これを用いて結晶粒界を定義することが多い．Misorientaion には特有のピークが現れたりもする．

5.1.1.2 GAM (Grain Average Misorientation)

GAM とは結晶粒内に隣接するピクセル間の Misorientation の平均を与えたものである。EBSD では結晶粒界の閾値を 15° とすることが多い。すなわち、それ以上のあたいたであればそれを粒界と定義するということである。

ところが今回用いる Cr-Mo 鋼はベイナイト組織あるいはマルテンサイト組織を構造としていて、この場合旧オーステナイト粒界を基準とすることが多い。それは片岡^[7]の先行研究からも言えることである。そこで、一例として片岡の先行研究（ベイナイト組織）における Misorientation, 粒界を以下に示す。

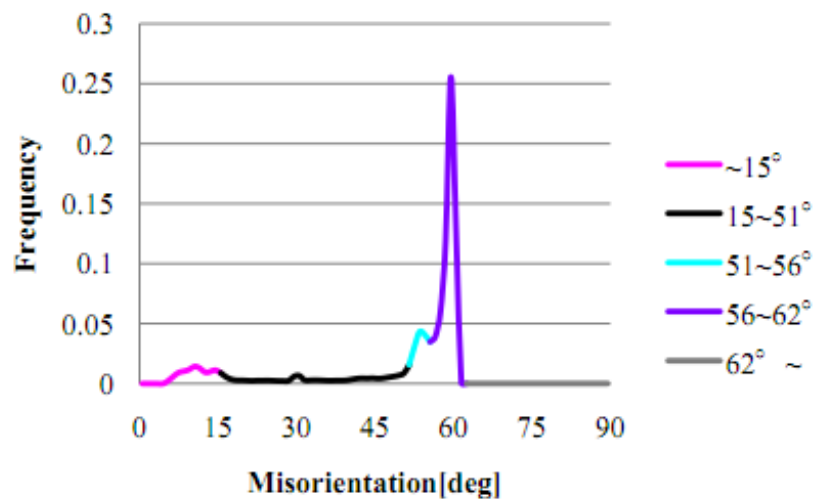


図 5-1 ベイナイト組織による Misorientation 分布^[7]

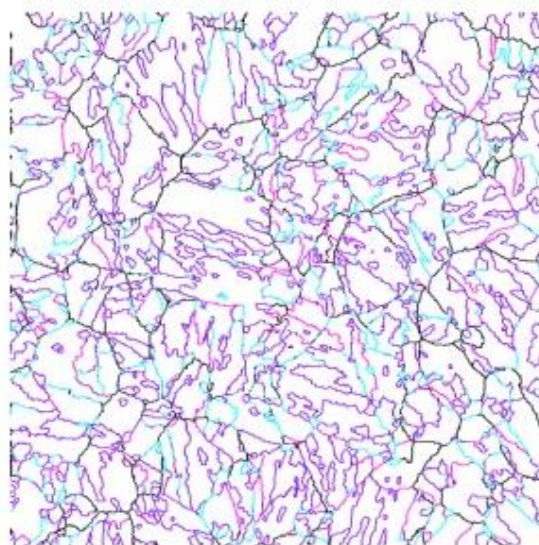


図 5-2 ベイナイト組織における粒界の分類^[7]

図 5-1 は Misorientation の分布を表すグラフである. $56\sim 62^\circ$ の紫線が圧倒的に多くなっているが, これはベイナイト組織特有のブロック境界と考えられる. さらに, 図 5-2 は分布を導いたデータのうちの一例である. それぞれの図において黒線が旧オーステナイト粒界ということがわかっている.

5.1.2 ボイドによる評価

ここではボイドの形状や分布を評価する手法を説明していく.

5.1.2.1 ボイド面積率, 体積率

ボイド面積率は, 文字通り観察領域の面積に対するボイドが占める面積の比率のことである. 一般的に 2 次元観察を行う際にはボイド個数密度と共に最もよく使われる手法の一つである.

ボイド体積率はそれを三次元に拡張したものである. すなわち観察領域の体積に対するボイドが占める体積の比率である.

単純にそれぞれの損傷材についてこれらの値を出していくというだけでなく, 面積率と体積率の関係性も見ることができる. すなわち体積率という実際の値を, 2 次元観察で算出した面積率がどの程度反映できているかの確認である.

5.1.2.2 ボイドの三次元形状

ボイド自体の大きさを定量評価することの他にも、ボイドは形状として三種類に分けられることが片岡^[7]の研究で言われている。球、長球、扁球である。球は3つの主軸が全て等しいもの、長球は一軸のみが長くなっているラグビーボール状のもの、扁球は一軸のみが短くなっているものである。さらに損傷が進むにつれてボイド同士が連結しあい、複雑な形状となっていく。その具体的な形状を以下に示す。



図 5-3 ボイド形状^[7]

5.2 観察結果：ボイドの三次元形状

整列させたボイド抽出画像からクリープボイドの三次元化を図る．

5.2.1 三次元構築条件

三次元構築ソフト IMOD の使用条件をまとめる．まず `imodauto` でモデルを Z 方向に並べる．平均研磨量がセクション間の距離になってくるので入力が必要であるが，単位が μm ではなく `pixel` だということに注意する．次に，`smoothsurf` でセクション間のスムージングを行う．最後に `imodmesh` でキャップの処理を行う．キャップとはボイド一つに対して上下の補間をして自然な状態のモデルに仕上げることである．具体的なコマンドを表 5-1 に示す．

表 5-1 IMOD モデル作成条件

<code>imodauto</code>	<code>-l 254 -z (a) -o</code>	モデル作成 (a)=平均研磨量
<code>smoothsurf</code>	<code>-nz 2 -dist 10</code>	スムージング
<code>imodmesh</code>	<code>-C</code>	キャップ

IMOD モデルが出来上がったら三次元像を観察できるが，どの角度から観察するかも必要となるのでその条件を表 5-2 に示す．なお，全ての損傷材において観察領域を表す Bounding Box を ON にした．

表 5-2 IMOD モデル観察条件

Edit-Object		Mesh-Fill
Edit-Object-Material	Ambient	150
	Diffuse	125
	Specular	0
	Shininess	0
Edit-Control-Rotation		(-45,0,0) and (-60,0,30)
Edit-Control-Perspective		50

5.2.2 25%損傷材

図 5-4 に 25%損傷材のクリープボイドの三次元像を示す．観察領域は $115\mu\text{m} \times 328\mu\text{m} \times 3.2\mu\text{m}$ である．深さ方向にあまりデータを取ることが出来なかったため狭い範囲となってしまう．また，クリープ試験による応力は最長辺と平行な方向にかけられていた．応力と平行に並んでいるボイドがあることを確認できる．それほど連結は進んでおらず，ボイド生成直後の形状は球の形が多くなっている．

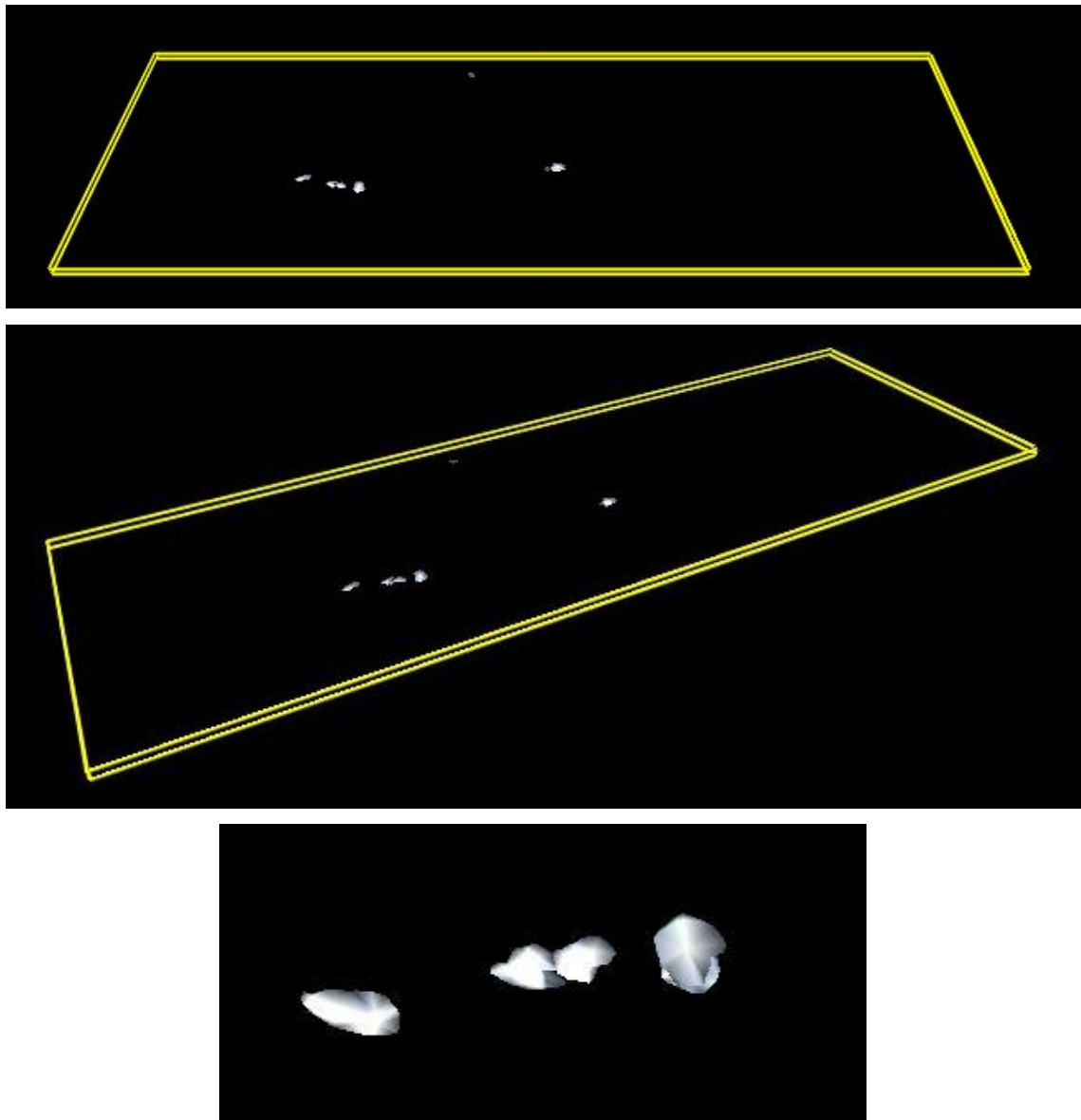


図 5-4 クリープボイドの 3 次元像：25%損傷材

5.2.3 50%損傷材

図 5-5 に 50%損傷材のクリープボイドの三次元像を示す．観察領域は $115\mu\text{m} \times 328\mu\text{m} \times 13.8\mu\text{m}$ である．クリープ試験による応力は 25%損傷材と同様に，最長辺と平行な方向にかけられていた．ボイドは所々連なったような分布になっているが，全て応力と平行な方向に伸びていることが見て取れる．また，ボイドの形状は球が多いが下図のように応力方向に一辺が伸びた長球となっているものも確認できる．これは連結の他にも，クリープでのひずみに関係しているとも考えられる．サイズは連結しているものの以外 $5\mu\text{m}$ 程度とすべてのボイドが大体同じとなっている．

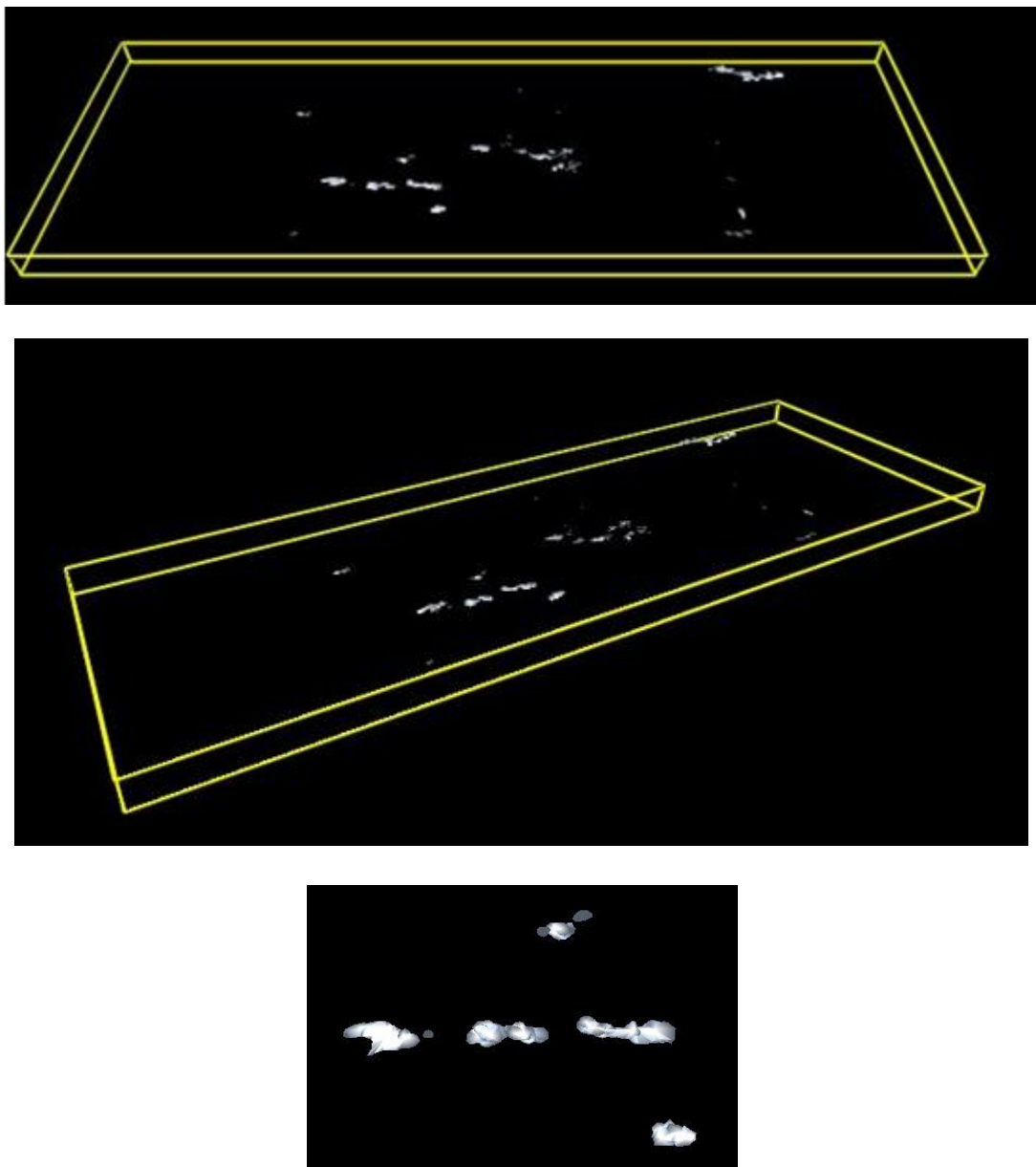


図 5-5 クリープボイドの 3 次元像：50%損傷材

5.2.4 100%損傷材

図 5-6 に 100%損傷材①のクリープボイドの三次元像を示す．観察領域は $153\mu\text{m} \times 438\mu\text{m} \times 13.7\mu\text{m}$ である．クリープ試験による応力は底面の短い方の辺に平行となる方向にかけられた．ボイドは 50%損傷材に比べて巨大化していることが観察できる．さらに様々なサイズのボイドが混在していることがわかる．すなわち成長し続けると同時に新たなボイドも至る所で生成しているということである．巨大化したボイドは基本的に複雑な形状となっているが，これは連結が進んだものであると考えられる．

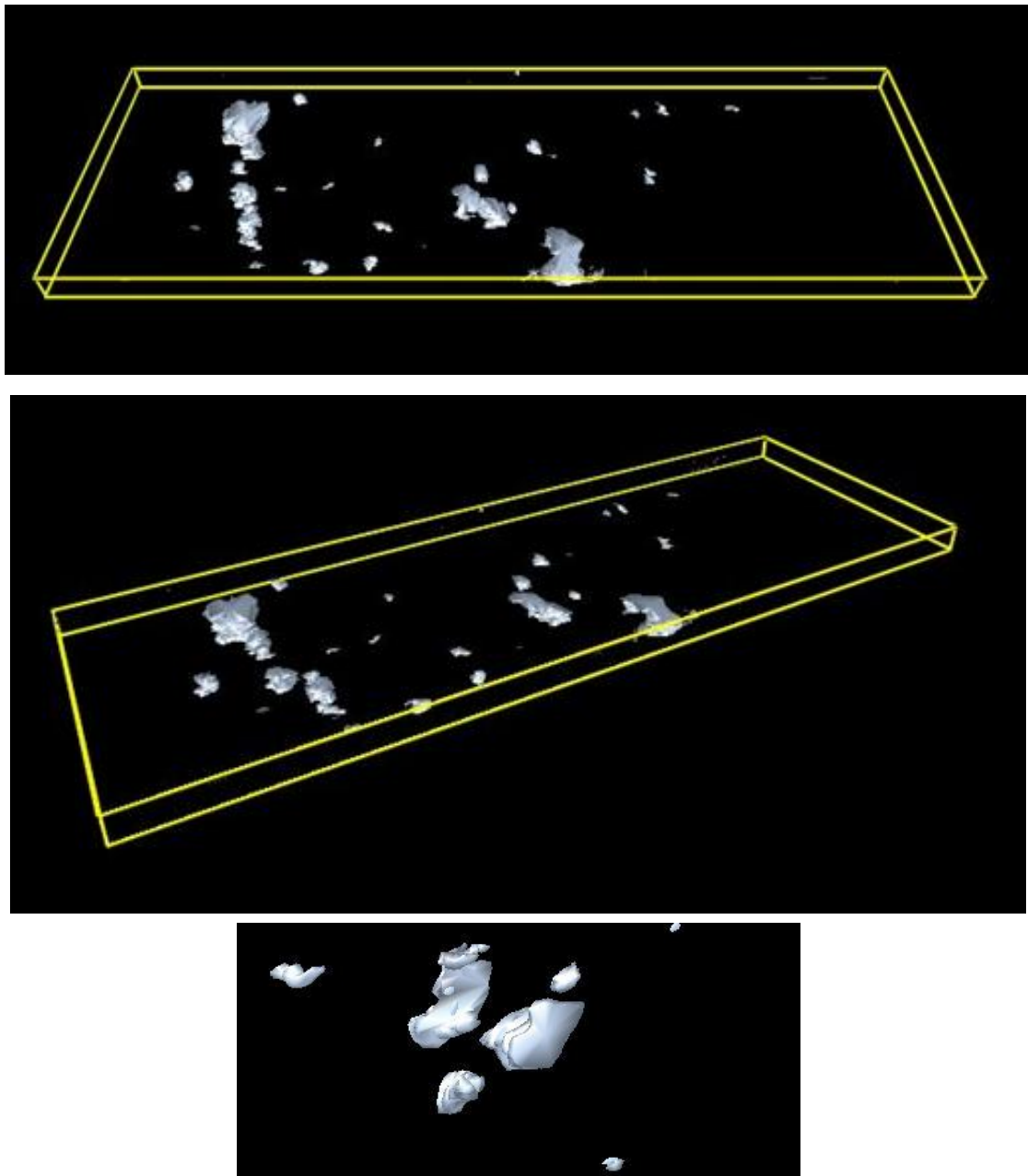


図 5-6 クリープボイドの 3 次元像：100%損傷材①

図 5-7 に 100%損傷材②のクリープボイドの三次元像を示す．観察領域は①と同様に $153\mu\text{m}\times 438\mu\text{m}\times 13.7\mu\text{m}$ である．クリープ試験の際の応力は①と異なり，最長辺に平行な方向に加わっていた．①と比較するとそれほど巨大なボイドは存在していないが，サイズが一定でないのは同様である．形状は扁球のものが比較的多い．

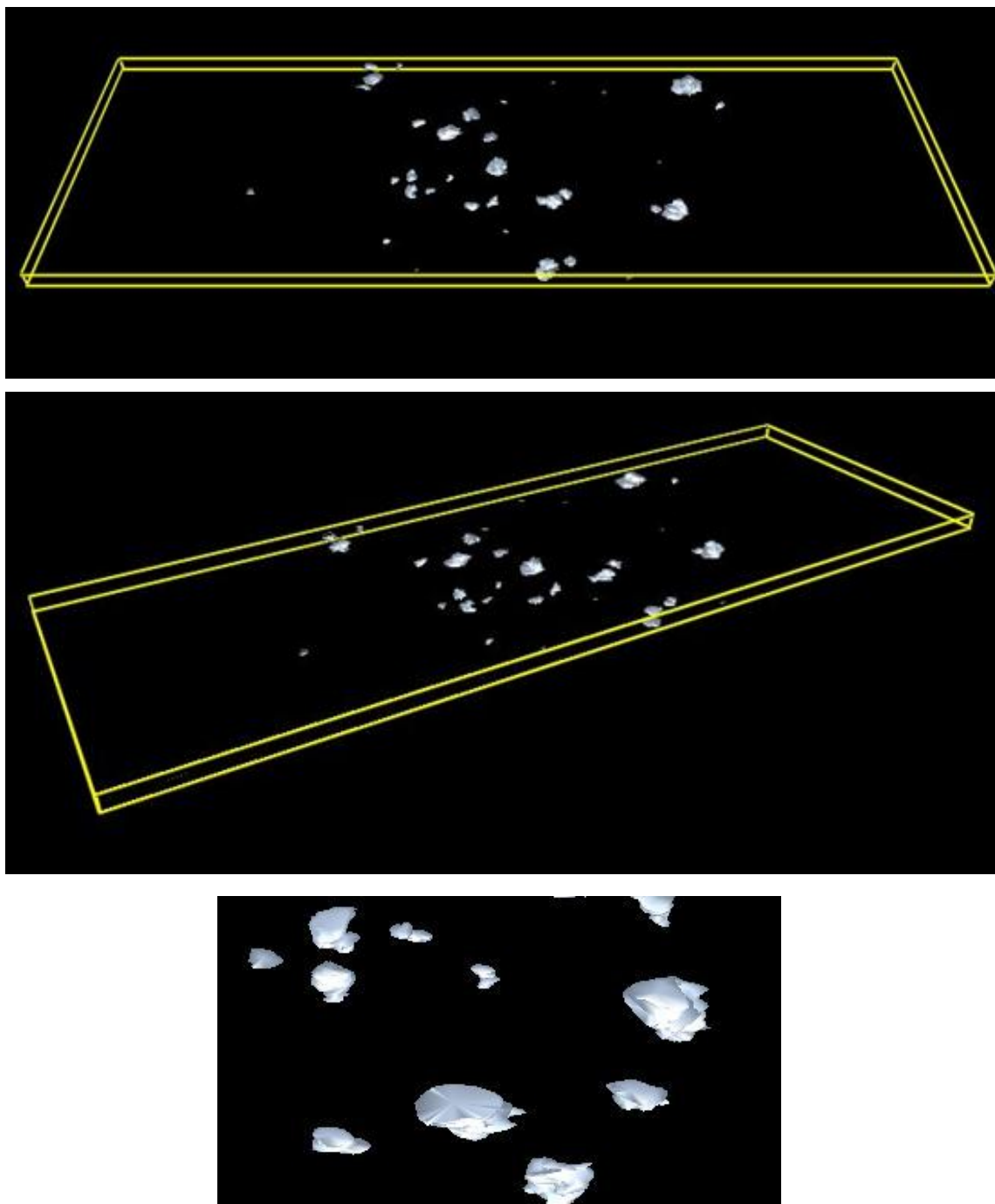


図 5-7 クリープボイドの 3 次元像：100%損傷材②

5.2.5 ボイド面積率・体積率

図 5-8 に各損傷材におけるボイド体積率，面積率を示す．25%損傷材の方が 50%損傷材よりもボイド面積率・体積率ともに大きい値を示しているが，これは観察をする際にボイド密集地帯を意図的に選んで行なっているということと，25%損傷材のデータが少ないためと思われる．

また，ボイド面積率と体積率の値がほとんど同じとなっている．面積率は今回微小研磨をして得られた画像それぞれについて求めてその平均値を取っているので，一枚のデータより正確な値を算出できたと言える．

このグラフから，50%損傷まではそれほどボイドが増加することはないが，損傷後期に急激にボイドが増加，巨大化をして，破断時にはボイド面積・体積率は非常に高い値となる，ということが示された．

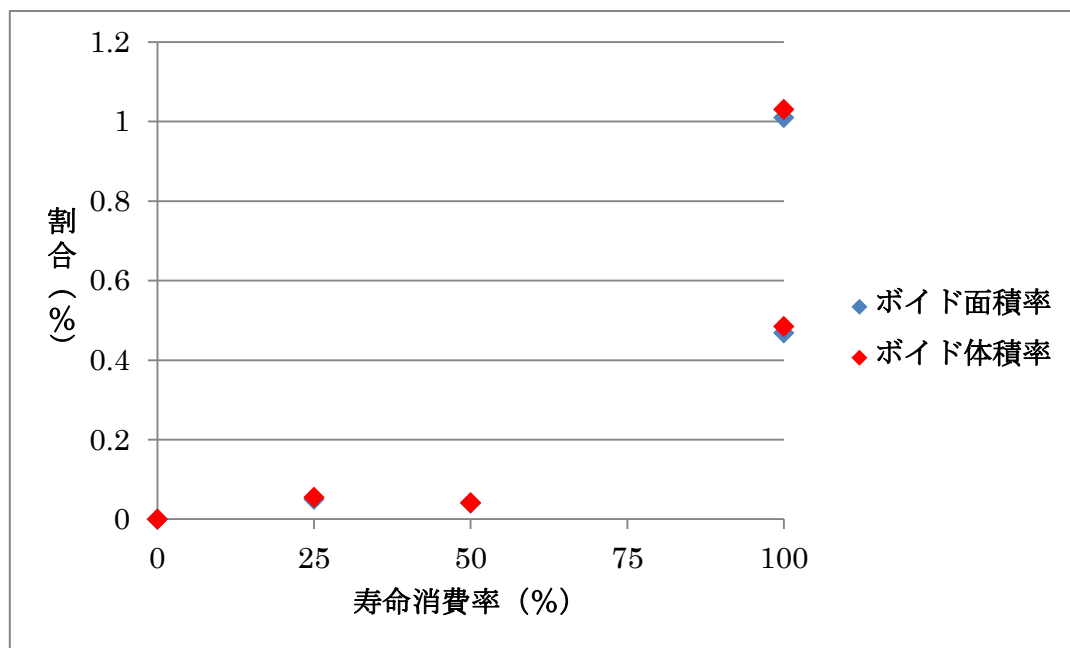


図 5-8 ボイド面積率・体積率と寿命消費率の関係

5.3 観察結果：粒界との関係

ボイドの三次元化における観察領域の内，中央部の $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$ の部分は EBSD 像も取得しているので，ここでは粒界との関係に言及していく．

5.3.1 結晶方位差比較

図 5-8 は結晶粒界における，その **misorientation** が占める割合を表している．図 5-2 で示したベイナイト組織の分布と比較的にパターンは類似していることがわかる．ここで， 15° 以上の結晶方位差があるものを粒界と定義する．各損傷度合いについての比較をすると，25%損傷材と 50%損傷材にはあまり違いが見受けられないが，100%損傷材は **misorientation** が 45° 以上の結晶粒界の割合が若干小さくなっており，それ以下の結晶粒界の割合が大きくなっている．したがって，**misorientation** が 45° 以上の結晶粒界は一部が組織変化をする，すなわち結晶粒の回復と再結晶が比較的に起こりやすい領域であると考えられる．

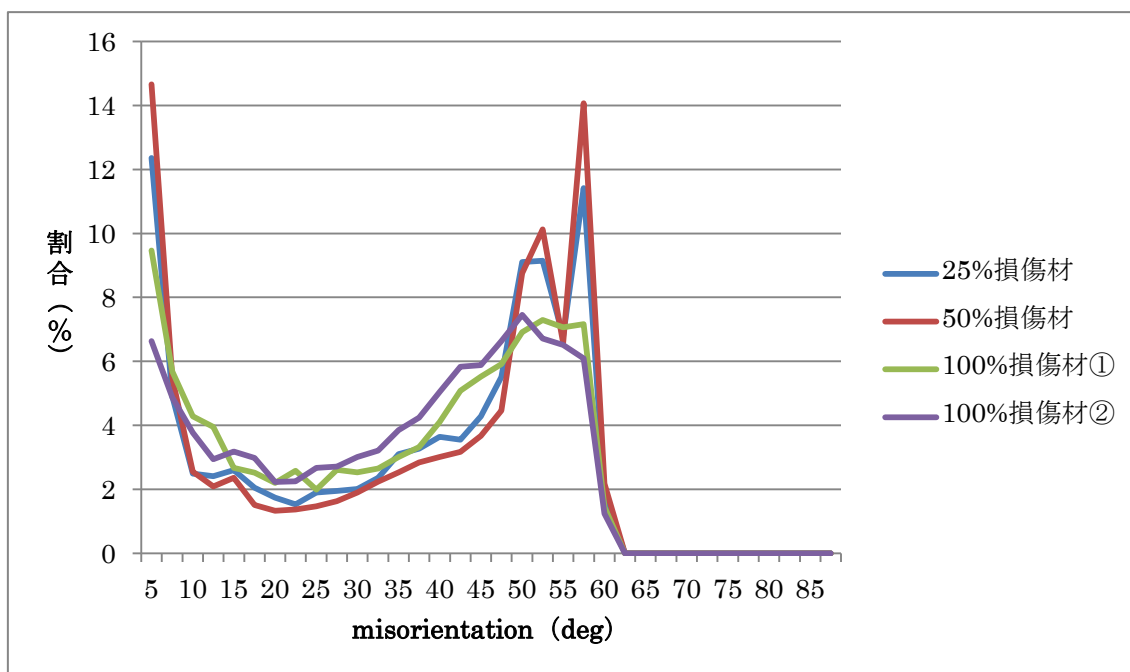


図 5-9 結晶粒界における **misorientation** の分布

5.3.2 25%損傷材

結晶方位差 5° ~ 15° のものは小傾角粒界と言われ，一般に言われる粒界としては扱われないことが多い．前述のとおり本研究も， 15° 以上の結晶方位差が存在する時を粒界と定義している．以下の図において黒線は 15° ~ 45° の粒界，赤線はそれ以上の結晶方位差を持つ粒界と区別した．

図 5-9 に 25%損傷材の結晶粒界画像を示す．応力は画像の上下方向にかかっていた．ボイドが存在している周辺について注目すると，粒界が応力方向と平行となっている部分にボイドが生じていることが言える（拡大図：図 5-9 下部）．

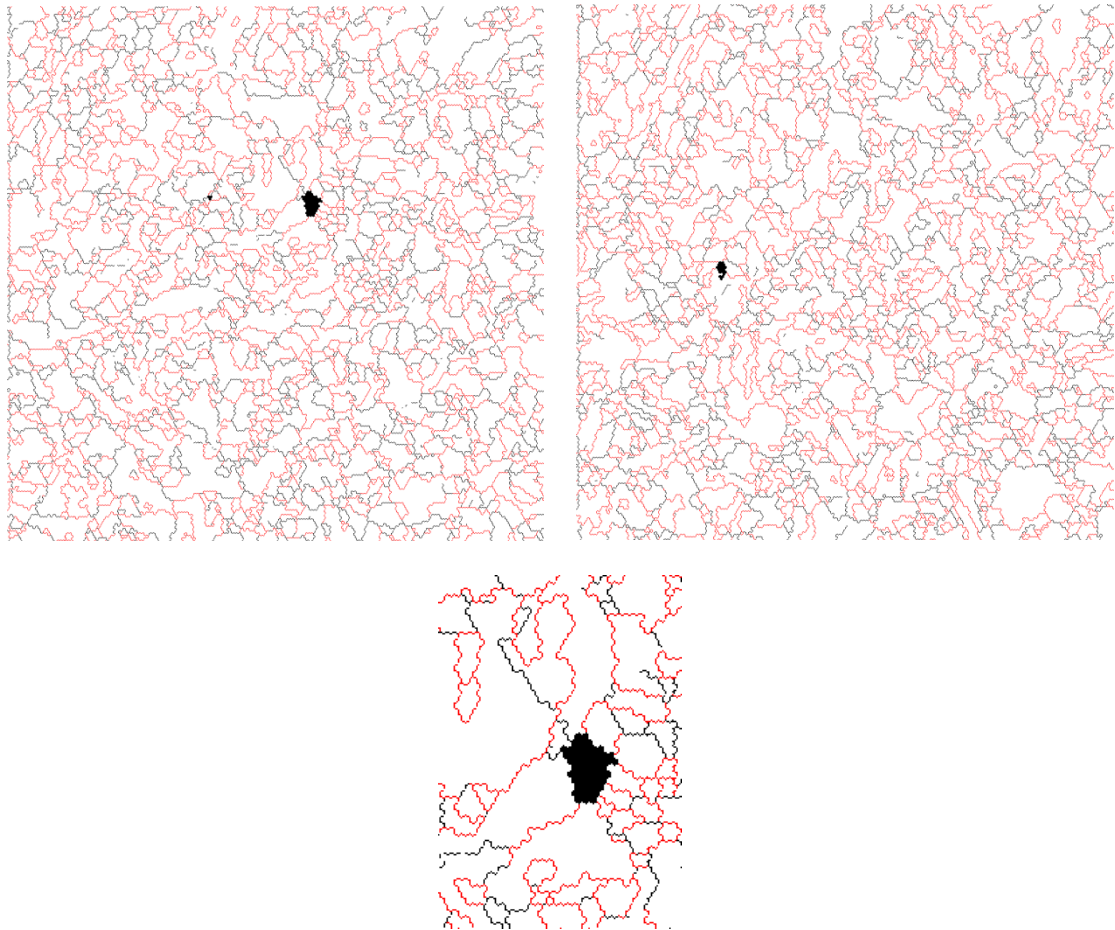


図 5-10 結晶粒界：25%損傷材

5.3.3 50%損傷材

図 5-10 に 50%損傷材の結晶粒界画像を示す．この画像においても応力は上下方向にかけられていた．25%損傷材と同様に微細な結晶粒は存在しているが，所々大きな結晶粒が見受けられる．すなわち結晶粒の回復や再結晶が進んだ事がわかる．また，ボイドが生成している部分の拡大図をみると，やはり応力方向に平行な粒界上にボイドが存在している．

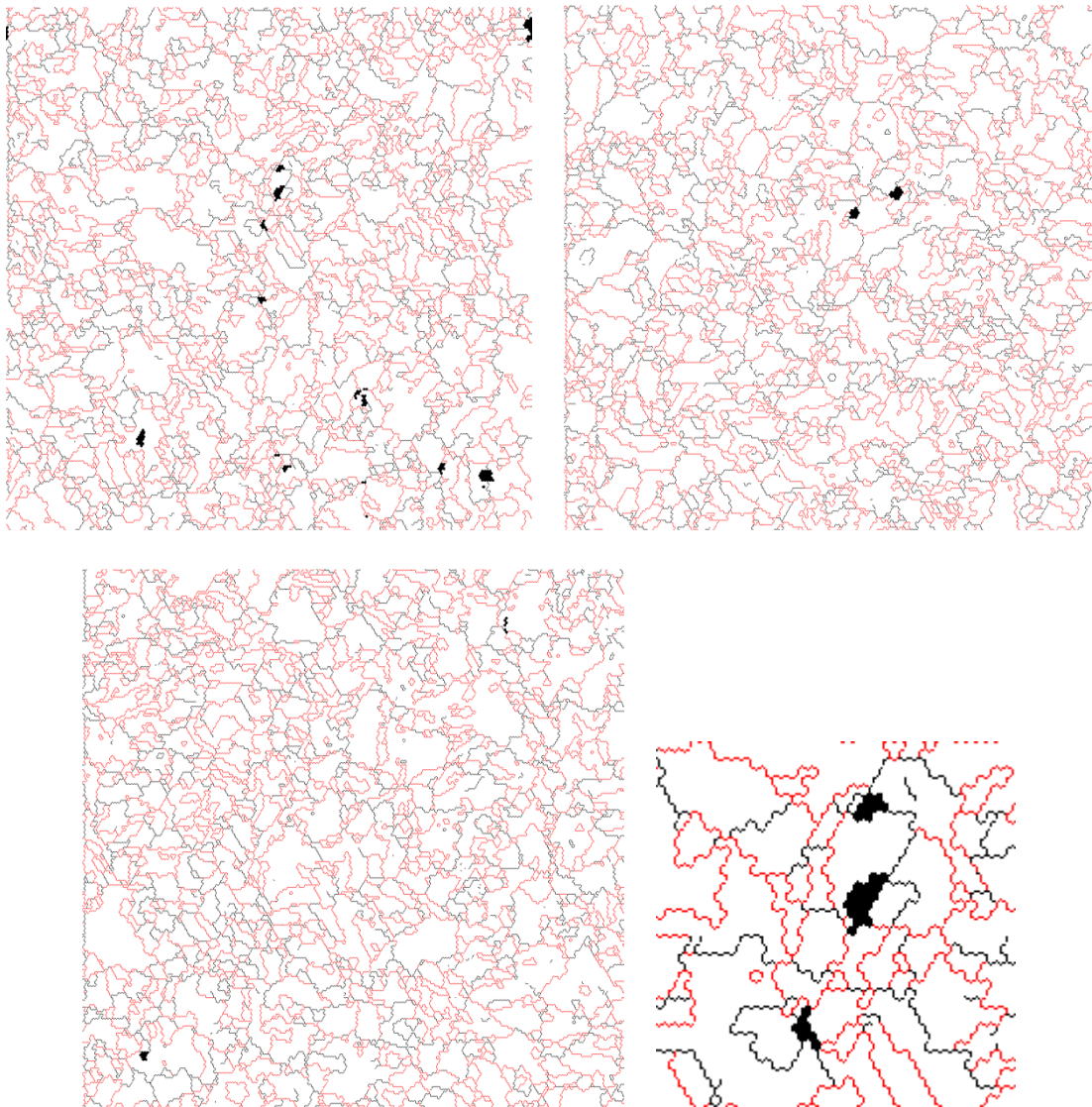


図 5-11 結晶粒界：50%損傷材

5.3.4 100%損傷材

図 5-11 に 100%損傷材①の結晶粒界画像を示す．応力方向は上記二つとは異なり，画像の横方向にかけられている．結晶粒は 50%損傷材からだいぶ粗大化し，結晶粒が損傷初期の数倍にふくれあがっている．



図 5-12 100%損傷材

5.3.5 結晶粒径

図 5-13 に損傷度合いに対する結晶粒径の関係を表すグラフを示す．結晶粒径が例えば $2.5\sim 3.5\ \mu\text{m}$ のものを $3\ \mu\text{m}$ として、 $1\ \mu\text{m}$ ごとに全体に対する比率を求めた．

グラフから結晶粒径は損傷が進むに連れて大きいものが増加していることが定量的に言える．さらに、25%損傷材から 50%損傷材にかけては結晶粒のサイズが少々大きくなっただけであるが、100%損傷材となると急激に結晶粒が粗大化していることがわかる．すなわち、損傷後期に結晶の回復と再結晶が多く生じるということである．5.2.5で求めたボイド体積率も損傷後期で急激な増加をしていたので、ボイドの成長には結晶粒の回復および再結晶による結晶粒の粗大化が大きく関わっていると考えられる．

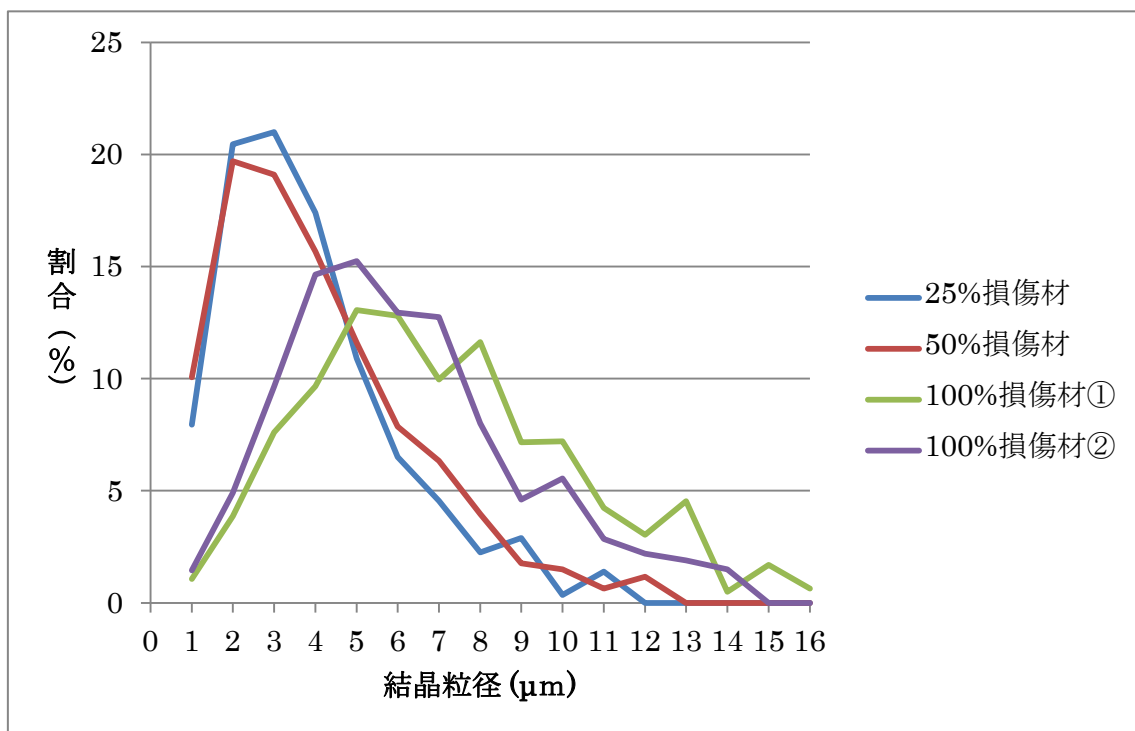


図 5-13 各損傷材における結晶粒径

5.4 考察

5.4.1 1Cr-1Mo 鋼との比較

図 5-14 と図 5-15 に 1Cr-1Mo 鋼の 50%損傷材と 100%損傷材の表面観察データを示す。先行研究で片岡^[7]が行ったものである。こちらも高温材料として用いられるものであるが、観察領域は母材部となっている。まず結晶粒としては、本研究で用いた 9Cr-1Mo 鋼に対して圧倒的に大きく、さらに重要な相違点として結晶粒の形が変化しないということが挙げられる。したがってボイドは損傷が進むに連れて単純に結晶粒界に沿って生じ、最終的に連結を引き起こしている。

一方 9Cr-1Mo 鋼の HAZ 細粒部はボイドが損傷初期に粒界に存在していたとしても、クリープ過程で回復、再結晶をしてしまうという点があるため、1Cr-1Mo 鋼の 100%損傷材に見られるような亀裂状になってボイドが存在するということがない。したがってボイドは点在するように生じている。ただしボイドのサイズは数倍も大きく、成長スピードも早くなっている。

実際のクリープ試験条件の比較を表 5-3 に示す。試験温度はほとんど変わらず、応力は 9Cr-1Mo 鋼の方が 1/2 となっているが、破断時間は圧倒的に短い。このことからボイドの成長が急激に起こっていることが推測できる。

表 5-3 各試験片におけるクリープ試験条件

	9Cr-1Mo 鋼（本研究）	1Cr-1Mo 鋼（先行研究）
試験温度	650℃	580℃
応力	90MPa	180MPa
破断時間	229 時間	4200 時間

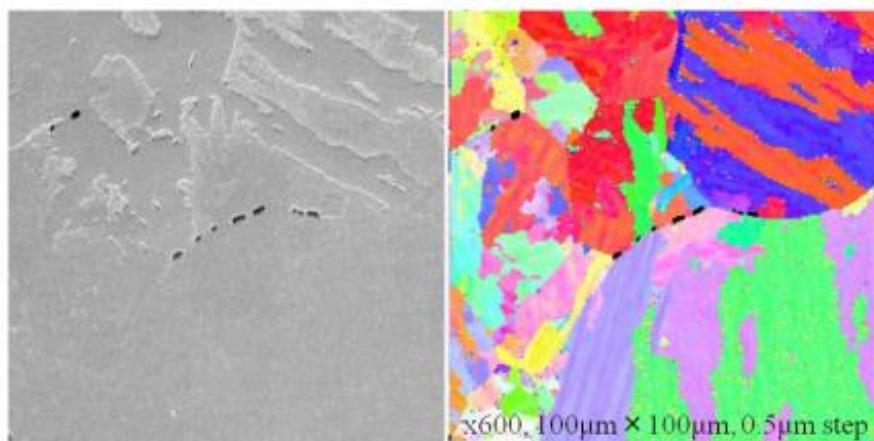


図 5-14 1Cr-1Mo 鋼 50%損傷材 ^[7]

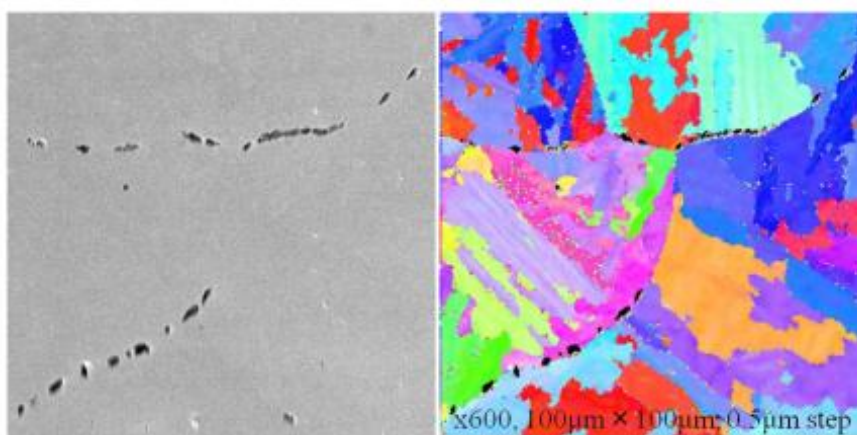


図 5-15 1Cr-1Mo 鋼 100%損傷材 ^[7]

5.4.2 クリープボイドの成長モデル

9Cr-1Mo 鋼の HAZ 細粒部におけるクリープボイド成長モデルを考察する．一般にクリープボイドの発生場所の条件は結晶粒界上に析出物が存在することということが報告されている^[2]．その部位に応力がかかると粒界上を空孔が移動し析出物表面になだれ込む．それが引き続き生じることでボイドという大きな空孔として観察される．またボイドは空孔流入以外でも、ボイド同士の連結で成長することもある．図 5-16 に電力中央研究所によるボイド発生モデルの模式図を示す．

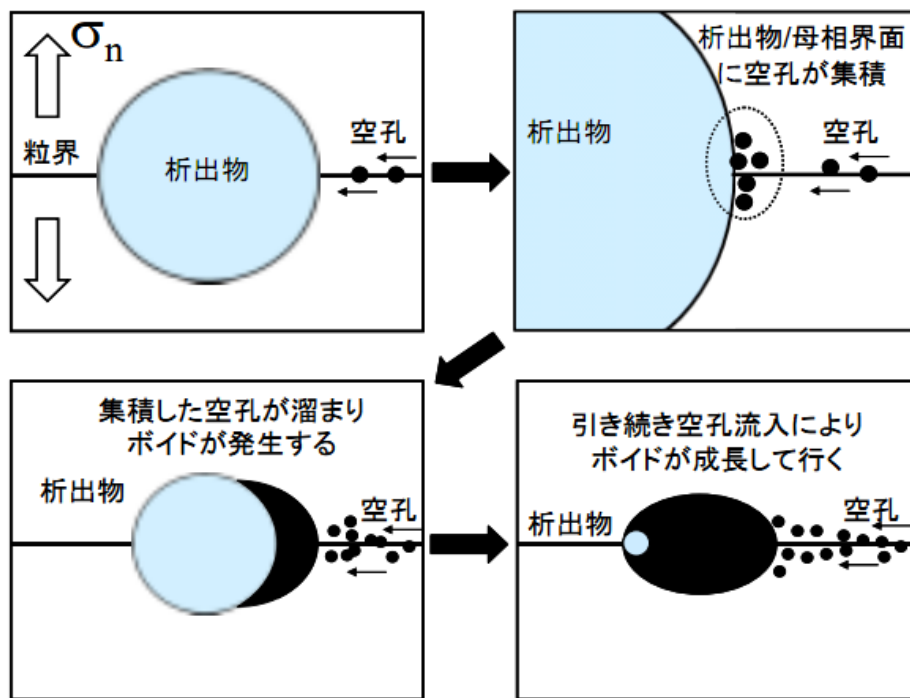


図 5-16 ボイド発生モデルの模式図^[2]

しかし、9Cr-1Mo 鋼は先に述べた通り、50%ほど損傷が進むと、徐々に結晶粒界が変化し、結晶粒が粗大化してしまうので、一定の粒界に沿った亀裂が生じない．したがってボイド一つ一つが巨大に成長することで損傷が起こると考えられる．

ボイドが急速に成長する理由としては以下の2点が考えられる．1点目は結晶粒界の変化時にその粒界上に存在する空孔が全てボイドに流入するというものである．2点目は結晶粒界が消失することで結晶粒の大きさにばらつきが生まれることが要因と考えられる．結晶粒のばらつきは材料の強度にも局所でばらつきが生まれ、ひずみが大きくなりボイドの巨大化につながる．ボイドの急速な成長はボイド体積率と結晶粒径が共に急増しているという定量的な評価から導けることである．

いずれの場合においてもボイドのサイズが大きくなることで接する粒界も多くなり、その空孔流入も増加する。それらの相乗効果でボイドの急速な巨大化が進んでいると考えられる。

次に、ボイドの成長をひとつのボイドに着目して考察する。図 5-17 に 25%損傷材(左)と 100%損傷材(右)の一部をそれぞれ拡大したものを示す。結晶粒界を詳細に見るために色分けをした。応力方向はいずれも上下方向である。ボイドが成長している方向は図 5-17 においての紫で囲っているような、粒界に対してボイドが進展しているところと考えた。

ボイドが進展している粒界は比較的に応力と平行な向きであることがわかる。特に 25%損傷材のボイドは応力に垂直な粒界の方向には伸びていないにもかかわらず、平行な方向には明らかに成長している。さらに、応力に平行な粒界の中でも赤線、すなわち **misorientation** が $45\sim 55^\circ$ の方向に伸びやすい傾向がある。実際 5.3.1 で示したようにこの粒界は回復、再結晶しやすいと言えたので、その組織変化が生じる部分でボイドが成長していくと考えられる。

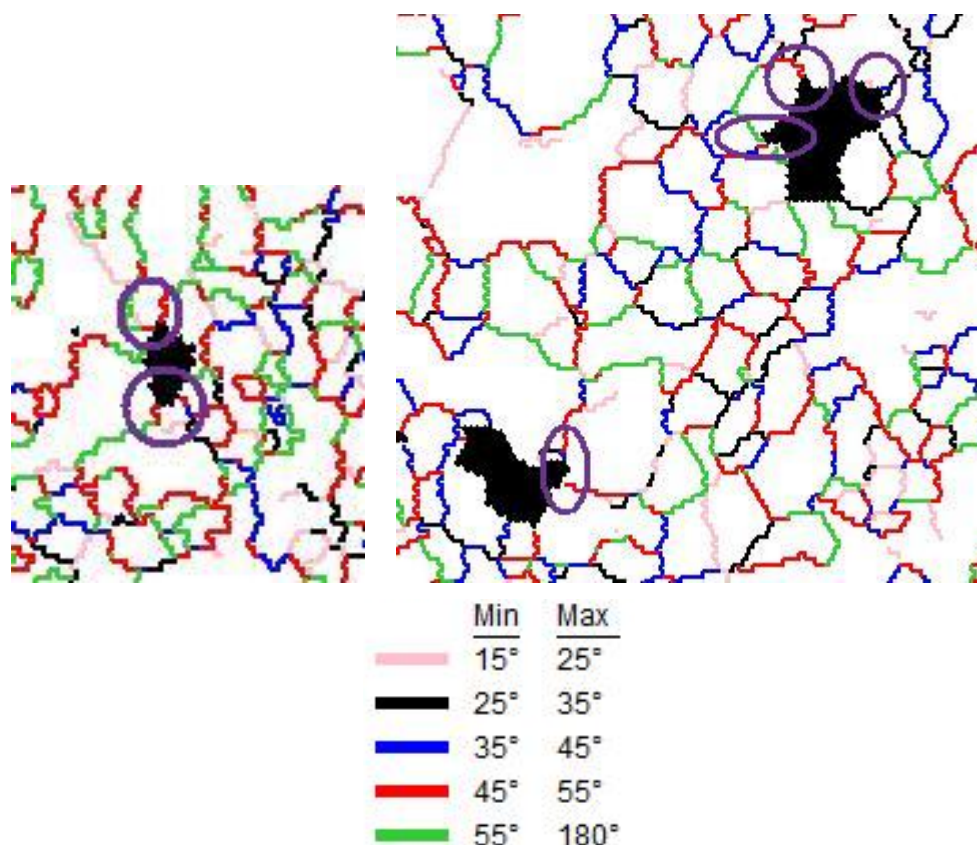


図 5-17 ボイドの成長と結晶粒界

第6章 結論

6.1 本研究における結論

本研究では HAZ の細粒部におけるクリープボイドの三次元形状とその発生，成長過程の把握を目的として 3D-EBSD 法を行った．その成果を以下にまとめる．

9Cr-1Mo 鋼の HAZ 細粒部において，結晶粒は損傷初期で微細であるが，50%ほどの余寿命となると徐々に結晶粒の回復と再結晶が進行し，損傷後期では急激に粗大化することが定量的に明らかになった．さらにそれに伴ってボイド体積率も急増するので両者には大きく関係性があることが分かった．

ボイドの 3 次元形状としては，損傷初期で球状のものが，損傷が進むと長球・連結の形が多くなり，破断時の巨大なボイドは連結して扁球や複雑な形状となり結晶粒が抜け落ちたような形になる．またボイドの三次元分布に関しては，損傷初期に応力と平行な粒界上に連なっていることが多いが，破断時に亀裂のようにボイドが連なって並ぶことはなく，むしろ散在しているような分布となることが分かった．

一方，結晶粒の回復，再結晶の生じやすい粒界に沿ってボイドが成長するといった傾向も確認できた．

以上のことから HAZ 細粒部のボイドの成長過程としては次のように考えられる．まず応力と平行な粒界上でボイドが生成し，次に連結，空孔の更なる流入で成長し，損傷後期に結晶が粗大化すると共にボイドも急速に成長する．成長は応力に平行な粒界上で進展することが多いが，結晶組織の変化により特定の粒界に沿って成長するといったことはないので散在する．

6.2 今後の課題

本研究で成長モデルを示したが，結晶粒の粗大化とボイド成長の正確な関係性を語る上でのデータが少ないので，より高倍率で一つのボイドとその周辺の粒界を三次元化し，その実態を観察する必要がある．また，シミュレーションにより成長モデルの妥当性を図るということも求められる．

謝辞

本論文執筆にあたり、一年間指導教員としての確なご指導をして下さった泉聡志准教授に深く感謝いたします。

酒井信介教授には発表練習等で鋭いご意見とご指摘を頂きましたことに、感謝の意を表します。

また本研究において、研磨機・SEM・EBSD等の使用方法のご鞭撻、研究の進め方に対する議論、的確なアドバイスなど挙げればきりがなくらい本当にお世話になりました、労働安全衛生総合研究所の山際謙太様に厚く御礼申し上げます。

居心地の良い研究室をつくりあげて下さった同研究室の皆さんにも感謝の意を述べたいと思います。特に同期の方々は研究のペースもほとんど同じで、和やかな雰囲気の中で楽しく研究室生活を送れました。感謝致します。さらに人がほとんどいない労働安全衛生総合研究所に高い頻度で通っていた中で、同じくよく通っていて多くのアドバイスを下さった修士二年の松本さんにも深く感謝致します。

そして本研究で多くの時間を共にした、SEMさん、EBSDさん、振動研磨機さん、回転研磨機さん、レーザー顕微鏡さん、光学顕微鏡さん、ビッカース硬さ試験機さんの機器一同にはお世話になりました、ありがとうございます。

以上、研究に関わった全ての人に感謝の意を表し、謝辞とさせていただきます。

参考文献

- [1] 緒方隆志. タービンロータ材のクリープボイド成長挙動の解明とボイド成長シミュレーションプログラムの開発 : 電力中央研究所, 2003.
- [2] 中村馨, 緒方隆志. クリープボイド発生観察によるボイド発生モデルの開発 : 電力中央研究所, 2009.
- [3] 多田直哉. 高温環境下での材料寿命予測 : 日本機械学会誌, 2010.
- [4] 田村広治. 火力発電プラントの余寿命診断技術 : 溶接学会誌, 1996.
- [5] 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, 1997.
- [6] 日本機械学会編. 動力プラント・構造物の余寿命評価技術 : 技報堂出版, 1992.
- [7] 片岡哲志. Cr-Mo-V 鋼のクリープ損傷過程におけるボイドの 3 次元形態および空間分布の変化. 2010.
- [8] 鈴木清一, 足立吉隆. 材料組織解析における EBSD 解析の進展 : まてりあ, 2008.
- [9] 鈴木清一. EBSD 読本 : TSL ソリューションズ.
- [10] -. EBSP 法の基本原理と最近のナノビーム化の利点 : まてりあ, 2001.
- [11] 榎本正人. シリアルセクションングによる鉄鋼組織の 3 次元可視化と解析. 2004.
- [12] A.B.Geltmacher and A.C.Lewis. Image-based modeling of the response of experimental 3D microstructures to mechanical loading : Scripta Materialia, 2006.
- [13] 緒方隆志. 改良 9Cr-1Mo 鋼溶接部のクリープ損傷評価法の開発 : 電力中央研究所, 2006.
- [14] 光原昌寿, 寺田大将, 池田賢一, 吉田冬樹, 中島英治, 早川弘之. 2.25Cr-1Mo 鋼 HAZ のクリープ変形中における組織変化 : 九州大学大学院総合理工学, 2006.
- [15] 中島英治, 丸山公一. 高温強度の材料科学 : 内田老鶴圃, 1997.
- [16] 米山夏樹, 久布白圭司, 吉澤廣喜. EBSP を用いた材料評価手法の構築 : IHI 技報, 2007.
- [17] 平松嵩大. 三次元結晶方位解析と元素分析によるクリープボイドの成長過程の解明. 2011.

以上

p.1~p.64 完

卒業論文

平成 24 年 2 月 3 日提出

100187 興石 和輝