九州大学学術情報リポジトリ
Kyushu University Institutional Repository

X線マイクロトモグラフィによる改良 9Cr-1Mo 鋼溶接部におけるクリープボイドの定量評価

鶴田, 秀樹
（株）IHI 基盤技術研究所

Toda, Hiroyuki
Department of Mechanical Engineering, Kyushu University

弥富, 政享
（株）IHI 基盤技術研究所

吉田, 公亮
（株）IHI 基盤技術研究所

他

https://hdl.handle.net/2324/4123952

出版情報：材料. 68 (8), pp.599-606, 2019-08-15. The Society of Materials Science
バージョン：
権利関係：

KYUSHU UNIVERSITY

X 線マイクロトモグラフィによる改良 9Cr-1Mo 鋼溶接部におけるクリープボイドの定量評価†

鶴田　秀樹*　戸田　裕之**　弥富 政享*　吉田　公亮*
竹内　晃久***　田淵　正明****　本郷　宏通****

Quantitative Evaluation of Creep Voids in Mod.9Cr-1Mo Steel with X - ray Micro-tomography

by

Hideki Tsuruta*, Hiroyuki Toda**, Masataka Yatomi*, Kimiaki Yoshida*,
Akihisa Takeuchi***, Masaaki Tabuchi****, Hiromichi Hongou****

High-chromium ferritic heat resisting steels have been used for structural components at elevated temperature, because of their excellent creep properties. However, it is well known that the creep strength of welded joints in these steels decreases with long-term use at high temperature. The creep damage in the welded joints tends to develop preferably in fine-grained HAZ. This type of damage, referred to as TYPE IV damage, is typically initiated by the creep voids nucleation at grain boundaries, following the void growth and coalescence. It was conferred that a void exhibits complex 3D shape characteristic spatial distribution under relatively high stress triaxiality. Among the observation methods for creep damage, the X-ray CT technique has attracted much attention recently. Especially, the X-ray CT based on synchrotron radiation offers high resolution, which enables the detection of the voids of approximately 1μm. In the present study, creep rupture and interrupted tests have been conducted using welded joint specimen. Then, the X-ray micro-tomography at SPring-8 has been conducted to observe creep damage process, the distribution of void nucleation and 3D shape of creep void in the fine-grained HAZ. It is revealed that Coalesce behavior due to the interaction between voids occurs in the local region at the latter stage of creep life. The number density of the voids decrease because the void growth / coalesce occur significantly at the latter stage of creep life. The volume fraction of voids monotonically increases along with the life time ratio. It is concluded that the parameter of number density of the voids predict the life time by dangerous side at the latter stage of creep life. On the other hand, it is possible to predict the creep lifetime at the latter stage of creep life with high accuracy. It is indicated the effectiveness of the 3D observation approach on the quantitative evaluation of 3D shape, size and spatial distribution of the TYPE IV damage process.

Key words:
Type IV creep damage, Mod.9Cr-1Mo steel, Voids, Stress multi-axitiality, X-ray micro-tomography, Void number density, Void volume fraction, 3D shape,

1　緒　　言

石炭火力発電プラントにおいて，高効率化・省エネルギーを目的として高温・高圧化が求められている．これらの環境に耐える材料として，クリープ強度と熱的特性に優れる改良 9Cr-1Mo 鋼が使用されている．しかしながら，同鋼種の溶接継手の熱影響部(以降で，HAZ と称する.)の細粒域において，ボイドの発生ならびに成長・連結によって進行するタイプ IV 損傷が問題となっている．ボイドの個数や面積率等がタイプ IV 損傷の進行の程度を示す指標となるため，ボイドの観察結果や予測結果に基づいた余寿命評価が行われている [1) 2)3)].

HAZ 細粒部は，溶接金属と母材からの変形拘束を受けることで，多軸応力状態となる．そのことが要因となり，ボイドの発生や連結が促進され，クリープ強度が低下すると報告されている [4)]．この中で，有限要素応力解析とボイドの発生や成長挙動を関連付けた損傷評価が行われている [5)6)]. また, 応力状態と観察結果を基にして，ボイドの数密度やサイズを予測するシミュレーションの開発が盛んに行われている [7)8)9)].

上述した評価手法ならびにシミュレーションは，主にクリープ損傷材の 2 次元断面からの観察結果に基づき構築されている.ボイドは, クリープ損傷度の増加とともに成長・連結し, 3 軸的に粗大なボイドに成長し, その後, タイプ IV き裂が形成される．そのため，2 次元観察から

†　原稿受理　平成　年　月　日 Received　©2018 The Society of Materials Science, Japan
*　正 会 員　株式会社IHI　基盤技術研究所　〒235-8501　横浜市磯子区新中原町　Research Laboratory, IHI Corporation, Isogo-ku, Yokohama 235-8501.
**　九州大学　工学研究院　機械工学部門　〒819-0395　福岡市西区元岡744 W4号館550室　Department. of Mechanical Engineering Kyushu University, nishi-ku, Fukuoka 819-0395.
***　公益財団法人高輝度光科学研究センター　〒679-5198　兵庫県佐用郡佐用町光都 1-1-1 Japan Synchrotron Radiation Research Institute, Aioi-shi, Hyogo 679-5198.
****　国立研究開発法人　物質・材料研究機構　〒305-0047　茨城県つくば市千現1-2-1　National institute for Material science, Sengen, Tsukuba 305-0047.

は，形状やサイズを過大あるいは過小に見積もる可能性がある．したがって，3 次元観察によって損傷プロセスを正確に捉えることで，寿命評価精度の向上に繋がると考えられる．

ところで，ボイドの発生挙動は，損傷初期からタイプ IV 破断に至るまで連続的に生じているが，発生と成長・連結の割合は損傷レベルにより異なることが予想される．そのため，タイプ IV 損傷によるクリープ寿命を評価する上で，ボイドの数，サイズ，体積率等の定量データを指標とした評価パラメータを決定する必要がある．

ボイド観察法の一つとして，ボイドの 3 次元的な分布を測定することが可能な X 線マイクロトモグラフィ（以降で，X 線 μ-CT と称する.）が注目されている．なかでも，高輝度放射光施設 SPring-8 の X 線 μ-CT 観察技術は高い分解能を有しており，1μm 程度のボイドを識別できる．また，鉄鋼材料のように X 線吸収係数の高い材料に対しても適用範囲が拡大されている.[10) 11) 12)]．そのため，本研究で対象としている改良 9Cr-1Mo 鋼中に生じるボイドのサイズ・形状ならびに空間分布を 3 次元的かつ定量的に取得できる観察手法として期待される．

本研究では，改良 9Cr-1Mo 鋼溶接継手の HAZ に生じるボイドの発生・成長・連結挙動とクリープ損傷度の関係を明らかにし，クリープ寿命評価における最適なパラメータを提案することを目的とする．そのため，溶接継手材を用いた大型クリープの中断・破断試験と，高輝度放射光施設 SPring-8 における X 線 μ-CT によるボイド観察を行い，ボイドサイズ，形態および空間分布の定量評価を行い，クリープ損傷度との関係性について考察した．

2　供試材および実験方法

2・1　供試材および試験体形状

供試材は板厚 80mm の改良 9Cr-1Mo 鋼である．熱処理として，1050℃で 95min の焼ならし後，780℃で 95min の焼き戻しが施されている．化学組成を Table1 に示す．室温および 650℃における機械的特性を Table 2 に示す．

溶接継手材は，供試材に 3°の V 字開先を加工し，初層を TIG 溶接し, 2 層目以降は被覆アーク溶接により製作した．その後，740℃で 3.5h の溶接後熱処理(PWHT)を施した．Fig.1 に製作した溶接継手材の溶接金属，母材，HAZ 細粒域における光学顕微鏡写真をそれぞれ示す．Fig. 2 に溶接継手試験片の製作図面を示す．

Table 1 Chemical compositions (mass. %)

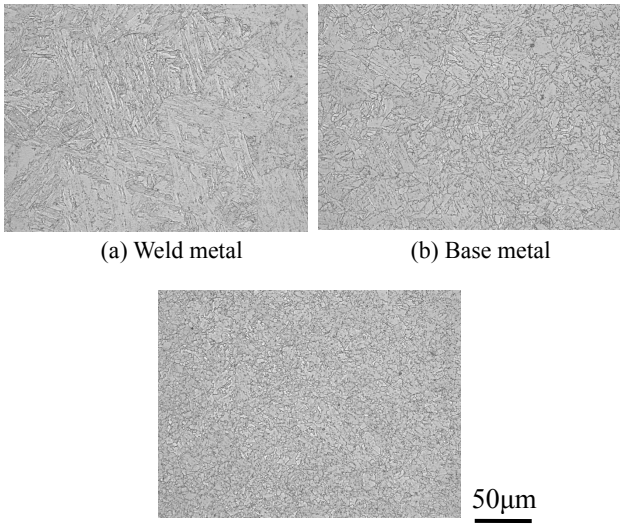
C	Si	Mn	P	S
0.1	0.37	0.43	0.014	0.002
Cr	**Ni**	**Mo**	**V**	**Nb**
8.55	0.04	0.98	0.19	0.08

Table 2 Mechanical properties

	0.2% proof stress MPa	Tensile strength MPa	Elongation %	Reduction of area %
RT	528	687	22.7	74.8
650°C	194	271	28.7	93.7

2・2　大型クリープ試験

クリープ試験は，試験温度 650℃，公称応力 60MPa の条件で行った．破断寿命 t_r は 2773.5h であった．試験時間 t を破断寿命 t_r で除した値で求められる寿命比 t/t_r が 17.7% (480.0h), 40% (1097.6h), 60% (1653.6h), 80% (2167.6h)の段階でクリープ試験を中断し，クリープ中断材を製作した．Fig. 3 にクリープ破断後の試験体の外観写真を示す．試験片表面から 10mm 程度の位置を起点にして，クリープき裂が HAZ 域を進展するようにしてタイプ IV 破面を形成したと推定される．



(a) Weld metal　(b) Base metal

(c) Fine-grained HAZ

Fig.1 Optical micrographs of WM (Welded Metal), BM (Base Metal) and HAZ (Heat Affected Zone)

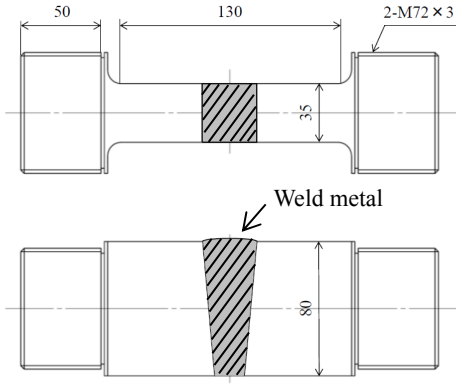


Fig.2 Shape of a creep test specimen for welded joints.

Fig.3 Ruptured welded joint specimen.
(Rupture time t_r = 2773.5h)

2・3　X 線 μ-CT によるボイド観察

Fig.4 に示すように，各中断材ならびに破断材を板幅中央で切断し，試験体表面から厚さ方向に沿って 10mm 毎に X 線 μ-CT 用サンプルを採取した．また，それぞれのサンプルには，溶接金属，HAZ，母材の 3 種類の組織が含まれるように位置を調整した．サンプルの断面寸法は，650μm × 650μm 程度とした．X 線 μ-CT 画像上では，溶接金属や母材を区別できないため，圧痕による目印をつけることで観察領域を判断できるようにした．溶接金属部から母材までの硬さ計測を行い，溶接線から硬さ最小位置までを観察領域として設定した．

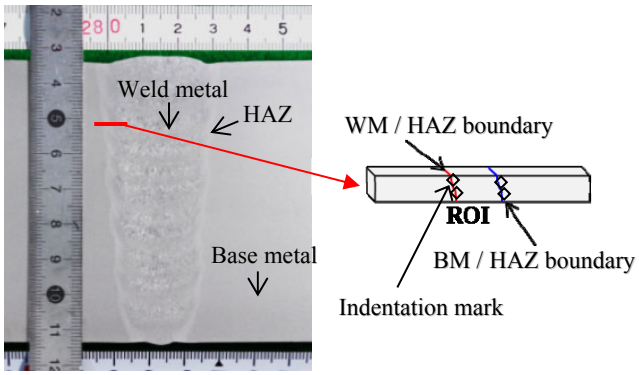


Fig.4 Schematic of a welded joint showing the location of the sample extracted for X-ray micro CT observation

高輝度放射光施設 SPring-8 の BL20XU において，X 線 μ-CT 観察を実施した．X 線 μ-CT 観察のセットアップを Fig. 5 に示す．検出器は CMOS(ORLCA FLASH)，20 倍の光学レンズ，Lu^2SiO^5:Ce シンチレータで構成される．X 線エネルギーは 37.7 keV，試料と検出間距離は 65 mm に設定した．試料が 180°回転する間に 1500 枚の透過像を撮像した．露光時間は 800msec である．本セットアップを用いた場合，時間分解能は 1 スキャンあたり 25min であった．得られた X 線 μ-CT 画像において，1 画素あたりのサイズは 0.5μm 程度であった．

2・4　ボイドの 3 次元定量評価

8bit 化処理した X 線 μ-CT 画像より，グレー値が 0-185 の範囲をボイドとし，185-255 の範囲を改良 9Cr-1Mo 鋼の素材として定義した．0-185 の範囲のボクセルから個々のボイド体積を計測し，ボイドのサイズに関するパラメータとして，3 次元画像から式(1)により球相当直径 $2r_V$，2 次元画像から式(2)より円相当直径 $2r_A$ を求めた．また，観察領域内に含まれるボイドの球相当直径 $2r_V$ および円相当直径 $2r_A$ の平均値をそれぞれ平均直径 $2r_{avg.V}$, $2r_{avg.A}$ とする．ボイドが成長や連結することで変化する形状のいびつさを表すパラメータとして，式(3)に示す球状偏差を求めた．ここで，V および S は，3 次元画像から取得したボイド体積(μm³)および，ボイド表面積(μm²)である．また，A は，2 次元画像から取得したボイド面積(μm²)である．

$$2r_V = 2\left(\frac{3}{4}\frac{V}{\pi}\right)^{\frac{1}{3}} \tag{1}$$

$$2r_A = 2\sqrt{\frac{A}{\pi}} \tag{2}$$

$$f_1 = 6\sqrt{\pi}\cdot\frac{V}{\sqrt{S^3}} \tag{3}$$

また，Fig. 6 の模式図に示すように，ボイドの主軸方向 $\boldsymbol{O_1}$，$\boldsymbol{O_2}$，$\boldsymbol{O_3}$ を定義し，$\boldsymbol{O_1}$ の寸法（ボイドの長軸寸法）を計測した．さらに，ボイドの主軸方向 $\boldsymbol{O_1}$ と荷重方向のなす角度 $\boldsymbol{\theta}$ を計測し，ボイド成長・連結方向のばらつきについて評価した．観察領域内に含まれるボイドの総数を改良 9Cr-1Mo 鋼の素材体積ならびに面積で除すことで，1μm³ あたりに含まれるボイド個数密度 V_ρ(1/μm³)および 1μm² あたりに含まれるボイド個数密度 A_ρ(1/μm²)を算出した．さらに，観察領域内に含まれるボイドの総体積ならびに総面積を改良 9Cr-1Mo 鋼の素材体積ならびに面積で除すことで，ボイド体積率 V_f (%)およびボイド面積率 A_f (%)を算出した．

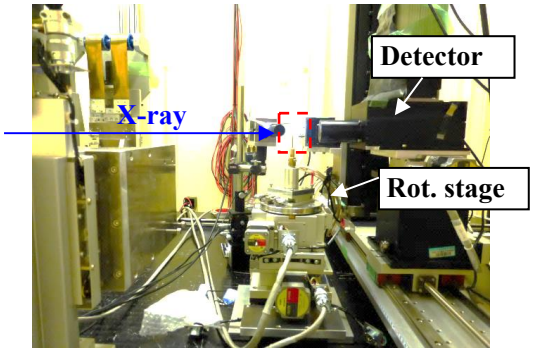


Fig.5 Schematic image of the experimental setup for the X-ray μ-tomography

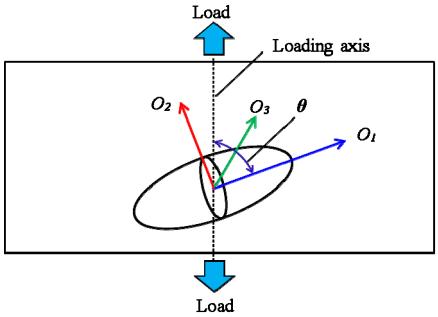


Fig.6 Schematic illustration of the definition of particle alignment angle, $\boldsymbol{\theta}$, with respect to the loading direction

3　実験結果と考察

3・1　溶接継手の HAZ 内に生じるボイド発生分布

Fig.8 に寿命比 t/t_f = 80%における HAZ 内に生じるボイドの観察結果を示す．厚さ方向に 650μm 分の画像を重ね

て表示している．ボイドを赤色，サンプルの外縁を灰色で示す．Fig.8(a)は X 線 μ-CT 用のサンプルの外縁を示しており，観察サンプルの外表面に一定間隔で付けられている圧痕が確認される．Fig.8(b)は素材を非表示にしており，内部に存在するボイドおよび介在物の分布が確認できる．なお，サンプル内には，クリープ試験前から初期介在物が含まれている．ただし，本供試材では，初期に含まれる介在物の体積率が 0.003%程度であり，クリープ損傷中に生じるボイドの発生量と比較すると，絶対量が大幅に異なるため，ボイドの体積率や個数密度を定量的に評価する上では問題にならない．Fig. 8(b)より，硬さ最小位置から溶接金属側へ少し進んだ位置でボイドの発生が局在化していることが確認できる．

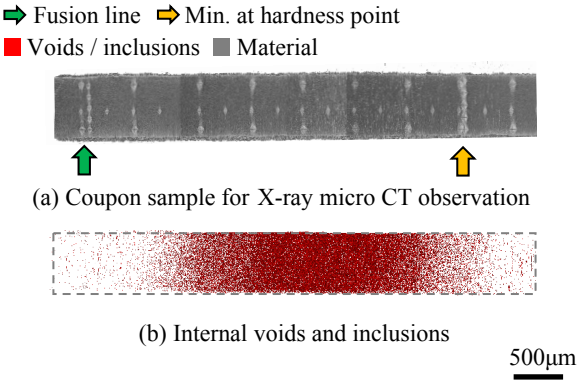


Fig.8 3D observation micro voids around welded joint with the X-ray CT technique. The image captured at life ratio t / t_r = 80%

Fig.8 に示す観察サンプルにおけるボイド体積率 V_f (%)と硬さ分布の関係を Fig. 9 に示す．ここで，ボイド体積率 V_f(%)は応力軸方向に 250μm ピッチで求めた．硬さ分布がばらついているものの，2500μm 以降でほぼ一定となり，硬さの最小値は約 180 であった．また，溶接線から 2500μm の位置（B 領域）において，ボイド体積率 V_f(%)の最大値（1.99%）が生じていることが確認される．

HAZ 粗粒域に相当する A 領域，HAZ 細粒域に相当する B 領域，母材部に相当する C 領域に含まれる代表的なボイドについて，100μm × 100μm × 100μm の範囲における 3 次元観察結果を Fig.10 に示す．A 領域では，真球に近い形状の微小なボイドが発生しているものの，材料的不連続による拘束が小さいため応力多軸度が低いと推察され，その結果として，クリープ損傷度が低いため，ボイドの連結はほとんど生じていない[5]．B 領域では，複数個のボイドが連結しており，ボイドは粗大かつ歪な形状をしている．C 領域は，A 領域および B 領域と比較するとボイド発生量は少量であるが，母材部においても損傷が見られる．以上のことから，HAZ 内において，ボイド発生量やボイド連結の割合が異なり，HAZ 細粒域にて優先的に損傷が進展し，タイプ IV き裂が形成されたと推察される．

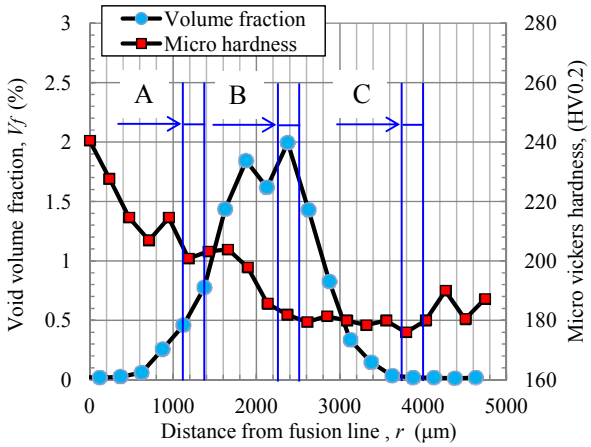


Fig. 9 The distribution of the local volume fraction of voids between the fusion line to the base metal in creep life ratio t / t_r was 80%

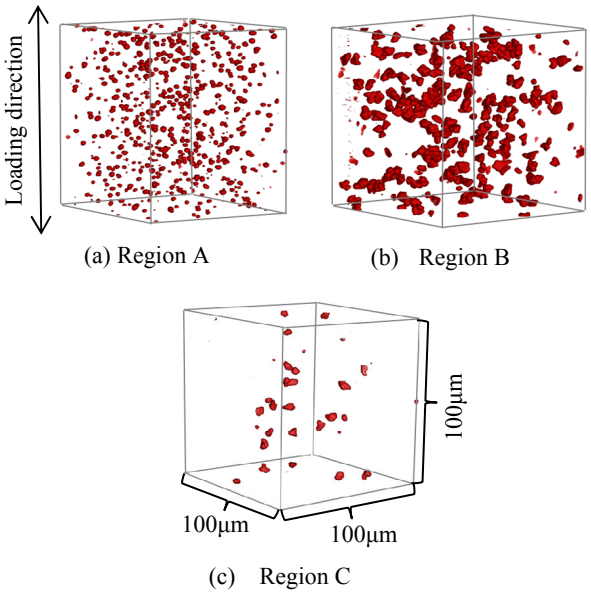


Fig. 10 3D observation results of creep voids in regions A, B and C in creep life ratio t / t_r was 80%

3・2　溶接継手の板厚方向に沿ったボイド発生分布

溶接継手の板厚方向のボイド体積率 V_f (%)の分布を Fig.11 に示す．Fig.9 に示すように，サンプル毎のボイド体積率の最大値を計測し，試験体表面からの距離で整理した．試験体の上端部から 10～30mm の範囲では，ボイド体積率 V_f(%)が高く，寿命比の増加に伴いボイド体積率 V_f(%)の顕著な上昇傾向が確認できる．一方，板厚の中央部では寿命比 t/t_r に関係なくボイド体積率 V_f (%)は低いことが確認できる．田淵らは，溶接継手の HAZ 部に生じるボイド個数密度と，応力多軸度分布に関係性があることを報告しており[5]，本研究においても溶接形状の違いにより応力多軸度が板厚方向で異なるため，ボイド体積率 V_f (%)の分布はその影響を受けていると想定される．

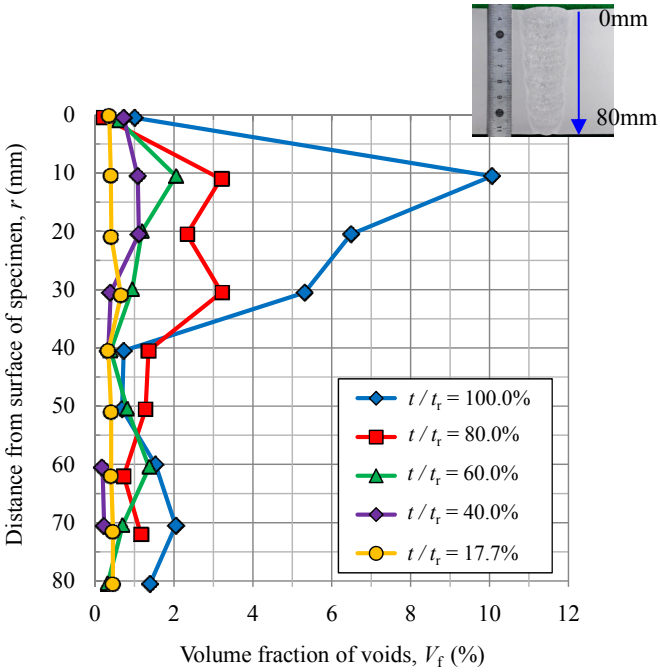


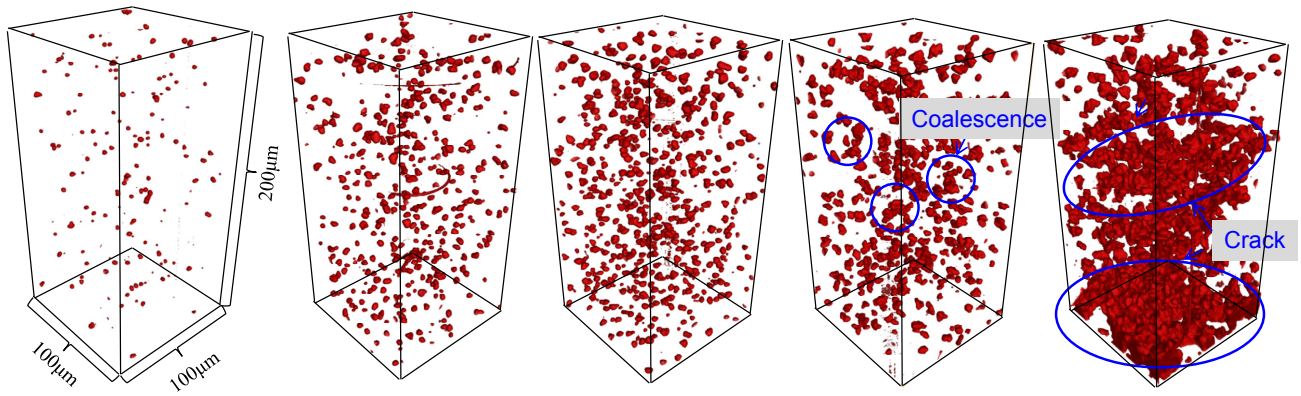
Fig.11 The distribution of the volume fraction of voids along the distance from the upper surface of the welded specimen

3・3　各寿命比におけるボイド形態・発生分布の評価

ボイドの球相当直径 $2r_V$(μm)，球状偏差 f_I，主軸方向 O_1 と荷重方向のなす角度 θ を算出し，タイプ IV 損傷が進行する領域におけるボイド形態および発生分布について考察した．Fig. 11 に示すボイド体積率 V_f(%)分布より，寿命比 t/t_r=100.0%時のボイド体積率 V_f(%)が最大である試験体表面から 10mm の位置より解析領域を設定した．解析領域は，300μm×300μm×250μm とした．Fig.12 に解析領域に含まれるボイドの 3 次元観察結果の代表的な位置を拡大して示す．Fig.12(a),(b),(c)より，寿命比 t/t_r =17.7%～60.0%の段階では，寿命比の増加とともにボイドのサイズと個数は増加しているが，ボイド連結はほとんど生じていない．Fig.12(d)より，寿命比 t/t_r = 80.0%の段階では，あらゆる領域でボイドの連結が顕著に生じており，複数個のボイドが連結することで粗大なボイドを形成している．そのため，真球に近いボイドが歪な形状へと変化した様子が確認できる．さらに，ボイドとボイドの間を縫って，微小なボイドが発生している様子が確認できる．Fig.12(e)より，寿命比 t/t_r=100.0%の段階では，ボイドの連結した領域が大部分を占めており，連結が進行で形成されたき裂状の損傷が確認される．以上より，寿命初期から成長と連結を経て粗大化したボイドが，新たに発生した微小なボイドを巻き込むようにして，タイプ IV き裂を形成されることが確認された．

Fig.13 に各寿命比 t/t_r における球相当直径 $2r_V$ の相対度数 F を示す．相対度数 F(%)は各サイズのボイド数を解析領域に含まれるボイドの総数で除することで定義した．球相当直径 $2r_V$ の相対度数 F のピーク値は，それぞれ 3.5μm(t/t_r = 17.7%)，4.5μm (t/t_r = 40.0%)，6.0μm (t/t_r = 60.0%), 6.5μm (t/t_r = 80.0%), 8.5μm (t/t_r = 100.0%) であり，各寿命比で含まれるボイドの球相当直径 $2r_V$ は増大していくことが確認できる．また，各寿命比 t/t_r において 2.0μm~2.5μm 程度の微小なボイドが存在しており，クリープ損傷の初期から後期に亘って，ボイドの発生は連続的に生じている．しかしながら，その割合は，寿命比 t/t_r によって異なる．寿命比 t/t_r = 17.7%～60.0%の段階では，ボイドの発生や成長が支配的であるため，相対度数 F の波形はきれいな正規分布となっている．寿命比 t/t_r = 80.0%～100.0%の段階では，ボイドの連結が支配的であり，相対度数 F の波形はいびつになっており，2.0μm~2.5μm 程度の微小なボイドの割合が減少していることが定量的に示された．

Fig.14 に各寿命比 t/t_r における球状偏差 f_I の相対度数 F(%)を示す．球状偏差 f_I の相対度数 F のピーク値は，それぞれ 0.8(t/t_r = 17.7%), 0.7(t/t_r = 40.0%), 0.7(t/t_r = 60.0%), 0.5(t/t_r = 80.0%)，0.4(t/t_r = 100.0%) であった．発生初期のボイドは真球に近い形状をしているものの，ボイドの連結に伴って，いびつなボイドの割合が増加していることが定量的に示された．



(a) t/t_r = 17.7%　(b) t/t_r = 40.0%　(c) t/t_r = 60.0%　(d) t/t_r = 80.0%　(e) t/t_r = 100.0%

Fig.12 3D image of void distribution in region of 10mm from upper surface of welded specimen, which are used in order to analysis voids size and 3D morphology

Fig.15 に各寿命比 t/t_r における主軸方向 O_1 と荷重方向のなす角度 θ の相対度数 F を示す．グラフより，寿命比 t/t_r に依らず，θ が 70°～90°の向きにボイドが伸長する傾向が確認できる．さらに，寿命後期では，角度 θ が 30°～70°の割合が増加していることがわかる．多田らの報告によると，ボイドの発生と荷重方向に関係については特定の関係が無く，ランダムな結晶粒界上に発生するとされる [1]．そのため，寿命初期では，溶接形状や切欠き形状によって変化する応力多軸度に依存することで，ランダムな粒界上にボイドが生じやすいと推測される。また，幡中らの報告によると，粒界上のボイド密度および総長さは，粒界面に垂直な応力と相関性があり，さらに，荷重軸に対して垂直に近い位置にある粒界上で大きくなることを報告している [13]．これらのことから，寿命中期では，ボイドは結晶粒界面に沿って成長し，巨視的な最大主応力方向に対して垂直な向きに近い粒界上で垂直に作用する応力が大きくなり，θ が 70°～90°の向きに伸長したボイドの割合が多いと推測される。寿命後期では，それぞれ成長したボイド同士が連結することで，ボイドの伸長方向が大きく変化するため，θ が 30°～70°の範囲においても割合が増加していることが確認できる。

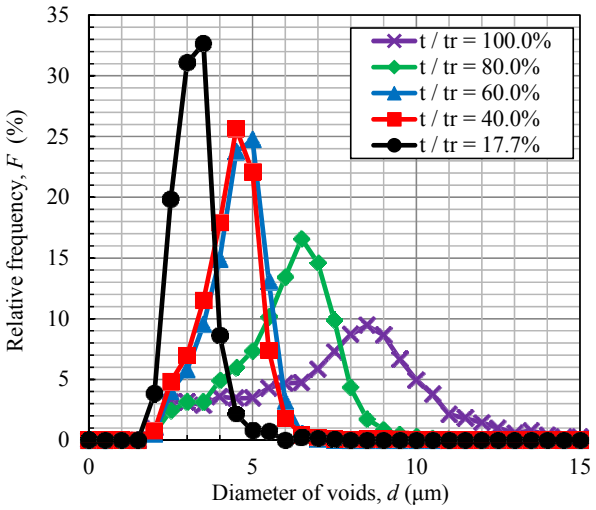


Fig.13 Distribution of the sphere-equivalent diameter of voids

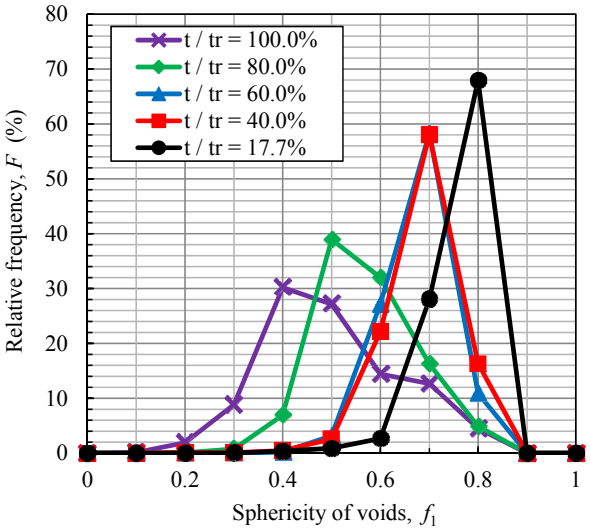


Fig.14 Distribution of the sphericity of voids

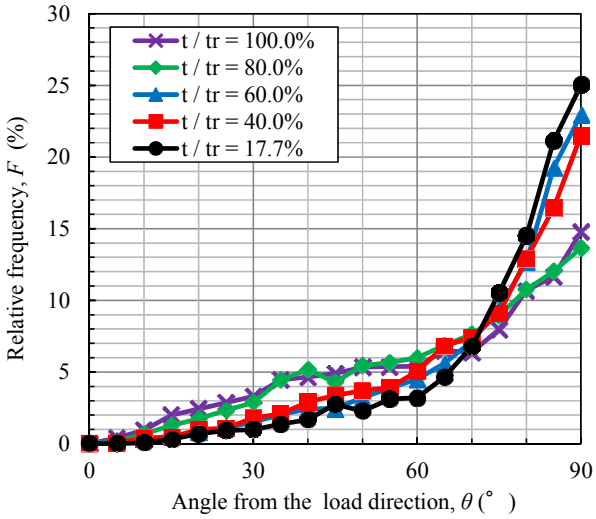


Fig.15 Distribution of the angle of longitudinal axis for load direction

3・4　クリープ寿命評価パラメータ

改良 9Cr-1Mo 鋼の HAZ 細粒域で生じるタイプ IV 損傷について，各研究機関や企業では，ボイドの個数や面積を指標とした寿命評価がなされている [7)8)9)]．ここでは，先述したボイドの形態・空間分布に関する知見を基に，クリープ寿命評価法として最適なボイドの定量パラメータについて検討する．3.3 節で設定した形状・サイズを評価した解析領域において，球相当直径の平均値 $2r_{avg.V}$ (μm)，ボイド個数密度 V_ρ (1/μm^3)，ボイド体積率 V_f (%)とクリープ寿命の関係を整理した。各パラメータとクリープ寿命の関係を Fig.16(a)，(b)，(c)にそれぞれ示す．また，解析領域の最表面より計測したボイド円相当直径の平均値 $2r_{avg.A}$ (μm)，ボイド個数密度 A_ρ(1/μm^2)，ボイド面積率 A_f(%)を比較のため併せて示す．

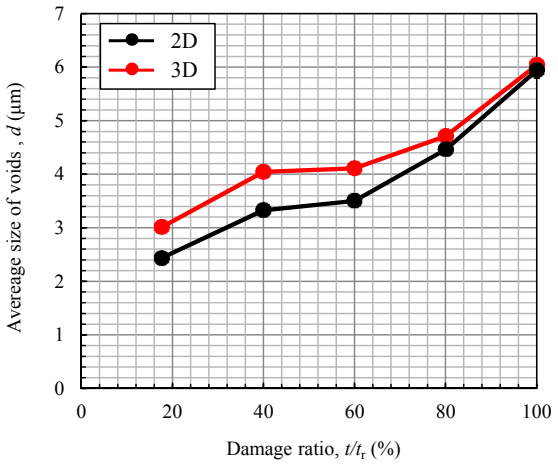
球相当直径の平均値 $2r_{avg.V}$ は，寿命比 t/t_r とともに単調に増加することから，クリープ寿命比との相関が高いと言える．一方，2 次元評価結果では，幾何学的な違いにより絶対値は異なるものの，円相当直径の平均値 $2r_{avg.A}$ と寿命比 t/t_r は良い相関が得られた．ただし，改良 9Cr-1Mo 鋼の HAZ 細粒部では，クリープ寿命中期～後期において，2 次元断面の研磨時に結晶粒や介在物の抜け落ちが生じることがあるため，ボイド直径を指標とした場合に過度に安全側の評価となる可能性がある．なお，本研究で用いた 2 次元断面画像は，X 線 μ-CT により取得した断層像であり，抜け落ち等が生じていない．

ボイド個数密度 V_ρ(1/μm^3)は，寿命比 t/t_r = 17.7%～80%では，寿命比とともに増加する．Fig. 12 の 3 次元観察結果に見られるように，寿命比 t/t_r = 100.0%では，ボイド同士の相互作用により連結している割合が増加することで，ボイド個数密度 V_ρ は減少する結果となった．したがって，寿命比 t/t_r = 80%以上の範囲では，個数密度 V_ρ だけを指標にして評価した場合には危険側の予測となる可能性が示唆される．また，2 次元評価結果は，統計量の違いから 3 次元評価とは異なる結果となった．寿命比

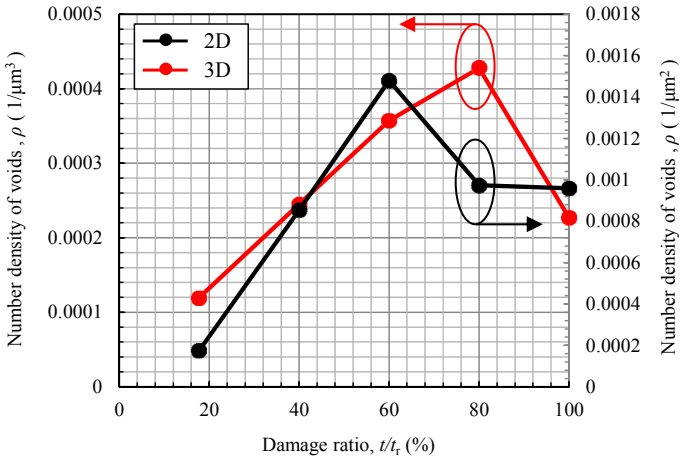
t/t_r = 60%以上では，個数密度 V_ρ(1/μm^2)が減少する結果となり，評価断面の採取位置によっては，クリープ損傷度を過大・過小に見積もる可能性が示唆される。

ボイド体積率 V_fは，寿命比 t/t_r とともに増加していく傾向にあり，また，寿命比 t/t_r = 100%時のタイプ IV き裂形成による急激な変化を捉えられていることから，ボイド体積率 V_fを評価パラメータに用いることで精度の高い寿命予測が可能と考えられる．一方，2 次元評価結果について，寿命比 t/t_r = 17.7%～60.0%の範囲では，ボイド面積率 A_f と体積率 V_fは同じ傾向となるが，寿命比 t/t_r = 80.0%以上では，局部的に生じるタイプ IV 損傷の現象を捉えきれていないため，3 次元評価結果との差が大きくなっている．しかしながら，ボイド面積率 A_fは，寿命比 t/t_r とともに増加する傾向にあることから，クリープ損傷度を定性的に評価することが可能と考えられる．

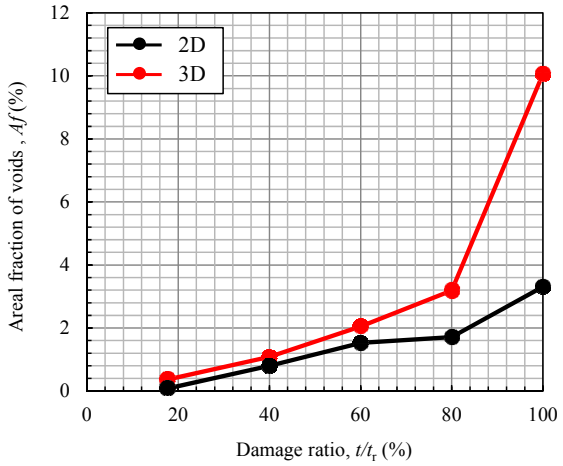
以上のことから，ボイド同士の相互作用により，ボイドの連結は局所的な位置で生じており，それらの形状，サイズや空間分布の定量的な評価を行う上で，3 次元観察評価の有効性が示された．



(a)　Average diameter



(b)　Number density



(c)　Areal fraction

Fig.16 Comparison between the 2D quantitative analysis and the 3D quantitative analysis in number density, volume fraction / areal fraction and average diameter

4　結　　言

改良 9Cr-1Mo 鋼溶接継手の HAZ 細粒域に生じるクリープボイドの発生・成長・連結挙動を明らかにし，寿命評価における最適なパラメータを提案することを目的として，実機肉厚相当の溶接継手材を用いた大型クリープの中断・破断試験と，SPring-8 において X 線 μ-CT によるボイド観察を行った．さらに，ボイドサイズ，形態および空間分布の定量評価を行い，クリープ損傷度との関係性について考察した．

(1) 溶接継手部に形成される HAZ 形状に依存してマクロな応力多軸度分布が異なることで，試験体の板厚方向においてボイド発生量に違いが確認された．

(2) 各損傷度において，微小なボイドが存在していることから，損傷度に依らずボイドは連続的に発生していることが確認された．ただし，損傷度が増加するにつれて，成長や連結が支配的になり，球相当直径の平均値は増加する．

(3) ボイドの長軸方向と荷重方向のなす角度の関係より，荷重方向に対して垂直に近い方向へ伸長したボイドが多く存在している．寿命比 80%以上では，ボイドの連結が顕著となることで伸長方向が大きく変化するため，30°～70°方向に伸長したボイドの割合が増加する．

(4) 寿命比 80%以上では，ボイドの成長・連結が発生よりも優先的に生じることから，個数密度は低下する．一方，ボイド体積率は寿命比とともに単調に増加する．このことから，ボイド体積率を評価パラメータに用いることで，高い精度で寿命評価が可能である．

(5) ボイド同士の相互作用により，ボイドの連結は局所的な位置で生じており，それらの形状，サイズや空間分布の定量的な評価に対する 3 次元観察評価の有効性が示された．

謝 辞

The synchrotron radiation experiments were performed with the approval of JASRI through proposal nos. 2017A1547 and 2017B1586.

参 考 文 献

1) N. Tada and T. Fukuda, “Measurement of the distribution of cavities on grain boundary and evaluation of damage parameter of SUS304 stainless steel under creep-fatigue condition”, Journal of society of materials science, Japan, Vol.48, No.1, pp.39-46 (1997).
2) F. Kawashima and Y. Irie, “Proposition of the observation condition and of the simple method to evaluate initiation and growth of voids type IV creep damage in Mod.9Cr-1Mo steel”, Journal of society of materials science, Japan, Vol.66, No.2, pp.108-113 (2017).
3) Gu.Y and G.D.West, R.C.Thomson, J.Parker, “Investigation of creep damage and cavitation mechanisms in P92 steels”, ASM International, pp.596-606 (2014).
4) J.A.Siefert and J.D.Parker, “Evaluation of the creep cavitation behavior in Grade 91 Steels”, international journal of pressure Vessel and Piping, vol.138, pp.31-44 (2016)
5) H. Hongo and M. Tabuchi, “Creep damage behavior of Mod.9Cr-1Mo steel welded joint”, Journal of society of materials science, Japan, Vol.58, No.2, pp.101-107 (2009).
6) T. Ogata, T. Sakai, M.Yaguchi, “Damage characterization of a P91 steel weldment under uniaxial and multiaxial creep”, Materials Science and Engineering A, Vol.510-511, pp.238-243 (2009)
7) F. Takemasa and A. Suzuki, “A creep damage evaluation method for welded joints of Mod.9Cr-1Mo steel (The application of gurson model)”, The Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.66, No.645, pp.94-99 (2000).
8) T. Honda, T. Fukabori et al, “Creep damage analysis of simulated – HAZ notched bar specimens of mod. 9Cr-1Mo steel”, Symposium on High Temperature Strength of Materials, No.15 (2015)
9) T. Ogata, T. Sakai, M.Yaguchi, “Damage assessment method of P91 steel welded tube under intenal pressure creep based on void growth simulation”, Pressure Vessels and Piping, Vol.87, pp.611-616 (2010)
10) H. Toda, F. Tomizato, et al., “High-resolution Observation of Steel Using X-ray Tomography Technique”, ISIJ International, Vol. 52, No. 3, pp. 516–521 (2012)
11) C. Gupta, H. Toda et al, “Study of creep cavitation behavior in tempered martensitic steel using synchrotron micro-tomography and serial sectioning techniques”, Materials Science and Engineering: A, Vol. 564, pp. 525-538 (2013)
12) H. Toda, A. Takijiri, “Damage micro mechanisms in dual-phase steel investigated with combined phase- and absorption-contrast tomography”, Acta Materialia, Vol.126, pp.401-412 (2017)
13) K. Hatanaka, A.YAHYA, I. Nonaka, H. Umaki, “Initiation of high temperature creep voids in notched components”, The Japan Society of Mechanical Engineers, Vol.64, No.620, pp.925-932 (1998)