

近未来の 鉄鋼材料を知る

ギガ疲労・基底クリープ



Presented By

独立行政法人 物質・材料研究機構

この小冊子発行の狙い

最新の研究成果を迅速に伝えたい!

平成13年度(2001年度)に発足した、独立行政法人の物質・材料研究機構(NIMS)は、我が国を代表する材料研究開発拠点の一つであり、世界の中核的な研究機関として材料研究を先導しています。

NIMSの1組織である超鉄鋼研究センターは、大規模な研究開発プロジェクトとして、「超鉄鋼材料」研究開発プロジェクトなどに取り組んでいます。超鉄鋼材料研究開発プロジェクトは、平成9年(1997年度)から始まり、平成13年度(2001年度)までの5年間、第1期の研究開発プロジェクトを推進してきました。

平成14年度(2002年度)から第2期の研究開発プロジェクトを開始しています。第1期と第2期の研究開発の中から、従来の鉄鋼材料の教科書を書き直すような、鉄鋼材料の根幹を解明する成果をいくつも上げています。

本小冊子は、大学や大学院などで材料を学ばれている学生の方々に、鉄鋼材料の最新の研究成果をいち早くお届けする狙いで編集されています。現代文明を支える鉄鋼材料の根幹となるメカニズムを、未来の研究者・技術者である学生の方々と一緒に考え、解き明かしていきたいと願っているからです。

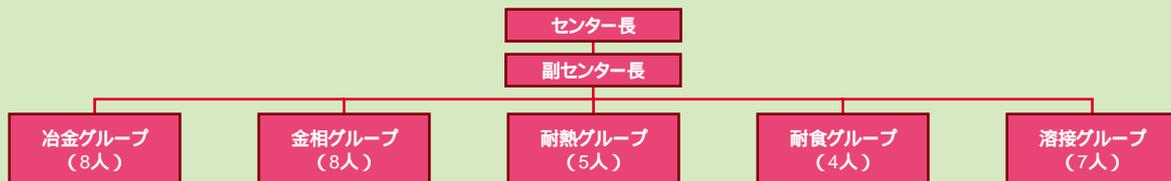
21世紀のニーズにこたえる超鉄鋼材料プロジェクト

超鉄鋼研究センターは、「新世紀構造材料」の基盤技術を研究開発しています。現在、構造材料の主役は鉄鋼材料です。21世紀も引き続き、構造材料の主役は鉄鋼材料であるとの視点から、「超鉄鋼材料」研究開発プロジェクトは立案・計画され、21世紀のニーズにこたえる鉄鋼材料を開発する目標の下に、研究開発を精力的に進めています。

超鉄鋼材料プロジェクトは、安心で安全な社会・都市基盤や発電効率が高い火力発電プラントの実現などを目指しています。リサイクルしやすいように希少合金元素を使わずに炭素やケイ素、マンガンなどの普通の合金元素の組成だけで、強さ2倍かつ寿命が2倍という卓越した性能を持つ超鉄鋼材料を開発する挑戦的な目標を掲げています。強さ2倍は超微細粒化によって、寿命2倍は耐熱鋼の場合は、フェライト相鋼の組織を制御することによって、耐食鋼の場合は、オーステナイト相鋼に窒素を大量添加することによってなどの独創的・革新的な解決策をもってそれぞれ第1期の目標を達成しています。

平成14年度(2002年度)から始まった第2期の研究開発プロジェクトでは、材料開発から構造化につなげる研究開発を進めています。物質・材料研究機構(NIMS)の理念である「使われてこそ材料」を実践するためです。

超鉄鋼研究センターの組織



(2003年9月20日現在)

1200MPa以上の高強度鋼のギガ疲労対策 1億回(10^8 回)以上の繰り返し応力に留意

物質・材料研究機構の材料基盤情報ステーションは、「超鉄鋼材料」研究開発プロジェクトの参加メンバーとして、高強度鋼開発で課題になる「ギガ疲労」という新しい課題解明に取り組んでいる。引っ張り強さが1200MPa以上の高強度鋼では、通常の疲労とは異なる挙動を示すことを明らかにしつつある。通常の疲労では、「疲労限」と呼ばれる繰り返し応力をいくら加えても疲労破壊しない限界値を持つものに対して、高強度鋼は疲労限を持たない。言い換えると、繰り返し応力を加える回数が1億回(10^8 回)以上でも疲労破壊するギガ疲労現象が現れる。本稿は、鉄鋼材料製部品の設計を根底から見直す、ギガ疲労の発現機構などを解説し、ギガ疲労対策の考え方を示す。

金を繰り返し折り曲げていると、破断してしまうことである。疲労破壊は、前触れもなく突然プツンと切れることもあるため、耐疲労対策は設計担当者にとってやっかいな課題になっている。

機械などの部品や機構は、剛性を考慮し、さらに引っ張り強さを考慮し(正確には塑性変形を起こさないように降伏応力を考慮し)各仕様や形状が決められる。その一方で、エンジンのバルブパネのように繰り返し応力が多数かかる部品は、疲労によって壊れないように疲労現象を考慮した“疲労設計”も施される。疲労設計と剛性・強度設計を同時に行い、壊れないように仕様を決めている。

鉄鋼材料は、疲労現象というある意味でやっかいな宿命を持っている。鉄鋼材料などの金属材料は、塑性変形を起こす降伏強さ以下の小さな応力であ

っても、小さな応力を何回も繰り返して多数加えると、破壊してしまう疲労現象を示す(下の別掲記事参照)

よく目にする身近な疲労現象は、針

疲労現象の繰り返し応力と引っ張り強さとの関係

鉄鋼材料は大きな応力が加えられると塑性変形する。加える応力を次第に増やしていき降伏強さに達すると、塑性変形が始まる。さらに応力を増やしていき、引っ張り強さに達するとくびれが発生して破断に向かう[図A(a)]、これは鉄鋼材料に加える応力を静的に増やしていった

場合の塑性変形の挙動である。

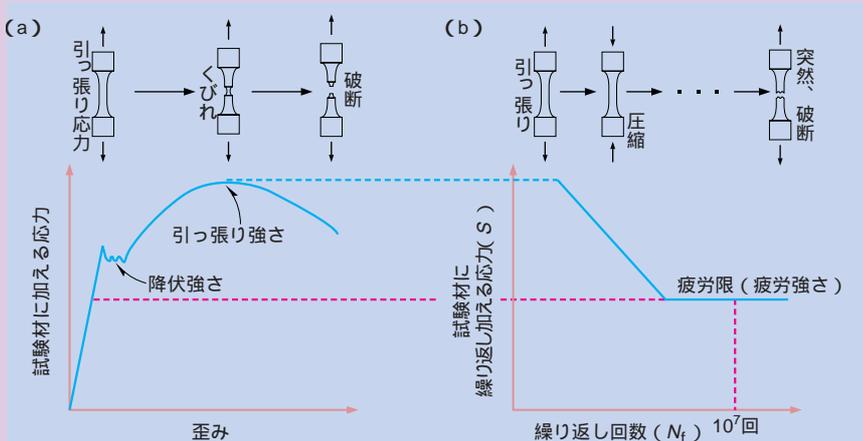
これに対して、応力の値は小さくても多くの回数を鉄鋼材料に加え続けると、急速に破断する場合があります、疲労破壊と呼ばれる。

鉄鋼材料の疲労は1000万回(10^7 回)程度の繰り返し回数まで調べれば、これ以

下では疲労破壊しない応力が求まり、原理的に疲労対策は十分打てると、これまでは考えられてきた。

疲労現象を調べる疲労試験は、疲労破壊を起こす繰り返し応力(S)に対して、対応する繰り返し回数(N_f)を調べ、繰り返し応力に対する繰り返し回数を1点ずつプロットし、繰り返し応力-繰り返し回数($S-N$ 曲線)を地道に求める。この $S-N$ 曲線の形で、その鋼材の疲労特性を判定する[図A(b)]、 $S-N$ 曲線は一般的には、最初は反比例のように直線的に減少してきて、ある値に達すると一定値となり水平の直線になる。

注目すべきことは、降伏強さ以下の一見安全と思われる小さな応力でも繰り返し加えると、疲労破壊が起こることである。このことは部品や機構の設計時に繰り返し応力がかかる部品・機構かどうかを十分に調べる必要があることを意味する。繰り返し応力がかかる場合は疲労破壊を考慮した設計が必要になるからだ。



図A (a)引っ張り試験での、加える応力と試験材の歪みの関係。(b)疲労試験。静的な応力に加える引っ張り試験で現れる降伏強さより小さな応力で疲労破壊する

*オーステナイト相：鉄は910 から1400 までの温度域では、結晶構造が面心立方格子（FCC）となり、「鉄」と呼ばれている。この鉄に炭素（C）などが

固溶した鋼を「オーステナイト相」という。オーステナイト相は鋼の高温相で、炭素を最大2質量%まで固溶する。

安心・安全を目指すギガ疲労対策

10⁷ 回までの試験で従来は対応

鉄鋼材料の疲労は、1000万回（10⁷回）程度の繰り返し回数まで調べれば、疲労対策を原理的に十分打てると、これまでは考えられてきた。

例えば、機械構造用炭素鋼のS35C（炭素含有量が0.35質量%）を焼き入れ・焼き戻し熱処理によって機械的性質などを“調質”した鋼材の繰り返し

応力・繰り返し回数曲線（S-N曲線）は、右下がりの直線がある所から一定値となり、X軸に平行な直線となる（図1）。このS-N曲線は、まさに金属材料の教科書に書かれているよく知られた形である。水平な直線の一定値部分は「疲労限」と呼ばれ、この値以下ではいくら繰り返し応力を加えても、疲労現象が起きない。このため疲労限は「疲労強さ」と呼ばれ、この疲労強さの値を

基に、部品や機構などの疲労設計が施されている。

機械構造用炭素鋼S35CやS45C、機械構造用合金鋼であるクロム鋼SCr440やクロム・モリブデン鋼SCM435、ニッケル・クロム・モリブデン鋼SNCM439を焼き入れ・焼き戻し熱処理した調質鋼についてS-N曲線を調べ、それぞれの疲労限（疲労強さ）を調べると、疲労限 σ_w は、

疲労破壊が原因の事故事例

金属の疲労破壊は、時として重大な事故原因となる。物質・材料研究機構の材料基盤情報ステーションは、旧金属材料技術研究所の時代から、事故原因が疲労の可能性がある場合に事故原因の解明を依頼され、数多く調査してきた。こうした事故原因解明の結果、不幸にして起こってしまった事故のいくつかは疲労が原因だったことが分かった。疲労破壊の怖さを示すために、疲労破壊が原因と判断された主な事故事例を紹介する（表1）。

1985年8月に起きた日本航空のジャンボ機墜落事故は、機体後部のアルミニウム合金製の圧力隔壁が修理ミスで疲労破壊したことが原因だった（図B-1）。圧力隔壁の破面では疲労破壊時に亀裂（きれつ）が進展していく時にできるストライエーションが観察され、疲労破壊が原因との決め手となった（図B-2）。

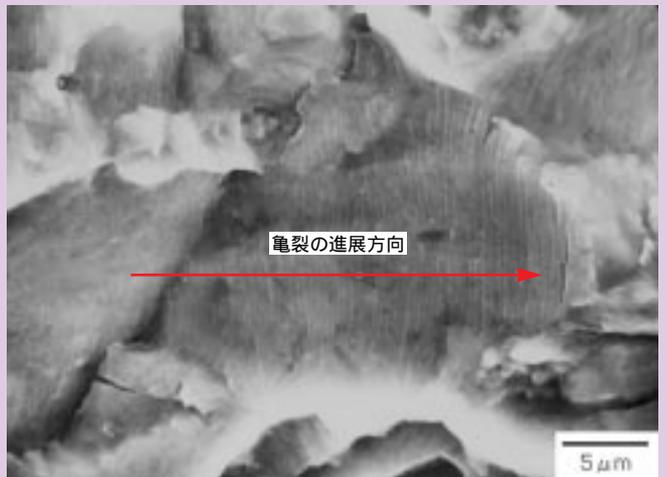
1995年12月に起きた高速増殖炉「もんじゅ」のナトリウム漏れ火災事故は、試運転中に温度計を保護する保護管付け根が疲労破壊したことが原因。オーステナイト相系ステンレス鋼製の保護管が付け根部に応力集中を受け疲労破壊し、ナトリウムが漏れ出した事故だった（図B-3）。オーステナイト相系ステンレス鋼製の

保護管の破断面を観察したところ、ストライエーションが観察された（図B-4）。

1999年11月に起きた国産ロケットH-8号機の打ち上げ失敗の事故は、第一段エンジン「LE-7」の



図B-1 日本航空ジャンボ機の疲労破壊した圧力隔壁



図B-2 圧力隔壁の破断面で観察された縞模様のストライエーション

「FTPインデューサ」（液体水素ポンプ）と呼ばれる部分のチタン合金製羽根（ブレード）が破損したのが原因だった（図B-5）。羽

| 表1 NIMSで調査した主な事故事例 (事故の多くは疲労破壊が原因) | |
|---------------------------------------|--|
| 年代 | 主な事故事例 |
| 1972 | 関西電力海南発電所3号機破損事故 (疲労) |
| 1985 | 日航ジャンボ機墜落事故(疲労) |
| 1994 | NWジャンボ機のエンジン脱落事故 (延性破壊) |
| 1995 | 阪神大震災(鋼構造物の脆性破壊) 高速増殖炉もんじゅのNa流出事故 (疲労) |
| 1999 | H-ロケット8号機の事故(疲労) |

注) NW：ノースウエスト航空

$w = 0.5 B$
 と、その鋼材の引っ張り強さ B の約半分となること分かる。繰返し回数 10^7 回までに、疲労限を迎えて一定値となることも分かる。

疲労試験は、 10^7 回も応力を繰返し加える手間がかかる地道な試験であり、繰返し数を一桁（けた）上げることは、10倍の時間を費やすことを意味し、試験時間が一層かかることになる。

通常の疲労試験装置では、繰返し回数 10^{10} 回の疲労試験は、約3年間の時間が必要となる。繰返し回数 10^7 回で疲労限を迎えて一定値になるため、繰返し

し回数をこれ以上調べることは工業的にはあまり意味が無いとこれまでは考

えられてきた。

ここまでは、従来の教科書に書かれ

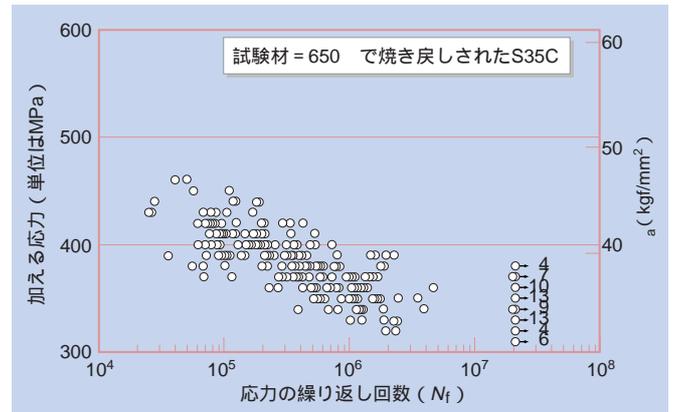
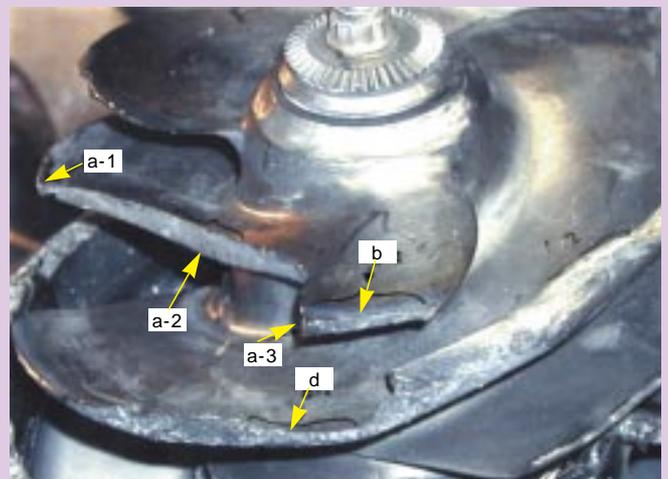


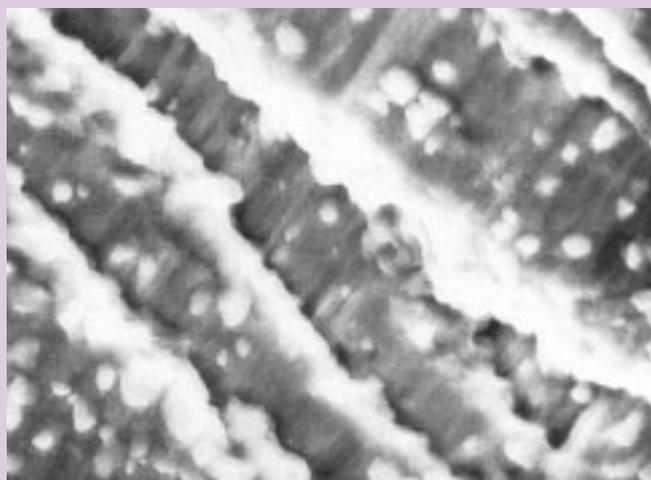
図1 機械構造用炭素鋼のS35Cの疲労特性を示す繰返し応力-繰返し回数曲線（S-N曲線）。焼き入れ・焼き戻し熱処理を加えた調質材の疲労特性の典型例



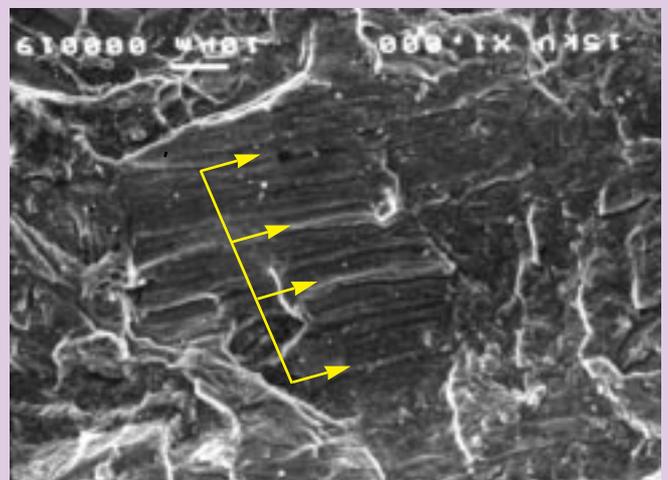
図B-3 高速増殖炉もんじゅで疲労破壊した温度計保護管のカットモデル



図B-5 H- ロケット8号機で疲労破壊したFTPインデューサの羽根部



図B-4 温度計保護管の破断面で観察されたストライエーション



図B-6 羽根部（a-2）の破断面で観察されたストライエーション

根の破断面からはストライエーションが観察された（図B-6）疲労設計を十分考慮した機械設計を行っても当初の予想を超える現

象などによって事故が起こる場合がある。もんじゅとH- ロケットでは設計時に予想しなかった流体振動で疲労破壊が起こった。

*焼き戻し：鋼の熱処理の一つで、オーステナイト相域まで高温に加熱した鋼を急冷する焼き入れ熱処理を施すと、鋼はマルテンサイト相変態によって硬くて強

くなるが、転位や双晶などの構造欠陥が多数入りもろくなる。150 ~ 650 のある程度の温度に加熱して転位などの構造欠陥を少なくする熱処理を焼き戻し熱処

理という。一般に、焼き入れ熱処理した鋼は焼き戻し熱処理されて機械的・物理的性質を整えられる。

安心・安全を目指すギガ疲労対策

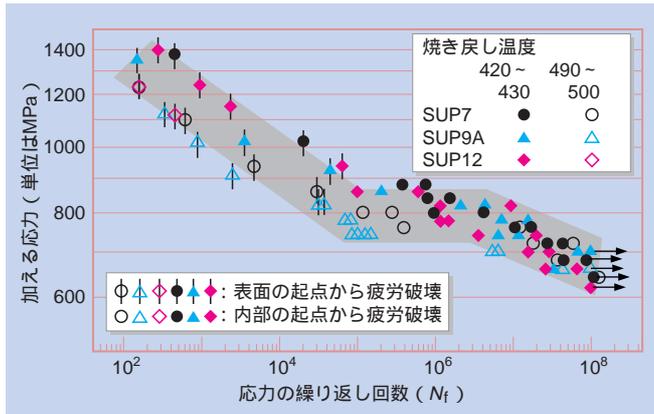


図2 引張強さ1200MPa以上の高強度鋼であるバネ鋼のSUP7やSUP9A、SUP12の疲労特性。繰返し回数 10^7 回以上でも疲労を示すのが特徴

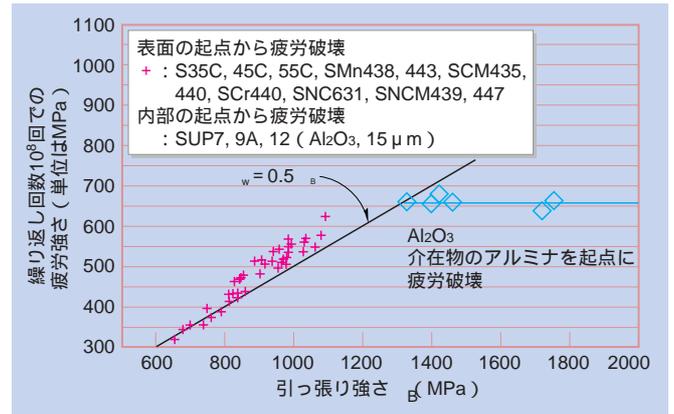


図3 引張強さ1200MPa以上の高強度鋼のバネ鋼の疲労強さ。疲労強さが約650MPaと一定となり、当該鋼の引張強さの約半分という関係とは異なる結果となった

ている鉄鋼材料の疲労現象の話である。

高強度鋼は異なるギガ疲労を示す

鉄鋼材料は進化を続けている。この結果、新しい鋼種や改良鋼種が次々と実用材料に加わっている。

物質・材料研究機構の材料基盤情報ステーションは、前身の旧科学技術庁金属材料技術研究所の時代から様々な鋼種の「疲労データシート」を作成し、公表している。金属材料を研究する公的研究機関として、疲労設計や安全指針の基礎データを提供する使命を国際的に担い続けている。

様々な鋼種の疲労現象を調べている内に、引張強さが1200MPa以上の高強度鋼のS-N曲線が、従来の常識と

異なる挙動を示すことを次第に明らかにし、その機構の解明を続けている。

引張強さ1200MPa以上の高強度鋼では、繰返し回数 10^7 回以上でも疲労破壊する、通常の疲労限と考えられる $0.5 \sigma_B$ 以下でも疲労破壊することが明らかになった。つまり、従来の疲労の常識とは異なる疲労現象を見出したのである。

鉄鋼材料製の部品や機構などを設計する場合、一般には剛性・強度設計を中心に進めるが、繰返し応力がかかる部品、例えば自動車のエンジン部品や足周り機構のサスペンション系部品などは疲労設計も行い、疲労に耐えられる部品・機構に仕上げる。高強度鋼の一種であるバネ鋼もエンジン部品に

採用され、設計仕様が次第に厳しくなる中で、その要求仕様に対応し続けている。

用途を広げる高強度鋼は、従来とは異なる疲労現象を示すために、新しい疲労設計の指針が必要になる。このためには、まず高強度鋼の疲労機構の解明が急務となった。

疲労強さがほぼ一定値を示す

材料基盤情報ステーションは、 10^8 回以上の繰返し回数の大きい領域での新しい疲労現象を「ギガ疲労」と名付け、その原因となる機構を追及した。

引張強さ1200MPa以上の高強度鋼の代表格として、バネ鋼のSUP7やSUP9A、SUP12の疲労現象を調べた。この結果、疲労試験の繰返し応力の繰返し回数 10^7 回以上でも疲労破壊を示すことが分かった(図2)。従来の疲労特性のように、S-N曲線はまず右下がりの直線状に下がってきて、疲労限に達し水平な直線を示す。ここまでは、従来と同じだが、繰返し回数が 10^7 回を超えるとまた疲労破壊が現れ、右下がりの直線状に下がってしまい、 10^8 回

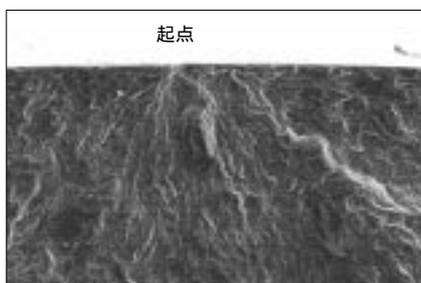


図4 通常の疲労破壊の起点を示す顕微鏡写真。通常の疲労の機構は、表面の微細な亀裂が局所的な塑性変形によって次第に成長して破壊する



図5 ギガ疲労の起点を示す顕微鏡写真。内部の介在物が破壊の起点になっている。ギガ疲労の疲労起点は、黒い目に見えることから「フィッシュアイ」と呼ばれる

*マルチ回転曲げ試験機：4点曲げ試験材を軸周りに回転させることで、引っ張り・圧縮応力を交互に繰り返し与える疲労試験機。物質・材料研究機構は、1回の

試験に48本の試験材を同時に疲労試験できるように工夫したので、「マルチ」と頭に付けている。試験材1本ごとに加える応力レベルを変えられるので、同一鋼種

を同時に疲労試験でき、S-N曲線が得られる。繰り返し回数 10^{10} 回の疲労データも計測している。

を超えた程度では疲労限を示さず、疲労破壊する応力は繰り返し回数が増えると、比例して小さくなった。

さらに、疲労破壊する強さを調べると引っ張り強さ1200MPaのパネ鋼SUP7やSUP9A、SUP12の疲労強さは鋼種によらず、一定値になる現象を示した。このパネ鋼は疲労強さが約650MPaとなった。鋼の引っ張り強さと繰り返し回数 10^8 回での疲労強さの関係を整理してみると、引っ張り強さ1200MPa強のパネ鋼は、疲労強さ w が約650MPaと一定で、従来の $w = 0.5 \sigma_B$ の関係式より小さな値となることが明らかになった(図3)。疲労限が従来の予想した値より小さな点が工業面では大きな課題になる。

ギガ疲労は内部起点破壊が原因

ギガ疲労の原因となる機構を追及する前に、従来の疲労の機構を考えてみよう。

鉄鋼材料のような金属の結晶構造の中には、金属原子の集団がすべり易い「すべり帯」がある。繰り返し応力が作用すると、このすべり帯に沿って表面で局所的な変形が起こり、やがて亀裂が発生して破断に至ると考えられてきた。すなわち、通常の疲労破壊は表面を起点にして起こる(図4)

これに対して、高強度鋼の繰り返し回数 10^8 回以上のギガ疲労の起点を調べると、鉄鋼材料の表面からではなく、内部から破壊が始まっていることが明らかになった(図5)。ギガ疲労破壊の起点の多くは、微細なアルミナ(Al_2O_3)という酸化物粒子だった(図6)。こうした微細な酸化物などは、鉄鋼材料に

とっての不純物であることから「介在物」と呼ばれている。

ギガ疲労の起点を詳細に調べると、介在物としては微細なアルミナ粒子に加えて、窒化チタン(TiN)粒子も起点になることを見出した(図7)。また、焼き入れ熱処理の際の組織の不均一部分も起点となることも明らかになった(図8)。

このような解析から、介在物を可能な限り少なくし、さらに小さくすることが高強度鋼のギガ疲労特性向上のための最大の対策であることを明らかにした。

ギガ疲労試験装置を独自に開発

材料基盤情報ステーションは、繰り返し回数 10^7 回までの通常の疲労試験装置としてマルチ回転曲げ試験機*を利用している(図9)。この試験機は繰り返し速さが1秒当たり100回(100 Hz)である。このため、繰り返し回数 10^{10} 回の疲労試験には約3年かかる。疲労データの1点を取るのに、3年間あまりにも長い期間である。

繰り返し回数 10^8 回以上のギガ疲労を調べるには、試験期間を大幅に短縮できる新しい疲労試験装置が必要との声が高まった。このニーズに答えるため

に、繰り返し速さが1秒当たり2万回(20kHz)の超音波疲労試験機を開発した(図10)。この20kHzの超音波疲労試験機は、繰り返し回数 10^{10} 回の疲労試験を約1週間で実施できる。ギガ疲労の試験期間を約1/150に短縮できる。

実際には、20kHz・超音波疲労試験

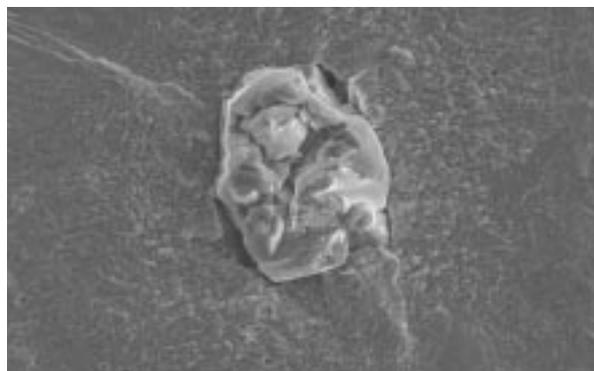


図6 ギガ疲労の起点となった微細なアルミナ(Al_2O_3)粒子の顕微鏡写真

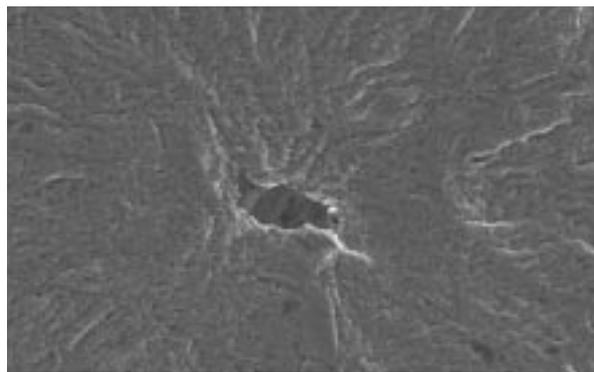


図7 ギガ疲労の起点となった微細な窒化チタン(TiN)粒子の顕微鏡写真

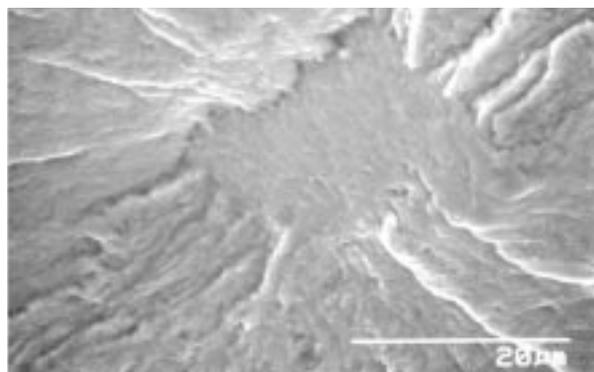


図8 ギガ疲労の起点となった微細な組織の不均一部分の顕微鏡写真

安心・安全を目指すギガ疲労対策

機*の疲労データの信頼性を実証するために、100Hz・マルチ回転曲げ試験機と600Hz・高速型の油圧サーボ疲労試験機と併用し、ギガ疲労のデータをま

ず検証した。
3台の疲労試験機によるギガ疲労試験の結果から、従来の疲労現象である繰返し回数 10^7 回までの表面

起点型では繰返し速さの違いの影響が鉄鋼材料の試験材に出た。100Hzに対して、200倍速く応力振幅を加えた20kHzでは、試験材が発熱し、その影響の見積もりが必要となり、疲労試験は困難と判断した。

これに対して、繰返し回数 10^8 回以上のギガ疲労では、繰返し速さの違いの影響がなく、3台の疲労試験データもよく一致した。この結果、材料基盤情報ステーションは、従来の繰返し回数 10^7 回まで疲労試験には100Hz・マルチ回転曲げ試験機と600Hz・高速型

の油圧サーボ疲労試験機を用いる一方、繰返し回数 10^8 回以上のギガ疲労試験には20kHz・超音波疲労試験機を用いる「高速・低速ハイブリッド疲労試験法」を適用することとした(図11)

ギガ疲労試験データからの示唆

20kHz・超音波疲労試験機から得られたギガ疲労試験データは、いくつかの新しい知見を明らかにした。

例えば、従来の鉄鋼材料の介在物の検査法を補完する役目を果たすことが示された。鉄鋼材料の組織に混入する

る検査法に頼っている。また、その介在物の組織を求める同定には、X線回折法などを用いている。

こうした観察・検査手法によって、鉄鋼材料の組織内の介在物として微細なアルミナは見い出される。その一方で、微細な窒化チタンの介在物を見い出すことが難しいケースもある。通常の介在物の検査法で検出されない窒化チタンの存在を見い出す手法として、20kHz・超音波疲労試験機を用いたギガ疲労試験は補完的な手法となると考えている(図7)。さらに、ギガ疲労の起点となる組織の不均一部分の存在を予見する手法にも、ギガ疲労試験は役立つと考えている(図8)

物質・材料研究機構の超鉄鋼研究センターなどが中心となって推進している超鉄鋼材料研究開発プロジェクトは、その成果の一つとして「改良オースフォーミング」という独自の加工熱処理を開発している。

この改良オースフォーミングによる高強度鋼の開発でも、疲労破壊の原因となる微細な介在物とギガ疲労破壊の関係性を明らかにし、疲労に強い高強度鋼の開発に役立っている。



図9 通常の疲労試験装置のマルチ回転曲げ試験機。繰返し速さが1秒当たり100回(100Hz)。これまで多くの「疲労データシート」を産み出した疲労装置



図10 開発した超音波疲労試験機。繰返し速さ1秒当たり2万回(20kHz)で、繰返し回数 10^{10} 回の疲労試験を1週間で実施

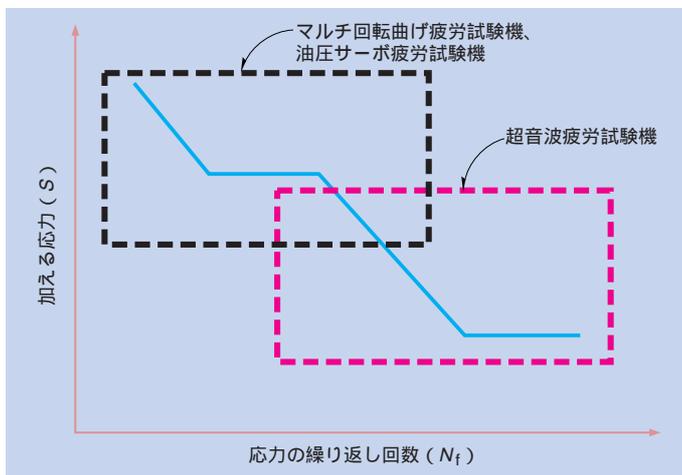


図11 高速・低速ハイブリッド疲労試験法の適用領域を示す模式図。繰返し回数 10^7 回までの試験は100Hz・マルチ回転曲げ試験機と600Hz・高速型の油圧サーボ疲労試験機を適用。繰返し回数 10^8 回以上のギガ疲労試験には20kHz・超音波疲労試験機を適用し、組み合わせる

耐熱鋼を高温で長時間使う際の 高温強さとして基底クリープ強さを提唱

物質・材料研究機構の材料基盤情報ステーションは、「超鉄鋼材料」研究開発プロジェクトの参加メンバーとして、耐熱鋼を高温域で長時間使う際に考慮するクリープ対策に取り組んでいる。耐熱鋼を構造材料に用いる火力発電所や化学プラントなどでは、求める材料仕様が一層高温かつ高圧向けになるなど、次第に厳しくなり、従来想定されていた使用期間を一層長寿命化することを求める声が強まっている。この結果、耐熱鋼を高温域で長時間用いてもクリープ現象に強い材料開発ニーズが高まってきた。こうしたニーズに対して「基底クリープ強さ」という新しい概念を提示し、1ギガ秒 (10^9 s = 約 31.7 年) までの長時間を視野に入れた長寿命化を追求している。本稿は耐熱鋼の基底クリープ強さについて解説する。

鉄鋼材料の主役の一つである耐熱鋼は、火力発電所や化学プラントなどの苛酷な高温域用途で使われる構造材料であり、現代文明を支えるキー材料と

して果たす役割は大きい(図1)。発電というエネルギー源の創成や主要な化学物質を製造する化学反応容器などの現代文明の基盤を支える役割を果たし

ているからだ。

絶対温度 (K) 表示で融点 T_M の半分以上の高温域 ($T_M/2$ 以上) では耐熱鋼といえども、ある程度の応力をかけると非常にゆっくりとだが塑性変形するクリープ現象を起こす場合がある。一般的な鉄鋼材料は、約 400 以上の高温域でクリープ現象を示すと考えていい。

耐熱鋼をはじめとする鉄鋼材料がクリープ現象に対する抵抗力を示す“クリープ強さ”は、構造材料の設計仕様を大きく左右する重要因子となる。現代文明を支える装置の構造材料を務める耐熱鋼のクリープ強さが、構造部材の性能や寿命を決めるケースが多いからである。

鉄鋼材料が高温域で示すクリープ現象とは

鉄鋼材料の中で厳しい高温域で使う耐熱鋼は、融点 (絶対温度のK表示で) の半分の $T_M/2$ 以上という高温域で使うと、比較的小さな応力を加えた場合でも時間が経つとゆっくりと塑性変形を起こすクリープ現象を生じることがある。通常の引っ張り試験で現れる塑性変形を始める降伏強さ以下の、すなわち弾性変形域の小さな応力であっても、時間が経つと伸

びなどの塑性変形を生じてしまうため、実用材料としてはクリープ対策が必要になる。

塑性変形が徐々に進むクリープ現象は、 $T_M/2$ 以上という高温域になると、鉄鋼材料の結晶構造を構成する原子がある程度動きやすくなり、結晶欠陥の一つである転位*が動いたり析出物などがゆっくりと大きくなったりするなどの現象

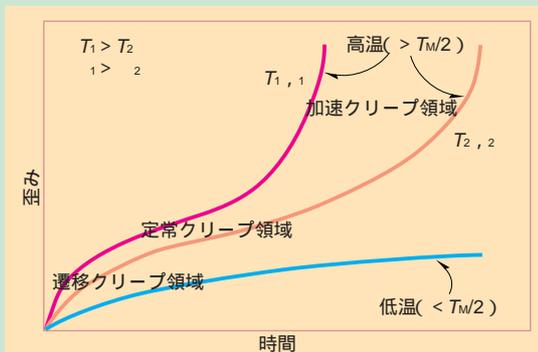
が鉄鋼材料の内部で微視的に起こるのが原因である。

クリープ現象によるクリープ変形は、高温域では時間が経つに従って、まず最初に歪み速さが次第に遅くなる遷移クリープ (1次クリープ) 領域に入る (図A)。次に歪み速さがさらに遅くなり、歪み速さが一定になる定常クリープ (2次クリープ) 領域に入る。定常クリープ領域を

過ぎると、歪み速さが次第に速くなる加速クリープ (3次クリープ) 領域を迎え、クリープ破断に至る。

クリープ現象は温度と応力によってその進み方が大きく変わる。一般的に温度が高いほど、また加えられた応力が大きいほど、クリープ現象が進み、最悪の場合はクリープ破断を起こす。すなわち温度が高いほど、また応力が大きいほど、クリープ破断時間が短いことになる。このため、クリープ試験では、試験材が置かれた温度や加えられた応力を基にクリープ破断時間などを測定する。

クリープ現象は、融点の半分の $T_M/2$ 以上という高温域に特有の現象である。 $T_M/2$ に比べて、低温域では小さな応力を長時間加えても、いづれに塑性変形することがあってもすぐに塑性変形が止まり、時間が経ってもそれ以上は変化しなくなる。鉄鋼材料の構成原子があまり動けない結果、転位などが動いたりできないからである。



図A 鉄鋼材料を高温域に置いた時の歪みの時間変化。長時間域になると、歪みが急激に大きくなり、クリープ破断に至る

*0.2%耐力：鉄鋼材料に力を加えていくと、降伏強さを過ぎた時点で塑性変形が始まる。塑性変形による歪みが0.2%に達する時の強さを0.2%耐力と呼び、設計時などで使う機械的性質の目安の一つになっている。

*オーステナイト相：鉄は910 から1400 までの温度域では、結晶構造が面心立方格子(FCC)となり、「鉄」と呼ばれている。この鉄に炭素(C)などが固溶した鋼を「オーステナイト相」という。オーステナイト相は鋼の高温相で、炭素を最大2質量%まで固溶する。

安心・安全を目指す 基底クリープ強さ

機器設計の基準となる許容応力

日本機械学会は、高温域で用いる耐圧容器・機器の設計指針として、耐熱鋼などの鉄鋼材料に対するクリープ強さなどの許容応力を設定している。この設定は、ASME(米国機械学会)の規格・標準に準拠している。

日米の策定基準(欧州は含まない)は、いくつかの条件での最小値を許容応力として適用するように定めている(原子力向けの機器には、別の策定基準を適用している)。

クリープ現象を示す高温域未満での許容引っ張り応力としては、当該鉄鋼材料の引っ張り強さや降伏強さに対して、例えば室温における規定最小降伏強さまたは0.2%耐力*の2/3、あるいは当該温度(使用温度)における降伏強さまたは0.2%耐力の2/3などの中から最小値を採用する。

一方、クリープ現象を示す高温域での許容引っ張り応力は、以下の条件での最小値を主に適用するように定めている。

- ・当該温度(使用温度)で10万時間(10^5 時間)でクリープ破断する際の応力の最小値の80/100
- ・当該温度(使用温度)で10万時間(10^5 時間)でクリープ破断する際の応力の平均値の67/100

なお、10万時間(10^5 時間)は約11.4年である。

この設計指針となる許容応力は、10万時間(10^5 時間)という長時間経過後のクリープ強さで決められている。この結果、長時間後のクリープ強さを高める材料開発が、耐熱鋼の高性能と高

信頼性を向上させるカギとなる。長時間後のクリープ強さを高める材料開発の出発点は、長時間後のクリープ現象の測定・解析となる。

物質・材料研究機構の材料基盤情報ステーションは、旧科学技術庁所管の金属材料技術研究所だった1966年から「クリープデータシート」プロジェクトを

開始し、長時間域までのクリープ破断強さを公的研究機関として計測し続けている。蓄積された膨大な「クリープデータ」は、耐熱金属材料の基礎データとして国際的に高く評価されている(図2、3)。

特に、1ギガ秒(10^9 s = 約31.7年)という途方もない長時間のクリープ試験を実施している点が、国際的に高く評価されている。日本の科学技術面での国際貢献の一つになっている。

高温域での耐熱鋼の組織変化

耐熱鋼などの鉄鋼材料が高温域

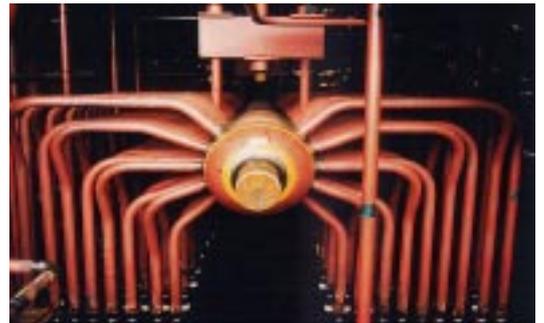


図1 耐熱鋼が構造材料として用いられている火力発電所などの機器。苛酷な高温域で使われるために、耐熱鋼のクリープ現象をどう防ぐかがポイントの一つ(三菱重工業)

($T_M/2$ 以上)に長時間置かれると、構成原子が動き(拡散し)組織変化を起こす。試験材がオーステナイト相*ステンレス鋼のSUS321H(18Cr-10Ni-Ti-Fe、数字は質量%)の場合は、製造したままの組織は析出物がほとんどなく、結晶粒界*しか見えない(図4-a)。

これに対して、クリープ破断した鉄鋼材料の組織を光学顕微鏡で観察すると、温度600 ・ 応力88MPaに置かれた場合は、11万7957時間でクリープ破断した。すなわち、クリープ破断時間 t_R は11万7957時間(13.5年)だった。破断時の内部組織を見ると、結晶粒界

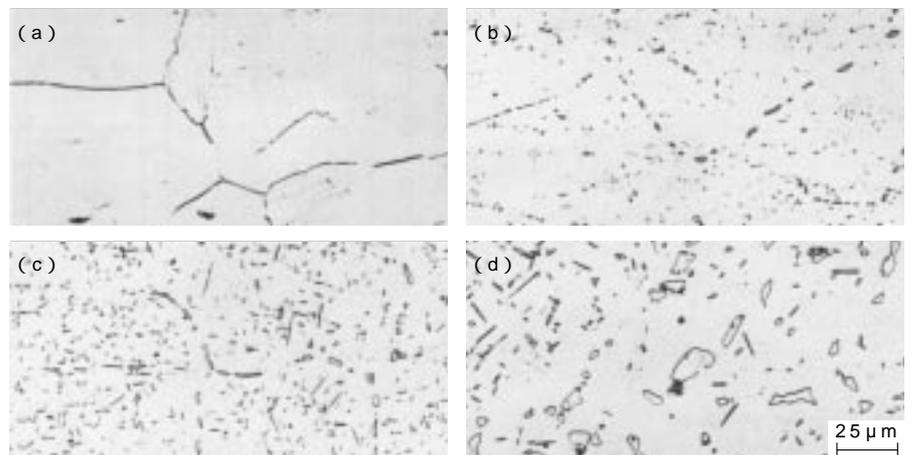


図4 オーステナイト相ステンレス鋼 SUS321H の組織変化。光学顕微鏡で観察すると、(a) 製造時の組織。結晶粒界しか見えない、(b) 温度600 ・ 応力88MPaでのクリープ破断時間 t_R は11万7957時間(13.5年)。結晶粒界に析出物が並んでいる組織で破断、(c) 650 ・ 61MPaでの t_R は12万8354時間(14.7年)。多数の析出物が結晶粒界や結晶内部に析出している、(d) 700 ・ 37MPaでの t_R は14万5970時間(16.7年)。大きな析出物が結晶粒界や結晶内部に析出している

* 結晶粒界：金属は多数の小さな結晶粒が集まってでき上がっている。結晶粒がお互いに集まって材料をつくると、結晶同士の境界ができる。この境界を結晶粒界 (grain boundary) と呼ぶ。

。一般に各結晶粒は構成する原子がきちんと並んだ構造をとっているため、その境界となる結晶粒界は、構成原子の並び方がいくらか乱れることで、周囲と整合性をとっている。

図2 「クリープデータシート集」の一例。1966年から始まったクリープデータシートプロジェクトは膨大なデータ集を作成し続けている



図3 クリープ試験装置。多数のクリープ試験装置が並べられ、長時間にわたって、一定の応力・温度を試験材に加え続ける。長いものは1ギガ秒 (10^9 s = 約31.7年)以上に達している

に析出物が並んでいた (図4-b)、高温域では、構成原子が動いて析出物をつくっていた。650・61MPaに置かれた場合は、 t_R は12万8354時間 (14.7年) だった。内部組織は多数の析出物が結晶粒界や結晶内部に析出していた (図4-c) 700・37MPaに置かれた場合は、 t_R は14万5970時間 (16.7年) だった。内部組織を観察すると、大きな析出物が結晶粒界や結晶内部に析出している (図4-d)

オーステナイト相ステンレス鋼の SUS304H (18Cr-8Ni-Fe、数字は質

量%) を、温度550、600、650、700、750 でクリープ破断した時のそれぞれの内部組織を光学顕微鏡で観察すると、組織は析出物の分布状態がかなり異なるなど、使用温度によって組織が大きく異なっていた (図5)

クリープ内部組織の組織観察結果から、鉄鋼材料を高温域に長時間置くと、組織が大きく変化することが分かる。しかも、その試験材が置かれた温度と応力などの環境によって、同じ鉄鋼材料であっても、組織がかなり異なるこ

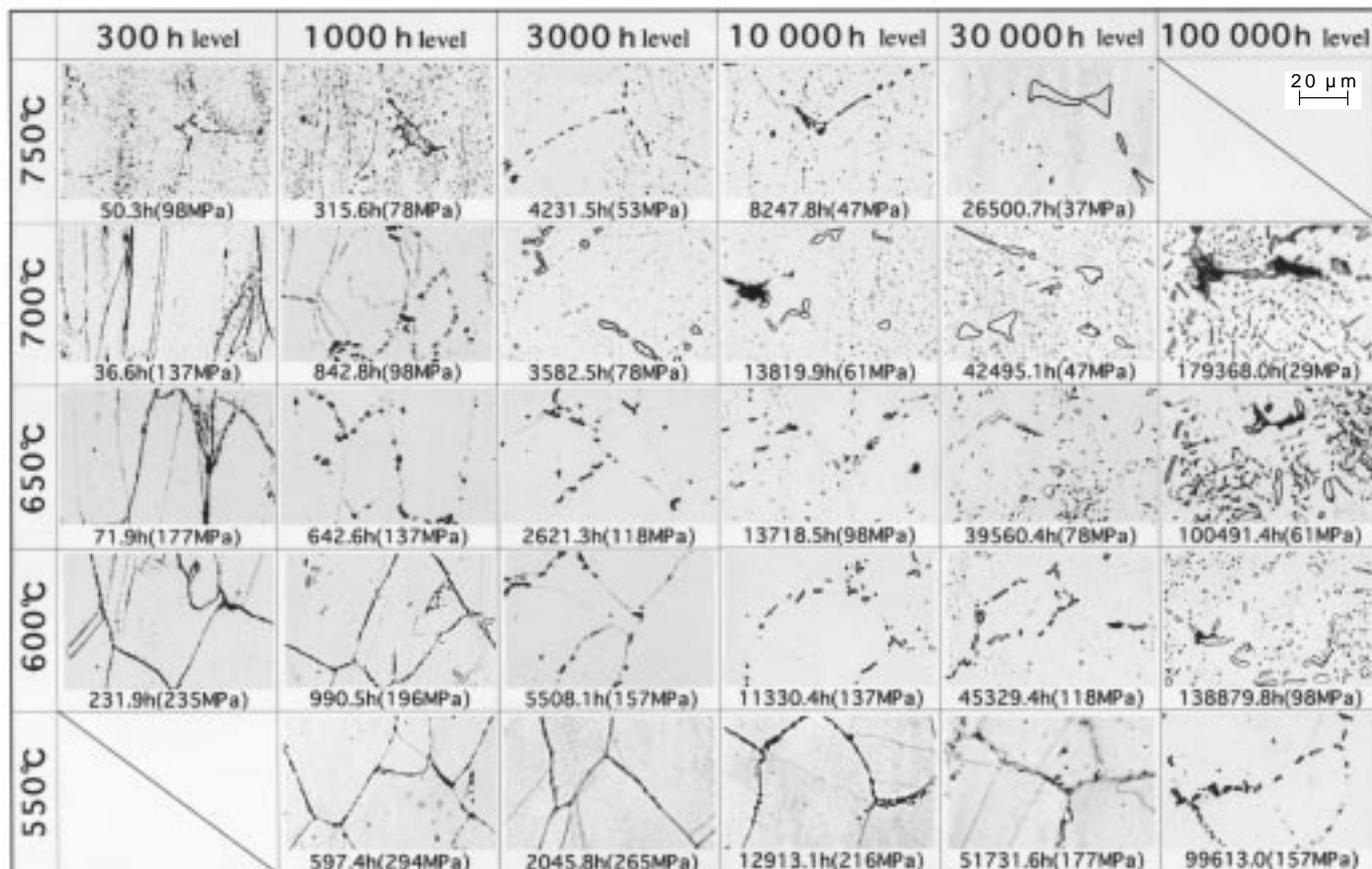


図5 オーステナイト相ステンレス鋼の SUS304H の組織変化。温度550、600、650、700、750 の5種類でのクリープ破断時の内部組織を光学顕微鏡で観察

*フェライト相：鉄の低温から910℃までは、結晶構造が体心立方格子（BCC）の「鉄」となる。この鉄に炭素などが固溶した鋼を「フェライト相」という。

フェライト相は鋼の低温相で、セメントタイトと呼ばれる鉄・炭素化合物（Fe₃C）といろいろな形態の鋼組織をつくる。

安心・安全を目指す 基底クリープ強さ

とが分かる。

鉄鋼材料の引っ張り強さなどの機械的性質は組織によって大きく左右されるため、クリープ強さも長時間置かれる温度と応力などによって大きく左右されることになる。同じ鉄鋼材料でも、クリープ破断時間が時間表示（h）で1桁以上異なる場合も実際に出ている。

鉄鋼材料のクリープ破断試験での組織変化は、クリープ現象を考慮すべき

火力発電所や化学プラントなどの装置に使われている耐熱鋼などの余寿命評価や信頼性評価などを推論する重要なデータである。すなわち、装置の保守・管理に欠かせないデータとなる。このため、材料基盤情報ステーションは、18Cr-8Ni鋼と18Cr-12Ni-Mo鋼の金属組織写真集を発行し配布している。今後もさまざまな鉄鋼材料の金属組織写真集を順次発行していく計画である。

長時間側のクリープ破断時間

鉄鋼材料のクリープ現象は、その置かれる温度と応力などによってクリープ破断時間 t_R が大きく変わる。今度は、その置かれる応力（クリープ破断した応力）とクリープ破断時間の関係を整理してみよう。試験材にボイラー鋼管用炭素鋼のSTB410を用いたクリープ試験データを図6に示す。

クリープ破断した応力とクリープ破断時間の各データをプロットすると、最初はクリープ破断時間がやや短くなるように下向きに下がり、やがて直線状になり長時間側になると今度はクリープ破断時間がやや長くなるようになる。逆向きの「S」字状を引き伸ばしたような形の曲線となる。

400、450、500の3種類の温度でクリープ試験した結果、同じ鉄鋼材料であっても、クリープ強さはかなり異なるとの結果となった。

図6は、鉄鋼材料が同一鋼種の試験材であっても同じクリープ破断応力に対するクリープ破断時間が時間単位（h）で1桁以上異なることを実際に示した好例である。クリープ破断時間のX軸に対するバラつきがあることが示されている。

このバラつきの原因は、同じ鋼種でも製造時の組成が許容範囲内でわずかにバラつくことである（「製造ロット」の違い、鉄鋼材料分野では「ヒート」の違いと呼ばれる）。分析した結果、0.02質量%以下と微量に添加したモリブデン（Mo）の添加量のバラつきが原因であることを突き止めている。

炭素鋼では微量のモリブデン（Mo）

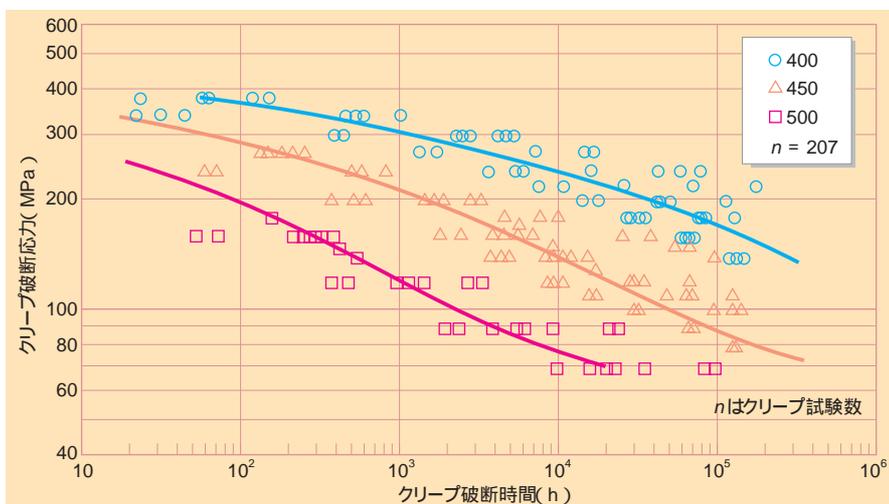


図6 ボイラー鋼管用炭素鋼STB410のクリープ破断試験結果。温度が400、450、500の場合に、クリープ破断した応力とクリープ破断時間の関係。同じ鋼種の試験材でも同一のクリープ破断応力に対してクリープ破断時間のX軸に対するバラつきが1桁以上異なっている

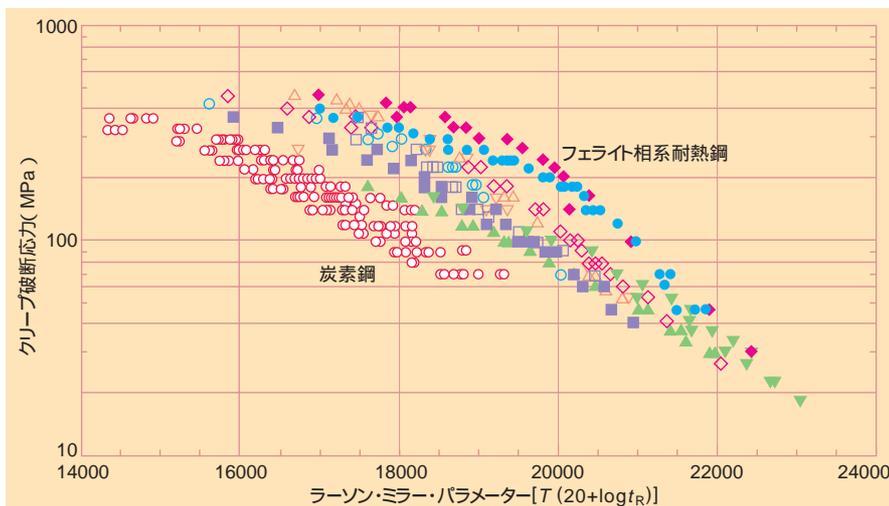


図7 炭素鋼と10鋼種のフェライト相系耐熱鋼のクリープ破断応力をラーソン・ミラー・パラメーターで整理。フェライト相系耐熱鋼は長時間側になると10鋼種すべてが同じクリープ破断応力に収束する

添加や炭素（C）添加が効果があることを見い出している。例えば、ボイラー鋼管用炭素鋼STB410にモリブデンを0.005～0.02質量%添加すると、基底クリープ強さが高くなる。この強化機構は、モリブデンの単純な固溶強化機構では説明できないほど効果が大きく、従来の教科書を書き直す、モリブデン原子と炭素原子の原子対という新しい考え方を提案している。

長時間側のクリープ破断応力

長時間側のクリープ破断応力を分析するために、ラーソン・ミラー・パラメーター（Larson-Miller Parameter）という使用温度の違いを補完し、同じ基準でみることが出来るパラメーターでクリープ破断応力を整理する手法がよく用いられる。

ラーソン・ミラー・パラメーターは

$$T(20 + \log t_R)$$

と表記される。

ここで T は試験材が置かれる絶対温度（K）を示し、 t_R は時間表示（h）のクリープ破断時間である。

1鋼種の炭素鋼と10鋼種のフェライト相系耐熱鋼のクリープ破断応力をラーソン・ミラー・パラメーターで整理すると、炭素鋼はフェライト相系耐熱鋼に比べてクリープ破断応力が小さい（図7）。フェライト相系耐熱鋼は短時間側では鋼種によってクリープ破断応力が大きく異なる。これに対して、長時間側になると10鋼種すべてが同じクリープ破断応力に収束していくことが明らかになった。

クリープ破断応力（つまりクリープ強さ）が長時間側では同じ値に収束す

る機構を考えるには、クリープ強さなどの機械的性質が組織によって大きく左右されるという根本まで立ち返って考える必要がある。

基底クリープ強さを提案

鉄鋼材料は、固溶強化や析出強化、加工硬化などのさまざまな強化機構を駆使し、機械的性質を向上させている。鉄鋼材料を高温域に長時間置くと、“母相”と呼ばれる“基盤組織”に分散している析出物は大きくなった方が自由エネルギーが小さくなり安定するので、析出物はどんどん大きくなる。析出強化の効果は微細な析出粒子が均一に分散していると大きいので、析出物が粗大になると、析出強化の効果が小さくなってしまふ。

同様に、結晶欠陥である転位が構成

原子の拡散によって“修復”され消滅していく。この結果、転位の絡みなどによる加工硬化の効果も消滅する。

結果的に固溶強化の効果だけが残る。鉄鋼材料を高温域に長時間置くと、“母相”の強さだけで機械的性質が決まるようになる。母相の本質的性質が最後に発揮されることになる。長時間後の母相の本質的な性質によるクリープ強さを「基底クリープ強さ」と名付けた。

この概念図を図8に示す。短時間側では、鉄鋼材料に加えられた析出強化や加工硬化の強化機構が働いているが、長時間域では構成原子の拡散などによって組織が大きく変化し、析出強化や加工硬化の強化機構が消え、母相本来の本質的な性質でクリープ強さが決まる。この結果、フェライト相系耐熱鋼は10鋼種がすべて同じ基底クリープ強

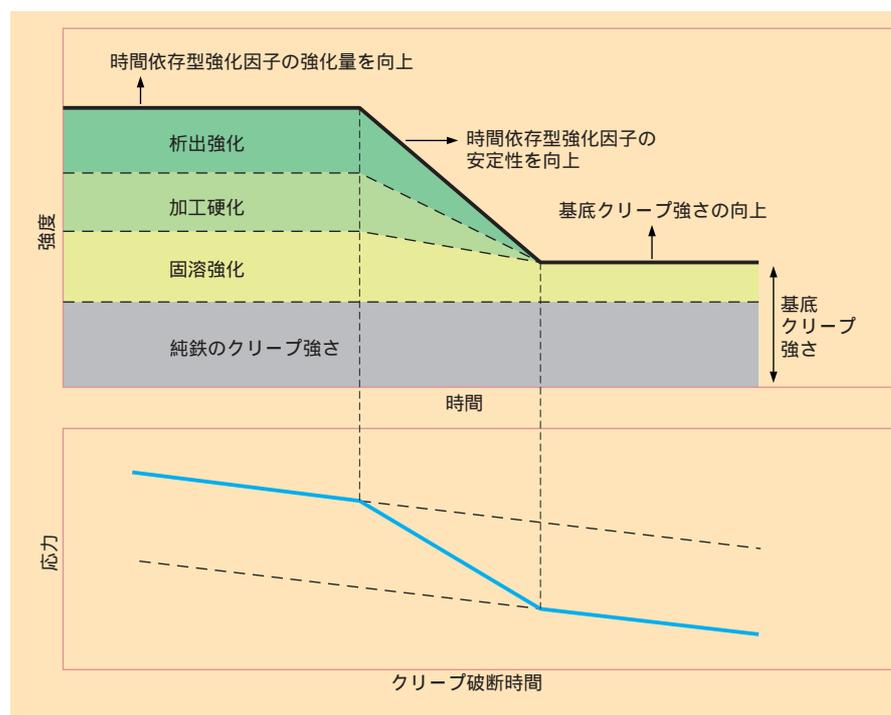


図8 基底クリープ強さの概念図。高温域に長時間置くと、鉄鋼材料に加えられた析出強化や加工硬化の効果が消滅し、母相本来の本質的な性質でクリープ強さが決まる。この結果、同じ鋼種は同じ基底クリープ強さに収束する

さに収束する。すなわち、フェライト相系耐熱鋼では鋼種の違いを超えてクリープ破断応力（つまりクリープ強さ）が長時間側では同じ値に収束する。

この理由は、フェライト相系耐熱鋼は10鋼種すべてが同じ固溶強化の効果を持っていることが原因である。

基底クリープ強さ向上策を探索

長時間側のクリープ現象の機構を解明した動機は、長時間側でのクリープ強さを改善する向上策を見出すためだった。

長時間側でのクリープ強さを向上させる考え方は、以下の二つである。

(1) 時間依存型強化因子の安定性向上

鉄鋼材料に対する析出強化や加工硬化などの高温安定性を実現し、強化機

構の高温安定性を向上させ、クリープ強さの低下を小さくするもの。

鋼種によってはナノスケールの微細な窒化物による強化やボロン添加なども、時間依存型強化因子の安定性の向上に効果があることを実験で確認済みである。

(2) 基底クリープ強さの強化、すなわち非時間依存型強化

高温に長時間置いても固溶強化は効果を失わないことから、固溶強化による基底クリープ強さの向上を図るもの。

基底クリープ強さの向上策として、「フルアニール強化」と名付けた焼き鈍（なま）し熱処理による基底クリープ強さの向上策も提案している。従来の耐熱鋼は焼き戻しマルテンサイト組織として利用しており、転位密度が高いた

めに、高温域に長時間置いてある程度組織が変化し回復が進むと、それまでは動けなかった転位が動き出し、クリープ現象を加速してしまう。

これに対して、十分に焼き戻して転位密度を小さくしてしまうと、クリープ現象を引き起こす転位がほとんどなくなり、クリープ現象を加速しない。この結果、クリープ強さが向上する。基底クリープの概念という本質的な機構が明確になると、その向上策を打ち出せる実例である。

フルアニール強化にナノスケールの析出強化を組み合わせるなどの新しいクリープ強さ向上策が提案されるなど、基底クリープ強さの概念は新しい考え方をいくつも誕生させる効果を上げている。

長時間域のクリープ強さが予測値より低下する現象

物質・材料研究機構の材料基盤情報ステーションは、クリープ破断する応力とクリープ破断時間の関係などを記載した

「クリープデータシート」を作成している中で、短時間域からのクリープ強さの予測値よりも、長時間域ではクリープ強

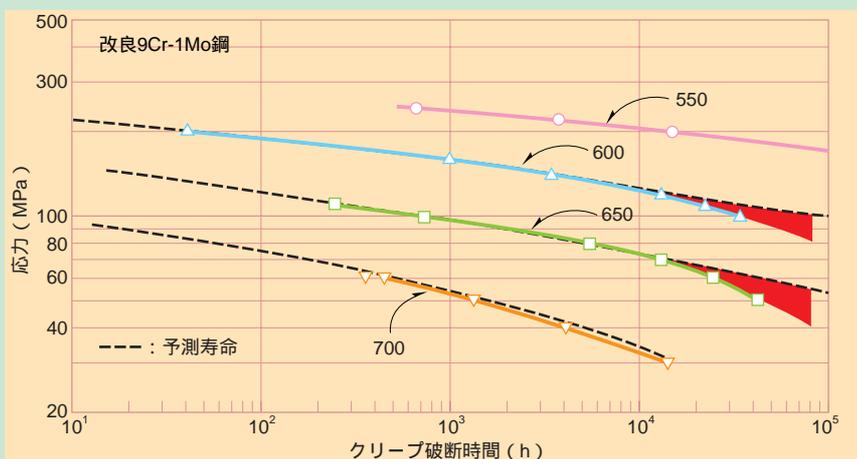


図 B 改良9Cr-1Mo鋼のクリープ破断する応力とクリープ破断時間の関係。10⁴時間より長時間域に入るとクリープ破断応力が短時間域からの予想外挿線より低くなる

さの低下が大きいことを見出した。例えば、火力発電所で多く使われている改良クロム・モリブデン鋼の9Cr-1Mo鋼は、10⁴時間より長時間域に入るとクリープ破断応力が短時間域からの外挿線より低くなる。予想以上にクリープ強さが低下してしまうことを意味する。

この現象の正体は、長時間域での組織変化が結晶粒界付近で不均一に起こることだった。結晶粒界付近だけがどんどん回復してしまい、粒界付近の機械的性質が低下してしまうため、結果として全体のクリープ強さが劣化してしまうのが原因だった。このため、結晶粒界付近が弱い組織をつくらない対策が必要になってきた。こうした結晶粒界付近の不均一な組織変化も、これまでの教科書には書かれていない新しい知見である。

独立行政法人の物質・材料研究機構とは

「超鉄鋼材料」研究開発プロジェクトを推進している独立行政法人の物質・材料研究機構(NIMS)は、平成13年度(2001年度)に独立行政法人として発足しました。当時、文部科学省の所管の金属材料技術研究所と無機材料研究所を統合した研究機関として誕生し、21世紀の物質・材料の科学技術に対する研究開発を先導する、世界中核的研究拠点として研究開発を進めています。

独立行政法人のNIMSは、文部科学省が策定した研究開発目標に対して、自らが策定した中期計画に沿って、効率的かつ自立的な研究開発を進めています。世界中核的研究拠点として、オープンな体制で研究開発を推進し、産学官(官=独立行政法人)連携のために共同研究や研究者同士の交流を積極的に進めています。また、技術移転を進め、ベンチャー企業の創設、物質・材料分野の情報収集・発信を実行しています。



超鉄鋼研究センター

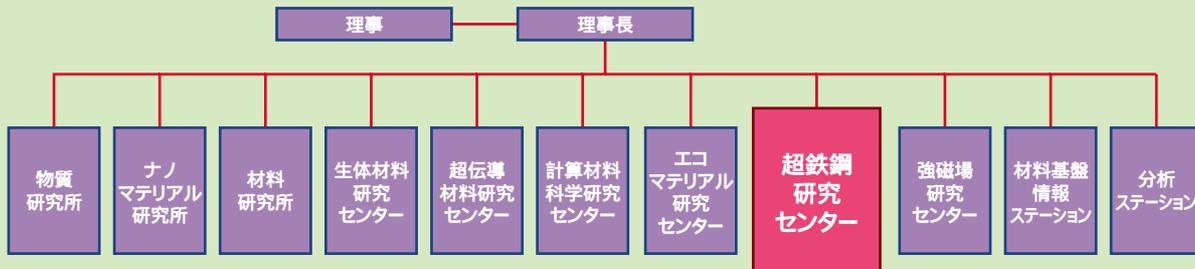
独立行政法人の物質・材料研究機構(NIMS)の1組織である超鉄鋼研究センターは、グローバルな視点からは地球環境問題を解決する鉄鋼材料を、東アジアの視点からは高耐震性と高耐食性を根本的に解決する基盤研究開発をそれぞれ目標にしています。基盤研究開発は、材料設計・開発から構造体の開発、商品化までの一連の技術開発を戦略的に推進しています。

本センターは、センター長・副センター長の下に、冶金グループ、金相グループ、耐熱グループ、耐食グループ、溶接グループの5つのグループで構成され、挑戦的な研究開発テーマに対してグループ間を有機的につないで戦略的に進めています。さらに、材料基盤情報ステーションなどとも連携し、成果を上げています。

研究開発の指針は、国際的な視野に立った研究戦略と連携戦略を基本に、「使われてこそ材料」の視点から、鉄鋼材料のエンドユーザーである製品設計者と連携を強化し、新しいモノづくりに挑戦しています。人材育成に対しても、国際的な視野の下に、鉄鋼材料の研究開発を担う次世代の人材を育てる戦略を立て、実践しています。

研究開発成果の速やかな実用化を図るために、超鉄鋼研究センターは企業などへのリエゾン機能として「商品化研究室」を設置し、NIMSの技術展開室との密接な連携の下に、企業との共同研究や技術移転を積極的に進めています。

物質・材料研究機構 組織図



小冊子「近未来の鉄鋼材料を知る」no.4

2003年9月20日発行

企画・編集：物質・材料研究機構 超鉄鋼研究センター
日経BPクリエイティブ企画制作本部(丸山正明)

デザイン・制作：日経BPクリエイティブ
制作管理本部(水谷靖男)
桒淵 勉

印刷：大日本印刷
発行：独立行政法人 物質・材料研究機構



 独立行政法人 物質・材料研究機構

〒305-0047茨城県つくば市千現1-2-1
URL : www.nims.go.jp

新世紀構造材料（超鉄鋼）
URL : www.nims.go.jp/stx-21/jp/index.html