

学位論文の要旨

氏名	山下 勇人
学位論文題目	水素昇温脱離分析法を用いた耐熱金属材料の余寿命診断技術の開発

本論文は、水素放出特性変化に基づいた耐熱材料の新しい余寿命診断技術の開発を行うため、高Crフェライト系耐熱鋼の母材および溶接継手、フェライト系耐熱ステンレス鋼、Ni基合金のクリープ試験片に対して水素昇温脱離分析を行い、水素放出特性変化に基づいたクリープ損傷の検出・評価の可能性について検討した結果に加え、水素の損傷検出機構を明らかにするために行った理論的調査についてまとめたものである。本論文は8章で構成され、その概要を以下に記す。

第1章は序論であり、高温機器の余寿命評価の必要性および現状についてまとめている。

第2章は先進耐熱材料のクリープ余寿命評価技術の必要性および最新のクリープ損傷非破壊評価法について述べるとともに、水素をトレーサーとして用いた損傷評価の可能性についてまとめている。

第3章では、高Crフェライト系耐熱鋼Gr.91鋼の母材のクリープに伴う水素放出特性の変化、さらには、それらに及ぼすクリープ試験条件の影響をより系統的に調査した。その結果、水素放出量はクリープ損傷度の増加とともに増え、その増加は応力が低下するほど顕著となることを明らかにした。このような水素放出特性の変化はクリープによる欠陥（キャビティなど）の生成・成長挙動を反映しており、キャビティ成長則に基づき新たに導出したパラメータを用いると、クリープ試験条件に依らず、水素放出量を良好に整理することができた。両者の関係を用いて余寿命評価を行ったところ、低応力のデータはFactor of 1.2の精度で予測可能であり、水素をトレーサーに用いた新しいクリープ余寿命評価法の可能性を提案した。

第4章では、高Crフェライト系耐熱鋼溶接継手におけるクリープ損傷（Type IV損傷）評価への水素昇温脱離分析法の適用性を検討するため、損傷度の異なるGr.122鋼溶接継手のクリープ中断材の水素放出曲線を測定し、寿命消費に伴う水素放出特性の変化を調査した。また、同一中断材より得られたSPクリープ試験の結果と比較した。その結果、寿命比の増加とともに熱影響部の水素放出量が増し、特にクリープ損傷（キャビティ）が優先的に発生していた外表面近傍でより顕著であった。加熱時効のみでは水素放出量は変化し

なかったことから、水素放出特性の変化はマイクロ組織変化ではなく上述の損傷（欠陥）を捉えているものと思われた。また、SPクリープ試験による破壊試験結果と水素放出量の間にも良好な相関が認められ、水素放出特性変化に基づいた溶接継手部のクリープ損傷評価の可能性が示唆された。

第5章では、フェライト系耐熱ステンレス鋼18Cr-2.5Si鋼のクリープと加熱時効に伴う水素放出特性の変化を調査した。その結果、クリープのみならず加熱時効によっても大きく変化し、同特性にはマイクロ組織変化の影響も反映されることが明らかとなった。また、計測された水素放出曲線を水素トラップサイトごとに分離し、損傷（欠陥）に関与している水素のみの抽出を試みたところ、クリープ材の水素放出特性に及ぼす σ 相、NbC、転位、損傷の影響を分離抽出することができ、損傷のみから放出される水素量を抽出し、キャビティ成長則から導出したパラメータで整理したところ、良好に整理できた。両者の関係式から余寿命評価を行ったところ、多くのデータがFactor of 1.2の精度で予測可能であり、水素放出特性変化に基づいたクリープ余寿命評価の可能性が示唆された。

第6章では、Ni基合金のAlloy617およびFe-Ni基合金のHR6Wのクリープに伴う水素放出特性の変化を調査した。その結果、クリープに伴う水素放出特性変化はほとんど見られないことが明らかとなった。その原因として、FCC構造を有するこれらの鋼種は、トラップサイトと水素の結合エネルギーよりも、格子中の水素拡散のエネルギーのほうが大きいいため、試料外部への水素放出はトラップサイトからの熱解離よりも拡散に律速され、トラップサイトの性状変化を反映しにくいことが考えられた。

第7章では、水素による損傷検出機構の解明のために、第一原理計算を用いて鉄中のキャビティおよび空孔クラスターに対する水素の安定構造を調べた。加えて、クリープ損傷も考慮に入れた新しい水素放出シミュレーションに関する基礎的検討を行った。その結果、鉄において空孔27個以上集まると空孔クラスター内で水素ガスが存在し、キャビティ表面(100)面の4Fサイトが100%、2Fサイトが約8%被覆された後、キャビティ内で水素がガスとして析出することが明らかとなった。また、現時点では実験結果を良好に再現できないものの、定性的ではあるにせよ、損傷に伴う水素放出曲線の変化をシミュレートできる計算モデルを作成した。

第8章では、本研究の結論を総括した。

Summary of Doctoral Dissertation

Title of Doctoral Dissertation:

Development of Remaining-Life Assessment Technique for Heat Resistant Materials
Using Hydrogen Thermal Desorption Analysis

Name: Yamashita Hayato

The objective of the thesis is to develop a remaining life assessment technique for heat resistant materials using hydrogen thermal desorption analysis for heat resistant materials. The possibility of using hydrogen as a tracer for detecting creep damage has been assessed. Extensive investigations the change in hydrogen desorption characteristic due to creep in various heat resistant materials which include high Cr ferritic steel base metal and its welded joint, heat resistant ferritic stainless steel and Ni alloys has been carried out by thermal desorption analysis. Theoretical study was also conducted to investigate the mechanism of damage detection by means of hydrogen. The thesis comprises of 8 chapters, The contents of each chapter are outline below.

Chapter 1 highlights the importance and actual condition of remaining life assessment of high temperature components.

Chapter 2 describes the importance of remaining life assessment of advanced heat resistant material and the latest nondestructive evaluation methods of creep damage. In addition, the possibility of using hydrogen as a tracer for detecting the damage is discussed.

Chapter 3 discusses the results of the change in hydrogen desorption characteristic due to creep of high Cr ferritic steel (Gr.91) base metal. The influence of creep test conditions on the hydrogen desorption characteristic was systematically investigated. The experimental results revealed that the amount of desorbed hydrogen increased with consuming creep life; the trend of increase was significant at low stress levels. There is a strong likelihood that this change is attributed to the formation of defects such as void initiation and its growth and/or coalescence rather than the microstructural changes. The amount of desorbed hydrogen could be arranged without depending on creep test condition by a parameter based on cavity growth law. After remaining life evaluation by the relationship between this parameter and the amount of desorbed hydrogen, the predictive precision for low stress data was a factor of 1.2. As a consequence, this method of using hydrogen as tracer was expected to be a strong tool for detecting creep damage accumulated in the high Cr ferritic steel.

Chapter 4 discusses the applicability of hydrogen thermal desorption analysis technique to detect Type IV damage in high ferritic steel welded joint. The results of investigation of change in hydrogen desorption characteristic of the high Cr ferritic steel (Gr.122) welded joint due to creep was discussed. The SP creep test results (rupture time) were compared with the results (amount of hydrogen desorbed) obtained from hydrogen desorption analysis. The amount of desorbed hydrogen of heat affected zone of Gr.122 welded

joints significantly increased with increasing life fraction. This increase was more pronounced just below the outer surface. The change in hydrogen desorption characteristic seemed to be caused by the damage (defect) rather than the microstructural changes, because the mere thermal aging had almost no influence on the characteristic. A unique correlation between the amount of desorbed hydrogen and the creep rupture time determined by the SP creep test was evaluated. The chapter highlight the use of hydrogen thermal desorption analysis as a strong tool for detecting the Type IV creep damage in high Cr ferritic steel welded joint.

In Chapter 5, the change in hydrogen desorption characteristic of the ferritic heat resistant stainless steel (18Cr-2.5Si steel) due to creep and thermal aging was investigated. The experimental results revealed that the change in hydrogen desorption characteristic reflected not only the damage but also the microstructural changes. So, it was tried to separate the effects of defects and microstructural changes. The hydrogen evolution curve was separated to the influence of NbC, dislocation, geometric damage. The amount of desorbed hydrogen from geometric damage was arranged by parameter derived from creep cavity growth law. As a result, by using the parameter with the factor of 1.2 many data could be predicted. Thus, this method of using hydrogen as tracer was expected to be strong tool for detecting creep damage accumulated in the ferritic heat resistant stainless steels.

In Chapter 6, the change in hydrogen desorption characteristic of the Ni alloy (Alloy617) and Fe-Ni alloy (HR6W) due to creep was investigated. The change in hydrogen desorption characteristic with creep was not observed. These alloys were FCC crystal structure. In this structure, the diffusion energy of the hydrogen is larger than binding energy between trap site and hydrogen. So, it was thought that the change of trap site property was not reflected because of desorption hydrogen was determined diffusion than thermal detrapping.

In Chapter 7, for elucidation of the creep damage detection mechanism by hydrogen, the most stable structure of hydrogen in a cavity and vacancy cluster of the pure iron has been investigated by first principle calculations. In addition, the simulation technique for studying the effect of creep cavity on hydrogen desorption curves has been developed. The results revealed that the hydrogen gas existed in a vacancy cluster consisting of more than 27 vacancies in the iron. After 100% of 4F sites and about 8% of 2F sites of the cavity surface (100) were covered, hydrogen gas was found to be precipitated in the cavity. However, the experimental results could not be simulated quantitatively, the calculation model was developed to qualitatively simulate the change of hydrogen evolution curve with the progress of damage.

Chapter 8 presents the conclusions of the study.