

先端研究基盤共用促進事業（先端研究設備プラットフォームプログラム）

顕微イメージングソリューションプラットフォーム

利用報告書

報告日 2024/4/1

北海道大学創成研究機構長 殿

下記の通り利用結果を報告します。

●利用課題名

9Cr 耐熱鋼の磁区イメージング

●申請者情報

機関名：岩手大学

部署名：理工学部 物理・材料理工学科

代表者：鎌田康寛 教授

●利用期間

2023/4/4 ~ 2024/3/31

●利用装置

ホログラフィー電子顕微鏡（東北大学多元研）時間利用

●利用分野

ナノテクノロジー・物質・材料 安心・安全

●利用目的

近年、火力発電プラントでは、CO₂排出削減に向けた、高温高压条件での運転の高効率化が求められている。そのような環境下で長期利用すると、熱と応力の複合効果により耐熱材料の劣化が進む。プラントの安全運転のためにはそれらの劣化評価が不可欠であるが、従来行われているレプリカ法や硬さ計測では、構造物の表面の劣化評価にとどまり、内部の評価が行えない問題がある。それに対して、申請者は、原理的に内部も非破壊に評価できる、電磁計測を用いた評価法を提案し研究を進めている。これまで 9Cr 耐熱鋼の系統的なクリープ損傷材を用意し、マクロスケールでの磁気ヒステリシス計測により得た磁気特性値と寿命消費率の対応関係を調べてきた。その変化機構は微細組織と磁壁の相互作用に起因すると考えられ、対応関係のメカニズム解明に向け、磁場印加下でのミクロスケールでの磁区・磁壁観察が必要である。磁場印加ホルダーを有する東北大学多元研の特殊電子顕微鏡は、磁場印加下での磁区観察が可能であることから、目的が達成できる。

●利用結果

ASME Gr. 91 (9Cr1Mo) の丸棒試験材に対して、試験時間を変えてクリープ試験を実施した。各試験材のグリッパ部（熱のみの影響）とゲージ部（熱＋応力の影響）から、試料を切り出し、磁気ヒステリシス計測を行った。その結果、グリッパ部では変化が見られないのに対し、ゲージ部で磁化曲線の

幅が広がり、保磁力が増大した。さらに、SEM 観察より、析出物の形成・粗大化を確認した。ゲージ部から FIB 加工で薄片試料を切り出し、より詳しい組織と磁区の観察を実施した。図 1 に (a) STEM 像、(b) IPF-X マップおよび (c) EDS-Cr マップと、対応する領域の (d) - (f) 磁場印加ローレンツ電子顕微鏡像を示す。(b) のバリエーション解析から K-S の方位関係を有するマルテンサイト組織であること、(c) で Cr 炭化物が形成していることを確認した。さらに、(d) - (f) より磁壁が Cr 炭化物に強くピン止めされていることが初めて明らかとなった。本実験より、Gr. 91 のクリープ損傷過程で観察された保磁力の増加が、磁壁移動を妨害する析出物の成長と関係することを直接的に示すことができた。9Cr 耐熱鋼のクリープ損傷過程での組織変化に、磁気ヒステリシス特性が敏感であることがわかり、非破壊検査への応用に向けて必要となる知見を得ることができた。

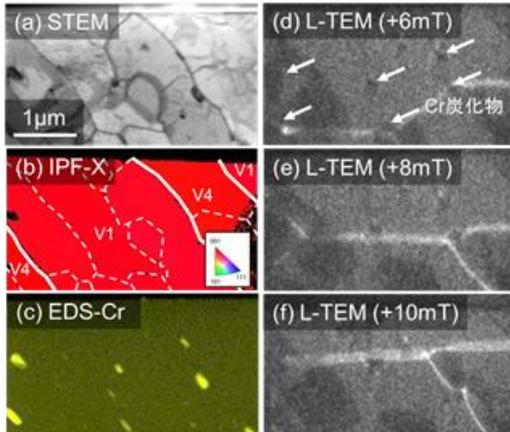


図 1 クリープ損傷を受けた 9Cr 耐熱鋼の組織と磁場印加による磁区および磁壁移動の観察結果。磁場印加の過程で、Cr 炭化物 ((d) の矢印) において磁壁がピン止めされている様子を直接観察した。

●成果公開について

本利用報告書を 2024 年 4 月に公開する

・ 確定している成果公開

(1) 日本金属学会 2023 年秋期講演大会(第 173 回), ポスター発表, 2023.9.19, P263, 富山大

クリープ損傷した ASME Gr.91 耐熱鋼の磁区観察

久慈聖太, 國枝暁人, 清水一行, 鎌田康寛, 赤瀬善太郎, 石井範幸, 長谷川泰士

(2) 日本鉄鋼協会 2024 年第 187 回春季講演大会学生ポスターセッション, 2024.3.14, PS-50, 東京理科大

ASME Gr.91 耐熱鋼溶接継手の磁気ヒステリシス特性のクリープ寿命率依存性

佐藤春歌, 鎌田康寛

-
- 受付番号 : C23P0005 (東北大)
 - 受理日 : 2024 年 4 月 2 日
 - 受付担当者 : 阿部