

## 論 文

UDC 669.14.018.44-194.56 : 621.785.371 : 620.172.251.2 : 539.434

オーステナイト耐熱鋼平滑材のクリープ破断  
特性への粒内および粒界強度の影響\*

山 本 優\*\*・宮 川 大 海\*\*\*

小 林 光 征\*\*\*\*・藤 代 大\*\*\*\*\*

Effects of Grain- and Grain Boundary-Strengths on the Creep  
Rupture Properties of an Austenitic Heat Resisting SteelMasaru YAMAMOTO, Ohmi MIYAGAWA,  
Mitsuyuki KOBAYASHI, and Dai FUJISHIRO

## Synopsis:

This study was carried out to clarify the contribution of the grain- and the grain boundary-strengths to the creep rupture properties in a 20-11 P austenitic heat resisting steel (0.3C-0.2P-20Cr-11Ni-2Mo) having a wide variation in hardness and the configuration of grain boundaries.

The rupture life under a stress increased with the increase in hardness until it reached the maximum value at some critical hardness, but further increases in hardness led to the drop of the rupture life in spite of decrease in minimum creep rate. From the analysis of fracture behavior, it was clarified that the transition of fracture mode from ductile to brittle with increasing hardness is responsible for this variation on the rupture life. When the grain boundaries were strengthened by serration, the critical hardness shifted to higher values and the remarkable increase in the rupture life was obtained as a result of preventing the formation and the growth of cracks and cavities along grain boundaries.

This result suggests that in order to improve the rupture strength, the hardness, i.e. the strength of grains, must be increased in keeping a balance with the strength of grain boundaries depending on their configuration.

## 1. 緒 言

オーステナイト耐熱鋼のクリープ破断強度は従来より析出炭、窒化物の分散状態や形態と関連づけて調べられてきた<sup>1)</sup>。そして析出硬化をより有効に利用して結晶粒の変形抵抗、すなわち粒内強度を向上することによりクリープ破断強度の改善がはかられてきた。

一方、0.3C-18Cr-12Ni 鋼<sup>2)</sup>や HK40 などの高 C オーステナイト耐熱鋼<sup>3)-5)</sup>や Ni 基超耐熱合金<sup>6)7)</sup>などでは粒界に粗大な炭化物を形成すると粒界が不規則にジグザグ状に曲がり、直線状粒界を持つ場合よりもクリープ破断強度が著しく増大することが知られた。このような粗大炭化物をもつジグザグ状粒界では直線状粒界とくら

べ粒界 3 重点での応力集中が小さくなること<sup>2)7)</sup>や、炭化物と母相界面は粒界よりも整合性が増して破壊時の表面エネルギーが増大すること<sup>2)3)</sup>によつて楔型ならびに空泡型の粒界き裂の発生と成長が抑制されることが明らかとなつた。したがつて粗大炭化物をもつジグザグ状粒界の効果は粒界破壊に対する粒界強度の向上によるもので粒内の強化と同様に重要な強化手段である。

そこで著者らは単純な冷却法により粒内と粒界の強化を組み合わせる方法として、溶体化加熱後直ちに高温度域を徐冷して粒界に粗大な炭化物を形成した後急冷して時効硬化性の低下を防止する 2 段冷却法を提案し、これを高 C 含 P オーステナイト耐熱鋼<sup>5)</sup>や Ni 基超耐熱合金<sup>8)</sup>に適用して、両者の強化を効果的に組み合わせることに

\* 昭和 48 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 51 年 9 月 3 日受付 (Received Sept. 3, 1976)

\*\* 東京都立大学工学部 (Faculty of Technology, Tokyo Metropolitan University, 2-1-1 Fukazawa Setagaya-ku Tokyo 158)

\*\*\* 東京都立大学工学部 工博 (Faculty of Technology, Tokyo Metropolitan University)

\*\*\*\* 信州大学工学部 工博 (Faculty of Technology, Shinshu University)

\*\*\*\*\* 日鍛バルブ(株) (Nittan Valve Co., Ltd.)

Table 1. Chemical compositions of steel (wt %).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	B	Cu
0.31	0.37	0.96	0.20	0.016	10.51	19.55	1.98	0.005	0.07

よりクリープ破断強度を著しく改善することができた。

このようにクリープ破断強度に対しては粒内と粒界の強度はともに重要な因子であるが、従来の研究では粒内あるいは粒界のいずれかの強化にのみ着目しており、これら両者の影響を系統的に調べた研究はほとんどない。しかしながら種々の異なつた耐力や延性を持つ材料に対して粒内と粒界のいずれの強化がクリープ破断強度の改善においてより効果的であるかを明らかにすることは耐熱材料を開発、改良する上で重要であると考えられる。

このような観点から、本研究では高C-含Pオーステナイト耐熱鋼を用いて熱処理により粒内と粒界の強度を広範囲に変えてクリープ破断特性への両強度の寄与を検討し、クリープ変形および破断機構への影響を考察した。

## 2. 供試材と実験方法

本研究では粒内と粒界の強度を広範囲に変える必要があるため、供試材には粒界に粗大炭化物を豊富に形成し、しかも大きな時効硬化の得られる鋼として Table 1 に化学成分を示すような高C-含Pオーステナイト耐熱鋼の 20-11P 鋼を用いた。

溶体化温度は 1200°C, 1150°C, 1100°C として平均粒径を約 200 μ, 60 μ, 25 μ と変えた。本実験では粒界炭化物の量と粒界形状を変えるために溶体化加熱後の冷却法として水冷, 空冷, 炉冷を用いた。それぞれの平均冷却速度は水冷で約 1000°C/s, 空冷と炉冷は 1100~700°C の間でそれぞれ約 20°C/s と約 10°C/min であつた。これらの冷却法のほかに炉冷と同様の豊富な粗大粒界炭化物と高い時効硬度を同時に得る冷却法として溶体化加熱後 900°C まで炉冷し、そこから空冷する 2 段冷却法 (F.A.) も併せて用いた。

各冷却材は粒内強度を変えるため 600~900°C で十分に前時効されてから 700°C でクリープ破断試験された。クリープ破断試験片形状は平行部直径 5.5 mm, 長さ 30 mm である。炭化物の分布は抽出レプリカ法で調べた。

クリープ破断部の観察は中心軸を含む引張軸と平行な断面で行ない、き裂は王水グリセリン溶液で軽く腐食した後測定し、走査電顕による破面観察も行なつた。

## 3. 実験結果

### 3.1 粒界形状と硬度への冷却法の影響

Photo. 1 には 1200°C 溶体化の各冷却材を 750°C で 6 h 時効した組織を示す。e と f は 10%HF+15%HCl+30%HNO<sub>3</sub> 水溶液<sup>9)</sup> でマトリクスのみを溶かして粒界炭化物の形態を走査電顕で観察した例である。これらを見ると、a と e の水冷材の粒界には時効中に析出した粒状炭化物が直線状に並んでいるが、冷却速度が遅くなるにつれて粒界炭化物は粗大に成長し、このため空冷材 b では細かなジグザグ状に、炉冷材 c と 2 段冷却材 a, f ではすべての粒界が著しくジグザグ状に曲がる。粗大粒界炭化物は f のようにデンドライト状に母相とある方位関係をもつて成長しており、界面の整合性はよいと考えられる。溶体化温度が低くなると粒界炭化物の量はやや減少するが、冷却法による粒界形状の相違は Photo. 1 とほぼ同様である。

つぎに硬度は 600~900°C の前時効により各冷却材で Hv 200~400 の広範囲にわたり変えた。このときの炭化物密度  $n$  を抽出レプリカにより測定し、時効による硬度増分  $\Delta Hv$  (時効硬度-水冷時の硬度) との関係を求めると Fig. 1 のように各冷却材とも  $\Delta Hv = 30n^{0.37}$  の同一直線で整理される。時効硬度 Hv は析出硬化量を表わす  $\Delta Hv$  と固溶強化を含んだ格子の強さ  $Hv_0$  との和と考えてよいから、時効硬度は Fig. 1 と同様に炭化物の分散とよく対応しており、粒界炭化物や粒界形状にはほとんど影響されない。また Fig. 2 には 20-11P 鋼と同様に M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> 型炭化物を析出するオーステナイト耐熱鋼の 21-12N, NMC457 鋼の室温における 0.2% 耐力  $\sigma_y$ , 引張強さ  $\sigma_{UTS}$  と硬度の関係を示したが、いずれも硬度とは次式のような直線関係が得られる。

$$\sigma_y = 0.25(Hv - 50) \dots\dots\dots (1)$$

$$\sigma_{UTS} = 0.25(Hv + 100) \dots\dots\dots (2)$$

このように耐力と引張強さは硬度と直線関係にあり、しかもいずれも析出物分散度と対応している。したがって粒内強度 (変形抵抗) はいずれの因子でも表示できるので、この実験では硬度で粒内強度を表わすことにする。

### 3.2 クリープ破断強度への冷却法の影響

1200~1100°C で溶体化処理後、750°C でそれぞれ 6 h, 15 h, 50 h の前時効を施した各冷却材の 700°C でのクリープ破断強度と試験前の硬度を Fig. 3 に示す。各冷却材の硬度は溶体化温度が上昇するにつれて増大するが、いずれの溶体化温度でも空冷材が最も高く、つい

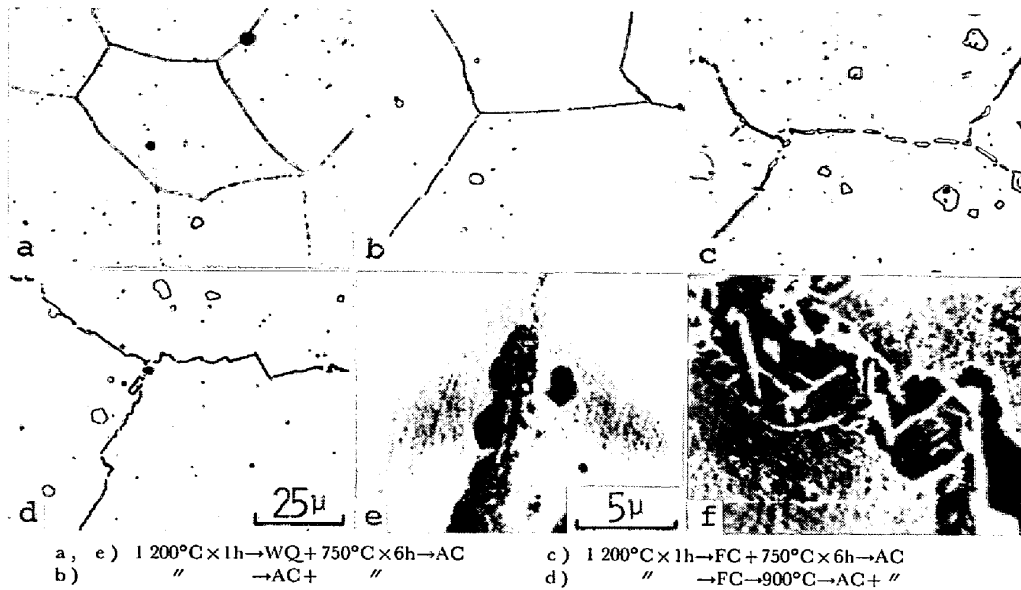


Photo. 1. Change in the configuration of grain boundaries with cooling procedures after solution heating at 1200°C followed by aging at 750°C for 6h. e and f show the morphology of grain boundary carbides by scanning electron microscope.

で水冷ないし2段冷却材の順で、炉冷材は最も低い。これに対し破断強度は100hと1000hでは同様の傾向を示し、1100°C溶体化の場合硬度の順位とほぼ等しくここでは粒界強化の効果はあまりみられない。しかし溶体化温度が上昇すると水冷材と空冷材の破断強度は1150°Cで最大となり、1200°Cでは硬度が増すにもかかわらず空冷材ではわずかに、水冷材では著しく低下する。一方2段冷却材と炉冷材の破断強度は溶体化温度が高いほど増大し、1200°Cの2段冷却材は各種熱処理材中最大の破断強度を示す。また炉冷材も1200°Cでは水冷材よりもかなり大きな破断強度をもつようになる。

このように粒界が直線状で粒界強度が小さい場合には結晶粒が大きくなると粒内の強化が破断強度の向上には結びつかないが、粒界がジグザグ状で粒界強度が大きい

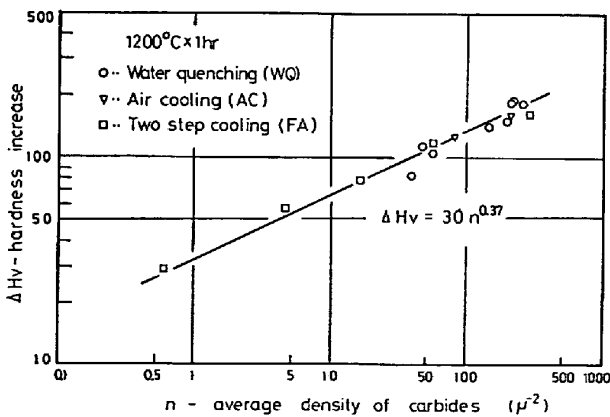


Fig. 1. Relationship between hardness increase and average density of carbides after aging at 600~900°C.

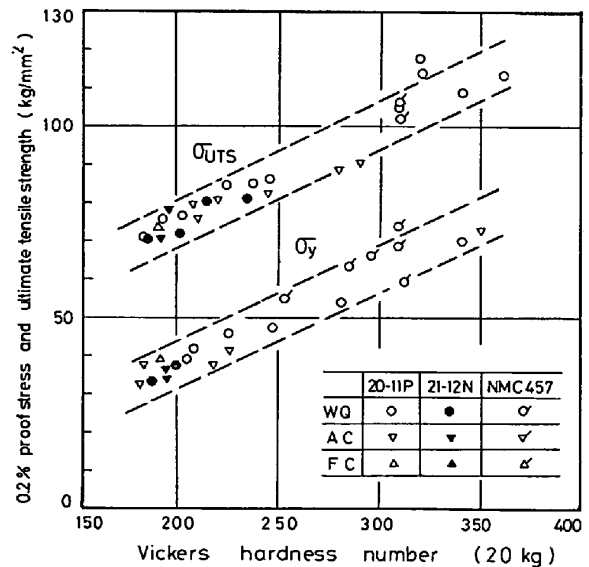


Fig. 2. Change in 0.2% proof stress and ultimate tensile strength at room temperature of three anstenic heat resisting steels as a function of hardness.

と粒内の強化に比例して破断強度は向上する。

**3.3 クリープ破断特性への粒内および粒界強度の寄与**  
前節からクリープ破断強度は粒内強度のほかに粒界強度および結晶粒径に強く依存することが知られた。そこで本節では粒内強度、粒界強度および結晶粒径を個々に変えて、破断特性への各因子の寄与を詳細に検討した。

結晶粒径は溶体化温度を1200°Cと1150°Cとして約200μの粗粒と約60μの細粒とし、それぞれの粒径で粒界形状の異なる水冷材、空冷材、および2段冷却材を

600~900°C で前時効して硬度を変えた。前時効あるいはクリープ破断試験中の粒界形状の変化はほとんどない。各冷却材を 700°C でクリープ破断試験した結果を

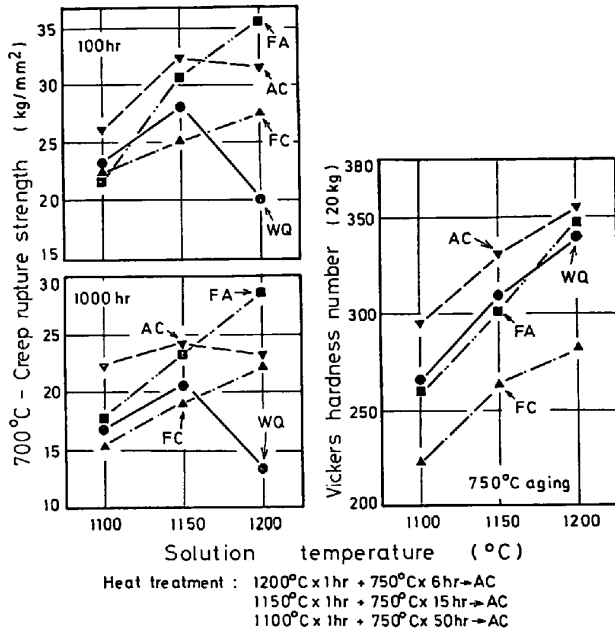


Fig. 3. Effects of solution temperature and cooling procedures on rupture strength at 700°C and hardness.

Fig. 4~7 に示す。図中の矢印は試験前後での試験片ネジ部の硬変変化を示すが、1000 h 位の長時間でも硬度変化は小さいので各図は試験前の硬度で整理してある。

Fig. 4 a) で 1200°C 溶体化の粗粒材の 700°C, 30 kg/mm<sup>2</sup> における破断寿命をみると、各冷却材において硬度が増すとそれぞれ A→B, A→C, A→D のように破断寿命は増加し、しかも A~B 間では粒界形状による相違はほとんどみられない。ところが Hv\* で示したある硬度以上になるとそれぞれ B→E, C→F, D→G のように硬度が増しても破断寿命はかえって低下してしまい、高硬度域では粒内を強化することが破断寿命の向上にはつながらない。破断寿命の最大となる硬度 Hv\* は粒界形状に強く依存し、粒界が強化されるにつれて B(Hv\*-WQ)→C(Hv\*-AC)→D(Hv\*-FA)へと高い値に移り、これにともない空冷材そして 2 段冷却材はさらに大きな最大破断寿命を示す。このように破断寿命への粒内、粒界強度の影響は Hv\* という硬度を境に全く異なる。そこで以下では Hv\* 以下の破断寿命が粒内強度に比例する場合をタイプ I, Hv\* 以上で破断寿命が粒内強度の増大にかかわらず低下する場合をタイプ II と呼ぶことにする。

以上の結果は粒内の強化は粒界が弱いかえって破断寿命を低下させてしまうので、粒界の強度と調和させて粒内を強化しなければならないことを示しており、粒界

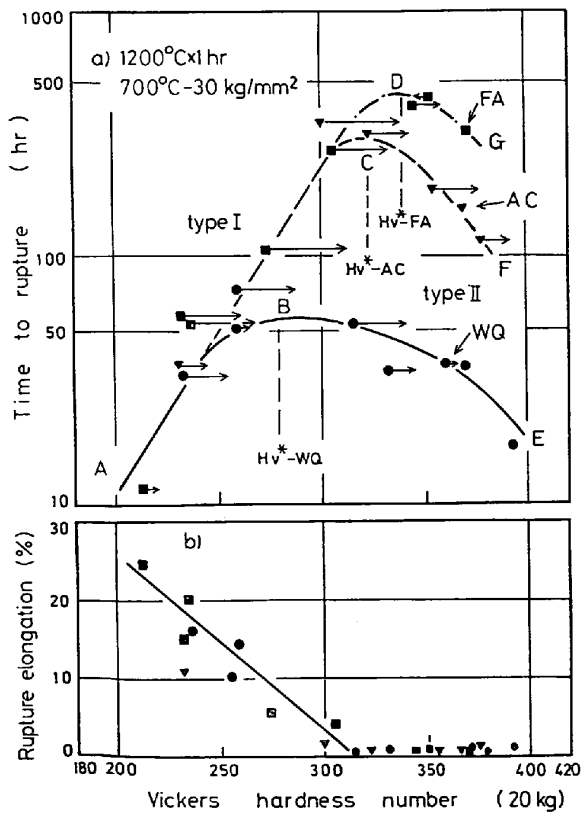


Fig. 4. Effects of hardness and cooling procedures on rupture life and elongation of specimens tested at 700°C under 30 kg/mm<sup>2</sup>.

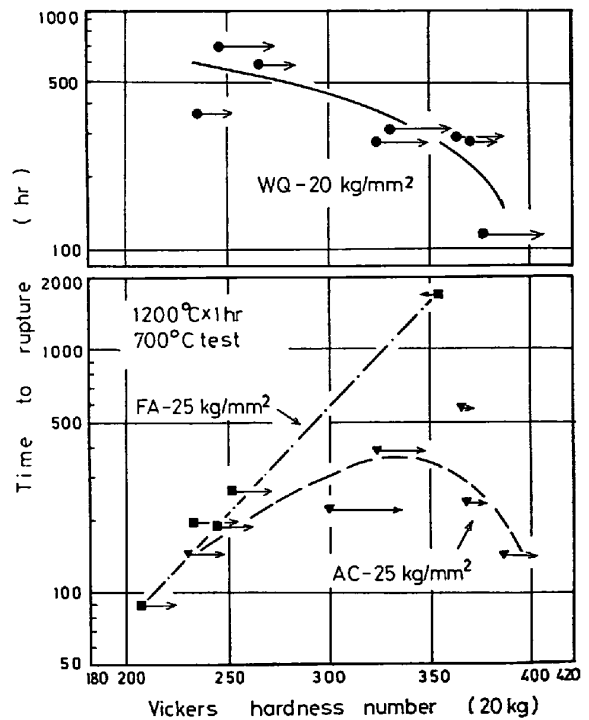


Fig. 5. Effects of hardness and cooling procedures on rupture life of specimens tested at 700°C under 25 or 20 kg/mm<sup>2</sup>.

を強化することはタイプ I の関係をより高い硬度まで保ち、より大きな破断寿命へと導くことになる。

Fig. 4 b) の破断伸びは粒界形状による相違はほとんどなく、硬度が高くなるにつれて低下し、Hv 300 以上では 1% 以下となる。これを a) の破断寿命と比較すると、各冷却材の Hv\* が破断伸びのほとんどない硬度範囲にあることは注目すべきことで、延性のきわめて乏しいときには粒内の強化が破断寿命の向上には寄与しないことを示している。

Fig. 5 は 1200°C 溶体化の各冷却材の低応力での結果で、この場合も破断寿命は硬度に関して Fig. 4 a) と全く同様の傾向を示す。破断寿命の最大となる硬度 Hv\* は応力によつて異なるかも知れないが、この結果からは Hv\* への応力の影響ははつきりしない。

つぎに 1150°C 溶体化の細粒材の 700°C, 30 kg/mm の結果を Fig. 6 に示す。破断寿命への硬度の影響には粗粒材 Fig. 4 a) と全く同様にタイプ I と II がみられる。破断伸びもまた粒界形状による相違はなく、Hv 350

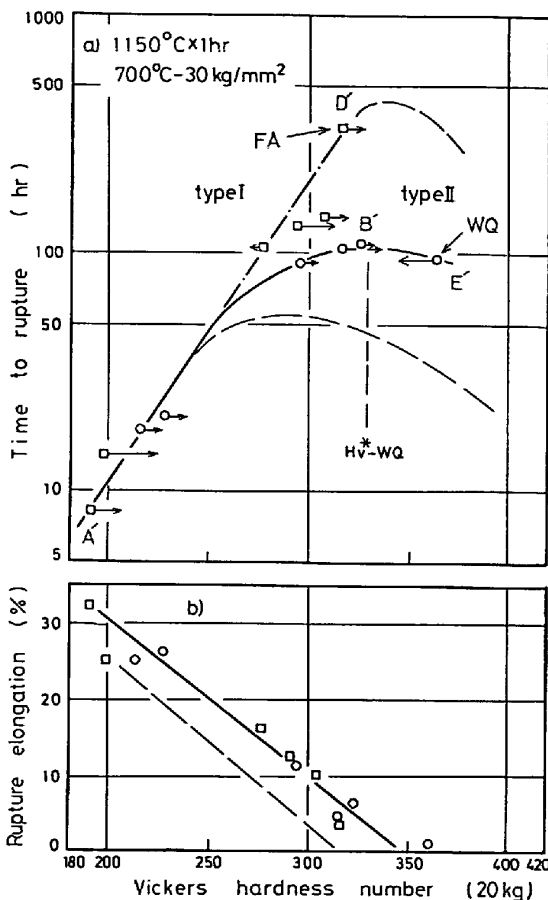


Fig. 6. Effect of hardness and cooling procedures on rupture life and elongation of specimens solution-heated at 1150°C and tested at 700°C under 30 kg/mm<sup>2</sup>. Dashed curves represent the results of specimens solution-heated at 1200°C (Fig. 5).

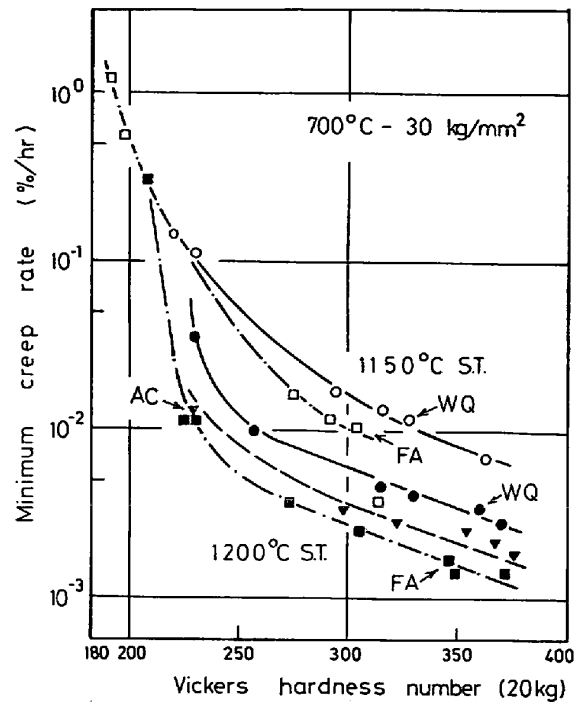


Fig. 7. Change in minimum creep rate of specimens tested at 700°C under 30 kg/mm<sup>2</sup> as a function of hardness.

以上ではほとんどなくなる。しかも水冷材の Hv\* はこの場合もまた破断伸びのほとんどなくなる硬度にほぼ一致している。図中の破線は粗粒材の結果 (Fig. 4) で、これと比較すると水冷材の Hv\* - WQ は細粒材のほうがより高い硬度にあつて、このため最大の破断寿命は細粒材のほうがはるかに大となる。このことは細粒材の破断伸びが同一硬度でも粗粒材より大きく破断伸びのほとんどなくなる硬度は細粒材のほうが高いことに対応している。しかし Hv\* 以下のタイプ I では粒径による破断寿命の相違はほとんどみられない。

一方 2 段冷却材では実験した硬度範囲では細粒材の Hv\* は現われないが、タイプ I では粒径の影響は認められない。このように水冷材のような直線状粒界では粒径を小さくすることは粒界強化と同様の効果を示す。

つぎに Fig. 7 で 700°C, 30 kg/mm<sup>2</sup> における最小クリープ速度  $\dot{\epsilon}_m$  と硬度の関係をみると、約 Hv 250 を境に勾配は異なるが、全硬度範囲にわたり  $\dot{\epsilon}_m$  は硬度の増加につれて減少する。粒界形状の影響は約 Hv 250 以下ではあまりないが、それ以上では粗粒材、細粒材とも同一硬度では粒界がジグザグになるほど  $\dot{\epsilon}_m$  は小さくなり、2 段冷却材の  $\dot{\epsilon}_m$  は水冷材の約 1/2 となる。また細粒材の  $\dot{\epsilon}_m$  は各冷却材とも粗粒材より約 3 倍大きい。

以上の結果より破断寿命と最小クリープ速度  $\dot{\epsilon}_m$  の関係をまとめて Fig. 8 に示した。図中 A から E' までの符号は Fig. 4 と 6 のそれに対応している。A → B → C

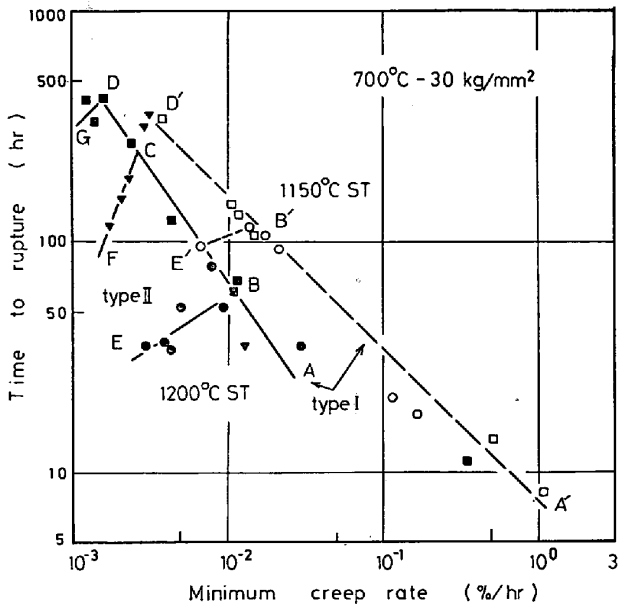


Fig. 8. Relationship between rupture life and minimum creep rate of specimens tested at 700°C under 30 kg/mm<sup>2</sup>.

→Dおよび A'→B'→D' のように破断寿命が  $\dot{\epsilon}_m$  に逆比例する区間は Fig. 4 と 6 のタイプ I に対応し、粒内を強化することは  $\dot{\epsilon}_m$  を小さくすることにより破断寿命を増す。しかもこの区間では破断寿命が粒界強度の大小によらず  $\dot{\epsilon}_m$  に関して同一の直線で表わされている。直線の勾配は A→D で -1.04, A'→D' で -0.66 となり、負荷応力を変えたときに一般に認められる関係、 $t_r = A \dot{\epsilon}_m^{-1.10}$  とほぼ等しい。これらのことはタイプ I の範囲では破断寿命を支配する過程が粒内強度、したがってクリープ変形に強く影響される<sup>10)</sup>ことを示し、破壊過程と変形過程が密接に関連していることを示唆している。

これに対し Fig. 4 や 6 でのタイプ II に対応する B→E, C→F などの区間では破断寿命は  $\dot{\epsilon}_m$  が減少するにもかかわらず低下するという特異な傾向を示し、また同一  $\dot{\epsilon}_m$  でも粒界の強度が大きいほど破断寿命は長い。これらの区間が A→D, A'→D' からはずれる折れ曲がり点の  $\dot{\epsilon}_m$  は粒界強度に強く依存して、粒界強度が大なるほど折れ曲がり点は B→C→D と小さな  $\dot{\epsilon}_m$  へと移る。

このように粒界強度の影響がタイプ I と II では全く異なることは両タイプでは破断寿命の支配過程が異なることを意味し、タイプ II では破断寿命が粒界強化による破断形態の変化と密接な関連のあることを示唆している。

そこで硬度と粒界形状による破断様式の変化の例として、Photo. 2 に 1200°C 溶体化の水冷材と 2 段冷却材の破断部近傍にみられるき裂の形態と破面組織を示す。また Fig. 9 には楔型き裂について引張軸と垂直方向に成

長した長さ  $l$ 、引張軸方向に開口した高さ  $h$  およびき裂密度  $n$  への硬度と溶体化温度の影響を示した。き裂の測定は破面より 3 mm 以内の縦断面で行なつた。細粒材 (1150°C 溶体化) ではき裂密度は 1 結晶粒当りの平均値であるが、粗粒材 (1200°C 溶体化) のき裂は非常に少ないので密度としては観察されたき裂の総数を示した。

まず Photo. 2 で 1200°C 溶体化 (粗粒) の水冷材をみると粒界き裂はすべて楔型である。硬度が低いところではき裂は e のように引張軸と 45° 傾いた粒界に多く、引張方向に大きく開口し、密度  $n$  も高い (Fig. 9)。砂面は f のようにディンプル模様の延性的砂面を呈し、き裂は粒内変形によつて引張方向に大きく開口したことを示している。

硬度がやや高くなると c のようにき裂は引張方向と 90° 傾いた粒界に多くなり、 $n$  と  $h$  は減少するが、 $l$  は増加してき裂が十分成長した後に破断した様子を示している。破面は d のように粒界ファセットの間にディンプル模様破はあるが、ぜい性的な粒界破壊の傾向が大である。

さらに硬度が高くなると a のようにき裂は非常に薄く

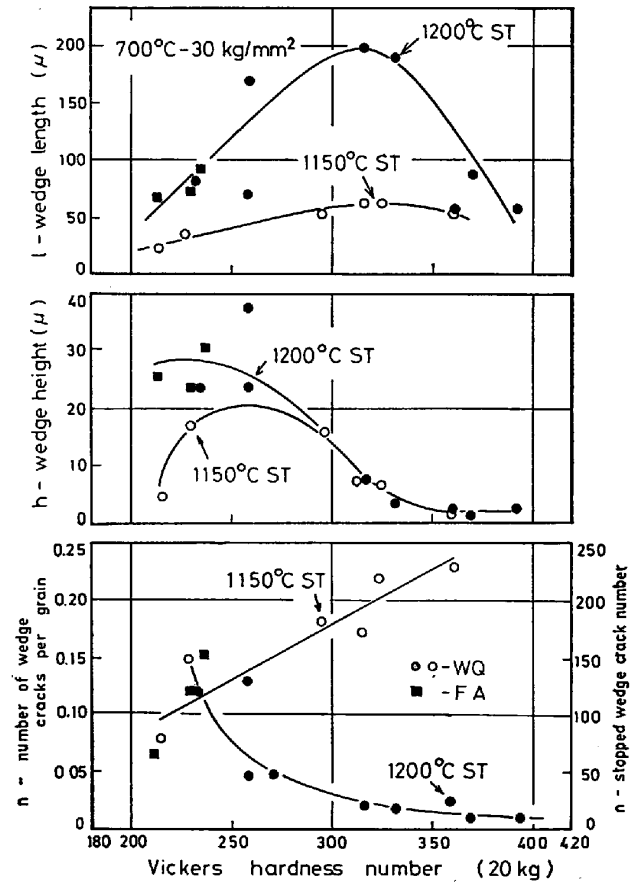


Fig. 9. Change in the length, height and density of wedge-type cracks observed in the specimens tested at 700°C under 30 kg/mm<sup>2</sup>.

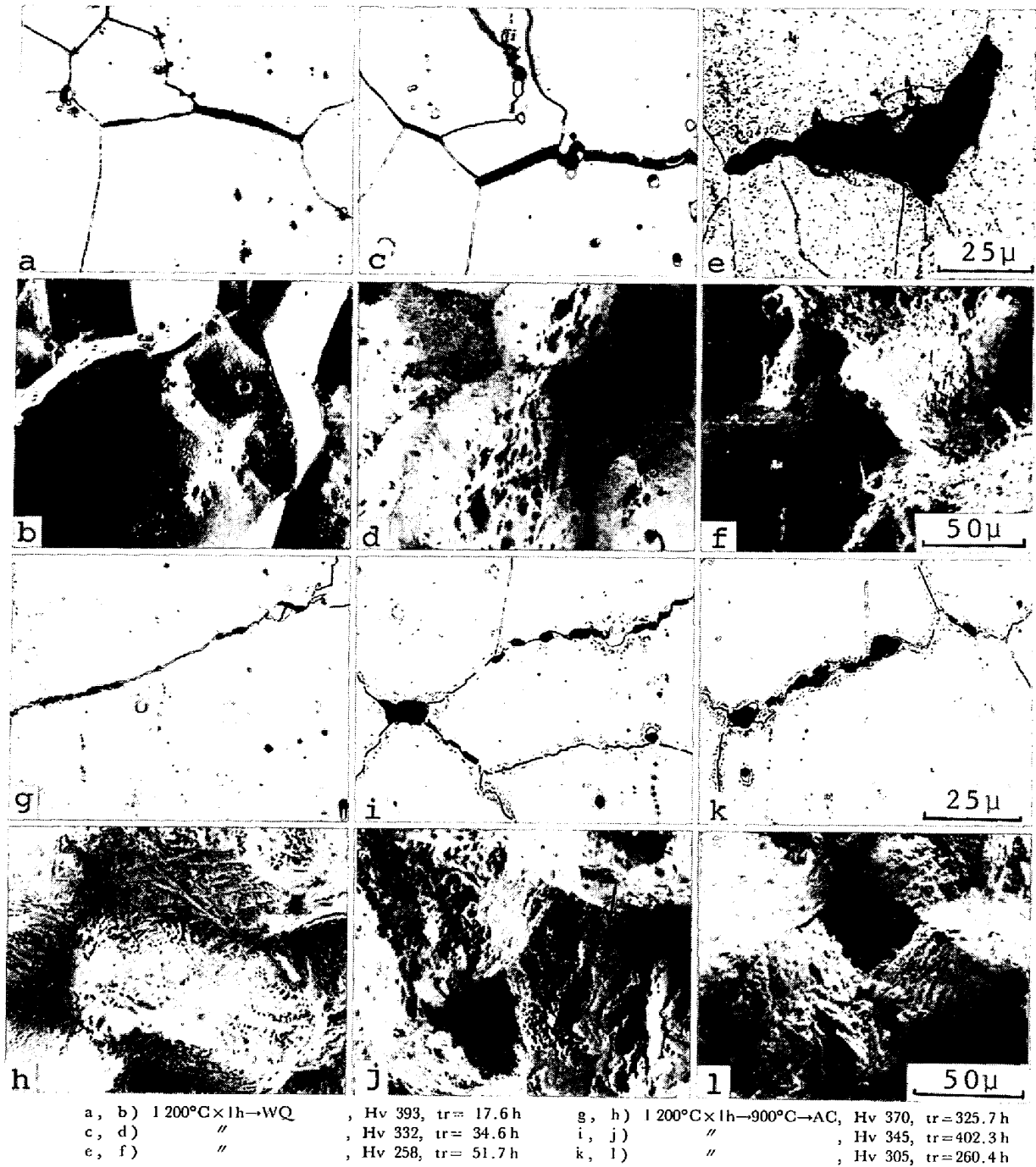


Photo. 2. Appearance of grain boundary cracks in specimens ruptured at 700°C under 30 kg/mm<sup>2</sup>. The stress axis is vertical.

$l$ も再び小さくなり、しかも $n$ もきわめて小さい (Fig. 9). 破面は **b** のように完全にぜい性的な粒界破壊を示す. このような高硬度では破断延性がほとんどない (Fig. 4) ことから, 少数のき裂が発生すると急速に伝ばしてぜい性的破壊が起こると考えられる.

Fig. 9 と Fig. 4 を比較すると, き裂長さ  $l$  の最大となる硬度は水冷材の Hv\* にほぼ対応しており, Hv\* を境に破断様式が全く異なり, これがタイプ I, II との相違となつてあらわれていると考えられる. すなわちタ

イプ I の硬度範囲ではき裂が十分に成長した後延性的粒界破壊が起こることから, 破断寿命はおもにき裂の成長過程に支配されていると考えられる. これに対しタイプ II の高硬度範囲ではき裂が発生後急速に伝ばするぜい性的粒界破壊を示していることから破断寿命はおもにき裂の発生過程に支配されていると考えられる.

一方 2 段冷却材では硬度が非常に低いと水冷材と同様の楔型き裂がみられるが, 硬度がある程度以上に高くなると楔型き裂の形成は全くなり, g, i, k のように空

泡型キャビティの成長と合体によつて破断する。破面には *j, e* のようにキャビティの跡(矢印)がみられている。しかもキャビティは *i, k* のようにジグザグの一辺に孤立しており、キャビティの成長、合体が粒界のジグザグ化により抑制されている。このように粗大炭化物をもつジグザグ状粒界では楔型き裂の形成とキャビティの成長、合体を抑制することにより、すなわち粒界強度の増加により破断寿命の著しい増加が得られることがわかる。

しかし、さらに硬度が高くなると *g* のようにキャビティは非常に小さく、かつ少なくなる。破面は *h* のようにぜい性的粒界破壊の様相を呈し、粒界ファセット上にはデントドライ状の様相がみられる。粗大粒界炭化物は Photo. 1 f のように粒界面にデンドライト状に成長しているため、この模様は粗大炭化物と母相の界面がはく離れたことを示している。すなわちキャビティができる場合でも硬度が非常に高くなると、キャビティは発生後十分に大きく成長、合体する前に急速に伝ばして水冷材と同様にぜい性的粒界破壊を起こしたものと考えられる。

つぎに Fig. 9 で細粒材 (1150°C 溶体化) の楔型き裂の形態を粗粒材 (1200°C 溶体化) と比較すると、*n* は粗粒材と異なり硬度の高いほど増し、全体に密度は高い。しかしき裂長さ *l* は Hv 350 付近で最大となる。またき裂高さ *h* は Hv 250 付近で最大となるが、それ以上に硬度が増すと低下しており、両者とも粗粒材とほぼ同様な傾向を示す。しかし *l* と *h* の最大となる硬度は粗粒材よりそれぞれ高い値にずれており、これにともない延性からぜい性的粒界破壊へのせん移がより高い硬度で起きている。これは細粒材の破断延性が粗粒材よりも大きく (Fig. 6)、細粒材のほうが延性破壊の傾向が強いためであろう。これはまた細粒材の水冷材の Hv\* が粗粒材より高い硬度にあることと対応している。

以上のように破断様式は粒内強度が高くなるにつれて延性からぜい性的粒界破壊へとせん移しており、これがタイプ I と II の全く異なつた破断寿命の硬度依存性にあらわれたものと考えられる。また粒界を強化することは楔型き裂の形成を抑制して延性からぜい性的粒界破壊へのせん移を抑制するために破断寿命の改善にきわめて有効であると考えられる。

#### 4. 考 察

クリーブ破断強度は変形過程と、その結果として生じる破壊過程に支配される。ここでは両過程への析出物の分散状態や粒界形状、結晶粒径などの組織学的因子の影響を粒内と粒界の強度という観点から考察する。

##### 4.1 クリーブ速度への粒内、粒界強度の影響

クリーブ速度への粒界強度の影響は Fig. 7 にみられたように粒内強度に依存して異なる。すなわち約 Hv 250 以上では粒界のジグザグ化の程度が大きいほど同一硬度での最小クリーブ速度は小さくなるが、これはジグザグ状粒界によつて粒界すべりが抑制されたためである。粒界すべりを抑制する粒界形状の効果としては粒界析出物による pinning 効果と幾何学的形状の効果が考えられる<sup>11)</sup>。しかし直線状粒界の水冷材でも粒状の炭化物が粒界に存在することや、同一硬度での最小クリーブ速度は粒界のジグザグの程度が大きくなるにつれて減少していることから幾何学的形状の効果が大きいと考えられる。

これに対し約 Hv 250 以下では粒界形状による最小クリーブ速度の相違はあまりみられない。これは粒内のクリーブ変形が大きい場合には全クリーブひずみへの粒界すべりの寄与が小さくなり、ジグザグ状粒界による粒界すべり抑制の効果が相対的に小さくなつたためであろう。さらに結晶粒が引き伸ばされてその形状が変わるほど変形が大きくなると粒界の形状そのものも変化し、ジグザグの程度が小さくなることも一因と考えられる。

##### 4.2 破断寿命への粒内、粒界強度の寄与

破断寿命への硬度と粒界形状の影響は Fig. 4, 6 および Fig. 9 を比較してわかるように破断様式に大きく依存し、タイプ I と II の全く異なる傾向がみられた。たとえば粗粒材の水冷材では約 Hv 300 を境にそれ以下では延性的な、それ以上ではぜい性的な粒界破壊となり、それらがタイプ I と II に対応していることがわかつた。そこで両タイプの破断寿命への粒内、粒界強度の寄与を破断様式の相違から考察することにする。

###### 4.2.1 タイプ I の破断寿命式

タイプ I の硬度範囲では延性的な粒界破壊が起き、破断寿命は粒界き裂の成長過程に支配されると考えられる。粒界き裂の発生、成長過程は楔型き裂に対しては粒界すべり機構<sup>12)</sup>、また空泡型き裂に対しては粒界すべり<sup>13)</sup>、あるいは空孔の凝集機構<sup>14)</sup>が考えられている。本実験の試験条件では粒界すべりがクリーブ変形に寄与していると考えられるので、ここでは粒界すべりによつて粒界き裂が成長する場合の破断寿命を検討する。

楔型き裂が粒界すべりにより成長するときの破断寿命式として LANGDON<sup>13)</sup> はき裂が限界長さ  $2C_{fr}$  に達したとき破断するとして次式を導びいた。

$$t_r = \left\{ \frac{8\pi(1-\nu)\gamma \cdot 2C_{fr}}{G} \right\}^{1/2} \frac{1}{d \dot{\epsilon}_{gbs}} \dots\dots\dots (3)$$

ここで  $\gamma$  は表面エネルギー、 $G$  は剛性率、 $\nu$  はポアソン比、 $d$  は結晶粒径、 $\dot{\epsilon}_{gbs}$  は粒界すべり速度である。

また空泡型き裂が粒界すべりにより成長するときには



EVANS<sup>14)</sup>の解析から破断寿命は次式で与えられる.

$$t_r = \frac{4G\gamma}{\pi(1-\nu)\sigma_n^2 d \dot{\epsilon}_{gbs}} \dots\dots\dots (4)$$

ここで  $\sigma_n$  は粒界での垂直応力である.

粒界すべり速度は最小クリープ速度  $\dot{\epsilon}_m$  に比例するから<sup>15)16)</sup>, 両式は破断寿命が  $\dot{\epsilon}_m^{-1}$  に比例する関係を与える. このようにタイプ I の関係の得られる硬度範囲では粒内の強化によつてクリープ変形を抑えれば破断寿命は向上する. しかし Fig. 8 をみると AB および A'B' 区間では破断寿命への粒界形状の影響はあまりみられない. これらの区間はいずれも約 Hv 250 以下のクリープ変形の非常に大きな硬度範囲にある. したがつてこれらの区間では前節でも述べたように粒界すべりを抑制するジグザグ状粒界の効果小さいこと, さらに変形が大きいため破断収縮によつて真応力が増大して早期に破断するため, ジグザグ状粒界による粒界すべり抑制の効果や粒界形状による表面エネルギーの相違が相対的に小さくなるものと考えられる.

以上のように破断寿命が粒界き裂の成長過程に支配される硬度範囲では粒内の強化が破断寿命の改善に大きく寄与し, とくに粒界強度が高いほどその寄与は大きい.

#### 4.2.2 タイプ II の破断寿命式

このタイプのみられる高硬度範囲ではき裂が発生後急速に伝ばするぜい性粒界破壊が生じ, 破断寿命はき裂の発生過程に支配されると考えられる. 横堀<sup>17)</sup>はぜい性クリープ破壊を確率過程とみなして破断寿命式を提案した. き裂の発生が応力依存型の速度過程で, 1 個のき裂の発生が破壊を律速すると考えると, 核生成の活性化エネルギーを  $U_0$  としき裂の発生確率は (5) 式となる.

$$m = A \exp\left\{-\frac{U_0 - \phi(\sigma c)}{kT}\right\} \dots\dots\dots (5)$$

ここで  $A$  は定数,  $k$  はボルツマン定数,  $T$  は絶対温度である.  $\phi(\sigma c)$  はき裂発生位置での局所集中応力  $\sigma c$  による項で,  $\phi(\sigma c) \cong B\gamma \ln(\sigma c/C\sqrt{\gamma})$  ( $B, C$  は定数) で近似<sup>18)</sup>すると破断寿命は (5) 式の逆数から (6) 式となる.

$$t_r = A^{-1} \left(\frac{C\sqrt{\gamma}}{\sigma c}\right)^{B\gamma/kT} \exp\left(\frac{U_0}{hT}\right) \dots\dots\dots (6)$$

このように破断寿命は  $\sigma c$  が大きくなると減少することになる. そこで局所集中応力  $\sigma c$  を考えてみると, クリープき裂は粒界すべりによる集中応力のもとで粒界 3 重点付近に発生すると考えられるので,  $\sigma c$  は粒界 3 重点での集中応力である. クリープ変形では負荷応力は一定でも, 粒界すべり量はひずみとともに増加するので, これにともない粒界 3 重点での集中応力も増大する. しかしこの集中応力は粒界すべりを生じた粒界の先端の隣の粒

での fold の形成やすべりの発生などの塑性変形によつて緩和されるので, 集中応力の大きさは材料の変形抵抗に比例するということができる. 変形抵抗は硬度で代表されるので, 局所集中応力  $\sigma c$  は硬度が高いほど大となると考えられる. それゆえぜい性的なクリープ破壊が生じる場合には粒内を強化することは集中応力を増大するために早期の破断を招いてしまい, 破断寿命を減少することになる. また (6) 式からわかるように破断寿命は  $\gamma$  の指数関数となるので, 粗大炭化物によつて粒界を強化することは表面エネルギーを増大することによつて破断寿命を著しく改善できるので, タイプ II では粒界強度の影響がきわめて大きいのである.

#### 4.2.3 延性からぜい性粒界破壊へのせん移

前述のように破断様式は粒内の強化にともない延性からぜい性的粒界破壊へと変わり, せん移の起こる硬度 ( $Hv^*$ ) は粒界強度と結晶粒径に依存する. ぜい性破壊が起こる硬度範囲のき裂の特徴は Fig. 9 で示したように, 硬度が増すにつれてき裂の長さ  $l$  と密度  $n$  が減少することで,  $Hv^*$  における  $l$  はほぼ粒径と同程度である. ぜい性破壊におけるき裂の伝ば条件は GRIFITH の式<sup>20)</sup>で与えられるが, 応力として集中応力  $\sigma c$  を用いると次式となる. すなわち, 硬度が増すにつれて  $\sigma c$  は増大するので, 不安定限界のき裂長さは減少する.

$$\sigma c = \sqrt{4E\gamma/\pi L} \dots\dots\dots (7)$$

ここで  $E$  はヤング率,  $\gamma$  は表面エネルギーである.

さて引張軸と垂直な粒界に発生した微視き裂の成長を考えると, 粒界の一辺の長さ  $L$  までの成長は発生時と同一応力条件にあるので容易であろうから, 不安定限界のき裂長さが  $L$  以下の場合には一個の微視き裂の発生で最終破断が生じるようなぜい性破壊が起こると考えられる. 一方不安定限界のき裂長さが  $L$  以上になると微視き裂が  $L$  を超えて成長するには隣の粒界での集中応力が小さいのでさらに大きなひずみの集中が必要となり,  $L$  までの成長よりも困難であろうから, この場合には他のき裂の発生が可能となつて, それらの合体により延性破壊が生じると考えられる. それゆえ延性からぜい性破壊へのせん移は (7) 式で  $l \cong L$  となる硬度で生じることになる. このことは上記の実験結果とほぼ一致する.

粒界の一辺の長さ  $L$  は粒径に比例するので, 粒径が小さくなると  $Hv^*$  は大となる. またジグザグ状粒界では  $L$  がジグザグの一辺に縮まりさらに表面エネルギー  $\gamma$  が粗大炭化物の存在によつて大となるので  $Hv^*$  は直線状粒界にくらべて著しく高い硬度に移る. このように粒界を強化することはぜい性破壊を抑制し, タイプ I の関係をより高い硬度領域まで広げることにより破断寿命を著

しく大きく改善し得ると考えられる。

## 5. 結 言

オーステナイト耐熱鋼のクリープ破断特性におよぼす組織学的因子のなかで、とくに炭化物の分散状態(粒内強度)と粒界炭化物の形態およびそれにともなう粒界形状(粒界強度)に着目し、両因子の平滑ならびに切欠クリープ破断強度への寄与を系統的に検討してきたが、本論文は平滑材についての結果をまとめたもので、得られた結果はつぎのとおりである。

(1) 炭化物の密度( $n$ )と時効による硬度増分 $\Delta H_v$ の間には $\Delta H_v = 30n^{0.37}$ の関係が認められ、また硬度と室温の耐力、引張強さの間にも直線関係が成り立つ。しかし溶体化加熱後の徐冷中に形成される粗大炭化物を持つジグザグ状粒界は硬度や耐力、引張強さにはほとんど影響しない。

(2) 同一応力での最小クリープ速度は炭化物の分散が密になると、すなわち硬度が高くなるにつれて低下する。最小クリープ速度への粒界形状の影響は粒内変形の優先する低硬度範囲では小さいが、硬度が高くなるとジグザグ状粒界では粒界すべりが抑制されるため最小クリープ速度は直線状粒界の場合の約1/2に減少する。また結晶粒径が約200 $\mu$ から約60 $\mu$ に小さくなると最小クリープ速度は約3倍ほど大となる。

(3) 同一応力における破断寿命は硬度が増すにつれて増加するが、粒界形状に依存したある硬度 $H_v^*$ で最大となり、それ以上に硬度が増すとかえって低下する。粗大炭化物によつて粒界をジグザグ状に曲げると $H_v^*$ は直線状粒界よりもかなり高い値になり、最大の破断寿命を著しく増大する。結晶粒を微細にすることは直線状粒界の場合には $H_v^*$ と最大破断寿命をそれぞれ高める。

また破断寿命と最小クリープ速度の関係でみると、各粒界形状の場合とも、それぞれ $H_v^*$ までの硬度範囲では破断寿命は最小クリープ速度に逆比例するが、ジグザグ状粒界では高い硬度範囲までこの関係が保たれる。これに対し $H_v^*$ 以上では、最小クリープ速度が減少するにもかかわらず破断寿命は低下し、しかも同一の最小クリープ速度に対して粒界がジグザグ状に曲がるほど破断寿命は大となる。

(4) 破断形態は全硬度範囲で粒界破壊であるが、 $H_v^*$ 以下ではディンプルをともなつた延性的粒界破壊であるのに対し、 $H_v^*$ 以上では典型的なぜい性的粒界

破壊となる。延性的粒界破壊の場合には破断寿命は粒界き裂の成長過程に支配されると考えられ、したがって最小クリープ速度に逆比例する。一方ぜい性的粒界破壊では粒界き裂の発生過程が破断寿命を支配し、粒内を強化すると粒界3重点での集中応力が増し、しかもその緩和が困難となるため早期の破断を生じると考えられる。

粒界をジグザグ状に曲げると粒界すべりを抑制し、粒界での応力集中を低下することによりぜい性的粒界破壊を抑制して、すなわち粒界の強度を高めることにより破断寿命を著しく向上する。また結晶粒径を小さくすることも粒界の強化と同様の効果がある。

(5) 以上の結果はクリープ破断強度に対しては粒界の強度に調和した粒内の強化が重要であることを示し、過度に粒内のみを強化することはかえって有害である。粒内強度が高いと粒界の強化がきわめて有効となる。

## 文 献

- 1) 篠田隆之, 田中良平: 日本金属学会会報, 11 (1972), p. 180
- 2) 山崎道夫: 日本金属学会誌, 30(1966), p. 1032
- 3) 太田定雄, 渡頼保夫, 吉田 勉: 鉄と鋼, 57 (1971), S 216
- 4) 小林光征, 宮川大海, 嵯峨卓郎, 藤代 大: 鉄と鋼, 58(1972), p. 79
- 5) 小林光征, 山本 優, 宮川大海, 嵯峨卓郎, 藤代大: 鉄と鋼, 58(1972), p. 859
- 6) W. BETTERIDGE and A. W. FRANKLIN: J. Inst. Metals, 85(1956/57), p. 473
- 7) C. W. WEAVER: J. Inst. Metals, 88(1959/60), p. 462
- 8) 山本 優, 持木良美, 宮川大海, 藤代 大: 鉄と鋼, 60(1974), S 584
- 9) 山崎道夫, 新井寅一, 小泉 裕: 学振耐熱金属材料研究報告, 14(197), p. 69
- 10) S. TAIRA, R. OHTANI and S. NAKAMURA: Proc. 1973 Symposium on Mechanical Behaviors of Metal, (1974), p. 221 [日本材料学会]
- 11) C. A. P. HORTON: Acta Met., 20(1972), p. 477
- 12) T. G. LANGDON: Phil. Mag., 22(1970), p. 945
- 13) H. E. EVANS: Phil. Mag., 23(1971), p. 1101
- 14) D. HULL and D. E. RIMMER: Phil. Mag., 4 (1959), p. 673
- 15) 渡辺忠雄: 日本金属学会会報, 12(1973), p. 883
- 16) J. A. WILLIAMS: Phil. Mag., 20(1969), p. 635
- 17) 横堀武夫: 材料強度学, (1955), p. 138 [技報堂]
- 18) 横堀武夫: 材料強度学第2版, (1974), p. 263 [岩波全書]
- 19) A. N. STROH: Proc. Roy. Soc., A223(1954), p. 404
- 20) G. E. DIETER: Mechanical Metallurgy, (1961), p. 195 [McGraw-Hill]