

論文

UDC 669.15'26'28-194.2 : 539.434 : 539.56

Fe-4.1at%Mo 合金の高温クリープ機構*

及川 洪**・佐伯 真事***・辛島 誠一**

Creep Mechanism of Fe-4.1at. pct. Mo Alloy at High Temperatures

Hiroshi OIKAWA, Makoto SAEKI, and Seiichi KARASHIMA

Synopsis:

Creep characteristics of a bcc solid solution were investigated under constant stresses of 6~40MPa at 1100~1200K in an argon atmosphere. The stress exponent for the steady-state creep rate was 3.2 and the apparent activation energy was 320 kJ/mol.

Creep curves were of inverse-or sigmoidal-primary types. After an increase in stress during the steady-state creep, inverse transient creep curve without instantaneous plastic strain was obtained. These results indicate that dislocations glide viscously.

Internal stress was determined by stress-transient dip test applying a back-extrapolation technique. The average internal stress during the steady-state creep was obviously smaller than the applied stress. Hence, the role of dislocations which glide viscously cannot be neglected in discussion of the steady-state creep process in this alloy under the present creep condition.

The creep characteristics were discussed in terms of the motion of dislocations which drag the Cottrell solute atmospheres, using the average effective stress and the density of dislocations within subgrains. The theoretically-expected values of the stress exponent and the apparent activation energy are in reasonable agreement with the experimental values. The calculated value of the steady-state creep rate is about an order of magnitude smaller than the actually-observed one.

1. 緒 言

高温におけるクリープ挙動を定常クリープ速度の応力依存性という立場から見ると、固溶体のクリープ挙動は純金属が示す挙動とは著しく異つている場合がある。すなわち、定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ とクリープ応力 σ_a との関係

$$\dot{\epsilon}_s = K \sigma_a^n \exp\left(-\frac{Q_c}{RT}\right) \dots \dots \dots (1)$$

で整理した場合に、多くの純金属では $n \approx 5$ であるが、ある種の合金では $n \approx 3$ となる場合がある。ただし、 n は応力指数、 Q_c は見掛けの活性化エネルギー、 R 、 T は通常の意味である。もちろん厳密に言えば、 n の値は合金組成に依存するだけでなく、クリープ条件にも関係がある。合金で $n \approx 3$ となるようなクリープ挙動を I 型挙動† と称することがある。

† 合金そのものを n の値によつて I 型合金と II 型合金とに区別する場合がある¹⁾。しかし、同一合金でもクリープ条件が変れば n の値も変る場合がある^{2)~4)} ので、ここでは、合金組成とは無関係に、ある条件の下で出現するクリープ挙動そのものに注目して区別する。

I 型挙動の代表例としては、Mg を数%以上含む Al-Mg 固溶体合金(面心立方晶)のクリープ挙動が挙げられ、数多くの研究がなされている。この合金の高温クリープでは、粘性的な迂り運動をする転位の運動が重要な役割を果たしていることが確かめられている^{5)~7)}。しかし、体心立方晶系の合金では、この種の研究が系統的に行われている例はあまり無い。

本研究は体心立方晶の合金系として Fe-Mo 固溶体を取り上げ、その高温クリープを系統的に調べようとするものである。Mo の原子直径は Fe の原子直径よりも約 8% 大きく、また Mo は高温では Fe 中にかなり多量に固溶するので、Fe-Mo 固溶体は Al-Mg 固溶体と類似の挙動を示す可能性がある。この Fe-Mo 系合金の高温クリープに関しては、これまで機械的性質^{8)~12)} あるいは組織⁹⁾¹³⁾ などについて若干の報告がある。本報では、4.1 at% の Mo を含む Fe-Mo 合金の高温におけるクリープ挙動を調べた結果について示す。

* 昭和 53 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 53 年 9 月 29 日受付 (Received Sept. 29, 1978)

** 東北大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, Tohoku University, Aza-Aoba Aramaki, Sendai 980)

*** 東北大学大学院 (現:川崎製鉄(株)技術研究所) (Graduate School, Tohoku University, Now Technical Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp.)

Table 1. Chemical composition (in wt%) of the alloy.

Designation	Mo	C	Si	Mn	P	Al	S
Fe-4.1 Mo	6.91	0.002	0.02	<0.02	0.004	0.005	0.005

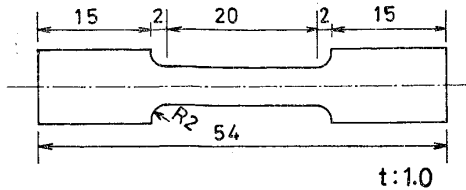


Fig. 1 Design of specimen (in mm).

2. 実験方法

2.1 試料

本研究で用いた合金は Mo を 4.14at% 含む Fe-Mo 合金で、試験温度においては体心立方晶固溶体である。その組成を Table 1 に示す。真空溶解鑄造によつて作つた鑄塊を熱間圧延 (約 1450K)、表面切削の後、70% 冷間圧延によつて厚さ 1mm の板材とした。この板状素材から Fig. 1 に示すような引張試験片を切出した。圧延方向と引張方向とは一致させた。

この試験片を試験前に 1275K のアルゴン雰囲気中で約 3.6ks 焼なまし、平均結晶粒径を 0.14 mm 程度に揃えた。

2.2 クリープ試験

通常のクリープ試験は、自家製のレバー型逆張りクリープ試験機¹²⁾を用い、すべてアルゴン雰囲気中で行つた。クリープ応力は設定値の $\pm 0.5\%$ 以内に保たれた。試料の伸びは、引張棒の移動量を差動トランスを用いて測定した。通常のクリープ試験中の伸び測定精度は 1 μm 程度である。検出・記録された試料の伸びは、すべて真ひずみに換算された。以下本報で示すひずみはすべて真ひずみであり、ひずみ速度も真ひずみ速度である。試験温度は設定値に対して $\pm 1\text{K}$ 程度に制御された。

試験は温度 1150 K を主体とし、応力 6~40 MPa の範囲で行なつた。応力 14 MPa の下では、温度依存性についても調べた。

クリープ試験中の微小応力の急激な増減¹⁴⁾は、試験機レバーの支点の両側に小鋼塊をあらかじめつり合うようにフェーズ線をつるしておき、一方のフェーズ線を焼き切ることによつて行つた。他方のフェーズ線を切断すれば、荷重 (応力) は元に戻るようになる。応力の変化は 0.05 s 程度の時間の間に行うことができる。このような応力急変試験の場合には、伸びは渡辺測器製リニヤコー

ダー (直線ペン書きガルバノメーター、定格応答速度 30 Hz) を用いて記録し、記録紙上で約 0.1 μm まで読み取つた。

2.3 内部応力測定

定常クリープ変形中の内部応力 $\bar{\sigma}_i$ を stress-transient dip test に逆挿法¹⁵⁾を適用して求めた。この場合に使用した試験機は、荷重制御装置を組込んであるインストロン型試験機である。内部応力測定中の温度は、設定値の $\pm 0.2\text{K}$ に自動制御された¹²⁾。

3. 実験結果

3.1 クリープ曲線

焼鈍試料に荷重を加えて変形を開始してから、変形が定常状態に達するまでのクリープ曲線の形状は、合金の組成のみではなく、クリープ応力によつても変る。

本合金では、約 9 MPa 以下の応力の場合には $d\dot{\epsilon}/dt \geq 0$ の逆せん移型 (inverse primary type) となる。これ以上の応力の下では、 $d\dot{\epsilon}/dt$ は初め正で、後に負となつてから定常状態に達する S 字せん移型 (sigmoidal primary type) となる (Fig. 2 参照)。また応力 14 MPa の下で温度を 1125~1225 K の範囲で変えても、1 次クリープ曲線の形状は S 字型のみしか出現しない。

このような結果は、Fe-Mo 合金に関するこれまでの報告⁹⁾¹⁶⁾と同様のものである。

3.2 定常クリープ速度

温度 1150 K における定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ のクリープ応力依存性を Fig. 2 に示す。実験範囲では、 $\dot{\epsilon}_s$ は

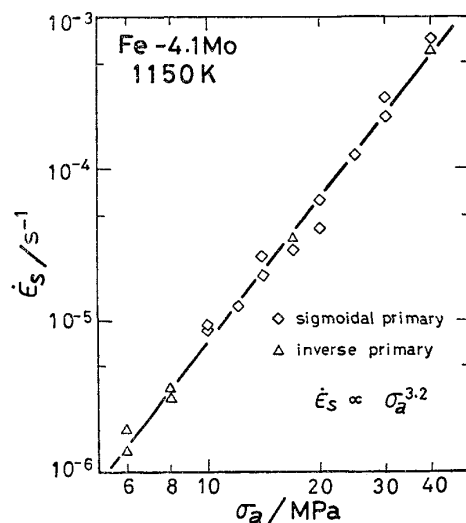


Fig. 2. Steady-state creep rates, $\dot{\epsilon}_s$, of Fe-4.1 Mo alloy at 1150 K as a function of applied stress, σ_a . Types of primary creep curves are indicated by marks.

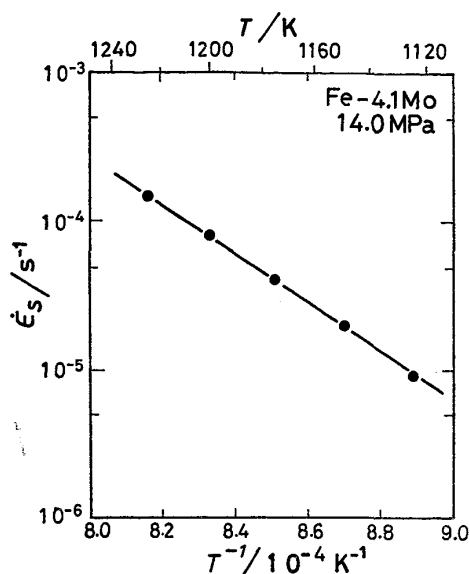


Fig. 3. Steady-state creep rates, $\dot{\epsilon}_s$, of Fe-4.1 Mo alloy as a function of temperature, T , under 14.0 MPa.

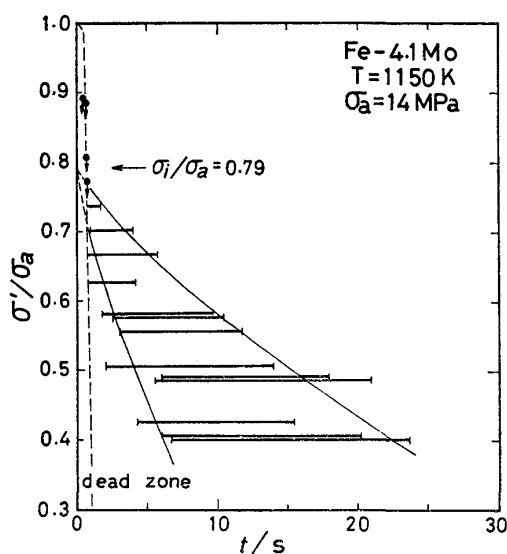


Fig. 4. Typical example of the application of the back-extrapolation technique¹⁵⁾ for results of stress-transient dip test during steady-state creep of Fe-4.1 Mo alloy. Horizontal lines represent the periods of stress stagnation after the stress dips.

クリープ応力 σ_a の n 乗に比例するとみなすことができ、 $n=3.2 \pm 0.2$ が得られる。なお誤差範囲は標準偏差を示す (以下同様)。

応力 14 MPa の下における $\dot{\epsilon}_s$ の試験温度 T による変化を Fig. 3 に示す。この温度範囲で定常クリープの見掛けの活性化エネルギー Q_c を求めてみると、 $320 \pm 8 \text{ kJ/mol}$ が得られる。この値は、これまでに報告されている Q_c の値^{8),9)} にほぼ等しいが、Fe-4.5at% Mo 合金中の

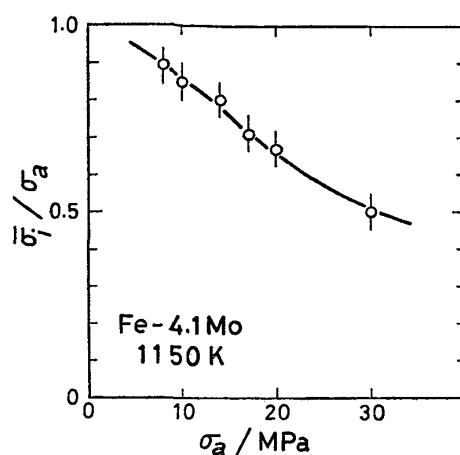


Fig. 5. Ratio of average internal stress to applied stress, $\bar{\sigma}_i/\sigma_a$, as a function of applied stress in steady-state creep stages of Fe-4.1Mo alloy at 1150 K.

格子自己拡散のための活性化エネルギー Q_D ¹⁷⁾ (Fe に対して $257 \pm 6 \text{ kJ/mol}$, Mo に対して $240 \pm 5 \text{ kJ/mol}$) よりも明かに大きい。

3.3 内部応力

定常クリープ期間中に dip test を行い、外挿法を適用して平均内部応力 $\bar{\sigma}_i$ を求めた。Fig. 4 に dip test の結果に外挿法を適用して $\bar{\sigma}_i/\sigma_a$ を求めた例を示す。

このようにして求めた $\bar{\sigma}_i/\sigma_a$ のクリープ応力による変化を Fig. 5 に示す。 $\bar{\sigma}_i$ は実験の範囲では常に σ_a よりも小さく、 $\bar{\sigma}_i/\sigma_a$ は明らかに 1 以下である。この結果は Fe-1.8Mo 合金で得られているもの¹²⁾ と類似のものである。

平均内部応力 $\bar{\sigma}_i$ が外部 (クリープ) 応力 σ_a よりも明かに小さいことは、本合金の高温クリープにおいては、転位を迂り運動させるために必要な力は無視できない程度に大きいことを示している。

3.4 応力急変試験

定常クリープ期間中に、比較的わずかの応力を急増あるいは急減してみた。応力急変に伴う引張棒の変位の記録例を Fig. 6 に示す。

応力を $\Delta\sigma$ だけ急増した際に生じる見掛けの全伸び Δl^+ と、応力を $(\sigma + \Delta\sigma)$ から元の σ へ急減した際に生じる見掛けの全収縮 Δl^- とを、応力の変化量 $\Delta\sigma$ の関数として、Fig. 7 に示した。図からわかるように、 Δl^+ と Δl^- とは実験誤差の範囲内で一致しており、しかも $\Delta\sigma$ に比例している。したがって、微小応力の急変に伴っては、瞬間的な永久ひずみは生じないことになる。

この結果は、本研究のクリープ条件の下では、転位は粘性的迂り運動をしていることを示す¹⁸⁾ ものであつて、

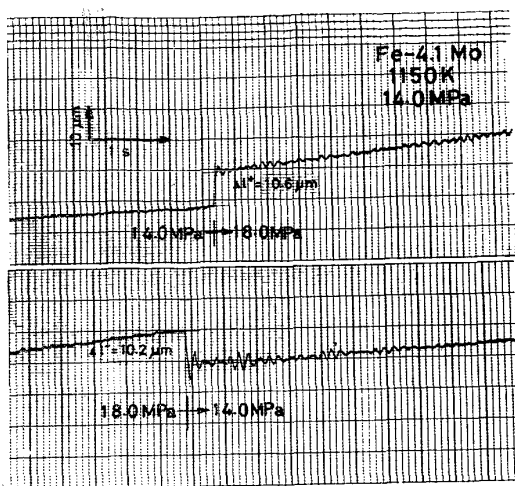


Fig. 6. Examples of time-displacement recordings in stress change tests during creep of Fe-4.1Mo alloy under 14.0 MPa at 1150 K.

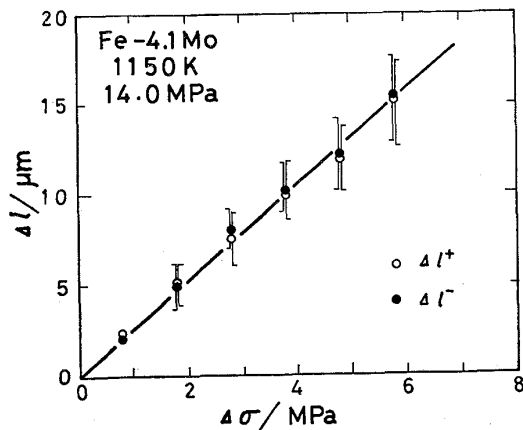


Fig. 7. Apparent instantaneous elongation, Δl^+ , and apparent instantaneous contraction, Δl^- , as a function of change in stress, $\Delta\sigma$, during steady-state creep of Fe-4.1 Mo alloy at 1150 K under base stress of 14.0 MPa.

Fe-1.8Mo 合金¹²⁾ や Al-Mg 合金¹⁴⁾ と類似した挙動である。

応力を急変した後のクリープ速度 $\dot{\epsilon}$ の時間経過に伴う変化は、変形時の転位挙動によつて著しく異なるとされている⁵⁾。Fig. 8 に本合金で σ_a を急減および急増した際の見掛けのクリープ速度の変化の例を示す。

応力減少後に出現する挙動は単純なものではなく、簡単な理論に基づく予想と実験結果とは必ずしも一致しないことが Al-Mg 合金で認められている¹⁹⁾。そこで、ここでは、応力を増加した後の $\dot{\epsilon}$ の変化だけに注目することにする。応力を $(\sigma_a - \Delta\sigma)$ から σ_a に戻した際に認められるせん移挙動は、 $\dot{\epsilon}$ が時間と共に増加する典型的な逆せん移型挙動である。この結果は、転位が粘性迂り運動をしている場合に認められるものである。

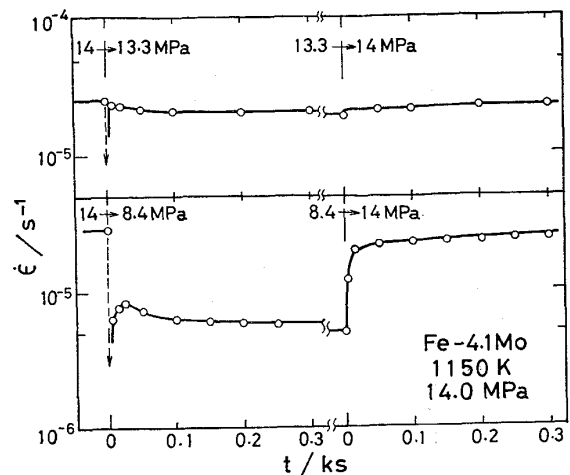


Fig. 8. Examples of transient behavior after stress changes during steady-state creep of Fe-4.1Mo alloy under 14.0 MPa at 1150 K.

4. 考 察

4.1 1次クリープ曲線

本実験の逆せん移型1次クリープあるいはS字せん移型1次クリープにおけるクリープ速度 $\dot{\epsilon}$ の変化はあまり著しいものではない。多くの場合、初クリープ速度 $\dot{\epsilon}_0$ と定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ との比は $\dot{\epsilon}_0/\dot{\epsilon}_s \geq 0.5$ 程度であるし、最大クリープ速度 $\dot{\epsilon}_m$ と $\dot{\epsilon}_s$ との比も $\dot{\epsilon}_m/\dot{\epsilon}_s \leq 2$ 程度である。このような結果は Fe-Mo 合金についてこれまでに報告されたもの¹⁶⁾ と同様のものであるし、また、Al-Mg 合金で認められている $\dot{\epsilon}$ のひずみによる変化の程度とも類似している²⁰⁾。

しかし、同じS字せん移型1次クリープと言つても、Cu-Al 合金で認められている $\dot{\epsilon}_m/\dot{\epsilon}_s = 10^1 \sim 10^{1.5}$ というようなもの²¹⁾ では無く、加工硬化の程度は著しくはない。このことは、1次クリープ中に生じる組織変化の程度は、Fe-Mo 合金や Al-Mg 合金の場合には、Cu-Al 合金の場合のように極端なものではないことを示している。

Cu-Al 合金の場合にも、転位の迂り運動は粘性的なものであることは、種々の観察から知られている^{21)~25)}。しかし、内部応力レベルは変形の進行に伴つて著しく増加し²¹⁾、定常クリープ期には変形過程に占める回復過程の寄与が著しく大きくなり、転位の粘性迂り運動が担う役割は小さくなる。極端な場合には、實際上、転位の迂り運動の特長を考慮せずにクリープ変形を解析しても良いようになる²⁶⁾。

Fe-Mo 合金では、1次クリープ期におけるクリープ速度のひずみ (あるいは時間) による変化は大きくはない。このことは、本合金の場合には、定常クリープ期においても転位の粘性的迂り運動が重要な役割を担つてい

ることを示唆するものである。この結論は、以下で述べる検討の結果とも符合する。

4.2 転位の迂り運動

本研究で得られた1次クリープ曲線の形状、ならびに定常クリープ期における応力急変時の挙動(瞬間塑性ひずみおよびせん移クリープ曲線形状)は、いずれも転位の迂り運動が粘性的なものであることを示している。さらに、定常クリープ期の内部応力レベルから、定常クリープ変形を論じる上でこの粘性的な転位の運動は無視できない重要な役割を担っていることがわかる。

ところで、Fe-4.1Mo 合金の高温クリープの応力指数 n は、本研究の条件の下では、 $n=3.2 \pm 0.2$ である。この値は粘性迂りクリープに対して通常予想されている²⁷⁾ $n=3$ に近い値ではあるが、Fe-Mo 系合金全体の様子 (Fig. 9) を見れば、4.1at% では n の値はまだ 3.0 まで低下していないとみなした方が良さそうである。さらに、組織観察によれば²⁹⁾ この条件でクリープ変形した場合の組織はサブバウンダリーを含んでいる。

従来 $n=3$ で、サブバウンダリーが形成されないことが粘性迂りクリープの必要条件のように考えられることがあつたが、本実験の結果はこの予想に反するものである。すなわち、 $n>3$ でサブバウンダリーが存在していても、定常クリープ変形に対して転位の粘性的迂り運動が重要な役割を果たしている場合がある。同じ結論が Fe-1.8at%Mo 合金¹²⁾ および Al-2.2at%Mg 合金⁴⁾ でも得られている。

4.3 定常クリープ特性

クリープ変形において、転位の粘性的迂り運動が重要な役割を果たしている場合には、変形速度 $\dot{\gamma}$ は BAILEY-OROWAN の式

$$\dot{\gamma} = \rho_m b \bar{v} \dots \dots \dots (2)$$

で解析できる。ここで ρ_m は運動転位密度、 \bar{v} は転位の

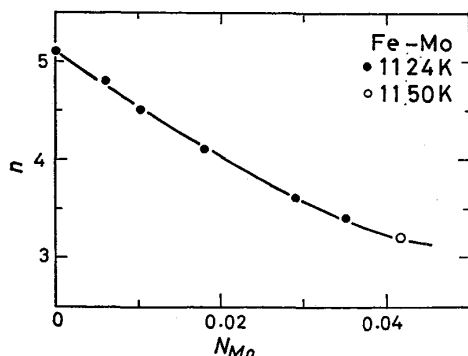


Fig. 9. Stress exponent, n , for steady-state creep rates in α -Fe-Mo alloys at high temperatures as a function of solute concentration, N_{Mo} ²⁸⁾.

平均運動速度、 b はバーガース・ベクトルである。粘性抵抗の主要原因がコットレル雰囲気を引きずりに基因する場合には、運動速度の小さい範囲では \bar{v} は平均有効応力 $\bar{\sigma}^*$ に比例し、次式で示される³⁰⁾³¹⁾。

$$\bar{v} = \frac{DkT}{136NCG^2\epsilon_b^3 R_m^3 b} \bar{\sigma}^* \dots \dots \dots (3)$$

ここで、 D は溶質の拡散係数、 N は単位体積中の原子の数、 C は溶質の平均濃度、 G は剛性率、 ϵ_b は原子寸法因子、 R_m は溶媒原子半径であり、また k, T は通常の意味を示す。なお、本式右辺の分母にある数値定数 136 は、吉永の指摘³²⁾に従つて原論文の値を 2 倍したものである。

以上のことから、コットレル雰囲気を引きずつて粘性的に移動している転位の運動という立場から定常クリープを解析すると、実測される定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ と転位密度 ρ および平均有効応力 $\bar{\sigma}^* \equiv \sigma_a - \bar{\sigma}$ との間には

$$\dot{\epsilon}_s = \phi \cdot 2\rho \cdot \frac{DkT}{136NCG^2\epsilon_b^3 R_m^3} \cdot \phi \bar{\sigma}^* \dots \dots \dots (4)$$

の関係があることになる。ここで、運動転位密度 ρ_m は実際に観察される転位密度 ρ の 2 倍程度と見積られている³⁾。また、 ϕ は方位因子である。

以下では、式(4)から導かれる理論値と実測値について比較検討してみる。なお、組織(転位密度)に関するデータは、別に報告²⁹⁾している同一素材についての観察結果を用いる。

4.3.1 応力依存性

$\dot{\epsilon}_s, \rho, \bar{\sigma}^*$ が σ_a のべき関数として表示できるならば、 $\dot{\epsilon}_s$ の応力依存性は式(4)から

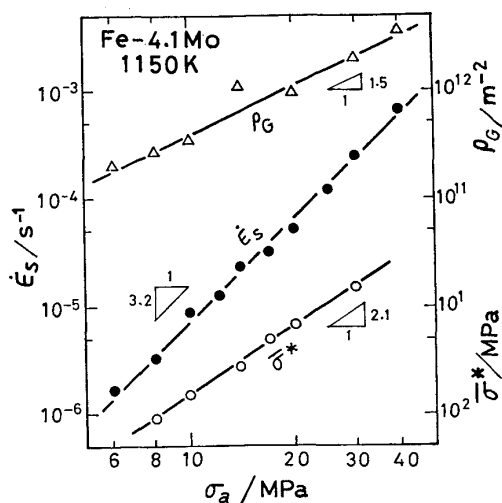


Fig. 10. Applied-stress dependence of creep rate, $\dot{\epsilon}_s$, average effective stress, $\bar{\sigma}^*$, and density of dislocations within subgrains, ρ_G ²⁹⁾, in steady-state creep of Fe-4.1Mo alloy at 1150 K.

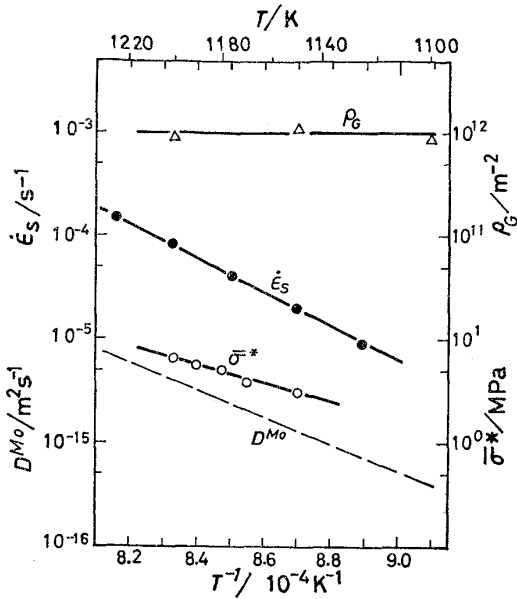


Fig. 11. Temperature dependence of steady-state creep rate, $\dot{\epsilon}_s$, average effective stress, $\bar{\sigma}^*$, and density of dislocations within subgrains, ρ_G ²⁹⁾, in steady-state creep of Fe-4.1Mo alloy under 14.0MPa. Diffusion coefficients of molybdenum in Fe-4.5at% Mo alloy¹⁷⁾ are also shown.

$$\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_s}{\partial \ln \sigma_a} = \frac{\partial \ln \rho}{\partial \ln \sigma_a} + \frac{\partial \ln \bar{\sigma}^*}{\partial \ln \sigma_a} \dots \dots \dots (5)$$

で示すことができるはずである。

Fig. 10 に $\dot{\epsilon}_s$, ρ , $\bar{\sigma}^*$ の応力依存性を示す。なお ρ としては、サブグレイン内の転位密度 ρ_G を示してある。図からわかるように、 ρ , $\bar{\sigma}^*$ を σ_a のべき関数として示すとすれば、 $\partial \ln \rho_G / \partial \ln \sigma_a = 1.5 \pm 0.2$, $\partial \ln \bar{\sigma}^* / \partial \ln \sigma_a = 2.1 \pm 0.1$ となる。両者の和 $(1.5 \pm 0.2) + (2.1 \pm 0.1) = 3.6 \pm 0.3$ は、 $n = \partial \ln \dot{\epsilon}_s / \partial \ln \sigma_a = 3.2 \pm 0.2$ と実験誤差の範囲で一致しているとみなすことができる。

4.3.2 温度依存性

クリープ速度の温度依存性を、一定応力の下での見掛けの活性化エネルギー $Q_c \equiv \partial \ln \dot{\epsilon}_s / \partial (-1/RT)$ という形で表現すれば、式(4)から

$$Q_c = \frac{\partial \ln \rho}{\partial (-1/RT)} + \frac{\partial \ln \bar{\sigma}^*}{\partial (-1/RT)} + Q_D - 2 \frac{\partial \ln G}{\partial (-1/RT)} + RT \dots \dots \dots (6)$$

となる。ここで、 Q_D は溶質原子の拡散の活性化エネルギーである。

Fig. 11 に $\sigma_a = 14\text{MPa}$ の場合の $\dot{\epsilon}_s$, ρ , $\bar{\sigma}^*$ および D^{Mo} の温度依存性を示す。図からもわかるように、 ρ_G にはほとんど温度依存性は無く²⁹⁾, $\partial \ln \rho / \partial (-1/RT) = 0 \pm 24 \text{kJ/mol}$ と見積られる。したがって、 $\dot{\epsilon}_s$ の温度依

存性を定めているのは、主に $\bar{\sigma}^*$ と D^{Mo} の温度依存性であるといえる。

式(6)右辺の各項の値 (kJ/mol) は順に 0 ± 24 , 173 ± 17 , 240 ± 5 ¹⁷⁾, -20 ± 2 ³³⁾³⁴⁾, 10 ± 1 となる。これらの総和 $Q_c^{\text{a1c}} = 423 \pm 49 \text{kJ/mol}$ と $\dot{\epsilon}_s$ の見掛けの活性化エネルギーの実測値 $Q_c^{\text{bbs}} = 320 \pm 8 \text{kJ/mol}$ とを比較すると、実験誤差を考慮に入れても、計算値の方が約 15% 大きい。本系合金と類似の高温クリープ挙動を示す Al-5.5at%Mg 合金の場合にも、活性化エネルギーは計算値の方が実測値よりもやや大きいことが知られている³⁵⁾。現在は、このような差が理論の不完全さに基因しているのか、あるいは各種因子測定の実験上の限界によるものかは明らかではない。したがって、ここでは、コトレル雰囲気を引きずつて運動する転位によつて生じていると考えた場合のクリープの見掛けの活性化エネルギーは、クリープ速度の実測値から求められる見掛けの活性化エネルギーに近い値を示すという結論にとどめておく。

4.3.3 クリープ速度

クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ の応力依存性および温度依存性は、式(4)を仮定すれば、 ρ , $\bar{\sigma}^*$, D などの応力依存性および温度依存性によつてほぼ説明できることがわかった。そこで、定常クリープ速度の絶対値について検討を加えてみる。

比較は $\sigma_a = 14.0 \times 10^6 \text{Nm}^{-2}$, $T = 1150\text{K}$ の条件で行うことにする。 D としては Mo の拡散係数を用いる。Fe-4.5at%Mo 合金中の Mo の格子自己拡散係数は、1150K において $D^{\text{Mo}} = 1.50 \times 10^{-13} \text{m}^2\text{s}^{-1}$ と報告されている¹⁷⁾。 G としては、 $\alpha\text{-Fe}$ 単結晶における測定値³³⁾から多結晶に対する値を算出³⁴⁾して得た 1153K における値 $G = 0.47 \times 10^{11} \text{Nm}^{-2}$ を用いる。原子寸法因子としては、KING³⁶⁾ が報告している値 $\epsilon_b = 0.0843$ を用いる。 ρ はサブグレイン内の転位密度とすれば $\rho_G = 4.4 \times 10^{11} \text{m}^{-2}$ であり²⁹⁾, $\bar{\sigma}^*$ は本研究の結果から $\bar{\sigma}^* = 1.6 \times 10^6 \text{Nm}^{-2}$ である。

いま $\phi = 1/2$ として $\dot{\epsilon}_s$ を式(4)によつて求めてみると、 $\dot{\epsilon}_s^{\text{a1c}} = 2.9 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$ (14MPa, 1150K) となる。 $\dot{\epsilon}_s$ の実測値は、この条件の下では $\dot{\epsilon}_s^{\text{bbs}} = 2.3 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$ であつて、式(4)に各種実験値を代入して得た値よりも約 1桁大きい。なお、本合金と類似のクリープ挙動を示す Al-5.5at%Mg 合金の場合にも、 $\dot{\epsilon}_s^{\text{a1c}}$ と $\dot{\epsilon}_s^{\text{bbs}}$ との間には本例と同じ程度の不一致が認められている³⁵⁾。

このように $\dot{\epsilon}_s^{\text{bbs}}$ よりも $\dot{\epsilon}_s^{\text{a1c}}$ の方が小さく求められる主な因子としては、 ϕ と ρ が挙げられよう。 $\phi = 1/2$ は多結晶中で最大せん断応力が働いたただ1つの迂り系だ

けで変形が進行していることを仮定したものである。しかし、本合金の高温クリープ変形においては、Al-Mg合金の高温クリープの場合³⁷⁾と同様に、転位は各迂り系のシュミット因子に比例した速度で運動することができるものと考えられる。したがって、 ϕ は通常の仮定 ($\phi = 1/2$) の数倍になる可能性がある³⁸⁾。

$\dot{\epsilon}_s^{a1c}$ を求める際には、運動転位密度 ρ_m はサブグレイン内で観察されるすべての転位 ρ_G の2倍 ($\rho_m = 2\rho_G$) であると仮定した⁵⁾。しかし、透過電子顕微鏡を用いて通常の手法で観察される転位像には、かなり見落としが有ることは良く知られている³⁹⁾。したがって、1つの条件だけで撮影された組織写真から求められた ρ には、少なくとも因子1.5程度の誤差を見込む必要があらう。さらに、運動転位はサブグレイン内にある転位のみとは限らず、サブバウンダリーを構成している転位も、その速度は小さいであろうが、やはり運動している可能性がある。

以上のように、 $\dot{\epsilon}_s^{a1c}$ を求める際に用いた ϕ 、 ρ は、いずれも真の値よりも過小評価されていることになる。このように考えると、 $\dot{\epsilon}_s^{a1c}$ と $\dot{\epsilon}_s^{bs}$ の不一致の程度はかなり減少することになる。したがって、ここで用いた程度の定量的検討においては、 $\dot{\epsilon}_s^{a1c}$ は $\dot{\epsilon}_s^{bs}$ に近い値が得られたと言つてよからう。

以上の検討によつて、本合金の定常クリープ特性は ρ および $\bar{\sigma}^*$ の実測値を用いればかなり良く説明できることが明らかになった。ところで、定常状態における平衡運動転位密度 ρ_m および内部応力レベル τ_i が理論的に求められれば、上で示した検討をさらに進めることができる。理論的に ρ_m 、 τ_i を求める試みはいくつかなされてはいるが⁽⁶⁾⁽⁴⁰⁾⁽⁴¹⁾、まだ ρ 、 $\bar{\sigma}_i$ の実測値を十分説明できるものは無い。

5. 結 言

4.1at% の Mo を含む Fe-Mo 合金 (体心立方晶固溶体) の高温クリープ特性を調べ、その定常クリープ機構について若干の考察を行った。

定常クリープ速度の応力指数 n は、 $T=1150\text{K}$ 、 $\sigma_a=6\sim 40\text{MPa}$ において、 $n=3.2\pm 0.2$ であつた。また見掛けの活性化エネルギー Q_c は、 $\sigma_a=14\text{MPa}$ 、 $T=1125\sim 1225\text{K}$ において、 $Q_c=320\pm 8\text{kJ/mol}$ であつた。この値は合金中の Mo の格子自己拡散のための活性化エネルギー値よりも少し大きい。

1次クリープ曲線の形状が逆せん移型あるいはS字せん移型であること、応力急増時に瞬間永久ひずみを生じないこと、さらにその後のせん移クリープ曲線形状が逆

せん移型であることなどから、本合金のクリープ変形時における転位の迂り運動は粘性的なものであることがわかつた。

定常クリープ期における内部応力レベルを dip test 法によつて調べたところ、平均内部応力は明らかに外部 (クリープ) 応力よりも小さいことがわかつた。したがって、本合金の定常クリープ変形においては、転位の粘性的な迂り運動は重要な役割を担っているものと考えられる。

定常クリープ特性を、コットレル雰囲気を引きずつて粘性的に迂っている転位の運動という立場に立つて解析してみた。実験的に得た有効応力や転位密度から計算される定常クリープ速度の応力依存性および温度依存性は、定常クリープ速度実測値の応力および温度依存性にほぼ一致する。クリープ速度の絶対値は、計算値の方が実測値よりも1桁程度小さい。

本研究に用いた試料素材は新日本製鉄株式会社基礎研究所から提供されたものである。また実験の一部は、本学学生工藤一弘君 (現在大和製缶勤務) および塚本裕彰君 (現在本田技研勤務) の協力を得て行つた。ここに記して謝意を表する。

文 献

- 1) O. D. SHERBY and P. M. BURKE: Prog. Mater. Sci., 13 (1968), p. 325
- 2) K. L. MURTY, F. A. MOHAMED, and J. E. DORN: Acta Met., 20 (1972), p. 1009
- 3) F. A. MOHAMED: Met. Trans., 9A (1978), p. 1013
- 4) H. OIKAWA, K. SUGAWARA, and S. KARASHIMA: Trans. JIM, 19 (1978), p. 611
- 5) 堀内 良, 大塚正久: 日本金属学会誌. 35 (1971), p. 406; Trans. JIM, 17 (1976), p. 559
- 6) 吉永日出男, 当摩 健, 諸住正太郎: 日本金属学会誌, 38 (1974), p. 826; Trans. JIM, 17 (1976), p. 559
- 7) H. OIKAWA, N. MATSUNO, and S. KARASHIMA: Metal Sci. J., 9 (1975), p. 209
- 8) S. KARASHIMA, H. OIKAWA, and T. WATANABE: Trans. TMSAIME, 242 (1969), p. 1703
- 9) A. FUCHS and B. ILSCHNER: Acta Met, 17 (1969), p. 701
- 10) 及川 洪, 前田正浩, 辛島誠一: 日本金属学会誌, 37 (1973), p. 599
- 11) H. OIKAWA, N. KURIYAMA, D. MIZUKOSHI, and S. KARASHIMA: Mater. Sci. Eng., 29 (1977), p. 131
- 12) H. OIKAWA, D. MIZUKOSHI, and S. KARASHIMA: Met. Trans., 9A (1978), p. 1281
- 13) D. MIZUKOSHI, H. OIKAWA, and S. KARASHIMA:

- Trans. ISIJ, 18 (1978), p. 696
- 14) H. OIKAWA and K. SUGAWARA: *Script. Met.*, 12 (1978), p. 85
 - 15) 当摩 健, 吉永日出男, 諸住正太郎: 日本金属学会誌, 38 (1974), p. 170; *Trans. JIM*, 17 (1976), p. 102
 - 16) H. OIKAWA, M. MAEDA, and S. KARASHIMA: *Script. Met.*, 17 (1972), p. 339
 - 17) 野原清彦, 平野賢一: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 1053
 - 18) K. MARUYAMA and S. KARASHIMA: *Trans. JIM*, 16 (1975), p. 671
 - 19) 菅原勝義: 東北大学修士論文 (1976)
 - 20) H. OIKAWA, J. KARIA, and S. KARASHIMA: *Metal Sci. J.*, 8 (1974), p. 102
 - 21) T. HASEGAWA, Y. IKEUCHI, and S. KARASHIMA: *Metal Sci. J.*, 6 (1972), p. 78
 - 22) M. ASANO, O. IZUMI, and E. TANAKA: *Trans. JIM*, 9 (1968), p. 349
 - 23) T. TAKEUCHI: *Trans. JIM*, 18 (1977), p. 97
 - 24) 菊池潮美, 清水 遵, 馬場宏之, 足立正雄: 日本金属学会誌, 41 (1977), p. 1272
 - 25) H. OIKAWA: *Phil. Mag.*, A37 (1978), p. 707
 - 26) 安田 顕, 及川 洪, 辛島誠一: 未発表
 - 27) J. WEERTMAN: *J. Appl. Phys.*, 28 (1957), p. 1185
 - 28) 前田正浩: 東北大学修士論文 (1972)
 - 29) 佐伯真事, 及川 洪, 辛島誠一: 日本金属学会誌, 43 (1979), p. 135
 - 30) A. H. COTTRELL and M. A. JASWON: *Proc. Roy. Soc.*, A199 (1949), p. 104
 - 31) 堀内 良, 吉永日出男: 日本金属学会誌, 29 (1965), p. 351; *Trans. JIM*, 6 (1965), p. 131
 - 32) 吉永日出男: 日本金属学会会報, 17 (1978), p. 414
 - 33) D. J. DEVER: *J. Appl. Phys.*, 43 (1972), p. 3293
 - 34) R. HILL: *Proc. Roy. Soc.*, A65 (1952), p. 349
 - 35) H. OIKAWA and A. YASUDA: *Metal Sci.*, 13 (1979). (印刷中)
 - 36) H. W. KING: *J. Mater. Sci.*, 1 (1966), p. 79
 - 37) 大塚正久, 堀内 良: 日本金属学会誌, 36 (1972), p. 809
 - 38) 堀内 良: 高温変形と破壊 (日本金属学会シンポジウム予稿, 1978), p. 10
 - 39) P. B. HIRSCH: "The Relation between the Structure and Mechanical Properties of Metals" (H. M. S. O., London, 1963), p. 39
 - 40) S. TAKEUCHI and A. S. ARGON: *Acta Met.*, 24 (1974), p. 779.
 - 41) J. WEERTMAN: *Acta Met.*, 25 (1977), p. 1393