

論 文

UDC 669.15'24'26-194 : 539.376 : 539.434 : 620.186.8

17Cr-14Ni 鋼の高温クリープ特性に及ぼす結晶粒度の影響*

近 藤 義 宏**・松 尾 孝***

(故) 篠 田 隆 之****・田 中 良 平***

Effect of Grain Size on the High Temperature Creep Properties of 17Cr-14Ni Steel

Yoshihiro KONDO, Takashi MATSUO,

(late) Takayuki SHINODA, and Ryohei TANAKA

Synopsis:

The effect of grain size, ranged from 22 to 404 μm , on the creep behavior of carbon free 17Cr-14Ni steel was studied at the temperature of 850 and 900°C.

The creep properties, mainly steady state-or minimum-creep rate, strongly depend on the grain size, that is, 1] steady state creep rate, $\dot{\epsilon}_s$, is independent of grain size for the grain sizes from 100 to 200 μm , where $\dot{\epsilon}_s$ reaches the minimum, 2] below about 100 μm , $\dot{\epsilon}_s$ increases with the decrease of grain size, whereas, 3] above about 200 μm , $\dot{\epsilon}_s$ increases with the increase of that.

From the measurement of internal stress (σ_i) and the observation of the microstructures, it was concluded that under the constant applied stress the increase in $\dot{\epsilon}_s$ with the decrease of grain size is attributable to the increase of effective stress, $\sigma_e = \sigma_a - \sigma_i$, where σ_a is the applied stress.

On the other hand, the recrystallization at the grain boundary triple points between large grains induced by the stress concentration seems to increase $\dot{\epsilon}_s$ with the increase of grain size above 200 μm .

1. 緒 言

金属材料の高温クリープ特性の結晶粒度依存性を調べた研究報告はこれまでいくつか挙げられるが^{1)~13)}、現象論的にも結晶粒度の効果について統一的な見解は得られておらず、したがってまた、耐熱鋼や超合金の高温クリープ強さの結晶粒度依存性がクリープにおける変形機構とどのように関連し、どのような原因によつて生ずるものか、いまだ不明な点が多い。

ここで、今まで純金属及び合金で報告された定常クリープ速度の結晶粒度依存性に関する実験結果を整理すると、以下のようになる。

- i) 粗粒のものほど定常クリープ速度は小さい¹⁾²⁾⁸⁾⁹⁾。
- ii) 細粒のものほど定常クリープ速度は小さい^{11)~13)}。
- iii) 定常クリープ速度を最小とする結晶粒径 (これを以後 L_M と呼ぶ) が存在し、この粒径よりも粗粒あるいは細粒側で定常クリープ速度は増加する⁶⁾⁷⁾¹⁰⁾。

これらの相反する結果の原因としては、次のことが考えられる。

a) 研究に用いた試料の結晶粒径範囲が狭く、粗粒側あるいは細粒側での特性のみを調べている。

b) 破壊様式が粒内破壊から粒界破壊へと移行する温度、ECT (Equi-Cohesive Temperature) 近傍で試験が行われている。

以上の問題点を避けるためには、結晶粒径を可能な限り広い範囲で調整し、また、試験温度を ECT よりもかなり高い温度域に選ぶことが必要である。

一方、藤岡ら²⁾は最近、結晶粒径を 60~350 μm の範囲で変化させた Hastelloy X を用い、800~1000°C で試験を行い、粗粒のものほど定常クリープ速度は小さいことを明らかにし、これが粒径の大小にともなう炭化物の析出形態の差異に起因することを示唆した。このように、定常クリープ速度の結晶粒度依存性は、時として炭化物などの固溶析出の影響と重なつて、より複雑化する

* 昭和 53 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 53 年 10 月 17 日受付 (Received Oct. 17, 1978)

** 東京工業大学大学院 (Graduate School, Tokyo Institute of Technology, 2-12-1 Ookayama Meguro-ku 152)

*** 東京工業大学 工博 (Tokyo Institute of Technology)

**** 前東京工業大学 工博 (Formerly Tokyo Institute of Technology)

ことも考えられるので、析出相の生じない材料を用いて実験することが望ましい。

そこで本研究では、GAROFALO ら⁶⁾が 371~704°C の温度域で定常クリープ速度を最小にする L_M の存在を報告した供試鋼と同じ、析出相の生じない炭素無添加の 17Cr-14Ni 鋼を選び、結晶粒径を広い範囲に調整して、850 と 900°C でのクリープ破断強さ及び定常クリープ速度に及ぼす結晶粒度の影響を明らかにする。一方、近年、内部応力の概念をクリープに応用し、クリープ機構の解明を試みる研究が多くなされている¹⁴⁾¹⁵⁾。そこで WILLIAMS らの手法¹⁶⁾による内部応力の測定を試み、また、結晶粒径による定常クリープ速度の変化との関連を検討し、併せて定常クリープ領域でのクリープ中断材の薄膜による透過電顕観察も行い、内部応力及び微細組織の観点から定常クリープ速度の結晶粒度依存性の原因についても検討することとした。

2. 供試鋼及び実験方法

供試鋼である炭素無添加の 17Cr-14Ni 鋼は真空高周波炉にて 5 kg の鋼塊を溶製し、これを熱間鍛伸して 13 mm 角棒とし、以下の実験に供した。供試鋼の分析組成を Table 1 に示す。75~404 μm の結晶粒径をもつ試料は Table 2 (a) に示す条件で熱処理して調製し、標点間距離 30 mm、平行部径 6 mm の丸棒クリープ試験片とした。また、22~164 μm の結晶粒径をもつ試料は Table 2 (b) に示すように、1200°C で 1 h の固溶化熱処理を施した後、70% の冷間圧延を行い、再度 1000~1200°C で再結晶化熱処理を行って調整し、標点間距離 30 mm、平行部の幅 4 mm、厚さ 1.8 mm の板状クリープ試験片に加工した。これらにより計 7 水準の結晶粒径をもつ試験片を準備した。なお、結晶粒径の測定は線分析法を用い、300~500 個の結晶粒について行った。

クリープ試験温度は ECT 以上である 850 及び 900°C を選び応力は 3.0 及び 3.5 kg/mm² とした。クリープ速度は差動トランスを用いて伸びを自動記録させたものから読みとつた。内部応力測定は定常クリープ域にて荷重を僅かに減じ、歪が再び増えはじめるまでの潜伏期から求める方法¹⁶⁾を用いた。

さらに内部応力と下部組織との関連性を検討するために、クリープ中断材より作製した薄膜について加速電圧、150 及び 200 kV での透過電顕観察を行った。なお、クリープ中断材は定常クリープ領域で急冷(水冷)して組織を凍結させたものを用いた。

Table 1. Chemical composition of 17Cr-14Ni steel studied (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.007	0.38	1.29	0.003	0.009	14.06	17.87

Table 2. The conditions of solid solution treatment to change the grain size of 17Cr-14Ni steel.

a) Rod type specimen for creep test.

The condition of solid solution treatment	Grain size(μm)
1 200°C × 60 h	404
1 200°C × 5 h	260
1 100°C × 10 h	106
1 100°C × 1 h	75

b) Plate type specimen for creep test.

The condition of solid solution treatment	Grain size(μm)
1 200°C × 1 h	164
→70% C.R. →	57
1 100°C × 1/20 h	22
1 000°C × 1/20 h	22

All specimens were quenched in water.
C.R. : Cold rolling

3. 実験結果および考察

3.1 固溶化組織

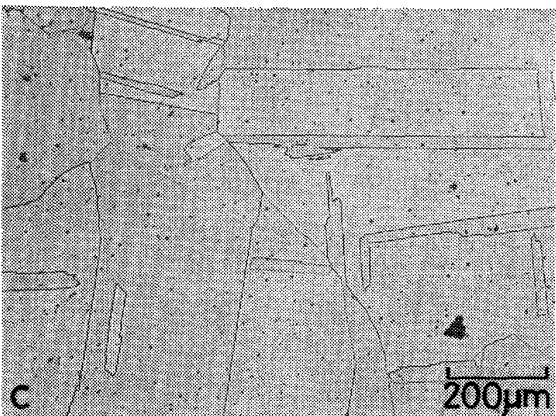
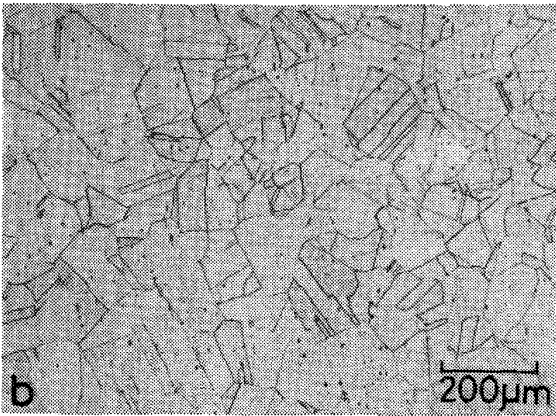
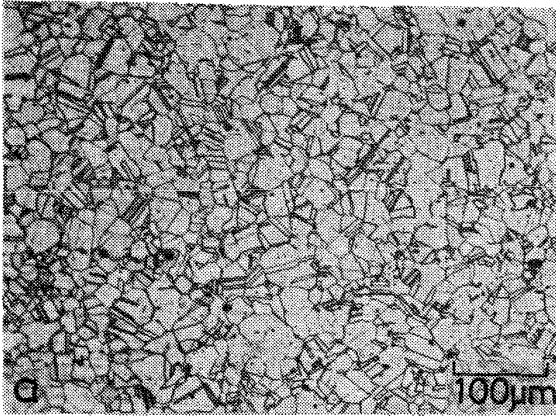
Photo. 1 に異なる結晶粒径に調整された固溶化熱処理材の代表的な光顕組織を示す。いずれの試料もほぼ完全な固溶化組織を示し、22~404 μm の広い範囲にわたつて、オーステナイト結晶粒径はよく調整されている。

3.2 クリープ破断特性

850°C、応力 3.5 kg/mm² での代表的な時間一ひずみ曲線を結晶粒径が 22, 260 及び 404 μm の 3 試料について Fig. 1 に示す。この図より、破断時間は 22 μm の試料が最も短く、260 μm の試料が最も長いこと、また、260 μm よりさらに大きな 404 μm の試料は破断時間がかかなり減少すること、さらに破断伸びは結晶粒径が小さな試料ほど大きな値を示し、22 μm の試料では 34% にも達する伸びを示すことがわかる。このことより、17Cr-14Ni 鋼は 850°C でもクリープ特性に顕著な結晶粒度依存性が存在することが明らかである。

3.3 定常クリープ速度

Fig. 2 に 850°C での代表的な応力一定常クリープ速度曲線を 22, 260 及び 404 μm の結晶粒径をもつ 3 試料について示す。同図より、結晶粒径が 260 μm の試料は定常クリープ速度が最も小さく、404 μm の試料のそ



a) 22 μm b) 106 μm c) 404 μm

Photo. 1. Microstructures of the specimens with grain sizes from 22 to 404 μm after solution treatment.

れは若干大きい。一方、22 μm の試料は 260 μm の試料に比べて、一桁近く大きな定常クリープ速度を示している。

また、定常クリープ速度の応力指数、 n は 22 及び 260 μm の試料では約 5 であるのに対して、404 μm の試料では 8 という大きな値を示しており、粗粒側では定常クリープ速度の応力依存性は増大することがわかる。

ここで、850°C、応力 3.0, 3.5 kg/mm² 及び 900°C、応力 3.0 kg/mm² での定常クリープ速度の結晶粒度依存性を Fig. 3 に示す。いずれの温度及び応力下でも定

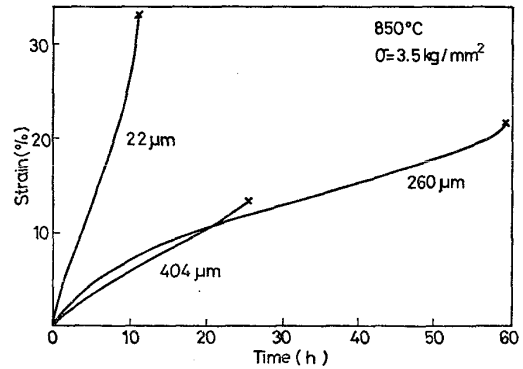


Fig. 1. Representative time-strain curves for the specimens with grain sizes of 22, 260 and 404 μm.

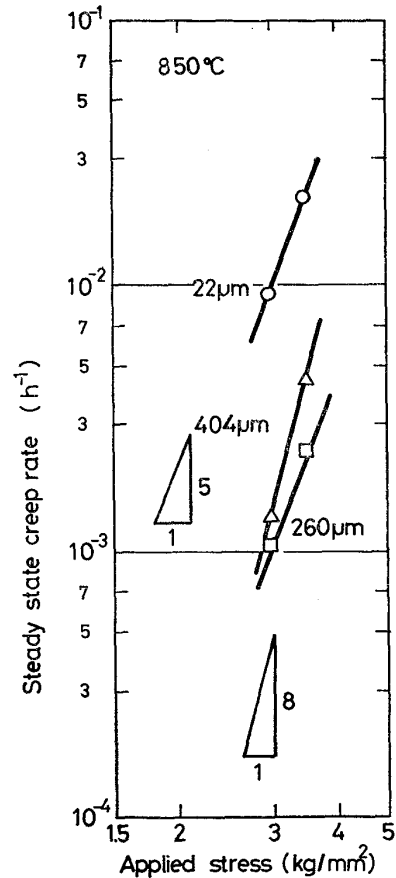


Fig. 2. Steady state creep rate-stress curves for the specimens with grain sizes of 22, 260 and 404 μm.

常クリープ速度を最小にする結晶粒径 L_M が存在し、それは 100~200 μm の粒径範囲にあり、結晶粒径が L_M より小さくても、また大きくても定常クリープ速度は増大する。

以上のことより、炭素無添加の 17Cr-14Ni 鋼においては 850~900°C の温度域でも、GAROFALO らの 400~700°C での結果⁶⁾と同様に、定常クリープ速度の顕著な

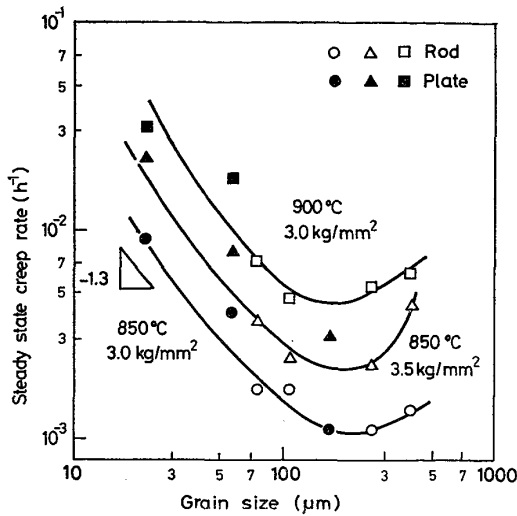


Fig. 3. Variation of steady state creep rate with grain size at 850 and 900°C.

結晶粒度依存性が認められ、定常クリープ速度を最小にする結晶粒径 L_M が存在することは明らかである。

3.4 定常クリープ速度の結晶粒度依存性についての検討

前節で、炭素無添加の 17Cr-14Ni 鋼は、850 及び 900°C、応力 3.0~3.5 kg/mm² でも定常クリープ速度を最小にする結晶粒径 L_M が 100~200 μm の粒径範囲にあり、これより細粒あるいは粗粒でも定常クリープ速度は増加する顕著な結晶粒度依存性があることを明らかにした。

そこで、本節では定常クリープ速度を最小にする結晶粒径 L_M を境にして、

(A) 細粒であるほど、定常クリープ速度が増大する。

(B) 粗粒であるほど、定常クリープ速度が増大する。

という、粒度依存性の逆転現象の主たる因子について検討を加える。

3.4.1 細粒側での定常クリープ速度の結晶粒度依存性

結晶粒径が細くなると、定常クリープ速度が増大することに関して、まず考えられる要因を以下に列挙する。

a) 拡散クリープ

i) Nabarro-Herring クリープ¹⁷⁾

ii) Coble クリープ¹⁸⁾

b) 粒界すべり¹⁹⁾

c) 粒界が転位の発生源及び消滅源として働く⁶⁾²⁰⁾

d) 粒界面積の増加に伴う粒内での微細な析出物の減少²⁾

e) 微細な結晶粒の試料に施された熱処理が、完全な固溶化温度に達していないこと¹⁾⁹⁾

d) に関しては、本研究での供試鋼は炭素量が 0.01 wt% 以下ときわめて少なく、かつ、試験温度も 850°C 以上であるため、炭化物の析出は認められない²¹⁾。したがって、これは重要な因子とは考えられない。また、e) については、いずれの試料も完全な固溶化材であり、これも重要な因子としては考えられない。そこで、他の因子について検討する。BECKITT ら²²⁾が ASHBY と DUNLOP の私信に基づいて提示した 304L 鋼の高温変形機構図によれば、本実験の温度、応力条件は a) の拡散クリープ域にはなく、回復クリープ域にあると推察できる。しかし、彼らの変形機構図は理論式により導かれたため、実験値とは異なることも考えられる。加えて、Nabarro-Herring クリープ及び Coble クリープは結晶粒度依存性が顕著であるため、この 2 つの機構についても考慮する必要がある。そこで、本実験結果をこれら 2 つのクリープ機構と対応させて検討してみる。

さて、拡散クリープの定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ について ASHBY は次式

$$\dot{\epsilon}_s = 14 \frac{\sigma \Omega}{kT} \cdot \frac{1}{d^2} D_V \left\{ 1 + \frac{\pi \delta}{d} \cdot \frac{D_B}{D_V} \right\} \dots (1)$$

を導いた²³⁾。ここで Ω は原子容、 d は結晶粒径、 D_V は体積拡散係数、 D_B は粒界拡散係数、また δ は拡散輸送に関する粒界の有効断面積である。この式より Nabarro-Herring クリープが定常クリープを律速する場合には同式は括弧内の第一項が支配的となり、

$$\dot{\epsilon}_s = 14 \frac{\sigma \Omega}{kT} \cdot \frac{D_V}{d^2} \dots (2)$$

になる²³⁾。これより、Nabarro-Herring クリープでは定常クリープ速度の応力指数 n は 1 となり、定常クリープ速度の結晶粒度依存性を示す指数は -2 となる。一方、Coble クリープが定常クリープを律速する場合には、(1) 式は第 2 項が支配的となり、

$$\dot{\epsilon}_s = 14 \frac{\sigma \Omega}{kT} \cdot \frac{\pi \delta}{d^3} D_B \dots (3)$$

となる²³⁾。したがって、Coble クリープでは n 値は Nabarro-Herring クリープと同様に 1 であるが、定常クリープ速度の結晶粒度依存性を示す指数は -3 となるはずである。また、粒界拡散が支配的となるため、クリープの見掛けの活性化エネルギーも減少するであろう²⁴⁾。

そこで、850°C での応力指数及びクリープの見掛けの活性化エネルギーの結晶粒度依存性を求めたその結果を Fig. 4 に示す。この図より、約 100 μm 以下の細粒側では、応力指数、 n は結晶粒径に依存せず、ほぼ 5 となり、 Q_c も約 80 kcal/mol でほぼ一定であることがわかる。

次に、細粒側での定常クリープ速度の結晶粒度依存性

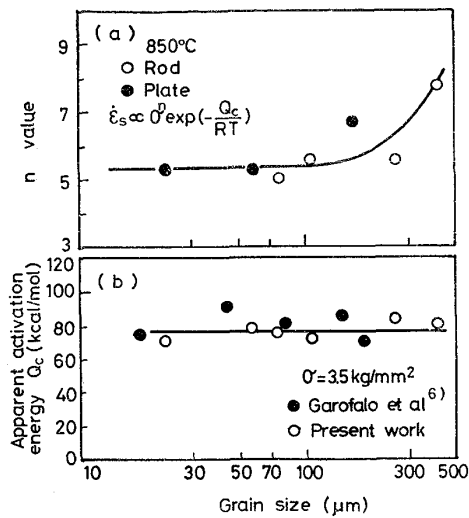


Fig. 4. Changes in n value (a) and Q_c (b) with grain size.

について $\dot{\epsilon}_s \propto d^m$ の関係が成り立つものとして、指数 m を Fig. 3 の約 $100 \mu\text{m}$ 以下での負の勾配について調べ、その結果を Table 3 に示す。同表より、細粒側での指数 m は約 -1.3 である。

これらの結果から明らかなように、まず定常クリーブ速度の結晶粒度依存性を示す指数は Nabarro-Herring クリーブの -2 にほぼ近い値ともいえるが、Coble クリーブの -3 とは大きく異なり、また、クリーブの見掛けの活性化エネルギー Q_c も細粒側で著しくは低下せず、加えて応力指数は約 5 であったことより、Nabarro-Herring クリーブ及び Coble クリーブのいずれも本実験におけるクリーブの支配因子とは考え難いことが結論される。

以上のことより、本実験の温度、応力条件は BECKITT らの示した変形機構図における転位の回復クリーブ域にあると考えて差し支えないであろう。したがって、細粒ほど定常クリーブ速度が増大する原因としては、転位の回復過程と密接に関連する前記の b) 粒界すべり及び c) 粒界が転位の発生源及び消滅源として働くことの2つが考えられる。著者らは、この観点より、転位の回復過程は下部組織の変化と密接に関連し、この下部組織の変化を通して内部応力の大小にも関連するものと考え、内部応力 σ_i を WILLIAMS らの手法¹⁶⁾により求めた*。

Fig. 5 に内部応力測定の概要を示した。すなわち、定常クリーブ領域中で、比較的小さい荷重 $\Delta\sigma_1$ だけ除

Table 3. Grain size power law for steady state creep rate.

m value			
850°C 3.0 kg/mm ²	850°C 3.5 kg/mm ²	900°C 3.0 kg/mm ²	mean
-1.36	-1.43	-1.24	-1.34

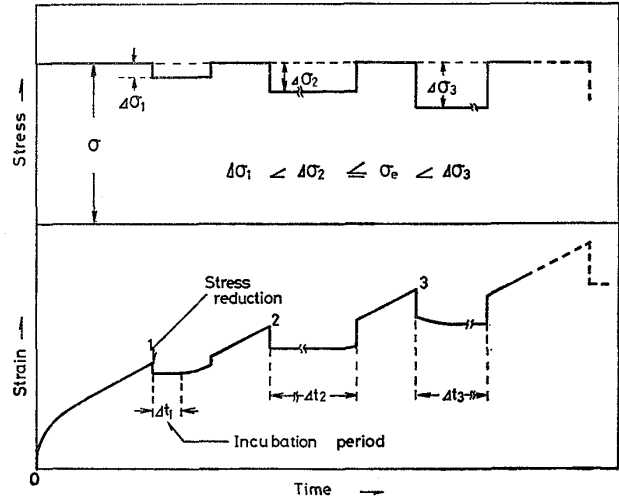


Fig. 5. Schematic diagrams of strain dip test to determine the effective stress.

荷すると、 Δt_1 の潜伏期が認められ、その後、伸びが検出される。次に一度、元の負荷応力に戻し、さらに $\Delta\sigma_1$ より大きな $\Delta\sigma_2$ だけ除荷すると、さらに長時間の潜伏期 Δt_2 が確認され、これは有効応力にほぼ近い値と考えることができる。同じ手法をくり返し、 $\Delta\sigma_2$ より大きな $\Delta\sigma_3$ だけ除荷すると、除荷直後に negative creep (負の速度をもつクリーブ) が認められるようになる。このとき $\Delta\sigma_3$ は有効応力を越えた応力とみなす。

このような方法で、負荷応力 $\sigma_a = 3.5 \text{ kg/mm}^2$ の場合について、求めた有効応力 σ_e 及び内部応力 $\sigma_i (= \sigma_a - \sigma_e)$ と結晶粒径との関係を Fig. 6 に同条件下での定常クリーブ速度と併せて示した。図より、内部応力は結晶粒径が小さくなるほど減少し、したがって有効応力は細粒になるほど増大する。そこで、この有効応力の増加は約 $200 \mu\text{m}$ 以下の結晶粒径をもつ試料での定常クリーブ速度の増加と対応しているかどうかについて検討する。

結晶粒径が $57, 75$ 及び $106 \mu\text{m}$ の試料について、有効応力及び負荷応力と定常クリーブ速度との関係を Fig. 7 に示す。いずれの試料も有効応力指数は 3 であり、ほぼ平行となるが、あわせて示した負荷応力-定常クリーブ速度曲線との比較から明らかなように、有効応力で整理すると、粒径による差異は著しく小さくなる。

そこで、定常クリーブ速度の結晶粒度依存性を 900°C 、負荷応力 3.5 kg/mm^2 及び有効応力 2.0 kg/mm^2 (負荷

* 以下に述べる WILLIAMS らの手法で求められる σ_i は内部応力 (internal stress) と呼ぶべきではなく、摩擦応力 (frictional stress) と呼ぶべきであり、 $\sigma_e = \sigma_a - \sigma_i$ (σ_a : 負荷応力) で表わされる σ_e は有効応力 (effective stress) ではなく、reduction stress と呼ぶべきであるとの議論²⁵⁾もあるが、ここでは便宜上、内部応力および有効応力の言葉を用いることとする。

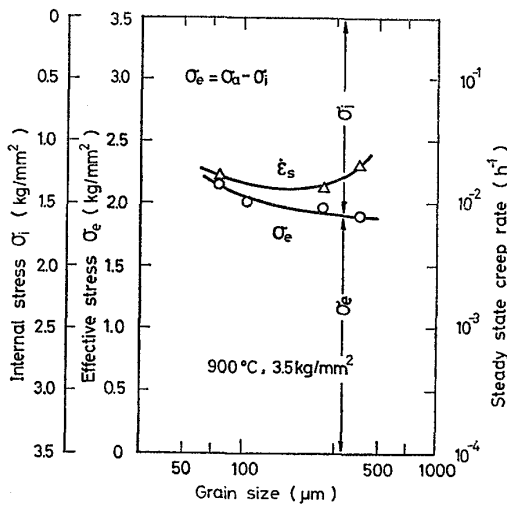


Fig. 6. Changes in effective stress, internal stress and steady state creep rate with the grain size at 900°C, 3.5 kg/mm².

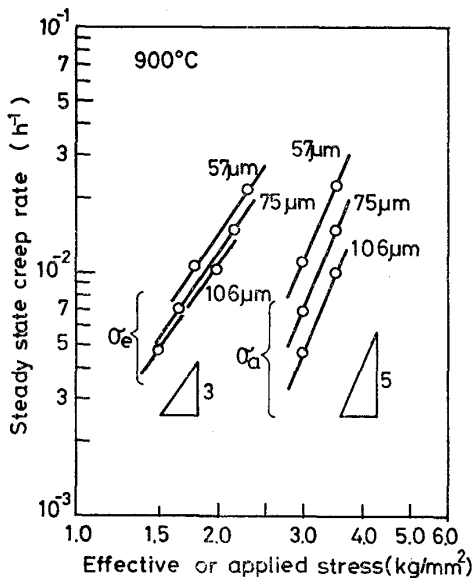


Fig. 7. Changes in steady state creep rate with effective stress and applied stress at 900°C for the specimens with the grain sizes of 57, 75 and 106 μm.

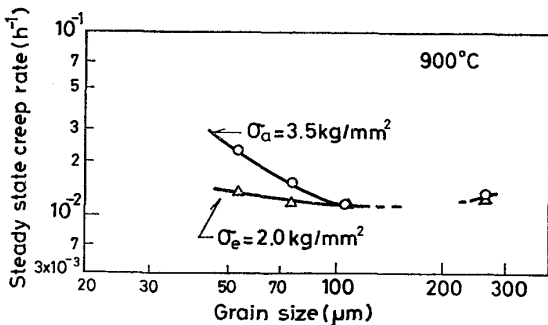


Fig. 8. Variation of steady state creep rate with grain size at 900°C under the effective stress of 2.0 kg/mm² and the applied stress of 3.5 kg/mm².

応力 3.5 kg/mm² にほぼ対応している) の場合について、Fig. 8 に示した。すなわち、有効応力で整理すると、細粒側での定常クリープ速度増加は顕著に低下し、定常クリープ速度の結晶粒度依存性は著しく減少する。これより、細粒側での定常クリープ速度の増加は、主として有効応力の増加、すなわち内部応力の減少によるものと考えることができる。しかし、図中の細粒側における $\sigma_e = 2.0 \text{ kg/mm}^2$ のときの定常クリープ速度は、細粒ほどわずかながら、なお増加の傾向がみられ、有効応力のみでは整理できないこともわかる。これは、例えば粒界すべりのような他の因子が寄与するためと考えられる。

さて、粒径の差異に伴う内部応力の変化は、下部組織の変化と密接に関連していると推察されるので、定常クリープ域にてクリープを中断した試料について、薄膜の透過電顕観察も行ったが、結晶粒径が大きなものほど、サブグレインはわずかに細くなる傾向にあり、セルは複雑化し、セル内部の転位もやや増加することが認められた。このことより、結晶粒が粗大化すると、内部応力が増加するのは、サブグレインが細くなること及びセル近傍とその内部での転位分布がやや密になることに起因すると考えられる。逆に、細粒側で細粒ほど定常クリープ速度が増加するのは、粒径が小さくなると転位の回復が促進され、下部組織を形成する転位の数も相対的に減少し、その結果として内部応力が減少するため、同一の負荷応力でも有効応力は増加して定常クリープ速度が増大するものと推論される。

3.4.2 粗粒側での定常クリープ速度の結晶粒度依存性

前節では、細粒側での定常クリープ速度の増加は、主に転位の回復が加速され、内部応力が減少し、これに伴い有効応力が増加することによると推論した。しかし、粗粒側では粒径が増大すると、内部応力及び転位の数はともに増大するため、再び、転位の回復過程が活発になるとは考え難い。したがって、粗粒側で粗粒ほど定常クリープ速度が増大することは、内部応力及び下部組織の変化では説明できない。そこで、粗粒側で内部応力が増大するにもかかわらず、定常クリープ速度が増大するのは、何に起因しているかという点を考察する。

まず、考えられる原因を列挙すると、以下のようになる。

- a) 粒界がすべりの障害物として働く⁶⁾
- b) 寸法効果^{26) 27)}
- c) Cavity の形成により、定常状態に達する前に三次クリープを起こす⁷⁾

d) 粒界三重点での局所的な応力集中²⁰⁾

e) 雰囲気による効果⁷⁾

a) については, GAROFALO ら⁶⁾が粗粒側での効果を説明するために, 定常クリープ速度は転位が掃く結晶粒の面積に比例すると考えて, Hall-Petch の式に相当する次式を導いている.

$$\dot{\epsilon}_s \propto d^2 \dots\dots\dots (4)$$

ここで d は結晶粒径である. したがって, 粗粒側での定常クリープ速度の結晶粒度依存性を示す指数は +2 とな

る. 本実験では Fig. 3 に示すように約 +1 であること, また, GAROFALO らは (4) 式が ECT 近くの低温側で支配的になると考えていることから, 850~900°C と十分に高温での本実験では, 粒界が転位の障害物として働くことは重要な因子ではないものと考えられる.

次に, b) の寸法効果については, 星田が Ni-20Cr 合金を用い, 約 1000 μm の結晶粒径をもつ試料につき試料断面積当たりの結晶粒の数を変えて, 定常クリープ速度を比較したが, 顕著な差異は認められなかつた²⁰⁾ こと, また, 本実験結果でも板状及び丸棒試験片で定常クリープ速度に顕著な差異は見出せなかつたことより, 主要な因子とは考え難い.

また, c) 及び e) は Ar 雰囲気中での実験により認められた結果⁷⁾ であることから, 本研究での直接的因子とは考え難い.

そこで, 粗粒側での定常クリープ速度の粒度依存性は, 結晶粒の粗大化に伴う粒界三重点などでの局所的な応力集中の増加に起因して, 定常クリープ速度が増大するためであると考え, 以下の検討を行った.

Photo. 2 に 850°C, 応力 3.5 kg/mm² で破断した試料の破断部近傍の顕微鏡観察組織を示す. 22 及び 106 μm の結晶粒径をもつ試料の破断組織 (それぞれ Photo. 2 (a) 及び (b)) では概して試料全面に割れが発生するのに対して, 404 μm の粗粒試料の破断組織 (Photo. 2 (c)) では破断部近傍のみに割れが認められる. また, 粗粒材は概して割れの発生に方向性があるのに対し, 細粒材では割れの発生する粒界には顕著な方向性はない. そこで, 前記 3 試料について, 割れが発生した粒界の引張方向に対する角度 (θ) と割れの発生頻度 (f) を示したのが Fig. 9 である. 粗粒材である 404 μm の破断試料では

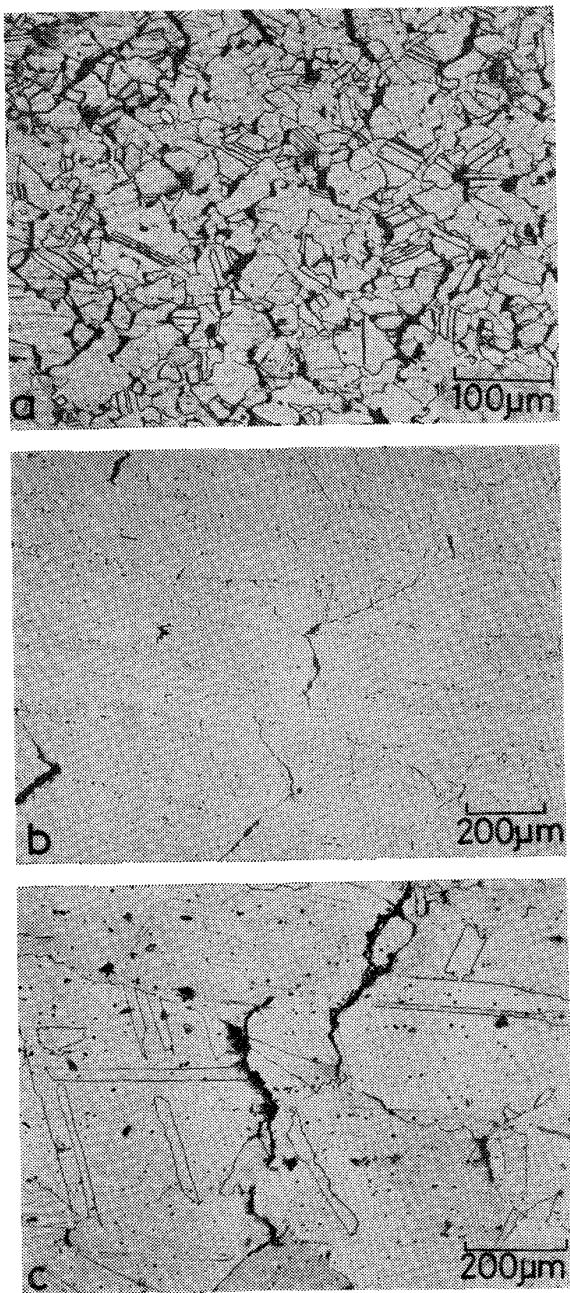


Photo. 2. Microstructures showing intergranular fracture of the specimens ruptured at 850°C under the stress, $\sigma = 3.5 \text{ kg/mm}^2$. Tensile axis is horizontal.

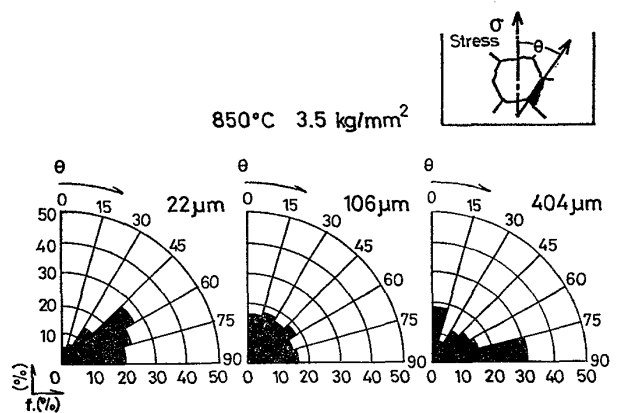


Fig. 9. Changes in frequency of crack initiation with the angle between tensile direction and grain boundary cracked, for the specimens with various grain size at 850°C, 3.5 kg/mm².

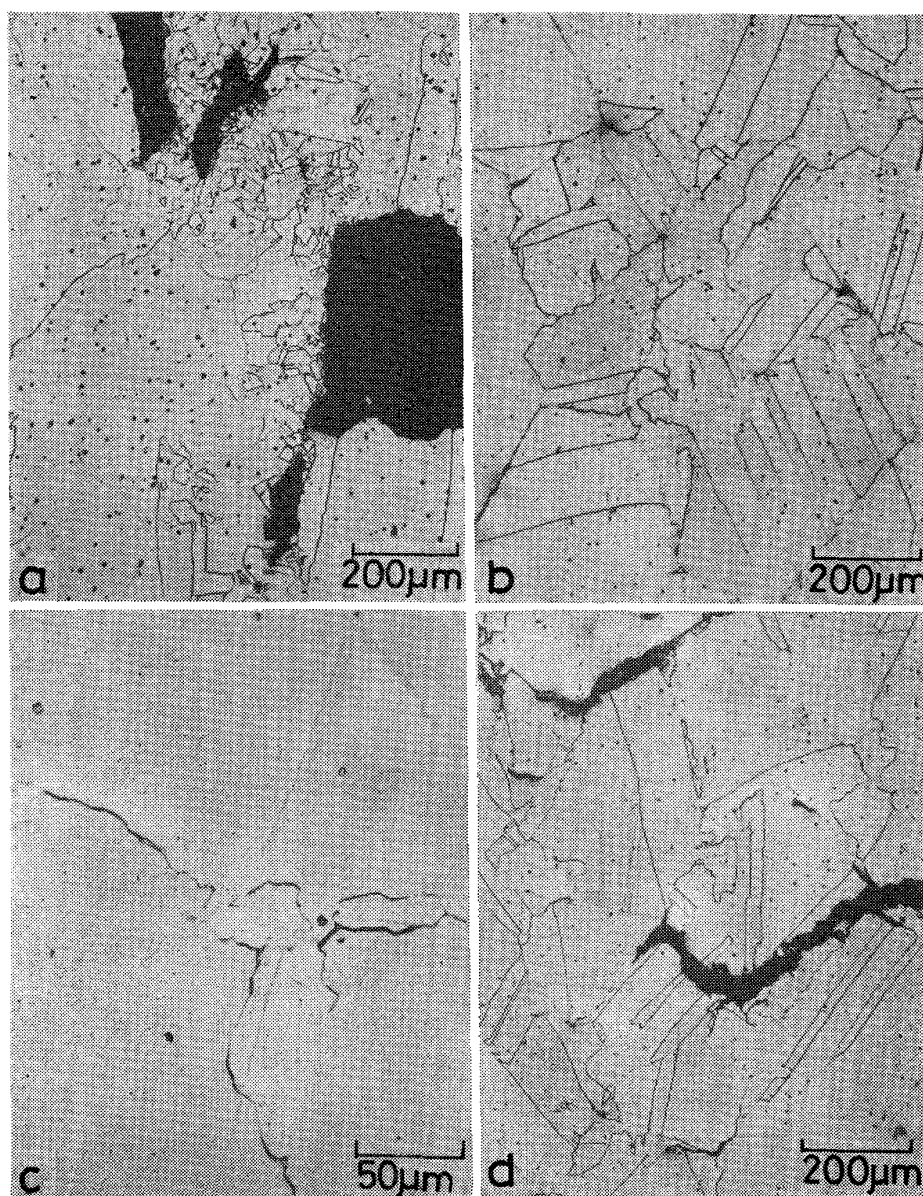
a), b), c) 4.0kg/mm² d) 2.5kg/mm²

Photo. 3. Microstructures of the specimens with the grain size of 404 μm after creep rupture test at 900°C under the stress of 4.0 and 2.5 kg/mm².

引張方向に対して垂直な粒界に割れが多く発生しているのに対し、 L_M に近い粒径 (106 μm) 及び細粒 (22 μm) の試料の破断組織では、主として 45° 方向か、あるいは全角度域にわたって割れが発生している。これは結晶粒が粗大化すると、ある特定の粒界三重点にのみ大きな応力集中が生じやすいことを示すものと考えられる²⁸⁾。また、Fig. 4 (a) より明らかなように、粒径 200 μm 以下では $n \approx 5$ であるが、粒径が大きくなると n 値は増大し、404 μm の試料では 8 に近い値となる。さらにこの 404 μm の粗粒材について n 値の応力依存性を 900°C で調べたところ、 $\sigma_a = 3.0 \text{ kg/mm}^2$ 以下の低応力側では $n \approx 4$ であるが、高応力側では $n \approx 8$ になり、

応力の僅かな増加によつてもクリープ速度は著しく増加することを意味している。これらの事実を総合すると、粗粒材では高応力側で粒界三重点などでの局所的な集中応力が大きくなり、それによつて定常クリープ速度が著しく増大したものと考えられる。

この点を確かめるため、クリープ中断材及び破断材について、主に粒界三重点に着目して、光頭による組織観察を行った。Photo. 3 は結晶粒径が 404 μm の試料を 900°C でクリープ破断した試料の光頭組織である。Photo. 3 (a) は応力 4.0 kg/mm² での破断部近傍の組織を示し、404 μm の粗粒であるにもかかわらず、かなり小さな結晶粒が認められ、(b) の破断部より約 1mm

離れた組織では、粒界で階段状の部分 (Ledge) が認められ、また粒界三重点では、粒界移動により、一方に張り出したような部分 (Fold²⁹⁾) も認められる。さらに、(b) と同様の部分を高倍率で観察した (c) では粒界三重点に Fold 及び再結晶粒が確認される。しかし、より低応力の 2.5 kg/mm^2 の場合には、Ledge が多く認められるものの、再結晶粒はほとんど認められない。また、Ledge 及び再結晶粒は定常クリープ域での中断材でも確認された。なお、Photo. 3 (c) で明らかのように、粒界近傍にはエッチピットの生じにくい領域が認められる。ここで、エッチピットの有無が転位の多少に関係すると考えれば、このエッチピットの少ない領域は他の領域と比べて転位の数が少ないことになり、回復が進行しているものと推論される。すなわち、粒界三重点などで認められた Ledge 及び再結晶粒は、荷重を加えてクリープが始まるとともに多数の転位が導入され、局所的に顕著な加工硬化が起こり、そこでは回復も加速されて再結晶も起こりやすくなつて生じたものと考えられる。

以上の実験事実及び推論から、粗粒側での定常クリープ速度の増加は、粗粒材ほど応力集中が増加して粒界三重点で局所的に大きな加工硬化を起こし、この加工硬化の増加により粒界三重点近傍に Ledge 及び再結晶粒が生じ、それは元の結晶粒に比べてごく微細であるため、細粒材と同様に、この部分が大きなひずみ速度を生じ、クリープ速度を増大させるものと結論される。

4. 結 論

本研究では結晶粒径を $22 \sim 404 \mu\text{m}$ の広い範囲にわたつて調整した炭素無添加の $17\text{Cr}-14\text{Ni}$ 鋼について、 $850 \sim 900^\circ\text{C}$ でのクリープ特性、主に定常クリープ速度の結晶粒度依存性を調べ、その原因についても考察し、以下の結論を得た。

- 1) クリープ破断時間は結晶粒径が $100 \sim 200 \mu\text{m}$ の範囲で最長となり、これより細粒あるいは粗粒になるとクリープ破断時間は短くなる。
- 2) 定常クリープ速度が最小となる結晶粒径 L_M が存在し、これも $100 \sim 200 \mu\text{m}$ の範囲にあり、 L_M より細粒であつても、また粗粒であつても定常クリープ速度は増大する。
- 3) 結晶粒径が小さくなると内部応力は減少し、有効応力は増加する。結晶粒径が小さくなるとサブグレインはわずかに大きくなり、セル内での転位の数は減少する。これは内部応力の減少と対応している。
- 4) 細粒側での定常クリープ速度の増加は有効応力の

増加でよく整理できる。これと 3) の結果とを併せて、粒径の減少に伴う定常クリープ速度の増加は、その大部分を有効応力の寄与で説明できることを明らかにした。

5) 結晶粒径が $200 \mu\text{m}$ 以下では、定常クリープ速度の応力指数 n は約 5 であるが、 $200 \mu\text{m}$ 以上の粗粒側では n は大きくなり、 $404 \mu\text{m}$ の試料では高応力側で n は 8 に近い値に増加する。

6) 破断材に認められる割れは、粗粒のものほど引張方向に対して垂直に近い粒界で多く認められた。

7) 粗粒材 ($404 \mu\text{m}$) の高応力側 (3.5 kg/mm^2) での試料には、粒界近傍に Ledge 及び再結晶粒が認められた。

8) 3), 5), 6), 7) の結果より、粗粒側では粒界三重点などでの局所的な応力集中により加工硬化が著しく起こり、この加工硬化領域は他の領域と比べ回復が速くなつて再結晶も起こり、その再結晶粒が細粒と同様に大きなひずみ速度を示して、定常クリープ速度を増加させる効果をもつものと考えられる。

終わりに、本実験に協力された明星大学理工学部学生中安則次氏 (現 東伸工業 (株)) に深く感謝します。

文 献

- 1) 仲西恒雄, 松本紀昭, 河田 修: 日本金属学会誌 41(1977), p. 263
- 2) 藤岡順三, 村瀬公一, 松田昭三, 喜多 清: 学振 123 委研究報告, 19(1978) 2, p. 165
- 3) C. R. BARRETT, J. L. LYTTON, and O. D. SHERBY: Trans. AIME, 239 (1967), p. 170
- 4) D. McLEAN: J. Inst. Metals, 81 (1952~53), p. 293
- 5) P. SHAHINIAN and J. R. LANE: Trans. ASM, 45 (1953), p. 177
- 6) F. GAROFALO, W. F. DOMIS, and F. von GEMMINGEN: Trans. AIME, 230 (1964), p. 146
- 7) W. R. JHONSON, C. R. BARRETT, and W. D. NIX: Met. Trans., 3 (1972), p. 963
- 8) K. J. IRVINE, J. D. MURRAY, and F. B. PICKERING: Structural Processes in Creep, Iron and Steel Institute Sp. Rep. no. 70, (1961), p. 246 [The Iron and Steel Inst.]
- 9) 太田定雄, 藤原優行, 内田博幸: 学振 123 委研究報告, 15(1974), p. 243
- 10) 門間改三, 須藤 一, 及川 洪: 日本金属学会誌, 28(1964), p. 258
- 11) E. R. PARKER: Trans. ASM, 50 (1958), p. 52
- 12) P. W. DAVIES and R. W. EVANS: Acta Met., 13 (1965), p. 353
- 13) O. D. SHERBY: Acta Met., 10 (1962), p. 135
- 14) W. J. EVANS and G. F. HARRISON: Metal Sci. J., 10 (1976), p. 307
- 15) P. W. DAVIES, G. NELMES, K. R. WILLIAMS,

- and B. WILSHIRE : Metal Sci. J., 7 (1973), p. 87
- 16) K. R. WILLIAMS and B. WILSHIRE : Metal Sci. J., 7 (1973), p. 176
- 17) C. HERRING : J. Appl. Phys., 21 (1950), p. 437
- 18) R. L. COBLE : J. Appl. Phys., 34 (1963), p. 1679
- 19) F. GAROFALO, F. GEMINGEN, and W. F. DOMIS: Trans. ASM, 54(1961), p. 430
- 20) 星田達男: 修士論文(東京工業大学), (1976)
- 21) E. HOUDREMONT and P. SCHAFMEISTER: Arch. Eisenhüttenw., 13 (1939), p. 53
- 22) F. R. BECKITT, T. M. BANKS, and T. GLAD-
MAN: Creep Strength in Steel and High-
Temperature Alloys, (1974), p. 71 [The
Metals Society, London]
- 23) M. F. ASHBY: Acta Met., 20 (1972), p. 887
- 24) H. W. HAYDEN, S. FLOREAN, and P. D.
GOODELL: Met. Trans., 3 (1972), p. 833
- 25) J. C. GIBELING and W. D. NIX: Metal. Sci. j.,
11 (1977), p. 453
- 26) C. E. PRICE: Acta Met., 14 (1966), p. 1781
- 27) D. HANSON: Trans. AIME, 133 (1939), p. 15
- 28) D. McLEAN: J. Inst. Metals, 85 (1956~57),
p. 468
- 29) R. C. GIFFKINS: Met. Trans., 7 (1976), p. 1225