

UDC 669.15'24'26-194.56 : 669.14.018.44 : 620.172.251.2 : 621.785.3/.7 :
620.186.8 : 620.193.46 : 546.221 : 539.434.016.3

論 文

オーステナイト耐熱鋼のクリープ破断特性におよぼす
粒界反応の影響*

田 中 学**・宮 川 大 海***

坂 木 庸 晃***・藤 代 大****

The Effect of the Grain Boundary Reaction on the Creep Rupture
Properties of the Austenitic Heat Resisting SteelManabu TANAKA, Ohmi MIYAGAWA,
Tsune-aki SAKAKI, and Dai FUJISHIRO

Synopsis:

The effect of the grain boundary reaction on the creep rupture properties has been investigated for an austenitic engine valve steel (21-4N) at 600°-800°C.

The creep ductility as well as the minimum creep rate increased with increasing amount of the reaction but its increase came to a halt above about 30 per cent of the reaction. The creep rupture strength was remarkably improved by very small amount of the reaction, and the steel with about 8 per cent of it had the maximum strength and the favorable ductility, while more than about 8 per cent of it rather decreased the rupture strength in spite of the increased ductility. A noticeable notch strengthening was observed on the steels with more than about 30 per cent of the reaction, but the steels with poor ductility were apt to be notch weakened.

It was found by means of both optical and scanning electron microscopies that the increase in strength and ductility was resulted from the retardation of the grain boundary sliding and the occurrence of the ductile intergranular fracture owing to the reaction.

1. 緒 言

近年、各種内燃機関の高性能化にともない、それらの高温部材として十分な強度をもつ耐熱合金に対する要求がますます盛んになつており、Ni 基超合金やオーステナイト耐熱鋼を含め、これまでに多数の耐熱合金が開発され、実用化されている^{1)~3)}。現在、内燃機関用排気弁などに広く用いられているオーステナイト耐熱鋼は、1100°~1200°C で溶体化処理後、700°~800°C で時効処理を行なつて、炭化物や窒化物を微細に析出させたもの使用されるが、化学組成やバルブ製造工程上の加工、熱処理条件によつては、結晶粒内における通常の粒状析出のほか、粒界反応によつて棒状析出物を含むパーライト状のノジュールが粒界から生ずる^{4)~7)}。

粒界反応はオーステナイト耐熱鋼をはじめ、一般の合金系においても広く認められており、粒界反応が起ると材料の常温および高温における機械的性質が劣化するという報告もある^{8)~12)}が、その原因については十分明らかではなかつた。

著者らは従来からおもに 21-4N 鋼に関して、常温および高温の引張特性へおよぼす粒界反応の影響について検討を行なつてきた¹³⁾¹⁴⁾。それによると、室温においては粒界反応量が約 10% を越えると、とくに材料の延性が著しく低下し、また、多量の粒界反応が起ると材料強度も劣化するが、一方、高温ではノジュール界面で延性的な破壊が起りやすく、かえつて粒界反応によつて延性は向上することが見いだされた。

本研究では同じく 21-4N 鋼を用いて、600°~800°C

* 昭和 51 年 10 月 昭和 52 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 53 年 5 月 22 日受付 (Received May 22, 1978)

** 秋田大学鉱山学部 工博 (Mining College, Akita University, 1-1 Tegatagakuen-cho Akita 010)

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

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

Table 1. Chemical composition of the steel used (wt%).

Steel	C	N	Cr	Ni
21-4N	0.51	0.40	20.22	3.90
Steel	Mn	Si	S	P
21-4N	8.75	0.15	0.008	0.019

Fe: bal.

の温度範囲において平滑材および切欠材のクリーブ破断特性への粒界反応の影響を調べ、粒界反応を積極的に活用して、すぐれたクリーブ破断特性を得るための簡易な新熱処理法を提案した。

2. 供試材および実験方法

本研究においては Table 1 に示す、ほぼ標準組成の 21-4N 鋼を供試材として用いた。16 mm ϕ に鍛伸した素材を 1150 $^{\circ}$ C~1250 $^{\circ}$ C で 1 h 加熱後、水冷、空冷あるいは炉冷したのち、700 $^{\circ}$ C~1050 $^{\circ}$ C において単純な時効を行なったほか、Table 2 の熱処理を施し、炉冷中の粒界反応の発生⁴⁾ や過時効による硬さの低下⁶⁾ などを利用して、硬さをほぼ一定 (Hv 約 320) とし、粒界反応量のみを変えた。また、高温長時間の時効によつて一部の粒界反応ノジュール中の棒状析出物が球状化すると、その部分は未反応部の粒内とほぼ同じ組織となつて⁵⁾ 粒界反応量が減少するので、このことを利用してクリーブ中の組織変化の少ない反応量 30% 程度の材料を得た。さらに、比較のため 1200 $^{\circ}$ C \times 1 h 水冷後 750 $^{\circ}$ C \times 30 h 時効したものを標準熱処理材として用いた。これらの材料から標点距離 30 mm、直径 5.5 mm の平滑試験片と、直径 7.5 mm、最小断面の直径 5.5 mm、切欠底半径 0.5 mm ($K_t=2.4$) の V 型環状切欠付試験片を作製した。ク

リーブ破断試験は 600 $^{\circ}$ C~800 $^{\circ}$ C の温度範囲で容量 1.5 t のシングル型レバー式クリーブ破断試験機によつて行なつた。

各試験片の粒界反応量は多数の顕微鏡写真を用いて、線分析によつて粒界反応部の面積率を測定したのち、それらを平均して求めた。試験片の組織観察はおもに顕微鏡によつて行なつたほか、クリーブ破断後の破面の形態を走査電顕によつて調べ、微細組織と機械的性質との関連について検討した。

3. 実験結果および考察

3.1 溶体化温度および冷却法のクリーブ破断特性への影響

はじめに、溶体化温度を 1150 $^{\circ}$ C, 1200 $^{\circ}$ C, 1250 $^{\circ}$ C として各温度で 1 h 保持後、それぞれ水冷、空冷あるいは炉冷した材料を、さらに 750 $^{\circ}$ C \times 30 h の時効を行なつて組織を安定化させ、クリーブ破断特性を調べた。

Fig. 1 に 700 $^{\circ}$ C におけるクリーブ破断試験の結果を示した。同一応力においては、いずれの溶体化温度でも、粒界反応量が最少で硬さが最高な水冷材の破断時間が最も長い。とくに、1200 $^{\circ}$ C 水冷材は各応力において最も破断時間が長く、応力が 20 kg/mm² のときの破断時間は約 550 h であつた。1150 $^{\circ}$ C 以下では不完全溶体化となるために、冷却法のいかによらず粒界反応量は少ないが、粒内析出による析出強化は不十分でしかも結晶粒径も小さいので、全体として破断時間は短い。一方、破断伸びは同一の溶体化温度では粒界反応量が多いほど大きく、ほぼ炉冷、空冷、水冷の順に減少する。破断伸びは応力によつてあまり変化せず、同一の熱処理条件ではほぼ一定の値を示し、溶体化温度が高く結晶粒径が大きいほど破断伸びは小さい。また、1200 $^{\circ}$ C 以上の完全溶体化材では、粒界反応量が約 30% 以上になる

Table 2. Amount of the grain boundary reaction (GBR), hardness, and heat treatment of the specimens.

Amount of GBR (%)	Hardness (Hv, Load 20 kg)	Heat treatment
0	320	1200 $^{\circ}$ C \times 1h \rightarrow W.Q. + 700 $^{\circ}$ C \times 30h \rightarrow A.C. + 1000 $^{\circ}$ C \times 30h \rightarrow A.C.
8	320	1200 $^{\circ}$ C \times 1h \rightarrow F.C. \rightarrow 1030 $^{\circ}$ C \rightarrow W.Q. + 750 $^{\circ}$ C \times 30h \rightarrow A.C. + 1000 $^{\circ}$ C \times 3h \rightarrow A.C.
36	313	1200 $^{\circ}$ C \times 1h \rightarrow W.Q. + 900 $^{\circ}$ C \times 100h \rightarrow A.C.
62	323	1200 $^{\circ}$ C \times 1h \rightarrow W.Q. + 900 $^{\circ}$ C \times 8h \rightarrow A.C.
99	317	1200 $^{\circ}$ C \times 1h \rightarrow D.Q. \rightarrow 900 $^{\circ}$ C \times 30h \rightarrow A.C.
4	357	1200 $^{\circ}$ C \times 1h \rightarrow W.Q. + 750 $^{\circ}$ C \times 30h \rightarrow A.C.

W.Q.: water quenched, A.C.: air cooled, F.C.: furnace cooled, D.Q.: directly quenched.

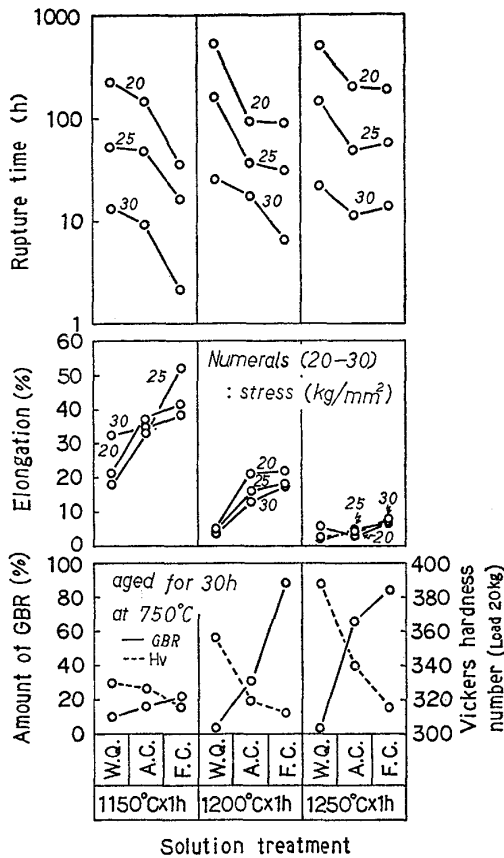


Fig. 1. Effect of solution treatment on the creep rupture properties at 700°C.

と、クリープ破断強度は著しく低くなるので好ましくない。

3.2 クリープ破断特性へおよぼす時効温度の影響

つぎに、1200°C×1h 水冷の完全溶体化材を750~1050°Cの広い温度範囲で最高100hまで時効して、材料の粒界反応量などを広い範囲に変え、クリープ破断特性への粒界反応の影響をおもに調べた。

Fig. 2に700°C, 25kg/mm²の試験条件で行なったクリープ破断試験の結果を示した。ここで、粒内硬さ(matrix hardness)は未反応部の粒内の硬さである。1200°C×1h水冷の溶体化のままでは、クリープ中にほとんど粒内析出しか起こらず、破断時間は約100hで破断伸びは約4%であった。溶体化材を粒界反応が最も著しい900°Cで時効すると、10min程度の短時間でも反応量は約30%になり、粒内硬さが溶体化材よりHv約70増すにもかかわらず、破断時間は約36hに減少した。粒界反応量は8h付近まで増加して最高約62%になり、粒内硬さも少し増加するが、破断時間は溶体化材のそれを上回ることはない。また、破断伸びは粒界反応量の増加に対応して増す傾向にある。一方、低温の750°C時効では粒界反応は約4%しか起こらず、3h程度の時

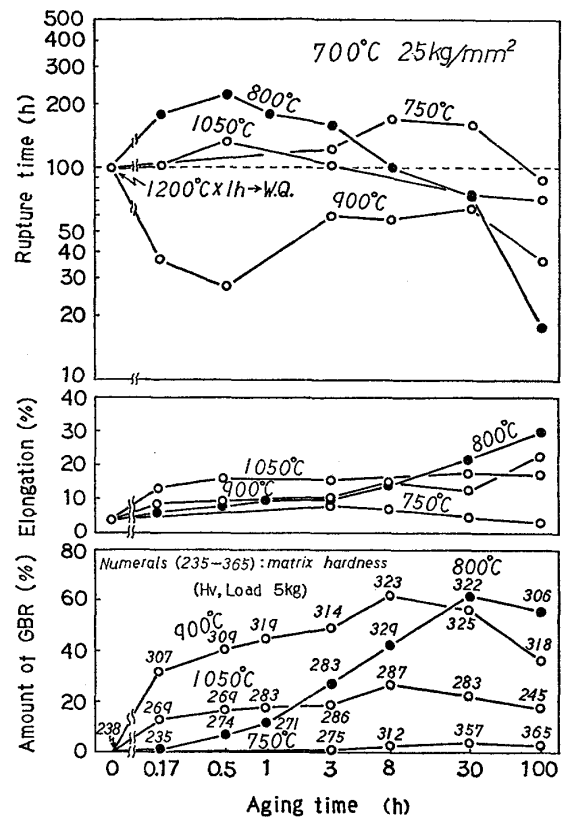


Fig. 2. Effect of aging treatment on the creep rupture properties at 700°C, 25 kg/mm².

効では破断時間は溶体化材とあまり変わらないが、8h時効すると破断時間は約170hとなった。750°Cでは30h以上時効すると著しい析出硬化が起るが、それにもかかわらず破断時間は短くなり、破断伸びも約5%以下に減少した。つぎに、800°Cでは反応量が約8%、粒内硬さがHv274となる30minの時効で破断時間は最高の約220hとなった。その後、時効時間の増加とともに反応量および粒内硬さは増し、破断伸びは反応量の増加とともに増す傾向にある。また、高温の1050°Cで時効すると、反応量が約16%の30minでは、粒内硬さがHv267と低いが、破断時間は約130h、破断伸びは約16%と、溶体化材と比べて良好な結果が得られた。

つぎに、上述の時効材のうち破断時間の最も長い粒界反応量8%の800°C×30min時効材を、さらに多くの試験条件でクリープ破断試験した結果をFig.3に示した。なお、比較のために750°C×30hの標準熱処理材の結果も図中に示した。まず、700°Cにおいてはいずれの応力でも、800°C×30min時効材は標準熱処理材よりも破断時間は長く、低応力の20kg/mm²では約640~690hであった。また、破断伸びも大きく、試験応力によらず標準熱処理材の約2倍であった。800°Cにおいては800°C×30min時効材は標準熱処理材よりも低応力側で

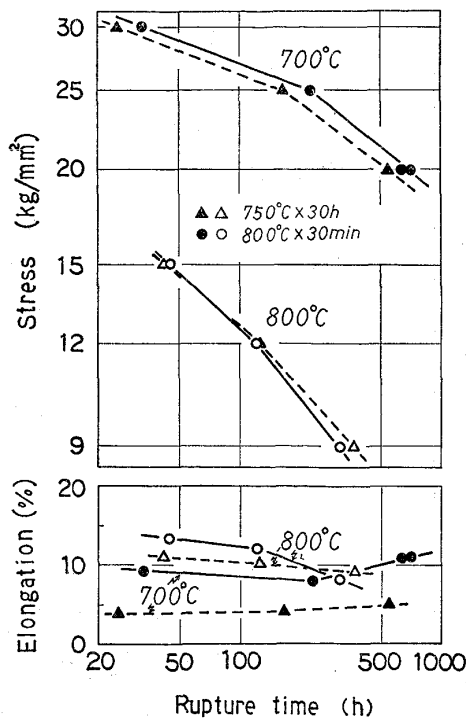


Fig. 3. Creep rupture properties of specimens aged for 30 min at 800°C and those aged for 30h at 750°C.

破断時間がやや短いものの、ほぼ同程度のクリープ破断強度とすぐれたクリープ延性を示した。したがって、実用上は従来のように 700°~750°C で長時間時効するよりも、800°C で短時間時効して少量の粒界反応を起させ、これによる強化を利用することが好ましいと考えられる。少量の粒界反応によつてとくに 700°C 低応力のクリープ破断特性が向上するのは、上述の場合、クリープ中に粒内析出が起つて粒内が強化される一方、粒界反応の初期に起る粒界のジグザグ化によつて粒界すべりが抑制される^{15) 19)}ことと、粒界反応が起ると材料の延性が増加する^{13) 14)}ことの両方によると考えられる。粒界反応による破断様式の変化とクリープ破断特性との関連については、後でさらに詳しく述べる。

3.3 クリープ破断特性への粒界反応量の影響

上述のクリープ破断試験においては材料の硬さが同じでなく、また、一部の試験片ではクリープ中に組織変化が起るので、粒界反応のみの影響について議論するのは困難である。本節では Table 2 の熱処理法によつて試験片の硬さを Hv 約 320 にそろえ粒界反応量を広い範囲に変えた試験片と、750°C×30h 時効の標準熱処理材を用いて、600°~800°C の温度範囲でクリープ破断試験を行なつた。

Fig. 4~6 にクリープ破断試験の結果を示した。いづ

れの試験条件においても、約 30% 以上の粒界反応量の材料では反応量 0% の材料に比べて破断時間はきわめて短い。また、破断伸びおよび最小クリープ速度は、粒界反応量 0~約 30% では反応量の増加とほぼ対応して増加するが、反応量約 30% 以上ではそれらの増加は飽和する。最小クリープ速度が粒界反応量の増加によつて増すのは、すでに報告したように、粒界反応ノジュール部の降伏応力がマトリックス部のそれより低いためと考えられる¹⁴⁾。さらに、700°C 付近の高温においては、粒界反応量が 30% 以上になると約 10~20% の破断伸びを示した。反応量 8% の程度の材料では 700°C 以上での破断伸びが反応量 0% の材料よりもかなり大きい反面、最小クリープ速度は反応量 0% の材料と比べてあまり大きくないため、これよりもかえつて破断時間が長くなつた。また、比較のために図中に示した硬さの高い標準熱処理材は、700°C の低応力と 800°C で最小クリープ速度は最低であるが、破断伸びが小さく破断時間は必ずしも最長とならなかつた。

つぎに、Fig. 7 に一例として 700°C, 20kg/mm² の試験条件におけるクリープ曲線を示した。まず、反応量 0

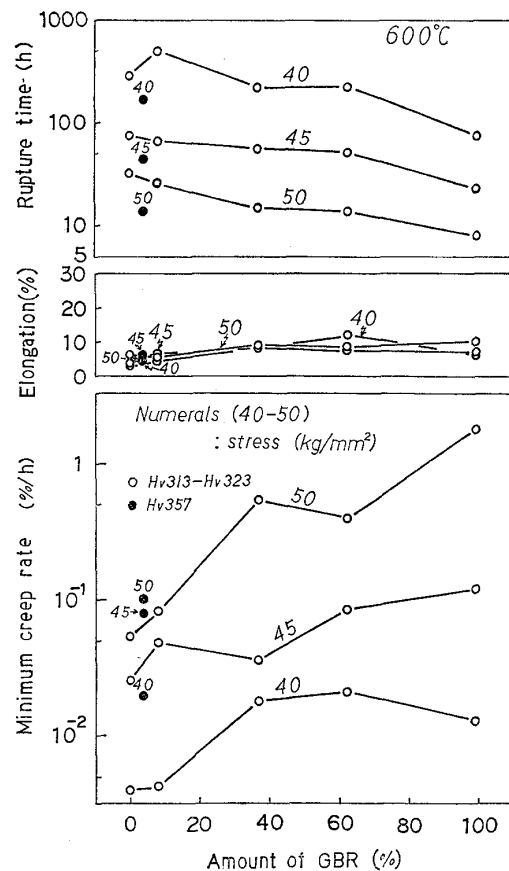


Fig. 4. Relations between the creep rupture properties at 600°C and the amount of the reaction of specimens in Table 2.

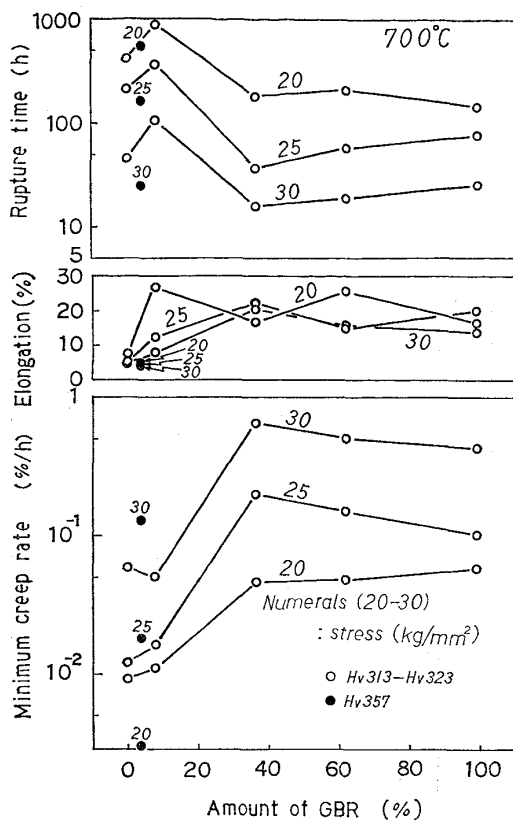


Fig. 5. Relations between the creep rupture properties at 700°C and the amount of the reaction of specimens in Table 2.

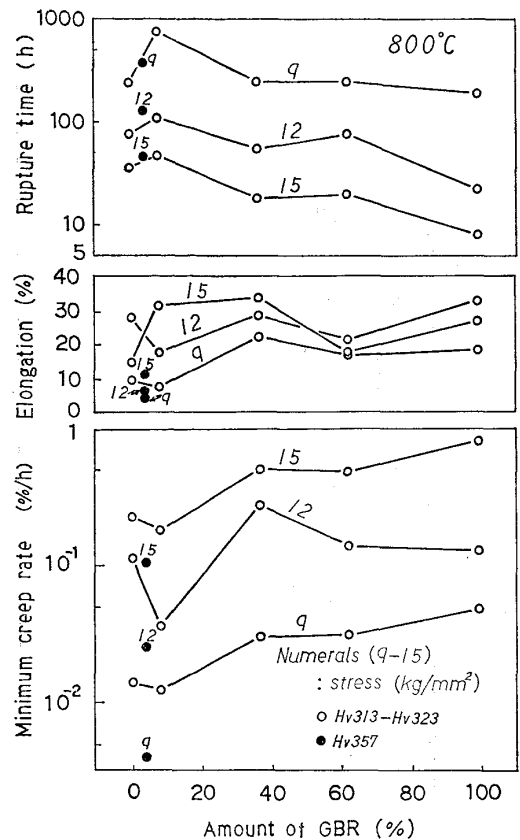


Fig. 6. Relations between the creep rupture properties at 800°C and the amount of the reaction of specimens in Table 2.

％の材料では破断時間のおよそ 90％ の第Ⅲ期クリープ中に表面付近の粒界にき裂が生じたが、き裂が起るまでの伸びとき裂発生から破断までの伸びはともに 5％以下であった。これに対して、反応量 8％ および 36％ の材料ではき裂発生前後の伸びがともに反応量 0％ の材料よりも大きくなるが、一般に粒界反応が起ると、このような傾向がみられた。これは、常温とは異なつて高温では粒界反応ノジュールの塑性変形能が大きいことと、後述するように彎曲したノジュール界面にき裂が生じやすく、このき裂の合体成長に大きな塑性変形が必要なことによると考えられる。粒界反応ノジュールを含む材料では、き裂は粒界反応量によらず破断時間の 80～90％ の時点（第Ⅲ期クリープ中）で表面付近のノジュール界面に発生した。

3.4 切欠材のクリープ破断特性への粒界反応量の影響

切欠材のクリープ破断強度は材料の延性と密接な関係があり、一般に平滑材のクリープ延性が大きな材料では切欠強化となる傾向にある。したがつて、粒界反応による材料の延性の増加は実用上興味ある事実である。本節では 3.3 と同様に、硬さがほぼ一定で粒界反応量を変えた切欠付試験片を作製し、600～800°C でクリープ破断

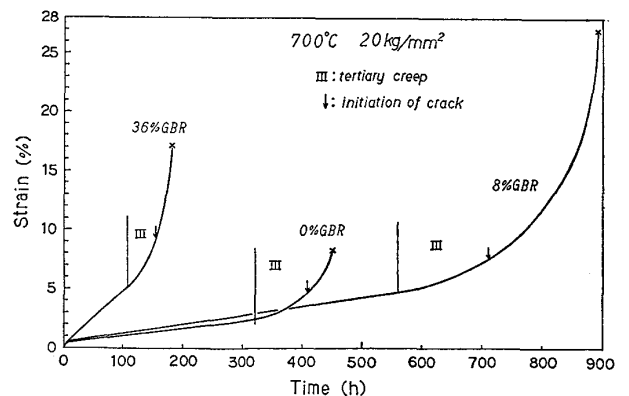


Fig. 7. Effect of the grain boundary reaction on the configuration of creep curve.

試験を行なつた。

Fig. 8, 9 に切欠材の破断時間および破断伸びを示した。600°C においては公称応力 (nominal stress) が 40 kg/mm² ではほぼ粒界反応量とともに破断時間が増加するほか、700°C でも粒界反応量 8～62％ の材料は、反応量 0％ の材料と同じか、それを上回る破断時間を示した。800°C においては反応量 8％ の材料はいずれの応力条件でも最も長い破断時間を示した。しかし、600°C で公称応力が 45kg/mm² 以上では、反応量 0％ の材料の

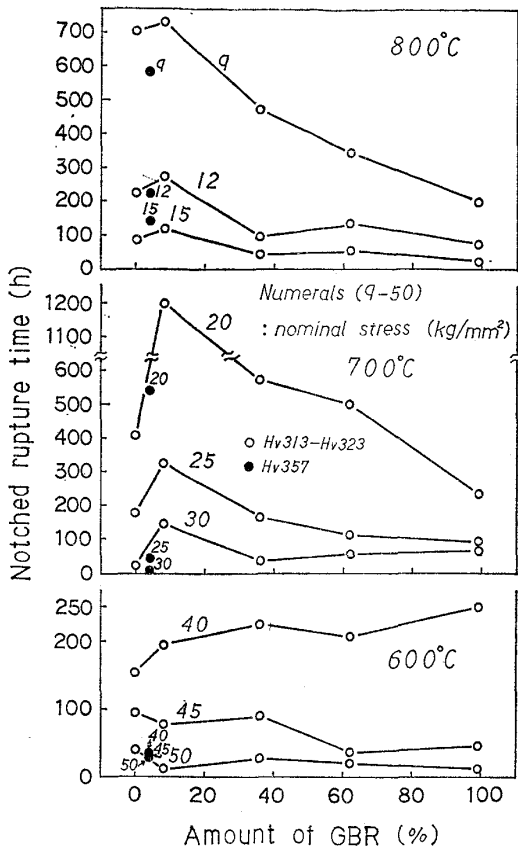


Fig. 8. Effect of the amount of the reaction on the notched rupture life of specimens in Table 2.

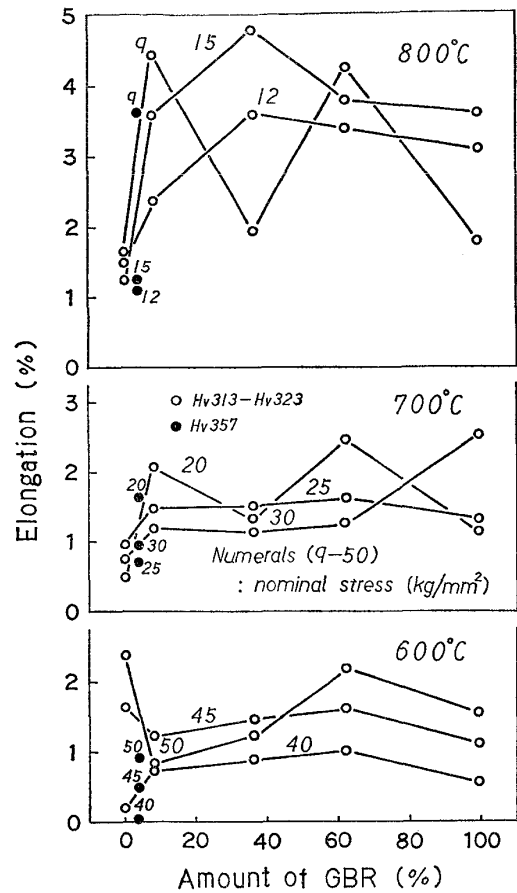


Fig. 9. Relations between the notched rupture elongation and the amount of the reaction of specimens in Table 2.

破断時間が最も長く、粒界反応が起つた材料ではこれより破断時間が短くなるという、特異な現象が認められた。これは、切欠材においては前述の平滑材と多少異なり、600°Cにおいて粒界反応ノジュールの破壊が一部で起るためである。また、硬さの高い標準熱処理材では、700°Cの高応力側と600°Cの低応力側で破断時間はきわめて短くなる。Fig. 9の切欠材の破断伸びも平滑材の場合とほぼ同様に、600°Cのような例外を除けば反応量8%以上で大きくなった。切欠材でも破断伸びは全体として試験温度の上昇とともに増加し、硬さの高い標準熱処理材で最小である。

つぎに、600°C~800°Cにおける切欠材と平滑材の破断時間比をFig. 10に示した。600°Cにおいては公称応力が高いほど、また、粒界反応量が多いほど切欠強化となる傾向にある。700°Cでは反応量8%以上の材料では切欠強化となり、800°CではFig. 9に示した延性の増加に対応して、すべての材料で切欠強化となつた。とくに、反応量30%以上の材料はいずれの試験条件でも切欠強化を示した。

以上のように平滑材の場合とほぼ同じく、切欠材にお

いても粒界反応量約8%でクリーブ破断強度が最も高くなることがわかつた。したがつてさらに、3・2で述べた800°C×30min時効によつて粒界反応を約8%生じさせた材料についても、切欠材のクリーブ破断特性を調べた。Fig. 11に700°Cと800°Cにおけるクリーブ破断試験の結果を示した。Fig. 3との比較からわかるように、700°Cでは800°C短時間時効材において低応力側で切欠強化となつたほかはほぼ切欠弱化となつたが、800°C短時間時効材の方が750°C×30h時効の標準熱処理材よりも高い破断強度と大きな破断伸びを示した。また、800°Cでは700°Cの場合と異なつて全般的に切欠強化となつて、800°C短時間時効材は標準熱処理材とほぼ同程度の高い破断強度を示し、しかも、破断伸びは800°C短時間時効材の方が大きかつた。

3.5 試験片の粒界形状とクリーブ破断後の組織について

以上のように粒界反応によつて材料の高温での延性が改善されること、および粒界反応量によつては必ずしもクリーブ破断強度が低下せず、かえつて向上することは興味ある結果である。本節ではTable 2の試験片のクリ

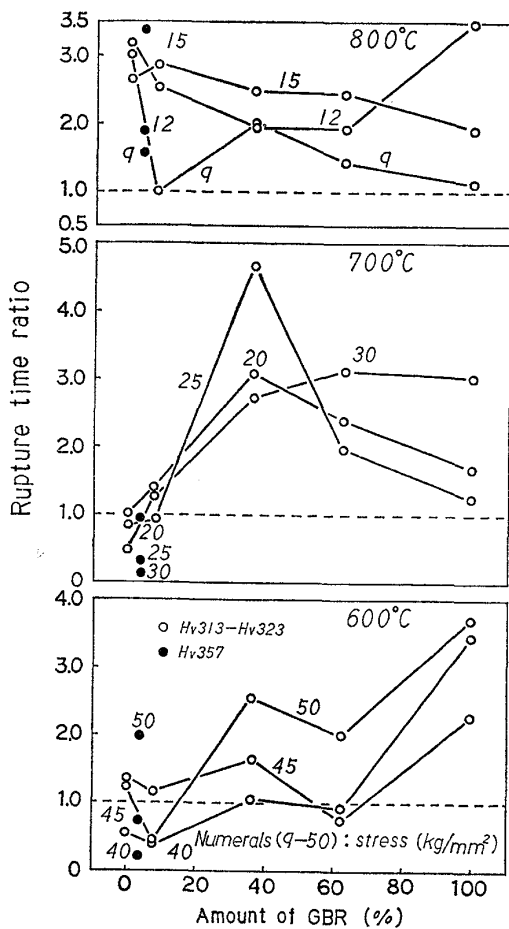


Fig. 10. Relations between the rupture time ratio and the amount of the reaction of specimens in Table 2.

ープ破断試験前と破断後の組織を顕微鏡あるいは走査電顕によつて調べ、上述の点について組織学的な面から検討を行なつた。

Photo. 1に試験前の試験片の粒界付近の顕微鏡組織を示した。まず、Photo. 1(a)の反応量0%の材料では粒界はほぼ直線的で微細な粒界析出物がみられ、これはPhoto. 1(b)の反応量4%の材料でもほぼ同じである。Photo. 1(c)の反応量8%の材料では写真の左上のような粗大粒界析出物が析出して粒界がジグザグ化しており、ノジュールはこのような粗大析出物を含み粒内へ成長しているのがわかる。従来の多くの研究^{20)~24)}によつて、粒界反応の初期には粒界は粗大析出物によつてジグザグ化し、ノジュールはこの粒界析出物を核として成長することが知られており、このことは21-4 N鋼を含むオーステナイト耐熱鋼においても同様に認められた⁴⁾⁵⁾。Photo. 1(d), (e)の反応量36%および62%の材料では粒界反応ノジュールはさらに成長しその数も多くなつて、単に粗大析出物のみが析出している粒界は少なくなる。また、Photo. 1(f)の反応量約100%の材料で

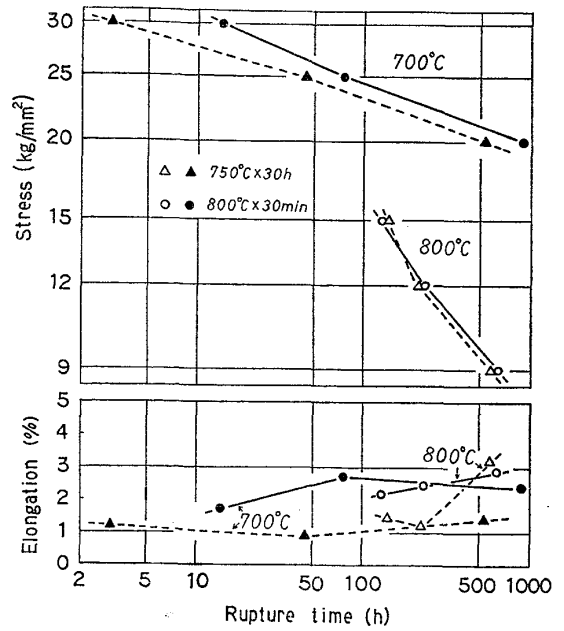
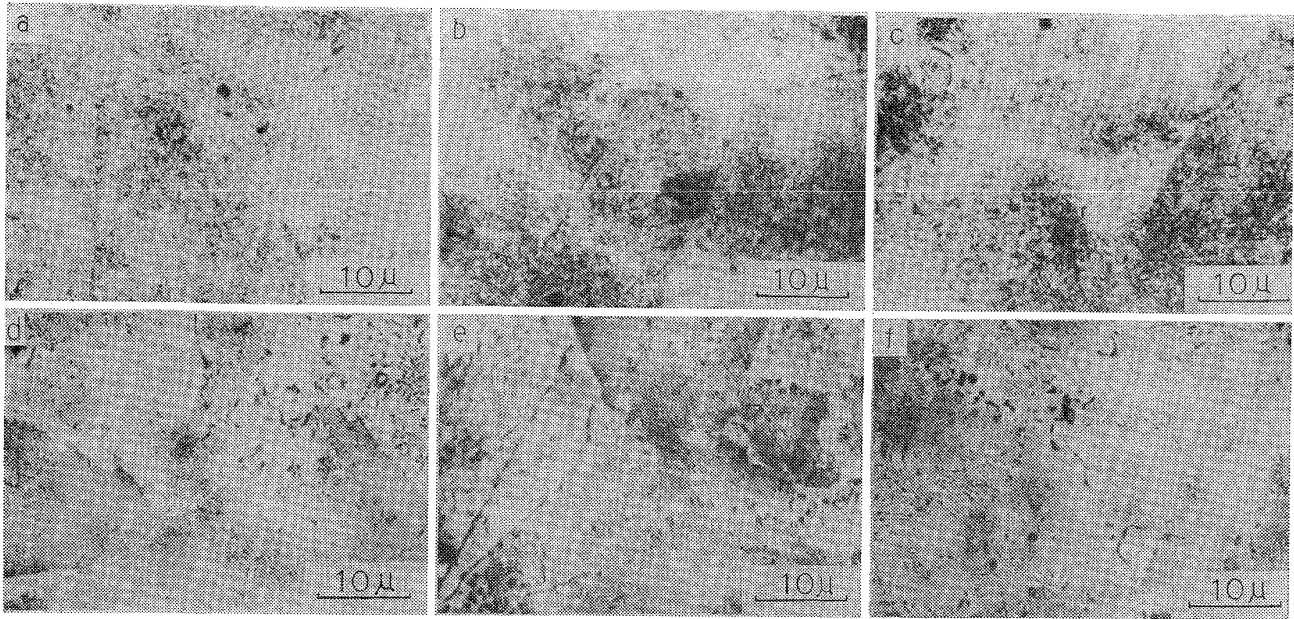


Fig. 11. The notched creep rupture strength of the specimens aged for 30 min at 800°C and those aged for 30h at 750°C.

は、旧粒界付近のほか粒界反応ノジュールどうしが接触する部分にも粗大析出物が生ずる。

つぎに、同じく Table 2 の熱処理を施した平滑材の代表的なものについて、700°C、25kg/mm² でクリープ破断後の破断部付近と破面の組織を Photo. 2 に示した。Photo. 2(a)~(c)の顕微鏡写真は横方向が引張方向であつて、Photo. 2(a)の反応量0%の材料には数結晶粒の長さの直線的な粒界き裂が、引張方向にほぼ垂直に起つている。Photo. 2(c)の粒界反応量36%の材料では棒状析出物を含むノジュールの界面に引張方向と約45°~90°をなす1結晶粒以下の短いき裂が認められる。また、顕微鏡を用いて詳細にき裂を観察すると、ノジュール界面に生じたき裂は棒状析出物の長手方向と引張方向との方位差が小さくなるほど多い。Photo. 2(b)の中央付近にみられるように、ノジュール界面のき裂は反応量8%の材料でも認められる。ノジュール界面に起るき裂の数の全粒界き裂数に対する割合は反応量8%の材料では約20%であつたが、反応量36%の材料では約90%以上にもなつた。このようなき裂の分布や形態の特徴は、600°Cにおいて切欠材の一部でノジュール部の破壊が起ることを除けば、本研究の試験条件下ではあまり変化しない。つぎに、同じ試験片の破面を走査電顕で調べると、Photo. 2(d), (g)の反応量0%の材料では粒界のぜい性破面を呈するが、反応量8%の材料ではPhoto. 2(e), (h)に示したように、ぜい性破面だけではなく粒界のジグザグ化に対応した10μ前後の段や、



(a) 0% GBR (b) 4% GBR(Hv 357) (c) 8% GBR
(d) 36% GBR (e) 62% GBR (f) 99% GBR

Photo. 1. Optical micrographs of specimens in Photo. 2.

延性的な dimple の破面を部分的に含んでいる。さらに、反応量 36% の材料では Photo. 2(f), (i) のようにほとんど dimple 破面になっている。この dimple の大きさは 1μ 以下で、粒界反応ノジュール中の析出物間隔の程度であり、顕微鏡写真との比較からノジュール界面で破壊が起つたことがわかる。dimple 破面の占める割合は、粒界反応量 8% の材料では 20~30%、反応量 36% の材料では 90% 以上にもなり、これは前述の顕微鏡観察から明らかとなつた粒界反応ノジュール界面のき裂の割合と対応がある。

熱処理などによつて粒界に粗大析出物をジグザグ状に析出させ粒界を強化すると、粒界すべりが抑制され耐熱合金のクリーブ破断強度が著しく高くなること多くの研究によつて明らかにされており^{15)~19)}、本研究においても粒界反応の初期に粒界へジグザグに析出した粗大析出物が粒界の強化の要因と考えられる。しかし、粒界のジグザグ化のみでは本研究における粒界反応による延性の大きな増加を説明できない。粒界反応が起ると材料の延性は反応量約 30% までは反応量の増加とともに増すこと、および粒界反応ノジュールの界面で延性的な粒界破壊が起ることからみると少量の粒界反応による延性の増加も粒界のジグザグ化とともにクリーブ破断強度を高める重要な原因と考えられる。粒界反応による延性の増加の原因については、粒界反応の起つた材料のき裂発生前と発生後のクリーブ変形量が大きいことから、高温では常温付近とは異なつてき裂発生までのノジュール自体

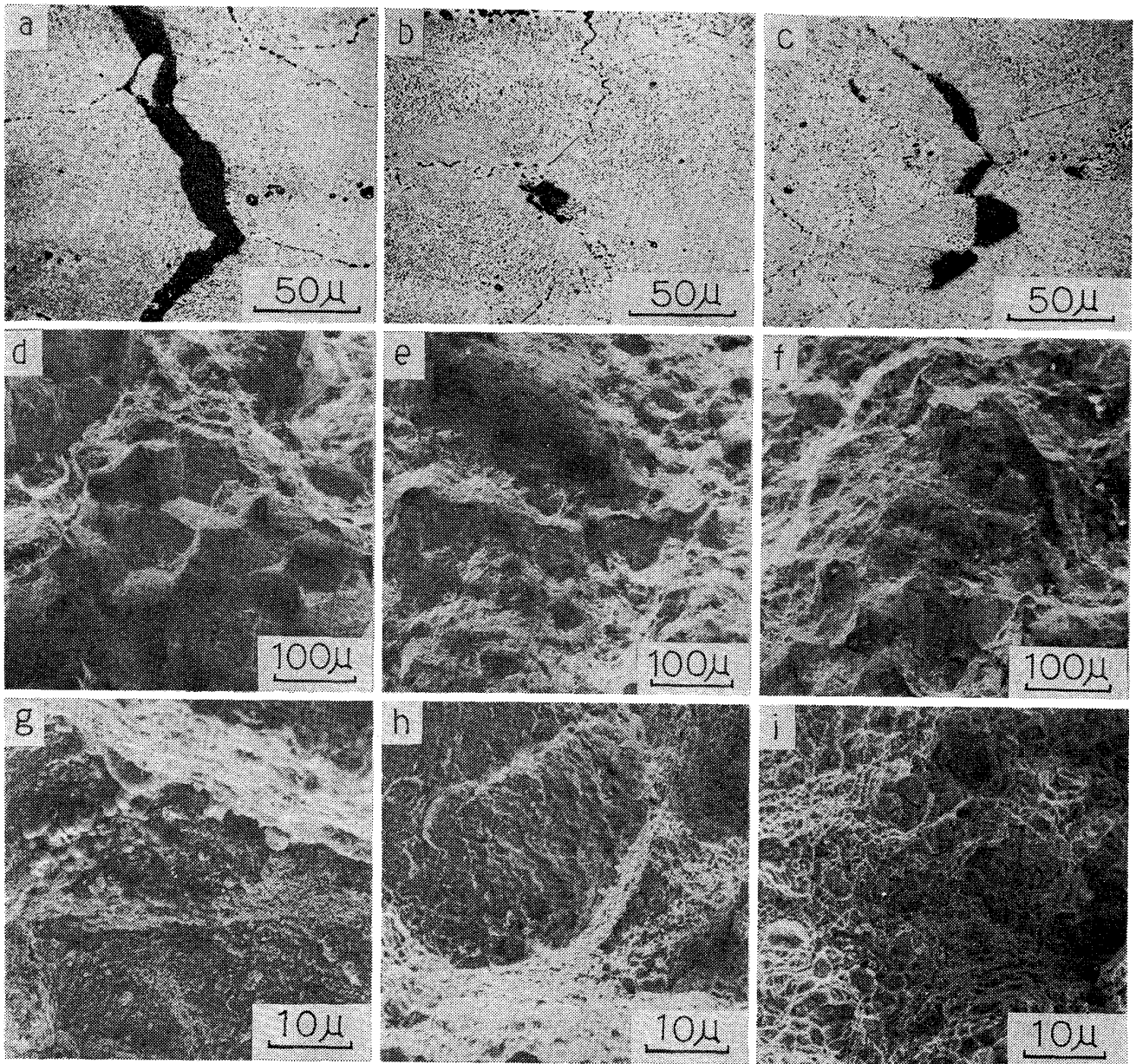
の塑性変形能が大きいことと、彎曲したノジュール界面に生じたき裂が成長合体して破断に至るため、通常の直線状粒界のき裂の成長合体よりも大きな塑性変形を要するものと考えられる。

4. 結 言

現在排気弁などに汎用されているオーステナイト系の 21-4N 鋼を用いて、粒界反応のクリーブ破断特性への影響について調べた。以下にその結果を要約する。

(1) 粒界反応が起ると $600^{\circ}\text{C}\sim 800^{\circ}\text{C}$ のクリーブ延性は粒界反応量約 30% までは反応量の増加とともに増し、反応量約 30% 以上ではその増加は飽和した。また、最小クリーブ速度も同様に反応量約 30% までは反応量の増加とともに増した。クリーブ破断強度は反応量 8% 程度の材料で最も高く、反応量がこれを越えるとかえつて強度は低下した。たとえば、 $1200^{\circ}\text{C}\times 1\text{h}$ 水冷後 $800^{\circ}\text{C}\times 30\text{min}$ の短時間時効で 8% の粒界反応が起つた材料は、 $1200^{\circ}\text{C}\times 1\text{h}$ 水冷後 $750^{\circ}\text{C}\times 30\text{h}$ 時効の標準熱処理材よりも硬さは低いが、これと同等のクリーブ破断強度とこれを上回るクリーブ延性を示した。

(2) 上述の粒界反応による強度および延性の増加は、初期の粒界反応によつて粒界がジグザグ化し粒界すべりが抑制されることと、高温では常温と異なつてノジュールの塑性変形能が大きく、また、き裂の合体成長にも大きな塑性変形を要するため延性が増大することによるものである。粒界反応による延性増加はノジュール界



(a), (d), (g) 0% GBR (b), (e), (h) 8% GBR (c), (f), (i) 36% GBR
 Photo. 2. Optical and scanning electron micrographs of specimens in Table 2 creep ruptured at 700°C, 25 kg/mm².

面で延性的な粒界破断が生じることからも明らかで、通常粒界破壊ではぜい性的な粒界破面を呈するが、粒界反応が生じた材料では延性的な dimple 破面がみられた。また、反応量約 30% までは dimple 破面の割合は反応量とともに増し、材料の延性増加と対応する。

(3) 粒界反応が起ると破断伸びだけでなく、き裂が起るまでの伸びとき裂発生後破断までの伸びも増加した。本研究の材料では粒界反応量によらず、き裂は破断時間の 80~90% 付近 (第Ⅲ期クリープ中) に表面付近の粒界あるいはノジュール界面に生じた。

(4) 粒界反応による延性の増加にともない、切欠材の破断時間は平滑材のそれを上回る傾向にあり、反応量

約 30% 以上の材料で著しい切欠強化となった。一方、低延性の反応量 0% の材料や標準熱処理材では 800°C を除きほぼ切欠弱化となった。

終りに本論文の作成にあたり多大の御助力を頂きました秋田大学鉱山学部 藤田春彦教授、および研究に御協力を頂いた当時の東京都立大学工学部の卒研究生、安藤幸樹、湯原貴浩、星崎辰治の諸氏に深く感謝致します。

文 献

- 1) 湯川夏夫: 日本金属学会報, 11 (1972) 10, p. 707
- 2) 藤田利夫, 柴田浩司: 日本金属学会報, 16 (1977) 4, p. 231

- 3) 藤田利夫: 日本金属学会報, 17 (1978) 1, p. 10
- 4) 小林光征, 田中 学, 宮川大海, 嵯峨卓郎, 藤代大: 鉄と鋼, 58 (1973) 14, p. 1984
- 5) 田中 学, 宮川大海, 藤代 大: 日本金属学会誌 38 (1974) 10, p. 899
- 6) 田中 学, 宮川大海, 坂木庸晃, 藤代 大: 日本金属学会誌, 40 (1976) 5, p. 543
- 7) 田中 学, 宮川大海, 藤代 大: 日本金属学会誌 14 (1977) 1, p. 11
- 8) 嵯峨卓郎, 宮川大海, 相原民彦, 末吉国夫: 材料 14 (1965) 1, p. 15
- 9) 嵯峨卓郎, 宮川大海, 相原民彦, 末吉国夫: 材料 15 (1966) 1, p. 10
- 10) C. M. HSIAO and E. J. DULIS: Trans. ASM 49 (1957), p. 655
- 11) C. M. HSIAO and E. J. DULIS: Trans. ASM 52 (1960), p. 855
- 12) 武田修三: 学振耐熱金属材料委員会研究報告, 2 (1961) 1, p. 79
- 13) 田中 学, 宮川大海, 藤代 大: 日本金属学会第 74回大会講演概要, (1974), p. 141
- 14) 田中 学, 宮川大海, 坂木庸晃: 日本機械学会関西支部第 234 回講演会講演論文集, 754-10 (1975), p. 84
- 15) D. McLEAN: J. Inst. Met., 85 (1956/57), p. 468
- 16) H. KLEMM: Metall., 17 (1963), p. 113
- 17) 山崎道夫: 日本金属学会誌, 30 (1966) 11, p. 1032
- 18) 嵯峨卓郎, 宮川大海, 小林光征, 藤代 大: 鉄と鋼, 56 (1970) 1, p. 55
- 19) 小林光征, 宮川大海, 嵯峨卓郎, 藤代 大: 鉄と鋼, 58 (1972) 6, p. 751
- 20) K. N. TU and D. TURBULL: Acta Met., 15 (1967) 2, p. 369
- 21) K. N. TU and D. TURNBULL: Acta Met., 15 (1967) 8, p. 1317
- 22) K. N. TU: Met. Trans., 3 (1972) 11, p. 2769
- 23) H. I. AARONSON and H. B. AARON: Met. Trans., 3 (1972) 11, p. 2743
- 24) R. A. FOURNELL and J. B. CLARK: Met. Trans., 3 (197) 11, p. 2757