

## 論 文

UDC 669.245'26'27.669.018.44 : 539.434.016.3

## 23Cr-18W-Ni 合金のクリープ強度に及ぼす結晶粒度の影響\*

田 村 学\*\* ・ 亀 村 佳 樹\*\*\*  
渡 辺 力 蔵\*\*\*\* ・ 千 葉 芳 孝\*\*\*\*\*

## The Effect of Grain Size on Creep Strength of a 23Cr-18W-Ni Alloy

Manabu TAMURA, Yoshiki KAMEMURA,  
Rikizo WATANABE, and Yoshitaka CHIBA

## Synopsis:

In order to estimate the long term stability of the creep rupture strength in a 23Cr-18W-Ni alloy, which is developed for the use in a nuclear steel making process, the effect of grain size on creep behaviour has been studied on samples produced by the combination of various kinds of heat treatment and cold work. Undissolved  $\alpha$ -W particles were liable to prevent grain growth and this caused increase in creep rate at 1000°C under low stresses.

The steady state creep rate,  $\dot{\epsilon}$ , with usual grain sizes and at 1000°C was found to be proportional to  $\sigma^6$  at high stresses and  $\sigma^{2.5}/d^2$  at low stresses, where  $\sigma$  is initial applied stress and  $d$  is average grain diameter. Grain boundary migration and/or recrystallization were observed in the specimens crept to secondary or tertiary stage at 1000°C. However, no evidence of grain boundary cracking or grain boundary sliding was obtained. These results suggest that the obvious and strong grain size dependence of the creep rate is related to recovery or recrystallization process near the grain boundary.

When the grain size is larger than the critical value, the grain size dependence of the creep rate becomes ambiguous. This critical value increases with decreasing applied stress. This observation, in the engineering point of view, leads to the conclusion that the optimum creep strength around 1000°C at low stresses should be obtained when the grain size is about ASTM No. -1 (grain diameter  $\approx 400 \mu$ ).

## 1. 緒 言

著者の一部は原子力製鉄用熱交換器用伝熱管を開発する目的で合金設計手法と実験的検討により、誘導放射線源になる Co を含まない固溶強化型 Ni 合金の開発を行ない、1000°C, 1kg/mm<sup>2</sup>, 5万h以上のクリープ破断強度をもつ可能性の大きな合金として 23Cr-18W-Ni 合金を選んだ<sup>1)</sup>。

前報では主としてクリープ破断強度に及ぼす合金元素の影響について調べたが、それ以外に高温強度は結晶粒度にも依存することがいくつかの合金で確かめられている<sup>2)</sup>。一般に超高温のクリープ変形条件下では結晶粒度

に依存して拡散クリープあるいは粒界すべりなどが生じるとされている<sup>3)</sup>。これらの機構が作用する条件下では定常クリープ速度の応力指数は  $n=1\sim 2$  であり<sup>3)</sup>、転位クリープの応力指数  $n=3\sim 7$ <sup>4)</sup> よりもかなり小さい。もし低応力下で応力指数の小さな変形機構が働くとすれば、応力指数の大きな転位クリープによる短時間のクリープ破断試験結果から直線外そうで推定する長時間強度よりも実際の強度は低いことになる。かといつて実使用条件下での長時間クリープ破断試験を行なうには莫大な費用と労力を要する。

そこで本研究では原子炉用高温構造材料の安全性評価をする目的で、クリープ強度に及ぼす諸因子のうち特に

\* 昭和 52 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 53 年 10 月 13 日受付 (Received Oct. 13, 1978)

\*\* 日本鋼管(株)技術研究所 工博 (Technical Research Center, Nippon Kokan K. K., 1-1 Minamiwatarida-cho Kawasaki 210)

\*\*\* 日本鋼管(株)技術研究所 (Technical Research Center, Nippon Kokan K. K.)

\*\*\*\* 日立金属(株)冶金研究所 工博 (Metallurgical Research Laboratory, Yasugi Works, Hitachi Metals Ltd.)

\*\*\*\*\* 日立金属(株)冶金研究所 (Metallurgical Research Laboratory, Yasugi Works, Hitachi Metals Ltd.)

Table 1. Chemical Compositions of alloy tested (wt %).

Alloy	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	W	Ti	Zr
A	0.036	0.04	tr	0.005	0.003	bal	22.64	17.69	0.47	0.031
B	0.038	tr	0.01	0.003	0.004	bal	21.77	17.99	0.34	0.048

Table 2. The relation between grain size and solution treatment of the cold finished tube (alloy B).

Solution treatment (°C, 1h W.Q.)	1 050	1 150	1 200	1 250	1 300	1 350
JIS grain size No.	9	7	4	2	-1	-3
Grain diameter ( $\mu$ )	12	24	75	180	410	920

結晶粒度の影響に着目し以下の実験を行なった。まず実用的な観点から、開発した 23Cr-18W-Ni 合金のクリープ破断強度に及ぼす熱処理温度の効果と製造履歴の影響について調べた。熱処理温度を変化させると結晶粒度とともに試験中の固溶、析出状態も変化するので、これらの要因を分離する実験を行ない、粒界すべりまたは拡散クリープが支配的な変形機構になりうるか否かについて検討した。

## 2. 実験方法

供試材の化学組成を Table 1 に示す。素材入手の都合で溶番の異なる 2 種類の合金を試験に用いたが、クリープ破断強度はほとんど差がないことが確かめられたので以下化学組成の影響は考慮しない。しかし、正確を期すために同一の実験内では一種類の合金を用いた。

合金 A の鍛造材を熱間押し出し、1 150°C 水冷の軟化焼鈍後冷間加工およびそれに続く 1 150°C 水冷の軟化焼鈍を 4 回繰返すことにより最終的に外径 25 mm 肉厚 5 mm の管に仕上げ、その途中工程から採取した試料についてクリープ破断試験を行ない製造履歴の影響を調べた。

結晶粒度の影響を調べる実験には合金 B の 1 回冷間加工した管を用い、熱処理温度を大幅に変化させることによつて平均粒径 12~920 $\mu$  の試料を作製した。Table 2 に熱処理条件と平均粒径の関係を示す。なお、熱処理温度の効果と結晶粒度の効果とを分離するためには、冷間加工および時効熱処理条件を組合せた試料を用意したが詳細は本文中に示す。

クリープおよびクリープ破断試験はレバー式定荷重試験機を用いて 1 000° および 1 050°C の大気中で行なつた。外径 25 mm 肉厚 5 mm の管の場合は平行部の幅が 5 mm の弧状試験片を用いたが、それ以外の場合は直径 6 mm 標点間距離 30 mm の試験片を用いた。プロロッドの変位をダイヤルゲージを使つて求めるかあるいはツ

バ付試験片の変位を差動トランスで検出して求めたクリープ曲線から定常クリープ速度を算出した。なお、両者の測定方法によるクリープ速度の測定値の間には大きな差がないことを確かめている。超高温の定荷重クリープ曲線は右上がりの単調な曲線になることがあるので、この場合には巨視的に定常状態とみなせる 5% 歪付近のクリープ速度を定常クリープ速度とした。さらに、高応力下での定常クリープ速度と応力の関係を求める場合には初期歪速度が 30, 300, 1 000%/h の条件で引張試験を行ない、定常変形応力と初期歪度との関係を求めた。

変形中の粒界すべりを測定する方法としては大気中試験では激しい酸化のために表面疵を入れる方法がとれないので、RACHINGER<sup>5)</sup> が用いている grain-counting 法によつて粒界すべりを測定した。原則として 10% しゅう酸電解腐食により粒界を観察したが、粒界が不明りょうな場合にはさらに 925°C で 6 h の固体浸炭を施した。

## 3. 実験結果と考察

### 3.1 クリープ破断強度に及ぼす製造履歴の影響

Fig. 1 に鍛造材、それを熱間押し出し軟化焼鈍後 1 回冷間加工したままの外径 60.5 mm の管および冷間加工一軟化焼鈍を 4 回繰返した冷間加工のままの外径 25 mm の管を 1 250° および 1 300°C で 1 h 水冷したあと、1 000° および 1 050°C でクリープ破断試験をした結果を示す。この図から 1 250°C 固溶化処理材では冷間加工およびそれに続く軟化焼鈍の回数が増えるほどクリープ破断時間は短くなることがわかる。とくに高温低応力でその傾向が著しい。一方、1 300°C 固溶化処理材ではその傾向は少なく、製造履歴によらずほぼ同じ強度を示す。

この現象を理解するために光学顕微鏡組織を調べると、冷間加工一軟化焼鈍回数の多い試料では微細な未固溶析出粒子が多量に認められた。この析出粒子は抽出残

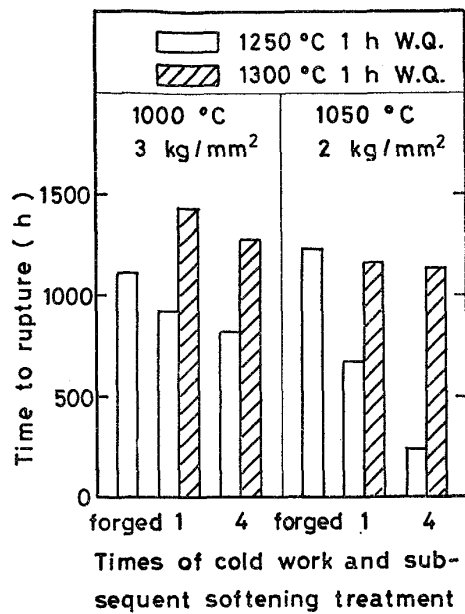


Fig. 1. The effect of producing history on time to rupture.

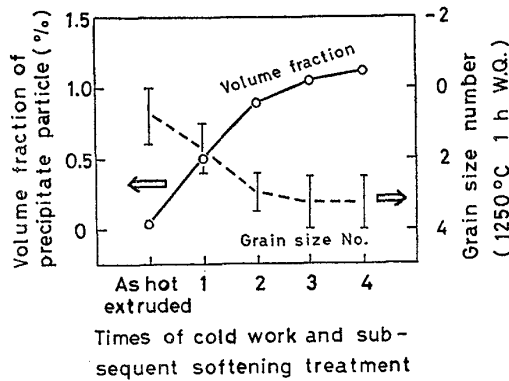


Fig. 2. Changes in volume fraction of precipitate particle and grain size number accompanied by tube making. The grain size was measured after the solution treatment as indicated for each cold worked tube.

渣のX線回折および非分散エネルギー分析から  $\alpha$ -W および  $M_{23}C_6$  と同定され、またそのほとんどは  $\alpha$ -W であると推定できた。析出粒子の種類を区別せずに冷間加工のままの試料の析出量をポイントカウント法で求め、さらにこれを  $1250^{\circ}\text{C}$  で  $1\text{ h}$  水冷の固溶化処理したあとの結晶粒度を測定した。その結果を Fig. 2 に示す。この図から冷間加工—軟化焼鈍を繰返すことにより析出量は増加し、溶体化処理後の結晶粒が小さくなる傾向にあることがわかる。Fig. 3 には  $1250^{\circ}\text{C}$  固溶化処理した合金 A の温度時間析出等高線を示す。この図から析出ノーズは  $1000^{\circ}\text{C}$  付近にあり、軟化焼鈍温度の  $1150^{\circ}\text{C}$  はわずかに析出領域に入っていることがわかる。すなわち、Fig. 2 に示した現象は冷間加工後の  $1150^{\circ}\text{C}$  の軟化焼鈍および

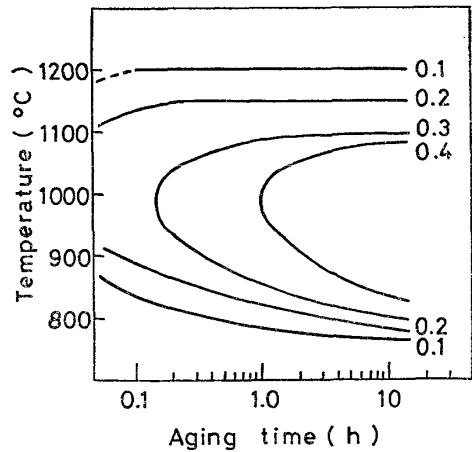


Fig. 3. Time-temperature precipitation curves of alloy A. The number denotes volume fraction of precipitate particle in %. The initial volume fraction of precipitate particle is  $0.1\%$ .

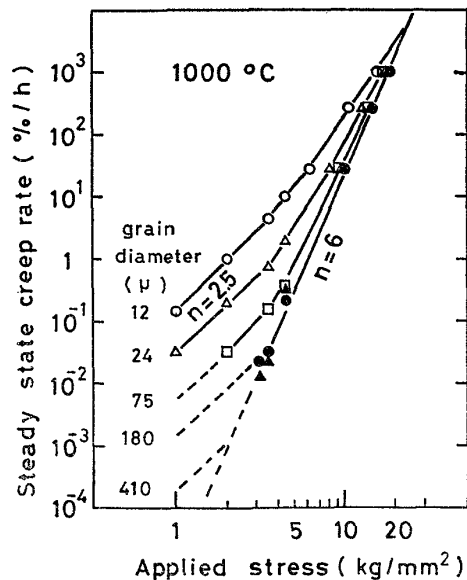


Fig. 4. Steady state creep rate-stress curves of alloy B with various grain size. Stress exponent of strain rate,  $n$ , decreases with decreasing applied stress.

その冷却途中に  $\alpha$ -W が析出し、再加工後の  $1250^{\circ}\text{C}$  の固溶化処理によつても十分に固溶せず結晶成長を妨げたものと解釈できる。ただ、Fig. 2 に示した  $1\%$  にも及ぶ析出量は Fig. 3 に示した固溶化処理材の温度時間析出曲線と  $1150^{\circ}\text{C}$  という軟化焼鈍温度だけからでは説明しにくい。この差については、冷間加工材の場合には再結晶に伴つて析出粒子の粗大化が起りやすい<sup>6)</sup> ので光学顕微鏡で測定するポイントカウント法では粗大粒子の多い加工材のほうが多く測定されるためと説明できる。

以上のことから、Fig. 1 に示した結果は析出量が増加

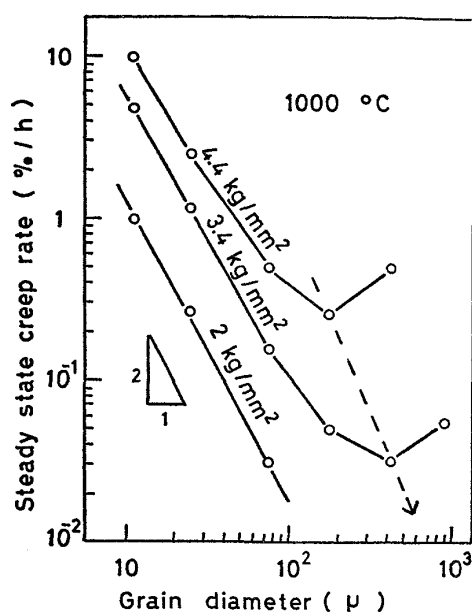


Fig. 5. The effect of grain size on steady state creep rate. A minimum steady state creep rate exists at some intermediate grain size. This critical grain size increases with decreasing applied stress.

するような軟化焼鈍を繰返した材料を  $1250^{\circ}\text{C}$  で 1 h の固溶化処理すると十分な粗粒にならないために同じ熱処理をした鍛造材よりもクリープ破断強度が低下するが、 $1300^{\circ}\text{C}$  で 1 h の固溶化処理をすると 4 回冷間加工した外径 25 mm の管でも結晶粒度番号が約 -1 に粗大化し、鍛造材を  $1250^{\circ}\text{C}$  で 1 h の固溶化処理をした場合の強度と同等のクリープ破断強度が得られると説明できる。

### 3.2 定常クリープ速度に及ぼす結晶粒度の影響

Fig. 4 は熱処理温度を変えることによつて結晶粒度を大幅に変化させた試料について  $1000^{\circ}\text{C}$  の定常クリープ速度を求めた結果である。これから定常クリープ速度は高応力ではほとんど結晶粒度に依存しないが、低応力では顕著に依存することがわかる。低応力での定常クリープ速度と結晶粒径の関係を求めた結果を Fig. 5 に示す。同一条件ではある臨界の結晶粒径  $d_c$  以下では粗粒ほどクリープ速度は小さくなり、Fig. 4 および 5 から本合金の  $1000^{\circ}\text{C}$  の定常クリープ速度  $\dot{\epsilon}$  と応力  $\sigma$  および結晶粒径  $d$  の間には  $A, B$  を定数として、次の関係が成立していることがわかる。

高応力では

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^6 \dots\dots\dots(1)$$

低応力では

$$\dot{\epsilon} = B\sigma^2/d^2 \dots\dots\dots(2)$$

一方、 $d_c$  以上の粗粒になると逆に粗粒ほど定常クリープ速度が増加する傾向があるが、粗粒側のデータが十

分でないためにモネル<sup>7)</sup>、オーステナイトステンレス鋼<sup>8)</sup> および Ni-6%W 合金<sup>9)</sup> で確かめられているように粗粒側で定常クリープ速度が増加するのか、または Cu<sup>10)</sup> で観察されているように  $d > d_c$  で結晶粒度依存性をもたなくなるのかは不明である。しかし、いずれにしても同一の条件では  $d_c$  以上の粗粒材は細粒側から予測されるほどクリープ強度が大きくないことは確かである。 $1000^{\circ}\text{C}$ 、 $3.4\text{kg/mm}^2$  の条件下では結晶粒径が  $410\mu$  の時に定常クリープ速度が最小になるが、この臨界の結晶粒径  $d_c$  は低応力ほど粗粒側にずれるので、 $1000^{\circ}\text{C}$ 、 $1\text{kg/mm}^2$  というような低応力下のクリープ強度を改善する目的のためにはより粗粒にすることが望ましい。しかし、試験片の横断面の結晶粒の数が減少するとクリープ速度が増加すること<sup>11)</sup>が知られているのであまり粗粒にするのは適当でない。さらに、本合金の融点は約  $1390^{\circ}\text{C}$  であることおよび工業的な熱処理炉の作業上の制約を考慮するとあまり高い温度の熱処理はできないので、本合金の場合実用的に最適なクリープ強度を得るためには結晶粒度番号が -1 (結晶粒径約  $400\mu$ ) 程度の結晶粒度に調整するのがよいと考えられる。

### 3.3 析出粒子と固溶元素の効果

前節では結晶粒度を調整するために熱処理温度を変化させた。しかし、本合金では  $\alpha\text{-W}$  と  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  が析出するために、熱処理温度を変えると結晶粒度だけでなく試験中の析出挙動も変化する可能性がある。すなわち、前節の結果は結晶粒度の効果と析出の効果の合成されたものと考えられるので、できるだけこれらの要因を分離するために以下の実験を行なった。

まず、熱処理温度を変化させたことによる析出挙動の影響を除外するために、冷間加工した管に  $1150^{\circ}$ 、 $1250^{\circ}$  および  $1300^{\circ}\text{C}$  の固溶化処理を施したあと、 $1000^{\circ}\text{C}$  で 1000 h 時効することにより十分な析出を起こさせてクリープ試験をした。これから求めた時効材の定常クリープ速度と固溶化処理のままのそれとを比較して Fig. 6 に示す。いずれの結晶粒度でも時効によつて固溶化処理のままよりも定常クリープ速度が約 30% 増加し、時効材でも固溶化処理材と同じ結晶粒度依存性が確かめられる。ただし、時効による析出量は熱処理温度によらず約 2% であるが、 $1300^{\circ}\text{C}$  で固溶化処理後時効した試料には粒内および粒界で多量の析出粒子が認められるのに対して、 $1150^{\circ}\text{C}$  で固溶化処理後時効した試料には粒内に析出粒子がほとんど認められない。このことから、この実験ではまだ完全には析出粒子の分散状態の影響を除外できていないと考えられる。

そこで、析出粒子の量と分散状態をそろえ、かつ結晶

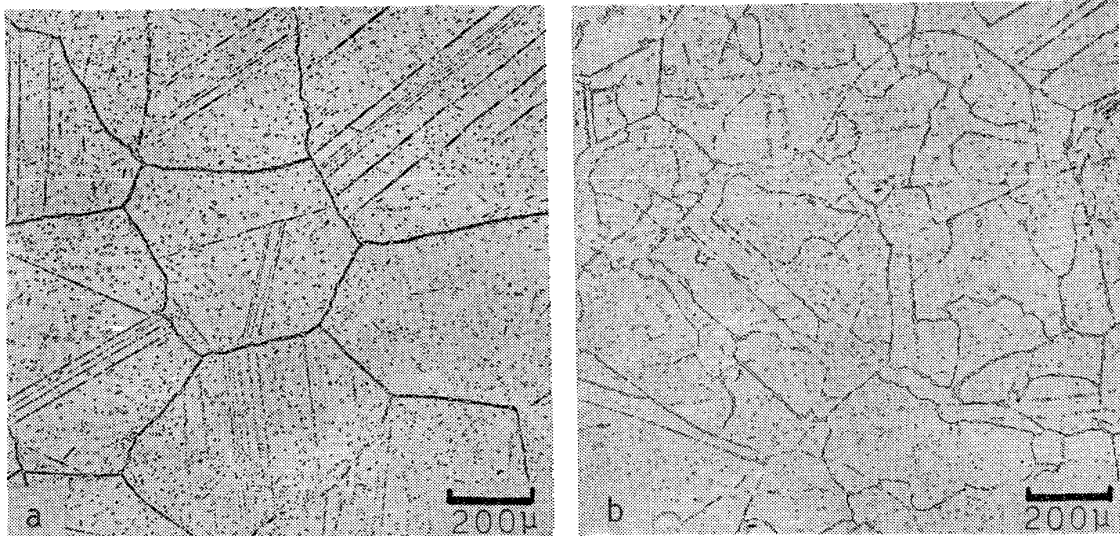


Photo. 1. Microstructures of alloy B with different grain sizes but same precipitation morphology. a) solution treated at 1300°C for 1 h and followed by aging. b) solution treated at 1300°C 1 h and subsequently cold worked by 15% and finally aged. The aging was performed at 1050°C for 1000 h and subsequently at 1000°C for 230 h.

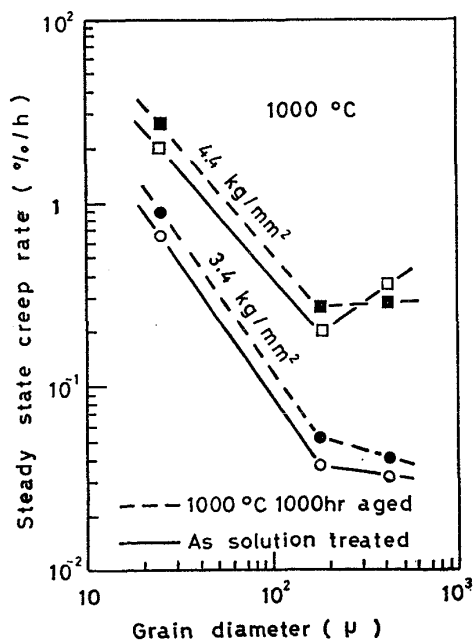


Fig. 6. The effect of full aging on the grain size dependence of steady state creep rate.

粒度だけを変化させるために、1300°Cで固溶化処理後15%冷間加工した試料と加工しない試料を1050°Cで1000h時効後さらに1000°Cで230h時効した。これらの試料の光学顕微鏡組織をPhoto. 1に示す。結晶粒の大きさは410および105 $\mu$ であるが、両試料の析出粒子の量および分散状態はほぼ同一とみなすことができる。これらの試料の1000°C、3.4kg/mm<sup>2</sup>でのクリープ曲線をFig. 7に示す。この図から細粒材のほうが明らかにクリープ速度が大きいことが確認され、かつこの定常クリープ速度をFig. 6に重ね合わせると実験誤差の

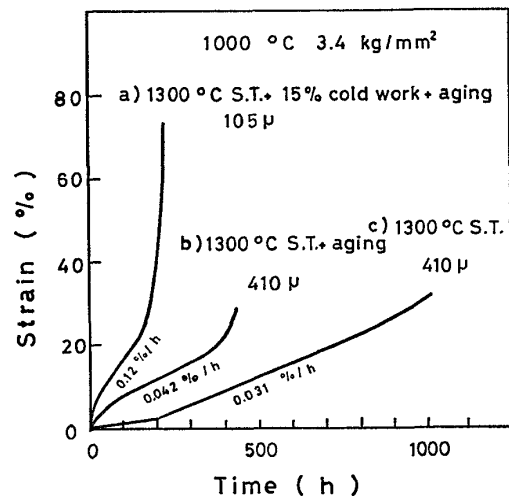


Fig. 7. Creep curves of aged specimens with different grain sizes, a), b) and a creep curve of a specimen as solution treated, c). The specimen a) is fully recrystallized and shows the same precipitation morphology as the specimen b). The microstructures and aging condition are shown in Photo. 1.

範囲で時効材の特性と一致することがわかる。以上の実験から本合金の1000°Cでの定常クリープ速度は、固溶化処理ままでも十分に時効析出させた状態でも、結晶粒径の2乗に反比例していることが明らかになった。

これまでに示したデータはすべて析出範囲で実験しているため、クリープ速度に及ぼす結晶粒度の効果についても、大なり小なり、析出の効果およびそれに伴う基地固溶元素の減少の効果を含んでいる。そのため結晶粒度の変化に伴って析出挙動が若干変化し、その効果がきわ

Table 3. Chemical compositions of Cr-W-Ni alloys (wt %).

Alloy	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	W	Ti	Zr
C	0.020	0.02	0.01	0.001	0.003	bal	22.84	15.72	0.50	0.042
D	0.020	0.08	tr	0.002	0.003	bal	20.32	18.38	0.44	0.042
E	0.042	0.02	0.02	0.004	0.002	bal	22.26	18.26	0.54	0.044

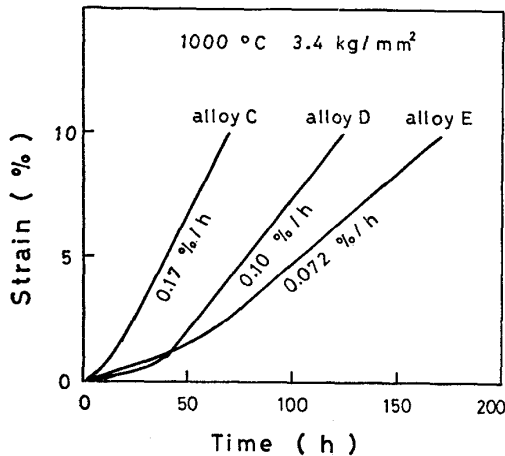


Fig. 8. Creep curves of Cr-W-Ni alloys (see Table 3).

めて大きいとすれば、上述の結果は真の結晶粒度の効果を示していないことになる。そこでこの可能性を検討するためには次の実験を行なった。

析出が十分に進行したあとの基地の組成<sup>12)</sup>を目標にして W および Cr を変化させた 3 種類の実験室溶解材を作製した。Table 3 にその化学組成を示す。合金 E は Table 1 に示した組成を目標とした合金である。合金 C および D は 1000°C の時効によつて炭化物が若干析出するが、合金 E に比べ  $\alpha$ -W は無視できる程度にしか析出しない<sup>12)</sup>。これらの試料を 1300°C 1 h 水冷し 1000°C 3.4kg/mm でクリープ試験した。なお、これらの試料の結晶粒径はいずれも約 350 $\mu$  であつた。得られたクリープ曲線を Fig. 8 に示す。規準になる合金 E の定常クリープ速度に対し、W または Cr を減じた合金 C と D の定常クリープ速度は 40~130% 増加することがわかる。このことから Fig. 5, 6 の結果に析出強化の影響が含まれているとしても、それは測定された定常クリープ速度を高々 40~130% 変化させる程度と推定される。ところが、実際に熱処理温度を変えて観察される定常クリープ速度の変化は 100 倍にも及ぶので、Fig. 5 および 6 に示した結果はまさに結晶粒度の効果と考えてよいであろう。

### 3.4 低応力でのクリープ変形機構

一般に高温低応力下では転位クリープのほかには拡散ク

リープあるいは粒界すべりが起こるものと考えられている。本合金を開発した時の設定条件である 1000°C, 1 kg/mm<sup>2</sup> におけるクリープ機構を推定するために以下の検討を行なった。低応力下の定常クリープ速度を表わす (2) 式の関係は 1000°C, 1~3kg/mm<sup>2</sup> で成立していることが Fig. 4 からわかる。この (2) 式の示す応力指数は 2.5 である。一方、拡散クリープで予想される応力指数は 1 であるので<sup>3)</sup>、本実験条件で拡散クリープが支配的に起こっているとは考えられない。また、粒界すべりに基づいた理論式が多く提案されているがほとんどの場合応力指数は 1 である<sup>3)</sup>。しかし、MUKHERJEE<sup>13)</sup> は粒内変形に支配された粒界すべり機構を提案して、 $\dot{\epsilon} \propto \sigma^2/d^2$  の関係を導いている。この式は本合金の低応力クリープ試験から求めた (2) 式とよく似ているので、粒界すべりの可能性については実験的に検討する必要がある。

そこで、1000°C, 3kg/mm<sup>2</sup> で種々の結晶粒度の試料をクリープ変形させ結晶粒の平均変形度を測定し、粒界すべりは起こらないと考えられる室温変形試料の結果と比較した。その結果を Fig. 9 に示す。変形させた試料の応力軸方向の断面の結晶粒を光学顕微鏡で観察し、応力軸方向の平均結晶粒長さ  $L$  およびそれと直角方向の平均結晶粒長さ  $C$  を測定し、 $L/C$  を結晶粒の変形度と定義して Fig. 9(a) の縦軸に示した。図中の計算線図は立方体の結晶粒が粒界すべりせずに等方的に変形すると仮定して求めたものであり、付加歪量  $\epsilon$  に対して  $L/C = (1 + \epsilon)^{3/2}$  の関係がある。すべてのクリープ変形が粒界すべりによる場合またはクリープ変形中に完全に再結晶してしまう場合には  $L/C = 1$  となるはずである。一方、 $D = \sqrt[3]{LC^2}$  は変形部の平均結晶粒径に比例する量と考えられるので、未変形部の平均結晶粒径  $D_0$  で規準化した結晶粒径  $D/D_0$  を Fig. 9(b) の縦軸に示した。粒界すべりあるいは転位クリープだけが起こる場合には比結晶粒径  $D/D_0$  に変化は起こらないが、クリープ変形中に再結晶して細粒化する場合には  $D/D_0 < 1$  になる。これらのことから粒界すべりの可能性を検討することができる。

Fig. 9 に示すように 180 $\mu$  以上の粗粒材ではクリープ

変形による結晶粒の変形度は室温変形の値および計算値とよく一致しているの、粗粒材では粒界すべりは起こらず、おそらく通常の転位クリープが起こっていると考

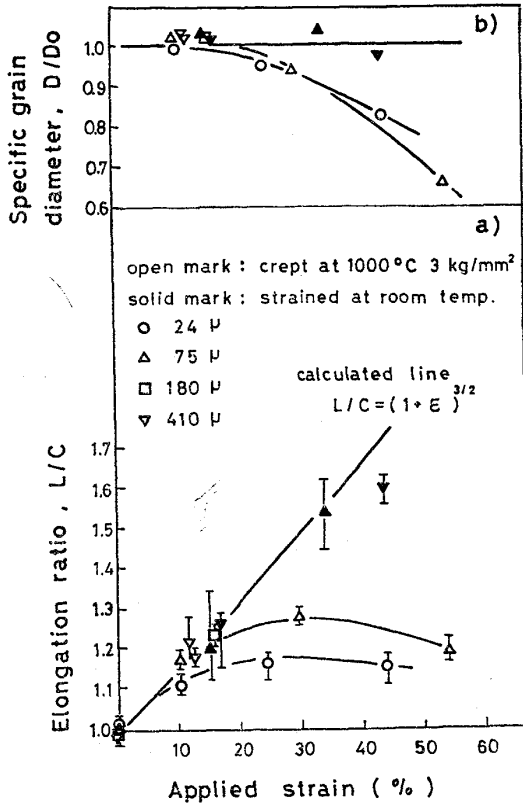


Fig. 9. Elongation ratio of each grain and specific grain diameter in crept specimens as compared to those in specimens strained at room temperature. The calculated line was derived on the assumption that cube grains deformed isotropically without any grain boundary sliding.

えられる。一方、75μ以下の細粒材では歪量の増加に伴って結晶粒の変形度は計算線図よりも下側に大きくずれるようになる。Fig. 4に示したように1000°C, 3kg/mm<sup>2</sup>で明らかに定常クリープ速度が結晶粒度依存性を示す細粒材では、定常クリープ変形とみなせる小さな歪量でも結晶粒の変形度が計算線図からずれはじめ、かつそれとほぼ同じ歪量で再結晶による細粒化が認められるようになる。このように細粒材では定常クリープ変形中に再結晶を起こしていることがわかるが、L/Cが計算値以下になり、かつD/D<sub>0</sub>も1以下になることだけからは再結晶現象と同時に粒界すべりも起こっている可能性を完全に否定することはできない。しかし、一般的に粒界すべりに起因した歪は付加歪に直線的に比例して増加することが知られているので<sup>14)</sup>、Fig. 9に示したように結晶の変形度が付加歪とともに加速度的に計算値よりも小さくなる主要な原因は粒界すべりが起こるからではなく、細粒材では低歪でクリープ変形中に再結晶を始め歪の増加とともに細粒化が進行するためであると考えられる。

次に、本実験に用いたクリープ中断試験片および破断試験片の光学顕微鏡組織を示す。Photo. 2に結晶粒径75μの細粒材を1000°C, 3kg/mm<sup>2</sup>でクリープ変形させた組織を示す。定常域である10.3%まで変形させた場合(Photo. 2(a))にはほとんど再結晶は認められないが、粒界移動が観察される。加速クリープ開始の29.6%まで変形させた場合(Photo. 2(b))には粒界近傍で再結晶および粒界移動が顕著に観察されるようになる。1000°C, 3kg/mm<sup>2</sup>の条件では定常クリープ速度が結晶粒度依存性をほとんど示さない領域にある結晶粒径410μの粗粒材を定常域の12%まで変形させた組織が

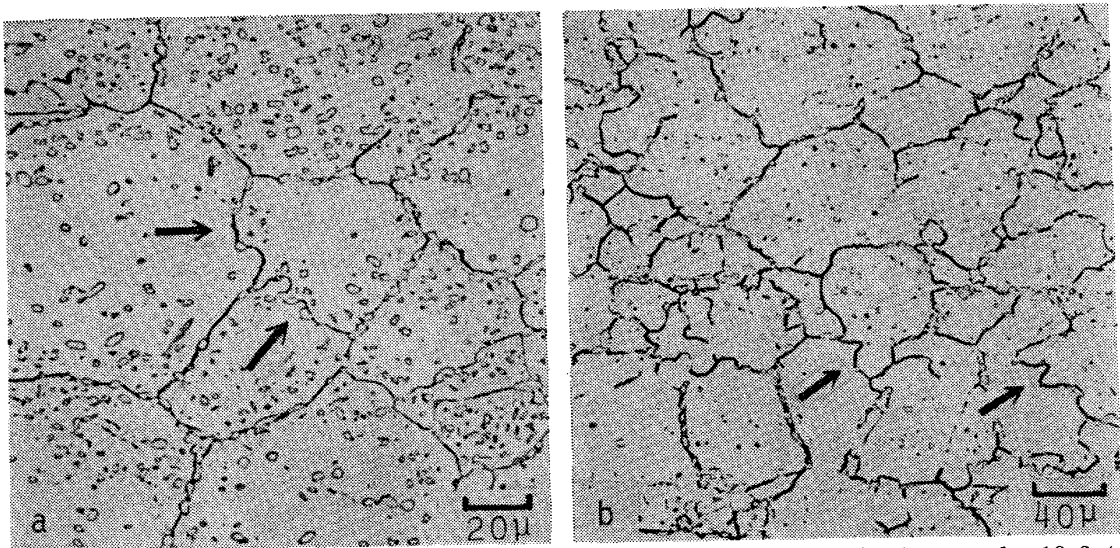


Photo. 2. Microstructures in a specimen with fine grain (grain diameter 75μ) crept by 10.3% a) and 29.6% b) at 1000°C and 3 kg/mm<sup>2</sup>. Arrows denote grain boundary migration.

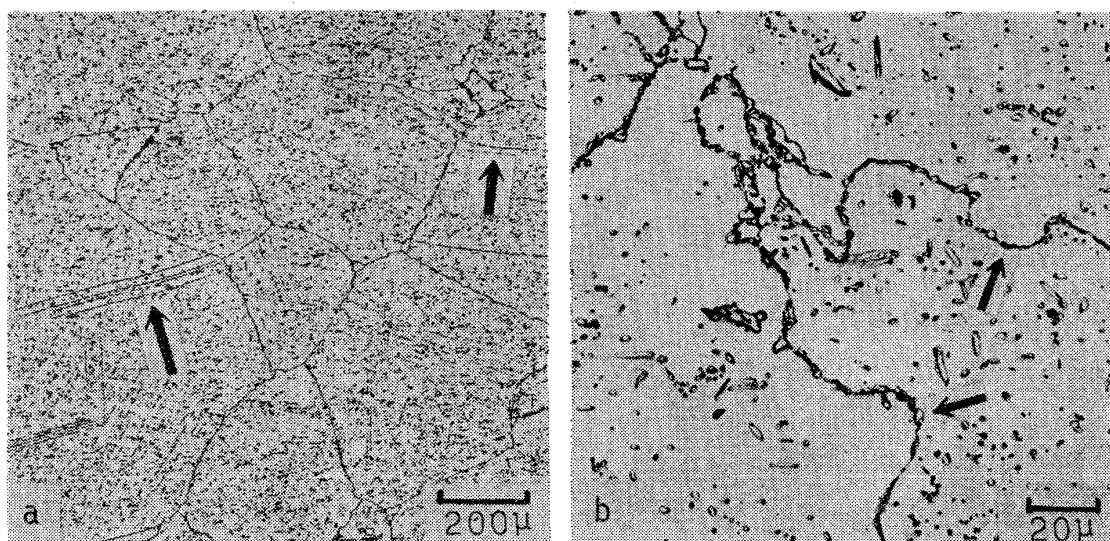


Photo. 3. Microstructures in a specimen with coarse grain (grain diameter  $410\mu$ ) crept by 12% at  $1000^\circ\text{C}$  and  $3\text{ kg/mm}^2$ . Arrows denote curved twin boundary a) and grain boundary migration b).

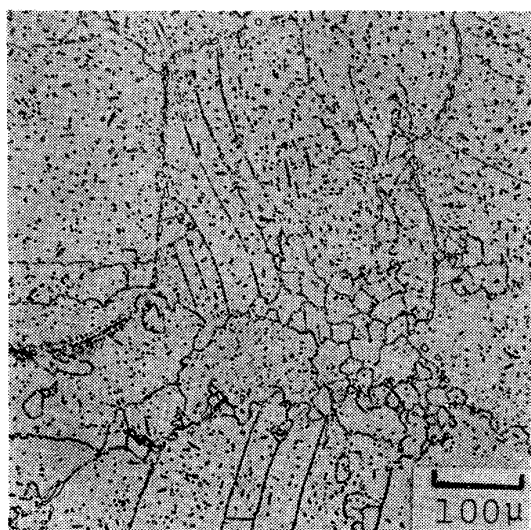


Photo. 4. Recrystallization near grain boundaries observed in a ruptured specimen. Initial grain diameter is  $410\mu$ . The specimen was ruptured at  $1000^\circ\text{C}$  and  $3.4\text{ kg/mm}^2$ . Rupture elongation is 32%.

Photo. 3 である。この状態ではまったく再結晶は観察されないが若干の粒界移動および粒内変形による双晶線のわん曲が認められる。Photo. 4 は Photo. 3 と少し応力条件は異なるが粗粒材の破断後のマイクロ組織である。この写真から粗粒材といえども破断近くまで変形すると粒内変形だけでなく、粒界移動および粒界近傍の再結晶も顕著に認められることがわかる。すなわち、Photo. 2～4 からは細粒材ほど小さな歪で再結晶しやすいことと、同時に、Fig. 9 に示したような統計量では把握できない粒界移動が再結晶を起こすよりもかなり小さな歪で起こ

っていることもわかる。なお、GIFKINS<sup>15)</sup> はクリープ変形中の再結晶は細粒ほどより小さな歪で起こることおよびクリープ変形中の再結晶によつてクリープ速度が増大することを鉛で観察している。また、粒界移動によつてクリープ速度が増大することはインコネル 617 合金<sup>16)</sup>でも報告されている。これらのことから、Fig. 5 に示したように低応力での定常クリープ速度が結晶粒度に依存する理由は粒界移動および粒界近傍での再結晶のような粒界に関係した回復機構が粒界面積の大きな細粒材ほどクリープ変形中に生じやすいためであると説明できる。

Photo. 2～4 に示したものを含めて、本実験の範囲内では破断までクリープ変形させても、試料内部での粒界クラックまたは析出粒子の囲りにポイドはまったく観察されなかつた。粒界すべりと粒界クラックの発生との因果関係は絶対的なものではないが、多くの材料で粒界すべりに伴つて粒界クラックまたは粒界析出粒子の囲りにポイドが観察されているので<sup>17)</sup>、マイクロ組織から判断しても本実験の範囲内では粒界すべりはほとんど起こっていないと考えられる。

以上のことから、本実験で認められた低応力での定常クリープ速度の顕著な結晶粒度依存性は、粒界すべりに起因する現象ではなく、粒界面積の大きな細粒材ほどクリープ変形中により低歪で再結晶しやすく、かつ粒界移動も起こりやすいために、その結果内部応力が低下することに起因した現象と説明できる。このように考えれば、Fig. 7 に示したように細粒材ほど破断伸びが大きくなるのは細粒材ほど再結晶の繰返しによつてクリープ損傷が軽減されるためと説明できる。



## 4. 結 言

原子力製鉄用に開発した 23Cr-18W-Ni 合金の長時間のクリープ挙動を研究するために、1000°C での定常クリープ速度に及ぼす結晶粒度の影響および 1000° および 1050°C でのクリープ破断強度に及ぼす製造履歴の影響について調べ、以下の結論を得た。

(1) 冷間加工およびそれに続く軟化焼鈍の繰返しによつて生じる析出粒子は固溶化処理での結晶成長を妨げ、クリープ強度を低下させる。

(2) 1000°C での定常クリープ速度  $\dot{\epsilon}$  と応力  $\sigma$  および結晶粒径  $d$  の関係は、通常の結晶粒度範囲で、高応力では  $\dot{\epsilon} \propto \sigma^6$  で表わされ結晶粒径に依存しないが、低応力では  $\dot{\epsilon} \propto \sigma^{2.5}/d^2$  で表わされ顕著に結晶粒径に依存し、かつ応力指数も小さくなる。

(3) 低応力で結晶粒度依存性が顕著になる原因は、粒界すべりあるいは拡散クリープが起こるからではなく、細粒ほど再結晶あるいは粒界移動などの粒界近傍における回復現象が起こりやすいためである。

(4) 通常の結晶粒度範囲では粗粒材ほどクリープ強度は大きい、それ以上の粗粒範囲ではある結晶粒径を境にしてクリープ強度の結晶粒度依存性が不明りょうになる。その臨界の結晶粒径は低応力ほど粗粒側にずれる傾向がある。

(5) 実用的な観点も考慮した最適なクリープ強度を得るためには、本合金の場合結晶粒度番号-1 (結晶粒径約 400  $\mu$ ) 程度に結晶粒度を調整するのがよい。

## 文 献

- 1) 渡辺力蔵, 千葉芳孝: 鉄と鋼, 63(1977), p. 118
- 2) 足立正雄(訳): 金属クリープの基礎, (1968), p. 27 [丸善]; F. GAROFALO: Fundamentals of Creep and Creep-Rupture in Metals, (1965)
- 3) 及川 洪, 辛島誠一: 日本金属学会報, 11 (1972), p. 567
- 4) O. D. SHERBY and P. M. BURKE: Mechanical Behaviour of Crystalline Solids at Elevated Temperature, Prog. Mater. Sci., 13(1968), p. 369, [Pergamon Press]
- 5) W. A. RACHINGER: J. Inst. Metals, 81 (1952~53), p. 33
- 6) 織田貞四郎, 吉井 徹, 片山勇造, 上原勝景; 日本金属学会誌, 25 (1961), p. 241
- 7) P. SHAHINIAN, J. R. LANE: Trans. ASM, 45 (1953), p. 177
- 8) F. GAROFALO, W. F. DOMIS, F. GEMMINGEN: Trans. Met. Soc. AIME, 230(1964), p. 1460
- 9) W. R. JOHNSON, C. R. BARRETT, and W. D. NIX: Met. Trans., 3(1972), p. 695
- 10) C. R. BARRETT, J. L. LYTTON, and O. D. SHERBY: Trans. Met. Soc. AIME, 239(1967), p. 170
- 11) E. G. RICHARDS: J. Inst. Metals, 96(1968), p. 365
- 12) 渡辺力蔵, 千葉芳孝: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 1013
- 13) A. K. MUKHERJEE: Mat. Sci. Eng., 8(1971), p. 83
- 14) D. MCLEAN and M. H. FARMER: J. Inst. Metals, 85(1956-57), p. 41
- 15) R. C. GIFFKINS: J. Inst. Metals, 87(1958-59), p. 255
- 16) 美野和明, 大友 暁, 雑賀喜規: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 2372
- 17) 渡辺忠雄: 日本金属学会報, 12 (1973), p. 883