

## 論 文

UDC 669.018.44 : 620.172.251.2 : 620.186.8 : 669.245.539.434

## Hastelloy X 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\*<sup>2</sup>・(故)篠田隆之\*<sup>2</sup>・田中良平\*<sup>2</sup>

## Effect of Grain Size on High Temperature Creep Properties of Hastelloy X

Yoshihiro KONDO, Takashi MATSUO, the late Takayuki SHINODA, and Ryohei TANAKA

## Synopsis :

The effect of grain size, ranged from 37 to 1220  $\mu\text{m}$ , on creep behavior of Hastelloy X was studied at temperatures of 950, 1 000 and 1 050°C. A steady state creep rate,  $\dot{\epsilon}_s$ , of the alloy decreased with the increase of the grain size, reached a minimum at the grain size of 100~200  $\mu\text{m}$ ,  $L_M$ , and increased with the increase of that. From measurements of friction stress ( $\sigma_f$ ) and observations of microstructures, it is concluded that the increase in  $\dot{\epsilon}_s$  under a given applied stress with the decrease of the grain size is attributable to the increase of an effective stress,  $\sigma_e (= \sigma_a - \sigma_f$ , where  $\sigma_a$  is the applied stress). On the other hand, recrystallization induced by a high stress concentration at grain boundary triple points in the coarse-grained alloys seems to accelerate the creep. By comparing the results in the Hastelloy X with those in carbon free 17Cr-14Ni steel, it is suggested that the grain size dependence of the  $\dot{\epsilon}_s$  of the Hastelloy X having finer grains than  $L_M$  is more remarkable than that of carbon free 17Cr-14Ni steel because of the decrease of fine precipitates within grains in the former alloy, while the dependence of the alloy having coarser grains than  $L_M$  is minor than that of carbon free 17Cr-14Ni steel because of preventing the stress concentration at the triple points by the grain boundary precipitates.

## 1. 結 言

近年、我が国において多目的高温ガス炉 (HTR) の開発に関連して、1 000°C 近くで使用される超耐熱合金の研究開発が盛んに行われてきた<sup>1)~5)</sup>。このような高温領域では析出及び固溶による強化は相対的に小さくなる。しかし、クリープ強さの結晶粒度依存性は温度により大きくは変化しないとされている<sup>6)7)</sup>。したがって、結晶粒径の大小によるクリープ強さの差異は低温側に比べ、より重要視される必要があり、Hastelloy X<sup>8)9)</sup> 及び Ni-20Cr-W 合金<sup>10)</sup> のクリープ破断特性の結晶粒度依存性が重要な問題として最近とりあげられている。

仲西ら<sup>8)</sup>は Hastelloy X を用い、900°C での He 中と大気中におけるクリープ試験を行い、最小クリープ速度は結晶粒径に反比例することを見出している。この場合の結晶粒径は約 25~150  $\mu\text{m}$  の範囲で変化しているが、このような試料では炭化物の形態も結晶粒の大きさによつて多少変化し、クリープ速度にも影響するものと思わ

れる。また、200  $\mu\text{m}$  以上の粗粒材でクリープ挙動が変化することも考えられる<sup>11)</sup>。

一方、藤岡ら<sup>9)</sup>は 60, 200 及び 350  $\mu\text{m}$  の粒径をもつ Hastelloy X を用い、800~1 000°C での高温クリープ強さの結晶粒度依存性を調べた結果、定常クリープ速度は細粒材の方が常に大きいものの、10<sup>3</sup> h 破断強さは 800°C では細粒材が、また 1 000°C では粗粒材が大きく、これは結晶粒径の大小により粒界あるいは粒界近傍での炭化物の析出形態が変化し、粒界での割れの発生、伝播に違いを生ずることが主な理由であると報告している。しかし、1 000°C の結果のように、破断強さが粗粒材で大きい場合は、加速クリープ域の長短と関連する割れの発生、伝播のみならず、粗粒材ほど定常クリープ速度が小さい点をも重視すべきであり、また定常クリープ速度の最小値を示す結晶粒径  $L_M$  を確認していない点からも、さらに広い粒径範囲について検討する必要があると考えられる。

このように、Hastelloy X で固溶化熱処理温度を変え

昭和 52 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 55 年 10 月 2 日受付 (Received Oct. 2, 1980)

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

\*<sup>2</sup> 東京工業大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, Tokyo Institute of Technology)

ることによつて、結晶粒径のみの効果を独立に評価することが困難なのは、析出相  $M_{23}C_6$  及び  $M_6C$  などが  $1150^\circ\text{C}$  近くまで素地に固溶せず、析出形態も顕著な温度依存性をもつためであろう<sup>12)</sup>。このことは Ni-Cr-W 合金でも同様である。この合金系の中で特に優れた高温強さを示すものは炭化物及び  $\alpha_2$  相の析出を伴っていることが知られており<sup>2)~6)13)</sup>、この種の合金でもクリープ挙動における結晶粒度依存性を議論するには析出相の影響を考慮することが必要であろう。

著者らは先にオーステナイト 1 相の 17Cr-14Ni 鋼を用いて、 $850\sim 900^\circ\text{C}$  での高温クリープ強さに及ぼす結晶粒度の影響を調べ、細粒側では粒径の減少に伴う摩擦応力の減少がクリープ抵抗を減少させ、一方、粗粒側では粒界三重点での応力集中がその近傍での再結晶を促進してクリープ抵抗を減ずることを明らかにした<sup>6)</sup>。したがって、このオーステナイト 1 相の合金での結果と比較検討すれば、前述した析出相を伴う合金での結晶粒度依存性をより明確に抽出評価できよう。

また、前報<sup>6)</sup>のようにクリープ強さの結晶粒度依存性を検討する上で、摩擦応力は炭化物の析出形態も含む下部組織の変化を表す総括的パラメータと考えることができ、これを用いることは析出相を生じる Hastelloy X のクリープ研究には有力な手法と言えよう。

そこで、本研究では結晶粒径を  $37\sim 1220\mu\text{m}$  の広い範囲に調整した Hastelloy X について  $950\sim 1050^\circ\text{C}$  でのクリープおよびクリープ破断試験を行い、結晶粒径と高温クリープ強さとの関係を検討した。さらに、前報<sup>6)</sup>と同様、摩擦応力を測定するとともに、定常クリープ域にて試験を中断した試料の薄膜による透過電顕観察もを行い、摩擦応力および下部組織の観点からもクリープ抵抗の結晶粒度依存性の原因について検討した。

## 2. 供試材および実験方法

用いた Hastelloy X の化学組成を Table 1 に示す。合金は真空高周波炉にて 10 kg 溶製し、直径 13 及び 20 mm 丸棒に熱間鍛伸した。クリープ試験片の結晶粒径の調整は主に固溶化熱処理の条件を種々に変えて行つたが、約  $50\mu\text{m}$  以下の細粒材は 80% 程度の冷間圧延を施してから熱処理しないと得られないために板状の試験片とし、また、粗粒材は通常の丸棒試験片を用いるこ

Table 2. Conditions of solution treatment for changing the grain size of creep test specimens of Hastelloy X.

a) Rod type specimens.

| Solution treatment  | Grain size ( $\mu\text{m}$ ) |
|---|------------------------------|
| $1200^\circ\text{C} \times 10\text{ h}$   | 1220                         |
| $1200^\circ\text{C} \times 2\frac{1}{3}\text{ h}$   | 600                          |
| $1200^\circ\text{C} \times 1/2\text{ h}$  | 230                          |
| $1200^\circ\text{C} \times 1\text{ h} \rightarrow 5\% \text{ C. R.} \rightarrow$<br>$1200^\circ\text{C} \times 1/10\text{ h}$ | 85                           |

b) Plate type specimens.

| Solution treatment                        | Grain size ( $\mu\text{m}$ ) |
|---|------------------------------|
| $1250^\circ\text{C} \times 3\text{ h}$    | 964                          |
| $1200^\circ\text{C} \times 1\text{ h}$    | 306                          |
| $1200^\circ\text{C} \times 1/3\text{ h}$  | 90                           |
| $1200^\circ\text{C} \times 1/6\text{ h}$  | 53                           |
| $1200^\circ\text{C} \times 1/12\text{ h}$ | 37                           |

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

Table 3. Conditions of solution treatment for changing the grain size of Strain dip test specimens of Hastelloy X.

| Solution treatment   | Grain size ( $\mu\text{m}$ )              |    |
|--|---|----|
| $1200^\circ\text{C} \times 1\text{ h}$   | 173                                       |    |
| $1200^\circ\text{C} \times 1\text{ h} \rightarrow$<br>$30\% \text{ C. R.} \rightarrow$ | $1200^\circ\text{C} \times 1/6\text{ h}$  | 51 |
|  | $1200^\circ\text{C} \times 1/12\text{ h}$ | 24 |

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

ととした。そこで、この2種類の試験片形状によつてクリープ挙動に特別な差が生じないことを確かめるため、結晶粒径調整熱処理は Table 2 に示すように、両試験片の結晶粒径が広い粒径範囲で重複するように選定した。クリープ試験片の寸法は丸棒試験片では標点距離 30 mm, 平行部径 6 mm, また板状試験片では標点距離 40 mm, 平行部幅 6 mm, 平行部厚 2 mm とした。なお、Strain dip test 用としては Table 3 に示す熱処理を施し 24, 51 及び  $173\mu\text{m}$  の結晶粒径をもつ3種類の試料を準備し、標点距離 30 mm, 平行部径 6 mm のつば付き試験片を作製した。

Table 1. Chemical composition of Hastelloy X studied (wt%).

| C    | Si   | Mn   | P     | S     | Cr    | Co   | Mo   | W    | Fe    | Ni   |
|------|------|------|-------|-------|-------|------|------|------|-------|------|
| 0.07 | 0.38 | 0.55 | 0.015 | 0.005 | 21.24 | 0.60 | 8.29 | 0.52 | 18.13 | bal. |

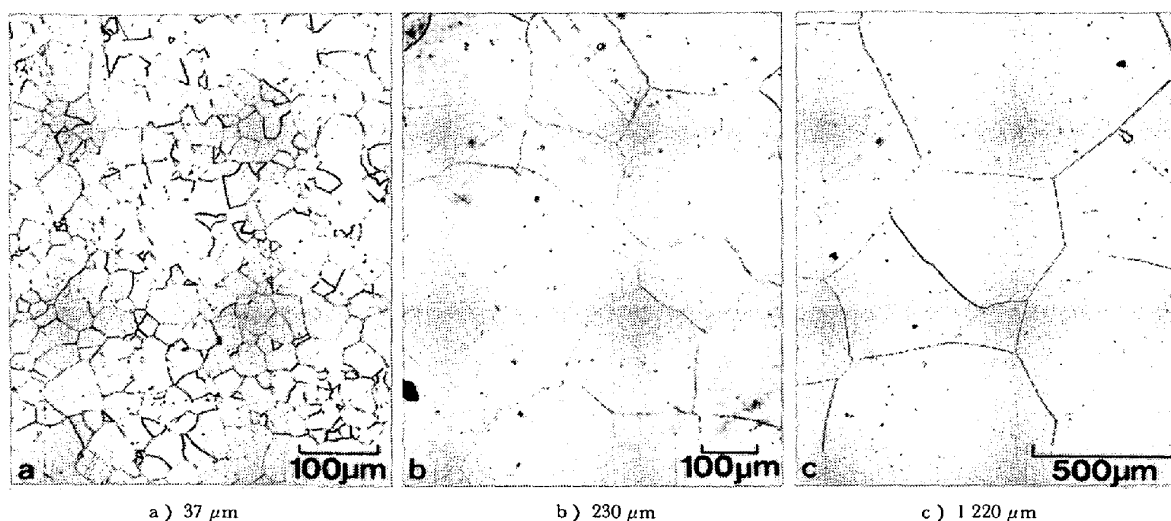


Photo. 1. Microstructures of the specimens with the grain sizes of 37, 230, and 1220  $\mu\text{m}$  after solution treatment.

クリープ試験は 950, 1000 及び 1050°C にて, 応力 3.5~4.5 kgf/mm<sup>2</sup> で行い, 伸びは差動トランスを用いて自動記録させたものから読みとつた. 摩擦応力の測定には Strain dip test を用いた\*. さらに, クリープ破断材の組織を光頭及び走査電頭で観察するとともに, クリープ試験を定常クリープ域で中断した試料について, 薄膜の透過電頭観察 (加速電圧: 150 及び 200 kV) をも行った.

### 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した固溶化熱処理材の代表的な光頭組織を示す. いずれの試料もほぼ十分な

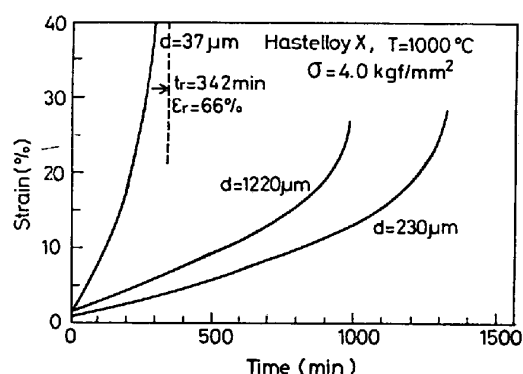


Fig. 1. Representative time-strain curves for the specimens with the grain sizes of 37, 230, and 1220  $\mu\text{m}$ .

\* 前報<sup>1)</sup>ではつば付きの試験片を用いながつたため, WILLIAMS らの手法<sup>14)</sup>と Strain dip test<sup>15)</sup>を併用したが, 本研究では, つば付き試験片を用いて Strain dip test を行うと, より精度よく摩擦応力を測定できることが確認されたので, この方法のみを採用した. なお, 前報の方法と本研究の方法とで測定値の差はほとんどない.

固溶化組織を示し, また混粒は認められない.

#### 3.2 クリープ破断特性

37, 230 及び 1220  $\mu\text{m}$  の結晶粒径をもつ 3 試料の 1000°C, 応力 4.0 kgf/mm<sup>2</sup> でのクリープ曲線を Fig. 1 に示す. 破断時間は 37  $\mu\text{m}$  の試料がもつとも短く, 230  $\mu\text{m}$  の試料が最も長い. さらに結晶粒径が大きな 1220  $\mu\text{m}$  の試料では, 230  $\mu\text{m}$  の試料に比べ破断時間は短くなる. また, 破断伸びは結晶粒径が小さな試料ほど大きく, 37  $\mu\text{m}$  の試料では 60% を超える. このことから, Hastelloy X は 1000°C でもクリープ特性の顕著な結晶粒度依存性を示すことがわかる.

Fig. 2 に 950 及び 1000°C, 4.0 kgf/mm<sup>2</sup> と 1050°C, 3.5 kgf/mm<sup>2</sup> での破断時間の結晶粒度依存性を示す. いずれの温度でも, 約 100  $\mu\text{m}$  の結晶粒径のときに

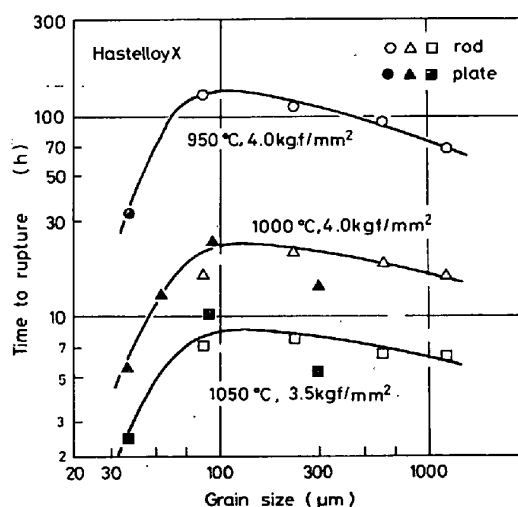


Fig. 2. Variation of time to rupture with the grain size at 950, 1000, and 1050°C.

破断時間は最長となり、これよりも結晶粒が細かくなつても、また粗くなつても、破断時間は短くなるが、その度合は粗粒側に比べ、細粒側でより顕著である。また、粗粒側では棒状試験片に比べ、板状試験片での破断時間は短くなる。

3.3 定常クリープ速度

1000°C、応力 4.0 kgf/mm<sup>2</sup> での代表的なクリープ速度-時間曲線を 37, 230 及び 1220 μm の結晶粒径をも

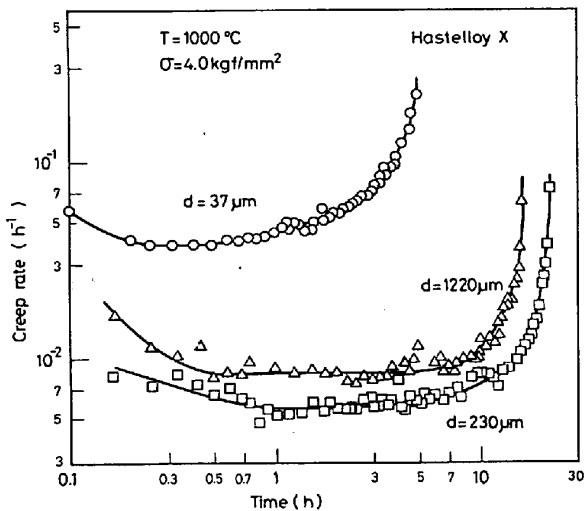


Fig. 3. Representative creep rate-time curves for the specimens with the grain sizes of 37, 230, and 1220 μm.

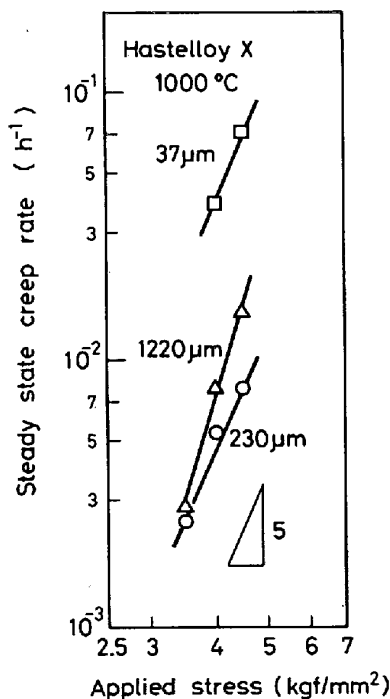


Fig. 4. Steady state creep rate-stress curves for the specimens with the grain sizes of 37, 230, and 1220 μm.

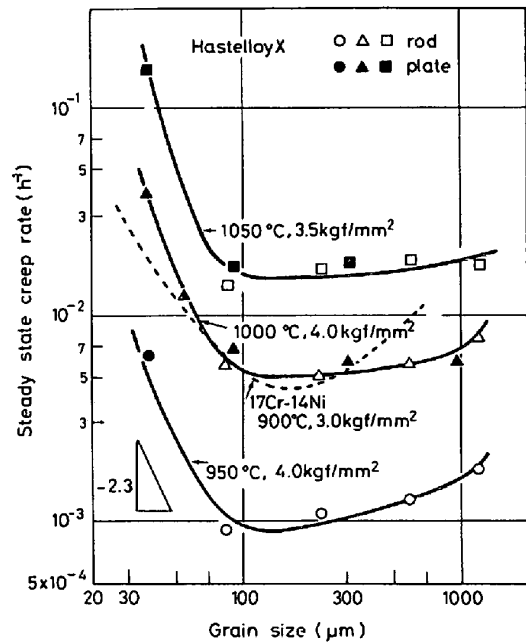


Fig. 5. Variation of the steady state creep rate with the grain size at 950, 1000, and 1050°C.

つ 3 試料について Fig. 3 に示す。最小の粒径をもつ 37 μm の試料は他の 2 試料に比べ、クリープ速度が大きく、また 1220 μm の試料のクリープ速度は 230 μm の試料と比べてわずかに大きい。したがって、HastelloyX は 1000°C でもクリープ速度の結晶粒度依存性を示すことは明らかである。

結晶粒径が 37, 230 及び 1220 μm の 3 試料について、1000°C での代表的な応力-定常クリープ速度曲線を Fig. 4 に示す。結晶粒径 230 μm の試料が最も小さな定常クリープ速度を示し、1220 μm の試料はこれよりわずかに大きな値を示す。また、37 μm の試料は 230 μm の試料に比べ、1けた近く大きな定常クリープ速度を示す。なお、37 及び 230 μm の結晶粒径をもつ試料の直線はほぼ平行で定常クリープ速度の応力指数  $n$  値は約 5 であるが、1220 μm の試料での  $n$  値は約 7 で、前 2 者に比べて大きい。

次に、950°C-4.0 kgf/mm<sup>2</sup>、1000°C-4.0 kgf/mm<sup>2</sup> 及び 1050°C-3.5 kgf/mm<sup>2</sup> での定常クリープ速度の結晶粒度依存性を、前報の 17Cr-14Ni 鋼の 900°C、応力 3.0 kgf/mm<sup>2</sup> での結果<sup>6)</sup>と併せて Fig. 5 に示す。HastelloyX は、いずれの温度及び応力の条件でも定常クリープ速度を最小とする結晶粒径  $L_M$  が 100~200 μm の粒径範囲に存在し、 $L_M$  の値は温度及び応力に大きくは依存しない。結晶粒径が  $L_M$  より大きくても、また小さくても、定常クリープ速度は増加するが、その増加の度合は粗粒側に比べて細粒側で著しく大きい。この傾向は

17Cr-14Ni 鋼の場合<sup>6)</sup>とよく一致している。しかし、17Cr-14Ni 鋼に比べ、Hastelloy X では  $L_M$  より細粒側での定常クリープ速度増加の度合はより顕著であり、一方、 $L_M$  より粗粒側での定常クリープ速度増加の度合は小さい。この点については後節で検討する。

### 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

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を支配する主な因子について、前報の 17Cr-14Ni 鋼<sup>6)</sup>と同様の検討を加えてみる。

#### 3.4.1 細粒側での定常クリープ速度の結晶粒度依存性

細粒側で定常クリープ速度が大きくなる要因として前報<sup>6)</sup>では以下の5つを考えた。

- a) 拡散クリープ
  - i) Nabarro-Herring クリープ<sup>16)</sup>
  - ii) Coble クリープ<sup>17)</sup>
- b) 粒界すべり<sup>18)</sup>
- c) 粒界が転位の発生及び消滅源として働く<sup>6)7)19)</sup>
- d) 粒界面積の増加に伴う粒内での析出形態の変化<sup>9)</sup>
- e) 微細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<sup>8)20)</sup>

e) は本実験の場合、当てはまらない。a) については前報<sup>6)</sup>でも述べたように、Nabarro-Herring 及び Coble クリープは定常クリープ速度の応力指数  $n$  値がともに1になり、また Coble クリープではクリープの活性化エネルギーが小さいはずである。なお、定常クリープ

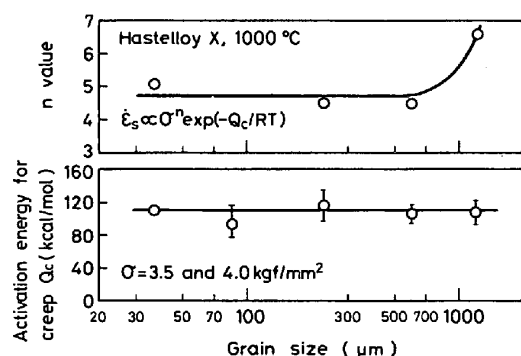


Fig. 6. Changes in stress exponent value  $n$ (a) and activation energy for creep  $Q_c$ (b) with the grain size.

Table 4. Grain size power law for steady state creep rate.

| m value                          |                                    |                                    |       |
|----------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|-------|
| 950°C<br>4.0 kgf/mm <sup>2</sup> | 1 000°C<br>4.0 kgf/mm <sup>2</sup> | 1 050°C<br>3.5 kgf/mm <sup>2</sup> | mean  |
| -2.32                            | -2.29                              | -2.88                              | -2.50 |

速度の結晶粒度依存性を  $\dot{\epsilon}_s \propto d^m$  ( $d$  は結晶粒径,  $m$  は定数) の式で表したとき,  $m$  の値は Nabarro-Herring クリープでは  $-2$  及び Coble クリープでは  $-3$  になるとされている<sup>21)</sup>.

1 000°C でのクリープの応力指数及び活性化エネルギーの結晶粒度依存性を Fig. 6 に示す。応力指数は粗粒側で大きくなるが、約 100  $\mu\text{m}$  以下の試料については約 5 と一定である。一方、クリープの活性化エネルギーは約 95 kcal/mol で、粒径によらず一定である。

また、定常クリープ速度の結晶粒度依存性を示す指数  $m$  を Fig. 5 の約 100  $\mu\text{m}$  以下について求め、Table 4 に示した。細粒側での指数  $m$  は  $-2.5$  であり、Nabarro-Herring クリープの  $-2$  より大きく、Coble クリープの  $-3$  より小さい。以上の結果より、Hastelloy X においても、先の 17Cr-14Ni 鋼の結果<sup>6)</sup>と同様、Nabarro-Herring クリープ及び Coble クリープのいずれも細粒側でのクリープ抵抗を減少させる主な因子とは言えない。したがって、この原因としては b) 粒界すべり、c) 粒界が転位の発生及び消滅源として働く、及び d) 粒界面積の増加に伴う粒内の微細析出物の減少の 3 つが考えられる。

前報<sup>6)</sup>で著者らは c) の転位の回復の遅速が下部組織を変化させ、また、この下部組織の変化がクリープ中の摩擦応力の大小に関連するものと考え、摩擦応力を求めて転位の回復速度の遅速について考察した。一方、d) の炭化物の析出形態における差異もまた、下部組織の変化を通じて摩擦応力に寄与すると考えられる<sup>22)</sup>。

そこで、24, 51 及び 173  $\mu\text{m}$  の試料について、1 000°C での Strain dip test による摩擦応力の測定を行った。1 000°C, 負荷応力 4.5 kgf/mm<sup>2</sup> での摩擦応力と結晶粒径との関係を Fig. 7 に示す。摩擦応力は結晶粒径が小さくなると減少する。したがって、有効応力は細粒になるほど増大する。そこで、約 200  $\mu\text{m}$  以下の結晶粒径をもつ試料での定常クリープ速度の増加がこの有効応力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 24, 51 及び 173  $\mu\text{m}$  の試料について有効応力と定常クリープ速度との関係を Fig. 8 に示す。い

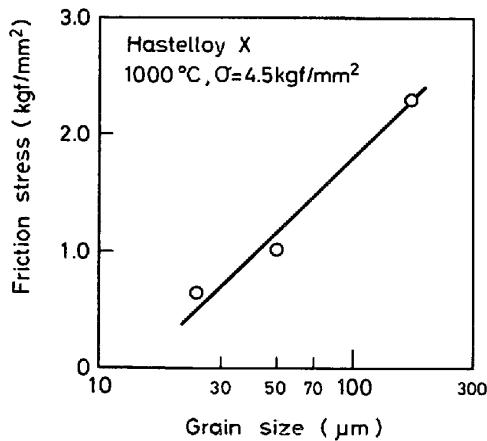


Fig. 7. Changes in friction stress with the grain size at 1000°C.

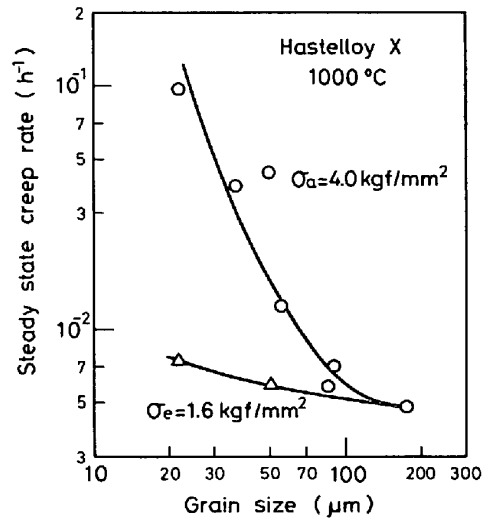


Fig. 9. Variation of the steady state creep rate with the grain size at 1000°C under the effective stress,  $\sigma_e$ , of 1.6 kgf/mm<sup>2</sup> and the applied stress,  $\sigma_a$ , of 4.0 kgf/mm<sup>2</sup>.

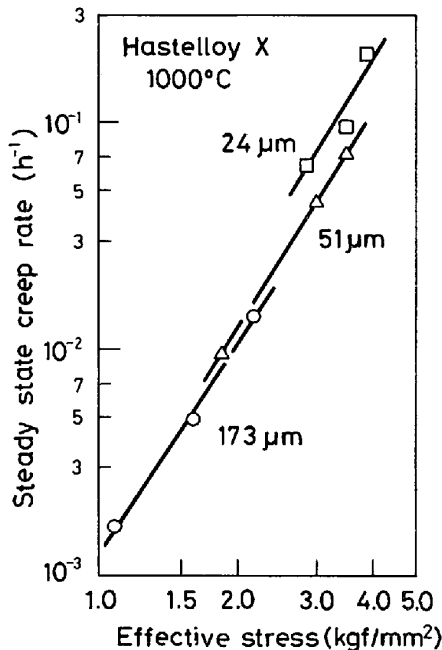


Fig. 8. Changes in the steady state creep rate with effective stress at 1000°C for the specimens with the grain sizes of 24, 51, and 173  $\mu\text{m}$ .

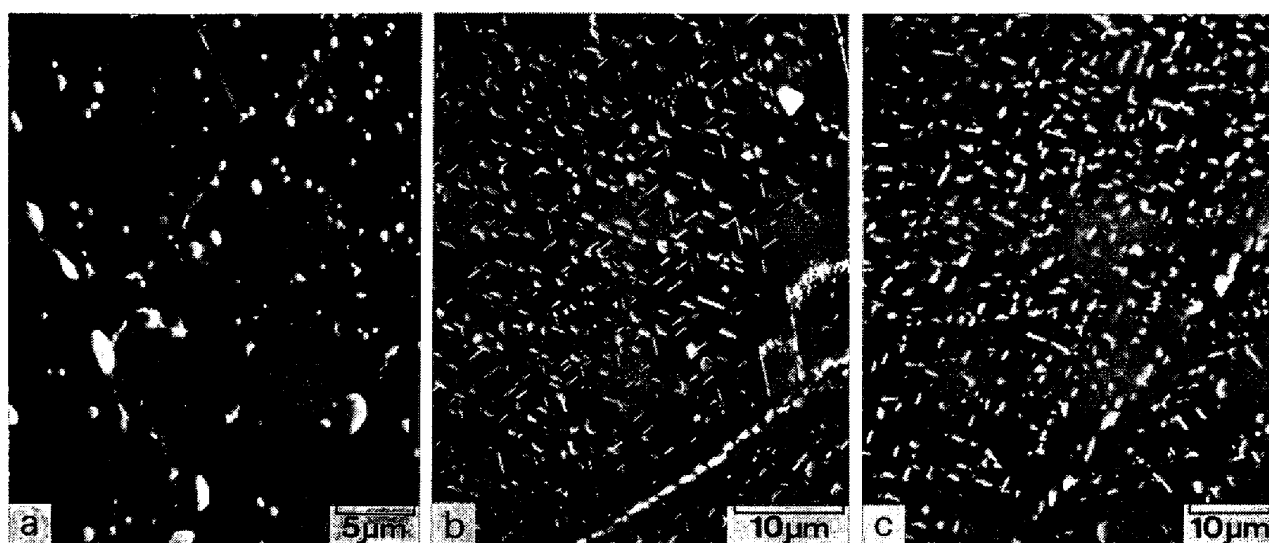
ずれの試料も有効応力で整理すると粒径による差異は著しく小さくなり、一本の直線でほぼ整理できる。なお、各試料の応力指数は約3であり、17Cr-14Ni鋼での結果<sup>6)</sup>とよく一致している。

そこで、1000°C、負荷応力 4.0 kgf/mm<sup>2</sup> 及び有効応力 1.6 kgf/mm<sup>2</sup> (結晶粒径が 173  $\mu\text{m}$  の試料では、負荷応力 4.0 kgf/mm<sup>2</sup> にほぼ対応している) での定常クリープ速度の結晶粒度依存性を Fig. 9 に示す。有効応力で整理すると、細粒側での定常クリープ速度の増加はごく少なくなる。このことより、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、すなわち摩擦応

力の減少によるものと考えられることができる。なお、有効応力で整理しても、より細粒側でクリープ抵抗がわずかに減少する原因として、前述した b) の粒界すべりの寄与なども考えられるが明らかではない。

さて、粒径の差異に伴う摩擦応力の変化は下部組織の変化と密接に関連している<sup>23)</sup>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を行ったところ、結晶粒径が大きなものほど転位の数が增加することが認められた。しかし、粒径の大小に伴う炭化物の析出形態の変化は、クリープ中断時間に大きな差異を生じたため、明らかな結論を導くことはできなかつた。

そこで、1000°C での 37  $\mu\text{m}$  (応力, 4.0 kgf/mm<sup>2</sup>), 230  $\mu\text{m}$  (応力, 4.5 kgf/mm<sup>2</sup>) 及び 1220  $\mu\text{m}$  (応力, 4.5 kgf/mm<sup>2</sup>) の試料の破断材の SEM 組織を Photo. 2 に示す。(a) の 37  $\mu\text{m}$  の試料は、(b) の 230  $\mu\text{m}$  及び (c) の 1220  $\mu\text{m}$  の試料に比べ、破断時間が短いにもかかわらず、粒内での析出粒子は大きく成長しており、析出量は概して粒内に比べ粒界で多いことがわかる。この析出形態の差異は細粒ほど粒内のクリープ抵抗を減少させる効果を助長していると考えられる。したがって、17Cr-14Ni鋼に比べ、Hastelloy X で細粒側におけるクリープ抵抗の減少の度合いが著しく大きいのは、クリープと同時に起こる析出相の形態変化に基づく付加的な効果のためと考えることができる。なお、析出相の形態変化は、それによつてクリープ抵抗に影響を及ぼすはずであるから、摩擦応力の一部の原因になっているものと考えられる。



a) 37  $\mu\text{m}$ ,  $\sigma=4.0 \text{ kgf/mm}^2$ ,  $t_r=5.7 \text{ h}$     b) 230  $\mu\text{m}$ ,  $\sigma=4.5 \text{ kgf/mm}^2$ ,  $t_r=13.7 \text{ h}$     c) 1 220  $\mu\text{m}$ ,  $\sigma=4.5 \text{ kgf/mm}^2$ ,  $t_r=11.5 \text{ h}$

Photo. 2. Scanning electron microstructures of the specimens with the grain sizes of 37, 230, and 1 220  $\mu\text{m}$  after creep rupture test at 1 000°C.

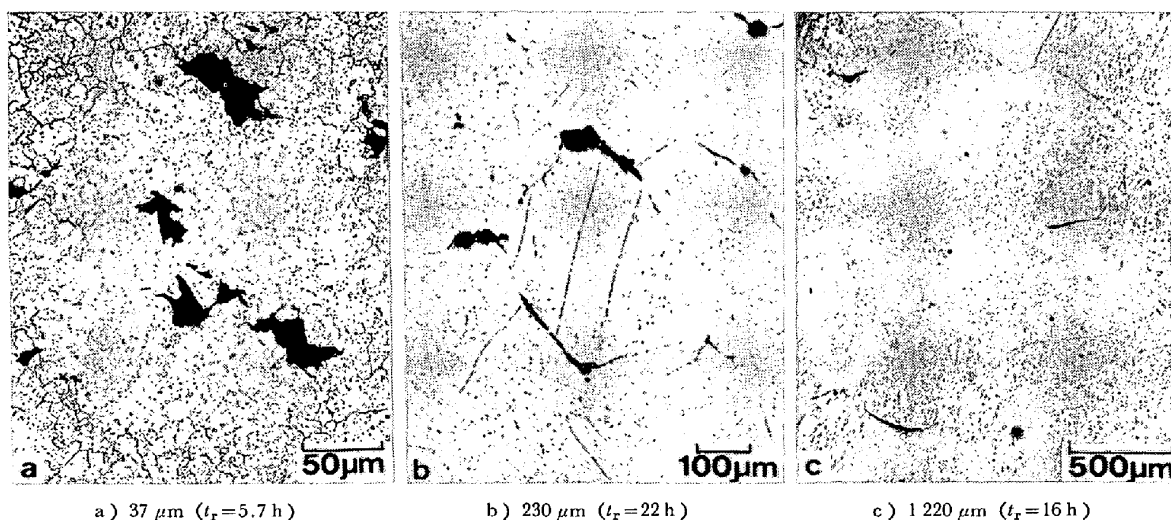
以上のことから、粒径が小さくなると粒界面積の増加によつて転位の回復が促進され、さらに析出相の形態変化もこれを加速して、下部組織を形成する転位の数を相対的に減少させる。その結果として摩擦応力は減少し、同一の負荷応力でも有効応力は増加して定常クリープ速度が増大するものと推論される。

#### 3.4.2 粗粒側での定常クリープ速度の結晶粒度依存性

前報<sup>6)</sup>では、17Cr-14Ni 鋼の粗粒側における定常クリープ速度の増加は、結晶粒径が大きいほど粒界三重点での局所的な応力集中も大きくなり、そこで大きな加工硬化が生じ、これにより粒界三重点近傍で ledge 及び再結

晶粒を形成してクリープ速度を増大させるものと結論した。本実験での粗粒側でのクリープ抵抗の増加は、17Cr-14Ni 鋼の結果<sup>6)</sup>と比べ小さいが、前述したように高応力側での傾向が明確となり、これは 17Cr-14Ni 鋼の結果とよく対応している。そこで、前報と同様の解析を行い、Hastelloy X でも 17Cr-14Ni 鋼と同様の考え方が適用できるか否かを検討した。

Photo. 3 に 1 000°C、応力 4.0  $\text{kgf/mm}^2$  で破断した試料の破断部近傍の光顕観察組織を示す。37 及び 230  $\mu\text{m}$  の結晶粒径をもつ試料の組織 (a 及び b) では多数の割れが認められるのに対して、1 220  $\mu\text{m}$  の粗粒材の組織 (c) では破断部近傍のみに割れが認められる。また、



a) 37  $\mu\text{m}$  ( $t_r=5.7 \text{ h}$ )

b) 230  $\mu\text{m}$  ( $t_r=22 \text{ h}$ )

c) 1 220  $\mu\text{m}$  ( $t_r=16 \text{ h}$ )

Photo. 3. Microstructures showing intergranular fracture in the specimens ruptured at 1 000°C under the applied stress of 4.0  $\text{kgf/mm}^2$ . Tensile axis is vertical.

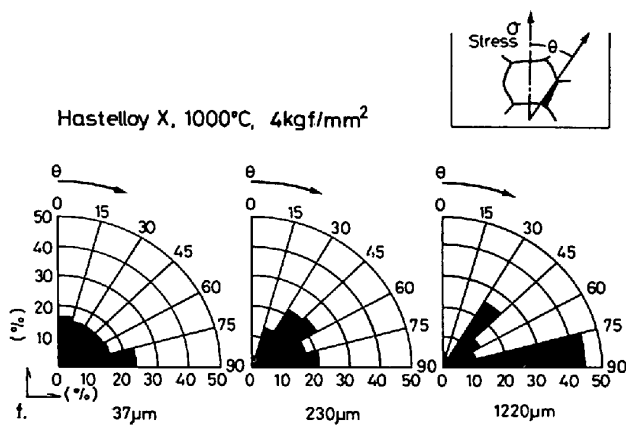


Fig. 10. Changes in frequency of cracks with the angle between tensile direction and grain boundary cracked, for the specimens, having various grain sizes, ruptured under the stress of 4.0 kgf/mm<sup>2</sup> at 1000°C.

粗粒材では割れが発生している粒界には方向性がみられ、一方、細粒材では割れの発生する粒界に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( $\theta$ )と割れの発生頻度( $f$ )との関係を求め、Fig. 10 に示す。1220  $\mu\text{m}$  の粗粒材の破断試料で

は引張方向に対して垂直な粒界で割れが多く発生しているのに対し、 $L_M$  に近い粒径 (230  $\mu\text{m}$ ) 及び細粒 (37  $\mu\text{m}$ ) の試料では全角度域で割れが発生しやすいことがわかる。これは 17Cr-14Ni 鋼での結果<sup>6)</sup> と同様であり、このことから Hastelloy X でも結晶粒が粗大化すると、ある特定の粒界三重点で大きな応力集中が生じやすいと考えられる。

また、Fig. 4 で示したように、1220  $\mu\text{m}$  の粗粒材は応力 3.5 kgf/mm<sup>2</sup> ではほぼ  $L_M$  に近い、230  $\mu\text{m}$  の試料と同じ定常クリープ速度を示すが、応力が 4.5 kgf/mm<sup>2</sup> と高くなると大きな値を示す。Fig. 6 で明らかのように、定常クリープ速度の応力指数  $n$  値は 600  $\mu\text{m}$  以下の試料では約 5 であるのに対し、1220  $\mu\text{m}$  の試料では 7 に近い値となる。このことは、応力 3.5 kgf/mm<sup>2</sup> 以上では応力のわずかな増加で定常クリープ速度が著しく増加することを意味する。これらの事実から、粗粒材では高応力側で粒界三重点などでの集中応力が増大し、これが定常クリープ速度を増大させる大きな要因であると考えられる。

この点を確認するために、1220  $\mu\text{m}$  の試料の 1000°C でのクリープ破断材について、主に粒界三重点に着目して光顕及び走査電顕による組織観察を行い、これを

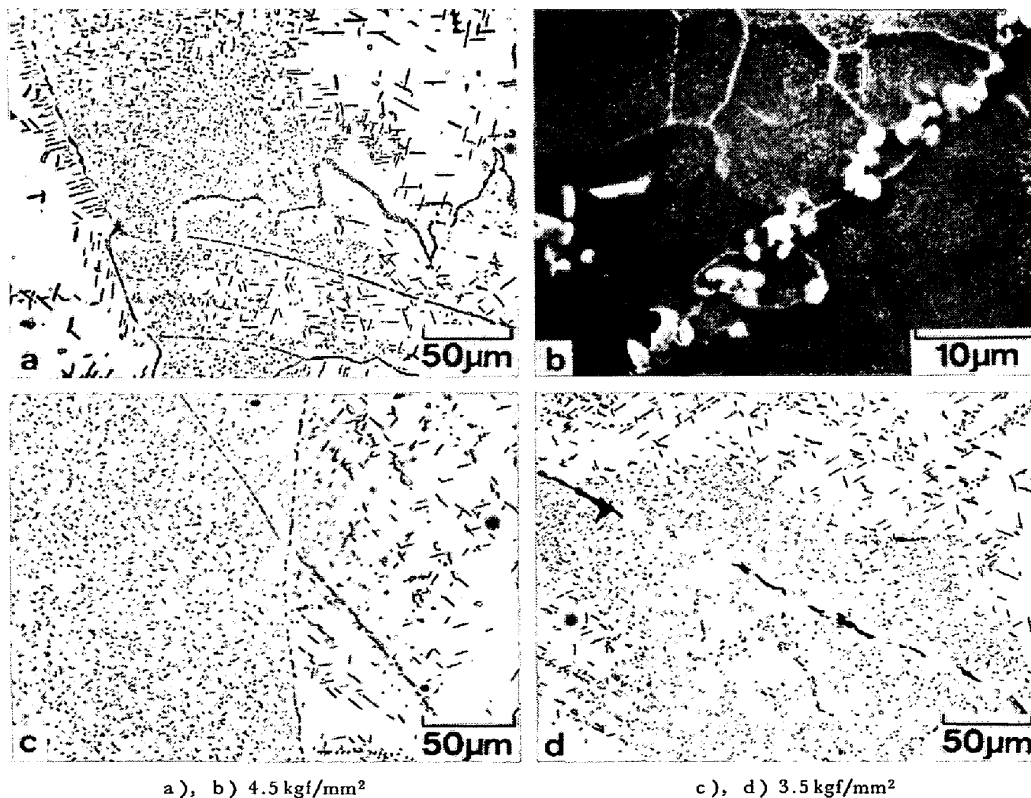


Photo. 4. Microstructures of the specimens with the grain size of 1220  $\mu\text{m}$  after creep rupture test under the stress of 4.5 and 3.5 kgf/mm<sup>2</sup> at 1000°C. a), c), and d) : optical microscopy, b) : SEM



Photo. 4 に示す。Photo. 4(a) は応力  $4.5 \text{ kgf/mm}^2$  での破断部近傍の顕微鏡組織であり、粒界は固溶化材に比べ、かなり複雑に変形し、ledge が多く認められる。また、(b) は同破断材の SEM 像であり、 $2\sim 3 \mu\text{m}$  の白く塊状に光つて見える粒界炭化物のほか、17Cr-14Ni 鋼と同様、粒界付近には直径  $10\sim 20 \mu\text{m}$  の再結晶粒が認められる。しかし、応力が  $3.5 \text{ kgf/mm}^2$  に低くなると、(c) 及び (d) の顕微鏡組織から明らかなように、粒界の変形及び ledge の形成はほとんど認められない。また、(d) より粒界での割れは炭化物によりその伝播が抑制されていることもわかる。このように Hastelloy X でも高応力側では、17Cr-14Ni 鋼<sup>9)</sup> に類似して、主に粒界三重点で再結晶粒が認められ、また ledge も形成される。しかし、17Cr-14Ni 鋼とは異なり、粒界に析出相が存在し、これが粒界での変形を抑制して三重点での応力集中を妨げるため、Hastelloy X での粗粒側におけるクリープ抵抗の減少の割合は、析出相を生じない 17Cr-14Ni 鋼に比べ小さいと考えられる。

以上の結果から、粗粒ほど定常クリープ速度が増大するのは、粒界三重点などでの応力集中が増加し、再結晶粒及び ledge などが生じて、これが粒界面積を増大させて細粒材と同様の効果をもたらしたためと結論される。

#### 4. 結 論

本研究では結晶粒径を  $37\sim 1220 \mu\text{m}$  の広い範囲にわたって調整した Hastelloy X について  $950\sim 1050^\circ\text{C}$  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てその原因を考察し、さらに、炭素無添加の 17Cr-14Ni 鋼での結果と比較し析出相の有無による定常クリープ速度の結晶粒度依存性の相違点についても検討を加え、以下の結論を得た。

1) Hastelloy X の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、これより細粒側及び粗粒側のいずれにおいても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  $L_M$  の存在することが見出された。この  $L_M$  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摩擦応力は減少し、負荷応力が同一の場合でも有効応力は増加する。結晶粒径が小さくなると転位の数は減少し、これは摩擦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、その大部分が有効応力の寄与で説明されることを明らかにした。

5) 17Cr-14Ni 鋼の結果と比べ、Hastelloy X では細粒側での定常クリープ速度増加の割合が著しい。これは粒界面積の増加に伴う粒内での微細な析出物の減少によるものと考えられる。

6) Hastelloy X の定常クリープ速度の応力指数  $n$  値は結晶粒径が約  $600 \mu\text{m}$  以下ではほぼ 5 であるが、約  $600 \mu\text{m}$  以上の粗粒側では  $n$  値は大きくなり、 $1220 \mu\text{m}$  の試料では約 7 に近い値となる。

7) 破断材に認められる割れは、粗粒試料では引張方向に対して垂直に近い粒界で多く認められたが、併せて  $45^\circ$  方向でも割れの頻度は高くなる。

8) 粗粒材の高応力破断試料には粒界近傍に ledge 及び再結晶粒が認められた。

9) 3), 6), 7), 8) の結果から、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再結晶粒及び ledge が生じ、これらが細粒材と同様に大きなひずみ速度を生じて、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。

10) 析出相を生じない 17Cr-14Ni 鋼に比べ、Hastelloy X での粗粒側における定常クリープ速度増加の割合は小さい。これは Hastelloy X の場合、粒界析出物が粒界での変形を抑制して、粒界三重点での応力集中を小さくするためと考えられる。

終わりに、本実験に協力された明星大学理工学部学生(現ニダック(株))田中 勝氏に深く感謝します。

#### 文 献

- 1) 細井祐三, 榊原瑞夫, 篠田 暉, 土田 豊, 関野昌蔵, 青木司郎, 増井 昇: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 1004
- 2) 太田定雄, 青田健一, 元田高司: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 1031
- 3) 大村泰三, 佐平健彰, 迫ノ岡晃彦, 米沢 登: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 2381
- 4) 渡辺力蔵, 千葉芳孝: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 1013
- 5) 行俊照夫, 榎木義淳, 吉川州彦: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 994
- 6) 近藤義宏, 松尾 孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 896
- 7) F. GAROFALO, W. F. DOMIS, and F. von GEMMINGEN: Trans. AIME, 230 (1964), p. 1460
- 8) 仲西恒雄, 松本紀昭, 河田 修: 日本金属学会誌, 41 (1977), p. 263
- 9) 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), p. 165
- 10) 西川 廣, 市原留吉, 松尾 孝, 田中良平: 学振

- 123 委研究報告, 20 (1979), p. 19
- 11) *W. R. JOHNSON, C. R. BARRETT, and W. D. NIX: Met. Trans., 3 (1972), p. 695*
- 12) 学振 122-123 委合同高温ガス炉耐熱材料研究会調査報告, (1972), p. 58
- 13) 市原留吉, 西川 廣, 松尾 孝, 田中良平: 学振 123 委研究報告, 20 (1979), p. 263
- 14) *K. R. WILLIAMS and B. WILSHIRE: Metal Sci. J., 7 (1973), p. 176*
- 15) *C. N. ALQUIST and W. D. NIX: Acta Met., 19 (1971), p. 373*
- 16) *C. HERRING: J. Appl. Phys., 21 (1950), p. 437*
- 17) *R. L. COBLE: J. Appl. Phys., 34 (1963), p. 1679*
- 18) *F. GAROFALO, F. von GEMMINGEN, and W. F. DOMIS: Trans. ASM, 54 (1961), p. 430*
- 19) 星田達雄: 修士論文 (東京工業大学), (1976)
- 20) 太田定雄, 藤原優行, 内田博幸: 学振 123 委研究報告, 15 (1974), p. 243
- 21) *M. F. ASHBY: Acta Met., 20 (1972), p. 887*
- 22) *H. BURT, J. P. DENNISON, and B. WILSHIRE: Metal Sci., 13 (1979), p. 295*
- 23) *L. J. CUDDY: Met. Trans., 1 (1970), p. 395*