

金属材料技術研究所 ○池田清一, 今井義雄, 新谷紀雄, 吉原一敏

1. 緒言 : オーステナイトステンレス鋼の長時間クリープ破壊は, クリープ中に粒界に生成するキャビティ及び微小クラックによつて生じており, 粒界キャビティや微小クラックの生成挙動がこの鋼のクリープ破断特性を支配するといえる。そこで本報告では, 微量不純物や添加元素の粒界キャビティ生成への影響を明らかにする目的で, 先ず粒界キャビティを生成させ, その後時効し, 時効中のキャビティ表面への溶質元素の偏析挙動をオージェ電子分光分析法によつて明らかにし, さうに偏析による影響についても検討する。

2. 実験方法 : Table 1 Chemical composition of 321 stainless steel (wt %)

供試材はボイラ

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Ti	B	N
0.10	0.37	1.62	0.020	0.008	12.4	18.6	0.47	0.0007	0.0094

用321鋼で,

その化学組成をTable 1に示す。粒界キャビティを導入するために, 550°C, 30 kgf/mm²でクリープ試験を行い, 第3次クリープ領域で中断した。この試験片を700°CのAr雰囲気中で, 50, 100及び150時間時効を行い, オージェ分析用試験片に加工した後, オージェ中で粒界破面が得られるように, 陰極電解法により, 水素を吸収させ, 超高真空中で低温破壊させて得られた粒界破面及びキャビティ表面をオージェ電子分光分析法によつて, 溶質元素の偏析量を測定した。

3. 実験結果 : 550°C・30 kgf/mm²で2600時間までのクリープ試験によりPhoto. 1に示すような粒界キャビティが多数観察された。この中断試験片を700°Cで時効したのち, オージェ分析を行った結果の1例をFig. 1に示す。Fig. 1aは粒界キャビティ表面についての, またFig. 1bは粒界キャビティ以外の粒界表面についてのオージェピークプロフィールである。粒界破面及びキャビティ表面のいずれも硫黄及び窒素の偏析が認められるが, これらの偏析量はキャビティ表面において特に著しい。また鋼中に含まれるボロン濃度が微量であるにも拘らずキャビティ表面にはボロンが認められた。キャビティ表面における溶質元素偏析によるオージェピーク高さの700°C時効時間に対する変化を整理するとFig. 2のようになる。

硫黄は50時間の時効により既にキャビティ表面への偏析が認められ, 150時間と時効時間が増加するにつれ, 偏析量は加速度的に増加する。またボロン及び窒素も50時間時効により偏析が確認され, 150時間時効により急増している。これらのボロン及び窒素は異なったキャビティ表面においても常にほぼ一定のピーク高さの比を示しており, ボロンあるいは窒素単独ではなく化合物を形成しており, またその比の値からBNが形成されていることが示唆された。



550°C, 30 kgf/mm², t=2700h
Photo.1 Creep cavities on grain boundary.

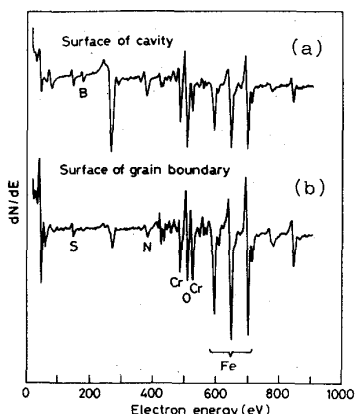


Fig.1 Auger spectrum of 321 stainless steel after aging for 150h at 700°C.

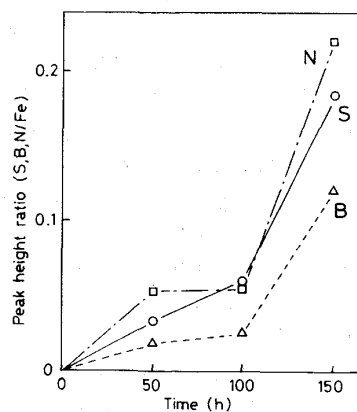


Fig.2 Segregation of Sulfur, Boron, and Nitrogen to surface of cavity with aging time at 700°C.