

SUS 304 における粒界クリープ損傷と クリープ特性

田中秀雄*・村田正治*・貝瀬正次*・新谷紀雄*²

Creep-induced Grain Boundary Damage and Creep Properties of SUS 304

Hideo TANAKA, Masaharu MURATA, Masatsugu KAISE and Norio SHINYA

Synopsis:

For the purpose of evaluating creep damage, systematic study of creep damage was performed, particularly for grain boundary creep damages by SEM observation and density change measurements. Three different kinds of grain boundary creep damages leading to creep fracture were observed. They are cracks formed at triple points at higher loading stress, grain boundary cavities at medium stress and cracks at sigma/austenite interface at lower stress. Both the grain boundary cavities and the cracks at sigma/austenite interface commence to form at comparatively low creep strain (0.1-0.6%) at the steady-state creep stage (t/t_s : 0.2-0.4). The increasing feature of cavity volume with creep time corresponds to the creep curves. Precipitation of AlN associated with sigma phase on grain boundary leads to early formation of the cracks at their interface. In this case, the volume of the cracks increases considerably in the accelerating creep stage and constitutes a main component of the creep strain. The rapid increase in the volume causes the transition from the steady-state to the accelerating creep stage.

Key words: SUS 304; long time creep; grain boundary cavities and cracks; creep fracture mechanisms; change in density; strain components.

1. 緒 言

火力発電プラントや化学工業プラントなど、高温で長期間使用される高温機器の老朽化が進み、使用材料の各種損傷の蓄積による破損が懸念される一方で、これらのプラントをできるだけ長く使用したいという強い要望がある。このような要望にこたえるには、材料寿命を支配する損傷、特に大きな災害につながりかねない破壊へ直接導く損傷を明確化し、そのような損傷の生成挙動を明らかにしたうえで、危険度の把握や余寿命予測の指標として、損傷の計測・評価を行う必要がある。従来、高温材料研究は、材料性能向上に重点が置かれ、材料性能の支配的因子である微細組織の把握とその制御に焦点が当てられていた。高温使用中に材料がどのような過程によりだいに傷んでくるかという研究を長時間にわたって系統的に行われているものは少ない。

著者らは、SUS 304 も含め 10 万 h に達するクリープ破断試験と破断材の組織調査よりクリープ破壊機構と破壊に導く損傷因子を明らかにし、さらにそれら損傷因子

の占める温度、応力及び時間領域を求め、クリープ破壊機構領域図としてまとめた^{1)~4)}。本研究では、SUS 304 のクリープ破壊機構領域図に明示されたクリープ損傷因子の発生及び成長過程を系統的なクリープ中断試験の実施により詳細に調べた。また、各損傷因子の生成量を定量的に測定する方法、損傷因子の生成に及ぼす微細組織の影響、さらにはこれら損傷の生成がクリープ特性に及ぼす影響について検討した。

2. 実験方法

供試材はボイラー・熱交換器用鋼管の SUS 304 HTB で、長時間クリープ破断試験を行つている 9 チャージ⁵⁾の中から、長時間側で破断強度が著しく低下した A チャージと平均的な破断強度を示した B チャージを用いた。両チャージの化学成分を Table 1 に示す。両チャージにおいて特に異なる点は、A チャージに不純物がやや多いことである。クリープ損傷を調べるためのクリープ中断試験は、粒内クリープ破壊（以後 T 型破壊と呼ぶ）、粒界三重点に生成するくさび形クラックによる粒界ク

昭和 59 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 62 年 11 月 13 日受付 (Received Nov. 13, 1987)

* 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku, Tokyo 153)

*² 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

Table 1. Chemical composition for heats A and B of SUS 304 (wt%).

Heat	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu
A	0.07	0.48	1.59	0.020	0.012	10.7	18.6	0.47	0.17
B	0.08	0.56	1.43	0.021	0.010	9.5	19.3	0.04	0.05
	V	Co	Ti	Al	Sn	B	N	Pb	Nb+Ta
A	0.03	0.27	0.040	0.047	0.016	0.0007	0.0317	0.0004	0.01
B	0.04	0.20	0.062	0.014	0.007	0.0018	0.0262	0.0002	<0.01

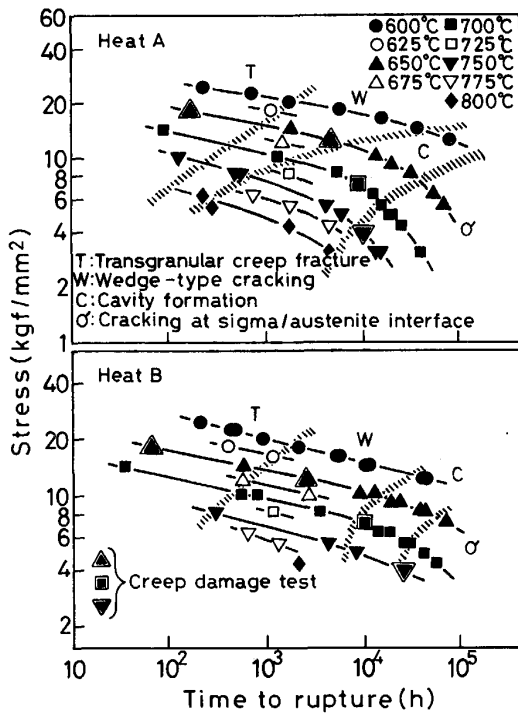


Fig. 1. Presentation of four creep damage test conditions which are selected one point for each creep fracture mode and shown on creep fracture mechanism maps for heats A and B.

りて破壊 (W型破壊), 粒界炭化物界面に生成する粒界キャビティの合体による粒界クリープ破壊 (C型破壊) 及び粒界の σ 相と地との界面に生成するクラックによる粒界クリープ破壊 (σ 型破壊) の4領域に位置する条件で行った。すなわち, Fig. 1 に示すように, 両チャージについてT型破壊領域にある 650°C , 18 kgf/mm^2 , W型破壊の 650°C , 12 kgf/mm^2 , C型破壊の 700°C , 7 kgf/mm^2 , σ 型破壊の 750°C , 3.8 kgf/mm^2 において, それぞれ破断寿命の10~90%の範囲で4~6段階にわたってクリープ中断試験を行った。試験片の寸法は直径6 mm, 標点間距離30 mmである。

クリープ試験材については, 走査電顕及び透過電顕によるクリープ損傷因子及び微細組織観察を行い, また, 粒界キャビティ等の各損傷因子の定量化を行うために, 試験前後の密度変化を測定した。密度変化の測定は, 試

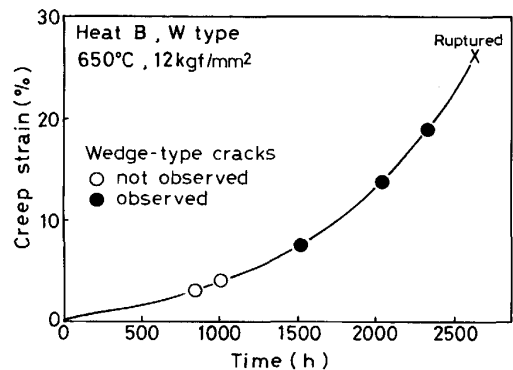


Fig. 2. Interrupted points in the creep damage tests and formation of wedge-type cracks shown on creep curve at 650°C and 12 kgf/mm^2 for heat B.

験片平行部及びねじ部より採取した試料について, 高精度密度測定装置⁶⁾を用い, クリープ試験前のダミー試料との比較⁷⁾により行った。

3. 実験結果

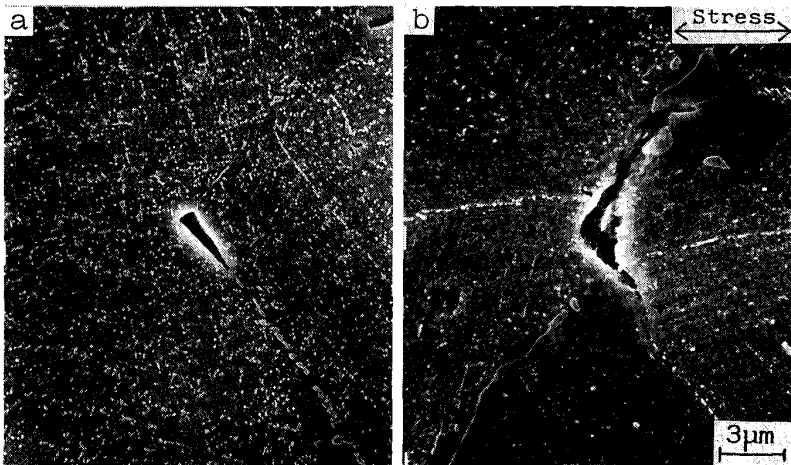
3.1 クリープ中断試験及び電顕観察結果

(1) T型破壊

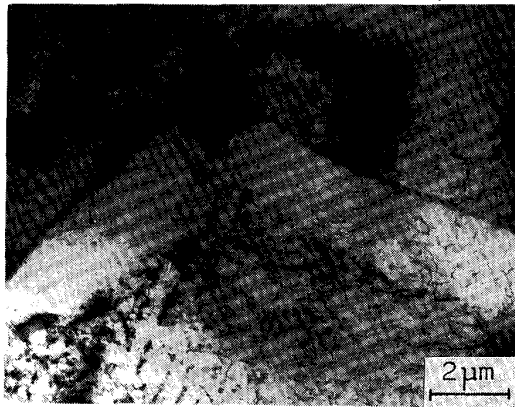
T型破壊を生じる 650°C , 18 kgf/mm^2 下では, 両チャージとも破断伸びが75%, 破断絞りが60%を超える大きな破断延性を示している。走査電顕観察では, 破断直前の試験材において粒界炭化物界面に生成している粒界キャビティが数個観察されたが, それ以外の試験片にはキャビティは観察されなかった。薄膜観察により, クリープの進展に伴う転位密度の増加, M_{23}C_6 の転位上への析出, セル組織化, そしてサブグレインの形成がみられた。

(2) W型破壊

Fig. 2 にW型破壊を生じる 650°C , 12 kgf/mm^2 におけるBチャージのクリープ曲線を示す。なお, くさび形クラックがみられる領域を同曲線上に併せて示した。くさび形クラックは加速クリープ領域で, しかもクリープひずみが7%を超えた後に生成している。Photo. 1 に1500及び2300 h試験材の走査電顕組織を示す。くさび形クラックは粒界三重点に生成し, 粒界に沿って成長



a : $t=1500$ h ($t/t_r=0.6$), $\epsilon=7.7\%$
 b : $t=2300$ h ($t/t_r=0.9$), $\epsilon=20.7\%$
 Heat B, 650°C , 12 kgf/mm^2 , W type
 Photo. 1. Wedge-type cracks formed at triple point of grain boundaries.



Heat B, 650°C , 10 kgf/mm^2 , $t_r=14000$ h, W type
 Photo. 2. Fold formation at triple point.

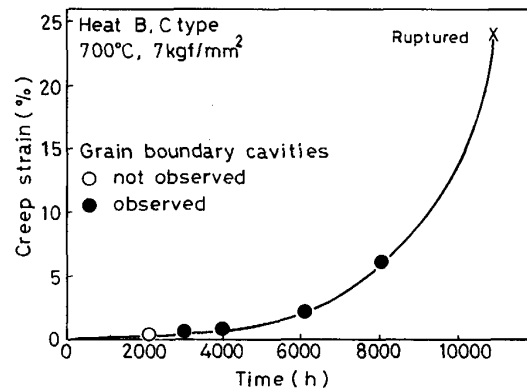


Fig. 3. Interrupted points in the creep damage tests and formation of grain boundary cavities shown on creep curve at 700°C and 7 kgf/mm^2 for heat B.

していく。Photo. 2 は 650°C , 10 kgf/mm^2 , 14000 h 試験材の透過電顕組織である。粒界三重点近傍で転位密度の高い塑性変形帯、いわゆる fold⁸⁾がみられる。

なお、AチャージについてもBチャージとほぼ同様のクラックの生成が観察された。また、粒界キャビティも観察されたが、その大きさ、生成量は、くさび形クラックに比べ、非常に小さく、また少ない。

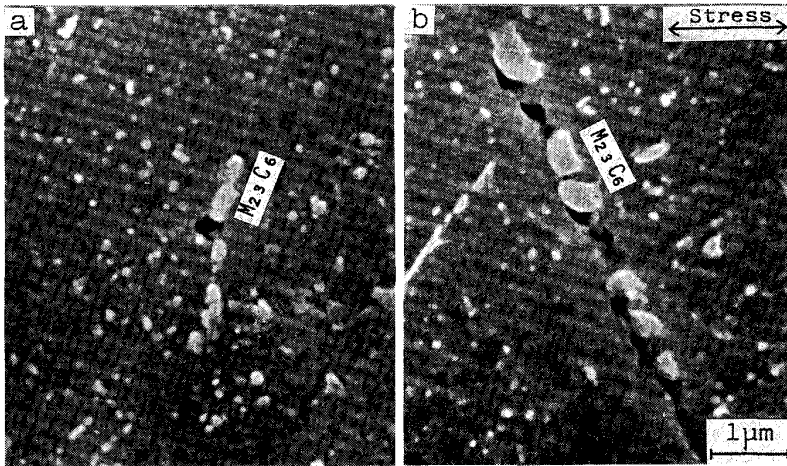
(3) C型破壊

Fig. 3 にC型破壊を生じる 700°C , 7 kgf/mm^2 におけるBチャージのクリープ曲線を示し、曲線上に粒界キャビティが観察される領域を併せて示す。粒界キャビティは定常クリープ領域で生成し、その生成し始めるクリープひずみは約 0.6% である。この値はくさび形クラックが生成し始めるひずみ量に比べ一桁以上小さい。Photo. 3 は 4000 及び 8000 h 試験材の走査電顕組織である。粒界キャビティは、粒界炭化物界面に発生し、負荷応力に対し垂直方向に成長合体してクラックを形成す

る。C型破壊条件下においても、AチャージはBチャージとほぼ同様のキャビティ生成過程を示した。

(4) σ 型破壊

Fig. 4 に σ 型破壊を生じる 750°C , 3.8 kgf/mm^2 におけるA, B両チャージのクリープ曲線を示し、曲線上に σ 相界面クラックが生成する領域を示す。 σ 型破壊条件下での σ 相界面クラックは、上記した他の損傷因子の生成に比べ極めて低いクリープひずみ量で生じる。すなわちAチャージでは 0.1% 、そしてBチャージでは 0.3% である。また、Aチャージは破断寿命の2割程度の比較的短時間で σ 相界面クラックを生じ始め、 0.1% 以下のクリープひずみで加速クリープ域に移行し、急激に加速して破断に至る。それに対し、Bチャージの定常クリープ速度はAチャージに比べ大きく、 σ 相界面クラックの発生する時間は寿命比でもかなり遅い。また、加速クリープ域におけるクリープ速度の増加は比較的緩やかであ



a : $t = 4\,000\text{ h}$ ($t/t_r = 0.35$), $\epsilon = 0.6\%$
 b : $t = 8\,000\text{ h}$ ($t/t_r = 0.75$), $\epsilon = 5.4\%$
 Heat B, 700°C , 7 kgf/mm^2 , C type

Photo. 3. Grain boundary cavities associated with grain boundary carbides.

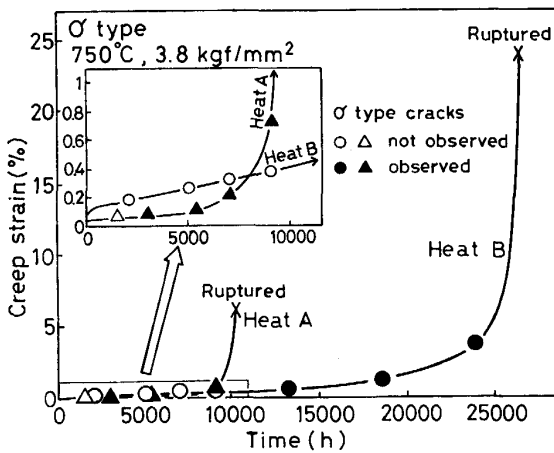


Fig. 4. Interrupted points in the creep damage tests and formation of sigma-type cracks shown on creep curves at 750°C and 3.8 kgf/mm^2 for heats A and B.

る。

Photo. 4 に B チャージの各クリープ試験材の走査電顕で観察した σ 相界面クラックの発生、成長及び合体の各段階を示す。 σ 相は炭化物に比べ非常に大きく、相互の間隔が大きいため、クラックが長くなり、炭化物界面に生成する粒界キャビティとは形態が著しく異なるが、この段階を追った観察から、 σ 相界面クラックの生成は炭化物界面の粒界キャビティと本質的に同じであることがわかる。すなわち、粒界の介在物界面に微小なキャビティが発生し、粒界に沿って成長してクラックとなり、やがてこれらのクラックが相互に合体していく。しかし、両者のキャビティの粒界に沿った成長速度にはかなりの違いがみられた。粒界炭化物界面のキャビティは、 σ 相界面のキャビティが発生し始める Photo. 4 a の段階で、すでに同様に生成しているが、粗大な σ 相界面クラック

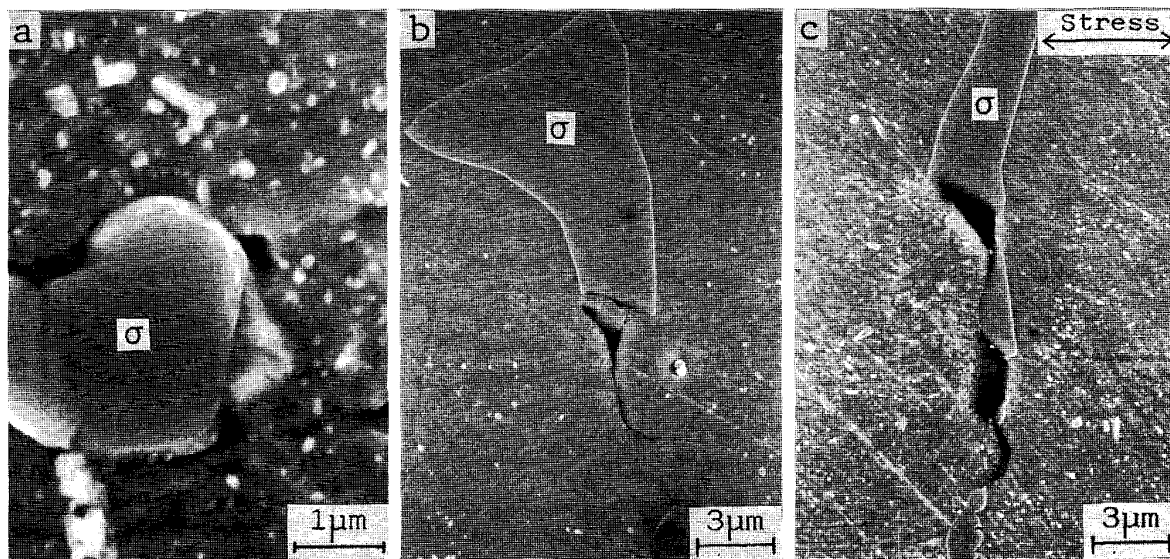
の観察される Photo. 4 c の段階になつても成長はするものの、 σ 相界面に生成したものに比べはるかに小さく、クラック状を呈するに至っていない。

Photo. 4 は B チャージについての σ 相界面クラックを示しているが、 A チャージについても同様のクラックが観察されている。しかし σ 相界面でのクラック発生源を詳細にみると、両チャージ間に明確な差異がみられた。 A チャージでは既に報告している¹⁾ように、不純物としての Al 含有量が 0.047% と B チャージの 0.014% に比べ多いため AlN が析出し、その多くは σ 相と重なり合っている。このような AlN と σ 相との界面に、Photo. 5 に示すようにキャビティが優先的に発生していた。これらの σ 相と AlN との界面に発生するキャビティは、非常に短時間で発生し、また、その数も多い。

3.2 密度変化測定結果

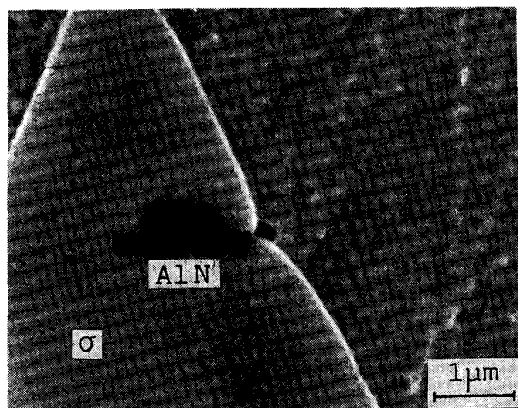
クリープ中に生成するキャビティやクラックは、試料体積を増加させ、本実験で用いた比較法により測定される平均的な密度を減少させる。従つて、クリープ試験前後の密度変化を正確に測定することにより、生成しているキャビティやクラック量を定量的に把握することが可能である。しかしながら、クリープ中に生じる炭化物 $M_{23}C_6$ の析出等の微細組織変化の密度への影響も少なくないと考えられる。そのため、キャビティ等が生成している試験片平行部から採取した試料に加え、高温加熱による微細組織変化が生じている試験片ねじ部より採取した試料についても密度変化測定を行つた。測定結果を Fig. 5 に示す。

Fig. 5(a) は T 型破壊領域にある 650°C 、 18 kgf/mm^2 での B チャージのクリープ試験片の密度変化を示している。試験片ねじ部及び平行部とも、試験時間の増加に伴い密度が増加しているが、その増加速度は平行部の方がねじ部よりやや速くなつている。また、破断試験片平行



a : $t = 13\,000\text{ h}$ ($t/t_r = 0.5$), $\epsilon = 0.3\%$ b : $t = 18\,000\text{ h}$ ($t/t_r = 0.7$), $\epsilon = 2.8\%$ c : $t = 24\,000\text{ h}$ ($t/t_r = 0.9$), $\epsilon = 2.8\%$
Heat B, 750°C , 3.8 kgf/mm^2 , σ type

Photo. 4. Initiation and growth of cracks formed at sigma/austenite interface.



Heat A, 750°C , 3.8 kgf/mm^2 , $t = 5\,300\text{ h}$

Photo. 5. Cavity formed at interface between AlN and sigma phase on grain boundary.

部だけは密度が急激に低下しているが、これは、介在物を起点とし応力方向に伸ばされたポイドが主として粒内にみられており、第3次クリープ域における急激な伸び（破断伸び：82%）段階で生じたこれらのポイドに起因すると考えられた。

Fig. 5(b)はW型破壊領域にある 650°C , 12 kgf/mm^2 での、また Fig. 5(c)はC型破壊領域にある 700°C , 7 kgf/mm^2 でのそれぞれBチャージについての測定結果である。両条件下とも、ねじ部は $\Delta D/D = 1.0 \times 10^{-3}$ 近傍まで増加し、その後ほぼ一定となっている。一方、平行部は破断寿命の3~4割の段階まではねじ部と同様

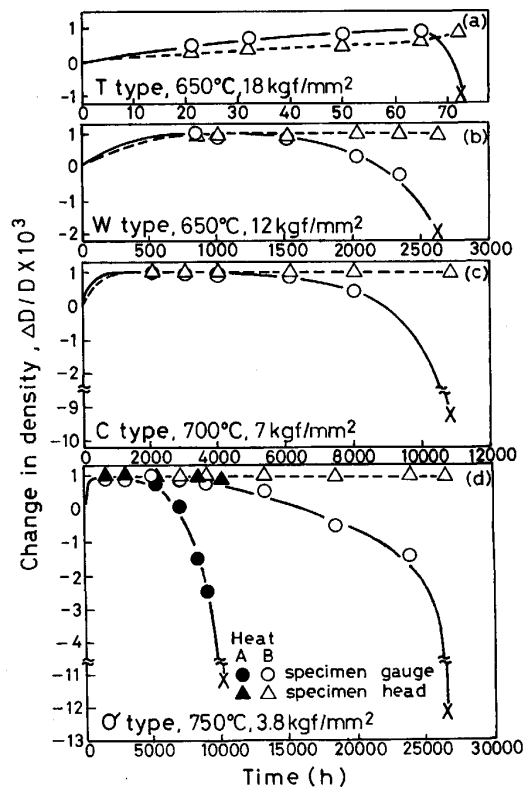


Fig. 5. Change in density of specimen gauges and heads due to creep damage tests.

に増加するが、その後密度は減少し始め、しだいに減少速度が加速している。W型破壊とC型破壊の密度の減少傾向を比較すると、減少の開始はW型破壊が約1500 h

($t/t_r = 0.57$), C型破壊が約4000h ($t/t_r = 0.37$)であり, 時間的にはW型破壊の方が早い, 寿命比で見ると逆にC型破壊の方がやや早くなっている. またその後の密度減少傾向にはそれほど大きな差はみられないが, 最終的な破断時での密度減少はC型破壊の方がW型破壊より数倍大きい. 以上のT型, W型及びC型破壊の各試験条件下での密度変化の経時あるいは寿命比変化は, A, B両チャージとも同様であつた. Fig. 5(d)は σ 型破壊領域にある750°C, 3.8 kgf/mm²でのA及びBチャージの測定結果である. ねじ部は750°C, 10000~20000h加熱でも $\Delta D/D = 1.0 \times 10^{-3}$ ではほぼ一定となる. 平行部の密度減少は, AチャージはBチャージに比べ著しく早い段階から生じ, 減少速度も大きく, 両チャージ間に大きな差異がみられた.

4. 考 察

4.1 キャビティ及びクラック生成量の密度変化測定による定量化

Cr-Mo-V鋼中に生成する粒界キャビティの密度変化測定に際し, クリープ中の微細組織変化による密度への影響は少なく, 特に考慮しなくてもよいことを著者らが既に本誌に報告⁹⁾している. しかし, 焼もどし処理により安定な組織となつている低合金鋼と異なり, 固溶化処理後使用に供せられるオーステナイトステンレス鋼は, 高温加熱中の微細組織変化が大きい. 試験片ねじ部の密度は比較的短時間加熱で $\Delta D/D = 1.0 \times 10^{-3}$ まで増加し, その後ほぼ一定値を示している (Fig. 5). この増加は炭化物 $M_{23}C_6$ の析出に対応している⁶⁾¹⁰⁾. 短時間側で試験片平行部の密度の増加速度がねじ部に比べ速くなつている (Fig. 5(a)) のは, 応力の影響により $M_{23}C_6$ の析出が促進されたためと考えられる. また, 試験片平行部では転位の増殖による密度への影響もあるが, クリープ領域での変形によつて生じ得る転位の密度への寄与は $\Delta D/D < 10^{-5}$ であり¹¹⁾¹²⁾, 特に考慮する必要はないと考えられる. したがつて, $M_{23}C_6$ の析出が活発に生じている短時間加熱領域を除けば, 試験片平行部の密度変化からねじ部のそれを差し引いた値が平行部のキャビティ及びクラックの生成量に対応しているといえる. このような値で, W型, C型及び σ 型破壊領域のクリープ中のキャビティ及びクラックの生成量の変化を示したのが Fig. 6 である.

4.2 くさび形クラック, 粒界キャビティ及び σ 相界面クラック

W型, C型及び σ 型破壊を生じる各条件下のクリープ曲線 (Fig. 2~4) 及び密度変化曲線 (Fig. 6) から,

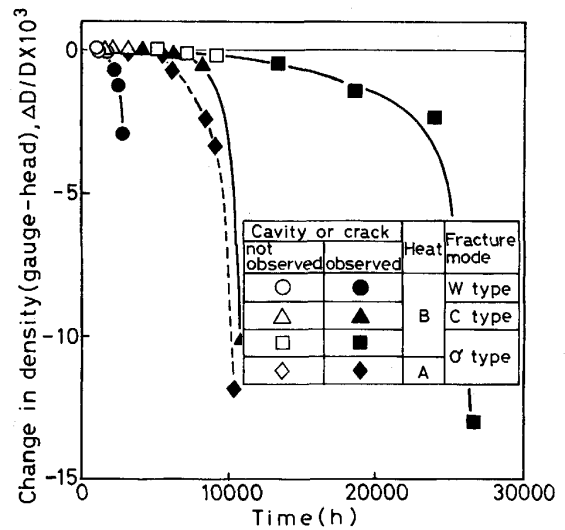


Fig. 6. Change in density compensated for effect of microstructural change which correspond to volume fraction of cavities and cracks.

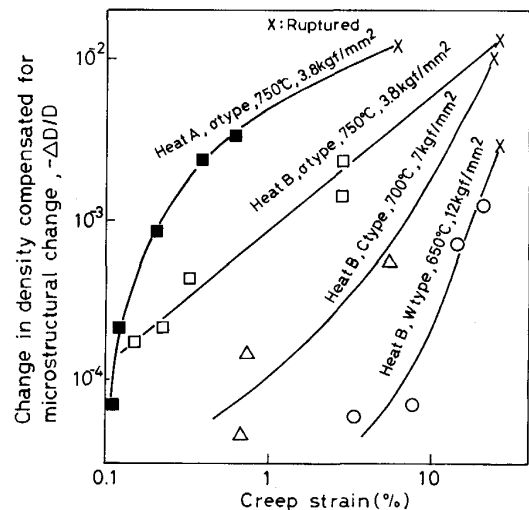


Fig. 7. Relation between change in density compensated for effect of microstructural change which correspond to volume fraction of cavities and cracks and creep strain.

クリープひずみとキャビティやクラックの生成量との関係を表す Fig. 7 を得た. この図及び電顕観察等から得た知見を基に, くさび形クラック, 粒界キャビティ及び σ 相界面クラック生成に関してつぎに考察する.

(1) くさび形クラック

くさび形クラックは, その形成過程や folding を生じている (Photo. 2) ことなどから, クリープ中の粒界すべりにより, しかも CHANG ら¹³⁾が幾何学的モデルにより模式的に示しているような機構で生成していることが

示されている。しかし、Fig. 2 及び 6 に示されているように、くさび形クラックが発生するのはクリープひずみがかかなり大きくなってからであり、クラック発生の臨界応力¹⁴⁾に達するのには粒界すべりの蓄積によるかなりの応力集中が必要であると考えられる。本実験においてくさび形クラックが発生するのは、クリープひずみが 6% 以上となつてからであり、しかもその後のクラック成長にも大きなクリープひずみを要している (Fig. 7)。通常の使用条件はこのようなクラックが生成されるようなものではない。したがって、くさび形クラックは余寿命推定等の指標にはならないであろう。

(2) 粒界キャビティ及び σ 相界面クラック

粒界キャビティと σ 相界面クラックとは、大きさや形態は異なっているが、その生成過程はほぼ同じである。すなわち、クリープ変形により生じた粒界介在物端部の応力集中部にキャビティが発生し、それが粒界拡散律速により粒界に沿つて成長¹⁾してクラック状となり、ついにはクラックの相互合体により最終的な破壊を生じる。

粒界キャビティと σ 相界面クラックとの間に観察された差異は、同じ粒界拡散律速によると考えられるその成長速度が異なることである。このような成長速度の違いがなぜ生じるかは明確ではないが、粒界キャビティの生成源である粒界炭化物は直径 1~2 μm 程度であるのに対し、粒界 σ 相は数 10 μm にも達しており、この大きさの違いが原因の一つと考えられる。すなわち、 σ 相と地との界面は剝離しやすい¹⁵⁾ため、 σ 相端部に楕円穴におけると同様の応力集中を受けると仮定すると、この応力集中は σ 相が大きいためにかかなりの広い範囲に影響を及ぼすと考えられ、 σ 相界面に生じたキャビティは、その広範囲に生じている応力集中により、比較的容易に速く成長するであろう。

粒界キャビティ及び σ 相界面クラックとも、クリープひずみがかかなり小さな段階で、また寿命比でも 2~3 割で発生し、クリープひずみにほぼ比例してその生成量が増加している (Fig. 7) ことから、実機での使用領域と考えられる C 型及び σ 型破壊条件では、これら損傷の検出とその定量的把握が余寿命等の推定に極めて有効であるといえる。

4.3 低応力長時間クリープ曲線と σ 相界面クラック

HARRIS ら¹⁶⁾は、クリープ中の全塑性ひずみ ϵ_t は次式で表されるとしている。

$$\epsilon_t = \epsilon_i + \epsilon_p + \epsilon_s + \epsilon_f \dots\dots\dots(1)$$

ここで ϵ_i は瞬間ひずみ、 ϵ_p は遷移クリープひずみ、 ϵ_s は定常クリープひずみ、そして ϵ_f は粒界キャビティ等によつて生じる破壊クリープひずみとしている。このよ

うなひずみを構成する各成分のうち、実機の低応力・長時間の使用条件を考慮すれば、実際上は、 ϵ_f が最も重要であることを指摘し、計算により裏付けている。また MILLER ら¹⁷⁾もより精密な計算を行い、同様の結論を得ている。

本実験においても、C 型や σ 型破壊では密度変化が大きく (Fig. 6)、粒界キャビティ等の生成によるひずみへの寄与、すなわち ϵ_f は無視できない。相対的に最も ϵ_f が大きいと考えられる A チャージの σ 型破壊条件の 750°C、3.8 kgf/mm² におけるクリープひずみをその構成成分に分解して、それぞれの成分の寄与を調べてみた。ここでは構成成分として、通常の塑性変形によるひずみ (ϵ_d)、粒界キャビティやクラックによるひずみ (ϵ_f)、及び炭化物 M₂₃C₆ の析出等の微細組織変化によるひずみ (ϵ_m) を考えた。微細組織変化により密度はやや大きくなり ($\Delta D/D = 1.0 \times 10^{-3}$)、体積は収縮するが、このような収縮は等方的に生じているとした。この体積収縮の長さ方向の収縮分は、体積収縮率の約 1/3 となるので、 ϵ_m は約 3×10^{-4} (0.03%) となる。また粒界キャビティや σ 相界面クラックは、負荷応力に対して垂直方向の粒界におもに生成されていることから、キャビティやクラックの生成による密度減少 (Fig. 6) とそれに伴う体積増加は伸び方向にのみ生じたとした。そして塑性変形によるひずみ ϵ_d は、測定されたクリープひずみから上記の ϵ_f 及び ϵ_m の成分を差し引いた残りとした。このようにして求めた各ひずみ構成成分の相対的な関係を Fig. 8 に示す。この図より、 ϵ_f は加速クリープ領域でクリープ曲線と対応して急増し、やがて最も大きいひずみ成分となる。それに対し、 ϵ_d は加速クリープ領域でやや増加する傾向にあるが、クリープ曲線の加速傾向に比べてその増加の程度はかなり小さい。これらの

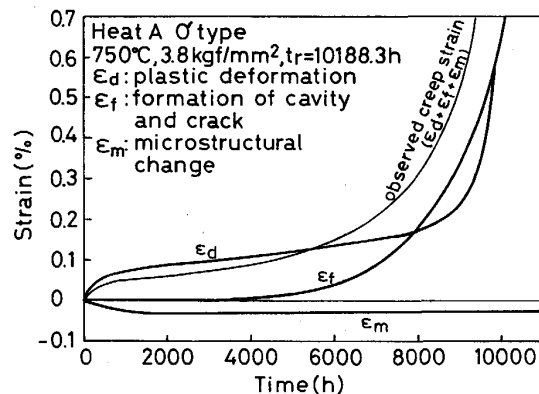


Fig. 8. Strain components based on measurement of change in density.

ことは、加速クリープ領域では、 ϵ_f のひずみへの寄与がしだいに大きくなり、ついにはひずみの主体となつていくこと、及び加速クリープは、いわゆる塑性変形(ϵ_d)速度ではなく、 ϵ_f の急激な増加によつてもたらされることを示している。

以上のことは、不純物としての Al 量 (0.047%) が多く、AIN を粒界に析出させ、 σ 相界面クラックの発生を容易にしている特別なチャージについての結果である。しかし、AIN の析出がない B チャージにおいても、Fig. 6 より ϵ_f は少なくないことが示されている。また HARRIS らが指摘しているように、実用上重要なより低応力条件下では、 ϵ_d は $\epsilon_d \propto \sigma^5$ に従つて小さくなるのに対し、 ϵ_f は $\epsilon_f \propto \sigma$ に従うので、相対的に ϵ_f の寄与が大きくなる方向にあるであろう。

5. 結 言

クリープ中に生じるクリープ損傷のうち、破壊に直接つながる粒界キャビティ等の粒界クリープ損傷を対象とし、その特徴的な形態と生成過程を調べた。また、その生成量を密度変化測定により定量的に把握し、クリープひずみとの関係等について検討した。

得られたおもな結果は次のとおりである。

(1) 高応力短時間破断から低応力長時間破断になるに伴い、粒内クリープ破壊から粒界クリープ破壊へと破壊様式が変化し、また粒界クリープ破壊の素過程は、より低応力長時間破断になるにつれ、くさび形クラック、粒界キャビティ及び σ 相界面クラック生成へと変化する。

(2) くさび形クラックは、粒界すべりにより生じる粒界三重点の応力集中部に発生すると考えられるが、その発生には 6% を超すような大きなクリープひずみを要する。

(3) 粒界キャビティは、粒界炭化物と地との界面に、定常クリープ領域の比較的クリープひずみが小さい段階で発生し始める。

(4) 粒界 σ 相と地との界面に生成するクラックは、粒界キャビティと形態や大きさは異なるが、破壊に至るまでの過程は同じである。すなわち、粒界の介在物を起点としたキャビティの発生、粒界に沿つた成長、合体、そして破壊の各段階を経る。しかしながら、 σ 相界面クラックの粒界に沿つての成長速度は粒界キャビティよりはるかに大きいことが観察された。

(5) σ 相界面クラックの生成は粒界の析出形態により著しく影響される。AIN が σ 相に接して析出している

場合には、その界面に極めて早期に σ 相界面クラックが発生する。

(6) 粒界キャビティ等の粒界クリープ損傷の生成は、微細組織変化の影響を補償した密度変化測定により定量的に把握できた。粒界キャビティ及び σ 相界面クラックによる破壊の場合は、密度の経時変化が大きく、またクリープひずみの小さい段階からひずみに対応して密度が変化することから、これら損傷の定量的測定・評価は余寿命予測に有効な手段といえる。

(7) 実機使用条件に対応するような低応力の長時間側では、 σ 相界面クラックがひずみを生じさせる主構成成分となり、さらには加速クリープ域への移行の原因となることが予測された。

なお、本研究は、科学技術庁が推進する科学技術振興調整費研究の「構造材料の信頼性評価技術の開発に関する研究」の一部として実施されたものである。

文 献

- 1) 新谷紀雄, 京野純郎, 田中秀雄, 村田正治, 横井 信: 鉄と鋼, **69** (1983), p. 1668
- 2) 新谷紀雄, 田中秀雄, 村田正治, 貝瀬正次, 横井 信: 鉄と鋼, **71** (1985), p. 114
- 3) 新谷紀雄, 京野純郎, 九島秀昭, 横井 信: 材料, **33** (1984), p. 441
- 4) 新谷紀雄, 京野純郎, 九島秀昭, 横井 信: 材料, **34** (1985), p. 436
- 5) 金属材料技術研究所 クリープ試験部, NRIM Creep Data Sheet No. 4 A (1978)
- 6) 貝瀬正次, 江頭 満, 岸本 哲, 新谷紀雄: 学振第 123 委研究報告, **26** (1984), p. 11
- 7) R. T. RATCLIFFE: Brit. J. Appl. Phys., **16** (1965), p. 1193
- 8) F. GAROFALO: Fundamentals of Creep and Creep Rupture in Metals (1967), p. 112 [Macmillan]
- 9) 新谷紀雄, 京野純郎, 横井 信: 鉄と鋼, **70** (1984), p. 573
- 10) J. WADSWORTH, S. R. KEOWN and J. H. WOODHEAD: Met. Sci., **10** (1976), p. 105
- 11) R. V. DAY: J. Iron Steel Inst., **203** (1965), p. 279
- 12) 新谷紀雄, 貝瀬正次, 岸本 哲, 江頭 満: 第 23 回高温強度シンポジウム前刷集 (日本材料学会編) (1985) p. 51
- 13) H. C. CHANG and N. J. GRANT: Trans. Metall. Soc. AIME, **206** (1956), p. 544
- 14) A. N. STROH: Proc. R. Soc. (London), **233** (1954), p. 404
- 15) R. W. SWINDEMAN, V. K. SIKKA and R. L. KLUEH: Metall. Trans. A **41**, (1983), p. 581
- 16) J. E. HARRIS, M. O. TUCKER and G. W. GREENWOOD: Met. Sci., **8** (1974), p. 311
- 17) D. A. MILLER, F. A. MOHAMED and T. G. LANGDON: Mater. Sci. Eng., **40** (1974), p. 195