

© 1992 ISIJ

 ///////////////
 論 文
 ///////////////

内部窒化法を利用した熱処理による粒径傾斜組織の形成と高温疲労寿命への影響

京野 純郎*・新谷 紀雄*²

Grain Size-Gradient Structure by Heat Treatment Using Internal Nitridation Method and It's Effect on High Temperature Fatigue Life

Junro KYONO and Norio SHINYA

Synopsis :

A process of producing a grain size-gradient structure was proposed for low alloy steels containing nitride formers such as Ti, V, Al and Zr. Using a 1Cr-1Mo-3/4V steel, the grain size-gradient structure which combines a fine grain surface region and a coarse grain interior was obtained by the process, and an effect of the structure on the fatigue behavior was examined.

The producing process is as follows : (a) precipitation of VN in the surface region through heating at 1000°C in N₂, (b) grain refining by recrystallization at 1000°C, (c) grain coarsening in the interior through solution treatment at 1150°C. In the surface region, the fine grains were maintained by the grain growth inhibitor of VN after the solution treatment. The obtained grain size-gradient structure is composed of a fine grain (<10μm) surface region (0~1 mm depth), a transient grain size (10~80μm) region (1~2 mm depth), and a comparatively coarse grain (80μm) interior.

The specimens with the grain size-gradient structure were tested at 550°C in a rotating-bending fatigue machine and found to display better fatigue behavior than non-gradient homogeneous grain specimens. It was thought that the fine grain surface region suppresses the fatigue crack initiation and increases the fatigue life.

Key words : grain size-gradient structure ; internal nitridation method ; Cr-Mo-3/4V steel ; fine grain surface layer ; precipitation of VN.

1. 結 言

結晶粒の大きさは、鋼の機械的性質を左右する重要な材料因子である。例えば、耐熱鋼では、溶体化処理温度が高く、結晶粒が大きい程クリープ等の高温強度が高い。しかし、結晶粒を大きくすると靱性が低下するし、また高温では粒界破壊が促進され、クリープ破断延性が著しく低下する。このような粒界破壊は、まず表面にき裂が発生^{1)~3)}して、その成長によって生じることが多い。表面き裂の生成はクリープ破断延性、高温低サイクル疲労などの機械的性質の低下だけではなく、表面保護皮膜の破損に伴う耐食性の劣化にもつながると考えられる。そのため、高温強度、靱性や延性、耐食性など、それぞれを少し犠牲にし、全体としてバランスのとれた性質を示す中間的な結晶粒径としているのが実状であろう。

結晶粒の大きさを、材料全体を一律とするのではなく、

場合に依じて、望ましい大きさに制御できたなら、材料性能は格段に向上する可能性がある。耐熱鋼の例でいえば、内部を高い高温強度をもたせるために粗粒とし、表面近傍を高靱性・延性の細粒とし、しかも、表面細粒層から内部にかけて次第に粒径を大きくして強度特性に連続性をもたせた粒径傾斜組織とすることができたならば、これは耐熱鋼の特性向上や信頼性向上の新たな手段となりうるであろう。

このような粒径制御を目的とした熱処理方法の検討と得られた粒径傾斜組織の機械的性質への影響を調べた。用いた方法は、Ti, V, Al, ZrなどのNと親和力の強い元素を含む鋼を対象とし、N₂雰囲気での加熱処理により、表面層のみにTiNやVNなどの高温でも安定な窒化物を析出させ、これら窒化物の粒成長阻止効果を利用するもので、表面細粒層、内部にいくに従って粒径が大きくなる粒径遷移層及び内部粗粒層からなる粒径傾斜組

平成4年1月13日受付 平成4年9月4日受理 (Received on Jan. 13, 1992; Accepted on Sep. 4, 1992)

* 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)

織が得られる。本研究では、1Cr-1Mo-3/4V 鋼を用いて適切な処理条件を見だし、粒径傾斜組織を得て、その組織の特徴及び高温強度特性改善の効果について調べた。

2. 実験方法

2.1 粒径傾斜組織処理プロセス

表面層のみを細粒とする基本的な考え方は、まず、① N₂雰囲気下で加熱保持し、N を鋼中に拡散させ、鋼中の V などの窒化物を形成する元素との反応により、高温でも安定な窒化物を所定の深さまで析出させる。② 逆変態オーステナイトの再結晶温度域まで加熱し、微細な再結晶を得る。そして、③ 溶体化・粗粒化温度域まで加熱し、内部を粗粒とし、表面近傍を窒化物の粒成長阻止効果により微細再結晶粒のままとする。表面細粒層と内部粗粒層との間には、窒化物の分布が次第に疎となる傾向に従って粒径が変化している粒径遷移層ができる。この遷移層は比較的広いので、結果として粒径傾斜組織となる。

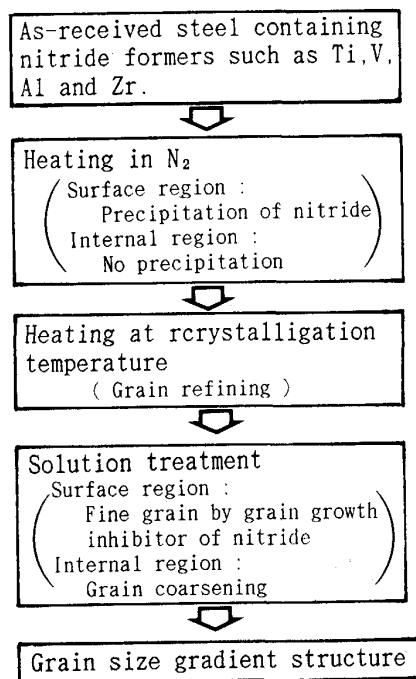


Fig. 1. Process for the formation of grain size-gradient structure.

このプロセスのフローを Fig. 1 に示す。なお、N が侵入し、安定な窒化物が析出する温度と再結晶温度とが同じ温度域であれば、再結晶による粒径制御と窒化物析出による粒径の固定を同時に行うことができる。この場合は、粒径遷移層も含めた粒径制御が容易となる。また、この内部窒化温度が再結晶温度より低ければ、先に再結晶を行い、次に内部窒化を行うこともできる。

2.2 供試材

供試材は、窒化物形成元素としての V 量を高めた 1Cr-1Mo-3/4V 鋼である。化学成分を Table 1 に示す。直径 20 mm の丸棒に鍛圧後、1150°C で約 30 分保持後、水冷し、結晶粒を粗大化し、旧オーステナイト結晶粒の大きさを 100 μm としたものを出発材とした。

2.3 粒径傾斜組織処理条件の把握

表面層細粒化の適切な条件を把握するため、逆変態オーステナイトの再結晶温度と結晶粒の大きさとの関係を調べた。1Cr-1Mo-3/4V 鋼試料を Ar 雰囲気中で、所定の温度まで 200°C/h の昇温速度で加熱し、その温度で 1 h 保持後、水冷した。熱処理後、旧オーステナイト結晶粒の大きさを計測した。

次に、N₂雰囲気加熱により、N がどの程度の深さまで侵入して、窒化物の VN が析出するかを調べた。供試材試料を室温、1 気圧の N₂雰囲気下で石英管に封入し、200°C/h の昇温速度で 1000°C に加熱し、1000°C で所定の時間保持後、水冷した。熱処理後、EPMA による N の線及び面分析を行った。なお、N₂雰囲気は室温では 1 気圧であるが、石英管に封入しているため、熱処理過程では、加熱温度に従った高圧となっている。

2.4 粒径傾斜組織処理条件

細粒化された表面層を大体 1 mm 程度の深さまで得ることとし、前記実験結果から、Fig. 2 に示す 2 種類の処理方法、A 及び B を採用した。最初に行った A 処理は N₂ 雰囲気下で 1000°C、48 h 加熱保持し、逆変態オーステナイトの再結晶細粒化と、表面層への窒化物の析出とを同時に行い、その後 N₂ 雰囲気のまま 200°C/h の昇温速度で 1150°C に加熱し、0.5 h 保持して粗粒となる溶体化を行い、水冷後、700°C で 2 h 加熱の焼もどしを行った。この方法では、溶体化・粗粒化過程で、N が過剰に侵入すると考えられたので、次に過剰な N の侵入を避けた B 処理を採用した。すなわち、N₂ 雰囲気下の

Table 1. Chemical composition (wt%) of 1Cr-1Mo-3/4V steel used.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	V	Ti	Al	N
0.18	0.23	0.55	0.004	0.0066	0.027	1.18	0.95	0.003	0.69	<0.01	0.010	0.0078

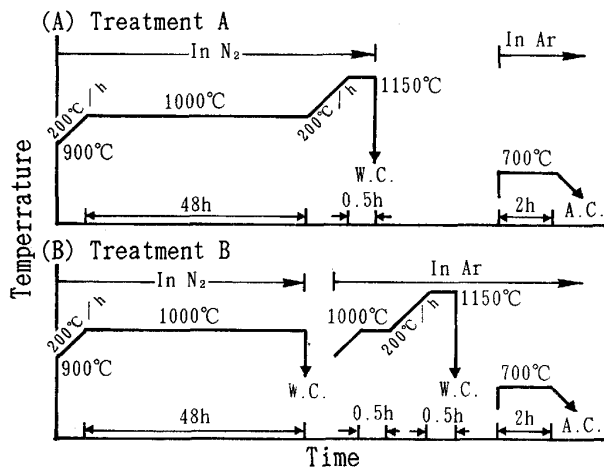


Fig. 2. Heat treatment for grain size-gradient structure in 1Cr-1Mo-3/4V steel.

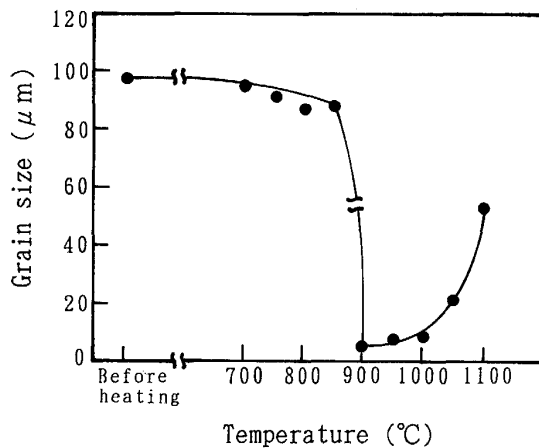


Fig. 3. Grain refining behavior during austenitized transformation observed in 1Cr-1Mo-3/4V steel.

1000°C, 48 h 加熱後, 水冷し, Ar 雰囲気として, 1000°C で 0.5 h 加熱後, 最初の方法と同じ溶体化・粗粒化処理及び焼もどし処理を行った. 試料は室温, 1 気圧で N₂ あるいは Ar 雰囲気中で石英管に封入して行った.

上記 A 及び B の粒径傾斜組織処理後, 顕微鏡, 抽出レプリカによる透過電顕観察及び, N の分析を行った.

2.5 高温強度特性試験

高温回転曲げ疲労試験片 (直径 8 mm, 標点間距離 25 mm) を Fig. 2 と同じプロセスにより表面層細粒化処理を行った. また, 比較のため, Fig. 2 と同じ熱サイクルを全て Ar 雰囲気で行い, 表面層も粗粒化している試験片も得た. これら試験片を 550°C, 360 MPa で回転曲げ疲労試験を行った.

3. 実験結果

3.1 逆変態オーステナイトの再結晶温度と結晶粒の大きさ

Fig. 3 に加熱保持温度と旧オーステナイト結晶粒の大きさとの関係を示す. Photo. 1 に出発材, 900°C 及び 1000°C, 1 h 加熱後のそれぞれの顕微鏡組織を示す. 850°C 加熱までは, 結晶粒の大きさにほとんど変化がないが, 900°C になると再結晶が始まり, 再結晶粒の平均粒径は出発材の 100 μm から 5 μm へと細粒化されている. 顕微鏡組織は Photo. 1 (b) に示されるように, 濃く腐食されている領域と薄く腐食されている領域とに明瞭に区分され, 再結晶途中の特徴的な組織となっている. 平均粒径はこの薄く腐食された再結晶領域で測定した. 900°C を超えると, この濃く腐食される領域は消失し,

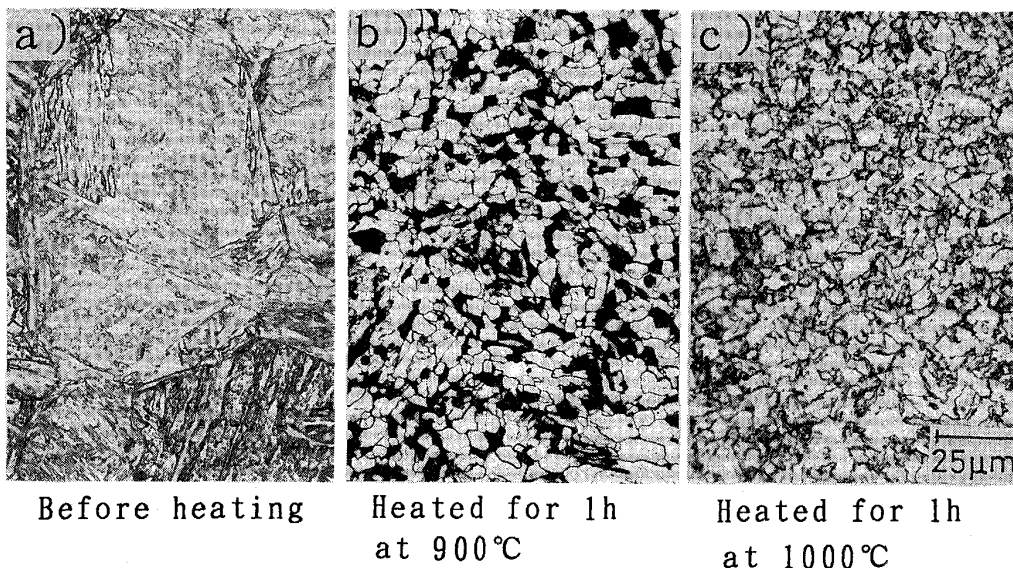
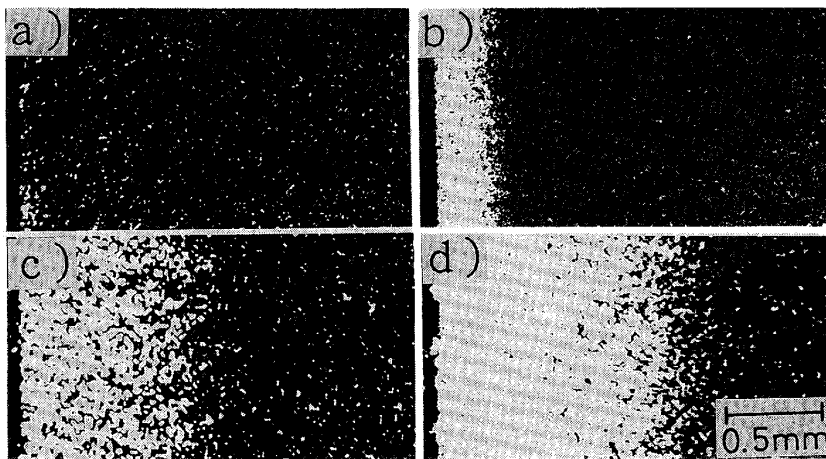


Photo. 1. Optical observation of grain refining behavior in 1Cr-1Mo-3/4V steel.



a) 1h b) 10h
c) 50h d) 90h

Photo. 2. EPMA micrographs showing high nitrogen layers formed by heating at 1000°C in N₂.

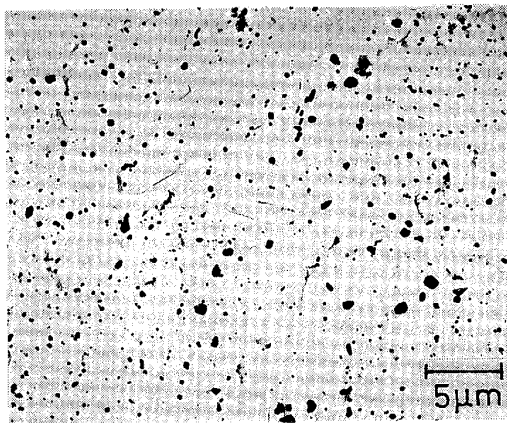


Photo. 3. Transmission electron micrograph of a replica extracted from high nitrogen layer at surface region in the specimen heated for 48 h at 1000°C in N₂.

また平均粒径は増大する傾向にある。平均粒径の増大は1000°Cまでは少なく、1000°C加熱による平均粒径は8µmであるが、1000°Cを超えると顕著に増大する。

3.2 N₂雰囲気加熱による表面層へのNの侵入と窒化物析出

N₂雰囲気下加熱温度を、細かい再結晶粒が得られる再結晶温度範囲900~1000°C (Fig. 3) の上限温度の1000°Cとした。比較的短時間で深くまで内部窒化させることと、再結晶と内部窒化とを同時に行うこともねらったためである。

1000°Cで1~90h加熱後のEPMAによるN分布の面分析結果をPhoto. 2に示す。Nが侵入して、富化している白い帯状の領域があり、他と明瞭に区別できる。

Photo. 3にこのNが富化している領域から採取した

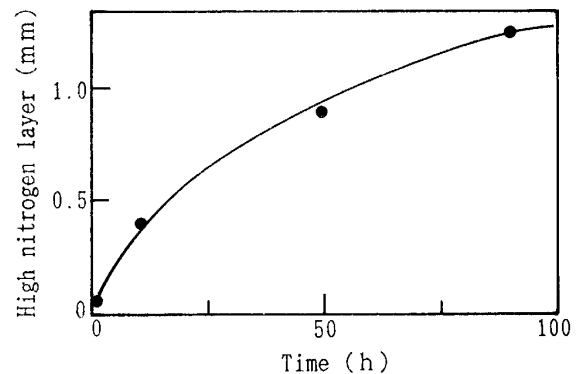


Fig. 4. Change in thickness of high nitrogen layer with holding time at 1000°C in N₂.

抽出レプリカによる透過電顕写真を示す。VNと考えられる析出物が比較的密に析出しているのが観察される。それに対して、Photo. 2において、Nが侵入していないと考えられる黒くみえる領域から採取したレプリカには、このような析出物が観察されなかった。またこの白くみえる領域から電解抽出して得た残さのX線回折を行い、この析出物はVNであると同定された。

そこで、この白くみえる領域を粒成長抑制に効果的と考えられるVNが十分析出している深さとした。この領域は白点の集合体であり、深さ方向の先端部分は白点が次第に少なくなり、層の幅は一樣ではないが、その平均的な幅を測定した。1000°C加熱時間とこの領域の平均的な幅との関係をFig. 4に示す。

3.3 粒径傾斜組織処理とその組織

表面層をなるべく細粒とし、また細粒層の深さを1mm程度とすることを目安とし、これにあう熱処理過程として前記の結果からFig. 2に示した2種類のプロセ

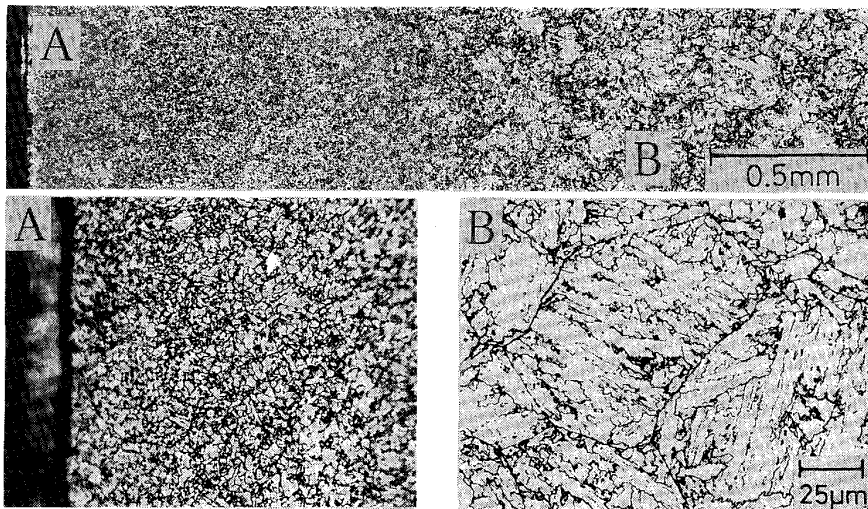


Photo. 4. Optical micrograph showing grain size-gradient structure produced by the treatment B in Fig. 2.

スを得た。A 処理では、再結晶による細粒化と N_2 雰囲気加熱による表面層への VN 析出を $1000^\circ C$ 加熱の同一過程で行い、 N_2 雰囲気のまま直接、溶体化・粗粒化温度まで加熱した。この方法は簡便であるが、N が過剰に侵入し、必要以上に粗大な VN が析出する。そのため焼もどし過程での微細で高温強度に有効な V_4C_3 の析出を阻害する。

そこで、B 処理では、溶体化・粗粒化処理及びその後の焼もどし処理とも Ar 雰囲気で行うことにした。 N_2 雰囲気加熱による内部窒化後、水冷し、その後 Ar 雰囲気として、 $1000^\circ C$ で 0.5 h 保持後、溶体化・粗粒化処理を行った。この場合、 N_2 雰囲気加熱により析出した VN が、溶体化・粗粒化処理過程で溶け込む恐れもあるが、本供試材の V の含有量が 0.69% と高く、また析出している VN のサイズも大きいため、粒成長を阻止する程度の VN は $1150^\circ C$ の溶体化・粗粒化処理過程でも残存すると考えた。

B 処理により得た粒径傾斜組織の光顕写真を Photo. 4 に示す。表面からかなり内側まで細かい組織の細粒層が広がり、さらに内側になると次第に結晶粒が大きくなり、粗い組織となっている。A 処理についてもほぼ同じ組織が得られた。高温強度の点からは B 処理の方が望ましいと考えたので、以後 B 処理の結果をおもに示すことにする。

Photo. 4 に示した B 処理による旧オーステナイト結晶粒径と表面からの深さとの関係を Fig. 5 に示す。表面から約 1 mm の深さまでは、粒径 $5\sim 10\ \mu m$ 程度の細粒の領域で、粒径は深くなる程大きくなる傾向があるものの、その増大傾向は少なく、比較的一様な粒径領域となっている。約 1 mm 以上の深さとなると次第に粒径の増大が大きくなり、さらに深さ 2 mm を超えると粒径増

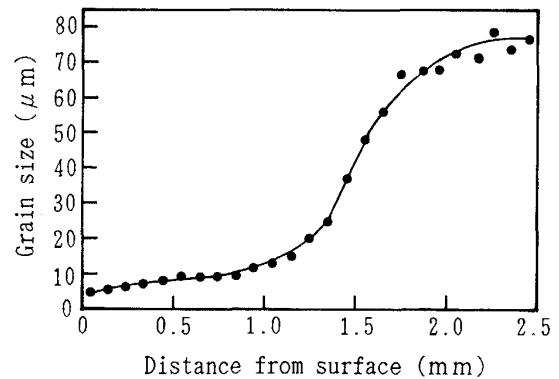


Fig. 5. Change in prior austenitic grain size with distance from surface.

加は少なくなり約 $80\ \mu m$ の粒径に漸近してくる。

抽出レプリカにより、微細組織を観察した。細粒層の領域には Photo. 3 に示したような比較的大きな VN が多数析出しており、この VN は $1150^\circ C$ 加熱時にも溶け込まず、粒成長を阻止していたと考えられる。それに対し、深さ 2 mm 以上の比較的粗粒の領域では、このような VN はみられず、微細な V_4C_3 が密に分散している通常の Cr-Mo-V 鋼の組織であった。

VN の析出量を推測する目的で N 量を分析した。表面から順次試料を削り取り、その化学分析を行った。結果を Fig. 6 に示す。細粒域は total N 量及び VN を形成していると考えられる insol. N 量とも多く、VN の析出量が多いこととよい対応を示している。深さ 1 mm 以上の結晶粒が増大する粒径遷移層になると total N 及び insol. N とも顕著に減少している。

Fig. 7 は表面から内部にかけての硬さ変化である。微細な V_4C_3 の析出状態の変化と対応して、表面側では硬さが低く、内部にいくに従って硬さが上昇し、粗粒域

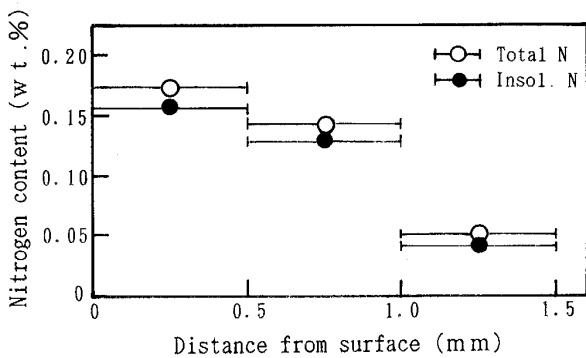


Fig. 6. Change in nitrogen content with distance from surface.

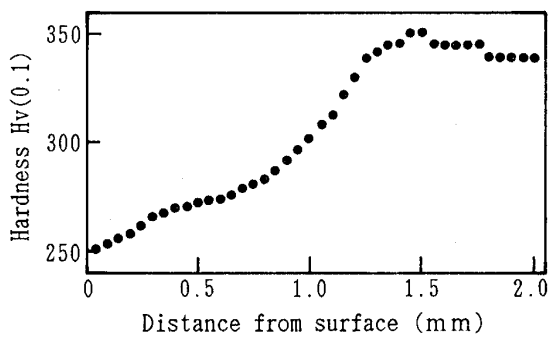


Fig. 7. Change in hardness with distance from surface.

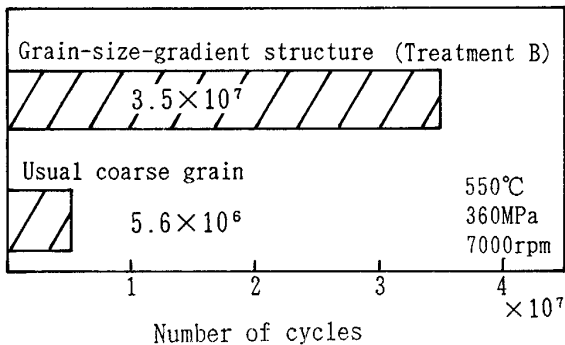


Fig. 8. Effect of grain size-gradient structure on fatigue life.

では、ほぼ一定な硬さとなっている。

A 処理を行ったものも同様の結果であるが、VN の析出及び表面層の軟化もより顕著であった。機械的性質は B 処理材の方が優れているので、次項の高温強度特性は B 処理材についてのみ報告する。

3.4 粒径傾斜組織の高温強度特性

粒径傾斜組織処理により、その効果が期待される高温強度特性として、高温回転曲げ疲労特性に着目し、その影響を調べた。Fig. 2 の B 処理により、表面層を細粒

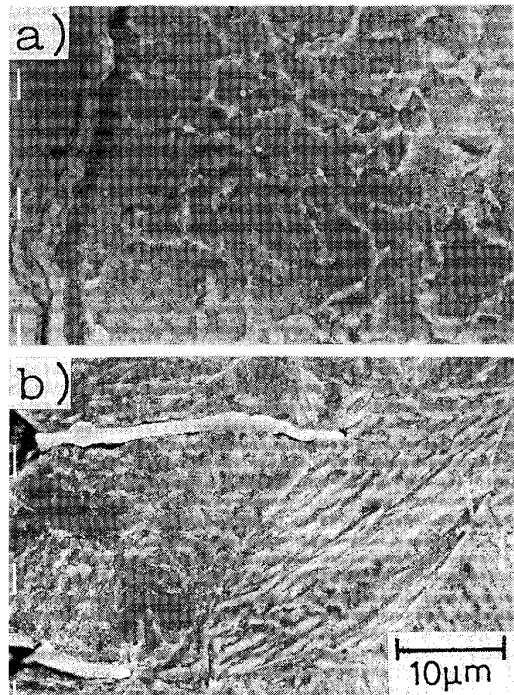


Photo. 5. SEM micrographs at surface regions of fractured specimens with and without grain size-gradient structure.

化した高温回転曲げ試験片及び比較材として、Ar 雰囲気下で B 処理と同じ温度サイクルの熱処理により全体を粗粒とした試験片とを用い、550°C、360 MPa、7000 rpm での回転曲げ疲労試験を行った。

Fig. 8 に試験結果を示す。B 処理試験片の疲労寿命は比較材の 6 倍以上となっている。

破断試験片の縦割り断面を走査電顕観察により比較すると、Photo. 5 に示すように、通常粗粒材では、表面からのき裂が多数、またかなり内部まで進展しているのに対し、処理材では表面にき裂はほとんど観察されない。

4. 考 察

4.1 粒径傾斜組織処理

表面層から内部にかけて結晶粒の大きさを連続的に制御し、目的に適した粒径分布にすることができるならば、材料性能向上の有効な手段となり得るだろう。耐熱鋼を例にとると、表面層を靱性・延性の大きい細粒にし、内部を高温強度の高い粗粒にし、そして、その間に連続的に粒径が変化する遷移層を介在させることができれば、その強度性能や信頼性は著しく向上すると考えられる。本研究では、N₂ 雰囲気加熱による表面層への窒化物析出とこの窒化物の結晶粒成長阻止効果を利用して、粒径制御を行った。

供試材として安定な窒化物である VN の析出が期待される 1Cr-1Mo-3/4V 鋼を用いた。この鋼の適正な熱処理条件をつかむため、逆変態オーステナイトの再結晶細粒化温度と、 N_2 雰囲気加熱による VN の析出層深さをまず調べた。再結晶は 900°C から生じ始めているが、 900°C , 1 h 保持では、再結晶が完了しないで、本間⁴⁾が Ni-Cr-Mo-V 鋼において報告している再結晶部分の LEC と未再結晶部分の DEC (それぞれ Lighly 及び Darkly-Etched-Constituent) の 2 相が観察された。 950°C , 1 h 保持では再結晶が完了している。結晶粒が最も細かいのは 900°C での再結晶粒であり、平均粒径は約 $5\ \mu\text{m}$ であった。東ら⁵⁾の Ni-Cr-Mo-V 鋼における報告でも、最も細粒となるのは 900°C 付近としている。 900°C より再結晶温度を高めると粒径は増大するが、 1000°C までは粒径増大は少なく、 1000°C 以上になると顕著に増大する。従って、 $900\sim 1000^\circ\text{C}$ の比較的広い温度範囲の加熱により $5\sim 8\ \mu\text{m}$ の細粒が得られることになる。この程度の細粒であれば、高い靱性や延性を期待できる。

N の侵入による内部窒化は、溶体化温度域でも安定な窒化物を表面層のみに析出させることを目的としている。このため窒化雰囲気としては、比較的高温で内部窒化させることになる N_2 雰囲気として、細粒の再結晶粒が得られる上限の 1000°C 加熱による VN のみを表面層に析出させた。 1000°C , 48 h 保持により約 1 mm の深さまで、安定な窒化物である VN を密に析出させることができた。このような VN の析出により、粒界の移動を妨げ粒成長を十分阻止できる⁶⁾と考えられる。

粒径傾斜組織処理では逆変態オーステナイトの再結晶による細粒化及び表面層への窒化物析出の後、より高温での溶体化・粗粒化プロセスを N_2 あるいは Ar 雰囲気で行う。本研究では 1150°C で溶体化を行ったが、このような高い温度では、表面層の析出物 VN が溶け込むことが懸念される。しかし、Erasmus⁷⁾が得ている V 量と VN の固溶温度との関係から、V を 0.69% 含む本供試材では、十分残存すると考えられた。溶体化・粗粒化処理後も Fig. 6 に示されるように、VN を形成していると考えられる表面層の insol. N 量は十分高く、また抽出レプリカの観察においても VN の析出物が密に残存しているのが確認された。その結果として、表面層の粒成長はほぼ阻止され、細粒のままとなっている。

本研究で用いた粒径傾斜処理法は、基本的には Ti, V, Al, Zr などの安定な窒化物形成元素を含む鋼には適用可能である。また表面細粒層の細粒の程度や深さも、熱処理温度や保持時間を変えることにより、また、雰囲気

を N_2 から ($N_2 + \text{Ar}$) や ($N_2 + \text{NH}_3$) などの混合ガスにして、その混合比を変えることにより制御できるであろう。さらには表面細粒層から内部粗粒層へ移行する遷移層の幅等も、溶体化・粗粒化温度までの昇温速度及び雰囲気をかえることにより制御可能である。このような遷移層は、細粒層と粗粒層との特性の違いを緩和するなど、有用であり、このような制御可能な比較的広い幅の遷移層のあることが本方法の特徴であり、粒径傾斜組織と呼ぶ理由の一つでもある。

4.2 粒径傾斜組織処理の高温強度特性への影響

疲れにおけるき裂生成は表面に生じることが多い。またクリープにおいても SUS321 などにおいては表面き裂の生成²³⁾がみられる。このような傾向は、高温強度を向上させるため、析出強化元素を添加したり、溶体化温度を高くして粗粒化させた鋼においてより顕著である。表面き裂は、機械的性質だけでなく、保護性酸化皮膜を壊すため、耐食性をも著しく劣化させると考えられる。そのため、表面層のみを細粒化させ、靱性・延性を大きくし、き裂の生じにくい層で包んでしまうのは強度特性だけでなく、耐食性という観点からも有効であろう。

本研究では、高温回転曲げ疲労試験を行い、表面細粒層により、表面層でのき裂の生成を阻止する (Photo. 5) とともに寿命が格段に上昇する (Fig. 8) ことを確認できた。表面に細粒層のない粗粒材では、表面から旧オーステナイト粒界を通ってき裂が多数、しかもかなり深く進展していることから表面細粒層がこのようなき裂生成を阻止していると考えてよいであろう。表層部は比較的粗大な VN が密に析出し、高温強度に有効な微細な V_4C_3 は内部に比べ少ない。従って、表層部は強度的にはむしろ低い (Fig. 7) ので、高温回転曲げ疲労寿命の上昇は、この表面細粒層のき裂生成阻止効果によると考えてよいであろう。

高温低サイクル疲労においても、結晶粒が大きい程粒界すべりによる表面き裂生成が著しく、疲労寿命が低下する²⁸⁾ことが知られている。高温低サイクル疲労特性に対しても粒径傾斜組織処理は有効と予測できる。

Hwang ら⁹⁾¹⁰⁾は Ni 粉末をベースとして、 MgO あるいは Al_2O_3 の微細粉末を表面層に多く、内部に少なく機械的に分散させて粒成長を防ぎ、表面層の結晶粒を細かくし、内部の結晶粒を段階的に大きくした試料を得ている。この試料の室温での疲労試験を実施し、疲労き裂の発生が遅れ、疲労強度が上昇することを確認している。

これらの知見から表面層を細粒化させた粒径傾斜組織は室温及び高温疲労等の機械的性質の改善に有効な手段と判断できる。

5. 結 言

表面層に靱性・延性の大きい細粒，内部に高温強度の高い粗粒，その間に連続的に粒径が変化する遷移層をもつ粒径傾斜組織を N_2 雰囲気熱処理による表面層への窒化物析出と，窒化物の粒成長阻止効果を利用して得た。

1Cr-1Mo-3/4V 鋼を供試材として用い，この方法による粒径制御を行い，その組織や機械的性質への影響を調べた。得られたおもな結果を以下に示す。

(1) 約 1 mm 深さまでの表面層を約 10 μm 径程度の細粒とすることとし，それに必要な条件を調べ①900～1000°C 加熱による逆変態オーステナイトの再結晶により，5～8 μm 径の細粒が得られること，② N_2 雰囲気での 1000°C，50 h 加熱により，粒成長を阻止する VN が約 1 mm 深さまで析出することを明らかにした。

(2) 表面細粒層を得るプロセスとして，③ N_2 雰囲気での 1000°C×48 h $\xrightarrow{200^\circ C/h}$ 1150°C×0.5 h→水冷，そして 700°C×2 h→空冷，と④ N_2 雰囲気での 1000°C×48 h 加熱→水冷，Ar 雰囲気での 1000°C×0.5 h $\xrightarrow{200^\circ C/h}$ 1150°C×0.5 h→水冷，700°C×2 h→空冷，の 2 種類の処理を行った。いずれも約 1 mm 深さまで，5～10 μm の表面細粒層を得た。③の処理では VN が過剰に析出しており，強度を低下させるので④の処理の方が望ましい。

(3) ④の処理による粒径傾斜組織は①表面下 1 mm 深さまでに旧オーステナイト結晶粒の粒径 5～10 μm の比較的一様な細粒層，②粒径が 10～80 μm へと徐々に増

大する深さ 1～2 mm の粒径遷移層，③その内側に粒径 80 μm の一様な粒径層の 3 層からなる。表面細粒層には VN の析出がみられ，この VN が 1150°C×0.5 h の溶体化・粗粒化処理時にも溶けずに，粒成長を阻止し，細粒を維持したと考えられた。

(4) 高温回転曲げ疲労試験片に対して，この④処理による粒径傾斜組織処理を行い，その後 550°C，360 MPa で回転曲げ疲労試験を実施した。粒径傾斜組織は表面き裂の発生をほぼ完全に阻止し，破断寿命を著しく向上させた。

最後に，本研究の遂行にご協力いただきました当所技官の宮代 寛氏，佐藤守夫氏に深く感謝いたします。

文 献

- 1) 新谷紀雄，横井 信，京野純郎，九島秀昭: 鉄と鋼，**68** (1982)，p. 819
- 2) 岸本 哲，新谷紀雄，田中秀雄: 材料，**37** (1988)，p. 289
- 3) 岸本 哲，江頭 満，新谷紀雄: 材料，**39** (1990)，p. 770
- 4) 本間亮介: 鉄と鋼，**54** (1968)，p. 898
- 5) 東 司，田中泰彦，石黒 徹: 鉄と鋼，**76** (1990)，p. 783
- 6) D. Webster and G. B. Allen: J. Iron Steel Inst., **192** (1962)，p. 520
- 7) L. A. Erasmus: J. Iron Steel Inst., **194** (1964)，p. 128
- 8) H. Iizuka and M. Tanaka: Mater. at High Temp., **9** (1991)，p. 17
- 9) K. H. Hwang, M. R. Plichta and J. K. Lee: Mater. Sci. Eng., **A101** (1988)，p. 183
- 10) K. H. Hwang, M. R. Plichta and J. K. Lee: Mater. Sci. Eng., **A114** (1989)，p. 61