

# 高窒素9Cr-2Co鋼の高温クリープ変形機構

原 顕一郎\*・増山 不二光\*<sup>2</sup>・遠藤 孝雄\*<sup>3</sup>

Creep Deformation Mechanism of a High Nitrogen 9Cr-2Co Steel

Ken-ichiro HARA, Fujimitsu MASUYAMA and Takao ENDO

**Synopsis :** The role of nitrogen, which was forcibly introduced up to 0.2mass% to a 9Cr-2Co steel, was investigated in a quasi-steady state creep in the range of stress and temperature from 873 to 1000K and 70 to 100MPa. The analysis showed that the stress exponent of quasi-steady state creep rate was about 5 irrespective of nitrogen concentration. Mechanical differential tests conducted during the quasi-steady state creep revealed that there was no instantaneous plastic strain on an abrupt stress change regardless of soluble nitrogen concentration from 240 to 410ppm and the effective stress exponent of average dislocation velocity was nearly equal to unity. The dislocation density determined from the differential tests proved to be raised with the 3.5 to 4th power of applied stress. This larger stress exponent was reduced to 1.8 to 2.6 when an elementary addition rule was taken into account between an internal stress component from precipitates and a dislocation-dislocation interaction. The reduced stress exponent whose origin was ascribable to the dislocation-dislocation interaction was compatible with the stress exponent of single phase materials. These results suggest that the dislocations drag I-S (Interstitial-Substitutional) atmospheres behind them although a large fraction (about 90%) of internal stress in flow stress and their stress exponents of the quasi-steady state creep are both favorable to the metal type behavior of creep.

**Key words :** high nitrogen steel ; ferritic stainless steel ; I-S effect ; mechanical differential test ; solid solution hardening ; precipitation hardening.

## 1. 緒言

高窒素フェライト系ステンレス鋼は823から923Kで優れた耐酸化性と優れたクリープ特性を示すので超臨界圧火力プラント用タービンロータ材等として近年特に欧州で活発な研究が進められている<sup>1)</sup>。この新しい耐熱材料の強化機構として、析出強化と固溶強化が考えられる。

多くの耐熱鋼は析出相を含み、析出相の強度に対する寄与は大きいですが、固溶強化も等閑にはできない。なぜなら、析出物はクリープ変形中に粗大化して強度に対する寄与を失ってくるが、基底強度に対する固溶強化の寄与は長時間のクリープにおいても失われないからである<sup>2)</sup>。

高窒素鋼の析出強化については幾つかの研究があり、VやNb等を微量添加して熱的に安定な析出物を得るための努力がなされているが<sup>3)-5)</sup>、固溶強化に注目した研究はほとんど無い。

窒素を含む鋼の固溶強化に関する研究としては、単相のFe-W-NおよびFe-Mo-N合金に関する本吉らの研究がある<sup>6)</sup>。しかしながらWおよびMoは転位に対する弾性的相互作用が大きく単独でも固溶強化能が大きい上、窒素原子と

の化学的相互作用に基づくI-S効果の寄与もあり、クリープ挙動に及ぼす添加元素の影響は複雑である。

本研究の目的は、耐熱鋼の主要な添加元素で転位との弾性的相互作用が小さいクロム原子と窒素によるI-S対および析出相がクリープ挙動に及ぼす影響を機械的微分試験の結果に基づいて検討することである。

## 2. 実験方法

### 2・1 試料

対象材料は高窒素9Cr-2Co鋼である。本鋼には、実用鋼に含まれている窒素固定性の強いNbやVなどの元素は添加されていない。また、MoやWなどは単独でも、即ちI-S対を作らなくても大きな固溶強化能を有しているため、解析を容易にする目的で無添加とした。Coは焼き入れ性を向上させ、母地をマルテンサイト組織にするために加えた。従って、本鋼では次のことが期待される。即ち、CrやCo原子はFe原子との原子半径差が小さく、単独では弾性的相互作用に基づく固溶強化は期待できない。しかし、Cr原子とN原子との化学的親和力はNと転位との弾性的相互作用と

平成8年6月26日受付 平成8年9月9日受理 (Received on June 26, 1996; Accepted on Sep. 9, 1996)

\* 横浜国立大学大学院生 (Graduate Student, Yokohama National University)

\* 2 三菱重工業(株)長崎研究所 (Nagasaki Research and Development Center, Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.)

\* 3 横浜国立大学工学部 (Faculty of Engineering, Yokohama National University, 156 Tokiwadai Hodogaya-ku Yokohama 240)

Table 1. Alloy designation and chemical composition in mass%.

Designation	Alloying elements(mass%)			Impurities(mass%)				
	Cr	Co	N	C	Si	Mn	S	P
N-1	8.9	2.0	0.06	0.001	0.002	0.01	0.002	0.005
N-2	9.0	2.0	0.11	0.005	0.002	0.006	0.001	0.004
N-3	8.9	1.9	0.16	0.008	0.004	0.009	0.001	0.004
N-4	8.8	1.9	0.19	0.009	0.005	0.009	0.001	0.004

同じかあるいはそれ以上と考えられるため<sup>7)</sup>, 侵入型原子の窒素が共存するとI-Sクラスターを形成し, 転位がこのI-Sクラスター雰囲気を引きずりながら運動する可能性がある<sup>7)</sup>. このような場合, 転位の運動速度はCr原子の拡散速度に支配されるので, 高温クリープ特性が向上すると期待される。

上記の観点に立ち, 窒素濃度の異なる4種の試料を下記の要領で用意した。まず, 9 mass% Cr-2 mass% Co-0.05 mass% Nの化学組成を持つインゴットを一部切り出し, アルゴン-窒素混合ガス加圧雰囲気炉中で溶解した。溶解時の全圧は1.1MPaとし, 窒素分圧を四段階に調整してそれぞれ異なる量の窒素を溶鋼中に強制添加した。その後熱間鍛造, 熱間圧延によって3mmの板材とした。以上の操作によって各試料に0.06から0.2mass%までの窒素を含有させることができた。

クリープ試験片は平行部長さ55mm, 幅9mmおよび厚さ2mmとし引張り軸を圧延方向に沿って切り出した。各試験片に1423Kで1800sのオーステナイト化処理後ただちに空冷し, 続いて973Kで1800sの焼き戻しを施した。各試料の化学組成をTable 1に, 電解抽出残査法によって求めた固溶窒素量をTable 2に示す。焼き入れ性の向上を目的として加えた2 mass% Coの効果によって, 試料は全て焼き戻しマルテンサイトとなっている。以降0.06, 0.11, 0.16および0.19% N材をそれぞれN1, N2, N3およびN4と記す。

2・2 機械的微分試験

負荷応力を平均内部応力 $\bar{\sigma}_i$ と平均有効応力 $\bar{\sigma}_e$ に分離するためstrain dipおよび応力急変試験を行った。後者の試験は $\bar{\sigma}_e$ の測定と同時に応力を急変させた時点の瞬間塑性ひずみの有無を判定することができる<sup>8)</sup>。

試験装置は高剛性, 高応答性を持つ閉回路制御系の電気油圧式サーボ機構材料試験機(島津サーボパルサー4880形)である。また加熱部にはPID温度制御方式の三段抵抗加熱炉を使用し, 試験片平行部の温度差は2K以内にした。

クリープ試験は温度873から1000K, 初期応力70から100MPaで, 応力負荷後十分に時間が経過し, ひずみ速度が安定した後に種々のレベルに応力を変化させ応答ひずみの変化を電氣的に検出した。変位の検出精度は $1 \times 10^{-6}$ mである。Strain dip試験および応力急変試験において応力変化後のひずみ速度を判定するのに要する時間はそれぞれ30s

Table 2. Soluble nitrogen contents in ppm.

N-1	240
N-2	330
N-3	330
N-4	410

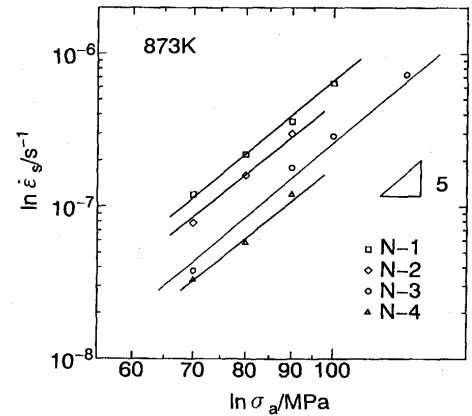


Fig. 1. Quasi-steady state creep rate vs. applied stress in a double logarithm plot.

および3sである。また, 応力急変試験時の応力変化幅は最大で負荷応力の±20%程度とし, ±5%ごとに測定した。

3. 実験結果

3・1 クリープの応力指数

Fig. 1に準定常ひずみ速度と外部応力との関係を示す。準という用語を用いた理由は, クリープ試験を定荷重で行ったためである。しかしクリープ破断ひずみは0.1程度で, 伸びの増加にともなう応力の増加は小さく, クリープ曲線上でひずみ速度が一定であれば, 定常ひずみ速度と見なして良いであろう。同図から得られた応力指数 $n$ はいずれの試料においてもほぼ5である。これは従来純金属および原子サイズミスフィットの小さい固溶合金において観測された応力指数<sup>9)</sup>と一致している。しかし, 応力指数の値だけでは変形機構を論じ得ないことは幾つかの研究で指摘されている<sup>10)</sup>ので, 応力指数の物理的意味については4・1および4・2節で議論する。

3・2 瞬間塑性ひずみ

Fig. 2にN4の948K, 80MPaにおける $\Delta\epsilon$ と $\Delta\sigma$ との関係を示す。ここに $\Delta\epsilon$ および $\Delta\sigma$ は応力急変前後のひずみ変化量および応力変化量である。図から $\Delta\epsilon$ と $\Delta\sigma$ との間に直線関係があることが分かる。このことは応力急変前後で弾性変形のみが生じ, 瞬間塑性ひずみは生じなかったことを示唆している。これと同様の結果がN1からN4を通して全ての試験条件で得られた。従って本実験の $\Delta\sigma$ の範囲では瞬間塑性ひずみは生じず, これから転位は溶質雰囲気から離脱することなく, これを引きずりながら運動していると考え

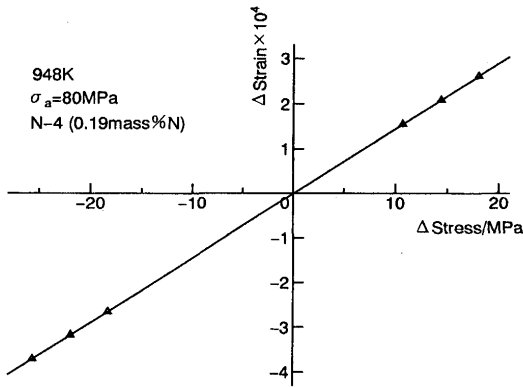


Fig. 2. Linear relation between the stress change,  $\Delta\sigma$  and the instantaneous strain,  $\Delta\epsilon$ .

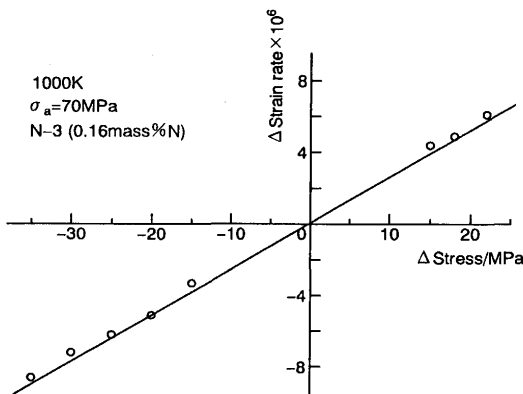


Fig. 3. Linear relation between the stress change,  $\Delta\sigma$  and the difference in strain rate,  $\Delta\dot{\epsilon}$ .

られる。

### 3・3 変形応力中の内部応力

Fig. 3はN 3の1000K, 70MPaにおけるひずみ速度急変試験の実測例である。ここに、 $\Delta\dot{\epsilon}$ は応力急変前後のひずみ速度の差、 $\Delta\sigma$ は応力急変前後の応力変化量である。図から明らかなように、応力を急増させた場合も急減させた場合においても $\Delta\dot{\epsilon}$ は $\Delta\sigma$ に比例している。吉永ら<sup>8)</sup>によれば、両者の関係は次式で表され、直線の傾きから $\overline{\sigma}_e$ を求めることができる。

$$\overline{\sigma}_e = \dot{\epsilon} \frac{\Delta\sigma}{\Delta\dot{\epsilon}} \dots\dots\dots (1)$$

ここに、 $\dot{\epsilon}$ は応力急変直前のひずみ速度で、式(1)から求めた各試料の有効応力をTable 3に示す。

Table 3にはstrain dip試験による結果も付記した。Dip試験ではdip直後に $\dot{\epsilon} = 0$ となる $\Delta\sigma$ がある広がりをもって存在し、 $\overline{\sigma}_e$ が一義的に定まらないという報告<sup>11)</sup>もあるが、その広がり幅は転位密度の増加に伴い減少することが知られている<sup>12)</sup>。本鋼の下部組織は焼き戻しマルテンサイト相に窒化クロムの析出物が分散したもので高い転位密度を持つ組織である<sup>13)</sup>。Table 3が示しているように、strain dip試験で $\overline{\sigma}_e$ が比較的精度良く測定できた理由は、下部組織の転位密度が高いことと関係しているのであろう。しかし、試

Table 3 (a). Internal stress in MPa(N-1 ; 0.06mass%).

Applied stress	Method	873K	923K	948K	1000K
70MPa	Strain Dip Test (MPa)	67.3	64.8	58.1	
	Stress Change Test (MPa)	67.8	65.5	64.4	46.5
80MPa	Strain Dip Test (MPa)	76.8		66.2	
	Stress Change Test (MPa)	77.4		73.6	
90MPa	Strain Dip Test (MPa)	86.2		74.0	
	Stress Change Test (MPa)	87.0		82.5	
100MPa	Strain Dip Test (MPa)	95.5			
	Stress Change Test (MPa)	96.5			

Table 3 (b). Internal stress in MPa(N-2 ; 0.11mass%).

Applied stress	Method	873K	923K	948K	1000K
70MPa	Strain Dip Test (MPa)	67.2	61.5	60.1	
	Stress Change Test (MPa)	67.5	67.1	65.0	61.9
80MPa	Strain Dip Test (MPa)	76.8		68.5	
	Stress Change Test (MPa)	77.2	76.5	74.0	
90MPa	Strain Dip Test (MPa)	86.1		76.6	
	Stress Change Test (MPa)	86.6		83.1	
100MPa	Strain Dip Test (MPa)			84.8	
	Stress Change Test (MPa)			92.0	

Table 3 (c). Internal stress in MPa(N-3 ; 0.16mass%).

Applied stress	Method	873K	923K	948K	1000K
70MPa	Strain Dip Test (MPa)	67.7			
	Stress Change Test (MPa)				61.8
80MPa	Strain Dip Test (MPa)	77.3		67.3	
	Stress Change Test (MPa)			74.0	
90MPa	Strain Dip Test (MPa)	86.6		75.5	
	Stress Change Test (MPa)			83.1	
100MPa	Strain Dip Test (MPa)	96.1	87.1	82.9	
	Stress Change Test (MPa)			92.3	
120MPa	Strain Dip Test (MPa)	114.8			

Table 3 (d). Internal stress in MPa(N-4 ; 0.19mass%).

Applied stress	Method	873K	923K	948K	1000K
70MPa	Strain Dip Test (MPa)	66.9	65.4	58.3	
	Stress Change Test (MPa)	67.7	67.6	63.1	61.8
80MPa	Strain Dip Test (MPa)	76.4	74.6	65.9	
	Stress Change Test (MPa)	77.4	77.1	72.2	
90MPa	Strain Dip Test (MPa)	85.7		73.7	
	Stress Change Test (MPa)	87.1		91.3	
100MPa	Strain Dip Test (MPa)			81.3	
	Stress Change Test (MPa)				

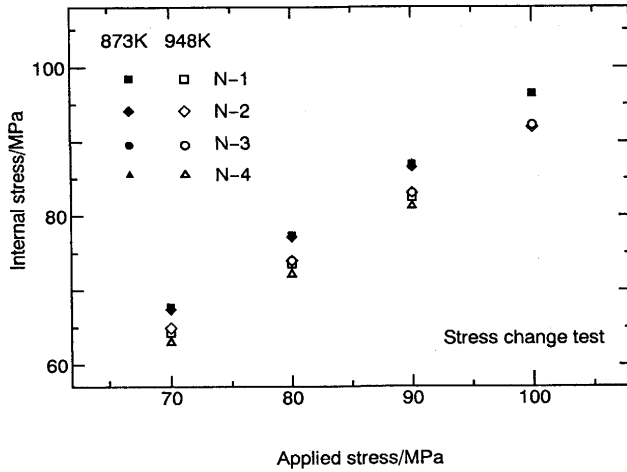


Fig. 4. Internal stress vs. applied stress for quasi-steady state creep at 873 and 948K.

験条件によってはおよそ3MPaの幅に渡って $\dot{\epsilon} = 0$ と見なせる場合があった。そのような場合には、 $\Delta\sigma$ の幅を数段階に分割して $\dot{\epsilon}$ を測定し、 $\dot{\epsilon}$ と $\Delta\sigma$ との間に線形関係が成立することを仮定して最小自乗法で回帰直線を引き $\dot{\epsilon} = 0$ における $\sigma$ を $\bar{\sigma}_i$ とした。 $\bar{\sigma}_e$ は $\sigma_a - \bar{\sigma}_i$ に等しいとして算出した。ここに $\sigma_a$ は負荷応力である。Table 3から873Kにおける内部応力の値はどちらの方法においても負荷応力の96%程度を占め、各試料で有意差は認められない。高温側では $\bar{\sigma}_i/\sigma_a$ の値は小さくなる傾向が見られ、同時に試験方法による測定値の差が明瞭となっている。すなわちstrain dip試験で求めた $\bar{\sigma}_i$ の方が応力急変試験のそれよりも若干小さい。これはstrain dip試験ではdip保持時間が30sと、応力急変試験の3sに比べて長時間であることから、組織の回復による内部応力の低下が生じたものと考えられる。

Fig. 4に948Kにおける内部応力のクリープ負荷応力依存性を示す。全ての試料において内部応力と負荷応力の間により直線関係が得られ、次式で表される。

$$\bar{\sigma}_i = K\sigma_a \dots\dots\dots (2)$$

strain dip法および応力急変法で決定されたKの値はそれぞれ873Kで0.94及び0.96、948Kで0.82及び0.90である。

## 4. 考察

### 4.1 転位速度の有効応力依存性

純金属および純金属型合金では、(3)式における転位密度 $\rho_m$ が負荷応力 $\sigma_a$ の自乗に、平均転位速度 $\bar{v}$ が $\sigma_a\rho_m$ に比例する結果として応力指数(n)が5になると解釈されている<sup>14)</sup>。

$$\dot{\epsilon} = \rho_m b \bar{v} / M \dots\dots\dots (3)$$

ここにMはテイラー因子である。測定された応力指数の値のみから判断するならば、本鋼は純金属型に属するので、応力指数の値は回復律速機構に有利な結果である。しかし、応力指数の値は純金属と同じであっても変形はすべり律速

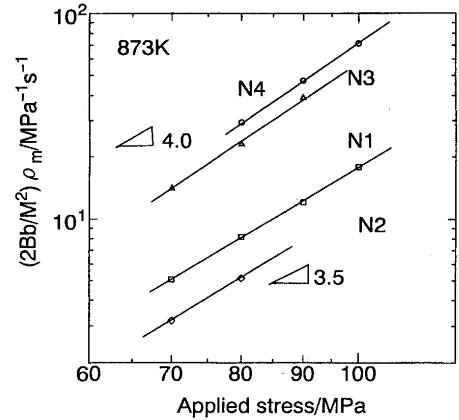


Fig. 5. Stress dependence of dislocation density.

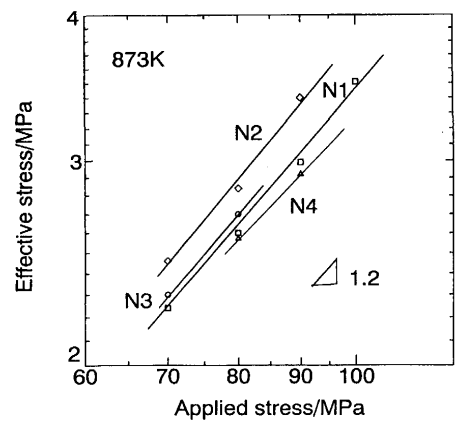


Fig. 6. Stress dependence of effective stress.

の場合もあるので、変形機構解明のためには応力指数を転位密度に依存する成分 $n_p$ 転位速度に依存する $n_v$ とに分離して考える必要がある。

応力指数nの定義は次式で与えられる。

$$n \equiv \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma_a} \right)_T \dots\dots\dots (4)$$

従って式(3)から次式を得る。

$$n = \left( \frac{\partial \ln \rho_m}{\partial \ln \sigma_a} \right)_T + \left( \frac{\partial \ln \bar{v}}{\partial \ln \sigma_e} \right) \left( \frac{\partial \ln \bar{\sigma}_e}{\partial \ln \sigma_a} \right)_T \dots\dots\dots (5)$$

式(5)における $\rho_m$ の負荷応力依存性は応力急変試験から決定することができる。吉永ら<sup>8)</sup>は $\rho_m$ と応力急変試験から得られる $\Delta\dot{\epsilon}/\Delta\sigma$ との間に次の関係があることを示している。

$$\rho_m = \frac{M^2}{2Bb} \cdot \frac{\Delta\dot{\epsilon}}{\Delta\sigma} \dots\dots\dots (6)$$

ここにBは刃状転位の易動度、係数2は刃状転位より高速で動かせん転位の变形への寄与を考慮したもの、bはバーガースベクトルである。式(6)の右辺に含まれる係数 $M^2/2Bb$ は温度一定の時には定数であるから $\Delta\dot{\epsilon}/\Delta\sigma$ の負荷応力依存性から $n_p$ を間接的に評価することができる。

Fig. 5は873Kにおける $(2Bb/M^2) \cdot \rho_m$ と負荷応力 $\sigma_a$ との関係を両対数グラフに示したものである。 $n_p$ 即ち式(5)の

右辺第1項の値はN1およびN2で3.5, N3およびN4で4.0である。一方, Fig. 6に式(5)右辺第二項の後半部である有効応力の負荷応力依存性を示す。試料間で大きな差異はなく, 傾きは1.1から1.3となることが分かった。以上の結果から $\partial \ln \bar{v} / \partial \ln \sigma_e$ を求めるとN1, N2, N3およびN4の順に1.0, 1.4, 1.3および0.86となる。この結果は転位が溶質雰囲気を引きずる時に成り立つ式,

$$\bar{v} = B(\tau_e)^m : m = 1 \dots\dots\dots (7)$$

に近い。よって転位速度の有効応力指数を基にした解析および3・2節の結果から, 転位は粘性運動をしていると結論される。

4・2 転位密度の応力依存性

前節で示したように, 式(5)の右辺第1項, 即ち転位密度の応力依存性指数 ( $n_p$ ) は3.5から4である。この値は単相合金で報告されている値<sup>15)</sup>に比べかなり大きい。それゆえ, 以下では転位と析出粒子間の相互作用を考慮した議論を進める。

転位が運動中に感じる内部応力は転位に由来するので, 内部応力と転位密度との間には以下の関係が成立する<sup>8)</sup>。

$$\bar{\tau}_i = \alpha G b \sqrt{\rho} \dots\dots\dots (8)$$

ここに,  $\bar{\tau}_i$ は平均内部せん断応力,  $\alpha$ は内部応力の成因に依存する定数である。本鋼のように固溶強化と析出強化が同時に作用している場合, 両者の変形応力に対する寄与は一般に加算的である。中島ら<sup>16)</sup>はAl-MgおよびAl-Mg-Mn合金の高温変形において, 転位の引きずりによる応力成分 $\bar{\sigma}_e$ と析出強化に基づく応力成分 $\sigma_p^d$ を分離測定し, 低転位密度では次式の単純な加算則が成り立つことを示している。

$$\sigma_a = \frac{\rho_p}{\rho_m} \sigma_i^p + \sigma_i^d + \bar{\sigma}_e \dots\dots\dots (9)$$

ここに,  $\rho_p$ は粒子に引っかかってこれを通過しようとしている転位の密度,  $\sigma_i^d$ は主として転位同士の相互作用に基づく内部応力である。測定された $\bar{\sigma}_i$ は析出物に由来する $\sigma_i^d$ の寄与を含んでいる。いま,  $\sigma_i^p = M \tau_{or}$ , ここで $\tau_{or}$ はオロワン応力,  $\rho_p \approx \rho_m$ と仮定し, 式(8)の $\bar{\tau}_i$ の代わりに $\bar{\tau}_i - \tau_{or}$ を用いると転位同士の相互作用に基づく内部応力と転位密度との関係を調べることができる。転位と析出粒子間の相互作用にはオロワン応力のほかに吸引的相互作用が考えられるが, マルテンサイト中の(Cr, Fe)<sub>2</sub>Nが母相と整合に析出する<sup>17)</sup>こと, およびオロワン応力と吸引的相互作用力の値が大きく変わらないことから, ここでは前者を用いて考察する。

Fig. 7は測定された $\bar{\sigma}_i$ からオロワン応力 $\sigma_{or}$ の寄与を差し引いた値と $(2Bb/M^2) \cdot \rho_m$ との関係である。オロワン応力はTEM写真をもとに葉ら<sup>18)</sup>の方法に準じて評価したもので, その詳細については別報<sup>19)</sup>で述べる。ここで $2Bb/M^2$ は温度が一定の時一定の値であるから, Fig. 7の直線の勾配は転位に由来する内部応力の転位密度依存性を示している。同図から得られた直線群の勾配はN1から順に0.38, 0.45, 0.39および0.55である。これらの値は式(8)から期

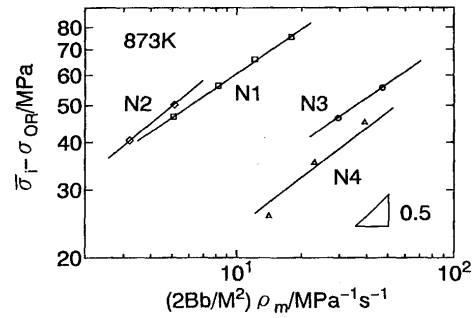


Fig. 7. Relationship between  $\bar{\sigma}_i - \sigma_{or}$  and  $(2Bb/M^2)\rho_m$ .

待される値, 即ち0.5に近い。この事実は, 本鋼の $n_p$ が単相合金の $n_p$ に比して大きい理由が析出相に起因することを示している。

4・3 I-S効果

侵入型固溶原子(I)と化学的親和力の強い置換型固溶原子(S)が共存すると, 拡散が許される高温ではI-S対が形成されると考えられ, これまでに鋼中のI-S対の原子配置がCAM(Central Atoms Model)<sup>19)</sup>やMössbauer分光法<sup>20)</sup>, EXAFS(X線吸収端微細構造観察)<sup>21)</sup>等を用いて詳細に調べられている。それらの研究成果によるとFe-1at.%Cr-0.1at.%C系では773Kにおいて固溶炭素がCr-CやCr-C-Cr対を形成する確率は0.3程度<sup>19)</sup>とされている。また, 門間ら<sup>7)</sup>はFe-0.9%Cr-0.1%NのSnoekピークを測定し, ダブルピークの分離によって固溶窒素中のN-Cr対形成確率を約0.5としている。これらのことから本鋼においても固溶窒素の半数近くがCr-N対を形成していると考えられる。実際, 3・2節で示したように, 応力急変時に瞬間塑性ひずみが生じないこと, 転位速度の有効応力指数がおよそ1であることは転位がI-S対を引きずって運動していることを示唆している。

転位とI-S対との相互作用に関して二つのモデルが提唱されている。一つはI-S対が転位の周りに溶質雰囲気を作り, 転位がこれを粘性的に引きずって運動する, いわゆるI-S効果<sup>7)</sup>であり, 今一つは転位が上昇運動する際にジョグの部分に存在するI-S対がジョグの空孔吸収を妨げる空孔吸収抑制の効果<sup>20)</sup>である。いずれの場合もI-S対の形成数が多いほど転位の平均速度は低くなるので固溶窒素濃度の増加とともに平均転位速度は低下すると考えられる。

Fig. 8は有効応力-準定常ひずみ速度との関係である。ここでは転位密度の影響を除くため, 式(6)を用いて算出した転位密度でひずみ速度を規格化した。図から同じ $\bar{\sigma}_e$ に対して転位のすべりに対する抵抗はN4で最も大きく, N1で小さいことが分かる。この事実も転位がI-S対を引きずりながら運動していることを示す左証である。

4・4 析出および固溶強化の寄与

Table 1および2が示すように, 強制固溶させた窒素の約80%は析出物として存在し, 残りの約20%が固溶窒素と

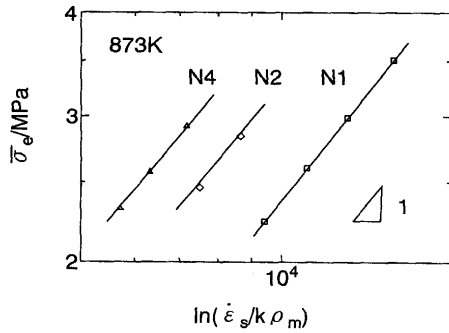


Fig. 8. Effect of soluble nitrogen on steady-state creep rates. Constant  $k = 2Bb/M^2$ .

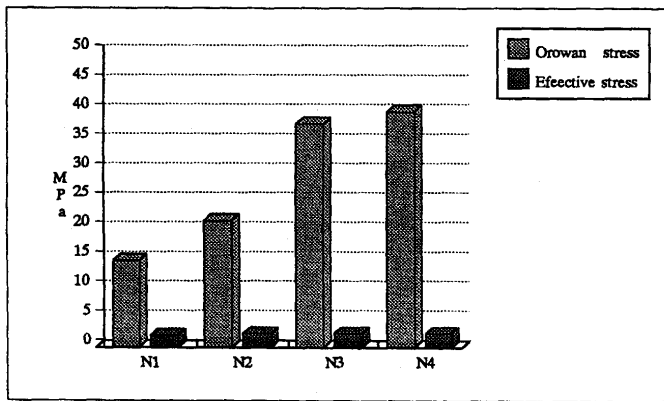


Fig. 9. Orowan stress and effective stress of specimens tested at 873K and 70MPa.

して存在している。この固溶窒素の一部はI-S対を形成して転位の運動速度を支配している。ここでは、強制的に導入した高濃度の窒素がどのような割合で変形応力の成分に寄与しているかを以下に示す。Fig. 9は写真から決定したオロワン応力(詳細は別報<sup>13)</sup>に示す)および3・3節で示した有効応力の大きさを比較したものである。いずれの鋼においても、窒素は析出物として変形応力に大きく寄与し、固溶窒素の寄与は析出物の寄与のおよそ1/7から1/15程度と小さい。しかし、3・1および4・1節で述べたように固溶窒素は転位の運動に大きな影響を及ぼしている。平衡濃度以上に存在する固溶窒素はやがて析出すると考えられるので、時間の経過によって固溶窒素がどのように変化するかを今後検討する必要がある。Fig. 9が示すように固溶窒素の変形応力に対する寄与は小さい。しかし、木村ら<sup>2)</sup>が指摘しているように、析出物はクリープ変形中に粗大化して強度に対する寄与が低下するので、固溶強化の役割が長時間クリープでは相対的に重要度を増してくることも考慮しなければならない。

## 5. 結言

温度873から923K、応力50から100MPaにおいて高窒素9Cr-2Coの高温クリープ挙動を解析した。解析にはstrain dip法および応力急変法を用いて負荷応力を内部応

力と有効応力に分離し、以下の知見を得た。

(1) 定常クリープ中に応力を負荷応力の20%程度まで急変しても瞬間塑性ひずみは生じない。

(2) 平均転位速度はほぼ平均有効応力に比例し、転位が溶質雰囲気を引きずっていることを示唆している。

(3) 同一の平均有効応力で比較すると固溶窒素量の多いほどひずみ速度が低下する。

(4) 負荷応力と平均内部応力に直線関係が成立し、その傾きは873Kで0.95、948Kで0.85程度である。

(5) クロム窒化物による析出強化とI-S効果による固溶強化の割合を平均有効応力/オロワン応力の比として表すと873K、70MPaで約1/7~1/15である。

(6) 転位密度の応力依存性指数は3.5から4.0になる。この高い応力指数は内部応力が転位同士の相互作用の他に析出物からの寄与があるため、後者の寄与を差し引くと応力指数は1.8から2.6程度になる。この値は単相合金において転位同士の相互作用に由来する値に近い。

終わりに当たり、試料の化学分析は新日本製鐵(株)のご好意により行なわれたことを記し、感謝の意を表します。また本研究費の一部は平成8年度文部省科学研究費の基盤研究(C)および鉄鋼研究振興資金(日本鉄鋼協会)の研究助成金によって賄われたことを記録し、深甚の謝意を表します。

## 文 献

- 1) 増山不二光：第133回西山記念技術講座，日本鉄鋼協会編，(1990)，112.
- 2) 木村一弘，九島秀昭，八木晃一，田中千秋：日本金属学会誌，**81** (1995)，757.
- 3) Y. Tsuchida, K. Okamoto and Y. Tokunaga: ISIJ Int., **35** (1995)，309.
- 4) F. Masuyama and M. Ohgami: Proc. of JIMS-7, Nagoya, (1993)，325.
- 5) 伊勢田敦朗，寺西洋志，増山不二光：鉄と鋼，**76** (1990)，1076.
- 6) 本吉 卓，佐藤裕之，及川 洪：日本金属学会誌，**57** (1993)，890.
- 7) 門間改三，須藤 一：日本金属学会誌，**30** (1996)，558.
- 8) 吉永日出男，松尾 悟，栗下裕明：日本金属学会誌，**48** (1984)，35.
- 9) 辛島誠一：鉄と鋼，**65** (1979)，820.
- 10) 例えば，H. Oikawa, K. Sugawara and S. Karashima: Trans. JIM, **19** (1978)，611.
- 11) B. Bergman: Scand. J. Metall., **4** (1975)，109.
- 12) F. Dobeš: Acta Met., **28** (1980)，377.
- 13) K. Hara and T. Endo: ISIJ Int., **37** (1997) 2 掲載予定
- 14) J. Čadek: 日本金属学会会報，**26** (1987)，404.
- 15) S. Takeuchi and A. S. Argon: Journal of Mat. Sci., **11** (1976)，1542.
- 16) 中島英治，岩崎浩司，後藤正治，吉永日出男：日本金属学会誌，**52** (1988)，180.
- 17) A. Gocmen, R. Steins, C. Sohlethaler, P. J. Uggowitzer and M. O. Speidel: Proc. 4th Int. Conf. on High Nitrogen Steels, Kyoto, (1995) September, 8.
- 18) 葉 英華，中島英治，栗下裕明，後藤正治，吉永日出男：日本金属学会誌，**52** (1988)，1246.
- 19) 小野寺秀博，阿部太一，大沼正人，木村一弘，藤田充苗，田中千秋：鉄と鋼，**81** (1995)，821.
- 20) 小田克郎，藤村浩志，井野博満：日本金属学会誌，**57** (1993)，7.
- 21) 潮田浩作，W. B. Hutchinson: 日本鉄鋼協会底炭素鋼鉄研究委員会報告書，(1987)，64.