

フェライト単相鋼の高温クリープ変形に及ぼす 固溶Mo, W及び析出炭窒化物の効果

角屋 好邦*・志水 悦郎*

Effect of Solute Mo, W and Dispersoid carbonitride on High Temperature Creep of Ferritic Steels

Yoshikuni KADOYA and Etsuo SHIMIZU

Synopsis : The creep behaviour of alpha iron and its solid-solution Fe–Mo and/or W alloys and Fe–Mo and/or W with MX alloys was investigated at temperature of 600°C ($0.48T_m$, T_m : the melting temperature) under stress of 30 to 120 MPa. The results showed that the creep curves of these alloys were similar to those observed for ferritic steels. The minimum creep rate of $\dot{\epsilon}_{\min}$ for solid-solution Fe–Mo and/or W alloys was three orders of magnitude lower than $\dot{\epsilon}_{\min}$ in alpha iron. Also $\dot{\epsilon}_{\min}$ for Fe–Mo and/or W with MX alloys was five orders of magnitude lower than $\dot{\epsilon}_{\min}$ in alpha iron. By the dispersed MX particles the stress exponent of n , increased to 11, while it was 7 in alpha iron. The observed substructure revealed that sub-boundaries with well-knitted dislocations were always formed and the subgrain size in steady state was inversely proportional to the applied stress. The subgrain size and the dislocation density within subgrains during creep decreased unequivocally with strain, while the misorientation of subgrains increased with strain. The rate of refinement for the subgrains of these alloys, however, was dependent on the solute Mo and W, its concentration and the dispersed MX particles. It is suggested that creep of these alloys is controlled by the mobility of dislocations in the subgrains and sub-boundaries under the present experimental condition, though the subgrains are refined due to creep.

Key words: solution hardening; dispersion hardening; high temperature creep; alpha iron; dislocation mobility; subgrain; sub-boundary.

1. 緒言

火力発電プラントの高温高圧化に対応するために、高強度フェライト系耐熱鋼の開発およびその評価が活発に行われている。これらフェライト系耐熱鋼の多くはマルテンサイト組織であり、焼戻しままの状態でもマルテンサイトラス組織の中に微細な析出物と高密度の転位組織を含み、かつ固溶元素であるMoやWを含有している。そのため、これら材料は長時間使用中に転位組織の回復および炭化物の粗大化に加えてLaves相 $Fe_2(Mo, W)$ が析出して来る複雑な組織因子を持ち、このような転位組織および析出物の挙動は、特にクリープ変形に影響を与える重要な金属組織因子のひとつと考えられる。

著者らは¹⁻⁴⁾、最近の関心事のひとつである長時間側の温度依存性を有するクリープ強度低下現象の解明を目的とする一連の研究を行い、これまで実用12%Cr鋼を対象とした変形機構領域図およびクリープ変形中の析出物および転位組織を系統的に調べ、それら組織変化に対応したクリープのモデリングを試みることにより、各組織因子の役割を明確にしてきている。すなわち、上述した長時間側でのクリープ強度低下現象は、いわゆる変形機構領域図の高温低応力域における転位クリープから拡散クリープに変わ

る現象とは異なり、あくまでも転位クリープを前提とするクリープ変形機構条件下で起こる現象であることを指摘し、種々の析出物および転位組織の変化が重畳する中で、特に、Laves相の析出による固溶量低下が主たる要因と結論づけた。これより、このクリープ破断寿命低下に対応する加速クリープ域におけるクリープ速度の著しい増加はMoおよびWの固溶量低下による転位の易動度の増加に起因する固溶元素枯渇モデルを提案した⁴⁾。

一方、長時間の寿命推定に必要なクリープのモデリングの観点からは各組織因子を定量的に評価し、かつそれら関係をモデリングの中に取り入れることが重要であるが、上述したように実用12%Cr鋼の組織因子は非常に複雑なことから個々の組織因子の定量化が十分になされているとは言い難いのが現状である。しかも、上述した固溶元素枯渇モデルを支持する場合には、クリープのモデリングの組織因子の中でも固溶元素量と固溶強化量との関係を明確にしておく必要がある。そこで、実用12%Cr鋼の焼戻しままの状態およびクリープ強度低下現象が現れる2万時間以上の長時間クリープ試験後の固溶量の変化範囲を網羅するモデル合金をフェライト単相鋼及びマルテンサイト組織鋼で作製し、それらモデル合金の固溶元素量と固溶強化量との関係を系統的に求める一連の研究に着手した。

Table 1. Chemical composition and heat treatment of model alloys studied.

Steels	(mass %)					Heat treatment	Grain size (μm)
	C	Mo	W	V	Nb		
FE	0.001	-	-	-	-	N: 1000 °C	300~400
MH	0.001	1.20	-	-	-		
MM	0.001	0.86	-	-	-		
ML	0.001	0.51	-	-	-		
MWH	0.001	0.34	1.63	-	-		
MWM	0.001	0.24	1.17	-	-		
MWL	0.001	0.15	0.70	-	-		
WH	0.001	-	2.27	-	-		
WM	0.001	-	1.63	-	-		
WL	0.001	-	0.93	-	-		
PO	0.06	-	-	0.2	0.08	N: 1000 °C T: 750 °C-0.5h	30
PSM	0.06	0.51	-	0.2	0.08		
PSW	0.06	0.15	0.70	0.2	0.08		

本研究では、固溶強化と析出強化の因子を抽出した種々のフェライト単相鋼を作製し、固溶Mo, Wおよび析出MXがフェライト鋼のクリープ変形に及ぼす効果について検討した結果について述べる。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材の化学組成、熱処理および結晶粒径を Table 1 に示す。これらはいずれも真空溶解装置にて溶解(25 kg)されたものであり、熱処理として1000°C焼ならしが施されている。このうち、析出強化用のモデル合金(Pシリーズ)については、焼ならし後750°C-0.5hの焼戻しを実施した。供試材の内訳は、純鉄(Fe)を基準にして固溶強化モデル合金として実用12%Cr鋼の時間に伴う固溶量の変化範囲²⁾を網羅させてフェライト単相にMoを添加したものの3種類(MH, MM, ML), MoとWを添加したものの3種類(MWH, MWM, MWL), Wを添加したものの3種類(WH, WM, WL)であり、析出強化モデル合金としてVとNbを添加したものの1種類(PO), V, NbおよびMoを添加したものの1種類(PSM), V, Nb, MoおよびWを添加したものの1種類(PSW)である。なお、固溶強化モデル合金については、Table 1に示した添加量がすべて固溶していることおよび析出強化モデル合金については、フェライト単相の中に40 nm程度のMXが微細に析出していることを透過電子顕微鏡を用いた薄膜観察により確認した。また、MXは、抽出レプリカを用いたEDX分析結果から(Nb, V)(N, C)と推定された。

2.2 実験方法

クリープ試験条件は、温度：600°C、応力：30~120 MPaとした。このうち、温度条件については、これまでの実用12%Cr鋼のクリープ試験温度²⁾にあわせた。さらに、クリープ変形中に生じる下部組織変化を観察するために、クリープ中断試験片を作製した。固溶強化モデル合金のクリープ条件は600°C-60 MPaとし、析出強化モデル合金のクリープ条件は120 MPaとした。これら中断試験片については負荷ままArガスを吹きつけることによりクリープ試

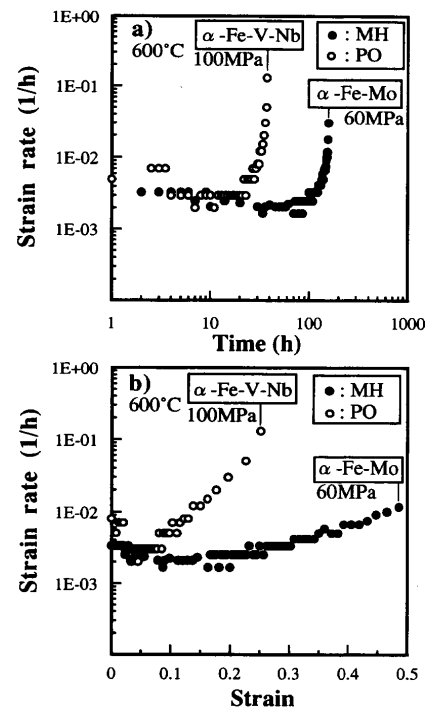


Fig. 1. Creep curves for model alloys: (a) strain rate versus time; (b) strain rate versus strain.

験を停止した。なお、試験片は、直径4 mmでJIS Z 2271に準拠した標点距離20 mmの平滑クリープ試験片を用いてAr雰囲気中で試験した。

転位組織観察には細束X線回折⁵⁾および透過電子顕微鏡による直接観察法を用いた。前者は、クリープ試験片の標点間部を電解研磨後、背面反射ラウエ法で回折斑点を得た。X線としては、CrK α 線を用い、回折面は(211)面とした。回折斑点の解析により、サブグレインの全方位差を求めた。さらに、個々のサブグレイン同士の方位差の測定は、比較的多数の微細結晶粒の方位の測定が可能なSEM-EBSP法⁶⁾の適用を試みた。一方、後者は、クリープ試験片の標点間部から薄膜を作製し、電解研磨後透過観察を行い、サブグレインサイズおよびサブグレイン内の転位密度を線分析法⁷⁾を用いて計測した。

3. 実験結果

3.1 クリープ特性

600°C-40~120 MPaでのクリープ試験における代表的な固溶強化モデル合金と析出強化モデル合金のクリープ速度-時間曲線およびクリープ速度-ひずみ曲線を Fig. 1 に示す。図からわかるように、いずれの場合もクリープ速度は、負荷直後から減少し、最小値を示した後、増加しながら破断に至る。その場合の最小クリープ速度を示すひずみ量は、固溶強化モデル合金の場合は約15%であり、析出強化モデル合金の場合は約5%である。また、破断ひずみは、いずれの場合も約50%であり、実用12%Cr鋼の20%程度に

比べて大きい値を示す。なお、本研究で実施したモデル合金のクリープ曲線に観察された高ひずみ側でのひずみ速度の増加は、主に試験片の有効断面積の減少に寄因している。

モデル合金の最小クリープ速度と負荷応力との関係を Fig. 2 に示す。固溶強化のみのモデル合金の最小クリープ速度は、基準モデル鋼の純鉄のそれに比べて3桁小さく、さらに析出強化のみのモデル合金の場合は、純鉄のそれに比べて5桁程度小さくなり、MXの析出強化によるクリープ抵抗の増加が著しいことが認められた。また、この場合

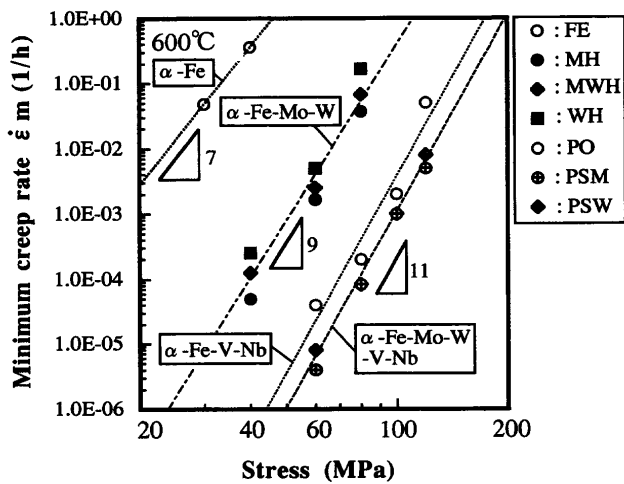


Fig. 2. Stress dependences of minimum creep rate for model alloys.

の応力指数も、 $n=7$ から $n=11$ となり、析出強化の効果が現れている。一方、これらの著しいクリープ抵抗の増加に対して、MXの析出強化をベースにして固溶強化を加えたモデル合金の最小クリープ速度は2倍程度の低下が認められた。

3・2 クリープ変形中に生じる下部組織変化

モデル合金のクリープ破断試験片の代表的な薄膜観察結果を Fig. 3 および Fig. 4 に示す。なお、これら薄膜観察写真の詳細は別報³⁾した。いずれの試料においてもサブグレイン組織の形成が認められ、サブバウンダリーおよびサブグレイン内の転位鋼も観察された。また、Fig. 4 に示すようにMX炭化物を析出させた析出強化モデル合金の場合には、各転位セグメントは端部をMX粒子により止められている場合が多く、MX粒子が転位の運動に対する有効な障害となっていることがわかる。これより、各試料とも3視野の写真を用いてサブグレインサイズを計測し、負荷応力で整理した結果を Fig. 5 に示す。図には、本研究と同じ鋼種であるフェライト単相鋼の500~800°Cのねじり試験片の観察結果から計測したGloverら⁸⁾のデータを比較のために併記した。図からわかるように、観察されたサブグレインサイズはマルテンサイト組織の場合¹⁾と同様に負荷応力で整理できることが確認された。また、本研究の結果は、Gloverらの結果ともよく対応することが認められた。

次に、クリープ中断試験片の薄膜観察結果からは、クリープの初期の遷移クリープの段階から既にサブグレイン

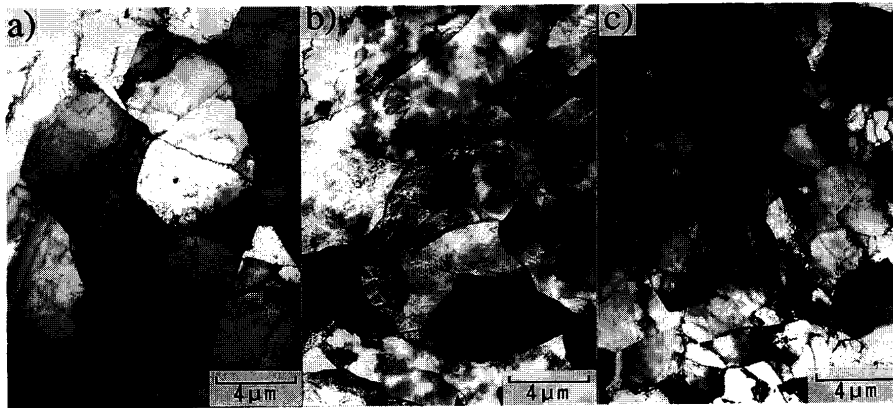


Fig. 3. Transmission Electron Micrograph of ML (0.51Mo) model alloy:
(a) 600°C-40 MPa;
(b) 600°C-60 MPa;
(c) 600°C-80 MPa.

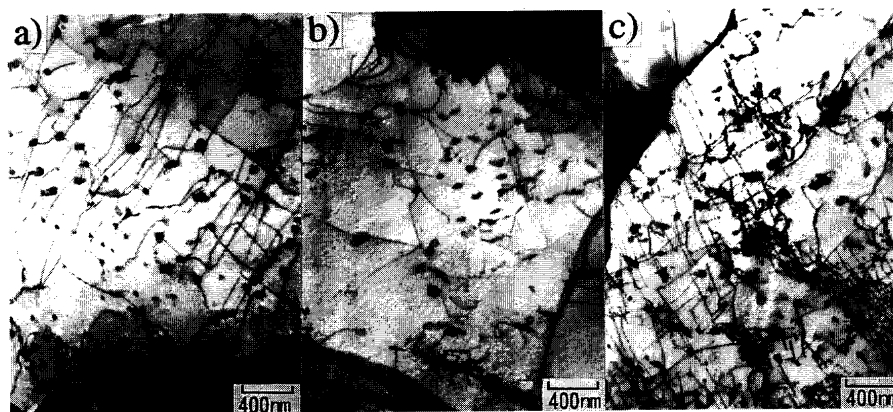


Fig. 4. Transmission Electron Micrograph of PSM (0.51Mo-V-Nb) model alloy:
(a) 600°C-80 MPa;
(b) 600°C-100 MPa;
(c) 600°C-120 MPa.

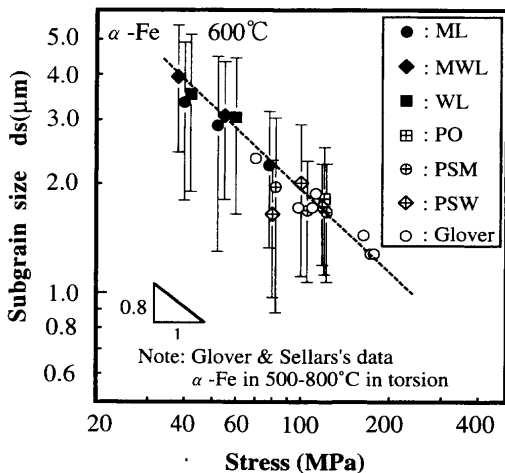


Fig. 5. Subgrain size versus stress for model alloys.

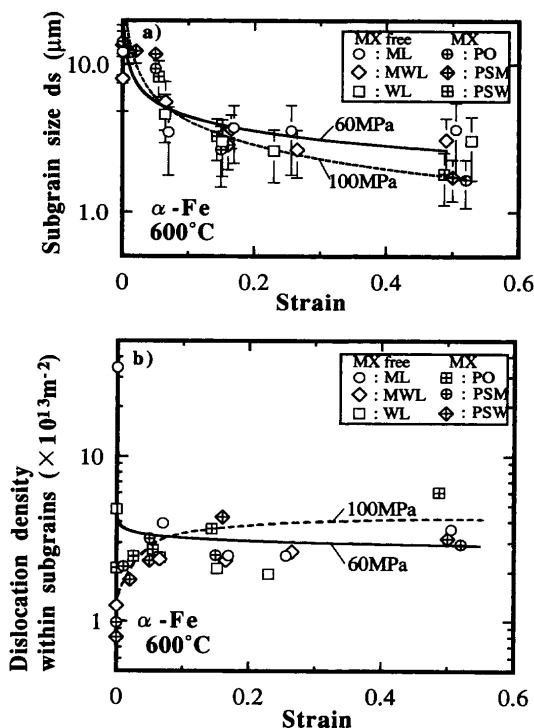


Fig. 6. Evolution of dislocation structure during creep for model alloys: (a) subgrain size versus strain; (b) dislocation density within subgrains versus strain.

の形成が認められ、クリープの進行とともにサブグレインの微細化が進んでいる様子が観察された。これらのサブグレインサイズを計測し、中断時のクリープひずみで整理した結果を Fig. 6(a) に示す。この図で、白ぬき符号が固溶強化のみのモデル合金のデータ、十字符号が固溶強化+析出強化のモデル合金のデータにそれぞれ対応している。この図からわかるように、いずれのモデル合金の場合も、クリープひずみの増加とともにサブグレインサイズは定常値に近づくように低下することが認められた。このように、フェライト単相組織の場合には、マルテンサイト組織の場合¹⁾と異なりサブグレインが微細化して定常状態のサブグレインサイズとなる。

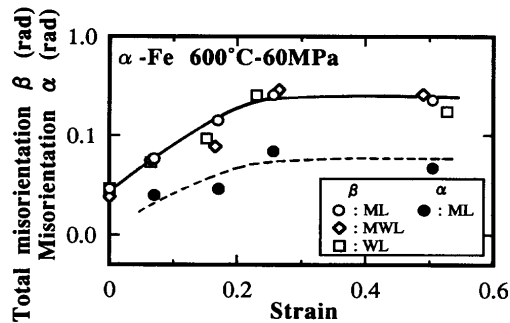


Fig. 7. Total misorientation (β) and misorientation (α) as a function of strain during creep for model alloys.

さらに、Fig. 4 に示したようにサブグレイン内の転位組織に注目して、それらの転位密度を計測し Fig. 6(a) と同様に整理した結果を Fig. 6(b) に示す。固溶強化のみのモデル合金の焼ならしのままの転位密度は、 10^{14} m^{-2} 程度、固溶強化+析出強化のモデル合金の焼戻しのままの転位密度は、 10^{13} m^{-2} 程度であり、この種フェライト単相組織の転位密度として通常値である。この図からわかるように、初期状態の転位密度の大小にかかわらずいずれのモデル合金の場合も、クリープひずみの増加とともにサブグレイン内の転位密度は、定常値に漸次近づいてくることが認められる。特に、サブグレイン内の転位密度の変化は、最小クリープ速度を示す段階（遷移クリープ）までの範囲で顕著であり、その後の領域（定常クリープ相当領域）では転位密度は定常値 ($2 \sim 4 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$) を維持していることが認められた。

一方、クリープ中断試験片の細束 X 線回折写真の回折弧の広がりからサブグレインの全方位差 (β) を求めてクリープひずみで整理した結果を Fig. 7 に示す。この図からわかるように、サブグレインの全方位差 (β) はクリープひずみの増加とともに単調増加し、最小クリープ速度を示した後の領域（定常クリープ相当領域）まで増加し、ひずみ量で約 25% を超える領域で飽和しその後はほとんど変化しないことが認められる。なお、析出強化モデル合金は、結晶粒径が細かいために本手法による回折弧は得られなかった。

さらに、SEM-EBSP 法を用いて計測したサブグレイン同士の方角差 (α) を黒丸符号で Fig. 7 に併記して示すが、上述のサブグレインの全方位差 (β) と同じ傾向を示す。また、サブグレイン同士の方角差 (α) は最大でも 4 度程度であることから、従来から言われているようにサブバウンダリーは小傾角境界（15 度以下）の特徴を有していることが確認された。

4. 考察

4.1 最小クリープ速度の応力依存性

本研究のモデル合金の最小クリープ速度と負荷応力の関係から応力指数 n を求めると、Fig. 2 に示したように基準

Table 2. Stress exponent, n , as measured during creep for alpha iron and Fe-Mo and/or W alloys.

Composition (at.%)	Stress range (MPa)	Temperature (°C)	Stress exponent n	Note
Fe	30-40	600	7	Present work
- 0.5Mo	40-80	600	9	
- 0.5W	40-80	600	9	
- 0.5Mo/W	40-80	600	9	
Fe	20-40	595	7.2	Ref(10) Cadek et al.
Fe	28-37	682	7~8	Ref(11) Fuchs et al.
Fe	34-40	605	6.9	Ref(12) Ishida et al.
Fe	14-40	600	6.7	Ref(13) Karashima et al.
Fe	24-38	584	11.5	Ref(14) Lawley et al.

モデル鋼の純鉄の場合は $n=7$ 、固溶強化のみのモデル合金の場合は $n=9$ 、析出強化モデル合金の場合は $n=11$ となる。一般に、 n の値は合金組成およびクリープ試験条件にも依存するが、融点で規格化された温度 T/T_m が0.5以上の場合には、多くの純金属では $n \approx 5$ となることが知られており、実際に純鉄の $0.5T_m$ 以上において応力依存性を検討した例として、Watanabeら⁹⁾の報告がある。それによると $0.5T_m$ 以上の 800°C でのクリープ条件下の応力指数は $n=4.6$ と報告されている。しかしながら、彼らの報告の中にもあるように $\log \dot{\epsilon}_s - \log \sigma$ 線図上において同一温度で変形していても n は試験応力に対して一定とはならず、しかも $0.5T_m$ 以上の温度領域と本研究の場合のような $0.5T_m$ 以下の温度領域ではその応力依存性の傾向が異なっている⁹⁾。Table 2は純鉄に関して本研究と温度条件が類似している $0.5T_m$ 以下のクリープ試験条件で調べられた文献データ¹⁰⁻¹⁴⁾をまとめたものである。本研究のクリープ試験条件下で得られた $n=7$ の値は、Table 2にまとめたようにこれまでに報告されている n の値にほぼ等しい。これより、 $0.5T_m$ 以下の低温では転位芯拡散が格子拡散よりも優勢になり、クリープ変形は転位芯拡散による回復に律速されるために、結果的に応力指数 n は $(n+2) \approx 7$ となるものと考えられる。

4.2 転位下部組織の特徴

これまで、転位下部組織は、主に内部応力との関係を説明するために研究されてきている。それら知見によると内部応力の起源としては、1) サブグレイン内部の転位間の相互作用¹⁵⁾、2) サブバウンダリーの張り出し¹⁶⁾に分類して議論されているが、そのいずれかはいまだに明確ではない。ここでは、フェライト単相組織に観察されたサブグレインとサブバウンダリーに注目して、フェライト単相鋼で検討したOrlovaらのデータ¹⁷⁾と比較検討しながら、転位下部組織の特徴について述べる。

まず、定常状態のサブグレインサイズは、前報¹⁾のマルテンサイト組織の場合および本研究のフェライト単相組織いずれの場合も負荷応力で整理できることが確認された。但し、マルテンサイト組織のサブグレインは微細な状態から粗大化して定常状態となるのに対して、フェライト単相

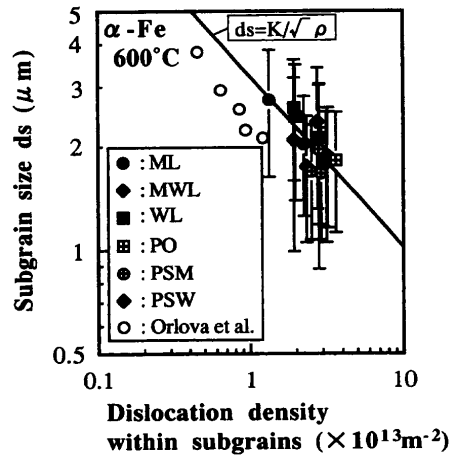


Fig. 8. Relation between subgrain size and dislocation density within subgrains for model alloys.

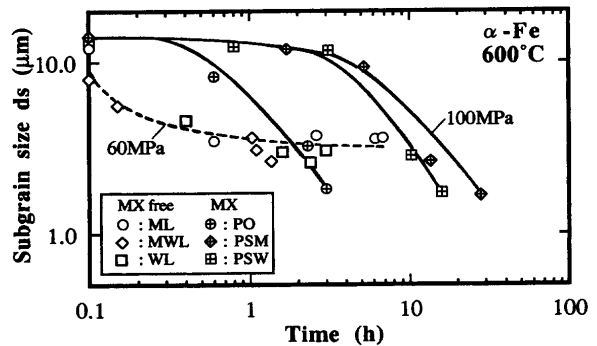


Fig. 9. Subgrain size as a function of time during creep for model alloys.

組織のサブグレインは粗大な状態から微細化して定常状態となる点異なる。また、このサブグレインサイズは、サブグレイン内の転位密度とも関係づけられる。その結果をFig. 8に示すが、 $ds = K/\sqrt{\rho}$ の関係¹⁷⁾で表示できる。従って、Fig. 6(b)に示したサブグレイン内の転位密度は、ひずみとともに漸次負荷応力に対応した定常値に近づいていることになる。

次に、Fig. 7に示したようにサブグレインの方位差(α)は、クリープひずみとともに増加し、最小クリープ速度を示した後のひずみ量で約25%を超える領域で飽和する傾向にある。このサブグレインの方位のずれによる転位の壁(転位の密度が高く不規則な配列を有す)とも言えるサブバウンダリーは転位の運動に対して障害となりうることから、Fig. 7に示した挙動は、遷移クリープ域の内部応力の増加に対応するものと考えられる。これに対して、加速クリープ域の定常状態(転位の比較的高い密度および規則的な配列を有す)とも言えるサブバウンダリーの役割については、回復における転位の消滅の場として重要な働きをするものと考えられる。しかも、これら転位下部組織の挙動は、力学的パラメータの応力およびひずみで統一的に整理可能である。しかしながら、Fig. 6(a)の関係を時間で整理するとFig. 9のようになり、サブグレインサイズは、時間で整理

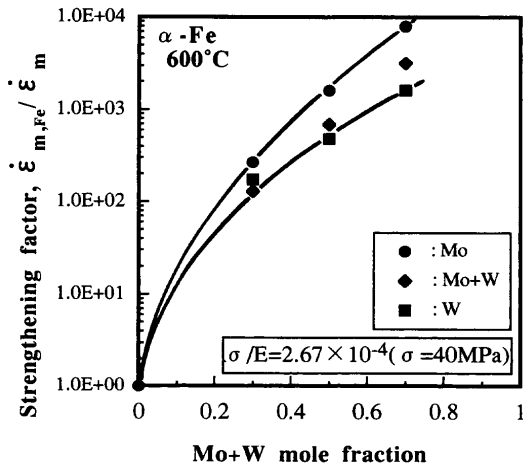


Fig. 10. Strengthening factor as a function of solute Mo and W mole fraction.

すると固溶Mo, Wおよび析出MXの効果に依存することになる。このことから、クリープ速度はサブグレイン内およびサブバウンダリー上の転位の易動度が律速していることが示唆される。なお、本供試材の高温における転位の易動度については、寺田ら¹⁸⁾により超高压透過電顕を用いたその場観察が検討されている。

4・3 固溶強化による寄与

前章で述べたように固溶強化のみのモデル合金の最小クリープ速度は、基準モデル鋼の純鉄のそれに比べて3桁小さく、クリープ抵抗の明らかな増加が認められた。基準モデル鋼の純鉄の最小クリープ速度 $\dot{\epsilon}_{m,Fe}$ を基準にして、固溶量の異なるモデル合金の最小クリープ速度 $\dot{\epsilon}_m$ で除して規格化した値を固溶強化量 $\dot{\epsilon}_{m,Fe}/\dot{\epsilon}_m$ と定義し、この量と固溶元素添加量との関係をFig.10に示す。図からわかるように、固溶元素添加量は原子%で0.3, 0.5, 0.7であるが、MoおよびWの固溶元素の添加量に応じて固溶強化量が著しく増加する傾向が認められる。なお、MoおよびWの固溶元素の種類の差を詳細にみると、Mo単独添加の方がW単独添加に比べて固溶強化量は大きい傾向が認められる。この原因は不明であるが、阿部らが報告¹⁹⁾しているようにM-X原子対の影響があるとすれば、MoとWでその効果が異なることによる原因も可能性として考えられる。

さらに、一部の固溶強化モデル合金については $\sigma/E=2.67 \times 10^{-4}$ ($\sigma=40$ MPa)の応力条件で600°C, 650°Cおよび700°Cでクリープ試験を行い、最小クリープ速度と $1/T$ との関係から各合金のクリープのみかけの活性化エネルギー Q_C を求めた。その結果をまとめてTable 3に示す。また、Table 3には、純鉄のキュリー温度以下でかつ本研究の試験条件に対応した $0.48T_m$ (T_m : 融点) 近傍で実測された文献データ¹¹⁻¹⁴⁾を併記した。本研究で実測した基準モデル鋼の純鉄の $Q_C=300$ kJ/molは、Ishidaら¹²⁾およびLowleyら¹⁴⁾のデータとよく対応している。さらに、本研究で得られたそれぞれの Q_C の値から基準モデル鋼の純鉄の場合の活性化

Table 3. Apparent activation energies, Q_C , as measured during creep for alpha iron and Fe-Mo and/or W alloys.

Composition (at.%)	Stress range (MPa)	Temperature (°C)	Activation energy Q_C (kJ/mol)	Note
Fe	38-40	600-700	300	Present work
- 0.5Mo	38-40	600-700	399	
- 0.5W	38-40	600-700	387	
- 0.5Mo/W	38-40	600-700	391	
Fe	35	595-695	360	Ref(10) Cadek et al.
Fe-4Mo	38	600-630	387	Ref(11) Fuchs et al.
Fe	35	533-648	290	Ref(12) Ishida et al.
Fe	14	600-770	338	Ref(13) Karashima et al.
Fe	30	581	305	Ref(14) Lawley et al.

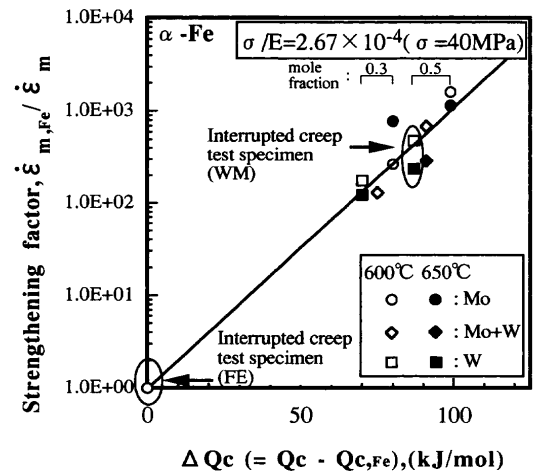


Fig. 11. Relation between strengthening factor and ΔQ_C for model alloys.

エネルギー $Q_{C,Fe}$ との差をとり、固溶元素添加による活性化エネルギーの増加量 $\Delta Q_C (=Q_C - Q_{C,Fe})$ を求め、求めた ΔQ_C と600および650°Cにおける固溶強化量 $\dot{\epsilon}_{m,Fe}/\dot{\epsilon}_m$ との関係をFig.11に示す。この図から固溶強化量はクリープのみかけの活性化エネルギーの増加量 ΔQ_C とよく対応することがわかる。この固溶強化された合金ほど Q_C が大きくなる理由のひとつとして、固溶強化された合金の内部応力の温度依存性が基準モデル鋼の純鉄の場合に比べて大きくなることが考えられる。さらに、内部応力の温度依存性が大きくなることは、転位下部組織の温度依存性も大きくなることを示唆するが、これまで一定応力においてはサブグレインサイズおよび転位密度などの転位下部組織の温度依存性はほとんどないと考えられてきている²⁰⁾。そこで、Fig.11の中に矢印で示した基準モデル鋼の純鉄(Fe)および固溶モデル合金(WM)の600および650°Cにおける試験条件下で最小クリープ速度を示す時点で停止した試験片の転位組織を詳細に観察した。600°Cにおける両モデル合金の透過電子顕微鏡写真を比較してFig.12に示す。両鋼においてサブグレインサイズおよびサブグレイン内の転位密度はともにほぼ同等であり差のないことが観察された。また、ラウエ法で求めた β も同等であり、Fig. 7の曲線上に乗る

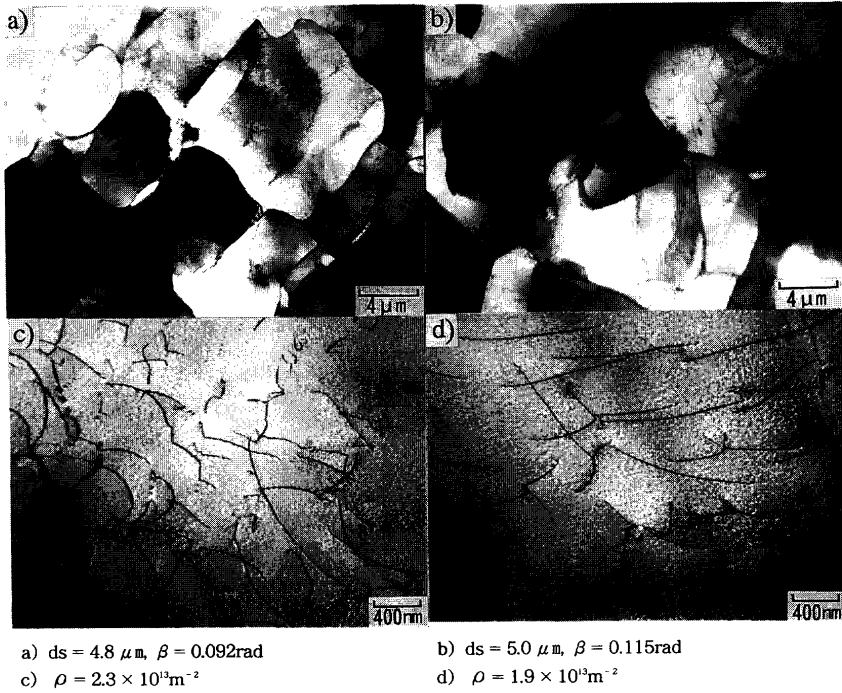


Fig. 12. Transmission Electron Micrograph of the minimum creep state at 600°C-40 MPa for model alloys; (a) and (c), FE (iron); (b) and (d), MW (1.63W).

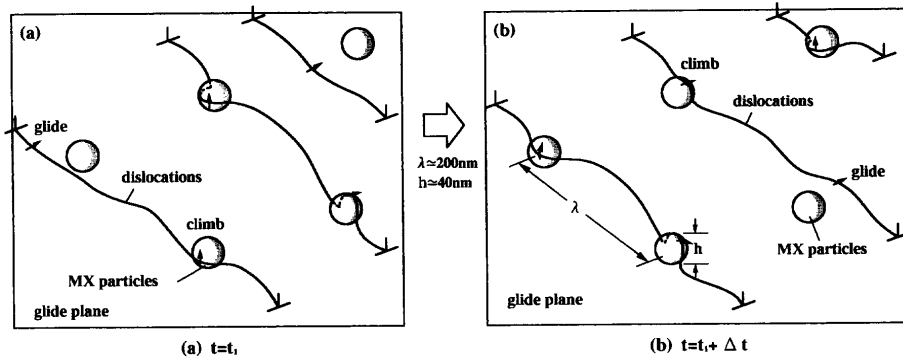


Fig 13. Schematic representation of climbing model of dislocations for MX particles.

ことが確認された。また、650°Cの場合も同様であり、試験温度の違いによる特別な差は認められなかった。ここで内部応力 σ_i は次式のようにサブグレイン内の転位密度 ρ とサブグレインの方位差 β との和で表示し得ると考える。

$$\sigma_i = \alpha' M G b \sqrt{\rho} + \sigma_{sb}(\beta) \dots \dots \dots (1)$$

ここで、 α' : 定数、 M : テーラ因子、 G : 剛性率、 b : バーガースベクトルである。今回の場合は、試験温度のちがいによる相異もなく、しかも固溶強化の有無にかかわらず両者間の ρ および β に差が認められないことから、内部応力 σ_i もまた差が生じないことになり、固溶強化された合金の Q_c の増加理由を内部応力の概念でうまく説明することはできない。

4・4 固溶強化と析出分散強化による寄与

次に、3・1のクリープ特性で述べたように固溶強化モデル合金および析出強化モデル合金のそれぞれの単独でのクリープ抵抗は著しく増加し、特にMXの析出強化による効果が大きいことが認められた。しかしながら、それぞれ単独の効果としては著しいクリープ抵抗の増加があるのに対

して、MXの析出強化をベースにして固溶強化を加えた複合モデル合金のクリープ抵抗は2倍程度増加することが認められた。一般に、固溶強化と析出分散強化の二つの機構が共存する合金の高温変形においては、転位は固溶強化の効果を受けるとともに、すべり面上に存在する析出分散粒子によってもその運動を妨げられるであろう。これまで、それぞれの単独の強化機構については数多くの研究がなされ詳細な部分まで明らかにされてきている²¹⁻²³⁾。しかしながら、二つの強化機構が共存した場合に合金の強度はそれぞれの強化が加算されたものになるのか、あるいはいずれか一方の機構がより支配的になるものかについては合金の種類および転位組織のちがいなどを考慮する必要があり統一的な見解を得ることが難しいのが現状である²³⁾。本研究のフェライト単相鋼のクリープ変形の場合は、Fig. 2に示した通り固溶強化とMXによる析出強化の単純な加算則は成立せず、後者の析出強化の機構がより支配的になることが実験的に確認された。これはFig.13に示すMX粒子律速モデルのように解釈される。まず、二つの強化機構が共存する場合の変形応力は次式のように二つの内部応力成分す

なわち転位に起因する成分 σ_p と析出分散粒子に起因する成分 σ_p により与えられるとする。

$$\sigma_i = \sigma_p + \sigma_p \dots \dots \dots (2)$$

ここで、 $\sigma_p = \alpha' M G b \sqrt{\rho} + \sigma_{sb}(\beta)$, $\sigma_p = \alpha'' M G b / \lambda$ で表されるところとする。なお、(1)式に用いた表示以外の α' は定数、 λ は粒子間隔である。

今回の場合のMXによる析出強化の効果としては $\sigma_p > \sigma_p$ となり、結果的に内部応力 σ_i が変形応力の大部分を占めることになる。しかもこの場合は回復(転位の上昇運動)により律速されているものと考えられる。また、転位運動は図に示したように一本の転位のセグメントがすべり運動と上昇運動を同時平行的に進行するモデルを考えている。従って、このような場合にはMXによる析出分散強化が律速過程となり、それに重畳する固溶強化の効果としては、転位の粘性的なすべり運動の抑制として効くのではなく転位がMX粒子を上昇運動して通過してゆく際の上昇運動を妨げる効果として働くものと推論される。なお、ここでは転位とMX粒子の弾性的相互作用は斥力型のオローワン機構を前提とするが、引力型の機構²²⁾についての検討ならびにSandstromの式²⁴⁾を基本にした転位の上昇速度の見積り検討などが今後必要と考える。また、Fig.13のMX粒子律速モデルは実用12%Cr鋼のマルテンサイト組織の場合にも適用可能と考える。

5. 結言

フェライト鋼の強化機構に関する組織因子を明確にすることを目的として、固溶強化と析出強化の因子を抽出した種々のフェライト単相鋼を作製し、固溶Mo, Wおよび析出MXがフェライト鋼のクリープ変形に及ぼす効果について検討して次の結論を得た。

(1) いずれの場合もクリープ速度は、負荷直後から減少し、最小値を示した後、増加しながら破断に至る。その場合の最小クリープ速度を示すひずみ量は、固溶強化モデル合金の場合は約15%であり、析出強化モデル合金の場合は約5%である。また、破断ひずみは、いずれの場合も約50%であり、実用12%Cr鋼の20%程度に比べて大きい値を示す。

(2) 固溶強化のみのモデル合金の最小クリープ速度は、基準モデル鋼の純鉄のそれに比べて3桁小さく、さらに析出強化のみのモデル合金の場合は、純鉄のそれに比べて5桁程度小さくなり、MXの析出強化によるクリープ抵抗の増加が著しい。また、この場合のクリープ指数も、 $n=7$ から $n=11$ となり、析出強化の効果が現れている。一方、これらの著しいクリープ抵抗の増加に対して、MXの析出強化をベースにして固溶強化を加えたモデル合金のクリープ抵抗は2倍程度増加する。すなわち、フェライト単

相鋼のクリープ変形は固溶強化とMXによる析出強化の単純な加算則は成立せず、後者の析出強化の機構がより支配的になる。

(3) いずれのフェライト単相組織においてもクリープによるサブグレインの形成が認められ、サブバウンダリーおよびサブグレイン内の転位も観察された。さらに、定常状態のサブグレインサイズは負荷応力に反比例する。但し、マルテンサイト組織の場合と異なり、フェライト単相組織の場合は、サブグレインが微細化して定常状態のサブグレインサイズとなる。これら転位下部組織の挙動は、力学的パラメータの応力およびひずみで統一的に整理可能である。

(4) (3)項の転位下部組織の挙動は、時間で整理すると固溶Mo, Wおよび析出MXの効果に依存し、クリープ変形は、サブグレイン内およびサブバウンダリー上の転位の易動度が律速していることが示唆される。

終りに、本研究を遂行するにあたり貴重な助言を頂きました九州大学中島英治助教授に感謝の意を表します。

文 献

- 1) Y.Kadoya: *Rep. 123rd Committee on Heat-resisting Mater. and Alloy*, **39** (1998), 347.
- 2) Y.Kadoya, B.F.Dyson and M.McLean: *Mater. for Adv. Power Eng. 1998*, ed. by J. Lecomte-Beckers et al., Forschungszentrum Jülich GmbH, Jülich, (1998), 593.
- 3) Y.Kadoya and E.Shimizu: *Rep. 123rd Committee on Heat-resisting Mater. and Alloy*, **40** (1999), 11.
- 4) Y.Kadoya, N.Nishimura, B.F.Dyson and M.McLean: *Creep and Fracture of Eng. Mater. and Structures*, ed. by J.C.Earthman et al., TMS, Warrendale, (1997), 343.
- 5) P.B.Hirsch and J.N.Kellar: *Acta Crystallogr.*, **5** (1952), 162.
- 6) B.L.Adams, S.I.Wright and K.Kunze: *Metall. Trans. A*, **24A** (1993), 819.
- 7) J.A.Bailey and P.B.Hirsch: *Philos. Mag.*, **5** (1960), 485.
- 8) G.Glover and C.M.Sellars: *Metall. Trans.*, **4** (1973), 765.
- 9) T.Watanabe and S.Karashima: *Metall. Trans.*, **2** (1971), 1359.
- 10) J.Cadek, M.Pahutova, K.Ciha and T.Hostinsky: *Acta Metall.*, **17** (1969), 803.
- 11) A.Fuchs and B.Ilschner: *Acta Metall.*, **17** (1969), 701.
- 12) Y.Ishida, C.Y.Cheng and J.E.Dorn: *Trans. Metall. Soc. AIME*, **236** (1966), 964.
- 13) S.Karashima, H.Oikawa and T.Watanabe: *Acta Metall.*, **14** (1966), 791.
- 14) A.Lawley, J.A.Coll and R.W.Cahn: *Trans. Metall. Soc. AIME*, **218** (1960), 166.
- 15) U.F.Kocks, A.S.Argon and M.F.Ashby: *Prog. Mater. Sci.*, **19** (1975), 19.
- 16) A.S.Argon and S.Takeuchi: *Acta Metall.*, **29** (1981), 1877.
- 17) A.Orlova and J.Cadek: *Philos. Mag.*, **28** (1973), 891.
- 18) D.Terada, Y.Hirakawa, F.Yoshida, H.Nakashima, H.Abe and Y.Kadoya: *CAMP-ISIJ*, **12** (1999), 493.
- 19) T.Abe, H.Onodera, M.Ohnuma, K.Kimura and H.Kushima: *Rep. 123rd Committee on Heat-resisting Mater. and Alloys*, **37** (1996), 249.
- 20) S.Takeuchi and A.S.Argon: *J. Mater. Sci.*, **11** (1976), 1542.
- 21) H.Nakashima, M.Watase and H.Yoshinaga: *J. Jpn. Inst. Met.*, **53** (1989), 28.
- 22) H.Nakashima, H.Hukushima, S.Goto and H.Yoshinaga: *J. Jpn. Inst. Met.*, **52** (1988), 646.
- 23) H.Nakashima, K.Iwasaki, S.Goto and H.Yoshinaga: *J. Jpn. Inst. Met.*, **52** (1988), 180.
- 24) R.Sandstrom: *Acta Metall.*, **25** (1977), 905.