高温クリープ変形中における表面組織の変化

藤村全戒* 近藤勝利** 恩田 武***

Yoshinori Fujimura, Katsutoshi Kondo and Takeshi Onda : Change in Surface Structure during High Temperature Creep Deformation. To obtain a better understanding of high temperature creep deformation, high temperature short time creep tests have been done in vacuum ($\sim 10^{-5}$ mmHg) on high purity nickel, OFHC copper and 20% Cr-30% Ni low carbon austenitic steel. By continuously observing surface structures revealed by thermal etching during a test with an optical microscope, investigation was made on how the microstructural change during deformation could be made clear from the results and the following conclusions were obtained. (1) In the cases of nickel crept at 850, 900 and 950°C under stresses of 1.0~2.0 kg/mm², OFHC copper at 800, 850 and 900°C under stresses of 0.3~0.9 kg/mm² and austenitic steel at the same temperatures as in OFHC copper under stresses of 1.0~3.5 kg/mm², subboundaries start to form at the very early stage of transient creep. They gradually develop inside grains and then form subgrains at the end of transient creep. Subgrains thus formed do not change their shape during steady state creep. (2) Characters of subgrains formed in every specimen are greatly affected by stress rather than temperature. That is, the higher is the stress the finer is the structure, and there also is a tendency to change its shape from polygonal to rectangular. (3) In pure nickel when temperature is high and stress is low, recrystallization is easy to occur in some areas inside a grain during creep. On the other hand, in OFHC copper and austenitic steel, coarse faceting are formed in a considerable number of grains; in some grains they cover the area. (4) Grain boundaries and subboundaries can be observed because of grooving along them. But in the area where coarse faceting are observed, subboundaries are quite difficult to be observed. (5) By comparing etch pit structures, deformation structures in the surface layer and inside a specimen are concluded to be the same.

(Received February 21, 1973)

I. 緒 言

高温クリープ変形では試験中に試料の微視的組織が変化し、形成する亜結晶粒の大きさなどがその後の変形挙動に大きな影響を与えることはよく知られている。高温クリープ変形の解明に組織学的手法を最初に導入したのは Wood ら⁽¹⁾⁽²⁾ の光顕および X 線を使用した研究であって、同氏らはクリープ変形した高純度アルミニウムの表面層に亜結晶粒が形成することをみだしている。続いて McLean⁽³⁾, Servi ら⁽⁴⁾ も主として光顕によって、試験条件を変えて高純度アルミニウムの表面組織の変化を調査し、すべり帯の発生、亜結晶粒の形成、粒界すべりおよび粒界移動などについて有用な結果を得ている。このように多結晶アルミニウムの高温クリープ変形中における微視的組織の変化に関し

ては、相当の資料が得られているが亜結晶粒の形成時期などについていまだ不明確な点がある。その他の多結晶材についても研究^{(5)~(9)} が活発に行なわれてはいるが、それらを始めとし従来の研究では試験を中断して組織を調査しているため、高温クリープ変形中における微視的組織の変化にはなお不明な点が多い。著者らはこれらの点に着目して 3 種の単相試料を選び、高温減圧下で短時間のクリープ試験を行ない、熱腐食によって現われる組織を光顕で連続的に観察し、その結果から変形中における微視的組織の変化をどの程度明確に示るか、さらに組織変化に試験条件がどのように影響するかの検討を試みた。本報はこれらの結果をまとめたものである。

- (2) W.A. Wood and W.A. Rachinger : J. Inst. Metals, **76** (1949-50), 237.
- (3) D. McLean : J. Inst. Metals, **81** (1952-53), 293.
- (4) I.S. Servi and N.J. Grant : Trans. AIME, **191** (1951), 917.
- (5) C.R. Barrett, W.D. Nix and O.D. Sherby : Trans. ASM, **59** (1966), 3.
- (6) F. Garofalo, L. Zwell, A.S. Keh and S. Weissmann : Acta Met., **9** (1961), 721.
- (7) R.C. Pau, S.F. Bartram and P.N. Flagella : Trans. ASM, **62** (1969), 949.
- (8) J.-P.A. Immarrigeon and J.J. Jonas : Acta Met., **19** (1971), 1053.
- (9) M.R. Staker and D.L. Holt : Acta Met., **20** (1972), 569.

* 静岡大学工学部機械工学科 (Department of Mechanical Engineering, Shizuoka University, Hamamatsu)

** 静岡大学工学部機械工学科, 現在: ヤマハ発動機株式会社 (Department of Mechanical Engineering, Shizuoka University, Hamamatsu. Present address : Yamaha Motor Co., Ltd., Iwata)

*** 静岡大学大学院, 現在: 株式会社神戸製鋼所神戸製鉄所 (Graduate School, Shizuoka University, Hamamatsu. Present address : Kobe Plant, Kobe Steel Ltd., Kobe)

(1) G.R. Wilms and W.A. Wood : J. Inst. Metals, **75** (1948-49), 693.

II. 試料および実験方法

1. 試料および試験片

試料は、多結晶体でエッチピット組織の現出が可能である純ニッケル(99.5%)と無酸素銅(99.98%),ならびに耐熱銅の基礎的成分で試験中相変化を起こさない 20%Cr-30%Ni の低炭素鋼(以下オーステナイト鋼と記す)であって、前 2 者は市販材で後者は大気中で約 5 kg 溶製したものである。

試験片の形状は Fig. 1 のようであり、各試料から冷間圧延などによって得られた厚さ 1.2 mm の素板から採取した。各試験片には結晶粒を大きくし光顕観察を容易にするため、純ニッケルの場合は 1250°C×30 hr 加熱後炉冷、無酸素銅では 950°C×30 hr 加熱後炉冷、オーステナイト鋼では 1250°C×50 hr 加熱後空冷の焼なまし処理を施した。横断法によって求めた結晶粒度は、記述試料の順にそれぞれ 0.27, 0.12 および 0.30 mm である。なお加熱はいずれの場合も減圧下($\sim 10^{-3}$ mmHg)で行ない、焼なまし処理後の各試験片はその表面を清浄にするためエメリー紙により注意深く研磨し、続いて表面加工層を取り除くため電解研磨して板厚を 1.0 mm とした。使用した電解液はそれぞれ、純ニッケルの場合は 3 容の濃硫酸と 4 容の水、無酸素銅では 5 容の濃硝酸と 4 容のメチルアルコール、オーステナイト鋼では 6 容のリン酸と 4 容の濃硫酸の混合液である。

Fig. 1 Dimension of the test piece
Thickness : 1mm

2. 実験方法

クリープ試験は、定荷重、単軸引張方式のユニオン光学社製 HM 型高温引張試験機を用いて行なった。この試験機では、試験中試験片表面を光顕で観察出来る、平行部の温度を試験温度 $\pm 5^\circ\text{C}$ に加熱することが出来る。伸びの測定は、炉外に取り付けられたダイヤルゲージで読み取った。試験片平行部の伸びは、試験温度および応力にほとんど関係なく全伸び量の約 85% であるから、本研究ではダイヤルゲージの指示値をそのまま用いた。試験片の温度は、平行部の一端にスポット溶接した Pt-Pt-13% Rh 熱電対で測定制御し、調節精度は $\pm 2^\circ\text{C}$ である。

試験はいずれも減圧下($\sim 10^{-5}$ mmHg)で行ない、試験温度に昇温後 1 hr 保持して負荷した。試験中平行部の中央部表面組織を観察するとともに、ひずみ-時間曲線上の各点で試験を中断して負荷したまま室温まで冷却し、表面組織のレプリカを電顕で調査した。さらに純ニッケルと無酸

素銅については、 α 黄銅で用いられている⁽¹⁰⁾ チオ硫酸ナトリウム 2% の水溶液で電解腐食して現出した、表面と内部のエッチピット組織を光顕で調査した。なお無酸素銅では試験中明確な組織が観察出来るように、試験片の平行部を除く各所にクロムを蒸着してよごれを防止した。

III. 実験結果

1. 試験中における表面組織の変化

Photo. 1 に純ニッケルについて、温度 900°C で応力 1 kg/mm² なる条件のもとに試験し、変形途上の各時点で作られた表面の同じ箇所における光顕組織を示す。試験時間が 2 hr の(a)は遷移クリープ中の組織であり、試験開始時には何も認められないが、この時点では結晶粒界などとともに粒内に亜粒界が現われている。8 hr の(b)は遷移クリープ末期のものであり、亜粒界は(a)よりも明瞭になり粒内の各所で明確な亜結晶粒を形成している。14 hr の(c)は定常クリープ中、22 hr の(d)は定常クリープ末期の組織である。亜粒界は前記の(b)よりも(c)、(c)よりも(d)と時間が長くなるにしたがってより明瞭になっている。しかし亜結晶粒の形状は(c)、(d)と時間が長くなっても変化せず(b)のものとはほとんど同じである。なお粒界に接している一部の領域は、(c)では再結晶を起こして新たに双晶が現われており、(d)ではこれを囲むものと粒内側境界が他の粒界と同じ程度まで幅を拡げている。

Photo. 2 (a) と (b) には無酸素銅およびオーステナイト鋼について得られた光顕組織を示す。温度 900°C で応力 0.6 kg/mm² なる条件のもとでの無酸素銅でも、前記の純ニッケルにおけると同様に、試験開始後まもなく結晶粒界が続いて亜粒界が認められ始め、亜粒界は順次粒内の各所に現われ、遷移クリープの末期には試験時間が 30 min で定常クリープ中の(a)に示すような亜結晶粒を形成する。また亜粒界は時間の経過とともにより明瞭になるが、亜結晶粒の形状には変化はみられない。つぎに温度 900°C で応力が 2 kg/mm² なる条件のもとでのオーステナイト鋼でも同様であり、亜結晶粒は遷移クリープの末期には試験時間が 2 hr の(b)に示す組織のうち中央の粒の中心部領域におけるように各所で形成し、亜粒界は時間の経過とともにより明瞭となっていくが、亜結晶粒の形状はほとんど変わらない。

上記の無酸素銅とオーステナイト鋼における組織変化には、前記の純ニッケルの場合のような再結晶は認められない。しかし両試料には、Photo. 2(b)の中央上部の双晶中にみられるような特異な組織が現われる。この組織は、両試料の場合とも亜粒界が現われ始める時点の前後から認められ始め、時間の経過とともにある程度までは次第に明確になっていく。さらにこの組織は現われない粒もあるが、試験片の箇所によっては粒内の全面にわたっている。

(10) 辛島誠一：金属学会誌，25(1961)，A-273。

Photo.1 Substructural change in nickel crept at 900°C under a stress of 1.0 kg/mm²
 (a) $\epsilon = 6.5\%$, (b) $\epsilon = 8.6\%$, (c) $\epsilon = 9.6\%$, (d) $\epsilon = 11.5\%$

2. 表面組織の変化におよぼす試験条件の影響

純ニッケルについて、温度を 850, 900 および 950°C、応力を 1.0, 1.5 および 2.0 kg/mm² と変えて得られる光顕組織の変化はつぎのようである。応力が 1.0 kg/mm² では、温度が 850, 950°C のいずれの場合にも前記の 900°C と同様に、亜粒界は遷移クリープのきわめて早い時期に粒界 3 重点あるいは粒界の近傍から認められ始め、次第に粒内の各所に現われ遷移クリープの末期には亜結晶粒を形成する。亜結晶粒の形状は温度によってあまり変わらなくいずれも多角形状のものであり、またそれらは定常クリープ中ほとんど変化しない。応力が高い 1.5 kg/mm² では、亜結晶粒の形成過程などは 1.0 kg/mm² の場合とほぼ同様であるが、それらの平均粒径は幾分小さく、またいくらかのものは方向性を有するようになる。応力がさらに高い 2.0 kg/mm² では、これらの傾向は後記の Photo. 6 に示すように一層いちじるしいものとなり、亜結晶粒のいくらかは多角形よりも四辺形を呈するようになる。四辺形の各辺は引張軸に対して 45° をなすものが多く、かつこれら四辺形状の亜結晶粒は大きい粒内に現われやすい。温度の亜結晶粒形成などにおよぼす影響は、1.5, 2.0 kg/mm² のいずれでも前記の 1.0 kg/mm² と同じ程度であり、上記応力の影響に比較すれば小さい。試験中における一部領域の再結晶は、温度が高く応力が低い場合に起こりやすく、特に温度 950

°C で応力 1.0 kg/mm² ではいちじるしくて、クリープ曲線に再結晶に起因する不整が現われる。

無酸素銅については温度 800, 850 および 900°C で応力を 0.3~0.9 kg/mm² の範囲内で、オーステナイト鋼についてもこれと同じ 3 種の温度で応力を 1.0~3.5 kg/mm² の範囲内でそれぞれ変えたいずれの場合にも、亜結晶粒と両試料に特有な組織とが混在したものが現われる。このうちの亜結晶粒の形成と形状などにおよぼす応力の影響は、両試料のいずれでも前記の純ニッケルと同様である。また温度の影響も同様であって小さい。なお無酸素銅では、亜粒界は他の試料と同様粒界近傍から現われ始めやすいがそれほど顕著ではない。

Photo. 2 (c) と (d) はともに純ニッケルについて得られた光顕組織であって、(c) では引張軸に対しほぼ 45° をなす粗大すべり帯が現われるとともにこれに直角な亜粒界が形成しやすいこと、双晶の先端近傍から数多くの亜粒界が発生していて、双晶がその近傍における亜粒界の形成に影響を与えることを示したものである。(d) は Lytton ら⁽¹¹⁾ の 3% 珪素鉄におけると同様に、引張軸とほぼ 45° をなす粒界に沿って現われやすい粒界移動(セレーション)とこれに関連するポリゴン化を示したものである。

(11) J.L. Lytton, C.B. Barrett and O.D. Sherby: Trans. Met. Soc. AIME, **233** (1965), 1399.

Photo.2 Microstructures on the surface of various specimens

(a) OFHC copper, $T=900^{\circ}\text{C}$, $\sigma=0.6\text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=29.6\%$, (b) 20 Cr-30 Ni steel, $T=900^{\circ}\text{C}$, $\sigma=2.0\text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=9.5\%$, (c) Pure nickel, $T=950^{\circ}\text{C}$, $\sigma=2.0\text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=19.2\%$, (d) Pure nickel, $T=950^{\circ}\text{C}$, $\sigma=1.5\text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=12.2\%$

3. グルーピングとファセッティング

遷移クリープ中時間の経過とともに各試料の表面に現われる粒界および亜粒界は、いずれもこれらに沿ってグルーピングが生ずるためであり、亜粒界は形成後ただちに観察されるのではない。グルーピングも進行して亜粒界が観察可能となるまでに要する時間は、試料および試験条件特に後者によって変わる。たとえば純ニッケルで温度 900°C の場合、亜粒界は応力 1.0 kg/mm^2 では負荷後 2 hr で現われるが、これに対し応力が高い 1.5 kg/mm^2 では約 20 min で観察され始める。さらに、後者の試験条件で遷

移クリープの末期まで変形十分に発達させた純ニッケルの亜粒界は、電解研磨しこれを 900°C で新たにグルーピングを起させ観察が可能となるのには約 15 min を要する。グルーピングは一般に、蒸発と蒸着、表面拡散および体拡散の 3 種の機構によって生ずるとされている⁽¹²⁾ が、干渉顕微鏡による観察結果では各試料のいずれの場合にも、その形成に拡散が関与するときに生ずる特有な凸部が認められる。

無酸素銅およびオーステナイト鋼では、前記のようにクリープ変形の進行に伴い、亜粒界が現われるとともに各所

Photo.3 Replica photographs showing faceting

(a) Pure nickel, $T=950^{\circ}\text{C}$, $\sigma=1.0\text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=37.7\%$, (b) OFHC copper, $T=900^{\circ}\text{C}$, $\sigma=0.4\text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=15.5\%$, (c) 20 Cr-30 Ni steel, $T=900^{\circ}\text{C}$, $\sigma=1.0\text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=10.7\%$

(12) 平野賢一：薄膜・表面現象，朝倉書店，(1969)，210。

に特異な組織も現われる。この特異な組織は、両試料で負荷前の加熱保持時間を長くする場合にも現われるから、その形成はクリープ変形とは本質的には無関係なファセッティングである。Photo. 3 には、各試料について得られたファセッティングのレプリカ組織を示す。光顕では認められない純ニッケルの場合にも、(a)では幅 0.1μ 程度の非常に微細なファセッティングが形成している。純ニッケルで形成するファセッティング組織は、前記いずれの試験条件の場合にもこの(a)に示すものと同様に微細であるが、これに対し無酸素銅とオーステナイト鋼では、いずれの場合にも(b)あるいは(c)のように粗大であって、これらは光顕によってその形成箇所を明確にすることが出来る。なおファセッティング組織は、実験範囲内ではオーステナイト鋼で最も形成しやすく、無酸素銅、純ニッケルの順に形成し難い。ファセッティングは前記グルーピングと同様の機構によって形成するものであり、一般に低指数面に沿って形成しやすいとされている⁽¹²⁾。(b)あるいは(c)からも明らかなようにファセッティングの幅などは、同じ試験片にあっても粒界あるいは双晶境界を境にして相当異なっている。また形成しない領域も多く、本実験の各試料でもその形成の難易などは結晶面によって異なる。

4. 表面と内部のエッチピット組織

Photo. 4 に焼なましたままの純ニッケルと無酸素銅の表

Photo. 4 Etch-pit structures of as-annealed specimens
(a) Pure nickel, (b) OFHC copper

Photo. 5 Etch-pit and corresponding surface structures
(a), (b) Pure nickel, $T=900^{\circ}\text{C}$, $\sigma=1.0\text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=14.8\%$
(c), (d) OFHC copper, $T=900^{\circ}\text{C}$, $\sigma=0.4\text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=15.5\%$

面について得られたエッチピット組織を示す。純ニッケルでは、ピットは(a)のように一部の粒界3重点近傍で若干の亜粒界が形成していることを示しているが、一般には粒内に無規則に散在している。これに対し無酸素銅では亜粒界はほとんど認められなく、ピットの配列は(b)のように粒内にセル状組織が形成していることを示している。なおこの(b)には、まれに認められる亜粒界が現われている。

Photo.5 には、定常クリープの途中で変形を中断した純ニッケルと無酸素銅の表面について得られた光顕とエッチピット組織を示す。エッチピット組織の(b)と(d)は、それぞれの光顕組織(a)および(c)と同じ箇所について、軽く電解研磨してのち現出したものである。この両試料のいずれのエッチピット組織でも、焼なまし状態ではあまり認められない亜粒界が粒内全面にわたってよく発達しており、また亜粒界内におけるピット密度も高まっている。つぎにそれぞれの光顕とエッチピット組織を比較すると、粒界および亜粒界に関しては両試料の場合ともよく対応している。しかし、無酸素銅では前者には認められないセル状組織が後者の亜粒界内に現われている。**Photo.6** は、900°Cで各応力のもとに定常クリープの途中で変形した純ニッケルの表面について、上記と同様にして得られたエッチピット組織である。亜結晶粒は応力が高まるにつれ、小さくなるとともに多角形状から引張軸とはほぼ45°をなす四辺形状のものとなっていて、前記の光顕組織の観察結果とよく一致している。なお、本実験で使用した腐食剤のチオ硫酸ナトリウム2%の水溶液によっては、クリープ変形した両試料のいずれについても、すべての箇所で**Photo.5**の(b)あるいは(d)のような明確なエッチピット組織は現われない。すなわち両試料ともこの腐食液に対しては若干の方位依存性を示す。これに関連して、ニッケルに対して既に使用されているリン酸35%の水溶液⁽¹³⁾によって、**Photo.5**の(b)ほど明確な組織は得られないが純ニッケルのいずれの箇所についても、亜粒界に関しては光顕とエッチピット組織とがよく対応しているのが確認される。

Fig.2 Change in subgrain or cell diameter

Fig.2 は、定常クリープの途中まで変形した純ニッケルと無酸素銅のそれぞれについて、エッチピット組織から横断面法によって求めた亜結晶粒径と表面からの深さの関係を示したものである。また同図には、無酸素銅の亜結晶粒内に形成するセル状組織の平均直径をも、その境界が幅を持たないものとして求めて付記した。これらの場合各面は、いずれも電解研磨を順次施すことによって得られたものであり、無酸素銅での調査は2例ともその粒径0.12 mmよりも深い0.25 mm以上の面にまで及んでいる。純ニッケルの場合、亜結晶粒径は試験条件が異なる3例とも深さによっては変わらない。また無酸素銅の2例でも、亜結晶粒径とセル状組織の平均直径はともに深さによっては変化していない。

IV. 考 察

転位とエッチピットとの1対1の対応性については、辛島⁽¹⁰⁾によって詳述されており、この対応性を利用し、クリープ変形した純金属単結晶の微視的組織についての検討が行なわれていて^{(14)~(16)}、また同様に多結晶材について

Photo.6 Etch-pit structures of pure nickel crept at 900°C under various stresses

(a) $\sigma=1.0 \text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=11.5\%$, (b) $\sigma=1.5 \text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=17.2\%$, (c) $\sigma=2.0 \text{ kg/mm}^2$, $\epsilon=15.8\%$

(13) R.W.Guard : Trans.Met. Soc. AIME, **218**(1960), 573.

(14) A.H.Clauer, B.A.Wilcox and J.P.Hirth : Acta Met., **18**(1970), 381.

(15) 長谷川 正, 長谷川隆三, 辛島誠一 : 金属学会誌, **33**(1969), 185.

(16) V.P.Gupta and P.R.Strutt : Canadian J.Phys., **45**(1967), 1213.

の調査も若干行なわれている⁽⁵⁾⁽⁷⁾⁽¹¹⁾。本実験の場合、クリープ変形中光顕で観察される亜粒界とエッチピットで現出した亜粒界とは、純ニッケルと無酸素銅ではよく対応していて、この結果から試験中に表面層に生ずる亜粒界は、多くの場合すべて光顕によって観察しうるものとみなすことが出来る。一方、無酸素銅の亜結晶粒内に形成する転位密度の低いセル状組織の境界は光顕では明らかにしえず、これからは変形組織のうち転位密度の高い亜粒界までが観察可能であるといえる。このように光顕によって粒界および亜粒界を観察しうることから、エッチピット組織の現出が困難な試料についても、クリープ変形にいちじるしい影響を与えたとみられる亜結晶粒に関し、その形成および形状変化の挙動を明らかにすることが可能である。本実験での組織の観察方法は、上記のように高温クリープ変形の解明に対し有用であるが、粒界および亜粒界はそれらに沿ってグルーピングが生じて始めて観察可能になるのであるから、実験結果にも明らかなように若干の時間的遅れを生ずる。さらに粗大なファセッティングが生じやすい試料にあっては、それが生じ難い領域についてのみ観察が可能であるという欠点をも有している。

高温クリープ変形中における試験片表面層の微視的組織の変化については、減圧下での光顕観察によって以上のようにこれを相当明確にしうるが、変形を支配する内部の変化については何らかの資料も得られない。特に常温での引張変形では、試験片表面層と内部とでは変形機構が異なり、表面層では活動しているすべり系の種類が少なくかつすべり線の分布にかなりの不均一があり、さらに変形は表面から始まり内部に及んでいくことが明らかにされている⁽¹⁰⁾ ため、表面層と内部についての微視的組織の比較検討は重要である。この点に関しては Fig. 2 に明かなように、定常クリープの途中まで変形した純ニッケルでは、試験片の表面層と内部とで亜結晶粒の大きさはほとんど変わらなく、また同様に無酸素銅でも亜結晶粒およびセル状組織の大きさは、いずれも表面からその粒径の2倍以上の深さまでは変わらない。したがってこれらを総合するに、高温クリープ中に形成する亜結晶粒の形状と大きさは、その形成時期などに若干の違いを生ずる可能性もあるが、一般に試験片の表面層と内部とでは変わらないとみなしうる。

亜結晶粒は、従来一般に高温クリープ変形の初期に形成し、その形状は定常クリープ中変化しないとされており、

これらを支持する結果⁽⁵⁾⁽⁶⁾⁽¹⁷⁾ も得られてはいる。本実験の連続的な観察結果によれば、積層欠陥エネルギー値が相当異なる⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾ 純ニッケルと無酸素銅、さらにオーステナイト鋼のいずれにおいても、再結晶を起こす純ニッケルの一部の場合を除き、亜結晶粒は遷移クリープの末期までに形成し、その形状は定常クリープ中変化を示さない。いずれの試料の場合にも試験条件は相当広い範囲にわたっているから、これらの結果から高温クリープ変形では、一般に亜結晶粒は遷移クリープ中に形成し、その形状は定常クリープ中ほとんど変化しないとみなすことが出来る。つぎに亜結晶粒の形状と大きさに関しては、3種の試料のいずれについても試験条件を変えた場合同様の結果が得られることから、つぎのような一般性がみいだされる。すなわち高温クリープ変形中に形成する亜結晶粒の形状と大きさは、試験温度よりも応力の影響を受けやすく、形状は応力が高まるとともに多角形よりも四辺形状を呈するようになり、一方大きさは順次小さくなる。

V. 結 言

3種の単相試料について高温減圧下でクリープ試験を行ない、熱腐食によって現われる表面組織を光顕で連続的に観察し、検討を加えてつぎの諸点を明らかにした。

(1) 高純度ニッケルでは温度 850, 900 および 950°C で 1.0~2.0 kg/mm²、無酸素銅では 800, 850 および 900°C で 0.3~0.9 kg/mm²、20% Cr-30% Ni の低炭素オーステナイト鋼では無酸素銅と同じ3種の温度で応力を 1.0~3.5 kg/mm² の範囲内で変えたいずれの場合にも、亜粒界はきわめて早い時点から認められ始め、次第に粒内の各所に現われ遷移クリープの末期には亜結晶粒を形成する。亜結晶粒の形状は定常クリープ中ほとんど変化しない。

(2) 形成する亜結晶粒は、いずれの試料でも温度よりも応力の影響を強く受け、応力が高まるに伴って微細になるとともに多角形から四辺形状のものになりやすい。

(3) 純ニッケルでは温度が高く応力が低い場合、試験中に粒内の一部領域で再結晶が起こりやすい。これに対し無酸素銅とオーステナイト鋼では、相当数の粒内で粗大なファセッティングが生じ、一部の粒内ではこれが全面にわたっている。

(4) 粒界と亜粒界はそれらに沿ってグルーピングが生ずるため観察が可能となる。一方、粗大なファセッティングの生ずる領域での亜粒界の観察は非常に困難である。

(5) 試料表面層と内部の変形組織は、エッチピット組織の比較結果から同じとみなしうる。

本研究を行なうにあたり、試料の製作に関し日本楽器製造株式会社磐田工場の好意を得た。記して謝意を表します。

(17) 長谷川 正, 佐藤 洋, 辛島誠一: 金属学会誌, **33** (1969), 179.

(18) A. Howie and P. R. Swann: Phil. Mag., **6** (1961), 1215.

(19) T. Jøssang and J. P. Hirth: Phil. Mag., **13** (1966), 657.