多量の $M_{23}C_6$ 型炭化物を含むオーステナイト耐熱鋼の 高温クリープ中の内部応力

田 中 学* 藤 田 春 彦*

J. Japan Inst. Metals, Vol. 45, No. 11 (1981), pp. 1187~1195

Internal Stress in an Austenitic Heat-Resisting Steel with a Large
Amount of $M_{23}C_6$ Carbides during High-Temperature Creep

Manabu Tanaka* and Haruhiko Fujita*

Creep test has been performed at temperatures of 873 K and 973 K on an austenitic 21-4N steel with a large amount of $M_{23}C_6$ carbides as well as on a SUS 304 steel without any precipitates. Discussion was then made on the relation between internal stress in the steady-state creep obtained by the strain dip test with application of the extrapolation method and precipitate particles or the dislocation structure.

It was found that internal stress increased with an increase of applied stress in both steels, internal stress reached a constant value of 280 MPa at 873 K in the 21-4N steel. This value is close to the Orowan stress at 873 K ($\sigma_o = 2Gb/L_0 = 312$ MPa, L_0 : free spacing between particles). By means of transmission electron microscopy to thin films, unlike in the SUS 304 steel, the cell structure was not formed during the steady-state creep in the 21-4N steel, but the dislocation density around precipitates increased with an increase of applied stress. It was considered from calculations in this study that internal stress in both steels is a long-range force acting on mobile dislocations when they surmount particles by the Orowan mechanism or pass through regions of the high-dislocation density around particles or cell boundaries.

The activation energy of creep was 291 ± 8 kJ/mol for the 21-4N steel and 297 ± 19 kJ/mol for the SUS 304 steel, independent of applied stress and temperature. These values were almost equal to that of self-diffusion in gamma iron. An activation area which was of the same order as lb (l : dislocation spacing in a region of the high-dislocation density around particles or at cell boundaries) decreased with an increase of applied stress in both the steels.

(Received June 4, 1981)

I. 結 言

金属材料の高温変形において内部応力が変形応力に占める割合を知ることは、その変形機構を解明する上で重要な手がかりとなる。Al, Cu などの純金属やオーステナイト系ステンレス鋼を含む固溶体合金では、種々の方法によってクリープ中の内部応力が測定され^{(1)~(10)}、転位組織などとの関連も次第に明らかになっている^{(2)~(3)~(10)}。一方、最近では γ' 相などの析出物や酸化物などを微細に分散させた Ni 基超耐熱合金においても、高温クリープ中の内部応力が測定され、変形挙動との関係が議論され始めている^{(11)~(14)}。しかし、これらの報告には内部応力の測定法に問題のあるものもあって、信頼できる内部応力値が求められたかどうかについては疑問がある。このため、析出物や酸化物の微細粒子を含む合金においては、クリープ中の内部応力が析出物間隔のみによって決まるのか、あるいは純金属などと

同様にクリープ中に形成される転位組織に支配されるのか、という点については定量的に明らかにされていない。従来の研究から、Al, Cu などの純金属や固溶体合金では、クリープ中の転位組織や転位密度などは温度、負荷応力などによって変化し、とくに定常クリープ中には合金の種類や試験条件に固有の転位組織が生じることが知られている^{(15)~(16)}。したがって、析出物粒子などを含む合金においても、その周囲に形成される転位組織などは上述の試験条件によって変化し、内部応力もこれとともに変化すると思われる。

内部応力を求める方法として現在、最も信頼度が高いといわれているのは、stress dip test に外挿法を適用した当摩らの方法⁽¹⁾である。本研究では定常クリープ中に strain dip test⁽¹⁷⁾を行って応力急変後の変形停滞時間を求め、これに外挿法を適用するという、上述と類似の方法によって、まず、多量の $M_{23}C_6$ 型炭化物を含むオーステナ

* 秋田大学鉱山学部生産機械工学科 (Department of Production Engineering, Mining College, Akita University, Akita)

イト系の 21-4N 鋼の定常クリープ中の内部応力を 873 K, 973 K という実用温度範囲で求めた。さらに、定常クリープにおける転位組織を透過電顕によって調べ、内部応力を支配する要因について検討を加えた。また、比較材として同じオーステナイト系の SUS 304 鋼を用いて同様の実験を行い、クリープ中に析出物がほとんど存在しない場合と比較検討した。

II. 供試材および実験方法

本研究ではおもな供試材として $\phi 16$ mm に鍛伸した市販の 21-4N 鋼(おもな化学成分は 0.54% C, 0.39% N, 21.10% Cr, 4.07% Ni, 9.74% Mn で残りは Fe)を、比較材として同じく $\phi 16$ mm の SUS 304 鋼(おもな化学成分は 0.08% C, 18.04% Cr, 8.60% Ni, 1.32% Mn で残りは Fe)を用いた。21-4N 鋼は 1473 K (1200°C) で 3.6 ks (1 h) 保持後水冷の溶体化後、1023 K (750°C) で 108 ks (30 h) の時効を行って、 $M_{23}C_6$ 型炭化物を体積率で約 7.1% 析出させた。1023 K 時効における $M_{23}C_6$ 型析出物は転位上に優先的に析出する傾向があり⁽¹⁸⁾、上述の時効材の透過電顕観察で 200 個以上の析出物を調べた結果、この析出物はほぼ球状で平均直径 $d=105$ nm, 平均粒子間隔 $L=211$ nm (析出物界面間の距離 $L_0=106$ nm) であった。また、低 C 濃度の SUS 304 鋼については、1423 K (1150°C) で 1.8 ks (0.5 h) 保持後水冷の溶体化のみを行った。平均結晶粒径は 21-4N 鋼で 99 μ m, SUS 304 鋼で 140 μ m であった。これらの熱処理を施した素材を直径 $\phi 6$ mm, 標点間距離 30 mm のつば付きの丸棒試験片に加工し、さらに、平行部を 1000 番のエメリー紙で研磨して仕上げた。

本研究では容量 19.6 kN の単一レバー式クリープ破断試験機を用いて荷重を手動で調節し、873 K と 973 K で $\pm 0.5\%$ の精度の定応力クリープ試験を行った。また、試験中の温度変動を交流安定化電源装置によって ± 0.5 K 以内に制御した。標点間の伸びは通常は約 1 μ m の精度のダイヤルゲージ式の変位計で測定したが、応力急変後の変形停滞はこのように精度の低い測定法では見逃されてしまう恐れがある。このため、本研究では strain dip test で変形停滞時間を求める場合、自作の高感度のクリップゲージを変位計のアームの下端に取り付けて、応力急変後のひずみの変化を約 3×10^{-7} の精度で測定した。クリップゲージの変位はひずみ増幅器で増幅されたのち、記録計に直接入力されるほか、必要に応じ最小デジタル化間隔 1 μ s, フルスケールの 0.4% の精度をもつトランジェントメモリーに入力されたのち記録されるようにした。Fig. 1 に両者の記録の一例を示したが、トランジェントメモリーを介した方の記録から容易に変形停滞時間が求められる。

十分に定常クリープ期に入るまで試験片を変形させたのち、手動で応力急変を行って上述の方法で変形停滞時間を求めた。当摩ら⁽¹⁾と同様に変形停滞時間の応力依存性から外挿法によって内部応力を求めた。Fig. 2 に外挿法による

Fig. 1 Example of strain-time behavior in 21-4N steel recorded with a recorder of high sensitivity (a) and a transient memory (b) (973 K, 342 MPa). Time of deformation stagnation is 38 s in this case.

Fig. 2 Example of extrapolation method to determine internal stress of 21-4N steel (973 K, 290 MPa).

内部応力の求め方の一例を示した。本研究の応力急変試験において1回の除荷から再負荷までの操作に要した時間は最長 5 ks であった。クリープ試験機では急速な応力変化が十分可能なので、本研究のようにひずみ測定精度を改良した strain dip test と高速記録を組み合わせることによって、信頼度の高い内部応力値が求められると思われる。また、負荷応力を一定として温度を低下させる温度変化試験と、変形停滞のない場合の応力急変試験の結果から、クリープの活性化エネルギーと活性化体積を求めた。温度変化試

験での温度低下は 20 K 以内とし、これに要した時間は 300~600 s であった。さらに、応力急変試験の結果を利用して 21-4N 鋼のヤング率 E を求め、ポアソン比を $\nu = 0.31$ (SUS 304 鋼の 873 K での値⁽¹⁹⁾) と仮定して剛性率 G を $G = E/2(1+\nu)$ の関係から計算し、873 K, 973 K につきそれぞれ 65 GPa, 61 GPa を得た。

クリープ試験後、試験片を荷重したまま空冷し、電解研磨によって薄膜試料を作製し、加速電圧 100 kV で透過電顕観察を行った。SUS 304 鋼の転位密度は Smith-Guttman の方法⁽²⁰⁾によって薄膜の厚さを 0.2 μm と仮定して求めたが、21-4N 鋼の析出物近傍の転位密度は測定が困難であったので、析出物と母相の界面付近に存在する転位の平均間隔 l を測定し、3 次元的な転位配列を仮定して $\rho = 1/l^2$ とし求めた。

III. 実験結果

1. 定常クリープ速度の応力依存性

21-4N 鋼は 873 K, 973 K 遷移・定常・加速クリープの典型的な II 型挙動を示す合金である⁽²¹⁾。この鋼の定常クリープ速度の負荷応力依存性を Fig. 3 に示した。べき乗則に近似したときの応力指数は 973 K で全応力範囲にわたり 7.1 である。この応力指数は 873 K では負荷応力によって変り、290~485 MPa では 13.7, 194~290 MPa では 3.0 である。また、SUS 304 鋼では Fig. 4 に示したように、負荷応力指数は 973 K と 873 K でそれぞれ 8.1, 8.6 であり、負荷応力に依存しない。

2. 定常クリープ中の内部応力

Fig. 5 に 21-4N 鋼の内部応力の負荷応力による変化を示した。内部応力は負荷応力の増加とともに増すが、高クリープ応力下では飽和する傾向がある。この飽和値は 873 K では約 280 MPa である。転位が析出物を Orowan 機構によって通り抜ける場合、引張方向に換算した Orowan stress σ_0 は $2Gb/L_0$ として見積ることができ、873 K では $\sigma_0 = 312$ MPa となる。873 K における内部応力の上限の値 280 MPa はこの値に近い。一方、比較材の SUS 304 鋼では、Fig. 6 に示したように、内部応力は負荷応力の増加とともに増し、本研究の試験条件の範囲では 21-4N 鋼のように一定値に漸近する傾向はみられなかった。負荷応力に対する内部応力の割合は、両鋼において負荷応力の増加とともに減少するが、内部応力が負荷応力の大部分を占めることは明らかである。Cuddy⁽³⁾は本研究の SUS 304 鋼と同様の AISI 304 鋼についてクリープ中の内部応力を測定しているが、その値は本研究のものに比べてはるかに小さく、負荷応力の 1/3 以下である。これはその測定方法に問題があると思われる。また、同一負荷応力で比較すると、温度による内部応力の変化は本研究の両鋼種とも剛性率のそれとほぼ同じ程度であった。

負荷応力から内部応力をさし引いたものを有効応力と言

Fig. 3 Dependence of steady-state creep rate on applied stress in 21-4N steel.

う。21-4N 鋼の定常クリープ速度の有効応力依存性をみると、べき乗則に近似した場合、Fig. 7 に示したように有効応力指数は 973 K で 2.3, 873 K では有効応力の低下とともに 4.5 から 0.7 まで減少する。一方、SUS 304 鋼では有効応力指数は Fig. 8 に示したように応力に依存せず、973 K と 873 K でそれぞれ 3.2, 3.1 である。さらに、前述の 21-4N 鋼で 873 K の低応力で定常クリープ速度の負荷応力依存性が小さくなることについてはつぎのように考えられる。一般に低応力は全クリープ変形量への粒界すべりの寄与が大きいことは知られているが、21-4N 鋼でも低応力ではこの影響が大きくなると思われる。これは、低応力では負荷応力のほとんどが内部応力で有効応力はきわめて小さいことからみて、粒界すべりに比べ粒内変形が相対的に起こりにくいことが原因のひとつと考えられる。

3. 定常クリープ中に形成される転位組織

Photo. 1 に 973 K, 244 MPa で定常クリープまで変形さ

Fig.4 Dependence of steady-state creep rate on applied stress in SUS 304 steel.

Fig.5 Dependence of internal stress on applied stress in steady-state creep of 21-4N steel.

せたときの、21-4N 鋼の透過電顕組織を示した。析出物の周囲は著しく転位密度が高くなっており、このような傾向は他の試験条件においても同じであった。また、この鋼ではいずれの試験条件でも明瞭なセル組織は認められなかった。これは、この鋼が積層欠陥エネルギーを低くする Cr,

Fig.6 Dependence of internal stress on applied stress in steady-state creep of SUS 304 steel.

Fig.7 Dependence of steady-state creep rate on effective stress in 21-4N steel.

Mn, N⁽²²⁾ といった元素を多く含み、転位が拡張しやすいと考えられる。Fig.9 に定常クリープまで変形させた 21-4N 鋼の析出物周囲の転位密度を示した。析出物周囲の転位密度は負荷応力の増加とともに増すが、873 K では高応力になると転位密度は負荷応力によってあまり変化しない。

Fig.8 Dependence of steady-state creep rate on effective stress in SUS 304 steel.

Photo.1 Transmission electron micrograph of 21-4N steel engaged in creep for 158.4 ks at 973K and 244MPa.

一方, SUS 304 鋼ではいずれの試験条件でもセル組織が認められた. Fig.10 に示したように, 高温クリープ中に形成されるセルの寸法は負荷応力に反比例するが, これは他の金属や合金についての結果⁽¹⁵⁾⁽²³⁾と同様である. また

Fig.9 Dislocation density around $M_{23}C_6$ particles in steady-state creep of 21-4N steel.

Fig.10 Dependence of cell size on applied stress in steady-state creep of SUS 304 steel.

Fig.11 に示したように, この鋼ではセル境界およびセル内部の転位密度は負荷応力の増加とともに増し, 前者は後者よりも著しく高いことがわかる. さらに, 両者とも負荷応力一定の場合, 温度による差はほとんどない.

21-4N 鋼ではクリープ中の $M_{23}C_6$ 型炭化物などの析出は観察されなかった. また, SUS 304 鋼では 973 K の長時間クリープにおいて少量の $Cr_{23}C_6$ が析出するが, 転位組織への影響などから考えて, その定常クリープ速度や内部応力への影響は小さいと思われる.

4. クリープの活性化エネルギーと活性化面積

高温クリープ速度 $\dot{\epsilon}$ は変形機構の違いによらず, 一般につぎのような式で表わされる⁽²⁴⁾.

$$\dot{\epsilon} = C \rho_m \exp \left\{ - \frac{Q - 1/2 A b (\sigma - \sigma_i)}{RT} \right\} \quad (1)$$

ここで, C : 定数, ρ_m : 可動転位密度, Q : 負荷応力のな
いときの活性化エネルギー, A : 活性化面積, σ : 負荷応

Fig.11 Dislocation density in steady-state creep of SUS 304 steel.

力, σ_i : 内部応力, RT : 気体定数と絶対温度の積.

温度変化試験および応力急変試験の温度低下と応力減少の直後において, 転位組織に変化がない(すなわち, ρ_m , σ_i などが不変)と仮定すれば, 式(1)より

$$\begin{aligned} d \ln \dot{\epsilon} &= \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \sigma} \right)_T d\sigma + \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial T} \right)_\sigma dT \\ &= \frac{Ab}{2RT} d\sigma + \frac{Q - 1/2Ab(\sigma - \sigma_i)}{RT^2} dT \end{aligned} \quad (2)$$

したがって, A と Q は

$$A = \frac{2RT}{b} \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \sigma} \right)_T \quad (3)$$

$$Q = RT^2 \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial T} \right)_\sigma + \frac{1}{2} Ab(\sigma - \sigma_i) \quad (4)$$

である⁽²⁴⁾. ここで, 式(4)の第2項は応力活性化の項である. Fig.12に応力急変試験と温度変化試験の結果の一例を示した. Fig.12(a), (b)の実験結果をもとに, それぞれ Fig.12(c), (d)のようにクリープ速度の応力依存性および温度依存性を求めた. Fig.13に式(3), (4)を用いて求めた21-4N鋼のクリープの活性化エネルギーおよび活性化面積を示した. 活性化エネルギーは温度および荷重応力によらず, $291 \pm 8 \text{ kJ/mol}$ で一定であり, これは γ -Feの自己拡散の活性化エネルギー $270 \pm 2.7 \text{ kJ/mol}$ ⁽²⁵⁾にはほぼ等しい. また, 活性化面積は973 Kでは応力の増加とともに減

Fig.12 Example of the results obtained from stress-change and temperature-change experiments in 21-4N steel.

(a) and (b) are examples of time-displacement recordings in stress-change and temperature-change experiments, respectively. (c) and (d) show dependence of creep rate on stress and temperature in these experiments, respectively.

Fig.13 Activation energy and activation area in steady-state creep of 21-4N steel.

少するが、高応力側の 873 K での結果は明確な減少傾向を示さない。つぎに、SUS 304 鋼については、Fig. 14 のようにクリープの活性化エネルギーは試験条件によらず $297 \pm 19 \text{ kJ/mol}$ で、Cuddy⁽³⁾が AISI 304 鋼について求めた値 $380 \pm 28 \text{ kJ/mol}$ よりもかなり小さく、21-4N 鋼のそれとほぼ等しい。さらに、活性化面積はいずれの温度でも応力の増加とともに減少する。

Fig. 14 Activation energy and activation area in steady-state creep of SUS 304 steel.

さて、本研究の SUS 304 鋼のクリープ変形は 973 K で 21-4N 鋼と同じ通常の II 型挙動を示したが、873 K では負荷直後に大きな瞬間ひずみを生じたのちにクリープひずみの増加がきわめて小さい、最小クリープの期間が現われる。そのうち、クリープ速度は漸増して定常クリープ期に到る。最小クリープの期間が現われるのは負荷直後の大きな瞬間ひずみと関係があり、転位密度の急激な増加による運動転位の間隔の減少が起ったためと思われる。また、この試験条件下でも定常クリープ中にはセル組織が形成されるので、いわゆる I 型のクリープ変形挙動とは異なる。

IV. 考 察

多くの純金属や固溶体合金では高温クリープ中の内部応力が測定され、これと転位組織との関連も定量的に議論されているが⁽²⁾⁽³⁾⁽¹⁰⁾、多量の析出物あるいは酸化物を含む材料では、いくつかの合金についてクリープ中の内部応力に関する報告^{(11)~(14)}があるものの、微細組織との関連について定量的には明らかにされていなかった。前節で述べた Fig. 5 の 21-4N 鋼の結果では、クリープ中の内部応力は 873 K の低応力がわと 973 K で負荷応力の増加とともに増すが、873 K の高応力がわでは 280 MPa の一定値となる。この値は前述のように 873 K における Orowan stress に

ほぼ等しい。このことから、高応力がわでは転位は析出物を Orowan 機構によって通過するものと考えられる。これに対応して Fig. 7 のように 873 K の高応力がわでは、析出物近傍の転位密度は負荷応力によらずほぼ一定である。一方、内部応力が負荷応力とともに増す領域では、析出物近傍の転位密度も増加する。また、SUS 304 鋼では Fig. 9 のように、応力の増加とともにセル境界およびセル内部の転位密度が増す。

長谷川ら⁽²⁾は運動転位がセル境界を通り抜けるときに受ける抵抗によって、内部応力が支配されると考え、内部応力値を見積っている。転位密度 ρ の転位林の領域を通過するときの抵抗は、Seeger ら⁽²⁶⁾によるとせん断応力で、 $\tau_1 = 0.2Gb\sqrt{\rho}$ である。また、Li⁽²⁷⁾は運動転位がセル境界から受ける長範囲力、および同一すべり面上の 2 つの転位のうち先頭のが転位境界を通過する場合の抵抗の両方について解析し、Seeger と同じ程度の内部応力値を得ている。実際のセル境界や析出物周囲の高転位密度の領域では、転位配列は 3 次元的で複雑であると考えられ、計算によって内部応力値を正確に求めることはできないが、本研究では長谷川ら⁽²⁾や Li⁽²⁷⁾と同様に、内部応力をせん断応力で $\tau_1 = (Gb)/(2\pi K)1/l$ の程度として見積った (l は析出物近傍あるいはセル境界での平均転位間隔で、 $l = 1/\sqrt{\rho}$ 、 K はらせん転位、刃状転位に対してそれぞれ 1, 1- ν)。ここで、らせん転位と刃状転位が半分ずつ存在すると仮定し、 $\sigma_1 = 2\tau_1$ として引張応力に換算すると、

$$\sigma_1 = \frac{Gb(2-\nu)}{2\pi(1-\nu)} \cdot \frac{1}{l} \quad (5)$$

Fig. 15 に 21-4N 鋼と比較材の SUS 304 鋼について、上式による内部応力の計算値と実験値を示した。SUS 304 鋼については文献⁽¹⁸⁾の剛性率、ポアソン比の値を用いて計算した。21-4N 鋼の 873 K の高応力がわを除けば、両鋼の

Fig. 15 Comparison of internal stress calculated from the dislocation density with experimental value in 21-4N and SUS 304 steels.

内部応力の計算値は実験値と大体同じぐらいの大きさである。21-4N 鋼の高応力がわでは上式による計算値は実験値よりも少し大きい。この場合、実験で求めた内部応力値は Orowan stress に近い (Fig. 5)。以上の結果から、21-4N 鋼では運動転位が析出物近傍の高転位密度の領域で転位同士の切り合いをするときに受ける長範囲の抵抗、あるいは Orowan stress が内部応力の原因と考えられる。

一方、SUS 304 鋼ではセル寸法 D も Fig. 10 のように応力の増加によって減少するので、セル組織による強化のひとつとして細粒化によるのと同様の効果⁽⁷⁾も考えられる。もし、この影響が支配的であるとする、 $\sigma_1 \propto D^{-1/2} \propto \sigma^{1/2}$ でなければならない。しかし、Fig. 6 の低応力がわでは $\sigma_1 \propto \sigma$ であり、 σ_1 の負荷応力依存性を上述の効果によって十分に説明できない。また、Cuddy⁽³⁾ は内部応力の原因としてセル内部の転位密度を考えているが、Fig. 11 のようにセル境界でのそれよりもかなり低いことから、支配的な因子とは考えにくい。したがって、SUS 304 鋼の定常クリープ中の内部応力はセル境界での平均転位間隔によって決まると考えてよいだろう。

つぎに、両鋼の定常クリープの律速過程について考察する。クリープの活性化エネルギーの大きさ (Fig. 13) などから、21-4N 鋼の 873 K の高応力がわでは Orowan loop の上昇運動と消滅が律速過程と考えられる。内部応力が負荷応力とともに増加する領域での 21-4N 鋼では、析出物界面での転位の上昇運動と、転位林との切り合いで生じたジョグをもつらせん転位の運動が考えられるが、低応力では内部応力が変形応力にはほぼ等しいことから⁽¹⁶⁾、前者が支配的であろう。一方、高応力では有効応力の存在が無視できないことから、後者の影響も考えられる。また、SUS 304 鋼においては、クリープの律速過程は低応力がわではセル境界での転位の上昇運動⁽¹⁵⁾と思われるが、高応力では 21-4N 鋼と同様に、やはり転位の粘性的な運動の影響も考えられる。さらに、活性化面積は両鋼において応力依存性を示し、析出物近傍の領域やセル境界での平均転位間隔 l とバーガースベクトルの大きさ b との積、 lb の程度の大きさであるが、21-4N 鋼で Orowan 機構が支配的な高応力がわでもこの関係が成立することから、この領域でも運動転位と転位林との切り合いが起るものと思われる。

V. 結 言

本研究では多量の $M_{23}C_6$ 型炭化物を含む 21-4N 鋼と、比較材の析出物を含まない SUS 304 鋼を用いて、実用温度である 873 K と 973 K で定応力クリープ試験を行い、定常クリープ中の内部応力を strain dip test に外挿法を適用して求めた。さらに、内部応力と析出物やクリープ中の転位組織との関連について検討した。以下に得られた結果を要約する。

(1) 21-4N 鋼は 873 K と 973 K で遷移・定常・加速クリープを示す。典型的な II 型挙動を示す。定常クリープ中

の内部応力は、両鋼において負荷応力の増加とともに増し、とくに 21-4N 鋼では 873 K で 280 MPa の一定値に達する。この値は 873 K での Orowan stress $\sigma_0 \approx 312$ MPa にほぼ等しい。また、両鋼において負荷応力に対する内部応力の割合は負荷応力の増加とともに減少するが、内部応力は負荷応力の大部分を占める。

(2) 透過電顕観察によると、21-4N 鋼では SUS 304 鋼とは異なってクリープ中にセル組織は形成されないが、析出物近傍がきわめて高転位密度になることがわかった。本研究の計算結果から、21-4N 鋼では運動転位が析出物周囲の高転位密度の領域を通過するときに受ける長範囲の抵抗、あるいは Orowan stress が、また、SUS 304 鋼では運動転位がセル境界を通過する際に受ける抵抗が内部応力の原因と考えられる。

(3) クリープの活性化エネルギーは、温度、負荷応力によらず、21-4N 鋼で 291 ± 8 kJ/mol、SUS 304 鋼で 297 ± 15 kJ/mol であり、これは γ -Fe の自己拡散の活性化エネルギーにほぼ等しい。また、両鋼の活性化面積は応力の増加とともに減少し、析出物近傍あるいはセル境界での平均転位間隔とバーガースベクトルの大きさの積の程度であった。両鋼で内部応力が負荷応力にはほぼ等しい低応力では、21-4N 鋼では析出物近傍での転位の上昇運動が、SUS 304 鋼ではセル境界での転位の上昇運動がクリープを律速すると思われる。一方、高応力では有効応力が無視できないため、転位の粘性的な運動の影響もあると思われる。

(4) 21-4N 鋼の定常クリープ速度の負荷応力依存性は、SUS 304 鋼とは異なり、負荷応力および温度によって変化する。また、定常クリープ速度の有効応力依存性も SUS 304 鋼と異なって単一のべき乗則では表わされない。

終りに、本研究をまとめるのにあたって御指導と御討論をいただきました、東京都立大学工学部 宮川大海教授ならびに坂本庸晃助教授、および実験に御協力をいただいた本学技官 韋原文夫氏、ならびに田中雄三、嵯峨裕規 両工学士に心から感謝の意を表します。また、本研究の供試材である 21-4N 鋼を御提供下さいました、日鍛バルブ株式会社 藤代 大氏に深く感謝致します。なお、本研究の費用の一部は昭和 55 年度科学研究費補助金によるものであることを付記して謝意を表します。

文 献

- (1) 当摩 建, 吉永日出男, 諸住正太郎: 日本金属学会誌, **38**(1974), 170.
- (2) T. Hasegawa, S. Karashima and Y. Ikeuchi: Acta Met., **21** (1973), 887.
- (3) L. J. Cuddy: Met. Trans., **1** (1970), 395.
- (4) L. J. Cuddy: Acta Met., **21** (1973), 427.
- (5) H. Oikawa and S. Karashima: Met. Trans., **5** (1974), 1179.
- (6) J. D. Parker and B. Wilshire: Met. Sci., **12** (1978), 453.
- (7) O. D. Sherby, R. H. Klundt and A. K. Miller: Met. Trans., **8A** (1977), 843.

- (8) W.Blum, J.Hauselt and G.König: *Acta Met.*, **24**(1976), 293.
- (9) 近藤義宏, 松尾 孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, **65**(1979), 896.
- (10) 近藤義宏, 松尾 孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, **67**(1981), 987.
- (11) S.Purushothaman and J.K.Tien: *Acta Met.*, **26**(1978), 519.
- (12) C.Carry and J.L.Strudel: *Acta Met.*, **26**(1978), 859.
- (13) H.Burt, J.P.Dennison and B.Wilshire: *Met. Sci.*, **13**(1979), 295.
- (14) W.J.Evans and G.F.Harrison: *Met. Sci.*, **13**(1979), 641.
- (15) 辛島誠一: 日本金属学会会報, **7**(1979), 469.
- (16) 菊池潮美, 足立正雄: 材料, **30**(1981), 94.
- (17) 長谷川 正, 及川 洪: 日本金属学会会報, **11**(1972), 192.
- (18) 小林光征, 田中 学, 宮川大海, 嵯峨卓郎, 藤代大: 鉄と鋼, **58**(1972), 1984.
- (19) 村松篤良: 日本機械学会誌, **68**(1965), 111.
- (20) 幸田成康: 金属物理学序論, コロナ社, (1966), 237.
- (21) 田中 学, 宮川大海, 坂本庸晃, 藤代 大: 鉄と鋼, **65**(1979), 939.
- (22) R.E.Stoltz and J.B.Vandersande: *Met. Trans.*, **11A**(1980), 1033.
- (23) O.D.Sherby and A.K.Miller: *Trans. ASME, J. of Eng. Mater. Tech.*, **101**(1979), 387.
- (24) J.J.Jonas: *Acta Met.*, **17**(1969), 397.
- (25) 平野賢一: 第4章, 結晶格子欠陥, 材料科学講座2, 朝倉, (1969), 181.
- (26) G.S.Ansell, T.D.Cooper and F.V.Lenel: *Oxide Dispersion Strengthening*, *Met.Soc.Conf.*, Gordon and Breach, Science Publishers, **47**(1966), 125.
- (27) J.C.M.Li: *Acta Met.*, **8**(1960), 296.

日本金属学会誌 第45巻 第11号(1981)1195~1201

12%クロム鋼の炭化物分散を伴う浸炭(CD 浸炭)

郝 士 明* 高山武盛** 西沢泰二***

J. Japan Inst. Metals, Vol.45, No.11(1981), pp.1195~1201

Carbide Dispersion Carburizing of a 12% Chromium Steel

Hao Shi Ming*, Takemori Takayama** and Taiji Nishizawa***

Carburizing of a 12%Cr steel containing 0.1-0.9%Si was performed at 950°C, and the micro-structure, the hardness and the wear resistance of the carburized and hardened layer were examined. Addition of Si was effective to eliminate the formation of massive carbides in the outer region and also of boundary carbides in the intermediate region. It was revealed that fine dispersion of Cr_7C_3 carbides occurred throughout the carburized layer. The radius and amount of the carbides in the surface region were about 0.25 μm and 30% by volume, respectively. The carburized and hardened layer with such fine dispersion of Cr_7C_3 was much superior in the hardness as well as the wear resistance to the ordinary high chromium tool steel.

(Received June 18, 1981)

I. 緒 言

従来の鋼の浸炭は、鋼表面層のオーステナイト格子中にC原子を侵入型固溶させ、焼入によって硬質のマルテンサイト組織とする表面硬化法である。これに対して表題のCD 浸炭は、炭化物分散を伴う浸炭(Carbide Dispersion Carburizing)の略語であり、VやTi等の炭化物形成元素を添加した鋼を浸炭し、 V_4C_3 やTiC等の合金炭化物を微

細に析出させることによって表面層の強化をはかるものである⁽¹⁾。このCD 浸炭を A_1 点以下のフェライト域で行った場合については、すでに千葉ら⁽²⁾⁽³⁾によって報告されているので、本研究では A_1 点以上の温度におけるCD 浸炭を12%Cr 鋼に試みた。この場合には Cr_7C_3 が析出すると同時に、基質のオーステナイト中にもC原子が侵入型固溶し、浸炭後の焼入れによってマルテンサイト基質中に Cr_7C_3 が微細に分散した組織となる。この組織を光顕なら

* 東北大学大学院, 現在: 中国東北工学院金属材料学科 (Graduate School, Tohoku University, Sendai. Present address: Department of Metallic Materials, Northeast Institute of Technology, Shenyang, China)

** 東北大学工学部, 現在: 株式会社小松製作所生産技術研究所 (Faculty of Engineering, Tohoku University, Sendai. Present address: Manufacturing Engineering Research Center, Komatsu Ltd., Hirakata, Osaka)

*** 東北大学工学部金属材料工学科 (Department of Materials Science, Faculty of Engineering, Tohoku University, Sendai)