オーステナイト系 21-4N 鋼の変形機構 とクリープ破壊に及ぼす微細組織の影響*

藤 田 春 彦** 田 中 学*** 飯 塚 博**

Effect of Microstructure on Deformation Mechanism and Creep Rupture of Austenitic 21-4 N Steel

by

Haruhiko FUJITA, Manabu TANAKA and Hiroshi IIZUKA

(Mining College of Akita University, Akita)

The effect of microstructure on tensile properties and creep fracture has been investigated using austenitic 21-4 N steel.

In tensile tests of 21-4 N steel, the ductility decreased owing to a fracture of the grain boundary reaction (GBR) nodules in the temperature range from 20°C to 500°C, while it increased by inhibition of grain boundary sliding due to the nodules at temperatures above about 600°C. 0.2% proof stress decreased with an increasing amount of GBR, but tensile strength did not decrease very much except at large amount of it.

It was found in 21-4 N steel that recovery at elevated temperatures was more difficult to occur in the GBR nodules with rod-like precipitates than in the grains with spherical precipitates. In steels with less than 36% of GBR, a remarkable decrease in flow stress occurred at lower temperatures when the amount of plastic deformation increased. An increase in strain rate of tensile test at 600°C resulted in a large decrease in ductility and a noticeable increase in flow stress at smaller amount of plastic deformation when it caused a fracture of the nodules.

In notched creep rupture tests of 21-4 N steel at 700°C, a ductile fracture at the interface of the nodules occurred in the notch-strengthened steel with GBR nodules, while grain boundary facet was observed in the notch-weakened one without the nodules. Furthermore, it was considered in 21-4 N steel without the nodules as well as in SUS 304 steel that the creep fracture was caused by the grain boundary sliding and the deformation of grains, even under the creep condition where round type cracks were found at grain boundary.

(Received July 4, 1980)

キー・ワード：粒界反応，変形応力，クリープ破壊，粒界すべり

1 緒 言

各種の内燃機関，ボイラーおよび原子炉構造部材などに用いられる高温材料では，合金添加によって化学成分を調整したり，熱処理あるいは加工条件を選択して金属間化合物および炭化物の分布状態，形状，析出量あるいは母相との整合性を制御し，すぐれた高温強度^{1,2)}を得ている。著者らもオーステナイト系の 21-4N 鋼を用い，粒界反応型析出物とよばれるパーライト状のノジュールを含む材料の室温および高温^{3,4)}での変形ならびに破壊挙動について，材料学的および力学的に検討し，先にその結果の一部について報告した。しかし，

粒界反応ノジュールを含む材料の室温からクリープの著しい高温までの間における引張特性の変化，変形機構および破壊様式の温度依存性については十分に明らかにされていなかった。したがって，本研究では 21-4 N 鋼を用いて室温から 800℃までの広い温度範囲で引張試験を行い，上述の点について詳細に検討した。さらに，21-4N 鋼につきクリープ破断試験を行い，破断部付近のき裂の発生状態および破面形態を調べ，とくにクリープき裂の発生と粒界析出物との関連について考察した。また，弱析出型の SUS 304 鋼についてもクリープ破断試験を行い，21-4N 鋼について得られた結果の一般性を確認した。

2 供試材および実験方法

本研究では主な供試材としてほぼ標準組織の 21-4N

* 原稿受理 昭和55年 7 月 4 日

** 秋田大学鉱山学部 秋田市手形学園町

*** 正 会 員 秋田大学鉱山学部 秋田市手形学園町

Table I. Chemical compositions of steels used (wt. %).

Steels	C	N	Cr	Ni	Mn	Si	S	P
21-4N	0.51	0.40	20.22	3.90	8.75	0.15	0.008	0.019
SUS 304	0.072	—	8.76	18.24	1.19	0.34	0.016	0.032

鋼を、また、比較材として SUS 304 鋼を用いた。Table I にそれらの化学成分を示した。21-4N鋼は1200℃で1hrの溶体化加熱後水冷、空冷あるいは炉冷の後、750～900℃で時効し、硬度を H_v 約320一定として粒界反応量（面積率）を0～約100%まで変えたり、硬度を H_v 357 に高めた。粒界反応量は多数の顕微鏡写真につき線分析によって粒界反応ノジュールの面積率を求め、その平均値を採用した。SUS 304 鋼には1150℃×1hr水冷の溶体化処理を施した。引張試験およびクリープ破断試験には直径8mm、標点距離50mmのつば付きの引張試験片および直径5.5mm、標点距離30mmの平滑丸棒と直径7.5mm、最小断面の直径5.5mmのV型環状切欠き付丸棒（切欠き底半径0.5mm、 $K_t=2.4$ ）のクリープ破断試験片を用いた。引張試験は室温（20℃）から800℃の温度範囲で、主に $1.3 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ の一定ひずみ速度で、また、クリープ破断試験は600～800℃で行った。破断後の試験片につき、光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡によって破断部付近のき裂の発生状態、および破面形態を調べた。

3 実験結果および考察

3・1 21-4N鋼の引張特性への粒界反応の影響

Fig.1 に室温（20℃）から800℃までの静的引張特

Fig. 1. Effect of the grain boundary reaction (GBR) on the tensile properties of 21-4N steel.

性と粒界反応量（面積率）の関係を示した。各温度において引張強さは粒界反応量が多い材料で少し低くなる傾向にある。また、0.2%耐力は粒界反応量の増加とともに少しは低くなるが、これは粒界反応ノジュールの方がノジュールのない粒内より降伏応力が低い⁴⁾ためと考えられる。硬度の高い材料は0.2%耐力が高いが、反応量が約4%と少いにもかかわらず、引張強さは400℃以下ではあまり高くない。試験温度の上昇とともに引張強さと0.2%耐力は低下し、とくに前者は600℃以上で急激に低下する。室温では粒界反応ノジュールに含まれる棒状の $M_{23}C_6$ 型析出物が引張応力によってぜい性破壊するため、粒界反応量の多い材料の延性は低い⁴⁾が、この傾向はほぼ500℃まではあまり変化しなかった。粒界反応の生じたものではほぼ600℃以上の高温での延性は高く、これは粒界反応にともなう粒界ジグザグ化によって粒界すべりが抑制されるためと考えられる³⁾。600℃では反応量99%の材料を除いてノジュール界面で延性破壊が起りやすくなり⁴⁾、さらに700℃以上ではノジュール内部の破壊は起らない。粒界反応量0%の材料では600℃以上で粒界破壊が起るが、500℃以下ではこのほかに粒内破壊が部分的に混在していた。

上述のような変形および破壊挙動はひずみ速度にも依存して変る。Fig.2 に示したように、600℃でひずみ速度を $1.3 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ から10倍の $1.3 \times 10^{-3} \text{sec}^{-1}$ に変えると、引張強さはほとんど変化しないが、0.2%耐力は高くなり、とくにノジュール内部での破壊が起るようになる反応量36～62%の材料では、破断様式の変化しないその他の材料に比べその増加が大きい。

Fig. 2. Temperature dependence of flow stress of 21-4N steel.

Fig. 3. Effect of strain rate on the tensile properties of 21-4N steel at 600°C.

これとともに反応量36～62%の材料では伸びおよび絞りはかなり低下するが、その他の材料ではあまり大きな変化はない。

3・2 21-4N鋼の変形挙動への析出形態の影響

変形応力の温度依存性につき、Fig. 3 に粒界反応量 0, 36, 99%の材料の σ/μ と試験温度の関係を示した。 σ/μ は剛性率の温度依存性を考慮した量で、 μ の値としては室温では21-4N鋼の実測値を、 μ の測定ができなかった高温については AISI 316 鋼の値を用いた。⁵⁾ 球状析出物のみを含む反応量 0%の材料では、0.2%の塑性ひずみに対する σ/μ は室温から300℃まではほとんど一定であるが、300℃付近から σ/μ は低下しはじめ、400～500℃で急激に低下する。 σ/μ は500～700℃ではほぼ一定であるが、700℃を越えると再び大きく低下する。低温がわの σ/μ の急激な低下の原因には、C, Nによる固溶強化の減少、転位の交差すべりが高温ほど活発に起こること、および運動転位が転位が転位林と交切するとき jog を作るのに要する応力が熱活性化によって低下することが考えられる。一方、高温がわでの σ/μ の急激な低下は加工硬化に対して転位の上昇運動などによる回復が相対的に起りやすくなるためである。反応量36%以上の材料では同じ0.2%の塑性ひずみでも400～500℃での σ/μ の急激な低下は起らない。これは粒界反応ノジュールが棒状析出物を含み、ノジュール内では交差すべりなどによる回復が起りにくい^{6,7)}ためとみられる。つぎに、塑性ひずみが1%以上になると、反応量0%の材料でも低温がわの σ/μ の急激な低下は起らないが、これは塑性変形の進行によって転位密度が増し、回復が容易に起らなくなるためであろう。反応量が36%以下では塑性ひずみが1%以上の場合、 σ/μ の高温がわでの低下は600℃から起る。これに対し、反応量99%の材料では塑性ひずみが1%以上でも急激な σ/μ の低下は700℃以上でないと起らない。粒界反応ノジュールごとに棒状析出物の方が異なり、同じ応力でも個々のノジュールの変形量は違⁴⁾うが、材料全体としては粒界反応ノ

ジュールは球状析出物を含む粒内に比べて回復は起りにくいことが上述のことからわかる。さらに、600℃でひずみ速度を10倍にすると変形応力は増すが、その増加量は塑性ひずみが小さいほど大きい。また、変形応力の増加は反応量36%の材料で最も著しく、前述のようにこの材料ではひずみ速度の増加によってノジュール内部で破壊が起る。

3・3 クリープ破壊へ及ぼす析出形態の影響

上述のように、引張試験における材料の変形挙動および破壊様式が粒界反応によって変化するが、これらの材料のクリープき裂の発生についても二、三の興味ある結果が得られた。切欠き材のクリープ破断試験では、平滑材とは異なり600℃の高応力側で粒内破壊が起る^{3,8)}が、700℃になると、Fig. 4 (a), (b)に示したように切欠き底の破断部付近に反応量0%の材料では粒界三重点にW型き裂が、粒界反応が起った材料ではノジュールの界面にき裂が生じる。ノジュール界面のき裂は発生初期にはr型き裂であった。³⁾ ノジュール界面のき裂はノジュールと未反応の粒内の塑性ひずみの差による界面での応力集中によって起り、棒状析出物の長手方向が引張方向に平行に近いほどき裂は多くなる。⁴⁾ また反応量0%の材料ではFig. 4 (c)に示す平坦な粒界破面で、Fig. 4 (e)の微小な凹凸はディンプルではなく、酸化層である。36%の粒界反応の生じた材料ではFig. 4 (d), (f)のディンプル破面が破面のほとんどを占める。これらの小さなディンプルはノジュール中の棒状析出物の先端に生じたと考えられる。⁴⁾ 700℃では反応量0%の材料では切欠き弱化であるが、粒界反応による延性の増加にともない、反応量8%以上の材料では切欠き強化となった。800℃では粒界反応量0%の材料では延性は大きくなり切欠き強化となって、Fig. 5 (a)のように粒界にW型き裂のほか、粗大な粒界析出物の付近にr型き裂が多数認められる。r型き裂の発生場所は引張方向に無関係で、引張方向に平行に近い粒界にも生じる。一方、Fig. 5 (b), (c)の破面形態をみると、酸化は著しいが、粒界反応ノジュールを含む材料とは

Fig. 4. Optical and scanning electron micrographs of notched bar specimen of 21-4 N steel creep ruptured at 700°C, 25 kg/mm².

Fig. 5. Optical and scanning electron micrographs of notched bar specimen of 0% GBR (21-4 N) creep ruptured at 800°C, 12 kg/mm² ($t_r=224.9$ hr, $\epsilon_r=1.43\%$).

異り破面にディンプルは観察されず、Fig. 4 (c), (e)の破面とほとんど同じである。平滑丸棒についてはき裂は破断部付近のかなり広い範囲に数多く観察されたが、

その発生状態と破面形態は上述の切欠き材とはほぼ同様であった。

つぎに比較材の SUS 304 鋼では 700°Cのクリープ

Fig. 6. Optical and scanning electron micrographs of smooth bar specimen of SUS 304 steel creep ruptured at 700°C.

中に粒界と粒内に少量の析出が起る。700°C クリープ破断後の組織を調べると、高応力で破断した材料には Fig. 6 (a) のような W 型き裂が観察されたが、低応力で破断したものには Fig. 6 (b) のような多数の微小な r 型き裂が Fig. 5 (a) と同様に引張方向に関係なく認められた。r 型き裂は粒界の粗大析出物や双晶境界が粒界と出会うところに観察され、他にこれらの r 型き裂が粒界すべりによって連結してできたと思われる長いき裂もみられた。このように、応力によってき裂の形態が異っても Fig. 6 (c), (d) のように破面は同様にほとんど平坦で特徴のない粒界破面であった。

クリープ破壊に関する研究が進むにつれて、粒界き裂を従来のように r 型と W 型に分類することに疑問が持たれている⁹⁾。従来 r 型き裂と考えられたものでも高倍率の電子顕微鏡観察によって必ずしも丸い形状でないことがわかっており、最初は角ばったき裂でも高温での表面拡散や粒界拡散によって丸くなる可能性が指摘されている¹⁰⁾。本研究の反応量 0% の 21-4N 鋼および SUS 304 鋼の r 型き裂は引張方向と平行に近い粒界にも観察され、応力軸に垂直な粒界に優先的に形成されるという従来の多くの報告とは異なる。このことは、本研究においては r 型き裂が認められる試験条件下でも、クリープき裂は粒界すべりおよび粒内変形によって起り、引張応力下での空孔凝集によって起るのではないことを示す。さらに粒界破壊の起る条件下では、少量の粒界反応をジグザグ化させて粒界すべりを起りにくくした材料が、平滑材および切欠き材ともクリー

プ破断強さが最も高いことからも、クリープ破壊における粒界すべりの重要性とともに、粒界析出物の形状、寸法などのクリープき裂の発生と成長への影響が明らかである。

4 結 言

市販の 21-4N 鋼を用いて室温から 800°C までの温度範囲で引張試験を行い、材料の変形挙動および破壊様式への析出形態の影響について調べた。さらに、同鋼と弱析出型の SUS 304 鋼につきクリープ破断試験を行い、クリープ破壊について考察した。以下に得られた結果を要約する。

(1) 21-4N 鋼の引張試験では粒界反応量が 8~62% の材料で室温から 500°C において、反応量 99% の材料で 600°C までにおいてノジュール部の破壊が起るため、粒界反応量 0% の材料よりも延性は低い。一方、600~700°C 以上の高温では粒界反応の生じた材料で延性が大きくなり、ノジュール界面での破壊が起りやすくなる。反応量 0% の材料では 600°C 以上で粒界破壊が、500°C 以下ではこれに粒内破壊が部分的に混在した。また、引張強さは粒界反応量の多い材料で少し低くなり、0.2% 耐力は反応量の増加とともに低下する。

(2) 変形応力の温度依存性については、粒界反応量 0% の材料では 0.2% の塑性ひずみに対する σ/μ は 400~500°C と 700°C 以上で、反応量 36% 以上の材料では 700°C 以上で急激な低下を示す。また、1~3% までの塑性ひずみでは σ/μ の急激な低下は反応量 0~36% の材料で 600°C 以上で起るが、反応量 99% の材料

では700℃以上でないといえず、棒状析出物を含む粒界反応ノジュールでは球状析出物を含む粒内よりも回復は起りにくい。

(3) 600℃の引張試験でひずみ速度を $1.3 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ から $1.3 \times 10^{-3} \text{sec}^{-1}$ に増すと、とくに反応量36~62%の材料の0.2%耐力などの変形応力の増加と延性の低下が顕著であるが、これは粒界反応ノジュール内部で著しい加工硬化が生じ、ノジュールの破壊が起るためである。

(4) 21-4N鋼の切欠き材のクリープ破断試験で、粒界破壊の起る試験条件では平滑材と同じく、粒界反応の生じた材料では反応量0%の材料が切欠き弱化となるのに比べ切欠き強化を示し、また、ノジュール界面での破壊が起りやすく、ディンプル破面を呈した。反応量0%の材料では700℃でW型き裂が、800℃ではW型とr型の両方のき裂が生じるが、破面はいずれも無特徴な粒界破面であった。SUS 304 鋼平滑材のクリープ破断試験でも同様の結果が得られた。r型き裂は

本研究では引張方向に関係なく観察されることから、粒界すべりと粒内変形によって生じたと考えられる。

参 考 文 献

- 1) 藤田利夫, 柴田浩司, 日本金属学会報, **16**, 231 (1977).
- 2) 依田連平, 鉄と鋼, **65**, 725 (1979).
- 3) 田中 学, 宮川大海, 坂木庸晃, 藤代 大, 鉄と鋼, **65**, 939 (1979).
- 4) 藤田春彦, 田中 学, 宮川大海, 坂木庸晃, 日本機械学会論文集, **45A**, 1451 (1979).
- 5) 村松篤良, 日本機械学会誌, **68**, 111 (1965).
- 6) Ansell, G.S., Met. Soc. Conf., **47**, 61 (1966).
- 7) Guyot, P., Met. Soc. Conf., **47**, 405 (1966).
- 8) 藤田春彦, 田中 学, 坂木庸晃, 日本機械学会講演論文集, No.800-1, 225 (1980).
- 9) 渡辺忠雄, 日本金属学会報, **12**, 883 (1973).
- 10) Chen, C.W., and E.S. Machlin, Trans. AIME, **209**, 829 (1957).

書 評

“新しい材料の事典”

日本材料科学会 (編)

(1980年, 共立出版刊行, A 5 版, 328ページ, ¥3 500)

本書は, 科学技術の各分野にたずさわる60名の学者, 専門家によって書かれたもので, 新しい材料の科学や工学に関する用語を説明する事典として刊行された。材料基礎, 材料計測試験, 金属材料, 無機材料, 有機材料, 複合材料, エネルギー材料の7部門に区分された770項目の用語(副題を含めると2500用語)について簡潔に要約された説明, 図表, 専門分野の明示と代表的な出典文献が付されている。

材料基礎の部門では, 金属物理, マルテンサイト, 相変態, 材料力学, 破壊力学, 伝導, 音波など。

材料計測試験では, 材料試験, 非破壊試験, 構造解析, 状態分析法, 化学分析など。

金属材料では, 鉄鋼材料, 非鉄金属材料, 粉末冶金, 溶解, 鋳造, 熱処理など。

無機材料では, ガラス, セメント, 半導体, セラミックス, 炭素材料など。

有機材料では, 高分子材料, 有機合成, 押出し, 液晶, 接着, 生体材料など。

複合材料では, FRP, コンクリート材料, 粒子分散材料など。

エネルギー材料では, 原子炉材料, 水素貯蔵材料, 核融合など。

以上挙げた各部門で広範囲な科学, 工学の専門分野に亘って最近10年間くらいの用語が含まれており, 記述も平易であるため, 広く材料の技術, 研究にたずさわっておられる方々への専門的知識の手引として大いに活用されるであろう。巻末にはいいいな和文, 英文の索引もかなりのページをさいて収録されていることも利用に都合が良い。

ただし, この種の事典では最近における科学・技術の急速な進歩の中では, 数年を経ずして改訂・増補の必要があり, またそのように時代に即した書でなければ意味がなくなってしまう。この点に関しては本書の編集代表者も指摘しておられることでもあるので, 今後の充実と発展を期待したい。

(奈良工業高等専門学校機械工学科 有間淳一)