

特別講演

□第155回春季講演大会学術功績賞受賞記念
特別講演 (2008年3月28日)

γ単相合金のクリープ変形に関する研究 Creep Deformation Manner of γ-single Phase Alloy

松尾 孝
Takashi Matsuo

東京工業大学 大学院理工学研究科
材料工学専攻 教授



*脚注に略歴

はじめに

1971年に提出した修士論文の研究では、オーステナイト系耐熱鋼のクリープ破断強度におよぼす微量合金元素B, PおよびNの効果を調べ、190本近いクリープ破断試験を行いました¹⁾。その当時の温度制御は真空管式で劣悪でした。また、ダイヤルゲージによる伸び測定も大変でした。やがてオーバーシュートがほとんどないサイリスタ式の温度制御器が導入されました。また、差動トランスの導入で、精度の高い伸びの連続測定も可能となりました。1970年代前半の頃です。クリープ曲線が高い精度で描けるようになったことで博士課程でのテーマとしてγ単相のオーステナイト鋼のクリープ変形を調べてみたいと考えました。そして多くの合金元素をそれぞれ単独に固溶限内で添加して、クリープ速度に及ぼす効果を調べました。その結果、固溶元素添加によるクリープ速度の減少はその大半を原子の大きさ効果で説明できることを明らかにしました²⁾。しかし、その当時の差動トランスはACタイプのもので 10^{-6} s^{-1} 以下のクリープ速度測定が困難でした。助手に採用された後、クリープ変形に伴う転位組織の発達を内部応力の増加として測定したいという目標を持つようになり、AC差動トランスをDC差動トランスに替え、アンプは当時、最高精度のラインアンプで自作しました。これらの導入により 10^{-7} s^{-1} のクリープ速度測定ができるようになるとともに、Strain-dip testによる内部応力の測定も可能となりました。そこで、近藤義宏君(現：防衛大教授)がγ単相のオーステナイト鋼での固溶元素添加による内部応力の増加を調べました³⁻⁵⁾。それらの研究を通して、応力を低下させると定常域が明確ではなくなることを知りました。

1980年代後半 μV オーダの精度で電圧を安定に供給できる

三端子電源ICが登場したため差動トランスのアンプをこれに取替えたところ、劇的に精度の高い測定が可能となり $10^{-8} \text{ s}^{-1} \sim 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ のクリープ速度が正確に測定できるようになりました。そこで、γ単相Ni-20Cr合金について 1000°C のクリープでの内部応力測定を中島 要君(現：防衛省)が実施して、クリープ速度の減少は内部応力の増加で説明できることを提案しました⁶⁾。

この研究を通して、ある応力以下でのクリープ曲線においては定常域が消失することがより確かとなりました。そこでこの頃から、「定常クリープ速度」の使用を止め、「最小クリープ速度」を用いるようになりました。これらの研究を通して高温、低応力のクリープではこれまでのクリープの概念とは異なるクリープの特徴が出現することを確信するようになりました。それらの特徴は以下の3つです。

- (i) 遷移域の拡大
- (ii) 定常域の消滅
- (iii) 加速開始の主因は動的再結晶の形成

これら3つの特徴の出現をγ単相単結晶を用いて確認することを1990年代初頭から開始しました⁷⁻¹¹⁾。それらの成果により、低応力でのクリープ変形が高応力のものとは全く異なる特徴を示すことを確認しただけでなく、そのような特徴が生じた形成機構も把握できるようになりました。さらに、これらの成果からこれまでに受け入れられてきたクリープの概念のほとんどが高応力のデータに基づいたものだと再確認しました。すなわち、高応力の場合、負荷直後から強制的に導入された転位によりその応力に見合ったものに比べ、より高密度で、かつ不均一な転位組織を形成するようです。これに対し、低応力ではひずみの増加に見合って徐々に転位組織を発達させ、長時間を要して最高密度で、かつ均一な転位組織

*昭和44年3月東工大工学部卒業、49年3月東工大大学院博士課程を修了し、同年4月東工大工学部研究生となり、49年10月東工大助手に採用され、61年4月東工大助教授に昇任、平成6年10月東工大教授に昇任して現在に至る。

に至り、その後、動的再結晶を生じると理解するようになりました。そのような違いに至った経緯が少しでもわかっていたら幸いです。

2 高温、低応力の特定法

前述した3つの特徴の出現を論ずる前に、高温、低応力を特定する方法について記します。Fig.1に γ 単相 Ni-20Cr 合金単結晶 (応力軸は [001]) での例を示します⁹⁾。低応力とは負荷時に瞬間塑性ひずみが生じない応力のことです。応力負荷前に負荷応力の 1/3 以下の応力を数水準で負荷し、応力と瞬間ひずみとの関係を描きます。この直線を参考にして負荷時に塑性変形を生ずる応力を特定します。この場合 30MPa を超えると瞬間塑性ひずみが生じることになります。横軸 10 がひずみ 10^{-3} で 0.1% のひずみとなり、耐力を特定する 0.2% のひずみがいかに大きな値であるかがわかります。なお、 γ 単相単結晶のクリープを調べるようになった理由の一つは上記の3つの特徴をより明確に判定するためです。次章で γ 単相単結晶でのクリープ変形を調べることがより適切であると判断した理由を示します。

3 単結晶のクリープと多結晶のクリープの違い

Fig.2はある Ni 基超合金の単結晶のクリープ曲線を等軸晶をもつ多結晶のものと比較したものです。単結晶化して結晶粒界を取り去ると、これまで加速開始の原因とみなされてきた割れ (Crack) や空泡 (Voids) の形成サイトが消失すると

もに、それらが伝播するサイトも失うことになります。そのため、単結晶化は定常域と加速域を大きく拡大すると考えられてきました。なお、遷移域への寄与はほとんど描かれていません。その理由を以下に記します。 γ 単相の多結晶について高温、低応力のクリープを行った例はほとんどありません。遷移域を見事に描き、遷移クリープの出現は転位の上昇運動によるクリープと判定した条件の大半が高応力、短時間のものです。低応力、長時間のクリープ曲線はほとんどが実用合金のものです。そのような合金のクリープ曲線を描いたものは遷移クリープの存在はほとんど無視されていました。すなわち、析出相で分散強化された実用合金を用いて低応力、長時間のクリープを行うと強化相の粗大化がより進行して加速域が拡大すると考えられてきたのです。この考え方は θ プロジェクション法¹²⁾として受け入れられ、Fig.3に示すように Cr-Mo-V 鋼などの低合金耐熱鋼からフェライト系耐熱鋼のクリープ曲線の長時間予想にまで適用されてきました。

それほどまでに遷移域は考慮されなかったのです。ところ

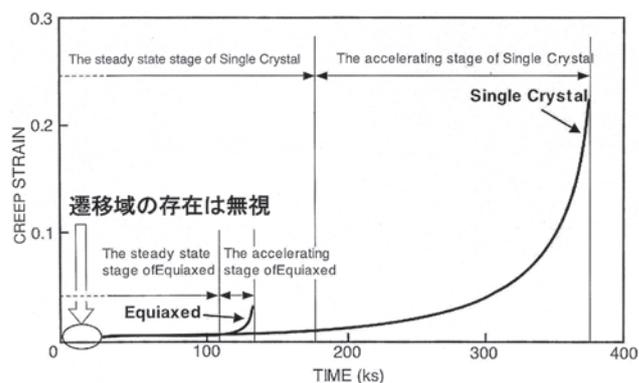


Fig.2 Comparing the creep curve of single crystal with that of equiaxed polycrystal

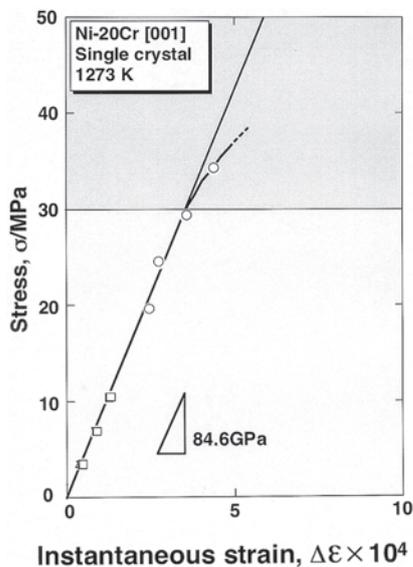


Fig.1 The stress lower than the stress showing the instantaneous plastic strain is defined as the lower stress

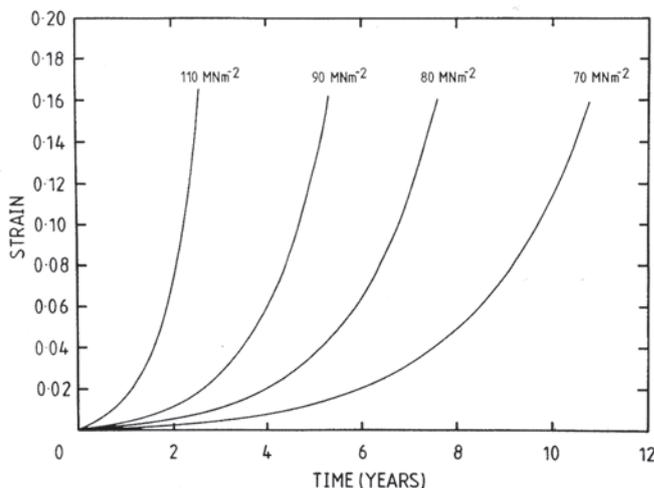


Fig.3 Long term creep curves calculated by the θ projection method

が、標準ステレオ三角形内部に初期応力軸をもつ単結晶の1173K, 19.6から98.0MPaまでの5本のクリープ速度 - 時間曲線を Fig.4 に示します。クリープ曲線ではなくクリープ速度-時間曲線を描くことでクリープの各段階をより明確に判定できます。49MPa以下では負荷直後にクリープ速度がほぼ一定の領域が生じた後クリープ速度が大きく減少する領域が現れました。これらを遷移域と判定し、前者をStage Iと、後者を Stage IIと呼ぶようにしました。Stage IIは加速開始で終了し、定常クリープ域は生じないことを確かめています。なお、これらのクリープ試験はより定常が生じやすいように一定応力で行ったクリープ試験です。なぜStage IとStage IIが生じるかを標準ステレオ三角形内に応力軸をもつ単結晶の加速初期停止材の応力軸を初期の値と比較し、それらの動きを調べることで考察しました。その結果、Fig.5に示すように標準ステレオ三角形内部のBおよびCに応力軸が位置するものは1173K, 19.6MPaの低応力ではいずれも主すべり方向である[1-01] (111)のすべり系が働きStage Iのクリープを示します。しかし、応力軸が[001] - [1-11]ラインに近づくと、2次、3次のすべり系が働くようになり、転位組織が発

達するようです。これによりクリープ速度が減少するStage IIが現れると判定しました。

ところで、応力軸が最初から[011] - [1-11]ラインに近い単結晶Dや[001] - [011]に近い単結晶Aは最初から2次すべり系の影響を受けて、応力軸の向く方向が異なることも判明しました。

標準ステレオ三角形の3極点に応力軸が位置する3つの単結晶および内部に応力軸が位置する単結晶の遷移初期に作動するすべり面、変形が均一か不均一かそして大きなクリープ伸びを示すかどうかをまとめたものをTable 1に示します。なお、応力軸が標準ステレオ三角形内部に位置するものの中で応力軸と主すべり面(111)のなす角度θが45°以上のものは45°以下のものとは異なり、変形に伴いシュミットファクターが増加しますので加速開始が早く、また、変形も均一ではなくなります。なお、Figs.4および5で用いた単結晶はFig.4のDおよびFig.5のEを除くといずれもθが45°以下のものです。

以上のようにγ単相単結晶のクリープを広い応力範囲で調べた結果、ある応力以下になるとクリープの特徴がこれまで

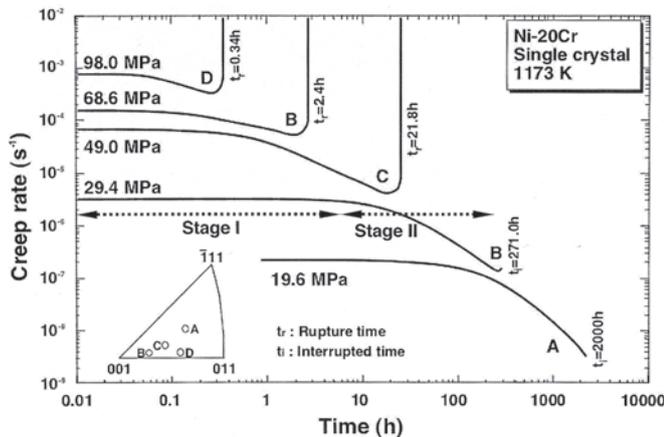


Fig.4 Change in the shape of creep curve with decreasing the applied stress in single crystals with stress axis within the standard stereographic triangle

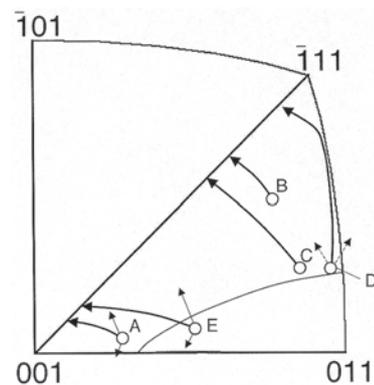


Fig.5 Change in the stress axis after interrupting the creep test at the beginning of accelerating creep stage

Table 1 Effect of stress axis of single crystal on the number of slip plane, deformation manner and rupture ductility

Orientation of Stress axis	Slip Plane		Deformation Manner		Ductility	
	Primary	Plural	Homogeneous	Heterogeneous	Superior	Inferior
[001]		○	○		○	
[111]		○		○		○
[011]	○			○	○	
Within Standard stereographic triangle (θ < 45°)	○		○		○	
Within Standard stereographic triangle (θ > 45°)	○			○	○	

予想されたものとは異なり Stage I をも含めた遷移支配型のクリープであり、定常クリープ域が形成しないことが確かめられました。

4 加速域の開始は動的再結晶の形成による

最後にもう一つの特徴とみなした高温、低応力のクリープでの加速の開始が動的再結晶の形成と一致していることについて記します。このことはこれまでに行ってきたクリープ試験停止材の観察によって何度も確かめられました。

1993年に学位論文を提出した寺田 芳弘君(現：名古屋大学准教授)は γ 単相 Ni-20Cr 合金のクリープ速度の結晶粒径依存性を調べ、結晶粒が小さいほどクリープ速度が大きくなることは遷移域が明確に現われる高応力域でも確かめられたことから、これまで説明されてきた Coble Creep の現出ではなく、結晶粒界に沿った転位組織が発達しない領域(マントル領域)の形成によると説明しました¹³⁾。

すなわち、転位組織が十分に発達する粒内(コア領域)に比べ転位組織が発達せず変形速度が大きいマントル領域は結晶粒の微細化により増加するため、クリープ速度もまた増加すると提案しました。これはコア-マントルモデルと呼ばれています。また、寺田君はクリープ変形に伴う転位組織の発達も調べ、セル→サブバウンダリー→サブグレイン→動的再結晶というクリープ中の動的再結晶(連続再結晶と呼ばれる)の形成過程を明らかにするとともに、粒界を介した角度が 8° 以下のサブグレインはクリープ速度を増加させないことも確認しています。このような考えに基づいて、応力軸が標準ス

テレオ三角形内部の単結晶について、1173K, 29.4MPa のクリープを Stage I から加速初期までの時間域で停止し、停止材の組織を調べました。その結果をクリープ速度-ひずみ曲線と併せて Fig.6 に示します。ひずみ 0.10 の Stage I 停止材では試料断面を横切るサブバウンダリーと思われるものが確認されました。また、ひずみ 0.50 の Stage II 停止材ではその周囲でサブグレインが発達していました。そして、ひずみ 0.73 の最小クリープ速度を示した時点での停止材では、一部動的再結晶が生じ、そして加速初期と加速中期の停止材から加速域において動的再結晶が全面に拡大していることが確認されました。

大半の単結晶が高温、低応力のクリープにおいて加速開始に対応して動的再結晶が生じ、加速域においてそれがほぼ試料全面に拡大し、ほぼ均一に多結晶化して割れあるいは空泡を生じ、その後破断に至ることが判明しました。高応力ではこのような多結晶化は全く生じず破面近傍のみで小さな動的再結晶が認められることが多いことも確認しています。

これらの結果は高温、低応力での加速開始が動的再結晶によることを厳格に示す証拠とみなせます。

5 あとがき

大学で10台近いクリープ試験機を保有し、40年近くクリープを続けてきました。数1000hを超える低応力でのクリープ試験は大学では大変な負担です。しかし、それらを実行したことでクリープに対し新たな概念を提案することができました。それらを導いた一因は伸び計から差動トランス用のアンブを改良することで最高精度の伸びが測定できたことです。

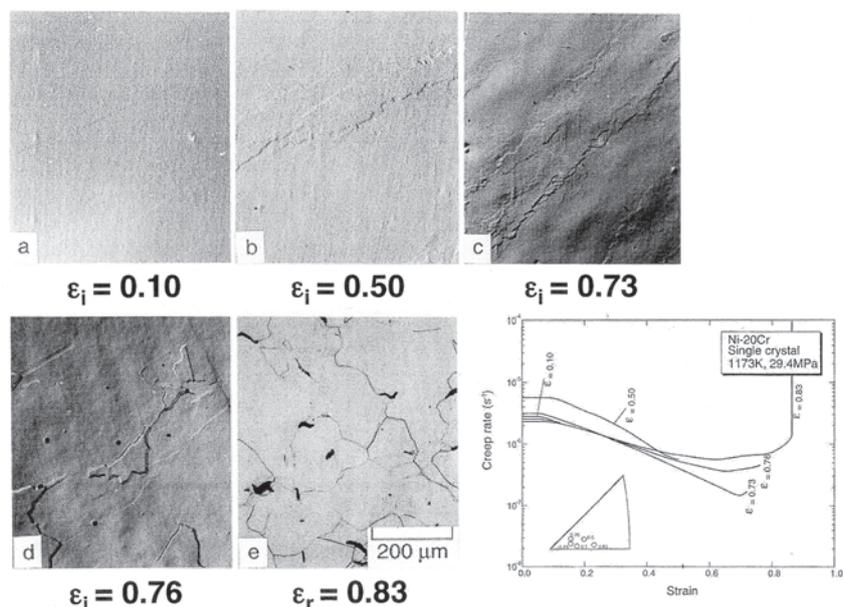


Fig.6 Change in dislocation substructures with increasing the creep strain¹¹⁾

それらの概念をさらに支持してくれた2つの研究があります。1987年に学位を取得した木村一弘君(現物材機構)はCr-Mo-V鋼の高温、低応力での材質劣化が旧オーステナイト粒界に沿って形成した動的再結晶によることを示してくれました。また、1986年に学位を取得し、今もともに教育指導をいただいている竹山雅夫准教授は、動的再結晶を形成する粒界を第2相で覆うことでクリープ速度が減少するという粒界析出強化を提示してくれました。彼らとともに行った研究を通して、博士の存在により研究は大きくレベルアップするだけでなく、彼らとともに研究してくれた修士、学士の研究と議論にもレベルアップが図れたと確信しています。クリープ研究のチャンスをいただいた恩師、そしてともに学んだ諸君に感謝します。

参考文献

- 1) 松尾 孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, 59 (1973), 907.
- 2) 松尾 孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, 63 (1977), 980.
- 3) 近藤義宏, 松尾 孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, 67 (1981), 987.
- 4) 近藤義宏, 松尾 孝, 田中良平: 鉄と鋼, 68 (1982), 690.
- 5) 近藤義宏, 松尾 孝, 田中良平: 鉄と鋼, 71 (1985), 1007.
- 6) Takashi Matsuo, Kaname Nakajima and Makoto Kikuchi: Proc. JIMIS-7 Aspects of High Temperature Deformation and Fracture in Crystalline Materials, (1993), 99.
- 7) Takayuki Kashiwa, Hiroyuki Miyazaki, Takashi Matsuo and Makoto Kikuchi: Abstract Intn. Symp. Advanced Materials and Technology, (1995), 149.
- 8) Yoshihiro Terada, Yoshiro Nakamoto, and Takashi Matsuo: Materials for Advanced Power Engineering, (2002), 245.
- 9) Takeo Tokumoto, Yoshihiro Terada and Takashi Matsuo: Mater. Sci. Forum, 426-432 (2003), 803.
- 10) Yoshihiro Terada, Takeshi Yasui and Takashi Matsuo: Mater. Sci. Forum, 426-432 (2003), 785.
- 11) Takashi Matsuo, Yoshiro Nakamoto and Yoshihiro Terada: Mater. Sci. Forum, 426-432 (2003), 737.
- 12) R.W.Evans, J.D.Parker and B.Wilshire: Recent Advances in Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Ed.B.Wilshire and D.R.J.Owen, Pineridge Press, (1982), 135.
- 13) Yoshihiro Terada, Takashi Matsuo and Makoto Kikuchi: Proc. JIMIS-7 Aspects of High Temperature Deformation and Fracture in Crystalline Materials, (1993), 27.

(2008年5月16日受付)