

# 特別講演

□第173回春季講演大会西山賞受賞記念特別講演  
(平成29年3月15日)

## γ単相合金単結晶の低応力でのクリープ変形に至った研究

Research Leading to Creep Deformation of Single Crystal with γ Single Phase Alloy Conducted at Low Stress Conditions



\*脚注に略歴

松尾 孝 東京工業大学  
名誉教授  
Takashi Matsuo

### はじめに

#### 1.1 γ単相合金のクリープ変形機構研究に導いた修士論文研究

「鉄と鋼」に投稿した最初の論文のテーマは、「オーステナイト系耐熱鋼のクリープ破断強度に及ぼす微量合金元素の効果」であった<sup>1)</sup>。修士2年間で100本を超えるクリープ破断試験を実施して、破断強度に及ぼすN、BおよびPの効果を明らかにした<sup>1)</sup>もので、引用回数は、私の論文の中では最多でもあった。

この修士論文の研究を通して、実用鋼の変形機構や強化機構の検討には組織因子が加わり複雑だと判断し、博士課程では、γ単相鋼を用いて、「高温固溶強化因子の検討」をテーマに選定した。当時、高温での固溶強化因子は積層欠陥エネルギー、γ、であった<sup>2,5)</sup>。O.D.Sherbyらは、クリープ速度はγの3.5乗に比例し、γ値の低下でクリープ速度は大きく減少するとし<sup>5)</sup>、この指摘は広く受け入れられていた。ところが、私は以下の体験で、この指摘に疑問を抱いた。すなわち、積層欠陥エネルギーの測定法の一つとして、「双晶法<sup>6,7)</sup>」があり、この方法は、強加工後、焼きなました試料の結晶粒内の双晶(焼きなまし双晶と呼ぶ)の数を調べるもので、数が多いほどγ値は低くなる。ところが、修士論文研究において、固溶強化能が大きなMoおよびW添加鋼の、固溶化組織観察の体験に双晶増加の印象はなく、一方、固溶強化能がわずかであったMn添加鋼の固溶化組織は双晶増加の印象を得ていた。

この疑問を解決する目的で、炭素無添加のγ単相17Cr-14Ni鋼について11種の置換型固溶元素による高温クリープでの固溶強化能と、双晶法で求めたγ値に及ぼす効果との関

連を検討し<sup>8)</sup>、併せて、固溶強化因子とされてきた拡散係数および弾性係数を通した各固溶元素の効果をも文献により調べた結果<sup>8)</sup>、各置換型元素添加による固溶強化能(クリープ速度の減少比)は積層欠陥エネルギー値の変化とは対応せず、また、拡散係数の減少や弾性係数の増加を通した効果も小さいことを確かめた。一方、図1に示すように、各置換型固溶元素添加によるクリープ速度の減少比が「γ母相の格子定数」の増加に対応していたことから、固溶元素の「大きさ効果」が重要と判定した<sup>8)</sup>。

博士課程を終えた直後、O.D. Sherby 先生が研究室を訪問され、2時間にわたり、「固溶強化因子としての積層欠陥エネ

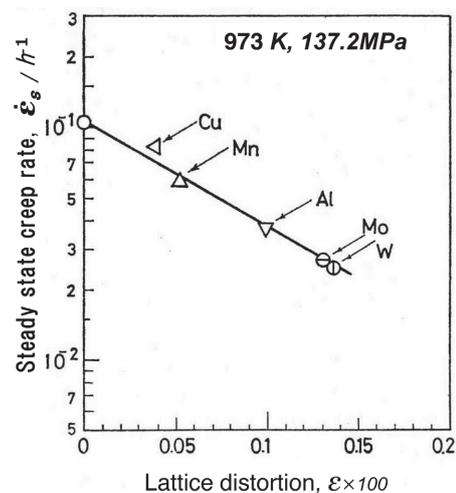


図1 固溶元素 1 at% あたりの定常クリープ速度 (973 K, 137.2 MPa) の減少比と原子寸法因子との関係 (γ単相17Cr-14Ni鋼)<sup>1)</sup>

\* 昭和49年3月東京工業大学工学部大学院博士課程を修了、同年10月同大学工学部金属工学科助手に着任、昭和61年4月同大学工学部金属工学科助教授昇任後、平成6年10月同大学工学部金属工学科教授となり、平成23年3月同大学退職、平成24年11月同大学名誉教授となる。

ルギの効果」を議論する機会を得たが、納得はしてもらえなかった。

### 1.2 従来のクリープ概念に疑問を抱いた時代

昭和49年10月に助手となり、12年間にわたって教育、研究に没頭した。この間、3人の博士課程学生の研究を教授とともに指導した。さらに、助教授としての8年間に4人の博士課程学生の研究を指導した。それらの研究を通して、それまでに受け入れられてきたクリープ変形概念にいくつかの疑問を抱き、その後の研究を通して、新たな概念を構築できた。

疑問を抱いたきっかけは、低応力(長時間)のクリープ試験を続けてきたことにある。研究室に入った昭和43年当時、温度調節機は、水銀リレーを真空管でON/OFF駆動していた。そのため、昇温時のオーバーシュートは大きく、また、OFF時に抵抗を作動させ、電流の低下幅を抑えても、調整できる温度幅は大きかった(±5°C程度)。ところが、昭和40年代後半から50年代にかけ、サイリスタを導入してPID方式とした温調が開発されたことで温度調整幅は±2°C以下にまで達した。同時に、クリープ伸びの測定はダイヤルゲージから差動トランスへと移行した。差動トランスを伸び計の左右に装填し、2台のアンプで測定すると、測定精度は100 μVにまで達した。その後、高精度の3端子定電圧デバイスを使ったアンプを自作することで、測定精度は1 μV以下にまで達し、2桁小さなクリープ速度が測定可能となった。そのような高性能化が昭和50年(1975年)以降に進行したことを考えると、1970年以前にクリープ変形機構を論じたクリープデータの測定精度には限界があったことを認識できよう。事実、クリープ変形機構を論じた当時のデータを検証すると、大半が100 h以内のものであった。また、「遷移クリープ域(以後、「遷移域」と呼ぶ)」、「定常クリープ域(以後、「定常域」と呼ぶ)」、および「加速クリープ域(以後、「加速域」と呼ぶ)」の判定は「クリープひずみ-時間曲線」いわゆる「クリープ曲線」で行われていた。ところが、前述したサイリスタを採用し、PID方式とした温調と、自作した差動トランス用アンプを採用することで $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ までのクリープ速度が測定可能になり、「クリープ速度-時間曲線」を描くことで、クリープ変形の径時変化を詳細に把握できるようになった<sup>9)</sup>。これらのことが、より低応力でのクリープ試験への実施意欲を高めた。

その後、AC型作動トランスをDC型に変更することで、クリープひずみの測定精度がさらに高まり、 $10^{-9} \text{ s}^{-1}$ のクリープ速度も測定可能となった。以上の性能向上により、当時、博士課程学生であった近藤義宏君は、Strain Dip Test(応力除荷直後のひずみの経時変化から内部応力を特定する試験)を実施して、内部応力測定を開始した<sup>10)</sup>。一方、クリープ中に発達した転位下部組織と内部応力の関係を調べるため、応力

負荷ままクリープ試験片に圧搾空気を吹付け、強制空冷し、転位下部組織を凍結した薄膜試料の透過電顕観察を行った。それらの研究<sup>11)</sup>を通して、低応力のクリープ変形について、以下に示す3つの新たな概念をいだいた。

- 1) 着目度が低かった、「遷移域」のクリープに占める割合は低応力で大きい。
- 2) クリープ変形で最も着目されてきた「定常域」は低応力では形成しない。
- 3) 低応力での加速開始の要因は、結晶粒界での割れやボイドの形成ではなく、「動的(連続)再結晶粒の形成」による。

上記1)および2)の概念の妥当性をより強くしたのが中島要君の博士論文研究<sup>12)</sup>である。すなわち、 $\gamma$ 単相Ni-20Cr合金について固溶強化の検討をより低応力で実施して、図2に示すように、「定常クリープ速度」ではなく、「最小クリープ速度」と「有効応力」との関係を探っている<sup>12)</sup>。「最小クリープ速度」の採用は、定常域が形成されず、遷移域支配型へと移行していることを示す。また、図中には測定可能となった $10^{-8} \text{ s}^{-1}$ のクリープ速度のプロットも確認できる。

以上の成果を得て、今後なすべき研究題目として、「 $\gamma$ 単相単結晶の低応力でのクリープ変形」を取りあげた。その理由として、結晶粒界がない単結晶のクリープでは加速開始の要因とされた空泡(Voids)や割れ(Crack)の形成場所がないため、図3に示すように、「定常域」が大きく拡大し、また、空泡や割れが形成してもそれらの伝播の経路がないため、「加速域」もまた同図に示すように拡大すると理解されてきたことが挙げられる。すなわち、新たな概念として1)に挙げた「遷移域」については全く言及されず、「定常域支配型」という対照的な認識が支配していたことにある。

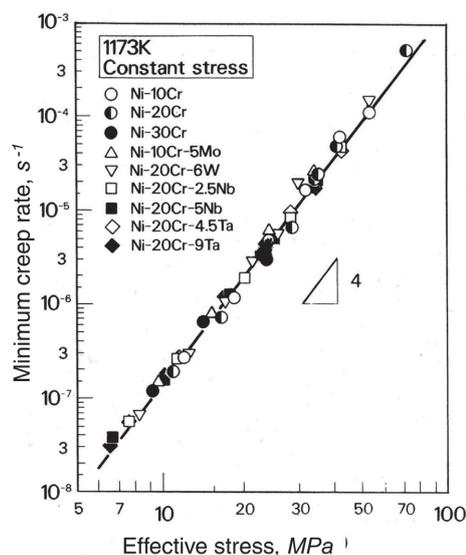


図2 種々の固溶元素を添加した $\gamma$ 単相Ni-20Cr合金の1173 K、クリープにおける有効応力と最小クリープ速度の関係<sup>12)</sup>

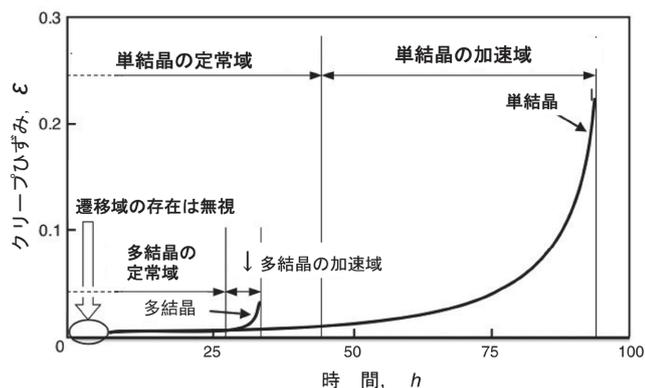


図3 単結晶のクリープ曲線を多結晶の曲線と比較し、定常域および加速域拡大型と特徴づけた模式図

さらに、単結晶のクリープ変形を検討するもう一つの理由があった、すなわち、クリープ変形に及ぼす結晶粒界の役割に着目した2つの研究<sup>13,14)</sup>を行ったことで「転位クリープでは、クリープ速度は結晶粒径に依存しない<sup>15)</sup>」とする概念に疑問を抱いた。加えて、前述の3番目の概念、「加速クリープ開始要因は動的再結晶の形成」を受け入れるには「転位クリープでもクリープ速度は結晶粒径に依存する」ことを実証する必要があった。それらについての検討を次節に記す。

### 1.3 クリープ変形に及ぼす結晶粒界の役割に着目した時代

前節で、新たな概念として3番目に提案した「加速クリープの開始は動的再結晶の形成による」は、従来の概念、「転位クリープではクリープ速度は結晶粒径に依存しない<sup>15)</sup>」を否定している。M.F. Ashbyは高温変形機構領域図<sup>16,17)</sup>を提案し、結晶粒径の減少によるクリープ速度の増加は結晶粒界拡散支配のCobleクリープ<sup>18)</sup>へと律速過程が替わったことによるとして、転位クリープの寄与を否定している。

助手時代、この説明に疑問を抱き、γ単相鋼のクリープ速度の結晶粒径依存性を調べた結果、100 μm以下で顕著となるクリープ速度の結晶粒径依存性を「転位クリープ」から「Cobleクリープ<sup>18)</sup>」の交替とみなすことは以下の理由で納得できなかった。

- (1) 「Cobleクリープ<sup>18)</sup>」では1とされたクリープ速度の応力指数  $n$  が、応力を低下させても1へと向かって大きく減少しなかった。
- (2) 細粒材の低応力クリープにおいても、「転位クリープ」を特徴づける「遷移域」が応力を低下させても確認できた。

加えて、前節で述べた2つの研究成果<sup>13,14)</sup>があった。1つは、高温ガス炉の中間熱交換器候補材として着目されたNi-20Cr-20W合金の強化機構を検討していた、博士課程学生だった竹山雅夫君は結晶粒界のみにW rich相 ( $\alpha_2$ 相) を析出させ得ることに着目し、 $\alpha_2$ 相の結晶粒界での被覆率、 $\rho$ とク

リープ速度の関係を定量的に調べ、 $\alpha_2$ 相が結晶粒界の半分を覆うと ( $\rho = 0.5$ )、クリープ速度は1/2に、また、90%を覆うと ( $\rho = 0.9$ )、1/10にまで減少することを明らかにして、この新たな強化機構を「粒界析出強化」と定義した<sup>13)</sup> ことであり、もう一つは、博士課程の学生であった木村一弘君がCr-Mo-V鋼ローター材の長時間使用に伴う材質劣化を調べ、旧オーステナイト粒界での動的再結晶 (連続再結晶) の形成が加速クリープを導き、材質劣化の主たる要因と判定した<sup>14)</sup> ことである。これらの研究を通して、クリープ変形は粒内に比べ粒界で優先し、粒界あるいは粒界近傍の組織制御が重要と再認識した。それらを確認する目的で、博士課程学生であった寺田芳弘君がクリープ変形に伴う粒界近傍での転位下部組織変化を粒内のものと比較した。すなわち、クリープ変形を受けたγ単相のNi-20Cr合金での、サブグレインから動的再結晶への進展は粒界近傍で優先して進行していることを確かめ、加えて、粒界周りでの動的再結晶粒の形成が加速開始と対応していることを確認した<sup>19)</sup>。これら実験的証拠に基づき、寺田君は転位下部組織が発達する粒内を「コア」と、結晶粒界近傍領域を「マントル」と称して、結晶粒径が100 μm以下になるとクリープ抵抗が小さい (クリープ速度が大きい) マントルの効果が現われて、クリープ速度が大きくなることを示し、この機構を「コア・マントルモデル」と称した<sup>20)</sup>。さらに、このモデル式を提示して、「転位クリープ」でも、結晶粒径が100 μm以下になると、クリープ速度は結晶粒に径依存することを実証した。

「コア・マントルモデル」を受け入れると、前述した「粒界析出強化」は結晶粒界面積の減少として、一方、「動的再結晶の形成を加速クリープの開始の要因とすること」は結晶粒界面積の増加として説明できる。これらのことから、「転位クリープ」でも結晶粒径依存性はあるとして、1.2節でγ単相鋼および合金の低応力クリープ結果に基づき提示された新たな3つの概念成立の確認を、応力軸を [001] としたγ単相Ni-20Cr合金単結晶の低応力でのクリープ試験で確かめた成果を以下に記す。

## 2 γ単相Ni-20Cr合金単結晶の低応力でのクリープ変形

### 2.1 単結晶作成とクリープ試験方法

応力軸方位を標準ステレオ三角形内および3極点としたγ単相Ni-20Cr合金単結晶のクリープ変形を広い応力範囲で調べ、低応力でのクリープ変形を高応力のものと比較検討した<sup>21-25)</sup>。すなわち、用いたγ単相Ni-20Cr合金単結晶は自作の改良型ブリッジマン炉で育成した。育成した棒状の単結晶は直径13 mm、長さ270 mmであり、1本の単結晶から同一応

力軸方位を持つ、平行部径6 mm、長さ28 mmのつば付きの試験片、4本が採取できた。クリープ試験は1173 K、14.7から98 MPaの一定応力で実施した。なお、クリープ変形はDC差動トランスを用いて自動記録させたものから読み取った。

## 2.2 高温クリープでの低応力の特定方法

この研究の目的は「低応力」でのクリープ変形の特徴を新たに実証することである。このためまず言及すべきは、「低応力」の特定方法である。すなわち、基準として、負荷直後に瞬間塑性ひずみを生じさせない応力を「低応力」と判定した。例として、応力軸方位を [001] とした  $\gamma$  単相 Ni-20Cr 合金単結晶の1273 Kでの判定例を図4に示す<sup>25)</sup>。クリープ試験を実施する前に、負荷応力の1/3以下の応力 (図中□で示した) を数水準で負荷し、求めた応力と瞬間ひずみとの関係を示す直線部を基準として、クリープ試験時の瞬間ひずみ (図中○で示した) と比較し、塑性変形を生じさせる最も小さな応力を「低応力」と特定した。ここでは、30 MPaとなる。この値は単結晶の応力軸の方位により異なる。ここでは、クリープ試験温度とした1173 Kで、応力軸方位を [001]、[011] および  $\bar{1}11$  とした単結晶について求めた。臨界応力はそれぞれ、32、42および65MPaであった。[001] 方位としたものの値が最も小さい<sup>25)</sup> ため、1173 Kでの32 MPa以下の応力は、他の方位を応力軸とする単結晶のクリープにおいても、低応力とみなせる。このことを念頭に置き、以下、単結晶のクリープ変形を検討した。

## 2.3 $\gamma$ 単相単結晶のクリープ変形を多結晶と比較

まず、応力軸方位を標準ステレオ三角形内とし、シュミット・ファクター、SF、が0.45に近い単結晶について、19.6か

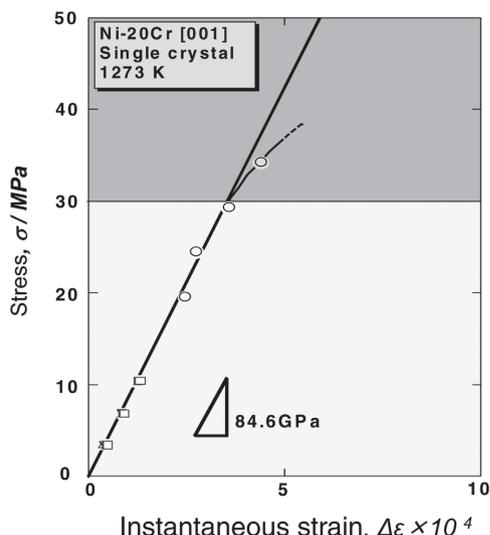


図4 瞬間塑性ひずみが最小の応力以下を「低応力」と定義<sup>25)</sup>。

ら98.0 MPaの5応力水準でのクリープ速度-時間曲線を同一組成の多結晶のものと一緒に図5に示す<sup>21)</sup>。単結晶の場合、29.4 MPa以下の低応力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へと移行する。後述するが、低応力でのクリープ変形の進行に伴う応力軸の移動を調べた結果、クリープ速度がほぼ一定の領域では、応力軸はほぼ初期の位置にあり、応力軸が標準ステレオ三角形の [001] -  $\bar{1}11$  辺上、あるいは  $\bar{1}11$  極点へ向かって移動を開始すると、複数のすべり系が作動するようになり、転位下部組織が発達して、クリープ速度が減少することが判明したため、加速開始までの領域を「遷移域」と判定し、遷移域での前者を「優先すべり域」、後者を「複数すべり域」と称した<sup>26)</sup>。確認であるが、「複数すべり域」は加速開始で終了し、定常域は生じなかった。最小クリープ速度を比較すると、高応力では多結晶との差はほとんどなかったが、29.4 MPa以下では応力の低下に伴い多結晶に比べ、単結晶の最小クリープ速度がより小さな値を示し、19.6 MPaでは一桁以上小さな値を示した。これは、低応力ほど「定常域」でも「加速域」でもなく「遷移域」がより長時間側へと拡大したことによる。

## 2.4 応力軸を標準ステレオ三角形極点の [001] 方位とした単結晶のクリープ変形

実用のNi基超合金単結晶では応力軸方位を標準ステレオ三角形の [001] 極点としている。この方位は、前述したSF値が0.43と比較的大きく、また、縦弾性係数は最も小さいと

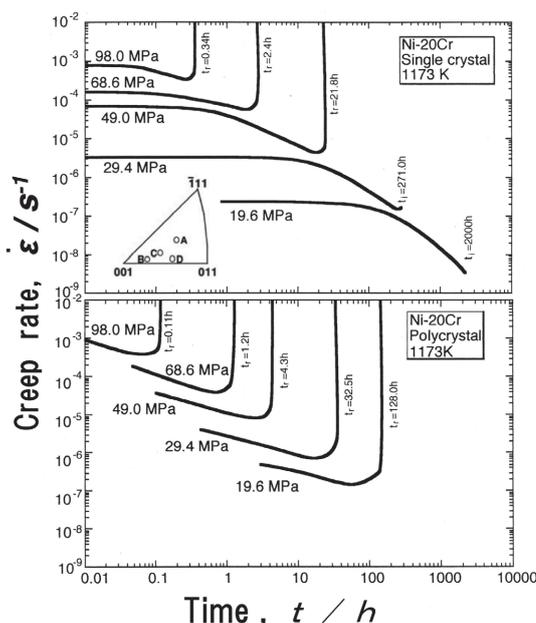


図5  $\gamma$  単相 Ni-20Cr 合金単結晶の1173 K、19.6 ~ 98 MPaでのクリープ速度-時間曲線を多結晶のものと比較<sup>21)</sup>。

いう2つの弱点を有する。ところが、この方位を応力軸とした単結晶のクリープ変形を他の2つの極点方位 [011] および  $[\bar{1}11]$  のものと比較すると、低応力において優位性が、より明確となった

まず、応力軸方位を [001] としたγ単相Ni-20Cr合金単結晶のクリープ速度-時間曲線とクリープ速度-ひずみ曲線をそれぞれ図6および図7に示す<sup>24)</sup>。図6に示すように、34.3 MPa 以上の高応力ではクリープ速度が負荷直後からほぼ一定値を示した後、わずかに減少して加速する。ところが、低応力と判定した29.4 MPa以下では曲線の形状が一変する。すなわち、クリープ速度がほぼ一定の領域に続いて、クリープ速度が大きく減少する領域が加速開始まで継続する。これは、前述したように、「優先すべり域」が継続した後、「複数すべり域」へと移行し、転位下部組織が発達したためとみなせよう。なお、29.4 MPa 以下の低応力における「複数すべり域」でのクリープ速度の減少比は24.5 MPa で最大となり、2桁を超える。

図7に示したクリープ速度-ひずみ曲線により、[001] 応力軸方位の優位性がさらに明確となる。高応力において68.6 MPaから34.3 MPaまで応力が低下すると、加速開始のひずみと破断ひずみはともに減少する。

ところが、29.4 MPa以下の低応力では、加速開始のひずみは高応力よりも大きく、24.5 MPaで最大となり、19.6 MPaでは減少するが、いまだ1を超えている。

以上の結果から、これまで、おもに応力軸方位を [001] とした単結晶について記された、クリープ変形の特徴「定常域・加速域支配型」はクリープで重要視される低応力では、「遷移域支配型」であったことを確認できた。

次節では、応力軸方位を、[011] および  $[\bar{1}11]$  とした単結晶のクリープ変形について述べ、[001] 方位を応力軸とした単結晶で得られた結果との比較を行う。

### 2.5 応力軸方位を [001] とした単結晶の低応力でのクリープ変形を応力軸方位、[011] および $[\bar{1}11]$ とした単結晶のものとの比較

応力軸方位を [001] とした単結晶の低応力29.4 MPaのクリープ速度-時間曲線を応力軸方位を  $[\bar{1}11]$  および [011] とした単結晶の曲線と併せて、図8に示す<sup>24)</sup>。2.2節で記したように、低応力と特定した基準応力は、[001] を応力軸方位としたものが他の2極点のものに比べ小さいため、[001] の負荷応力は相対的に大きくなるが、破断時間および最小クリープ速度は図8に示すように、[001] を応力軸方位としたものがそれぞれ最長および最小値を示した。なお、「優先すべり域」でのクリープ速度は、SF値に対応し、 $[\bar{1}11]$  方位を応力軸とする単結晶の値が [001] としたものに比べ一桁小

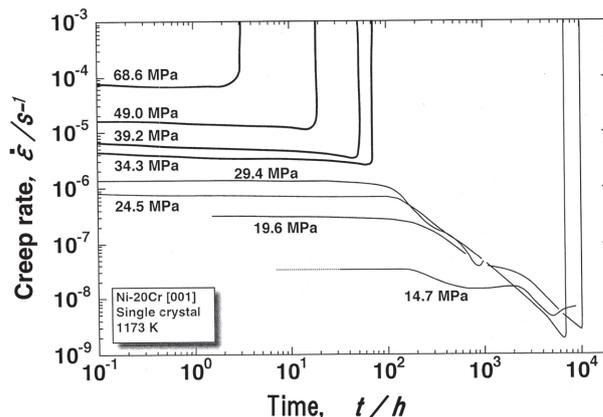


図6 応力軸を [001] 方位としたγ単相 Ni-20Cr 合金単結晶の1173 K 14.7~68.6 MPa でのクリープ速度-時間曲線<sup>24)</sup>

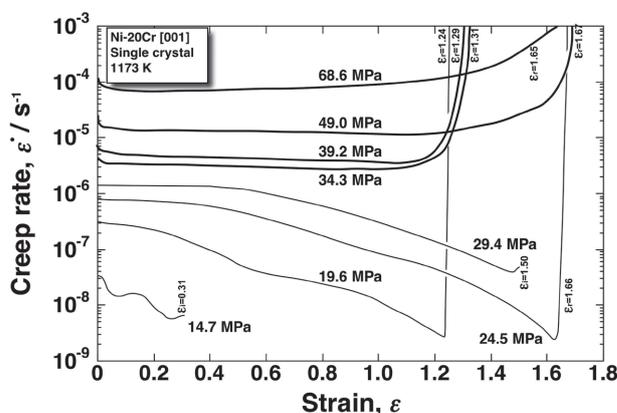


図7 応力軸を [001] 方位としたγ単相 Ni-20Cr合金単結晶の1173K 14.7~68.6MPa でのクリープ速度-ひずみ曲線<sup>24)</sup>

さな値を示した。なお、「複数すべり域」開始および加速開始のひずみは [001] を応力軸方位としたものの値が、それぞれ0.5 および1.45であったのに対し [011] を応力軸方位としたものの値はそれぞれ0.2および0.65で、ともに [001] での値の1/2 以下となり、一方、 $[\bar{1}11]$  を応力軸方位としたものの値はそれぞれ0.1および0.3で、ともに [001] での値の1/6以下であった。

以上の結果から、応力軸方位を [001] としたものが、SF値が0.43と大きく、縦弾性係数Eが最小であったにもかかわらず、実用に供されたのは、(1) 加速開始が遅滞し、遷移域が拡大したため、クリープ速度が大きく減少して、破断時間が延長するとともに、破断ひずみも増大したこと、および、ここでは記さないが、(2) 応力軸方位を [011] および  $[\bar{1}11]$  とした単結晶のクリープ変形後の断面は、ともに異方性を示したのに対し、[001] とした単結晶は、等方的であったこと、が挙げられる。

応力軸方位を [001] とした単結晶が以上のような優位性

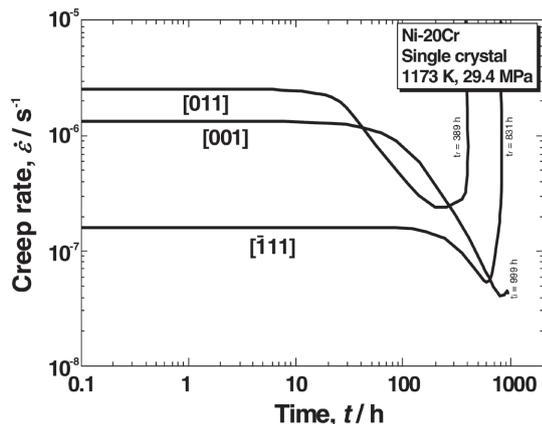


図8 応力軸を [001] 方位とした  $\gamma$  単相 Ni-20Cr 合金単結晶の 1173 K, 29.4MPa のクリープ速度-時間曲線を応力軸を [011] および  $[\bar{1}11]$  方位とした単結晶の曲線と比較<sup>24)</sup>。

を導いた機構はここでは論じないが、「優先すべり域」で変形中、応力軸は同極上に位置し、「複数すべり域」で極点離脱を開始したという EBSD 解析結果のみを記しておく。

次節では、 $\gamma$  単相単結晶の低応力でのクリープは「遷移域支配型」で、定常域を形成しなかった機構を変形に伴う応力軸の動きを通して説明する。

### 3 $\gamma$ 単相単結晶の低応力でのクリープは遷移域支配型となり定常域は形成しなかった理由

以上のように、「定常域および加速域支配型」と理解されてきたこれまでの概念とは異なり、 $\gamma$  単相単結晶の低応力でのクリープ変形では、定常域が形成しないだけでなく、加速域の割合も激減して、「遷移域支配型」であった。この特徴は [001] 方位を応力軸とする単結晶だけでなく、他の2極点でも確かめられ、さらに、2.3 節で記した応力軸方位を標準ステレオ三角形内とする単結晶でも確認できた。

これまでに、「定常域が形成しない」理由として、「優先すべり域」に続いて「複数すべり域」が形成されることを挙げた。そこで、遷移域と判定した2つの領域の形成機構をクリープ変形に伴う、単結晶の応力軸方位の移動で説明する。図9に初期応力軸方位が標準ステレオ三角形内であった単結晶(図中A, B, CおよびD)について求めた、加速初期停止材つば部(作動トランス用伸び計の装填部位)から断面が最も減少した部位までの EBSD 解析結果を示す<sup>27)</sup>。初期応力軸方位が標準ステレオ三角形内のBおよびCであった単結晶は1173K, 19.6MPaの低応力のクリープ変形を受け、図中矢印で示すように、いずれも  $[\bar{1}01]$  (111) の主すべり系がまず優先的に作動し、その後、応力軸が、[001] -  $[\bar{1}11]$  ラインに近づくと、2

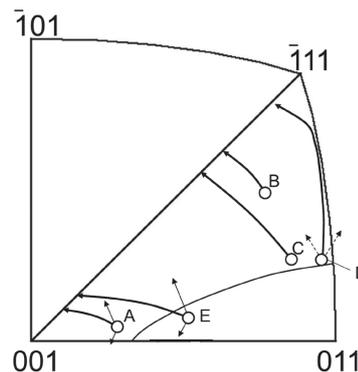


図9 初期応力軸を標準ステレオ三角形内とした単結晶 A, B, C, D およびEの1173K, 低応力 (29.4, 19.6 MPa) クリープ試験を加速初期で停止した試験片つば部から断面最小部位までの EBSD 解析により求めた各単結晶の応力軸の移動<sup>27)</sup>

次、3次のすべり系も作動して転位下部組織が発達することが判明した。矢印の方向はいずれもSF値が減少する方向であるため、「優先すべり」が作動して、[001] -  $[\bar{1}11]$  ラインに近づくと、SF値の減少に加え、転位下部組織が発達して、クリープ速度が大きく減少する「複数すべり域」が生ずることが理解できよう。

なお、応力軸が最初から [011] -  $[\bar{1}11]$  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、応力軸が作動する方向が異なるが、いずれの移動方向もSF値が減少するため、ともに、クリープ速度は減少する。これらの説明で、「定常域」が生じず、「遷移域支配型」となったこと、また、応力軸方位によりクリープ変形に違いが生じたことを認識できよう。

### 4 $\gamma$ 単相単結晶の加速域開始は動的再結晶の形成による

最後に、1.2節で3番目の新たな概念として、「高温、低応力のクリープでの加速の開始は動的再結晶の形成による」を挙げたことについて記す。この概念は、これまでに実施してきたクリープ試験停止材の光学顕微鏡観察によって定性的に確かめられていた。1.3節で詳述したが、寺田らは $\gamma$  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、これまで説明されてきたCobleクリープの現出ではなく、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」の増加によると説明した<sup>20)</sup>。さらに、寺田らは応力軸方位が標準ステレオ三角形内部の単結晶について、1173 K, 29.4 MPaの低応力でのクリープを優先すべり域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、以下の結果<sup>21)</sup>を得た。

1) ひずみ0.10の「優先すべり域」停止材では試料断面を横切

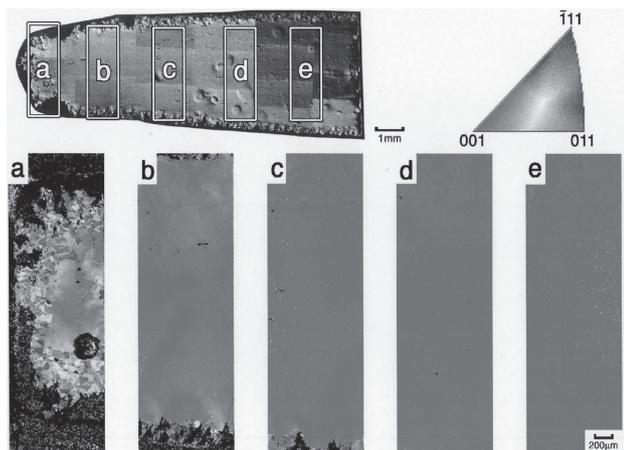


図10 応力軸を [001] 方位とした γ 単相 Ni-20Cr 合金単結晶の 1173 K、34.3MPa クリープ破断材の結晶方位カラーマップ

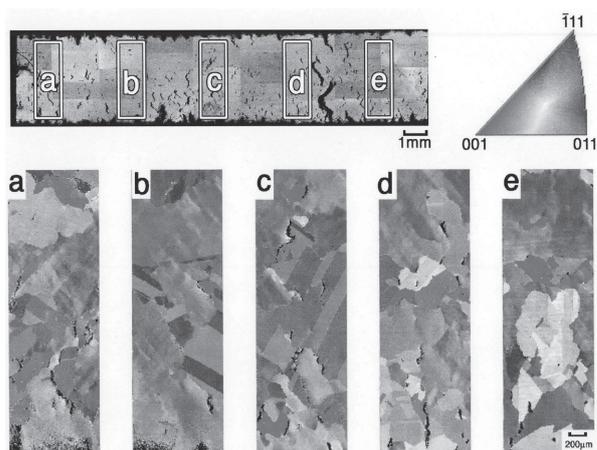


図11 応力軸を [001] 方位とした γ 単相 Ni-20Cr 合金単結晶の 1173 K、29.4 MP のクリープ試験を加速域で停止した試料の結晶方位カラーマップ

るものが確認され、これをサブバウンダリーと判定した。

- 2) ひずみ0.50の「複数すべり域」停止材ではサブグレインの発達を確認した。
- 3) ひずみ0.73の加速開始直後停止材では、「動的再結晶」がはじめて確認された。
- 4) 加速中期停止材と破断材の組織観察から、加速域において、「動的再結晶」の形成が試料平行部全面へと拡大していることが判明した。
- 5) 加速初期停止材の動的再結晶粒界では割れと空泡の形成はほとんど確認できなかったが、中期停止材の動的再結晶粒界では、割れと空泡がわずかに観察された。

以上の結果が、応力軸方位が標準ステレオ三角形内ではなく、2.5節でその優位性を述べた [001] を極点方位とした γ 単相単結晶でも確認できるかを確かめた。すなわち、2.4節で言及したクリープ試験材（停止材および破断材）断面の結晶方位カラーマップ解析により、動的再結晶の形成および進展を調べ、加速の原因と割れや空泡の形成との相関も検証した。まず、高応力の34.3MPaクリープ破断材の結晶方位カラーマップを図10に示す。微細な動的再結晶粒が破断面近傍のみで確認され、試料全体への動的再結晶の進展は全く生じていなかった。一方、図11に示した低応力の29.4MPa加速域停止材の結晶方位カラーマップから、前述の寺田の検証と同様、動的再結晶は試料全面で均一に進行し、粒径がほぼ同一の多結晶へと変化していた。このような多結晶化が進行していたことは割れやボイドの発生が加速開始の因子ではなく、多結晶化後に生じる破断因子とみなせよう。なお、さらに低応力での破断材および中断材の結晶方位カラーマップ解析からも同様の多結晶化が進行していたことを確認した。一方、[011] および  $\bar{1}11$  を応力軸とした単結晶の低応力破断材の結晶方位カラーマップ解析からも、低応力での動的再結

晶の進展を確認したことを記しておく。

## 5 あとがき

γ単相単結晶のクリープ変形を低応力に着目して、応力軸を [001] 方位とする単結晶を中心に調べ、応力が低下すると、単結晶のクリープ変形は「定常・加速域支配型」とするこれまでの概念と全く異なる「遷移域支配型」へと劇的に変化し、また、加速開始は動的再結晶の形成と一致し、加速域では多結晶化が進行していることをEBSD解析による応力軸の移動と結晶方位カラーマップにより検証した。「低応力でのクリープ変形」と「クリープ変形に及ぼす結晶粒径の影響」に目を向けさせてくれたのは博士論文研究を実施してくれた諸君との議論であった。また、単結晶の研究は修士論文を手掛けてくれた諸君が見事に実験をつないでくれたことによる。

他分野の方からは、「クリープ変形研究にテーマはあるのか?」とか、「なぜそんなに負担と時間のかかる実験をやるのか」と何度も問われたが、その意味は実験を続けた者にしか分からないのだと確信している。

1970年以前、クリープ変形を精度良く求め得るのは、高応力、短時間のデータに限定されていた。そのような時代にクリープの概念が構築されていたことで、その後、クリープ変形の問題点を見出すことができ、かつ、新たな研究の目標を明確にできたことを最後に記しておく。

### 参考文献

- 1) 松尾孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, 59 (1973), 907.
- 2) 須藤一, 山田邦明: 日本金属学会誌, 35 (1971), 231.
- 3) W.R.Johnson, C.R.Barrett and W.D.Nix: Met. Trans., (1972) 3, 963.

- 4) O.D.Sherby and P.M.Burke: Prog. Mat. Sci., 21 (1968), 325.
- 5) O.D.Sherby, R.H.Klundt and A.K.Miller : Met. Trans., 8A (1977), 843.
- 6) D.Dulieu and J.Nutting : Metallurgical Developments in High Alloy Steels, ISI Spec. Rep., 86 (1964), 140.
- 7) J.M.Silcock, R.W.Rookes and J.Barford : JISI, 204 (1966), 623.
- 8) 松尾孝, 篠田隆之, 田中良平 : 鉄と鋼, 63 (1977), 980.
- 9) 近藤義宏, 松尾孝, 篠田隆之, 田中良平 : 鉄と鋼, 67 (1981), 987.
- 10) 近藤義宏, 松尾孝, 田中良平 : 鉄と鋼, 68 (1982), 690.
- 11) T.Matsuo, K.Nakajima, Y.Terada and M.Kikuchi : Mater. Sci. Eng., A146 (1991), 261.
- 12) K.Nakajima, M.Kikuchi and T.Matsuo : Conf. Proc. JIMIS-7, (1993), 99.
- 13) T.Matsuo, M.Takeyama and M.Kikuchi : Proc. 1st Intern. Conf. Heat-Resistant Materials, (1991), 601.
- 14) T.Matsuo, K.Kimura, R.Tanaka and M.Kikuchi : Proc. 4th Intern. Conf. Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, (1990), 477.
- 15) A.K.Mukherjee, J.E.Bird and J.E.Dorn : Trans. ASM, 62 (1969), 155.
- 16) M.F.Ashby : Acta Met., 20 (1972), 887.
- 17) M.F.Ashby : The Microstructure and Design of Alloys, 3rd Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys, Vol.2, Cambridge, England, (1973), 8.
- 18) R.L.Coble : J. Appl. Phys., 34 (1963), 1679.
- 19) Y.Terada, T.Yasui and T.Matsuo : Mater. Sci. Forum, 426-432 (2003), 785.
- 20) Y.Terada, T.Matsuo and M.Kikuchi : Proc. JIMIS-7, Aspects of High Temperature Deformation and Fracture in Crystalline Materials, (1993), 27.
- 21) T.Matsuo, S.Takahashi, Y.Ishiwari and Y.Terada : Key Eng. Mater., 171-174 (2000), 553.
- 22) H.Miyazawa, R.Takaku, D.Kawaguchi, Y.Terada and T.Matsuo : Key Eng. Mater., 171-174 (2000), 577.
- 23) Y.Terada, T.Yasui and T.Matsuo : Mater. Sci. Forum, 426-432 (2003), 785.
- 24) Y.Terada, Y.Nakamoto and T.Matsuo : Materials for Advanced Power Engineering, (2002), 245.
- 25) T.Tokumoto, Y.Terada and T.Matsuo : Mater. Sci. Forum, 426-432 (2003), 803.
- 26) T.Matsuo : Mater. Sci. Forum, 638-642 (2010), 2297.
- 27) K.Yuge, Y.Terada and T.Matsuo : Adv. Mater. Res., 15-17 (2007), 864.

(2017年4月7日受付)