研究速報

UDC 539.376 : 539.389.3
669.15'74.017

鉄マンガン合金のクリープにおける回復機構

Recovery Processes of a Fe-Mn alloy in Creep.

石田洋一
Yoichi ISHIDA

緒言

クリープ変形の途中で応力を減らすとクリープ速度は大きく減少するが次第に回復して，その新しい応力での定常クリープ速度に近づく[1]．しかしその回復はおそく，ニッケルやアルミニウムでは，低いクリープ速度のままで定常になるという報告がある[2),3)]．もしこのような不可逆な事情が正しいとすれば，定常クリープには応力，温度，化学組成，以外に変形歴に左右される独立可変な因子が存在すると考えなければいけない．これは定常クリープが熱力学的に定常平衡なものではないということを意味し，クリープ速度が定常であることの熱力学的説明が失われる．本来クリープは統計的な現象である．回復は局所的に突発しており，各部の応力は非連続的に変化している．したがってこのような応力変化歴が，もし不可逆的な効果をもっているならば，定常クリープにならないはずのものなのである．だが一方，多結晶体が厳状態密には熱的平衡にないということからも明らかなように，定常クリープになったからといって必ずしも熱力的定常平衡が実現しているともいえない．結晶粒度のように変化がおそく，したがってクリープ強度に影響が弱い因子は定常平衡に至ってなくても，実験的に定常クリープを生ずることは当然ありうる．そこで実験的に，どちらの考えが正しいかを定常クリープの長い鉄マンガン合金についてしらべてみた．次に，このような回復が転位網のどのような変化によるものかを知るため，電子顕微鏡で転位密度やサブ粒度を分析した．

実験方法

用いた試料は Fe-0.75% Mn，850℃，30 分，真空焼鈍して炉冷，粒径 0.054 mm 程度，500±1℃，応力 4～8 kg/mm²，90% N_2-10% H_2 気流中で定荷重テスト．伸びは 6～17%，クリープ荷重は，まず 0.18 kg/mm² 下げ，定常クープになったところで再び 0.18 kg/mm² 下げ，これをくりかえして所定の応力まで下げた．これを長時間クリープさせて真の定常クリープであるかどうかしらべた．この操作の各段階でテストを中止し，応力を残したまま空冷し，試片を黒鉛板上で 0.12 mm の厚さまで機械研磨してから電解研磨し，透過電顕で転位密度[4)]，およびサブ粒径を測定[5)]した．

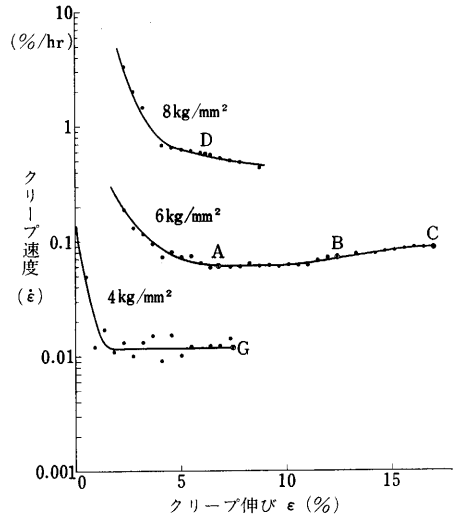

図 1 クリープ速度に及ぼす応力，伸びの効果．(Fe-0.75% Mn，500℃，90% N_2-10% H_2 気流中で定荷重テスト，A，B，C，D，G 各点において荷重をかけたまま冷却，透過電顕で転位密度とサブ粒度を測定した)

実験結果

各応力および伸びにおけるクリープ速度は図 1 に示すとおりである．C点近くでクリープ速度がいくぶん上がっているのは，加速クリープではなく定荷重クリープしたためであろう．応力を 8kg/mm²から 6kg/mm² まで 0.18 kg/mm² づつ減少させては定常クリープまで回復させ，これをくりかえした結果が図 2 である．この結果得られた定常クリープ速度は，はじめから 6 kg/mm² かけた場合の定常クリープ速度より低いことがわかる．8 kg/mm² から 4 kg/mm² まで減少させた場合は，定常クリープ速度は約 0.002%/hr で，はじめから 4 kg/mm² かけた場合の定常クリープ速度，約 0.01%/hr にくらべ，1/5 の速度であった．この結果は Mitra[2)] らのニッケル，アルミニウムによる結果とも一致する．

ところが，このクリープをそのままつづけると，クリープ速度はゆっくりと上昇し，図 3 に示すように，20 日後には，約 0.01%/hr になって飽和した．図 1 での定常クリープ値の精度を考えるとこれは同値とみなされる．クリープ速度が飽和曲線になったから，これは，3 次クリープには関係がない．この最終的な定常クリープになるための時間は 8 kg/mm² から 4 kg/mm² に下げた場

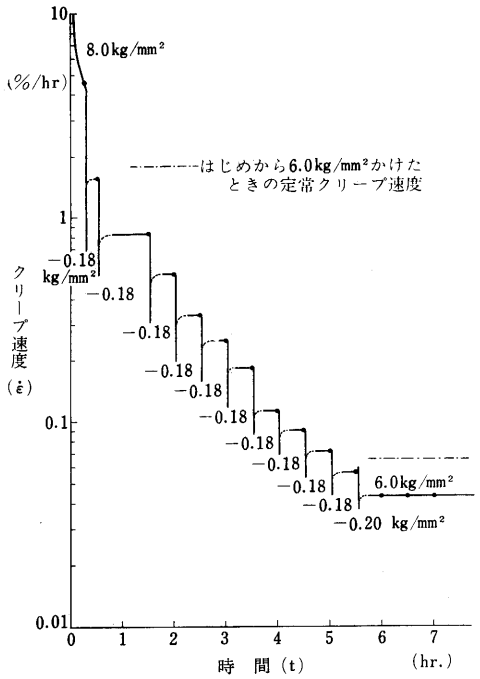

図 2　応力を順次下げた場合のクリープ速度.
(8 kg/mm² より 0.18 kg/mm² ずつ下げて 6 kg/mm² にしたところ，はじめから 6 kg/mm² かけたときの定常クリープ速度より低い速度になった.)

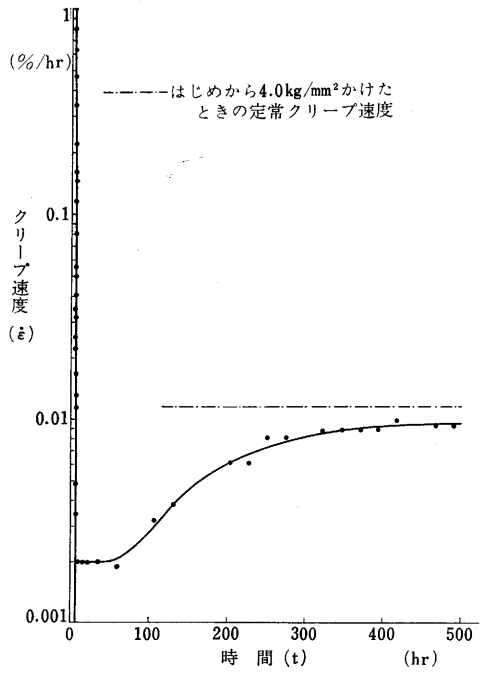

図 3　クリープ速度の 2 次の回復.
(8 kg/mm² より順次 4 kg/mm² まで応力を下げた後，長時間クリープを行なったところ，4 kg/mm² における真の定常クリープ速度まで回復した.)

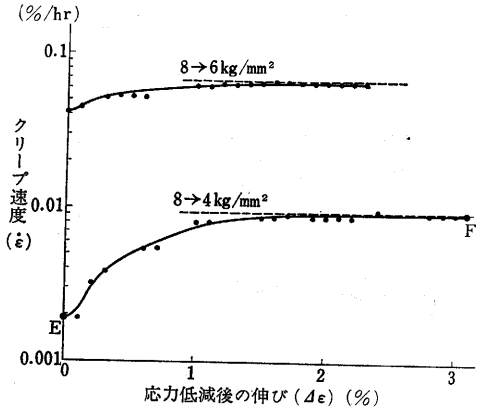

図 4　クリープ速度の 2 次回復.
(応力低減後 1〜2% 伸びた後に完了した. E, F 点で転位密度およびサブ粒度測定)

合は約 400 時間で，8 kg/mm² から 6 kg/mm² まで下げた場合の約 40 時間にくらべ，約 10 倍の時間がかかっている．定常クリープ速度は，6 kg/mm² の方が 4 kg/mm² にくらべ約 10 倍なので，定常クリープになるための伸び量は，図 4 のように，どちらも 1〜2% 程度であった．ここで図 4 の横軸は，応力操作が終わってからの試料の伸び量である．E 点と F 点は，転位密度やサブ粒度を測った点である．この間のちがいが，この 2 次の回復の機構についての手がかりになると期待される．まずその前に E 点と F 点は当然伸び量がちがうので，転位密度やサブ粒度がクリープ伸びによってどう変化するかわからないといけない．そのために図 1 の A, B, C 点について，定常クリープ中の転位密度やサブ粒度の伸びによる変化をしらべた．図 5 がその結果で，転位密度や転位交差点密度が定常クリープではほぼ一定であることが示されている．一方図 6 に示されるように，サブ粒径はのびとともに低下していることがわかる．粒界にそった部分は粒内部よりも早く細分化する．A 点ではサブ粒はまだ粒内へ進展していないが，C 点では粒内まで発展し終わっていた．粒界近傍ではサブ粒界の発達のため粒界がジグザグになった．サブ粒径には伸びの効果を考えないといけないことがわかる．定常クリープなのにサブ粒度が変わったということは，サブ粒がクリープ強度にあまり影響がないことを示すとおもわれる[6]．一方，転位密度がほぼ一定であったことはこれとクリープ速度との関係を暗示する．図 7 は応力減少前の点 D（図 1）と，応力減少直後見かけ上の定常クリープになった点 E．長時間クリープして，飽和した定常クリープの点 F，それから当初から 4 kg/mm² で実験した場合の点 G（図 1）について転位密度とサブ粒度を測ったものである．転位密度は D, E 間ではあまり変わらず，E, F 間で減少する．他方サブ粒度の変化はむしろ D, E 間で起こり，E, F 間で

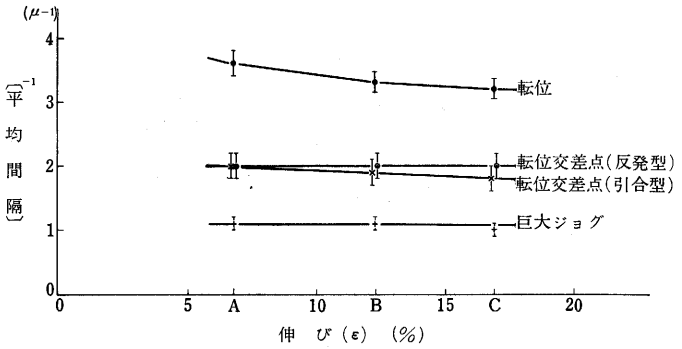

図 5　定常クリープ中，転位密度，転位交差点密度，転位上の巨大ジョグ密度の伸びによる変化.
(Fe-0.75% Mn, 500°C, 6.0 kg/mm², A, B, C 点は図 1 参照)

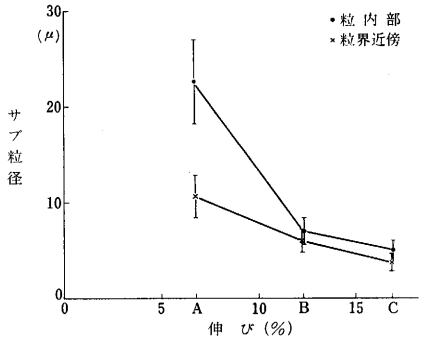

図 6　定常クリープ中サブ粒度の変化.
(Fe-0.75% Mn, 500°C, 6.0 kg/mm², A, B, C 点は図 1 参照)

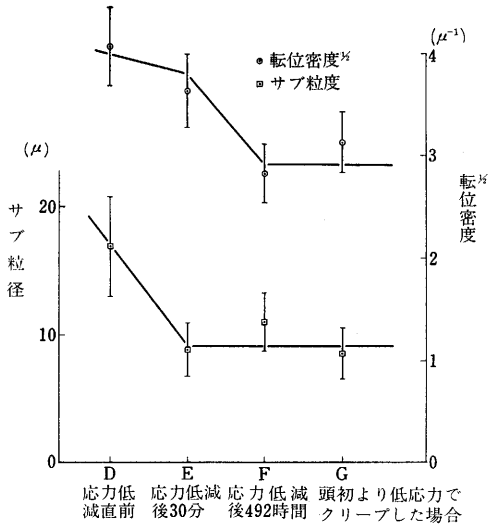

図 7　応力低減テスト中の転位密度およびサブ粒度の変化.

は見られなかった．D, E 間で，いくらか転位密度が変化したのはある程度の 2 次回復が同時に起こったためと考えられ，当初の大規模な回復は本質的には転位密度の変化でなく転位の配置の変化であるらしいこと，また 2 次のゆっくりした回復は転位密度の減少と深い関係があることがわかる.

結　論

この結果，次のことが判明した.

1)　Fe-0.75% Mn 合金では，真の定常クリープ速度は，温度と応力で一義的に定まり変形歴に左右されない.

2)　サブ粒度は，クリープ強度にはあまり関係がない.

3)　回復には，2 段階ある．転位密度は当初の速い大規模な回復には関係がなく，2 次のゆっくりした回復に関係がある.

(1967 年 1 月 21 日受理)

参照文献

1) O. Sherby, T. A. Trozera, J. E. Dorn, Trans. ASTM, **56**, 789 (1956).
2) S. K. Mitra and D. McLean, to appear
3) B. Ancker, T. H. Hazlett, E. R. Parker, J. Appl. Phys. **27**, 333 (1956).
4) Y. Ishida, Philosophical Magazine **14**, 411 (1966)
5) Y. Ishida and D. McLean, to appear
6) W. M. Yim and N. J. Grant, Trans. AIME **227**, 868 (1963).