

# 分散強化型フェライト鋼の強度特性評価(3)

(動力炉・核燃料開発事業団委託研究成果報告書)

1995年4月

九州大学大学院総合理工学研究科

複製又はこの資料の入手については、下記にお問い合わせください。

〒311-13 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002

動力炉・核燃料開発事業団

大洗工学センター システム開発推進部・技術管理室

Enquires about copyright and reproduction should be addressed to: Technology Management Section O-arai Engineering Center, Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation 4002 Narita-cho, O-arai-machi, Higashi-Ibaraki, Ibaraki-ken, 311-13, Japan

動力炉・核燃料開発事業団 (Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation)

1995年 4月

## 分散強化型フェライト鋼の強度特性評価(3)

吉田冬樹\*、藤田剛志\*\*、吉澤明展\*\*、中島英治\*、吉永日出男\*

## 要旨

$Y_2O_3$ 粒子を有するODSフェライト鋼の高温強度の異方性の原因を明らかにするために、応力瞬間負荷法によって測定されたしきい応力と分散パラメータより算出したオローワン応力とボイド強化応力との比較を行うとともに、600℃～700℃の温度範囲、 $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ のひずみ速度範囲で高温圧縮試験を行い、高温強度に及ぼす粒界すべりの影響を検討した。以下に得られた結果をまとめて示す。

1) 分散パラメータにより算出したオローワン応力とボイド強化応力は応力瞬間負荷試験法より求めたしきい応力に一致した。さらに、応力瞬間負荷試験で求めたしきい応力に負荷時間の経過にともなった遷移が認められたことから、ODSフェライト鋼の分散強化機構はスロロビッツ機構であると考えられる。

2) 粒界が応力軸に対して45°傾いた場合、変形によって明瞭な粒界すべりが観察された。この場合の変形応力は結晶粒のアスペクト比によって大きく変化した。したがって、ODSフェライト鋼の高温強度の異方性は粒界すべり挙動と関連していることが知られた。

本報告書は九州大学が動力炉・核燃料開発事業団の委託により実施した研究の成果である。

---

契約番号: 060D0157

事業団担当課および担当: 大洗工学センター 燃料材料開発部 照射材料試験室(MMS) 吉武庸光

\* 九州大学 大学院総合理工学研究科 材料開発工学専攻

\*\* 九州大学 大学院生

## Character Evaluation of Strength in Dispersion Strengthened Ferritic Steel (3)

Fuyuki Yoshida\*, Takeshi Fujita\*\*, Akinori Yoshizawa\*\*,  
Hideharu Nakashima\* and Hideo Yoshinaga\*

## Abstract

In order to clarify the origin of strength anisotropy in ODS ferritic steel with  $Y_2O_3$  particles at high temperatures, a threshold stress measured by stress abruptly loading test (SAL test) were compared with the Orowan and the void-hardening stresses calculated from dispersion parameters and subjected to the high-temperature compression test at temperature from 600 to 700 °C and at strain rates from  $1 \times 10^{-5}$  to  $1 \times 10^{-2} s^{-1}$ , and the effect of grain-boundary sliding on the high-temperature strength was clarified. The results are summarized as follows.

(1) The Orowan stress and the void-hardening stress calculated from dispersion parameters approximately agreed with the threshold stress obtained by SAL test. In addition, as the time under load elapsed, the transition of the threshold stress obtained by SAL test was observed, it is concluded that the originating mechanism of the threshold stress in ODS ferritic steel is the Srolovitz's one

(2) The grain-boundary sliding was clearly observed for grain boundaries inclined by 45° to the stress axis. The flow stress was changed significantly by aspect ratio of grain size. Therefore, it is concluded that the strength anisotropy in ODS ferritic steel induces the grain-boundary sliding behaviour.

This work was performed at Kyushu University by contract with Power reactor and Nuclear Fuel Development Corporation.

PNC Liaison : MMS, Fuels and Materials Division, Oarai Engineering Center, Tsunemitsu Yoshitake.

\*:Department of Materials Science and Technology, Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University.

\*\* : Graduate student, Kyushu University.

# 目次

I 緒言	1
II 実験方法	3
II.1 試料	3
II.2 透過電子顕微鏡観察	4
II.3 圧縮試験	5
II.4 オローワン応力とボイド強化応力	6
III 実験結果	8
III.1 しきい応力	8
III.2 高温圧縮試験	11
III.3 被覆管バースト材の組織観察	16
IV 結論	17

## 図目次

1	試料の作製行程	26
2	圧縮試験片の採取の説明図	27
3	ミクロトーム法による薄膜試料作製の説明図	28
4	ミクロトーム法によって得られた試料の外観図	29
5	圧縮試験機の説明図	30
6	ODSフェライト鋼中の分散粒子 $Y_2O_3$ の分散状態を示した透過電子顕微鏡写真	31
7	図6より得られた粒子半径のヒストグラム	32
8	応力瞬間負荷試験で得られた応力 $\sigma$ とひずみ $\epsilon_a$ の関係	33
9	被覆管中の $Y_2O_3$ 粒子と母相の界面構造の高分解能観察	34
10	45° (T)材で得られた応力-ひずみ曲線	35
11	45° (L)材で得られた応力-ひずみ曲線	36
12	90° 材で得られた応力-ひずみ曲線	37
13	ピーク応力とひずみ速度の両対数プロット	38
14	図13で一定応力としたときのひずみ速度と温度のアレニウスプロット	39
15	ピーク応力よりしきい応力を差し引いた応力の温度およびひずみ速度依存性	40
16	図15で一定応力としたときのひずみ速度と温度のアレニウスプロット	41

17	90° 材のピーク応力より45° 材のピーク応力を 差し引いた応力のひずみ速度依存性	42
18	45° (T)材変形後のけがき線の変化を示した光顕写真	43
19	45° (L)材変形後のけがき線の変化を示した光顕写真	44
20	90° 材変形後のけがき線の変化を示した光顕写真	45
21	45° (T)材変形後の試料端の変化を示した 走査型電子顕微鏡写真	46
22	45° (L)材変形後の試料端の変化を示した 走査型電子顕微鏡写真	47
23	45° (T)材と45° (L)材の変形後の試料端の変化の比較	48
24	一方向圧延材の各結晶面の方位	49
25	(100)面(a),(11 $\bar{6}$ )面(b)の原子面のマッチング(c)	50
26	被覆管バースト材の外観図	51
27	被覆管バースト材の組織観察試料の作製行程	52
28	破断面近傍の組織写真	53
29	破断面近傍の組織写真	54

## 表目次

1 一方向圧延材と1DK被覆管の各面を透過電子顕微鏡観察して 得られた結晶粒の長軸と単軸の大きさ及び結晶粒の アスペクト比	20
2 ODSフェライト鋼の組成(wt%)	21
3 ODSフェライト鋼の分散パラメータと粒子の体積分率	22
4 ODSフェライト鋼のオローワン応力とボイド強化応力	22
5 それぞれの条件で得られたピーク応力	23
6 ピーク応力とひずみ速度の関係から求めた応力指数 $n$ と 活性化エネルギー	24
7 ピーク応力からしきい応力を差し引いた応力とひずみ速度 の関係から求めた応力指数 $n$ と活性化エネルギー	25



## I 緒言

$Y_2O_3$ 粒子を含有するODSフェライト鋼は、高温強度と耐スエリング特性に優れているが、高温強度の異方性が大きいという問題がある。この問題について著者らは前年度の研究課題(PNC ZJ9606 94-001「分散強化型フェライト鋼の強度特性評価(2)」において、被覆管と同様に一方向に長く伸びた結晶粒形状を有する被覆管模擬板材を用いて圧縮試験とクリープ応力瞬間負荷試験を行い、次の結論を得た。

圧縮試験において、粒界すべりが容易に生じると考えられる応力軸と粒界の長軸のなす度が $45^\circ$ になるように切り出した試料( $45^\circ$ 材)の定常変形応力が、粒界すべりが生じにくいと考えられる応力軸と粒界の長軸とのなす角が $0^\circ$ と $90^\circ$ になるように切り出した試料(それぞれ、 $0^\circ$ と $90^\circ$ 材)の定常変形応力より低くなることを見い出した。また、 $45^\circ$ 材では、明瞭な粒界すべりが見られたのに対して、 $0^\circ$ と $90^\circ$ 材では、粒界すべりが認められなかった。これらのことから強度の異方性は、粒界すべりによるものと結論した。

しかし、得られた被覆管模擬板材の変形の活性化エネルギーや応力指数などについて詳細な検討が行われておらず、変形の律速過程については未だ明らかになっていない。

$Y_2O_3$ 粒子による分散強化機構については、応力瞬間負荷試験で得られたしき応力が応力負荷後の時間経過とともに遷移し、その遷移量がオローワン応力からボイド強化応力へと遷移した場合に予想される強度差に近い値

であったことから、分散強化はスロロビッツ機構によって生じていると考えられる。しかし、被覆管模擬板材の粒子半径分布を考慮した分散パラメータより求めたオローワン応力とボイド強化応力の理論値との比較は行われていない。また、分散強化機構を検討する上で重要である粒子と母相の界面構造や高温での転位と粒子の相互作用の仕方など明らかになっていない点も多く強化機構を断定するまでには至っていない。そこで、本年度の研究課題では次のような研究目的を設定した。

(1) 供試板材の粒子半径分布を実測し分散パラメータを求め、これを用いて算出したオローワン応力とボイド強化応力の理論値と前年度報告\*したクリープ応力瞬間負荷試験より得られたしきい応力との比較を行い、分散強化機構を明らかにする。

(2) 前年度の研究\*において、強度の異方性がより顕著であった一方向圧延材の圧延方向に垂直な断面(T面)から切り出した45°材について温度とひずみ速度を変化させた圧縮試験を行い、応力の温度依存性やひずみ速度依存性を調べることによって、高温での変形の律速過程について検討する。

(3) 一方向圧延材の圧延方向に平行な断面(L面)から切り出した45°と90°材についてもT面と同様な圧縮試験を行い、T面で得られた変形挙動と比較し、強度の異方性の原因についてより詳細な検討を行う。

(4) 実際の被覆管で強度の異方性が粒界すべりによって生じている場合、

\* 研究課題(PNC ZJ9606 94-001)「分散強化型フェライト鋼の強度特性評価(2)」

破壊は粒界すべりによる応力集中を緩和するために拡散によって生じたボイドやその合体によって生じるものと考えられる。そこで、被覆管バースト材の破面近傍の組織観察を行いボイドの存在を調べることによって、高温変形中に粒界すべりが生じているか否かを明らかにする。

以上得られた結果をもとに、分散強化型フェライト鋼の強度の異方性を低減する方法について検討する。

## II 実験方法

### II.1 試料

本研究で用いた被覆管模擬板材は(株)神戸製鋼所より供与されたもので、図1に作製行程を示した。実験に用いた被覆管模擬板材は、一方向圧延のみを行ったもので、図2に模式図で示したように、一方向に大きく伸びた結晶粒を有する。図2中で定義したC面(圧延面)、T面(圧延方向に垂直な面)の透過電子顕微鏡観察より得られた結晶粒の長軸と単軸の大きさおよび結晶粒径のアスペクト比を表1に示した。また表1には、C面の長軸とT面の単軸より求めたL面(圧延方向に平行な面)の結晶粒のアスペクト比も同時に示してある。さらに、試料の一次熱間圧延後の化学分析の結果を表2に示した。

圧縮試験用試験片は、図2中に示したようにT面から応力軸と結晶粒の長軸方向とのなす角が $45^{\circ}$ と $90^{\circ}$ 、Lから応力軸と結晶粒の長軸方向とのなす角が $45^{\circ}$ となるように採取した。以後、上述した試料をそれぞれ、 $45^{\circ}$

(T)材、90° 材および45° (L)材と記す。圧縮試験片には、#240～#2000のSiC耐水紙で研磨後、粒径 $2.4\mu\text{m}$ のダイヤモンドペーストを用いてバフ研磨して大きさ $1\text{mm}\times 1\text{mm}\times 1.5\text{mm}$ に成形した角柱状試験片を用いた。試験片の側面には、粒界すべり確認用のけがき線を#2000のSiC耐水紙を用いてつけた。このけがき線の幅は約 $0.5\sim 1\mu\text{m}$ であった。

## II.2 透過電子顕微鏡観察

透過電子顕微鏡観察用試料は、電解研磨法とマイクロトーム法<sup>(1)(2)</sup>によって作製した。なおマイクロトーム法によって作製した試料は、高分解能電子顕微鏡観察のみに用い、通常の組織観察と電顕内その場引張試験には電解研磨法によって作製した試料を用いた。電解研磨法と超マイクロトーム法による試料の作製はそれぞれ次に示すような手順で行った。

電解研磨法による試料の作製には、低速ダイヤモンドカッター (ISOMET:ドイツ、ビューラー社製)を用いて約 $0.5\text{mm}$ の厚さに切り出した後、放電加工によって $\phi 3\text{mm}$ の円柱状または一片が $3\text{mm}$ 程度の角柱状に成形し、SiC耐水紙による研磨を行い約 $50\mu\text{m}$ 以下の厚さとした試料を用いた。なお角柱状に成形した試料は、高温における転位と粒子の相互作用のその場観察に用いた。試料の薄膜化にはツインジェット電解研磨装置 (E.A.FISCHIONE社製、model110)を用いた。電解研磨に用いた電解液は過塩素酸とエタノールの容比が1:10の水溶液で、研磨は研磨液を液体窒素で冷却し研磨液の融点直上の温度で行った。

超マイクロトーム法による試料作製は次のような手順で行った。低速ダイ

ヤモンドカッター(ISOMET:ドイツ、ビューラー社製)によって図3に示したような形状に成形した被覆管(1DK)をエポキシ系樹脂(Oken製 Epok 812)に包埋処理し、ミクロトーム(ultracut S type, 日製産業製)を用いて切断した。切り出した試料は有機支持膜(コロジオン)を張った銅のメッシュに回収し、カーボン蒸着によって固定し、電子顕微鏡観察に供した。得られた試料の低倍像を図4に示す。試料の厚さは、数十nmである。

通常の観察には、九州大学超高压電子顕微鏡室JEM-1000を用い、加速電圧1000kVで行った。高温における転位と粒子の相互作用のその場観察には、特殊加熱引張ホルダー(日本電子、EM-SHEH)を用いて試料を約650℃まで加熱して行った。さらに、 $Y_2O_3$ 粒子と母相との界面構造の高分解能観察は九州大学大学院総合理工学研究科材料開発工学専攻JEOL JEM-2000EX/Tを用い、加速電圧200kVで行った。

### II.3 圧縮試験

圧縮試験には応答速度が速く高剛性の電気油圧式試験機、島津サーボバルサーEHF-2型を改造した試験機<sup>(3)</sup>を用いた。

試験片の加熱は、図5に示したようにタングステン製のサスセプターを高周波誘導加熱することによって間接的に行った。温度はRタイプの熱電対を試験片に接触させて測定した。このとき、高周波の影響を除去するために、自作の高周波遮閉回路<sup>(4)</sup>を用いた。

圧縮には超硬製の治具を用い、試験片と接する圧盤には熱伝導度の低い $Si_3N_4$ を用いて試験片の温度分布の均一化と、変形に伴う温度の低下を防い

だ。この結果、試験中の温度低下を4℃以下に抑えることができた。また、試験片と圧盤との潤滑剤には高純度窒化ホウ素(BN)を用いた。

試験は約 $5 \times 10^{-5}$  torrの真空排気後、高純度Arで置換して、Ar雰囲気中でひずみ速度範囲 $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、温度範囲600～700℃で行った。

## II.4 オローワン応力とボイド強化応力

オローワン応力  $\sigma_{Or}$  は、粒子間に張り出した転位間の相互作用を考慮したScattergoodとBacon<sup>(5)</sup>の式に基づき、次式によって評価した。

$$\frac{\sigma_{Or}}{G} = A \frac{Mb}{2\pi\lambda} \left[ \ln \left( \frac{\tilde{D}}{r_0} \right) + B \right] \quad (1)$$

$$A = \frac{1}{(1-\nu)}, B = 0.6 : \text{らせん転位} \quad (2)$$

$$A = 1, B = 0.7 : \text{刃状転位}$$

ここで、 $G$ は剛性率\*、 $\nu$ はポアソン比、 $M$ はテラー因子、 $b$ はバーガスベクトルの大きさ、 $r_0$ は転位芯のcut-off半径である。また、 $\bar{\lambda}$ はすべり面上における平均粒子表面間距離で、分散粒子の大きさの分布を考慮したすべり面上での平均粒子半径 $\bar{r}_s$ と平均粒子中心間距離 $\bar{L}_s$ より次式によって

$$\bar{\lambda} = 1.25\bar{L}_s - 2\bar{r}_s \quad (3)$$

で与えられる。ここで、係数1.25は、粒子が母相中に無秩序に分布していると仮定し、粒子の規則正方形分布を無秩序分布に変換するときの変換係数で、ForemanとMakinら<sup>(6)</sup>がコンピュータシミュレーションによって求めた値である。さらに、式(1)の $\tilde{D}$ は $2\bar{r}_s$ と $\bar{\lambda}$ の調和平均

\*  $G$ にはPNC ZI9606 93-001「分散強化型フェライト鋼の強度特性評価」に示した値を用いた。

均である。 $\bar{l}_s$ と $\bar{r}_s$ には分散粒子半径 $r$ の分布を考慮すると

$$\bar{l}_s = \sqrt{\frac{2\pi}{3f} \bar{r}^3} \quad (4)$$

$$\bar{r}_s = \frac{\pi}{4} \bar{r}^2 \quad (5)$$

で与えられる\*。ここで、 $f$ は粒子の体積分率、 $\bar{r}$ 、 $\bar{r}^2$ および $\bar{r}^3$ はそれぞれ $r$ 、 $r^2$ および $r^3$ の平均値である。

本研究では、図6に示した透過電子顕微鏡写真をもとに、粒子半径 $r$ の分布を測定し $\bar{r}$ 、 $\bar{r}^2$ および $\bar{r}^3$ を求めた。実際に用いた粒子半径 $r$ の分布をヒストグラムで図7に示した。得られた $\bar{r}$ 、 $\bar{r}^2$ および $\bar{r}^3$ を表3に示すとともに式(3)、(4)および(5)によって得られる、 $\bar{\lambda}$ 、 $\bar{l}_s$ および $\bar{r}_s$ も表3に示した。これらの分散パラメータと式(1)と(2)よりオローワン応力を求めた。ここで、オローワン応力としては、らせん転位と刃状転位の幾何平均した値を用い、 $M=2.0$ 、 $\nu=0.334$  \*\*、 $b=2.48 \times 10^{-10}\text{m}$ とした。さらに、 $r_0$ には、 $b$ と $3b$ を用いた。得られたオローワン応力を表4に示す。

ボイド強化応力 $\sigma_v$ は、式(1)と同形で係数 $A$ のみが異なり、 $A$ は次式で与えられる<sup>(9)</sup>。

$$A = \frac{1+\nu \sin^2 \phi}{1-\nu} \cos \phi : \text{らせん転位} \quad (6)$$

$$A = \left(1 - \frac{\nu}{1-\nu} \sin^2 \phi\right) \cos \phi : \text{刃状転位}$$

ここで、 $\phi$ は転位がボイドから離脱するときの臨界角で、

\*この数式の導出については参考文献(7)(8)を参照して頂きたい。

\*\*  $\nu$ はPNC ZJ9606 93-001「分散強化型フェライト鋼の強度特性評価」で評価された値である。

ScattergoodとBacon<sup>(9)</sup>によると、ポアッソン比 $\nu$ に依存し、本合金( $\nu=0.334$ )ではらせん転位に対しては $\phi=47^\circ$ 、刃状転位に対しては $\phi=19^\circ$ である。ボイド強化応力もオローワン応力と同様にらせん転位と刃状転位に対する値の幾何平均値を用いた。得られたボイド強化応力 $\sigma_v$ も表4に示す。

### III 実験結果

#### III.1 しきい応力

本研究ではしきい応力の発現機構を解明するために、まず粒子の大きさの分布を考慮して求めたオローワン応力とボイド強化応力と前年度の研究課題(PNC ZI9606 93-001「分散強化型フライト鋼の強度特性評価(2)」)の研究成果報告書中で報告したクリープ応力瞬間負荷試験から得られたしきい応力との比較検討を行った。

図8は、前年度報告したクリープ応力瞬間負荷試験で得られた応力 $\sigma$ とひずみ $\varepsilon_a$ の関係に表4に示した粒子の大きさの分布を考慮して求めたオローワン応力とボイド強化応力を書き入れたものである。ここで、応力とひずみの弾性的比例関係からはずれ始める応力をしきい応力と定義すると、負荷直後(100ms)より得られるしきい応力は、約175MPa(図中A点)で粒子の大きさの分布を考慮して求めたオローワン応力の範囲内にある。一方、応力負荷後2sと4s経過したときのひずみから得られたしきい応力(図中B点)は僅かに減少し約150MPaで、粒子の大きさの分布を考慮して求めたオローワン応力とボイド強化応力の範囲内にある。



ところで、高温で転位と粒子の相互作用が引力型である分散強化合金についてクリープ応力瞬間負荷試験を行った場合、測定されたしきい応力に負荷時間に依存した遷移が見られることが知られている<sup>(10)(11)</sup>。また、遷移後のしきい応力と負荷直後に得られたしきい応力との比がボイド強化応力とオローワン応力との比(本合金の場合 $\sigma_v/\sigma_{or}=0.85$ )に等しくなることも明らかとなっている<sup>(10)(11)</sup>。本実験結果でもしきい応力がオローワン応力とボイド強化応力の範囲内になること、上述したようなしきい応力の遷移が見られていることおよび遷移後のしきい応力(150MPa)と負荷直後に得られたしきい応力(175MPa)との比が0.86であることを考慮して考えると、本合金のしきい応力の発現機構はスロロビッツ機構であると考えられる。

そこで、直接この引力型相互作用の観察を試みた。前年度で報告\*したように加熱によって生じる熱膨張のみでは、転位のすべり運動に作用する駆動力が小さく、多くの転位が運動せず、明瞭な転位と粒子の引力型相互作用を観察できなかった。そこで今回は、加熱に加え電子顕微鏡内で引張変形を行うことによって駆動力を増やし、その場観察を試みた。しかし、実際のその場観察では、本観察に用いた特殊引張加熱ホルダーの作動原理上生じる試料の移動のため、3万倍以上の倍率での観察が不可能であった。転位と粒子の相互作用を明確にするためには、 $Y_2O_3$ 粒子の大きさが数nmと小さいため、10万倍以上の倍率で観察することが必要であり、相互作用については詳細な検討は行えなかった。しかし、変形後

\* 研究課題(PNC ZI9606 94-001)「分散強化型フェライト鋼の強度特性評価(2)」

の試料ではわずかな転位密度の減少が見られるものの依然として強固な加工組織が存在していることを明らかにすることができた。この結果は、本合金の転位組織が熱的に非常に安定であるばかりでなく、僅かな変形では壊れないことを示している。

また、高温で転位と粒子の相互作用が引力型となるためには、 $Y_2O_3$ 粒子と母相の界面ですべりが起こる必要がある。界面すべりは粒子と母相の界面構造が乱れていた方が容易に起こることが知られている<sup>(12)</sup>。そこで、高分解観察によって界面構造の検討を行った。図9は超ミクロトーム法によって薄膜化した被覆管(1DK)の $Y_2O_3$ 粒子と界面構造の高分解能観察結果である。図より母相と粒子の格子は連続しているように見える。しかし、これは $Y_2O_3$ 粒子の大きさが非常に小さいために、超ミクロトーム法で薄膜化したにもかかわらず、粒子の格子と母相の格子が重なっている可能性がある。したがって、本合金で $Y_2O_3$ 粒子と母相の界面構造を明らかにするためには、像によるものではなく回折図形を用いた解析を行う必要がある。ところが、前年度報告したように通常の電子顕微鏡からでは、 $Y_2O_3$ 粒子からの回折図形を得ることはできない。しかし、近年では電子線を非常に小さく絞れるFE-TEMが開発されており、これを用いればこれらの解析も可能になるかもしれない。

以上、高温における転位と粒子の相互作用と界面構造観察からしきい応力の発現機構を断定できるほどの確かな証拠は得られなかったが、クリープ応力瞬間負荷試験より得られたしきい応力が分散パラメータより求めたオローワン応力とボイド強化応力に一致したこと、しきい応力が

スロロピッツ機構によって発現する場合に見られるしきい応力の遷移が見られたことから考えて、しきい応力の発現機構はスロロピッツ機構と考えて良いであろう。

### III.2 高温圧縮試験

図10、11および12に、本研究で得られた全ての応力-ひずみ曲線を示した。ここで、図10、11および12はそれぞれ45° (T)材、45° (L)材および90°材について得られた結果を示したものである。図より、温度が上昇しひずみ速度が低下するほど変形応力が小さくなることが知られる。また、応力-ひずみ曲線の形状は加工軟化を示すものが多いことも知られる。

そこで本研究では、図10、11および12に示した応力-ひずみ曲線からピーク応力 $\sigma_p$ を求め、この応力の温度とひずみ速度依存性を調べることによって高温での変形機構について検討を行った。また、それぞれの条件で求めたピーク応力 $\sigma_p$ を表5にまとめて示す。

図13は、図10、11および12より得られたピーク応力 $\sigma_p$ を剛性率 $G^*$ で規格化した $\sigma_p/G$ と初期ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ の関係を両対数プロットしたものである。この結果をもとに求めた応力指数を表6に示す。得られた応力指数は20~50と分散強化合金に特有な大きな値である。さらに、本材料の活性化エネルギーを求めるために、3つの $\sigma_p/G$ におけるひずみ速度と温度のアレニウスプロットした結果を図14に示す。得られた活性化エネルギーをまとめて表6に示す。得られ活性化エネルギーはFe-W中のWの相互拡散の活性化エネルギー( $273 \pm 13 \text{ kJ/mol}$ )<sup>(13)</sup>に比べて大きな値である。

---

\*  $G$ にはPNC ZJ9606 93-001「分散強化型フェライト鋼の強度特性評価」に示した値を用いた。

ところで、分散強化合金では見かけの活性化エネルギーが大きい場合でも、図15示したように変形応力からしきい応力を差し引いた応力 $(\sigma - \sigma_{th})$ とひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ の関係から求めた活性化エネルギーが自己格子拡散や母相中の不純物の相互拡散に一致することが知られている<sup>(14)</sup>。そこで、本研究でも図15より、一定応力におけるひずみ速度と温度のアレニウスプロット(図16)をし、活性化エネルギーを求めた。ここで、しきい応力としては応力瞬間負荷試験で求めた、ボイド強化応力である応力150MPaを用いた。得られた活性化エネルギーを表7に示す。しかし、依然として得られた活性化エネルギーはFe-W中のWの相互拡散の活性化エネルギー $(273 \pm 13 \text{ kJ/mol})$ <sup>(13)</sup>に比べて大きな値となった。このような活性化エネルギーが大きな値となる原因は次のように考えられる。

本合金では、熱的に安定な加工組織を有していることは既に述べた。しかし、大きな変形応力が負荷された場合には安定構造が崩れ転位の再配列が起こると考えられる。応力-ひずみ曲線で加工軟化が見られたのは、上述した加工組織が崩れて転位密度が減少したことによるものと考えられる。このような組織変化が変形中に起こったために、変形の活性化エネルギーが拡散のそれと一致しなかったものと考えざるを得ないであろう。

650℃における $\sigma_p/G$ を比較すると、90°材が最も高い値を示し、次に45°(L)材で、45°(T)材が最も低い値を示した。これらの強度の差をより明瞭にするために、90°材のピーク応力 $\sigma_p$ から45°(T)材と45°(L)材のピーク応力 $\sigma_p$ を差し引いた値 $(\sigma_p^{90^\circ} - \sigma_p^{45^\circ(T)}, \sigma_p^{90^\circ} - \sigma_p^{45^\circ(L)})$ とひずみ速度の関係を図

17に示した。両試料において、ひずみ速度が低下すると強度差が増大する傾向が得られ、 $\sigma_p^{90^\circ} - \sigma_p^{45^\circ(T)}$ では明瞭な変化が認められる。この結果は、実際に被覆管が使用されるようなクリープ条件でより大きな強度差が生じることを示している。

図18～20は、試験温度650℃、ひずみ速度 $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ で変形させた試料の表面につけたけがき線の変化を示したもので、45° (T)材と45° (L)材では(図18と図19)では明瞭なけがき線のずれが観察されたのに対して、90° 材ではけがき線のずれは観察されなかった。このけがき線のずれから粒界すべりによる変形量を求めると、45° (T)材では全変形量に対して13～21%、45° (L)材では13～18%であり、試料によって大きく変化することではなかった。この結果は、本材料の変形が粒界すべりのみによるものではなく、粒内転位の運動も関与していることを示している。図21と図22は、それぞれ45° (T)材と45° (L)材について変形後の試験片の側面を走査型電子顕微鏡観察した結果を示したものである。図より、側面に粒界すべりによって生じたステップが形成されていることが知られる。また、このステップは温度が高くひずみ速度が遅くなるほど大きくなっている。この傾向は、45° (T)材と45° (L)材でも同様であった。図23は45° (T)材と45° (L)材をひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ で約30%変形させた試料の側面に形成したステップの様子を比較したものである。図より45° (L)材の方が45° (T)材よりも粒界すべりの生じた粒界と粒界の間隔が若干広いことがわかる。しかし、いずれの温度においても粒界すべりの変形の寄与率は45° (T)材と45° (L)材で大きく異なることはなかった。以上の結果より、45° 材と

90° 材の強度差が生じた原因は、変形に対して粒界すべりの効果が異なるためであると考えられる。しかし、45° 材で強度に異方性が生じた原因に対しては、粒界すべり量の大小では説明できない。そこで、次に両45° 材で強度の差が生じた原因について検討する。

低応力・高温で、変形が粒界すべりによって律速される場合、ひずみ速度と応力の関係には次式に示すような粒径依存性が生じることが知られている。

$$\dot{\epsilon} = AD \left( \frac{1}{d} \right)^p \left( \frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (8)$$

ここで、Aは材料によって決定される定数、Dは拡散定数、pとnは定数で  $p=2 \sim 3$ 、 $n=2$  になることが知られている。またnは応力指数である。式(8)より、温度と応力が同一であっても結晶粒径によってひずみ速度が変化することがわかる。そこで、本材料の式(8)より理論的に予想される同一温度、同一応力でのひずみ速度比を求めたところ

$$\frac{\dot{\epsilon}_{45^\circ(T)}}{\dot{\epsilon}_{45^\circ(L)}} = \frac{(8.6\mu\text{m})^2}{(1.1\mu\text{m})^2} \sim \frac{(8.6\mu\text{m})^3}{(1.1\mu\text{m})^3} \cong 6 \times 10 \sim 5 \times 10^2 \quad (9)$$

となった。図13よりひずみ速度の比を求めたところ、温度600° C、 $\sigma_p/G = 9 \times 10^{-3}$ では10程度、温度650° C、 $\sigma_p/G = 8 \times 10^{-3}$ では $10^3$ 程度、温度700° C、 $\sigma_p/G = 7 \times 10^{-3}$ では $10^2$ 程度となり理論値にほぼ一致した。したがって、45° 材で見られた強度差は、粒界すべりが生じた粒界の大きさの差によるものと考えられる。

さらに、45° 材で強度に差が生じた原因として次のようなことも考えられる。

森川ら<sup>(15)</sup>は、銅とタンゲステンを積層させた複合材料において、異相

界面の原子のマッチングの異方性が原因と考えられる強度の異方性が生じることを明らかにしている。本合金においても集合組織を形成することが知られており、粒界すべりを起こした界面(結晶粒界)が原子のマッチングに異方性を有している可能性がある。そこで、X線強度測定を行いベクトル法によって集合組織を調べた。その結果を図24に示す。図より、本合金では、圧延面が $\{001\}$ で圧延方向に平行な結晶軸が $\langle 110 \rangle$ であるものに加え、圧延面が $\{1\bar{1}6\}$ で圧延方向に平行な結晶軸が $\langle 110 \rangle$ であるような集合組織も認められる。したがって、本試験で粒界すべりを生じた粒界には、結晶面が $\{001\}$ と $\{1\bar{1}6\}$ の界面となっているものが存在すると考えられる。この界面の原子のマッチングを示したものが図25である。図より原子のマッチングに明らかな異方性があることが知られる。図中に示したTおよびLと示した矢印は、 $45^\circ$  (T)および $45^\circ$  (L)材で粒界すべりが生じた方向を示している。図よりLと示した矢印の方向に粒界がすべる場合に比べ、Tと示した矢印の方向に粒界がすべる場合の方が僅かな変位でパターンが再現されるため、L方向に粒界がすべる場合よりも僅かな力で粒界をすべらすことが可能であると考えられる。この結果は実験で得た強度の異方性と一致している。したがって、このような異方性が原因で強度に異方性が生じた可能性も考えられる。

上述したどちらの機構が原因で $45^\circ$  材の強度に差が生じたかを、本研究の結果からでは決定することはできない。しかし、どちらの機構で強度差が生じたとしても、粒界すべりがその主要因であることは変わらない。

### III.3 被覆管バースト材の組織観察

前節で述べたように粒界すべりが生じる場合には、強度に異方性が生じることが明らかとなった。したがって、被覆管において高温変形中に粒界すべりが生じているか否かを明らかにすることは極めて重要である。そこで本研究では、粒界すべりが生じる場合、破壊がボイドの形成合体によって生じることに着目し、バースト材の破断面近傍の組織観察を行った。観察に用いた被覆管バースト材(1DK)は、試験温度700℃、変形応力140MPaで破断させたもので、破断時間は39.8時間である。被覆管バースト材の外観を図26に示す。観察には図27に示したように、観察面がT面になるように切り出した試料を用いた。

図28と図29はその観察例を示したもので、穴の存在が認められる。しかし、その大きさは、応力集中を緩和するために拡散によって形成されたボイドにしては大きいように思われる。しかし、これまでに観察用に作製した被覆管からは、このような穴の存在は観察されていないことから、ボイドが電解研磨によって薄膜を作製する際に研磨され大きくなったものと考えられる。

以上の結果より、被覆管においても高温変形中に粒界すべりが生じていると考えられ、強度の異方性は粒界すべりによって出現するものと結論される。したがって、内圧に強い被覆管を得るためには、結晶粒径を大きくし、さらに粒界すべりが生じにくいように結晶粒を配向させる必要があると思われる。



## IV 結論

$Y_2O_3$ によって分散強化されたODSフェライト鋼の分散強化機構と強度の異方性の原因を明らかにするために、分散パラメータを用いてしきい応力を評価すると共に、温度範囲600～700℃、ひずみ速度範囲 $1 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ で圧縮試験を行ない高温強度におよぼす粒界すべりの影響を調べた。さらに、実際の被覆管について高温変形中に粒界すべりが生じているか否かを、被覆管バースト材を用いて調べた。得られた結論を以下に示す。

(1) 粒子径分布を考慮して求めた分散パラメータを用いて評価したオローワン応力とボイド強化応力は、前年度に報告\*したクリープ応力瞬間負荷試験より測定したしきい応力にはほぼ一致した。この結果とクリープ応力瞬間負荷試験より測定したしきい応力に負荷時間に依存した遷移が見られた結果とを合わせて考えると、本合金のしきい応力の発現機構はスロロビッツ機構であると考えられる。

(2) 90°材に比べ45°(T)材と45°(L)材の変形応力は小さな値となった。この結果は、45°(T)材と45°(L)材のみで粒界すべりが観察されたことから、粒界すべりの影響によるものであると考えられる。

(3) 粒界すべりの全変形への寄与率がほぼ同じにも関わらず、45°(T)材の強度は45°(L)材に比べ低い値を示した。

(4) (3)で述べた強度差は、長く伸びた結晶粒のアスペクト比や界面構造の異方性の影響を考慮することによって理解できることが知られた。

---

\* 研究課題(PNC ZJ9606 94-001)「分散強化型フェライト鋼の強度特性評価(2)」

(5) 被覆管バースト材のT断面の組織観察より、ボイドが存在していたと考えられる穴が観察された。この結果は、実際の被覆管において高温変形中に粒界すべりが生じたことを示している。

(6) (5)の結果から、被覆管で報告されている強度の異方性は、被覆管模擬板材と同様に粒界すべりによって生じていることが知られた。

## 参考文献

- (1) 土師宏, 三好康介, 守田俊章, 中島英治, 吉永日出男. 日本金属学会誌, 56(1992), 355.
- (2) 土師宏, 守田俊章, 中島英治, 吉永日出男. 日本金属学会誌, 56(1992), 1127.
- (3) 吉永日出男. 金属, 49(1979), 15.
- (4) 櫛田宏一. 九州大学大学院総合理工学研究科修士論文, (1984), 39.
- (5) R. O. Scattergood and D. J. Bacon. *Phil. Mag.*, A31(1975), 179.
- (6) A. J. E. Foreman and M. J. Makin. *Phil. Mag.*, A14(1966), 911.
- (7) Y. Yeh, H. Nakashima, H. Kurishita, S. Goto and H. Yoshinaga. *Metar. Trans., JIM*, 31(1990), 284.
- (8) A. Barbacki and W. Frackowiak. *Z. Metallkde.*, 79(1988), 410.
- (9) R. O. Scattergood and D. J. Bacon. *Acta. Metall.*, 30(1982), 1665.
- (10) F. Yoshida, J. Sugamoto, H. Nakashima and H. Yoshinaga. *Mater. Trans., JIM*, 35(1994), 576.
- (11) 吉田冬樹, 菅元淳二, 中島英治, 吉永日出男. 日本金属学会誌,

59(1995), 1.

(12) T. Watanabe, S. Kimura and S. Karashima. *Phil. Mag.*, A49(1984), 845.

(13) H. Oikawa. *Technology Repors, Tohoku University*, 47(1982), 215.

(14) R. W. Lund and W. D. Nix : *Acta Metall.*, 24(1976),469.

(15) 森川龍哉, 大津山隆, 村上浩章, 中島英治, 後藤正治, 吉永日出男.

九州大学 総合理工学報告, 14(1992), 305.

表1 一方向圧延材と1DK被覆管の各面を透過電子顕微鏡観察して得られた結晶粒の長軸と単軸の大きさ及び結晶粒のアスペクト比

		長軸( $\mu\text{m}$ )	短軸( $\mu\text{m}$ )	アスペクト比
一方向圧延材	C面	8.57	1.00	9
	T面	1.07	0.12	9
	L面	—	0.12	71
被覆管	C面	3.93	0.34	11
	T面	0.34	0.34	1

表2 ODSフェライト鋼の組成(wt%)

	被覆管材	圧延材
C	0.045	0.022
Si	0.019	0.023
Mn	0.013	0.02
P	<0.005	<0.005
S	0.001	0.001
Cr	12.87	11.77
Ni	0.16	0.09
W	2.81	2.74
Ti	0.52	0.49
Nb	-	-
N	0.0152	0.005
O (free O)	0.186 (0.113)	0.19 (0.106)
Y (Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0.27 (0.34)	0.31 (0.39)

表3 ODSフェライト鋼の分散パラメータと粒子の体積分率

$\bar{r}$	$2.4 \times 10^{-9} \text{ m}$
$\overline{r^2}$	$8.0 \times 10^{-18} \text{ m}^2$
$\overline{r^3}$	$5.3 \times 10^{-26} \text{ m}^3$
$\bar{l}_s$	$8.4 \times 10^{-8} \text{ m}$
$\overline{\bar{r}_s}$	$2.6 \times 10^{-9} \text{ m}$
$\bar{\lambda}$	$1.0 \times 10^{-7} \text{ m}$
$f$	0.65%

表4 ODSフェライト鋼のオローワン応力とボイド強化応力

$T / ^\circ\text{C}$	$\sigma_{\text{or}} / \text{MPa}$		$\sigma_v / \text{MPa}$	
	$r_0=b$	$r_0=3b$	$r_0=b$	$r_0=3b$
650	191.5	134.5	162.5	114.0

表5 それぞれの条件で得られたピーク応力(a)45° (T)材、  
(b)45° (L)材

(a)

	$\dot{\epsilon}_0 / \text{S}^{-1}$	$\sigma_P / \text{MPa}$
600°C	$7.59 \times 10^{-3}$	591.8
	$8.94 \times 10^{-3}$	516.2
	$9.18 \times 10^{-3}$	538
	$9.69 \times 10^{-4}$	544.1
	$9.95 \times 10^{-5}$	509.7
	$1.00 \times 10^{-5}$	448.2
	$1.00 \times 10^{-5}$	447.7
	$1.00 \times 10^{-5}$	488.9
650°C	$7.18 \times 10^{-3}$	464.2
	$7.56 \times 10^{-3}$	455.4
	$7.93 \times 10^{-3}$	479.3
	$9.94 \times 10^{-4}$	439
	$1.00 \times 10^{-4}$	464
	$1.00 \times 10^{-4}$	389
	$1.00 \times 10^{-4}$	351
	$1.00 \times 10^{-5}$	356
	$1.00 \times 10^{-5}$	342.8
	$1.00 \times 10^{-5}$	344.3
700°C	$8.67 \times 10^{-3}$	345.9
	$8.58 \times 10^{-3}$	335.3
	$8.50 \times 10^{-3}$	352.8
	$9.86 \times 10^{-4}$	313.6
	$9.96 \times 10^{-5}$	298.9
	$1.00 \times 10^{-5}$	282.2
	$1.00 \times 10^{-5}$	263.2
	$9.99 \times 10^{-6}$	257.4

(b)

	$\dot{\epsilon}_0 / \text{S}^{-1}$	$\sigma_P / \text{MPa}$
600°C	$8.85 \times 10^{-3}$	590.5
	$1.01 \times 10^{-3}$	552.6
	$9.96 \times 10^{-5}$	567.8
	$9.99 \times 10^{-6}$	510.4
650°C	$9.09 \times 10^{-3}$	545.5
	$1.00 \times 10^{-3}$	464.2
	$9.71 \times 10^{-4}$	478.6
	$1.00 \times 10^{-4}$	494.8
	$1.00 \times 10^{-4}$	499.1
	$1.00 \times 10^{-4}$	514
	$9.99 \times 10^{-6}$	459.5
700°C	$8.81 \times 10^{-3}$	377.2
	$9.02 \times 10^{-3}$	419.5
	$9.97 \times 10^{-4}$	417.3
	$9.95 \times 10^{-5}$	358.9
	$9.99 \times 10^{-6}$	300.6

表6 ピーク応力とひずみ速度の関係から求めた応力指数 $n$ と  
活性化エネルギー(a)45° (T)材、(b)45° (T)材

(a)

$T/^{\circ}\text{C}$	$n \searrow \sigma_p/G$	$Q_{\text{app}}(\text{kJ/mol})$		
		$6.0 \times 10^{-3}$	$7.5 \times 10^{-3}$	$9.0 \times 10^{-3}$
600	35	1000	860	740
650	22			
700	26			

(b)

$T/^{\circ}\text{C}$	$n \searrow \sigma_p/G$	$Q_{\text{app}}(\text{kJ/mol})$		
		$7.0 \times 10^{-3}$	$8.5 \times 10^{-3}$	$1.0 \times 10^{-2}$
600	47	1100	840	640
650	40			
700	30			



表7 ピーク応力からしきい応力を差し引いた応力とひずみ速度の  
関係 から求めた応力指数 $n$ と活性化エネルギー

	T(°C)	n	Q(kJ/mol)
45° T材	700	16	657
	650	14	
	600	22	
45° L材	700	14	679
	650	38	
	600	32	

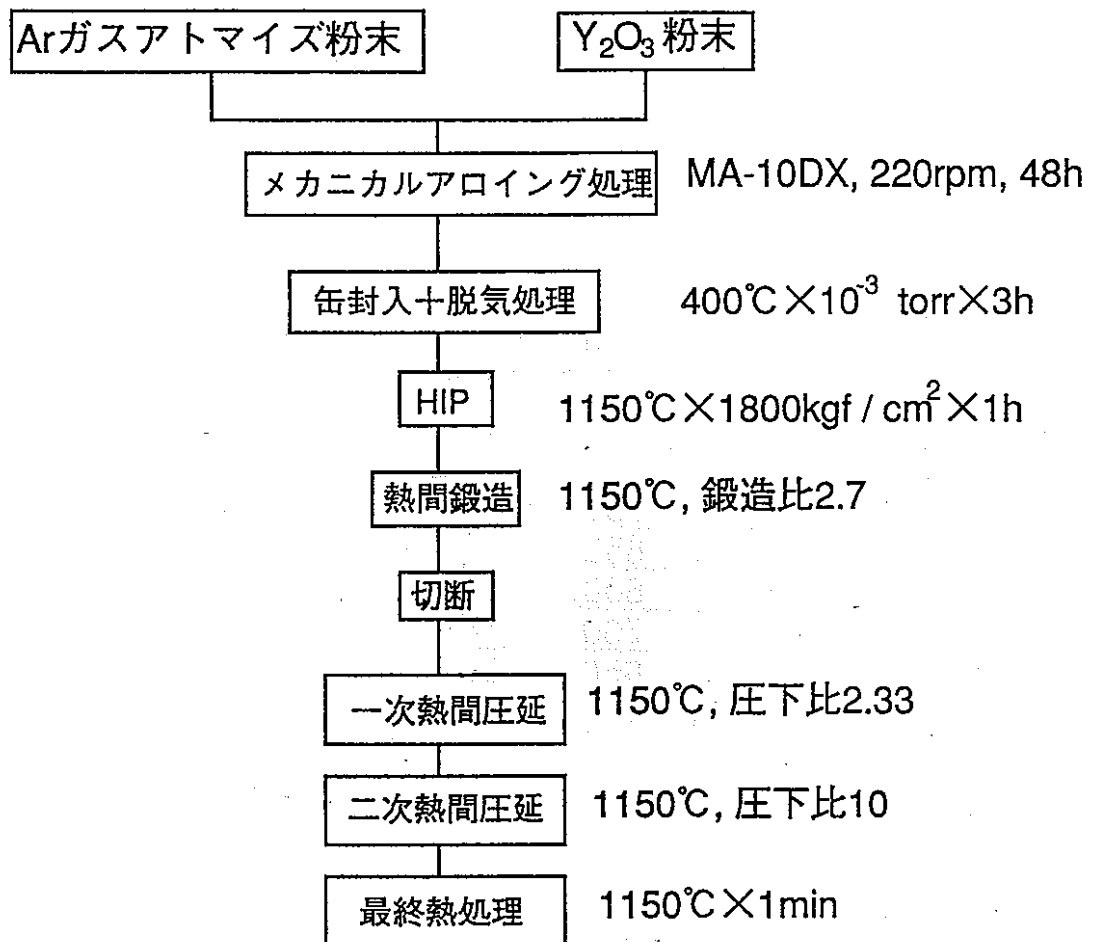


図1 試料の作製行程

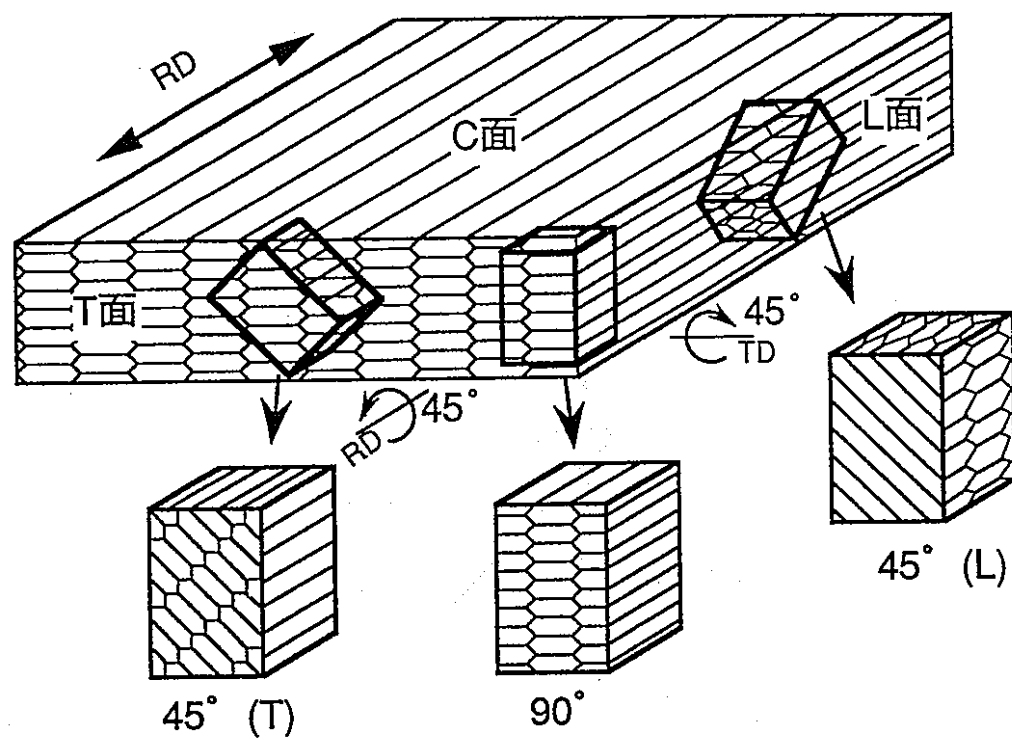


図2 圧縮試験片の採取の説明図

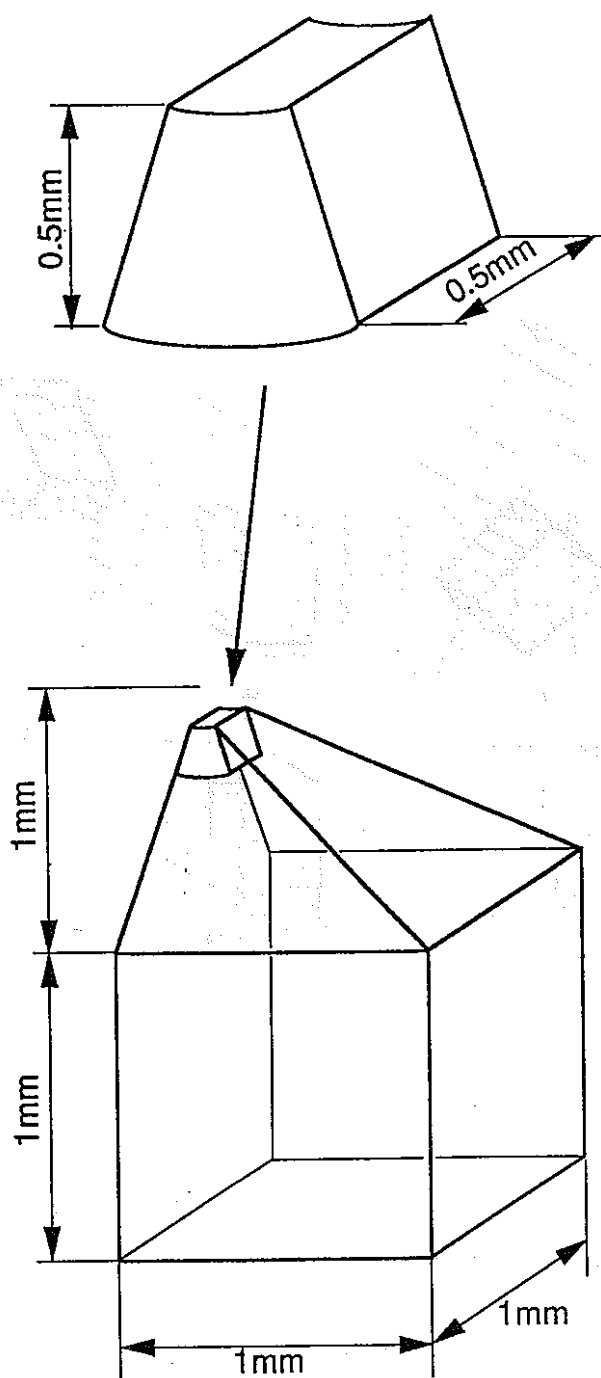


図3 ミクロトーム法による薄膜試料作製の説明図



図4 ミクロトーム法によって得られた試料の外観図

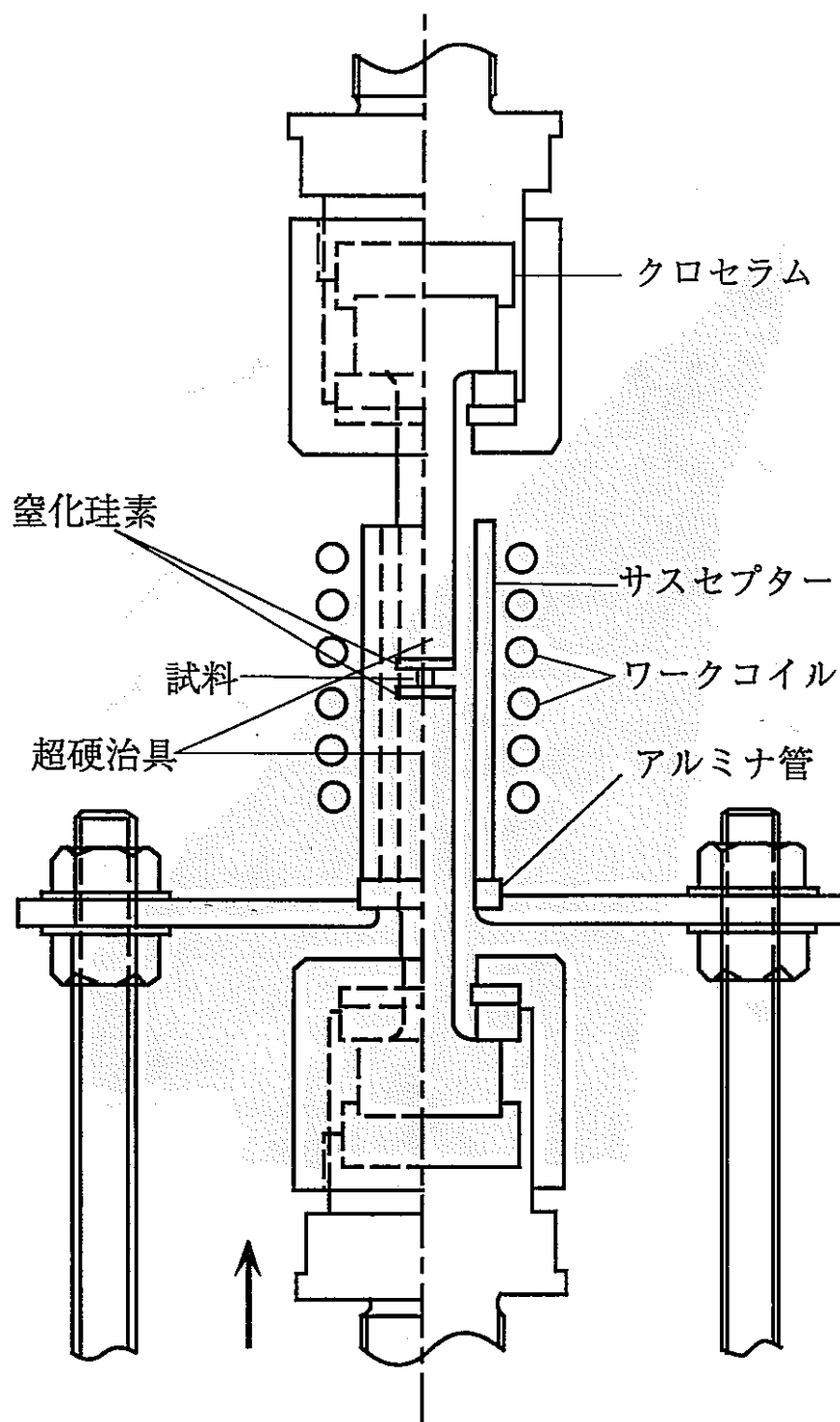


図5 圧縮試験機の説明図

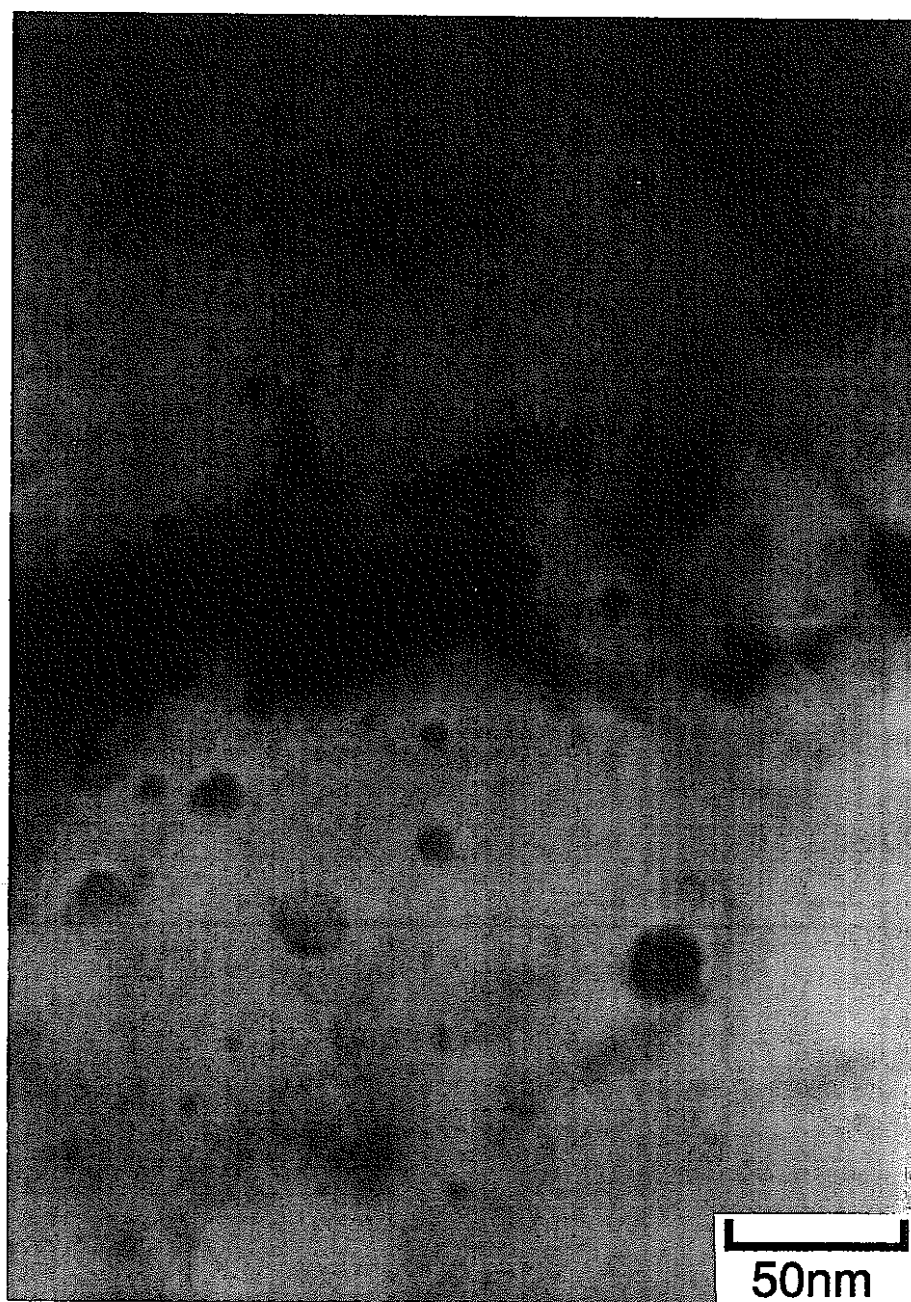


図6 ODSフェライト鋼中の分散粒子 $Y_2O_3$ の分散状態を示した透過電子顕微鏡写真

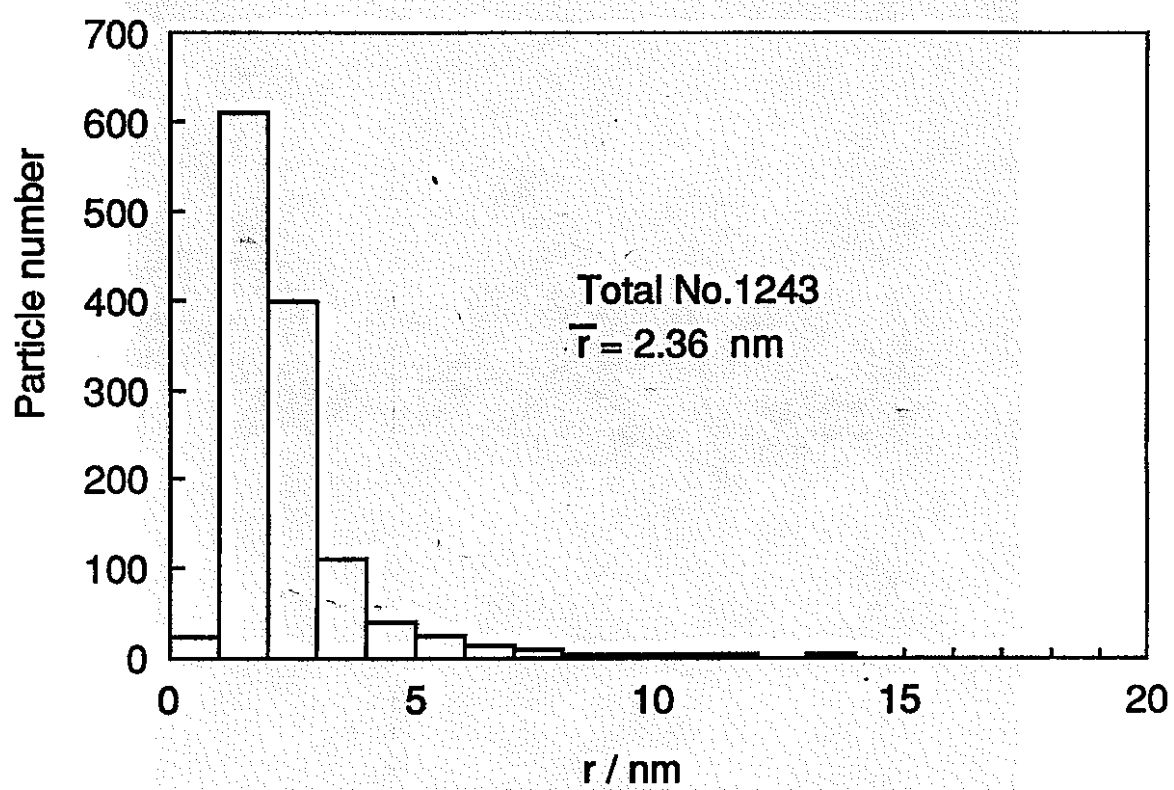


図7 図6より得られた粒子半径のヒストグラム



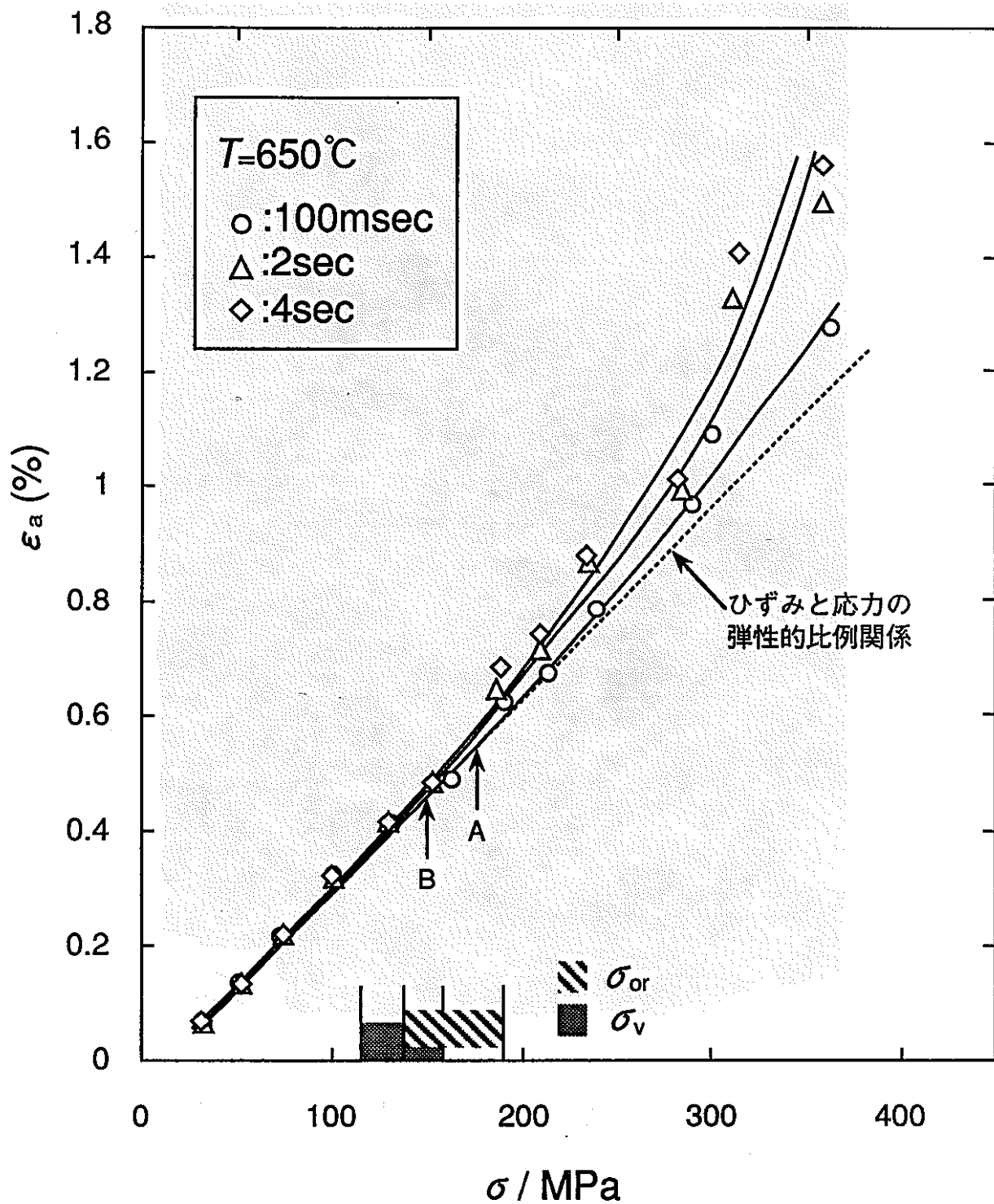


図8 応力瞬間負荷試験で得られた応力  $\sigma$  とひずみ  $\epsilon_a$  の関係



図9 被覆管中の $\text{Y}_2\text{O}_3$ 粒子と母相の界面構造の高分解能観察

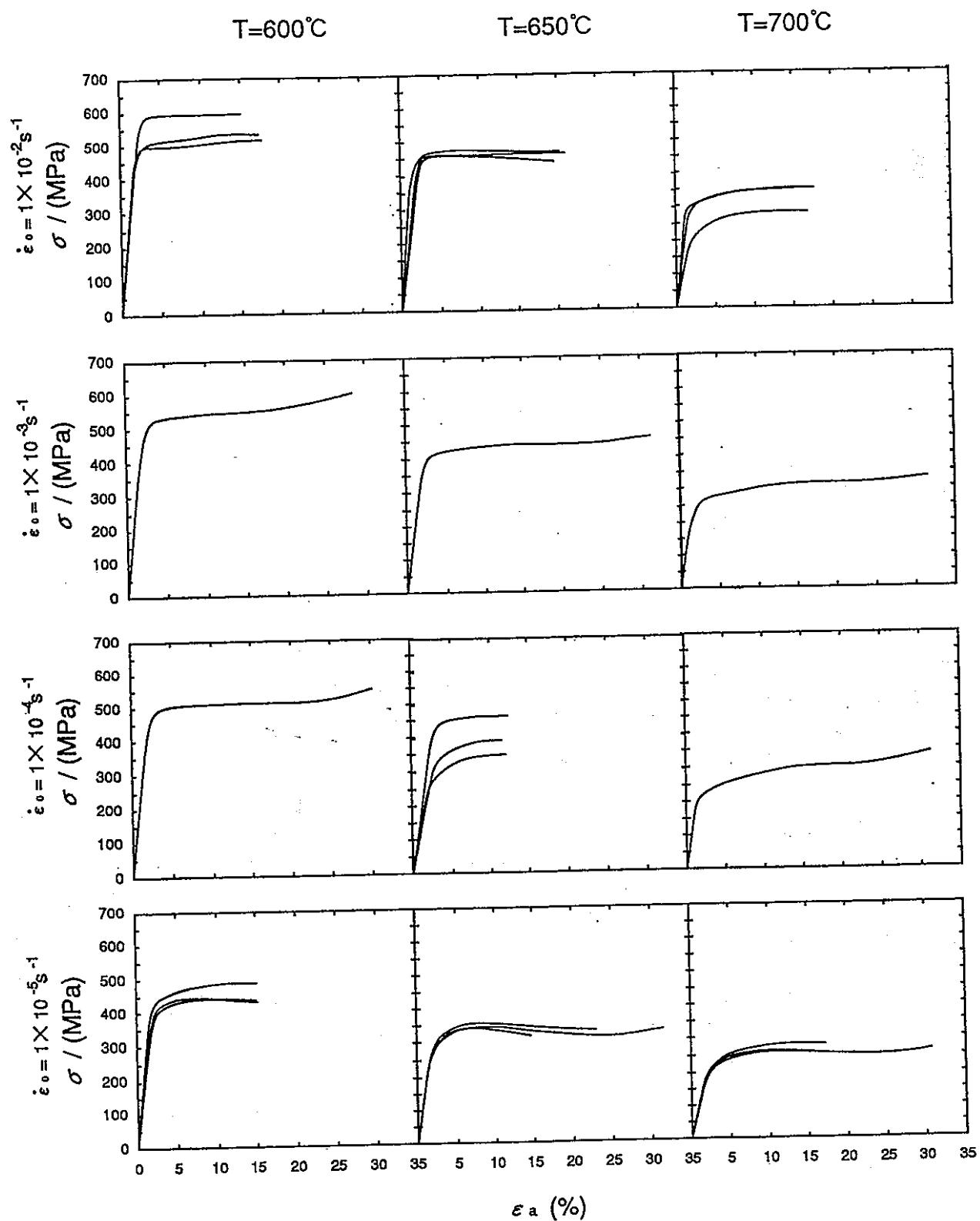


図10 45° (T)材で得られた応力-ひずみ曲線

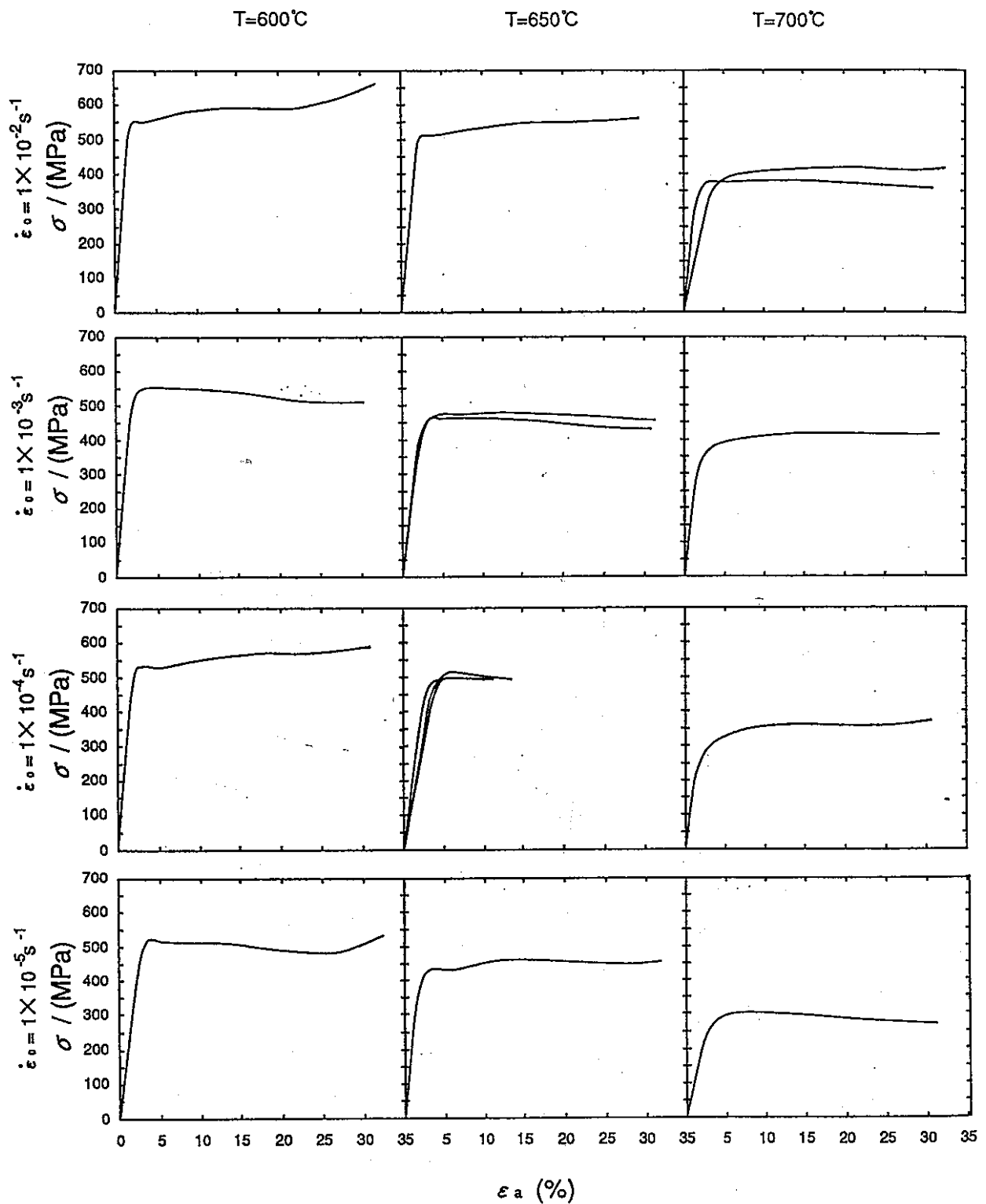


図11 45° (L)材で得られた応力-ひずみ曲線

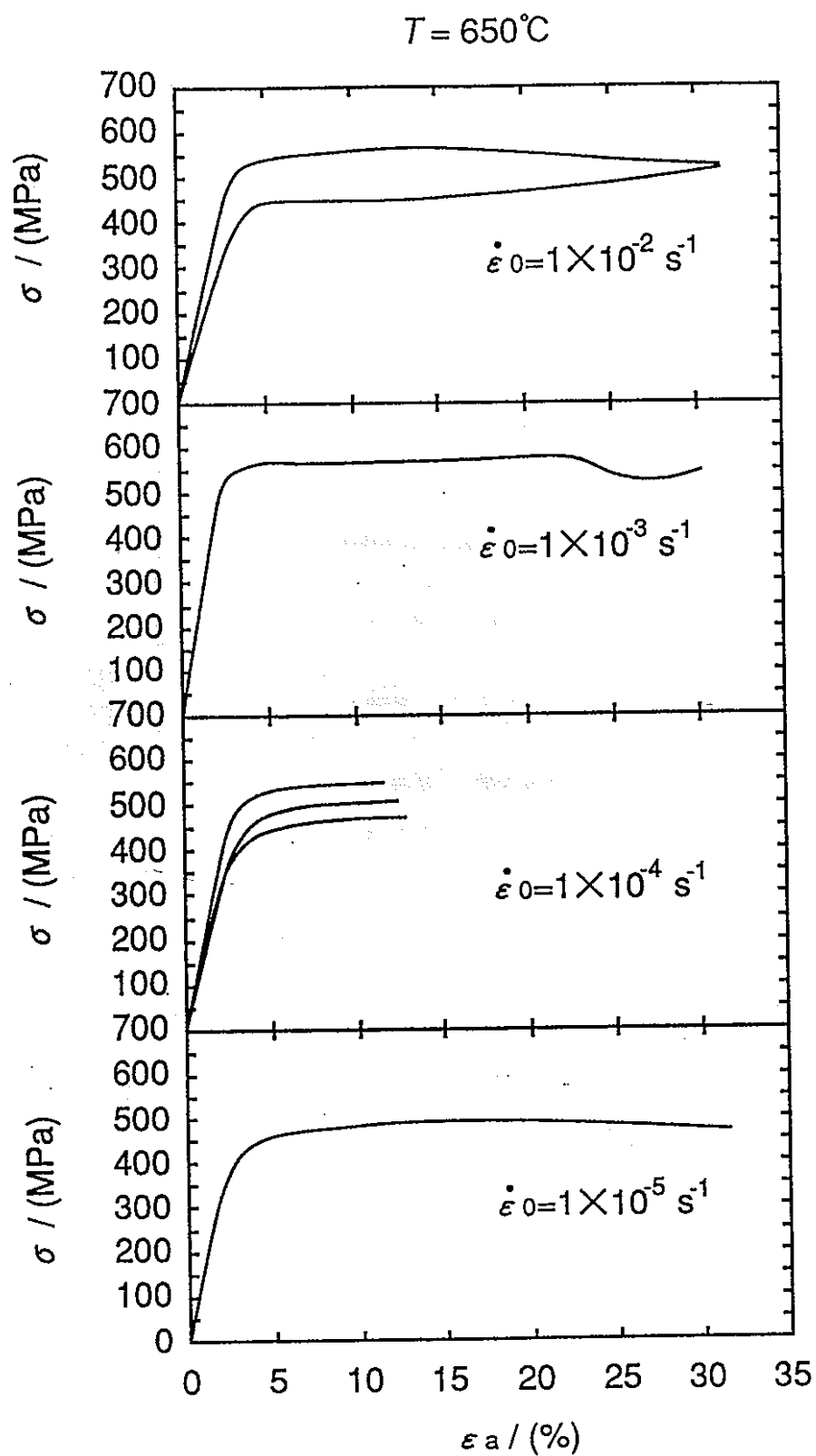


図12 90° 材で得られた応力-ひずみ曲線

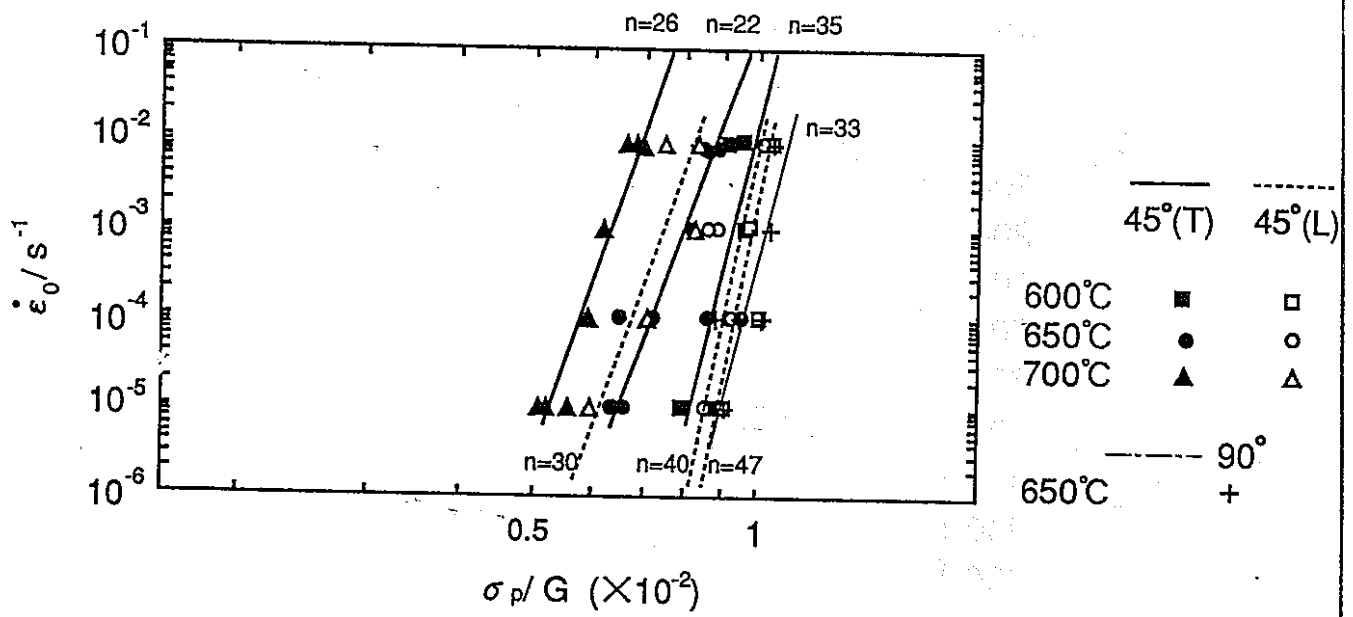


図13 ピーク応力とひずみ速度の両対数プロット

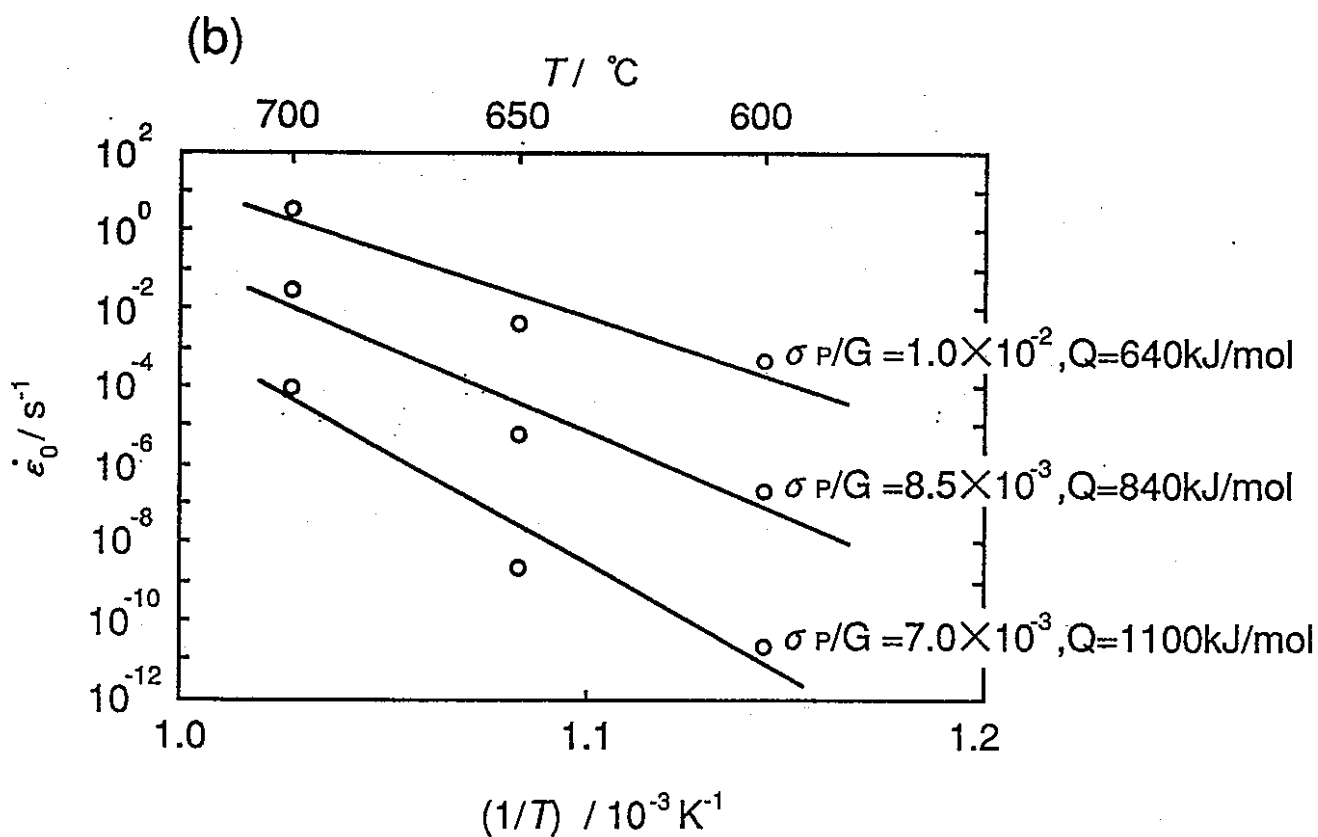
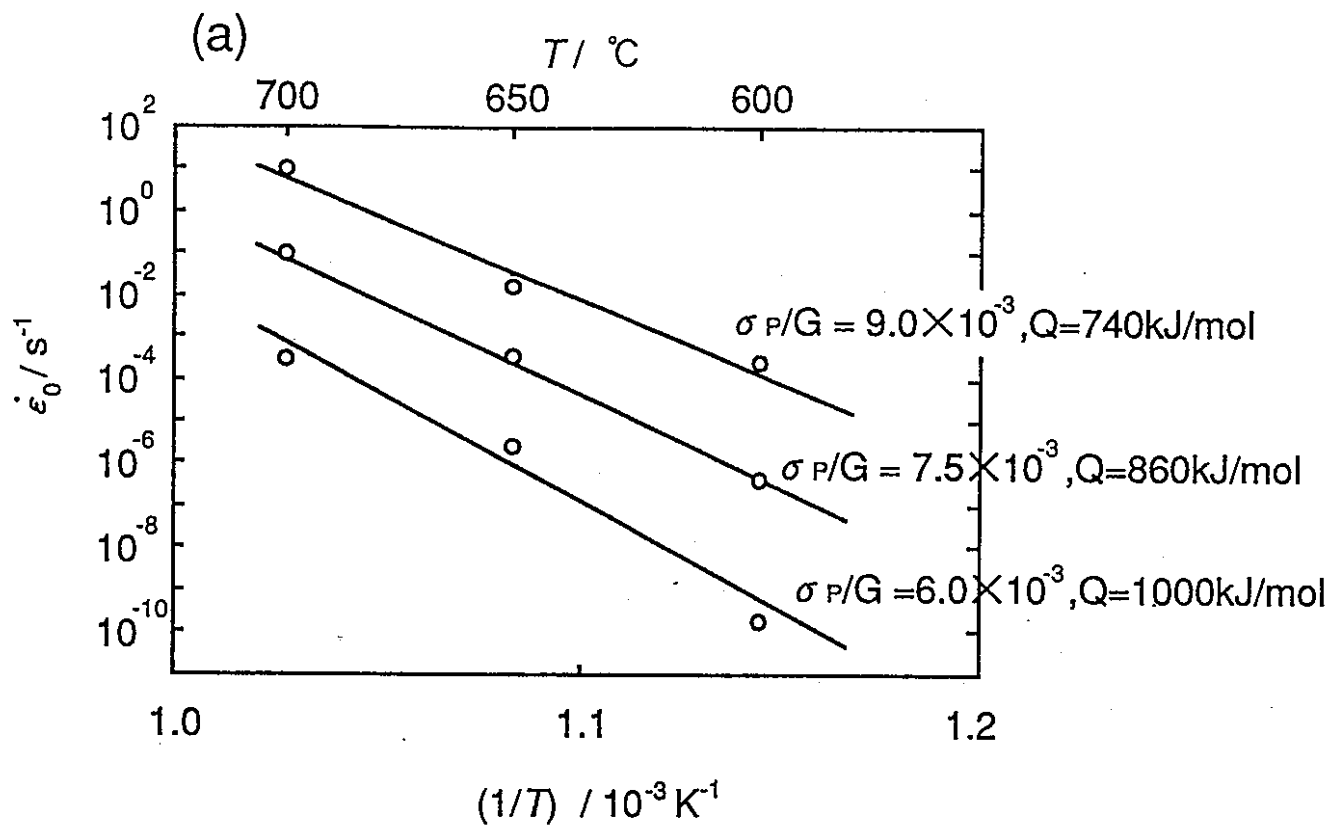


図14 図13で一定応力としたときのひずみ速度  
と温度のアレニウスプロット

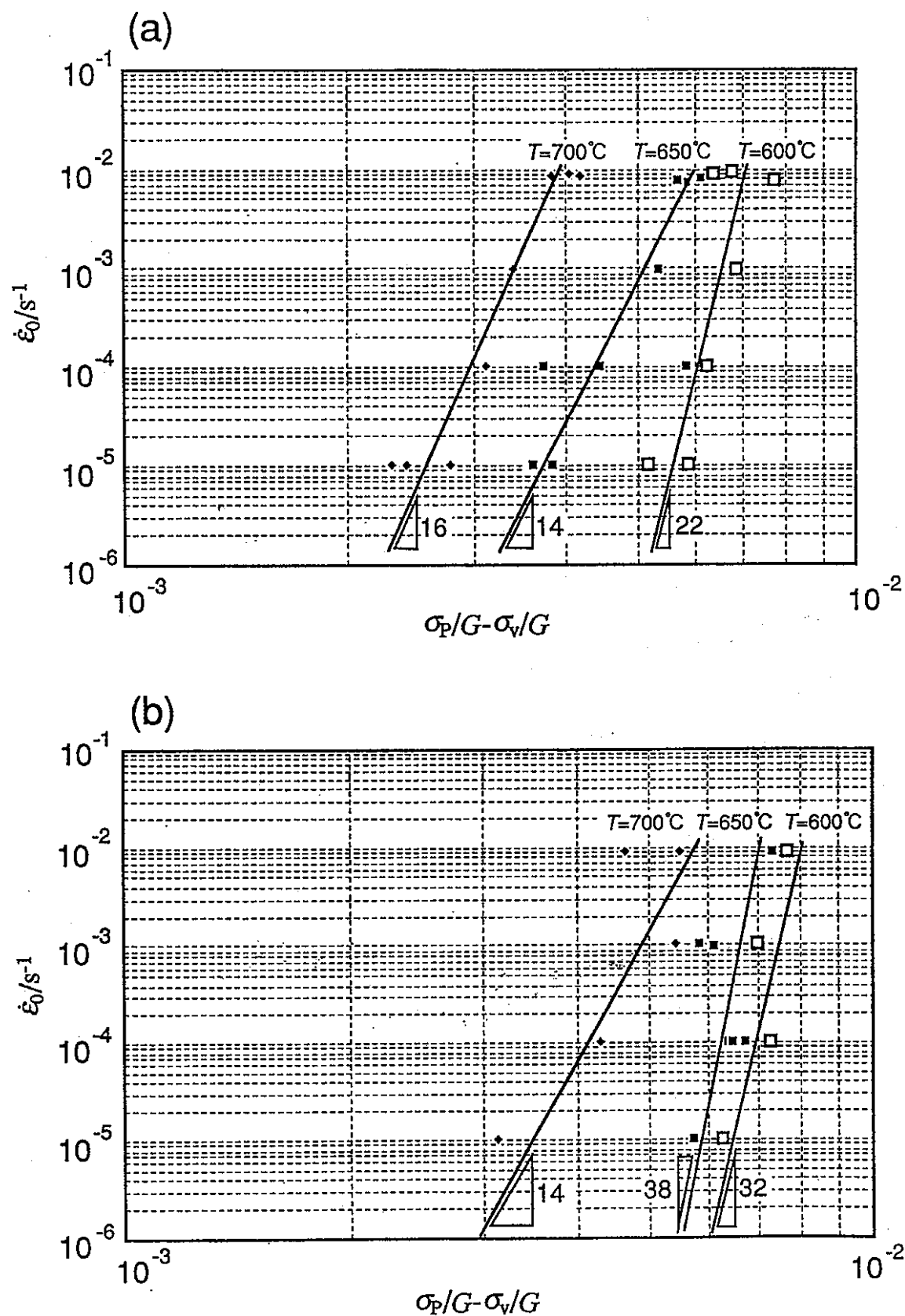


図15 ピーク応力よりしきい応力を差し引いた応力の温度およびひずみ速度依存性(a)45° (T)材, (b)45° (L)材



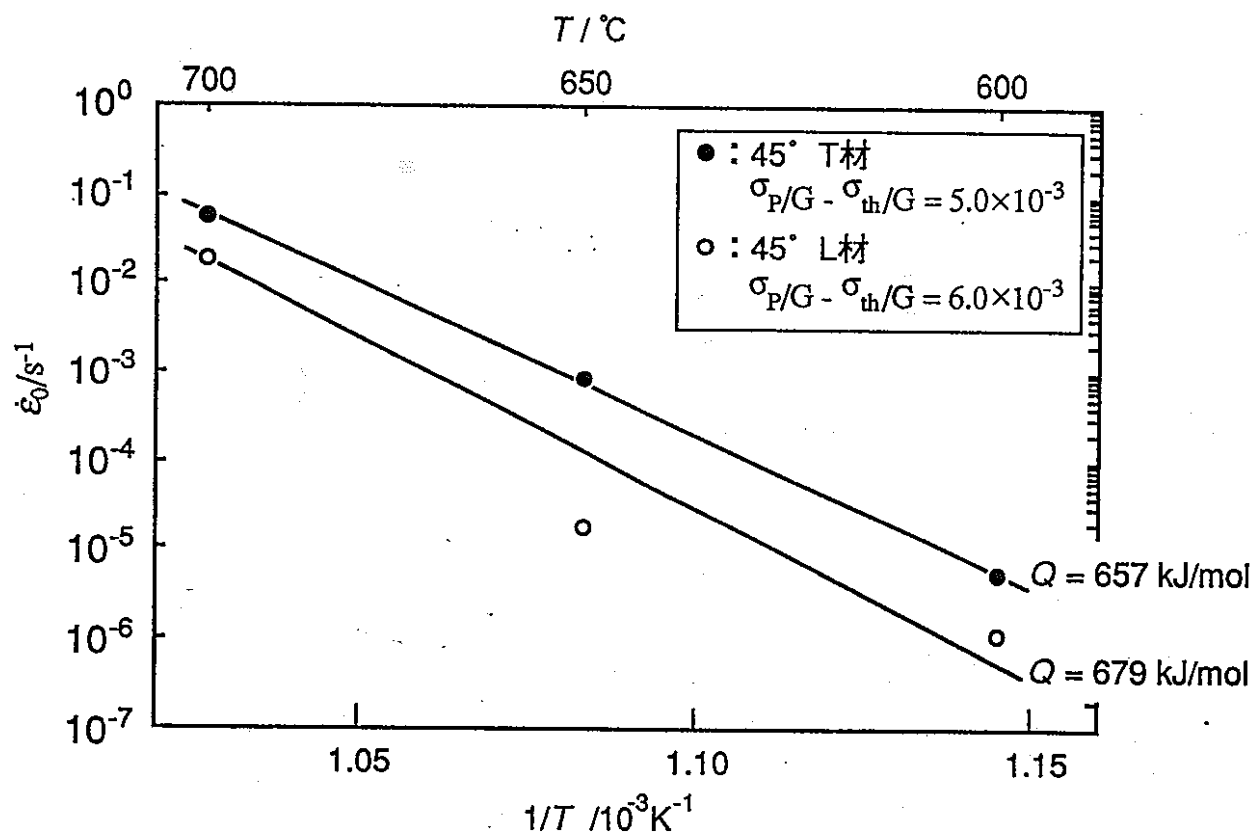


図16 図15で一定応力としたときのひずみ速度と温度のアレニウスプロット

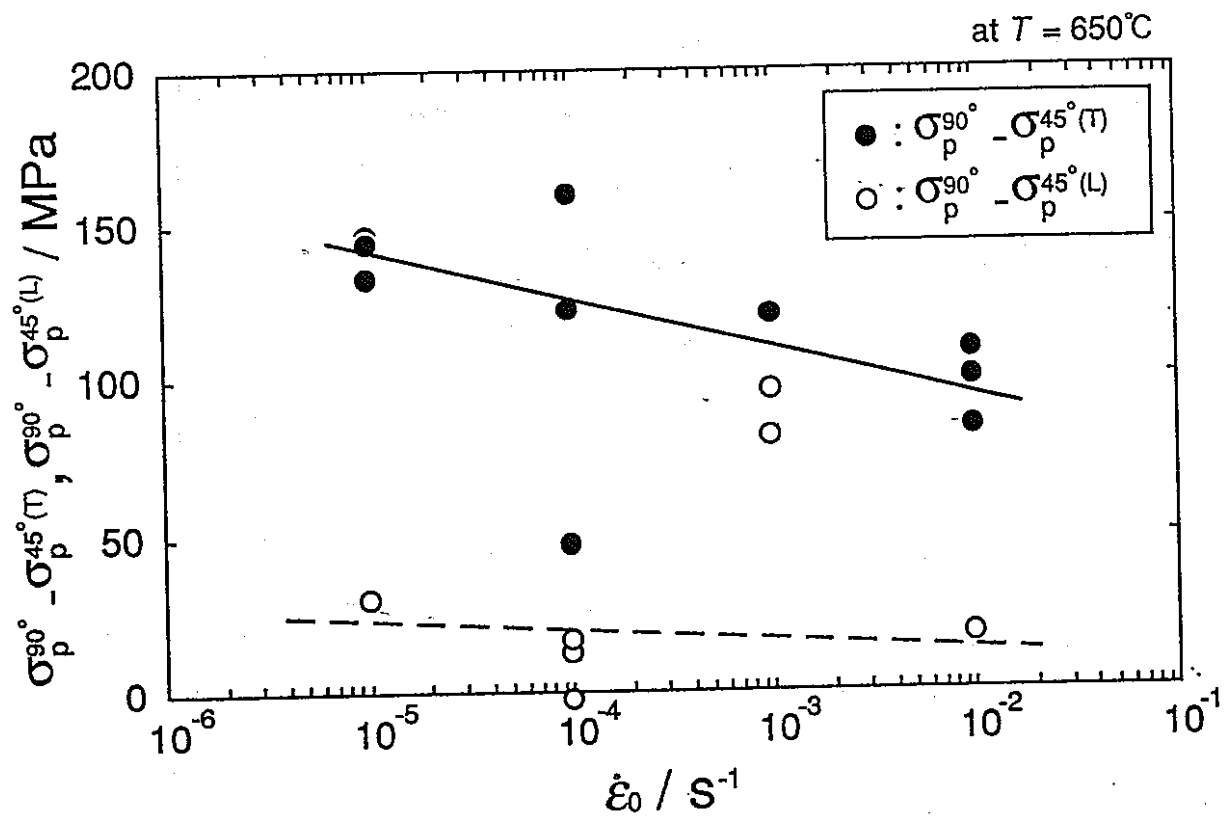


図17 90° 材のピーク応力より45° 材のピーク応力を差し引いた応力のひずみ速度依存性

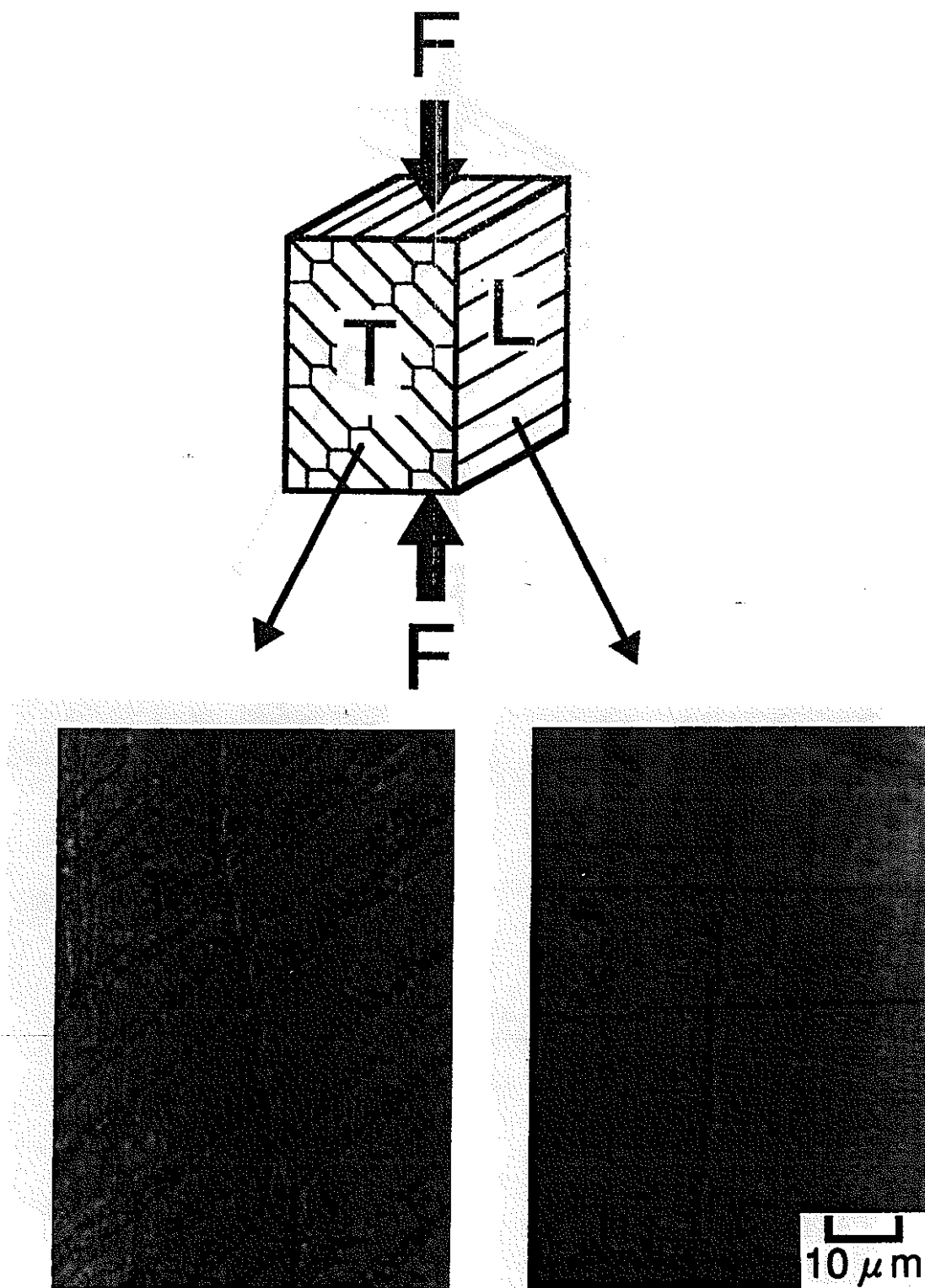


図18 45° (T)材変形後のけがき線の変化を示した光顕写真

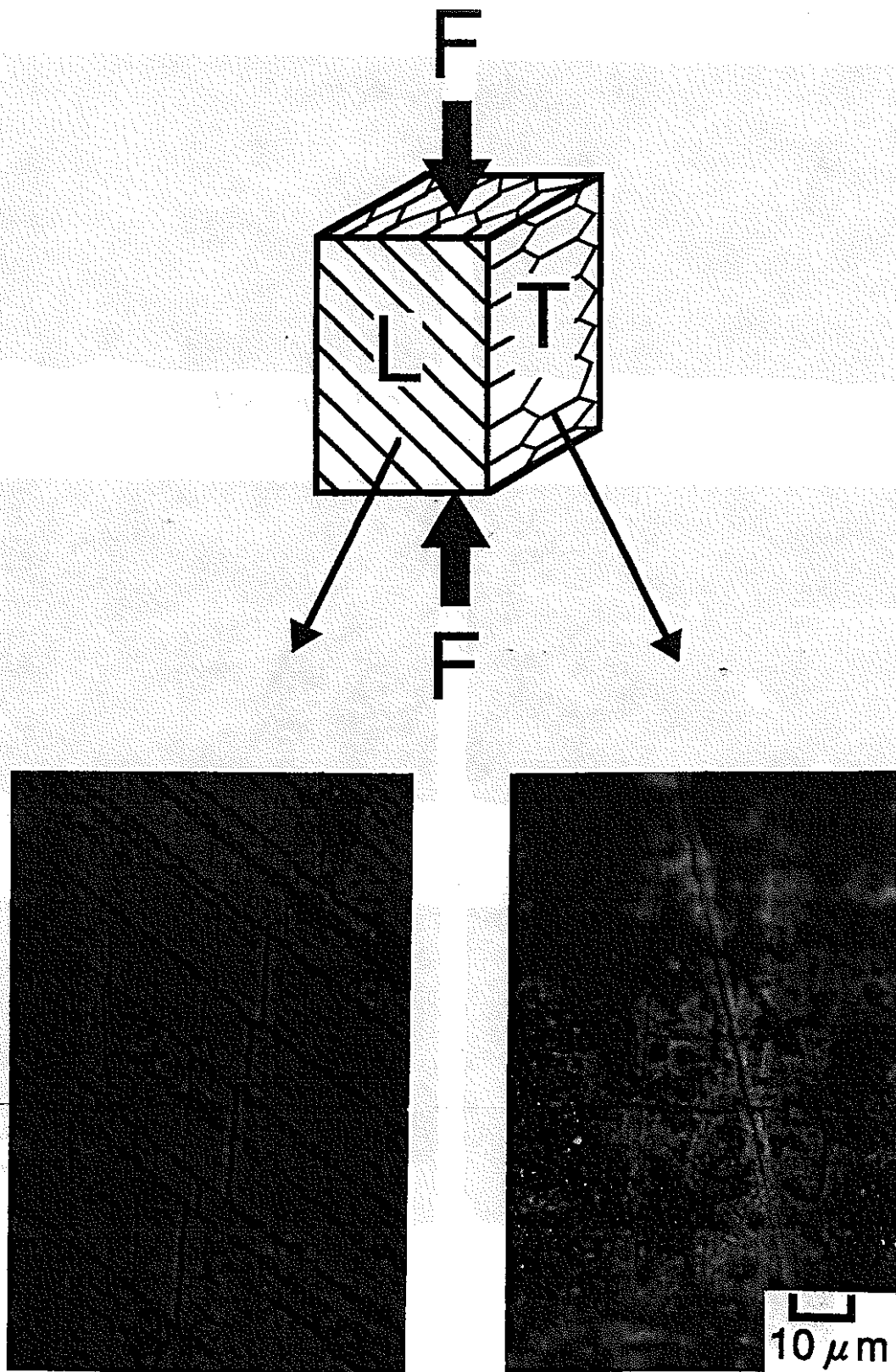


図19 45° (L)材変形後のけがき線の変化を示した光顕写真

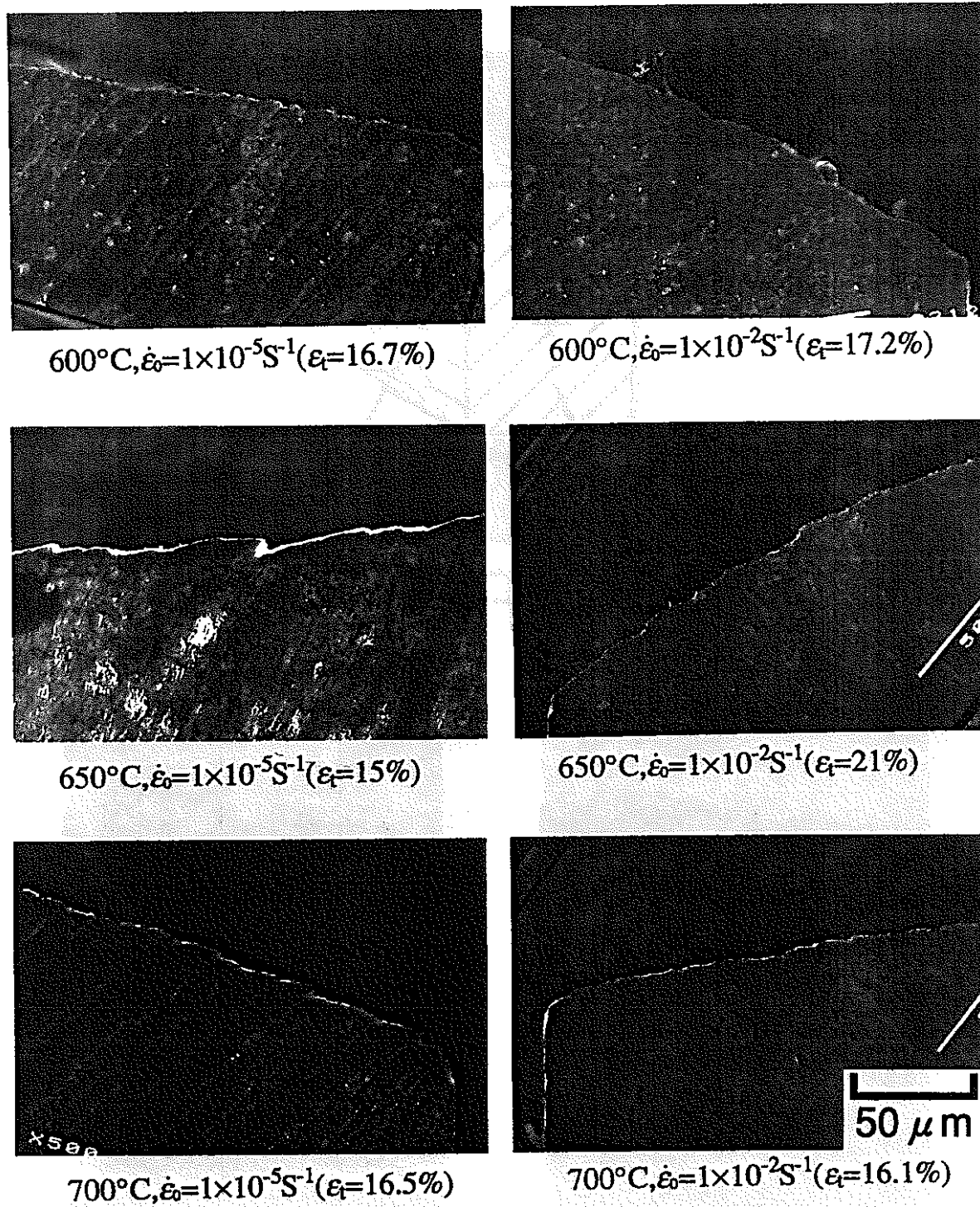
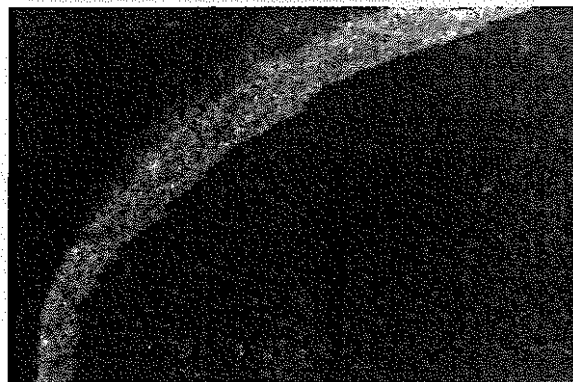


図21 45° (T)材変形後の試料端の変化を示した走査型電子顕微鏡写真



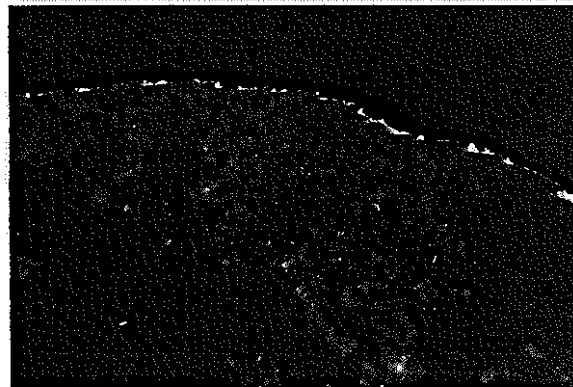
600°C,  $\dot{\epsilon}_0=1 \times 10^{-5} \text{S}^{-1}$  ( $\epsilon_t=32.3\%$ )



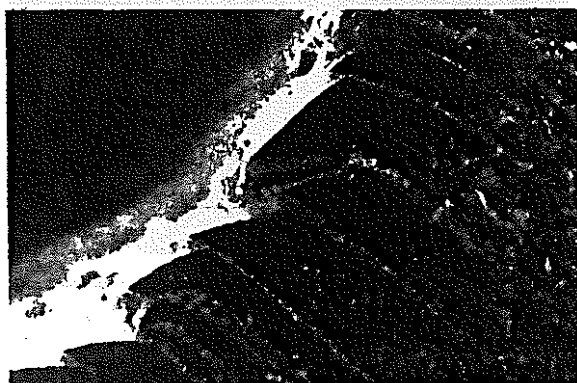
600°C,  $\dot{\epsilon}_0=1 \times 10^{-2} \text{S}^{-1}$  ( $\epsilon_t=31.8\%$ )



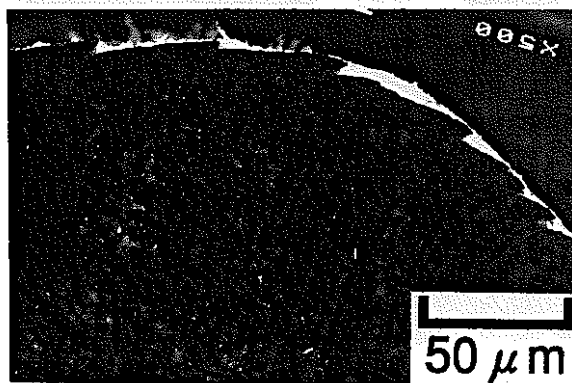
650°C,  $\dot{\epsilon}_0=1 \times 10^{-5} \text{S}^{-1}$  ( $\epsilon_t=31.8\%$ )



650°C,  $\dot{\epsilon}_0=1 \times 10^{-2} \text{S}^{-1}$  ( $\epsilon_t=29.3\%$ )



700°C,  $\dot{\epsilon}_0=1 \times 10^{-5} \text{S}^{-1}$  ( $\epsilon_t=31.2\%$ )



700°C,  $\dot{\epsilon}_0=1 \times 10^{-2} \text{S}^{-1}$  ( $\epsilon_t=32.5\%$ )

図22 45° (L)材変形後の試料端の変化を示した走査型電子顕微鏡写真

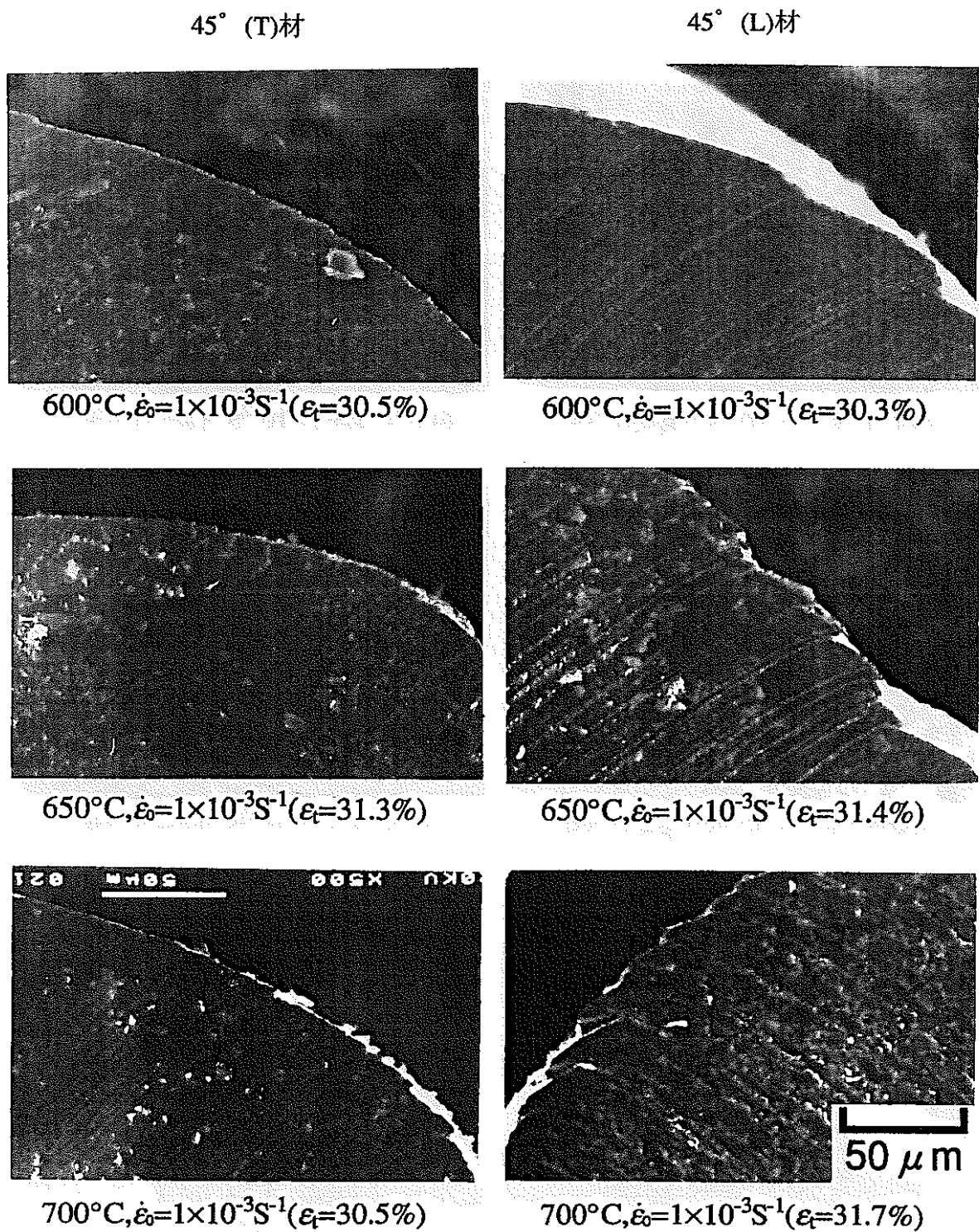
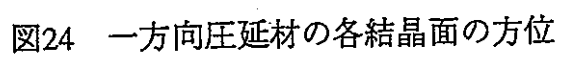


図23 45° (T)材と45° (L)材の変形後の試料端の変化の比較





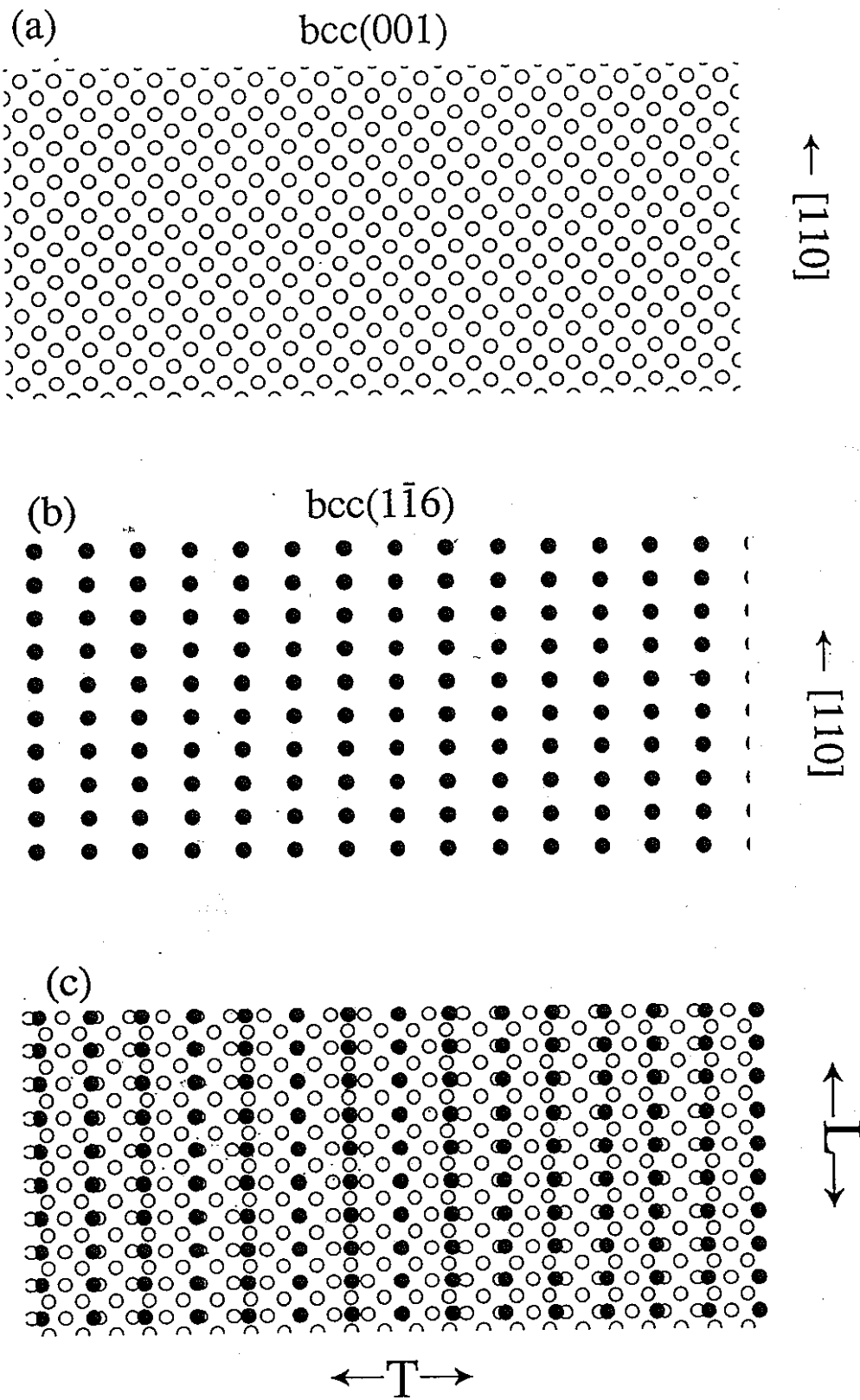


図25 (100)面(a), $(1\bar{1}6)$ 面(b)の原子面のマッチング(c)

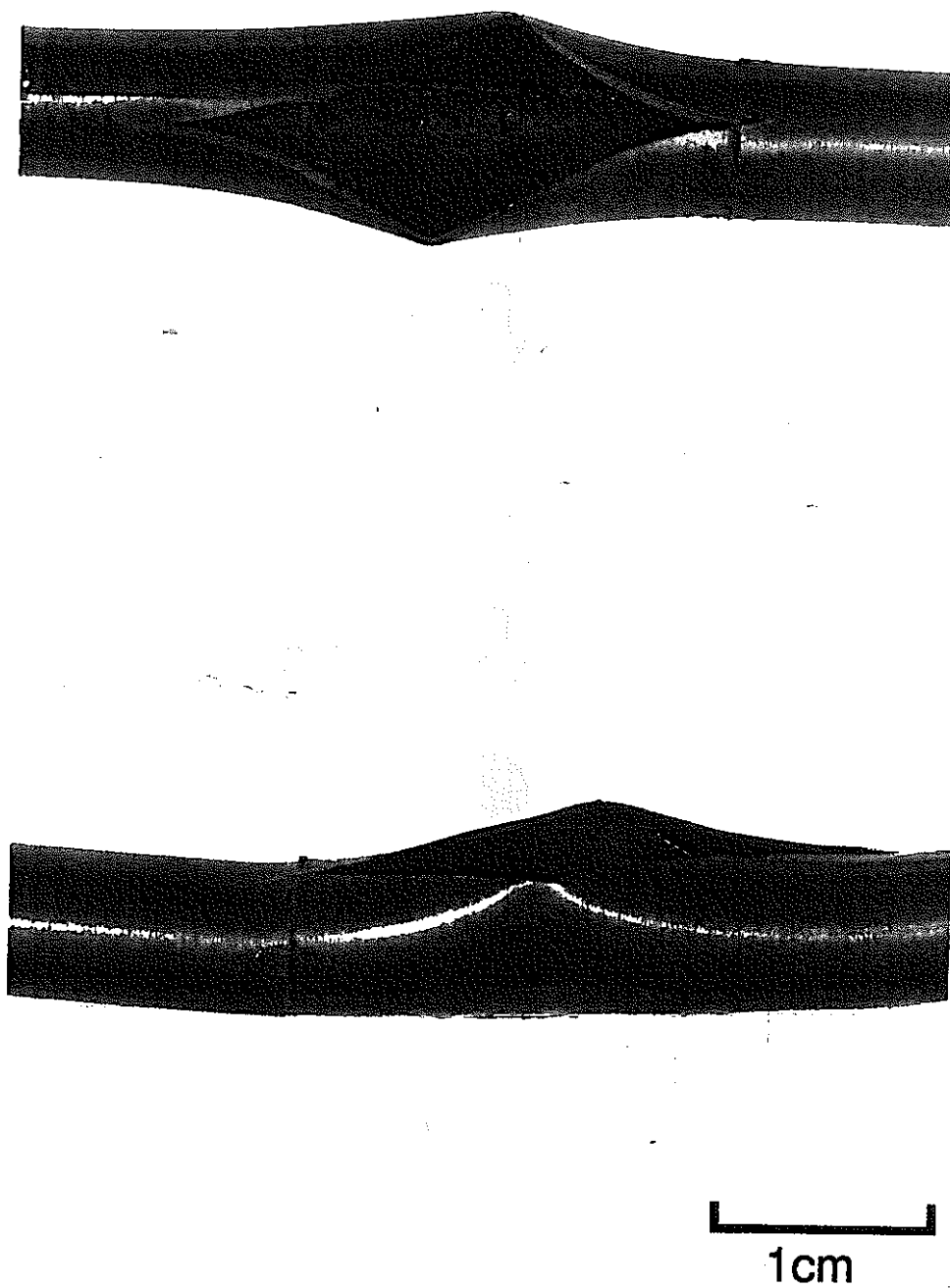


図26 被覆管バースト材の外観図

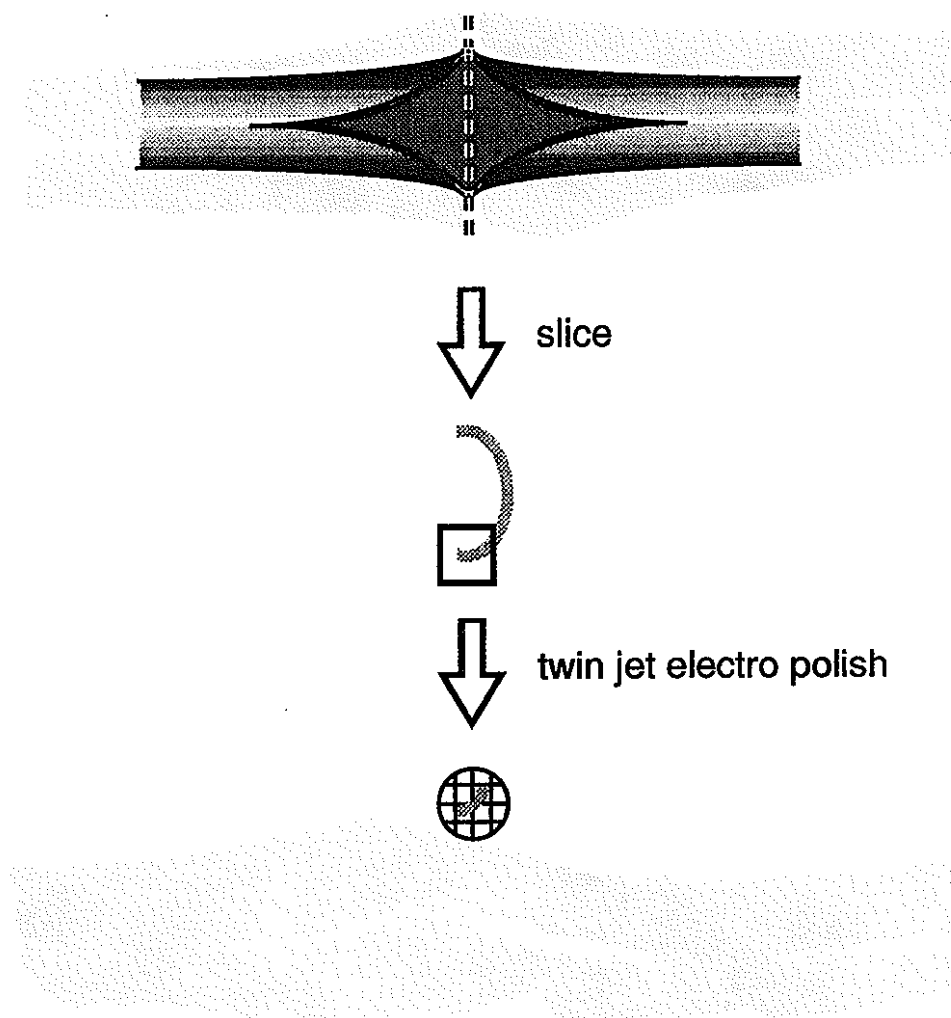


図27 被覆管バースト材の組織観察試料の作製行程

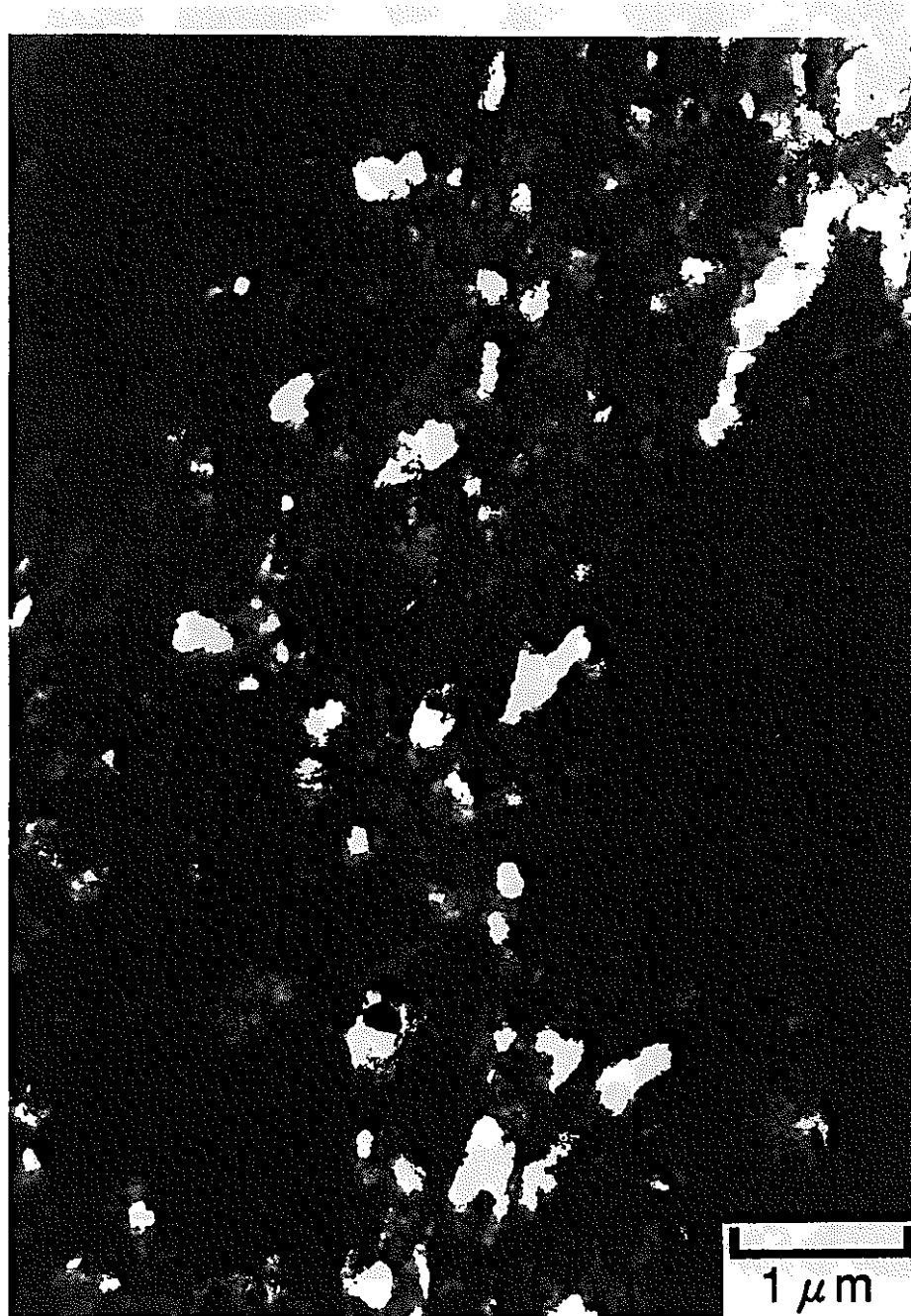


図28 破断面近傍の組織写真



図29 破断面近傍の組織写真