

分散強化型フェライト鋼の強度特性評価(5)

(動力炉・核燃料開発事業団 委託研究成果報告書)

1997年3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下さい。

〒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

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to : Technology Management Section, O-arai Engineering Center, Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation 4002 Narita-machi, 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) 1997

分散強化型フェライト鋼の強度特性評価(5)

吉田冬樹*、中島英治*

要旨

将来の高速炉炉心材料として有望視されている酸化物分散強化型（Oxide Dispersion Strengthened；ODS）フェライト鋼は、フェライト母相中に微細に分散した Y_2O_3 粒子の分散強化により優れた高温強度を有する材料である。

分散強化合金は、金属母相中に微細に分散した第二相粒子が転位の移動を妨げることにより強度の上昇を図るものであり、特に第二相粒子として酸化物を用いた場合は、酸化物粒子が高温でも安定であることから高温強度の改善に優れている。この高温での強化機構については、運動する転位と粒子の相互作用の形態からオローワン機構（斥力型相互作用）とスロロビッツ機構（引力型相互作用）が考えられており、引力型相互作用のなかで、粒子と母相との界面で転位の応力場が完全に緩和される場合は、そのときの強度上昇はボイド強化応力に等しくなると考えられている。

ODSフェライト鋼は優れた高温強度を有するが、一方、製造した被覆管では強度の異方性が大きく内圧強度が低いという問題がある。この問題解決の方策の一つとして、相変態（マルテンサイト変態）を利用して組織制御を行い、結晶粒形状の等軸化を図ることが考えられる。そこで本研究では、このマルテンサイト変態を利用したODSフェライト鋼（以下、ODSマルテンサイト鋼）の高温変形挙動と分散強化機構を明らかにするために、600°C～700°Cの温度範囲、 2×10^{-5} ～ $2 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ のひずみ速度範囲で高温圧縮試験と応力瞬間負荷試験を行った。また、転位の粒子からの離脱過程の活性化エネルギーを理論的に求め、しきい応力に温度依存性が生じる可能性を検討した。

得られた結果を以下に示す。

- 1) Y_2O_3 粒子を有するODSマルテンサイト鋼のひずみ速度の応力指数は22～35であった。また、得られた変形の活性化エネルギーは742kJ/molであった。この変形挙動は、 Y_2O_3 粒子を有するODSフェライト鋼の変形挙動に類似している。
- 2) 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。したがって、ODSマルテンサ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。
- 3) 粒子から転位が離脱するのに必要なエネルギーは熱振動のエネルギーに比べ非常に大きかった。したがって、しきい応力にはほとんど温度依存性がないと結論される。

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：080D0196

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

March, 1997

Character Evaluation of Strength in Dispersion Strengthened Ferritic Steel (5)

Fuyuki Yoshida* and Hideharu Nakashima*

Abstract

In order to clarify the high-temperature deformation behaviour and the origin of threshold stress of ODS martensite steel with Y_2O_3 particles, the stress-strain curves were measured by compression test at 600 to 700 °C and at strain rates from 2×10^{-5} to $2 \times 10^3 \text{s}^{-1}$, and the threshold stress was measured by stress abruptly loading test (SAL test) at 650 °C. Further, the possibility of temperature dependence of threshold stress was discussed by estimating the activation energy for dislocations to detach the Y_2O_3 particles. The results are summarized as follows.

- 1) The stress exponents of ODS martensite steel were 22~35. And the activation energy of high-temperature deformation was 742kJ/mol. Those deformation behaviour of ODS martensite steel agrees with the deformation behaviour of ODS ferritic steel.
- 2) The Orowan stress and the void-hardening stress calculated from dispersion parameters approximately agreed with the threshold stress obtained by SAL test. It is concluded that the originating mechanism of the threshold stress in ODS martensite steel is the Srolovitz's one
- 3) The calculated activation energy for a dislocation to detach the particles was very high compared to the thermal energy. Therefor, the threshold stress is almost independent of temperature.

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.

目次

I 緒言	1
II 実験方法	2
II.1 試料	2
II.2 透過電子顕微鏡観察	2
II.3 高温強度試験	3
II.4 オローワン応力とボイド強化応力	4
II.5 転位の粒子離脱に要する活性化エネルギー	6
III 実験結果	7
III.1 内部組織観察	7
III.2 高温変形挙動	8
III.3 しきい応力の発現機構	10
III.4 しきい応力の温度依存性	11
IV 結論	11

表目次

1 ODS マルテンサイト鋼とフェライト鋼再結晶材の組成(wt%)	15
2 分散パラメーター	16
3 しきい応力の理論値	16
4 圧縮試験より求めた各変形条件における変形応力	17

図目次

1 試料の作製行程	18
2 圧縮試験片の採取の説明図	19
3 電子顕微鏡観察用薄膜試料作製の説明図	20
4 ODSマルテンサ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	21
5 ODSマルテンサイト鋼中の分散粒子 Y_2O_3 の粒子半径のヒストグラム	22
6 転位が粒子から離脱する過程を示したモデル図	23
7 ODSマルテンサイト鋼の内部組織の観察結果1	24
8 ODSマルテンサイト鋼の内部組織の観察結果2	25
9 ODSマルテンサイト鋼の内部組織の観察結果3	26
10 ODSマルテンサイト鋼(a:ODS-M)とFe-Si合金(b)の電子回折パターン	27
11 高温圧縮試験で得られた応力-ひずみ曲線	28

12 剛性率Gで規格化した変形応力 σ/G とひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ の 両対数プロット	29
13 ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ のアレニウスプロット ($\sigma/G=10^{-2}$)	30
14 変形応力 σ からしきい応力 σ_{th} を引いた $\sigma - \sigma_{th}$ を剛性率Gで 規格化した $(\sigma - \sigma_{th})/G$ とひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ の両対数プロット	31
15 ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ のアレニウスプロット ($(\sigma - \sigma_{th})/G = 9 \times 10^{-3}$)	32
16 ODS フェライト鋼再結晶材(ODS-F)とODSマルテンサイト鋼 (ODS-M)の変形応力 σ/G とひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ の両対数プロット	33
17 ODS フェライト鋼再結晶材(ODS-F)とODSマルテンサイト鋼 (ODS-M)の変形応力 σ からしきい応力 σ_{th} を引いた $\sigma - \sigma_{th}$ を 剛性率Gで規格化した $(\sigma - \sigma_{th})/G$ とひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ の両対数 プロット	34
18 応力瞬間負荷試験で得られた応力 σ とひずみの関係	35
19 ODS フェライト鋼のらせん転位について求めた活性化 エネルギー E_d と負荷応力 τ/τ_v の関係	36

I 緒言

著者らは過去4年間の研究⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾⁽⁴⁾で、 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と分散強化機構について、以下の主要な知見を得た。

(1) 高温強度の異方性は、被覆管への成形時に生じる加工方向に著しく伸びた結晶粒形態と粒界すべりによって生じる。

(2) しきい応力の発現機構はスロロビッツ機構である。

一方、燃料被覆管への実用が期待されているもう一つの材料であるODSマルテンサイト鋼の強度特性や分散強化機構については、未だ十分な理解が得られないのが現状である。そこで本年度は、 Y_2O_3 粒子を有するODSマルテンサイト鋼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、得られた結果とともに高温での強度特性について検討した。さらに、得られた変形挙動と前年度報告⁽⁴⁾したODSフェライト鋼再結晶材の変形挙動とを比較することによって、ODSマルテンサイト鋼とODSフェライト鋼の強度特性の違いについても検討した。

すでに述べたようにODSフェライト鋼のしきい応力の発現機構はスロロビッツ機構であり、本質的な温度依存性は含まれない。しかし、ODSフェライト鋼に含まれる分散粒子のサイズと粒子間隔は、これまでしきい応力の発現機構の検討に用いられてきたAl-Mn⁽⁵⁾やAl-Be合金⁽⁶⁾に比べると非常に小さく、転位の熱活性化離脱によってしきい応力に温度依存性が生じる可能性がある。しきい応力に温度依存性が生じた場合には、理論から予測されるような強度上昇が得られないため、材料設計を見直す必要が出てくる。そこで、本研究では前回報

告⁽⁴⁾したODSフェライト鋼再結晶材のしきい応力に転位の熱活性化離脱による温度依存性が生じる可能性があるか否かについても検討を行った。

II 実験方法

II.1 試料

本研究で用いたODSマルテンサイト鋼は(株)神戸製鋼所により作製されたもので、その作製行程を図1に示す。圧縮試験片は、供与された直径7mm ϕ の丸棒試料より低速ダイヤモンドカッター(ISOMET: ドイツ、ビューラー社製)を用いて圧縮軸と押出方向が一致するように試料を切り出した後(図2参照)、#240～#2000のSiC耐水紙による研磨と粒径2.4 μm のダイヤモンドペーストを用いたバフ研磨により作製した。圧縮試験片の寸法は2mm×2mm×3mmである。

応力瞬間負荷試験に用いた丸棒状引張試験片は、(株)神戸製鋼所で旋盤加工によって成形されたもので、平行部直径約1.5mm、平行部の長さ約12mmである。

本実験に用いたODSマルテンサイト鋼の組成を表1に示す。

II.2 透過電子顕微鏡観察

透過電子顕微鏡観察用の試料は、電解研磨法によって作製した。その作製手順の詳細は以下の通りである(図3参照)。

まず、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0.5mmの厚さの素片を押出し方向と平行に切り出した。その後、放電加工

によって $\phi 3\text{mm}$ の円柱状に成形し、さらにSiC耐水紙による研磨を行い厚さを50 μm 以下にした。この試料をツインジェット電解研磨装置(E.A.FISCHIONE社製、model110)を用いて薄膜化した。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。

観察には、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 高温強度試験

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、島津サーボパルサーEHF-2型を改造した試験機⁽⁷⁾を用いた。

試験片の加熱は、タンクスチレ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⁽⁸⁾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°C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 $5 \times 10^{-5}\text{torr}$ 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 $2 \times 10^{-5} \sim 2 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ 、温度範囲600~700°Cで行った。

応力瞬間負荷試験は、圧縮試験と同様な試験機を用い、約 7×10^3 Paの真空中で行った。また、試料の加熱には電気炉を用いた。試験温度は実際の使用温度である650°Cである。

II.4 オローワン応力とボイド強化応力

オローワン応力 σ_{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⁽⁹⁾の式に基づき、次式によって評価した。

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

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

$$(2)$$

$$A = 1, B = 0.7 : \text{刃状転位}$$

ここで、 G は剛性率⁽⁴⁾、 v はポアソン比、 M はテーラ因子、 b はバーガースペクトルの大きさ、 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 より次式によつて

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

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⁽¹⁰⁾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 \bar{D} は $2\bar{r}_s$ と $\bar{\lambda}$ の調和平均である。 \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

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

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

で与えられる⁽¹¹⁾。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4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5に示した。得られた \bar{r} 、 \bar{r}^2 および \bar{r}^3 を表2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 $\bar{\bar{r}}_s$ も表2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、 $M = 2.0$ 、 $v = 0.334$ ⁽¹¹⁾、 $b = 2.48 \times 10^{-10} m$ 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3に示す。

ボイド強化応力 σ_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⁽¹³⁾。

$$A = \frac{1+v\sin^2\phi}{1-v} \cos\phi : \text{らせん転位}$$

$$A = \left(1 - \frac{v}{1-v}\sin^2\phi\right) \cos\phi : \text{刃状転位} \quad (6)$$

ここで、 ϕ は転位がボイドから離脱するときの臨界角で、ScattergoodとBacon⁽¹²⁾によると、ポアソン比vに依存し、本合金($v = 0.334$)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 σ_v も表3に示す。

II.5 転位の粒子離脱に要する活性化エネルギー

転位の熱活性化離脱によるしきい応力の温度依存性の検討は、以前著者らがAl-Mn合金⁽⁵⁾で同様な検討を行った際に用いた理論式をもとに行った。その詳細は、以下の通りである。

転位が粒子から離脱する過程を図6に模式的に示す。本材料のしきい応力の発現機構はスロロビッツ機構であるので、転位は粒子に対して垂直に交わると考えられる。図より、分解剪断応力 τ を受けて張り出している転位ABCが粒子から離脱する臨界位置 $A_cB_cC_c$ まで張り出すのに必要なエネルギーUは、転位の自己エネルギーをその性格によらず αGb^2 と近似すると、次式で与えられる。

$$U = 2\alpha Gb^2(r_c\theta_c - r\theta) - \tau b f(\theta) \quad (7)$$

ただし、 $f(\theta)$ は斜線で示した転位の掃く面積で

$$f(\theta) = r_c^2\theta_c - r^2\theta - R^2(\theta_c - \theta) + R^2\sin(\theta_c - \theta) + \frac{\cos(\theta_c - \theta) - 1}{\cos\theta_c - \cos\theta}(r_c^2\sin\theta_c + r^2\sin\theta) \quad (8)$$

で与えられる。ここで、Gは母相の剛性率、bは転位のバーガースベクトルの大きさ、Rは球状粒子を仮定したときのその半径、 θ は粒子表面に垂直な転位線と粒子との交点AまたはCと粒子中心を結ぶ線がX軸となす角、 θ_c は臨界位置での θ の値で、式(6)の臨界角 ϕ と $\theta = \pi/2 - \phi$ の関係がある。 r および r_c はそれぞれの位置での転位弧の曲率半径である。粒子表面間距離の1/2をLとすると、 $r = (1/\sin\theta)(L + R - R\cos\theta)$, $r_c = (1/\sin\theta_c)(L + R - R\cos\theta_c)$ である。

線張力T近似で、 $T = \alpha Gb^2$, $\tau = T/rb$ の関係を用いると、

$$T = \tau_v r_c b = \tau r b \quad (9)$$

$$\therefore \tau = \frac{r_c}{r} \tau_v \quad (10)$$

ここで、 τ_v は、式(4)と同様に考えて次式によって評価した。

$$\tau_v = \frac{AGb}{2\pi(2L)} \left[\ln\left(\frac{\tilde{d}}{r_0}\right) + B \right] \quad (11)$$

ただし、係数AとBは式(6)と同じ、 \tilde{d} は $2R$ と $2L$ の調和平均である。実際の計算には、前年度報告⁽⁴⁾したODSフェライト鋼再結晶材の値、 $R=\bar{r}_s = 2.6\text{nm}$ および $2L = \bar{\lambda} = 100\text{nm}$ を用いた。また、 $r_0=3b$ とした。

III 実験結果

III.1 内部組織観察

図7、8と9は、透過電子顕微鏡観察より得られた試験前の試料の内部組織である。図より、本合金の内部組織は、非常に高密度の転位が含まれるラスマルテンサイト特有な様相を示す領域と、非常に転位密度の低い領域が混在する複雑なものであることが分かる。このような組織を有する材料を変形させた場合、変形は主に転位密度の低い結晶粒で生じるものと思われる。また、転位密度の低い結晶粒は、一方向に伸びて伸びている。これは、押出加工の影響によるものと思われる。

図10(a)は、転位密度の低い結晶粒より得た(111)軸入射の電子回折パターンである。また、比較のためにFe-3wt%Si合金の(111)軸入射の電子回折パターンも図10(b)に示した。本合金の母相は、マルテンサイト変態によりその結晶構造

が体心立方格子のC軸が若干伸びた正方晶となっているはずである。この場合、(111)軸入射の電子回折パターンは完全な対称関係とはならない。確かに、図10(a)中に矢印で示したスポットは、円周上ではなく(000)反射からの距離が短くなっている。これに対して、図(b)に示したFe-3wt%Si合金の(111)軸方位の電子回折パターンでは、スポットは全て円周上に位置している。この結果より、本合金の結晶構造が正方晶となっていることが知られる。

(000)反射から各回折スポットまでの距離 H_{hkl} と結晶構造の間には、次式の関係が存在することが知られている。

$$|H_{hkl}| = \frac{1}{d_{hkl}} = \frac{1}{a} \left\{ h^2 + k^2 + \left(\frac{a}{c}\right)^2 l^2 \right\}^{1/2} \quad (12)$$

ここで、 d_{hkl} は面間隔、 a と c は格子定数、 h 、 k および l はミラー指指数である。この関係式と図10(a)より実測した H_{hkl} より求めた c/a の値は、1.028で炭素濃度0.7%の鋼でマルテンサイト変態が生じた場合の値に相当していた。

III.2 高温変形挙動

図11は各試験温度で圧縮試験を行って得られた応力-ひずみ曲線である。図より、一部の条件を除いて、変形応力が変形中にはほぼ一定とみなせる定常状態が現れていることが知られる。この応力-ひずみ曲線より求めた各条件における変形応力 σ および、変形応力 σ を剛性率Gで規格化した σ/G を表4に示す。

図12は、変形応力 σ を剛性率Gで規格化した σ/G とひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ の両対数プロットである。ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ と変形応力 σ/G の関係を $\dot{\epsilon}_0 = A(\sigma/G)^n$ で記述し

た時の応力指数nは22～35と、単相の純金属や固溶強化合金で報告されている3～6に比べ、非常に大きな値である。また、図13に示した $\sigma/G=10^{-2}$ でのひずみ速度と試験温度の逆数のアレニウスプロットより求めた変形の活性化エネルギーは742kJ/molと α -Fe中のWの固有拡散(246kJ/mol)⁽¹³⁾の活性化エネルギーや α -Feの自己格子の活性化エネルギー(240kJ/mol)⁽¹³⁾よりも大きな値である。

ところで、分散強化合金では見かけの活性化エネルギーと応力指数が大きい場合でも、変形応力 σ からしきい応力 σ_{th} を差し引いた応力($\sigma - \sigma_{th}$)とひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ 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固有拡散に一致し、応力指数も3～5程度となることが知られている⁽¹⁴⁾。そこで、次章で示す応力瞬間負荷試験より実測した $\sigma_{th}/G=2.04 \times 10^{-3}$ を用いて、 $(\sigma - \sigma_{th})/G$ とひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ の関係を求めた。その結果を図14に示す。この図より得られた応力指数は、図12より得られた値よりも小さくなっているものの、依然として16～30と大きな値である。また、図14に示した $(\sigma - \sigma_{th})/G=9 \times 10^{-3}$ でのひずみ速度と試験温度の逆数のアレニウスプロットより求めた変形の活性化エネルギーは、626kJ/molと依然として α -Fe中のWの固有拡散の活性化エネルギーや α -Feの自己格子より大きな値である。このような高温変形挙動の特徴は、ODSフェライト鋼で得られた変形挙動の特徴に一致している。このような複雑な変形挙動を示した原因として、図7～9に示したような複雑な内部組織の影響が考えられるが、その詳細については不明である。

図16は、前回報告⁽⁴⁾したODSフェライト鋼再結晶材(ODS-F)の変形応力 σ/G と今回得られたODSマルテンサイト鋼(ODS-M)の変形応力 σ/G を比較したものである。今回実験を行ったODSマルテンサイト鋼の600と650℃の高温強度は、

ODSフェライト鋼再結晶材よりも大きいが、700°CのODSマルテンサイト鋼の高温強度はODSフェライト鋼再結晶材のそれとほぼ一致している。この結果より、ODSマルテンサイト鋼の高温強度は、650°C以下ではODSフェライト鋼再結晶材より優れていることが解る。

同様な検討を変形応力 σ からしきい応力 σ_{th} を差し引いた応力 $(\sigma - \sigma_{th})/G$ について行ったものが図17である。この場合でも、ODSマルテンサイト鋼の600と650°Cの高温強度は、ODSフェライト鋼再結晶材より大きい。しかし、700°CのODSマルテンサイト鋼の高温強度はODSフェライト鋼再結晶材のそれより低くなっている。この結果は、ODSマルテンサイト鋼の分散強化の効果を含まない母相の強度が、650°C以下ではODSフェライト鋼再結晶材より優れているが、700°Cでは劣っていることを示している。この700°CでのODSマルテンサイト鋼の高温強度の低下は、試験温度が焼き戻し温度750°Cに近いことから、実験中の組織変化が原因である可能性が高いと思われる。

III.3 しきい応力の発現機構

図18は応力瞬間負荷試験より求めた負荷直度および4s経過後における応力とひずみの関係を示したものである。図中には表3に示したボイド強化応力とオーローワン応力の理論値の範囲も斜線領域で示してある。また、破線は応力とひずみの弾性的比例関係である。図より負荷直後では矢印A上で測定点は弾性的比例関係を示す破線からはずれ始めていると思われる。これはA点以上の応力で、応力負荷直後から塑性ひずみが生じた、すなわち転位が分散粒子間を通過して運動したことを意味している。したがって、応力負荷直後のしきい応力は

A点の132MPaである。また応力負荷後4sでのしきい応力はB点の110MPaである。

また、応力負荷直後のしきい応力は図中に示したオローワン応力の理論値の範囲、応力負荷後4sでのしきい応力はボイド強化応力の理論値の範囲内にある。これらの結果より、ODSマルテンサイト鋼のしきい応力の発現機構は、フェライト鋼と同様のスロロビッツ機構であると結論される。

III.4 しきい応力の温度依存性

図19は、らせん転位について式(7)を用いて求めた活性化エネルギーUを τ/τ_v に対してプロットしたものである。また、図には使用温度923K(650°C)における熱振動エネルギー kT の値も示した。Uは kT に比べて極めて大きく、 τ が τ_v にほとんど一致しなければ熱活性化しないことがわかる。この結果は、ODSフェライト鋼のしきい応力がほとんど温度に依存しないということを意味しており、長時間使用しても分散強化による強度上昇の効果が損なわれることはないであろう。

IV 結論

Y_2O_3 によって分散強化されたODSマルテンサイト鋼について、温度範囲600～700°C、ひずみ速度範囲 2×10^{-5} ～ $2 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ での圧縮試験と650°Cでの応力瞬間負荷試験を行ない、高温変形挙動としきい応力の発現機構について検討を行った。さらに、ODSフェライト鋼のしきい応力の温度依存性の有無についても検討した。

- (1) ODSマルテンサイト鋼の内部組織は、非常に高密度の転位が含まれるラスマルテンサイト（薄い木片状のマルテンサイト組織）特有な様相を示す領域と、非常に転位密度の低い領域が混在する複雑なものであった。
- (2) ODSマルテンサイト鋼のひずみ速度の応力指数は22~35と、単相の純金属や固溶強化合金で報告されている値3~6に比べて、非常に大きかった。また変形の活性化エネルギーも742kJ/molと、 α -Fe中のWの固有拡散(246kJ/mol)⁽¹⁴⁾の活性化エネルギーや α -Feの自己格子の活性化エネルギー(240kJ/mol)⁽¹⁴⁾よりも大きな値であった。
- (3) ODSマルテンサイト鋼の600と650°Cの高温強度は、ODSフェライト鋼再結晶材よりも大きく、700°CのODSマルテンサイト鋼の高温強度はODSフェライト鋼再結晶材の強度とほぼ同程度であった。
- (4) 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、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。さらに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た結果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。
- (5) 粒子から転位が離脱するのに必要なエネルギーは、熱振動のエネルギーに比べ非常に大きかった。したがってODSフェライト鋼のしきい応力には温度依存性が生じないことが明らかになった。

参考文献

- (1) 中島英治、吉永日出男：分散強化型フェライト鋼の強度特性評価、
PNC TJ9606 93-001 (1993) .
- (2) 中島英治、吉澤明展、藤田剛志、吉田冬樹、吉永日出男：分散強化型
フェライト鋼の強度特性評価(2)、PNC TJ9606 94-001 (1994) .
- (3) 中島英治、藤田剛志、吉澤明展、吉田冬樹、吉永日出男：分散強化型
フェライト鋼の強度特性評価(3)、PNC TJ9606 95-002 (1995) .
- (4) 中島英治、吉澤明展、吉田冬樹：分散強化型フェライト鋼の強度特性
評価(4)、PNC TJ9606 96-002 (1996) .
- (5) 吉田冬樹、菅元淳二、中島英治、吉永日出男：析出強化型Al - 0.7at%Mn合金
の高温変形におけるしきい応力とその温度依存性、日本金属学会誌 vol.59
No.1 pp1-7 (1995).
- (6) F. Yoshida, J. Sugamoto, H. Nakashima and H. Yoshinaga : Experimental
Examination of Measurement Techniques of Threshold Stress in a Dispersion-
Strengthened Alloy for High-Temperature Deformation, Materials Transactions,
JIM, vol.35, No.9, pp576-584 (1994).
- (7) 吉永日出男：高剛性・高応答性能・引張試験機の開発、金属、
vol.49, pp15-19 (1979).
- (8) 櫛田宏一.：Nb及びNb-ZrO₂合金の機械的性質、九州大学大学院総合理
工学研究科修士論文、39(1984).

- (9) R. O. Scattergood and D. J. Bacon : The Orowan Mechanism in Anisotropic Crystals, Phil. Mag., A31, pp179-198, (1975).
- (10) A. J. E. Foreman and M. J. Makin : Dislocation Movement Through Random Arrays of Obstacles, Phil. Mag., A14, pp911-924, (1966).
- (11) Y. Yeh, H. Nakashima, H. Kurishita, S. Goto and H. Yoshinaga : Threshold Stress for High-Temperature Creep in Particle Strengthened Al-1.5vol%Be Alloys, Materials Transactions, JIM, vol.31, No.4, pp284-292 (1990).
- (12) R. O. Scattergood and D. J. Bacon : The Strengthening Effect of Voids, Acta. Metall., vol.30, pp1665-1677 (1982).
- (13) H. Oikawa : Review on Lattice Diffusion of Substitutional Impurities in Iron, A Summary Report, Technology Report, Tohoku University, vol.47, pp215-224 (1982).
- (14) R. W. Lund and W. D. Nix : High Temperature Creep of Ni-20Cr-2ThO₂ Single Crystals, Acta Metall., vol.24, pp469-481 (1976).

表1 ODSマルテンサイト鋼とフェライト鋼再結晶材の組成 (wt%).

	マルテンサイト鋼	フェライト鋼 再結晶材
C	0.2	0.018
Si	0.02	0.070
Mn	0.11	0.48
P	0.003	0.005
S	0.002	0.005
Cr	9.4	13.60
Ti	0.10	0.42
W	2.10	2.30
Y ₂ O ₃	0.24	0.216
Ex.O	0.08	0.094

表2 分散パラメーター

$\bar{r} / 10^{-9} \text{ m}$	$\bar{r^2} / 10^{-17} \text{ m}^2$	$\bar{r^3} / 10^{-26} \text{ m}^3$	$\bar{l_s} / 10^{-8} \text{ m}$	$\bar{\bar{r}_s} / 10^{-9} \text{ m}$	$\bar{\lambda} / 10^{-7}$	$f / \%$
3.6	1.4	6.3	9.9	3.1	1.2	0.39 *

*Chemical composition より算出

表3 しきい応力の理論値

$T / ^\circ\text{C}$	σ_v / MPa		σ_{ov} / MPa	
	$r_0 = 3b$	$r_0 = b$	$r_0 = 3b$	$r_0 = b$
600	107	151	129	180
650	103	145	123	172
700	97.4	137	116	163

表4 圧縮試験より求めた各変形条件における変形応力

 $T = 600^{\circ}\text{C}$, $G = 56.3\text{GPa}$

$\dot{\varepsilon}_0$ (s^{-1})	σ (MPa)	σ/G
1.8×10^{-5}	603.8	1.07×10^{-2}
2.0×10^{-4}	653.9	1.16×10^{-2}
2.3×10^{-3}	690.0	1.22×10^{-2}

 $T = 650^{\circ}\text{C}$, $G = 53.8\text{GPa}$

$\dot{\varepsilon}_0$ (s^{-1})	σ (MPa)	σ/G
1.8×10^{-5}	501.8	9.33×10^{-3}
2.0×10^{-4}	567.1	1.05×10^{-2}
2.1×10^{-3}	614.4	1.14×10^{-2}

 $T = 700^{\circ}\text{C}$, $G = 50.6\text{GPa}$

$\dot{\varepsilon}_0$ (s^{-1})	σ (MPa)	σ/G
1.9×10^{-5}	352.6	6.97×10^{-3}
2.1×10^{-4}	400.0	7.90×10^{-3}
2.3×10^{-3}	437.8	8.65×10^{-3}

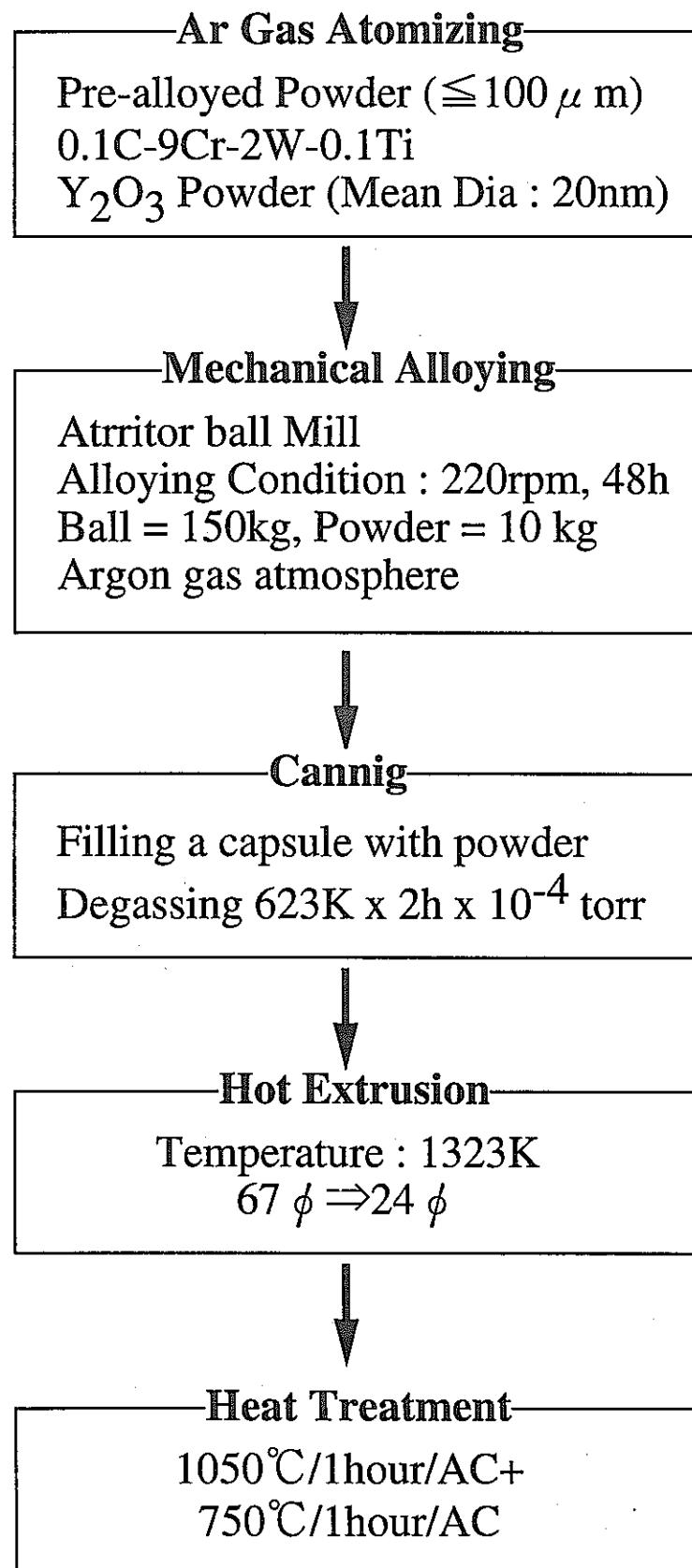


図1 試料の作製行程

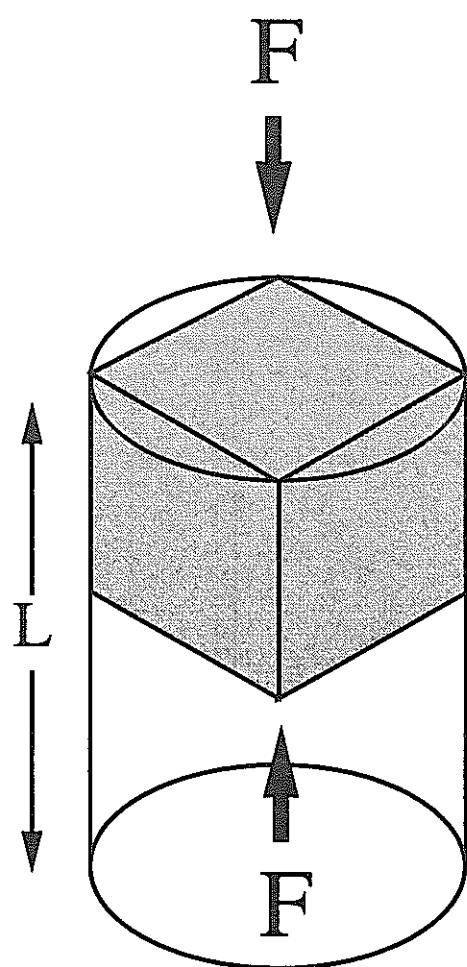


図2 圧縮試験片の採取の説明図

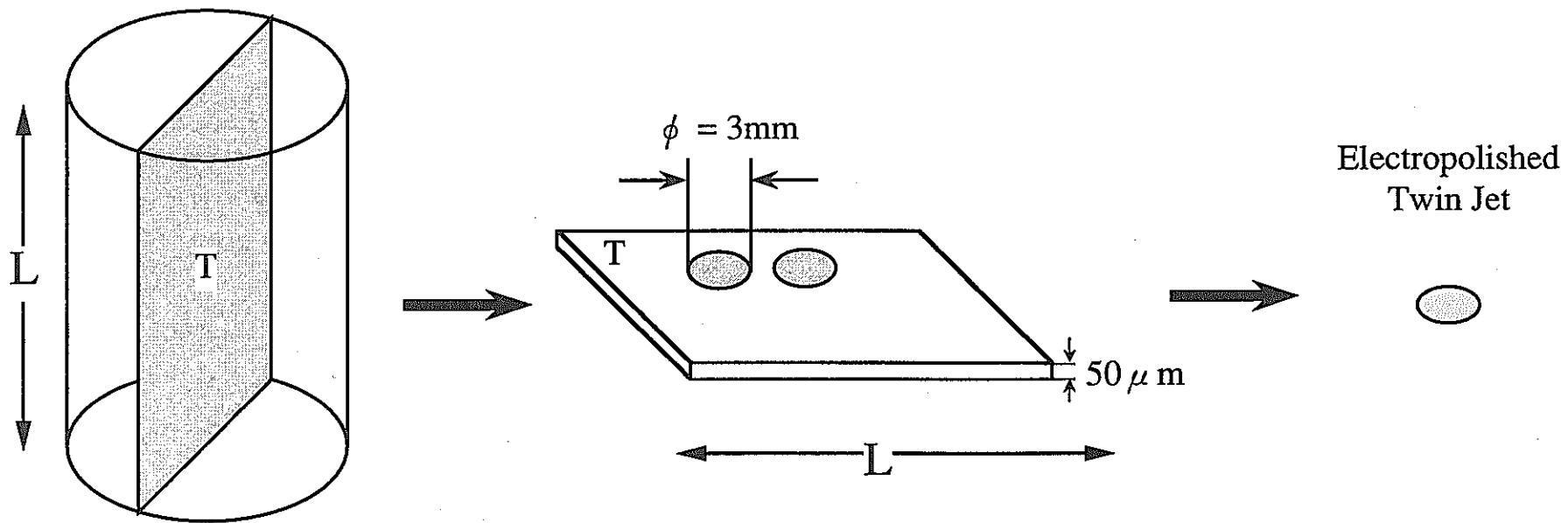


図3 電子顕微鏡観察用薄膜試料作製の説明図

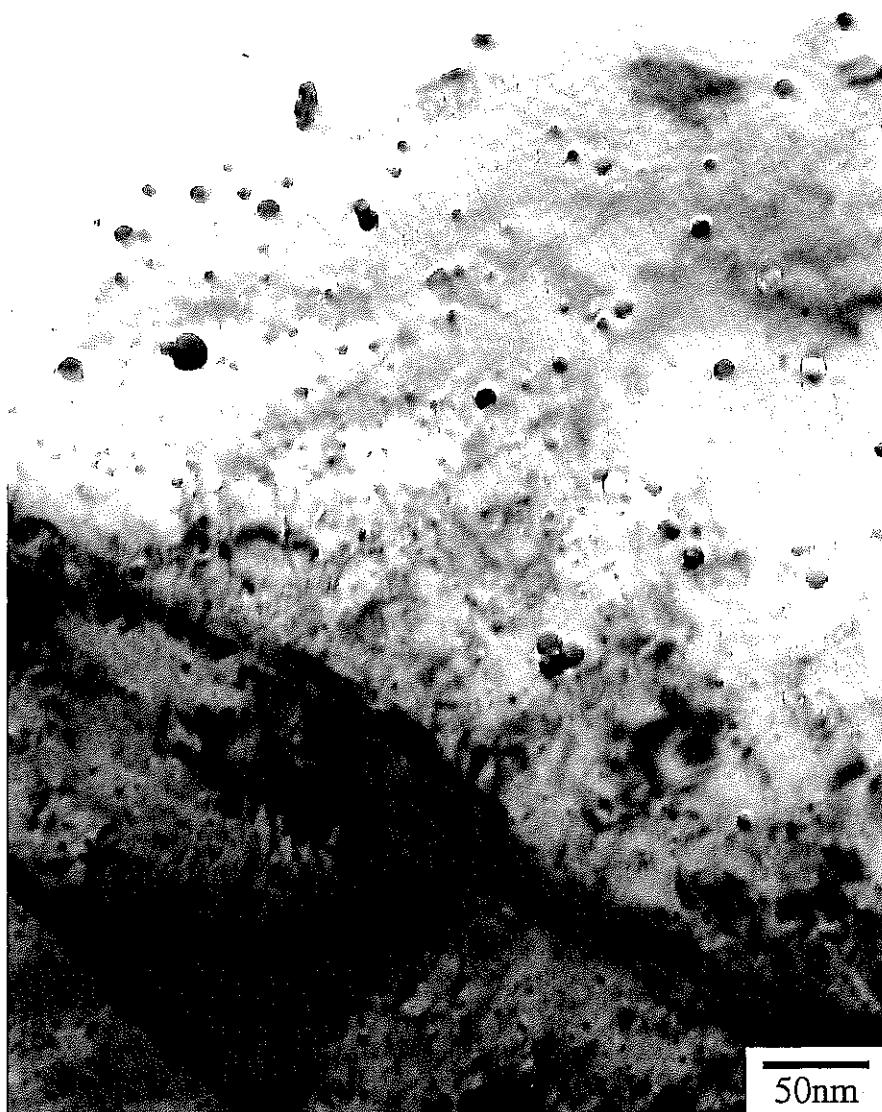


図4 ODSマルテンサイト鋼中の分散粒子 Y_2O_3 の分散状態を示した透過電子顕微鏡写真

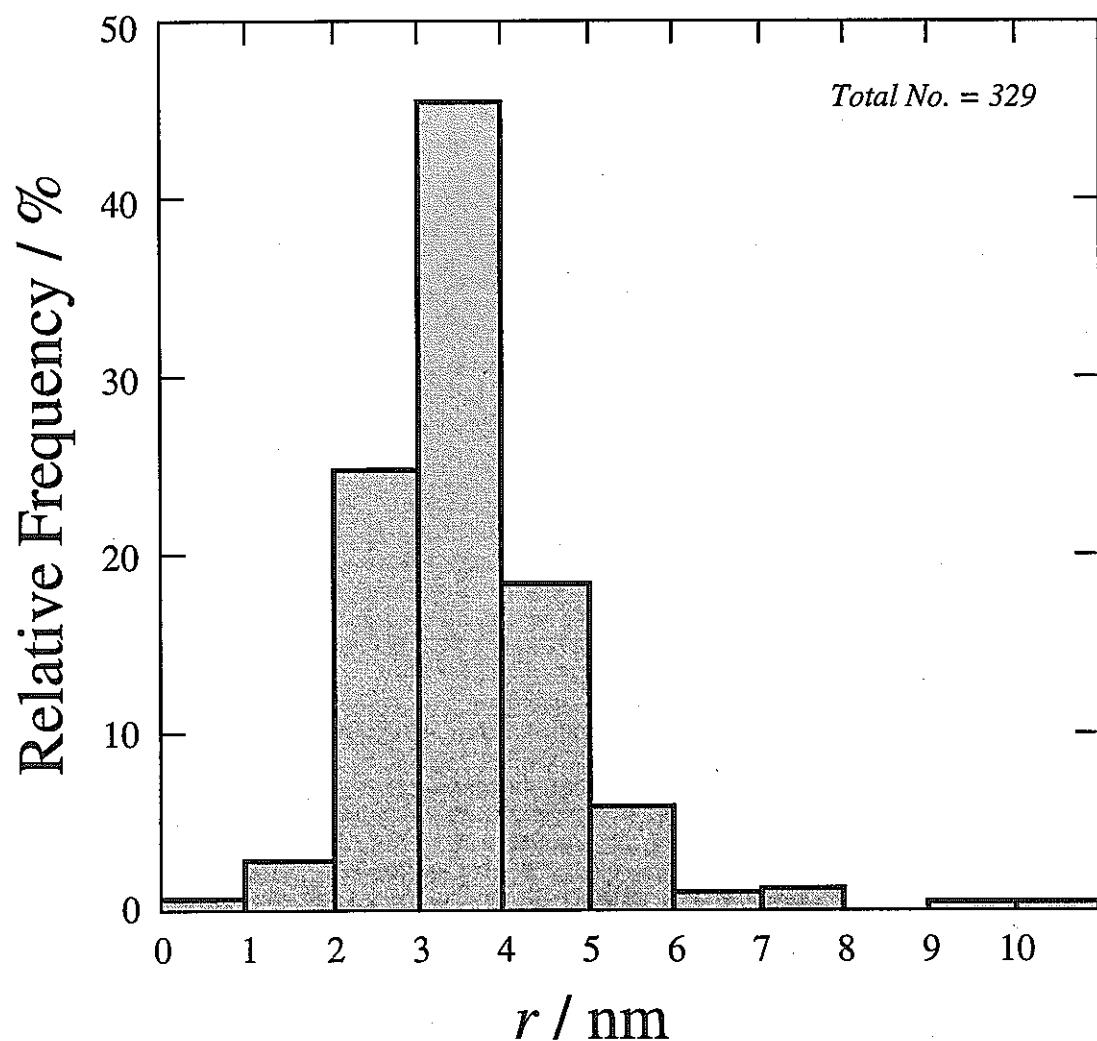


図5 ODSマルテンサイト鋼中の分散粒子 Y_2O_3 の
粒子半径のヒストグラム

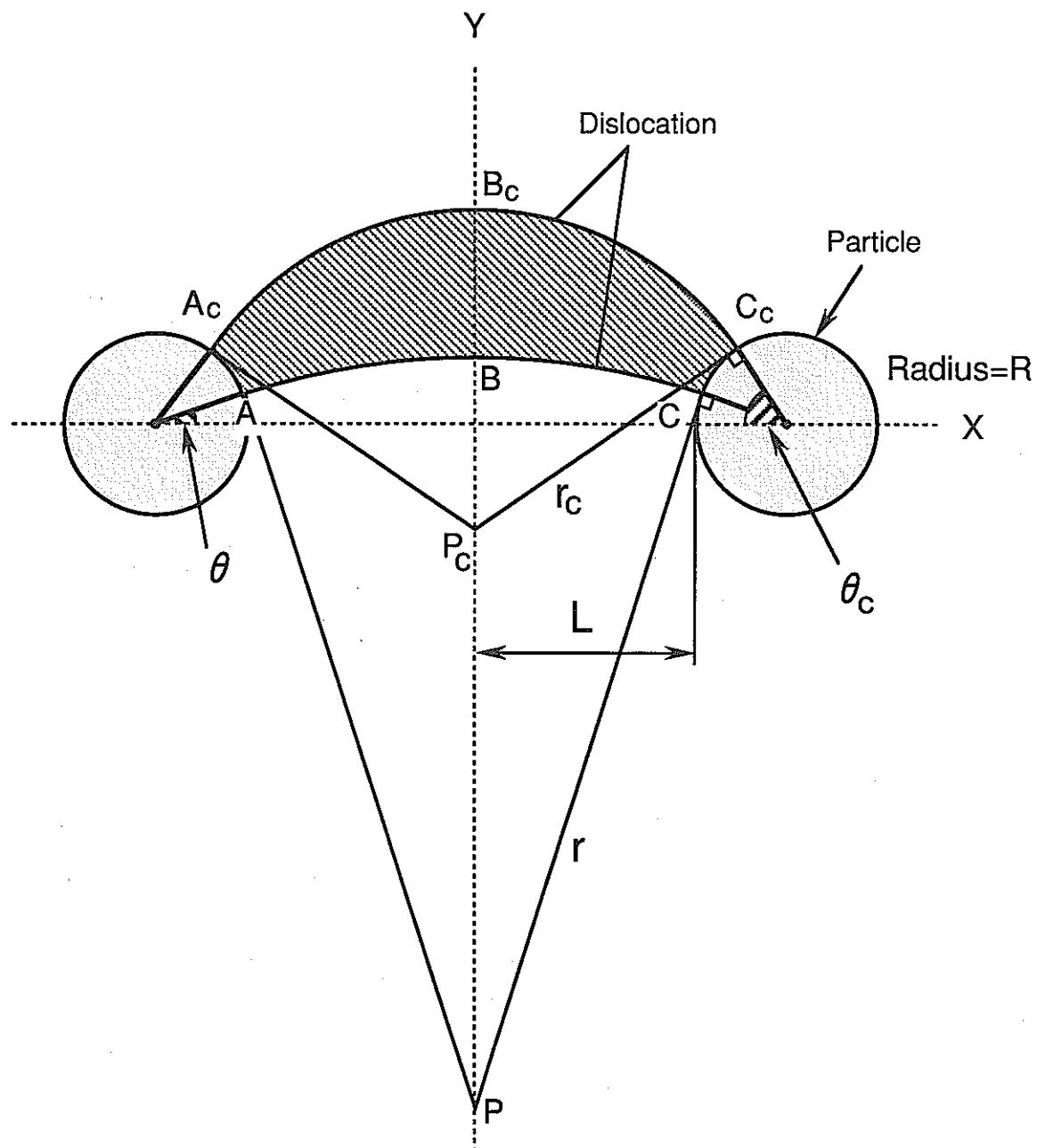


図6 転位が粒子から離脱する過程を示したモデル図

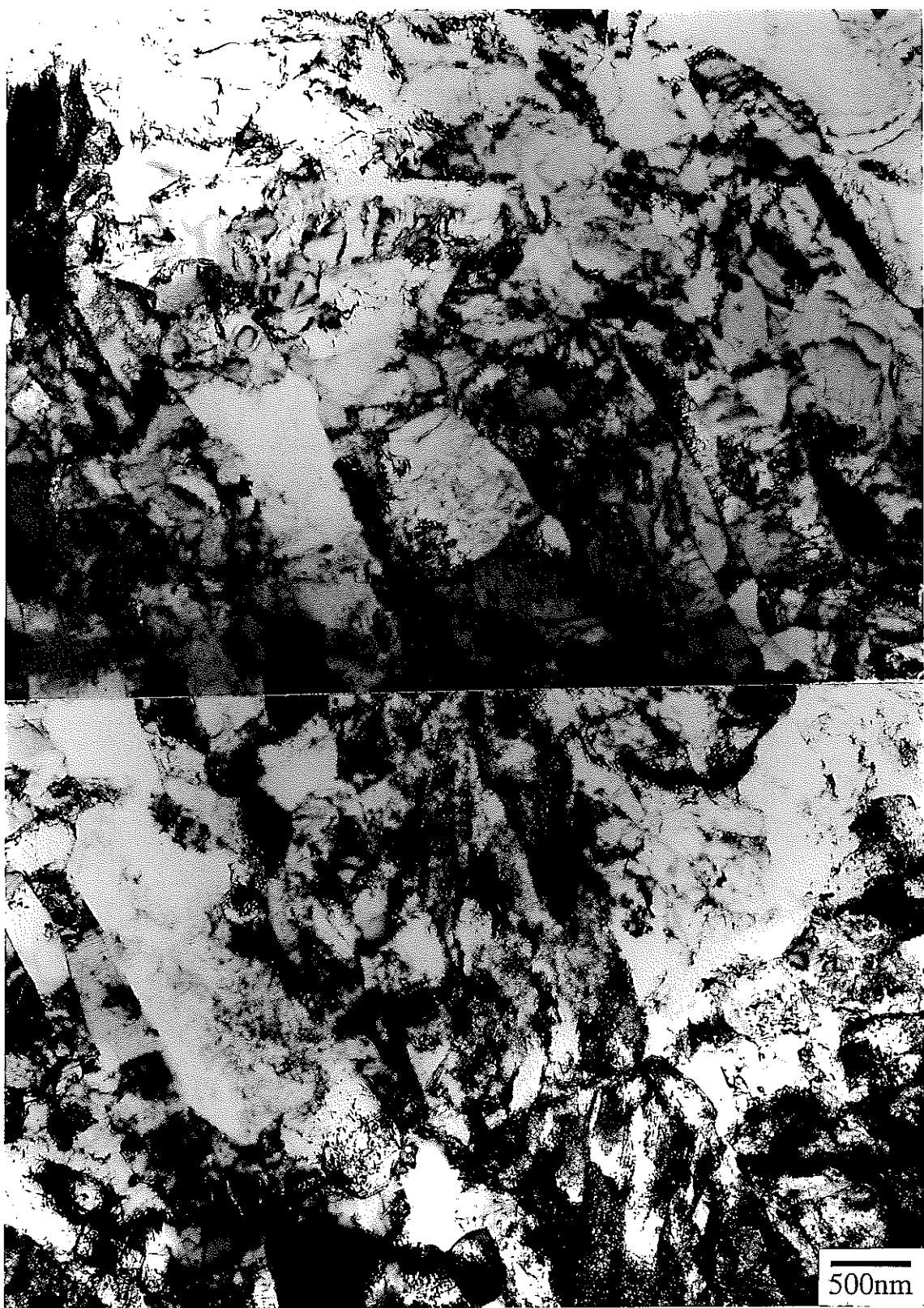


図7 ODSマルテンサイト鋼の内部組織の観察結果1

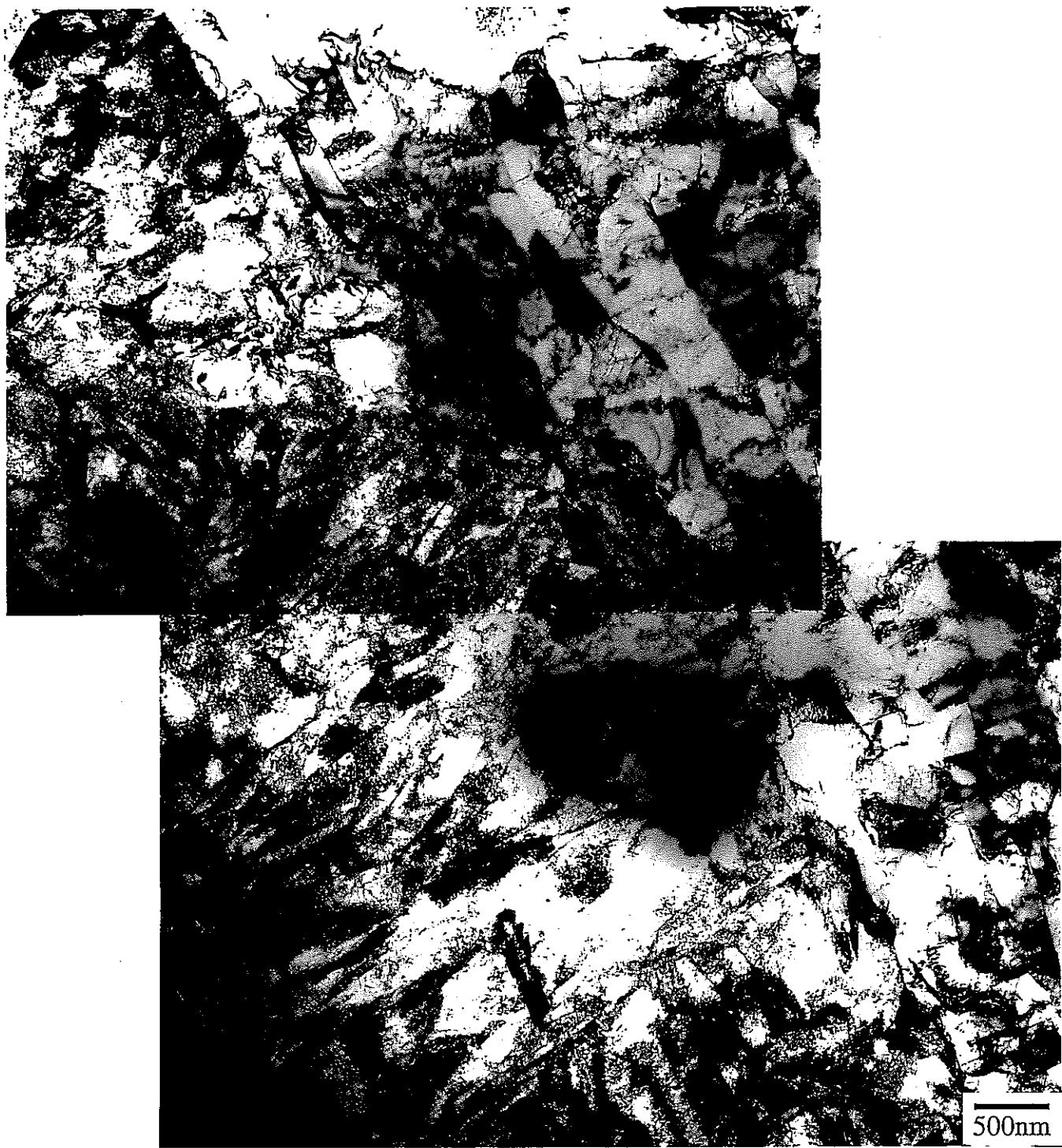


図8 ODSマルテンサイト鋼の内部組織の観察結果2

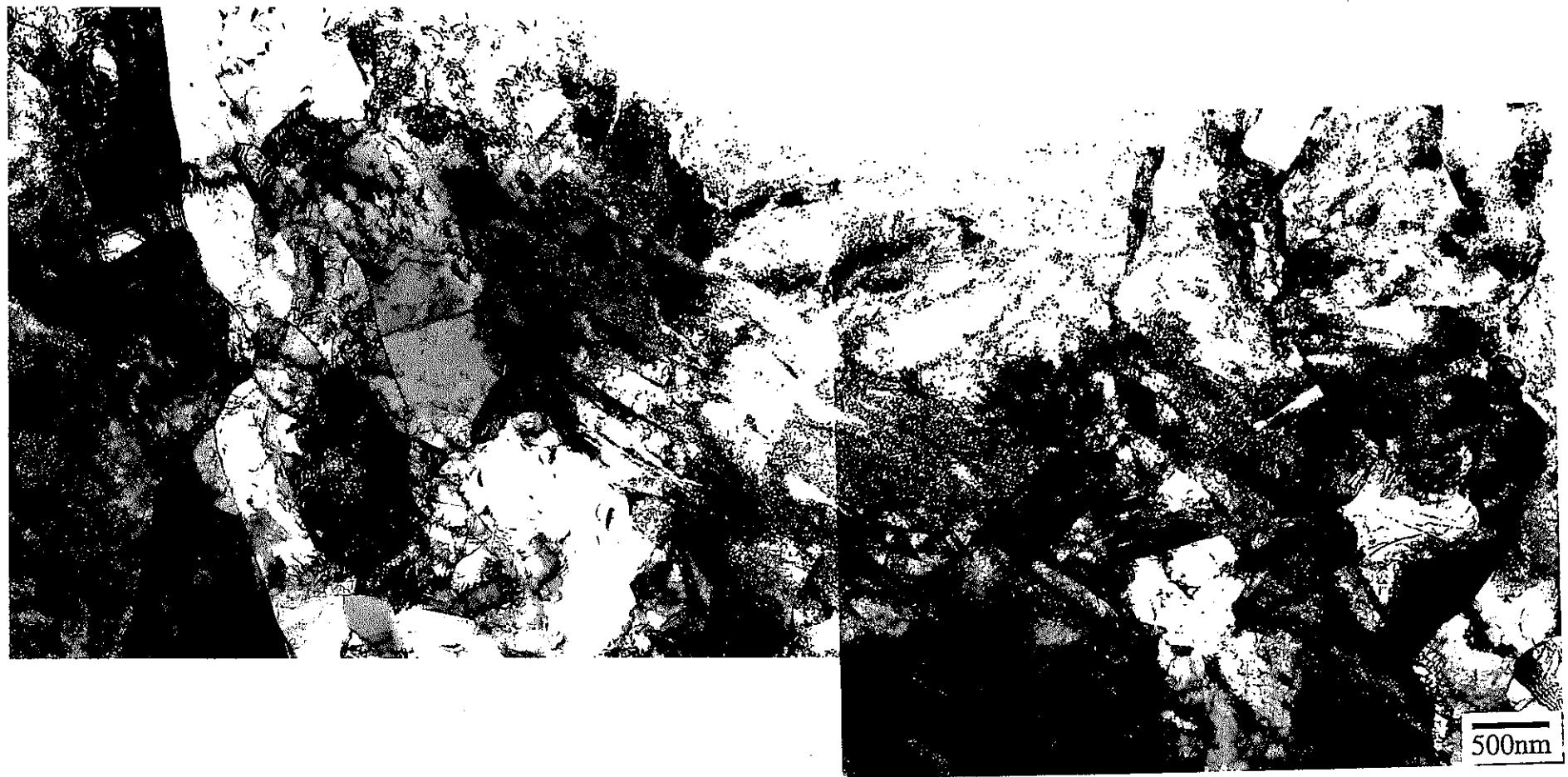


図9 ODSマルテンサイト鋼の内部組織の観察結果3

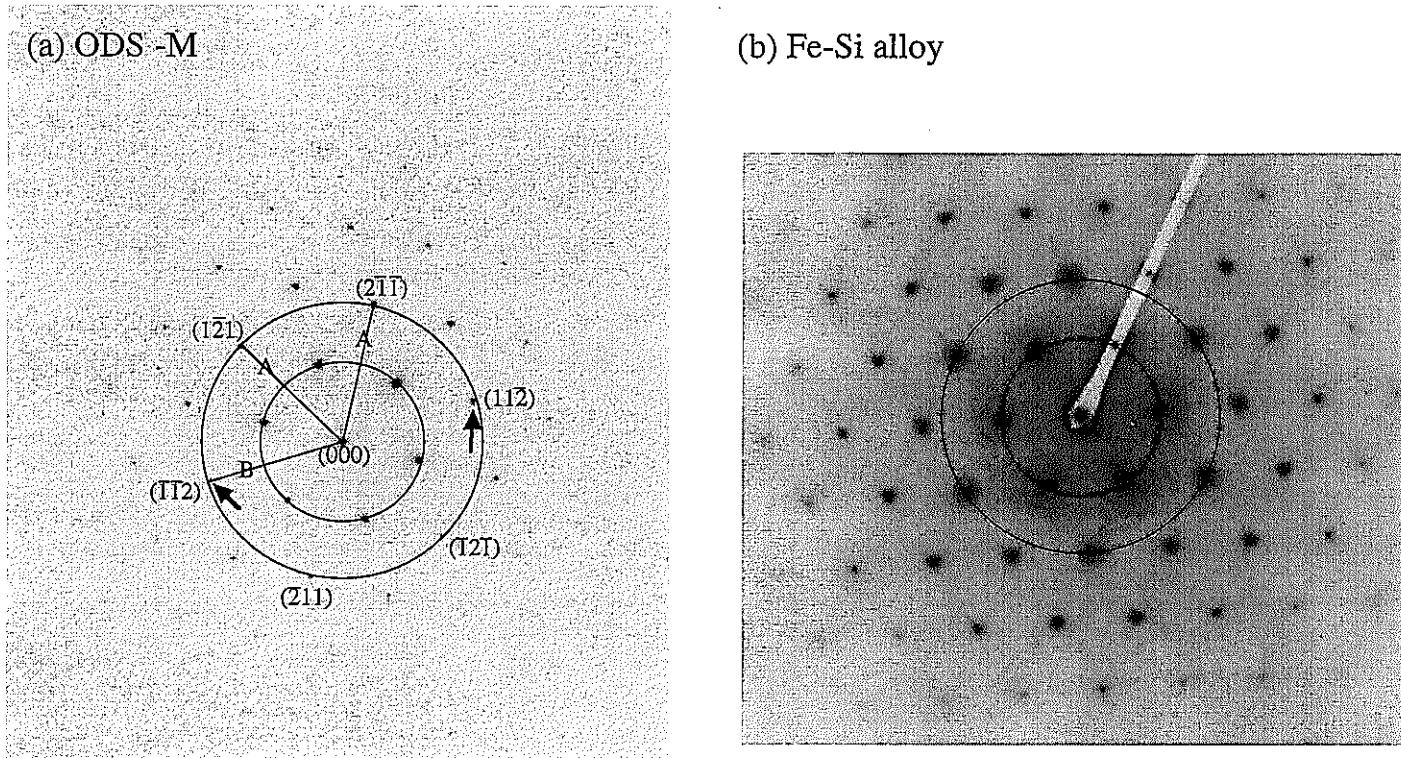


図10 ODSマルテンサイト鋼(a:ODS-M)とFe-Si合金(b)の電子回折パターン

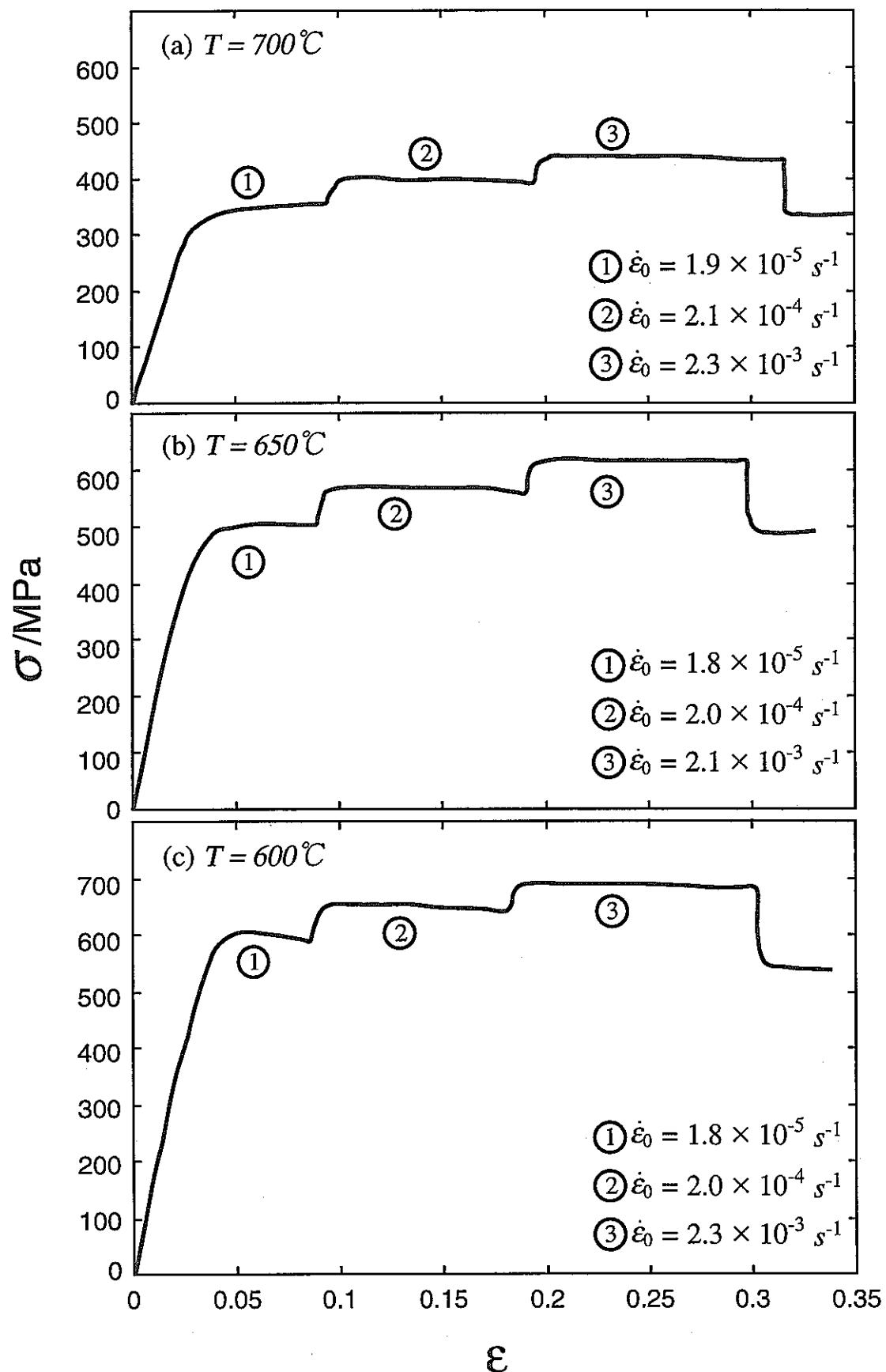


図11 高温圧縮試験で得られた応力-ひずみ曲線

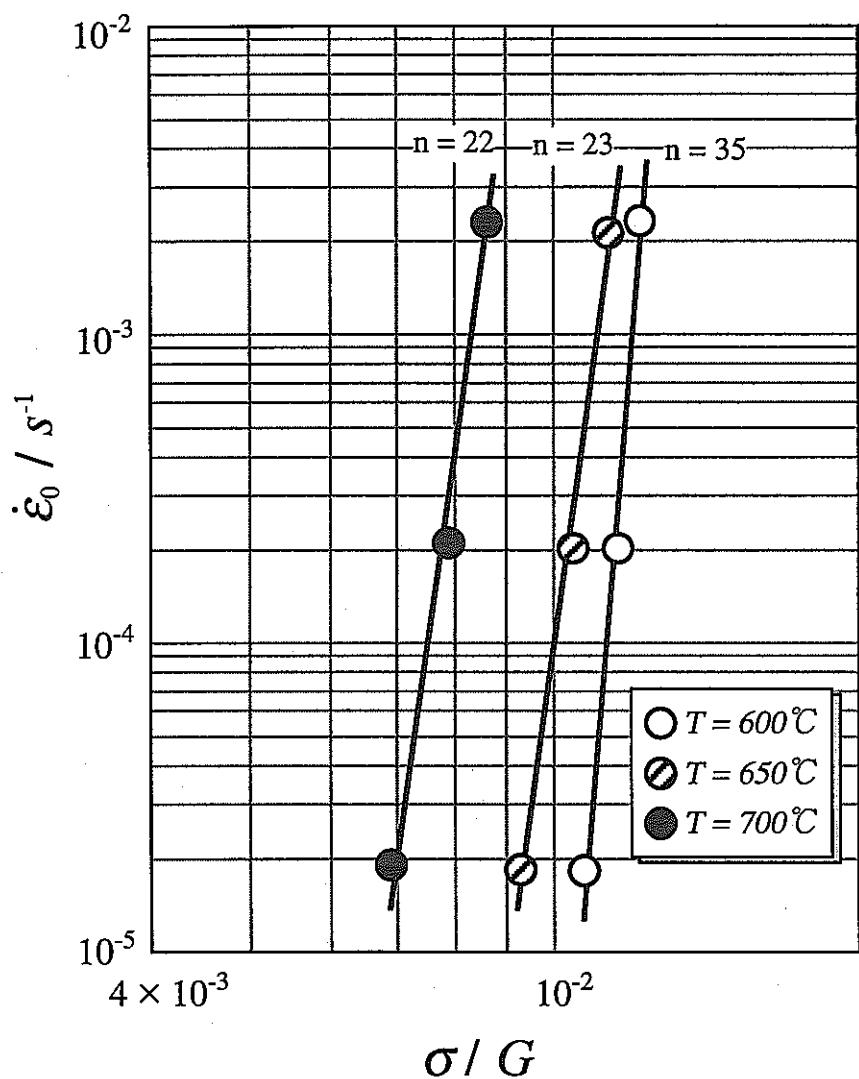
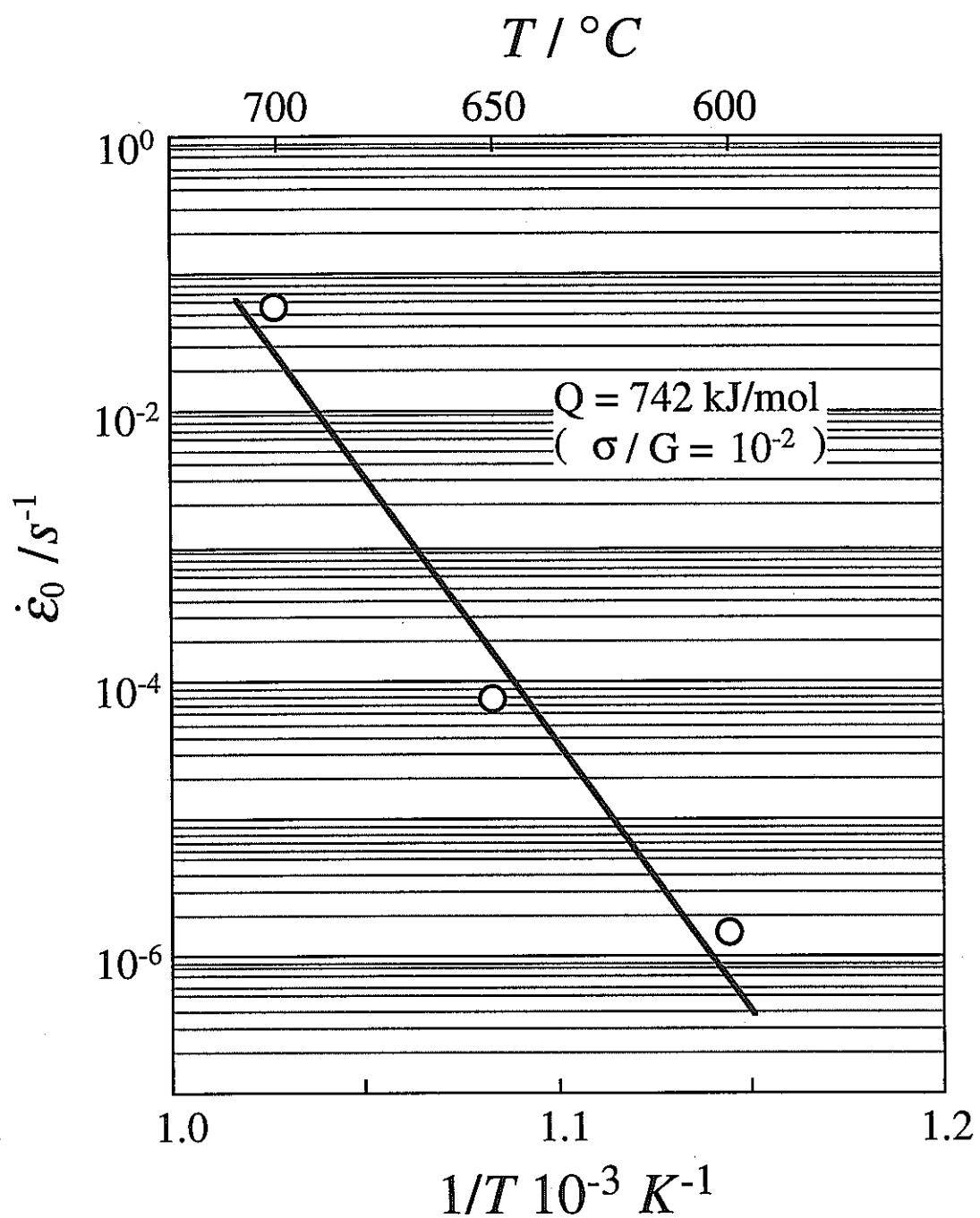


図12 剛性率Gで規格化した変形応力 σ / G とひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_0$ の
両対数プロット

図13 ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_0$ のアレニウスプロット ($\sigma / G = 10^{-2}$)

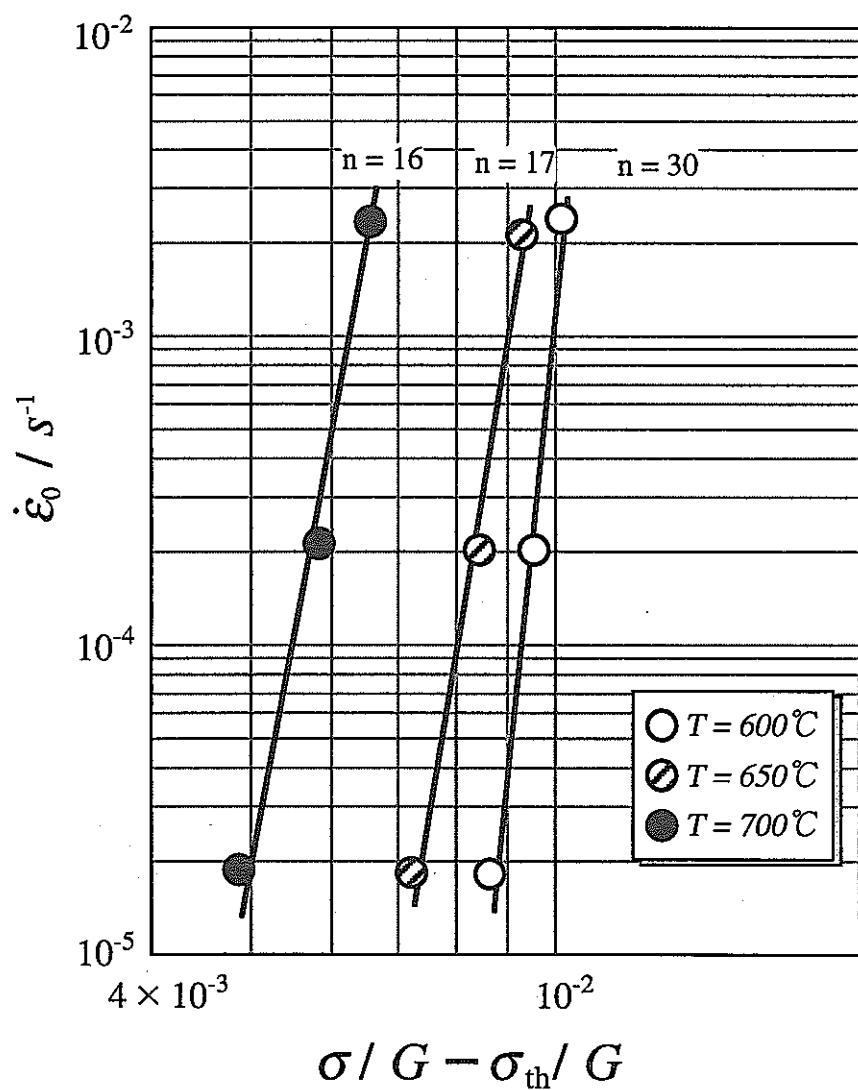


図14 変形応力 σ からしきい応力 σ_{th} を引いた $\sigma - \sigma_{th}$ を剛性率 G で規格化した $(\sigma - \sigma_{th})/G$ とひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ の両対数プロット

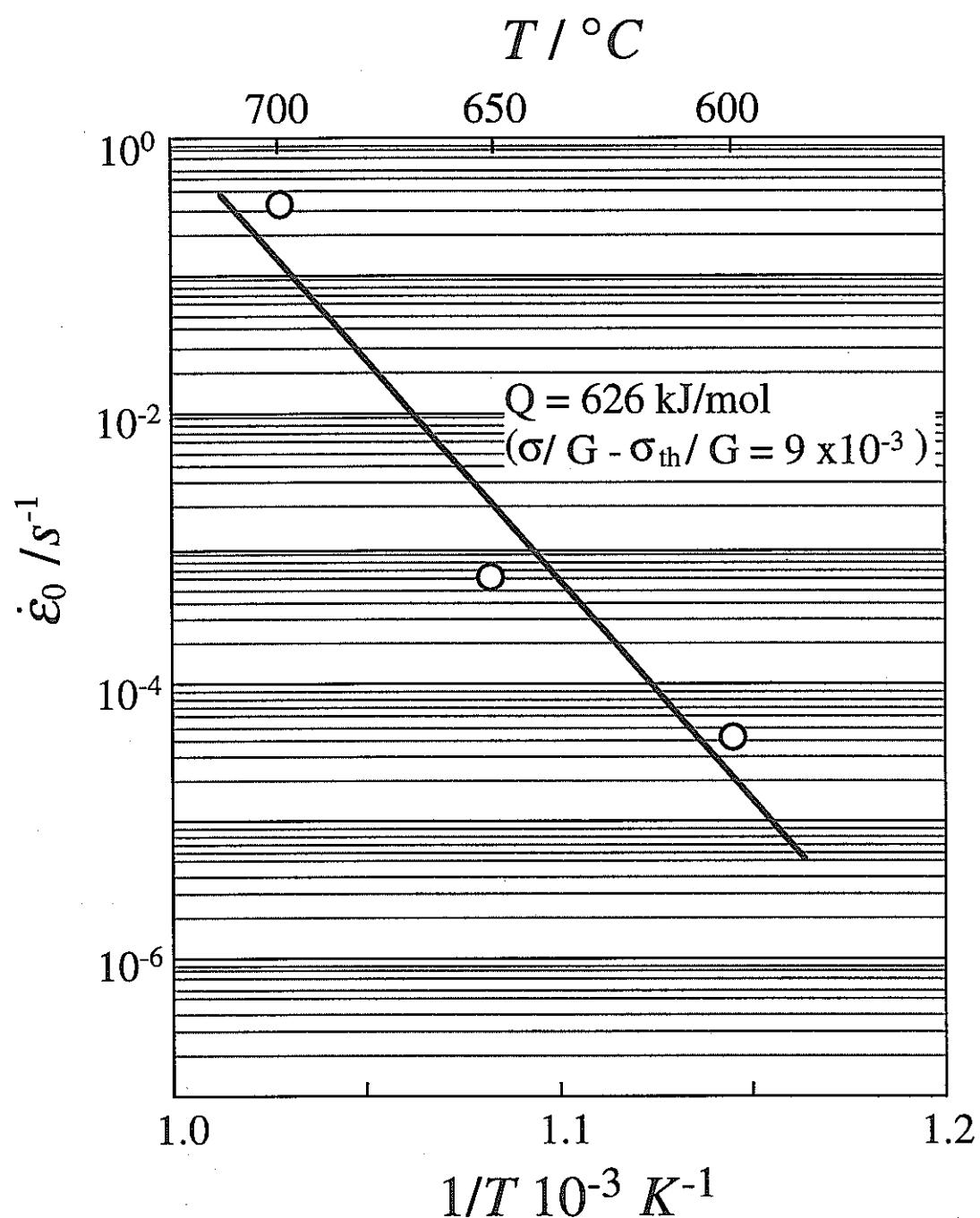


図15 ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_0$ のアレニウスプロット ($(\sigma - \sigma_{th})/G = 9 \times 10^{-3}$)

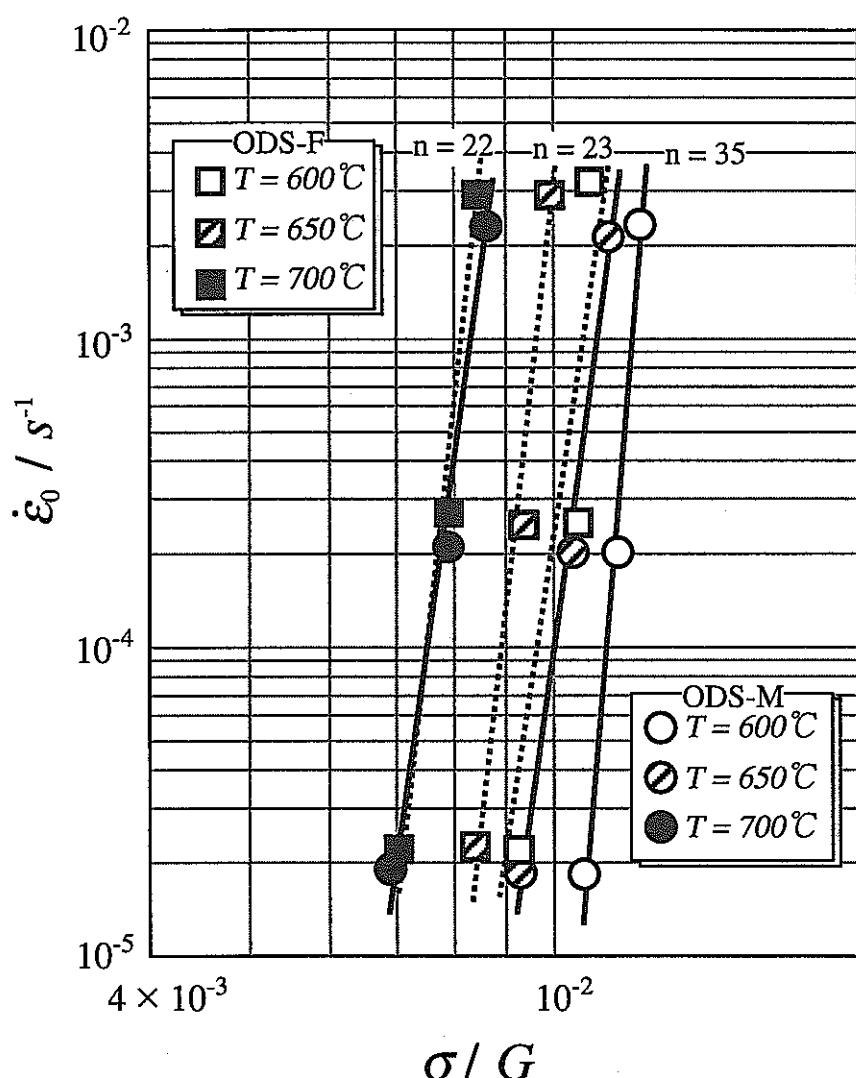


図16 ODSフェライト鋼再結晶材(ODS-F)とODSマルテンサイト鋼(ODS-M)の変形応力 σ / G とひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_0$ の両対数プロット

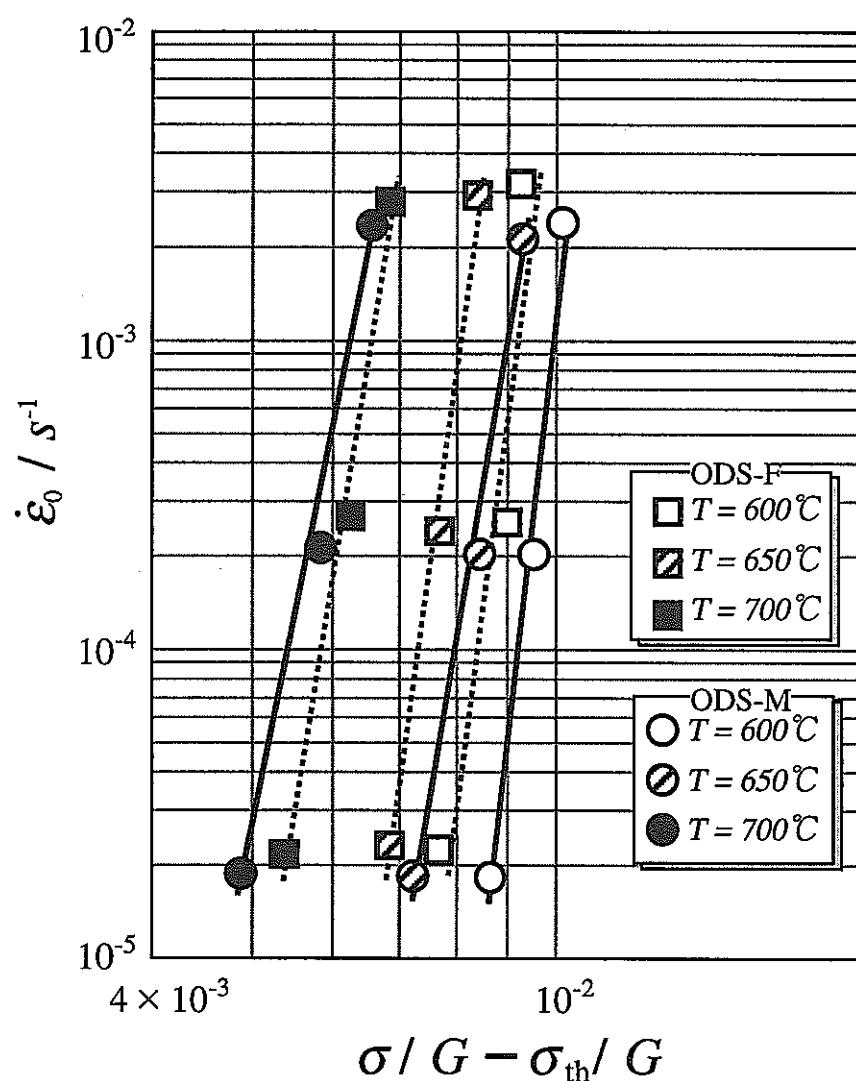


図17 ODSフェライト鋼再結晶材(ODS-F)とODSマルテンサイト鋼(ODS-M)の変形応力 σ からしきい応力 σ_{th} を引いた $(\sigma - \sigma_{th})/G$ とひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_0$ の両対数プロット

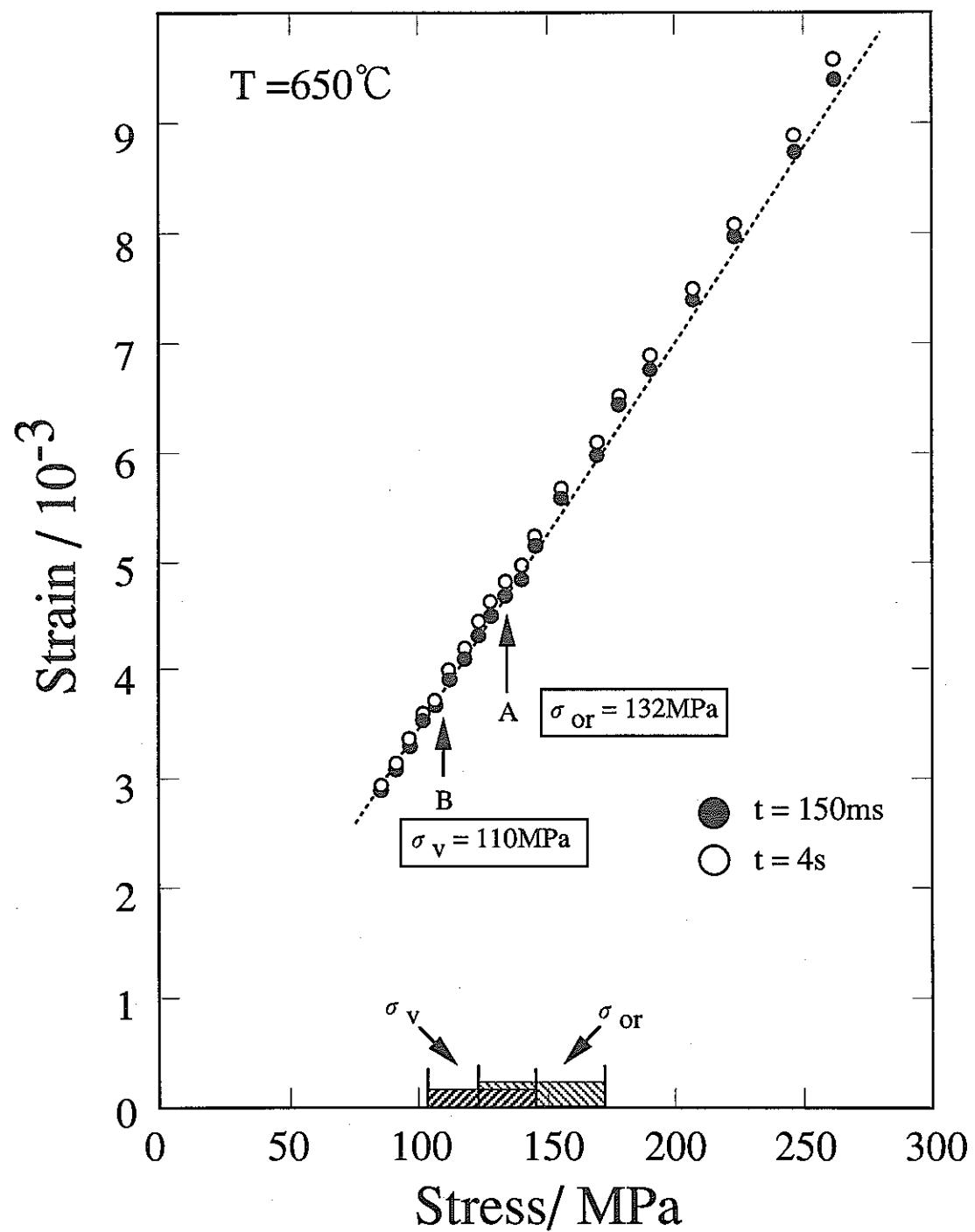


図18 応力瞬間負荷試験で得られた応力 σ とひずみの関係

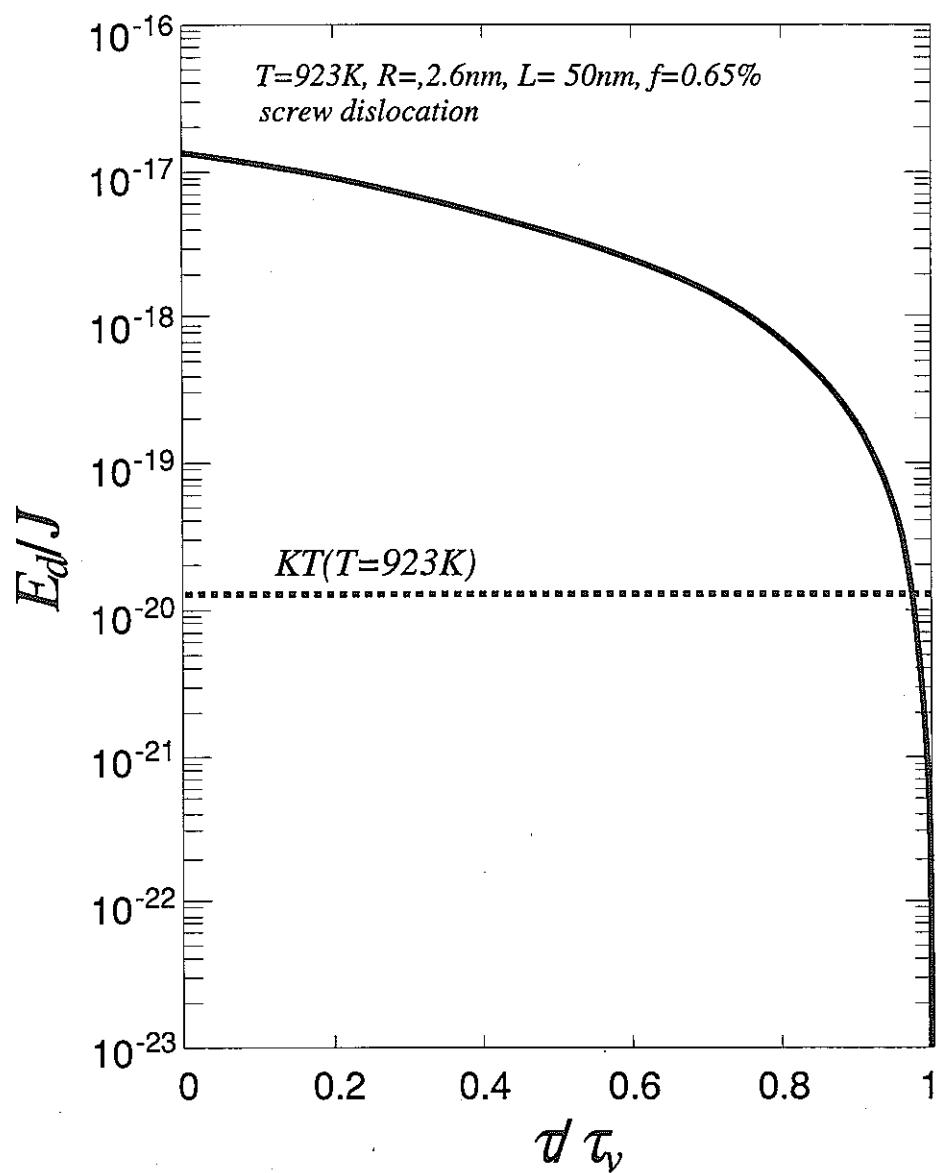


図19 ODSフェライト鋼のらせん転位について求めた活性化エネルギー E_d と負荷応力 τ / τ_v の関係