

© 1985 ISIJ

# 17Cr-14Ni 鋼の高温クリープ特性に及ぼす W の影響

論文

松尾 孝\*・高 観\*\*・近藤義宏\*\*・田中良平\*\*

## Effects of Tungsten on High Temperature Creep Properties of 17Cr-14Ni Steel

Takashi MATSUO, Guan GAO, Yoshihiro KONDO and Ryohhei TANAKA

## Synopsis:

Creep behavior of carbon free 17Cr-14Ni austenitic steels containing tungsten up to twelve per cent has been studied in relation to precipitation processes of  $\mu$  and Laves phases.

Decrease in minimum creep rate with the addition of up to about three per cent tungsten was attributed to the solid solution strengthening due to tungsten. On the other hand, in the case of steels with more than five per cent tungsten, the remarkable decrease in minimum creep rate was found with increase in tungsten content, and intergranular precipitation of  $\mu$  phase ( $Fe_7W_6$ ) was also observed. Then it has been concluded that the intergranular precipitation of  $\mu$  phase plays an important role in high temperature creep resistance of austenitic heat resisting steels containing tungsten.

### 1. 緒 言

Ni-20Cr-20W 合金の 900~1000°C での高温クリープ特性においては、 $\alpha_2$ -W 相の粒界析出に伴うクリープ抵抗の増加（以後、粒界析出強化と呼ぶ）が W の固溶強化と同程度に重要であることが明らかにされている<sup>1)2)</sup>。また、Ni-Cr-Nb 系合金においても、1000°C 近くで  $\beta$  相 ( $Ni_3Nb$ ) による粒界析出強化が同様に認められることも報告されている<sup>3)4)</sup>。

一方、耐熱鋼においても粒界に Laves 相などの TCP 相 (Topologically Close-Packed Phase) の優先析出がしばしば観察される<sup>5)6)</sup>。しかし、この種の鋼のクリープ抵抗は炭化物の析出形態に強く依存する<sup>7)</sup>とされており、TCP 相の粒界析出に伴うクリープ抵抗の変化を検討した報告はほとんどない。したがつて、炭化物の析出が認められない鋼について TCP 相の粒界あるいは粒内析出に伴うクリープ抵抗の変化を系統的に研究することは興味深い。とくに W はオーステナイト系耐熱鋼の高温クリープ抵抗に対して著しい固溶強化を示す<sup>8)</sup>が、過剰に添加されると  $\mu$  相 ( $Fe_7W_6$ )、Laves 相 ( $Fe_2W$ ) 及び  $\sigma$  相をも析出することがあり、これらの析出がこの種の鋼の高温クリープにおいて析出強化として寄与するのか

しないのか、寄与するとしたら固溶強化に比べてどの程度のものかなどを知ることは、今後の耐熱鋼の改良開発にとって重要な知見を与えることになると思われる。

そこで、本研究では炭素を無添加とした 17Cr-14Ni 鋼に W を最高約 12 wt% まで添加し、700°C において固溶限を超えて析出した TCP 相がクリープ特性、とくにクリープ抵抗に及ぼす効果について検討する。

### 2. 供試鋼及び実験方法

Table 1 に示すように、供試鋼は炭素無添加の 17Cr-14Ni 鋼を基本組成とし、これに W を最高 12 wt% まで 5 水準で添加した計 6 種の鋼である。これらの鋼は真空高周波炉にて各 5 kg 溶製し、13 mm 角棒に熱間鍛伸した後、Table 1 に示す条件にて固溶化熱処理を施し、結晶粒径を約 200  $\mu m$  に調整した。なお、12W は 1250 °C で 11 h 加熱しても後述するように完全な固溶化組織は得られず、粒径は 50  $\mu m$  であった。

クリープ試験は標点距離 30 mm、平行部径 6 mm の試験片を用いて、700°C、応力 8~25 kgf/mm<sup>2</sup> の範囲で、定荷重にて行つた。なお、伸びはプルロッド間の変位量を差動トランスにて自動記録させたものから読みとつた。

昭和 58 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 59 年 8 月 9 日受付 (Received Oct. 5, 1984)

\* 東京工業大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, Tokyo Institute of Technology, 2-12-1 Ookayama Meguro-ku 152)

\*\* 東京工業大学研究生 (現: 上海内燃機関研究所) (Research Student, Tokyo Institute of Technology, Now Shanghai Internal-combustion Engine Research Institute)

\*3 防衛大学校 工博 (Defence Academy)

\*4 東京工業大学総合理工学研究科 (Graduate School of Science and Engineering at Nagatsuta, Tokyo Institute of Technology)

Table 1. Chemical composition (wt%) and heat treatment of steels studied.

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	W	Heat treatment
17-14	0.008	0.34	1.26	0.003	0.006	17.68	14.80	—	1150°C × 1h → W.Q. 1200°C × 1h → W.Q. 1200°C × 3h → W.Q. 1250°C × 11h + 1150°C × 3h → W.Q.
2W	0.008	0.26	1.36	0.004	0.006	16.99	14.03	1.59	
3W	0.009	0.37	1.50	0.004	0.007	13.85	13.97	2.67	
5W	0.011	0.45	1.60	0.007	0.008	16.74	13.77	4.75	
7W	0.010	0.52	1.58	0.009	0.010	17.06	13.89	7.09	
12W	0.011	0.42	1.49	0.013	0.014	16.16	13.36	11.57	

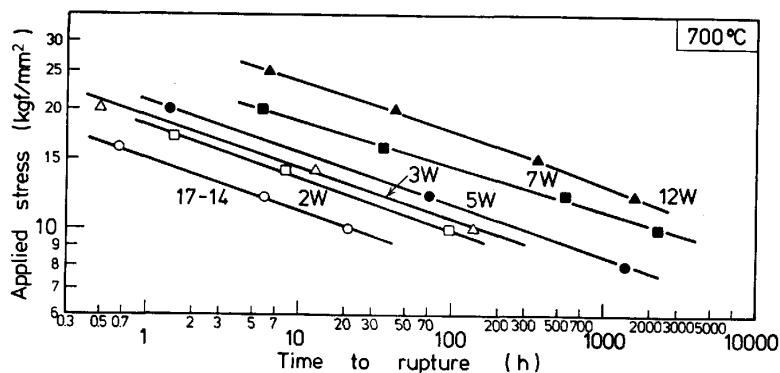


Fig. 1. Stress-rupture curves of the 17Cr-14Ni steels with various tungsten content.

破断材の組織観察には光顕及び走査電顕を用いた。また、一部の破断材については40%りん酸水溶液<sup>9)10)</sup>を用いて電解抽出(電流密度:15mA/cm<sup>2</sup>)を行い、残渣を採取して、X線回折により析出相を同定するとともに、必要に応じてエネルギー分散形X線分析装置(EDX)及び波長分散形X線分析装置(WDX)による析出相及び $\gamma$ 素地の組成分析をも行った。

### 3. 実験結果及び考察

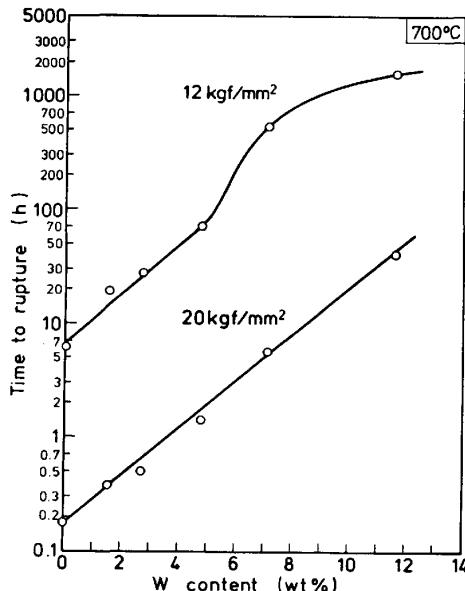
#### 3.1 固溶化組織

W量が7wt%までの5鋼種の固溶化熱処理材はいずれも完全な固溶化組織を呈し、結晶粒径は約200μmであつたが、12Wにおいては $\gamma$ 単相の組織は得られず、 $\delta$ フェライトが粒界で認められ、 $\gamma$ 結晶粒径は約50μmであつた。

#### 3.2 クリープ破断強さ及びクリープ抵抗に及ぼすWの影響

供試鋼の700°Cにおける応力-破断時間曲線をFig. 1に示す。17-14にWを添加すると、同一応力でもクリープ破断時間は延長し、とくに7Wの曲線の勾配はゆるやかで、低応力、長時間側で強化の程度がより大きくなる傾向を示す。

700°C、応力20及び12kgf/mm<sup>2</sup>での破断時間とW量の関係をFig. 2に示す。20kgf/mm<sup>2</sup>では、W量の増加に伴い破断時間はほぼ直線的に延長するが、応力の

Fig. 2. Effect of tungsten content on time to rupture of the 17Cr-14Ni steels at 700°C-12 and 20 kgf/mm<sup>2</sup>.

低い、12kgf/mm<sup>2</sup>の場合は破断時間の直線的な延長は約5wt%までとなり、これを超えると延長の度合は増大し、約12wt%では飽和する傾向を示す。

各鋼の700°Cにおける応力-最小クリープ速度曲線をFig. 3に示す。Wの添加によつて同一応力での最小クリープ速度は大きく減少する。また、その減少の程度は5W及び7Wの低応力側で大きいため、両鋼の最小クリ

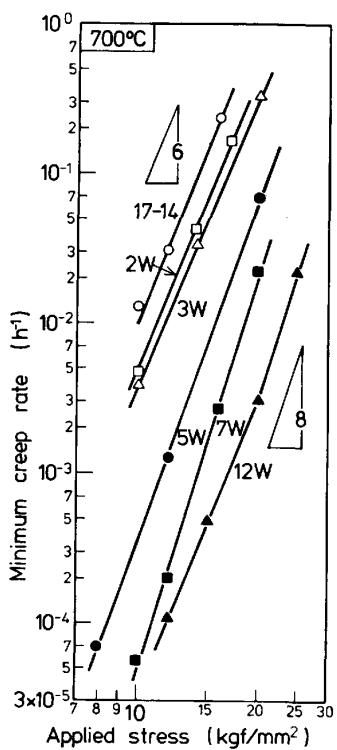


Fig. 3. Stress-minimum creep rate curves of the 17Cr-14Ni steels with various tungsten content.

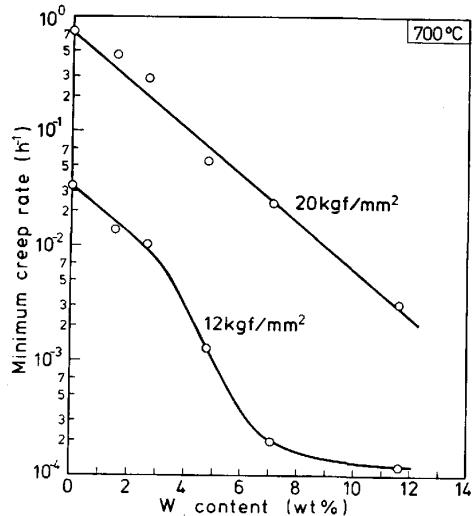


Fig. 4. Effect of tungsten content on minimum creep rate of the 17Cr-14Ni steels at 700°C-C-12 and 20 kgf/mm<sup>2</sup>.

クリープ速度の応力指数  $n$  は 17-14 の約 6 に比べ約 8 に増加する。なお、12W での最小クリープ速度の減少の程度は低応力側で相対的に小さくなるため、これに対応して  $n$  値も小さく、約 6 となる。

700°C、応力 20 及び 12 kgf/mm<sup>2</sup> での最小クリープ速度と W 量の関係を Fig. 4 に示す。応力 20 kgf/mm<sup>2</sup> では、W 量の增加に伴い、最小クリープ速度はほぼ直線的に減少する。しかし、より低応力の 12 kgf/mm<sup>2</sup> で

は、直線的な減少は 3 wt% までであり、これを超えると減少の程度は非常に大きくなり、さらに 7 wt% 以上では減少の程度は飽和する傾向を示す。この結果は Fig. 2 に示した破断時間の W 量による変化とよく対応している。

### 3.3 クリープ破断組織

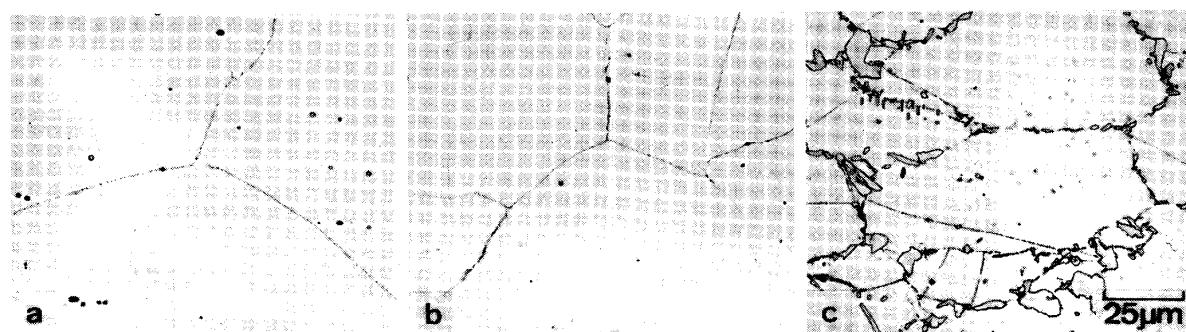
17-14, 2W 及び 3W の各破断材はいずれも  $\gamma$  単相で、析出相は全く認められなかつた。以下では 5W, 7W 及び 12W の各破断材での組織について検討する。

700°C、応力 20 kgf/mm<sup>2</sup> で破断した 5W, 7W 及び 12W の光顕組織を Photo. 1 に示す。5W の 1.4 h (a) 及び 7W の 5.7 h 破断材 (b) の粒界には微細な粒状相が若干認められるが、粒内析出相は全く観察されない。一方、12W の 41 h 破断材 (c) では塊状及び粒状の粒界析出相が多数認められる。

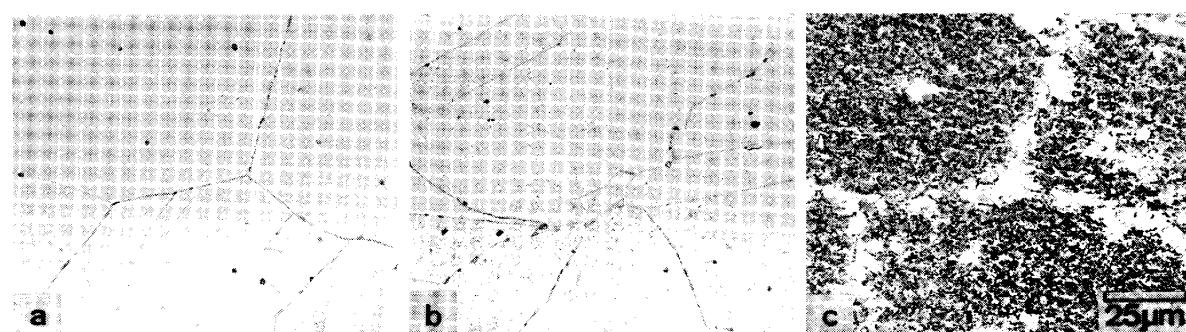
次に、応力 12 kgf/mm<sup>2</sup> で破断した上記 3 鋼種の光顕組織を Photo. 2 に示す。71 h で破断した 5W (a) の粒界では粒状の析出相がわずかに認められるが、粒内析出相はまだ観察されない。約 540 h で破断した 7W (b) では粒状に並んだ粒界析出相に加えて、均一に分散した粒内析出相も確認される。また、約 1600 h で破断した 12W (c) の粒界はその大半が粗大な塊状及び粒状相で覆われ、粒内では粒状相が均一に分散して析出している。

次に、数時間及び 1000 h を超えて破断したこれら 3 鋼種の走査電顕による反射電子像を Photo. 3 に示す。5Wにおいては 1.4 h 破断材 (a) の粒界析出相は非常に小さいが、1000 h を超えた試料 (d) では 1  $\mu\text{m}$  程度の大きさにまで達する。しかし、粒内析出相はまだ認められない。また、7W の 5.7 h 破断材 (b) では微細な粒状の粒界析出相のみが認められ、2000 h を超えた破断材 (e) の粒界析出相はその大半が粒状であり、粒内に均一に分散した析出相は針状及び板状である。なお、粒界及び粒内析出相はいずれも白色を呈することから重元素成分、すなわち W を多く含むものと思われる。

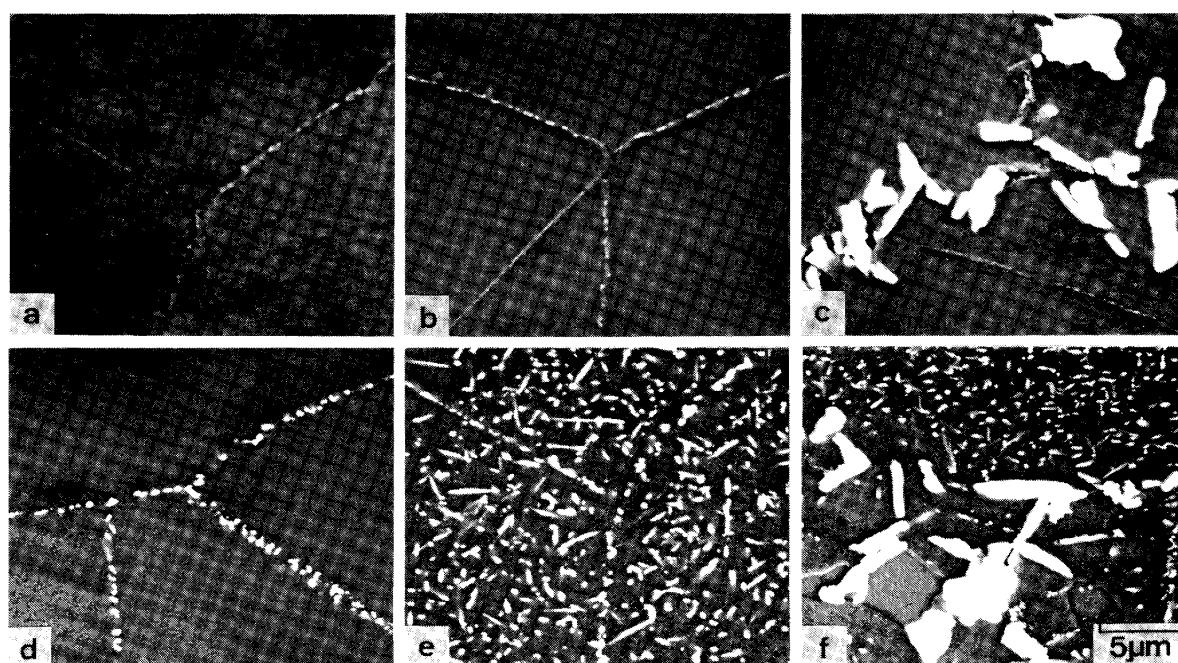
一方、6.1 h で破断した 12W (c) では粗大な塊状及び粒状相が粒界でのみ認められ、約 1600 h 破断材 (f) では粒界析出相に加えて、針状及び板状の粒内析出相が認められる。また、大部分の析出相が白色を呈するのに対し、粒界の塊状相には灰色のものも認められる。したがって 12W では析出相は複数であると思われる。そこで、これら 3 鋼種の長時間破断材より抽出残渣を採取して、X線回折による析出相の同定を行った。その結果を Table 2 に示す。回折線の面間隔及び強度比よ



(a) 5W,  $t_r=1.4$  h      (b) 7W,  $t_r=5.7$  h      (c) 12W,  $t_r=41.3$  h  
Photo. 1. Optical microstructures of 5W, 7W and 12W crept at 700°C-20 kgf/mm<sup>2</sup>.



(a) 5W,  $t_r=71.3$  h      (b) 7W,  $t_r=537.5$  h      (c) 12W,  $t_r=1572$  h  
Photo. 2. Optical microstructures of 5W, 7W, and 12W crept at 700°C-12 kgf/mm<sup>2</sup>.



(a) 5W,  $t_r=1.4$  h,  $\sigma=20$  kgf/mm<sup>2</sup>      (b) 7W,  $t_r=5.7$  h,  $\sigma=20$  kgf/mm<sup>2</sup>      (c) 12W,  $t_r=6.1$  h,  $\sigma=25$  kgf/mm<sup>2</sup>  
(d) 5W,  $t_r=1396$  h,  $\sigma=8$  kgf/mm<sup>2</sup>      (e) 7W,  $t_r=2282$  h,  $\sigma=10$  kgf/mm<sup>2</sup>      (f) 12W,  $t_r=1572$  h,  $\sigma=12$  kgf/mm<sup>2</sup>

Photo. 3. Reflective electron images by SEM, showing the variations in microstructures with tungsten content and creep testing time for 17Cr-14Ni steels.

り、5W には  $\mu$  相 ( $Fe_7W_6$ )<sup>11)12)</sup>、また 7W には  $\mu$  相 及び Laves 相 ( $Fe_2W$ )<sup>11)13)</sup> が同定される。さらに、12 W では  $\mu$ 、Laves に加えて  $\sigma$  相の析出が同定される。

したがつて、5W と 7W の粒界に認められた粒状相は  $\mu$  相であり、7W の粒内に析出した針状及び板状の相は Laves 相であると推察される。

Table 2. Comparison of X-ray diffraction data of precipitates extracted from 5W, 7W and 12W.

5 W ( $t_r = 1396\text{h}$ )		7 W ( $t_r = 2282\text{h}$ )		12 W ( $t_r = 1572\text{h}$ )		$\mu(\text{Fe}_3\text{W}_6)$ <sup>11) 12)</sup>		Laves ( $\text{Fe}_3\text{W}$ ) *		$\sigma^{**}$	
$d$	$I/I_0$	$d$	$I/I_0$	$d$	$I/I_0$	$d$	$I/I_0$	$d$	$I/I_0$	$d$	$I/I_0$
2.994	30	2.881	10	2.887	10	2.88	20	2.80	80		
2.552	50			2.547	10	2.54	40				
2.379	100	2.378	100	2.376	80	2.38	100	2.36	100		
2.293	20	2.291	20	2.288	10	2.29	20	2.18	100	2.261	10
2.194	20	2.192	80	2.205	100	2.19	80				
2.142	40	2.140	50	2.164	50	2.15	60			2.128	100
2.080	80			2.129	50	2.09	80			2.063	80
2.034	60	2.031	80	2.030	50	2.06	60	2.05	80	2.015	60
		1.994	50	1.994	40			2.01	100	1.964	80
1.982	60			1.972	20			1.98	100		
1.940	20	1.941	30	1.948	10	1.96	60			1.928	100
1.894	10	1.894	20	1.875	10	1.92	60	1.92	60	1.877	80

\*: Representative ASTM Card, 3-0920

\*\*: Representative ASTM Card, 5-0708

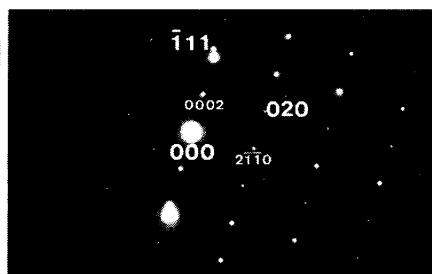
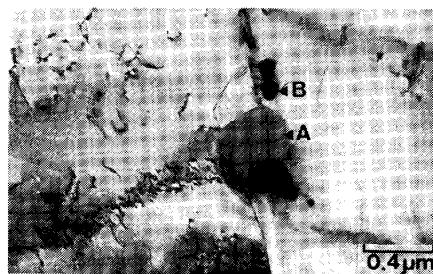


Photo. 4. Transmission electron micrograph of precipitates and selected diffraction pattern of platelike precipitate observed at the grain boundary of 7W after creep rupture test at  $700^\circ\text{C}-12\text{kgf/mm}^2$ .

応力  $12 \text{ kgf/mm}^2$  で破断した ( $t_r = 537 \text{ h}$ ) 7W の薄膜による透過電顕組織を Photo. 4 に示す。粒界に粒状相 (B) が多数析出しており、板状の析出相 (A) も一部で認められた。なお、これと同様の板状相は粒内でも多数認められた。この板状の析出相 (A) は電子線回折結果より、Laves 相 ( $a_0 = 4.73$ ,  $c_0 = 7.70$ )<sup>11)</sup> であることが明らかである。したがつて、この相とは形状が大きく異なる粒界の粒状相 (B) は  $\mu$  相と推定される。

12W については Photo. 3 (f) と同一試料の STEM 像を Photo. 5 に W の特性 X 線像とあわせて示す。EDX による析出相の組成分析も行い、これらの結果より、STEM 像の a で示した粒界の灰色塊状相は Cr 濃度が、また、b で示した粒界の粒状相は W 濃度がそれぞれ高く、c 及び d で示した粒内の針状及び板状の相は b の相に比べ W 濃度が少ないことが判明した。したがつて、a で示した塊状相は  $\sigma$  相であり、b は  $\mu$  相、c 及び d の粒内析出相は Laves 相と推察される。

以上の組織観察より、17Cr-14Ni 鋼に W を 5 wt% 以上添加すると粒界に  $\mu$  相が析出し、W 量をさらに増加すると粒内にも Laves 相が析出するようになり、12 wt% まで増加すると  $\sigma$  相も析出する。

そこで、すべてのクリープ破断材について組織観察を行い、析出相が全く認められない場合、粒界にのみ認められる場合、及び粒界のほか粒内でも認められる場合の三つに分類し、さらに析出相の種類も考慮して W 量と破断時間による組織図を作成した。その結果を Fig. 5 に示す。W 量が 5 wt% 以上では数時間で粒界析出相を生じるが、粒内析出は  $300 \text{ h}$  程度で開始する。また、5W では  $1000 \text{ h}$  を超えて粒内析出は生じない。このことから、固溶限以上に W を添加した鋼では  $\mu$  相が粒界にまず析出し、かなり遅れて Laves 相が粒内に析出することがわかる。

### 3.4 TCP 相の析出に伴うクリープ抵抗の変化

本節では TCP 相の粒界及び粒内析出に伴うクリープ抵抗の変化について検討する。

$700^\circ\text{C}$ 、応力  $20 \text{ kgf/mm}^2$  での 5W, 7W 及び 12W のクリープ速度-時間曲線を Fig. 6 に示す。5W 及び 7W においてはともに短時間で定常クリープ域に達するが、12W では負荷直後から約  $5 \text{ h}$  までクリープ速度は大きく減少し、定常域はほとんど認められない。

次に応力  $12 \text{ kgf/mm}^2$  でのクリープ速度-時間曲線を Fig. 7 に示す。Fig. 6 の高応力の場合とは異なり、5W

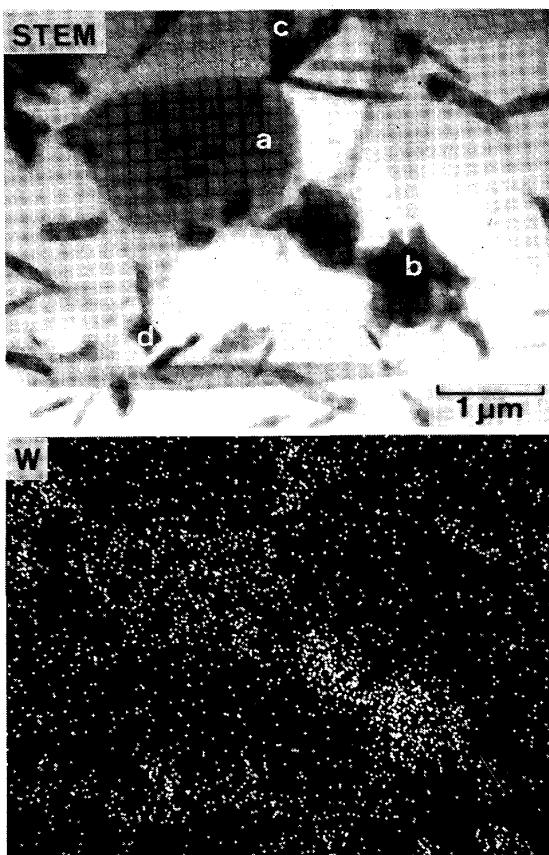


Photo. 5. STEM image and X-ray mapping image ( $W-K_{\alpha}$ ) of 12W after creep rupture test at  $700^{\circ}\text{C}-12 \text{ kgf/mm}^2$  ( $t_r=1572 \text{ h}$ ).

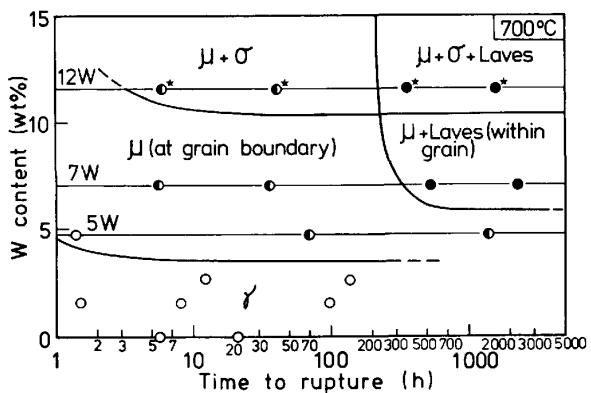


Fig. 5. Variation in precipitates and their morphology with tungsten content and testing time at  $700^{\circ}\text{C}$  ( $\circ$ :  $\gamma$  single phase,  $\bullet$ : intergranular precipitates, and  $\star$ : inter-and intragranular precipitates).  $\star$ : Specimens in which  $\sigma$  phase was observed.

では  $10 \text{ h}$  近くまでクリープ速度は減少し、定常域はほとんど認められなくなる。また、7W では負荷直後からクリープ速度は徐々に減少し、約  $30 \text{ h}$  で最小値を示した後加速するが、 $100 \text{ h}$  を超えると加速の程度は小さくなり、ほぼ一定の値を示した後、再度加速して破断に至る。12W も 7W に類似したやや複雑な曲線を示すが、

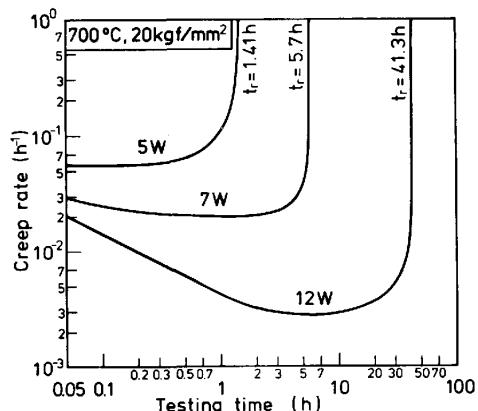


Fig. 6. Creep rate-testing time curves of 5W, 7W and 12W at  $700^{\circ}\text{C}-20 \text{ kgf/mm}^2$ .

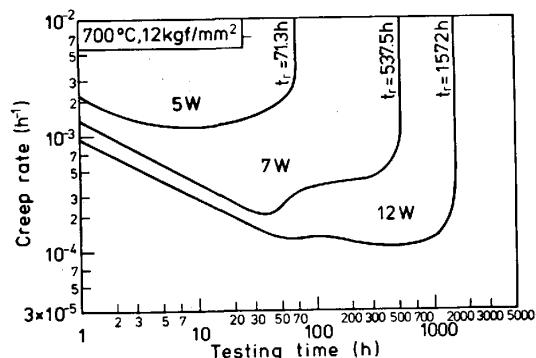


Fig. 7. Creep rate-testing time curves of 5W, 7W and 12W at  $700^{\circ}\text{C}-12 \text{ kgf/mm}^2$ .

$100 \text{ h}$  を超えるとクリープ速度は再び減少するようになり、約  $500 \text{ h}$  で最小値を示す。

このようにクリープ速度-時間曲線が応力及びW量により異なる理由を前述した組織変化と関連させて考察する。高応力の  $20 \text{ kgf/mm}^2$  では、Photo. 1 に示したように 5W 及び 7W の粒界析出相の量は非常に少ない。したがつて、クリープ抵抗に及ぼす  $\mu$  相の効果はほとんど現れず、 $\gamma$  単相合金にみられる明確な定常域<sup>2)</sup>を示したものと思われる (Fig. 6)。しかし、12W では比較的大きな  $\mu$  相が粒界に析出することから、 $\mu$  相の粒界析出強化が徐々に働き、遷移域でクリープ速度は試験時間の経過に伴い大きく減少したものと推察される。

一方、低応力側では Photo. 2 に示したように 5W での粒界析出相の量がやや増加して、 $\mu$  相の粒界析出強化がしだいに働くようになり、遷移域でクリープ速度が大きく減少したものと思われる (Fig. 7)。7W 及び 12W では Fig. 5 に示したように  $100 \text{ h}$  程度までは  $\mu$  相による粒界析出強化が、また、これを超えると Laves 相の粒内析出が生じるため後者による分散強化も働いて加速クリープの停滞、もしくは 2 度目のクリープ速度の減少が認められたものと思われる。

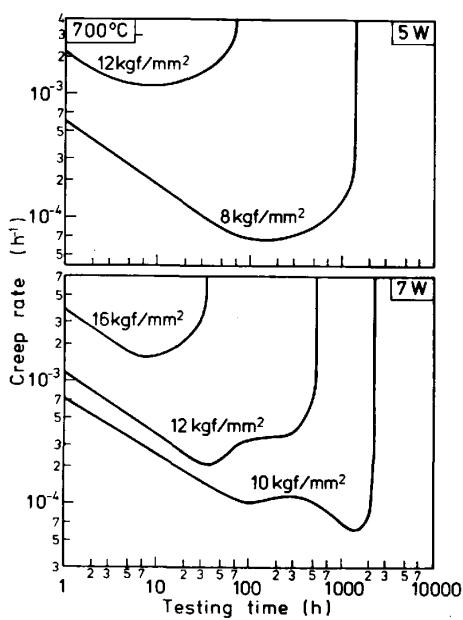


Fig. 8. Change in creep rate-testing time curves with the applied stress of 5W and 7W.

この点をさらに詳細に検討するため 5W 及び 7W のクリープ速度-時間曲線の応力による変化を Fig. 8 に示す。5W では前述の  $12 \text{ kgf/mm}^2$  から  $8 \text{ kgf/mm}^2$  にまで応力が低下するとクリープ速度は  $100 \text{ h}$  近くまで大きく減少するようになる。しかし、 $100 \text{ h}$  を超えてもクリープ速度の 2 度目の減少は認められない。

一方、7Wにおいては応力  $16 \text{ kgf/mm}^2$  で、破断時間が  $100 \text{ h}$  に達しない条件でのクリープ速度-時間曲線には特別な変化は認められないが、応力  $10 \text{ kgf/mm}^2$  での曲線は  $300 \text{ h}$  を超えると前述の 2 度目のクリープ速度減少が現れ、 $12 \text{ kgf/mm}^2$  の場合にもややその傾向が認められる。応力  $10 \text{ kgf/mm}^2$  で 2 度目のクリープ速度減少を生じる時間域は、Laves 相の粒内析出の開始時間にはほぼ対応する。このことから、7Wにおいて複雑なクリープ速度-時間曲線が認められるのは  $\mu$  相の粒界析出に遅れて Laves 相の粒内析出が生じ、これに伴いクリープ抵抗が増加したためと推論される。

次に、種々の応力における最小クリープ速度、 $\dot{\epsilon}_m$  の W 添加量による変化を基本組成鋼 (17-14) の最小クリープ速度、 $\dot{\epsilon}_{m(17-14)}$ 、に対する比、 $\dot{\epsilon}_m / \dot{\epsilon}_{m(17-14)}$ 、で表し、W 量との関係を Fig. 9 に示す。なお、12W では固溶材で  $\delta$  フェライトが生じ、結晶粒径も小さいため、クリープ抵抗は他の 5 鋼種に比べ相対的に低いレベルにあると思われる所以、ここでは省略し、7W までの結果について検討した。応力  $20 \text{ kgf/mm}^2$  での直線的なクリープ速度の減少は前述したように W の固溶強化によるものと思われる。これより応力が低下すると約 5 wt% 以上で

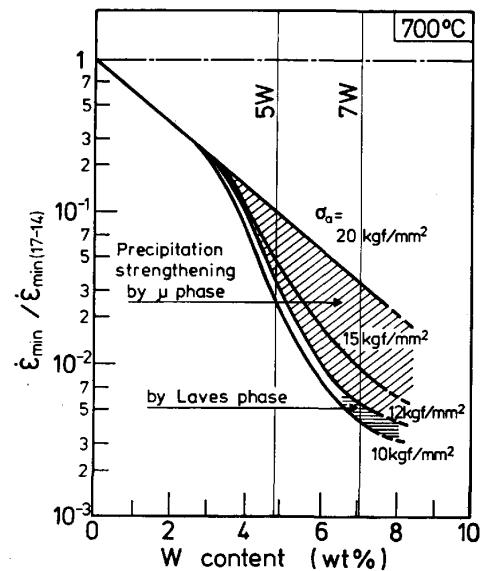


Fig. 9. Estimation for the strengthening effect due to the precipitation of  $\mu$  phase on creep resistance at various stress levels.

クリープ速度は大きく減少し、その減少の程度は応力の低下に伴い著しくなる。また、応力  $12 \text{ kgf/mm}^2$  においては、Fig. 7 で示したように 7W では数十時間で最小のクリープ速度に達する。この時点では粒内析出相はまだ認められないため、この段階までのクリープ速度の激減には  $\mu$  相の粒界析出強化がかなり寄与しているものと思われる。ところで、 $\mu$  相の粒界析出に伴い素地中の固溶 W 量は減少する。そこで、応力  $12 \text{ kgf/mm}^2$  で破断した 5W の  $\gamma$  素地中での W 量を WDX により分析したところ、約 4.7 wt% であり、5W では固溶 W 量の減少はごくわずかであることが確かめられた。したがって、 $\mu$  相の粒界析出強化によるクリープ速度の減少分は Fig. 9 の斜線部にはほぼ対応し、かなり大きいことがわかる。

なお、応力  $10 \text{ kgf/mm}^2$  において、7W では Laves 相の粒内析出に対応した時間域で最小のクリープ速度を示す (Fig. 8) ので、この場合には  $\mu$  相の粒界析出強化に Laves 相の粒内析出強化も加わるものと思われる。

以上の結果より、W を 5 wt% 以上添加した場合に認められるクリープ速度の著しい減少はおもに  $\mu$  相の粒界析出強化に起因することは明らかである。

### 3.5 TCP 相の析出に伴う破断延性の変化

$\mu$  相や Laves 相の析出はクリープ破断延性を劣化させるという報告<sup>14)15)</sup>もあるので、本節では  $\mu$  相の粒界析出及び Laves 相の粒内析出に伴う破断延性の変化について検討する。

5W, 7W 及び 12W のクリープ破断時間に対する破

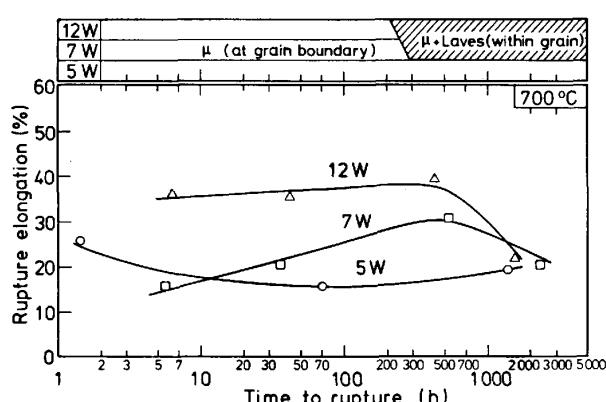


Fig. 10. Change in rupture elongation of 5W, 7W, and 12W with time to rupture at 700°C.

断伸びの変化を Fig. 10 に示す。なお、TCP 相の析出形態の変化 (Fig. 5) の概要についても同図にあわせて示した。5W→7W→12W の順に破断伸びは増加する。また、5W の破断伸びは短時間で大きな値を示すが、長時間側で少しく減少する。一方、7W 及び 12W では約 500 h までは破断伸びが増加するが、500 h を超えると両鋼の破断伸びはともに低下する。これを同図に示した析出形態の変化と比較すると、 $\mu$  相の粒界析出は破断延性をあまり変化させないか、またはやや向上させるが、Laves 相の粒内析出は破断延性を低下させる傾向にあるといえよう。

#### 4. 結 言

本研究では Ni-Cr-W 系合金の高温クリープにおいて、著者らによりすでに明らかにされた  $\alpha_2$ -W 相の粒界析出強化<sup>1)</sup> と同様の効果が、オーステナイト鋼に析出する TCP 相についても期待できるかどうかを検討するため、炭素無添加の 17Cr-14Ni 鋼に W を最高 12 wt% まで添加して、700°C でのクリープ特性を調べ、析出する TCP 相の効果を研究した。その結果、以下の結論が得られた。

(1) 炭素無添加の 17Cr-14Ni 鋼に W を約 12 wt% まで添加すると、700°C でのクリープ破断時間は延長し、最小クリープ速度は減少する。また、両者の変化は高応力側では W 量に対してほぼ直線的であるが、低応力では W 量がある値を超えると両者の変化は大きくなる。

(2) クリープ破断材の組織観察より、W 量が 3 wt% 以下の鋼では析出相は認められず、5 wt% の鋼では破断時間の延長とともに粒界にのみ  $\mu$  相の粒状析出が現れ、7 wt% 以上の鋼では粒界  $\mu$  相のほか、粒内にも針状及び板状の Laves 相が析出する。また、 $\mu$  相の粒界析出

は 700°C 数時間で認められるのに比べ Laves 相の析出は遅く、数百時間を要する。

(3) W を 5 及び 7 wt% 添加した鋼のクリープ速度一時間曲線は高応力では遷移クリープ域でのクリープ速度の減少の程度は小さく、明確な定常クリープ域が認められる。しかし、応力が低下すると  $\mu$  相の粒界析出に伴つてクリープ速度は大きく減少し、定常域はほとんど認められなくなる。また、W を 7 wt% 添加した鋼ではいつたん、ほぼ一定のクリープ速度を示した後、Laves 相の析出に伴つて再度クリープ速度の減少することがある。

(4)  $\mu$  相の粒界析出により破断延性は向上するが、Laves 相の粒内析出は若干の延性低下を招く。

(5) 以上の結果より、炭素無添加の 17Cr-14Ni 鋼に W を 5 wt% 以上添加してクリープ抵抗が大きく向上するのは、 $\mu$  相の粒界析出強化及び Laves 相の粒内析出強化に起因し、前者の効果がとくに大きい。

#### 文 献

- R. TANAKA, M. KIKUCHI, T. MATSUO, S. TAKEDA, H. NISHIKAWA, T. ICHIHARA and M. KAJIHARA: Proc. of the 4th Intern. Sympo. on Superalloys (1980), p. 481 [ASM]
- T. MATSUO, R. TANAKA, T. ICHIHARA and K. OHMURA: Proc. of 3rd JIM Intern. Sympo. on High Temperature Corrosion of Metals and Alloys (1983), p. 577
- 稻積 透, 松尾 孝, 田中良平, 植木正憲: 学振 123 委研究報告, 22 (1981), p. 317
- 植木正憲, 稲積 透, 松尾 孝, 田中良平: 高温学会誌, 10 (1984), p. 126
- B. WEISS and R. STICKLER: Metall. Trans., 3 (1972), p. 851
- J. K. L. LAI: Mater. Sci. Eng., 61 (1983), p. 101
- 田中良平, 篠田隆之: 材料, 21 (1972), p. 198
- 松尾 孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 980
- 太田定雄, 青田健一, 元田高司: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 1031
- H. J. BEATTIE and W. C. HAGEL: Trans. Metall. Soc. AIME, 221 (1961), p. 28
- M. J. DONACHIE and O. H. KRIEGER: J. Mater., 7 (1972), p. 269
- A. MAGNELI and A. WESTGREN: Z. Anorg. Chem., 238 (1938), p. 268
- W. C. HAGEL and H. J. BEATTIE: Trans. ASM, 49 (1957), p. 978
- G. CHEN, X. XIE, K. NI, Z. XU and D. WANG: Proc. of 4th Intern. Sympo. on Superalloys (1980), p. 323 [ASM]
- G. N. MANIAR, D. R. MUZYKA and C. R. WHITNEY: Trans. Metall. Soc. AIME, 245 (1969), p. 701