

討27

32 Ni-20 Cr 鋼の高温疲れにおよぼす雰囲気の影響

新日本製鐵(株)基礎研究所 ○細井 祐三, 榊原 瑞夫
齊藤千代寿

I 緒言

金属材料の機械的性質が雰囲気の影響を受けることは周知の通りであるが近年高温ガス原子炉を循環する冷却材の He ガス (微量のガス不純物を含む) が耐熱合金のクリープ破断特性に複雑な影響を与えることが報告¹⁾されて以来, 各方面で不純物を含む He ガス中での酸化ポテンシャルと材質特性の関係が研究されている^{2)~4)}。しかしながら低酸化ポテンシャルの材質に与える影響は必ずしも明らかでなく, 種々のケースを検討し, 総合的見地から酸化ポテンシャルと材質特性の関係を明らかにし, 装置材料選定の指針を与えることが必要と考えられる。このためには低酸化ポテンシャル下での解析データの充実が必要であり, 本報告はその一つとして 32 Ni-20 Cr-Fe 基耐熱合金を用い, 大気, 高温ガス炉で想定される程度の不純物を含む He ガスおよび約 10^{-5} mm Hg 真空雰囲気での $600^{\circ}\text{C} \sim 900^{\circ}\text{C}$ 高温疲れ寿命におよぼす影響について検討したものである。

II 供試材

Table 1 に供試材の化学成分を示す。A 材は NCF 2 規格鋼であり 10 ton 電気炉溶解, 造塊, 分塊後 15 mm 板厚に圧延したものである。B 材は NCF 2 規格成分から Al および Ti を除いたもので, 50 kg 真空溶解後 15 mm 板厚に圧延したものである。A および B 材ともに $1150^{\circ}\text{C} \times 60$ 分の熱処理を行った。

III 実験方法

Table 1 Chemical composition of alloys tested

Code	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Al	Ti	N
A	0.033	0.41	0.90	0.004	0.003	31.2	21.0	0.44	0.48	0.002
B	0.061	0.20	0.51	0.016	0.003	31.6	20.0	—	—	0.004

Fig 1 に示す試験片を圧延方向に平行に採取した。

Table 2 に高温疲れ試験条件を示す。標点間 20 mm に石英棒

伸び検出端子を接触させ高周波加熱により $600^{\circ}\text{C} \sim 900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ に保定後サーボパルサーを用い,

$1.0 \times 10^{-1} \% / \text{sec}$ のひずみ速度の引張圧縮三角波ひずみ制御試験を行なった。 600°C および 900°C では $\pm 0.5 \%$ で, また 700°C および 800°C では $\pm 0.5 \%$ および $\pm 0.25 \%$ のひずみを与え, 破断までの繰返し数 Nf と破断後の破面の SEM 観察を行なった。 He ガス中の実験は雰囲気チャンバー内を 2×10^{-5} mm Hg に減圧後成分調整した He ガス (不純物成分: 300 ppm H_2 -1 ppm H_2O -100 ppm CO-1 ppm CO_2 -4 ppm CH_4) をポンベから導入置換し, この操作を 2 回繰返し後試験片表面積に対し $200 \text{ cc} / \text{min} / \text{cm}^2$ の流量にて高周波加熱コイルに開けた孔から直接試験片に吹きつけながら行なった。真空中の実験は 2×10^{-5} mm Hg に減圧後試験を開始したが, 実験完了の時点では約 5×10^{-6} mm Hg の真空を示していた。

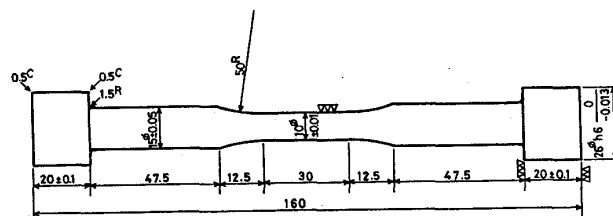


Fig. 1. Size of specimen tested

Table 2 Conditions of tests

Environment	Test Temp. ($^{\circ}\text{C}$)			
	600	700	800	900
Air	○	●	●	○
He gas	○	●	●	○
Vacuum	○	●	●	○

○ tested in strain range of $\pm 0.5 \%$
● tested in strain range of $\pm 0.5 \%$ and $\pm 0.25 \%$

IV 実験結果

Table 3 に試験結果を示す。Fig 2 に A 材の 700°C および 800°C における全ひずみ (ϵ_t) と Nf の関係を示す。

Nf は真空中、特に低ひずみ領域で最も長く、ついで空気中 He ガス中の順であった。また 700°C における Nf は 800°C に おける Nf よりも全体的に長かった。

Table 3 Results of high temperature fatigue (Nf)

	Environ- ment	Total Strain	alloy A				alloy B			
			Test Temp.				Test Temp.			
			600°C	700°C	800°C	900°C	600°C	700°C	800°C	900°C
Nf	Air	1.0%	1500	1060	730	850	1220	460	450	330
		0.5%	—	3980	2600	—	—	3150	2550	—
	He gas	1.0%	1030	800	720	—	920	500	570	560
		0.5%	—	3550	1930	—	—	2390	—	—
	Vacuum	1.0%	2100	1600	1440	—	1200	1110	1040	1080
		0.5%	—	12800	7500	4800	—	10328	—	—

Fig 3 に B 材の 700°C における ϵ_t と Nf の関係を示す。B 材においても A 材と同じく、Nf は真空中で最も長く、He ガス中の低ひずみ側で最も短かった。また B 材の Nf はいずれのひずみ域でも A 材に比較し短かった。

Fig 4 に A 材の $\epsilon_t = 1.0\%$ における Nf と試験温度および雰囲気の影響を示す。いずれの温度でも Nf は真空中で最も長く、ついで空気中、He ガス中の順であった。また温度が高くなるにつれて Nf は低下する。この低下の $1/T$ に対する勾配は 3 種の雰囲気ではほぼ等しかった。

Fig 5 に B 材の $\epsilon_t = 1.0\%$ における Nf と試験温度および雰囲気の影響を示す。空気中および He ガス中の試験の場合 Nf は 600°C で最も長く、700°C で急に低下する。700°C ~ 900°C He ガス中試験の Nf は温度によらずほぼ一定であり、 $1/T$ に対する勾配は最も小さく、ついで真空中の順であった。700°C ~ 900°C 空気中における Nf の $1/T$ に対する勾配は A 材のそれとほぼ同じで、He ガス中および真空中では A 材に比較し小さい。

高温疲れ破断後の破断面の断面組織観察の結果、いずれの試験片でも亀裂は粒内を伝播していた。代表例として A 材の 700°C、 $\epsilon_t = 1.0\%$ における破断部の断面組織を Photo 1 に示す。A および D は空気中、B および E は He ガス中、C および F は真空中試験後の断面組織である。A、B および C は破面部の断面の、また D、E および F は側面の組織を示す。真空中での試験材の側面にはサブ亀裂が認められず、主亀裂のみが発生伝播し、破断にいたっているようである。空気中での試験材の側面には浅いサブ亀裂が認められた。He ガス中での試験材の側面には主亀裂以外に粒界で発生

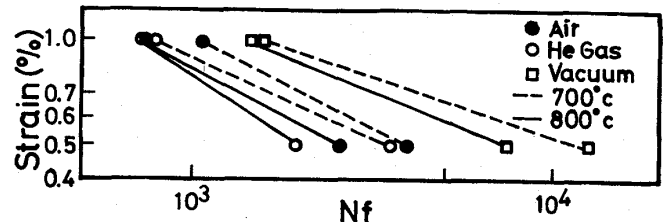


Fig. 2. Relation between ϵ_t and Nf of alloy A tested at 700°C and 800°C.

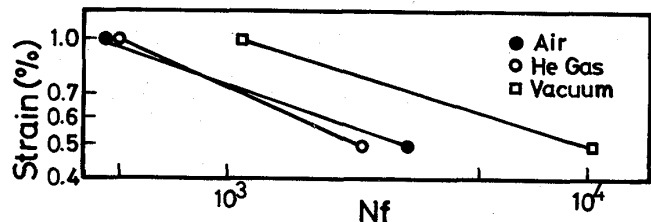


Fig. 3. Relation between ϵ_t and Nf of alloy B tested at 700°C

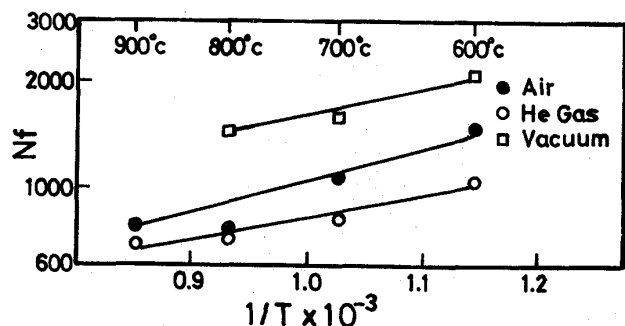


Fig. 4. Relation between Nf and test temperature of alloy A tested under the strain of 1.0 %

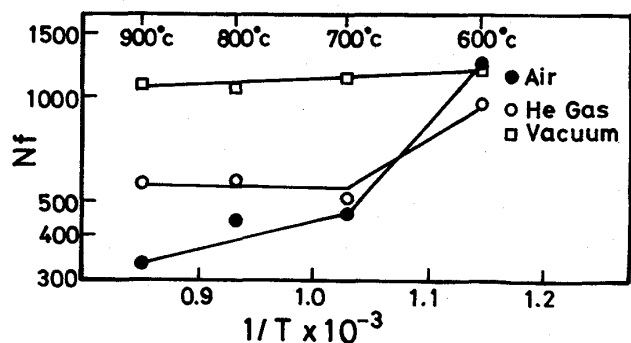


Fig. 5. Relation between Nf and test temperature of alloy B tested under the strain of 1.0 %

し、粒内を伝播したサブ亀裂が認められた。側面におけるこのようなサブ亀裂の発生雰囲気によるかはA材およびB材の各試験温度で破断した試片全てに認められ、そのようすはPhoto 1に代表される通りであった。

Photo 2にA材の700°C, $\epsilon_t = 0.5\%$ での破断面のSEM観察結果を示す。AおよびDは空气中、BおよびEはHeガス中、CおよびFは真空中の破面でA, BおよびCは亀裂発生点の、D, EおよびFは試験片中心部の破面のSEM像である。空气中およびHeガス中での破面の亀裂発生部近くにはStriationが認め難いが、真空中での破面の亀裂発生点には明瞭なStriationが認められた。また破面の中心部にはいずれの雰囲気でも明瞭なStriationが認められた。

Fig 6にA材およびB材の亀裂発生点から2 mm離れた部分のStriation間隔から推定した亀裂伝播速度(dl/dN)*とNfの関係を示す。 dl/dN とNfの間には材料および雰囲気のかんにかかわらず直線的関係が認められ、 dl/dN が小さいものほどNfは長い。

Fig 7にA材の700°C, $\epsilon_t = 0.5\%$ における応力拡大係数(ΔK)とStriation間隔から求めた亀裂伝播速度(dl/dN)の関係を示す。 ΔK が2以上では dl/dN はHeガス中で最も大きく、ついで空气中、真空中の順に小さかった。なお dl/dN は ΔK の増加とともに増加するが、その増加の勾配は3種の雰囲気ではほぼ等しかった。

IV 考 察

32 Ni-20 Cr-Fe 基合金のTi, Al添加(A材)およ

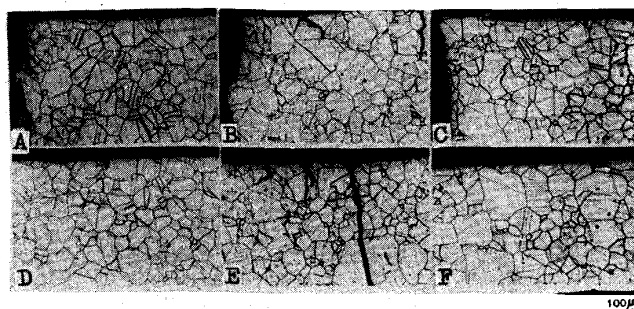


Photo. 1. Micrographs of cross section of specimens ruptured in high temperature fatigue under the strain of 1.0 % at 700°C

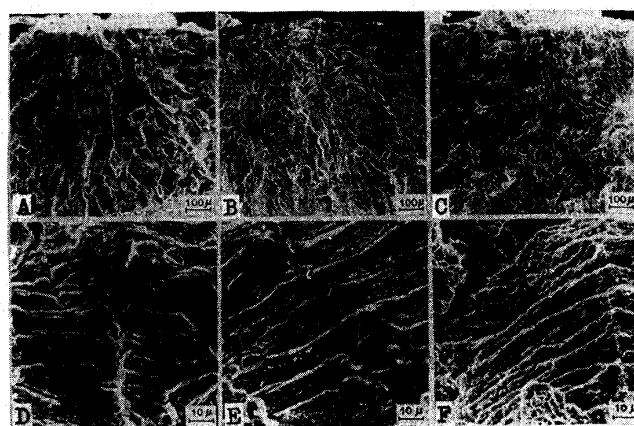


Photo. 2. Secondary electron micrographs of surface of specimens ruptured in high temperature fatigue under the strain of 0.5 % at 700°C

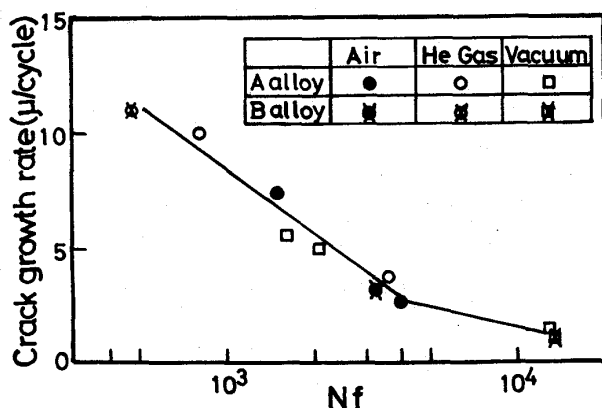


Fig. 6. Relation between crack propagation rate and Nf at various tested conditions of the two alloys

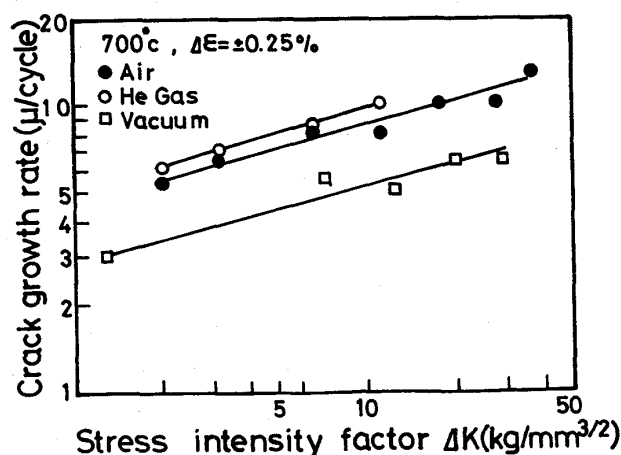


Fig. 7. Relation between stress intensity factor and propagation rate of crack in alloy A

び無添加材 (B材) を用い、600°C ~ 900°C 高温疲れにおよぼす雰囲気 (空気、不純物を含む He ガス、真空) の影響を検討した。A 材において Nf は真空中、空气中、He ガス中の順に前者ほど長い。Nf は $d1/dN$ によって決まり $d1/dN$ が小さいほど長いことが Fig 6 から明らかである。従って前述のように同一ひずみ範囲において Nf に差が生じるのは $d1/dN$ が雰囲気によって影響をうけるからだといえる。ひずみサイクルが一定であれば $d1/dN$ は亀裂先端における切欠の形状および応力集中度に影響されると考えられる。主亀裂の伝播のようすについて Photo 1 に示したサブ亀裂および Photo 2 の SEM 像から推定すると、

- (1) 真空中では Striation の間に Dimple 状の延性破面を呈しており $d1/dN$ が小さいことが組織的に明らかである。
- (2) He ガス中では Striation の間隔が広くかつ脆性破面を呈しており、主亀裂に枝分れは認められない。また亀裂先端は空气中に比較し応力集中の大きい鋭角を示しており $d1/dN$ が大きいものと考えられる。
- (3) 空气中では He ガス中と同じく脆性破面を呈しているが、主亀裂の周りに枝分れが認められ、亀裂先端で応力が分散しているものと考えられる。また亀裂先端も応力集中の小さい鈍角を呈しており、 $d1/dN$ も小さかったものと考えられる。

以上の観察から Fig 7 に示したように ΔK が等しければ $d1/dN$ は He ガス中、空气中、真空中の順で前者ほど大きく、Nf が He ガス中で短いことがうなずける。

A 材と B 材の Nf の温度依存性の差の理由は以上の実験結果からは明らかでなかったが、Ti および Al の有無により、温度依存性が異なることは興味あることで今後の研究課題といえる。

V まとめ

32 Ni-20 Cr-Fe 基合金の Ti, Al 添加材 (A 材) および無添加材 (B 材) を用い、600°C ~ 900°C の高温疲れにおよぼす雰囲気 (空気、不純物を含む He ガス、真空) の影響を検討し次の事が明らかになった。

1. Ti および Al を含まない B 材は A 材に比較し Nf が短かった。
2. Nf は温度が高くなるにつれて短くなる。A 材の Nf の温度による変化の傾向は 3 種の雰囲気ではほぼ等しい。B 材の温度の上昇による Nf の低下は空气中が最も大きかった。B 材の 700°C ~ 900°C においては Nf はほぼ等しく温度による差は認められなかった。
3. A 材の $d1/dN$ は He ガス中、空气中、真空中の順で前者ほど大きかった。
4. Nf は $d1/dN$ で律せられ、 $d1/dN$ が大きいものほど短かった。
5. 真空中試験材は延性破面を呈しており、He ガス中および空气中試験材は脆性破面状を呈していた。また空气中では亀裂先端は鈍角で主亀裂は枝分れしながら伝播していた。He ガス中では亀裂先端は鋭角で主亀裂は枝分れなく伝播していた。この破面伝播の差が $d1/dN$ に差を与えているものと考えられる。
6. Ti および Al の添加効果の冶金学的解明は本実験のみではできなかったが、雰囲気の違いにより温度依存性に差が生じており、これらの差を究明して行くことにより低酸化ポテンシャル下での材質挙動の一因を解明できるものと考えられる。

VI 参考文献

1. R. A. U. Huddle : "Effects of Environments on Material Properties in Nuclear Systems", Inst. Civil Engrs., London P. 17, 203(1971)
2. 新藤, 近藤 : 鉄と鋼, 62(1976), 1540 ~ 1549
3. 武井, 新居 : 日本金属学会誌, 41(1977), 1187 ~ 1193
4. Y. Hosoi, S. Abe : Metallurgical Transactions A 6A(1975), 1171 ~ 1177

* 正確には亀裂伝播速度に比例する値と思われる。