

金材技研 1977

科学技術庁

NO.12

ニエース

金属材料技術研究所

18-8系ステンレス鋼の10万時間クリープ破断強さ

一定の試験温度、試験応力について求められた高温用材料のクリープ破断データを、火力発電や原子炉などの高温構造設計データとして意味のあるものにするためには、得られたデータを内外挿して、任意の温度・時間に対する破断応力値を求める必要がある。クリープ破断データを整理・外挿する方法としては反応速度論に基づいた時間・温度パラメータ(TTP)を用いる曲線のあてはめが広く行われているが、外挿によって得られた結果をチェックするのに十分なクリープ破断データがこれまで非常に限られていたため、どの外挿法が最も精度が良いかは明らかでなかった。

クリープ試験部では多くの種類の国産高温用材料について、約10年以上も前から計画的に長時間クリープ試験を実施し、得られた結果をNRIM CREEP DATA SHEETシリーズとしてNo.24まで順次刊行している。1972年にデータシートNo.4, 5, 6として発刊した18-8系オーステナイト・ステンレス鋼管材304H, 316H, 及び321Hについては、すでに約7万時間を超える破断データが得られつつある。

そこで、これらのデータを用いて次のような統計的手法による整理を試みた。クリープ破断データを各鋼種の各ヒート毎に求め、試験温度と破断時間(対数)で与えられる4種類

のTTPおよびマスター破断曲線を応力(対数)の直交多項式を用いて決定し、この結果から、指定した温度と時間に対する推定破断応力値を算出した。

表は計算結果の一部で、高温構造設計コードで許容応力設定基準の一つである10万時間(約11年半)破断強さの外挿値である。同一鋼種であっても、クリープ破断強さはヒート間でかなりのバラツキを示している。これに対し、4つのTTP法による外挿値間の違いはあまり大きくない。また、一般に、短時間データのみから外挿した場合は、長時間データを含めた場合に比べてより高い応力値を予測する傾向にあり、構造設計の安全上軽視できない問題となる。このことから長時間データの重要性が改めて認識される。

表 18-8系ステンレス鋼、各ヒート毎に推定された650℃10万時間破断応力値のパラメータ法による違い、括弧内は1万時間以下のデータ点数及びそれから推定された応力値(kgf/mm²)

鋼 種	ヒート名	データ 点 数	時間・温度パラメータ*			
			LM	OSD	MH	MB
304H	ABA	36(26)	6.5(7.9)	6.4(7.8)	5.2(7.1)	4.6(7.5)
	ABE	44(28)	7.3(7.7)	7.2(7.5)	6.7(6.6)	6.6(6.5)
	ABN	21(13)	8.2(9.0)	8.1(9.4)	7.4(8.3)	7.2(5.7)
316H	AAB	27(20)	7.6(7.9)	7.5(7.5)	6.8(6.6)	7.2(7.3)
	AAF	40(30)	6.2(6.0)	5.9(5.9)	4.1(3.8)	4.7(4.6)
	AAL	39(22)	8.3(8.5)	8.2(8.3)	8.0(6.9)	8.1(7.9)
321H	ACA	22(14)	8.6(11.1)	8.4(8.5)	8.1(7.9)	7.8(8.1)
	ACG	27(21)	5.1(5.6)	5.1(5.1)	5.1(4.8)	4.7(2.6)
	ACM	27(23)	6.1(7.1)	6.6(6.7)	6.4(6.1)	6.3(6.3)

* LM=Larson-Miller, OSD=Orr-Sherby-Dorn,
MH=Manson-Haferd, MB=Manson-Brown

電子線照射したNi-Ti合金中のボイドの形成

イギリスにおいて高速増殖炉の燃料被覆管として使用されていたステンレス鋼が軽石のように多孔質となって異常な体積増加を示していることが発見されたのは今からちょうど十年前のことである。この体積変化は高温で中性子照射された材料中にボイドあるいは空洞が形成されたことに起因し、それにもよって材料の機械的性質が著しく脆化することからボイド・スウェリングと呼ばれその現象の解明に強い関心が払われている。それ以来、金属材料の放射線損傷に関する研究は理論的および実験的に多くの進展をみせている。最近では、超高压電子顕微鏡内で発生する高エネルギーの電子線を利用して種々の金属材料の照射損傷の研究が可能となり、その成果が再認識されている。それは電顕法による照射実験が照射欠陥の基本的な挙動を直接観察し、解析するために有効であるばかりでなく、将来、実際の原子炉内で起こる現象を実験的に評価、確認しさらに予測できるシミュレーション技術にまで発展することが期待されているからである。

金属物理研究部では金属、合金の照射効果を明らかにするために、500KV電子顕微鏡を利用してアルミニウム、銅およびニッケル合金などの電子線照射による構造変化を調べている。そのなかで析出硬化型Ni-Ti合金の電子線照射効果について述べる。一般にNi基合金は耐スウェリング特性が良好とされ、それは地と整合な準安定析出物 γ' 相の形成に密接に関連していると考えられている。すなわち、 γ' 相と地との整合析出界面がボイドの

形成にあづかる空孔の優先的な消滅場所になると推測されている。Ni-Ti合金の γ' 相の析出形態は非常に特徴的であり、微細な γ' 粒子が周期的に試料全面に分布することが知られている。このような微細析出物が照射中にどのような挙動を示すか興味深い。

写真1はNi-12at%Ti合金の焼入れ試料を500℃で150分照射してえられた組織である。大きさが約80~100nmの立方体の形状をしたボイドが観察される。一方、地には小さな転位ループが存在し、これらは照射によって導入された格子間原子の集合体とみなされる。従来、電子線照射された材料中のボイドの核としては、不純物原子、ガス原子あるいは小さな空孔集合体などが挙げられているが、不明の点が多くその核生成機構については今後の解明がまつれる。これまでの実験結果によると、ボイドの発生は試料の表面状態に敏感に左右される傾向が認められる。さらに照射時間を増すにつれて、ボイドの形状は立方体からくずれて複雑な形状となり、その大きさの評価も困難になる。同時に、ボイド表面に析出が優先的に起こることが観察される。**写真2**には γ' 相を析出させた試料を550℃で30分照射した組織を示す。 γ' 相のコントラストは電子線の回折条件によって**写真2**の左半分には示されるように消えるので、試料を適当に傾斜させながらボイドの分布状態を容易に調べることができる。現在、ボイドの形成における γ' 相の役割を明らかにするために、種々の時効処理をほどこした試料について照射実験を行なっている。

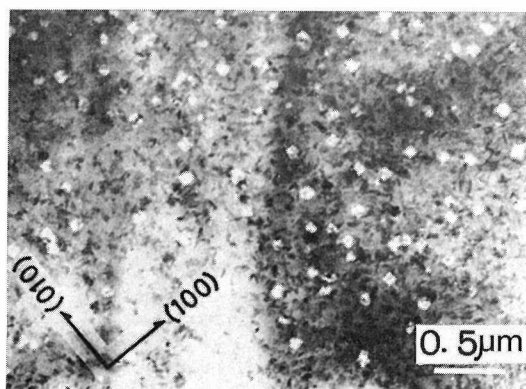


写真1 焼入れしたNi-Ti合金に対する電子線照射効果
500℃で150分照射

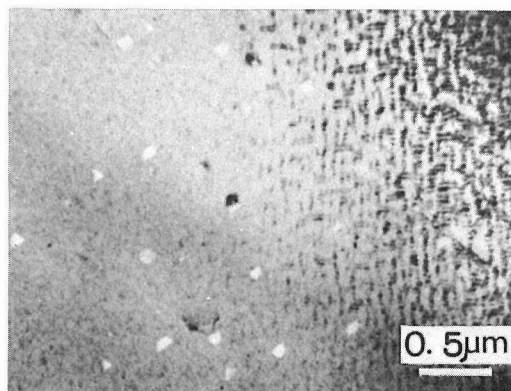
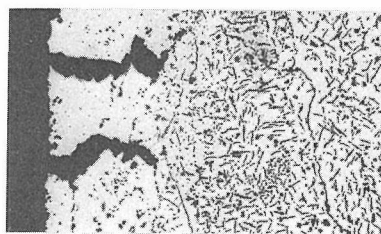


写真2 γ' 相を含むNi-Ti合金に対する電子線照射効果
550℃で30分照射

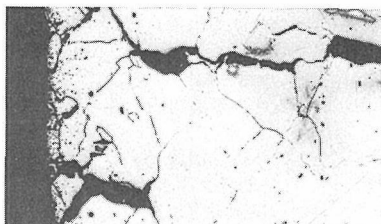
ヘリウム中におけるNi基合金のクリープ挙動

発電用原子炉の一型式として、ヘリウムを冷却材に用いた高温ガス炉(HTR)があり、このHTRを利用して原子力製鉄を行なう試みがある。その方式はHTRの冷却材を1000℃にして、これから熱交換して得られる高温の還元ガスによって鉄鉱石を直接還元しようとするものである。我が国でも昭和48年からナショナルプロジェクトとしてこの方式中で高温熱交換器をはじめとした熱利用系の機器の開発研究が行われている。金材技研においてはこのプロジェクト中で熱交換器用耐熱材料として鉄鋼各社から提案された数種の合金の主にクリープ特性の測定を担当している。鉄鋼材料研究部ではそのうち大気中クリープ破断試験を担当しているが、一方プロジェクトと同一目的に対する合金開発も別の研究として行っており、大気中のクリープ特性は上記各社提案の合金と比較して遜色ないものが開発され、さらにその性能の向上が進められている。しかし、これらの合金に対しても最終的には実際のHTRに近い条件のHe(以下Heと略す)中でのクリープ破断試験を行い評価する必要がある。

この種の雰囲気中での合金の腐食は低酸化ポテンシャル下の成分の選択酸化で特色づけられ、合金側の成分元素の種類および濃度によってはクリープ破断寿命に影響することが充分考えられ、現実到大気中での値に比べ、He中で劣化する例が報告されている。とくにNi基耐熱合金中に、この種の雰囲気中で選択酸化の大きいアルミニウム、チタンを添加したものは破断寿命が低下することが認められている。しかしこれらの報告は合金元素を数多く含有する実用合金に関するものが多く、寿命低下の理由についても必ずしも明確な結論が得られている訳ではない。そこで鉄鋼材料研究部では、実用耐熱合金および当部で開発中の耐熱合金中の添加元素のうちHe中で選択酸化を起し易いと考えられる元素につき、なるべく単純な形で添加した合金を大気中とHe中1000℃で、クリープ破断試験し、He中でのそれぞれの添加元素の挙動と破断寿命との関連につき検討して、合金開発の基礎資料とすることを目的としている。添加元素は主に固溶限内で添加されたが、破断寿命は大気中に比しHe中で劣る場合が多かった。また単独添加ではいずれも有害である元素を複合添加することに



a) 大気中



b) He中
77Ni-20Cr-3Ti合金の大気中およびHe中で、
クリープ破断後の試料の表面クラックの型態

より害を減少させる例もみられた。しかし概してHe中では大気中に較べとくに3次クリープの期間が短くなりその間の試験片の伸びが非常に小さくなる傾向がある。顕微鏡により破断試料の断面を観察すると、クラックはすべて粒界を通っているが、大気中では試料全面に分布し、He中では破断面近傍に大きなクラックが集中する傾向がみられる。またクラックの先端がHe中の場合には、大気中に較べ非常に鋭くなっていると云える(写真参照)。そのためこのクラックがノッチ効果となると考えられている。また大気中でクラックが試料全面に分布する傾向がHe中より強い理由としては、大気中でクラックの先端に形成する酸化クロムを主体とした酸化物がクラックの伝播を抑制する効果を持つらしいといわれている。この現象は試験温度が1000℃程度の試験の場合に多くみられ、見掛け上のクリープ破断寿命を極端に長くするのである。この現象は合金元素の種類や荷重応力の大小などによって程度がかなり異なるが、このような現象の起った場合はHe中での寿命を評価する基準とはならなくなる。つまりHe中で寿命が劣化しているのかどうか明確でない。そのためには雰囲気の影響がないと考えられる真空中で試験を行い基準とする必要がある。

さらに基礎データを多く得、これを検討することによりHe中で使用する耐熱合金開発のための有効な指針となることを期待している。

1977年金材技研ニュース題目一覧

題 目 (部門別)	No.	通巻	題 目 (部門別)	No.	通巻
材料部門			還元鉄鉱粉の熱間圧縮ブリケットの性状	10	226
ニオブの真空中酸化試験	2	218	連続脱ガス法の基礎研究	11	227
フェライト系ステンレス鋼の集合組織	3	219	加工技術部門		
Ni基耐熱合金の新しい改良法	4	220	ろう接継手の強度	1	217
チタン合金の低温加工特性	同		無公害水溶性鋳型	3	219
超強力マルエージ鋼の強靱化	6	222	はんだぜい性について	4	220
$Pr_x Ce_{1-x} Ru_2$ の超電導と磁性	7	223	熱流束のあるジルカロイ-2被覆管の高温流水	5	221
低炭素鋼の機械的性質に及ぼすTiCの影響	8	224	中における耐食性		
バナジウム合金の高純度液体ナトリウム中の腐食	9	225	アーク溶接における熱源特性	6	222
V_3Ga 超電導線材の組織と特性の改善	10	226	表面擦過による再不動態化速度の測定	同	
3元化合物における化学量論組成からのずれの制御	同		昇降温時のステンレス鋼の高温水応力腐食割れ	7	223
マルテンサイト変態と磁区構造	11	227	鋳鉄のチル生成防止に及ぼす鉄鉄接種の効果	9	225
電子線照射によるNi-Ti合金中のボイドの形成	12	228	特許紹介		
ヘリウム中におけるNi基合金のクリープ挙動	同		硫化鉱の乾式処理操業法	2	218
強さ部門			電子ビーム加工における加工状態の探知方法	同	
疲れき裂の開閉挙動の測定	2	218	溶銑の流量調節装置	3	219
管の渦流探傷に用いる内挿形コイルの特性	同		V_3Ga 超電導体の製造法	4	220
12Cr-Mo-W-V鋼及び19-9DL鋼の長時間応力	7	223	集光装置	同	
リラクセーション特性			切削部観察用刃物台	5	221
低応力疲れにおけるマイクロフラクトグラフィ	8	224	超電導体の製造法	8	224
疲れデータシート	11	227	超電導マグネット用合金材	9	225
18-8系ステンレス鋼の10万時間クリープ破断強さ	12	228	構造用合金鋼のガス浸炭窒化法	同	
冶金技術部門			炭素繊維の新しい表面処理法	10	226
ニッケルの凝固時における気孔生成について	1	217	その他		
流動還元により得られた還元鉄の還元率分布について	3	219	新年のごあいさつ	1	217
金属の水素溶解度におよぼす同位体効果の測定	5	221	1976年外国人訪問者一覧	同	
複合脱酸剤による溶鉄の脱酸	同		特許公開発明の紹介	No.3, 6, 11	
還元鉄の連続溶解還元技術	8	224	研究成果の発表	No.4, 10	
フレームレス原子吸光法による耐熱合金中の鉛およびビスマスの定量	9	225	クリープ受託試験の現況	7	223
			特許出願速報	同	
			金材技研ニュース題目一覧	12	228

特 許 出 願 速 報

出願日	出願番号	発 明 の 名 称	出願日	出願番号	発 明 の 名 称
52. 4. 4	37508	電解用フェライト被覆電極及びその製造法	52. 8. 5	94086	電気接点材料
52. 4. 4	37509	ルテニウム又は銀を含む耐食チタン合金	52. 8. 23	100106	非調質高張力鋼
52. 4. 4	37510	銀を添加した多元の耐食チタン合金	52. 9. 22	113377	電解用不溶性合金
52. 4. 20	44437	鋳型の硬化法	52. 9. 22	113378	電解用不溶性合金
52. 4. 20	44438	金属の複合加工法	52. 9. 27	115155	繊維型複合金属の製造法
52. 5. 2	49905	複合加工法による超電導材の製造法	52. 9. 27	115156	溶鋼の連続脱ガス処理装置
52. 8. 5	94085	超塑性金属の複合加工法	52. 9. 29	116123	銑鉄または鋼の連続製造法
			52. 9. 29	116124	溶銑または溶鋼の製造法
			52. 9. 30	116665	異質接合物の製造法

通巻 第228号

編集兼発行人 保 坂 彬 夫
 印刷 株式会社三 興 印刷
 東京都新宿区信濃町12
 電話 東京(03)359-3811(代表)

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

東京都目黒区中目黒2丁目3番12号
 電話 東京(03)719-2271(代表)
 郵便番号 153