

JAERI-M
84-014

多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中
におけるハステロイXおよびハステロイ
XRの高温低サイクル疲労

1984年2月

辻 宏和・近藤 達男

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。

入手の間合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしてください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村 日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Section, Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, -Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1984

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 日立高速印刷株式会社

多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中におけるハステロイ X およびハステロイ XR の高温低サイクル疲労

日本原子力研究所 東海研究所 燃料工学部

辻 宏和・近藤達男

(1984年1月20日受理)

多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中における900℃でのハステロイ X およびハステロイ XR の設計疲労曲線の確立に資するためのデータ取得を目的として、標準的な試験条件下で高温低サイクル疲労試験を行い、次のような結果を得た。

- (1) ハステロイ X とハステロイ XR の不純ヘリウム中高温低サイクル疲労強度に本質的な差はなく、全データ点をManson-Coffinの関係式で整理すると

$$\begin{aligned}\Delta \epsilon_t &= \Delta \epsilon_e + \Delta \epsilon_p \\ &= 0.00228 \cdot N_f^{-0.00732} + 0.447 \cdot N_f^{-0.604}\end{aligned}$$

となる。

- (2) 多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中での高温低サイクル疲労寿命は、本研究の試験条件下では両合金ともに、超高真空中における場合の70%程度であった。
- (3) 破壊モードは、粒内破面および粒界破面の両方が観察されるが、概して、延性ストライエーションを伴う粒内疲労破面の方が支配的である。
- (4) 本研究で取得したデータは、これまでに報告されている類似の条件下でのハステロイ X の疲労データ群と比べると、それらの作るデータバンドのほぼ中央に位置している。

Low-cycle fatigue of Hastelloy X and Hastelloy XR in simulated VHTR helium coolant environment at elevated temperature

Hirokazu TSUJI and Tatsuo KONDO

Department of Fuels and Materials Research, Tokai Research Establishment, JAERI

(Received January 20, 1984)

Strain-controlled low-cycle fatigue tests were conducted on Hastelloy X and its modified version, Hastelloy XR, at 900 °C in the flowing simulated VHTR helium environment. The results of this study provide the following conclusions;

- 1) Hastelloy X and Hastelloy XR exhibited essentially the same low-cycle fatigue characteristics under the given test conditions, where marked difference was observed in the oxidation performance between those materials. The results obtained in the present work were in good accordance with the following equation proposed by Manson and Coffin
$$\Delta\varepsilon_t = \Delta\varepsilon_e + \Delta\varepsilon_p = 0.00228 N_f^{-0.00732} + 0.447 N_f^{-0.604}$$
- 2) The ratio of N_f in impure helium to N_f in 1.3×10^{-6} Pa vacuum were examined, and the results were equally about 0.7 for both materials.
- 3) Both transgranular fracture mode with ductile striations and intergranular fracture mode were recognized in the fracture surfaces, with the former mode being predominant.
- 4) The results obtained in the present work were situated on the line corresponding to the approximate average level of the available fatigue data in literature on Hastelloy X tested under similar test conditions.

Keywords : Fatigue Test at Elevated Temperatures, VHTR, Hastelloy X, Hastelloy XR, Design Fatigue Curves, Helium Coolant

目 次

1. 緒 言	1
2. 実験方法	1
3. 実験結果と考察	2
3.1 多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中における高温低サイクル疲労特性	2
3.2 超高真空中での高温低サイクル疲労試験結果	3
3.3 高温低サイクル疲労試験後の試験片観察および炭素分析	3
3.4 ハステロイ X およびハステロイ XR の設計疲労曲線	4
4. 結 言	4
謝 辞	5
付 録	6
参考文献	11

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental methods	1
3. Results and discussion	2
3.1 Low-cycle fatigue behavior in simulated VHTR helium environment ...	2
3.2 Low-cycle fatigue results in ultra high vacuum	3
3.3 Observations and carbon analysis of the fatigued specimens	3
3.4 Design fatigue curves for Hastelloy X and Hastelloy XR	4
4. Conclusions	4
Acknowledgements	5
Appendix	6
References	11

1. 緒 言

多目的高温ガス炉においては、高温構造用にハステロイXないしはその原子炉用改良合金であるハステロイXR⁽¹⁾を800℃を上まわる温度域で使用することが予定されている⁽²⁾。高温構造設計の観点からみると、既存の高温構造設計コード⁽³⁾⁽⁴⁾に対して、起用材料種においても、また運転温度域においても、その対象範囲を逸脱している。したがって、多目的高温ガス炉の設計および建設を行うに当たり、これらの合金のクリープ特性、高温疲労特性に関し、特に使用環境の影響を含めた詳細な知見と豊富な試験データが要求される。なかでも、高温低サイクル疲労特性に関しては、高温における材料損傷現象のうちの重要な部分を占めているにもかかわらず、現在までに報告されているデータは、国内外を通じて非常に乏しい状態にある⁽²⁾。これは、試験技術の困難さなどの理由からデータ取得が遅れているものと思われる。そこで、多目的高温ガス実験炉の建設に当っては、設計疲労曲線の確立が急務となっている⁽⁵⁾。

本報告は、多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中における900℃でのハステロイXおよびハステロイXRの設計疲労曲線の確立に資するためのデータ取得を目的として、標準的な試験条件下で行った高温低サイクル疲労試験の結果をまとめたものである。

2. 実 験 方 法

供試材料は、Ni基耐熱合金の通常規格内ハステロイXおよびその原子炉用改良合金ハステロイXRで、その化学組成と900℃における機械的性質をそれぞれTable 1とTable 2に示す。試験片は、Fig. 1にその形状を示したような、平行部20mm、標点間距離15mmで、直径10mmの平滑丸棒型試験片である。試験に先立って、標点部を2.5μmまでのダイヤモンドペーストで研磨し、さらに高純度アセトン中での超音波洗浄を施した。試験装置は、高周波誘導加熱装置(15kW, 100kHz)およびヘリウムガスループ直結の雰囲気槽を有する、容量5トンの電気油圧サーボ型疲労試験機である。そのブロック線図をFig. 2に示す。なお、本試験装置の詳細については、既に別に報告した⁽⁶⁾。試験条件は900℃一定、ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 0.1\%/sec$ の完全両振りの軸ひずみ制御疲労試験とした。試験雰囲気は、多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中および $1 \sim 3 \times 10^{-6}$ Paの超高真空中である。ヘリウム中の不純物組成は、同型原子炉の経験をもとにして、Table 3に示すような値に制御しながら、循環式ループで供給した。ここで用いた不純ヘリウムガスは、一般に便宜のため原研B型ヘリウムと呼ばれている標準仕様のものである。ヘリウム流量は、不純物の反応による消耗が試料表面において局所的な不純物組成の割合の変化を生じないように配慮し、毎分2ℓとした。この場合、試験セクションにおける気体のみかけの全量置換時間は約20分となる。

1. 緒 言

多目的高温ガス炉においては、高温構造用にハステロイXないしはその原子炉用改良合金であるハステロイXR⁽¹⁾を800℃を上まわる温度域で使用することが予定されている⁽²⁾。高温構造設計の観点からみると、既存の高温構造設計コード⁽³⁾⁽⁴⁾に対して、起用材料種においても、また運転温度域においても、その対象範囲を逸脱している。したがって、多目的高温ガス炉の設計および建設を行うに当り、これらの合金のクリープ特性、高温疲労特性に関し、特に使用環境の影響を含めた詳細な知見と豊富な試験データが要求される。なかでも、高温低サイクル疲労特性に関しては、高温における材料損傷現象のうちの重要な部分を占めているにもかかわらず、現在までに報告されているデータは、国内外を通じて非常に乏しい状態にある⁽²⁾。これは、試験技術の困難さなどの理由からデータ取得が遅れているものと思われる。そこで、多目的高温ガス実験炉の建設に当っては、設計疲労曲線の確立が急務となっている⁽⁵⁾。

本報告は、多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中における900℃でのハステロイXおよびハステロイXRの設計疲労曲線の確立に資するためのデータ取得を目的として、標準的な試験条件下で行った高温低サイクル疲労試験の結果をまとめたものである。

2. 実 験 方 法

供試材料は、Ni基耐熱合金の通常規格内ハステロイXおよびその原子炉用改良合金ハステロイXRで、その化学組成と900℃における機械的性質をそれぞれTable 1とTable 2に示す。試験片は、Fig.1にその形状を示したような、平行部20mm、標点間距離15mmで、直径10mmの平滑丸棒型試験片である。試験に先立って、標点部を2.5μmまでのダイヤモンドペーストで研磨し、さらに高純度アセトン中での超音波洗浄を施した。試験装置は、高周波誘導加熱装置(15kW, 100kHz)およびヘリウムガスループ直結の雰囲気槽を有する、容量5トンの電気油圧サーボ型疲労試験機である。そのブロック線図をFig.2に示す。なお、本試験装置の詳細については、既に別に報告した⁽⁶⁾。試験条件は900℃一定、ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 0.1\%/sec$ の完全両振りの軸ひずみ制御疲労試験とした。試験雰囲気は、多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中および $1 \sim 3 \times 10^{-6}$ Paの超高真空中である。ヘリウム中の不純物組成は、同型原子炉の経験をもとにして、Table 3に示すような値に制御しながら、循環式ループで供給した。ここで用いた不純ヘリウムガスは、一般に便宜のため原研B型ヘリウムと呼ばれている標準仕様のものである。ヘリウム流量は、不純物の反応による消耗が試料表面において局所的な不純物組成の割合の変化を生じないように配慮し、毎分2ℓとした。この場合、試験セクションにおける気体のみかけの全量置換時間は約20分となる。

3. 実験結果と考察

3.1 多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中における高温低サイクル疲労特性

試験結果の一覧表をまとめてTable 4に示す。破損繰返し数 N_f としては、引張側最大応力が定常値から25%減少時を採用した⁽⁷⁾。この表に示すように、破断位置はいずれも標点間内であり⁽⁸⁾、温度分布の均一性が悪いときに生じるといわれる⁽⁹⁾バルジングやネッキングの不安定変形、および標点外破断は起こらなかった。

Fig.3に、冷却材近似ヘリウム中で得られた全ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_t$ および塑性ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_p$ と破損繰返し数 N_f の関係を示す。なお、塑性ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_p$ としては、 $\frac{1}{2}N_f$ 時のものを採用した。これらのデータをそれぞれの合金に対してManson-Coffinの関係式⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾

$$\begin{aligned}\Delta\epsilon_t &= \Delta\epsilon_e + \Delta\epsilon_p \\ &= AN_f^{-a} + BN_f^{-b}\end{aligned}\quad (1)$$

$\Delta\epsilon_t$: 全ひずみ範囲, $\Delta\epsilon_e$: 弾性ひずみ範囲

$\Delta\epsilon_p$: 塑性ひずみ範囲, N_f : 破損繰返し数

A, a, B, b : 定数

で整理した場合の定数の値をTable 5にまとめて示してある。この関係式を用いて、ASME Code Section III⁽¹²⁾の方法にならって許容応力振幅を試算した結果をTable 6に示す。これらの結果から、本実験条件の範囲内では、ハステロイXとハステロイXRの高温低サイクル疲労強度に本質的な差はないことがわかる。そこで、ハステロイXとハステロイXRの全データを併せて、前記Manson-Coffinの関係式で整理すると、

$$\begin{aligned}\Delta\epsilon_t &= \Delta\epsilon_e + \Delta\epsilon_p \\ &= 0.00228 N_f^{-0.00732} + 0.447 N_f^{-0.604}\end{aligned}\quad (2)$$

となる。(付録参照)

本実験で得られた繰返し応力-ひずみ線図を単純引張の場合のものと併せてFig.4に示す。繰返し応力-ひずみ線図は、各疲労試験における $\frac{1}{2}N_f$ 時のヒステリシスループの最大荷重点を採用することにより求めたものであり、単純引張の場合の応力-ひずみ線図は、各疲労試験における $N=1$ の時のデータの平均値として求めたものである。Fig.5, Fig.6にそれぞれ、 $\frac{1}{2}N_f$ 時におけるヒステリシスループと引張側最大応力の変化の様子を一例としてハステロイXRの $\Delta\epsilon=0.8\%$ の場合で示してある。本実験条件の900℃よりも低温側の実験結果では、ハステロイXの高温低サイクル疲労過程で、顕著な繰返し硬化が生じるといって報告例があるが^{(13)~(15)}、Fig.4およびFig.6によると、ハステロイXおよびハステロイXRのいずれにおいても、わずかな繰返し硬化を示すのみであり、これらの材料は、金属組織的に安定した合金であるといえる。

3.2 超高真空中での高温低サイクル疲労試験結果

冷却材近似ヘリウム環境の影響を抽出するため、参照条件として $1 \sim 3 \times 10^{-6}$ Pa の超高真空中での高温低サイクル疲労試験を行った。その結果を、冷却材近似ヘリウム中での試験結果と併せて Fig. 7 に示す。Fig. 8 は、それぞれの合金につき、二種類の試験環境における疲労寿命の比をとったものである。○印は分子の値（冷却材近似ヘリウム中での疲労寿命）として、Table 5 に示した回帰曲線上の値を採用したものであり、●印は分子の値（冷却材近似ヘリウム中での疲労寿命）として、実際の実験値を採用したものである。これらの結果から、本実験条件の範囲内では、ハステロイ X とハステロイ XR の間には、環境による疲労寿命低下のしかたにおいても本質的な差はなく、いずれも、冷却材近似ヘリウム中における高温低サイクル疲労寿命は、超高真空中における場合の 70% 程度になることがわかる。冷却材近似ヘリウム中における高温低サイクル疲労寿命が、超高真空中における場合よりも、約 30% 程低下しているという事実は、実機の運転条件のような長時間の経年劣化現象として考える時には、一つの問題を提起するものといえよう。すなわち、これらの二合金間の冷却材近似ヘリウムとの両立性には少なからぬ差が認められており、このことが実機の条件下では、大きな健全性の差となって現われてくる可能性もあると考えられる。一般に、より低ひずみ速度条件下での試験や、ひずみ保持の存在する場合には、試験環境の影響を受けやすく、また全体として露出積算時間が長びけば、環境との反応が材料内部の組織変化に波及する時間的余裕が与えられるものと思われるからである。したがって、このような環境強度評価試験においては、ひずみ速度やひずみ保持時間を広い範囲に渡って試験を行うべきことが示唆される。

3.3 高温低サイクル疲労試験後の試験片観察および炭素分析

Fig. 9 ~ Fig. 11 に、それぞれ冷却材近似ヘリウム中での疲労試験後の試験片の外観および断面の写真を示す。両合金とも、高ひずみ範囲の条件下では、破面近傍にはマクロな表面き裂や、き裂の枝分れが観察されるが、低ひずみ範囲の条件下では、そのようなものは観察されず、平坦な破面となっている。

Fig. 12 ~ Fig. 14 に、それぞれ冷却材近似ヘリウム中での疲労試験後の試験片の破面の巨視的写真および微視的写真を示す。両合金とも、破壊モードとしては、粒内破面および粒界破面の両方が観察されるが、概して、延性ストライエーションを伴う粒内疲労破面の方が支配的である。

Fig. 15, Fig. 16 に、疲労試験後の試験片断面の組成像を示す。冷却材近似ヘリウム中での疲労試験後の試験片には、超高真空中でのものよりも炭化物の粒界析出が多い。また、ハステロイ XR よりもハステロイ X の方が、多数の粗大化した炭化物の析出が観察される。

Fig. 17, Fig. 18 に、冷却材近似ヘリウム中および超高真空中での疲労試験後の試験片の炭素分析結果を示す。●印は、破面を含む破面直下の約 1 mm 長さについての平均の含有炭素量、○印は、破面から 4 ~ 7 mm 離れた部分の平均の含有炭素量を示している。本実験に供した合金は、冷却材近似ヘリウム中にさらされると、本実験条件の 900℃ では浸炭を受ける傾向にあ

ることが知られている⁽¹⁶⁾。本研究での結果においても、冷却材近似ヘリウム中でのものは、いずれもわずかながら含有炭素量は増加しており、若干の浸炭が生じたことを示している。また、破面から離れた部分では、破面直下程の浸炭を生じていないことから、き裂が発生するまでは、酸化皮膜の保護性は比較的良好であったと考えられ、クリープ試験における田村らの報告⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾および倉田らの報告⁽¹⁹⁾と統一的な解釈が可能である。さらに、き裂発生後の状態について考えると、木内ら⁽²⁰⁾は、き裂底のようなクレビス先端では、冷却材近似ヘリウム中でNi基耐熱合金に著しい浸炭が生じることを報告している。これは、ここで観察された破面直下でのやや強い浸炭傾向と一致する。

なお、Fig.18からわかるように、超高真空中では、逆に脱炭の傾向を示している。

3.4 ハステロイXおよびハステロイXRの設計疲労曲線

Fig.19は、日本原子力研究所内の高温構造ワーキンググループ⁽²¹⁾がハステロイXの暫定設計疲労曲線として1976年に示した曲線と、本研究で得られたデータを併記したものである。本研究で得られたデータは、安全率を20倍として、この暫定設計疲労曲線の十分な安全側に位置していることがわかる。

これまでに報告されている900℃近辺におけるハステロイXの高温低サイクル疲労試験データ⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾⁽²²⁾⁽²³⁾⁽²⁴⁾と、本研究で得られた結果を併せて示したのがFig.20である。図中の実線は、本研究で得られたハステロイXおよびハステロイXRの全てのデータ点の回帰曲線である(2)式を示している。この図から、本研究で得られたデータは、これまでに報告されている類似の条件下のデータ群の平均的な値を示しているといえる。なお、ハステロイXの高温疲労試験の初期の報告例として比較的良く知られているCarden⁽²⁵⁾らのデータは、試験条件に差があることおよび生データの形で入手できない等の理由でFig.20からは除外してあるが、Fig.20に示したデータ群よりは異常に短寿命のところに位置する。Fig.20を基に、ASME Code⁽⁴⁾の設計疲労曲線作成手順を単純に踏襲すれば、900℃における設計疲労曲線として、上記の暫定設計疲労曲線⁽²¹⁾⁽²⁶⁾よりも、信頼性の高いものを得ることが可能である。また、900℃のみにとどまらず、その他の温度水準における設計疲労曲線作成の作業も急務であるといえる。なお、設計疲労曲線の作成に関しては、別報⁽²⁷⁾に詳述した。

4. 結 言

多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中における900℃でのハステロイXおよびハステロイXRの設計疲労曲線の確立に資するためのデータ取得を目的として、標準的な試験条件下で高温低サイクル疲労試験を行った結果、次のような知見を得た。

- (1) ハステロイXとハステロイXRの不純ヘリウム中高温低サイクル疲労強度に本質的な差はなく、全データ点をManson-Coffinの関係式で整理すると

ることが知られている⁽¹⁶⁾。本研究での結果においても、冷却材近似ヘリウム中でのものは、いずれもわずかながら含有炭素量は増加しており、若干の浸炭が生じたことを示している。また、破面から離れた部分では、破面直下程の浸炭を生じていないことから、き裂が発生するまでは、酸化皮膜の保護性は比較的良好であったと考えられ、クリープ試験における田村らの報告⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾および倉田らの報告⁽¹⁹⁾と統一的な解釈が可能である。さらに、き裂発生後の状態について考えると、木内ら⁽²⁰⁾は、き裂底のようなクレビス先端では、冷却材近似ヘリウム中でNi基耐熱合金に著しい浸炭が生じることを報告している。これは、ここで観察された破面直下でのやや強い浸炭傾向と一致する。

なお、Fig.18からわかるように、超高真空中では、逆に脱炭の傾向を示している。

3.4 ハステロイXおよびハステロイXRの設計疲労曲線

Fig.19は、日本原子力研究所内の高温構造ワーキンググループ⁽²¹⁾がハステロイXの暫定設計疲労曲線として1976年に示した曲線と、本研究で得られたデータを併記したものである。本研究で得られたデータは、安全率を20倍として、この暫定設計疲労曲線の十分な安全側に位置していることがわかる。

これまでに報告されている900℃近辺におけるハステロイXの高温低サイクル疲労試験データ⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾⁽²²⁾⁽²³⁾⁽²⁴⁾と、本研究で得られた結果を併せて示したのがFig.20である。図中の実線は、本研究で得られたハステロイXおよびハステロイXRの全てのデータ点の回帰曲線である(2)式を示している。この図から、本研究で得られたデータは、これまでに報告されている類似の条件下のデータ群の平均的な値を示しているといえる。なお、ハステロイXの高温疲労試験の初期の報告例として比較的良く知られているCarden⁽²⁵⁾らのデータは、試験条件に差があることおよび生データの形で入手できない等の理由でFig.20からは除外してあるが、Fig.20に示したデータ群よりは異常に短寿命のところに位置する。Fig.20を基に、ASME Code⁽⁴⁾の設計疲労曲線作成手順を単純に踏襲すれば、900℃における設計疲労曲線として、上記の暫定設計疲労曲線⁽²¹⁾⁽²⁶⁾よりも、信頼性の高いものを得ることが可能である。また、900℃のみにとどまらず、その他の温度水準における設計疲労曲線作成の作業も急務であるといえる。なお、設計疲労曲線の作成に関しては、別報⁽²⁷⁾に詳述した。

4. 結 言

多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中における900℃でのハステロイXおよびハステロイXRの設計疲労曲線の確立に資するためのデータ取得を目的として、標準的な試験条件下で高温低サイクル疲労試験を行った結果、次のような知見を得た。

- (1) ハステロイXとハステロイXRの不純ヘリウム中高温低サイクル疲労強度に本質的な差はなく、全データ点をManson-Coffinの関係式で整理すると

$$\begin{aligned}\Delta \epsilon_t &= \Delta \epsilon_e + \Delta \epsilon_p \\ &= 0.00228 N_f^{-0.00732} + 0.447 N_f^{-0.604}\end{aligned}$$

となる。

- (2) 多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中での高温低サイクル疲労寿命は、本研究の試験条件下では両合金ともに、超高真空中における場合の70%程度であった。
- (3) 破壊モードは、粒内破面および粒界破面の両方が観察されるが、概して、延性ストライエーションを伴う粒内疲労破面の方が支配的である。
- (4) 本研究で取得したデータは、これまでに報告されている類似の条件下でのハステロイXの疲労データ群と比べると、それらの作るデータバンドのほぼ中央に位置している。

なお、今後の課題として、別の温度水準でのデータの整備、時間依存因子を考慮した設計方法の確立とデータの整備（ひずみ速度効果、ひずみ保持効果、環境効果の機構の解明）等を示唆した。

謝 辞

本研究の遂行にあたり走査型電子顕微鏡観察等で御協力を頂いた材料工学研究室、菊地正彦氏、塚田隆氏に感謝の意を表します。

$$\begin{aligned}\Delta \epsilon_t &= \Delta \epsilon_e + \Delta \epsilon_p \\ &= 0.00228 N_f^{-0.00732} + 0.447 N_f^{-0.604}\end{aligned}$$

となる。

- (2) 多目的高温ガス炉冷却材近似ヘリウム中での高温低サイクル疲労寿命は，本研究の試験条件下では両合金ともに，超高真空中における場合の70%程度であった。
- (3) 破壊モードは，粒内破面および粒界破面の両方が観察されるが，概して，延性ストライエーションを伴う粒内疲労破面の方が支配的である。
- (4) 本研究で取得したデータは，これまでに報告されている類似の条件下でのハステロイXの疲労データ群と比べると，それらの作るデータバンドのほぼ中央に位置している。

なお，今後の課題として，別の温度水準でのデータの整備，時間依存因子を考慮した設計方法の確立とデータの整備（ひずみ速度効果，ひずみ保持効果，環境効果の機構の解明）等を示唆した。

謝 辞

本研究の遂行にあたり走査型電子顕微鏡観察等で御協力を頂いた材料工学研究室，菊地正彦氏，塚田隆氏に感謝の意を表します。

付 録

本研究で行ったようなひずみ制御の低サイクル疲労試験データを，両対数座標（縦軸 $y = \log \Delta \epsilon_t, \log \Delta \epsilon_e, \log \Delta \epsilon_p$ ；横軸 $x = \log N_f$ ）上にプロットして，Manson-Coffin の関係式で表示するための回帰直線を求める場合，次の(a)と(b)の二つの回帰直線が考えられる。

(a) y に関する残差平方和を最小とする回帰直線。すなわち x に対する y の回帰直線。

(b) x に関する残差平方和を最小とする回帰直線。すなわち y に対する x の回帰直線。

上記の二本の回帰直線は一般には一致しない。従来，習慣として(a)の回帰直線を採用している場合が多かったようであるが，疲労試験の物理的意味等を考慮して，最近日本機械学会では(b)の回帰直線を採用するよう推奨した⁽²⁸⁾。ところが，本研究で得られた試験データでは， $\Delta \epsilon_e - N_f$ 関係が水平線に近い状態であったため，(b)の回帰直線は不適切と判断し，本報告書に示した回帰直線（Table 5 および(2)式）はいずれも(a)の回帰直線を採用してある。

ところで，Fig.3 のハステロイ X とハステロイ XR の 2 本の疲労曲線に有意差があるかどうかの客観的判断は以下に示すような有意差検定を行うことによつて下される⁽²⁸⁾。

ここでは，弾性ひずみ範囲 $\Delta \epsilon_e$ および塑性ひずみ範囲 $\Delta \epsilon_p$ と破損繰返し数 N_f の間には，両対数目盛上で直線関係が成立していること，すなわち Manson-Coffin の関係式が成立していることを前提とする。その上で，ハステロイ X とハステロイ XR の回帰直線の間で，

- (i) 等分散
- (ii) 等勾配
- (iii) 等切片

の仮説が順次採択されれば，両者の回帰直線には有意差がなく同等であるとみなせる。

- (i) 等分散の検定

x に対する y の回帰によつて得られる y の分散 σ^2 の推定値は次式で与えられる。

$$\sigma^2 = \frac{1}{n-2} \sum_{i=1}^n \left[y_i - \{ \bar{y} + m(x_i - \bar{x}) \} \right]^2 \quad (3)$$

n ：試験片総数， \bar{x} ： x の平均値， \bar{y} ： y の平均値，

m ： x に対する y の回帰直線の勾配

(3)式によつて，ハステロイ X およびハステロイ XR について， $\Delta \epsilon_e - N_f$ 関係， $\Delta \epsilon_p - N_f$ 関係のそれぞれの分散の推定値を求めると，

◦ $\Delta \epsilon_e - N_f$ 関係

・ハステロイ X

$$\begin{aligned} \sigma^2 &= \frac{1}{2} \sum_{i=1}^4 \left[y_i - \{ -2.6510 - 0.013783 \times (x_i - 3.6222) \} \right]^2 \\ &= 0.0002922 \end{aligned} \quad (4)$$

・ハステロイ XR

$$\begin{aligned}\sigma^2 &= \frac{1}{3} \sum_{i=1}^5 [y_i - \{-2.6811 - 0.004019 \times (x_i - 3.5119)\}]^2 \\ &= 0.001776\end{aligned}\quad (5)$$

○ $\Delta \varepsilon_p - N_f$ 関係

・ハステロイ X

$$\begin{aligned}\sigma^2 &= \frac{1}{2} \sum_{i=1}^4 [y_i - \{-2.5485 - 0.58971 \times (x_i - 3.6222)\}]^2 \\ &= 0.01914\end{aligned}\quad (6)$$

・ハステロイ XR

$$\begin{aligned}\sigma^2 &= \frac{1}{3} \sum_{i=1}^5 [y_i - \{-2.4601 - 0.61610 \times (x_i - 3.5119)\}]^2 \\ &= 0.001571\end{aligned}\quad (7)$$

これらの分散の比

$$F_V = \frac{\sigma^2 (\text{ハステロイ X})}{\sigma^2 (\text{ハステロイ XR})}\quad (8)$$

を求めて、 F_V あるいは $1/F_V$ の大きい方に対して、有意水準を α として、F分布関数値と比較の上、次の(9)式あるいは(10)式が成立すれば、等分散仮説は採択される。

$$F_V < F(n(\text{ハステロイ X}) - 2, n(\text{ハステロイ XR}) - 2; \frac{\alpha}{2})\quad (9)$$

$$\frac{1}{F_V} < F(n(\text{ハステロイ XR}) - 2, n(\text{ハステロイ X}) - 2; \frac{\alpha}{2})\quad (10)$$

(4)~(8)式によって、 $\Delta \varepsilon_e - N_f$ 関係、 $\Delta \varepsilon_p - N_f$ 関係のそれぞれの分散の比を求めて、F分布関数値と比較すると

○ $\Delta \varepsilon_e - N_f$ 関係

$$\frac{1}{F_V} = \frac{0.001776}{0.0002922} = 6.080, \quad F(3, 2; 0.01) = 99.2\quad (11)$$

従って、有意水準 2%で等分散の仮説は採択される。

○ $\Delta \varepsilon_p - N_f$ 関係

$$F_V = \frac{0.01914}{0.001571} = 12.18, \quad F(2, 3; 0.01) = 30.8\quad (12)$$

従って、有意水準 2%で等分散の仮説は採択される。

以上のように、等分散の仮説が採択される場合には、試験 A と試験 B の共通の分散の推定値 σ_1^2 が次式で与えられる。

$$\sigma_1^2 = \frac{(n_A - 2) \sigma_A^2 + (n_B - 2) \sigma_B^2}{n_A + n_B - 4}\quad (13)$$

n_A : 試験 A の試験片総数, n_B : 試験 B の試験片総数,

σ_A^2 : 試験 A の分散, σ_B^2 : 試験 B の分散

(4)~(7)式と(13)式によって、 $\Delta\epsilon_e-N_f$ 関係、 $\Delta\epsilon_p-N_f$ 関係のそれぞれの共通の分散の推定値を求めると

◦ $\Delta\epsilon_e-N_f$ 関係

$$\begin{aligned} \sigma_1^2 &= \frac{2 \times 0.0002922 + 3 \times 0.001776}{5} \\ &= 0.001183 \end{aligned} \quad (14)$$

◦ $\Delta\epsilon_p-N_f$ 関係

$$\begin{aligned} \sigma_1^2 &= \frac{2 \times 0.01914 + 3 \times 0.001571}{5} \\ &= 0.008598 \end{aligned} \quad (15)$$

(ii) 等勾配の検定

等分散の仮説が採択された場合、2本の回帰直線の勾配の差に関する統計量 t は、次式で与えられる。

$$t = |m_A - m_B| / \left\{ \frac{\sigma_1^2}{\sum_{i=1}^{n_A} (x_{A_i} - \bar{x}_A)^2} + \frac{\sigma_1^2}{\sum_{i=1}^{n_B} (x_{B_i} - \bar{x}_B)^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (16)$$

m_A : 試験 A の回帰直線の勾配、 m_B : 試験 B の回帰直線の勾配、 \bar{x}_A : 試験 A の x の平均値、 \bar{x}_B : 試験 B の x の平均値

(14)~(16)式によって、 $\Delta\epsilon_e-N_f$ 関係、 $\Delta\epsilon_p-N_f$ 関係のそれぞれについて t を求めると、

◦ $\Delta\epsilon_e-N_f$ 関係

$$\begin{aligned} t &= \left| -0.013783 + 0.004019 \right| / \left\{ \frac{0.001183}{\sum_{i=1}^4 (x_i - 3.6222)^2} + \frac{0.001183}{\sum_{i=1}^5 (x_i - 3.5119)^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &= 0.2962 \end{aligned} \quad (17)$$

◦ $\Delta\epsilon_p-N_f$ 関係

$$\begin{aligned} t &= \left| -0.58971 + 0.61610 \right| / \left\{ \frac{0.008598}{\sum_{i=1}^4 (x_i - 3.6222)^2} + \frac{0.008598}{\sum_{i=1}^5 (x_i - 3.5119)^2} \right\}^{\frac{1}{2}} \\ &= 0.2970 \end{aligned} \quad (18)$$

2本の回帰直線の勾配の差に関する統計量 t は、 t 分布に従うので、等勾配の仮説は、有意水準を α として、次式が成立すれば採択される。

$$t < t(n_A + n_B - 4, \alpha) \quad (19)$$

(17)(18)式の値を t 分布関数値と比較すると

$$t(5, 0.01) = 4.032 > 0.2962, 0.2970 \quad (20)$$

従って、有意水準 1% で等勾配の仮説は採択される。

等勾配の仮説が採択されると、試験 A、B 共通の勾配の推定値として、重みつきで平均化した値 \bar{m} が次式で与えられる。

$$\bar{m} = \frac{\sum_{i=1}^{n_A} (x_{A_i} - \bar{x}_A)^2 m_A + \sum_{i=1}^{n_B} (x_{B_i} - \bar{x}_B)^2 m_B}{\sum_{i=1}^{n_A} (x_{A_i} - \bar{x}_A)^2 + \sum_{i=1}^{n_B} (x_{B_i} - \bar{x}_B)^2} \quad (21)$$

(21)式によって、 $\Delta \varepsilon_e - N_f$ 関係、 $\Delta \varepsilon_p - N_f$ 関係のそれぞれの共通の勾配の推定値を求める
と

◦ $\Delta \varepsilon_e - N_f$ 関係

$$\bar{m} = \frac{\sum_{i=1}^4 \{(x_i - 3.6222)^2 \times (-0.013783)\} + \sum_{i=1}^5 \{(x_i - 3.5119)^2 \times (-0.004019)\}}{\sum_{i=1}^4 (x_i - 3.6222)^2 + \sum_{i=1}^5 (x_i - 3.5119)^2} \\ = -0.009053 \quad (22)$$

◦ $\Delta \varepsilon_p - N_f$ 関係

$$\bar{m} = \frac{\sum_{i=1}^4 \{(x_i - 3.6222)^2 \times (-0.58971)\} + \sum_{i=1}^5 \{(x_i - 3.5119)^2 \times (-0.61610)\}}{\sum_{i=1}^4 (x_i - 3.6222)^2 + \sum_{i=1}^5 (x_i - 3.5119)^2} \\ = -0.60250 \quad (23)$$

また、共通の分散の新たな推定値 σ_2^2 は次式で与えられる。

$$\sigma_2^2 = \frac{(n_A + n_B - 4) \sigma_1^2 + \sigma_0^2}{n_A + n_B - 3} \quad (24)$$

ここで、 σ_0^2 は勾配の変動による分散への寄与分であり、次式で与えられる。

$$\sigma_0^2 = (m_A - m_B)^2 / \left\{ \frac{1}{\sum_{i=1}^{n_A} (x_{A_i} - \bar{x}_A)^2} + \frac{1}{\sum_{i=1}^{n_B} (x_{B_i} - \bar{x}_B)^2} \right\} \quad (25)$$

(14)(15)(24)(25)式によって、 $\Delta \varepsilon_e - N_f$ 関係、 $\Delta \varepsilon_p - N_f$ 関係のそれぞれの共通の分散の新たな推定値を求めると

◦ $\Delta \varepsilon_e - N_f$ 関係

$$\sigma_0^2 = (-0.013783 + 0.004019)^2 / \left\{ \frac{1}{\sum_{i=1}^4 (x_i - 3.6222)^2} + \frac{1}{\sum_{i=1}^5 (x_i - 3.5119)^2} \right\} \\ = 0.0001038 \quad (26)$$

$$\sigma_2^2 = \frac{5 \times 0.001183 + 0.0001038}{6} \\ = 0.001003 \quad (27)$$

◦ $\Delta \varepsilon_p - N_f$ 関係

$$\sigma_0^2 = (-0.58971 + 0.61610)^2 / \left\{ \frac{1}{\sum_{i=1}^4 (x_i - 3.6222)^2} + \frac{1}{\sum_{i=1}^5 (x_i - 3.5119)^2} \right\} \\ = 0.0007582 \quad (28)$$

$$\begin{aligned}\sigma_2^2 &= \frac{5 \times 0.008598 + 0.0007582}{6} \\ &= 0.007291\end{aligned}\quad (29)$$

(iii) 等切片の検定

等分散，等勾配の仮説が採択された場合，2本の回帰直線の切片の差に関する統計量 t は，次式で与えられる。

$$t = \frac{|(\bar{y}_A - \bar{y}_B) - \bar{m}(\bar{x}_A - \bar{x}_B)|}{\sigma_2 \sqrt{\frac{1}{n_A} + \frac{1}{n_B} + \frac{(\bar{x}_A - \bar{x}_B)^2}{\sum_{i=1}^{n_A} (x_{Ai} - \bar{x}_A)^2 + \sum_{i=1}^{n_B} (x_{Bi} - \bar{x}_B)^2}}}\quad (30)$$

\bar{y}_A : 試験 A の y の平均値， \bar{y}_B : 試験 B の y の平均値

(22)(23)(27)(29)(30)式によって， $\Delta \varepsilon_e - N_f$ 関係， $\Delta \varepsilon_p - N_f$ 関係のそれぞれについて t を求めると

◦ $\Delta \varepsilon_e - N_f$ 関係

$$\begin{aligned}t &= \frac{|(-2.6510 + 2.6811) + 0.009053 \times (3.6222 - 3.5119)|}{\sqrt{0.001003} \times \sqrt{\frac{1}{4} + \frac{1}{5} + \frac{(3.6222 - 3.5119)^2}{\sum_{i=1}^4 (x_i - 3.6222)^2 + \sum_{i=1}^5 (x_i - 3.5119)^2}}} \\ &= 1.4571\end{aligned}\quad (31)$$

◦ $\Delta \varepsilon_p - N_f$ 関係

$$\begin{aligned}t &= \frac{|(-2.5485 + 2.4601) + 0.60250 \times (3.6222 - 3.5119)|}{\sqrt{0.007291} \times \sqrt{\frac{1}{4} + \frac{1}{5} + \frac{(3.6222 - 3.5119)^2}{\sum_{i=1}^4 (x_i - 3.6222)^2 + \sum_{i=1}^5 (x_i - 3.5119)^2}}} \\ &= 0.3824\end{aligned}\quad (32)$$

2本の回帰直線の切片の差に関する統計量 t は， t 分布に従うので，等切片の仮説は，有意水準を α として，次式が成立すれば採択される。

$$t < t(n_A + n_B - 3, \alpha)\quad (33)$$

(31)(32)式の値を t 分布関数値と比較すると

$$t(6, 0.01) = 3.707 > 1.4571, 0.3824\quad (34)$$

従って，有意水準 1% で等切片の仮説は採択される。

以上に示したように，ハステロイ X とハステロイ XR の回帰直線の間で，

(i) 等分散

(ii) 等勾配

(iii) 等切片

の仮説が，全て採択されたので，両者の回帰直線には有意差がなく同等であるとみなせることが客観的に示された。

参考文献

- (1) M. Shindo and T. Kondo ; Proceeding of BNES Conference (Bristol, 1982),
No. 97.
- (2) 日本原子力研究所 多目的高温ガス炉耐熱金属材料検討ワーキンググループ報告書 (1981)
- (3) 通商産業省告示第 501 号「発電用原子力設備に関する構造等の技術基準」(May, 1980).
- (4) ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Case N-47, Class 1 Components in
Elevated Temperature Service, Section III, Division 1 (1978).
- (5) 日本原子力研究所 多目的炉研究会議研究開発専門部会 高温構造設計指針ワーキンググル
ープ報告書 (1982).
- (6) 辻 宏和, 近藤達男; 日本原子力研究所レポート JAERI-M 82-082 (1982).
- (7) 日本材料学会高温強度部門委員会報告「熱疲労共通試験結果報告」; 材料, 24, 258(1975),
254
- (8) JIS Z 2241 (1980).
- (9) 平 修二編「熱応力と熱疲労」(日刊工業新聞社) (1974), 87.
- (10) S. S. Manson ; NACA TN 2933 (1953)
- (11) L. F. Coffin Jr. ; Proceeding of the 4 th Sagamore Conference (1957), 219.
- (12) ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section III, "Rules for Construction
of Nuclear Power Plant Components" (1977).
- (13) J. P. Strizak, C. R. Brinkman and P. L. Rittenhouse ; Proceeding of
IAEA specialists meeting (1981), T1~T15.
- (14) J. P. Strizak, C. R. Brinkman, M. K. Booker and P. L. Rittenhouse ;
ORNL TM 8130 (1982).
- (15) 金尾正雄, 山口弘二, 鈴木直之, 井島 清, 金沢健二; 高温ガス実験炉用ハステロイ XR
の高温疲れ特性に関する研究報告書 (1983).
- (16) 新藤雅美, 塚田 隆, 鈴木富男, 近藤達男; 日本原子力研究所レポート JAERI-M
83-107 (1983).
- (17) 田村 学, 小川 豊, 倉田有司, 近藤達男; 日本原子力研究所レポート JAERI-M
82-032 (1982).
- (18) M. Tamura, Y. Ogawa, H. Tsuji and T. Kondo ; Proceeding of BNES
Conference (Bristol, 1982), No. 101.
- (19) Y. Kurata, Y. Ogawa and T. Kondo ; to be published in Nuclear Technology
Special Issue (1984).
- (20) 木内 清, 近藤達男; 防食技術, 31 (1982), 125.
- (21) 野村末雄, 宇賀丈雄, 宮本喜晟, 武藤 康, 幾島 毅, 古平恒夫, 鈴木道明; 日本原子力
研究所レポート JAERI-M 6396 (1976).
- (22) 清水茂樹, 池本喜和; 材料, 26, 282 (1977), 255.
- (23) 清水茂樹, 池本喜和, 野中 武, 永井耕司; 川崎技報, 69 (1979), 41.

- ②4 日本材料学会；耐熱合金の高温熱疲労に関する共同研究報告書（1977）。
- ②5 A. E. Carden and T. B. Slade；ASTM STP 459（1969），111。
- ②6 古平恒夫，鈴木道明，宇賀丈雄；日本原子力研究所レポート JAERI-M 6213（1975）。
- ②7 西口磯春，武藤 康，辻 宏和；日本原子力研究所レポート JAERI-M 83-224（1983）。
- ②8 日本機械学会；JSME S 002（1981）。

Table 1 Chemical composition of specimen materials (wt%).

	C	Mn	Si	P	S	Cr	Co	Mo	W	Fe	B	Ni	Al	Ti
Hastelloy X	0.07	0.61	0.39	0.012	<0.001	21.26	1.71	8.89	0.57	18.98	<0.001	Bal.		
Hastelloy XR	0.07	0.83	0.32	<0.005	0.006	21.84	0.19	9.06	0.53	18.26	<0.001	Bal.	<0.05	<0.05

Table 2 Mechanical properties of specimen materials at 900°C.

	$\sigma_{0.2}$ MPa	σ_B MPa	Elongation %	Reduction of area %
Hastelloy X	171	206	98.5	85.6
Hastelloy XR	172	212	96.2	83.6

Table 3 Impurity levels in the test environment (μatm).

H_2	H_2O	CO	CO_2	CH_4
200 - 210	0.8 - 1.2	100 - 110	2 - 3	5 - 6

Table 4 Test results of low-cycle fatigue.

Material	Specimen number	Environment	Total strain range $\Delta\epsilon$, %	Plastic strain range $\Delta\epsilon_p$, %	Number of cycles to failure, N_f	Position of fracture *
Hastelloy X	1	JAERI-B He	0.80	0.580	1899	B
	2	JAERI-B He	0.40	0.167	5590	A
	3	JAERI-B He	1.20	0.971	512	B
	4	JAERI-B He	0.28	0.068	56701	A
	5	Vacuum	0.40	0.175	15947	A
	6	Vacuum	0.80	0.601	1749	A
Hastelloy XR	1	JAERI-B He	0.80	0.617	1326	B
	2	JAERI-B He	0.40	0.182	9978	A
	3	JAERI-B He	1.20	0.983	511	A
	4	JAERI-B He	0.28	0.079	32238	A
	5	JAERI-B He	0.80	0.574	1664	A
	6	Vacuum	0.40	0.210	9591	A
	7	Vacuum	0.40	0.210	15252	A
	8	Vacuum	0.80	0.581	2832	A

* JIS Z 2241

Table 5 Values of constants and exponents describing the best fit fatigue curves.

	$\Delta\epsilon_t = AN_f^{-a} + BN_f^{-b}$			
	A	a	B	b
Hastelloy X	0.00251	0.0138	0.387	0.590
Hastelloy XR	0.00215	0.00402	0.505	0.616

Table 6 Allowable stress amplitude (S_a , MPa).

	Strain cycles	
	10^4	5×10^4
Hastelloy X	136	98
Hastelloy XR	134	95

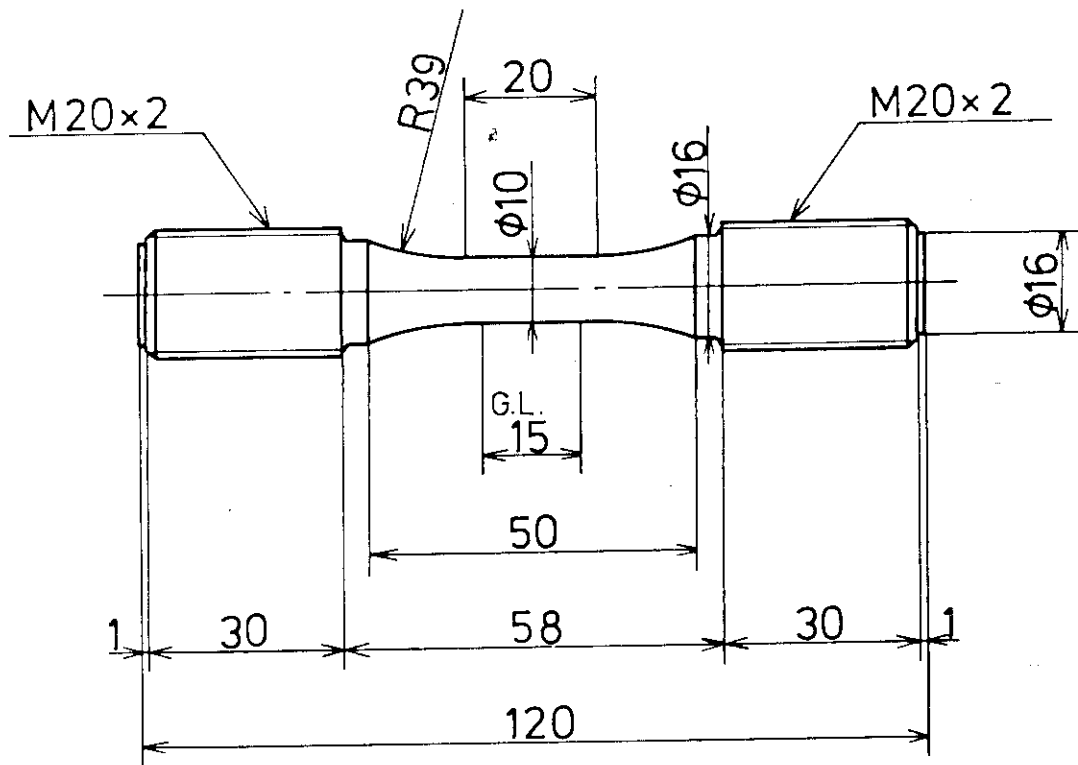


Fig.1 Geometry of specimen (unit;mm).

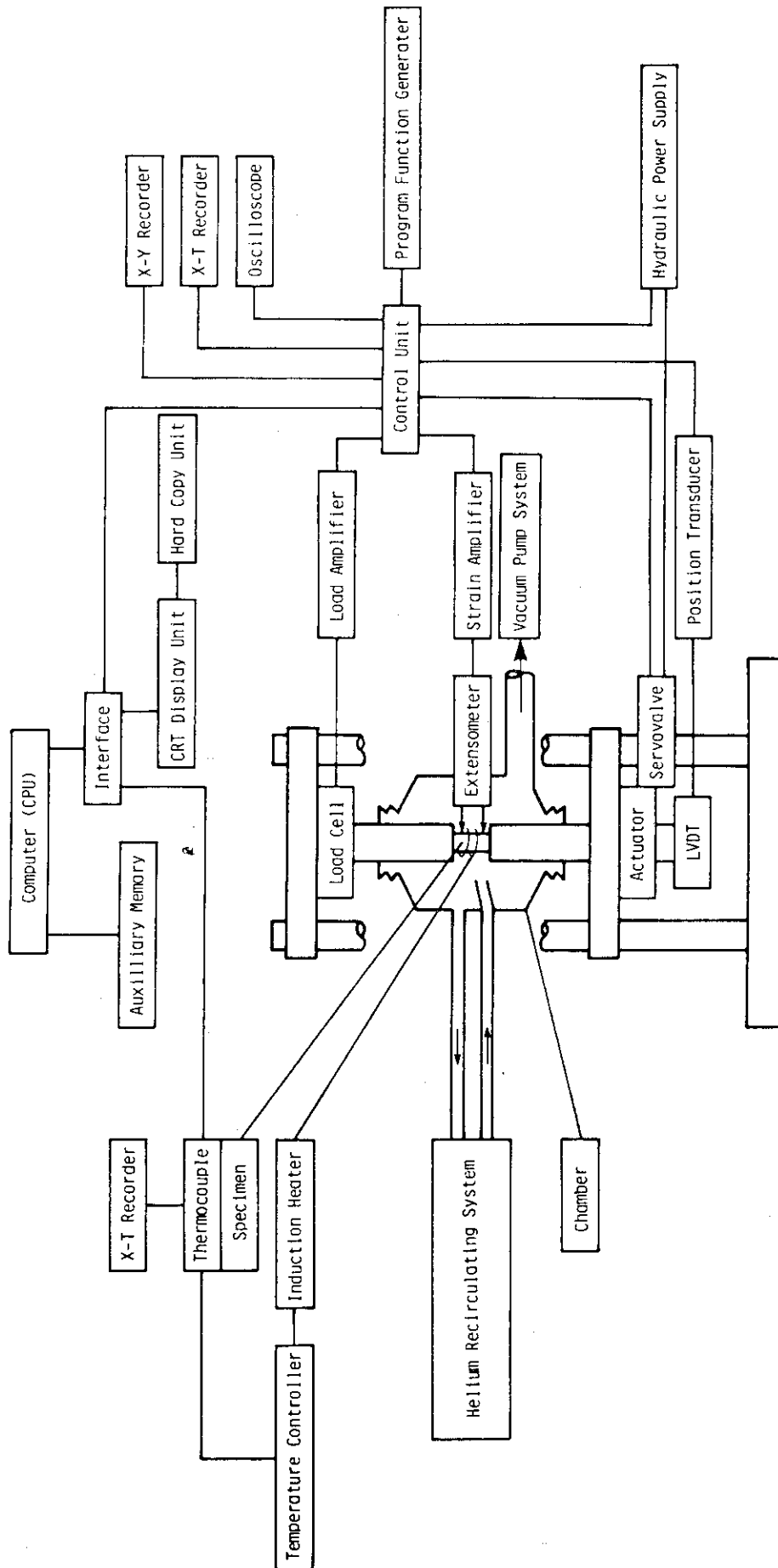


Fig.2 Block diagram of the fatigue test apparatus.

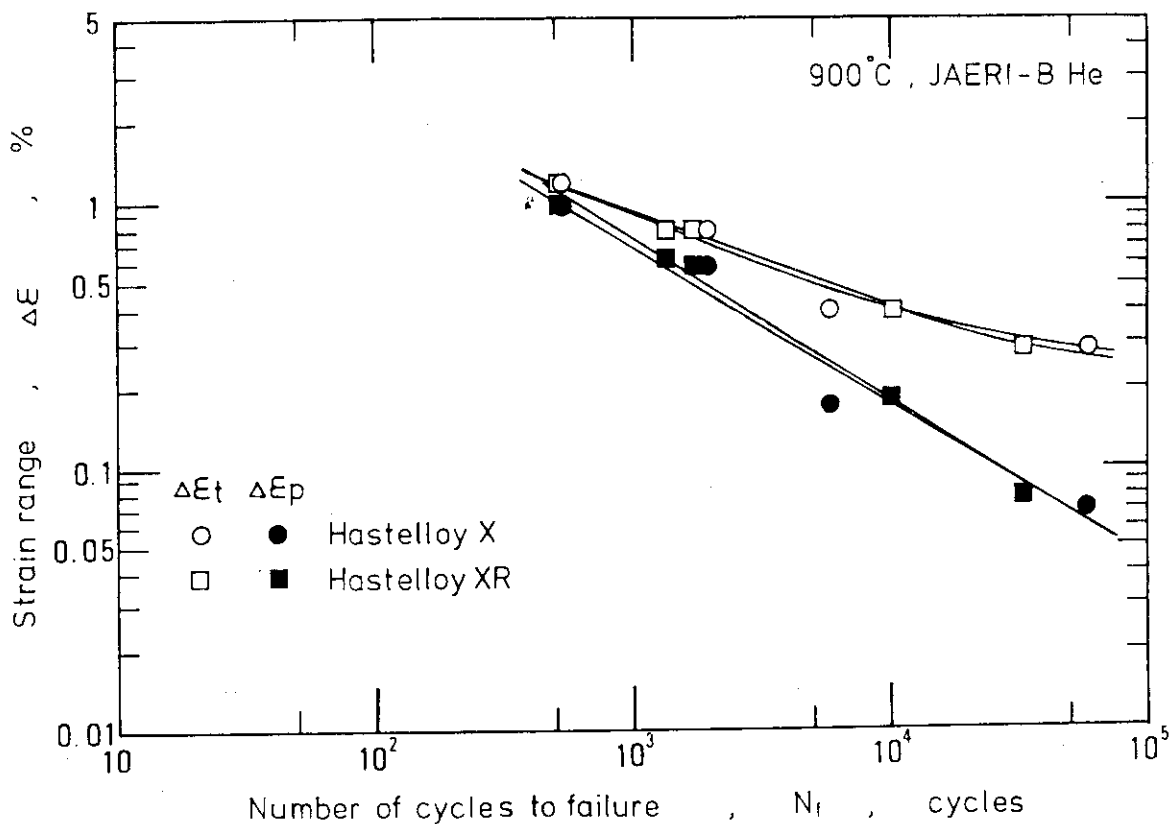


Fig.3 Summary results of low-cycle fatigue tests in JAERI-type B helium.

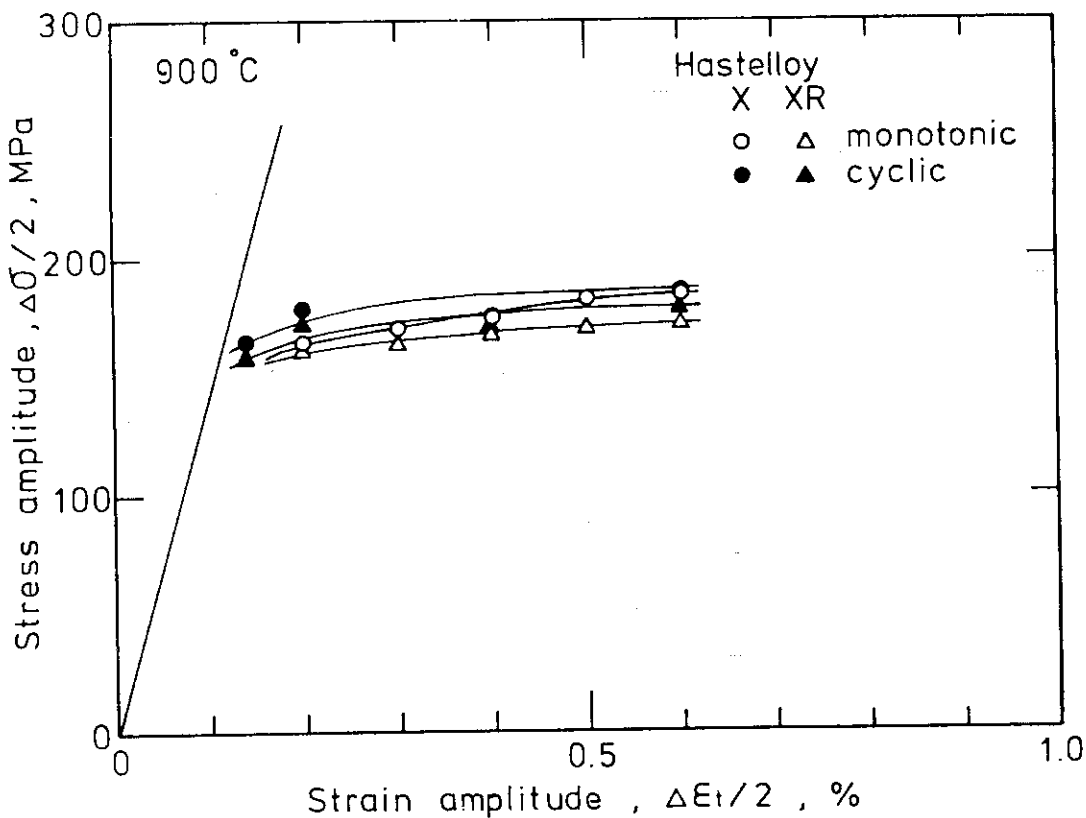


Fig.4 Cyclic and monotonic stress-strain curves.

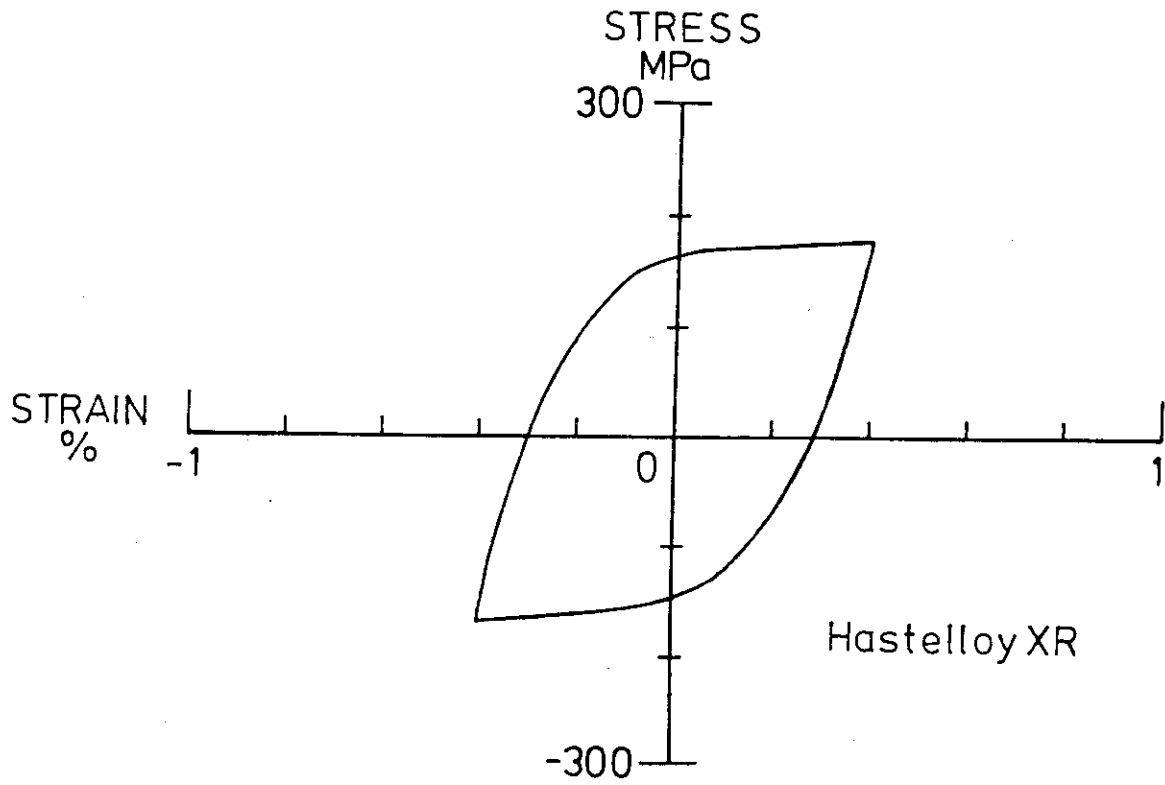


Fig.5 Recorded hysteresis loop during fatigue test.

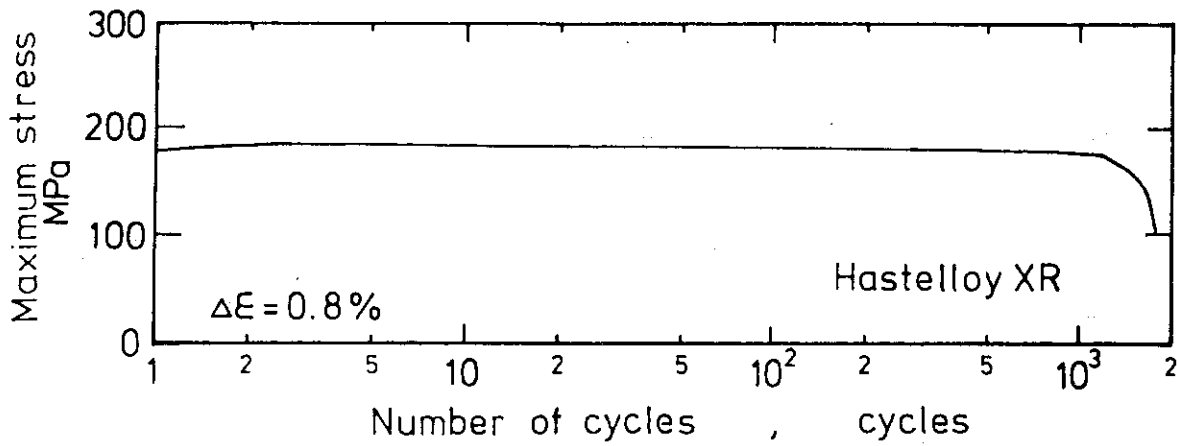


Fig.6 Stress response during low-cycle fatigue test.

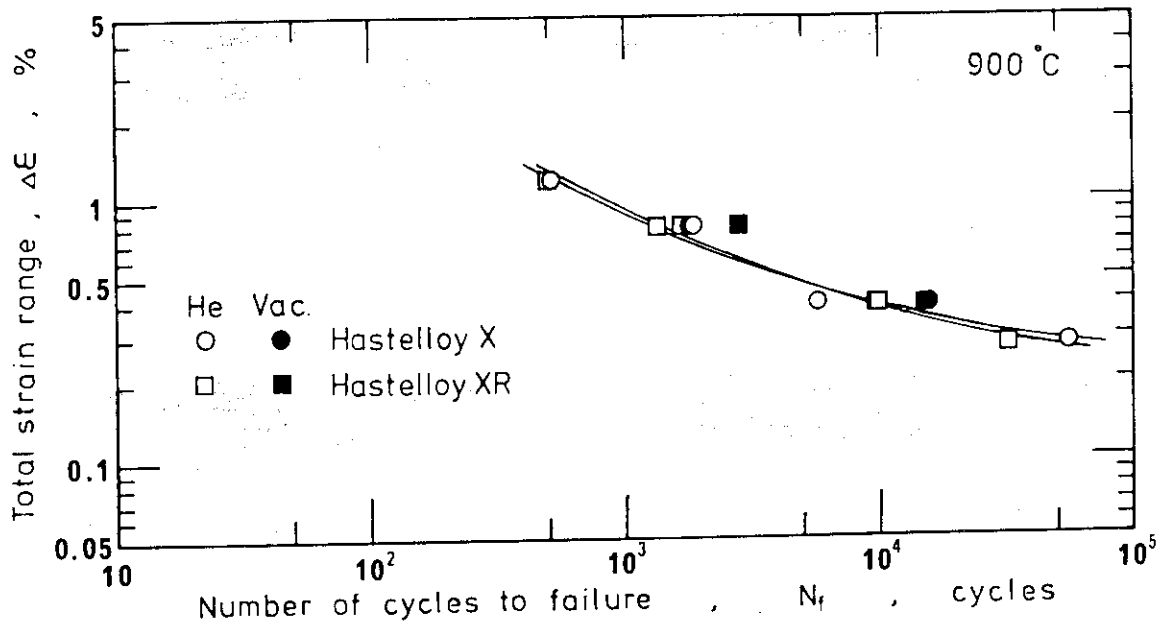


Fig.7 Summary results of low-cycle fatigue tests in JAERI-type B helium and $1\sim 3 \times 10^{-6}$ Pa vacuum.

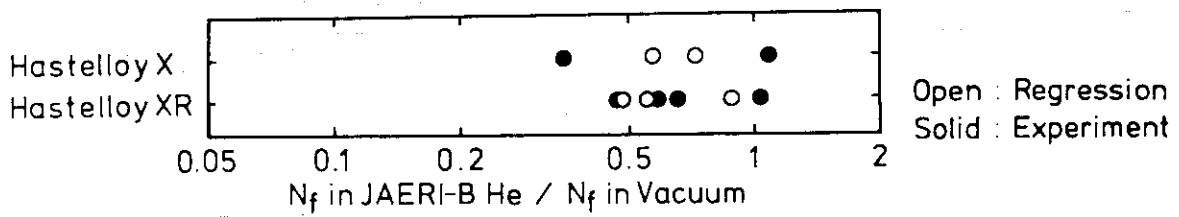


Fig.8 The effects of impure helium environment on low-cycle fatigue strength of the alloys expressed in terms of the ratio to the results in $1\sim 3 \times 10^{-6}$ Pa vacuum.

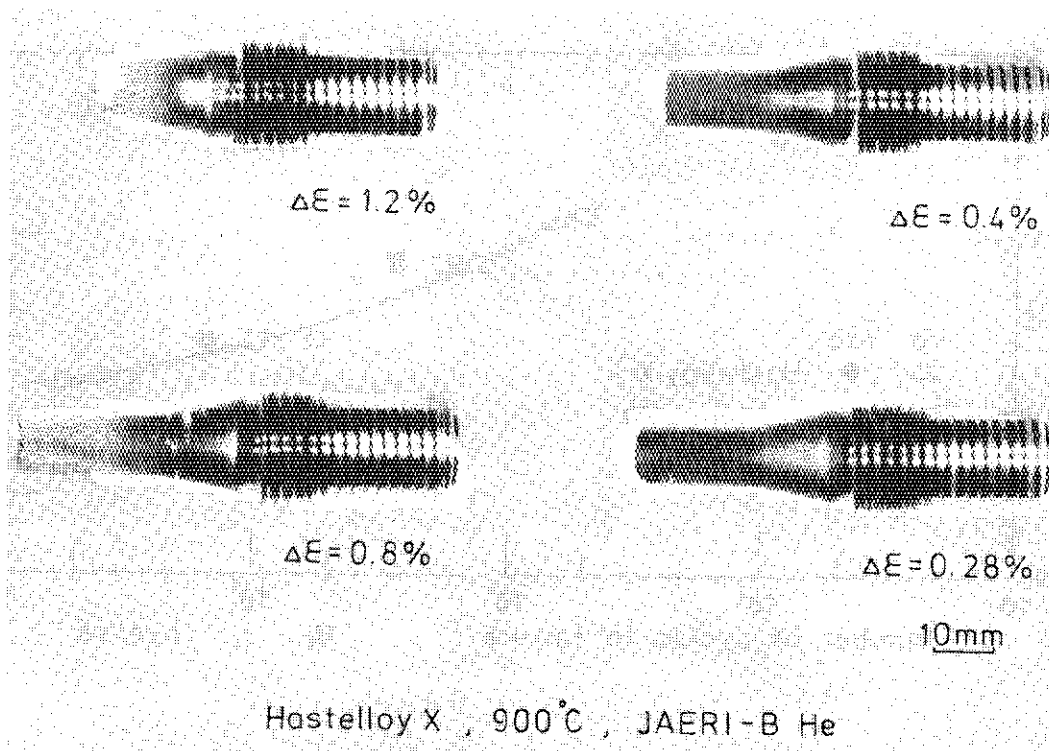


Fig.9 Typical appearance of the fatigued specimens in impure helium (Hastelloy X).

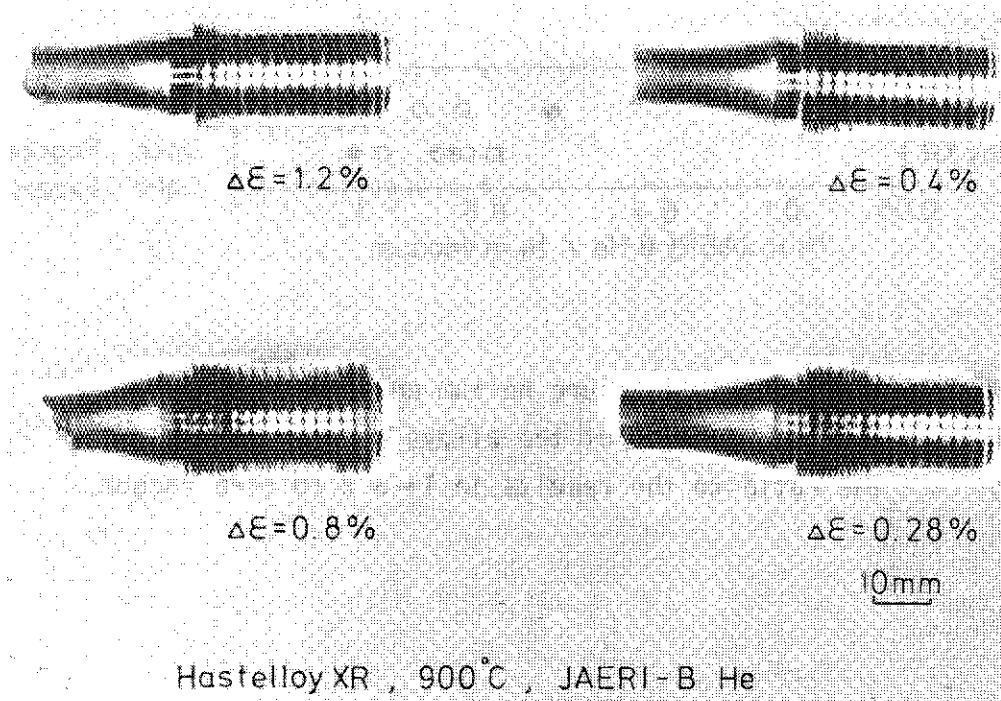


Fig.10 Typical appearance of the fatigued specimens in impure helium (Hastelloy XR).

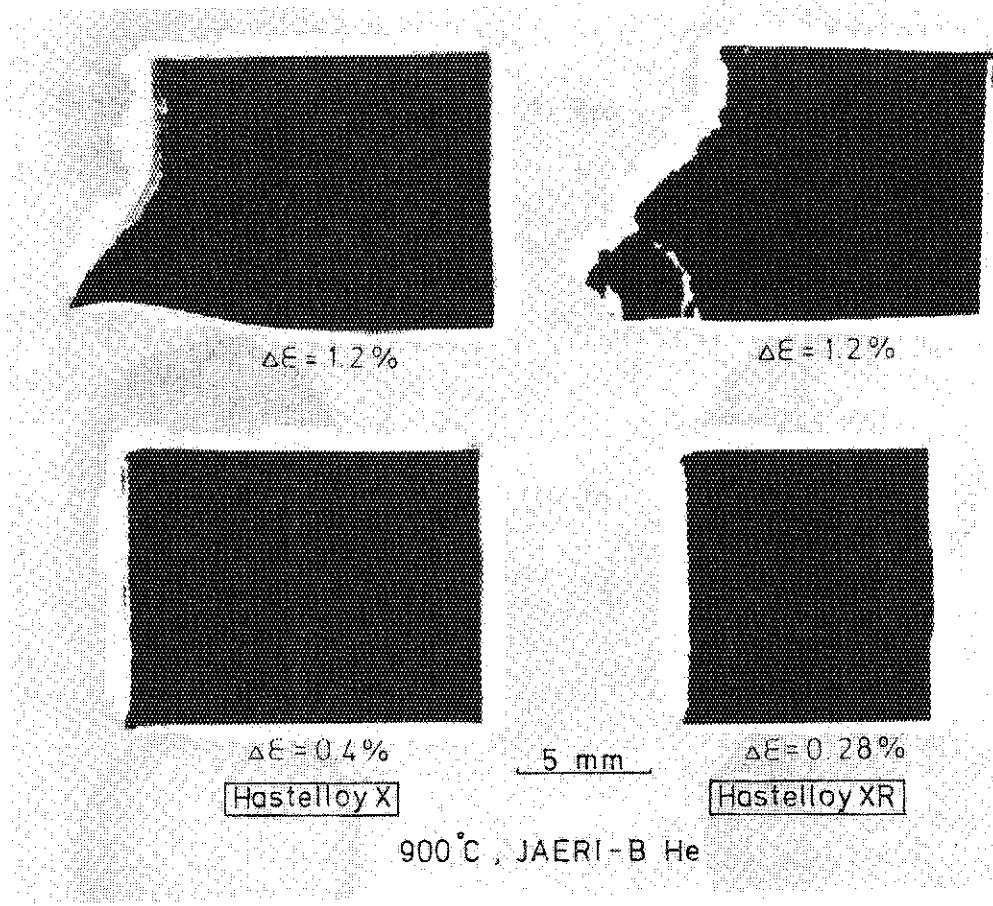


Fig.11 The cross-sectional views of the near-fracture regions after low-cycle fatigue tests in impure helium.

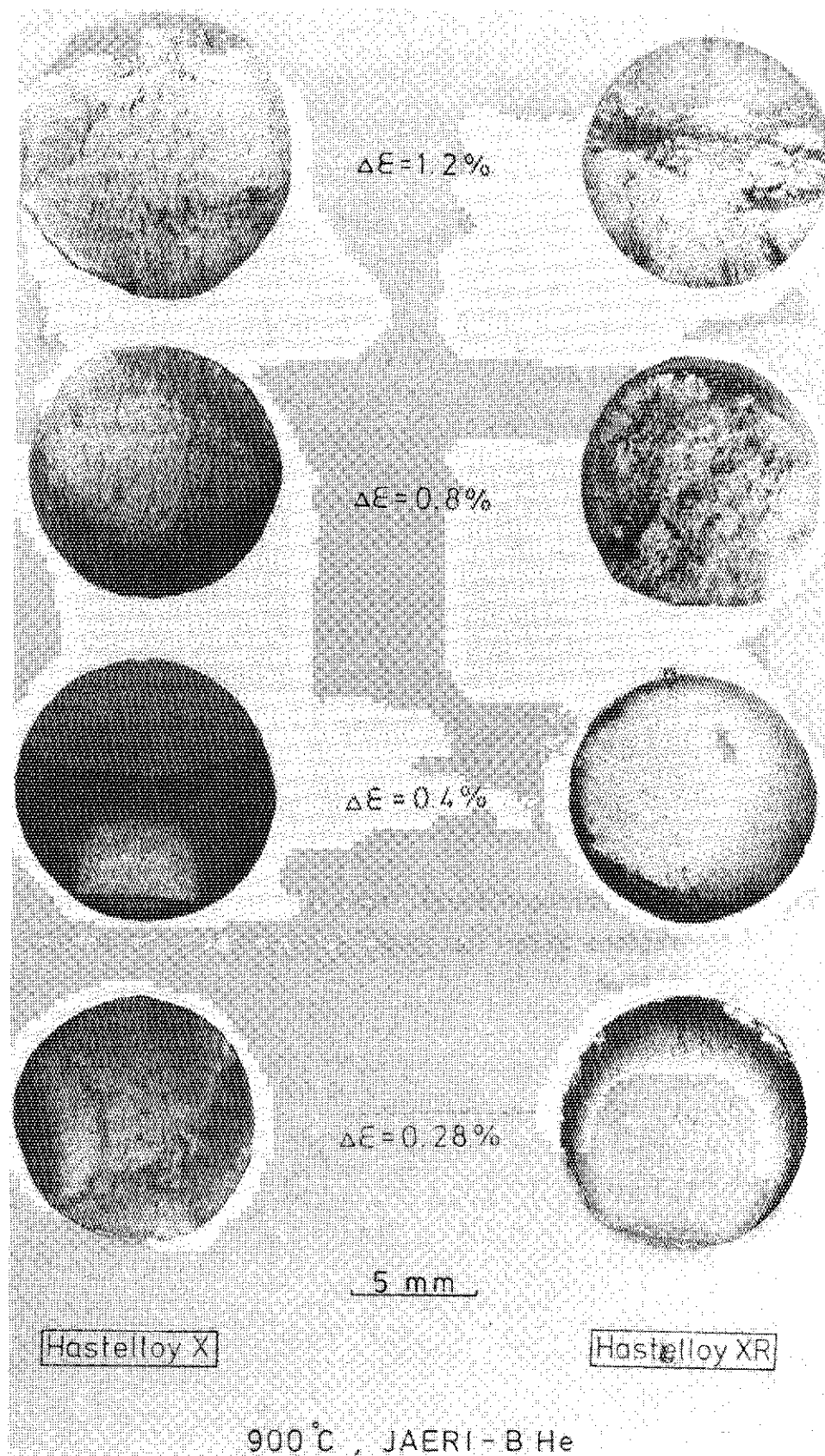


Fig.12 Fractographical features after fatigue tests in impure helium.

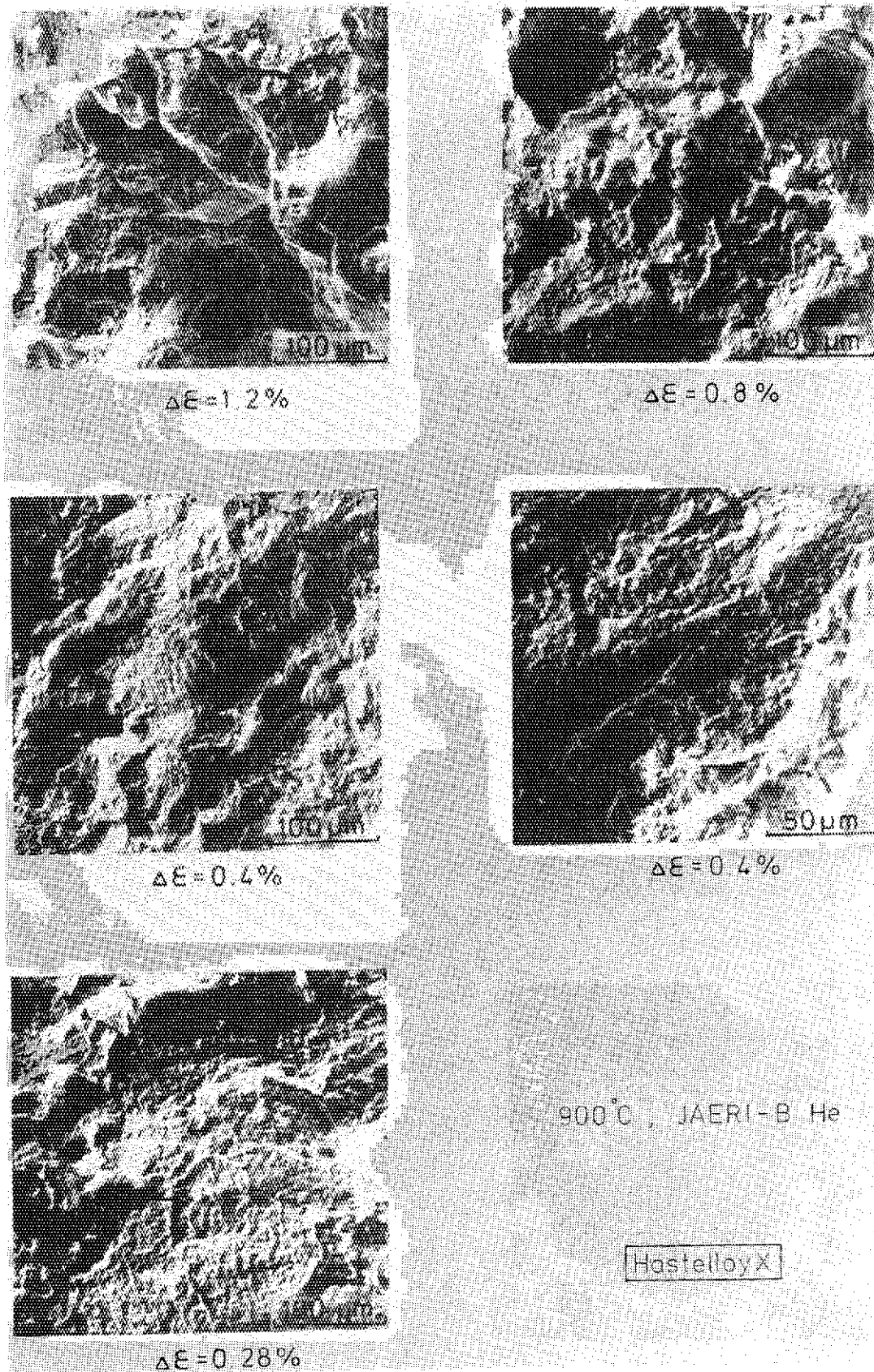


Fig.13 Scanning electron micrographs of typical fracture surfaces (Hastelloy X).

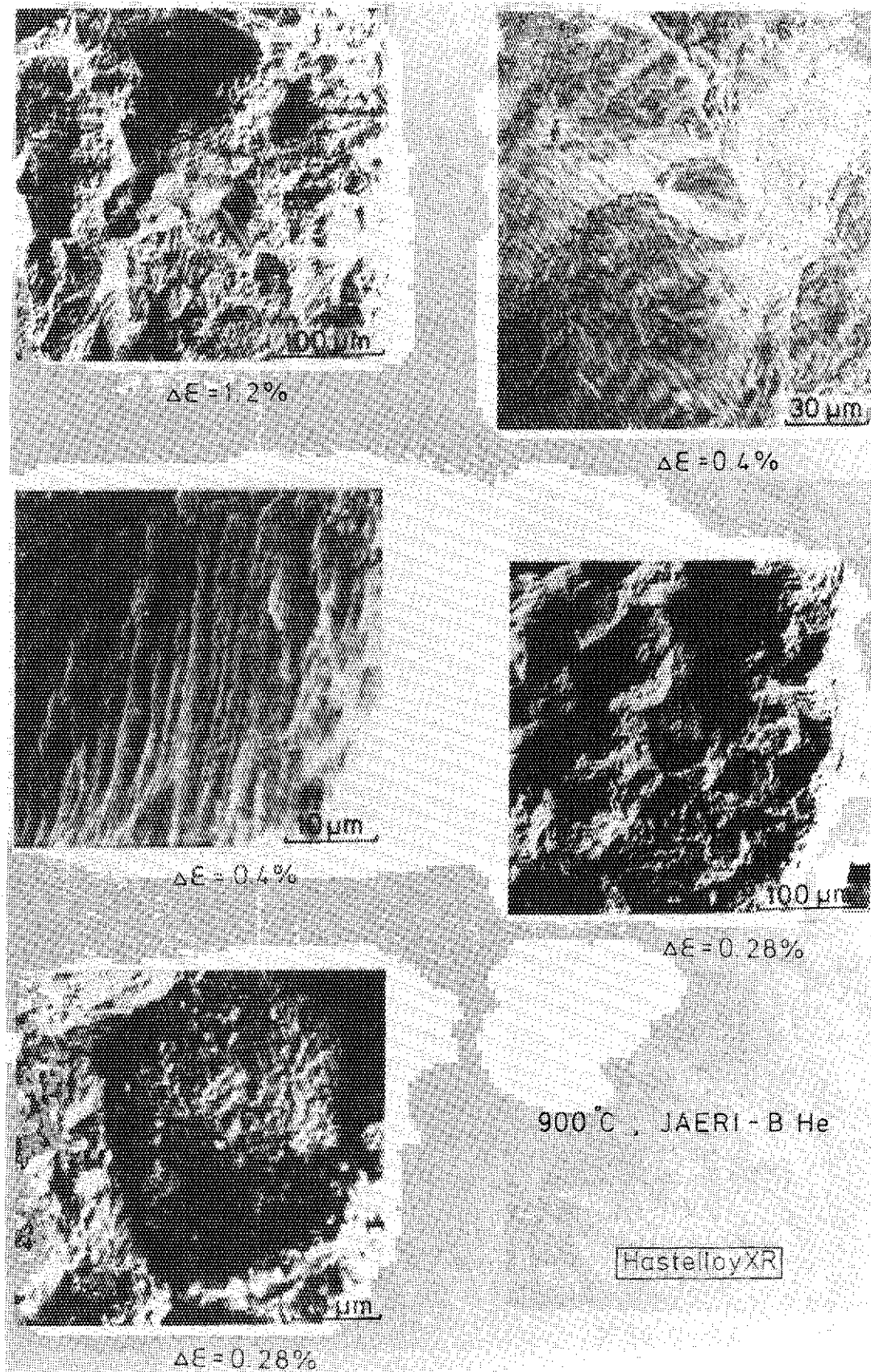


Fig.14 Scanning electron micrographs of typical fracture surfaces (Hastelloy XR).

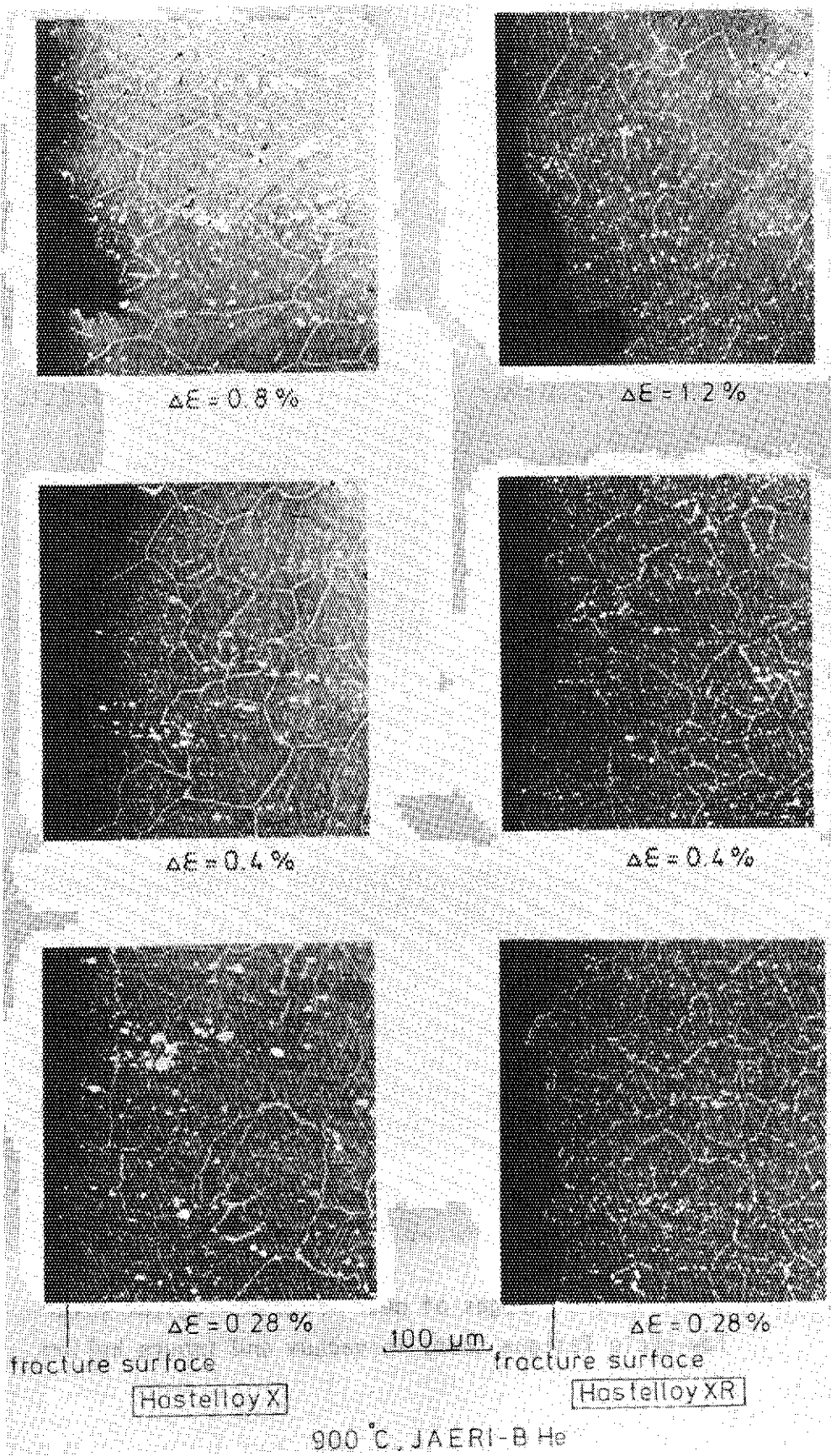


Fig.15 Compositional images of near fracture regions after low-cycle fatigue tests in impure helium.

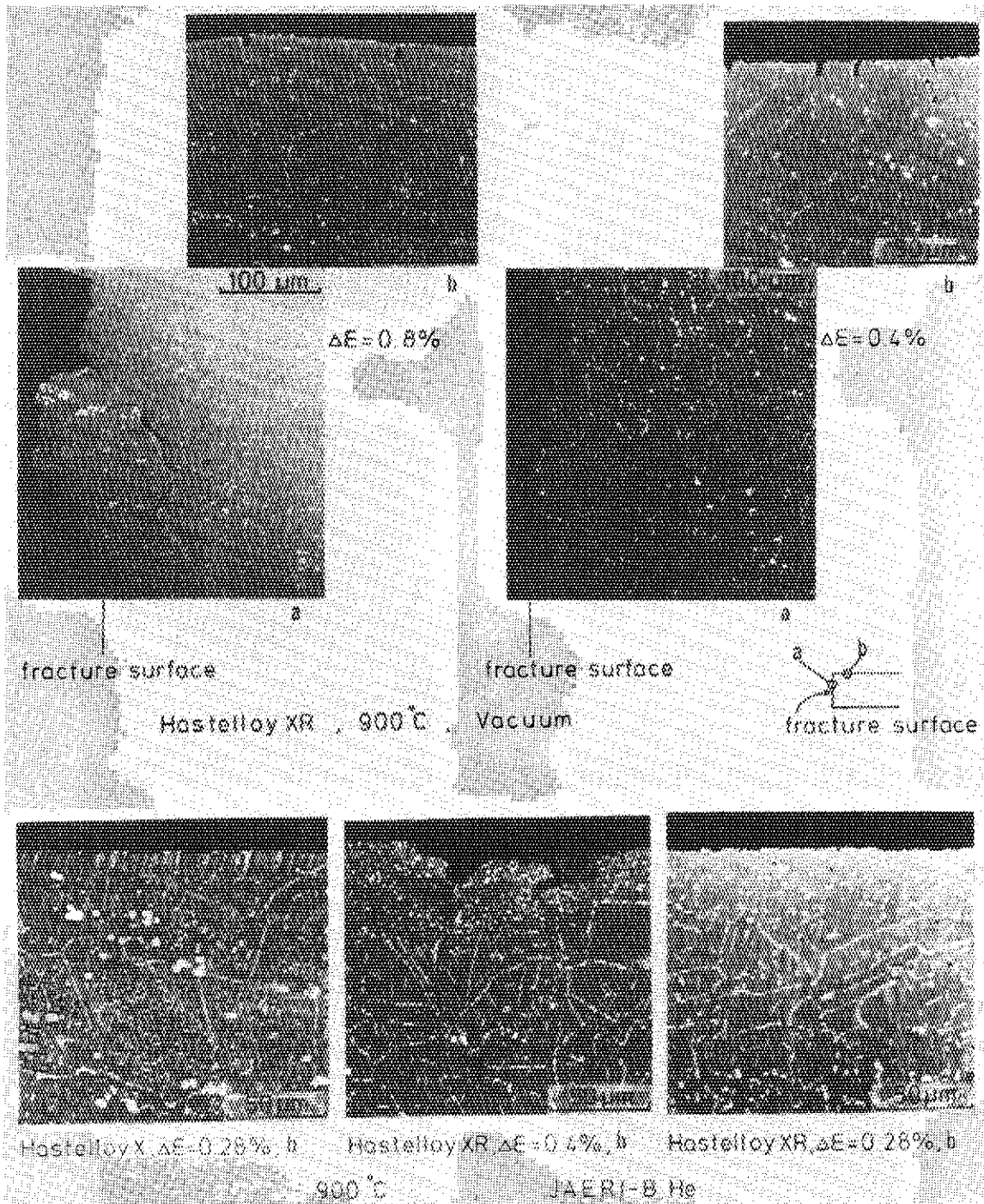


Fig.16 Compositional images of near fracture regions after low-cycle fatigue tests in vacuum and impure helium.

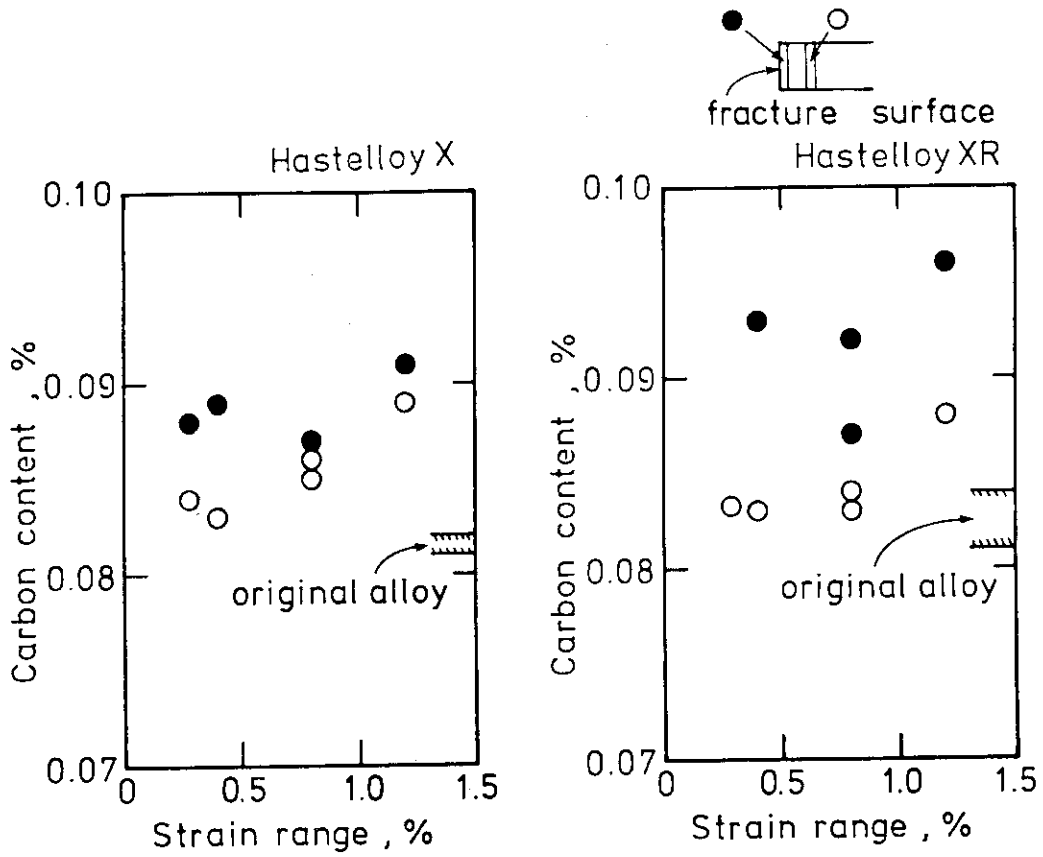


Fig.17 Changes in bulk carbon content of the fatigued specimens in impure helium.

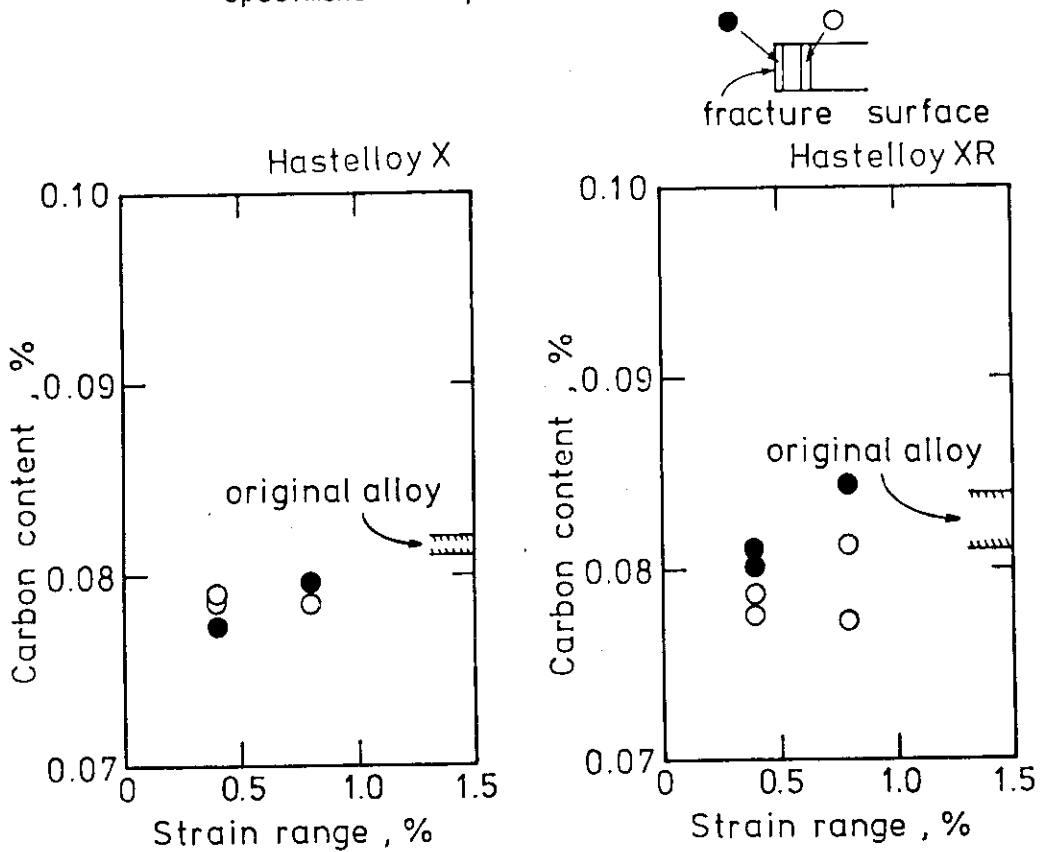


Fig.18 Changes in bulk carbon content of the fatigued specimens in vacuum.

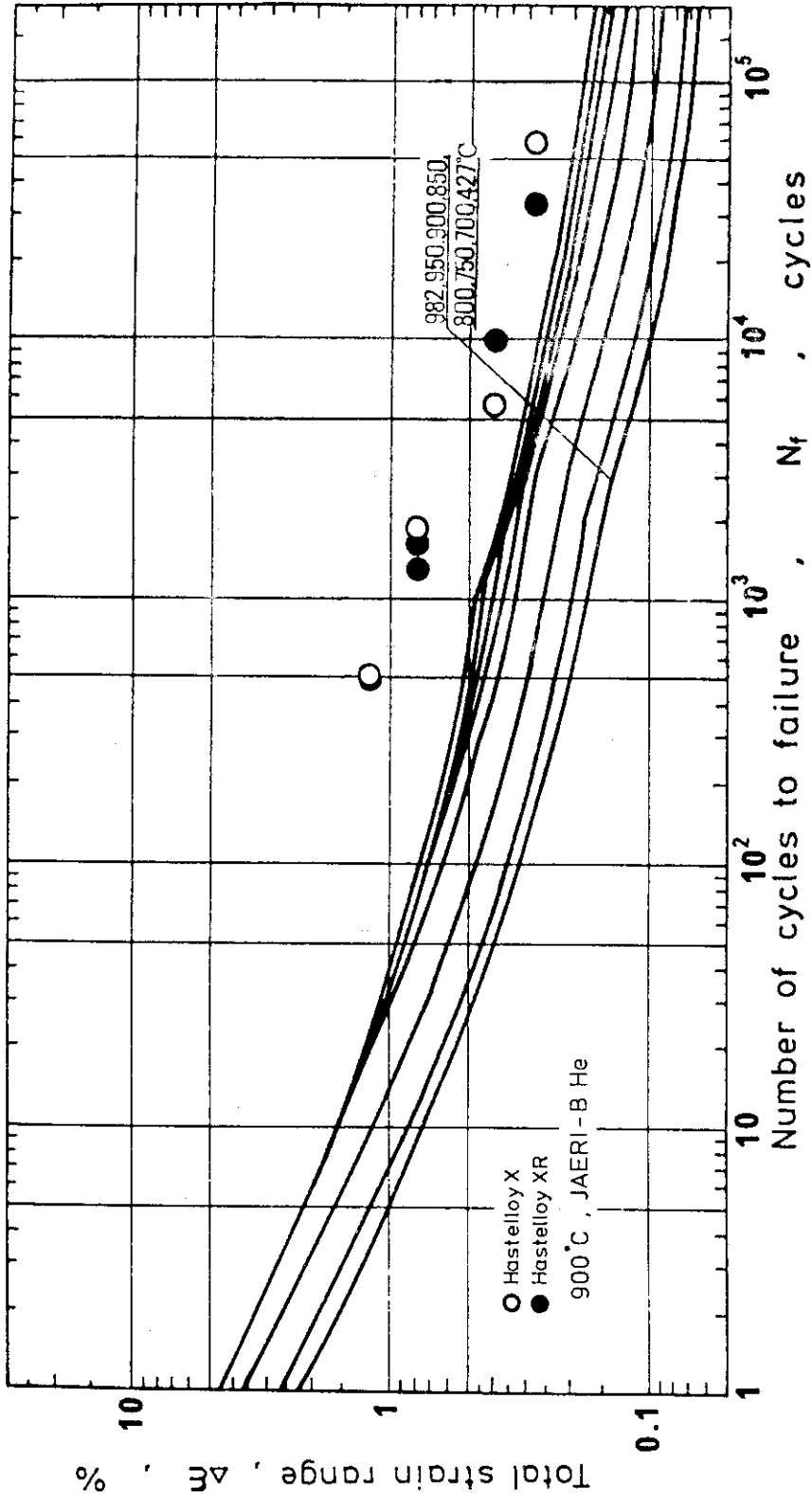


Fig.19 Design fatigue curves for Hastelloy X proposed in 1976.

Symbol	Temperature	Environment	Strain rate or Frequency	Organization
—	900°C	impure He	0.1% / sec	JAERI
○	871°C	air	0.4% / sec	ORNL
●	871°C	impure He	0.4% / sec	ORNL
△	900°C	air	0.1% / sec	KHI
▲	900°C	impure He	0.1% / sec	KHI
□	900°C	air	0.5 cpm	JSMS
▽	800°C	air	0.1% / sec	NRIM

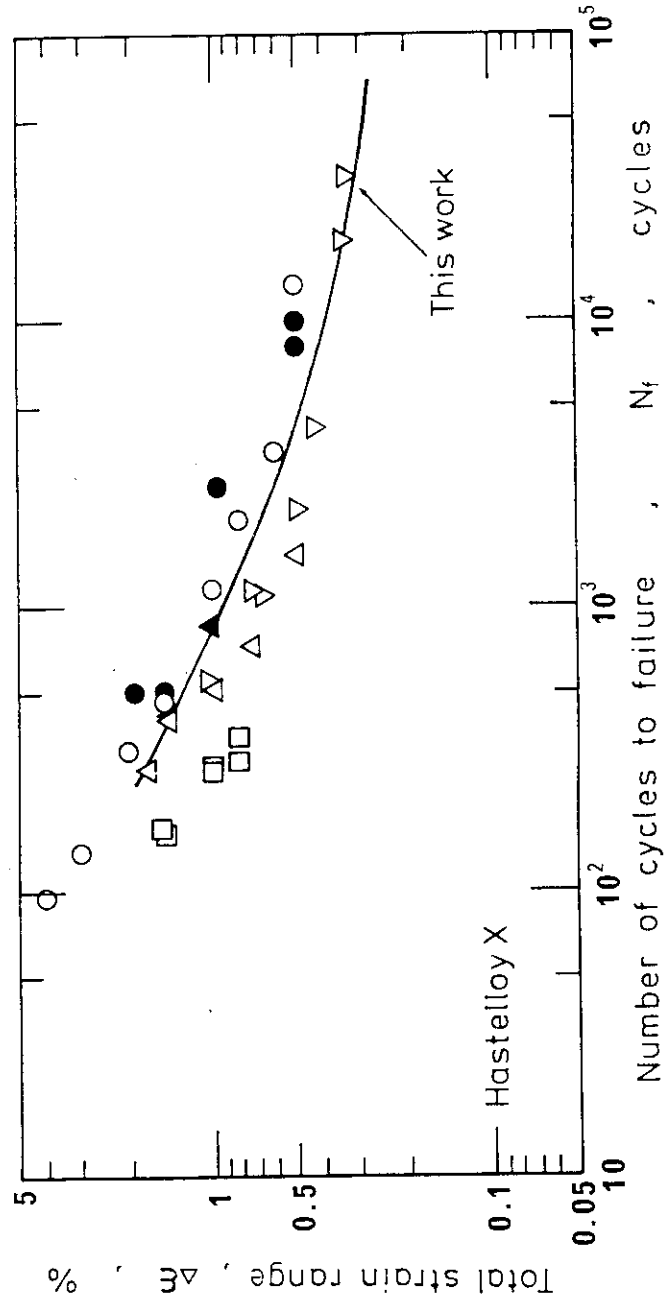


Fig.20 Available fatigue data of Hastelloy X at elevated temperatures.