

JAERI - M
88-136

ハステロイ X R の高温クリープ中の内部応力と
クリープの活性化エネルギー

1988年7月

倉田 有司・小川 豊*

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。
入手の問合わせは、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 Division
Department of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-
mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1988

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 株式会社高野高速印刷

ハステロイXRの高温クリープ中の内部応力とクリープの活性化エネルギー

日本原子力研究所東海研究所燃料・材料工学部

倉田 有司・小川 豊*

(1988年6月21日受理)

高温ガス炉用耐熱合金として開発されたハステロイXRおよびハステロイXR-I Iについて、900℃でクリープ試験、クリープ中の内部応力およびクリープの活性化エネルギーの測定を行った。クリープ破断時間と定常クリープ速度およびクリープ中の内部応力は、合金中のボロン量、結晶粒径、固溶化熱処理温度に依存して変化したが、クリープの活性化エネルギーはこれらの値に依存せず、一定であった。このような定常クリープ速度のパラメータ依存性は、クリープ中の内部応力の変化によって示され、これらの合金においても内部応力の概念が定常クリープ挙動を説明するのに有効であることが確かめられた。

Internal stress during high-temperature creep and
activation energy for creep of Hastelloy XR

Yuji KURATA and Yutaka OGAWA*

Department of Fuels and Materials Research
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received June 21, 1988)

Creep tests and measurements of internal stress during creep and activation energy for creep were performed at 900°C for Hastelloy XR and XR-II developed as heat resistant alloys for high temperature gas cooled reactors. Creep rupture time and steady-state creep rate were influenced by the parameters of boron content, grain size and heat treatment temperature of the alloys. Although the internal stress during creep was also dependent on these parameters, the activation energy for creep was independent on them. It is shown that dependence of the steady-state creep rate on the parameters corresponds to the change in the internal stress. The fact shows the concept of the internal stress is effective to describe steady-state creep behavior of the alloys.

Keywords: Internal Stress, Creep, Activation Energy, Hastelloy XR,
Grain Size, Solution Treatment Temperature, Boron Content,
Creep Rate

* Institute for Materials Research, Tohoku University

Internal stress during high-temperature creep and
activation energy for creep of Hastelloy XR

Yuji KURATA and Yutaka OGAWA*

Department of Fuels and Materials Research
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received June 21, 1988)

Creep tests and measurements of internal stress during creep and activation energy for creep were performed at 900°C for Hastelloy XR and XR-II developed as heat resistant alloys for high temperature gas cooled reactors. Creep rupture time and steady-state creep rate were influenced by the parameters of boron content, grain size and heat treatment temperature of the alloys. Although the internal stress during creep was also dependent on these parameters, the activation energy for creep was independent on them. It is shown that dependence of the steady-state creep rate on the parameters corresponds to the change in the internal stress. The fact shows the concept of the internal stress is effective to describe steady-state creep behavior of the alloys.

Keywords: Internal Stress, Creep, Activation Energy, Hastelloy XR,
Grain Size, Solution Treatment Temperature, Boron Content,
Creep Rate

* Institute for Materials Research, Tohoku University

目 次

1. 緒 言	1
2. 実験方法	1
2.1 供試材	1
2.2 クリープ試験	2
2.3 クリープ中の内部応力およびクリープの活性化エネルギーの測定	2
3. 実験結果および考察	2
3.1 クリープ曲線	2
3.2 クリープ中の内部応力およびクリープの活性化エネルギー	3
4. 結 言	4
謝 辞	5
参考文献	6

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental procedure	1
2.1 Materials	1
2.2 Creep tests	2
2.3 Measurements of internal stress during creep and activation energy for creep	2
3. Results and discussion	2
3.1 Creep curve	2
3.2 Internal stress during creep and activation energy for creep	3
4. Conclusions	4
Acknowledgement	5
References	6

1. 緒 言

近年、金属材料の塑性変形の分野では、材料に負荷される外部応力に対し、内部応力の概念が用いられるようになってきた。内部応力とその測定法については、いくつかの報告にまとめられているが、その基礎となる考え方により、内部応力 (internal stress)、逆応力 (back stress)、摩擦応力 (friction stress)、しきい応力 (threshold stress) 等の呼び方が用いられている。ここでは、材料に負荷される外部応力 σ_a に対し、試料内部に発生する応力という意味で内部応力 σ_i を用いることとする^{1) 2)}。 σ_a と σ_i の差が、運動転位が短範囲の障害を越えるのに要する変形応力²⁾であり、実際にクリープ歪みに寄与する応力となる。この内部応力の概念は、Al、Al-Mg合金^{5) 8)}や粒子分散強化合金^{9) 12)}の定常クリープ挙動を説明するのに有効であることが知られている。

ハステロイXRおよびハステロイXR-I Iは高温ガス炉用耐熱合金として開発された合金^{13) 15)}であり、長時間にわたるクリープデータが取得されている。これらの合金は固溶体合金と粒子分散強化合金の中間のクリープ性質を持っていると考えられる。また、これらの合金では合金中のボロン含有量や結晶粒径、固溶化熱処理温度によりクリープ特性が変化することが知られている¹⁶⁾。そこで、本研究ではハステロイXRおよびXR-I Iのクリープ特性とクリープ中の内部応力およびクリープの活性化エネルギーを測定し、それらに及ぼすボロン量や結晶粒径、固溶化熱処理温度の影響を調べ、内部応力概念の適用性について検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材

実験に用いた合金は高温ガス炉ヘリウム雰囲気での耐食性とクリープ特性を改良したハステロイXRおよびXR-I Iであり、その化学組成を Table 1 に示す。両合金はMn、Si量を調節することによって耐食性の改良を行い¹³⁾、さらにハステロイXR-I Iではクリープ特性の改良のためにボロンの添加を行っている^{14) 15)}。

素材は熱間圧延により板厚9 mmとした後、結晶粒径および固溶化熱処理温度の影響を系統的に調べるため、Table 2の熱処理を施した。ハステロイXは1200°C、1 hの固溶化熱処理によってもまだ未固溶のM₆C炭化物が存在し¹⁷⁾、ハステロイXRについても同様である¹⁵⁾。そこで、熱処理温度としては、ハステロイXRおよびXR-I Iの通常の熱処理温度である1190°Cとさらに1150、1220°Cを選んだ。二段の熱処理をした場合、結晶粒径は高い方の熱処理温度によって決り、固溶量は最終熱処理温度によって決まると考えると、たとえばTable 2のI IとK Iを比較することにより同一固溶化温度での結晶粒径の影響が、G IとK Iを比較することにより同一結晶粒径での固溶化温度の影響が比較できる。

Photo. 1および2にそれぞれハステロイXRおよびXR-I Iの各熱処理後の光顕組織を示す。結晶粒径はTable 2に示されているように、二段熱処理材も含めて、ほぼ50、130、250

1. 緒 言

近年、金属材料の塑性変形の分野では、材料に負荷される外部応力に対し、内部応力の概念が用いられるようになってきた。内部応力とその測定法については、いくつかの報告にまとめられているが、その基礎となる考え方により、内部応力 (internal stress)、逆応力 (back stress)、摩擦応力 (friction stress)、しきい応力 (threshold stress) 等の呼び方が用いられている。ここでは、材料に負荷される外部応力 σ_a に対し、試料内部に発生する応力という意味で内部応力 σ_i を用いることとする^{1) 2)}。 σ_a と σ_i の差が、運動転位が短範囲の障害を越えるのに要する変形応力²⁾であり、実際にクリープ歪みに寄与する応力となる。この内部応力の概念は、Al、Al-Mg 合金^{5) 8)} や粒子分散強化合金^{9) 12)} の定常クリープ挙動を説明するのに有効であることが知られている。

ハステロイXR およびハステロイXR-I I は高温ガス炉用耐熱合金として開発された合金であり、長時間にわたるクリープデータが取得されている。これらの合金は固溶体合金と粒子分散強化合金の中間のクリープ性質を持っていると考えられる。また、これらの合金では合金中のボロン含有量や結晶粒径、固溶化熱処理温度によりクリープ特性が変化することが知られている¹⁶⁾。そこで、本研究ではハステロイXR および XR-I I のクリープ特性とクリープ中の内部応力およびクリープの活性化エネルギーを測定し、それらに及ぼすボロン量や結晶粒径、固溶化熱処理温度の影響を調べ、内部応力概念の適用性について検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材

実験に用いた合金は高温ガス炉ヘリウム雰囲気での耐食性とクリープ特性を改良したハステロイXR およびXR-I I であり、その化学組成を Table 1 に示す。両合金はMn, Si 量を調節することによって耐食性の改良を行い、さらにハステロイXR-I I ではクリープ特性の改良のためにボロンの添加を行っている^{13) 14) 15)}。

素材は熱間圧延により板厚 9 mm とした後、結晶粒径および固溶化熱処理温度の影響を系統的に調べるため、Table 2 の熱処理を施した。ハステロイX は 1200°C、1 h の固溶化熱処理によってまだ未固溶の M_6C 炭化物が存在し¹⁷⁾、ハステロイXR についても同様である¹⁵⁾。そこで、熱処理温度としては、ハステロイXR および XR-I I の通常の熱処理温度である 1190°C とさらに 1150、1220°C を選んだ。二段の熱処理をした場合、結晶粒径は高い方の熱処理温度によって決り、固溶量は最終熱処理温度によって決まると考えると、たとえば Table 2 の I I と K I を比較することにより同一固溶化温度での結晶粒径の影響が、G I と K I を比較することにより同一結晶粒径での固溶化温度の影響が比較できる。

Photo. 1 および 2 にそれぞれハステロイXR および XR-I I の各熱処理後の光顕組織を示す。結晶粒径は Table 2 に示されているように、二段熱処理材も含めて、ほぼ 50、130、250

μm に調整されている。また、二段目の低温での熱処理では、主に結晶粒界に析出物が形成された。Fig. 1はハステロイXR-IIの固溶ボロン量に及ぼす熱処理温度の影響を示している。固溶ボロン量は硫酸溶解-クルクミン法によって測定されたものである。一段熱処理材では熱処理温度が高くなるに従い、固溶ボロン量が増加している。Fig. 1の二段熱処理材は1220°Cの熱処理後、1150°Cの熱処理を行ったものであるが、低温での熱処理により固溶ボロン量が減少していることを示している。

各素材より圧延方向に平行に $\phi 6 \times 30 \text{ GL (mm)}$ のクリープ試験片を採取した。

2.2 クリープ試験

クリープ特性を調べるための試験には単式のヘリウム中クリープ試験機¹⁸⁾を用い、雰囲気としては高温ガス炉1次冷却系を近似した原研B型ヘリウム ($\text{H}_2 : 20, \text{CO} : 10, \text{H}_2\text{O} : 0.1, \text{CH}_4 : 0.5, \text{CO}_2 : 0.2 \text{ Pa}$)を用いた。クリープ試験温度は900°Cとし、初期応力は5.9 MPaとした。

2.3 クリープ中の内部応力およびクリープの活性化エネルギーの測定

高温変形中の内部応力を測定する方法としては、文献1)～3)に述べられているように、応力緩和試験による方法¹⁹⁾、応力漸減法²⁰⁾、応力急減法^{6), 7)}、ひずみ速度(応力)変化試験法^{21), 22)}等があるが、測定時間が短く信頼性の高い応力急減法を用いた。また、ここでは試験にクリープ試験機を用いたことから、ひずみせん移-応力急減法(strain-transient dip test)⁶⁾を採用した。Fig. 2にこの方法の模式図を示したが、変形途中において種々の量の応力の急激な低下と元の応力に戻す試験を繰返し、応力を低下させた直後においてひずみ速度($\dot{\epsilon}$)が0となる応力から内部応力 σ_i を決定した。クリープの見掛けの活性化エネルギーはクリープ試験中に温度を急変させその前後のクリープ速度から計算した²³⁾。温度変化は10～15°Cの温度低下を行った。両方の実験は、900°C、初期応力5.9 MPaでクリープ試験を開始し、定常クリープの初期段階で行った。この条件のクリープ試験では、大気中とヘリウム中でクリープ特性に違いは認められず、歪みの測定精度は大気中試験の方が高いため、試験は大気中のレバー式試験機を用いて行った。試験片の標点間の伸びは、伸び検出棒を用いて高温部より取出し、ひずみゲージ型の伸び計を用いて測定、記録した。

3. 実験結果および考察

3.1 クリープ曲線

Fig. 3はTable 2に示された熱処理を行ったハステロイXRおよびXR-IIの900°Cヘリウム中におけるクリープ曲線の比較である。同じ熱処理を施したハステロイXRとハステロイXR-IIを比べると、後者のクリープ破断時間は長く、クリープ速度は小さい。また、クリープ破断伸びもハステロイXR-IIの方が大きい。さらに、両合金で、クリープ破断時間は、結晶粒径が大きく、固溶化熱処理温度が高いほど長くなる。破断伸びは結晶粒径が小さいほど大きくなる。別報¹⁶⁾で詳しく

μm に調整されている。また、二段目の低温での熱処理では、主に結晶粒界に析出物が形成された。Fig. 1はハステロイXR-IIの固溶ボロン量に及ぼす熱処理温度の影響を示している。固溶ボロン量は硫酸溶解-クルクミン法によって測定されたものである。一段熱処理材では熱処理温度が高くなるに従い、固溶ボロン量が増加している。Fig. 1の二段熱処理材は1220°Cの熱処理後、1150°Cの熱処理を行ったものであるが、低温での熱処理により固溶ボロン量が減少していることを示している。

各素材より圧延方向に平行に $\phi 6 \times 30\text{GL}$ (mm)のクリープ試験片を採取した。

2.2 クリープ試験

クリープ特性を調べるための試験には単式のヘリウム中クリープ試験機¹⁸⁾を用い、雰囲気としては高温ガス炉1次冷却系を近似した原研B型ヘリウム ($\text{H}_2 : 20$, $\text{CO} : 10$, $\text{H}_2\text{O} : 0.1$, $\text{CH}_4 : 0.5$, $\text{CO}_2 : 0.2\text{Pa}$)を用いた。クリープ試験温度は900°Cとし、初期応力は59MPaとした。

2.3 クリープ中の内部応力およびクリープの活性化エネルギーの測定

高温変形中の内部応力を測定する方法としては、文献1)~3)に述べられているように、応力緩和試験による方法¹⁹⁾、応力漸減法²⁰⁾、応力急減法^{6) 7)}、ひずみ速度(応力)変化試験法^{21) 22)}等があるが、測定時間が短く信頼性の高い応力急減法を用いた。また、ここでは試験にクリープ試験機を用いたことから、ひずみせん移-応力急減法(strain-transient dip test)⁶⁾を採用した。Fig. 2にこの方法の模式図を示したが、変形途中において種々の量の応力の急激な低下と元の応力に戻す試験を繰返し、応力を低下させた直後においてひずみ速度($\dot{\epsilon}$)が0となる応力から内部応力 σ_i を決定した。クリープの見掛けの活性化エネルギーはクリープ試験中に温度を急変させその前後のクリープ速度から計算した²³⁾。温度変化は10~15°Cの温度低下を行った。両方の実験は、900°C、初期応力59MPaでクリープ試験を開始し、定常クリープの初期段階で行った。この条件のクリープ試験では、大気中とヘリウム中でクリープ特性に違いは認められず、歪みの測定精度は大気中試験の方が高いため、試験は大気中のレバー式試験機を用いて行った。試験片の標点間の伸びは、伸び検出棒を用いて高温部より取出し、ひずみゲージ型の伸び計を用いて測定、記録した。

3. 実験結果および考察

3.1 クリープ曲線

Fig. 3はTable 2に示された熱処理を行ったハステロイXRおよびXR-IIの900°Cヘリウム中におけるクリープ曲線の比較である。同じ熱処理を施したハステロイXRとハステロイXR-IIを比べると、後者のクリープ破断時間は長く、クリープ速度は小さい。また、クリープ破断伸びもハステロイXR-IIの方が大きい。さらに、両合金で、クリープ破断時間は、結晶粒径が大きく、固溶化熱処理温度が高いほど長くなる。破断伸びは結晶粒径が小さいほど大きくなる。別報で詳しく¹⁶⁾

報告した結果と同様に900℃でのクリープ破断時間、定常クリープ速度、クリープ破断伸びは、ボロン含有量や結晶粒径、固溶化熱処理温度に依存している。また、クリープ破断寿命は、主に定常クリープ速度の大小によって決まっている。

3.2 クリープ中の内部応力およびクリープの活性化エネルギー

クリープ中の内部応力に先立って測定された応力急変前の900℃、59MPaにおける定常クリープ速度を Fig. 4 に示す。ボロンを50 ppm 添加した Hastelloy XR-II の定常クリープ速度は Hastelloy XR に比べて低い。また、この図では同一固溶化熱処理温度（1150℃）における結晶粒径の影響および同一結晶粒径（約250 μm）の材料に対する固溶化熱処理温度の影響が示されている。このように900℃の定常クリープ速度はボロン量、結晶粒径、固溶化熱処理温度に依存している。

Fig. 5 は Hastelloy XR および XR-II におけるクリープの見掛けの活性化エネルギーの測定結果である。クリープの見掛けの活性化エネルギーは約300-400 KJ/mol で、ボロン量、結晶粒径や固溶化熱処理温度にはほとんど依存しない。この値は1000℃における Hastelloy X の測定結果²⁴⁾と等しく、純 Ni の自己拡散の活性化エネルギー $Q = 280 \text{ KJ/mol}$ ²⁵⁾ よりやや大きい値である。

歪みせん移-応力急減試験においては、軸の偏心や室温の変化等にも注意する必要がある。Fig. 6 に歪みせん移-応力急減試験における応力急変後の伸びの変化例を示す。この試験では、応力59MPaから種々の応力への急変を行っているが、応力26MPaへの応力急減で歪み速度が0となり、この応力が内部応力として測定されている。このように測定したクリープ中の Hastelloy XR および XR-II の内部応力を Fig. 7 に示す。クリープ中の内部応力は Hastelloy XR に比べて Hastelloy XR-II の方が大きく、これは Hastelloy XR-II の定常クリープ速度が Hastelloy XR に比べ小さいことと対応している。また、両合金で内部応力に及ぼす結晶粒径と固溶化熱処理温度の影響も認められ、結晶粒径が大きく固溶化熱処理温度が高い場合、内部応力が大きくなっている。

一般に、転位線に実際に働く有効応力 σ_e は外部応力 σ_a と変形によって導入される内部応力 σ_i の差として与えられる。^{1)~4)6)11)}

$$\sigma_e = \sigma_a - \sigma_i \quad (1)$$

固溶体に対しては、 σ_i は転位間の内部応力 σ_i^d である。⁶⁾

$$\sigma_i = \sigma_i^d \quad (2)$$

σ_i^d が無視されるような粒子分散強化合金に対しては σ_i は転位と析出物との相互作用によって引起こされる内部応力 σ_i^p となる。¹¹⁾

$$\sigma_i = \sigma_i^p \quad (3)$$

Hastelloy XR や XR-II はそのクリープ特性が固溶体合金と粒子分散強化合金の中間の性質を示す合金であり、このような多結晶合金の内部応力は σ_i^d 、 σ_i^p 、 σ_i^{gb} の関数となると考えられる。

$$\sigma_i = f(\sigma_i^d, \sigma_i^p, \sigma_i^{gb}) \quad (4)$$

ここで σ_1^{gb} は結晶粒径と関係づけられる内部応力である。定常クリープ速度が結晶粒界近傍の回復によって支配され、結晶粒径の影響を大きく受けるような合金の場合には、クリープの変形機構を考える上で σ_1^{gb} が重要な役割を果たすかもしれない。

ハステロイXRとXR-IIの内部応力の違いは、ボロン添加で生じる微細析出に起因した σ_1^D の違いによっていると考えられる。Photo. 3¹⁴⁾は、900℃、150h時効後のハステロイXRの金属組織に及ぼすボロン量の影響を示したものである。この写真のHeat C、Heat Fがそれぞれボロンを40ppm、90ppm含み、ハステロイXR-IIに相当する。ボロンを添加した場合、粒内に微細析出物(Type II析出物)が数多く現れている。このような微細析出物が σ_1^D を高め、クリープ中の内部応力を高めていると考えられる。この微細析出物(Type II析出物)は、針状あるいは板状の大きな析出物(Type I析出物)と異なり、Fig. 8の分析電顕観察で示されているようにCrに富んだ $M_{23}C_6$ ¹⁷⁾あるいは $M_{23}(CB)_6$ ²⁷⁾型の析出物であると考えられる。また、固溶化熱処理温度の違いは、固溶炭素量、固溶ボロン量に影響を与え、試験温度での析出物の大きさや数、分布状態に関係することから、やはり σ_1^D に影響を与えると考えられる。定常クリープ速度と式(1)の有効応力 σ_e の関係をFig. 9に示す。この図に示されているように、 σ_e を用いると定常クリープ速度に及ぼすボロン量、結晶粒径、固溶化熱処理温度の影響はほとんど一本の直線で表される。すなわち、定常クリープ速度の違いは、ボロン量、結晶粒径、固溶化熱処理温度の内部応力に及ぼす影響に起因することを示している。

4. 結 言

結晶粒径や固溶化熱処理温度の異なるハステロイXRおよびハステロイXR-IIのクリープ試験、クリープ中の内部応力およびクリープの活性化エネルギーの測定を900℃で行い、以下の結論を得た。

- 1) クリープ破断時間は合金中ボロン量、結晶粒径、固溶化熱処理温度によって変化した。ハステロイXR-IIは50ppmのボロン添加によって形成した微細析出物を多く含み、定常クリープ速度は、ハステロイXRに比べ低かった。クリープ破断時間の長短は、定常クリープ速度の大小によって決り、定常クリープ速度は結晶粒径や固溶化熱処理温度にも依存した。
- 2) クリープ中の内部応力は、合金中ボロン量、結晶粒径、固溶化熱処理温度に依存した。ボロン添加による微細析出や大きな結晶粒径、高い固溶化熱処理温度が内部応力を高めた。定常クリープ速度の違いは、クリープ中の内部応力の違いによって説明され、内部応力の概念がこれらの合金の定常クリープ挙動を説明するのに役立つことを示した。
- 3) クリープの見掛けの活性化エネルギーはボロン量や結晶粒径、固溶化熱処理温度には、ほとんど依存しなかった。測定されたクリープの見掛けの活性化エネルギーは、ニッケルの自己拡散の活性化エネルギーよりやや大きな値を示した。

ここで σ_1^{gb} は結晶粒径と関係づけられる内部応力である。定常クリープ速度が結晶粒界近傍の回復によって支配され、結晶粒径の影響を大きく受けるような合金の場合には、クリープの変形機構を考える上で σ_1^{gb} が重要な役割を果たすかもしれない。

ハステロイXRとXR-IIの内部応力の違いは、ボロン添加で生じる微細析出に起因した σ_1^D の違いによっていると考えられる。Photo. 3¹⁴⁾は、900℃、150h時効後のハステロイXRの金属組織に及ぼすボロン量の影響を示したものである。この写真のHeat C、Heat Fがそれぞれボロンを40ppm、90ppm含み、ハステロイXR-IIに相当する。ボロンを添加した場合、粒内に微細析出物(Type II析出物)が数多く現れている。このような微細析出物が σ_1^D を高め、クリープ中の内部応力を高めていると考えられる。この微細析出物(Type II析出物)は、針状あるいは板状の大きな析出物(Type I析出物)と異なり、Fig. 8の分析電顕観察で示されているようにCrに富んだ $M_{23}C_6$ ¹⁷⁾あるいは $M_{23}(CB)$ ²⁷⁾型の析出物であると考えられる。また、固溶化熱処理温度の違いは、固溶炭素量、固溶ボロン量に影響を与え、試験温度での析出物の大きさや数、分布状態に関係することから、やはり σ_1^D に影響を与えたと考えられる。定常クリープ速度と式(1)の有効応力 σ_e の関係をFig. 9に示す。この図に示されているように、 σ_e を用いると定常クリープ速度に及ぼすボロン量、結晶粒径、固溶化熱処理温度の影響はほとんど一本の直線で表される。すなわち、定常クリープ速度の違いは、ボロン量、結晶粒径、固溶化熱処理温度の内部応力に及ぼす影響に起因することを示している。

4. 結 言

結晶粒径や固溶化熱処理温度の異なるハステロイXRおよびハステロイXR-IIのクリープ試験、クリープ中の内部応力およびクリープの活性化エネルギーの測定を900℃で行い、以下の結論を得た。

- 1) クリープ破断時間は合金中ボロン量、結晶粒径、固溶化熱処理温度によって変化した。ハステロイXR-IIは50ppmのボロン添加によって形成した微細析出物を多く含み、定常クリープ速度は、ハステロイXRに比べ低かった。クリープ破断時間の長短は、定常クリープ速度の大小によって決り、定常クリープ速度は結晶粒径や固溶化熱処理温度にも依存した。
- 2) クリープ中の内部応力は、合金中ボロン量、結晶粒径、固溶化熱処理温度に依存した。ボロン添加による微細析出や大きな結晶粒径、高い固溶化熱処理温度が内部応力を高くした。定常クリープ速度の違いは、クリープ中の内部応力の違いによって説明され、内部応力の概念がこれらの合金の定常クリープ挙動を説明するのに役立つことを示した。
- 3) クリープの見掛けの活性化エネルギーはボロン量や結晶粒径、固溶化熱処理温度には、ほとんど依存しなかった。測定されたクリープの見掛けの活性化エネルギーは、ニッケルの自己拡散の活性化エネルギーよりやや大きな値を示した。

謝

辞

素材の加工および熱処理でお世話になった三菱金属，佐平健彰氏，電顕観察で御援助いただいた原研，浜田省三氏，沢井友次氏，金相試験で御援助いただいた原研，鈴木富男氏，合金中のボロン分析をしていただいた原研分析センター 樋田行雄氏，田村修三氏に感謝致します。また，研究遂行上の御配慮をいただいた原研，中島甫室長に感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) 長谷川正, 及川 洪: 日本金属学会会報, 11 (1972) P. 192
- 2) 吉永日出男: 日本金属学会会報, 16 (1977) P. 197
- 3) J. Čadeč: 日本金属学会会報, 26 (1987) P. 404
- 4) W. D. Nix and B. Ilshner: Proc. 5th Int. Conf. Strength of Metals and Alloys. Aachen. FRG (1979) P. 1503
- 5) C. N. Ahlquist and W. D. Nix: Scripta Metall., 3 (1969) P. 679
- 6) C. N. Ahlquist and W. D. Nix: Acta Metall., 19 (1971) P. 373
- 7) 当摩 健, 吉永日出男, 諸住正太郎: 日本金属学会誌: 38 (1974) P. 170
- 8) H. Oikawa, J. Kariya and S. Karashima: Met. Sci. J., 8 (1974) P. 106
- 9) K. R. Williams and B. Wilshire, Met. Sci. J., 7 (1973) P. 176
- 10) H. E. Evans and G. Knowles: Met. Sci. J., 14 (1980) P. 262.
- 11) W. Blum and B. Reppich: Creep Behaviour of Crystalline Solids, Eds. B. Wilshire and R. W. Evans, Pineridge Press (1984) P. 83
- 12) K. Schneider, W. Hartnagel, P. Schepp and B. Ilshner: Nucl. Technol., 66 (1984) P. 289
- 13) M. Shindo and T. Kondo: Proc. Conf. on Gas-cooled Reactors Today, Bristol /UK, 1982 (British Nuclear Energy Society, London, 1983) vol. 2, P. 179
- 14) Y. Kurata, K. Sato, T. Nakanishi, K. Sahira and T. Kondo: Proc. Int. Conf. on Creep, (1986) P. 97
- 15) 近藤達男, 渡辺勝利, 佐藤瓊介, 仲西恒雄, 佐平健彰, 辻 宏和, 倉田有司, 塚田 隆, 小沢賢治: 日本原子力研究所報告 JAERI-M 86-003 (1986)
- 16) 倉田有司, 小川 豊: 学振耐熱金属材料第123委員会研究報告28 (1987) P. 213
- 17) H. Kirchhöfer, F. Schubert and H. Nickel: Nucl. Technol., 66 (1984) P. 139
- 18) 小川 豊, 近藤達男: 日本原子力研究所報告 JAERI-M 8801 (1980)
- 19) G. B. Gibbs: Phil. Mag., 13 (1966) P. 317
- 20) S. R. Mac Ewen O. A. Kupcis and B. Ramaswami: Scripta Metall., 3 (1969) P. 441
- 21) R. A. Menezes and W. D. Nix: Acta Metall., 19 (1971) P. 645
- 22) 吉永日出男, 松尾 悟, 栗下裕明: 日本金属学会誌, 48 (1984) P. 35
- 23) O. D. Sherby and P. M. Burke: Progress Met. Sci., 13 (1967) P. 325
- 24) 近藤義宏, 松尾 孝, 篠田隆之, 田中良平: 鉄と鋼, 67 (1981) P. 1805
- 25) A. J. Reynolds, B. I. Averbach and M. Cohen: Acta Metall., 5 (1957) P. 29
- 26) 田村 学, 亀村佳樹, 渡辺力蔵, 千葉芳孝: 鉄と鋼, 65 (1979) P. 1022
- 27) T. M. Williams, D. R. Harris and J. Furnival: J. Iron Steel Inst., 210 (1972) P. 351

Table 1 Chemical composition of specimens (wt%).

	C	Mn	Si	Cr	W	Mo	Fe	Ni	Co	B	P	S
Hastelloy XR (G1 - K1)	0.06	0.84	0.34	21.7	0.48	9.0	18.2	Bal.	0.05	0.0002	0.005	0.005
Hastelloy XR-II (G2 - K2)	0.07	0.86	0.32	21.98	0.51	8.83	17.7	Bal.	0.05	0.005	0.005	0.001

Table 2 Heat treatment and grain size of specimens .

		Heat treatment	Grain size(μm)
Hastelloy XR	G1	1220°C, 1h W.Q.	240
	H1	1190°C, 1h W.Q.	141
	I1	1150°C, 1h W.Q.	52
	K1	1220°C, 1h W.Q. + 1150°C, 1h W.Q.	234
Hastelloy XR-II	G2	1220°C, 1h W.Q.	251
	H2	1190°C, 1h W.Q.	136
	I2	1150°C, 1h W.Q.	54
	K2	1220°C, 1h W.Q. + 1150°C, 1h W.Q.	262

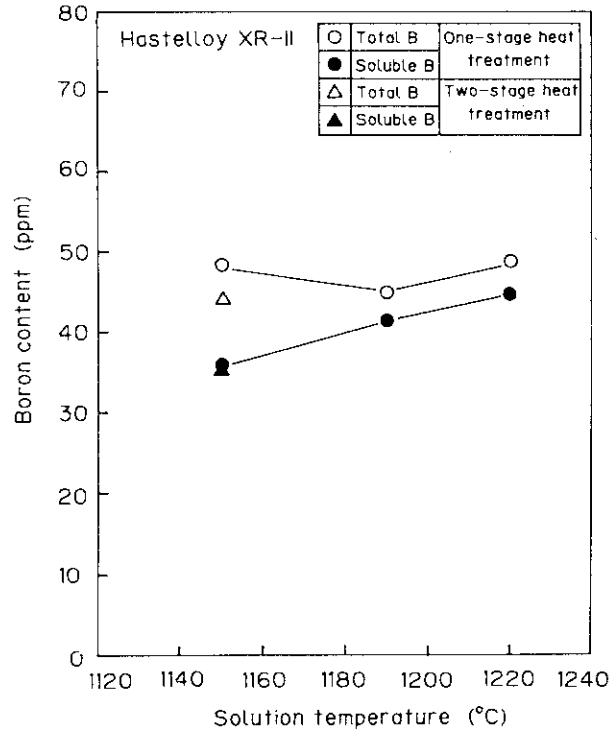


Fig. 1 Effect of heat treatment temperature on soluble boron content of Hastelloy XR-II.

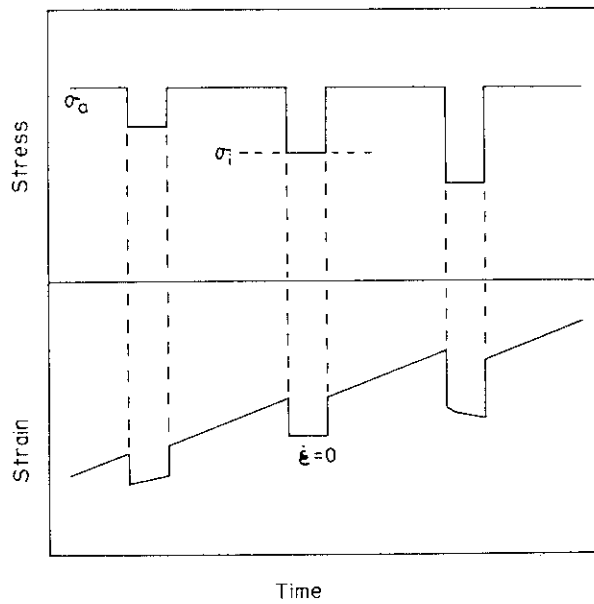


Fig. 2 Schematic diagram of changes in stress and strain during creep and strain-transient dip test.

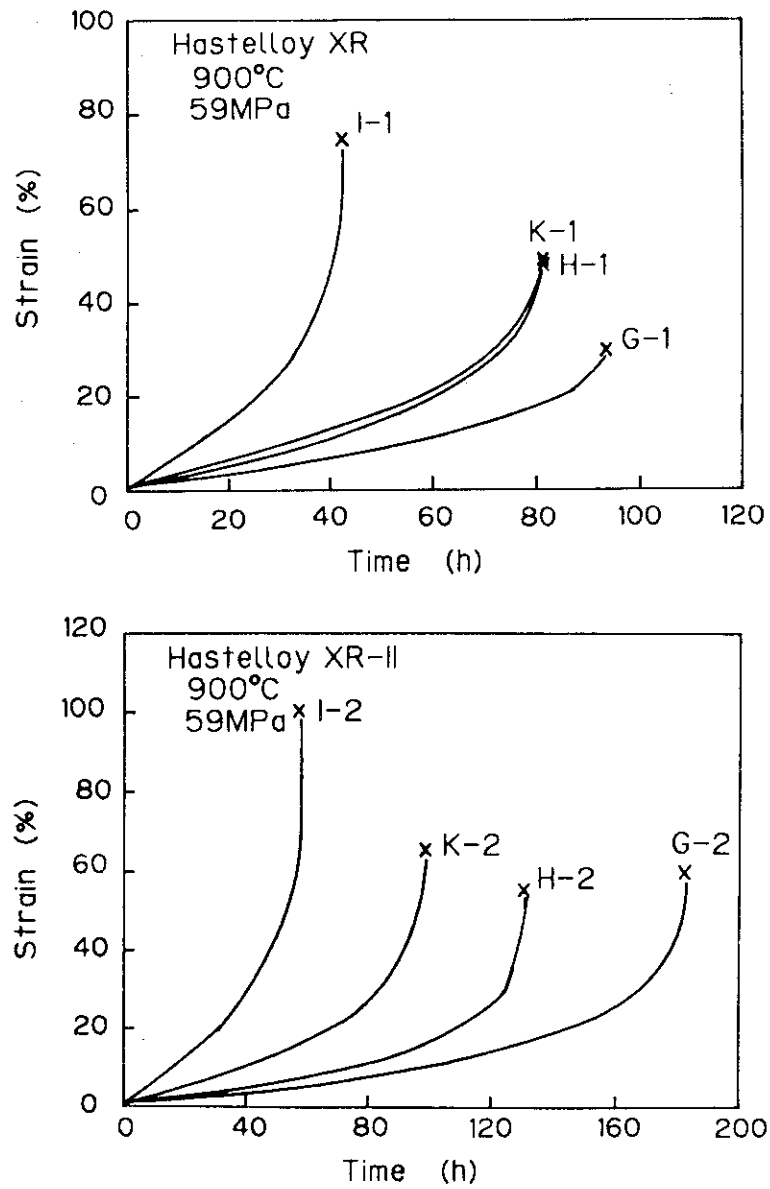


Fig. 3 Comparison of creep curves for Hastelloy XR and XR-II with different grain sizes and solution treatment temperatures.

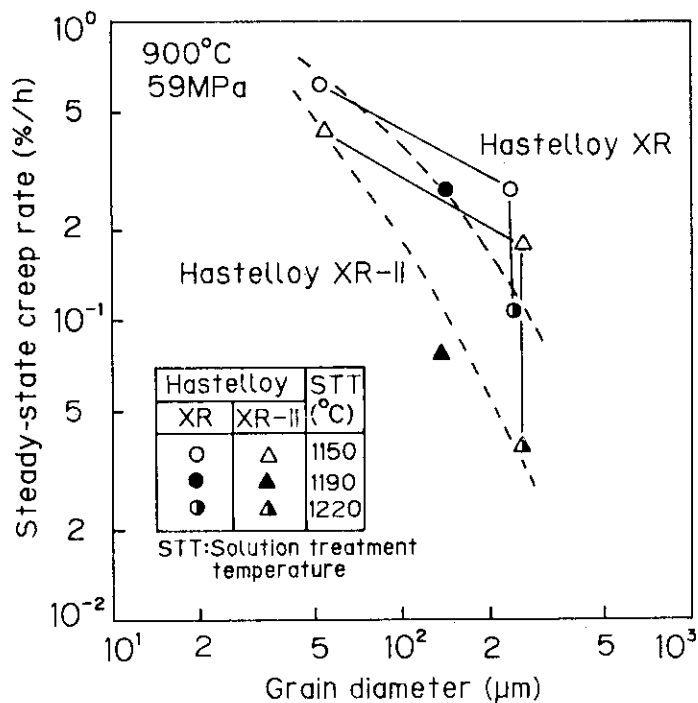


Fig. 4 Effects of boron content, grain diameter and solution treatment temperature on the steady-state creep rate.

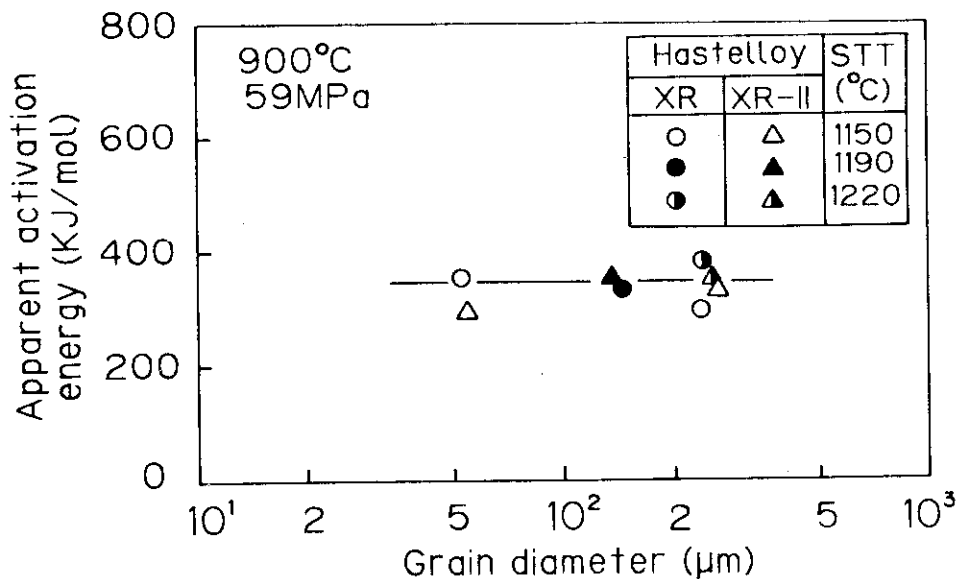


Fig. 5 Influence of boron content, grain diameter and solution treatment temperature on the apparent activation energy for creep.

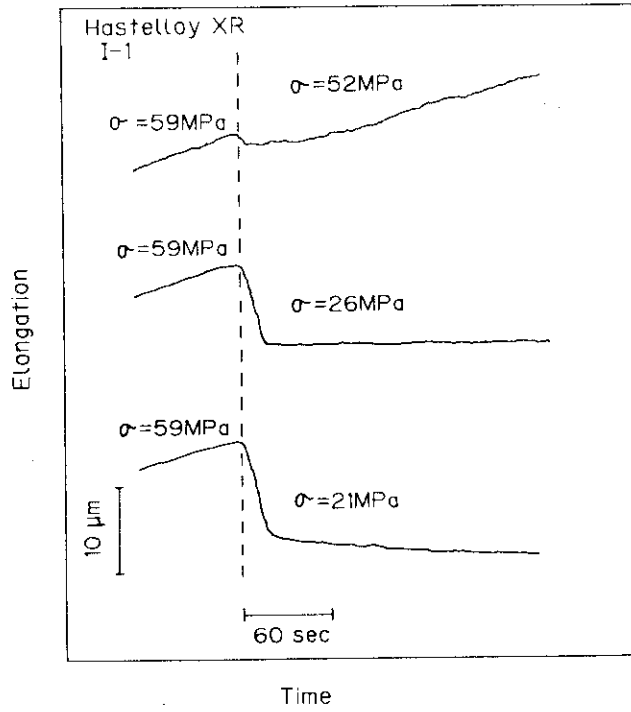


Fig. 6 Example of change in elongation during strain-transient dip test.

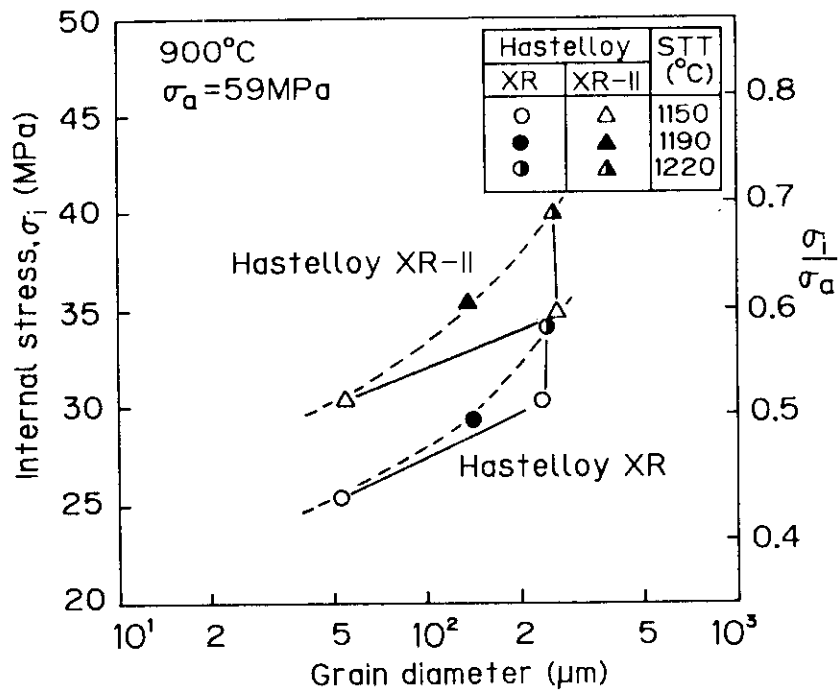


Fig. 7 Effects of boron content, grain diameter and solution treatment temperature on the internal stress.

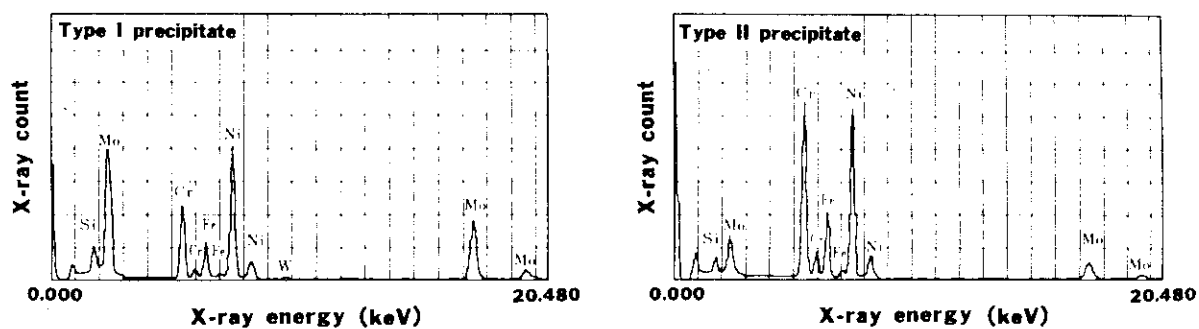


Fig. 8 Results of analytical electron microscopy observation for precipitates of Hastelloy XR.

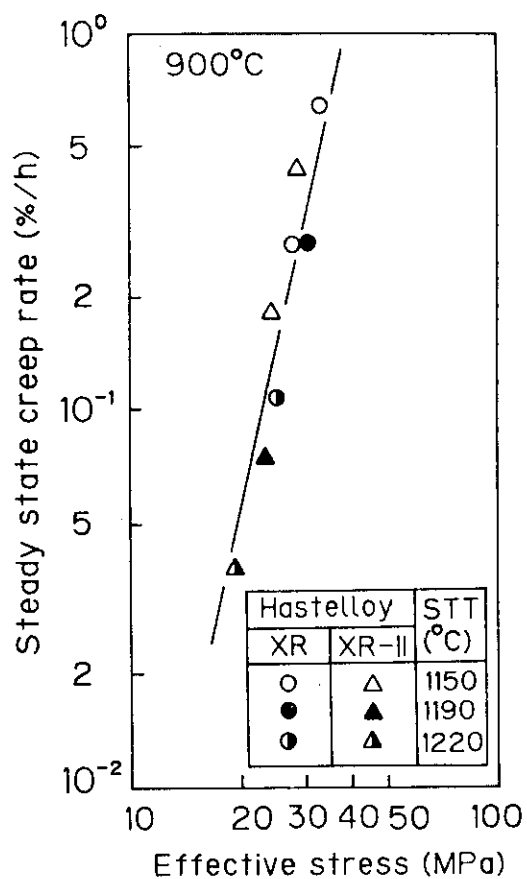
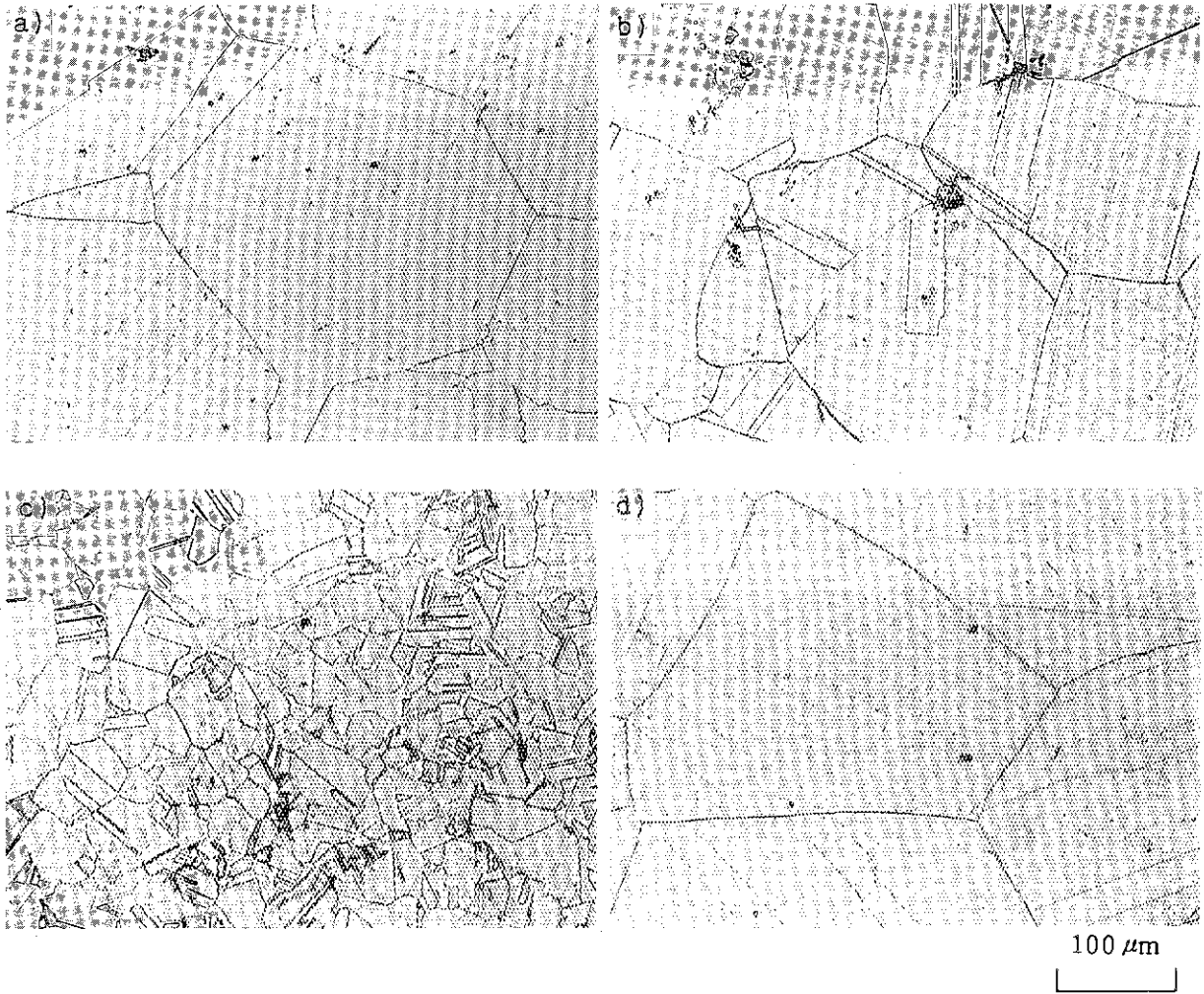
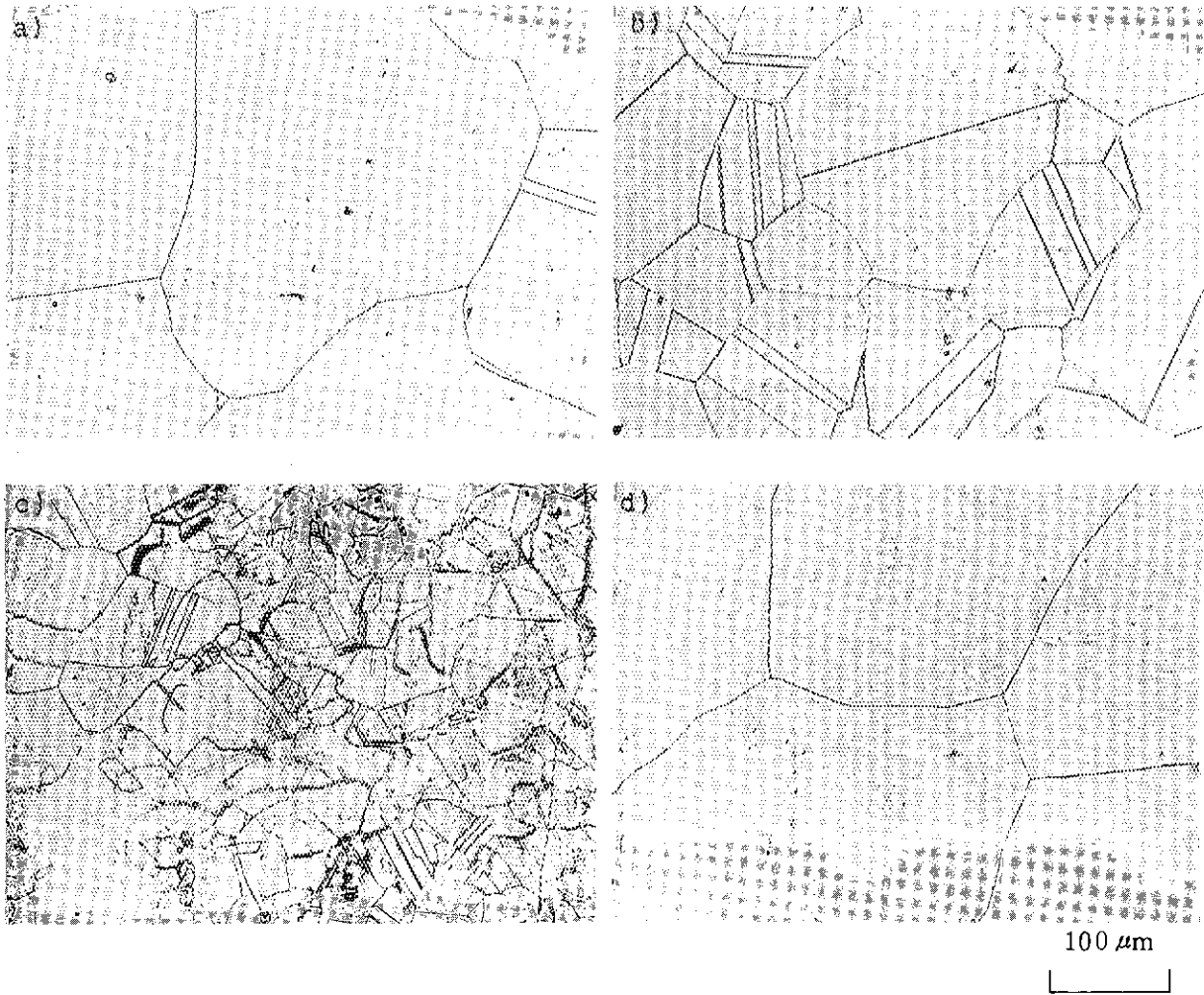


Fig. 9 Relationship between steady-state creep rate and effective stress of Hastelloy XR and XR-II.



a) G-1 b) H-1 c) I-1 d) K-1

Photo. 1 Microstructures of Hastelloy XR after heat treatment.



a) G-2 b) H-2 c) I-2 d) K-2

Photo. 2 Microstructures of Hastelloy XR-II after heat treatment.

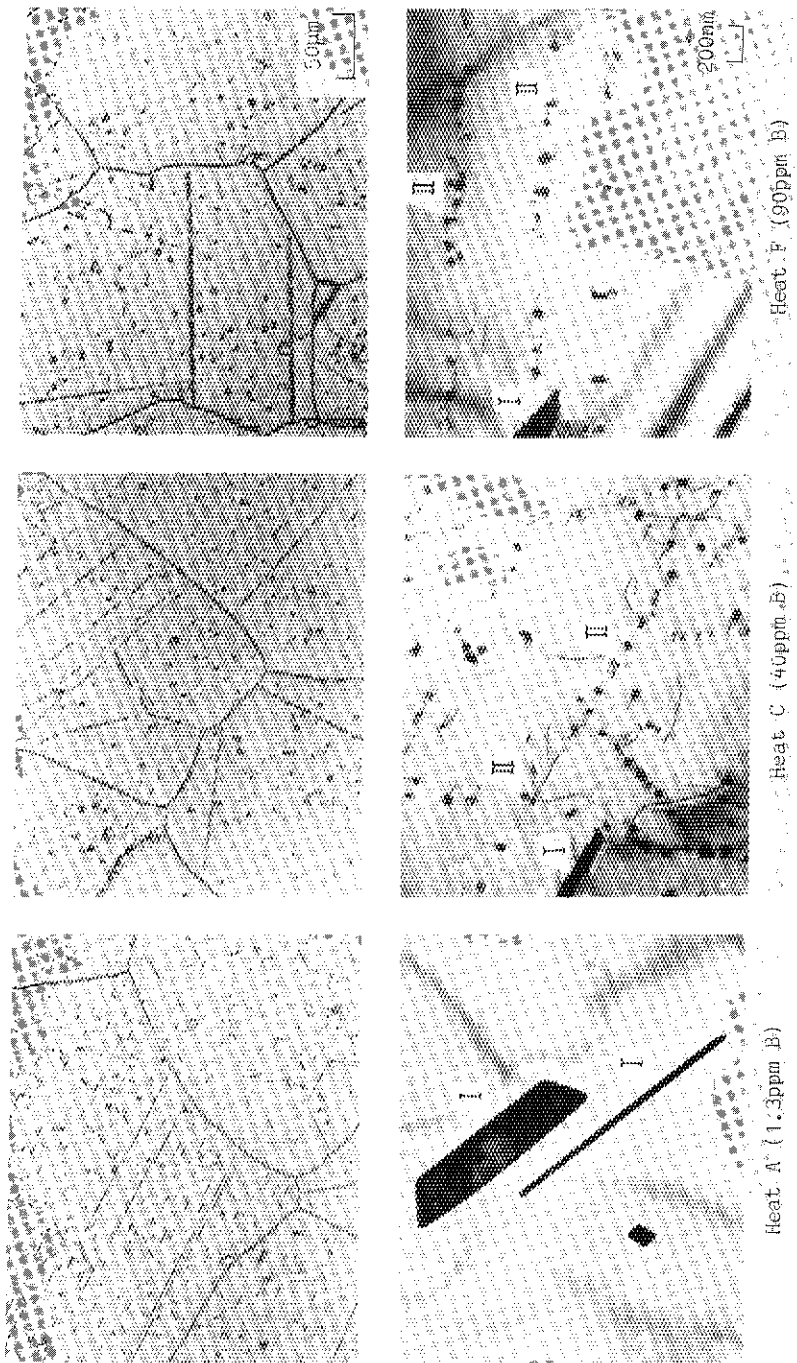


Photo. 3 Optical (top) and transmission electron (bottom) micrographs of Hastelloy XR with 1.3, 40, 90ppm boron annealed at 900°C for 150h.