

JAERI-M
90-157

高温ガス炉中間熱交換器用
Ni基超耐熱合金の高温引張特性

1990年9月

倉田 有司・中島 甫

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, 1990

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

高温ガス炉中間熱交換器用 Ni 基超耐熱合金の高温引張特性

日本原子力研究所東海研究所燃料・材料工学部
倉田 有司・中島 南

(1990年8月20日受理)

高温ガス炉の中間熱交換器用超耐熱合金として開発された Ni 基合金、 SSS 113M (Ni - 23 Cr - 18 W) および KSN (Ni - 15 Cr - 25 W) について、温度 600 - 1000°C , ひずみ速度 $5 \times 10^{-5} - 1.25 \times 10^{-3}$ / sec の範囲で高温引張特性を調べた。高温引張特性の温度およびひずみ速度依存性を調べることを目的としたこの実験より得られた結果は、以下の通りである。

- (1) 800°C 以下では耐力を過ぎた後でも著しい加工硬化を示す通常の応力 - ひずみ曲線を示したが、850°C を越えると、低ひずみ速度で動的再結晶に起因すると考えられる型の応力 - ひずみ曲線が現われ始めた。1000°C では試験した全てのひずみ速度で応力ピークとそれに続く定常状態変形挙動を示す動的再結晶型の応力 - ひずみ曲線が得られた。
- (2) 0.2% 耐力は 800 ないし 850°C までは、一定あるいは温度上昇とともにわずかに増加したが、850°C を越えると、温度上昇とともにまたひずみ速度の減少とともに低下した。引張強度は 600 - 1000°C で温度上昇およびひずみ速度の減少とともに低下した。
- (3) 伸びおよび絞りは SSS 113M は 700 - 800°C の間で、KSN は 800 - 900°C の間で延性が極小となった。800°C 以上では、KSN は SSS 113M に比べ延性がかなり低くなった。
- (4) 950 および 1000°C の応力 - ひずみ曲線は、ピーク応力の後、定常状態変形を示し、そのときの応力、ひずみ速度、温度を表わす関係式が得られた。
- (5) 高温引張変形後の金相試験では、動的再結晶型の応力 - ひずみ曲線を示した場合、微細な再結晶粒が認められた。

High Temperature Tensile Properties of Nickel-base
Superalloys for Intermediate Heat Exchangers of
High Temperature Gas-cooled Reactors

Yuji KURATA and Hajime NAKAJIMA

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

(Received August 20, 1990)

High temperature tensile properties were investigated in the ranges 600-1000°C and 5×10^{-5} - 1.25×10^{-3} /sec using SSS113M(Ni-23Cr-18W) and KSN(Ni-15Cr-25W) both of which were developed as superalloys for intermediate heat exchangers of high temperature gas-cooled reactors. From the results of the experiments made to study dependence of temperature and of strain rate on high temperature tensile properties, the following conclusions are drawn;

- (1) Usual stress-strain curves which exhibited significant work hardening after reaching proof stress were obtained below 800°C. However, stress-strain curves which were considered to be caused by dynamic recrystallization began to be observed at the low strain rate above 850°C. Such stress-strain curves with peaks and steady-state deformation were obtained at 1000°C and all strain rates examined.
- (2) 0.2% proof stress was constant or increased a little up to 800 or 850°C with increasing temperature. It decreased above 850°C with increasing temperature and with decreasing strain rate. Tensile strength decreased in the range 600-1000°C with increasing temperature and with decreasing strain rate.
- (3) Elongation and reduction of area for SSS113M had the minimum between 700 and 800°C, and those for KSN between 800 and 900°C. Ductility of KSN was low above 800°C compared with that of SSS113M.

- (4) Stress-strain curves at 950 and 1000°C exhibited steady state deformation following single peak or multiple peaks. The relation was formulated among steady-state deformation stress, strain rate and temperature.
- (5) Fine recrystallized grains were observed in specimens which displayed stress-strain curves with peaks and steady-state deformation.

Keywords: High Temperature Tensile Test, HTGR, SSS113M, KSN,
Stress-strain Curve, 0.2% Proof Stress, Tensile Strength,
Ductility, Recrystallization

目 次

1. 諸言	1
2. 実験方法	2
2.1 供試材	2
2.2 試験方法	2
3. 実験結果および考察	3
3.1 応力-ひずみ曲線	3
3.2 0.2%耐力および引張強度	4
3.3 伸びおよび絞り	5
3.4 高温変形挙動に及ぼす温度とひずみ速度の影響	5
3.5 金属組織	7
4. 結言	8
謝辞	8
参考文献	9

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental methods	2
2.1 Materials	2
2.2 Test procedure	2
3. Results and discussion	3
3.1 Stress-strain curve	3
3.2 0.2% proof stress and tensile strength	4
3.3 Elongation and reduction of area	5
3.4 Effect of temperature and strain rate on high temperature deformation behaviour	5
3.5 Metallographic features	7
4. Conclusions	8
Acknowledgements	8
References	9

1. 緒 言

高温ガス炉用耐熱合金の開発は、主に中間熱交換器材料を対象として、次のような2つの方式に沿って行われてきた。第1は、短期実用化目標材料の開発であり、原子炉の設計や建設のタイムスケジュールを考慮にいれて、既存の汎用材料から原子炉に適合性の高いものを選定して、その改良を進める方式である。この方式によって、第1世代合金として開発されたハスティロイX RおよびX R-IIは、原研で建設を予定している高温工学試験研究炉（HTTR）の高温部構造材料として用いられることになっている。一方、第2の方式は長期実用化目標材料として、新しい高温原子炉用耐熱合金（第2世代合金）を開発することである。これは、当初、工業技術院の大型プロジェクト計画（高温還元ガス利用による直接製鉄技術の研究開発）の一環として遂行された^(1,2)が、現在、この大型プロジェクトにおける経験と第1世代合金開発の知見を総合して、第2世代合金を開発していく計画が進められている⁽³⁾。第1世代合金では最高使用温度が950°Cであり、第2世代合金では1000°Cでの使用を目標としている。

大型プロジェクト計画では、高いクリープ破断強度を持った合金の開発に努力が払われ、1000°Cにおいて9.8MPa' (1kgf/mm²)の応力下で破断寿命が 5×10^5 hを越える2種類のNi-Cr-W系合金、SSS 113M (Ni-23Cr-18W)、KSN (Ni-15Cr-25W)が選定された^(1,2)。一方、高温構造設計の観点からは、高温における短時間機械的特性に関するデータも必要とされている。このような短時間機械的特性に関するデータは、通常、高温引張試験によって得られる。しかしながら、800°Cを越えるような高温では、耐熱合金についても、回復や再結晶といった動的復旧過程が著しくなり、高温強度は強いひずみ速度依存性を持ち、時間に依存した挙動を示すようになる^(4,5)。短時間強度を測定するために、通常用いられている高温引張試験 (JIS G 0567⁽⁶⁾)では、ひずみ速度は降伏点または耐力に達するまでは、原則として 5.0×10^{-5} /sec、その後破断に至るまで 1.25×10^{-3} /secとなっている。従って、JIS G 0567に準拠した試験法では、0.2%耐力は 5×10^{-5} /secのひずみ速度で、引張強度は 1.25×10^{-3} /secのひずみ速度で測定した値が報告される。1000°C近い高温では、高温引張強度のひずみ速度依存性が大きくなるため、1000°Cで使用が予定される第2世代合金に対して、高温引張特性へのひずみ速度および温度の影響を明らかにしておくことが必要である。さらに、材料の高温変形挙動を統一的に解釈する上でも、高温引張試験で得られる応力-ひずみ曲線のひずみ速度、温度による変化と材料の組織変化を関係づけることも重要である。

ここでは、大型プロジェクト計画で開発されたSSS 113MとKSNを用いて、600-1000°Cでの高温引張特性に及ぼすひずみ速度の影響について調べ、あわせて高温変形中に進行する組織変化との関係を検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材

Table 1 に実験に用いた SSS 113M および KSN 合金の化学組成を示す。両合金とも工業技術院の大型プロジェクト計画で開発された Ni-Cr-W 系の合金である。SSS 113M は 23% の Cr, 18% の W を含むのに対して、KSN は 15% の Cr, 25% の W を含み、SSS 113M より低 Cr 高 W となっている。両合金で Cr と W の比は異なっているが、1000°C では、両合金とも α_2 -W が析出する組成となっている。SSS 113M は、真空誘導炉溶解、消耗電極による真空再溶解の後、鍛造、圧延仕上げで、直径 15mm の丸棒とした。最終熱処理は、1300°C で 1 h の固溶化処理の後、1250°C で 1 h の α_2 -W 粒界析出処理を施した。

KSN は、SSS 113M と同様に 2 重溶解の後、鍛造、圧延仕上げで直径 15mm の丸棒とした。最終熱処理は 1295°C で 1 h 加熱し、1230°C まで 20 分かけて徐冷した後、水冷とした。

Photo. 1 に最終熱処理後の SSS 113M および KSN の光顯組織を示す。両合金とも結晶粒径はかなり大きく、平均粒径は約 200 μm であった。

2.2 試験方法

試験片の形状および寸法を Fig. 1 に示す。試験片は、JIS G 0567 に準拠した直径 6mm、標点距離 30 mm の丸棒試験片を用いた。

試験機は、高温引張試験で広く用いられている容量 10 トンのねじ竿式のインストロン型試験機（島津オートグラフ AG-10TB）を使用した。試験温度は 600, 700, 800, 850, 900, 950, 1000°C とし、試験片の温度測定には 3 本の R 熱電対を用いた。ひずみ速度は、各温度 $1.25 \times 10^{-3}/\text{sec}$, $2.5 \times 10^{-4}/\text{sec}$, $5 \times 10^{-5}/\text{sec}$ の 3 水準とし、試験開始から破断まで一定のひずみ速度で引張試験を行った。また、JIS G 0567 の方法に準じて、約 3% ひずみまでは標点間のひずみ速度が一定となるよう、伸び計を用いて自動ひずみ制御を行い、それ以降は、クロスヘッド速度が一定となるよう制御を行った。加熱装置は電気抵抗炉を用い、試験は大気中で行った。

金属組織観察には光学顕微鏡を用い、腐食は 10% シュウ酸を用いて電解エッチングを行った。

3. 実験結果および考察

3.1 応力-ひずみ曲線

Fig.2 から Fig.8 に SSS113M の 600-1000°C における応力-ひずみ曲線を示す。低ひずみ側だけでなく高ひずみ側の応力とひずみの関係をみるために、横軸のひずみは途中で尺度をかえてある。応力およびひずみは、それぞれ公称応力および公称ひずみである。

600-800°C の応力-ひずみ曲線は、耐力を過ぎたあともひずみ硬化し最大応力に達した後破断するという通常みられる応力-ひずみ曲線の型を示している。Fig.4 の 800°C の応力-ひずみ曲線では、最大応力に達するひずみ（一様伸び）がひずみ速度の低下とともに低ひずみ側に移動し、最大応力に達してから破断に至るまでかなりの延性が認められる。この傾向は 850°C ではより顕著となり、900°C の低ひずみ速度 ($5 \times 10^{-5}/\text{sec}$) 試験では耐力を過ぎて後、応力がほぼ一定となり、ほとんど加工硬化を示さない定常状態が現われる。950°C では、このような形状の応力-ひずみ曲線がよりはっきり示されている。さらに、1000°C では低ひずみ領域で 1 つのピークあるいは振動を示した後、高ひずみ領域で定常状態変形を示すという特徴的な応力-ひずみ曲線が見られる。このような応力-ひずみ曲線を示す場合、一様伸びは非常に小さい値となるが、これは後で述べるように、高温変形中の動的復旧過程の進行が著しく、最大応力に達するひずみが低ひずみ側に移動することによっている。

また、800-900°C の低ひずみ速度 ($5 \times 10^{-5}/\text{sec}$) あるいは中間のひずみ速度 ($2.5 \times 10^{-4}/\text{sec}$) では、耐力を越えた後の比較的低いひずみ領域で応力-ひずみ曲線にセレーション（鋸歯状変形）が認められる。

Fig.9 から Fig.15 に KSN の 600-1000°C における応力-ひずみ曲線を示す。温度、ひずみ速度の変化に伴う応力-ひずみ曲線の形状変化は、KSN の場合もほぼ SSS113M と似ている。600-800°C までは、弾性変形の後、大きな加工硬化を示す応力-ひずみ曲線を示すが、850, 900°C では、ひずみ速度の低下とともに加工硬化は小さくなる。950, 1000°C における応力-ひずみ曲線は、低ひずみ領域で 1 つのピークあるいは振動を示した後、高ひずみ領域で定常状態変形を示すという特徴的な応力-ひずみ曲線が認められる。高温におけるこのような特徴的な応力-ひずみ曲線については、その温度およびひずみ速度依存性、金属組織との関連を後で検討する。

KSN の応力-ひずみ曲線では、600-800°C でも比較的小さなセレーションが認められるだけでなく、850-950°C の低ひずみ速度 ($5 \times 10^{-5}/\text{sec}$) あるいは中間のひずみ速度 ($2.5 \times 10^{-4}/\text{sec}$) で、著しいセレーションが認められる。一般に、このような鋸歯状変形は、ポルトヴァンールシャトリエ効果 (Portevin-Lechatelier effect) とも呼ばれ、動的ひずみ時効によって起こると考えられている。すなわち、転位同士が交切するところや結晶中の内部応力が高いところなどで、転位の運動がしばらく停止したとき、溶質原子が拡散ってきて、転位が固着されるものと考えられる。溶質原子としては、一般に拡散速度の速い侵入型原子が考えられ

れるが、置換型原子でも変形によって形成される原子空孔濃度の増加が拡散を高め、中間温度域で同様な効果が期待される⁽⁷⁾。W量の多いKSN合金で著しい鋸歯状変形曲線がみられたことから、Ni-Cr-W系合金の鋸歯状変形には置換型溶質原子のWが関係しているものと考えられる。

3.2 0.2%耐力および引張強度

Fig.16はSSS113Mの0.2%耐力および引張強度の温度およびひずみ速度依存性を示している。また、Table 2は、SSS113Mの高温引張特性を表にまとめたものである。600-800°CまではSSS113Mの0.2%耐力はわずかに増加する傾向にあるが、800°C以上では、温度の上昇とともに低下している。また、900°C以上では、0.2%耐力のひずみ速度依存性が大きくなり、ひずみ速度の減少とともに、0.2%耐力は低下している。引張強度は、600-1000°Cまで、温度の上昇とともに著しい低下を示している。また、この温度域全体で、引張強度のひずみ速度依存性はかなり大きく、ひずみ速度の低下とともに引張り強度も低下している。さらに、800°Cを越えると、同一ひずみ速度の試験では、0.2%耐力と引張強度の差が小さくなり、950, 1000°Cの低ひずみ速度では、0.2%耐力と引張強度がほとんど等しくなる。これは、このような高温では、変形中に回復や再結晶等の動的復旧過程が進行し、高温引張試験で測定された0.2%耐力や引張強度にこのような効果が影響していることによっている。

同様にFig.17はKSNの0.2%耐力および引張強度の温度およびひずみ速度依存性を示し、Table 3はKSNの高温引張特性をまとめて示している。KSNでは、0.2%耐力は600-850°Cでほぼ一定かやや増加する傾向にある。900°C以上では、試験温度が高くなるに従い、0.2%耐力は低下し、またひずみ速度による影響も大きくなる。KSNの引張強度は600-700°Cの間でかなり低下しているのに対し、700-800°Cの間では引張強度はあまり低下していない。800-1000°Cでは、温度上昇とともに引張強度は低下し、950, 1000°Cでは同一ひずみ速度における引張強度と0.2%耐力の差は小さくなる。また、SSS113Mと同様に、KSNの引張強度も600-1000°Cでひずみ速度依存性を示し、ひずみ速度の低下とともに引張強度は低下する。

次にSSS113MとKSNの0.2%耐力および引張強度を比較してみる。0.2%耐力は、850°CまではSSS113Mの方がKSNより大きく、850°C以上では、ひずみ速度にもよるが、ほぼ同程度かKSNの方がやや大きい。同様に、引張強度についても、約800°CまではSSS113Mの方がKSNよりも大きく、それ以上の温度では、ほぼ同等かKSNの方がやや大きい。

また、SSS113MやKSNの高温強度をJIS G 0567に準拠して試験された、ハステロイXの値⁽¹⁴⁾と比較してみると、SSS113MやKSNの0.2%耐力や引張強度は、600-800°CではハステロイXの平均値より低いが、850-1000°CではハステロイXの平均値と同程度かやや高い値を示した。

3.3 伸びおよび絞り

SSS 113M の高温引張試験における伸び（全伸び）および絞りを Fig.18 および Fig.19 に示す。SSS 113M では、伸びあるいは絞りが極小となる温度領域が 700-800°C にある。700°C 以下では、ひずみ速度の低下とともに、伸びおよび絞りが減少しているが、700°C より高温ではそのような傾向を示してはいない。SSS 113M は、600-1000°C の温度範囲で比較的延性が高い。

同様に、Fig.20 および Fig.21 は、KSN の高温引張試験における伸びおよび絞りの結果を示している。KSN の場合、800-900°C の間で伸びあるいは絞りが極小となっている。延性の極小を示す温度は、ひずみ速度が小さいほど低温側に移っている。600°C からこの延性が極小を示す温度までは、伸びおよび絞りはひずみ速度が遅いほど小さい。KSN と SSS 113M の伸びおよび絞りを比較すると、800°C 以上では KSN の方が SSS 113M よりかなり延性が低い。

3.4 高温変形挙動に及ぼす温度とひずみ速度の影響

950°C および 1000°C における SSS 113M および KSN の応力-ひずみ曲線は、低ひずみ領域で单一あるいは多重ピークを示した後、定常状態変形となった。この挙動をはっきり表すため、Fig.22 から Fig.25 に低ひずみ領域の応力-ひずみ曲線を示す。ここでは 1 つのピークあるいは振動を示した後、定常状態変形を示すという特徴的な応力-ひずみ曲線が表われている。このような応力-ひずみ曲線は、 γ -Fe やその合金、Ni や Cu の高温変形でみられる動的再結晶に起因した応力-ひずみ曲線^(8,9,10) に類似している。一般に、高温における動的復旧過程は回復と再結晶に分けられるが、回復の場合の応力-ひずみ曲線は、変形に伴い急激な立ち上がりと大きな加工硬化を示す遷移段階を経て、高ひずみでは見かけの加工硬化が零となり、ほぼ一定応力の定常段階の変形を示すようになる。これに対し、再結晶の場合は、低ひずみ領域で 1 つのピークか規則的な振動を示した後、高ひずみで定常状態変形を示す特徴的な応力-ひずみ曲線が現われる。 γ -Fe 等で観察される動的再結晶に起因した応力-ひずみ曲線では、低ひずみ速度で規則的な振動を持った曲線が現れる^(8,9) のに対し、SSS 113M や KSN では高ひずみ速度で多重ピークを持った曲線が認められる。この実験で使用したねじ竿式引張試験機では、JIS G 0567 に準じて、耐力に達するまで伸び計を用いて自動ひずみ制御を行ったとき、ひずみ速度が速くなると、降伏直後のひずみ速度を一定に保つのは困難となった。そのため高ひずみ速度で現われた応力振動は、ひずみ速度制御の安定性やフレームの剛性等の試験機の特性によって起こった可能性もある。また、KSN や SSS 113M ではセレーションが著しく、動的再結晶に起因する規則的な応力振動とセレーションを明確に区別することも難しいと思われる。そこで、ここでは応力振動の振幅や周期等の詳しい解析は行わず、定常状態変形になったときの応力とひずみ速度、温度の関係について検討を行なう。

一般に、定常状態変形応力 σ_s は、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ (1/sec) と温度 T (K) によって変化するが、それらの間には次式が成立することが知られている。

$$\dot{\varepsilon} = A \cdot F(\sigma_s) \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

応力関数 $F(\sigma_s)$ としては、 σ_s^n , $\exp(\beta\sigma_s)$, $(\sinh\alpha\sigma_s)^n$ が代表的であり、A, Q, n, α , β は実験定数である。ここでは $F(\sigma_s)$ として最も単純なべき関数表現 σ_s^n を用いて実験結果を整理する。変形のための見かけの活性化エネルギー Q が一定のとき、 $\dot{\varepsilon}$ は次式の温度補償ひずみ速度因子 Z (Zener-Hollomon パラメーター) を用いて表すると便利である。

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = A \cdot F(\sigma_s) \quad (2)$$

Fig.22とFig.23を比較すると、SSS 113M の 950°C, ひずみ速度 $2.5 \times 10^{-4}/\text{sec}$ の定常状態変形応力は 1000°C, ひずみ速度 $1.25 \times 10^{-3}/\text{sec}$ のそれにほぼ一致し、950°C, ひずみ速度 $5.0 \times 10^{-5}/\text{sec}$ の定常状態変形応力は、1000°C, ひずみ速度 $2.5 \times 10^{-4}/\text{sec}$ のそれとほぼ一致している。また、Fig.24とFig.25を比較すると、KSNについても同様のことがいえる。そこで、SSS 113M について、一定の定常状態変形応力におけるひずみ速度を Arrhenius の関係で整理すると、Fig.26のようになる。この関係から変形の見かけの活性化エネルギーを求めると、 $Q = 417 \text{ KJ/mol}$ となる。KSNについても、SSS 113M に比べ定常状態変形応力がやや高いだけで、SSS 113M と等しい活性化エネルギーの値が得られた。この Q 値と式(2)を用いて、Z と σ_s の関係を両対数プロットしたのが Fig.27 である。応力関数としてべき乗則表現を用いたときの応力指数 n は SSS 113M で 6, KSN で 7 という値が得られた。SSS 113M では 1000°C, 定常クリープ速度が $2.7 \times 10^{-7}/\text{sec}$ から $2.7 \times 10^{-3}/\text{sec}$ の間で $n = 6$ という値が得られており⁽¹¹⁾、この値は SSS 113M の高温引張試験で得られた値と一致している。変形の見かけの活性化エネルギーについては、Ni-Cr-W 系合金について比較できるクリープの活性化エネルギーの値は報告されていないが、高温引張試験で得られた SSS 113M および KSN の変形の見かけの活性化エネルギー $Q = 417 \text{ KJ/mol}$ は、第一世代合金であるハステロイ-XR やハステロイ-XR II のクリープの見かけの活性化エネルギーの値 300-400 KJ/mol⁽¹²⁾ よりやや大きく、純 Ni の自己拡散の活性化エネルギーの値 280 KJ/mol⁽¹³⁾ より大きな値である。

SSS 113M に対する応力指数 n がクリープとここで行った高温引張試験とで一致していることから、950, 1000°C の高温引張り試験中に到達される定常状態変形は、長期間クリープ変形の機構と関連づけられ、そのような条件で行われる高温引張試験では、時間に依存した挙動が示される。すなわち、SSS 113M や KSN を 950, 1000°C で JIS G 0567⁽⁶⁾ で規定されている程度のひずみ速度 ($5 \times 10^{-5}/\text{sec}$ - $1.25 \times 10^{-3}/\text{sec}$) で引張試験した場合、応力-ひずみ曲線は動的再結晶型の曲線を示し、その挙動はクリープと同様の時間に依存するものとなる。 $600 - 1000^\circ\text{C}$ で行った本実験の結果を、短時間機械的特性を表わす時間に依存しない挙動と、長時間機械的特性を表わす時間に依存する挙動に分けて示したのが、Fig.28 および Fig.29 である。実験を行ったひずみ速度の範囲で、SSS 113M や KSN は 800°C までは時間に依存しない挙動を示しているが、850, 900°C では低ひずみ速度で時間に依存した挙動を示し、1000°C では実験を行った全てのひずみ速度で時間に依存した挙動を示すようになる。Fig.28

およびFig.29の図中に示した線は、時間に依存しない挙動と時間に依存する挙動の境界を表したものであり、 1000°C ではこれらの合金は $5 \times 10^{-2} / \text{sec}$ から $1 \times 10^{-1} / \text{sec}$ という速いひずみ速度で変形するとき、時間に依存しない挙動を示すものと考えられる。

3.5 金属組織

応力-ひずみ曲線が動的再結晶に起因する特徴的な形状の曲線を示す場合、その金属組織は動的再結晶粒組織からなっていることが報告されている^(8, 9, 10)。そこで、ここでは高温引張試験を行った破断材に対して、降伏後も著しい加工硬化を示した場合、单一あるいは多重ピークを示した後、定常状態変形となる場合について、光学顕微鏡による金属組織観察を行った。

Photo.2は、 700°C 、ひずみ速度 $5 \times 10^{-5} / \text{sec}$ で引張試験を行った後のSSS113Mの光顕組織を示している。この条件では、応力-ひずみ曲線は降伏後も加工硬化を示し、破断材の組織は引張軸方向に伸びた結晶粒からなっている。Photo.3は 900°C 、ひずみ速度 $5 \times 10^{-5} / \text{sec}$ で試験したSSS113Mの金属組織であり、元の結晶粒は長く伸びて変形しているが、よく見ると、その粒内に微細な再結晶粒が観察される。この試験条件では、応力-ひずみ曲線は動的再結晶型の曲線を示した。Photo.4およびPhoto.5に 1000°C で試験したSSS113Mの光顕組織を示す。SSS113MやKSNのようなNi-Cr-W系の合金では、再結晶によって形成された微細結晶粒の粒界はエッチングされにくく、断面全体の再結晶粒組織を観察するのは困難であったが、破断部等には微細な再結晶粒が観察され、元の大きな粒内にも部分的に析出物で囲まれた再結晶粒とみられる組織が観察される。SSS113Mの 1000°C での高温引張試験は動的再結晶型の曲線を示し、光顕観察でも微細な再結晶粒が認められた。

同様に、Photo.6からPhoto.9に高温引張試験後のKSNの光顕組織を示す。KSNはエッティングで再結晶粒を出すのが113MAよりさらに困難であったが、SSS113Mと同様に、動的再結晶型の曲線を示した試験片では微細な再結晶粒が認められた。

4. 結 言

高温ガス炉の中間熱交換器用超耐熱合金として、工業技術院の大型プロジェクトで開発された Ni-Cr-W 合金、 SSS 113M および KSN について、温度 600~1000°C、ひずみ速度 5×10^{-5} ~ 1.25×10^{-3} /sec の範囲で高温引張特性を調べた。高温引張特性の温度およびひずみ速度依存性を調べることを目的としたこの実験より、以下の結論が得られた。

- (1) 600~800°C では、耐力を過ぎた後でも著しい加工硬化を示す通常の応力-ひずみ曲線を示したが、950, 1000°C では単一のピークあるいは応力振動の後、定常状態変形となる動的再結晶型の応力-ひずみ曲線を示した。850, 900°C でも、ひずみ速度の低い試験ではそのような動的再結晶型の応力-ひずみ曲線が現われる傾向が認められた。
- (2) 0.2%耐力は 800 ないし 850°C までは一定あるいは温度上昇とともにわずかに増加したが、850°C を超えると温度上昇およびひずみ速度の減少とともに低下した。引張強度は 600~1000°C で温度上昇およびひずみ速度の減少とともに低下した。0.2%耐力および引張強度は 600°C から 800 ないし 850°C までは、SSS 113M の方が大きいが、850~1000°C ではほぼ同程度か KSN の方がやや大きくなった。
- (3) 伸びおよび絞りに関しては、SSS 113M は 700~800°C の間で、KSN は 800~900°C の間で、延性が極小となった。800°C 以上では、KSN は SSS 113M に比べ延性がかなり低かった。
- (4) SSS 113M および KSN は、950, 1000°C では、ピーク応力を示した後、定常状態変形を示し、そのときの応力、ひずみ速度、温度の関係は Zener-Hollomon パラメータおよび応力関数としてべき関数を用いて表わされた。変形のみかけの活性化エネルギー Q は両合金とも 417 KJ/mol、応力指数 n は、SSS 113M が 6、KSN が 7 であった。
- (5) 高温引張試験片の金属組織観察では、動的再結晶型の応力-ひずみ曲線を示した場合、微細な再結晶粒が認められた。

謝 辞

高温引張試験片の金相試験で御援助いただいた鈴木富男氏に感謝致します。

4. 結 言

高温ガス炉の中間熱交換器用超耐熱合金として、工業技術院の大型プロジェクトで開発された Ni-Cr-W 合金、 SSS 113M および KSN について、温度 600-1000°C、ひずみ速度 $5 \times 10^{-5} - 1.25 \times 10^{-3}$ / sec の範囲で高温引張特性を調べた。高温引張特性の温度およびひずみ速度依存性を調べることを目的としたこの実験より、以下の結論が得られた。

- (1) 600-800°C では、耐力を過ぎた後でも著しい加工硬化を示す通常の応力-ひずみ曲線を示したが、950, 1000°C では単一のピークあるいは応力振動の後、定常状態変形となる動的再結晶型の応力-ひずみ曲線を示した。850, 900°C でも、ひずみ速度の低い試験ではそのような動的再結晶型の応力-ひずみ曲線が現われる傾向が認められた。
- (2) 0.2%耐力は 800 ないし 850°C までは一定あるいは温度上昇とともにわずかに増加したが、850°C を超えると温度上昇およびひずみ速度の減少とともに低下した。引張強度は 600-1000°C で温度上昇およびひずみ速度の減少とともに低下した。0.2%耐力および引張強度は 600°C から 800 ないし 850°C までは、SSS 113M の方が大きいが、850-1000°C ではほぼ同程度か KSN の方がやや大きくなった。
- (3) 伸びおよび絞りに関しては、SSS 113M は 700-800°C の間で、KSN は 800-900°C の間で、延性が極小となった。800°C 以上では、KSN は SSS 113M に比べ延性がかなり低かった。
- (4) SSS 113M および KSN は、950, 1000°C では、ピーク応力を示した後、定常状態変形を示し、そのときの応力、ひずみ速度、温度の関係は Zener-Hollomon パラメーターおよび応力関数としてべき関数を用いて表わされた。変形のみかけの活性化エネルギー Q は両合金とも 417 KJ/mol、応力指数 n は、SSS 113M が 6、KSN が 7 であった。
- (5) 高温引張試験片の金属組織観察では、動的再結晶型の応力-ひずみ曲線を示した場合、微細な再結晶粒が認められた。

謝 辞

高温引張試験片の金相試験で御援助いただいた鈴木富男氏に感謝致します。

参 考 文 献

- 1) 通商産業省・工業技術院, 原子力製鉄技術研究組合: 高温還元ガス利用による直接製鉄技術の研究開発－総合報告書－ (1981)
- 2) 田中良平, 松尾孝: 鉄と鋼, 68 (1982) p. 226
- 3) 高温ガス炉研究委員会超耐熱合金専門部会: 日本原子力研究所報告, JAERI-M 88-270 (1989)
- 4) U. Bruch, D. Schuhmacher, P. J. Ennis and E. Heesen: Nucl. Technol., 66 (1984) p. 357
- 5) F. Schubert, H. H. Over and H. Nickel: Proc. Int. Conf. on Creep, (1986) p. 539
- 6) 日本工業規格 JIS G 0567 (1978)
- 7) W. J. McGregor Tegart, 高村, 三浦, 岸訳: 金属の力学的性質, その転位論的アプローチ, 丸善 (1975) p. 44
- 8) 酒井拓: 日本国金属学会会報, 12 (1983) p. 1036
- 9) 酒井拓: 鉄鋼の高温変形挙動, 田村今男編, 鉄鋼基礎共同研究会高温変形部会, (1979)
- 10) 牧正志, 田村今男: 材料, 30 (1981) p. 211
- 11) 田村学, 亀村佳樹, 渡辺力蔵, 千葉芳孝: 鉄と鋼, 65 (1979) p. 1022
- 12) Y. Kurata and Y. Ogawa: J. Nucl. Mater., 158 (1988) p. 42
- 13) A. J. Reynolds, B. I. Averbach and M. Cohen: Acta. Metall., 5 (1957) p. 29
- 14) 横井信, 門馬義雄, 近藤達男, 小川豊, 倉田有司: 日本原子力研究所報告, JAERI-M 83-138 (1983)

Table 1 Chemical composition of materials (wt%)

	C	Si	Mn	Ni	Cr	W	Fe	Co	Al	Ti	Zr	S	P	Nb
SSS113M	0.062	0.01	0.01	bal.	23.58	18.30	0.10	0.04	0.009	0.54	0.03	0.001	0.003	0.01
KSN	0.030	0.042	0.009	bal.	15.26	25.26	0.72	0.005	0.11	0.26	0.029	0.0029	0.003	0.33

Table 2 High temperature tensile properties of SSS113M

	Strain rate (/s)	Test temperature (°C)						
		600	700	800	850	900	950	1000
0.2% Proof stress (MPa)	1.25 E-3	194.4	205.0	218.4	206.3	196.1	193.3	134.9
	2.5 E-4	188.4	201.8	219.1	199.2	184.2	143.2	110.4
	5.0 E-5	183.5	193.5	193.0	221.1	141.4	111.5	88.1
Tensile strength (MPa)	1.25 E-3	478.7	410.0	407.2	317.0	244.2	205.0	179.9
	2.5 E-4	450.6	362.3	329.3	250.4	202.4	160.0	123.1
	5.0 E-5	403.8	380.3	264.3	221.1	156.2	115.7	90.1
Elongation (%)	1.25 E-3	56.8	38.5	36.2	47.2	56.5	63.9	78.7
	2.5 E-4	49.0	30.5	42.8	55.3	66.0	76.8	81.2
	5.0 E-5	35.0	23.8	51.6	48.2	77.2	68.3	56.2
Reduction of area (%)	1.25 E-3	42.8	32.3	26.3	32.5	39.5	52.5	56.5
	2.5 E-4	37.9	26.3	33.0	46.2	49.5	59.9	52.4
	5.0 E-5	32.1	19.4	40.0	45.8	53.2	46.1	48.9

Table 3 High temperature tensile properties of KSN

	Strain rate (/s)	Test temperature (°C)						
		600	700	800	850	900	950	1000
0.2% Proof stress (MPa)	1.25 E-3	167.8	153.9	178.5	188.3	182.1	173.7	163.7
	2.5 E-4	166.0	150.4	167.7	192.8	158.8	158.8	135.8
	5.0 E-5	171.2	170.6	168.4	164.4	172.6	131.6	96.4
Tensile strength (MPa)	1.25 E-3	455.6	339.1	325.1	332.6	276.3	209.4	189.1
	2.5 E-4	438.8	333.7	304.1	283.2	213.3	189.5	159.9
	5.0 E-5	341.3	261.6	275.2	219.4	211.1	159.2	106.9
Elongation (%)	1.25 E-3	66.2	37.5	27.0	22.0	19.2	34.8	35.8
	2.5 E-4	58.3	35.0	21.3	17.0	36.5	34.3	38.3
	5.0 E-5	35.8	21.0	13.3	22.5	29.2	37.2	33.7
Reduction of area (%)	1.25 E-3	52.5	32.7	26.4	16.1	17.5	29.8	28.9
	2.5 E-4	43.8	27.8	19.0	14.1	30.8	24.6	24.3
	5.0 E-5	26.4	18.5	10.1	18.2	21.2	25.8	26.2

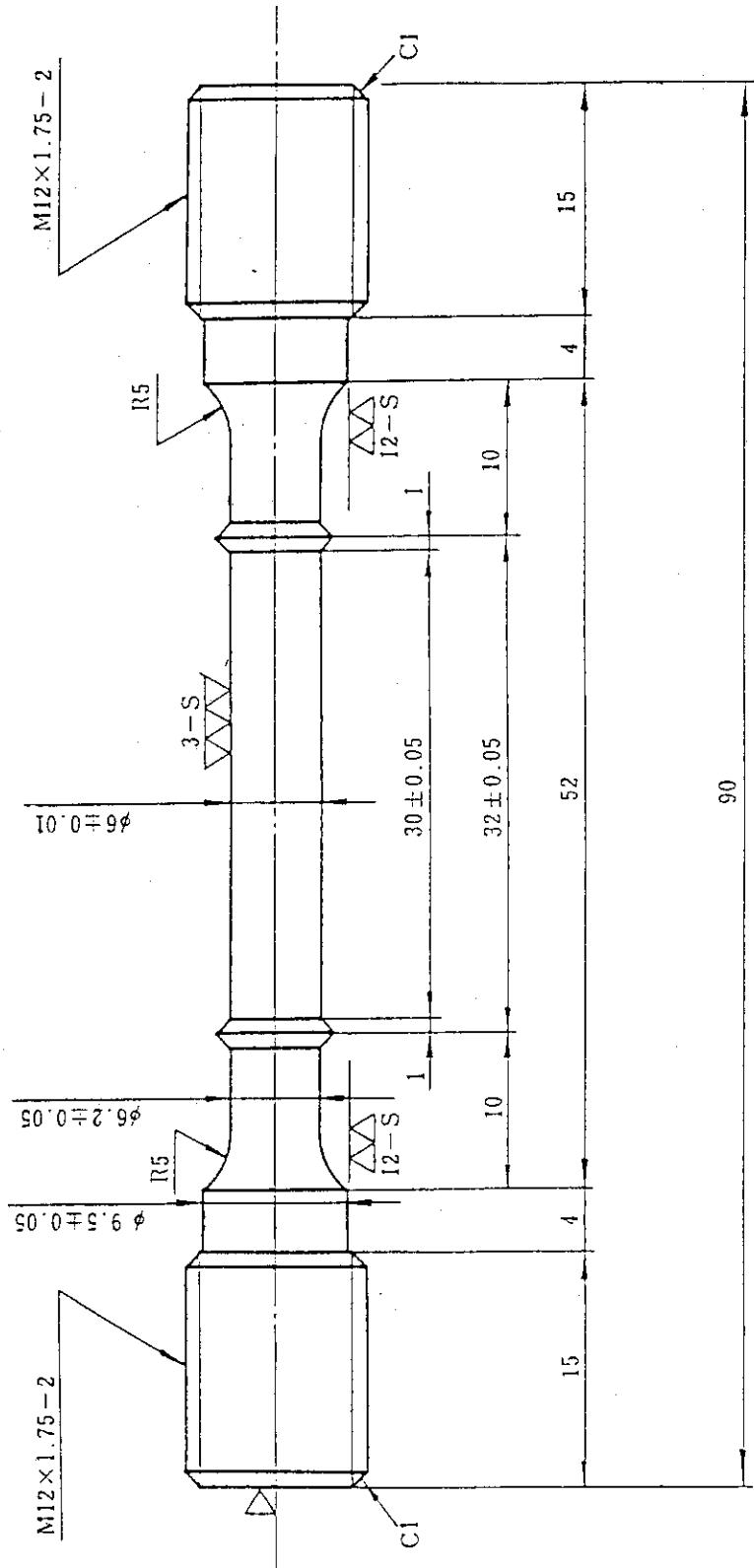


Fig. 1 Geometry of specimen for tensile tests.

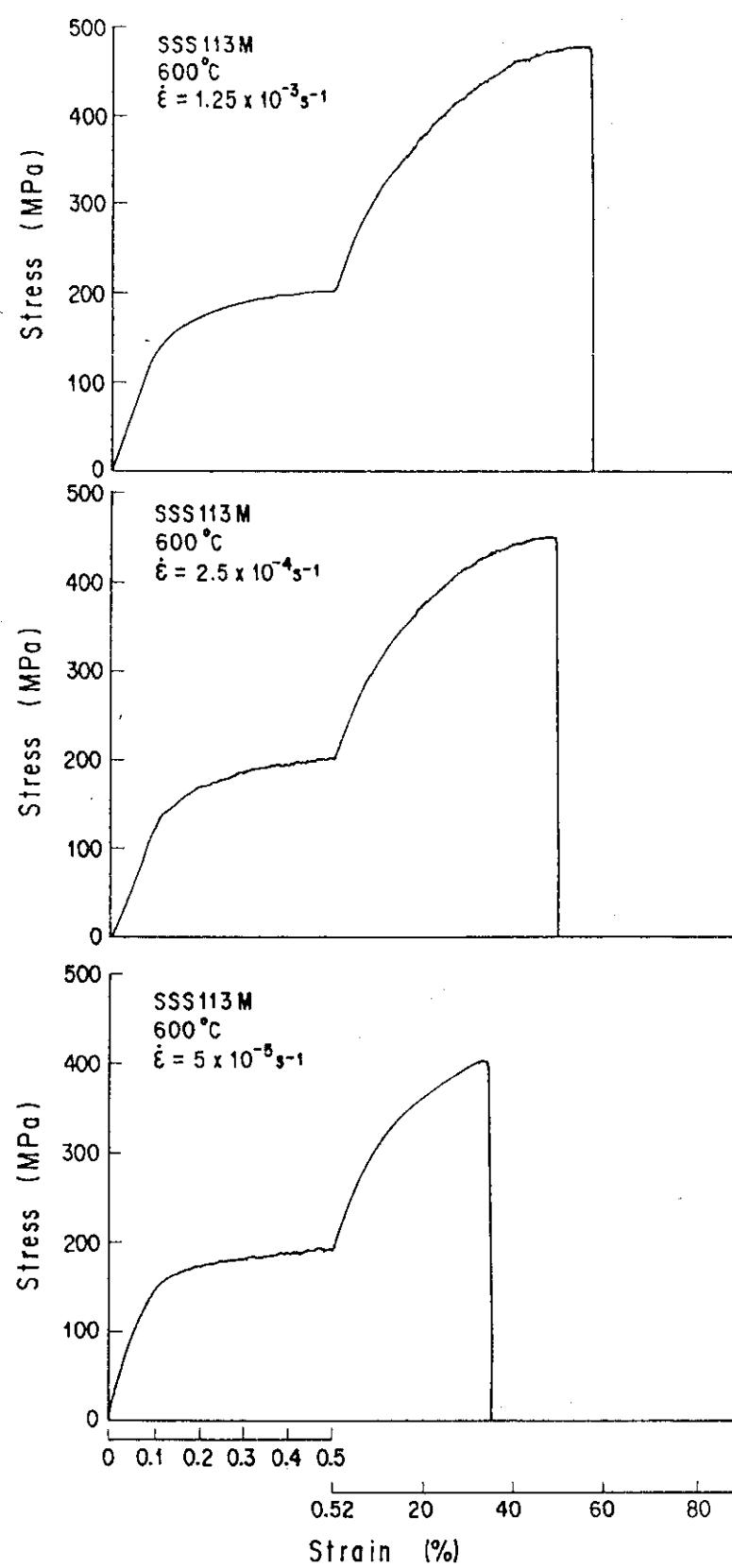


Fig. 2 Stress-strain curves of SSS113M at 600°C.

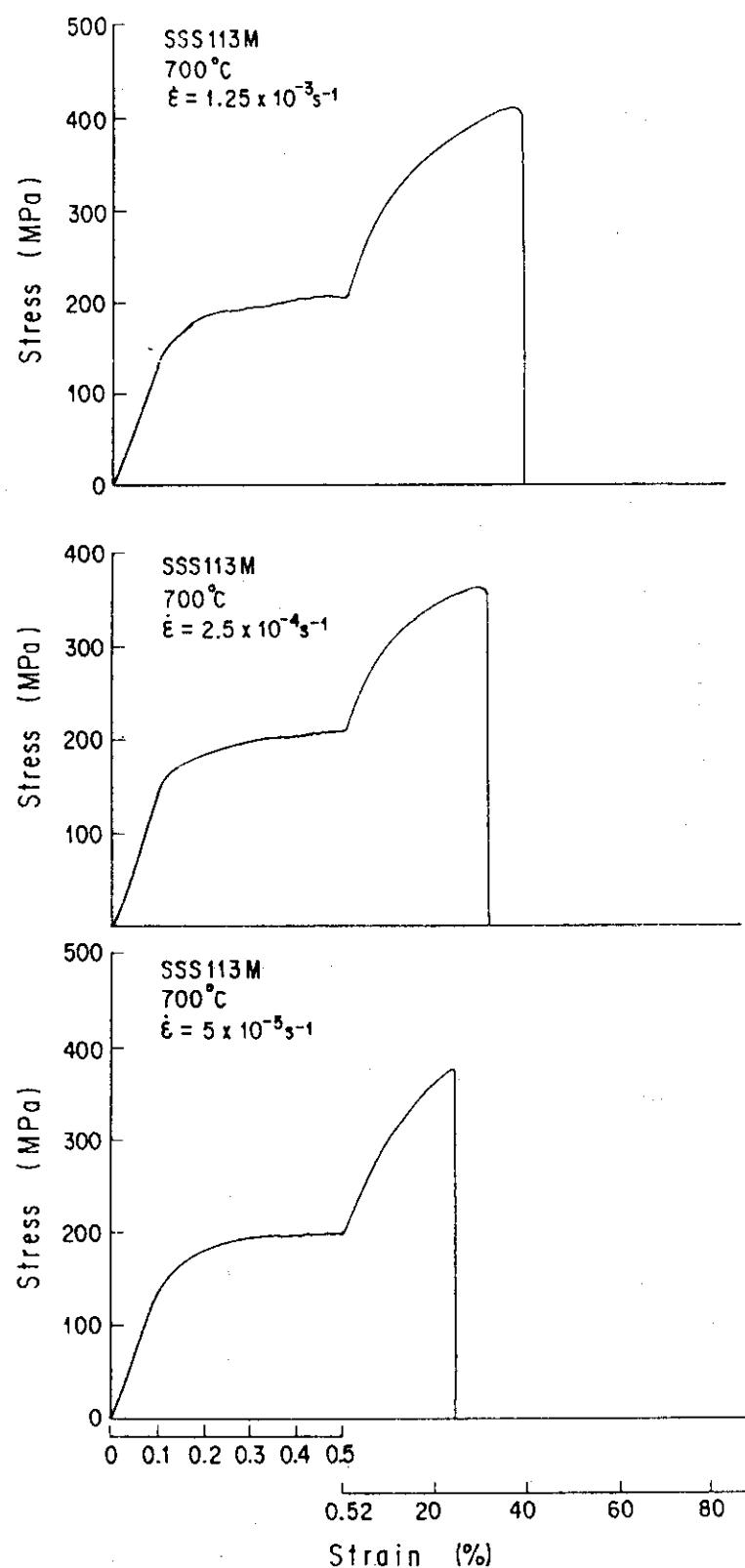


Fig. 3 Stress-strain curves of SSS113M at 700°C.

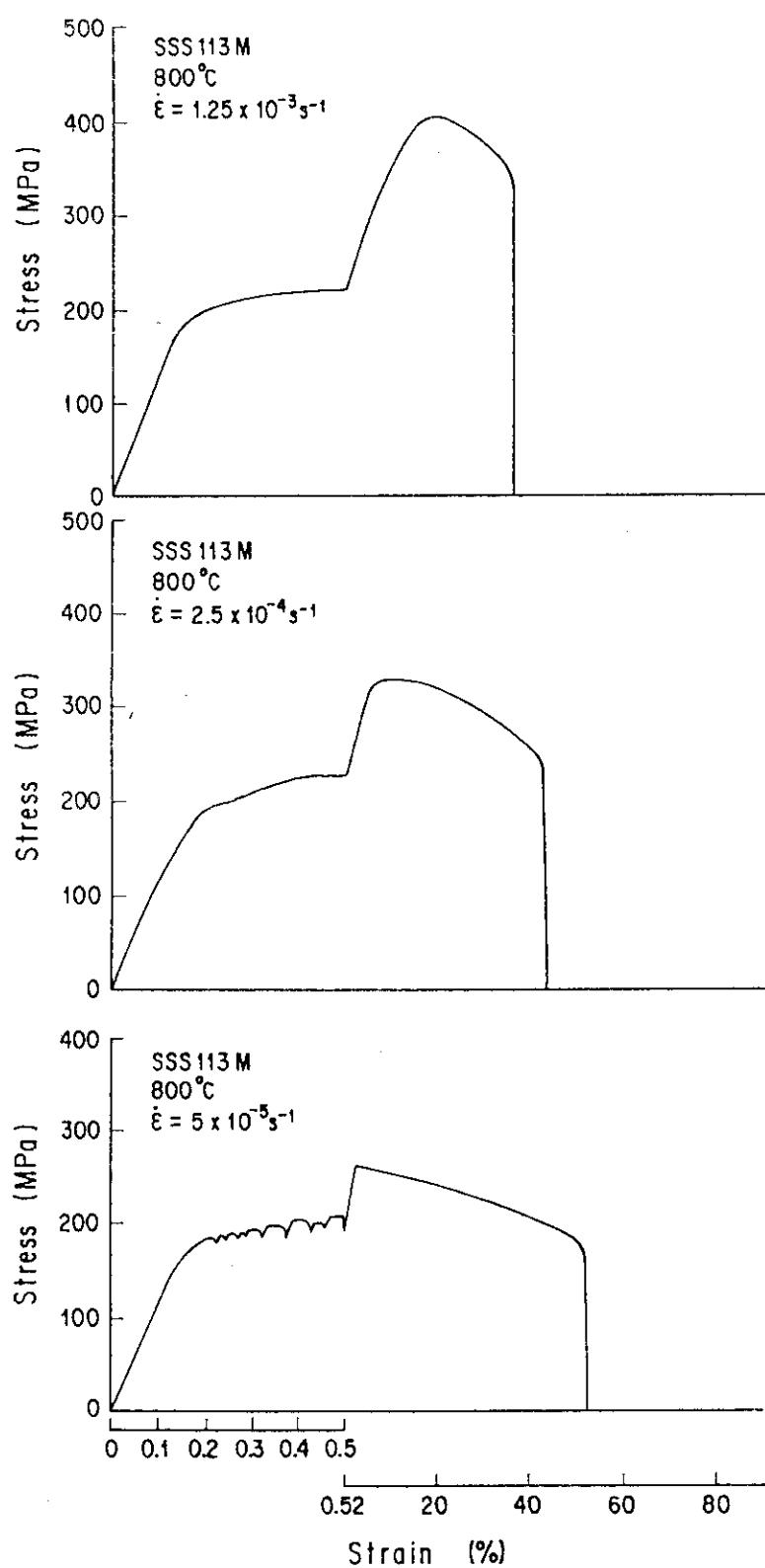


Fig. 4 Stress-strain curves of SSS113M at 800°C.

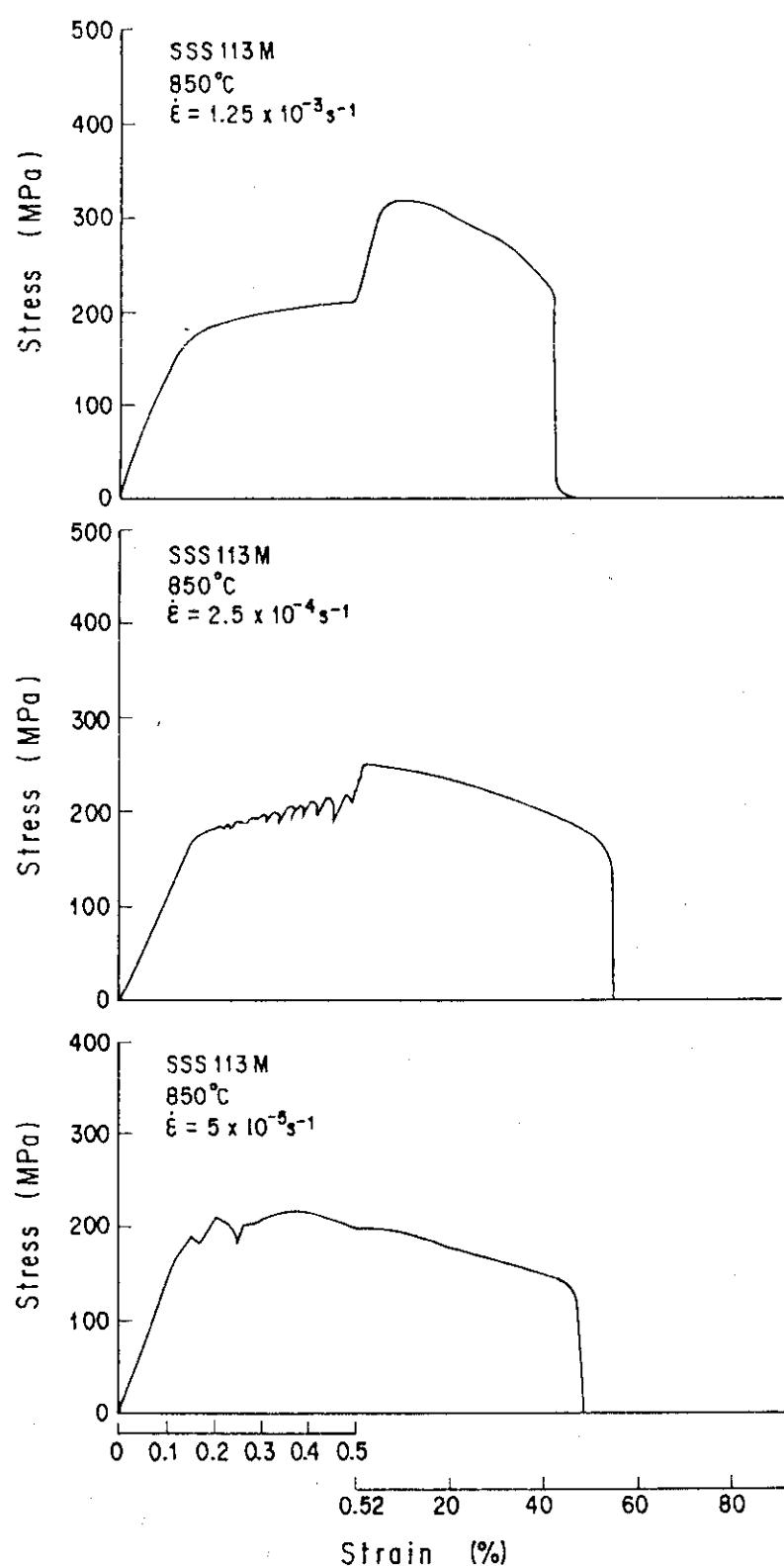


Fig. 5 Stress-strain curves of SSS113M at 850°C.

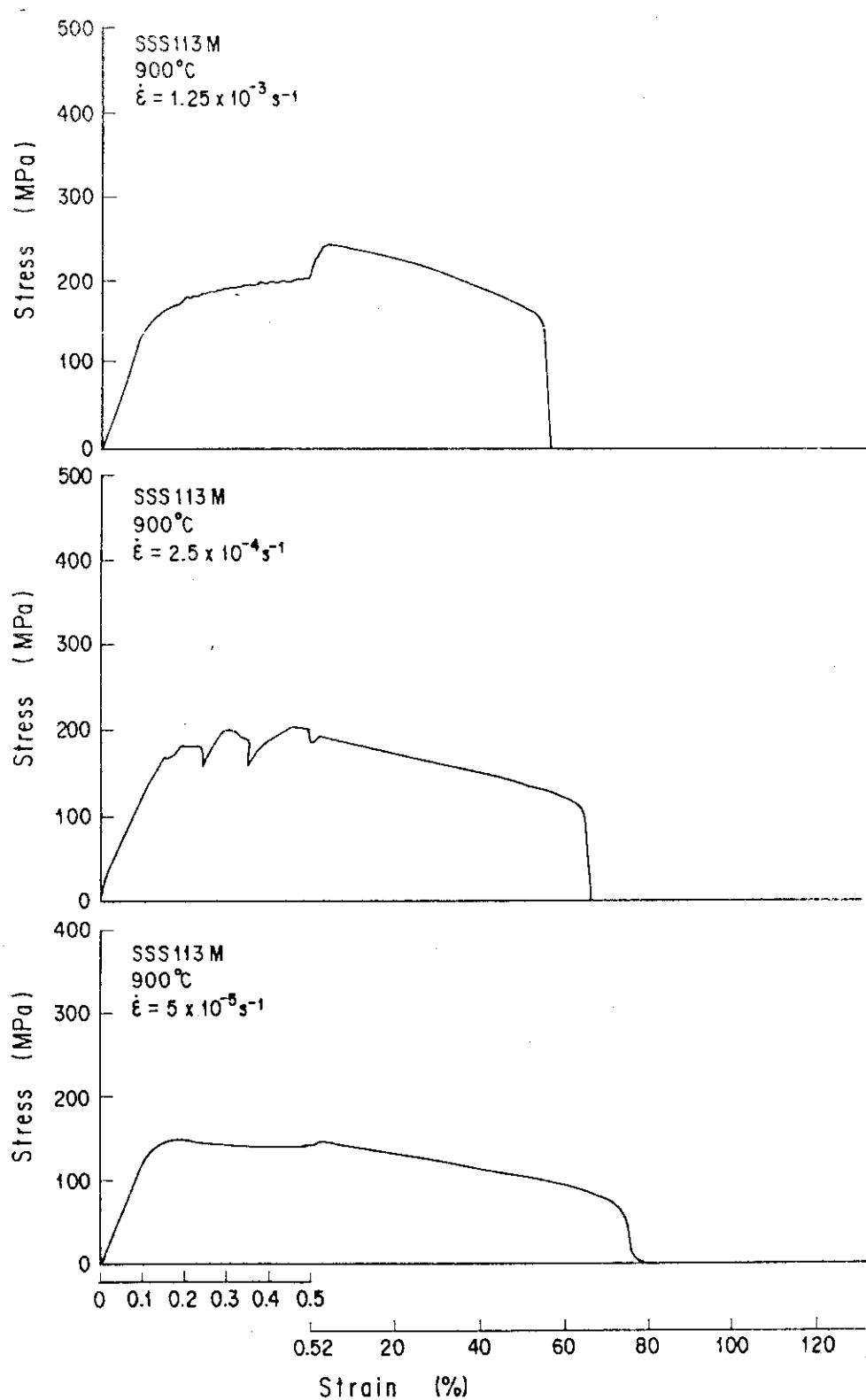


Fig. 6 Stress-strain curves of SSS113M at 900°C.

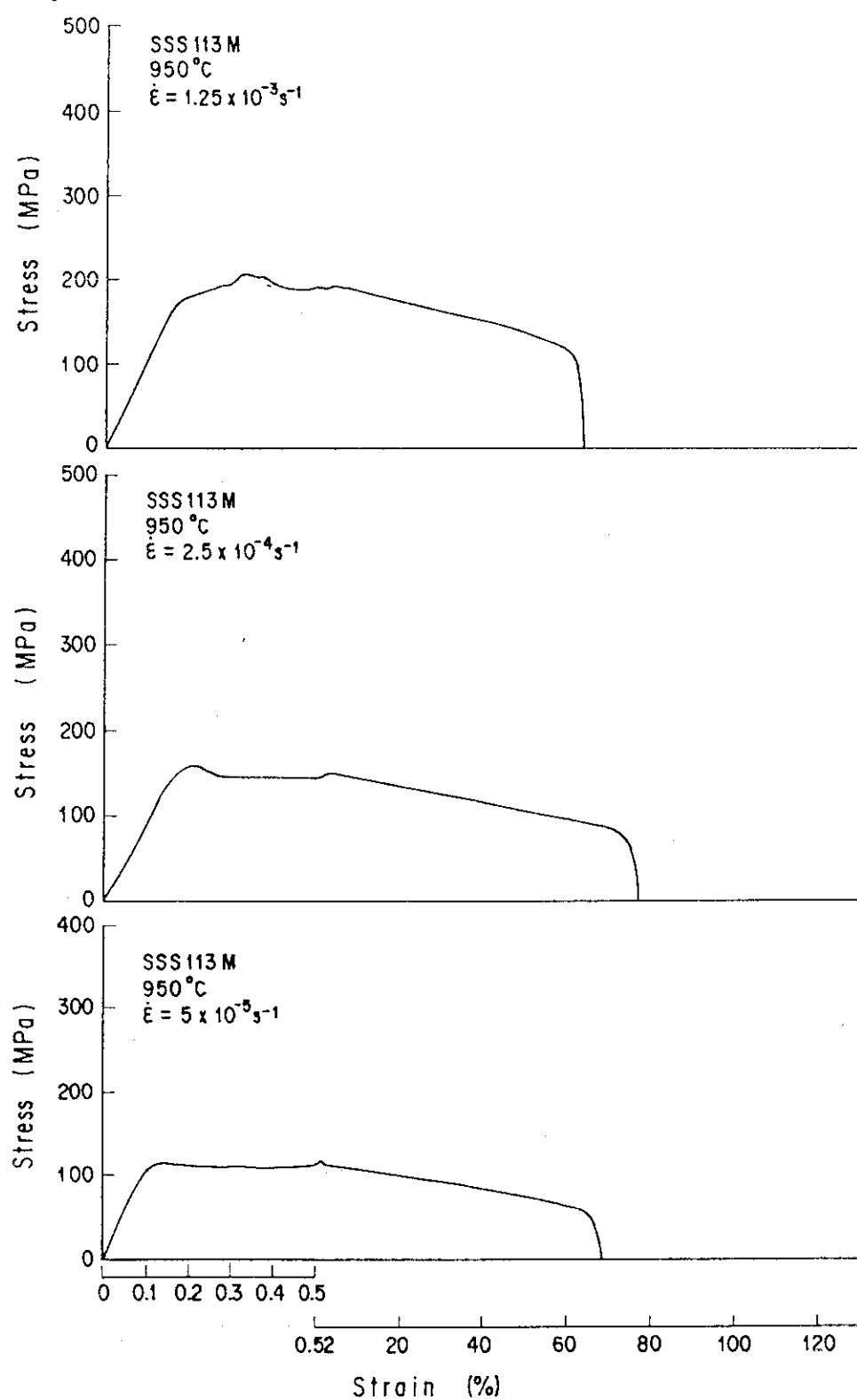


Fig. 7 Stress-strain curves of SSS113M at 950°C.

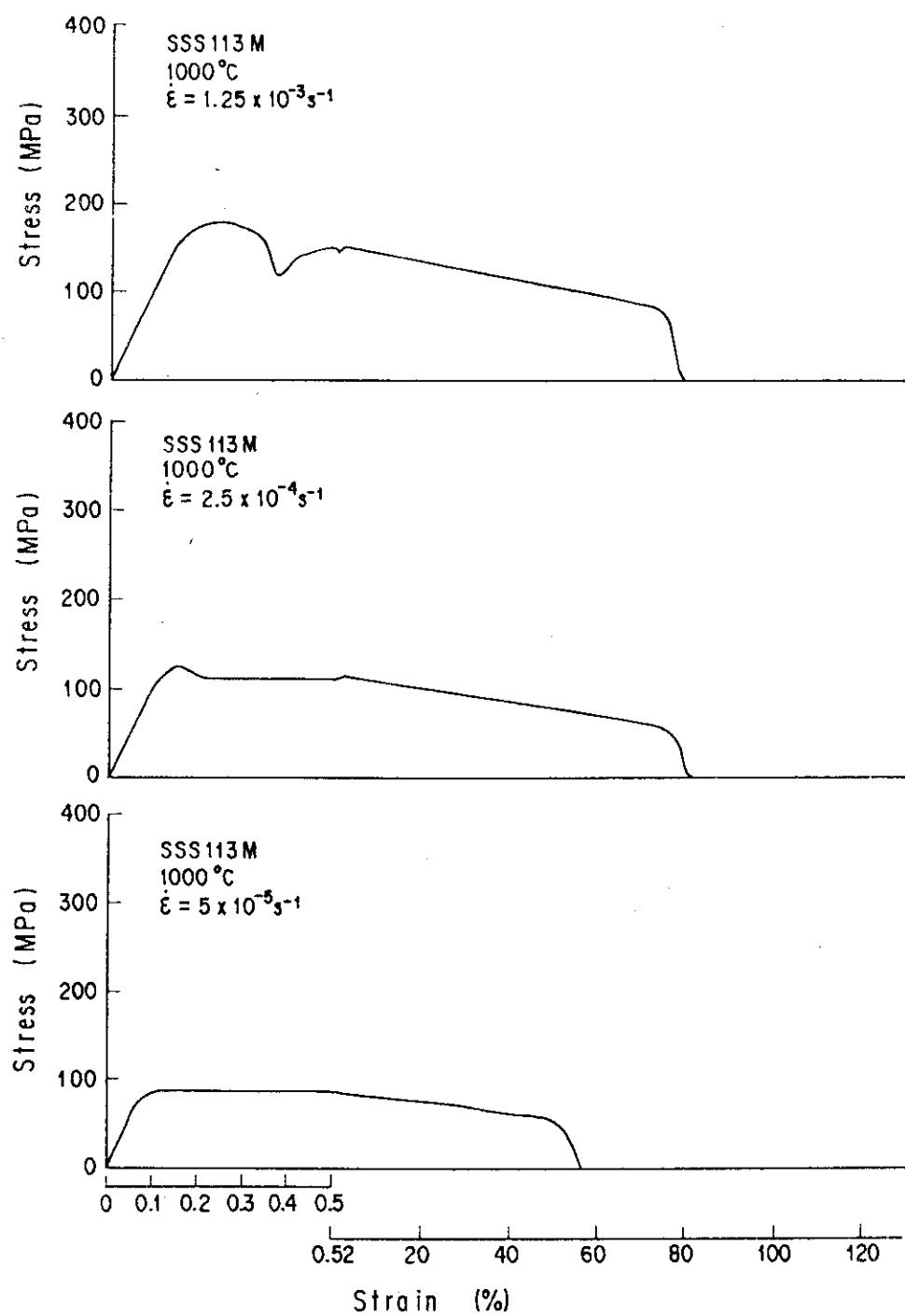


Fig. 8 Stress-strain curves of SSS113M at 1000°C.

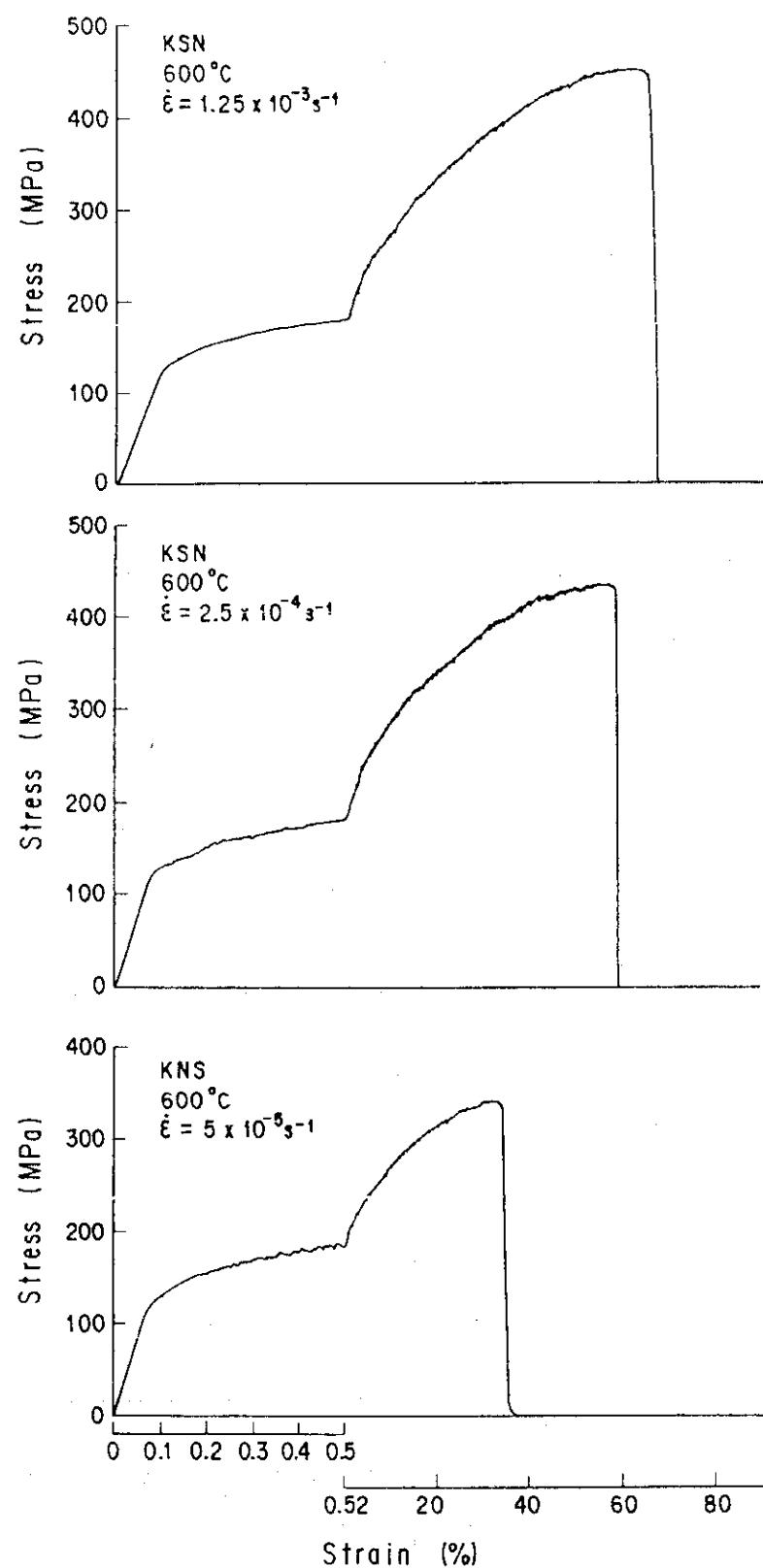


Fig. 9 Stress-strain curves of KSN at 600°C.

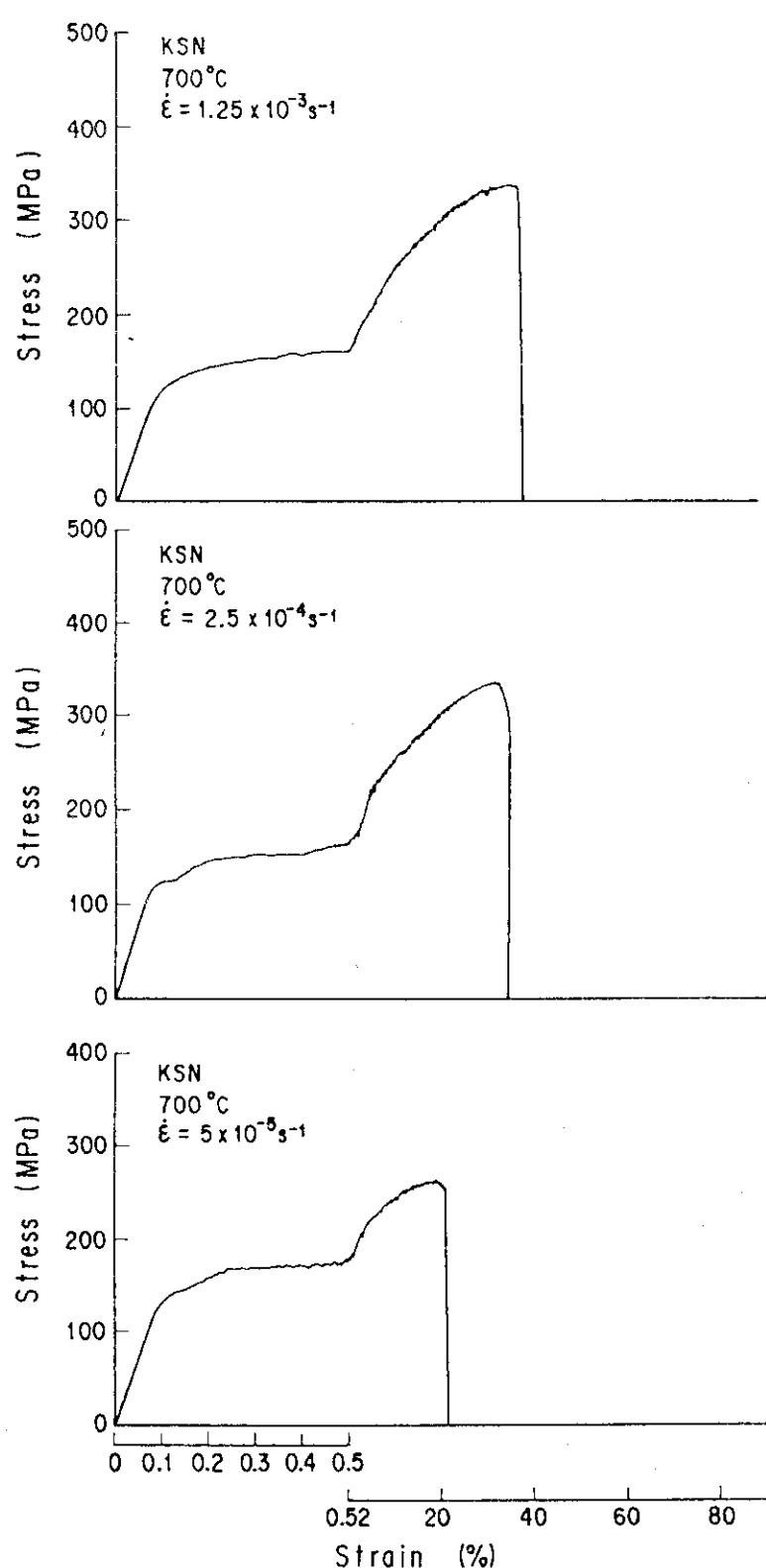


Fig. 10 Stress-strain curves of KSN at 700°C.

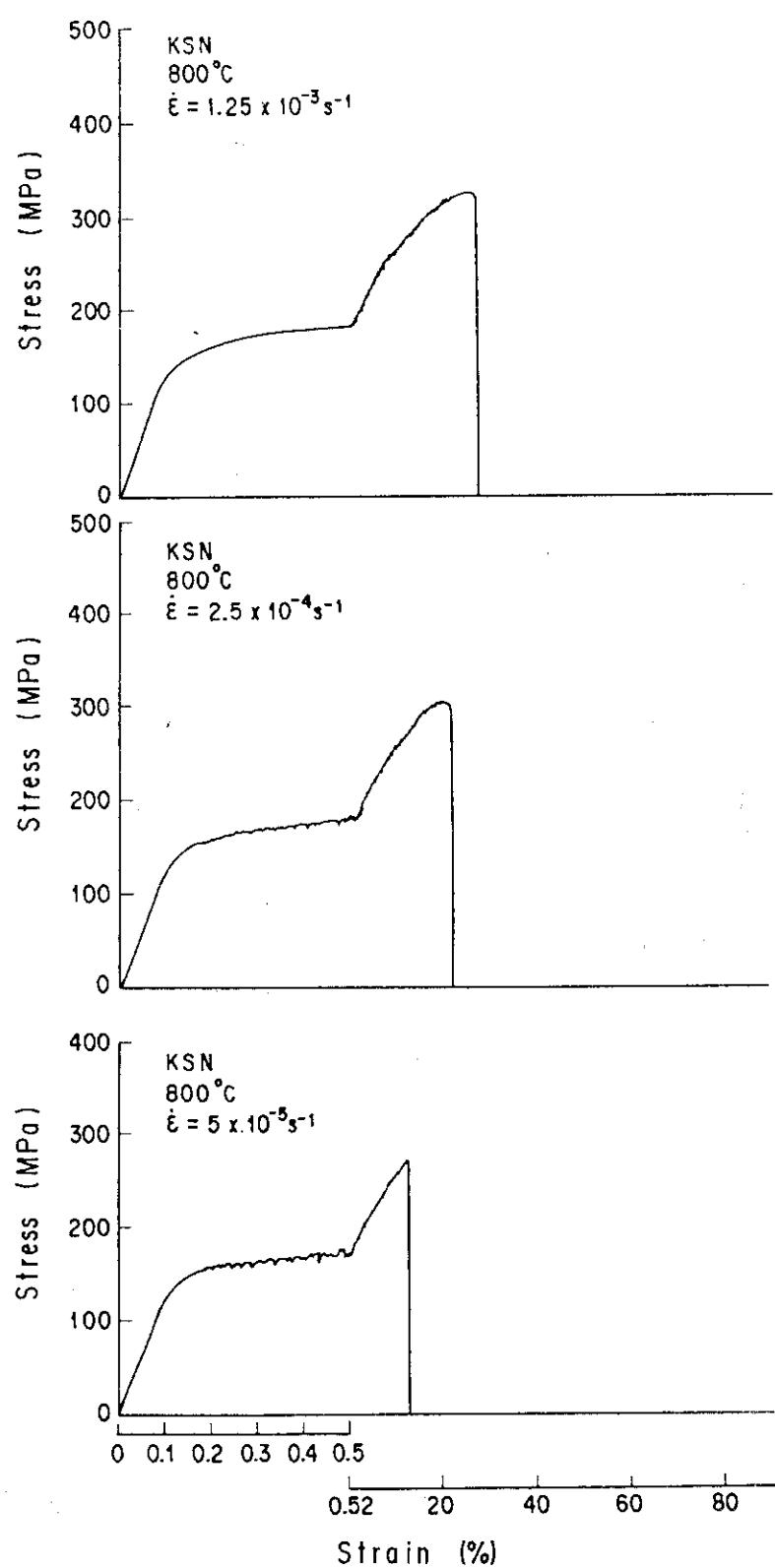


Fig. 11 Stress-strain curves of KSN at 800°C.

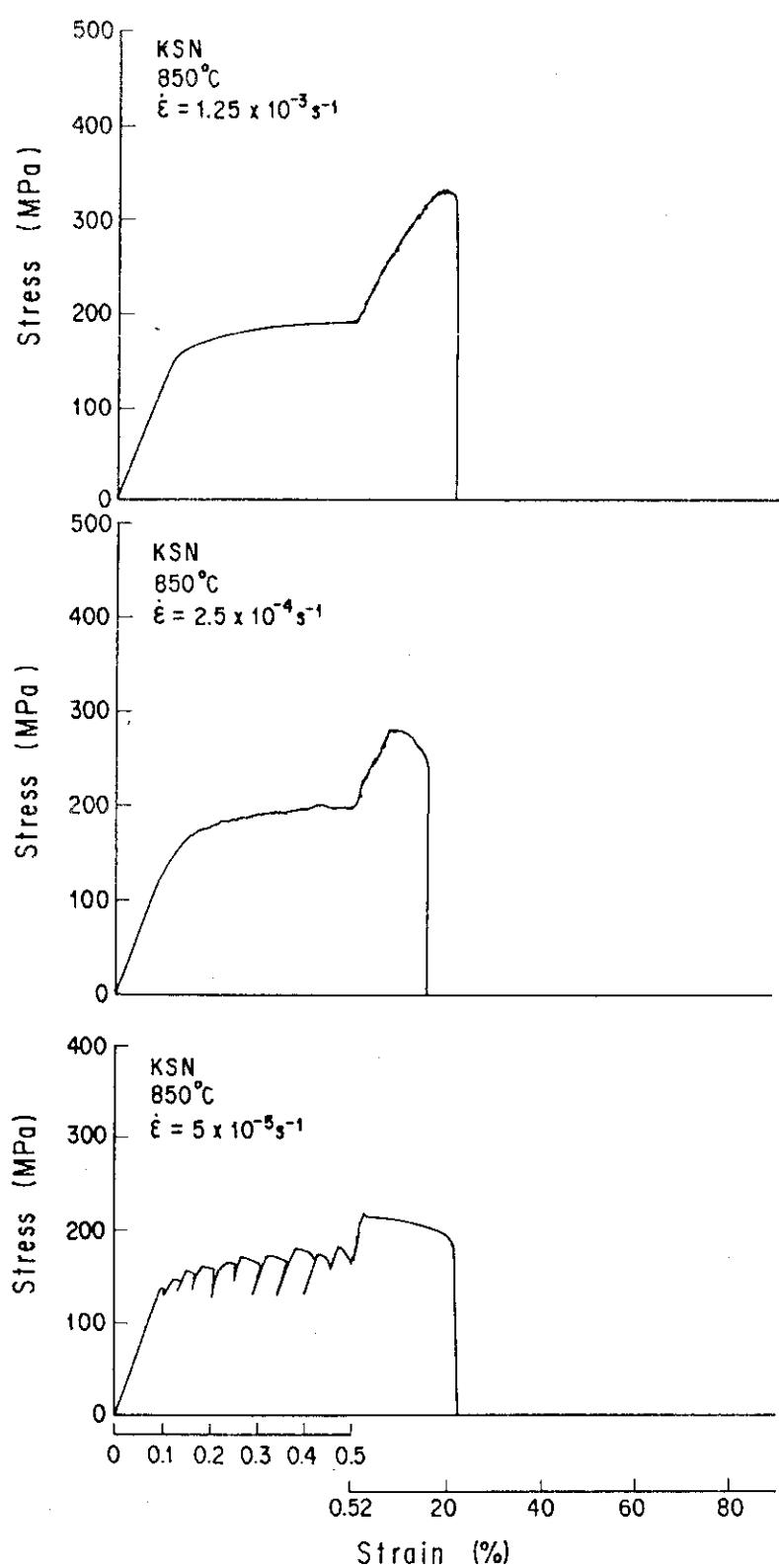


Fig. 12 Stress-strain curves of KSN at 850°C.

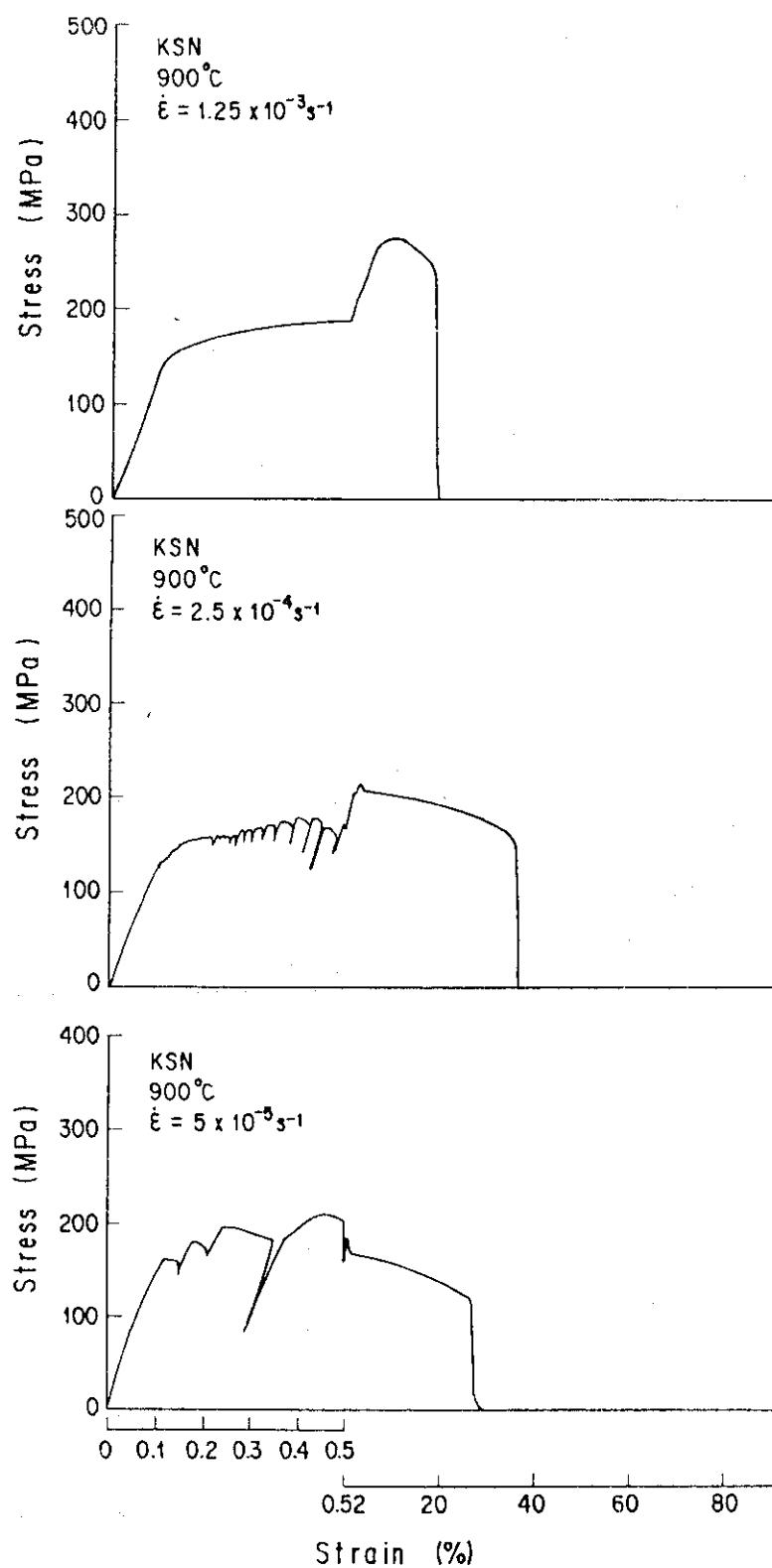


Fig. 13 Stress-strain curves of KSN at 900°C.

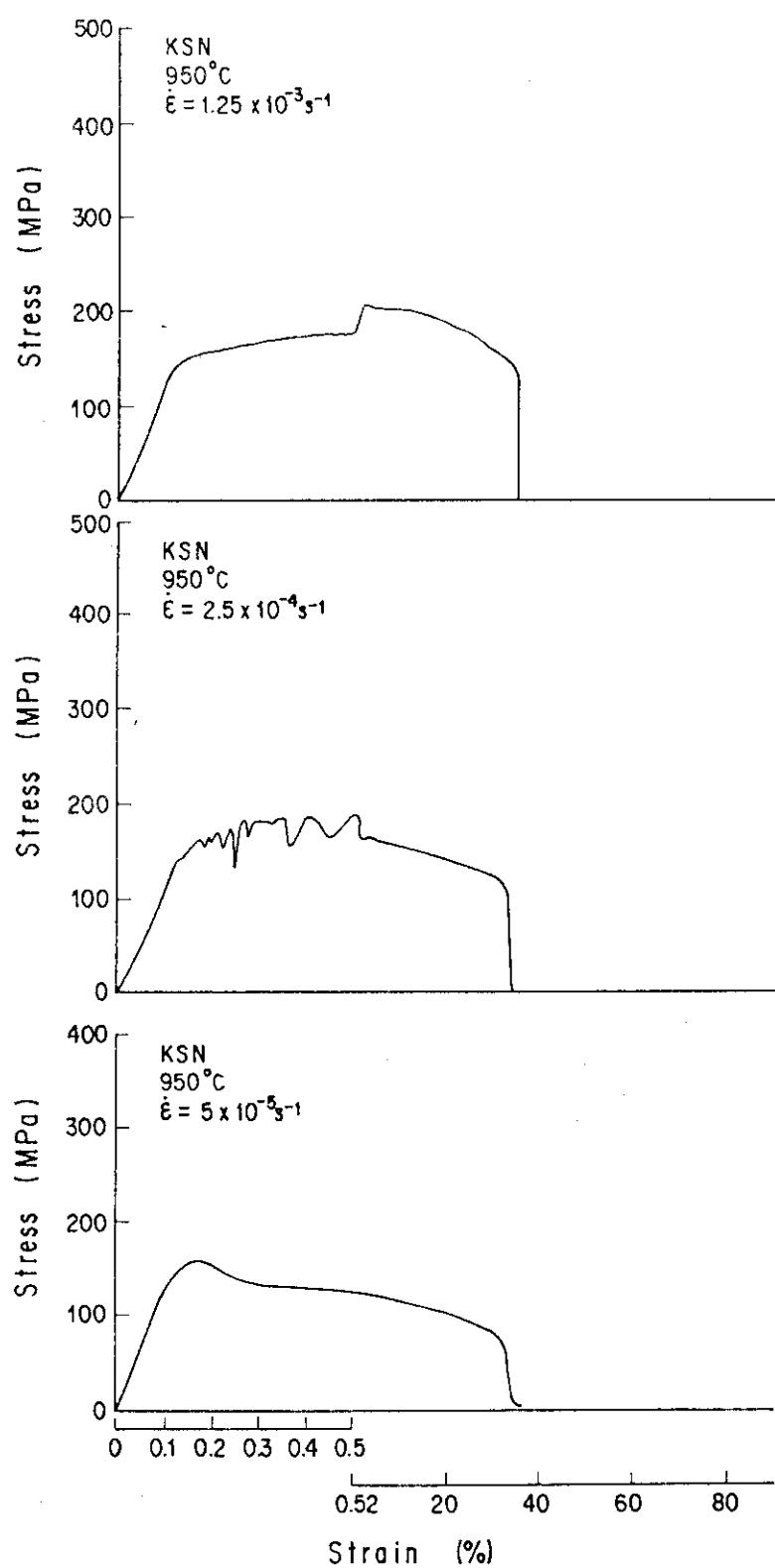


Fig. 14 Stress-strain curves of KSN at 950°C.

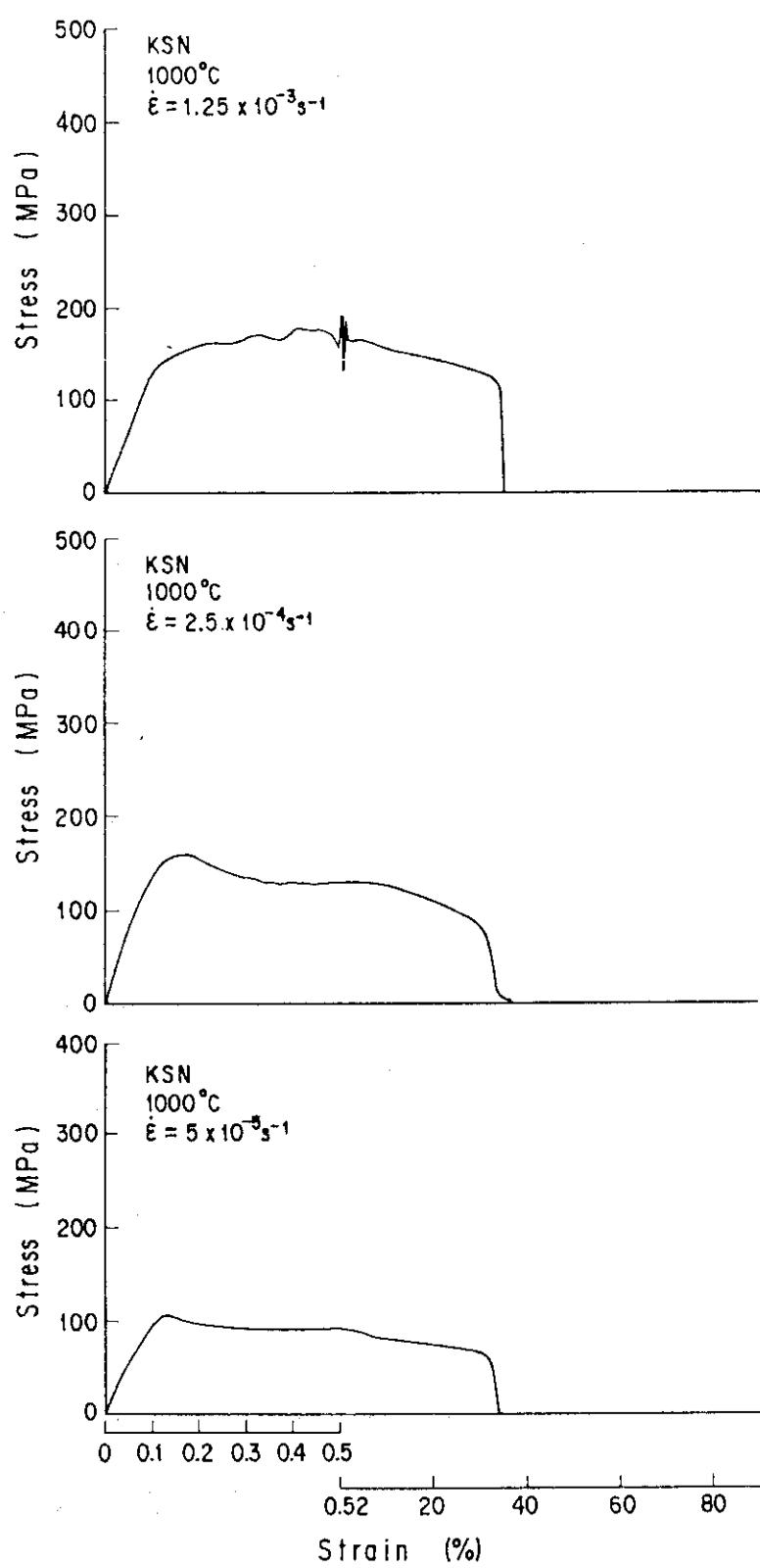


Fig. 15. Stress-strain curves of KSN at 1000°C.

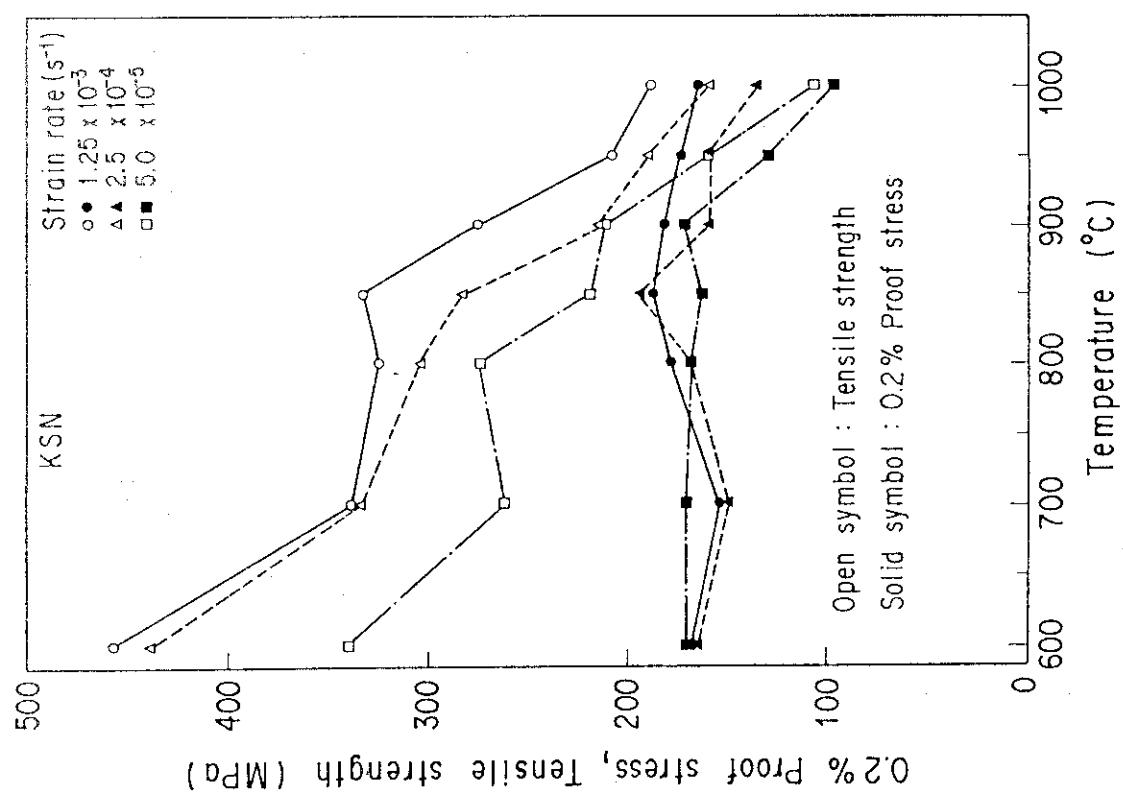


Fig. 17 0.2% proof stress and tensile strength for KSN at different temperatures and strain rates.

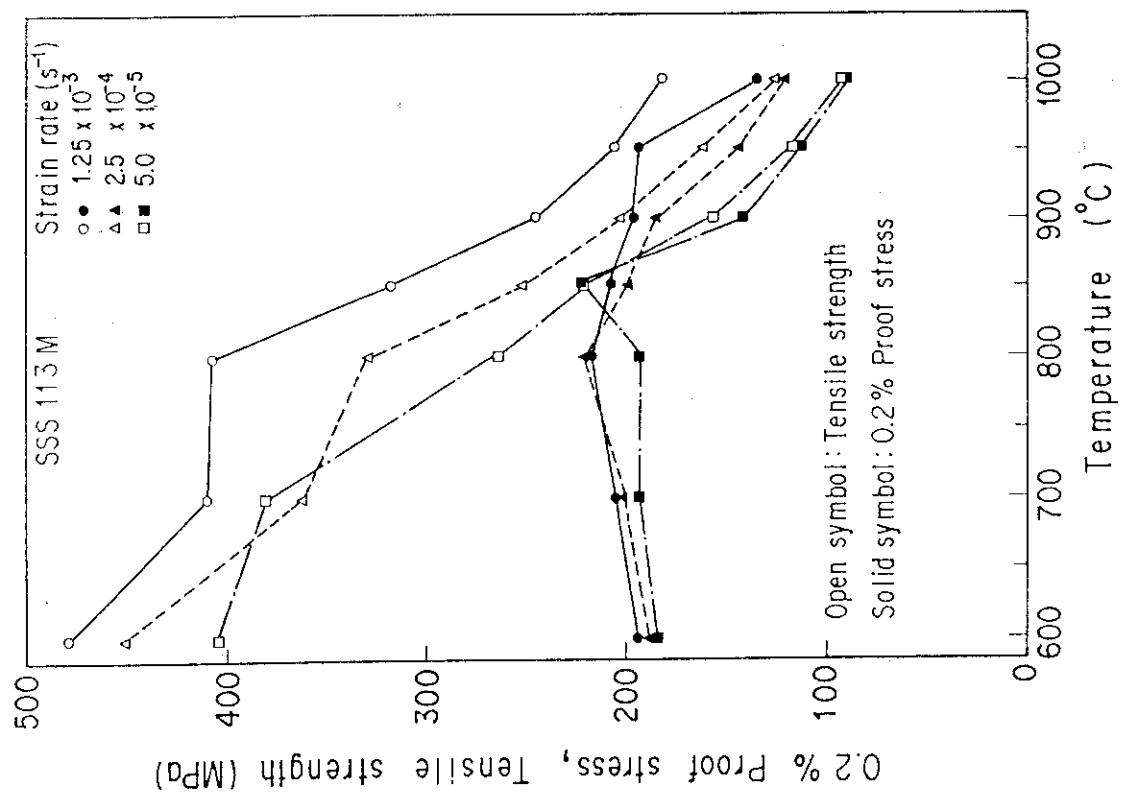


Fig. 16 0.2% proof stress and tensile strength for SSS113M at different temperatures and strain rates.

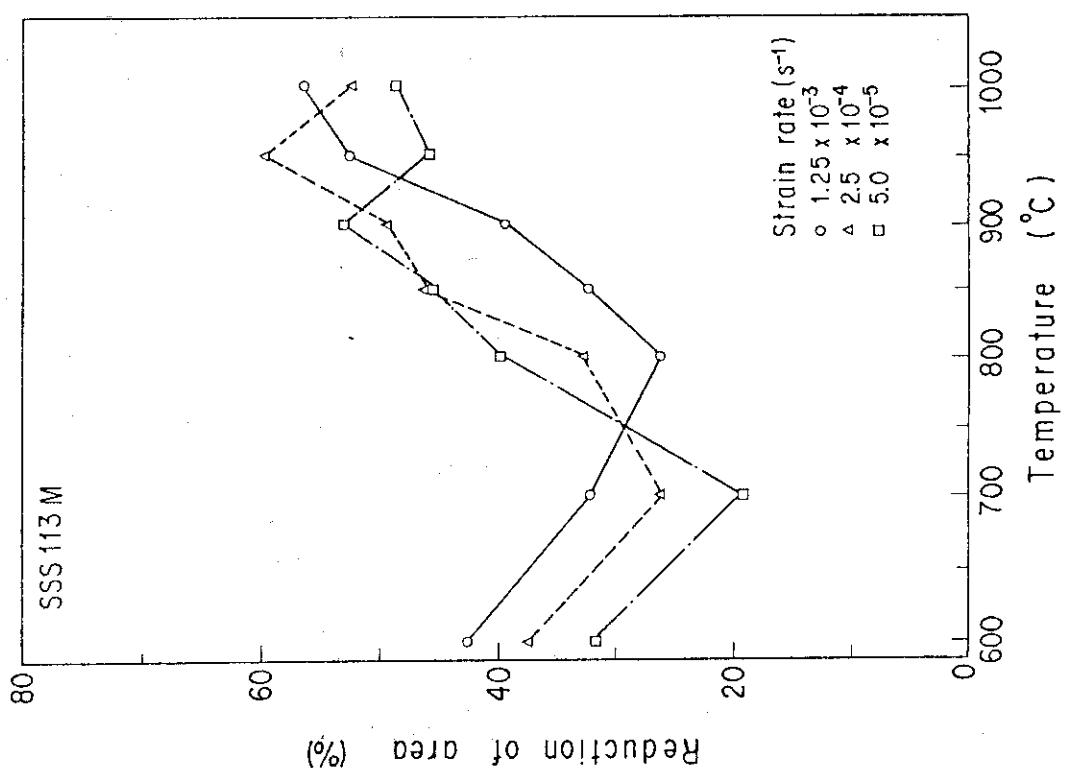


Fig. 19 Reduction of area for SSS113M at different temperatures and strain rates.

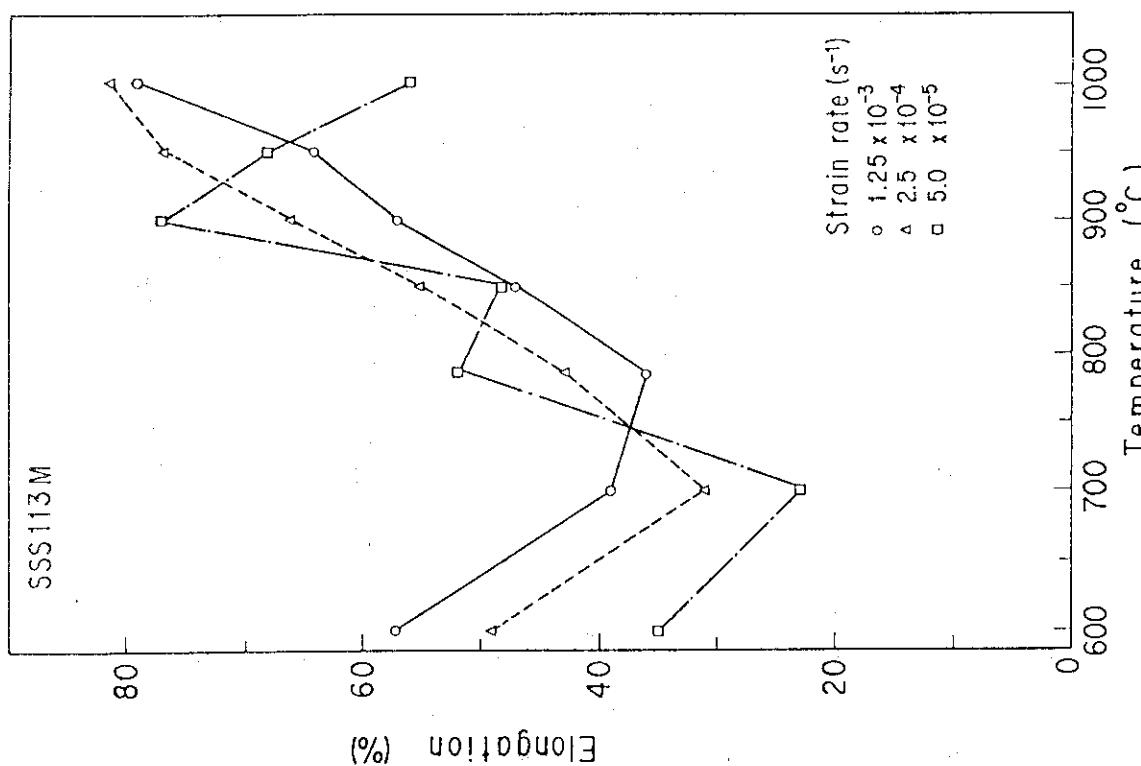


Fig. 18 Tensile elongation for SSS113M at different temperatures and strain rates.

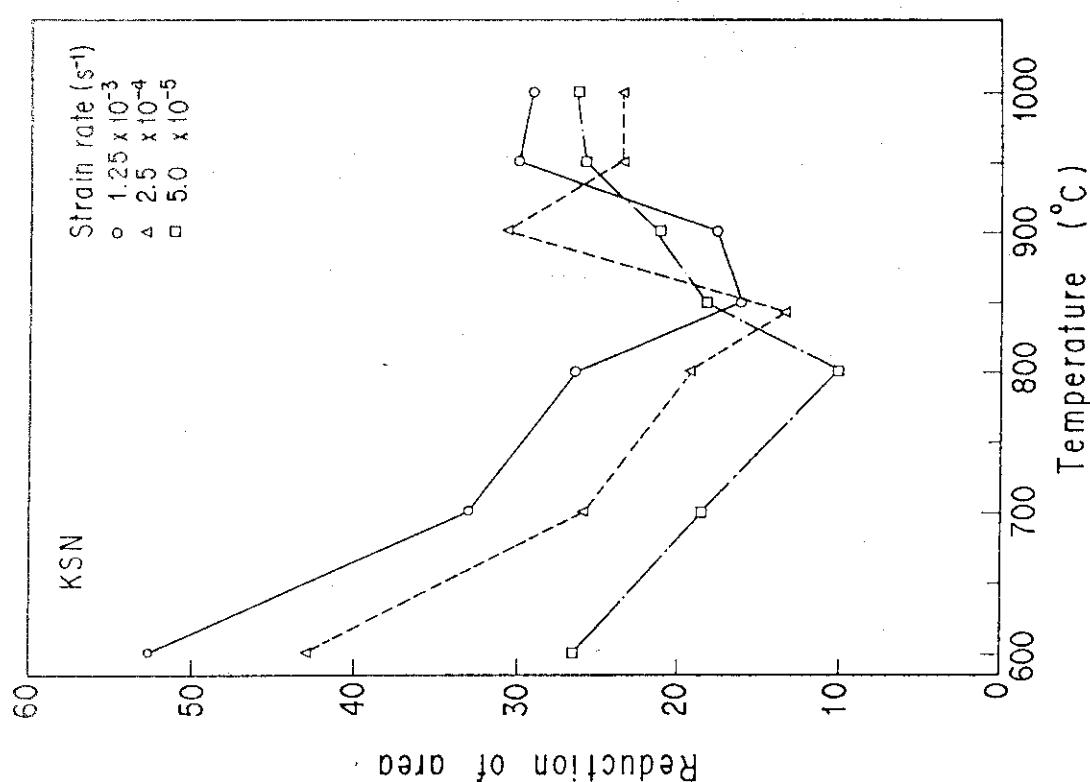


Fig. 21 Reduction of area for KSN at different temperatures and strain rates.

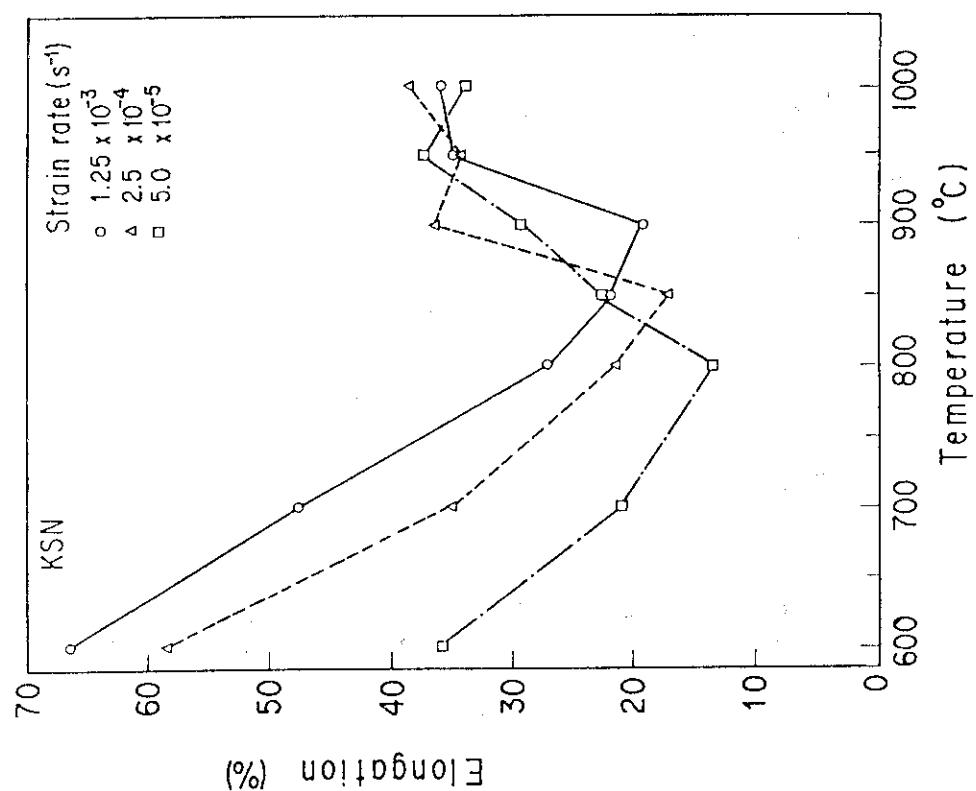


Fig. 20 Tensile elongation for KSN at different temperatures and strain rates.

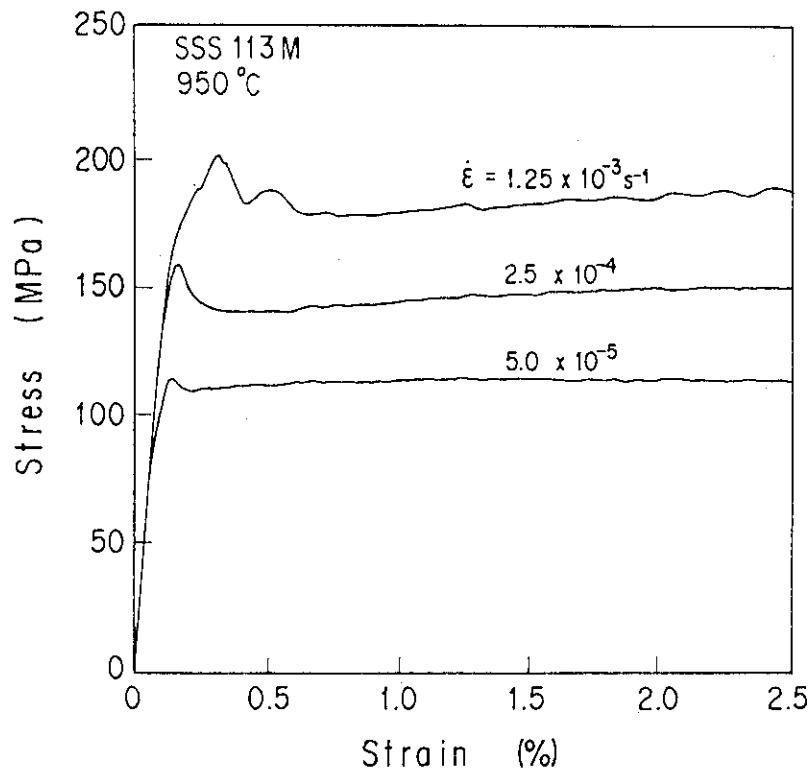


Fig. 22 Stress-strain curves of SSS113M at 950°C and different strain rates.

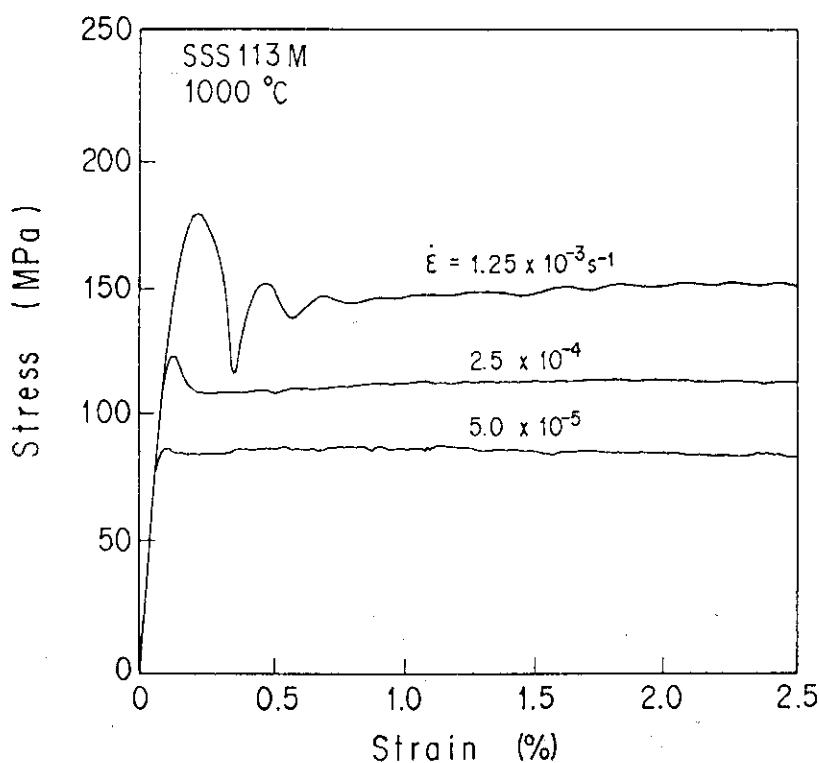


Fig. 23 Stress-strain curves of SSS113M at 1000°C and different strain rates.

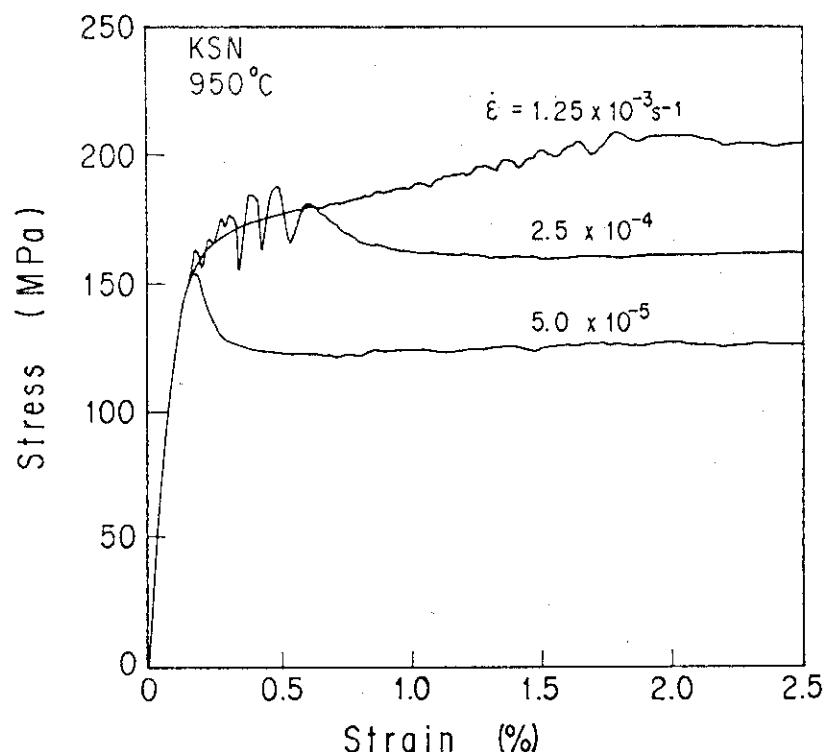


Fig. 24 Stress-strain curves of KSN at 950°C and different strain rates.

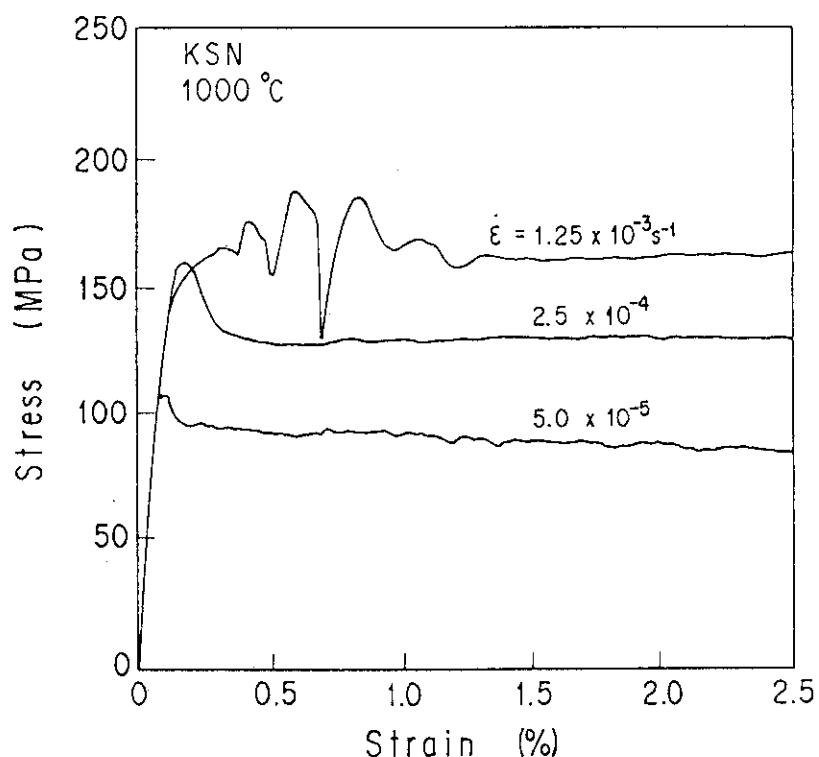


Fig. 25 Stress-strain curves of KSN at 1000°C and different strain rates.

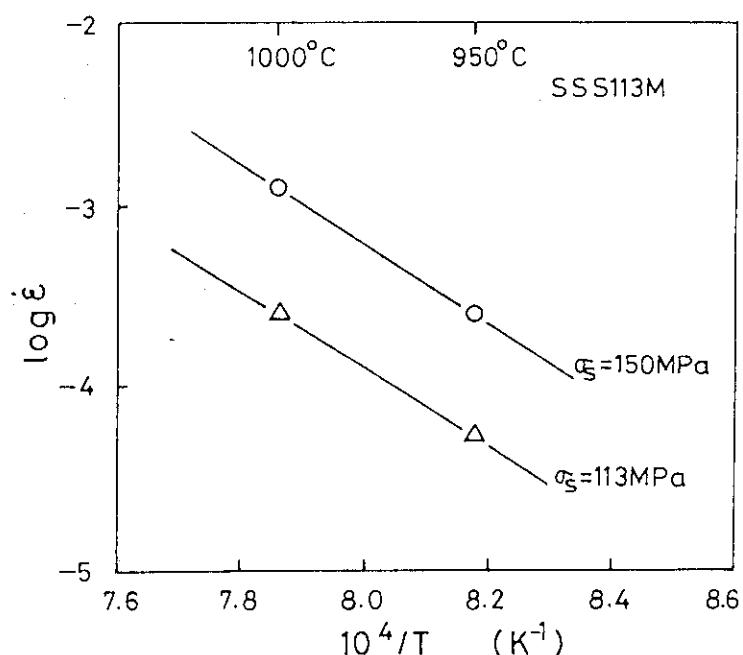


Fig. 26 Arrhenius relationship between strain rate and temperature at constant stress with slope giving activation energy of 417KJ/mol.

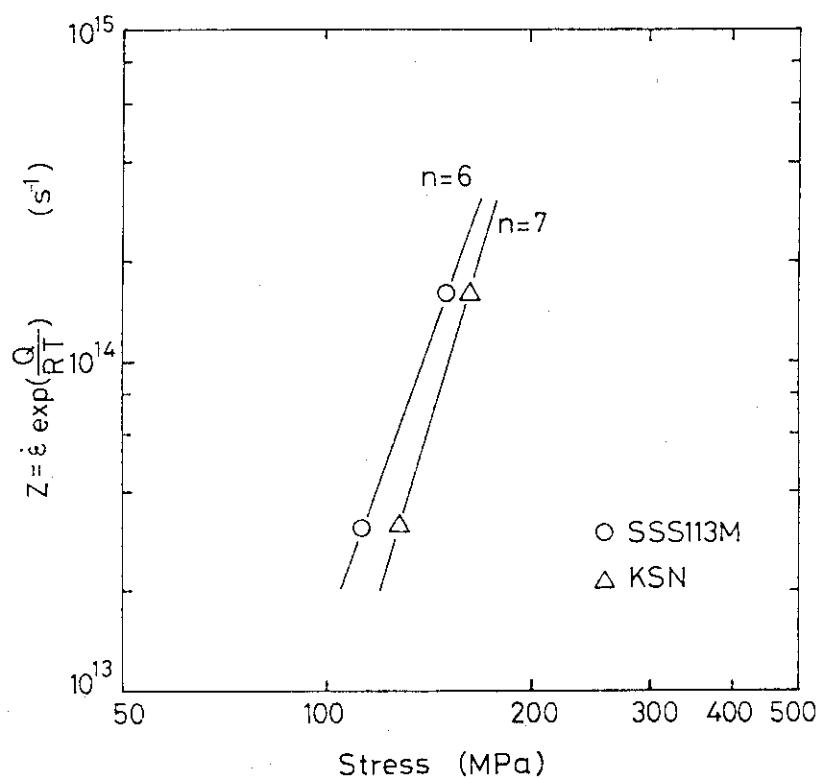


Fig. 27 Correlation of steady-state stress with strain rate and temperature through the Zener-Hollomon parameter, Z for SSS113M and KSN.

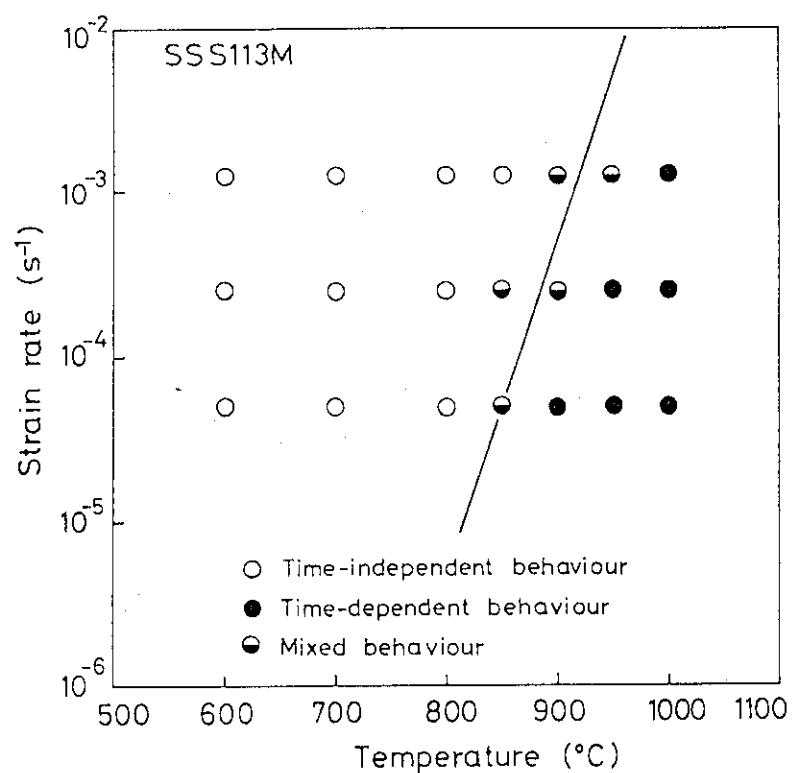


Fig. 28 Map of tensile test results for SSS113M at different strain rates and temperatures.

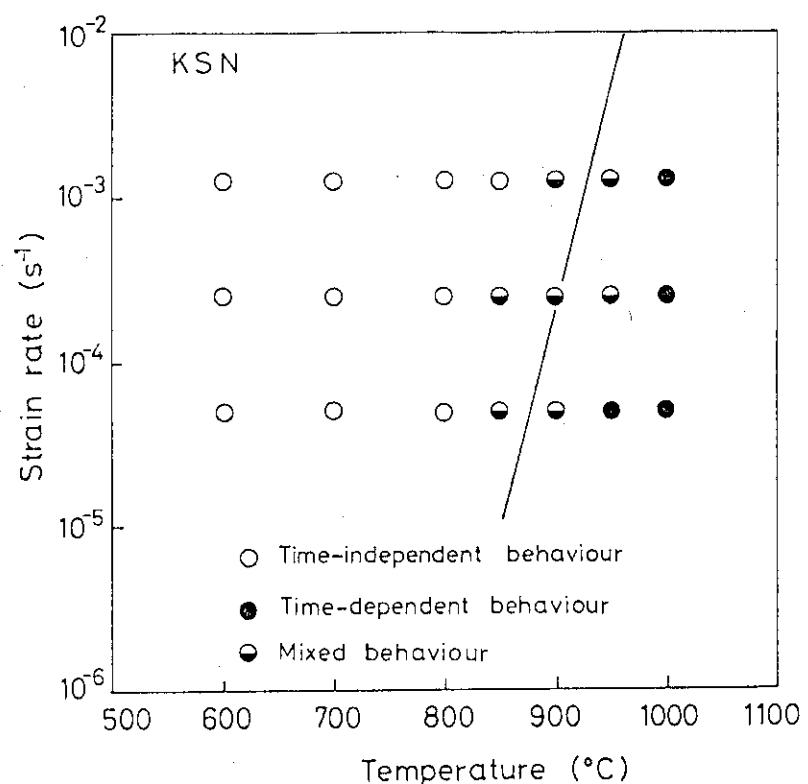


Fig. 29 Map of tensile test results for KSN at different strain rates and temperatures.

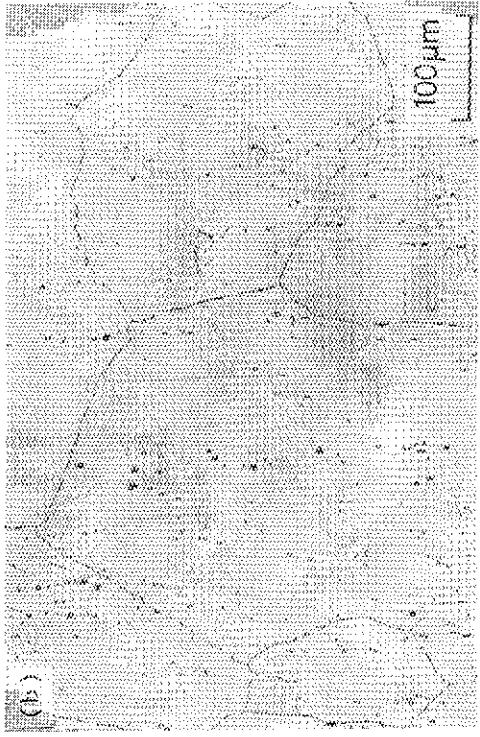
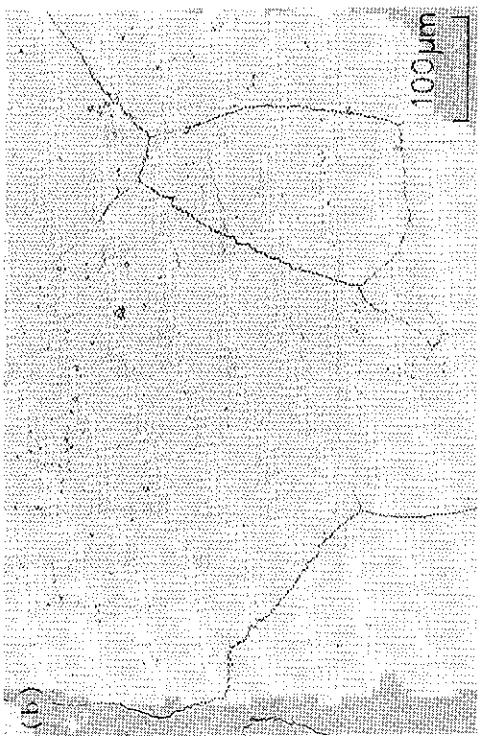
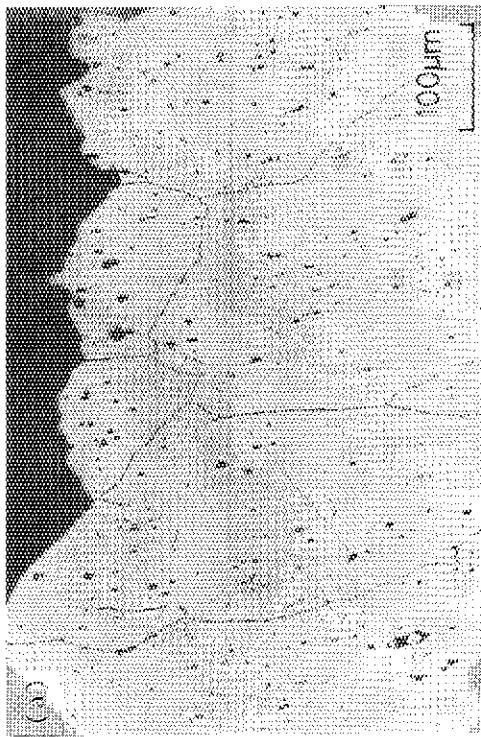
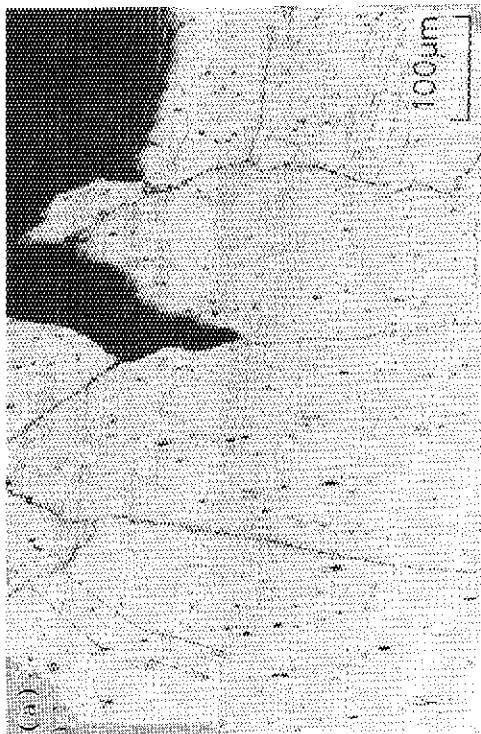


Photo. 2 Optical micrographs of SSS113M after tensile testing at 700°C and a strain rate of $5.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

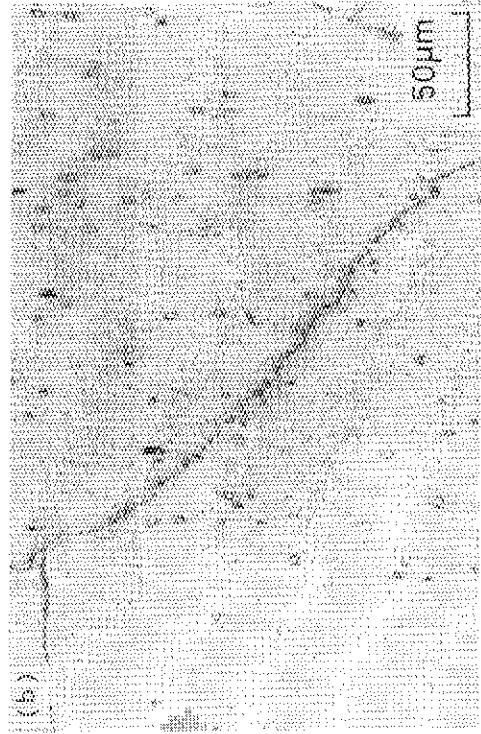
(a) fracture region
(b) out of fracture region

Photo. 1 Optical micrographs of used materials.

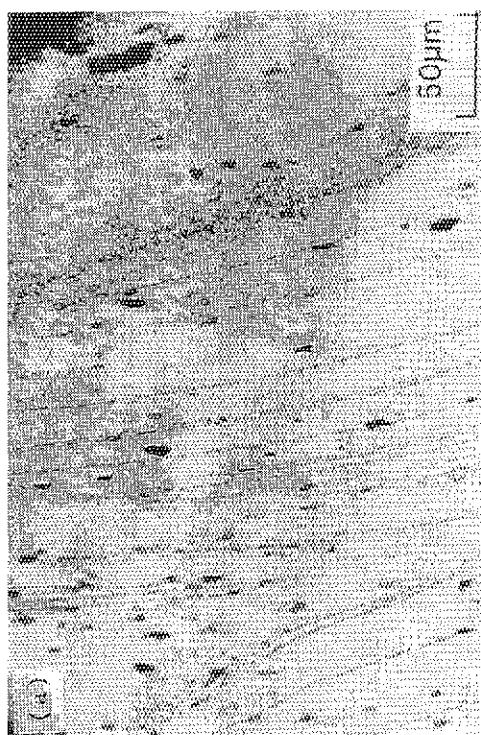
(a) SSS113M (b) KSN



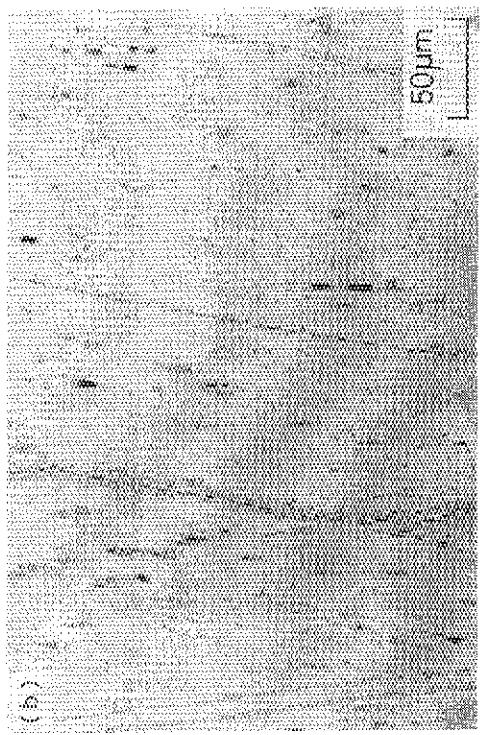
(a)



50μm



(a)



50μm

Photo. 3 Optical micrographs of SSS113M after tensile testing at 900°C and a strain rate of $5.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.
(a) fracture region
(b) out of fracture region

Photo. 4 Optical micrographs of SSS113M after tensile testing at 1000°C and a strain rate of $1.25 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.
(a) fracture region
(b) out of fracture region



Photo. 6 Optical micrographs of KSN after tensile testing at 700°C and a strain rate of $5.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.
(a) fracture region
(b) out of fracture region

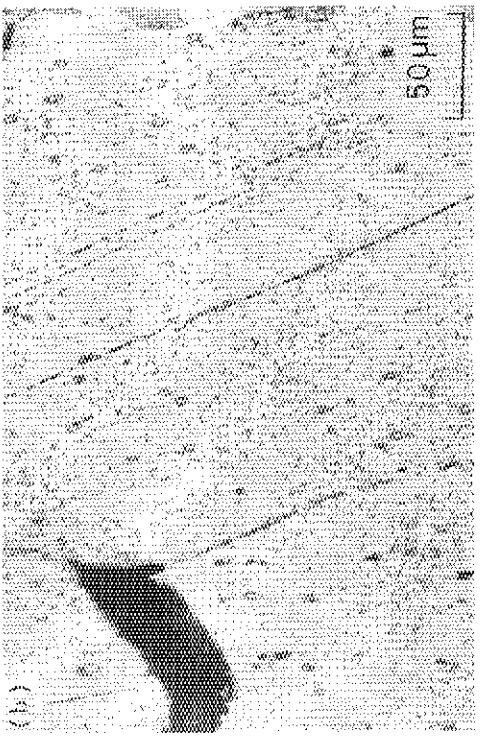
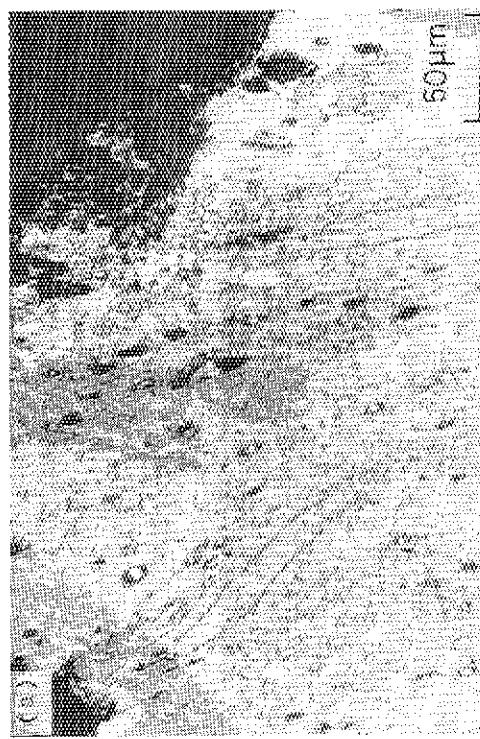


Photo. 5 Optical micrographs of SSS113M after tensile testing at 1000°C and a strain rate of $5.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.
(a) fracture region
(b) out of fracture region



Photo. 7 Optical micrographs of KSN after tensile testing at 900°C and a strain rate of $5.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.
(a) fracture region
(b) out of fracture region

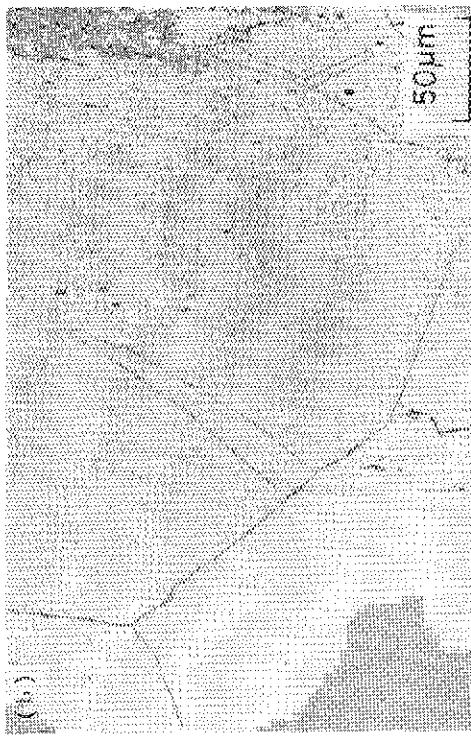


Photo. 8 Optical micrographs of KSN after tensile testing at 1000°C and a strain rate of $1.25 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.
(a) fracture region
(b) out of fracture region



(a)



(b)

Photo. 9 Optical micrographs of KSN after tensile testing at 1000°C and a strain rate of $5.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.
(a) fracture region
(b) out of fracture region