

JAERI-Research

94-004



ハステロイXRのクリープ特性に及ぼす
冷間加工の影響

1994年8月

倉田有司・中島 甫

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

本レポートは、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、お申し越してください。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。

This report is issued irregularly.

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

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1994

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 株式会社原子力資料サービス

ハステロイXRのクリープ特性に及ぼす冷間加工の影響

日本原子力研究所東海研究所材料研究部

倉田 有司・中島 甫*

(1994年6月6日受理)

ハステロイXRの固溶化熱処理材、10%及び20%冷間加工材を用いて、800~1000°Cで約2000 ksまでのクリープ試験を行い、クリープ特性に及ぼす冷間加工の影響を検討した。得られた結果は以下のとおりである。

- (1) 10%冷間加工材のクリープ破断時間は、本実験の範囲では、950°C以下で固溶化熱処理材の強度水準を上回っている。950°C及び10%の冷間加工は、高温工学試験研究炉の中間熱交換器の通常運転時における最高使用温度及び部材の最大加工度である。
- (2) 20%冷間加工材のクリープ破断時間は、固溶化熱処理材に比べ、800及び850°Cでは長くなり、900°Cではほぼ同程度、950及び1000°Cでは逆に短くなる。
- (3) 破断伸び及び破断絞りは、固溶化熱処理材に比べ冷間加工材の方が小さくなる。10%及び20%冷間加工材についてこれらの値は900°Cで最も小さくなるが、1000°Cではかなり回復する。
- (4) 800~900°Cでは10%及び20%冷間加工材の最小クリープ速度($\dot{\epsilon}_m$)は固溶化熱処理材の1/20~1/50となる。1000°Cでは10%及び20%冷間加工材の $\dot{\epsilon}_m$ は固溶化熱処理材より大きくなる。
- (5) クリープ破断材の組織観察結果から、1000°Cにおける冷間加工材のクリープ破断強度の低下はクリープ変形中に起こる広範な動的再結晶によって説明される。

Effect of Cold Work on Creep Properties of Hastelloy XR

Yuji KURATA and Hajime NAKAJIMA⁺

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

(Received June 6, 1994)

Creep tests of Hastelloy XR, in 10%, 20% cold worked or solution treated condition, were made at 800 to 1000°C for times up to about 2000 ks in order to investigate the effect of cold work on creep properties. The results obtained are as follows:

- (1) Below 950°C, creep rupture strength of 10% cold worked Hastelloy XR is beyond the value of solution treated one within this experimental condition. 950°C and cold work of 10% are the highest values experienced in an intermediate heat exchanger of the High Temperature Engineering Test Reactor (HTTR) under normal condition, respectively.
- (2) At 800 and 850°C, creep rupture time of 20% cold worked Hastelloy XR is longer than that of solution treated one. However, the effect disappears above 900°C. At 950 and 1000°C, it becomes shorter than that of solution treated Hastelloy XR.
- (3) Rupture elongation and reduction of area of cold worked Hastelloy XR are smaller than those of solution treated one. While these values of 10% or 20% cold worked material are lowest at 900°C, they recover considerably at 1000°C.
- (4) Minimum creep rate, $\dot{\epsilon}_m$, of 10% or 20% cold worked Hastelloy XR is decreased by as much as a factor of 20 to 50 at 800 to 900°C. On the other hand, $\dot{\epsilon}_m$ of 10% or 20% cold worked material is increased at 1000°C.
- (5) From the results of microstructure observation of ruptured specimens, decrease in creep rupture strength of cold worked Hastelloy XR is interpreted in terms of extensive recrystallization which occurs during creep at 1000°C.

⁺ Office of Planning

Keywords: Creep, Cold Work, Solution Treatment, Hastelloy XR, Rupture Time,
Minimum Creep Rate, Rupture Elongation, Reduction of Area, Creep Curve,
Recrystallization, HTR

目 次

1. 緒 言	1
2. 実験方法	2
2.1 供試材	2
2.2 クリープ試験	2
3. 実験結果及び考察	3
3.1 クリープ破断特性	3
3.2 クリープ曲線及び最小クリープ速度	3
3.3 冷間加工材と固溶化熱処理材のクリープ特性の比較	5
3.4 クリープ破断材の組織観察	6
4. 結 言	8
謝 辞	8
参考文献	9

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental Procedure	2
2.1 Material	2
2.2 Creep Test	2
3. Experimental Results and Discussion	3
3.1 Creep Rupture Properties	3
3.2 Creep Curve and Minimum Creep Rate	3
3.3 Comparison of Creep Properties for Cold Worked and Solution Treated Materials	5
3.4 Microstructure Observation of Ruptured Specimens	6
4. Conclusions	8
Acknowledgements	8
References	9

1. 緒 言

高温ガス炉、高速増殖炉等の高温機器は使用温度が高く、その設計には材料のクリープ特性を考慮した高温構造設計方針^{1, 2)}を必要とするため、使用する材料のクリープ特性を把握することが重要である。現在、日本原子力研究所(原研)で建設を進めている高温工学試験研究炉(High Temperature Engineering Test Reactor, HTTR)^{3, 4)}では、中間熱交換器等の高温機器について、高温部構造用耐熱合金としてハステロイXRを使用し、このような高温構造設計指針¹⁾及び材料強度基準⁵⁾を用いて設計している。

ハステロイXRの材料強度基準⁵⁾の作成にあたっては数多くのクリープ試験データが使用されたが、その多くは固溶化熱処理を受けた状態の材料のデータである。中間熱交換器等の高温機器を製作する際には、材料に曲げ等の冷間加工を施す部分がある。通常、冷間加工の程度は、冷間加工材の短時間及び長時間強度が固溶化熱処理材の強度水準を下回らないように⁶⁾あるいは少なくとも設計に用いられた設計応力強さや設計クリープ破断応力強さを下回らないように設定されている。材料の機械的性質に及ぼす冷間加工の影響は一般にかなり大きいので、これまでの設計手法に基づいて高温構造物を設計する場合だけでなく、さらに設計を高度化することを考えた場合でも、冷間加工材のクリープ特性を調べておくことは重要である。

冷間加工材のクリープ特性を調べることには、実用的観点から及び基礎的観点から次のような意義がある。実用的な観点からは先にも述べたように、高温機器ではしばしば冷間加工を受けた材料が使用されるため、使用条件におけるその特性を知っておく必要があり、さらに固溶化熱処理材に比べ特性が劣化する条件があれば、そのような点を明らかにする必要がある。また、基礎的な観点からは高温における強化機構あるいはクリープ変形機構を理解する上で冷間加工材のクリープ特性を詳細に調べることが役に立つ。

前者の実用的な観点からは、冷間加工したType 347⁷⁾, 301, 305及び310ステンレス鋼⁸⁾、冷間加工と炭化物析出処理を行ったType316ステンレス鋼⁹⁾及び冷間加工したインコネル617合金¹⁰⁾のクリープ特性が報告されている。また、ハステロイXRについても20%冷間加工材のクリープ特性を報告した¹¹⁾。これらの実験結果からは広範な再結晶が起こらない範囲では、冷間加工によりクリープ抵抗は改善されるが、クリープ中に著しい再結晶が起こると、逆にクリープ抵抗は固溶化熱処理材より低くなることが示されている。後者の基礎的な観点からは、クリープ曲線型に及ぼす冷間加工と回復処理の影響が、Ni^{12, 13, 14)}、Al^{15, 16)}、Cu¹⁷⁾及びAl-Mg合金¹⁸⁾について調べられ、クリープ変形機構との関連が検討されてきた。

既に、HTTRの高温部構造用耐熱合金であるハステロイXRを対象として20%冷間加工材の800, 900, 1000°Cにおけるクリープ特性を報告¹¹⁾しているが、本研究においては、冷間加工度の影響を調べるとともに、試験温度を800~1000°Cの範囲で50°Cきざみとし温度の影響をより詳細に調べることがを目的とする。HTTRの中間熱交換

器ではハステロイXRの冷間加工度は最大でも10%程度である¹⁸⁾。本研究では、10%及び20%冷間加工材を用いてクリープ試験を実施し、固溶化熱処理材の特性と比較する。

2. 実験方法

2.1 供試材

実験に用いた素材は、HTTRの高温部構造用材料として開発されたハステロイXRである。ハステロイXRはハステロイXの規格^{19), 20)}を基に、高温ガス炉の冷却材であるヘリウム中における耐食性を改良するためMn及びSi量の調整を行うとともにAl及びTi量を低くし、誘導放射エネルギーを低くするためCo量を低減したものである²¹⁾。素材としては、ハステロイXRの15mm厚の板材を使用した。化学組成をTable 1に、受け入れ状態での光学顕微鏡写真をPhoto. 1に示す。受け入れ材は、1190℃、60分の加熱後、水冷の固溶化熱処理を受けているが、一部に未固溶の析出物が残っている。

この板材を用いて、10%及び20%冷間加工材を作成した。冷間加工度が比較的低く、冷間圧延では均一な変形組織が得られないおそれがあったため、この板材より丸棒型の引張試験片を切り出し、引張試験機により所定の塑性変形量に達するまで室温で負荷をかけた。標点間での軸方向及び径方向の寸法測定により、このようにして作成した予ひずみ材は、均一な冷間ひずみ量を与えられたことが確かめられた。Photo. 2及び3に、それぞれ10%及び20%冷間加工した状態の光学顕微鏡写真を示す。

固溶化熱処理材、10%及び20%冷間加工材からFig. 1に示したφ6(mm)x30GL(mm)のつば付きクリープ試験片を作成し、試験に供した。

2.2 クリープ試験

容量1ton及び3tonのレバー式の単式クリープ試験機を用いて定荷重のクリープ試験を実施した。全てのクリープ試験について、試験片標点間の伸びを連続的に測定し、クリープ変形過程の全域にわたる時間-ひずみデータを求めた。試験片標点間の伸びは、伸び計を介して電気出力付きのダイヤルゲージにより測定した。荷重負荷時から破断に至るまで詳細な時間-ひずみデータを取得するため、通常データの測定間隔は荷重負荷後のクリープ速度の変化が速い領域では短く、定常クリープ域では長くするようにし、コンピュータによりデータを集録した。

試験温度は800, 850, 900, 950及び1000℃としてクリープ試験を実施した。室温からクリープ試験温度までは約3時間で昇温し、所定温度に到達してから1~2時間後に、荷重を負荷した。温度の監視及び制御には試験片に取り付けた3本のR熱電対を使用した。

器ではハステロイXRの冷間加工度は最大でも10%程度である¹⁸⁾。本研究では、10%及び20%冷間加工材を用いてクリープ試験を実施し、固溶化熱処理材の特性と比較する。

2. 実験方法

2.1 供試材

実験に用いた素材は、HTTRの高温部構造用材料として開発されたハステロイXRである。ハステロイXRはハステロイXの規格^{19), 20)}を基に、高温ガス炉の冷却材であるヘリウム中における耐食性を改良するためMn及びSi量の調整を行うとともにAl及びTi量を低くし、誘導放射エネルギーを低くするためCo量を低減したものである²¹⁾。素材としては、ハステロイXRの15mm厚の板材を使用した。化学組成をTable 1に、受け入れ状態での光学顕微鏡写真をPhoto. 1に示す。受け入れ材は、1190°C、60分の加熱後、水冷の固溶化熱処理を受けているが、一部に未固溶の析出物が残っている。

この板材を用いて、10%及び20%冷間加工材を作成した。冷間加工度が比較的低く、冷間圧延では均一な変形組織が得られないおそれがあったため、この板材より丸棒型の引張試験片を切り出し、引張試験機により所定の塑性変形量に達するまで室温で負荷をかけた。標点間での軸方向及び径方向の寸法測定により、このようにして作成した予ひずみ材は、均一な冷間ひずみ量を与えられたことが確かめられた。Photo. 2 及び3に、それぞれ10%及び20%冷間加工した状態の光学顕微鏡写真を示す。

固溶化熱処理材、10%及び20%冷間加工材からFig. 1に示したφ6(mm)x30GL(mm)のつば付きクリープ試験片を作成し、試験に供した。

2.2 クリープ試験

容量1ton及び3tonのレバー式の単式クリープ試験機を用いて定荷重のクリープ試験を実施した。全てのクリープ試験について、試験片標点間の伸びを連続的に測定し、クリープ変形過程の全域にわたる時間-ひずみデータを求めた。試験片標点間の伸びは、伸び計を介して電気出力付きのダイヤルゲージにより測定した。荷重負荷時から破断に至るまで詳細な時間-ひずみデータを取得するため、通常、データの測定間隔は荷重負荷後のクリープ速度の変化が速い領域では短く、定常クリープ域では長くするようにし、コンピュータによりデータを集録した。

試験温度は800, 850, 900, 950及び1000°Cとしてクリープ試験を実施した。室温からクリープ試験温度までは約3時間で昇温し、所定温度に到達してから1~2時間後に、荷重を負荷した。温度の監視及び制御には試験片に取り付けた3本のR熱電対を使用した。

3. 実験結果及び考察

3.1 クリープ破断特性

Fig. 2は800～1000℃の試験温度におけるクリープ破断時間に及ぼす冷間加工の影響を固溶化熱処理材、10%及び20%冷間加工材について比較している。800及び850℃では、冷間加工度が20%まで上昇するに従い、クリープ破断時間も長くなっている。900℃では、固溶化熱処理材、10%冷間加工材、20%冷間加工材の中では10%冷間加工材のクリープ破断時間が最も長く、20%冷間加工材のクリープ破断寿命は固溶化熱処理材よりやや短くなる。950℃になると、10%冷間加工材のクリープ破断時間も固溶化熱処理材と同程度になり、20%冷間加工材の破断時間は固溶化熱処理材の半分以下に減少している。1000℃では、800及び850℃の結果とは反対に冷間加工度が、10%、20%と増加するに従い、破断時間は減少するようになる。HTTRの中間熱交換器では Hastelloy XR の冷間加工度は最大でも10%程度である¹⁸⁾ので、試験を実施した範囲では、中間熱交換器の最高使用温度950℃でクリープ破断強度は固溶化熱処理材の強度水準を下回ってはいないといえることができる。Type 347⁷⁾、301、305及び310ステンレス鋼⁹⁾でも、試験温度が低い場合冷間加工度の増加とともにクリープ破断時間の増加が認められるが、試験温度が高くなると逆の結果が得られることが報告されており、この実験で得られた Hastelloy XR の結果も同様の傾向を示している。

Fig. 3は、クリープ破断伸びについてクリープ破断時間と同様の比較を行ったものである。この図より、800及び850℃では、冷間加工度が20%まで上昇するに従い、クリープ破断伸びは減少している。900℃では、10%及び20%冷間加工材のクリープ破断伸びは固溶化熱処理材に比べ減少し、その値は10%以下となっている。950℃では、10%冷間加工材のクリープ破断伸びが最も低く、20%冷間加工材ではかなり回復している。1000℃になると、20%冷間加工材だけでなく10%冷間加工材のクリープ破断伸びも回復し、20%以上の値を示すようになる。このような高温における冷間加工材の延性の回復は、冷間加工組織の急速な回復あるいは再結晶といった著しい組織変化が起こっているためと考えられる。Fig. 4に破断絞りについての同様の比較を示す。破断絞りについても、破断伸びと全く同様の傾向が認められる。

3.2 クリープ曲線及び最小クリープ速度

Fig. 5～9に、それぞれ固溶化熱処理材、10%冷間加工材及び20%冷間加工材の80

0, 850, 900, 950及び1000°Cにおけるクリープ曲線の比較を示す。Fig. 5及び6に示した800°C及び850°Cにおけるクリープ曲線の比較では、冷間加工度が上昇するに従い、クリープ速度が減少し、破断寿命が長くなっていることがわかる。900°Cでは、固溶化熱処理材に比べ、10%及び20%冷間加工材のクリープ速度は減少するが、破断寿命は10%冷間加工材が最も長く、20%冷間加工材の破断寿命は固溶化熱処理材と同程度あるいはやや短くなっているといえる。950°Cでは、この傾向はさらに強まり、20%冷間加工材では加速クリープが早期に始まり、破断寿命は固溶化熱処理材の1/2以下となっている。また、10%冷間加工材と固溶化熱処理材の破断寿命の差もほとんどなくなっている。1000°Cになると、10%及び20%冷間加工材のクリープ速度は、時間の進行とともに増加し、破断寿命も固溶化熱処理材より短くなる。固溶化熱処理材の1000°Cの試験では、破断に至る加速クリープの開始は約600ksであり、このとき10%及び20%冷間加工材は既に破断している。

前報¹¹⁾で報告したように、固溶化熱処理を施した Hastelloy XR のクリープ曲線は、800°Cでは遷移、定常、加速クリープの領域からなる通常の古典的なクリープ曲線を示したが、900°C以上では2段の定常クリープ速度を持つ非古典的なクリープ曲線²²⁾を示した。Hastelloy XRの高温・低応力のクリープ試験において、このような挙動がみとめられることは、既に報告されている^{23, 24)}。また、21/4Cr-1Mo鋼²²⁾及びインコネル617合金²⁵⁾においてもこのような非古典的なクリープ曲線が認められている。Fig. 10及び11に、それぞれ今回の実験で得られた800°C及び1000°Cでのクリープ速度-時間曲線の比較を示す。Fig. 11の1000°Cにおけるクリープ速度-時間曲線はこの合金で得られた典型的な非古典的クリープ挙動を示す例である。この曲線では、初期に低いクリープ速度の領域があり、クリープ速度が上昇し、引き続いてかなり長い期間の一定のクリープ速度を示す領域が認められ、その後クリープ速度は加速し破断に至る。前報¹¹⁾と同様に、最小クリープ速度については初期に低いクリープ速度が現れる場合それを $\dot{\epsilon}_m$ 、その後現れるほぼ定常クリープ域とみなせる領域のクリープ速度及び通常の古典的なクリープ曲線における最小クリープ速度を $\dot{\epsilon}_m$ として整理する。

最小クリープ速度($\dot{\epsilon}_m$)についての固溶化熱処理材、10%冷間加工材及び20%冷間加工材の比較をFig. 12に示す。800及び850°Cでは、冷間加工度が20%まで上昇するに従い、最小クリープ速度は減少する。900°Cでは、10%及び20%の冷間加工は最小クリープ速度を減少させるが、固溶化熱処理材、10%冷間加工材、20%冷間加工材の中では10%冷間加工材の最小クリープ速度が最も小さくなる。950°Cになると、10%冷間加工材の最小クリープ速度が最も小さくなるが、20%冷間加工材の最小クリープ速度は固溶化熱処理材より大きくなる。1000°Cでは、10%及び20%の冷間加工は、もはや最小クリープ速度を減少させなくなる。Hastelloy XRに20%までの冷間加工を施すことにより、800~900°Cにおけるクリープ変形抵抗が著しく増加す

る。しかしながら、1000℃においてはこのような効果は消失し、冷間加工ひずみの導入によって、逆に変形抵抗が減少するような内部組織の変化が起こっていることが示唆される

3.3 冷間加工材と固溶化熱処理材のクリープ特性の比較

Table 2～4にそれぞれ固溶化熱処理材、10%冷間加工材及び20%冷間加工材について、この実験で得られた破断時間、破断伸び、最小クリープ速度等のクリープ特性をまとめて示す。破断時間には、最小クリープ速度や破断伸びだけでなく、各時間でのクリープ速度といったクリープ曲線の形全体が影響しているが、以下に10%及び20%の冷間加工を施すことにより $\dot{\epsilon}_m$ 及び破断伸びがどのように変化し、それと破断時間がどのように関係したかを簡単に検討する。

Fig. 13は、破断時間、破断伸び、最小クリープ速度($\dot{\epsilon}_m$)について、10%冷間加工材の値と固溶化熱処理材の値の比をとって、温度・応力の各試験条件に対してプロットしたものである。800～950℃では、10%冷間加工材の $\dot{\epsilon}_m$ は固溶化熱処理材の1/20～1/50となっているが、1000℃では10%冷間加工材の方がわずかに大きくなっている。クリープ破断伸びについては、10%冷間加工材と固溶化熱処理材の比は900℃で最も低い値を示し、それより低温側では冷間加工の影響はあまり大きくなく、また高温側ではこの値は回復している。800～900℃で10%冷間加工材の破断時間は固溶化熱処理材に比べ2倍程度になっている。10%冷間加工材の $\dot{\epsilon}_m$ は1/20～1/50と極端に小さくなっているが、破断伸びも減少しているため、破断時間の増加は2倍程度にとどまっている。950℃では10%冷間加工材の破断時間は固溶化熱処理材とほぼ同程度である。1000℃では、10%冷間加工材の破断伸びは固溶化熱処理材の40%程度に回復しているが、 $\dot{\epsilon}_m$ は固溶化熱処理材よりやや大きくなり、破断時間は固溶化熱処理材の60%程度に減少している。 Hastelloy XRに10%の冷間加工を施した後クリープ試験を行うと、本実験の範囲では、各温度でのクリープ特性は、固溶化熱処理材と比べ定性的には次のように変化する。800～900℃では $\dot{\epsilon}_m$ 及び破断伸びは小さくなり、破断時間は増加する。950℃では $\dot{\epsilon}_m$ 及び破断伸びは小さくなるが、破断時間はあまり変化しない。1000℃では $\dot{\epsilon}_m$ はやや大きくなり、破断伸びは回復するものの、破断時間は短くなる。

Fig. 14は、破断時間、破断伸び、最小クリープ速度($\dot{\epsilon}_m$)について、20%冷間加工材の値と固溶化熱処理材の値の比をとって、Fig. 13と同様に、温度・応力の各試験条件に対してプロットしたものである。800及び850℃では、20%冷間加工材の $\dot{\epsilon}_m$ は固溶化熱処理材の1/50程度となっているが、破断伸びも1/5～1/10に減少している。また、20%冷間加工材の破断時間は固溶化熱処理材の約3倍である。この

温度範囲では20%冷間加工材の $\dot{\epsilon}_m$ は極端に小さくなっているが、破断伸びも減少しているため、破断時間の増加は3倍程度にとどまっている。900°Cでは20%冷間加工材の $\dot{\epsilon}_m$ は固溶化熱処理材の1/20程度で800°Cの場合の約1/50に比べ、冷間加工による $\dot{\epsilon}_m$ の低下の割合はやや小さくなっている。破断伸びは約1/5に低下したままであり、結果として、破断時間は20%冷間加工材と固溶化熱処理材でほぼ同程度となっている。950及び1000°Cでは、20%冷間加工材の破断伸びは固溶化熱処理材の60~70%に回復しているが、 $\dot{\epsilon}_m$ は固溶化熱処理材より大きくなっている。これらの結果より、950及び1000°Cでは破断時間は固溶化熱処理材の25~50%に低下している。 Hastelloy XRに20%の冷間加工を施した後クリープ試験を行うと、各温度でのクリープ特性は、固溶化熱処理材と比べ定性的には次のように変化する。800及び850°Cでは $\dot{\epsilon}_m$ 及び破断伸びは小さくなり、破断時間は増加する。900°Cでは $\dot{\epsilon}_m$ 及び破断伸びは小さくなるが、破断時間はあまり変化しない。950及び1000°Cでは $\dot{\epsilon}_m$ は逆に大きくなり、破断伸びはやや回復するものの、破断時間は短くなる。

3.4 クリープ破断材の組織観察

Photo. 4~8に800~1000°Cで試験したクリープ破断材のマクロ写真を示す。Photo. 4は800°C、107.9MPaの試験条件でクリープ試験した固溶化熱処理材、10%及び20%冷間加工材の破断部のマクロ写真である。固溶化熱処理材の破断部はよく絞れているが、10%冷間加工材の破断部の絞りはわずかであり、20%冷間加工材の破断部はほとんど絞れていない。固溶化熱処理材及び10%冷間加工材では、かなりの量のクラック及びボイドが均一伸び部まで分布している。一方、20%冷間加工材ではクラック及びボイドの量は少ない。Photo. 5及び6の850°C、900°Cの結果からは、固溶化熱処理材の破断部は絞れているが、10%及び20%冷間加工材の破断部はほとんど絞れていないことがわかる。さらに、10%及び20%冷間加工材では固溶化熱処理材に比べて、全体としてクラック及びボイドの数が減少し、鋭いクラックが連結している様子が観察される。このように850°C及び900°Cでは、10%あるいは20%の冷間加工を施すと、クリープ変形中に形成したボイド及びクラックは合体、連結しやすくなり、伸びや絞りが小さい段階で破断にいたることがわかる。Photo. 7に950°C、30.4MPaの試験条件でのマクロ写真を示す。950°Cでは固溶化熱処理材でボイド及びクラックが破断部から離れた場所にまで分布するようになり、比較的均一に断面が絞れるようになっている。10%及び20%冷間加工材では、ボイド及びクラックの分布は、固溶化熱処理材と同様に、破断部から離れた場所にまでほぼ均一に分布するようになる。Photo. 8に示された1000°C、20.6MPaの試験条件でのマクロ写真はそのことをより明確に表している。すなわち、1000°Cではボイド及び

クラックは破断部から離れた場所にまで均一に分布しており、1000°Cでの破断伸びや絞りには形成したポイドやクラックの寄与が大きくなっていると考えられる。

Photo. 9~11は、それぞれ固溶化熱処理材、10%及び20%冷間加工材の800°C, 107.9MPaでのクリープ破断材の光学顕微鏡組織（光顕組織）である。これらの写真から、固溶化熱処理材では結晶粒の変形が非常に大きく、10%冷間加工材でも結晶粒の変形はかなり大きい、20%冷間加工材では結晶粒はあまり変形せず、クラックが連結しやすくなっている様子がわかる。Photo. 12~14は850°C, 65.7MPaの試験条件でのクリープ破断材の光顕組織であり、Photo. 15~17は900°C, 44.1MPaでの光顕組織である。これらの写真から、850°Cの20%冷間加工材、900°Cの10%及び20%冷間加工材では、結晶粒はあまり変形せずポイドが合体して鋭いクラックとなっている様子が観察される。Photo. 18~20は、950°C, 30.4MPaの試験条件でのクリープ破断材の光顕組織である。850°C及び900°Cの場合と比べ、950°Cではクラックは丸みをおび鈍化している。また、Photo. 20に示されているように、20%冷間加工材では微細な再結晶粒が破断部以外の場所でも観察され、クリープ変形中に動的再結晶が起こったことを示唆している。このような組織変化は、950°Cにおいて、20%冷間加工材の $\dot{\epsilon}$ が固溶化熱処理材の $\dot{\epsilon}$ より大きくなって、冷間加工の効果が失われ、破断寿命が固溶化熱処理材より短くなったことと対応している。Photo. 21~23は1000°C, 20.6MPaの試験条件でのクリープ破断材の光顕組織であり、固溶化熱処理材、10%及び20%冷間加工材全てについて、クラックは丸みをおび鈍化している。Photo. 8のマクロ写真で見たように、1000°Cでは連結しにくいポイドやクラックが破断部から離れた場所にまで均一に分布して、破断伸びや破断絞りにこれがかなり寄与していると考えられるが、この点は、Photo. 21~23に示された鈍化したクラックの分布という観察結果からも支持される。また、1000°Cでは、固溶化熱処理状態においても一部に微細な再結晶粒が観察されるが、10%及び20%冷間加工材ではより広範に微細な再結晶粒が観察される。このように、10%及び20%冷間加工材で1000°Cのクリープ変形中に広範な場所で起こる動的再結晶が、冷間加工材の1000°Cにおけるクリープ変形抵抗及びクリープ破断強度の低下の原因となっている。

4. 結 言

ハステロイXRの固溶化熱処理材、10%冷間加工材及び20%冷間加工材を用いて、800, 850, 900, 950及び1000℃でクリープ試験を行い、詳細なクリープデータを取得して、クリープ特性に及ぼす冷間加工の影響を検討した。得られた結果を要約すると以下のとおりである。

- (1)10%冷間加工材のクリープ破断時間は、固溶化熱処理材に比べ、800～900℃では長くなり、950℃ではほぼ同程度、1000℃では逆に短くなる。本実験の範囲では、HTTRの中間熱交換器の最高使用温度である950℃以下で、10%冷間加工材のクリープ破断強度は固溶化熱処理材の強度水準を上回っている。
- (2)20%冷間加工材のクリープ破断時間は、固溶化熱処理材に比べ、800及び850℃では長くなり、900℃ではほぼ同程度、950及び1000℃では逆に短くなる。
- (3)破断伸び及び破断絞りは、固溶化熱処理材に比べ冷間加工材の方が小さくなる。10%及び20%冷間加工材についてこれらの値は900℃で最も小さくなるが、1000℃ではかなり回復する。
- (4)800℃付近の低温側では、遷移、定常、加速クリープからなる通常の古典的なクリープ曲線が観察されたが、1000℃付近の高温側では初期に低いクリープ速度の領域を持つ非古典的なクリープ曲線が観察された。
- (5)非古典的なクリープ曲線における初期の低クリープ速度の領域を除いた最小クリープ速度($\dot{\epsilon}_m$)を比較すると、800～900℃では10%及び20%冷間加工材の $\dot{\epsilon}_m$ は固溶化熱処理材の1/20～1/50となる。10%冷間加工材では、950℃で $\dot{\epsilon}_m$ は固溶化熱処理材よりかなり低い、1000℃では固溶化熱処理材よりやや大きくなる。20%冷間加工材の $\dot{\epsilon}_m$ は950及び1000℃では固溶化熱処理材の2倍程度に上昇する。
- (6)光学顕微鏡による組織観察の結果は、上記の冷間加工によるクリープ破断時間、破断延性及び $\dot{\epsilon}_m$ の変化及びその試験温度依存性を定性的に説明している。すなわち、10%及び20%の冷間加工は、広範な動的再結晶を起こさない範囲では、クリープ変形及びクリープ破壊への大きな抵抗となる。850～900℃における冷間加工による破断延性の低下は、この温度域で冷間加工材のクリープ試験を行うと、結晶粒の変形があまり起こらず、粒界に形成したボイドが合体して鋭いクラックとなりやすいという観察結果によって説明される。

謝 辞

本実験に用いた材料を準備する上でお世話になった三菱マテリアル(株)、佐平健彰氏に感謝致します。また、金属組織観察をする上でご援助いただいた北智士氏及び鈴木富男氏に感謝致します。

4. 結 言

ハステロイXRの固溶化熱処理材、10%冷間加工材及び20%冷間加工材を用いて、800, 850, 900, 950及び1000℃でクリープ試験を行い、詳細なクリープデータを取得して、クリープ特性に及ぼす冷間加工の影響を検討した。得られた結果を要約すると以下のとおりである。

(1)10%冷間加工材のクリープ破断時間は、固溶化熱処理材に比べ、800~900℃では長くなり、950℃ではほぼ同程度、1000℃では逆に短くなる。本実験の範囲では、HTTRの中間熱交換器の最高使用温度である950℃以下で、10%冷間加工材のクリープ破断強度は固溶化熱処理材の強度水準を上回っている。

(2)20%冷間加工材のクリープ破断時間は、固溶化熱処理材に比べ、800及び850℃では長くなり、900℃ではほぼ同程度、950及び1000℃では逆に短くなる。

(3)破断伸び及び破断絞りは、固溶化熱処理材に比べ冷間加工材の方が小さくなる。10%及び20%冷間加工材についてこれらの値は900℃で最も小さくなるが、1000℃ではかなり回復する。

(4)800℃付近の低温側では、遷移、定常、加速クリープからなる通常の古典的なクリープ曲線が観察されたが、1000℃付近の高温側では初期に低いクリープ速度の領域を持つ非古典的なクリープ曲線が観察された。

(5)非古典的なクリープ曲線における初期の低クリープ速度の領域を除いた最小クリープ速度($\dot{\epsilon}_m$)を比較すると、800~900℃では10%及び20%冷間加工材の $\dot{\epsilon}_m$ は固溶化熱処理材の1/20~1/50となる。10%冷間加工材では、950℃で $\dot{\epsilon}_m$ は固溶化熱処理材よりかなり低い、1000℃では固溶化熱処理材よりやや大きくなる。20%冷間加工材の $\dot{\epsilon}_m$ は950及び1000℃では固溶化熱処理材の2倍程度に上昇する。

(6)光学顕微鏡による組織観察の結果は、上記の冷間加工によるクリープ破断時間、破断延性及び $\dot{\epsilon}_m$ の変化及びその試験温度依存性を定性的に説明している。すなわち、10%及び20%の冷間加工は、広範な動的再結晶を起こさない範囲では、クリープ変形及びクリープ破壊への大きな抵抗となる。850~900℃における冷間加工による破断延性の低下は、この温度域で冷間加工材のクリープ試験を行うと、結晶粒の変形があまり起こらず、粒界に形成したボイドが合体して鋭いクラックとなりやすいという観察結果によって説明される。

謝 辞

本実験に用いた材料を準備する上でお世話になった三菱マテリアル(株)、佐平健彰氏に感謝致します。また、金属組織観察をする上でご援助いただいた北智士氏及び鈴木富男氏に感謝致します。

参 考 文 献

- 1)大洗研究所高温工学試験研究炉設計室、東海研究所燃料・材料工学部、東海研究所高温工学部：日本原子力研究所レポート JAERI-M 89-005(1989).
- 2)Case N-47-17, Class 1 Component in Elevated Temperature Service, ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section III, Division 1.
- 3)日本原子力研究所：高温工学試験研究の現状(1993).
- 4)Japan Atomic Energy Research Institute: Present Status of HTGR Research & Development(1992).
- 5)羽田一彦、元木保男、馬場治：日本原子力研究所レポート、JAERI-M 90-148 (1990).
- 6)R. A. Moen and G. V. Smith: Trans. ASME 97(1975)162.
- 7)N. J. Grant, A. G. Bucklin and W. Rowland: Trans. ASM 48(1956)446.
- 8)R. A. Lula, A. J. Lena and H. M. Johnson: Trans. ASME 79(1957)921.
- 9)F. Garofalo, F. von Gemmingen and W. F. Domis: Trans. ASM 54(1961)430.
- 10)美野和明、大友暁、雑賀喜規：鉄と鋼、 63(1977)2372.
- 11)倉田有司、中島甫：日本原子力研究所レポート、JAERI-M 94-022(1994).
- 12)T. H. Hazlett and R. D. Hansen: Trans. ASM 47(1955)508.
- 13)W. M. Yim and N. J. Grant: Trans. AIME 227(1963)868.
- 14)P. W. Davies, J. D. Richards and B. Wilshire: J. Inst. Metals 90(1961-62) 431.
- 15)O. D. Sherby, R. Frenkel, J. Nadeau and J. E. Dorn: Trans. AIME 200(1954) 275.
- 16)R. W. Evans and B. Wilshire: Creep of Metals and Alloys, The Institute of Metals, London (1985).
- 17)J. D. Parker and B. Wilshire: Mater. Sci. Eng. 43(1980)271.
- 18)日本原子力研究所大洗研究所高温工学試験研究炉開発部HTTRプラント開発室、石川島播磨重工業：私信
- 19)American Society for Testing and Materials (ASTM) B435 (1987).
- 20)American Society for Testing and Materials (ASTM) B622 (1987).
- 21)M. Shindo and T. Kondo; in Proc. Conf. on Gas-Cooled Reactors Today, Bristol/UK, 1982(British Nuclear Energy Society) Vol. 2, p.179.
- 22)R. L. Klueh: Journal of Nuclear Materials 79(1979)363.
- 23)横井信、門馬義雄、近藤達男、小川豊、倉田有司：日本原子力研究所レポート JAERI-M 83-138(1983).

24) 芳須弘、門馬義雄、馬場栄次、倉田有司、中島甫、鈴木富男：日本原子力研究所レポート JAERI-M 93-231(1993).

25) K. Schneider and W. Hartnagel: Nucl. Technol. 66(1984)289.

Table 1 Chemical composition of Hastelloy XR (mass %)

C	Mn	Si	P	S	Cr	Co	Mo	W	Fe	Ni	B	Al	Ti
0.08	0.89	0.31	<0.005	0.002	21.56	0.06	9.06	0.48	18.31	Rem.	<0.001	0.02	<0.01

Rem.; Remainder

Table 2 Creep properties of solution treated Hastelloy XR

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (ks)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Minimum creep rate (/s)	
					$\dot{\epsilon}_m'$	$\dot{\epsilon}_m$
800	107.9	303.84	80.3	65.2	—	6.40E-7
850	65.7	680.39	64.2	56.2	—	2.50E-7
900	44.1	1042.20	41.3	36.3	2.19E-8	2.28E-7
950	30.4	814.46	39.3	35.0	2.93E-8	2.65E-7
1000	20.6	937.47	51.3	36.5	1.51E-8	2.75E-7

Table 3 Creep properties of 10% cold worked Hastelloy XR

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (ks)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Minimum creep rate (/s)	
					$\dot{\epsilon}_m'$	$\dot{\epsilon}_m$
800	107.9	534.56	33.7	31.8	—	2.99E-8
850	65.7	1679.04	16.0	10.7	—	9.93E-9
900	44.1	1785.96	7.2	3.8	—	4.82E-9
950	30.4	856.62	7.5	5.6	—	9.93E-9
1000	20.6	557.35	21.3	17.8	1.97E-8	2.92E-7

Table 4 Creep properties of 20% cold worked Hastelloy XR

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (ks)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Minimum creep rate (/s)	
					$\dot{\epsilon}_m'$	$\dot{\epsilon}_m$
800	107.9	935.39	15.7	13.7	—	1.14E-8
850	65.7	2387.92	7.2	4.0	—	4.55E-9
900	44.1	917.46	7.8	4.9	—	1.21E-8
950	30.4	348.55	27.7	18.4	1.54E-8	4.26E-7
1000	20.6	242.28	29.2	23.7	6.75E-8	5.83E-7

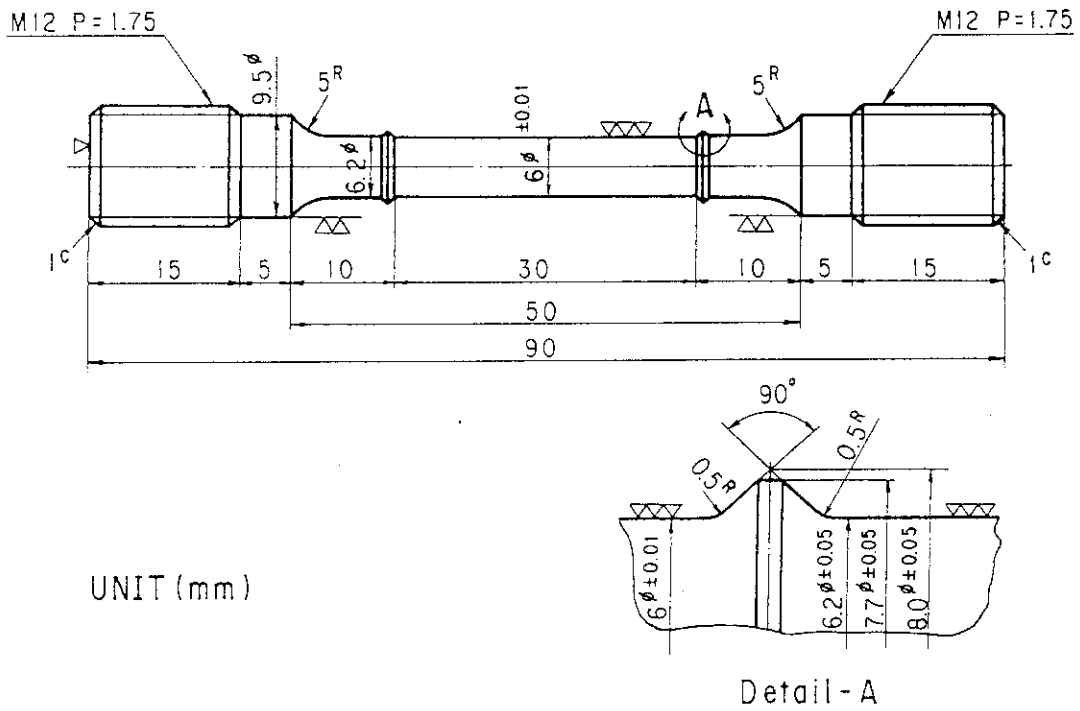


Fig.1 Geometry of specimen for creep tests.

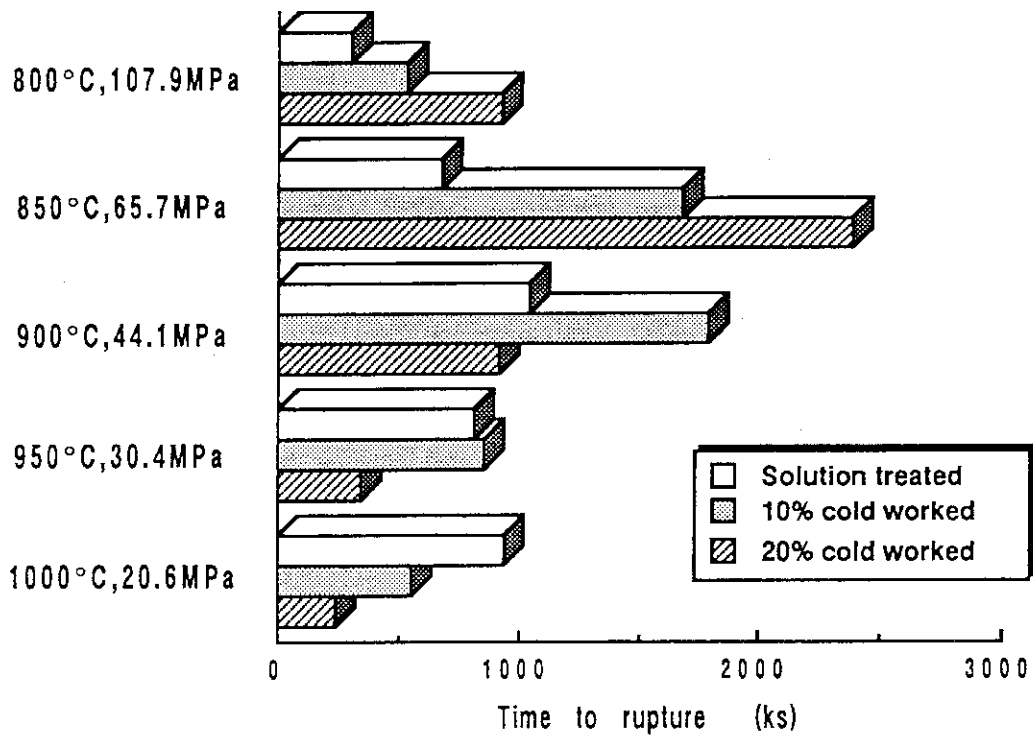


Fig.2 Effect of cold work on time to rupture of Hastelloy XR at 800, 850, 900, 950 and 1000°C.

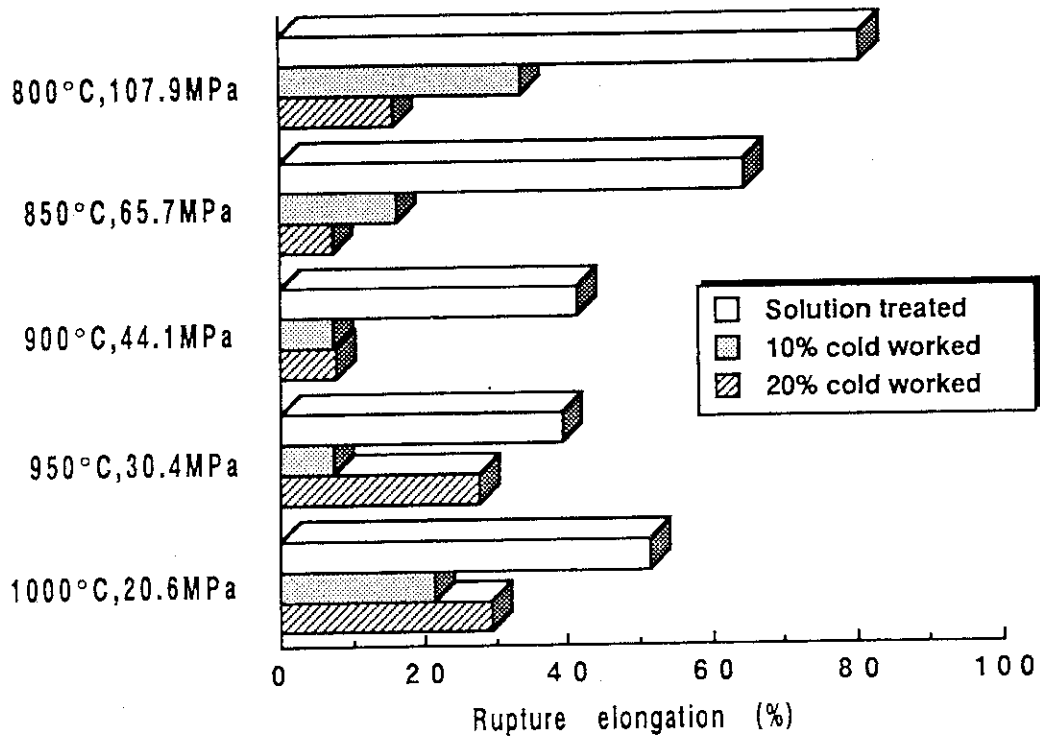


Fig.3 Effect of cold work on rupture elongation of Hastelloy XR at 800, 850, 900, 950 and 1000°C.

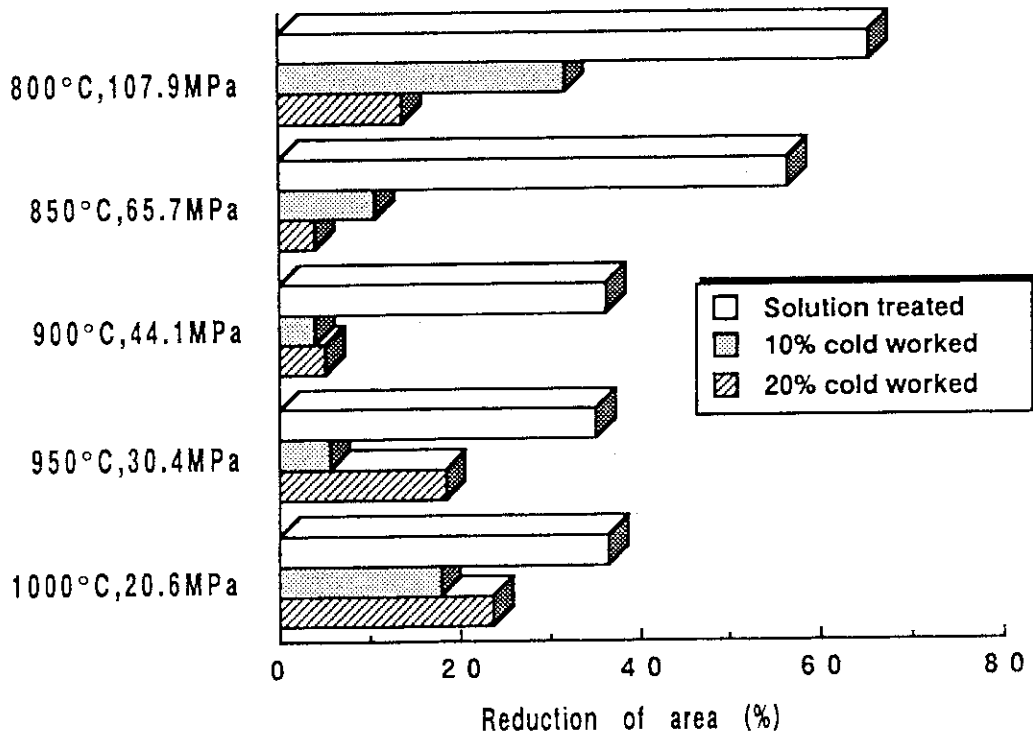


Fig.4 Effect of cold work on reduction of area of Hastelloy XR at 800, 850, 900, 950 and 1000°C.

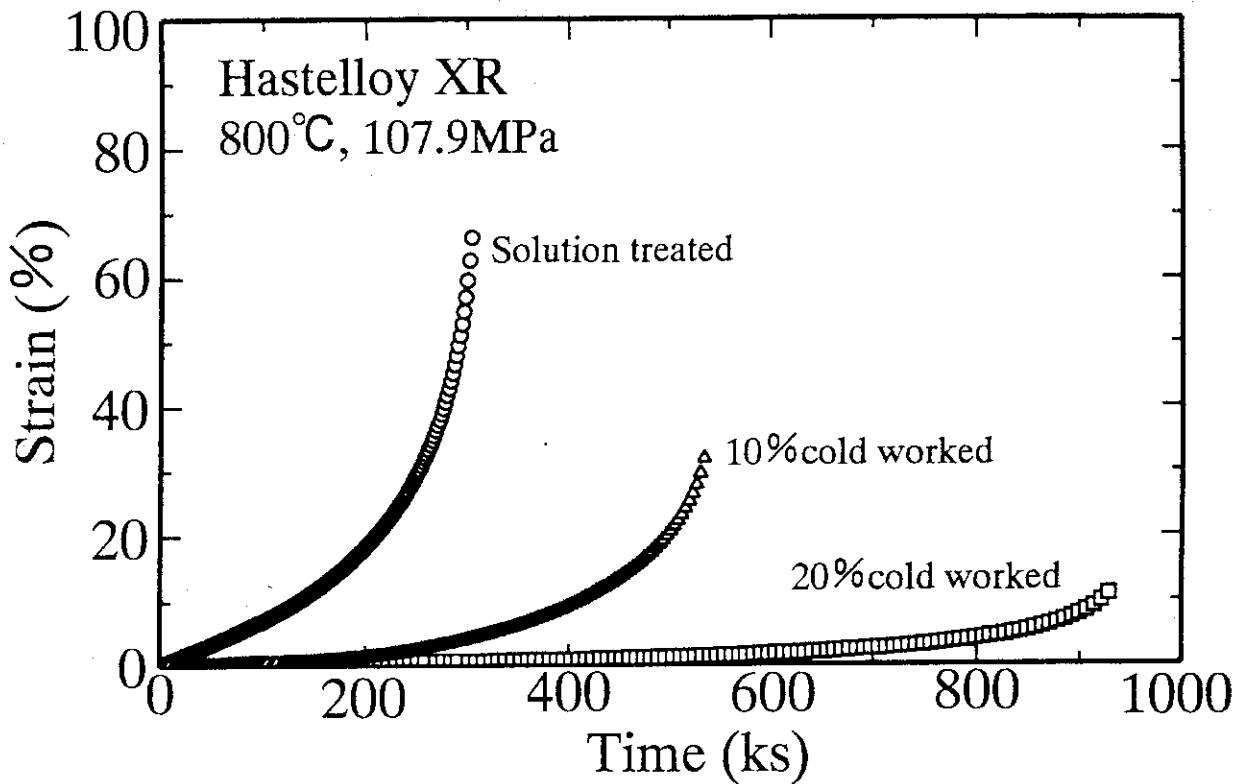


Fig.5 Effect of cold work on creep curves for Hastelloy XR at 800°C and 107.9MPa.

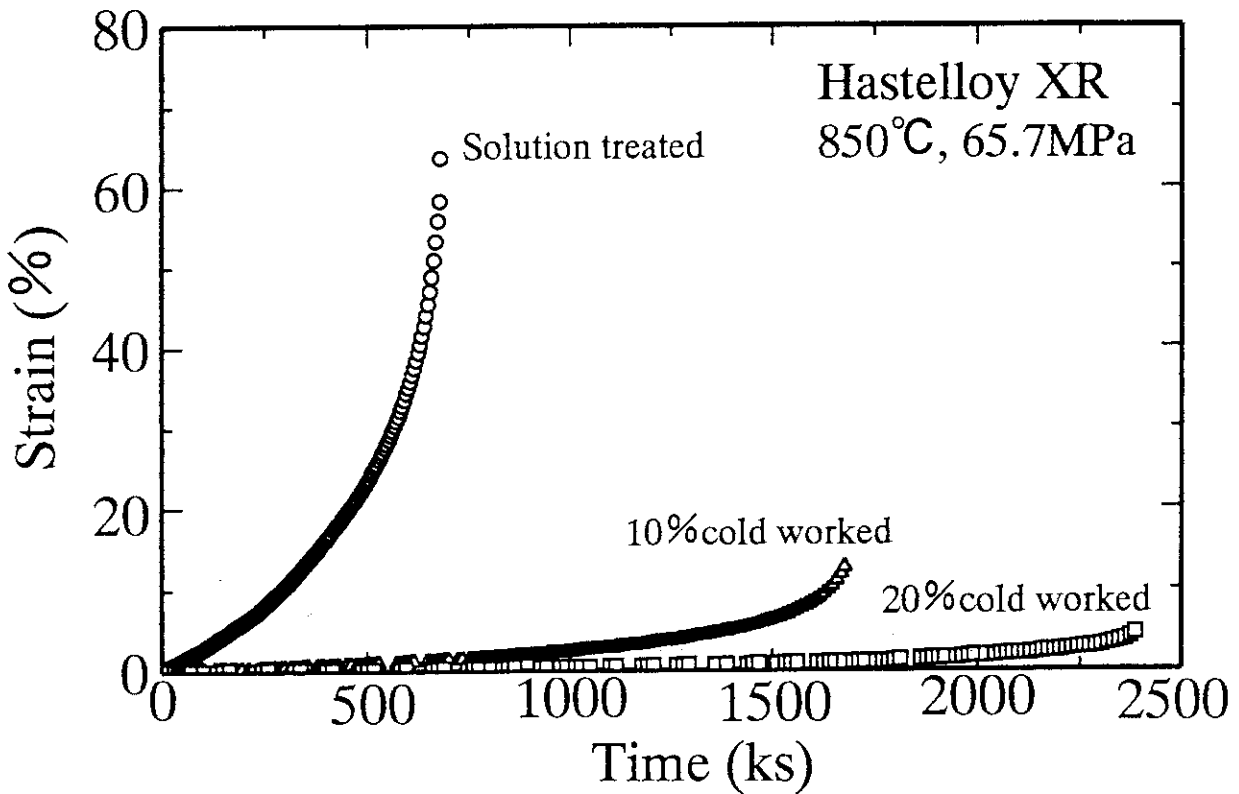


Fig.6 Effect of cold work on creep curves for Hastelloy XR at 850°C and 65.7MPa.

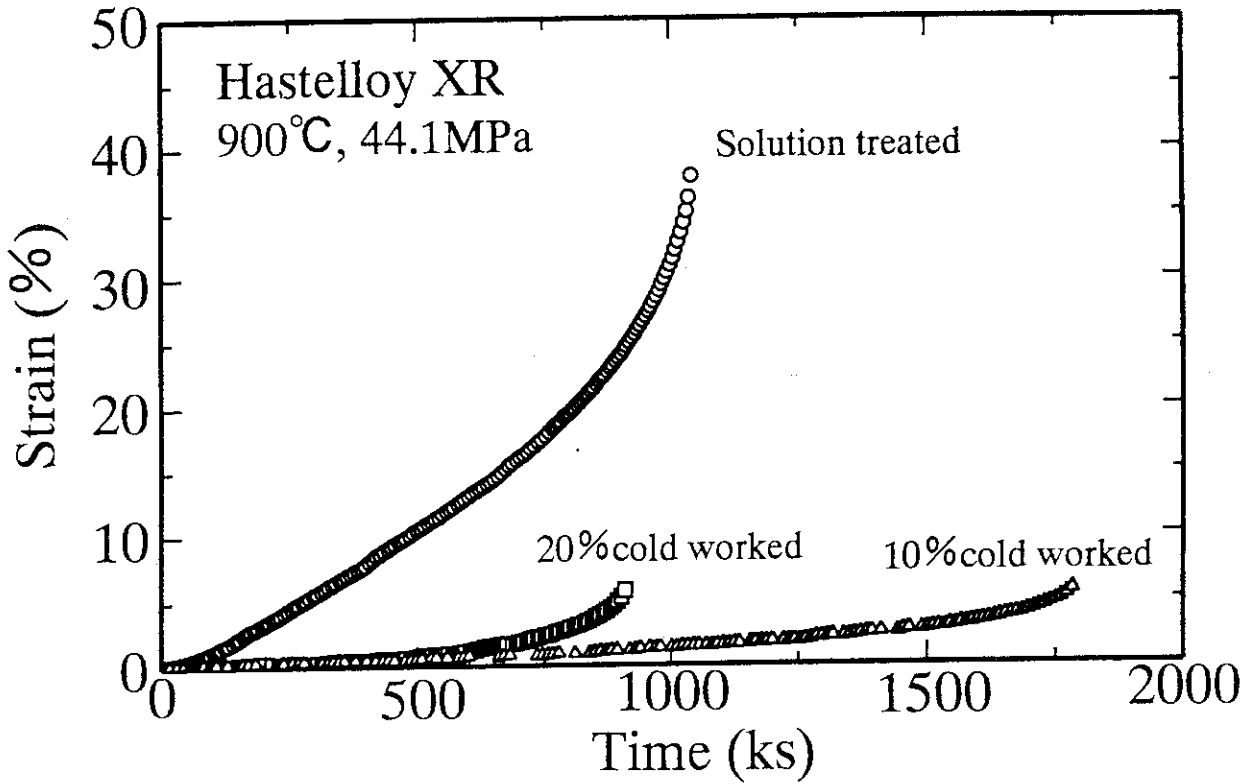


Fig.7 Effect of cold work on creep curves for Hastelloy XR at 900°C and 44.1MPa.

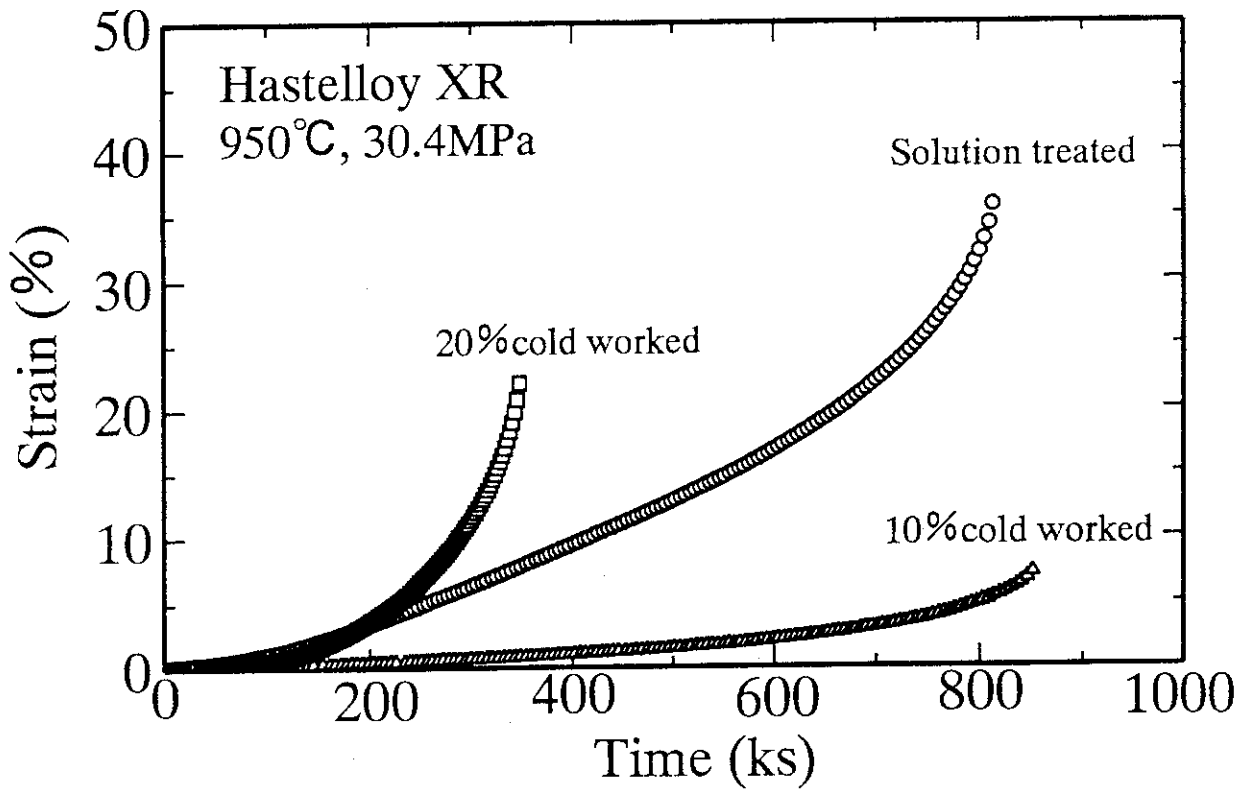


Fig.8 Effect of cold work on creep curves for Hastelloy XR at 950°C and 30.4MPa.

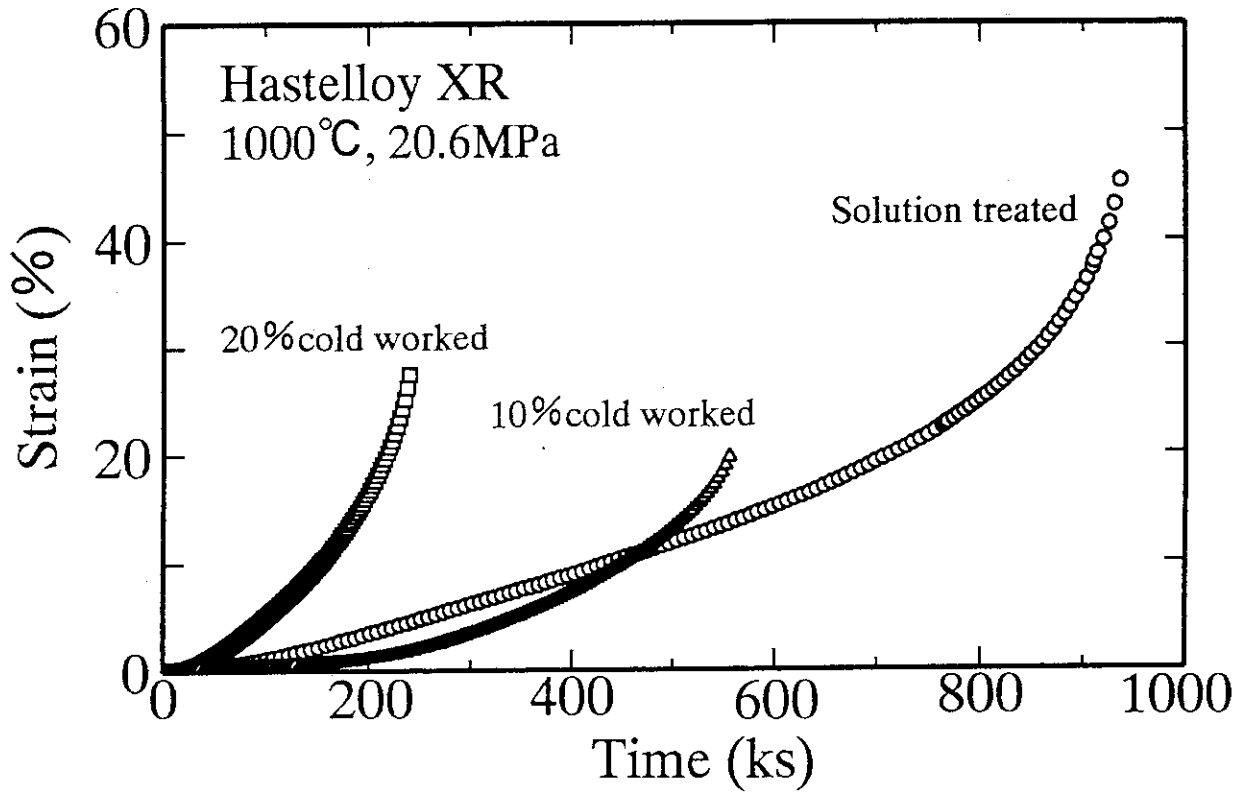


Fig.9 Effect of cold work on creep curves for Hastelloy XR at 1000°C and 20.6Mpa.

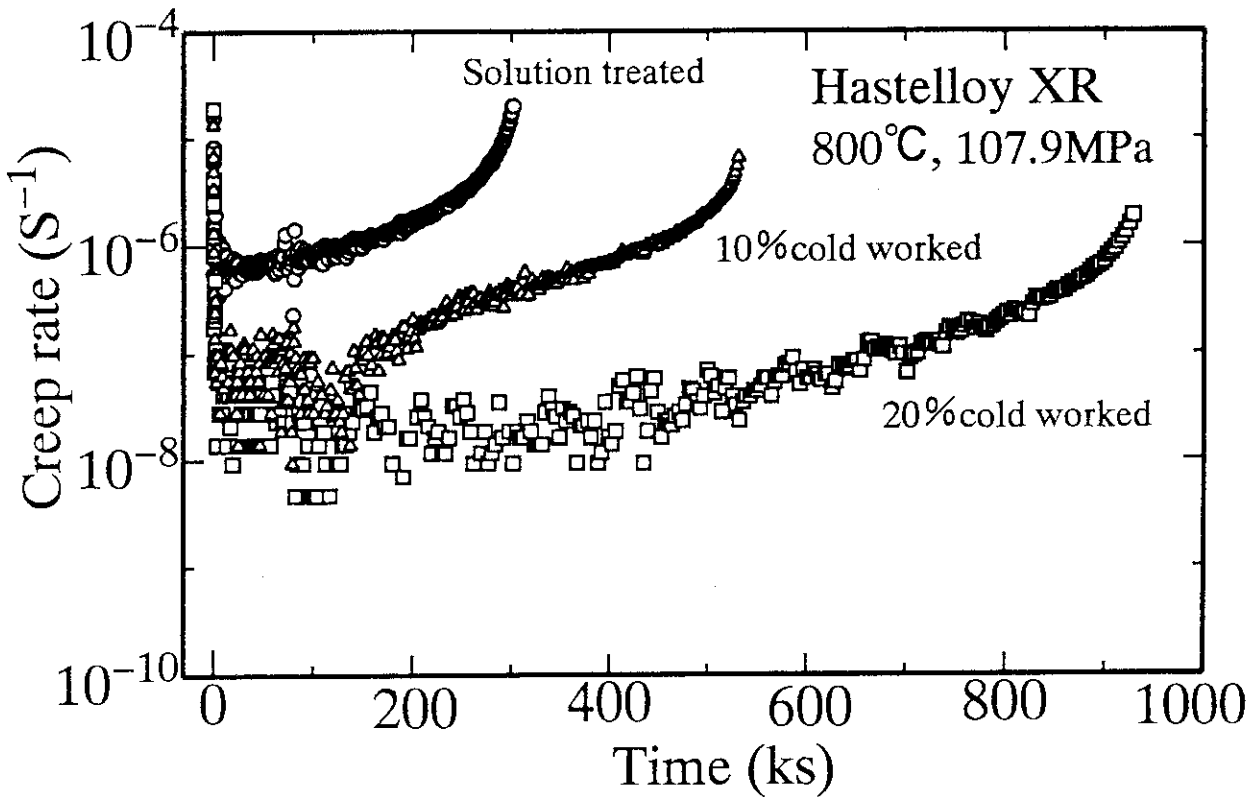


Fig.10 Effect of cold work on creep rate/time curves for Hastelloy XR at 800°C and 107.9MPa.

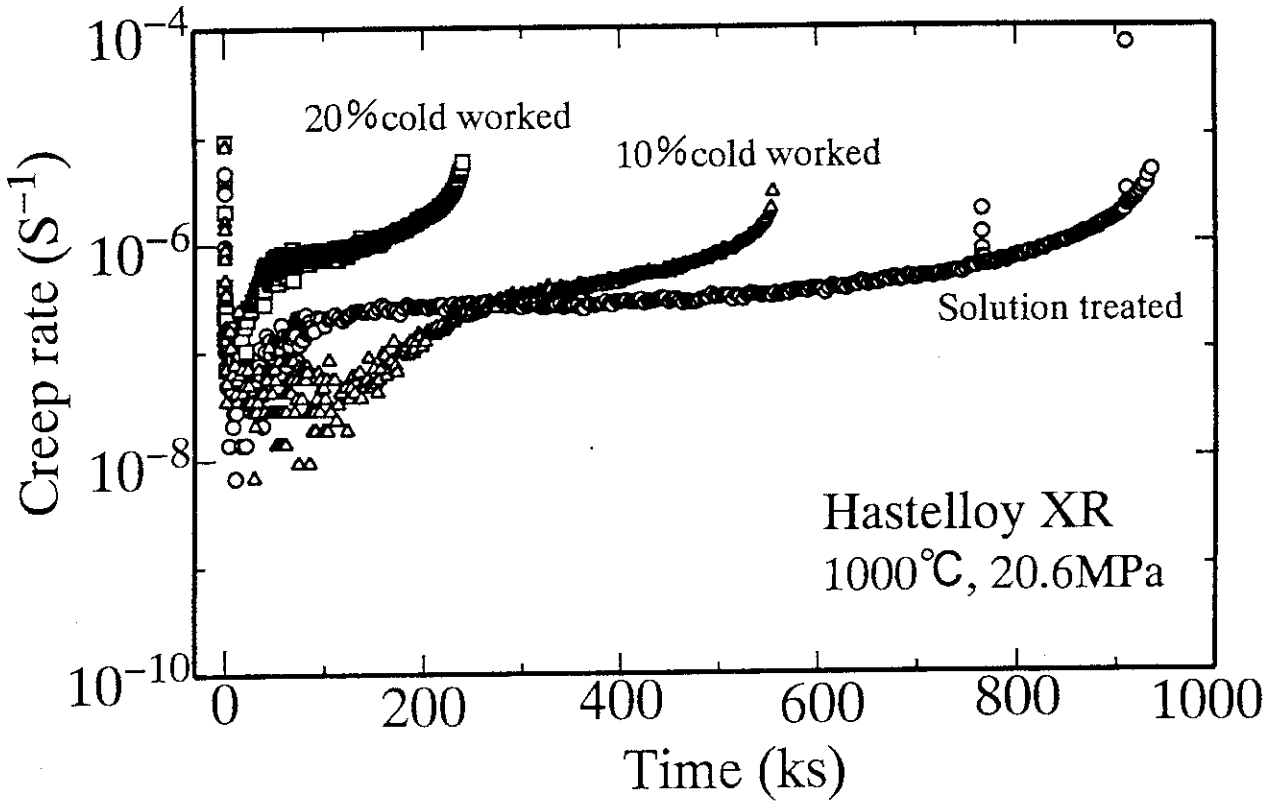


Fig.11 Effect of cold work on creep rate/time curves for Hastelloy XR at 1000°C and 20.6MPa.

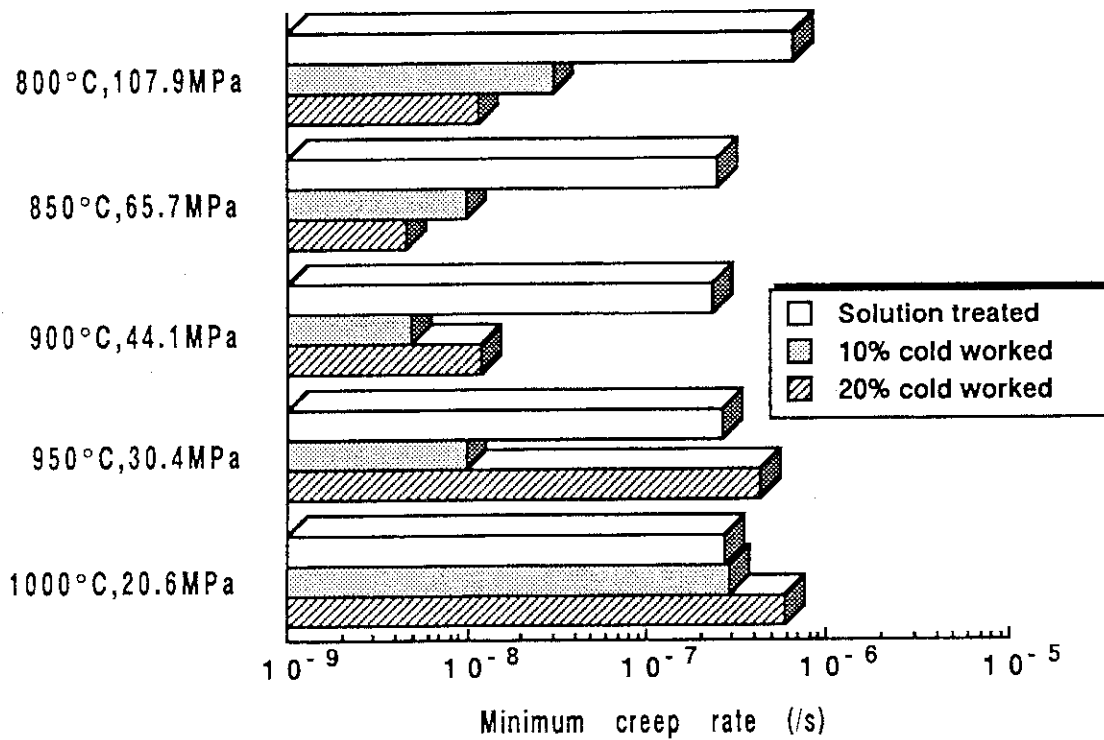


Fig.12 Effect of cold work on minimum creep rate, $\dot{\epsilon}_m$, of Hastelloy XR at 800, 850, 900, 950 and 1000°C.

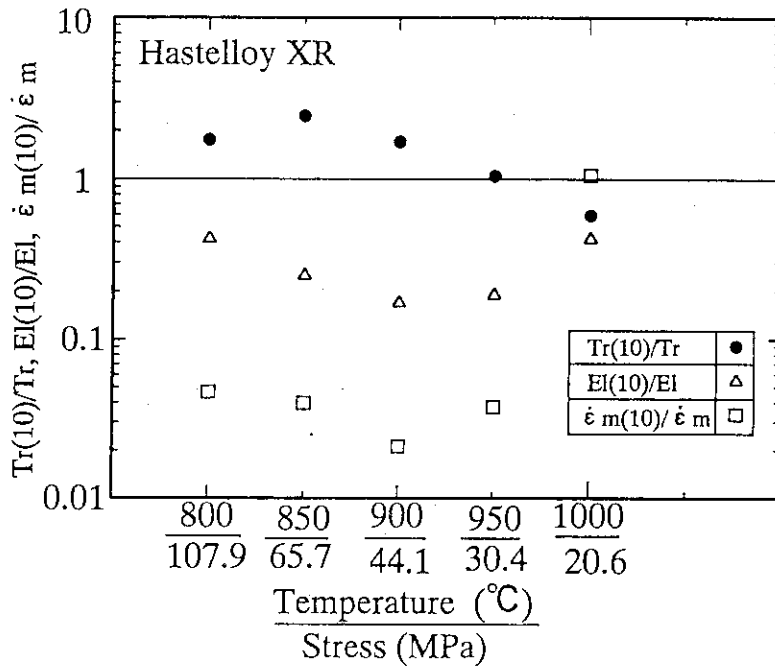


Fig.13 Effect of 10% cold work on time to rupture, Tr , rupture elongation, $E1$, and minimum creep rate, $\dot{\epsilon}_m$, of Hastelloy XR at 800, 850, 900, 950 and 1000°C. $Tr(10)$, $E1(10)$ and $\dot{\epsilon}_m(10)$ are results of 10% cold worked Hastelloy XR. Tr , $E1$ and $\dot{\epsilon}_m$ are results of solution treated Hastelloy XR.

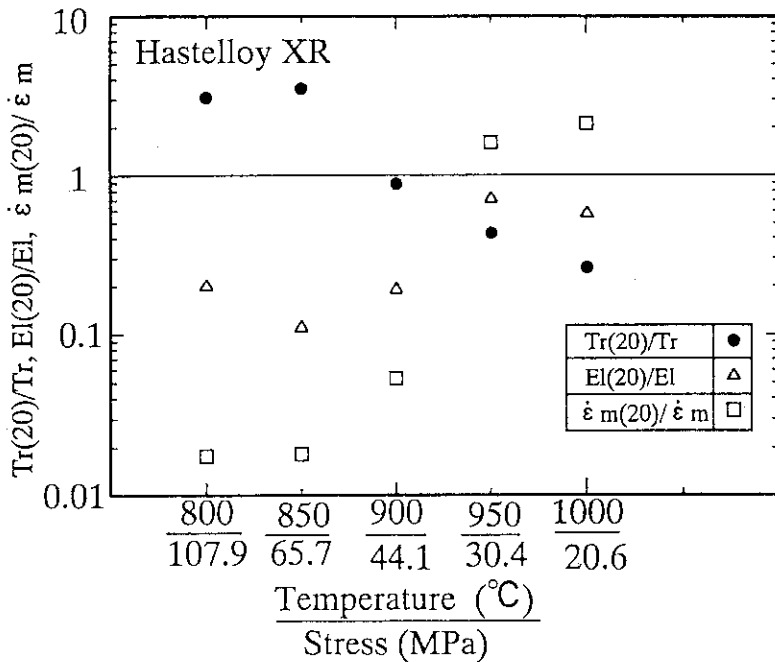


Fig.14 Effect of 20% cold work on time to rupture, Tr , rupture elongation, $E1$, and minimum creep rate, $\dot{\epsilon}_m$, of Hastelloy XR at 800, 850, 900, 950 and 1000°C. $Tr(20)$, $E1(20)$ and $\dot{\epsilon}_m(20)$ are results of 20% cold worked Hastelloy XR. Tr , $E1$ and $\dot{\epsilon}_m$ are results of solution treated Hastelloy XR.

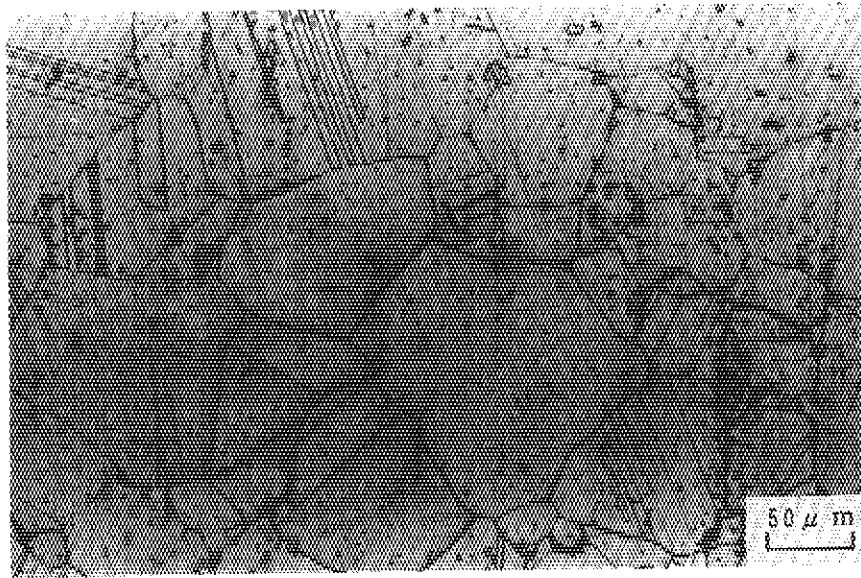


Photo. 1 Optical micrograph of solution treated Hastelloy XR.

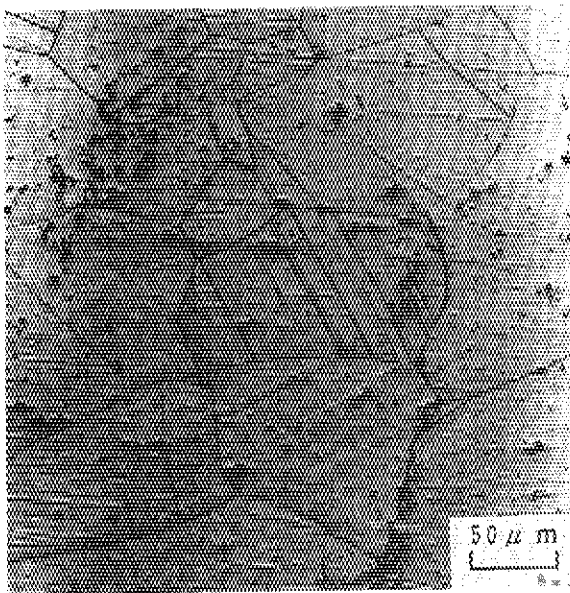


Photo. 2 Optical micrograph of 10% cold worked Hastelloy XR. An arrow shows a tensile direction of cold work.

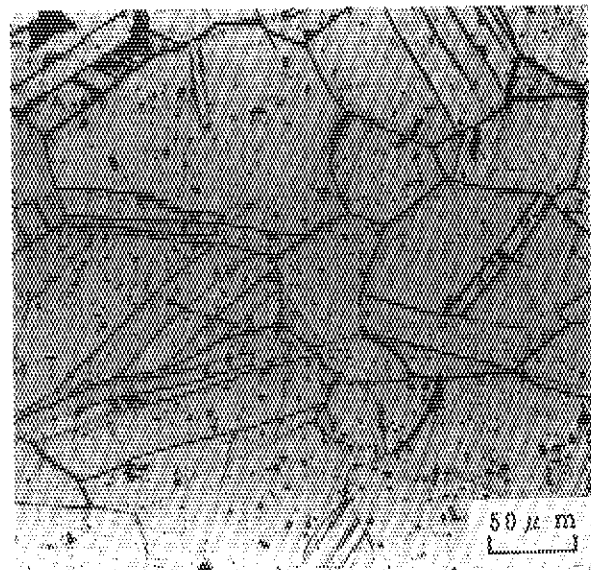


Photo. 3 Optical micrograph of 20% cold worked Hastelloy XR. An arrow shows a tensile direction of cold work.

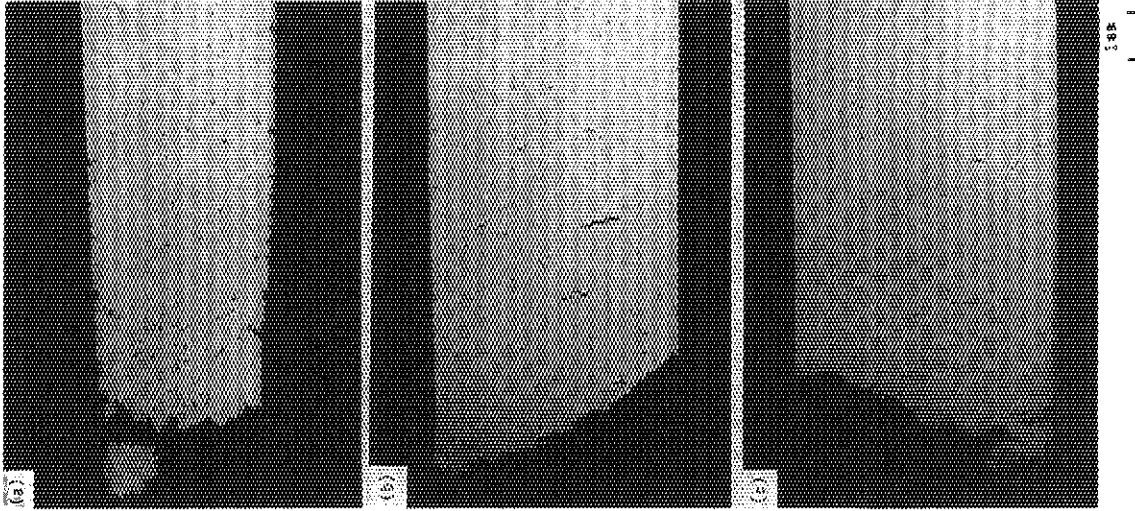


Photo. 5 Optical micrographs of Hastelloy XR ruptured at 850°C and 65.7MPa: (a) solution treated, (b) 10% cold worked and (c) 20% cold worked.

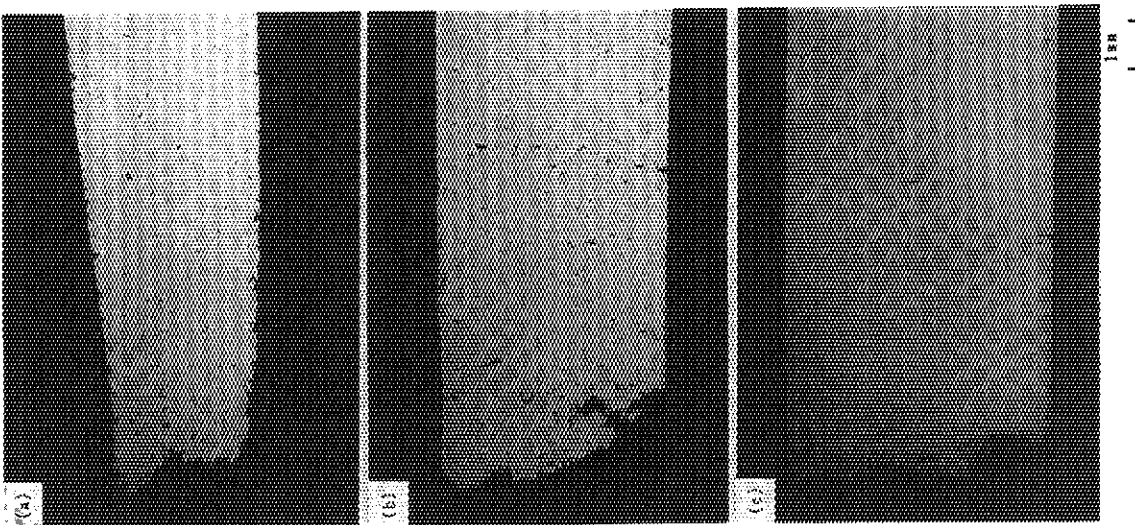


Photo. 4 Optical micrographs of Hastelloy XR ruptured at 800°C and 107.9MPa: (a) solution treated, (b) 10% cold worked and (c) 20% cold worked.

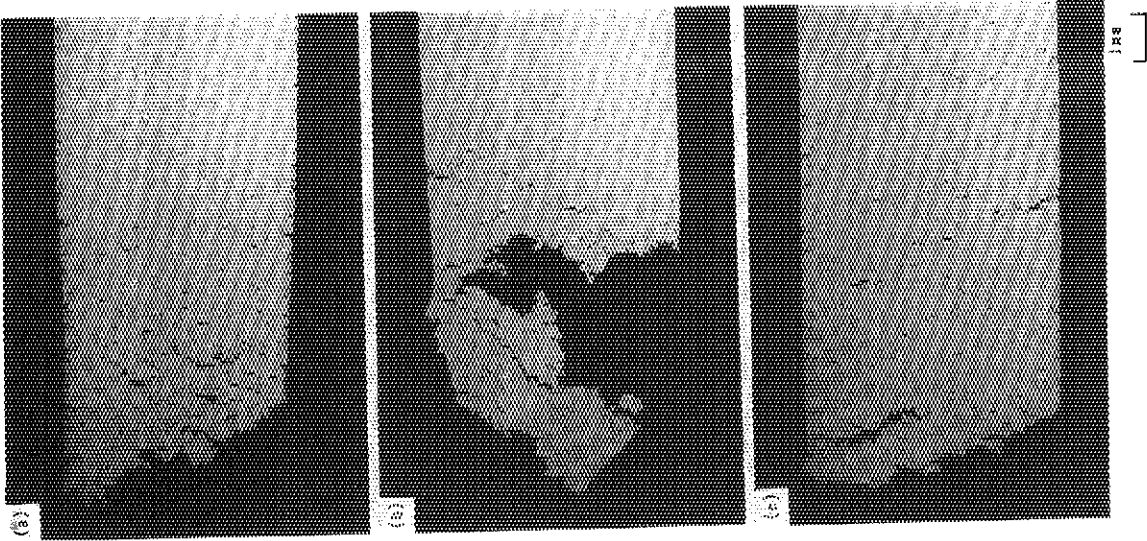


Photo. 7 Optical micrographs of Hastelloy XR ruptured at 950°C and 30.4MPa: (a)solution treated, (b)10% cold worked and (c)20% cold worked.

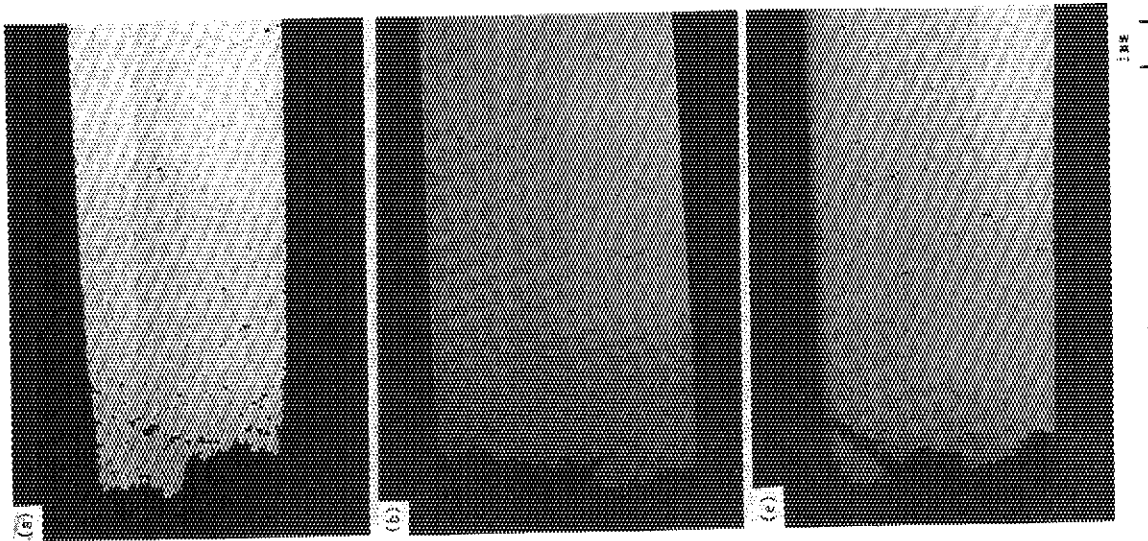


Photo. 6 Optical micrographs of Hastelloy XR ruptured at 900°C and 44.1MPa: (a)solution treated, (b)10% cold worked and (c)20% cold worked.

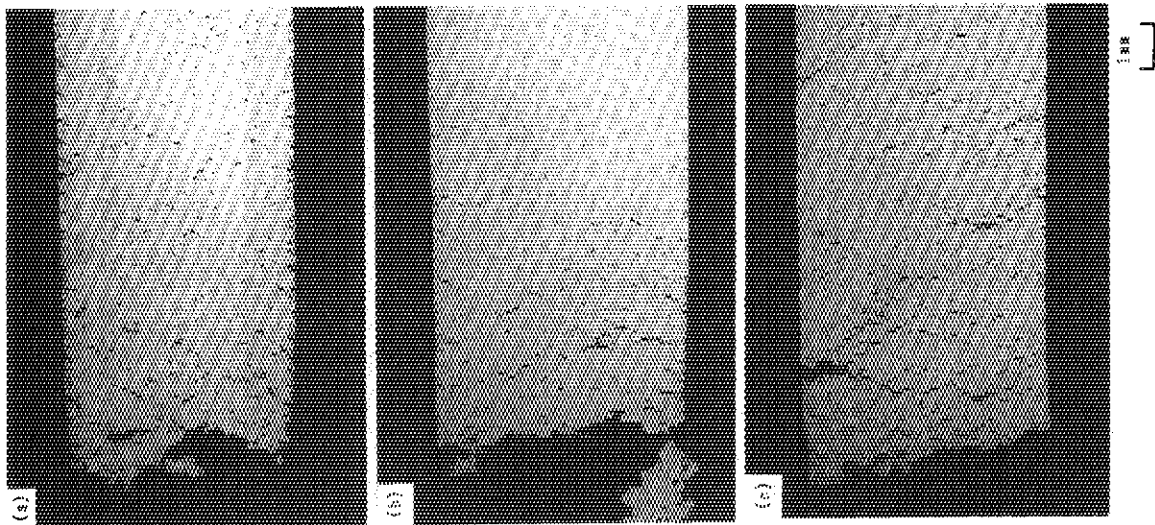


Photo. 8 Optical micrographs of Hastelloy XR ruptured at 1000°C and 20.6MPa: (a) solution treated, (b)10% cold worked and (c)20% cold worked.

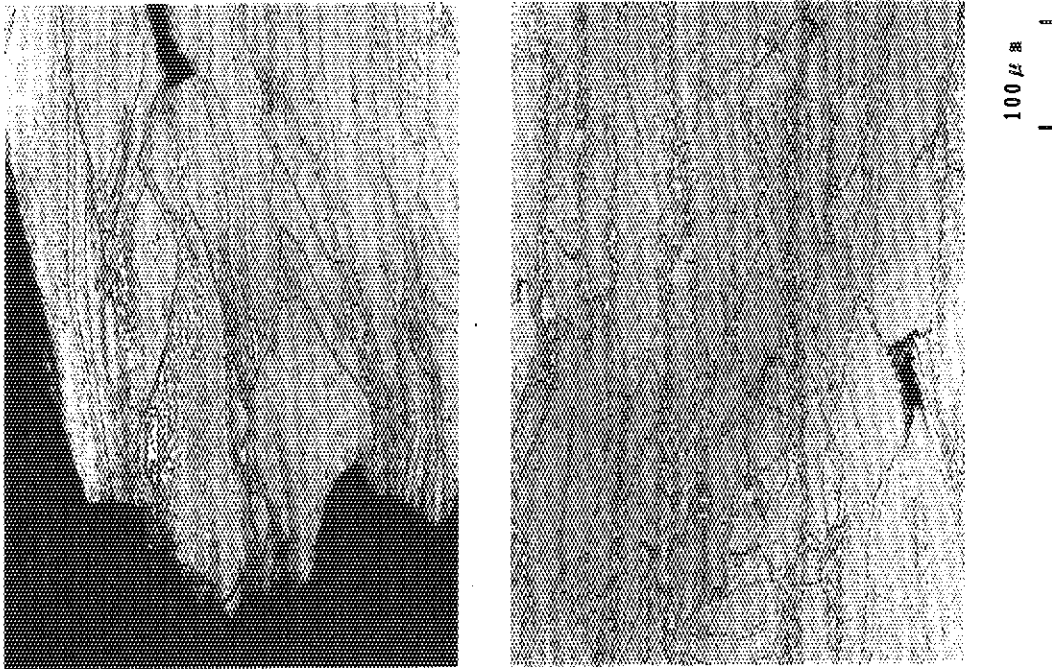
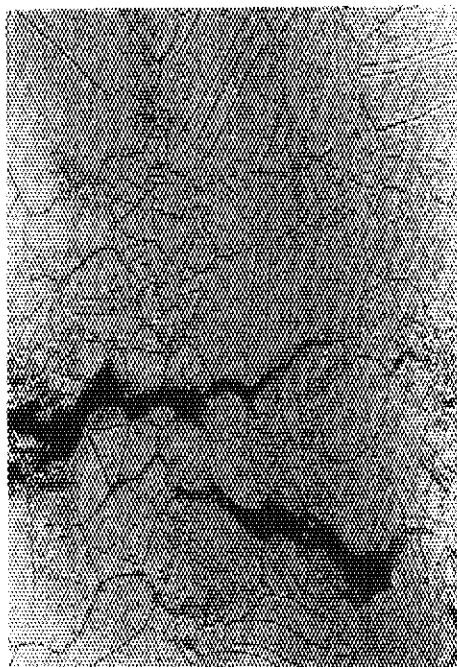
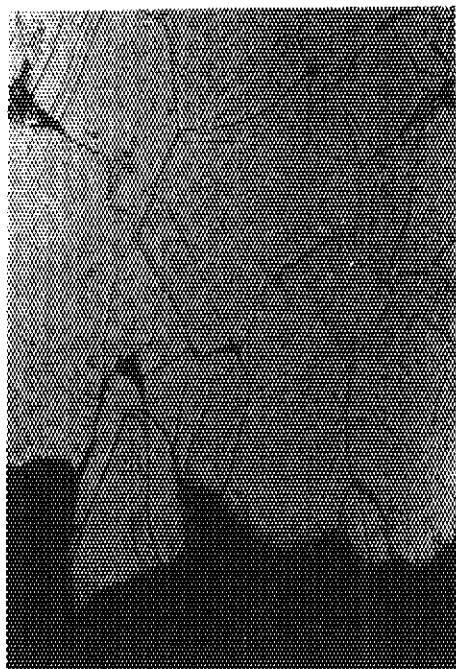
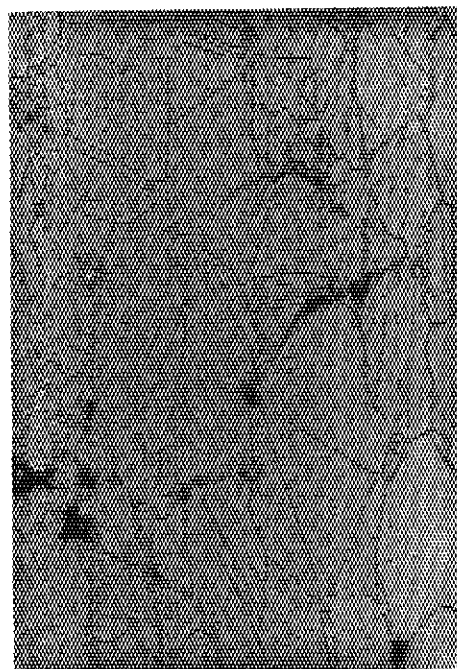
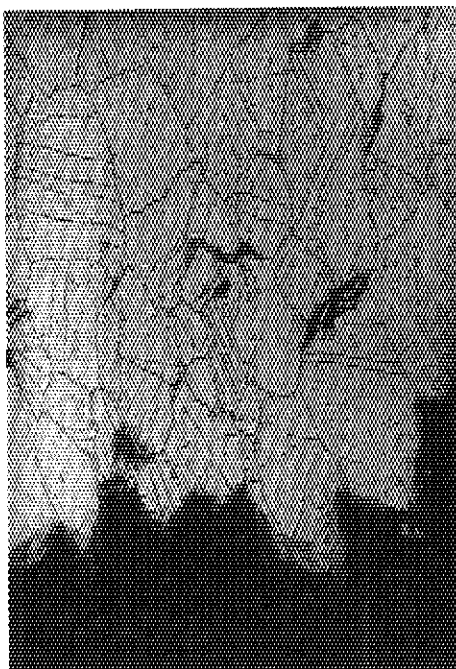


Photo. 9 Microstructures of rupture specimen of solution treated Hastelloy XR which fractured at 800°C and 107.9MPa in 303.84 ks.



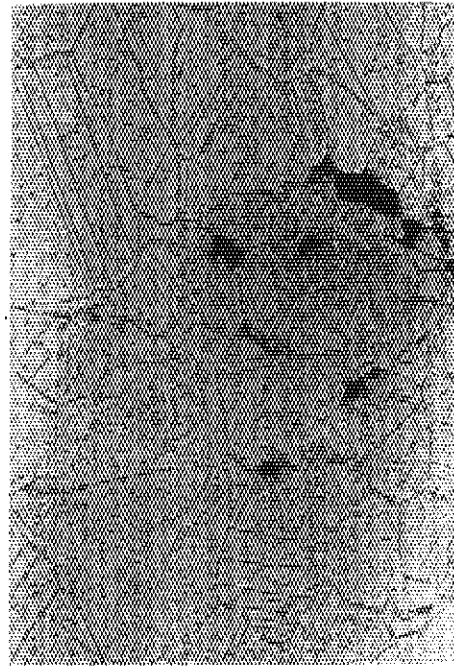
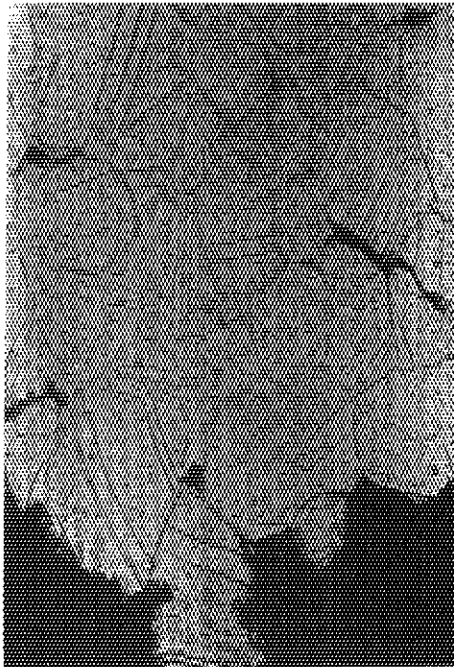
100 μm

Photo.11 Microstructures of rupture specimen of 20% cold worked Hastelloy XR which fractured at 800°C and 107.9MPa in 935.39 ks.



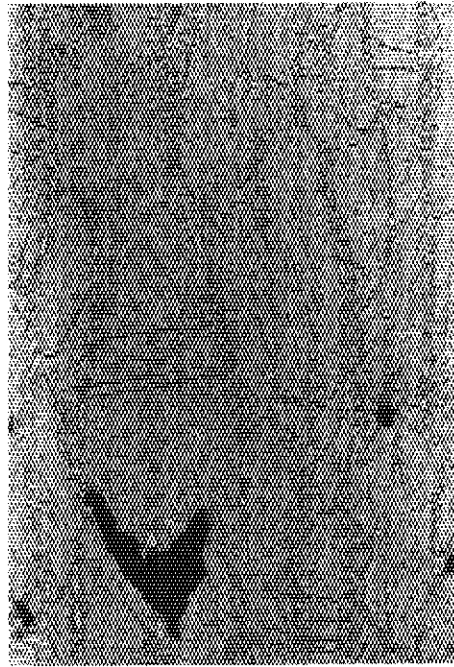
100 μm

Photo.10 Microstructures of rupture specimen of 10% cold worked Hastelloy XR which fractured at 800°C and 107.9MPa in 534.56 ks.



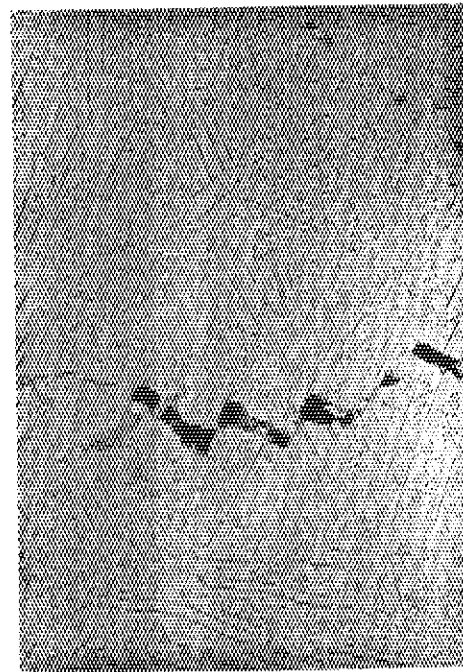
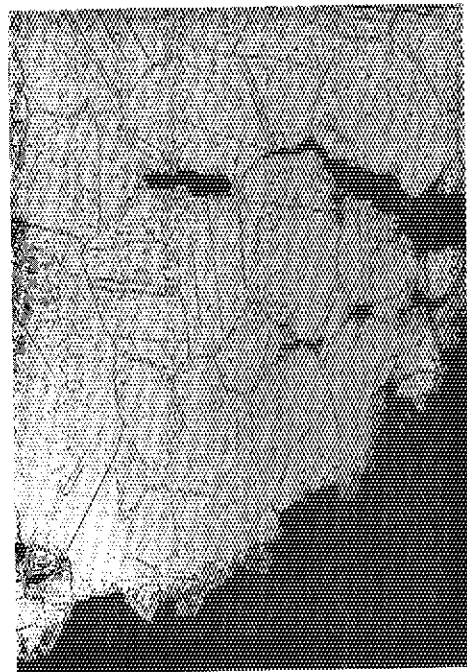
100 μ m

Photo.13 Microstructures of rupture specimen of 10% cold worked Hastelloy XR which fractured at 850 °C and 65.7MPa in 1679.04 ks.



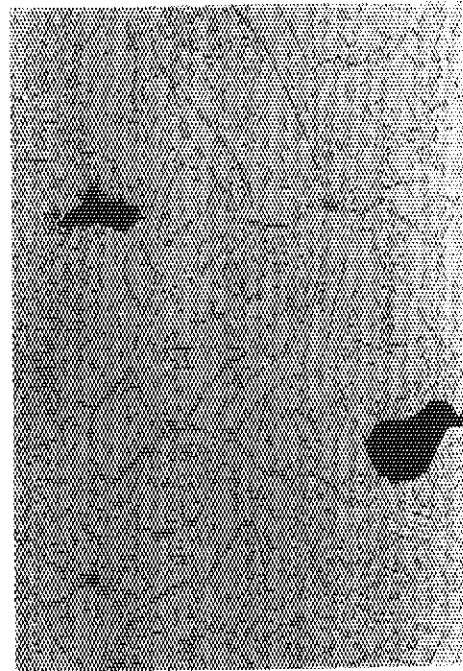
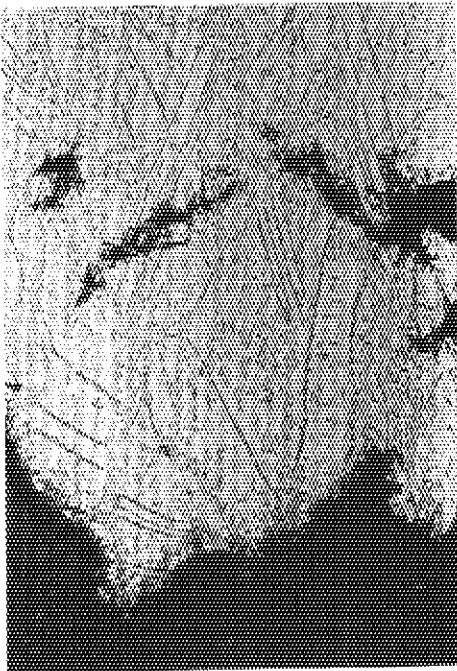
100 μ m

Photo.12 Microstructures of rupture specimen of solution treated Hastelloy XR which fractured at 850°C and 65.7MPa in 680.39 ks.



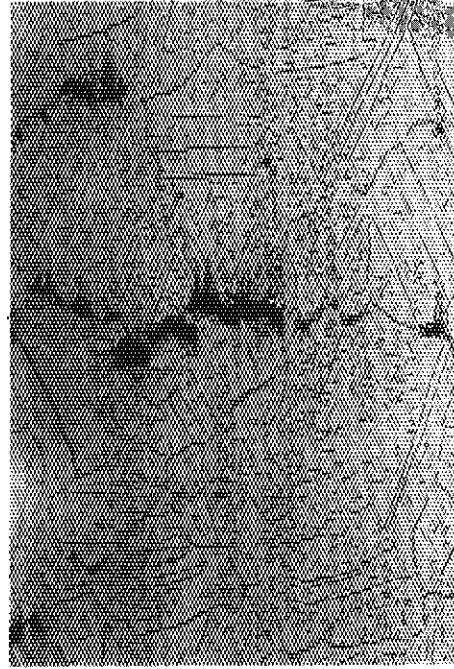
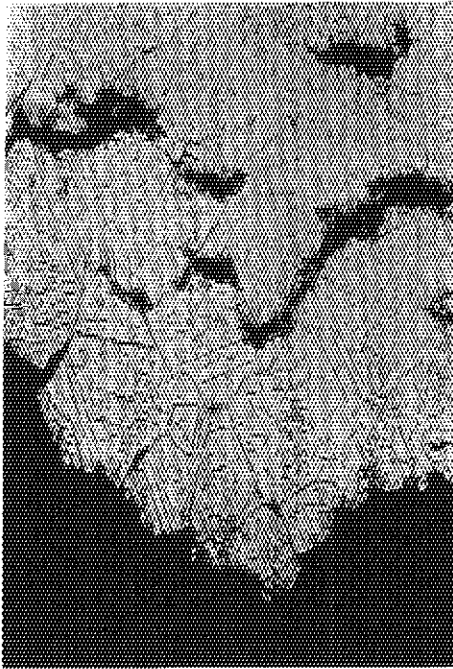
100 μm

Photo. 14 Microstructures of rupture specimen of 20% cold worked Hastelloy XR which fractured at 850°C and 65.7MPa in 2387.92 ks.



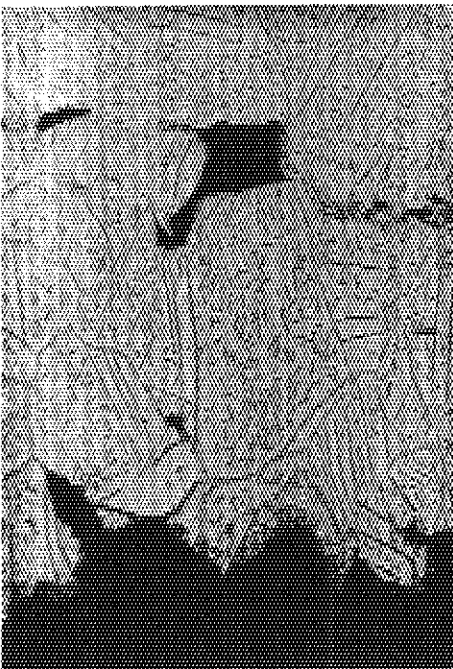
100 μm

Photo. 15 Microstructures of rupture specimen of solution treated Hastelloy XR which fractured at 900°C and 44.1MPa in 1042.20 ks.



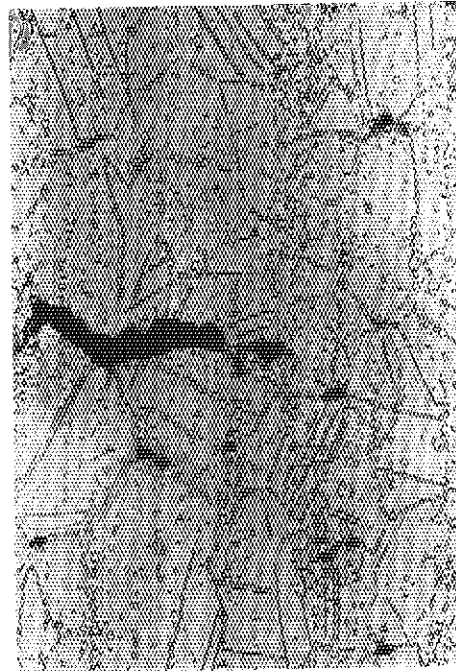
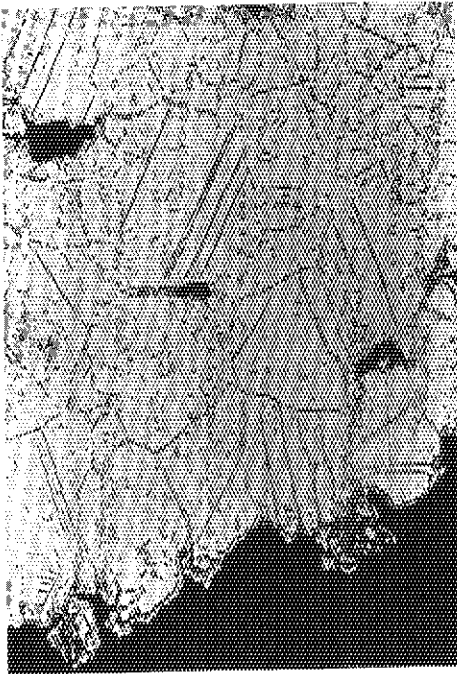
100 μm

Photo.17 Microstructures of rupture specimen of 20% cold worked Hastelloy XR which fractured at 900°C and 44.1MPa in 917.46 ks.



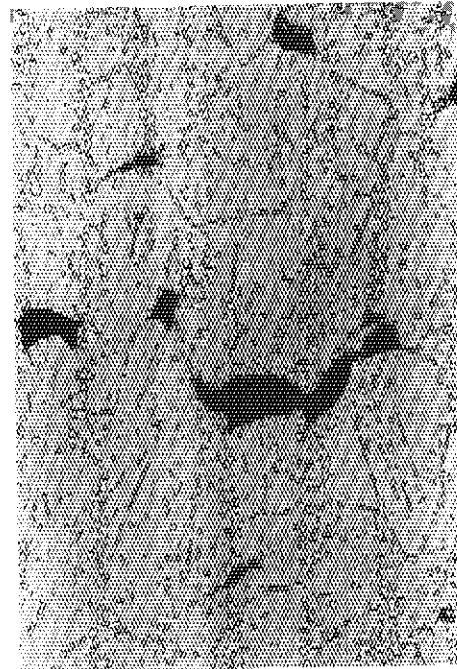
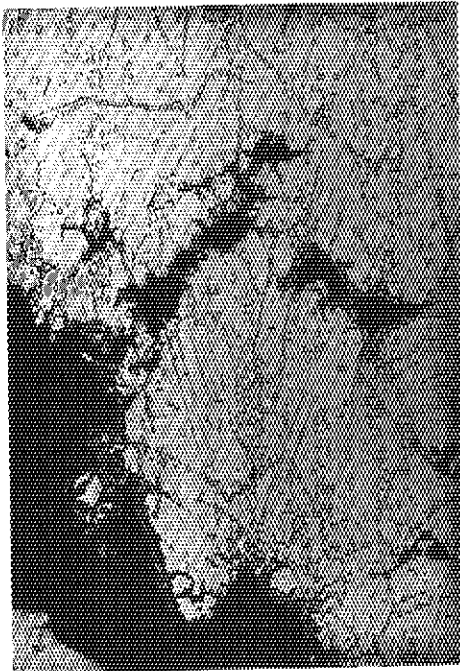
100 μm

Photo.16 Microstructures of rupture specimen of 10% cold worked Hastelloy XR which fractured at 900°C and 44.1MPa in 1785.96 ks.



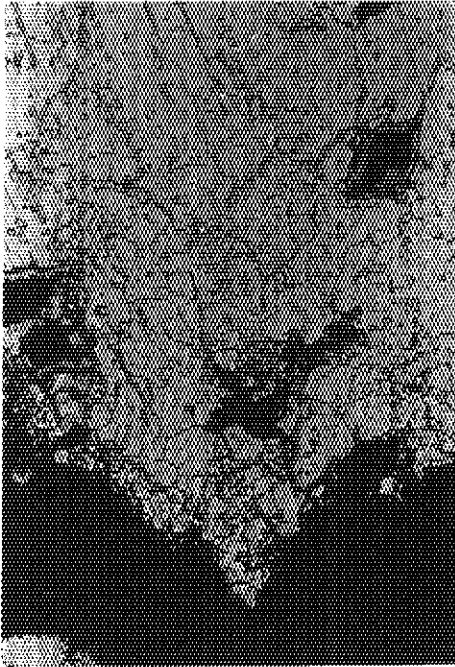
100 μ m

Photo. 19 Microstructures of rupture specimen of 10% cold worked Hastelloy XR which fractured at 950°C and 30.4MPa in 856.62 ks.

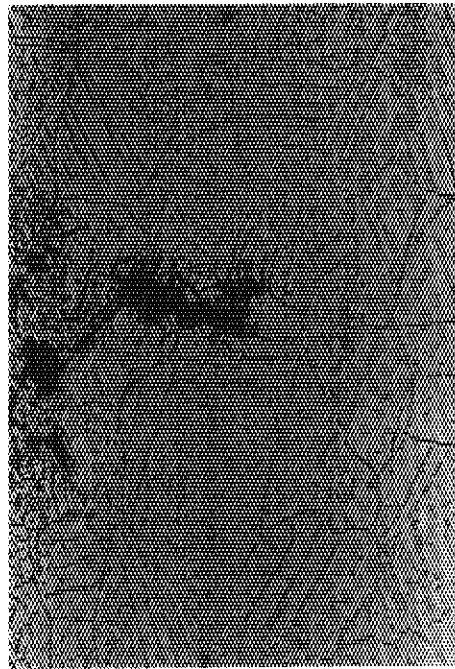
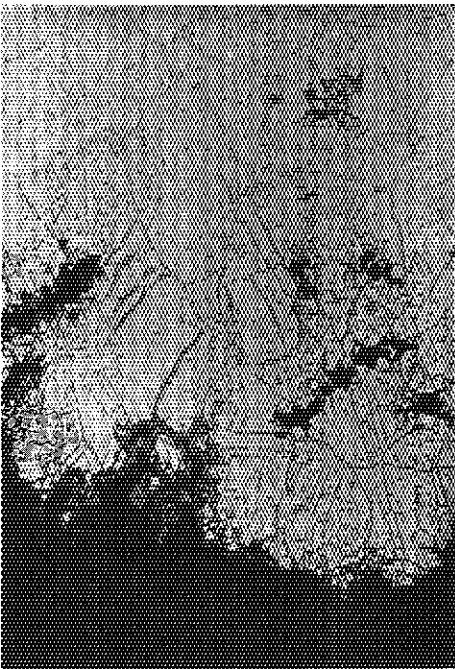


100 μ m

Photo. 18 Microstructures of rupture specimen of solution treated Hastelloy XR which fractured at 950°C and 30.4MPa in 814.46 ks.



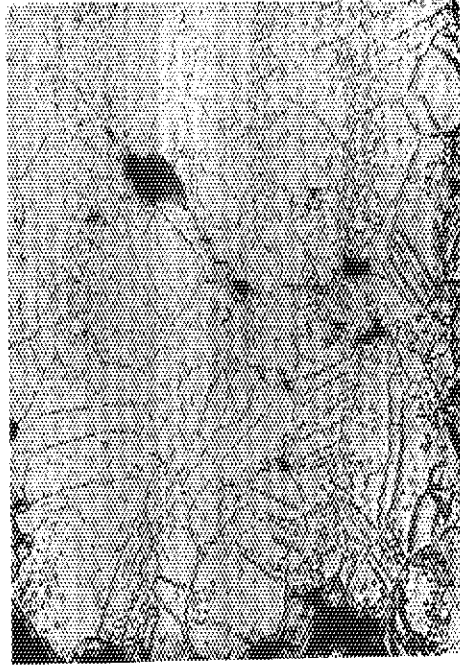
100 μm



100 μm

Photo.20 Microstructures of rupture specimen of 20% cold worked Hastelloy XR which fractured at 950°C and 30.4MPa in 348.55 ks.

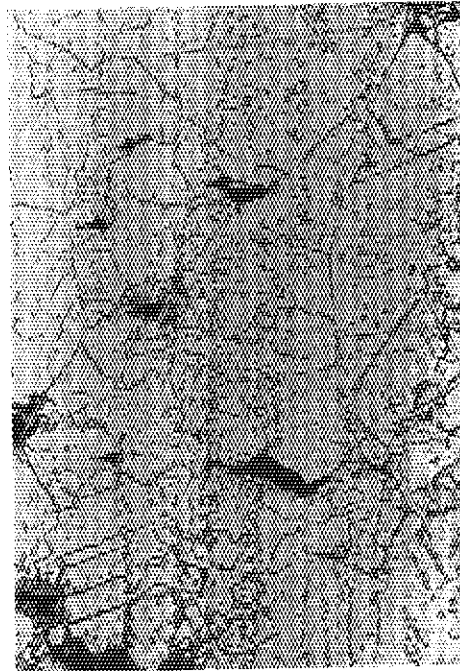
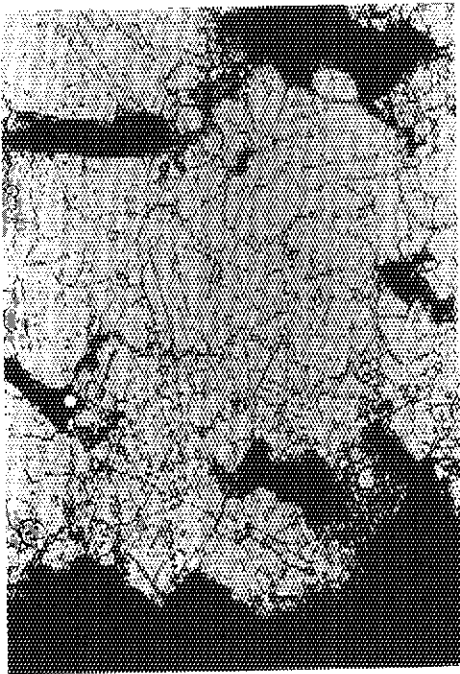
Photo.21 Microstructures of rupture specimen of solution treated Hastelloy XR which fractured at 1000°C and 20.6MPa in 937.47 ks.



100 μ m



Photo.23 Microstructures of rupture specimen of 20% cold worked Hastelloy XR which fractured at 1000°C and 20.6MPa in 242.28 ks.



100 μ m



Photo.22 Microstructures of rupture specimen of 10% cold worked Hastelloy XR which fractured at 1000°C and 20.6MPa in 557.35 ks.