JAERI-Research
94-031

# HTTR原子炉圧力容器用2¼Cr-1Mo鋼の高温低サイクル疲労特性

1994年11月

西　宏

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，お申し越しください。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。

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, Tokai-mura, 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　㈱原子力資料サービス

# ＨＴＴＲ原子炉圧力容器用２¼Cr-1Mo鋼の高温低サイクル疲労特性

日本原子力研究所東海研究所高温工学部
西　　宏

（1994年10月５日受理）

２¼Cr-1Mo鋼の高温低サイクル疲労試験をひずみ波形の影響を明らかにするため，真空中，723Kで行った。ひずみ波形は高速－高速の対称三角波（Ｆ－Ｆ波）および低速－高速の非対称三角波（Ｓ－Ｆ波）で行った。高速波のひずみ速度は0.1%／secであり，低速波は0.001%／secである。さらに走査型電子顕微鏡と透過型電子顕微鏡により疲労破面と組織変化を観察した。

Ｓ－Ｆ波の低サイクル疲労寿命はＦ－Ｆ波に比べ低下する。ＳＥＭ観察の結果，Ｆ－Ｆ波の疲労破面は粒内破壊で，ストライエーション状の模様が見られた。しかし，Ｓ－Ｆ波ではＭｎＳ介在物を起点としたディンプルが観察された。Ｓ－Ｆ波ではこのディンプル形成によりき裂進展が加速されたと考えられる。疲労中に材料は軟化し，応力振幅は繰返しとともに低下した。ＴＥＭ観察の結果，疲労により転位のセルサイズと炭化物の析出は増加し，これが疲労軟化の原因である。

東海研究所：〒319-11 茨城県那珂郡東海村白方字白根2-4

# High Temperature Low Cycle Fatigue of 2¼Cr-1Mo Steel for the HTTR Reactor Vessel

Hiroshi NISHI

Dapartment of High Temperature Engineering
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received October 5, 1994)

Low cycle fatigue tests of 2¼Cr-1Mo NT steel were performed in a vacuum at 723K to investigate the influence of strain wave on low cycle fatigue strenght. Two types of strain waves, i.e., symmetrical triangular wave (fast-fast strain rate, F-F) and asymmetrical triangular wave (slow-fast strain rate, S-F) were employed, where fast and slow strain rates were 0.1%/sec and 0.001%/sec, respectively. Furthermore, fracture surface and the microstructural change were examined with scanning electron and transmission electron microscopes.

Low cycle fatigue life in S-F test was lower than that in F-F test. Fracture surfaces showed an intergranular mode with striations in the case of F-F test, while dimples were formed at MnS inclusions for S-F test. It is presumed that the formation of dimples resulted in the increase in crack growth for S-F test. The stress amplitude decreased with increasing number of cycles by cyclic softening of the steel. It was found by TEM observations that cell size of dislocation and carbide precipitates, which caused the softening, increased during the fatigue process.

Keywords: HTTR, 2¼Cr-1Mo Steel, Low Cycle Fatigue Strength, Strain Wave, Fracture Surface, Inclusion, Transmission Electron Microscope, Cell Size, Carbide Precipitation, Dimple

# 目　　次

1. 緒　言 …… 1
2. 材料および実験方法 …… 2
2.1 材　料 …… 2
2.2 実験方法 …… 2
3. 実験結果 …… 2
3.1 高温低サイクル疲労寿命 …… 2
3.2 繰返し軟化挙動 …… 3
3.3 繰返し応力ひずみ特性 …… 3
3.4 疲労破面と転位下部組織の観察 …… 4
4. 考　察 …… 4
4.1 高温疲労中の軟化 …… 4
4.2 引張り移行時の応力急減 …… 5
5. 結　論 …… 5
参考文献 …… 7

## Contents

1. Introduction …… 1
2. Materials and Experimental Procedure …… 2
2.1 Materials …… 2
2.2 Experimental Procedure …… 2
3. Experimental Results …… 2
3.1 High Temperature Low Cycle Fatigue Lives …… 2
3.2 Cyclic Softening Behavior …… 3
3.3 Characteristics of Cyclic Stress Strain Curves …… 3
3.4 Observations of Fracture Surface and Dislocation Substructure …… 4
4. Discussion …… 4
4.1 Cyclic Softening during High Temperature Fatigue …… 4
4.2 Stress Drop at Turning Point to Tensile Process …… 5
5. Conclusion …… 5
Reference …… 7

# 1. 緒　　言

一般産業用に広く用いられている2¼Cr-1Mo鋼は、近年原子力機器の構造材料としても用いられるようになった。米国においては、高速増殖炉の蒸気発生器材料に選定され、研究が行われてきた。我国においては、高速増殖炉“もんじゅ”の蒸気発生器伝熱管材料として利用されている。また現在、日本原子力研究所の大洗研究所に建設されている高温工学試験研究炉（ＨＴＴＲ）においては原子炉圧力容器材料として用いられている[1)2)]。これらの機器においては、圧力荷重に繰返し熱応力が重畳するのでクリープやクリープ疲労、クリープラチェットが重要な破壊モードとなる。

2¼Cr-1Mo鋼は熱処理によって材料の組織を制御し、強度を調整している。その熱処理により焼なまし材（ＡＮ材）、焼ならし・焼戻し材（ＮＴ材）、焼入れ・焼戻し材（ＱＴ材）の3種類がある。米国ではＡＮ材が、我国ではＮＴ材が広く用いられている。ＨＴＴＲの原子炉圧力容器では熱による経時劣化や中性子照射を受けることから、ＡＳＴＭ規格に定められているＮＴ材の成分仕様をベースに、脆化防止を目的としてSi,Pを低減した鋼が決定された[3)4)]。

2¼Cr-1Mo鋼のクリープ疲労の研究に関しては、これまで主として高速増殖炉（ＦＢＲ）用に試験研究が行われてきている。Brinkmanら[5)]およびChallenger[6)]らはＡＮ材について広範なデータを取得し、ひずみ保持が寿命に及ぼす影響、特に大気中で圧縮保持の影響が大きいことを明らかにした。時政ら[7)]はＡＮ，ＮＴ材のクリープ疲労特性をひずみ範囲分割法を用い、また久保[8)]らはひずみ保持によるクリープ疲労特性を線形損傷則を用いて評価している。また青砥ら[9)]は新概念延性消耗則に基づく寿命予測および破面の微視的観察による破損機構の検討を行っている。浅山らは真空度を変えた試験により酸化の影響を無視できる条件を見出し、この雰囲気下で保持時間及び波形の影響を調べる[10)]とともに、有効応力および内部応力により疲労軟化の挙動を説明し[11)]、その概念により寿命評価を試みている[12)]。

しかし、ＦＢＲ用に行われた試験研究では、実機の波形に比べると短時間のデータが主であり、ＨＴＴＲに使用された圧力容器鋼はＦＢＲに比べて使用温度が低く、クリープの影響がほとんど無いと考えられる。さらに圧力容器鋼は厚板であり従来のものとは成分が若干異なるため、ＨＴＴＲの構造設計を行うにあたり、新たに強度データを取得し、特性の確認を行うことが必要とされた。

著者らはクリープ疲労特性におよぼす引張りひずみ保持の影響について、ＨＴＴＲ設計温度の723Kで、実機をできるだけ模擬するように、ひずみ周期の長い実験を行っている[13)]。その結果3.6ksecの引張り保持で疲労寿命は、ひずみ保持のない波形に比べ約25%低下した。このひずみ保持による寿命低下の特性は、ステンレス鋼等の他の材料[14)15)16)]においてもほぼ同様の傾向があり、また引張りひずみ保持波の場合より低速－高速ひずみ波形の場合の方が寿命が短い。そこで本研究では最も低寿命と考えられる、低速－高速ひずみ波形を用い、その高温低サイクル疲労特性および疲労中の組織変化を調べ、繰返し軟化挙動を明らかにした。

# 2. 材料および実験方法

## 2．1 材料

試験に用いた材料は、ASTM A387 Gr.22 cl.2相当品のＮＴ材で、素材寸法はW250mm xL475mmxt160mmのブロックである。その化学成分、熱処理条件、引張強度をTable 1に示す。2¼Ｃｒ－１Ｍｏ鋼は溶接後の応力除去焼鈍を必要としているので、本試験材料においても実機条件を模擬するため応力除去焼鈍を施した。組織は典型的なベーナイト組織であり、結晶粒度はASTMNo 6.5であった。試験片はブロックの板厚の1/4および3/4の位置より採取した。

## 2．2 実験方法

疲労試験片はFig.1に示すように、試験部直径10mm、平行部長さ25mmで、機械加工後エメリー湿式研磨し、さらにバフ研磨している。低サイクル疲労試験は容量98kNのMTS社製の油圧サーボ式疲労試験機を用い、標点間距離20mmの軸変位計で、全ひずみを制御して行った。試験雰囲気は約$10^{-5}$Paの真空中であり、この真空度は浅山ら[10]の結果より環境効果が無視できる雰囲気である。試験温度は723Kで、加熱は高周波加熱を用い、温度分布は試験片平行部で±5Kであった。この試験温度はＨＴＴＲ原子炉圧力容器の設計温度（運転温度＋５０Ｋ）に一致している。

ひずみ波形は高速－高速の対称三角波(以後F-F波)および低速－高速の非対称三角波(以後S-F波)で行った。高速波のひずみ速度は0.1%／secであり、低速波は0.001%／secである。この材料は疲労により繰返し軟化を示し、繰返し数の対数値と引張側応力振幅の関係はほぼ直線になる。そこで破損繰り返し数$N_f$は、この直線で外挿される応力よりも引張側応力振幅が25%低下した繰返し数とした。

疲労試験後、破面を走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）で観察した。また軟化挙動を検討するため、受入れ材と疲労破面近傍の転位下部組織を透過型電子顕微鏡（ＴＥＭ）により観察した。転位組織観察は日本電子JEM-2000FX、加速電圧200kVで行い、試料は破面と平行に採取した。

さらに高温疲労中の応力振幅の低下と室温での硬度を比較するため、疲労中の硬度を室温で測定した。硬度測定試験はF-F波全ひずみ範囲1%について、所定の繰返し数で高温疲労試験を停止し、試験片を試験機から取外して行った。測定はビッカース硬度計（荷重4.90kN）を用い、試験片平行部において20点測定し、その平均値を硬度とした。

# 3. 実　験　結　果

## 3．1 高温低サイクル疲労寿命

Table2に試験結果を、また塑性ひずみ範囲と破損繰返し数$N_f$の関係をFig.2に示す。Fig.2には同じ試験条件で、ひずみ周期がS-F波にほぼ等しい1.8ksec引張りひずみ保持波の結果[13]も記してある。F-F波に比べS-F波の低サイクル疲労寿命は非常に低下している。またS-F波では試験片中央部にくびれ（ネッキング）が起き、最小直径部

# 2. 材料および実験方法

## 2．1 材料

試験に用いた材料は、ASTM A387 Gr.22 cl.2相当品のＮＴ材で、素材寸法はW250mm xL475mmxt160mmのブロックである。その化学成分、熱処理条件、引張強度をTable 1に示す。2¼Ｃｒ－１Ｍｏ鋼は溶接後の応力除去焼鈍を必要としているので、本試験材料においても実機条件を模擬するため応力除去焼鈍を施した。組織は典型的なベーナイト組織であり、結晶粒度はASTMNo 6.5であった。試験片はブロックの板厚の1/4および3/4の位置より採取した。

## 2．2 実験方法

疲労試験片はFig.1に示すように、試験部直径10mm、平行部長さ25mmで、機械加工後エメリー湿式研磨し、さらにバフ研磨している。低サイクル疲労試験は容量98kNのMTS社製の油圧サーボ式疲労試験機を用い、標点間距離20mmの軸変位計で、全ひずみを制御して行った。試験雰囲気は約$10^{-5}$Paの真空中であり、この真空度は浅山ら[10]の結果より環境効果が無視できる雰囲気である。試験温度は723Kで、加熱は高周波加熱を用い、温度分布は試験片平行部で±5Kであった。この試験温度はＨＴＴＲ原子炉圧力容器の設計温度（運転温度＋５０Ｋ）に一致している。

ひずみ波形は高速－高速の対称三角波(以後F-F波)および低速－高速の非対称三角波(以後S-F波)で行った。高速波のひずみ速度は0.1%／secであり、低速波は0.001%／secである。この材料は疲労により繰返し軟化を示し、繰返し数の対数値と引張側応力振幅の関係はほぼ直線になる。そこで破損繰り返し数$N_f$は、この直線で外挿される応力よりも引張側応力振幅が25%低下した繰返し数とした。

疲労試験後、破面を走査型電子顕微鏡（ＳＥＭ）で観察した。また軟化挙動を検討するため、受入れ材と疲労破面近傍の転位下部組織を透過型電子顕微鏡（ＴＥＭ）により観察した。転位組織観察は日本電子JEM-2000FX、加速電圧200kVで行い、試料は破面と平行に採取した。

さらに高温疲労中の応力振幅の低下と室温での硬度を比較するため、疲労中の硬度を室温で測定した。硬度測定試験はF-F波全ひずみ範囲1%について、所定の繰返し数で高温疲労試験を停止し、試験片を試験機から取外して行った。測定はビッカース硬度計（荷重4.90kN）を用い、試験片平行部において20点測定し、その平均値を硬度とした。

# 3. 実　験　結　果

## 3．1 高温低サイクル疲労寿命

Table2に試験結果を、また塑性ひずみ範囲と破損繰返し数$N_f$の関係をFig.2に示す。Fig.2には同じ試験条件で、ひずみ周期がS-F波にほぼ等しい1.8ksec引張りひずみ保持波の結果[13]も記してある。F-F波に比べS-F波の低サイクル疲労寿命は非常に低下している。またS-F波では試験片中央部にくびれ（ネッキング）が起き、最小直径部

より破断していた。くびれによる直径の減少は$\Delta\varepsilon_t$=2%で約7%で、ひずみ範囲が小さくなるほどくびれは少なくなっていた。S-F波の寿命低下は高ひずみ範囲ほど大きく、全ひずみ範囲$\Delta\varepsilon_t$=2%で約36%に減少している。しかしひずみ範囲が小さくなるとその差は減少し、全ひずみ範囲$\Delta\varepsilon_t$=1.2%では63%である。つまり実機の使用条件に近づくにつれてS-F波の寿命はF-F波に漸近する傾向が認められる。S-F波に比べ引張り保持波ではF-F波に比べた寿命低下は少なく、1.8ksec保持でもF-F波に比べ約86%である。本試験に近い条件で行われた浅山ら[10]および時政ら[7]の保持時間及び波形の影響についての試験結果（ＮＴ材，823K，真空中）においても、引張りひずみ保持およびS-F波により疲労寿命が低下し、その影響の度合いはS-F波の方が著しいことが報告されている。さらに、S-F波においてひずみ範囲が小さくなるとF-F波の寿命に漸近することについては、浅山らの結果では同様であるが、時政らの結果では明瞭な漸近は起きていない。

### ３．２　繰返し軟化挙動

Fig.3は低サイクル疲労中の引張側応力振幅の繰返し数に対する変化を$\Delta\varepsilon_t$=2%および1.5%を例に取り比較した結果で、Fig.3(a)は横軸の繰返し数Ｎを線形スケールで、Fig.3(b)は対数スケールで比較している。ＮＴ材ではよく知られているように繰返し軟化を示し、いずれの波形でも応力振幅は約300～ 500サイクルまで急速に低下し、その後軟化速度は減少しほぼ一定速度で低下していた。Fig.4は繰返し応力ひずみ曲線で、$N_f$／２時の引張側応力振幅と圧縮側応力振幅を全ひずみでプロットした結果である。引張側応力振幅に比べ圧縮側応力振幅がいずれのひずみ範囲においても約10MPa大きく、またF-F波に比べS-F波の応力が10～20MPa低くなっているが、F-F波とS-F波の応力ひずみ曲線には大きな差はない。つまりこの軟化挙動はひずみ波形やひずみ範囲よりも、ひずみの繰返し数に大きく依存していた。

Fig.5に$\Delta\varepsilon_t$=1%F-F波の高温低サイクル疲労中の引張側応力振幅と室温での硬度を比較した結果を示す。疲労中の応力振幅は約1000サイクルまでに低下し、その後の低下は少ない。一方室温での硬度は、疲労試験開始直後は応力振幅と同様に急激に低下するが、低下は約3000サイクルまで続き、室温での硬度と高温での応力振幅とで軟化挙動に相違がみられた。

### ３．３　繰返し応力ひずみ特性

$\Delta\varepsilon_t$=2%の応力ひずみヒステリシス曲線をF-F波とS-F波を比較してFig.6に示す。比較したヒステリシス曲線はほぼ同じ繰返し数で、S-F波N=310は$N_f$に近い繰返し数である。S-F波とF-F波のヒステリシス曲線は破損に近い繰返し数でも、形状の相違は少なかった。しかしS-F波ではN=310の曲線で示すように、塑性領域でセレーションが起こっていた。このセレーションは$\Delta\varepsilon_t$=2と1.5%で顕著で、1.2%では少なかった。また約50サイクル以降に起こり、試験開始直後では起こらなかった。セレーションは溶質原子が運動転位を固着させるために起こるとされている[17]。2¼Ｃｒ-１Ｍｏ鋼ではCr、Mo、Mn、C、N等が固溶しているため、動的ひずみ時効によりセレーションが起こったものと考えられる[21]。

Fig.6のヒステリシス曲線で示すように、S-F波では圧縮過程（$\varepsilon$=0.1%／sec）から

引張り過程（$\varepsilon$=0.001%／sec）移行時に圧縮応力の急減$\sigma_d$があり、ヒステリシス曲線は圧縮ひずみ保持波のような形状をしていた。この応力－時間曲線をFig.7に示す。応力が急減する時間は約10secで、引張り過程のひずみ速度が非常に遅いために起こったと考えられる。この応力急減については後に考察する。

### 3．4　疲労破面と転位下部組織の観察

Fig.8にF-F波（$\Delta\varepsilon_t$=2%）とS-F波（$\Delta\varepsilon_t$=2、1.2%）のＳＥＭ観察による、疲労破面の一例を示す。いずれもき裂は試験片表面より発生していた。写真は破面全体とき裂発生点より2～3mm内側の箇所である。F-F波の破面は平坦で、ストライエーション状の模様が見られ、き裂は粒内を伝播したと考えられる。S-F波2%では破面の凹凸が大きく、ところどころにMnSの介在物があり、それを起点としたディンプル状のくぼみが観察された。このMnSからのディンプルは引張試験片の破面にも見られ、引張りの塑性変形によりMnSと母相の間に空洞が生じ、これが結合して破壊したと考えられる[18]。したがって疲労試験でも同様に、非対称変形によりMnS周辺に非弾性変形が蓄積し、MnSと母相の間に空洞が起こることにより、き裂進展が加速されたと推察される。しかしS-F波においてもひずみ範囲の小さい$\Delta\varepsilon_t$=1.2%では破面の凹凸は小さくなり、F-F波の破面のようなストライエーション状模様が観察され、ディンプル状のくぼみは見られなかった。低ひずみ範囲でS-F波の寿命がF-F波に漸近したのは、非弾性変形にともなうディンプル形成が起こらなかったためと考えられる。

TEMによる転位下部組織の観察結果をFig.9に示す。組織の一般的な特徴は転位によるセル組織で、セル壁に炭化物の析出が見られた。受入れ材に比べ疲労破損後では炭化物は粗大化し、数も増加していた。またセルサイズも大きくなり、受入れ材では平均セルサイズは約0.6μｍであるが、疲労後は約1.1μｍであった。またF-F波、S-F波とも疲労破損後の組織はほぼ等しく、セルサイズ、炭化物の状態は同じであった。

## 4. 考　　察

### 4．1　高温疲労中の軟化

2¼Ｃｒ－１Ｍｏ鋼中にはFe、Cr、Moの微細な炭化物が析出している。応力除去焼きなまし後のベーナイト相からの析出物はBaker[19]らの結果によれば、$Fe_3C$、$Mo_2C$、$Cr_7C_3$等であるが、これらは熱力学的には安定ではなく、より安定な$M_{23}C_6$や$M_6C$へと変化する。またMurphyら[20]はフェライト相に比べ、ベーナイト相の $Mo_2C$は分解しやすく、ベーナイト相は再結晶し$Mo_2C$は粗大化した$M_6C$に変わりやすいとしている。

2¼Ｃｒ－１Ｍｏ鋼の強化機構はこれら析出物による分散強化とCr、Mo、C、N等による固溶体強化である。Bairdら[21]およびKlueh[22]は特に、高温ではMo-CやCr-Cの複合雰囲気による相互作用固溶体強化が強度を上げるとしている。しかし高温長時間の熱時効によりそれら固溶体は析出し、固溶体強化は低下する[23][24]。ＮＴ材ではその他の強化機構として、焼きならし過程で導入されたと考えられる高密度の転位が、大きな強化作用をもっている。

723Kの高温低サイクル疲労中に、このような組織を持つＮＴ材には、TEM観察の結

引張り過程（$\varepsilon$=0.001%／sec）移行時に圧縮応力の急減$\sigma_d$があり、ヒステリシス曲線は圧縮ひずみ保持波のような形状をしていた。この応力－時間曲線をFig.7に示す。応力が急減する時間は約10secで、引張り過程のひずみ速度が非常に遅いために起こったと考えられる。この応力急減については後に考察する。

### 3．4　疲労破面と転位下部組織の観察

Fig.8にF-F波（$\Delta\varepsilon_t$=2%）とS-F波（$\Delta\varepsilon_t$=2、1.2%）のＳＥＭ観察による、疲労破面の一例を示す。いずれもき裂は試験片表面より発生していた。写真は破面全体とき裂発生点より2～3mm内側の箇所である。F-F波の破面は平坦で、ストライエーション状の模様が見られ、き裂は粒内を伝播したと考えられる。S-F波2%では破面の凹凸が大きく、ところどころにMnSの介在物があり、それを起点としたディンプル状のくぼみが観察された。このMnSからのディンプルは引張試験片の破面にも見られ、引張りの塑性変形によりMnSと母相の間に空洞が生じ、これが結合して破壊したと考えられる[18]。したがって疲労試験でも同様に、非対称変形によりMnS周辺に非弾性変形が蓄積し、MnSと母相の間に空洞が起こることにより、き裂進展が加速されたと推察される。しかしS-F波においてもひずみ範囲の小さい$\Delta\varepsilon_t$=1.2%では破面の凹凸は小さくなり、F-F波の破面のようなストライエーション状模様が観察され、ディンプル状のくぼみは見られなかった。低ひずみ範囲でS-F波の寿命がF-F波に漸近したのは、非弾性変形にともなうディンプル形成が起こらなかったためと考えられる。

TEMによる転位下部組織の観察結果をFig.9に示す。組織の一般的な特徴は転位によるセル組織で、セル壁に炭化物の析出が見られた。受入れ材に比べ疲労破損後では炭化物は粗大化し、数も増加していた。またセルサイズも大きくなり、受入れ材では平均セルサイズは約0.6μｍであるが、疲労後は約1.1μｍであった。またF-F波、S-F波とも疲労破損後の組織はほぼ等しく、セルサイズ、炭化物の状態は同じであった。

## 4．考　　察

### 4．1　高温疲労中の軟化

2¼Ｃｒ－１Ｍｏ鋼中にはFe、Cr、Moの微細な炭化物が析出している。応力除去焼きなまし後のベーナイト相からの析出物はBaker[19]らの結果によれば、$Fe_3C$、$Mo_2C$、$Cr_7C_3$等であるが、これらは熱力学的には安定ではなく、より安定な$M_{23}C_6$や$M_6C$へと変化する。またMurphyら[20]はフェライト相に比べ、ベーナイト相の $Mo_2C$は分解しやすく、ベーナイト相は再結晶し$Mo_2C$は粗大化した$M_6C$に変わりやすいとしている。

2¼Ｃｒ－１Ｍｏ鋼の強化機構はこれら析出物による分散強化とCr、Mo、C、N等による固溶体強化である。Bairdら[21]およびKlueh[22]は特に、高温ではMo-CやCr-Cの複合雰囲気による相互作用固溶体強化が強度を上げるとしている。しかし高温長時間の熱時効によりそれら固溶体は析出し、固溶体強化は低下する[23][24]。ＮＴ材ではその他の強化機構として、焼きならし過程で導入されたと考えられる高密度の転位が、大きな強化作用をもっている。

723Kの高温低サイクル疲労中に、このような組織を持つＮＴ材には、TEM観察の結

果にみられたように、炭化物の析出とセルサイズの増大が起こる。セルサイズの増大は高密度の転位を持つ材料が、繰返しひずみを受けると転位の反転運動によって、転位の消滅、再配列が起こるためとされており[25]、流動応力$\sigma$、セルサイズ$\ell$、転位密度$\rho$の間には$\sigma \propto 1/\ell \propto \rho^{1/2}$の関係がある[26]。したがって本実験においても疲労中の転位密度の減少が軟化に大きく影響していると推察される。

高温疲労中の炭化物の析出についてはBakerら[19]の結果に従えば、この温度では$\varepsilon$炭化物、$Mo_2C$が考えられ、Mo-C、Cr-Cの相互作用固溶体強化の減少が予想される。したがって高温疲労中の軟化はこの相互作用固溶体強化の減少によっても起こっていると考えられる。高温疲労中の軟化と室温での硬度低下が一致しない原因については、室温では相互作用固溶体強化の減少に影響されず、高温と室温では強化機構が異なることに起因している可能性がある。これについてはさらに析出物の分析等を詳細に行い、検討する必要がある。

### 4．2　引張り移行時の応力急減

S-F波ではFig.6のように圧縮過程から引張り移行時に応力の急減$\sigma_d$があった。変形過程では材料中の転位は固溶原子、林立転位等の短範囲の障害を越え運動していると考えられる[27]。したがってこの$\sigma_d$はひずみの反転によりそれらの短範囲の応力（有効応力）の消滅、ひずみ反転中の組織の回復および弾性変形による応力減少により生じたと推察される。有効応力の測定は応力急減試験等により行われているが、浅山らは除荷曲線を解析することにより求めている[11]。この$\sigma_d$は正確な有効応力ではないが、それに相当するものと考えられる。Fig.10はS-F波の各ひずみ範囲の$\sigma_d$と繰返し数の関係である。図には$\Delta\varepsilon_t$=2%、1.8ksec引張り保持波の保持時間中の応力減少も比較してある。S-F波の$\sigma_d$は繰返しとともに若干減少するが、ひずみ範囲にはほとんど依存していない。これはこの材料が、Mo-C、Cr-Cの複合雰囲気の固溶体強化のため、有効応力が固溶体原子を引きずる応力に大きく依存しているためと考えられる。この$\sigma_d$に比べ、引張りひずみ保持中の応力減少は大きく、保持中にかなり回復が起こっている。したがって疲労中の応力振幅の低下は、転位密度の減少による内部応力の低下に大きく依存していると考えられる。

## 5. 結　　論

2¼Cr-1Mo鋼（NT材）の低サイクル疲労試験をHTTR圧力容器鋼の仕様の材料を用い、試験温度723K、真空度$10^{-5}$Paおよびひずみ波形を低速（0.001%／sec）-高速（0.1%／sec）、高速－高速で実施し、ひずみ波形の影響を調べ、さらに破面のSEMおよびTEM観察を行い、以下の結論を得た。

（1）F-F波に比べS-F波の低サイクル疲労寿命は非常に低下し、寿命低下は高ひずみ範囲ほど大きく、全ひずみ範囲$\Delta\varepsilon_t$=2%で約36%に減少した。しかしひずみ範囲が小さくなるとその差は減少し、F-F波に漸近する傾向が認められた。

（2）破面のSEM観察の結果、S-F波$\Delta\varepsilon_t$=2%では介在物(MnS)を起点としたディンプルが多く観察された。しかし$\Delta\varepsilon_t$=1.2%ではディンプルはなく、ストライエーショ

果にみられたように、炭化物の析出とセルサイズの増大が起こる。セルサイズの増大は高密度の転位を持つ材料が、繰返しひずみを受けると転位の反転運動によって、転位の消滅、再配列が起こるためとされており[25]、流動応力$\sigma$、セルサイズ$\ell$、転位密度$\rho$の間には$\sigma \propto 1/\ell \propto \rho^{1/2}$の関係がある[26]。したがって本実験においても疲労中の転位密度の減少が軟化に大きく影響していると推察される。

高温疲労中の炭化物の析出についてはBakerら[19]の結果に従えば、この温度では$\varepsilon$炭化物、$Mo_2C$が考えられ、Mo-C、Cr-Cの相互作用固溶体強化の減少が予想される。したがって高温疲労中の軟化はこの相互作用固溶体強化の減少によっても起こっていると考えられる。高温疲労中の軟化と室温での硬度低下が一致しない原因については、室温では相互作用固溶体強化の減少に影響されず、高温と室温では強化機構が異なることに起因している可能性がある。これについてはさらに析出物の分析等を詳細に行い、検討する必要がある。

### 4．2　引張り移行時の応力急減

S-F波ではFig.6のように圧縮過程から引張り移行時に応力の急減$\sigma_d$があった。変形過程では材料中の転位は固溶原子、林立転位等の短範囲の障害を越え運動していると考えられる[27]。したがってこの$\sigma_d$はひずみの反転によりそれらの短範囲の応力（有効応力）の消滅、ひずみ反転中の組織の回復および弾性変形による応力減少により生じたと推察される。有効応力の測定は応力急減試験等により行われているが、浅山らは除荷曲線を解析することにより求めている[11]。この$\sigma_d$は正確な有効応力ではないが、それに相当するものと考えられる。Fig.10はS-F波の各ひずみ範囲の$\sigma_d$と繰返し数の関係である。図には$\Delta\varepsilon_t$=2%、1.8ksec引張り保持波の保持時間中の応力減少も比較してある。S-F波の$\sigma_d$は繰返しとともに若干減少するが、ひずみ範囲にはほとんど依存していない。これはこの材料が、Mo-C、Cr-Cの複合雰囲気の固溶体強化のため、有効応力が固溶体原子を引きずる応力に大きく依存しているためと考えられる。この$\sigma_d$に比べ、引張りひずみ保持中の応力減少は大きく、保持中にかなり回復が起こっている。したがって疲労中の応力振幅の低下は、転位密度の減少による内部応力の低下に大きく依存していると考えられる。

## 5. 結　　論

2¼Cr-1Mo鋼（NT材）の低サイクル疲労試験をHTTR圧力容器鋼の仕様の材料を用い、試験温度723K、真空度$10^{-5}$Paおよびひずみ波形を低速（0.001%／sec）-高速（0.1%／sec）、高速－高速で実施し、ひずみ波形の影響を調べ、さらに破面のSEMおよびTEM観察を行い、以下の結論を得た。

（1）F-F波に比べS-F波の低サイクル疲労寿命は非常に低下し、寿命低下は高ひずみ範囲ほど大きく、全ひずみ範囲$\Delta\varepsilon_t$=2%で約36%に減少した。しかしひずみ範囲が小さくなるとその差は減少し、F-F波に漸近する傾向が認められた。

（2）破面のSEM観察の結果、S-F波$\Delta\varepsilon_t$=2%では介在物(MnS)を起点としたディンプルが多く観察された。しかし$\Delta\varepsilon_t$=1.2%ではディンプルはなく、ストライエーショ

ン状の模様が見られ、F-F波の破面に近かった。S-F波の高ひずみ側での疲労寿命の低下は、ディンプル形成によりき裂進展が加速されたためと考えられる。

（３）低サイクル疲労中応力振幅は低下し、繰返し軟化が生じた。この軟化は疲労試験開始から約500サイクルまでに急速に起こり、ひずみ波形やひずみ範囲よりも、繰返し数に大きく依存していた。ＴＥＭ観察の結果、疲労後の組織ではセルサイズの増大による転位密度の減少と炭化物の析出が認められた。疲労軟化はこの転位密度の減少と炭化物の析出により起こったと考えられる。

# 参 考 文 献


1) 古平恒夫, 奥達雄, 鈴木雅秀, 深谷清, JAERI-M85-170 (1985)
2) 羽田一彦, 元木保男, 馬場 治, JAERI-M 90-148(1990).
3) T.Oku, T.Kodaira, K.Fukaya, M.Suzuki, Y.Tanaka, T.Iwadate, K.Suzuki and I.Sato, Nucl. Eng. Des., 119, 177 (1990).
4) Y.Muto, H.Nakajima and M.Eto, Nucl. Eng. Des.,144, 305 (1993).
5) C.R.Brinkman, J.P.Strizak, M.K.Booker and C.E.Jaske, J. Nucl. Mater. 62, 181 (1976).
6) K.D.Challenger, A.K.Miller and C.R.Brinkman, J. Eng. Mater. Technol., 103, 7 (1981).
7) 時政勝行、新田 勲、材料、35, 267(1986).
8) 久保 清、八木晃一、金子隆一、梅沢 修、材料、37, 1429(1988).
9) 青砥紀身, 和田雄作, 動燃技報, No.88, 64(1993).
10) 浅山 泰, 程 時珍, 橘 幸男, 朝田泰英, 機論（A編）, 53, 2232 (1987).
11) 浅山 泰, 程 時珍, 橘 幸男, 朝田泰英, 機論（A編）, 54, 38 (1988).
12) 浅山 泰、橘 幸男、朝田泰英、機論（A編）、55, 1264(1989).
13) S.Chi, M.Suzuki, H.Nishi, M.Eto and I.Kim, ISIJ International, 32, 545 (1992).
14) K.Yamaguchi and K.Kanazawa,Metall. Trans. A, 11A, 2019 (1980).
15) 森下正樹、浅田泰英、石川明克、機論（A編）、50, 980(1984).
16) 服部 博, 北川正樹, 大友 暁, 材料, 35, 427(1986).
17) H.A.Raouf, A.Plumtree and T.H.Topper, ASTM STP519, 28(1973).
18) D.Kwon and R.J.Asaro, Metall. Trans.A, 21A, 117(1990).
19) R.G.Baker and J.Nutting, J.Iron Steel Inst., 192, 257(1957).
20) M.C.Murphy and G.D.Branch, J.Iron Steel Inst., 209, 546(1971).
21) J.D.Baird and A.Jamieson, J. Iron and Steel Inst., 210, 841(1972).
22) R.L.Klueh, Mater.Sci.Eng.,35, 239(1978).
23) R.L.Klueh and J.M.Leitnaker, Metall.Trans. A, 6A, 2089(1975).
24) R.L.Klueh, J.Nucl.Mater., 68, 294(1977).
25) C.E.Feltner and C.Laird, Acta Met.,15, 1621(1967).
26) A.M.Ermi and J.Moteff, J.Eng.Mater.Technol.,105, 21(1983).
27) J.Polak, J.Helesic and M.Klesnil, ASTM STP942, 43(1988)

Table 1 Chemical composition, heat treatment and tensile properties of NT and stress relieved 21/4 Cr-1Mo steel.

1) Chemical composition (wt%)

| C | Si | Mn | P | S | Cr | Mo | Ni | Cu | V | Sb | As | Sn | Co | B | Ti | N | O |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| .13 | .10 | .55 | .005 | .004 | 2.44 | 1.05 | .04 | .02 | .006 | .0011 | .002 | .001 | .004 | .0001 | .001 | .0031 | .0023 |

2) Heat treatment

Normalizing : 1193K 390min Air cooling
Tempering : 933K 390min Air cooling
Stress relief: 958-968 20hr Furnace cooling

3) Tensile properties

| | 0.2%Proof stress MPa | Tensile strength MPa | Elongation % | Reduction of area % |
|---|---|---|---|---|
| Room temp. | 431.4 | 558.8 | 29.0 | 77.0 |
| 725K | 353.9 | 440.2 | 23.0 | 79.0 |

Table 2 Summary of low cycle fatigue test results.

| $\Delta\varepsilon_t$ | fast-fast | | slow-fast | | $N_f$ (s-f) / $N_f$ (f-f) |
|---|---|---|---|---|---|
| | $\Delta\varepsilon_p$ (1/2$N_f$) | $N_f$ | $\Delta\varepsilon_p$ (1/2$N_f$) | $N_f$ | |
| 2.0% | 1.64%<br>1.60 | 1081<br>1070 | 1.60% | 384 | 0.357 |
| 1.5 | 1.13<br>1.13<br>1.12 | 2812<br>2789<br>2805 | 1.15 | 1165 | 0.416 |
| 1.2 | 0.843 | 5312 | 0.871 | 3324 | 0.626 |
| 1.0 | 0.656 | 10050 | - | - | - |
| 0.75 | 0.450 | 16750 | - | - | - |

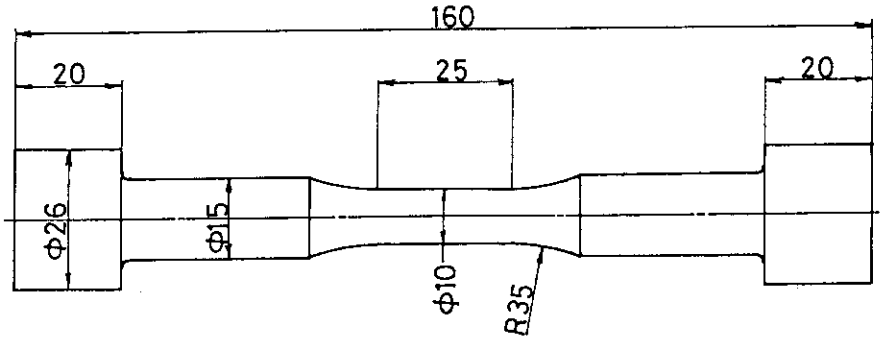



Fig.1 Shape and dimensions of the specimen tested(mm).

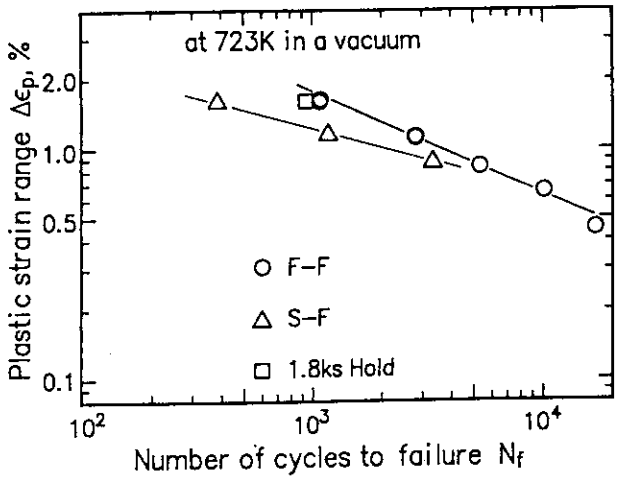
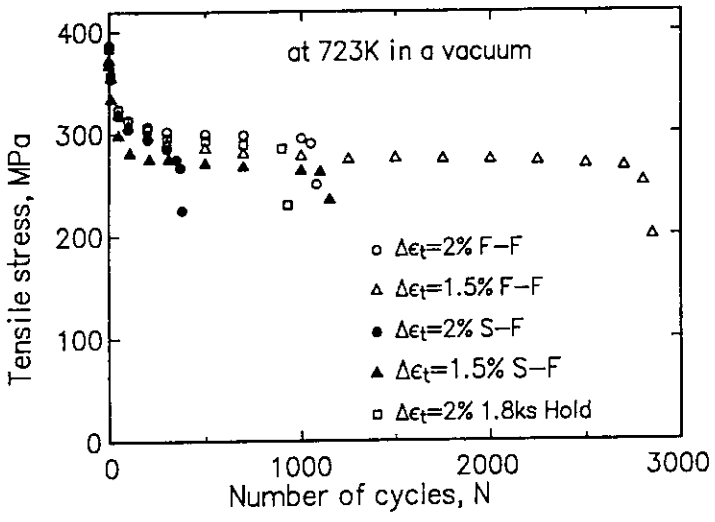
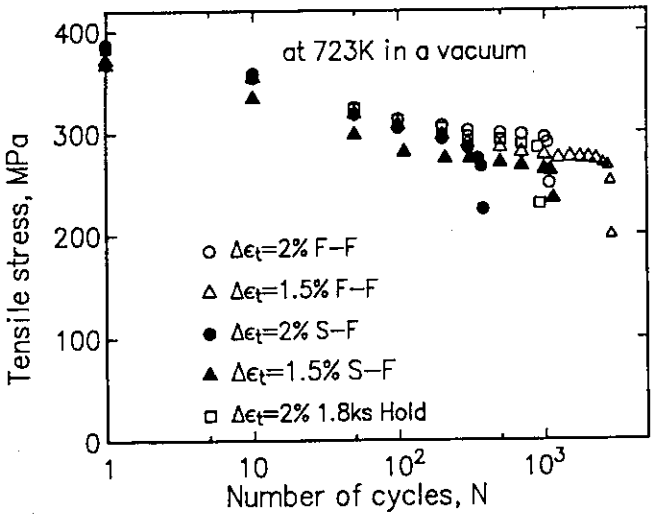



Fig.2 Effect of strain wave on low cycle fatigue life.




(a) N in linear scale




(b) N in logarithmic scale

Fig.3 An example of variation of the tensile stress amplitude in fatigue test.

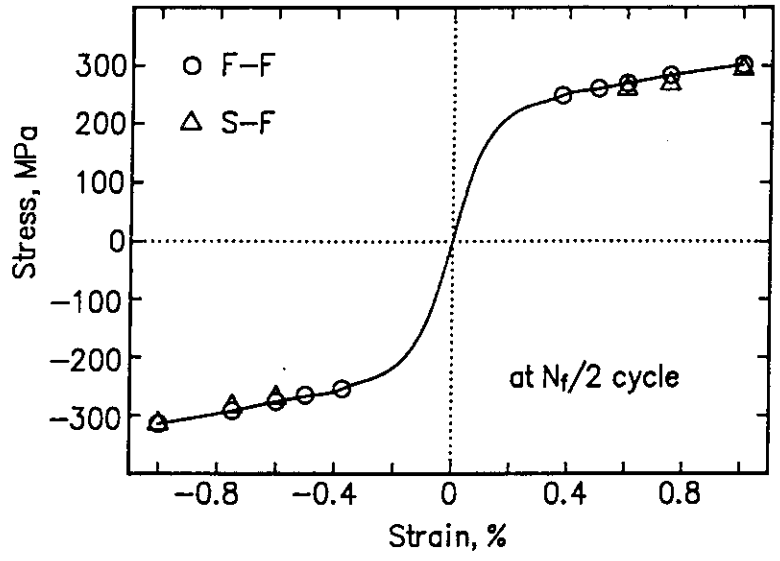



Fig.4 Cyclic stress strain relation in low cycle fatigue test at 723K.

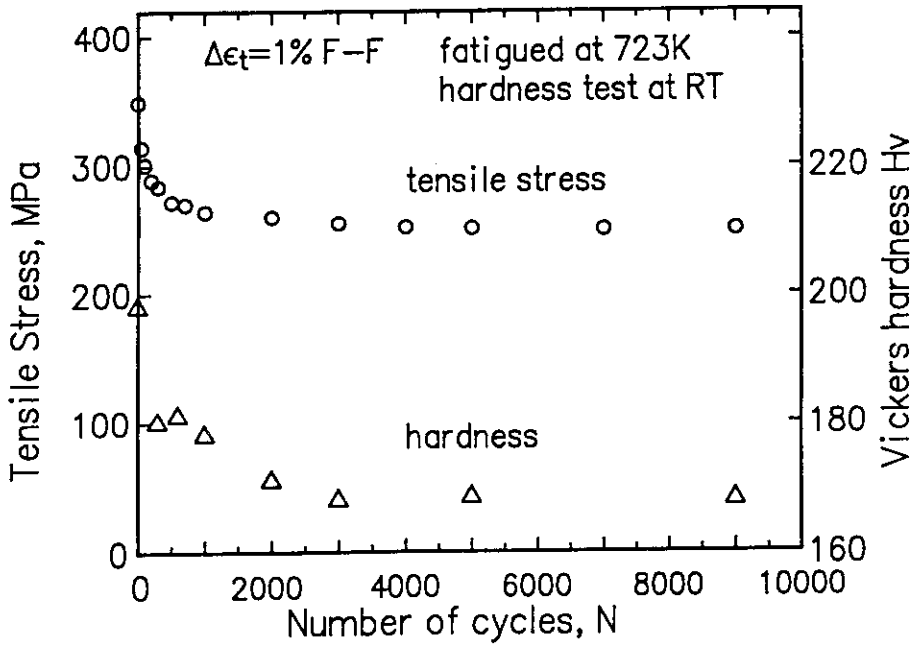
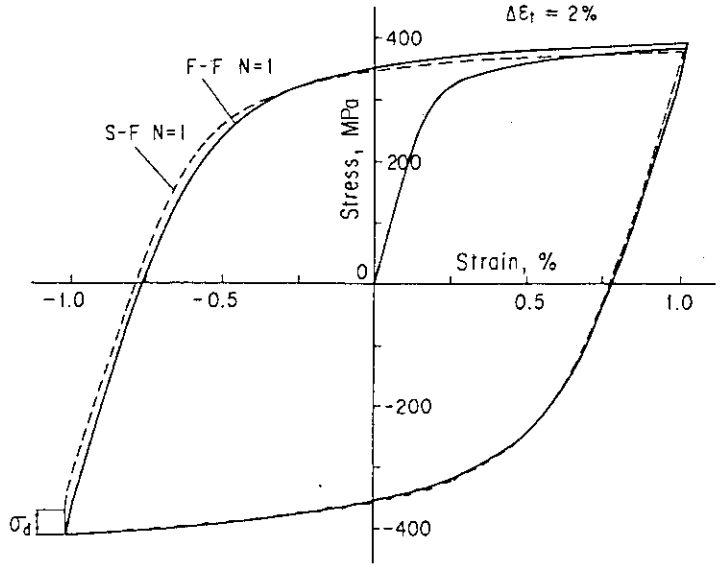
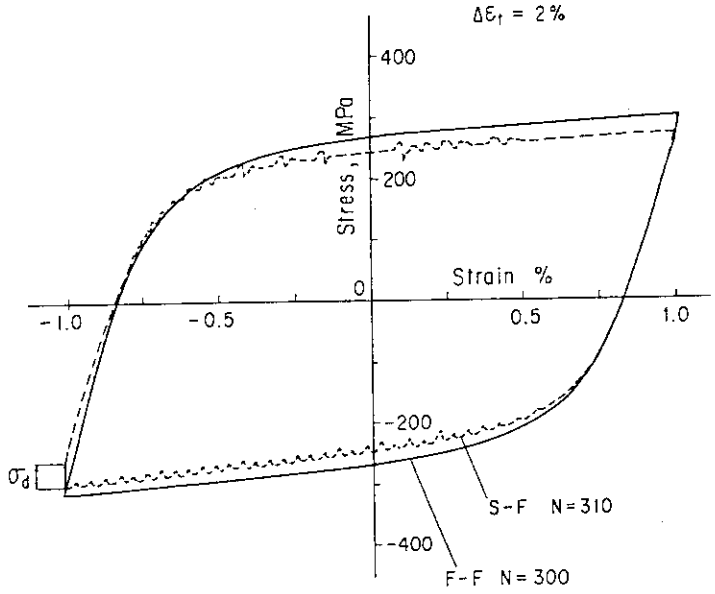



Fig.5 Comparison between tensile stress amplitude and hardness during fatigue test.




(a) N=1




(b) N=300.

Fig.6 Stress strain hysteresis loops in S-F and F-F wave tests.

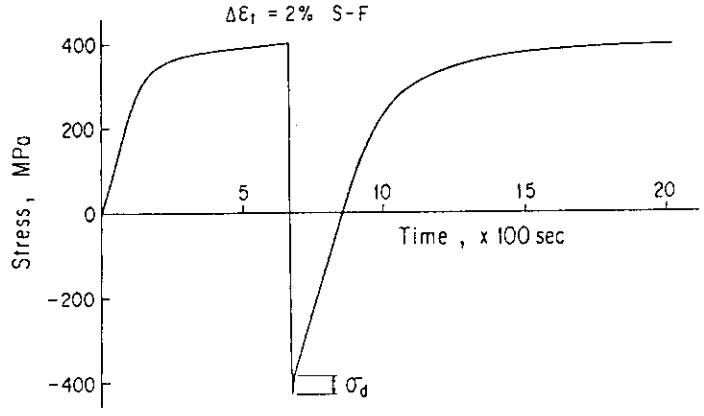
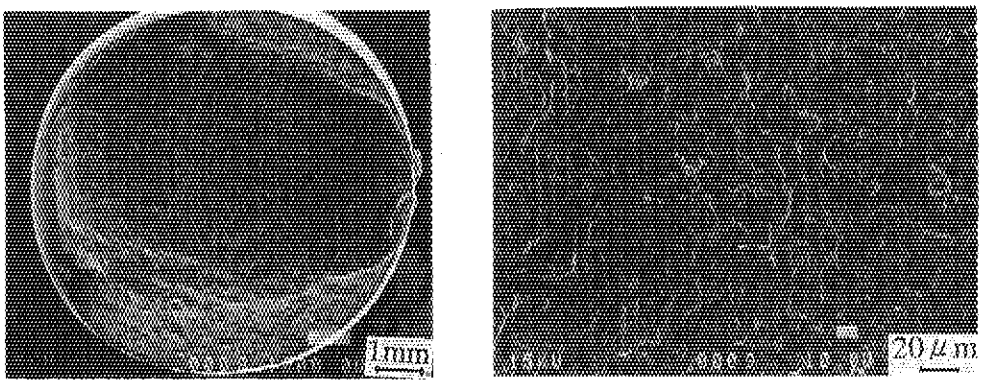
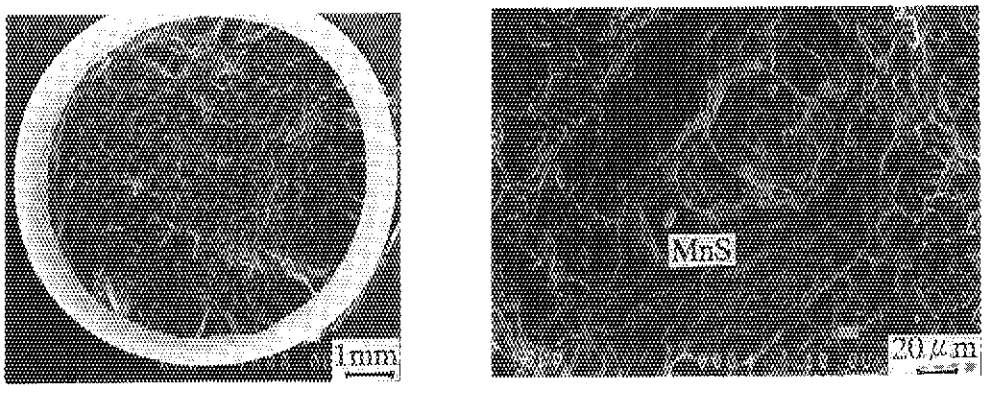


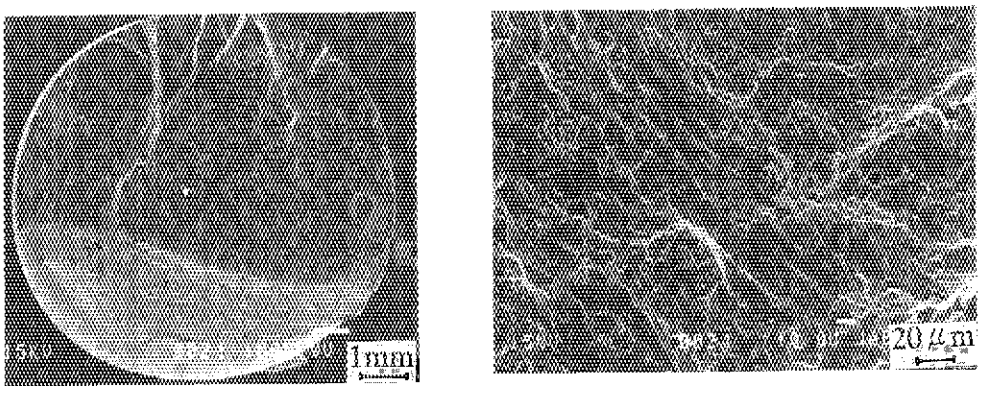

Fig.7 Stress-time curve for Δεt=2% S-F wave test.




(a) Δεt=2% F-F




(b) Δεt=2% S-F




(c) Δεt=1.2% S-F

Fig.8 SEM observations of fatigue fractured surface.

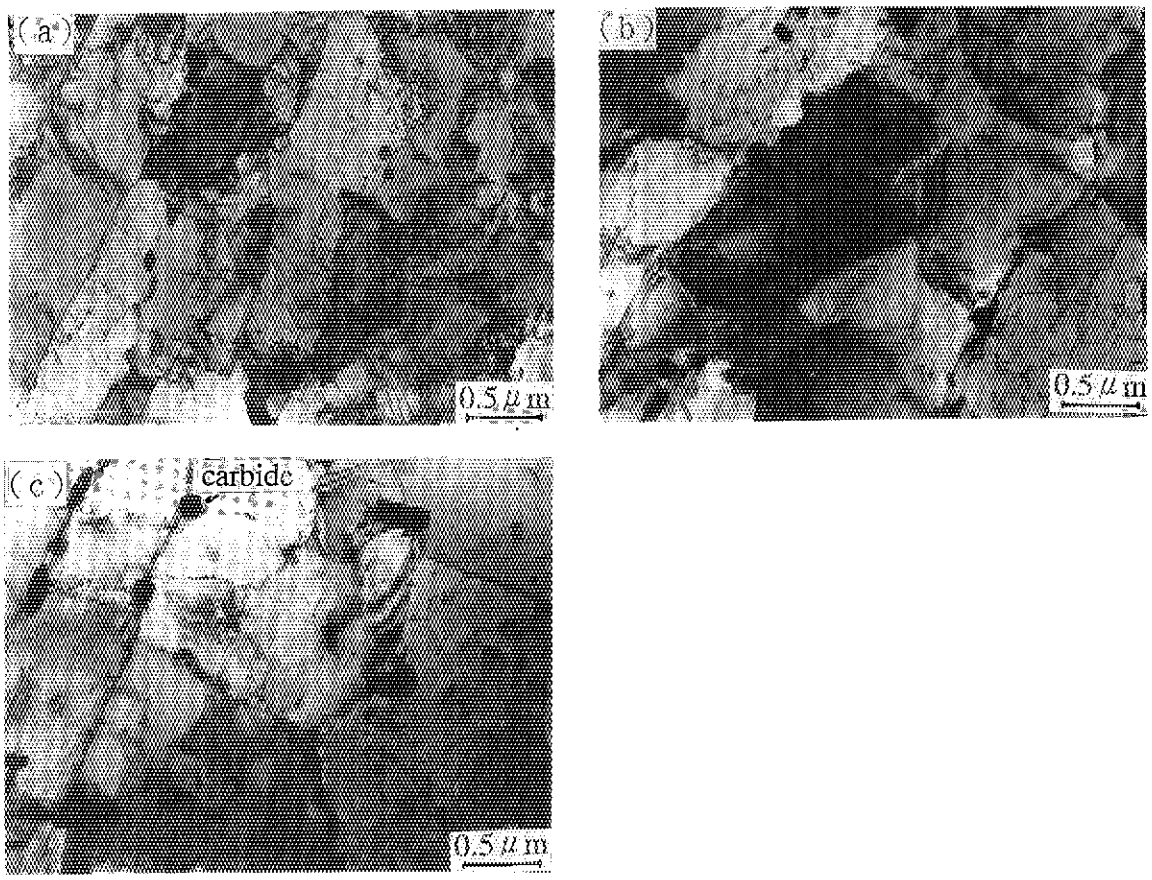



Fig.9 Dislocation substructure observed by TEM
(a) as received
(b) Δεt=2% F-F
(c) Δεt=2% S-F.

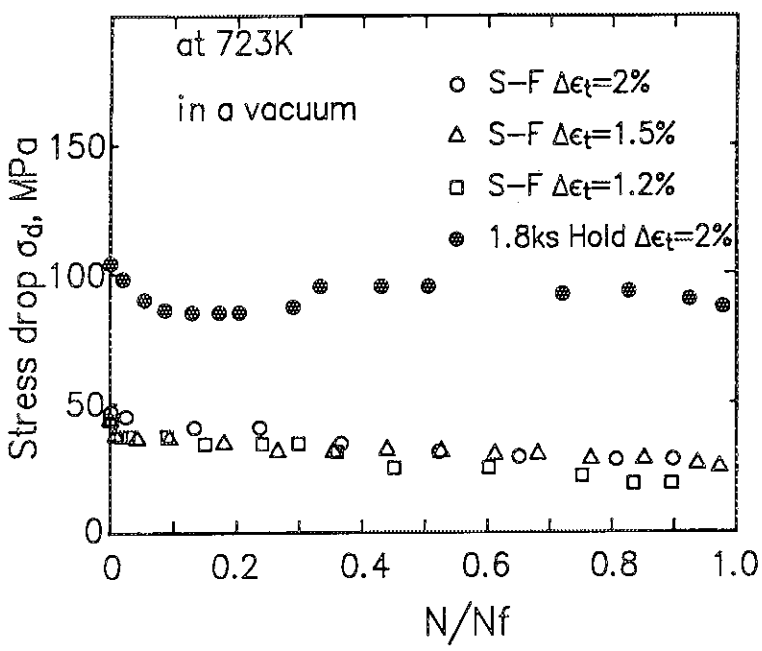



Fig.10 Relationship between stress drop σd and number of cycles.