

JAERI-Research

96-052



Ni-Cr-W系超耐熱合金の大気中クリープ破断特性

1996年10月

倉田有司・辻 宏和・新藤雅美・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。  
入手の問合わせは、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒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 Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1996

編集兼発行 日本原子力研究所  
印 刷 (株)原子力資料サービス

## Ni-Cr-W系超耐熱合金の大気中クリープ破断特性

日本原子力研究所東海研究所材料研究部

倉田 有司・辻 宏和・新藤 雅美

中島 甫

(1996年9月受理)

1000°Cでの使用を目指して開発したNi-Cr-W系超耐熱合金の大規模溶製(2000Kg)の棒材、板材、継ぎ目なし管材を用いて、大気中における900、1000、1050°Cのクリープ破断特性を調べ、時間、温度パラメータ法を適用して、長時間クリープ破断強度を検討した。得られた結論は以下のとおりである。

1) 得られたクリープ破断時間データについては、代表的な時間・温度パラメータ法(Larson-Miller法, Orr-Sherby-Dorn法)を適用し、最適パラメータによる主破断曲線を算出した。Ni-Cr-W系超耐熱合金のクリープ破断時間データに対しては、Larson-Miller法によるあてはめ性が優れている。

2) 1000°C、低応力の約1万時間を越えるクリープ曲線では、粒界近傍における酸化物の形成により、粒界クラックの進展が抑制され、3次クリープに入ってからクリープ速度が減速する異常クリープが認められた。そのため、このようなデータに対しては、異常クリープに対する補正を行い、時間・温度パラメータ法を適用した。

3) 最適パラメータによる主破断曲線を用いて、各材料に対する1000°C、10万時間のクリープ破断応力の予測を行った。結晶粒径がASTM No. 2より大きくなる熱処理C及びDの棒材並びに板材は、1000°C、10万時間のクリープ破断応力が、この合金のクリープ破断強さに関する開発目標である9.8MPaを上回っている。

4) クリープ破断強度に及ぼす熱処理の影響を棒材を用いて調べた。熱処理温度が高くなり、結晶粒径が大きくなるに従い、クリープ破断強度は高くなる。

Creep Rupture Properties of a Ni-Cr-W Superalloy in Air Environment

Yuji KURATA, Hirokazu TSUJI,  
Masami SHINDO and Hajime NAKAJIMA

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

(Received September 11, 1996)

Creep rupture properties in air environment were investigated at 900, 1000 and 1050°C using bar, plate and seamless tube materials of a Ni-Cr-W superalloy developed for use at service temperatures around 1000°C. Long-term creep rupture strength was estimated applying the time-temperature parameter method to creep rupture data. The results obtained were as follows:

- (1) Master rupture curves with optimized parameters for this Ni-Cr-W superalloy were obtained applying Larson-Miller parameter method and Orr-Sherby-Dorn parameter method. Larson-Miller parameter method is better than Orr-Sherby-Dorn parameter method in respect of curve fitting to the present creep-rupture data.
- (2) Abnormal creep where creep rates decreased in a tertiary creep stage was observed in creep curves at 1000°C with rupture times above 10000h. This phenomenon was caused by the suppression of crack propagation due to oxide formed at crack tips. Correction for abnormal creep was carried out.
- (3) The creep rupture strength for a  $1 \times 10^5$ h life at 1000°C was predicted for each material using master rupture curves with optimized parameters. As a result, it was shown that the creep rupture strength of the bar material with grain sizes above ASTM No.2 and of the plate material is above 9.8 MPa for a  $1 \times 10^5$ h life at 1000°C, which was the target on creep rupture strength of this program.
- (4) Creep rupture strength increases with increasing grain diameter and heat treatment temperature.

Keywords: Ni-Cr-W Alloy, Creep, Time-temperature Parameter, Larson-Miller Parameter Orr-Sherby-Dorn Parameter, Normal Creep, Abnormal Creep, Grain Size, Oxide, HTGR

## 目 次

1. 緒 言 .....	1
2. 実験方法 .....	2
2.1 供試材料 .....	2
2.2 クリープ試験 .....	2
3. 実験結果及び考察 .....	3
3.1 クリープ試験結果 .....	3
3.2 クリープ破断材の組織観察 .....	4
3.3 クリープ破断データの解析 .....	5
4. 結 言 .....	9
謝 辞 .....	9
参考文献 .....	10

## Contents

1. Introduction .....	1
2. Experimental Procedure .....	2
2.1 Material .....	2
2.2 Creep Test .....	2
3. Results and Discussion .....	3
3.1 Creep Test Results .....	3
3.2 Microstructure Observation of Ruptured Specimens .....	4
3.3 Analysis of Creep Rupture Data .....	5
4. Conclusions .....	9
Acknowledgements .....	9
References .....	10

## 1. 緒 言

高温ガス炉(HTGR: High Temperature Gas-cooled Reactor)は、1000℃に近い高温の熱を取り出し、高熱効率が達成できること、固有の安全性が高いこと等の優れた特徴を有した原子炉である。我が国の高温ガス炉開発においては、これまでの研究成果を基に、原子炉出口冷却材温度950℃を目標とした高温工学試験研究炉(HTTR: High Temperature Engineering Test Reactor)を建設することが決定され、日本原子力研究所、大洗研究所において建設が進められている[1,2]。HTTRは、高温ガス炉技術の基盤の確立と高度化を図るとともに、高温工学に関する先端的基礎研究を実施することが可能な施設であり、熱出力30MW、原子炉出口冷却材温度が定格運転時850℃、高温試験運転時950℃を目標としている。HTTRでは、中間熱交換器等の高温部構造用材料として、ハステロイXの原子炉用改良合金であるハステロイXRを用いている。

核熱エネルギーの有効利用、高熱効率の達成という観点からは、原子炉出口冷却材温度がより高温であるほど、その効果は高いが、950℃を上回る超高温で金属材料を使用するためには、新しい合金の開発が必要である。また、高温ガス炉の実用化を考えた場合、原子炉出口冷却材温度が950℃であっても、ハステロイXRより長寿命の超耐熱合金開発が望まれている。このため、日本原子力研究所では、高温ガス炉技術の高度化を図るため、原子炉出口冷却材温度1000℃のHTGRでの使用を目指した新合金の開発を、高温ガス炉研究委員会・超耐熱合金専門部会(部会長；(株)超高温材料研究センター技術顧問、田中良平氏)に諮りつつ進めてきた[1~5]。この合金の開発にあたっては、通商産業省工業技術院の大型プロジェクト「高温還元ガス利用による直接製鉄技術の研究開発計画」[6,7]で得られた高温強度の高いNi-Cr-W系合金に関する知見を参考にし、高温での耐久性関連の諸特性が優れた新合金の開発を目指して、一連の試験研究を実施してきた。

この超耐熱合金を開発するに当たって設定した主要な目標性能は以下のとおりである。

- (1)1000℃で $1 \times 10^5$ 時間のクリープ破断強さが9.8MPa以上(工技院大プロ第2期以降の目標相当)。
- (2)高温ガス炉の1次冷却材近似ヘリウムガス中において1000℃で $1 \times 10^5$ 時間加熱後も粒界侵食や内部酸化が少ないこと(ハステロイXR相当以上)。
- (3)原子炉の熱交換器用伝熱管(外径30mm、厚さ4~5mm、長さ7m以上)の加工が可能であること。
- (4)熱交換器の製作に必要な2次加工及び溶接加工が可能であること。

これらの諸要求を均衡よく満たした合金を開発するため、合金の溶解、高温クリープや腐食などの一連の試験研究を実施し[3~5]、Ni, Cr, W組成比、微量元素の添加量を検討し、最適化学組成を決定した[4,5,8]。さらに、この最適化学組成の工業規

模(2000kg)溶製材を作製し、熱交換器用伝熱管の加工を行うとともに、耐久性評価試験を実施した。本研究は、この工業規模溶製材の棒材、板材、管材の大気中クリープ破断特性を検討し、この開発合金の1000℃、 $1 \times 10^5$ 時間のクリープ破断強さを推定したものである。また、棒材を用いて、クリープ破断特性に及ぼす熱処理条件の影響も検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材料

供試材料は、原子炉出口冷却材温度1000℃の高温ガス炉での使用を目指した材料あるいは現在HTTRで使用されているハステロイXRより長寿命の材料として開発されているNi-Cr-W系超耐熱合金の工業規模(2000kg)溶製材を使用した。Table 1にこの合金の目標化学組成とインゴットの6ヶ所で採取した試料の化学分析値を示す。この合金は、基本となるNi-Cr-W組成比をNi-18~19 mass%Cr-20~22 mass%Wとし、微量添加元素(C,Mn,Si,Nb,Fe,B,Y,Ti)の量を最適化している[4,5,8]。素材の製品形態は丸棒、板、伝熱管を想定して試作した継ぎ目なし管である。Table 1に示したように、インゴットの1~6の各場所における化学組成は均一であり、1,2より丸棒、3,4より板、5,6より継ぎ目なし管を製造した。丸棒では、この合金の諸特性に及ぼす熱処理の影響を検討するため、Table 2に示した熱処理を施した。熱処理A、C及びDは固溶化熱処理で結晶粒度が異なるように熱処理温度を選んでいる。熱処理Bは、熱処理Aと結晶粒度が同じであるが、疲労特性改善のため、1190℃、2h加熱後空冷の熱処理を追加し、結晶粒界に $\alpha_2$ -W相を優先的に析出させている。板は1225℃、1h加熱後、水冷の熱処理を施した。熱交換器用伝熱管を想定して試作した外径58.5mm、厚さ9mmの管は、結晶粒度ASTM No.2~3を得るため、1230~1240℃の固溶化熱処理温度を選んだ[9]。

### 2.2 クリープ試験

クリープ試験では、熱処理A~Dの棒材、板材、管材について、900、1000、1050℃、大気中で、定荷重クリープ試験を実施した。試験片としては $\phi 6$ mm、GL30mmの丸棒型試験片を使用した。900及び1000℃では各温度4応力水準の試験とし、各温度の最も低い応力の試験をクリープ変形量を測定するクリープ試験、他の3応力はクリープ破断データのみを取得するクリープ破断試験とした。1050℃の試験は3応力水準とし、1または2応力をクリープ変形量を測定するクリープ試験、他はクリープ破断試験とした。なお、900及び1000℃の試験は、科学技術庁、金属材料技術研究所へ

模(2000kg)溶製材を作製し、熱交換器用伝熱管の加工を行うとともに、耐久性評価試験を実施した。本研究は、この工業規模溶製材の棒材、板材、管材の大気中クリープ破断特性を検討し、この開発合金の1000℃、 $1 \times 10^5$ 時間のクリープ破断強さを推定したものである。また、棒材を用いて、クリープ破断特性に及ぼす熱処理条件の影響も検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材料

供試材料は、原子炉出口冷却材温度1000℃の高温ガス炉での使用を目指した材料あるいは現在HTTRで使用されているハステロイXRより長寿命の材料として開発されているNi-Cr-W系超耐熱合金の工業規模(2000kg)溶製材を使用した。Table 1にこの合金の目標化学組成とインゴットの6ヶ所で採取した試料の化学分析値を示す。この合金は、基本となるNi-Cr-W組成比をNi-18~19 mass%Cr-20~22 mass%Wとし、微量添加元素(C,Mn,Si,Nb,Fe,B,Y,Ti)の量を最適化している[4,5,8]。素材の製品形態は丸棒、板、伝熱管を想定して試作した継ぎ目なし管である。Table 1に示したように、インゴットの1~6の各場所における化学組成は均一であり、1,2より丸棒、3,4より板、5,6より継ぎ目なし管を製造した。丸棒では、この合金の諸特性に及ぼす熱処理の影響を検討するため、Table 2に示した熱処理を施した。熱処理A、C及びDは固溶化熱処理で結晶粒度が異なるように熱処理温度を選んだ。熱処理Bは、熱処理Aと結晶粒度が同じであるが、疲労特性改善のため、1190℃、2h加熱後空冷の熱処理を追加し、結晶粒界に $\alpha_2$ -W相を優先的に析出させている。板は1225℃、1h加熱後、水冷の熱処理を施した。熱交換器用伝熱管を想定して試作した外径58.5mm、厚さ9mmの管は、結晶粒度ASTM No.2~3を得るため、1230~1240℃の固溶化熱処理温度を選んだ[9]。

### 2.2 クリープ試験

クリープ試験では、熱処理A~Dの棒材、板材、管材について、900、1000、1050℃、大気中で、定荷重クリープ試験を実施した。試験片としては $\phi 6$ mm、GL30mmの丸棒型試験片を使用した。900及び1000℃では各温度4応力水準の試験とし、各温度の最も低い応力の試験をクリープ変形量を測定するクリープ試験、他の3応力はクリープ破断データのみを取得するクリープ破断試験とした。1050℃の試験は3応力水準とし、1または2応力をクリープ変形量を測定するクリープ試験、他はクリープ破断試験とした。なお、900及び1000℃の試験は、科学技術庁、金属材料技術研究所へ



の委託試験、1050℃での試験は東京工業大学への委託試験として実施した。

クリープ試験後の試験片については、破断材の外観検査をしたのち、一部の試験片の金属組織観察を実施した。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 クリープ試験結果

Table 3～6に熱処理A～Dの丸棒材料に対するクリープ破断試験の結果をまとめて示す。Fig.1は熱処理A～Dの材料の応力と破断時間の関係を示している。900℃では熱処理による違いはほとんどみられないが、1000℃の長時間側及び1050℃では熱処理C及びDが熱処理A及びBより長寿命となっている。熱処理AとBでは、破断時間に著しい相違はみられない。破断伸びと破断時間のプロットをFig.2に、破断絞りと破断時間のプロットをFig.3に示す。破断伸び及び絞りは2,3のデータを除くと、20%以上の値を示し、かなり高い破断延性を示している。熱処理C及びDの粗粒材に比べ、熱処理A及びBの結晶粒径が小さい細粒材の方が、延性が高い傾向がある。また、Table 3～6の結果をみると、900℃に比べ、1000、1050℃の結果の方が、延性は低い傾向がある。

Fig. 4(a)～(l)に熱処理A～Dの材料のクリープ曲線を示す。これらの図中の×印は、クリープ破断した試験片の破断面をつきあわせ、標点間の長さを測定して求めた破断伸びである。この値は、クリープ試験中に測定したクリープ曲線を破断時間に延長した点とは必ずしも一致しない。Fig.4(h)の場合、破断伸びの値がクリープ曲線の延長より低くなっており、通常このようなことは起こらないはずであるが、後に述べるように、この試験では、加速クリープに入ってからクリープ速度が減少する異常クリープが起こっており、試験片及び伸び測定部の著しい酸化も観察された。このような場合、破断伸びの測定値及びクリープ試験における長時間側のひずみ測定の信頼性は低くなるであろう。一般に、クリープ曲線は1次、2次、3次クリープからなる正常型のクリープ曲線が観察されるとされているが、Fig. 4(a)～(l)では、クリープ曲線型が必ずしもこのような正常型を示さない例が観察された。特に、結晶粒径が大きな熱処理C及びDの長時間試験材(たとえば、Fig.4(c),(d),(g),(h))について、正常型でないクリープ曲線が観察された。

Table 7及び8に、それぞれ板材及び管材のクリープ破断試験の結果を示す。Fig. 5及び6は、板材及び管材の応力と破断時間の関係である。Fig.1及びTable 3～6とも比較すると、板材の破断時間は、熱処理C及びD材と同程度であったが、管材については、これより破断時間は短かった。板材及び管材について、破断伸びと破断時間のプロットをFig.7に、破断絞りと破断時間のプロットをFig.8に示す。破断延性は板材

の委託試験、1050℃での試験は東京工業大学への委託試験として実施した。

クリープ試験後の試験片については、破断材の外観検査をしたのち、一部の試験片の金属組織観察を実施した。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 クリープ試験結果

Table 3~6に熱処理A~Dの丸棒材料に対するクリープ破断試験の結果をまとめて示す。Fig.1は熱処理A~Dの材料の応力と破断時間の関係を示している。900℃では熱処理による違いはほとんどみられないが、1000℃の長時間側及び1050℃では熱処理C及びDが熱処理A及びBより長寿命となっている。熱処理AとBでは、破断時間に著しい相違はみられない。破断伸びと破断時間のプロットをFig.2に、破断絞りと破断時間のプロットをFig.3に示す。破断伸び及び絞りは2,3のデータを除くと、20%以上の値を示し、かなり高い破断延性を示している。熱処理C及びDの粗粒材に比べ、熱処理A及びBの結晶粒径が小さい細粒材の方が、延性が高い傾向がある。また、Table 3~6の結果をみると、900℃に比べ、1000、1050℃の結果の方が、延性は低い傾向がある。

Fig. 4(a)~(l)に熱処理A~Dの材料のクリープ曲線を示す。これらの図中の×印は、クリープ破断した試験片の破断面をつきあわせ、標点間の長さを測定して求めた破断伸びである。この値は、クリープ試験中に測定したクリープ曲線を破断時間に延長した点とは必ずしも一致しない。Fig.4(h)の場合、破断伸びの値がクリープ曲線の延長より低くなっており、通常このようなことは起こらないはずであるが、後に述べるように、この試験では、加速クリープに入ってからクリープ速度が減少する異常クリープが起こっており、試験片及び伸び測定部の著しい酸化も観察された。このような場合、破断伸びの測定値及びクリープ試験における長時間側のひずみ測定の信頼性は低くなるであろう。一般に、クリープ曲線は1次、2次、3次クリープからなる正常型のクリープ曲線が観察されるとされているが、Fig. 4(a)~(l)では、クリープ曲線型が必ずしもこのような正常型を示さない例が観察された。特に、結晶粒径が大きな熱処理C及びDの長時間試験材(たとえば、Fig.4(c),(d),(g),(h))について、正常型でないクリープ曲線が観察された。

Table 7及び8に、それぞれ板材及び管材のクリープ破断試験の結果を示す。Fig. 5及び6は、板材及び管材の応力と破断時間の関係である。Fig.1及びTable 3~6とも比較すると、板材の破断時間は、熱処理C及びD材と同程度であったが、管材については、これより破断時間は短かった。板材及び管材について、破断伸びと破断時間のプロットをFig.7に、破断絞りと破断時間のプロットをFig.8に示す。破断延性は板材

に比べ、管材の方がやや低い傾向がある。

Fig. 9(a)~(d)に板材及び管材のクリープ曲線を示す。板材については正常型でないクリープ曲線、管材については正常型のクリープ曲線が観察された。特に、Fig. 9(c)の板材の1000℃のクリープ曲線は3次クリープに入った後、クリープ速度が減少し、その後クリープ速度が加速せずに、突然破断するという状況を示している。

### 3.2 クリープ破断材の組織観察

クリープ破断材については、長時間試験材を中心に、外観観察、金属組織観察を実施した。Photo.1~4に熱処理A~Dの材料のクリープ破断後の外観写真を示す。ここに示したのは、900及び1000℃における低応力、長時間のクリープ破断後の試験片である。Photo. 4(b)の試験片は1000℃で約2万時間を経過しており、試験片及び伸び測定部の表面の酸化が著しい。Photo.5及び6に、それぞれ板材及び管材のクリープ破断後の外観写真を示す。この場合も、1000℃で約1万時間を経過したPhoto. 5(b)の試験片及び伸び測定部の酸化状態は、他に比べ、著しい。

Photo.7(a),(b),(c)に、それぞれ熱処理B、C材の900℃、板材の1000℃における低応力のクリープ破断材の断面のマクロ写真を示す。Photo.7(a),(b)では、クラックはそれほど顕著ではないが、Photo.7(c)では試験片全体にクラックが発生し、そのクラックには酸化物が形成している。

クリープ破断材の試験条件による組織の違いを検討するために、光学顕微鏡および走査型顕微鏡(SEM)観察を行った。Photo.8,9に、それぞれ熱処理CおよびD材の900℃におけるクリープ破断材の光顕写真を示す。また、Photo.10に板材の1000℃におけるクリープ破断材の光顕写真を示す。これらの写真より破壊は、900、1000℃とも結晶粒界で起こっていることがわかる。Photo.8,9より900℃では結晶粒界及び粒内に比較的小さな析出物がみられ、表面近くの粒界付近には粗大な析出相が形成している。Photo.10の1000℃における破断材では、クラックには大量の酸化物の形成が認められ、クラック先端部に酸化物が充填されていることがわかる。また、表面だけでなく、内部の粒内にも粗大な析出相が形成している。900℃破断材と1000℃破断材の大きな違いは、1000℃の破断材では内部の粒界クラックも酸化物が充填されていること、また、内部にまで粗大な析出相が形成していることである。

Photo.11及び12にSEM観察の結果を示す。Photo.11は熱処理Cの900℃破断材であり、(a)が低倍率の写真、(b)が表面付近のクラック、(c)が内部のクラック近傍の写真である。Photo.11(b)の表面クラック近傍の写真では表面及びクラック内の酸化物だけでなく、白色の小さな析出物、母相とコントラストがほとんど等しい粗大な析出相が認められる。Photo.11(c)では、内部に形成したクラックと白色の析出物が数多く認められる。2次電子像で白色のコントラストが得られるこれらの析出物は、重元素であるWを多く含んだ $\alpha_2$ -W相である。一方、Photo.11(b)で認められた母相とコントラ

トがほとんど等しい析出相は、Ni-20Cr-20W合金の大気中クリープ破断材で観察が報告された $\beta$ -Mn型の窒化物( $\pi$ 相)であると考えられる[10,11]。Photo.12は板材の1000℃破断材であり、(a)が低倍率の写真、(b)が表面付近のクラック、(c)が内部のクラック、ポイド近傍の写真である。表面だけでなく、内部のクラック、ポイドもコントラストの暗い酸化物で覆われている。1000℃の長時間クリープ破断材では、内部においても、白色の小さな析出物はほとんどみられず、 $\pi$ 相と考えられる粗大な析出相が多く観察された。

クリープ破断材の組織観察の結果からは、1000℃で、加速クリープに入ってから、クリープ速度が減速するという異常なクリープ曲線を示した熱処理D材及び板材では、破断材の全面にクラックが分布し、クラック及びその周辺には酸化物が形成し、酸化物によるクラックの固着が起こっていると考えられる[12~14]。酸化性雰囲気においてクラックの伝播が酸化によって阻止される異常クリープは、金属材料本来の特性を示しているわけではないので、この合金の特性評価にあたっては、使用される雰囲気であるヘリウム中でのクリープデータを取得することが重要である。

### 3.3 クリープ破断データの解析

クリープ破断データの解析には、クリープ破断時間などの内挿及び長時間外挿に有効な時間・温度パラメータ(TTP: Time-Temperature Parameter)法がしばしば採用される[15~17]。ここでは、標準的な時間・温度パラメータのうちLarson-Millerパラメータ及びOrr-Sherby-Dornパラメータを用いて、得られたクリープ破断データの解析を行う。

1000℃付近及びそれより高温の大気中長時間クリープ試験では、3次クリープに入った後、クリープ速度が減少し、破断時間が長くなる異常クリープが起こることが報告されている[12~14,18,19]。この異常クリープ現象により、このような温度・応力域ではクリープ破断寿命は増加するが、これは主として、粒界近傍における酸化物の形成により、粒界クラックの進展が抑制されるためであるとされている[12~14]。このような異常クリープによる破断寿命の増加は、金属材料の本来の強度特性を表しているわけではないため、データの解析をする上で検討を要する。

Fig. 4(h)の熱処理D材の1000℃、19.6MPaにおけるクリープ曲線、Fig. 9(c)の板材の1000℃、19.6MPaにおけるクリープ曲線は異常クリープの典型的なクリープ曲線であり、3次クリープに入った後、クリープ速度が減少し、破断時間が長くなっている。これらのクリープ破断材の外観はPhoto. 4(b)及び5(b)に示されているように、試験片の酸化が著しい。また、試験片が脆くなり、標点外破断が起こったり、クリープ破断後の試験片取り外し時に破損する例が認められた。さらに、Photo.7(c),10,12に示したように、このような試験片では、結晶粒界で酸化物が多く認められ、これらにより粒界クラックの進展が抑制され異常クリープを引き起こしたと考えられる。

Fig. 4(c),(d)やFig.9(a)のように900°Cにおける長時間クリープ曲線においても、クリープ試験の途中でクリープ速度が加速した後、減速する領域を持った正常型ではないクリープ曲線が認められる。これらのクリープ曲線では、最終的には、再び加速クリープが現れ、破断にいたっている。また、Photo.8,9,11に示されているように、これらの900°Cにおけるクリープ破断材では、1000°Cで認められた試験片全体にわたる酸化物等の著しい形成がない。このようなことから、900°Cにおける長時間クリープ曲線が正常型でないクリープ曲線を持つのは、900°Cにおける析出物の形成等に起因する内部組織の変化によっていると考えられる。

以上のように、1000°C、19.6MPaにおける熱処理D材、板材などのクリープ曲線は典型的な異常クリープを示しており、加速クリープに入った後クリープ速度が減少する部分については、TTP解析をする上で補正が必要である。Fig.10(a),(b)にこれらのクリープ曲線の異常クリープ部分を補正した例を示す。ここでは、加速クリープに入った後は、クリープ速度の減少は起こらず、それまでの加速クリープを破断伸びまで延長することにより、破断時間の修正を行った。また、異常クリープにより破断伸びが極端に大きくなった場合には、その温度における破断伸びと応力の関係から妥当な破断伸びの値を求めた(Fig.10(b)の例)。Fig.10(a)では補正した破断時間は11620h、Fig.10(b)では4840hとなる。TTP解析においては、異常クリープの補正を行わなかった場合と、このような補正を行った場合について、解析を実施した。

TTP解析では、次のようなLarson-Millerパラメータ及びOrr-Sherby-Dornパラメータを用いた。

Larson-Miller:

$$LMP=T(C+\log t_R), \quad (1)$$

Orr-Sherby-Dorn:

$$OSDP=\log t_R-Q/19.1425T, \quad (2)$$

ここで、 $t_R$ は破断時間、 $T$ は絶対温度、 $C$ 及び $Q$ はパラメータ定数である。時間・温度パラメータの応力依存性を表す式 $f(\sigma)$ は、応力 $\sigma$ の対数の直交多項式を用いて次のように近似する。

$$f(\sigma)=b_0+b_1 \log(\sigma)+b_2(\log(\sigma))^2+\dots+b_k(\log(\sigma))^k, \quad (3)$$

ここで、 $b_0, b_1, b_2, \dots, b_k$ は回帰係数である。(1)~(3)式のパラメータ定数及び回帰係数は、次式の対数破断時間( $\log t_R$ )の標準誤差(SEE)を最小にするように最適化される。

$$SEE=\sqrt{\sum(Y_i-\hat{Y}_i)^2/(n_d-n_p-k-1)}, \quad (4)$$

ここで、 $Y_i$ は対数破断時間の実測値、 $\hat{Y}_i$ は対数破断時間の予測値、 $n_d$ はデータ点

の数、 $n_p$  はTTPのパラメータ定数の数、 $k$ は式(3)の次数である。実際の計算は、日本鉄鋼協会のVAMAS材料評価研究部会における報告書「金属材料のクリーブ破断データ評価の標準化」[17]の手法により実施した。

この方法では、式(3)の次数 $k$ は、5次までの計算を行い、F検定(95%有意)を用いて、最適次数を定めている。Table 9にTTP解析の結果の概要を示す。LMP-1及びLMP-2は、それぞれ、Larson-Millerパラメータを用いたときの1次式及び2次式を示している。Ni-Cr-W系超耐熱合金では、Larson-Millerパラメータ及びOrr-Sherby-Dornパラメータを用いた場合、次数は2次までで最適値が得られた。Table 9には、SEEとF検定の結果、1000℃、10万時間のクリーブ破断応力の計算値を示す。F検定で有意(Table 9では○印で示した。)であり、SEEの値が小さいものが最もあてはめのよい回帰式となる。Orr-Sherby-Dornパラメータを用いた場合に比べ、Larson-Millerパラメータを用いた場合の方が、SEEの値は小さく、また、Orr-Sherby-Dornパラメータを用いた2次式では、1000℃、10万時間のクリーブ破断応力を外挿できない場合があった。このような点から、Ni-Cr-W系超耐熱合金のクリーブ破断データには、Larson-Millerパラメータを用いた方があてはめ性がよいことがわかる。熱処理D材及び板材に対しては、異常クリーブに対する補正を行った場合についての結果も示した。Table 9には、F検定とSEE値から判断して、各材料に対するLarson-Millerパラメータによる最適な回帰式を用いて予測した1000℃、10万時間のクリーブ破断応力の計算値に下線をして示した。

Fig.11(a)~(i)にLarson-Millerパラメータを用いたマスター破断曲線を、1000℃、10万時間のクリーブ破断応力の予測値とともに示す。Fig.11(a)及び(b)は、熱処理A及びBに対する結果であり、最適回帰曲線は2次式となり、1000℃、10万時間のクリーブ破断応力は、それぞれ4.1MPa及び5.5MPaとなる。Fig.11(c)は、熱処理Cに対する結果であり、最適回帰曲線は1次式となる。Fig.11(d)~(f)は、熱処理Dに対する結果であり、Fig.11(d)は1次式、Fig.11(e)は2次式を用いている。1000℃、10万時間のクリーブ破断応力の予測値は、Fig.11(e)の2次式を用いた場合の方が大きな値となり、危険側の予測をすることになる。Fig.11(f)は熱処理Dの異常クリーブを補正した結果であり、最適回帰曲線は1次式、1000℃、10万時間のクリーブ破断応力の予測値は12.2 MPaとなる。Fig.11(g)~(i)に板材及び管材に対する結果を示す。Fig.11(h)は板材の異常クリーブを補正した結果であり、最適回帰曲線は1次式、1000℃、10万時間のクリーブ破断応力の予測値は10.1 MPaとなる。管材に対しては、最適回帰曲線は2次式となり、Fig.11(i)に示したように、1000℃、10万時間のクリーブ破断応力の予測値は5.9MPaである。

Fig.12(a)~(d)にOrr-Sherby-Dornパラメータを用いたマスター破断曲線のいくつかの例を示す。熱処理Aに対しては、Orr-Sherby-Dornパラメータを用いた場合、Table 9に示したように、2次式が最適回帰曲線である。しかしながら、この最適回帰曲線は、1000℃、10万時間に外挿することはできなかった(Fig.12(b))。Fig.12(c)及び(d)は、異

常クリープに対する補正を行った熱処理Dに対する結果である。Fig.12(c)は1次式、Fig.12(d)は2次式の結果であり、この場合も、Larson-Millerパラメータを用いた場合と同様に、2次式を用いた方が、1000℃、10万時間のクリープ破断応力の予測値は大きな値となる。

Ni-Cr-W系超耐熱合金のクリープ破断時間に対するLarson-Millerパラメータを用いた最適回帰曲線に関する要約及びそれを用いて計算した1000℃、10万時間のクリープ破断応力の予測値をTable 10に示す。ここで、熱処理D材及び板材のクリープ破断応力の予測値は、補正後のデータを用いて算出した値である。熱処理C及びD、板材は、この合金のクリープ破断強さに関する開発目標である9.8MPaを上回っている。また、クリープ破断強度に及ぼす熱処理の影響については、熱処理温度がA,C,Dと高くなり、結晶粒径が大きくなるに従い、クリープ破断強度は高くなる。管材は、クリープ破断強度は目標値よりやや低い。各熱処理材、板材、管材に対する最適回帰曲線の式を以下に示す。熱処理D及び板材に対する最適回帰曲線の式は、補正後のデータを用いた式である。

熱処理A:

$$T(14.695981 + \log t_R) = 24902.625 + 1688.1131 \log(\sigma) - 2302.9322 (\log(\sigma))^2 \quad (5)$$

熱処理B:

$$T(15.365570 + \log t_R) = 26040.421 + 1594.6411 \log(\sigma) - 2363.2368 (\log(\sigma))^2 \quad (6)$$

熱処理C:

$$T(14.446976 + \log t_R) = 30834.373 - 5871.6773 \log(\sigma) \quad (7)$$

熱処理D:

$$T(17.105267 + \log t_R) = 35444.498 - 6714.9684 \log(\sigma) \quad (8)$$

板材:

$$T(14.845122 + \log t_R) = 30552.693 - 5266.0248 \log(\sigma) \quad (9)$$

管材:

$$T(15.344085 + \log t_R) = 26842.901 + 179.99303 \log(\sigma) - 1808.5222 (\log(\sigma))^2 \quad (10)$$

## 4. 結 言

Ni-Cr-W系超耐熱合金の大規模(2000kg)溶製の棒材、板材、継ぎ目なし管材を対象に、大気中における900、1000、1050℃のクリープ破断特性を調べ、以下の結論を得た。

- 1)得られたクリープ破断時間データについては、代表的な時間・温度パラメータ法(Larson-Miller法、Orr-Sherby-Dorn法)を適用し、最適パラメータによる主破断曲線を算出した。Ni-Cr-W系超耐熱合金のクリープ破断時間データに対しては、Larson-Miller法によるあてはめがよいことがわかった。
- 2)1000℃の約1万時間を越えるクリープ曲線では、粒界近傍における酸化物の形成により、粒界クラックの進展が抑制され、3次クリープに入ってからクリープ速度が減速する異常クリープが認められた。そのため、このようなデータに対しては、異常クリープに対する補正を行い、時間・温度パラメータ法を適用した。
- 3)最適パラメータによる主破断曲線を用いて、各材料に対する1000℃、10万時間のクリープ破断応力の予測を行った。結晶粒径がASTM No.2より大きくなる熱処理C及びDの棒材並びに板材は、1000℃、10万時間のクリープ破断応力が、この合金の開発目標である9.8MPaを上回っていることを明らかにした。
- 4)クリープ破断強度に及ぼす熱処理の影響を棒材を用いて調べ、熱処理温度が高くなり、結晶粒径が大きくなるに従い、クリープ破断強度は高くなることを示した。

## 謝 辞

本研究のNi-Cr-W系超耐熱合金の開発に当たっては、高温ガス炉研究委員会・超耐熱合金専門部会の専門委員各位には有益な御討論をいただいた。委託試験として、本合金のクリープ試験を実施していただいた、東京工業大学工学部、菊池實教授、松尾孝教授、金属材料技術研究所環境性能研究部、馬場栄治氏に感謝いたします。また、クリープ破断材の組織観察及びデータ処理にご協力いただいた材料応用工学研究室、鈴木富男氏並びに北智士氏に感謝する。



## 4. 結 言

Ni-Cr-W系超耐熱合金の大規模(2000kg)溶製の棒材、板材、継ぎ目なし管材を対象に、大気中における900、1000、1050℃のクリープ破断特性を調べ、以下の結論を得た。

- 1)得られたクリープ破断時間データについては、代表的な時間・温度パラメータ法(Larson-Miller法、Orr-Sherby-Dorn法)を適用し、最適パラメータによる主破断曲線を算出した。Ni-Cr-W系超耐熱合金のクリープ破断時間データに対しては、Larson-Miller法によるあてはめがよいことがわかった。
- 2)1000℃の約1万時間を越えるクリープ曲線では、粒界近傍における酸化物の形成により、粒界クラックの進展が抑制され、3次クリープに入ってからクリープ速度が減速する異常クリープが認められた。そのため、このようなデータに対しては、異常クリープに対する補正を行い、時間・温度パラメータ法を適用した。
- 3)最適パラメータによる主破断曲線を用いて、各材料に対する1000℃、10万時間のクリープ破断応力の予測を行った。結晶粒径がASTM No.2より大きくなる熱処理C及びDの棒材並びに板材は、1000℃、10万時間のクリープ破断応力が、この合金の開発目標である9.8MPaを上回っていることを明らかにした。
- 4)クリープ破断強度に及ぼす熱処理の影響を棒材を用いて調べ、熱処理温度が高くなり、結晶粒径が大きくなるに従い、クリープ破断強度は高くなることを示した。

## 謝 辞

本研究のNi-Cr-W系超耐熱合金の開発に当たっては、高温ガス炉研究委員会・超耐熱合金専門部会の専門委員各位には有益な御討論をいただいた。委託試験として、本合金のクリープ試験を実施していただいた、東京工業大学工学部、菊池實教授、松尾孝教授、金属材料技術研究所環境性能研究部、馬場栄治氏に感謝いたします。また、クリープ破断材の組織観察及びデータ処理にご協力いただいた材料応用工学研究室、鈴木富男氏並びに北智士氏に感謝する。

## 参 考 文 献

- [1] 日本原子力研究所：高温工学試験研究の現状(1994)
- [2] Japan Atomic Energy Research Institute : Present Status of HTGR Research & Development (1995)
- [3] 高温ガス炉研究委員会超耐熱合金専門部会：日本原子力研究所レポート JAERI-M 88-270 (1989)
- [4] 高温ガス炉研究委員会超耐熱合金専門部会：日本原子力研究所レポート JAERI-M 92-137 (1992)
- [5] H.Tsuji, H.Nakajima and T.Kondo : Proc. of Int. Conf. on Materials for Advanced Power Engineering, Liege/Belgium, p.939-948 (1994)
- [6] 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)
- [7] 田中良平、松尾 孝：鉄と鋼、68(1982)226
- [8] T.Kondo, H.Nakajima, M.Shindo, H.Tsuji, R.Tanaka, S.Isobe, S.Ohta and R.Watanabe : United States Patent No. 5141704 (1992)
- [9] 辻 宏和、大橋雅夫、竹村誠洋、中島 甫：日本原子力研究所レポート JAERI-M 92-148 (1992)
- [10] 松尾 孝、大村圭一、田中良平：鉄と鋼、71(1985)1009
- [11] M.Kikuchi, S.Wakita and R.Tanaka: Trans. Iron and Steel Inst. Japan, 13(1973)226
- [12] 金属材料技術研究所：研究報告集3 (1982)p.120
- [13] 板垣孟彦、渡辺 亨、依田連平：日本金属学会誌、40(1976)914
- [14] R.Widmer and N.J.Grant : Trans. ASME, 82(1960)882
- [15] 藤田利夫、門馬義雄、松崎明博、木原重光、志賀正男、笠原晃明：ISO 6303に準拠したクリープ破断データ外挿の手引、日本鉄鋼協会(1983)
- [16] R.Viswanathan: Damage mechanism and life assessment of high-temperature components, ASM Int, Metals Park, Ohio (1989)
- [17] VAMAS材料評価研究部会：金属材料のクリープ破断データ評価の標準化、日本鉄鋼協会(1994)
- [18] P.Shahinian : Trans. ASM, 49(1957)862
- [19] P.Shahinian and M.R.Achter : Trans. ASM, 51(1959)244

Table 1 Chemical composition of an industrial scale Ni-Cr-W alloy (mass%)  
(Aimed and analyzed values)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	W	Ti	Zr	Y	B	Co	Al	N	O	Fe	Nb	Ni
Aim	0.03	LAP	LAP	LAP	LAP	18.5	21.5	0.07	0.04	0.008	0.005	---	LAP	---	---	---	---	Bal.
Top	0.029	0.06	0.02	0.003	0.001	18.68	21.40	0.06	0.02	0.008	0.006	0.02	0.04	0.0010	0.0008	0.08	0.02	Bal.
2	0.030	0.06	0.02	0.003	0.001	18.70	21.46	0.06	0.02	0.008	0.006	0.03	0.03	0.0012	0.0009	0.08	0.02	Bal.
3	0.029	0.06	0.02	0.003	0.001	18.75	21.79	0.07	0.02	0.008	0.006	0.02	0.04	0.0012	0.0007	0.09	0.02	Bal.
4	0.028	0.06	0.02	0.003	0.001	18.70	21.83	0.06	0.02	0.009	0.006	0.02	0.04	0.0013	0.0008	0.08	0.02	Bal.
5	0.029	0.06	0.02	0.003	0.001	18.76	21.43	0.06	0.02	0.008	0.006	0.02	0.04	0.0011	0.0005	0.07	0.02	Bal.
Bottom	0.031	0.06	0.02	0.003	0.001	18.74	21.44	0.06	0.02	0.009	0.006	0.02	0.04	0.0012	0.0007	0.07	0.02	Bal.

LAP : Low as possible

Table 2 Heat treatment condition and grain size for bars of a Ni-Cr-W alloy

	Heat treatment condition	Grain size
A	at 1215°C for 1h WQ	ASTM No.3
B	at 1215°C for 1h WQ + at 1190°C for 2h AC	ASTM No.3
C	at 1250°C for 1h WQ	ASTM No.2
D	at 1250°C for 1h WQ	ASTM No.0

Table 3 Creep rupture data of a Ni-Cr-W alloy with heat treatment A

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)
900	63.7	498.8	77.7	59.1
	53.9	1536.0	70.8	54.8
	44.1	4087.4	36.2	30.2
	39.2	6264.2	29.6	27.6
1000	34.3	413.6	51.5	38.0
	29.4	967.2	40.7	32.8
	24.5	1906.1	31.3	25.3
	19.6	2978.5	28.1	18.3
1050	24.5	302.5	29	33
	19.6	719.7	29	31
	14.7	1922.0	68	35

Table 4 Creep rupture data of a Ni-Cr-W alloy with heat treatment B

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)
900	63.7	493.7	96.1	72.0
	53.9	1368.8	70.4	54.8
	44.1	5024.5	46.6	38.8
	39.2	6864.0	36.1	30.6
1000	34.3	462.9	54.4	39.9
	29.4	885.8	41.3	32.2
	24.5	1958.3	36.9	32.6
	19.6	3375.0	29.6	27.8
1050	24.5	351.4	36	34
	19.6	624.3	31	31
	14.7	2327.0	81	38

Table 5 Creep rupture data of a Ni-Cr-W alloy with heat treatment C

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)
900	64.5	562.8	63.0	54.8
	54.7	1404.2	53.5	44.2
	44.4	3816.2	35.2	29.9
	39.2	6865.8	35.2	25.5
1000	34.5	449.5	49.5	35.1
	29.7	997.3	40.9	31.7
	24.9	2808.8	39.1	25.1
	19.6	7166.2	43.3	30.0
1050	24.5	520.6	51	41
	19.6	1169.0	27	23
	14.7	4069.2	45	75

Table 6 Creep rupture data of a Ni-Cr-W alloy with heat treatment D

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)
900	64.3	652.6	53.9	67.4
	54.6	2091.8	48.0	45.2
	44.4	4415.8	23.1	29.2
	39.2	6995.8	25.0	22.2
1000	34.5	299.9	42.0	42.6
	29.9	730.7	32.4	26.3
	24.8	2454.8	23.5	20.4
	19.6	20595.6	30.9	14.0
1050	24.5	549.2	44	29
	19.6	1150.2	26	30
	14.7	5732.0	23	19

Table 7 Creep rupture data of plates of a Ni-Cr-W alloy

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)
900	63.7	1036.8	48.8	42.5
	53.9	3220.6	48.6	42.2
	44.1	7164.8	-	-
	39.2	11718.0	34.5	26.8
1000	34.3	553.2	41.0	35.1
	29.4	1316.8	34.1	31.7
	24.5	2333.8	25.8	25.1
	19.6	9160.4	92.4	38.4
1050	24.5	585.5	56	37
	19.6	1326.0	37	22
	14.7	4469.8	39.8	16.7

Table 8 Creep rupture data of tubes of a Ni-Cr-W alloy

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)
900	63.7	600.4	67.5	55.5
	53.9	1540.0	53.1	39.6
	44.1	4685.9	34.1	28.4
	39.2	6573.6	-	-
1000	34.3	402.5	34.7	29.9
	29.4	840.8	33.4	26.1
	24.5	1861.8	28.3	20.9
	19.6	2971.1	19.1	15.1
1050	24.5	263.9	27	24
	19.6	727.3	18	21
	14.7	1833.4	37.6	7.4

Table 9 Summary of TTP(Time-Temperature Parameter) analysis  
for creep rupture data of a Ni-Cr-W alloy

		LMP-1	LMP-2	OSDP-1	OSDP-2	Comment
Heat treatment A	Stress(MPa)*	8.52	<u>4.07</u>	8.45	-	
	SEE	0.097	0.064	0.121	0.065	
	F test	○	○	○	○	
Heat treatment B	Stress(MPa)*	9.13	<u>5.48</u>	9.05	-	
	SEE	0.103	0.071	0.129	0.074	
	F test	○	○	○	○	
Heat treatment C	Stress(MPa)*	<u>10.83</u>	10.19	10.77	9.23	
	SEE	0.057	0.054	0.083	0.060	
	F test	○		○	○	
Heat treatment D	Stress(MPa)*	12.99	13.48	12.92	13.03	
	SEE	0.171	0.173	0.168	0.180	
	F test	○		○		
Heat treatment D	Stress(MPa)*	<u>12.23</u>	13.99	12.51	13.65	correction for abnormal creep
	SEE	0.128	0.109	0.115	0.112	
	F test	○		○		
Plate	Stress(MPa)*	11.15	11.06	11.10	10.30	
	SEE	0.061	0.065	0.071	0.065	
	F test	○		○		
Plate	Stress(MPa)*	<u>10.09</u>	10.05	10.07	9.14	correction for abnormal creep
	SEE	0.073	0.078	0.073	0.069	
	F test	○		○		
Tube	Stress(MPa)*	8.57	<u>5.93</u>	8.51	-	
	SEE	0.082	0.060	0.105	0.060	
	F test	○	○	○	○	

\*: Stress for a  $1 \times 10^5$  h life at 1000°C

Table 10 Results of Larson-Miller parameter fit for  
creep rupture times of a Ni-Cr-W alloy

	Degree	Parameter Constants	SEE	Stress for a $1 \times 10^5$ h life at 1000°C (MPa)
Heat treatment A	2	14.695981	0.064	4.1
Heat treatment B	2	15.365570	0.071	5.5
Heat treatment C	1	14.446976	0.057	10.8
Heat treatment D	1	17.105267	0.128	12.2
Plate	1	14.845122	0.073	10.1
Tube	2	15.344085	0.060	5.9



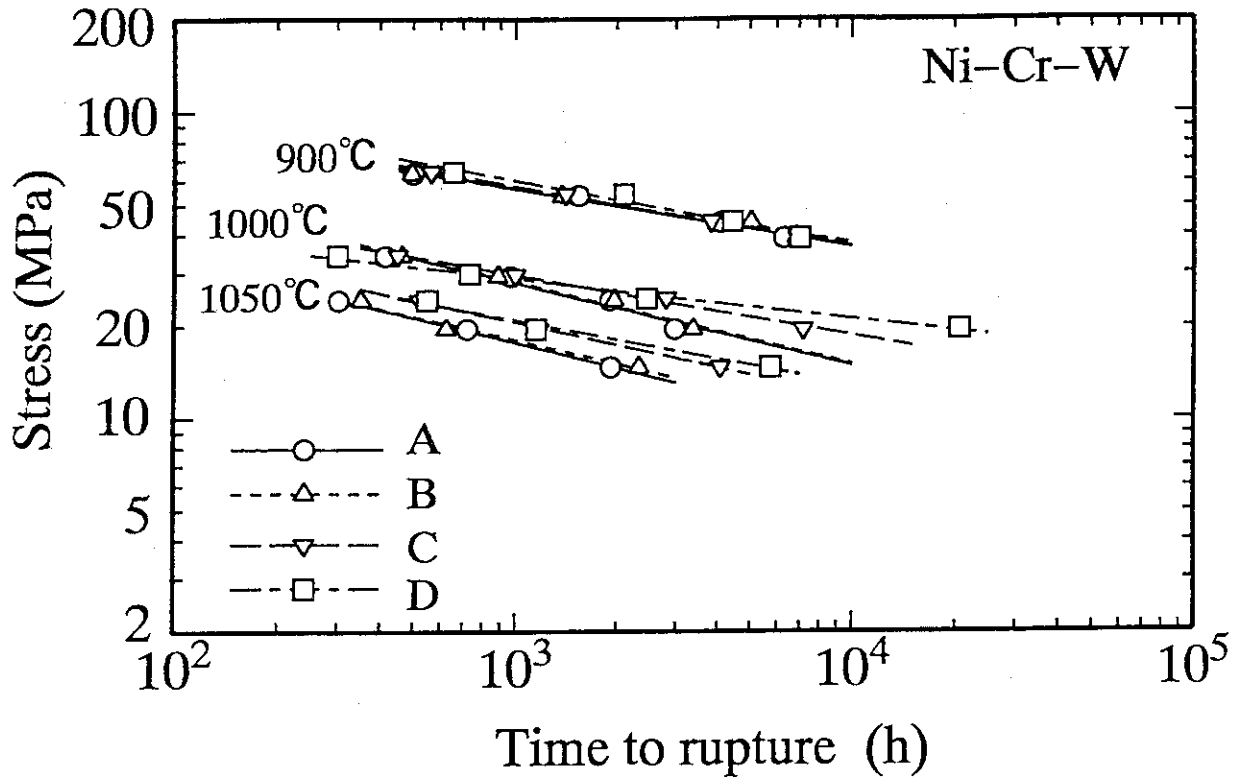


Fig. 1 Stress versus time to rupture in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment A to D.

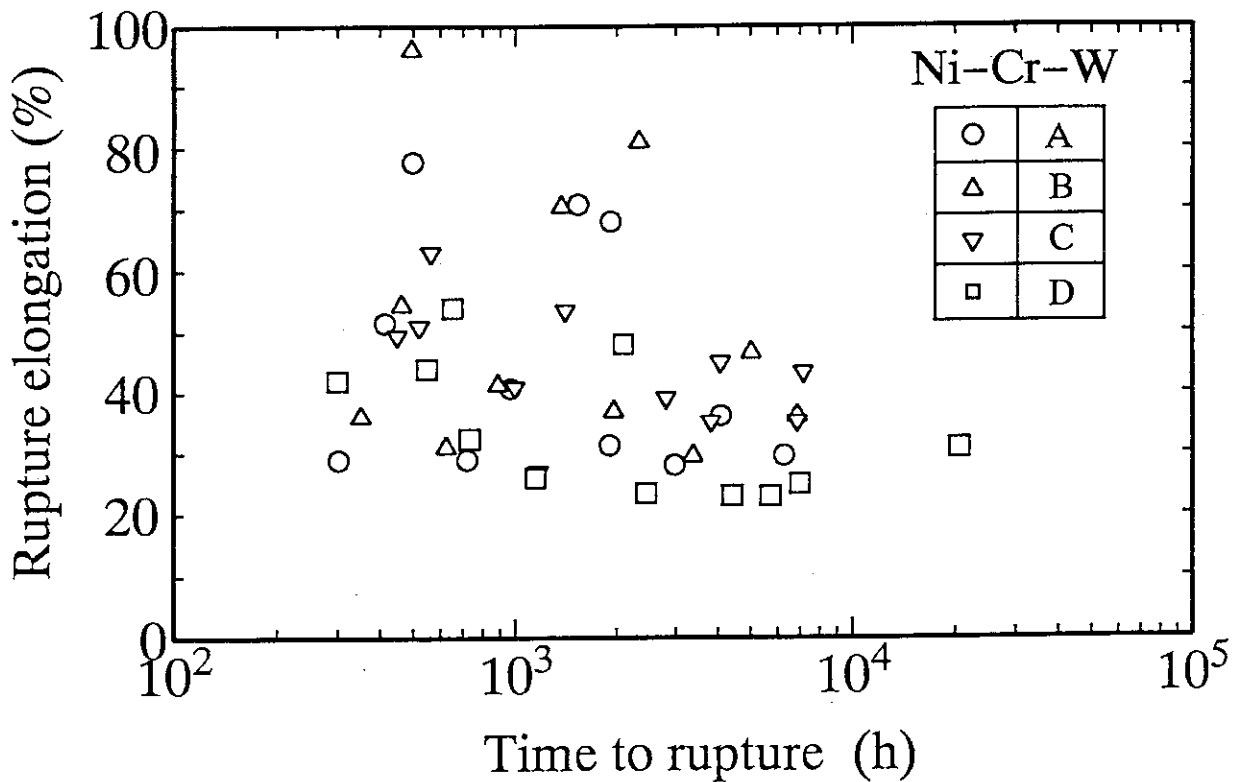


Fig. 2 Rupture elongation versus time to rupture in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment A to D.

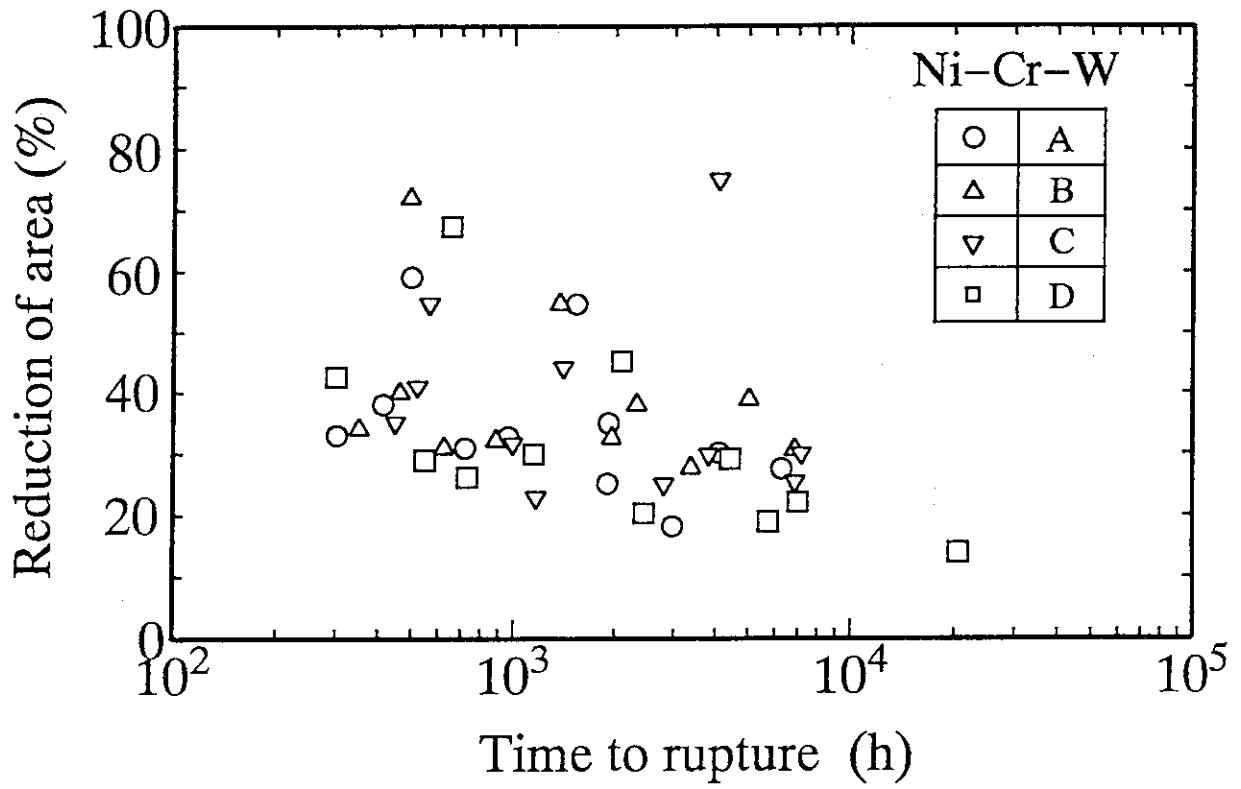


Fig. 3 Reduction of area versus time to rupture in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment A to D.

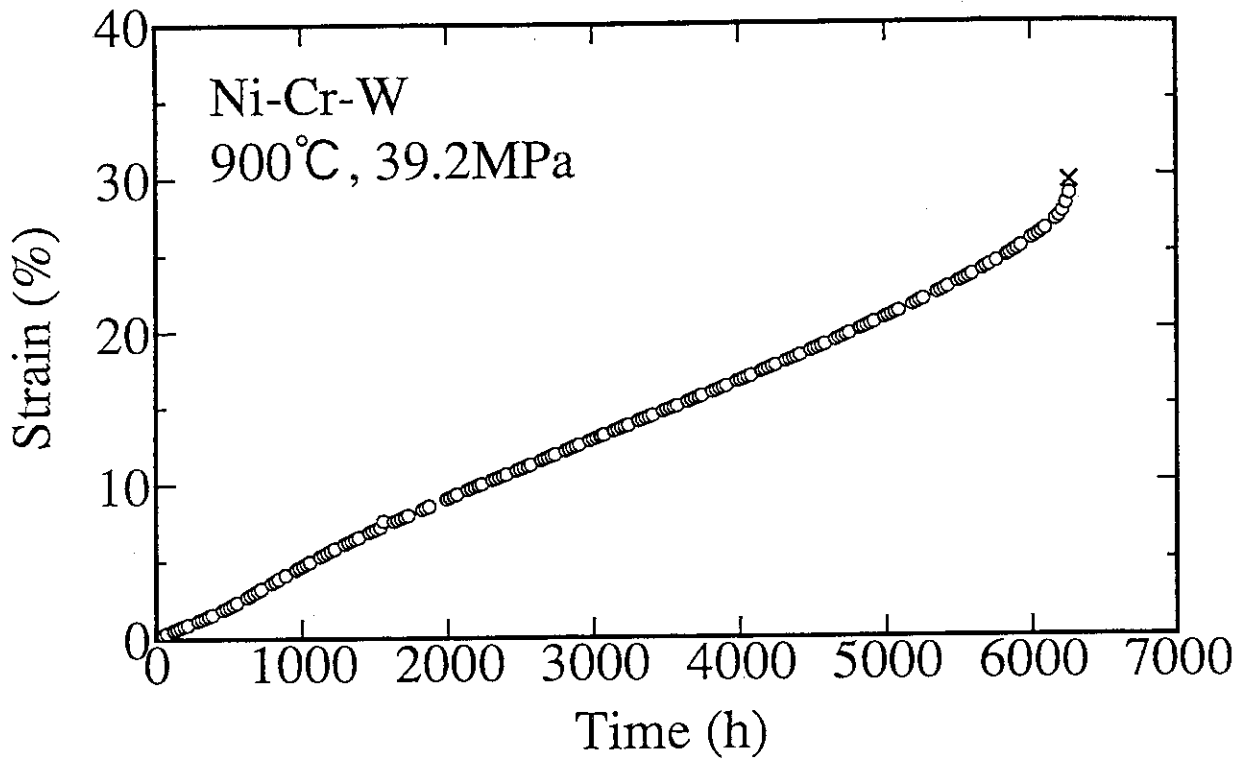


Fig. 4(a) Creep curve at 900°C under 39.2MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment A.

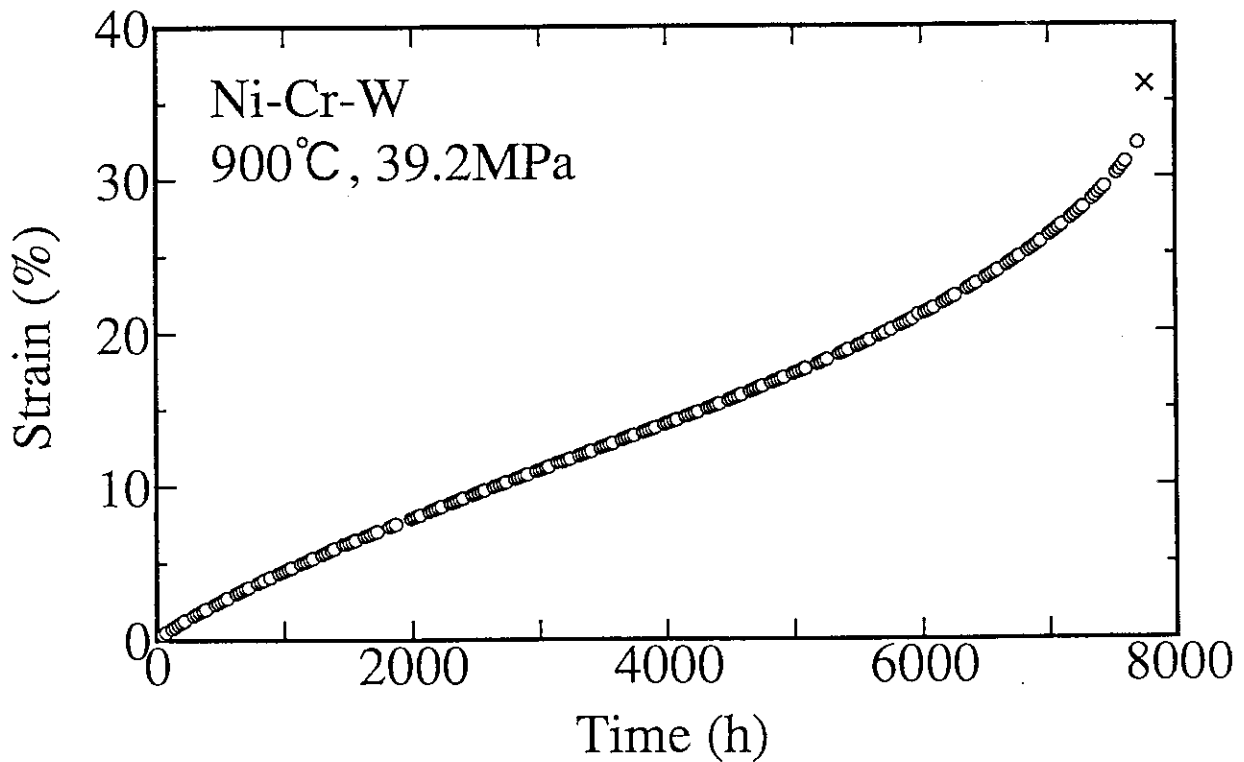


Fig. 4(b) Creep curve at 900°C under 39.2MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment B.

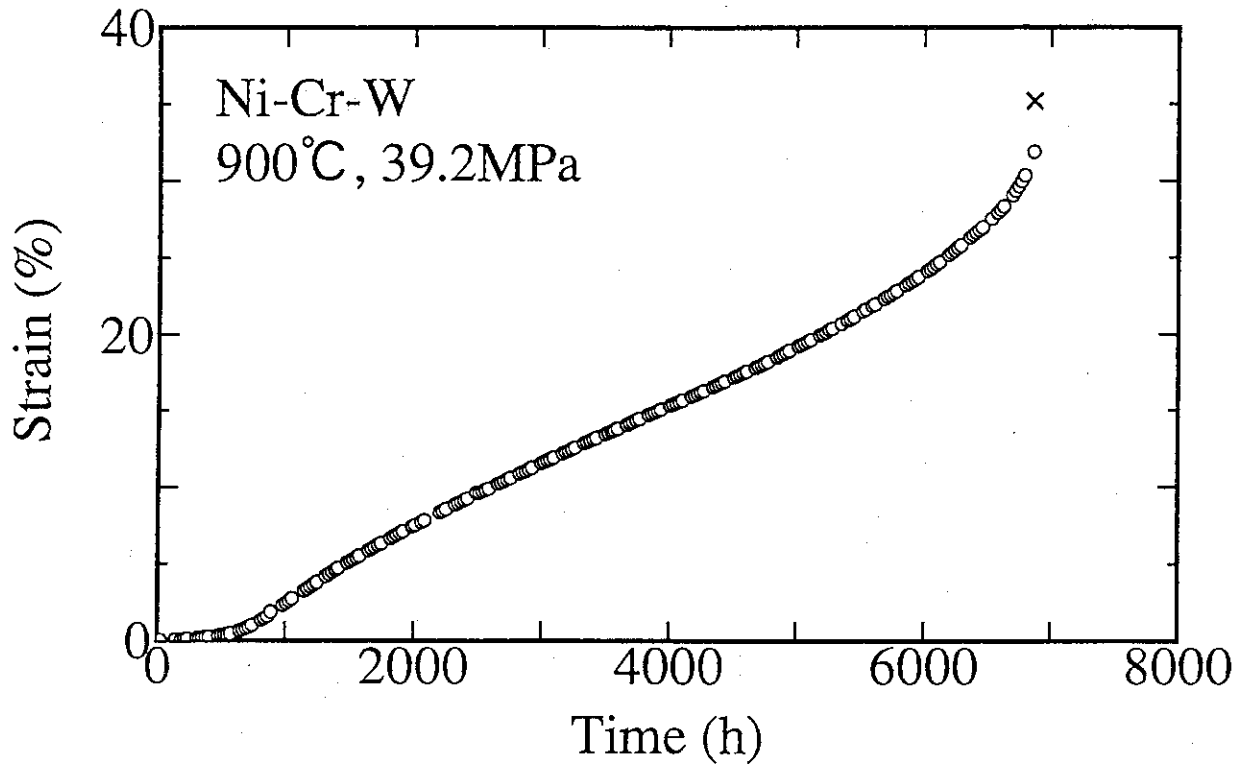


Fig. 4(c) Creep curve at 900°C under 39.2MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment C.

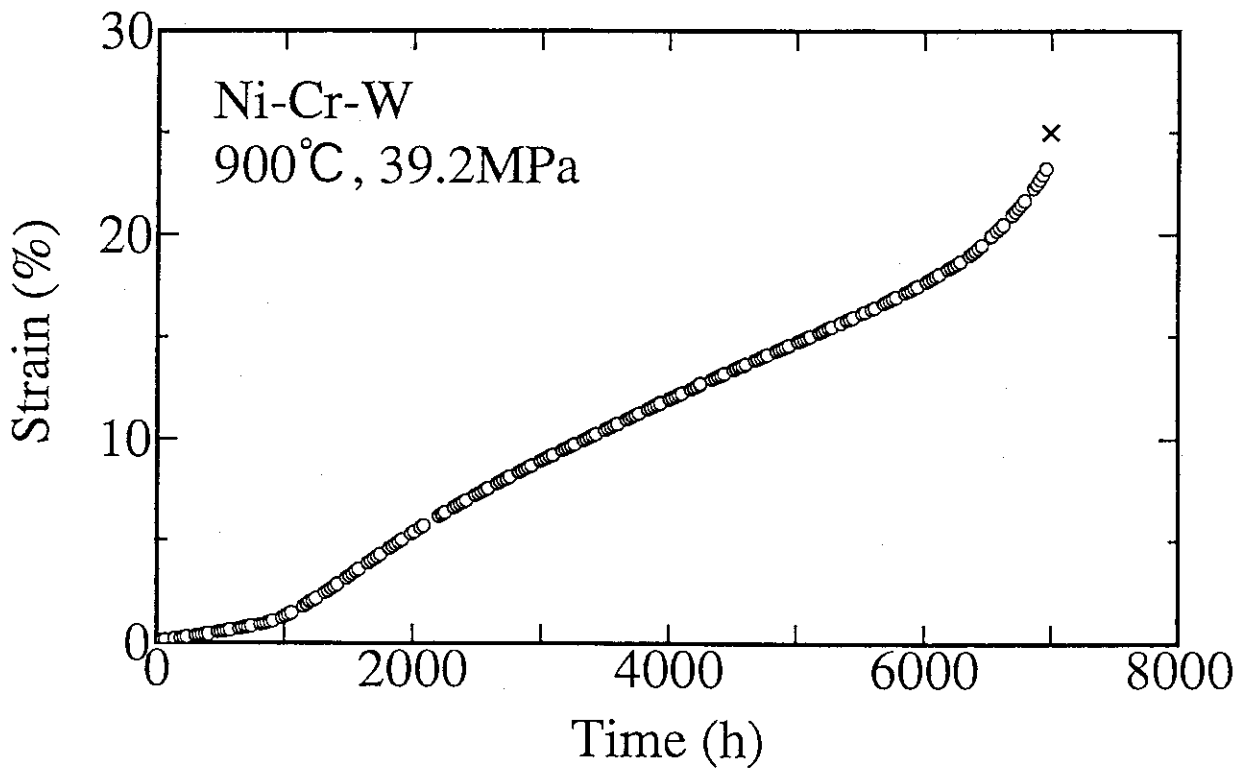


Fig. 4(d) Creep curve at 900°C under 39.2MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment D.

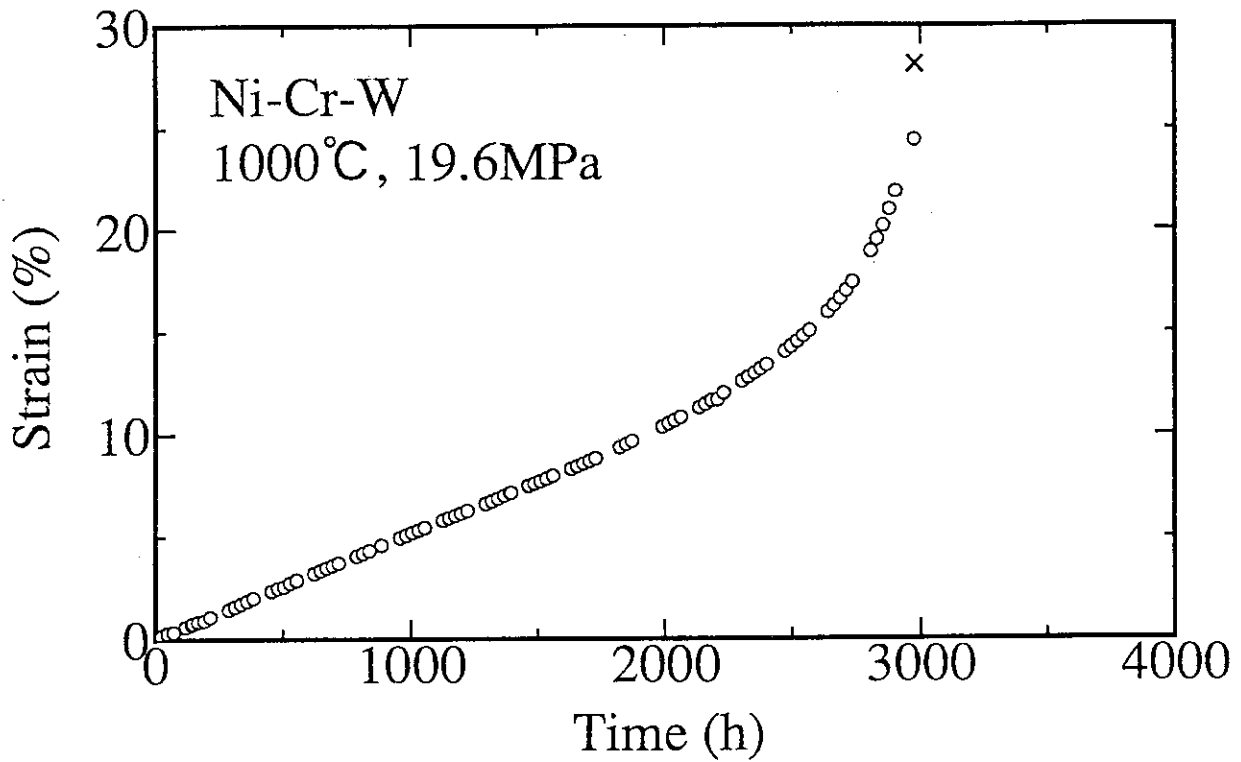


Fig. 4(e) Creep curve at 1000°C under 19.6MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment A.

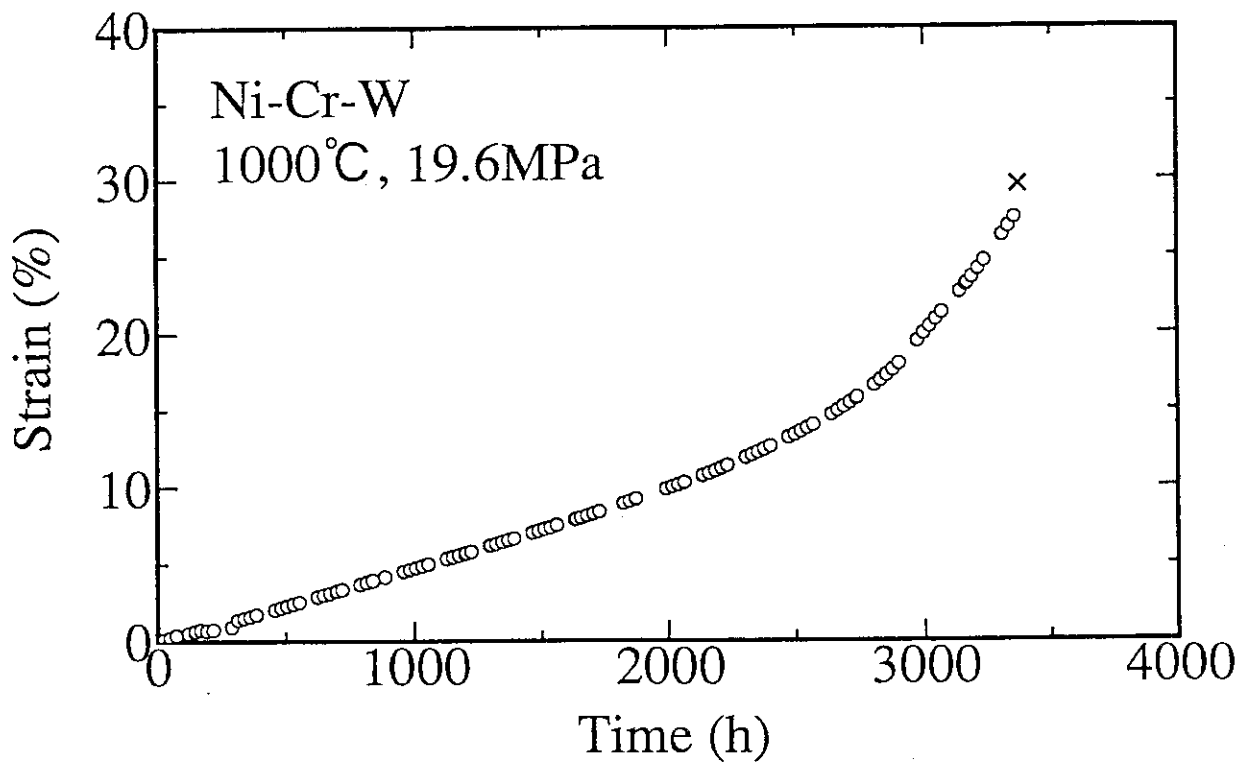


Fig. 4(f) Creep curve at 1000°C under 19.6MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment B.

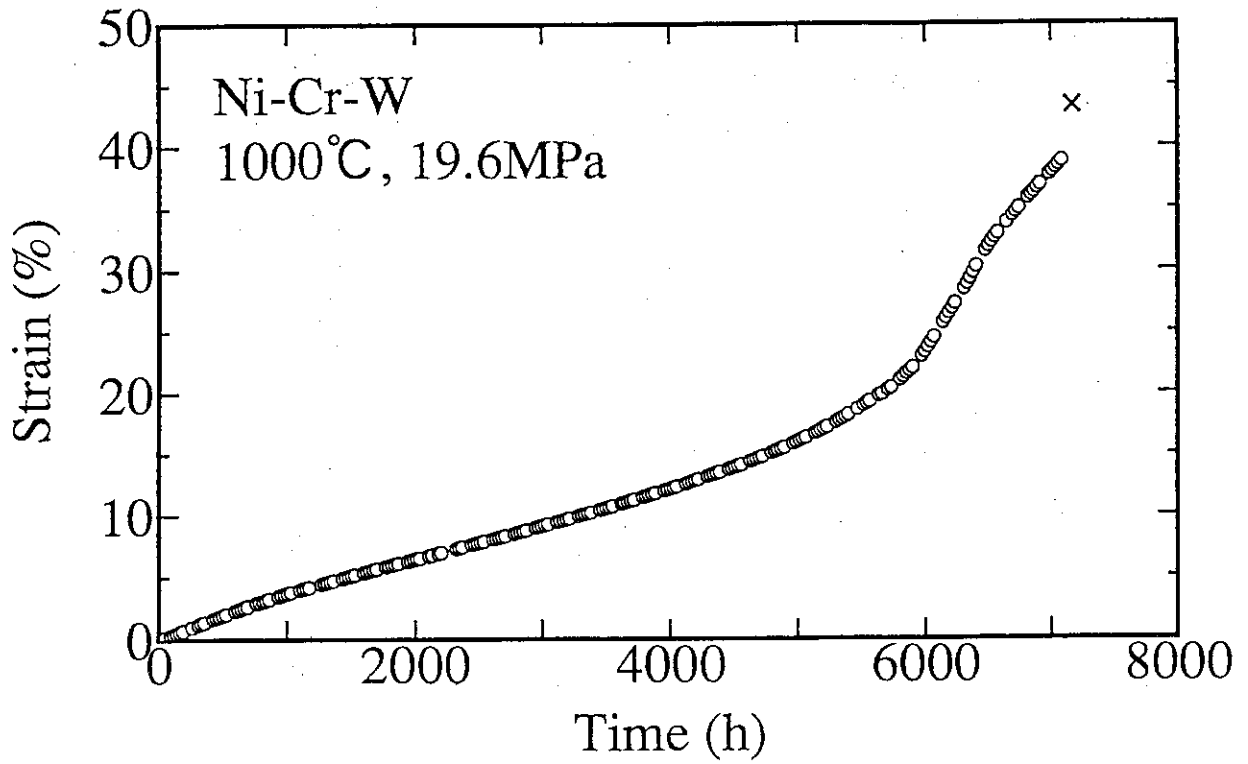


Fig. 4(g) Creep curve at 1000°C under 19.6MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment C.

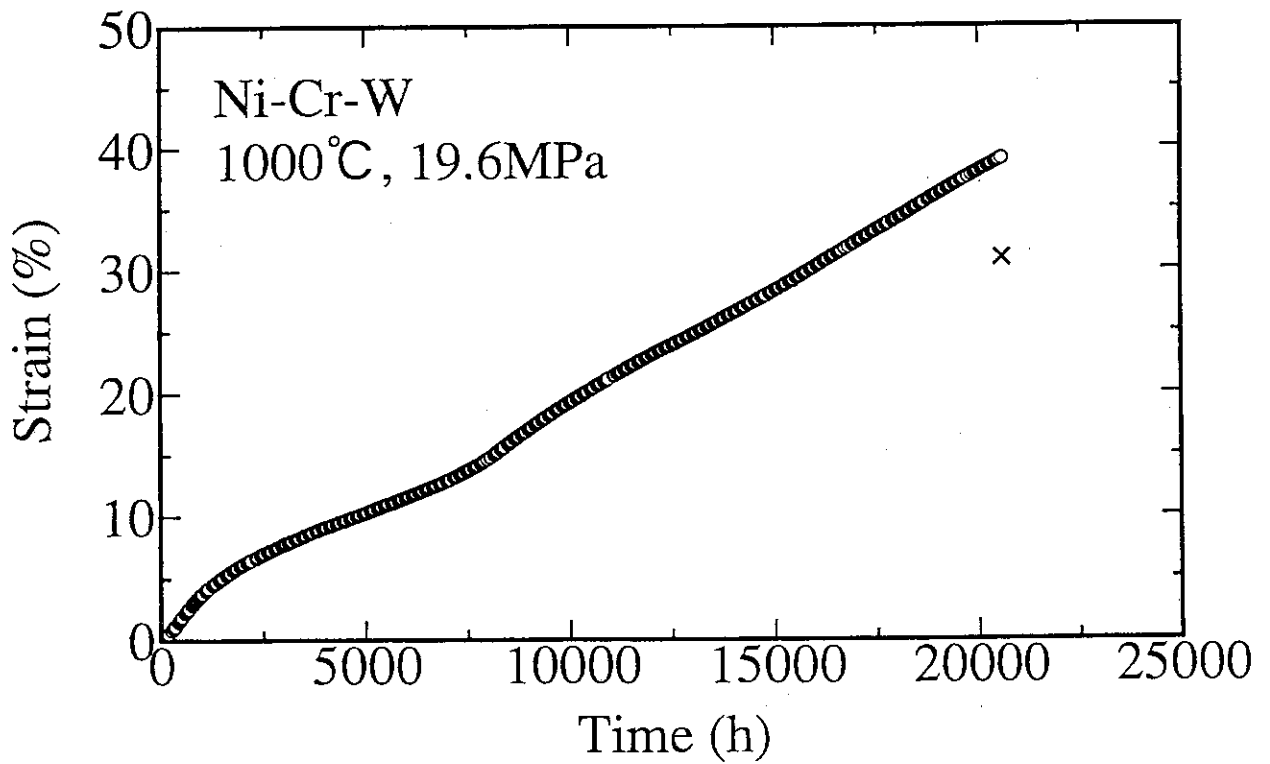


Fig. 4(h) Creep curve at 1000°C under 19.6MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment D.

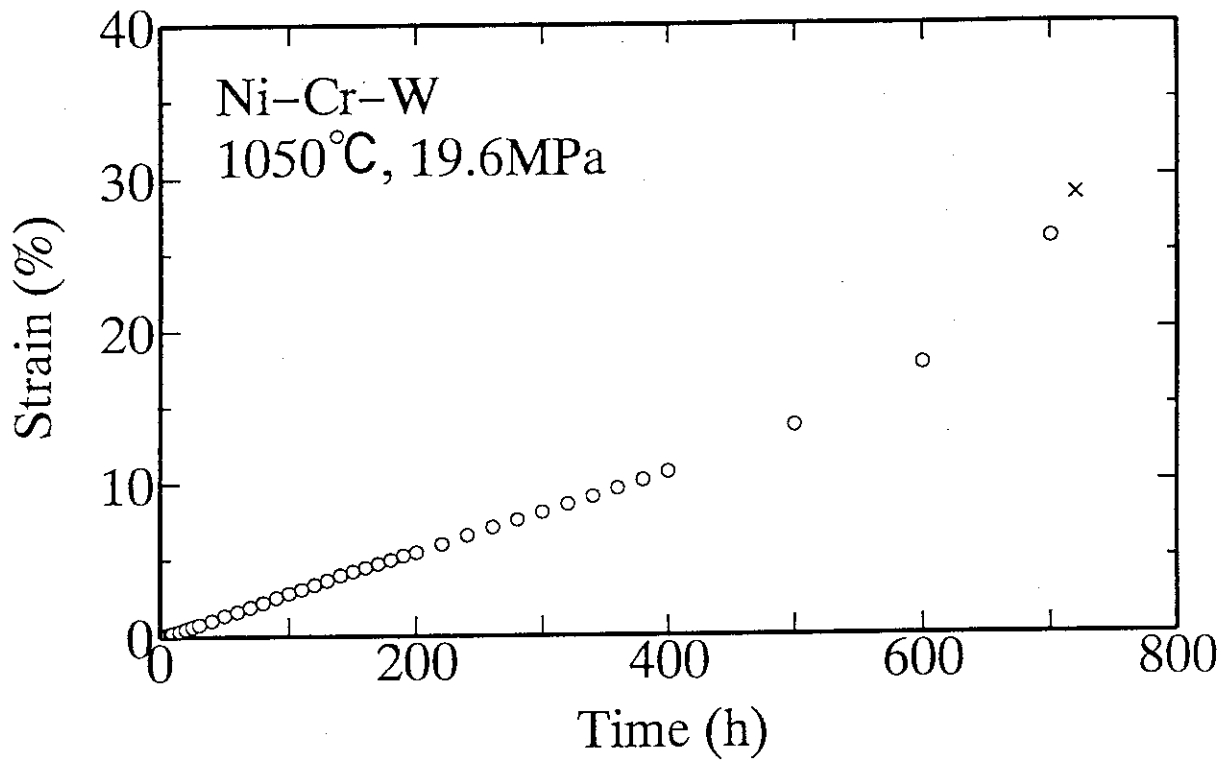


Fig. 4(i) Creep curve at 1050°C under 19.6MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment A.

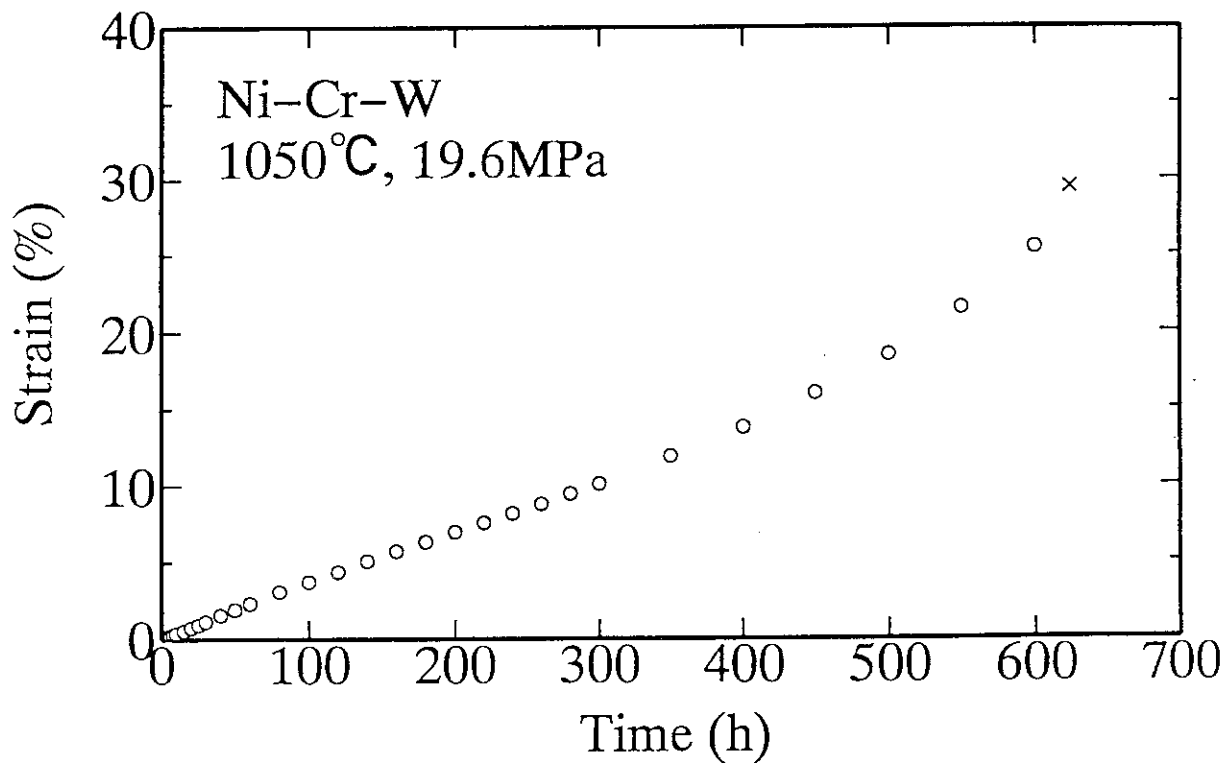


Fig. 4(j) Creep curve at 1050°C under 19.6MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment B.

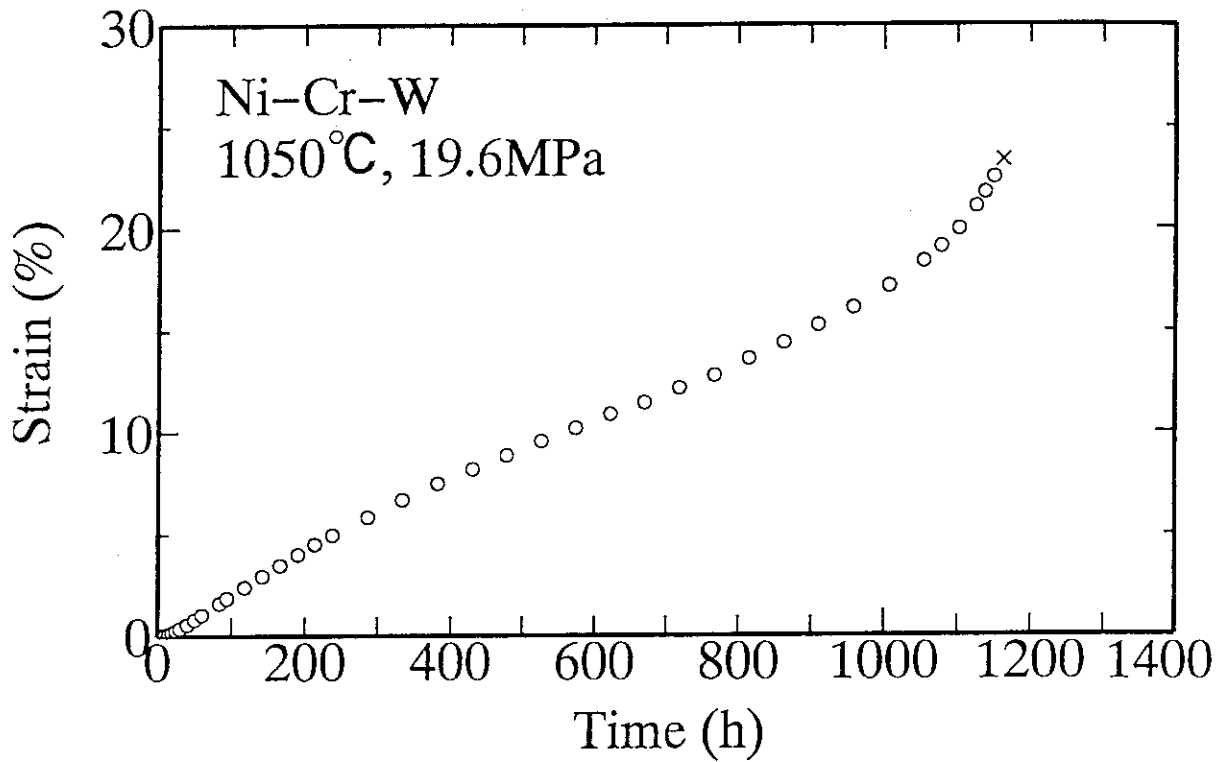


Fig. 4(k) Creep curve at 1050°C under 19.6MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment C.

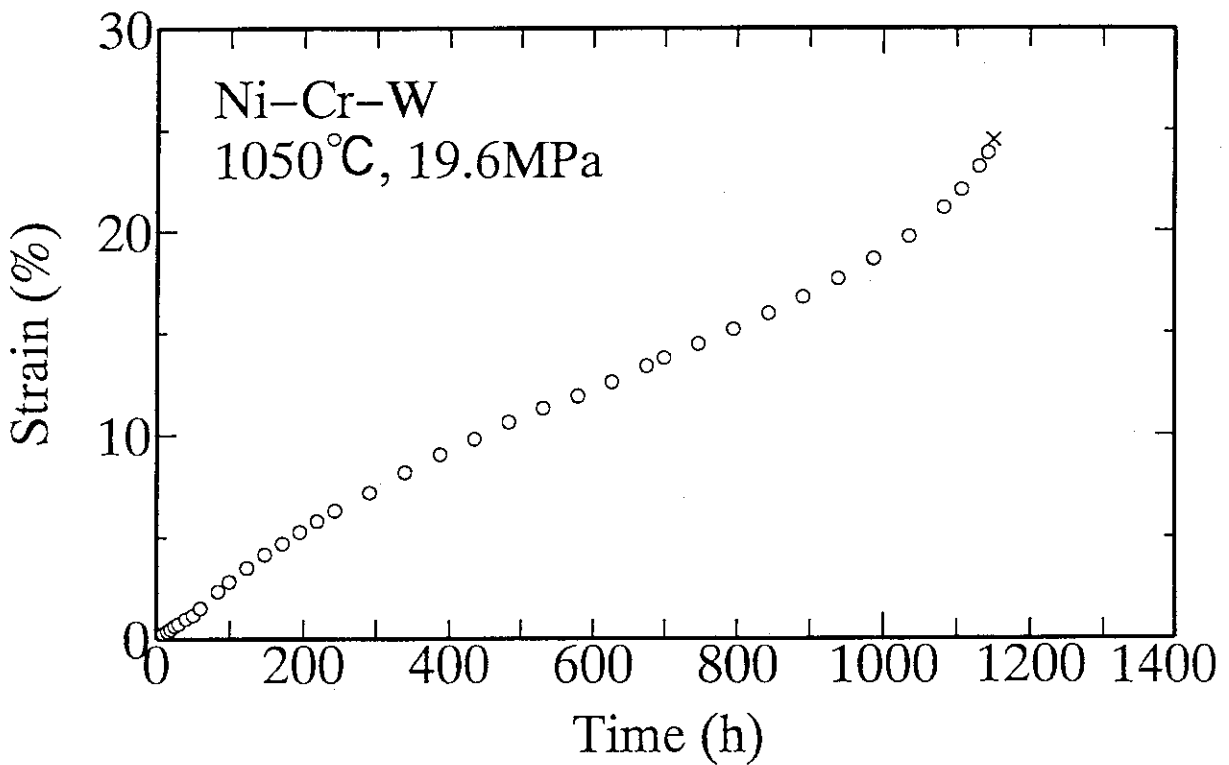


Fig. 4(l) Creep curve at 1050°C under 19.6MPa in air for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment D.



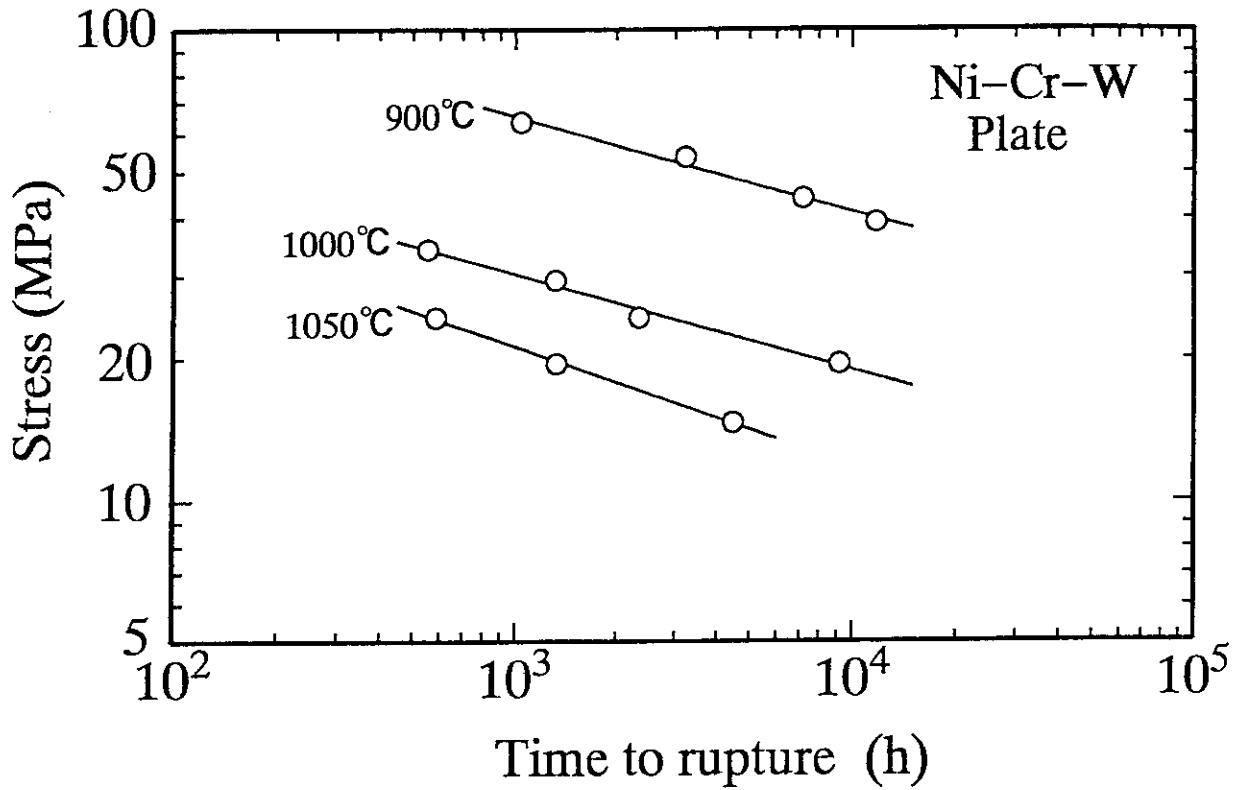


Fig. 5 Stress versus time to rupture in air for a Ni-Cr-W alloy sampled from plates.

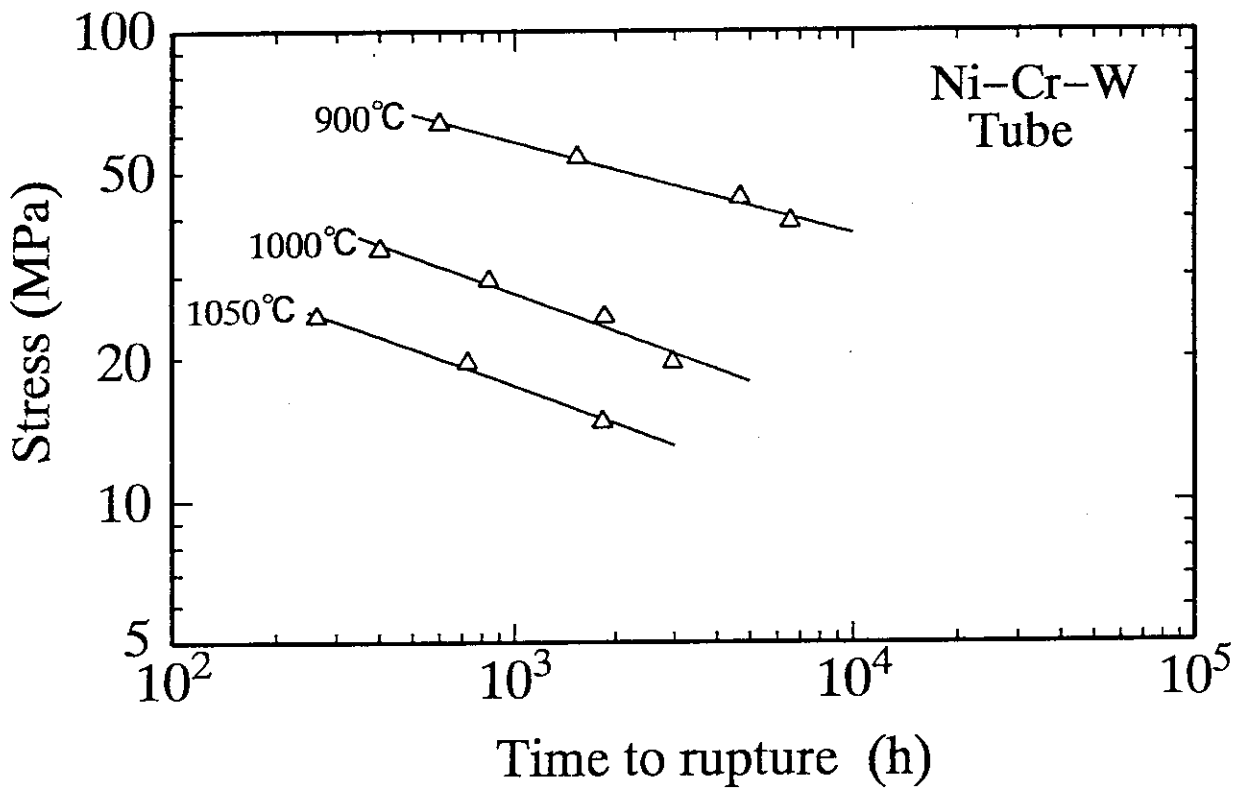


Fig. 6 Stress versus time to rupture in air for a Ni-Cr-W alloy sampled from tubes.

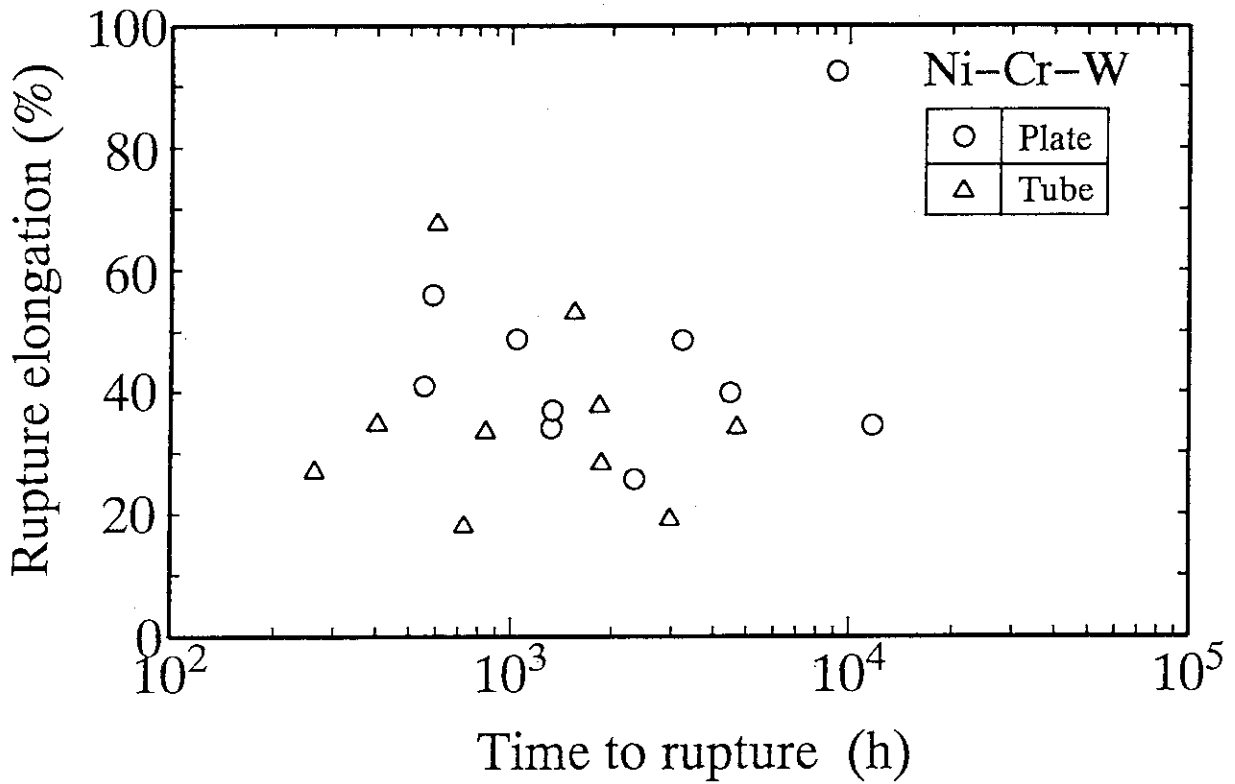


Fig. 7 Rupture elongation versus time to rupture in air for a Ni-Cr-W alloy sampled from plates and tubes.

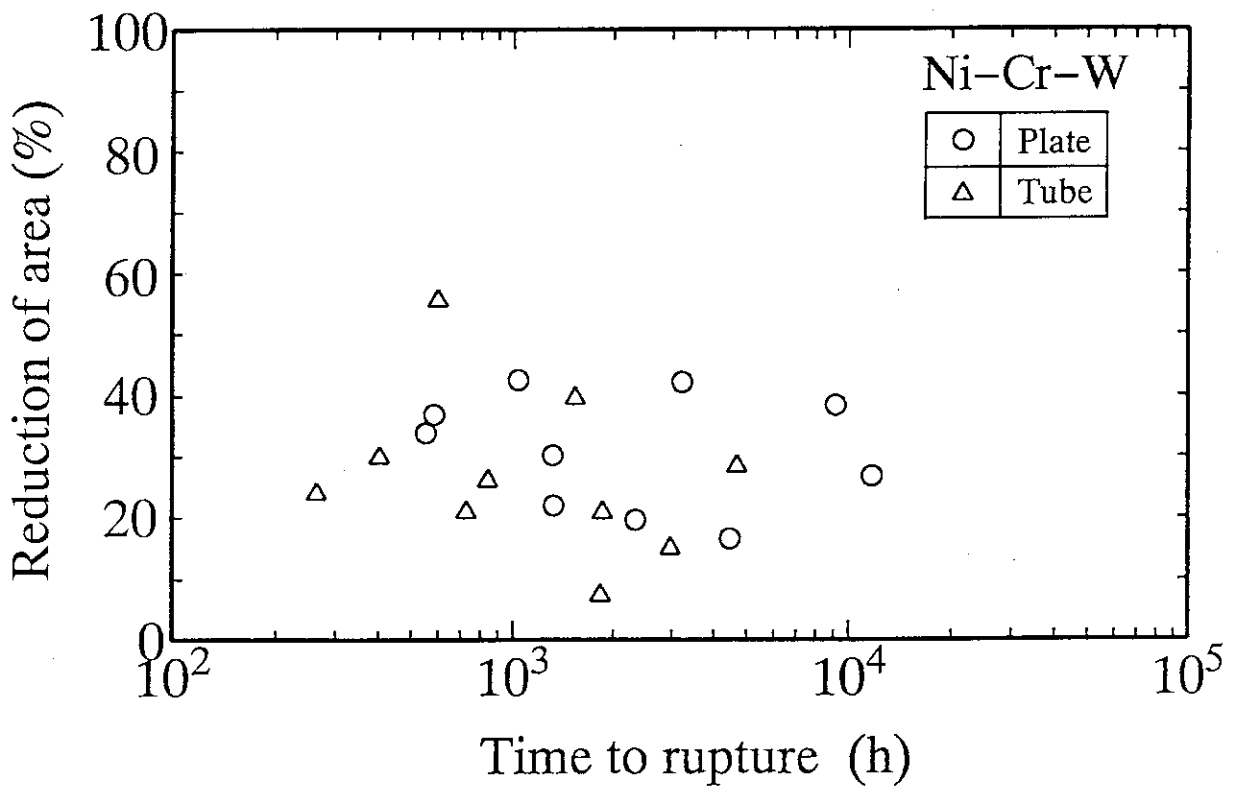


Fig. 8 Reduction of area versus time to rupture in air for a Ni-Cr-W alloy sampled from plates and tubes.

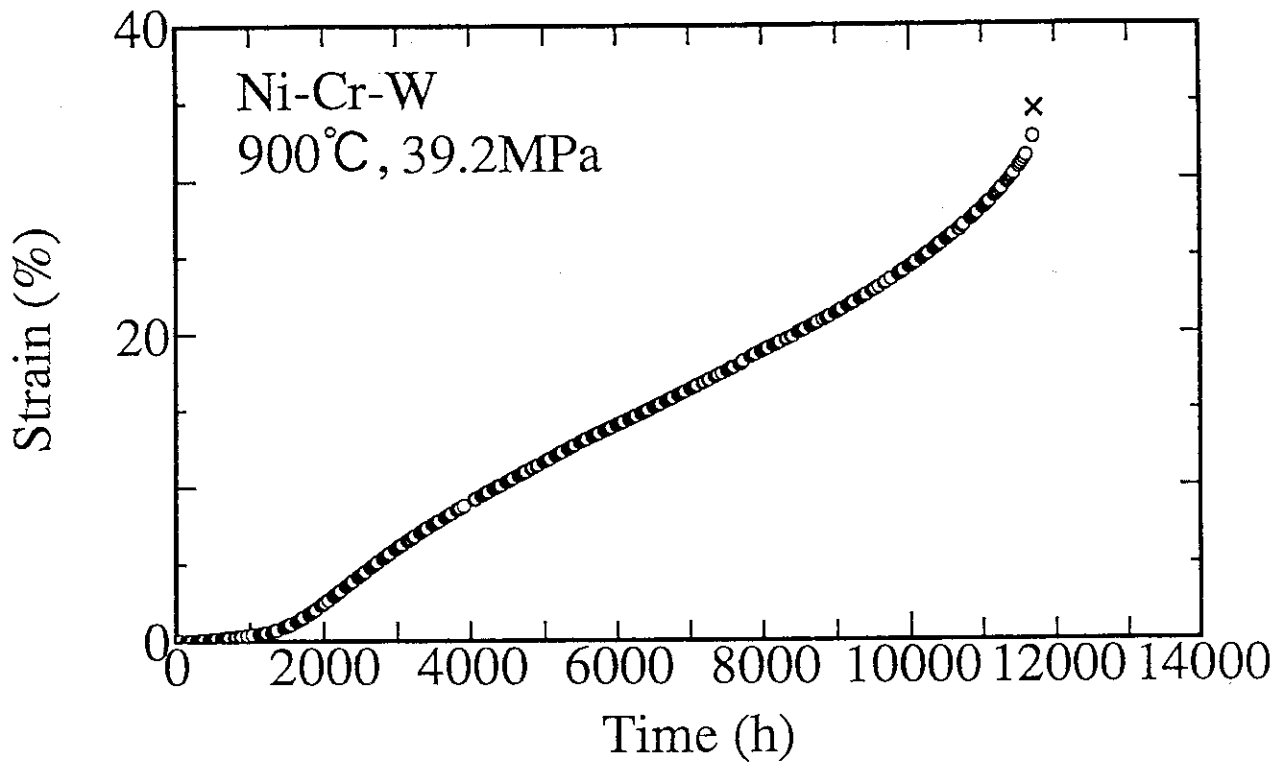


Fig. 9(a) Creep curve at 900°C under 39.2MPa in air for a Ni-Cr-W alloy sampled from plates.

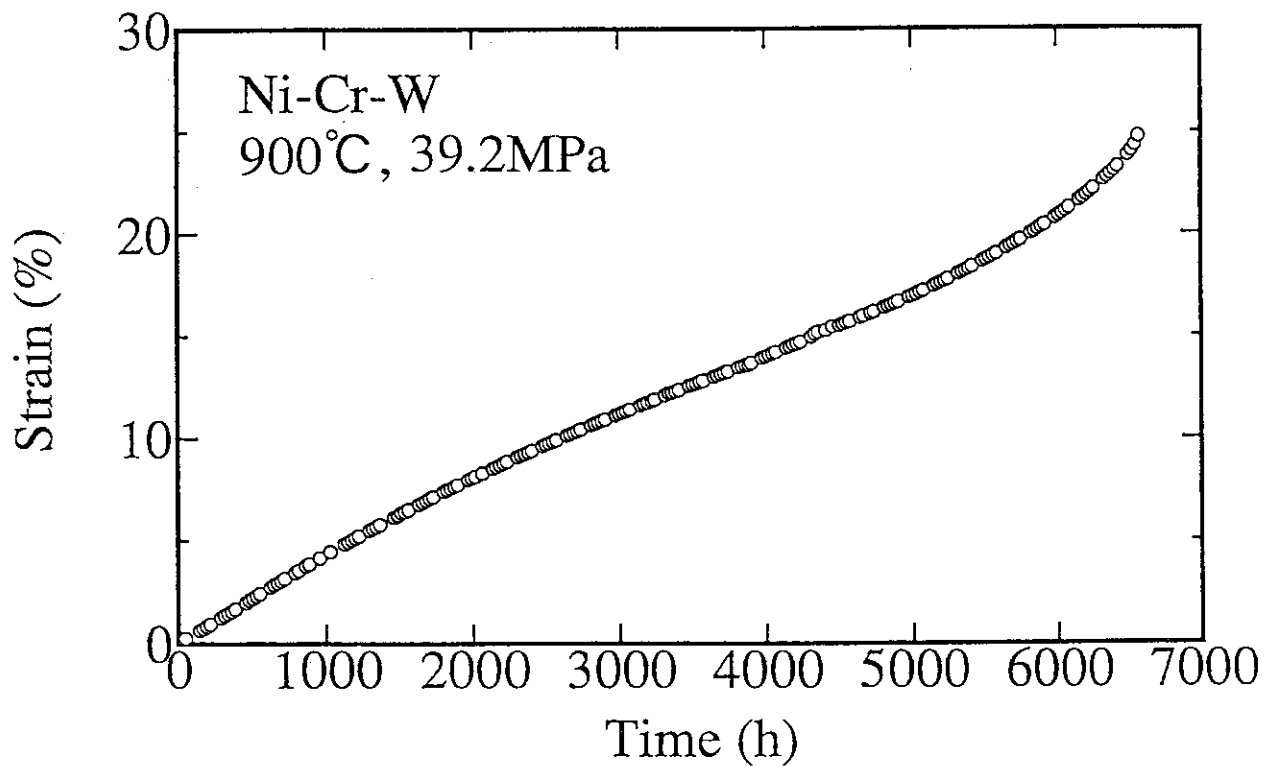


Fig. 9(b) Creep curve at 900°C under 39.2MPa in air for a Ni-Cr-W alloy sampled from tubes.

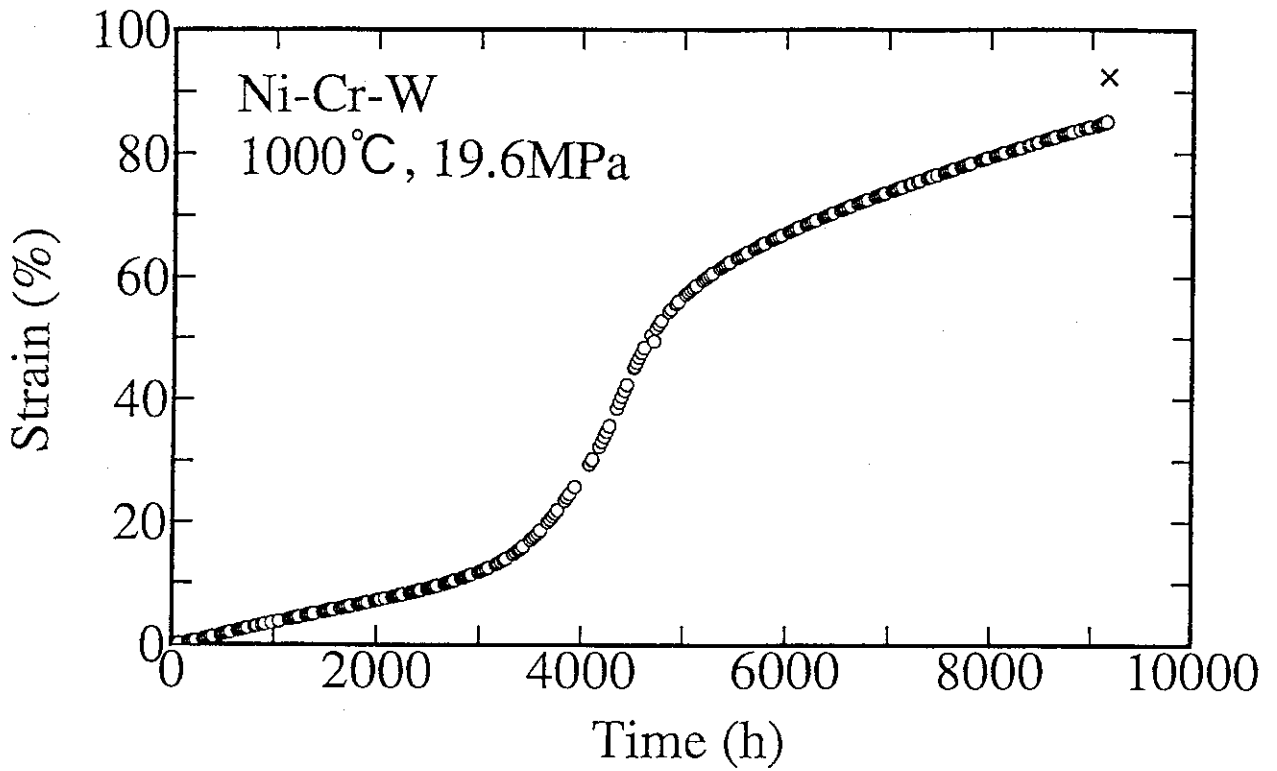


Fig. 9(c) Creep curve at 1000°C under 19.6MPa in air for a Ni-Cr-W alloy sampled from plates.

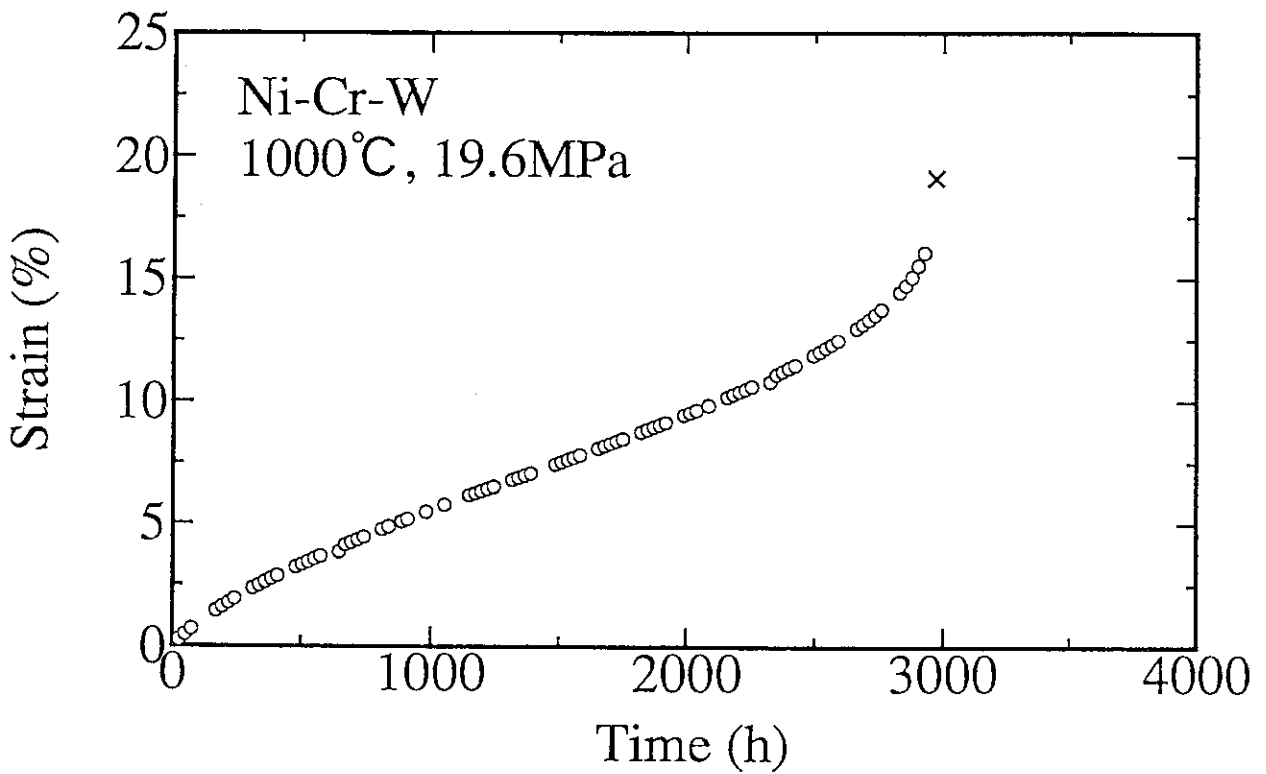


Fig. 9(d) Creep curve at 1000°C under 19.6MPa in air for a Ni-Cr-W alloy sampled from tubes.

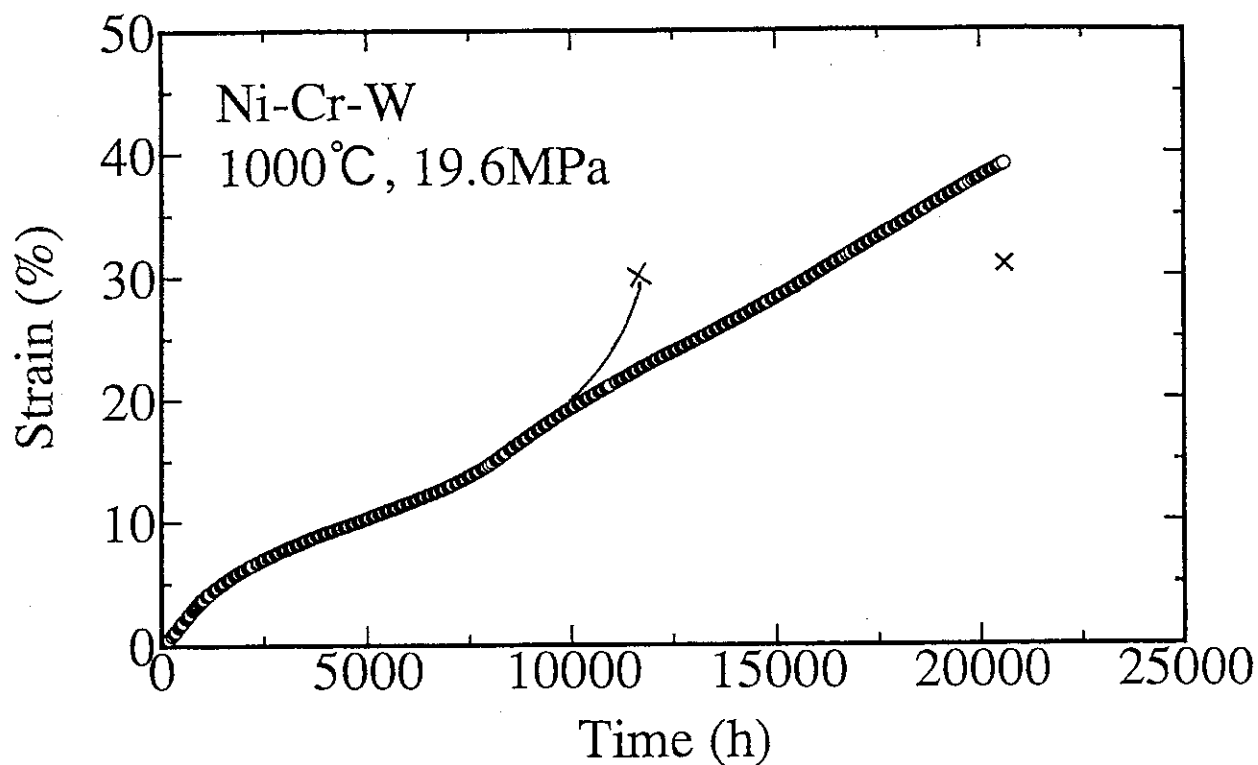


Fig. 10(a) An example of creep curve corrected for abnormal creep. The creep test for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment D was carried out at 1000°C under 19.6MPa in air.

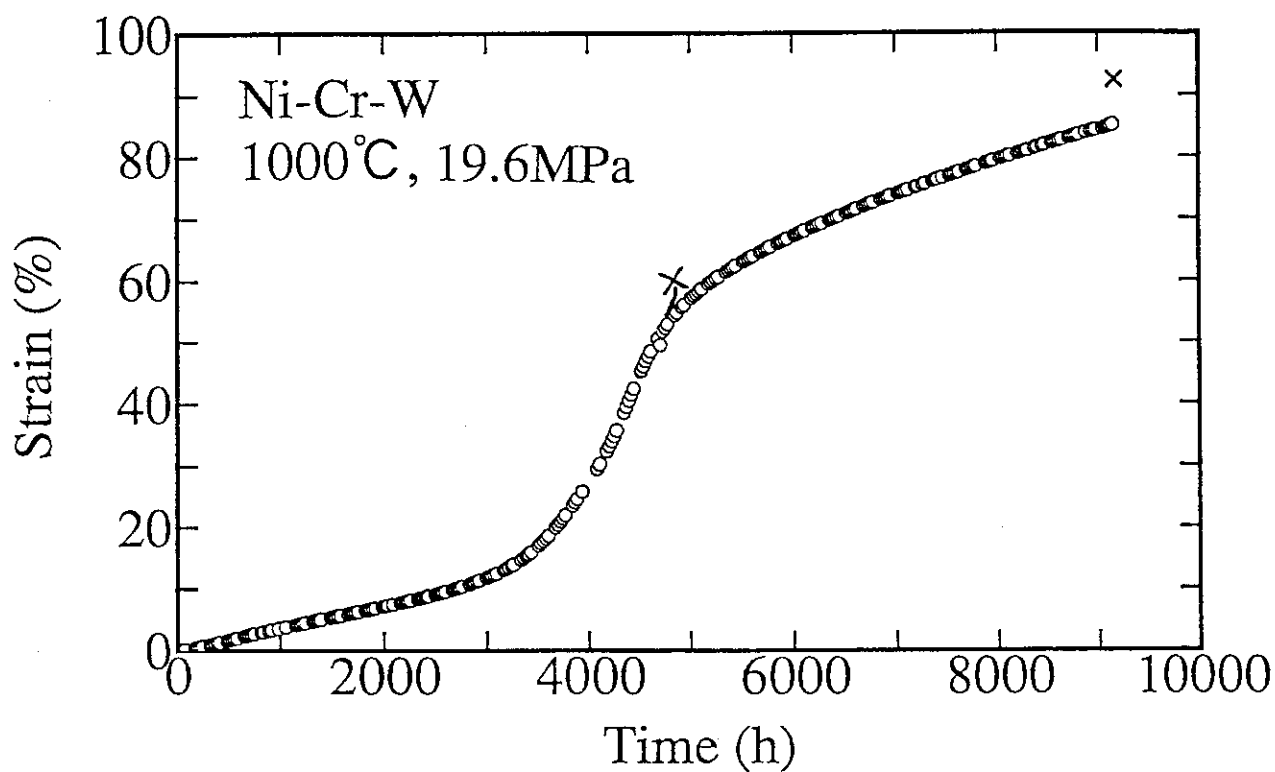


Fig. 10(b) An example of creep curve corrected for abnormal creep. The creep test for a Ni-Cr-W alloy sampled from plates was carried out at 1000°C under 19.6MPa in air.

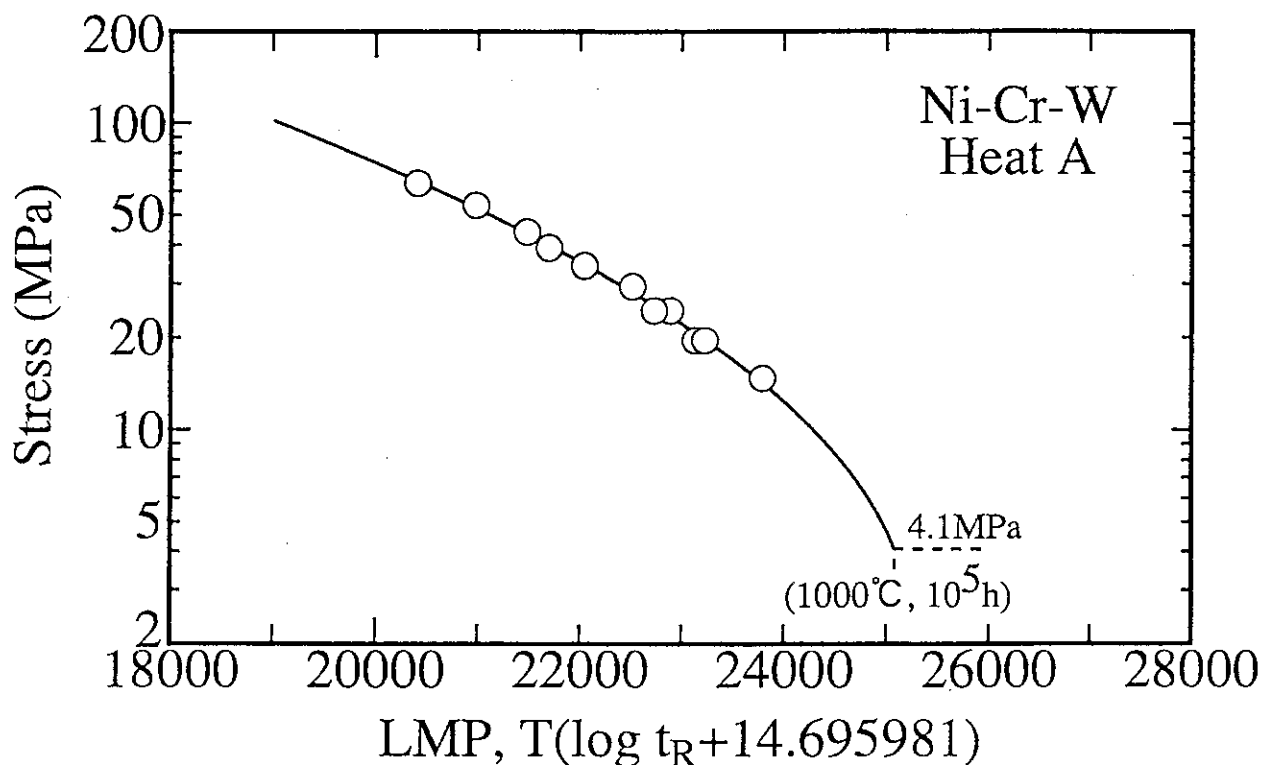


Fig. 11(a) Relationship between stress and Larson-Miller parameter (LMP) for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment A. The LMP was approximated with a quadratic equation.

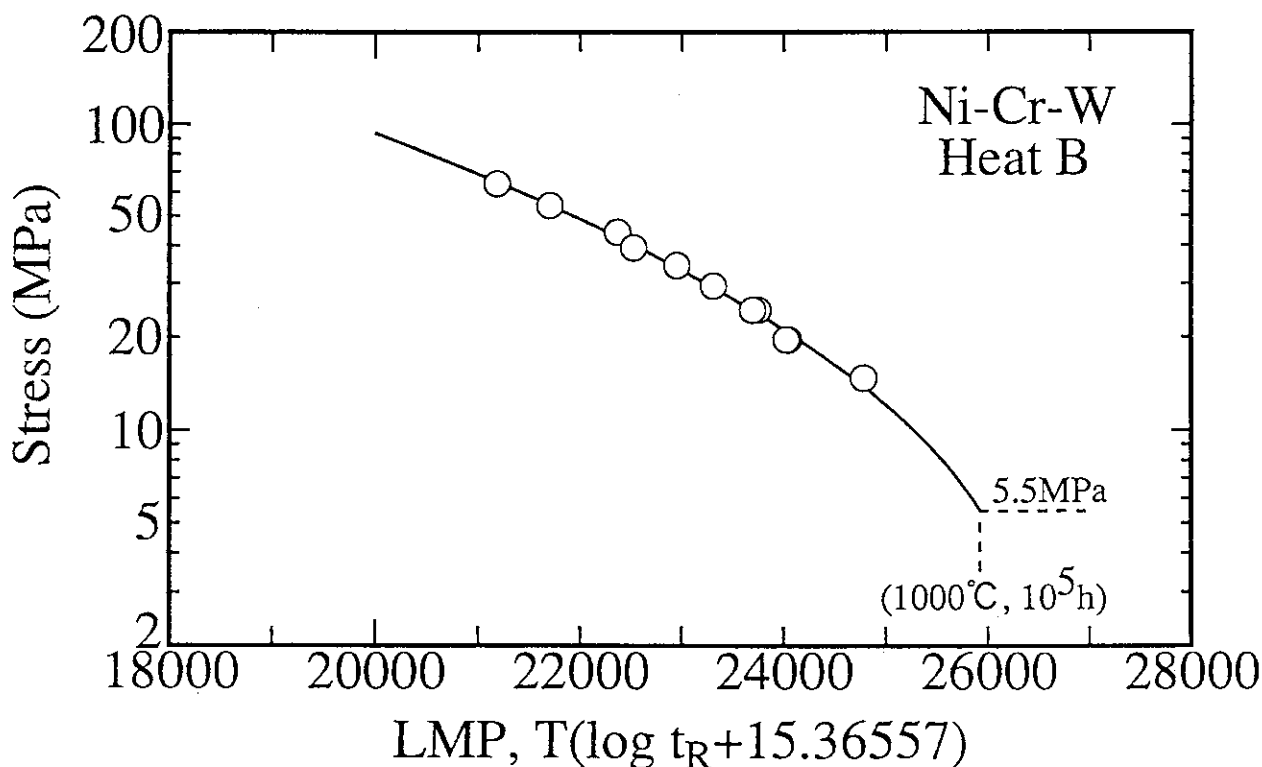


Fig. 11(b) Relationship between stress and Larson-Miller parameter (LMP) for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment B. The LMP was approximated with a quadratic equation.

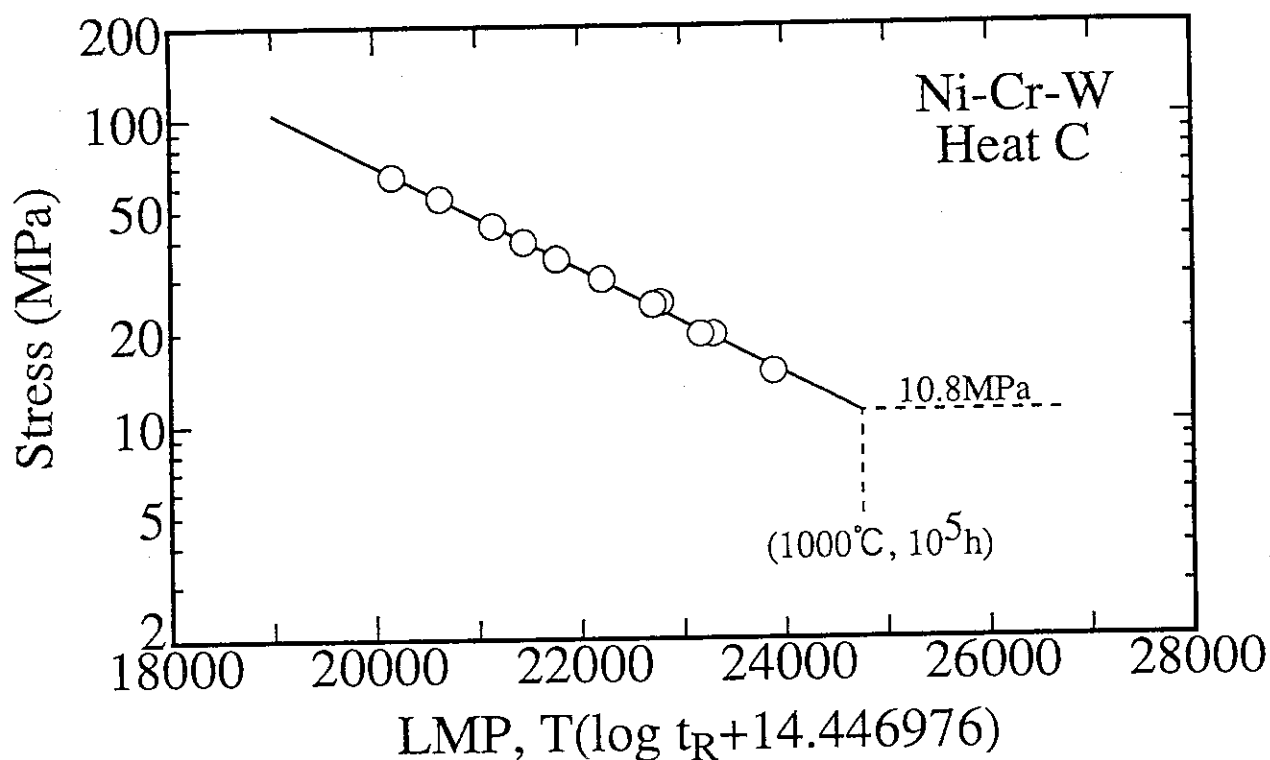


Fig. 11(c) Relationship between stress and Larson-Miller parameter (LMP) for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment C. The LMP was approximated with a simple equation.

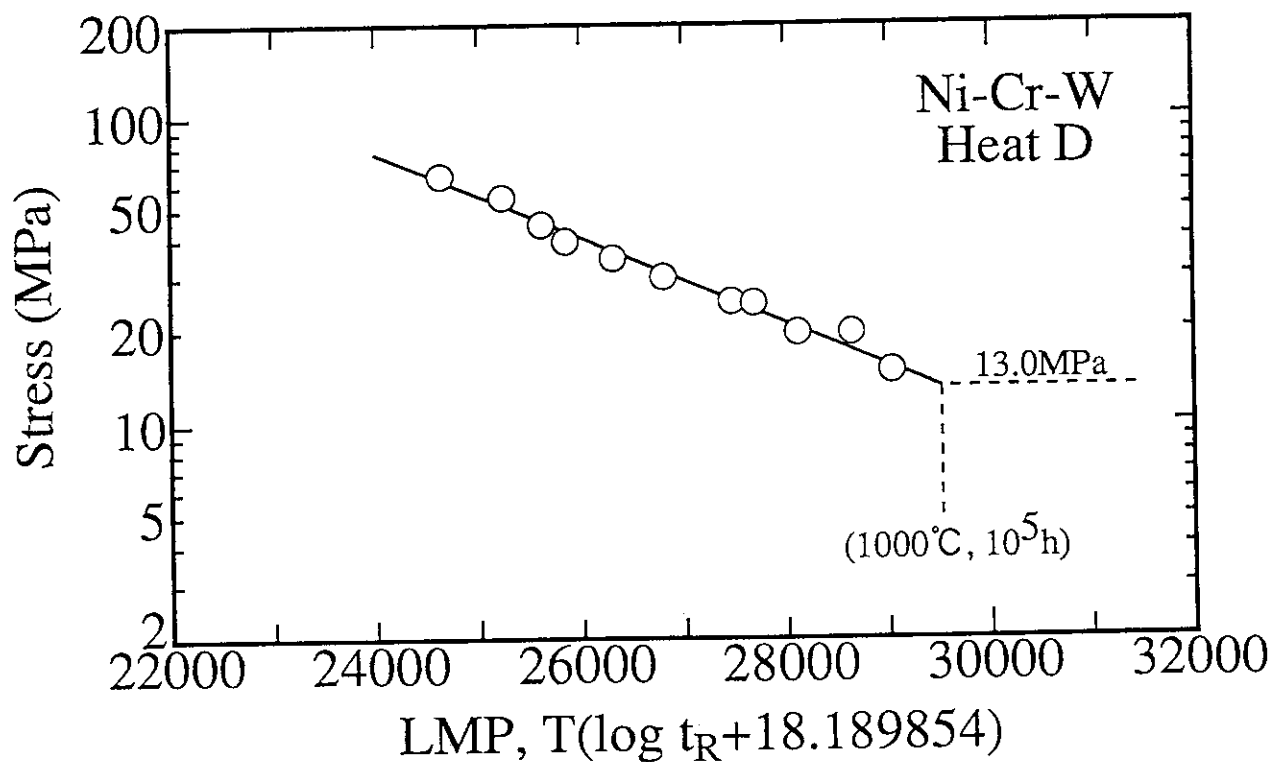


Fig. 11(d) Relationship between stress and Larson Miller parameter (LMP) for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment D. The LMP was approximated with a simple equation.

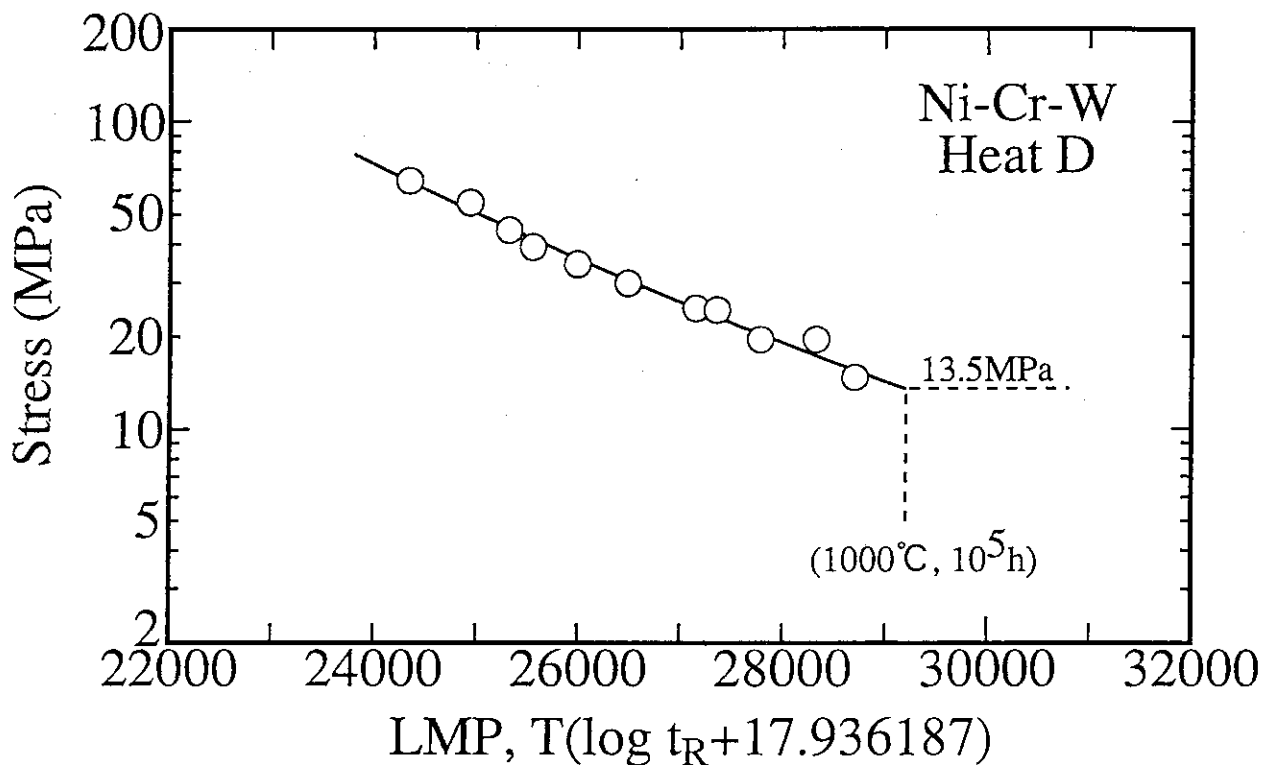


Fig. 11(e) Relationship between stress and Larson-Miller parameter (LMP) for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment D. The LMP was approximated with a quadratic equation.

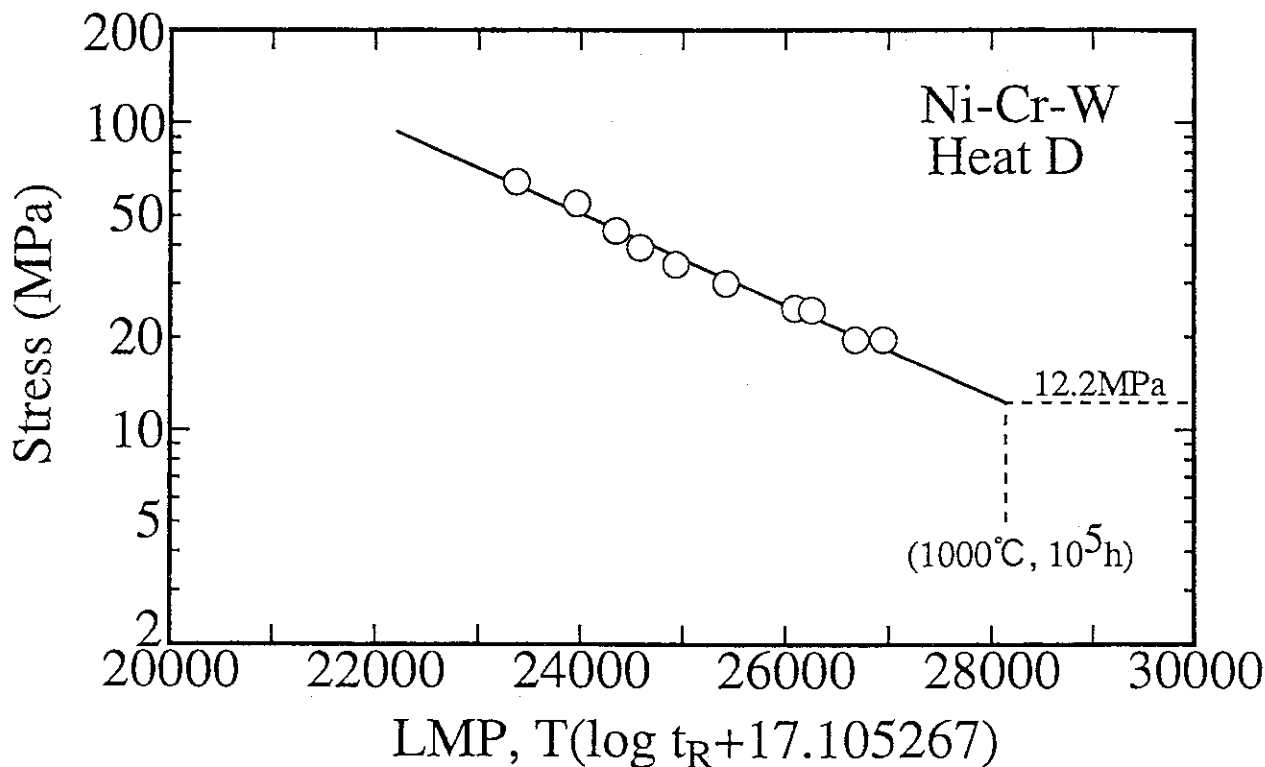


Fig. 11(f) Relationship between stress and Larson-Miller parameter (LMP) for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment D. Creep rupture time above 10000h at 1000°C was corrected for abnormal creep. The LMP was approximated with a simple equation.



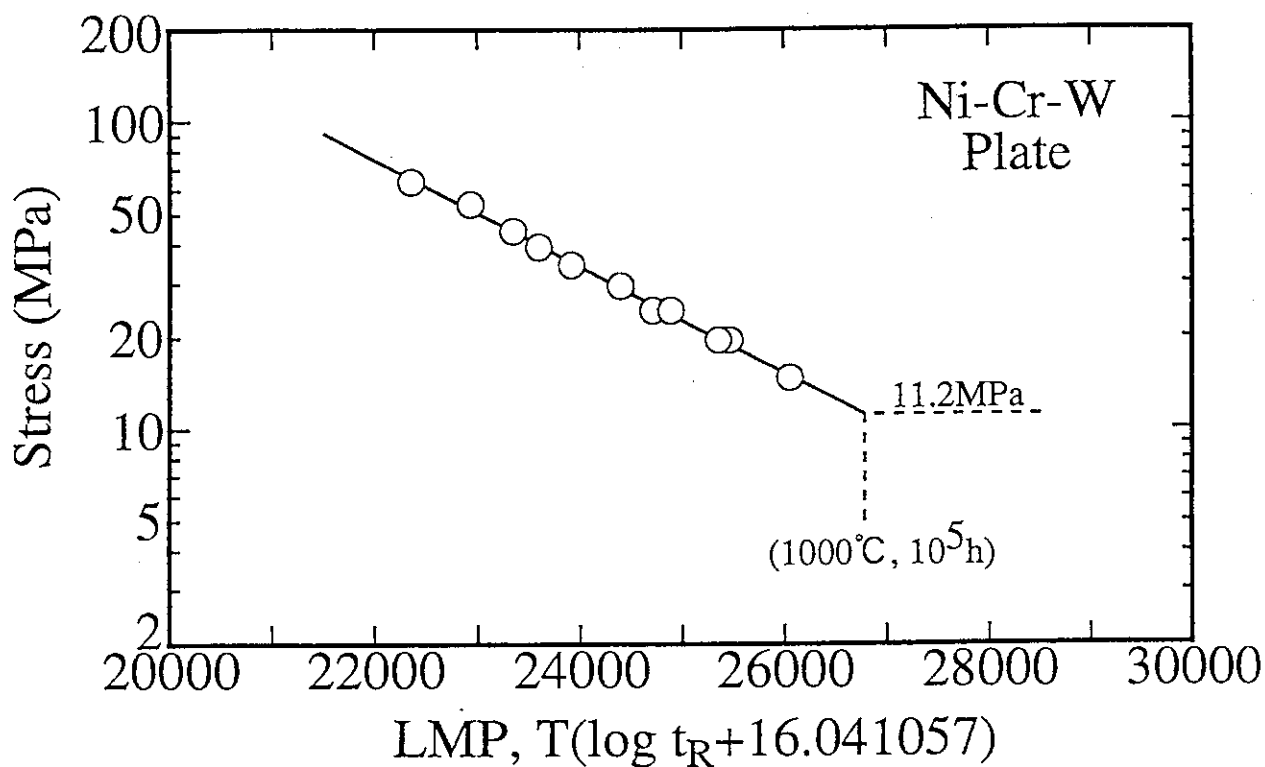


Fig. 11(g) Relationship between stress and Larson-Miller parameter (LMP) for a Ni-Cr-W alloy sampled from plates. The LMP was approximated with a simple equation.

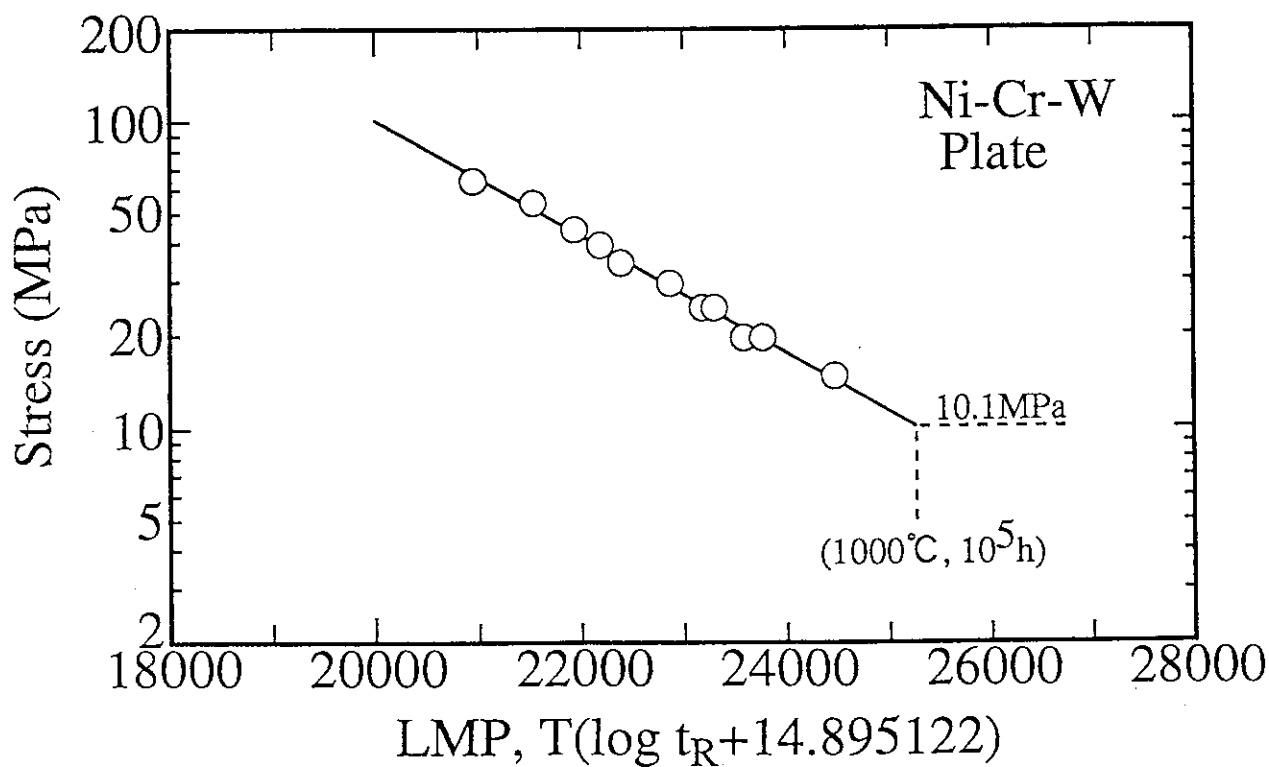


Fig. 11(h) Relationship between stress and Larson-Miller parameter (LMP) for a Ni-Cr-W alloy sampled from plates. Creep rupture time above 10000h at 1000°C was corrected for abnormal creep. The LMP was approximated with a simple equation.

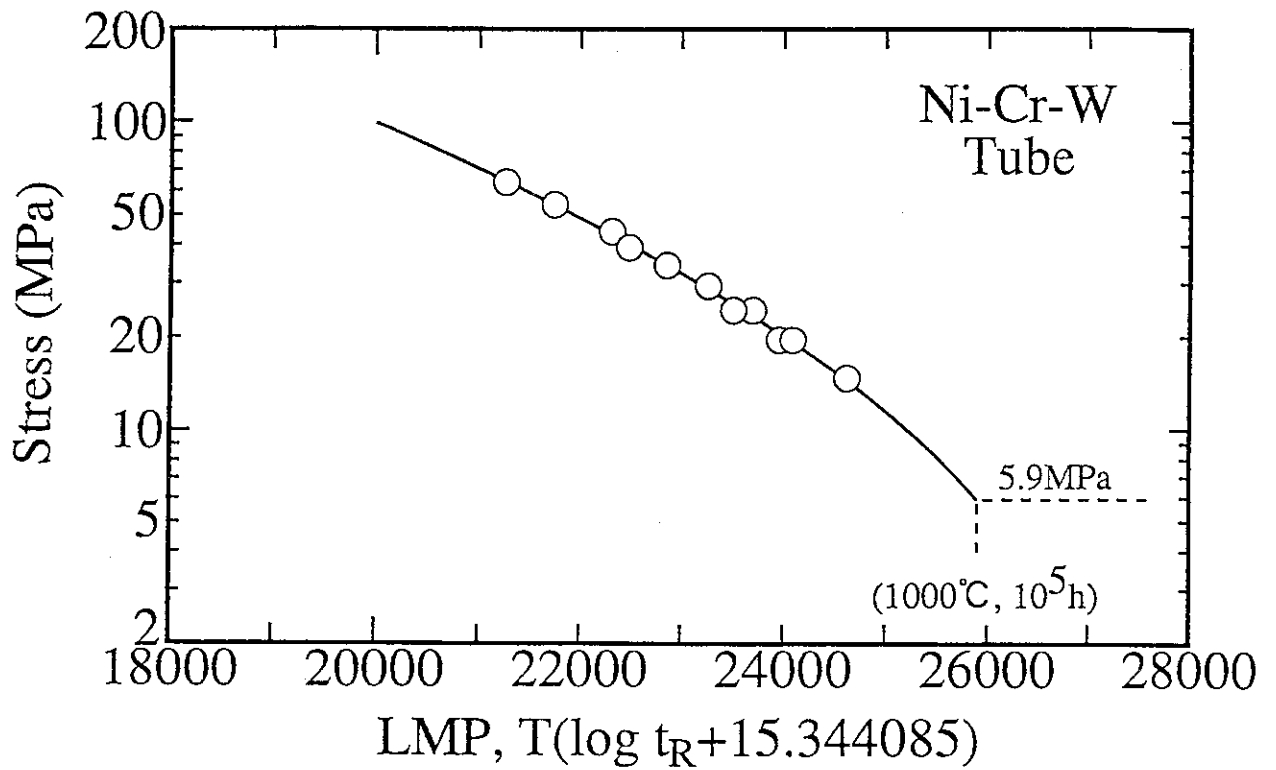


Fig. 11(i) Relationship between stress and Larson-Miller parameter (LMP) for a Ni-Cr-W alloy sampled from tubes. The LMP was approximated with a quadratic equation.

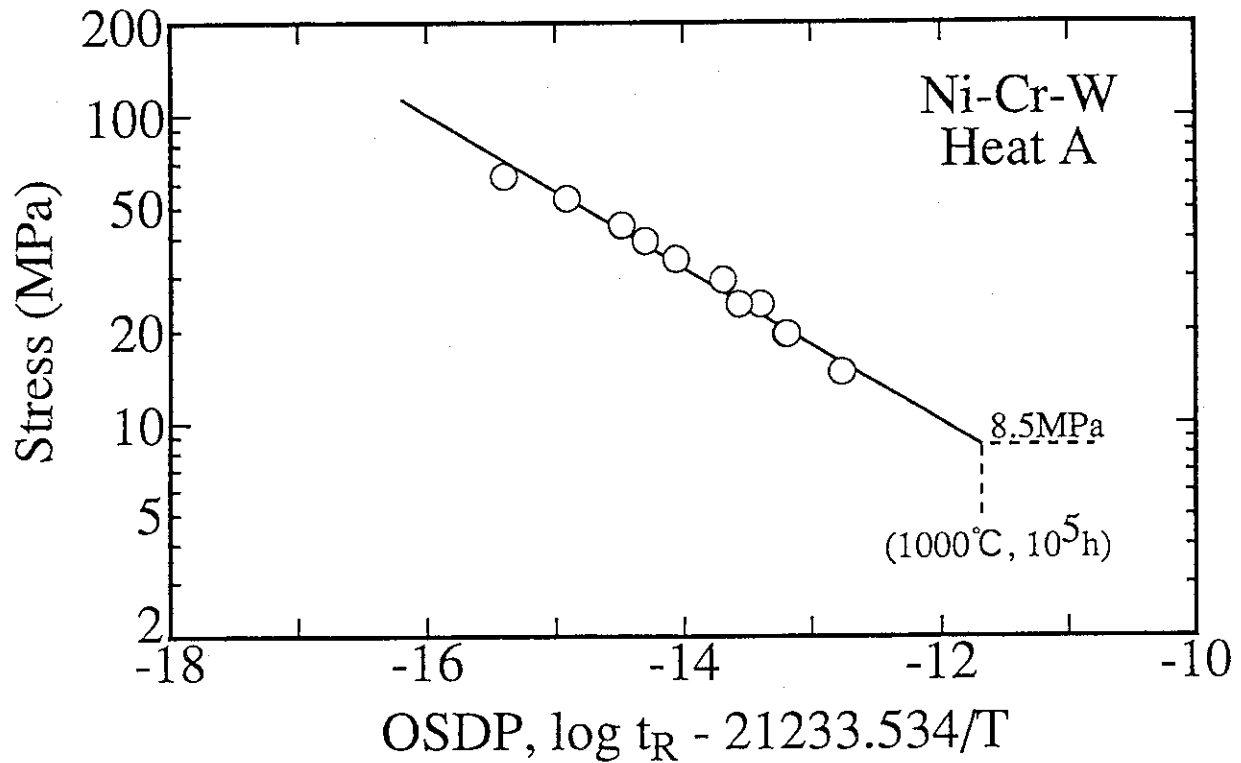


Fig. 12(a) Relationship between stress and Orr-Sherby-Dorn parameter (OSDP) for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment A. The LMP was approximated with a simple equation.

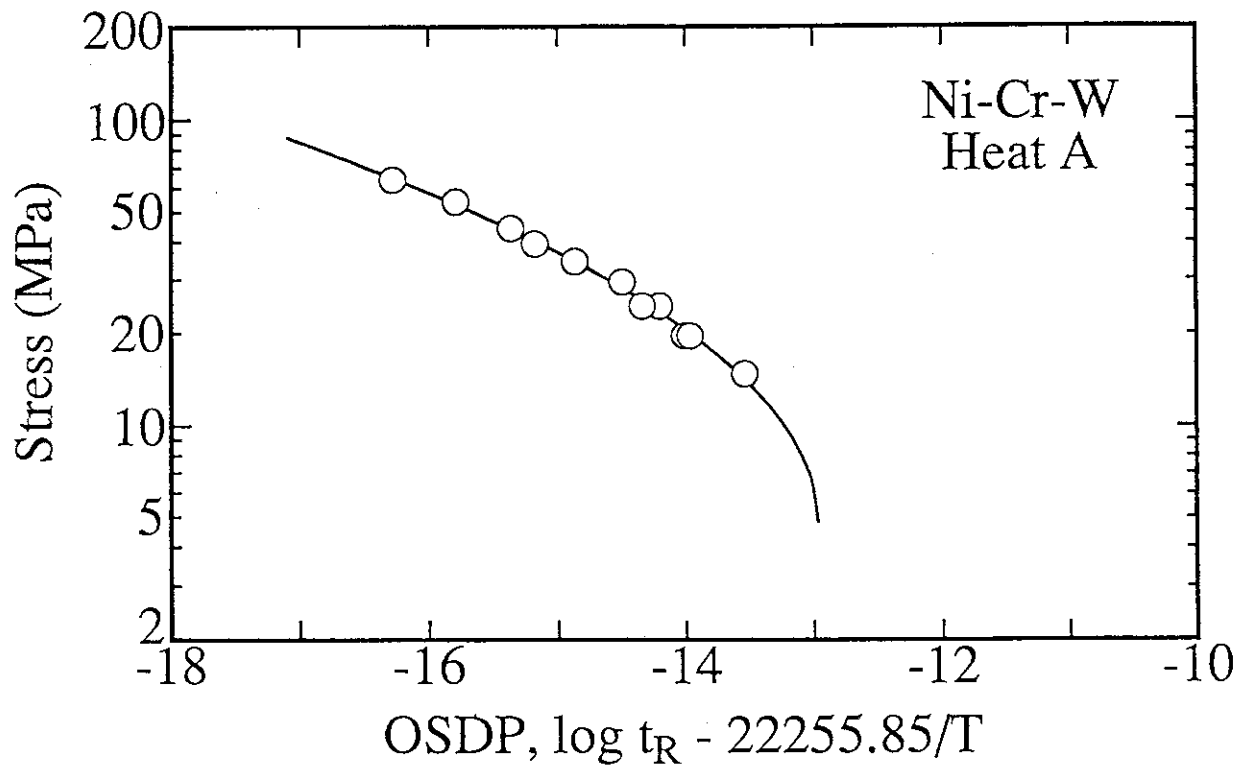


Fig. 12(b) Relationship between stress and Orr-Sherby-Dorn parameter (OSDP) for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment A. The LMP was approximated with a quadratic equation.

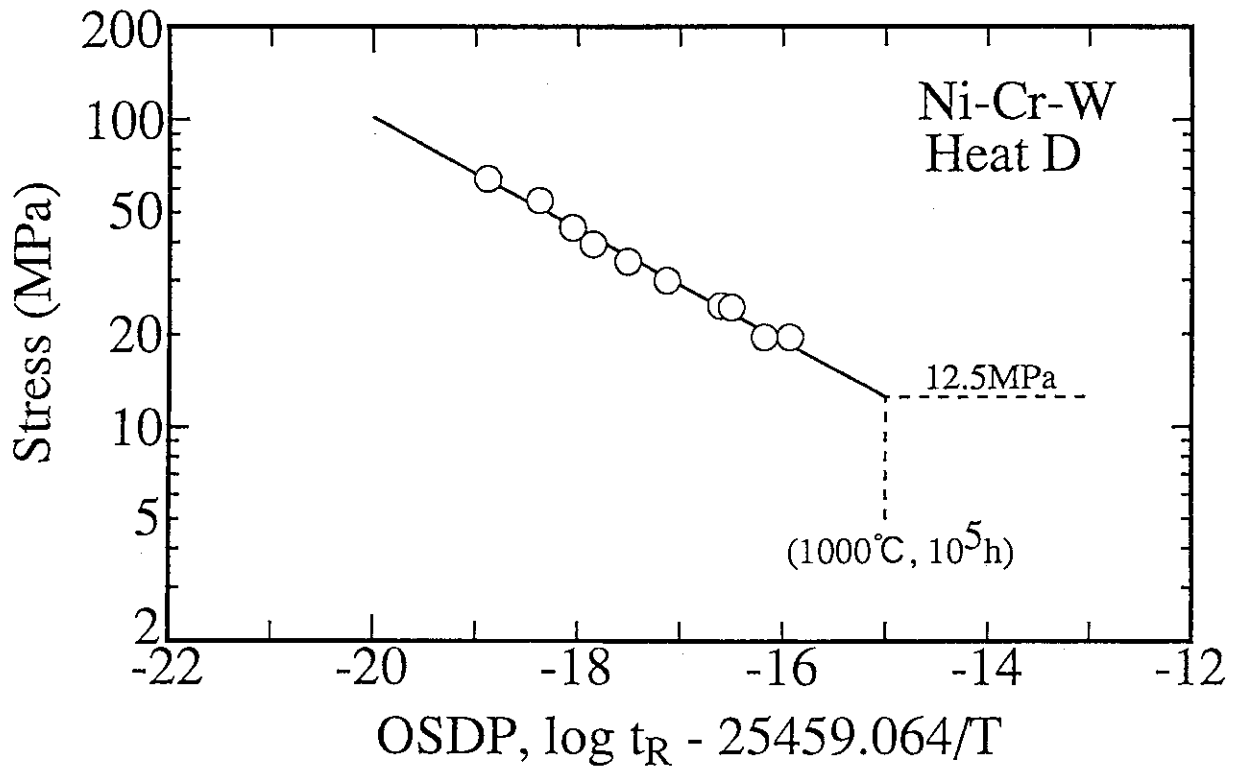


Fig. 12(c) Relationship between stress and Orr-Sherby-Dorn parameter (OSDP) for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment D. Creep rupture time above 10000h at 1000°C was corrected for abnormal creep. The LMP was approximated with a simple equation.

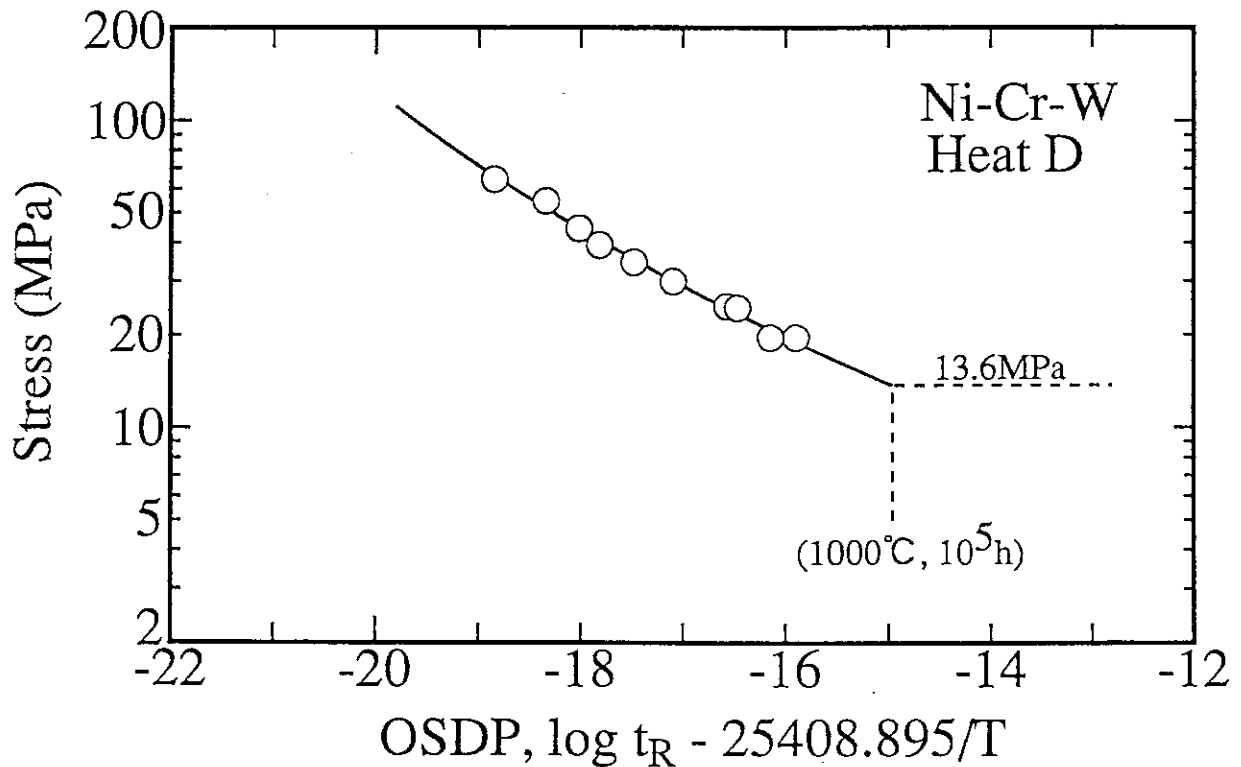


Fig. 12(d) Relationship between stress and Orr-Sherby-Dorn parameter (OSDP) for a Ni-Cr-W alloy with heat treatment D. Creep rupture time above 10000h at 1000°C was corrected for abnormal creep. The LMP was approximated with a quadratic equation.

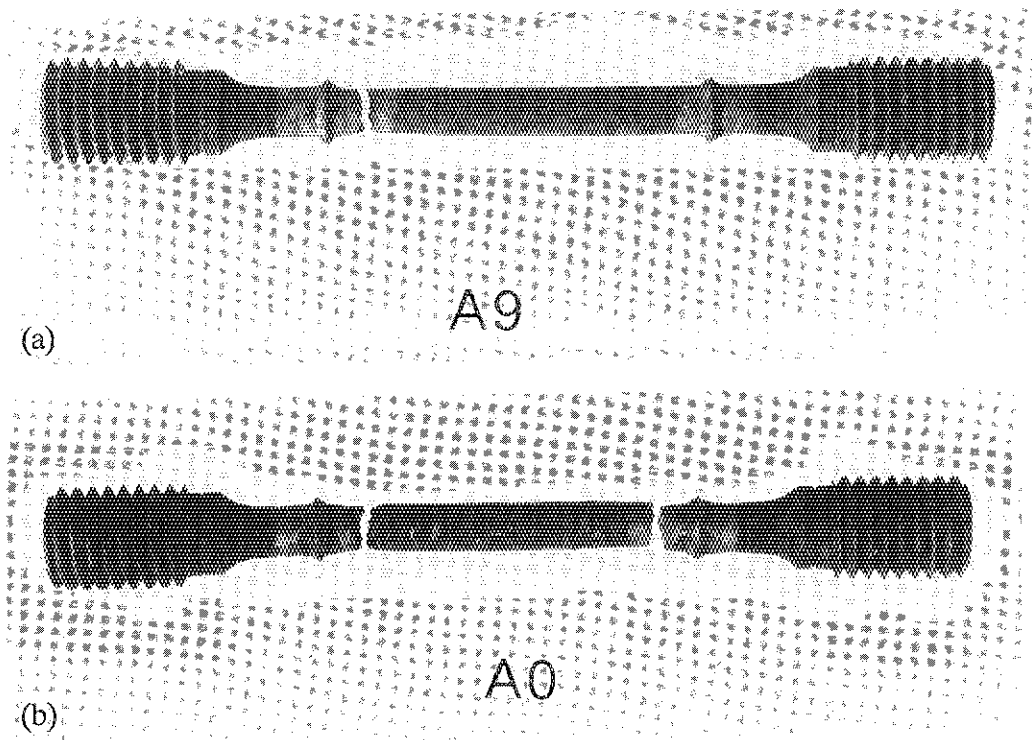


Photo. 1 Appearance of creep-ruptured specimens with heat treatment A; (a)900°C, 39.2MPa, (b)1000°C,19.6MPa.

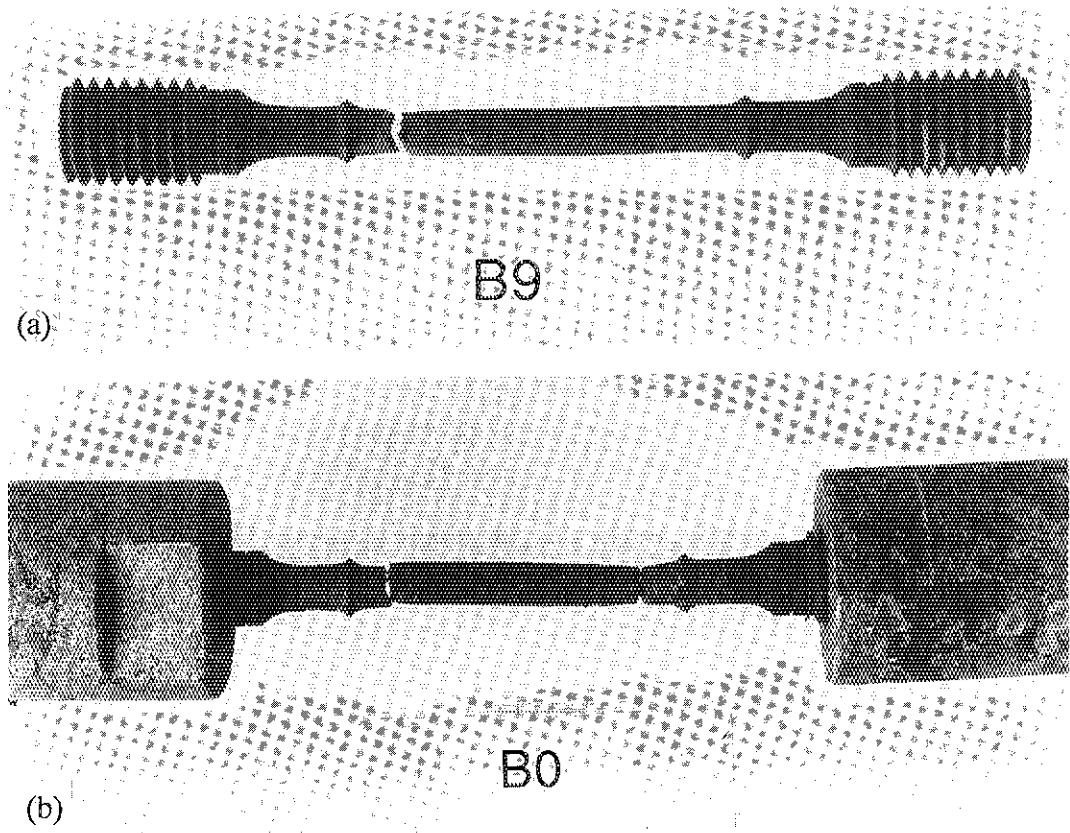


Photo. 2 Appearance of creep-ruptured specimens with heat treatment B; (a)900°C, 39.2MPa, (b)1000°C,19.6MPa.

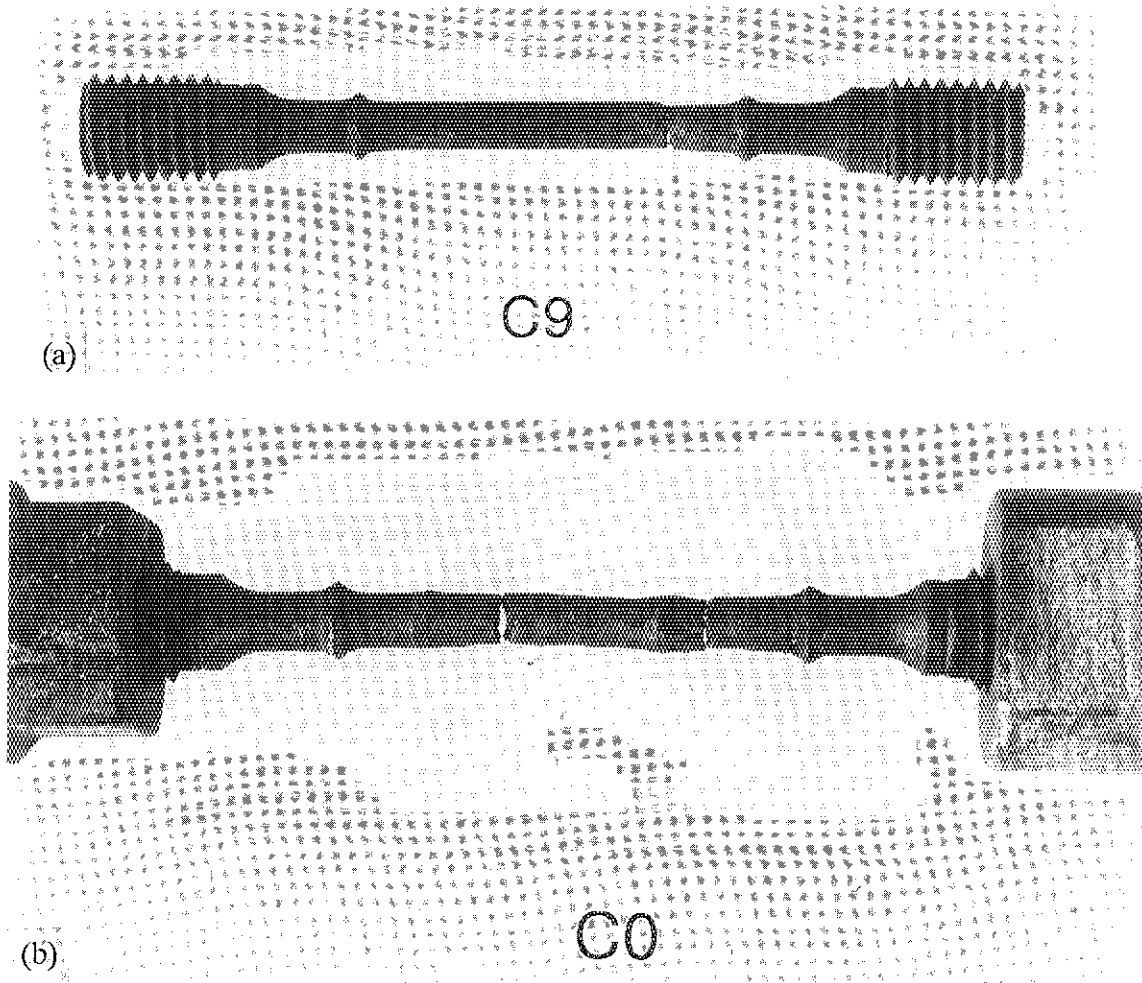


Photo. 3 Appearance of creep-ruptured specimens with heat treatment C; (a)900°C, 39.2MPa, (b)1000°C,19.6MPa.

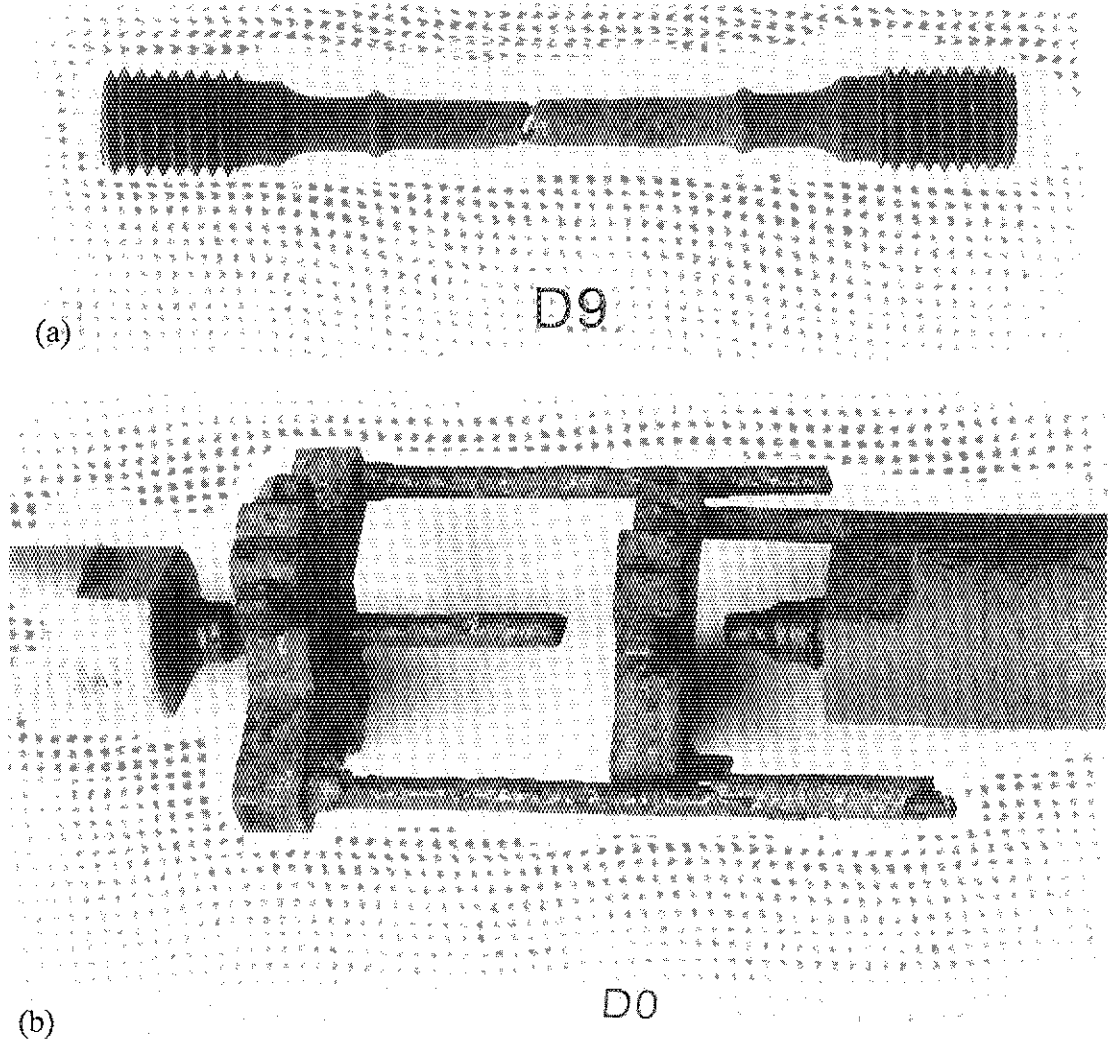


Photo. 4 Appearance of creep-ruptured specimens with heat treatment D; (a)900°C, 39.2MPa, (b)1000°C,19.6MPa.



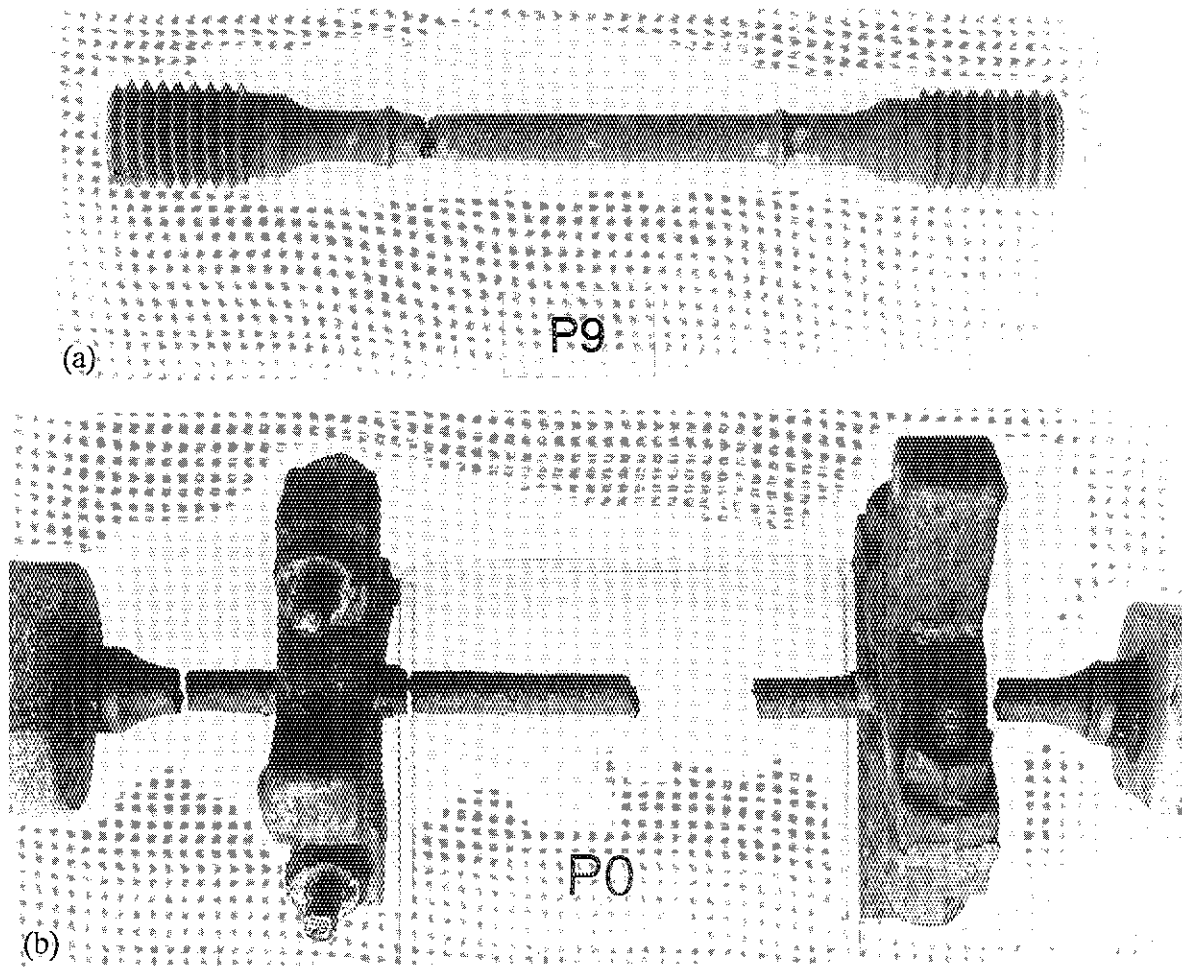


Photo. 5 Appearance of creep-ruptured specimens sampled from plates; (a)900°C, 39.2MPa,  
(b)1000°C,19.6MPa.

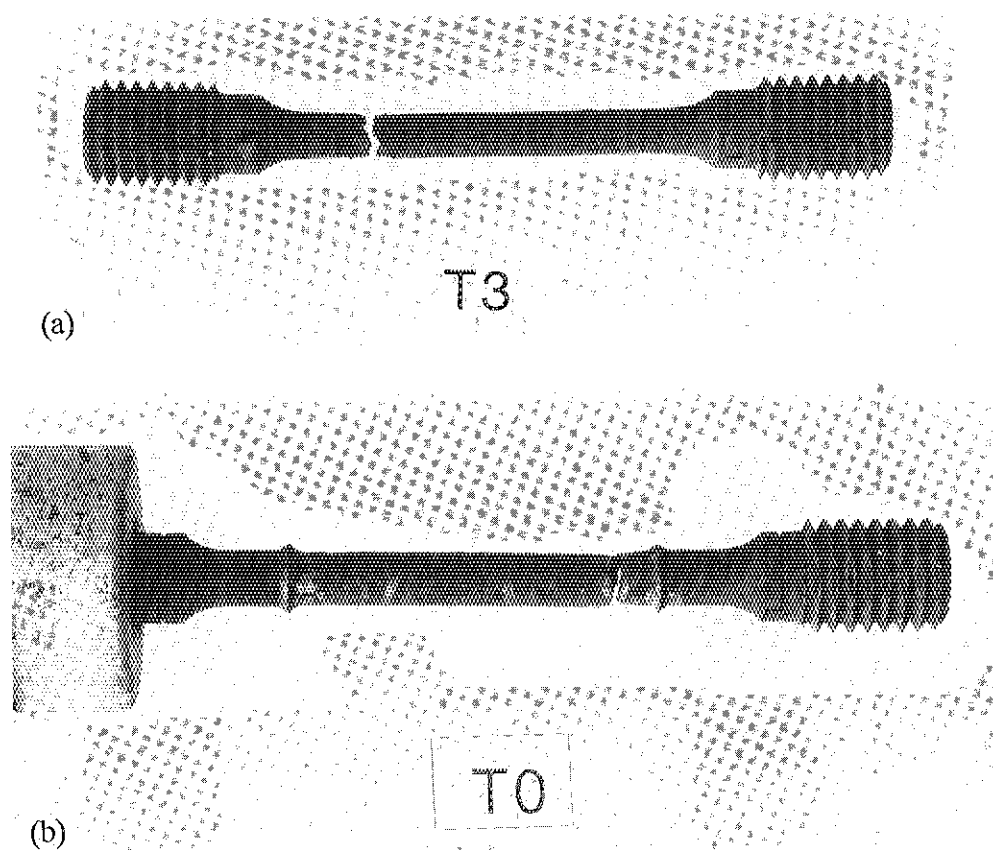


Photo. 6 Appearance of creep-ruptured specimens sampled from tubes; (a)900°C, 44.1MPa,  
(b)1000°C,19.6MPa.

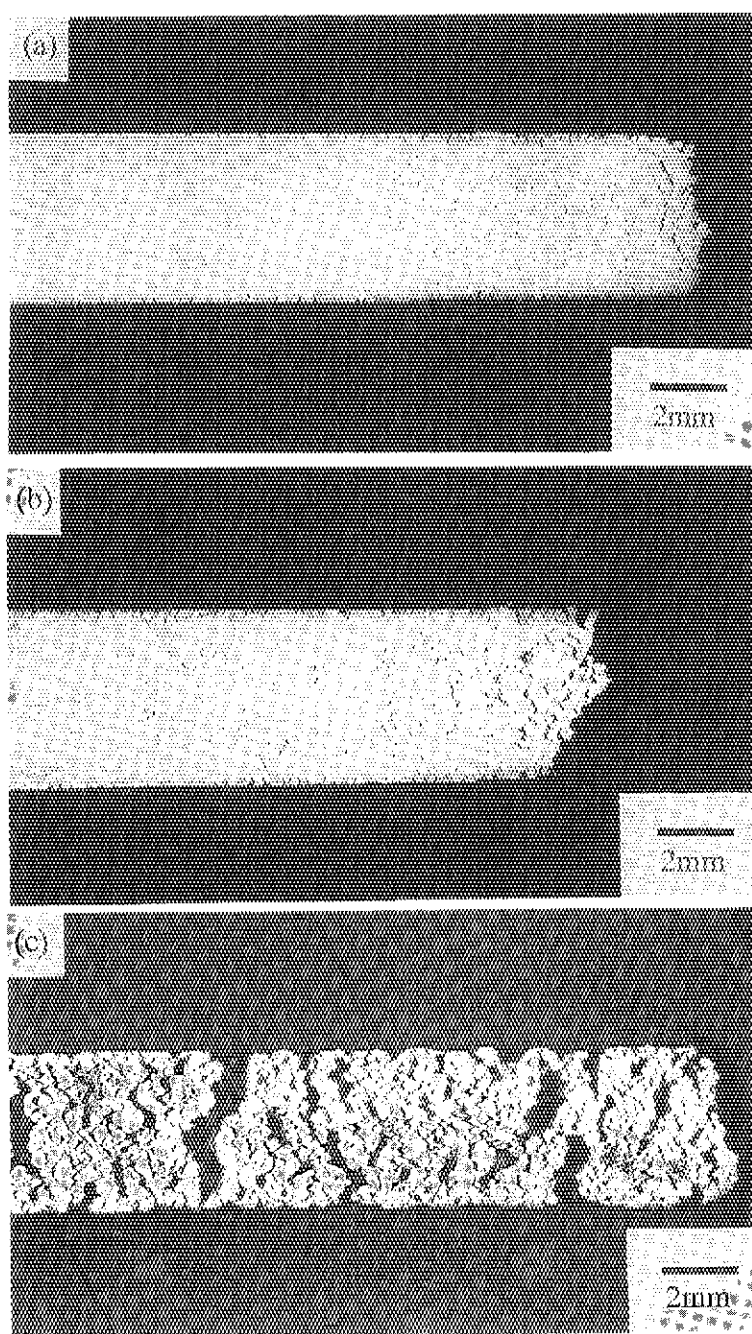


Photo. 7 Optical micrographs of creep-ruptured specimens; (a)with heat treatment B, 900°C, 39.2MPa, (b)with heat treatment C, 900°C,39.2MPa, (c) sampled from plates, 1000 °C,19.6MPa.

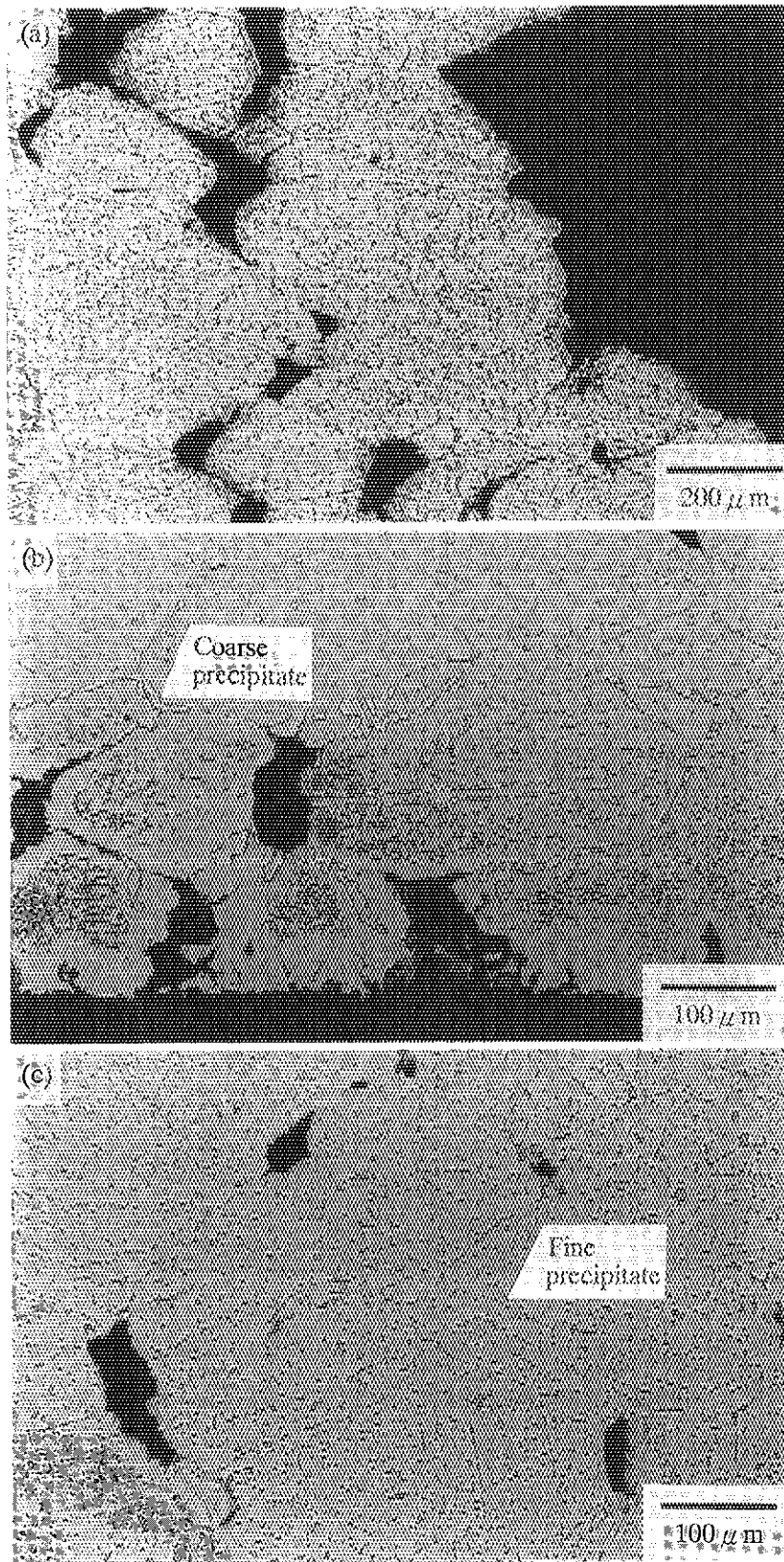


Photo. 8 Microstructures of the creep-ruptured specimen with heat treatment C. Creep test was carried out at 900°C under 39.2MPa.; (a)ruptured region, (b)near-surface region, (c) central region.

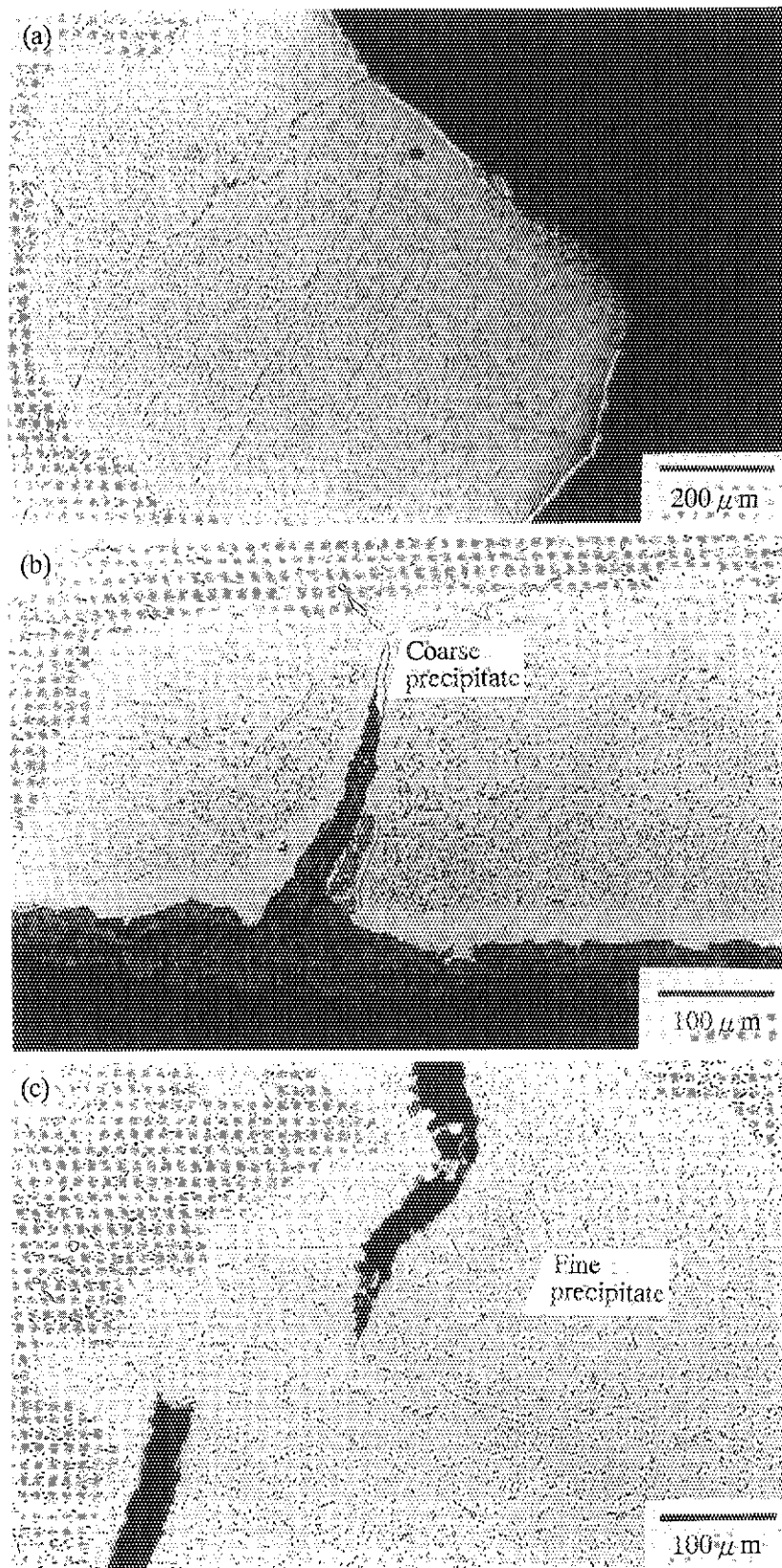


Photo. 9 Microstructures of the creep-ruptured specimen with heat treatment D. Creep test was carried out at 900°C under 39.2MPa.; (a)ruptured region, (b)near-surface region, (c) central region.

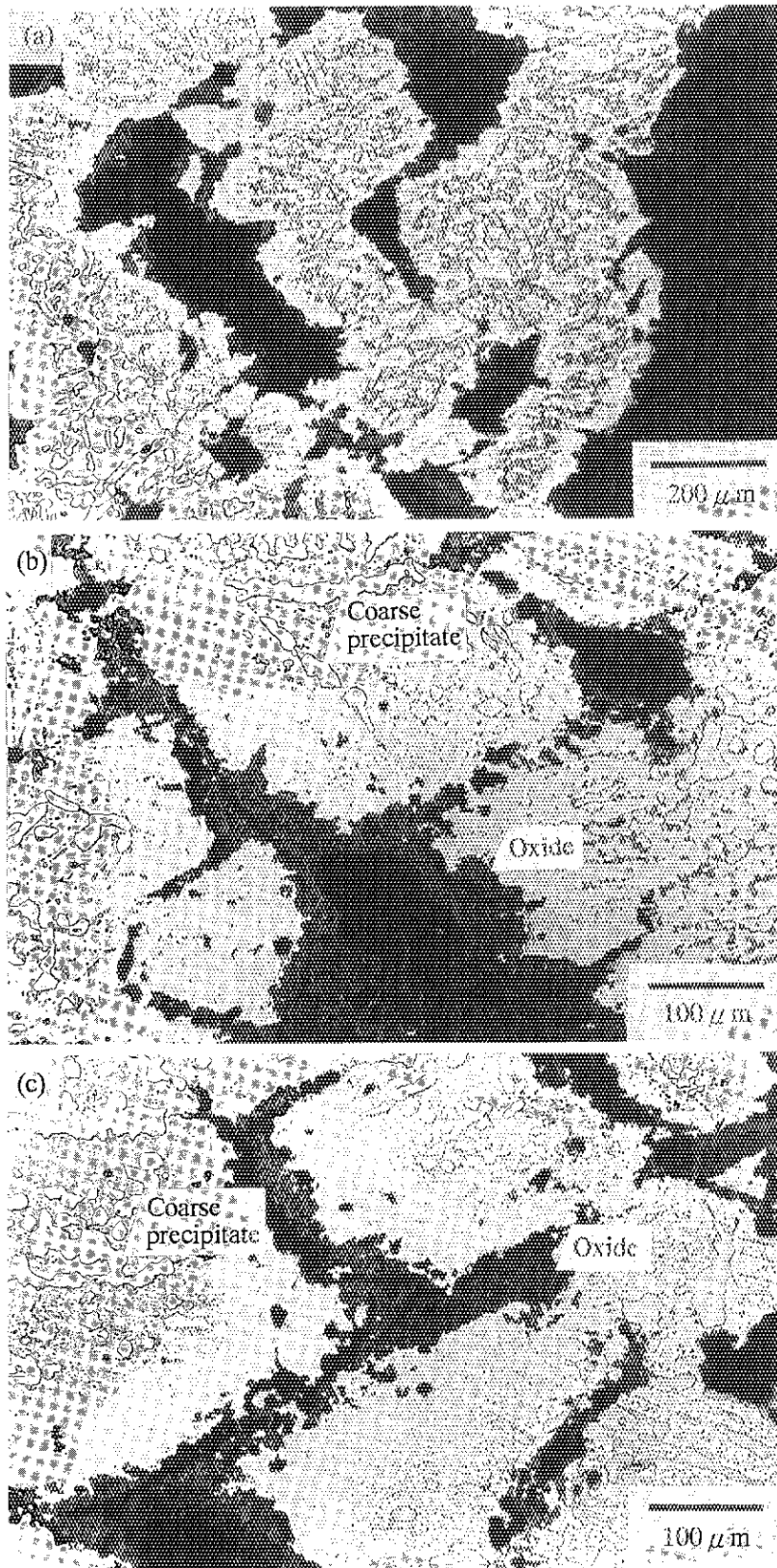


Photo. 10 Microstructures of the creep-ruptured specimen sampled from plates. Creep test was carried out at 1000°C under 19.6MPa.; (a)ruptured region, (b)near-surface region, (c) central region.

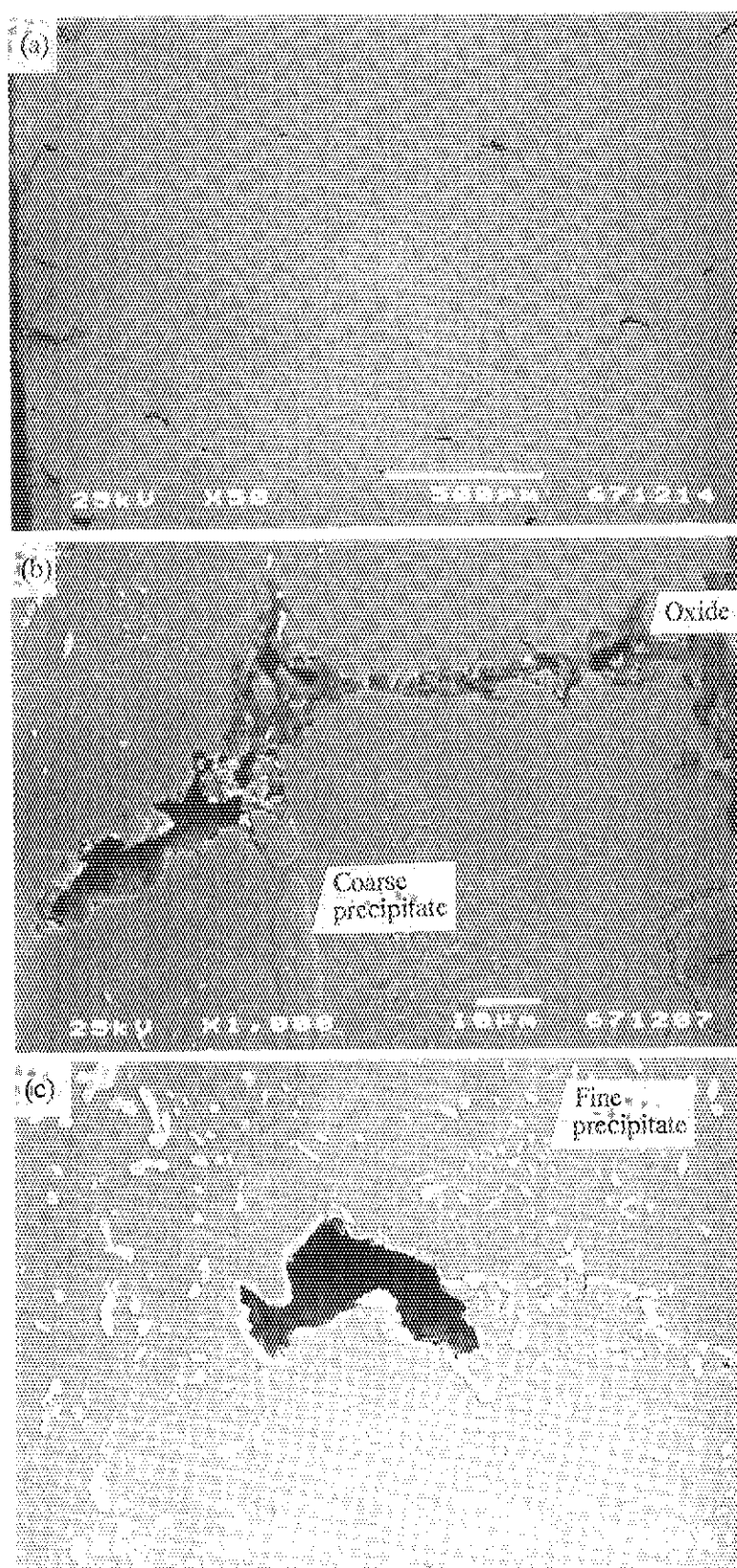


Photo. 11 SEM microstructures of the creep-ruptured specimen with heat treatment C. Creep test was carried out at 900°C under 39.2MPa.; (a)ruptured region, (b)near-surface region, (c) central region.

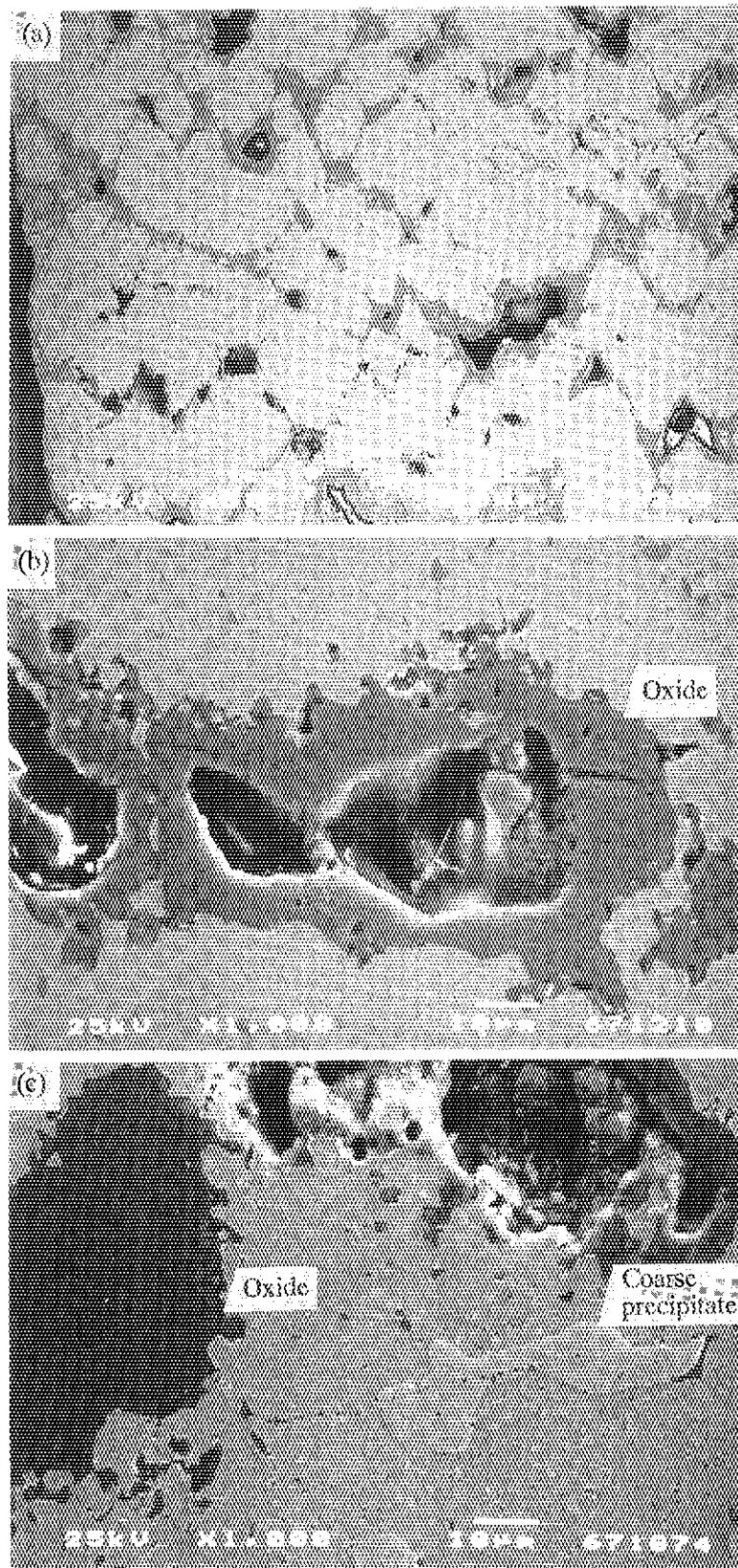


Photo. 12 SEM microstructures of the creep-ruptured specimen sampled from plates. Creep test was carried out at 1000°C under 19.6MPa.; (a)ruptured region, (b)near-surface region, (c) central region.