

SUS 304鋼のナトリウム中クリープ疲労強度

区 分 変 更	
変更後資料番号	PNC TN9410 90-086
決裁年月日	平成 10 年 3 月 26 日

1990年5月

動力炉・核燃料開発事業団

大洗工学センター

この資料は、動燃事業団の開発業務を進めるため、限られた関係者だけに配布するものです。従って、その取扱いには十分注意を払って下さい。
なお、この資料の供覧、複製、転載、引用等には事業団の承認が必要です。

SUS 304 鋼のナトリウム中クリープ疲労強度

香川裕之* 小峰龍司* 浅山 泰* 川崎弘嗣*
長谷部慎一* 青砥紀身* 和田雄作*

要 旨

ナトリウム環境、特に浸炭とこれに伴う粒界の劣化が、SUS 304 鋼のクリープ疲労破断寿命やき裂発生寿命に及ぼす影響を明確にする目的で、浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験を実施した。最長 6000 時間以上の寿命の計 3 本のデータを取得した。力学的因子、浸炭や炭化物の析出等の組織的因子、き裂進展過程と破面形態などの観点から検討し解析を行った結果、以下の結論を得た。

- (1) 本報で開発した浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験により、実機で想定される最大浸炭量より厳しい浸炭と、炭化物の析出による粒界の劣化を試験片に付与できることが確かめられた。このような厳しい条件においても、ナトリウム中クリープ疲労強度が大気中の強度とほぼ同等であることが分かった。
- (2) 線形累積損傷則に基づいてクリープ疲労損傷を評価した結果、浸炭源付きナトリウム環境がクリープ疲労損傷に何ら悪影響を及ぼさないことが分かった。また浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労寿命が、現行クリープ疲労評価法により、十分な精度で予測可能であることが明らかとなった。
- (3) 破面および組織観察結果に基づき、き裂の発生と進展過程に関する検討を行った。この結果、浸炭源付きナトリウム中ではき裂が粒界から発生するものの、その発生寿命は大気中と同等であること、およびナトリウム中き裂進展寿命も大気中と同等であることが分かった。
- (4) 以上の検討から、小型試験片を用いた大気中クリープ疲労寿命の 1 / 20 の繰返し数で、実機のナトリウム中表面き裂発生寿命を包絡する現行評価手法が、少なくともナトリウム環境効果の観点からは妥当であるとの裏付けを得た。

本報で得られた知見をもとに、き裂発生寿命と進展寿命の観点から、次期大型炉の有力候補材である高速炉構造用 SUS 316 鋼のナトリウム中クリープ疲労強度の推測を行った。その結果、ナトリウム中クリープ疲労強度は大気中の強度と遜色ないのではないかと予測されたが、き裂発生寿命が若干低下する可能性も考えられ、この点については少なくとも 1, 2 本の試験は実施して、確認しておく必要はあると考えられる。

* 大洗工学センター、機器構造開発部、材料開発室

Creep Fatigue Behavior of SUS 304 Stainless Steel Tested in Sodium at 550°C

Hiroyuki Kagawa* Ryuji Komine*
Tai Asayama * Hirotugu Kawasaki*
Shinichi Hasabe* Kazumi Aoto*
Yusaku Wada*

Abstract

Since stainless steels like SUS 304 and SUS 316 tend to be carburized in sodium, the grain boundary near surface may be degraded due to carbides precipitation. In order to clarify the effect of the grain boundary degradation upon creep fatigue strength, long term creep fatigue tests of SUS 304 stainless steel were performed in carburized sodium.

Obtained results are summarized as follows:

- (1) Creep fatigue life in carburized sodium was nearly equal to that in air, in spite of the fact that severe carburization and carbides precipitation on grain boundary were observed on tested specimen surface.
- (2) Creep fatigue life calculated using usual linear damage summation rule showed good agreement with experimental results.
- (3) It was revealed that crack initiation life in carburized sodium was almost the same as that in air, although crack initiated on degraded grain boundary in carburized sodium.
- (4) The above fact supplies an evidence to justify the concept that creep fatigue crack initiation life in sodium is longer than $1/20$ of failure life obtained using small specimens in air, which is basic assumption of our creep fatigue evaluation method.

It is conjectured from this study that FBR grade SUS 316 stainless steel will show almost the same creep fatigue life as that in air, however, a few creep fatigue tests of FBR grade SUS 316 in carburized sodium will be necessary to clarify this conjecture.

* Material Development Section, System and Component Division, OEC/PNC.

目 次

1. 緒言	1
1-1. 研究の背景	1
1-2. 研究の目的	2
1-3. 試験の概要	2
2. 試験方法	4
2-1. 供試材	4
2-2. 試験片と試験装置	4
2-3. 試験条件	4
2-4. 炭素分析	4
2-5. 破面および組織観察	5
3. 試験結果	6
3-1. 繰返し応力挙動	6
3-2. 動的応力緩和挙動	6
3-3. クリープ疲労寿命	7
3-4. 炭素分析結果	7
3-5. 破面および組織観察結果	7
4. 考察	9
4-1. 損傷評価結果	9
4-2. 現行評価法による寿命予測	9
4-3. き裂の発生と進展	9
4-4. 実機評価への反映	11
4-5. 高速炉構造用 SUS 316 鋼のナトリウム中クリープ疲労強度	11
5. 結言	13
謝辞	14
参考文献	15
付録 A-1. 通常ナトリウム中でのクリープ疲労試験	36
付録 A-2. 2万時間ナトリウム中浸漬材の大気中クリープ疲労	40

LIST OF TABLES

Table 1	Chemical compositions and mechanical properties of tested material,	17
Table 2	Test conditions	17

LIST OF FIGURES

Fig. 1	Specimen configuration.....	18
Fig. 2	Cyclic hardening behavior in carburizing sodium (1),	19
Fig. 3	Cyclic hardening behavior in carburizing sodium (2),	20
Fig. 4	Cyclic stress relaxation behavior in carburizing sodium (1),	21
Fig. 5	Cyclic stress relaxation behavior in carburizing sodium (2),	22
Fig. 6	Creep fatigue life in carburizing sodium,	23
Fig. 7	Carbon penetration profile of tested specimens,	24
Fig. 8	Evaluation result of creep fatigue damage,	25
Fig. 9	Comparison of calculated life with experimental result (1),	26
Fig. 10	Comparison of calculated life with experimental result (2),	27
Fig. 11	Effect of sodium on crack initiation resistance,	28

LIST OF PHOTOGRAPHS

Photo .1	Fracture surface (1),	29
Photo .2	Fracture surface (2),	30
Photo .3	Fracture surface (3),	31
Photo .4	Crack initiation and propagation mode (1),	32
Photo .5	Crack initiation and propagation mode (2),	33
Photo .6	Crack initiation and propagation mode (3),	34
Photo .7	Degradation of grain boundary after tested in carburizing sodium,	35
Photo .8	Degradation of grain boundary after 20000 hours sodium exposure,	35

1. 緒 言

1-1. 研究の背景

ステンレス鋼のナトリウム中疲労強度に関する研究は、SUS 304 および SUS 316 鋼を対象として国外でも数多く報告されており¹⁾、動燃事業団においても SUS 304 鋼に関する系統的な試験研究がなされている²⁾。また、優れたレビュー文献もいくつか報告されている^{3,4)}。これらの研究から得られた知見を簡単に（一部の例外的データを除いて）まとめると、SUS 304, SUS 316 鋼とも①高純度ナトリウム中の疲労寿命は大気中よりも長寿命である、②この傾向は低ひずみ範囲側で特に顕著である、③ナトリウム中と大気中の疲労寿命の差は SUS 316 鋼のほうが SUS 304 鋼より大きい傾向が認められる。また、高純度ヘリウム中や高真空中の疲労寿命は、ナトリウム中より更に長寿命となる傾向も示されている。

ナトリウム中クリープ疲労強度に関する研究は数少なく、比較的データの豊富な系統的研究は、Wood 等による SUS 316 鋼を対象とした報告^{5,6)}が 1 件あるのみである。Wood 等は、30 分から最長 5 時間保持までのクリープ疲労試験を実施し、ナトリウム中クリープ疲労寿命が同等保持時間の大气中寿命と同レベルにまで低下することを示した。SUS 304 相当鋼が同様の傾向を示すことが、3 分から 30 分までの短い保持時間のクリープ疲労試験により、Husslage 等⁷⁾や Huthmann⁸⁾等によっても報告されている。Flagella 等は、SUS 316 鋼の 10 分保持クリープ疲労試験を行い、上記と傾向の異なる結果を報告しているが⁹⁾、これは比較対象である大気中寿命が他の文献からの引用データであることに起因するデータのバラツキであるかもしれない。Wood 等はまた、SUS 316 鋼のヘリウム中クリープ疲労特性が、ナトリウム中に関して彼等が見出した傾向と同様の傾向を示すことも報告している¹⁰⁾。一方、SUS 304 鋼を 10^{-9} mbar の超高真空下で $10^{-5} / 10^{-3}$ (/sec) の slow / fast 波形にて疲労試験した結果、同等条件の大気中までは寿命が低下しなかったことが森下等によって報告されている¹¹⁾⁻¹³⁾。

大気中疲労強度がナトリウム中、ヘリウム中や高真空中と比較して短寿命となる原因としては、試験片表面に形成される酸化皮膜が転位の表面への突出しや入こみを抑制して結晶粒内の塑性変形を拘束する結果、局部応力が高くなり粒内き裂の発生が促進されるためであるとの説が一般的である⁸⁾。この説は、ナトリウム中疲労では大気中に比較して表面き裂が形成されにくいという観察結果^{14,2)}とも合致する。一方、ナトリウム中クリープ疲労寿命が大気中と同レベルまで低下する原因は、現在のところ必ずしも明確ではないが、Wood 等は、①ナトリウム中やヘリウム中疲労では、初期の粒内き裂進展過程において、き裂先端の新生面が酸化される前に圧縮サイクルにより部分的に re-weld (引張サイクルで開口したき裂先端の新生面が、次の圧縮サイクルで閉口し再び固着されること) されるため、大気中に比べて長寿命となるのに対し、②クリープ疲労では、ナトリウム中やヘリウム中といえどもひずみ保持中に新生面が酸化され、このため re-weld されず大気中と

同レベルの寿命を示すと主張している⁶⁾。この説は、ステンレス鋼の表面において酸化が開始されるまでにある潜伏期間が存在するとの Wild の報告¹⁵⁾を論拠とするもので、ナトリウム中やヘリウム中の疲労破面上にストライエーションが形成されずらいという観察結果とも合致している。Wood 等は re-weld 説をもとに、ナトリウム中クリープ疲労強度が、少なくとも大気中以下となることは有り得ず、従ってナトリウム中で使用される部材の設計を大気中データを用いて行うことは妥当であると結論している。

Wood 等の re-weld 説は、ナトリウムやヘリウム中の疲労およびクリープ疲労試験結果の特徴を比較的うまく説明しており、また超高真空中ではひずみ保持の導入によっても新生面が酸化されないものと仮定すると、森下等の報告とも矛盾しない。従って有力な説と思われるが、クリープ疲労き裂進展の初期過程ではき裂が粒内を進展し、かつこの進展期間の長短が破損寿命に大きな影響を及ぼすことを前提としている。ナトリウム中クリープ疲労におけるき裂進展過程や破面形態に関する報告はきわめて少なく、著者等の知るかぎり Huslage 等による 1 件のみである⁷⁾。Huslage 等の報告によると、疲労、クリープ疲労とも、ナトリウム中では大気中に比べて表面から発生したき裂のモードが粒界的になっている。この観察結果は re-weld 説を支持するものではなく、むしろ環境と材料の組合せによっては、ナトリウムにより粒界が劣化する可能性も有ることを示唆している。粒界の劣化は、主として粒界への炭化物の析出に起因する。実機のナトリウム環境ではステンレス鋼の表面は浸炭されるため、表層部の粒界に多くの炭化物が析出し著しい劣化を生じる懸念がある。従って、ナトリウム中クリープ疲労強度を大気中データをもとに評価することの妥当性を言うには、表層部の粒界の劣化によるき裂発生促進の可能性についても、十分な検討を加えておく必要があると考えられる。しかしながら、このような観点からなされた研究は見受けられない。

1-2. 研究の目的

本研究では、ナトリウム環境、特に著しい浸炭とこれに伴う粒界の劣化が、SUS 304 鋼のクリープ疲労き裂発生寿命や破断寿命に及ぼす影響を把握することを目的とした。また、①著しい浸炭がある場合にも、ナトリウム中クリープ疲労強度を大気中データをもとに評価することの妥当性確認、②小型試験片を用いた大気中クリープ疲労破断寿命の 1 / 20 の繰返し数で、実機の表面き裂発生寿命を包絡することの妥当性確認、を成果の反映先とした。

1-3. 試験の概要

試験片表面に厳しい浸炭を生ぜしめるために、試験片表面近傍に S 45 C 材からなる浸炭源を配置して、ナトリウム中クリープ疲労試験を実施した。試験片への浸炭は長期にわたるナトリウム浸漬によっても達成されるが、浸炭源を用いる本手法のほうがより著しい浸炭が生じると予想され、かつ応力の作用下で継続的な浸炭を行っており、従って炭素原子の拡散速度がはやく炭化物の粒界への析出も促進されるため、より厳しい環境条件となっている。また実機での環境をより良好に

(但しより厳しく、効果を加速して) 模擬していると考えられる。試験にあたっては、ナトリウム環境の効果が十分反映されるように、数千時間程度の破断時間を想定したクリープ疲労負荷条件(低ひずみ範囲/長ひずみ保持時間)を設定した。

なお上記の浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験のほかに、通常のナトリウム中クリープ疲労試験やナトリウム浸漬後の大気中クリープ疲労試験もあわせて実施した。しかしながら、これらの試験では供試材のヒートが各々異なっており、比較が煩雑なため別途付録に結果を示し、本文中では必要に応じてこれらの付録を引用することとした。

2. 試験方法

2-1. 供試材

厚さ 40 mm の SUS 304 圧延鋼板の固溶化熱処理材を供試材とした。当材料開発室において、SUS 304 鋼板の強度研究のための基幹材料として用いているもので、当室では通常 A-7 ヒートと称している。化学成分と機械的性質を、Table 1 に示す。

2-2. 試験片と試験装置

試験片形状を Fig. 1 に示す。図中に示すスペーサを S 45 C で作製し、浸炭源とした。クリープ疲労試験は、酸素濃度を実機条件に近い約 1 ppm におさえた高純度ナトリウムをベローズ内に封入し（流動ナトリウムではない）、炉で加熱しながら実施した。試験片、疲労試験機やナトリウムループの詳細については、文献 2) に述べられているので本報では省略し、その特徴と問題点を 3 点とありあげ以下に簡単に記すことにする。

- (1) 試験片平行部のひずみを直接検出できないため、試験片肩間の変位量を検出し、この値を台形波に制御しながらクリープ疲労試験を実施している。このため、肩間変位を平行部のひずみに換算する手法が必要となる。この点については、文献 2) で開発した手法をそのまま適用した。その妥当性の検証については、付録 A-1 に示す。
- (2) 試験片肩間の変位を制御しているため、繰返し硬化にともなって試験片平行部の変位分担率が変わり、平行部のひずみ範囲が変動する。この点については、付録 A-1 に示すように、ひずみ範囲の変動による疲労損傷の誤差がたかだか 10% 程度であることを確認し、これを無視し得ると判断し、本報の検討においては考慮しないこととした。
- (3) 試験片肩間の変位を制御しているため、変位保持中に試験片平行部が弾性追従を受ける可能性がある。この点については 3 節で詳しく述べる。

2-3. 試験条件

浸炭源付きクリープ疲労試験を、550°C で計 3 本実施した。550°C は実機より若干高い温度であり、比較対象である大気中クリープ疲労データも豊富であることから、試験温度として設定した。試験条件の一覧を Table 2 に示す。ケース 1 は、大気中データとの比較の観点から、標準条件として設定した。ケース 2 と 3 は、試験上許容できる範囲内でできるだけ長寿命をねらったもので、ケース 2 は低ひずみ範囲、ケース 3 は長保持時間としている。

2-4. 炭素分析

試験後の全試験片について、表面からの炭素濃度のプロファイルを測定した。試験片の切削は、

Fig.1 に示されるベローズ取付部の突起部と試験片 R 部にかかる間を、旋盤で 0.2 mm 厚さずつ 5 層切削した²⁾。なお炭素分析には、LECO 社の IR-12 (Model 762-500) を使用した。

2-5. 破面および組織観察

試験後の全試験片について、破面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察および断面組織の光学顕微鏡観察を行った。

3. 試験結果

3-1. 繰返し応力挙動

浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験における繰返し応力挙動を、大気中の結果と比較して Fig. 2, Fig. 3 に示す。Fig. 2 は保持時間1時間のデータ、また Fig. 3 は保持時間10時間のデータであり、図中黒塗のプロットが浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労の結果を示している。またこれらのデータと負荷条件の最も近い大気中データを、比較データとして図中に白抜のプロットで示した。ひずみ範囲等の条件を図中に各プロット毎に示した。

大気中では数10回程度の繰返し数において応力範囲がほぼ飽和するかあるいはその後若干低下する傾向を示すのに対して、浸炭源付きナトリウム中では繰返しにともなって応力範囲が増大し続け、応力範囲が飽和する期間が無いかあるいは有っても大気中とくらべて短期間となる傾向が認められる。またこの結果、浸炭源付きナトリウム中では、寿命の大部分を占める期間において、大気中に比較して20%程度高応力となっている。通常ナトリウム中クリープ疲労においても同様の傾向を示すことが、Huthmann等⁸⁾によっても報告されている。

試験片の表層部は浸炭により高強度となっているはずであるが、3-4節で示すように浸炭層の厚さは高々200ミクロン程度であり、試験片断面のうちの大部分を占める非浸炭部では熱時効によりむしろ低強度化しているはずであることを考えると、この高い応力範囲がナトリウム環境の影響によるものとは考えづらい。このことは、付録A-1に示すように、浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験と同じ形状の試験片（但しペローズは付いて無い、また浸炭もされていない）を用いて全く同じ制御方法で大気中でクリープ疲労試験する場合にも、同様の繰返し応力挙動を示すことによっても裏付けられる。

現在のところ、上記のような独特の応力挙動の原因は不明であるが、本研究の主題とは直接関係しないと判断し、これ以上の検討は打ち切った。本報では、浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験では比較用の大気中データよりも高応力を生じるため、クリープ損傷を増大させ、従ってクリープ疲労強度におよぼすナトリウム環境の効果を安全側に評価していると判断して、以降の検討を実施した。

3-2. 動的応力緩和挙動

浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験における動的応力緩和挙動を、大気中の結果と比較して Fig. 4, Fig. 5 に示す。Fig. 4 の黒塗のプロットは、ひずみ範囲0.43%、保持時間1時間の試験における、繰返し数 $N=1, 10, 100, 1000$ 回での応力緩和挙動を、また Fig. 5 の黒塗のプロットは、ひずみ範囲1.01%、保持時間10時間の試験における、 $N=1, 5, 20, 100$ 回での応力緩和挙動を、それぞれ示している。また図中の白抜のプロットは、負荷条件の最も近い大気中での応力緩和

和挙動である。

同じ緩和開始応力で比較すると、浸炭源付きナトリウム中では大気中に比べて応力緩和率が少なく、2-2節で予想したように、弾性追従を受けていることが分かった。本報では、弾性追従はクリープ損傷を増大させるため、従ってナトリウム環境の効果を安全側に評価していると判断して、以降の検討を実施した。

3-3. クリープ疲労寿命

浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労寿命を、大気中の結果と比較して Fig. 6 に示す。図中の実線は 550°C における最適疲労線図¹⁷⁾を、また白四角のプロットは SUS 304 鋼の別ヒート材のナトリウム中疲労データ (付録 A-1 と同ヒート材で、詳細は文献 2) 参照のこと) を、それぞれ示している。ナトリウム中疲労寿命が大気中より長寿命なのに対し、保持時間 1~10 時間の浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労寿命は同等条件の大気中寿命と、ほぼ同等レベルであった。この傾向は、過去に報告されている通常ナトリウム中での傾向^{5)・9)}と同じであった。

3-4. 炭素分析結果

試験後試験片の、表面からの炭素プロファイルの測定結果を Fig. 7 にプロットで示す。測定手法上の制約もあり精密なプロファイルは得られてないが、表面下約 200 ミクロン厚さの浸炭層が形成されていることが分る。必ずしも明確な一対一対応ではないが、破断時間が (従って浸炭源付きナトリウム中への浸漬時間が) 長くなる程、浸炭量も増大する傾向が認められる。図中斜線で示すバンドは、SUS 304 鋼と 2.25Cr-1Mo 鋼とからなる高速増殖炉の 2 次ナトリウム系が 20 万時間運転されることを想定して、浸炭量の最も多い中間熱交換機の伝熱管における浸炭プロファイルを予測した結果である^{18)・19)}。浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験において試験片表層部に生じた浸炭量は、3 本の試験片とも、実機で予想される最大浸炭量より大きく、十分厳しい浸炭条件にあったことが確認された。

3-5. 破面および組織観察結果

550°C で試験した 3 本について、破面を SEM 観察した結果を Photo .1~Photo .3 に示す。3 本とも、表層部から中央部に至るまで全面、粒界破面を示していた。表層部の破面をより詳細に観察すると、0.94% 1 時間保持 (寿命 455 回) と 0.98% 10 時間保持 (235 回) の破面では平坦で非常に脆性的な粒界破面であるのに対して、0.43% 1 時間保持 (6318 回) の破面では凹凸のある若干延性に富んだ粒界破面となっていることが分る。

断面組織を光学顕微鏡観察した結果を、Photo .4~Photo .6 に示す。0.94% 1 時間保持 (寿命 455 回) と 0.98% 10 時間保持 (235 回) の断面では、表層部に多数の停留き裂が観察された。これらの停留き裂は、全て粒界に沿って発生・進展していた。なお、これらの 2 試験片の断面では、試

試験片内部で発生・停留したき裂は全く観察されなかった。一方 0.43% 1 時間保持 (6318 回) の断面においては、破面近傍に内部で発生・停留した多くの粒界き裂が観察されたが、表層部の停留き裂は観察した視野内 (2~3 cm 程度の長さ) では、2 結晶程度の長さの粒界き裂が 1 個観察されたのみであった。

以上の破面および組織観察から、本浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労においては、破断時間 2000 時間程度以下の条件では、表面から発生した粒界き裂が粒界に沿って内部に進展して破断に至っているのに対し、6000 時間程度の条件では、内部で発生した粒界き裂が粒界に沿って表面に向けて進展し破断に至っていることが分る。

0.43% 1 時間保持 (6318 回) 試験片断面をエッチングした後、表層部を SEM 観察した結果を Photo. 7 に示す。粒界に沿って観察される穴もしくは溝は、炭化物周辺に発生したキャビティあるいは炭化物がエッチングによって離脱した跡¹⁶⁾あるいは両者の複合物である。比較のため、Photo. 8 に、2 万時間ナトリウム中に浸漬した後大気中でクリープ疲労した試験片 (詳しくは付録 A-2 参照のこと) の同様の観察結果を示す。2 万時間浸漬材においてもキャビティあるいは炭化物の跡と思われる穴が粒界に沿って観察されるが、その量は浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験片のほうがはるかに多く、本研究で用いた浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験ではナトリウム浸漬より厳しい粒界劣化を生ぜしめていたことが分かった。

4. 考 察

4-1. 損傷評価結果

実測データに基づいて計算した疲労損傷とクリープ損傷の関係を、浸炭源付きナトリウム中に関して●で、また大気中に関して○で Fig. 8 にそれぞれ示す。図中、▲と△は付録 A-1 に示す SUS 304 別ヒート材の、通常ナトリウム中と大気中のクリープ疲労データを、また□は付録 A-2 に示す SUS 304 別ヒート材の 2 万時間ナトリウム浸漬後の大気中クリープ疲労データを、それぞれ示している。また図中の実線は、損傷の制限値として「もんじゅ」の高温構造設計方針²⁰⁾にも採用されている Campbell 線図²¹⁾である。クリープ損傷は、実測の動的応力緩和曲線を用いて、また SUS 304 クリープ破断強度の平均傾向線²²⁾をもとに算出した。

○の大気中データが 1 点を除き危険側の評価になっているのに対し、●の浸炭源付きナトリウム中データはむしろ Campbell 線図に近づく傾向を示している。浸炭源付きナトリウム中において大気中よりクリープ損傷が大きいのは、3 節で述べたように、高応力範囲であることと弾性追従を受けていることに起因する。▲の通常ナトリウム中データ、□のナトリウム中予浸漬材のデータともに、Campbell 線図近くにプロットされており、クリープ疲労線図上の評価においても、ナトリウム環境による悪影響は見出せなかった。

4-2. 現行評価法による寿命予測

線形累積損傷則に基づく現行クリープ疲労評価法²⁰⁾により、浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労寿命を予測した結果を、実測寿命と比較して、Fig. 9 と Fig. 10 に示す。Fig. 9 は破断繰返し数をパラメータとして、また Fig. 10 は破断時間をパラメータとしてそれぞれ比較したもので、図中の破線は factor of 2 の予測精度を示している。図中には、Fig. 8 と同じ符号で、通常ナトリウム中データと予浸漬材のデータおよび大気中のデータもあわせて示した。

全てのデータは factor of 2 の精度内で寿命予測されており、ナトリウム環境による悪影響は認められない。従って、少なくとも 6000 時間程度の破断時間までは、厳しい浸炭とこれに伴う粒界への炭化物の析出がある場合でも、ナトリウム中クリープ疲労寿命は現行評価法で評価し得ると判断される。

4-3. き裂の発生と進展

小型試験片を用いた引張・圧縮クリープ疲労において、中・高ひずみ範囲条件ではき裂は表面から発生するが、低ひずみ範囲ではき裂は試験片の内部から発生する傾向となる¹⁶⁾。しかしながら、実機では熱過渡負荷によりき裂は必ず表面から発生する。そこで、以下の議論においても、き裂が表面から発生し、内部に進展して破断に至る場合を想定する。

大気中疲労試験では、酸化皮膜による塑性変形の拘束効果により局部的に高応力となり、表面から粒内き裂が発生し、ストライエーションを伴いながら内部に進展していき破断する。一方大気中クリープ疲労試験では、表面から粒内き裂（条件によっては粒界き裂）が発生するが、内部では粒界上に形成されたキャビティを縫うようにして、粒界に沿って進展する²³⁾。ナトリウム中疲労試験では、酸化皮膜が形成されないため、表層部の結晶粒が自由に塑性変形することができ、この結果粒内き裂の発生抵抗が増し、このため大気中より長寿命を示す⁸⁾。ナトリウム中疲労では、粒内き裂の発生抵抗が高いにもかかわらず、き裂は粒内から発生する²¹⁾⁴⁾場合もあれば、粒内と粒界の混合型のき裂発生モードを示す場合も報告されており⁷⁾、一概には結論は出せないが、大気中からナトリウム中に環境が変わると、完全な粒内型から多少混合型のき裂発生モードに移行するようである。ナトリウム中クリープ疲労試験において破面や組織観察の結果が示されている例は少ないが、SUS 304 相当材において、大気中クリープ疲労では混合型のき裂発生を示しているのに対し、ナトリウム中ではより完全な粒界型き裂発生に移行していることが報告されている⁷⁾。本研究では、Photo .1～Photo .6 に示したように、3本の浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験片のうち、表面からき裂が発生した2本とも（内部からき裂が発生した1本も）き裂発生はいずれも完全な粒界型であった。

クリープ疲労によりき裂が内部を進展する場合、大気中であってもナトリウム中であっても、き裂は粒界に形成されたキャビティを縫うようにして、粒界を進展する。この場合には力学因子の影響が極めて大きく、環境の効果は無視し得る⁶⁾。従ってクリープ疲労におけるナトリウム環境の効果は、き裂発生寿命におよぼす影響に絞られる。SUS 304 鋼と SUS 321 鋼の高温疲労試験において、200 ミクロン程度の深さのき裂が発生するのに要する繰返し数が、破断寿命の約半分であることが報告されている²⁴⁾²⁵⁾。浸炭源付きナトリウム中と大気中で破断寿命が変わらないこと、およびき裂進展寿命は環境に依存しないことから、浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験において、浸炭層厚さと同じ約 200 ミクロン深さのき裂が発生する繰返し数は寿命の約半分、その粒界き裂発生寿命は大気中クリープ疲労試験におけるき裂発生寿命とほぼ同じであると類推することができる。

き裂発生寿命に及ぼすナトリウム環境の効果としては、①酸化皮膜が形成されないことによる粒内き裂発生抵抗の向上と、②表層浸炭部の粒界に多くの炭化物が形成されることによる粒界き裂発生抵抗の低下、の2因子が挙げられる。上記の2因子にクリープ効果による粒界き裂発生抵抗の低下の効果を加え、これらの計3因子が各き裂発生抵抗に及ぼす影響を、試験結果をうまく解釈できるよう、いささか都合良く模式化して Fig .11 に示す。すなわち、大気中疲労では酸化皮膜により粒内き裂発生抵抗が低下するのに対し、ナトリウム中疲労では粒内・粒界ともき裂発生抵抗は低下せず、良好なき裂発生寿命を示す。一方、大気中クリープ疲労ではクリープ効果により粒界き裂発生抵抗が低下するが、それ以上に粒内き裂発生抵抗が低下するのに対し、ナトリウム中ではクリープ効果と浸炭効果の重畳により粒界き裂発生抵抗が大きく低下し、結果的に両者のき裂発生寿命は

ほぼ等しくなる。

4-4. 実機評価への反映

3節で示した試験結果および4-1, 4-2節で行った検討結果から、ナトリウム環境が、著しい浸炭とこれに伴う粒界の劣化を生じるような場合にも、SUS 304 クリープ疲労寿命に何ら悪影響を及ぼさないことが明らかとなった。ひずみ範囲 0.43%, 保持時間 1 時間, 破断寿命 6318 回の試験片ではき裂が内部から発生しており、一見してナトリウム中で表面からき裂が発生する実機条件をうまく模擬してないようにも見えるが、逆に考えると浸炭により粒界が劣化しているにもかかわらずき裂が内部から発生しているため、ナトリウム環境がクリープ疲労強度に悪影響を及ぼさないことの裏付けであると見做すほうが妥当であると考えられる。また4-3節の検討により、浸炭を伴うようなナトリウム中でも、そのき裂発生寿命が大気中とほぼ同等であることが明らかとなった。

1-2項で挙げた2項目の反映先について検討する。項目①に関しては、実機で想定されるよりはるかに厳しい浸炭を生ぜしめたにもかかわらず、ナトリウム中クリープ疲労強度が低下しなかったことから、少なくともナトリウム環境の効果に関して言えば、その妥当性は明確に確認されたと考えられる。項目②は、粒界の劣化によりき裂の発生寿命が大幅に低下した場合、破断寿命の1/20の繰返し数で発生寿命を包絡できなくなる可能性を危惧したものであるが、本研究により厳しい浸炭のある場合にもき裂発生寿命が低下しないことが明らかとなったため、その妥当性が確認されたと考えられる。

4-5. 高速炉構造用 SUS 316 鋼のナトリウム中クリープ疲労強度

高速炉構造用 SUS 316 鋼は、従来の SUS 316 鋼を低炭素化して、粒界への炭化物の析出を抑制しクリープ疲労強度を向上させるとともに、高窒素化により低炭素化による強度低下を補った材料で、次期大型炉の有力候補材である。高速炉構造用 SUS 316 鋼のナトリウム中クリープ疲労データの報告例は無く、また動燃事業団においてもまだ取得されていないが、本研究で得られた知見をもとに、以下にその特性を推測して検討する。

高速炉構造用 SUS 316 鋼のナトリウム中クリープ疲労寿命をき裂発生寿命と進展寿命に分けて考えてみると、後者の進展寿命はナトリウム環境の影響を受けず大気中とほぼ同等であり、従って粒界の強化により通常 SUS 316 鋼より長寿命となる。一方前者に関しては、ナトリウム環境による浸炭により低炭素化の効果が無くなり、その粒界き裂発生寿命は通常 SUS 316 鋼と同程度になると予想され、従って高速炉構造用 SUS 316 鋼の大気中発生寿命より多少短寿命になる可能性もある。しかしながら、SUS 316 鋼では SUS 304 鋼に比較して浸炭が著しく少ないとの報告¹⁴⁾もあり、大気中発生寿命とほぼ同程度であるかもしれない。以上をまとめると、高速炉構造用 SUS 316 鋼のナトリウム中き裂発生寿命は大気中より若干短寿命となる可能性があるが、進展寿命は大気中と同等であり、両者を合わせて考えると、ナトリウム中クリープ疲労強度は大気中の強度に比べてそれ

程遜色ないのではないかと推測される。しかしながら、ナトリウム中では、高速炉構造用 SUS 316 鋼のき裂発生寿命が通常 SUS 316 鋼と同レベルになる可能性が示唆されるわけで、この点についてはナトリウム中クリープ疲労試験を少なくとも 1、2 本は実施して、確認しておく必要はあると考えられる。

5. 結 言

ナトリウム環境、特に浸炭とこれに伴う粒界の劣化が、SUS 304 鋼のクリープ疲労破断寿命やき裂発生寿命に及ぼす影響を明確にする目的で、浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験を実施した。最長 6000 時間以上の寿命の計 3 本のデータを取得した。力学的因子、浸炭や炭化物の析出等の組織的因子、き裂進展過程と破面形態などの観点から検討し解析を行った結果、以下の結論を得た。

- (1) 本報で開発した浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労試験により、実機で想定される最大浸炭量より厳しい浸炭と、炭化物の析出による粒界の劣化を試験片に付与できることが確かめられた。このような厳しい条件においても、ナトリウム中クリープ疲労強度が大気中の強度とほぼ同等であることが分かった。
- (2) 線形累積損傷則に基づいてクリープ疲労損傷を評価した結果、浸炭源付きナトリウム環境がクリープ疲労損傷に何ら悪影響を及ぼさないことが分かった。また浸炭源付きナトリウム中クリープ疲労寿命が、現行クリープ疲労評価法により、十分な精度で予測可能であることが明らかとなった。
- (3) 破面および組織観察結果に基づき、き裂の発生と進展過程に関する検討を行った。この結果、浸炭源付きナトリウム中ではき裂が粒界から発生するものの、その発生寿命は大気中と同等であること、およびナトリウム中き裂進展寿命も大気中と同等であることが分かった。
- (4) 以上の検討から、小型試験片を用いた大気中クリープ疲労寿命の 1 / 20 の繰返し数で、実機のナトリウム中表面き裂発生寿命を包絡する現行評価手法が、少なくともナトリウム環境効果の観点からは妥当であるとの裏付けを得た。

本報で得られた知見をもとに、き裂発生寿命と進展寿命の観点から、高速炉構造用 SUS 316 鋼のナトリウム中クリープ疲労強度の推測を行った。その結果、ナトリウム中クリープ疲労強度は大気中の強度と遜色ないのではないかと予測されたが、き裂発生寿命が若干低下する可能性も考えられ、この点についてはすくなくとも 1, 2 本の試験は実施して、確認しておく必要はあると考えられる。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、研究全体を総括された前機器構造開発部二瓶部長（現広報室次長）と機器構造開発部今津部長代理の有益な御指導と御助言に深謝する。

破面および組織観察において、有益な助言をしてくれた当室の木村英隆氏に感謝する。

また本試験を分担実施した松本好市、石上勝夫両氏や、数値解析を分担実施した加藤猛氏、金相解析を分担実施した鴨川浩一、市毛勝義両氏をはじめとする常陽産業職員の方々の御協力に感謝する。

参 考 文 献

- 1) 例えば, G. J. Zeman and D. L. Smith, "Low Cycle Fatigue Behavior of Types 304 and 316 Stainless Steel Tested in Sodium at 550 C", Nuclear Technology Vol. 42, Jan., (1979).
- 2) 例えば, 北尾幸市, 平野正敦, 白土陽治, 二瓶勲, 吉利醇, 「高温流動ナトリウム中における SUS 304 鋼の低サイクル疲労特性 (I)」, PNCSN 94184 - 164.
- 3) G. J. Lloyd, "Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels in sodium: A Review", UKAEA Northern Division Report, ND-R-121 (R), (1977).
- 3) O. K. Chopra, "Effects of Sodium and Lithium Environments on Mechanical Properties of Ferrous Alloys", J. of Nuclear Materials, 115, (1983).
- 3) D.S.Wood, "UKAEA Mechanical Test Work in Sodium", Specialist Meeting on Properties of Primary Circuit Structural Materials Including Environment Effects, Bergisch Gladbach IWGFR/22, (1977).
- 6) D. S. Wood, "Creep/Fatigue Behaviour of Type 316 Steel in Sodium", Liquid Metal Engineering and Technology, BNES, London, (1984).
- 7) W. Husslage and B. R. Drenth, "Fatigue Behaviour of 18Cr-11Ni Steel in Sodium Before and After Exposure in Dynamic Sodium", Amer. Nucl. Soc. 2nd. Int. Conf. on Liquid Metal Technology in Energy Production, Richland, (1980).
- 8) H. Huthmann and G. Menken, "The Fatigue Behaviour of Type 304 Stainless Steel at 550 C in Flowing Sodium", Conference Material Behaviour and Physical Chemistry in Liquid Metal Systems, Karlsruhe, (1981).
- 9) P. Flagella, J. Denne, J. Kahrs, G. A. Whitlow, S. L. Schrock and W. E. Ray, Specialist Meeting on Properties of Primary Circuit Structural Materials Including Environment Effects, Bergisch Gladbach IWGFR/22, (1977).
- 10) D. S. Wood, G. Slattery, J. Wynn, D. Connaughton and M. E. Lambert, "Preliminary Results of Effect of Environment on The Low Cycle Fatigue Behaviour of Type 316 Stainless Steel and 9% Cr Ferritic Steel", Inst. Mech. Engrs. Conf. The Influence of Environment on Fatigue, London, (1977).
- 11) 森下正樹, 朝田泰英, 石川克明, 「高真空下における SUS 304 鋼のクリープ・疲労相互作用の評価の試み」, 日本機械学会論文集 (A 編), 50 巻, 453 号, (1984).
- 12) 森下正樹, 朝田泰英, 三橋俊作, 「超真空下における SUS 304 鋼のクリープ・疲労相互作用」, 日本機械学会論文集 (A 編), 51 巻, 462 号, (1985)

- 13) M. Morisita and Y. Asada, " Creep-Fatigue Interaction : Data Base Analysis and Applications" , Nuclear Engineering and Design, 83, (1984) .
- 14) D. L. Smith, K. Natesan, T. F. Kassner and G. L. Zeman, " effect of Sodium on The Low-Cycle Fatigue Behavior of Austenitic Stainless Steel" , Proc. ASME Symp. Structural Materials for Service at Elevated Temperatures in Nuclear Power Generation, MPC-1, ASME, (1975)
- 15) R. K. Wild, " High Temperature Oxidation of Austenitic Stainless Steel in Low Oxygen Pressure" , Corrosion Science, vol. 17, (1977) .
- 16) R. Hales, " A Quantitative Metallographic Assessment of Structural Degradation of Type 316 Stainless Steel During Creep-Fatigue" , Fatigue of Engineering Materials and Structures, vol. 3, No. 4, (1980) .
- 17) Y. Wada, Y. Kawakami and K. Aoto, 5th Nat. Cong. on PVP Tech., ASME Special Pub. 123 Book No. G11369, (1987) .
- 18) 土田豊, 加納茂機, 二瓶勲, 「数値解析によるバイメタリックループでの SUS 304 鋼の浸炭挙動予測」, PNC SN 9410 86 - 122.
- 19) 土田豊, 伊藤卓志, 平野正敦, 加納茂機, 二瓶勲, 「高速増殖炉二次ナトリウム系での SUS 304 鋼への浸炭挙動と強度延性の変化」, PNC SN 9410 87 - 058.
- 20) 「高速原型炉第 1 種機器の高温構造設計方針」解説, PNC SN 241 84 - 14.
- 22) R. D. Campbell, " Creep Fatigue Interaction Correlation for SUS 304 Stainless Subjected to Strain-Controlled Cycling with Hold Times at Peak Strain" , ASME Paper No. 71-PVP-6. 22) A. Yoshitake, Y. Wada AND M. Hirano, Int. Conf. on Creep, Tokyo, 195, (1986) .
- 23) G. J. Lloyd and J. Wareing, " Stable and Unstable Fatigue Crack Propagation During High Temperature Creep-Fatigue in Austenitic Steels : The Role of Precipitation" , J. Eng. Mat. Tech., vol. 101, (1979) .
- 24) 宇佐美三郎, 福田嘉男, 志田茂, 「SUS 304 鋼平滑材の疲労と高温酸化の相互作用下における微小き裂の発生と進展」, 材料, 第 33 巻, 第 369 号, (1984).
- 25) 桑原和夫, 新田明人, 北村隆行, 「SUS 321 鋼の高温低サイクル疲労破壊形態に及ぼすひずみ波形の影響」, 材料, 第 30 巻, 第 338 号, (1981).

Table 1 Chemical compositions and mechanical properties of tested material.

Chemical composition (%)

項 目		成 分						
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
分析値	レーベル分析	0.05	0.59	0.87	0.027	0.003	8.98	18.47
	チェック分析	0.05	0.60	0.87	0.026	0.002	8.94	18.59

Mechanical properties

試 験 項 目		引 張 試 験			か た さ 試 験
		0.2% 耐力 (kg/mm ²)	引張強さ (kg/mm ²)	伸 び (%)	H _b
試験 結果	室 温	23	64	63	135
	550° C	12	39	40	

Table 2 Test conditions

case	Strain range (%)	hold time (hour)
1	0.94	1
2	0.43	1
3	1.01	10

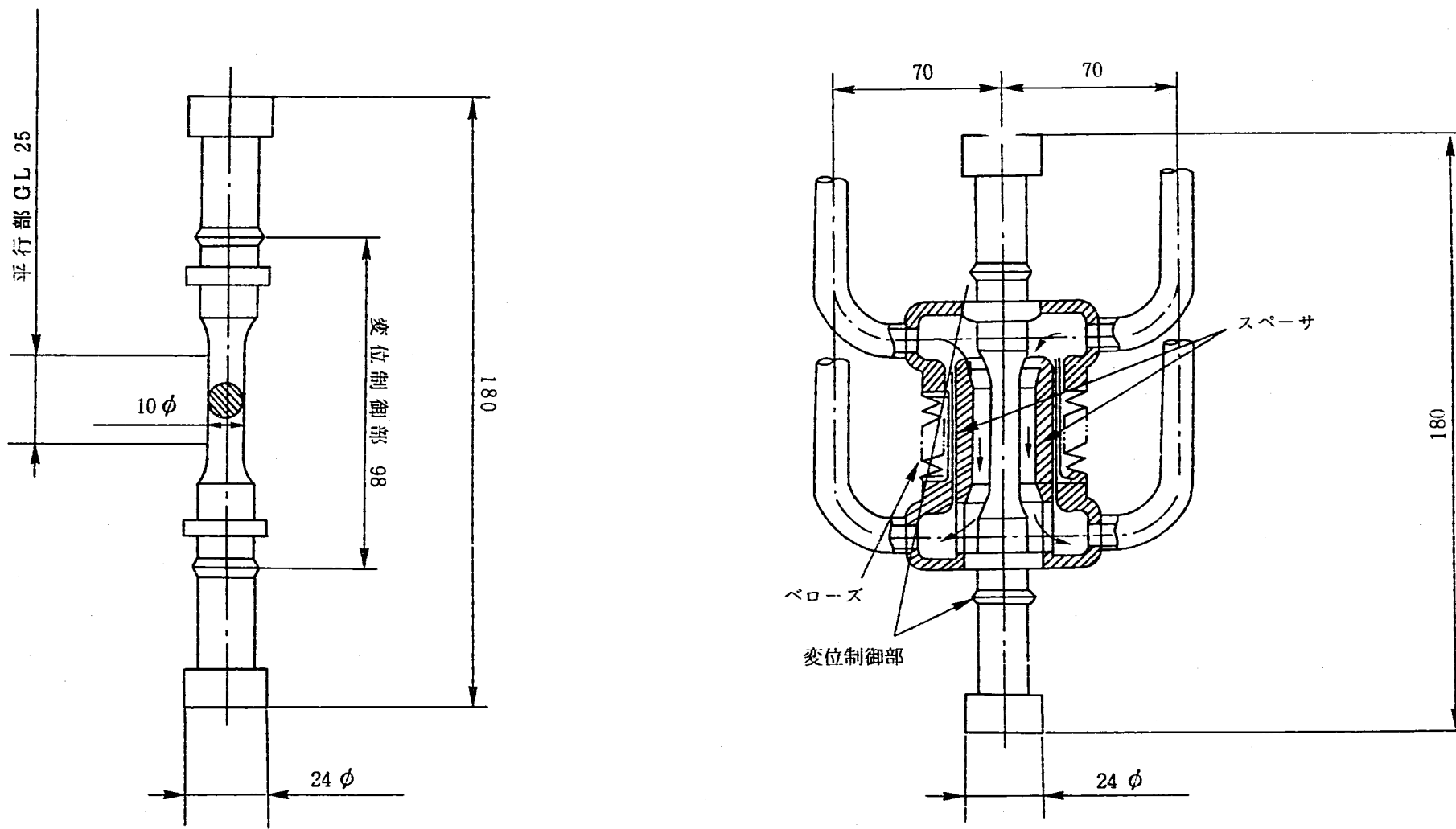


Fig. 1 Specimen configuration

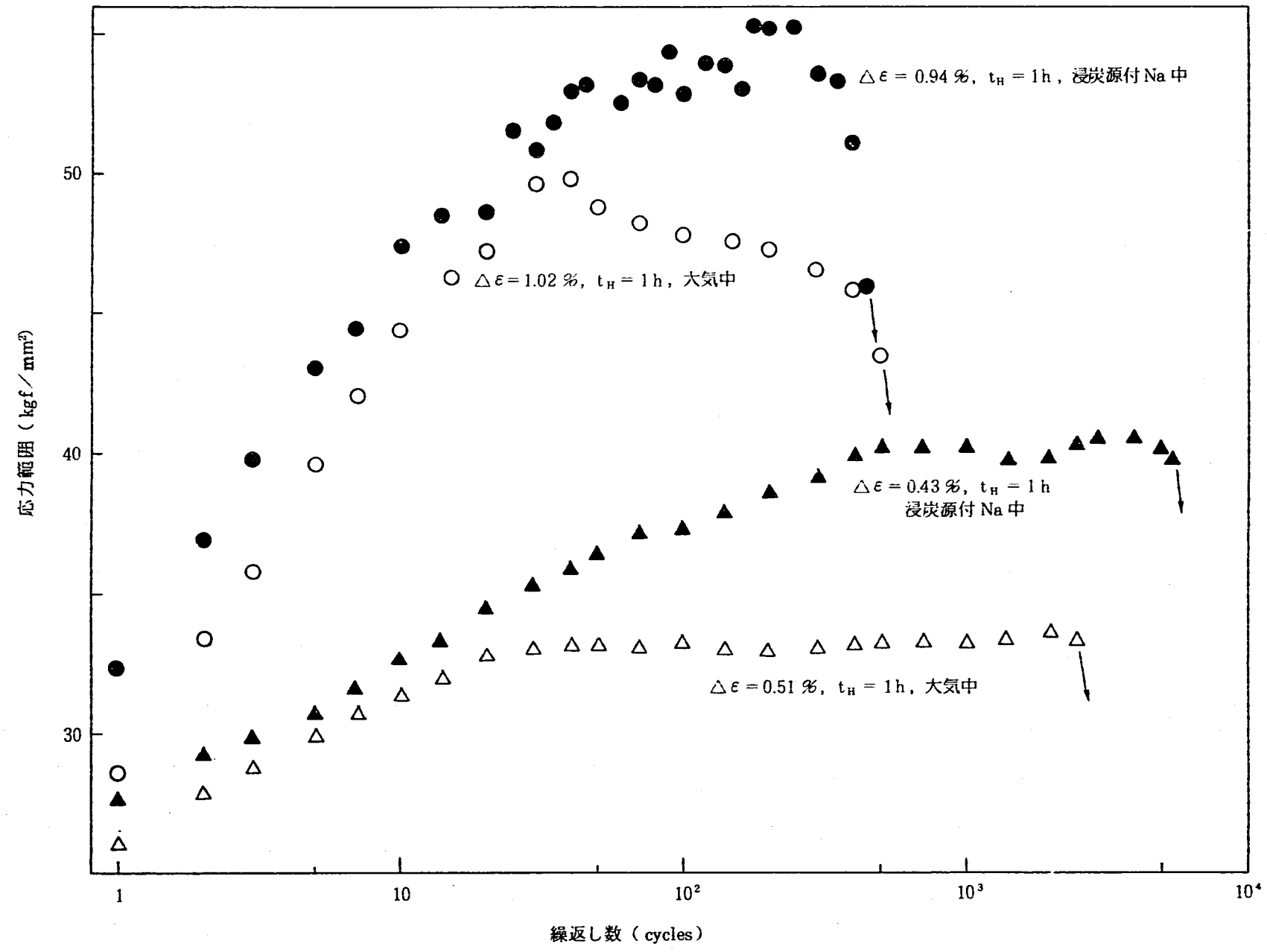


Fig. 2 Cyclic hardening behavior in carburizing sodium (1).

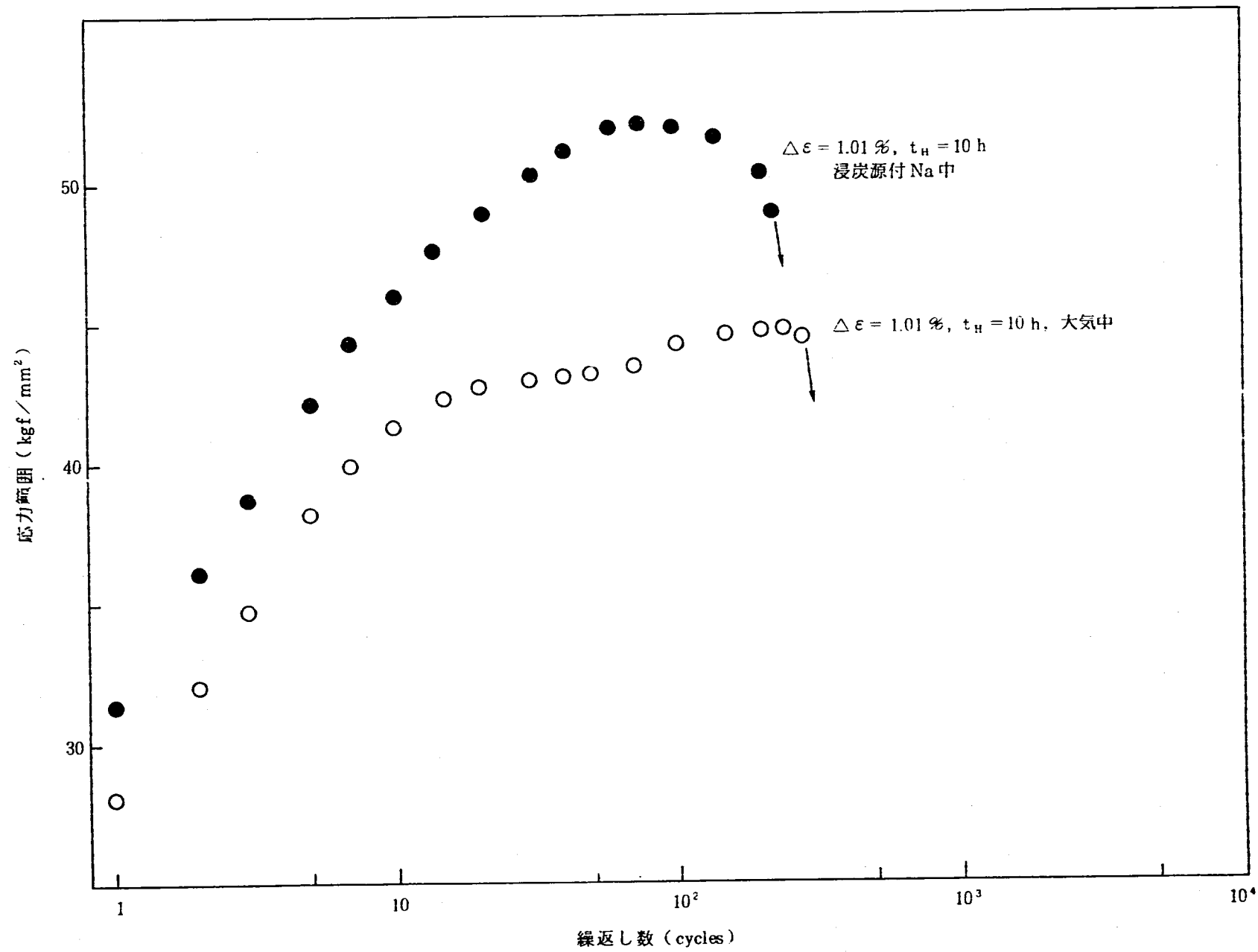


Fig. 3 Cyclic hardening behavior in carburizing sodium (2).

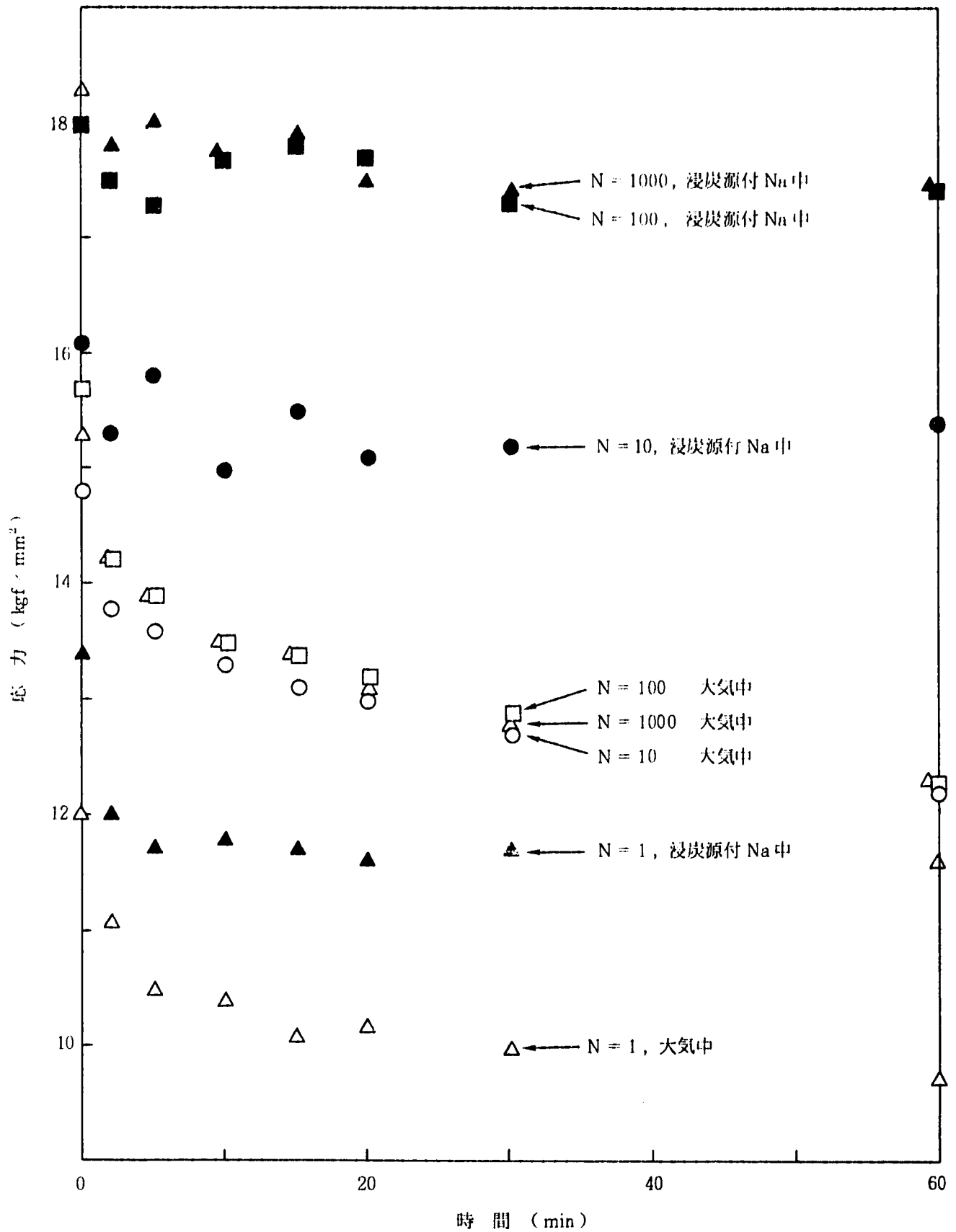


Fig. 4 Cyclic stress relaxation behavior in carburizing sodium (1).

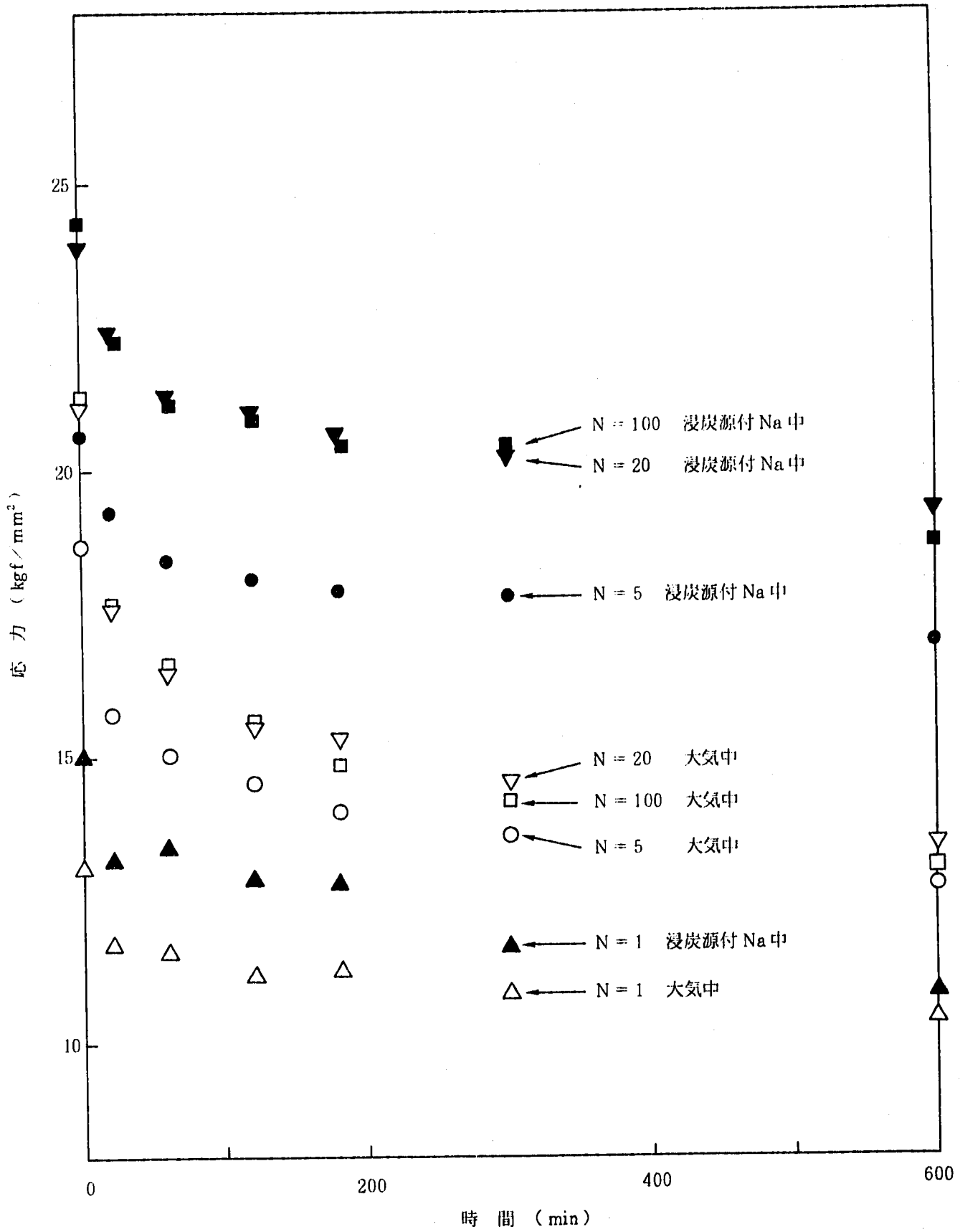


Fig. 5 Cyclic stress relaxation behavior in carburizing sodium (2).

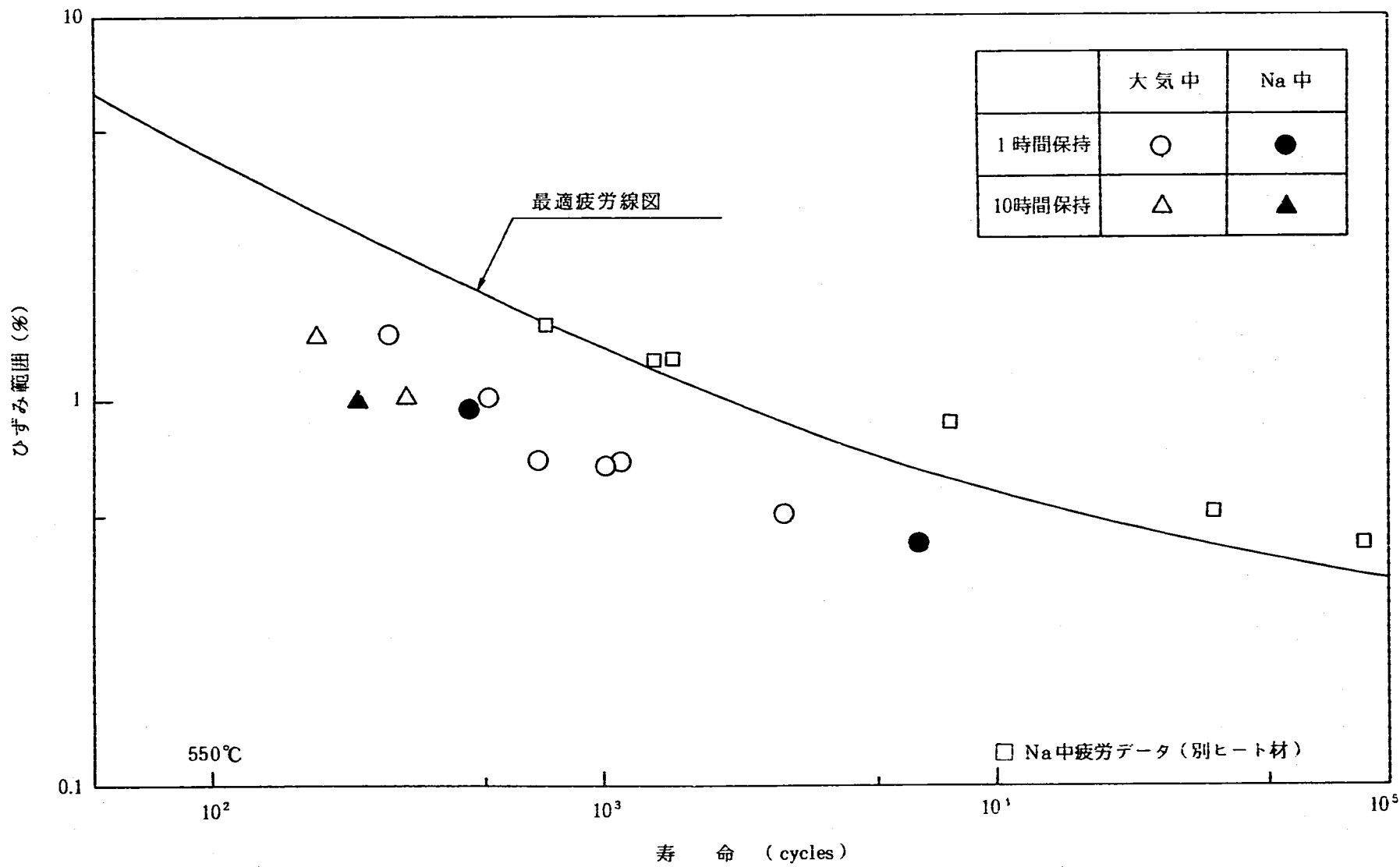


Fig. 6 Creep fatigue life in carburizing sodium.

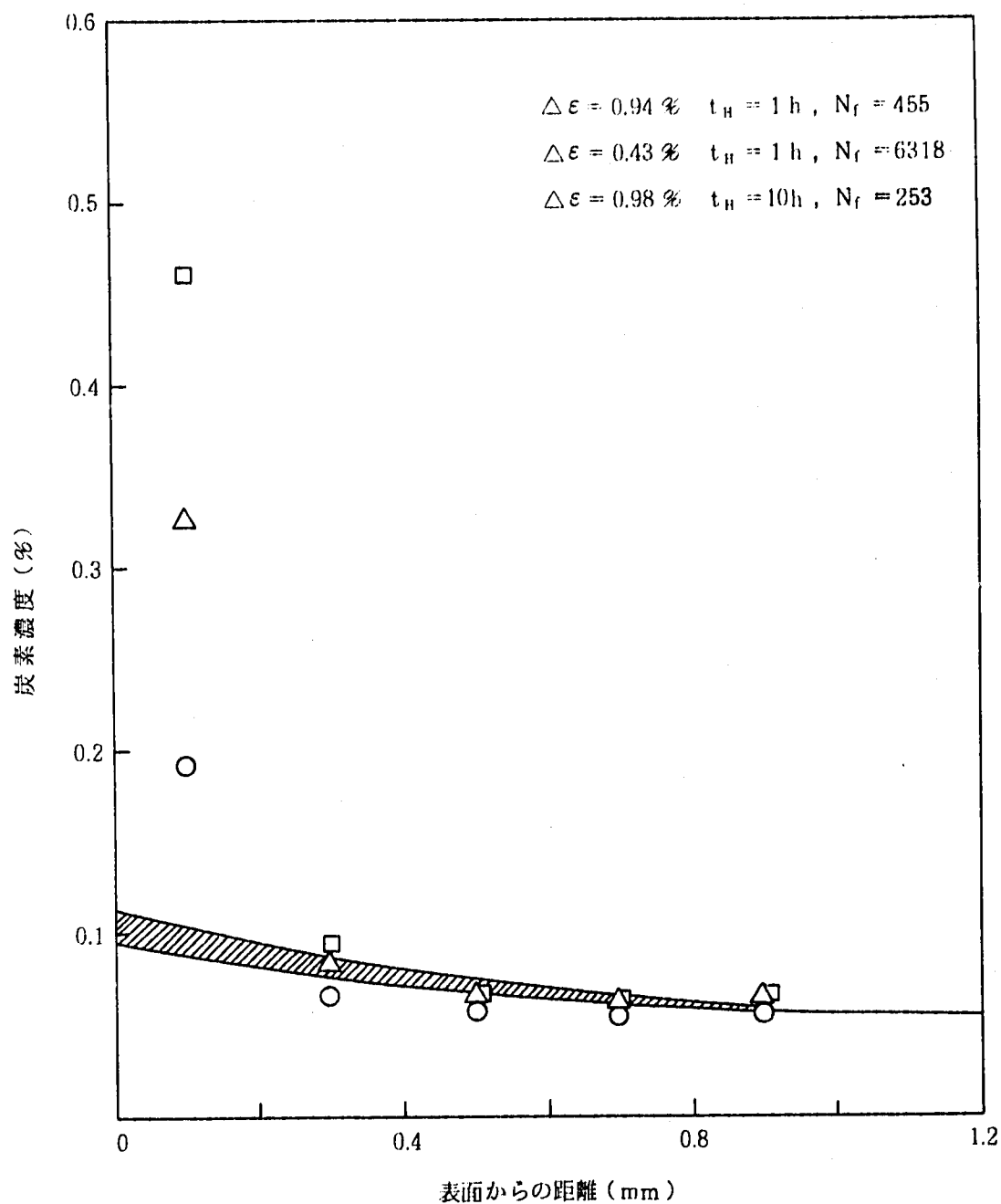


Fig.7 Carbon penetration profile of tested specimens.

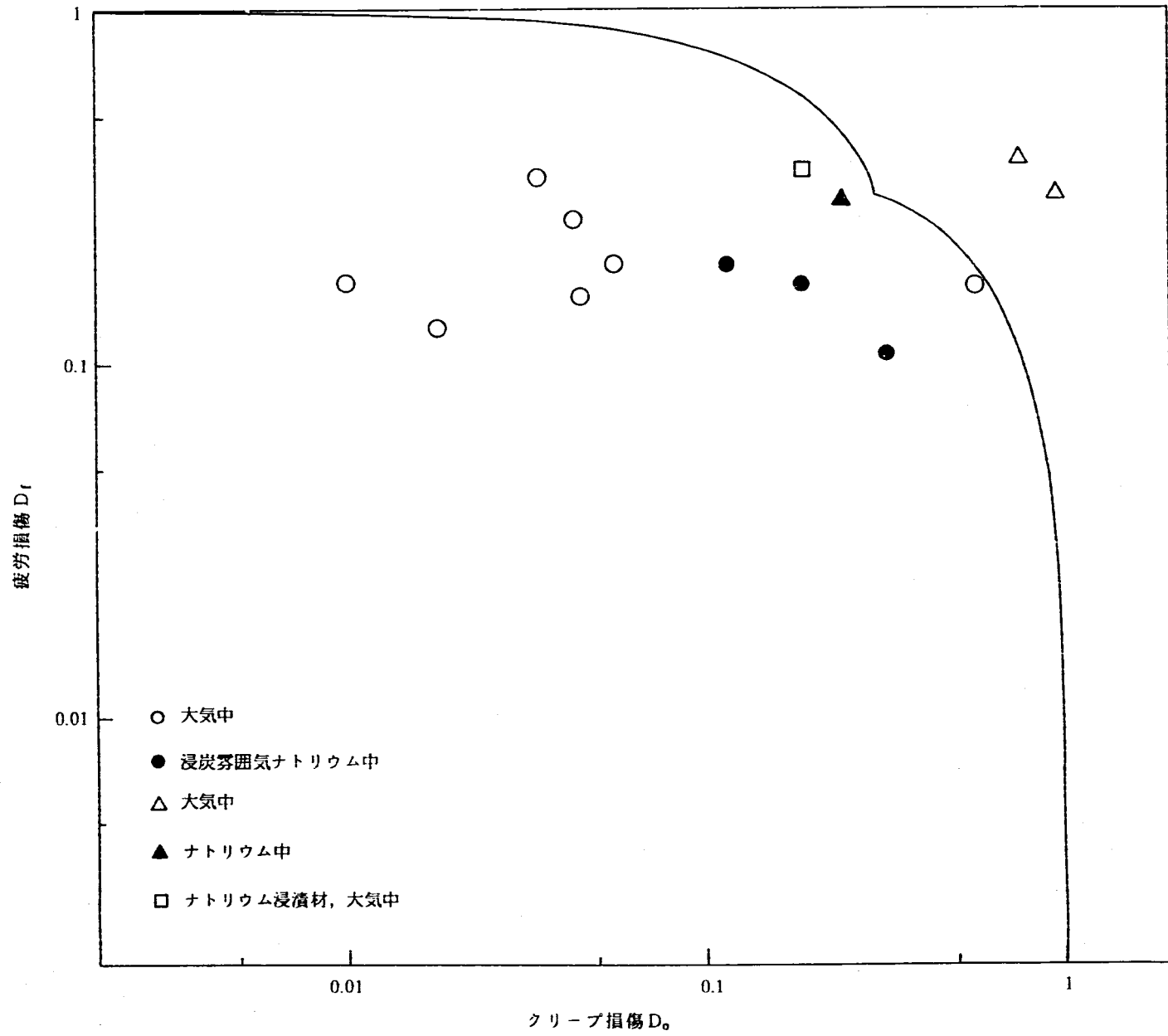


Fig.8 Evaluation result of creep fatigue damage.

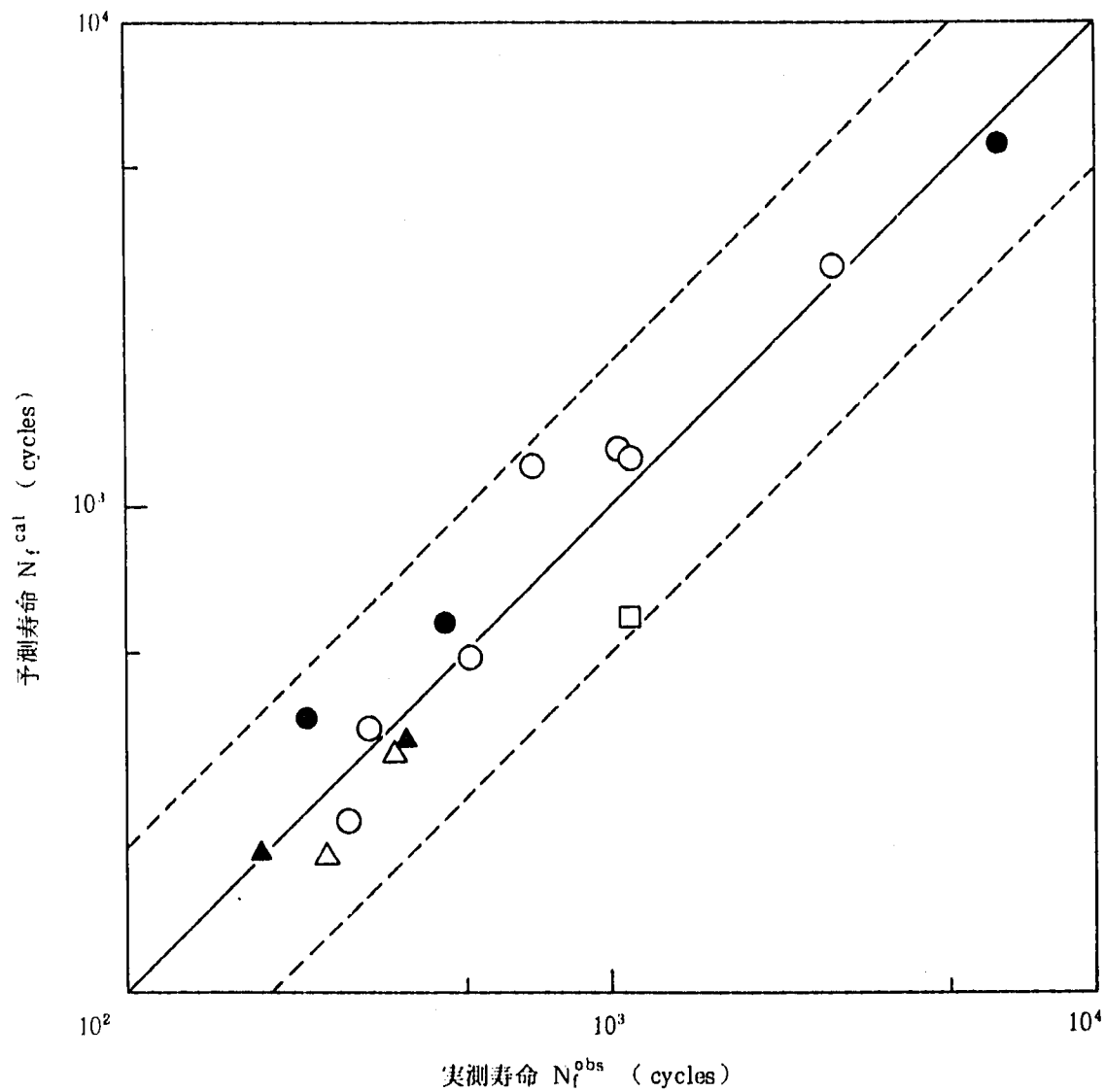


Fig. 9 Comparison of calculated life with experimental result (1).

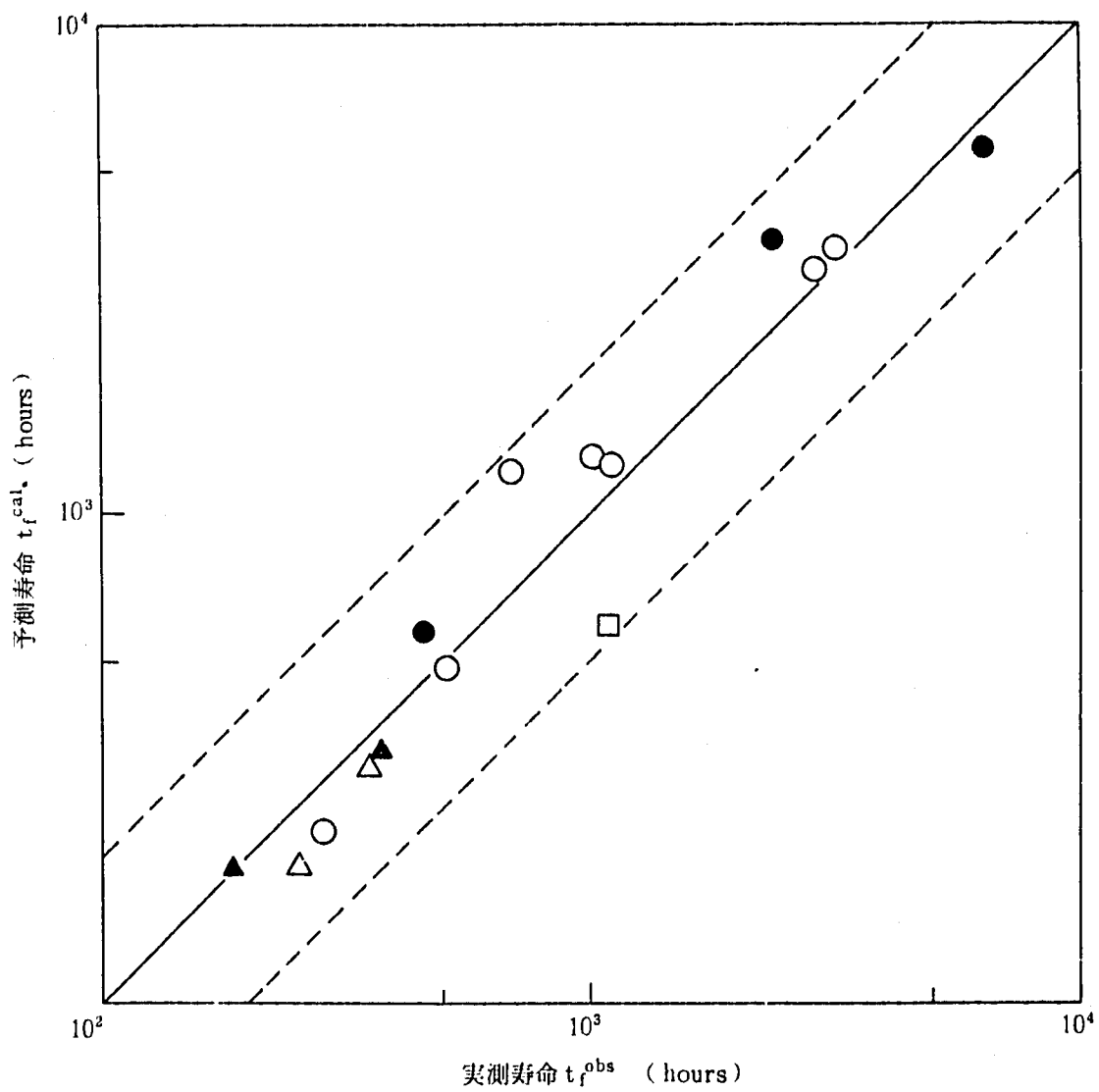


Fig.10 Comparison of calculated life with experimental result (2).

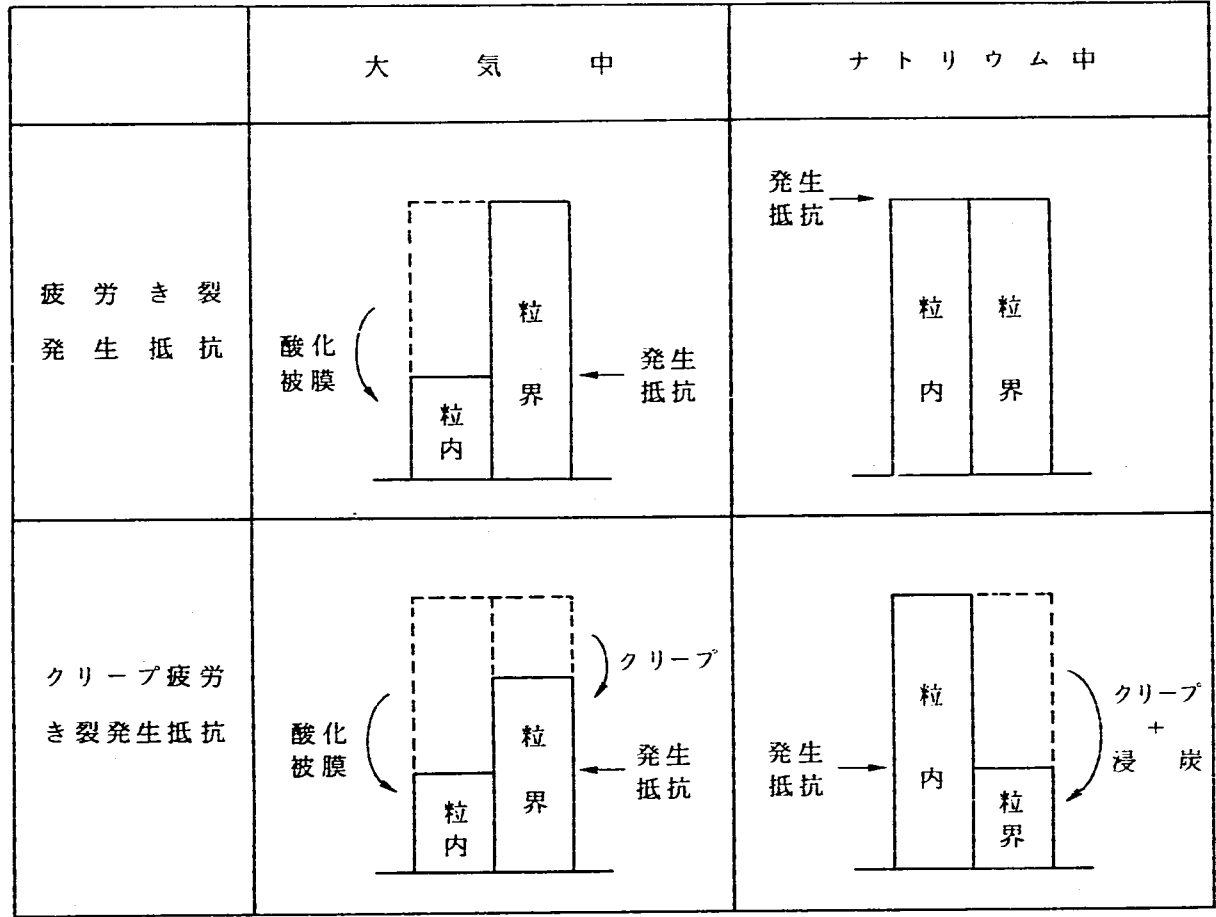
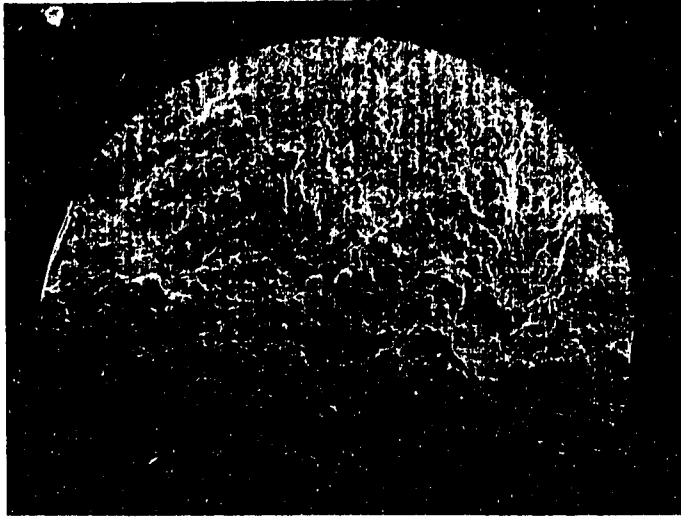


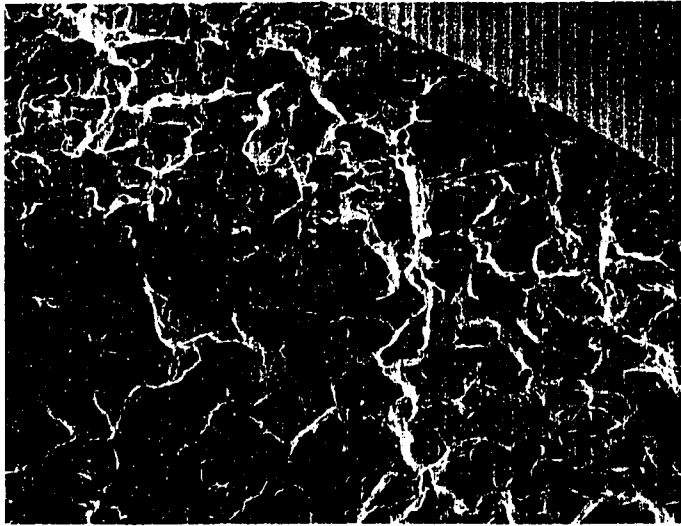
Fig.11 Effect of sodium on crack initiation resistance.

Photo. 1 Fracture surface (1).

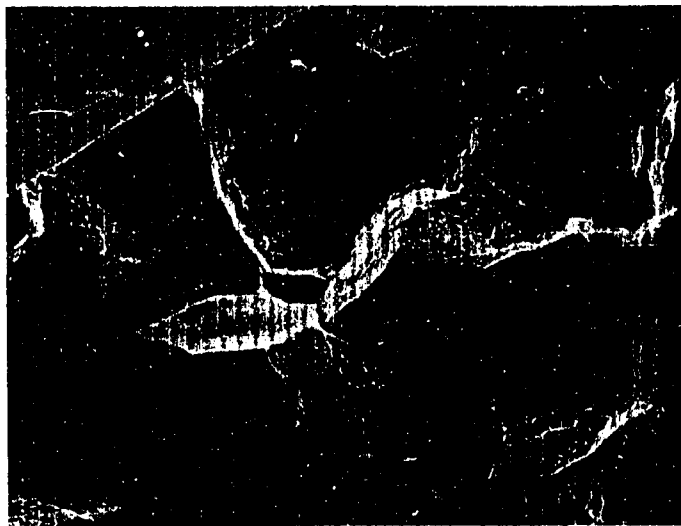
$\Delta \epsilon = 0.94 \%$, $t_H = 1$ hour, $N_f = 455$



1 mm



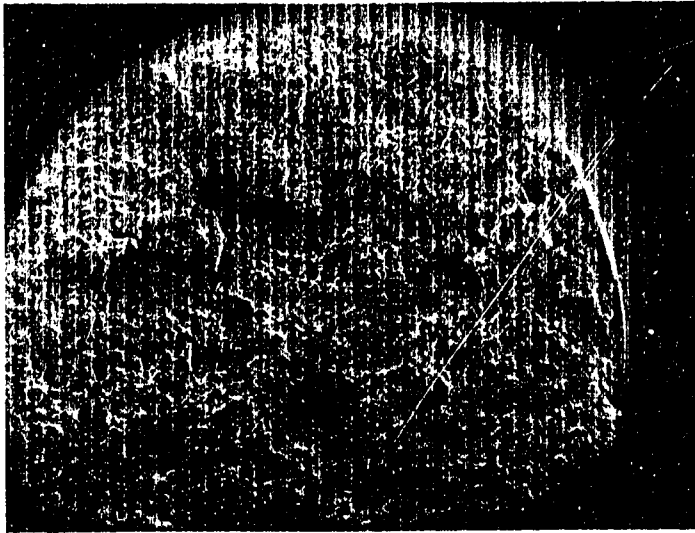
100 μm



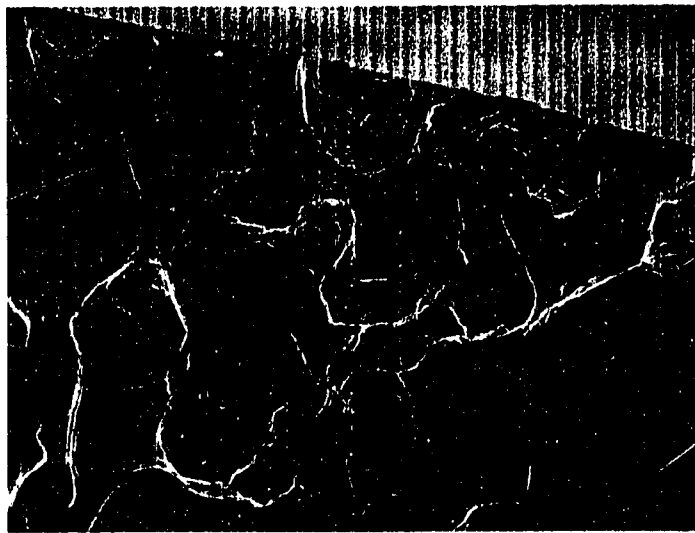
20 μm

Photo. 2 Fracture surface (2).

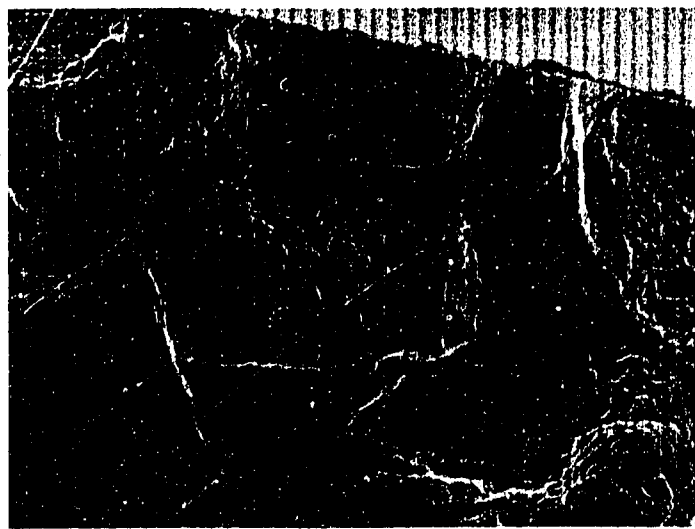
$\Delta \varepsilon = 0.43 \%$, $t_H = 1$ hour, $N_f = 6318$



1 mm



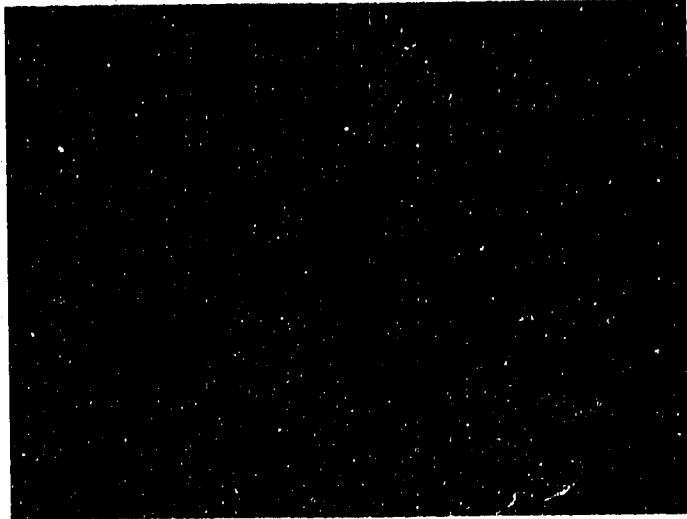
100 μ m



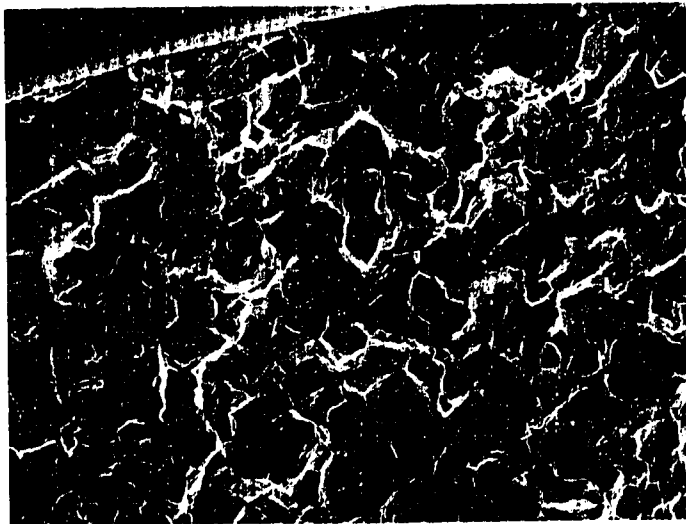
20 μ m

Photo.3 Fracture surface (3).

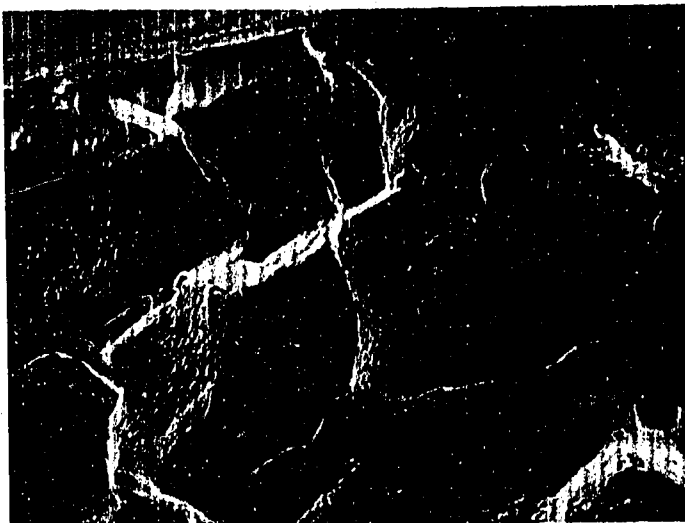
$\Delta \epsilon = 0.98 \%$, $t_H = 10$ hour, $N_f = 253$



1 mm



100 μ m



20 μ m

Photo.4 Crack initiation and propagation mode (1).

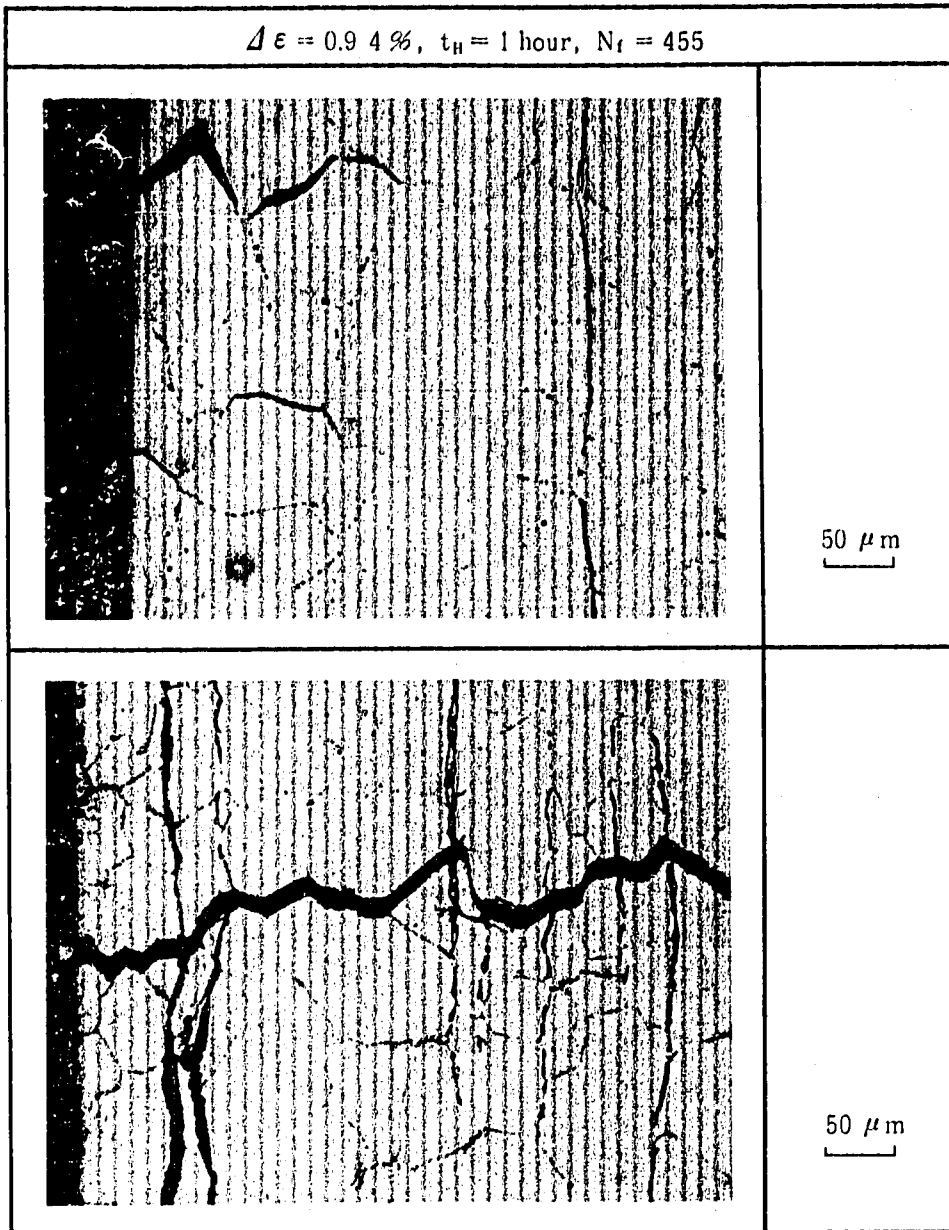


Photo.5 Crack initiation and propagation mode (2).

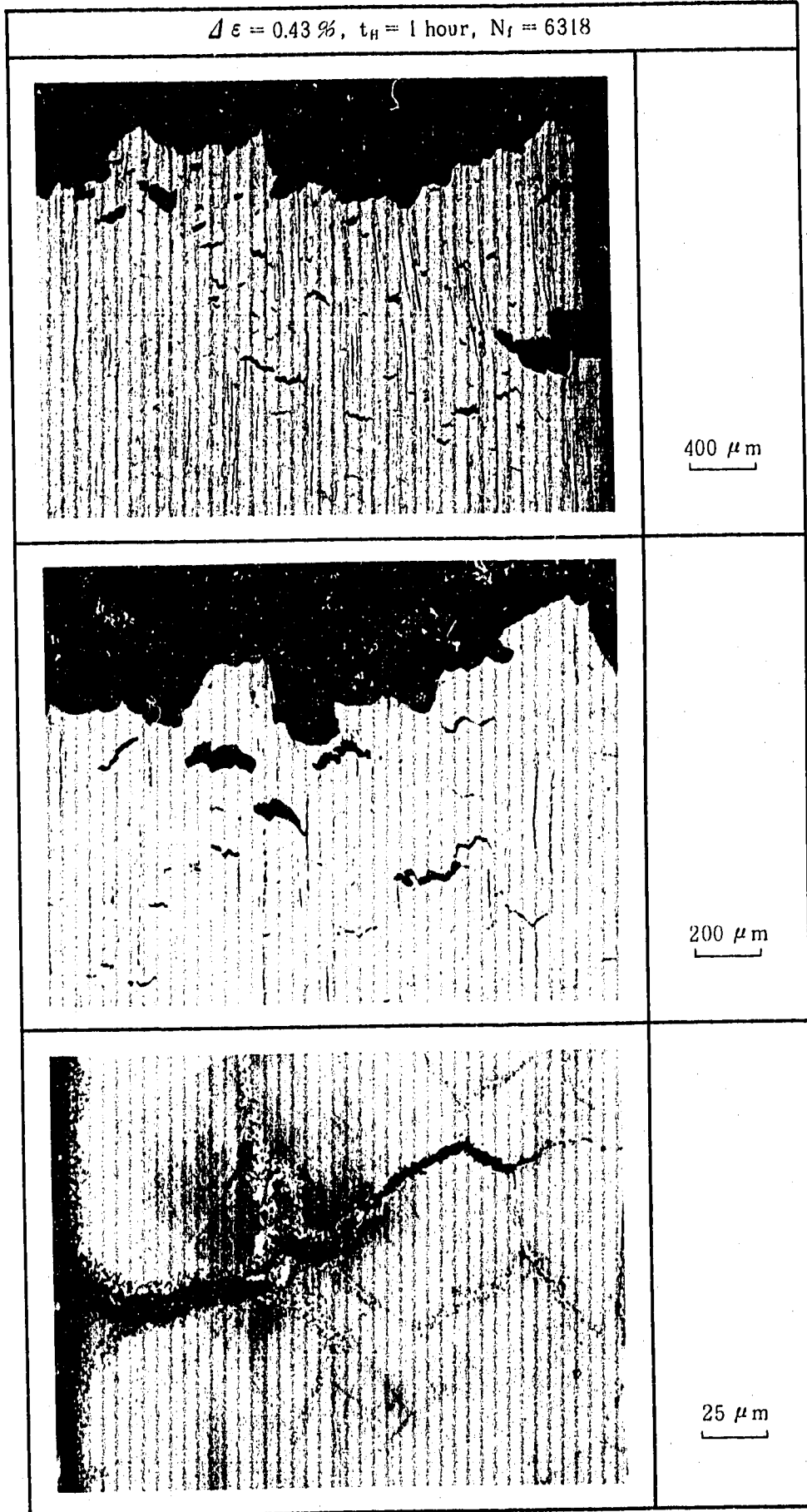


Photo.6 Crack initiation and propagation mode (3).

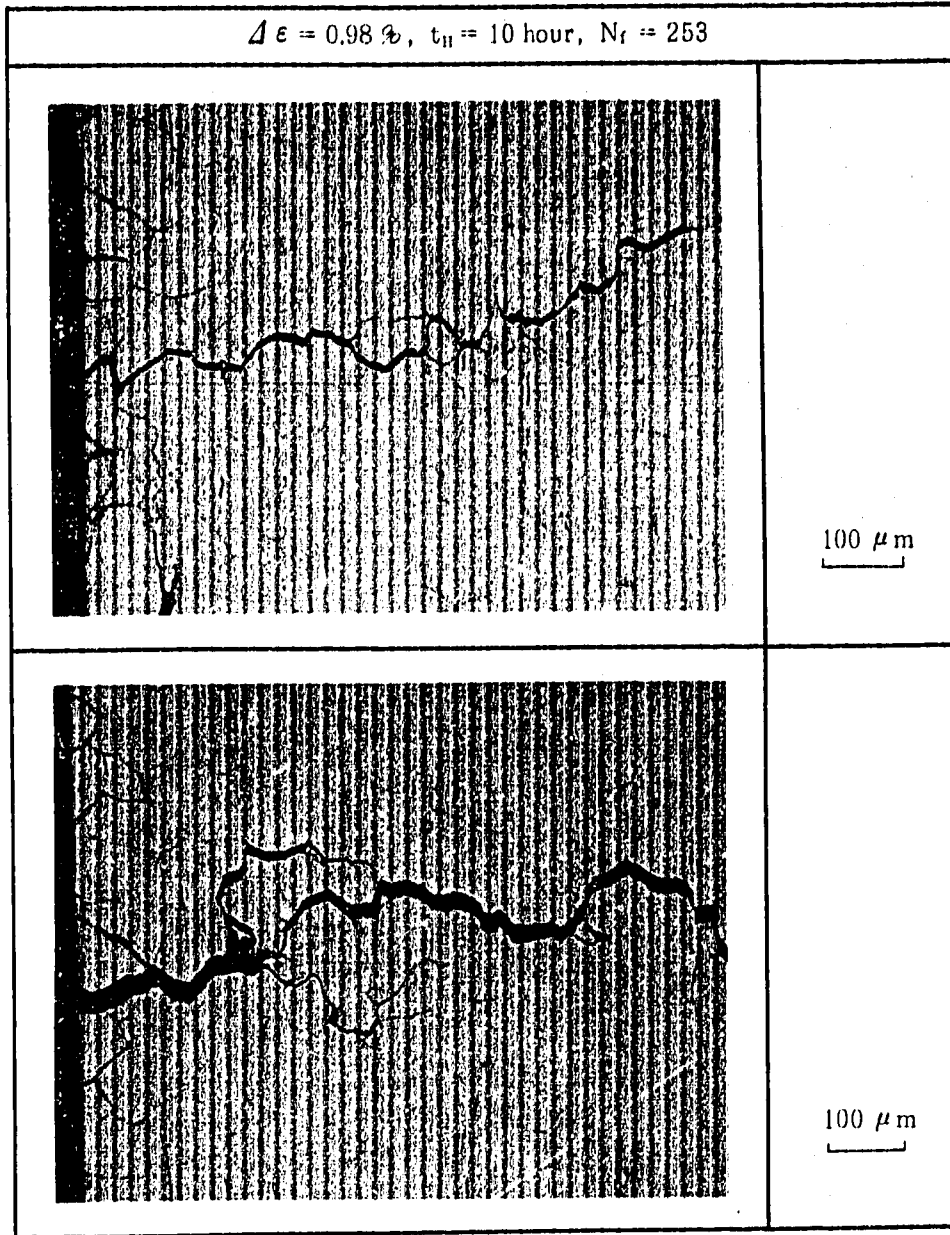


Photo.7 Degradation of grain boundary after tested in carburizing sodium.

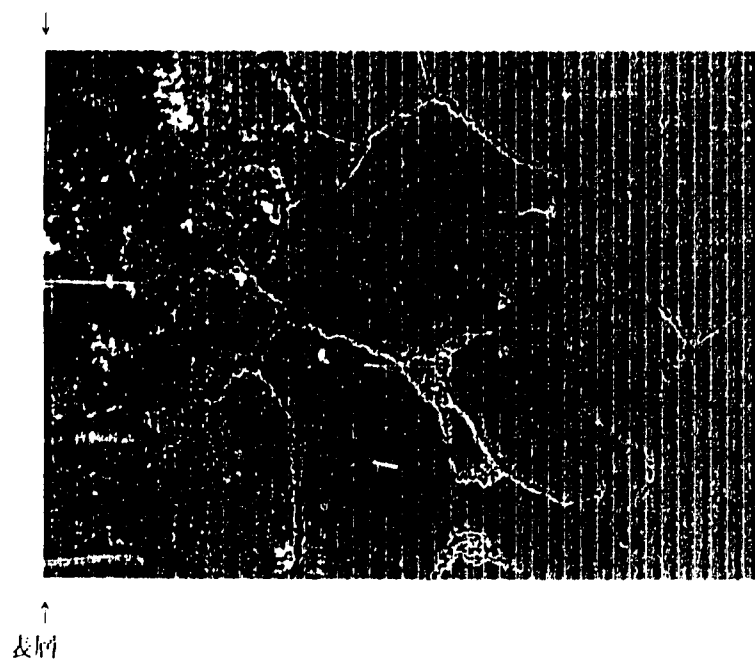
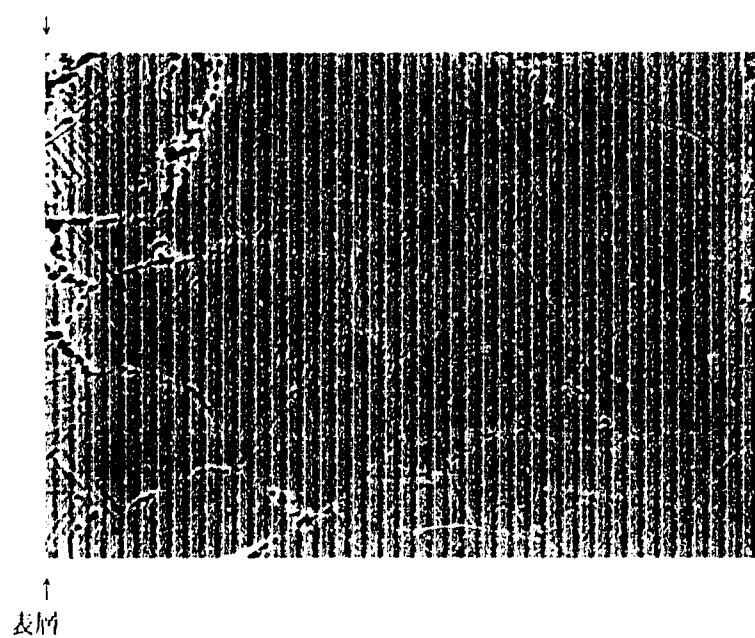


Photo.8 Degradation of grain boundary after 20000 hours sodium exposure.



付録 A-1. 通常ナトリウム中クリープ疲労試験

通常ナトリウム中クリープ疲労試験（ひずみ範囲 1.2～1.6%，ひずみ保持時間 1 時間）を 2 本、また比較のため、ほぼ同条件での大気中試験を 2 本それぞれ 550℃ で実施した。供試材は、当材料開発室で技工材と称している SUS 304 鋼板であり、その化学成分と機械的性質を Table A 1-1 に示す。試験装置、ナトリウムループは文献 2) と全く同じである。試験は試験片肩間の変位量を台形波に制御して実施した。

大気中試験では、押し当て式変位計を併用して、平行部の変位の変化も測定した。 $1/2 N_f$ (N_f は破断寿命) での肩間変位量と平行部変位量を比較した結果、文献 2) で疲労試験で得られた両者の関係と同一線上にプロットされた。このため、ナトリウム中クリープ疲労試験における、 $1/2 N_f$ での平行部変位量の推定は、文献 2) で得られた校正曲線をそのまま用いて行うことにした。

大気中で 2 本実施したクリープ疲労試験における、肩間変位、平行部変位から換算したひずみ範囲および応力範囲の繰返しに伴う変化を、Fig. A 1-1 に示す。材料の繰返し硬化に伴って、試験片平行部のひずみ分担率が変わるため、平行部のひずみ範囲が変動している様子が分る。この 2 本の試験片について、ひずみ範囲の変動を考慮して Miner 則で疲労損傷を計算したところ、 $1/2 N_f$ での疲労損傷に N_f を乗じて算出された値との差は、たかだか 10% 程度であった。本報ではこの誤差は無視しようと判断して、上記のひずみ範囲の変動を特に考慮しないこととした。大気中とナトリウム中のクリープ疲労寿命を、Fig. A 1-2 に比較して示す。図中には参考のため、別ヒート (A 7 ヒート：本文参照) 材の大気中データも示している。ナトリウム中クリープ疲労寿命は、大気中寿命とほぼ同等にプロットされた。

TableA 1 -- 1 Chemical compositions and mechanical properties of tested material

Chemical compositions (%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.06	0.88	1.26	0.026	0.008	8.99	18.21

mechanical properties

	0.2% 耐力 (kg/mm ²)	引張強さ (kg/mm ²)	伸 び (%)	絞 り (%)	ブルネル硬さ (H _n)
RT	-	59.1	67.6	-	146

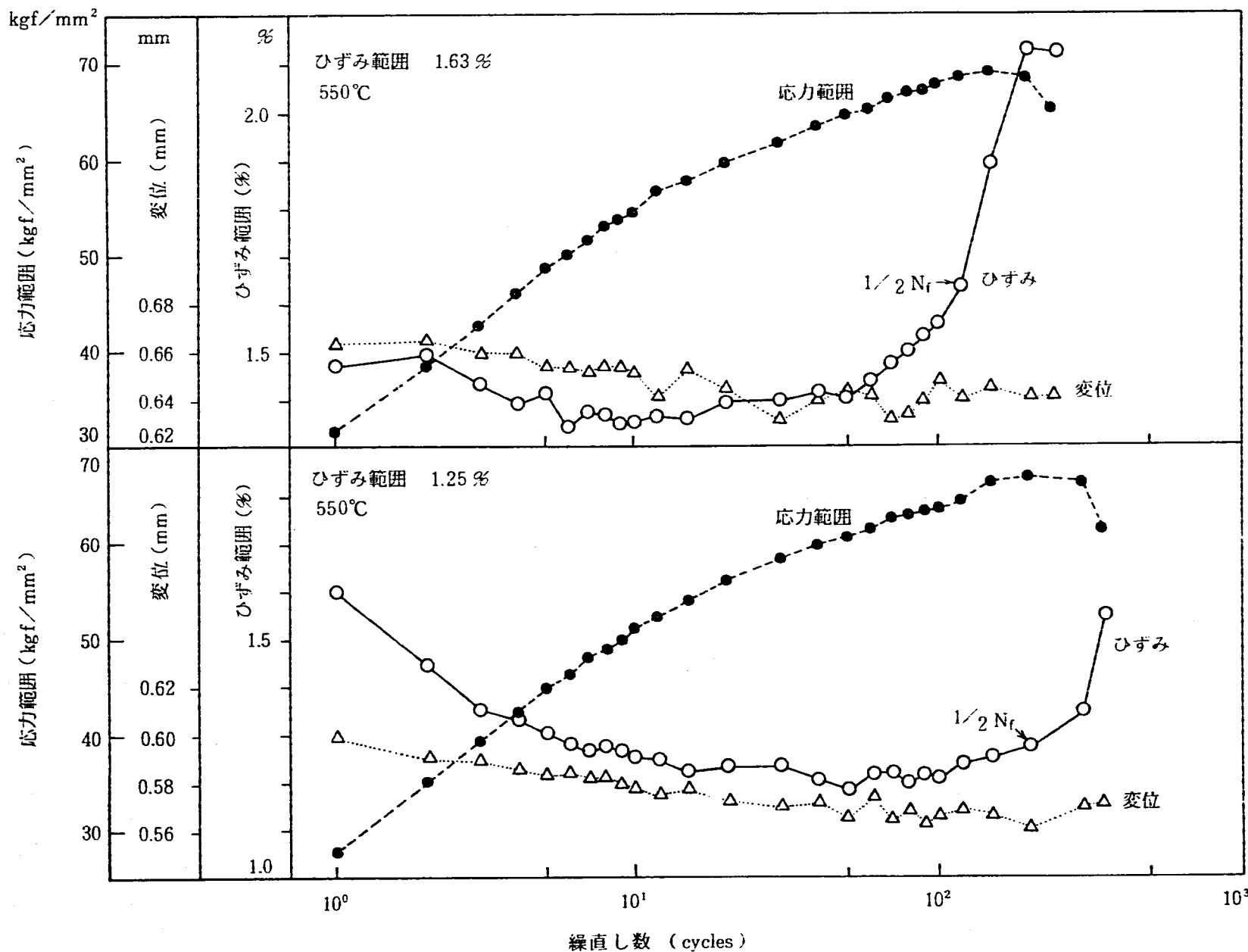


Fig A1-1 Controlled displacement range and measured strain range and stress range during Creep-fatigue test in air.

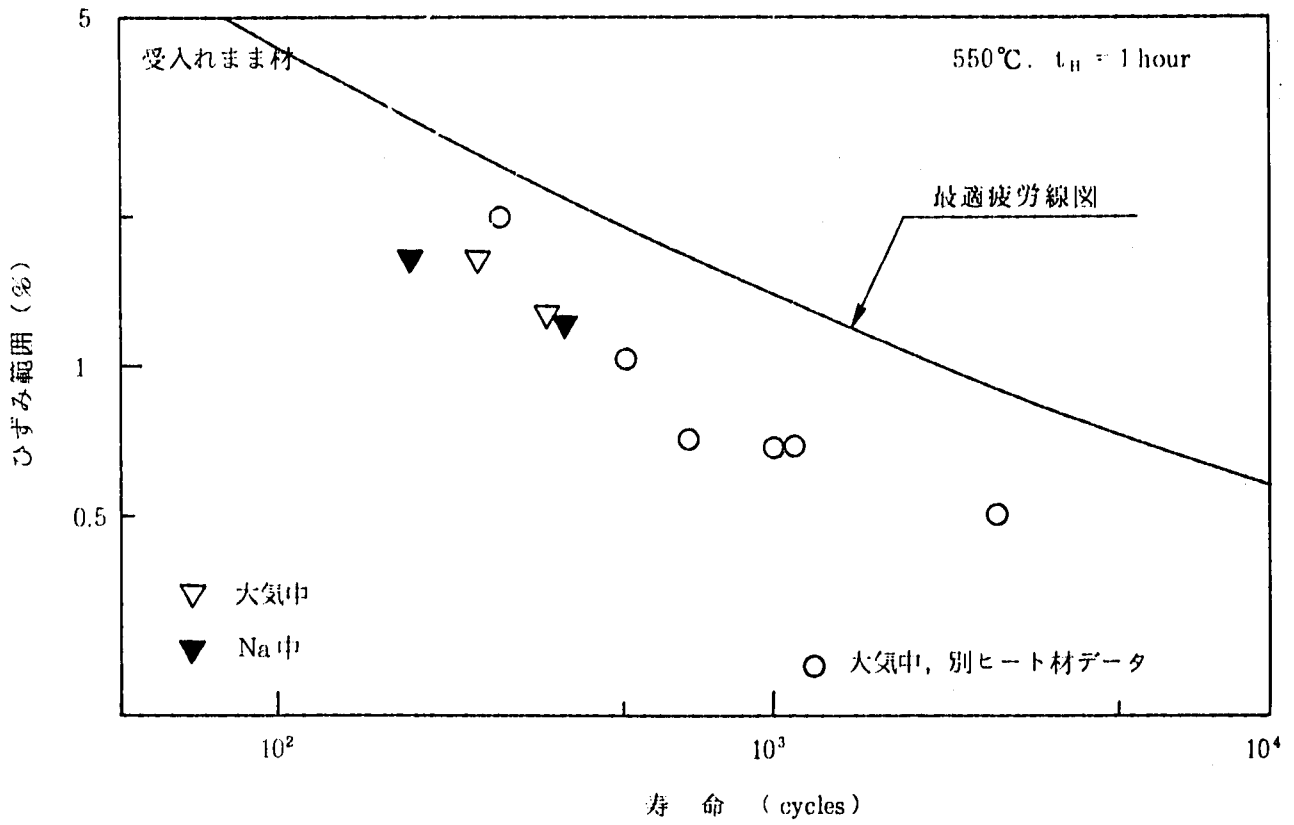


Fig A1-2 Comparison of creep-fatigue life in sodium and that in air

付録 A-2. 2万時間ナトリウム浸漬材の大気中クリープ疲労試験

2万時間ナトリウム中に浸漬した後、大気中で、ひずみ範囲1%、保持時間1時間の条件で、クリープ疲労試験を実施した。供試材は、当材料開発室でA1材と称しているSUS304鋼板であり、その化学成分と機械的性質をTableA2-1に示す。

クリープ疲労破断寿命をFig.A2-1に示す。同ヒート材に比較できる受入まま材のデータがないため、図中には別ヒート(A7ヒート；本文参照)材の受入まま材のデータを比較対象として示した。ナトリウム中浸漬材は受入まま材に比べて長寿命を示している。この結果は、Husslage等⁷⁾やFlagella等⁸⁾の報告と同じ傾向であり、浸漬中の熱時効効果により高延性化したためと考えられる。

Table A 2 - 1 Chemical compositions and mechanical properties of tested material

Chemical compositions (%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Co
0.05	0.57	0.98	0.026	0.006	9.20	18.35	0.16

mechanical properties

	0.2% 耐力 (kg/mm ²)	引張強さ (kg/mm ²)	伸 び (%)	絞 り (%)	ブルネル硬さ (H _B)
R. T	29.0	62.0	62.0	-	138
550° C	23.3	57.3	36.0	-	-

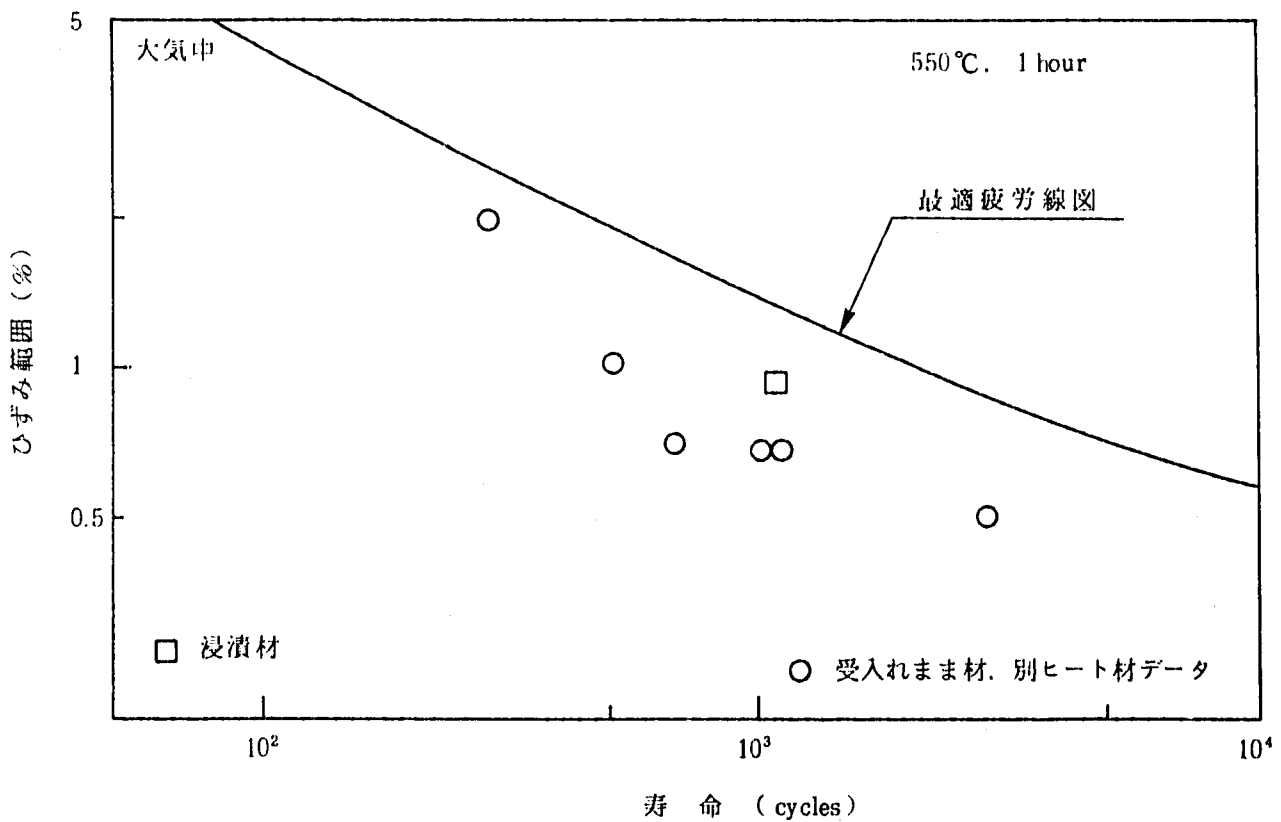


Fig A 2 - 2 Comparison of creep-fatigue life of pre-exposed material and that of as-received material