

(575) 高温時効したNi 基耐熱合金の破面のオージェ分析

日本原子力研究所 ○木内 清, 菊地正彦, 近藤達男

**緒言** Ni 基耐熱合金ハステロイ-Xは, HTR用構造材料として比較的適合性があり, 改良材も含めて国内外の開発で広く研究対象となっている<sup>(1)(2)</sup>。熱サイクルを伴う実用条件では, 構造材料として, 高温強度や耐食性の他に常温でも十分高い衝撃値や延性を保持することが要求される。ハステロイ-Xの常温の機械的性質は, 炭化物の析出温度域で時効時間と共に複雑に変化する<sup>(3)</sup>。これは, 規格内組成を守っても, 微量合金成分や製造履歴の差および時効条件(温度, 時間, 熱サイクル条件および負荷応力レベル等)の影響を受ける。本報は, 任意に選んだ市販溶製材, Heat-BとHTR用として合金成分を調整した合金XRの試作材の1つであるHeat-Oの2つについて, Auger 破面分析を用いて時効に伴う常温の機械的性質の低下の原因を考察したものである。

**試験方法** 供試材: 表1に示すハステロイ-XのST板材, ASTM粒度番号3~4, 時効:  $\sim 10^{-6}$ Torr真空中700°C~1000°Cの恒温時効および熱サイクル時効, 機械的性質: 常温シャルピー衝撃および引張り試験, 破面分析: 液体窒素温度で曲げ破壊した新生破面をSAM/ESCAを用い分析( $\sim 10^{-10}$ Torr, 同一酸素皮覆条件で基準化し, 測定時間効果を補正) 金相: OM, SEMおよびEPMA

表1 供試材の組成, wt %

Material	C	Mn	Si	P	S
-XR (Heat-O)	0.07	0.88	0.27	0.005	0.005
-X (Heat-B)	0.06	0.60	0.42	0.007	0.005

	Cr	Co	Mo	W	Fe	Ni	Al	Ti
2190	0.04	9.13	0.47	18.23	Bal.	0.03	0.02	
2155	1.01	8.92	0.45	17.76	Bal.	0.42	0.02	

**結果** (1) 2つの溶製材の違い: 図1に衝撃試験と引張り試験との全歪エネルギーの対応関係を示す。同一のTotal EnergyでもAbsorbed Energyの値の広がり差を生じ, Heat-Bが低い値を持つ。Absorbed Energy低下度のTTD曲線では, 920~980°Cと820~880°Cの2つの温度域にノーズを示し, この時間依存の出現傾向が熱サイクル条件, 組成および試験法に依存する。これは, ハステロイ-XのM<sub>6</sub>CおよびM<sub>23</sub>C<sub>6</sub>+M<sub>6</sub>C'の析出曲線のノーズとよく対応する。(2) 破面分析結果: 図2に破面における, MoとCrの相対濃縮度の時間変化を示す。時効初期には, Crの多いM<sub>23</sub>C<sub>6</sub>の析出による平坦な粒界破面を示すがやがて濃縮元素は, Moに置き換わりM<sub>6</sub>C型析出物を核とした局部dimple状の粒界破面となる。Moの濃縮傾向は, Heat-Bの方がHeat-Oより大きく, 粒界破面出現率も大きい。

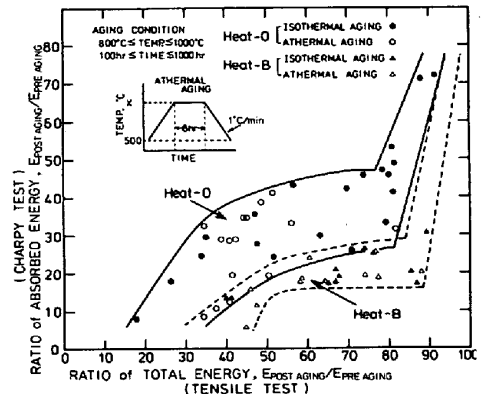


図1 時効材の常温における衝撃試験と引張り試験結果との比較

(3) 組織変化: Widmannstätten状のM<sub>6</sub>Cの出現率が, 一連の時効劣化に重要な関係を持ち, Heat-Oの恒温時効材で最も高い。粒界破面率は, この相の出現率に逆の依存関係を持つ。Heat-Oの引張り延性低下は, この相を介して粒内破壊をし易くなる為と見られ, 破面に方位依存性を持つ亀裂が現われる。

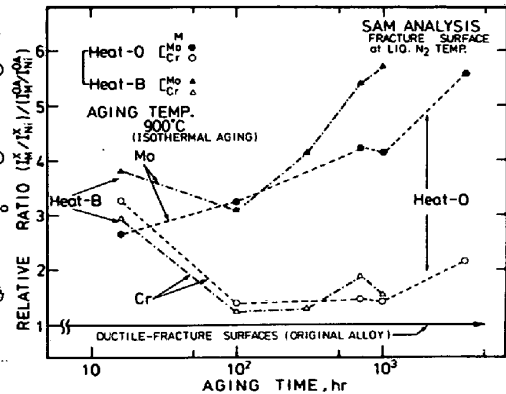


図2 時効材の超高真空中劈開破面のオージェ分析結果

文献 (1) 新藤他: 耐熱金属材料委員会研究報告 19, 331(1978)

(2) 木内他: 同上 19, 321(1978): 20, 49(1979)

(3) 菊地他: 日本原子力学会年会要旨集 17(1979), 16(1978)