Hastelloy X のクリープ特性とその設計への適用*

清 重 正 典** 村 瀬 宏 一** 藤 岡 順 三**
清 水 茂 樹*** 佐 藤 瓊 介***

Creep Properties of Hastelloy X and their Application
to Structural Design

by

Masanori KIYOSHIGE, Koichi MURASE, Junzo FUJIOKA

(Technical Institute, Kawasaki Heavy Industries, Ltd., Akashi)

Shigeki SHIMIZU and Keisuke SATOH

(Energy Plant Engineering Division, Kawasaki Heavy Industries, Ltd., Kawasaki)

Creep and stress rupture tests on three heats of Hastelloy X differing in the manufacturing process were carried out at 800°C, 900°C and 1000°C. Interpretation of the observed creep properties was made, and a method for predicting necessary design data from the experimentally obtained results was discussed. The results are as follows.

(1) It was difficult to separate the primary, secondary and tertiary creep stages in the creep curve of Hastelloy X of the present tests. However, those were made distinguishable by plotting the results in a double-logarithmic coordinates. From these creep rate curves, the primary and secondary creep rates and the times to the initiation of secondary and tertiary creeps were derived.

(2) It is considered that the same stress and temperature dependences between the primary and secondary creep rates exist in the creep behaviour of Hastelloy X of the present tests.

(3) All the creep data, except the isochronous stress-strain curve, required for the design such as stress *vs.* rupture time, stress *vs.* secondary creep rate and stress *vs.* time to initiation of tertiary creep could be arranged through the Larson-Miller parameter. On the other hand, the isochronous stress-strain curve was figured out by estimating creep curves. The constitutive equations of creep for a heat of Hastelloy X proposed in this paper and the isochronous stress-strain curves derived from these constitutive equations were consistent with the experimental data obtained for the corresponding material.

(Received Aug. 9, 1976)

1 緒 言

多目的高温ガス炉の開発に伴い、高温構造設計のために使用される材料のクリープデータの蓄積が必要となっている。クリープデータのうち、とくに等時応力-ひずみ曲線については、高温構造設計において、設計応力強度の決定基準あるいは疲労とクリープの相互効果の解析資料として用いられるが、これに関する報告は極めて少い。

本研究は高温ガス炉用耐熱材料候補材の一つと考えられる Hastelloy X について800°C, 900°C, 1000°Cにおいて破断にいたるまで約 3×10^3 時間までのクリ

ープ試験を行い、クリープ特性を解析することにより、第1期クリープひずみ速度と第2期クリープひずみ速度の相関性を検討し、クリープ構成方程式に必要な諸量を決定した。これに基づいて第1期および第2期クリープ段階を区別した第2期クリープ段階までのクリープ構成方程式を提案し、等時応力-ひずみ曲線の推定を行い、推定値と実測値の関連性について検討を行った。なお、高温構造設計に必要な等時応力-ひずみ曲線以外のクリープデータを Larson-Miller パラメータで整理した。

2 供試材および実験方法

実験に使用した材料は製造履歴の異なる3種類の Hastelloy X で、その製造履歴、化学成分および機械的性質を Table I に示す。

試験片の形状を Fig.1 に示す。試験片の平行部は

* 原稿受理 昭和51年8月9日

** 正 会 員 川崎重工業(株)技術研究所 明石市川崎町

*** 正 会 員 川崎重工業(株)エネルギープラント事業部

川崎市川崎区桜本

Table I. Chemical composition and mechanical properties of materials used.

Ma- terial	Mark	Thi- ck- ness (mm)	Melt- ing pro- cess	Final heat treat- ment	Grain size	Chemical composition (%)													Mechanical properties			
						C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Co	Mo	W	B	Fe	0.2% P.S. (kg/ mm²)	T.S. (kg/ mm²)	El. (%)	R. of A. (%)	
Hastelloy X	HAEN	15	AE	1 120℃ × 18 min W.Q.	ASTM No. 1~4	0.087	0.47	0.85	0.018	0.003	Bal.	21.61	1.53	9.00	0.40	0.0029	18.83	30.4	71.1	59.0	65.0	
	HVEN		VE		ASTM No. 1~6	0.086	0.22	0.75	0.009	0.002	Bal.	21.47	1.60	8.80	0.50	0.0037	17.97	34.3	73.8	49.3	56.9	
	HAEM		AE	1 150℃ × 50 min W.Q.	ASTM No. 5~6	0.07	0.34	0.60	0.010	≤ 0.005	Bal.	20.84	1.03	8.98	0.54	0.0020	18.22	38.7	75.0	47.6	—	

* AE. Air melting followed by electroslog remelting

VE Vacuum induction melting followed by electroslog remelting

Fig. 1. Geometry of test specimen.

旋削にて 6 mmφ に仕上げ、表面あらさは 6-S である。

試験はすべて JIS Z 2271 の引張クリープ試験方法規格に準拠し、レバー式シングル型クリープ試験機を使用して大気中において破断にいたるまでクリープ試験を行った。試験中のクリープ伸びの測定は、試験片標点間 (GL=30 mm) の左右の伸びを治具を用いて、1/100 mm 目盛のダイヤルゲージにて行い、その平均値をクリープ伸びとした。測定は原則として 1 日 2 回行った。なお、試験条件については各試験材に対し、800℃、900℃、1 000℃において、目標破断時間を 5×10²hr、10³hr、3×10³hr とした。

3 実験結果および考察

3・1 クリープ曲線

各材料の 900℃におけるクリープ曲線の一例を Fig.

Fig. 2. Creep curves for Hastelloy X measured at 900°C.

2 に示す。図からわかるように、本実験に用いた 3 種類の Hastelloy X 間には耐クリープ性に関する差異が認められる。すなわち、HAEN は他の材料に比してとくに耐クリープ性が優れている。この傾向は 800℃および 1 000℃においても認められる。

Table I に結晶粒度を示してあるが、HAEN と HVEN の結晶粒度に関しては HAEN は ASTM No. 1, HVEN は No. 6 の結晶粒度のものが多く、このように、HAEN の結晶粒度は他の材料よりも大きく、上述した耐クリープ性の差異は主として結晶粒度に依存しているものと考えられる。

また、本実験の場合、上図からは第 1 期、第 2 期および第 3 期クリープ段階が明瞭でなく、したがって、第 2 期クリープ開始点および第 3 期クリープ開始点の決定が困難である。この各クリープ段階の分離困難性の要因については明らかでない。

3・2 ひずみ速度-時間曲線

本実験における Hastelloy X のクリープ曲線では前項で述べたように、各期のクリープ段階が不明瞭なため、両対数表示のひずみ速度-時間曲線からこれら 3 段階の状態を確認し、第 1 期および第 2 期クリープひずみ速度、第 2 期および第 3 期クリープ開始時間を求めた。この場合、任意の時間 t_n (n 回目の計測までの試験時間) におけるクリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_n$ は、時間 t_n のクリープひずみ ϵ_n の実測値および時間 t_{n-1} ($n-1$ 回目の計測までの試験時間) のクリープひずみ ϵ_{n-1} の実測値から、

$$\dot{\epsilon}_n = \frac{\epsilon_n - \epsilon_{n-1}}{t_n - t_{n-1}} \quad (1)$$

として算出した。Fig. 3 は一例として 900℃における HAEN のひずみ速度-時間曲線を示したものであるが、時間の増大に従ってひずみ速度の減少する部分が第 1 期クリープ段階、時間が増大してもひずみ速度のほぼ一定している部分が第 2 期クリープ段階、時間の増大に伴いひずみ速度が増大する部分が第 3 期クリープ段階に相当する。この曲線によると、第 1 期、第 2 期および第 3 期クリープ段階は比較的明瞭に判別可能

Fig. 3. Creep rate curves for a heat of Hastelloy X (HAEN) measured at 900°C.

である。

3・3 第1期クリープひずみ速度と第2期クリープひずみ速度の関係

第1期クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_1$ と第2期クリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{\min}$ を次の(2)および(3)式で示したとき, (4)および(5)式の関係が成立するならば, 任意の温度および応力において(6)式の関係が成立することが銅において確認されている。

$$\left. \begin{aligned} \dot{\epsilon}_1 &= n\beta_0\sigma m t^{n-1} \\ \dot{\epsilon}_{\min} &= \kappa_0\sigma m' \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

$$\left. \begin{aligned} \dot{\epsilon}_1 &= A \exp\left(-\frac{K}{T}\right) \\ \dot{\epsilon}_{\min} &= A' \exp\left(-\frac{K'}{T}\right) \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

$$\frac{m}{m'} \cong \text{一定}, \quad n\beta_0\kappa_0^{-m/m'} \cong \text{一定} \quad (4)$$

$$\frac{K}{K'} = \frac{m}{m'} \cong \text{一定} \quad (5)$$

$$\dot{\epsilon}_1 \times \dot{\epsilon}_{\min}^{-m/m'} = n\beta_0\kappa_0^{-m/m'} \quad (6)$$

ここで, σ : 応力, t : 時間, T : 絶対温度, $n, \beta_0, m, \kappa_0, m'$: 定数, A : 時間および負荷応力の関数, A', K, K' : 負荷応力の関数を示す。

Fig. 4 および 5 は実験した Hastelloy X についてそれぞれ $t=5$ hr における第1期クリープひずみ速度と応力の関係および第2期クリープひずみ速度と応力

Fig. 4. Relation between primary creep rate ($t=5$ hr) and initial applied stress.

Fig. 5. Relation between secondary creep rate and initial applied stress.

の関係を両対数表示で整理したものであるが, いずれもひずみ速度と応力の間には直線関係が認められる。

Fig. 6 は一例として HAEN の m, m' および m/m' の温度依存性を Fig. 4 および 5 より求めて示したものである。この図から, 本実験の温度範囲において, m および m' はそれぞれ絶対温度の逆数に比例しており, また, m と m' の比, すなわち m/m' は温度に無関係に,

$$\frac{m}{m'} \cong 0.37 \quad (7)$$

の関係が成立つことがわかる。

HAEN の定数 β_0 と κ_0 の関係については, Fig. 7 に示すように, 両対数表示において, 実験した温度範囲においては直線関係が認められ, その直線のこう配は0.38となっており, m/m' の値にはほぼ等しい。また, 定数 n については, Fig. 3 に示す第1期クリープの直線のこう配から求めることができ, 実験した範囲では

Fig. 6. Temperature dependence of $m, m', m/m'$ for Hastelloy X (HAEN).

Fig. 7. Relation between β_0 and κ_0 for Hastelloy X (HAEN).

温度および応力に関係なく、約0.41の値を示した。したがって、

$$n\beta_0\kappa_0^{-m/m'} \cong 0.5 \quad (8)$$

となり、Hastelloy X についても(4)式の関係が成立する。したがって、実験した Hastelloy X の第1期クリープひずみ速度と第2期クリープひずみ速度の間には同一の応力依存性を示すものと考えられる。Fig. 8 は HAEN に対する 800℃、900℃および 1000℃における第1期クリープひずみ速度と第2期クリープひずみ速度の関係を示したものである。図からわかるように、実験した範囲では温度に関係なく第1期クリープひずみ速度と第2期クリープひずみ速度の間にはほぼ直線関係が認められる。すなわち(6)式の関係が成立すると考えられる。本実験では直接的に(5)式の関係を証明できないが、(4)および(6)式が成立することから(5)式も成立し、実験した Hastelloy X の第1期クリープひずみ速度と第2期クリープひずみ速度の間には同一の温度依存性を有するものと考えられる。

Fig. 8. Relation between primary creep rate and secondary creep rate for Hastelloy X (HAEN).

3.4 Larson-Miller パラメータによる整理

破断時間およびひずみ速度-時間曲線より求めた第2期クリープひずみ速度、第2期クリープ開始時間および第3期クリープ開始時間を Larson-Miller パラメータで整理した結果をそれぞれ Fig. 9~12 に示す。パラメータ定数は Hastelloy X のような耐熱合金については15が良く一致すると報告されているので15と

Fig. 9. Larson-Miller plots of stress vs. time to rupture data for Hastelloy X.

Fig. 10. Larson-Miller plots of stress vs. secondary creep rate data for Hastelloy X.

Fig. 11. Larson-Miller plots of stress vs. time to initiation of secondary creep data for Hastelloy X.

した。これらの図から、応力とパラメータの間には比較的良好な相関性が認められる。

4 高温構造設計資料作成のためのクリープ試験データの整理

高温で使用される材料の設計応力強度の限界値は一つの定まった値ではなく条件に応じて分けられており、主なものをまとめてみると Table II のようになる。このうちクリープ強度が考慮されているのは S_0 値お

Fig. 12. Larson-Miller plots of stress vs. time to initiation of tertiary creep data for Hastelloy X.

よび S_t 値である。

Fig. 13 は高温構造設計資料作成のためのクリープ試験データの整理法を示したものであるが、 S_0 値および S_t 値決定上要求されるクリープデータのうち、応力-破断時間曲線、応力-第 2 期クリープひずみ速度曲線、応力-第 3 期クリープ開始時間曲線は、例えば、Fig. 9, 10, 12 に示したように、時間-温度のパラメータである Larson-Miller パラメータなどで整理することができる。Larson-Miller 法による長時間デー

タの外挿値の精度については若干問題はあるが、一応この方法を用いることにより、短時間データから任意の温度における長時間データを推定することができる。また、等時応力-ひずみ曲線の推定法については、現在 2~3 の方法が提案されているが、例えば本報で後述するように、クリープ構成方程式を使用することにより、短時間データから長時間応力-ひずみ曲線を推定することが可能になる。

4・1 等時応力-ひずみ曲線

等時応力-ひずみ曲線はその模式図を Fig. 14 (a) に示すように、温度一定において、応力と全ひずみの関係を示す曲線である。従来この曲線の作成は一定温度の各応力別のクリープ試験結果から、それぞれの応力における任意の時間の全ひずみを算出して行っていた。すなわち、Fig. 14 (b) の応力 σ_1 のクリープ曲線から、時間 $t_1, t_2, t_3, \dots, t_n$ のときのそれぞれの全ひずみ $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3, \dots, \varepsilon_n$ 、応力 σ_2 のクリープ曲線から、時間 $t_1, t_2, t_3, \dots, t_n$ のときの全ひずみ $\varepsilon'_1, \varepsilon'_2, \varepsilon'_3, \dots, \varepsilon'_n$ 、以下同様にして、各任意の応力のクリープ曲線から時間 $t_1, t_2, t_3, \dots, t_n$ の全ひずみを求め、任意の時間 t における応力と全ひずみの関係を示したものが等時応力-ひずみ曲線である。

Table II. Classification of design stress intensities.

Stress intensity	Definition	Creep data required
S_0	1) The mean stress to cause creep rate of $10^{-5}\%/hr$ 2) 2/3 of the mean stress to cause rupture at 10^5hr 3) 4/5 of the minimum stress to cause rupture at 10^5hr	1) Stress to secondary creep rate curves 2) Stress to rupture curves
S_m	The lowest stress intensity value at a given temperature among the time-independent strength quantities	
S_t	1) 2/3 of the minimum stress to cause rupture 2) The minimum stress required to obtain a total strain of 1 percent 3) 4/5 of the minimum stress to cause initiation of tertiary creep	1) Stress to rupture curves 2) Isochronous stress-strain curves 3) Stress to initiation of tertiary creep curves
S_{mt}	The lower of two stress intensity values, S_m and S_t	
S_y	The minimum expected uniaxial yield stress of a material at a given temperature and for a strain rate of 0.005/min

Fig. 13. A method for arranging necessary design data from comparatively short-time creep data.

Fig. 14. Drawing method of isochronous stress-strain curves.

4・2 クリープ構成方程式

ある温度および応力下での第2期クリープ段階までのクリープを表す時間式として次式¹⁾²⁾

$$\epsilon = \epsilon_0 + \beta_0 \sigma^m t^n + \kappa_0 \sigma^m t \quad (9)$$

が提案されているが、本実験においては(9)式のクリープ時間 t を第1期クリープ段階の期間および第2期クリープ段階の期間に区別したようにした。

$$\text{第1期クリープ段階: } \epsilon = \epsilon_0 + \beta_0 \sigma^m t^n \quad (10)$$

第2期クリープ段階:

$$\epsilon = \epsilon_0 + \beta_0 \sigma^m t_1^n + \dot{\epsilon}_{\min}(t - t_1) \quad (11)$$

ここで、 t_1 は第2期クリープ開始時間を示す。

瞬間ひずみ ϵ_0 は本実験の結果無視できるほど小さいために、 $\epsilon_0 = 0$ とする。定数 n は前述したように、Fig. 3 に示したひずみ速度-時間曲線のこう配から、 β_0 、 m については Fig. 4 に示した応力-第1期クリープひずみ速度曲線から求めることができる。

以上のようにして求めた HAEN の 1000℃ におけるクリープ構成方程式を示すと次のようになる。

$$\text{第1期クリープ段階: } \epsilon = 3.04 \times 10^{-2} \sigma^{2.83} t^{0.41} \quad (12)$$

第2期クリープ段階:

$$\epsilon = 3.04 \times 10^{-2} \sigma^{2.83} t_1^{0.41} + \dot{\epsilon}_{\min}(t - t_1) \quad (13)$$

なお、任意の応力における t_1 および $\dot{\epsilon}_{\min}$ は Fig. 11 および 10 より求めることができる。

Fig. 15 はクリープ構成方程式より作成したクリープ曲線と実験結果より作成したクリープ曲線を比較して示したものであるが、両曲線は良く近似している。

4・3 クリープ構成方程式による等時応力-ひずみ曲線の作成

Fig. 16~18 はクリープ構成方程式を用いて作成し

Fig. 15. Comparison of predicted creep curves with experimental creep curves.

た HAEN の 800℃, 900℃ および 1000℃ における等時応力-ひずみ曲線を示したものである。全ひずみについては Code Case 1592 に示される等時応力-ひずみ曲線を参考にし、最大 3% とした。この曲線の信頼性を確認するために各図に実験より求めた値をプロットした。本実験においては、 2×10^3 時間をこえる実験を行っているが、比較的高応力レベルであるため、全ひずみが 3% 以下となる時間の実験点は 10^3 時間以

Fig. 16. Isochronous stress-strain curves at 800°C for Hastelloy X (HAEN) derived from predicted creep curves.

Fig. 17. Isochronous stress-strain curves at 900°C for Hastelloy X (HAEN) derived from predicted creep curves.

Fig. 18. Isochronous stress-strain curves at 1000°C for Hastelloy X (HAEN) derived from predicted creep curves.

下である。したがって、本曲線の長時間に対する信頼性については低応力レベルの実験データがないため論ずることはできないが、少なくとも、実験した 10^3 時間までの範囲においては、推定値と実験値は比較的良く近似している。

なお、他の材料 (HAEM, HVEN) に対する推定等時応力-ひずみ曲線も、それぞれ、推定値と実験値は実験した 10^3 時間までの範囲については良く近似しているが、各材料間の等時応力-ひずみ曲線にはかなりの差異がある。

したがって、Hastelloy X 一般の等時応力-ひずみ曲線の推定の基礎となるクリープ構成方程式の諸量の決定については、多くのデータを蓄積し、統計処理を行い、その信頼限界を求めて決定する必要がある。また、この材料の使用対象はヘリウムを冷却材とする多目的高温ガス炉であるため、さらに、ヘリウムふん囲気中における効果についても検討する必要がある。

5 結 言

製造履歴の異なる 3 種類の Hastelloy X について、800°C~1000°C において破断にいたるまでクリープ試験を行い、各材料のクリープ特性を検討すると共に、高温構造設計に必要なクリープデータの整理法について検討した。得られた結果をまとめると次のようになる。

(1) 実験した Hastelloy X のクリープ曲線では各期のクリープ段階が明瞭に判別できないが、両対数表示のひずみ速度-時間曲線で整理することにより、

各期のクリープ段階は比較的明瞭に判別可能になる。したがって、この曲線より第 1 期および第 2 期クリープひずみ速度、第 2 期および第 3 期クリープ開始時間を求めた。

(2) 実験した Hastelloy X の第 1 期クリープひずみ速度と第 2 期クリープひずみ速度の間には、同一の応力および温度依存性があると考えられる。

(3) 高温構造設計に必要なクリープデータは応力-破断時間曲線、応力-第 2 期クリープひずみ速度曲線、応力-第 3 期クリープ開始時間曲線および等時応力-ひずみ曲線であるが、等時応力-ひずみ曲線以外は Larson-Miller パラメータで整理できる。等時応力-ひずみ曲線はクリープ構成方程式を用いることにより容易に作成可能となる。本報で提案したクリープ構成方程式およびこれを用いて作成した等時応力-ひずみ曲線は方程式を導く基礎となった特定材料については、同一材料の実験値に良く近似した。

(昭和51年 5 月20日 日本材料学会第25期総会学術講演会：昭和51年 7 月24日 第14回高温強度シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 西原利夫, 平 修二, 田中吉之助, 大南正瑛, 日本機械学会論文集, **24**, 424; 434 (1958).
- 2) 大南正瑛, 材料試験, **8**, 199 (1959).
- 3) 日本学術振興会第122-第123委員会合同高温ガス炉耐熱研究会, 高温ガス炉耐熱材料研究会調査報告書第2集, 112-116 (1974).
- 4) 古平恒夫, 宇賀丈雄, 鈴木道明, 多目的高温ガス実験炉 21/4Cr-1Mo 鋼および Hastelloy X の設計データに関する調査, **12** (1975).
- 5) Robert, D. I., and S. A. Sterling, A Parametric Method for the Development of Isochronous Stress-Strain Curves, The Winter Annual Meeting of ASME (1972).
- 6) Blackburn, L. D., Isochronous Stress-Strain Curves for Austenitic Stainless Steels, The Winter Annual Meeting of ASME (1972).
- 7) Conway, J. B., Parametric Considerations Applied to Isochronous Stress-Strain Plots, The Winter Annual Meeting of ASME (1972).
- 8) Goldhoff, R. M., Methods for Constructing Isochronous Creep Curves, The Winter Annual Meeting of ASME (1972).