

JAERI - M
83-138

ハスティロイXRのクリープ及び破断挙動の研究
—高温構造設計用データとしての評価—
(金材技研 - 原研共同研究)

1983年9月

横井 信*・門馬 義雄*・近藤 達男
小川 豊・倉田 有司

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

JAERI-M 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、お申しこしください。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。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Section, Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1983

編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 いばらき印刷株

ハイテロイ XR のクリープ及び破断挙動の研究
－高温構造設計用データとしての評価－
(金材技研・原研 共同研究)

日本原子力研究所東海研究所燃料工学部
横井 信*・門馬義雄*・近藤達男
小川 豊・倉田有司

(1983年8月5日受理)

多目的高温ガス炉の構造材であるハステロイ XR(ハステロイ Xを高温ガス炉用に改良したもの)について、800, 900, 1000 °Cで、最長試験時間 23,600 h, 延べ試験時間 310,000 h 以上に達するクリープ試験を実施し、得られたデータに統計的解析を行い、ASME のCode case N-47 に従って高温構造設計の許容応力を算出した。クリープ挙動に影響する因子として、試験雰囲気、素材の製品形状(管、板及び棒)、試験片の寸法、中性子照射等について検討を加えた。① データの統計的解析においては、国内で得られた他のデータも網羅し、予測区間や同時許容区間の下限値を求める式の算出手順を新たに開発した。② 破断データに関しては、三つの標準的な時間・温度パラメータ法を適用し、Manson-Succop 法によるあてはめが、Larson-Miller, Orr-Sherby-Dorn 法よりも適していることを明らかにした。③ クリープ曲線については、Garofalo の式によるあてはめを行い、クリープ構成方程式(暫定)を決定し、等時応力-ひずみ曲線を求めた。④ 本試験の範囲(約 10^4 h)では、ヘリウム中と大気中のクリープ挙動にのみ曲線を求めた。⑤ 試験片の平行部径が 3 mm と 6 mm のものでは、破断寿命はほぼ同じであった。⑥ 管、板及び棒材から採取した試料のクリープ挙動を比較した結果、管材が劣り、棒材が優れていることがわかった。金属組織の観察から、この原因是析出炭化物の縞状分布にあると結論された。⑦ 中性子照射(熱中性子照射量; $8.7 \times 10^{20} \text{ n/cm}^2$)による延性低下は著しく、このため破断寿命は非照射材の約 20 %以下に低下した。

* 金属材料技術研究所

Study of Creep and Rupture Behavior for Hastelloy Alloy XR
-Evaluation of the Creep Data for Structural Design at Elevated Temperatures-

Shin YOKOI*, Yoshio MONMA*, Tatsuo KONDO, Yutaka OGAWA and Yuji KURATA
Department of Fuels and Materials Research, Tokai Research Establishment,
JAERI

(Received Augtst 5, 1983)

Creep tests of Hastelloy alloy XR (a modified Hastelloy alloy X developed for VHTR application) were carried out at 800, 900 and 1000°C up to 310,000 hours in total testing times. The effects of environment (air and simulated VHTR helium), specimen diameters, product forms of the material (tube, plate and bar) and the neutron irradiation were also investigated. The ASME allowable stresses (S_0 , S_m , and S_t in Code Case N-47) required to establish the design limit on the primary system were calculated using the current data. A procedure was developed to calculate eqations which represented lower limits of the prediction intervals and the simultaneous tolerance intervals of strength on the basis of regression analysis. Statistical analysis of the three time-temperature parameter methods showed that the Manson-Succop method was better than that of either Larson-Miller or Orr-Sherby-Dorn in respect of curve fitting to the present creep-rupture data. Application of the Garofalo equation to the strain-time data resulted in a creep constitutive equation (tentative version) which represented the average isochronous stress-strain curves. It was recognized that there was little difference between air and helium in the creep-rupture strength up to about 10,000 hours. In helium environment there appeared slight indication that carburization occurred in the early stage of exposure but no further carbon intrusion was observed in the steady state creep range. Comparison of creep behaviors among three product forms of the same heat indicated that the bar had superior creep-strength to the tube. This was attributed to the banded precipitation of carbides in the tube. As a result of significant ductility loss due to the neutron irradiation up to $8.7 \times 10^{20} n/cm^2$ (th) at 60°C, the rupture times reduced below about 20% that of the unirradiated one.

Key words; Hastelloy Alloy XR, Product Forms of Materials, Carbide Stringer, Carbon Analysis, Creep Test, Helium Environment, Neutron Irradiation, Time-temperature Parameter Method, Regression Analysis, Creep Constitutive Equation, Isochronous Stress-strain curve, The ASME allowable Stress

*National Research Institute for Metals

目 次

1. はじめに.....	1
2. 供試材と試験方法.....	2
2.1 供試材及び試験片.....	2
2.2 高温引張試験（大気中）.....	2
2.3 大気中クリープ試験.....	3
2.4 ヘリウム中クリープ試験.....	3
2.5 照射後クリープ試験.....	4
3. 大気中の試験結果.....	10
3.1 高温引張試験データ.....	10
3.2 クリープ試験データ.....	10
3.3 管、板及び棒の比較.....	11
4. 高温引張データの解析.....	23
4.1 使用データ及び多項式回帰.....	23
4.2 結果.....	25
5. クリープ破断データ（大気中）の解析.....	28
5.1 使用データ及びTTP法	28
5.2 結果.....	29
6. クリープひずみデータ（大気中）の解析.....	39
6.1 ひずみ-時間曲線の主要パラメータとGarofalo近似	39
6.2 クリープ速度とMonkman-Grantの関係	40
6.3 加速クリープ開始時間と1%全ひずみ到達時間.....	41
6.4 クリープ構成方程式.....	42
7. ヘリウム中クリープ試験結果.....	54
7.1 棒材.....	54
7.2 管及び板.....	56
7.3 棒、管及び板の比較.....	56
7.4 破断データの解析.....	58
8. 照射後クリープ試験結果.....	89
9. 雾囲気及び試験片寸法の影響.....	92
9.1 雾囲気の影響.....	92
9.2 試験片寸法の影響.....	95
10. 設計許容応力値及び等時応力-ひずみ曲線の試算.....	108
10.1 設計許容応力の設定基準.....	108
10.2 設計許容応力 S_o , S_m 及び S_t	109

10.3 クリープ構成方程式.....	109
11.まとめ.....	118
謝 辞.....	119
参考文献.....	120

Contents

1.	Introduction	1
2.	Material and experimental procedure	2
2.1	Material and specimen	2
2.2	High temperature tensile test in air	2
2.3	Creep test in air	3
2.4	Creep test in helium	3
2.5	Post-irradiation creep test	4
3.	Results in air	10
3.1	High temperature tensile test data	10
3.2	Creep test data	10
3.3	Comparison among tube, plate and bar	11
4.	Analysis of high temperature tensile data	23
4.1	Available data and regression by polynomials	23
4.2	Results	25
5.	Analysis of creep rupture data in air	28
5.1	Available data and T.T.P. methods	28
5.2	Results	29
6.	Analysis of creep strain data in air	39
6.1	Main parameters in strain-time curves and Garofalo approximation ..	39
6.2	Creep rate and Monkman-Grant relation	40
6.3	Time to onset of tertiary creep and time to reach 1% total strain ..	41
6.4	Creep constitutive equation	42
7.	Results in helium	54
7.1	Bar	54
7.2	Tube and plate	56
7.3	Comparison among bar, tube and plate	56
7.4	Analysis of rupture data in helium	58
8.	Results in post-irradiation creep test	89
9.	Effect of environment and specimen size	92
9.1	Environment.....	92
9.2	Specimen size.....	95
10.	Determination of ASME allowable stress and isochronous stress-strain curves	108
10.1	Criterion to establish ASME allowable stress	108
10.2	ASME allowable stress S_o , S_m and S_t	109
10.3	Creep constitutive equation	109
11.	Summary	118
	Acknowledgements	119
	References	120

1. はじめに

原研において研究開発が進められている多目的高温ガス実験炉（以降VHTRと略称する）は、一次冷却材のヘリウムガス出口温度を950°C、圧力を40 kgf/cm²の目標として、当面、設計が進められている。しかしながら、材料のクリープ変形が顕著になるこのような高温度領域においては、長期間の運転寿命にわたって、構造物の健全性を保証する適切な高温構造設計指針が充分に確立されておらず、またその基礎となる材料試験データの蓄積も不充分である。材料のクリープを考慮した、既存の高温構造設計指針であるASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section III, CASE N-47¹⁾では、304 SS, 316 SS, Alloy 800 H, 2 1/4Cr-1 Mo 鋼、及びAlloy 718を対象材料として、種々の設計データが参考値として与えられているが、その適用温度はオーステナイト・ステンレス鋼で816°C(1500°F)以下、Alloy 800 Hに対しても871°C(1600°F)以下である。従って、VHTRの建設に先立ち、設計指針の確立と材料に関する設計データの取得・整備が急務となっている。²⁾

高温構造設計のために要求される材料試験データの中で、最も取得が困難なものは、設計温度における10⁵ hのクリープ破断強さ、加速クリープ開始応力、及び10⁵ hで1%全ひずみを生ずる応力などである。しかし、これらのデータを長時間クリープ試験によって取得するには、少くとも約12年もの年月を要する。そこで、現段階では約10⁴ hまでのクリープデータを取得し、これを基礎として10⁵ hの推定値を検討するのが、現実的な対応策と考えられる。この他、800~1000°CのVHTR近似ヘリウム中におけるクリープ破断特性、ひずみ-時間曲線、低サイクル疲れ試験によるひずみ振幅-寿命曲線、応力振幅-寿命曲線、き裂成長速度、腐食試験による酸化と脱浸炭に関するデータなども中性子照射効果のデータと共に取得する必要がある。

ハステロイ(Hastelloy) XはNi基の22 Cr-18 Fe-9 Mo-0.5 W合金で、すでに原研JMTRのインパルス・ガスループOGL-1の炉内仕切管に使用されており、約11,000 hの運転実績を持っている。OGL-1の設置に先立ち、筆者らは金材技研と原研の共同研究により800~³⁾1000°Cにおけるクリープ破断特性を明らかにし、OGL-1の設計基礎資料を提供した。

本研究は、ハステロイX合金の微量成分規制などにより、高温ヘリウムガス環境下での耐食性の向上をはかった材料（以下、ハステロイXRと称する）を対象に、800, 900, 及び1000°Cにおけるクリープ試験を大気中及びVHTR近似ヘリウム中において、約10⁴ hまで実施すると共に、中性子照射後クリープ試験を加え、それらのデータと微視的組織を検討することにより、次のような目的を達成するためのものである。

- 1) VHTRの高温構造設計温度である800~1000°CにおけるハステロイXRの強度特性とその支配因子を明らかにする。
- 2) VHTRの構造設計と安全性評価の基礎となる非弾性構造解析用データを提供する。
- 3) 同一溶解材から製造された管材、板材、及び棒材について、高温引張及びクリープ試験を実施することにより、製品形状によって、高温強度特性に差異があるかどうかを確認する。
- 4) VHTRにおける構造材料の使用環境であるヘリウム及び中性子照射後のクリープ試験を

行い、大気中のクリープデータと比較する。

- 5) 照射後試験データは小型試験片に頼らなければならないので、試験片のサイズ効果を明らかにする。
- 6) 本研究で得られた結果と、既存のハステロイ X に関するデータを比較し、総合的に評価する。

2. 供試材と試験方法

2.1 供試材及び試験片

本研究で用いた素材の化学成分は Table 2.1 に示す通りである。ここに示したハステロイ X の規格 (ASTM B 435)¹⁾ に比べて、ハステロイ XR では、第一に原子炉内の使用を考慮して、誘導放射能を少なくするため、Co の含有量をできるだけ低くしている。そのため、Co 量に関しては標準的なハステロイ X の規格外となっている。第二に高温ガス炉近似ヘリウム中の耐食性を向上させるため、Mn 量を多くし、粒界における局部侵食を抑制するために Al 及び Ti 量もできるだけ低くしたものである。⁴⁾

同一の化学成分を有し、製造履歴の異なる管材 (XRT)、板材 (XRS)、及び棒材 (XRB) を購入した。Table 2.2 は、製品の寸法形状と製造者による試験成績書 (ミルシート) の一部を示す。管の寸法は、伝熱管 (外径 25 mm, 肉厚 4 mm) と同じ製造工程で、かつ平行部が ϕ 6 mm の試験片を採取できるものという条件から決定された。各々の製品形状による室温の引張特性の違いは、かなり小さい。すべての製品は、ASTM 結晶粒度 No. 3 を目標に製造されたが、板材では一部に粗粒の傾向が認められた。

高温引張及びクリープ試験には、Fig. 2.1 に示すような ϕ 6 × 30 GL 試験片を用いた。なお、図中のつかみ部は原研で実施された He 中試験用のものであり、金材技研での大気中試験では M 12 × 1.75 – 2 のねじを使用した。大部分の試験は、この標準試験片を用いて行われたが、中性子照射後及び一部の試験には、管材より採取した ϕ 3 × 30 GL のサブサイズ試験片を用いた。これは、照射後試験片の大きさが、照射キャップセルの容積や誘導放射能によって制約されるためである。また、サブサイズ試験片は、体積に対する表面積の比が大きい（ここでは標準の 4 倍）ので、表面からの化学反応の影響を受け易く環境効果が顕著にあらわれることが期待される。

2.2 高温引張試験（大気中）

ねじ竿式 (Instron 型) の 10 tonf 高温引張試験機を用い、JIS G 0567 に準拠した高温引張試験を行った。ひずみ速度は、約 2 %耐力まで 0.3 %/min、その後は破断まで 7.5 %/min とした。高温引張特性として、通常報告される 0.2 %耐力、引張強さ、破断伸び、及び破断絞りに加えて、本研究では一様伸びを求めている。これは、引張試験の最大荷重時に対応する伸び値で、

行い、大気中のクリープデータと比較する。

- 5) 照射後試験データは小型試験片に頼らなければならないので、試験片のサイズ効果を明らかにする。
- 6) 本研究で得られた結果と、既存のハステロイ X に関するデータを比較し、総合的に評価する。

2. 供試材と試験方法

2.1 供試材及び試験片

本研究で用いた素材の化学成分は Table 2.1 に示す通りである。ここに示したハステロイ X の規格 (ASTM B 435) に比べて、ハステロイ XR では、第一に原子炉内の使用を考慮して、誘導放射能を少なくするため、Co の含有量をできるだけ低くしている。そのため、Co 量に関しては標準的なハステロイ X の規格外となっている。第二に高温ガス炉近似ヘリウム中の耐食性を向上させるため、Mn 量を多くし、粒界における局部侵食を抑制するために Al 及び Ti 量もできるだけ低くしたものである。⁴⁾

同一の化学成分を有し、製造履歴の異なる管材 (XRT)、板材 (XRS)、及び棒材 (XRB) を購入した。Table 2.2 は、製品の寸法形状と製造者による試験成績書 (ミルシート) の一部を示す。管の寸法は、伝熱管 (外径 25 mm、肉厚 4 mm) と同じ製造工程で、かつ平行部が ϕ 6 mm の試験片を採取できるものという条件から決定された。各々の製品形状による室温の引張特性の違いは、かなり小さい。すべての製品は、ASTM 結晶粒度 No. 3 を目標に製造されたが、板材では一部に粗粒の傾向が認められた。

高温引張及びクリープ試験には、Fig. 2.1 に示すような ϕ 6 × 30 GL 試験片を用いた。なお、図中のつかみ部は原研で実施された He 中試験用のものであり、金材技研での大気中試験では M 12 × 1.75 - 2 のねじを使用した。大部分の試験は、この標準試験片を用いて行われたが、中性子照射後及び一部の試験には、管材より採取した ϕ 3 × 30 GL のサブサイズ試験片を用いた。これは、照射後試験片の大きさが、照射キャップセルの容積や誘導放射能によって制約されるためである。また、サブサイズ試験片は、体積に対する表面積の比が大きい（ここでは標準の 4 倍）ので、表面からの化学反応の影響を受け易く環境効果が顕著にあらわれることが期待される。

2.2 高温引張試験（大気中）

ねじ竿式 (Instron 型) の 10 tonf 高温引張試験機を用い、JIS G 0567 に準拠した高温引張試験を行った。ひずみ速度は、約 2 %耐力まで 0.3 %/min、その後は破断まで 7.5 %/min とした。高温引張特性として、通常報告される 0.2 %耐力、引張強さ、破断伸び、及び破断絞りに加えて、本研究では一様伸びを求めている。これは、引張試験の最大荷重時に対応する伸び値で、

ネッキングやひずみ不安定などとも関連づけられ⁵⁾、より本質的な延性の指標と考えられるからである。

試験は主として、管について実施した。なお、200及び400°Cの試験は、これまでほとんど行われていないが、後述するような温度の多項式による強度の回帰分析を行う上で、このような温度域でのデータが極端に不足していたので実施した。

2.3 大気中クリープ試験

レバー式及び直接荷重方式の単式クリープ試験機を用い、JIS Z 2271に準拠して、クリープ試験を実施した。すべての試験は、サブサイズ試験片の場合を除き、伸び計により試験片の変位を負荷直後から破断に至るまで連続的に測定・記録することにより、クリープ変形過程の全域にわたり、ひずみ-時間データ（クリープ曲線）を取得した。高温引張試験の場合と同様に、管(XR-T)の試験条件がなるべく多くなるように計画した。なお、これらの試験条件の設定に当っては、前回の共同研究(OGL-1用ハステロイX)³⁾や原子力製鉄研究組合・耐熱合金部会におけるハステロイXのヘリウム中クリープ破断試験⁶⁾などの結果を参考にした。1050°Cでの試験は特に長時間外挿のためのものである。最長試験時間は約15,000h目標とした。

クリープ試験の開始時には、試験温度において約20hの均熱後、段階的な負荷により所定の荷重を加えた。負荷の開始から完了（試験開始）まではおよそ2~3minであった。一般に低温・高応力側の試験にはレバー式試験機を用い、高温・低応力側の試験には直接荷重式を用いた。

2.4 ヘリウム中クリープ試験

(1) 温度及び応力

900°Cを主体とし、800, 1000°Cの試験も行った。応力は大気中の場合と同じとした。ヘリウム雰囲中の試験は大気中の試験に比較して困難であり、使用できる試験機の台数も限定されているので、延べ試験時間は大気中試験の半分以下とした。例えば共同研究計画書における目標の最長破断時間は、大気中の15,000hに対してヘリウム中では3,000hである。

(2) 変位の測定

ヘリウム中の試験では、試験片標点間の微小変位を正確に測定するのは難かしいので、変位は試験機支柱とプルロッド間の相対変位をダイヤルゲージまたはDTFによって測定した。ただし一部の試料については、標点間の変位測定も行った。

(3) ヘリウム雰囲気

試験の雰囲気は多目的高温ガス炉近似ヘリウムで、原研B型と称し、その組成はTable 2.3に示す通りである。ここでH₂/H₂Oは170~260, CO/CO₂は30~55である。この雰囲気は低酸化ポテンシャルの点で特徴があり、耐熱合金が一般に使用される環境（酸素や水分を含む酸化性の雰囲気）とは基本的に異なるものである。^{4) 7) 8)}

Fig. 2.2は、この原研B型ヘリウムをクリープ試験機に供給するための純度管理装置のフローシートである。循環系、精製系及び不純物添加系の3系統から構成されているが、精製系にへ

リウム・パーミエーターを使用している点が特徴である。これはポリエステル系の高分子繊維中空系から構成され、ガスの透過率の相異を応用して精製するものである。系外へのガス放出量が主流量の1%とすると、O₂、N₂、CH₄などの分子径の大きなものは1/5程度に精製できる。ヘリウムの汚染が少ない定常運転状態では、低温精製器(LN₂ Bed)を使用しないで、パーミエーターのみで装置を運転することも可能である。ヘリウムガスのモニタリングとしては、露点計(SHAW HYGROMETER)を使用して水分を常時測定記録し、ガスクロマトグラフ(柳本G-1800-H型)によってその他の成分を隨時測定した。

(4) テストセクション

試験部の概略をFig. 2.3に示す。これはヘリウムガスの純度管理を最重視した独自の設計によるものである。⁹⁾ すなわち、ヘリウムガスに接触する高温部の構成材料は、ヘリウム中の添加不純物と化学反応を起さない石英、モリブデン及びニッケルに限定されている。試料標点間距離の精密測定にはモワレ干渉縞を利用しているが、これは本装置独自のもので測長器(ダイヤルゲージ、差動トランス等)から放出されるガス、油等によるヘリウムの汚染を防ぐために考案された。ヘリウム槽は透明石英管で構成されているが、これは一般に使用されている耐熱金属製の管と比較して、ヘリウム中の不純物と化学反応を生じないとの他、試験片の表面観察が可能、軸方向への熱の逸散が少ないので省エネルギー型、などの特徴を有している。クリープの進行中に、プルロッドは下部が不動、上部が可動の構造となっている。上部はバネ定数の小さいベローズで真空シールされているが、試料破断時の衝撃でこの部分が横振れすると同時にチャックやアームショルダーが石英管にあたって、石英管の破損をもたらすおそれがある。そこでこのベローズ真下の石英管内に冷却用円筒を配置した。これは真空シールのパッキンを冷却するとともに、プルロッドの横振れを防止する役目を果している。

2.5 照射後クリープ試験

試験機は容量70kgの直荷重方式で、遠隔操作用であるため荷重の負荷装置は半自動化している。試験雰囲気は大気中である。環境効果を考慮すれば、ヘリウム雰囲気が望ましい。しかし試験時間が約1000hr以下と短かい他に照射効果は環境効果よりも顕著であることから、大気中でも目的は達せられると思われる。

Table 2.1 Chemical composition of Hastelloy XR tested (wt.%)

	Cr	Fe	C	Si	Co	Mn	Mo
Hastelloy X (ASTM B435)	20.5-23.0	17.0-20.0	0.05-0.15	< 1.00	0.5-2.5	< 1.00	8.0-10.0
Intended Spec. by JAERI	20.5-23.0	17.0-20.0	0.05-0.09	0.2-0.5	< 0.1	0.6-1.0	8.0-10.0
Check Analysis	21.9	18.2	0.07	0.27	Tr	0.88	9.1
	P	S	W	Al	Ti	B	N
Hastelloy X (ASTM B435)	< 0.040	0.030	0.2-1.0				
Intended Spec. by JAERI	ALAP	ALAP	0.2-1.0	< 0.05	< 0.05	< 0.01	
Check Analysis	< 0.005	< 0.005	0.47	0.03	0.02	0.00028	0.006

ALAP: As low as possible

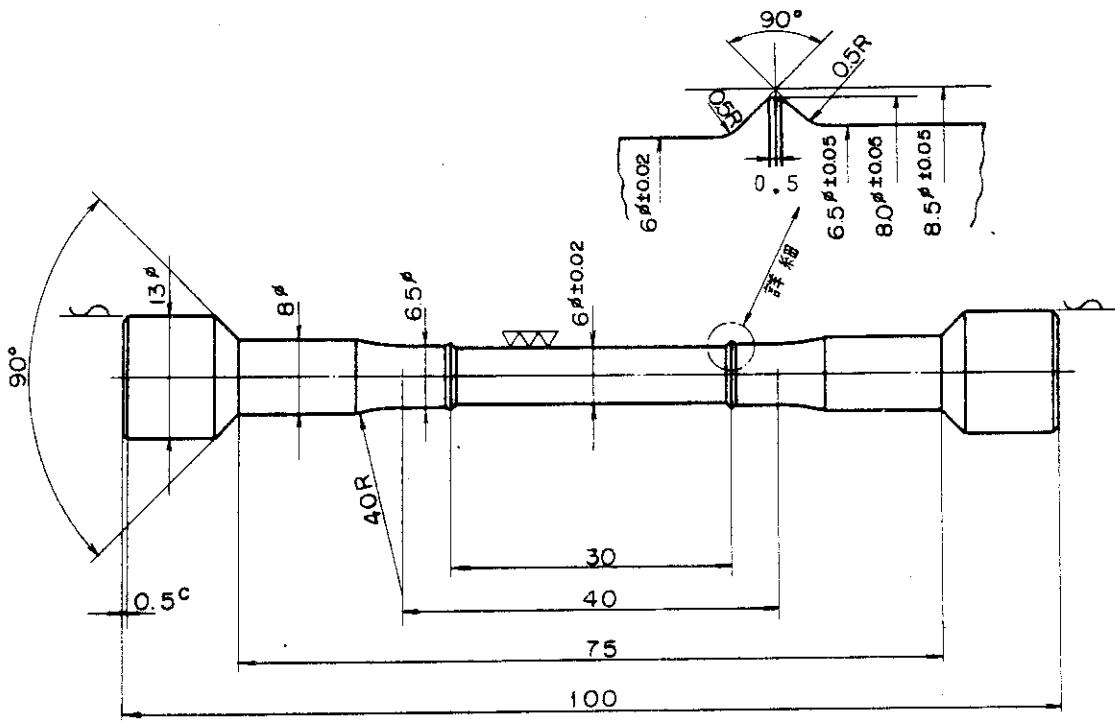
Table 2.2 Product forms, mechanical properties and heat treatment of Hastelloy XR reported by the alloy manufacturer

	Dimensions (mm)	0.2% Proof Stress (kgf/mm ²)	Tensile Strength (kgf/mm ²)	Elongation (%)	Hardness	Grain Size Number	Heat Treatment
Hastelloy X (ASTM B435)	min. 24.6	min. 66.8	min. 40			Annealed Sheet(t>3.175) max. 1.5	
Tube (XRT)	58.5 (OD) 9.0 (WT) 1000 (L)	31.0	70.9	58	H _R B 83.5	3.5-4.0 (2.7)*	1190°C/1h Spray Cool
Plate (XRS)	12 (T) 120 (W) 500 (L)	34.3	72.2	50	H _R B 85	3.0-4.0 (1.3)*	1180°C/35min Water Cool
Bar (XRB)	13.0 (OD) 1000 (L)	30.1	72.5	55	HB 152	3.0 (2.8)*	1180°C/1h Water Cool

*) Tested at NRIM.

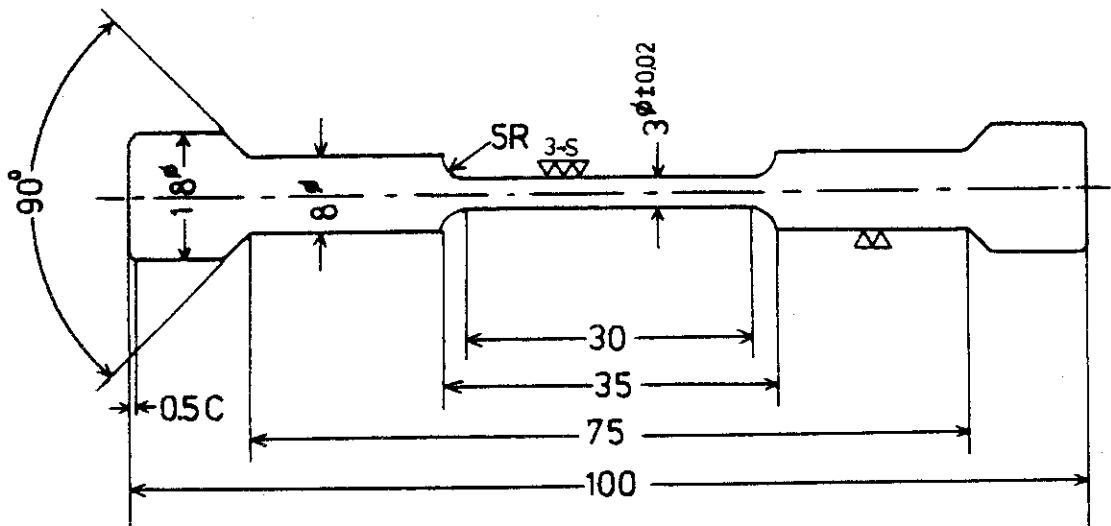
Table 2.3 Impurity levels in the test environment prepared for simulation of VHTR helium coolant, JAERI Type B (μatm)

H ₂	H ₂ O	CO	CO ₂	CH ₄
200-210	0.8-1.2	100-110	2-3	5-6



単位 (mm)

(a) Standard



(b) Sub-size

Fig.2.1 Geometry of specimens for tensile and creep tests. Specimens used in NRIM have screwed heads(M12 x 1.75-2).

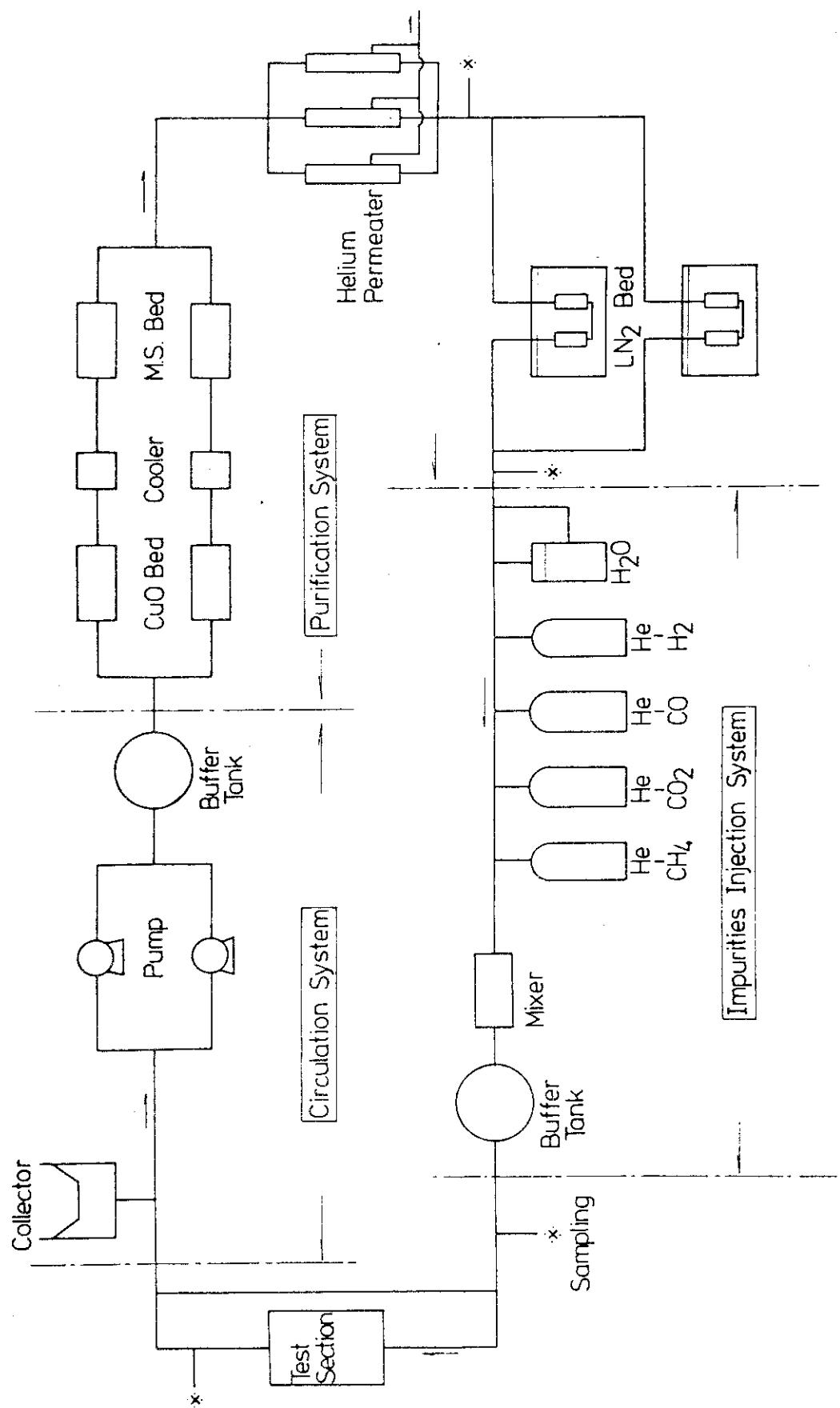


Fig.2.2 Flow sheet of helium circulation loop No.2 at JAERI

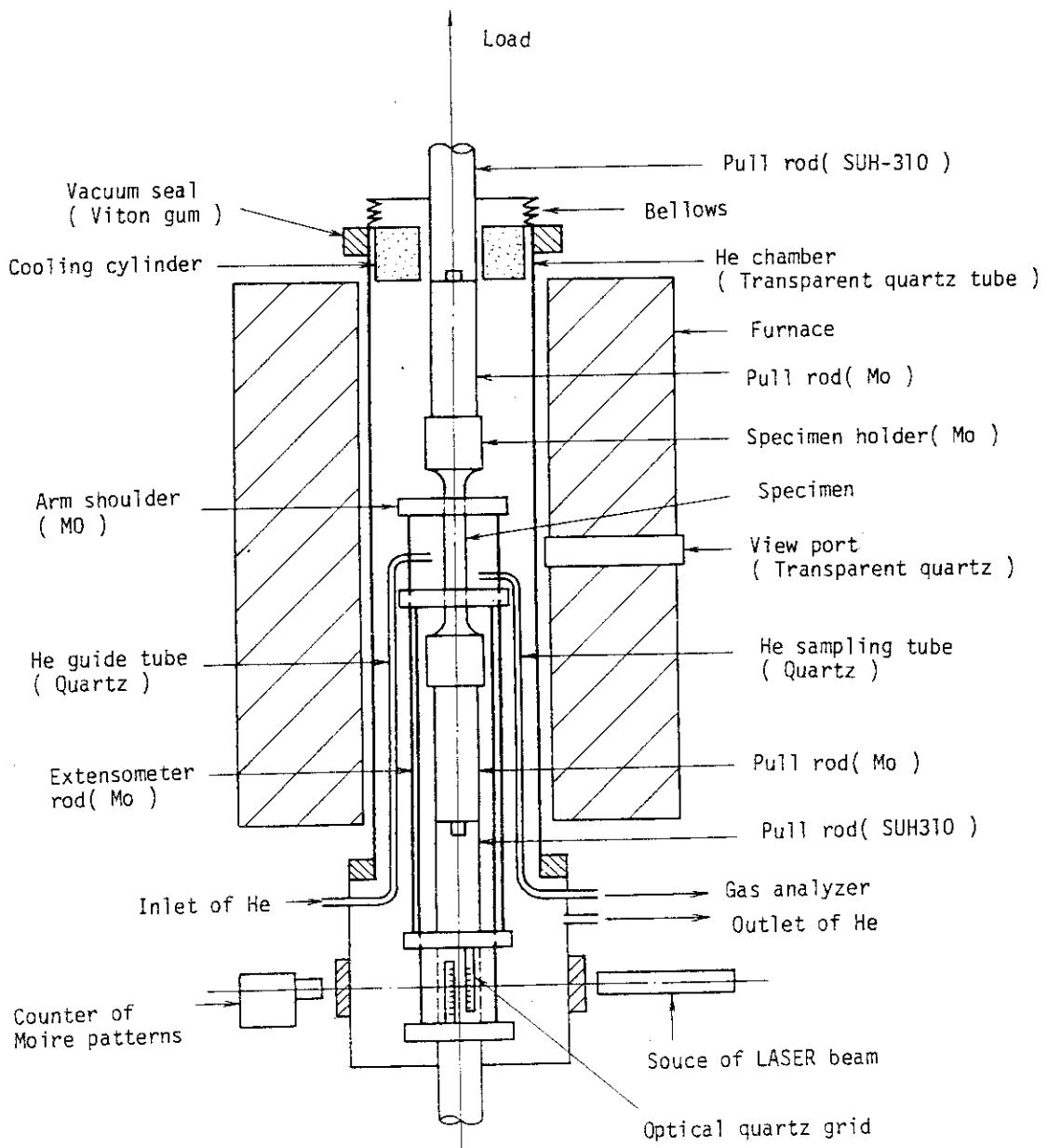


Fig.2.3 Test section of creep testing machine for helium environment.
 Furnace is outside of helium chamber(transparent quartz tube).
 Helium heated during passing through a quartz guide tube is blown off directly to the specimen surface.

3. 大気中の試験結果

3.1 高温引張試験データ

本研究で実施されたハステロイ XR の高温引張試験結果はTable 3.1 に示す通りである。くびれが起きるまでの延性の指標である一様伸びは、800 °C以上の高温で著しく低下しているが、これはオーステナイト・ステンレス鋼や Alloy 800 H 合金でも同様な傾向にあり、その値は鋳造合金であるHK-40 やAlloy 713 C よりもやや大きい。破断伸びとの差が大きいのは、最大荷重後にくびれが除々に進行するためである。¹⁰⁾ これらのデータに加えて、製造者によるカタログ参考値 (HXRF), OGL-1 関係¹¹⁾ (OGL-1), 及び ISES 24 G 関係 (5 B 93) のハステロイ X のデータを含めてプロットした結果をFig. 3.1 に示す。今回、得られたハステロイ XR の高温引張特性は、従来のハステロイ X と比べて、耐力、引張強さ共にかなり低いが、破断延性の点では平均以上となっている。OGL-1 関係のデータは 37 点で最も大きな割合を占めており、その強度は高いが、これらのデータの中には製作途中で冷間加工や特殊な熱処理を施したものも含まれている。Fig. 3.2 はハステロイ XR 管材 (XRT) の低ひずみ領域における応力-ひずみ曲線の温度依存性を示すものである。900 °Cは③から④の間で軟化しており、1000 °Cでは③～⑤で加工硬化がおこっていない。これは高温変形中に回復や再結晶等の動的レストレーション過程¹²⁾ が進行しているためである。

3.2 クリープ試験データ

素材の製品形状ごとに得られたクリープ及びクリープ破断データの要約をTable 3.2 ~ 3.5 に示す。金材技研で得られたデータは管材 (XRT) 23 本、板材 (XRS) 21 本、棒材 (XRS) 7 本、及びサブサイズ試験片 5 本で、合計 53 本である。この他に、製造者による 900 °C - 5.2 kgf/mm² における短時間データが 4 本あり、結局、ハステロイ XR の大気中クリープ破断試験は合計 57 本、延べ試験時間は 219,645.9 h となる。Fig. 3.3 は、応力と破断時間の両対数プロットである。図中には管と板について、主要な試験温度である 800, 900, 及び 1000 °Cにおけるクリープ破断曲線（ただし、目視法）をそれぞれ実線と点線で示した。クリープ破断曲線で見ると、管は板や棒と比較して、クリープ破断強度がやや低いことがわかる。またサブサイズ試験片は 1000 °C の長時間側を除き、管とほとんど同じ破断寿命を示している。

クリープ破断延性はFig. 3.4 に示すように、800 及び 900 °Cでは一般に長時間側で減少するが、1000 及び 1050 °Cでは破断伸びの急上昇が認められる。しかし、破断絞りはそれほど増えない。一般に、棒のクリープ破断延性は管や板よりも大きい。

得られたクリープ曲線の主要部をFig. 3.5 ~ 3.7 に温度ごとに示す。クリープ曲線の形状は一般に遷移クリープ及び定常クリープ域は短く、クリープ変形過程に占める加速クリープ域の割合がかなり大きい。1000 及び 1050 °Cの低応力クリープ曲線は、Fig. 3.7 に示すように、通常の加

速クリープ域で再びクリープ速度が減少し、破断寿命が大巾に増加する、いわゆる異常クリープの様相を呈している。

3.3 管、板及び棒の比較

本研究におけるハスティロイ XR のデータの特徴は、同一の化学成分を有する管、板、及び棒材について比較できることである。室温の引張特性では板材の耐力がやや高目となっている以外に、ほとんど差がない。高温においても、これら三者の比較ができるのは 900 °Cのみである (Table 3.1) が大きな違いはないといえる。

一方、Fig. 3.3.に示したクリープ破断特性については、明らかに管材の強度が板や棒より低い。 10^4 h 強さでみると、その強度差は 900 ~ 1000 °Cでは約 0.5 kgf/mm² 以内であるが、800 °Cではそれよりやや大きい。管材の低い強度については、7.3 で詳しい検討を加える。

結晶粒度を調べた結果、板材の粒度はミルシートの値よりも大きいことが分った (Table 2.2 参照)。一方 7.3 (Photo. 7.7 参照)において後述するように、ヘリウム中の試験に供した板材の結晶粒度はミルシートの値に近い。このように板材の結晶粒度はばらつきが大きいので、管、板及び棒間のクリープ特性を一義的に比較することは困難である。

Table 3.1 Results of short-time tensile tests for Hastelloy XR

Product Form	Specimen No.	Test Temp. (°C)	0.2% Proof Stress (kgf/mm ²)	Ultimate Tensile Strength (kgf/mm ²)	Uniform Elongation (%)	Elongation (%)	Reduction of Area (%)
Tube	XRT22	21	29.6	69.6	51.0	60.2	64.6
	XRT13	200	23.8	62.3	53.6	57.9	63.9
	XRT25	400	21.7	58.3	59.3	63.3	61.4
	XRT24	700	18.5	47.2	51.7	69.4	57.2
	XRT01	800	18.0	35.9	11.9	69.7	60.5
	XRT30	900	16.0	21.8	7.2	77.2	63.2
	XRT05	1000	7.2	12.8	5.2	60.4	48.2
Plate	XRS10	900	16.4	23.9	5.3	80.9	59.2
Bar	XRBO3	800	19.6	39.0	10.6	59.3	57.3
	XRBO8	900	16.8	23.2	7.3	82.8	62.3
	XRBO1	1000	9.3	13.4	5.3	70.4	64.3

Table 3.2 Results of creep tests for Hastelloy XR tube (XRT)

SPNO	T (°C)	S (kgf/mm ²)	e _o (%)	̇e _m (%/h)	t ₃ (h)	e ₃ (%)	t _{1%} (h)	t _R (h)	E _I (%)	RA (%)
XRT14		10.0	0.070	9.38×10 ⁻²	29.2	3.020	9.8	88.9	23.9	28.6
XRT18		6.2	0.043	3.08×10 ⁻³	173.8	0.885	187.0	608.6	38.5	15.1
XRT28		5.4	0.038	1.95×10 ⁻³	290.8	0.858	317.2	1119.2	15.5	13.4
XRT20	800	4.8	0.035	4.53×10 ⁻⁴	475.0	0.430	782.0	1952.0	11.4	12.3
XRT26		4.0	0.028	4.67×10 ⁻⁴	3828.0	2.100	1901.0	5624.6	8.7	11.7
XRT16		4.0	0.028	4.46×10 ⁻⁴	4384.8	2.270	1973.0	6455.4	7.7	12.7
XRT10		3.4	0.023	1.27×10 ⁻⁴	10526.0	1.800	5794.0	12884.8	5.2	9.1
XRT21	850	4.0	0.028	8.23×10 ⁻⁴	331.6	0.525	530.4	1569.3	10.2	13.7
XRT11		5.0	0.035	6.38×10 ⁻²	40.3	2.840	14.6	123.0	17.4	17.6
XRT03		4.0	0.030	6.40×10 ⁻³	77.8	0.776	95.3	412.9	11.0	18.6
XRT23		3.4	0.026	4.57×10 ⁻³	341.0	1.815	201.8	764.8	10.2	11.6
XRT07	900	2.7	0.020	1.53×10 ⁻³	990.0	1.780	614.0	1675.6	9.1	11.6
XRT27		2.4	0.018	6.86×10 ⁻⁴	1720.0	1.640	1056.0	3345.3	10.8	10.6
XRT08		2.0	0.015	2.02×10 ⁻⁴	3460.0	0.990	3475.0	6434.7	8.1	9.5
XRT06		1.4	0.012	9.53×10 ⁻⁵	12480.0	1.800	6210.0	21396.0	6.7	5.3
XRT29	950	2.0	0.016	3.27×10 ⁻³	210.6	0.906	222.0	928.9	10.3	13.7
XRT19		1.9	0.018	5.74×10 ⁻³	60.8	0.579	78.8	316.9	15.1	12.3
XRT09	1000	1.4	0.013	3.71×10 ⁻³	222.0	1.060	213.1	795.7	12.0	13.0
XRT17		1.0	0.010	6.55×10 ⁻⁴	739.0	0.792	849.0	2124.8	18.4	8.4
XRT02		0.7	0.007	4.67×10 ⁻⁴	3726.0	3.068	480.0	10920.6	27.3	11.6
XRT12		1.8	0.020	1.65×10 ⁻²	10.5	0.420	18.3	105.0	18.8	17.6
XRT15	1050	1.0	0.012	1.55×10 ⁻³	363.0	0.963	371.0	718.5	10.2	10.6
XRT04		0.7	0.008	1.75×10 ⁻³	922.0	2.050	437.0	2641.6	38.2	2.1

SPNO=Specimen Number, T=Temperature, S=Stress, e_o=Instantaneous Strain, ̇e_m=Minimum Creep Rate, t₃=Time to Onset of Tertiary Creep (0.2% Offset), e₃=Strain at t₃, t_{1%}=Time to Reach 1% Total Strain, t_R=Time to Rupture, E_I=Rupture Elongation, RA=Reduction of Area

Table 3.3 Results of creep tests for Hastelloy XR plate (XRS)

SPNO	T (°C)	S (kgf/mm ²)	e ₀ (%)	̇e _m (%/h)	t ₃ (h)	e ₃ (%)	t ₁ % (h)	t _R (h)	E ₁ (%)	RA (%)
XRS07		8.0	0.057	8.35x10 ⁻³	81	0.97	82	314.6	19.6	22.8
XRS02		6.2	0.042	8.28x10 ⁻⁴	448	0.67	550	1409.9	10.1	14.4
XRS15	800	5.4	0.038	6.70x10 ⁻⁴	636	0.72	786	2105.1	8.9	10.6
XRS12		4.8	0.033	2.29x10 ⁻⁴	1464	0.56	2292	4981.4	7.7	9.9
XRS09		4.0	0.028	6.37x10 ⁻⁵	17126	1.70	9620	23593.6	8.9	14.0
XRS05		5.0	0.038	3.23x10 ⁻²	24	1.08	22	177.7	18.4	23.5
XRS03		3.4	0.027	2.36x10 ⁻³	582	1.60	388	1479.2	9.4	11.9
XRS16		2.7	0.022	4.69x10 ⁻⁴	3000	1.70	1685	4019.8	7.1	5.2
XRS20	900	2.4	0.018	1.18x10 ⁻⁴	6254	1.05	6110	9487.7	5.7	10.9
XRS01		2.0	0.015	1.40x10 ⁻⁴	6322	1.43	4618	9909.0	5.2	8.4
XRS13		1.7	0.013	5.94x10 ⁻⁵	14208	1.20	12720	23521.6	6.8	7.7
XRS08		2.4	0.022	4.00x10 ⁻³	38	0.40	60	208.3	17.0	20.2
XRS18	1000	1.9	0.018	5.71x10 ⁻³	91	0.78	103	435.4	13.0	26.4
XRS19		1.4	0.013	1.97x10 ⁻³	384	1.22	341	1124.7	11.0	9.1
XRS11		1.0	0.010	4.77x10 ⁻⁴	2760	2.24	751	5849.5	15.0	14.0
XRS17		1.8	0.020	5.50x10 ⁻³	54	0.53	69	225.1	14.9	18.6
XRS04		1.4	0.015	8.99x10 ⁻³	151	1.99	66	550.7	15.5	15.7
XRS06	1050	1.0	0.012	2.02x10 ⁻³	894	2.38	313	1696.4	9.8	9.5
XRS14		0.7	0.008	1.93x10 ⁻⁴	4416	2.94	361	8608.1	15.6	19.3

Table 3.4 Results of creep tests for Hastelloy XR bar (XRB)

SPNO	T (°C)	S (kgf/mm ²)	e ₀ (%)	dot{e} _m (%/h)	t ₃ (h)	e ₃ (%)	t ₁ % (h)	t _R (h)	E1 (%)	RA (%)
XRB09	800	8.0	0.057	1.78x10 ⁻²	79	1.75	48	307.9	25.6	24.7
XRB04		4.8	0.033	7.08x10 ⁻⁴	1145	1.11	1038	5063.0	14.1	16.5
XRB06	900	5.0	0.038	3.17x10 ⁻²	17	0.80	20	203.0	46.1	46.9
XRB10		2.4	0.018	2.09x10 ⁻³	1314	3.16	382	5611.9	25.8	32.0
XRB11	1000	1.9	0.018	4.55x10 ⁻²	36	2.45	16	263.5	38.5	45.9
XRB07		1.0	0.010	2.61x10 ⁻³	1327	4.01	242	5928.1	37.1	34.1

Table 3.5 Results of stress rupture tests for Hastelloy XR subsize specimen(XRM) machined from tube.

SPNO	T (°C)	S (kgf/mm ²)	t _R (h)	E1 (%)	RA (%)
XRM2	800	4.0	5070.1	4.8	9.8
XRM7	900	4.0	377.4	7.3	14.3
XRM3		2.0	6821.1	7.0	13.9
XRM4	1000	2.0	265.8	11.4	17.7
XRM5		1.0	6610.7	37.0	23.5

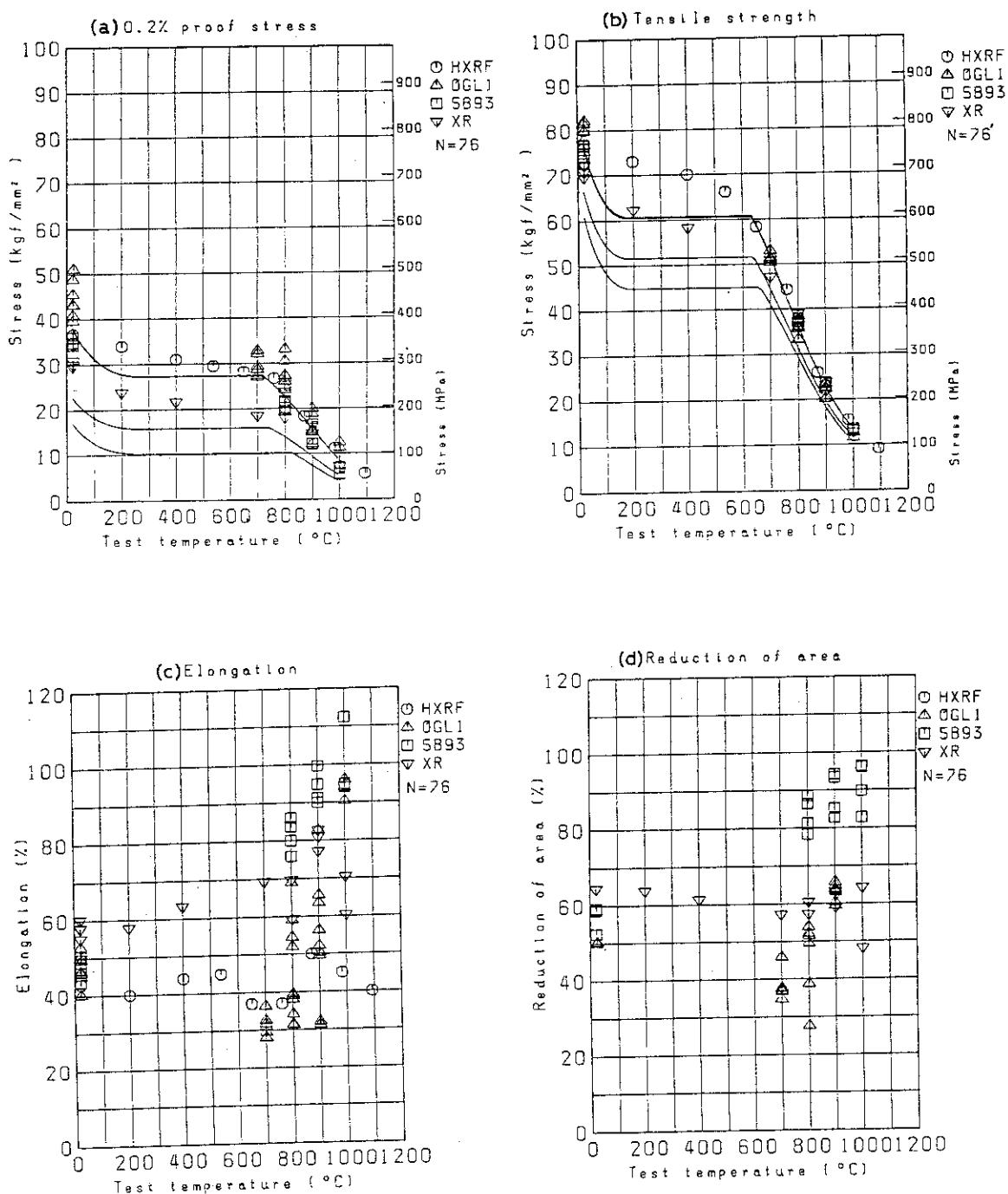


Fig.3.1 Temperature dependence of tensile properties for Hastelloy X and XR. Regression curves by polynomials ($k=3$ for 0.2%PS, $k=4$ for UTS) of temperature, lower 99% limits of prediction intervals (LPI), and simultaneous tolerance intervals (LSTI) with 99% probability are also shown.

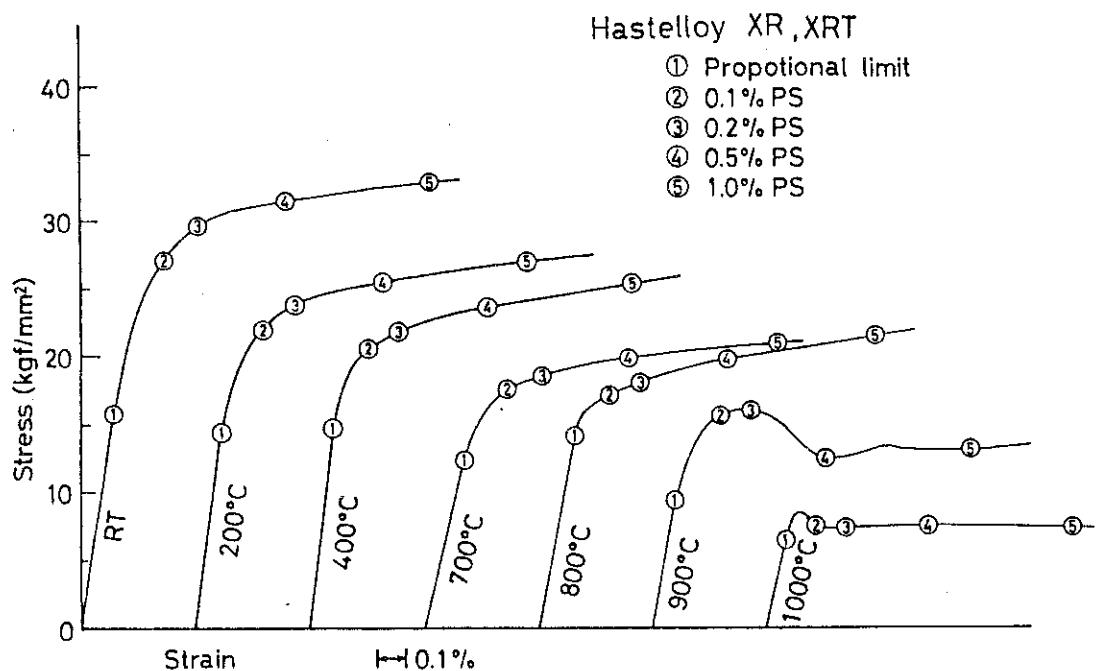


Fig.3.2 Stress-strain curves of Hastelloy XR tube at various temperatures.

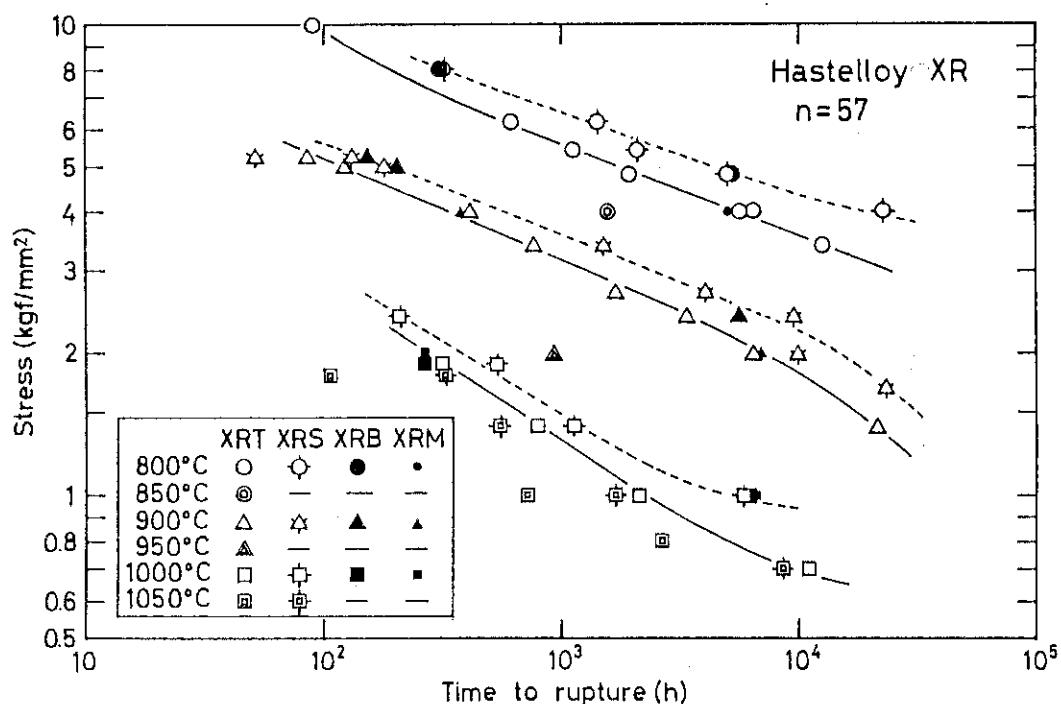


Fig.3.3 Comparison of creep-rupture curves for Hastelloy XR tube(XRT), plate(XRS), bar(XRB) and subsize specimen(XRM).

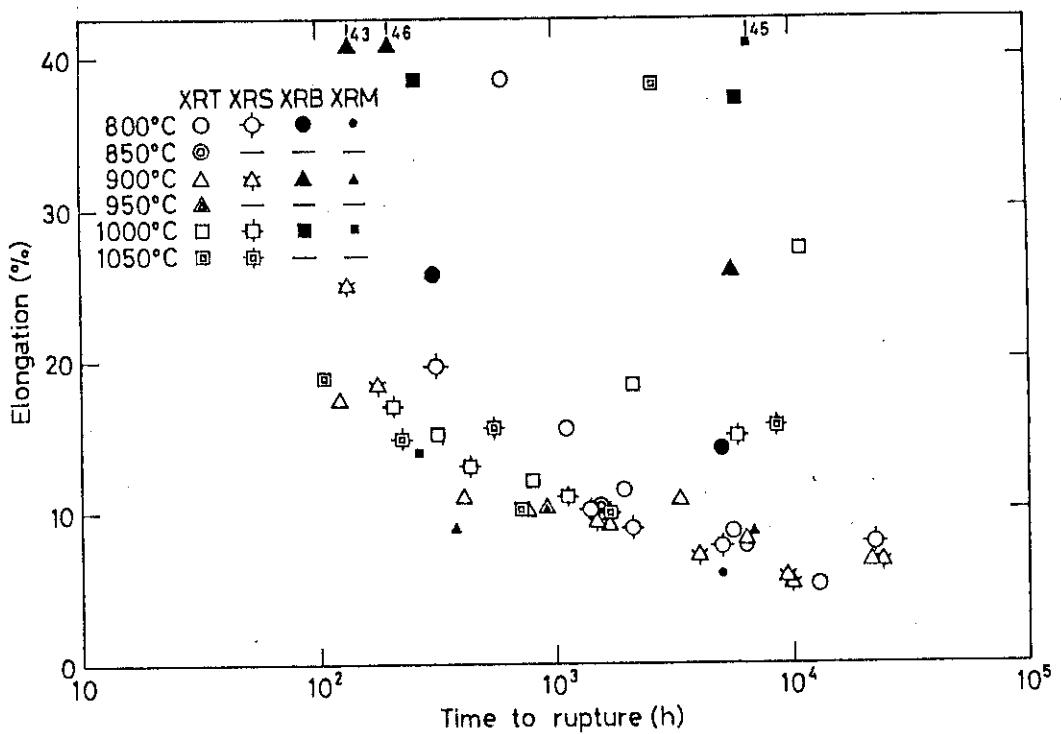


Fig.3.4(a) Comparison of rupture ductility for Hastelloy XR, rupture elongation.

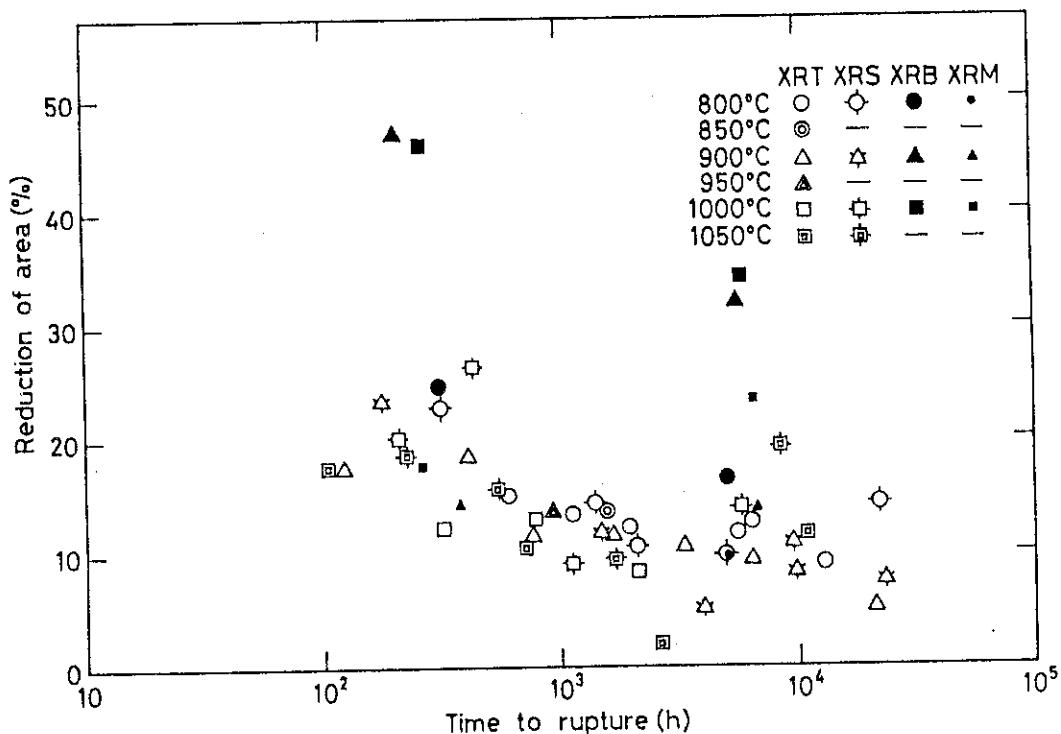


Fig.3.4(b) Comparison of rupture ductility for Hastelloy XR, reduction of area.

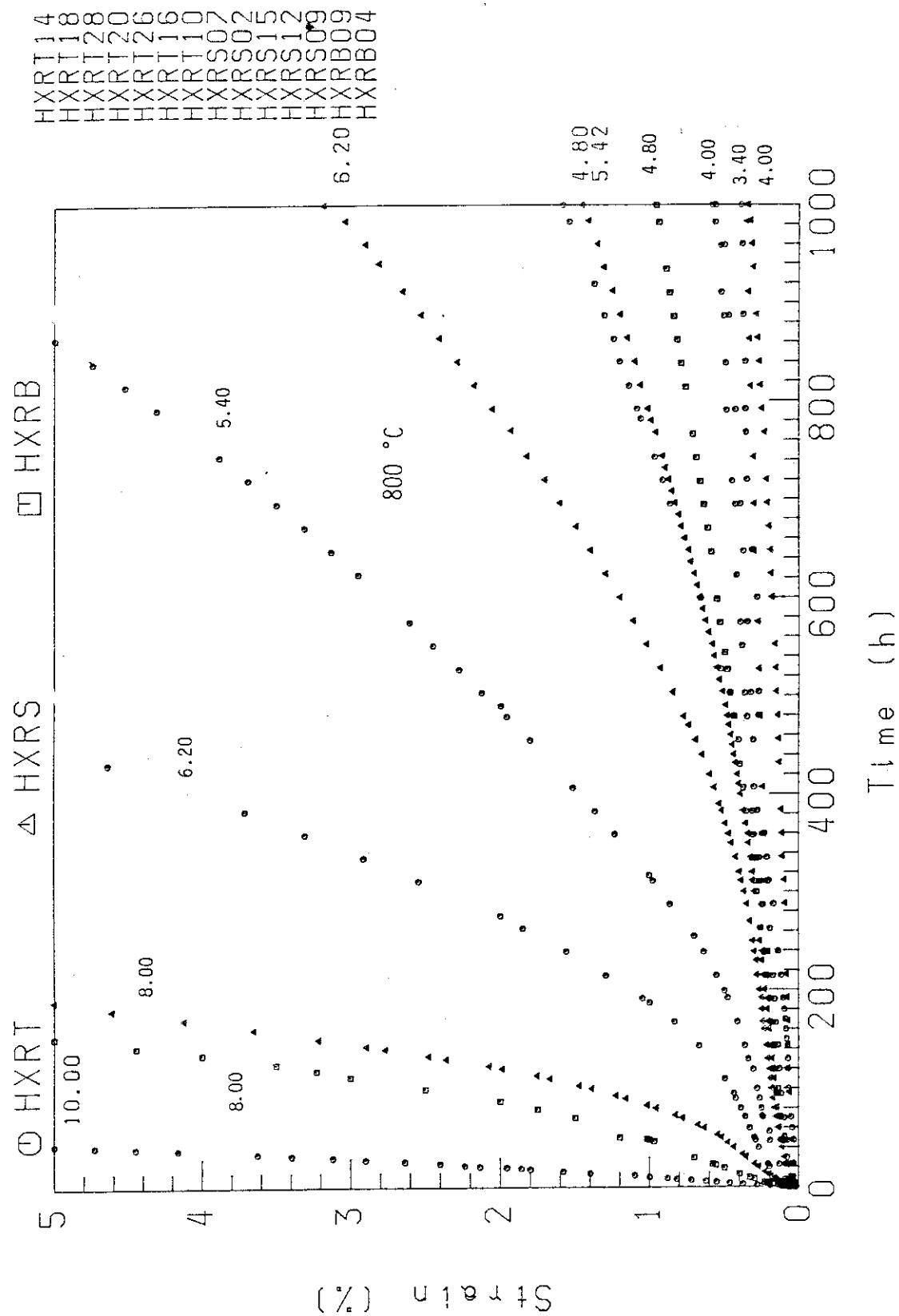


Fig.3.5(a) Comparison of creep curves for Hastelloy XR tube, plate, and bar at 800°C, higher stresses.

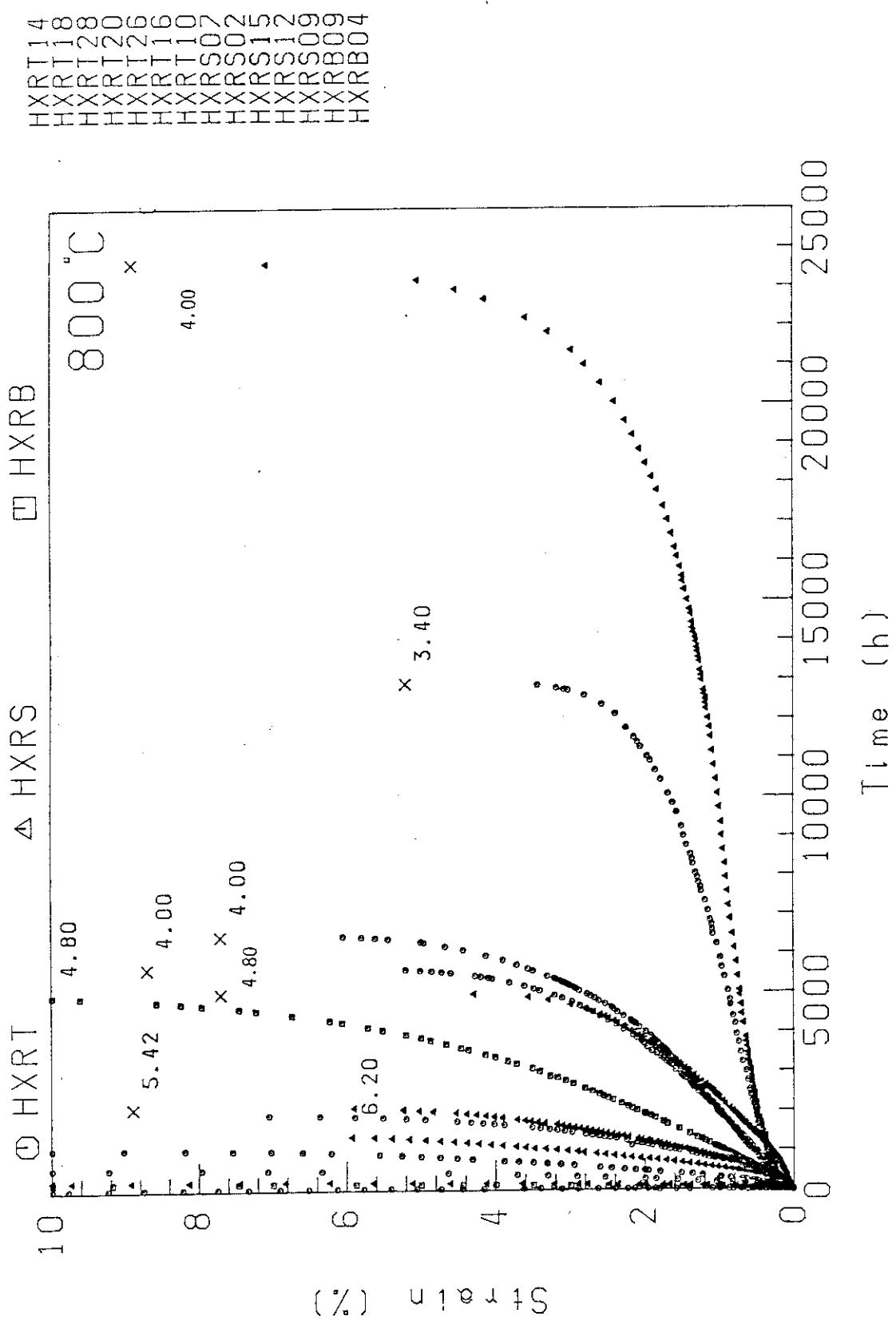
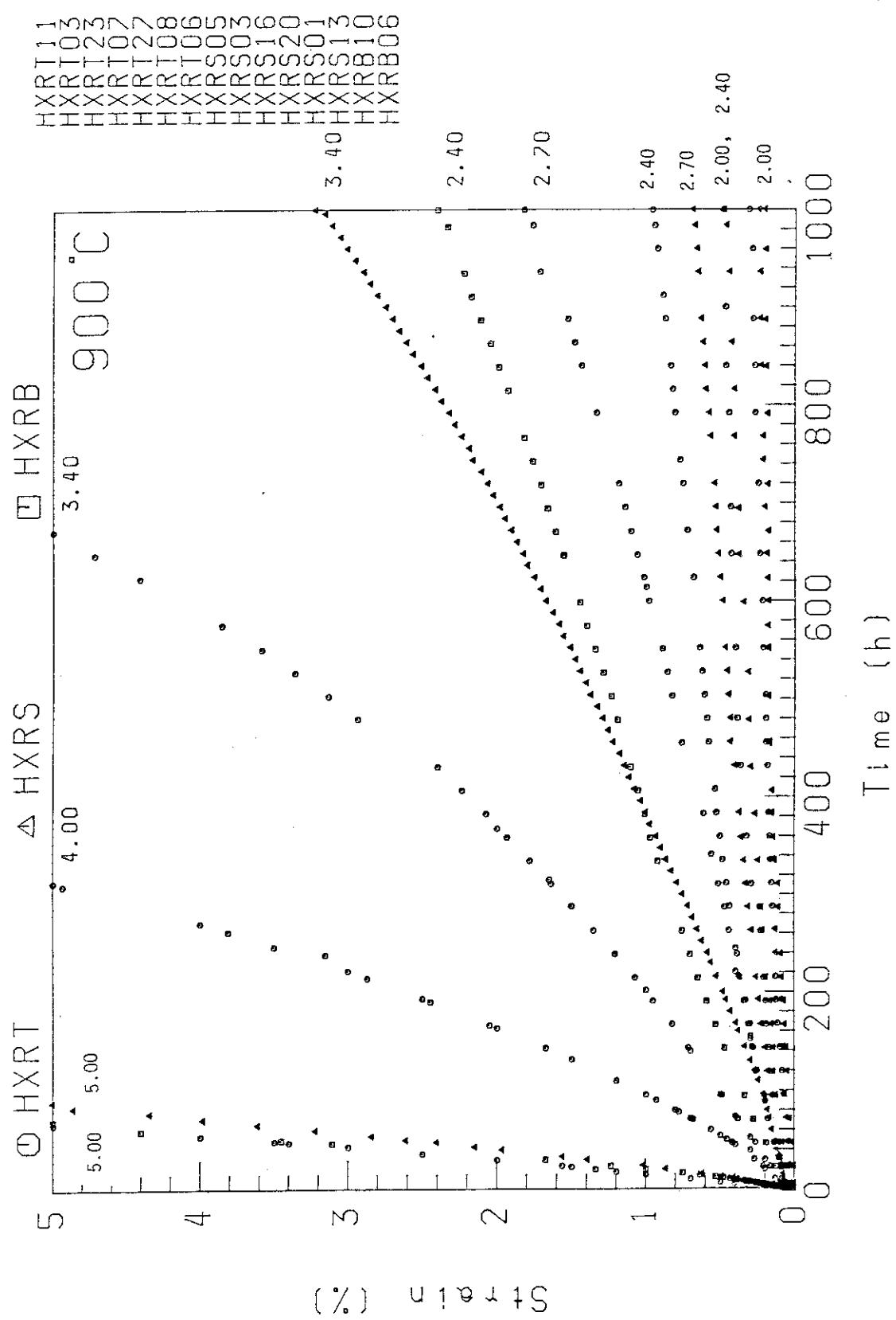
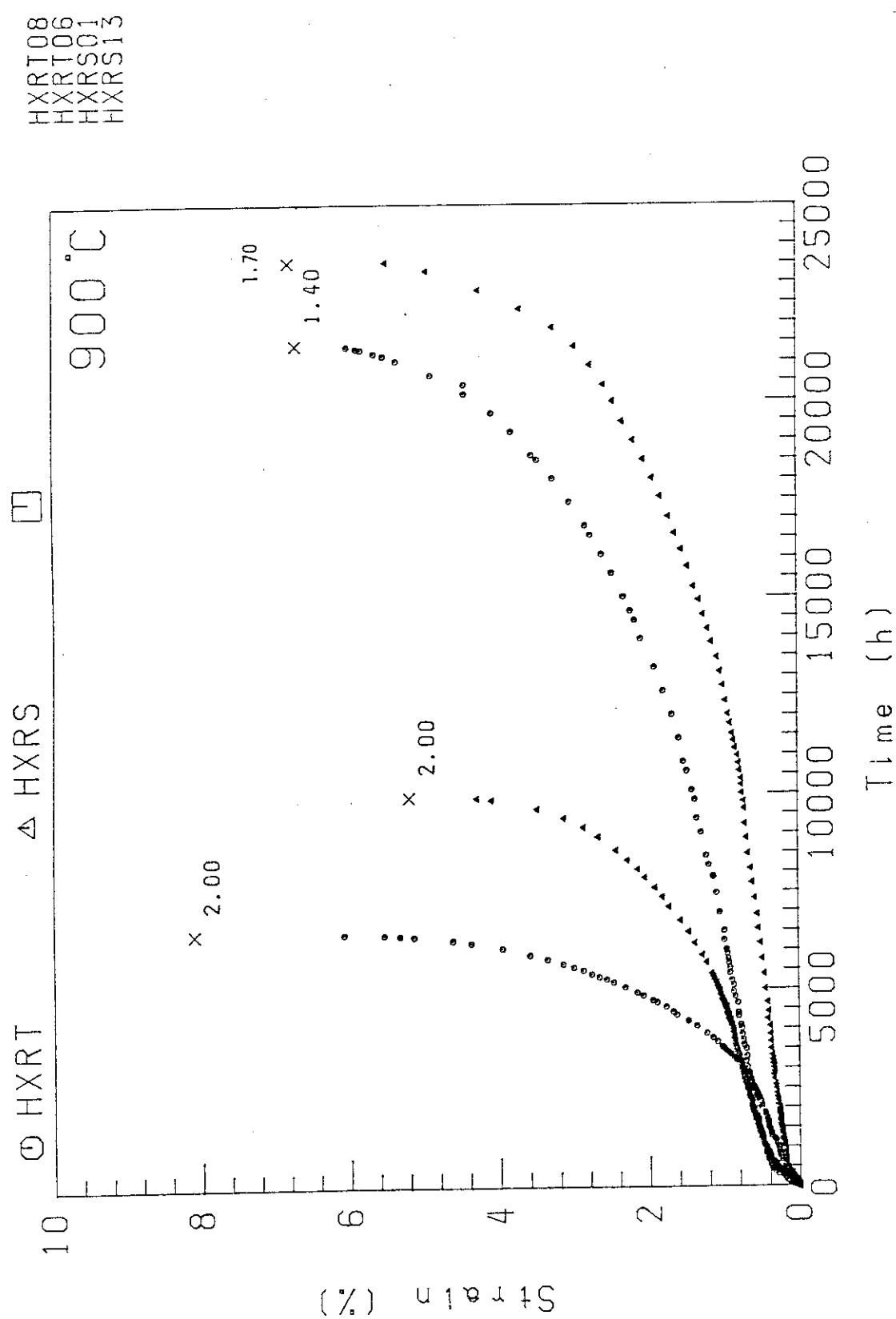
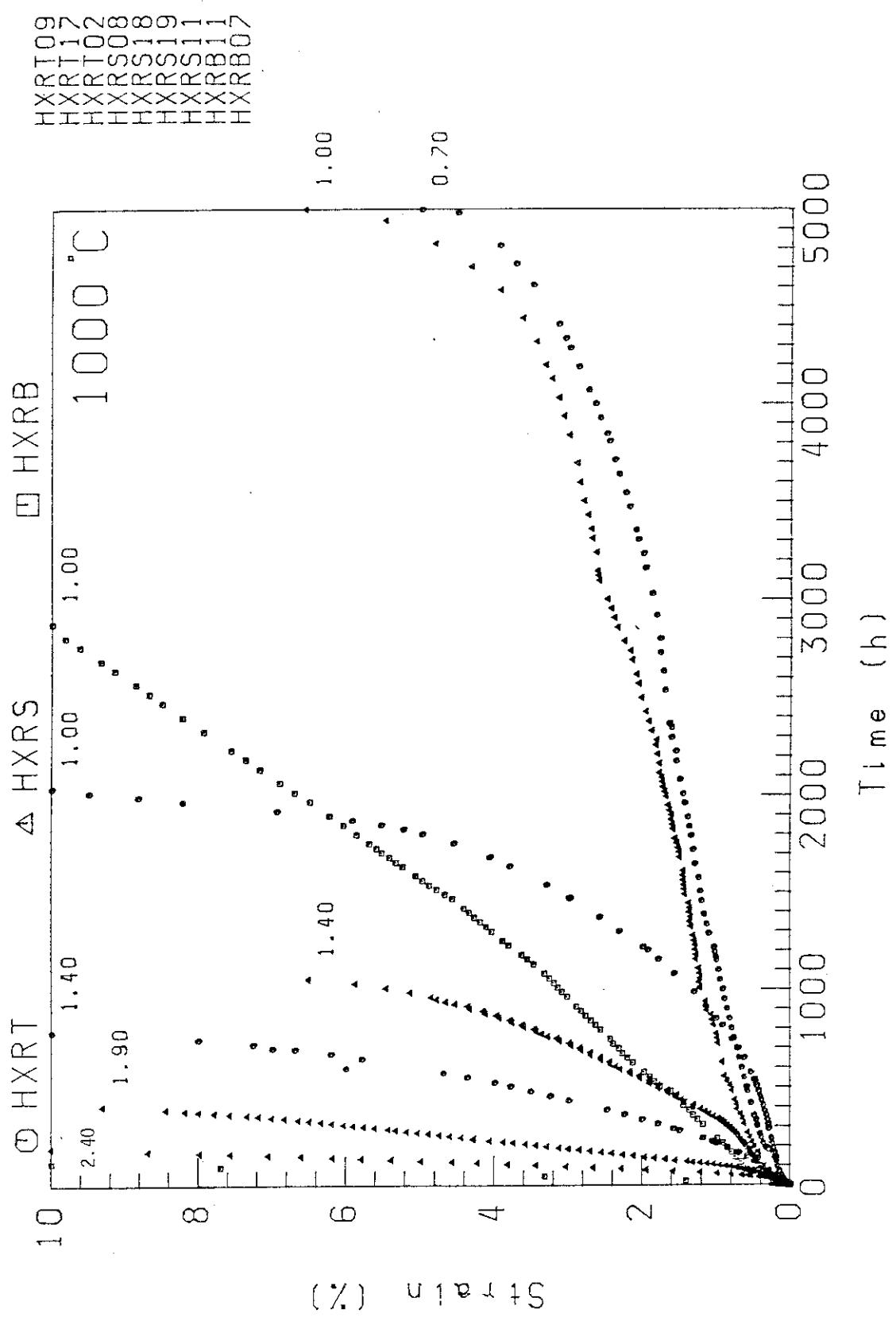


Fig.3.5(b) Comparison of creep curves for Hastelloy XR tube, plate, and bar at 800°C, lower stresses.







4. 高温引張データの解析

4.1 使用データ及び多項式回帰

時間に依存しない強度の温度依存性を表現する式を求めるために、本研究では高温引張データを統計的に取り扱うこととする。このことは、データのばらつきに基づき、保証可能値としての平均値や最小値を推定できることを意味する。ここで採り上げた方法は高温引張試験データの強度を目的（従属）変数とする温度の多項式回帰を行い、統計的に意味のある平均値や最小値を確率論的評価によって求めるものである。¹³⁾

使用した高温引張データはFig. 3.1に示したもので、ハステロイXとXRを区別せず、全体を一括して、一つの母集団からのランダム標本であると仮定した。データ点数は全部で76点であるが、本研究で取得したハステロイXRのデータは、この内11点(Table. 3.1)である。室温から1000°Cまでの温度範囲にわたり、強度の温度依存性を求めるために、中間温度域での試験データが加えられている。

高温引張試験データの強度（0.2%耐力または引張強さ）の温度依存性を、次のような回帰模型で表現する。

$$\log_{10} S = b_0 + b_1 (T/T_0) + b_2 (T/T_0)^2 + b_3 (T/T_0)^3 + \dots + b_k (T/T_0)^k + \epsilon \quad (4-1)$$

ただし、 $S = 0.2\%$ 耐力または引張強さ(kgf/mm^2)、

$T = \text{試験温度 } (\text{°C})$

$T_0 = \text{スケーリングのための定数}; T_0 = 500$ 、

$b_0, b_1, b_2, b_3, \dots, b_k = \text{回帰係数}$

$k = \text{多項式の次数}$ 、

$\epsilon = \text{誤差項}$ 。

回帰模型(4-1)は説明(独立)変数が温度の多項式で表わされていることを除き、通常の線型重回帰模型と全く同じである。

式(4-1)を行列とベクトル表現で一般的に書くと、

$$\mathbf{y} = \mathbf{X} \beta + \epsilon \quad (4-2)$$

ただし、 $\mathbf{y} = \text{従属変数ベクトル}$ 、

$\mathbf{X} = (x_1, x_2, \dots, x_p)$ はデータ行列、

$\beta = \text{回帰係数}$ 。

以下の議論はすべて式(4-1)の誤差項 ϵ が多変量正規分布 $N(0, \sigma^2, \mathbb{I})$ に従うことを仮定している。¹⁴⁾

与えられたデータ(\mathbf{y}, \mathbf{X})に対して、回帰係数の最小2乗推定値は、誤差項に関するノルムの平方を最小にする行列演算により、次式のようになる。

$$\hat{\beta} = (\mathbf{X}' \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}' \mathbf{y} \quad (4-3)$$

このとき、任意の説明変数値 x_0 に対する従属変数の推定値は、

$$\hat{y}_0 = \hat{\beta} x_0 \quad (4-4)$$

であり、その予測区間 (PI)* は

$$\hat{y}_0 \pm t_{n-p}^{\alpha/2} s \sqrt{\mathbf{X}' \mathbf{X}^{-1} \mathbf{X}_0 + 1} \quad (4-5)$$

となり、異なる説明変数値に対応する従属変数の予測に関する同時許容区間 (STI)* は、

$$\hat{y}_0 \pm s [\sqrt{p F_{p,n-p}^{\alpha/2} x'' (\mathbf{X}' \mathbf{X})^{-1} x} + z_{r/2} \sqrt{(n-p)/\alpha/2} \chi_{n-p}^2] \quad (4-6)$$

となる。ここで、

$t_{n-p}^{\alpha/2}$ = 自由度 $(n-p)$ の t 分布の $100(\alpha/2)\%$ 点、

s = 回帰の標準誤差、

$F_{p,n-p}^{\alpha/2}$ = 自由度 $(p, n-p)$ の F 分布の $100(\alpha/2)\%$ 点、

$z_{r/2}$ = 標準正規分布の上側 $100(r/2)\%$ 点、

$\alpha/2 \chi_{n-p}^2$ = 自由度 $(n-p)$ の X^2 分布の下側 $100(\alpha/2)\%$ 点、

n = データ点数

p = 説明変数の数 (次数 k) + 1。

このように、強度の回帰分析に基づいた最小値として同時許容区間の下限値を採用する考え方には、すでに $2\frac{1}{4}$ Cr-1Mo 鋼の高温引張及びクリープ破断特性について ORNL の Booker らによって試みられている。¹⁵⁾ 彼らは信頼度及び確率をそれぞれ 95 % 及び 90 % として同時許容区間を計算している。

しかし本研究では $\alpha = \beta = 0.01$ 、すなわち信頼度及び確率が共に 99 % となるような予測区間あるいは同時許容区間の下限値をもって、試験データのばらつきに基づいた最小保証可能値とみなすこととする。

式 (4-5) 及び (4-6) による予測区間及び同時許容区間は、特定の説明定数 (温度) 値ごとに独立に計算されるが、本研究では実測データに対応して求められた、それらの下限値を再び式 (4-1) の従属変数に対応するデータとみなして、式 (4-2) 及び (4-3) による回帰を適用することにより、強度の平均値のみならず、最小値についても、その温度依存性を近似する多項式を求めた。

求めた回帰式のあてはめ精度をあらわす統計量として、次式による標準誤差 (SEE) 及び決定係数 (COD) を用いることとする。

*) 予測区間 (PI=prediction interval) とは一組の標本観測値データに基づいた回帰式を用いて、特定の説明変数値 (x_0) に対応する従属変数の予測を 1 回だけ行うとき y_0 が指定された信頼度で含まれる領域である。また、同時許容区間 (STI=simultaneous tolerance interval) とは、このような回帰式を用いて、いくつかの異なる説明変数値に対して、 y の予測を繰り返し多数回行ったとき、予測した区間の中に実現値が収まる確率は $100(1-\gamma)\%$ である、ということを少くとも $100(1-\alpha)\%$ の信頼度で主張できる区間である。ちなみに、信頼区間 (CI=confidence interval) とは、特定の説明変数値に対応する従属変数の期待値が $100(1-\alpha)\%$ の信頼度で含まれる領域で、一般に STI や PI よりはかなり狭い範囲となる。STI では標本変動と予測時点における誤差項の変動を分離して考えている。¹⁴⁾ 一般に、 $CI < PI < STI$ であり、現実的な予測の状況に対しては、STI が最も実用的かつ理にかなっている。

$$SEE = \sqrt{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 / (n-p)} \quad (4-7)$$

$$COD = \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y}_i)^2} \quad (4-8)$$

ここで、 y_i は*i*番目の従属変数の値 y_i に対応する回帰推定値である。CODは \hat{y}_i と y_i の重相関係数の平方で、従属変数の観測値の総変数に対して、説明変数で説明できる割合を意味し、回帰式の適合度をはかる指標である。SEE値は小さい程、COD値は大きい程、よい回帰式であると云える。

式(4-1)において、従属変数として強度の対数を用いたが、これは引張強度が対数正規分布に従うという仮定を意味している。この仮定は、少なくとも室温において成り立つことが確かめられており¹⁶⁾、今回の高温引張データに対しても、元の強度値そのものとその対数による多項式回帰を比較したところ、いずれの場合も、強度の対数を従属変数とした方が、大きなCODを与える、式の適合度の上からも望ましい結果となった。

4.2 結果

Fig. 3.1(a)及び(b)には、それぞれ0.2%耐力と引張強さの平均に加えて、99%予測区間の下限値と99%同時許容区間(確率99%)の下限値を示す回帰曲線を描いてある。求めた回帰式は、次の通りである。

[0.2%耐力の温度依存性]

$$\begin{aligned} \text{平均値: } \log_{10}(\text{YS}) &= 1.61091 - 1.53758 \times 10^{-3} T + 4.21236 \times 10^{-6} T^2 \\ &\quad - 3.35928 \times 10^{-9} T^3 \end{aligned} \quad (4-9)$$

$$(SEE = 0.0823, COD = 0.8792)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LPI: } \log_{10}(\text{YS}) &= 1.39022 - 1.69750 \times 10^{-3} T + 4.60543 \times 10^{-6} T^2 \\ &\quad - 3.59834 \times 10^{-9} T^3 \end{aligned} \quad (4-10)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LSTI: } \log_{10}(\text{YS}) &= 1.27859 - 2.35955 \times 10^{-3} T + 6.26842 \times 10^{-6} T^2 \\ &\quad - 4.61764 \times 10^{-9} T^3 \end{aligned} \quad (4-11)$$

[引張強さの温度依存性]

$$\begin{aligned} \text{平均値: } \log_{10}(\text{TS}) &= 1.92110 - 1.83968 \times 10^{-3} T + 7.80704 \times 10^{-6} T^2 \\ &\quad - 1.09066 \times 10^{-8} T^3 + 4.14464 \times 10^{-12} T^4 \end{aligned} \quad (4-12)$$

$$(SEE = 0.0239, COD = 0.9920)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LPI: } \log_{10}(\text{TS}) &= 1.85710 - 1.90156 \times 10^{-3} T + 7.92851 \times 10^{-6} T^2 \\ &\quad - 1.09291 \times 10^{-8} T^3 + 4.10445 \times 10^{-12} T^4 \end{aligned} \quad (4-13)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LSTI: } \log_{10}(\text{TS}) &= 1.82384 - 2.13350 \times 10^{-3} T + 8.40604 \times 10^{-6} T^2 \\ &\quad - 1.10576 \times 10^{-8} T^3 + 3.97864 \times 10^{-12} T^4 \end{aligned} \quad (4-14)$$

図中に示した回帰曲線では、中間温度域(300~600°C)で、一定となっている。これは、強度の温度依存性を式(4-1)のような多項式で表わす場合、室温から高温にわたるあてはめを精度良く行うためには、6次式以上の多項式が一般には必要であるが、次のような理由で、耐力

に対しては3次式、引張強さに対しては4次式を用い、中間温度域で現われる、見かけの強度上昇を無視するようにしたためである。すなわち、

- 1) 高次の多項式の計算には桁落ちによる計算誤差が入りやすい。¹⁷⁾
- 2) 比較的単純な回帰式が望ましい。
- 3) ある種の材料で表われる、中間温度域での強度上昇を無視することにより、より控え目の強度が推定され、この考え方は許容応力値の決定などに広く用いられている。

引張強さの場合と比べて、耐力に関する99%同時許容区間の下限値は、特に低温側で控え目過ぎるようであるが、室温における耐力のばらつきは、高温側、例えば800°Cにおいても、特に小さくなっているので、分布の等分散性を仮定している回帰模型に基づいた、保証可能値としての99%LSTIがこの程度小さくなるのは止む得ないものと思われる。予測区間あるいは同時許容区間の巾を決めている因子の一つに、回帰の標準誤差、式(4-5)または式(4-6)におけるs_rがある。製造履歴、化学成分、及び熱処理などの因子を充分にコントロールして、ばらつきを少なくすることは、最小値を高めることを意味し、信頼性向上の面で今後の課題といえる。

耐力及び引張強さについて、式(4-9)と(4-10)及び式(4-12)と(4-13)によりそれぞれ求められた平均値と最小値をTable 4.1に示す。ここで、最小値として99%予測区間の下限値を採用した理由については、後述(第10章)する。なお、この表ではFig. 3.1中の回帰曲線の場合と同様に、中間温度域での見かけの強度上昇を無視している。

Table 4.1 Temperature dependence of short-time strength (kgf/mm²)
for Hastelloy X, including Hastelloy XR

Property	Temperature (°C)													
	25	100	200	300	400	500	600	700	750	800	850	900	950	1000
0.2% PS (Ave)	37.6	31.3	27.8	27.4	27.4	27.4	27.4	27.4	25.7	22.7	19.2	15.5	11.8	8.4
0.2% PS (Min)*	22.4	18.3	16.1	15.8	15.8	15.8	15.8	15.8	15.5	13.7	11.6	9.3	7.1	5.0
UTS (Ave)	75.8	63.8	60.9	60.9	60.9	60.9	60.9	51.6	44.0	36.3	29.1	22.8	17.5	13.4
UTS (Min)*	65.2	54.4	51.6	51.6	51.6	51.6	51.6	44.4	37.9	31.3	25.1	19.6	15.1	11.5

*) Based on the lower 99% limits of prediction intervals by the polynomial regression.

5. クリープ破断データ(大気中)の解析

5.1 使用データ及び TTP 法

本研究のハスティロイ XR は製品形状によって強度に差が認められた(3.3)が、それらの強度差はそれほど大きないので、全体を一括して、同一母集団からの標本とみなして、まず整理し、全体の傾向をつかんだ後に、必要に応じて、製品形状による差異を検討することにする。

従来のハスティロイ X と本研究で採り上げたハスティロイ XR とのクリープ破断強さの違いをみるために、OGL-1 関係³⁾(n = 37, 延べ試験時間 120,464 h) と学振高温ガス炉材料研究委の共同研究¹⁸⁾(n = 42, 延べ試験時間 28,987 h) の破断データについても、同様な解析を行った。

クリープ破断データは、次式のような時間・温度パラメータ(TTP)で表現できるものとする。¹⁹⁾

$$P(T, t_R) = f(S) \quad (5-1)$$

ここで、T = 試験温度(°C), t_R = 破断時間(h), S = 応力(kgf/mm²)。

標準的な TTP 法の中から、単純で最も広く用いられている、次の三種類を選び、比較した。

$$\text{Larson-Miller : } LMP = T_k(Y + C) \quad (5-2)$$

$$\text{Orr-Sherby-Dorn : } OSDP = Y - Q / (4.57293 T_k) \quad (5-3)$$

$$\text{Manson-Succop : } MSP = Y + B T_k \quad (5-4)$$

ただし、 $T_k = T + 273.15$, $Y = \log_{10} t_R$, C, Q, B = パラメータ定数

TTP の応力依存性を表わす式(5-1)の右辺は、次のような対数応力(X = log₁₀S)の直交多項式を用いて近似する。

$$f(S) = b_0 + b_1 X + b_2 X^2 + \dots + b_k X^k \quad (5-5)$$

式(5-2)～(5-4)に含まれるパラメータ定数は、対数破断時間Yの残差平方和が最小となるように最適化した。¹⁹⁾主破断曲線の次数kの決定は危険率5%のF検定によった。あてはめの精度及び回帰式の適合度をはかる指標として、式(4-7)及び(4-8)の場合と同様に、それぞれ対数破断時間の標準誤差(SEE)及び決定係数(COD)を用いた。

$$SEE = \sqrt{\sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2 / (n - k - 2)} \quad (5-6)$$

$$COD = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2}{\sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2} \quad (5-7)$$

ここで、 $\hat{Y}_i = Y_i$ の推定値、 $\bar{Y} = Y_i$ の平均値である。

高温引張特性の多項式回帰の場合(4.1)と同様に TTP による主破断曲線の回帰式に加えて、予測区間及び同時許容区間の下限値の近似式を計算した。すなわち、式(4-2)～(4-6)において y あるいは y₀ の値として、式(5-2)～(5-4)の TTP 値を用いた。

5.2 結果

ハステロイX及びXRのクリープ破断データを式(5-2~5-4)の標準的なTTPを用いて、あてはめた結果の要約をTable 5.1に示す。なお、この表には後述(第7章)するヘリウム中クリープ破断試験結果(XR-He)も含めた。XR-A11とは大気中及びヘリウム中のクリープ破断データを一括したデータセットである。比較した5組の破断データの中で、学振高温ガス炉材料研究委(Gakushin)を除き、他はすべて全材技研-原研共同研究によるものである。また、検討した3種類のTTP法間には、あまり大きなあてはめ性の差はないが、共同研究によるデータに対しては、いずれのデータセットに対してもあてはめの誤差を示すSEE値は、

$$\text{MSP} < \text{LMP} < \text{OSDP}$$

の順になっており、Manson-Succopパラメータによるあてはめが最適といえる。学振データは1ヒートについてのデータであるが、約15個所の試験研究機関によるものであり、試験方法(例えば、熱電対による温度管理)のばらつきが反映されている可能性が高く、また比較的短時間のデータが中心で、1100°C以上のデータもかなり含まれている。

比較した5組のデータセットの中で、ヘリウム中試験データ以外について、最もSEEが小さく、かつCODが大きいTTPによる回帰式(平均値)、99%予測区間下限値及び99%同時許容区間の下限値は、それぞれ次のようになる。

[OGL-1用ハステロイXのクリープ破断寿命]

$$\begin{aligned} \text{平均値: } Y &+ 1.54237 \times 10^{-2} T_k \\ &= 23.54677 - 4.179809 X - 2.44766 X^2 + 7.83005 X^3 - 5.948534 X^4 \end{aligned} \quad (5-8)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LPI: } Y &+ 1.54237 \times 10^{-2} T_k \\ &= 23.13654 - 4.05610 X - 3.01105 X^2 + 8.81621 X^3 - 6.54260 X^4 \end{aligned} \quad (5-9)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LSTI: } Y &+ 1.54237 \times 10^{-2} T_k \\ &= 22.79223 - 3.69256 X - 4.13630 X^2 + 10.42605 X^3 - 7.51861 X^4 \end{aligned} \quad (5-10)$$

[学振 HTGR 委、ハステロイXのクリープ破断寿命]

$$\begin{aligned} \text{平均値: } Y &- 2.07422 \times 10^4 / T_k \\ &= -12.90288 - 3.24460 X - 0.66641 X^2 \end{aligned} \quad (5-11)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LPI: } Y &- 2.07422 \times 10^4 / T_k \\ &= -13.40981 - 3.10988 X - 0.840208 X^2 \end{aligned} \quad (5-12)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LSTI: } Y &- 2.07422 \times 10^4 / T_k \\ &= -13.76737 - 2.65992 X - 1.40838 X^2 \end{aligned} \quad (5-13)$$

[ハステロイXR(管、板、棒)、大気中(XR-Air)のクリープ破断寿命]

$$\begin{aligned} \text{平均値: } Y &+ 1.30608 \times 10^{-2} T_k \\ &= 20.31545 - 3.41681 X - 0.944628 X^2 \end{aligned} \quad (5-14)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LPI: } Y &+ 1.30608 \times 10^{-2} T_k \\ &= 19.78130 - 3.32308 X - 1.05871 X^2 \end{aligned} \quad (5-15)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LSTI: } Y &+ 1.30608 \times 10^{-2} T_k \\ &= 19.45665 - 2.94450 X - 1.50983 X^2 \end{aligned} \quad (5-16)$$

〔ハステロイ X, 全データ(XR-A11)のクリープ破断寿命〕

$$\begin{aligned} \text{平均値: } & Y + 1.29780 \times 10^{-2} T_k \\ & = 20.12222 - 3.64588 X + 2.91417 X^2 - 7.50207 X^3 + 3.99666 X^4 \end{aligned} \quad (5-17)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LPI: } & Y + 1.29780 \times 10^{-2} T_k \\ & = 19.63033 - 3.48474 X + 2.22652 X^2 - 6.32773 X^3 + 3.31768 X^4 \end{aligned} \quad (5-18)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LSTI: } & Y + 1.29780 \times 10^{-2} T_k \\ & = 19.32942 - 2.89532 X + 0.273506 X^2 - 3.13931 X^3 + 1.38310 X^4 \end{aligned} \quad (5-19)$$

これらの回帰式によるあてはめをFig. 5.1 ~ 5.4 に示す。Fig. 5.5 はハステロイ XR 全データの主破断曲線でありFig. 5.4 に対応している。Fig. 5.5 に示された 99 % 予測区間や同時許容区間は、標本変動と予測時点における誤差項の変動を加味したものになっているため、その区間の巾は一定ではない。これは、平均値に標準誤差の何倍かを加減して求める信頼区間とは異なり、統計的な保証可能値としてより厳密な解析を行ったためである。Fig. 5.1 ~ 5.5 は、マルチヒートデータあるいは製品形状によるばらつきを含んだもので、ばらつき帯 (XR-Air で SEE = 0.1960, XR-A11 では 0.1798) の巾はやや広い。

そこで、これらのデータの中からシングルヒートの管 (XRT) のみを取出して同様に整理すると、最適な主破断曲線として

〔ハステロイ XR (管) のクリープ破断寿命〕

$$\begin{aligned} \text{平均値: } & Y + 1.25419 \times 10^{-2} T_k \\ & = 19.36312 - 3.36902 X + 3.83274 X^2 - 10.48373 X^3 + 6.05088 X^4 \quad (5-20) \\ & (\text{SEE} = 0.0736, \text{COD} = 0.9911) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LPI: } & Y + 1.25419 \times 10^{-2} T_k \\ & = 19.13256 - 3.29135 X + 3.59841 X^2 - 10.01113 X^3 + 5.67738 X^4 \end{aligned} \quad (5-21)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LSTI: } & Y + 1.25419 \times 10^{-2} T_k \\ & = 18.86983 - 3.07916 X + 3.31589 X^2 - 9.60058 X^3 + 5.22928 X^4 \end{aligned} \quad (5-22)$$

が得られ、式 (5-14) の場合と比べて、あてはめ性はかなり改善されその結果をFig. 5.6 に示す。著者らの経験によれば、一般にTTPによるあてはめ精度としては、1ヒートからの破断データでは約 0.1 以内の SEE が得られるが、マルチヒートの場合には 0.2 ~ 0.3 程度となる。²⁰⁾

Table 5.2 ~ 5.5 は前記の 5 組のデータセットの中からヘリウム中試験を除き、それについて、指定温度・時間に対する平均値と 99 % 予測区間の下限値を示したものである。この下限値は ASME コードケース N-47 で示されている最小破断応力の期待値に相当するもので、875 °C - 10⁵ h 強さ^{*} (kgf/mm²) で比較すると、

ハステロイ XR (本研究, 全データ)	0.84
ハステロイ XR (本研究, 大気中)	0.86
ハステロイ X (OGL-1)	1.26
ハステロイ X (学振)	0.77

となり、OGL-1 に使用したハステロイ X に比べて、本研究のハステロイ XR と学振のハステロイ

* この条件は、10⁵ h 強さが比較できるものの中で温度が最高のものである。

Xとはかなりクリープ破断強度が低くなっている。しかしながら、本研究のハステロイXRのクリープ破断強さは、製造者のカタログ値¹⁰⁾にはほぼ一致しており、この供試材が特に弱いのではなく、むしろOGL-1のハステロイXが特別に高いクリープ破断強度を有していたものと思われる。OGL-1のハステロイXは本研究のハステロイXRと比べてCo(0.62%)及びN(0.03%)の含有量が多く、耐力は2割、引張強さは1割程高い。

Table 5.1 Comparison of standard TTP fit for rupture times of Hastelloy X (OGL-1 and Gakushin) and Hastelloy XR

Data Set	OGL-1	Gakushin	XR-Air	XR-He	XR-ALL
Temp. Range (°C)	800-1100	800-1200	800-1050	800-1000	800-1050
Stress Range (kgf/mm ²)	10.0-0.5	10.0-0.7	10.0-0.7	10.0-1.0	10.0-0.7
No. of Data Points	37	42	57	37	94
Larson-Miller P.					
Deg. of Poly.	4	1	2	2	4
Parameter Constant	15.54633	13.85244	12.25545	12.85316	12.13340
SEE	0.1443	0.1975	0.1955	0.1628	0.1826
COD	0.9526	0.9317	0.9296	0.9463	0.9386
Orr-Sherby-Dorn P.					
Deg. of Poly.	4	2	2	4	4
Parameter Constant	102,303	94,853	82,233	81,137	80,357
SEE	0.1524	0.1784	0.2029	0.1667	0.1897
COD	0.9470	0.9475	0.9242	0.9471	0.9337
Manson-Succop P.					
Deg. of Poly.	4	1	2	2	4
Parameter Constant	0.0154237	0.0121824	0.0130608	0.0135591	0.0129780
SEE	0.1439	0.2336	0.1933	0.1574	0.1798
COD	0.9528	0.9045	0.9312	0.9497	0.9405

Table 5.2 Stress to cause rupture at given temperatures and times for Hastelloy X used in OGL-1

MANSON-SUCOP PARAMETER = LOG10(TR) + B*(T+273.15), B = 0.015423

SAMPLE = OGL-1, N = 37, DEGREE = 4, SEE = 0.1440, CSD = 0.9528

(A) AVERAGE

TEMP. (°C)	100	300	TIME TO RUPTURE (HR)							
			1000	3000	10000	30000	50000	100000	200000	300000
			S T R E S S (KGF/MM ²)							
750			10.05	8.85	7.48	6.17	5.56	4.74	3.97	3.57
775		10.38	9.09	7.85	6.43	5.11	4.52	3.77	3.13	2.81
800	10.60	9.43	8.09	6.81	5.36	4.10	3.58	2.97	2.48	2.24
825	9.66	8.45	7.06	5.74	4.33	3.24	2.82	2.36	1.99	1.81
850	8.69	7.43	5.99	4.69	3.42	2.56	2.25	1.90	1.62	1.48
875	7.67	6.37	4.93	3.73	2.70	2.05	1.82	1.55	1.33	1.21
900	6.63	5.31	3.94	2.94	2.16	1.67	1.48	1.27	1.09	0.99
925	5.56	4.28	3.11	2.34	1.75	1.36	1.22	1.04	0.87	0.78
950	4.52	3.38	2.46	1.88	1.43	1.12	0.99	0.83	0.66	
975	3.58	2.67	1.98	1.53	1.17	0.90	0.78	0.60		
1000	2.82	2.14	1.61	1.26	0.95	0.69				
1025	2.25	1.73	1.32	1.03	0.75					

(B) LOWER 99% LIMITS OF PREDICTION INTERVAL

TEMP. (°C)	100	300	TIME TO RUPTURE (HR)							
			1000	3000	10000	30000	50000	100000	200000	300000
			S T R E S S (KGF/MM ²)							
750			8.95	7.75	6.36	5.06	4.47	3.73	3.10	2.78
775		9.28	7.98	6.73	5.31	4.06	3.54	2.94	2.46	2.22
800	9.50	8.33	6.97	5.68	4.29	3.20	2.79	2.34	1.97	1.79
825	8.56	7.34	5.93	4.64	3.39	2.53	2.23	1.89	1.61	1.47
850	7.58	5.31	4.88	3.69	2.68	2.03	1.80	1.54	1.32	1.20
875	6.55	5.25	3.90	2.91	2.14	1.65	1.47	1.26	1.07	0.97
900	5.50	4.24	3.07	2.31	1.73	1.35	1.20	1.02	0.86	0.75
925	4.47	3.35	2.44	1.87	1.42	1.10	0.98	0.81	0.59	
950	3.54	2.64	1.96	1.52	1.16	0.88				
975	2.79	2.12	1.60	1.25	0.94	0.65				
1000	2.23	1.72	1.31	1.01	0.71					
1025	1.80	1.40	1.07	0.80						

Table 5.3 Stress to cause rupture at given temperatures
and times for Hastelloy X (Gakushin)

BRR-SHERBY-DORN PARAMETER = LOG(TR) - Q/(4.57293*(T+273.15)), Q = 94,853

SAMPLE = GAKUSHIN, N = 42, DEGREE = 2, SEE = 0.1784, COD = 0.9457

(A) AVERAGE

TEMP. (°C)	TIME TO RUPTURE (HR)									
	100	300	1000	3000	10000	30000	50000	100000	200000	300000
	S T R E S S (KGF/MM ²)									
750			9.91	7.58	5.89	5.22	4.42	3.72	3.36	
775			9.88	7.74	5.87	4.51	3.98	3.35	2.80	2.52
800		10.19	7.80	6.07	4.56	3.47	3.05	2.54	2.11	1.89
825	10.38	8.14	6.19	4.77	3.55	2.68	2.34	1.94	1.59	1.42
850	8.39	6.53	4.92	3.76	2.77	2.07	1.79	1.47	1.20	1.06
875	6.80	5.26	3.93	2.98	2.16	1.60	1.38	1.12	0.91	0.80
900	5.53	4.25	3.14	2.36	1.69	1.23	1.06	0.85	0.68	
925	4.51	3.44	2.52	1.87	1.33	0.95	0.81	0.65		
950	3.69	2.79	2.02	1.49	1.04	0.74				
975	3.03	2.27	1.63	1.18	0.81					
1000	2.49	1.85	1.31	0.94	0.64					
1025	2.05	1.51	1.05	0.75						

(B) LOWER 99% LIMITS OF PREDICTION INTERVAL

TEMP. (°C)	TIME TO RUPTURE (HR)									
	100	300	1000	3000	10000	30000	50000	100000	200000	300000
	S T R E S S (KGF/MM ²)									
750		9.59	7.58	5.80	4.49	3.97	3.35	2.81	2.52	
775		9.77	7.56	5.92	4.47	3.42	3.01	2.51	2.09	1.86
800	9.85	7.79	5.97	4.63	3.46	2.61	2.28	1.88	1.55	1.37
825	7.94	6.23	4.72	3.62	2.67	1.99	1.72	1.41	1.14	1.00
850	6.42	4.99	3.74	2.84	2.06	1.51	1.29	1.04	0.83	0.72
875	5.20	4.00	2.97	2.22	1.59	1.14	0.97	0.77		
900	4.21	3.22	2.35	1.74	1.22	0.86	0.72			
925	3.42	2.58	1.86	1.36	0.93					
950	2.78	2.08	1.47	1.05	0.71					
975	2.26	1.67	1.16	0.82						
1000	1.84	1.34	0.92							
1025	1.49	1.07	0.72							

Table 5.4 Stress to cause rupture at given temperatures
and times for Hastelloy XR tested in air

MANSON-SUCOP PARAMETER = LOG10(TR) + B*(T+273.15), B = 0.0130608

SAMPLE = XR-AIR, N = 57, DEGREE = 2, SEE = 0.1932, CSD = 0.9312

(A) AVERAGE

TEMP. (°C)	TIME TO RUPTURE (HR)									
	100	300	1000	3000	10000	30000	50000	100000	200000	300000
	S T R E S S (KGF/MM ²)									
750	10.50	8.35	6.72	5.25	4.16	3.71	3.18	2.70	2.45	
775	9.11	7.21	5.77	4.48	3.52	3.13	2.67	2.26	2.04	
800	9.73	7.88	6.20	4.93	3.80	2.96	2.63	2.22	1.87	1.68
825	8.43	6.79	5.31	4.20	3.21	2.48	2.19	1.84	1.54	1.38
850	7.27	5.83	4.53	3.56	2.69	2.06	1.81	1.51	1.25	1.12
875	6.26	4.98	3.84	3.00	2.25	1.71	1.49	1.23	1.01	0.90
900	5.36	4.24	3.24	2.51	1.86	1.40	1.21	1.00	0.81	0.71
925	4.57	3.59	2.73	2.09	1.53	1.13	0.98	0.79	0.64	
950	3.88	3.03	2.28	1.73	1.25	0.91	0.78			
975	3.28	2.54	1.89	1.41	1.01	0.72				
1000	2.76	2.11	1.55	1.15	0.81					
1025	2.30	1.75	1.27	0.92	0.63					

(B) LOWER 99% LIMITS OF PREDICTION INTERVAL

TEMP. (°C)	TIME TO RUPTURE (HR)									
	100	300	1000	3000	10000	30000	50000	100000	200000	300000
	S T R E S S (KGF/MM ²)									
750	8.27	6.55	5.25	4.07	3.19	2.83	2.40	2.02	1.83	
775	8.83	7.16	5.63	4.48	3.45	2.68	2.37	1.99	1.67	1.50
800	7.66	6.17	4.82	3.81	2.90	2.23	1.97	1.64	1.36	1.21
825	6.61	5.30	4.11	3.22	2.43	1.85	1.52	1.34	1.10	0.97
850	5.69	4.53	3.48	2.71	2.02	1.52	1.32	1.08	0.88	0.77
875	4.87	3.85	2.94	2.26	1.66	1.23	1.06	0.86		
900	4.15	3.26	2.46	1.87	1.36	0.99	0.84			
925	3.52	2.74	2.04	1.54	1.09	0.78				
950	2.97	2.28	1.68	1.25	0.87					
975	2.49	1.89	1.37	1.00						
1000	2.07	1.55	1.11	0.79						
1025	1.70	1.26	0.88							

Table 5.5 Stress to cause rupture at given temperatures and times for Hastelloy XR (all available data)

MANSION-SUCCHOP PARAMETER = LOG10(TR) + B*(T+273.15), B = 0.0129780

SAMPLE = XR-ALL, N= 94, DEGREE = 4, SEE = 0.1798, COD = 0.9404

(A) AVERAGE

TEMP. (°C)	TIME TO RUPTURE (HR)									
	100	300	1000	3000	10000	30000	50000	100000	200000	300000
	S T R E S S (KGF/MM ²)									
750	10.74	8.23	6.63	5.26	4.23	3.80	3.27	2.78	2.51	
775	9.05	7.10	5.74	4.54	3.61	3.23	2.74	2.29	2.05	
800	9.78	7.76	6.14	4.97	3.89	3.06	2.70	2.26	1.86	1.64
825	8.33	6.71	5.32	4.28	3.31	2.55	2.23	1.83	1.48	1.30
850	7.18	5.81	4.59	3.66	2.78	2.08	1.80	1.45	1.18	1.05
875	6.22	5.03	3.94	3.10	2.30	1.67	1.43	1.16	0.95	0.86
900	5.38	4.33	3.36	2.59	1.86	1.33	1.14	0.94	0.79	0.73
925	4.65	3.71	2.82	2.12	1.48	1.06	0.93	0.78	0.68	0.63
950	4.00	3.14	2.33	1.71	1.18	0.87	0.77	0.67		
975	3.40	2.63	1.89	1.36	0.95	0.74	0.67			
1000	2.86	2.16	1.51	1.08	0.79	0.64				
1025	2.37	1.74	1.20	0.89	0.68					

(B) LOWER 99% LIMITS OF PREDICTION INTERVAL

TEMP. (°C)	TIME TO RUPTURE (HR)									
	100	300	1000	3000	10000	30000	50000	100000	200000	300000
	S T R E S S (KGF/MM ²)									
750	8.33	6.61	5.37	4.23	3.34	2.97	2.50	2.08	1.85	
775	8.93	7.21	5.74	4.64	3.61	2.81	2.47	2.05	1.67	1.47
800	7.71	6.26	4.97	3.98	3.05	2.32	2.02	1.64	1.32	1.17
825	6.69	5.43	4.28	3.39	2.54	1.88	1.61	1.30	1.05	0.94
850	5.81	4.69	3.66	2.85	2.08	1.50	1.28	1.04	0.86	0.77
875	5.03	4.03	3.10	2.36	1.67	1.19	1.02	0.84	0.72	
900	4.33	3.43	2.58	1.92	1.33	0.95	0.83	0.71		
925	3.71	2.89	2.12	1.53	1.06	0.79	0.70			
950	3.14	2.40	1.70	1.21	0.86					
975	2.62	1.95	1.35	0.97	0.72					
1000	2.15	1.56	1.07	0.80						
1025	1.74	1.24	0.87							

(C) LOWER 99% LIMITS OF SIMULTANEOUS TOLERANCE INTERVAL

TEMP. (°C)	TIME TO RUPTURE (HR)									
	100	300	1000	3000	10000	30000	50000	100000	200000	300000
	S T R E S S (KGF/MM ²)									
750	8.85	7.38	5.98	4.87	3.82	2.98	2.62	2.18	1.78	1.56
775	7.83	6.48	5.21	4.20	3.23	2.47	2.15	1.75	1.40	1.22
800	6.89	5.67	4.51	3.58	2.70	2.01	1.72	1.37	1.08	0.94
825	6.05	4.93	3.87	3.02	2.22	1.60	1.35	1.06	0.84	0.74
850	5.27	4.25	3.28	2.51	1.78	1.25	1.04	0.82		
875	4.56	3.63	2.74	2.04	1.40	0.96	0.81			
900	3.92	3.06	2.25	1.63	1.09	0.75				
925	3.33	2.55	1.82	1.27	0.84					
950	2.78	2.08	1.43	0.98						
975	2.29	1.66	1.11	0.76						
1000	1.85	1.30	0.86							
1025	1.46	1.00								

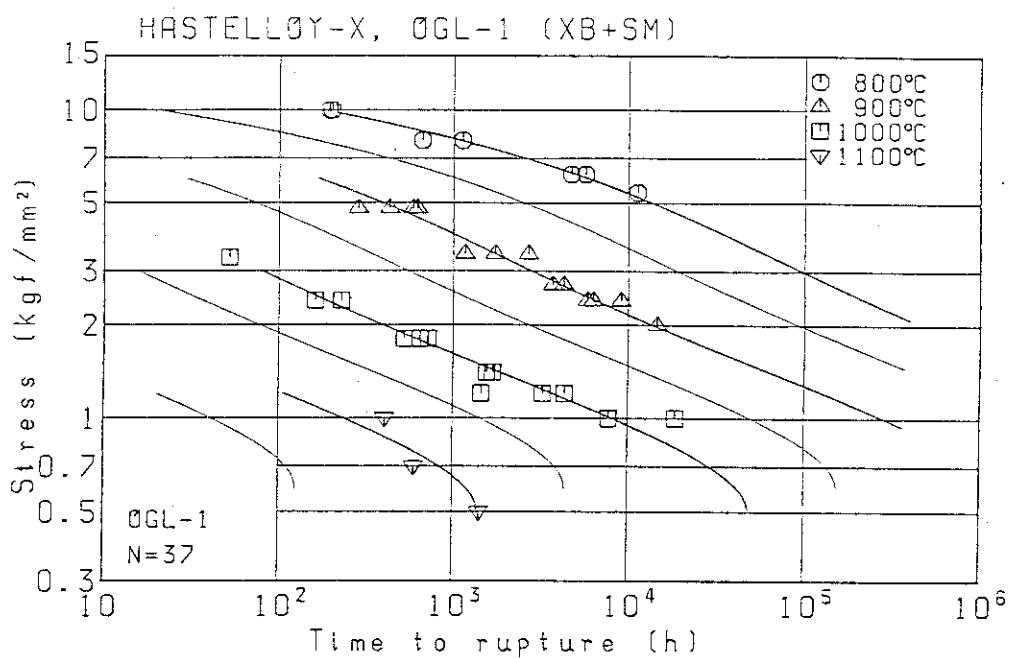


Fig.5.1 Isothermal rupture curves by Manson-Succop parameter fit for Hastelloy X used in OGL-1. Thick lines represent the average; thin lines are lower 99% limits of simultaneous tolerance intervals with 99% probability.

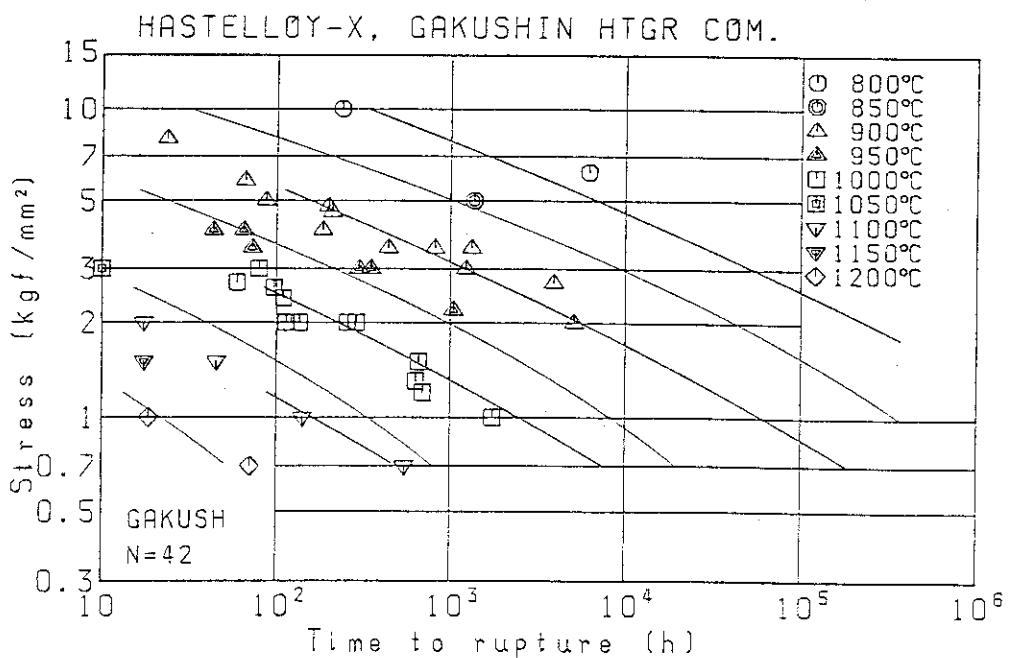


Fig.5.2 Isothermal rupture curves by Orr-Sherby-Dorn parameter fit for Hastelloy X (Gakushin). Thick lines represent the average; thin lines are lower 99% limits of simultaneous tolerance intervals with 99% probability.

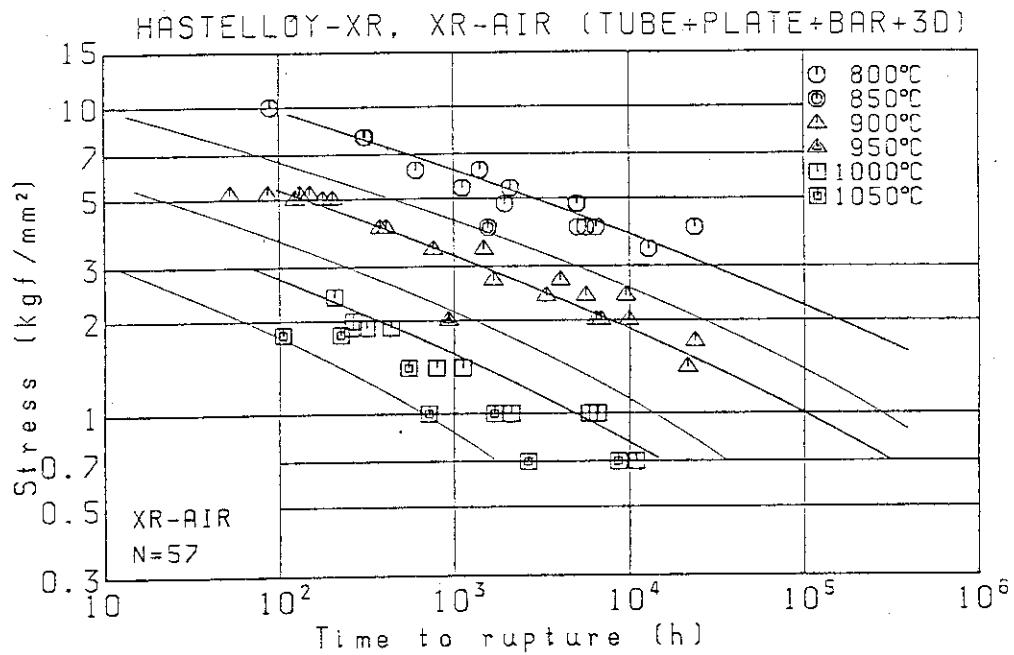


Fig.5.3 Isothermal rupture curves by Manson-Succop parameter fit for Hastelloy XR tube, plate, bar, and subsized specimen tested in air. Thick lines represent the average; thin lines are lower 99% limits of simultaneous tolerance intervals with 99% probability.

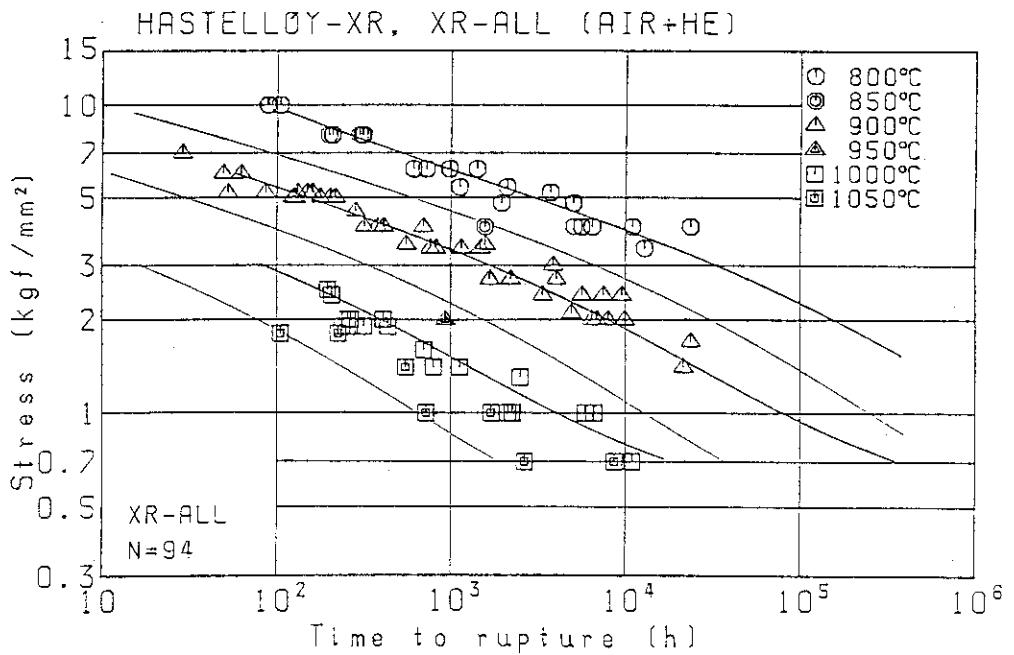


Fig.5.4 Isothermal rupture curves by Manson-Succop parameter fit for Hastelloy XR, all available data. Thick lines represent the average; thin lines are lower 99% limits of simultaneous tolerance intervals with 99% probability.

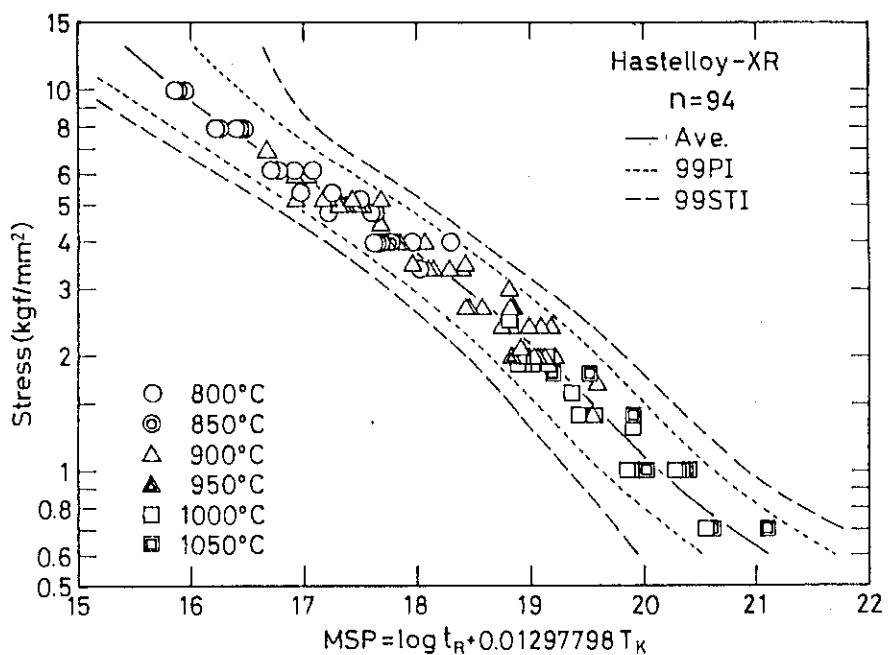


Fig.5.5 Master rupture curve by Manson-Succop parameter fit for Hastelloy XR, all available data.

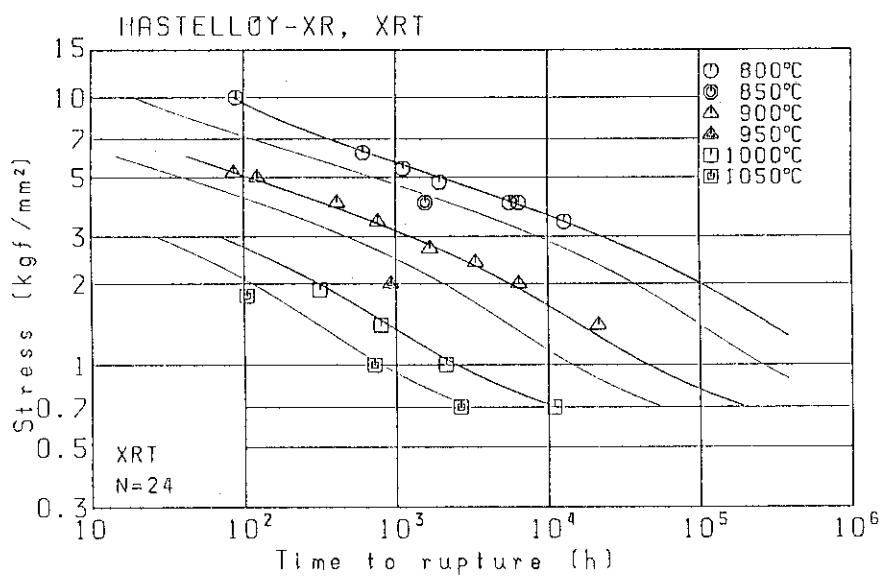


Fig.5.6 Isothermal rupture curves by Manson-Succop parameter fit for Hastelloy XR tube (XRT). Thick lines represent the average; thin lines are lower 99% limits of simultaneous tolerance intervals with 99% probability.

6. クリープひずみデータ(大気中)の解析

6.1 ひずみ一時間曲線の主要パラメータとGarofalo近似

大気中クリープ試験により得られたクリープ曲線 (Fig. 3.5 ~ 3.7) を検討すると、一般に高温・低応力試験 (例えば 1000 °C の 0.7 kgf/mm²) については、加速クリープ域に達してもクリープ速度が上昇しない。いわゆる異常クリープ現象が認められる。その結果、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や窒化物の形成により、粒界クラックの進展が抑制されるためであるとされており、1000 °C付近より高温の長時間クリープ試験データに広く認められる。²¹⁾しかし、大部分のクリープ曲線は実用材料の定荷重クリープ試験による典型的なクリープ曲線である。これらのクリープ曲線は模型的にFig. 6.1 のように分類される。ここでは、Type Bの場合も、その初期段階のみに注目して、Type Aに準じて解析することにする。クリープ曲線の主要パラメータとして、求めたものは、

- e_0 : 瞬間ひずみ (%)
- e_t : 最大一次クリープひずみ (%) ,
- \dot{e}_m : 最小クリープ速度 (%/h),
- t_s : 加速クリープ開始時間 (h)
- $t_{1\%}$: 全ひずみ 1 % 到達時間 (h)

である。

一定温度・応力下での時間 t における全ひずみを e とすれば、クリープひずみ一時間関係の近似式として、Garofaloによる

$$e_c = e - e_0 \\ = e_t [1 - \exp(-rt)] + \dot{e}_m t \quad (6-1)$$

を解析の出発点として用いることができる。²²⁾この式で r は一次クリープの時定数の逆数であり、この式は遷移及び定常クリープ域までのひずみ一時間関係に用いられる。以下に式 (6-1) によりあてはめを行うのに必要なパラメータの決定手順を述べる。

1) 瞬間ひずみ (e_0)

クリープ試験開始時の負荷完了直後の伸び値である。Fig. 6.2 に示すように、瞬間ひずみは試験した 800 ~ 1050 °C, 10.0 ~ 0.7 kgf/mm² の温度・応力範囲では、弾性定数の温度依存性が小さいため、応力の一次関数として表現できる。

2) 最大一次クリープひずみ (e_t)

一般にクリープ曲線から低応力側での e_t を精度良く、読み取ることは難しい。また、一部に遷移クリープがほとんど認められないため、 e_t がほぼゼロあるいはマイナスとなった場合 (XRT 29, XRT 20) もある。

3) 一次クリープの時定数の逆数 (r)

Conwayによれば、 r は一次のクリープ域での等時間間隔データを用いて、次式により求め

られる。²³⁾

$$r = (1/h) \ln (\Delta e_i / \Delta e_{i+1}) \quad (6-2)$$

ただし、 h は時間間隔である。式 (6-2) による決定は、かなりの誤差を伴うので、ここでは式 (6-1) に直接、非線型最小二乗法²⁴⁾を適用して、 e_c の残差平方和が最小となるような r 値を求めた。

4) 最小クリープ速度 (\dot{e}_m)

e_t の場合と同様に、クリープ曲線から直接、マニュアル（目視法）で求めた。

5) 加速クリープ開始時間 (t_3)

クリープ曲線上で、最小クリープ速度域を上方に 0.2 % 平行移動して、クリープ曲線と交わる点から求めた。この方法は米国の高速実験炉 FFTF のクリープ特性評価に用いられたものである。²⁵⁾

6) 全ひずみ 1 % 到達時間 ($t_{1\%}$)

クリープ曲線より求めた。

6.2 最小クリープ速度と Monkman-Grant の関係

クリープ速度の温度・応力依存性は、クリープ速度の逆数が破断時間と良い直線関係にあることから、式 (5-2) ~ (5-4) の TTP を用いて、 $Y = \log_{10} e_m$ として求められる。Table 6.1 は大気中、ヘリウム中、及び両者を合わせたデータセットについてのあてはめ結果の要約である。ハステロイ XR 全体について、最も良い TTP 表現は、

[ハステロイ XR の最小クリープ速度]*

$$\begin{aligned} \text{平均値 : } & Y + 2.288465 \times 10^4 / T_k \\ & = 14.76579 + 3.48994 X + 2.13094 X^2 \end{aligned} \quad (6-3)$$

$$\begin{aligned} 99 \% \text{UPI : } & Y + 2.288465 \times 10^4 / T_k \\ & = 15.81925 + 3.31042 X + 2.33411 X^2 \end{aligned} \quad (6-4)$$

$$\begin{aligned} 99 \% \text{USTI : } & Y + 2.288465 \times 10^4 / T_k \\ & = 16.44093 + 2.53162 X + 3.21616 X^2 \end{aligned} \quad (6-5)$$

となるが、管のみについては次式のようになる。

[ハステロイ XR 管材の最小クリープ速度]

$$\begin{aligned} \text{平均値 : } & Y + 1.92670 \times 10^4 / T_k \\ & = 12.04464 + 2.39014 X + 2.52379 X^2 \\ & \quad (\text{SEE} = 0.1944, \text{COD} = 0.9447) \end{aligned} \quad (6-6)$$

$$\begin{aligned} 99 \% \text{UPI : } & Y + 1.92670 \times 10^4 / T_k \\ & = 12.62972 + 2.18980 X + 2.79097 X^2 \end{aligned} \quad (6-7)$$

$$99 \% \text{USTI : } Y + 1.92670 \times 10^4 / T_k$$

* 最小クリープ速度は一般に応力に対して負の依存性を持つので、予測区間及び同時許容区間の限界値としては下側(lower)ではなく、上側(upper)をとる必要があるので、ここではUPIとUSTIとしている。

$$= 13.16890 + 1.66780 X + 3.45715 X^2 \quad (6-8)$$

Fig. 6.3 は式 (6-3) 及び (6-5) を図示したものである。これらに対応するクリープ破断時間の場合 (Fig. 5.5 及び 5.6) と比べて、あてはめの標準誤差が大きく、クリープ速度はばらつきが大きく、いわゆる well-defined な特性でないことがわかる。

一般に最小クリープ速度と破断寿命は、次式による直線関係 (Monkman-Grant) があることが、経験的に知られている。²⁶⁾

$$\log_{10} t_R = C - m \log_{10} \dot{e}_m \quad (6-9)$$

ここで、C 及び m は定数である。

本研究のハステロイ XR についても、この式によるあてはめを行うと Fig. 6.4 のようになる。図中にはヘリウム中試験結果も合せて示した。ヘリウム中のデータは、やや長寿命側に位置している。また、前述のように棒材 (XRB) は管や板と比べて、クリープ破断延性が大きいので一般に上側に位置している。しかし、図中の回帰式はこれらの差違を無視して、一括して同じ母集団からの標本として計算されている。ただし、一部の高温低応力のデータで顕著な異常クリープを示したもののは、破断時間が増すので、この直線から上方にはずれる傾向にあったので、外れ値 (outlier) として除外した。

6.3 加速クリープ開始時間と 1%全ひずみ到達時間

クリープ域に対して、ASME の Code Case N-47 における時間依存性の設計許容応力値 S_t を決定するには、従来の t_R のみならず t_3 及び $t_{1\%}$ も合せて評価することが必要である。本研究で得られたデータの中で、管材について、これら三者の温度・応力依存性を示したものが Fig. 6.5 である。破断時間 (t_R) の場合と同様に、 t_3 及び $t_{1\%}$ についても、5.1 で述べた方法で TTP によるあてはめが可能である。

Table 6.2 はハステロイ XR の大気中全データについて比較した三種類の TTP の中で最も良い (SEE が小さく、COD が大きい) ケースの要約である。Table 5.1 に示した t_R の場合と比べて、ばらつき (SEE) はかなり大きくなっている。これは \dot{e}_m の場合と同様に、 t_3 や $t_{1\%}$ が t_R ほど well-defined でなく、それらの決定方法にも問題があることを意味している。特に t_3 の決定に用いた 0.2% 平行移動法は便宜的なものであり試験条件によっては本来の加速クリープ開始時間とかなり違った意味の値となることが考えられる。

求められた回帰式は、管、板、及び棒を一括した場合の平均値として、 t_3 に対しては、

[ハステロイ XR の加速クリープ開始時間]

$$\begin{aligned} \text{平均値 : } & Y + 1.6167 \times 10^{-2} T_k \\ & = 23.88476 - 4.13414 X - 1.17988 X^2 \end{aligned} \quad (6-10)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LPI : } & Y + 1.6167 \times 10^{-2} T_k \\ & = 23.03846 - 3.97675 X - 1.37697 X^2 \end{aligned} \quad (6-11)$$

$$\begin{aligned} 99\% \text{LSTI : } & Y + 1.6167 \times 10^{-2} T_k \\ & = 22.49043 - 3.37833 X - 2.11452 X^2 \end{aligned} \quad (6-12)$$

となり (Fig. 6.6), $t_{1\%}$ に対しては

〔ハステロイ XR の 1 %全ひずみ到達時間〕

$$\begin{aligned} \text{平均値} : \quad Y &= 95591 / (4.57293 T_k) \\ &= -13.57198 - 2.09618 X - 2.87299 X^2 \end{aligned} \quad (6-13)$$

$$\begin{aligned} 99 \% \text{LPI} : \quad Y &= 95591 / (4.57293 T_k) \\ &= -14.39933 - 1.94202 X - 3.06578 X^2 \end{aligned} \quad (6-14)$$

$$\begin{aligned} 99 \% \text{LSTI} : \quad Y &= 95591 / (4.57293 T_k) \\ &= -14.93517 - 1.35692 X - 3.78691 X^2 \end{aligned} \quad (6-15)$$

となる (Fig. 6.7)。式 (6-10) ~ (6-12) 及び式 (6-13) ~ (6-15)においては、それぞれ $Y = \log_{10} t_3$ 及び $Y = \log_{10} t_{1\%}$ である。

一方、管 (XRT) のみについては、次のようになる。

〔ハステロイ XR 管材の加速クリープ開始時間〕

$$\begin{aligned} \text{平均値} : \quad Y &+ 1.57368 \times 10^{-2} T_k \\ &= 23.13471 - 5.00436 X - 2.28403 X^2 + 30.76517 X^3 \\ &\quad - 63.68408 X^4 + 35.43866 X^5 \\ &\quad (\text{SEE} = 0.2000, \text{COD} = 0.9572) \end{aligned} \quad (6-16)$$

$$\begin{aligned} 99 \% \text{LPI} : \quad Y &+ 1.57368 \times 10^{-2} T_k \\ &= 22.47747 - 4.80561 X - 2.32206 X^2 + 30.85417 X^3 \\ &\quad - 64.39105 X^4 + 35.75637 X^5 \end{aligned} \quad (6-17)$$

$$\begin{aligned} 99 \% \text{LSTI} : \quad Y &+ 1.57368 \times 10^{-2} T_k \\ &= 21.64279 - 4.27401 X - 2.14421 X^2 + 31.35141 X^3 \\ &\quad - 68.13532 X^4 + 38.01142 X^5 \end{aligned} \quad (6-18)$$

〔ハステロイ XR 管材の 1 %全ひずみ到達時間〕

$$\begin{aligned} \text{平均値} : \quad Y &- 1.96329 \times 10^4 / T_k \\ &= -12.43898 - 2.70335 X - 10.43407 X^2 + 39.62838 X^3 \\ &\quad - 60.84653 X^4 + 29.50805 X^5 \\ &\quad (\text{SEE} = 0.1800, \text{COD} = 0.9591) \end{aligned} \quad (6-19)$$

$$\begin{aligned} 99 \% \text{LPI} : \quad Y &- 1.96329 \times 10^4 / T_k \\ &= -13.03130 - 2.52316 X - 10.44870 X^2 + 39.62099 X^3 \\ &\quad - 61.36080 X^4 + 29.73900 X^5 \end{aligned} \quad (6-20)$$

$$\begin{aligned} 99 \% \text{LSTI} : \quad Y &- 1.96329 \times 10^4 / T_k \\ &= -13.78306 - 2.04434 X - 10.28834 X^2 + 40.06790 X^3 \\ &\quad - 64.73171 X^4 + 31.76936 X^5 \end{aligned} \quad (6-21)$$

破断時間の場合と同様に、管材のみのデータによるばらつき帶の方が製品形状の違いを無視して全体を一括したものよりかなり狭い。

6.4 クリープ構成方程式

本研究では式 (6-1) のGarofalo 方程式を用いて、クリープ曲線群の統一的な表現を求める

ことにする。解析手順は次の通りである。

1) 各試験片ごとに得られたクリープ伸び一時間データに対して、6.1 の方法でクリープ曲線の主要パラメータ (e_0, e_t, r , 及び \dot{e}_m) を求める。

2) 各パラメータの温度・応力依存性をグラフ上で検討し、最適な近似式を計算する。具体的には

① e_0 は負荷応力の一次関数となる (Fig. 6.2)。

② e_t の温度・応力依存性は判然としないが、Fig. 6.8(a) のように

$$e_t = a + b(1/S) \quad (6-22)$$

と仮定して、最小二乗法を適用する。

③ r の温度・応力依存性は、Fig. 6.8(b) から

$$\log_{10} r = a_0 + a_1 S,$$

$$a_1 = b_0 + b_1 T$$

(a_0, a_1, b_0, b_1 は定数) と仮定でき、両者を合せて

$$\log_{10} r = a + bT + c TS \quad (6-23)$$

として、最小二乗推定を行う。

④ \dot{e}_m に対しては 6.2 で述べた TTP 表現を用いる。

3) 得られたクリープ構成方程式と元のクリープ曲線を比較する。

Table 6.3 ~ 6.5 は上記のあてはめ結果の要約を示すもので、中程のカラムは元のクリープデータ（原始データ）1本ごとにに対するあてはめで、右方のカラムは最終的に得られたクリープ構成方程式（第 10 章に示す）で温度・応力を指定して得られるパラメータ値により計算されるひずみと元のデータとのくい違いを示す標準誤差である。クリープ構成方程式は管、板、及び棒材のみと元のデータとのくい違いを示す標準誤差である。これらの表の右端の SEE カラムがクリープ構成方程式の精度を示すことになるが、板や棒の一部については 1 % を越える標準誤差となっている。

Fig. 6.9 は元の時間-ひずみデータ、そのあてはめ、及びクリープ構成方程式による予測を比較した例で、式 (6-1) による近似は個々のクリープ曲線については、かなりの高精度で可能であるが、統一した構成方程式では製品形状の違いを無視しているため、最もあてはめの良い管材の場合でも標準誤差は最大 0.3 (%) 程度まで大きくなる。この誤差要因の最も大きなものは e_t の温度・応力依存性 (Fig. 6.8(a)) がはっきりしないことである。同様な傾向は、ハステロイ X のクリープひずみデータについて、本研究と同じ Garofalo の式を検討した鈴木・武藤の結果²²⁾にも認められる。ただし、本研究のクリープデータは彼らの使用したものより低応力・低ひずみレベルのものが大部分を占ている。

Table 6.1 Summary of standard TTP fit for minimum creep rate of Hastelloy XR

Data set	XR-Air	XR-He	XR-Al1
Temp. Range (°C)	800-1050	800-1000	800-1050
Stress Range (kgf/mm ²)	10.0-0.7	10.0-1.0	10.0-0.7
No. of Data Points	48	17	65
TTP	OSDP	MSP	OSDP
Deg. of ploy.	2	4	2
Parameter Constant	93,697	0.0136022	104,381
SEE	0.3508	0.0854	0.3898
COD	0.8218	0.9917	0.8344

Table 6.2 Summary of standard TTP fit for time to onset of tertiary creep (t_3) and time to 1% total strain ($t_1\%$) of Hastelloy-XR tested in air

Data set	t_3	$t_1\%$
Temp. Range (°C)	800-1050	
Stress Range (kgf/mm ²)	10.0-0.7	
No. of Data Points	48	
TTP	MSP	OSDP
Deg. of Ploy.	2	2
Parameter Constant	0.016167	95,591
SEE	0.3037	0.2970
COD	0.8812	0.8680

Table 6.3 Comparison of fit to strain-time data by Garofalo equation, Hastelloy XR tube

SPNO	Source Data			Fit to Source Data			Creep Constitutive Eq. (Table 10-5)			
	T	S	$\dot{\epsilon}_m$	ϵ_t	r	SEE	ϵ_t	r	$\dot{\epsilon}_m$	SEE
XRT14	10.0	9.38×10^{-2}	0.00425	8.486	0.0283	-0.0124	2.82423	1.15×10^{-1}	0.2159	
XRT18	6.2	3.08×10^{-3}	0.104	0.153	0.0043	0.0153	0.12159	3.50×10^{-3}	0.0512	
XRT28	5.4	1.95×10^{-3}	0.056	0.253	0.0069	0.0262	0.06270	1.38×10^{-3}	0.0662	
XRT20	800	4.8×10^{-4}	-0.0163	0.0397	0.0033	0.0367	0.03816	6.42×10^{-4}	0.0772	
XRT26	4.0	4.67×10^{-4}	0.079	0.021	0.0137	0.0556	0.01968	2.06×10^{-4}	0.3527	
XRT16	4.0	4.45×10^{-4}	0.081	0.053	0.0132	0.0556	0.01968	2.06×10^{-4}	0.4039	
XRT10	3.4	1.26×10^{-4}	0.246	0.00347	0.0114	0.0756	0.01198	7.09×10^{-5}	0.2846	
XRT21	850	4.0	8.22×10^{-4}	0.023	1.900	0.0038	0.0556	0.12317	1.84×10^{-3}	0.0815
XRT11	5.0	6.38×10^{-2}	0.035	1.311	0.0052	0.0329	4.41164	5.49×10^{-2}	0.1082	
XRT03	4.0	6.39×10^{-3}	0.039	1.000	0.0025	0.0556	0.77073	1.36×10^{-2}	0.0804	
XRT23	3.4	4.56×10^{-3}	0.035	0.812	0.0036	0.0756	0.27058	5.19×10^{-3}	0.0756	
XRT07	900	2.7	1.52×10^{-3}	0.037	0.0757	0.0119	0.1102	0.07978	1.45×10^{-3}	0.0517
XRT27	2.4	6.85×10^{-4}	0.2474	0.00851	0.0036	0.1312	0.04727	7.83×10^{-4}	0.0512	
XRT08	2.0	2.02×10^{-4}	0.091	0.0067	0.0072	0.1690	0.02352	3.18×10^{-4}	0.2160	
XRT06	1.4	9.53×10^{-5}	0.389	0.0033	0.0120	0.2661	0.00826	6.52×10^{-5}	0.2049	
XRT29	950	2.0	3.27×10^{-3}	0.001769	2.408	0.0019	0.1690	0.05884	2.00×10^{-3}	0.0635
XRT19	1.9	5.74×10^{-3}	0.019	0.744	0.0018	0.1809	0.11282	8.50×10^{-3}	0.1340	
XRT09	1.4	3.70×10^{-3}	0.027	0.091	0.0017	0.2661	0.02981	2.22×10^{-3}	0.0694	
XRT17	1000	1.0	6.54×10^{-4}	0.096	0.202	0.0101	0.3957	6.18×10^{-4}	0.2094	
XRT02	0.7	4.77×10^{-4}	0.4742	0.00305	0.0231	0.5901	0.00463	2.00×10^{-4}	0.3328	
XRT12	1.8	1.65×10^{-2}	0.0256	3.7135	0.0016	0.1941	0.19733	3.16×10^{-2}	0.0578	
XRT15	1.0	1.55×10^{-3}	0.192	0.0327	0.0077	0.3957	0.01626	2.95×10^{-3}	0.3014	
XRT04	0.7	1.98×10^{-3}	0.107	0.0175	0.0297	0.5901	0.00638	9.56×10^{-4}	0.0989	

Table 6.4 Comparison of fit to strain-time data by Garofalo equation, Hastelloy XR plate

SPNO	Source Data			Fit to Source Data			Creep Constitutive Eq. (Table 10-5)		
	T	S	$\dot{\epsilon}_m$	ϵ_t	r	SEE	ϵ_t	r	$\dot{\epsilon}_m$
XRS07	8.0	8.35×10^{-3}	0.04463	0.56986	0.0024	-0.0011	0.53939	2.14×10^{-2}	0.2179
XRS02	6.2	8.28×10^{-4}	0.05897	0.03045	0.0045	0.0153	0.12159	3.50×10^{-3}	0.3142
XRS15	5.4	6.70×10^{-4}	0.05531	0.04554	0.0043	0.0259	0.06375	1.38×10^{-3}	0.1035
XRS12	4.8	2.29×10^{-4}	0.00222	0.42624	0.0043	0.0367	0.03816	6.42×10^{-4}	0.1610
XRS09	4.0	6.37×10^{-5}	0.36448	0.00151	0.0232	0.0556	0.01968	2.06×10^{-4}	0.6003
46	XRS05	5.0	3.23×10^{-2}	0.04401	1.10250	0.0022	0.0329	4.41×10^{-2}	0.0537
	XRS03	3.4	2.36×10^{-3}	0.02935	0.94650	0.0019	0.0756	5.19×10^{-3}	0.1999
	XRS16	2.7	4.69×10^{-4}	0.18240	0.00733	0.0096	0.1102	1.45×10^{-3}	1.0086
	XRS20	2.4	1.18×10^{-4}	0.10497	0.00501	0.0102	0.1312	7.83×10^{-4}	1.6127
	XRS01	2.0	1.40×10^{-4}	0.33698	0.00251	0.0095	0.1690	3.18×10^{-4}	0.3079
1	XRS13	1.7	5.94×10^{-5}	0.14572	0.00306	0.0100	0.2090	1.50×10^{-4}	0.4357
	XRS08	2.4	4.00×10^{-3}	0.01890	0.12260	0.0019	0.1312	0.42687	2.67×10^{-2}
	XRS18	1.9	5.71×10^{-3}	0.05880	0.11145	0.0044	0.1809	0.11282	8.50×10^{-3}
	XRS19	1.4	1.97×10^{-3}	0.20543	0.05976	0.0063	0.2661	0.02981	2.22×10^{-3}
	XRS11	1.0	4.77×10^{-4}	0.69458	0.00396	0.0282	0.3957	0.01028	6.18×10^{-4}
1	XRS17	1.8	5.50×10^{-3}	0.48034	-0.00680	0.0126	0.2462	0.19538	3.16×10^{-2}
	XRS04	1.4	8.99×10^{-3}	0.38430	0.21265	0.0167	0.2661	0.05665	1.06×10^{-2}
	XRS06	1.0	2.02×10^{-3}	0.35868	0.02459	0.0078	0.3957	0.01626	2.95×10^{-3}
	XRS14	0.7	1.93×10^{-4}	1.53993	0.00230	0.0796	0.5901	0.00638	9.57×10^{-4}
									0.6092

Table 6.5 Comparison of fit to strain-time data by Garofalo equation, Hastelloy XR bar

SPNO	T	Source Data		Fit to Source Data			Creep Constitutive Eq. (Table 10-5)		
		S	$\dot{\epsilon}_m$	e_t	r	SEE	e_t	r	$\dot{\epsilon}_m$
XRB09	800	8.0	1.77×10^{-2}	0.09883	0.40682	0.0054	-0.0011	0.53939×10^{-2}	0.0536
XRB04		4.8	7.08×10^{-4}	0.03796	0.05617	0.0045	0.0367	6.42×10^{-4}	0.0138
XRB06	900	5.0	3.17×10^{-2}	0.02889	1.81762	0.0033	0.0329	4.41164×10^{-2}	0.0671
XRB10		2.4	2.09×10^{-3}	0.18659	0.01393	0.0086	0.1312	7.83×10^{-4}	0.5283
XRB11	1000	1.9	4.55×10^{-2}	-0.04897	0.01250	0.0042	0.1809	8.50×10^{-3}	0.0463
XRB07		1.0	2.61×10^{-3}	0.46652	0.00935	0.0510	0.3957	6.18×10^{-4}	1.1903

JAERI - M 83 - 138

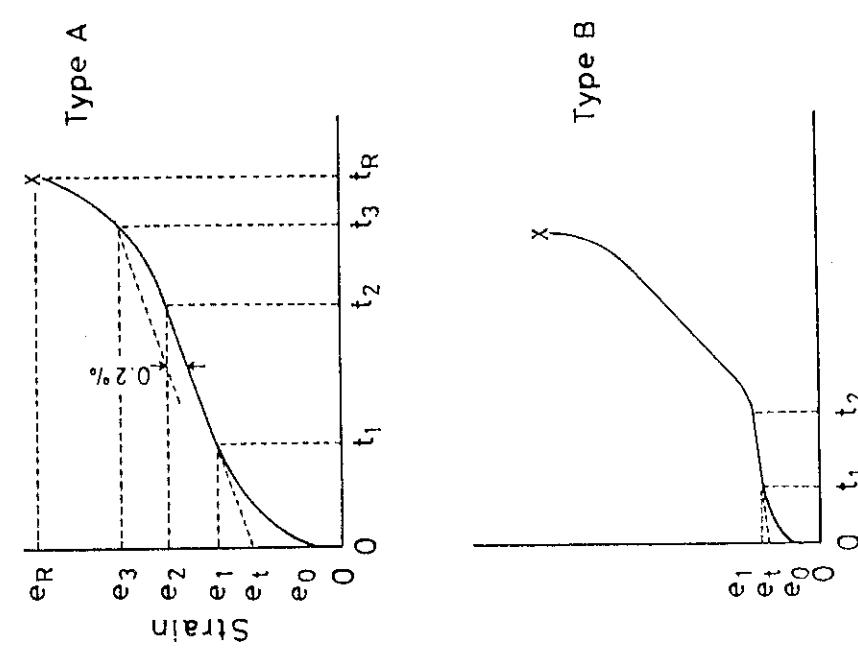


Fig.6.1 Schematic presentation of a creep curve.

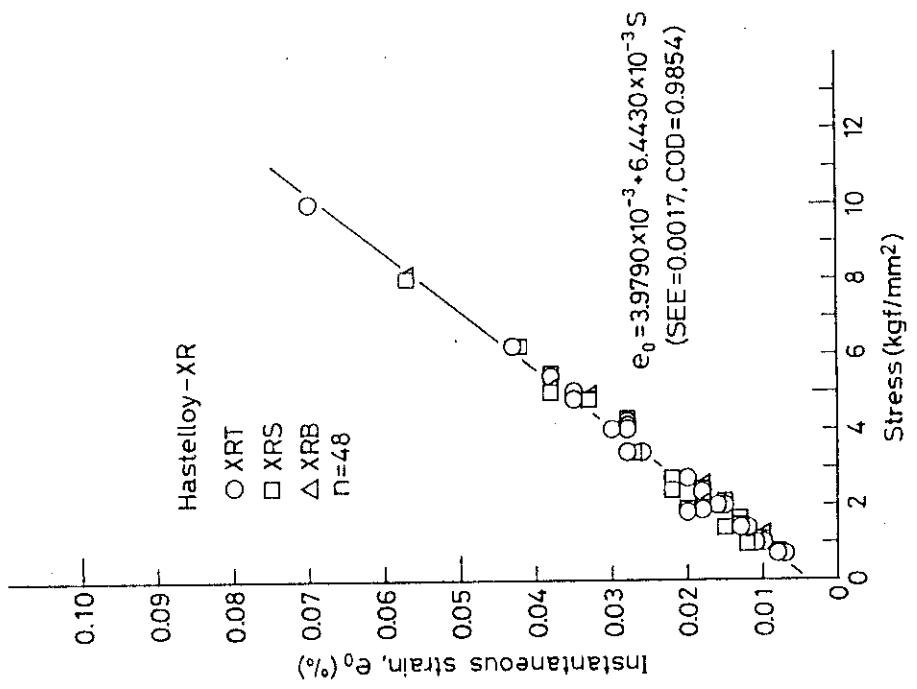


Fig.6.2 Stress dependence of instantaneous strain for Hastelloy XR at 800-1050°C.

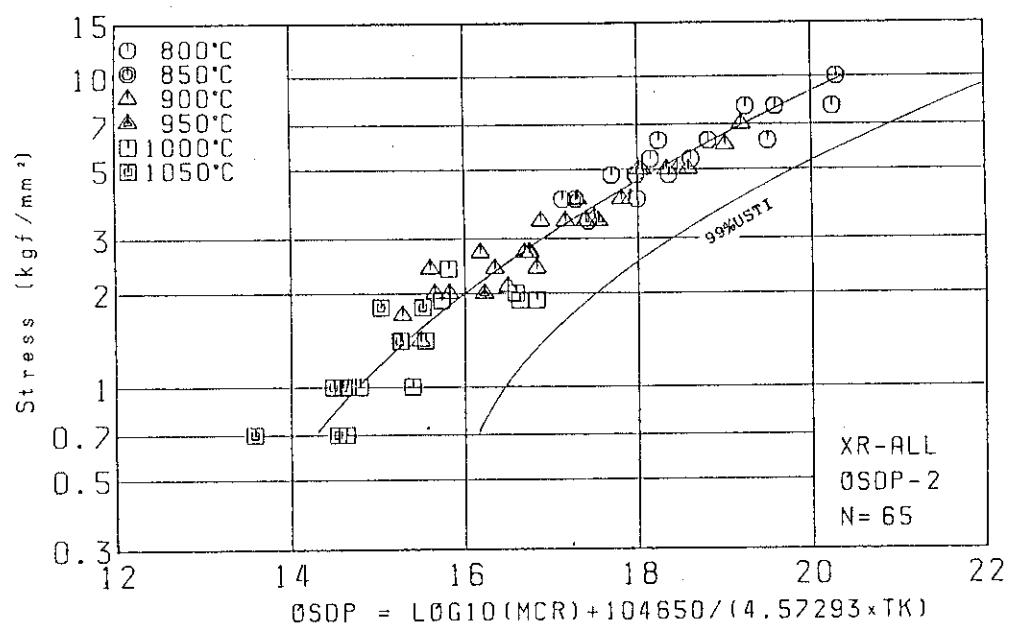


Fig.6.3(a) Temperature and stress dependence of minimum creep rate for Hastelloy XR.
Master creep rate curve by OSDP

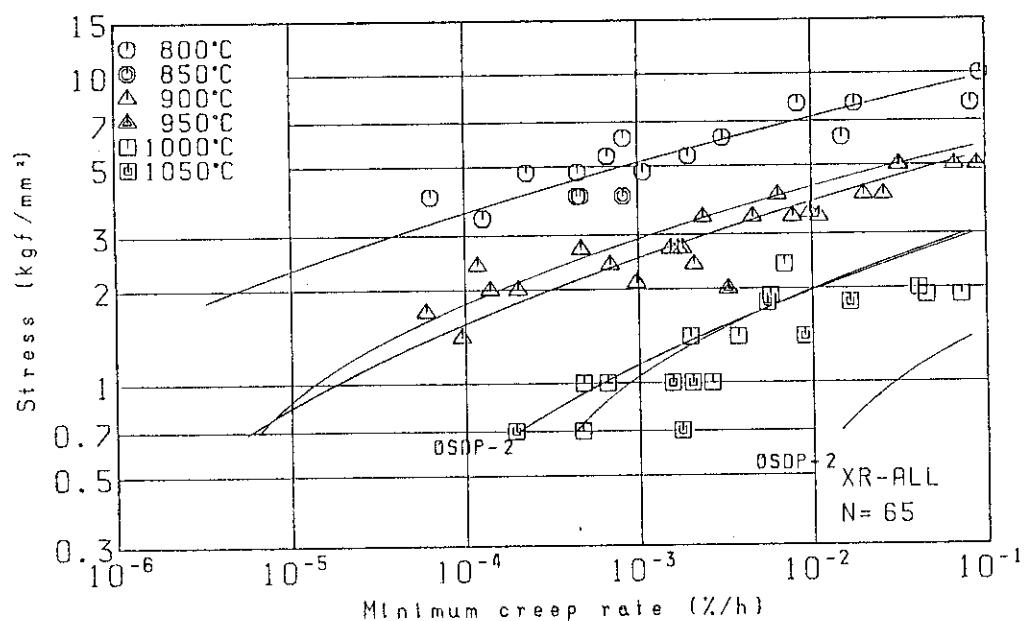


Fig.6.3(b) Temperature and stress dependence of minimum creep rate for Hastelloy XR.
Isothermal creep rate curves

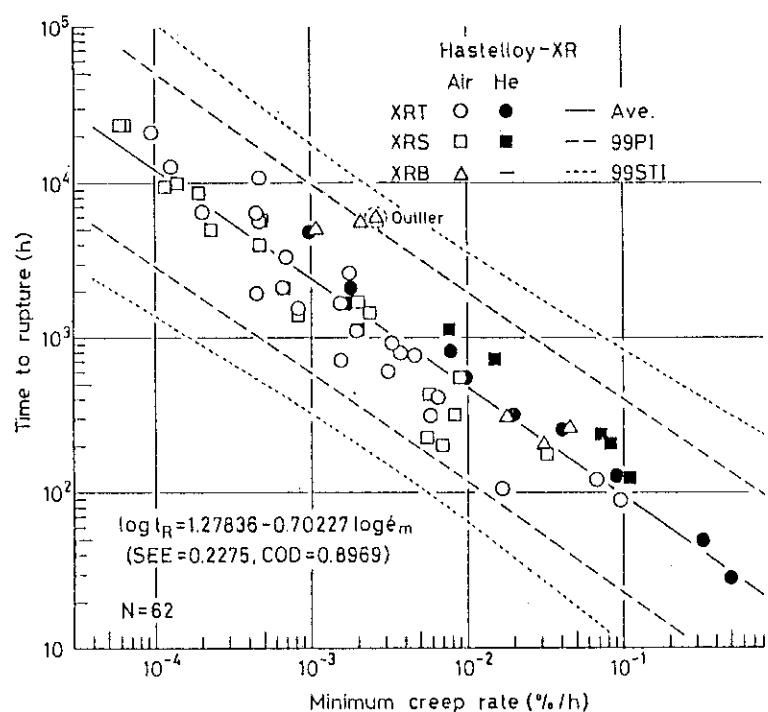
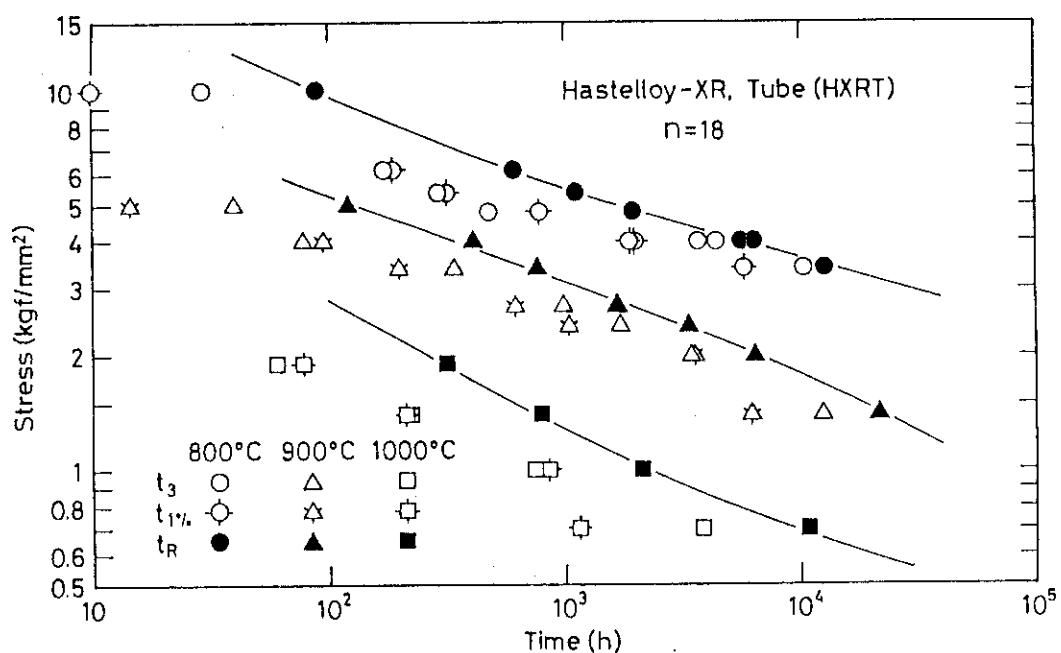
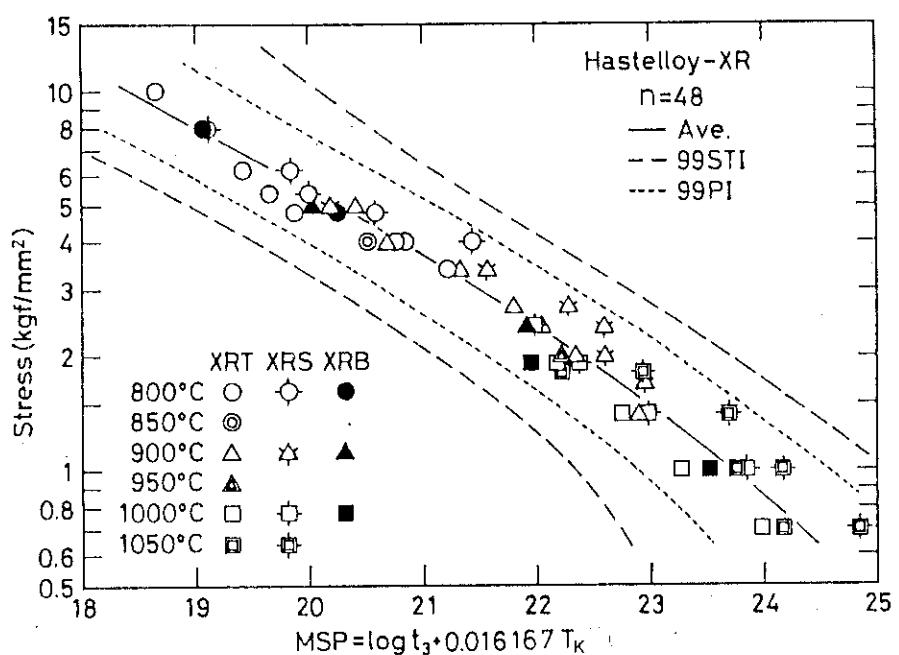
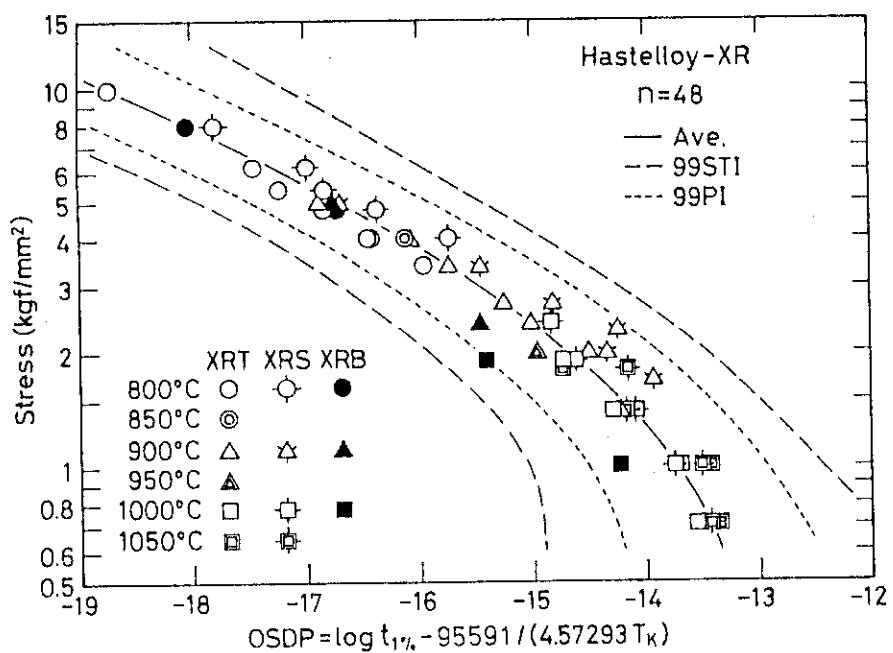


Fig.6.4 Monkman-Grant relationship for Hastelloy XR.

Fig.6.5 Comparison of t_R , t_3 , and $t_{1\%}$ for Hastelloy XR tube.

Fig.6.6 Master curve of t_3 by MSP for Hastelloy XRFig.6.7 Master curve of $t_{1\%}$ by OSDP for Hastelloy XR

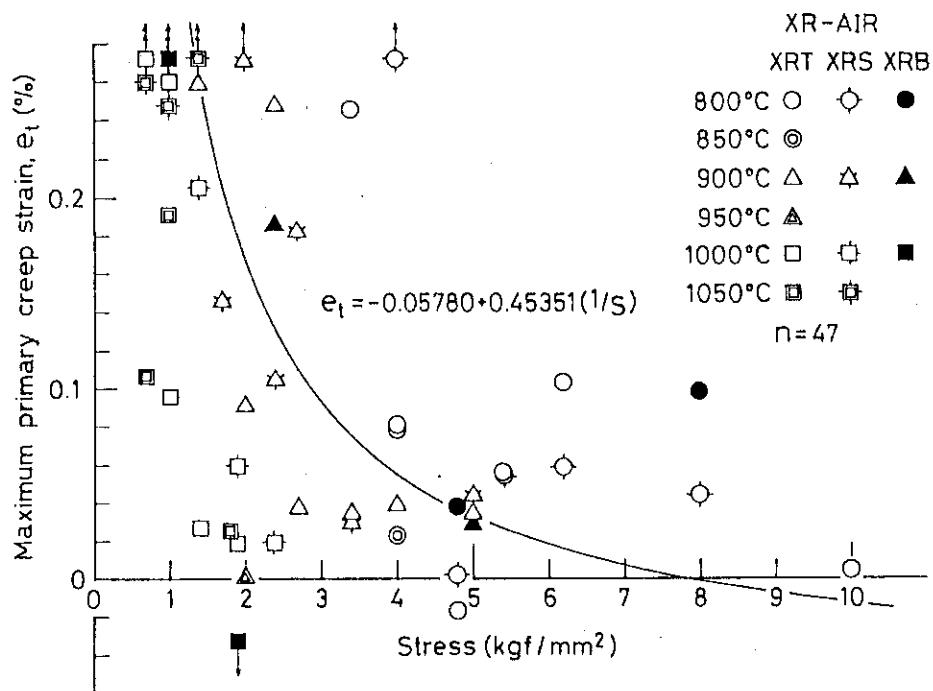


Fig.6.8(a) Temperature and stress dependence of primary creep parameter e_t in Garofalo equation for Hastelloy XR.

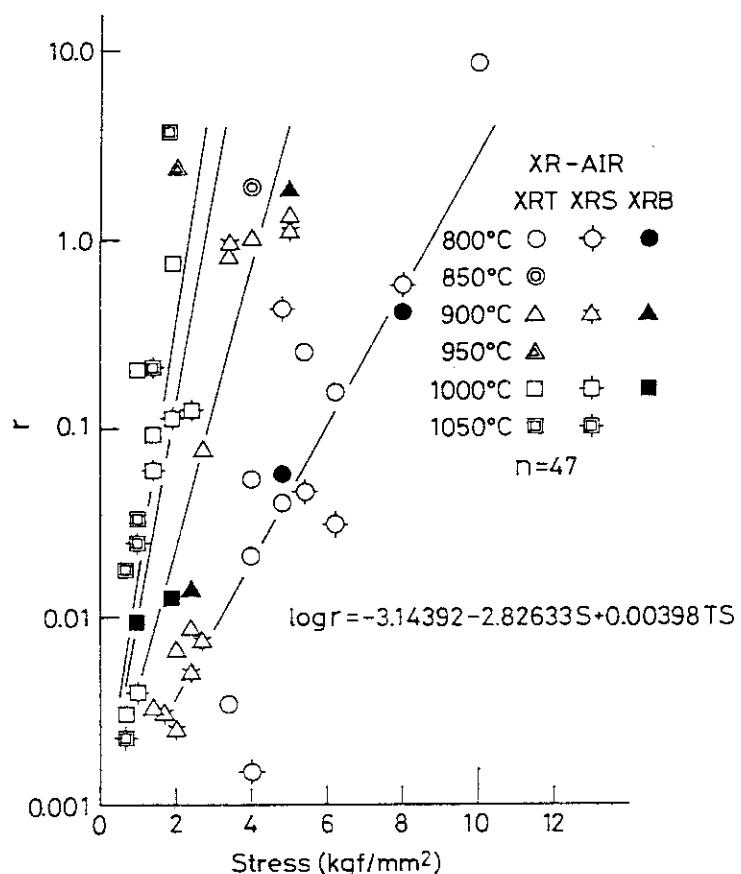


Fig.6.8(b) Temperature and stress dependence of primary creep parameter r in Garofalo equation for Hastelloy XR.

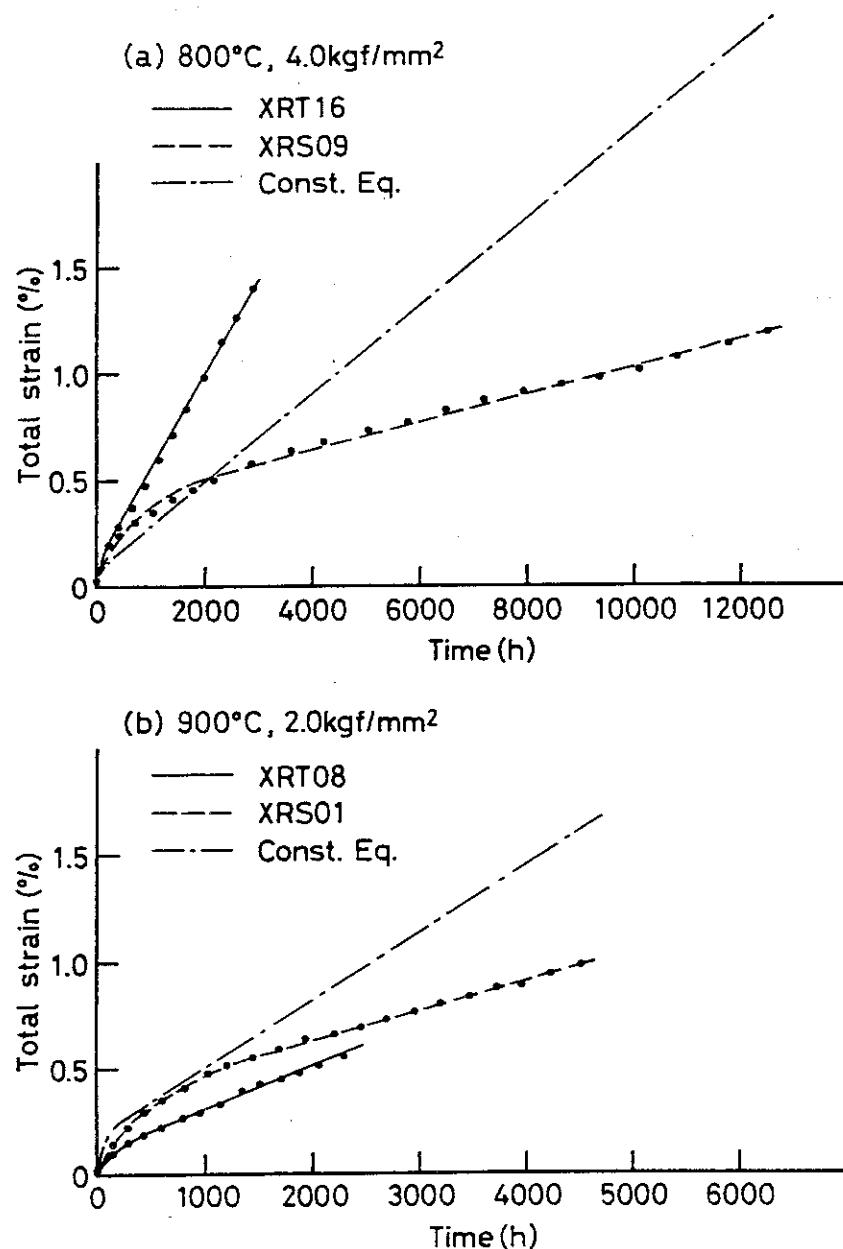


Fig.6.9 Comparison of strain-time data and curves by the constitutive equation given in Table 10-5.

7. ヘリウム中クリープ試験結果

7.1 棒材

Table 7.1, 7.2, 7.3 は、800, 900 および 1000 °Cにおける試験結果をまとめたものである。

Table 7.1において、応力が 3.7, 3.4 kgf/mm²のものは 2 ~ 3 万時間目標の試験であるが、これは当初計画には入っていなかったが、実験の進行につれてヘリウム 中で長時間の試験ができる見通しが得られたので、後から追加したものである。Table 7.2で、応力が 2.4 のものは加熱炉の故障のためクリープ曲線に異常をきたした。また応力が 2.0 では破断寿命が予想よりも短かかった。これらは繰り返し試験を実施中である。応力が 1.7 のはマルチクリープの試験片、1.4 は 3 万時間目標の試験で、後から追加したものである。Table 7.3においては、2 ~ 3 万時間目標の試験はないが、これは設計の変更により当面の高温ガス炉出口最高温度が 950 °Cになったためである。ハステロイ XR の 1000 °Cクリープは、0.7 のものが破断した時点で終了する予定である。

(1) 応力と破断寿命等

Fig. 7.1 に応力と破断寿命の関係を示す。現在進行中のものは、各温度について 1 点だけ示してある。

Fig. 7.2 は、応力と 1 %クリープへの到達時間および三次クリープ開始時間との関係を示すものである。応力と時間との間に相関性は認められるが、大気中の結果 (Fig. 6.5) に比較するとばらつきが多い。これはヘリウム中と大気中の変位測定の難易に起因するものであろう。

Fig. 7.3 に破断時間と破断伸びの関係を示す。長時間側で破断延性が減少する傾向が認められる。800 °Cでは、900 及び 1000 °Cと比較して、数千時間までは延性が低いが、約 10⁴ h では同等になっている。

Fig. 7.4 では、加速クリープの開始時間と破断時間の相関を示す。両者の間には、 $t_t = (0.5 \pm 0.1) \cdot t_r$ なる関係が成り立つ (ここで t_t は加速クリープ開始時間、 t_r は破断時間)。

破断寿命の約 1/2 で加速クリープが開始するといえる。McCoy²⁷⁾ は、ハステロイ X に関する大気中とヘリウム中のクリープ試験 (649 ~ 871 °C, ~ 10⁴ h) で、 $t_t = 0.4 t_r$ という結果を得ている。

(2) クリープ曲線

Table 7.4, 7.5, 7.6 は、800, 900, 1000 °Cにおける 1.2 ~ 10.0 % クリープ歪までの到達時間を示したものである。これを図面にプロットすれば、10 %までのクリープ曲線を求めることができる。1.2 %は、10 %を 0.2 %オフセットしたものである。^{*}

Fig. 7.5 に 800 °Cにおける低応力のクリープ曲線を示す。4.8 kgf/mm² の方がクリープ進行が遅く、破断寿命も少し長い。Fig. 7.6 には 900 °Cの長時間側のクリープ曲線を示す。クリープ歪が約 8 %以降は、応力 2.4 kgf/mm² の方がクリープの進行は遅い。これは試験中に加熱炉が

* 霧囲気クリープの場合には、瞬間ひずみの測定は困難である。したがって 1.0 %ひずみも大気中の場合ほど正確ではないので、0.2 %オフセットした値を参考までに示した。

寿命に達して3分割のうち一部が断線したので温度調節が不能となり、一部の温度が上昇したことに起因するとも考えられるので、現在繰り返し試験を行っている。応力が 2.0 kgf/mm^2 の曲線は上に凸になっており、nonclaticalなクリープ曲線である。²⁸⁾このような例は本試験で多数みられた。Fig. 7.7は、 1000°C のクリープ曲線である。直線部分が2段になっている。このように定常クリープ域が2段（または3段）に分割できる場合がしばしばあった。

(3) クリープ速度

Table 7.7, 7.8, 7.9は $800, 900, 1000^\circ\text{C}$ における $0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0\%$ 歪のクリープ速度を示したものである。

Table 7.7において、 5.2kgf/m^2 よりも高応力側と 4.8 よりも低応力側ではクリープ速度が異なる傾向が認められる。高応力側ではクリープ歪の増加と共にクリープ速度は増加するかあるいは一定になる。一方低応力側では 0.5% 歪から $1.0\%, 2.0\%$ にかけてクリープ速度が減少している。これは遷移クリープの領域が拡大していることを意味するものであろう。クリープ曲線と関連づければ、高応力側がnonclassical、低応力側はClassicalな曲線といえよう。Table 7.8では、クリープの進行についてクリープ速度は一定かあるいは増加する傾向が認められる。ただし応力が 1.4 kgf/mm^2 の場合のみはクリープ速度が減少しており、遷移クリープの領域が明瞭になっている。Table 7.9は 1000°C のデータであるが、応力が 0.7 kgf/mm^2 以外のものは、クリープの進行についてクリープ速度は一定かまたは増加している。

Fig. 7.8は応力と定常クリープ速度の関係をプロットしたものである。ここではクリープ初期の低いクリープ速度（例えば、Table 7.7の応力 4.0 kgf/mm^2 以下の 0.5% 歪におけるもの）は含まれていない。従って最小クリープ速度ではない。またクリープ曲線において直線領域が不明確な場合は、 3% 歪の接線を定常クリープ速度とした。クリープ速度の応力依存性を示すノルトンの式、 $\dot{\epsilon}_s = A \cdot \sigma^n$ ($\dot{\epsilon}_s$: 定常クリープ速度、 σ : 応力、 A : 定数、 n : 応力指数)，より求めた n の値も併記してある。 n の値は試験温度の上昇につれ低くなっている。 1000°C の値は木内²⁹⁾らが短時間のクリープ試験で求めたものよりも高く、近藤³⁰⁾らの値に近い。なお 900°C の n は、低応力側で 5.8 よりも低くなる可能性があり（Fig. 6.3(b)参照），今後データを蓄積してこの点を確認したい。

(4) 金属組織観察

Photo. 7.1は 800°C クリープ破断後の組織である。微細炭化物の析出が認められる。試験の表面近傍（a), (c)において腐食による変質層、酸化膜等は観察されない。クラックは応力軸にほぼ垂直の粒界に沿って発生、成長しており、Wedge型のものである。

Photo. 7.2に 900°C の組織を示す。Photo 7.1の 800°C とほぼ同じ時間のクリープ試験を行ったものであるが、 800°C の組織とは全然異なる。まず炭化物は凝集粗大化している。試料の表面には酸化膜が形成され、その近傍では微細な結晶粒が認められる。無応力の腐食試験の場合には、表面の酸化膜とその内側の変質層（Cr欠乏層）は認められるが、このような微細な再結晶粒は観察されない。この変質層は表面の酸化膜が $\text{MnCr}_2\text{O}_4, \text{Cr}_2\text{O}_3$ なので、CrとMnの欠乏層になってしまっており素地とは合金の組成が異なっている。クリープ試験前の表面仕上げとしては、エメリー紙およびダイヤモンドペーストによる研磨を行っているので、再結晶を生じるような表面の残留歪はない。従ってこのような表面近傍の再結晶は、クリープ歪と組成変化の両者に起因する一種の

動的再結晶と考えられる。またクリープ破断部でも微細な再結晶が認められる。クラックはround型である。炭化物の形態としては、棒状（平板状）と粒状のものが認められる。炭化物については、電解抽出残査のX線回折を行う予定であるが、ハステロイXでは報告者によって同定の結果が一致していない。溶体化処理では M_6C が残存し、900 °Cのクリープによって $M_{23}C_6$ が析出するという報告³²⁾、760 °C × 2232 hrのクリープによって M_6C の析出を認めた報告³³⁾等がある。木内³⁴⁾らが時効と炭化物の析出を検討した結果によると、900 °Cでは $M_{23}C_6$ （Mは主にCr）は粒状に析出し、 M_6C （MはMoが主体）は結晶粒界に沿っては塊状に粒内では配向性をもつてWidmannstätten状に析出する傾向があるという。

Photo. 7.3は、7.2と同じ試料の破面を観察したものである。粒界dimpleで、前述したround型クラック、破断部における再結晶組織に対応している。

Photo. 7.4に1000 °Cにおけるクリープ破断後の組織を示す。900 °Cの場合と同様に破断部と表面近傍に再結晶粒が観察される。しかし試料の内部でも再結晶が起っており、これは900 °Cと異なる点である。明瞭な酸化皮膜はみられず、試料の表面近辺でボイドやクラックが発生している。クリープ変形していない部分では、酸化皮膜は確認されるがボイドやクラックは存在しない。クリープ変形がCr, Mnの外方拡散（または蒸発）を促進³⁵⁾して、ボイドを形成するに至ったと考えられる。

(5) 構造設計とヘリウム中クリープデータ

本研究と設計許容応力の関係については、10章に詳述する。ここではヘリウム中のクリープデータが、高温構造設計側のニーズをどの程度まで満たしているのかを検討してみる。ASMEのCode Case N-47¹⁾によれば、時間依存性の許容応力 S_t を規定する因子として、1%全ひずみを生じる応力、加速クリープの開始応力、破断応力があげられている。

Fig. 7.9は、900 °Cのデータ(Table 7.2)について、上記の3応力と時間の関係をプロットしたものである。これから1%全ひずみを生じる応力データが短時間側のものしか無いことが明らかである。従って高温構造設計データの取得という観点からは、長時間側の1%クリープデータを蓄積することが急務といえよう。大気中の試験と異なりヘリウム中で1%歪を正確に求ることは難しい。1%歪の測定を重視するならば、試験片の形状、寸法を変えて（例えば平行部φ10 × 50 G.L），測定誤差を少くすることも必要であろう。

7.2 管材及び板材

Table 7.10, 7.11は管材のクリープデータをまとめたものである。

Table 7.12には板材のデータを示す。管材と板材に関しては、7.3に詳しく述べる。

7.3 棒、管及び板の比較

これまで、棒、管、板から採取したハステロイXRのヘリウム中クリープ破断試験の結果について述べてきたが、ここで製品形態の相違によるクリープ挙動の違いについて検討する。Fig. 7.10はヘリウム中クリープ破断寿命を、棒、管、板材について比較したものである。棒材の破

断寿命は最も長く、管と板材はほぼ同程度である。Fig. 7.11～7.13では、棒、管、板材について、800, 900, 1000 °Cでの破断伸びを比較している。800 °Cでは破断伸びの違いはあまり大きくはないが、900, 1000 °Cではその違いは顕著になり、棒、板、管材の順で破断伸びは小さくなっている。Fig. 7.10～7.12に示すように、破断時間が長くなるに従い、破断伸びは低くなる傾向があるが、最近、800, 900 °C, 1万時間付近で、破断伸びが再び高くなっているデータが得られている。この点については今後長時間データの蓄積が必要である。

Fig. 7.14～7.17は、同一の温度および応力で行った棒、管、板材のクリープ曲線を比較したものである。破断寿命および破断延性については、さきに述べた通りであるが、クリープ速度、加速クリープについても次のような傾向が認められた。温度によって多少傾向は異なっているが、クリープ速度は板材が大きく、棒材、管材はほぼ同程度とみられる。また、管および板材は加速クリープの開始が早く、加速クリープに入ってから破断するまでの期間が短いという特徴がある。クリープ速度は、時間および歪によって異なる傾向があるので、各試料についての最小クリープ速度をFig. 7.18に比較した。この図でも、最小クリープ速度は、棒材、管材ではほぼ同程度であるが、板材のクリープ速度はやや大きいという結果が認められている。

次に、ハスティロイ XR の製品形態によるクリープ挙動の違いの原因を明らかにするため、金属組織観察を行った結果を述べる。900 °C、応力 5.0 kgf/mm² の条件でヘリウム中クリープ破断した試験片の光顯組織を、棒、管、板材について Photo. 7.5～7.7 に示す。これらの組織からまずいえることは、炭化物の分布状態の相違である。棒材では炭化物はほぼ均一な分布をしているのに対し、管材ではカーバイドストリンガーと炭化物のほとんどない領域が圧延方向に伸びた繊維状組織を示している。また、板材は管材ほどはっきりはしていないが、炭化物の分布が密な場所と疎な場所があり、やはり炭化物分布の不均一が認められる。このような炭化物分布の不均一は、800, 900 °C の長時間試験後でも維持された状態であり、また、炭化物の再溶解、再析出が起る 1000 °C の短時間試験においても残っていることが認められた。ヘリウム中クリープ破断した棒材と管材の金属組織とクラックの分布状態を詳しく調べた結果では、Photo. 7.5, 7.6 に示されるように、クラックは棒材ではほぼ均一な分布をしているのに対し、管材では炭化物の偏在する帯の領域に優先的にクラックが形成していることが明らかになった。

一般に同じ合金でのクリープ挙動の違いについては、次のようにいくつかの原因が考えられている。

- ①結晶粒径の相違
- ②炭化物の分布等の金属組織の相違
- ③結晶粒界への微量元素の偏析の相違
- ④結晶粒界の構造の相違

①の結晶粒径による違いに関して、ハスティロイ X についてはいくつかの報告^{30) 37) 38)}がある。その結果によれば、ハスティロイ X のクリープ挙動に及ぼす結晶粒径の影響はかなり大きく、クリープ特性は結晶粒径 100～200 μm の範囲で最もよいようである。今回のヘリウム中クリープ試験で用いた試料では、結晶粒度は ASTM No. 3～4（平均結晶粒径 90～125 μm）とほぼ一定に揃えてあるので、製品形態によって認められたクリープ特性の違いは結晶粒径によっては説明されない。

②の金属組織の違いについては、クリープ破断した試料で炭化物の分布状態にかなりの違いがあることがわかったので、溶体化処理のままおよび真空封入 ($\sim 10^{-5}$ Torr) して $900^{\circ}\text{C} \times 100$ h 加熱後の組織を調べた結果を Photo. 7.8, 7.9 に示す。棒材では、溶体化処理状態で小さな炭化物のストリンガーがわずかに存在していたが、時効後の組織では炭化物はほぼ均一に分布している。管材では溶体化処理のままでも大きな炭化物のストリンガーが存在し、高温で時効を受けると、このまわりに微細な炭化物が析出した領域と炭化物の析出がほとんどない領域が綿状に並んで生じていることがわかる。XMA 観察の結果では、これらの析出物は Cr より Mo に富んだ M_6C 型の炭化物と考えられた。また、マクロクラックの分布を調べた結果でも、炭化物の帶にクラックが集中していることが認められ、炭化物分布の相違がここで認められたクリープ挙動の違いの主要な原因と考えられる。

③の微量元素については、この実験では同一の溶製品から製造した棒、管、板材を使用しているので、P, S, B 等の微量元素の量についてもほぼ同等とみることができ、実際、破面のオージュ分析結果によてもこれらの微量元素の偏析の違いは認められなかった。④の結晶粒界構造について、棒材は熱間加工した組織であり、管材は冷間加工後、焼鈍した組織であるので、粒界構造に違いがあることも考えられた。溶体化処理および時効した組織を光顕観察した結果では、高温硫化腐食環境中でクリープ特性に影響を与えることが示されているよう、一方が粒界上に析出物を持ったジグザグ粒界であり、他方が直線的な粒界であるといったような明瞭な粒界性状の違い³⁹⁾は認められなかった。^{*}

ハステロイ XR では、あらかじめ浸炭 (0.3% C) した材料ではクリープ強度が高くなり、脱炭した材料ではクリープ強度が低下するという結果が得られている。⁴⁰⁾また、特に管材に認められたカーバイドストリンガーは、溶解、熱間加工後、冷間加工と中間焼鈍を繰り返し、最終溶体化処理を行う過程で生じたと考えられるが、この管材の製造条件を改良し炭化物の分布状態をより均一にした結果、クリープ破断性質は改善された。⁴¹⁾これらの結果と先に検討した項目から、製品形態の違いによって生じたクリープ破断挙動の相違は、炭化物分布の違いによって起り、カーバイドストリンガーと炭化物のほとんどない領域からなる材料では、クリープ変形中に炭化物分布の違いによって応力分布の不均一を生じ、カーバイドストリンガーの領域に応力が集中して早期にクラックを発生し、破断に至ると考えられた。

7.4 破断データの解析

ヘリウム中のクリープ破断寿命を大気中と同様の方法で解析した結果を、Fig. 7.19 に示す。求められた回帰式（平均値）、99 %予測区間下限値及び 99 %同時許容区間の下限値は次のようになる。

[ハステロイ XR のヘリウム中における破断寿命]

$$\text{平均値 : } Y + 1.35592 \times 10^{-2} T_k$$

* しかしそれより微視的な観点からは、熱間加工材の粒界は冷間加工後再結晶した粒界よりも凹凸が著しく、それがクリープ挙動に影響している可能性は考えられる。

$$= 20.70363 - 2.32877 X - 1.97297 X^2$$

(SEE = 0.1574, COD = 0.9497)

99 % LPI : $Y + 1.35592 \times 10^{-2} T_k$

$$= 20.20708 - 2.08854 X - 2.18149 X^2$$

99 % LSTI : $Y + 1.35592 \times 10^{-2} T_k$

$$= 19.74562 - 1.36818 X - 2.81769 X^2$$

製品形態による違いを考えると、ヘリウム中におけるTTPの解析結果は、大気中と違いはないといえるが、ヘリウム中の方がSEEが小さく、あてはめ性がよくなっている。これは、大気中では、ばらつきの大きい長時間データおよび1000 °C, 1050 °Cの高温データが多いいためと考えられる。

Table 7.1 Creep properties of Hastelloy alloy XR (51, 52, Bar) at 800 °C
in JAERI Type B helium

Stress (kgf/mm ²)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Time to 1% strain (h)	Time and strain at onset of tertiary creep	
					(h)	(%)
10.0	104.4	41.3	36.1	8	35	4.3
8.0	298.5	31.2	23.7	41	75* 105	1.8* 3.0
6.2	980.7	18.0	16.0	135	580	6.8
5.2	3706.8	16.0	13.6	360	2180	5.0
4.8	11485.8	26.0	24.2	360	6500	8.5
4.0	10944.1	32.0	36.0	360	4050	6.2
3.7	under way			470		
3.4	under way			480		

Table 7.2 Creep properties of Hastelloy alloy XR (51.52, Bar) at 900 °C
in JAERI Type B helium

Stress (kgf/mm ²)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Time to 1% strain (h)	Time and strain at onset of tertiary creep	
					(h)	(%)
6.0	62.0	47.3	55.3	4	30	9.1
5.2	160.7	55.3	44.2	10	55* 69	4.7* 8.6
5.0	217.8	43.3	41.2	18	110	12
4.5	283.7	50.0	37.1	20	120* 140	7.2* 11.0
4.0	694.7	41.7	36.0	48	360	12.6
3.5	1579.6	35.8	30.6	130	860	9.0
3.0	3839.7	24.6	21.3	210	2000	7.7
2.7	3999.7	22.0	17.8	660	1150* 2400	2.5* 7.6
2.4	7447.1	26.0	30.0	720	4130	9.0
2.0	7936.6	34.0	30.0	720	2200* 3300	3.8* 7.0
2.0	under way					
1.7 **	under way			1400		
1.4	under way			370		
2.4	under way			410	3100	7.1

*; Value obtained from the end of the first of two steady state stages

**; Geometry of specimen is different from the standard type

Table 7.3 Creep properties of Hastelloy alloy XR (51, 52 , Bar) at 1000°C
in JAERI Type B helium

Stress (kgf/mm ²)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Time to 1% strain (h)	Time and strain at onset of tertiary creep	
					(h)	(%)
2.5	196.2	55.0	43.2	22	112	16.3
2.0	410.6	42.3	33.4	36	212	12.5
1.6	699.2	41.0	32.2	43	350	10.8
1.3	2498.3	35.3	24.6	250	1380	12.0
1.0	2247.3	45.3	35.5	500	480*	0.9*
1.0	8111.1	34.0	22.0	1160	1100	7.1
0.7	under way			1550	—	—

*; Value obtained from the end of the first of two steady state stages

Table 7.4 Time required to reach 1.2, 2, 3, 4, 5, 7, and 10 percent strains in creep test of Hastelloy alloy XR (51, 52, Bar.) at 800 °C in JAERI Type B helium

Stress (kgf/mm ²)	Time (h)						
	1.2 %	2 %	3 %	4 %	5 %	7 %	10 %
10.0	10	17	26	34	40	48	61
8.0	50	78	105	127	144	171	213
6.2	165	254	320	390	458	584	750
5.2	470	890	1350	1760	2180	2570	3400
4.8	500	1140	1970	2800	3680	5400	7320
4.0	420	940	1775	2520	3210	4490	5830
3.7	700	3100					
3.4	800						

Table 7.5 Time required to reach 1.2, 2, 3, 4, 5, 7 and 10 percent strains
 in creep test of Hastelloy alloy XR (51, 52, Bar) at 900 °C
 in JAERI Type B helium

Stress (kgf/mm ²)	Time (h)						
	1.2 %	2 %	3 %	4 %	5 %	7 %	10 %
6.0	5	9	12	17	20	24	33
5.2	11	22	31	38	47	58	76
5.0	8	27	36	45	54	73	100
4.5	9	38	49	62	74	97	129
4.0	55	60	87	116	143	200	284
3.5	150	223	315	408	500	670	960
3.0	250	350	585	900	1200	1770	2300
2.7	695	950	1300	1620	1850	2290	2780
2.4	330	580	900	1550	2100	3120	4540
2.0	840	1280	1840	2280	2650	3300	4080
2.0							
1.7							
1.4	520	2380					
2.4	530	770	1335	1800	2265	3150	

Table 7.6 Time required to reach 1.2, 2, 3, 4, 5, 7 and 10 percent strains
 in creep test of Hastelloy alloy XR (51, 52, Bar) at 1000 °C
 in JAERI Type B helium

Stress (kgf/mm ²)	Time (h)						
	1.2 %	2 %	3 %	4 %	5 %	7 %	10 %
2.5	20	30	38	44	51	60	77
2.0	42	54	69	84	100	137	174
1.6	50	80	115	150	185	250	335
1.3	280	395	540	650	770	950	1205
1.0	423	643	755	856	950	1100	1270
1.0	1260	1670	2170	2650	3000	3600	4380
0.7	2000	3220	4085	4640	5265	6300	

Table 7.7 Creep rate of Hastelloy alloy XR (51, 52, Bar) at 800 °C in JAERI Type B helium

Stress (kgf/mm ²)	Creep rate (%/h)					Remarks
	0.5 %	1.0 %	2.0 %	3.0 %	4.0 %	
10.0	1.06 × 10 ⁻¹	1.06 × 10 ⁻¹	1.06 × 10 ⁻¹	1.06 × 10 ⁻¹	1.60 × 10 ⁻¹	1.60 × 10 ⁻¹
8.0	2.30 × 10 ⁻²	2.30 × 10 ⁻²	2.30 × 10 ⁻² 4.20 × 10 ⁻²	4.20 × 10 ⁻²	5.00 × 10 ⁻²	7.50 × 10 ⁻²
6.2	5.30 × 10 ⁻³	5.30 × 10 ⁻³	1.50 × 10 ⁻²	1.63 × 10 ⁻²	1.63 × 10 ⁻²	1.63 × 10 ⁻²
5.2	1.05 × 10 ⁻³	1.38 × 10 ⁻³	1.75 × 10 ⁻³	2.40 × 10 ⁻³	2.40 × 10 ⁻³	3.0 × 10 ⁻³
4.8	5.60 × 10 ⁻²	1.18 × 10 ⁻³	1.18 × 10 ⁻³	1.18 × 10 ⁻³	1.18 × 10 ⁻³	1.18 × 10 ⁻³
4.0	2.35 × 10 ⁻³	2.35 × 10 ⁻³	1.35 × 10 ⁻³	1.35 × 10 ⁻³	1.35 × 10 ⁻³	1.35 × 10 ⁻³
3.7	2.20 × 10 ⁻⁴	1.11 × 10 ⁻⁴				
3.4	2.30 × 10 ⁻³	8.90 × 10 ⁻⁴				

Table 7.8 Creep rate of Hastelloy alloy XR (51, 52, Bar) at 900 °C in JAERI Type B helium

Stress (kgf/mm ²)	Creep rate (%/h)					Remarks
	0.5 %	1.0 %	2.0 %	3.0 %	4.0 %	
6.0	—	1.78 × 10 ⁻¹	—	1.85 × 10 ⁻¹	—	3.10 × 10 ⁻¹
5.2	6.50 × 10 ⁻²	7.30 × 10 ⁻²	7.30 × 10 ⁻²	1.24 × 10 ⁻¹	1.24 × 10 ⁻¹	1.24 × 10 ⁻¹
5.0	5.60 × 10 ⁻²	5.60 × 10 ⁻²	1.21 × 10 ⁻¹			
4.5	4.30 × 10 ⁻²	4.30 × 10 ⁻²	4.30 × 10 ⁻²	9.50 × 10 ⁻²	9.50 × 10 ⁻²	9.50 × 10 ⁻²
4.0	2.20 × 10 ⁻²	2.20 × 10 ⁻²	2.20 × 10 ⁻²	3.50 × 10 ⁻²	3.50 × 10 ⁻²	3.50 × 10 ⁻²
3.5	7.00 × 10 ⁻³	7.00 × 10 ⁻³	1.10 × 10 ⁻²			
3.0	—	4.20 × 10 ⁻³	4.20 × 10 ⁻³	3.60 × 10 ⁻³	3.60 × 10 ⁻³	3.60 × 10 ⁻³
2.7	9.10 × 10 ⁻⁴	2.60 × 10 ⁻³	2.86 × 10 ⁻³	2.86 × 10 ⁻³	4.90 × 10 ⁻³	4.90 × 10 ⁻³
2.4	1.91 × 10 ⁻³	3.10 × 10 ⁻³	3.16 × 10 ⁻³	3.16 × 10 ⁻³	3.16 × 10 ⁻³	1.98 × 10 ⁻³
2.4	2.16 × 10 ⁻³					
2.0	7.70 × 10 ⁻⁴	1.80 × 10 ⁻³	1.80 × 10 ⁻³	1.80 × 10 ⁻³	2.80 × 10 ⁻³	2.80 × 10 ⁻³
2.0	—	—	—	—	—	Fc trouble
1.4	2.50 × 10 ⁻³	1.70 × 10 ⁻³	3.30 × 10 ⁻⁴	—	—	—

Table 7.9 Creep rate of Hastelloy alloy XR (51, 52, Bar) at 1000 °C in JAERI Type B helium

Stress (kgf/mm ²)	Creep rate (%/h)					Remarks
	0.5 %	1.0 %	2.0 %	3.0 %	4.0 %	
3.0						
2.5	6.70×10^{-1}	7.50×10^{-1}	1.40×10^{-1}	1.50×10^{-1}	1.80×10^{-1}	1.80×10^{-1}
2.0	1.60×10^{-2}	4.30×10^{-2}	6.73×10^{-2}	6.73×10^{-2}	6.73×10^{-2}	6.73×10^{-2}
1.6	1.86×10^{-2}	1.86×10^{-2}	2.80×10^{-2}	2.80×10^{-2}	2.80×10^{-2}	3.07×10^{-2}
1.3	1.90×10^{-3}	7.90×10^{-3}				
1.0	1.40×10^{-3}	—	8.50×10^{-3}	8.50×10^{-3}	1.05×10^{-2}	1.33×10^{-2}
1.0	7.14×10^{-4}	2.0×10^{-3}	2.0×10^{-3}	2.0×10^{-3}	2.0×10^{-3}	3.20×10^{-3}
0.7	5.40×10^{-4}	4.32×10^{-4}	5.95×10^{-4}	1.57×10^{-3}	1.94×10^{-3}	1.97×10^{-3}

Table 7.10 Creep properties of Hastelloy alloy XR (51, Tube) at 900 °C in JAERI Type B helium

Stress (kgf/mm ²)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Time to 1% creep (h)	Secondary creep rate (%/h)	Onset of tertiary creep (h)	(%)	Remarks
7.0	28.6	35	30.6	2.2	4.85 × 10 ⁻¹ *			* at 3% creep
6.0	49.3	25.8	22.7	2.2	3.15 × 10 ⁻¹	28.0	9.2	
5.0	128.2	17.3	16	11.0	9.0 × 10 ⁻²	80.0	7.0	
4.0	320.8	13.1	11	48.0	2.30 × 10 ⁻²	18.0	4.0	
3.5	557.4	11	9.8	78.0	9.80 × 10 ⁻³	410	5.0	
3.4	822.6	13	12	120.0	7.78 × 10 ⁻³	550	4.3	
2.7	2205.9	8.3	8.2	500.0	1.80 × 10 ⁻³	1150	2.1	
2.7	1661.7	7.8	6.5	340.0	1.67 × 10 ⁻³	—	—	
2.1	4889.7 *	8.1	5.3	1040.0	9.70 × 10 ⁻⁴	3500	3.5	* Fc trouble

Table 7.11 Creep properties of Hastelloy alloy XR(51, Tube) at 800 and 1000 °C in JAERI Type B helium

Temp. °C	Stress (kgf/mm ²)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Time to 1% creep (h)	Secondary creep rate (%/h)	Onset of tertiary creep (h)	(%)
800	10.0	87.6	41.3	26.7	5.5	1.57 × 10 ⁻¹	31	5
800	8.0	200.0	22.0	16	25	5.60 × 10 ⁻² *	—	—
1000	2.0	255.6	15.2	13	50	4.33 × 10 ⁻² *	—	—

*; at 3% creep.

Table 7.12 Creep properties of Hastelloy alloy XR(51, Plate) in JAERI Type B helium

Temp. °C	Stress (kgf/mm ²)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Time to 1% creep (h)	Secondary creep rate (%/h)	Onset of tertiary creep (h)	(%)
800	8.0	208.5	28.3	29.2	13	8.33 × 10 ⁻²	77	6.4
800	6.2	726.3	20.5	18.7	20	1.53 × 10 ⁻²	300	5.5
900	5.0	124.5	23.0	28	5	1.20 × 10 ⁻¹	70	8.9
900	3.4	1146.9	15.3	14.1	42	7.72 × 10 ⁻³	590	5.7
1000	1.9	237.7	23	17.2	24	6.82 × 10 ⁻² *	130	8.5

*; at 3% creep

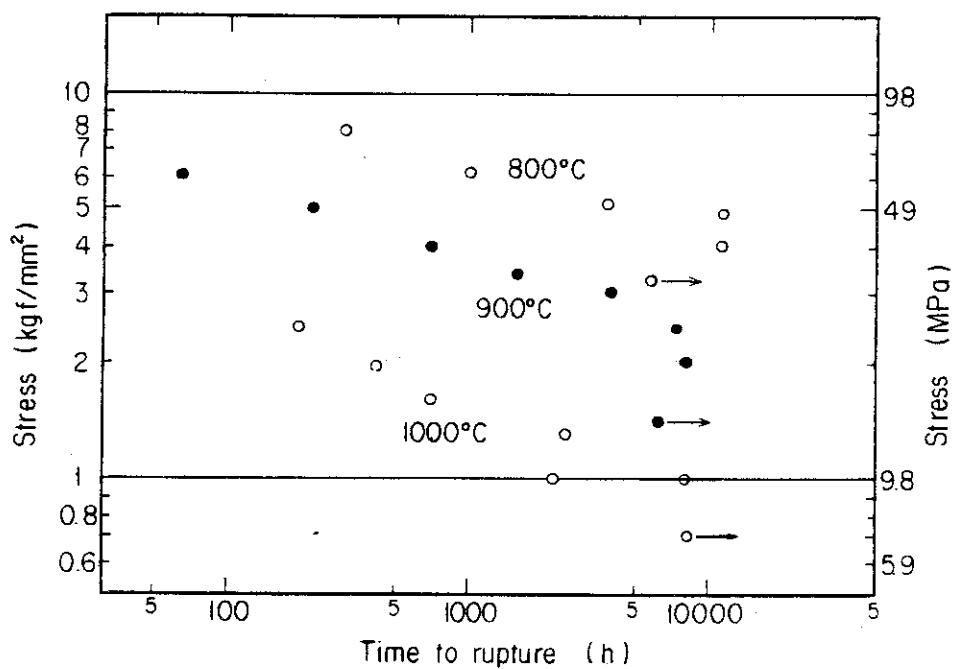


Fig.7.1 Stress versus time to rupture for Hastelloy alloy XR (Bar) in JAERI Type B helium.

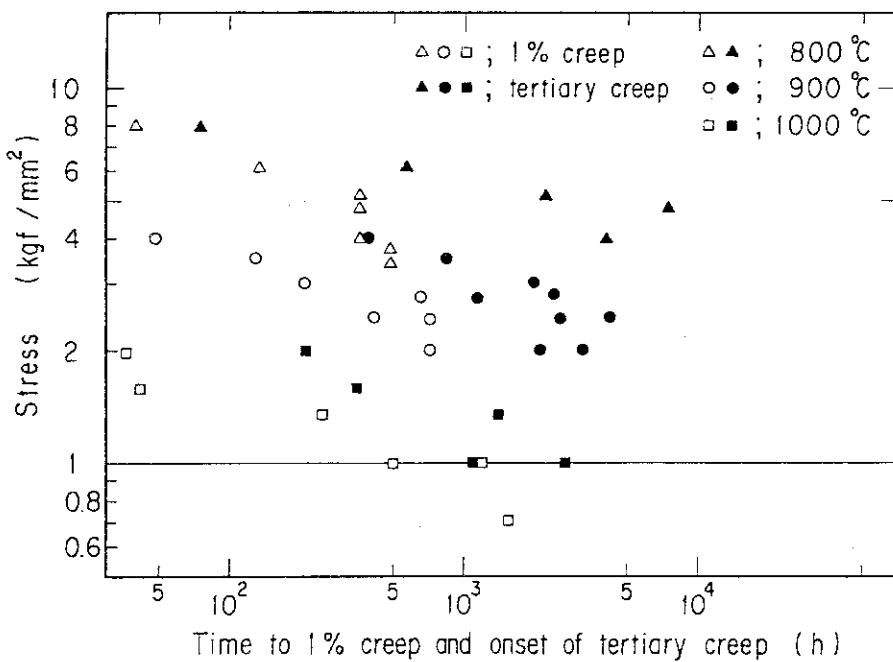


Fig.7.2 Stress versus time to 1% creep and onset of tertiary creep for Hastelloy alloy XR(Bar) in JAERI Type B helium

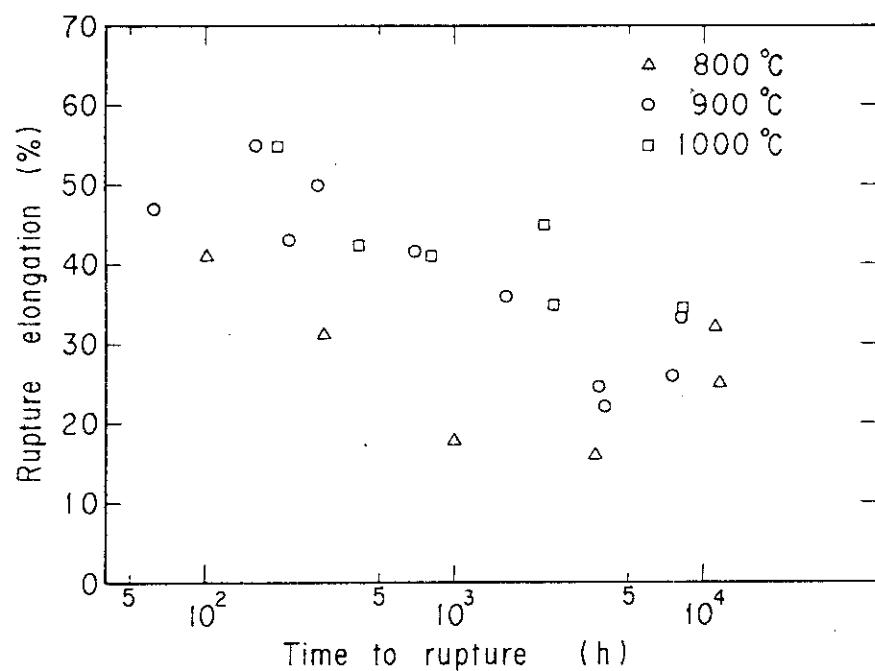


Fig. 7.3 Rupture elongation versus time to rupture for Hastelloy alloy XR(Bar) in JAERI Type B helium

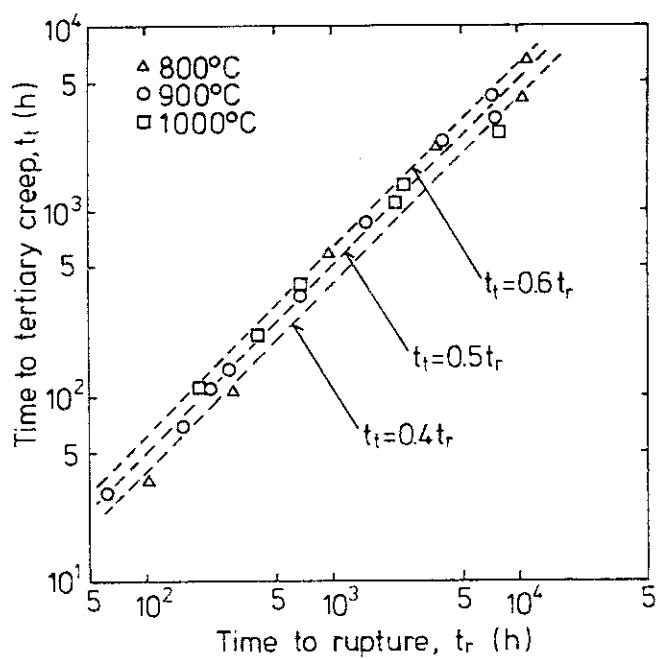


Fig. 7.4 Time to tertiary creep as a function of time to rupture for creep-tested Hastelloy alloy XR(Bar) in JAERI Type B helium.

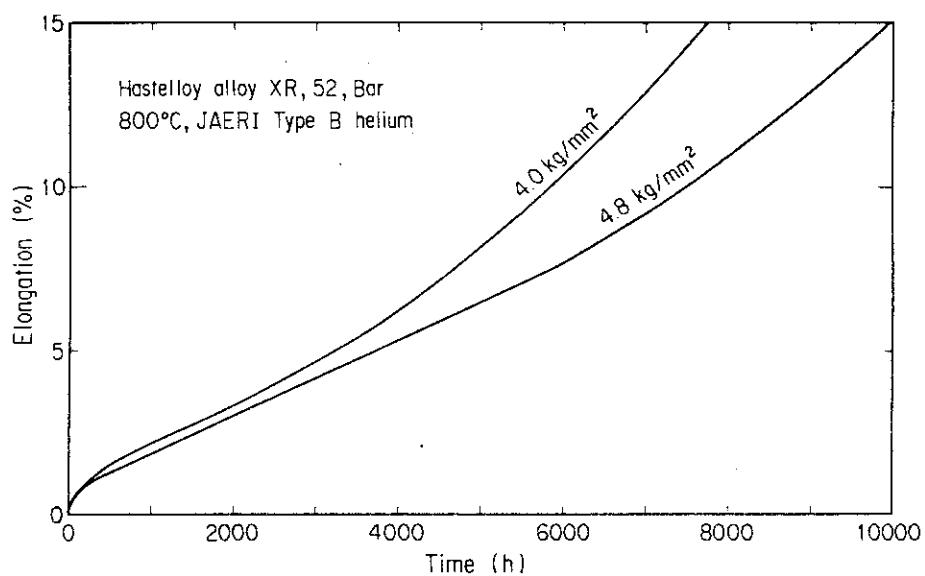


Fig.7.5 Creep curves of Hastelloy alloy XR at 800 °C.
Time to rupture was 10,944.1 hr for stress of 4.0 kgf/mm²
and 11,405.8 hr for 4.8 kgf/mm².

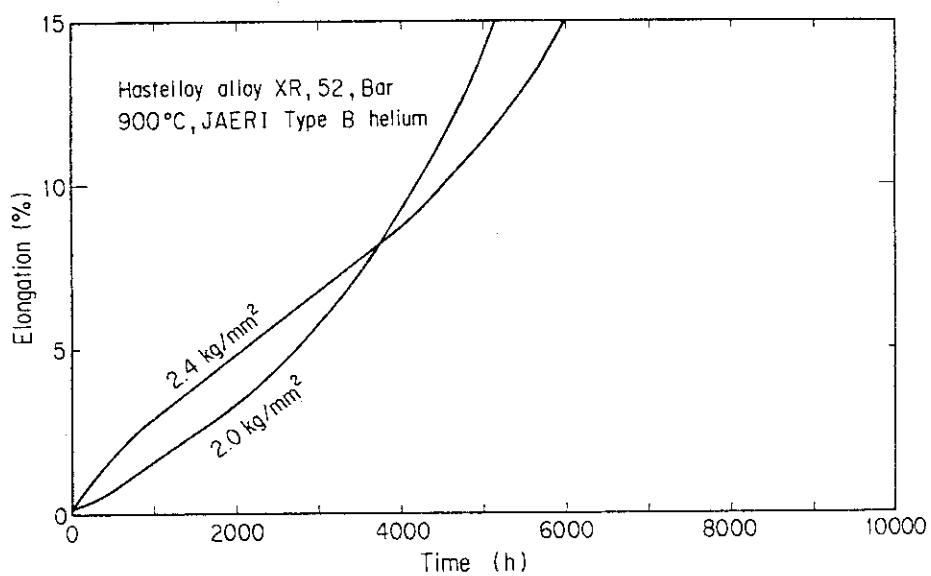


Fig.7.6 Creep curves of Hastelloy alloy XR at 900 °C.
Time to rupture was 7,936.6 hr for stress of 2.0 kgf/mm²
and 7,447.1 hr for 2.4 kgf/mm².

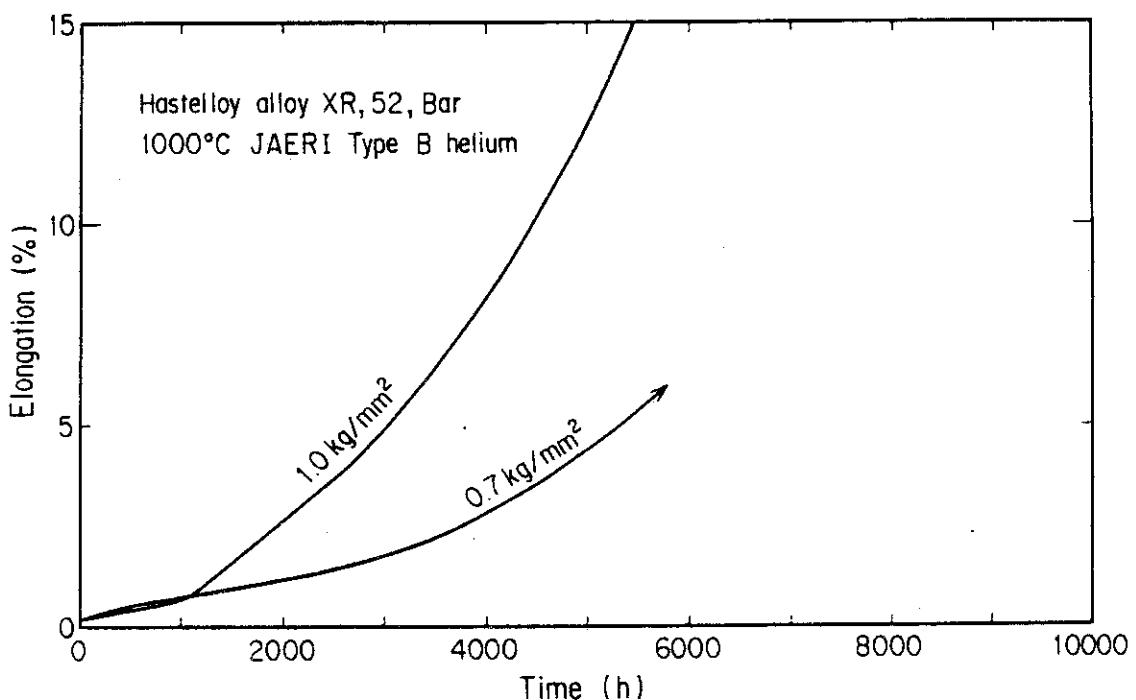


Fig.7.7 Creep curve of Hastelloy alloy XR at 1000 °C in JAERI Type B helium.

Time to rupture was 8,111.1 hr for a stress of 1.0 kgf/ mm².
Test is under way for a stress of 0.7

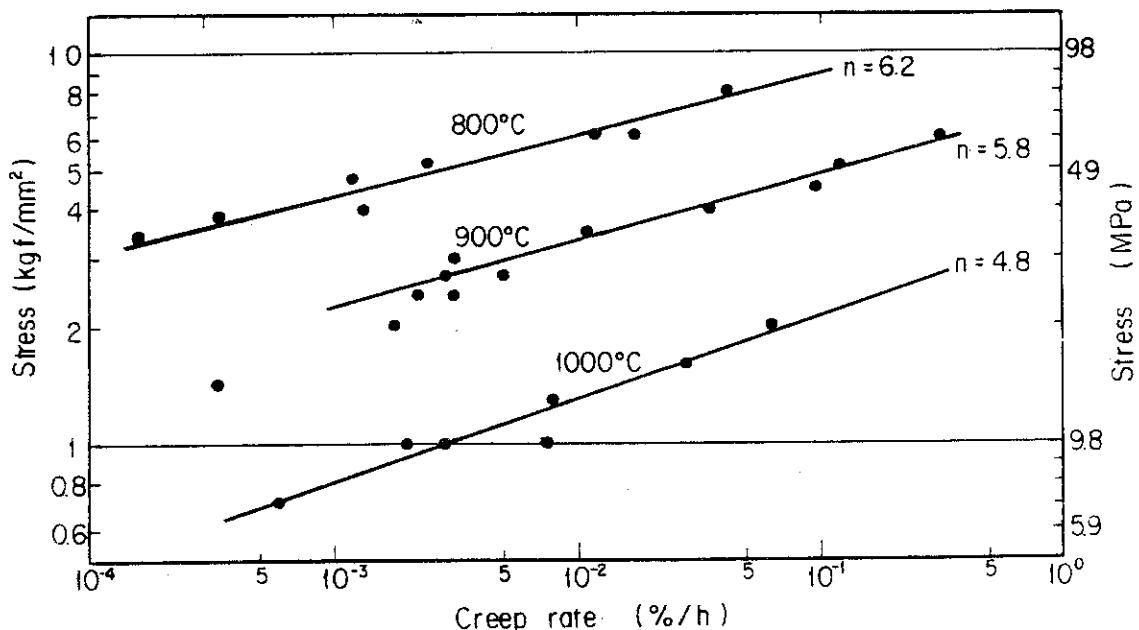


Fig.7.8 Stress versus creep rate for Hastelloy alloy XR (Bar) in JAERI Type B helium , Creep rate ; secondary region or at 3% strain.

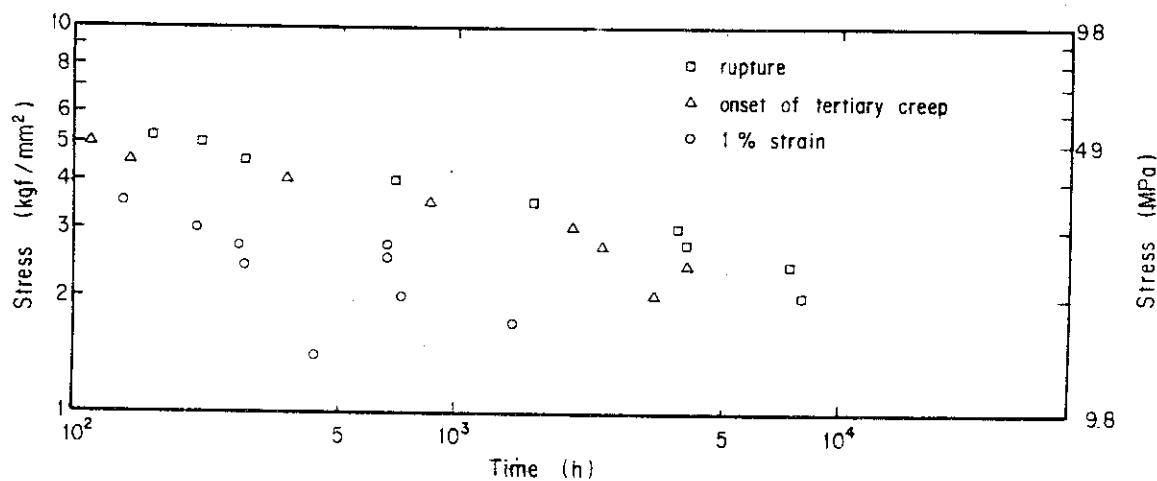


Fig.7.9 Stress versus time to 1% creep, onset of tertiary creep and rupture for Hastelloy alloy XR(Bar) at 900 °C in JAERI Type B helium

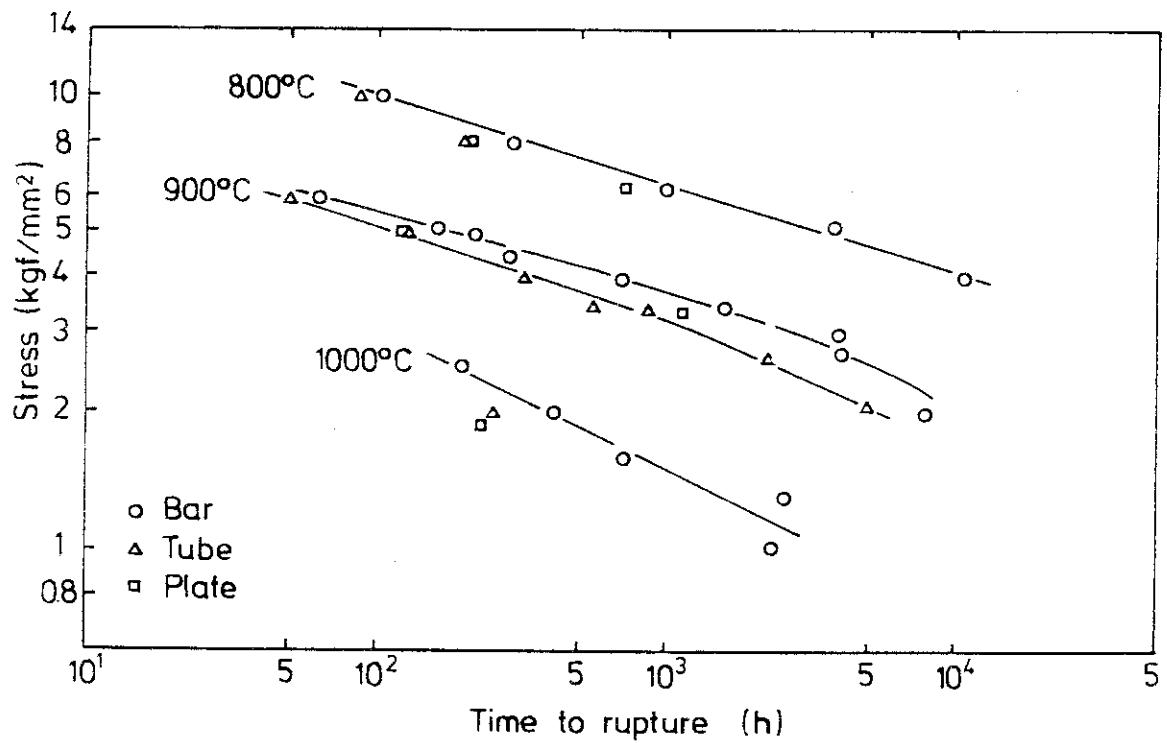


Fig.7.10 Comparison of time to rupture data for Hastelloy alloy XR among three product forms in JAERI Type B helium

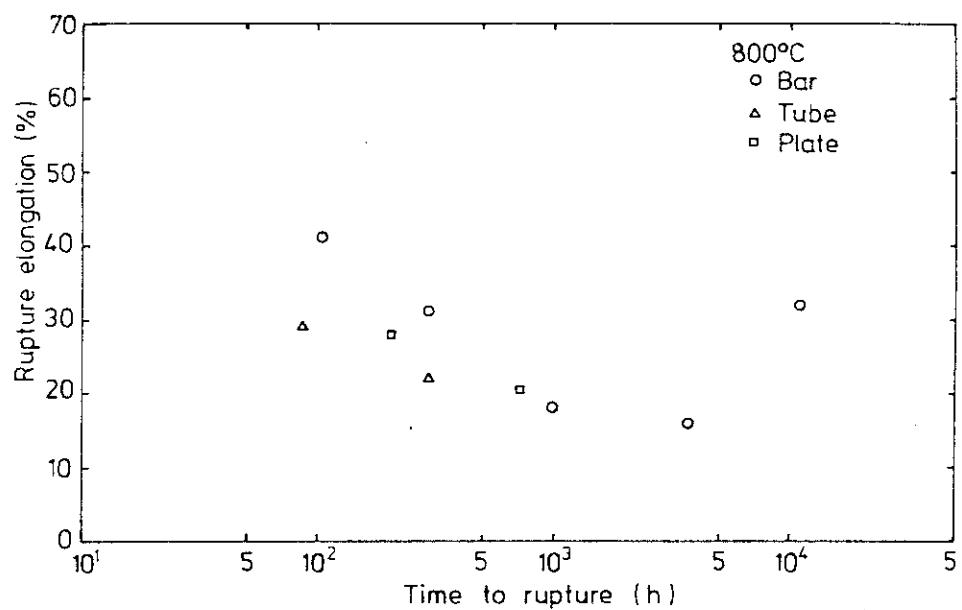


Fig.7.11 Comparison of rupture elongation for Hastelloy alloy XR among three product forms at 800 °C in JAERI Type B helium.

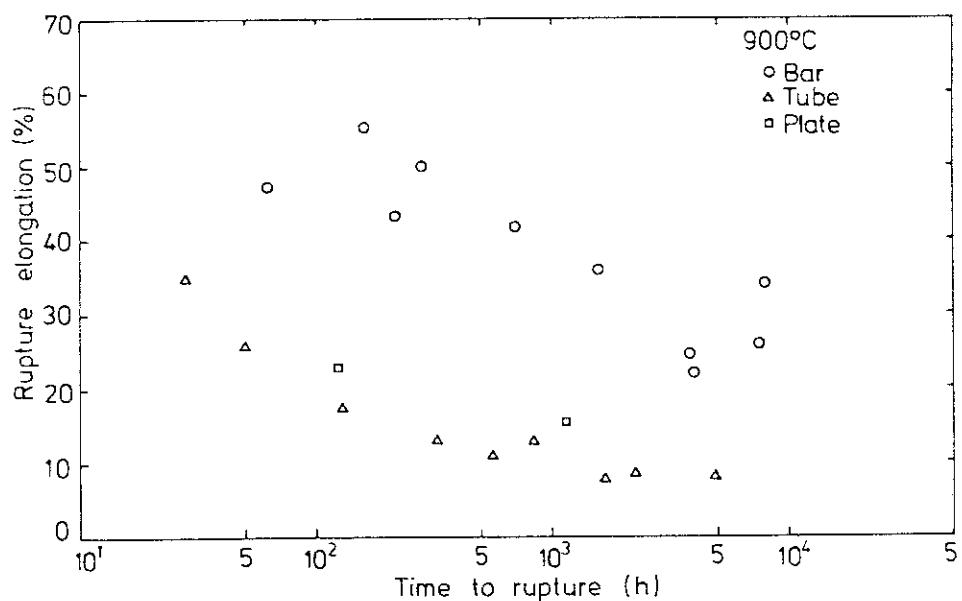


Fig.7.12 Comparison of rupture elongation for Hastelloy alloy XR among three product forms at 900 °C in JAERI Type B helium.

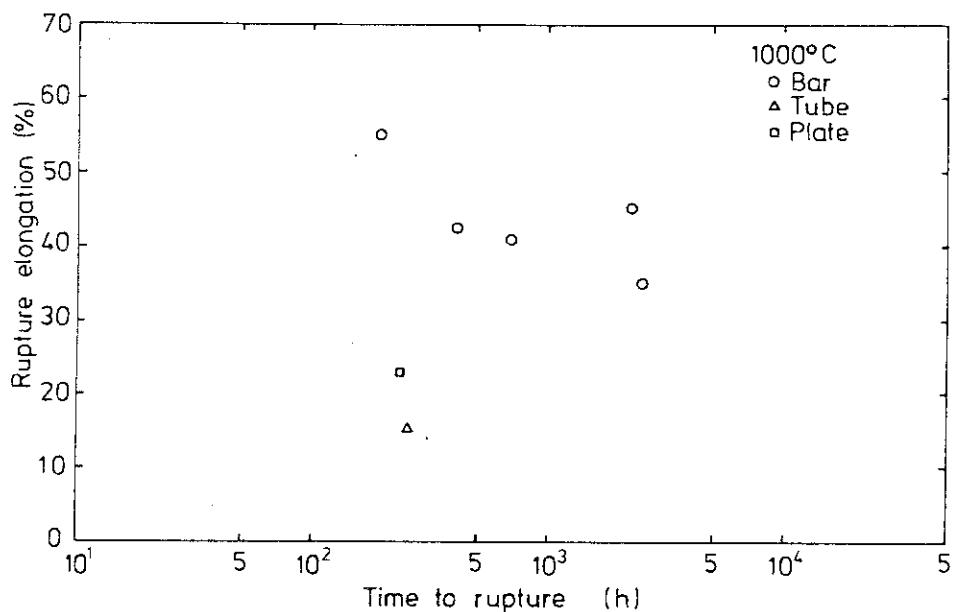


Fig.7.13 Comparison of rupture elongation for Hastelloy alloy XR among three product forms at 1000°C in JAERI Type B helium.

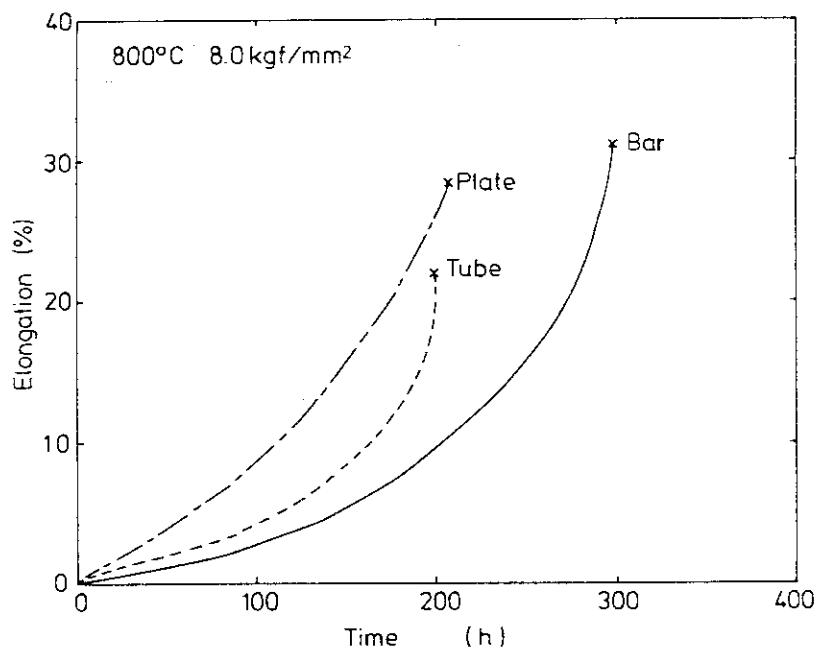


Fig.7.14 Comparison of creep curves for Hastelloy alloy XR among three product forms at 800°C and 8.0 kgf/mm^2 in JAERI Type B helium.

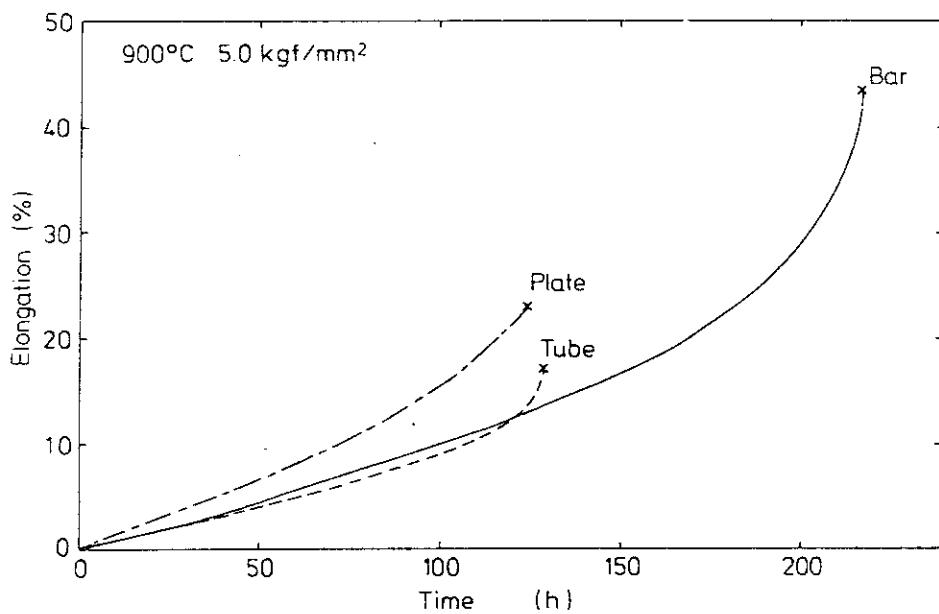


Fig.7.15 Comparison of creep curves for Hastelloy alloy XR among three product forms at 900 °C and 5.0 kgf/mm² in JAERI Type 8 helium.

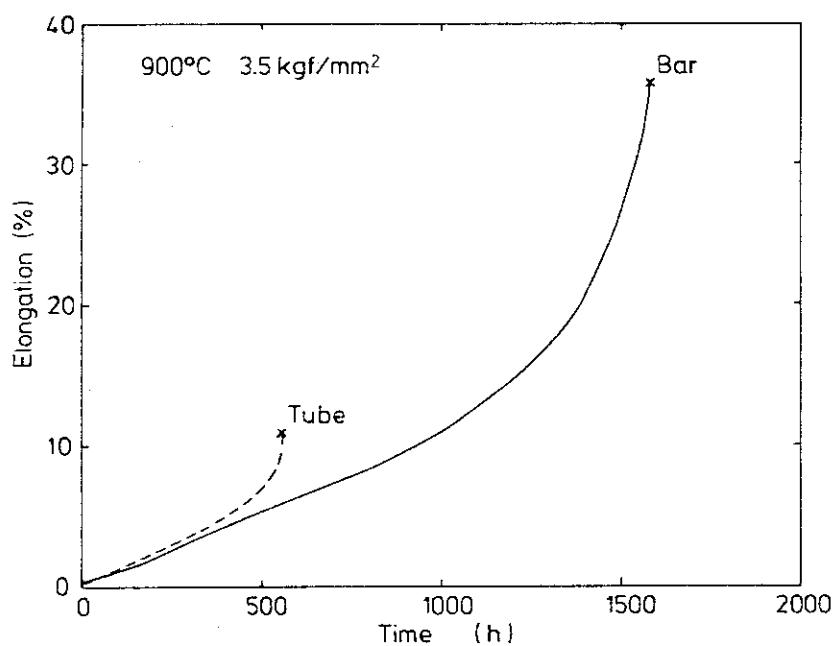


Fig.7.16 Comparison of creep curves for Hastelloy alloy XR between bar and tube materials at 900 °C and 3.5 kgf/mm² in JAERI Type 8 helium.

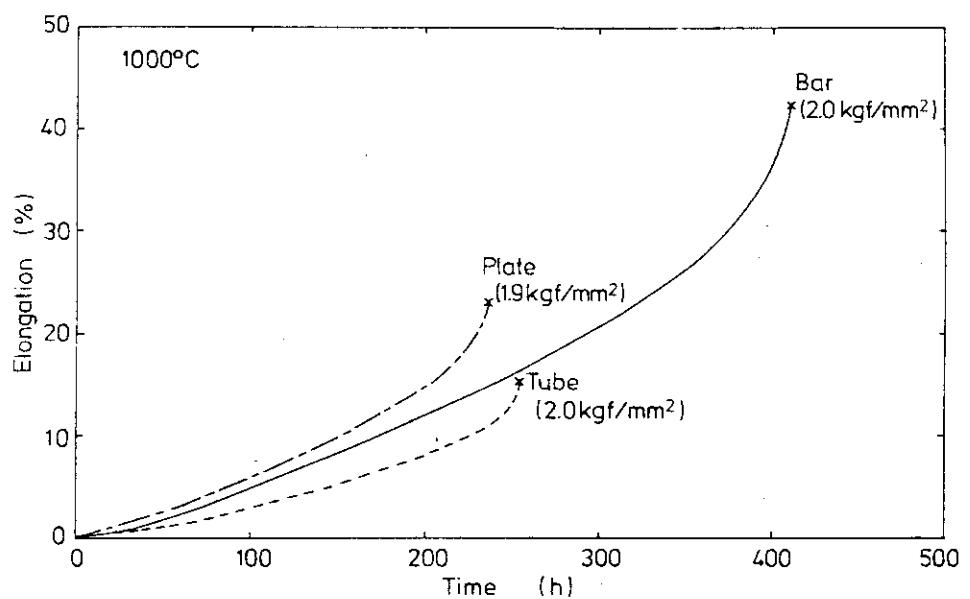


Fig. 7.17 Comparison of creep curves for Hastelloy alloy XR among three product forms at 1000 °C in JAERI Type B helium.

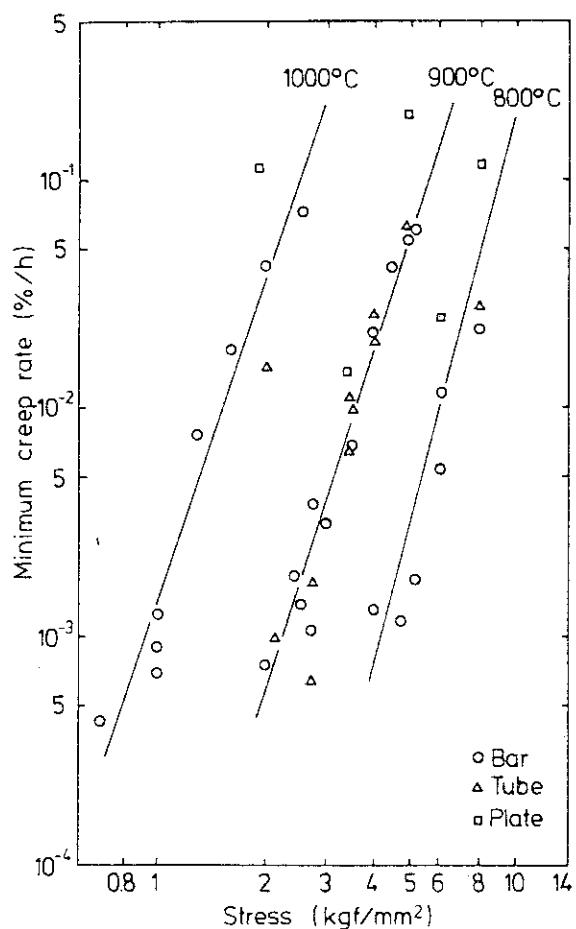


Fig. 7.18 Comparison of minimum creep rate for Hastelloy alloy XR among three product forms in JAERI Type B helium.

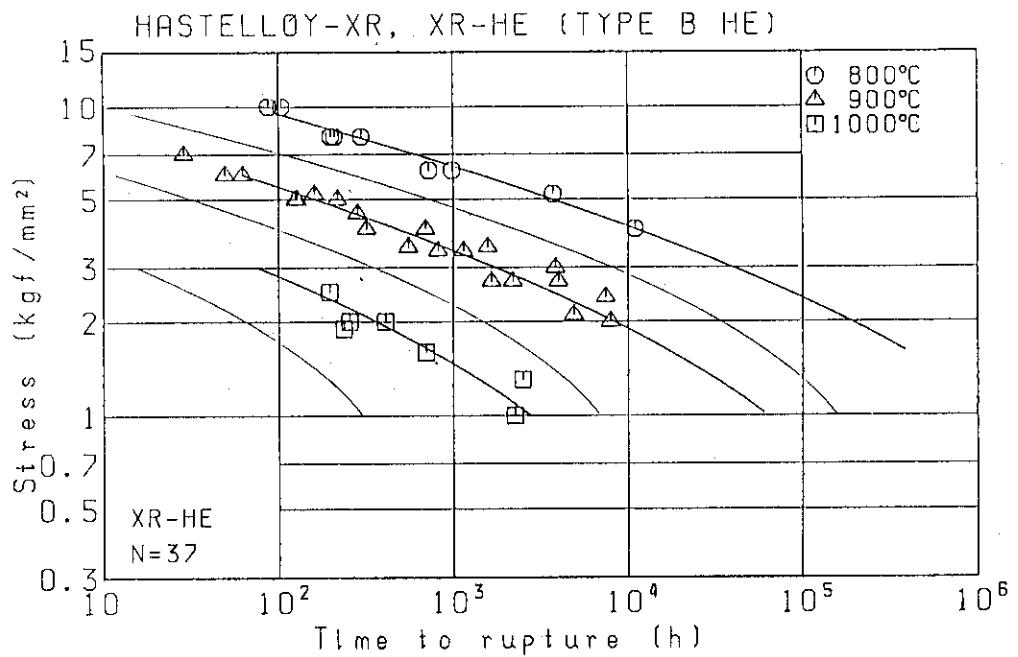


Fig.7.19 Isothermal rupture curves by Manson-Succop parameter fit for Hastelloy alloy XR bar, tube and plate tested in JAERI Type B helium. Thick lines represent the average; thin lines are lower 99% simultaneous tolerance intervals.

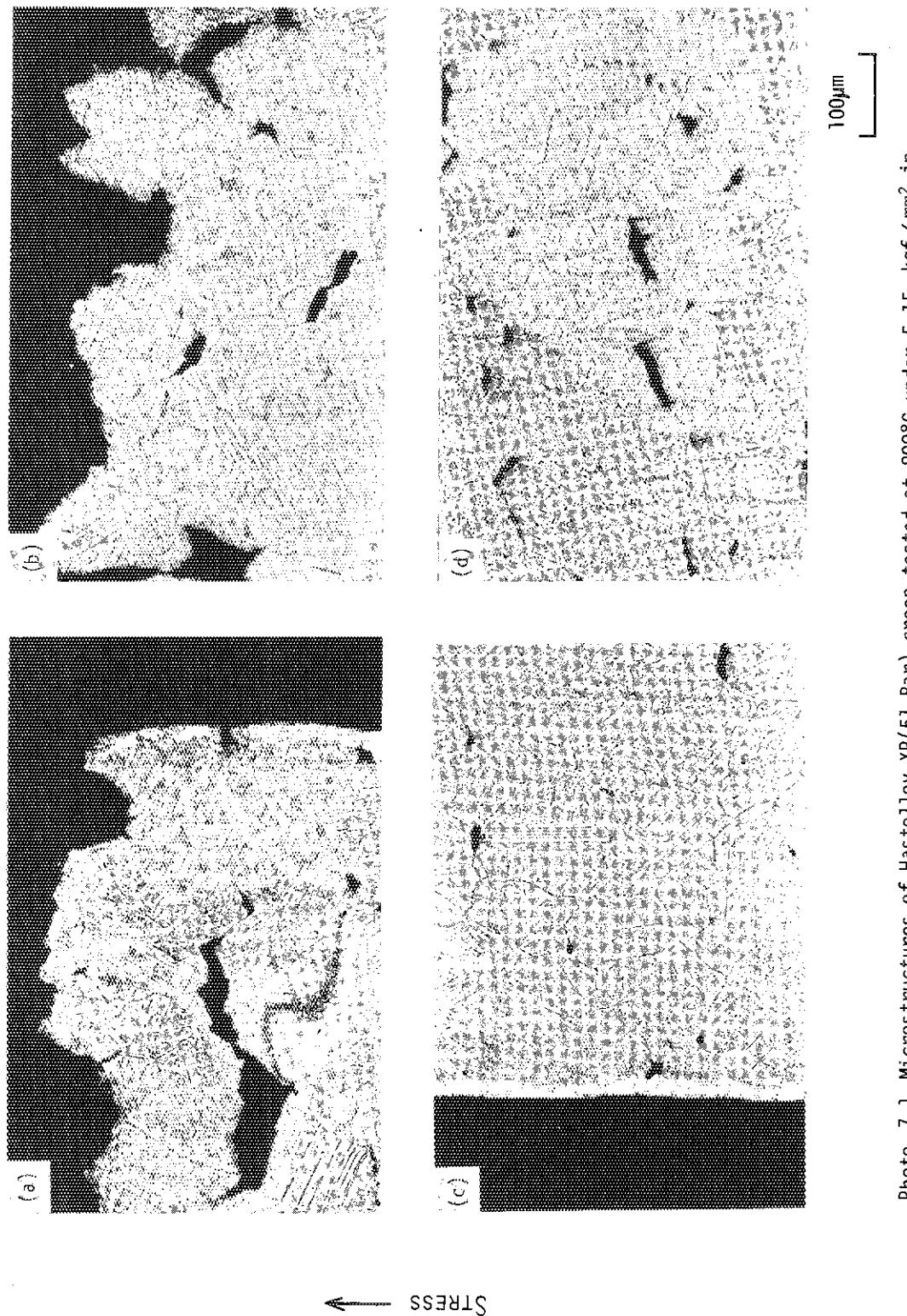


Photo. 7.1 Microstructures of Hastelloy XR(51 Bar) creep-tested at 800°C under 5.15 kgf/mm² in JAERI Type B helium. Time to rupture; 3706.8 h, Rupture elongation; 16.0 %. (a),(b) ruptured regions and (c),(d) about 7 nm from ruptured surface.

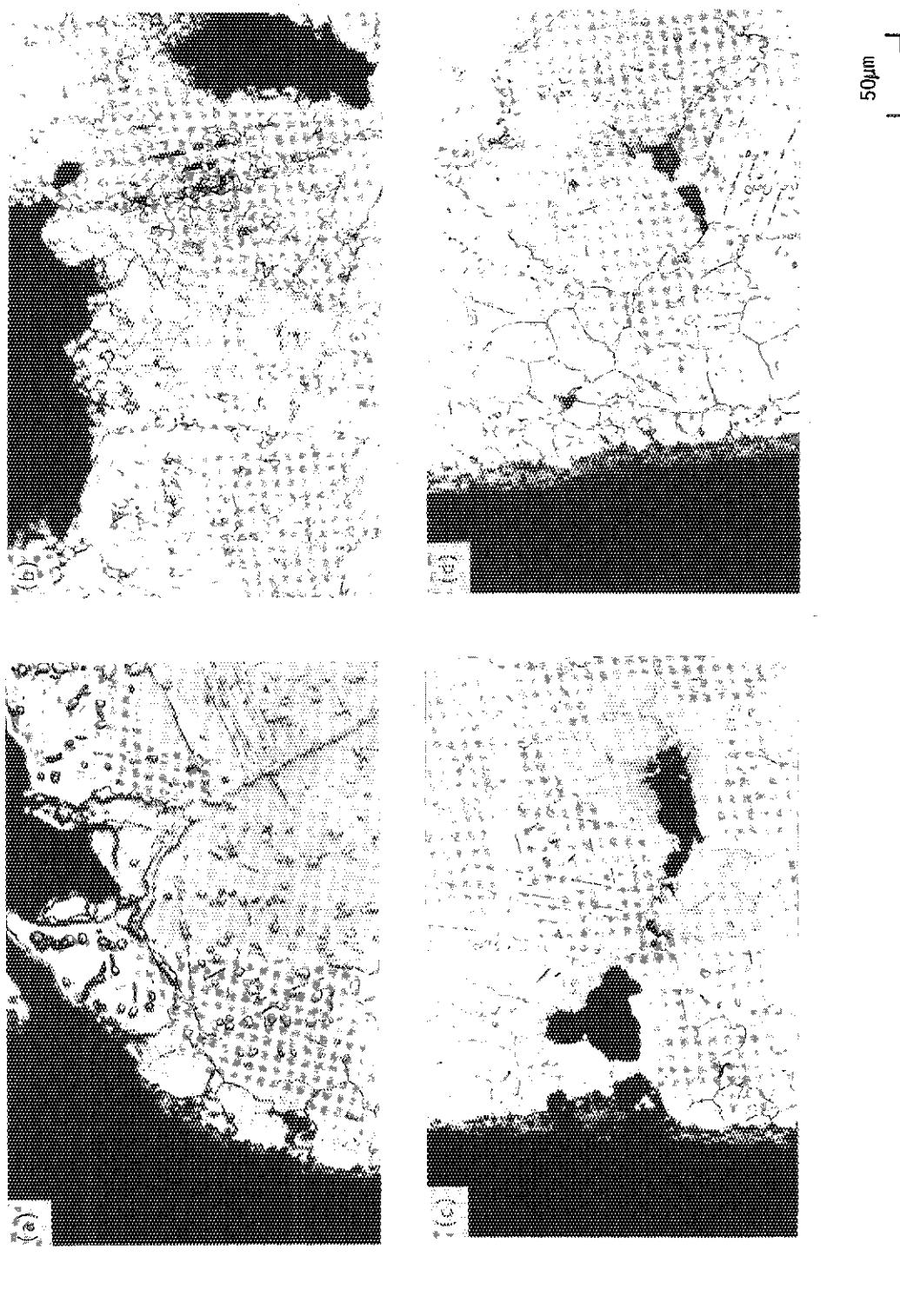


Photo. 7.2 Microstructures of Hastelloy XR(51 Bar) creep-tested at 900°C under 3.0 kgf/mm² in JAERI Type B helium. Time to rupture; 3839.4 h, Rupture elongation; 24.0 %. (a),(b) ruptured regions, (c) about 3 mm from ruptured surface and (d) about 7 mm from ruptured surface.

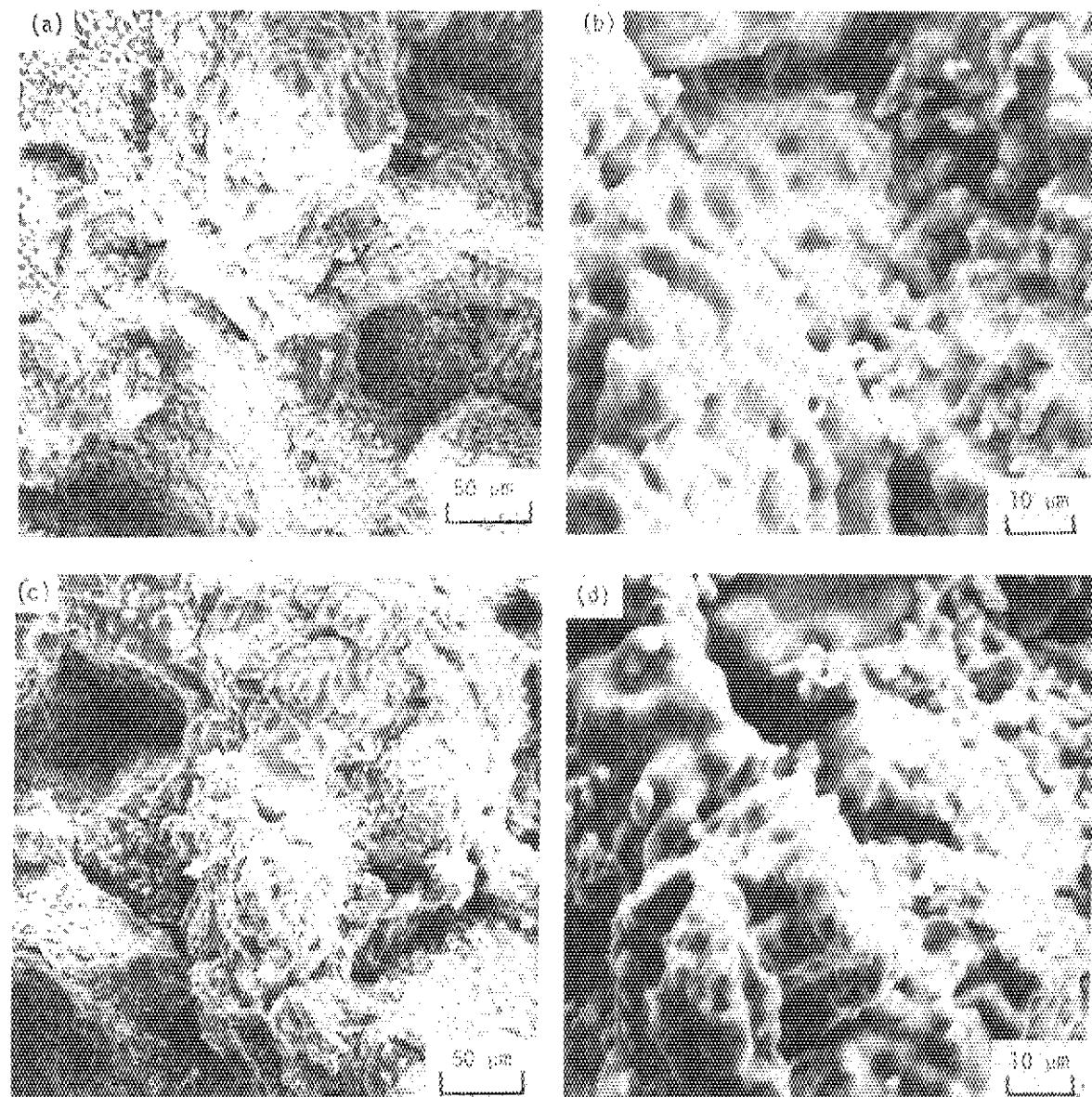


Photo.7.3 SEM fractographs of creep-ruptured Hastelloy alloy XR(51, Bar)

under 3.0 kgf/mm^2 in JAERI Type B helium.

Time to rupture; 3839.4 h, Rupture elongation; 24.0 %

(a),(b); central region, (c),(d); outer region

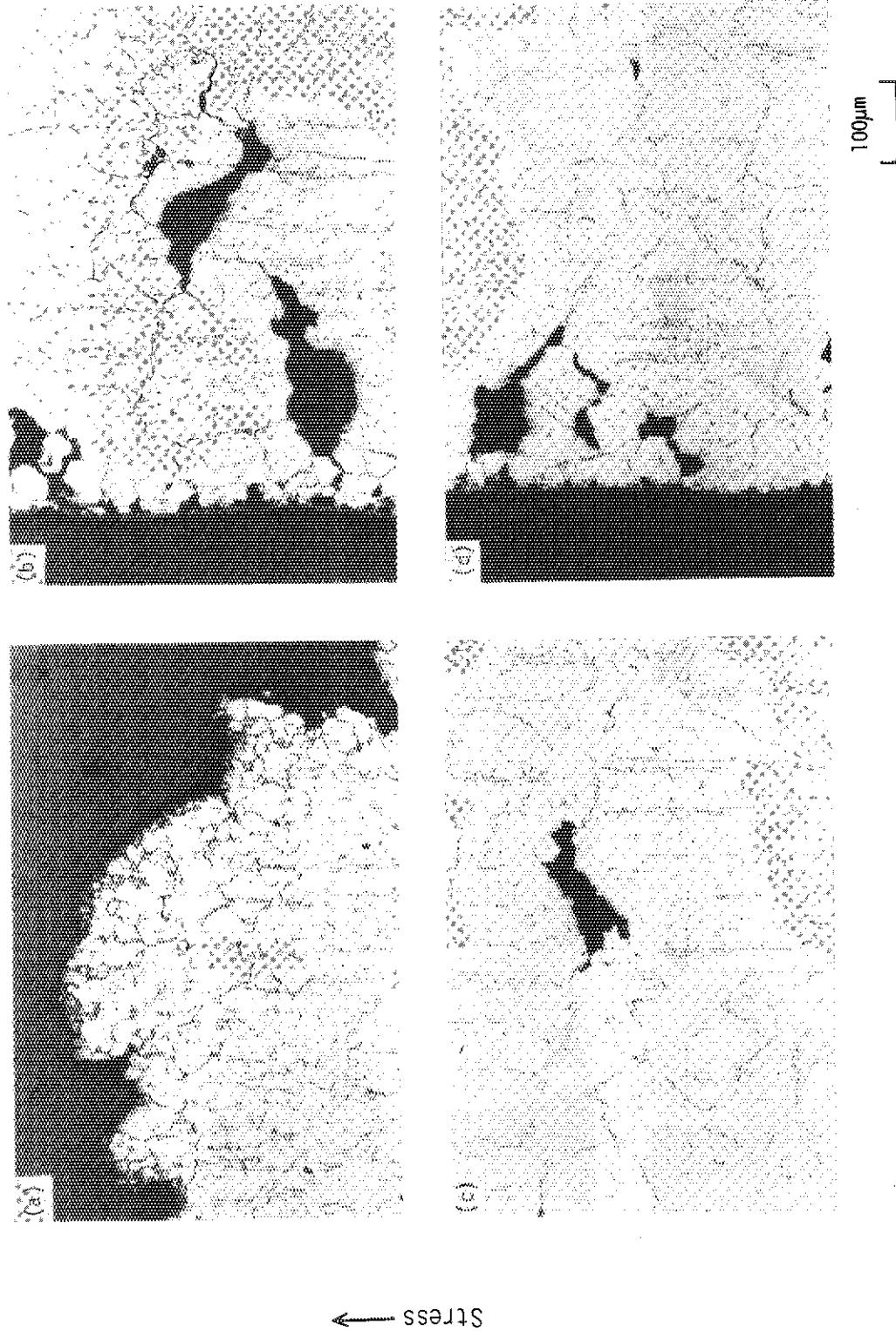


Photo. 7.4 Microstructures of Hastelloy alloy XR(52, Bar) creep-tested at 1000 °C under 1.3 kgf/mm² in JAERI Type B helium. Time to rupture, 2498.3 h, Rupture elongation; 35.3%, (a); ruptured region , (b) and (c); about 3 mm from ruptured surface, (d); about 7 mm from ruptured surface.

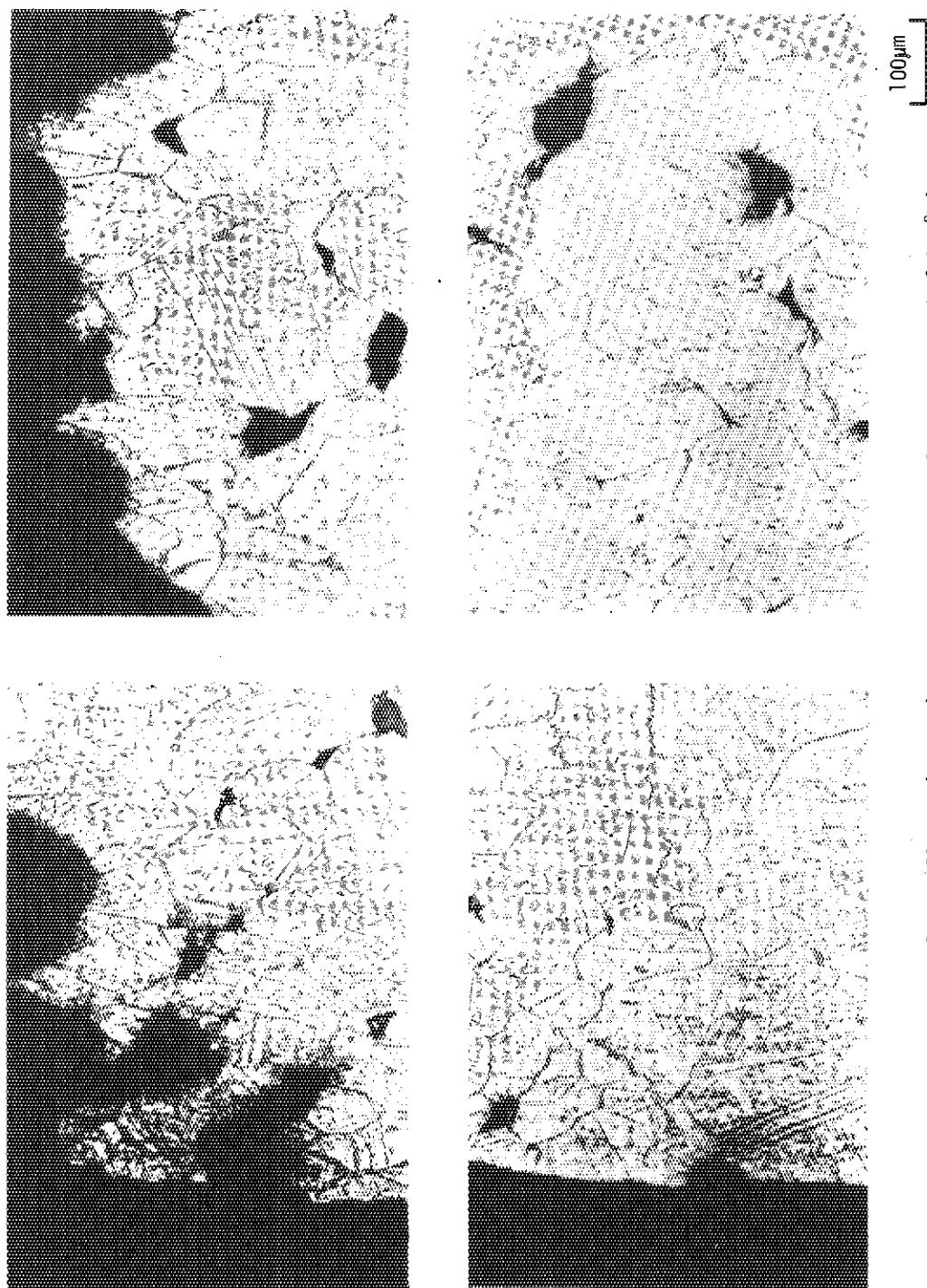


Photo. 7.5 Microstructures of Hastelloy XR(51 Bar) creep-tested at 900°C under 5.0 kgf/mm² in JAERI Type B helium. Time to rupture; 217.8 h, Rupture elongation; 43.3 %. Top; ruptured regions, Bottom; about 3 mm from ruptured surface.

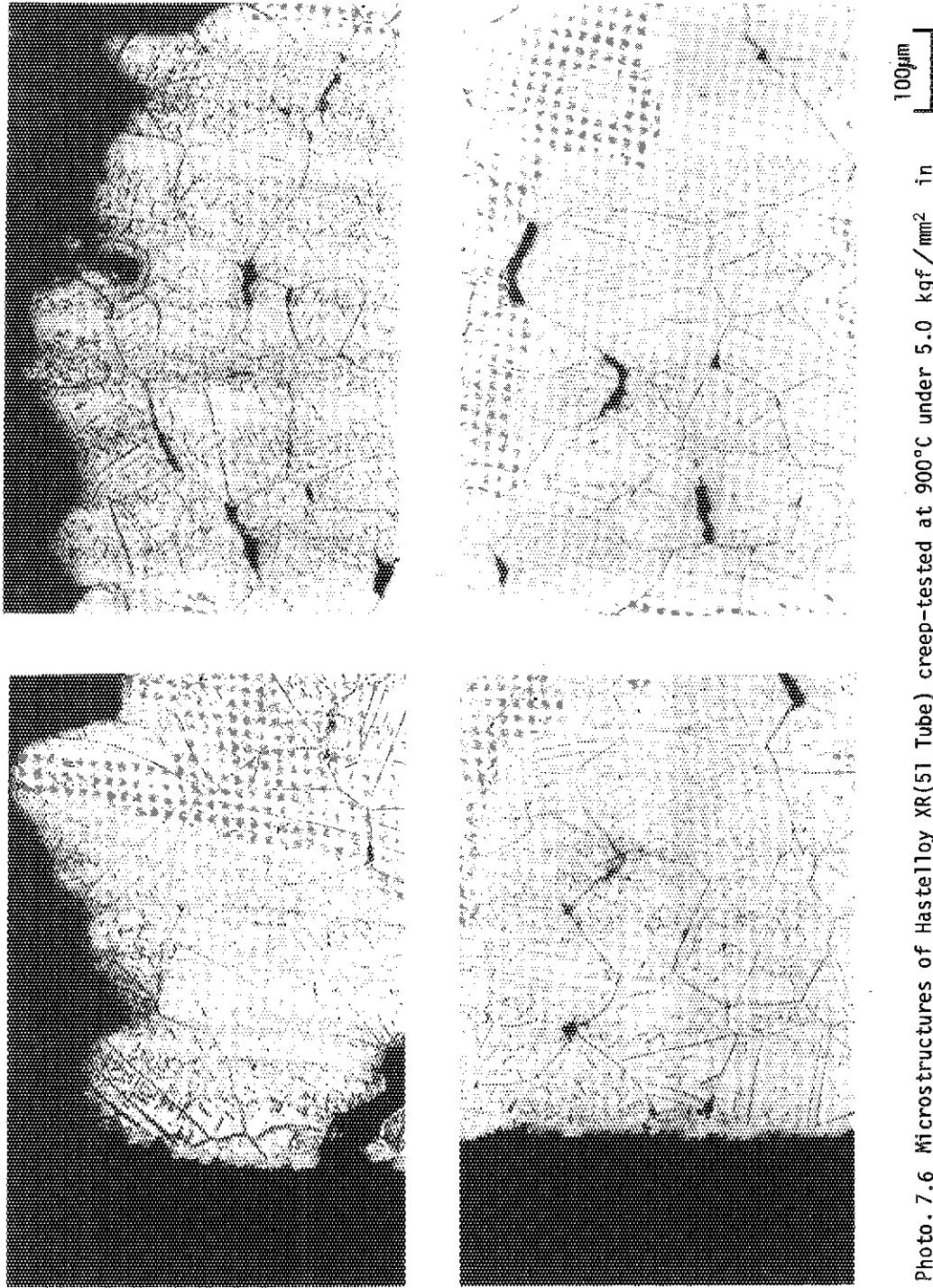


Photo. 7.6 Microstructures of Hastelloy XR(51 tube) creep-tested at 900°C under 5.0 kgf/mm² in JAERI Type B helium. Time to rupture; 128.2 h, Rupture elongation; 17.3 %. Top; ruptured regions, Bottom; about 3 mm from ruptured surface.

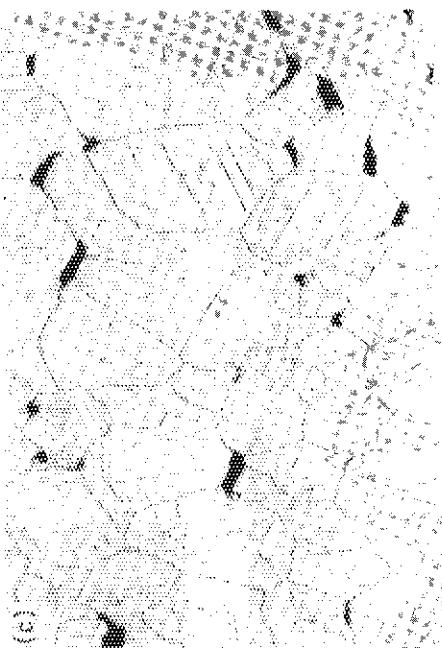
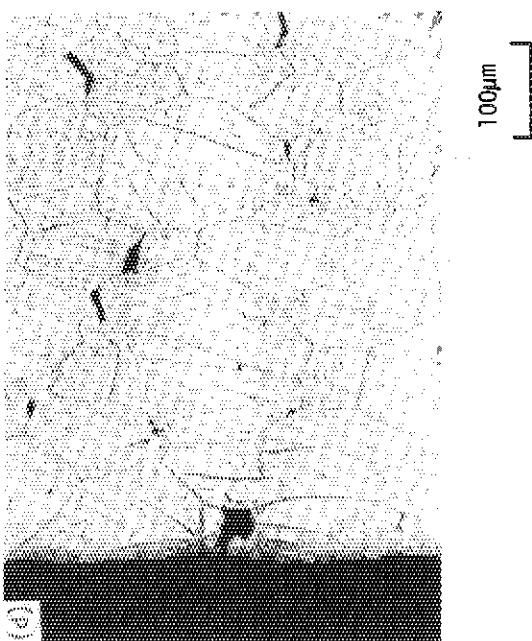


Photo. 7.7 Microstructures of Hastelloy alloy XR(51, p. plate) creep-tested at 900°C under 5.0 kgf/mm² in JAERI Type B helium. Time to rupture; 124.5 h, Rupture elongation; 23.0 %, (a); ruptured region, (b) and (c); about 3 mm from ruptured surface, (d); about 7 mm from ruptured surface.

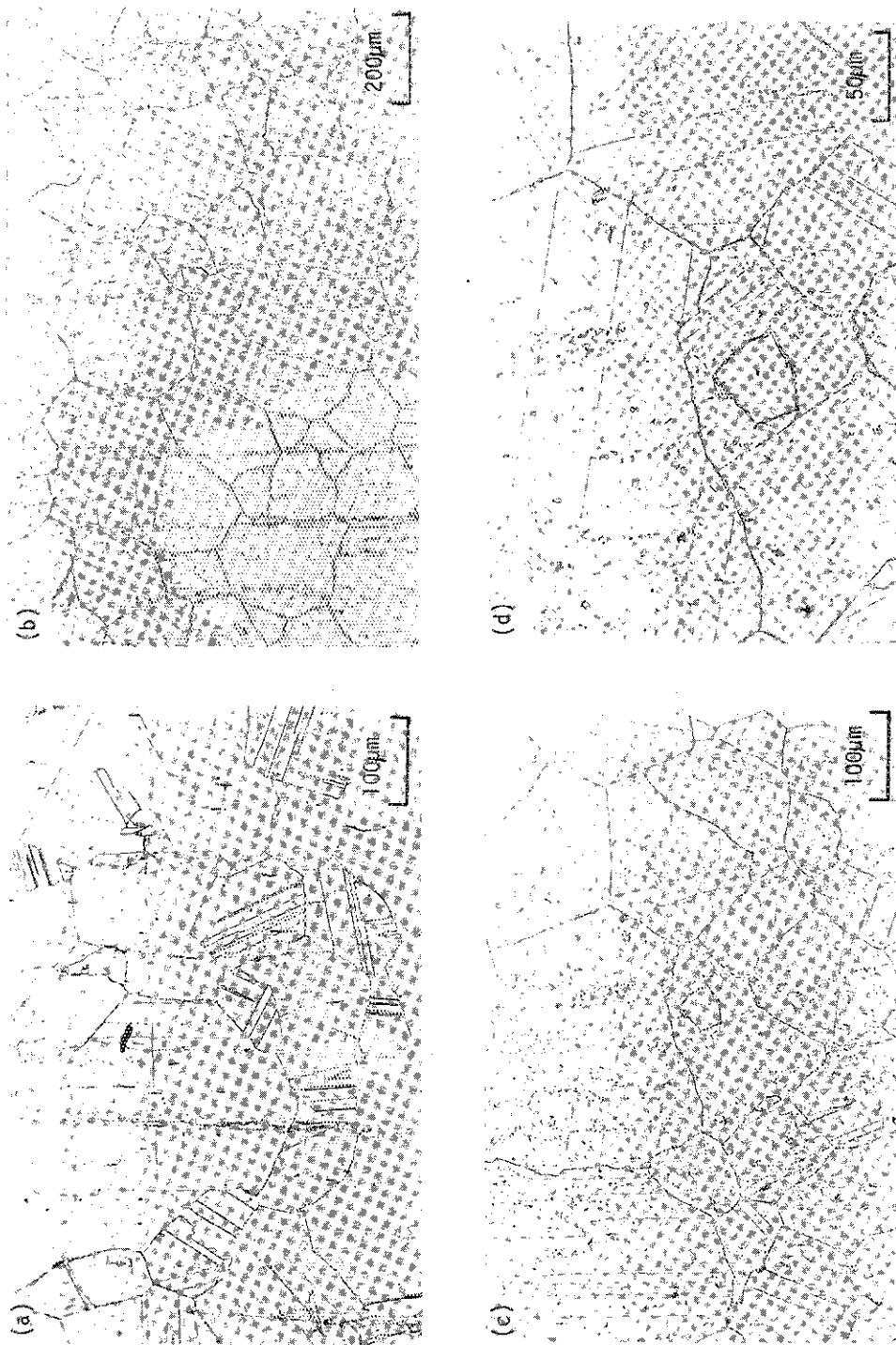


Photo. 7.8 Microstructures of Hastelloy XR(52,Bar). (a) as solution treated, (b)-(d) annealed at 900°C for 100h in vacuum.

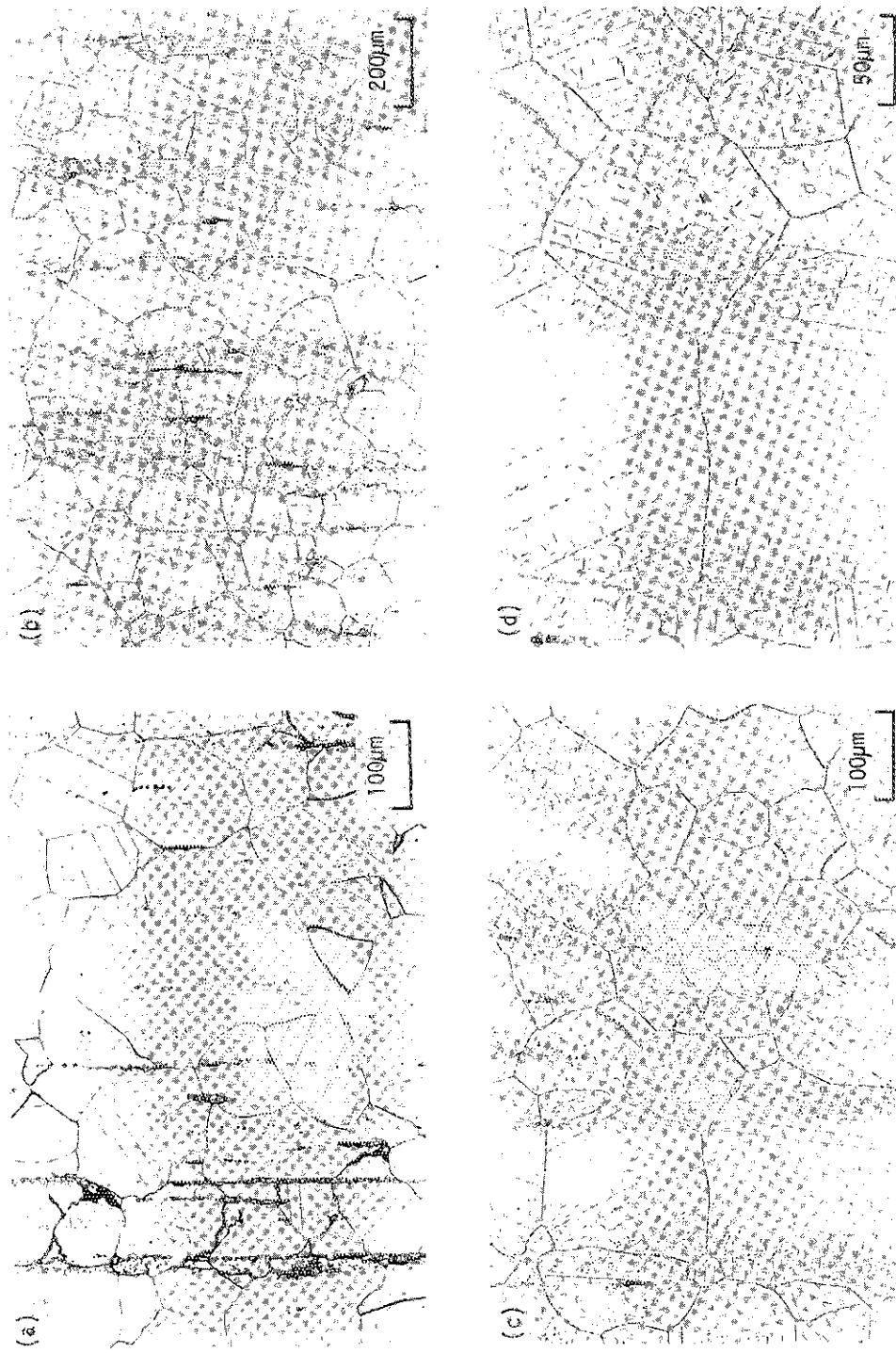


Photo. 7.9 Microstructures of Hastelloy XR(51, Tube). (a) as solution treated, (b)-(d) annealed at 900°C for 100 h in vacuum.

8. 照射後クリープ試験結果

JMTRを利用した高温照射および照射後の試験は、キャプセルの製作、原子炉の運転スケジュール、ホットラボラトリーオンにおける作業工程等に依存するので、試験計画の立案からデータの入手まで約3年はかかる。また当初の計画を途中で変更せざるを得ないこともしばしばである。本試験も以下のような経過を辿り、クリープ試験の終了まで約4年の年月を要した。

①当初の高温照射計画は、JMTRの49, 50サイクル（55年1月18日～2月10日, 55年3月4日～3月29日）を予定しており、これは予定通り終了した。②一方輸送規則の改訂が行われ、旧来のキヤスクでは大洗研から東海研への試料輸送が不可能となった。このため東海研ホットラボラトリーオンにおける照射後試験の見通しが立たなくなってしまった。③そこで代替策として、東海研のJRR-2で照射を実施（56年12月7日～57年5月21日）し、57年6月から8月まで照射後クリープ試験を行った。

照射条件は；原子炉；JRR-2, 照射孔；VT-12, 热中性子照射量； $8.7 \times 10^{20} n/cm^2$, 照射サイクル；56年度#19～57年度#02, 温度；60°C, であった。クリープ試験は、遠隔操作用直荷重型のものである。

Table 8.1に試験データを非照射材の結果と比較して示す。照射による延性の低下が著しいことが明らかである。

Fig. 8.1に応力と破断時間の関係を示す。この範囲では、照射材と非照射材の直線はほぼ平行である。

Fig. 8.2はクリープ曲線の例である。照射によって、強度はさほど変化しないが、延性の低下が著しいことがわかる。これは、照射による寿命の低下が、強度ではなくて延性の低下に起因することを示している。

このような照射による高温の延性低下は、ヘリウム脆化⁴²⁾によると考えられる。すなわち合金中の微量不純物であるB(2.8 ppm, Table 2.1)と熱中性子との(n, α)反応で生成したヘリウムが結晶粒界に集積して気泡を形成し、これが破壊の核形成と伝播に寄与する結果、延性が低下する。ヘリウム脆化に起因する延性低下は高温になる程顕著で、照射後のクリープや引張試験で、破断延性の1%という値は異常ではない。^{43) 44)}

Table 8.1 Effect of neutron irradiation on creep properties of
 Hastelloy alloy XR at 900 °C in air.
 Irrad.; JRR-2, VT-12, 8.7×10^{20} (n/cm², thermal)
 Specimen; 3 dia x 30 G.L.

Stress (kgf/mm ²)	Time to rupture (h)		Rupture elongation (%)		Time to 1% strain (h)	
	Irrad.	Unirrad.	Irrad.	Unirrad.	Irrad.	Unirrad.
6.0	—	47.6	—	16.8	—	6
5.0	19.8	132.8	1.6	12.7	19	19
4.0	45.0	370.1	1.2	11.0	39	—
3.4	—	760.6	—	6.5	—	80
3.4	—	1196.1	—	11	—	130
3.0	45.8	—	0.7	—	—	—
3.0	232.5	—	1.2	—	220	—
2.5	461.4	2679.5	2.0	8.7	267	860
2.4	565.6	—	2.4	—	190	—

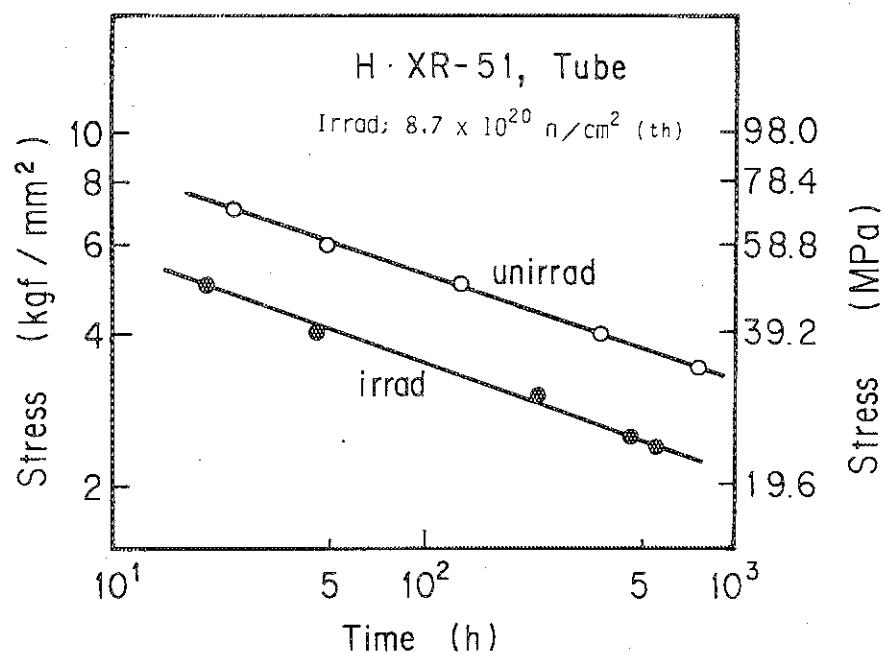


Fig.8.1 Stress versus time to rupture for irradiated and unirradiated Hastelloy alloy XR(Tube) at 900 °C in air

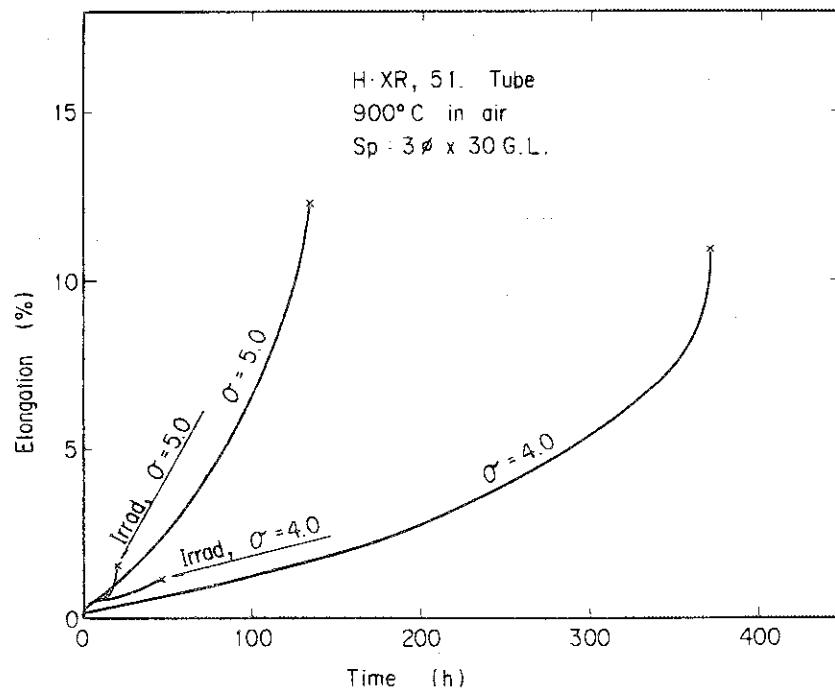


Fig.8.2 Creep curve of irradiated and unirradiated Hastelloy alloy XR(Tube)

9. 霧囲気及び試験片寸法の影響

9.1 霧囲気の影響

(1) 試験結果

VHTR近似ヘリウム中での高温構造物の健全性試験を行う上で、ヘリウム霧囲気の効果を評価することは重要な項目の一つであった。従来、クリープ破断挙動へのヘリウム環境の効果を大気^{27) 38) 45) 46)} 中クリープ破断データと比較した研究^{47) 48)} が行われ、ヘリウム霧囲気効果の有無が論じられてきた。ハスティロイXは、市販の耐熱合金の中ではVHTR近似ヘリウム中の耐食性が比較的優れていることが知られている。ハスティロイXRは、Mn, Si, Al等の成分調整によってハスティロイXのヘリウム中での耐食性を改善したものである^{47) 48)}。そのためハスティロイXRのVHTRヘリウムとの両立性は優れていると考えられるが、以下に本試験におけるヘリウム中と大気中のクリープ破断挙動を比較してみる。

まずFig. 9.1 にヘリウム中と大気中の破断寿命の比較を示す。この図では、ハスティロイXRの棒、管、板材の800, 900, 1000 °Cでの全部の破断データをまとめて示し、そのため製品形状によるばらつきが大きくなっている。霧囲気効果はこの製品形状によるデータのバラツキと区別できないようであるが、製品形状のばらつきを超えるほど大きな霧囲気の効果はないといえる。

しかしながら、長時間での使用環境での材料の健全性を予測するためには、バラツキの少ない材料を用いて霧囲気の影響を明らかにしておくことが必要である。そこで、Fig. 9.2 ~ 9.4 に棒、管、板材から採取したハスティロイXRの破断寿命への霧囲気の影響を比較した。同一の製品形状のハスティロイXRでは、ばらつきの少ない再現性の良いデータが得られているが、板材を除いて、ヘリウム中と大気中で破断寿命に違いはないといえる。板材から採取した試料については、ヘリウム中の破断寿命は大気中に比べ明らかに短かった。

次にクリープ破断伸びに対する霧囲気の効果をFig. 9.5 ~ 9.7 に示す。しばしばヘリウム中では破断延性の低下が起るといわれているが⁴⁹⁾、Fig. 9.5 ~ 9.7 に示すように、同一製品形状の材料では大気中に比べヘリウム中で破断伸びの低下が起るという傾向は認められてはいない。板材については大気中に比べヘリウム中の方が破断伸びは大きい。1000 °Cの大気中長時間試験では、異常クリープの現象が認められ、そのような場合、破断伸びは長時間側で高くなっているが、ヘリウム中でのそれに比較できるデータはまだ得られていない。

クリープ速度は時間および歪で異なっている場合があり、一義的な比較は難しいが、大気中とヘリウム中での最小クリープ速度をFig. 9.8 ~ 9.10 に各製品形状別に比較した。管材のデータは最小クリープ速度がヘリウム中でやや大きい傾向もみられるが、後にクリープ曲線の比較の箇所で述べるように、大気中とヘリウム中の試験機の違いとも考えられ、棒材と管材については、ヘリウム中と大気中で最小クリープ速度はほぼ等しいとみられる。板材に関しては、大気中に比べヘリウム中の方が最小クリープ速度は大きいといえる。

これまで、棒材、管材についてはクリープ破断挙動に霧囲気による違いはみられなかったが、

板材ではヘリウム中では破断寿命が短く、クリープ速度が大きい等の違いがみられた。同一の溶製品より製造した棒、管、板材の中で板材のみヘリウム中で弱いという結果については、ヘリウム環境効果より、同じ板材でも製造条件の変動による金属組織の相違があることが疑われた。大気中で試験した材料に対する金属組織観察の結果では、棒材、管材については結晶粒度(ASTM No.3程度)，金属組織ともヘリウム中で試験したものと同等であったが、板材の結晶粒度は異なっていた。ヘリウム中試験に供した板材の結晶粒度はASTM No.3～4(平均結晶粒径90～120μm)で、3.3に述べたように大気中試験に供した板材は結晶粒度がASTM No.1.3(平均結晶粒径、約230μm)と結晶粒の大きいものであった。³⁷⁾ハステロイXでは結晶粒径が大きくなると、クリープ強度は上昇するが、破断延性は低くなる。これは大気中クリープ破断試験で得られた高クリープ強度と低い破断延性という結果とよく一致している。板材ではヘリウム中でクリープ強度が低いという結果が得られたが、これはヘリウム環境効果に起因するのではなく、ヘリウム中と大気中で用いられた材料の結晶粒度の違いによるものであることがわかった。このように、環境効果を論じる場合、環境中での実験装置、実験条件に注意を払うだけでなく、使用する材料についてもその金属組織因子に十分注意を払う必要がある。

次に棒材と管材について同一の製品形状のハステロイXRについて、ヘリウム中と大気中のクリープ曲線の比較を行った。Fig. 9.11～9.15は同一温度、応力で得られたヘリウム中と大気中のクリープ曲線を示している。Fig. 9.13のように、大気中に比べヘリウム中でクリープ速度がやや大きく、破断時間も短い例もあるが、多くは、最初ヘリウム中でクリープ速度が少し大きいが、破断時間はヘリウム中の方がやや長いというものが多い。最初の部分のクリープ曲線の違いについては、ヘリウム中と大気中クリープ試験機は、チャック部、ヘリウム槽、冷却系等の構造が少し異なっているため、試験機の違いによっているかもしれない。なお、クリープ曲線を厳密に比較するためには、Φ10, G.L. 50mmの試験片を使うべきであろう。また、ヘリウム中で加速クリープ開始が早くなる⁵⁰⁾といったような傾向も認められない。Fig. 9.11～9.15の結果からは、クリープ曲線の形状の上からも、大気中に比べヘリウム中でクリープ性質の劣化はみられないといえる。Fig. 9.16には、現在継続中の試験も含めて、ヘリウム中と大気中での長時間クリープ曲線の比較を示す。比較的短時間のクリープ試験に比べ、長時間クリープ試験ではヘリウム中と大気中でクリープ曲線がかなり違っている例がある。しかしながら、1000°C 1.0kgf/mm²のクリープ試験では、大気中のクリープ曲線を2本のヘリウム中クリープ曲線がはさむような格好になっていて、ヘリウム中試験でのクリープデータの違いも大きくなっている。このように、高温長時間でのクリープ試験では、同一環境中でもクリープデータのばらつきは大きくなり、数少ないデータで大気中とヘリウム中のクリープ曲線を比較し環境効果の有無を論じることは困難である。

これまで、大気中およびヘリウム中で得られたクリープ破断データを直接比較してきたが、クリープ破断データ自体ばらつきを持ったものであるので、TTP法などを用いた統計処理によって客観的な比較を行うことができる。Fig. 9.17は1万時間までのヘリウム中クリープ破断時間を、大気中クリープ破断時間の統計処理によって得られた95%予測区間と比較している。この図では、棒、管、板材を全て含んだ結果を示し、大気中の95%予測区間の巾も広いものになっている。ヘリウム中クリープ破断データはこの大気中での95%予測区間の範囲にあり、製品形状

によるばらつきを含んで比較したとき、破断寿命へのヘリウムの環境効果は認められないといえる。結晶粒度や製品形状によるばらつきを含んだデータでの環境効果の比較は、工業的実用的には意味があると思われるが、ヘリウム環境効果の長期予測や現象面でのヘリウム環境効果を明らかにするためには、製造履歴等によるバラツキの少ないデータを用いて、環境効果を比較することが必要である。そこで、大気中およびヘリウム中でデータ数の多い管材のデータを用いて比較した結果をFig. 9.18に示す。斜線の部分は、管材の大気中クリープ破断時間の95%予測区間である。製品形状によるバラツキがなくなったため、Fig. 9.18ではFig. 9.17に比べ大気中95%予測区間の巾は狭くなっているが、ヘリウム中クリープ破断時間のデータは、この95%予測区間のほぼ中央に入っている。このように、ヘリウム中クリープ破断時間は、数千時間までは、大気中のデータと有意差はないことが示されている。

(2) 考察

次に、これまでの研究で得られたクリープ破断挙動が大気中とヘリウム中で数千時間までは有意差が認められないという結果について、簡単に考察を加える。従来、クリープ挙動に及ぼすヘリウム環境の効果として、主としてヘリウム環境中で起こる酸化と脱浸炭現象が指摘されてきた。ヘリウム中での両立性が劣っているといわれるインコネル617では、大気中に比べヘリウム中のクリープ性質の劣化も報告されている。⁴⁶⁾高温ガス炉近似ヘリウム中で起る酸化は低酸化ポテンシャルの点で特徴があり、316ステンレス鋼やインコロイ800のヘリウム中でのクリープ破断寿命の低下は、ヘリウム中と大気中での酸化が異なっていてヘリウム中での酸化はより選択的で粒界浸食を起すためであるといわれてきた。⁴⁵⁾ヘリウム環境中の腐食の研究では、ヘリウム中の不純物組成^{51) 52)}、合金中のAl, Tiのような活性な微量元素の存在^{47) 48)}、ガス流速等⁵³⁾が腐食反応に影響を与える因子であることがわかつってきた。これらの因子は、ヘリウム中のクリープ挙動に及ぼす腐食の影響を考慮する際に重要な役割を果すと考えられるが、この研究はこの点に十分注意を払った実験条件下で、ヘリウム中クリープ試験を行ったものである。原研B型ヘリウム中でクリープ破断した試料の金属組織観察の結果では、ハステロイXRは腐食試験で示されたようなMnCr₂O₄とCr₂O₃からなる均一な酸化皮膜を持ち、またAl, Ti等を極力減したことにより、内部酸化はほとんど起っていない。ヘリウム中の酸化によって脱クロム層が形成されていくが、ヘリウム中クリープ挙動に及ぼす脱クロム層の影響が、田村らによって解析された。⁵⁴⁾その結果によれば、Φ6の試験片で、表面反応のない仮想条件での10⁴時間の破断寿命は、原研B型ヘリウム中では800～1000°Cで高々10%程度の減少であると評価された。このように、ハステロイXRはヘリウム中の耐食性がよいため、酸化によるクリープ性質の劣化は非常に少ないといえる。

次にヘリウム環境効果の原因として、脱浸炭現象が指摘されているが、原研B型ヘリウム中でクリープ破断したハステロイXRの炭素分析結果は、Fig. 9.19に示されるように、800～1000°Cで浸炭が起こっていることを示している。浸炭量は、800, 900°Cでは初期に増加し、数百時間で飽和するようにみられるが、1000°Cでは破断時間とともに増加する傾向がみられる。また、浸炭は破断部を含んだ場所では摺み部に近いΦ8の部分よりも大きくなっている。Φ8部の結果は定常クリープ状態あるいは腐食試験の結果とみなすことができ、ヘリウム中ではクリープ変形中に起こる浸炭は、加速クリープ開始後に著しくなることが認められているので、長時間の試験でも定常クリープ状態での浸炭はわずかであることが予想できる。脱炭がクリープ強度を低下させ

ることはよく知られているが^{56) 57)}、ヘリウム雰囲気中で起こる浸炭のクリープ挙動に及ぼす影響については、まだ十分な説明がなされていない。ハステロイ XR は定常クリープ段階での浸炭はわずかであり、またクリープ破断後の浸炭量も比較的低いレベルに抑えられているので、現在まで得られた実験結果では、クリープ挙動に及ぼす浸炭の影響も小さいと考えられる。

ヘリウム中の酸化と脱浸炭について、ハステロイ XR のクリープ挙動への影響を考察してきたが、ヘリウム不純物化学に十分注意を払った実験条件下でクリープ破断試験を行った結果、今回得られた数千時間まではヘリウム中と大気中でほとんど有意差が認められないという結果は、耐食性を改善したハステロイ XR が高温ガス炉近似ヘリウムとの両立性が優れているためであると考えられた。

9.2 試験片寸法の影響

ヘリウム中における腐食は試料の表面から進行するので、腐食がクリープ特性に影響する場合には試験片のサイズ効果が期待される。そこで平行部が $\phi 3 \times 30$ GL と $\phi 6 \times 30$ GL (Fig. 2.1 参照) のものについて、雰囲気の影響を検討した。

Table 9.1 は大気中クリープにおけるサイズ効果を調べた結果である。1000 °C の応力 1.0 kgf/mm² のデータを以外は、両者の間に有意差は認められない。1000 °C, 1 kgf/mm² は異常クリープの起こる条件であって、サイズ効果は明らかであるが、これは金属材料本来のクリープ特性の比較とはいえない。

Table 9.2 は、ヘリウム中における $\phi 6$ と $\phi 3$ のデータを比較したものである。 $\phi 6$ の方が破断延性が若干高く、破断寿命もやや長い。しかしこの程度の差では有意差とは言えない。田村ら⁵³⁾は表面の Cr 欠乏層の形成が強度低下の唯一の原因であると仮定して、ハステロイ XR を 900 °C で 10⁵ h 使用した場合に、板厚が 4 mm 以上であれば環境劣化は無視できると推定している。

試験片の寸法効果を詳しく検討するには、試験片の採取位置や相似則を考慮に入れる必要がある。⁵⁸⁾ 材質の均一性を確保するうえでは、丸棒の場合は芯の近くは除外した方がよい。本試験では材質が丸棒より均一な管材から $\phi 6$ と $\phi 3$ の試料を採取した。 $\phi 6$ と $\phi 3$ の試験片の平行部はともに 30 であり、この点では相似則をみたしていない。試験片の径を細くすると工作精度が問題になる。 $\phi 6$ の試験片では平行部で ± 0.01 mm 程度の精度は確保されているが、 $\phi 3$ の場合は切削時に試料が曲がり易く ± 0.01 の精度を確保するのはやや困難である。さらに細径の試料では試験荷重の精度にも問題がある。これらの点を考慮すれば、細径の場合 $\phi 4$ 位が限度であろう。

Table 9.1 Effect of specimen diameter on creep properties of Hastelloy alloy XR
 (51, Tube) tested in air at NRIM.
 Specimen; 6φ × 30 G.L., 3φ × 30 G.L.

Temp °C	Stress (kgf/mm ²)	Time to rupture (h)		Rupture elongation (%)		Reduction of area (%)	
		6 φ	3 φ	6 φ	3 φ	6 φ	3 φ
800	4.0	6455.7	5070.1	7.7	5.9	12.7	9.8
900	4.0	412.9	377.4	11.0	8.9	18.6	14.3
900	2.0	6434.7	6821.1	8.1	8.6	9.5	13.9
1000	2.0	* 316.9	265.8	15.1	13.9	12.3	17.7
1000	1.0	2124.8	6610.7	18.4	45.1	8.4	23.5

*; stress 1.9 (kgf/mm²)

Table 9.2 Effect of specimen diameter on creep properties of Hastelloy alloy XR(51, Tube)
 in JAERI type B Helium.
 Specimen; $6\phi \times 30$ G.L., $3\phi \times 30$ G.L.

Stress kgf/mm ²	Time to Rupture (h)		Rupture Elongation (%)		Reduction of Area (%)		Secondary Creep Rate (%/h)	
	6ϕ	3ϕ	6ϕ	3ϕ	6ϕ	3ϕ	6ϕ	3ϕ
7.0	28.6	24.5	35	28.2	30.6	25.5	4.9×10^{-1}	6.5×10^{-1}
6.0	49.3	47.6	25.8	16.8	22.7	14.2	3.2×10^{-1}	2.0×10^{-1}
5.0	128.2	132.8	17.3	12.7	15.9	10.4	9.0×10^{-2}	6.7×10^{-2}
4.0	383.1	370.1	13.7	11.0	11.0	10.0	2.3×10^{-2}	4.8×10^{-2}
3.4	822.8	760.6	16.0	6.5	19.2	7.6	8.7×10^{-3}	
2.7	2205.9		8.3		8.2		3.3×10^{-3}	
2.5		2679.5		8.7		5.3		

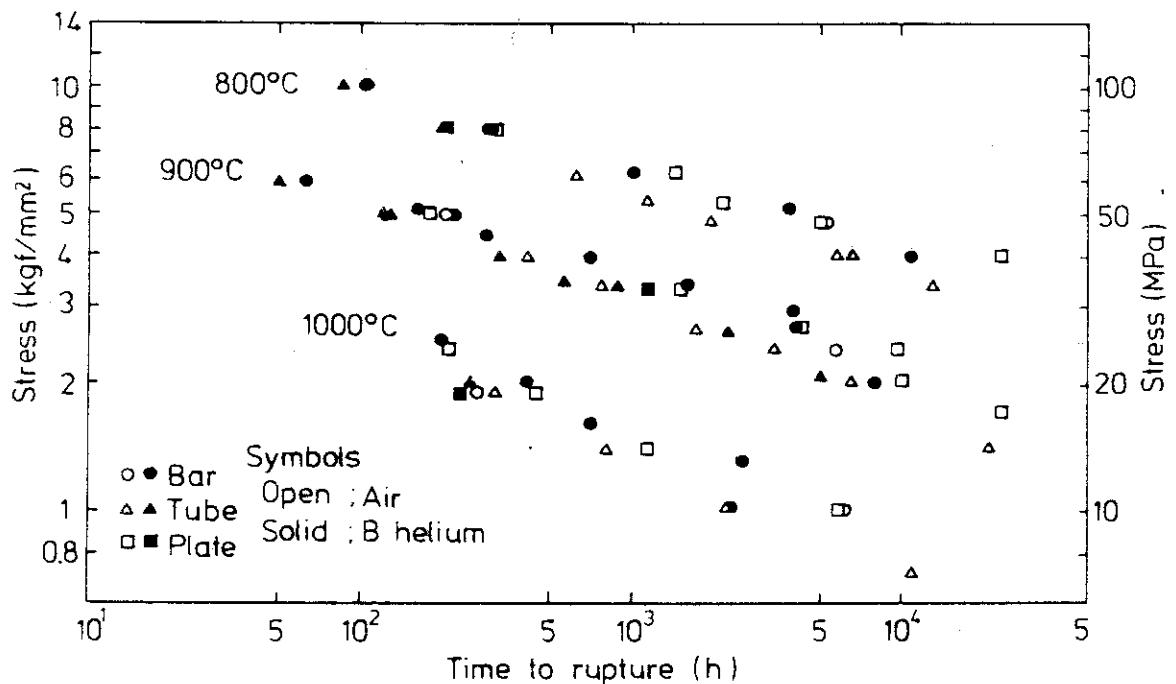


Fig. 9.1 Comparison of creep-rupture data for Hastelloy alloy XR(Bar, Tube, Plate) tested in air and JAERI Type B helium.

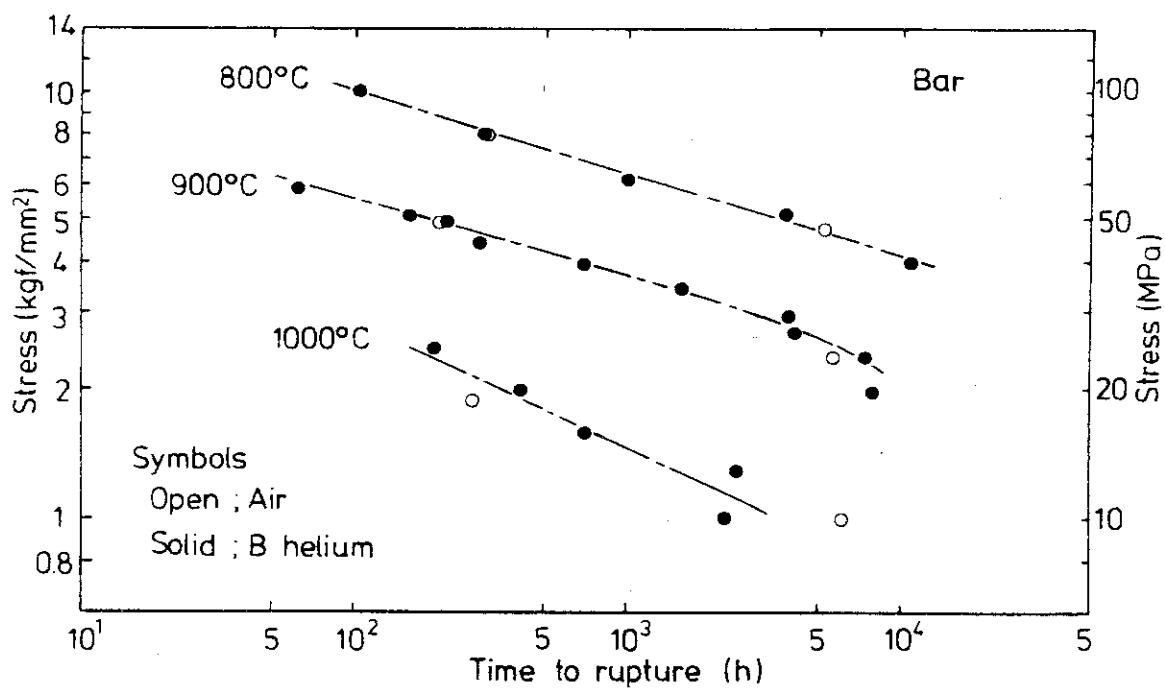


Fig. 9.2 Comparison of creep-rupture curves for Hastelloy alloy XR(Bar) tested in air and JAERI Type B helium.

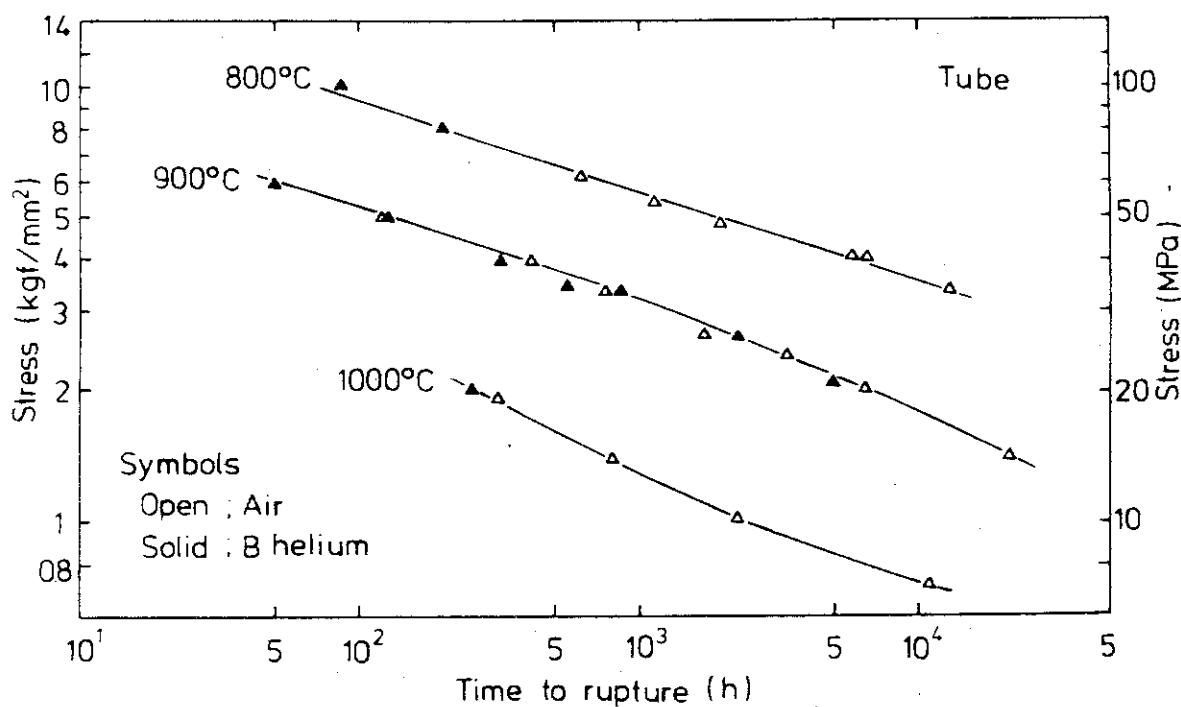


Fig. 9.3 Comparison of creep-rupture curves for Hastelloy alloy XR(Tube) in air and JAERI Type B helium.

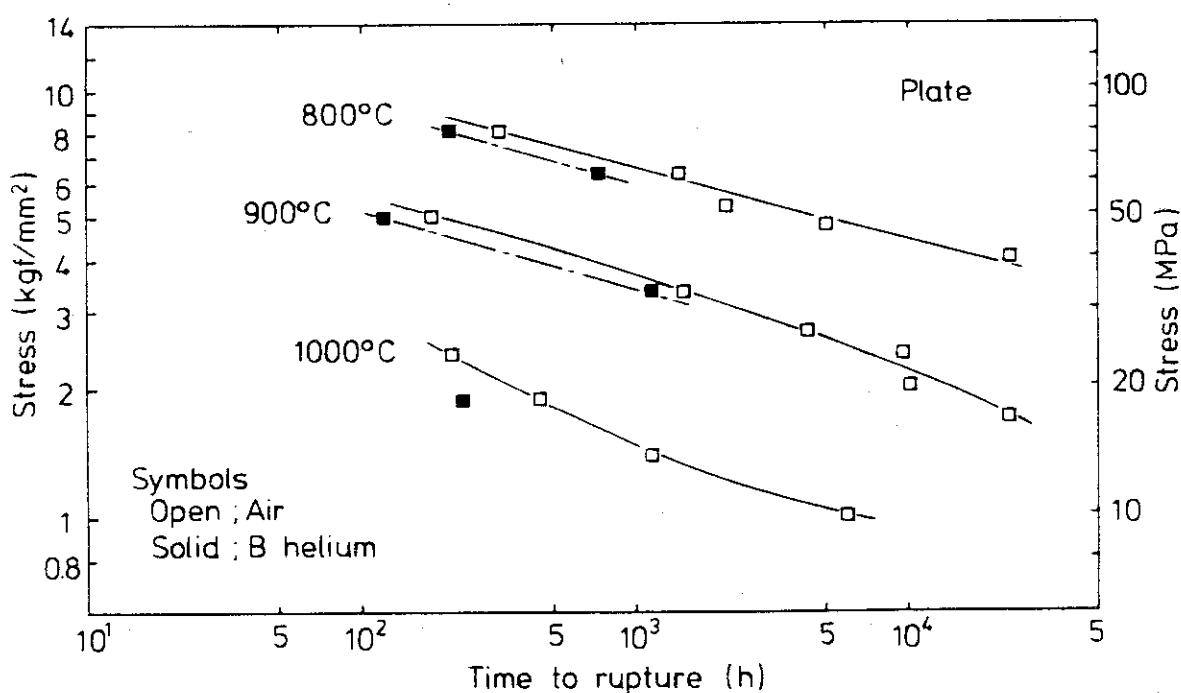


Fig. 9.4 Comparison of creep-rupture curves for Hastelloy alloy XR(Plate) tested in air and JAERI Type B helium.

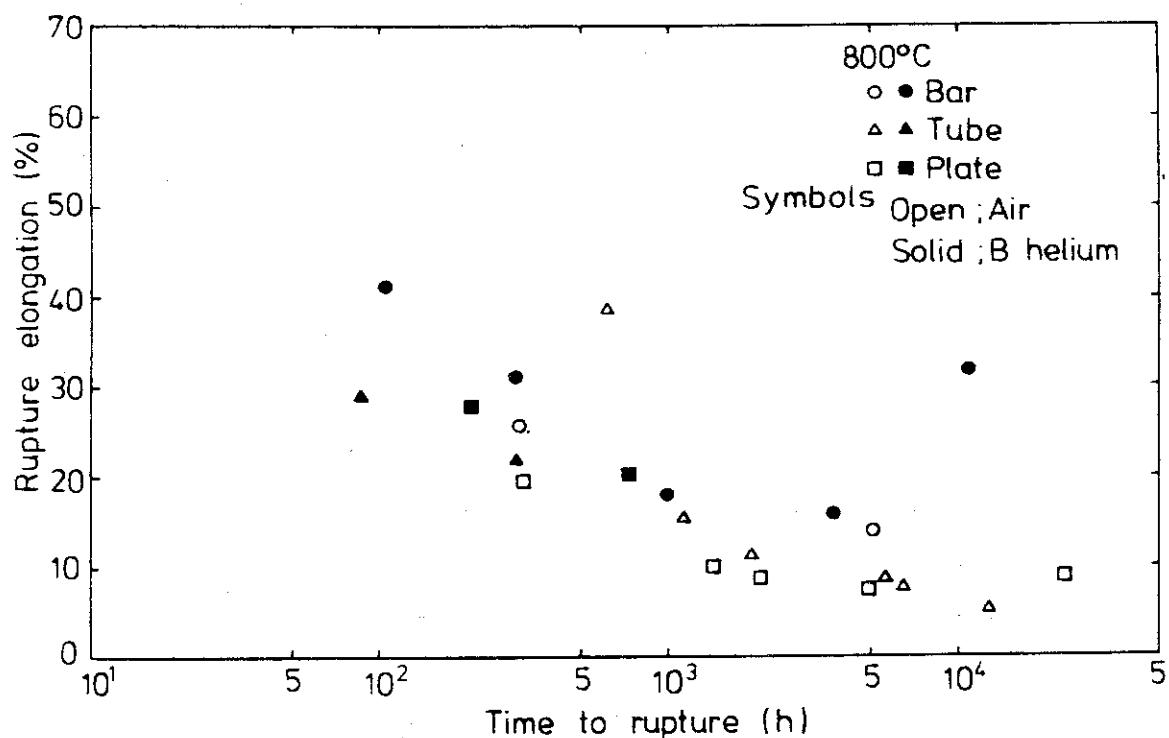


Fig. 9.5 Comparison of rupture elongation for Hastelloy alloy XR(Bar, Tube, Plate) tested at 800 °C in air and JAERI Type B helium.

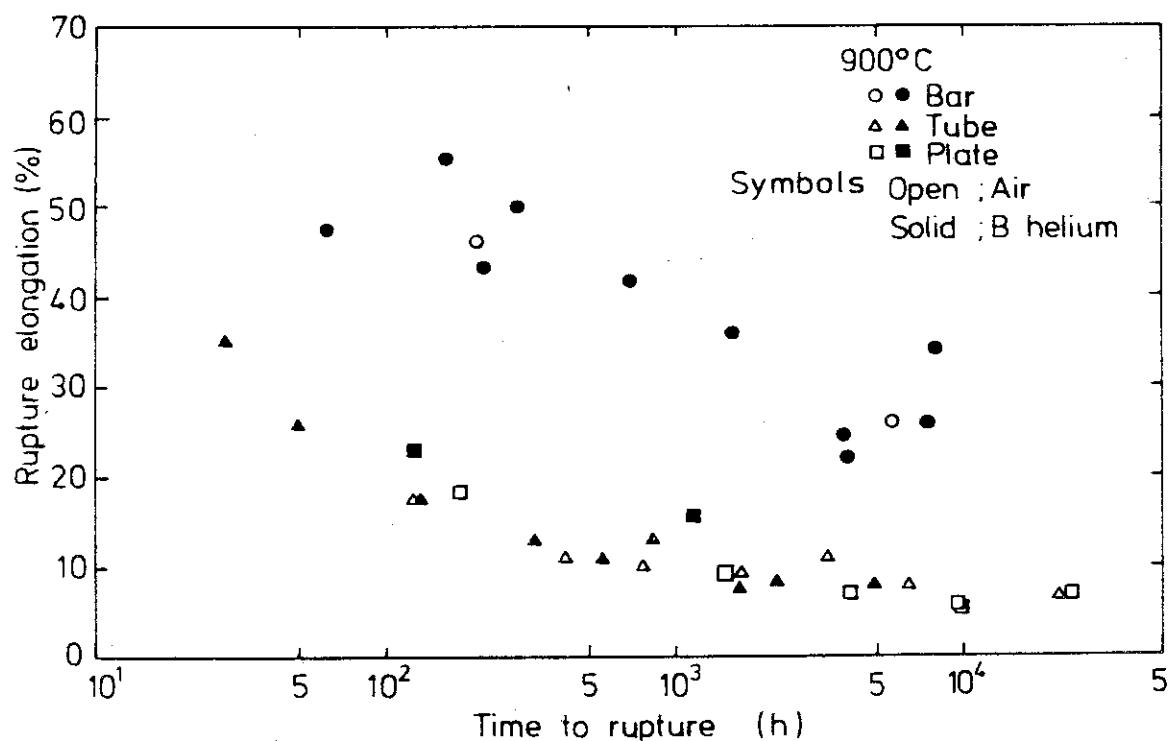


Fig. 9.6 Comparison of rupture elongation for Hastelloy alloy XR(Bar, Tube, Plate) tested at 900 °C in air and JAERI Type B helium.

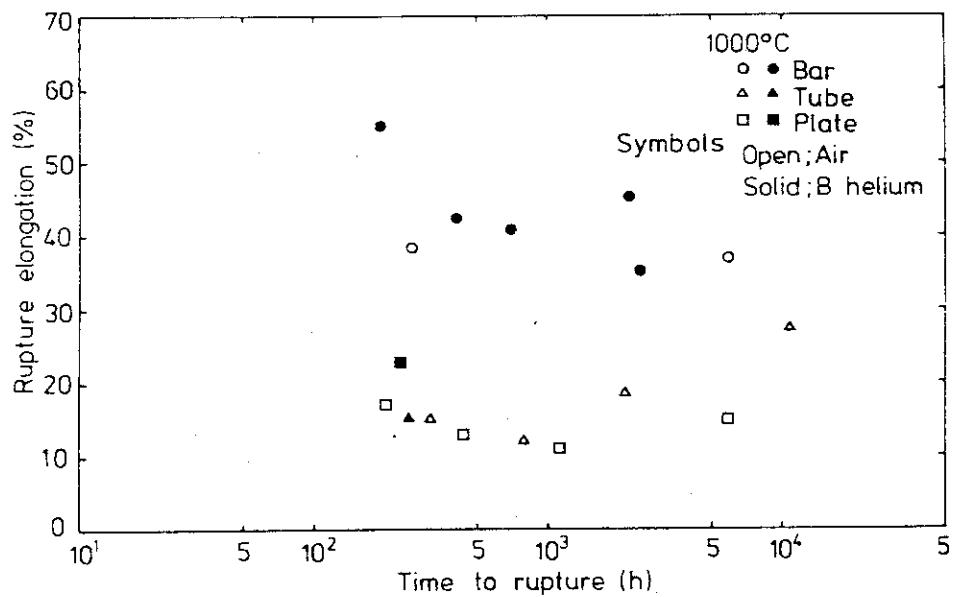


Fig. 9.7 Comparison of rupture elongation for Hastelloy alloy XR(Bar, Tube, Plate) tested at 1000 °C in JAERI Type B helium and air.

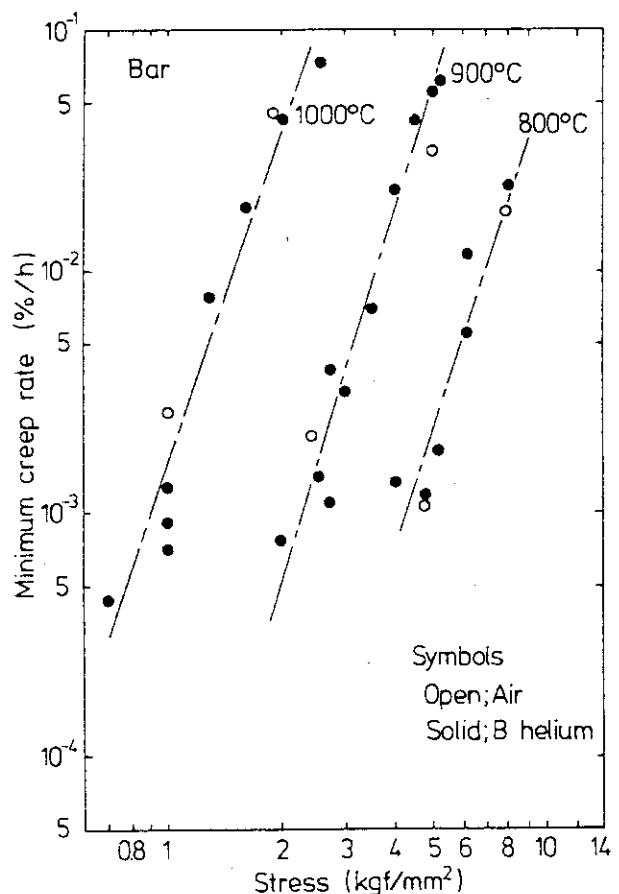


Fig. 9.8 Comparison of minimum creep rate for Hastelloy alloy XR(Bar) tested in air and JAERI Type B helium.

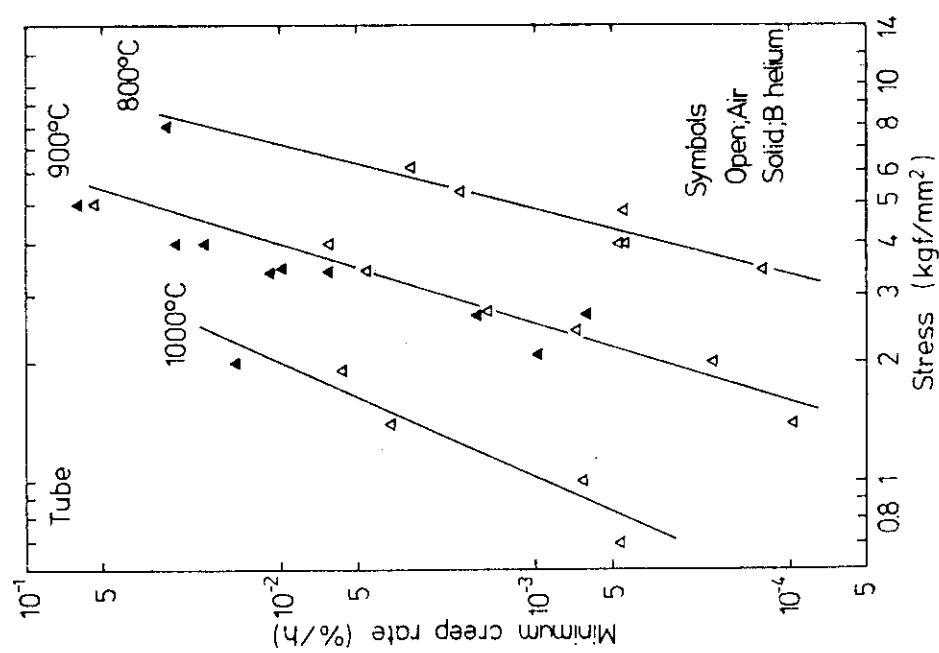


Fig.9.9
Comparison of minimum creep rate for Hastelloy alloy XR(Tube)
tested in air and JAERI Type B helium.

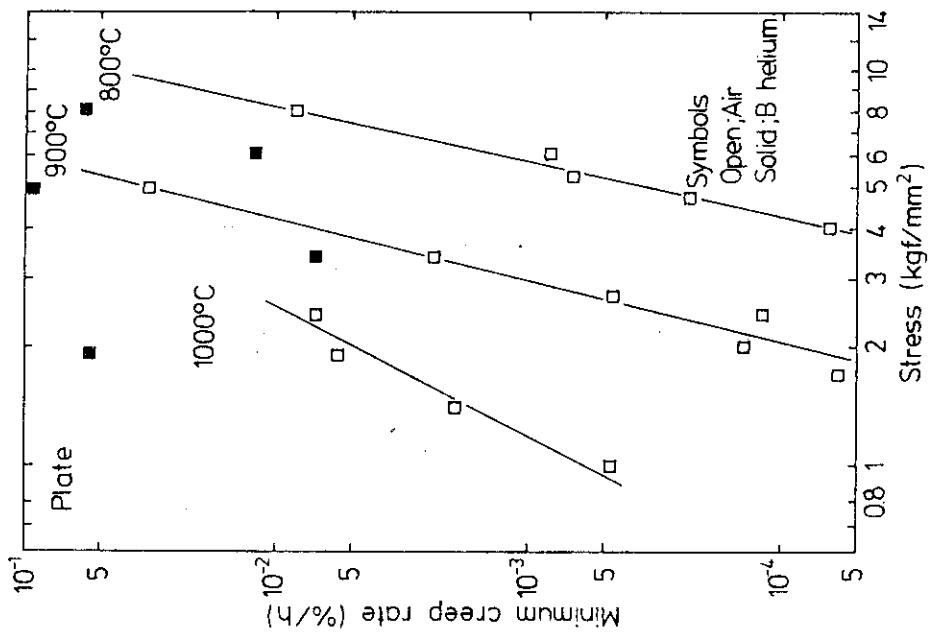


Fig.9.10
Comparison of minimum creep rate for Hastelloy alloy XR(Plate)
in air and JAERI Type B helium.

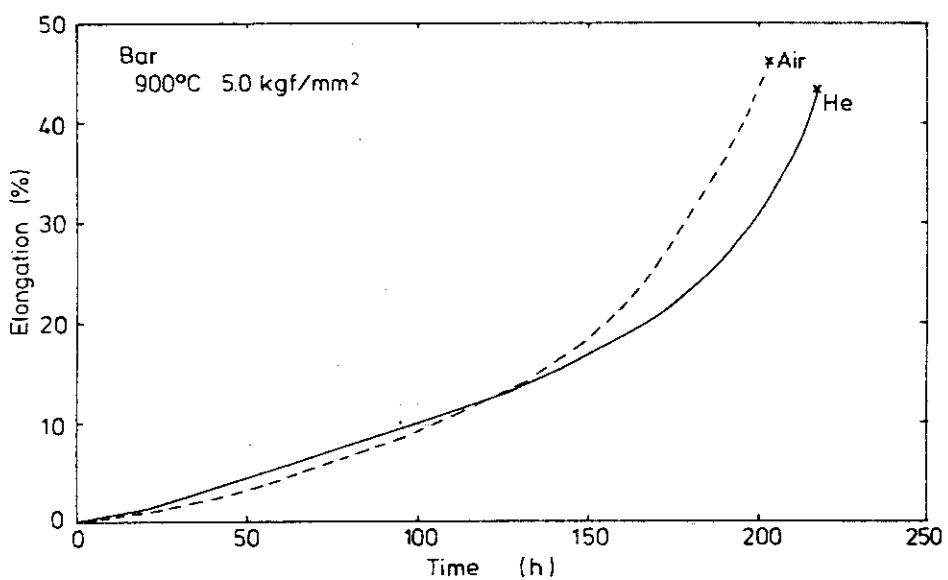


Fig. 9.11 Comparison of creep curves for Hastelloy alloy XR(Bar) tested at 900 °C and 5.0 kgf/mm² in air and JAERI Type B helium.

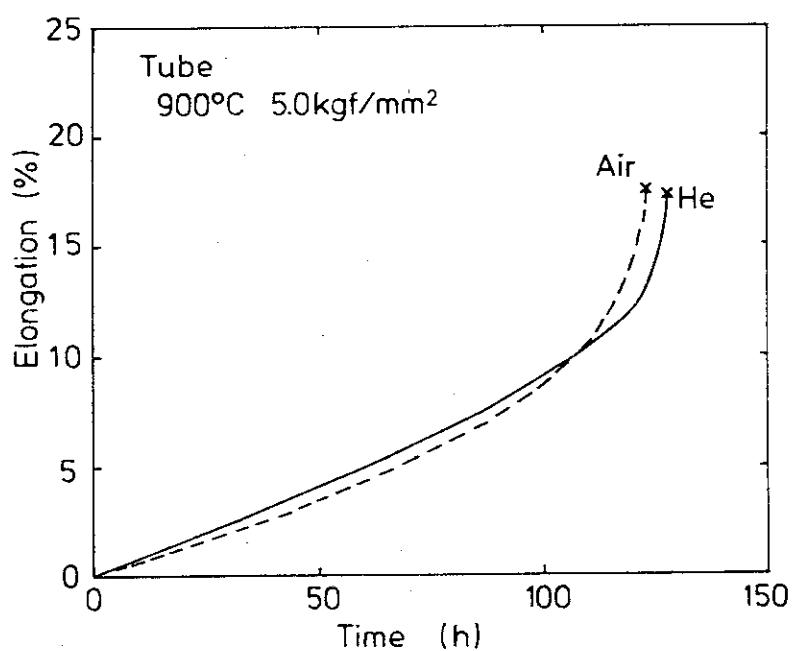


Fig. 9.12 Comparison of creep curves for Hastelloy alloy XR(Tube) tested at 900 °C and 5.0 kgf/mm² in air and JAERI Type B helium.

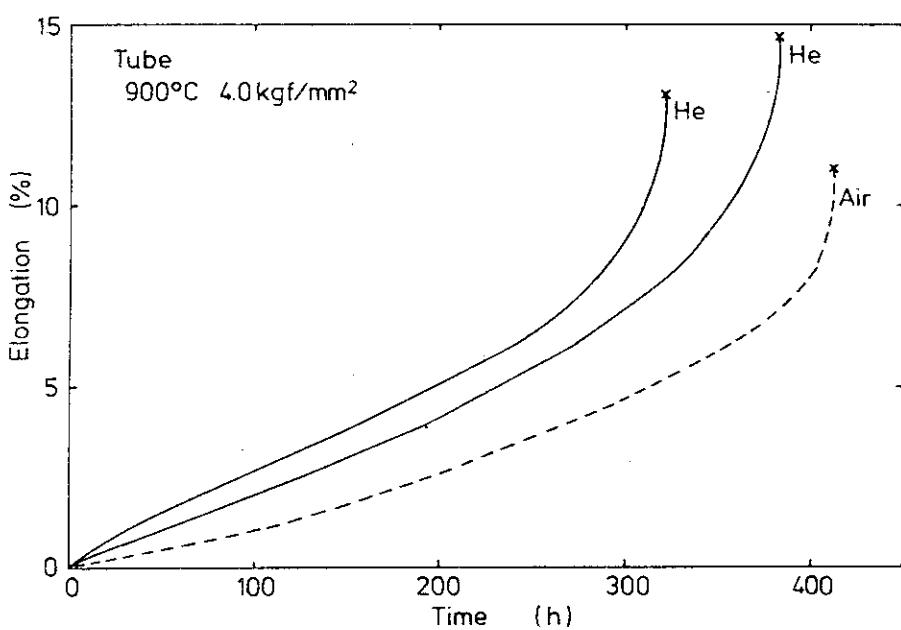


Fig. 9.13 Comparison of creep curves for Hastelloy alloy XR(Tube) tested at 900 °C and 4.0 kgf/mm² in air and JAERI Type B helium.

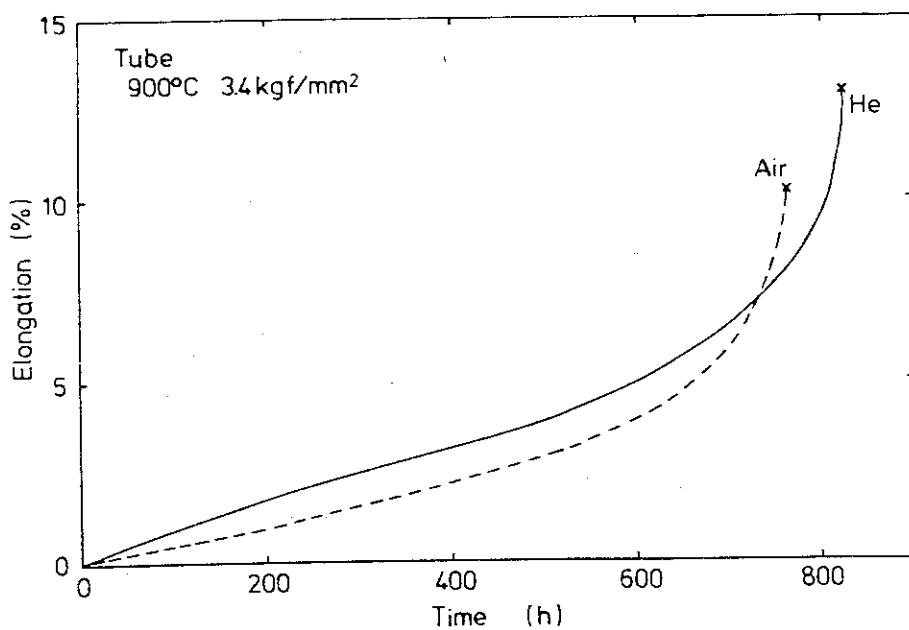


Fig. 9.14 Comparison of creep curves for Hastelloy alloy XR(Tube) tested at 900 °C and 3.4 kgf/mm² in air and JAERI Type B helium.

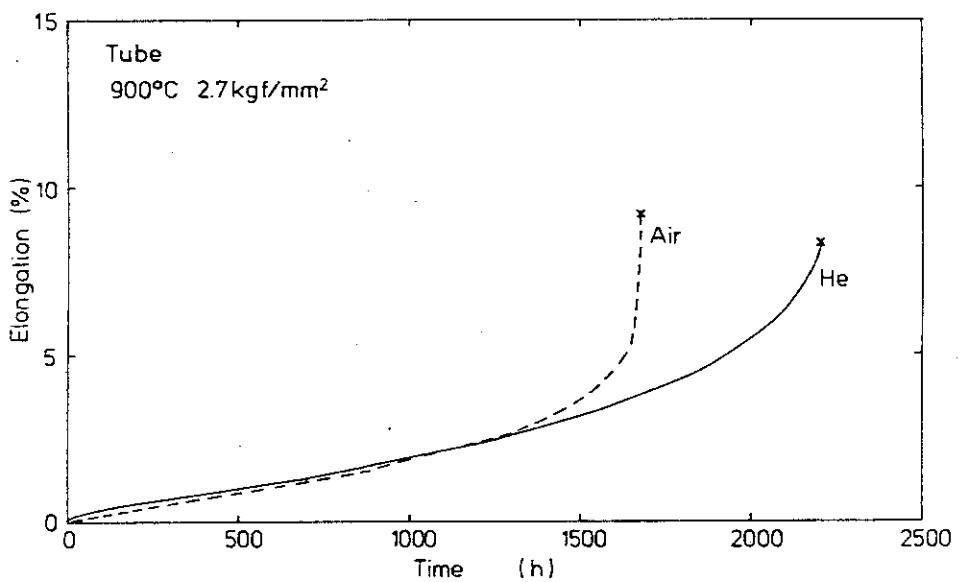


Fig. 9.15 Comparison of creep curves for Hastelloy alloy XR(Tube) tested at 900 °C and 2.7 kgf/mm² in air and JAERI Type B helium.

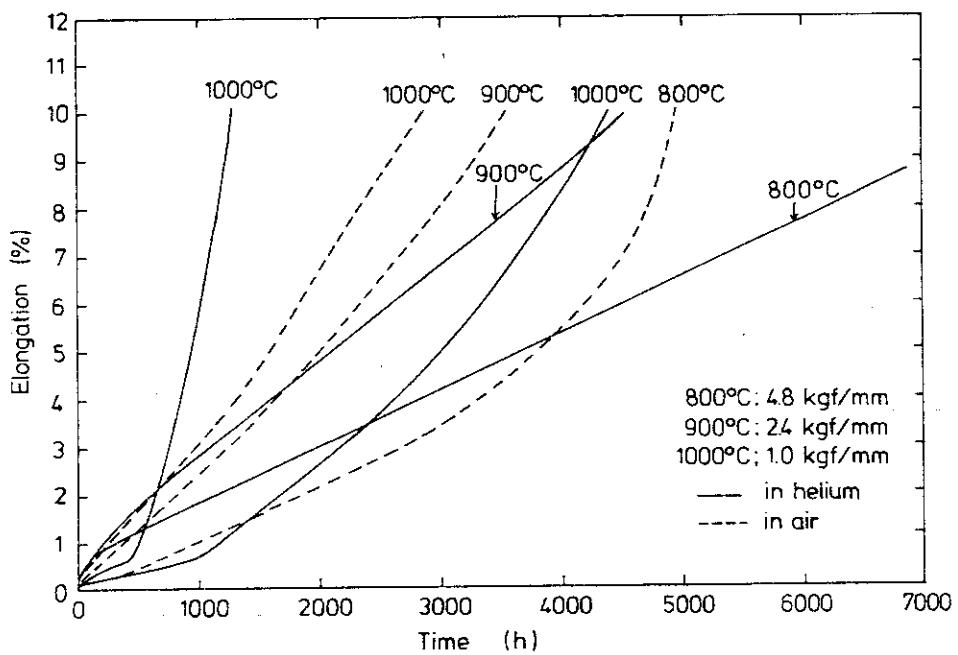


Fig. 9.16 Comparison of long term creep curves for Hastelloy alloy XR (Bar) tested in air and JAERI Type B helium.

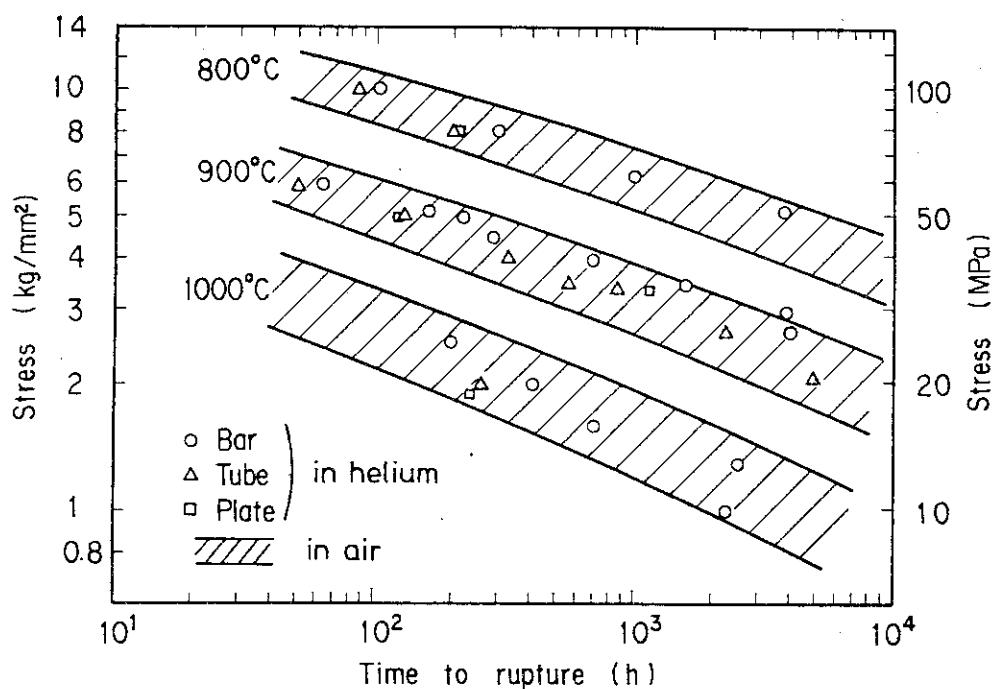


Fig.9.17 Comparison of creep-rupture data for Hastelloy XR (Bar, Tube, Plate) tested in the helium and in air. The shaded regions indicate 95 % prediction intervals obtained in air for the same set of Hastelloy XR.

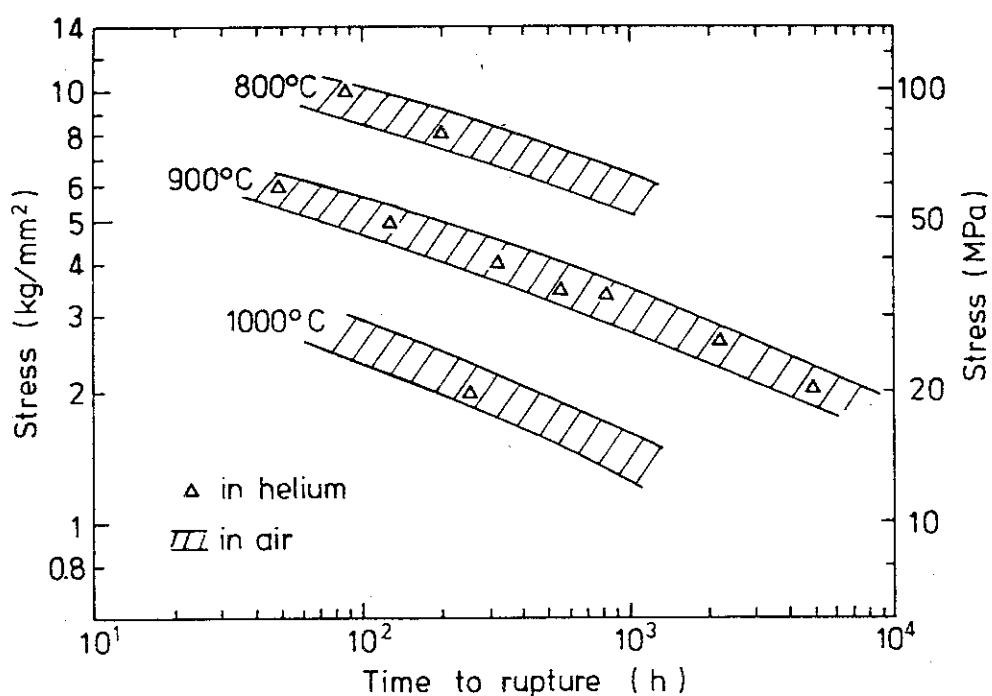


Fig.9.18 Comparison of creep-rupture data for Hastelloy XR (Tube) tested in the helium and in air. The shaded regions indicate 95 % prediction intervals obtained in air for the same set of Hastelloy XR.

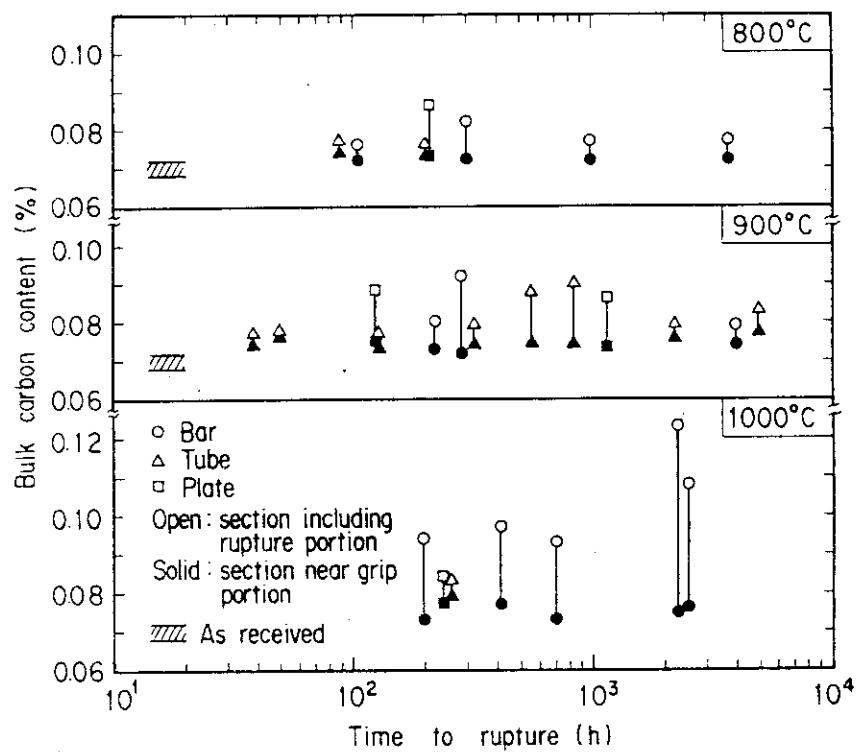


Fig.9.19 Results of carbon analysis on the specimens of Hastelloy XR ruptured in the helium environment.

10. 設計許容応力値及び等時応力—ひずみ曲線の試算

10.1 設計許容応力の設定基準

ASME の設計コードで規定されている各種の許容応力値の中で、本研究でカバーできるのは、 S_o , S_m , S_t , S_u , 及び S_y である。これらの中で S_y (降伏強さ) はコードケース N 47-17 の Table I-14.5 の脚注を考慮して、0.2 %耐力の 99 %LPI, 式 (4-10), を採用するのが適切であろう。また S_u についても各温度における引張強さの最小値を期待しているように思われる⁵⁹⁾ので、引張強さの 99 %LPI をもって、 S_u とみなすことにすれば、式 (4-13) で S_u の温度依存性を表すのが適当であろう。

Table 10.1 は本研究で採用した S_o , S_m , 及び S_t の設定基準である。これらの基準は設計コードの規定をより具体的に解釈したもの⁶⁰⁾を参考にしている。本研究では回帰式に基づいた「平均値」と 99 %予測区間下限値*(99 %LPI)による「最小値」を設定基準に用いている。このような区間推定における信頼度としては、工学的に通常 95 %水準を選ぶが、ここでは確率的により控え目な統計値を採用する立場から、99 %水準を用いた。前述 (4.1) のように、試験データから計算された回帰式を用いて、異なる説明変数 (温度や応力) 値に対する目的変数 (強度や破断時間) 値の予測を繰り返し行うときには、統計的保証可能な最小値としては同時許容区間の下限値 (LSTI) を充てるべきである。本研究で算出した 99 %LSTI は、その値よりも大きな実現値 (測定値) が得られる確率が 99 %以上である、ということを少なくとも 99 %の信頼度で主張できる「最小値」である。これに対し 99 %LPI は回帰式を求めたものと同じ母集団から新しく 1 個のサンプルを採ったときに、実現値がこの値より大きくなる (厳密には、同時に 99 %UPI よりは小さくなる) 確率が 99 %以上であることを保証できる限界値である。

非クリープ域においては、Hastelloy XR のような fcc (面心立方格子型) 合金は耐力の 90 % という基準が与えられているが、この耐力を「平均値」とみなせば、データのばらつきから見て、必ずしも控え目とは云えないので、フェライト系に適用される 2/3 倍の基準も用いることとする。また、クリープ域における許容応力値の設定基準では 1 %全ひずみ到達応力の場合を除き、0.8 または 2/3 の係数が「最小値」に掛けられているので、ここで云う「最小値」として、LSTI よりは LPI の方がふさわしい。LSTI はその定義からみて許容応力値そのものと比較すべき性格のようと思われる。¹²⁾

Fig. 10.1 はハステロイ XR の全データ (大気中及びヘリウム中) の 900 °C における回帰曲線 (平均値) と 95 %, 99 %予測区間及び同時許容区間の下限値を示したものである。本研究では、上記の理由により上から三番目の 99 %LPI を「最小値」とした。その結果、本報告での耐力及び引張強さの最小値は室温において、ハステロイ X の ASTM 規格値 (Table 2.2) を少し下ま

* いくつかの統計学テキストでは、予測区間を信頼区間と呼んでいる。しかし、厳密には 4.1 の脚注で述べたように両者は区別すべきであり、ここではそのような意味において予測区間 (PI) を使用する。

わっている。

10.2 設計許容応力 S_o , S_m 及び S_t

ハスティロイ X の室温における強度基準値としては、ASTM B 435 を用い、非クリープ域における降伏強さ（0.2 % 耐力）及び引張強さの温度依存性は式 (4-9) 及び (4-12) をそれぞれ用いた。クリープ域では破断強さの最小値として式 (5-18)，加速クリープ開始応力の最小値は式 (6-11)，1 % 全ひずみ到達応力の最小値は式 (6-14) を使用した。

Table 10.2 及び Fig. 10.2 は S_o の決定を示す。非クリープ域の境界は 600 ~ 700 °C 付近にあると思われるが、クリープ試験温度の下限が 800 °C のため、不明瞭である。低温側の非クリープ域では引張強さの 1/4 で、高温のクリープ域ではクリープ破断強さにより S_o は支配される。

Table 10.3 及び Fig. 10.3 に示すように、700 °C まで S_m は室温における耐力の規格最小値で決まり、それより高温側では耐力の温度依存性に支配される。

クリープ域での設計許容応力 S_t は温度と時間に依存する三つの因子、すなわち最小破断応力、加速クリープ開始応力、及び 1 % 全ひずみ到達時間の最小値から決められるが、Fig. 10.4 はこの比較を示したものである。これら三つの因子のうち、どれが最も支配的であるかを、この図から断定することは極めて困難である。一般に、 t_R と比べて t_3 や $t_{1\%}$ はより大きなばらつきを示している (Fig. 6.5) ので、後者の最小値 (99 % LPI) がより小さくなる傾向がある。 S_o の場合と同様に、750 °C 以下の S_t はデータがないため、決定不能である。従って、 S_m と S_t のうちの小さな方から決まる設計許容応力値 S_{mt} は Table 10.4 のように現時点では一部の温度・時間に対して不定とせざるを得ない。何故ならば、TTP 法による外挿は一般に時間についてのみ行うべきで、入力データの範囲外の温度や応力への外挿は大きな誤差を生じやすく、危険である。今後、750 °C 以下のクリープ伸びデータが得られた時点で、見直し再評価が必要である。また、950 °C 以上の高温長時間の S_t 値を求めるためにはなお一層の低応力・長時間のデータが必要であるが、この外挿を行うため 1050 °C 以上の高温・低応力試験を追加することは、異常クリープによるデータが混入することになり、不適当である。本研究で用いた TTP 法は、一般に単一の熱活性化過程のみを仮定しているので、メカニズムの異なる領域のデータを同じ母集団からの標本として取扱うことは問題である。

10.3 クリープ構成方程式 (暫定)

6.4 で述べた手順により求めた統一的なクリープ構成方程式を Table 10.5 に示す。この近似式の適用に当っては Fig. 10.5 の温度・応力範囲を厳守することが必要である。すなわち、この式における各パラメータ値は元のデータの温度・応力範囲内で最小二乗近似されているので、その範囲外への外挿は非常に大きな誤差となる。従って、この式から導かれる平均の等時応力-ひずみ曲線は Fig. 10.6 のようになるが、この範囲外 (例えば 800 °C の 10⁵ h) では使用できない。低温側で長時間の等時応力-ひずみ曲線を得るために、800 °C 以下の長時間・低応力クリープ試験の追加が必要である。

Table 10.1 Criterion used in this study to establish ASME allowable stress

	S_o (Sec. I, III, VII)	S_m (Sec. III)
NON-CREEP RANGE	1) $\frac{(TS)_{min}^{RT}}{4}$	1) $\frac{(TS)_{min}^{RT}}{3}$
	2) $\frac{(TS)^T}{4}$	2) $\frac{(TS)^T}{3}$
	3) $\frac{2}{3}(YS)_{min}^{RT}$	3) $\frac{2}{3}(YS)_{min}^{RT}$
	4) $\frac{2}{3}(YS)^T$ (F)	4) $\frac{2}{3}(YS)^T$ (F)
	5) $0.9(YS)^T$ (A)	5) $0.9(YS)^T$ (A)
CREEP RANGE	1) $\bar{S}_c (0.01\% / 1000h)$ = $\bar{S}_c (10^{-5}\% / h)$	S_t (Sec. III)
	2) $\frac{2}{3}\bar{S}_R(10^5h)$	1) $(S_{1\%})_{min}^T$
	3) $0.8 S_R^{min} (10^5h)$	2) $0.8 (S_{TC})_{min}^T$
		3) $\frac{2}{3}(S_R)_{min}^T$

where,

 TS = Tensile Strength, YS = Yield Strength, S_R = Creep-Rupture Strength, \bar{S}_c = Average creep Strength, $S_{1\%}$ = Stress to Cause 1% Total Strain, S_{TC} = Stress to Onset of Tertiary Creep, min = Specified Minimum or Lower 99% Limits of Prediction Interval,

(F) = Ferritic Alloys, (A) = Austenitic Alloys.

Table 10.2 Determination of S_a , allowable stress (kgf/mm^2) for Hastelloy X and XR

Temp. ($^{\circ}\text{C}$)	TS/4	(2/3)(YS)	$\bar{S}_C(10^{-5}\%/\text{h})$	(2/3) $\bar{S}_R(10^5\text{h})$	$0.8S_R^{min}(10^5\text{h})$	S_a
RT	16.7	<u>16.4</u>	—	—	—	16.4
25	<u>19.0</u>	25.1	—	—	—	16.4
100	<u>15.9</u>	20.9	—	—	—	15.9
150	<u>15.3</u>	19.4	—	—	—	15.3
200	<u>15.2</u>	18.6	—	—	—	15.2
300	<u>16.2</u>	18.3	—	—	—	15.2
400	<u>17.4</u>	19.0	—	—	—	15.2
500	<u>17.6</u>	19.9	—	—	—	15.2
600	<u>16.1</u>	20.1	—	—	—	—
650	<u>14.7</u>	19.6	—	—	—	—
700	<u>12.9</u>	18.6	—	—	—	—
750	<u>11.0</u>	17.1	3.60	2.18	2.00	2.00
800	<u>9.1</u>	15.2	2.32	1.51	1.31	1.31
850	<u>7.3</u>	12.8	1.44	0.97	0.83	0.83
900	<u>5.7</u>	10.3	0.84	0.63	0.57	0.57
950	<u>4.4</u>	7.9	—	0.45	—	—
1000	<u>3.3</u>	5.6	—	—	—	—

Table 10.3 Determination of S_m , allowable stress (kgf/mm^2) for Hastelloy X and XR

Temp. ($^{\circ}\text{C}$)	TS/3	(2/3)YS	0.9YS	S_m
RT	22.3	<u>16.4</u>	—	16.4
25	<u>24.8</u>	25.1	32.0	16.4
100	<u>20.8</u>	20.9	28.2	16.4
150	20.0	<u>19.4</u>	26.2	16.4
200	19.9	<u>18.6</u>	25.1	16.4
300	21.1	<u>18.3</u>	24.7	16.4
400	22.7	<u>19.0</u>	22.6	16.4
500	23.0	<u>19.9</u>	26.9	16.4
600	21.0	<u>20.1</u>	27.1	16.4
650	<u>19.2</u>	19.6	26.5	16.4
700	<u>16.9</u>	18.6	25.2	16.4
750	<u>14.4</u>	17.1	23.1	14.4
800	<u>11.8</u>	15.2	20.5	11.8
850	<u>9.5</u>	12.8	17.3	9.5
900	<u>7.4</u>	10.3	13.9	7.4
950	<u>5.7</u>	7.9	10.6	5.7
1000	<u>4.4</u>	5.6	7.6	4.4

Table 10.4 Allowable stress S_{mt} for Hastelloy XR (tentative)

Temp. (°C)	10h	30h	100h	300h	10^3 h	3×10^3 h	10^4 h	3×10^4 h	10^5 h
25	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4
100	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4
200	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4
300	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4
500	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4	16.4
600	16.4	16.4	16.4	—	—	—	—	—	—
700	—	—	—	—	—	—	—	—	—
750	—	7.06	5.87	4.94	4.05	3.35	2.70	2.19	1.67
800	6.30	5.31	4.37	3.62	2.94	2.39	1.90	1.51	1.09
850	4.70	3.92	3.18	2.61	2.07	1.66	1.28	0.99	0.69
900	3.45	2.84	2.26	1.82	1.42	1.11	0.82	0.62	0.43
950	2.47	2.00	1.56	1.23	0.93	0.70	0.57	—	—
1000	1.72	1.36	1.03	0.79	0.57	0.41	—	—	—

Table 10.5 Creep constitutive equation of Hastelloy XR
(tentative)

$$e = e_0 + e_t \{1 - \exp(-rt)\} + \dot{e}_m t$$

where

e = Total elongation at time t (%),

e_0 = Instantaneous strain (%)

$$= 3.9790 \times 10^{-3} + 6.4430 \times 10^{-3}S,$$

e_t = Maximum primary creep strain (%)

$$= -5.780 \times 10^{-2} + 0.45351(1/S),$$

r = Inverse of time constant of primary creep (1/h)

$$\log_{10} r = -3.14392 - 2.82633S + 3.98 \cdot 10^{-3}TS,$$

\dot{e}_m = Minimum creep rate (%/h)

$$\begin{aligned} \log_{10} (\dot{e}_m) &= 14.76580 + 3.489941X + 2.130938X^2 \\ &\quad - 22884.67/(T+273.15), \end{aligned}$$

S = Stress (kgf/mm^2), T = Temperature ($^\circ\text{C}$), $X = \log_{10} S$.

Note: See the temperature and stress range given in Fig. 10-4 to be applicable for this equation.

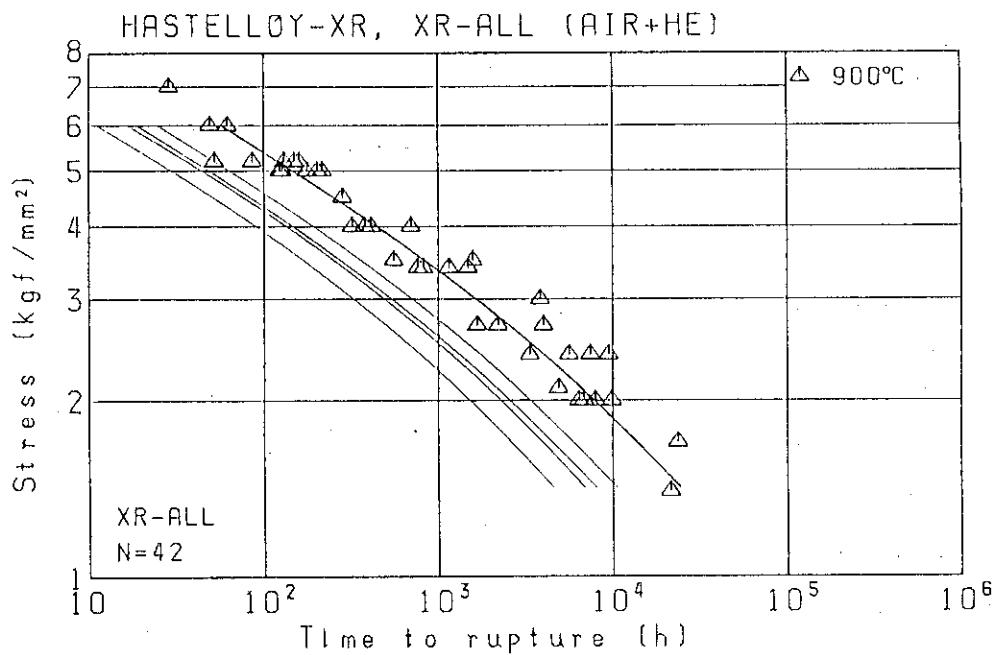


Fig.10.1 Comparison of isothermal rupture curves at 900°C by MSP.
Thick line represents the average; thin lines are lower 95%,
99% limits of prediction intervals and lower 95%, 99% limits of
simultaneous tolerance intervals.

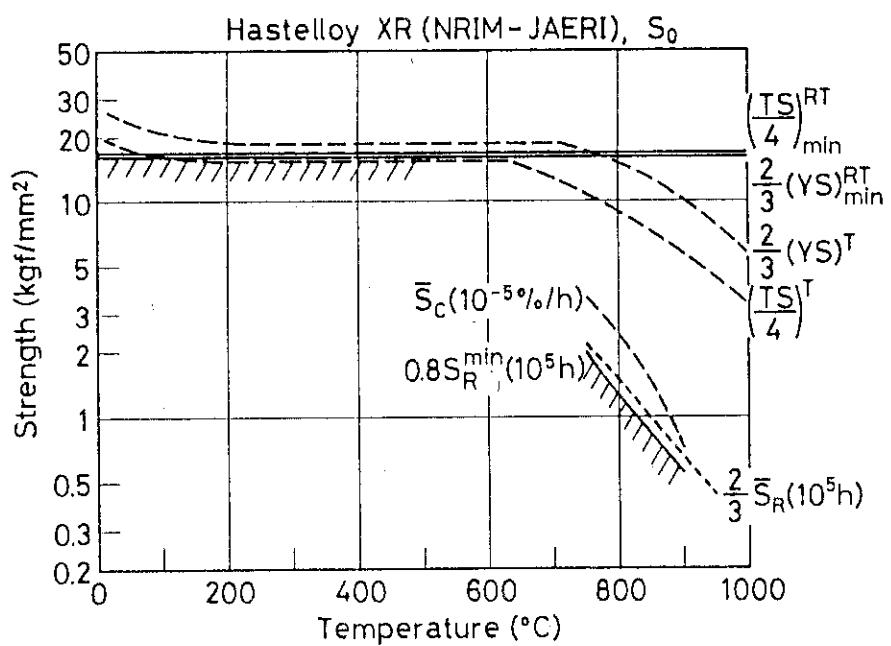


Fig.10.2 Temperature dependence of S_0 allowable
for Hastelloy XR.

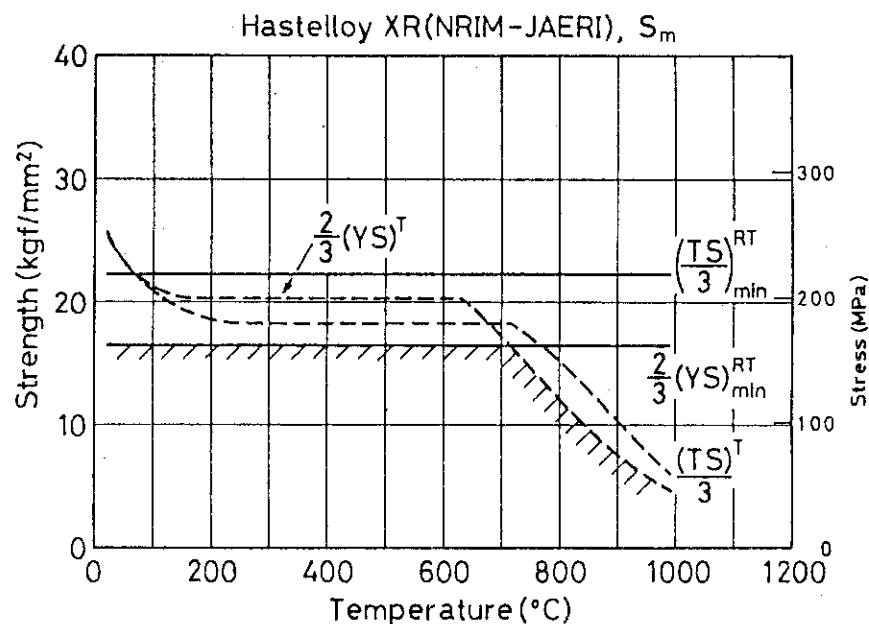


Fig.10.3 Temperature dependence of S_m allowable for Hastelloy XR.

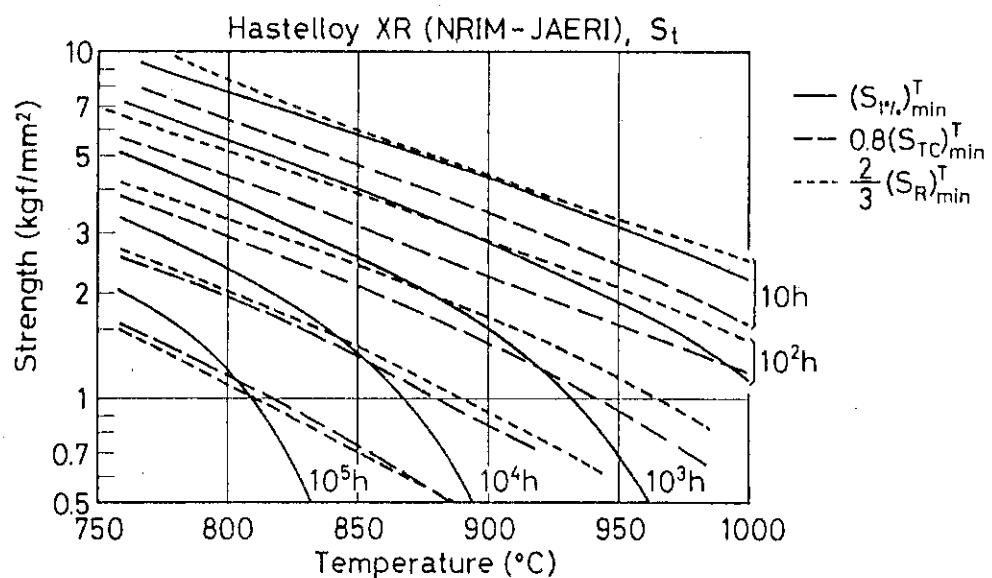


Fig.10.4 Temperature dependence of S_t allowable for Hastelloy XR.

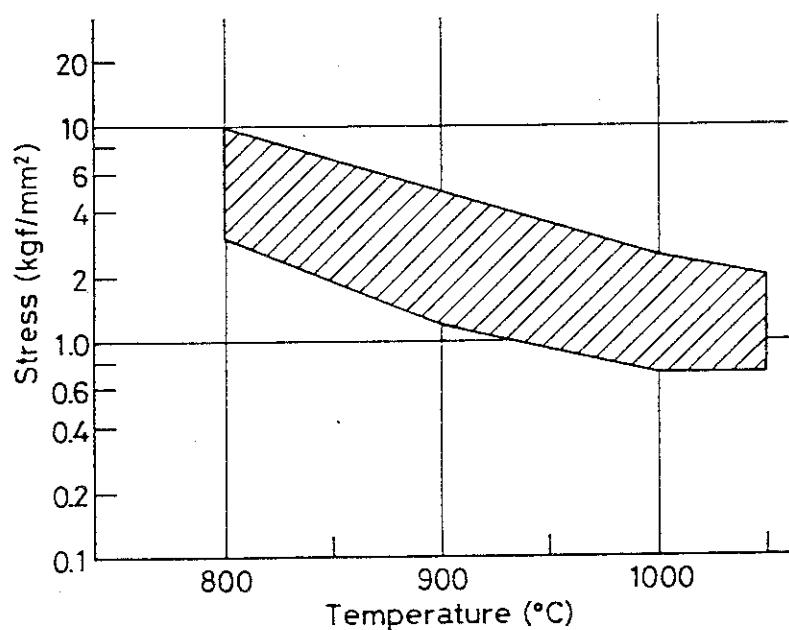


Fig.10.5 Temperature and stress range of the creep constitutive equation given Table 10-5.

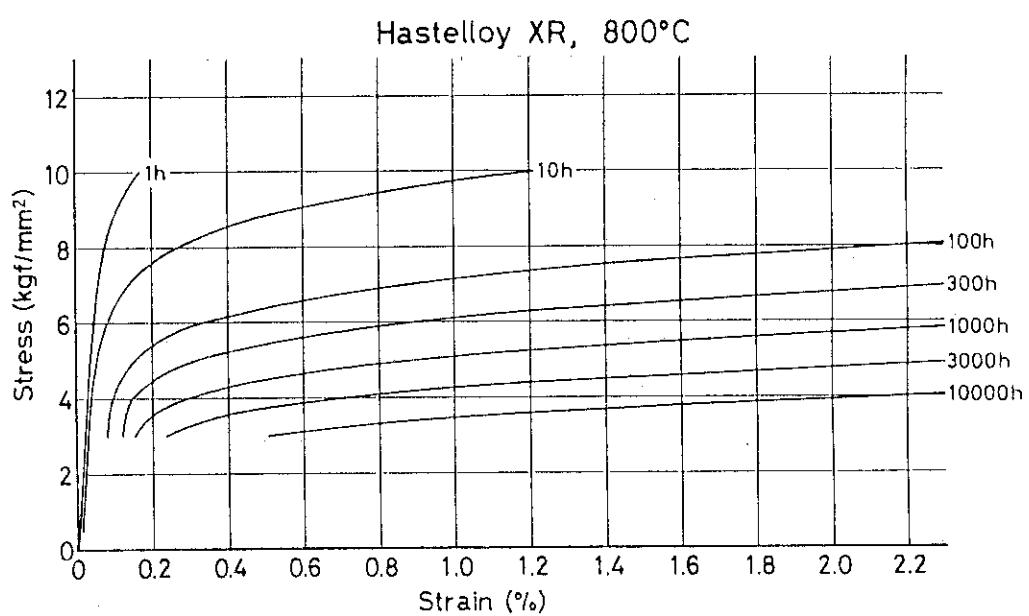


Fig.10.6(a) Average isochronous stress-strain curves of Hastelloy XR at 800°C.

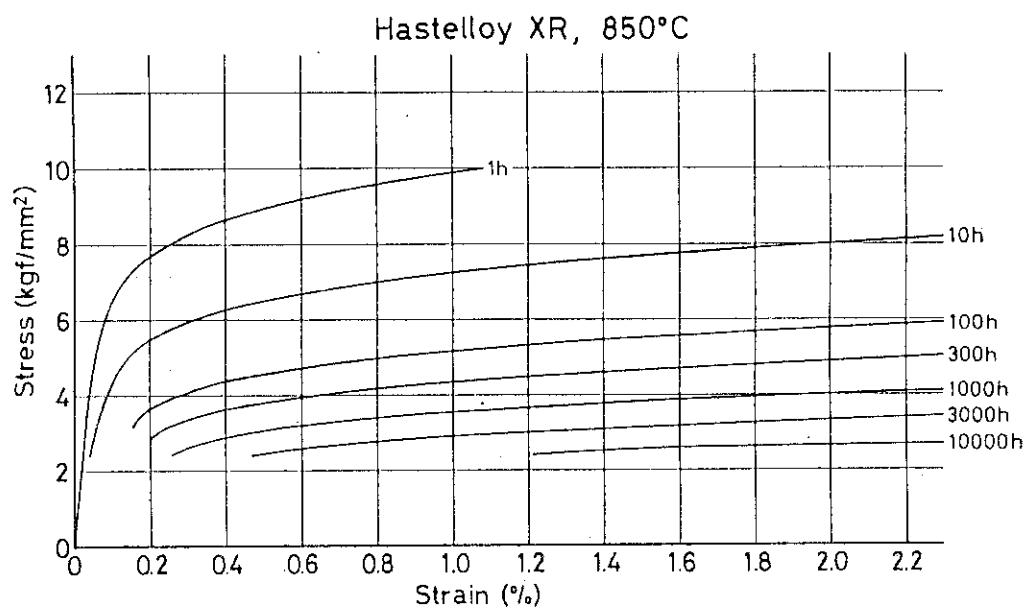


Fig.10.6(b) Average isochronous stress-strain curves of Hastelloy XR at 850°C.

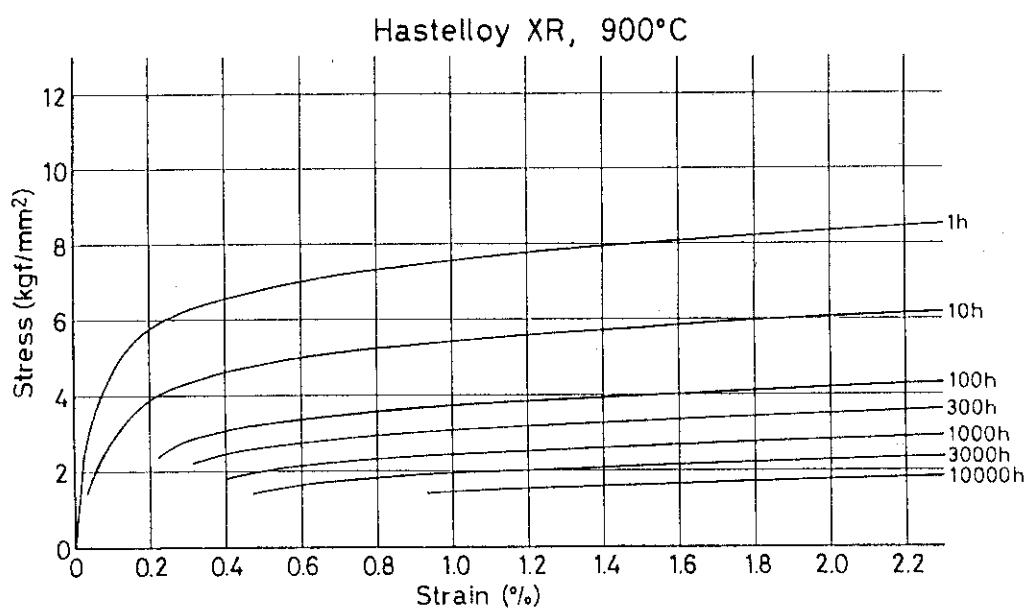


Fig.10.6(c) Average isochronous stress-strain curves of Hastelloy XR at 900°C.

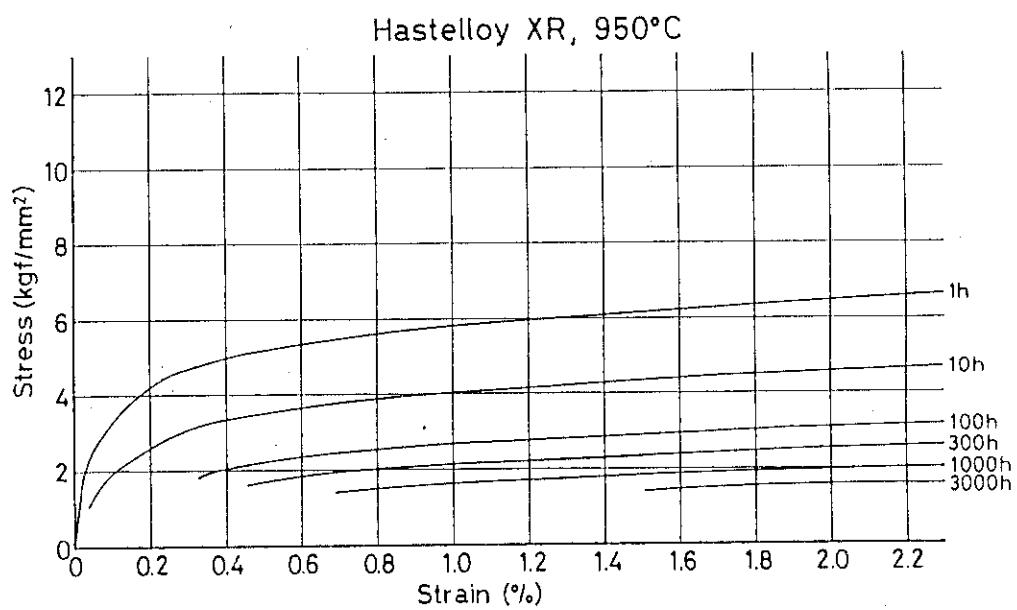


Fig.10.6(d) Average isochronous stress-strain curves of Hastelloy XR at 950°C.

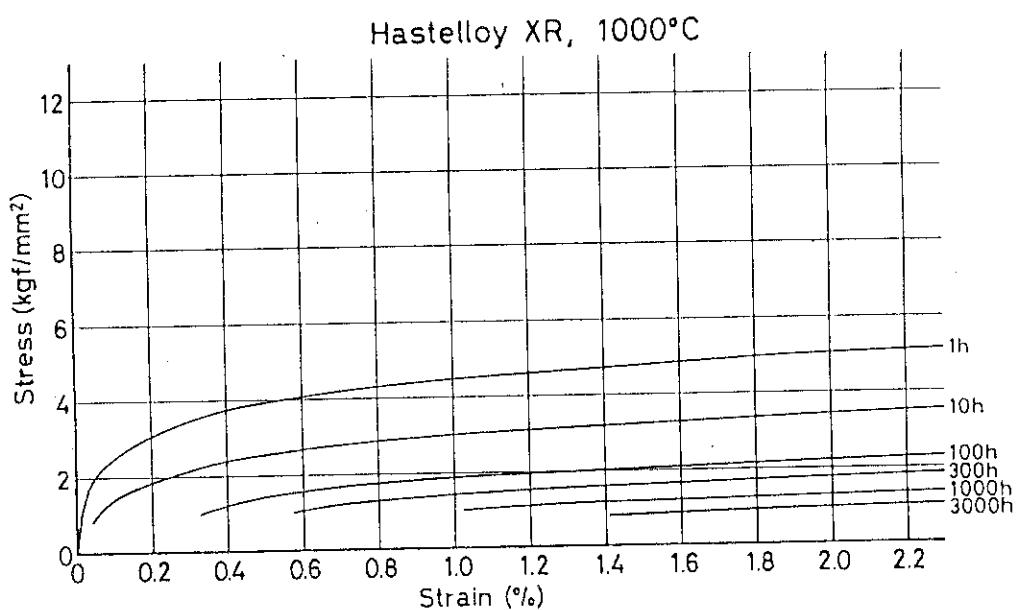


Fig.10.6(e) Average isochronous stress-strain curves of Hastelloy XR at 1000°C.

11. ま　と　め

VHTR 近似ヘリウム中で耐食特性を改善したハステロイ XRについて、800~1000 °C で大気中（最長 23,500 h）及びヘリウム中（最長 10,000 h）のクリープ試験を実施し、高温構造設計の基礎データを取得するとともに、高温強度に及ぼす製品形状の違いや試験片の寸法効果などの検討を金属組織の面から行った。得られた結果の要約は次のとおりである。

- 1) 高温引張及びクリープ破断データを統計的に取扱い、回帰分析による平均値のみならず、統計的な保証可能値としての予測区間や同時許容区間の下限値を近似する式の算出手順を開発した。
- 2) 高温引張データに関しては、既存のハステロイ X のデータも含めて、温度に対する強度の回帰分析を行い、0.2% 耐力と引張強さの平均値と最小値を求めた。
- 3) クリープ破断データについては、標準的な三種類の時間・温度パラメータ法（Larson-Miller, Orr-Sherby-Dorn, 及び Manson-Succop）を適用し、最適パラメータによる主破断曲線（平均値と最小値）を算出した。また、既存のハステロイ X についても同様の解析を行い、X と XR のクリープ破断強さを比較した。
- 4) クリープ伸び一時間データについては、Garofalo の式によるあてはめを行い、平均の等時応力-ひずみ曲線をあらわすクリープ構成方程式（暫定）を求めた。
- 5) 高温引張、クリープ破断、及びクリープ伸びデータの解析結果を総合して、ASME ボイラ・圧力容器コードにおける設計許容応力 S_o , S_m , S_t , S_u , 及び S_y を求めたが、600 ~ 700 °C では本研究でのクリープデータの温度・応力外であったため、適切な評価を行えなかった。
- 6) 数千時間までのクリープ挙動を検討した結果、大気中とヘリウム中で有意差は無いと結論された。ハステロイ XR は原研 B 型ヘリウムとの両立性が優れており、クリープ挙動を支配するような脱浸炭は起っていなかった。
- 7) 平行部の径が 3 mm と 6 mm の試験片については、試験片の寸法、形状効果は認められなかった。
- 8) 製品形状の影響として、管、棒及び板のクリープ特性を比較した結果、棒材が最も良く、管材が最も劣ることがわかった。この原因は炭化物の縞状分布にあることをつきとめた。またこのような比較を行う場合には、結晶粒度の均一性に注意する必要がある。
- 9) 900, 1000 °C における長時間側のヘリウム中クリープ試験で、試料表面の Cr 欠乏層及び 1000 °C では試料内部において、再結晶組織が認められた。
- 10) 中性子照射による延性低下は著しく、破断延性は 1 ~ 2 % になった。このため破断寿命も非照射材の数分の一以下に低下した。

謝 辞

本共同研究の発足に際し、前東海研副所長の野村末雄氏（当時燃料工学部長）には多大の労をとられた。また、原研及び金材技研の管理部門の関係者には事務上の手続において大変お世話になったことを感謝します。

本研究の大気中試験及びデータ解析は主として金材技研が、ヘリウム中及び照射後試験と金属組織の検討は主として原研で担当した。金材技研における試験は今井義雄及び貝瀬正次技官が、データ解析におけるコンピュータ作業には坂本正雄、永井秀雄、及び森下弘技官が、原稿作成には松崎恵子技官がそれぞれ分担協力されたことを特に感謝します。また原子炉照射を実施されたJRR-2の関係者各位、照射後試験を実施されたホットラボ管理室の関係者各位に感謝します。

参 考 文 献

- 1) Case N-47-17, Class 1 Component in Elevated Temperature Service,
ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section III, Division 1
- 2) 古平, 鈴木, 宇賀: JAERI-M 6213 (1975)
- 3) 横井, 門馬, 藤村, 菊山, 伊丹: JAERI-M 5651 (1974)
- 4) 近藤: 学振 123 委研究報告, 18 (1977) 325
- 5) M.J. Manjoine : Trans ASME Ser. H, 97 (1975) 156
- 6) 依田連平ほか: 耐熱合金の研究開発, 金属材料技術研究所 (1981)
- 7) 新藤, 近藤: 鉄と鋼, 62 (1976) 1540
- 8) 近藤: 金属学会会報, 13 (1974) 93 および 17 (1978) 274
- 9) 小川, 近藤: JAERI-M 8801 (1980)
- 10) ハステロイ X, 三菱金属カタログ
- 11) 伊丹, 坂: 私信
- 12) 中村, 植木: 学振 123 委研究報告, 18 (1977), 243
- 13) 門馬, 坂本, 宮崎, 永井, 横井: 学振 123 委研究報告, 23 (1982) 111
- 14) 佐和隆光: 回帰分析, 朝倉書店
- 15) M.K. Booker et al. : Int. J. Pres. Ves. & Piping 5 (1977) 181
- 16) 西村昭: JSSC, 5 (1969) №.48 日本鋼構造協会
- 17) 芳賀敏郎, 橋本茂司: 回帰分析と主成分分析, 日科技連, (1980)
- 18) 田中: 学振 122-123 委合同高温ガス炉耐熱材料研究会調査報告書, 昭和 47 年 3 月
- 19) 横井, 門馬: 鉄と鋼, 65 (1979) 831
- 20) 門馬, 池田, 馬場, 宮崎, 森下, 横井: 学振 123 委研究報告, 18 (1977) 149
- 21) 渡辺ほか: 研究報告書 3 (1982) 120, 金属材料技術研究所
- 22) 鈴木, 武藤: 日本機械学会論文集 49, 439 A (1983) 293
- 23) J.B. Conway : Numerical methods for creep and rupture analysis,
Gordon & Breach (1967)
- 24) 田辺国土: 「非線型最小二乗法の最近の進歩」 (1981), 統計数理研究所
- 25) M.T. Jakob and R.A. Moen: First SMIRT Conf. Paper L3/6 (1971)
- 26) F.C. Monkman and N.J. Grant : Proc. ASTM 56 (1956) P.593
- 27) H.E. McCoy : ORNL/TM-6822 (1979)
- 28) M.K. Booker : ORNL-5479 (1979)
- 29) 木内, 中島, 近藤: 学振 123 委研究報告 17 (1976) 307
- 30) 近藤, 松尾, 篠田, 田中: 鉄と鋼, 67 (1981) 1805
- 31) 新藤, 近藤: JAERI-M 8770 (1980)
- 32) 田中: 学振 122 - 123 委合同高温ガス炉耐熱材料研究会調査報告書 (第 2 集) (1974)
- 33) W.L. Clark and G.W. Titus : AGN-8289 (1968)
- 34) 木内, 菊地, 近藤: 学振 123 委研究報告, 22 (1981) 153

- 35) M. Cohen : 日本金属学会会報 9 (1970) 271
- 36) S. Kihara, J.B. Newkirk, A. Ohtomo and Y. Saiga : Met. Trans. A, 11A (1980) 1019
- 37) 藤岡, 村瀬, 松田, 喜多: 学振123委研究報告 19 (1978) 165
- 38) 仲西, 松本, 河田: 日本金属学会誌 41 (1977) 263
- 39) 吉葉, 宮川, 藤代: 鉄と鋼, 68 (1982) 1813
- 40) 田村, 小川, 倉田, 近藤: JAERI-M 82-032 (1982)
- 41) 倉田, 小川, 近藤: 鉄と鋼 68, 12 (1982) S 1358
- 42) たとえば M. Kangilaski et al., STP 457 (1969) P.67
- 43) 渡辺, 小川, 近藤: 鉄と鋼, 68 (1982) 682
- 44) 小川, 近藤, 石本, 大塚: JAERI-M 8154 (1979)
- 45) D.S. Wood, M. Farrow and W.T. Burk : BNES Conference, Effects of Environment on Material Properties in Nuclear Systems, July 1-2 (1971) paper 18
- 46) 美野, 北川, 大友, 深川: 鉄と鋼, 68 (1982) 477
- 47) 新藤, 近藤: 鉄と鋼, 68 (1982) 1628
- 48) M. Shindo and T. Kondo : BNES Conference, Gas Cooled Reactors Today, Sept. 20-24 (1982) paper 97
- 49) P.J. Ennis and H. Schuster : EUR-6984 (1981) 103
- 50) 木内, 近藤: 学振123委研究報告 19 (1978) 311
- 51) R.A.U. Huddle, BNES Conference, Effects of Environment on Material Properties in Nuclear Systems, July 1-2 (1971) paper 17
- 52) R.A.U. Huddle : BNES Conference, The high Temperature Reactor and Process Applications, Nov. 26-28 (1974) paper 40
- 53) T. Kondo : BNES Conference, Gas Cooled Reactors Today, Sept. 20-24 (1982) paper 95
- 54) 田村, 小川, 倉田, 近藤: JAERI-M 82-036 (1982)
- 55) M. Tamura, Y. Ogawa, H. Tsuji and T. Kondo : BNES Conference, Gas Cooled Reactors Today, Sept. 20-24 (1982) paper 101
- 56) Y. Hosoi and S. Abe : Met. Trans. A, 6A (1975) 1171
- 57) K. Mino, H. Hattori, M. Kitagawa, A. Ohtomo, M. Fukagawa and Y. Saiga, BNL-NUREG-50689, Vol.II (1977) 216
- 58) 八木 ほか: 材料 22 (1973) 265
- 59) 横井: 圧力技術, 15 (1977) 232
- 60) V.K. Sikka et al. : Trans. ASME (J. Press. Ves. Tech.), Nov. (1975)