

Technical Report

Effect of Cyclic Stress Change on Creep Behavior in ASME P91 Steel

Kota SAWADA^{1)*} , Yasushi TANIUCHI²⁾ , Takehiro NOJIMA²⁾ , Kaoru SEKIDO²⁾ ,
Tomotaka HATAKEYAMA¹⁾  and Kazuhiro KIMURA¹⁾ 

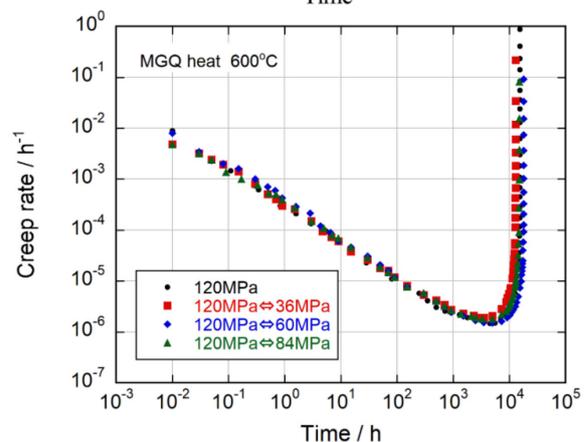
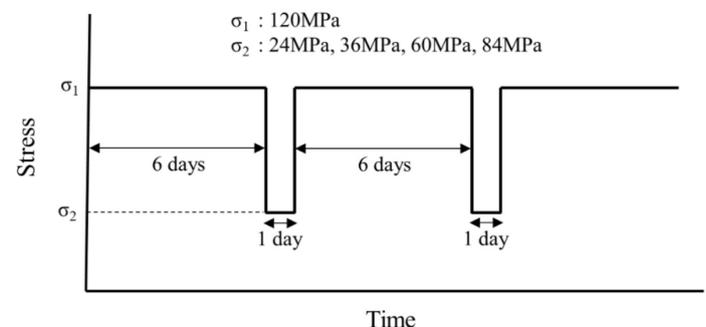
1) Research Center for Structural Materials, National Institute for Materials Science

2) Research Network and Facility Services Division, National Institute for Materials Science

Abstract: Effect of cyclic stress changes on creep rupture strength was investigated at 600°C for MGQ and MGS heat of ASME P91 steel. There was no large difference of creep rupture strength among the heats. However, the creep rupture ductility of MGS was lower than that of MGQ in the long-term. The initial creep stress and stress after stress reduction was 120 MPa and 24 MPa to 84 MPa, respectively. The time interval of stress reduction was 6 days for each test. For MGQ heat, no effect of stress reduction to 84 MPa on creep rupture strength was observed. The stress reduction to 60 MPa slightly increased time to rupture as compared to creep test under constant stress. A small amount of decrease in time to rupture was confirmed in case of stress reduction to 36 MPa.

Consequently, there was no tendency of effect of stress reduction on creep rupture strength for both heats. The cyclic stress change did not affect the martensitic lath structure and precipitates distribution after creep rupture.

Keywords: P91 steel; creep; cyclic stress change; creep ductility; microstructure.



Received October 22, 2024; Accepted December 2, 2024; Advance online published December 7, 2024; Published February 1, 2025

* Corresponding author. E-mail: SAWADA.Kota@nims.go.jp, Address: National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen Tsukuba Ibaraki 305-0047



© 2025 The Iron and Steel Institute of Japan. This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivatives license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

ASME P91 鋼のクリープ挙動に及ぼす応力変動の影響

澤田 浩太¹⁾*  · 谷内 泰志²⁾  · 野島 健大²⁾  · 関戸 薫子²⁾ 
 畠山 友孝¹⁾  · 木村 一弘¹⁾ 

Effect of Cyclic Stress Change on Creep Behavior in ASME P91 Steel

Kota SAWADA, Yasushi TANIUCHI, Takehiro NOJIMA, Kaoru SEKIDO, Tomotaka HATAKEYAMA and Kazuhiro KIMURA

1. 緒言

耐熱金属材料の性能評価、許容応力策定のためには、長時間クリープ試験の実施が必要である。特に許容応力策定のためには、10万時間（約11.4年）に及ぶ長時間クリープ強度評価が求められる^{1,2)}。しかし、長時間のクリープ試験中には、地震、計画停電、突発停電、瞬時停電、電圧降下などが生じる可能性があるため、これらの事象がクリープ試験データに及ぼす影響を検討しておく必要がある。Miyazakiら³⁾は、東日本大震災発生時にクリープ試験中であつた241のデータを調査し、低温・高応力の試験条件において、地震時の揺れの影響により、オーステナイト鋼が大きな伸び値の変化を示すこと、加速クリープ域でクリープ速度が大きく増大している条件では、比較的大きな伸びの変化が生じやすいことなどを報告している。一方、再生可能エネルギーの導入が増大していることから、バックアップ電源である火力発電は頻繁な負荷変動となる運用が求められている⁴⁾。このため、火力発電プラントで使用される構造部材の信頼性評価として、応力一定のクリープ強度評価だけでなく、クリープ強度に及ぼす応力変動の影響を明らかにする必要がある。Zhang and Takahashi⁴⁾は、改良9Cr-1Mo鋼（ASME Gr.91）において、負荷反転と地震による過大荷重を想定したクリープ試験を実施し、いずれもクリープ変形を加速することを明らかにしている。これらは比較的厳しい変動を再現していると考えられるが、通常の負荷変動運転では、負荷が反転しない範囲での応力変動などが生じるマイルドな環境も想定される。そこで本報告では、ASME P91鋼を対象に、クリープ試験中に応力を一定時間減少させ、再度元の応力に戻すことを繰り返す応力変動クリープ試験を実施し、応力変動がクリープ挙動に及ぼす影響を検討することを目的とした。

2. 実験方法

供試鋼は、ASME P91鋼であり、NIMSクリープデータシート材であるMGQ⁵⁾およびMGS⁶⁾ヒートを対象とした。化学成分と熱処理条件をTable 1に示す。両ヒートの化学成分は規格⁷⁾の範囲内であり、両者の違いはほとんどない。MGSヒートでは、受入材に対して、溶接部に対する溶接後熱処理を想定した熱処理を実施した。クリープ試験および応力変動クリープ試験に用いた試験片は、標点間距離50 mm、平行部直径10 mmで、パイプの長手方向と試験片の応力軸方向が平行になるように採取した。クリープ試験はJIS Z 2271⁸⁾に準拠して実施した。クリープ試験の温度範囲は550°C～650°Cである。また、応力変動クリープ試験の

Table 1. Chemical compositions and heat treatment conditions of the steels studied.

	(mass%)							
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo
Requirement ⁷⁾	0.08-0.12	0.20-0.50	0.30-0.60	≤0.020	≤0.01	8.00-9.50	≤0.40	0.85-1.05
MGS	0.10	0.32	0.45	0.010	0.000	8.90	0.12	0.91
MGQ	0.11	0.24	0.43	0.014	0.002	8.31	0.08*	0.92
V	Nb	N	Al*	Ti*	Zr*			
0.18-0.25	0.06-0.10	0.030-0.070	≤0.02	≤0.01	≤0.01			
0.20	0.07	0.050	0.009	<0.003	<0.003			
0.19	0.07*	0.046	0.001	0.005	<0.001			
MGS	Norm. : 1050°C·30 min, Temp. : 780°C·60 min PWHT : 745°C·10 h							
MGQ	Norm. : 1060°C·60 min, Temp. ; 780°C·60 min							

The chemical composition given above was reported by the steel manufacturer except for the elements marked with asterisk, for which the analysis was carried out at NIMS.

2024年10月22日受付 2024年12月2日受理 2024年12月7日早期公開 2025年2月1日発行 (Received October 22, 2024; Accepted December 2, 2024; Advance online published December 7, 2024; Published February 1, 2025)

- 1) 国立研究開発法人物質・材料研究機構構造材料研究センター (Research Center for Structural Materials, National Institute for Materials Science)
 2) 国立研究開発法人物質・材料研究機構技術開発・共用部門 (Research Network and Facility Services Division, National Institute for Materials Science)
 * Corresponding author. E-mail: SAWADA.Kota@nims.go.jp, Address: National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen Tsukuba Ibaraki 305-0047



© 2025 The Iron and Steel Institute of Japan. This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivatives license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.ja>).

温度は600℃に固定し、Fig.1に示す応力変動を繰り返し実施した。重錘を試験中に手動で変化させることで応力を変動させた。試験中の温度は、±3℃以内に制御した。クリープ試験および応力変動クリープ試験後の破断試験片平行部（破断部から10 mmの位置）の組織を、SEMおよびSTEMにて観察した。

3. 実験結果および考察

3・1 クリープ破断強度特性

Fig.2にMGQおよびMGSヒートのクリープ破断強度を示す。いずれの温度においてもクリープ破断強度のヒート間差は認められない。また、625℃では、両ヒートともに長時間域でクリープ破断強度が低下する傾向が明瞭に認められる。一方、Fig.3に示すように、MGSヒートのクリープ破断延性は、MGQヒートに比べて長時間域で急激に低下する。ここでは、長時間域においてクリープ破断延性の異なる2ヒートを取り上げる。応力変動クリープ試験は600℃・120 MPaで開始し、その後応力を24 MPa～84 MPaに減少させるため、応力減少後の条件では、2ヒートのクリープ破断延性に違いがあると想定され、この影響も併せて検討することとする。

3・2 応力変動クリープ特性

Fig.4に、MGQヒートにおける600℃、 $\sigma_0 = 120$ MPa、 $\sigma_1 =$

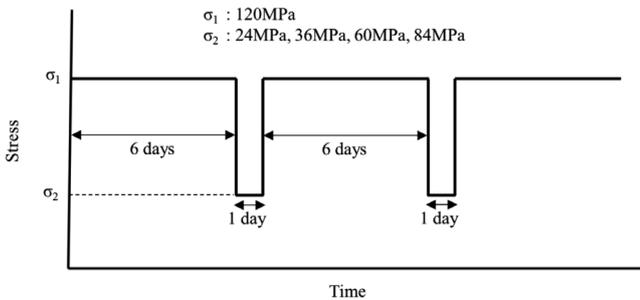


Fig. 1. Schematic drawing of stress change during creep test.

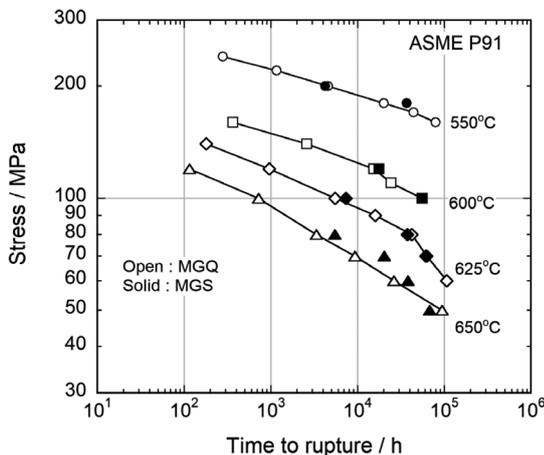


Fig. 2. Stress versus time to rupture for the steels studied.

36 MPaの応力変動クリープ試験で、400時間～1000時間のクリープ曲線を抽出して示す。応力を120 MPaから36 MPaに減少させた後、再び120 MPaに戻すと、クリープ曲線の連続性は維持されていることが分かる。MGQヒートおよびMGSヒートにおいて、応力を120 MPaから他の応力に減少させ、再度120 MPaに戻した際にも、基本的にはクリープ曲線の連続性が維持されていることを確認した。なお、Fig.4では、応力を36 MPaに減少させた際、ひずみが時間に依存して低下する現象が確認された。これらの現象は、MGQヒートおよびMGSヒートにおいて、他の応力に減少

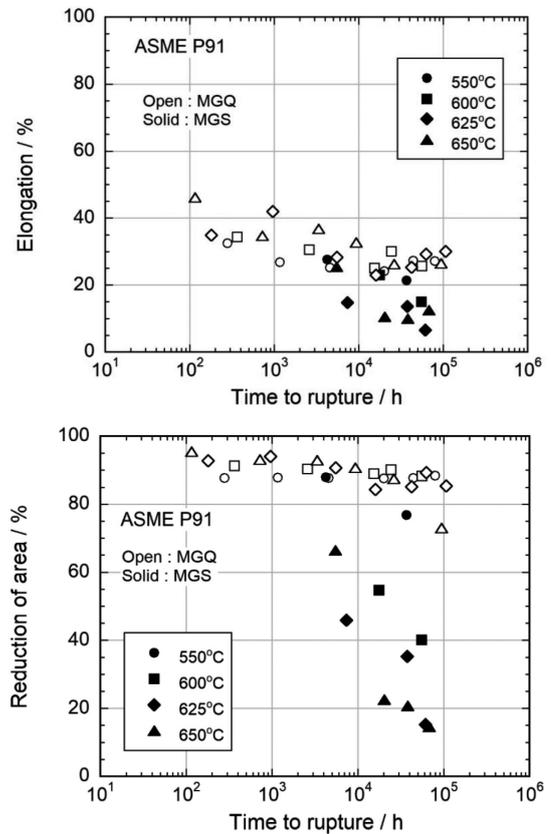


Fig. 3. Creep rupture ductility for the steel studied.

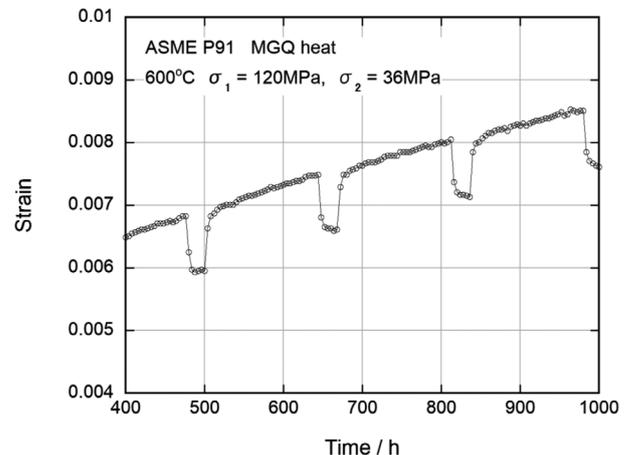


Fig. 4. Creep curve by cyclic creep for MGQ heat.

させた場合も同様に観察された。ASME Gr.92鋼における高温での応力瞬間負荷試験では、類似の現象が擬弾性として報告されている⁹⁾。また、ASME Gr.91鋼のクリープ試験中の応力急変試験時にも同様の現象が確認されている¹⁰⁾。Fig.5に、MGQヒートの600℃におけるクリープ曲線全体およびクリープ速度-時間曲線を示す。応力を減少させた後はクリープ速度が極めて遅くなると考えられるが、ここでは応力減少後の試験時間を全体の試験時間に含めた結果を示している。Fig.5 (a) のクリープ曲線を見ると、応力を120 MPaから84 MPaに減少させた応力変動クリープ試験と応力一定のクリープ試験の間で、クリープ破断時間の差は小さい。また、120 MPaから36 MPaに減少させた応力変動クリープ試験の破断時間は、応力一定の破断時間の約0.84倍であり若干短い。一方、120 MPaから60 MPaに減少させた場合の破断時間は、応力一定の破断時間の約1.17倍でありやや長い。Sakamotoらは、16種類のフェライト系耐熱鋼において、同一ヒート内でのクリープ破断時間のばらつきは寿命の11%程度と報告している¹¹⁾。Fig.5の応力変動クリープ試験の破断時間と応力一定のクリープ破断時間の差は11%より大きい、3つの応力水準の応力変動クリープ試験の結果から、変動応力幅の違いがクリープ破断時間に及ぼす影響に一定の傾向は認められないため、応力変動のクリープ破断時間に及ぼす影響は小さいと考えられる。

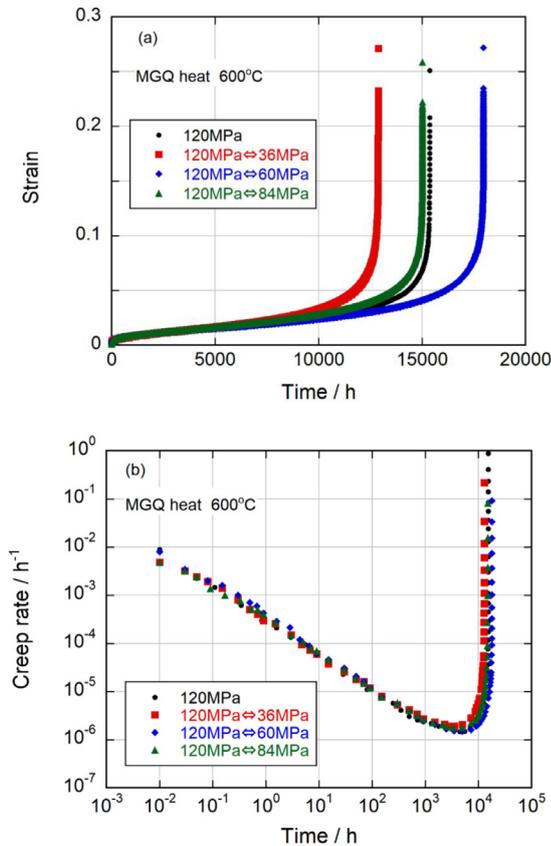


Fig. 5. Creep curve and creep rate versus time curve for MGQ heat. (Online version in color.)

Fig.5 (b) のクリープ速度-時間曲線を見ると、遷移クリープ域、加速クリープ域ともに、クリープ速度に及ぼす応力変動の影響は極めて小さいことが分かる。Fig.6に示すように、MGSヒートの600℃においても応力変動クリープ試験(120 MPa⇔24 MPa, 36 MPa)と応力一定のクリープ試験との間で、破断時間やクリープ速度の差は小さかった。なお、36 MPaに応力を減少させる試験は現在も試験進行中であるが、加速域の後半に入っているため、現時点の試験時間に比べて破断時間が大幅に大きくなるとは考えにくい。Fig.3に示すようにMGSヒートは低クリープ破断延性材であるが、Fig.6に示すとおり、応力変動がクリープ破断時間に及ぼす影響は小さい。そのため、本報告の実験範囲では、クリープ破断延性の大小が変動応力のクリープ破断時間へ及ぼす影響は小さいと判断できる。一方、応力減少時は、クリープ速度は極めて小さくなるものの、クリープ変形していることに変わりはない。そこで、下記の時間消費則が成立するものとして、試験データを整理した。

$$t_1 / t_1 + t_2 / t_2 = 1 \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 t_1 および t_1 は、Fig.1の初期応力 σ_1 を負荷時のクリープ試験時間の総和および σ_1 の応力一定試験のクリープ破断時間、 t_2 および t_2 は、Fig.1の減少させた応力 σ_2 を負荷時のクリープ試験時間の総和および σ_2 の応力一定試験

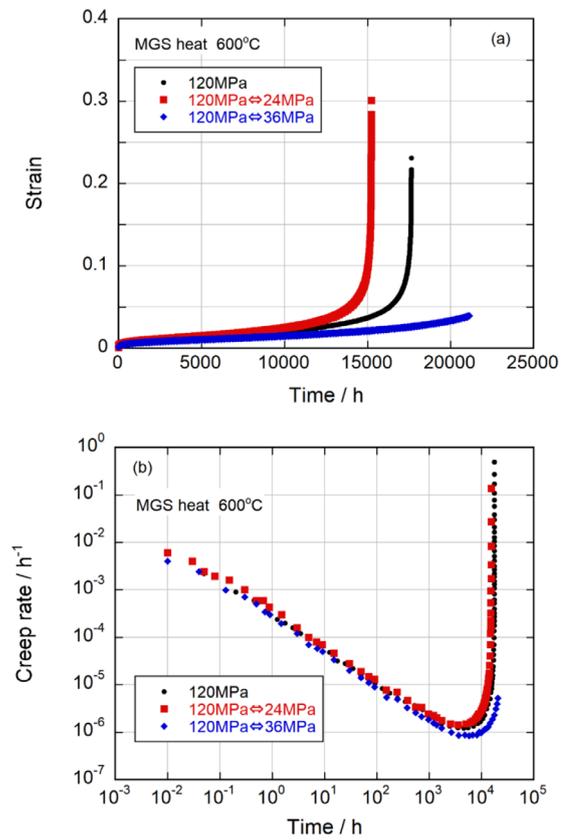


Fig. 6. Creep curve and creep rate versus time curve for MGS heat. Blue curve shows on-going creep test. (Online version in color.)

のクリープ破断時間を表す。 t_{r1} は実験値 (MGQ : 15366.6 h⁵, MGS : 17632.7 h) を, t_{r2} は実験値がないため, 下記の寿命評価式¹²⁾ による試算値を用いた。この式は, ASME P91 鋼のクリープ破断データに対して領域分割解析法¹³⁾ を適用した結果, 低応力域の寿命評価式として得られたものである。

$$\log tR = a_0 / T + a_1 \log \sigma / T + a_2 (\log \sigma)^2 / T - C \dots\dots (2)$$

ここで, tR は破断時間 (h), T は温度 (K), σ は応力 (MPa) である。 a_0, a_1, a_2, C は定数で, それぞれ32665.5, 2269.6, -2252.8, 27.7367と報告されている¹²⁾。以上を用いて式(1)の各値を算出した結果をTable 2に示す。 $t_1/tr_1 + t_2/tr_2$ が1に近い値にならないケースがあるが, これは試験毎にクリープ破断時間のばらつきがあるためである。応力減少時の応力水準は, 極めて小さいため, 予測されるクリープ破断時間が大きくなり, 結果として, t_2/tr_2 は $9.5 \times 10^{-6} \sim 1.6 \times 10^{-2}$ の範囲となり, 無視できるほど小さい。そこで, 応力減少時にはクリープ変形がほとんど進行していなかったものと考え, Fig.5およびFig.6における応力減少時のクリープ時間を試験時間から差し引いたクリープ曲線とクリープ速度-時間曲線をFig.7およびFig.8に示す。MGQ ヒートでは, 応力減少時の応力水準がクリープ破断時間に及ぼす影響はFig.5と同様であり, 応力変動がクリープ破

断時間やクリープ速度に及ぼす影響は小さいと考えられる。MGSヒートについても同様に, 応力変動の影響は小さいと考えられる。

3.3 クリープ破断材の組織

Fig.9に, MGQ ヒートのクリープ破断材平行部のSEM-EBSDによるImage Quality (IQ) マップとInverse Pole Figure (IPF) マップを重ねて示す。応力一定クリープ試験による破断材平行部および応力変動クリープ試験による破断材平行部ともに, 焼戻しマルテンサイト組織を維持しており, 応力変動による組織への影響は認められない。Fig.10に, STEMによる明視野像を示す。クリープ変形前に比べ

Table 2. Estimated value for time fraction rule.

	MGQ			MGS	
	36 MPa	60 MPa	84 MPa	24 MPa	36 MPa
t_1 (h)	11060.1	15424.5	12909.4	13109.8	18124.4
t_{r1} (h)	15366.6	15366.6	15366.6	17632.7	17632.7
t_2 (h)	1824.0	2544.0	2112.0	2112.0	3000.0
t_{r2} (h)	2.96×10^7	1.38×10^6	1.33×10^5	2.22×10^8	2.96×10^7
t_1/tr_1	7.20×10^{-1}	1.00×10^0	8.40×10^{-1}	7.43×10^{-1}	1.03×10^0
t_2/tr_2	6.17×10^{-5}	1.85×10^{-3}	1.59×10^{-2}	9.51×10^{-6}	1.02×10^{-4}
$t_1/tr_1 + t_2/tr_2$	7.20×10^{-1}	1.01×10^0	8.56×10^{-1}	7.44×10^{-1}	1.03×10^0

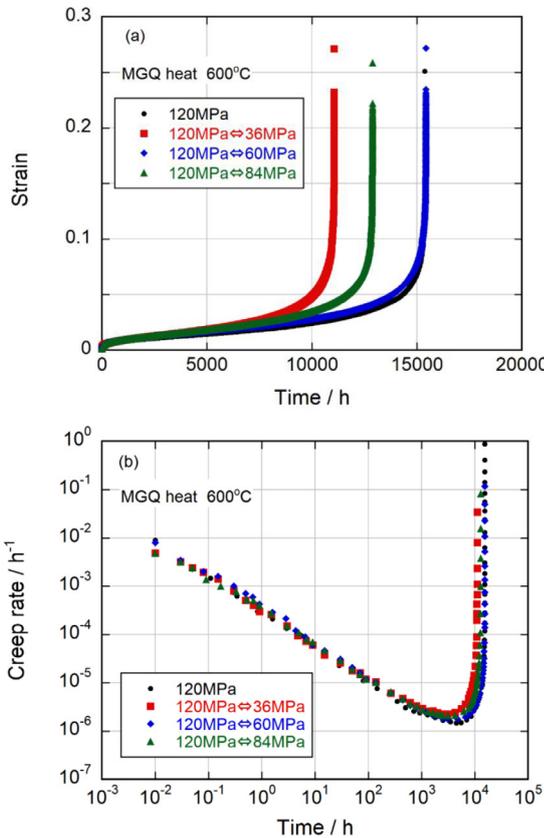


Fig. 7. Creep curve and creep rate versus time curve for MGQ heat. Creep time under low stress is not included in the curves. (Online version in color.)

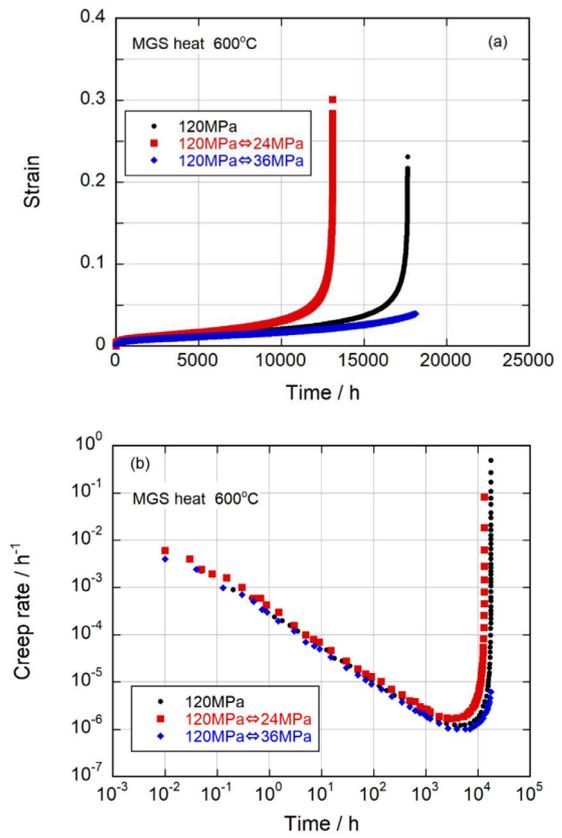


Fig. 8. Creep curve and creep rate versus time curve for MGS heat. Creep time under low stress is not included in the curves. (Online version in color.)

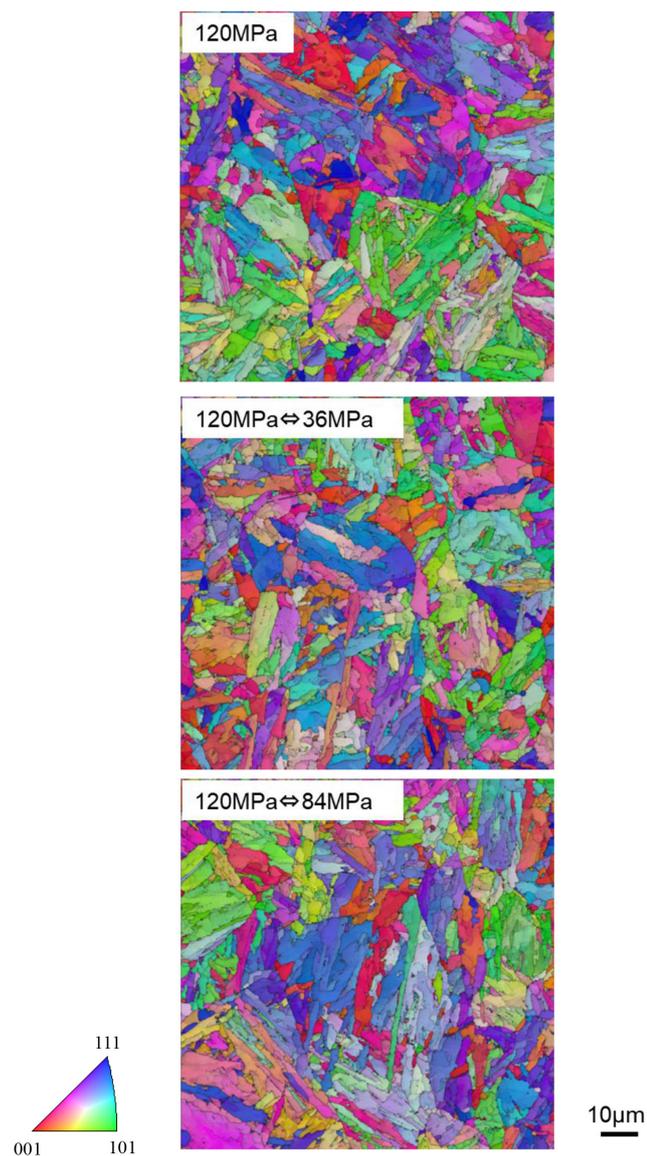


Fig. 9. IQ+IPF maps for creep ruptured samples for MGQ heat. 120MPa : tr = 15366.6 h, 120MPa⇔36MPa : tr = 12884.1 h, 120MPa⇔84MPa : tr = 15021.4 h (Online version in color.)

て、いずれのクリープ破断材においてもマルテンサイトラス組織の回復が大きく進んでいることが分かる。しかし、マルテンサイト組織の回復の程度は、応力一定のクリープ破断材と応力変動のクリープ破断材との間で大差ないことが分かる。また、MGQヒートのクリープ破断材において、 $M_{23}C_6$ 炭化物およびMX炭窒化物を合わせた析出数密度をSEM像にて測定した結果をTable 3に示す。各試料の測定視野は $515.6 \mu\text{m}^2$ である。応力一定のクリープ破断材と応力変動によるクリープ破断材の間に析出数密度の違いはない。これらの結果は、Fig.5~Fig.8で示したように、応力一定のクリープ破断時間およびクリープ速度に対する応力変動の影響が小さいことと対応している。なお、Zhang and Takahashi⁴⁾は、改良9Cr-1Mo鋼において、クリープ試験中に圧縮応力を繰り返し負荷する反転負荷により、クリープ

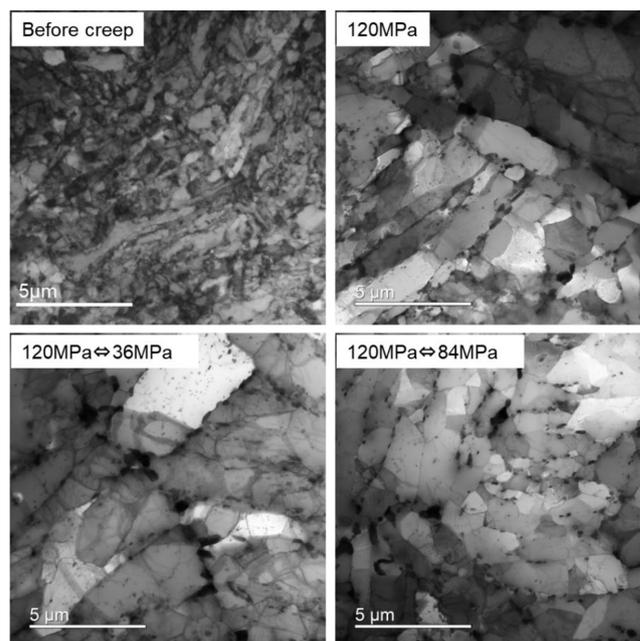


Fig. 10. TEM micrographs of creep ruptured samples for MGQ heat.

Table 3. Number density of precipitates of creep ruptured samples for MGQ heat.

	Number density / m^{-2}
120 MPa	2.6×10^{12}
120 MPa ⇔ 36MPa	2.5×10^{12}
120 MPa ⇔ 84MPa	2.3×10^{12}

速度が速くなることを報告している。この理由として、反転負荷により、組織回復が加速されると予測している。本報告では、応力変動のクリープ速度への影響は確認できなかったが、これは応力が引張側のみで変化させているため、組織変化への影響が小さかったことに依るものと考えられる。

以上、ASME P91鋼のクリープ強度に及ぼす応力変動の影響を検討した結果、本報告の実験範囲では、応力変動のクリープ破断時間およびクリープ速度への影響は確認できなかった。

4. 結言

ASME P91鋼の600℃におけるクリープ特性に及ぼす応力変動の影響を検討した。得られた結果は下記のとおりである。

- (1) 応力120 MPaのクリープ試験において、応力を24 MPa ~ 84 MPaの範囲で変動させた結果、応力変動の影響はほとんど確認されなかった。得られたクリープ破断時間は通常のばらつきの範囲内と判断された。
- (2) 長時間域におけるクリープ破断延性が異なる2つの

ヒートで応力変動クリープ試験を行った結果、両ヒートともに応力変動のクリープ特性に及ぼす影響はほとんどなかった。

- (3) 応力変動を行ったクリープ破断試験片平行部のマルテンサイト組織、析出物分布は、応力一定のクリープ破断試験片平行部の組織と類似しており、応力変動の組織変化への影響は確認されなかった。
- (4) 以上から、本報告の実験範囲では、応力変動がクリープ強度やクリープ速度に及ぼす影響は小さいと判断された。

利益相反に関する宣言

本研究の遂行に関する利益相反はないことを宣言する。

謝辞

本研究の一部は、公益財団法人池谷科学技術振興財団(助成番号 0351194-A)の助成を受けて行われたものである。

文 献

- 1) The Interpretation for the Technical Standard for Thermal Power Plant, The Ministry of Economy, Trade and Industry (METI), Tokyo, (2016), 33 (in Japanese).
- 2) ASME Boiler and Pressure Vessel Code, Section II, Part D, ASME, New York, NY, (2023), 1288.
- 3) H.Miyazaki, K.Kimura and T.Ogata: *CAMP-ISIJ*, **24**(2011), 1039, CD-ROM (in Japanese).
- 4) S.Zhang and Y.Takahashi: Proceedings of the 60th Symposium on Strength of Materials at High Temperatures, The Society of Materials Science, Japan, Kyoto, (2022), 1 (in Japanese).
- 5) NIMS Creep Data Sheet, No.43A, National Institute for Materials Science (NIMS), Tsukuba, (2014).
- 6) N.Sekido, H.Nagai, K.Yoshimi, T.Hatakeyama and K.Sawada: *CAMP-ISIJ*, **37**(2024), 247, CD-ROM (in Japanese).
- 7) ASME boiler and pressure vessel code. Section II. Part A, American Society of Mechanical Engineers (ASME), New York, (2023), 507.
- 8) JIS Z 2271: 2019, Metallic materials - Uniaxial creep testing in tension - Method of test (in Japanese).
- 9) K.Sawada, K.Kubo and K.Kimura: *Tetsu-to-Hagané*, **90**(2004), 835 (in Japanese). https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.90.10_835
- 10) H.Hayakawa, S.Nakashima, J.Kusumoto, A.Kanaya and H.Nakashima: *Int. J. Press. Vessel. Pip.*, **86**(2009), 556. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2008.06.003>
- 11) M.Sakamoto, H.Yoshizu and Y.Monma: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **41**(1992), 1655 (in Japanese). <https://doi.org/10.2472/jsms.41.1655>
- 12) K.Kimura and M.Yaguchi: Proceedings of the ASME 2024 Pressures Vessels & Piping Conference, PVP2024, ASME, New York, NY, (2024), 122999.
- 13) K.Kimura, H.Kushima and F.Abe: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **52**(2003), 57 (in Japanese). <https://doi.org/10.2472/jsms.52.57>