

ク リ ー プ ・ ラ プ チ ャ ー 試 験 に 関 す る 研 究 *

中 川 竜 一 ** ・ 乙 黒 靖 男 **

Study on Creep Rupture Test.

Ryuichi Nakagawa and Yasuo Otoguro

Synopsis:

In the study of materials served at high temperature, the experimental value in creep test and creep rupture test spread in wide range, so it was very important to consider the deviation of the experimental result in engineering for constructions and installations used at elevated temperature.

With 18Cr-8Ni stainless steel, studies were made with deviation of creep rupture properties such as creep rupture time, elongation and creep rate under stress of 10, 13 kg/mm² at 650°C, and the effect of quenching temperature on creep rupture strength, and size effect of test piece.

The following results were obtained:

i) Both creep rupture time and elongation were decreased with increasing quenching temperature, but were almost invariable at above 1100°C.

It seemed that these phenomena were due to precipitation of Cr₂₃C₆ on grain boundaries.

ii) Compared to the results in short time testing, the deviation of creep rupture time was smaller and those of elongation and creep rate were larger in long time testing.

iii) Size effect was not recognized between test pieces with 6 and 8mm in dia., however in the results obtained from test piece with 10mm in dia., the deviation or the mean was larger than that in test pieces with 6mm in dia.

I. 結 言

近年高温材料の用途の増加はいちじるしく、それにと
もない材料の改良、発展の研究もさかに行なわれてい
る。これらの材料の高温性質の優劣を決定するもつとも
一般的な方法としてのクリープ試験法、あるいはクリー
プ・ラプチャー試験法も一応整理され各国において規格
化されている。

しかしこれらの性質は非常にバラツキの多いものであ
り、高温で使用される装置、構造物などの設計のさいに、
この点をかなり考慮する必要がある。

クリープ試験あるいはクリープ・ラプチャー試験結果の
バラツキに関する研究^{1)~4)}は外国において2, 3行なわ
れているが、多大の労力および日数を要するために未だ
充分知られていない。

本実験では 18-8 ステンレス鋼を用い、クリープ・ラ
プチャー強さのバラツキ、あわせてクリープ・ラプチャ
ー強さにおよぼす焼入温度の影響、試験片寸法の相違に
よる影響などを調べた。

II. 試料および試験片

試料は Table 1 に示した化学組成を有する市販の 18-8

Table 1. Chemical composition (%)

C	Cr	Ni	Si	Mn	P	S	Fe
0.06	18.82	8.72	0.45	0.97	0.035	0.011	Bal.

ステンレス鋼の 20mmφ の丸棒を用い、バラツキと寸
法効果の試験では 1100°C × 1h, 焼入処理温度の影響
を調べるためには 1000~1200°C の間の各 50°C おきの
温度で 1h 保持後水冷した。試験片は一般に 6mmφ,
平行長 30mm とし、寸法効果を調べるために 8mmφ ×
40mm, 10mmφ × 50mm の 2 種類の試験片を使用した。
試験片平行部と肩の間の曲率はいずれも 3mm とした。

III. 試験機および試験方法

試験機は最大荷重 1.5 トン、最高温度 800°C, 積カ
ン比 1:10 の同一ラプチャー試験機 15 台を使用した。

荷重精度は規格により最大荷重の 5~100% の範囲で、
±1.5% 以内と規定されているが、本実験に使用した試
験機の荷重誤差は 250, 500, 1000, 1500 kg の 4 種類の
検定荷重で 0.742% 以内におさまっており、なおレバ

* 昭和35年4月本会講演大会にて発表

** 金属材料技術研究所

一の位置による差もつとも大きい場合で、250 kgの荷重で試験機 No. 14 の上中下のレバーの位置に対し、荷重誤差はおおの+0.614, -0.061, -0.213 の程度である。したがって試験機間の差は一応考慮に入れない。

伸び測定は試験機支柱と引張りロッドの間で行なつた。

試験条件は 650°C で 10, 13 kg/mm² の応力で、破断時間 1000 および 200 h を目標にした。

試験温度への加熱は約 5 h でその後の均熱を約 20 h 行なつた。

温度は試験片上下に Pt-Pt-Rh 熱電対をとりつけ、ポテンショメーターで 1 日 1 回測定した。なお試験中の室温は冬期で最低 8°C, 夏期で最高 36°C の範囲である。

V. 実験結果および考察

a) 焼入処理温度のクリープ・ラプチャー時間におよぼす影響

試料数の多いため、焼入処理を最初に 150×200×250 mm の大型炉で行なつた結果、クリープ・ラプチャー時間は非常にバラツキが大きく、650°C, 10 kg/mm² で最低 1100 h, 最高 2200 h; 13 kg/mm² では最低 196 h, 最高 337 h である。これが果してクリープ・ラプチャー試験そのもののバラツキであるか、あるいは炉内温度の不均一によるものであるかに疑問を持つたのでこの点を確認するため、温度分布の良い内径 80 mm の管状炉で 1200, 1150, 1100, 1050, 1000°C の各温度に 1 h 保持し水冷した試験片について実験を行なつた。

Fig. 1 に 650°C, 13 kg/mm², Fig. 2 に 650°C,

10 kg/mm² の焼入処理温度とクリープ・ラプチャー時間と伸びの関係を示す。

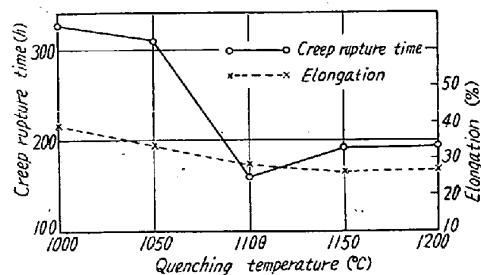


Fig. 1. Effect of quenching temperature on creep-rupture time and elongation under stress of 13 kg/mm² at 650°C.

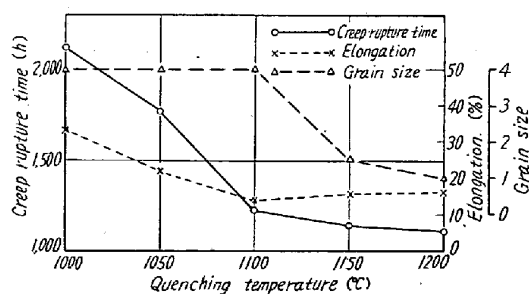


Fig. 2. Effect of quenching temperature on creep-rupture time, elongation and grain size under stress of 10 kg/mm² at 650°C.

クリープ・ラプチャー時間、伸びともに焼入処理温度の低い方が高く、1100°C までは温度の上昇につれて低下し、それ以上の温度ではほとんど変化がない。1000°C では 1100°C の場合のクリープ・ラプチャー時間の約 2 倍となり焼入処理温度の影響はかなり顕著である。

なお焼入処理温度による顕微鏡組織の相違を調べるた

め、上記温度から、焼入し、650°C で 1200 h 時効した試料の顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。

焼入処理温度の結晶粒度におよぼす影響を Fig. 2 に併記したが、結晶粒は 1100°C まで変化しないが、1150°C では結晶粒度番号は 4 から 1.5 になりかなり大きくなる。

1200°C では

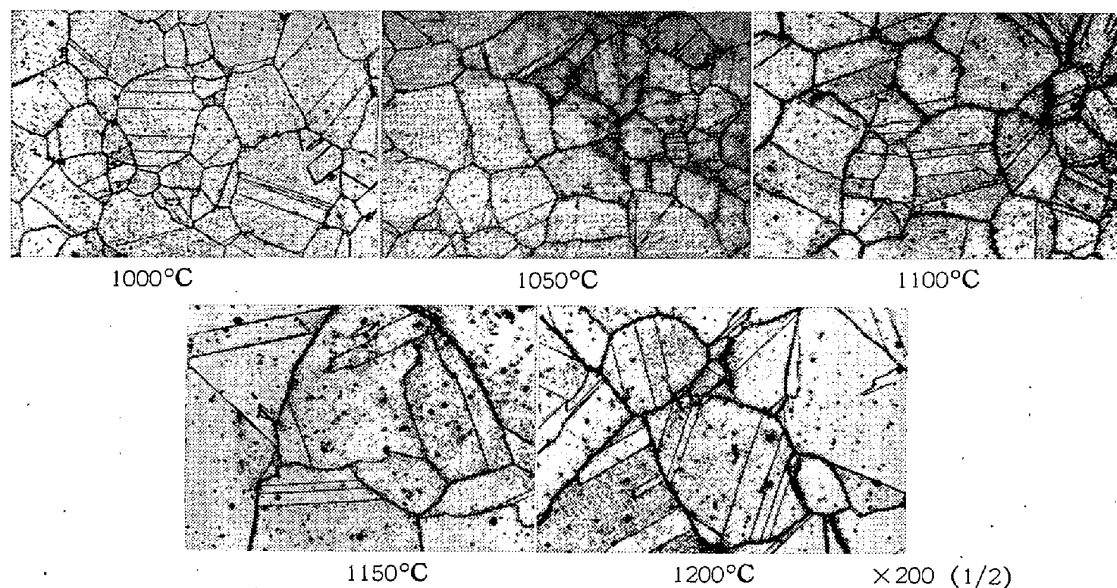


Photo. 1. Microstructure of specimens aged for 1200 hours at 650°C after water-quench from various temperatures.

1150°C よりやや大きくなるが、ほぼ同様である。

また一方 1100°C 以上の温度から焼入れ 650°C で焼戻した場合の組織は粒界がかなり黒く、厚みを有して行く。これはおそらく Cr_{23}C_6 と思われるが、この析出物を確認するため、1100°C に 1 h 保持後水冷し、650°C で 1200 h 時効した試料を 10% HCl エチルアルコール溶液中で電解分離し、その残渣を geiger flex で X 線回折した。

その回折図を Fig. 3 に示す。解析の結果析出物は Cr_{23}C_6 であることが実証された。

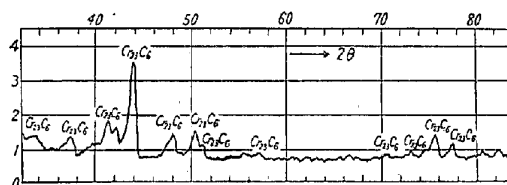


Fig. 3. X-ray diffraction lines of the specimen quenched from 1100°C and aged at 650°C for 1200 hours.

したがって Fig. 2 のクリープ・ラプチャー時間と結晶粒度を比較対照した結果、試験温度も比較的結晶粒度の影響の少ない 650°C であるので、結晶粒の影響より Cr_{23}C_6 の粒界析出がクリープ・ラプチャー強さに悪影響をおよぼしていると考えられる。

なおこれは KARL BUNGARDT および GUSTAV LENNARTZ の研究⁵⁾によると Cr_{23}C_6 の析出量は焼入温度が 1100°C の場合最大となり、焼入温度の低いほど少ない

ということからも裏書きされる。

b) クリープ・ラプチャー試験値のバラツキ

前述の結果からクリープ・ラプチャー試験そのもののバラツキを見るためには焼入処理温度を均一にすることが必要であることが判つたので焼入処理は同様に管状シリコニット炉で行なつた。試験結果を Table 2 に示す。

焼入温度を均一にした結果、バラツキの範囲はかなり狭くなつたが、応力 10 kg/mm² でのクリープ速度は最大値が最小値の約 3 倍となつており、バラツキはかなり大きい。

試験温度の平均値は 10 kg/mm² の場合には 650.0~650.2°C, 13 kg/mm² の場合には 649.3~651.5°C

の間であり、平均値の差の影響は一応考慮しない。

Fig. 3 にクリープ・ラプチャー試験中に測定された温度の度数分布の一例を示す。この図からも判るように温度は平均値のほかに変動を考えな

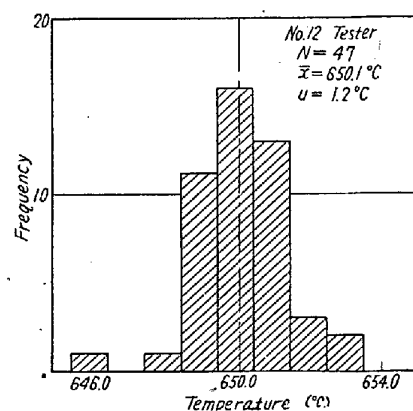


Fig. 4. An example of frequency distribution of measured temperature in creep rupture test.

Table 2. Results of creep-rupture test.

Testing machine	Stress	10 kg/mm ²				13 kg/mm ²			
		Creep-rupture time (h)	Elongation (%)	Creep rate (%/h)	Mean temperature (°C)	Creep-rupture time (h)	Elongation (%)	Creep rate (%/h)	Mean temperature (°C)
1		1134.87	14.2	675 × 10 ⁻⁵	650.2	149.65	16.9	653 × 10 ⁻⁴	650.3
2		1262.85	9.0	377	650.1	200.60	20.1	531	650.0
3		1130.03	12.3	688	650.2	194.88	19.4	597	650.2
4		1183.31	11.9	612	650.2	200.15	18.5	585	650.6
5		1275.26	17.3	731	650.2	155.45	16.5	593	650.5
6		1270.36	12.5	573	650.1	143.75	19.7	716	650.3
7		1316.11	18.8	903	650.2	142.11	16.3	621	651.5
8		1244.48	14.0	575	652.2	154.77	18.0	547	650.6
9		1295.31	21.9	988	650.0	179.61	20.0	645	651.1
10		1064.78	14.9	627	650.0	156.61	23.0	639	650.7
11		1345.83	11.6	409	650.2	128.95	16.0	659	649.8
12		1274.17	16.9	825	650.1	143.11	18.2	595	650.7
13		1238.91	14.9	662	650.1	200.51	20.3	627	650.8
14		1356.08	16.4	664	650.1	170.03	17.9	554	650.7
15		1237.27	13.9	529	650.0	145.00	18.5	633	650.1
						173.68	18.8	657	650.6
						144.81	18.7	595	649.3
Mean		1241.98	14.7	656 × 10 ⁻⁵		163.75	18.6	615 × 10 ⁻⁴	
u		80.1	3.2	165 × 10 ⁻⁵		23.7	1.7	45 × 10 ⁻⁴	

くてはならない。本来クリープ・ラプチャー試験のバラツキの中にはこれら平均温度、温度変動の影響は必然的に含まれてくるものであり、この影響を別個に取りだすためには、現在の温度制御装置ではかなりの回数の実験を要求される。

したがって温度制御の精度が向上しない限り、これらの影響を含んだものをクリープ試験のバラツキと考えた方が妥当であるとも考えられる。

しかしながら本実験においては平均温度がほぼ一定であるので、この程度の温度変動が果して影響があるものかどうかを調べるため、各試験における温度の標準偏差とクリープ・ラプチャー時間の相関の有無を調べた。なお応力 13 kg/mm^2 の場合は平均温度の同程度のもの 8 本を選んで行なった。その結果いずれの場合も相関は認められない。したがって温度変動の影響はたとえあつたとしても、クリープ試験そのもの、すなわち材質の微小な相違によるバラツキに比べれば無視できる程度のものであると思われる。

650°C 、 10 kg/mm^2 、 13 kg/mm^2 でのクリープ・ラプチャー時間、伸び、クリープ速度の度数分布を Fig. 4、Fig. 5 に示す。

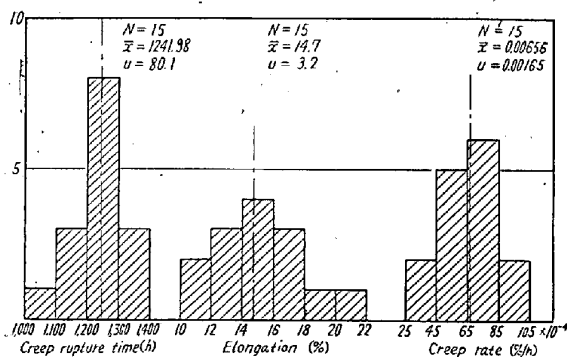


Fig. 5. Frequency distribution of creep-rupture time, elongation and creep rate under stress, 10 kg/mm^2 , at 650°C .

Table 3. The ratio of standard deviation to the mean value. (%)

	Creep-rupture time	Elongation	Creep rate
10 kg/mm^2	6.5	21.8	25.1
13 kg/mm^2	14.5	9.1	7.3

Table 4. Confidence limit of the mean value at 99% of confidence coefficient.

	Creep-rupture time (h)	Elongation (%)	Creep rate (%/h)
10 kg/mm^2	$1241 \text{ h } 59 \text{ mn} \pm 61 \text{ h } 40 \text{ mn}$	14.7 ± 2.5	0.00656 ± 0.00127
13 kg/mm^2	$163 \text{ h } 45 \text{ mn} \pm 16 \text{ h } 47 \text{ mn}$	18.6 ± 1.2	0.0615 ± 0.0032

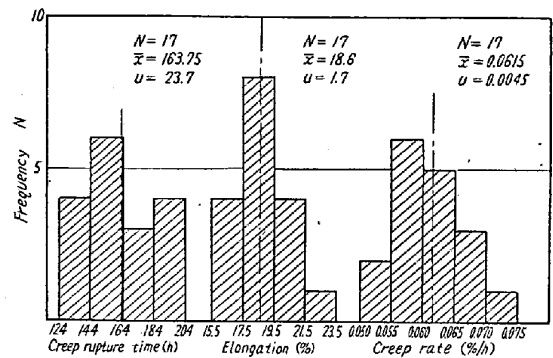


Fig. 6. Frequency distribution of creep-rupture time, elongation and creep rate under stress, 13 kg/mm^2 , at 650°C .

Table 3 に各実験値の標準偏差の平均値に対する割合を示し、バラツキに対する目安とした。

したがってクリープ・ラプチャー時間は応力 10 kg/mm^2 すなわち長時間の方がバラツキが少ないが、伸びおよびクリープ速度は逆に応力 13 kg/mm^2 すなわち短時間の方がバラツキは少ない。

また各実験値の真の平均値の存在範囲を $\bar{x} \pm ut_{\alpha}/\sqrt{N}$... (1) 式より求めた結果を Table 4 に示す。($\bar{x}$: 平均値 u : 標準偏差, N : 標本数, t_{α} : 自由度 $n=N-1$ の t 分布曲線の $1-\alpha$ 面積を占める t の値)

短時間試験と長時間試験での破断伸びの値を比較するため、まず $F_0 = u_A^2/u_B^2$... (2) より両者の分散を比べた結果、分散比は 2.98 となり F 分布表より $F_{16}^{16}(0.05) = 2.37$ より大きく 5% の危険率で有意である。したがって長時間試験の方が伸び自体のバラツキが大きいというが、平均値の比較の対象とならない。

しかし危険率をさらに厳しく 1% にとつた場合 $F_{16}^{16}(0.01) = 3.45$ となり有意でない、したがって両者の平均値を比較するため、まず共通の分散を $u^2 = (n_A u_A^2 + n_B u_B^2)/(n_A + n_B)$... (3) (n : 自由度, u : 分散) より求めると 2.54 となり、さらに

$$t_0 = (\bar{x}_A - \bar{x}_B)/u \cdot \sqrt{N_A N_B / (N_A + N_B)} \quad \dots (4)$$

より t_0 を求めると 4.33 となる。一方 t 分布表を見れば、 $t(n=30, \alpha=0.001)$ は 3.65 となるので荷重すなわちクリープ・ラプチャー時間による伸びの差は 0.1% の危険率で認められる。

またクリープ・ラプチャー時間、伸び、クリープ速度

Table 5. Correlation between variation of creep-rupture time (x), that of elongation (y) and that of creep rate (z)

	10 kg/mm ²			13 kg/mm ²		
	γ	t_0	$t(0.05)$	γ	t_0	$t(0.05)$
x, y	0.2165	0.7996	2.16	0.4540	1.7583	2.13
y, z	0.7788	4.4763	2.16	0.0572	0.2226	2.13
x, z	0.0679	0.2452	2.16	-0.2418	-0.9652	2.13

の変動の間に対応がないかと考え、各二者の間の相関係数を $r_{xy} \equiv \Sigma(x-\bar{x})(y-\bar{y}) / \sqrt{\Sigma(x-\bar{x})^2 \Sigma(y-\bar{y})^2} \dots (5)$ より求め、またこれらの相関の有意性の検定を行なうため、 $t_0 = r\sqrt{N-2} / \sqrt{1-r^2} \dots (6)$ よりおのおの t_0 を求め、その値と自由度 ($N-2$) の検定値 ($\alpha=0.05$) を Table 5 に示す。

Table 5 より 10 kg/mm² で伸びとクリープ速度の間にはのみ 0.1% 以下の危険率で相関があるといえるが、そのほかの場合はいずれも認められない。

(c) 寸法効果

鋳塊よりクリープ・ラプチャー試験片を取る場合に試験片寸法が試験結果に影響を与えない限り、小さい方が有利であり、また試験機の能力が小さくてすむ。

この目的から 6mm ϕ 、8mm ϕ 、10mm ϕ の3種類の試験片について、650°C、13 kg/mm²、10 kg/mm² の2応力で実験を行ないその影響を調べた。Table 6 に各寸法の試験片の各応力でのクリープ・ラプチャー時間伸び、クリープ速度の平均値と不偏分散 u^2 および標本

数を示す。

長時間試験すなわち応力 10 kg/mm² の場合伸びを除き、いずれの場合の分散も平均値も 10mm ϕ の試験片が大きい。

10mm ϕ および 8mm ϕ の試験片と 6mm ϕ の試験片の実験値の平均値の比較を行なうため式 (2) より計算した分散比 F_0 と分散の差を調べるための検定値 $F_{n_1, n_2}^{0.05}$ を Table 7 に示す。(n_1, n_2 自由度)

10mm ϕ の試験片については応力 13 kg/mm² では 6mm ϕ の試験片と比べてクリープ・ラプチャー時間、伸び、クリープ速度の分散は 5% の危険率で有意差が認められる。したがって 10mm ϕ の試験片の方がバラツキが大きいことになり、平均値の比較の対象とならない。

10 kg/mm² の応力ではクリープ・ラプチャー時間のみは危険率 5% で分散に差が認められるが、危険率を 1% にとると有意差はない。したがってこれについても一応平均値の比較を行なつた。また 8mm ϕ の試験片に

Table 6. Size effect of test piece on creep properties.

Stress	Diameter	Number of samples	Creep-rupture time		Elongation		Creep rate	
			Mean	u^2	Mean	u^2	Mean	u^2
10 kg/mm ²	10	4	1,400.26	32,057.8705	22.0	7.44	$1,012 \times 10^{-5}$	$42,793 \times 10^{-10}$
	8	3	1,285.98	2,332.9899	14.4	14.23	715×10^{-5}	$23,235 \times 10^{-10}$
	6	15	1,241.98	6,422.2018	14.7	10.37	656×10^{-5}	$27,168 \times 10^{-10}$
13 kg/mm ²	10	5	270.98	4,424.3840	34.9	228.30	686×10^{-4}	$80,60 \times 10^{-8}$
	8	3	154.71	332.5177	18.6	3.46	594×10^{-4}	$7,22 \times 10^{-8}$
	6	17	163.75	562.6493	18.6	3.05	615×10^{-4}	$20,47 \times 10^{-8}$

Table 7. The test of variance ratio calculated between test pieces with 6 and 10mm in dia., test pieces with 6 and 8mm in dia.

Stress	Dia.	Creep-rupture time		Elongation		Creep rate	
		F_0	$F(0.05)$	F_0	$F(0.05)$	F_0	$F(0.05)$
10 kg/mm ²	10	4.99	3.34	1.39	8.71	1.58	3.34
	8	2.75	19.42	1.37	3.74	1.17	19.42
13 kg/mm ²	10	7.86	3.01	74.85	3.01	3.94	3.01
	8	1.69	19.43	1.13	3.24	2.84	19.43

Table 8. The test of the difference of the mean value in creep-rupture properties between test pieces with 6 and 10mm in diavs. test pieces with 6 and 8mm in dia.

Dia	Stress	Creep-rupture time		Elongation		Creep rate	
		t_0	$t_a(0.01)$	t_0	$t_a(0.01)$	t_0	$t_a(0.01)$
10	10	2.70	2.90	4.13	2.90	3.66	2.90
8	10	0.75	2.92	0.12	2.92	0.47	2.92
	13	0.56	2.88	0.00	2.88	0.68	2.88

については両応力とも危険率 5% で分散の差はないとい
いうので、10mm ϕ 、10 kg/mm²、8mm ϕ 、10 kg/
mm² および 13 kg/mm² の結果について、6mm ϕ の
試験片と平均値の比較を行なった。

式 (3), (4) より求めた t_0 とその検定値 $t_a(0.01)$
を Table 8 に示す。

検定値として危険率 1% の t_a をとつた場合、8mm
 ϕ の試験片については差が認められない。10mm ϕ の試
験片については伸び、クリープ速度は有意差があるが、
クリープ・ラプチャー時間は危険率を 2.5% にとつた場
合有意となる。したがって有意差を認めるためにはやや
危険率が高くなるが、この程度の危険率では差を認めて
もよいと思われる。

以上のように 10mm ϕ の試験片についてはバラツキ
が大きかったり、また平均値が大きい原因としては、試
験片数の少ないこと、あるいは原材料断面での直径方向
における偏析、焼入処理のさいの冷却速度の相違などが
考えられる。

一例として、原材料として使用した 20mm ϕ 丸棒の
断面の各位置における Ni, Cr の濃度を分光分析によ
り、乾板に撮影したスペクトル線の透過度の比率を
Table 9 に示す。

Table 9. Distribution of concentration of Ni and Cr in cross section of 18-8 stain-less steel bar.

Distance from the center (mm)	1	2	3	4
	7.5	4	0	5
Fe/Ni	4.33	4.52	3.93	4.03
Fe/Cr	2.03	1.19	2.00	2.10

したがって Ni 濃度の順位は $2 \geq 1 > 4 \geq 3$, Cr 濃度の
順位は $4 > 1 \geq 3 > 2$ となる。表から判るように Ni は中
心部がわずかに少ないようであり、Cr はほとんど差が
ないようである。しかしこの程度の合金元素の差がクリ
ープ・ラプチャー実験値に影響をおよぼすかどうかは疑
問であるがその一因と考えることも可能である。

V. 結 言

i) 焼入温度 1000~1200°C で、クリープ・ラプチャ
ー時間、伸びともに焼入温度の低い方が大きく、1100°C
から上はほぼ一定となる。これは Cr₂₃C₆ の粒界析出の
結果と思われる。

ii) クリープ・ラプチャー時間のバラツキは長時間試
験の方が少なく、伸びおよびクリープ速度のバラツキは
短時間試験の方が少ない。

iii) 試験片の寸法効果について明確な結論は得られな
いが、8mm ϕ と 6mm ϕ の試験片の間にはなく、10
mm ϕ の試験片については、6mm ϕ の試験片にくら
べ短時間試験では、バラツキが大きく、長時間試験にお
いては、実験値の平均値が大きい。(昭和35年4月寄稿)

文 献

- 1) F. C. MONKMAN & N. J. GRANT: Proc. A.S.T.M. 56 (1957), 593
- 2) ALFRED KELLER & WERNER STAUFFER: Arch. Eisenhüttenw., 28 (1957), 11, p. 719
- 3) HANS ZSCHOKKE: Arch. Eisenhüttenw., 28 (1957), 11, p. 726
- 4) WILHELM SCHLÜTER: Arch. Eisenhüttenw., 28 (1957), 11, p. 717
- 5) KARL BUNGARDT & GUSTAV LENNARTZ: Arch. Eisenhüttenw., 29 (1958), 6, p. 359