ミニチュア試験片によるクリープ破断特性の評価[†]

園 家 啓 嗣* 北 川 正 樹**

Evaluation of Creep Rupture Properties with Miniature Test Specimen

by

Keiji SONOYA* and Masaki KITAGAWA**

Evaluation of service reliability of components, particularly the remaining service lifetime of materials, has become a very important matter for thermal power stations and other plants. The remaining lifetime is usually assessed with a fair precision from aggravation of mechanical properties, especially that of creep characteristics. One difficulty here is that, if the precision of prediction is to be improved over what is available with today's in-situ nondestructive methods, one needs to take samples directly from operating machines, whereby one has to be satisfied with a small quantity of samples. This calls for establishment of a trustworthy method for evaluating creep rupture characteristics with a small number of small-size specimens.

The following observations and conclusions were made in the present study.

(1) The miniature specimen creep tester, developed here with a testing chamber maintained airtight with a pair of O-rings, performed quite well, in which the combined effect of internal Ar pressure and O-rings could be safely ignored.

(2) In Ar atmosphere to forestall oxidation, the rupture time obtained with the 2 mm diameter miniature test specimens agreed quite well with that obtained with the 8 mm diameter conventional test specimens.

(3) The effect of oxidation to degrade the rupture time became manifest above 600°C.

(4) The major cause of this degradation is an increase in true stress arising from the loss of material due to oxidation.

Key words: Evaluation of remaining life, Thermal power plant, 2¼Cr-1Mo steel, Miniature specimen creep tester, Oxidation, Ar atmosphere

1 緒 言

国内の火力発電プラントの約 60% は既に 10 万時間以上運転されており、老朽化した設備が多い。このようなプラントについて安全性の高い保守管理を維持していくためには、今まで以上にレベルの高い保守管理システムの構築が必要である。このための一環として経年劣化設備の余寿命評価技術の開発は重要な課題であり、余寿命評価手法については各種検討され、例えば、Fig. 1 のように 3 段階の STEP を踏む寿命診断システムが提案されている¹⁾。ところで、使用部材の機械的性質、特にクリープ特性の劣化を評価できれば、その部材の寿命予測をかなりの精度で行えることが明らかにされている²⁾。非破壊的手法によって物理的性質の低下を評価する方法もあるが、物理的性質と機械的性質の間の相関関係ははっきりしない。そこで寿命予測の精度を向上させるためには、機械的性質

を評価するための試験片を部材から直接採取し破壊試験を実施する必要がある。ところが、実機からは試料を採取できても大型の試験片が取れないのが現状である。

したがって、本研究では経年劣化設備の余寿命評価法の開発を目的として、火力プラントの主要部材に使用される 2¼Cr-1Mo 鋼を用いて、ミニチュア試験片によるクリープ試験機の試作およびミニチュア試験片によるクリープ破断特性について検討した。

2 実験方法

2・1 供試材およびミニチュア試験片

供試材は、今後余寿命評価をしていくと予測されるプラント部材を模擬するため、現在市販されている材料に比べて Si, P, および S 量が多少高めで、約 20 年間の材料に近い成分の 2¼Cr-1Mo 鋼管材 (STPA 24) を用いた。供試材の化学成分および熱処理条件を

[†] 原稿受理 平成 3 年 1 月 10 日 Received Jan. 10, 1991

* 石川島播磨重工業(株)技術研究所 〒135 東京都江東区豊洲, Res. Inst., Ishikawajima-Harima Heavy Ind. Co. Ltd., Koto-ku, Tokyo, 135

** 正 会 員 石川島播磨重工業(株)技術研究所 〒135 東京都江東区豊洲, Res. Inst., Ishikawajima-Harima Heavy Ind. Co. Ltd., Koto-ku, Tokyo, 135

Fig. 1. Example of remaining lifetime evaluation system.

Table I. Chemical composition of 2¼Cr-1Mo (mass %).

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Nb	Al	N
STPA24	0.125	0.34	0.53	0.014	0.011	2.38	1.12	0.15	0.17	0.01	0.002	0.0073
JIS Spec.	<0.15	<0.50	0.30 0.60	<0.030	<0.030	1.90 2.60	0.87 1.13	—	—	—	—	—

Normalized for 2 h at 970°C and tempered for 9 h at 720°C and PWHT for 7.5 h at 720°C.

Table I に示す。ミニチュア試験片は、できるだけ小型でクリープ破断試験でも標点間で破断するよう平行部の直径が $\phi 2\text{ mm}$ で全長が 27 mm のものを採用することにした。ミニチュア試験片形状を Fig. 2 に示す。また、比較のため平行部の直径が $\phi 8\text{ mm}$ の従来型寸法の試験片も用いた。

2・2 ミニチュアクリープ試験機の開発

ミニチュア試験片は寸法が従来型試験片よりかなり小さいので、酸化の影響および荷重負荷精度を向上させる必要性から Ar 雰囲気中でできるミニチュアクリープ試験機の試作を行った。

Fig. 2. Specimen for miniature creep rupture test.

Fig. 3 に試作したミニチュアクリープ試験機の概要図を示す。酸化減肉の影響を考慮する必要があるため、Ar 雰囲気中で試験できるよう真空排気装置および Ar 供給装置を装備している。直荷重方式（最大荷重 200 kg）で高さ 2 m、幅 0.5 m、奥行き 0.5 m の装置である。試験中の試験片温度は設定温度の $\pm 1^\circ\text{C}$ 内になるようになっている。また、O リング方式によって内部の気密を保つ仕組みになっている。Ar 内圧や O リングによってミニチュア試験片に荷重が加わる可能性があるため、その影響を調べた。Fig. 4 に異なる Ar ガス圧力条件下における荷重値と解放時の荷重値の差をひずみゲージによって測定した結果を示す。Ar ガス圧力の増大に伴って試験片に加わる荷重は若干増加するが、19.6 kPa の圧力差でも試験片に付加される荷重は最大 0.5 kg のオーダーで試験片にはほとんど影響を与えないと考えられる。

Ar 雰囲気の試験は真空ポンプで 0.133 Pa まで排気した後、試験片への付加荷重がほとんど無視できる程度の 14.7 kPa の Ar ガス（圧力差：4.9 kPa）で置換して行うことにした。

2・3 ミニチュア試験片によるクリープ破断試験

Fig. 3. Sketch of miniature creep testing machine.

クリープ破断試験は、試験温度がボイラ等の評価に適切と考えられる 570~680°C の範囲で 3 段階に分け、Ar 雰囲気中および大気中で最長 1000 時間程度の試験を行い、ミニチュア試験片における酸化の影響について検討した。また、従来型試験片 ($\phi 8$ mm) についても比較のためクリープ破断試験を行い試験片寸法の影響を調べた。

Fig. 4. Relation between dead weight and load under various gas pressures.

Fig. 5. Creep rupture test results of 2 $\frac{1}{4}$ Cr-1Mo steel.

3 試験結果

ミニチュア試験片および従来型試験片によるクリープ破断試験結果を Fig. 5 に示す。ミニチュア試験片の大気中の破断時間は、570°C では Ar 雰囲気中の結果と同程度の値であるが、630°C 以上になると Ar 雰囲気中と比べて寿命が短くなることが分かる。温度が 680°C では大気中の破断寿命と Ar 雰囲気中の破断寿命の差は更に大きくなる傾向を示す。この結果は、クリープ破断データを Larson-Miller パラメータ (P) で整理した Fig. 6 の結果からも明らかで、P が 1.8×10^4 より大きくなると大気中のデータは Ar 雰囲気中のデータより低くなり、その差が徐々に大きくなる傾向を示す。

一方、ミニチュア試験片の Ar 雰囲気中の破断時間は、680°C までの温度範囲では同一温度、同一応力条件下での大気中の従来型試験片 ($\phi 8$ mm) の破断時間とほぼ一致することが判明した。また、Fig. 7 に Ar 雰囲気中のミニチュア試験片および大気中の従来型試験片のクリープ曲線の代表例を示す。ミニチュア試験片と従来型試験片のクリープ曲線の形状は同様な

Fig. 6. Creep rupture life of 2 1/4Cr-1Mo steel.

Fig. 7. Creep curve for miniature specimen in Ar and large specimen in air.

傾向を示し、破断時間も同程度であることが明らかである。したがって、 $\phi 2$ mm 程度のミニチュア試験片を用いて従来型試験片と同様なクリープ破断特性を求めることができると判断される。

4 考 察

2 1/4Cr-1Mo 鋼は高温長時間側でクリープ破断寿命の低下が大きく、この要因として試験片の表面酸化が考えられるので、酸化の影響を定量的に調べた。Fig. 8 は試験後の試験片表面の酸化層の厚みを、クリープ伸びによる影響が小さいと考えられる試験片肩部の酸化層の厚みをミクロ的に測定することによって求め、Larson-Miller パラメータで整理したものである。同

Fig. 8. Oxide scale growth kinetics for 2 1/4Cr-1Mo steel.

図には酸化による直径減少量と Larson-Miller パラメータの関係も併記した。

$$\begin{aligned} & (T+273.15)(14.68+\log t_r) \\ & = 1.73 \times 10^4 + 1.698 \times 10^3 (\log d) + 2.673 \\ & \quad \times 10^2 (\log d)^2 \end{aligned} \quad (1)$$

ここで、 T : 試験温度 ($^{\circ}\text{C}$)、 t_r : 破断時間 (h)、 d : 酸化物厚さ (mm) である。

Ar 雰囲気中では 680 $^{\circ}\text{C}$ の高温でも酸化層はほとんど生成しない。このことは Fig. 9 の断面ミクロ写真からも明らかである。一方、大気中では 570 $^{\circ}\text{C}$ の温度では酸化層の生成量が 5 μm 程度とわずかであるが、600 $^{\circ}\text{C}$ 以上の温度になると急激に酸化され始め、例えば、Fig. 10 から分かるように 680 $^{\circ}\text{C}$ では 0.5 mm 程度の酸化層が認められる。この酸化層ははく離しやすく、高温で長時間側でははがれ落ちる場合が多かった。これらのことから、ミニチュア試験片によるクリープ試験では、大気中では約 600 $^{\circ}\text{C}$ の温度から酸化の影響が現れ始め、クリープ破断寿命を大きく低下させるものと考えられる。なお、破断後の試験片は大気中も Ar 雰囲気中のものも十分絞れており、試験片の小型化に伴うき裂の成長による急速破断はないと推定される。

高温クリープ試験では試験片の表面が酸化して有効断面積が減少するので真応力が増加し、クリープ強度低下が著しくなり、補正が必要であると言われている。そこで、ミニチュア試験片による大気中のクリープ破断試験結果から酸化の影響を補正してみた。補正方法は、以下の通りである。

初期応力を σ_0 とすると t 時間後の修正応力 σ_t は式 (2) となる。

$$\sigma_t = \sigma_0 \cdot (D_0/D_t)^2 \quad (2)$$

ここで D_0 : 元の直径、 D_t : t 時間後の有効直径である。

Fig. 9. Microstructure of creep rupture specimen in Ar.

σ_t の時のクリープ破断時間は Larson-Miller パラメータで各応力に対して線形損傷則が成立すると仮定すると式 (3) で計算できる.

$$\dot{t}_r(t) = \dot{t}_r / \dot{t}R_M(\sigma_0) \cdot \dot{t}R_M(\sigma_t) \quad (3)$$

なお, $\dot{t}R_M(\sigma)$ はマスターカーブで得られる応力 σ の破断時間で, 2¼Cr-1Mo 鋼のアスターカーブは式 (4) で得られる.

$$(T + 273.15) \cdot (18.77 + \log \dot{t}R_M(\sigma)) = 21598 - 334.9 \cdot \log \sigma - 2318 \cdot (\log \sigma)^2 \quad (4)$$

各時間でのクリープ損傷係数 D_c は Table II に示すごとくであり, 式 (3) を用いて次式より D_c を計算する.

$$D_c = \sum_{i=1}^{t_r} 1 / \dot{t}_r(t) \quad (5)$$

1 回目の修正破断時間 $\dot{t}R_{c1}$ は式 (6) になる.

$$\dot{t}R_{c1} = D_c \cdot \dot{t}_r \quad (6)$$

$\dot{t}R_{c1}$ のデータに対してマスターカーブを計算する.

以後式 (2) に戻り, 同じ手順で式 (6) まで計算してマスターカーブの修正を行う. この手順を 5 回以上繰り返すと一つのカーブに収束する. その結果, 最終的には酸化の影響を考慮した修正マスターカーブとして式 (7) が得られる.

$$(T + 273.15) \cdot (18.77 + \log \dot{t}R_M(\sigma)) = 22600 - 1779 \cdot \log d - 1808 \cdot (\log d)^2 \quad (7)$$

ここで, d は $D_0 - D_t$ (温度 $T^\circ\text{C}$ における t 時間

Table II. Creep damage calculation.

Time (h)	Specimen diameter (mm)	True stress (MPa)	Damage ratio
1	D_1	σ_1	$1 / \dot{t}_{r(1)}$
2	D_2	σ_2	$1 / \dot{t}_{r(2)}$
3	D_3	σ_3	$1 / \dot{t}_{r(3)}$
t	D_t	σ_t	$1 / \dot{t}_{r(t)}$
t_r	D_r	σ_r	$1 / \dot{t}_{r(t_r)}$

$$\text{Total creep damage ratio } D_c = \sum_{i=1}^{t_r} 1 / \dot{t}_{r(i)}.$$

Fig. 10. Microstructure of creep rupture specimen in air.

Fig. 11. Stress vs. L.M. parameter for 2 1/4Cr-1Mo steel corrected for oxidation effect.

後の直径減肉量)である。

Fig. 11 は, ミニチュア試験片の大気中のクリープ破断データを式 (7) に基づいて酸化の影響を修正した結果を Ar 雰囲気中のデータと比較したものである。前者のデータは後者のデータとほぼ一致することが分かる。これらのことから, ミニチュア試験片の大気中でのクリープ破断寿命が, Ar 雰囲気中と比べて 600°C 以上の高温で低下するのは, 主に酸化減肉による真応力の増加が原因だと判断される。

5 結 言

ミニチュアクリープ試験機の試作を行い, その装置を用いて 2¼Cr-1Mo の鋼のミニチュア試験片によるクリープ破断特性を調べた。得られた結果を以下に要約する。

(1) O リング気密方式の Ar 雰囲気クリープ試験機を開発した。この試験機は試験片に作用する内圧等の影響をほとんど無視できる。

(2) Ar 雰囲気中のミニチュア試験片 (φ2 mm) の破断寿命は, 従来型試験片 (φ8 mm) の大気中の破断寿命と同程度であることが確認できた。

(3) 大気中のミニチュア試験片の破断寿命は,

600°C 以上の高温で Ar 雰囲気中の破断寿命より著しく低くなる傾向を示す。

(4) 上記の大気中の破断寿命低下は, 高温酸化による酸化減肉のため真応力が増加することが主要因であることが明らかになった。

(平成 2 年 12 月 6 日 第 28 回高温強度シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 北川正樹, 富士彰夫, 米山弘志, 中島玉雄, 服部 博, 馬木秀雄, 須貝弘之, 石川島播磨技報, 5, 299 (1988).
- 2) 馬木秀雄, 松本誠一, 北川正樹, 野中 勇, 石川島播磨技報, 3, 162 (1989).
- 3) 金子隆一, 本郷弘通, 長島伸夫, 材料とプロセス, 3, 900 (1988).
- 4) 園家啓嗣, 北川正樹, 材料とプロセス, 3, 845 (1990).
- 5) 園家啓嗣, 北川正樹, 第 28 回高温強度シンポジウム前刷集, p. 31 (1990).
- 6) NRIN Creep Data Sheet, No. 3B (1986).
- 7) 中代雅士, 木原重光, 岸本文宏, 藤森 徹, 第 27 回高温強度シンポジウム前刷集, p. 1 (1989).

書 評

“Periodic Precipitation”

A Microcomputer Analysis of Transport and Reaction Process
in Diffusion Media, with Software Development

Heinz K. Henisch (著)

(1990 年, Pergamon Press 発行, 23.5×15.3 cm, 122 ページ, UK £ 20.5)

R. E. Liesegang 博士が 1896 年に 2 クロム酸カリウム含有ゼラチン上に濃厚硝酸銀液滴を落下させて同心円状の周期的沈澱 (リーゼガング環) の生成を発見して以来, 適当な条件を満たせば水溶液中でも周期沈澱環が形成可能であることが示されたが詳細な機構については現在でも明らかにされてはいない。天然物では縞メノウ, デンブ粒子の層状構造などにリーゼガング環の生成が認められる。本書を出版する前に著者 (H. K. Henisch) は「Crystal Growth in Gels (The Pennsylvania State Univ. Press, 1970)」や「Crystals in Gels and Liesegang Rings (Cambridge Univ. Press, 1988)」を既に発刊している。既刊の 2 冊の内, 最初はリーゼガング環の生成に対する少しお遊び風の内容であり, 後者では多数の他の研究結果も網羅して, 自然あるいは研究室レベルでの研究結果を総集成したものであった。

本書は既刊の 2 巻とは趣を異にして, 周期沈澱環の形成過程を Fick's 則を基に修正拡散方程式を誘導し, それらの解析計算のための Basic 言語でのコンピュータプログラムと計算時のパラメータを絡めさせて得られる結果の解釈について, 多くの成分系に対して解説が盛り込まれている。実際の計算機プログラムは IBM コンパチブルのソフトパッケージとして別途同出版社から発売されている。生成機構に未解決の問題が多いが機能性材料の設計には, 今後応用が期待される周期沈澱環形成に対する電算機による定量解析的アプローチに興味をお持ちの方々には, 大いに参考となる書物であろう。

(京都工芸繊維大学工芸学部 中村 雅彦)