た。富士製鉄・広畑製鉄所葛原研究所長並びに鶴野副長に、また直接実験を行なつていただいた中木村、横田の両氏に深甚なる感謝を献げる次第であります。

(昭和 34 年 9 月寄稿)

文 献

- 1) C. F. Tipper: *Welding Journal*, (1950) p. 50-s
- 2) C. F. Tipper, J. F. Baker: *The institute of Mech. Eng.* (1955) Oct. p. 24
- 3) 中西昭一: 鉄と鋼, Vol. 42 (1956) No.9 p. 837
- 4) 中西昭一: 鉄と鋼, Vol. 43 (1957) No.3 p. 359
- 5) N. N. Davidenkov, E. M. Shevandin: *Journal. Tech. Physics IV*, (1934)
- 6) E. P. Klier, F. C. Wagner, M. Gensamer: *Welding Journal*, (1949) p. 50-s
- 7) E. Orowan: *Trans. Inst. Eng. Shipbuild. Scotland*, (1945) p. 165
- 8) P. Ludwik: *Elements of Technological Mechanics* (109)
- 9) W. Kuntze: *Arch. Eisenhüttenwesen* 2 (1928) p. 109
- 10) E. Orowan: *Fracture and Strength of Solids, Reports on Progress in Physics*, 12 (1949) p. 185

18-8 Ti ステンレス鋼のクリープ特性*

寺 井 庄 治**

Creep Properties of 18-8 Chromium-Nickel Stainless Steel with Titanium.

Shoji Terai

Synopsis:

Creep-rupture tests up to about 10,000h., were carried out with the type 321 stainless steel in the two solution-treated conditions (1050°C W.Q. and 1200°C W.Q.) at 600, 650 and 700°C.

Stresses and rupture times showed good straight-line relationship up to about 1000 h., but beyond that point the line inclined downward. This tendency was more pronominent for 1050°C W. Q. specimens. Solution-treatment at 1200°C gave higher rupture strengths for the whole testing conditions. The difference of rupture strength between these two heat treatments was increased with higher temperature and longer time.

The shapes of creep curves showed marked difference too. 1200°C W.Q. specimens were fractured suddenly without any large creep. On the contrary, 1050°C W.Q. specimens revealed relatively large creep from the early stage and fractured after large elongation.

Microstructure of 1050°C W.Q. specimens fractured at about 2500h. or longer showed the prominent precipitation of σ -phase at grain boundaries.

I. 結 言

18-8 Ti ステンレス鋼は最近高温高压用鋼管として蒸気温度 570°C 級の大型発電用ボイラや石油精製装置などに広く使用されるようになった。これらは通常 10 年程度の寿命が見込まれるので高温強度も 10^5 h の強度が相当の信頼性をもつて明らかにされねばならない。この材料の高温強度に関する報告は少なくないが^{1)~9)}、長時間試験の成績は少なく、また報告されている値も相当大的な開きがあり、その変動の原因も明らかにされていない。著者は実用的見地から、とくに長時間試験に重点をおいてクリープ特性についての試験を行なった。

II. 供 試 材

供試材の化学成分を Table 1 に示した。いずれも塩基性弧光炉で熔解されたもので、ASTM TP 321 に合格する組成を有し、Ni はフェライトが出ないよう高めの値になっている。試験は主として供試材 B について行なった。

クリープ試験片は平行部外径 6mm と 10mm の 2 種類を用いた。径 100mm の丸鋼を鍛造、径 25 および

* 昭和34年4月本会講演大会にて発表

** 住友金属工業株式会社、鋼管製造所

Table 1. Chemical composition of materials tested.

Mark	C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Ni	Ti
A	•05	•42	1•47	•025	•008	•08	11•63	17•95	•26
B	•05	•42	1•45	•018	•008	•06	12•24	17•10	•56
C	•06	•46	1•41	•021	•010	•09	11•70	17•40	•52
D	•06	•50	1•64	•025	•004	•09	11•60	17•00	•55

18 mmの丸棒とし外面切削後、結晶粒度調整のため冷間引抜して径を20および15 mmに落し、所定の熱処理を行なった後、平行部外径10 mm 標点距離50 mmと外径6 mm 標点距離35 mmの試験片に削成、試験に供した。

III. 予 備 試 験

1. Charge による変動

Table 1 に示した4種の供試材から1050°C 1h W.Q.の熱処理を行なった径6 mmの試験片を作り、650°Cで最短1000 hのクリープ・ラプチュア試験を行なった。

試験成績を Fig. 1 に示した。全般的に良好な直線の関係を示し、供試材相互に顕著な差は認められない。1000 hのラプチュア強度は14•1~13•3 kg/mm²で、ASTM STP 124¹⁾の18-8 Tiのdataとも比較的良好に合致し、伸びも各供試材とも20%以上である。

Fig. 1. Variation of creep-rupture strength in heats.

2. 固溶化処理温度による変動

供試材Bから950, 1050, 1100, 1200°C 1h W.Q.の4種の熱処理を行なった径6 mmの試験片を作り、650°Cで最短1000 hのクリープ・ラプチュア試験を行なった。

試験成績を Fig. 2 に示した。前項の試験より多少変動が大きく、950°C W.Q.のものがもつとも強度が高く、1050°Cがもつとも低い結果となっているが、その差はあまり大きくない。1000 hのラプチュア強度は1050°C W.Q.が13•3 kg/mm²、950°Cは15•3 kg/mm²で、

強度の高い950, 1200°C W.Q.のものは伸びが小さく、1000 h前後で破断したものは10%前後の値となっている。

Fig. 2. Effect of temperature of solution-treatment on creep-rupture strength.

IV. 長 時 間 試 験

前項のクリープ・ラプチュア試験ではchargeあるいは固溶化処理温度による変動は比較的小さくラプチュア強度も文献にみられる値の平均値にほぼ近い成績を示した。しかし鋼管として使用される場合は長期の寿命が要求されることが多いので、さらに、長時間の試験により強度を明らかにする必要があると考え以下の試験を行なった。

供試材はBとし、1050°C 1h W.Q.と1200°C 1h W.Q.の熱処理を行なった試験片により最短10,000 hを目標に600, 650, 700°Cの各温度でクリープ・ラプチュア試験を行なった。試験片の結晶粒度は1050°C W.Q.は約6, 1200°C W.Q.は2~3でいづれもオーステナイトの均一相を示している。

Table 2 に試験結果の一覧を示した。

1. ラプチュア強度

Fig. 3 に応力とラプチュア時間の関係を示した。1200°C W.Q.については650°C、22•5~12•5 kg/mm²で6 mmφと10 mmφの試験片で試験したが両者の成績は比較的良好に一致している。1050°C W.Q.については短時間側は6 mmφ、長時間側は10 mmφの試験片を用いた。

650°Cについてみると応力とラプチュア時間の関係は

Table 2. Results of creep rupture tests.

Heat treatment		1050°C 1 h W.Q.					1200°C 1 h W.Q.				
Testing condition		Rupture time h	Time to 1% strain h	Min. creep rate%/1000 h	Elong. %	R. of A. %	Rupture time h	Time to 1% strain h	Min. creep rate%/1000 h	Elong. %	R. of A. %
Temp °C	Stress kg/mm ²										
600	30.0	▲ 39	—	—	20	31	—	—	—	—	—
	25.0	▲ 243	—	—	26	33	362	0	—	12	*
	20.0	▲ 876	—	—	29	35	1582	0	2.18	9	13
	17.5	▲ 1944	—	—	31	31	—	—	—	—	—
	15.0	3785	944	.93	28	30	7779	0	.39	10	*
	12.5	10545	3420	.29	34	31	—	—	—	—	—
650	25.0	▲ 13	—	—	31	40	29	—	—	15	16
	22.5	▲ 36	—	—	31	40	▲ 59	—	—	11	16
	20.0	▲ 74	—	—	26	36	53	—	—	12	13
							▲ 108	—	—	11	24
	17.5	▲ 182	—	—	25	39	136	0	2.21	9	10
							▲ 239	—	—	12	18
	15.0	▲ 451	145	4.03	29	45	267	0	1.84	8	10
							▲ 595	—	—	12	17
	12.5	▲ 1514	405	1.17	30	40	738	0	.93	6	8
							▲ 3568	—	—	8	14
700	10.0	2964	723	.39	28	42	3618	1100	.13	6	7
	7.5	2612	703	.41	29	37	10316	9820	.026	4	3
		9786	2900	.096	23	29	—	—	—	—	—
	20.0	▲ 2.7	—	—	43	51	—	—	—	—	—
	17.5	▲ 10	—	—	40	44	20	—	—	6	8
	15.0	▲ 49	—	—	41	44	73	—	—	7	11
700	12.5	▲ 134	—	—	33	39	301	255	1.82	5	10
	10.0	▲ 435	124	9.61	33	38	1389	1310	.22	4	3
	7.5	▲ 1817	550	1.70	21	31	4871	4700	.11	2	3
	5.0	5606	1765	.75	12	8	—	—	—	—	—

▲: 6mm φ specimen used. *: ruptured at the end of gauge length.

Fig. 3. Long time creep-rupture test of 18-8Ti stainless steel.

短時間側では比較的良好な直線の関係を示しているが、1000 hを超えた所で 1050°C W.Q., 1200°C W.Q. とともに下に折れ曲がっている。とくに 1050°C W.Q. ではその傾向がいちじるしく、10,000 hのラプチュアに対応する応力は最短 1000 hの試験から予期される値より、はるかに低くなっている。700°C についても同様な傾向があるが 600°C ではそのような傾向はあらわれていない。

この図から1000, 10,000 hのラプチュア強度を内挿または信頼性の高い外挿により求めることができる。100,000 hの強度は点のぼらつきも考えられるので 650°C については長時間側の2応力での成績による外挿と3応力での成績による外挿によりラプチュア強度を求めた。Table 3にこのようにして求めたラプチュア強度と両熱処理状態の強度の比を示した。全般的に 1200°C W.Q. の方が高い値を示している。600°C の各時間と 650°C, 10,000 hまでは両者の差は 10% 前後であるが650°C, 10,000 hのラプチュア強度は 1200°C W.Q. が 10.1 kg/mm² に対し 1050°C W.Q. のそれは 7.5 kg/mm² でその差は 29% と開き、100,000 hではさらに大きな差を生じている。700°C では 1000 hで 24% の差があり、10,000 hでは差は 50% を超えている。温度の高いほどまた長時間になるほど両者の強度比は大きくなる傾向がある。これは主として 1050°C W.Q. のものの強度が長時間側で急激に低下することによるものである。

2. クリープ曲線・クリープ強度

Table 3. Rupture strengths.

Temp. °C	Time h	Rupture strength kg/mm ²		
		1200°C W.Q.	1050°C W.Q.	Ratio
600	1000	21.4	19.6	1.09
	10000	14.3	12.6	1.13
	100000	9.5*	8.4*	1.13
650	1000	14.4	13.3	1.08
	10000	10.1	7.5	1.29
	100000	{ a 6.2* b 7.5*	{ a 4.4* b 3.8*	{ a 1.41 b 1.97
700	1000	10.5	8.4	1.24
	10000	6.4*	4.1	1.56

* extrapolated values

a. extrapolated from the results under the lower two stresses

b. extrapolated from the results under the lower three stresses of longer time.

Fig. 4 に各試験温度のクリープ曲線を示した。1200°C W.Q. と 1050°C W.Q. ではその形状がいちじるしく異っている。

650°C で 1200°C W.Q. の 10 kg/mm² と 1050°C W.Q. の 7.5 kg/mm² とはいずれも約 10,000 h で破断しているが伸びが 1% に達する時間は前者は

Fig. 4. Creep curves.

9820 h で破断寸前であるが後者ではすでに 2900 h で 1% に達している。全般的に各温度とも 1050°C W.Q. のものは比較的初期の段階からクリープ速度が次第に速くなるが急にクリープ速度を増すことなく加速開始後も相当長期間応力に耐え最後に大きな伸びを示して破断する。1200°C W.Q. では負荷瞬間の伸びは大きい、その後クリープはほとんど進行せず、ある期間たつて急に第 3 段階に入つて破断し、途中過程のクリープと最後の破断とは一応独立した現象であるかのような形状のクリープ曲線を示している。

同じラプチュア時間でもそれに至る過程は両熱処理条件で大きなちがいがあることは実用上も重要な事実である。管として使用する場合、1050°C W.Q. であれば破裂に先行して相当大きな膨出が起るが 1200°C W.Q. ではほとんど膨出なしに突発的に破裂が起ると考えられ

る。

これに関連して 650°C のクリープ強度を 2 つの方法により求めてみた。一つは一定の歪に達する時間と応力の関係からいわゆる design curve として、一つは最小クリープ速度と応力の関係から log-log 法によりクリープ強度を求めた。Fig. 5, 6 にそれぞれの関係を、Table 4 にこれから求めたクリープ強度を示した。

Fig. 5. Design curves.

Fig. 6. Relation between stress and creep rate.

Table 4. Creep strengths (kg/mm²) at 650°C.

Heat treatment	Stress for creep rate of 1% per		Stress for 1% strain in	
	10 ⁴ h	10 ⁵ h	10 ⁴ h	10 ⁵ h
1200°C W.Q.	11.9	8.9	10.0	6.2
1050°C W.Q.	7.6	4.7	5.9	3.8

一定の歪に対応するクリープ強度はクリープ曲線の形状を反映して、1050°C W.Q. はラプチュア強度より相当低いが 1200°C W.Q. は 10,000 h 以上ではラプチュア強度とほとんど一致した値になっており、両者の差はラプチュア強度におけるよりさらに大きく 1%・10,000 h の強度の比は 1.63 となつている。

最小クリープ速度と応力との関係から求めるクリープ強度はそのクリープ速度が長期にわたつて持続することを前提としており今回のような形状のクリープ曲線を示

す場合は強度計算上の強度として用いるのは不適当であり、事実このようにして求めた強度はラプチュア強度より高い値となつているが材料のクリープ抵抗を示す数値としての意味をもつと考えられる。1%/100,000 h のクリープ速度に対応する応力の比は 1.89×10^4 で 1200°C W.Q. のものは 1050°C W.Q. のものの 2 倍に近いクリープ抵抗をもつことが示めされている。

3. ラプチュア伸び

Fig. 7 にラプチュア伸びとラプチュア時間の関係を示した。

1200°C W.Q. のものは全般的にラプチュア伸びが低く長時間で破断したものはいずれも 10% 以下である。600°C は 10,000 h でも伸びは 9

Fig. 7. Relation between elongation and rupture time.

%前後であるが 650°C では時間とともに伸びも下がり、10,000 h では 3%、700°C ではさらに低く約 5000 h で伸び 2% になっている。1050°C W.Q. のものは全般的に伸びが大きく 30%前後の値を示している。点のばらつきもあつてはつきりしないが 600°C では時間とともに伸びが増すようであり、700°C では時間とともに伸びが低下する傾向が認められる。とくに 700°C、5600 h で破断したものは伸びが 12%まで下がっている。

断面収縮率も伸びとほぼ平行な関係を示し、1200°C W.Q. のものはほとんどが 20% 以下、長時間で破断したものは 5% 以上のものも破断となつている。1050°C W.Q. は全般に 30% 以上を示すが 700°C 5600 h 破断のものは 8% と低い値になっている。

4. 試験片の顕微鏡組織

破断した試験片の一部について縦断面の顕微鏡組織を調べた。650°C で約 10,000 h で破断したものの破断先端部を Photo. 1 に、先から約 20 mm 離れた部分の組織を Photo. 2 に示した。観察された主な事項はつぎのとおりである。

両熱処理状態の各試験片ともすべて粒界破断である。破断部近傍には応力に垂直な粒界に間隙の生じている処

a. 1050°C W.Q.
650°C 7.5 kg/mm² 9768 h
b. 1200°C W.Q.
650°C 10 kg/mm² 10316 h
×100 (1/2)

Photo. 1. Microstructures of longitudinal sections through fracture.

a. 1050°C W.Q.
650°C 7.5 kg/mm² 9768 h
b. 1200°C W.Q.
650°C 10 kg/mm² 10316 h
×500 (1/2)

Photo. 2. Microstructures of ruptured specimens.

がみられ、また破断部以外にも表面から粒界にそつて亀裂の侵入しているのが認められ、破断先端部分は 1050°C W.Q. では粒が多少伸びているが 1200°C W.Q. のものではほぼ原形のまま破断しているように見える。

1050°C W.Q. の 1000 h 以上で破断したものは粒内に細かい粒状の析出物と粒界に相当大きく発達した σ 相の析出が認められた。 σ 相は長時間ほど析出量が増加し高温ほど丸味をおびている。ラプチュア時間と応力の関係における前述の折れ曲りと関連した組織の変化は認められなかった。

粗粒を示す 1200°C W.Q. のものは全般に析出物が少ないが長時間で破断したものでは粒界に析出物が連なつて表われている。これも σ 相と思われるが、さらに詳細に検討中である。

このように σ 相その他の析出が最初の状態の相違、とくに TiC の固溶度や粒度の差と関連してクリープ試験中に複雑な変化を示し、これが前述のクリープ曲線や強度の相異となつてあらわれるものと考えられるがその解明にはなお多くの系統的研究が必要であらう。ただ

1200°C W.Q. のものはクリープ抵抗が高くあまり伸びずに急に破断することから粒界における反応がそのラプチュア強度と密接な関係をもち一方 1050°C W.Q. のものでは matrix 自体のクリープ抵抗がラプチュア強度と直接関連しているものと考えられる。

V. 結 言

18-8 Ti ステンレス鋼の 1050, 1200°C W.Q. のものについて 10,000 h のクリープ・ラプチュア試験を行ないつぎの結論を得た。

1) 18-8 Ti ステンレス鋼の長時間強度は 1000 h 前後の試験から外挿することは危険で、とくに 1050°C W.Q. のものではラプチュア時間一応力曲線が 1000 h 以上のところで急激に下へ折れ曲がる傾向を示した。

2) ラプチュア強度は全般的に 1200°C W.Q. のものが高く 650°C 10,000 h の強度は 1050°C W.Q. の 7.5 kg/mm² に対し 10.1 kg/mm² で両者の差は高温ほど長時間ほど大きくなる傾向がある。

3) クリープ曲線の形状も両熱処理状態でいちじるしく異なり、1050°C W.Q. のものでは比較的初期の段階から次第にクリープ速度が増し大きな伸びを示して破断するが、1200°C W.Q. のものはほとんどクリープが進行せず突然第 3 段階に入つて破断する。したがってクリープ強度はラプチュア強度以上に大きな差がある。1200°C W.Q. のものはラプチュア伸びも小さく 650, 700°C で長時間で破断したものは伸び 5% 以下である。

4) ラプチュア後の試験片の顕微鏡組織は破断がいつ

れも粒界破断であることを示している。両熱処理状態ともクリープ試験中に析出相を生じているが、とくに 1050°C のものでは σ 相の顕著な析出が認められた。

18-8 Ti ステンレス鋼は 600~650°C 前後で使用されることが多いが、これは組織的にもある程度の変化を生じつつ使用することに相当し、これにともなつてクリープも複雑な様相を呈し熱処理によつてもいちじるしく変化する。その使用にあつては機械的にラプチュア強度・クリープ強度の数値の高低のみでなくクリープ曲線の形状・ラプチュア伸びなどについても充分な配慮の払われることが望まれる。(昭和 34 年 9 月寄稿)

文 献

- 1) ASTM. STP. No. 124: Report on the Elevated Properties of Stainless Steels (1952)
- 2) J. W. Freeman et al: Trans. ASME, 74 (1952), 793
- 3) G. V. Smith et al: Trans. ASM, 42 (1950) 935
- 4) E. J. Dulis et al: ibid., 45 (1953), 42
- 5) K. Bungardt: Arch. Eisenhüttenwes. 28 (1957), 287
- 6) F. Eble: ibid., 28 (1957), 702
- 7) W. E. Leyda: Preprint of Symposium on "Alloy Superheater and Reheater Tubing at 1000°F and above". June. 1958 ASME Semi-Annual Meeting.
- 8) H. M. Soldam: ibid
- 9) C. L. Clark: ibid