

620, 1172, 251, 2
 (180) マルチ・クリープ破断試験に
 関する研究 63180

東京大学工学部 工博○藤田利夫
 日立金属工業 笹倉利夫
 東京大学工学部 岳野洋允

Study on the Multi-Creep Rupture
 Test. 627~629

Dr. Toshio FUJITA, Toshihiko SASAKURA
 and Yosuke TAKENO.

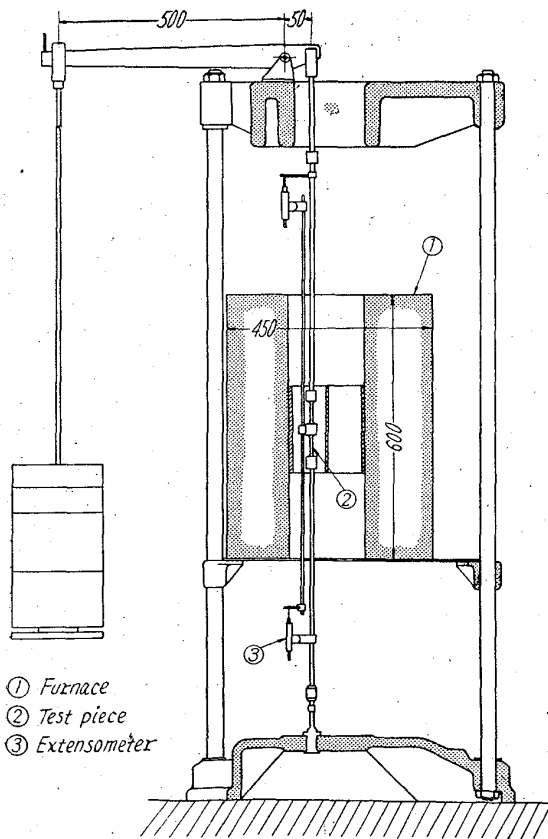
I. 緒 言

最近マルチ・クリープ破断試験に対する関心は、諸外国は勿論のことわが国でも非常に高まりつつある。これは今までのようなシングル型式のクリープ破断試験機で数万時間の長時間試験を行なうことが、大変不利であるからである。このマルチ・クリープ破断試験機の代表的なものとして、英国の Swinden 型式のもの（試験片数 12 本）、独国の Rosenhausen 型式のもの（試験片数 20~60 本）、スイスの Escher-Wyss 型式のもの（試験片数 300 本）などがあるが、著者らは Swinden 型式を改良し、連続的に伸び測定のできるようにしたものを現在運転している。

II. マルチ・クリープ破断試験機の概要

(1) 試験機本体

Fig. 1 に示すとき試験機で、試験機容量は 1.5 t である。槓桿比（てこ比）は 1:10 を採用し、Swinden



① Furnace
 ② Test piece
 ③ Extensometer

① Furnace, ② Test piece, ③ Extensometer
 Fig. 1. Multi-specimen creep-testing machine.

型式のように二重桿槓式は採用しなかつた。試験片は上下に 2 本つなぎ、かつ 4 列であるため、同時に 8 本の試験が行なえる。試験片にはできるだけ軸方向の荷重がかかるように、下部に簡単な球座金をいれている。試験片の引張棒は、試験温度が 650°C 付近であるため SEH 4 を使用している。

(2) 試験片および伸び測定装置

マルチ・クリープ破断試験片は、できるだけ小さいものが有効であるが、著者らはシングル型式の試験機と併用できるようにするため、従来の試験片と同じものを採用し、標点距離 30mm 直径 6mm のものを採用している。これにより数千時間までのクリープ破断試験は、シングル型式を使用し、数千時間以上はマルチ型式を使用している。

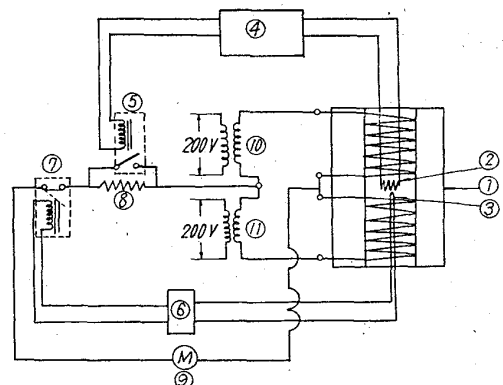
著者らはこのマルチ・クリープ破断試験機を、耐熱鋼の開発研究に利用しているため、伸びを連続的に測定できるようにしている。すなわち、上下の試験状をつないでいる耐熱鋼の金具（チャック）に 18-8 ステンレス鋼棒を取付け、これを炉外まで出し、これらと上下の引張棒とから試験片の伸びをダイヤルゲージで連続的に測定している。

(3) 電気炉および温度調節

マルチ・クリープ破断試験機の最もむづかしい点は、試験片の温度分布をいかに良くするかということである。したがって、電気炉の設計には十分注意を払わなければならない。

著者らは電気炉の寸法を外径 45mm、内径 150mm、長さ 600mm にし、ニクロム線を上、下 2 段に巻いている。炉の内部にはステンレス鋼の均熱管をいれ、かつこの均熱管により破断した際、他の試験片に衝撃をあたえないように、内部を 4 つの部屋に分割している。これらにより試験片の温度差は、650°C 付近では 3~4°C 以内である。

温度調節器は、電子管式の自動温度調節器を使用している。温度調節の配線図は Fig. 2 に示す。したがってもし温度調節器が故障しても、非常用リレーが切れて、試験温度以上にならないように設計している。これらに



① Furnace, ② Pt-resistance thermometer
 ③ Thermocouple (C.A. wire)
 ④ Automatic temp.-controller
 ⑤ Magnet switch
 ⑥ Equipment for emergency switch
 ⑦ Emergency switch, ⑧ Resistance
 ⑨ Ammeter, ⑩, ⑪ Transformer

Fig. 2. Circuit of temperature control.

Table 1. Chemical composition of specimens.

Steel No.	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	W	Nb	Ti	B	Other elements
S1	0.20	0.36	0.58	0.14	10.53	0.80	—	0.21	—	0.038	N 0.014 V 0.21
S2	0.27	0.84	1.02	14.41	16.44	2.24	2.03	—	1.80	—	—
S3	0.04	1.43	1.03	18.12	14.11	1.35	1.15	—	1.92	0.10	Al 1.27 Zr 0.03

より電源電圧が 200V ± 10V 程度であれば、試験程度は 650°C 付近で ±1.5°C 以内に保持できる。試験片が破断しても、他の試験片の温度はほとんど影響を受けないが、試験片を交換するとき、炉の上、下のアスベストをとるため試験温度が約 100~150°C 程度下り、所定の温度に回復するまでに数時間かかり、かつ上下の温度分布がかなり乱れるため、温度調節の再調整が必要になる。

III. 実験結果

(1) 試料および熱処理

使用した試料を Table 1 に示す。S1 は TAF 鋼

(12% Cr 耐熱鋼)、S2 は Mo, W, Ti など添加した弱析出硬化型オーステナイト耐熱鋼、S3 は Ti, Al など添加した強析出硬化型オーステナイト耐熱鋼である。これらの試料の熱処理はつきのごとくである。

- S1..... { 1150°C × 1/2h → 油冷
 700°C × 1h → 空冷
- S2 および S3..... { 1150°C × 1h → 油冷
 750°C × 20h → 空冷

(2) マルチ・クリープ破断試験機より求めたクリープ破断強度。

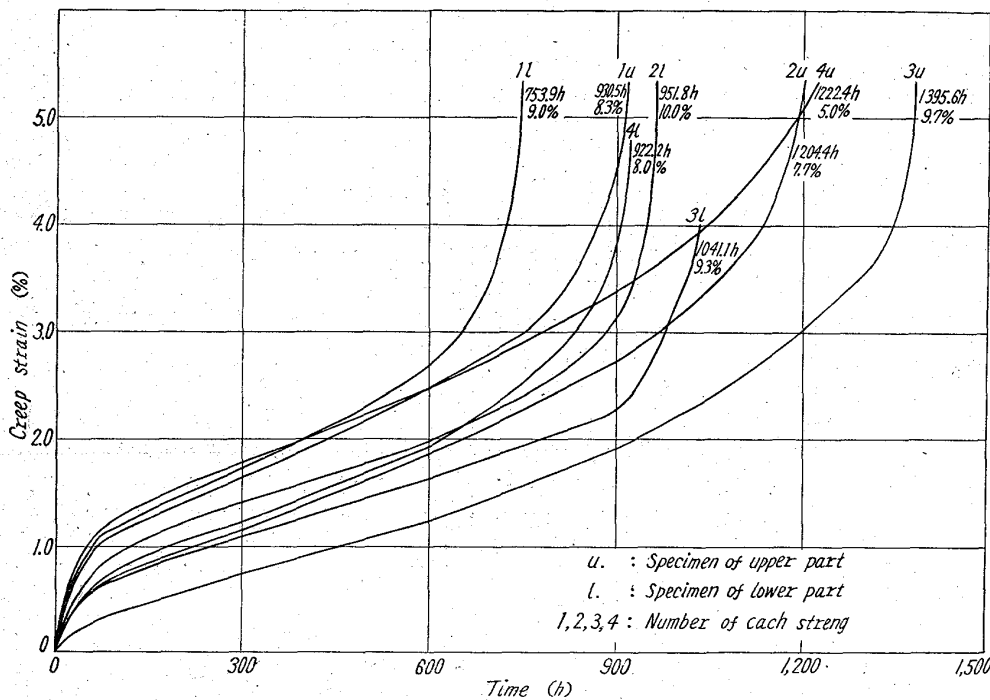


Fig. 3. Creep rupture curves of S1 at 650°C, under a stress of 16 kg/mm².

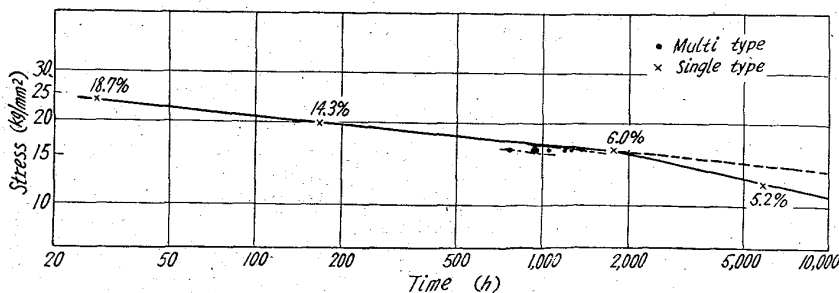


Fig. 4. Stress-time curves of S1 at 650°C.

マルチ・クリープ破断試験機は、前述のごとく、シングル型式に比較して温度分布が悪く、かつ試験片の交換時に他の試験片の温度がかなりさがるため、これらの試験機で求めたクリープ破断強度はかなりのバラツキがあると考えられるので、試料 S1 を使用して、650°C, 16 kg/mm² の一定数条件でクリープ破断試験を行なった。その結果を Fig. 3 に示す。破断時間は 754 ~ 1396 h (8本の平均値, 1052 h), 破断伸びは 5.0 ~ 10.0% (8本の平均値, 8.4%) で、かなりバラツキがある。しかし Fig. 4 に示すごとく、650°C, 1000 h の破断強度に換算すると 15.5 ~ 16.5 kg/mm² ではほとんど問題にならないと考えられる。さらに長時間の

クリープ破断試験になれば、これらの差が一段と少なくなると考えられるため、マルチ型試験機はシングル型とほぼ同様の性能を示すことがわかる。Fig. 4 の実線はシングル型式のもので求めた応力-時間曲線で、2000 h ぐらいまではかなり直線性を示しているが、5000 ~ 6000 h 程度から強度がいちじるしく低下している。これらの結果からみても、1万 h の破断強度を求めるにも、少なくとも数千時間の試験を行わなければならないこ

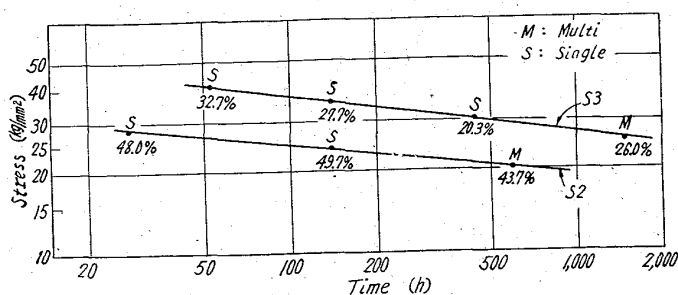


Fig. 5. Stress-time curves of S 2 and S 3 at 650°C.

とがわかる。

Fig. 5 は S2 および S3 の 650°C におけるクリープ破断試験結果で、短時間側をシングル型式で求め、長時間側をマルチ型式で求めたものであるが、かなり直線性が得られマルチ型式でも全く問題にならないことがわかる。

IV. 結 言

マルチ・クリープ破断試験機を試作して 2~3 のクリープ破断試験を行なつたが、シングル型式のものと比較して、その性能はほとんど変わらないことがわかつた。したがって今後わが国においても、この種のマルチ・クリープ破断試験機により長時間(数万時間)のクリープ破断試験を行なうべきであると考え。

543.422.5, 546.711, 669.1

(181) 吸光光度法による鉄鋼中マンガン
の定量法

久保田鉄工鑄型ロール研究部
工博 尼本敏雄・○富永敏郎・小原 博

Spectrophotometric Determination of
Manganese in Iron and Steel. 629~631
Dr. Toshio AMAKI, Toshirō TOMINAGA
and Hiroshi KOHARA.

I. 結 言

従来鉄鋼中のマンガンの定量法としては、主として容量法、吸光光度法ともに硝酸銀を触媒とした過硫酸アンモニウム酸化法が採用されているが、容量法においては相当の熟練を要し、ややもすれば個人的誤差が案外に多い。特に多量のクロムを含有するときは滴定終点の判別が困難である。また、吸光光度法でも現法の混酸溶解による過硫酸アンモニウム酸化法では、亜硝酸ナトリウムでの二次的光度測定による空実験を行ない、マンガン量を補正する必要があり、しかもクロムの影響が大きい難点がある。著者らは試料の分解に過塩素酸を用い、クロムイオンは過塩素酸鉄溶液で還元し、この溶液から必要量を分取して沸とう湯浴中で加熱発色する過硫酸アンモニウム酸化法で光度定量する方法を検討した。その結果、多量のクロム、ニッケルを含有する試料でも二次的な空実験を必要とせず、容易に定量できる方法を確立した。以下それらの結果について報告する。

II. 試 薬

N/10 過塩素酸鉄溶液: 純鉄粉 5.6g を過塩素酸 (60

%) 27 ml で加熱分解したのち水を用いて 1 l にうすめる。

重クロム酸カリウム溶液: 1 ml/2 mg Cr

硝酸ニッケル溶液: 1 ml/2 mg Ni, ただし、100 mg 以上は純ニッケルを用いた。

III. 分析 操 作

試料 1g をトールビーカー (容量 300 ml) にはかりとり、混酸 (塩酸 1+硝酸 1+水 2) 10 ml および過塩素酸 20 ml を加えて加熱分解し、濃厚な白煙が発生し、ビーカーの内部が透明になるまで加熱を継続する。放冷後温水約 30 ml を加えて析出した塩類を溶解し、沬紙 (5 種 A) を用いて 100 ml メスフラスコ中に沬過し、温水で 4~5 回洗浄したのち室温まで冷却する。クロムイオンを認めるときは N/10 過塩素酸鉄溶液を加えてクロムを還元したのち水を用いて正しく 100 ml にうすめてよくふりまぜる。

この溶液中よりマンガン含有量 1.3% までは 10 ml, 1.3~4.0% までは 5 ml を 100 ml メスフラスコに正確に分取し、水 20 ml, 硝酸銀溶液 (0.5%) 5 ml, 過硫酸アンモニウム溶液 (15%) 10 ml を加えて沸とう湯浴中で 5 mn 間加熱する。これを流水中で冷却したのち水を用いて正しく 100 ml にうすめて、よくふりまぜる。この溶液の一部を光度計のセルにとり、波長 530 mμ における吸光度を測定し、検量線よりマンガン含有量を求める。

IV. 検 討

(1) 発色試薬添加量の影響

過硫酸アンモニウム酸化によるマンガンの光度定量は、一般に硝酸銀溶液 (2%) 5 ml と過硫酸アンモニウム溶液 (20%) 10 ml を使用しているが、本法においては、過塩素酸分解であるため、これらの使用に際し使用

Table 1. Effect of reagents concentration on color reaction.

Concentration (%)	Added (ml)	(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈		Absorbancy (-log T)
		Concentration (%)	Added (ml)	
0.5	5	15	10	0.320
	10	//	//	0.320
	5	20	//	0.320
	10	//	//	0.321
	5	25	//	0.320
	10	//	//	0.320
1.0	5	15	10	0.320
	10	//	//	0.320
	5	20	//	0.320
	10	//	//	0.322
	5	25	//	0.322
	10	//	//	0.322
2.0	5	15	10	0.321
	10	//	//	0.322
	5	20	//	0.320
	10	//	//	0.322
	5	25	//	0.322
	10	//	//	0.320