

鋼の焼入残留應力に及ぼす変態及び熱収縮の影響

(昭和 22. 10 月及昭和 23 年 4 月日本鐵鋼協會講演大會講演)

菅野 猛* 阪本甲子郎*

THE EFFECT OF TRANSFORMATION AND THERMAL CONTRACTION ON THE QUENCHING STRESS OF STEEL

Takeshi Sugeno & Koshiro Sakamoto

Synopsis:—

Using cylindrical Ni-Fe alloy, specimens, we measured the residual stress of quenching by G. Sachs' method, and studied the mechanism of the growth of quenching stress by changing the method of the heat treatment and the alloy elements.

By this study, we found the fact that, in comparatively low nickel alloy (16% Ni), when quenching temperature rises higher than transformation point, it takes the thermal stress type (Outside-compression, inside-tension), and when quenching temperature approaches immediately above the transformation point, it takes the transformation stress type (outside-tension, inside-compression). In high Ni alloy (26% Ni), however, no matter how the quenching temperature may be, the stress distribution takes the type of transformation stress, and its value is little, too.

As we (authors) thought the cause of the latter depends on "the transformation plasticity" as reported by G. Wasserman and E. Scheil, we made a simple experiment and could assure it to be true. In other words, in the case of low Ni alloy (16% Ni), transformation takes place in the viscous state of high temperature and the stress changes into non-elastic strain when it passes the range of transformation, so it is not affected by "the transformation plasticity". On the contrary, we may conclude that in the case of high Ni alloy, the transformation takes place in the elastic state in low temperature, so it reduces the stress by "the transformation plasticity".

§ I. 序 言

鋼の焼入残留應力に就ては古くは G.Sachs⁽¹⁾や R. Mailänder⁽²⁾の研究があり、纏つた系統的實驗研究としては Bühler 及びその共同研究者⁽³⁾⁻⁽⁷⁾によるものが有名である。更にこの問題を弾性論的方面から取扱つたものとしては E. D. Maurer⁽⁸⁾及び廣根徳太郎氏⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾の報告がある。特に後者は變態を考慮に入れ、Jf 塑性→弾性轉移を考慮している點に於て劃期的である。

最近我國に於ても 削口寅之輔氏⁽¹²⁾の研究があり、又 下田秀夫氏⁽¹³⁾の研究發表及び岩瀬慶三、佐野忠雄兩氏⁽¹⁴⁾の數回に亘る研究發表があつて、焼入残留應力の性質に關する種々な點が段々解明されて來た様であるが何分にも鋼の焼入に際しては單なる熱収縮の外に變態に基づく膨脹が起り、然も兩者の重疊の仕方が冷却の條件に依つて色々變化する上に鋼の弾性(塑性)的性質の溫度に對する依存性が残留應力の大き及び分布に對して多大の影響を及ぼす爲未だに鋼の焼入應力の發生機構及び残留

應力の生成過程に關しては不明な點が多い。

筆者等も豫てよりこの問題に關して實驗的研究^{(15)~(20)}を行つて來たが從來我々の取扱つて居たのは凡て炭素鋼でそれも 0.3% C 程度のものに限られていた。0.3% C 程度の炭素鋼であると變態量も餘り大でなく普通の水焼入れ等では變態の影響も比較的小さい。然し油焼入を行つたり階段焼入を行つたりすると變態の影響と考えられるものが可成顯著に現れて來る。而して前にも報告した如く⁽¹⁵⁾或種の階段焼入では極めて残留應力の小さいものが得られる。この點を更に明瞭にすれば残留應力を少くする方法としての階段焼入の實用價值も一層増大するのであるが、それには先ず鋼の焼入残留應力に及ぼす變態及び熱収縮の影響をより基礎的に解明して置く必要があると考へて以下に述べる様な研究を行つた。

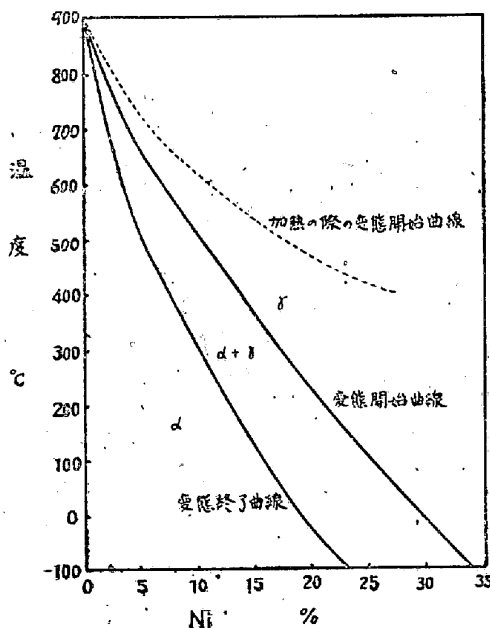
§ II. 供試材料 (Fe-Ni) に就て

さて變態の影響を調べる爲には種々變態量の異つた試験片を用いる必要がある。然るに炭素鋼であると變態量

* 新扶桑金屬工業株式會社製鋼所

を加減する爲に炭素含有量を増して行くと、それと同時に硬度も増して行くので現在使用している Sachs 穿孔法(後述)で残留應力を測定する爲にはこの手段は用いる事が出来ない。之は焼入により硬度が急増する低合金鋼に就ても同様な事が云える。又炭素鋼や低合金鋼では冷却速度によつて變態量、變態温度が左右される爲、試験片の焼入に際して内外の變態が不均一に起る。時に Ar^{II} 變態(マルテン變態)と Ar^I 變態(パーライト變態)では膨脹量が違ふから大きい材料の焼入で表面近くの急冷される部分では Ar^I, 内部の比較的徐冷される部分では Ar^I 變態が起る様な場合には變態に基く應力の發生状況も極めて複雑である。

以上の様な理由により變態及び熱收縮を抽象して研究する爲には更に他の適當な材料を捜さなくてはならないが、この目的に丁度適合する材料としては Fe—Ni 合金がある。第 1 圖に Fe—Ni 合金の冷却變態圖を示す。



第 1 圖 Fe—Ni 合金の冷却變態圖

合金の變態は冷却速度によつて殆ど影響されないと云う事が知られている。従つて試験片を焼入れる場合、内外で冷却速度が異つても變態の量や變態温度は變らないと云う利點がある。しかのみならず、焼入したものでも硬度が比較的低いので Sachs 法の測定には都合である。之等の諸理由により Fe—Ni 合金は現在の研究の主目的たる焼入應力に及ぼす變態及び熱收縮の影響を見る爲最も適した材料と考へられるので、以下の實驗には凡て Fe—Ni 合金を使用した。

實驗に用いた Fe—Ni 合金の種類並びに分析成分は第 1 表の如くである。

第 1 表 供試 Fe—Ni 合金分析成分

成分 %	C	Si	Mn	Ni
10%Ni—Fe	0.05	0.08	0.33	10.0
	0.07	0.17	0.26	9.8
	0.10	0.15	0.73	9.6
16%Ni—Fe	0.14	0.19	0.38	15.5
	0.07	0.13	0.24	15.8
26%Ni—Fe	0.06	0.18	0.21	25.6
	0.02	0.12	0.29	26.0

試料は凡て 50kg の高周波爐で熔解し原料には電解 Ni 及び當所の電氣爐で精鍊した純鐵 (C0.03~0.07%) を用いた。出來上つた試料は 51mmφ×152mm に仕上げ 900°C で焼鈍の後出の一部は温度測定用に、他は残留應力測定用に供した。

§ III. 残留應力測定法

残留應力の測定は G. Sachs⁽¹⁾の穿孔法に依つた。この方法は圓筒形試験片の應力分布を定める方法としては現在最も正確なものとして認められているものであつてその方法に就ては、屢々報告^(15—20)してあるから、こゝでは簡単にその概略を説明する。

今残留應力を測定しようとする圓筒形試験片の軸に沿つて一樣な徑の孔を穿けると、内部應力に基く平衡状態が孔の無かつた時と異なつて來るため試験片の平均の長さ及び平均の外徑が幾分變化する。次に孔の徑を同心的に少し擴げて、試験片の材質の一部を削り取ると前と同様に再び試験片の平均の長さ及び平均の外徑は幾分變化する。この様な操作を順次繰返して行つて試験片の平均長さ及び平均外徑の最初からの變化を測つて行き、孔の面積と平均長さ及び平均外徑の變化との關係を求める。今何回かの穿孔後、平均長さ及び平均外徑がそれぞれ最初に比べて Δl 及び Δd だけ變化したとすれば、平均長さ及び平均外徑の變化の割合はそれぞれ

$$\lambda = \Delta l/l, \quad \theta = \Delta d/d \quad (1)$$

となる。さて今 λ , θ 及びポアソン比 μ により

$$A = \lambda + \mu\theta, \quad \Theta = \theta + \mu\lambda \quad (2)$$

の如く A , Θ を定義すると計算の結果残留應力は次式で表されることが判る。

$$\left. \begin{aligned} S &= \frac{E}{1-\mu^2} \left[(f_b - f) \frac{dA}{df} - A \right] \\ t &= \frac{E}{1-\mu^2} \left[(f_b - f) \frac{d\Theta}{df} - \frac{f_b + f}{zf} \Theta \right] \\ r &= \frac{E}{1-\mu^2} \cdot \frac{f_b - f}{zf} \Theta \end{aligned} \right\} (3)$$

但し S , t , r はそれぞれ軸方向、切線方向、動徑方向の主應力で張力の向きを正に取つてあり、 E は弾性係數、 f_b は圓筒の最初の斷面積、 f は孔の斷面積を示す。

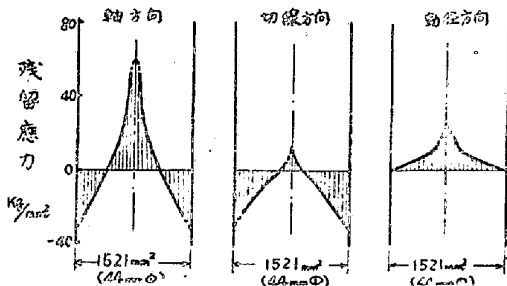
即ち f, f_b, ρ, λ を測定すれば (3) 式より各主應力が求められることになる。現在は E 及び μ の値として之迄測定せられている値⁽²¹⁾ を使用した。例えば 10% Ni-Fe に対しては $E=1.93 \times 10^4 \text{ kg/mm}^2$, 16% Ni-Fe に対しては $E=1.82 \times 10^4 \text{ kg/mm}^2$, ポアソン比は何れも $\mu=0.29$ なる値を採用した。

測定は所定の熱処理を施した $51\text{mm}\phi \times 152\text{mm}$ の試験片を $50\text{mm}\phi \times 150\text{mm}$ に研磨仕上してから、マイクロメーターにより長さ及び直径を數箇所測つてから、軸に沿つて徑 $7\text{mm}\phi$ の孔を穿け。前回同様長さ及び直径を測り、順次穿孔して孔の徑を大きくしその都度長さ及び直径を測る。最後に試験片の厚さが 1mm になる迄この操作を繰返した。

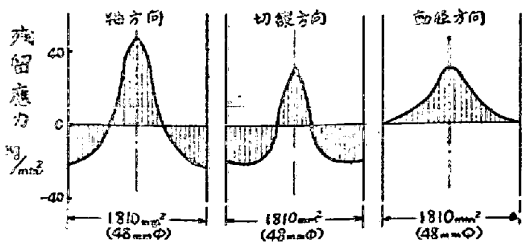
かくして得られた測定値から λ, ρ 及び A, θ を求めこれ等と f との関係を示す圖を作り、更に圖上微分から $dA/df, d\theta/df$ を求め (3) 式により残留應力を計算する。マイクロメーターで長さ及び外徑を測るには特に考案した測定臺を用いて、注意すれば $0.002 \sim 0.003\text{mm}$ の誤差で測定することが出來た。

IV. 熱應力又は變態應力のみにより生ずる残留應力

先ず熱應力のみにより生じた残留應力分布狀況に就き最初に考へて見る。第 2 圖は $0.3\% \text{C}$ 炭素鋼圓筒試験



第 2 圖 熱應力のみにより生じた残留應力分布曲線(その一) $0.3\% \text{C}$ 炭素鋼 ($44.5\text{mm}\phi \times 124\text{mm}$) $700^\circ\text{C} \rightarrow$ 氷水冷



第 3 圖 熱應力のみにより生じた残留應力分布曲線(その二) 純鐵 ($50\text{mm}\phi \times 350\text{mm}$) (Bühler) $950^\circ\text{C} \rightarrow$ 氷水冷

片を A_1 點以下に加熱して置いて、水中へ急冷した時の残留應力分布曲線であるが、中心部が張力、外面部が圧力

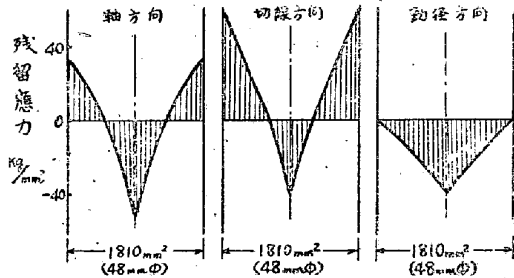
の軸對稱な山形の曲線を得ている。第 3 圖は Bühler⁽⁶⁾ が實驗した結果で純鐵を變態點以下に加熱して氷水中へ焼入れした時の残留應力分布曲線で前のものと同様な形の曲線が得られている。之等の場合は何れも冷却の途中に變態點が存在しないから得られた残留應力は單純な熱應力が原因となつて生じたものと考へて差支えない。鋼や鐵以外の例えば銅とかアルミニウムとか變態點の無い材料を高温から急冷した時の残留應力分布曲線も上のものと同じ様な形になる事から考へても熱應力のみが作用して生じた残留應力分布曲線は單純な山形曲線で、中心が張力、外面が圧力になる事が背かれる。

熱應力が原因となつて残留應力を生ずる場合の機構に就ては既に Bühler⁽⁶⁾ 等が精しく述べているが、これは重要であるから更に重ねて説明する事にする。物體を外部から急冷すると内外に温度差が生ずる爲不均一に收縮し従つて内部應力を生ずるこの際若し材料が高温迄完全弾性體であれば物體が内外共冷却して常温に等しくなつた時内外での熱收縮量も等しくなつて應力は消滅し何等の残留應力も生じない。然るに高温では一般に材質は降伏點が低下して塑性的性質を示す爲、熱應力が或一定以上の値になると弾性歪から塑性歪に変化する。かくして内外の温度分布に應じて不均一な塑性歪を生ずる。物體が完全に冷却して常温に戻つた時冷却中熱應力の爲に弾性變形を生じた部分は凡て加熱前の状態に戻るが、塑性歪に変化した部分だけは元に戻さない。従つて加熱前には内部應力の存在しなかつたものが冷却後材質が完全な弾性状態に戻つた時に於ては不均一な弾性歪を持つて居る事になり之に對應する應力が残留する結果になる。

例えば鋼の圓筒形試験片を A_1 點以下に一樣に加熱して急冷すると最初外部が急冷され内部は殆ど冷却されぬ爲中心部に比して外殼部が收縮し、外側に張力、中心部に壓力を生ずる。この時急冷の程度が激しいと、應力が材質の降伏點を起す程度となり、それぞれ應力を減少させる向きに局所的な塑性歪を生ずる。やがて冷却して内外共常温に戻つた時、高温で塑性變形した分だけが元に戻り得ないで内部應力の形になる譯であるが、熱應力の場合は塑性變形をする際、外面は伸びる向きに、又中心は縮まる向きに變形する爲、残留應力としては外側に張力、中心に壓力を生ずる。かくの如く高温に於る不均一な塑性歪が常温で残留應力となるのである。

上述の例は熱應力に就てであつたが、變態に基く膨脹が急冷の爲内外不均一に起る場合も全く同様である。矢張り急冷の程度が大きければ變態應力の爲内外不均一な塑性歪を生ずる。この時は熱應力とは丁度反對で、外部

は縮む向きに、中心は延びる向きに塑性変形が起る爲、得られた残留应力も熱应力による場合とは反対の形をなして居り、外部が張力、中心が壓力となる。第4圖は Bühler 及び Scheil⁽⁶⁾ により得られたもので 11.7% Ni-Fe 合金を 360°C 迄徐冷し其處から氷水冷を行つた時

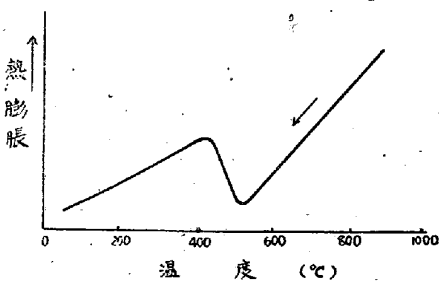


第4圖 變態应力のみに依り生じた残留应力分布曲線 11.7% Ni-Fe (50mm φ × 350mm) (Bühler) 900°C → 徐冷 360°C → 氷水冷

の残留应力分布曲線であるが 11.7% Ni-Fe 合金は 360°C 附近に變態開始點を、150°C 附近に變態終了點を有するので得られた残留应力は略變態应力のみになるものと考えてよい。圖によれば、分布曲線の形は熱应力による場合とは丁度逆に外部では張力、中心は壓力になっている。以後この形の残留应力分布曲線を變態应力型、その反対の形のを熱应力型と呼ぶ事にする。

§ V. 變態終了後に熱应力を重疊させる場合(10% Ni-Fe)

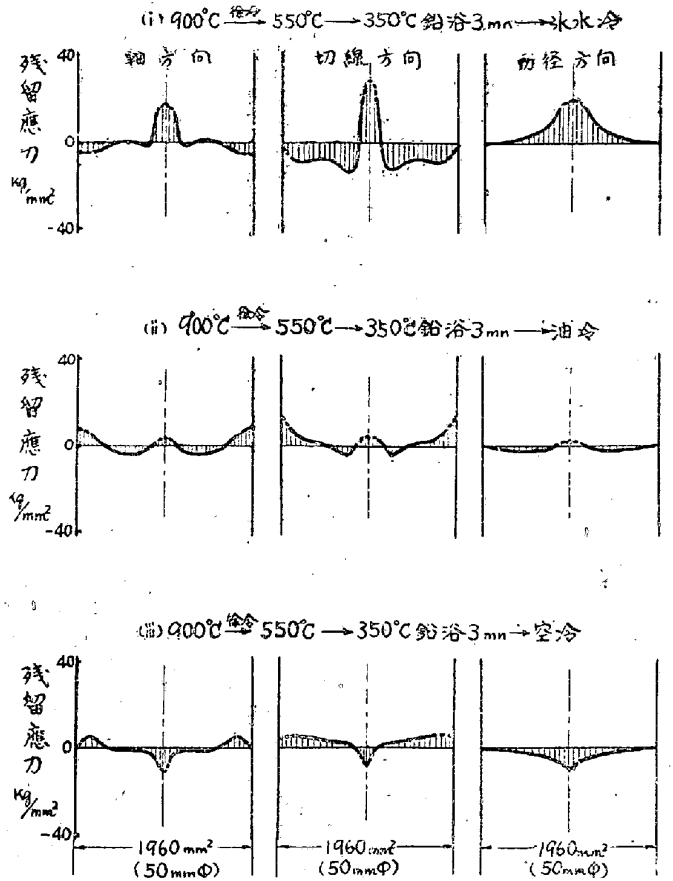
以上述べたのは單純な熱应力が原因となつて生ずる残留应力に就てであつたが次に變態による膨脹が熱収縮と重疊する場合に就て考える事にする。普通用いられる各種の鋼では變態の起り方も極めて複雑で仲々解析し難いので問題を解く鍵を得る爲、先ず最も簡単な Ni-Fe 合金に就て考える。變態膨脹と熱収縮の重疊の仕方にも色々あるが最初に變態が終了してから熱应力が加わる場合を取扱う。それには 10% Ni-Fe 合金が丁度好都合なのでこの合金を用いて實驗した。第5圖にここで使用した 10% Ni-Fe 合金の冷却時に於ける膨脹曲線を示す。圖



第5圖 10% Ni-Fe 合金の熱膨脹曲線(冷却時)

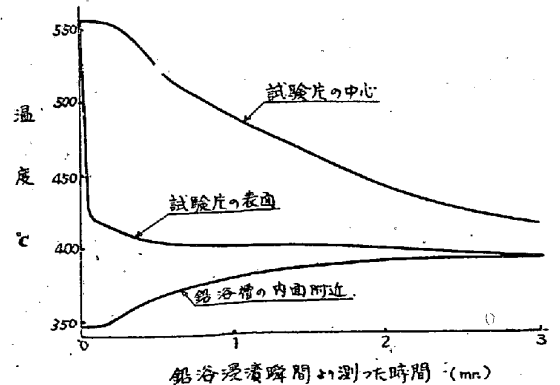
から判る様に約 540°C で變態が始まり 400°C 餘りの温度で變態が終る。この合金から作つた試料を充分燒準處理を行つた後、900°C に30分間加熱し550°C

迄徐冷して、この温度で 30 分間保持しそこから 350°C の鉛浴槽へ3分間浸漬の後それぞれ氷水冷、油冷、空冷の三種類の冷却を行ふ。この熱處理の施された試験片に就て測定した残留应力分布曲線を第6圖に示す。何れの試験片も 550°C 迄徐冷され且つその温度に 30 分間保



第6圖 變態終了後に種々の熱应力を重疊させた場合の残留应力分布曲線(10% Ni-Fe)

持されているからその時迄には熱应力が生じていないものと考えて差支えない。而してそこから 350°C の鉛浴槽へ焼入れる事により初めて $\gamma \rightarrow \alpha$ の變態が起るがこの焼入れの際に生ずる应力は殆ど變態膨脹に基く应力のみである。第7圖に 550°C から 350°C の鉛浴槽に浸漬し



第7圖 10% Ni-Fe 51mm φ 試験片に 550°C → 350°C 鉛浴なる熱處理を行つた時の温度變化

た時の試験片の中心及び外面の温度變化を示す。鉛浴槽は約 155mmφ × 300mm であつて試験片の熱により温度が約 60°C 上昇するが、浸漬後 3 分目には試験片の中心が 414°C で既に變態は終了して居り中心と外面との温度差も僅かに 20°C 位である。こゝで改めて鉛浴槽から取出してそれぞれ異つた大きさの熱應力を加える。即ち最初の氷水冷の場合が最も大きく、油冷が之に次ぎ空冷の場合の熱應力は可成小さい。(然も $\gamma \rightarrow \alpha$ 變態を行ふ迄の條件は何れも等しいから得られた残留應力曲線間の相違は變態終了後に加えられた熱應力の大きさが異なつて居た爲であることは明瞭である。)そこで残留應力分布曲線の内、切線方向の應力を例に採つて仔細に觀察して見るに、その形は多少複雑ではあるが、とにかく鉛浴後氷水冷したものは表面が壓力で中心が張力、空冷したものは表面が張力で中心が壓力、油冷したものは前二者を混合した様な形になつて居る。之から判斷するに、變態終了後熱應力が働かれれば中心壓力、表面張力の應力分布を有していたものが、熱應力が作用した爲に表面の張力は壓力の向きへ、又中心の壓力は張力の向きへそれぞれ變化せしめられた事が判る。之は前節で述べた事と照合して想像するに、400°C 附近では材質が未だ可成塑性的性質を持つて居るのでこの温度から急冷すると熱應力に基く不均一塑性歪が生じ、之が残留應力に於て所謂熱應力型分布となつて鉛浴槽に浸漬後既に存在していた中心壓力、外面張力の所謂變態應力型の應力分布を打消して了うのであろう。油冷の場合は充分打消し得ない爲兩型の應力分布が混合した様な形になる。又空冷の場合は熱應力が比較的小きく不均一塑性歪を生ずる迄に至らず、唯鉛浴後に生じていた應力がクリーブ現象により多少緩解される程度である爲、分布曲線の形そのものには變化が無く圖に示した様になるのであろう。

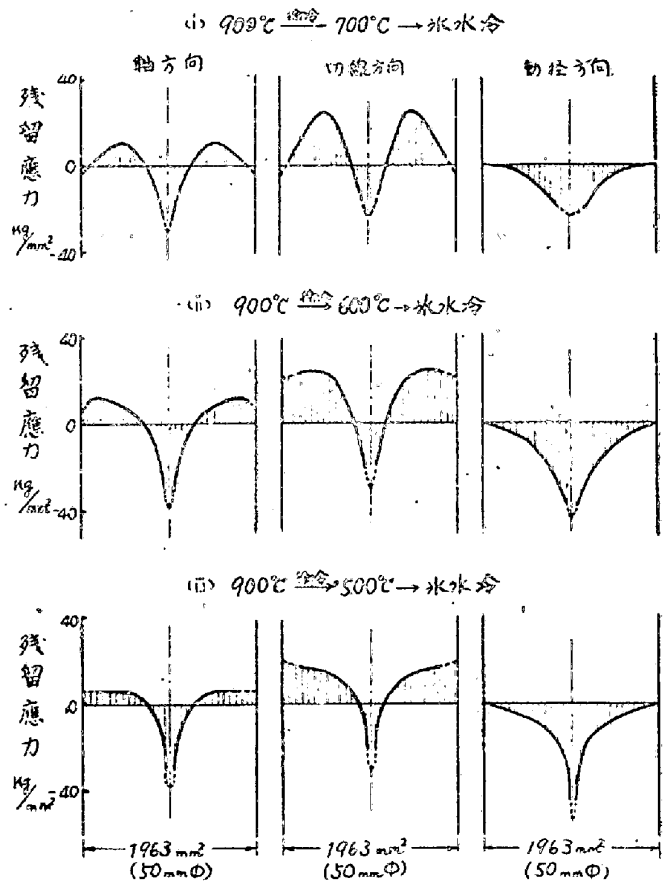
§ VI. 焼入温度を變えて熱應力と變態による膨脹との割合を變化させた場合

(10%Ni-Fe, 16%Ni-Fe)

始めに 10%Ni-Fe 合金に就き焼入温度を變えて氷水中へ焼入れた時の残留應力分布を測定した。即ち試験片を豫め 900°C に 1 時間加熱して置きそれぞれ 700°C, 600°C, 500°C 迄徐冷してその温度に 30 分間保持しそこから氷水中へ急冷すると云う熱處理を行つた。Ni-Fe 合金では既述の如く冷却速度に依つて變態温度及び變態量が變化しないから、上に述べた様な熱處理を行えば、變態量(及び温度)を一定にして熱應力の大きさを變へた事になる。但し焼入温度 500°C のものはその温度で既に

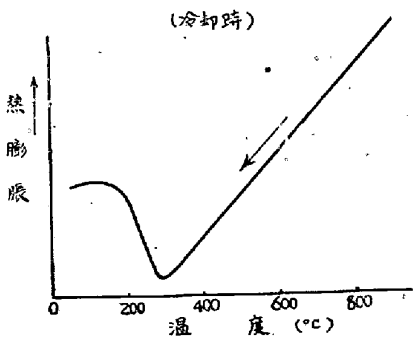
幾分變態が進行しているが僅かであつて、焼入れの時に大部分の變態が起るから焼入温度 700°C, 600°C のものと比較して熱應力の大きさが變つたものと見て大體差支へないと思われる。

第 8 圖はその結果であるが、圖に依れば例えば切線方向の應力に於て焼入温度が 700°C の場合は中心が壓力中心から表面に近づくに従い壓力が減じて行きやがて張力となり、更に極大値を経て表面では再び壓力になつて居る。此の分布曲線の形は § IV で述べた熱應力型及び變態應力型兩者の混合した形に外ならない。焼入温度が 600°C, 500°C と下るに伴い残留應力分布曲線に現われる熱應力の影響も漸次減少して純變態應力型に移行し中心壓力表面張力となる。



第 8 圖 10%Ni-Fe 合金を焼入温度を變えて氷水冷した時の残留應力分布曲線

さて上の結果から残留應力に現われる熱應力と變態應力の影響は定性的には重疊 (Superposition) の定理が成立する如く思われる。然し 10%Ni-Fe 合金に於ては第 5 圖からも判る如く、變態終了後に再び熱收縮が相當起り、然も變態終了温度たる 430°C では未だ材質は可成り塑性的性質を持つて居ると考へられるので、變態終了の温度が可成低く、二回目の熱收縮の影響が餘り利いて來ない様な成分即ち 16%Ni-Fe 合金に就て實驗を行

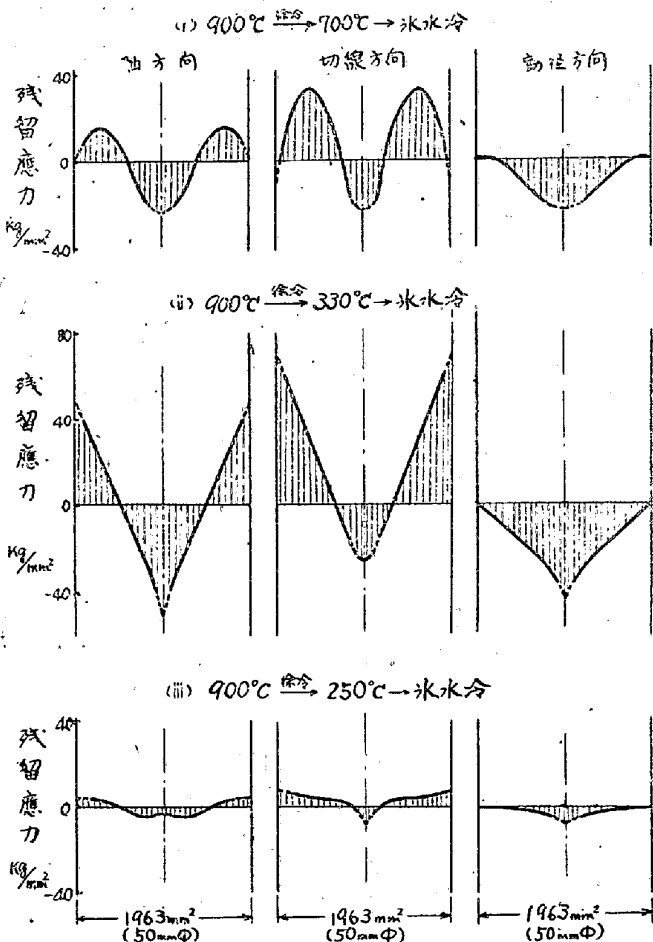


第9圖 16%Ni-Fe合金の熱膨脹曲線

つて見た。
 16%Ni-Fe 合金の冷却時に於ける變態狀況は第9圖の如くであるので、之を参照して次の三種の熱處理を行つた。

- (i) 900°C → 700°C × 15mn → 氷水冷
- (ii) 900°C → 330°C × 15mn → 氷水冷
- (iii) 900°C → 250°C × 10mn → 氷水冷

第9圖に依れば變態開始點は約 300°C、終了點は約 100°C であるから (i) は變態應力に可成熱應力が加わっている場合に當り (ii) は變態應力だけが完全に働いた場合 (iii) は變態應力が一部働いた場合に當る。何れの場合も變態終了の温度が低く、彈性域にある爲二回目の熱收縮の残留應力に及ぼす影響は無視して差支へないであろう、之等の残留應力測定結果を第10圖に示す。今

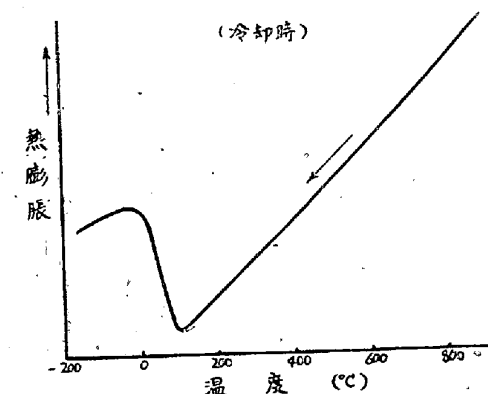


第10圖 16%Ni-Fe 合金を焼入温度を變へて氷水冷した時の残留應力分布曲線

切線方向の應力に就て検討するに、700°C → 氷水冷の場合には中心部が壓力であるが、表面と中心との間に張力の部分が存在して居て表面は再び壓力になつて居る。之は表面附近には熱應力の影響が著しく現われているものと考へれば解釋出来る。330°C → 氷水冷のものは典型的な變態應力型分布曲線を示して居り豫想とよく一致している。(Bühler 等の測定結果 (5) 第4圖と比較のこと) 250°C → 氷水冷のものでは、分布曲線の形は變態應力型であるが應力の値が前者に比して極めて小さい。之は變態が既に可成進行している温度迄徐冷してそこから急冷した結果として當然前者に比べて小さい残留應力値を取る可きで定性的には豫想とよく一致しているが、唯その差が何故かくの如く著しいかと云う點に就ては現在の所説明が出来ない。然しとにかく 16%Ni-Fe 合金の實驗に於ても 10%Ni-Fe 合金の場合と同じく熱應力及び變態應力の重疊として残留應力曲線を説明する事の可能な事が判つた。

§ VII. 26%Ni-Fe 合金に於て熱應力に變態應力を重疊させた場合

前節で述べたのと同様な實驗を 26%Ni-Fe 合金に就て行つた所、10%Ni-Fe 合金乃至 15%Ni-Fe 合金とは多少異つた結果を得たので以下それに就て報告する。第11圖は 26%Ni-Fe 合金の冷却變態を示す膨脹曲線であるが之を参照して熱應力及び變態應力の組合せが適當になる如く次の熱處理を選んだ。



第11圖 26%Ni-Fe合金の熱膨脹曲線

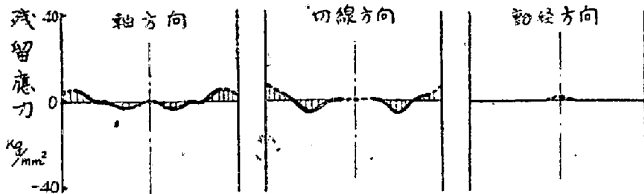
は多少異つた結果を得たので以下それに就て報告する。第11圖は 26%Ni-Fe 合金の冷却變態を示す膨脹曲線であるが之を参照して熱應力及び變態應力の組合せが適當になる如く次の熱處理を選んだ。

- (i) 900°C → 120°C (油冷) → 液體酸素浸漬
- (ii) 900°C → 500°C → 120°C (油冷) → 液體酸素浸漬
- (iii) 900°C → 120°C → 液體酸素浸漬
- (iv) 900°C → 100°C (水冷) → 0°C
- (v) 900°C → 氷水冷

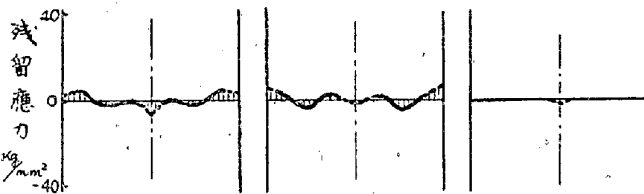
(i) (ii) (iii)は何れも熱應力を分離して作用させる目的で先ず變態開始點直上の温度 (120°C) に保つてある油中に浸漬して、その温度に迄冷却し、そこから改めて液體酸素中へ浸けて變態を完了させる操作を行つている。

その内 (i) は 900°C から直接油中へ焼入れしているの
で熱應力が最大であり, (ii) は 500°C 迄徐冷してそこ
から油冷しているの (i) よりは熱應力が小さい. (iii)
は 120°C 迄徐冷しているの熱應力は零と考へてよく,
變態應力のみが作用している事になる. 之等の残留應力
曲線を第 12 圖及び第 13 圖に示す. 圖に依ればどの場

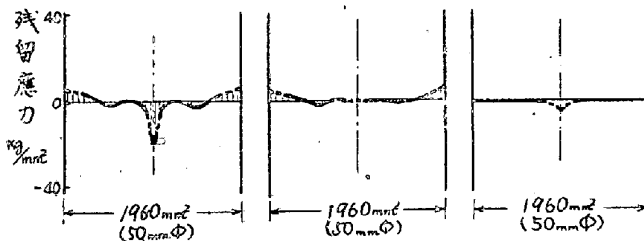
(i) 900°C → 120°C (油冷) → 液体酸素浸漬



(ii) 900°C $\xrightarrow{徐冷}$ 700°C → 120°C (油冷) → 液体酸素浸漬

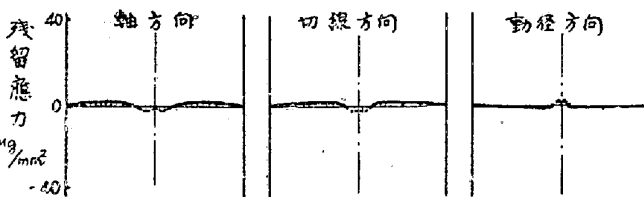


(iii) 900°C $\xrightarrow{徐冷}$ 120°C → 液体酸素浸漬

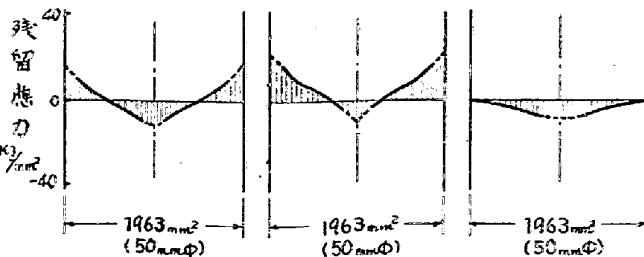


第 12 圖 26%Ni-Fe合金の残留應力曲線(その一)

(iv) 900°C → 100°C (水冷) $\xrightarrow{徐冷}$ 0°C



(v) 900°C → 氷水冷



第 13 圖 26%Ni-Fe合金の残留應力分布曲線(その二)

合も應力値が極めて小さく明確な事は言へないが, 分布
曲線の形は變態應力型の様に見える.

(iv) は 100°C の湯中へ急冷して暫く(約 10 分間)
その温度に保持してから 0°C 迄徐冷しているの變態
の爲の應力は殆ど生じていない筈で残留應力は熱應力に
依るもののみとなる筈であるが圖(第 13 圖)に依れば
残留應力は測定誤差の範囲内に於て零に等しい.

(V) は 900°C から氷水中へ急冷した場合で變態應力
と熱應力が重疊して作用している場合に當るが残留應力
は圖に示す様に變態應力型で然もその値は (i) 乃至 (iv)
迄のものに比べて大きい.

以上 26%Ni-Fe に就て行つた實驗を通觀するに, こ
の合金を常溫以下に焼入れた場合は, 熱應力と變態應力
を分離して働かせ様と, 同時に働かせ様とその如何を問
わず得られた残留應力曲線は常に變態應力型で, たとえ
(iv) の如く變態開始點迄急冷し (100°C 位になれば常
溫と餘り違わない彈性限を持つていると考えられるので
此の場合は勿論熱應力に基く残留應力が存在している可
きである) 以後變態區域は徐冷して變態應力の影響は被
らない様にしても尙熱應力型の残留應力曲線を得る事は
出来ない. 殊に 900°C から氷水冷すれば冷却途中に發生
する熱應力は極めて大きい筈であるにも拘らず得られた
残留應力は變態應力型である.

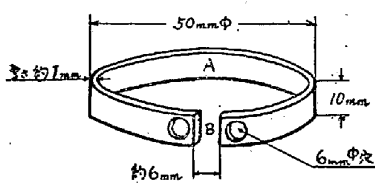
之等の結果から判斷すると 26%Ni-Fe 合金の場合は
變態に依つてそれ迄に生じていた残留應力が消滅するか
の如く考えられる. 果してその様な作用を有するもので
あるうか. 之に關しては節を改めて考察する事としよう

§ VIII. $\gamma \rightarrow \alpha$ 變態中に於ける所謂變態 塑性(Umwandlung Plastizität)に就て

G. Wassermann は非可逆 Ni-Fe 合金(30%Ni)の
1mm ϕ の線を 70kg/mm² の荷重の下に於て液體空氣中
に浸漬して $\gamma \rightarrow \alpha$ 變態を行つた所 γ 状態乃至 α 状態
ではそれぞれ 0.5~0.75% の伸が生じないものが $\gamma \rightarrow$
 α の變態經過中には急激に伸び易くなり 11% もの伸を
生ずる事を發見した. (22) 彼は此の現象の原因が $\gamma \rightarrow \alpha$
變態の際に於ける位置交換塑性 (Platz
wechselplastizität) に基くものと考えて之を特に變態塑
性 (Umwandlung Plastizität) と呼び, 更に定量的な
結果を得る爲立方晶組織 (Würfelstruktur) の試験片に
一定の引張應力を與えて, 應力と變態伸びとの間の關係
を研究した. (23) 彼は又その機構を確める目的で荷重下
に變態させた試験片に就き X線及び顯微鏡を以て詳細な
研究を行つたが何等の結論に達しなかつた. (24) Ni-Fe

合金に關する同様な研究は E. Scheil 及び W. Thiele に依り行われたが彼等は Wassermann が引張應力を加えたのに對し、變態膨脹に基く誤差を防ぐ目的を以て振り應力により實驗した。(25) 尙 Ni-Fe 合金は $\gamma \rightarrow \alpha$ 變態中に於て急激に減衰能の増加を來すと云ふ事も E. Scheil 及び W. Thiele により確められている。(26)

我々は更に以上の事を確める目的で次に述べる様な簡單な實驗を行つた。即ち 26% Ni-Fe 合金を用いて第 14 圖



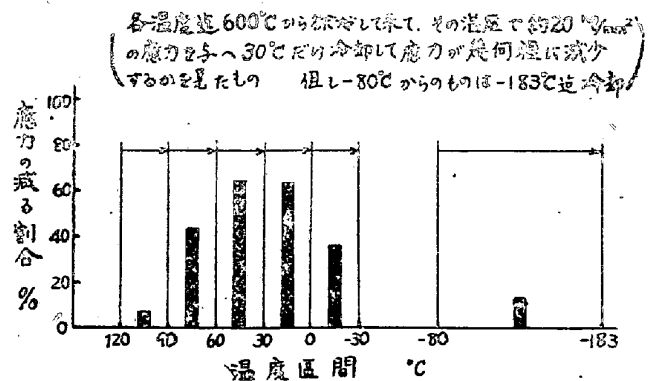
第 14 圖 環狀試験片

に示す如き環狀の試験片を作る。この試験片は圖から判る様に板の厚さ約 1mm 外徑 50mm、高さ 10mm で約 6mm の

巾の空気間隙を持つて居り、空気間隙の兩側には 6mmφ の孔が穿けてある。今この孔の中に挟み金具を入れて B なる空気間隙が丁度塞る所迄力を加えると弾性體の理論に依り A なる場所に最大約 20kg/mm² なる應力が生ずる事になる。(溫度が 120°C 以下として) そこで今この試験片だけを豫め完全に γ 状態にして置く爲約 600°C に加熱し、1 箇は $\gamma \rightarrow \alpha$ 變態開始直前の溫度 120°C 迄徐冷して丁度その溫度に保つてある油中に浸ける。この時の試験片の状態は未だ γ 相である。次に他の 1 箇は 600°C から液體酸素の溫度迄冷却して完全な α 相にし再び 120°C 迄徐熱してその溫度に保つてある油中につける。そうすると二つの試験片は共に 120°C の溫度にあるが一つは γ 相、他の一つは α 相の状態にある事になる。次にこの二つの試験片共 B の間隙を丁度塞ぐ様に挟み金具に依り力を加え(即ち A に最大約 20kg/mm² の應力が生ずる) その儘徐冷して氷水中に浸ける。(徐冷するのは熱應力の影響を防ぐ爲) 26% Ni-Fe は冷却變態圖から判る様に初め α 相であつたものは、この處理を行つても別に相の上での變化は起きないが、初め γ 相であつたものは 0°C 迄冷却する事に依り可成の部分が α 相に變る。さて 0°C 迄冷却後、挟み金具を外して B に加えた外力を取り去ると、最初 α 相であつたものは空気間隙が殆ど元の状態(初めの 97%) に戻り僅か 3% だけ小さくなつて居るに過ぎない。即ち最初に生じた應力はその儘弾性エネルギーとして保存されていた譯である。然るに最初 γ 相であつたものは挟み金具を取り去つても空気間隙は塞つた儘で 120°C に於ては弾性歪の状態であつたものが 0°C では完全に塑性歪に變化して居り、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 變態に依つて弾性歪が塑性歪に變化する事が確認された。尤も此の實驗を行う前に α 、 γ 状態共 120°C 及び 0°C で

繰返し外力を加えたり又外力を取去つたりしてどちらもその溫度ではこの程度の應力の下に於て完全弾性體と見て差支えないと云う事を確めて置いたのである。

然るに $\gamma \rightarrow \alpha$ 變態にはある溫度區間が存在するが變態塑性は溫度區間の何れの場所に於ても一樣に起るものであつかう問題が起る。この事を調べる爲に同じ形狀の試験片を用いて次に述べる様な實驗を行つた。即ち試験片を何れも完全な γ 状態である 600°C 迄加熱して置き次に之等を 120°C、90°C、60°C、30°C、0°C、-30°C、-80°C の各溫度迄徐冷して來る。この際 0°C 以上の溫度に就ては適當に加熱された水を、0°C 以下 -80°C 迄の溫度に就ては液體酸素で適當に冷却された硫化炭素を用いた。次にそれぞれの溫度に於て前と同様な方法で之等の試験片に最大約 20kg/mm² の應力を與えその儘 30°C だけ冷却して(-80°C からは -183°C 迄冷却) 空気間隙を塞いでいた挟み金具を外し、空気間隙が外力を掛ける以前よりもどの位減少したかを測定して之から變態の爲に應力の減る割合を概算した。その結果を第 15 圖に示す。圖に依れば變態の爲に應力の減る割合は變態開始と共に急激に増加して行つて 60°C~0°C の間で最高に達し、以下の溫度では漸次減少して行き -80°C から



第 15 圖 變態塑性と溫度區間との關係 (26% Ni-Fe)

-183°C の間では與えた應力の 87% がその儘保有されて残つて居る。かくの如く變態塑性現象は變態溫度の全區間を通じて一樣に起るので無く、ある區間に於て特に顯著になる事が判る。

又試験片を 120°C からある一定溫度迄冷却し再び 120°C に加熱してそこで應力を加え前と同一溫度迄冷却しても應力はその儘保有され塑性歪化していない。即ち最初の冷却に際して一部分 $\gamma \rightarrow \alpha$ の變態が起つて居るが二回目の冷却ではそれ以上に變態が進行しない爲變態塑性も起らないであろうと想像される。然し二回目の冷却に於て一回目の冷却の溫度以下に下げると必ず變態塑性の現象が起る。次に變態溫度區間内の或一定の溫度迄冷

却した試験片を、その温度に一定に保ち乍ら應力を加えても 20kg/mm^2 程度の應力に對しては略完全な弾性體の如く作用して塑性歪の生ずる現象は見られない。この様に $\gamma \rightarrow \alpha$ 變態が進行すると急激に塑性化する現象が現われるが γ 乃至 α 状態及び γ, α 混合状態の何れの場合を問わず温度が一定ならば塑性化の現象は見られない。26%Ni-Fe 合金に於ける $\gamma \rightarrow \alpha$ 變態は炭素鋼に於けるマルテンサイト變態の如く Umklappen 現象と考えられるので變態塑性も變態進行時の Umklappen に伴つて生起するのであろう。變態塑性發生機構の詳細に就ては又別の機會に考察したいと思う。

§ IX. 16%Ni-Fe合金の結果と26%Ni-Fe合金の結果との喰違いに對する考察

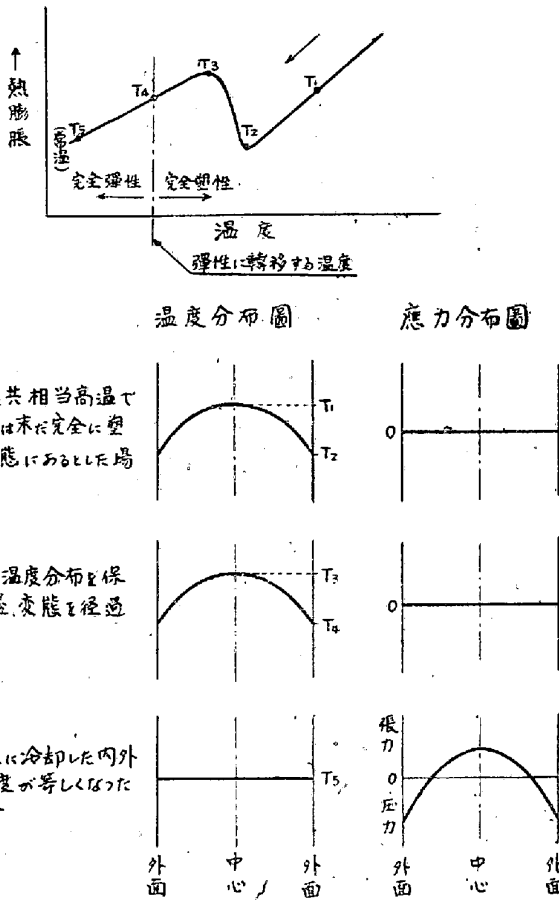
さて前節の説明で判明した變態塑性と云う事を念頭に置いて今一度26%Ni-Fe合金の焼入残留應力に就て考えて見る。先づ第12圖の(i)(ii)(iii)が焼入條件の相違にも拘らず何れも應力値が略等しく然も極めて小さい値であり、且つ大體變態應力型の分布をしている事は之等の試験片が凡て變態開始直前の温度 120°C から液體酸素中へ浸漬されているため、 120°C 迄の冷却により生じた熱應力型残留應力は凡て 120°C 以下に於て起る變態塑性現象に依り一應解消されてあつたと考えてよい。而してそれとは別に 120°C から液體酸素中へ急冷する事に依り生じた内外の温度差の爲に内外不均一な變態膨脹が起り(26%Ni-Fe合金では冷却速度の如何により變態量や變態温度が變らないのでそれに就て考慮する必要はない)之が變態應力として作用して熱應力の場合と同様な過程で(但し向きは反對)變態應力型の残留應力が得られるのであろう。尙應力の値が小さいのは温度差が小さく、且つ液體酸素の冷却能が水や油に比して小さい爲と思われる。尤も更に突込んで考えると變態塑性の作用の仕方を具体的に解析する必要が起つて来るが之に就ては又別に研究する積りである。

第13圖の(iv)は上述の事實を一層明瞭に證明している結果でこの場合は $900^\circ\text{C} \rightarrow 100^\circ\text{C}$ 水冷に依り生じた熱應力型残留應力は引續いて施された $100^\circ\text{C} \rightarrow 0^\circ\text{C}$ 徐冷の処理中に起る變態塑性現象の爲完全に解消する。然も變態進行中に於ては徐冷されている爲變態に基く應力が發生せず従つて最後に得られる残留應力は殆ど零である。圖の(V)は結果から考えて $900^\circ\text{C} \rightarrow$ 氷水冷時に於ける熱應力(或は熱應力に基く残留應力)は凡て變態進行中に解消し變態應力に依る残留應力だけが現われている様である。残留應力の値が(i)(ii)等に比して大き

いのは變態域を通過する時の冷却速度が(V)の方が大きい爲であらう。尤も(V)の様には熱收縮と變態とが重疊して起つて居るのに何故熱收縮の影響が現われないのであろうかと云う事に關する具體的な説明に就ては更に應力發生過程の機構に立ち入つて考える必要があり、目下研究中である。

さて上述の如く26%Ni-Fe合金に於ては變態塑性に依つて焼入残留應力は凡て變態應力型になる事が判つたが、それならば何故16%Ni-Fe合金では残留應力が熱應力と變態應力の双方の影響を受けるのであろうか。既に説明した様に焼入温度が變ると共に残留應力分布曲線の形及び應力値が明かに異つて来る。(第10圖)そこで今一度變態塑性を残留應力發生經過に結び付けて考えて見るに、残留應力が生ずると云う事は今迄何度も述べて來た如く高温で不均一な塑性變形を生ずる爲に外ならない。而して鋼が冷却されて塑性的性質よりも弾性的性質が強くなつて來た時に此の不均一な塑性歪が残留應力となるのである。然るに一方變態塑性とは、變態の進行と共に急激に降伏點が低下する現象を云い、若しその時偶々應力が存在すれば之が忽ち緩解される。従つて變態が進行しつゝあつても應力が存在しなければ特別な變化は起きない。そこで今若し假に熱應力が丁度不均一塑性歪の形に變化した時機に變態域を通過するとすればこの時は應力が存在していないから變態塑性の影響は何ら蒙ること無く、變態は單なる膨脹としてそれ以前の熱收縮に加算されるだけである。而して變態域を通過して了つてから弾性化が起り不均一塑性歪が残留應力になつたとすると、この場合残留應力の原因は熱收縮と變態の膨脹とであつて變態塑性は全然關係がない事になる。變態塑性の影響しない事をもつと判り易く説明する爲に第16圖に示す様な一つの思考實驗を擧げる事にする。圖の上方にあるのは冷却時に於ける材料の温度-膨脹(收縮)曲線、下部は左側に供試材の内外温度分布、右にその温度分布に於ける應力分布が示してある。今豫め T_1 より高いある一様な温度にあつた試験片をその温度から冷却し始めるとする。變態温度範圍は T_2, T_3 間とし ($T_1 > T_2 > T_3$) T_3 より低い或温度 T_4 に於て初めて材料が完全弾性體と考えてよい状態に達するものとする。さて冷却されつゝある試験片が丁度(I)の状態、即ち表面が T_2 、中心が T_1 なる温度に達したとする。この時内外に熱應力を生ずる筈であるが材料が塑性的であるからこの應力は直ちに不均一塑性歪の形に變化し内部應力は存在しない。次に内外の温度差をこの状態に保つた儘變態を通過させる。勿論この時も内部應力は存在していない。

§ X. 總 括



第 16 圖 變態塑性が残留應力に影響を及ぼさぬ理想的な場合

更に材料を冷却して温度分布が一様になると不均一塑性歪は應力に変つて (III) の様な残留應力分布を生ずる。この時 (II) に於ては應力が存在していないから變態塑性の影響は全然無い譯である。

16%Ni-Fe 合金に於て残留應力分布に熱應力の影響が大に現われて居り必ずしも變態塑性に依つてそれが解消していないのは上に挙げた説明から納得出来るであろう。16%Ni-Fe 合金の如く變態が比較的高温で起ると材料は未だ可成塑性的性質が大きいから變態以前の熱應力は不均一塑性歪の形になつて居り、その結果變態塑性の影響を受けないのである。唯完全な塑性體ではないので應力の一部はその儘保有される爲この部分は變態塑性により解消される。

之に對して 26%Ni-Fe 合金の如く低温の弾性域で變態が起ると、變態前の熱應力乃至それに基く不均一塑性歪は大部分既に残留應力の形になつて居り、従つて變態塑性の影響を受けて變態の進行と共に解消して了う爲變態終了後に於ては變態前の熱應力の影響は全然現われて來ない結果になる。

(i) 最初に焼入残留應力は如何にして發生するかに就き一般的考察を行い之から熱應力型残留應力 (表面壓力, 中心張力) 及び變態應力型残留應力 (表面張力, 中心壓力) を定義した。

(ii) 次に 10%Ni-Fe 合金の同種試験片に就き變態終了迄同一條件の下に冷却しそれ以後に於ては、冷却速度を色々變えて變態終了後異つた大きさの熱應力が作用する如き熱処理を行いその残留應力を測定した所、熱應力の大きが大きくなるに従い變態應力型の残留應力分布は漸次熱應力型に移行すると云う結果を得た。

(iii) 更に 10%Ni-Fe 合金及び 16%Ni-Fe 合金に就き焼入温度を變えて變態前に於ける熱應力が異なる如き熱処理を行いその残留應力を測定した所變態開始直前の温度から焼入れたものは完全な變態應力型残留應力を示し (16%Ni-Fe の場合) 焼入温度が高くなつて熱應力が大きくなるに従い残留應力も熱應力型に近づく事が判明した。

(iv) 又 26%Ni-Fe 合金を用いて 焼入温度を變えて變態直前の温度 (120°C) 迄急冷しその後液體酸素の温度迄急冷したり、又 900°C から氷水冷する等の種々の処理を行つたが何れの場合も残留應力は變態應力型を示し、900°C → 氷水冷のものを除いてはその應力型は極めて小さかつた。

(V) この理由に就ては G. Wassermamn, E. Scheil 等により報告されている所謂變態塑性 (變態進行に際し急激に塑性的性質を示す) がその原因となつていのではないかと考え 26%Ni-Fe 合金製の環狀試験片に人為的に應力を與えつつ變態を經過させる簡単な實驗を行つた所、果して變態により弾性應力が塑性歪化する事を知つた。

(vi) 之等の實驗結果から次の結論が得られる。即ち 10%Ni-Fe 合金や 16%Ni-Fe 合金の如く材料が尙塑性的状態にある様な高温に於て變態が起るものでは熱應力が不均一塑性歪の形に變化している状態で變態を經過する爲變態塑性の影響は比較的小さく残留應力は熱收縮と變態膨脹の影響が重疊して現われて來る。然るに 26%Ni-Fe 合金の如く材料が弾性状態にある低温で變態が起る場合には高温で生じた不均一塑性歪は既に應力の形になつて居り、應力の存在して居る所で變態が起る爲變態塑性の影響を受けて變態前に於ける熱應力の影響が解消すると云う結果になる。

尙この研究に際して試料の製作、穿孔等に種々御協力

された當所試作課中山、船木兩氏並びに現場の方々に厚く御禮申上げると共に、終始熱心に助力された當研究室山本、米倉、鷲山、岸本の諸君に感謝の意を表するものであります。
(昭和 24. 5 月寄稿)

文 献

- (1) G. Sachs: Z. Metallkde., 19 (1927), s. 352.
- (2) R. Mailänder: Stahl u. Eisen, 51 (1931), s. 662.
- (3) H. Bühler, H. Buchholtz u. E.H. Schulz: Arch. Eisenhüttenwes., 5 (1931-32), s. 413.
- (4) H. Buchholtz u. H. Bühler: Arch. Eisenhüttenwes., 6 (1932-33), s. 247
- (5) H. Bühler u. E. Scheil: Arch. Eisenhüttenwes., 6 (1932-33), s. 283.
- (6) H. Buchholtz u. H. Bühler: Arch. Eisenhüttenwes., 6 (1932-33), s. 335.
- (7) H. Bühler u. E. Scheil: Arch. Eisenhüttenwes., 6 (1933-34), s. 359.
- (8) E.D. Maurer: Stahl u. Eisen, 47 (1927), s. 1323.
- (9) 本多, 廣根: 理研彙報, 14 (昭和 10 年), p. 525.
- (10) 廣根: 理研彙報, 15 (昭和 11 年), p. 243.
- (11) 廣根: 理研彙報, 16 (昭和 12 年), p. 1229.
- (12) 川口: 日本金屬學會誌, 9 (昭和 20 年), p. 20.
- (13) 下田: 日本金屬學會昭和 22 年秋期大會及び昭和 23 年春期大會に發表.
- (14) 岩瀬, 佐野: 日本金屬學會昭和 22 年秋期大會及び昭和 23 年春期大會等に發表.
- (15) 菅野: 「鋼の階段焼入に關する研究」第 2 報その 2, 鐵と鋼, 30 (昭和 19 年) 7, p. 190.
- (16) 菅野: 「鋼の階段焼入に關する研究」第 2 報その 2, 鐵と鋼, 30 (昭和 19 年) 7, p. 194.
- (17) 菅野, 辻: 「鋼の階段焼入に關する研究」第 3 報, 鐵と鋼, 印刷中.
- (18) 菅野: 「鋼の階段焼入に關する研究」第 4 報, 鐵鋼協會昭和 20 年 5 月大阪大會に發表.
- (19) 菅野: 「中空圓筒鋼材の焼入應力に就て」鐵鋼協會昭和 22 年秋期大會に發表.
- (20) 菅野: 「鋼の焼入應力に關する研究」機械學會論文集, 13, 43 (昭和 22 年) p. I.
- (21) J.S. Marsh: The Alloys of Iron and Nickel, vol. 1, p. 108.
- (22) G. Wassermann: Arch. Eisenhüttenwes., 6 (1932-33), s. 347.
- (23) G. Wassermann: Arch. Eisenhüttenwes., 10 (1936-37), s. 321.
- (24) G. Wassermann: Arch. Eisenhüttenwes., 11 (1937-38), s. 89.
- (25) E. Scheil u. W. Thiele: Arch. Eisenhüttenwes., 10 (1936-37), s. 477.
- (26) E. Scheil u. W. Thiele: Arch. Eisenhüttenwes., 12 (1938-39), s. 103.

鹽基性スラッグ中のライム迅速分析法について

日本鐵鋼協會第 37 回講演大會講演 昭 24. 4)

池上 卓穂* 松尾 鐵治* 山口 甚一

STUDY ON THE RAPID ANALYSIS OF LIME IN BASIC SLAGS

Takuho Ikegami, Tetsuji Matsuo & Jin-ichi Yamaguchi

Synopsis:—

In view of the recent scarcity of pure tartaric acid the authors made a study on a rapid method of determining lime in the basic slag without using tartaric acid as with the case of usual method. The principle of our method consists in treating the hydrochloric acid solution of the sample with excessive amount of NH_4OH and ammonium oxalate solution in the presence of ammonium chloride, and, after the filtration of $\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$ and calcium oxalate, determining the amount of lime by titrating the excessive amount of ammonium oxalate which is present in the filtrate with 0.1 N permanganate solution. After the application of our method to the rapid analysis of lime in blast furnace slags and open-hearth furnace slags, it was proved that the maximum deviation of the results is $\pm 1\%$, the time required is about 10 minutes, and the quantity of ammonium oxalate used is about half comparing with the case of applying the usual method.