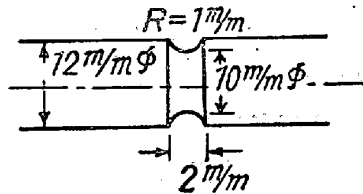


第 3 表 供試材の機械試験結果

| 試料 | 降伏点 σ_s kg/mm ² | 抗張力 σ_B kg/mm ² | 眞破断荷重 σ_t kg/mm ² | 伸 % | 絞 % | 疲労根 σ_w kg/mm ² | σ_w/σ_s | σ_w/σ_B | 疲労限比 B/A | シャルピー値 kgM/cm ² |
|---------------------|---|---|---|--------|--------|---|---------------------|---------------------|-------------|-------------------------------|
| C-15A ¹⁾ | 43.5 | 76.7 | 159.1 | 26 | 72 | 33.71 | 0.775 | 0.439 | 1.05 | 24.4 |
| B ²⁾ | 50.6 | 74.7 | 166.8 | 29 | 73 | 35.54 | 0.703 | 0.475 | | 16.2 |
| C-52A | 49.4 | 80.6 | 146.0 | 26 | 66 | | | | | 20.9 |
| B | 50.0 | 79.2 | 150.0 | 26 | 66 | | | | | 19.8 |
| C-6A | 50.6 | 89.0 | 166.7 | 23 | 65 | | | | | 18.2 |
| B | 51.3 | 87.6 | 160.7 | 23 | 64 | | | | | 17.6 |
| C-7A | 45.5 | 72.1 | 132.1 | 26 | 64 | 33.51 | 0.736 | 0.465 | 1.03 | 16.2 |
| B | 48.7 | 71.4 | 136.9 | 26 | 65 | 34.43 | 0.705 | 0.480 | | 6.9 |
| C-52A ³⁾ | — | 106.8 | 151.6 | 9 | 39 | 21.52 | | 0.202 | 0.95 | |
| B | — | 104.8 | 143.5 | 9 | 37 | 20.44 | | 0.195 | | |
| C-6A ³⁾ | | | | | | 22.01 | | | 1.10 | |
| B | | | | | | 24.29 | | | | |

- 註 1) 焼入後 650°C/2hr. 水冷 (最も靱性に富んだ状態)
 2) 焼入後 650°C/2hr. 水冷 525°C/24hr. 水冷 (最も脆化した状態)
 3) 試験片平行部に、ノッチを入れた試料 (応力集中係数 $\alpha=2.5$)



準試験片及び切欠試験片について実施した。結果は第 3 表の如くで、抗張力は処理 A, 処理 B により殆んど差異は認められないが、降伏点、疲労限は処理 B の方が寧ろ若干上昇している。しかし局部的応力集中度を大きくするために、U 型 ツチ ($R=1\text{mm}$, 深サ=1mm) を試験片平行部中央に入れると、Mo を含まない試料では、処理 B により疲労限が僅かに低下するが、Mo を添加して高温焼戻脆化を防いだ試料 (C-6) では疲労限の低下が認められなかつた。

(13) Timken 16-25-6 耐熱鋼に及ぼす N の影響並にその電子顕微鏡的考察 (耐熱鋼の研究 IX)

日本特殊鋼 K.K. 試験課長 工 出口 喜 勇 爾

I. 緒 言

Timken 16-25-6 耐熱鋼の溶體化処理及び時効処理後の硬度、高温機械的性質及び高温匍匐強度に及ぼす N の影響は、既に前報⁽¹⁾に於て N を添加せざる試料及び約 0.15% 添加した試料についての試験結果を報告した。然し目下ガスタービン翼用耐熱鋼として甚だ注目を引いている本鋼の N の影響に關しては更に詳細に検討する必要があるので、N の含有量を各種變化したものにつき種々の基礎的研究を行つた。

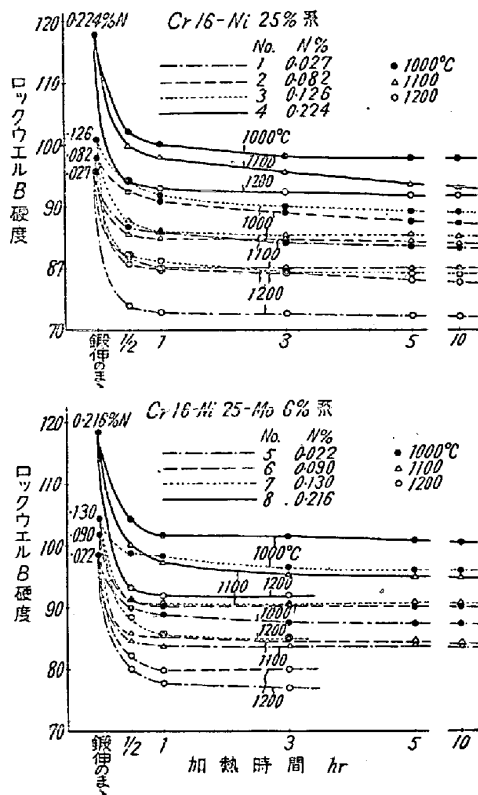
II. 研究方法

(a) 16%Cr-25%Ni 及 16%Cr-25%Ni-6%Mo の兩系につき N を添加しないものと約 0.08, 0.13, 0.20% N を添加したものと合計 8 種類の試料を 1000~1200°C で 10hr 迄の溶體化處理をなし、これを 500~800°C で 30hr 迄の時効處理を行つたもの、又各溶體化處理後 100~900°C で各 3hr づゝ焼戻したもの (b) Cr 16-Ni 25, Cr 16-Ni 25-Mo 6, Cr 25-Ni 25-Mo 6, Cr 35-Ni 25-Mo 6% で各 N を添加しないものとこれに N 約 0.2% 添加したものと 合計 8 種類の試料について上記同様溶體化處理後 500~1000°C に各 3hr 焼戻したもの、硬度並に光學顯微鏡組織を調べ、N の外に Mo, Cr 等の影響をも併せ考察した後、顯微 (微小) 硬度計によつて各種偏析に關する顯微硬度の差を考察した。最後にこれらの試験方法によつては尙解明し難い點に關し電子顯微鏡によつて倍率最大 10,000 倍に迄擴大して検討した。但し 2 段 Replica 法によつたが、電子顯微鏡的考察に於て先ず問題となる所の「電子顯微鏡像は一體試料表面の光學顯微鏡組織の何を表わしているか」を十分に検討して考察する爲に、Replica のある觀察點を低倍率より高倍率迄連續變化して檢鏡するは勿論、我が國の金屬の電子顯微鏡的試験の文献にない所の検討即金屬面より剝離した半重合體表面の第 1 回轉寫像、續いて Al 蒸着膜を Cu screen 上に張つて Cap をはめた Replica の第 2 回轉寫像についても金屬用光學顯微鏡によつて最初の金屬試料表面組織がどの様に轉寫されて行くかを試験しつゝ考察した。

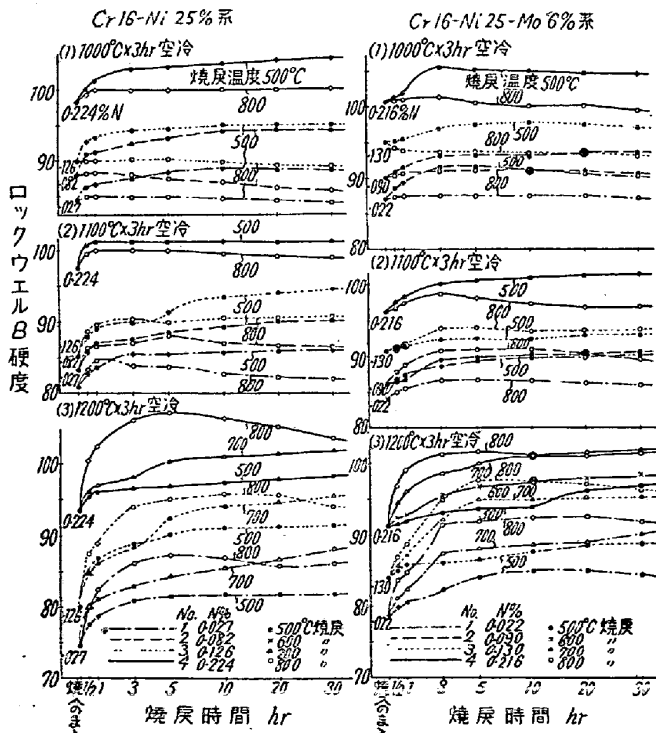
III. 研究結果

1) 硬度

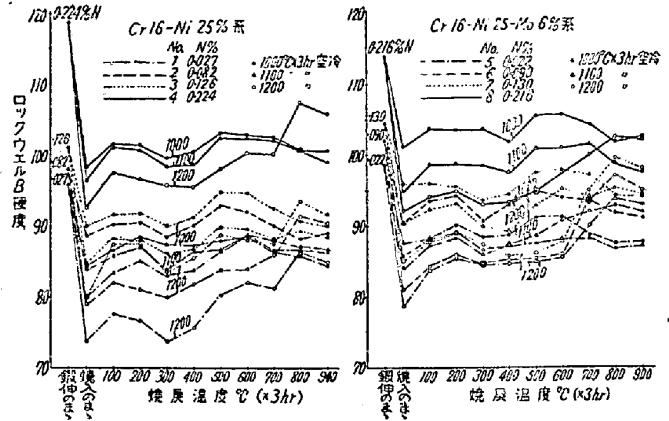
16%Cr-25%Ni 及 16%Cr-25%Ni-6%Mo の兩系を



第 1 圖



第 2 圖



第 3 圖

1000~1200°C で 10hr 迄加熱した場合、次にこれらの試料を 1000~1200°C で 3hr 加熱空冷後 500~800°C に 30hr 迄焼戻時効した場合、更に焼戻温度の影響を見る爲に同じく 1000~1200°C で 3hr 加熱空冷したものを 100~900°C 間の各温度で 3hr 焼戻した場合の硬度變化をそれぞれ第 1, 2, 3 圖に示す。これらの結果によれば、温度同一ならば概して N 量多い程硬度は高いが殆ど差のない場合もある。時効處理後の N 量による硬度差は溶體化處理温度が高い程大きく現われる。又時効時間による硬度増加は 2 段に現われるものがあり又時効温度高い時は極大を示して後却つて低下するものもある。時効温度の影響としては、概して 300~400°C で僅かに極小を示した後、1000~1100°C より焼入したものは 500~600°C で僅かに極大を示し 1200°C より焼入したものは約 800°C に於て大きな極大を示す、但し C も低く N を添加しないものは後者の極大は認め難い。かゝる硬度變化を γ に對する C, N の固溶飽和曲線を推定し、窒化物の析出→凝集軟化→炭化物の析出硬化→凝集軟化によつて概略の説明を行つたが、1200°C 焼入試料では固溶量が著しく多く従つて 800°C 以上になつて始めて析出よりも凝集による影響の方が強くなるのでこゝに硬度の極大を示すと考えられる。尙その他の試験結果によれば、Mo の添加は N の添加と同様な効果を硬度變化上に現わし、Cr が 25, 35% と増加して硬度が高くなつたものでは N の影響は少くなる。

2) 光學顯微鏡組織

焼入温度約 1000°C では N 約 0.12% になると歪んで粒界の不明瞭な結晶の上に鍛延方向に窒化物微粒の集合の縞状組織が認められ、N が 0.22% になるとこれが多くなると共に微粒が少しく大きくなる。微粒の集合は 1200°C で完全に固溶するが、800°C で焼戻した場合 N が増すと粒界、劈開面上の析出が多くなると共に粒内基地

全面に Neumann line 様微細線條組織が多く現われて来る。Mo を増加した場合も同様に現われる。Cr 25-Ni 25-Mo 6% 系では、粒界や劈開面に於ける微粒の外に、これらよりも可成り大きな粒子 (σ と思われる) が若干纖維狀に點綴しており、焼入温度が高く且焼戻温度が特に高く 900°C にもなると粒内析出物が凝集するのかわらぬ粒状の集合體が見られ、Cr 35-Ni 25-Mo 6% 系では互に粒界が不規則なる 2 相より成り、1 相には粒状或いは針狀の析出物が多いが、他相には殆ど析出物は認められない。

3) 顯微硬度による考察

各結晶粒の間の、又同一結晶粒でも粒内と粒界或いは析出物のある劈開面の部分との硬度差を顯微(微小)硬度計によつて測定した結果によれば、この鋼では各結晶粒による硬度差は豫想以上に大きく、例えば 141, 56, 96, 124, 128, 103 或いは 175, 182, 191, 213, 216, 152 の様に最大 100 程度の差がある。又粒界と粒内、析出物のある劈開面との間の差、析出微粒の集合のある所とない所との差も概略 20~50 ある。35-25-6 系ではこの顯微硬度によつて、硬度數約 500 の析出物なき相が α より變化した σ を含む相であり他の硬度約 300 の析出物多き相が τ である事が推定された。

4) 電子顯微鏡的考察

これら多数の試料につき光學顯微鏡組織と電子顯微鏡像との関連性を検討しながら電子顯微鏡的考察を行った。即試料の表面に塗布した半重合體(メチルメタクリルモノマー+2% 過酸化ベンゾイル+1% デメチルアニリン)(厚さ約 0.3~0.5mm)を剝離し、その表面の第 1 回轉寫組織(凹凸)の顯微鏡寫眞を色々苦心して撮影したが、これを試料の光學顯微鏡寫眞と比較すると若干異つた感じを受ける所もあるが一般に驚く程精密忠實に試料の顯微鏡組織を半重合體表面に轉寫しており、特に N 高き試料の窒化物等の微粒の集合やオーステナイト結晶粒内の微細線條組織は寫眞には餘り判然と寫らないが實際に顯微鏡で觀察すると實によく轉寫されている。

次に Cr shadow ($\tan \alpha = 2/1$) 後の Al 蒸着膜(約 200~250Å)を Cu screen (打抜き板、徑約 2mm、約 300mesh)に張つて Cap をはめた Replica の表面を光學反射顯微鏡で見ると、膜には甚だ皺が多く、特に電子線の通る screen の目に張られた所は餘りに膜がたるんで皺が多いので一驚を喫した、これで果して正確なる組織を見得るのかと疑わしめる程である。然し色々試験した結果ではこの程度に膜に皺が出来ていても高倍率の電子顯微鏡的考察に於ては餘り差支えない事が判

つた。尚、金屬の電子顯微鏡的考察に於てかゝる Al 蒸着膜を顯微鏡で觀察検討したのは本邦文献には見ないので詳細は別に發表の豫定である。何れにしても Al 蒸着膜への第 2 回轉寫に於て前記窒化物微粒の集合や粒内微細線條組織は正確に寫されているが、觀察場所は非常に局限される事を知る。

扱てこの様にして各試料の Replica を多数作り、10,000 倍迄の倍率で電子顯微鏡組織を觀察した結果を要約すれば次の通りである。(i) 各結晶粒によつて表面の凹凸の程度の差が著しく、殆ど凹凸のないものと最大 4,000Å の表面凹凸を示す粒がある。(ii) 粒界と劈開面は電子顯微鏡で高倍率で見た場合にはその區別をつけ難い場合が多いが、何れにしてもこれには色の場合があり (a) 單に相隣れる兩結晶表面の平滑程度の差のみ (b) 平滑程度の差のある境界に異相粒が點綴している (c) 粒界がある幅を持つた帶狀をなしておりその附近に異相粒が存在する。帶狀の粒界は廣いものは 700,000Å から細いものは 4,000Å 程度迄ある。(iii) 炭化物或は窒化物の集合を電子顯微鏡で見ると、形状は球狀に近いものも多いが相當不規則に形をしており、その大きさは 7,000~20,000Å 程度である。N が多くなると、又 Mo が添加されると粒は一般に大きくなる様であり、形状による炭化物及窒化物の差異は判然としないが Mo を添加したもので丸い粒が多い様にも思われる。これらの試料を 1200°C より焼入したものは電子顯微鏡で見ても粒内粒界共に微粒の残存は認められないが、これを 800°C に焼戻したものは、粒界等に大きな析出物(45,000Å 程度)が出る、一方光學顯微鏡で見られた粒内の微細線條組織は丁度粒界或は劈開面と同様に幅約 5,000Å 程度の帶狀又はこの程度の粒の連續であるが、かゝる線の間更に 500~1,400Å の超微粒の連續又は平行線條が見られる。これは N 約 0.08% 程度迄は殆ど認められないが 0.12% では可成り現われ 0.22% になると多い。これは従來の光學顯微鏡によつては認められず今回の電子顯微鏡的考察によつて發見された所であつて、N 或は Mo の添加による高温匍匐抵抗の増大は前述の光學顯微鏡的線條析出物の外に更にその間に超微粒電子顯微鏡的線條析出物が現われる事になつてゐる事が判つた。然し最初 7,000~20,000Å の窒化物や炭化物の集合が完全に(電子顯微鏡で見ても認められない程度に)オーステナイト中に固溶した後上記の様に分出して来る事は興味ある事柄であつて、その析出機構は結晶の slip によると考えられる。

文献 1) 出口、鐵と鋼、38 (昭 27) 3, 133.