

(4) 鋼塊の頭, 中, 底部における焼入性, 焼入, 焼戻
硬度および機械的諸性質はほぼ均一である. すなわち此
種添加法によつても B の効果は他の手段による場合と大
差なく, かつ均一なる鋼塊を得られるものと思われ

る. (昭和 29 年 11 月寄稿)

文 献

- 1) 小柴, 田中, 稲田: 剛素鋼の研究 (I). 鉄と鋼,
41 (1955) No.6 p. 601.

19-9 D L の機械的性質に関する研究*

長谷川太郎**・落 合 治**・稲生 順一**

STUDIES ON MECHANICAL PROPERTIES OF 19-9 D L

Taro Hasegawa, Osamu Ochiai and Junich Ino

Niobium was effective to increase ductility of the short-time tensile test at 700°C in the age-hardened, or "hot cold worked" state. In creep rupture testing above 650°C, Nb was effective to increase ductility, and rupture life. Effect of Nb is distinct at longer time or higher temperature of testing and at "hot cold working" rather than in age-hardened state.

The higher the working temperature of "hot cold working" the lower the strength on short time tensile test, and the shorter the creep rupture time, the more increased ductility in both testing. Reduction of working at "hot cold working" had little effects on the result of the short-time tensile tests, but by increasing the reduction of working, creep rupture time was shortened.

Tensile and yield strength increased by "hot cold working" beyond 700°C and creep rupture test at 600, 650, 700°C, beyond 100h. of testing time were studied in age-hardened state. At 650°C, 100h creep rupture strength was somewhat 13 kg/mm² lower than in "hot cold worked" condition, but its difference was reduced in proportion to testing time.

I. 緒 言

ガスタービン用翼車材等として汎く使用せられる 19-9 D L は, 同一目的に使用せられる Timken 16-25-6 に比し含有合金元素量少く, その製造も容易でありかつ経済的な点で極めて有用な合金である.

本合金の熱処理法としては hot cold working と固溶化処理一時効の 2 種が考えられる. 筆者等は Nb を含有する標準成分の 19-9 D L と Nb を含有せざる 19-9 D L の 2 種について夫々上記 2 種の熱処理を施し 2 種の熱処理および Nb が本合金に与える機械的性質の影響をしらべ, また hot cold working の加工条件 (加工度および加工温度) の機械的性質におよぼす影響をしらべんとして以下の実験を試みた.

本合金の如き耐熱合金の機械的性質として実用上最も重要なものは高温長時間クリーブ特性であるが, 本研究では常温および高温短時間引張試験, 硬度等により機械的性質を調査し次いで高温クリーブ破断試験を行った.

II. 試料製法

(1) 溶解および鍛造

100 kg 塩基性高周波電気炉にて溶解した試料を 50kg 鋼塊に鑄込んだ. Table 1 に供試材の化学成分を示す.

鋼塊は空気槌により 25 mm に鍛造した後爾後の試験に供した.

(2) 供試材熱処理法

固溶化処理一時効の熱処理を施す試料は F.H. Clark¹⁾ の著書に従つて 1230°C にて 30mn 保持後水冷, 816°C

Table 1. Chemical composition of the specimen.

| No of heat | Nb content | C | Si | Mn | P | S | Cr | Ni | Mo | W | Ti | Nb+Ta |
|------------|------------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|------|------|------|-------|
| D 3 | Yes | 0.32 | 1.42 | 2.14 | 0.019 | 0.032 | 18.82 | 11.23 | 1.65 | 1.27 | 0.14 | 0.48 |
| D 4 | No | 0.29 | 1.25 | 1.43 | 0.022 | 0.032 | 19.15 | 9.56 | 1.28 | 1.13 | 0.17 | — |

* 昭和 29 年 10 月本会講演大会にて発表 ** 住友金属工業製鋼所

Table 2. Heat treatment of tested material

| Nb content | No of specimen | Solution treatment | Aging (or stress relief) | Temperature of H.C.W. °C | Reduction of H.C.W. % |
|------------|----------------|--------------------|-----------------------------------|-----------------------------|--------------------------|
| Yes | D31 | 1230°C×30mn W.Q. | 816°C×50h A.C. (650°C×6h A.C.) | — | — |
| | D32 | 1150°C×1h W.Q. | | 900 | 26.8 |
| | D33 | // | | 800 | 25.9 |
| | D34 | // | | 700 | 21.6 |
| | D35 | // | | 700 | 10.9 |
| | D36 | // | | 700 | 32.2 |
| No | D41 | 1230°C×1h W.Q. | 816°C×50h A.C. (650°C×6h A.C.) | — | — |
| | D42 | 1150°C×1h W.Q. | | 900 | 24.9 |
| | D43 | // | | 800 | 29.9 |
| | D44 | // | | 700 | 22.7 |
| | D45 | // | | 700 | 13.8 |
| | D46 | // | | 700 | 34.3 |

Reference: W.Q.→water quench, A.C.→air cool, H.C.W.→hot cold work.

にて 50h 保持後空冷の熱処理を施した。

hot cold working を施す試料は長さ 260mm に切断後 1150°C にて 1h 保持後水冷なる固溶化処理により均質化した後、Table 2 に示す加工温度に 2h 保持し 1/4t 空気槌により hot cold working を施した。hot cold working は試料の長さの約 1/2 を hot cold work した後、最初の加工温度に約 20mn 再加熱し残りの約 1/2 を同様な方法で hot cold work した。hot cold working の際の空気槌の打撃数は平均 40 回であった。hot cold working の加工度は加工前の断面積と加工後の 3 個所の断面積の平均値の面積減少率を以て示した。hot cold working 後はすべて 650°C にて 6h 保持後空冷の歪取焼鈍を行った。

III. 各種熱処理条件の硬度に及ぼす影響

熱処理後の素材表面の中央および両端の 3ヶ所のブリ

ネル硬度を測定した。また素材一端より採取した試料につきロックウェル C 硬度を測定した。Table 3 に夫々の平均硬度を示す。

硬度測定結果より次のことが認められた。

1. Nb 含有の有無に関せず固溶化処理一時効の場合は hot cold work (以下 H.C.W. と略称す) の場合より著しく硬度は低い。
2. Nb 含有の有無に関せず H.C.W. の加工温度が 900°C より 700°C に低温になるに従つて硬度は高くなる
3. 固溶化処理一時効状態では Nb を含まぬ時は Nb を含む場合より高い硬度を示す。
4. 900°, 800°C にて 20% の H.C.W. 後は応力除去焼鈍により軟化するが 700°C にて H.C.W. すると応力除去焼鈍によりやや硬化する場合もあるが硬度の低下は認められない。

Table 3. Brinell and Rockwell C hardness of the specimen.

| Heat treatment | Nb content | Solution treatment & aged | H.C.W. at 900°C | H.C.W. at 800°C | H.C.W. at 700°C | H.C.W. at 700°C | H.C.W. at 700°C |
|---------------------------|------------|---------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| | | | H.C.W. 20% of Reduction | H.C.W. 20% of Reduction | H.C.W. 20% of Reduction | H.C.W. 10% of Reduction | H.C.W. 30% of Reduction |
| Solution treatment | Yes | 188 | 200* | 203* | 199* | 204* | 202* |
| | No | 184 | 202* | 200* | 203* | 205* | 200* |
| Hot cold working (H.C.W.) | Yes | — | (28.5) | (30.6) | (34.2) | (32.4) | (37.3) |
| | | | 280 | 285 | 306 | 308 | 313 |
| | No | — | (29.5) | (31.8) | (33.5) | (33.5) | (33.6) |
| | | | 273 | 298 | 313 | 312 | 30.3 |
| Stress relieved (or aged) | Yes | 230 | (29.8) | (32.3) | (35.2) | (35.7) | (36.9) |
| | | | 262 | 279 | 320 | 305 | 317 |
| | No | 251 | (30.1) | (31.4) | (35.0) | (36.5) | (34.2) |
| | | | 273 | 294 | 315 | 309 | 306 |

Reference: () Rockwell C hardness.

* Hardness after solution treatment before hot cold working.

IV. 各種熱処理条件の常温及高温引張試験値に及ぼす影響

D3, D4 共に固溶化処理一時効処理を施したものおよび H.C.W. の代表的条件として 700°C にて 20% の加工度のもにつき常温より 700°C迄の各温度にて引張試験を行った。また H.C.W. の加工条件の影響を調べるために夫々について常温および 650°C にて引張試験を行った。引張条件は高温引張の場合は試験温度に上昇約 1h, 試験温度に保持約 20mn とし, 引張速度は 0.88 mm/mn とした。Fig. 1, 2 に Nb を含む溶解と

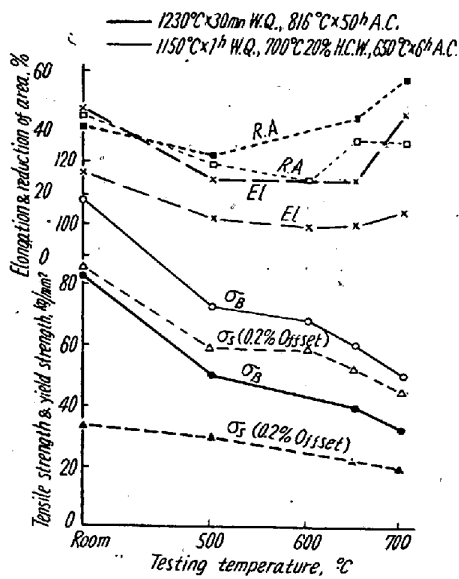


Fig. 1. High temperature tensile properties of 19-9 D L, Nb content : yes

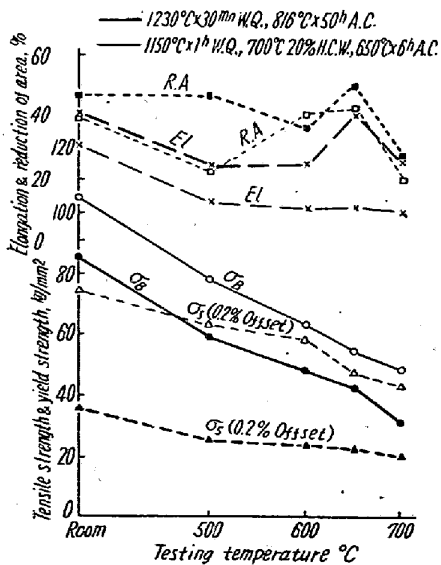


Fig. 2. High temperature tensile properties of 19-9 D L, Nb content : non

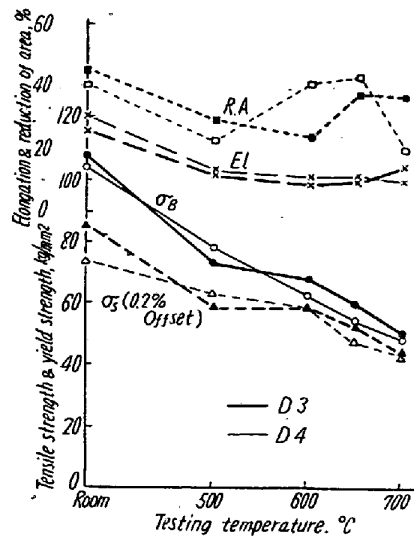


Fig. 3. Effect of Nb on high temperature tensile properties of 19-9 D L. Heat treatment : H.C.W.

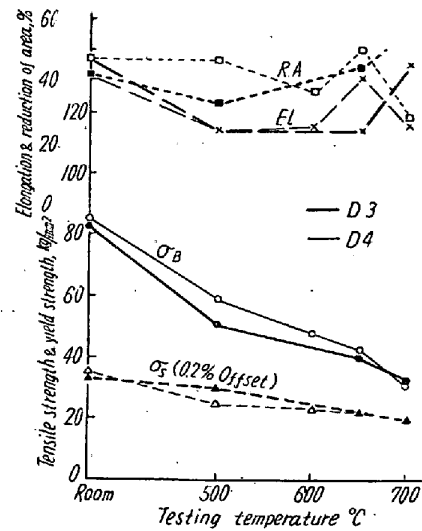


Fig. 4. Effect of Nb on high temperature tensile properties of 19-9 D L. Heat treatment : solution-treat and aged.

Nb を含まぬ溶解につき両種の熱処理の引張試験値におよぼす影響を図示した。Fig. 3, 4 に同一熱処理条件における Nb の引張試験値におよぼす影響を図示した。Fig. 5 は H.C.W. の加工条件が常温および 650°C における引張試験値におよぼす影響を示す。これ等の結果を総合すれば次のことが認められる。

1. Nb 含有の有無に関せず固溶化処理一時効の場合は H.C.W. の場合より各試験温度において著しく強度が低い。H.C.W. により降伏点が著しく上昇することが認められる。然るに H.C.W. により伸, 絞は著しく低下することが観察される。(Fig 1, 2 参照)

2. 固溶化処理一時効状態では Nb を含む溶解は Nb を含まぬ溶解より強度は低く、その差異は 650°C 以下ではやや明らかであるが 700°C ではその差異は認められない。伸、絞は 650°C 以下では明らかな差異はないが、含 Nb の溶解は Nb なしの溶解よりやや低い値を示す。然るに 700°C では Nb なしの溶解は急激に靱性は低下し、含 Nb の溶解は逆に靱性が向上し Nb の影響が明らかとなる。(Fig. 3 参照)

3. H.C.W. 状態では 600°C 以下では Nb 含有による機械的性質の差異はない。650°C 以上では含 Nb の溶解の方が強度が大となり、また固溶化処理一時効の場合と同様 700°C で含 Nb の溶解は靱性が低温度の試験値および Nb なしの溶解より向上することが認められる。(Fig. 4 参照)

4. 両種の熱処理条件にて夫々の試料共に試験温度が常温より高温になるに従つて強度が低下する傾向は同様で、H.C.W の状態の試料が 650°C 以上の試験温度で急激に軟化されるが如きことはない。

5. Fig. 5 により H.C.W. の加工条件の引張試験条件におよぼす影響を見るに、一定加工度にて加工温度を変化すると加工温度が低温になれば明らかに強度を上昇し、伸、絞を低下する。この差異は高温引張試験において特に著しくあらわれる。加工温度を 700°C とし加工度を変化すると、強度は加工度と共に低下し、この傾向も高温引張試験にて明らかにあらわれる。靱性におよぼす加工度の影響は本実験では明らかにできなかった。

6. 700°C にて H.C.W. を施した時、含 Nb の溶解は明らかに Nb なしの溶解より強度は大であるが、更に高温での H.C.W. では Nb の強度におよぼす影響

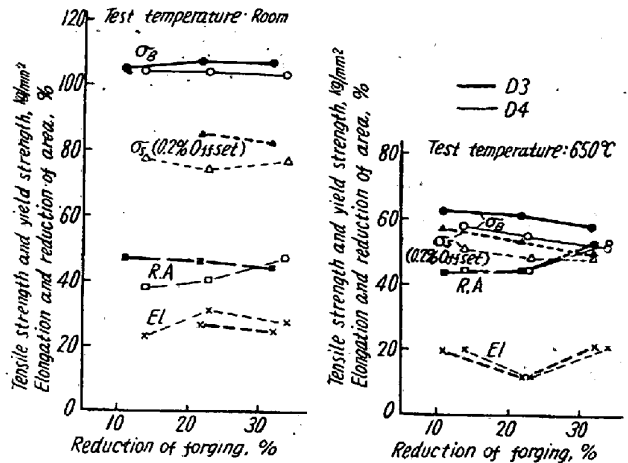


Fig. 5. Effect of working condition of H.C.W. on tensile properties of 19-9 D L.
b: Reduction of forging-mechanical properties (working temperature : 700°C)

は認められない。700°C での H.C.W. では Nb 含有による靱性の差異はないが、更に高温での加工では Nb を含む場合の方が靱性は低い。

V. 各種熱処理条件の高温クリープ破断試験値に及ぼす影響

(1) 実験法

クリープ試験装置は 3ton 試験機で詳細は既に報告²⁾したところで試験片は 6・35 mmφ × 36・5 mm の A. S. T. M. E85-50T による試験片で試験法もこれに従つた。試験温度および応力は次の方針に従つて定めた。

1. 両種熱処理状態にて Nb 含有の影響を比較するため、固溶化処理一時効状態では試験条件として 650°C にて 25 kg/mm², 22 kg/mm², および 700°C にて 20 kg/mm², 15 kg/mm² の応力を選んだ。また H.C.W の状態では 650°C にて 35 kg/mm², 700°C にて 35 kg/mm² の応力をえらんだ。

2. 固溶化処理一時効と H.C.W. の比較のため 700°C にて 15 kg/mm² の試験条件をえらんだ。

3. H. C. W. の加工条件の影響を調べるため両溶解につき 650°C, 25 kg/mm² の条件をえらんだ。

4. 標準状態として Nb を含む試料につき 600, 650 700°C にて 3 種以上の応力にて一連のクリープ破断試験を行つた。

各試験条件におけるクリープ破断試験結果を Table 4 に示す。

(2) 固溶化処理一時効状態において Nb のクリープ破断値におよぼす影響

試験温度 650°C では試験応力の大きい時、即ち試験

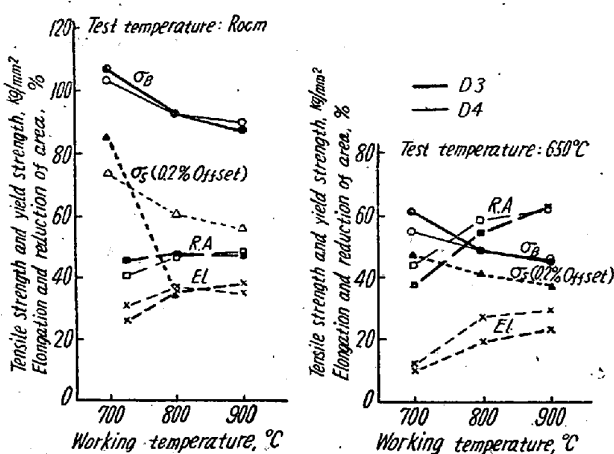


Fig. 5. Effect of working condition of H.C.W. on tensile properties of 19-9 D L.
a: Working temperature-mechanical properties (reduction by forging : 20%)

Table 4. Creep rupture data of 19-9 D L.

| Content of Nb | Heat treatment | Testing temperature °C | Testing stress kg/mm ² | Rupture time h | Elongation at fracture % | Reduction of area at fracture % | creep rate %/h | Hardness Rc | |
|---------------|-----------------------------------------------------|---------------------------|--------------------------------------|-------------------|-----------------------------|------------------------------------|-------------------|-------------|------------|
| | | | | | | | | before test | after test |
| yes | 1230°C×30mn W.Q. 816°C×50h A.C. | 650 | 25 | 45.1 | 51.9 | 56.1 | 0.35 | 17 | 16 |
| non | // | // | // | 55.2 | 15.8 | 16.5 | 0.14 | 28 | 20 |
| yes | // | // | 22 | 273.1 | 22.7 | 43.2 | 0.02 | 17 | 16 |
| non | // | // | // | 63.9 | 11.0 | 12.2 | 0.12 | 28 | 17 |
| yes | // | 700 | 20 | 19.2 | 57.1 | 67.0 | 1.00 | 17 | 16 |
| non | // | // | // | 15.6 | 10.0 | 8.0 | 0.30 | 28 | 20 |
| yes | // | // | 15 | 253.4 | 33.9 | 33.8 | 0.05 | 17 | 16 |
| non | // | // | // | 51.7 | 5.5 | 9.5 | 0.04 | 28 | 17 |
| yes | 1150°C×1h W.Q. 700°C×20% H.C.W. 650°C×6h A.C. | 650 | 35 | 87.3 | 2.2 | 0.3 | 0.01 | 36 | 36 |
| non | // | // | // | 27.6 | 3.0 | 1.95 | 0.03 | 37 | 36 |
| yes | // | 700 | // | 7.3 | 4.2 | — | 0.2 | — | — |
| non | // | // | // | 2.0 | 1.8 | 1.0 | 0.3 | — | 34 |
| yes | 1150°C×1h W.Q. 700°C×10% H.C.W. 650°C×6h A.C. | // | 15 | 310.0 | 2.5 | 9.5 | 0.005 | 35 | 33 |

* G.L.=30mm

時間が短いときは Nb を含む場合は Nb を含まぬ時より破断時間は短い、試験時間が長時間となる時および試験温度 700°C となると明らかに Nb の効果があらわれ含 Nb の試験材は破断時間が大となる。Fig. 6~7 に示す如くまたクリープ破断試験前後の硬度によっても明らかなる如く Nb を含む試験材は Nb の C 安定化作用のため試験前の熱処理、試験中の加熱により粒界析出、過時効が少いため、クリープ破断強度が大になるものと考えられる。短時間クリープ破断試験では常温硬度、高温引張試験にて明らかなる如く Nb の時効阻止反応により Nb を含まぬ試験材が高い強度を示したのである。靱性におよぼす Nb の効果は一層顕著で含 Nb の試験材は破断時の伸、絞は大で、Nb を含まぬ試験材との差異は長時間高温の試験においてより顕著になる。

クリープ速度におよぼす Nb の影響について次の点が認められる。Nb の含有により破断時の伸は著しく大になるにもかかわらず、クリープ速度はそれ程大にならずかえつて Nb 含有によりクリープ速度は小になることさえある。即ち Nb 含有によりクリープ破断時の伸が著しく向上するのは第 3 段階クリープにおける伸を大にするもので、第 2 段階クリープではクリープ抵抗を小にせずかえつて大にするという此種耐熱鋼の使用条件に好都合な性質を与えている。

(3) H.C.W. 状態にて Nb のクリープ破断値におよぼす影響

Table 4 に示す 700°C にて 20% の H.C.W. を施した状態でも、また Fig. 8 に示す各加工条件にて H. C.

1230°C×30mn W.Q. 816°C×50h A.C.
D31 D41

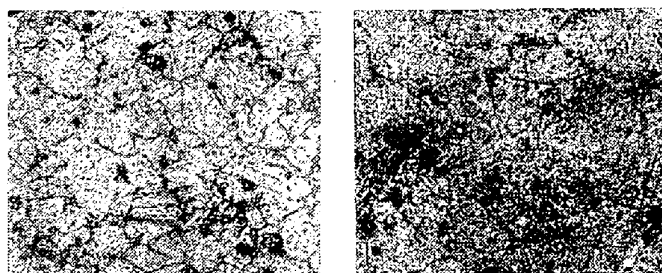


Fig. 6. Microstructure of 19-9 D L. Heat treatment: solution-treat and aged. Before creep rupture test.

Solution treatment & aged
Testing temperature 700°C Stress 20kg/mm²
Rupture time Rupture time
D31Q 19.2h D41G 15.6h

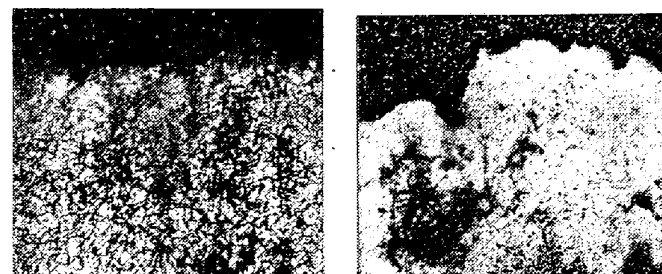


Fig. 7. Microstructure of 19-9 D L. Heat treatment: solution-treat and aged. After creep rupture test.

W. を施した時も何れにおいても Nb により破断時間が大となることは明らかである。

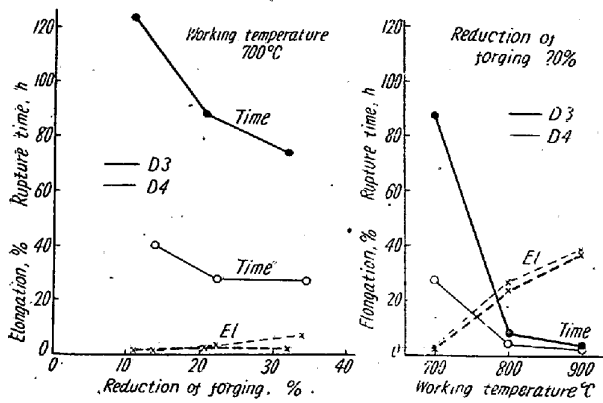


Fig. 8. Effect of working condition of H.C.W. on creep rupture test at 650°C and 35 kg/mm².

Nb の効果は加工温度が低い時、加工度が小なるとき程顕著である。このことは常温硬度では顕著でなく、高温引張試験では 650°C 以上にてやや明らかであったが、クリーブ破断試験では顕著な影響があらわれる。

Nb の靱性におよぼす影響は H. C. W. により著しく伸、絞が低下するため明らかでないが、クリーブ速度は Nb 含有により小になる。

(4) H.C.W. の加工条件のクリーブ破断値におよぼす影響

Fig. 8 に 650°C, 35 kg/mm² の試験条件において、H.C.W. の加工温度、加工度の異なるクリーブ破断試験結果を図示する。

H.C.W. の加工条件としてクリーブ破断試験値に最も大きい影響を与えるのは加工温度であることは、常温硬度高温引張試験と同様である。加工温度が 900°C より 700°C に低温になれば著しく破断時間は長くなるが、伸絞りは低下する。加工度の影響は高温引張試験では僅か乍らあらわれていたが、高温クリーブ破断試験では明らかに加工度の増大と共に破断時間は減少している。Fig. 9~10 に H.C.W. 状態のクリーブ試験前後の代表的な顕微鏡組織を示す。

(5) 2種の熱処理のクリーブ破断値におよぼす影響

Nb を含む試料にて固溶化処理一時効状態にて 600, 650, 700°C の3種の試験温度にて各々3種以上の応力にてクリーブ破断試験を行った結果を Fig. 11 に示す。Fig. 11 には H.C.W. を施した試料の 650°C におけるクリーブ破断値をも併せて示す。

試験温度 650°C では H.C.W. 状態の試料が固溶化処理一時効状態の試料より明らかにクリーブ破断応力は高くなる。

Fig. 11 より外挿したクリーブ破断応力は Table 5 の

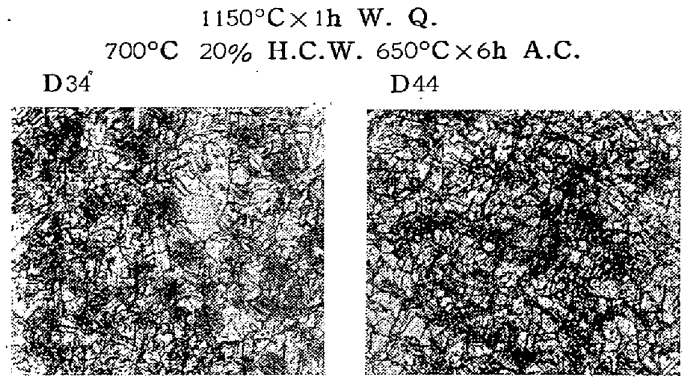


Fig. 9. Microstructure of 19-9 D L. Heat treatment : H. C. W. Before creep rupture test.

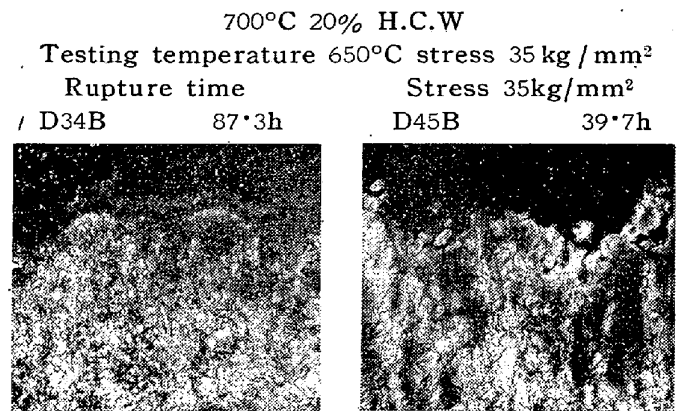


Fig. 10. Microstructure of 19-9 D L. Heat treatment : H.C.W. After creep rupture test.

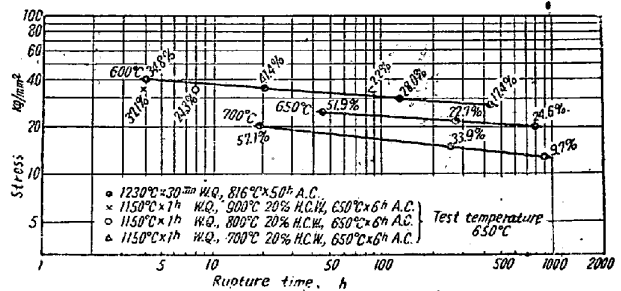


Fig. 11. Stress versus creep rupture time of 19-9 D L.

Table 5. Effect of heat treatment on creep rupture strength at 650°C.

| Heat treatment. | Creep rupture strength | | Remarks |
|---------------------------|--------------------------|----------------------------|----------------------|
| | 100h | 1000h | |
| Solution-treatment & aged | kg/mm ² 23 | kg/mm ² 19.5 | |
| H.C.W | 36 | (21.5) | () extra-polated |

如くで 650°C にて 100h の破断応力は H.C.W. により 13 kg/mm² 高くなる。1000h の破断応力ではその差異は少くなるが、なお 2 kg/mm² 高い。700°C 15kg/mm² のクリープ破断試験では H.C.W. の方が僅かに破断応力は高いのみであるが、クリープ速度は H.C.W. の方が遙かに小さい。然し乍ら何れの試験温度にても、H.C.W. により靱性が著しく低下する。

Fig. 12 に長時間クリープ破断試験における破断時伸および第2段階クリープ末期における伸を示す。両者共に長時間高温試験となれば靱性が低下することが認められる。

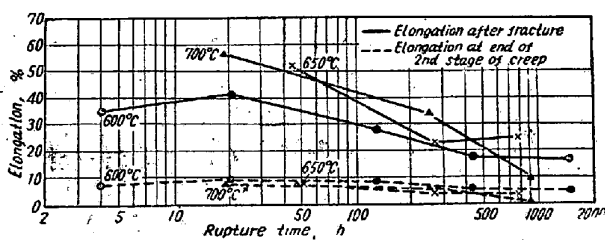


Fig. 12. Elongation versus creep rupture time of 19-9 D L.

VI. 結 論

「含Nb」および「Nbなし」の 19-9 D L. 材につき固溶化処理一時効および hot cold working の2種の熱処理条件にて Nb 熱処理法および H.C.W. の加工条件が機械的性質に与える影響を調査するため、各々の硬度、常温および高温引張試験、高温クリープ破断試験等一連の実験を試み次の結論を得た。

1. 固溶化処理一時効状態では Nb は C を安定化して時効析出を阻止するため、硬度および 650°C 以下の抗張力を低くするが 700°C の抗張力では Nb なしの試料と差異はない。然るに 650°C 以上の長時間クリープ破断試験では Nb により破断強度は上昇し、700°C では短時間試験でも破断強度をあげる。また 700°C における引張試験では Nb 含有により試験中の析出効果による靱性低下を防ぎ、また 650°C 以上でのクリープ破断試験では Nb 含有により明らかに靱性を向上する。Nb の含有は第2段階クリープ速度を小にしかつ第3段階における伸を向上するので高温において最も好都合な性質を与える。

2. H.C.W. の状態では 650°C 以上の高温引張試験

で Nb により抗張力が向上することが認められ、650°C 以上のクリープ破断試験では一層明瞭に破断強度の上昇と、クリープ抵抗の増加が認められる。Nb の効果は加工温度低く、加工度小なるとき、および試験条件として高温長時間となる程顕著である。

3. 以上より Nb は C を安定化し高温における粒界析出を阻止し、19-9 D L. の高温における靱性を向上すると共にこれによりクリープ抵抗を大にすることは明らかである。Nb の効果は高温長時間となり粒界析出の効果が著しくなる試験条件において、また固溶化処理一時効状態より H.C.W. の如く時効析出を生じ易い熱処理条件では短時間の試験においてもその効果があらわれるものと考えられる。

4. 本合金において H.C.W. の効果は著しくあらわれる。即ち固溶化処理一時効状態に比し硬度、常温および 700°C 以下の高温抗張力降伏比を高くする。クリープ破断試験では 650°C、1000h 以下では明らかに破断応力を高くするが長時間となる程固溶化処理一時効状態との差異は少くなる。700°C におけるクリープ破断試験では加工硬化をうけた試料は試験中にかなり軟化されるために、クリープ破断応力の差異は少いが 300h 以下ではなおクリープ速度は著しく小である。

5. H.C.W. の加工条件として加工温度は機械的性質に顕著な影響を与える。加工温度が 900°C より 700°C に低温になると硬度、常温および高温抗張力を高くしクリープ抵抗を大にするが、靱性を低下する。加工温度 700°C にて加工度を 30% より 10% に変化した時本実験の範囲においては加工度が小になる程常温および高温抗張力、クリープ抵抗は大となつた。なお加工度の影響については今後の検討を要すると思われる。これらの傾向も長時間高温試験となる程明らかに現われた。

終りに臨み本研究につき御指導を仰いだ当所技師長工博住友元夫氏及本研究の発表を許可された会社幹部に対しまして終始研究に協力された桑一、山本博君に深い敬意と謝意を表す。(昭和 30 年 4 月寄稿)

文 献

- 1) Metals at High Temperatures: F. H. Clark, 1950
- 2) 昭和 29 年 4 月本会講演大会にて発表, 「鉄と鋼」昭和 29 年 3 月号 (前刷号) p. 296.