

Timken 16-25-6 の高温機械的性質に関する研究 (I)*

長谷川 太郎**・落合 治**・稻生 順一**

STUDIES ON MECHANICAL PROPERTIES AT ELEVATED TEMPERATURE OF TIMKEN 16-25-6 (I)

Taro Hasegawa, Osamu Ochiai and Junichi Ino

Synopsis:

The authors studied the influence of the time of solution-treatment on the mechanical properties at 650°C with Timken alloys. Test pieces of Timken alloys were solution-treated for 1 hour and 10 hours before "hot-cold working" or age-hardening. The results were as follows.

(1) Creep resistance and yield strength at 650°C increased by the long-time solution-treatment before "hot-cold working" or age-hardening, because the precipitate were finely distributed and the precipitation-hardening during testing at 650°C became prominent.

(2) In the case of the long-time solution-treatment, ductility of creep rupture testing decreased than the case of short-time solution-treatment, because the precipitation during the testing was more prominent in the former case than in the latter case. On the contrary, the ductility of the short-time tensile test, in which precipitation during testing was slighter than creep rupture test, was smaller in the case of short-time solution-treatment than long-time solution-treatment. It was because of advanced diffusion and homogenizing by the long-time solution-treatment.

(3) Effect of long-time solution-treatment became prominent by precipitation-hardening during testing, so that its effect was more prominent in "hot-cold-worked" condition than in age-hardened condition, and in the long-time and high-temperature testing than in the short-time or room-temperature testing.

I. 緒 言

Timken 16-25-6 は使用温度 700°C 以下の用途に対しては hot cold working (以下 H.C.W. と呼称する) なる処理をするのが通例である。H.C.W. は再結晶温度以下の高温度で一定の加工を与え加工硬化により常温および高温の強度を向上せしめる処理であるが、他の金属および合金と同様に本合金においても加工硬化により強度を増加せしめると、これにともない靱性が低下する。然るに本合金の用途より考え高温度における高強度と共に靱性を要することは論をまたない。

筆者等がかかる要求を満足する本合金の製造法を確立するため、本合金の製造工程の高温機械的性質におよぼす影響について研究を行つている。本報においては H.C.W. 前の固溶体化処理法の機械的性質におよぼす影響につき報告する。

Timken 材は高 Ni のオーステナイト鋼でありかつ Mo 含有量が高いため、合金元素、不純物の地への拡散は極めて遅く、そのため鍛造処理後もなおかなりの結晶偏析が認められるのが通例である¹⁾。甚しい結晶偏析はその機械的性質に有害なることに関しては W. E. Jones²⁾ の報告がある。かかる見地より鍛造後固溶化処

理を長時間行つて充分均質化した状態と、短時間の固溶化処理で不完全な均質化をした場合では機械的性質に相違を生ずると予想せられる。本実験においては上記 2 種の固溶化処理後 H.C.W. および時効 (以下 P.H. と呼称する) の 2 種の処理を行つて常温および高温機械的性質を調査した。

II. 供試材及実験法

供試材は 100 kg 塩基性高周波電気炉にて熔製し、20 kg 鋼塊に鑄込み鍛錬比 5 以上に鍛伸した素材である。その化学成分は Table 1 の如き標準の Timken 材である。

試料は 20 mm 巾 および 15 mm 巾 の鍛伸材でこれを 1150°C にて 1h または 10h 保持後水冷なる 2 種の固溶化処理を施した。H.C.W. を施す試料は各々を 22*3 mm 巾 および 16*8 mm 巾 に機械仕上し 700°C にて 30 mn 加熱保持し 1/4t 空気槌にて H.C.W. し 20 mm 巾 および 15 mm 巾 とし、その後 650°C×6h 空冷なる応力除去焼鈍を行つた。H.C.W. の加工度は H.C.W.

* 昭和 30 年春期講演大会にて発表

** 住友金属工業製鋼所

Table 1. Chemical composition of the specimen.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Reference
0.07	0.65	1.82	0.014	0.024	15.92	24.88	6.72	0.150	Melted in 100kg basic induction furnace

前の断面積と H.C.W. 後の平均断面積の平均縮少率にて示した。また加工温度は H.C.W. 前の加熱温度とした。P.H. を施す試料は上記固溶化処理後 750°C×25h 空冷なる時効処理を行った。

各試料は熱処理後鍛伸面のブリネル硬さを測定、また試験片採取後その一端より顕微鏡試料を採取した。

20mm 巾 試験材より 6.35 巾×30mm のクリーブ破断試験片および 7.0 巾×50mm の短時間引張試験片を採取し 15mm 巾 試験材よりシャルピー衝撃試験片を採取した。高温クリーブ破断試験は A.S.T.M.E 85~50T による試験法で実施し、試験温度は 650°C 試験応力は H.C.W. の試料には 31.5 kg/mm² P.H. の試料には 25 kg/mm² とした。高温引張試験は A.S.T.M.E 21~43 による試験法で実施し試験温度は 650°C、引張速度は 0.88mm/mn とした。

III. 実験結果

Table 2 に硬度および衝撃試験値、Table 3 に引張試験値、また Table 4 にクリーブ破断試験値を示す。Fig. 1~4 は P.H. および H.C.W. の各熱処理状態における固溶化処理時間の顕微鏡組織におよぼす影響を示す。また Fig. 5~8 は Fig. 1~4 の各試料をクリーブ破断試験を行った後の試料横断面の顕微鏡組織である。是等の実験結果より次の諸点が観察される。

(1) H.C.W. または P.H. 何れの熱処理状態でも硬度は固溶化処理時間の長短に関せず相違はない。

(2) 短時間引張試験では固溶化処理時間が長くなると概して降伏点が高くなり抗張力も高くなる。この相違は P.H. の場合より H.C.W. の時が明瞭であり、また

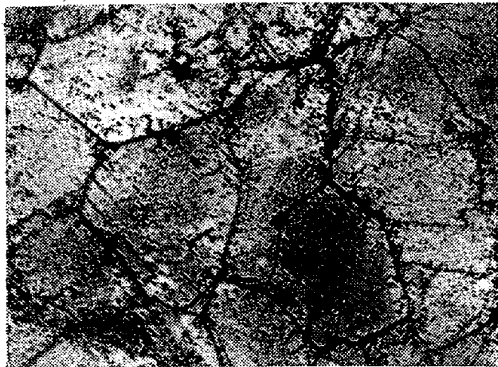


Fig. 1. ×500(2/3)
1150°C×1h. W.Q. 750°C×25h. A.C.



Fig. 2. ×500(2/3)
1150°C×10h. W.Q. 750°C×25h. A.C.

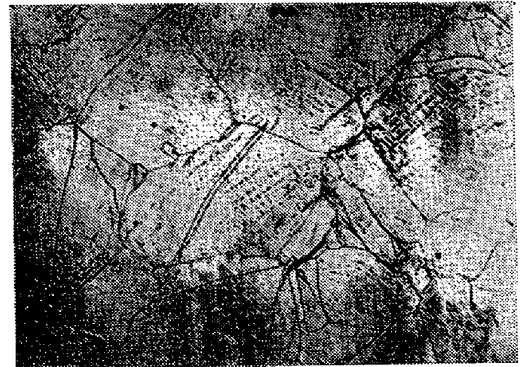


Fig. 3. ×500(2/3)
1150°C×1h. W.Q. 700°C, 15%, H.C.W.
650°C×6h. A.C.

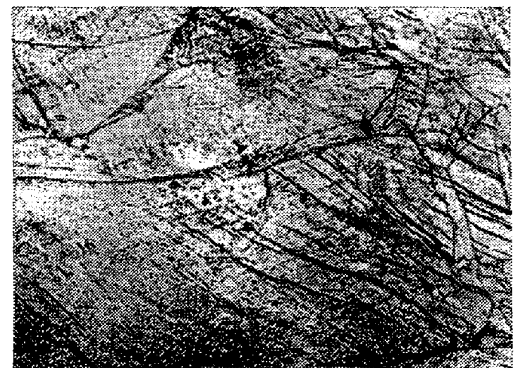


Fig. 4. ×500(2/3)
1150°C×10h. W.Q. 700°C, 15%, H.C.W.
650°C×6h. A.C.

常温引張試験より高温引張試験にて顕著である。Fig. 1~4 に示す顕微鏡組織では長時間固溶化処理の試料は短時間固溶化処理の試料に比し固溶化処理による析出の固溶体化は進行していることが明らかで粗粒析出物の残留は認められず、また時効若しくは H.C.W. による析

Table 2. Hardness and Charpy impact value of the specimen.

Heat treatment	Hardness B.H.N.	Testing temperature in °C	Charpy impact value kg/cm ²		
			exp. 1	exp. 2	mean
1150°C×1h. water cooling 750°C×25h. air cooling	202	Room	6.0	3.4	4.7
1150°C×10h. water cooling 750°C×25h. air cooling	202	Room	4.2	4.5	4.5
1150°C×1h water cooling 700°C×15% H.C.W. & stress relieved	280	Room	5.4	6.5	5.9
1150°C×10h. water cooling 700°C×15% H.C.W. & stress relieved	285	Room	11.8	7.4	9.6
1150°C×10h. water cooling 750°C×25h. air cooling	—	650	11.0	11.9	11.5
1150°C×10h. water cooling 750°C×25h. air cooling	—	650	10.9	10.7	10.8
1150°C×1h. water cooling 700°C H.C.W. 15% & stress relieved	—	650	11.4	12.3	11.9
1150°C×10h. water cooling 700°C H.C.W. 15% & stress relieved	—	650	13.9	11.8	12.4

stress relief: 650°C×6h air cooling

Table 3. Result of the short-time tensile test.

Heat treatment	Testing tempe- rature °C	Size of specimen mm	Yield stress (0.2% offset) kg/mm ²	Ultimate strength kg/mm ²	Elongation in 30mm %	Reduction of area %
1150°C×1h. water cooling 750°C×25h. air cooling	Room	7.0φ×50	40.8	85.4	31.2	31.4
1150°C×10h. water cooling 750°C×25h. air cooling	Room	7.0φ×50	41.6	81.6	31.2	27.7
1150°C×1h. water cooling 700°C 13% H.C.W. & stress relieved	Room	7.0φ×50	78.0	93.1	15.6	49.3
1150°C×10h. water cooling 700°C 18% H.C.W. & stress relieved	Room	7.0φ×50	84.0	97.7	18.0	49.8
1150°C×1h. water cooling 750°C×25h. air cooling	650	8.5φ×50	24.2	49.6	36.7	32.8
1150°C×10h. water cooling 750°C×25h. air cooling	650	8.5φ×50	26.1	48.9	38.3	37.4
1150°C×1h. water cooling 700°C 13% H.C.W. & stress relieved	650	8.5φ×50	53.1	60.1	5.2	15.8
1150°C×10h. water cooling 700°C 18% H.C.W. & stress relieved	650	8.5φ×50	57.1	66.0	5.4	22.2

出は細く粒内、粒界に均一に分布している。かかる組織により長時間固溶化処理により高降伏点となつたものと推察される。Fig. 5~8 の鍛伸面の顕微鏡組織により長

時間固溶化処理により縞状の結晶偏析が拡散されることが観察されるがこの偏析は引張方向に配列しているので機械的性質には大きく影響していないと考えられる。

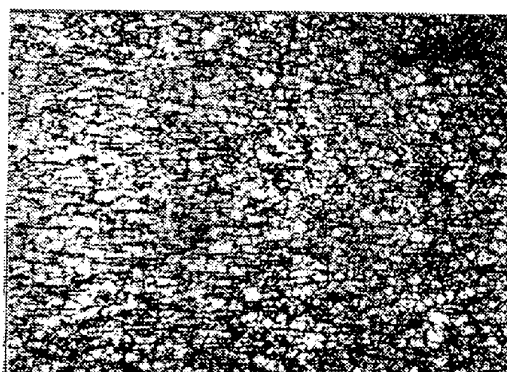


Fig. 5. ×25(2/3)
1150°C×1h. W.Q. 750°C×25h. A.C.

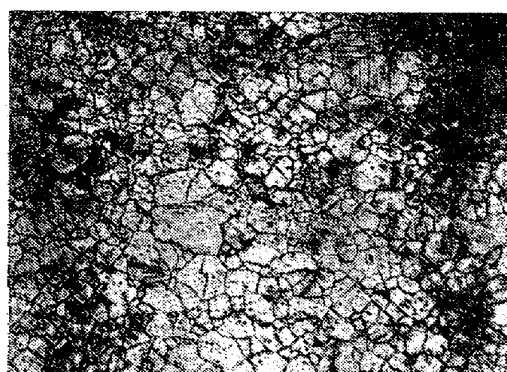


Fig. 6. ×25(2/3)
1150°C×10h. W.Q. 750°C×25h. A.C.

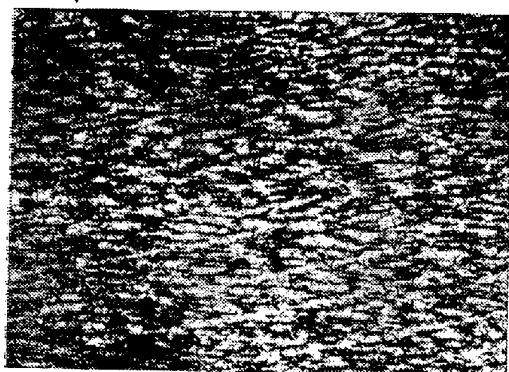


Fig. 7. ×25(2/3)
1150°C×1h. W.Q. 700°C, 15%, H.C.W.
650°C×6h. A.C.

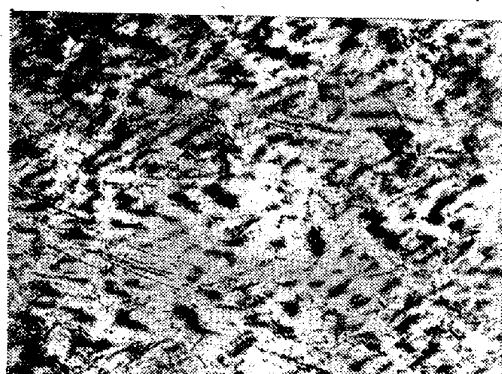


Fig. 8. ×25(2/3)
1150°C×10h. W.Q. 700°C, 15%, H.C.W.
650°C×6h. A.C.

Table 4. Result of the creep rupture test.

Heat treatment	Testing temperature °C	Testing stress kg/mm ²	Time of rupture (hour)	Elongation of the rupture G.L=30 mm (%)	Creep rate (%/h)	Contraction of area (%)	Hardness Rockwell B	
							Before test	After test
1150°C×1h. water cooling 750°C×25h. air cooling	650	25	187.9	55.5	0.0653	60.3	93	94
1150°C×10h. water cooling 750°C×25h. air cooling	650	25	196.7	44.4	0.0427	52.5	92	95
1150°C×1h. water cooling 700°C 13% H.C.W. & stress relieved	650	31.5	243.9	9.3	0.0139	27.5	104	106
1150°C×10h. water cooling 600°C 18% H.C.W. & stress relieved	650	31.5	316.9	3.3	0.0052	4.8	103	109

(3) 短時間引張および衝撃試験で長時間固溶化処理により僅かであるが靱性が大となることが認められ、この傾向は P.H. より H.C.W. において比較的明瞭になる。これまた顕微鏡組織に見られた如く長時間固溶化処理により固溶体化および拡散が充分行われているためであろう。

(4) クリープ破断試験において短時間固溶化処理の

試料は長時間固溶化処理の試料より破断時間小で、クリープ速度は大である。即ち長時間固溶化処理によりクリープ抵抗は向上する。このことは短時間引張試験にて長時間固溶化処理により高降伏点、高抗張力となつたことに対応している。然るにクリープ破断試験後の伸、絞により靱性を見ると固溶化処理時間の影響は短時間引張試験の場合と逆で、長時間固溶化処理により明らかに靱

性は低下する。

固溶化処理時間の影響は短時間試験におけるより、クリープ破断試験において顕著で、また P.H. の場合より H.C.W. において一層明瞭にあらわれる。

(5) 長時間固溶化処理によりクリープ抵抗が向上したことは第2項にのべた短時間引張試験にて高降伏点の原因となつた細粒析出の均一分布による外に次のことが考えられる。クリープ破断試験前後の硬度変化により明らかな如く何れの試料もクリープ破断試験中の時効硬化により硬度は上昇し、長時間固溶化処理の試料は硬化量および試験後の硬度共に短時間固溶化処理の試料より大きい。また P.H. より H.C.W. の試料の方がクリープ破断試験中の硬化量は大きい。これより推察した Fig. 9~12 の顕微鏡組織より見ても明らかなことであるが、長時間固溶化処理により合金元素の固溶体化および拡散が進行しているため、クリープ破断試験中の析出硬化は短時間固溶化処理の場合より顕著でありこれがクリープ抵抗の向上に有効であり、一方では靱性を低下したものであろう。H.C.W. の場合は P.H. より試験前の析出量少く従つて試験中の析出も著いので固溶化処理時間の影響はより明瞭にあらわれるものと考えられる。



Fig. 9 ×500(2/3)
(Same as Fig. 1.)
After creep rupture test

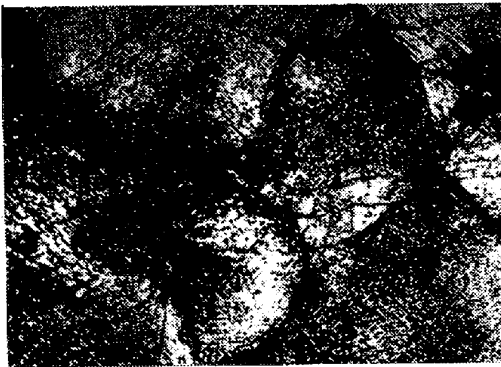


Fig. 10. ×500(2/3)
(Same as Fig. 2.)
After creep rupture test.

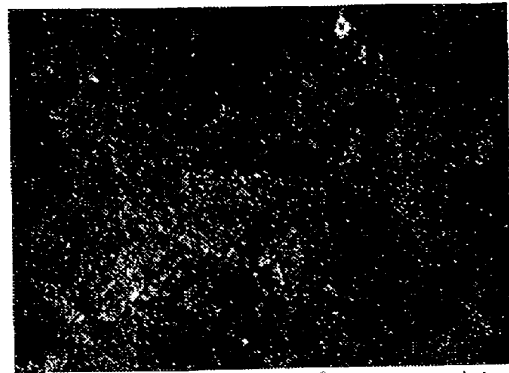


Fig. 11. ×500(2/3)
(Same as Fig. 3)
After creep rupture test

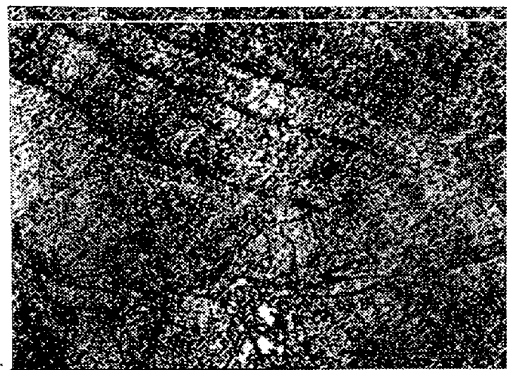


Fig. 12. ×500(2/3)
(Same as Fig. 4)
After creep rupture test

(6) 以上の試験結果にて固溶化処理時間の影響は短時間引張試験よりクリープ破断試験にて明らかであり、また短時間引張試験では常温引張試験より高温引張試験にて明らかにあらわれた。これ等のことは何れの試験においても試験中の析出硬化に関連するもので、常温より高温試験にて、また短時間より長時間試験で、即ち析出効果が顕著にあらわれる試験法にてその影響は顕著に認められるものと考えられる。

IV. 結 論

Timken 16-25-6 につき H.C.W. および P.H. 前に長短2種の時間の固溶化処理を施し固溶化処理時間の常温および高温機械的性質におよぼす影響を調査して次の結論を得た。

(1) 本材質は H.C.W. または P.H. 前の 1150°C における固溶化処理処理時間により熱処理後の析出物の分布および 650°C における試験中における時効現象に著しい影響をうけ、これにともなつて機械的性質も著しく変化する。即ち P.H. または H.C.W. 前に長時間固溶化処理を行えば、その後の H.C.W. および P.H. に

より析出物は均一細粒に分布しかつ高温試験中の析出硬化が甚しくなるためにクリープ抵抗および降伏点を向上する。

(2) 長時間固溶化処理を施した試料はクリープ破断試験中の析出硬化が甚しいため、短時間固溶化処理の場合よりクリープ破断試験における靱性は著しく低下し、短時間引張試験では本実験の熱処理状態では試験中の析出硬化が少いため、地の固溶体化の進んだ長時間固溶化処理の方が靱性は大となる。

(3) 固溶化処理時間の影響は、高温試験中における析出硬化にともなつて顕著にあらわれるので、試験中の

析出硬化の著しい H.C.W. にてより顕著であり、また短時間試験より長時間試験にて明らかにあらわれ、常温における硬度、引張、衝撃試験ではその影響は殆んどないかまたは僅かである。(昭和 30 年 7 月寄稿)

文 献

- 1) F. H. Clark: "Metals at High Temperature" (1950) p. 164~166
- 2) W. E. Jones: "How to Reduce Failures in High Temperature Alloys" The Iron Age: July, (1953)

鑄鉄中の酸素定量法について

後藤秀弘**・鈴木 進**・木村 仁**・大沼 明**

DETERMINATION OF OXYGEN IN CAST IRON

Hidehiro Gotó, Shin Suzuki, Jin Kimura and Akira Onuma

Synopsis:

Recently, the determination of oxygen in cast iron has been required and it is important to determine not only the total oxygen but the oxygen as each oxide. The non-metallic inclusion method such as the chlorine method, the electrolytic method, the hot nitric acid method etc. is the usual method for determining each oxide in cast iron but this method is tedious and not reliable. The authors studied on the fractional vacuum-fusion method and it was found that by using a tin-bath, FeO could be extracted at 1050°C, MnO at 1150°C, SiO₂ at 1450°C and Al₂O₃ at 1750°C by this simple method. The same cast iron samples were analyzed by the fractional vacuum-fusion method, the hot nitric acid method, the chlorine method and the electrolytic method. Successful results were obtained by the fractional vacuum-fusion method in comparison with the case of the non-metallic inclusion method.

I. 緒 言

近年鋼材中の酸素のみでなく鋼の材質改善の基礎となる鑄鉄中の酸素の定量も要求されるようになり、所謂強力鑄鉄の研究等、種々研究の進むにつれて全酸素量のみならず個々の酸化物としての量を求めることも当然要求されるに至っている。これら鑄鉄中の個々の酸化物を求めることは従来も所謂非金属介在物分析法として当所においても塩素法、電解法、温硝酸法等により研究を行い実際試料の分析を行つてきたがこれらの方法は多大の労力と時間を要するにもかかわらず鑄鉄の場合においては一般の鋼の場合に比して種々の制約があり、信頼できる値を得られ難い状況である。著者等は従来我国にて行われていない分別真空熔融法¹⁾に着目し、これを鑄鉄中の個々の酸化物の定量に応用し、本法と非金属介在物分析

法とを比較検討し、本法は他の従来法に比較して充分良好なる結果を与え、且、それほど時間と労力を要しない優れた方法であることを認めたのでここに報告する。

II. 実 験 結 果

1) 装置

従来用いている金属中のガス分析装置をそのまま用いた。その大要は Fig. 1 に示す。

即ち加熱方式は出力 5kw 真空管式高周波誘導加熱電

** 東北大学金属材料研究所

- 1) L. Reeve, A.I.M.E. 113 (1934), 90
J. G. Thompson, H.C. Vacher, H. A. Bricht, *ibid*, 125 (1937) 258
T. Swinden, W. W. Stevenson, G. E. Speight, I. & S. I. Sp. Rep., 25 (1939), 65