

ープ特性はN添加量とともにいちじるしく改善される。Nを0.3%に一定してNi 13~17%の範囲では15% Niが最もすぐれ、これよりNiが多くてもすくなくともクリープ速度は増大するが、Ni量の影響はNほどには顕著でない。一方、Cの添加はクリープ速度をすこしく減少するがいちじるしく靱性を害し、比較的短時間で破断するようになる。しかしこの実験の範囲では本系合金はいずれも標準のTimken 16-25-6合金よりもかなり強い。

終りに臨み、電解クロムを寄贈して頂いた株式会社鉄興社の御好意に深甚の謝意を表します。

文 献

- 1) G. T. Harris and W. H. Bailey: High Temperature Steels for Gas Turbines, Sp. Rep. No.43, July, 1952, p. 60

- 2) 武田, 永井, 花井: 日本鉄鋼協会第43回講演大会講演大要, (1952), 182
- 3) C. L. Clark, M. Fleischmann and J. W. Freeman: T. ASM, 44 (1952), 89
- 4) M. Fleischmann: Iron Age, 170 (1952), No.21, Nov. 20, 123
- 5) 浅野: 鉄と鋼, 38 (1952), 41, 43 (1957), 713
- 6) 長谷川, 落合, 稻生: 鉄と鋼, 41 (1955), 1112, 43 (1957), 1013
- 7) 長谷川, 落合, 稻生: 鉄と鋼, 42 (1956), 44, 116, 573, 43 (1957), 812, 1127
- 8) 末永: 日本金属学会誌, 17 (1953), 492
- 9) 玉置, 出口: 日本金属学会誌, 16 (1952), A-172
- 10) W. E. Ellis and M. Fleischmann: T. ASM, 46 (1954), 1039

M252 の機械的性質におよぼす熱処理の影響*

(Ni 基耐熱合金に関する研究—III)

長谷川 太郎**

Effect of Heat Treatment on Mechanical Properties of M252.

(Studies on nickel-base heat-resisting alloys—III)

Taro Hasegawa

Synopsis:

The optimum temperature of solution-treatment to get high stress-rupture life is 1065°C. Solution-treatment at temperature higher than 1065°C causes grain coarsening and overaging during long-time testing, and decreases the resistance of creep rupture.

Specimens solution-treated at 1065°C have superior creep rupture life to the specimens solution-treated and aged at 750°C. But the life of stress-rupture testing of the former becomes inferior to the latter in longer testing time.

The stress-rupture strength at 750°C of specimens heat-treated by H, which contains aging of 24 hours at 840°C, 16 hours at 760°C and 16 hours at 816°C is superior to other heat treatment. But at 816°C stress-rupture strength of specimens heat-treated by H is inferior to other heat treatment, because at higher testing temperature, heat treatment H causes overaging during stress-rupture testing.

The heat treatment B which contains water cooling after solution-treatment gives higher short-time tensile strength and stress-rupture strength than other heat treatment. This forms a contrast to Nimonic 80A on the effect of heat treatment.

I. 緒 言

前報では Ni-Cr 系耐熱合金の代表として Nimonic 80A の機械的性質におよぼす熱処理の影響についての

* 昭和32年4月, 同10月本会講演大会にて発表

** 住友金属工業株式会社製鋼所

べた。本報では Ni-Cr-Co 系耐熱合金の一例として M252 の熱処理についてのべる。

本合金の熱処理法として Table 1 に示す G, B, H の3種が基本的に考えられる。G は A.S.T.M. の S.T.P. No.160¹⁾ によるもので、B は Nimonic 80A にも適用した方法で Ni 基耐熱合金にあまねく適用できると考えられる。また H は F. T. Chestnut²⁾ の報告に waspaloy の強度を高くするため採用されているとべられている方法で、M252 と waspaloy は成分的に類似したところがあるのでこれを適用せんとした。

本報ではまず固溶化処理温度、時効処理温度の影響を調査し、ついで上述のごとき実用熱処理法の機械的性質におよぼす効果についてのべた。

II. 供試材

供試材は Table 2 に化学成分を示す。M252 で N18 は塩基性高周波炉にて熔解し 50 kg 鋳塊に鋳込んだもの N21~N42 は 100kw 真空熔解炉、マグネシア坩堝にて熔解 35 kg 鋳塊に鋳込んだもので、いずれも 16 mm φ に鍛伸したものである。

III. 固溶化処理および時効温度の影響

N18 について固溶化処理温度を 1065, 1100, 1200°C の3種としそれぞれ 4 h 保持後空冷し、時効温度を 750, 800, 850°C としそれぞれ 14 h 保持および固溶化

処理のままとし計 12 種の熱処理を行つて短時間引張およびクリープ破断試験を行つた。Fig. 1, 2 は常温および 750°C の短時間機械的性質におよぼす固溶化処理温度、時効温度の影響を示す。図によれば硬度および常温抗張力、耐力は 750°C の時効の時最高値を示し、750°C では時効温度の抗張力、耐力におよぼす影響は少ないが、800°C にて時効した時最高となる。固溶化処理状態では常温はもとより 750°C でも強度は最も低く、靱性は最

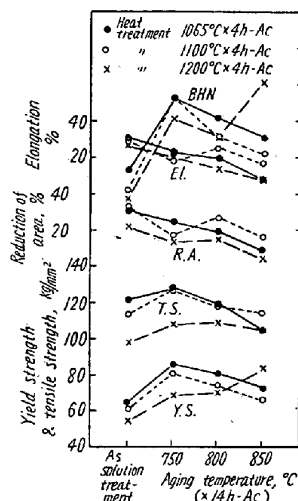


Fig. 1. Effect of temperature of solution and aging treatment on short time tensile test properties at room temperature.

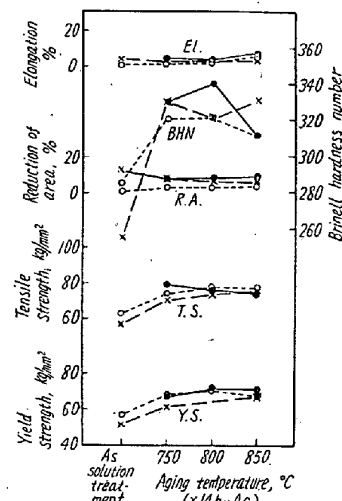


Fig. 2. Effect of temperature of solution and aging treatment on short time tensile test properties at 750°C.

Table 1. Heat treatment of specimens tested.

Symbol of heat treatment	Heat treatment
G	1065°C×8h air-cooling, 760°C×15h air-cooling
B	1065°C×8h water-cooling, 800°C×2.5h air-cooling, 700°C×18h air-cooling
H	1080°C×4h air-cooling, 840°C×24h air-cooling, 760°C×16h air-cooling, 816°C×16h air-cooling
I	1080°C×4h air-cooling, 840°C×24h air-cooling, 760°C×16h air-cooling
Z	1065°C×4h air-cooling

Table 2. Chemical composition of materials tested.

Symbol	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Co	Mo	Ti	Al
N18	0.18	1.07	0.90	0.003	0.008	19.72	52.13	9.76	10.20	2.43	0.97
N21	0.11	0.42	0.35	0.008	0.005	19.27	55.80	10.81	9.37	2.98	0.81
N22	0.12	0.26	0.33	0.007	0.007	19.18	55.81	11.83	9.07	2.54	1.17
N35	0.16	0.27	0.28	0.012	0.007	19.05	55.95	10.25	9.90	2.94	1.23
N42	0.16	0.08	0.11	0.020	0.007	19.20	56.23	10.72	9.70	3.04	0.88

Table 3. Effect of temperature of solution-and aging-treatment on result of stress-rupture testing at 750°C and 26.8 kg/mm².

Symbol	Heat treatment	Aging	Stress-rupture test				Rockwell "C" hardness	
			Rupture life (h)	Elongation (%)	Creep rate (%/h)	Reduction of area (%)	Before test	After test
N181C	1065°C×4 h A.C.	—	223.5	5.3	0.0052	6.2	30.3	40.4
N181D	//	—	182.5	5.2	0.012	10.6	29.2	41.4
N182C	//	750°C×14 h A.C.	122.3	3.2	0.0086	3.2	36.5	41.4
N183C	//	800°C×14 h A.C.	115.7	1.7	0.0086	1.7	35.0	38.7
N184C	//	850°C×14 h A.C.	142.0	5.0	0.021	4.4	31.9	38.7
N185C	1100°C×4 h A.C.	—	133.8	1.8	0.0064	3.3	27.8	38.9
N185D	//	—	84.5	2.7	0.01	1.8	29.6	40.4
N186C	//	750°C×14 h A.C.	121.4	4.2	0.013	1.8	37.3	39.7
N187C	//	800°C×14 h A.C.	125.1	2.5	0.011	1.3	32.7	41.0
N188C	//	850°C×14 h A.C.	117.5	3.7	0.022	4.8	32.0	40.9
N189D	1200°C×4 h A.C.	—	136.0	1.7	0.0064	1.5	23.6	39.3
N1810C	//	750°C×14 h A.C.	200.1	1.7	0.0027	1.7	35.8	42.6
N1810D	//	//	126.8	1.5	0.0018	1.6	34.2	41.6
N1811C	//	800°C×14 h A.C.	85.1	1.7	0.0038	1.6	33.4	40.0
N1812C	//	850°C×14 h A.C.	106.7	2.5	0.01	4.6	36.0	40.1
N1813C	1080°C×4 h A.C.	{ 840°C×24 h A.C. 760°C×16 h A.C. 815°C×16 h A.C.	218.1	4.7	0.014	4.7	32.8	40.7
N1813D	//	//	154.2	2.3	0.018	1.6	33.0	37.7
N1814C	1065°C×8 h W.C.	{ 800°C×2.5 h A.C. 700°C×18 h A.C.	99.4	2.0	0.013	1.4	37.0	38.9

も高い。固溶化処理温度の機械的性質におよぼす影響は特に高温引張試験では僅少であるが、1200°Cの固溶化処理では強度、伸、絞ともに低くなる。

Table 3, Fig. 3 は 750°C, 26.8 kg/mm² のクリープ破断試験結果におよぼす固溶化処理および時効温度の影響を示すもので、これらよりつぎのことが認められた。

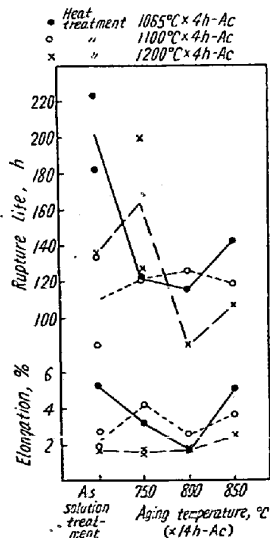


Fig. 3. Effect of temperature of solution-and aging-treatment on stress rupture life at 750°C and 26.8 kg/mm².

(1) 1065°Cの固溶化処理では固溶化処理状態が最もクリープ破断時間が長く、750, 800°Cの時効では寿命は減少し、850°Cの時効でふたたび寿命は長くなる。

(2) 1100°Cの固溶化処理では時効の有無および時効温度のクリープ破断時間に与える影響はほとんどない。

(3) 1200°Cの固溶化処理では750°Cの時効で最も長い破断時間となり、固溶化処理状態および800°Cの時効ではクリープ破

断時間は減少している。

(4) 熱処理法のクリープ靱性におよぼす効果は明らかでないが、1065°Cにての固溶化処理状態および850°C時効の比較的クリープ破断時間の長い状態で靱性が高い。また1200°Cの固溶化処理では、より低温の固溶化処理の場合より靱性が低いことは短時間引張試験と同様である。

固溶化処理状態の顕微鏡組織では大型の炭化物が粒内に散在している点はNimonic 80Aと全然異っている。この状態にてクリープ破断試験した後の組織では粒内の炭化物の周囲および粒界にいちじるしく析出している。1065°Cの固溶化処理後750°C×14hの時効を行った試料のクリープ破断試験後の顕微鏡組織では、粒内の炭化物付近および粒界に熱処理後より析出物が多く析出している。試験後の組織をくらべると試験前に時効した状態の方が粒内の析出物は少い。すなわち試験前に時効すれば試験中の析出は粒界にほとんど集中し、粒内に多く析出する固溶化処理状態よりクリープ破断抵抗は少くなるものと考えられる。

1200°Cにて固溶化処理後850°C×14hの時効を行った状態では高温の固溶化処理によりいちじるしく結晶粒が粗大になり、また試験前の時効にて粒界のみならず粒内に多くの析出を生ずることがわかる。この場合試験後の組織では粒内粒界ともに他の熱処理状態より最も多く

の析出物を生じ、粒界の中は広がる。高温固溶化処理による結晶粒の粗大化および結晶粒界への過度の析出物の凝集はクリープ破断抵抗を減じるものと考えられる。

以上の実験により本合金の固溶化処理温度は 1065°C が適当であり、時効を行わぬか 750°C の時効が高温機械的性質に最もよい条件であると考えられる。

IV. 各種熱処理法の機械的性質におよぼす影響

前節の実験により固溶化処理状態がその後時効処理を行う G 処理より高いクリープ破断抵抗を与えることがわかったので、この処理を Z とし、本節では G, B, H, Z, および H 処理の 3 段時効のうち最終の 815°C × 16 h の時効を除いた I 処理を加え合計 5 種の熱処理法の機械的性質におよぼす影響についてのべる。

(A) 短時間機械的性質

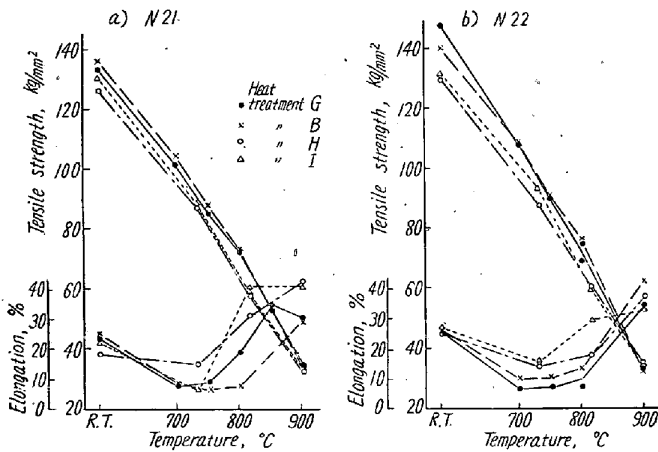


Fig. 4. a) Effect of heat treatment on short-time tensile test properties at elevated temperature.

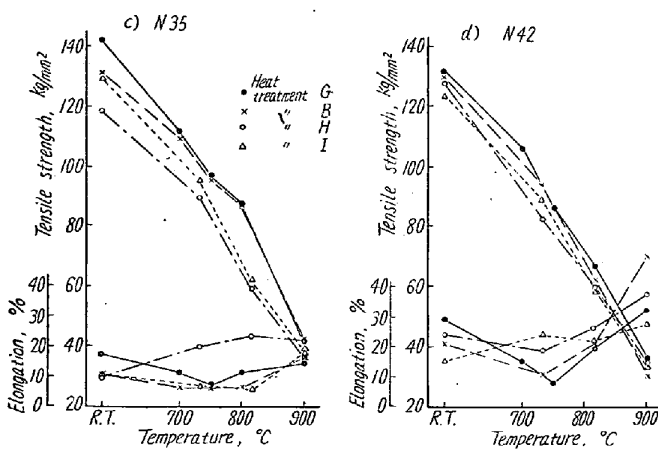


Fig. 4. b) Effect of heat treatment on short-time tensile test properties at elevated temperature.

Fig. 4 は G, B, H, I の熱処理状態における常温より 900°C の間の短時間引張試験結果を示し、また Fig. 5 は各熱処理状態の衝撃試験結果を示す。これらの結果をまとめるとつぎのごとくなる。

(1) G, B 処理は H, I 処理にくらべ高い抗張力, 耐力をもっている。特に 700°C 以上では G, B および H, I それぞれの差は少ないが G, B と H, I の差は明らかである。900°C では各熱処理による強度の差はなくなる。

(2) 固溶化処理後水冷する B 処理は固溶化処理後の析出硬化量が大いので抗張力, 耐力ともに他の固溶化処理後空冷する処理より高く、特に降伏比が高くなることは Nimonic 80A と同様である。

(3) 靱性を比較すると伸び, 絞りでは抗張力と逆に G, B 2 種の処理が H, I 2 種の処理より低い。また H, I のうちでは H の方が靱性が高い。しかるに Fig. 5 による衝撃値では各熱処理法による差は少く、熱処理法の影響は認められない。Nimonic 80A では固溶化処理後水冷する B 処理が明らかに衝撃値が低いだが、M252 では異つた特性を示している。

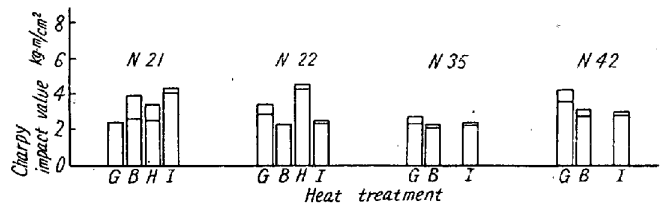


Fig. 5. Effect of heat treatment on Charpy impact value at room temperature.

(B) クリープ破断試験結果

Fig. 6~9 は 750, 816, 900°C におけるクリープ破断試験結果におよぼす熱処理の影響を示す。これらの結果をまとめるとつぎのごとくなる。

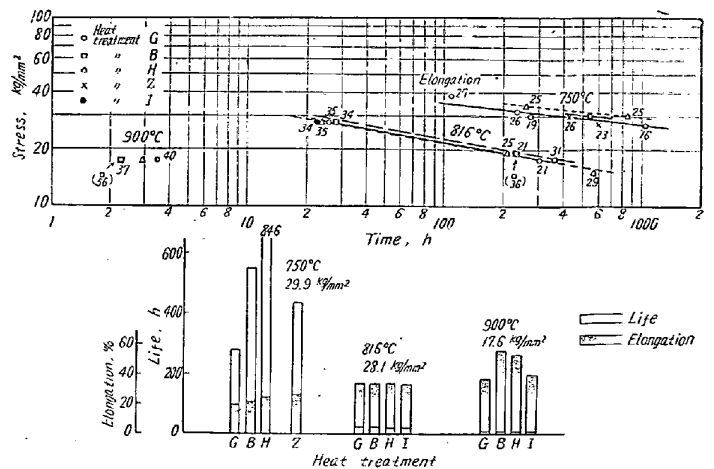


Fig. 6. Effect of heat treatment on stress-rupture strength at 750°C, 816°C and 900°C (N21).

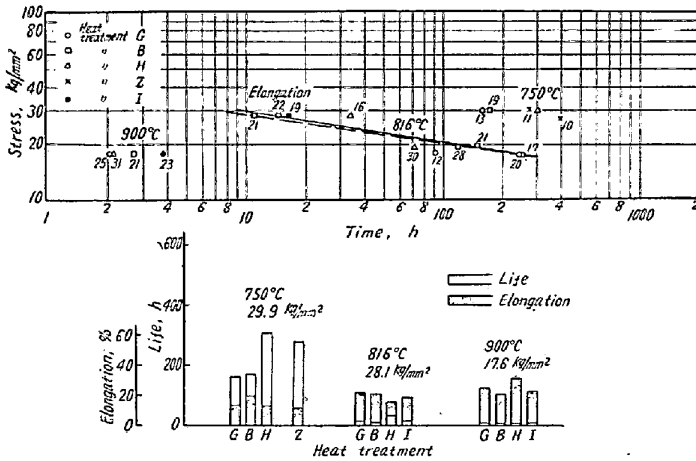


Fig. 7. Effect of heat treatment on stress-rupture strength at 750°C, 816°C and 900°C (N22).

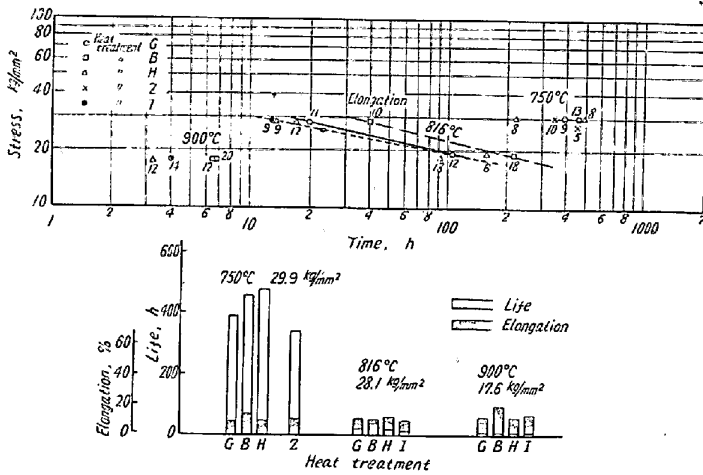


Fig. 8. Effect of heat treatment on stress-rupture strength at 750°C, 816°C and 900°C (N35).

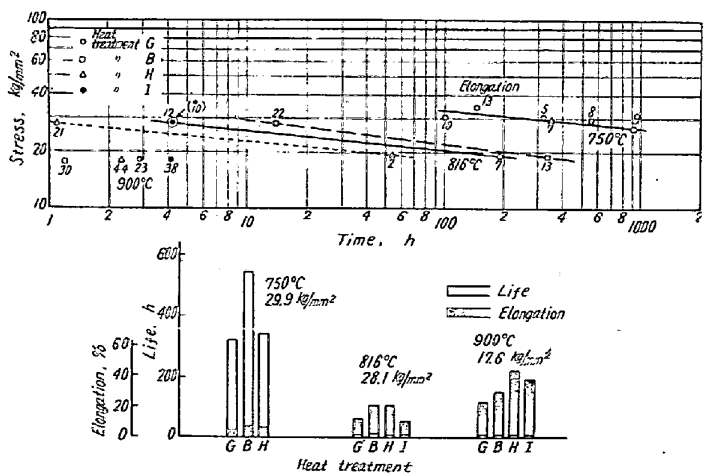


Fig. 9. Effect of heat treatment on stress-rupture strength at 750°C, 816°C and 900°C (N42).

(1) 固溶化処理状態(Z)とその後時効した状態(G)を比較すれば 750°C 29.9 kg/mm² 試験条件ではクリープ破断抵抗は N35 を除きGよりZが高いことは前節の場合と同様である。しかし 750°C のクリープ破断応力-時間関係によればZ処理は長時間で急激に他より破断応力が低下することは明らかである。

また以下にのべるごとくB, H, Iなどの処理がZ処理より高いクリープ破断抵抗を与える。

固溶化処理状態のクリープ靱性は時効状態より低くなるぬ点は Nimonic 80A の場合と同様で弱析出硬化型合金といちじるしく異つている。

(2) 短時間引張試験ではG, Bの強度差は認められなかつたが, 750°Cのクリープ破断試験ではBはGよりクリープ破断応力は高く, 816°Cでも同様である。900°Cでは各熱処理によるクリープ破断時間の差異は少ないが N35 ではBが他の処理より長い破断時間を示している。

クリープ破断時の伸びを比較してもB処理は他の処理より高い伸びを示しており, 短時間引張試験とは逆の結果を示す。

(3) 750°Cでは N42 を除きH処理が最高のクリープ破断応力を与えるが, 816°C以上となれば熱処理の効果は少なくなり, HはかえつてG, B処理より低いクリープ破断応力となる。なおクリープ靱性はHがG, Bより高いことは短時間引張試験と同様である。

(4) H, Iを比較すると N22, 35 では 816°CでHの方がややクリープ破断時間が長い, 他の条件ではH, I相互の差異はない。すなわちH処理にて 816°C × 16 h A.C. の処理はわずかながらクリープ破断抵抗をます可能性がある。またクリープ破断時の伸びもHの方がIより高いので 816°C × 16 h の時効を加える方が有利である。

(C) 顕微鏡的観察

既報³⁾と同様に G, B, H, Z の熱処理状態の試料について W. C. Bigelow⁴⁾などの方法で腐蝕した試料の電子顕微鏡組織を検討した結果によれば, 4種の熱処理状態にてHのみは熱処理後粒界, 炭化物の周囲, および粒内に多数のやや粗い析出物 (γ' または M_2Ti と考えられる) が認められる。クリープ破断試験後はこれらの析出物は粗粒化し, 粒内の析出物相互の間隔は大になる。短時間引張試験では熱処理後過時効に近いこの熱処理状態では強度は低い, 靱性は大きくなる。

しかるに 750°C のクリープ破断試験では熱処理後粒界に析出しているこの状態が他の熱処理よりクリープ破

断抵抗は高くなるものと考えられる。また 816°C の試験温度ではすでに地自身の強度が支配的となるので H 状態のごとく過時効に近い状態ではクリープ破断抵抗は低下するものと考えられる。

H および G を除く熱処理法では熱処理後粒内に明らかな細粒析出物は認められない。しかし G および H 処理では大型炭化物の周囲および粒内に細粒析出物が認められる。クリープ破断試験後はいずれの場合も粒内の析出のほかに粒界および炭化物周囲に細粒析出物が凝集している。したがってクリープ破断試験中の析出では B および Z は G にくらべ大型炭化物の周囲に起る細粒析出の点で様相を異にしている。固溶化処理状態の Z はクリープ破断試験中に粒界析出物が他の状態より多い。Z のクリープ破断抵抗が高い理由は弱析出硬化型合金におけると同様にクリープ破断試験中の析出硬化が大きいことに負うところが多く、したがって長時間試験となればその効果を失う。B 処理では固溶化処理後の冷却過程の析出は阻止され、その後の時効によりきわめて微粒の析出物が粒内にできるため短時間強度も高く、また Nimonic 80A に対し B 処理を行つた時ほど析出があらわれぬためクリープ破断試験中の過時効も起らず、したがってクリープ破断抵抗も高くなる。

V. 結 語

M252 の機械的性質におよぼす熱処理の影響について要約すればつぎのごとくなる。

1. 固溶化処理温度としては 1065°C が適当で、より高温の固溶化処理では結晶粒の粗大化および過時効を起しやすいため高温機械的性質特にクリープ破断抵抗を減ずる。
2. 1065°C にて固溶化処理後空冷の状態はその後 750°C にての時効処理を施した状態より高いクリープ破断抵抗をもっている。しかしさらに長時間の試験ではこの状態は時効状態よりクリープ破断抵抗は低くなる。この

傾向は弱析出硬化型合金に類似している。

3. 固溶化処理後 840°C×24h A.C., 760°C×16h A.C., 816°C×16h A.C. の 3 段時効を施し結晶粒内に多数の細粒析出物が認められる状態とする時、短時間引張強度は他の時効状態より低い、750°C のクリープ破断強度は最も高い。しかし 816°C では試験中の過時効によりクリープ破断強度は低くなる。

4. 1065°C にての固溶化処理後水冷し 800°C×2.5h A.C., 700°C×18h A.C. の 2 段時効を施した時、750~900°C にて他の熱処理より高いクリープ破断強度、短時間引張強度がえられ、しかも靱性も低くならぬ。この点前報にのべた Nimonic 80A といちじるしく相違している。

5. M252 は高温試験中の析出硬化により強度が高くなる点は弱析出硬化型合金に類似しているが、この際靱性は減じない点は相違している。

6. 以上の結果より本合金においても Nimonic 80A の場合と同様に高温試験中に過時効を生じない範囲で高い硬度を与えるごとく、時効処理を行うことにより高い強度をえられるものと考えられる。また時効処理には 800~840°C の高温時効を含む方が高温強度に有利であり、この点は Nimonic 80A と相違している。

文 献

- 1) ASTM. STP. No. 160: Report on the Elevated Temperature Properties of Selected Super-Strength Alloys (1954)
- 2) F. T. Chestnut: Metal Progress, Dec. (1955)
- 3) 長谷川: Ni 基耐熱合金に関する研究 (I) 日本鉄鋼協会第 52 回講演大会 (昭和 31 年 10 月) にて発表
- 4) W. C. Bigelow et al: Proceedings, ASTM Vol. 56 (1956)