

(104) 高 Cr-Ni オーステナイト鋼の高温強度におよぼす時効処理の影響

(高 Cr-Ni オーステナイト鋼の研究—Ⅳ)

日本金属工業 塚本 富士夫
 姫路工業大学 工博 川崎 正
 日本金属工業 O細 江 謙 吉

Effect of Aging-Treatment on High-Temperature Strength of High Cr-Ni Austenitic Steels.

(Study on high Cr-Ni austenitic steels—Ⅳ)

Fujio TSUKAMOTO, Dr. Tadashi KAWASAKI and Kenkichi HOSOE.

I. 緒 言

高 Cr-Ni オーステナイト鋼は耐熱用ステンレス鋼として高温構造用材料に実用されるが、これらは高温で使用中に炭、窒化物およびシグマ相等の析出による組織変化がいちじるしいために、使用上好ましくない影響をおよぼすことが予想される。

このような見地から時効による組織変化のいちじるしい AISI 309 型を用いて高温引張、クリープ破断および疲労などの高温における諸性質におよぼす時効処理の影響を調査したのでその結果を報告する。

II. 試 料

使用した試料は AISI 309 型の C, N, Si 等を変化させたもので、塩基性高周波炉により溶製した 100kg 鋼塊を鍛錬後 16mmφ に熱間圧延し、1100°C × 1h 水冷の溶体化処理を施した。時効処理は第 1 報に示したごとく常温においてもつとも脆化のいちじるしい 850°C 100h 加熱水冷した。Table 1 に試料の化学成分と時効処理後の組織を示す。

HX31 は標準の AISI 309 型で時効によりオーステナイト粒界にわずかにシグマ相を析出している。HX34 および HX6 は C または N 含有量が高温時効により炭、

窒化物をいちじるしく析出する。HX32 は低 C、また HX11 および 10 は高 Si 鋼でそれぞれ数 % のフェライト相を含み、時効処理によりそれがシグマ相に変態する。

III. 実 験 結 果

1) 高温短時間引張性質

各試料の常温および 650°C または 800°C の高温引張試験の結果各試料とも全試験温度において時効処理材の抗張力および耐力は溶体化処理材とほとんど変わらない。これに対して時効処理材の伸びと絞りは常温においては溶体化処理材よりかなり低い値を示すのに対し、試験温度が上昇するとともに回復を示し、とくにシグマ相を析出しない HX34 と HX6 においては顕著である。

2) クリープ破断性質

各試料について 650°C と 800°C におけるクリープ破断性質におよぼす時効処理の影響を調査した。用いた試験片は平行部径 6.4mm、標点距離 25mm のものである。供試料のうち炭、窒化物析出の影響は高 C の HX34 と高 N の HX6 について検討し、オーステナイトからシグマ相が析出するものとして HX31 をまた、フェライトがシグマ相に変態するものとして低 C の HX32 および高 Si の HX11 について試験を行なった。

a. 炭、窒化物析出の影響

Fig. 1 (a) に高 C の HX34 の応力-破断曲線を示す。時効処理により破断強度は低下するが、破断伸びがいちじるしく増加している。これはオーステナイト中の C と N の固溶量に関係するものであり²⁾、時効処理により粒界に析出した炭、窒化物がクリープ試験中にさらに析出凝集し迂りに対する抵抗が、減少したためであろうと考えられる。

b) 時効処理によりオーステナイトからシグマ相が析出する場合

HX31 のクリープ破断曲線は Fig. 1 (b) に示すごと

Table 1. Chemical composition and structure after heat-treatment.

Specimen	Microstructure		Chemical composition (%)				
	Solution-treated	Aged at 850°C for 100h	C	Cr	Ni	Si	N ₂
HX31	γ + C	γ + (σ) + C	0.16	23.83	13.78	0.55	0.028
HX34	γ + C	γ + C	0.29	23.76	13.60	0.51	0.028
HX 6	γ + C, N	γ + C, N	0.19	23.45	13.50	0.61	0.23
HX32	γ + α	γ + σ	0.034	22.97	13.49	0.49	0.027
HX11	γ + α + C	γ + σ + C	0.14	23.58	13.50	2.22	0.034
HX10	γ + α + C	γ + σ + C	0.12	23.50	13.50	1.40	0.024

Note: γ = austenite, C = carbide, N = nitride, α = ferrite, σ = sigma-phase, (σ) = trace of sigma.

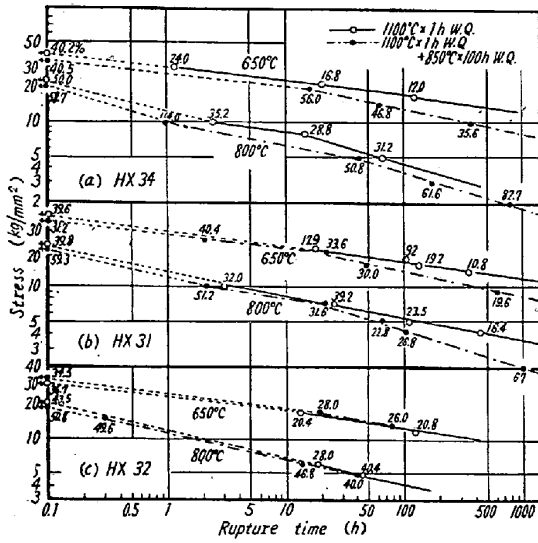


Fig. 1. Effect of aging-treatment on creep-rupture properties of HX34, 31 and 32.

くで、時効処理材は溶体化処理材より強度が低く破断伸びが大きい。この傾向は長時間になるほどまた試験温度の高いほどいちじるしい。これは時効処理材は炭化物の析出凝集のほかにオーステナイトから析出したシグマ相が溶体化処理のままのものよりも多いためと考えられる。

c) 時効処理によりフェライトがシグマ相に変態する場合

Fig. 1 (c) に低Cの HX32 の 650°C および 800°C のクリープ試験結果を示すが、時効処理によりクリープ破断強度はほとんど変わらないことが知られる。これは二相鋼の溶体化処理材はクリープ試験のさい負荷前の加熱により短時間内にフェライトがシグマ相に変態するが、長時間クリープ試験後にもシグマ相の析出量はほとんど変化しないためである。これに対して HX11 は時効処理により強度が低下するがこれは炭化物析出の影響であろうと推察される。

3) 高温疲労性質

各試料の高温疲労強度におよぼす時効処理の影響を調査するために第 III 報³⁾ に示すごとく、片持梁式回転曲げ疲労試験機を用いて 650°C で試験を行なった。その結果 S-N 曲線から得られた耐久限を Table 2 および Table 3 に示す。

a) 時効処理の影響

Table 2 は各試料の高温疲労強度におよぼす時効処理の影響を示したものでいずれの試料も時効処理によつて耐久限は低下している。これは第 III 報³⁾ に述べたごとく炭、窒化物の析出のためで、二相鋼の HX10 と 11 は炭化物の析出の他にシグマ相の析出量の差によるものと考

Table 2. Fatigue limits of as solution-treated and as-aged specimens.

Specimens	Solution treated (kg/mm ²)	Aged at 850°C for 100h* (kg/mm ²)
HX 31	23.7	17.1
HX 34	25.7	18.1
HX 6	30.8	27.0
HX 11	24.6	22.1
HX 10	23.1	18.7

* Specimen (HX6) was aged at 750°C for 100h.

Table 3. Fatigue limit of cold-worked and aged specimens (HX31 type 309).

Heat-treatment.	Non-cold-worked (kg/mm ²)	20% cold-worked (kg/mm ²)
1100°C × 1 h W.Q.	23.7	40.5
650°C × 100 h W.Q.	22.4	30.9
750°C × 100 h W.Q.	17.2	21.4
850°C × 100 h W.Q.	17.1	19.3

えられる。

b) 時効処理温度の影響

HX31 について時効処理温度の影響を知るために、850°C の他に 650°C と 750°C に 100h 加熱して疲労試験を行なった。その結果 Table 3 に示すごとく、いずれの時効処理によつても耐久限が低下し、この傾向は時効処理温度が高くなるほどいちじるしい。これは時効処理温度の上昇により析出したシグマ相に基因していると考えられる。

c) 冷間加工の影響

疲労強度におよぼす冷間加工の影響を知るために HX 31 について溶体化処理後 20% の常温引張加工を与えた後、650°C、750°C および 850°C に 100h 加熱して試験した。その結果 20% 冷間加工を施したままの試料は常温⁴⁾ におけると同様加工歪の残存によりかなり高い疲労強度を示している。冷間加工後 650°C の時効処理を行なったものは歪除去が完全でないために溶体化処理材よりも高い値を示す。時効温度がさらに上昇すると耐久限ははだいに低下する。この結果と時効処理を行なったままの試料の耐久限と比較すると、冷間加工後時効処理を行なった試料の方が耐久限が高い。これはシグマ相の析出による強度の劣化よりも加工による歪硬化の影響が大きいと考えられる。

文 献

- 1) 塚本, 矢ヶ崎, 細江: 鉄と鋼, 47 (1961) 3,

p. 366~367

- 2) 塚本, 細江: 日本材料試験協会第10期総会学術講演会前刷 p. 117~118
- 3) 塚本, 川崎, 細江: 鉄と鋼, 47 (1961) 3, p. 371~372
- 4) 桜井, 川崎: 日本機械学会論文集, 24 (1958) 143, p. 532

(105) γ' 析出型耐熱合金の時効処理による析出過程について

(γ' 析出型耐熱合金の系統的研究—II)

日本冶金工業川崎製造所 加藤 正一

On the Precipitation Process during Aging of Gamma-Prime Precipitated Heat-Resisting Alloys.

(Systematic studies on gamma-prime precipitated heat-resisting alloys—II)

Shoichi KATOH

I. 結 言

第1報¹⁾においては、 γ' 析出型耐熱合金の高温特性におよぼす基質組成の影響と題して、Ni基合金からFe基オーステナイト系合金にいたるまでFe, Coを単独および複合添加し、基質組成を変化させた各種合金にTi, Al いづれも2%一定量添加した場合の析出硬化特性と高温強度特性の関係と、1,000h時効処理材の析出挙動についての2, 3の観測結果について報告した。その際Fe基合金にCoを10, 20%と加えると、高温強度に害をおよぼす β 相なる新たな析出相を認め、その他基質と析出相との間に高温強度に関係すると思われる興味ある事柄を認めたので、今回は、なおこれら諸現象を詳細に調査する目的で、時効処理による析出過程を追究した。

II. 試料と実験方法

試料は前報¹⁾で報告したものと同一のもので、その化学組成はTable 1に示す。これら各試料は、いづれも15mm ϕ ×60mmおよび15mm ϕ ×10mmの試片を用いて、1180°C, 2h水冷後、732および815°Cの二温度にて、4, 32, 128, 512および1024h時効処理を行なった。これらの試料のうち15mm ϕ ×60mmの試片では、いづれもa) 10% H₃PO₄水溶液、電流密度0.5~1.0mA/cm², 電解時間、約72h, b) 5% HCl+1%ピクリン酸アルコール溶液、電流密度15~20mA/cm², 電解時間、約24h, の2種の抽出条件にて得られた残渣を用いて析出相の同定を行ない、また10% H₃PO₄水溶液の抽出残渣のみを用いて、 γ' 相の格子常数の測定と微量化学分析による γ' 相の組成変化などについても調査した。また15mm ϕ +10mm試片では、X線回折による基質格子常数を測定し、電子顕微鏡により組織変化および γ' 粒子の生長性などについて観察した。

III. 実験結果

実験結果は、いづれの項目についても組織変化の顕著な815°C時効処理の場合のみ要点をしぼって示すとつぎのごとくである。

(1) 析出相の同定

各試料の時効に伴う析出相の同定結果はTable 2に示す。すなわちFeを含まぬCoF0, C1F0およびC2F0は、いづれも時効初期からMC, M₂₃C₆および γ' 相の各相を析出しているが、1,000h後にはM₇C₃が認められる。しかしFe含有量の増加とともに、各系列ともM₇C₃は消え、Feを多量に含むCoF5, C1F5およびC2F4では β 相および σ 相が認められる。しかもCoを含まぬCoF5は1,000h時効処理後においても γ' 相と β 相と共存しているが、Coを10, 20%と加え

Table 1. Chemical composition of alloys studied. (%)

Alloy marks	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Co	Fe	Ti	Al
C0F0	0.052	0.49	0.85	0.007	0.010	16.70	77.05	—	0.86	1.83	1.95
C0F2	0.075	0.53	1.02	0.011	0.010	16.50	60.00	—	19.33	1.94	1.83
C0F4	0.063	1.16	0.92	0.004	0.012	16.21	35.41	—	42.10	1.90	1.95
C0F5	0.059	0.68	1.18	0.011	0.007	16.20	25.11	—	51.80	2.36	2.12
C1F0	0.057	0.52	1.12	0.007	0.010	16.43	67.80	10.12	0.70	1.84	1.68
C1F1	0.064	0.59	1.26	0.007	0.007	15.25	59.41	9.75	9.90	2.05	2.16
C1F3	0.052	0.79	1.32	0.012	0.010	16.27	40.85	9.88	26.60	2.35	2.20
C1F5	0.065	0.76	1.19	0.011	0.007	16.52	21.03	9.90	46.00	1.98	1.90
C2F0	0.057	0.49	1.43	0.009	0.010	16.17	56.80	19.65	1.90	2.13	1.94
C2F2	0.060	0.66	1.24	0.012	0.010	16.42	37.75	18.50	21.00	1.95	2.05
C2F4	0.061	0.78	1.25	0.012	0.007	16.36	20.80	19.44	37.10	1.95	2.20