

$$-4 \cdot 68(\text{Cr eq/Ni eq}) + 10 \cdot 28 \text{ kg/mm}^2$$

(Solution treated, >1.5% Ferrite) (3)

$$\sigma_R = 20 \cdot 34\text{C} + 0 \cdot 60\text{Si} + 0 \cdot 25\text{Mn} + 0 \cdot 06\text{Ni} - 0 \cdot 05\text{Cr}$$

$$+ 3 \cdot 35(\text{Cr eq/Ni eq}) + 0 \cdot 13 \text{ kg/mm}^2$$

(Solution treated, <1.5% Ferrite) (4)

IV. 考 察

フェライトは高温強度が低いのでオーステナイト+フェライト組織のものはフェライト量の多いほど強度が低下し²⁾, 本実験の結果も同じである。しかしフェライト量が約 1.5% で最大の強度を示し, オーステナイトが安定になるにつれ強度が低下した。これは Ni 量がふえるにつれ柱状晶の発達が増加する傾向にあり, 試片は柱状晶と直角方向から採取しているため強度が低くなるものと思われる。鍛造材についてもこのような現象があるかどうかさらに検討を要する。

フェライトを含む試片は高温においてσ化がおこりやすく, 靱性が低下すると思われたが, クリープ破断伸びはフェライトを含む試片の方が大きい値を示した。これもフェライトを含むものは柱状晶が発達しにくく, 細粒のためと思われる。

V. 結 言

- 1) 650°C のクリープ破断強度は約 1.5% のフェライトを含む組織のものが最大で, 多量 (5%以上) のフェライトを含むものおよび安定なオーステナイト組織のものは低い。
- 2) 高Cのものは低Cのものに比べ, また鑄造のままのものは溶体化処理を行なったものに比べクリープ破断強度が大きい。
- 3) フェライトを含む試片の破断伸びは全オーステナイト組織の試片よりも大きい。
- 4) 組成とクリープ破断強度との関係を表わす実験式を作成した。

文 献

- 1) 西原他: 第3回高温強度シンポジウム資料, (昭和 35 年 9 月), p. 67~72
- 2) 岩元他: 鉄と鋼, 50 (1964), 4, p. 724~727
- 3) 西原他: 鉄と鋼, 45 (1959), 12, p. 1357~1362
- 4) 乙黒他: 鉄と鋼, 48 (1962), 6, p. 776~781

669.15, 24, 26-194.56; 669.14, 1, 25

620.17, 2, 25, 1, 226

(154) Cr-Ni オーステナイト鑄鋼のクリープ破断試験による組織の変化

日立製作所, 日立研究所 No. 64316
佐々木良一・○幡谷 文男

The Structure Change of Cr-Ni Austenitic Cast Steels by Creep Rupture Testing.

Ryoichi SASAKI and Fumio HATAYA

I. 緒 言

Cr-Ni オーステナイト鋼を加熱すれば組成によつてはσ相を生じ, 特にフェライトを含むものはσ化しやすく, これらに関しては多くの研究がある¹⁾²⁾. 前報においてオーステナイト鑄鋼のクリープ破断強度について報告したが, その試験後の組織の変化についても若干調べ

σ化の過程, マルテンサイト化など興味ある現象が認められたので報告する。

II. 実験方法

試料はクリープ破断試験を行なったものと同一のものである。全試片についてクリープ破断試験前後のフェライト量をフェライトインジケータにより測定した。これは磁石の吸引力を利用してフェライト量を測るものである。

一部高 Cr 鋼の試片についてはクリープ破断試験の他に無負荷の状態で 650°C に加熱し, 加熱時間による組織, 硬さおよび磁性の変化を調べた。低温における磁性は液体窒素を用いて冷却し弾動検流計法で -190°C ~ 室温で測定した。オーステナイト部とフェライト部との Cr および Ni の相対量の差を調べるには X線マイクロアナライザーを用いた。

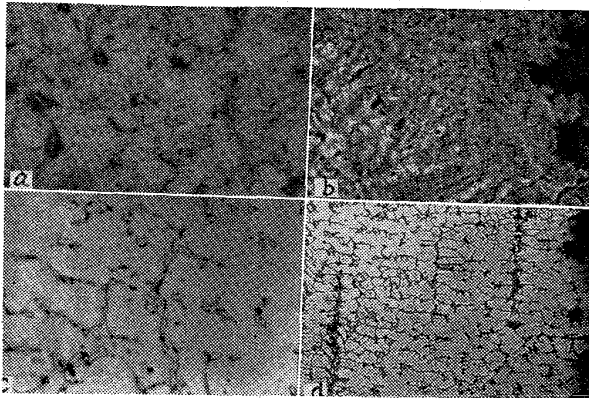
III. 実験結果

Table 1 は 0.2C-Cr-Ni 系の鑄造のままの試片の 650°C におけるクリープ破断試験結果および試験前後におけるフェライト量を示す。0.2C-17Cr-Ni 系は試験前 1.5% 以下のフェライト量であつたが, 0.2C-16.8Cr-6.2Ni および 0.19C-17.5Cr-7.3Ni は試験後 7.5% 以上および 2.5~10% となり Ni の低い前者の方がフェライトの増加が著しい。Ni の多い 0.19C-17.4Cr-10.2Ni は試験の前後ともに 1.5% 以下で変化がない。一方 0.2C-27Cr-Ni 系では, 0.16C-27.4Cr-13.0Ni は試験前 7.5~10% のフェライトを含んでいたが, 試験後は 1.5% 以下に減少し, 0.22C-27.1Cr-14.8Ni は試験の前後とも 1.5% 以下である。

Photo. 1 はクリープ破断試験後にフェライト量の増減が認められた 0.20C-16.8Cr-6.2Ni および 0.16C-27.4Cr-13.0Ni の試験後の顕微鏡組織である。0.20C-16.8Cr-6.2Ni は試験前少量のフェライトが認められたにすぎないが, 650°C で 4,000hr 試験後の組織は多数

Table 1. The result of creep rupture test at 650°C

Specimen	Stress (kg/mm ²)	Rupt. time (hr)	Ferrite amount (%)	
			After test	Before test
0.20C-16.8Cr-6.2Ni	12	898	>15	<1.5
	10	1,664	>15	<1.5
	8	4,000	7.5~15	<1.5
0.19C-17.5Cr-7.3Ni	12	360	7.5~10	<1.5
	10	885	2.5~10	<1.5
	8	1,654	5~10	<1.5
0.19C-17.4Cr-10.2Ni	12	217	<1.5	<1.5
	10	543	<1.5	<1.5
	8	2,115	<1.5	<1.5
0.16C-27.4Cr-13.0Ni	12	146	<1.5	7.5~10
	10	346	<1.5	7.5~10
	8	1,844	<1.5	7.5~10
0.22C-27.1Cr-14.8Ni	12	492	<1.5	<1.5
	10	1,012	<1.5	<1.5
	8	2,457	<1.5	<1.5



a) 0.20C-16.8Cr- 6.2Ni, 3,999hr(×400×1/2)
 b) 0.20C-16.8Cr- 6.2Ni, 3,999hr(×100×1/2)
 c) 0.16C-27.4Cr-13.0Ni, 1,844hr(×400×1/2)
 d) 0.16C-27.4Cr-13.0Ni, 1,844hr(×100×1/2)

Photo. 1. Microstructures of creep ruptured specimens at 650°C (Electrolytic etched in chromic acid solution)

の炭化物の析出がおこり、その析出部付近にマルテンサイトが認められる。この試片は試験後フェライトが増加したが、これは実はマルテンサイトが生成したためであり、フェライトインジケータで測ればフェライトの増加として表われる。

0.16C-27.4Cr-13.0Ni は試験前 7.5~10% のフェライトを含んでいた。650°C で 1,844hr 試験後フェライトの一部がσ化しており、顕微鏡下ではフェライトはまだ相当量存在しているが、フェライトインジケータで測れば、1.5% 以下のフェライトにすぎない。0.16C-27.4Cr-13.0Ni は 0.20C-16.8Cr-6.2Ni に比べ試験後における炭化物の析出が少ない。

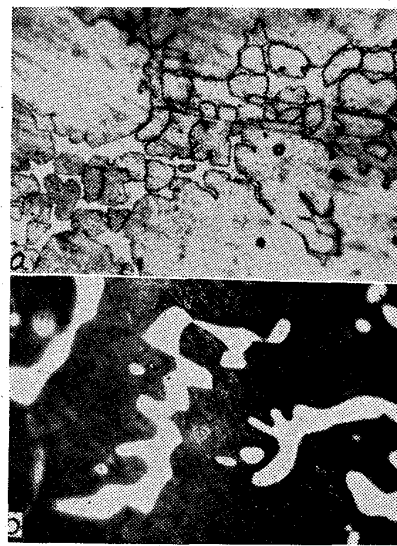
このようにフェライトインジケータでは検出できないフェライトの存在が認められたので、これを究明すべく実験を行なった。Table 2 は 0.05C-26.6Cr-16.5Ni および 0.16C-27.4Cr-13.0Ni を 650°C に 1~10hr 加熱した場合のフェライトインジケータによるフェライト量の変化を示す。加熱前いずれも 7.5% 以上フェライトのあつたものが、0.05C-26.6Cr-16.5Ni は 1hr で 1.5% 以下に 0.16C-27.4Cr-13.0Ni は 1hr で 1.5~2.5% に 3hr で 1.5% 以下になつた。

Photo. 2 は 0.05C-26.6Cr-16.5Ni の铸造のままおよび溶体化処理試片を 650°C に 1hr 加熱した後の顕微鏡組織である。熱腐食により前者は一ように茶褐色に腐食されており、後者はもとのフェライト部が腐食されがたく黄色を呈する。これらの試片のマイクロピッカース硬さを測ると、铸造のままの試片はオーステナイト部が 124~136、フェライト部が 193~203 であるが、650°C

Table 2. Change of ferrite amount, measured by magnetic ferrite indicator, after heating at 650°C

Heating time (hr)	Ferrite amount (%)			
	0.05C-26.6Cr-16.5Ni		0.16C-27.4Cr-13.0Ni	
	As cast	S.T.*	As cast	S.T.*
0	7.5~10	7.5~10	7.5~10	>15
1	<1.5	<1.5	1.5~2.5	1.5~2.5
3	<1.5	<1.5	<1.5	<1.5
10	<1.5	<1.5	<1.5	<1.5

* Solution treatment : 1, 100°C × 5 hr → water cool



a) As cost b) 1,100°C × 5hr → water cool

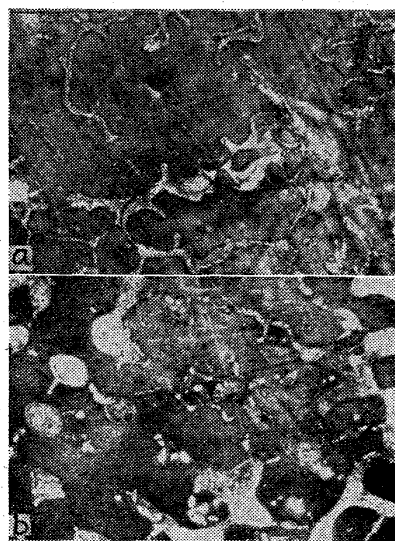
Photo. 2. Microstructures of 0.05C-26.6Cr-16.5Ni after heated at 650°C for 1 hr (Thermal etched, ×400×2/3)

に 1hr 加熱後オーステナイト部は 125~160 とほとんど変わらず、フェライト部は 268~284 と硬さが増大する。溶体化処理試片の 650°C に 1hr 加熱前後の硬さはオーステナイト部が 122~134 および 129~134 で変わらず、フェライト部は 160~172 および 376~394 で加熱により増大する。

Photo. 3 は 0.16C-27.4Cr-13.0Ni を 650°C 3hr に加熱後の顕微鏡組織である。オーステナイト部は黒褐色、フェライト部は黄褐色を呈し、これらの境界に小さいσ相が黄色に輝いて見える。σ相は铸造のままの試片

Table 3. Partition of alloying elements between delta ferrite and austenite in 0.16C-27.4Cr-13.0Ni.

No.	Heat treatment	Ratio (content in ferrite/content in austenite)	
		Gr	Ni
1	1,100°C × 5 hr → water cool	1.08	0.56
2	No. 1 → 650°C × 3 hr → air cool	1.00	0.63
3	No. 1 → 650°C × 10 hr → air cool	1.16	0.49
4	No. 1 → 650°C × 1,693 hr rupture	1.31	0.55



a) As cast b) 1,100°C×5hr→water cool

Photo. 3. Microstructures of 0.16C-27.4Cr-13.0Ni after heated at 650°C for 3hr. (Thermal etched, ×400×2/3)

を加熱したものよりも溶体化処理後加熱したものの方に多く認められた。

Table 3 は溶体化処理した 0.2C-27.4Cr-13Ni の 650°C に加熱後および破断後の試片について、X線マイクロアナライザーにより同一試片のフェライト部およびオーステナイト部における Cr および Ni の相対量を求めた。Cr は最初オーステナイト部とフェライト部とにほぼひとしく含まれているが、長時間加熱するとフェライト部の Cr 量が増加する。Ni はフェライト部よりもオーステナイト部に多く含まれ、加熱してもほとんど変化しない。

以上の結果から加熱によりオーステナイト鋼中のフェライト部は Cr 量および硬さが増大し、室温において磁性を失なうことがわかった。硬さおよび顕微鏡観察の結果から、フェライトがすべて σ 化したとは考えられず、これはフェライトのキュリー点が室温以下になったためではないかと考え、低温における磁性を測定した。

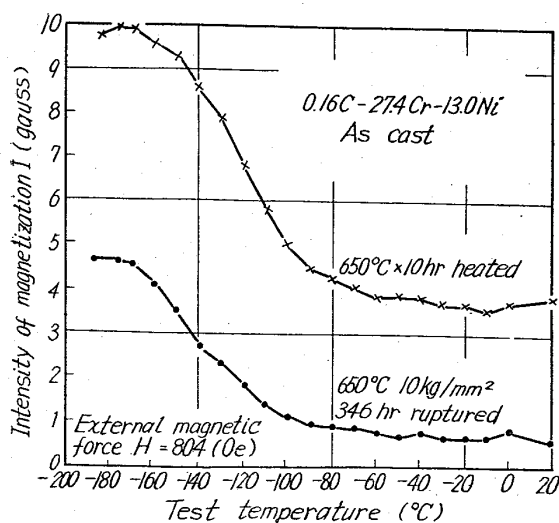


Fig. 1. Magnetic property at low temperature of 0.16C-27.4Cr-13.0Ni.

Fig. 1 は铸造のままの 0.16C-27.4Cr-13.0Ni を 650°C × 10hr 加熱した試片および 650°C, 10kg/mm², 346hr でクリープ破断試験した試片の低温における磁性を測定した結果である。これらの試片はそれぞれ -75°C および -100°C 附近から磁性の強さが急増しており、クリープ破断試片よりも加熱試片の方が磁性の強さが大きい。すなわち、キュリー点が -75°C および -100°C 附近に存在する。

IV. 考 察

一部の試片はクリープ破断試験後フェライトインジケータで測ればフェライト量が増加した。これらは 0.05C-Cr-Ni 系では 0.04C-14.2Cr-9.9Ni, 0.05C-15.5Cr-8Ni および 0.07C-17.9Cr-8.1Ni の 3 種, 0.1C-Cr-Ni 系では 0.09C-14Cr-9.5Ni, 0.12C-15.5Cr-7.3Ni および 0.1C-15.4Cr-8.3Ni の 3 種, 0.2C-Cr-Ni 系では 14~20Cr-6~18Ni の 8 種である。650°C で試験中に σ 化および Cr 炭化物の析出により、その周囲のオーステナイト地の Cr 濃度が減少する。その結果地の組織が前報 Fig. 1 の組織図において低 Cr 側へ移行し、マルテンサイト生成域に入り、Ms 点が上昇し、試験後試片が室温まで冷却される時マルテンサイトを生じ、フェライトインジケータによりフェライトの増加として現われる。0.2C-Cr-Ni 系は 0.05C-Cr-Ni 系や 0.1C-Cr-Ni 系よりもフェライト量を増す組成範囲が広い。これは高 C の方が Cr 炭化物の析出が多く、オーステナイト地の Cr 濃度の減少がはげしいためである。E. J. DULIS ら³⁾は 0.08C-17Cr-9Ni 鋼を 565~595°C で 10 年間使用後、また岡本ら⁴⁾は 18Cr-7Ni-N 鋼を溶体化処理し、800°C で時効後同様にマルテンサイトを認めている。

フェライトを含む試片を 650°C に加熱すると σ 相の生成する前に、短時間で室温における磁性を失なった。これは低温において磁性を帯びることから、フェライトの Cr 濃度が高くなり、硬く、また腐食され難くなったものであり、単に合金濃度が高くなつてキュリー点が室温以下に下つたものと推察される。Fig. 1 の低温磁性測定結果において、10hr 加熱試片よりも 346hr 破断試片の方がキュリー点が低く、また磁化の強さが小さいのは、後者の方がフェライト相の組成の変化がより進み、また σ 相になった量が多いためである。

溶体化処理のままの試片において、フェライトおよびオーステナイトに含まれる Cr 量の比および Ni 量の比は 1.08 および 0.56 である。乙黒ら⁵⁾は本報と組成の異なる鍛鋼について同様の実験を行ない、Cr 量の比は 1.25, Ni 量の比は 0.65 であることを明らかにしており、定性的には本報と一致している。

V. 結 言

1) 0.05C-14~18Cr-8~10Ni, 0.1C-14~16Cr-7~10Ni および 0.2C-14~20Cr-6~18Ni はクリープ破断試験後マルテンサイトを生ずる。

2) フェライトを含む試片を 650°C に加熱すれば、 σ 化の過程でフェライトの Cr 濃度が高くなり、キュリー点は室温以下に下つて室温において非磁性となる。

3) したがって高温で加熱された試片において室温の磁性によつてフェライト量を判定することは不適當であ

669.3:669.78/

る。

文 献

- 1) 熊田: 日本金属学会々報, 2 (1963), 5, p. 261~271
- 2) 岩元他: 鉄と鋼, 50 (1964), 4, p. 724~727
- 3) E. J. Dulis et al: Trans ASM, 44 (1952), p. 621~642
- 4) 岡本他: 耐熱金属材料研究委員会報告集 (昭和37年7月), p. 1~28
- 5) 乙黒: 鉄と鋼, 49 (1963), 7, p. 989~995

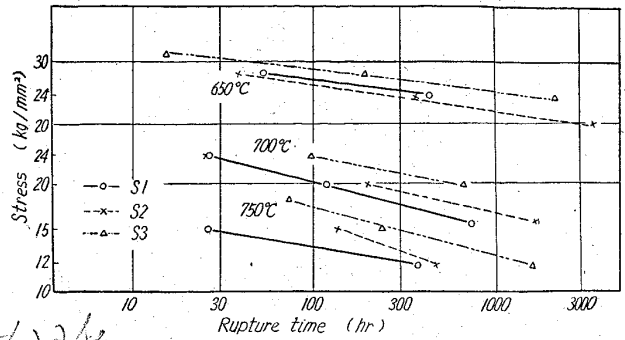


Fig. 1. Stress-rupture time curve of specimens.

鍛造したものをクリープ破断試験に使用し, また10mm角棒に鍛造したものを顕微鏡試料に, 硬度試料は5mm厚×15mm巾に鍛造したものを使用した。

III. 実験結果

(1) クリープ破断強度

試験片は次の熱処理を行ない, 650°C, 700°C および 750°C でクリープ破断試験を行なった。結果を Fig. 1 に示す。

1150°C × 1hr → 油冷 750°C × 20hr → 空冷

S1 は 15%Cr-12%Ni-1.5%W-2%Mo 系オーステナイト耐熱鋼に Ti 0.8% 添加した基本成分のものであるがクリープ破断強度はかなりすぐれている。前回報告した 0.3%C の 15%Cr-15%Ni-2%Mo-2%W 系に Ti 1.8% 添加したものおよび Nb+N+B を添加したものよりもクリープ破断強度は高い。これらの結果からこの系統の耐熱鋼ではあまり多量の Ti を添加すると炭化物の凝集がいちじるしく促進され, クリープ破断強度が低下すると考える。S2 は S1 に Cu を添加したものであるが, 650°C の破断強度は S1 よりかえって低下するが, 700°C 以上では S1 よりすぐれている。以上のように Cu 添加は低温側の 650°C ではクリープ破断強度の向上には効果はないが, しかし 700°C 以上の高温ではオーステナイト地の固溶体強化のためにクリープ破断強度をいちじるしく改善する。

S3 は S2 にさらに B 0.1% 添加した試料であるが, 低温側, 高温側ともいちじるしくクリープ破断強度を向上させる。以上のことから, 15%Cr-12%Ni 系オーステナイト耐熱鋼のクリープ破断強度の改善には, Mo および W 添加によつてオーステナイト地を強化するとともに Cu 添加によつてさらに素地を強化し, Ti および B 添加により一層強化することが重要である。

Fig. 2 と Table 2 におのおの Larson-Miller 曲線とそれから求めた 100hr および 1000hr のクリープ破断強度を示す。

(2) 時効硬度と顕微鏡組織

前報においてこの系統のオーステナイト耐熱鋼には時

(155) 15Cr-12Ni 系オーステナイト耐熱鋼におよぼす Cu および B の影響 (弱析出硬化型オーステナイト耐熱鋼の研究-I)

東京大学工学部 工博 藤田 利夫
日立金属工業 ○九 鬼 秀 勝

Effect of Copper and Boron on the 15Cr-12Ni Austenitic Heat Resisting Steel. (Studies on the weak precipitation hardening austenitic heat resisting steel -I)

Dr. Toshio FUJITA and Hidekatsu KUKI

I. 緒 言

15%Cr-15%Ni-2%W-2%Mo 系オーステナイト耐熱鋼のクリープ破断強度におよぼす Ti, Ti+B および Nb+N などについて報告した。この系統の耐熱鋼は Nb や N で強化するよりも Ti および B の添加により一層高温強度を高めることができ, これは Ti および B の添加により, Ti の炭化物の析出, B での結晶粒界の強化のためであろうと指摘したが, 本報では 15%Cr-12%Ni-2%Mo-1.5%W-0.8%Ti 系オーステナイト耐熱鋼に Cu を添加したものおよび Cu+B を添加したもののについて, 650°C, 700°C および 750°C でクリープ破断試験を行なった結果について述べる。これは Cu 添加によつてオーステナイト地の強化をねらつたものおよびさらに B を添加したことによる結晶粒界強化の影響を調べるためのものである。そのほか加工硬化した試料の時効による硬度低下とクリープ破断強度との関係について実験したので, 顕微鏡組織とあわせて報告する。

II. 試 料

本実験に用いた試料の化学成分を Table 1 に示す。S1~S3 までの各試料とも C 0.2%, Si 1%, Mn 1%, Ni 12%, Cr 15%, W 1.5%, Mo 2% および Ti 0.8% に一定とし, S1 はこの基本成分で, S2 は S1 に Cu 2.5% 添加したもの, S3 は S2 にさらに B を 0.1% 添加したものである。

試料は高周波誘導炉で 20kg 溶解し, 20mm 角棒に

Table 1. Chemical composition of specimens (%)

Steel No.	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	W	Mo	Ti	Cu	B
S 1	0.23	1.06	1.01	0.007	0.019	12.66	14.78	1.43	2.25	0.76	0.04	—
S 2	0.21	0.92	0.99	0.006	0.015	12.14	14.98	1.32	2.15	0.77	2.73	—
S 3	0.19	0.96	0.97	0.003	0.011	11.97	15.28	1.27	2.10	0.87	2.72	0.115

669.152426-194.56:669.14.014.85:620.17225/2262

pp1990~1992

言 No.64317