

- 3) W. C. LESLIE, et al.: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 221 (1961) 8, p. 691

669.14:539.89:669.111

(260) 鉄-炭素合金系におよぼす圧力の影響

(鉄鋼の諸性質におよぼす圧力の影響—I)

金属材料技術研究所

工博 鈴木 正敏・藤田 充苗

Effect of High Pressure on Some Iron-Carbon Alloys

(Effect of high pressure on the properties of steel—I)

Dr. Masatoshi SUZUKI and Mitsutane FUJITA

1. 緒言

温度とともに熱力学的パラメーターの1つである圧力の物性に対する影響およびその利用に関する研究は、今世紀の初め P. W. BRIDGMAN によつて始められて以来、各分野において関心が高まりつつある。鉄鋼に対する高圧下での研究は状態図¹⁾²⁾⁶⁾、拡散³⁾、塑性加工などに関し、いくつかの報告が散見されるが全体から見てその数も少なく、特にわが国においてはいまだきわめて微々たる現状である。

そこで鉄鋼の諸性質におよぼす圧力の影響について検討するために、最初の段階として、実験方法の決定および鉄-炭素系合金について、圧力約 20~40kb の範囲で実験を行なつた。

高圧を得る方法としては、気体、液体圧縮よりも高温高圧の状態が得られやすく、各種の熱処理も自由に行ないうる可能性の多い固体圧縮を採用した。しかし固体圧縮の場合、他の圧縮手段と比較して試料に静水圧状態の圧力をかけることが困難であり、また圧力の正確な測定も困難である。また圧力室の形状とか組込み方のちがにより、発生圧力の値、分布状態が著しく異なってくる。これまでの報告¹⁾³⁾には、圧力室内の詳細な組込み方、特に細部の寸法などについてほとんど示されていないし、本実験で使用した圧力室は従来報告されているものよりも寸法、特にその長さが大である。したがつてより静水圧に近い圧力を得ることと圧力を正確に測定することとに注意して、圧力室内の圧力、温度の分布状態から組込み方および各部分の寸法を独自に決定することが必要であると考えた。

次に高圧下での鉄-炭素系合金の状態図の変化¹⁾²⁾から、温度上昇時の圧力状態を検討し、固体圧縮の実験としては、比較的低い圧力下で鉄-炭素系合金に対して、冷却速度を変化させて、圧力の影響を顕微鏡組織、硬度の測定から予備的な観察を行なつた。

2. 装置

高圧発生の方法は種々考えられているが⁵⁾、高圧状態を得るには、高い荷重とそれを保持するアンビルが必要である。高い荷重を与える装置として、1000 t の両押し型のプレスを用い、さしあたり 360 t の上部ピストンの

みを使用した。荷重はピストンの油圧により知ることができ、精度は±3 t 程度である。

アンビルはガードル型のもを用い、その全外径 320 mm φ、三層の焼ばめにより圧力室壁のタングステンカーバイドを補強してあり、圧力室の寸法は10 φ×25 mm である。なお截頭円錐形をなすピストンの頂角は 90° のものを使用した。

3. 圧力室の形状決定

圧力室内には試料、加熱炉、断熱材(絶縁材および圧力媒体)、熱電対などを組込む必要がある。これらの組込み方および寸法の違いにより、同一荷重を与えた場合でも同一圧力が発生せず、また圧力状態も変わってくる。まず形状の違いにより、圧力の発生状態をいちじるしく変えるガスケットについて検討した。ガスケットはシリンダーおよびピストンの補強のほか、圧力室内の材料の流出を防ぎ、またガスケット自身おしつぶされて厚さが減少し、圧力室の圧縮に必要なストロークを与える役目をもする。ガスケットは上下2個あるが、上部は熱電対の挿入のため、変形を少なくするように 2 mm 厚さのものを使用した。Fig. 1 は下部ガスケットの厚さを変えた時の、荷重に対する Bi の電気抵抗変化を示したものである。この電気抵抗変化、すなわち Bi の圧力下での転移状態から圧力室の圧力状態がわかる。ガスケットの厚い場合は薄い場合に比べて少ない荷重で転移が起こり、すなわち同一荷重を与えた場合は圧力室内に発生する圧力は高くなる。したがつて厚いガスケットを用いた場合の圧力室内の圧力勾配は大であり、薄いガスケットの場合は小であると考えられる。そこでこれらの点を考えてガスケットの厚さは 7 mm と決定した。この場合 Bi の長さを 6 mm として測定すると、Bi の各転移は、ガスケットの厚さを 8 または 9 mm とした場合と比較して急激に起こり、圧力勾配が中央部 6 mm 程度ではゆるやかになつていくと考えられる。

温度分布は中央部 900°C の時そこから 7 mm 離れた場所で約 100°C の偏差があり、試料挿入可能領域は比較的狭いことがわかる。以上のように圧力状態、温度分布、および挿入物の工作、組込み方の難易を考慮して、

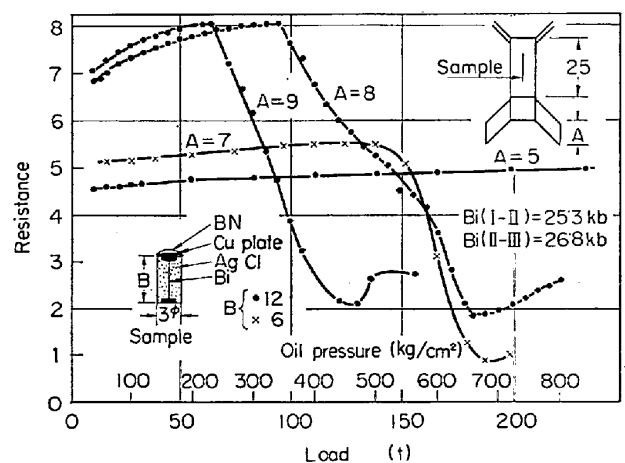


Fig. 1. Effect of thickness of gasket on relation between resistance of bismuth and press load.

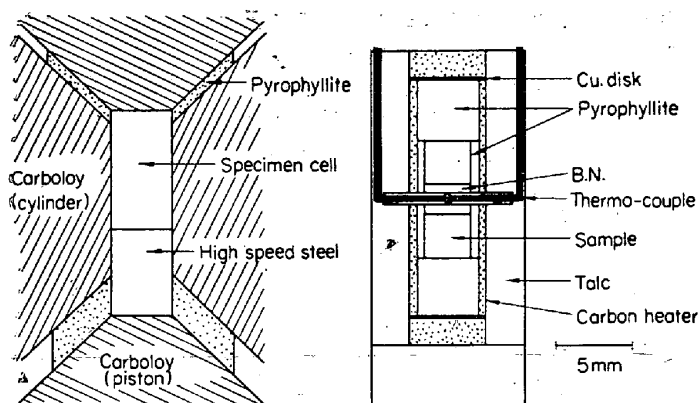


Fig. 2. Detailed drawing of pressure cell region.

Fig. 2 のように決定した。すなわち圧力媒体として Talc および Pyrophyllite (含水珪酸アルミニウム) を使用し 3 mm ϕ \times 3 mm の試料を 2 個 Graphite 製の加熱炉に挿入し、その中間に置いた Boron Nitride に穴をあけて絶縁管で絶縁した熱電対を通して温度の測定を行なった。また加熱は上下ピストンを電源端子として、Graphite 加熱炉への直接通電によって行なった。

4. 圧力および温度の測定

アンビルに与えた荷重と圧力定点との関係を求め、圧力室内の圧力を与えた荷重から推定する方法をとった。圧力定点を Bi(I-II) 25.3kb, Bi(II-III) 26.8kb, Tl(II-III) 37kb として電気抵抗測定試料を作つて、それを Fig. 2 に示した熱電対挿入部分に置き、電気抵抗変化より各転移点を求めた。また電気抵抗測定用の試料を圧縮軸に対して垂直または平行に入れた場合の比較をすると、平行に入れた方が所定の圧力に達するに依り荷重を必要とするが、その差はわずかであり、この領域における圧力はだいたい静水圧に近いものとみなしうる。上記のようにして作られた圧力校正線によると、たとえば 30kb

を得るには 12 t の荷重を与える必要があることがわかる。その精度は ± 1.5 kb 程度である。

以上は常温時の圧力測定であるが、高温時の圧力の確認は状態図の圧力による変化より行なつた。鉄-炭素系合金に対する圧力による状態図の変化は、圧力の増加とともに共析成分が低炭素側に、 A_1 , A_3 変態点は低温側に移るといふ報告から、炭素成分を異にする供試材を使用し、冷却速度 22°C/min で冷却した場合の初析セメントの有無を調べた。その結果、実験結果と L. KAUFMAN の計算⁶⁾した圧力による状態図の変化との間に、だいたい一致がみられ、所定の圧力が高温においても得られているものと考えられる。

温度は Fig. 1 のように、アルメルクロメルの熱電対を挿入することにより測定した。高压下での熱電対の起電力は常圧下でのそれは異なる値を示す。アルメルクロメルの熱電対は圧力による起電力変化は少ないが、これを R. E. HANNEMAN らの圧力補正⁷⁾にしたがつて補正して使用した。温度制御の精度は加熱が直接通電のため 1000°C において $\pm 10^\circ\text{C}$ 程度に止まつた。

5. 鉄-炭素系合金

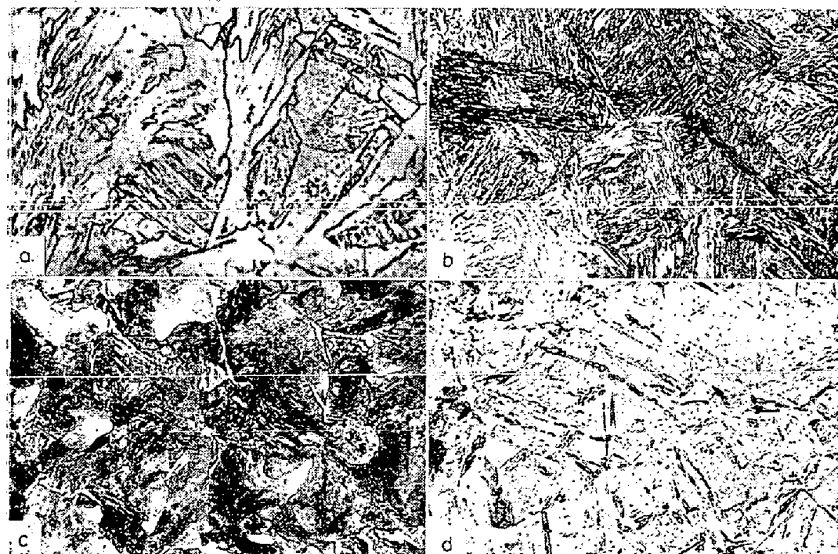
再電解鉄および再電解鉄と、Graphite とから作つた母合金を 0.002%~1.14% C の数種類の成分に配合し、真空溶解、圧延した後寸法精度をだすために線引を行なつて供試材とした。高温高压処理は Fig. 2 に示した圧力室に試料を挿入して所定の高温高压下で 20 min 間保持して種々の冷却を行なつた。

5.1 組織

加熱用電源を切ることによつて得られる本実験の最高の冷却速度である 200°C/sec の場合いずれの試料 (0.002%~1.14% C) においても、常圧ではマルテンサイトが現われない。しかし、たとえば 0.6% C についてみると 21 kb に加圧することによりこの冷却速度でマルテンサイトが現われることが認められた。29kb においては 250°C/min~100°C/min まで冷却速度を遅くして初めてマルテンサイトがみられなくなる。

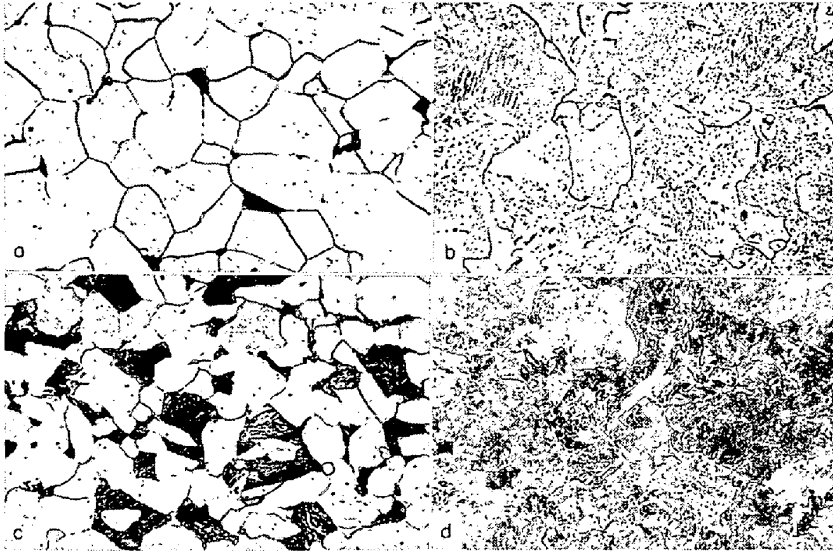
Photo. 1 に 0.09% C および 0.38% C 合金の常圧と 29kb での冷却速度 200°C/sec の場合の組織写真を示す。高压下では一般に拡散速度が低下し、共析温度が低温側にずれるために、nose の位置が低温および長時間側に移動する。したがつてマルテンサイトが現われやすくなるものと考えられる。また 0.09% C のような低炭素の圧力下での急冷組織は写真のごとく、方向性を持つた組織がみられる。

冷却速度が遅い場合、圧力による状態図の変化に起因すると考えられる組織がみられる。Photo. 2 に 0.09% C, および 0.38% C 合金の焼準組織と 29kb の圧力下で冷却速度 22°C/min で徐冷した組織とを示した。高压下でも 0.09% C のように亜共析鋼の場合写真のように微細な炭化物が全面にみられる。これは加圧により共析成分の低炭素側へのずれまた亜共析側の $\alpha + \gamma$ 領域が狭くなること、拡散速度の低下などにより、本実験



(a) 1 atm 950°C \times 20 min 200°C/sec 0.09% C
 (b) 29kb 950°C \times 20 min 200°C/sec 0.09% C
 (c) 1 atm 950°C \times 20 min 200°C/sec 0.38% C
 (d) 29kb 950°C \times 20 min 200°C/sec 0.38% C

Photo. 1. Microstructure of Fe-C alloys.



(a) Normalized 0.09% C
 (b) 29kb 950°C×20 min 22°C/min 0.09% C
 (c) Normalized 0.38% C
 (d) 29kb 950°C×20min 22°C/min 0.38% C

Photo. 2. Microstructure of Fe-C alloys.

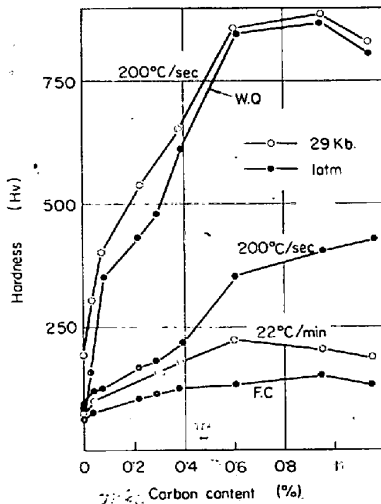


Fig. 3. Effect of pressure on hardness of Fe-C alloys in case of 200°C/sec and 22°C/min cooling rate.

での冷却速度では初析のフェライトがパーライトと分離析出しないものと考えられる。29 kb の圧力下での共析成分に近いと考えられる 0.38% C の試料は全面に微細なパーライトがみられる。また共析成分を越えると粒界に初析セメントイトが現われ、状態図の変化からもわかるように、初析セメントイトの量は増加する。

5.2 硬度

常圧および高圧下において加熱冷却を行ない、その冷却速度を変化させた試料の硬度測定結果を Fig. 3 に示す。冷却速度 200°C/sec の場合両者間の硬度には相当な差が見られるが、これは高圧下ではマルテンサイトが現われ、常圧下では現われないという組織の相異から来ることは明らかである。組織を同じにするために常圧で

水焼入した場合と比較しても圧力処理をした、冷却速度 200°C/sec のもののほうがわずかに高い硬度を示している。冷却速度 22°C/min の場合においては、炉冷した場合と比較してかなり高い硬度を示すが、これら両者間にも組織的な差があることは明らかである。

さらに、処理圧力を増加すればそれにつれて同一冷却条件下でも硬度は上昇するが、その上昇度はそれほど著しくはない。しかしこのような圧力処理による硬度の変化も結局は温度とともに作用することによる組織変化に依存すると考えられ、その一つの証拠として、常温において圧力を加えた試料においては、圧力の大きさによる硬度の変化はあまり見られない。

6. 結 言

固体圧縮法による鋼の圧力処理の実験を開始するに当たっては、圧力下で試料を加熱するための圧力室の組込み方法を決定する必要がある。圧力室を構成する各部分の寸法や形が室内の圧力の大きさやその分布に大きく影響することはこれまでの報告からも明らかであるので、これの適当な Dimension を決定することを、まず行なつた。

この決定にもとづいて組立てた圧力室を用いていくつかの予備的な観察を行なつたが、その結果、圧力による合金の状態図的变化、拡散速度の低下などに伴う組織的な変化は圧力が比較的低い場合でもかなり認められ、温度と圧力との組合わせによる処理の可能性に関して今後の指針を得た。

文 献

- 1) J. E. HILLIARD: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 227 (1963) 4, p. 429
- 2) S. V. RADCLIFFE, et al.: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), (1963) 2, p. 143
- 3) R. E. HANNEMAN, et al.: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 223 (1965) 4, p. 685
- 4) R. E. HANNEMAN, et al.: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 36 (1965) 2, p. 523
- 5) F. P. BUNDY: Modern very high pressure techniques, (1962)
- 6) L. KAUFMAN: Solids under pressure, (1963), New York, McGraw-Hill, to be published.