1.15% Al を含有する 17-7 PH ステンレス鋼の 高温度における機械的性質について*

古 川 徹**

To-oru Furukawa: A Study on the Mechanical Properties of 17-7 PH Stainless Steel Containing 1.15 % Al at Elevated Temperatures (Study on 17-7 PH Stainless Steel (8)). The effects of austenitizing, sub-zero quenching, cold rolling, and aging conditions on the mechanical properties of 17-7 PH stainless steel at elevated temperatures up to 500°C were investigated. The results obtained are summarized as follows: (1) The steel aged properly showed excellent mechanical properties at elevated temperatures up to 500°C. (2) The change of the elevated temperature tensile properties was almost similar to the room temperature properties; the tensile and yield strengths rose rapidly in the early stage of aging and then gradually attain maximum values. At every testing temperature, the maximum tensile and yield strengths obtained by relatively low temperature aging were greater than those by high temperature aging, and the difference decreased with the testing temperature. (3) When the amount of martensite in the specimens austenitized at 950°C and 775°C were regulated in a similar way to the sub-zero treatment, the mechanical properties of the two after aging were seemed to be almost equal, except that the elongation of the former was slightly greater than that of the latter. As the temperature for the sub-zero treatment, -80°C was found to be effective rather than -175°C.

(Received November 13, 1963)

I. 緒 言

17-7 PH ステンレス鋼の常温における機械的性質につい

** 新潟大学工学部機械工学科 (Department of Mechanical Eng., Faculty of Engineering, Niigata University, Nagaoka)

* 1960 年 4 月本会東京大会に発表; 17-7 PH ステンレス鋼の材料学的研究 (第 8 報)

ては多くの報告^{(1)~(12)}があり、筆者もまた 0.73~1.54% Al を含有する鋼種についてオーステナイト調整条件、冷間圧延度、時効条件の影響について述べ、あわせて適正時効条件におよぼす Al 含有量の影響について述べた^{(13)~(16)}。これに較べて、本鋼種の高温度における機械的性質については若干の報告⁽²⁾⁽⁴⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾⁽¹¹⁾があるが、時効条件の影響につ

いては述べられていない。本報告は 1.15% Al を含有する本鋼をオーステナイト調整または冷間圧延し、その後各種の時効処理を施した後 100°~500°C で引張試験を行ない、高温における機械的性質におよぶ時効条件の影響について研究し、さらに常温および高温における機械的性質におよぶ深冷処理条件の影響について研究した結果である。

II. 試料および試験方法

本実験に使用した試料の化学分析値を Table 1 に示す。

Table 1 Chemical composition of specimen.

C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cr %	Ni %	Al %	Cu %	N %
0.08	0.53	0.74	0.018	0.015	17.34	7.24	1.15	0.10	0.04

試験片は前報⁽¹⁶⁾と同じ方法で用意し、同一寸法のものを用いた。実験は溶態化処理後マルテンサイト化のための中間処理としてオーステナイト調整を行なう方法と、冷間圧延を行なう方法とについて行なつた。試料に施した熱処理あるいは加工はつぎのごとくである。

1. 溶態化処理

真空中で 1050°C×0.5 hr 加熱後空冷。

(1) 中間処理

(a) 溶態化処理真空中で 775°C×3 hr のオーステナイト調整後 0°C の水中に急冷し、4 hr 以上保持。

(b) 溶態化処理後真空中で 900°~950°C×1 hr のオーステナイト調整後 0°C の水中に急冷し、その後直ちに -80°C または -175°C に深冷し 8 hr 保持。

(c) 溶態化処理後室温で 70% 冷間圧延。

- (1) 藤田：金属，**28**(1958)，401.
- (2) 川畑，佐藤：金属，**28**(1958)，409.
- (3) G. N. Goller and W. C. Clarke: Iron Age, **165**(1950)，79.
- (4) M. W. Marshall, D. C. Perry and N. R. Harpstar: Metal Progress, **70**(1956)，July, 94.
- (5) J. T. Richards and E. M. Smith: Metal Progress, **71**(1957)，May, 71.
- (6) A. W. Brisbane: WADC, Tech. Rep. 58-400, (1959).
- (7) N. L. Carwile and S. J. Rosenberg: WADC, Tech. Rep. 58-653, (1959).
- (8) J. V. Gluch and J. W. Freeman: WADC, Tech. Rep. 59-339, (1959).
- (9) D. C. Ludwigson and A. M. Hall: DMIC Rep. 111, April, 20, (1959).
- (10) D. A. Roberts, D. B. Roach and A. M. Hall: DMIC Rep. 112, May, 1, (1959).
- (11) R. J. Favor, O. L. Deel and W. P. Achbach: DMIC Rep. 137, Sept., 23 (1960).
- (12) W. G. Boyd and W. H. McCarthy: NAI Rep. 58-569, Oct., (1961).
- (13) 佐藤，古川：本誌，**22**(1958)，253.
- (14) 佐藤，古川：本誌，**23**(1959)，281.
- (15) 佐藤，古川：本誌，**24**(1960)，96.
- (16) 佐藤，古川：1962 年 10 月本会 広島大会に発表，投稿中。

(2) 時効処理

上記の処理後 400°~550°C で、その温度に応じて 1/6~1000 hr 真空加熱後空冷。

以上の各処理を施した後、機械的試験を行なつた。高温での試験では、試験片の温度制御は千野製電位差計式自動温度調節計を用いた。試験片全長の温度差は 2°C 以内、試験中の温度変化は ±2°C 以内であつた。短時間引張試験の場合は、試験片が所定温度に達してから 10 min 保つた後行なつた。荷重-伸びの関係は、室温の引張試験ではフッゲンベルガー精密歪計によつて求めたが、高温での引

張試験では歪計を取付けることができなかったので試験機付属の荷重-伸び自記装置によつて求め、これらの関係線図から耐力をきめた。引張クリープ試験は JIS-Z 2271 によつて行なつた。ただし伸び計を試験片の標点位置に取付けることができなかったため、上下のチャックの動きをダイヤルゲージで測定し、この差を伸びとして取扱つた。したがって厳密には、標点間の伸びとは若干異なる。なお負荷開始と同時に伸びの測定を行なつたので、全負荷までの伸びと全負荷後の伸びを区別することができた。

III. 実験結果およびその考察

1. 775°C でオーステナイト調整した試料の結果

Fig. 1 は溶態化処理後 775°C でオーステナイト調整した後 400°C で時効処理を施した試料の室温、および 100°

Fig. 1 Relation between aging time at 400°C and mechanical properties of austenitized 17-7 PH stainless steel at various temperatures.

～500°C における引張試験結果を示す。各試験温度の場合とも、1～5 hr の時効処理で引張強さ、耐力は急速に上昇し、その後はゆるやかに上昇して 200 hr 時効で極大値を示した後徐々に低下したが、試験温度が上昇するにつれてこれらの値の上昇の割合は小さくなった。

Fig. 2 は同じ前処理後 525°C で時効処理を施した試料の試験結果を示す。時効反応の進行に伴う引張強さ、耐力および伸びの変化は Fig. 1 の場合と同様の経過を示すが、時効温度が高いため硬化は急速に進み、引張強さおよび耐力は 0.5～1 hr 時効で極大値を示した。しかしながら引張

Fig. 2 Relation between aging time at 525°C and mechanical properties of austenitized 17-7 PH stainless steel at various temperatures.

Fig. 3 Best aging conditions at each aging temperature and their mechanical properties at various testing temperatures.

強さおよび耐力については、全体としての値および極大値ともに 500°C 以下で時効処理を施した試料の値より低い。

同様の実験を 450°, 475°, 500°, 550°C で時効処理を施した試料について行なった。以上の実験結果から、高温試験においても室温試験の場合と同様に、それぞれの時効温度によって定まるある時効時間で機械的性質が極大値を示すことがわかった。各時効温度で最良の結果を示した時効時間と、それらの時効処理を施した試料が各試験温度で示した機械的性質を **Fig. 3** に示す。本図および前記の実験結果から、各試験温度において時効温度の低い試料が高い引張強さと耐力を示すが、この傾向は試験温度が高くなるにつれて少なくなることがわかる。伸びは試験温度によって著しい影響は受けないが、それでも試験温度の上昇につれて全体として増加する傾向を示した。

2. 冷間圧延を行なった試料の結果

Fig. 4 は溶態化処理後 70% 冷間圧延を行ない、その後 400°C で時効処理を施した試料の引張試験結果を示す。Fig. 1 の場合と殆んど同様の経過を示し、引張強さおよび耐力は 200 hr 時効で極大値を示した。冷間圧延度が高いため、全体的に引張強さおよび耐力は Fig. 1 の値より高く、伸びは少ない。

Fig. 5 は同じ前処理後 525°C で時効処理を施した試料の実験結果を示す。Fig. 2 の場合と同様に、時効温度が高いため硬化は急速に進み、引張強さおよび耐力は 0.5 hr 時効で極大値を示した。しかし、これらの値は Fig. 4 の値より低い。中間処理としてオーステナイト調整した試料の場合、および冷間圧延した試料でも 500°C 以下で時効処理を

Fig. 4 Relation between aging time at 400°C and mechanical properties of cold rolled 17-7 PH stainless steel at various temperatures.

施した試料の場合には現われなかつた現象であるが、本図では試験温度が 500°C の場合に過時効の試料は時効処理を

施さない状態、すなわち冷間圧延のままの状態より低い値を示した。この傾向は時効温度がこれより高くなるとさら

Fig. 5 Relation between aging time at 525°C and mechanical properties of cold rolled 17-7 PH stainless steel at various temperatures.

Fig. 6 Best aging conditions at each aging temperature and their mechanical properties at various testing temperatures.

に著しくなり、550°C 時効試料では過時効になると試験温度が 400°C の時にも認められた。

同様の実験を 450°, 475°, 500°, 550°C で時効処理を施した試料について行なった。以上の実験結果から、冷間圧延試料が各時効温度で最良の結果を示した時効時間と、それらの時効条件の試料が各試験温度で示した機械的性質を Fig. 6 に示す。冷間圧延度が高く、高合金濃度のマルテン

サイト変態を進行させた後 400°~550°C で時効処理を施した試料を用いて、室温および 500°C 以下の高温における機械的性質と熱処理条件の関係をみた。

3. 950°C で オーステナイト 調整し、 深冷処理を施した試料の結果

前報⁽¹⁶⁾でオーステナイト調整温度範囲として 750°~825°C を選んだのは、この温度範囲でオーステナイト調整後急冷すると、Ms 点が高いため マルテンサイトが大量に生ずるという観点からであつた。同時に前報⁽¹⁶⁾から 900°~950°C でオーステナイト調整した試料は、750°~825°C でオーステナイト調整した試料に較べて遊離の炭化物量が少ないことがわかる。したがって深冷処理などによって両者のマルテンサイト量を同一にするならば、その後の時効処理によって両者が異なつた機械的性質変化を示すかも知れないであろうこと、および今井、泉山⁽¹⁷⁾の報告からも推定できるが、深冷処理温度によつても機械的性質が影響されるであろうことが考えられる。この点を検討するため本実験を行なった。900°~950°C でオーステナイト調整した後 0°C の氷水中に急冷したままでは、オーステナイト中の合金濃度が高いため Ms 点が低く、したがってこのままではマルテンサイト量が少ないので直ちに -83°C または -175°C に深冷し、それらの温度に 8 hr 保つてマルテン

Fig. 7 Effects of austenitizing, sub zero quenching temperature, and aging time at 400°C on mechanical properties of 17-7 PH stainless steel at room temperature.

サイト変態を進行させた後 400°~550°C で時効処理を施した試料を用いて、室温および 500°C 以下の高温における機械的性質と熱処理条件の関係をみた。

(17) 今井、泉山：本誌，27 (1963)，170，

Fig. 7 は上記のオーステナイト調整, および深冷処理後 400°C で時効処理を施した試料の室温における機械的性質と熱処理条件の関係を示す。900°C から水冷後,あるいは 950°C から水冷後 -80°C で深冷処理した試料は殆んど同様の経過と機械的性質を示した。これらはまた前報⁽¹⁶⁾の 750°C ~ 825°C でオーステナイト調整した試料と殆んど同様の経過と値を示している。950°C でオーステナイト調整後 -175°C で深冷処理をした試料は全体として硬さ, 引張強さおよび耐力は低かつた。

同様の実験を 450°C ~ 550°C で時効処理をした試料について行なつたが, Fig. 7 と同様の結果が得られた。これら一連の実験結果から 900°C でオーステナイト調整した試料と 950°C でオーステナイト調整した試料は, その後の熱処理が同一であれば殆んど同じ機械的性質を示すこと, および -175°C で深冷処理した試料のそれらに比較して全体的に低いことがわかる。この点については今井, 泉山の報告⁽¹⁷⁾の他 Kubyshkina らの報告⁽¹⁸⁾があり, 極度の低温に急冷したためオーステナイトのマルテンサイトへの変態量が少なくなつたためと考えるが, X線回折の結果からは明らかな結果は得られなかつた。

室温における機械的性質におよぼす深冷処理温度の影響は以上の実験からわかつたが, 高温における機械的性質におよぼす深冷処理温度の影響をみるためつぎの実験を行なつた。時効条件は室温実験で最良の機械的性質を示した時効条件 (400°C × 100 hr, 400°C × 200 hr) を選んだ。

Fig. 8 は溶体化処理後 950°C × 1 hr 水冷 (0°C) 後 -80°C または -175°C で 8 hr 深冷処理後 400°C で 100 hr または 200 hr 時効処理を施した試料の高温引張試験結果を示す。

Fig. 8 Effects of sub zero quenching temperature on mechanical properties of 17-7 PH stainless steel at various temperatures.

(18) T. D. Kubyshkina, L. M. Pevzner and Ya. M. Potak: Metalloved, i Obrab. Metallov, Aug., (1960), #8, 9.

この場合も -175°C で深冷処理を行なつた試料は -80°C で深冷処理を行なつた試料より, 各試験温度において

Fig. 9 Relation between aging time at 400°C and mechanical properties of sub zero quenched 17-7 PH stainless steel at various temperatures.

Fig. 10 Relation between aging time at 525°C and mechanical properties of sub zero quenched 17-7 PH stainless steel at various temperatures.

低い機械的性質を示した。

以上の結果から高温における機械的性質におよぼす時効条件の影響をみるための実験試料に対しては, オーステナイト調整処理として 950°C × 1 hr · 水冷 (0°C), その後の深冷処理として -80°C × 8 hr を施こした。

Fig. 9 は上記の前処理後 400°C で時効処理を施した試料の高温における引張試験結果を示す。775°C でオーステナイト調整した試料の結果と比較すると, 伸びは全体的に若干大きく, 試験温度が 300°C 以下の場合に引張強さが若干低い, その他は殆んど同様の経過と機械的性質を示した。

Fig. 10 は同じ前処理後 525°C で時効処理を施した試料の実験結果を示す。この場合は 775°C でオーステナイト調

整した試料と殆んど同様の機械的性質を示した。

同様の実験を450°~500°Cで時効処理を施した試料につ

Fig. 11 Best aging conditions at each aging temperature and their mechanical properties at various testing temperatures.

いて行なった。これらの一連の実験結果から、各時効温度で最良の実験結果を示した時効時間と、それらの時効条件の試料が各試験温度で示した機械的性質をFig. 11に示す。

以上の実験結果はMarshallら⁽⁴⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾⁽¹¹⁾の結果および著者の775°Cでオーステナイト調整した試料の結果と殆んど同様の値を示している。Marshallらによれば950°Cでオーステナイト調整した試料と750°~800°Cでオーステナイト調整した試料の間にはその機械的性質においてかなりの差が認められるが、これは前者では510°Cでの時効処理試料(いわゆるRH 950)であり、後者では565°Cでの時効処理試料(いわゆるTH 1050)の結果を比較しているものであつて、同一時効条件の試料の値ではない。時効条件の違いによって、得られる機械的性質に差のあることは著者の系統的な一連の実験結果から明らかである。前報⁽¹⁶⁾および本報の実験結果から、750°~825°Cでオーステナイト調整した試料と950°Cでオーステナイト調整した試料の時効処理後の機械的性質は、後者の伸びが前者より若干大きい他は硬さ、引張強さ、耐力は殆んど同様の値を示すことがわかる。このことは本鋼の時効処理後の硬さ、強さは添加元素によって固溶体強化されたマルテンサイトの量*と、時効処理による α' 相(Ni, Alの関与する金属間化合物)やCr炭化物の生成に伴う格子歪の相乗作用および分散強化一主と

* 1963年4月本会東京大会に発表；別報(本鋼の時効硬化機構に関する研究)で詳しく報告するが、電解分離法によって研究した結果によれば、中間処理状態では α' 相は極く微量であり、またCr炭化物も少ない。しかしながら、厳密に言えばMs点で約60°Cの差を生ぜしめるだけの化学組成の差があるはずであるが、その差が比較的少ないので固溶体強化作用という面ではあまり差が現われないものと考えられる。

して α' 相の生成に基因する効果が大きく作用するものと考ええるが—などによつて支配されるものであることを物語っているように思われる。(勿論冷間加工材では、さらに加工硬化が影響するが)

4. 引張クリープ試験の結果

溶態化処理後775°Cでオーステナイト調整し、その後475°C×8 hrの時効処理を施した試料について、前記の実験方法によつて、400°~500°Cで引張クリープ試験を行なった。実験結果の一部をFigs. 12, 13に示す。この結果から、クリープ歪をパラメータとして引張応力—時間線図に纏めた結果をFigs. 14, 15に示す。本図から400°C・100 hr ラプチャー強さを求めると約95 kg/mm², 500°C・100 hr ラ

Fig. 12 Creep curves for tensile creep tests of 17-7 PH stainless steel at 400°C.

Fig. 13 Creep curves for tensile creep tests of 17-7 PH stainless steel at 500°C.

プチャー強さを求めると約50 kg/mm²であり、この温度範囲においては優れた強さを有することがわかる。なお全

荷重時までの伸びに対する試験温度、荷重、および荷重速度の影響については、本研究の目的と別の研究に属するの

Fig. 14 Stress versus time for various amounts of creep strain and rupture at 400°C.

るとつぎのごとくである。

(1) 時効処理に伴う強さの変化は、室温試験の場合と同様に、短時間の時効で急速に上昇しその後ゆるやかに上

Fig. 15 Stress versus time for various amounts of creep strain and rupture at 500°C.

Photo. 1 Electron micrograph of 17-7 PH stainless steel (1050°C×0.5 hr.WQ, 775°C×3 hr.WQ (0°C×4 hr), 475°C×8 hr.AC, tensile creep: 45 kg/mm²×8 hr at 475°C and 475°C×20 hr.AC (×10000))

で本報で深くは述べないが、本実験結果から、全荷重時までの伸びは試験温度が高いほど大きく、またその温度によって定まる臨界荷重までは比較的少ないが、その荷重を超すと急に大きくなるように思われる。

Photo. 1 は上記の熱処理後 475°C で、引張応力 45 kg/mm² で 8 hr クリープを行ない、さらに 475°C×20 hr 時効を施した試料の電子顕微鏡組織および粒界付近の抽出レプリカ写真を示す。電子回折の結果、粒界の大きい析出物は $M_{23}C_6$ 型の Cr 炭化物であった。本実験で確認はできなかったが、粒内の微粒子析出物が α' 相と考える。

IV. 結 言

1.15% Al を含有する 17-7 PH ステンレス鋼の高温強さにおよぼすオーステナイト調整温度、深冷処理温度、冷間圧延、時効処理条件の影響をみた。得られた結果を要約す

昇して、時効温度によって定まるある時効時間で極大値を示す。強さの上昇の度合は試験温度が高いほど小さい。全体としての値および極大値は、各試験温度において、時効温度が 400°~500°C の場合に高く、525°C を超すとかなり低下する。なおこの傾向は試験温度が高くなるほど小さくなる。

(2) 950°C でオーステナイト調整した試料と 750°~825°C でオーステナイト調整した試料では、深冷処理などにより両者のマルテンサイト量をほぼ同一にすれば、時効処理によって得られる機械的性質は前者の伸びが若干大きい他殆んど同様の値を示した。深冷処理は -175°C より -80°C で行なつた試料の方が室温および高温で良好な機械的性質を示した。

(3) 時効条件を適正に選べば、500°C 以下の高温短時間引張試験あるいは引張りクリープ試験において優れた強さを有する。

(4) 本鋼の時効処理後の硬さ、強さは固溶体強化されたマルテンサイトの量と時効処理による α' 相や Cr 炭化物の生成に伴なう格子歪と分散強化などに支配されると考える。

本研究は東北大学名誉教授佐藤知雄博士の御指導によって行なつた。厚く感謝する。なお研究を遂行するに当たり多くの便宜と助言を与えられた東北大学金属材料工学科教授金子秀夫工学博士および助教授西沢泰二工学博士に深く感謝する。