調質ニッケル・クロム鋼のじん性に及ぼす高温負荷の影響*

堀 捷 樹** 吉 田 彰*** 田 中 政 夫****

Effect of the Loading at Elevated Temperature on the Toughness of Tempered Ni-Cr Steel

by

Toshiki HORI

(Amatsuji Steel Ball Co., Ltd., Kadoma)

Akira YOSHIDA

(Faculty of Engineering, Okayama University, Okayama)

and Masao TANAKA

(College of General Education, Osaka University, Toyonaka)

It is studied in this report how the toughness of tempered Ni-Cr steel changes after this steel had been loaded at elevated temperature for long time.

The main results are as follows:

- (1) The behavior of transition temperature depends upon the loading method, loading temperature and loading time. The rise of transition temperature is more remarkable in the case of higher loading temperature and of longer loading time. And the dynamic loading such as rotating bending makes the transition temperature to rise higher than the static tensile loading.
- (2) The rise of transition temperature corresponds with the increase of the carbon and chromium contents in deposit and the extent of boundary etching.

It is concluded from these results that the tempered Ni-Cr steel should be used carefully, since this steel is remarkably embrittled under the condition of dynamic loading at elevated temperatures for long time.

(Received Dec. 5, 1973)

1 緒 言

一般に、ニッケル・クロム鋼は、その調質に際し、焼入れ、焼もどし後これを急冷しないと著しくぜい化し、いわゆる焼もどしぜい性の現象を示す。それゆえこれらの鋼種の調質に際しては、焼もどし後急冷した状態で使用するのを標準としている。しかし、焼もどしぜい性は焼入れた試料を焼もどす場合にのみ起こるとは限らず、標準状態に調質されたものを450~600℃の温度に再加熱すると、その再加熱温度と時間によって第一ぜい性が現われ、またその冷却方法によっては第二ぜい性が現われる。

一方、機械構造部材は室温状態のみならず高温状態でも使用される場合が多く、たとえば製油装置用やタービン用の鋼材のように、400~550℃の比較的高温で

で長時間使用する材料についてはこのぜい性が問題になる。またこれらの用途に使われる部材は単に高温状態にあるばかりでなく、高温で静的あるいは動的応力を受ける場合が多い。したがって、調質ニッケル・クロム鋼部材の選択使用に対しては、その使用温度、時間、応力などのじん性に及ぼす影響を充分には握して、その設計に当たらねば、ぜい化現象の発生により不慮の事故を招くおそれがある。

そこで、本報告においてはこの基礎研究として調質ニッケル・クロム鋼が高温でしかも荷重作用下では、そのじん性がどのような影響をうけるかを明らかにする目的で、温度(室温~500℃)、時間(~100 hr)、応力(静的および動的応力)などの条件を種々組み合わせ、それぞれの条件下にさらされた試料のじん性度の変化をその延性-ぜい性遷移温度を求めることにより測定した。またさらに、それぞれの試料についてそれらを電解分離してその残査の化学分析を行なうとともに顕微鏡組織試験等も同時に行ない、これらと遷移温

* 原稿受理 昭和48年12月5日

** (株)天辻鋼球製作所 門真市上野口

*** 正 会 員 岡山大学工学部 岡山市津島

**** 正 会 員 大阪大学教養部 豊中市待兼山町

度の挙動との比較検討もした。

2 実験方法

本実験に用いた材料は構造用合金鋼 SNC2 で、これを所定の形状、寸法の試験片に機械加工後、焼入れは $850^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min}$ 塩浴加熱、油冷、焼もどしは $600^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min}$ 塩浴加熱、水冷した。熱処理後の供試片はソルバイト組織を呈し、良好な機械的性質（じん性）を示した。なお供試材の化学成分は前報のものと同一である。試験はこのような熱処理を施した調質供試片を種々の温度に再加熱したり、また再加熱中に静的、動的負荷を与える方法により実施した。再加熱中の静的負荷は高温引張クリープ試験機を利用して与えた。この場合の試験片の形状、寸法は Fig. 1 (a) に示すとおりで切欠き底の引張りに対する形状係数は 3.6 である。また再加熱中の動的負荷は小野式高温回転曲げ疲労試験機 (3600 r.p.m.) を用いて与えた。この場合の試験片の形状寸法は Fig. 2 (a) に示すとおりで、切欠き底の曲げに対する形状係数は 3.2 である。なお負荷を与えない試験片としては Fig. 2 (a) に示すものを用いた。各試験片の切欠き底はエメリー紙研摩仕上をした。さて、各温度で静的あるいは動的荷重を与えたそれぞれの試験片は炉冷（あるいは水冷）後、遷移温度を求めるため衝撃試験をした。その衝撃試験片は Fig. 1 (a) および Fig. 2 (a) に示す各試験片の両端または一端を切断し、Fig. 1 (b) および Fig. 2 (b) に示す形状、寸法としたものを用いた。また衝撃試験機としてはアイゾット衝

Fig. 1. Shapes and dimensions of test specimens for static loading (a) and for impact test (b).

Fig. 2. Shapes and dimensions of test specimens for dynamic loading (a) and for impact test (b).

撃試験機を用い、衝撃試験速度 3.46 m/s で試験した。一方それぞれの再加熱条件で試験された試料の遷移温度の挙動を考察するため、各試料の顕微鏡組織試験および電解分離により得られた残渣の化学分析等を同時に行なった。顕微鏡組織試験に用いた腐食液はピクリレ酸のエーテル溶液に逆性石ケンを加えた試薬で、腐食時間はすべて 13 min とした。また各試験片の切欠き部付近から電解分離法により残渣を得、この残渣中の炭素およびクロムについて化学分析を行なった。電解条件は、電流密度: 10 mA/cm^2 、電解液: 0.2 N 塩酸 + 5% クエン酸ソーダ、電解時間: 50 hr である。

3 実験条件

調質された供試片の再加熱によるじん性度の変化を明らかにするため、再加熱として焼もどしぜい化温度範囲 ($450 \sim 575^{\circ}\text{C}$) 以下の室温、 200°C 、 400°C とその範囲内の 500°C で試験した。そして再加熱中の負荷の影響をみるため負荷の種類として無負荷、静的負荷、動的負荷の 3 種を、また負荷時間は 10 hr および 100 hr を与えた場合について試験した。なお再加熱後の冷却は、この鋼種の実用状態を考えて炉冷とした。負荷応力は Fig. 3 および 4 に示す調質供試片の高温引張試験および高温疲労試験の結果から決定した。Fig. 3 は標点距離 64 mm、直径 8 mm の JIS 2 号試験片を

Fig. 3. Mechanical properties of tempered Ni-Cr steel.

Fig. 4. S-N curves of tempered Ni-Cr steel.

用いて求めた高温引張試験結果である（降伏点は 0.2 %降伏点）。図より調質 Ni-Cr 鋼の引張強度，降伏点は 500℃で急激に減少し，伸び，絞りが増加することがわかる。Fig. 4 は Fig. 2 (a) に示す試験片を用いて室温および 500℃で行なった回転曲げ疲労試験の結果で，室温での疲労限度は公称応力で 19 kg/mm²，500℃での繰返し数 10⁷ に対する疲労限度は 15 kg/mm² である。そこで，これらの結果より小野式高温回転曲げ疲労試験機を用いての動的負荷試験の応力としては公称応力 15 kg/mm² の約半分である 8 kg/mm² を与えて試験することとした。なおこの負荷応力による試験片切欠き底における最大応力は，曲げに対する形状係数 3.2 より 25.6 kg/mm² となり，降伏点に比して充分小さく，その 32~54% である。また静的負荷試験の応力は切欠き底に発生する最大応力を動的応力の場合と同じく 25.6 kg/mm² とし，そのため引張りに対する形状係数 3.6 より計算して，公称応力で 7.1 kg/mm² とした。以上のようにして決定した実験条件を整理すると Table I のようになる。なお再加熱温度 500℃においては，遷移温度に及ぼす負荷時間の影響

Table I. Testing conditions.

Loading method at elevated temperature	No loading	Static tensile loading	Rotating bending loading
Nominal stress (kg/mm ²)	0	7.1	8.0
Loading temperature (°C)	Room temp., 200, 400, 500		
Loading time (hr)	10, (50), 100		
Cooling method after loading	Furnace cooling, (Water cooling)		

をみるため，負荷時間 10, 100 hr の外に 50 hr の場合も試験した。さらに再加熱温度 500℃，負荷時間 100 hr においては遷移温度に及ぼす再加熱後の冷却速度の影響をみるため，炉冷の外に水冷の場合も行なった。炉冷時の平均冷却速度は，静的負荷後で，再加熱温度 500℃の場合 3.2°C/min (500→200℃)，400℃の場合 2.4°C/min (400→200℃)，200℃の場合 1.0°C/min (200→100℃)，また動的負荷後で，再加熱温度 500℃の場合 3.8°C/min，400℃の場合 2.9°C/min，200℃の場合 1.7°C/min である。なお無負荷後の炉冷速度は静的負荷後のものと同じである。

4 実験結果および考察

4.1 試験温度-衝撃エネルギー曲線

調質ニッケル・クロム鋼を，Table I に示す種々の条件下で試験した各試験片の試験温度-衝撃エネルギー曲線の例を Fig. 5 および 6 に示す。なお本実験の範囲内においては，高温負荷前後における試験片のかたさ (HrC 24~26) および試験片切欠き形状にはほとんど

Fig. 5. Test temperature-impact energy curves of the specimens loaded at room temperature.

Fig. 6. Test temperature-impact energy curves of the specimens loaded at 500°C.

変化はみとめられなかった。また高温負荷後の試験片切欠き底にはき裂発生も観察されなかった。したがって，試験温度-衝撃エネルギー曲線の挙動には，き裂の影響は含まれておらず，試験片材質本来の挙動を与えている。Fig. 5 は室温で種々の条件の負荷を与えた後の試験温度-衝撃エネルギー曲線を示す。同図で白丸印は調質材（じん性材）の結果である。Fig. 5 より負荷を与えた方が，また負荷時間の大きな方が，さらに静的負荷より動的負荷を与えた方が試験温度-衝撃エネルギー曲線は高温側に移行し，ぜい化の傾向にある。再加熱温度 200℃の場合は，室温の場合に比べ試験温度-衝撃エネルギー曲線は全体的にやや高温側に移行した。そしてこの場合も動的負荷試料の試験温度-衝撃エネルギー曲線が最も高温側に移行し，以下静的負荷，無負荷の順であり，負荷時間の大きなほどその傾向は著しかった。400℃の場合は，室温 200℃の場合に比して，試験温度-衝撃エネルギー曲線はさらに全体的にかなり高温側に移行していた。しかし負荷方法，負荷時間の影響の傾向は前者の場合とほぼ同様であった。Fig. 6 は，500℃の場合の結果で，試験温度-衝撃エネルギー曲線は前者に比べ全体として著しく高温側に移行している。そして負荷方法，負荷時間の影響の傾向は前者の場合と同様であるがその程度は著しい。また Fig. 6 には 500℃で 100 hr 負荷した後水冷した試験片の試験温

度-衝撃エネルギー曲線をも示したが、試験温度-衝撃エネルギー曲線は動的負荷の場合が最も高温側にあり、静的負荷、無負荷の順である。そしていずれの負荷方法においても炉冷の場合の方が水冷の場合より曲線がやや高温側に移行している。

4・2 遷移温度に及ぼす負荷温度の影響

それぞれの再加熱温度で負荷した後の試験片のじん性、ぜい性評価は遷移温度にて行ない、遷移温度の高いものほどぜい化されているとした。また本実験において遷移温度は、試験温度-衝撃エネルギー曲線において、衝撃エネルギーが 8 kg・m となる時の温度として求

めた。この衝撃エネルギー 8 kg・m は本実験においてはそれぞれの曲線の最大および最小衝撃エネルギーの和のほぼ半分を与え、その衝撃破面はじん性破面、ぜい性破面それぞれ約50%ずつからなる。Fig. 7はこのようにして求めた遷移温度を再加熱温度に対して示したものである。負荷時間 10 hr の場合、温度が室温より 200℃になっても遷移温度の上昇はいずれの負荷方法においてもわずかで、これよりほとんど材質的变化がないと考えられる。また加熱温度が 400℃になると、遷移温度はいずれの負荷方法においても平均50℃ぐらゐ上昇し、かなりぜい化の傾向にある。さらに加熱温度が 500℃になると、遷移温度の上昇は平均 110℃ぐらゐとなり、著しいぜい化現象を示す。負荷時間 100 hr の場合、遷移温度の上昇は加熱温度 200℃のときで室温に比べ平均20℃ぐらゐ、加熱温度 400℃のときで 60℃ぐらゐ、そして加熱温度 500℃のときで 130℃ぐらゐである。

以上のように負荷時間10および 100 hr の場合において、いずれの負荷方法においても加熱温度 200℃まではあまりぜい化現象はみられないが、加熱温度が 400℃になるとかなりぜい化し、加熱温度500℃ではさらに著しくぜい化傾向にある。そこでつぎにこのような挙動を電解分離により得られた残査中の炭素とクロムの量および顕微鏡組織写真より検討した。Fig. 7 上部に無負荷で加熱時間 100 hr の場合の試料の残査中の炭素とクロム量の変化を示した。炭素およびクロム量とも遷移温度が上昇するにつれて増加している。またクロム量は加熱温度 200℃まではほとんど変化しな

Fig. 7. Relation between loading temperature and transition temperature.

Fig. 8. Microstructures at the vicinity of the notch root of specimens. All the specimens are etched for 13 minutes by a solution of picric acid, ethyl ether and alhyl-dimethyl-benzyl-ammonium chloride.

いが、加熱温度が 400℃になるとやや増加し、500℃では著しく増加している。Fig. 8(a)~(e)は負荷時間 100 hr の場合の高温負荷後の顕微鏡組織を示す。なお、Fig. 8 は各種試料の切断面切欠き底近傍を前記腐食液で腐食したものである。室温の場合は、いずれの場合も粒界腐食はほとんどみとめられないが、加熱温度が上昇するにつれて粒界腐食の著しいのがみられ、さきの遷移温度の挙動と対応している。また Fig. 8 の顕微鏡組織写真さらにレプリカ電子顕微鏡観察より、析出物が比較的一様に観察されたが、これは前報で示したと同様な X 線回折結果より Fe_3C であることが判明し、クロム炭化物その他は同定できなかった。したがって、クロム炭化物が存在するとすれば、それはわずかであるか、また 0.1μ 以下のきわめて微小なものであると考えられる。このように加熱温度上昇に伴う残査中の炭素とクロム量の変化および粒界腐食の挙動が遷移温度の挙動と明確に対応していることから、加熱温度 400, 500℃の場合に生じる著しいぜい化は粒界に微細なクロム炭化物あるいはクロムに関連したある種成分が偏析するためと考えられる。

4・3 遷移温度に及ぼす負荷時間の影響

Fig. 9 は遷移温度に及ぼす負荷時間の影響を示す。室温の場合は遷移温度は負荷時間にはほぼ比例して漸増する。加熱温度が高温になると、負荷時間 10 hr まで遷移温度は急増し、その後は漸増する。そして負荷時間の増大に伴う遷移温度上昇の度合は、いずれの再加熱温度の場合でも、無負荷状態より負荷状態の場合の方が大きく、またその内でも動的負荷の場合が最も大きい。一方、残査中の炭素とクロム量を、無負荷で加

Fig. 9. Relation between loading time and transition temperature.

熱温度 500℃の場合についてみると、遷移温度の挙動とはほぼ同様に負荷時間の増大に伴い増加している。また Fig. 8 (d'''), (d''), (d') の顕微鏡組織の比較より、じん性材(a)においてはほとんど粒界腐食はみられないが、負荷時間 10 hr (d''') においては明確な粒界腐食が観察され、負荷時間 50 hr (d''), 100 hr (d) の順に粒界腐食の程度が徐々に増大しており、遷移温度の挙動と対応している。このように負荷時間に対する遷移温度の挙動と残査中の炭素、クロム量および粒界腐食の程度が対応していることより、負荷時間の増大に伴うぜい化現象は微細なクロム炭化物あるいはクロムに関連したある種成分の粒界偏析が負荷時間の増大とともに多くなることに基因すると考えられる。

4・4 遷移温度に及ぼす負荷および冷却方法の影響

遷移温度に及ぼす負荷方法の影響は、Fig. 8, 9 から明らかなように、動的負荷が最も著しく、つぎに静的負荷で、無負荷の場合が最も少ない。Fig. 10 は加熱温度 500℃、負荷時間 100 hr の場合について、

Fig. 10. Relation between loading method and transition temperature.

負荷方法の相違による遷移温度および残査中の炭素とクロム量の変化を示す。遷移温度は無負荷の場合が最も低く、静的負荷、動的負荷の順に上昇し、残査中のクロム量もほぼ同様に増大している。また残査中の炭素量は無負荷と静的負荷ではほとんど変化がないが、動的負荷では増加している。一方、Fig. 8(a)~(e)より、粒界腐食の程度は概して動的負荷、静的負荷、無負荷の順で、動的負荷の場合が最も大きくなっている。このように動的負荷の場合に最もぜい化作用が著しいのは、微細なクロム炭化物やクロムに関連したある種成分の粒界への拡散が動的負荷により最も活性化されるためと考えられる。

Fig. 11 は、加熱温度 500℃、負荷時間 100 hr の場合について、遷移温度に及ぼす高温負荷後の冷却速度の影響をみたもので、無負荷、静的負荷、動的負荷の場合、水冷時の遷移温度は炉冷時のものに比してそれ

F: Furnace cooling, W: Water cooling,
T: Transition temperature,
C: Carbon content, Cr: Chromium content

Fig. 11. Relation between cooling method and transition temperature.

ぞれ 6, 5, 8 °C 低いだけで, 本実験範囲内では 3 者によりあまり相違はみられない. また無負荷の場合には残査の化学分析結果をも示したが, 残査中の炭素量は炉冷, 水冷の場合ともほとんど同じで, クロム量は炉冷の方が 0.8 % だけ多くなっている. さらに Fig. 8 (d) (d') の比較より, 粒界腐食の程度は炉冷の方が水冷の場合よりやや大きい傾向にある. このように冷却方法の相違による遷移温度, 残査の化学分析, 粒界腐食試験の結果はよく対応し, 再加熱後の冷却速度に依存する第二ぜい性は本実験範囲内ではわずかしきみとめられなかった.

5 結 言

調質ニッケル・クロム鋼が 200~500 °C の温度で外力を受けながら長時間使用された場合, そのじん性がいかに変化するかを研究した. その主な結果を要約すると次のようになる.

(1) 遷移温度の上昇度は加熱温度に左右され, 200 °C においてはそれほど著しくないが, 400~500 °C で著しく, しかも応力が作用している場合はその上昇度はさらに大きい.

(2) またこの上昇度は静的引張負荷に比べ回転曲げのような動的負荷の影響の方が大である.

(3) 加熱時間 10 hr までは遷移温度の上昇は急激であるが, その後 100 hr までは漸増する.

(4) 遷移温度の挙動は各試験片の切欠き部付近の電解分離により得られた残査中の炭素, クロム量および粒界腐食の程度とよく対応した.

以上のように, 調質ニッケル・クロム鋼は 400~500 °C の温度で長時間にわたり外力が作用する時は, 材質が著しくぜい化するので, その使用に際してはこの点充分な留意が肝要である.

終わりに, 化学分析実験を心良く引き受けてくださった大阪大学工学部冶金学教室足立研究室上田 満氏に感謝いたします.

参 考 文 献

- 1) 吉田 彰, 田中政夫, 材料, **22**, 837 (1973).