低温焼入れした低炭素鋼の高温疲労強度に及ぼす時効の影響*

桜井 忠一** 小金井 宏** 田中 哲志**

Effect of Ageing on the High Temperature Fatigue Strength of
Low Carbon Steel Quenched at Low Temperatures

by

Tadakazu SAKURAI, Hiroshi KOGANEI and Satoshi TANAKA

(Faculty of Engineering, Kyushu Industrial University, Fukuoka)

In the fatigue test at elevated temperatures, the test pieces must be pre-heated to the prescribed testing temperature. In LTQ low carbon steel, therefore, the age-hardening takes place during such pre-heating. In the present study, the rotary bending fatigue test was performed at elevated temperatures ranging from room temperature to 500°C and under the running speed of 3 500 rpm, after pre-heating the specimens for 1 hr. The main results were as follows.

(1) In the pre-heating at temperatures from room temperature to 150°C, the surface hardness increased with heating time. The hardness reached maximum at 150°C after 1 hr. At 300°C and 400°C, the over-age hardening phenomenon was seen after 1 hr. This is considered due to carbide dispersions.

(2) The hardness values at 1 hr heating were $H_v 135$, $H_v 150$, $H_v 165$, $H_v 125$ and $H_v 120$ at room temperature, 100°C, 150°C, 300°C and 400°C, respectively. In the subsequent fatigue test at 150°C, the hardness decreased with increasing the number of stress cycles. On the other hand, in the tests at 100°C and 300°C, the hardness increased with increasing the number of stress cycles.

(3) The fatigue strength at 10^7 cycles σ_w were 23 kg/mm², 26 kg/mm², 23 kg/mm², 30 kg/mm² and 25 kg/mm² at room temperature, 100°C, 150°C, 300°C and 400°C, respectively. These fatigue strengths seem to be unrelated with the hardness values at the start of fatigue tests after 1 hr pre-heating.

(4) All of the values of σ_w for LTQ steel were higher than those for annealed steel. It seems that this fact in LTQ steel is due to the combined contribution of age-hardening in pre-heating and cyclic stressing. On the other hand, in annealed steel, the effect of age-hardening is less than that in LTQ steel.

(5) In the LTQ steel as well as in the annealed steel, in the temperature range up to 500°C the fatigue strength became maximum at 100°C and 300°C, and the value at 300°C was higher than that at 100°C.

(Received Aug. 10, 1974)

1 緒 言

低温焼入れ (LTQ) した低炭素鋼は、機械的応力や熱の作用によって、時効硬化が起こりやすい特性をもっている。その時効促進作用は応力、温度および時間¹⁾²⁾の三要素の総合的效果によるものと推測される。また、低温焼入れ後、時効処理を施す場合、時効材の材質は加熱条件によって異なると思われる。

一方、高温疲労試験では装置の都合で試験温度まで加熱するのにある時間がかかる。また、試験温度により、この無負荷の昇温過程における加熱条件が異なる。

したがって、この間に起こる材質変化は、試験温度によって異なると考えられる。そこで機械的応力と熱とを同時に加える高温回転曲げ疲労試験を行ない、昇温過程ならびに疲労進行過程で起こる、かたさおよび引張強さの変化を求めた。ただし、かたさおよび引張試験は常温で行なった。それらの結果から前加熱 (静的時効) および高温疲労 (ひずみ時効) による材質変化と疲労強度との関係について検討した。

2 試料および実験方法

供試材の化学成分は Table I に示すように 0.1% C の低炭素鋼で、焼なましならびに低温焼入れの両処理を施した。両材の熱処理および機械的性質を Table II

* 原稿受理 昭和49年 8月10日

** 正 会 員 九州産業大学工学部 福岡市東区松香台

Table II. Heat treatment and mechanical properties.

Specimens	Heat treatment	Vickers hardness	Yield point (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
Annealed steel	Annealed for 1hr at 910°C, furnace cooled	85	18.8	30.0	43	60
LTQ steel	After annealed heated for 100 min at 700°C, quenched in -10°C	135	20.4	45.0	36	56

Table I. Chemical compositions (%).

Material	C	Si	Mn	P	S
0.10%C steel	0.10	0.28	0.31	0.021	0.031

Fig. 1. Test specimen.

に示す。試験片の形状寸法はすべて同一で Fig. 1 に示す。焼なまし材は直径 20 mm の素材を約 13 mmφ に加工後、熱処理を施し、その後、旋削、#1200 エメリーペーパー、バフ研磨の順で仕上げたものである。低温焼入材は、焼なまし後さらに LTQ 処理を加え、これに焼なまし材と同様な加工を行なった。なお、LTQ 材は時効性が高いので、加工中発熱を起こさないよう特に留意した。

疲労試験には、高温小野式回転曲げ疲労試験機を使用した。繰返し速度はほぼ 3 500 rpm である。試験温度は主として 20°, 100°, 150°, 300° および 400°C に重点をおき、そのほか 200°, 250°, 350°, 500°C についても一部の試験を行なった。試験片を無負荷状態で運転しながら加熱し、一時間後、所定の温度に達するようにした。到達後ただちに負荷し、温度を一定に保った。試験温度の変化は約 ±5°C 以内であった。加熱ならびに疲労の各段階におけるかたさおよび引張強さは、その都度試験機を止め、試験片を空冷後取りはずし、5 kg ビッカースかたさ計およびアムスラー型 50 ton 万能材料試験機によって求めた。したがって、Fig. 2, 3, 5~12 中の実験点は別々の試験片から求めたものである。

3 実験結果および考察

3・1 静的時効に及ぼす加熱速度の影響

焼なまし材および LTQ 材について、Fig. 2 および 3 は、それぞれ常温かたさおよび常温引張強さと加熱時間との関係を示したもので、図中の数字は加熱速度を示し、加熱中一定に保つ。

LTQ 材においては、各曲線とも時間の経過とともに時効が進行し、かたさおよび引張強さはいずれも上

Fig. 2. Changes of room-temperature hardness on the surface of LTQ and annealed specimens for various heating time.

Fig. 3. Changes of room-temperature tensile strength of LTQ and annealed specimens for various heating time.

昇して、ある時間後最高値に達し、その後は過時効のために次第にその値が減少し、ついには LTQ 直後よりも低い値を示すようになる。各曲線が最高値に達する加熱時間は、かたさおよび引張強さとも実験の範囲内では加熱速度の大きいものほど短くなる。その最高値に達するまでの時間およびそのときの温度を Table III に示す。最高値を示す温度は、加熱速度に関係なく、約 160°C でほぼ一定である。しかし、この温度に到着するまでの時間が長いときほど、かたさおよび引張強さの上昇率は大きくなる。以上の事実は、時効温度の差異による析出炭化物粒子の大きさ、およびその時効温度に加熱される時間の変化による析出物の種類や量の変化などに起因するものであろう^{3,4)}。一方、焼なまし材では、図から明らかなようにかたさおよび引張強さとも、加熱条件にはほとんど関係なく、その変化は認められない。

Table III. Relation between the heating speed and the hardness, the tensile strength.

Heat treatment	Heating speed S_t (°C/min)		Heating time for maximum hardness and tensile strength (min)	Temperature for maximum hardness and tensile strength (°C)	Value and the ratio of increase for hardness and tensile stress			
					Hv (5)	$\frac{Hv_t - Hv_0}{Hv_0}$ (%)	σ_B (kg/mm ²)	$\frac{\sigma_{Bt} - \sigma_{B0}}{\sigma_{B0}}$ (%)
LTQ	1	0	—	20	135	0	45.0	0
	2	1.3	110	163	178	32	56.5	26
	3	2.1	65	157	166	23	54.5	21
	4	4.6	30	158	157	16	51.5	14
	5	6.3	20	156	150	11	50.0	11
Annealed	1	0	—	20	85	0	30.0	0
	2	1.3	—	—	—	—	—	—
	3	2.1	—	—	—	—	—	—
	4	4.6	—	—	—	—	—	—
	5	6.3	—	—	—	—	—	—

この結果を参照すると, LTQ 材では, 昇温過程において時効が激しく起こるものと期待される. これは低温焼入時効材について疲労試験を行なうことになる. したがって, この静的時効過程で生じた析出物のために疲労強度は増加するはずであるが, 一方ではこの時効のために溶質原子の濃度が低下し, その後の繰返し間に起こるひずみ時効の能力が減少し, この意味では昇温過程の時効は疲労強度低下の原因ともなる. これに比べ焼なまし材は昇温過程の範囲では時効の影響による材質変化はほとんど起こらないものと考えられる.

3・2 常温の繰返し応力による時効

材料が繰返し応力を受けた場合, 繰返し数の増加とともに材質変化を起こすことは周知の事実である. そこで筆者らは, LTQ 材が常温疲労過程で, どのようなかたさ変化特性を示すかを調べるために, 無負荷, 20°Cのときの 10^7 回における耐久限度 σ_w , $1.2\sigma_w$ および $1.4\sigma_w$ の各応力において, 繰返しに伴うかたさ変化を測定した. その結果を Fig. 4 に示す. 図中縦破線の左側は, 高温実験の場合の加熱時間に相当し, 水平実線は20°Cで無負荷回転の場合で, $N=2.1 \times 10^5$ までの繰返し数ではかたさの変化がないことを示している. 破線の右側の曲線群は, 繰返し数 2.1×10^5 のとき負荷した後のかたさ変化である. この LTQ 材のかたさ上昇は, 時効現象のほかに当然ひずみ硬化にも起因すると考えられるが, 時効硬化量に対して, その硬化量はわずかであるので, 本報では LTQ 材のかたさ変化を議論する場合, ひずみ硬化も含めて考えた.

図において, $1.4\sigma_w$ の曲線の最高かたさがとくに高いのは疲労試験中約50°Cの発熱を起こし, このため時効の促進が激しくなったためと思われる. また, 無負荷状態のものや σ_w の曲線では, ある繰返し数後, 一定かたさに落ち着く. σ_w より高い応力を加えた場合

は, ある繰返し数後最高かたさに達し, その後, かたさの低下が起こって破断にいたる. これら最高値の存在する現象は繰返し荷条件に対し, それぞれの繰返し数において, 時効硬化が一応完了したことを示すものと考えられる. なお, 応力の大きい場合, たとえば $1.4\sigma_w$ のものでは, かたさ極大値付近において微視的き裂の発生を確認している.⁶⁾ き裂発生と過時効現象の発生との両方の影響によって, 最高点を境として, そのかたさの低下が現われるのであろう.

Fig. 4. Changes of hardness due to fatigue under various stresses, at room-temperature.

3・3 高温の繰返し応力による時効

3・3・1 高温疲労におけるかたさ変化

Fig. 5, 6 および 7 は, それぞれ無負荷回転, 各試験温度における 10^7 回の疲労強度 σ_w および $1.2\sigma_w$ の応力を負荷した場合のかたさ測定結果であり, 繰返し数をパラメータとして, かたさと温度との関係を示したものである. Fig. 8 には, それぞれ無負荷および σ_w について, 三種類の試験温度 20°, 150° および 300°C をパラメータとして, かたさと繰返し数の関係を示す. Fig. 5 ($\sigma = 0$) において, $N=0$ すなわち, 所定の温度に到達したときには, 150°C でかたさの最高値を示しているが, 繰返し数 $N=10^7$ では試験温度 100°C で最高とな

Fig. 5. Relation between room-temperature hardness of LTQ specimen and test-temperature for number of cycles under unloaded condition.

Fig. 6. Relation between room-temperature hardness of LTQ specimen and test-temperature under various number of stress cycles with stress equal to fatigue limit σ_w .

Fig. 7. Relation between room-temperature hardness of LTQ specimen and test-temperature under various number of stress cycles with stress equal to $1.2 \sigma_w$.

Fig. 8. Changes in room-temperature hardness on the surface of specimens with increasing N at elevate temperature and log N at constantly elevated temperature.

り、繰返し数の増加とともに最高かたさを示す試験温度は低温側へ移動している。これは時効温度が高いほど過時効現象は短時間で起こるためである。Fig. 6 ($\sigma = \sigma_w$) においては $N=0$ の負荷時に、150°Cでかたさは最高値を示したものが、20° と 300°Cでは応力繰返しとともに硬化が著しく、一方、150°C付近では逆に軟化しているために、150°Cでの極大は認められない。

ここで、各試験温度の負荷時における状態について検討してみよう。20°Cの場合は、溶質原子が過飽和な状態であり、応力の繰返しとともに硬化するのは当然である。300°Cの場合は、応力の繰返しに先だち静的な時効が行なわれ、すでに過時効となっており、溶質原子は、析出して局部的に集合していると考えられる。昇温過程で生じた低温焼入れ時効に特有な析出物は、繰返し負荷のもとでは、特に高温では、不安定で再固溶しやすいことと、300°Cでは繰返しの間のひずみ時効が起こりやすいために、このように繰返しによる硬化が著しかったものと思われる。150°Cにおいては、静的時効硬化がほぼ完了した状態であり、その後の応力繰返しによるところの、ひずみ時効に寄与する溶質原子が不足するためと思われる。Fig. 7 は、負荷応力 $1.2\sigma_w$ における結果であり、 σ_w の場合とほぼ同様な変化傾向を示している。しかし、負荷応力が大きいために低繰返し数 (10^4 回付近) でも、激しいかたさ変化を表わす。

ここで Fig. 8 に注目すると、加熱および負荷応力の影響はさらに明白となる。図中縦破線の左側は昇温過程におけるかたさ変化 (Fig. 2 参照)、右側は繰返し数 2.1×10^5 において負荷した後の繰返し数に対する変化である。Fig. 8 (a) の無負荷回転においては、20°Cの場合、加熱および負荷段階とも、かたさの変化はほとんどなく、繰返し数 5×10^6 付近から急激な上昇を示す。これは負荷がないので、繰返し数すなわち時間の経過のみによる時効硬化と考えられる。150°Cでは、加熱段階において時効硬化が進み、繰返し数 2.1×10^5 まで硬化を続けるが、その温度に保持することによって、その後の硬化が起こらず、かえって徐々に軟化する傾向を示す。また、300°Cでは、加熱段階においてすでに時効が完了し、過時効を起こしながら 2.1×10^5 に達し、その後、300°Cに保持しても、再び時効硬化を起こすことなく、軟化を続けていく。しかし、 σ_w の応力を負荷した場合には、20°C および 150°C では無負荷のときと同様な傾向をたどるが、300°C の場合は、負荷と同時に再び時効促進が起こり、著しくかたさが上昇する。これは、負荷応力の時効に及ぼす効果が著しい、すなわち、繰返しの間のひずみ時効が、硬化に大きく寄与したことを示すものと考えられる。

3・3・2 高温疲労における引張強さの変化 Fig. 9, 10 および 11 は, それぞれ無負荷, σ_w および $1.2\sigma_w$ の応力負荷のもとにおける, 常温引張強さと試験温度との関係を, 繰返し数をパラメータとして示したものである。また, Fig. 12 は, それぞれ Fig. 9, 10 より, 試験温度をパラメータとして引張強さと繰返し数との関係を示したものである。各図から明らかなように, 各曲線とも, かたさ変化曲線とほぼ同様な傾向を示す。すなわち, 負荷時に最高の引張強さを示す 150°C では, 繰返しとともに軟化し, 一方, $20^\circ\sim 100^\circ\text{C}$ および 300°C 付近では繰返しによって硬化する。また,

Fig. 9. Relation between room-temperature tensile strength of LTQ specimen and test-temperature for various number of cycles under unloaded condition.

Fig. 10. Relation between room-temperature tensile strength of LTQ specimen and test-temperature for various number of stress cycles with stress equal to fatigue limit σ_w .

Fig. 11. Relation between room-temperature tensile strength of LTQ specimen and test-temperature for various number of stress cycles with stress equal to $1.2\sigma_w$.

Fig. 12. Changes in room-temperature tensile strength on the specimens with increasing N at elevate temperature and log N at constantly elevated temperature.

$1.2\sigma_w$ のとき, 100°C 付近で繰返しによる硬化が激しい点も同様である。

3・4 高温疲労における $S-N$ 線図と時効

3・4・1 各温度における $S-N$ 線図の形状 Fig. 13 は, LTQ 材の各温度における $S-N$ 線図をまとめたものであり, Fig. 14 は, 比較のために示した焼なまし材のそれである。図から明らかなように, 試験温度 $100^\circ, 300^\circ$ および 350°C における $S-N$ 線図は, 下側に凸な曲線となっており, 10^7 回耐久限度はいずれも 20°C の場合よりも高い値を示している。一方, 繰返しの間に軟化した 150° および再結晶回復の期待される 500°C の場合の $S-N$ 線図は, 寿命が大きくなるとともに, 疲労強度は直線的に下降し, 10^7 回においても, いわゆる耐久限度は決定しがたいように思える。すな

Fig. 13. Relation between stress amplitude and number of stress cycles for LTQ steel.

Fig. 14. Relation between stress amplitude and number of stress cycles for annealed steel.

わち、繰返しの間のひずみ時効による硬化が著しい。100°および300°~400°Cでは、耐久限度が存在するようである。なお、前述のように100°, 300°および350°CのS-N線図は下側に凸になるが、たとえば、300°Cの場合について、その傾きを、20°Cのときの傾きを基準にとって、比較してみると（図中一点鎖線）、その傾向は明白となる。一方、焼なまし材では、このような傾向は認められず、これらの温度においてS-N線図は直線的である。

3・4・2 時間強度・温度曲線 Fig. 15, 16 は、それぞれ前述のS-N線図から求めたLTQ材および焼なまし材の時間強度・温度曲線である。所定の繰返し数に対する時間強度と温度の関係は低温焼入れおよび焼なましの両材とも、同様の傾向を示す。時間強度が最高になる試験温度は、両材とも300°~350°Cであり、LTQ材の方が、わずかに低温側にずれる傾向がみとめられ、加藤らの報告⁸⁾とほぼ一致する。また、LTQ材では100°C付近、焼なまし材では150°C付近でも、時間強度のピークが認められ、このピークも、LTQ材のほうが、低温側にずれる傾向を示す。前述のようにLTQ材の場合、100°C付近および300°~350°Cでは、繰返しによる硬化が著しい温度であり、これらのピークは繰返しひずみ時効に基づくものと考えられる。なお、100°C付近のピークは、C、Nなどの侵入型溶質原子、350°C付近は、Mnなどの置換型溶質原子によるものであるという報告もあり⁹⁾、今後、このような観

Fig. 15. Relation between fatigue strength at N cycles and test-temperature of LTQ specimen under various number of stress cycles.

Fig. 16. Relation between fatigue strength at N cycles and test-temperature for annealed specimen.

点からも検討を要すると考えている。また、LTQ材を150°Cで繰返すと硬化は認められず、長期間繰返すとむしろ軟化し、しかも、この温度における 10^7 回の時間強度は極小となっている。

3・5 LTQ材の疲労強度に及ぼす静的時効および繰返しひずみ時効の影響

前述のように、LTQ材でも、焼なまし材と同様に、疲労強度に二つのピークがある。すなわち、焼なまし材のピークに比べれば、いくぶん低温側にずれるが、100°Cと300°C付近である。100°Cでは昇温過程の静的過時効段階には到達していないが、繰返しの間の硬化が著しい。また、300°Cにおいては、昇温過程の時効は過時効段階にあり、低温焼入れ直後よりも軟化しているにもかかわらず、繰返しの間に著しく硬化する。したがって、これらの温度において、疲労強度がピークを示したのは、繰返しの間のひずみ時効に基づくものと考えられる。これに対して、昇温過程の時効がピークを示した150°Cでは、繰返しの間に硬化はみとめられず、長期間繰返すと、むしろ、軟化し、しかも 10^7 回の σ_w は極小となっている。したがって、この温度における疲労強度に対しては、繰返しひずみ時効は、ほとんど寄与しないと考えてよい。しかし、Fig. 15と16の比較から明らかなように、この150°Cにおいても、LTQ材の疲労強度は、焼なまし材のそれに比べれば、かなり高い値を示し、静的時効が疲労強度の増加に寄与していることがわかる。また、ピークの温度付近でも、LTQ材の疲労強度は焼なまし材のそれよりもかなり高い値を示す。したがって、ピークの温度付近では、静的時効によって生じた析出物と繰返しの間のひずみ時効の両者が、強度の上昇に寄与したのと考えられる。

4 結 言

低温焼入れした低炭素鋼の高温疲労強度に及ぼす時効の影響を評価するにあたり、所定の疲労試験温度に到達するまでの昇温過程で起こる静的時効の影響と、繰返しの間に起こるひずみ時効のそれとに分けて評価したところ、次の結論を得た。

(1) 1時間で所定の試験温度に達するように加熱速度を調節すると、静的時効による硬化は150℃で最大となり、それ以上の高温では、負荷前に過時効状態となる。

(2) 焼なまし材と同様に、低温焼入材でも、疲労強度が極大となる温度が二つある。100℃および300℃付近であり、焼なまし材に比べれば、いくぶん低温側にずれる。もっとも、100℃のピークは低く、300℃付近で強度は最高となる。

(3) 300℃付近では、負荷前に過時効状態であるにもかかわらず、繰返しによる硬化は、100℃と同様著しい。したがって、この疲労強度のピークは、焼なまし材と同様に、繰返しの間に起こるひずみ時効のためと推定される。

(4) 昇温過程の静的時効による硬化が最大となる150℃では、繰返しによる硬化は認められず、長期間繰返すと、むしろ、軟化し、しかも 10^7 回の疲労強度は実験の範囲においては極小となる。したがって、この温度では、ひずみ時効が、疲労強度の増加に寄与しないと思われる。もっとも、同じ温度における焼なまし材に比べれば、かなり高い強度を示し、静的時効によって、生じた析出物が、疲労強度の増加に寄与している。

(5) 100℃および300℃付近のピーク温度においても、低温焼入材の強度は、焼なまし材のそれよりも、かな

り高い。したがって、これらのLTQ材のピーク温度では、静的時効とひずみ時効の両者が、強度に寄与する。

おわりに、本研究を遂行するに当たり、ご教示いただいた岐阜大学工学部加藤容三教授に深く感謝の意を表します。

(昭和49年5月21日 日本材料学会第23期総会学術講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 桜井忠一, 小金井宏, 田中哲志, 機講論, No.738-1, 29 (1973).
- 2) 桜井忠一, 田中哲志, 坂倉 繁, 機講論, No.748-1, 21 (1974).
- 3) Mcgrath, J. T., and W. J. Bratima, Appl. Mech. Rev., **23**, 3, 301 (1970).
- 4) 市村 稔, 今林 守, 山口秀夫, 日本金属学会シンポジウム講演予稿・一般講演概要, 292 (1973).
- 5) 桜井忠一, 小金井宏, 田中哲志, 機講論, No.730-13, 199 (1973).
- 6) 小金井宏, 機講論, No. 710-9, 77 (1971).
- 7) Wilson, D. V., and B. Mintz, Acta Met., **20**-1, 985 (1972).
- 8) 加藤容三, 広瀬素尚, 日本材料強度学会誌, **5**, 11 (1970).
- 9) Kawasaki, T., et al., Trans. ASM, **60**, 707 (1967).