研 究 論 文

低炭素リムド鋼の焼入れ時効におよぼす
高温保持応力の影響*

上 崎 孝 一** 花 岡 公 司*** 稲 田 貞 俊**** 益 本 功*****

Effect of Stress at Elevated Temperatures on
Quench-Aging in Low Carbon Rimmed Steel*by Koichi Uesaki**, Koji Hanaoka***, Sadatoshi Inada****
and Isao Masumoto*****

Abstract

The effects of stress at elevated temperatures on age hardening in quenched low carbon rimmed steel after keeping at 620...700°C for 10...60 min were investigated.

The results obtained are as follows:

- (1) Quench aging is promoted by the stress at elevated temperatures. The higher the heating temperature the larger the effects become. And the effects also become larger as the heating time is larger or the stress is larger.
- (2) It is recognized that the tendency to brittleness in the specimens stressed at elevated temperatures is evidently larger than that in the unstressed specimens.

1. 緒 言

軟鋼の焼入れ時効は焼入れ温度からの急冷により過飽和に固溶した炭素および窒素が析出することにより生じるもので、硬化は析出物と転位との相互作用により生ずるといわれている。

溶接の場合、熱影響部は溶接後の急冷によって焼入れ時効が起る。この場合、単純な熱サイクルばかりでなく、加熱冷却中に熱応力や拘束応力さらに変態応力を受けるから、塑性変形や残留応力を生ずるはずである。一般に負荷応力を受けている状態では、いわゆる Stress-induced Precipitation によって析出が促進されると考えられており、すでに銅^{1)~3)}およびステンレス鋼⁴⁾についてそのことを報告した。したがって、溶接熱影響部では、この Stress-induced Precipitation のために析出が早められ、単純熱サイクルの場合よりも、焼入れ時効硬化はより顕著に表われるものと考えられる。

本実験は焼入れ時効硬化が高温で加えた応力によってどのような影響を受けるかをしらべるため、行なわれた

ものである。

2. 試料および実験方法

2. 1 試料

本実験に使用した市販の低炭素リムド鋼の化学組成を Table 1 に示す。

試料を 950°C で 90 min 保持後炉冷し、Fig. 1(a) に示す試験片に仕上げた。この試験片は硬さ試験、引張試験および検鏡用に使用した。また試料を Fig. 1(b) に示す

Table 1 Chemical composition of specimen

Element	C	Mn	P	S	Si	N
wt%	0.18	0.49	0.012	0.025	0.01	0.006

Fig. 1 Shape of specimens

* 原稿受付 昭和48年 8 月 17 日 (48年度春季全国大会に発表)

** 正 員 阿南工業高専 Member, Anan Technical College

*** 阿南工業高専 Anan Technical College

**** 徳島大学工学部 Faculty of Eng. Tokushima Univ.

***** 正 員 名古屋大学工学部 Member, Faculty of Eng. Nagoya Univ.

衝撃試験用試験片に仕上げた。この試験片を酸化を少なくするため、ダライ粉をつめた鋼製円筒中に装入し、両端を石綿で封じた後、 950°C で 90 min 保持後炉冷した。このようにしたのは、衝撃試験において試験片製作中の機械加工による表面層の影響を少なくするためである。

2.2 高温応力保持装置および方法

本実験に使用した高温応力保持装置を Fig. 2 に示す。加熱炉は島津製作所製の横型炉を使用し、荷重の取りはずしは人力で行なった。この横型炉は二つに割れるようになっている。急冷の場合は二つに割って急速に炉を移動させ、試験片を炉の外に出し、試験片に直ちに水道水を吹きつけ、急冷した。この装置に試験片を取りつけ、高温自由保持した。保持温度は 620° 、 650° および 700°C であった。保持時間は 10、30 および 60 min とかえた。高温応力保持した場合、保持応力は 0.75、1.5 および 2.25 kg/mm^2 とした。保持温度および保持時間は高温自由保持した場合と同じにした。

Fig. 2 Schematic representation of the used apparatus to give tensile stress at elevated temperature

2.3 硬さ試験

620° 、 650° および 700°C で 1 hr 保持し、その間応力を加えなかった試験片、ならびにそれぞれの温度で 0.75、1.5 および 2.25 kg/mm^2 の応力を加えた試験片について硬さ試験を行なった。さらに保持温度 650°C の場合は、保持時間を 1 hr のほかに 30 min とした。それぞれの高温自由保持および高温応力保持した試験片について、硬さ試験をつぎの要領により行なった。保持時間が 30 min の試験片については、応力を加えなかった場合、ならびに、0.75、1.5 および 2.25 kg/mm^2 の応力を加えた場合について、また保持時間が 10 min の試験片については、応力を加えなかった場合および 1.5 kg/mm^2 の応力を加えた場合について、硬さ試験を行なった。硬さ測定のための試験片はつぎのようにして作った。上述の試験片より、その平行部の中央部付近からほぼ 20 mm の長さの試料を切り取り、エメリーパーで円周部をほぼ深さ 1 mm 平らに、軸方向に平行に、

弓形に削りとった。その試験片の軸方向に 6 コずつ硬さを測定し、その平均値をとった。試験片は原則として応力を加えなかった場合については 5 本ずつ、また応力を加えた場合については、それぞれ 3 本ずつ、硬さ試験を行なった。

2.2 の処理をした試験片について、いずれも室温に放置したまま、焼入れした当日ならびに 1、2、4、8、16、32 および 64 日後に、硬さ試験を行なった。測定には明石製作所製ビッカース微小硬度計（型式 M V K）を使用した。荷重は 500 g であった。

2.4 引張試験

700°C で 1 hr 保持し、その間応力を加えなかった試験片、および、 0.75 kg/mm^2 の応力を加えた試験片について、いずれも室温に放置したまま、焼入れした当日、ならびに、2、8 および 64 日後引張試験を行なった。また、 650°C でそれぞれ 1 hr および 30 min 保持し、その間応力を加えなかった試験片、および 1.5 kg/mm^2 の応力を加えた試験片について、いずれも室温に放置したまま、焼入れした当日、ならびに、8、16、32 および 64 日後に引張試験を行なった。

以上いずれの場合も、各条件の試験片についてそれぞれ 5 本ずつ引張試験を行なった。

2.5 顕微鏡観察

700°C で 1 hr 保持し、その間応力を加えなかった試験片、ならびに、0.75、1.5 および 2.25 kg/mm^2 の応力を加えた試験片について、光学顕微鏡による組織観察を行なった。また 650°C でそれぞれ 1 hr および 30 min 保持し、その間応力を加えなかった試験片および 1.5 kg/mm^2 の応力を加えた試験片について、光学顕微鏡による組織観察を行なった。

以上の組織観察には、硬さ試験に用いた試験片を充分研摩後 3% ナイタールでエッチして用いた。

また 700°C で 1 hr 保持し、その間応力を加えなかった試験片および 0.75 kg/mm^2 の応力を加えた試験片について、透過電子顕微鏡組織を観察した。

2.6 衝撃試験

700°C で 1 hr および 650°C で 30 min 保持し、その間応力を加えなかった試験片、ならびに、 700°C では 0.75 kg/mm^2 の応力および 650°C では 1.5 kg/mm^2 の応力を加えた試験片について、いずれも室温に放置したまま、焼入れした当日、ならびに、1、2、4、8、16、32 および 64 日後に常温および 0°C で衝撃試験を行なった。使用した島津製作所製シャルピー試験機の容量は $30\text{ kg}\cdot\text{m}$ であった。この試験の試験片破断後のハンマー振り角により、破断に要したエネルギーを計算した。

Photo. 1 Supporting plate of Charpy impact testing machine (left) and the reconstructed and used one (right)

また、衝撃破壊挙動をさらにくわしくしらべるため、つぎのようにして衝撃曲げ試験における荷重—時間曲線を求めた。まず、シャルピー衝撃試験機の試験片支持台を Photo. 1 の (A) を (B) のように改造し、支持はりを作り、これにひずみゲージを Fig. 3 の $g_1(g_2)$ の位置に貼り付け、衝撃抵抗力測定はりとした^{5),6)}。このはりによる抵抗力測定装置の概略を Fig. 4 に示す。図において衝撃力が加わると、それぞれのはりに貼り付けられたひずみゲージには、発生したひずみによる微小電圧変化が起る。その変化を増幅器に入れ、記録部にて写真撮影した。測定部の結線図を Fig. 4 に示す。

Fig. 3 Schematic representation of impact bending measurement

Fig. 4 Bridge connection of g_1 and g_2 gages

3. 実験結果および考察

3.1 硬さ試験

3.1.1 保持応力の影響

Fig. 5 は 700°C で種々の応力を加え、1 hr 保持後焼入れした後、室温で時効した時間とそれぞれの試験片の硬さの平均値との関係を示す。いずれの応力を加えた場合にも、硬さは8日後まで増加し、8日以後はわずかに増加する。また32日後にほぼ最高硬さに達し、それ以後はやや減少の傾向が認められる。ほとんどの時効時間において、いずれの応力を加えた場合にも、その硬さは応力を加えなかった場合のそれより大きい。ことに4日後および8日後において、それらの差はもっとも大きい。しかし、32日以降はそれらの差は小さくなる傾向にある。このことから、焼入れ温度で加えられた応力が時効硬化を促進することは明りょうであるが、応力の大きさによる差は明らかでない。

Fig. 5 Effect of stress at elevated temperature (700°C) on age hardening in quenched rimmed steel (Keeping time = 1 hr)

Fig. 6 は 650°C で種々の応力を加え、1 hr 保持後焼入れした後、室温で時効した時間とそれぞれの試験片の硬さの平均値との関係を示す。Fig. 5 の 700°C で 1 hr 保持後焼入れした場合と同様に、時効硬化によらず高温引張応力の影響は明りょうである。すなわち応力を加えなかった場合および、いずれの応力を加えた場合にも4日～32日の間に急激に硬さが上昇しているが、応力を加えなかった場合および 0.75 kg/mm^2 の応力を加えた場合はほぼ同じ時効硬化曲線を示し、32日で、ほぼ一定の硬さに達している。1.5 および 2.25 kg/mm^2 の応力を加えた場合の時効硬化曲線はこれらの場合より明らかに高く、64日経過後も時効硬化はさらに上昇の傾向が見られる。すなわち、加熱温度 650°C の場合には、 0.75 kg/mm^2 の応力は時効硬化曲線に何ら影響をおよぼさないが 1.5 kg/mm^2 の応力は顕著な影響をおよぼし、これ以上の応力 2.25 kg/mm^2 は 1.5 kg/mm^2 の場合と本質的に変わらないことを示している。

3.1.2 焼入れ温度における保持間の影響

Fig. 6 Effect of stress at elevated temperature (650°C) on age hardening in quenched rimmed steel (Keeping time = 1 hr)

Fig. 7 は 650°C で種々の応力を加え、30 min 保持後焼入れした試験片の時効硬化曲線である。この場合には、時効硬化曲線におよぼす応力の影響がより明瞭であり、応力が大きい程時効硬化曲線は高くなっている。Fig. 8 は 650°C で 10 min 自由保持および 1.5 kg/mm² の応力を加えた後焼入れした試験片の時効硬化曲線である。この図に示した応力 1.5 kg/mm² は、Fig. 6 および 7 の実験結果から、応力を加えなかった場合との硬さの差が比較的大きく、しかも硬さのばらつきが比較的小さい条件として選んだ。Fig. 6 および 7 の 1 hr および 30 min 保持の場合は、ほぼ 16 日位で時効硬化の傾向は鈍化しているが、保持時間 10 min の Fig. 8 では 64 日後でもさらに硬化の傾向が認められる。また Fig. 6 および 7 に認められる応力を加えた場合と加えなかった場合との硬さの差は Fig. 8 では認められない。

3.1.3 焼入れ温度の影響

Fig. 7 Effect of stress at elevated temperature (650°C) on age hardening in quenched rimmed steel (Keeping time = 30 min)

Fig. 8 Effect of stress at elevated temperature (650°C) on age hardening in quenched rimmed steel (Keeping time = 10 hr)

Fig. 9 は 620°C で 1 hr 保持後焼入れした試験片の室温時効曲線である。Fig. 5 および 6 の 700°C および 650°C で同じ時間加熱焼入れした場合に比べ、Fig. 9 では応力を加えたことによる時効曲線の変化はわずかである。またこの場合には、応力を加えなかった場合もいずれの応力を加えた場合も、64 日以降になお硬化の傾向が認められる。

以上の実験結果から、650°C で 30 min 間保持の場合、時効硬化におよぼす応力の影響が最も明瞭に表われることを確かめ、以下の実験は、主としてこの条件により行なった。

Fig. 9 Effect of stress at elevated temperature (620°C) on age hardening in quenched rimmed steel (Keeping time = 1 hr)

3.2 引張試験

Fig. 10, 11 および 12 は、700°C で 1 hr、650°C で 1 hr および 650°C で 30 min 加熱保持して、急冷した試験片の引張試験結果である。700°C の場合に加えた応力は 0.75 kg/mm²、650°C の場合にはいずれも 1.5 kg/mm² である。このような応力を選んだ理由は、上述の時効硬化の測定から、それぞれの温度および保持時間において応力を加えた場合と加えなかった場合との硬さの差が比較的大きく、しかも硬さのばらつきが比較的小さい

Fig. 10 Effect of stress at elevated temperature (700°C) on mechanical properties of quenched rimmed steel (Keeping time = 1 hr)

Fig. 11 Effect of stress at elevated temperature (650°C) on mechanical properties of quenched rimmed steel (Keeping time = 1 hr)

いことを認めたからである。これらいずれの場合も、時効時間の経過とともに引張強さは増加し、伸びおよび絞り減少する。しかし、上述の応力を加えた場合と加えなかった場合との硬さの差のような現象は、これらの場合には見られない。

Fig. 12 Effect of stress at elevated temperature (650°C) on mechanical properties of quenched rimmed steel (Keeping time = 30 min)

3. 3 顕微鏡観察

Photo. 2 は 700°C で 1 hr 保持し 0.75, 1.5 および 2.25 kg/mm² の応力を加えた試験片の焼入れ後の組織を、応力を加えなかった場合と比較して示したものである。応力を加えなかった場合の(a)と応力を加えた場合の(b),(c)および(d)との差異はほとんど認められない。同様に Photo. 3 は 650°C で 1 hr 保持し、1.5 kg/mm² の応力を加えた試験片の焼入れ後の組織を応力を加えなかった場合と比較して示したものである。応力を加えなかった場合の(a)と 1.5 kg/mm² の応力を加えた場合の(b)との差異はほとんど認められない。また同様に Photo. 4 の 650°C で 30 min 保持して、1.5 kg/mm² の応力を加えた試験片の場合にも、応力による差異は認められない。

すなわち、いずれの場合にも、光学顕微鏡組織では、高温で応力を加えた場合と加えなかった場合との差は認められなかった。

(a) Freely (b) Under 0.75 kg/mm²

(c) Under 1.5 kg/mm² (d) Under 2.25 kg/mm²

Photo. 2 Microstructure of specimens, quenched after keeping at 700°C for 1 hr under stress or freely ($\times 150$)

(a) Freely (b) Under 1.5 kg/mm²

Photo. 3 Microstructure of specimens, quenched after keeping at 650°C for 1 hr under stress or freely ($\times 150$)

(a) Freely (b) Under 1.5 kg/mm²

Photo. 4 Microstructure of specimens, quenched after keeping at 650°C for 30 min under stress or freely ($\times 150$)

(a) Freely

(b) Freely

(c) Under stress

(d) Under stress

(c) Under stress

(f) Under stress

(g) Under stress

Photo. 5 Electron microscopy of specimens, quenched after keeping at 700°C for 1 hr under 0.75 kg/mm² stress or freely ($\times 50,000$)

Photo. 5(a)~(g) は 700°C で 1 hr 保持し、0.75 kg/mm² の応力を加えた試験片の焼入れ後 3 日目の透過電子顕微鏡組織を、応力を加えなかった場合のそれと比較して示したものである。応力を加えなかった場合の(a)および(b)には、粒状および片状のセメンタイトが見られ、またフェライト粒内にはひずみのないサブ・グレインが認められる。これに対して応力を加えた場合、腐食されやすいセメンタイト部の写真を得ることはできなかったが、(c)~(g)には、(a)および(b)とは異なった組織が観察される。すなわち(c)および(d)には多くの微細析出物が縞状に認められ、特に(d)にはある方向に沿って認められる。この縞状のものは応力を加えられたために明瞭に方向性をもっており、その中に微細な析出が起っていると考えられる。この析出物は 700°C 付近で溶解した過飽和の炭素が鉄炭化物として析出したものと考えられる。なおこの付近には転位は認められない。(e)~(g)はフェライト

粒内における転位を示す。(e)は比較的転位の少ない部分で転位のもつれはあまり見られないが、(f)および(g)は転位の多い部分で転位のもつれが見られ、微細析出物が転位にひっかかっているように見える。(c)~(g)の組織観察から、応力を加えた場合の塑性変形はそのほとんどがフェライト粒内で起っていることがわかる。

以上のように、電子顕微鏡組織では、高温で応力を加えた場合と加えなかった場合との差があきらかに認められた。

3. 4 衝撃試験

Fig. 13 および 14 は 700°C で 1 hr 自由保持および 0.75 kg/mm² の応力を加えた後焼入れし、室温で各時間時効した試験片の室温 (25°C) および 0°C での衝撃試験による吸収エネルギーである。本実験の衝撃試験片は標準のものでないので、吸収エネルギーは後述の荷重

Fig. 13 Effect of stress at elevated temperature (700°C) on absorbed energy of aged specimens in Charpy impact test (Test temp. = R.T.)

Fig. 14 Effect of stress at elevated temperature (700°C) on absorbed energy of aged specimens in Charpy impact test (Test temp. = 0°C)

一時間曲線からも求められるが⁷⁾, この場合は衝撃試験機のハンマーの振上り角から計算により求めた。

Fig. 13 の室温での衝撃試験結果では, 応力を加えなかった場合および応力を加えた場合いずれの場合にも, 吸収エネルギーは 4 日後に急激に減少している。また時効時間 2 日であきらかに, 応力を加えた場合の吸収エネ

Photo. 6 Effect of stress at elevated temperature (700°C) on load-time curve of aged specimens (Aging time = 32 days) in Charpy impact test (Test temp. = R.T.)

ルギーは応力を加えなかった場合のそれよりも低下している。Fig. 14 の 0°C での衝撃試験結果では, 高温で加えた応力によるぜい化の傾向があきらかに認められる。

このことは Photo. 6 に示す衝撃試験の荷重—時間曲線によっても明らかである。すなわち, 同写真は Fig. 13 に示した 32 日時効時間後の試験片についての実験結果である。(a) は持上げ角 143.6° で高温応力を加えなかったとき, (b) は同じ実験条件で高温応力を加えたときの比較である。(c) および (d) は持上げ角 70° で高温応力を加えなかったときと応力を加えたときの比較である。通常の持上げ角 143.6° の場合, 高温応力を加えなかったときの衝撃曲げ抵抗力すなわち最高荷重は, 高温応力を加えたときのそれよりやや大きい。

Photo. 7 Effect of stress at elevated temperature (700°C) on load-time curve of aged specimens (Aging time = 4 days) in Charpy impact test (Test temp. = 0°C), raising angle = 70°

Fig. 15 Effect of stress at elevated temperature (650°C) on absorbed energy of aged specimens in Charpy impact test (Test temp. = R.T.)

Fig. 16 Effect of stress at elevated temperature (650°C) on absorbed energy of aged specimens in Charpy impact test (Test temp. = 0°C).

Photo. 8 Effect of stress at elevated temperature (650°C) on load-time curve of aged specimens in Charpy impact test (Test temp. = R.T.)

また持上げ角 70° で高温応力を加えなかったとき(c)の最高荷重, 破断時間および降伏点は高温応力を加えたとき

Photo. 9 Effect of stress at elevated temperature (650°C) on load-time curve of aged specimens (Aging time = 4 days) in Charpy impact test (Test temp. = 0°C, raising angle = 70°)

き(d)のそれより大きい。これらの差は吸収エネルギーの差を表わすものであり、高温における応力の影響によるぜい化の傾向をあきらかに認めることができる。Photo. 7 は 0°C における荷重—時間曲線であるが、上述の応力によるぜい化の傾向をいっそう顕著に示している。Fig. 15, 16 および Photo. 8, 9 は同様に 650°C で 30 min 保持後焼入れし、室温で時効した試験片の室温 (25°C) および 0°C での吸収エネルギーを示す。この場合も 700°C の場合と同様に、応力を加えた場合と加えなかった場合とを比べ、高温応力によるぜい化の傾向は顕著である。

4. 結 言

低炭素リムド鋼を 700°C 以下の温度から急冷し、時効硬化におよぼす高温保持時における応力の影響をしらべ、つぎの結論を得た。

(1) 焼入れ時効硬化は高温における応力によって、より促進される。そして加熱温度が高いほど、加熱時間が長いほど、また加える応力値が大きいほど、その効果は大である。

(2) また、衝撃試験によっても 700°C 以下の高温で応力を受け、急冷される場合には、応力を加えられない場合に比べ、ぜい化の傾向が顕著であることを認めた。

参 考 文 献

- 1) 稲田, 上崎: リン脱酸鋼の高温圧縮時に生ずる析出物の観察, 金属学会誌, 29—11(1965), 1081—1086
- 2) 稲田, 上崎: 工業用純銅の高温圧縮時に生ずる析出物の観察, 金属学会誌, 30—12(1966), 1177—1182
- 3) 稲田, 上崎: 真空溶解銅の高温圧縮時に生ずる析出物の観察, 金属学会誌, 32—4 (1968), 351—356

- 4) 上崎, 紅露, 稲田, 益本: SUS304 ステンレス鋼の耐食性におよぼす熱サイクルと応力の影響, 本誌 43-7 (1974), 702-713
- 5) 稲田, 秋園, 花岡: 試作した落錘式衝撃試験機について, 材料試験, 10(1961), 553-557
- 6) 花岡, 稲田: 凸ノッチ試験片のシャルピー衝撃試験について, 阿南高専紀要, 8 (1972), 1-7
- 7) たとえば, G. D. Fearnough, C. J. Hoy; Mechanism of Deformation and Fracture in the Charpy Test as Revealed by Dynamic Recording of Impact Loads, J. Iron and Steel Inst., 206-12 (1964), 912-920

国際溶接会議 (IIW) 文献集 1973 年度版 頒布のご案内

日本溶接会議 (JIW)

ただ今, 下記の 3 件の文献集を頒布いたしております。ご承知のように, これら文献集には, 各専門分野における最新の情報と有益な文献が多数収録されております。奮って, ご購入, ご活用下さることを期待いたします。

記

IIW 第II委員会文献集 (1973年度版) "Arc Welding"

黒焼版 ¥29,000, 青焼版 ¥23,500

IIW 第X委員会文献集 (1973年度版) "Residual Stress and Stress Relieving. Brittle Fracture."

黒焼版 ¥22,000, 青焼版 ¥18,000

IIW 第XIII委員会文献集 (1973年度版) "Fatigue Testing"

エレファックス印刷版 ¥23,000

詳細についてのお問合せ, 購入のお申込みは, 下記へご連絡下さい。案内書および申込用紙をお送り申し上げます。

東京都千代田区神田佐久間町 1-11 〒101

社団法人 溶接学会内

日本溶接会議 (JIW)

電話 03 (253) 0488