

13 Cr ステンレス鋼の歪時効

田 中 義 勝*
岩 瀬 谷 正 男**
大 島 聡 範***

Strain Aging of 13 Cr Stainless Steel

Yoshikatu TANAKA
Masao IWASEYA
Toshinori OSHIMA

要 旨

歪時効による 13 Cr 鋼の機械的性質の変化について実験した。歪時効処理によって、絞りの減少を伴わずに、降伏点は約 20~55 kg/mm² 上昇した。

SYnopsis

The changes of mechanical properties of 13 Cr stainless steel by strain aging was examined. By the strain aging treatment, the yield strength was increased about 20~55 kg/mm² without decrement of reduction of area.

I 結 言

歪時効現象については、古くから軟鋼薄板の冷間加工性に関連する重要問題として取り上げられてきており、その機構に関しては、固溶 C、N 原子がいわゆる Cottrell 雰囲気を形成し転位の運動を拘束することによるとされている。⁽¹⁾ 歪時効による降伏点の再現および上昇、硬さの増加等は材料の塑性加工性という面から見た場合望ましくない現象である。しかし材料強度の改善の手段として利用することが行なわれつつあり、近年低合金調質鋼の歪時効による強化等についても研究され、^{(2) (3) (4)} かなりの強度改善が認められている。高 Cr 鋼においても、何らかの処理により C、N などを Cr の化学的相互作用から解放すれば、降伏点が現われるようになり、かつ強度が改善される。⁽⁵⁾

マルテンサイト系 13 Cr ステンレス鋼は調質により、かなりの強度、特に高温強度と耐食性とを有することから、各種の用途に使用されている鋼種であるが、歪時効によりさらに強度の改善が考えられる。マ

ルテンサイト組織の場合の歪時効現象を焼鈍状態の軟鋼等の場合と同様の機構と考えて良いか否かは明らかでなく、また合金鋼の場合には析出等も伴い、時効過程はさらに複雑なものと考えられるが、まず機械的性質の変化について実験した。すなわち、焼入後比較的低温度で焼戻し、種々の条件で歪時効処理し、歪量、時効温度、時間、焼戻温度、歪の方向等と、耐力、硬さ等の変化との関係について実験し、最適時効条件について検討した。その結果、適当な歪時効処理によりかなりの強度改善が認められた。

II 試料および実験方法

実験に使用した試料は市販の 13 Cr ステンレス鋼 SUS 50 の 16mm ϕ 熱延棒鋼である。その化学成分を第 1 表に示す。素材を実験の目的に応じて適当な長さで切断し、860°C $\times$ 30min の焼鈍をした。その後、引張試験用のものは平行部寸法 8mm ϕ $\times$ 60mm $^{\circ}$ に、圧

第 1 表 試料の化学成分 (wt %)

C	Si	Mn	P	S	Cr
0.14	0.40	0.75	≤ 0.04	≤ 0.03	11.8

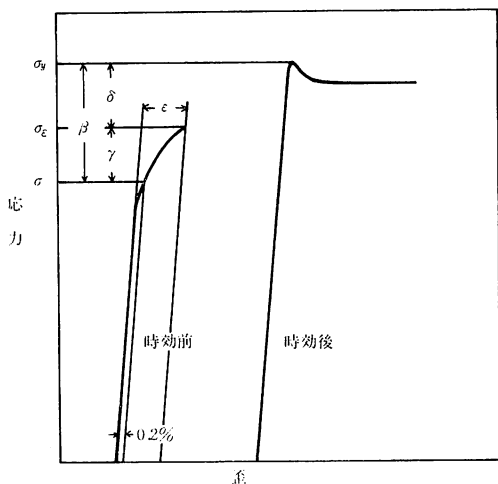
* 講 師 機械工学科

** 技 官 機械工学科

*** 助教授 機械工学科

縮試験用のものは $11\text{mm}\phi \times 20\text{mm}^{\text{L}}$ または $8\text{mm}\phi \times 20\text{mm}^{\text{L}}$ に、衝撃試験用は、平行部寸法 $6\text{mm} \times 10\text{mm}$ 60mm^{L} の引張試験片状に、また引張—圧縮、あるいは圧縮—引張試験用は平行部寸法 $8\text{mm}\phi \times 20\text{mm}^{\text{L}}$ の引張試験片状にそれぞれ切削加工した。衝撃試験用の試験片を $10\text{mm}\square$ にしなかったのは、 $10\text{mm}\square$ にした場合引張荷重があまり大きくなり過ぎるためであるが、 $6\text{mm} \times 10\text{mm}$ 以上の断面寸法であれば、巾は多少小さくとも衝撃値にはあまり差がないとされているからである。⁽⁶⁾

次に 980°C で 70 分間加熱後油焼入し、種々の温度で焼戻した。熱処理はすべて真空炉中で行なった。熱処理を終えた試験片は歪時効処理を行なった後各試験をした。その概念を第 1 図に示す。引張試験機により、引張荷重あるいは圧縮荷重を加えて所定の永久歪 ε を与え、除荷重後時効した。 200°C 以下の時効にはオイルバスを、それ以上の温度の時効には真空炉を使用した。時効後、引張試験あるいは圧縮試験等を行なった。



第 1 図 歪時効処理の概念図

歪時効性は時効後の降伏点 σ_y 、または歪時効指数、すなわち永久歪 ε に対応する応力 σ_e と時効後の降伏点 σ_y との差 $\delta = \sigma_y - \sigma_e$ 等によって表わす。歪量の小さい場合、時効温度の低い場合、および時効時間の短い場合には時効後も降伏点が現れないが、このような場合には荷重—伸び線図の直線性の崩れる時の応力を σ_y とした。引張試験機は電子管式万能試験機を使用し、荷重—伸び線図は伸び計と X-Y レコーダーによって記録した。微少歪の場合には一部抵抗線ストレーンゲージを使用した。

硬さは ε なる永久歪を与えた後、試験片中央部を軸に直角な面で切断し、断面の硬さを測定した。歪時効

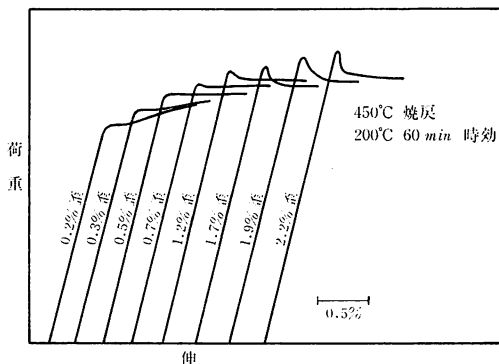
性は時効後のビッカース硬さ H_{va} 、または、時効前の硬さ H_{ve} と時効後の硬さ H_{va} との差 $\Delta H_v = H_{va} - H_{ve}$ で表わす。

衝撃試験は前述の試験片に引張により永久歪を与えた後、平行部から長さ 55mm の試験片を切出し、V ノッチをつけて行なった。試験機は $30\text{kg}\cdot\text{m}$ シャルピー式衝撃試験機である。

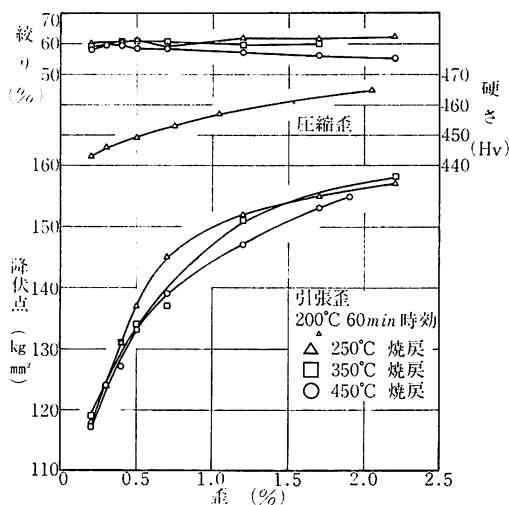
Ⅲ 実験結果および考察

Ⅲ-1 歪量と歪時効性について

第 2 図に歪時効後の引張試験における荷重—伸び線図の一部を示す。焼戻状態では勿論降伏点は認められないが、歪時効した場合でも歪量が小さい場合は降伏点は認められず、約 0.5% 歪で降伏点が認められるようになり、さらに 1% 以上の歪では明瞭な降伏点が現われるようになる。 $250^{\circ}\text{C} \sim 450^{\circ}\text{C}$ 焼戻の引張試験における 0.2% 耐力は約 $100\text{kg}/\text{mm}^2$ であるが、歪



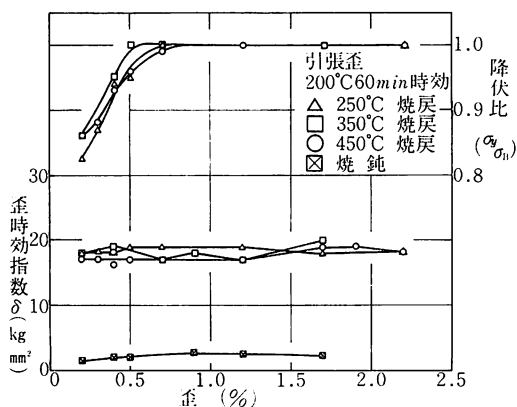
第 2 図 引張試験における荷重—伸び線図



第 3 図 歪量と機械的性質の関係

時効後には第3図に示すように $120 \sim 155 \text{ kg/mm}^2$ に達する。すなわち降伏点上昇率 $\beta/\sigma_{0.2}$ は約 $20 \sim 55\%$ である。降伏点の上昇は 1.2% 歪までは特に著しく、それ以上の歪では比較的变化が少なくなっている。強度がこのような増加しても絞りには変化が認められない。また硬さは約 $H_v 450$ であり歪時効により約 $H_v 23$ 上昇する。これはもとの硬さの約 5% であり、降伏点の上昇率に比べると非常に小さい。

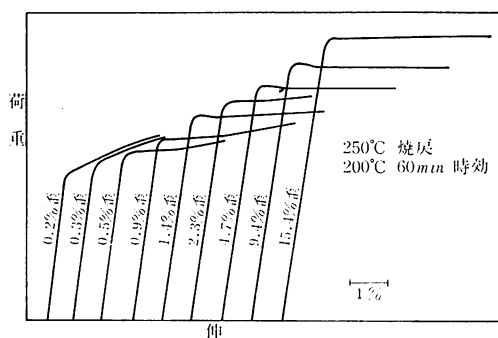
第3図に示されているものは降伏点、硬さ共に加工硬化による上昇をも含んだものである。そこで加工硬化による上昇分を除外して、歪時効のみによる降伏点の上昇量を第4図に示す。歪時効指数 δ は約 $17 \sim 19 \text{ kg/mm}^2$ であり、 σ_e に対する上昇率は約 14% である。図に焼鈍材についても示したが、焼鈍材では 0.2% 耐力が約 25 kg/mm^2 と非常に低く、歪時効を行なっても加工硬化による強度の上昇がややあるだけで時効による上昇は殆んどない。また歪時効後も明瞭な降伏点は現れない。



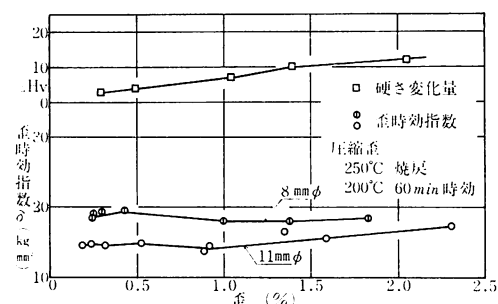
第4図 歪量と歪時効指数 降伏比の関係

第4図では歪量が増しても δ は殆んど変化しない。従って第3図において歪量が増すにつれて降伏点が増してゆくのは、歪量と共に加工硬化量が増加するためということになる。加工硬化による降伏点の上昇量は、 0.7% 以上の歪の場合には時効による上昇量よりも大きい。降伏比は歪が小さい場合は1以下であるが 0.7% 以上の歪の場合、すなわち明瞭な降伏点が認められる場合には1になる。焼戻温度による差はあまり見られない。

次に圧縮歪時効後圧縮試験した場合について第5図、第6図に示す。前述の引張試験の場合と同様 1% 前後以上の歪の場合には降伏点が見られるようになる。しかし降伏点における応力の低下は引張の場合ほど著しいものではなく、 $2 \sim 4 \text{ kg/mm}^2$ である。 0.2% 耐力は約 120 kg/mm^2 で引張の場合に比べて約



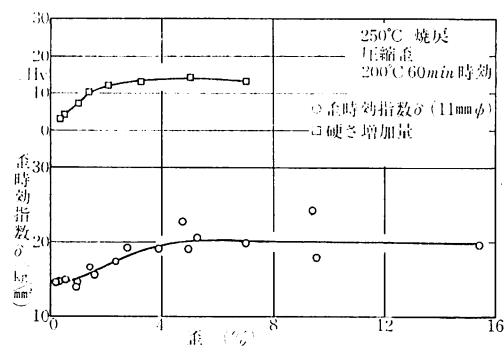
第5図 圧縮試験における荷重—伸び線図



第6図 歪量と歪時効性の関係

20 kg/mm^2 大きい。 δ は引張歪の場合と大差なく、歪量による変化も殆んどない。但し、試験片の寸法によって δ には差があり、直径 11 mm の場合は 8 mm に比べて平均約 3 kg/mm^2 小さい。一般に降伏点、引張強さ等は寸法効果が存在するが、歪時効性に差があるのは如何なる理由によるのかさらに検討を要する。

硬さの増加量は最大約 $H_v 13$ (約 3%) で δ に比べると非常に少ない。硬さの増加量は歪量と共に大きくなる傾向が認められるが、さらに歪量を増加した場合第7図に示すように、 2% 以上では殆んど変化がない。第3図において硬さの増加量は最大約 $H_v 23$ であったがこの内約 $H_v 10$ は加工硬化による増加という



第7図 歪量と歪時効性の関係

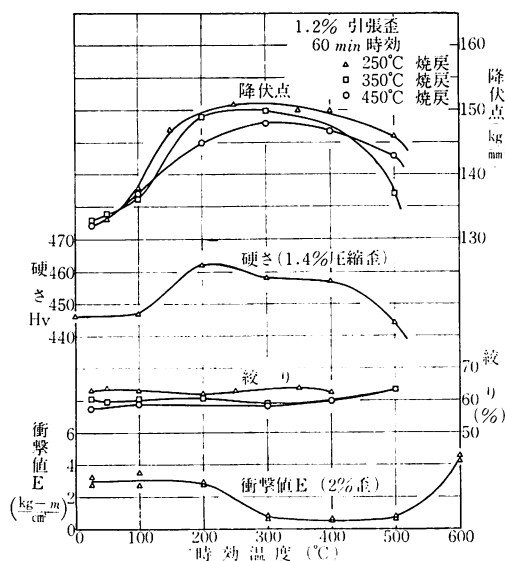
ことになる。

歪量を大きく変化させた場合には δ も変化するが、大きな変化ではなく、かつ5%以上の歪では一定になるようである。引張歪の場合には大きな歪を与えた実験はしていないが同様の結果になるものと推測される。但し加工硬化による強度の上昇は歪量と共にさらに上昇するので、強度そのものは歪量が大きい程大きくなる。

以上のように歪時効による変化は降伏点と硬さでは多少異っているが、いずれにせよ僅かな歪を与えて時効処理することによりかなり強化され、特に降伏強度が 50 kg/mm^2 以上も改善されることは注目値する。13Cr鋼は他の加工熱処理法、例えばオースフォームングによって、50%加工で硬さが約10%増加するとされているが、⁽⁷⁾これらと比較しても、処理法の容易さ等も含めて非常に効果的な強化法と云える。

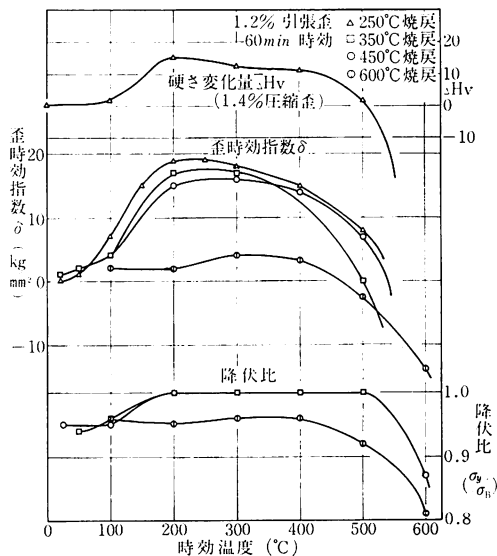
III-2 時効温度、時間と歪時効性について

時効温度と歪時効性の関係を第8図に示す。低温度で時効した場合には降伏点は現れないが、 200°C 以上では降伏点が現われ $200\sim 300^\circ\text{C}$ で最大になり約50%上昇する。 500°C 以上では過時効になる。 $250\sim 450^\circ\text{C}$ 焼戻では焼戻温度による差は大きくなく、焼戻温度以上の温度で時効しても 500°C までは過時効にならない。このことは後で述べる焼戻挙動と関連することである。第8図も加工硬化による降伏点の上昇分を含んでいるがその量は、時効が殆んど進行しないと考えられる常温時効の時の上昇量、すなわち約 32 kg/mm^2

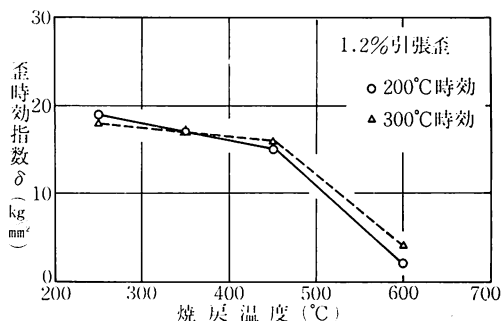


第8図 時効温度と機械的性質の関係

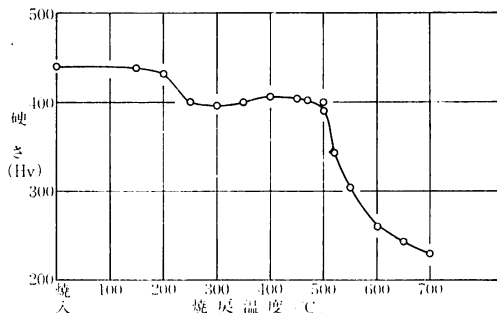
である。硬さは降伏点とほぼ同様の傾向を示すが変化量は比較的小さい。伸びはこの場合も変化がない。しかし、靱性には変化が見られ、 250°C 焼戻では衝撃値は約 3 kg-m/cm^2 と非常に小さく脆性破面を呈するが、歪時効によってさらに低下する。伸びには変化がないにもかかわらず衝撃値に変化が現われるのは変形



第9図 時効温度と歪時効性の関係



第10図 焼戻温度による歪時効指数の変化



第11図 焼戻温度と硬さの関係

速度の影響であろうと考えられる。200℃時効では靱性の低下も比較的少なく、機械的性質を総合的に高めるにはこの温度の時効が効果的である。450℃以下の焼戻では靱性は同様の傾向であろうと考えられる。実用的には一般に強度と同時に相当の靱性が要求される場合が多いので、700℃前後の高温焼戻をするのが普通であるが、静的な引張あるいは圧縮に対する高強度を望む場合には、450℃以下での焼戻材に歪時効処理を施すことはかなり効果的である。

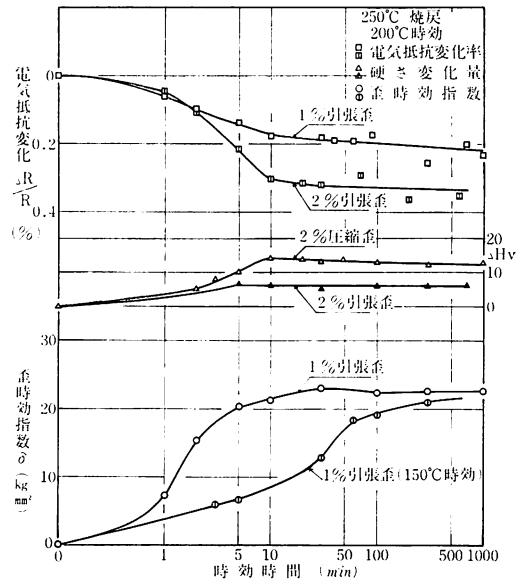
加工硬化による上昇分を除外して、時効による降伏点の上昇のみを示すと第9図の如くである。 δ は最大約19 kg/mm²であり、 ΔH_v は最大約Hv 15である。時効の効果が充分現われる200℃以上では降伏比はやはり1になる。前述のように450℃以下の焼戻では δ に大きな差はないが、600℃焼戻では全く異っており、焼鈍材と同程度の値である。このように焼戻温度450℃を境として歪時効性には大きな差がある。

歪時効指数 δ と焼戻温度との関係は第10図のようになる。450℃以下の焼戻では焼戻温度が高くなるにつれては僅かに小さくなるが、600℃焼戻では著しく小さくなる。本鋼種の焼戻曲線は第11図に示すように、300～500℃の範囲では微細炭化物の分散析出による硬化を伴うために降伏点、硬さ等は上昇し、500℃以上では炭化物の凝集生長が進み急速に軟化する。この450～500℃までの二次硬化、および、それ以上の温度での急速な軟化が歪時効性とも深い関連を有している。350～450℃焼戻の場合には析出による硬化があるにもかかわらず δ は250℃焼戻に比べて次第に低下し、さらに600℃焼戻では著しく低下するということは焼戻によるマルテンサイトの分解、すなわち固溶C量の変化によるものであろう。しかし、固溶C量との関係のみから考えた場合には250～600℃までならかな線に結ばれるべきであり、450℃を境として傾が大きく異っているということは、固溶C以外の因子、例えば析出等が歪時効性に影響を及ぼしているものと推測される。

250℃焼戻の圧縮歪時効後の硬さ変化は δ と同様の傾向である。450℃までの焼戻では同様の傾向を示すと考えられる。

時効時間と歪時効性の関係は第12図の如くである。歪時効の効果は短時間で現われ、200℃時効では約10分、150℃では約100分で充分効果が現われる。電気抵抗は減少し、その過程は δ 、 ΔH_v の変化とよく一致する。これはCottrell 雰囲気形成を物語るものであろう。⁽¹⁾⁽⁸⁾

硬さ変化量は前に述べたように大きな変化ではない



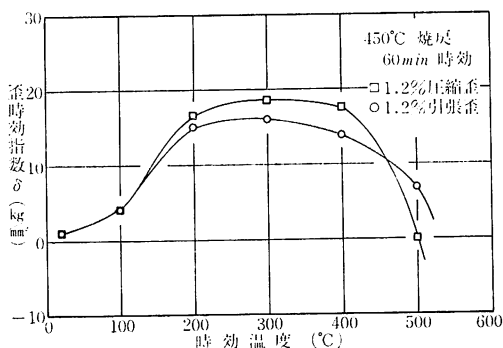
第12図 時効時間と歪時効性の関係

が圧縮歪と引張歪とでは差があり、引張歪の場合の硬化量は最大Hv 6であり、圧縮歪の場合のHv 14に比べて小さい。この場合、圧縮および引張方向と直角な面の硬さ、すなわち、圧縮および引張方向と同方向の圧縮に対する変形抵抗を測定していることになり、歪方向と硬さの間には微妙な関係があることがわかる。圧縮および引張方向と平行な面で測定した場合の ΔH_v は圧縮歪、引張歪いずれの場合も約Hv 10で頂度中間の値である。時効前の硬さHvは圧縮歪と引張歪とでは差があり、このことはバウシinger効果によると思われるが、時効後の硬さHvaとHevの差 ΔH_v にもこのような差があることはバウシinger効果だけでは説明できないことである。

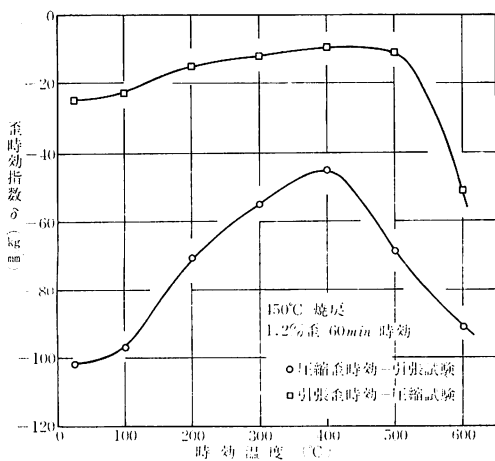
III-3 荷重方向と歪時効性について

圧縮歪と引張歪とでは時効後の硬さ増加量に差があることを前に述べたが、450℃で焼戻した場合の δ も第13図に示すように僅かに差があり、圧縮歪の場合が大きい。

時効の前と後で荷重の方向を変えて、圧縮歪時効後引張試験した場合、および引張歪時効後圧縮試験した場合について第14図に示す。この場合にはバウシinger効果が著しく、時効効果があまり現われない低温時効では降伏点は大きく低下する。200～300℃時効では時効効果による降伏点の上昇によってかなり回復するが、バウシinger効果による低下の方が遙かに大きく、結局時効前の歪方向の降伏点には致達しない。特に圧縮歪時効—引張試験の場合の低下が著し



第13図 圧縮歪と引張歪の歪時効指数の相違



第14図 荷重方向を逆にした場合の時効温度と歪時効指数の関係

い。これは一般に圧縮における降伏点は引張の場合の降伏点より大きく現われることによる部分が大きいと考えられる。引張歪時効—圧縮試験の場合には同じ理由により低下が小さい。いずれにしても、時効前後で荷重方向が逆の場合は強度の増加という点では効果がない。時効の前後で荷重方向を逆にした場合には低炭素鋼においても歪時効性に差があることが認められている。

このように引張歪時効後の圧縮強度、および圧縮歪時効後の引張強度はもとの強度に比べて大きな差があるということはその他の破壊強度に対しても影響があるのではなかろうかと推測される。例えば衝撃試験における破壊がノッチ底に働く引張応力によりクラックが発生するものであることを考えると、引張歪時効した場合と圧縮歪時効した場合とではクラック発生に至るまでには何らかの差があるのではなかろうかと考えられる。

歪時効処理は前述したように、非常に容易かつ効果的な材料強化法である。しかし、時効前の荷重と逆方

向の荷重に対しては全く強化されておらず、むしろバウシinger効果により強度は低下しているその使用に当っては方向性に充分注意する必要がある。

Ⅳ 結 言

1) 13Cr ステンレス 鋼の歪時効効果は歪量が小さい範囲では歪量の増加と共に増加するが約5%以上の歪量では一定値となる。

2) 歪時効により明瞭な降伏点が現われるようになり、450°C 以下で焼戻し、200~400°C の温度で時効した場合約10分間で強度は充分増加する。降伏点の上昇量は約20~50 kg/mm² であり、その内で時効のみによる上昇量は17~19 kg/mm² である。

3) 硬さの増加は降伏点の上昇に比べて小さく、時効のみによる増加量は $H_v 14$ (約3%) である。

4) 歪時効によって絞りは変化しないが衝撃値はやや低下する。

5) 歪時効効果は荷重方向によって差があり引張歪時効より圧縮歪時効の場合の方が効果が大きい。

6) 歪時効効果は焼戻温度によって異なり、450°C 以下の温度で焼戻した場合に著るしく600°C 焼戻、焼鈍等の場合は非常に少ない。

7) 時効の前後で荷重方向が異なる場合にはバウシinger効果が現われる。バウシinger効果は歪時効効果より大きく、時効により強度を回復してもなおもとの強度までは達しない。

本実験を行なうにあたって実験装置の製作、試験片の加工等について協力いただいた機械工学科実習工場の各位、また、実験の一部に協力された、本校機械工学科卒業生金属材料実験班の諸氏ならびに機械工学科林忠夫技官に深く感謝する次第である。

文 献

- (1) A. H. Cottrell & B. A. Billby: Proc. Phys. Soc. 62 A (1949) 49.
- (2) 渡辺, 福井, 浅田: 鉄と鋼 52 (1966) 724.
- (3) J. E. Pavlick: Trans. ASM 60 (1967) 194.
- (4) E. T. Stephenson & Morris Cohen: Trans. ASM 54 (1961) 72.
- (5) 塚本, 矢ヶ崎: 金属学会誌 25 (1961) 807.
- (6) 作井, 中村, 布村, 藤原: 鉄と鋼 49 (1963) 672.
- (7) 細井: 鉄と鋼 48 (1962) 940.
- (8) A. H. Cottrell & A. T. Churchman: J. I. S. I. (1949) 271.
- (9) D. V. Willson & G. R. Ogram: J. I. S. I. (1968) 911.

(昭和48年1月10日受理)