

軟鋼の焼入時効硬化におよぼす

時効温度および溶体化処理方法の影響

福井 昂*・時弘 義雄*

Effect of Aging Temperature and Methods of Solution Treatment on the Quench-Age-Hardening of Mild Steel.

Takashi FUKUI and Yoshio TOKIHIRO

Abstract

On the phenomena of quench-age-hardening of mild steels have already studied by many investigators for varied composition. But, there were little basic studied on the solution heat treatment of mild steels.

In this paper, the present investigators studied the effect or relationship of aging temperature and methods of solution treatment on the phenomena of quench-age-hardening of mild steels with carbon 0.07% preceded by normalizing at 900°C through means of hardness test.

The results obtained may be summarised as follows :

- (1) In order to produce the maximum quench-age-hardening effects it is necessary to quench after holding 1 hour about 700°C.
- (2) Quench-age-hardening reaches about the same maximum for aging temperature up to about 10°C.
- (3) When aging temperature is 20°C, quench-age-hardening have reached the maximum for about 310 hours, and it is unconcerned in temperature of solution treatment being between A_1 arrest point and 680°C.
- (4) When aging temperature is lower and temperature of solution treatment is between A_1 arrest point and 630°C, two steps hardening are observed in the quench-age-hardening of mild steels.

1. 緒 言

軟鋼の低温焼入**後に起こる焼入時効硬化現象に関しては、多くの研究結果^{1)~10)}がある。しかし、焼入時効硬化を生ぜしめるために必要な溶体化熱処理に関する基礎的研究はほとんどみられない。しかるに実際上の問題としては、焼入時効硬化の理論よりも、むしろ熱処理の基本的条件を確定しておくことが大切である。軟鋼の溶体化温度の決定に関しては多くの研究があり、もちろん組成によつて多少のちがいはあるが、大体 680°C~700°C の範囲を選ぶべきことはよく知ら

れている。一方、溶体化処理時間の問題は、一般的にいえば、析出物を溶解させて一様な固溶体となさしめる範囲において、できるだけ短時間の方がよいとされているが、理論的には異相間の拡散速度の大小によつて定まる。拡散速度は同じ合金の場合でも、温度、異相間の濃度差、組成および組織の形状によつて相違するから、かなり複雑な問題となり研究者によつて、かなりのちがひがある。また軟鋼の焼入時効硬化の過程についても、含有する不純物によりかなり抑制はされるが、やはり硬化は2段階にあらわれ、第1段階にいたると電子顕微鏡で析出物がみとめられることより、それ以前の硬化については、Al合金にみられるごとき G.P. 帯のような析出前の過程があるといわれている

** 桜井らは“材料試験”4 (1955), 367 で焼入温度が A_{c1} 点以下の時はこのように呼んでいる。

8)~11)。しかし、その形成のための条件は、ほとんど検討されていない。したがって本報告では、焼入時効硬化度に影響を与える溶体化処理温度、保持時間、冷却速度および時効処理温度について硬度測定を行なつて、その相互関係を検討したので、その結果を報告する。

2. 試料および実験方法

Table 1 Chemical composition and hardness of normalized specimens (wt%)

Specimen	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	H _R B
S10C	0.07	0.28	0.50	0.017	0.013	0.01	0.01	0.11	71.5

2.2 溶体化処理

試料の溶体化処理は、すべて電気マッフル炉を用いて空気中で行なつた。まず溶体化処理に先立って、試料の組織を均一にするため900°Cに4時間で昇温し、その温度に1時間保持したのち、空中(平均20°C)冷却した。この試料の顕微鏡組織をFig. 1に示す。温度調節は電子管式調節器(±2°C)で行なつた。つぎに溶体化処理温度としては、550°C, 600°C, 650°C, 680°Cおよび700°Cとし、それぞれの温度に1時間保持したのち軽くかくはんした水中(0°C, 10°C, 20°C, および30°C)に急冷した。

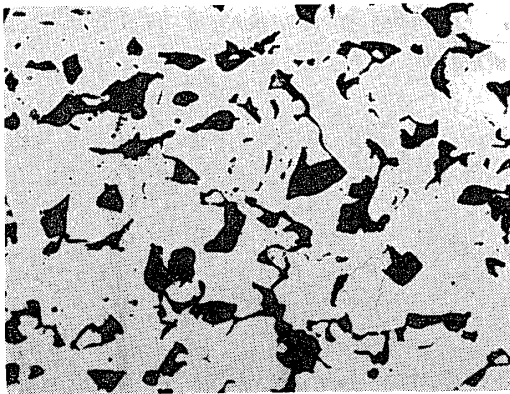


Fig.1 Microstructure of specimen normalized at 900°C for 1 hour Magnif. : ×400

2.3 時効処理

時効処理は、各溶体化処理後15分の硬度差がH_RB±0.5のもの3個をとり、ただち時効処理温度20°Cに保たれた恒温水槽(温度精度±1°C)中にうつし、360時間まで行なつた。なお水中(0°C)に急冷した試料については、同様の恒温水槽を用いて10°C, 50°C, および100°Cの時効処理も行なつた。

2.4 硬度測定

2.1 試料

Table 1は試料の化学成分および焼準硬度を示したものである。試料には市販の19φの機械構造用炭素鋼, S10Cを使用した。試料の寸法は、試料の大きさが溶体化処理後の硬度に大きく影響し、大きなものは溶体化処理後の硬度が高いし、また試料全体を均一に冷却して硬度の不均一をなくすために旋盤加工により17φ×10mmに整形した。

硬度はロックウエル硬度計のBスケールを用いて測定した。測定にあたっては、各試料とも250rpmで回転する金属試片研摩機に280#のエメリー紙をはりつけて、試料を氷水で冷却しながら研摩し、溶体化処理器に生じた試料表面のスケールを除去して、各処理ごとの3個の試料につき、それぞれ5個所を測定し合計15個所の平均値をもつて硬度とした。

3. 実験結果および考察

3.1 溶体化処理時間について

Fig.2は溶体化処理温度700°Cにおける保持時間をかえて、水中(0°C)に急冷し、つぎに20°C時効処理をして、時間と共に変化する硬度をみたものである。これからわかるように、焼入時効硬化度を最高にするためには1時間保持することが望ましい。したがって以後の実験においては、すべての溶体化処理温度に対して、保持時間は1時間とした。保持時間が1時間より短い場合は、焼準状態において、すでに生じていた微細な炭化鉄のごとき析出物が完全に固溶して一様な固溶体を形成することができないために、それだけ低い硬度を示すものと思われる。一方、保持時間が1時間より長くなつた場合は、著者らのかつて発表した報告^{12),13)}からわかるように、パーライト・セメタイトの中で内部応力を残留して局部的に不安定になっている部分が、わずかに表面張力の影響により粒状化するが、加熱温度が700°Cの場合、または加熱時間が3時間の場合は炭化物の集合が行なわれず、大きなパーライトは層状のまま残る。その結果、マトリックスの硬度が多少低下するために飽和硬度が1時間保持の場合よりも低下するものと思われる。また、すべての保持時間に対して焼入時効硬化曲線が2段階に現われて

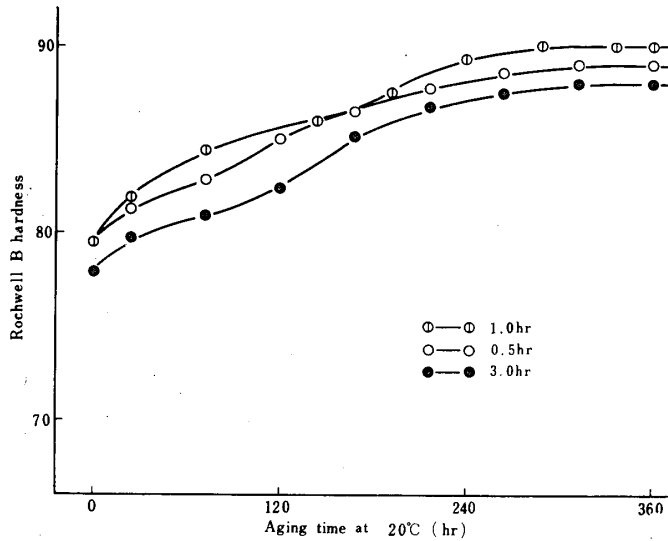


Fig. 2 Aging curves of the specimen quenched in water (0°C) after soaking for 0.5, 1 and 3 hr at 700°C

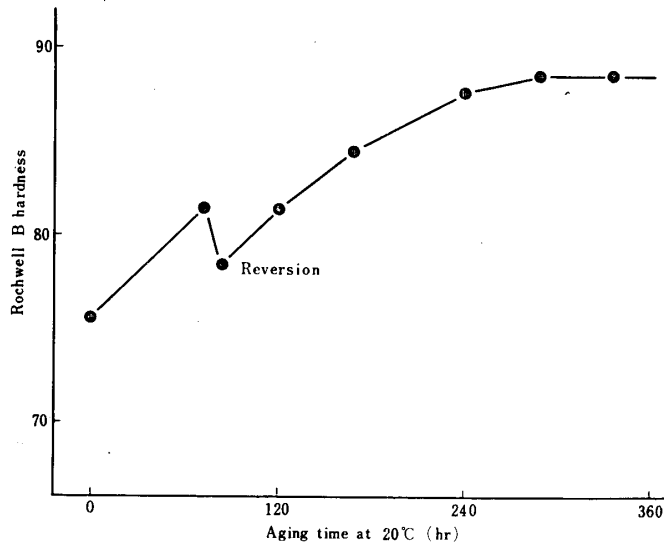


Fig. 3 Reversion curve of the specimen reversed for 2 min at 100°C after aging for 72 hr at 20°C

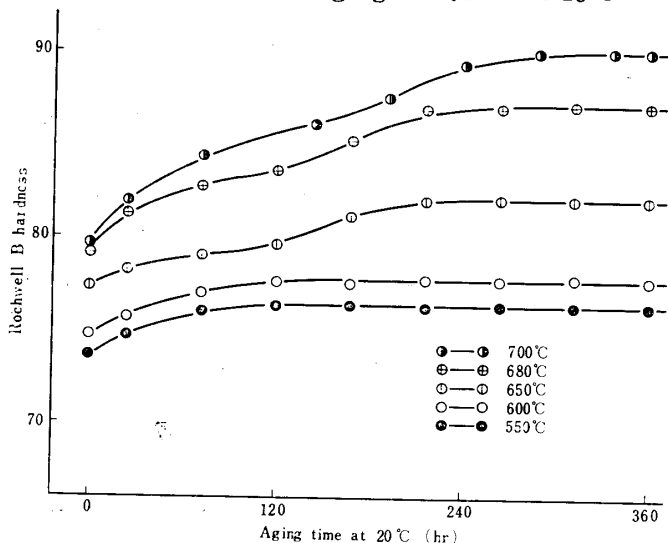


Fig. 4 Aging curves of the specimen quenched in water (0°C) from various soaking temperature

いることがわかる。これは田辺ら⁸⁾¹⁰⁾によれば、第1段階より焼入時効析出物が現われるので、それ以前の硬化はG.P.帯のごときものの生成によるものと述べている。もしそうだとすると、Al合金と同様に茨木⁷⁾のいつているように、復元現象があるはずである。したがって、この点を確認するために、 700°C の溶体化処理温度に1時間保持して水中(0°C)に急冷し、つぎに72時間ほど 20°C 時効処理を行なった試料を 100°C で2分間加熱して復元させ、つぎに 20°C で再時効処理した結果をFig. 3に示す。これからわかるように、明らかに復元を起こしており、第1段階以前の硬化はG.P.帯のごとき析出前の溶質原子の作用によるものと考えられる。一般には、軟鋼の焼入時効では2段階硬化は不純物の影響によりG.P.帯生成の速度および量を減少せしめる^{14)~16)}ために大きく現われないが、本実験では明らかに第1段階が存在し、第1段階以前に硬度上昇区間が認められることより、不純物によつてG.P.帯の生成が完全には阻止されていないことが推察される。

3.2 溶体化処理温度について

Fig. 4は溶体化処理温度をかえて、水中(0°C)に急冷し、つぎに 20°C 時効処理をして時間と共に変化する硬度をみたものである。 550°C および 600°C での結果は、とくにフェライト中に過飽和に固溶した場合、炭素と同様に著しい焼入時効硬化を起こすといわれている窒素および酸素の影響を検討するために行なったものである。これからわかるように、本実験に使用した試料には窒素および酸素に原因する焼入時効硬化現象は、ほとんどない。しかし、わずかに焼入時効硬化を起こしているのは、フェライト中に過飽和に固溶したわずかな炭素の析出による焼入時効硬化によるものである。つぎに 650°C 、 680°C および 700°C のものは、すべて2段階硬化が現われているが、これは溶体化処理時間のところで述べた理由によるものと思われる。また溶体化処理温度が高いほど焼入時効硬化度の大きいことは、フェライト中に過飽和に固溶する炭素量がA₁変態点に近い温度から急冷したものほど多いためである。つぎに飽和硬度に到達するまでの時効処理時間が溶体化処理温度が低いほど短縮されているが、これは

常温における焼入時効硬化は茨木⁷⁾のいつているように溶質原子の粒界に向かつての拡散による結晶格子の内部歪に基づくものであることから溶体化処理温度が低いと、溶質原子の拡散が十分でなく部分により、かなりの濃度勾配があり、これが常温時効における溶質原子の拡散作用を促進するため溶質原子は粒界に向かつて移動しやすくなるためと思われる。

3.3 冷却水の温度について

Fig. 5は溶体化処理温度を700°Cとし、冷却水の温度をかえ、つぎに20°C時効処理をして、時間と共に変化する硬度をみたものである。これからわかるように、水中(0°Cおよび10°C)に急冷した場合を除けば、飽和硬度は冷却水温の上昇と共に低下している。これは茨木⁷⁾のいつているように、常温における軟鋼

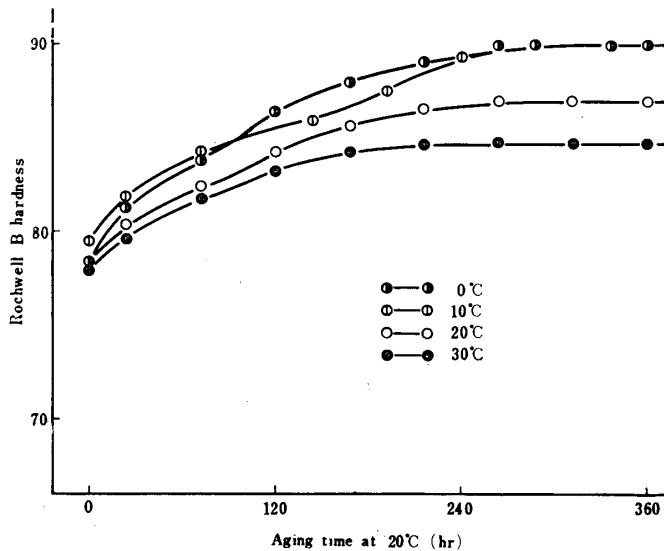


Fig. 5 Aging curves of the specimen cooled in various temperature after soaking for 1 hr at 700°C

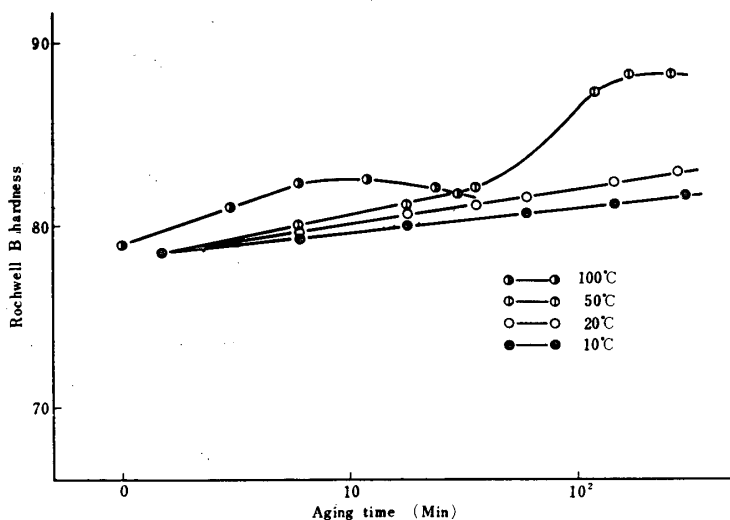


Fig. 6 Aging curves of the specimen aged at various temperature after soaking for 1 hr at 700°C

の焼入時効硬化は溶質原子の粒界に向かつての拡散による結晶格子の内部歪に基づくものであることから、冷却水温が上昇するとそれだけフェライト中に過飽和に固溶する炭素量も減少しているためである。そのうえ溶質原子の移動もかなり容易になると考えられる。つぎに焼入時効硬化曲線に現われる2段硬化の傾向は冷却水温の上昇につれて弱まっているが、これは上述の現象のほか、析出のさいの最小安定核の大きさがましているためと思われる。なお、この現象は結晶格子を歪ませる作用も少なくするものと考えられる。そのため飽和硬度の低下にも影響するものと思われる。

3.4 時効処理温度について

Fig. 6は溶体化処理温度を700°Cとし水中(0°C)に急冷し、つぎに時効処理温度をかえ、時間と共に変化する硬度をみたものである。これからわかるように、50°Cおよび100°Cで時効処理したものは48時間以内に飽和硬度に到達するが、それ以外の時効処理温度で時効処理したものは時効時間が48時間以内では、2段硬化の第1段硬化以前のP.G.帯のごとき析出前の硬化過程にあることがわかる。つぎに48時間以内で飽和硬度に到達した50°Cおよび100°Cの焼入時効硬化曲線には2段硬化がみられないが、50°C時効処理の場合は田辺ら¹⁰⁾の行なっているように、溶体化処理後1時間より3時間までの硬度測定を詳細に行なえば、2段硬化の傾向が、わずかながらつかめたと考えられる。100°C時効処理の場合は、田辺ら⁹⁾のいつているように2段硬化が現われなかった。以上、今回の実験では最高の焼入時効硬化度は、溶体化処理温度は700°C、保持時間は1時間、冷却水温は10°C以下および時効処理温度は20°C位で、得られることがわかった。なお焼入時効硬化度をより高めるためサブゼロ処理を応用した実験、復元現象に関する実験および2段硬化の第1段硬化以前の硬度上昇に影響する諸因子に関する実験を現在続行しているので、その結果については、後報において報告する。

4. 結 言

以上、得られた結果を要約すると、つぎのとおりである。

- (1) 焼入時効硬化度を最大にするに

は、700°Cにおいては、1時間保持の溶体化がよい。

(2) 冷却水の温度は10°C以下なら、焼入時効硬化度に大差はない。

(3) 溶体化処理温度が680°CよりA₁変態点までの場合は、時効処理温度を20°Cとすれば約310時間で飽和硬度に到達する。

(4) 時効処理温度が低く、しかも溶体化処理温度が680°CよりA₁変態点までの場合は、焼入時効硬化は2段階に現われる。

おわりに本実験を行なうにあたり終始御激励を賜わった山口大学教育学部杉宏三教授に深く感謝の意を表わす。

参 考 文 献

1) E. S. Davenport, E. C. Bain: Trans. A.S.M., 23

(1935), 1047.

2) W. R. Bean: Trans. AIMME, 69 (1923), 895.

3) C. B. Sawyer: Trans. AIMME, 69 (1923), 799.

4) L. J. Dijkstra: Metals, 1 (1949), 252.

5) C. A. Wert: J. Appl. Phys., 20 (1949), 943..

6) A. Fukami: J. Electronmicroscopy, 4 (1951), 31.

7) 本間正雄: 日本金属学会誌, 8 (1944), 29.

8) 田辺良美, 高木信次郎: 日本金属学会誌, 22 (1958), 36.

9) 田辺良美, 高木信次郎: 日本金属学会誌, 25 (1961), 552.

10) 田辺良美, 高木信次郎: 日本金属学会誌, 25 (1961), 790.

11) 竹山太郎: 日本金属学会講演概要集, 61 (1967), 144.

12) 福井昂, 時弘義雄: 材料科学, 2 (1965), 128.

13) 福井昂, 時弘義雄: 材料科学, 3 (1966), 185.

14) H. K. Hardy: J. Inst. Metals, 78 (1950), 166.

15) H. K. Hardy: J. Inst. metals, 80 (1952), 483.

16) 森永卓一, 山田正夫, 高橋恒夫: 日本金属学会誌, 18 (1954), 350.

(昭和42年10月18日受理)