

鋼板の熱処理模様について

奥本武臣* 南波栄吉** 齋藤淳三***

Stress Pattern of Heat Treated Steel Plates

By Takeomi Okumoto and Eikichi Namba, D.S.E.,

Central Research Laboratory, Hitachi, Ltd.

Junzō Saitō

Kawasaki Works, Hitachi, Ltd.

Abstract

The residual stresses given in steel due to heat treatment are considered to be a major cause of its premature breakdown. And there are several methods made available to date for the measurement of such stresses. However, these methods in general involve considerable difficulty in application, especially in case of small and thin steel plates.

In this article, the writers introduce a method to measure the stresses, in such applications, in which stress-corrosion patterns appearing on the steel surface are utilized.

The writers carried out their experiment with the 13Cr steel. The 13Cr steel part was etched in a solution of sulphuric acid, and then many different stress were obtained for observation by giving various kinds of heat treatment. From these results, the writers got a clue to a stress reduction method.

〔I〕 緒 言

鋼を熱処理して生ずる内部応力の測定には、二三の方法が提唱されているが、これ等の原理とするところは応力の存する試片の一部を取除き、残部に弾性的歪を起させることに依つて測定を行うものである。例えば Sachs の方法は中心部を穿孔し、長さ方向の寸法変化を測定し、弾性力学の教式によつて応力の推定を行うものであるが、これには熱処理後も切削が可能であるという前提が課されている。またこれの改良として Heyn の方法は、焼入後も工作可能な試料に適用され、その表面から10% HNO_3 により漸次溶解し、その都度長さの方向の寸法変化を測定して、計算を行うものである。然し乍らこれ等は本来三次元的残留応力を単に一方向の歪のみ測定して

いるものであつて、さらには切削加工の難点、つまり測定出来る程度の変形を与えずに切削部近傍の応力が同時に除去されてゆくという2つの理由に依つて非常に近似値的な測定であり、とくに小さな薄片試料の場合には真の値より遙かに低いものとなる⁽¹⁾。またこれらの方法によつては、たとえばコンプレッサーバルブの如き薄物の板類に就いては、測定が極めて困難である。

焼入した炭素鋼に生じた細微な亀裂は強い腐蝕剤で腐蝕すると、拡大されて肉眼で観察されるようになるが、一般に金属は内部応力が增大するほど化学反応に対する感応性が大となり、あたかも冷間加工した真鍮の時期割れ或いは 18-8 不銹鋼に於ける腐蝕割れの現象の如く、Stress-Corrosion Cracking の現象⁽²⁾ を利用することは好ましい結果を得られるものと考えられる。筆者等はこの原理を利用した E.W. Smith⁽³⁾ の方法を用いて 13Cr 鋼板の熱処理による応力分布を検討した。

* 日立製作所中央研究所

** 日立製作所中央研究所 工博

*** 日立製作所川崎工場

〔II〕 予 備 実 験

(1) 実験の方法

試料にはコンプレッサーバルブに使用される 13Cr 不銹鋼の厚さ 2 mm の板から切りとつた 40×40 mm の試片の両面をグラインダ仕上げによつて厚さ 1.6 mm にしたものを用いた。その化学成分を第1表に示す。

試料は 1,000°C まで徐熱してこの温度に 15 分間保持した後、氷水中に急激な焼入を行い、内部応力の多く存すると考えられる状態にした。試料の表面には加熱中の酸化に依る極めて薄い皮膜を生じたが、その儘にして焼入後直ちにビーカー中の硫酸溶液に浸した。その際試料面がビーカー壁に接触しないように注意を払い、全面が均一に溶液にふれるようにした。尙実験の再現性を確かめるため同一処理につき 4 枚づつの試料を使用した。

(2) 実験結果

i) 硫酸濃度の影響

浸蝕すべき硫酸の濃度を 1%, 5%, 10%, 25%, 50% とし、室温に於て試料を液中にそれぞれ放置した。硫酸溶液は時々新しく取替えつゝ試料表面上の変化を観察したが、これらの濃度の中、10% 及び 25% のものが約 3 日を経て肉眼で観察されるような模様を現わし、続いて 5 日乃至 1 週間を要して、1%, 5% のものにも模様が見られた。然し 50% のものは全く模様が見られなかつた。

その模様は指紋状を呈し、試料の全面に現われており、硫酸濃度 25% 以下のものには、すべて見られている。第1図は 10% 硫酸により 3 日後に現われた例である。

ii) 硫酸液温度の影響

上の実験は常温に於て行つたのであるが、反応を促進させるため液温を約 90~100°C に高めて模様を現出させてみた。その結果反応は著しく促進されて、硫酸濃度 10% 及び 25% のものは約 5 分にして模様が見われ、他の濃度のものも、50% のものを除いては、約 15~30 分以内に出現を終つた。

iii) 硫酸処理迄の放置時間の影響

上の実験は試料を焼入完了後直ちに硫酸処理を行つたものであるが、焼入れした試料が常温に於て内部応力の変化があるとすれば、模様に如何に現われるかを調べるために、同一焼入を行つたものを焼入直後、0.5 hr, 1 hr, 2 hr, 4 hr, 8 hr, 16 hr, 1 日、2 日、4 日、7 日と放置した後、液温 95°C の 10% 硫酸溶液中で模様を出現させたが、放置時間に依つては模様の差異はみられなかつた。

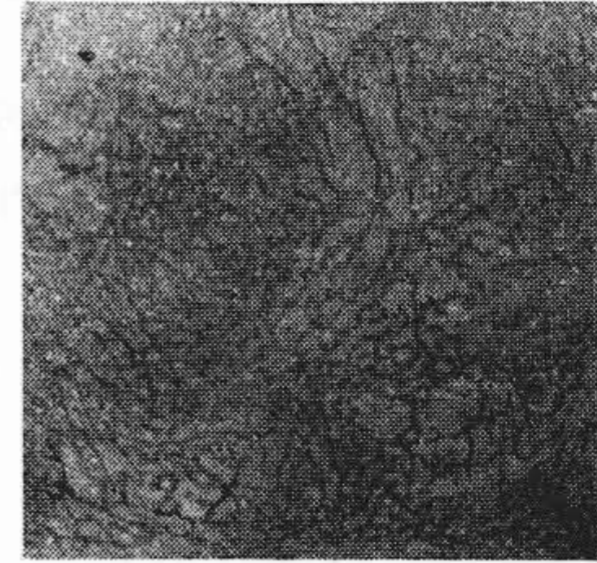
(3) 結果の検討

以上の実験に依つて、非常に高い応力の発生をみた鋼

第1表 試料の化学成分 (%)

Table 1. Chemical Composition (%)

C	Si	Mn	P	S	Cr
0.25	0.51	0.35	0.03	0.03	13.2



第1図 10% 硫酸 (常温) 処理した応力模様

Fig. 1. Stress Pattern Treated with 10% H₂SO₄ (at Room Temperature)

の薄片試料を硫酸中に腐蝕させると、その応力模様を出現することを確かめた。すなわち、焼入試片に残留している反応力の部分的に大きく集中した箇所を縫つて Stress Corrosion Cracking の作用が起るために、図のような模様となつて現われたもので、応力分布の状態を極めて明瞭に観察し得る。

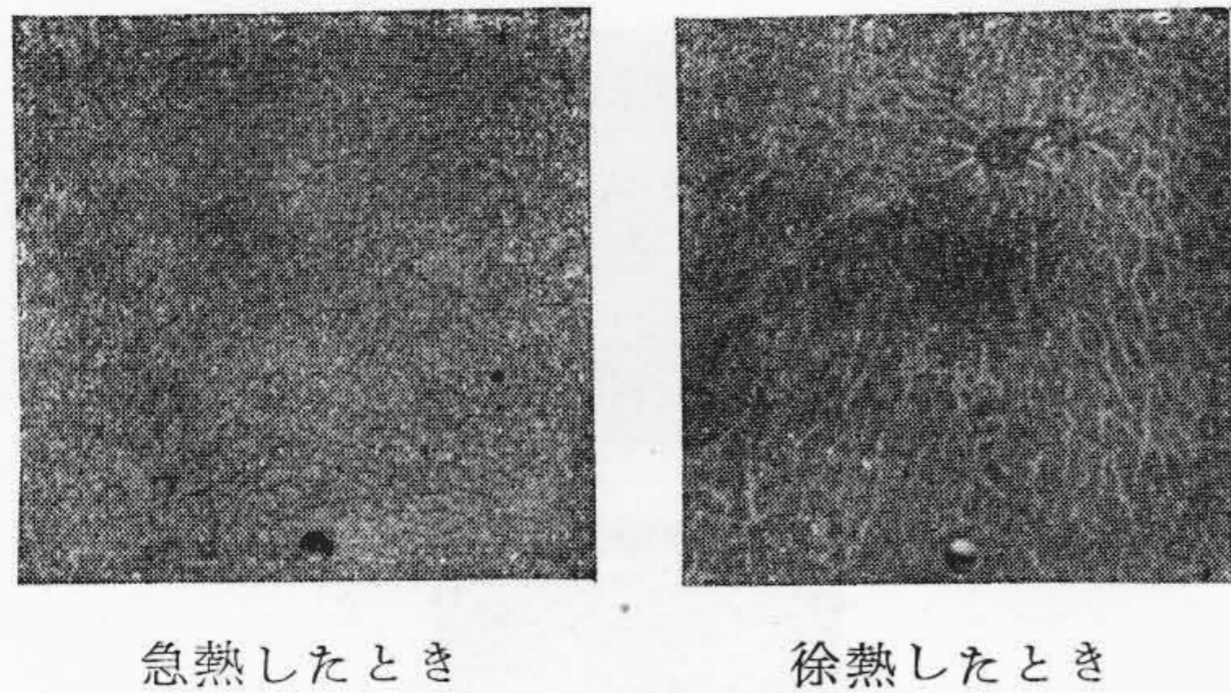
この原因は発生する水素の滲透する圧力に依るものであると考えられる。そして 10%~25% H₂SO₄ がその作用大であるのは解離した H イオンの濃度が大きいためであつて、また H₂SO₄ の温度が高い程、速く模様を現わすのは水素の滲透速度が大なることに依るものであると思われる。前述した物理的内部応力測定法に依つては、その試料中に発生した全応力量が示されるに対して、この化学的方法は応力の分布状態が検出され、応力の全量も一応相対的、定性的に推測される。

以上の結果から応力模様を出現させるには、10%の硫酸溶液に依り、90°C~100°C の温度で短時間に観察されるようにすることにした。この際、硫酸の液温を高めることは焼入試料を加熱し、焼戻を行うことになり、実際にはその温度の応力模様を現出させるが、この問題は改めて検討することにする。但し常温と高温の応力模様の差異はほとんどみられていない。

〔III〕 焼入方法の影響

(1) 加熱速度の変化

鋼の焼入を行う場合、その焼入温度に加熱する速度の差異に依り、応力状態に如何なる変化があるかを調べた。焼入温度を 1,000°C とし 30 分間保持後油中に焼入することにし、試料を常温より約 6 時間を要して徐熱したものと、焼入温度迄 1 時間で急速加熱したものとを比較



第2図 焼入加熱速度の影響
Fig. 2. Effect of Heating Rate on Quenching

した。その結果は第2図の如く、急熱した場合は、徐熱した場合に比して模様が極めて細かく且つ多くみられる。その理由は残留応力が大となつた為ではなく、むしろ冷却前の結晶粒の大きさに由来するものではないかと考えられる。即ち急熱したものは高温に於ける時間が短いため、炭化物の溶解が十分でなく、オーステナイト結晶粒が小なるため、残留歪が細かく分散され模様も細かく生じたのであらうと思われる。これは次に述べる焼入温度の影響に於ても、焼入温度の高いものは模様も大きいことにより知られる。尙本実験は氷水焼入の場合も同じ傾向を示した。

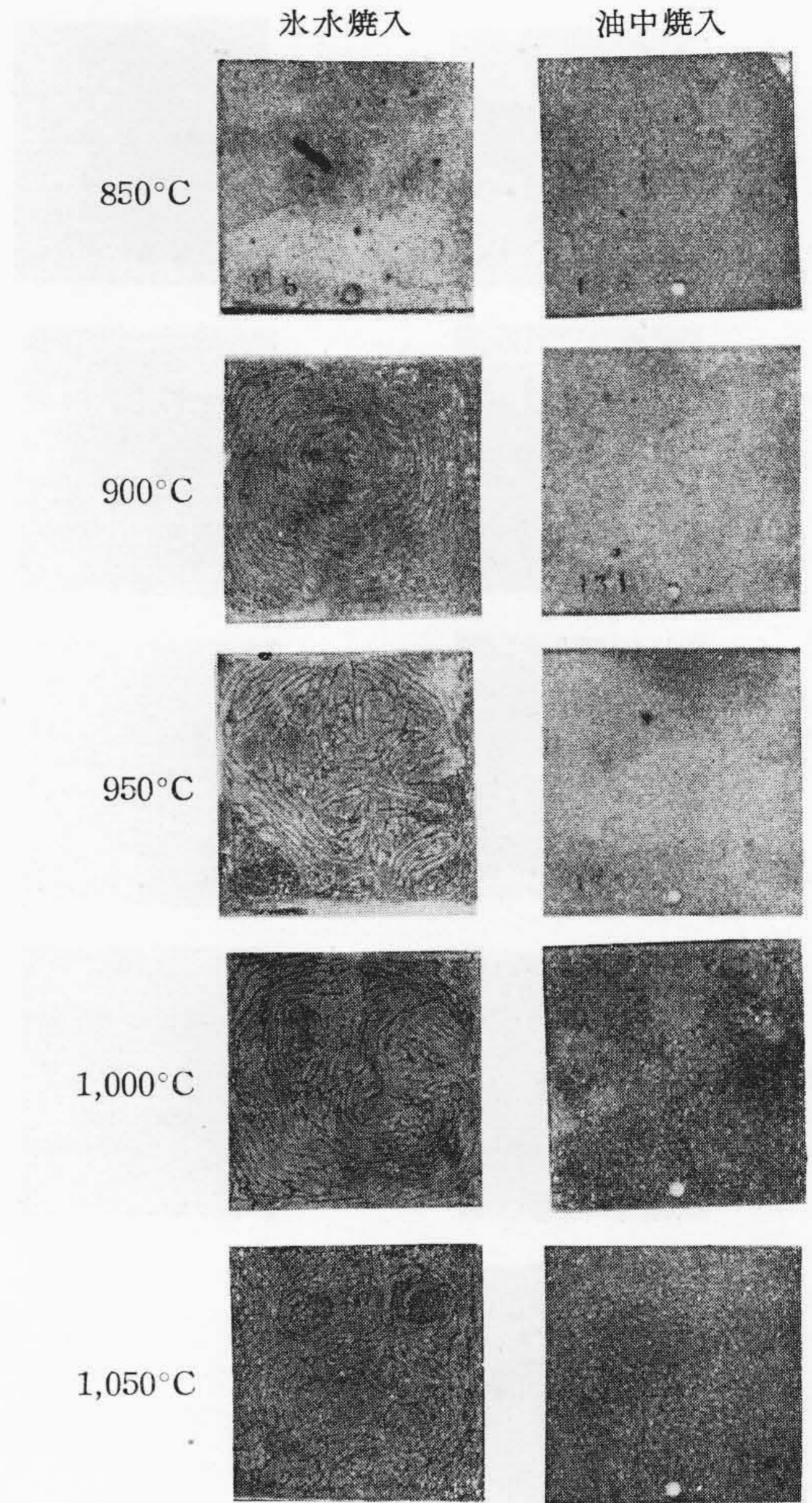
(2) 焼入温度の変化

熱処理に依つて発生する応力は焼入加熱温度の変化に依つて、当然大きく影響されるものであると考えられるから、それ等の影響が如何なるものであるかを調べた。

加熱温度を 600°C, 700°C, 800°C, 850°C, 900°C, 1,000°C, 1,050°C に種々変化させ、それぞれの温度に30分間保持した後、氷水中、油中及び空中に冷却した。

その結果は第3図の如くであつて、氷水中の場合は900°Cに達してから始めて模様が現われ、その状態は恰も中心から波紋状に拡がっており、焼入温度が高まるにつれて、模様が稍緻密になり、且つ複雑になる傾向がみられる。これに対して、油中に焼入したものは焼入温度1,000°Cに達して始めて模様を現わしており、氷水中の場合に比して応力模様が趣を異にし、網目状を呈する。尙空冷したものは全く模様を現わさなかつた。

これ等の結果から模様は変態点以下の温度から焼入したものには現われず、変態点以上になつて始めて氷水中、油中に於て現出することがわかる。つまり鋼を変態点以下の温度から焼入すれば、熱応力のみを生ずるが、変態点以上の温度から焼入すれば、熱応力と変態応力とを生じて、その合成応力の結果が模様現出に大きな影響を与えている事になる。冷却剤の差異は氷水中と油中とでは模様現出に際して、冷却能の相異が100°Cの相異を示している。しかして、13Cr鋼は空冷しても組織はマル



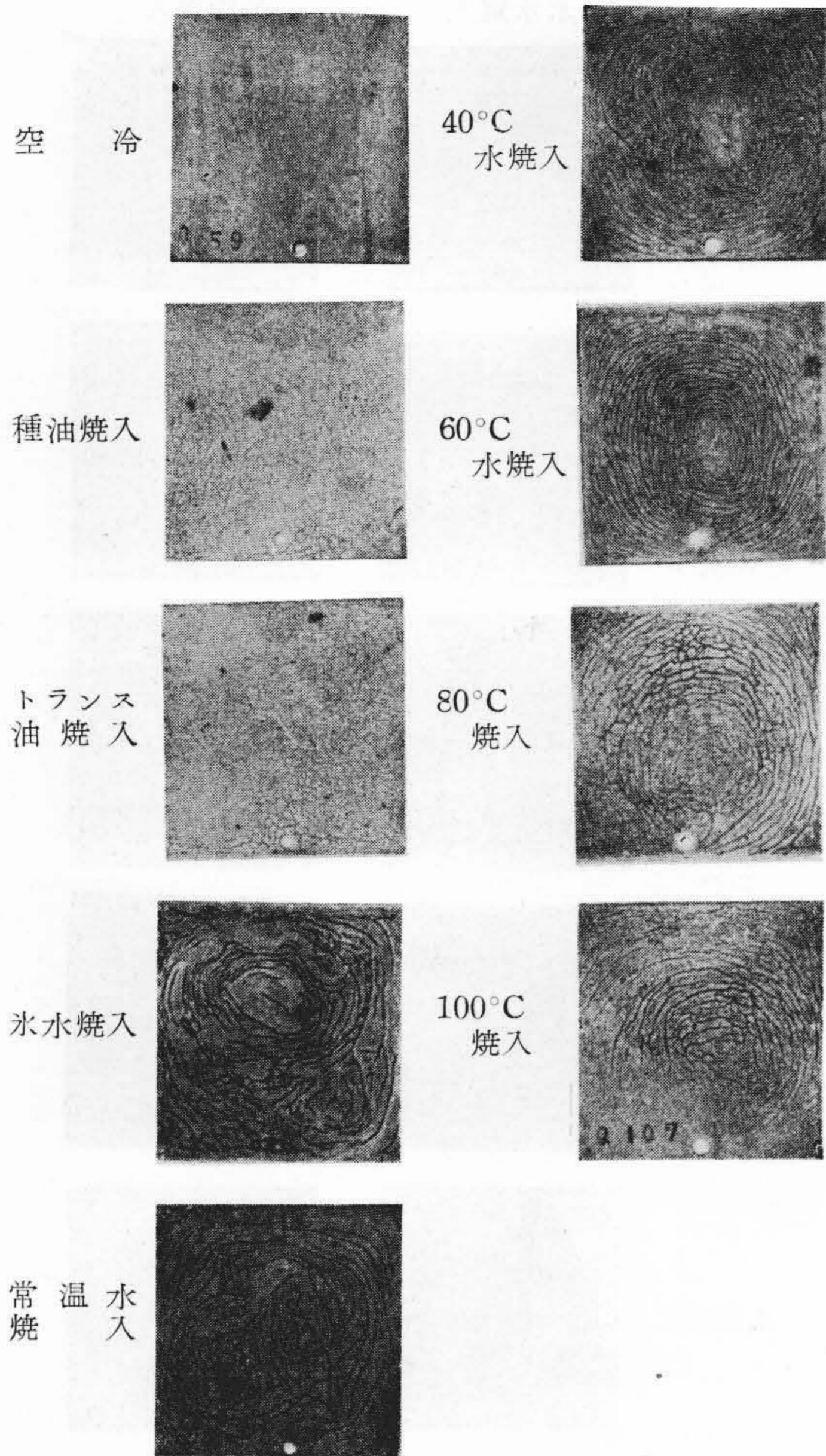
第3図 焼入温度の影響
Fig. 3. Effect of Quenching Temperature

テンサイトとなり硬化するが、空冷した試料に模様が現われないからといつて、残留応力が存しないのではなく、残留応力が小なるため水素が浸入しても割れを生ずるに至らないのであつて、いいかえれば硫酸処理で模様を現わすためには或る程度以上の大きな応力が残留することが必要と考えられる。

(3) 冷却速度の変化

焼入時の冷却速度の変化に依り、当然残留応力の変化が考えられ、前項(2)に於ても触れた所であるが、更に次の如き実験を行つた。

試料を1,000°Cに各15分間保持した後、空中、油中、氷水中、常温水(12°C)、及び40°C, 80°C, 100°Cの温水中に冷却を行つた。その結果を第4図(次頁参照)に示す。これによると、空冷したものは全く模様を現わさず、油中に冷却したものは僅かに網目状の模様が現われている。これに対し氷水中は模様が鮮明に現われている。

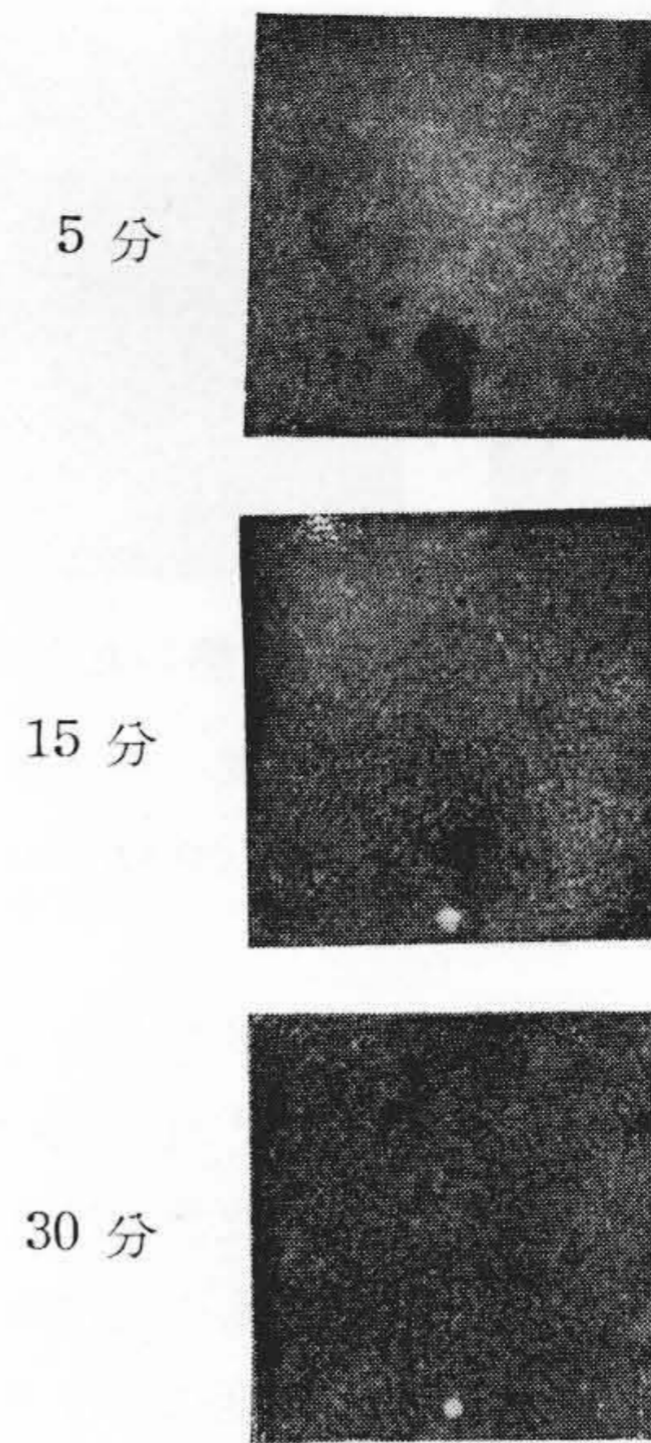


第4図 焼入冷却速度の影響
Fig. 4. Effect of Cooling Rate on Quenching

更に常温水 (12°C) に焼入したもの、及びそれ以上の温水中のものは一様に模様を現わしているが、温度が上るにつれて鮮明を欠くようになり、100°C 水に焼入したものは部分的なむらが多くなっている。

(4) 加熱時間の变化

焼入温度に保持する時間と応力模様との関係を調べた。すなわち試料を 1,000°C に加熱し、5分、15分、30分間、それぞれ保持時間を変化させ油中に焼入を行った。その結果は第5図に示す如く5分保持したものは応力模様が現われず、15分以上になつて初めて現われている。15分間保持したものは、部分的にややむらがあるが、30分間保持したものは全面一様に網目状にみられている。これらの相異はいつでもオーステナイト中に固溶せる炭化物の量の多少により変態が妨げられ、それに依つて生ずる応力の差異を示すものであると思われる。



第5図 焼入温度保持時間の影響

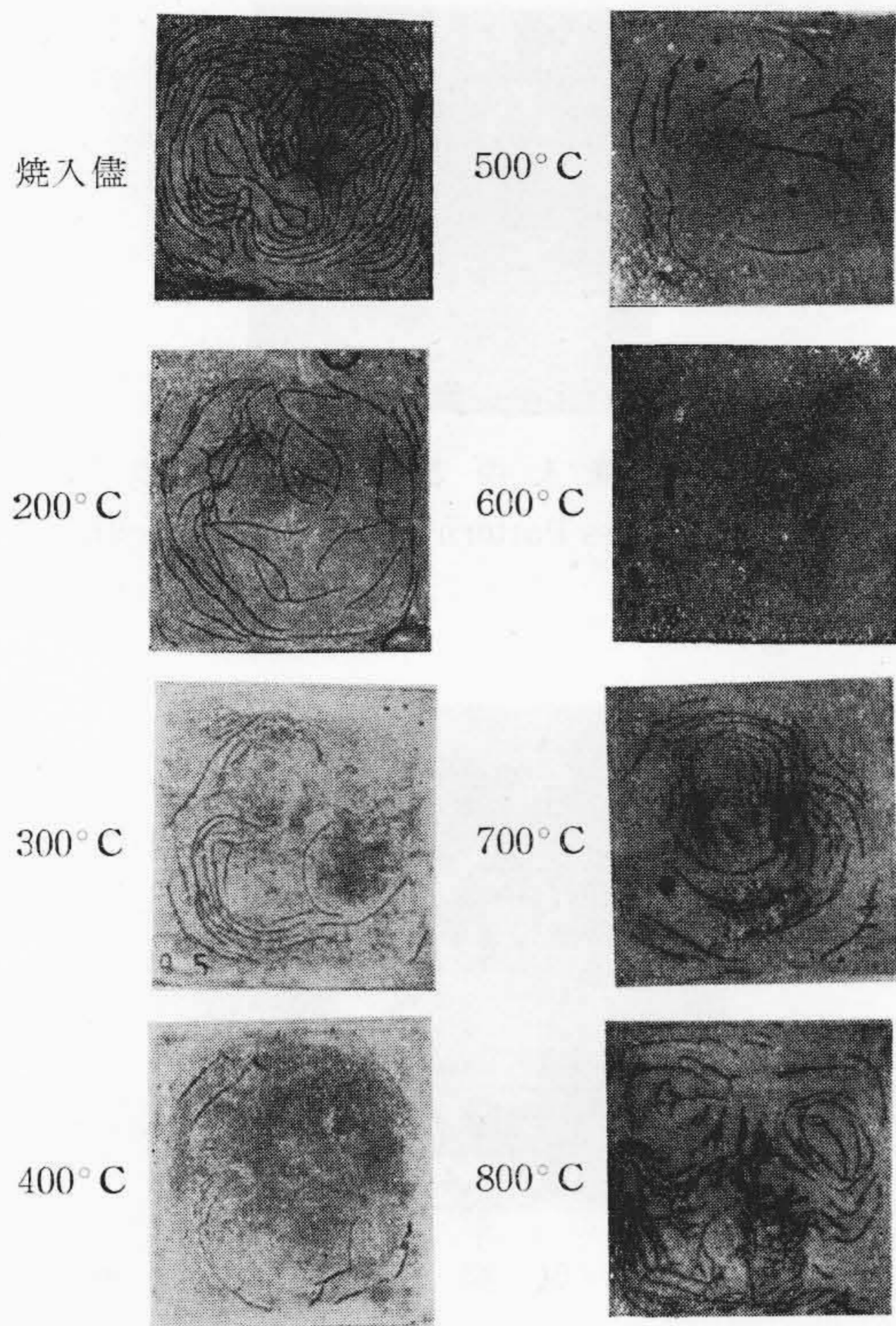
Fig. 5. Effect of Holding Time at Quenching Temperature

〔IV〕 焼戻方法の影響

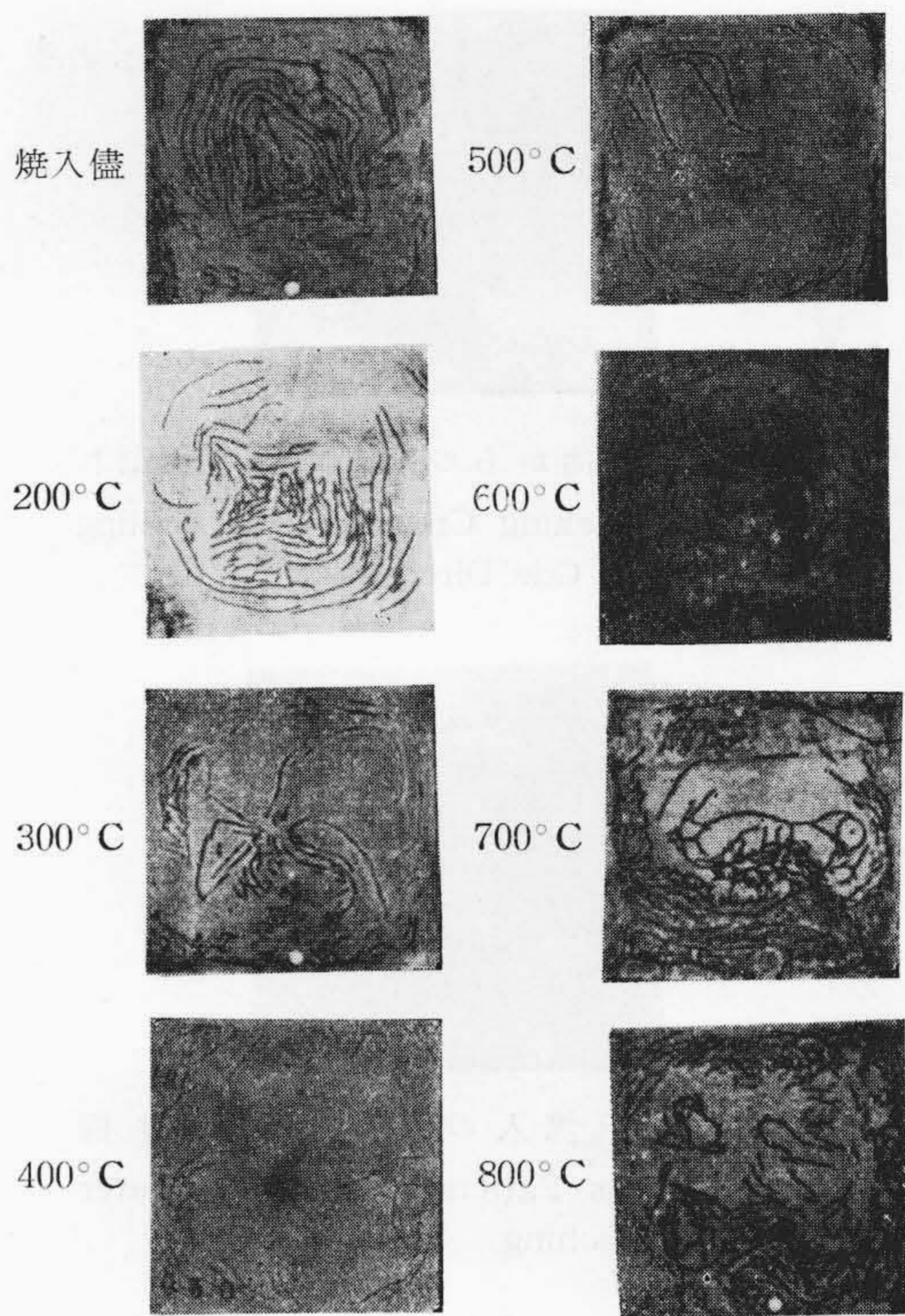
(1) 焼戻温度の変化

焼入した試料に生じた応力は焼戻を行うにつれて漸次低減してゆき、ある温度以上になると殆ど消失するものと考えられるが、その傾向が応力模様に如何なる変化を及ぼすかを調べた。

試料を 950°C に加熱し、15分間保持した後、氷水中に焼入を行い、200°C~800°C の各温度に 30 分間保持して焼戻して、硫酸処理を行った。その結果は第6図の如くであつて、焼戻温度が高まるにつれ模様は少くなり、400°C 迄その傾向がみられる。そしてそれより 600°C 迄は略同じである。更に、700°C 以下に焼戻したものは模様が細かく複雑にみられている。このことは基地中よりクロム炭化物の析出に伴う二次応力の発生と更に熱的因子に依るものとの影響及び炭化物析出後は硫酸に対する腐蝕量が急激に増加することも加算されて考えねばならないであろう。又 400°C~600°C の間に模様上の変化が余りみられないのは 400°C 迄に大きな応力は既に消失し、残っている模様は焼入に際する影響がその儘みられるためではないかと考えられる。また同様の熱処理に於て、油焼入をした場合には、300°C 以上の温度に焼戻したものは全く模様がみられなかつた。更に、950°C に加熱し、15分間保持後、80°C 水に焼入した試料を同上的方法で焼戻を行った結果は、油中焼入の場合と同じ傾向を示し、300°C 以上に於ては応力模様がみられなかつた。



第6図 焼戻の影響 (各温度に30分保持)
Fig. 6. Effect of Tempering (Held 30 min. at Each Temperature)



第7図 焼戻の影響 (各温度に2時間保持)
Fig. 7. Effect of Tempering (Held 2 hrs. at Each Temperature)

(2) 焼戻時間の变化

試料を 950°C に 15 分加熱し、氷水焼入を行つた後 200°C~800°C の各温度にそれぞれ時間保持し、焼戻した場合に就いて検討した。

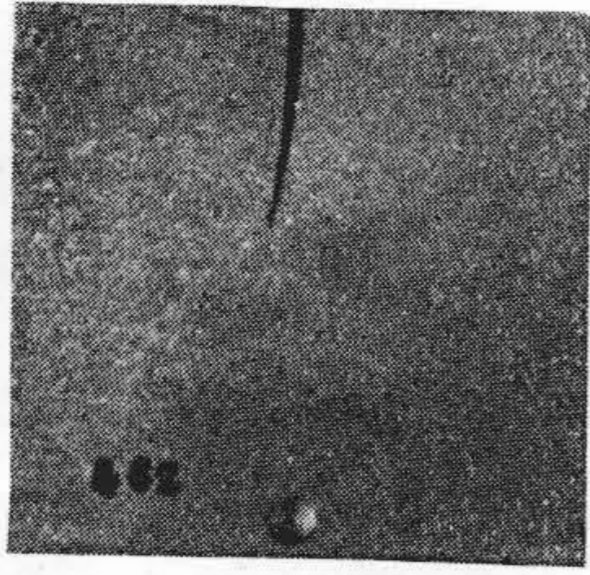
その結果は第7図の如く、前項に述べた処の 30 分間保持して焼戻した場合と同じ傾向がみられ、応力模様は焼戻時間に依つて余り変化はなく、寧ろ焼入方法、焼戻温度に依つて大きく影響されることがわかる。

[V] 応力模様の性質

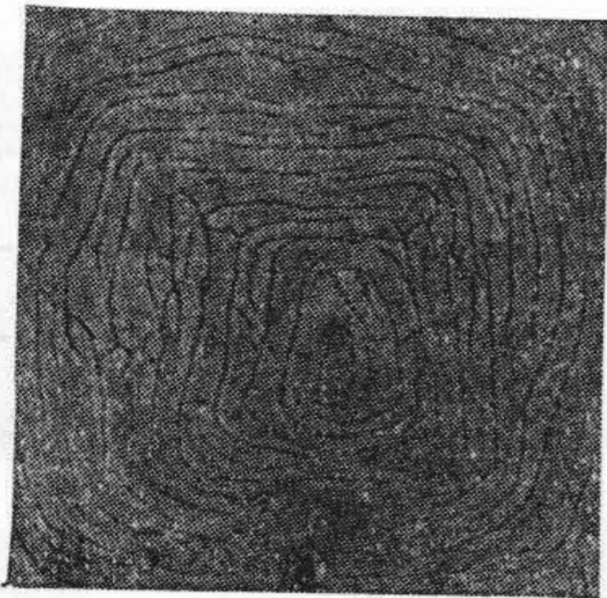
一般に形状が一様な金属試片が均一な加熱又は冷却を受けるときに、応力を生ぜず、温度分布が一様でないときに応力を生じ、その応力の大きさがその温度に相当する弾性限より小さい限り、熱応力は温度分布にのみ依存し、常温迄に全く消滅する。然し冷却中のある部分が降伏すれば、即ち塑性変形を起せば応力分布や大きさに変化を生じ、これがある箇所に大きく作用すると遂には微小な亀裂を発生し、順次その箇所の力が破壊する迄拡がつてゆく。又高温部分は一定の温度に達する迄は低温部分の収縮の結果として塑性変形を起す。このとき物体の剛性率が大きければ熱収縮の残りは弾性的歪に転化される。こ

のことから速く冷却した部分に圧縮応力を、最後に冷却した部分に引張応力が生ずることになる。それ故急冷したものは表面層に圧縮応力を中心部に引張応力を生じ、焼入温度が高まるにつれて応力値が直線的に高まるわけである。然しこれは変態を伴わない場合で、これに変態応力が加算されると応力の反転が起り、本試料の如き硬化能のよいものでは、その傾向が大であるとされている⁽⁴⁾。つまり表面層に引張応力が発生する傾向が顕著な訳である。所で本実験の試片は極めて肉薄のものであるからその傾向を端的にみるため次の実験を行つた。即ち四角形板試片を両面から稍厚い鋼片で挟みつけ、1,000°C に 30 分間保持してのち氷水中に焼入した。この方法に依ると冷却は周辺より順次中心に及ぶものであるから応力の反転があるとすれば、簡単にみられるわけである。第8図はその結果で周辺に直角に明確な焼割れを生じている。つまり周辺部に平行に引張応力が存在していることが判る。

上記は試料の平面方向のみの冷却速度を大きくした場合であるが、実際の試片の焼入れに際しては、垂直方向の冷却も加わる故、上の如く単純にはならず、全面が急激に冷却されるから応力の状態が複雑になる。第9図の



第8図 一方向からの冷却による焼割れ
Fig. 8. Quenching Crack due to Cooling from One Direction

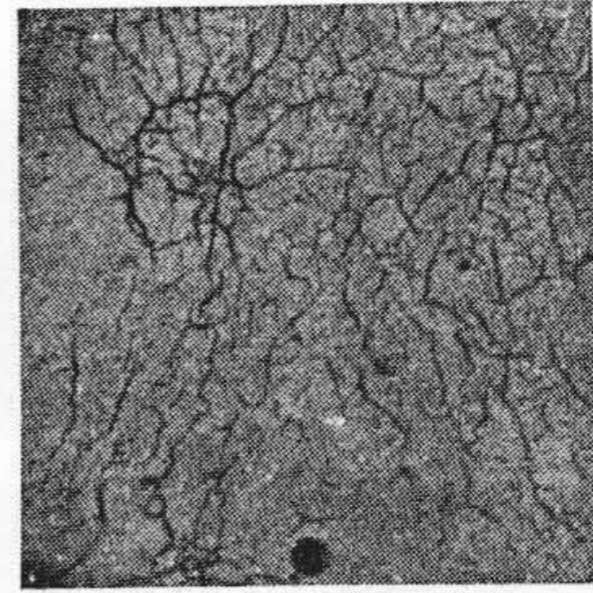


第9図 氷水焼入のときの応力模様
Fig. 9. Stress Pattern due to Ice-Water Quenching

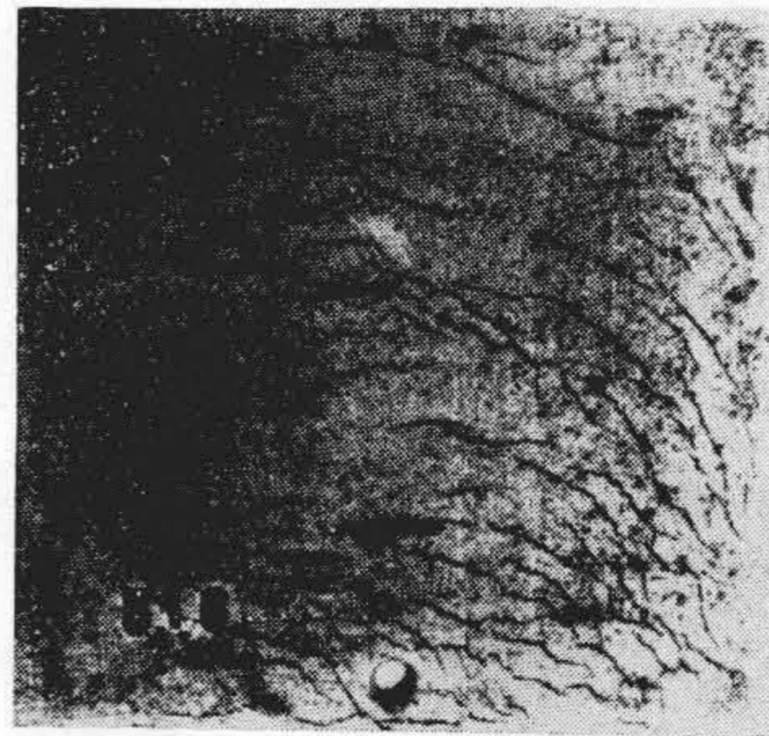
900°C から氷水焼入した試料には波紋状の模様がみられるが、この場合加熱中は試料の中央部分が周辺部より厚さ方向の膨脹が大きく、表面は恰も凸状をなしているものと考えられる。これが急冷されると、先づ周辺部から等温分布線を描いて順次中央部へ冷却されるが、それに伴い塑性変形を起し、時には亀裂にも達し、これが繰返され中心に及んで波紋状の模様を呈するものと思われる。そして焼入温度を上げるに従い、等温分布線が局部的に乱されるために、波紋状から指紋状に変化してゆくものと考えられる。また水焼入れの場合の熱の放散は試料の周辺から気泡となつて順次放散するが、油焼入れの場合は冷却速度が水焼入れに劣り、また気泡化して放散することも劣り、その結果発生した応力は、先づ結晶粒界に於て高まり、そこを縫つて応力模様が発達してゆくもので、氷水焼入れの場合の如く粒内を縫つて生長する程の応力は存在せぬものとみられる。かゝる理由から油焼入れの場合は第10図に示すように網目状の模様を生ずるものと考えられる。

さて、硫酸処理に依つて出現させた応力の模様は、応力の非常に高い部分を縫つて生じたものであることが知られるが、この模様は熱処理に依つて生じた亀裂が、硫酸処理のために、拡大されてみられるものもあると考えられるので、この点を確認するために、磁気探傷を行つた。

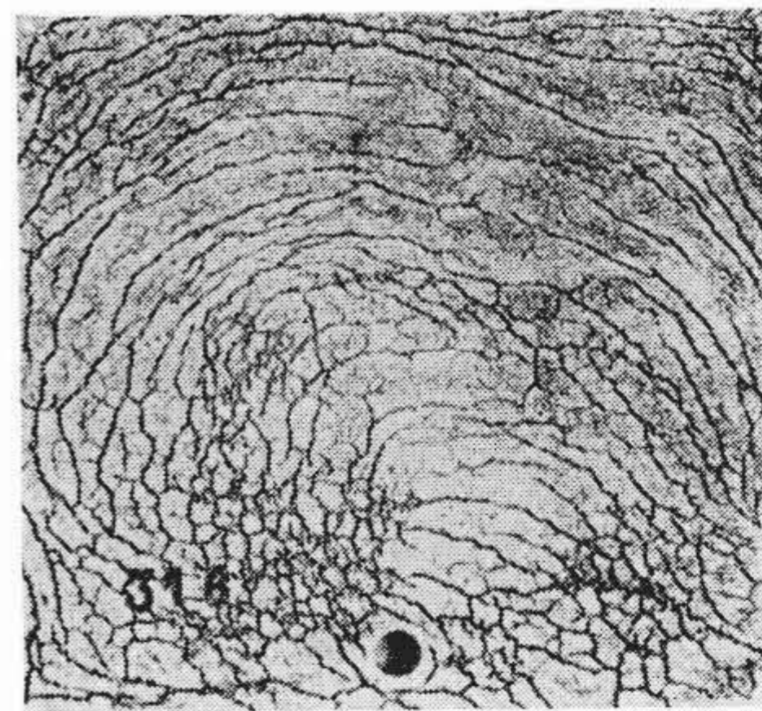
試料は 1,000°C に 15分保持してから、常温水中に冷却したものを、表面の黒皮部分を拭い、更に鉄粉との対



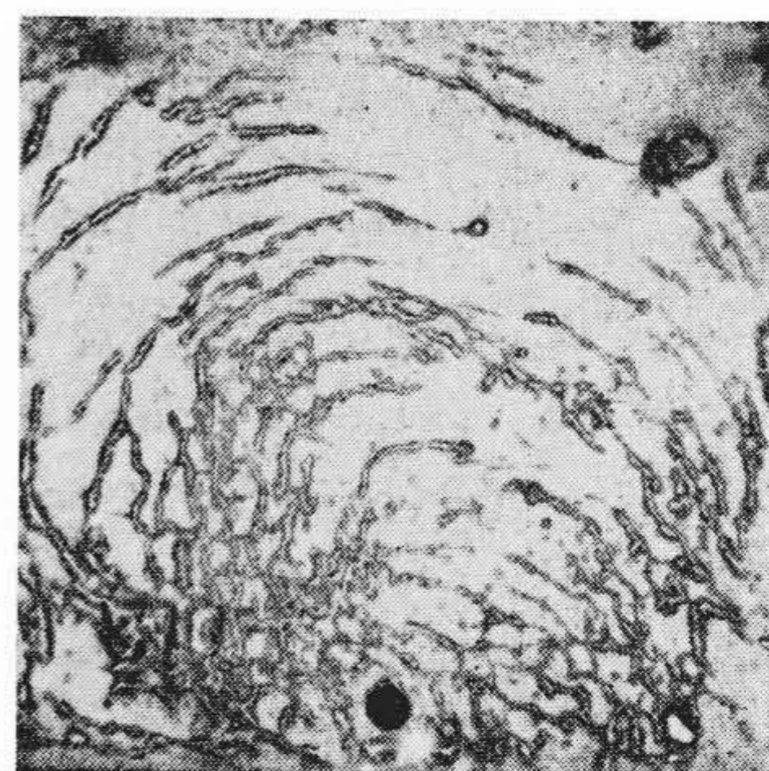
第10図 油焼入のときの応力模様
Fig. 10. Stress Pattern due to Oil Quenching



第11図 磁気探傷法の模様
Fig. 11. Pattern by Magnaflux Method



第12図 硫酸処理模様
Fig. 12. Stress Pattern by H₂SO₄ Treatment



第13図 鉄銹模様
Fig. 13. Rust Pattern

称を鮮明にする程度に研磨した。電流は四角形板試片の対面から通じた。

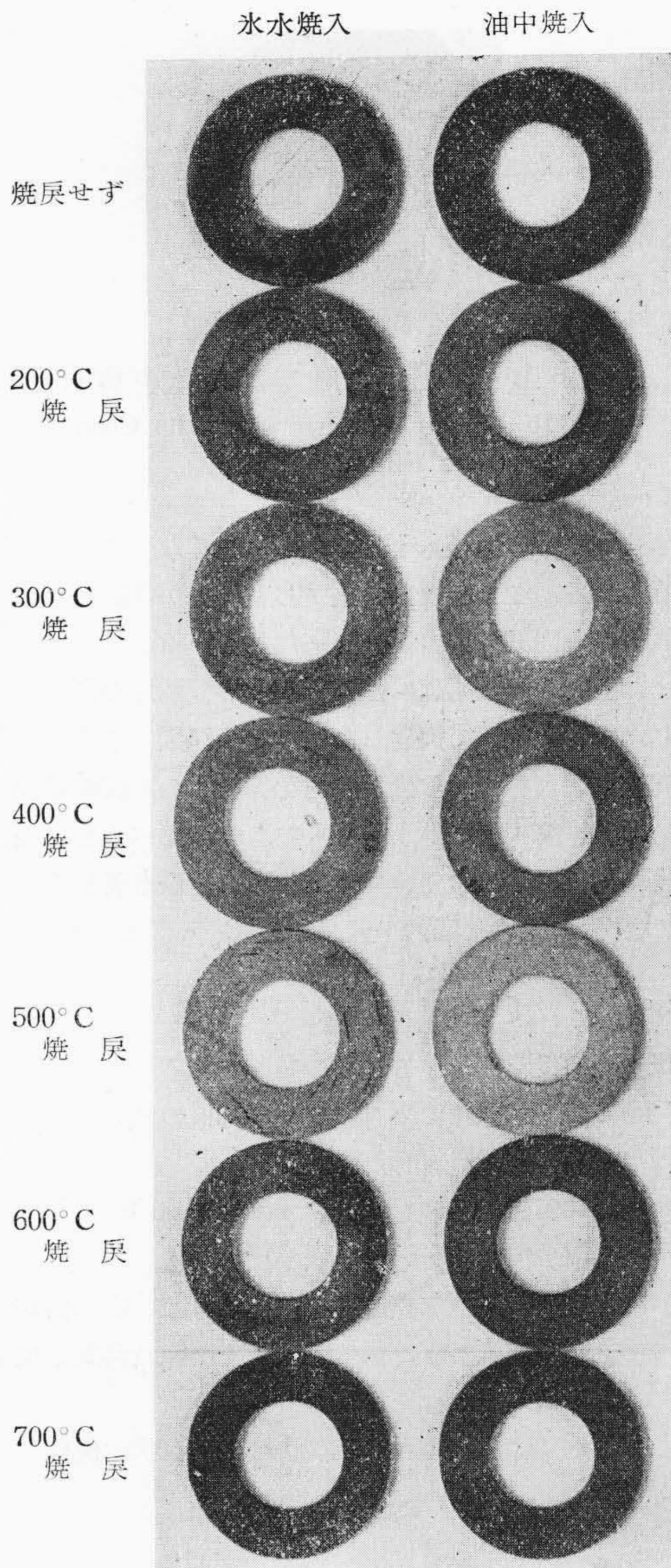
その結果は第11図に示す如く、磁束による鉄粉の模様が現われ、熱処理によつて亀裂を生じていたことが明らかに知られる。この試料を更に硫酸処理すると、第12図の如く、磁気探傷に依る模様が一層詳細に現われる。このことから硫酸処理法を行えば、亀裂を生ずる迄に到らない応力の集中状態が現われて来る事が判る。また第13図は試料を水中焼入したのち室内に1昼夜放置した際に表面に生じた鉄銹を示し、磁気探傷法に依つて現われたのと同じ模様を呈している。即ち亀裂を生じている部分が腐蝕して鉄銹を生じたことがわかる。尚、1,000°Cに15分保持後油焼入、及び80°C水に焼入したものは磁気探傷に依つて模様が現われず、亀裂に到つてないことが知られた。

〔VI〕 応力模様の低減

以上の実験は四角形板によるものであるが、リング状の実用バルブに於て如何なる模様となるか、その関連性を求めるために、次の実験を行つた。

外径40mm、内径20mm、厚さ2mmのリング状の13Cr鋼実用バルブ材を用い、これを1,000°Cに徐熱し、その温度に30分保持した後、氷水中、油中、空中に冷却してから、それぞれを、200°C~800°Cの範囲に100°Cおきに各温度に30分間焼戻して、硫酸腐蝕を行つた。その結果を第14図に示す。氷水中に焼入したものは、模様が極めて複雑に緻密に現われている。これを焼戻すると、焼戻温度が上るに従つて模様が減少の傾向がみられ、500°C~600°Cでは、焼割れが残存している以外に模様は全く消失している。更に700°C以上になると再び模様の複雑さがみられる。油焼入したものは、焼入まゝの模様が網目状を呈し、これを200°Cに焼戻すると模様が減少し、300°C以上では全く模様が消失している。空中に焼入したものは全然模様がみられない。以上の結果から、リング状板に於ける応力模様の出現の傾向は四角形板の場合と同様であることが知られる。上記のようにこれ等の残留応力は焼戻処理に依つて殆ど消失されることが判つたが、この方法に依る他の特殊の変形加工に依つても低減されることが知られている⁽³⁾。これに就いて以下の実験を行つた。

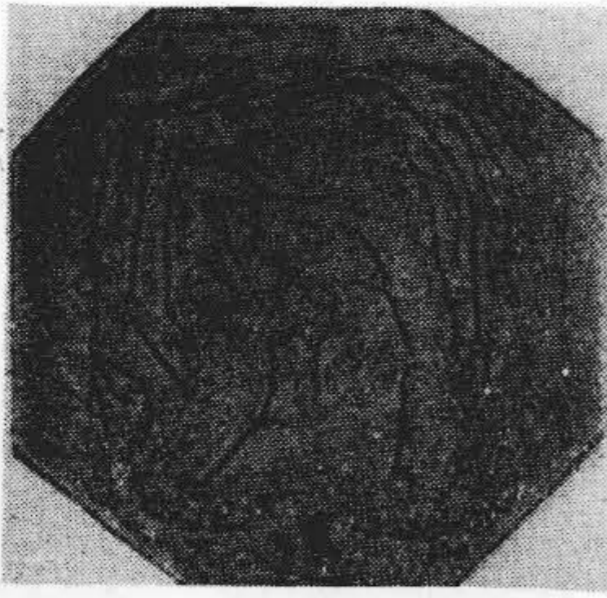
即ち、四角形板試片を1,000°Cに15分保持し、氷水焼入を行つて、その表面の左半分をエメリー紙で研磨し、表面層から厚さ約0.3mm削除し、残りの右半分を焼入儘の状態にして置き、硫酸処理を行つた。その結果は第15図の如くであつて、左半分は削除された部分の応力に相当するだけの内部応力が低減されて、殆ど模様が現わ



第14図 リング状試料の応力模様
Fig. 14. Stress Pattern of Ring Specimen



第15図 表面層を切削した場合の模様
Fig. 15. Stress Pattern when the Surface Layer Was Eliminated



第16図 隅角を切削した場合の模様
Fig. 16. Stress Pattern when the Corner was Eliminated

れず、右半分の模様もそれに伴い、少くなっていることが知られる。つまり表面に集中した応力が排除されたため試料中の内部応力の低減を来している。

また上記と同じ原理に依り、四角形板試片の隅角を削除した場合に就いて実験した結果が第16図である。上記と同様に焼入を行つた後、隅角を切り取つて硫酸処理したもので、第4図中の氷水焼入のものに比べると、周辺の模様が消失しており、全体としての模様も著しく減少し、大部分の大きな応力が低減されていることがわかる。

〔VII〕 結 言

以上の結果を綜括すると次の通りである。

- (1) 硫酸処理法に依り、13Cr 鋼板の熱処理による応力分布を検討した。
- (2) 10%硫酸溶液を用いて 90°C~100°C で処理すれば、短時間で応力模様が出現する。
- (3) 焼入の際の加熱速度を大にすれば、応力模様が細くなる。またある限度までは保持時間を増す程模様が現われやすくなる。
- (4) 水又は温水焼入は波紋状乃至指紋状の模様を生

じ、油焼入は網目状模様を生じ、空気焼入は全然模様を生じない。

- (5) 氷水焼入の場合は、焼入温度が900°C以上で模様を生じ、焼入温度の上昇と共に模様が複雑になる。油焼入では 1,000°C 以上から模様を生ずる。
- (6) 焼入温度を上げるほど応力模様が減少するが、氷水焼入では、ある温度を越えると却つて模様が複雑になる。焼入温度の保持時間は模様にはほとんど影響がない。
- (7) 氷水焼入したものでは、模様の一部に相当する亀裂がすでに生じており、これを硫酸処理することにより亀裂を生ずるまでに至らない応力の集中状態が詳細に現われて来る。
- (8) 応力模様の出現する傾向は四角形板とリング状板と同様である。
- (9) 板の表面を削り、或は隅角を切り取ると応力模様が減少する。

報告を終るに当つて有益な御指導を賜つた村上先生、湯本主任研究員、東工大田中助教授に厚く感謝の意を表わすものであり、又種々実験の便宜を御与え下さつた日立製作所川崎工場長谷川前検査課長、傘木現検査課長、更に実験の進行に伴い、岩田主任、井上研究員の御助力を得、終始平野君の協力を得たことに御礼を申述ぶるものである。

参 考 文 献

- (1) G. Sachs: Z. Metallkunde 19 (1927) 352
- (2) P. D. Merica & R. W. Woodward: Tech., Pap., Bur., Standards, No. 82 (1917)
- (3) E. W. Smith: Metal Progress, April (1950) 480
- (4) 川口: 日本金属学会誌 9巻 12号 P. 20

