

- 5) Gill, J.P. Roberts, G. A. Johnstin, H. G., George, Burns: Tool Steels, (1946), 428  
 6) 武田修三, 花井 優: 日本金属学会にて講演 (1949, Nov.)  
 7) 武田修三, 深瀬幸重: 日本金属学会にて講演 (1949, Apr.)  
 8) 武田修三, 深瀬幸重: 日本金属学会にて講演 (1950, Apr.)  
 9) 武田修三, 深瀬幸重: 日本金属学会にて講演 (1951, Apr.)  
 10) 堀田秀次: 鉄と鋼, 23 (1937), No. 8, 787  
 11) 堀田秀次: 鉄と鋼, 27 (1941), No. 6, 373  
 12) 堀田秀次: 鉄と鋼, 28 (1942), No. 4, 403  
 13) 堀田秀次: 鉄と鋼, 32 (1946), No. 1~3, 10  
 14) 堀田秀次: 鉄と鋼, 33 (1947), No. 4~6, 21  
 15) 堀田秀次: 鉄と鋼, 35 (1948), No. 2, 49  
 16) 堀田秀次: 鉄と鋼, 35 (1948), No. 5, 9  
 17) 堀田秀次: 鉄と鋼, 36 (1950), No. 8, 21  
 18) 堀田秀次: 鉄と鋼, 36 (1950), No. 11, 34  
 19) 堀田秀次, 鉄と鋼, 37 (1951), No. 1, 35  
 20) 堀田秀次, 鉄と鋼, 37 (1951), No. 3, 24  
 21) 堀田秀次: 鉄と鋼, 38 (1952), No. 1, 25  
 22) 堀田秀次: 鉄と鋼, 38 (1952), No. 5, 56  
 23) 堀田秀次: 鉄と鋼, 38 (1952), No. 12, 36  
 24) 堀田秀次, 立川逸郎: 鉄と鋼, 39 (1953), No. 6  
 614  
 25) 堀田秀次, 立川逸郎: 鉄と鋼, 39 (1953), No. 10, 1177

## S 816 の高温機械的性質に関する研究 (I)\*

長谷川太郎\*\*・落合 治\*\*・稻生 順一\*\*

### STUDIES ON MECHANICAL PROPERTIES OF S816 AT ELEVATED TEMPERATURE (I)

*Taro Hasegawa, O사무 Ochiai and Junichi Ino*

#### Synopsis:

The authors studied the effect of solution-treatment temperature and aging on the creep rupture characteristics at 732°C and 26.6kg/mm<sup>2</sup>. The results are as follows:

(1) Creep resistance increased by increasing solution-treatment temperature from 1150°C to 1250°C, because the carbide dissolves in matrix by high-temperature solution-treatment and fine carbides precipitated during high-temperature creep-rupture test. But creep-rupture life decreased by solution treatment at 1250°C if abnormal grain growth occurred by this treatment.

(2) Creep ductility was not evidently affected by solution-treatment temperature, but it decreased by solution-treatment at 1250°C by the fact that the precipitation increased and that the grain size became coarser.

(3) Creep resistance decreased by aging when the specimens were solution-treated below 1225°C, but the difference of creep resistance between the specimen aged and not aged, disappeared when they were solution treated at 1250°C. Precipitation hardening in the specimens solution treated at 1250°C was greater than the specimen solution treated at lower temperature, so the effect of aging before creep-rupture test had no effect on precipitation hardening during creep-rupture test, so creep resistance was not affected by aging. But precipitation hardening during creep rupture test decreased by aging before creep-rupture test in the specimens solution-treated at lower temperature, because precipitation hardening was small originally at that condition, so creep-resistance decreased by aging.

(4) Creep ductility was not evidently affected by aging, but ductility of as solution-treated specimens were inferior to the ductility of the specimens of as solution-treated and aged,

\* 昭和 30 年 10 月本会講演大会にて発表 \*\* 住友金属工業製鋼所

because precipitation hardening was greater in the former cases than the latter cases. These difference of ductility was more evident at the higher-temperature solution-treated specimens than the lower-temperature solution-treated specimens.

## I. 緒 言

耐熱合金の高温機械的性質とくにクリープ特性は化学成分の外に溶解、鋳造、鍛造、熱処理等の製造工程により著しい影響をうけることは多くの研究者<sup>1)2)3)</sup>により報告されている。耐熱合金 S816 はジェットエンジンおよびガスタービン翼材としてわが国においても汎く使用されて来たが、上記の如き高温機械的性質に影響する諸因子については明らかにされてない所が多い。著者等は高温機械的性質における諸因子の影響を調べ優良な品質の本合金製造の資料にせんとして本研究を始めた。C, W, Mo, Nb 等添加元素量が本合金と類似している S588 (Fe-Cr-Ni-Co 系合金) に関して J. W. Freeman<sup>4)</sup>が固溶化処理温度のクリープ破断特性について報告しているが、固溶化処理温度の上昇によりクリープ破断時間は著しく増加している。著者等は熱処理の高温機械的性質における影響の調査としてこの実験に準じ標準成分の S816 につき固溶化処理温度の影響と、更に時効処理の高温機械的性質における影響につき実験を行つた結果を述べる。

## II. 実 験 法

100 kg 塩基性高周波炉にて溶解し 20 kg 鋳塊より鍛造して得た 15 mm 手 素材を供試材とした。その化学成分は Table 1 に示す標準成分の S816 である。この素材より 15 手 × 120 mm の試験片 10 個を採取し、Table 2 に示す如く 1150°~1250°C の間 5 種の温度にて各 1 時間 2 個宛固溶化処理後水冷し、各固溶化処理温度の試

Table 1. Chemical composition of the specimen tested.

Symbol	C	Si	Mn	P	S	Cr
S 5	0.39	0.83	1.58	0.002	0.020	19.81
Symbol	Ni	Co	W	Mo	Nb + Ta	
S 5	20.73	39.61	4.25	3.83	4.05	

料 2 個の中 1 個は 760°C × 16 h 空冷の時効処理を施し、残り 1 個は固溶化処理のまま爾後の試験に供した。以上の試験材の一端より顕微鏡および硬度試料を採取し、残部より 6.35 mm φ × 36.5 mm の A.S.T.M. E85-50T によるクリープ破断試験片を採取した。クリープ破断試験は 732°C (1350°F) 26.6 kg/mm<sup>2</sup> の試験条件とし、クリープ破断時間、クリープ速度、破断時の伸絞によくばす熱処理条件の影響を調査した。

## III. 実 験 結 果

実験結果を Table 2, Fig. 1 に示す。本実験結果より次のことが観察される。

(1) 固溶化処理温度 1200°C 以上となると固溶化処理後の硬度は僅かながら低下し、Fig. 2, 3 に示す顕微鏡組織よりも大型炭化物（主として Nb 炭化物と考えられる—われわれはこれを一次炭化物と仮称する。）は高温固溶化処理により、地に固溶して少くなる。またこれにともなつて高温固溶化処理により時効後の硬度および硬化量も高くなる。

(2) 固溶化処理温度が高くなるとクリープ破断時間

Table 2. Result of creep-rupture test at 732°C and 26.6 kg/mm<sup>2</sup>.

Symbol	Temper- ature of solution- treatment	Aging 760°C × 16 h	Grain size	Creep-rupture test				Hardness before test	Hardness after test
				Rupture life	Elonga- tion	Creep rate	Reduction of area		
S 54	1150	Non	6	52.8	25.8	0.343	21.5	262	27.9
S 56	1150	Yes	7	49.8	22.5	0.404	18.8	272	29.1
S 58	1175	Non	6	74.9	26.8	0.280	20.7	244	29.6
S 59	1175	Yes	6	62.4	27.4	0.338	23.3	268	29.0
S 510	1200	Non	6	75.3	27.2	0.243	22.8	240	28.1
S 511	1200	Yes	7	62.7	22.2	0.264	19.5	272	29.6
S 512	1225	Non	6	105.2	28.8	0.160	23.5	246	27.4
S 513	1225	Yes	7	82.8	30.0	0.245	24.9	262	29.7
S 514	1250	Non	4	103.8	19.5	0.152	18.2	237	28.2
S 519	1250	Non	2	65.0	12.8	0.175	13.9	250	25.8
S 515	1250	Yes	4	109.5	25.2	0.148	24.8	282	31.0
S 516	1250	Yes	8	112.6	29.5	0.152	29.3	275	27.0

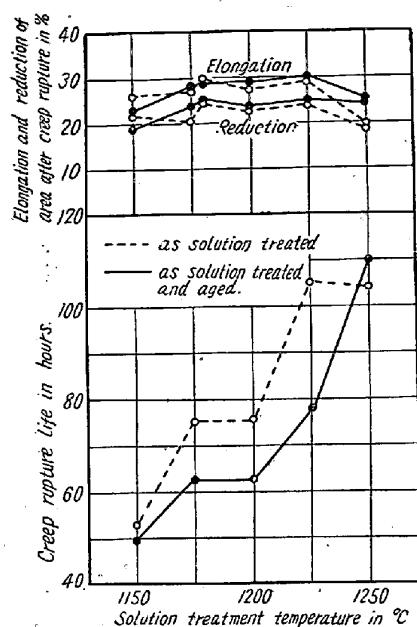
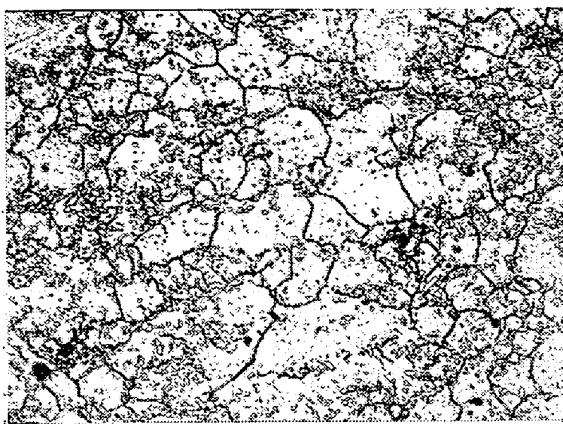


Fig. 1. Effect of solution treatment temperature on creep rupture life and ductility.  
Testing temperature 732°C. Stress 26.6kg/mm<sup>2</sup>.



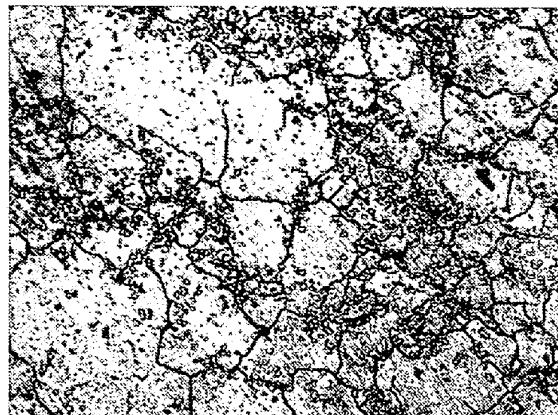
Etching reagent H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>+6HCl × 500(2/3)

Fig. 2. Micrograph of S 56 before creep rupture test.

Heat treatment:

1150°C × 1h W.Q. 760°C × 16h A.C.

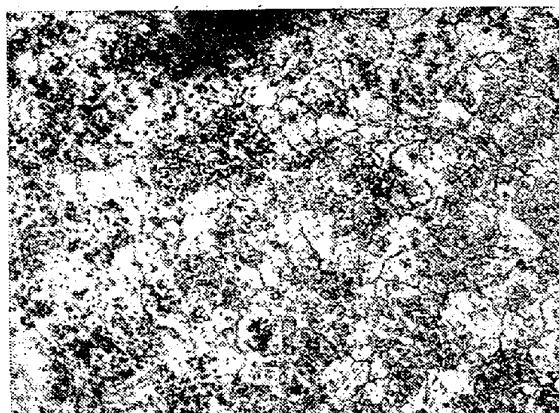
は時効処理の有無に関せず長くなり、クリープ速度はこれにともなつて減少し、とくに1200°C以上の固溶化処理による変化が著しい。Fig. 2～5 の顕微鏡組織に示す如く高温固溶化処理により地に固溶した炭化物がクリープ破断試験中に微粒炭化物として析出すること（この微粒炭化物を一次炭化物に対し二次炭化物と仮称する。）による析出硬化および結晶粒の粗大化によりかかる現象を生ずるものであろう。二次炭化物は Fig. 6, 7 の電子顕微鏡組織により明らかな如く、低温固溶化処理の場合は時効処理により粒界、辺線に沿つてあらわれ、クリープ破断試験中荷重下にて高温にさらされても析出の形態お



Etching reagent H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>+6HCl × 500(2/3)  
Fig. 3. Micrograph of S 515 before creep-rupture test.

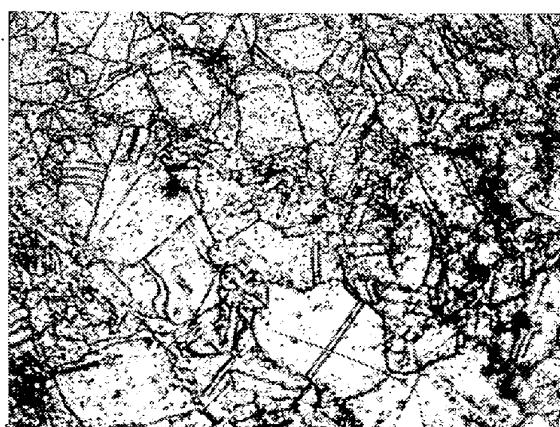
Heat treatment:

1250°C × 1h W.Q. 760°C × 16h A.C.



Etching reagent H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>+6HCl × 500(2/3)  
Fig. 4. Micrograph of S 56 after creep-rupture test.

Testing temperature 732°C. Stress 26.6kg/mm<sup>2</sup>. Rupture life 49.8h



Etching reagent H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>+6HCl × 500(2/3)  
Fig. 5. Micrograph of S 515 after creep-rupture test.

Testing temperature 732°C. Stress 26.6kg/mm<sup>2</sup>  
Rupture life 109.5h

より分布は変りない。然るに高温固溶化処理を行うと時効処理により粒界および辺線等の外に粒内にも無数に析出することが Fig. 3 により観察され、更にクリープ破断試験により一次炭化物の周囲に集団状に析出することが Fig. 5 により認められる。

高温固溶化処理によりクリープ破断試験中の析出現象が著しくなることは顕微鏡組織のみならず、Table 2 に示すクリープ破断試験前後の硬度変化によつても明らかである。結晶粒度に関しては 1250°C にて固溶化処理した S515 と S516 を比較すると前者は 4、後者は 8 であるがクリープ破断時間は大差ないことよりこの場合結晶粒よりむしろ前に述べた時効硬化現象によりクリープ抵抗が増加したものと考えられる。

(3) Fig. 1 によれば時効処理の有無に関せず固溶

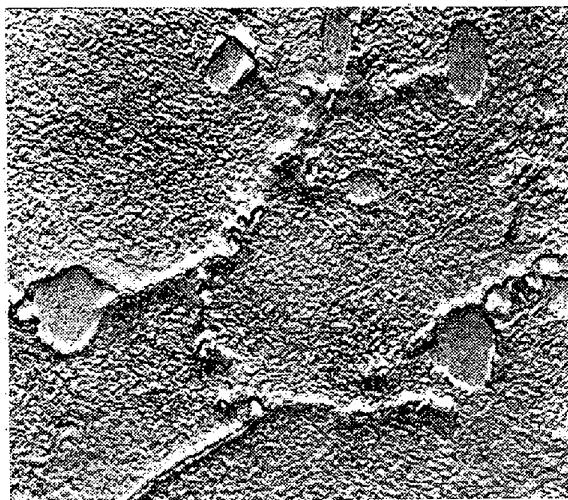


Fig. 6. Electron micrograph of S56 before creep rupture test.  
Heat treatment: same as Fig. 2

Heat treatment: same as Fig. 2



Fig. 7. Electron micrograph of S56 after creep rupture test.

化処理温度はクリープ破断試験後の伸、絞には著しい影響を与えない。1250°C の固溶化処理の場合は 1225°C 以下の固溶化処理の場合より伸、絞が低下しているのは前に述べた如く高温固溶化処理により析出硬化が著しくなることと、結晶粒の粗大化によるものであろう。

(4) 固溶化処理と固溶化処理一時効の 2 種の熱処理を比較すると、1225°C 以下の固溶化処理の場合は明らかに前者の方がクリープ抵抗は大きい。しかるに 1250°C の固溶化処理では時効処理の有無によるクリープ破断時間の差異はほとんどなくなる。S519, S516 はこの特異現象を確認するため S514, S515 と同一熱処理条件の試料を改めて製作したものであるが、S519 のみ結晶粒が異常に粗大化したためクリープ破断時間が著しく小となつたが上記特異現象の傾向は変りなかつた。1225°C 以下の固溶化処理温度ではクリープ破断試験中の析出硬化が少いことは前述の通りで、従つて固溶化処理後時効を行つた後クリープ破断試験を行えば、時効により析出した二次炭化物だけクリープ破断試験中の析出硬化は減ずる。従つてクリープ抵抗は時効処理を行つたものの方が少い。しかるに 1250°C の固溶化処理を行うとクリープ破断試験中の二次炭化物の析出が著しいので、時効処理による僅かな析出は試験中の析出量にほとんど影響を与えないことは顕微鏡組織および試験中の硬化量により知られる。従つて固溶化処理後の時効は高温固溶化処理の場合はクリープ破断時間に大きい影響を与えないものと考えられる。

(5) クリープ破断試験後の伸、絞における時効処理の影響は僅かであるが、固溶化処理の儘の試料は時効処理を施したものより韌性は劣つている。この効果は固溶化処理温度が高くなる程著しいことは Fig. 1 により明らかである。固溶化処理温度が高くなる程固溶体化は進み、クリープ破断試験中の析出硬化は著しくなり、これにともなつて韌性は減ずるのであろう。

クリープ破断試験中の析出がふえればクリープ抵抗は増加し、韌性は減ずることは著者<sup>4</sup>が Timken 16-25-6 について認めており、また H.A. Vogel<sup>5</sup>も同様のことを述べているが、S816 についても同様のことが観察された。このような観察より本合金は Cr, Ni, Co, W, Mo 等により高温において強力な固溶体を形成するとともに析出現象としては時効硬化型耐熱合金より著しくないがなお析出硬化も高温クリープ抵抗の増加に重要な役目を果していることが明らかである。

#### IV. 結論

S816 の 732°C における高温クリープ破断特性におよぼす固溶化処理温度および時効処理の影響を調査して次の結論を得た。

(1) 固溶化処理温度を 1150°C より 1250°C に高くすればクリープ抵抗は向上する。これは高温固溶化処理により炭化物の固溶体化が進行するため、クリープ破断試験中の微粒析出が増加するためである。このことは硬度および顕微鏡組織の観察により明らかである。ただし 1250°C の固溶化処理で結晶粒が異常成長することがあり、この場合はクリープ破断時間が著しく減ずる。

(2) 固溶化処理温度はクリープ破断試験後の伸、絞には顕著な影響を与えるが、1250°C の固溶化処理では結晶粒の粗大化およびクリープ破断試験中の析出の増加により靭性は減ずる。

(3) 1225°C 以下の固溶化処理では時効処理によりクリープ抵抗は減ずるが、1250°C の固溶化処理では時効処理の有無によるクリープ抵抗の差異はほとんどない。1250°C の固溶化処理ではそれ以下の温度の固溶化処理の場合より時効処理後クリープ破断試験中の析出が著しいため、時効処理の有無はクリープ破断試験中の析

出硬化にはほとんど影響しない。しかし低温固溶化処理では時効処理によりクリープ破断試験中の析出硬化が少くなり従つてクリープ抵抗は減ずる。

(4) 固溶化処理後の時効の有無はクリープ破断試験の靭性には大きい影響を与えぬが、クリープ破断試験中の析出硬化が大きいため固溶化処理の儘の場合は靭性は劣り、この差異は高温固溶化処理を行つたとき程著しい。(昭和 30 年 12 月寄稿)

#### 文 献

- 1) J. W. Freeman, et al: "Super Creep-resistant Alloys" ASTM, Symposium on Plasticity and Creep of Metals
- 2) G. V. Smith: "Properties of Metals at Elevated Temperatures" (1950)
- 3) C. L. Clark: "High Temperature Alloys"
- 4) 長谷川等: Timken 16-25-6 の高温機械的性質に関する研究 (I) 昭和 30 年第49回本会講演会にて発表
- 5) H. A. Vogels: Stahl und Eisen 75 (1955) Nr 9, 5, Mai

#### 31年7月号掲載論文予告

1. 渗炭せる鋼の硬度および強度に及ぼすサブゼロの影響 ..... 山木正義
2. 微量フェロチタン処理による特殊鋼の靭性改善に関する研究 (II) ..... 斎藤利生
3. 軸受鋼の時効変形に関する研究 (I) ..... 服部喬, 他
4. 低合金鉄鋼の研究 (I) ..... 宮崎勢四郎
5. ピーニング用ショットについて (II) ..... 内山道良, 他
6. Timken 16-25-6 の高温機械的性質に関する研究 (II)

#### 第 51 回講演大会における特別講演

1. 酸素と製鉄上の二、三の問題 ..... 遠藤勝治郎
2. 大阪製鋼の圧延機について ..... 高石義雄
3. 特殊鉄鋼ロールその他二、三の特殊鋼製品の問題について ..... 山本信公