

講演：低合金マルテンサイト鋼のひずみ時効について*

大同中研 福井彰一・渡辺敏幸
工博 浅田千秋

【質問】 東北砂鉄 筋 益太郎

(1) “低合金マルテンサイト鋼では、少量の予ひずみを加えて時効処理を施すことにより、耐力の上昇にもかかわらず、伸び、絞りが増加せず、衝撃値はむしろ上昇する”と述べられているが、この靱延性の挙動の原因をいかに考えられるか。

(2) 上記現象は、低炭素マルテンサイトによく見られるようだが、供試材では特に改善されているのか、またこの場合 Cr および Ti の効果をどのように考えるか。また供試材に含まれる元素以外の合金元素の効果についてはどうか。

(3) この種低合金マルテンサイト鋼に対するひずみ時効処理は、どの程度の大型材まで適用できると考えられるか。

【回答】

(1) 荷重-伸び曲線と伸び軸とで囲まれる面積は材料の破断吸収エネルギーを示す。ひずみ時効処理を施したマルテンサイトは耐力が上昇し、引張強さおよび伸びはほとんど変化しないので耐力の上昇分だけ荷重-伸び曲線の下面積は大きくなる。大雑把な計測の結果、これによる破断吸収エネルギーの増加は 5~11% 程度であった。他方シャルピー値の増加は約 15% であり、静的な場合よりかなり大きい。この差には動的な効果も含まれるのでこれを分離して検討したいと考えている。

(2) 本報では低 C-Si-Mn-Cr-Ti 鋼についての結果を示したが、0.17%C-0.67%Si-1.18%Mn-1.34%Cr 鋼 0.19%C-1.5%Mn 鋼、0.2%C-1%Cr-0.2%Mo 鋼などについても同様なひずみ時効の効果が認められた。また STEPHENSON and COHEN は中 C 鋼についての結果を報告しており、予ひずみ量約 0.5% 以下では伸びをほとんど減ずることなく耐力が上昇することを示している。

これらの結果から、少量の予ひずみでも時効処理が耐力の上昇に対して有効なのは、主としてマルテンサイト組織の特性であると考えられる。

また低 C マルテンサイトは中 C 鋼のマルテンサイトに比して延靱性の絶対値が大きく、実用的に興味深いわけで、本現象が低 C マルテンサイトで特に顕著であるとは考えていない。

(3) マルテンサイトのひずみ時効処理に対する素材の寸法上の制限は次のような事柄に関すると考えられる。

1) 素材の焼入性：素材の組織中にわずかでもフェライトが混じるようなものでは著しくひずみ時効の効果を減ずる。これは予ひずみを付加する際に強度の小さいフェライトに変形が集中してマルテンサイトへのひずみの付与が十分でなくなるためと考えられる。

2) 予ひずみの均一性：マルテンサイトは加工硬化性が高いので、長尺のものに均一なひずみを加えること

は比較的容易である。むしろ断面積の均一性、組織の均一性の保持が実用上の問題点となろう。著者らは長さ 3 m 程度のものに引張りで予ひずみを加えてひずみ時効処理を行ない、各部の引張特性値が実用上には問題とならない程度に均一であることを認めている。

3) その他：太径材ではひずみを付与する装置の容量も問題となろう。

講演：冷間伸線した高炭素鋼線材の再加熱に伴う機械的性質の変化におよぼす N と Al の影響*

八幡光 岡本一生・江口直記・渡辺章三

【質問】 神鋼神戸 金田 次雄

(1) p. 327* 「Patenting 時の加熱温度を 900~1000 °C の間で 25°C ごとに変えると温度が高いほど引張強さは高くなる傾向があり、これは AIN の析出量より微細パーライトの生成量が多くなるためと思われる」と述べられているが図 1 において AIN の少ないものは AIN が溶け込みグレングロスし焼入性がよくなり微細パーライトの生成量が多くなると考えられるが AIN の多いものは図より明らかなごとく AIN 量が 900°C より 1000 °C の間でふえておりしたがってオーステナイトグレンは細粒を保持し、微細パーライトの生成量が多くなるとは考えにくい。

(2) p. 328* 「図 2, 図 3 の説明で一般的に延性は N % が高くなるほど悪くなり各 N 水準では Al % が多くなるほどよくなるようである」と述べられているが図 2, 図 3 において N 0.003%, N 0.007% の両者を比較すると N 0.007%, Al 0.024% のものが N 0.003%, Al 0.038% のものに比し N が高く Al が少ないにもかかわらず絞り、捻回値が略同一の値を示しており N % により影響されていないと考える。N が影響するのは Al がほとんど含有していないときのみと考えてよい。

(3) p. 330* 「図 6 の Free N と $\sigma_{0.2}$ の増加率において加工率の高いときに硬化率の低いのは伸線加工により鉄中に固溶されていた N あるいは C が析出したため」と考えておられるが、これは伸線中の温度上昇の差による daianamic strain aging の差に起因すると考えられないか。

(4) p. 330* 図のレラクセーションテストに使用されたサンプルの履歴、時効処理時間を示してほしい。100~150°C 間は供試材による差は少なく、時効温度の上昇につれて soluble N % により差が出てきたのは N % の多いもの程転位固定の弛緩が少ないためと考えてもよい。また本テストは Al の比較的少ないシリーズの結果と考えるが Al % の高いものおよび N % の高いものすなわち GHI で実施されていたら、その結果を示していただきたい。

(5) p. 330* 結論 3 で「400~500°C 再加熱による延性の低下において N % の増加とともに大になり、Al 添

* 昭和43年4月本会講演大会にて発表
鉄と鋼：54 (1968) 3, S 323~326

* 昭和43年4月本会講演大会にて発表
鉄と鋼：54 (1968) 3, S 327~330

加による FreeN の除去は延性低下の防止に効果的である」と述べられておりますが FreeN が脆化におよぼす役割はどう考えておられるかお教え願いたい。

【回答】

(1) 実験試料は 7mm ϕ を用い加熱時間は 5min としたのでセメンタイトのオーステナイトへの溶け込みは十分でなく、加熱温度が高くなるほど溶け込み量がふえたがつて冷却時の A_{r1} 温度が低く結晶粒も微細化しその結果微細なセメンタイトの生成が多くなったものと考ええる。ご指摘のオーステナイト結晶粒の大きさの影響もあるが、主原因はセメンタイトの固溶並びに析出挙動によると思われる。

(2) 各 N 水準ごとに述べたものであるが、ご指摘のごとき比較も当然すべきである。両者の比較をすると、差はきわめて少ない。これは FreeN 量が VF 352.....0.002 に対し VF 311.....0.003 でほとんど差がないためと思われる。

(3) 伸線機はストレートライン 2 連式、70m/min の伸線速度で加工しテンピリスティックで表面温度を測定した結果は 80°C で、伸線中の歪時効も考えられるが、伸線加工によるピアノ鋼線の内部摩擦を測定した図 6 と歪時効による $\sigma_{0.2}$ の変化図 7 から次のような考察をした。図 6 は T 鋼を 900°C $\times$ 5min 加熱後 AP および LP し、そのままおよび冷間伸線して内部摩擦 ($1/Q$) を測定した結果で、 $1/Q$ は加工によりいつたん増加し、加工とともに減少し LP のほうが減少程度は大きい。これは AsAP または LP では固溶 N, C が微細に分布する Fe_3C , 転位などでピンニングされ $1/Q$ に寄与しないが、加工によりこれから解放されるため $1/Q$ は増大する。一方加工が進むにつれ新たに生じた転位が析出サイトになって $1/Q$ は減少し、LP のほうが析出サイトが多いためと思われる。歪時効による $\sigma_{0.2}$ の増加量は固溶 N, C 量に比例するが、加工率の増加とともに減少する $1/Q$ の変化と加工によつて増加する転位密度の組み合わせのため 1 つの Min が生じ、これが本実験では red. 67% 付

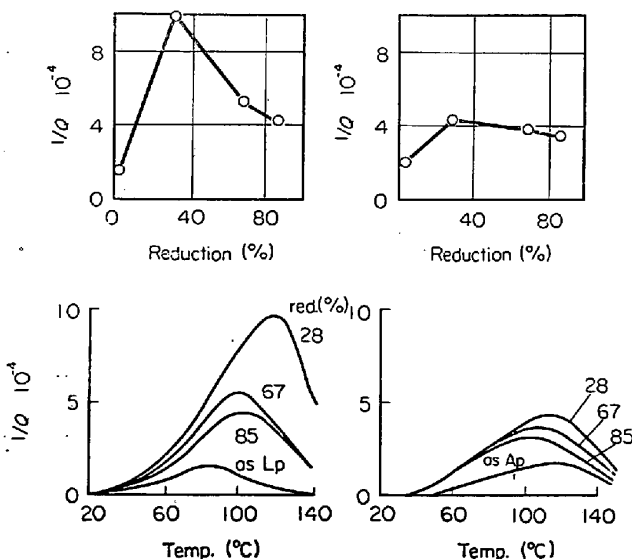


図 6 Influence of cold drawing on the internal frictions. (steel T).

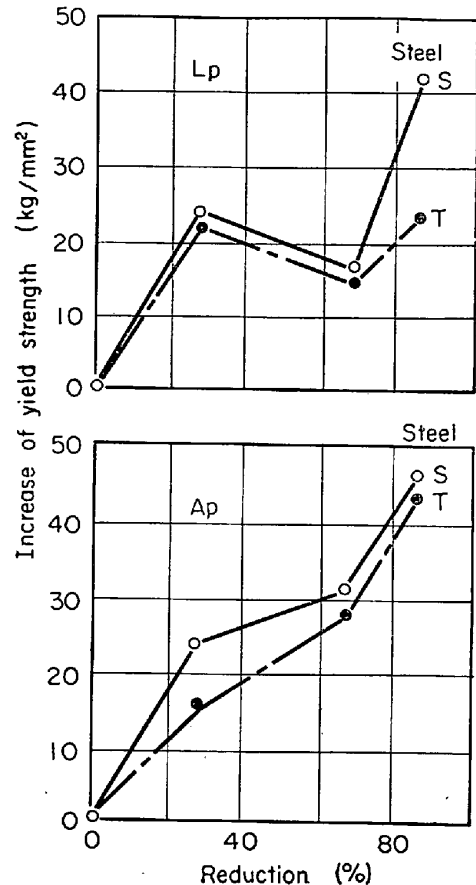


図 7 Influence of cold drawn reduction on the increase of yield strength produced by strain ageing.

近に相当するためであらう。

(4) 応力弛緩試料の製造履歴は各試料とも 2.6mm ϕ ワイヤを 900°C $\times$ 1.5min 500°C LP 後冷間伸線した 1mm ϕ で、時効時間 10min である。sol. N% で弛緩に差が生じたのはご指摘のごとく考えている。高 Al - 高 N 材のデータは後日提示したい。

(5) 確認してないが Fe_4N などの析出を予想している。

【質問】 東北砂鉄 筋 益太郎

1. As drawn as patenting の強度が AlN の増加により減少する。その理由として、オーステナイトの grain refining に基づく、微細パーライトの減少といわれていますが、これは粒界に Fe_3C がネットに出て、フェライトを生ずるいわゆる abnormal structure の出現か。

2. 200°C で絞り、捻回値の減少の理由は何か。これが歪時効硬化とすると、試験前後の硬度変化と関連あると思われますが、どのくらいの差があるか。

3. 400°C 付近の絞りなど靱性変化の原因について、N の影響(図 5)* があると言われるが、450°C $\times$ 30min 加熱では、AlN の多いほど靱性が高いことは、どう解釈できるか。これは N は全材料一定で AlN が多いほど sol. N が少ないという意味なのか。AlN が再結晶粒度の微細化に役立っているとすれば、AlN の増加は靱性

* 鉄と鋼: 54 (1968) 3, S328

回復には、大きな効果があると思うが、この点について私のほうで、金研今井研究室と共同で行なつた実験によると、 γ の grain growth をあれだけ防止できる AlN が再結晶粒度については、ほとんど無力のような結果を得ているので、この点から AlN の挙動が理解できない。また一方これらの温度範囲においての靱性のマイナス要因として挙げられている Fe_3C の粒界偏析は、(1) の結論にある微細パーライトの減少と関係があるか。いいかえると、これも abnormal structure と同じに考えてよいか。またこの偏析は、何で確認せられる程度か。

【回答】

1. abnormal structure の出現は観察されてない。AlN の増加による grain refining に基づく焼入性の減少と考えている。Al の存在により Fe への C の固溶量の変化は多少あると思うがこれが abnormal structure と直接結びつくかどうか明らかでない。

2. 3. 再加熱による延性の変化に及ぼす要因の模式的解釈は図 8 のごとくである。延性の劣化の主要原因は C, N の転位線への移動、析出であるが、 $350\sim 400^\circ\text{C}$ における一時の回復は $\text{Fe}_2\text{C} \rightarrow \text{Fe}_3\text{C}$ への変化に基づくロッキングのゆるみであり、 $450\sim 500^\circ\text{C}$ での顕著な捻回値の低下は窒化物恐らく Fe_4N の析出と思う。Al の存在は自由 N の減少を通じ作用し、本文の図 5 は見かけ上のものと思われる。AlN の再結晶粒度に及ぼす影響はご指摘のとおりと思われる。 Fe_3C の粒界偏析は電顕(レプリカ法 $\times 2500$) で観察したものである。

【質問】 神鋼中研 高橋 栄治

私どもの実験(金属学会誌 32, 3 号)によると線径 1.8

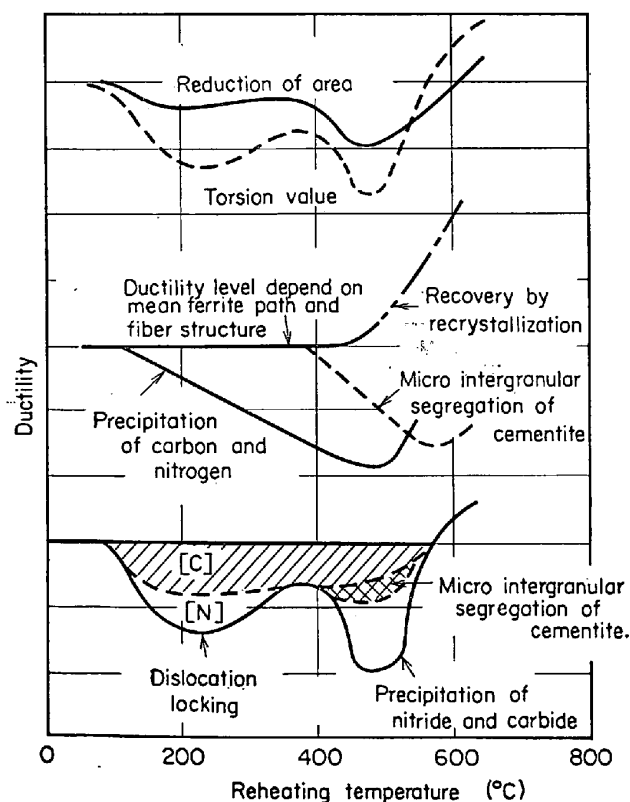


図 8 Schematic representation of the factors on the ductility.

mm ϕ の場合、オーステナイト結晶粒が小さいほどその後の Pb パテンティング時におけるパーライト変態の際パーライト間隔がせまくなり、パテンティング処理材の強度は大になる。したがって Al を添加すると AlN の形成によりオーステナイトの結晶粒が小さくなり、パテンティング後の強度は大になると考えられる。

しかしながら貴論文の場合線径が 7 mm ϕ であるために理想的な恒温変態が起こらず上記のことと逆の結果を生じたと思うが、この点についてどのように考えられるか。

【回答】

パテンティング時の Fe_3C のとけこみの問題から温度による変化の理由は金田氏の討論の回答 1 のようであるが貴論文の場合、冷間加工を施し Fe_3C の溶け込みを容易にされており、かつ細径で冷却速度も早いので、本実験と直接比較できないが、オーステナイト結晶粒が大きいピアノ線材の場合がパーライト核生成がおそいので所定の鉛浴温度まで過冷却され変態を開始するので強度は大になると考える。本実験の場合浸炭粒度として $3\sim 3.5$ と $6\sim 7$ の比較になるが、AlN に対しパテンティング強度を図示すると図 9 のごとくオーステナイト粒が小さいほうが強度はやや低い。

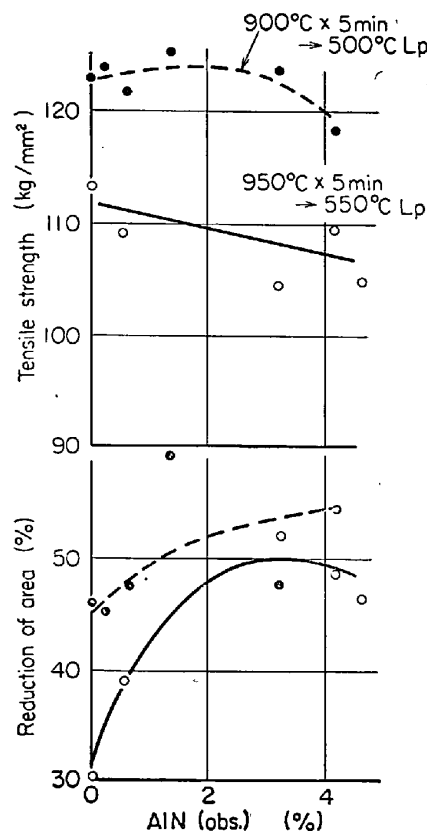


図 9 Tensile properties of patented-wire rod containing various amount of AlN.

【質問】 帝国産業 工博 西岡多三郎

1. 当社では特に N の影響についてはやっていないが、論文中のⅢ実験結果のうち (1) 「patenting 時の加熱温度を $900\sim 1000^\circ\text{C}$ の間で 25°C ごとに変えると温度が高いほど引張強さは高くなる傾向があるが、これは

AIN の析出量より微細パーライトの生成量が多くなるためと思われる」(2)「図 5*において as drawn の延性が AIN 量とともに低下しているのはオーステナイト粒が細かく patenting 時の生成パーライトが粗くなつたのが主効果と考えられる」(3)Ⅳ結論のうち「1 ピアノ線材の as patenting, as drawn の強度は AIN の増加とともに減少する。これはオーステナイト結晶粒の微細化による微細パーライトの減少によると思われる」と発表されているがこの 3 項は互に、矛盾している。なおこれらは AIN にとらわれすぎたためであつて、鋼の冷却の受け方の相違であると思われる。

2. 図 2**, 図 3**, 図 4**で再加熱にともなう延性の変化を示しているが伸びについても検討を加えるならばより有効であると考えられる。なお 450°C 付近の延性の劣化は再結晶の問題であると思われる。図 3**の as drawn の捻回値の差は別の研究として大いに興味あると考えられる。

3. 図 8*** から求められた拡散の活性化エネルギーは転位により説明を加えようとする限り大きすぎると思われる。

4. 応力弛緩の測定時間が不明であるが、値が実用値より大きいと思われる。

【回答】

1. (1)項については金田氏の討論の回答で示し、(2)項は延性のレベルを支配するのは、本論で示すように、セメントナイト層間距離とこれが冷間伸線された後のファイバー組織によるものであり、粗いパーライトつまり層間距離の大きいものは延性に欠くことをさし、AIN の存在によつて焼入性が減少したための結果であり、(3)項は主として焼入性の減少に起因することをのべたものである。ご指摘の冷却条件は同一である。

2. ご指摘に感謝する。

3. S. HARPER の測定値は C : 20000 cal/mol, N : 17200 cal/mol であり、実験精度を考えると大略一致している。

4. Relaxation 測定時間は 24hr で、負荷は $\sigma_{0.2} \times 80\%$ を用いている。

【質問】 住金中研 大野 鉄

1. 伸線温度について

伸線中には、線の温度が相当に上昇する。われわれが 60C 線材を連続伸線する際の線の温度を、テンピル・スティックを用いて測定した結果、220°C という値を得たことがある。このような温度においては、短時間内に歪時効が進行すると考えられる。

この実験における伸線温度は、どの程度であつたのか。

また、伸線温度をさまざまに変えた場合、再加熱に伴う機械的性質の挙動が、どのように変化すると考えられるか。

2. Si の影響について

図 10¹⁾および図 11¹⁾は、伸線後 260°C にて時効させた時の捻回値の変化を示したものである。これらの図から、Si 添加鋼においては、同一 N 量なら Al 量の多

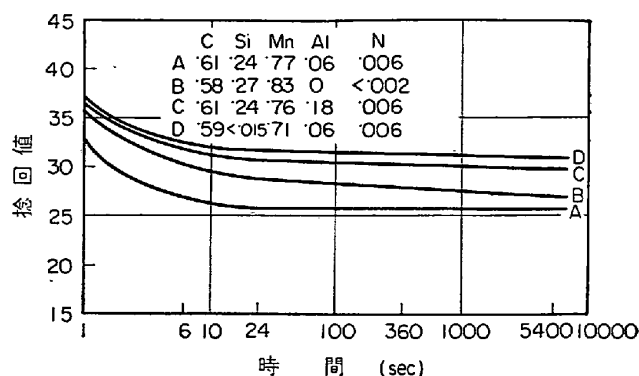


図10 伸線後、260°C で時効させた時の捻回値の変化¹⁾

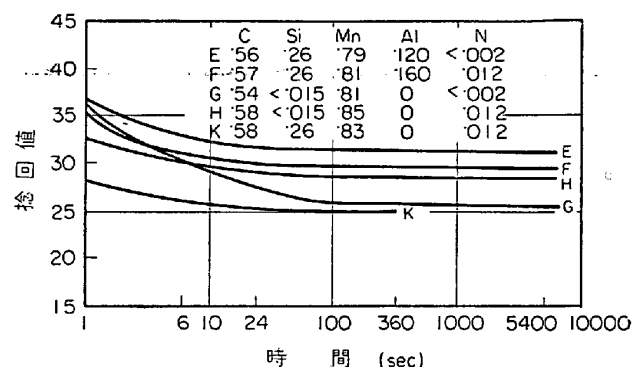


図11 伸線後、260°C で時効させた時の捻回値の変化¹⁾

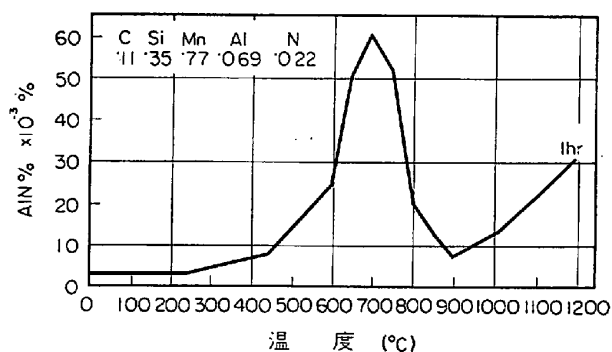


図12 冷却時の AIN の恒温析出²⁾

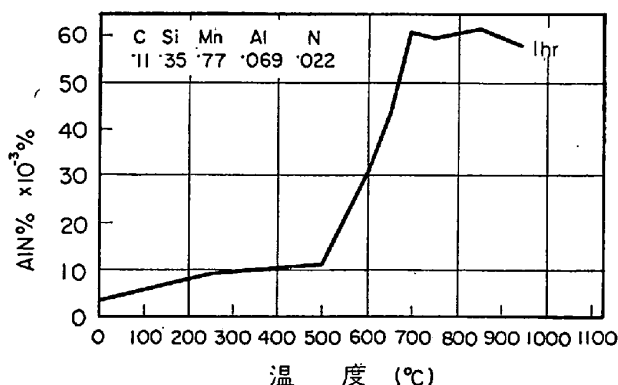


図13 加熱時の AIN の恒温析出²⁾

いほうが、また同一 Al 量なら N 量の少ないほうが、捻回値が良好であり、本講演の結果と一致している。しかし、このほかに、Si 量の影響が認められる。N 量が普通かまたは高い場合には、Si を下げることににより捻回

* 鉄と鋼: 54 (1968) 3, S 327

** 鉄と鋼: 54 (1968) 3, S 328

*** 鉄と鋼: 54 (1968) 3, S 330

値が改善されている(DおよびH)。一方、N量が低いとSiを下げてても捻回値はあまり改善されていない(G)。SiとNとの交互作用があるようだ。

AlおよびN以外に、Siが歪時効に影響することが考えられるか。また、その理由についてのご見解をご教示いただきたい。

3. 再加熱時のAIN析出のピークについて

本講演では、再加熱時に、700°C付近および900~1000°C付近に、AIN析出のピークが認められる。従来のAIN析出に関する報告によると、溶体化後、一定の温度に焼入れた場合は、析出ピークが2つ認められるが(たとえば図12)常温に冷却したものを再加熱する場合には、昇熱中の析出がsum upされるため、2つのピークが現われないうである(たとえば図13)。

本講演にて、析出ピークが2つ現われた理由をご教示いただきたい。

文 献

- 1) U. S. Patent, No 3,259,487, 1966

- 2) 中村, 深川: 材料科学, 2 (1965) 1, p. 30~43.

【回答】

1. 伸線時のワイヤ温度は80°Cで、伸線中にも歪時効がかなり進行していることは考えられる。ただ時間がきわめて短時間であるから本実験の場合極端な変化はないと思われる。伸線温度については西岡(日本金属学会誌, 22 (1958), p. 225, 229), 高橋他(鉄と鋼, 52 (1966), p. 1645; 53(1967), S341)のご発表があるが再加熱についてはふれておられず、われわれも回答できるほど十分なデータは持っていない。

2. このU. S. Patentに対し明確な結論を持っていない。

3. 加熱冷却時のピークほど明りようではないが、図示程度の差があらわれ、これは α , γ 両領域における主としてAlの拡散速度の重畳効果と思われる。

以上、再加熱時の析出に速度的に2つのピークを示す論文もあるようだ。