



Title	急速加熱冷却の繰返による炭素鋼の組織変化 : Ac1以下の場合について
Author(s)	三浦, 寛; Miura, Hiroshi; 萩原, 巖 他
Citation	北海道大學工学部研究報告, 31, 201-223
Issue Date	1962-10-30
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/40704
Type	departmental bulletin paper
File Information	31_201-224.pdf



急速加熱冷却の繰返による炭素鋼の組織変化

Ac₁ 以下の場合について

三 浦 寛*
萩 原 巖*

Microstructure Change of Steel on Quick Thermal Cycling (Below Ac₁ Temperature)

Hiroshi MIURA
Iwao HAGIWARA

Abstract

Three kinds of plain carbon steel were used as specimens in this work. The specimens of solid bars 120 mm in length and 10 mm in diameter were subjected to a repetition of rapid heating and cooling below Ac₁ temperature under free and constrained conditions and microstructure change with the increase of thermal cycles was studied together with the change of some other properties.

The results obtained were as follows :

- (1) Disintegration of pearlite into spheroidized structure was advanced by increasing thermal cycles. Coarse pearlite showed a more stable tendency than in fine pearlite.
- (2) Stress induced by axial constraint promoted the microstructure change.
- (3) The microstructure change by repetition of thermal cycles was induced more quickly than in cases in which maximum temperature of the cycle was sustained for a considerable length of time.
- (4) The hardness and length of test specimen decreased with the increase of thermal cycles, while the notch impact tensile tests indicated the tendency of brittleness in spite of softening.
- (5) These results were discussed in connection with the mechanisms of cementite migration at thermal cycling.

目 次

1. 緒 言	2
2. 実験装置および実験方法	3
3. 亜共析鋼の急速加熱冷却繰返	8
4. 共析鋼の急速加熱冷却繰返	10
5. 過共析鋼の急速加熱冷却繰返	11

* 北海道大学工学部冶金工学科

6. 急速加熱冷却繰返による試験片の寸法，硬度及び靱性の変化	12
7. 実験結果の考察	14
8. 総 括	16
文 献	16

1. 緒 言

工業設備の要素として用いられている金属材料は高温状態で使用されることが多く、これらの金属材料の大部分は、加熱冷却の繰返を受ける。加熱冷却繰返を受ける金属が或る種の「割れ」を発生し、やがては使用目的にそわぬようになり廃却されることは衆知のとおりである。この問題の重要性は最近工業の各分野において再認識されそれぞれの立場から研究が行なわれている。しかし工業設備の受ける加熱冷却条件に応じてその実験方法も多岐に亘っている。例えば試験片の形状にしても円筒型^{1)~11)}もしくは試験片の長さの方向に冷却用孔^{12)~15)}を持ち、試験片内周と外周の間にながりの温度勾配を与えたものとか、小円板状^{16)~22)}の試験面と他の面の間に温度勾配を与えたものや、また特殊なものとしては立方体型^{23)~25)}、クサビ型²⁶⁾および薄板型²⁷⁾のものなどがある。その加熱、冷却条件も各々異なっているから、それらの研究結果を比較検討することは出来ないが、その研究内容を概括すると次の如くである。従来の研究は割れの形状、数、深さおよび幅又は破壊までの寿命に関する最高加熱温度、最低温度、温度差、熱応力差、加熱冷却雰囲気および被加熱体の表面状況等の影響について行なわれていること、また試験材の大部分は高級鋼あるいは高級合金鋼であること、試験片の形状が複雑なものが多いことなどである。従来の研究で行なわれた加熱冷却試験条件は各研究者により独自のもので、これらの間の関連性はあまりなく、その研究結果の解析には困難が伴う。このように従来の研究はその大部分が機械材料学的に行なわれその顕微鏡組織写真も Lismer²⁸⁾を例外として、割れの外観または割れと結晶粒あるいは非金属介在物との位置的關係を検討しているものが多い。これらの諸点からして、従来の研究は冶金学的、特に金属組織学的考察に乏しいように考えられる。

筆者らの研究は加熱冷却繰返による破壊に対して強い抵抗性を示す金属材料の開発が最終の目的ではあるが、ここでは特に加熱冷却繰返初期における材質変化について解析を行なうとした。従ってこの研究では割れの発生機構について検討するのが目的ではなく、急速な加熱冷却繰返現象と材質変化との関係、特に顕微鏡組織との関係を明らかにすることを主目的としている。このため簡単な急速加熱冷却試験装置を新たに作製し、単純な形状の試験片を用いて試験装置の再現性を確認した後若干の実験を行なった。試験供試材料もその手初めとして組織の変化しやすい普通炭素鋼 3 種を用い、加熱冷却条件は主に最高温度が Ac₁ 以下の (690°C) 急速加熱冷却繰返とし、かつ加熱冷却繰返中に与えた応力の影響についても検討を加えた。

2. 実験装置および実験方法

2-1. 実験法概要

加熱冷却繰返試験装置には商品化されているものがなく、研究者により種々の試験装置が考案されている。筆者らはこの研究に着手するにあたり種々の加熱および冷却方式に検討を加え、主に加熱条件の再現性の点から加熱方式を電気抵抗直接加熱方式と決定し、新たに試験装置を設計した。種々の予備実験の結果、加熱冷却条件の再現性はほぼ満足出来るものであったのでこれを試験装置として採用した。試験片は単純丸棒型で、電気抵抗直接加熱方式により急速加熱し一定時間保持後試験片外周より噴射空気にて冷却した。その加熱冷却周期は特殊な回転式開閉器にて制御した。試験片の加熱は変圧器による2次高電流を試験片に通じることにより行ない、加熱温度は変圧器の1次側回路の抵抗を変化させて制御した。冷却は送風機による室温までの圧風冷却である。温度は熱電対を試験片に点溶接してパイロメーターにて測定した。加熱冷却繰返中は簡単な操作で種々の応力を加え、また試験片の歪も測定出来るようにした。加熱冷却繰返はわずかの微調整を必要とする準自動制御方式で行なわれ、加熱冷却繰返数は自動的に数え取るようにした。

2-2. 急速加熱冷却繰返試験装置

試験装置の概要図は Fig. 1 に示すように4本の支柱よりなる高さ40 cm、直径30 cmの加熱冷却の本体部と制御部にて構成されている。加熱用電極は銅製で内部より水冷され更に試験片に高電流を通じ急速加熱を行なうと同時に所要の応力を試験片に加えるためのネジ部があり、試験片両端部を固定する。上部の加熱用電極に適当な引張応力を天秤方式で加えることにより「無荷重状態」とし、また支柱に固定用ナットで固定することにより「拘束状態」とした。ある場合には1 kg/mm²の引張荷重も用いた。このような応力は第1回目の加熱より最終回の放冷までの全加熱冷却繰返にわたって連続して試験片に加えられた。最初の高電流による急速加熱後、引続いて低電流にて試験片最高加熱温度に保持し、室温まで圧風冷却を行ない、一定時間放置後再び高電流にて急速加熱を行なうような熱サイクルを繰返して試験片に加えた。この熱サイクルの全周期は155 secであり、「加熱」40 sec、「保持」25 sec、「冷却」85 sec および「放置」5 sec にて構成されている。試験片表面の側部中央に0.35 mmのクロメル-アルメル熱電対を点溶接し、パイロメーターにて測温した。試験片の加熱冷却繰返に伴う長さ方向の歪は0.01 mm精度のダイヤルゲージにて測定した。加熱冷却の制御方法は Fig. 1b に示すとおりであるが、R1 および R2 は食塩水摺動抵抗で R1 が加熱回路、R2 が保持回路にあり、この抵抗は沸点温度を保つように電気およびガス加熱されていて、常に定水位を保つように給水され、R1 および R2 の時間的変化が生じないようにしている。加熱用電流は変圧器1次側の電磁開閉器により試験片に流れ、高電流にて試験片を急速加熱するが、やがて回転式開閉器により R1 回路が開き、R2 (R1 < R2) 回路の低電流が流れて試験片を最高温度に保持する。回転式

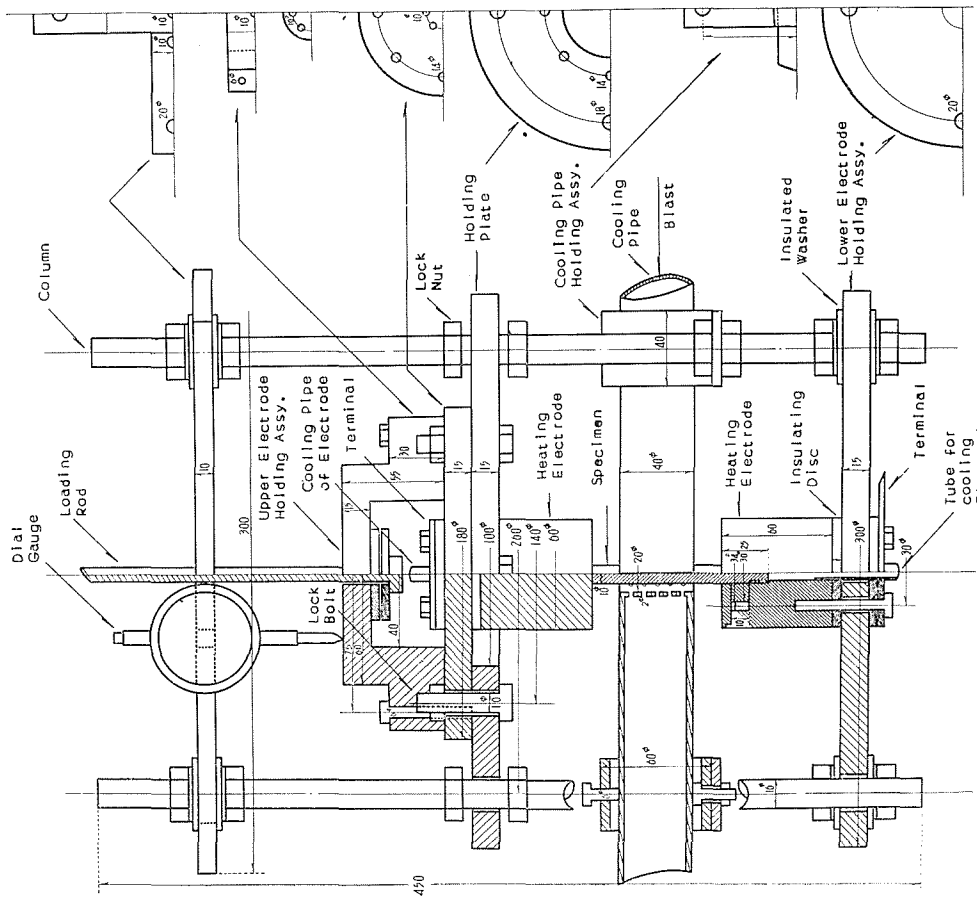


Fig. 1 a. Test equipment.

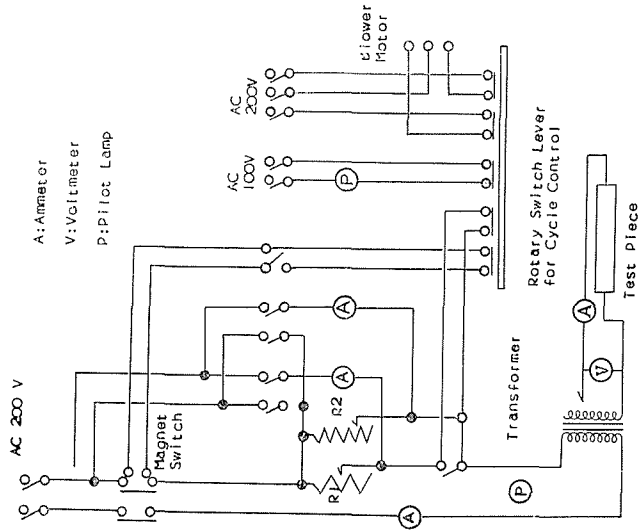


Fig. 1 b. Electric circuit of the test equipment.

開閉器は引続いて電磁開閉器を作動させ、変圧器1次側回路全体を開くと同時に送風機用モーターの回路を閉じて圧風冷却を行なった後、全回路を開き、試験片は室温中に放置され、更に再び変圧器1次側の電磁回路を作動させ加熱用電流を試験片に流して急速加熱する。以上のような熱サイクルを試験片に繰返して与えた。この回転式開閉器は急速加熱中に警報回路を閉じ加熱終了および保持開始を知らせると共に加熱冷却繰返数を数え取る装置を作動する。電磁開閉器の作動回路および急速加熱側回路(R1回路)には短絡用開閉器が取り付けられていて、加熱保持の手動制御および加熱電流の点検が出来るようにしてある。

回転式開閉器を熱サイクルの「放置」の位置から作動させ、予備試験結果にもとづく規定電流を通じて、R1およびR2の抵抗を微調整しながら、急速加熱冷却繰返を3~5サイクル行なうと自動制御状態となる。「加熱」に要する電流は通常8V、1000~1300Aで、「保持」に要する電流は「加熱」に要する電流の約1/2である。最高加熱温度の制御精度は690°Cの場合 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ で、熱サイクルの周期は変動しない。冷却は30個の小噴射孔より120~140mmHgの圧力にて試験片外周を均一に空気冷却し、20°C以下まで冷却した。「拘束状状態」は試験片の熱サイクルによる熱膨脹および収縮を試験片の長さ方向においてのみ拘束するような応力を試験片に加える状態であって、「加熱」の場合は圧縮応力、「冷却」の場合は引張応力であり、この量は測定しなかったが、試験装置の熱変形を無視した場合、試験片の長さの熱膨脹および収縮を98%以上拘束するような外部応力である。

熱電対の検定はパイロメーター等を含む測温系の外部抗抵を一定にして、後述のごとくクロメル-アルメル熱電対を試験片に点溶接した状態で行ない、試験片毎に新しい熱電対を使用した。

加熱最高温度は A_{c1} 変態点以下の690°C、最低温度は20°C以下である。放電式の高速度微小電圧記録装置による測温記録の一例はFig 2.に示す通りであるが、この加熱速度は17°C/sec、

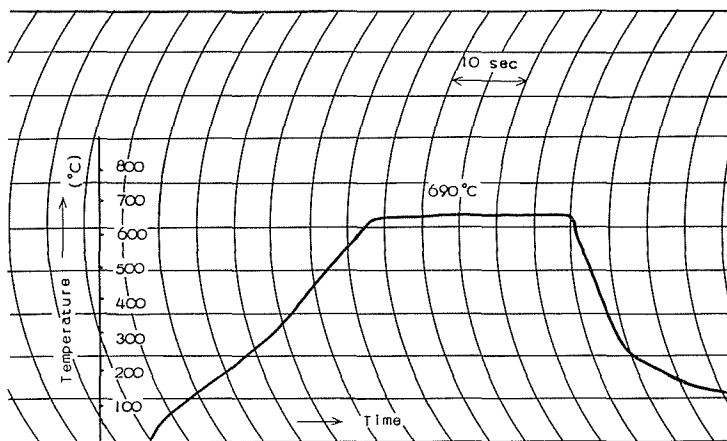


Fig. 2. Time-temperature curve of thermal cycle.

冷却速度は初期で $300^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 位である。この加熱速度での Ac_1 は 765°C であった。

2-3. 試験片, 供試材及び熱処理

試験片の形状および寸法は Fig. 3 に示すごとき全長 120 mm, 直径 10 mm の単純丸棒型であり, 両端の 25 mm のネジ部は加熱用電極に固定される。

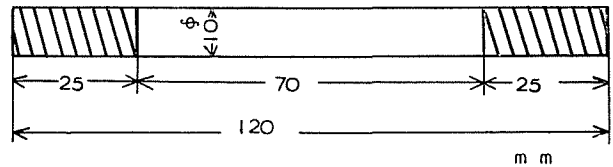


Fig. 3. Dimension of test specimen.

本研究の目的のためにはなるべく内外の温度差による熱応力の少ないことが望ましくそのために

は直径の小さい方が良いが, 繰返加熱冷却による弯曲や酸化を考慮して 10 mm の直形が採られた。その熱応力は組織に影響しない程度であることが確かめられた (3-6 参照)。供試材は圧延丸棒の普通炭素鋼 3 種類であり, その化学成分を第 1 表に示した。この供試材を真空炉にて 850°C 空冷あるいは 850°C 炉冷の熱処理をして後, 機械加工を行ない試験片とした。

第 1 表 試験材の化学組成

試験材	C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	直径 (mm)
亜共析鋼	0.35	0.28	0.72	0.018	0.010	14
共析鋼	0.85	0.35	0.38	0.020	0.014	16
過共析鋼	0.94	0.29	0.50	0.008	0.010	16

2-4. 実験方法

試験片は加熱冷却繰返前に表面平行部端部に定点を刻印し, その間の長さをコンパレータにて, また直径はマイクロメーターにていずれも 0.01 mm の精度にて測長した。試験片表面の平行部中央に熱電対を点溶接してから, 試験片を両加熱電極に固定し, 加熱電極を水冷, 測温系の外部抵抗を調整する。圧風冷却を行ないながら, 手動制御により「加熱」および「保持」電流を調整して, 加熱冷却繰返を所要回数行なう。所要の急速加熱冷却繰返後, 試験片寸法を測定後測温点において切断し, その横断面の顕微鏡組織を観察, 写真撮影後, 硬度を測定した。またある場合は切断することなく, 衝撃引張試験を行なった。硬度はピッカース硬度計 (10 kg, 30 sec) にて測定し, 横断面中心部 5~9 点の平均値を求め中心部硬度とした。顕微鏡組織及び硬度は切断した横断面中心部の値をもって試験片の代表とした。衝撃引張試験は測温点を含む全円周に深さ 2 mm, 角度 45° の V 型切欠を付け, シャルピー型試験機にて試験した。

急速加熱冷却繰返は 1, 50, 100, 200, 400 及び 800 サイクルまで行なったが, 普通のものは 100 サイクルまでとした。

2-5. 予備実験

急速加熱冷却繰返試験装置を新たに作製するに最も問題となる点は加熱冷却条件の再現性

とその精度である。単純丸棒型試験片にて高周波誘導加熱、火焰加熱、電気炉加熱、塩浴炉加熱及び電気抵抗直接加熱を行なったが、これらの加熱方式は各々固有の欠点を持っている。これらの欠点を比較検討し、試験片の電気抵抗を利用する直接加熱方式を採用した。電気抵抗直接加熱方式の欠点は試験片の長さ方向の温度分布が均一にならないこと、及び接触抵抗が加熱電流の調整を妨げることの2点であり、後者の欠点は試験片の選び方と加熱電極の設計仕様により大部分除き得るものであるが、温度分布に関する欠点はこの方式にとっては避け得ないものと考えられる。丸棒型試験片の各断面の半径を適当に選ぶことにより比較的均一な温度分布を得ることが出来るが、試験片端部と加熱電極間の温度勾配を取り除くことは不可能であった。すなわち平行部長さ及び直径の異なる単純丸棒型と引張試験片型の試験片に、直径 0.65 mm のクロメル-アルメル熱電対を巻き付けて試験片の長さ方向の温度分布を調査した結果は、平行部長さ 30~70 mm、直径 4~10 mm の寸法範囲の種々の試験片を最高温度約 700°C、加熱速度 15~150°C/sec の実験条件範囲では、試験片平行部が長い程、直径が小さい程、加熱速度が大きい程、長さ方向の温度分布はより均一になるが、試験片中央部と端部間の温度差はいずれも 300~400°C であった。しかし、試験片端部と加熱電極の間に副加熱電極とも称すべき 18-8 型ステンレス鋼製のソケットを入れると温度分布は驚異的に良くなり、加熱温度 900°C、平行部長さ 50 mm で温度差は 65°C となった。このように温度分布は均一化するが、この副加熱電極の大きさは片側で試験片の約 1/2 の長さを必要とし更に試験片に固着するなどの欠点もあり、接触抵抗の問題も倍加されるのでこの加熱方法は採用しなかった。測温においてクロメル-アルメル熱電対の先端のみを露出させ、スプリングにて試験片に圧しながら加熱した場合、加熱速度 20°C/sec 位で試験片が赤熱状態に達してもパイロメーターは 400~500°C を示すに過ぎない。直径 6 mm の試験片表面に深さ 0.5 mm の小孔をあけ、銅ろう付けにて熱電対を固定した場合、この小孔の部分が局部的赤熱を起し測温は不可能であった。熱電対を試験片に巻き付けた場合、及びこの上を針金で固定した場合は再現性に乏しく、熱電対を試験片表面に点溶接した場合より 50~120°C 低い温度を指示し、またダイヤルゲージが A_{c1} 通過を示す時、点溶接したものでは A_{c1} が明らかに認められるにもかかわらず、熱電対を巻き付けた場合はこれを示さないことがある。また銅線で熱電対を固定した場合には、その部分が昇温せず低温を示す。熱電対を点溶接した場合でも熱電対の直径により追従速度が異なる。パイロメーターのみの指針速度は 900°C まで 2 秒であるが、900°C の加熱を行なう場合に選択しうる加熱速度限界は直径 0.65 mm のクロメル-アルメル熱電対の場合で 30~45°C/sec である。冷却時の追従性は確認しなかったが、圧風冷却中断によるパイロメーター指針の逆行は最大 20°C であり、冷却初期は冷却速度が大であるためパイロメーターによる測温は極めて困難である。直径 0.35 mm 熱電対の場合の加熱追従速度は 40~50°C/sec であるが、この限界速度にて測温する場合、パイロメーター指針は慣性により瞬間的に真温度以上となるので、実際の追従速度は直径 0.35 mm の場合で 30°C/sec 位であった。熱電対の試験片表面への点溶接は比較的容易であり、顕微鏡

により熔着部横断面及び熔着部直下の面を観察したが、熔着は完全で周囲の顕微鏡組織に影響を与えていなかった。

本実験は主に最高加熱温度 690°C の加熱冷却繰返について行ったが、この場合の加熱速度は平均 17°C/sec、冷却速度は 300~500°C/sec で、この加熱速度における Ac_1 は 765°C、試験片長さ方向の温度差は 300~500°C である。

3. 亜共析鋼の急速加熱冷却繰返

3-1. 空冷した供試材の顕微鏡組織の変化

亜共析鋼を 850°C 空冷の熱処理を行なった顕微鏡組織は Photo 1 に示すようなフェライトと微細なパーライトからなる組織である。この熱処理のままの供試材の顕微鏡組織を「原組織」と呼び、急速加熱冷却を行なった後の顕微鏡組織と区別することにする。

無荷重状態で、最高加熱温度が 690°C の急速加熱、圧風冷却を行なった後の顕微鏡組織は Photo 2 に示す通りである。加熱冷却が 1 回 (1 サイクル) の場合の顕微鏡組織は原組織と相違を認めることが出来ない。800 サイクル後のフェライトとパーライトの量的関係には著しい変化は認められないが、パーライト自体に変化のあることが認められた。原組織のパーライトは 50 サイクル後にはすでにその層状部が崩れ始め、100 サイクル後では層状パーライトの周辺部の崩壊が比較的はっきりと認められる。すなわち層状パーライトとフェライトの境界部分のパーライトが崩れ微粒状になると同時にフェライト粒界にはセメンタイトが短い棒状または微粒状に析出する。パーライトの崩壊はサイクル数と共に進行し微粒状のパーライトは層状パーライトの中心部にも認められるようになり、800 サイクル後は原組織の層状パーライトはほとんど消失し、粒状化パーライトとなる。一方、フェライト粒界に析出したセメンタイトは 800 サイクル後にはほぼ完全な粒状セメンタイトとなる。要するに原組織の微細な層状パーライトは急速加熱冷却繰返により粒状化の過程をたどる。この粒状化は層状パーライトではフェライトとの境界部より優先的に行なわれるが、層状パーライト中でも徐々に進行し、800 サイクル後ほとんど全部が粒状化する。加熱冷却初期に粒状化した層状パーライト周辺部のものは成長してほぼ完全な粒状パーライトとなるが、中央部附近のものは極めて微少な粒状パーライトのままであり、これらの粒状化したパーライトは原組織のパーライトの位置からほとんど分散せずに集団となって分布している。800 サイクル後でも比較的大きなパーライトにはまだ原組織の微細な層状パーライトが残存している。このようにして粒状化したパーライトはいわゆる球状化処理をした組織と異なり特に発達した球状パーライトが認められず、粒状パーライトの分布は均一ではない。上述のパーライトの崩壊の状況の一部を高倍率顕微鏡組織として Photo 3 に示した。

3-2. 炉冷した供試材の顕微鏡組織の変化

亜共析鋼を 850°C 炉冷の熱処理を行なった場合の原組織及び無荷重状態での 690°C の急速

加熱冷却後の顕微鏡組織は Photo 4 に示す通りである。いずれも腐蝕剤は 2% ニタールでありフェライトが少しく侵されている。

原組織のパーライトは空冷の場合より粗く、急速加熱冷却繰返によりフェライトとパーライトとの量的関係の大きな変化は顕微鏡的には認められない。原組織の層状パーライトは 50 サイクル後にわずかに崩壊し、100 サイクル後では崩壊していることが明らかに認められる。しかし、空冷した供試材の場合に比較するとフェライトとの境界部にそれ程成長した粒状セメントライトは多くは認められず、層状パーライト中のセメントライトは凹部を生じ、いわゆるくびれた後に粒状になったように観察され、原組織の層状セメントライト自体が空冷した供試材より太いため見かけ上は比較的大きな粒状のセメントライトとして観察されるが、粒状というよりは短い棒状セメントライトが多くて粒状化の進行したものが少なく、空冷した供試材の場合のパーライトの崩れ方とは趣きが異なる。フェライト粒界へのセメントライトの析出は空冷した供試材の場合より少なく、加熱冷却繰返による顕微鏡組織の変化は空冷した供試材の場合よりも徐々に行なわれる。換言すれば炉冷した供試材の原組織は空冷した供試材の原組織より急速加熱冷却繰返に対し幾分強い抵抗性を示す。

3-3. 顕微鏡組織変化に与える応力の影響

空冷した供試材を拘束状態で 690°C の急速加熱冷却繰返を行なった場合の 100 サイクル後の組織は Photo 5 に示す通りであり、無荷重状態の 100 サイクル後の組織(Photo 3b)と比較しても明らかなように無荷重状態の場合より組織の変化が進行している。これは 50 サイクルの場合の比較でも同じであり、拘束状態で急速加熱冷却繰返を行なった場合、試験片に加わる外部応力が上述のような組織変化を促進していることを示すものである。拘束状態では試験片が加熱される場合に圧縮応力が加わり、冷却の場合は引張応力が与えられるが、これらのいずれが組織変化を促進するのは明らかでない。

加熱冷却中に 1kg/mm² の引張応力を加えた場合の組織変化は無荷重状態の場合とほぼ同じで、引張応力 1 kg/mm² の組織変化に与える影響は極めて少なかったので写真は省略する。

3-4. 顕微鏡組織変化に与える最高温度の影響

前述のように 690°C の急速加熱冷却の場合の Ac_1 は 765°C である。空冷した供試材にて最高温度のみを 650°C とした急速加熱冷却繰返後の組織を 690°C の場合と比較すると大差は認められなかった。650°C の場合は 690°C の場合より幾分パーライトの崩壊が遅く、フェライト粒界へのセメントライトの析出も 690°C の場合に比べて僅かに少ない。これらのことは Ac_1 より 100°C 以下の加熱冷却繰返でも亜共析炭素鋼の原組織である微細な層状パーライトは崩れ、一部粒状化することを示すものである。 Ac_1 より 30°C 高温側の最高温度 795°C の場合の急速加熱冷却繰返後の組織は Ac_1 以下の場合と全く異なり極めて微細な粒状パーライト組織となるが均一な粒状組織にはならない。

3-5. 急速加熱冷却繰返と長時間加熱との顕微鏡組織の比較

空冷した供試材を加熱冷却繰返の100サイクル保持時間の合計(25 sec×100)に相当する45 min, 690°C及び650°Cにて無荷重状態で連続的に加熱保持を行なった。加熱および冷却条件は急速加熱冷却繰返の場合と同じであった。

45 min 間の連続長時間加熱後の顕微鏡組織は690°Cの場合と650°Cの場合と大差がなく690°Cの場合の長時間加熱後の組織はPhoto 6に示す通りである。これを無荷重状態での690°Cの急速加熱冷却繰返100サイクル後の組織(Photo 2c 及び 3b)と比較すると長時間加熱における原組織のパーライトの崩壊は急速加熱冷却繰返の場合より遅れていて、フェライト粒界へのセメントタイトの析出は長時間加熱の場合の方がわずかに多く、比較的長い棒状のセメントタイトとして認められ、また比較的成長した粒状パーライトは認められない。このように急速加熱冷却繰返による原組織の変化は長時間の定温的加熱の場合より急速である。

3-6. 急速加熱冷却した試験片内外の顕微鏡組織の分布

前述のように既に紹介した顕微鏡組織は試験片の測温点横断面の中心部における代表的なものを示した。この横断面における組織は1サイクル後も100サイクル後も内外の差がほとんど認められなかった。空冷した供試材を無荷重状態で690°C, 1サイクル後及び100サイクル後の横断面内外の組織をPhoto 7に示した。

このことより本試験法における試験片内外の熱応力は組織に影響する程著しいものでないことが知られ本研究の目的をほぼ満足していると考えられる。

4. 共析鋼の急速加熱冷却繰返

4-1. 空冷した供試材の顕微鏡組織の変化

共析鋼を850°C空冷の熱処理を行なった場合の原組織及び無荷重状態で690°Cの急速加熱冷却繰返後の顕微鏡組織をPhoto 8に示した。原組織すなわち熱処理のままの組織は大部分が1次ソルバイト組織であるので低倍率にては分解出来ないような微細なパーライト組織であるが、加熱冷却繰返に伴いパーライトの層状性が崩れ、折れ曲ったり、短い棒状になって凝集した粒状パーライトになるため地質に粗いフェライト粒が認められるようになる。パーライトが層状性を失って粒状化して行く過程はかなり急速であり、亜共析鋼の場合フェライトとの境界部で優先的に進行するのに対し、共析鋼では至るところでパーライトの崩壊が起り粒界との位置的関係は確認出来なかった。

4-2. 炉冷した供試材の急速加熱冷却繰返による顕微鏡組織の変化

共析鋼を850°C炉冷の熱処理を行なった場合の原組織及び無荷重状態で690°Cの急速加熱冷却繰返を行なった顕微鏡組織はPhoto 9に示す通りである。1サイクルの組織は原組織とほとんど変わらないことは亜共析鋼の場合と同じである。50サイクル, 100サイクルと局部的パーライトの崩壊によるフェライトの地肌が現われてはくるが、パーライトの層状性はあまり失わ

れないことは空冷した供試材と異なる点であり、この原組織は急速加熱冷却繰返に対しては強い抵抗性を持つものと考えられる。パーライトの崩れ方は亜共析鋼の炉冷した供試材の場合と同じ傾向である。

4-3. 顕微鏡組織変化に与える応力の影響

炉冷した供試材を拘束状態で690°Cの急速加熱冷却繰返を行なった場合、100サイクル後には粒状化又はちぎれたセメントイトが認められ、組織の変化は無荷重の場合より進行して、加熱時の圧縮応力又は冷却時の引張応力が組織変化を多少促進することを示している。高倍率顕微鏡組織をPhoto 10に示したがパーライトの崩れる過程がよく示されている。引張応力を1 kg/mm²加えた場合は無荷重状態の場合と差は認められなかった。

5. 過共析鋼の急速加熱冷却繰返

5-1. 炉冷した供試材の顕微鏡組織の変化

過共析鋼を850°C炉冷の熱処理を行なった原組織及び無荷重状態で690°Cの急速加熱冷却繰返を行なった顕微鏡組織はPhoto 11に示す通りである。1サイクル後の組織は原組織とあまり変わらないが、50サイクル後では組織の変化が明らかである。原組織の層状パーライトの一部は層状性を著しく失うことなしに粒状化が局部的に急速に起り、100サイクル後にごく一部に層状パーライトを残存する組織となり、200サイクル後には層状パーライトは完全に崩壊し粒状パーライトとなるが極めて微細な粒状パーライトであり、特に発達したものはなく、いわゆる球状化処理を行なった組織とは粒状パーライトの形状および分布が異なっている。原組織のパーライトの崩壊、粒状化はこのように非常に急速である点は炉冷した共析鋼の場合と異なるが、これが炭素含有量の相違によるものであるか否かは不明である。供試材が共析鋼に較べ磷元素の含有量が極めて低く炭素原子のMobilityが相対的に高いことに原因があると考えられる。

5-2. 顕微鏡組織変化に与える応力の影響

炉冷した過共析鋼の急速加熱冷却繰返による顕微鏡組織の変化に与える拘束応力の影響は共析鋼の場合より著しく、50サイクル後には明らかとなり、100サイクル後の組織はPhoto 12に示すようにほぼ完全に粒状化が進行し、無荷重の場合の200サイクル後の組織(Photo 11 d)と同じ程度まで層状パーライトが崩壊し粒状化する。

5-3. 急速加熱冷却繰返と長時間加熱との顕微鏡組織の比較

過共析鋼の炉冷した供試材を真空炉中に650°C、1 hr加熱後炉冷の定温的加熱を行なった組織は原組織とあまり変わらないPhoto 13のごとき組織である。この定温的加熱の保持時間1 hrは、急速加熱冷却繰返の場合の144サイクルの保持時間合計(25 sec×144)と同じである。この現象は亜共析鋼の場合と同じであり、急速加熱冷却繰返による顕微鏡組織の変化は長時間加熱による組織変化より急速であることを示すものである。

6. 急速加熱冷却繰返による試験片の寸法、硬度及び靱性の変化

試験片は最初の加熱の 300~400°C にて中央部より青変し、最高温度 690°C にては中央部の 40 mm 位がわずかに赤熱するが保持開始と共に試験片は端部より加熱用電極に放熱するために赤熱部は減少する。無荷重状態での試験片の温度と長さの変化率の関係は、加熱冷却共に室温と 650°C の間はほとんど直線関係であり、650°C 以上で幾分直線性を失い、690°C の保持中にわずかに収縮する。これは試験片端部の温度低下によるものである。Ac₁ 以上の加熱を行なう場合は試験片の長さの変化を示すダイヤルゲージの指針は Ac₁ にて一旦停止し、Ar₁ にては 10~20°C 逆行する。試験片の長さの時間的変化は Fig. 4 に示す通りであり、加熱膨脹は時間と比例的に行なわれ、冷却初期に極めて急速に収縮することが示されている。拘束状態での試験片の加熱冷却に伴う寸法変化は試験装置本体の変形を無視した場合、加熱部長さの 2% 以内であった。

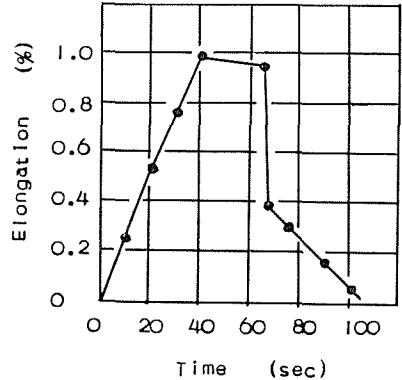


Fig. 4. Time-dilation curve of thermal cycling.
specimen: 0.35% C steel, 850°C
A.C. 690°C, no load.

加熱冷却繰返による試験片表面の酸化は圧風冷却にも拘らず、690°C の場合の酸化は極めて少ないが、Ac₁ 以上の 795°C の場合は幾分表面酸化が行なわれる。急速加熱冷却後の試験片は肉眼および拡大鏡により表面割れを調べ、更に 50% 温塩酸 (50°C) 浸法により表面割れの有無を確認したが、690°C の場合はいずれも表面割れを発生せず、795°C の場合は酸化膜にわずかに「ひび割れ」が認められた。この酸化膜の「ひび割れ」は亀甲状のものであるが、この「ひび割れ」はいわゆる「表面割れ」ではない。

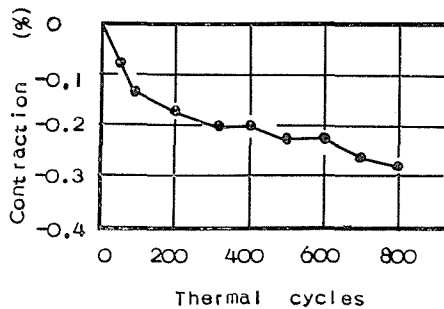


Fig. 5. Relation between contraction of specimen length and number of thermal cycles.
specimen: 0.35% C steel, 850°C
A.C., 690°C, no load.

試験片はいつでも急速加熱冷却繰返に伴い Fig. 5 に示すように極めて徐々に収縮するが、その収縮全体量は極めて微少であり、供試材、応力及びサイクル数との関係を確認するに至らなかった。試験装置から取外した試験片はいつでも加熱冷却繰返前よりも収縮しているが、この変化量も極めて微少であり、試験片毎の温度分布の僅かな相違の影響でその解析は困難であるが、急速加熱冷却繰返によるこのような試験片の収縮は熱歪によるものとパーライトの粒状化に伴う体積減少とが考えられる。

試験片はいつでも急速加熱冷却繰返に伴い Fig. 5 に示すように極めて徐々に収縮するが、その収縮全体量は極めて微少であり、供試材、応力及びサイクル数との関係を確認するに至らなかった。試験装置から取外した試験片はいつでも加熱冷却繰返前よりも収縮しているが、この変化量も極めて微少であり、試験片毎の温度分布の僅かな相違の影響でその解析は困難であるが、急速加熱冷却繰返によるこのような試験片の収縮は熱歪によるものとパーライトの粒状化に伴う体積減少とが考えられる。

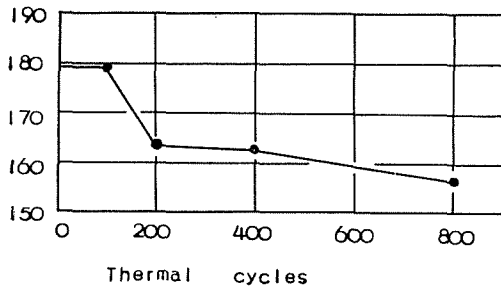


Fig. 6. Relation between hardness and number of thermal cycles. specimen: 0.35%C steel, 850°C A.C., 690°C, no load.

試験片中心部の硬度は急速加熱冷却繰返により著しく変化することはないが連続的に徐々に硬度減少の傾向を示す。Fig. 6 に亜共析鋼の空冷した供試材の場合を示した。この軟化傾向の供試材及び応力による変化を見るため Fig. 7 に 100 サイクルまでの硬度変化を示した。過共析鋼の場合は異なるが、亜共析鋼及び共析鋼の拘束状態の場合の硬度曲線は無荷重状態の場合よりも低硬度側にある。このように加熱冷却繰返による軟化現象及び硬度変化と応力との関係は組織変化過程を説明するような結果であると考えられる。試験片横断面内外の硬度分布は外周部が中央部より幾分高硬度となるが、これは冷却時の試験片表面の引張応力による加工硬化のためであろう。上述のように加熱冷却繰返により試験片は軟化するが、亜共析鋼および共析鋼の 100 サイクル後の試験片の有溝衝撃引張試験値を原組織の試験値と比較すれば第 2 表の如く加熱冷却繰返により試験片は軟化しているにもかかわらず加熱冷却繰返によりわずかながら脆化している傾向を示した。

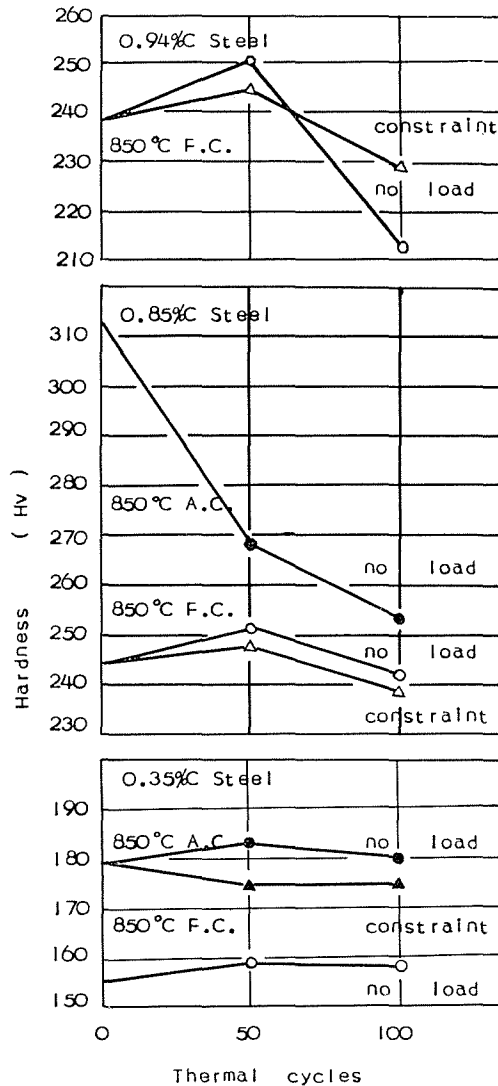


Fig. 7. Relation between hardness and number of thermal cycles.

第 2 表

試験材	熱処理	衝撃引張りエネルギー比
0.85%C 鋼	850°C 空冷	0.96
0.85%C 鋼	850°C 炉冷	0.79
0.35%C 鋼	850°C 炉冷	0.97

7. 実験結果の考察

筆者らの採用した試験片の形状は単純丸棒型であり、従来このような試験片について加熱冷却繰返が行なわれたことがない。Coffin⁶⁾らは薄肉円筒状の試験片を用い内部冷却の方式を採用しているが、これは熱応力を1軸方向に近似させることにより熱応力と試験片破壊までの寿命の関係をより容易に解析することがその主な目的であると考えられる。筆者らの試験片の場合熱応力は単純ではないが既に述べた様に本論文の目的に対しては影響のないことが確かめられた。

実験結果によれば Ac_1 以下の加熱冷却を繰返した場合、供試材の3種の炭素含有量の異なる普通炭素鋼の顕微鏡組織は原組織、すなわち熱処理のままの組織のパーライトは崩壊して粒状化し、フェライト粒界はセメンタイトを析出し成長する。この変化過程及び速度は原組織と化学組成により異なり、炉冷した供試材の粗い層状パーライトはこのような組織変化に対してより安定であり、微細な層状パーライトは崩壊が比較的速く行なわれ、また亜共析鋼の場合はフェライトとの境界部より優先的に起こり、共析鋼の場合は至るところでパーライトが崩壊する。このような加熱冷却繰返による組織変化は最高温度における総計保持時間が同じであるような定温的長時間加熱による組織変化より急速であり、また拘束状態の熱応力は冷却繰返による組織変化を促進するような影響を与え、セメンタイトの粒状化を加速する。このようにして生成した粒状パーライトは特に大きく成長したものを含まず、拡散距離の短い状態で、いわゆる球状化処理した球状化パーライトと異なる。

原組織は急速加熱及び 690°C における保持によりその層状セメンタイト中の炭素原子の α 鉄への溶解拡散が行なわれるが、保持時間が短いため 690°C における平衡状態まで拡散が進行するとは勿論考えられない。冷却が加熱よりも著しく短時間に行なわれるため、加熱及び保持中に拡散した炭素原子は元の位置へ復帰することが出来ない。このような元の位置に戻れない炭素原子は冷却速度に応じてその位置周辺でフェライトに過飽和に固溶するか、析出して粒状セメンタイトの核を作るか、近くの析出核を成長せしめるかのいずれかになる。冷却後の再加熱によって過飽和の固溶炭素は析出して更に核の生長を起こさせる。この場合、加熱及び保持中における溶解開始位置は原組織のセメンタイトの不安定部分であり、その位置としては層状セメンタイトの結晶粒界に接している端部か、または他の局部的位置である。

層状セメンタイトはフェライト中に比較的規則的に並んでいるものであり、その厚みは同一でなく、一枚の板状のセメンタイトを考えた場合その端部及び薄い部分は界面エネルギーが高く不安定な部分である。この部分は加熱冷却の膨脹及び収縮が行なわれた場合、セメンタイトとフェライトの熱膨脹率の差により生ずる微視的熱応力の集中部分となり、この熱応力は界面歪エネルギーを一層増大しこれを不安定化することにより炭素原子の地鉄への溶解を促進する。

前述の拡散の非可逆的傾向とこの歪エネルギーの増大による局部的溶解が加熱冷却繰返の場合の原組織の変化を進行させるものと考えられる。拘束状態の熱応力はこのセメンタイト界面および粒界歪エネルギーを加算的に増加することにより組織変化を促進する。

なお炭素原子の拡散が応力によって促進されるか否かについては未だ不明の点が多く、従って空孔の増加によるいわゆる応力拡散の寄与も現在のところ疑問である。結晶粒界及びその近くでは転位の多いことから炭素の拡散が加速されることは言うまでもないから、亜共析鋼においては炭素の拡散は粒界に沿って速くまで及ぶ結果粒状セメンタイトを成長せしめ同時に粒界よりのパーライトの崩壊を起りやすくする。パーライトの崩壊により粒状セメンタイトが生成するが、加熱冷却が繰返され保持時間が短いためこれらの粒状セメンタイトは特定のもののみが大きく成長発達することはなく、凝集が遅れる。連続的な長時間加熱は上述のような炭素原子の拡散と凝集を促進する要素はあるが、加熱冷却繰返の場合のように新たな核の発生と粒状セメンタイト界面の不安定化に恵まれていないため、組織変化が少ないものと考えられる。

加熱冷却繰返により試験片の硬度は低下し、同時に試験片の長さが減少する。これらの傾向と組織変化との間の定量的関係は確認するには至らなかったが、いずれも組織変化、即ち粒状化に伴う当然の現象と考えられよう。

急速加熱冷却繰返により軟化した供試材が脆化している傾向を示したが、この機構は明らかでなく、今後の研究に待つべきものと考えられる。

周期 155 sec の筆者らの拘束急速加熱冷却繰返により試験片は表面割れが発生しなかった。周期は Rädcker の第 2 報¹³⁾より 50 sec 位長く加熱冷却が比較的類似しているが、他の研究者の加熱冷却周期とはかなりの相違があるので比較は困難である。Rädcker の試験片は円筒型で直径 80 mm、長さ 150 mm であり、中心の冷却孔でさえ直径 20 mm もあり筆者の丸棒型却をの直径 10 mm の試験片と比較出来ない程大きい。供試材の炭素鋼 ST 35 (0.13%C) を加熱冷却繰返した場合に、60~1000°C の加熱温度で割れが発生せず、肉厚が薄くなる程割れ難くなると報告している。Northcott ら^{14),15)}によれば亜共析鋼 (0.34%C) の冷却孔をもつクサビ型の試験片を周期 10 sec で加熱冷却を繰返した場合、加熱温度が 800°C で約 800 サイクル、1000°C の場合 300 サイクルで各々割れを発生すると報告している。18-8 型ステンレス鋼について Coffin⁶⁾らは薄肉円筒型試片を周期 15 sec で加熱冷却を繰返して破壊するため最小 8000 サイクルを要している。

これらの過去の主な研究結果と比較して考えると、筆者らの試験片に表面割れを発生させるためには更に極めて多くの加熱冷却繰返を行わなければならないと考えられる。この報告では割れそのものを取扱うのが主な目的でないので、顕微鏡組織変化と割れとの関係にまで検討を加えなかったが、この問題については将来更に検討しなければならないと考える。

8. 総 括

加熱冷却繰返による金属の破壊現象は既に多くの研究者により主に機械材料学的立場から検討され、加熱冷却条件と割れそのものとの関係は種々の材料について明らかにされているがこの問題が金属組織学的に取扱われたことは少ない。

筆者らはこの問題を特に金属組織学的観点から検討するため、亜共析、共析及び過共析の普通炭素鋼を丸棒型の試験片とし、新たに考案した急速加熱冷却繰返試験装置により 155 sec の周期で共析変態点 (A_{c1}) 以下の温度範囲における加熱冷却繰返を無荷重並に拘束状態で行ない熱サイクルの進行に伴う顕微鏡組織の変化、その他の材質変化を調べて次のような結果を得た。

(1) パーライトはそれが微細な層状パーライトである程速かに崩壊して粒状化する。

(2) 亜共析鋼の場合は、パーライトの崩壊はその粒界より初まり内部へと進行しかつフェライトの粒界にセメントイトの析出を生ずる。これに対し共析鋼および過共析鋼にあっては、パーライト粒の内外至るところで崩壊する。

(4) 試験片の熱歪を拘束するような応力は加熱冷却繰返による組織変化を著しく促進するように作用する。熱疲労にはこの問題を考慮する必要がある。

(4) 加熱冷却繰返による粒状化は連続長時間加熱に比較し著しく急速であるがその粒子の成長は極めて遅い。

(5) 加熱冷却繰返により試験片は軟化し、長さは減少する傾向を示す。有溝衝撃引張試験によるとセメントイトの球状化にもかかわらず脆化の傾向を示した。またいずれの試験片にも表面割れは見られなかった。

(6) 以上の現象は急速加熱冷却におけるセメントイトの溶解と析出の非可逆的挙動によるものであり、その変化はセメントイトとフェライト間のマイクロ熱応力によって促進されるとして実験結果の説明を試みた。

謝 辞

本研究の遂行及び本稿の執筆に際し、助言並びに助力を与えられた松原嘉市助教授に対し謝意を表します。

なお本論文は三浦寛の修士論文の一部である。

文 献

- 1) Weisberg, H.: Trans. ASME, **71**, 643 (1949).
- 2) Weisberg, H. and Soldan, H. M.: Trans. ASME, **76**, 1085 (1954).
- 3) Stewart, W. C. and Schreiz, W. G.: Trans. ASME, **72**, 1043 (1950).
- 4) Stewart, W. C. and Schreiz, W. G.: Trans. ASME, **75**, 1051 (1953).
- 5) Tidball, R. A. and Schrouf, M. M.: Trans. ASME, **76**, 639 (1954).

- 6) Coffin, L. F. and Wesley, R. P.: Trans. ASME, **76**, 923 (1954).
- 7) Coffin, L. F.: Trans. ASME, **76**, 931 (1954).
- 8) Coffin, L. F.: ASTM, STP, No. 165, 31 (1954).
- 9) Coffin, L. F.: Trans. ASME, **79**, 1637 (1957).
- 10) Major, H.: Trans. ASME, **51**, 421 (1959).
- 11) Eichhorn, F.: Stahl u. Eisen, **80**, 1275 (1960).
- 12) Rädiker, W.: Stahl u. Eisen, **74**, 924 (1954).
- 13) Rädiker, W.: Stahl u. Eisen, **75**, 1252 (1955).
- 14) Northcott, L. and Baron, H. C.: JISI, **184**, 385 (1956).
- 15) Northcott, L. and Baron, H. C.: JISI, **187**, 126 (1957).
- 16) 下田・渡辺十郎: 鉄と鋼, **43**, 996 (1957).
- 17) 渡辺十郎: 鉄と鋼, **44**, 381 (1958).
- 18) 藤原達雄: 日本金属学会誌, **20**, 247 (1956).
- 19) 藤原達雄: 日本金属学会誌, **21**, 149 (1957).
- 20) 藤原達雄: 日本金属学会誌, **21**, 494 (1957).
- 21) 藤原達雄: 日本金属学会誌, **21**, 573 (1957).
- 22) 藤原達雄: 電気製鋼, **30**, 72 (1959).
- 23) Mickel, E.: VDIZ, **87**, 341 (1943).
- 24) Brown, W. R.: Metal Progress, **63**, 73 (1953).
- 25) Roberts, G. A. and Grobe, A. H.: Metal Progress, **69**, 58 (1956).
- 26) Muscatell, F. L., Reynolds, E. E., Dyrkarz, and Dalheim, J. H.: ASTM, **57**, 947 (1957).
- 27) Lampson, F. K., Tsarff, T. C. and Green, A. W. F.: ASTM, **57**, 965 (1957).
- 28) Lismer, R. E. and Pickering, F. B.: JISI, **170**, 263 (1952).

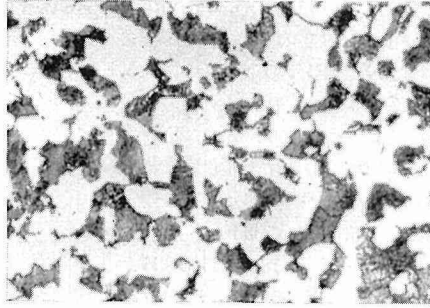
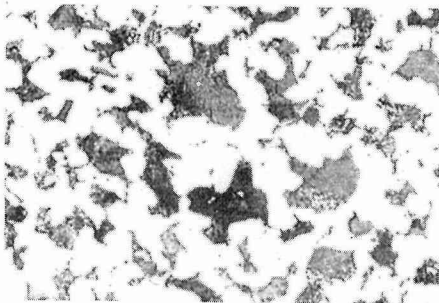
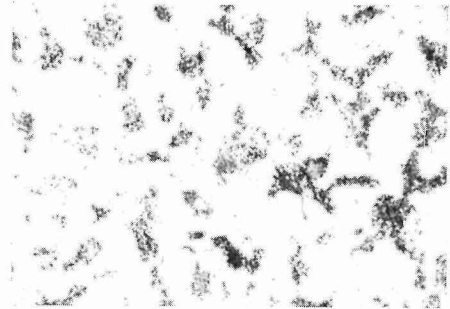


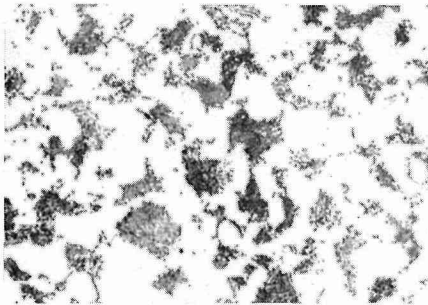
Photo. 1. Original structure (as heat treated).
Specimen : 0.35% C steel, 850°C A.C. $\times 500$



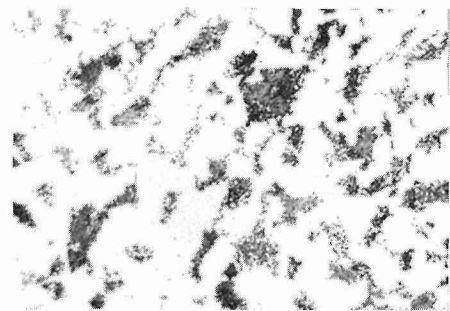
a. 1 cycle.



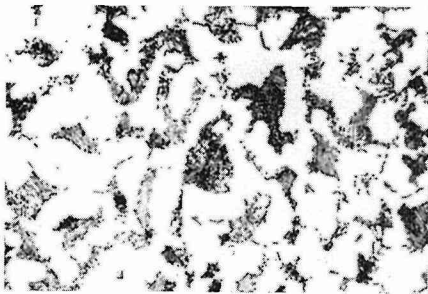
d. 200 cycles.



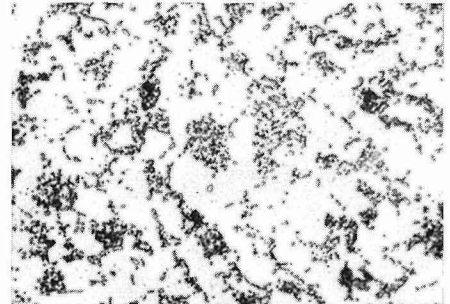
b. 50 cycles.



e. 400 cycles.



c. 100 cycles.



f. 800 cycles.

Photo. 2. Specimen : 0.35% C steel, 850°C A.C., 690°C, no load. $\times 500$

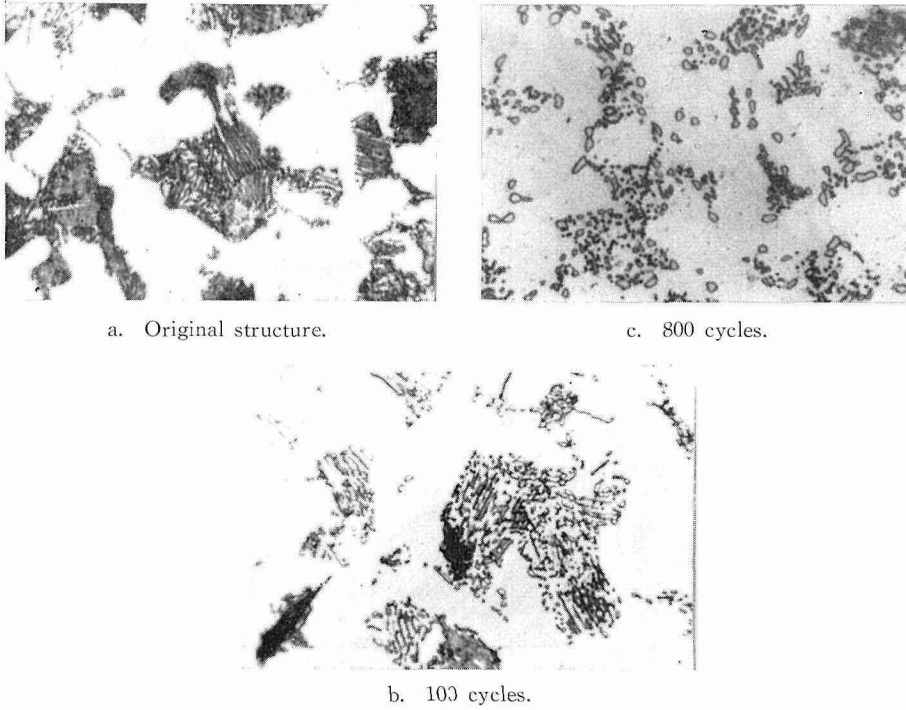


Photo. 3. Specimen: 0.35% C steel 850°C A.C., 690°C, no load. $\times 1250$

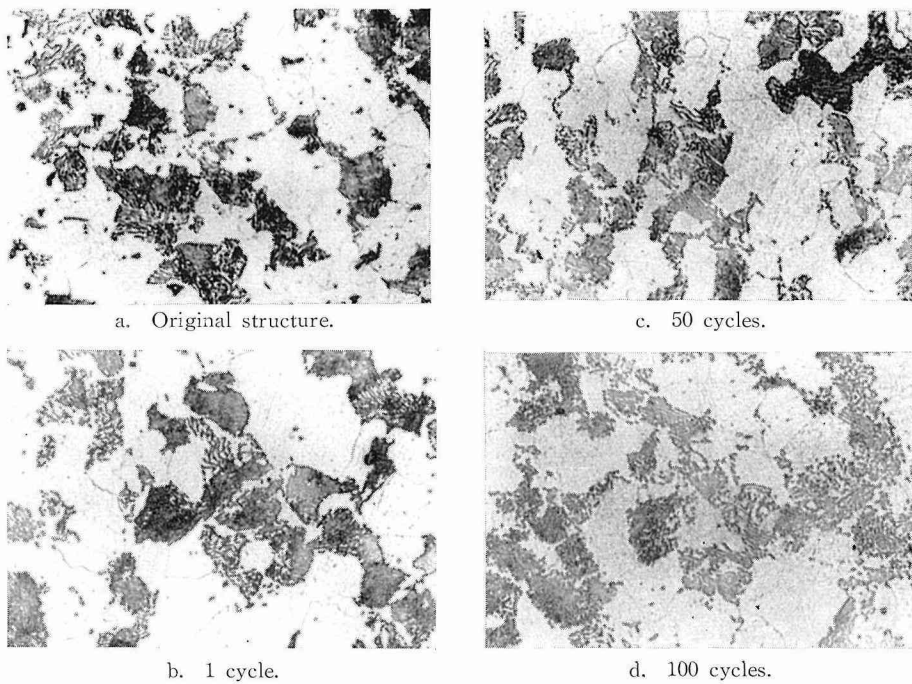


Photo. 4. Specimen: 0.35% C steel, 850°C F.C., 690°C^o no load. Nital etch. $\times 500$

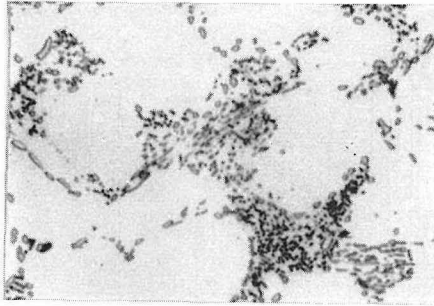
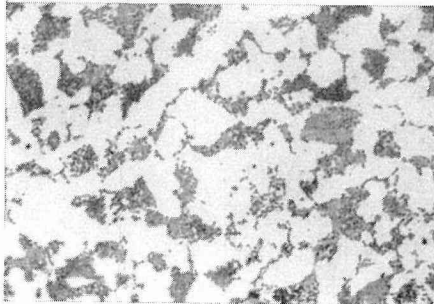
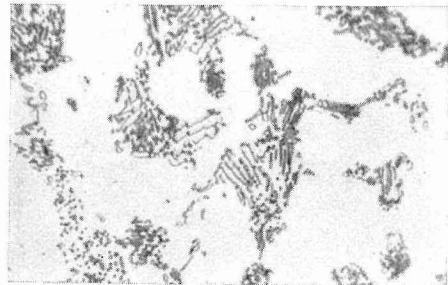


Photo. 5. Specimen: 0.35% C steel, 850°C A.C., 690°C, constraint. 100 cycles. $\times 1250$

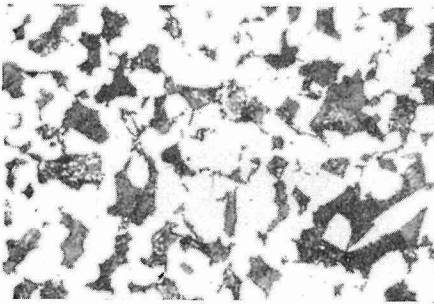


a. $\times 500$

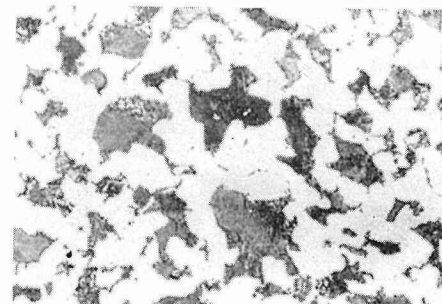


b. $\times 1250$

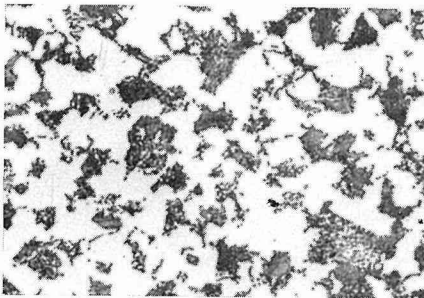
Photo. 6. Specimen: 0.35% C steel, 850°C A.C., 690°C $\times 45$ min. keeping. 1 cycle. Heating and cooling are same as other thermal cycling.



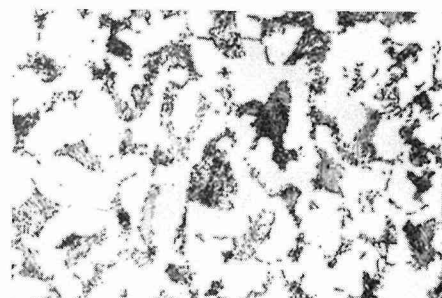
a. 1 cycle, 0.5 mm from surface.



b. 1 cyle, center.

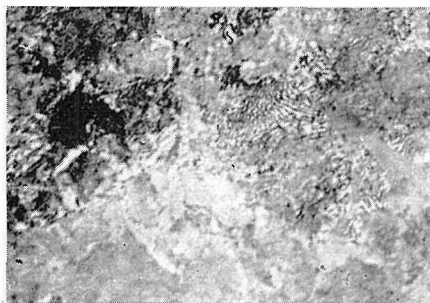


(a) 100 cycles, 0.5 mm from surface.

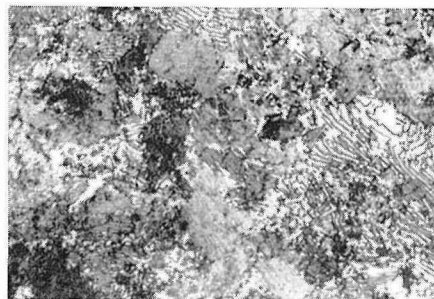


(b) 100 cycles, center.

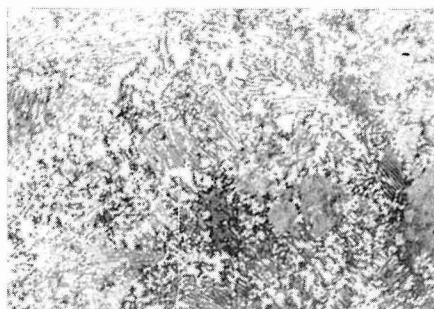
Photo. 7. Specimen: 0.35% C steel, 850°C A.C., 690°C, no load. $\times 500$



a. Original structure.

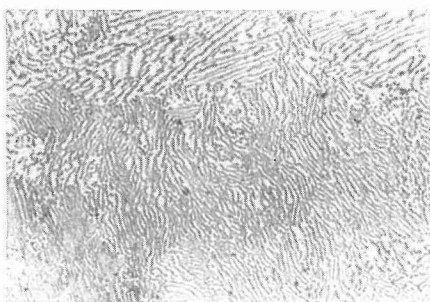


b. 50 cycles.

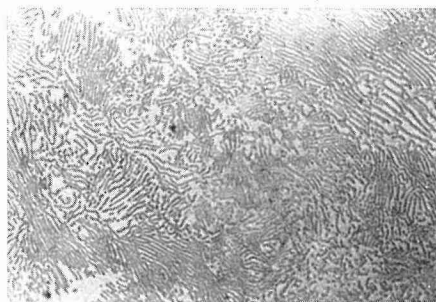


c. 100 cycles.

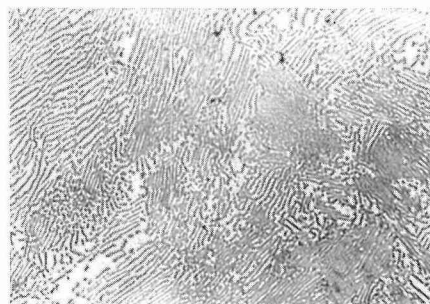
Photo. 8. Specimen : 0.85% C steel, 850°C A.C., 690°C, no load. $\times 500$



a. Original structure.

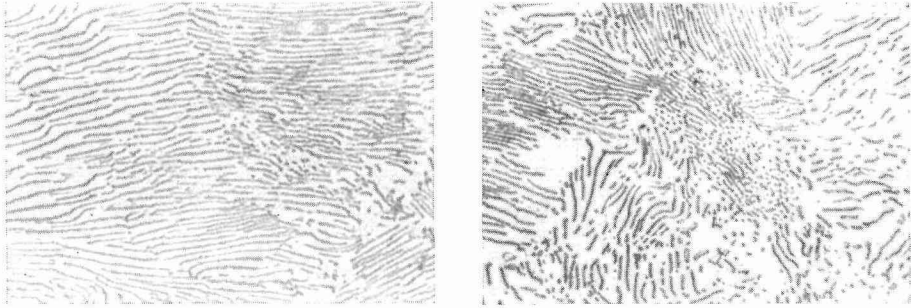


b. 50 cycles.



c. 100 cycles.

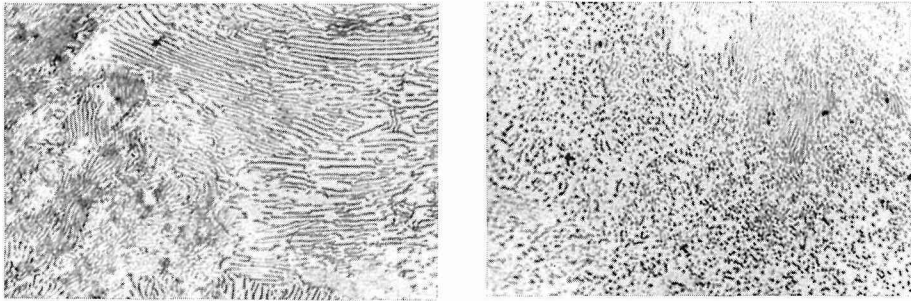
Photo. 9. Specimen : 0.58% C steel, 850°C F.C., 690°C, no load. $\times 500$



a. No load.

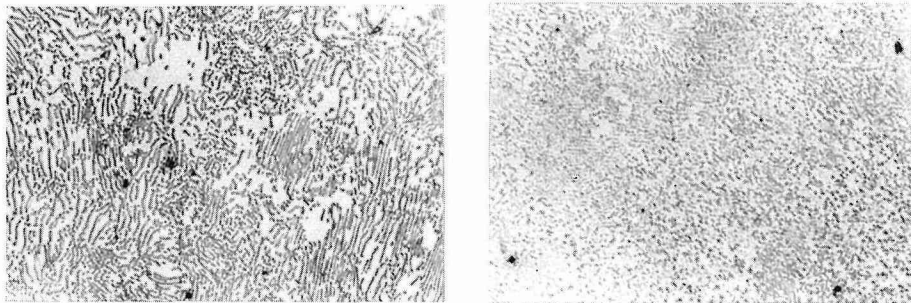
b. Constraint.

Photo. 10. Specimen : 0.85% C steel, 850°C F.C., 690°C, 100 cycles. $\times 1250$



a. Original structure.

c. 100 cycles.



b. 50 cycles.

d. 200 cycles.

Photo. 11. Specimen : 0.94% C steel, 850°C F.C., 690°C, no load. $\times 500$

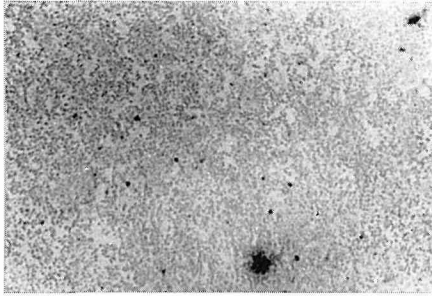


Photo. 12. Specimen : 0.94% C steel,
850°C F.C., 690°C, constraint. 100
cycles. $\times 500$

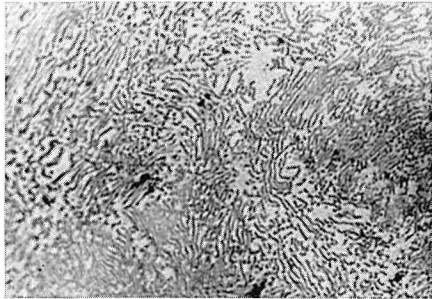


Photo. 13. Specimen : 0.94% C steel,
850°C F.C., 650°C 1hr. F.C., 1 cycle.
 $\times 500$