

3 熱処理に関する試験研究

——ステンレス箔袋による焼入加熱の基礎実験——

浜石和人・清藤純一

1. 実験目的

本県の機械金属関連企業での機械部品、金型などの焼入時の加熱雰囲気は、大気中が多いため製品の表面酸化による変寸・肌荒や脱炭などの欠陥を生じている。高合金鋼などについては加熱温度が高いためこの傾向が著しい。そのためこれらの問題解決策の相談と要望が多く、これに対応して本研究では、製品表面の酸化と脱炭防止策の一手段として市販のステンレス箔で成形加工された袋状被覆容器（以下ステン袋と言う）の低温と高温用を入手しその効果を調べた。

2. 実験方法

入手したステン袋の仕様書では、環元剤と製品を袋に入れて密封した後真空を引くようになっているが、真空装置を備えた企業はないので真空を引かずに使用した場合の効果を調べた。まず、高温用と低温用ステンレス袋より引張試験片をつくり、表1の条件下で加熱後空冷し酸化重量増と引張破断荷重を測定してステンレス袋の耐用回数と時間を推定した。更に、SK3相当試料（13φ×13×30）とSKD11相当試料（13φ×25）を表2の条件下で加熱後空冷し、ステン袋に入れた場合と入れない場合、および環元剤有無と表面酸化、脱炭の状況を肉眼観察と酸化増量を測定して、また脱炭層については組織試験、マイクロピッカーズにより調べた。ステンレス袋の寸法は高温用が100×200×0.06低温用が100×200×0.03である。また引張試験片の寸法の概略を図1に示す。なお引張試験には500 kgオートグラフを用い歪速度50 mm/min

で試験した。

表1 ステンレス袋より採取試料の加熱条件

試料	加熱温度(°C)	加熱時間(hr)	加熱雰囲気
低温用 ステン レス袋	800	0.5, 1.0, 1.5 2.0, 2.5, 3.0 3.5, 4.0	大気中
		1.0, 2.0, 3.0	環元剤入ステン レス袋
		1.0, 3.0	環元剤無ステン レス袋
		0.5, 1.0, 1.5 2.0, 2.5, 3.0	大気中
高温用 ステン レス袋	1000°C	1.0, 2.0, 3.0	環元剤入ステン レス袋
		1.0, 3.0	環元剤無ステン レス袋
		1.0, 3.0	環元剤無ステン レス袋

表2 SK3, SKD11試料の加熱条件

材質	加熱温度(°C)	加熱時間(hr)	加熱雰囲気
SK3 相 当 試 料	800	1.0 2.0 3.0	大気中
		1.0 2.0 3.0	環元剤入りステン レス袋中
		1.0	環元剤無ステン レス袋中
SKD11 相 当 試 料	1000	1.0 2.0 3.0	大気中
		1.0 2.0 3.0	環元剤入ステン レス袋中
		3.0	環元剤無ステン レス袋中

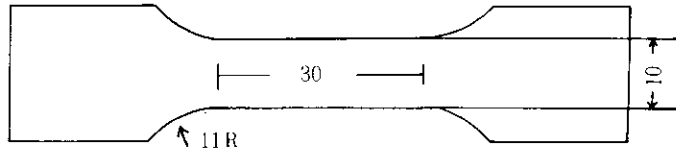


図1 ステンレス袋より採取引張試験片

3. 実験結果

3-1 低温用ステンレス袋の効果

図1に各条件下で加熱後の低温用ステンレス袋試料の引張破断荷重を示す。大気中加熱および環元剤入ステンレス袋中の各試料とも加熱時間が長くなるにつれ破断荷重が低下しているが1時間以後の破断荷重の低下の割合は緩慢である。環元剤入ステンレス袋中の試料の破断荷重は大気中加熱試料の破断荷重より高く、環元剤無ステンレス袋中の試料の破断荷重は最も低くなっているが、これは環元剤の作用によると思われる。肉眼観察でも環元剤入ステン袋中試料は表面状況は良かった。これ等試料の酸化増量は1/100 g単位では検出出来なかった。つまり加熱温度800°Cでのこの範囲の時間内の酸化による劣化はきわめて小さいと言えよう。

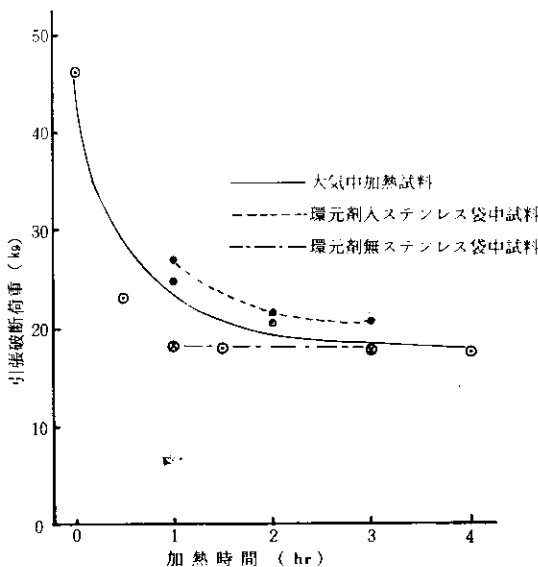


図2 低温用ステンレス袋の加熱時間と引張破断荷重 (800°C)

図3に800°Cで大気中で加熱後のS K 3試料の酸化増量を示す。大気中加熱では明らかに表面酸化が進み、この時間内では時間に比列して酸化が進行してゆくことが理解できる。

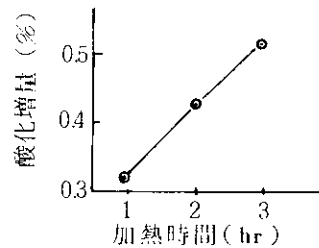


図3 S K 3 試料の加熱時間と酸化増量

更に図4にS K 3 試料の各条件下で加熱後の表面から内部への硬さ分布を示すが、まず全試料の表面硬さは、中心附近より低くなっており、表面から内部への硬さの折点は環元剤入ステンレス袋中の試料が最も浅い所にあるが、他の試料の折点の表れ方は加熱条件と相関性が見られないようである。つまりこのことは、各条件下で加熱されたすべての試料に脱炭層のあることを示しており、これは組織写真1に明確に認められる。また、各条件下で加熱された試料のうち、大気中加熱以外のものの表面の酸化はほとんど認められなかった。更に1時間と3時間使用後のステンレス袋の表面状況および取扱いにほとんど差は感じられなかった。

以上のことから、真空を引かずにステンレス袋を使った場合製品表面の酸化防止には効果があるが、脱炭防止には効果はあまり期待出来ないと言える。

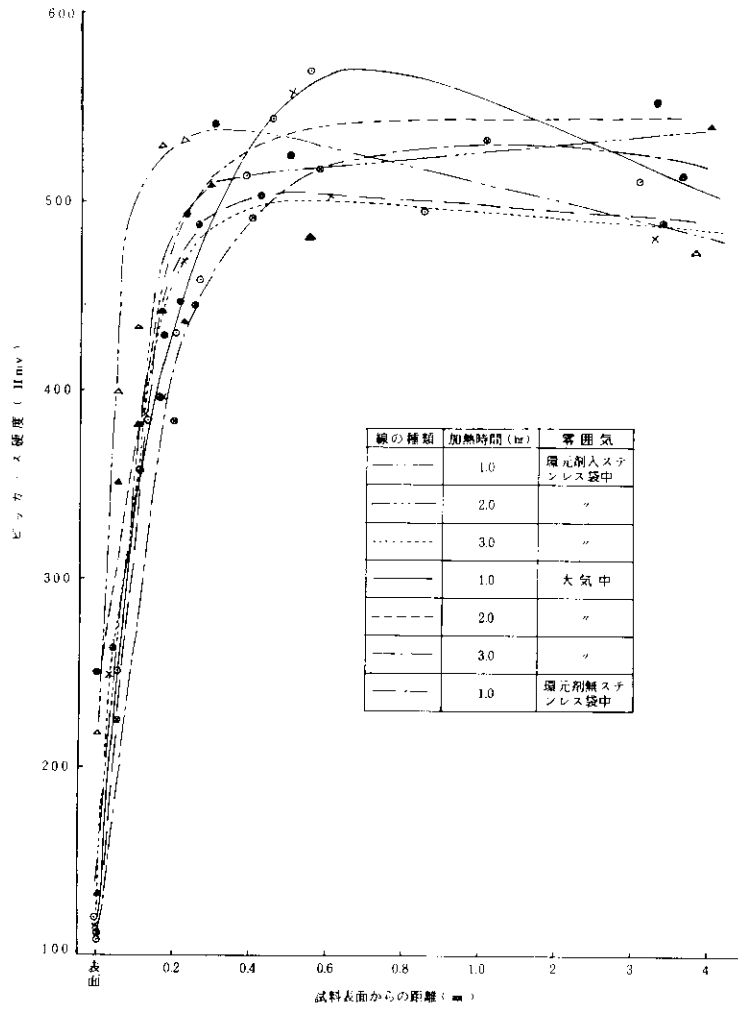


図4 SK3試料の各条件下加熱後の硬さ分布

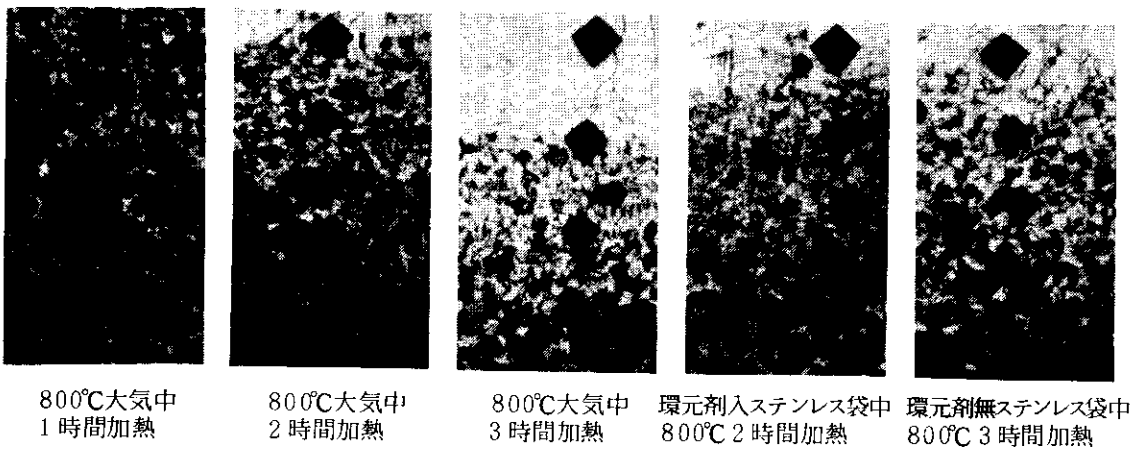


写真1 800°C各雰囲気加熱SK3試料表面組織 (×200)

3-2 高温用ステンレス袋と還元剤の効果について

図5にステンレス袋より採取した試料の各条件下で1000°C加熱後の引張破断荷重と酸化増率を示すが、大気中加熱および還元剤入ステンレス袋中試料の引張破断荷重は時間が長くなるにしたがい低くなり、大気中加熱の場合1時間以上加熱すると破断荷重は極端に低くなるが、これは酸化増率曲線から明らかのように、酸化が急速に進み劣化するものと言える。また還元剤入りステンレス袋中3時間加熱後の試料の破断荷重は還元剤無ステンレス袋中試料の破断荷重により高くなっている。これは還元剤の効果の現れであろうと思われる。無加熱試料と還元剤入りステンレス袋中試料間の破断荷重差については、まず無加熱試料は加工時の内部応力が存在しており、これが加熱時に除去されたことなど考えられるが、今回の実験では明らかな点は解明できなかった。

更にステンレス袋中の各試料とも表面は美麗であり酸化増量も認められなかった。

次に図6にSKD11試料の1000°C加熱後の加熱酸化増率を示すが、大気中では表面酸化が時間に比例して進行していることがわかる。SKD11試料を各条件下で所定時間加熱後の硬さ分布を図7に示すが、還元剤入ステンレス袋中試料の硬さは表面と内部間にほとんど差がないが、還元剤無ステンレス袋中3時間加熱後の試料および大気中加熱1, 2, 3時間加熱後の試料の表面近くの硬さは低く、試料内部へ向ってしだいに高くなり、その折点は還元剤無ステンレス袋中試料、大気中1, 2, 3時間加熱の順に試料内部の方に表われている。つまり、還元剤入りステン袋中試料には、脱炭層がないが、他の条件下での試料には脱炭層があり、しかも、脱炭層の深さは、還元剤無ステン袋中3時間加

熱試料、大気中1, 2, 3時間加熱の順に深くなっていることを示している。組織写真2はそのことを明瞭に現わしている。

ステン袋中試料の表面酸化は、全く認められず、酸化増量もなかった。

ステン袋は、2時間以上加熱後のものは酸化による劣化が著しく、取扱はきわめて困難であった。

以上のことから、ステン袋と還元剤の効果は、真空を引かなくとも酸化、脱炭防止には有効であることがわかった。

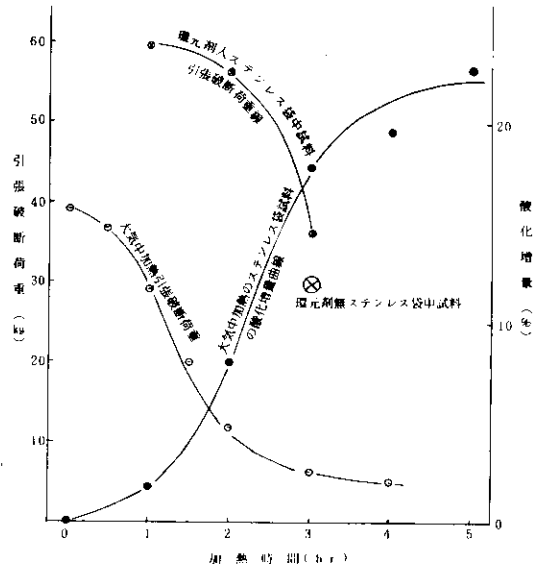


図5 ステンレス袋引張試料の1000°C加熱後破断荷重および酸化増量曲線

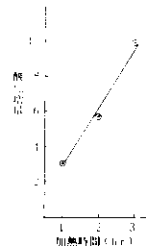


図6 SKD11試料の1000°C加熱酸化増量

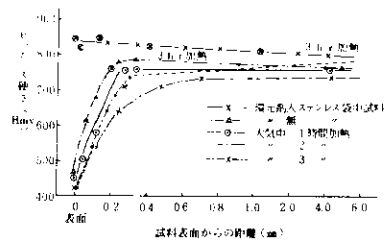
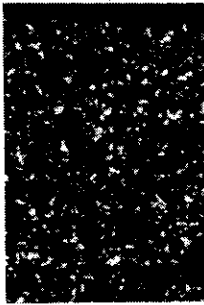
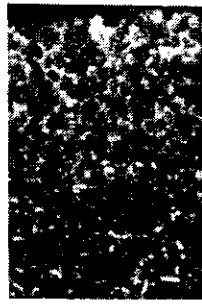


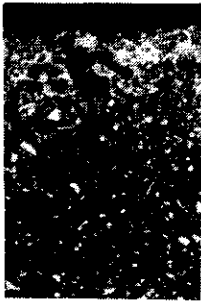
図7 SKD11試料の各条件下で加熱後の硬度分布



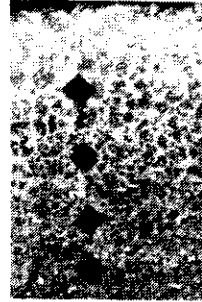
1000°C環元剤入ステンレス袋中3時間加熱



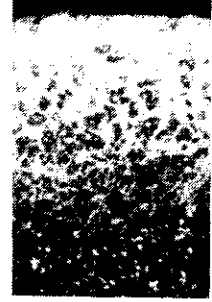
1000°C環元剤無ステンレス袋中3時間加熱



1000°C大気中1時間加熱



1000°C大気中2時間加熱



1000°C大気中3時間加熱

写真2 各条件下で加熱後SKD11試料の組織

4. まとめ

今回の低温および高温用ステンレス袋と環元剤の効果に関する実験結果をまとめると次のことが言える。

4-1 低温用ステンレス袋と環元剤の効果について

(1) ステンレス袋より採取した引張試験片を800°Cで各条件下で加熱後の引張破断荷重は、各ステンレス袋引張試料とも加熱時間とともに低下しており、1時間加熱までの強度低下が著しく、以後緩慢となることがわかった。また、環元剤入ステンレス袋中の試料破断荷重は、環元剤無ステンレス袋中の試料破断荷重、大気中加熱の試料破断荷重より高くなっており、環元剤無ステンレス袋中試料破断荷重と大気中加熱間の破断荷重の差は少ないが、これは環元剤の効果によるものと言える。

(2) ステンレス袋自体は、800°C 1時間と3

時間加熱後の表面状況に大巾な変化はなく、取扱も容易であった。

(3) (1)、(2)のことからステンレス袋は800°Cまでの加熱温度であれば、この袋の中に入りうる製品寸法・形状を考慮すると、1回の加熱時間は30分で十分と考えられるので、少なくとも6回のくり返し使用は出来ると思える。

(4) SK3試料の表面酸化は、大気中加熱試料が時間に比例して進行していたのに比べ、ステンレス袋中の試料については、環元剤の有無にかかわらずきわめて少なかった。したがってステンレス袋中で加熱した場合、800°C、3時間までの加熱での表面酸化は極力抑えられると言える。

(5) SK3試料の脱炭層は、大気中加熱にはむろん、環元剤入ステンレス袋中800°C 1時間加熱のもの深さが最も浅いが、すべての試料に明瞭に認められた。更に脱炭層の深さと、

各加熱条件との相関性は明らかではなかった。

(6) (4), (5)のことから真空を引かずステンレス袋と環元剤を使用した場合、製品の表面酸化は抑えられるが、脱炭の防止に対する効果が期待出来ないことがわかった。

4-2 高温用ステンレス袋と環元剤の効果について

(1) ステンレス袋より採取した引張試験片を1000°Cで大気中加熱した場合、1時間以上加熱の破断荷重は、急速に低くなった。これは1時間以上の加熱で試料の高温酸化が急速に進行し劣化してゆくためと言える。一方環元剤入ステンレス袋中の試料と環元剤無試料の破断荷重は共に大気中加熱試料の破断荷重より高く、また3時間加熱後の環元剤入ステンレス袋中試料の破断荷重は環元剤の無い袋中の試料より高くなっていた。つまり、これらのことから、ステンレス袋と環元剤の効果があることがわかった。

(2) ステンレス袋自体は2時間以上加熱した場合、酸化劣化の程度が大きく、その取扱は困難をきわめた。

(3) (1), (2)のことから、ステンレス袋の使用回数は、1000°C加熱の場合、1回の加熱時間が30分として4回が限度と言える。

(4) ステンレス袋中のS K D11試料の表面酸化は環元剤の有無にかかわらず、大気中加熱の試料が時間に比例して進行しているのに比べ、ほとんど認められなかった。したがって製品の表面酸化はステンレス袋に入るだけで抑えられることがわかった。

(5) S K D11試料の脱炭層は、大気加熱試料には明瞭に認められ、加熱時間が長くなるにしたがって深くなるが、3時間加熱後の環元剤入ステンレス袋中のS K D11試料には、まったく認められず3時間加熱後の環元剤無ス

テンレス中のS K D11試料には、若干の脱炭層が認められた。つまり、ステンレス袋のみの使用でも脱炭を抑えられるが、環元剤を添加することによりほぼ完全に脱炭を防止できることがわかった。

(6) (4), (5)のことから、真空を引かずとも製品の表面酸化はステンレス袋に入れて加熱するだけで、抑えられるが、脱炭を完全に防止するには環元剤を添加する必要があることがわかった。

4-3 経済的効果

このステンレス袋を有効に使うことにより、真空炉、雰囲気炉の必要がなく、設備費、運営費、仕上精度が向上するための後加工費の節減が出来、大巾な経済的効果を得られると思う。

5. あとがき

今回は、ステンレス袋を真空にせず実験したためか、低温用ステンレス袋の効果を認める出来なかった。また、高温用ステンレス袋の耐使用回数、時間も内部を真空にすることにより、更に多く使用出来る可能性もある。更に、今実験では焼入操作を行っていないので、製品の焼入性、焼入硬さ、および焼入操作をくり返した場合のステンレス袋の耐使用回数、時間等確認できなかった。今後機会を得た際に一層の検討を加えたい。