

論 文

UDC 669.14.018.41 : 669.15'24-192 : 669.15'24'28-192 : 621.785.796 : 539.56.

Fe-13%Ni 合金の強度と低温靱性におよぼす圧延温度の影響*

石 川 圭 介**・津 谷 和 男**

Effect of Rolling Temperature on Strength and Low Temperature Toughness of Fe-13%Ni Alloys

Keisuke ISHIKAWA and Kazuo TSUYA

Synopsis:

Thermomechanical treatment was applied to Fe-13%Ni cryogenic alloys for the improvement of the strength and the toughness. The rolling temperature was varied and the relative appreciation was made on the proof stress at 300 K and the impact energy at 77 K of the alloys thermomechanically treated at various temperatures of 900°C, the lower austenite temperature region, 650°C, the α - γ two phase region and 23°C. In the material treated at latter two temperatures, no difference was observed in the combination of the strength and the low temperature toughness. The better combination was obtained by rolling at 900°C and reheating. Anisotropy of the impact energy at 77 K was found to be increased with increasing the strength.

The addition of Ti together with Mo showed marked increase in strengthening and increased the strength of Fe-13%Ni alloys without reducing the low temperature toughness.

1. 序 論

極低温 (4 K) においてへき開破壊による低温脆性を示さない BCC 鉄合金として著者らは, Fe-13%Ni-Mo 合金を提案した¹⁾. この合金の性能向上のため高強度, 高靱性化を目的として実験を行なった. 一般には, 高強度化は靱性の劣化を招くことは周知のことである. そこで靱性を低下させない, またはその程度を極力おさえる方法をとらなければならない. そのような方法としては次のようなことが考えられる.

- (1) 結晶粒の均質な微細化
- (2) 内部微細組織の均質な微細化
- (3) 内部応力の利用による亀裂の発生・伝播の防止

実際的には静的, 動的回復・再結晶および相変態を利用して, 結晶粒の発生・成長および転位, 析出物の分布を制御する²⁾. 本実験においては, 再加熱処理前の圧延温度を変えることによる内部組織の変化を利用することを試みた. 強度と靱性の評価尺度として設計応力を配慮して室温 (300K) における耐力 (0.2%永久ひずみにおける変形応力) および 77K (−196°C) における衝撃値を用い, それにおよぼす圧延温度の影響を検討した.

2. 実 験 方 法

2.1 供 試 材

供試材の化学組成を Table 1 に示す. 基本的な考えとしては, Fe-13%Ni に対して結晶粒の微細化元素, お

Table 1. Chemical composition and unified symbols (unless otherwise mentioned) of each material used.

Specimen Number	Ni	Mo	Ti	Al	C	P	N	S	Directions	
									Longitudinal	Transverse
			(wt%)					(ppm)		
1	13.26	—	0.10	0.048	30	40	15	60	○	●
2	13.40	—	0.22	0.047	30	40	10	60	△	▲
3	13.22	2.92	0.087	0.024	30	30	20	60	▽	▼
4	13.22	2.89	0.24	0.027	30	30	10	60	□	■

* 昭和 51 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 52 年 11 月 4 日受付 (Received Nov. 4, 1977)

** 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku Tokyo 153)

Table 2. Transformation temperatures of the materials ($^{\circ}\text{C}$).

Specimen Number	M_f	M_s	A_s	A_f
1	370	420	610	670
2	365	430	635	670
3	270	330	645	670
4	270	330	650	670

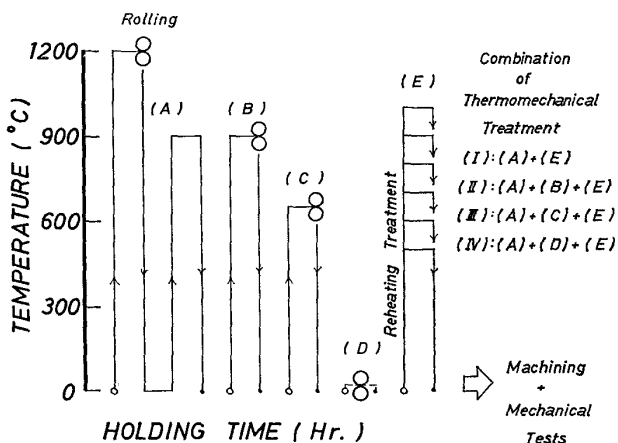


Fig. 1. Sequence of thermomechanical treatments.

よび強化元素として Ti および Mo を 3% 添加した合金を選んだ¹⁾。また、これらの試料の試験結果を表示する統一記号も併記した。さらに、各変態点を Table 2 に示す。

2.2 加工および熱処理

加工は圧延によって行なつた。その過程を模式的に示したものが Fig. 1 である。標準の熱処理は (I) の組合せによるものである。(A) 処理を出発点として、それぞれの組合せの処理を施した。加工前の加熱および再加熱時における保持時間はすべて 2 h とした。圧延温度はオーステナイト (γ) 温度域の 900°C 、2 相 $[(\alpha) + (\gamma)]$ 温度域の 650°C および室温 (23°C) とした (II) (III) の組合せにおいては動的回復・再結晶と相変態、(IV) の組合せにおいては静的回復・再結晶と相変態の相互作用を期待した。圧延方向は一方向にのみ行ない。圧下率は圧延温度が高い場合若干高目であつたが総計でおよそ 60% であつた。力学的特性の異方性も考慮するため、圧延方向に平行 (Longitudinal) および、直角 (Transverse) 方向に試験片の長手方向を一致させ採取した。

2.3 材料試験

試験片の寸法および試験法は他報で述べたものと同様である¹⁾。

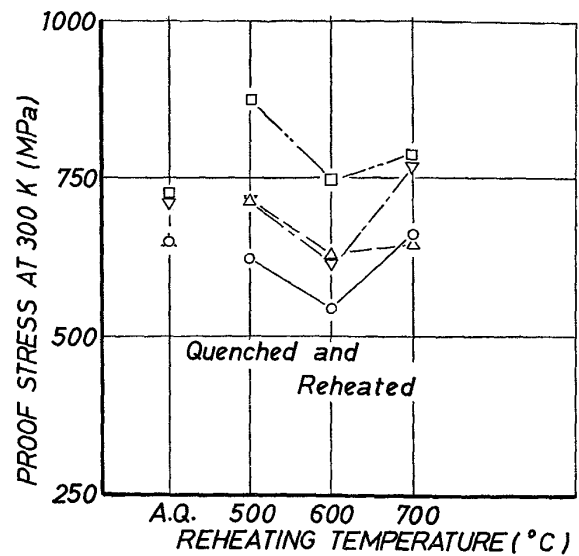
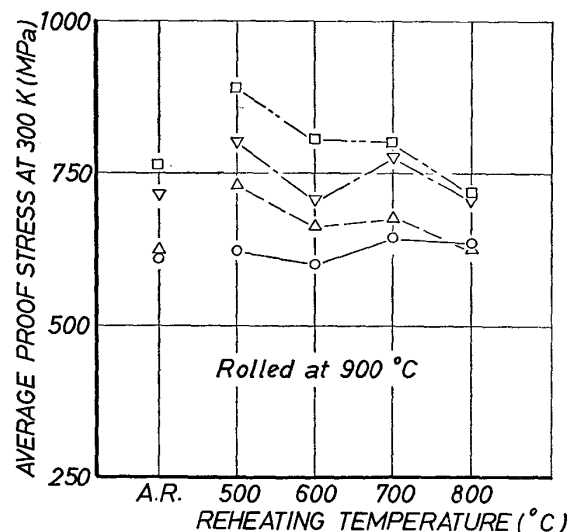


Fig. 2. Proof stress at 300K v.s. reheating temperatures of standard quenched materials.

Fig. 3. Average proof stress at 300K v.s. reheating temperatures of materials rolled at 900°C .

3. 試験結果

3.1 耐力におよぼす圧延温度の影響

Fig. 2 は 900°C オーステナイト化して急冷後 (A.Q.) 名温度で再加熱した場合、Fig. 3, Fig. 4 および Fig. 5 は (II), (III), (IV) の場合 L 方向と T 方向の平均耐力の変化である。耐力の異方性は後述するように衝撃値のそれに比べて小さく高々 6% で、平均 2% の差であつたため、実験値のバラツキから考慮して差はないものとし平均値で示した。圧延温度の低下とともに圧延まま (A.R.) の状態の耐力は上昇するが、 650°C 圧延

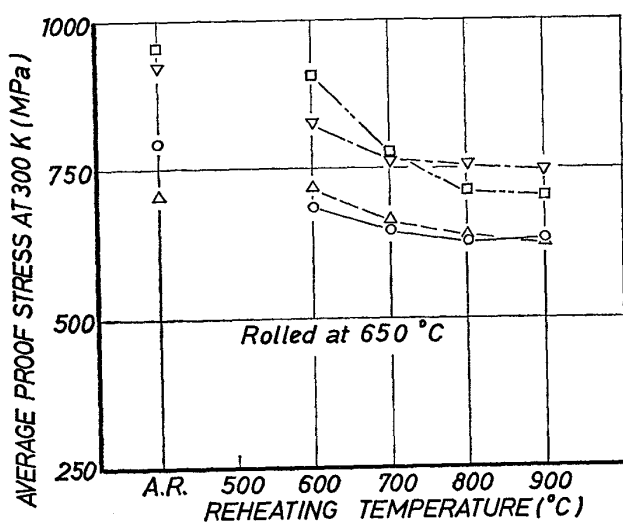


Fig. 4. Average proof stress at 300K v.s. reheating temperatures of materials rolled at 650°C.

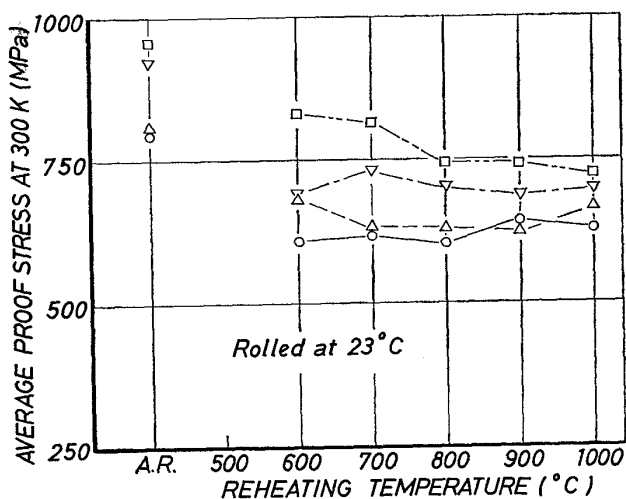


Fig. 5. Average proof stress at 300K v.s. reheating temperatures of materials rolled at 23°C.

と室温圧延ではほとんど変化はなく、650°C以下の圧延では冷間加工状態になっているものと思われる。その後の再加熱温度による耐力の変化においても900°C圧延は標準の焼入れ、再加熱のそれと類似しているのに対して、650°Cおよび室温圧延は互に類似の変化過程を示している。また注目されることは、圧延温度が低くなるにつれて再加熱による軟化の程度が小さい。

3.2 77Kにおけるシャルピー衝撃値におよぼす圧延温度の影響

耐力と同様、再加熱温度による77Kにおける衝撃値(CVN)の変化を示したものが、Fig. 6, Fig. 7, Fig. 8およびFig. 9である。耐力に比べ衝撃値の変化は非常に大きい。さらに試験片採取方向による異方性も試料

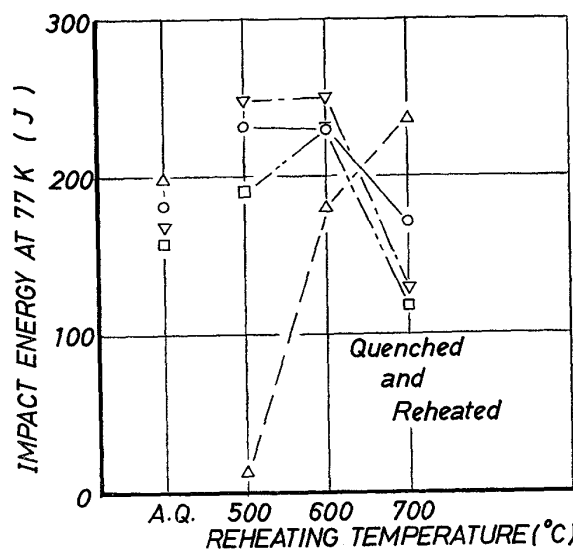


Fig. 6. Impact energy at 77K v.s. reheating temperatures of standard quenched materials.

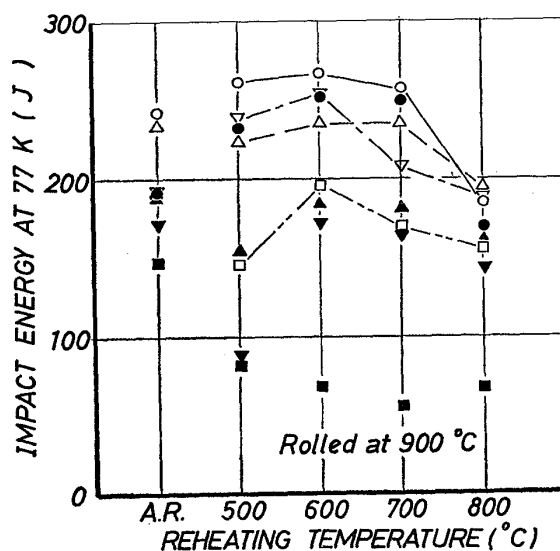


Fig. 7. Impact energy at 77K v.s. reheating temperatures of materials rolled at 900°C.

により差が著しい。No. 4の試料をのぞいて、広い再加熱温度域にわたってL, T両方向とも100J以上の高い衝撃値を維持させるには、900°C圧延が好しいといえる。また、Tiのみを0.22%添加したNo. 2の試料は標準処理(Fig. 6)においては500°C再加熱によつて脆化(著しい衝撃値の低下)が認められるが、Moの添加または900または650°Cで圧延を行なうことによつて、それを防止できる。

3.3 室温強度と低温靱性の相対評価

構造材料の強度はむしろ使用状態での強度も重要であるが、通常設計応力として室温強度を参考にする。それに対して靱性は使用環境下での値が重要になる。ここで

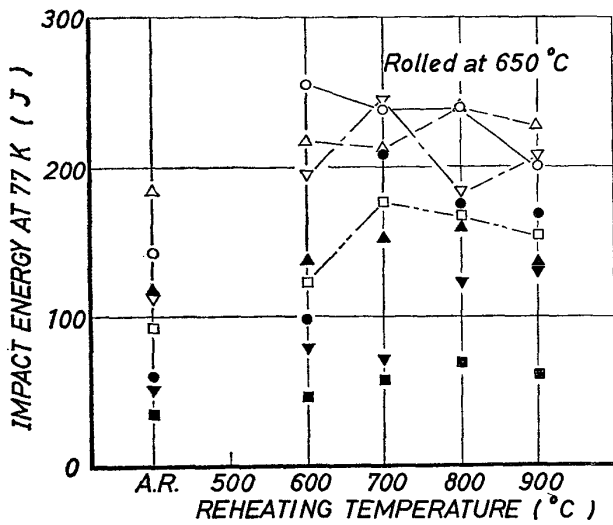


Fig. 8. Impact energy at 77K v.s. reheating temperatures of materials rolled at 650°C.

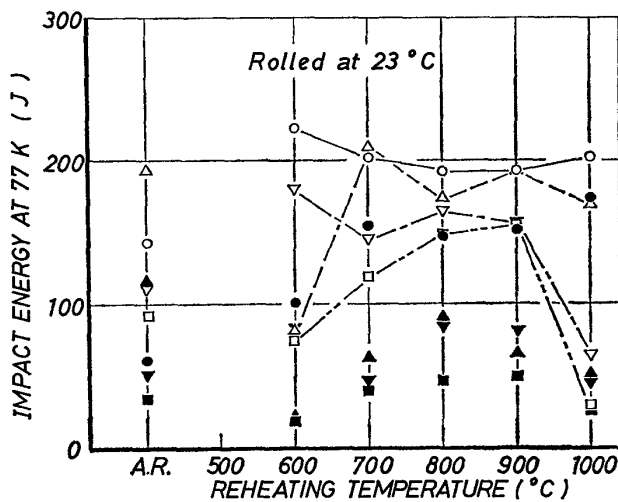


Fig. 9. Impact energy 77K v.s. reheating temperatures of materials rolled at 23°C.

は 300K における耐力と 77K における衝撃値を比較して各処理における特性の相対評価を行なう。Fig. 10, Fig. 11 および Fig. 12 は各処理における各特性の分布状態である。全体としての分布状態の傾向は、圧延温度のちがいにより大きな変化はないが、圧延温度の低い場合には、広範囲に分散している。圧延温度が低くなると再加熱処理により多様な組織が出現した結果と推定できる。他方 900°C のような高い圧延温度の場合には安定した強度と低温靱性のバランスが保たれているものといえる。各処理において本実験内での最高の到達可能な最善限界 (Optimum line) は、圧延温度によらないといえる。しかし低温靱性だけの上限は、圧延温度の高い方が上昇している。

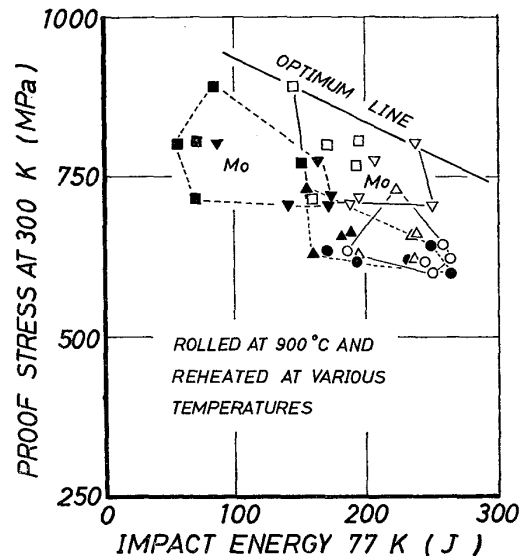


Fig. 10. Relative appreciation between proof stress at 300K and impact energy at 77K of materials rolled at 900°C.

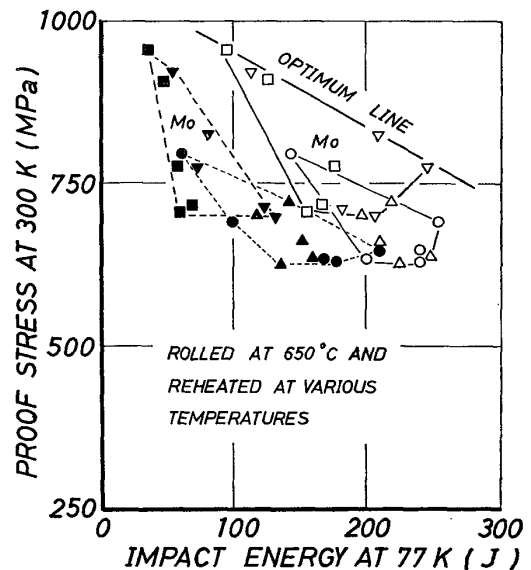


Fig. 11. Relative appreciation between proof stress at 300K and impact energy at 77K of materials rolled at 650°C.

3.4 77K における衝撃値の異方性

前図においても示されているように、強度と低温靱性の分布においても、試験片採取方向による差異は明りように認められる。とくに衝撃値の異方性は著しい。いま衝撃値の等方性因子 (α) を次式のように表示して、耐力および平均衝撃値 (L , T 方向の衝撃値の平均) に対して描いた結果が Fig. 13 (a), (b) である。

$$\alpha = \frac{1}{2} \cdot \frac{(\text{CVN})_L + (\text{CVN})_T}{(\text{CVN})_L - (\text{CVN})_T} \dots \dots \dots (1)$$

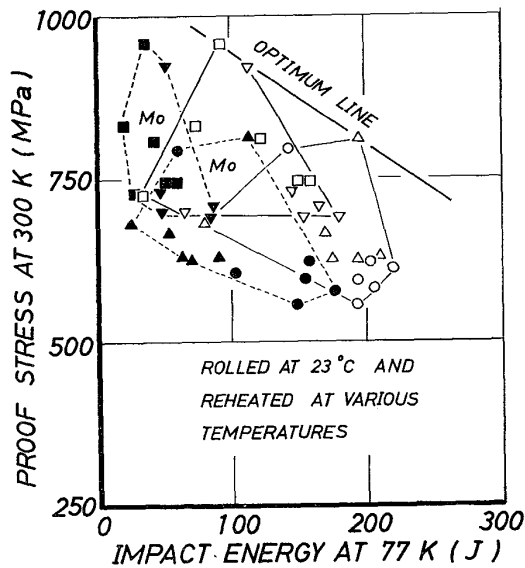


Fig. 12. Relative appreciation between proof stress at 300K and impact energy at 77K of materials rolled at 23°C.

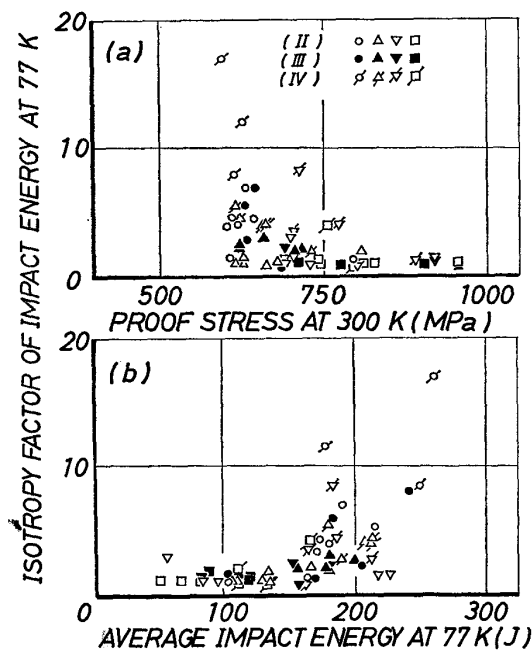


Fig. 13(a). Isotropy factor of impact energy at 77K v.s. proof stress at 30K of the materials.

(b). Isotropy factor of impact energy at 77K v.s. average impact energy of the materials.

衝撃値の等方性は強度を上昇させると減少し、衝撃値を上昇させると増加する。圧延温度の差は明りようには現れているとはいえない。

3.5 Mo および Ti の効果

Fig. 10, Fig. 11 および Fig. 12 においても示され

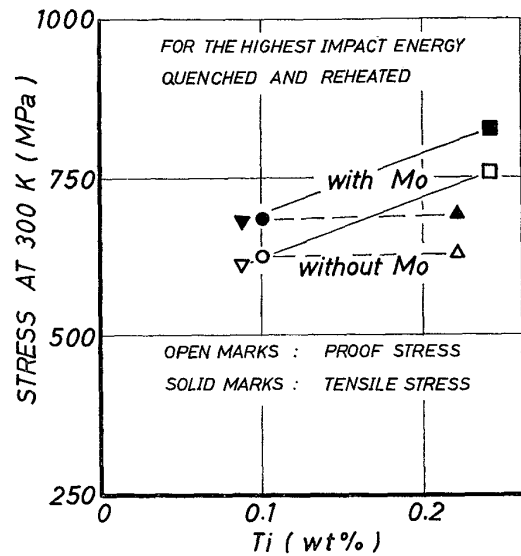


Fig. 14. Effect of alloying elements Mo and Ti on strength of materials quenched and reheated.

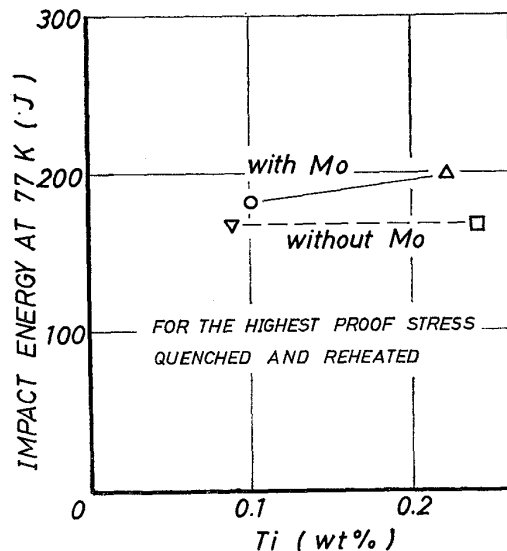


Fig. 15. Effect of alloying elements Mo and Ti on impact energy at 77K of materials quenched and reheated.

ているように、Mo の添加は比較的靱性を低下させることなく耐力を増加させている。焼入れ再加熱の標準材における最高の衝撃値および耐力を与える場合の耐力および衝撃値におよぼす Mo, Ti の影響は Fig. 14, Fig. 15 に示される。強度への Ti の効果は Mo の存在により現れる。他方衝撃値においては Mo が存在しても Ti の増加は、劣化を招かない。したがって Fe-13%Ni 合金は Mo と Ti の複合添加により強靱性が改善されることになる。この傾向は圧延温度を変化させても、大きな変化はなく、最高の耐力を考える場合の低温靱性におよぼす Mo および Ti の影響は Fig. 16, Fig. 17 お

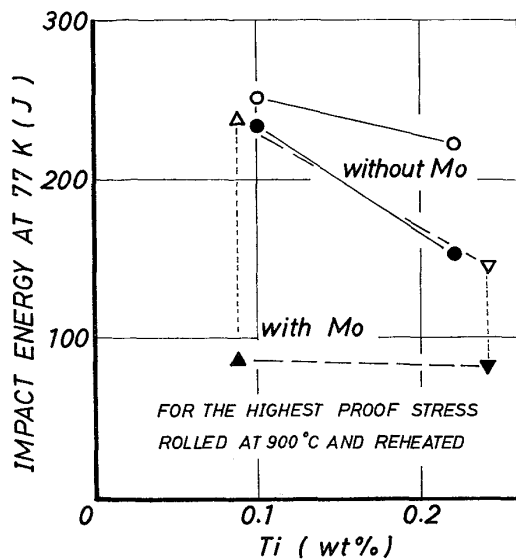


Fig. 16. Effect of alloying elements Mo and Ti on impact energy at 77K of materials rolled at 900°C and reheated.

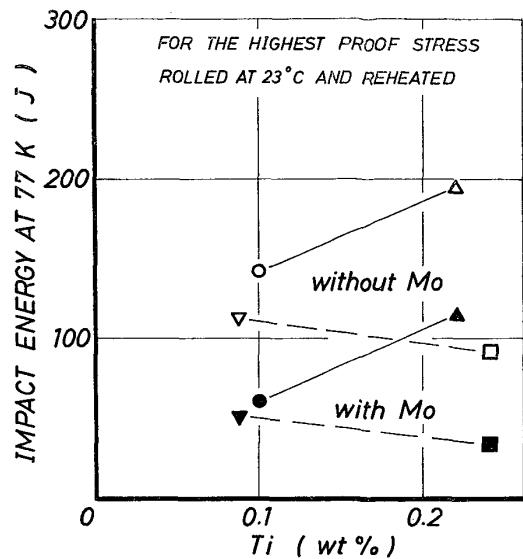


Fig. 18. Effect of alloying elements Mo and Ti on impact energy at 77K of materials rolled at 23°C and reheated.

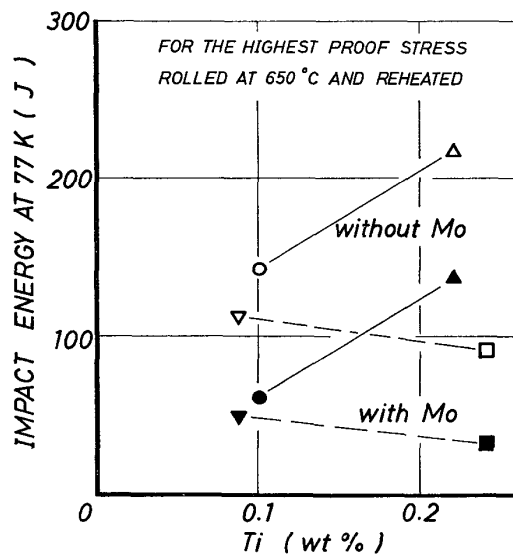


Fig. 17. Effect of alloying elements Mo and Ti on impact energy at 77K of materials rolled at 650°C and reheated.

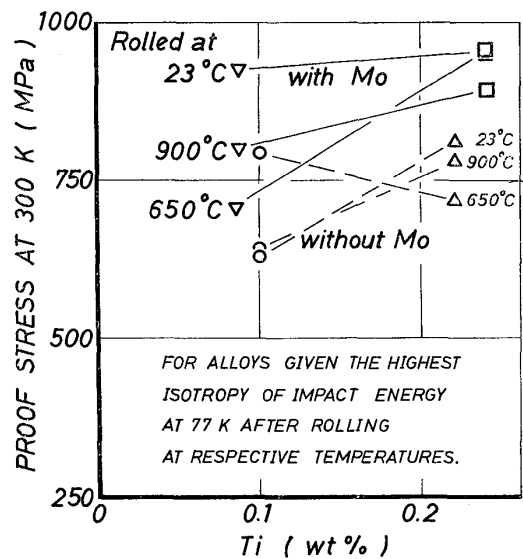


Fig. 19. Effect of alloying elements Mo and Ti on proof stress at 30K of materials.

よび Fig. 18 に示される。ここにおいても、650°C 圧延と室温圧延は全く類似の結果を与えている。それに比べ 900°C 圧延は、Mo を添加しない場合には総体的に高い衝撃値を与えるかわりに Ti の増加は衝撃値を減少させている。Mo の添加は全体として衝撃値の低下をきたすが、650°C、室温圧延に比べ高い水準にあるといえる。したがって Fe-13%Ni-Mo 合金の靱性を保証する圧延温度としては 900°C が Ti 添加の効果を有効にする。さらに衝撃値の等方性を最良にした場合の耐力におよぼす Mo および Ti の影響は Fig. 19 に示される。Mo

添加の効果は衝撃値の場合と同様である。また等方性に関しても Mo と Ti の複合添加は、強度特性を向上させていると結論される。

4. 考 察

4.1 低温靱性を向上させる因子に関する考察

4.1.1 ヘキ開破壊応力への寄与因子

低温材料を考慮する場合、BCC 鉄合金においてはヘキ開破壊の発生を防がなければならない³⁾。ヘキ開破壊応力 σ_F は次の関係式で与えられている⁴⁾。

$$\sigma_F = 2\gamma\mu/k_y \cdot d^{-1/2} \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 γ はへき開面の表面エネルギー、 μ は剛性率 k_y は降伏応力の結晶粒径依存性を表わすパラメーター、 d は平均結晶粒径である。以上の結果を総覧するに際して、 γ 、 μ は選択した合金組成の主成分、ここでは Fe-13%Ni または Fe-13%Ni-3%Mo によつて決まる物性値であり、組織によつて変化しない*。また k_y はマルテンサイト組織であるこれらの合金においては、低温においても増加することはない¹⁾。したがつて、加工熱処理によつて変化する因子としては、平均結晶粒径 d である。これらの合金は、焼入れ再加熱によつても結晶粒の粗大化は通常見られない。すなわち、結晶粒が異常に粗大化しないかぎりへき開破壊による低温脆性は発生しにくい。本実験において実施された加工熱処理において結晶粒の粗大化は考えられないことから³⁾、これらの合金のへき開破壊応力は高いものといえる。

4.1.2 低温靱性への寄与因子

本合金は 77K においてもへき開破壊を示さず、完全なデンプル状の延性破壊であつた¹⁾。ボイドの発生と連結をモデルとするデンプル状の延性破壊の靱性値 (G) は次式で与えられる⁵⁾。

$$G = m\overline{D}V_f^{-1/3} \cdot \frac{\varphi}{1-\varphi} \cdot (\sigma_0 + k_y d^{-1/2}) \dots\dots (3)$$

ここで $\overline{D}$ 、 V_f はボイドの発生源となる介在物の平均直径と体積率、 φ は微視的な絞り、 σ_0 は降伏応力の結晶粒径非依存項で m は定数である。 G は衝撃値に比例すると考えられるので⁶⁾、衝撃値と寄与因子の関係を (3) 式にしたがつて考察する。 m 、 V_f は変らないものとみなせる。降伏応力の上昇は、比較的小さいため、靱性の変化は、 $\overline{D}$ および φ との変化に支配されているものとみなせる⁵⁾。したがつて Mo の固溶強化による σ_0 の上昇は、 $\overline{D}$ 、 φ が大きく減少しない範囲においては靱性の劣化をきたさない場合もあつた。とくに φ の変化は靱性に顕著に現れる。しかし φ と組織の関係は現在のところ明らかでないが内部微細組織の均質化は、塑性変形の均

質化によつて φ を高めると考えられ、900°C 圧延の場合に相当していると予測される。

5. 結 論

- 1) 圧延温度を変化させることによつて、低温用 Fe-13%Ni-Ti および Fe-13%Ni-3%Mo-Ti 合金の強靱化をこころみた。
- 2) $\alpha + \gamma$ 、2 相領域と室温における圧延は、室温強度と低温靱性への影響の差異はなかつた。
- 3) 低目のオーステナイト温度領域における圧延では室温強度と低温靱性において安定した特性が得られた。
- 4) 強度を上昇させると、衝撃値の異方性が大きくなる。
- 5) Fe-13%Ni 合金への Mo の Ti 複合添加は低温靱性をほとんど劣化させることなく強度を上昇させることができる。

本実験を遂行するに当たり、試料の作製、熱処理、圧延、化学分析、機械加工等に当研究所、工業化研究部溶解圧延室、技術課工作室、低温室、化学分析室の方々に協力いただきましたことを感謝いたします。

文 献

- 1) 石川圭介、津谷和男、丸山典夫：鉄と鋼，64 (1978)，p. 1038
- 2) たとえば、
V. F. ZACKAY and W. M. JUSTUSSON: High-strength steels, ISI S.P. 76 (1962), p. 14
M. J. MAY and D. J. LATHAM: 鋼の強靱性，(1971)，p. 157
- 3) 石川圭介、丸山典夫、津谷和男：鉄と鋼，64 (1978)，p. 1031
- 4) A. H. COTTRELL: Trans. Met. Soc. AIME, 212 (1958)，p. 192
- 5) 石川圭介、津谷和男：日本機械学会講演論文集，No. 770-2 (1977)，p. 39
- 6) S. T. ROLFE and J. M. BARSOM: Fracture and Fatigue Control in Structures, (1977)，p. 179 (Prentice Hall Inc.)

* 本合金の γ は Ni 量によつてのみ決つていと考えられるため、ほぼ一定と考えてもさしつかえない³⁾。 μ についても同様である³⁾。