

論文

UDC 669.15'24-194 : 669.15'24'25'28-194 : 669.14.018.41 : 539.4.019

 $\alpha + \gamma$ 域加熱でえられる微視組織を有する
11%Ni 鋼の低温延性*

長井 寿**・柴田 浩司***・藤田 利夫***

Low Temperature Ductility of 11%Ni Steels Having Various
Microstructures Obtained by Heating in $\alpha + \gamma$ Duplex Phase Region

Kotobu NAGAI, Kōji SHIBATA, and Toshio FUJITA

Synopsis:

Tensile testing has been carried out in the temperature range from -196°C to room temperature. Highly tempered martensite (plus fine dispersed retained austenite) microstructure, observed in specimens heated in the vicinity of A_s temperature, shows the best low temperature ductility. Heating in the vicinity of A_f temperature, lath-type fresh martensite with some small recrystallized equiaxed grains is observed and shows relatively a good ductility. On the other hand, a highly recovered ferrite with fresh martensite structure, obtained by heating in the intermediate range of $\alpha - \gamma$ duplex phase region, yields a poor ductility. All these structures, especially the former two ones, exhibit larger uniform elongation at lower temperature down to -196°C . No trace of martensitic transformation of retained austenite is detected by cooling down to -269°C , but a little plastic deformation at -78°C makes most of retained austenite transform to martensite. Such a transformation induced by deformation is also observed at room temperature. Considering the results of some other Fe-Ni alloys, the interrelationship between low temperature ductility and microstructures of 11%Ni steels is discussed.

1. 結 言

Ni の鋼への添加は遷移温度を下げ低温靱性にとって有効なため、低温用鋼として種々の Fe-Ni 系鋼が開発されている。こうした Fe-Ni 系鋼では $\alpha + \gamma$ 共存温度域に加熱すると種々の混合組織を得ることができ、それを利用して鋼の性質を改善する試みがなされいくつかの成功が見られている^{1)~7)}。これらを分類すると(1)混合組織そのものの優れた性質を利用しようとするもの(2)組織微細化のための予備処理として利用するもの、などがあるが、(1)についても組織微細化の効果を求めるもの、逆変態生成するオーステナイト(γ)の性質を利用しようとするものなどに分けられる。組織そのものに着目すると、液体ヘリウム温度までも脆性遷移しないために必要とされるような 10w/o 以上の Ni を含む鋼では、冷間加工後 $\alpha + \gamma$ 域加熱処理するといわゆる microduplex 組織と呼ばれる微細粒 $\alpha + \gamma$ 二相混合組織が得られる⁸⁾⁹⁾。またマッシュプ α' 組織を $\alpha + \gamma$ 域加熱してラ

ス境界に板状の残留オーステナイト(γ_R)を逆変態生成させた組織は実際に 6%Ni 鋼、9%Ni 鋼に利用されている²¹⁾。これらの組織については、とりわけて γ_R の役割をめぐって種々の検討がなされてきたが十分な結論が得られるには至っていない。 $\alpha + \gamma$ 域加熱で得られる代表的な混合組織の低温における機械的性質についての総合的研究も充分とは言えない。

著者らは極低 C の Fe-11w/o Ni 系鋼の低温における機械的性質について一連の研究を行なっているが、 $\alpha + \gamma$ 域加熱を施した際に生成する種々の微視組織と低温延性の間に合金組成によらない共通した特徴的な現象を見出したのでそれについて報告する。

2. 実験方法

供試材を Table 1 に示す。最初の 4 鋼種は著者らが一連の研究に用いている極低 C-Fe-11w/oNi 系鋼の一部である。(Nシリーズと以後呼ぶ)これは Ni を 10w/o 程度含み、Ni などのオーステナイト安定化元素以外

* 昭和 50 年 10 月、51 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 52 年 7 月 28 日受付 (Received July 28, 1977)

** 東京大学工学部 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku Tokyo 113)

*** 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo)

Table 1. Chemical composition of steels used in this study in wt%.

	C	Mn	Si	Ni	Co	Mo	Ti	Cr
N11	0.006	0.51	**	10.56	5.16	*	0.66	1.05
N22	0.004	0.53	**	10.96	5.35	2.06	*	1.08
N23	0.007	0.51	**	10.72	0.19	1.91	*	1.02
N31	0.005	0.51	**	10.74	5.15	0.48	0.64	1.01
N3L	0.06	1.33	0.22	3.07	**	0.36	**	0.99
N5L	0.06	0.77	0.18	5.05	**	0.32	**	0.96
9%Ni steel	0.05	0.50	0.17	9.07	**	**	**	**
N22L	0.068	0.44	**	10.98	4.98	2.89	**	0.95

* nil ** not analyzed, N-series; $P < 0.006$, $S < 0.007$

に最近の研究で低温靱性を高める合金元素とされている Ti, Mo も合金組成とする Fe-Ni-Co-Mo-Ti 系の強靱鋼の系列の鋼を, 極低 C にして低温用鋼として modify しようというものである. これらの機械的性質と合金組成の関係については一部報告してある²⁰⁾²²⁾²³⁾が, さらに検討中である. 残りの鋼種は Ni 含有量, C 含有量の影響を検討するために用いたものである. 添字 L は低 C (0.06w/o 程度) を表わす. N3L, N5L は Ni がそれぞれ 3, 5w/o で, N22L は, N22 と C 量が違う. 9% Ni 鋼は市販鋼で他は実験室溶解である. つまり, 真空高周波誘導溶解で脱酸は N シリーズが C 脱酸, 他は Al 脱酸である. 铸造後 1100°C ~ 1200°C で均熱化処理後, 鍛造・圧延し, 11%Ni 系は厚さ 15 mm の板材に, N3L, N5L は 10 mm ϕ の丸棒にした. 板材はさらに冷間圧延で約 0.8 mm 厚に減厚し, それから圧延方向を長手方向にして, 平行部幅 3 mm, 長さ 25 mm の板状引張試験片を作製した. N3L, N5L は平行部径 3 mm, 長さ 20 mm の丸棒試験片にした.

熱処理は, いったん A_f 点より約 50°C 高い温度に 0.5 h 加熱空冷後, $\alpha + \gamma$ 域の種々の温度に 2 h 再加熱した. 変態点は, 3°C/min の加熱速度による熱膨脹曲線から求めた. しかし N シリーズの A_s 点については加熱保持による影響を知るために X 線回析によつて γ のピー

クが検出される最初の加熱温度を A_s 点とした. しかし加熱温度を粗くとつたために, 明確に 2 つの加熱温度の間に A_s 点があると判断できるものについては, 高温側を A_s 点とした. それらの結果を Table 2 に示す. 後に N シリーズの引張特性の図中に A_s 点を示してあるが, これはより高温での γ_R 量から外挿した値でここから読みとつた値と Table 2 中の値とは必ずしも一致しない.

引張試験はインストロン型の TOM 5 型引張試験機によりクロスヘッド速度 1 mm/min で行なつた. 試験温度は主として室温もしくは 0°C (氷水中) と -190°C (液体窒素中に浸漬) である. 組織観察は室温の引張試験片のつかみ部から薄膜を作製し, 透過電顕 JEM150kV によつて行なつた. γ_R の定量は引張試験片と同じ厚さの冷間圧延材を 15 mm $\times$ 20 mm に切り出し, 同様の熱処理を施して X 線回析で求めた. 島津自記 X 線回析装置 VD-IA 型でターゲット Mo, フィルター Zr を用いて (220) γ , (211) α , (311) γ のピークの積分強度を求め, MILLER らの提案した式から γ_R の体積率を計算した. しかし, 優先方位があつて正確に求めることができず, (220) γ , (311) γ の積分強度比が 0.1~0.2 で変動が小さかつたので, γ_R 量の相対的な差を知る目安として一応 MILLER の式から体積率を計算した.

3. 実験結果

3.1 引張特性

Fig. 1~4 に N シリーズの引張試験の結果を示す.

荷重-伸び曲線はすべて降伏点降下を示さず, 降伏応力は 0.2% オフセット耐力で評価した. 含 Ti 鋼は 500~550°C で析出硬化を示し, σ_B は再加熱温度の上昇とともに徐々に低下していくのに比して, 2%Mo 鋼では σ_B は A_s 点より若干高い温度で極小値をとり, より高温の再加熱材で回復前の σ_B にほぼもどるという傾向がみられる. $\alpha + \gamma$ 域での $\sigma_{0.2}$ の変化には, 組成を問わずほぼ共通した特徴が見られる. つまり, A_s 点から σ_B との差が急激に大きくなり, σ_B の極小点の温度がそれよ

Table 2. Transformation temperatures of steels (°C).

steel	A_s		A_f	M_s
	Dilatation	X-rays*		
N11	660	550	810	470
N22	575	550	785	415
N23	630	600	775	460
N31	660	600	785	460
N3L	660	—	785	—
N5L	640	—	810	—
9%Ni steel	620	—	730	460
N22L	580	—	825	320

* lowest heating temperature γ -peak is detectable

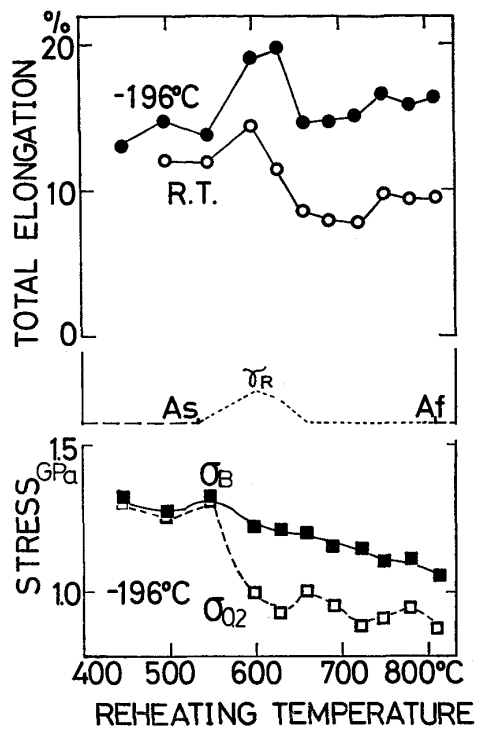


Fig. 1. Tensile properties of N11 reheated for 2h at each temperatures after heating for 0.5h at 840°C. The volume change of retained austenite at R.T. is also shown by arbitrary unit.

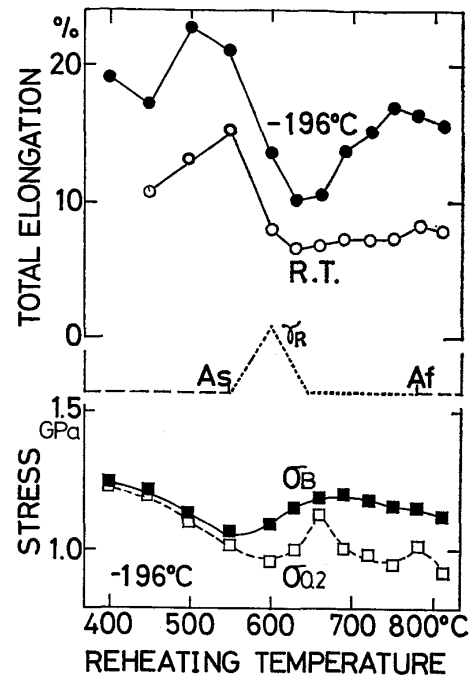


Fig. 3. Tensile properties of N23 reheated for 2h at each temperatures after heating for 0.5h at 810°C. The volume change of retained austenite at R.T. is also shown by arbitrary unit.

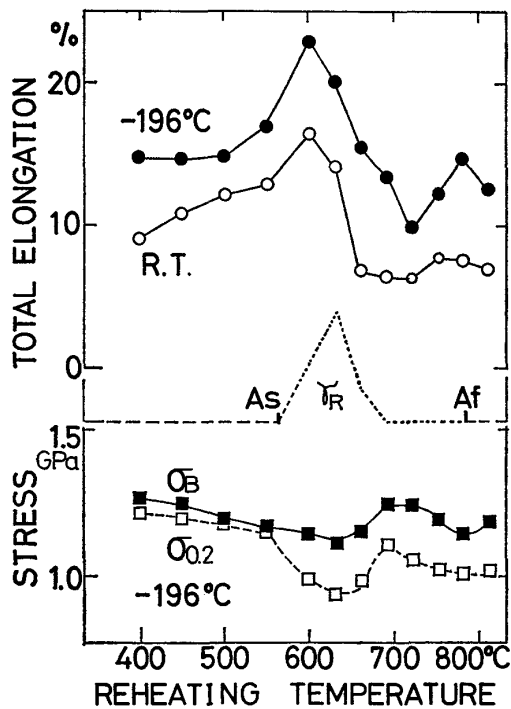


Fig. 2. Tensile properties of N22 reheated for 2h at each temperatures after heating for 0.5h at 810°C. The volume change of retained austenite at R.T. is also shown by arbitrary unit.

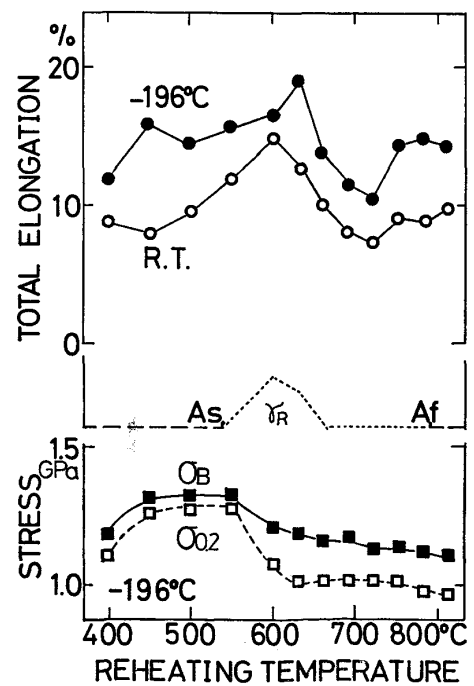
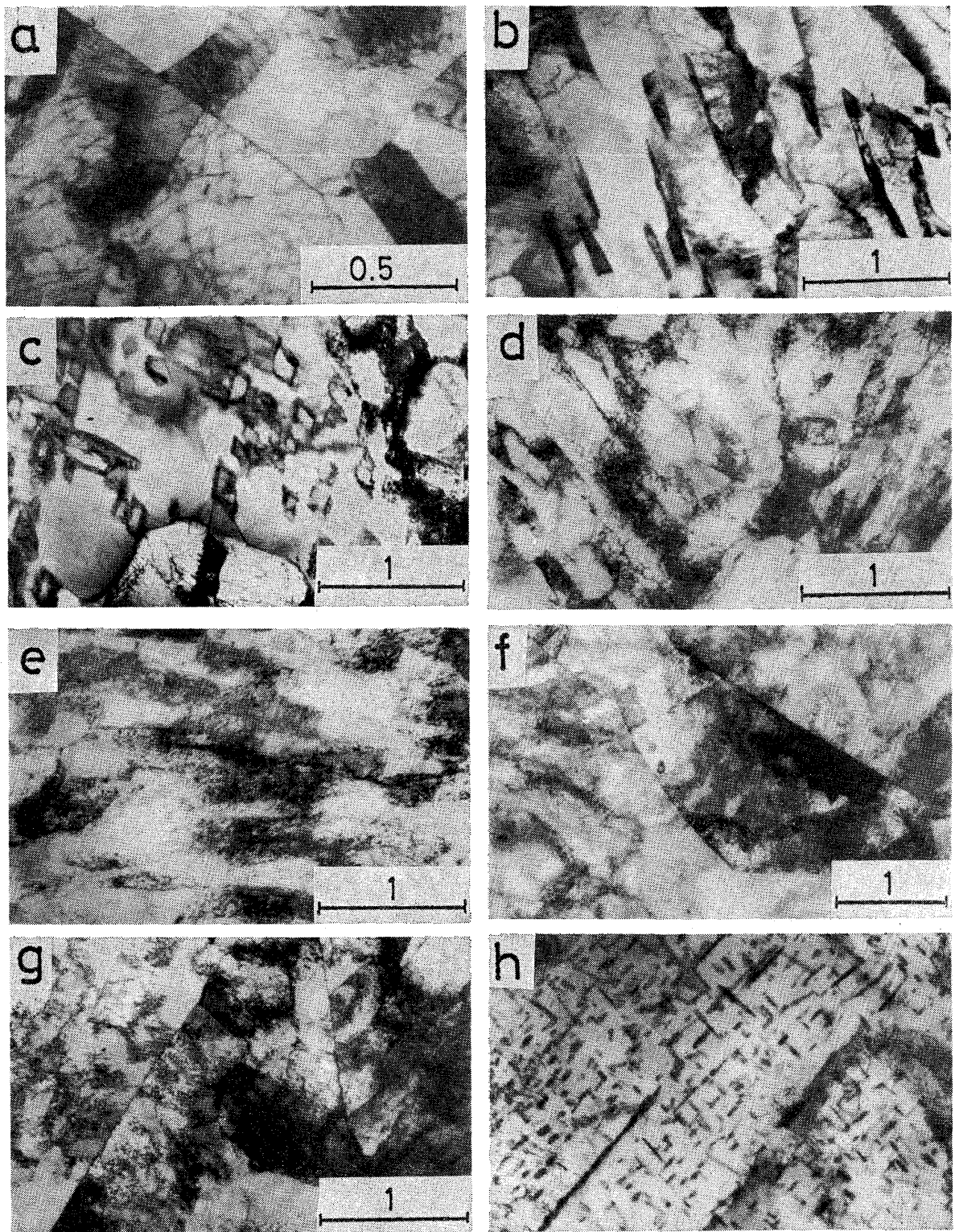


Fig. 4. Tensile properties of N31 reheated for 2h at each temperatures after heating for 0.5h at 840°C. The volume change of retained austenite at R.T. is also shown by arbitrary unit.



scale:micron-meter

Photo. 1. Transmission electron micrographs of N22 & N31 reheated for 2 h in $\alpha+\gamma$ region after heating in γ region; N22 (a) 550°C (b) 600°C (c) 630°C (d) 660°C (e) 690°C (f) 750°C (g) 780°C, N31 (h) 600°C.

り 30°C 高い温度で極小値を示し、その後上昇し 660°C ~690°C の加熱で N31 を除いて極大値をとり、さらに A_F 点付近でまた極小値を示すことである。

伸びについても同様に組成によらない、加熱温度による共通した変化が得られた。 A_s 点付近で伸びは最大となり、わずかに加熱温度が上昇すると逆に急速な低下をみ

せ、 $\sigma_{0.2}$ の極大値を与える温度にほぼ対応して極小値が現われる。 A_r 点付近では再度伸びは改善される。また、伸びは室温よりも -196°C の方が大きく、これは加熱温度の違いにかかわらず $\alpha + \gamma$ 域の全域で見られる現象で非常に興味深い結果である。

3.2 微視組織

Fe-Ni系の鋼では γ 化処理後の冷却の際、組成・冷却速度によつてはマッシュ α が生成することがある⁽¹¹⁾⁽¹²⁾。今回の冷却速度(空冷程度)ではN11, N22, N31などで電顕観察を行ない、全面がラス α' 組織であることが確かめられた。ここでは、 $\alpha + \gamma$ 域加熱による微視組織変化をN22をもとにして示す。(Photo. 1)

550°C 加熱材(a)ではラス内でかなり回復が進んでいる。しかし、 600°C 加熱材ではラス中が急激に回復し転位密度が非常に低くなるとともに、ラス中が低傾角の境界で一部分割されるようになる。その上に、主としてラス境界に板状の微細な γ_R が生成してくる。このときの γ_R の体積率は14%であつた。さらに 630°C ではさらにラスの回復が進むとともに γ_R 量も25%と増大している。(c)はラスに直角方向に切つた組織で γ_R も同様に切断されて現われるが、いくつもの回復 α' ラスにわたるような境界も見える。

660°C 加熱材(d)は、転位密度の高い組織と低い組織が交互になつていような様相を示している。この転位密度の高い組織は、加熱時逆変態生成した γ の一部が室温までの冷却で α' 変態したものと思われ、 γ_R も6%と 630°C より減つている。この加熱温度以上では γ_R は検出されない。したがつて 690°C 加熱材(e)の組織は回復 α +新しく生成した焼もどしを受けないマルテンサイト(fresh α')の混合組織となる。 720°C 加熱材は 690°C 加熱材と組織的には同じ様相を呈している。

750°C 加熱材からは再結晶ポリゴナル粒がみられるようになる。

紙面の都合で写真を完全に示すことはできないが、(h)に示すように、Tiを含む鋼には針状もしくは棒状の析出物が観察される。電顕では 550°C 加熱から見られ、 690°C ではすべて再固溶している。他の組織的变化

は、 600°C 加熱材のラス境界に γ_R がみられることなどのようにN22とほぼ同様である。

3.3 γ_R の塑性変化に対する安定性

A_s 点直上加熱で生成する γ_R は、低温における引張特性に大きな影響を与える可能性を持つている。そこでこの γ_R の安定性について検討した。

N11, N23の 600°C , 630°C 加熱材について、平行部幅15mm, 長さ40mm, 厚さ1mmの板状引張試験片を作製して、所定の試験温度で所定の歪まで引張変形を加え、その後平行部の中心部から $15\text{mm} \times 20\text{mm}$ の薄片を切り出し、前述した方法で γ_R 量を求めた。結果をTable 3およびFig. 5に示す。

変形を加えていない熱処理のまま材と -196°C に20h浸漬材では、 γ_R 量にほとんど変化はない。また電気抵抗測定によつて別に -269°C までの浸漬処理まで安定な

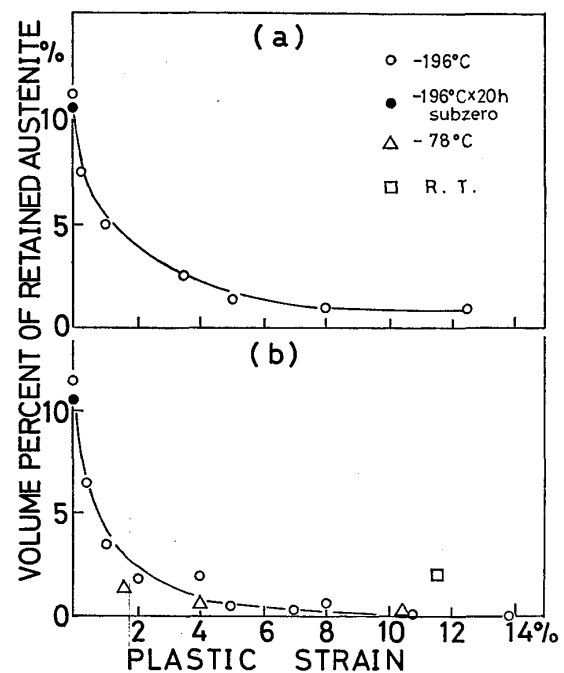


Fig. 5. Change of volume percent of retained austenite during plastic strain at low temperatures, (a) N11; $780^\circ\text{C} \times 0.5\text{h} \rightarrow \text{W. Q.}$, $600^\circ\text{C} \times 2\text{h} \rightarrow \text{W. Q.}$ (b) N23; $780^\circ\text{C} \times 0.5\text{h} \rightarrow \text{W. Q.}$, $600^\circ\text{C} \times 2\text{h} \rightarrow \text{W. Q.}$

Table 3. Variation of the volume percent of retained austenite by maximum load strain (ϵ_u) at -196°C (%).

specimen & heat treatment		R. T.	$-196^\circ\text{C} \times 20\text{h}$ subzero	max load	ϵ_u (%)
N11	$780^\circ\text{C} \times 0.5\text{h}$, $600^\circ\text{C} \times 2\text{h}$	12.3	10.7	0.99	12.5
	$630^\circ\text{C} \times 2\text{h}$	5.9	5.0	0	11.3
N23	$780^\circ\text{C} \times 0.5\text{h}$, $600^\circ\text{C} \times 2\text{h}$	11.3	10.5	0	13.8
	$630^\circ\text{C} \times 2\text{h}$	2.7	2.9	0	8.8

ことも確かめていて、単なる冷却では極めて安定であることがわかる。しかし、塑性変形に対しては極めて不安定で、 -196°C では初期の変形で大部分が変態し、最高荷重点までの変形ではほとんど γ_R は認められなくなり、 M_d 点が -196°C 以上であることを示した。N 23で -78°C 、R. T. でも一部試験をしたところ -78°C では -196°C と同様の不安定性を示し、R. T. でも $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態が認められた。S. K. HWANG⁶⁾らはFe-12Ni-0.25Tiで室温で冷間圧延によつて50%圧下率の変形を加えて $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態を確認しており同様の結果を得ている。極低Cの10~12%Ni系鋼で生成する γ_R の塑性変形に対する安定性は、サブゼロ処理での優れた安定性に比して極めて悪く、 M_d 点は -196°C 以上であることがわかった。

3.4 他のNi鋼との比較

Fig. 6~9に他のNi含有鋼の引張試験の結果を示す。このように3w/o以上のNiを含む場合は、いずれも 0°C よりも -196°C の方が伸びが大きく、低温の方がよく伸びるという現象は11%Ni鋼に留まらないことがわかった。

しかし $\alpha + \gamma$ 域加熱での伸びの変化はC含有量の違いもあつていくつかの点でNシリーズの結果と異なっている。まずN 3 L (3%Ni)では伸びのピークが $\alpha + \gamma$ 域で

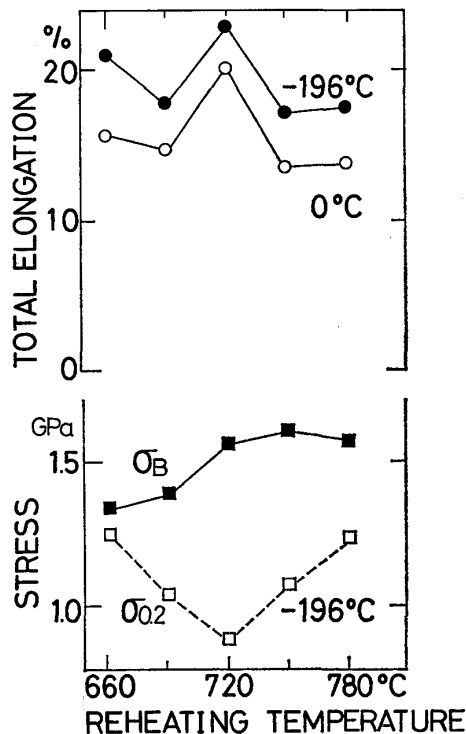


Fig. 6. Tensile properties of N3L reheated for 2h at each temperatures after heating for 0.5h at 900°C .

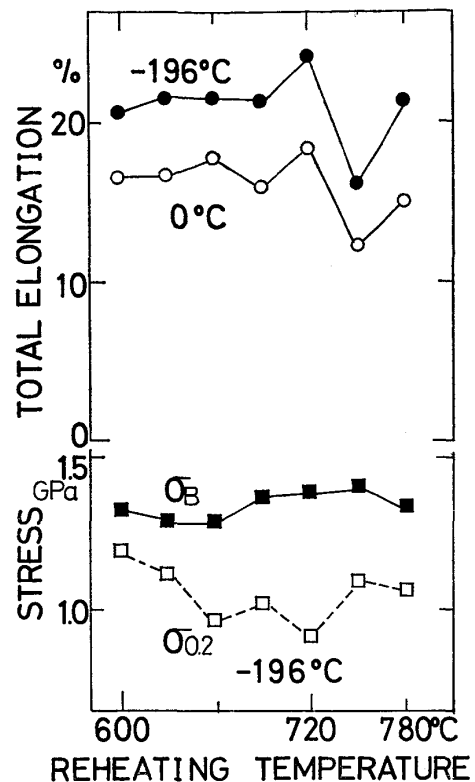


Fig. 7. Tensile properties of N5L reheated for 2h at each temperatures after heating for 0.5h at 900°C .

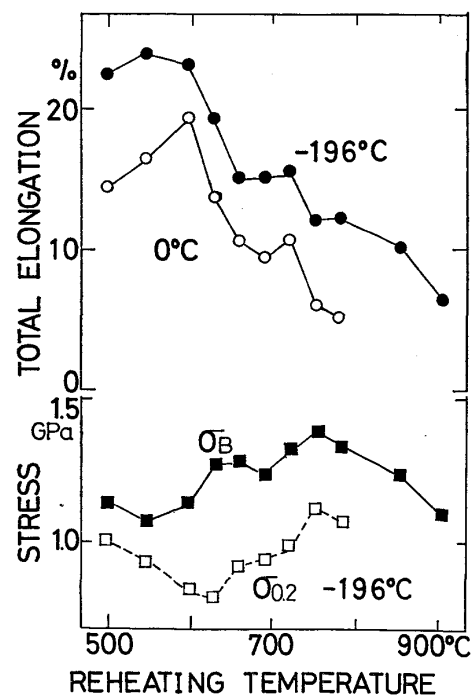


Fig. 8. Tensile properties of 9%Ni steel reheated for 2h at each temperatures after heating for 0.5h at 780°C .

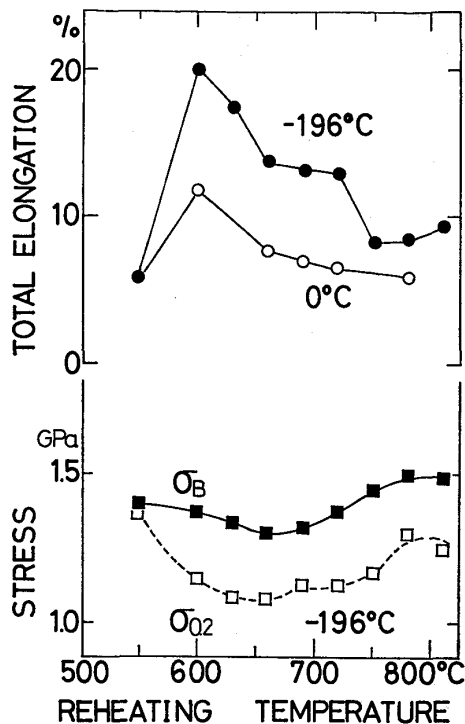


Fig. 9. Tensile properties of N22L reheated for 2h at each temperatures after heating for 0.5h at 880°C.

ひとつしか存在しないということである。5%Ni 以上の N5L, 9%Ni 鋼, N22L では程度はまちまちであるが, A_s 点直上と A_f 点付近に $\sigma_{0.2}$ の極小点がみられ, それに対応して2つの伸びの極大点もしくはそれに準ずるものが観察される。また, 9%Ni 鋼, N22L で顕著だが $\alpha + \gamma$ 域の高温側で伸びの改善がみられない。最初の A_s 点直上の極大値から単調減少し, $\sigma_{0.2}$ の極小点でやや減少が停滞するが, その後Nシリーズのような改善は見られず単調減少する。C量以外がほぼ似ている N22 と N22L の比較では, Mo の 1% の増量が A_f を 50°C 近く上昇させているので $\alpha + \gamma$ 域は高温側で広がっているが, $\sigma_{0.2}$ の停滞点 720°C に対応する伸びの減少の停滞の後, さらに急激に伸びが低下している。9%Ni 鋼では若干極大値を示すがほとんどその改善量は小さく, A_f 点 730°C 後も著しい低下が見られる。これらの N シリーズとの差異は, C量の増加によるものと思われ, 0.02% 程度の C を含む他の 11%Ni-Mo 系鋼に関する実験結果においても同様の結果が得られている²³⁾。具体的には, C量増加は fresh α' の強度を上昇させ全体の延性低下に作用しているものと思われる。

ところで Ni 5% 以上を含む低炭素 Ni 鋼の $\alpha + \gamma$ 域加熱処理で衝撃値においてもいくつか A_s 点付近の最大値とその後の劣下およびより高温加熱での改善という現

象が報告されている²⁰⁾²¹⁾²⁴⁾。そして 3% 以下の Ni 鋼ではそのような変化が認められないという報告もある²⁴⁾。

この Ni 量による影響は単純には, Ni 量の増大とともに $\alpha + \gamma$ 域が拡大され, α' 相の回復, γ_R の生成, γ 相の再結晶など種々の現象が, 複雑にからみあつてくるためと考えられる。

4. 考 察

優れた低温延性を得ることは低温靱性の改善にとつても一般的に有意義である。この極低 C-11%Ni 鋼の $\alpha + \gamma$ 域加熱で得られる諸組織と伸びの関係について考察する。

Fig. 10 に N31 において最高荷重点までの伸び (一樣伸び) と全伸びのそれぞれについて 0°C から -196°C までの増分を加熱温度に対してプロットしたが, これから全伸びの増分が一樣伸びの増分とよく対応し, 低温ほど伸びが大きい現象は一樣の伸びの低温での増加によることがわかる。また 630°C と 780°C での増分のピークはそれぞれ全伸び自体のピークに対応しており, その増分はほぼ同程度である。そして両者間の温度域ではやはり増分も小さいことが示されている。

4.1 低温ほど伸びる現象

従来低温用鋼に関する研究の中で, 試験温度による伸びの変化にあまり注意が払われていないが, いくつかの報告には低温での伸びの増加がデータとして挙げられている。

たとえば M. KRÖN¹⁴⁾ は 0.1C-9Ni 鋼で 900°C × 1h (A. C.) + 790°C × 30 min (A. C.) の熱処理後 -196°C に 2h サブゼロし, 500°C × 30 min (A. C.) 焼もど

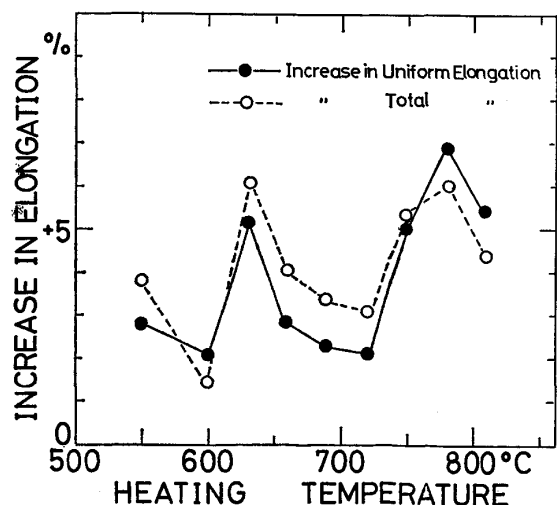


Fig. 10. Increase in uniform and total elongations at -196°C compared with at R. T. in N31 heated in $\alpha + \gamma$ region.

した試片 ($\gamma_R \approx 10\%$) の試験温度 20°C , -78°C , -196°C での応力-伸び曲線を示している. 他に 1.5Ni, 3.5Ni 鋼の同様の結果も示しているが, 3.5Ni, 9Ni 鋼で -196°C まで, 1.5Ni 鋼で -78°C まで伸びが増加している.

また Y. BERGSTRÖM¹⁵⁾ らも 0.07C-0.53Mn-9.25Ni, 0.04C-0.64Mn-4.8Ni, 0.11C-1.41Mn-0.55Mo 組成の各鋼を前者とほぼ同様の熱処理を施して $100^\circ\text{C} \sim -196^\circ\text{C}$ の応力-伸び曲線を求めており低温での伸びの増加がここにも見られる.

こうした挙動について検討した数少ない研究に, 越賀¹⁶⁾, 小指¹⁷⁾, および J. NUNES^ら¹⁸⁾ のものがある.

越賀および小指らは低炭素鋼で伸びの温度変化を求めたが, 同時に歪硬化指数の温度変化に注目し -100°C までの伸びの増加が歪硬化指数の -100°C までの増加と関連していると指摘している. J. NUNES らはいくつかの鉄基合金を冷間加工後 α 域で再結晶化熱処理を施したもののについて $200^\circ\text{C} \sim -196^\circ\text{C}$ で加工硬化指数と伸びの温度変化を求めている. 破断にいたるまでの伸びは低温にいくにしたがつて遷移温度までは徐々に低下し, それ以下でほとんどゼロになる. 加工硬化指数は低温でいつたんピークをとつて 遷移温度付近まで高い値を保ち, その後急速に低下する. Fe-Ni (0.5~5%) 系で特徴的なのは, Ni 量の増大とともに低温での加工硬化指数が向上することで, たとえば -196°C での加工硬化指数でみると Ni が 1.5% 以上で急激に向上し始め, 5% では室温のそれにほぼ等しくなると報告している.

この研究で得られた結果もあわせて考えてみると条件によつては鉄合金 (b. c. c. 系) において, 無 Ni の場合でも -100°C 程度まで一様伸び, 加工硬化指数が増加し, Ni の増加がその上昇が続く下限の温度を下げる効果があると考えられる. 遷移温度以下での伸びなどの急速な低下については, すべり系や転位の substructure などの変化と関係しているのは明らかなようだが, 遷移温度までの上昇については今後明らかにされねばならない問題である.

さて, 低温で伸びが増加する現象については TRIP 現象が知られている. 先に示した例でも γ_R が存在する場合があるが, 本研究において γ_R の塑性変形に対する安定性を調べた結果では γ_R の TRIP による伸びの増加はあるとしても無視できる程度か全く無関係であると判断できる. つまり, 従来の TRIP 現象に関する研究では塑性変形の進行に際して徐々に変態する準安定 γ 相が有効であるとされており¹⁹⁾, N23 の 600°C 加熱材の結果において歪が 2% で全 γ_R 量の 80% 以上が変態した

ような不安定なものは TRIP に対して有効でないとされている. また実際に, N23 で 80% 以上が変態が完了した後 10% 以上も伸びがでており, この伸びが TRIP 現象による増加分をほとんど含んでいないことがわかる. より C の多い 9%Ni 鋼などの γ_R はより安定なことが考えられるが, 塑性変形に対する安定性について検討される必要があろう.

4.2 低温延性と微視組織との関係

4.2.1 A_s 点付近での伸びの改善

γ_R の TRIP による伸びの改善については否定的な結果が得られたが, A_s 点付近の加熱による微視組織と引張特性について考察する.

N22 では 550°C 加熱材まで降伏比が高い. しかし, 600°C 加熱で α' は急速に回復するとともに微量の γ_R がラス境界に微細に生成する. 同時に $\sigma_{0.2}$ が急速に低下し降伏比が急激に小さくなるが, このように γ_R が最初に検出される加熱温度で急速な降伏比の低下が起こることは全鋼種に共通している. この低下については 2 つの異なつた原因が考えられる. ひとつは初期降伏が極めてよく回復した α 相から始まるという考えであり, もうひとつは γ_R から始まるという考えである. 前者については, 溶体化処理材 (たとえば 810°C 加熱材) と比べてもかなり高い降伏比を保っている原因として考えられる微量の C や他の合金元素などの何らかの形態による転位の pinning が弱められなければいけない. その機構としては, γ_R の存在が特徴的なので, γ_R が C, N などを濃縮して生成するためによるマトリクス of 清浄化によつて起こるとする説明が最も説得力がある. 後者については, γ_R が -196°C 以上でも歪の極初期から α' 変態をしていることがわかつたので γ_R 相が初期に比較的低い応力から塑性変形して $\sigma_{0.2}$ を下げることがありうることである. また, 630°C , 660°C 加熱材でも低い $\sigma_{0.2}$ を与え, それが γ_R 量と対応しているように見えるのも後者を裏付けているようにも思われる. しかし, 低い降伏比や降伏応力はより高温での加熱で得られる fresh α' 一相の組織でも同程度の値が得られるので, 疑問な点も多い. どちらであるかはより詳しい調査が必要であるが, 低い $\sigma_{0.2}$ に関しては γ_R が大きな影響を持つていることは確かなようである.

さて, N22 ではこの 600°C 加熱材で最も優れた伸びを与え, より σ_B , $\sigma_{0.2}$ とともに低い 630°C 加熱材, および同等の σ_B , $\sigma_{0.2}$ を有する 660°C 加熱材では伸びは低下する. つまり伸びの最大値は必ずしも σ_B , $\sigma_{0.2}$ の極小値と対応せず, 最大値を与える加熱温度は逆変態生成 γ の安定性の影響を微妙に受けているものものと思わ

れる。 γ_R が存在しても塑性変形に対して不安定なため、C, N などの濃縮を受けて残留しているため α' 変態すればその強度は著しく上昇する。これが歪初期で α' として存在するようになり、強度的に回復 α' 相とバランスしても、伸びには有害に働くものと考えられその量の増大とともに伸びは低下する。C 量の多い fresh α' は N22L, 9%Ni 鋼で示したように延性にとって有害なことはわかっている。よつて、C 量などの高い fresh α' 相が少なく、マトリクスがよく回復していれば優れた伸びを与えることができる。 M_s 点が 5%Co の不添加で N22 より高くなつた N23 の結果はそのことを示している。つまり、伸びのピークは γ_R が全く生成してこない 500~550°C 加熱で見られ、 γ_R が存在し始める 600°C 加熱から既に伸びは低下を始める。 σ_B の上昇が N22 では 660°C から始まつたのに対して N23 では 600°C から、 $\sigma_{0.2}$ の上昇が N22 では 660°C からだつたのに対して N23 では 630°C から始まるというように逆変態生成した γ_R の安定性が N23 では N22 に比べて極めて低くなつたために、このような早い低下が生じると考えられる。強度が 5%Co の分だけ N23 が低いので 550°C までの伸びは N23 の方が優れているが、N23 では 600°C で生成する γ_R がより不安定なためにこの加熱温度から伸びの低下が急激に起こつたと解釈できる。

Ti を含む N11, N31 では析出物の粗大化・再固溶とマトリクスの回復が同時に進行し、 σ_B , $\sigma_{0.2}$ の変化は結果として全体に単調減少的で挙動は単純でない。しかし、伸びの変化、 $\sigma_{0.2}$ の変化を注意深くみれば 2%Mo 鋼と同様の現象が生じている。

以上、 A_s 点付近の加熱では良好な伸びはよく回復した α' マトリクスに帰因し、 $\sigma_{0.2}$ が極小となる加熱温度よりも若干低温側の加熱で伸びの最大値が得られる。 γ_R は歪初期から多量に α' 相として存在すると強度的に回復 α 相とバランスしても、それ自身の濃縮された C, N などによる強度のために延性を低下させる。

4.2.2 中間温度域での現象

N22 でみると 690°C 以上の加熱で逆変態生成 γ はすべて室温で α' 変態をする。つまり、これ以上では微視組織は Photo. 1 に示したような回復 α 相 + fresh α' 相の混合組織となる。さて伸びの低下は 720°C 加熱で最高となり、その後再び回復してくる。また $\sigma_{0.2}$ はそれに全く逆に対応して逆 U 字形に変化する。Fig. 10 でみた一様のびの低温での増分での曲線もこれらの変化に対応して U 字形の変化をしている。このことについて考察する。

Fig. 11 に模式図を示すが、つまり初期の歪で生成す

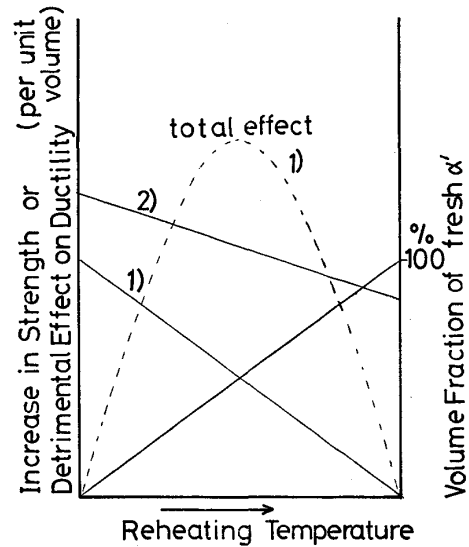


Fig. 11. Schematic diagram of effects of fresh martensite on flow stress & ductility (1) carbon-free (2) low carbon.

る α' 量も含めて fresh α' 量は加熱温度の増加関数であり、その α' 中への濃縮 C, N は加熱温度とともにバルクの組成に低下していく。単位体積の回復 α 相と fresh α' 相の強度差が主として固溶 C, N 量によるとするとその強度差は、加熱温度に対して減少関数であり、その強度上昇分が延性に与える有害度は強度上昇分で一義的に決まる。強度上昇分、有害度とも単純な混合則で考えると図中の点線のように加熱温度に対して変化することになり、上記の現象を統一的に説明する。

しかし、これは極低 C 量の fresh α' が比較的柔らかく、延性に富むためで、0.05% 程度の C 量では延性に対して敏感に働くようになり有害性は加熱温度が上昇してもゼロにはならず、結果として fresh α' 量に比例して延性が低下するようになる。

4.2.3 A_f 点付近での現象

A_f 点付近で再び $\sigma_{0.2}$ の上昇もしくは極大と対応する伸びの低下、極小が見られる。N22 の観察では 750°C 加熱材で再結晶ポリゴナル粒が見られるようになり、810°C 加熱では全面が数ミクロン程度の再結晶粒になる。これらの伸び、 $\sigma_{0.2}$ の変化が、前オーステナイト粒径の微細化、粗大化に対応している可能性は大きい。しかし、ここで用いた A_f 点は熱膨張から求めたもので実際に 2h の加熱保持での A_f 点を求めていないため詳細な議論は避ける。

5. 結 言

極低炭素 Fe-11Ni 系鋼の $\alpha + \gamma$ 域加熱処理材の - 196

°C における引張特性について微視組織と関連して調べた。

1) σ_B , $\sigma_{0.2}$ の変化については組成によつて大きく違うことがあるが, 伸びについては組成によらず共通した特徴的な現象が得られた。伸びは実験の範囲である -196°C までは低温ほど増加し, それが一様伸びの増加によることがわかった。これは 11Ni を含むこの系の鋼の持つ本来優れた低温延性によるものと思われる。

2) 優れた伸びを与える加熱温度域は A_s 点付近と A_f 点付近で, その中間域では劣る。同様のことが低温での伸びの増分についても言える。

3) よく回復した α 相と γ_R が微細に分散生成した混合組織が A_s 点直上加熱で得られる。しかし, この γ_R は深冷に対して極めて安定であるのに対して, 塑性変形に対しては極めて不安定で, TRIP 現象による伸びの増加はあつても無視できる。

4) わずかな回復 α と一部ポリゴン化した fresh α' 組織が A_f 点付近加熱での伸びの改善に対応する。

5) 3) 4) の中間域では, C などの濃縮による fresh α' の強度上昇が低温延性に有害に働いていると考えられる。

最後に以上の研究を行なうにあたり御助力いただいた金属材料技術研究所荒木透所長, 学部学生(現住友電工)飯田俊博君の両氏に深く感謝いたします

文 献

- 1) G. R. BROPHY and A. J. MILLER: Trans. ASM, 41 (1949), p. 1186
- 2) 矢野清之助, 桜井 浩, 三村 宏, 脇田信雄, 小沢 勉, 青木宏一: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 752
- 3) S. JIN, J. W. MORRIS, Jr., and V. F. ZACKAY: Met. Trans., 6A (1975), p. 141

- 4) S. JIN, S. K. HWANG, and J. W. MORRIS, Jr.: ibid., 6A (1975), p. 1569
- 5) S. JIN, S. K. HWANG, and J. W. MORRIS, Jr.: ibid., 6A (1975), p. 1721
- 6) S. K. HWANG, S. JIN, and J. W. MORRIS, Jr.: ibid., 6A (1975), p. 2015
- 7) M. J. YOKOTA, G. SASAKI, and W. A. HORWOOD: Mat. Sci. Eng., 19 (1975), p. 129
- 8) R. L. MILLER: Met. Trans., 3 (1972), p. 905
- 9) M. ENOMOTO and E. FURUBAYASHI: Mat. Sci. Eng., 24 (1976), p. 123
- 10) R. L. MILLER: Trans. ASM, 57 (1964), p. 892
- 11) A. GILBERT and W. S. OWEN: Acta Met., 10 (1962), p. 45
- 12) T. B. MASSALSKI, J. H. PEREPERKO, and J. JAKLOVSKY: Mat. Sci. Eng., 18 (1975), p. 193
- 13) 淀川正雄, 田中 実: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 1859
- 14) M. KRÖN, A. CONSTANT, A. CLERC, J. PLATEAU, G. HENRY, M. ROBERT, and C. CRUSSARD: Mém. Sci. Rev. Met., 58 (1961), p. 901
- 15) Y. BERGSTRÖM and A. JOSEFSSON: Scan. J. Met., 3 (1974), p. 259
- 16) 越賀房夫: 学振 129 委員会第 4 分科会「鋼材のぜい性破壊研究報告集」, Dec. (1965), p. 383
- 17) 小指軍夫, 清水輝夫: 日本鋼管技報, 42 (1968), p. 48
- 18) J. NUNES and F. R. LARSON: Trans. AIME, 227 (1963), p. 1369
- 19) T. ARAKI, H. WADA, and M. KANAO: Full Manuscripts of the 1974 Sympo. on Mechanical Behavior of Materials, Aug. (1974), ES
- 20) 長井 寿, 柴田浩司, 藤田利夫: 鉄と鋼, 63 (1977), S 406
- 21) 大岡耕之, 三村 宏, 矢野清之助, 杉野和男, 樋泉 武: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 442
- 22) 長井 寿, 飯田俊博, 柴田浩司, 佐川竜平, 藤田利夫: 鉄と鋼, 62 (1976), S 331
- 23) 今井嗣郎, 長井 寿, 柴田浩司, 藤田利夫: ibid., 63 (1977), S 771
- 24) 邦武立郎: 私信