

© 1987 ISIJ

18Ni マルエージ鋼のマルテンサイト組織におよぼす未再結晶溶体化処理の影響

論文

栗 林 一 彦*・堀 内 良*

Influence of Solution Treatment under Unrecrystallizing Condition for Austenite (Unrecrystallization Solution Treatment) on Martensite Structure of 18%Ni Maraging Steel

Kazuhiko KURIBAYASHI and Ryo HORIUCHI

Synopsis :

Influences of solution treatment under unrecrystallizing condition for austenite (the unrecrystallization solution treatment, URST) on micro-structures of lath martensite in 18%Ni maraging steel were investigated using optical and electron microscopes. In the present alloy, a small amount of boron was intentionally added to retard the recrystallization of the reversed austenite. Morphological changes of martensite structure by URST relate with dislocation density in austenite. In the lath martensite transformed from the recrystallized austenite, it is possible to identify the hierarchic structure which was constructed with lath, block and packet. The URST at relatively low temperature, may not only decrease the widths of laths and blocks markedly but also destroy the hierarchic synthesis of lath martensite. The present irregular distribution of block and packet is similar with those of steels containing carbon atoms more than 0.4% in mass fractions. The URST at relatively high temperature, however, realizes the fine but hierarchic structure of lath martensite, which is similar with those of steels with less than 0.3% carbon in mass fraction. Strengthening and toughening due to URST are sustained by these subdivided micro-structures.

Key words : maraging steel ; heat treatment ; martensite structure ; mechanical properties.

1. 緒 言

18%Ni マルエージ鋼を加熱し、オーステナイト (γ) に逆変態させると、粒径や粒界の位置が元の γ と同一の組織となる。またこの γ は高密度の転位を含み、加熱温度を上昇させると再結晶を生じ、新しい結晶粒組織となる¹⁾²⁾。著者らは、前報³⁾において、ボロンの微量添加により、この再結晶温度をかなり上昇させることができること、したがって、 γ 域での加熱を必要とする溶体化処理の際に、 γ を未再結晶状態に保つことが可能となることを示した。また、この転位密度の高い未再結晶 γ から生じたマルテンサイト (α') は、再結晶 γ から生じた α' に比して、時効後の強度、靱性に優れることなどを明らかにし、未再結晶溶体化処理がマルエージ鋼の強靱化を図る実用的な熱処理法となることを示した。

本報は、この未再結晶溶体化処理により生じた α' 組織と、通常の再結晶 γ より生じた α' 組織との差異について比較検討し、未再結晶溶体化処理による強靱化をに

なう組織上の特徴を明らかにすることを意図したものである。

マルエージ鋼は、典型的なラスマルテンサイト組織を示す合金といわれている¹⁾。再結晶した γ より生じた α' 組織では、旧 γ 粒はパケット領域に分割される。また、パケットはほぼ同一の方位のラスからなる帯状のブロック領域に分割され、パケット、ブロック、ラスという階層的な組織構成がとられている。低炭素鋼あるいは炭素を含む低合金鋼と比較した場合、マルエージ鋼のラスマルテンサイト組織は、ブロック領域がよく発達し、パケットを貫通しているのが特徴となつている⁴⁾。結晶学的には、一つのブロックは同じバリエーションからなるラスから構成される⁵⁾。ブロック境界は晶癖面と平行であり、パケットは晶癖面を共通とするブロックからなつている。したがって、ブロック、パケットの境界は大角境界で、ブロック内のラスは小角境界である。

松田ら⁶⁾は、低合金鋼について、脆性破面単位と大角境界を持つ組織構成単位とが関連していることを明らか

昭和 61 年 12 月 4 日受付 (Received Dec. 4, 1986)

* 宇宙科学研究所 工博 (The Institute of Space and Astronautical Science, 4-6-1 Komaba Meguro-ku, Tokyo 153)

にし、 α' の靱性が、このような大角境界を持つ組織単位である「有効結晶粒」に支配されるものと考えた。大谷ら⁷⁾も、同様な考え方から α' の強靱化とパケットの微細化の関係を明らかにした。この他にも、ラスマルテンサイトの強度、靱性とパケット、ブロックの大きさとの関係についての研究は数多く報告されており、有効結晶粒がパケットであるか、ブロックであるかについての議論は残るものの、組織単位の微細化が強靱化に寄与することは、ほぼ確立されたものと思われる⁸⁾。マルエージ鋼でも、 γ 粒の微細化が強靱化に有効であることが知られており、微細な再結晶 γ 組織を得るための努力もなされている⁹⁾。牧らは、 γ 粒径とブロック、パケットの大きさが比例することを明らかにし、ブロックのよく発達した組織を示すこの鋼では、 γ 粒の微細化はブロックの微細化につながり、このブロックが有効結晶粒の単位となつて強靱化に寄与するものと考えている¹⁰⁾。

逆変態 γ の未再結晶温度域の転位を含む γ 相から変態した α' 組織について、牧らは、電子顕微鏡観察によりブロック内のラスの微細化を確認しているが、光学顕微鏡を用いたパケット、ブロックの観察では、再結晶 γ からの α' 組織との差異を認めていない¹⁾。この報告は、未再結晶溶体化処理の強靱化効果が著者らにより明らかにされる以前のものであるため、強度特性と組織の関連には、関心は払われていない。しかし、マルエージ鋼において、有効結晶粒の単位となり得るものが、よく発達したブロックであるとすれば、未再結晶溶体化処理では、有効結晶粒であるブロックの寸法に変化がないにもかかわらず、強靱化が図られたことになり、ラスマルテンサイト組織をとる他と合金鋼の強靱化に対する理解とは矛盾する。未再結晶溶体化処理のように、転位を含む γ からの α' 変態において、どのような組織的な変化が生じるか、改めて検討が必要となる。

2. 実験方法

供試材は 2.0 GPa 級の 18%Ni マルエージ鋼である。逆変態 γ の再結晶温度を上昇させるためにボロンを 30 ppm 添加し、炭素、りん、硫黄等の不純物はできるだけ低減した高純度型マルエージ鋼であり、宇宙科学研究所のM型ロケットに使用したものである。その分析値は Table 1 に示す。この鋼種は、ボロン無添加のものに比して、逆変態 γ の再結晶温度は約 100 K 高い。未

再結晶 γ 域での溶体化処理が可能な温度域は、保持時間を 4 ks とした場合、逆変態の完了する 1033 K から 1173 K までの範囲となる。ただし、 γ 域での高温引張試験から推定した転位密度は、溶体化温度の上昇とともに急速に低下する。本実験で行った未再結晶溶体化処理としては、 γ の転位密度が高い 1033 K, 4 ks の低温溶体化処理と、回復の十分に進んだ 1173 K, 4 ks の高温溶体化処理の二種類である。

熱処理には塩浴炉を用いた。前歴の消去を目的として 1473 K, 4 ks の高温加熱を行い、 γ の再結晶および粒成長を生じさせた後に水冷したものを出発材とした。この出発材の γ 粒径は約 300 μm であつた。出発材および出発材に未再結晶溶体化処理を加えたものについて、光学顕微鏡による組織観察および電子顕微鏡による薄膜の透過観察を行った。光学顕微鏡観察では、 α' 組織が現出しやすいうように 753 K, 4 ks の時効処理を施したものをを用いた。また α' の初期形態の観察を目的として、いわゆる GRENINGER-TROIANO の方法^{11)~13)}を用いた組織観察を行った。

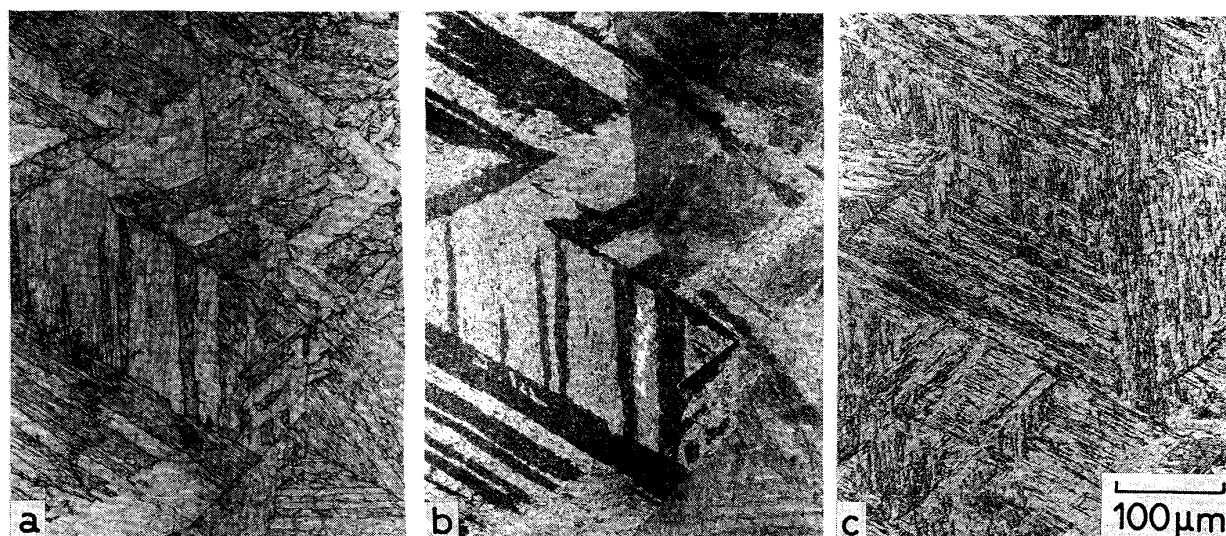
3. 結 果

3.1 光学顕微鏡組織

Photo. 1 は α' 組織の溶体化処理温度による変化を示している。a は出発材である。b は出発材に低温未再結晶溶体化処理 (1033 K, 4 ks, 水冷) を加えたもので、a と同一場所である。c は出発材に高温側の未再結晶溶体化処理 (1173 K, 4 ks, 水冷) を施したものである。出発材では、パケットは幅の広い二種類の平行なブロックの帯で貫通されている。低温未再結晶溶体化処理を加えたものは、腐食が全域的に進行するが、一見したところ、旧 γ 粒、パケット、ブロックとも、出発材とよく対応した組織となつている。牧らが、未再結晶 γ より生成した α' 組織は、旧 γ 粒に加えてパケット、ブロックとも変化しないと結論したのも、この写真と同様の対応を観察した結果によつている。しかし、逆変態 γ の未再結晶温度域でも、回復の進行する高温域の未再結晶溶体化処理を施したものでは、直線的な境界を持つ微細なブロック組織が出現する。また b の組織も子細に観察すると、一つのパケット領域と見える箇所でも、内部に腐食むらのような島状の領域が、多数観察される。溶体化温度を上昇させると、この島状の領域は列島状に伸長し、出発材

Table 1. Chemical composition of the present 18%Ni maraging steel.

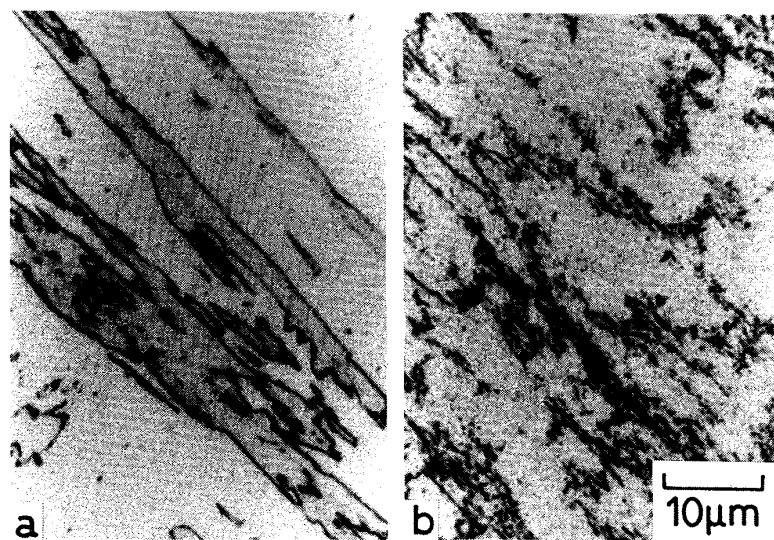
C	Si	Mn	P	S	Ni	Co	Mo	Ti	Al	B	Fe
0.002	0.05	0.02	0.003	0.001	18.2	8.5	5.3	0.48	0.10	0.003	bal.



a : Solution treated at 1473 K for 4 ks b : Re-solution at 1033 K for 4 ks c : Re-solution at 1173 K for 4 ks, respectively

The photograph b is taken at the same area as shown in a.

Photo. 1. Optical micrographs of the present 18% Ni maraging steel chemical-etched with FeCl_3 aqueous solution, showing martensite block structures.



a : 1473 K, 4 ks $\rightarrow$ 480 K (M_s : 487 K)

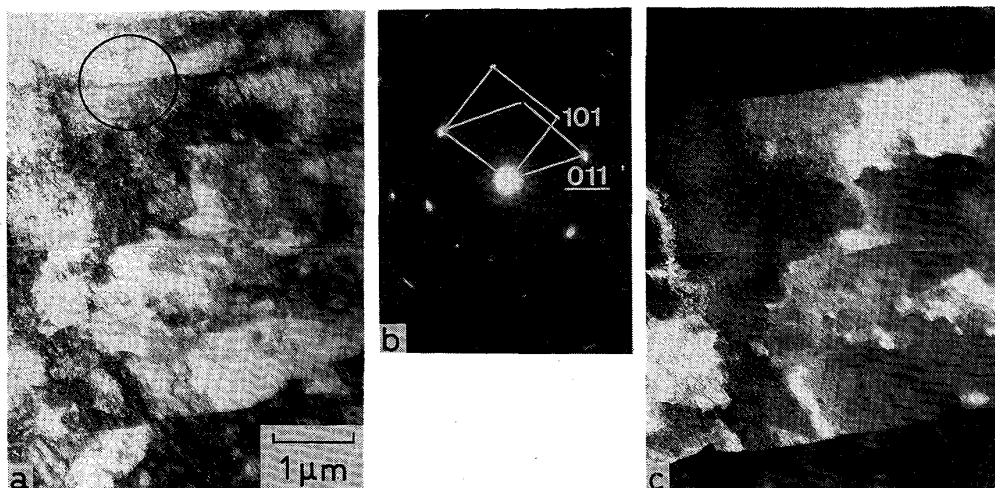
b : 1473 K, 4 ks $\rightarrow$ WQ + 1033 K, 4 ks $\rightarrow$ 433 K (M_s : 440 K)

Photo. 2. Optical micrographs of the present 18% Ni maraging steel taken after Greninger-Troiano heat treatment, showing martensites structures transformed at temperatures slightly below M_s points.

のブロック組織との対応は失われて、cのような微細なブロックの発達した組織へと変化する。bがaとよく対応した組織となっていることの理由は不明であるが、一見、粗大なブロック組織と思われるものも、光顕では解像できない微細な下部組織を持つているものと考えられる。

Photo. 2 は α' 出現の初期の形態を観察するために、いわゆる GRENINGER-TROIANO の方法で得た光顕組織である。a は 1473 K, 4 ks の溶体化後、 M_s 点 (487 K) 直下の 480 K に焼入れ、300 s の保持後直ちに 773 K に加熱して、変態の進行を中断するとともに、すでに形成され

た α' に対して時効を進行させ、腐食の際の組織の出現を容易にしたものである。b は出発材に対して低温側の 1033 K, 4 ks の未再結晶溶体化処理を施した後、a と同様の熱履歴を加えたものである。黒く着色した部分が、 M_s 点直下に急冷した時に生成した α' である。出発材ではよく発達した直線的な帯状のブロックが観察されるのに対し、未再結晶溶体化処理材では綿屑のような微細なブロックが多数形成されている。この組織は極めて微細であり、光顕の解像力の限度に近い。そのため、個々のブロックの形態の詳細を知ることにはできない。しかし詳細は別として、未再結晶溶体化処理による高密度の転位



a : Bright field image.

b : Diffraction pattern taken at the selected area enclosed by a circle in a, showing that the region contains two crystallographic variants of laths, belonging to $\langle 001 \rangle_M$ and $\langle 111 \rangle_M$ respectively

c : Dark field image formed using the reflection from $\langle 111 \rangle_M$

Photo. 3. Transmission electron micrographs of the present 18% Ni maraging steel solution-treated at 1 473 K for 4 ks.

を含む γ からの α' の形成は、再結晶した転位を含まない γ からの α' の形成とは異なり、ブロックが著しく微細化することは結論できる。

3.2 透過電顕組織

Photo. 3 は出発材の透過電顕写真で、a は明視野像、b は明視野像中に丸で囲ったブロック境界部分の制限視野電子線回折像である。b からわかるように、a の丸で囲った部分は $\langle 111 \rangle_M$ と $\langle 001 \rangle_M$ の回折パターンに対応した方位の領域からなっている。c は $\langle 111 \rangle_M$ の回折条件を用いた暗視野像で、写真中央部の幅の広いブロックがこの回折条件を満たし、 $\langle 001 \rangle_M$ の回折パターンに対応する方位のブロックは、はずれている。

$\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態が Kurdjumov-Sacks (K-S) の方位関係を満たすものとすれば、晶癖面を共通した一つのパケット内には、6 通りのバリエーションからなるラスが考えられる。この共通な晶癖面を $(111)\gamma // (011)\alpha'$ とすれば、6 通りのバリエーションは、

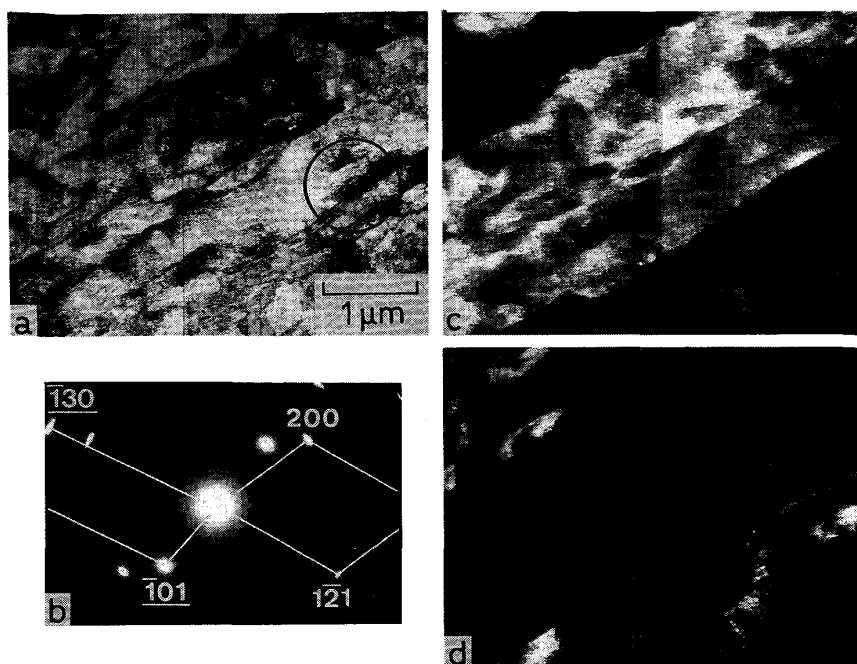
- | | |
|---|---|
| ① $[\bar{1}10]\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]\alpha'$ | ② $[\bar{1}10]\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$ |
| ③ $[\bar{1}01]\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]\alpha'$ | ④ $[\bar{1}01]\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$ |
| ⑤ $[0\bar{1}1]\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]\alpha'$ | ⑥ $[0\bar{1}1]\gamma // [\bar{1}\bar{1}\bar{1}]\alpha'$ |

となる。二つの異なるバリエーションの組合せは、①を基準とすると、①—②、①—③、①—④、①—⑤、①—⑥、の 5 通りとなる。これらの組合せとしては (1) はほぼ同じ方位 (約 $\pi/18$ rad (10°) 差) になる場合 (①—④)、(2) 双晶の関係になる場合 (①—②)、(3) 双晶の関係から $\pi/18 \sim \pi/9$ rad ($10^\circ \sim 20^\circ$) ずれる場合 (①—③、①—⑤、①—⑥) などであるが、いずれも $\langle 110 \rangle$ 軸まわ

りの回転関係として記述され、それぞれ、(1) 約 $\pi/18$ rad (10°) の回転、(2) 約 $7\pi/18$ rad (70°) の回転、(3) $\pi/3$ rad (60°)、 $2\pi/3$ rad (120°) の回転と約 $13\pi/18$ rad (130°) の回転となる。Photo. 3 b に示した $\langle 111 \rangle_M$ と $\langle 011 \rangle_M$ は、 $\langle 110 \rangle$ 軸まわり約 $\pm 11\pi/36$ rad ($\pm 55^\circ$) の回転関係になる。したがって、①—③または①—⑤、①—⑥の組合せのいずれかにあたることになる¹⁰⁾¹⁴⁾¹⁵⁾。

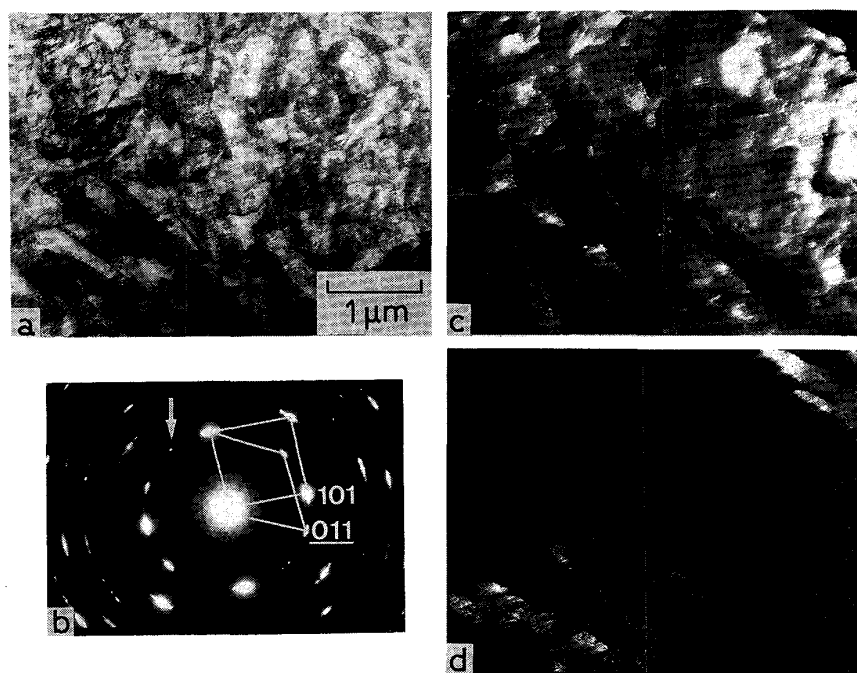
Photo. 4 は、出発材に高温域の未再結晶溶体化処理 (1 173 K, 4 ks) を加えたものの透過電顕写真である。a は明視野像、b は明視野像中に丸で囲った部分の制限視野回折像である。Photo. 3 と同様、二種類の回折パターンより構成されており、それぞれ $\langle 012 \rangle_M$ と $\langle 313 \rangle_M$ である。この二つの方位も、 $\langle 110 \rangle_M$ を回転軸として、双晶の関係から $\pi/18 \sim \pi/9$ rad ($10^\circ \sim 20^\circ$) ずれた関係に対応しており、Photo. 3 と同様なバリエーションからなるラスの組合せに対応している。c は $\langle 313 \rangle_M$ の回折条件を満たす暗視野像である。1 $\mu\text{m} \sim 2 \mu\text{m}$ 程度の幅の方位の異なったブロックが交互に並んで配列しており、出発材に比べてブロック幅はかなり小さくなっている。

Photo. 5 は、出発材に低温域の未再結晶溶体化処理 (1 033 K, 4 ks) を加えたものの透過電顕写真である。a は明視野像、b は電子線回折像、c, d はそれぞれ $\langle 001 \rangle_M$ 、 $\langle 111 \rangle_M$ の回折条件を満たす暗視野像である。b では、Photo. 3 と同様な $\langle 111 \rangle_M$ と $\langle 001 \rangle_M$ の 2 種類の回折パターンと、さらに、 $\langle 111 \rangle_M$ まわり



- a : Bright field image
 b : Diffraction pattern taken at the selected area enclosed by a circle in a
 c : Dark field image formed using the reflection $\langle 012 \rangle_M$
 d : Dark field image formed using the reflection $\langle 313 \rangle_M$ respectively

Photo. 4. Transmission electron micrographs of the present 18% Ni maraging steel re-solution treated at 1173 K for 4 ks which is the unrecrystallizing condition for austenite.



- a : Bright field image
 b : Diffraction pattern taken at the whole area in a
 c : Dark field image formed using the reflection from $\langle 001 \rangle_M$
 d : Dark field image formed using the reflection from $\langle 111 \rangle_M$ respectively
 The arrow in c indicates the reflection belonging to the variants rotated with $\pi/6$ around $\langle 111 \rangle_M$

Photo. 5. Transmission electron micrographs of the present 18% Ni maraging steel re-solution treated at 1033 K for 4 ks which is the unrecrystallizing condition for austenite.

約 $\pi/6$ rad (30°) 回転に相当する回折スポット (矢印をつけたもの) が識別できる. $\langle 001 \rangle_M$ と $\langle 111 \rangle_M$ は, 前述のように $\langle 110 \rangle$ 軸まわり $11\pi/36$ rad (55°) 回転関係にあたるが, この $\langle 111 \rangle_M$ まわり約 $\pi/6$ rad (30°) 回転は, 前述の5通りのバリエーションの組合せから説明できる方位関係にはない. したがって, $\langle 111 \rangle_M$ あるいは $\langle 001 \rangle_M$ の方位を生じたバリエーションと $\langle 111 \rangle_M$ まわり $\pi/6$ rad (30°) の回転関係にあたる方位のラスを生じたバリエーションは, 晶癖面を共通とするブロックの関係

には対応しない. 晶癖面の異なったバリエーションも含めて, $\langle 001 \rangle_M$ と $\langle 111 \rangle_M$, あるいは $\langle 111 \rangle_M$ まわり $\pi/6$ rad (30°) 回転に近い回折パターンを生ずるものを, ステレオ投影によって作図すると, Fig. 1 に示すような組合せを考えることができる. Fig. 1 は

$$(1) (11\bar{1})_A // (011)_M, [101]_A // [11\bar{1}]_M$$

$$(2) (11\bar{1})_A // (011)_M, [\bar{1}10]_A // [11\bar{1}]_M$$

$$(3) (111)_A // (101)_M, [\bar{1}10]_A // [11\bar{1}]_M$$

の方位関係を満足したバリエーションの $[100]_M$, $[\bar{1}1\bar{1}]_M$,

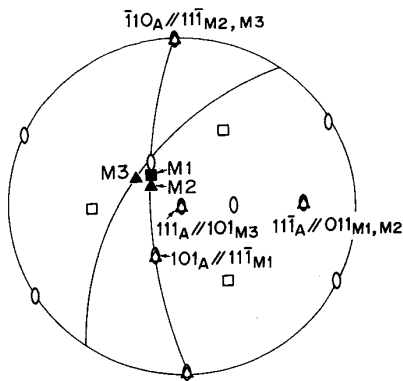


Fig. 1. Stereographic projection showing crystallographic orientations of three different K-S variants transformed from one austenite.

$[111]_M$ を, γ の (111) 極点図上にプロットしたものである. (1) と (2) に対応した $[100]_M$, $[\bar{1}1\bar{1}]_M$ は, $[11\bar{1}]_A$ すなわち $[011]_M$ を極とする大円上の $\pi/36$ rad (5°) の角度差として示され, (3) に対応した $[111]_M$ は $[1\bar{1}0]_M$ を極とする大円上にあり, (1) の $[100]_M$ から約 $\pi/18$ rad (10°) の角度差として示される. (1), (2) における $[011]_M$ は, (3) の $[1\bar{1}0]_M$ とは約 $\pi/6$ rad (30°) の角度差となり, $\langle 111 \rangle_M$ まわり約 $\pi/6$ rad (30°) 回転の回折パターンを与える. 晶癖面の異なつたブロックはパケットの関係にあたるが, a の明視野像を見ると, ラス, ブロックの微細化のみならず, それらの配列の乱れが著しく, マルエージ鋼の α' 組織の特徴といわれるパケット, ブロック, ラスという明瞭な階層構造が失われて, 晶癖面を異にするブロックの混在が生じているように見える.

以上の透過電顕観察の結果は光顕観察とも対応している. 再結晶した γ より生成した α' では, 三組のブロックが交互に配列してパケットを形成し, パケット, ブロック, ラスという明瞭な階層構造が認められる. 未再結晶 γ 域でも回復が十分進行した γ から生じた α' では, ブロックは微細化するが, 組織の階層性は保たれる. しかし, 未再結晶 γ の低温域での溶体化処理による高密度の転位を含んだ γ から生じた α' は, ラス, ブロックの微細化とともにその配列も乱れ, マルエージ鋼の α' 組織の特徴とされるパケット, ブロックという階層構造も失われたと考えられる組織となる.

4. 考 察

4.1 ラスマルテンサイト組織の形態変化

牧ら⁴⁾は, 合金元素や合金濃度によつて変化するラスマルテンサイトの形態を, 光顕組織の特徴から次の四つ

のタイプに分類した.

Type 1 (Fe-18%, 24%Ni 合金, 18%Ni マルエージ鋼)
ブロック領域がよく発達し, パケット領域を平行に貫通し, パケット, ブロックともに明瞭なもの.

Type 2 (0.1%~0.3%C 鋼, 0.1%~0.3%C 合金鋼)
パケット, ブロックとも明瞭であるが, ブロックの発達が不十分でくさび型や細かく分断されてパケット領域を貫通していないもの.

Type 3 (0.4%~0.5%C 鋼, 0.4%~0.5%C 合金鋼)
パケットは存在するが, ブロックは細かく分断されて明瞭なブロック領域として認められないもの.

Type 4 (0.55%~0.8%C 鋼, 0.55%~0.8%C 合金鋼)
方向の異なるラスが入り混じつて, パケットやブロックが認められないもの.

以上のように, ラスマルテンサイト組織は合金によつて変化し, 炭素鋼では炭素量の増加とともに, ブロックおよびパケット領域が消滅していく傾向が知られている. 本実験で観察した α' 組織の変化が, この分類とよく符合することは注目すべきことであろう. 牧らは, 合金組成による α' 組織形態の変化としてとらえたが, γ 相に含まれる転位密度による α' 組織形態の変化として見ても, よく類似した分類が可能である. すなわち, 18%Ni マルエージ鋼の再結晶 γ より生じた α' 組織は, Type 1 の典型である. 逆変態 γ の未再結晶温度域の上限の温度である 1173 K で溶体化処理したもの (Photo. 1 C) は, ブロックの形態が 0.2% C 鋼と類似しており, Type 2 にあたる. 未再結晶溶体化処理の下限に近い温度での熱処理は, 高密度の転位を含む γ からの変態となり, そのようにして生じた α' 組織では, ブロックは著しく微細化し, パケット, ブロックの階層的な組織構成が失われて, Type 3 ないし Type 4 に対応した組織となる. したがって, ラスマルテンサイト組織の形態の変化に対して, 合金組成における炭素量の増加と γ 中の転位密度の増加とは, よく対応した影響を与えるものといえる.

4.2 組織と強度の関係

すでに前報³⁾で示したように, 1033 K~1073 K の低温域での未再結晶溶体化処理後, 時効を施したマルエージ鋼の σ_B は, 再結晶溶体化処理材に比して 200 MPa 程度向上する. 1073 K~1133 K の高温域の未再結晶溶体化処理材では, 強度の向上は 100 MPa 程度であるが, K_{IC} が 10~15 MPa $\sqrt{m}$ 上昇する. 2.0 GPa 級のマルエージ鋼の σ_B は, 未時効の α' で 1.0 GPa 程度であるが, 時効硬化により 2.0 GPa に達する. 未再結晶溶体化処理による α' 組織の変化は, 未時効材の強度に, よ

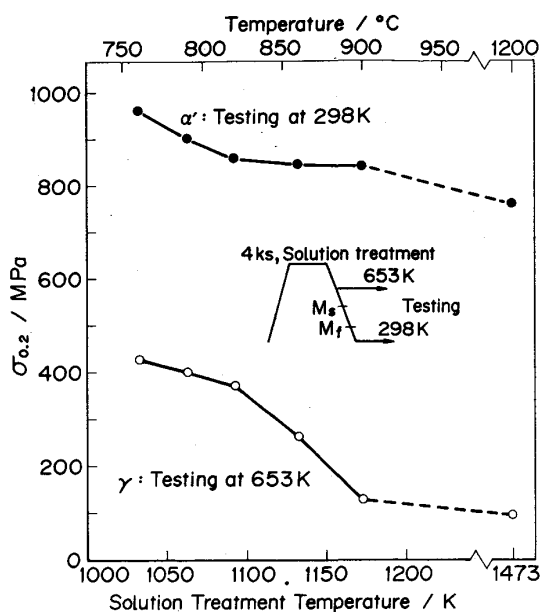
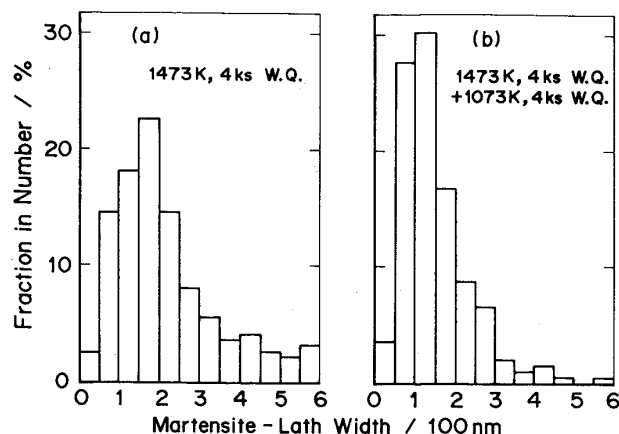


Fig. 2. Variation of $\sigma_{0.2}$ with re-solution treatment temperatures. Open circles indicate $\sigma_{0.2}$ in austenite tested at 653 K and black dots in martensite tested at 298 K.

り直接的に関連しているものと考えられる。

Fig. 2 は、出発材に対応する 1473 K と逆変態 γ の未再結晶温度域に対応する 1033 K~1173 K で、それぞれ 4 ks の恒温保持した後に、 M_d 点以上の 653 K で高温引張試験を行ったものと、同様な溶体化処理後、水冷して α' 組織としたものを、時効処理することなく、室温で引張試験を行った結果を示している。

未再結晶状態の γ 組織は、旧 γ 組織と同一の結晶粒径を示すから、653 K における $\sigma_{0.2}$ と溶体化処理温度との関係は、 γ 相中の転位密度の変化に対応したものと考えることができる。図より明らかなように、 α' 相と γ 相の $\sigma_{0.2}$ は、1073 K 付近を境に、異なつた対応関係にある。すなわち 1033 K~1073 K の低温域での溶体化処理では、溶体化温度の上昇による γ 相中の転位密度の低下とともに、 α' 組織の強度も急速に低下する。1073 K 以上の高温域での溶体化処理では、温度の上昇により γ 相は急速に回復、軟化するのに対し、 α' 相の強度の変化は少なく、再結晶 γ より生じた α' 相より 100 MPa 程度高い値を保っている。1073 K 以下の低温溶体化処理による高密度の転位を含む γ より生じた α' 組織では、直線上の境界をもつたブロックは発達しない。ここでは、ポケット、ブロックという階層的明瞭な構造とはならず、牧らの分類では、Type 3~4 にあたる。1073 K 以上の高温溶体化処理では、平行で直線的な配列を示すブロックの集団が明瞭に認められ、ポケット領



(a) Solution treated at 1473 K for 4 ks
(b) Followed by re-solution at 1073 K for 4 ks

Fig. 3. Histograms of laths width distributions.

域も明確となり、階層的な構造を示す組織となる。ただし、再結晶 γ より生じた α' に比して、ブロックは著しく微細となり、牧らの分類では、Type 2 に近い組織となる。したがって、未再結晶溶体化処理による強度と組織の関係は、 γ 相中の転位密度が高い場合は、ブロック領域の発達しないラスマルテンサイト組織となり、この細分化された組織により α' は強化される。

4.3 ラスの微細化

ラスマルテンサイト組織の最小の構成単位であるラスにおいても、その幅は未再結晶溶体化処理により微細化する。Fig. 3 は、出発材および出発材に 1073 K, 4 ks の未再結晶溶体化処理に施したものについて、約 200 個のラスの幅を測定した結果を示している。ピーク値は、出発材では 0.15 μm ~0.2 μm 、未再結晶溶体化処理を施したものでは 0.10 μm ~0.15 μm である。出発材では、0.5 μm 以上の幅の広いラスもかなり認められるのに対し、未再結晶溶体化処理材では、0.3 μm を越えるものは少ない。この傾向は、牧ら¹⁾の結果とよく一致している。ラス幅の算術平均は、それぞれ 0.34 μm と 0.15 μm であり、調和平均は 0.14 μm と 0.11 μm であつた。出発材のラス幅の算術平均が特に大きいのは (a) が分散の大きい非対称な分布をとるためである。

γ の下部組織は、溶体化処理温度の上昇とともに、高密度の転位のからみ合つた状態からサブグレイン組織へと変化するものと考えられる。 α' に変態する際に、その下部組織が引き継がれるものとするれば、微細な場合にはラス組織に影響をおよぼすことが考えられる。またサブグレインが発達し粒内の転位密度が大幅に低下する場合でも、サブグレイン境界を含む粒界面積の増加は、 α' の核生成頻度を高め、異なるバリエーションの選択の頻度の

増加によつて、出発材よりもブロックを微細化させるものと思われる。1073 K 以下の低温域の熱処理では、高密度の転位を含む γ の微細な下部組織がラス、ブロックとともに微細化するのに対して、1073 K 以上の高温域では、サブグレイン組織の形成がブロックのみを微細化するとすれば、Fig. 2 の結果はラス、ブロックの変化として理解できる。

NORSTRÖM¹⁶⁾ は、粒径に対する Hall-Petch の関係と同様に、サブグレイン径 d に関して、

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y d^{-1/2} \dots\dots\dots (1)$$

が成立し、 $K_y = 2.6 \text{ N/mm}^{3/2}$ となること、およびこの関係が、ラス幅と強度の関係に適用できることを示した。上式において、出発材、未再結晶溶体化処理材の d をそれぞれ d_0 , d_u とし、 σ_0 をほぼ等しいとすると、ラスの微細化による強度の上昇分 $\Delta\sigma_y$ は、

$$\Delta\sigma_y = K_y (d_u^{-1/2} - d_0^{-1/2}) \dots\dots\dots (2)$$

となる。 d として、Fig. 3 に示したラス幅の結果を用いると、ピーク値、算術平均、調和平均に対して、それぞれ 36 MPa, 71 MPa, 28 MPa となる。前述のように、ピーク値、算術平均、調和平均は、分散の小さい Fig. 3(b) では互いに近い値となるが、分散が大きく非対称な分布をとる Fig. 3(a) では、算術平均のみが他の二つよりかなり大きい値となる。また調和平均は、逆にラス幅の小さい方の分布を強調することになる。 d の代表値を、数の割合の最も多いピーク値とすると、この条件 (1073 K, 4 ks, 水冷) でのラスの微細化は、 α' の強度上昇に対して 30% 程度の寄与となる。 γ の軟化が著しい 1093 K 以上をブロックの微細化のみの効果とみなし、1073 K においてもその強化の程度が変わらないとすると、1073 K, 4 ks の未再結晶溶体化処理による α' の強度上昇は、ブロックとラスの微細化の効果の和として与えられる。溶体化処理温度をさらに低下させた場合の α' の強度は、ラスの微細化と、それに伴うブロックの微細化、さらにラス、ブロック、パケットという階層構造の乱れによる α' 組織の微細化によつて支えられているものと思われる。

5. 総 括

逆変態オーステナイト (γ) の再結晶温度の高いボロン添加 18%Ni マルエージ鋼において、 γ の未再結晶温度域での溶体化処理 (未再結晶溶体化処理) のマルテン

サイト (α') 組織の形態におよぼす影響と、強度との関係を検討し、次のことを明らかにした。

未再結晶溶体化処理の加熱温度の変化によるラスマルテンサイト組織の形態変化は、 γ 中の転位密度の変化に対応している。また、この形態変化は炭素量を変化させた場合の変化とよく符合している。すなわち、低温域の未再結晶溶体化処理で得られる高密度の転位を含む逆変態 γ からの変態では、パケット、ブロックという階層的な組織構成が失われて、0.4% C 以上の中、高炭素鋼、合金鋼のラスマルテンサイトとよく似た組織となる。 γ 中の回復が進行する高温域での未再結晶溶体化処理では、0.1%~0.3% C の低炭素鋼と類似の組織となり、ブロックは微細化するが、階層的な構成は保たれた組織となる。未再結晶溶体化処理による α' の強度上昇は、この組織の細分化によつて支えられている。 γ 中の回復の進行に伴つて、 α' の強度は低下するが、高温域での未再結晶溶体化処理でも、ブロックの微細化により、再結晶 γ より生じた α' よりも高い値となる。

文 献

- 1) 牧 正志, 森本啓之, 田村今男: 鉄と鋼, **65** (1979), p. 1598
- 2) 細見広次, 芦田喜郎, 波戸 浩, 安宅 龍, 石原和範, 中村 均: 鉄と鋼, **64** (1978), p. 595
- 3) 栗林一彦, 堀内 良: 鉄と鋼, **72** (1986), p. 2109
- 4) T. MAKI, K. TSUZAKI and I. TAMURA: Proc. 3rd Int. Conf. Martensitic Transformation (ICOMAT-79), Boston (1979), p. 22
- 5) J. M. MARDER and A. R. MARDER: Trans. ASM, **62** (1969), p. 1
- 6) 松田昭一, 井上 泰, 三村 宏, 岡村義弘: Proc. of Int. Sympo. on Toward Improved Ductility and Toughness, Kyoto (1971), p. 47
- 7) 大谷泰夫, 寺崎富久長: 鉄と鋼, **58** (1972), p. 885
- 8) A. R. MARDER: Proc. Int. Conf. Phase Transformation in Ferrous Alloys, ed. by A. R. MARDER and J. I. GOLDSTEIN, AIME, Philadelphia (1983), p. 11
- 9) 河部義邦, 中沢興三, 宗木政一: 鉄と鋼, **62** (1976), p. 1229
- 10) 牧 正志, 田村今男: 鉄と鋼, **67** (1981), p. 852
- 11) A. B. GRENINGER and A. R. TROIANO: Trans. ASM, **28** (1940), p. 537
- 12) A. GOLDBERG: Trans. ASM, **62** (1969), p. 219
- 13) 津崎兼彰, 牧 正志: 日本金属学会誌, **45** (1981), p. 126
- 14) J. M. CHILTON, C. J. BARTON and G. R. SPEICH: J. Iron Steel Inst., **209** (1970), p. 184
- 15) C. A. APPLE, R. N. CARON and G. KRAUSS: Metall. Trans., **5** (1974), p. 593
- 16) L.-A. NORSTRÖM: Met. Sci., **10** (1976), p. 429