

論 文

UDC 669.15'24-157.9 : 539.4.015.1 : 539.4.016.3

18Ni マルエージ鋼の引張特性におよぼす時効中の
組織変化とオーステナイト結晶粒度の影響*

河部 義邦**・金尾 正雄**・宗木 政一***

The Effects of Structural Change during Aging and Austenite
Grain Size on the Tensile Properties of 18 Ni Maraging Steel

Yoshikuni KAWABE, Masao KANAO, and Seiichi MUNEKI

Synopsis:

A study has been made of the effects of structural change during aging, the prior austenitic grain size and titanium addition on the tensile properties with special reference to tensile ductility of 18Ni maraging steel. The precipitation process from lath-martensitic structure to maraged structure of several stages up to overaged structure has been analyzed by using Arrhenius plots of aging hardness. The relationships between the aged structure and tensile properties have been determined.

The results are summarized as follows:

- 1) Uniform elongation increases markedly at an early stage of aging and also in overaged stage. This phenomenon is attributable to the increase of work hardening caused by the change of deformation made at former stage and γ precipitation at later stage respectively. Uniform elongation is almost independent on the prior austenite grain size.
- 2) Local elongation and reduction of area decrease monotonously with increasing aging time, and show a marked decrease in overaged structure. These detrimental effects are more pronounced when the prior austenite grain size is larger and no titanium is added.
- 3) The detrimental effects exhibited in overaged stage are due to the increase of void nucleation sites and increase of tendency to rupture along the prior austenite grain boundaries.
- 4) The improvement of local elongation and reduction of area by titanium addition is due to the suppression of the rupture at the prior austenite grain boundaries.

(Received Feb. 10, 1973)

1. 結 言

18 Ni マルエージ鋼の優れた強靱性が明らかにされて以来、その析出現象、強化機構さらに機械的性質について数多くの研究がなされている¹⁾²⁾。しかも、この鋼の開発は金属間化合物による析出強化の優位性を認識する契機となり、マルテンサイト基質からの析出硬化現象を対象として広範囲な合金系について系統的な研究が行なわれている³⁾。それに比較し、その機械的性質、とくに延性、靱性は、概念的には析出相がどこで核生成し、成長するかということに帰結するとは言われている⁴⁾が、析出過程と機械的性質の変化を明りように対比させた研究^{5)~6)}は少なく、析出現象についての知識に比較し、析

出によつて得られた機械的性質に関する理解はかなりの遅れがあるのが現状である。

そのため本報では、18 Ni マルエージ鋼について種々の時効状態における組織変化の段階をまず明確にし、引張諸特性との対応を検討した。また、時効による組織変化に加え、オーステナイト(γ)結晶粒度および合金元素として Ti の影響をも検討したので、その結果を報告する。

* 昭和46年4月本会講演大会にて発表
昭和48年2月10日受付

** 金属材料技術研究所 工博

*** 金属材料技術研究所

Table 1. Chemical composition of steels for the present investigation (wt%).

	C	Si	Mn	P	S
K 28	0.004	<0.01	<0.001	0.002	0.004
K 29	0.003	<0.01	<0.001	0.002	0.004
	Ni	Co	Mo	Al	Ti
K 28	17.9	8.11	4.90	0.067	0.003
K 29	18.1	8.15	5.05	0.075	0.34

2. 試料および実験方法

試料の化学成分を Table 1 に示した。

K 29 は K 28 に Ti を添加した鋼で、18Ni 250ksi 鋼と同一目標成分である。ただし、Zr, B, Ca は添加していない。この両鋼種を用い Ti の効果を検討したのは、予備実験⁷⁾の結果 Ti は硬化要因元素としての作用のほか、延性、靱性の改善にも有効であることが明らかにされたので、この機能を明確にするためである。これらは真空高周波溶解炉で 7 kg 溶製し、1 200°C × 2hr の均質化後、10 mm φ の丸棒に圧延した。

本実験では、1) γ 粒の大きさを一定にし、広範囲の時効処理の影響を検討する(3.1 の実験)、2) γ 粒の大きさを広範囲に変え、あわせて時効組織の変化をからみ合わせ影響を検討する(3.2 の実験)、の二系列の実験を行なった。前者の実験のためには、820°C × 1hr → 空冷の溶体化処理を行ない、その後硬さ測定用には 350~575°C で 25°C 間隔の各温度で 0.1~40 000 min, 引張試験用には 375~525°C で 50°C 間隔の各温度で 10~10 000 min 時効した。この場合の γ 粒径は約 10 μ である。後者の実験のためには、時効硬化を生じさせる基質としての性質を一定に保ち、 γ 粒度のみを調整するため、870, 920, 970, 1 020, 1 070°C の各温度で 30 min 保持した後、直接 820°C に焼入れし 30 min 保持の処理を行なった。その結果、15~100 μ の粒径のものを得た。時効は 475°C でのみ行なったが、時間を 10~10 000 min に変えることにより各種の析出段階の組織を得るようにした。

引張試験は直径 4 mm, 標点間距離 25 mm の試験片を用い、伸び計により標点間の伸びを破断まで直接測定した。そして、荷重-伸び曲線における最大荷重点の歪を均一伸び(δ_u)、それ以降破断までの歪を局部伸び(δ_{t-u})に分離して求めた。インストロン試験機を用い、歪速度 3.4×10^{-4} sec, 試験温度

はすべて 20°C である、破断面はおもに走査型電顕によつて観察した。

3. 実験結果

3.1 時効硬化性と引張特性におよぼす時効処理の影響

3.1.1 時効硬化性

Fig. 1, 2 に両鋼種の 350~575°C での時効硬化曲線を示した。一定硬さに到達する時間は一般に高温ほど短く、時効硬化曲線は短時間側に移行する。しかし、K 28 の 400~450°C の温度領域では、時効温度にかかわらず硬さはほぼ一定となり、時効硬さ曲線の推移に停滞が見られる。これらの曲線から、一定硬さに達する時間と温度を求め、Fig. 3 にアレニウス・プロットを示した。約 425°C を境とし、低温、高温側でそれぞれ異なる直線関係が得られる。そして、425°C 以下で一定硬さに達する時間は 450°C 以上の直線から予想される時間より著しく短い。しかもこの傾向は、硬さが低いときより高いときに、また Ti を添加した K 29 より添加しない K 28 で著しい。このようにアレニウス・プロットが 2 つの直線部分に分かれる現象はすでに多くの研究者⁸⁾⁹⁾により指摘され、この温度の上下で析出過程、析出相が異なるためだと考えられている。そして低温側時効では均一核発生で bcc の Mo rich zone の形成、高温側時効では転位線などへの不均一核発生で準安定相の析出過程であると推察されている¹⁰⁾。このアレニウス・プロットにおいて、Fig. 3 に示したような直線関係を求めることがはたして正しいのか否かを検討するため、活性化エネルギーを求めてみた。低温側時効に対しては 30 000~40 000 cal/mol, 高温側時効は 40 000~48 000 cal/mol で、これらの値は今までに報告²⁾されている値にほぼ等しい。

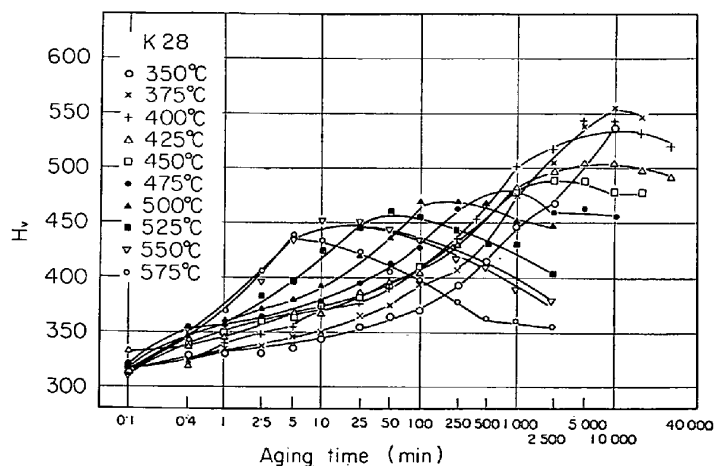


Fig. 1. Hardness change of K28 by isothermal aging at various temperatures.

したがって、Fig. 3 において直線関係が成立する領域をそれぞれの析出過程（以下、低温時効組織、高温時効組

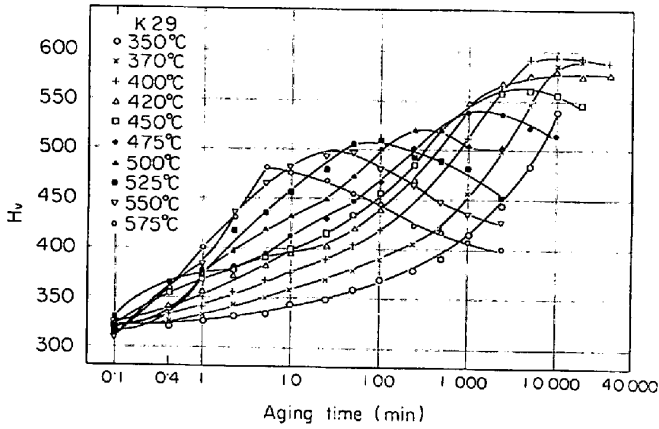


Fig. 2. Hardness change of K29 by isothermal aging at various temperature.

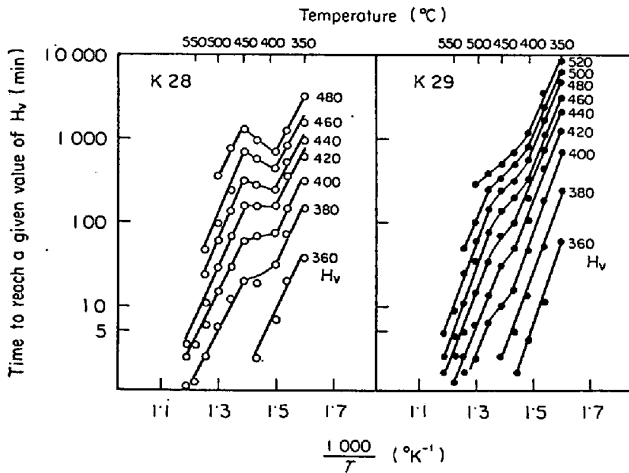


Fig. 3. Arrhenius plots of the relation between aging time for a given value of Hv and aging temperature.

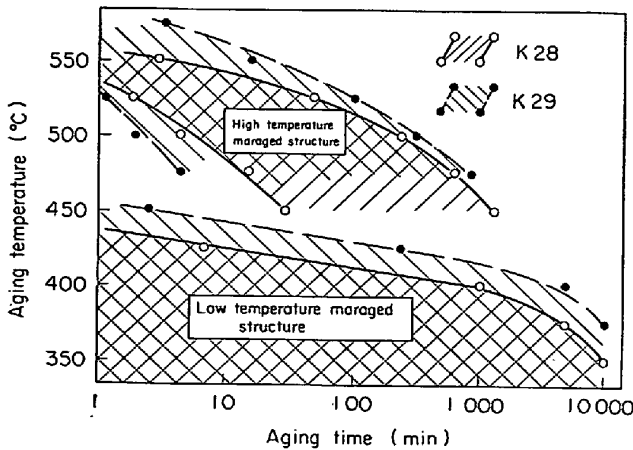


Fig. 4. Time-temperature ranges in which low temperature and high temperature maraged structures can exist respectively.

織と称する) のみが単独に進行している領域とし、その領域を Fig. 4 に示した. Ti を添加した K29 では、低温および高温時効組織領域とも若干高温、長時間側にひろがっている. 低温時効組織と高温時効組織の中間領域では、両析出段階の混在した組織で、高温時効組織より高温、長時間側では析出相が安定相に遷移するとともに、逆変態 γ 相が析出した組織（以下、過時効組織と称する）である.

最後に、両試料の同一時効条件下における硬度差から各析出段階における Ti の効果を検討した. Ti は低温時効硬化を若干抑制し、高温時効硬化を強く助長し、さらに過時効軟化を強く抑制する. 高温時効硬化を助長するのは、周知のように Ti が化合物として新たに析出するためであり、一方過時効軟化を抑制するのは Ti が Ni 化合物として析出し、基質中の Ni 濃度を下げ、 A_s 点を高めるためであろう¹¹⁾.

3.1.2 引張特性

0.2% 耐力、引張強さは時効硬さと強い相関がある. たとえば、0.2% 耐力と時効硬さの間には、0.2% 耐力が $80 \sim 200 \text{ kg/mm}^2$ の範囲では $\sigma_{0.2} = 0.39H_v - 39$ の実験式が成立する. しかもこの関係は組織、鋼種にかかわらず成立する. それに対し、伸びは組織に対応した特徴ある変化を示す. Fig. 5 は均一伸び、局部伸びと 0.2% 耐力の関係を示したものである（以下の図中でも、中空

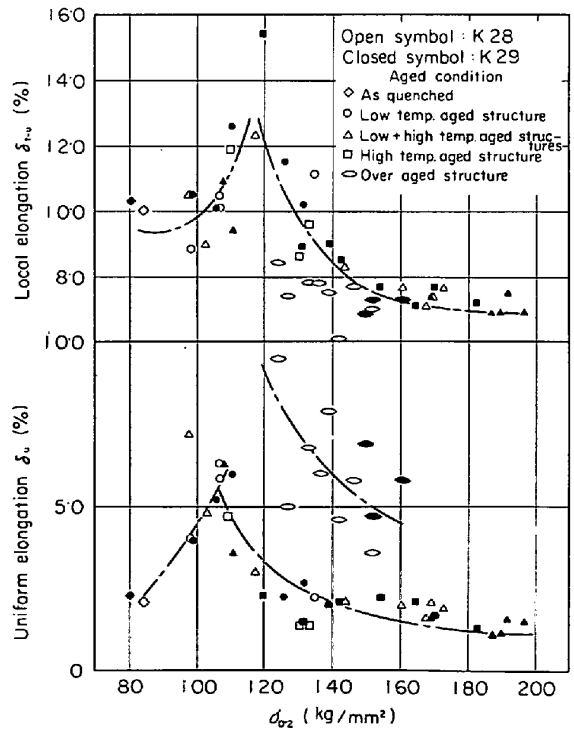


Fig. 5. Effect of yield strength and maraged structures on uniform and local elongations.

記号は K28, 黒印記号は K29 で, 組織は◇: 焼入れ状態, ○: 低温時効, △: 低温時効+高温時効, □: 高温時効, ⊙: 過時効組織の記号を用いて分類した). 均一伸びは, 焼入れ状態のラス・マルテンサイト組織では非常に小さく, 時効初期すなわち強度が低い状態で大きく増加する. その後, 時効の進行すなわち強度上昇に伴って減少し, 過時効組織になると再び大きく増加する. 時効初期に均一伸びが著しく増加する現象は低温時効組織に特有な現象ではなく, 高温時効組織の初期段階でも生じていること, および過時効組織において均一伸びが著しく増加する現象は逆変態 γ 相の生成と対応していることは注目すべき点と思われる. また, この鋼では均一伸びが一般に小さく, 局部伸びが比較的大きいのが特徴である. 局部伸びは時効初期には均一伸びと同様に増加するが, 過時効組織では増加せず, むしろいくらか小さくなる傾向がある. しかも, 時効初期における局部伸びと均一伸びがそれぞれ極大になる強度水準は一致せず, 均一伸びでは低温時効組織を主体とする析出段階であるのに対し, 局部伸びでは高温時効組織寄りの析出段階である. この差がどのような意味を持つかは, 後で考察する.

つぎに, 絞りと0.2%耐力の関係を求め Fig. 6 に示した. 強度上昇に伴って絞りは単調に減少するが, 過時効組織ではいくぶん低めになる傾向がある. さらに, Ti を添加した K29 の絞りのほうが K28 よりも若干優れている.

3.1.3 破面観察

引張試験の巨視的破面は, 典型的なカップ・コン状を呈する. そのノーマル・ラプチャー部の走査電顕による観察結果を Photo. 1 に示した, 425°C × 10 min は低温時効, 525°C × 10, 100 min は高温時効, 1 000 min は過時効組織の破面である. これらはいずれもディンプル破壊で, 比較的大きなディンプルとやや細かいディンプルの混在した破面である. 大きなディンプルの中には介在物などの大きな第2相が認められるものが多い. 低温時効組織と高温時効組織ではディンプルの大きさ, 分布にほとんど差異はないが, 強度上昇に伴いディンプルの大きさが均一になる傾向がある. それに対し, 過時効組織ではディンプルが著しく細くなり, しかも(f)に拡大して示したように, 極端に大きさの異なるディンプルの混在した破面になる. この破面は, 破壊の初期に介在物などで形成されたボイドがせん断によつて成長して行くのではなく, 小さなボイドの連結によつて破断することおよびボイドの核発生がきわめて容易であることを示唆している¹²⁾.

次に, シャー・リップ部の観察結果を Photo. 2 に示

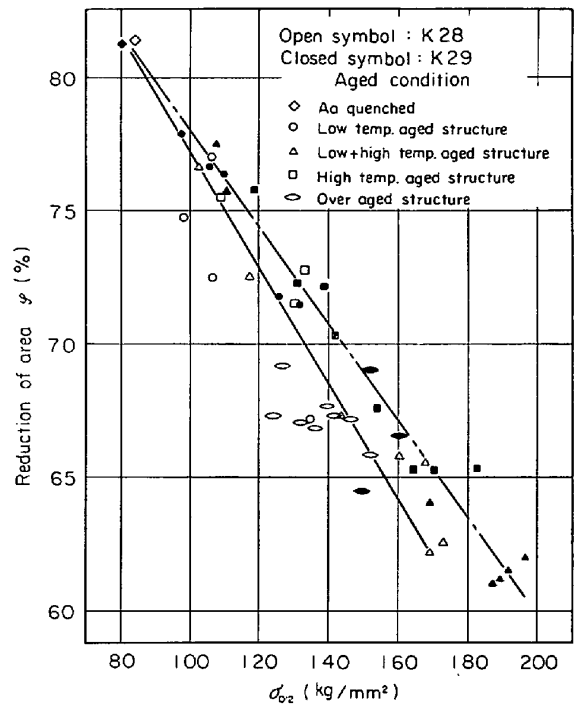


Fig. 6. Effect of yield strength and maraged structure on reduction of area.

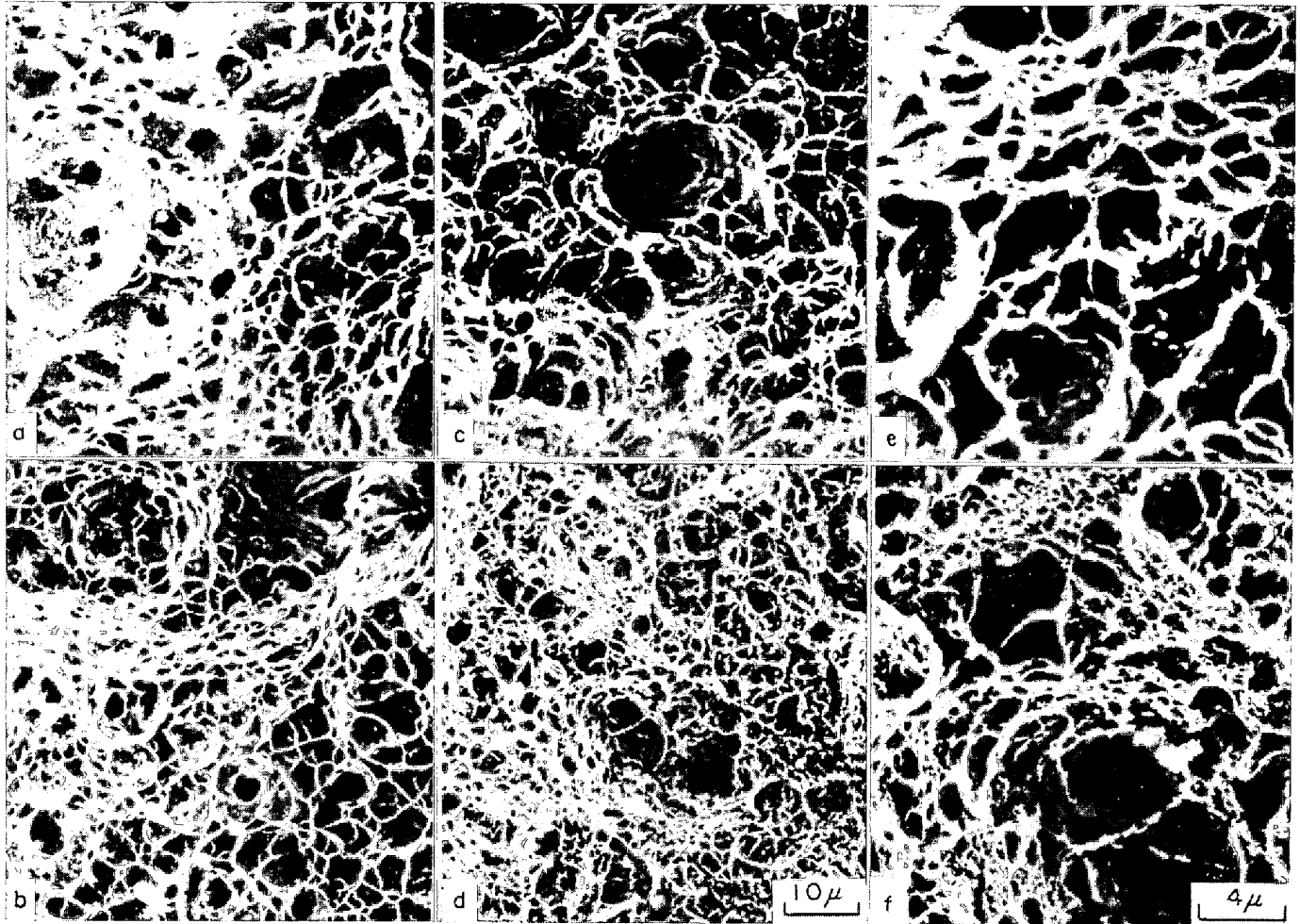
した. シャー・リップ部では, ノーマル・ラプチャー部に比較してディンプルの大きさが小さくなるとともに, 均一になる. とくに, 過時効組織では著しく細くなる特徴がある. このようにシャー・リップ部では, ノーマル・ラプチャーよりも, ボイドの核発生能の差をより明りょうに表現する傾向がある¹²⁾と思われる.

3.2 引張特性におよぼすオーステナイト結晶粒度の影響

3.2.1 引張特性

引張特性におよぼす γ 粒径の影響を直観的に示すため荷重-伸び曲線の代表例を Fig. 7 に示した. この図から明らかのように, γ 粒径が変化しても荷重-伸び曲線は均一伸びの段階まではほとんど変わらず, 局部伸びが進行する段階で大きく変化する.

まず, 0.2%耐力と γ 粒径の関係を Fig. 8 に Petch の関係を用いて示した. この結果を説明する前に, 475°Cでの時効硬さが γ 粒径によつてどのように変化するかを説明しておく必要がある. K28 では時効硬さはすべての時効時間でほとんど γ 粒径に依存しない. それに対し K29 では, 10~1 000 min にかけて γ 粒径が小さいほど時効硬さがいくぶん高めになる現象が生じている. すなわち, この範囲では強度に対し純粋な γ 粒度依存性による効果のほかに, γ 粒径を変えるための熱処理の差異による時効中の析出挙動を変えるような付加的効果が生じたものと考えられる. そのため, Fig. 8 の 10, 100



a) 425°C×10min, b), e) 525°C×10min, c) 525°C×100min, d), f) 525°C×1000min

Photo. 1. Scanning electron microfractographs in normal rupture region, showing the effect of aged conditions.

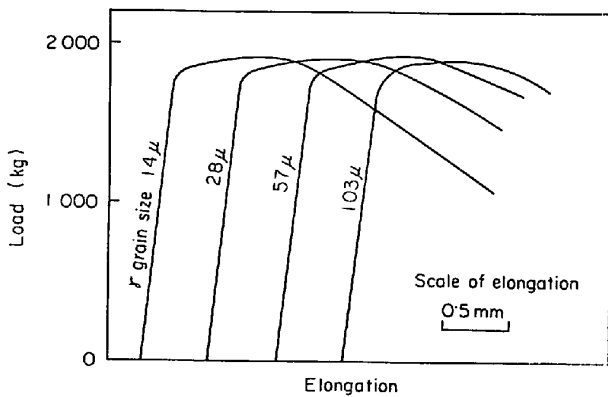


Fig. 7. Typical load-elongation curves, which show the effect of the prior austenite grain size.

1000 min 時効の場合のように、 $\sigma_{0.2}$ は大きな γ 粒度依存性を見かけ上示すものと思われる。このような特殊な場合を除いて、一般的には $\sigma_{0.2}$ の γ 粒度依存性は小さく、Petch の関係における k_{γ} は 1~1.2 である。しかも、 k_{γ} は時効時間の増加に伴って減少する傾向がある。これらの点は、後で考察する。

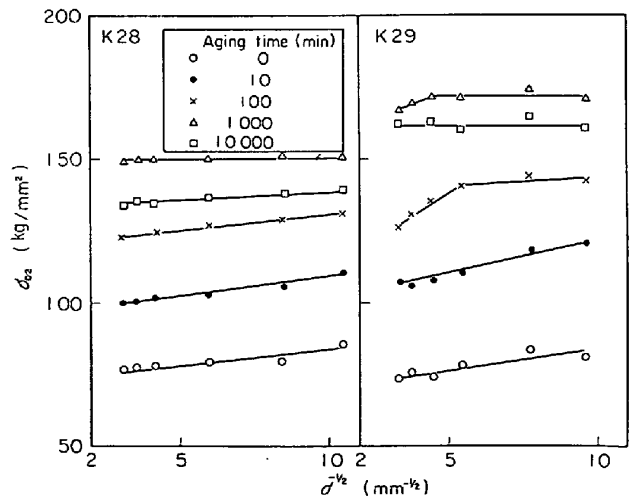
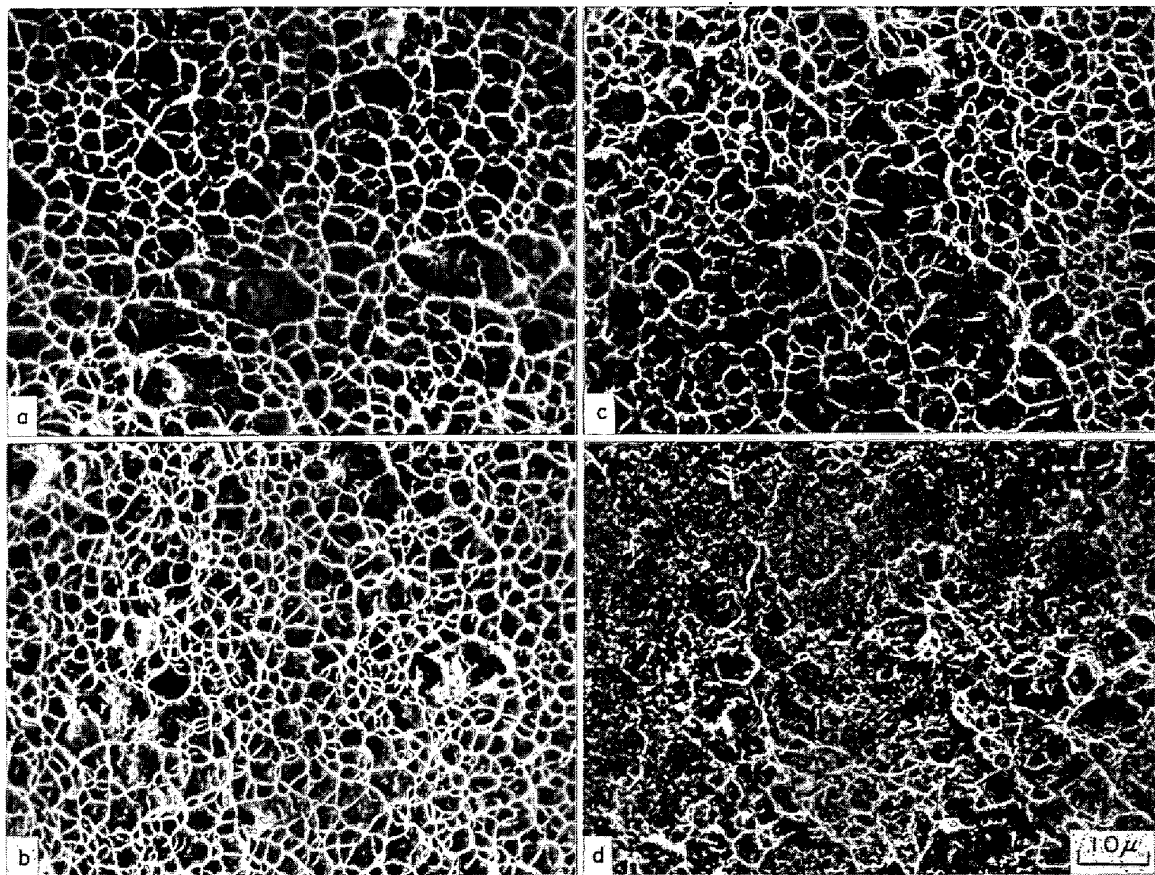


Fig. 8. The relationship between yield strength and the prior austenite grain size after different aging time at 475°C.

つぎに、均一伸びと局部伸びにおよぼす γ 粒径の影響を Fig. 9, 10 に示した。その場合、Fig. 5 に示したように伸びは時効初期に $\sigma_{0.2}$ に大きく依存し、一方 Fig.



a) 425°C×10min, b) 525°C×10min, c) 525°C×100min, d) 525°C×1000min

Photo. 2. Scanning electron microfractographs in shear lip region, showing the effect of aged conditions.

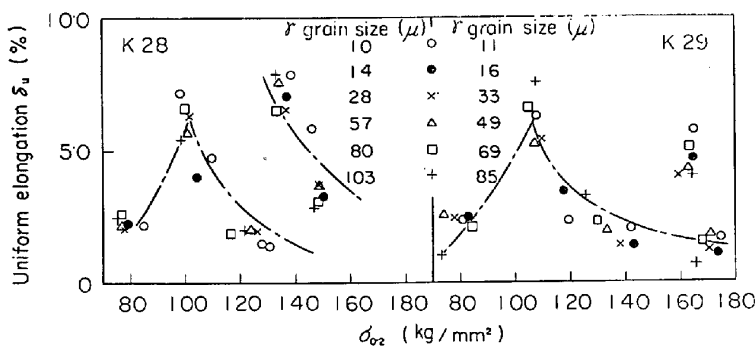


Fig. 9. Effect of yield strength and the prior austenite grain size on uniform elongation.

8に示したように $\sigma_{0.2}$ は γ 粒径と相関があるため、Fig. 9, 10 においては伸びと $\sigma_{0.2}$ の関係図中で γ 粒径の影響を示した。均一伸びは時効の進行に伴ってFig. 5に示した傾向と同様な変化を示し、しかも γ 粒径にはほとんど依存しない。それに対し、局部伸びは明りような γ 粒度依存性を示し、しかもその依存性は K 28 のほうが著しい。また、Fig. 5にも示したように細粒の場合には時効初期に局部伸びが増加する現象が生じるが、 γ 粒径が大きくなるとこの現象が認められなくなる。Fig. 10

は時効の進展による局部伸びと $\sigma_{0.2}$ の推移を線図に示したものであるが、10 000 min 時効の過時効組織では 1 000 min 時効の場合より強度が低下しているにもかかわらず、局部伸びはむしろ減少し、 γ 粒度依存性も非常に大きくなっている。最後に、絞りと γ 粒径との関係をFig. 11に示した。絞りは局部伸びときわめて類似した γ 粒度依存性を示す。この図から明らかのように、時効時間が長く、強度が上昇するに伴い、 γ 粒径粗大化による絞り低下の傾向が大きくなり、とくに 10 000 min 時効した過時効組織ではその傾向が著しい。Fig. 12は全試料の絞りと局部伸びの関係を示したものであるが、両者間には直線的な相関がある。しかし、絞りが大きいところでこの相関から外れ、局部伸びが大きくなる点はいくつか存在する。これらの実験点は、Fig. 5において局部伸びが極大になる近傍の実験点であり、この現象は逆にその時効状態における局部伸びの増加が異常に高いことを示唆している。

3.2.2 破面観察
475°C, 1 000 min 時効した高温時効組織材のノーマ

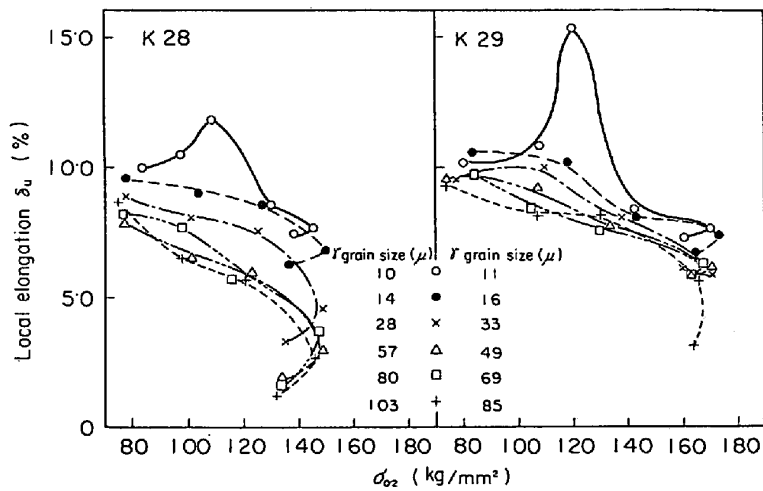


Fig. 10. Effect of yield strength and the prior austenite grain size on local elongation.

ル・ラプチャー部の走査電顕による観察結果を Photo. 3 に示した。細粒のときには Photo. 1 に示したと同様な典型的なディンプル破壊であるが、粗粒になると前オーステナイト粒界に沿ったディンプル破壊になる。しかもディンプル破壊が粒界に沿って伝播する傾向は、 γ 粒径が大きくなるほどおよび K 29 よりも K 28 で顕著になる。

つぎに、過時効組織の 475°C, 10 000 min 時効材の破面を Photo. 4 に示した。この破面も、粗粒になるに伴い粒界に沿ったディンプル破壊になる傾向があるが、1 000 min 時効材と比較すると脆性的な粒界破断面も部分的に認められるようになる。しかも、その割合は粗粒になるほど、また K 29 より K 28 で多くなる。

このような粒界に沿ったディンプル破壊および脆性的粒界破壊の生成傾向は、絞り、局部伸びの減少傾向とき

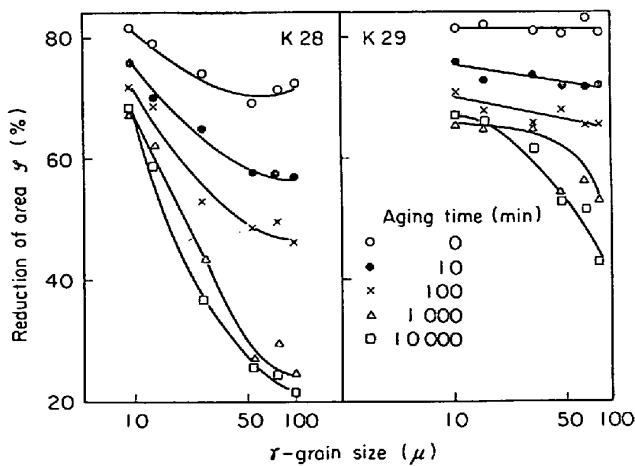


Fig. 11. The relationship between reduction of area and the prior austenite grain size after different aging time at 475°C.

わめてよく対応している。たとえば、過時効組織で絞りが大きく減少し、 γ 粒度依存性が増大するのは、明らかに粒界破壊が促進されるためである。それに対し、焼入れ状態ではいずれの γ 粒径でも完全な粒内ディンプル破壊であるため、Fig. 11 に示したように絞りはほとんど γ 粒度依存性を示さない。

3.2.3 組織

Photo. 5 に焼入れ状態の金相顕微鏡組織を示した。いずれの粒径でも典型的なラス・マルテンサイト組織であり、 γ 粒径の粗大化に伴いパッケージ粒径も大きくなる。しかしラス粒径は、Photo. 6 に示すように、 γ 粒径が大きくなつてもほとんど増大しない。また、Photo. 5 に示されているように、Ti 添加の有無により粒界での点状析出物の生成傾向に差異がある。Ti を添加した K 29 では前 γ 粒界が非常に腐食されがたいのに対し、K 28 では粒界に点状析出物が生成している関係もあり前 γ 粒界の輪郭が明りようになる。

過時効組織では析出相が粗大化するとともに、おもに前 γ 粒界、ラス境界に逆変態 γ 相が片状に析出する。時効がさらに進行するとラス内部にも γ 相が析出してくる。

4. 考 察

組織変化に伴う引張延性変化の特徴を列記すると次のとおりになる。

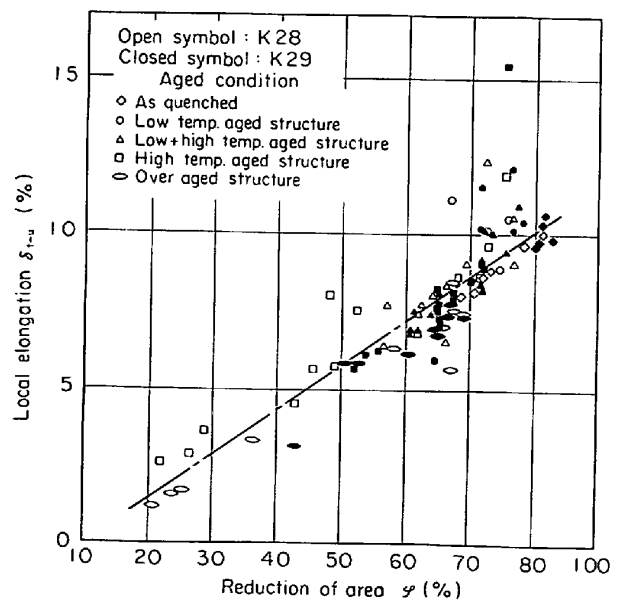


Fig. 12. The relationship between local elongation and reduction of area for all specimens.

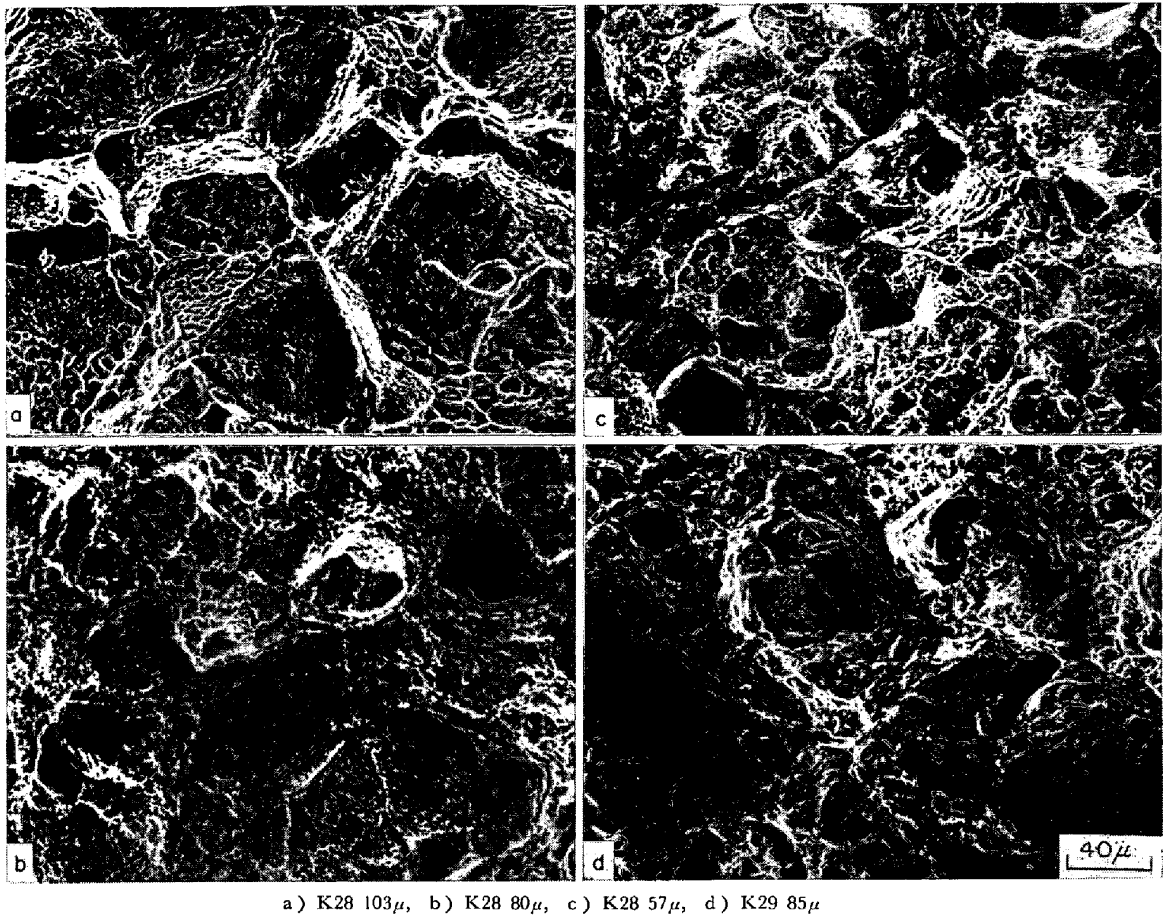


Photo. 3. Scanning electron microfractographs in normal rupture region of specimens aged for 1000min at 475°C, showing the effect of the prior austenite grain size and titanium addition.

- (1) 焼入れ状態では均一伸びが非常に小さく、
- (2) 時効初期に均一伸びおよび局部伸びが増大し、
- (3) 過時効状態では均一伸びが著しく大きくなり、
- (4) 過時効状態では局部伸び、絞りがいくぶん小さくなる、ことである。

均一伸びの意味するところをまず述べると、周知のように、真応力と真歪の関係が $\sigma = Ke^n$ で表わされるとき真歪での均一伸びは n と等しくなる。われわれは公称歪を求めているが、歪量が 10% 以下では両者はほぼ等しい。ところで、加工硬化指数 n の持つ意味¹³⁾は現在の強さに対してさらにどれほどの割合で材料が加工硬化するかということである。したがって、塑性変形による加工硬化と断面収縮による荷重低下のバランスが破れると変形の均一性が保てなくなる。しかし、変形の均一性を保つにはこの加工硬化性のほかに、変形応力の歪速度依存性をも考慮する必要がある¹³⁾¹⁴⁾。すなわち、くびれが発生しても変形応力の歪速度依存性が大きければ、くびれ部での変形応力が増加し、くびれが進行せず、変形の均一性が保持される。

焼入れ状態で均一伸びが非常に小さいのは、上述の二条件のほかに転位密度が高く、しかも比較的均一に分布していることが関与している。すなわち初期可動転位密度が高く、しかも体心立方金属の特性として交差迂りが生じやすいため、加工硬化が早期に飽和しやすいものと思われる。また、Fe-Ni マルテンサイトでは変形応力の歪速度依存性が小さいことが明らかにされている¹⁵⁾。

焼入れ状態での小さな均一伸びが時効初期に増大するのは、塑性変形挙動の違いに由来すると思われる。低温時効組織では Mo rich zone が形成されており、また Fig. 3 の低温時効と高温時効の直線のくい違いが時効初期には小さいことから示唆される⁹⁾ように、高温時効の初期段階にも同様な zone が形成されている可能性が高い。この析出段階では、変形に際し転位は析出相を切断して進行する⁵⁾¹⁶⁾¹⁷⁾と思われる。一たび転位が切断した面上では析出相の断面積が減少するため、せん断抵抗が減少し、迂りが特定の面上に集中し¹⁶⁾やすく、結果的に交差迂りを困難にすると思われる、そのため加工硬化が早期に飽和するのを抑制すると推察される。また、Fig. 5

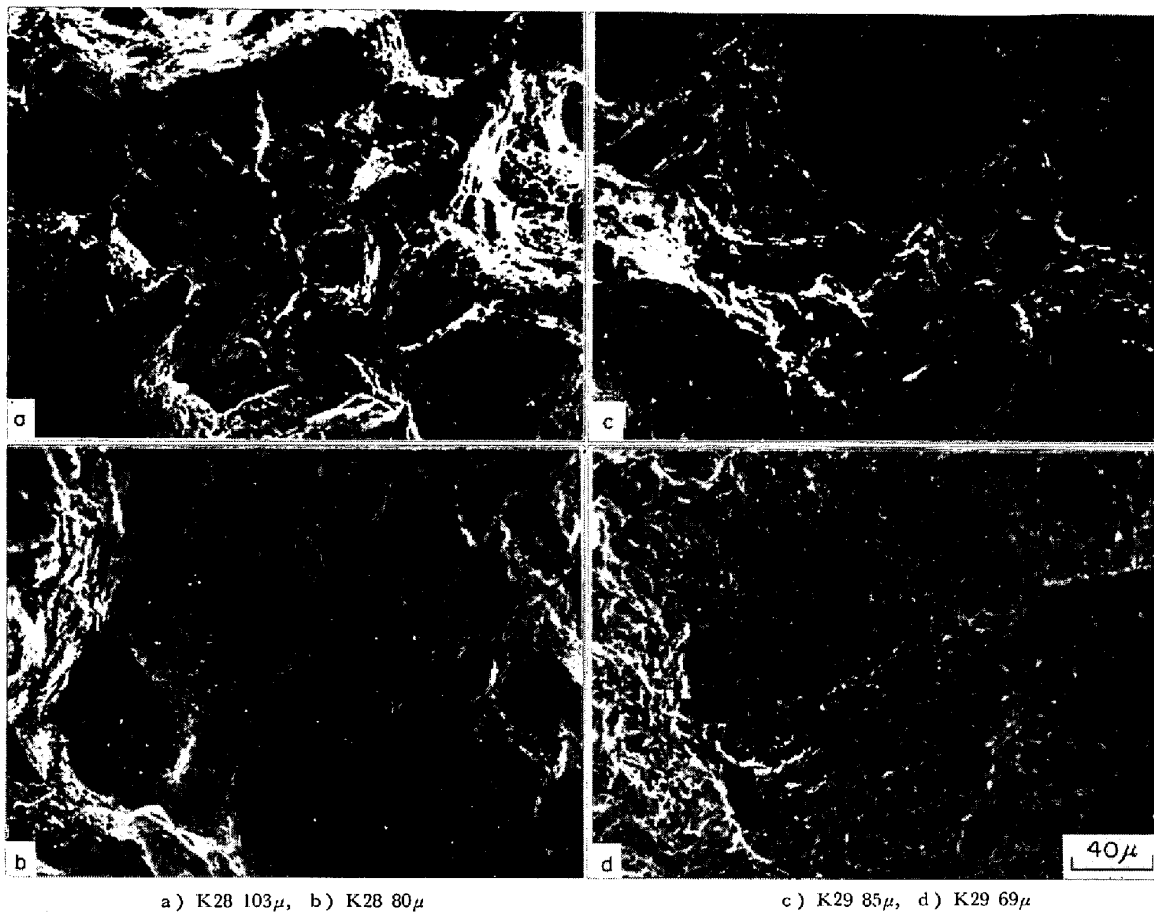


Photo. 4. Scanning electron microfractographs in normal rupture region of specimens aged for 10 000 min at 475°C, showing the effect of the prior austenite grain size and titanium addition.

に示したように、この均一伸びの増加が低温時効組織のみに特有でないのは、先に述べたように高温時効組織の初期段階にも基質と整合性を有する相が析出している可能性があるためであろう。

一方、このような変形挙動では迂りが局在し、応力集中の原因になりやすい¹⁰⁾。この効果が局部伸びのやや異なる傾向と関連してくると思われる。Fig. 5, 10 ならびに 11 に示したように局部伸びも時効初期に極大になるが、1) 極大が均一伸びの場合よりやや高強度側、すなわち応力集中が生じがたくなる塑性挙動の方向に移行し、2) 細粒のときのみ生じ、3) 絞りに含まれなく現われず、の3つの特異現象がある。局部伸びの極大に対応した現象が絞りに現われずは、破断部の径が細くなり結果的にくびれ部での伸びが大きくなるのではなく、いわばくびれ部での均一伸びが大きくなることを意味している。しかも、絞りと局部伸びとは均一伸びとは異なり、破壊特性を表現する度合の強い特性値である。したがって、これらの3つの特異現象は、くびれ部での変形が進行する可能性が残されているにもかかわらず

ず、亀裂の進展によりその変形がつぶされてしまう現象が起こらない場合には、くびれ部での伸びが加工硬化性の改善により増大する可能性があることを意味していると推察される。

つぎに過時効組織の影響について考察する。この組織状態で均一伸びが増大するのは、大きく成長した析出相と逆変態 γ 相とにより加工硬化性が増大するためであろう。そのうち、 γ 相が加工硬化性を高める機構は、積層欠陥エネルギーが低いため交差迂りが生じがたい本質的効果と、変態誘起塑性による効果の2つの機構が考えられる。しかし、拡散反応で生成した逆変態 γ 相は著しく安定で、常温での変形に際してはマルテンサイトに変態しないことが確かめられたので、後者の機構は寄与していないと思われる。一方、過時効組織では局部伸び、絞りが減少し、しかも γ 粒径が大きいほどその傾向が著しくなるのは、破面観察から明りようように、ボイドの核発生源が増加するとともに、粒界破壊が促進されるためであろう。この現象に対する γ 相の役割は、 γ 相自体は基質に比べて軟かい相ではあるが、基質と著しく塑性

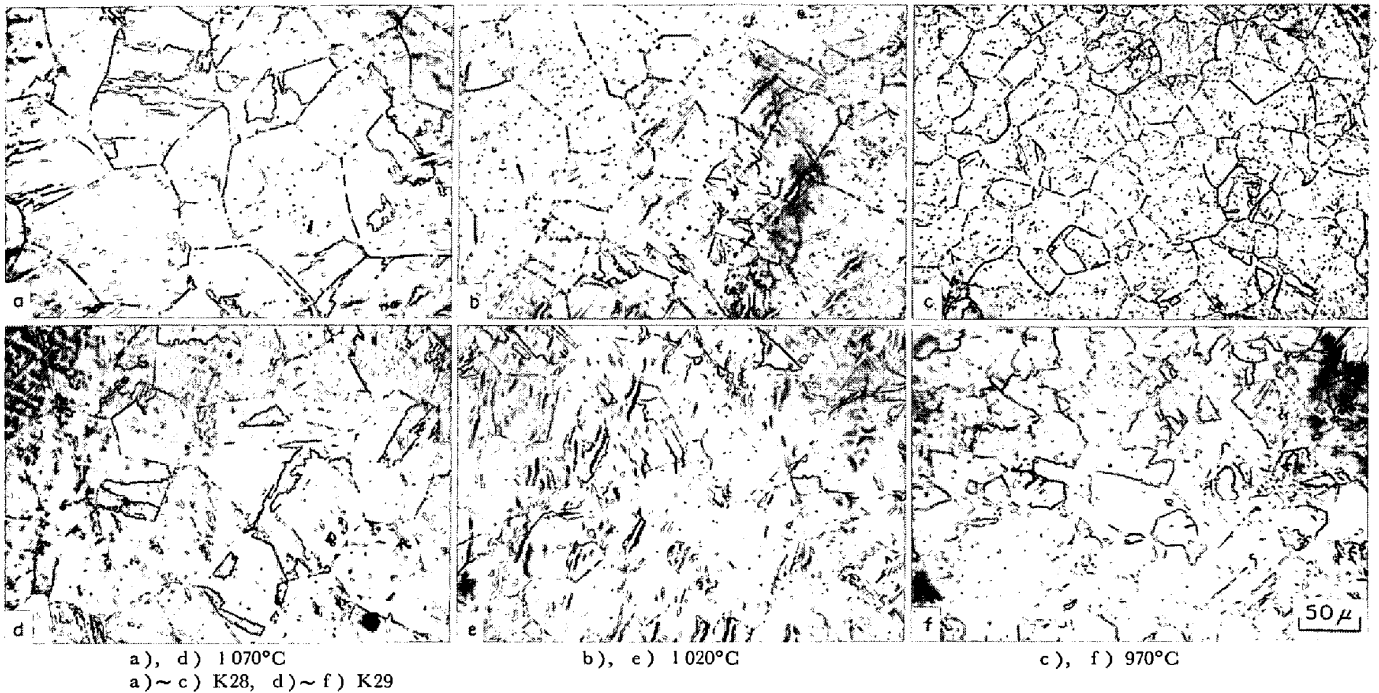


Photo. 5. Optical micrographs of microstructure in as quenched condition, showing the effect of quenching temperature on the prior austenite grain size.

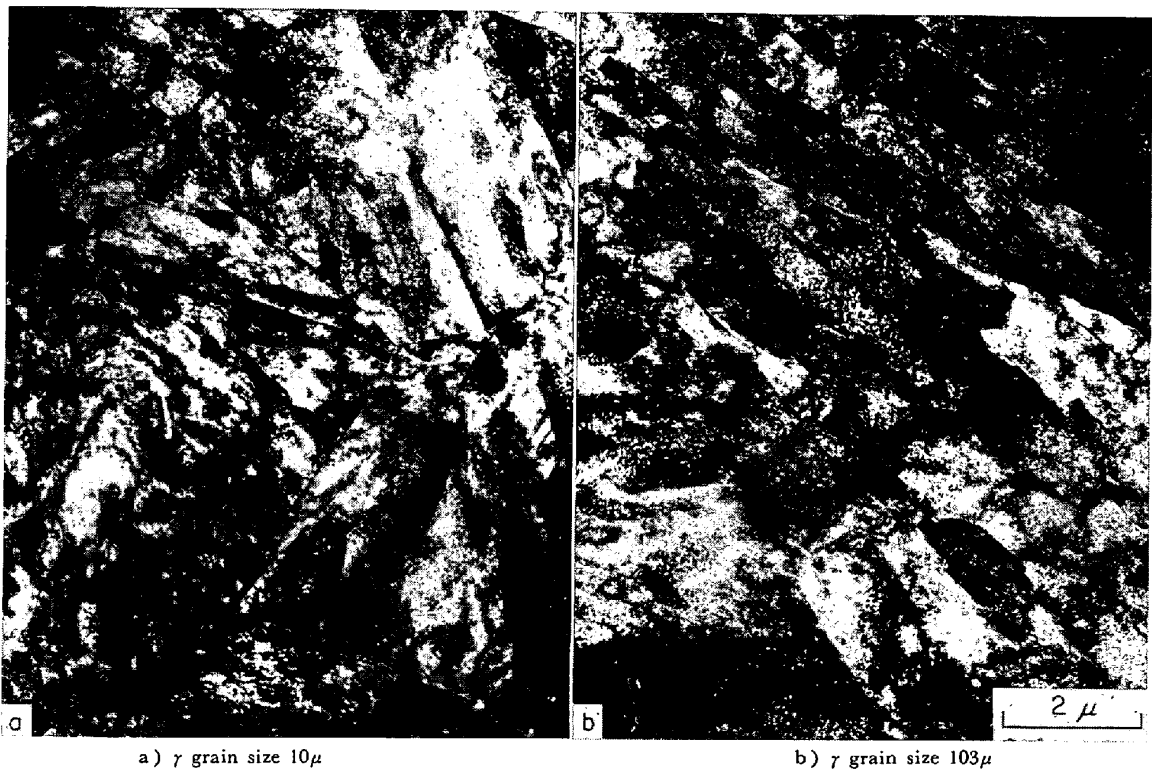


Photo. 6. Transmission electron micrographs of K28 after an aging for 1 000 min at 475°C, showing the effect of the prior austenite grain size on lath structure.

挙動が異なるため、応力集中源となり、ボイドの核発生を容易にし、さらに γ 相はおもに前 γ 粒界やラス境界に優先析出するため、粒界の結合力を下げ、粒界破壊を促進すると思われる。

Ti の添加が局部伸びおよび絞りの改善に効果があるのは、上述したような悪影響を及ぼす γ 相の生成を抑制するためであろう。そのほか、Photo. 5 に示したように、粒界での点状析出相の生成を抑制する効果も寄与し

ているであろう。いずれにせよ、Ti の効果は前 γ 粒界での破壊を抑制する作用に関連するものである。その場合、ラス・マルテンサイト組織における粒界破壊で、なぜ前 γ 粒界でのみ破壊し、結晶学的には同じ大傾角境界のパケット境界で破壊しないのかという問題がある。これは前 γ 粒界では焼入れ温度に保持、冷却する間に不純元素の粒界偏析と粒界点状析出相の生成するため、パケット境界より脆弱となり、応力緩和能力が劣るためである。

最後に降伏強さの γ 粒度依存性について考察する。ラス・マルテンサイト組織では前 γ 粒徑を用いて Petch の関係を求めると、 k_y がフェライト鋼などに認められている 2~2.5 の値よりもかなり小さくなる。この現象は 1 つのオーステナイト粒がマルテンサイトに変態する際大傾角境界で分割されたいくつかのパケットに分かれ、また 1 つのパケットはその間が小傾角か双晶関係にあるいくつかのラスに分割される¹⁸⁾ためと考えられている。すなわち、 γ 粒徑ではなく、 γ 粒界と同様に転位の運動を阻止し、新しく発生させる微細組織の粒徑を用いるならば、フェライト鋼と同程度の k_y で Petch の関係が満足されると考えられる。事実、ROBERTS¹⁹⁾ は Fe-Mn 合金のラス・マルテンサイト組織においてパケット粒徑を用いると Petch の関係がきわめてよく成立することを報告している。その際、 γ 粒徑とパケット粒徑の間には相関があることを示している。この相関が 18Ni マルエージ鋼にも成立すると仮定して k_y を求めると、 γ 粒徑を用いたときの 1.2 から 1.7 にまで増加する。したがって、マルテンサイト組織における強度の粒度依存性を明らかにするためには、粒度依存性を表現しうる微細組織の単位をまず明確にすることが今後の残された課題である。

一方、時効の進行に伴い k_y は減少している。しかしこの k_y の減少が本質的なものか、単に見かけ上のものをこの実験結果のみでは明らかにすることはできない。なぜなら Petch の関係式 $\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$ において、 γ 粒徑が異なる場合も時効を行なった状態で σ_0 が変化しないことと、 d が時効中に変化しないことを確認していないからである。したがって、時効材の強度の粒度依存性を明らかにするには、上述した微細組織の単位を明らかにすることのほかに、各強化機構の寄与を明りように分離することが必要である。

5. 結 言

18Ni マルエージ鋼の引張特性におよぼす時効組織、オーステナイト結晶粒度および Ti の影響を検討した。

その結果をまとめると次のようになる。

1) 時効硬化曲線のアレニウス・プロットから、時効中に低温時効、低温時効と高温時効、高温時効、過時効組織がそれぞれ存在する温度、時間領域を求め、析出段階と引張特性の対応性を検討した。

2) 降伏強さは時効硬さと強い相関があり、 $\sigma_{0.2} = 0.39H_v - 39$ の実験式が成立する。降伏強さの γ 粒度依存性は小さく、しかも時効の進行に伴い一層小さくなる傾向がある。

3) 均一伸びは焼入れ状態では非常に小さく、時効初期に極大となり、その後時効の進行に伴い減少し、過時効状態になると再び大きく増大する。また均一伸びはほとんど γ 粒徑に依存しない。

時効初期と過時効状態で均一伸びが増大するのは、それぞれ塑性変形挙動の違いと γ 相の生成により加工硬化性が増大するためである。

4) 局部伸びも時効初期に若干増加し、その後時効の進行に伴い減少する。しかし、局部伸びは過時効状態では増加せず、むしろ若干小さくなる傾向がある。

5) 絞りは時効の進行に伴い単調に減少し、過時効状態ではいくぶん小さくなる。絞りは局部伸びと強い相関がある。

6) 局部伸びと絞りは γ 粒徑の粗大化に伴って減少する。この傾向は時効過程が進行するほど、また Ti を添加してない鋼のほうが著しい。

7) 局部伸びと絞りが過時効状態および γ 粒徑の粗大化に伴い減少するのは、ボイドの核発生源が増加するのと前 γ 粒界に沿った破壊が促進されるためである。

8) Ti の添加が局部伸びと絞りを改善するのは、前 γ 粒界での破壊を抑制する機能による。

本稿を作成するにあたり有益な討論をいただいた金属材料技術研究所、中沢興三博士に深く感謝いたします。

文 献

- 1) たとえば集録として、S. FLOREEN: Metallurgical reviews, 55(1968), p. 106
- 2) たとえば集録として、鈴木: 日本金属学会会報, 11(1972), p. 649
- 3) E. HORNBOGEN: Trans. ASM, 57(1964), p. 120
- 4) 根本: 鉄と鋼, 56(1970), S 300
- 5) 田中, 山本: “鋼の強靱性”, p. 195, (1971), (Climax Molybdenum)
- 6) D. R. SQUIRES and E. A. WILSON: Met. Trans., 3(1972), p. 575
- 7) 河部, 金尾, 中野: 鉄と鋼, 56(1970), p. S 559
- 8) D. T. PETERS and C. R. CUPP: Trans. AIME, 236(1966), p. 1420
- 9) 添野, 黒田: 鉄と鋼, 55(1969), p. 1243

- 10) *D. T. PETERS*: Trans. AIME, 239 (1967), p. 1981
- 11) *D. T. PETERS*: Trans. ASM, 61 (1968), p. 62
- 12) *L. ROERSCH* and *G. HENRY*: Electron microfractography, p. 3 (1969) ASTM STP No 453
- 13) 木原: “第9回材料強度に関する討論会資料”, p. 131 (1972), (日本材料学会)
- 14) *T. TAKEUCHI*: Jap. J. Appl. Phys., 6 (1967), p. 156
- 15) *S. FLOREEN*: Trans. Met. Soc. AIME, 230 p. 842
- 16) *E. HORNBOKEN*: Proceedings ICSTIS, Suppl. Trans. ISIJ, Part II, (1971), p. 997
- 17) *A. FUJII*, *N. NEMOTO*, *H. SUTO*, and *K. MOMMA*: Trans. JIM, Suppl., 9 (1968), p. 374
- 18) *J. M. MARDER* and *A. R. MARDER*: Trans. ASM, 62 (1969), p. 1
- 19) *M. J. ROBERTS*: Met. Trans., 1 (1970), p. 3287