

## 論 文

UDC 669.14.018.41 : 669.15'24-194 : 621.785.796

6%Ni 鋼の低温靱性に及ぼす  $\alpha$ - $\gamma$ 2 相共存域熱処理の影響\*

矢野清之助\*\* · 桜井 浩\*\*\* · 三村 宏\*\*\*\*  
 脇田 信雄\*\*\* · 小沢 勉\*\*\* · 青木 宏\*\*\*\*\*

## Effect of Heat Treatment in the Ferrite-Austenite Region on Notch Toughness of 6% Nickel Steel

Seinosuke YANO, Hiroshi SAKURAI, Hisoshi MIMURA,  
 Nobuo WAKITA, Tsutomu OZAWA, and Koichi AOKI

## Synopsis:

In order to improve the low temperature toughness of a newly developed 6% Ni steel, a new process of the heat treatment has been studied. By this new heat treatment, the steel is partially austenitized at the temperature range of the ferrite-austenite region and is quenched. When this special heat treatment is added between the conventional process of quenching and tempering, the low temperature toughness of nickel bearing steels is remarkably improved.

The reasons why this special heat treatment remarkably improves the low temperature toughness are as follows. Firstly, a large amount of finely dispersed austenite islands, which are stable at a low temperature as  $-196^{\circ}\text{C}$ , are formed by adding this heat treatment before tempering. These stable austenite islands act as a shock absorber and provides a resisting force against the propagation of brittle fracture. Secondly, temper brittleness is depressed since the embrittled prior austenite boundaries are covered by tempered martensite which is formed by this new process. Thirdly, the ductility of ferrite matrix is improved through the scavenging effect due to the formation of austenite during this heat treatment.

(Received July 8, 1972)

## 1. 序 論

近年石油化学工業の発展に伴い、その主原料である液化石油ガス (LPG) または液化天然ガス (LNG) の需要が急増し、また最近では大気汚染を防ぐ意味からも、硫黄分の少ないエネルギー源として LNG の利用が望まれている。

これまでは、これらの液化ガスの輸送船、貯蔵用陸上タンクなどの材料として 9%Ni 鋼などが用いられてきたが価格などの点で問題があり、経済的かつ安全な新鋼種の開発が望まれていた。この要求に応えるために、われわれの一部は Ni 含有量を 6% にまで減らした新しい低温用 Ni 鋼を開発した<sup>1)2)</sup>。この開発は 9%Ni 鋼に関する研究結果<sup>3)4)</sup>を基礎として行なわれたのであるが、その基本的な考え方は次のとおりであった。

(1) 微細な焼もどし組織を得るために、Ni の減少を Mn の増量で補ない、焼入れ性を上げ、 $A_{c1}$  変態点を下げる。

(2) Mn の増量による焼もどし脆化感受性の増大を 0.2% の Mo を添加することによつて抑制する。

(3) 同時に Mo のその他の効果—組織の微細化、析出オーステナイトの安定化—を利用する。

このようにして Mn と Mo とを適量添加することによつて新しい低温用 6%Ni 鋼が得られた。しかしこの鋼も通常の焼入れ焼もどし処理 (QT) では、9%Ni 鋼にくらべて焼もどし温度幅がかなり狭く、また最適焼もどし温度が成分元素または微量不純物元素のわずかな変動によつてずれるので、実際に工業的規模で生産するのは困難である。そこでわれわれは引続き熱処理の面からこの解決をはかることにした。

以前 9%Ni 鋼についての報告<sup>3)</sup>の中で、焼もどし温

\* 昭和 46 年 4 月本会講演大会にて発表  
 昭和 47 年 7 月 8 日受付

\*\* 新日本製鉄(株)八幡製鉄所

\*\*\* 新日本製鉄(株)基礎研究所

\*\*\*\* 新日本製鉄(株)製品技術研究所 工博

\*\*\*\*\* 新日本製鉄(株)八幡製鉄所 工博

Table 1. Chemical compositions of steels (wt %).

No	Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo	Al	N	O
1	4 MO	0.091	0.25	0.41	0.003	0.007	5.48	0.20	0.015	0.0020	0.0010
2	8 MO	0.082	0.22	0.70	<0.003	0.006	5.80	0.17	0.014	0.0020	0.0037
3	11 MO	0.098	0.24	1.08	0.003	0.004	5.96	0.21	0.038	0.0015	<0.0010

Ingot vacuum melt 20 kg  
 Hot rolling  
 13 mm thick for Charpy and tensile test  
 16 mm thick for prestraining test  
 Rough machining  
 11×11×55 mm for Charpy and tensile test  
 15×15×220 mm for prestraining test  
 Heat treatment  
 Machining

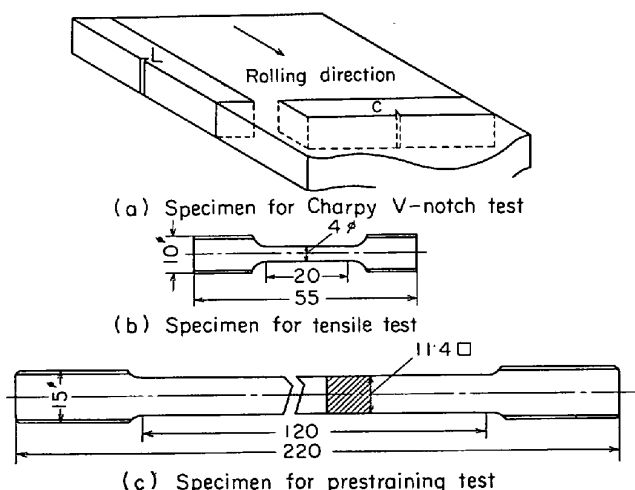


Fig. 1. Procedure for preparations and shapes of specimens.

度が 550°C (最適温度) 以上になると -196°C での衝撃値は急激に低下するが、650°C を過ぎるとふたたび上昇傾向を示し、これは  $A_{c3}$  直下で全面に生成した微細なオーステナイトが変態して生じた細かいマルテンサイトの靱性によるものであろうという点にふれておいた。したがってこのような微細なマルテンサイト組織をもう一度焼もどせば、微細なマルテンサイトからふたたびオーステナイトが生成し、さらに一層の組織の微細化、析出オーステナイトの安定化がはかれる可能性がある。本論文はこのような観点から出発して開発された新熱処理法<sup>5)6)</sup>に関するものである。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料

試料は電解鉄、電解ニッケルなどを素材として 20 kg 真空溶解炉で溶製したものでその成分は Table 1 に示すとおりである。これらの鋼塊を熱間圧延後荒研削し 11×

11×55 mm の試片を切出し熱処理に供した。オーステナイト化処理および  $\alpha$ - $\gamma$ 2 相共存域熱処理は真空中で、焼もどし処理は塩浴中で行なつて雰囲気の影響をできるだけ避けるようにした。手順の概略を Fig. 1 に示す。

### 2.2 衝撃試験および引張試験

熱処理後の試片より JIS 4 号の 2 mm V ノッチシャルピ衝撃試験片を切出して種々の温度で衝撃試験を行なつた。また引張試験片も同じ熱処理後の試片より切出した。Fig. 1 にその形状を示す。同図中に予歪試験片も示したが、これに室温または液体窒素中で 5% の塑性歪を与え、衝撃試験片を 2 個切出して試験に供した。方法の詳細は文献 4 に示したとおりである。

### 2.3 組織観察および破面観察

熱処理の各段階での組織を光学顕微鏡、電子顕微鏡によるレプリカ法および薄膜直接観察によつて行ない、また衝撃破断後の破面をレプリカ法で観察した。

### 2.4 残留オーステナイト量の定量

熱処理後室温まで冷却した試料または液体窒素中に浸漬した試料を用いて室温または -196°C で安定に存在しうる残留オーステナイト量を X 線回折によつて求めた。方法の詳細は文献 7 に記したとおりである。

## 3. 実験結果

### 3.1 衝撃値の焼もどし温度依存性と微視組織との関係

緒言で述べた考えに従い、微細なマルテンサイト組織をいろいろに変える意味で  $A_{c1}$ ~ $A_{c3}$  間 ( $\alpha$ - $\gamma$ 2 相共存域) に加熱冷却する処理 (以下 L 処理と略記する) を焼もどし処理の前に加えて -196°C での衝撃値の焼もどし温度による変化を調べた。通常の焼入れ焼もどし材 (以下 QT 材と略記する) と、焼もどしの前に L 処理を加えた QLT 材の衝撃値を比較して Fig. 2 に示す。L 処理の温度 (L 温度) は 640°C, 670°C, 700°C に変えた。この図から L 温度が 670°C のときに最も靱性の向上が著しく、500°C から 625°C の広い焼もどし温度範囲にわたつて -196°C での衝撃値が 19 kg m 以上を示し、9%Ni 鋼<sup>9)</sup> よりもすぐれた靱性を示すことがわかる。L 温度が 640°C の場合にはこの L 処理効果 (L 処理による靱性向上) はそれほど大きくなく、また L 温度が 700°C の場合には、効果は著しいが焼もど

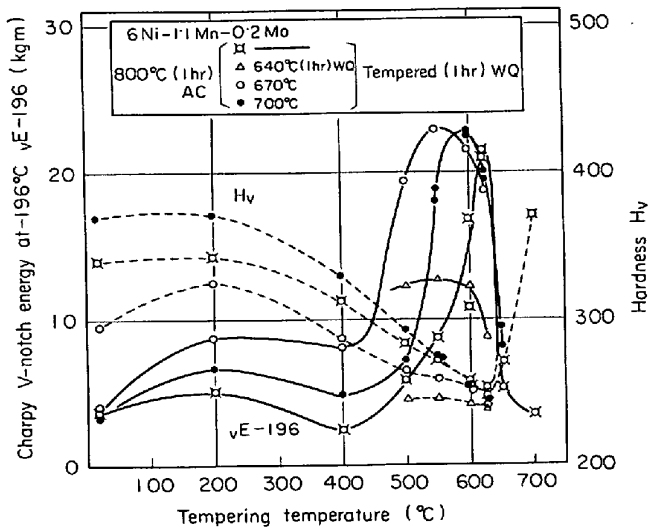


Fig. 2. Effect of L-temperature and tempering temperature on the Charpy V-notch energy at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

し温度幅がやや狭くなり  $550\sim 625^{\circ}\text{C}$  の範囲で 18 kg 以上を示す。以上は L 方向試験片についての結果であるが C 方向試験片についても Fig. 3 に示すように大きな L 処理効果が得られる。

なお予歪による靱性低下が小さいことも L 処理効果の一つである。室温または液体窒素温度で 5% の引張塑性歪を与えて衝撃遷移温度の変化を見ると、QLT 材では  $-196^{\circ}\text{C}$  の試験温度までではほとんど変化が見られないのに対して QT 材ではかなり脆化し、 $30^{\circ}\text{C}$  以上の遷移温度の上昇が見られる (Fig. 4)。

Photo. 1 に QT 材のレプリカ組織を示す。最適焼も

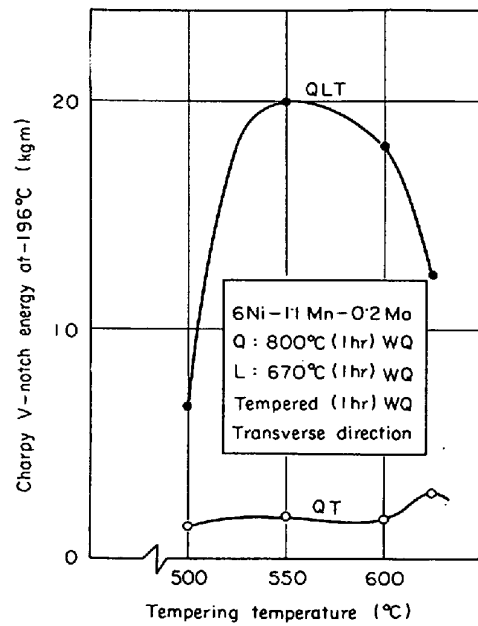


Fig. 3. Effect of L-heat treatment on the notch toughness in transverse direction.

どし温度の  $625^{\circ}\text{C}$  で 1hr 焼もどされた試料では、旧オーステナイト粒界、マルテンサイト粒界などにオーステナイトが生成しているほか、ごく小さな炭化物がフェライト地中にまだ残っているのが認められる。もう少し高い温度 (L 温度域) で焼もどされた場合には、炭化物が消滅し、生成するオーステナイトの量が増してくる。 $640^{\circ}\text{C}$  では、 $625^{\circ}\text{C}$  にくらべてあまりふえていないが、 $670^{\circ}\text{C}$  (最適 L 温度) になると旧オーステナイト粒界にも粒内にも細長い島状 (lath) に密に生成し、フェラ

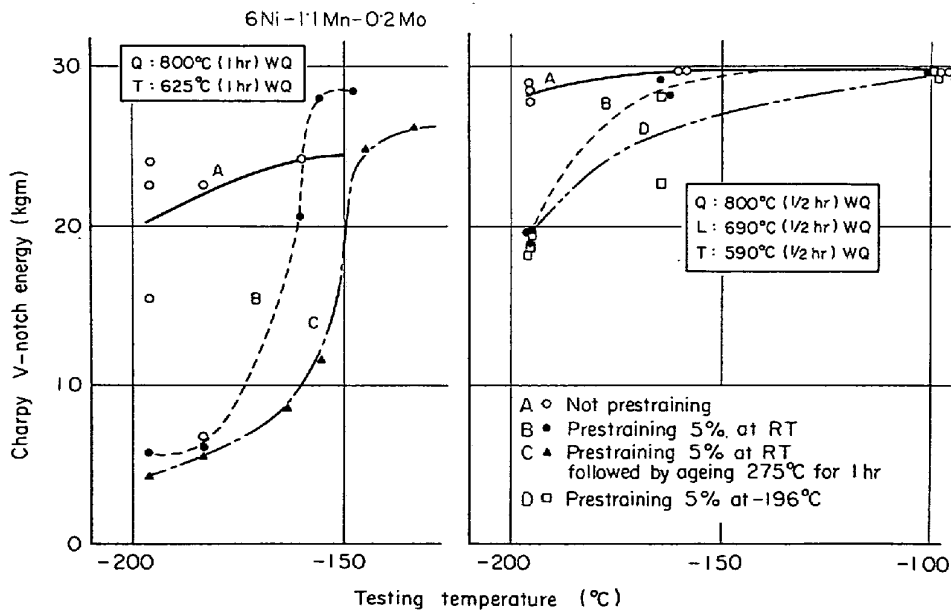


Fig. 4. Effect of prestraining on Charpy transition curves.

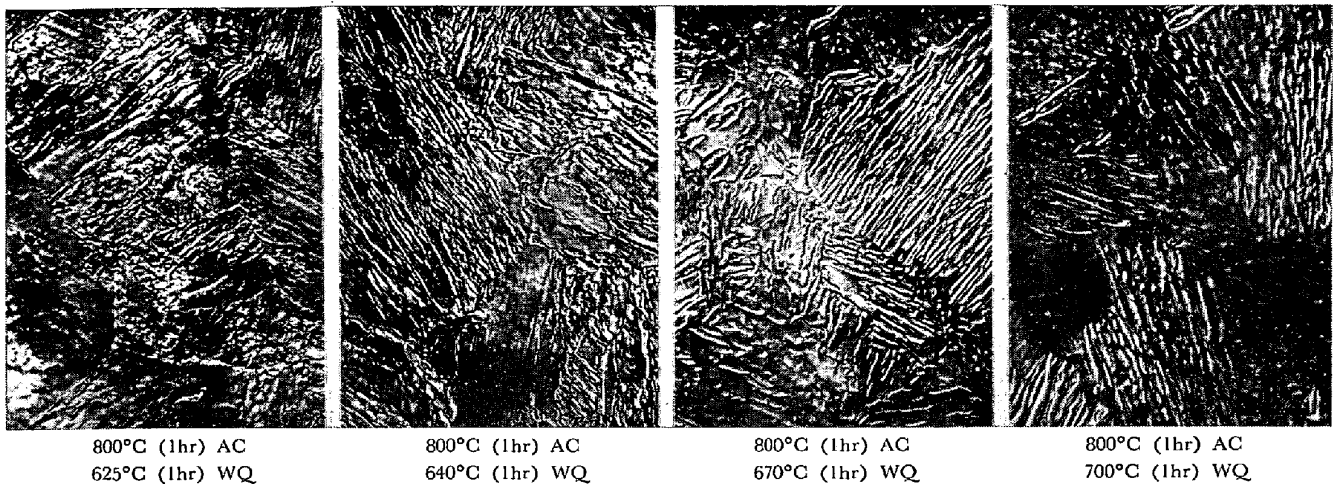


Photo. 1. Effect of tempering temperature on the microstructure of quenched and tempered (QT) specimens. Replica photomicrograph.

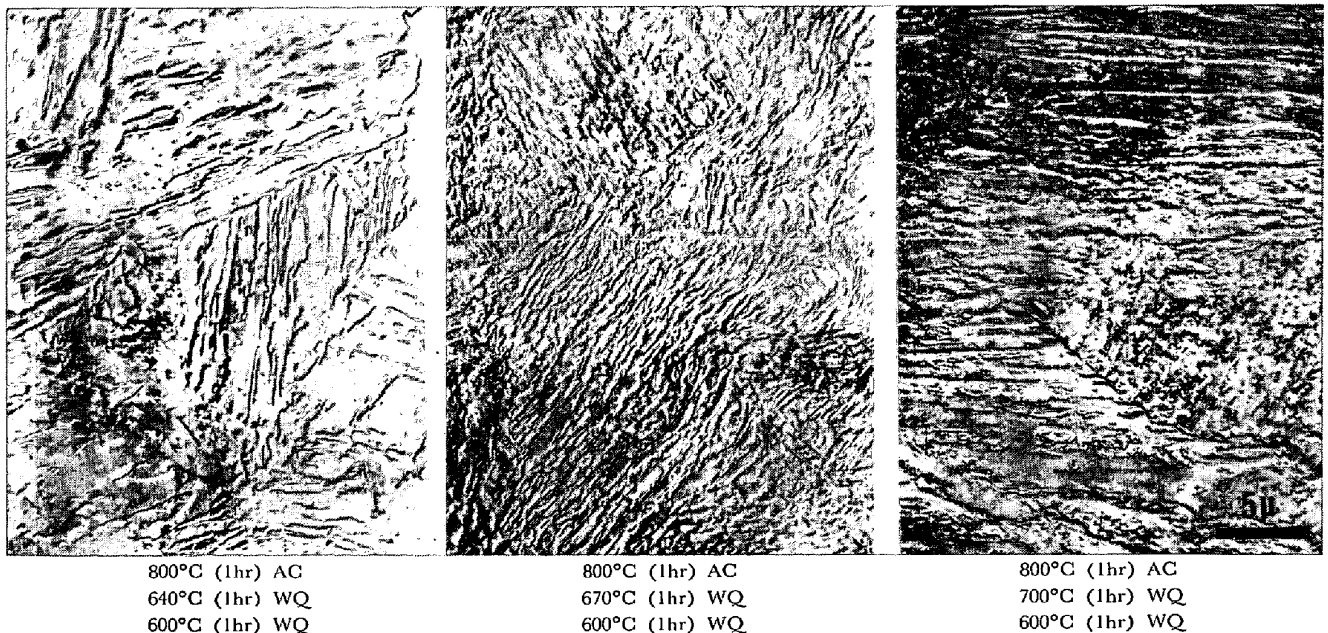


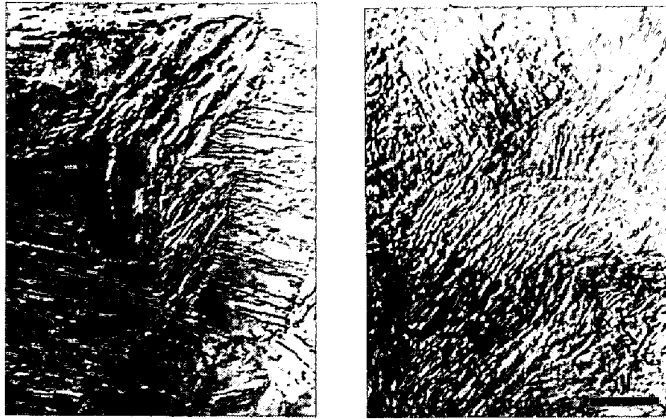
Photo. 2. Effect of L-temperature on the microstructure of QLT specimen tempered at 600°C for 1hr. Replica photomicrograph.

イト地は小さく分断されるようになる。もう少し温度が上がって 700°C になると一部生成したオーステナイトの合体が起こり、これが冷却中に変態してブロック状のマルテンサイトの島が見られるようになる。

これらを最適焼もどし温度に近い 600°C で 1hr もう一度焼もどした場合、Photo. 2 に示すような微視組織になる。L 温度が 640°C のように低い場合には、L 処理によつて生成するオーステナイトの量が少なく分布も不均一で粗であるために、焼もどしてもそれほど微細な組織にならない。また L 温度が 700°C のように高い場合には、生成したオーステナイトの合体が起こり、ブロック状のマルテンサイトの島が生成するので、これを

焼もどしてもやはり密な組織が得られない。ところが L 温度が 670°C の場合には、細長い島状のオーステナイトが生成しこれが冷却によつてマルテンサイトになるので、600°C でもう一度焼もどすとこの細長い焼もどしマルテンサイトの島の中にふたたび微細なオーステナイトが生成し、全体としてよく焼もどされたフェライトと、これを分断している微細なオーステナイトを含む焼もどしマルテンサイトとの微細混合組織になる。

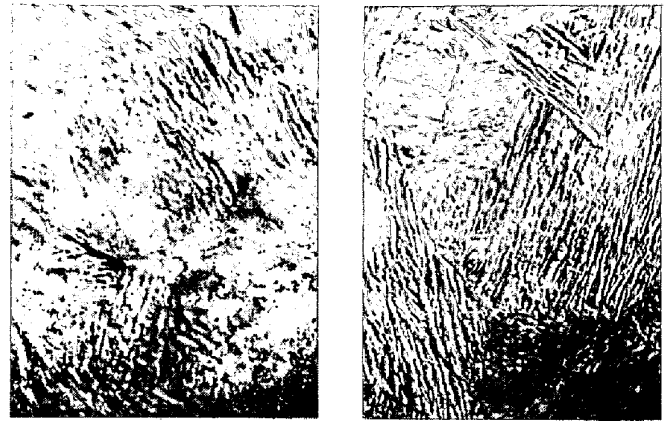
L 温度における保持時間の影響を Photo. 3 に示す。670°C での保持時間が 5 min の場合には、生成するオーステナイトの島の分布が粗であるために、焼もどし後の組織はそれほど微細にならない。しかし衝撃値は Fig. 5



800°C (1hr) AC  
670°C (5min) WQ  
600°C (1hr) WQ

800°C (1hr) AC  
670°C (1hr) WQ  
600°C (1hr) WQ

Photo. 3. Effect of the holding time in L-heat treatment on the microstructure of the specimen tempered at 600°C for 1hr. Replica photomicrograph.



800°C (1hr) AC  
500°C (1hr) WQ

800°C (1hr) AC  
670°C (1hr) WQ  
500°C (1hr) WQ

Photo. 4. Effect of L-heat treatment on the microstructure of the specimen tempered at 500°C for 1hr. Replica photomicrograph.

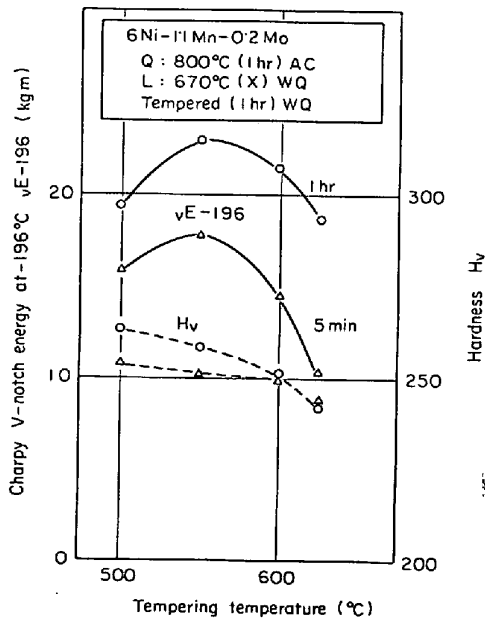


Fig. 5. Effect of the holding time in L-heat treatment on charpy V-notch energy at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

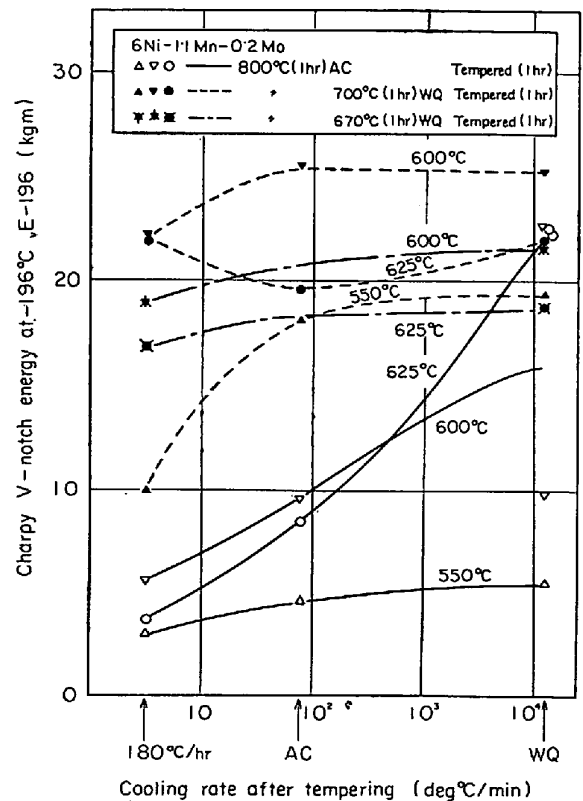


Fig. 6. Effect of the cooling rate after tempering on charpy V-notch energy at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

に示すようにながりの向上を示す。

3.2 焼もどし脆性

低温用 Ni 鋼の靱性を支配する重要な要因の一つに焼もどし脆性があるが<sup>3)</sup>, L 処理がこれにどのような影響を及ぼすかを調べた。すでに Fig. 2 にも見られたように 500°C 焼もどしでの衝撃値が著しく向上することから, L 処理が焼もどし脆化抑制効果を持っていることが推測できるが, Fig. 6 に示すように, 最適焼もどし温度で焼もどしたあとの冷却速度を種々に変えて衝撃値の変化を見るとこの効果はさらに明りょうになる。QT 材

では空冷 (AC $\approx 1.5\text{deg}^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ ) 程度の冷却速度でも旧オーステナイト粒界割れを生じて衝撃値が大きく低下するが, QLT 材では  $3\text{deg}^{\circ}\text{C}/\text{min}$  のような徐冷でも衝撃値の低下は小さい。

500°C 焼もどし材の組織を Photo. 4 に示す。QT 材では細かい炭化物が旧オーステナイト粒界にもフェライ

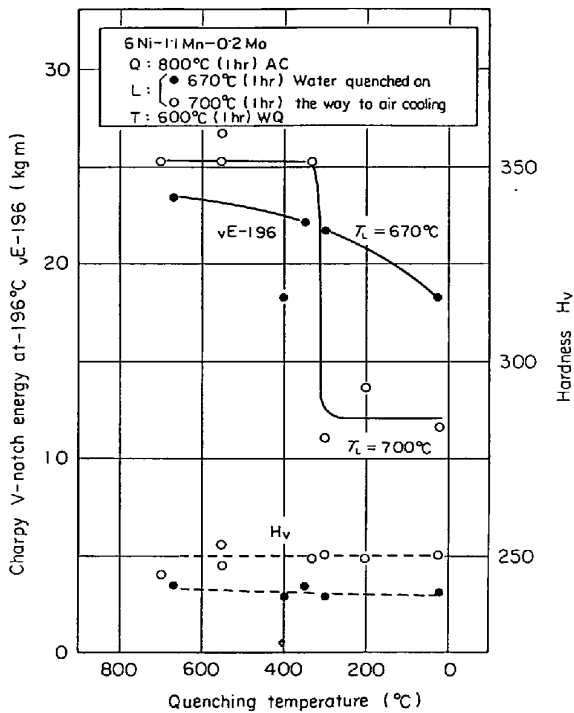


Fig. 7. Effect of the quenching temperature after L-heat treatment on Charpy V-notch energy at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

ト地中にも多く観察される。これに対して QLT 材では生成したオーステナイトの島に覆われて旧オーステナイト粒界の識別が困難であり、またフェライト地中に炭化物が認められない。

### 3.3 L 処理後の冷却速度の影響

最適な L 処理条件を求めるために L 処理後の冷却速度の影響を調べた。試料を L 温度から空冷し始め、所定の温度  $T_s$  から急冷(水冷)する。このあと  $600^{\circ}\text{C}$  で 1hr 焼もどして衝撃試験を行なうのであるが、この衝撃値を急冷開始温度  $T_s$  に対してプロットすると Fig. 7 に示す結果が得られた。 $T_s$  が低下するほど衝撃値も低下するが、とくに L 温度が  $700^{\circ}\text{C}$  の場合に  $T_s$  が  $300^{\circ}\text{C}$  程度になると急激に脆化する。この鋼の  $M_s$  点はほぼ  $380^{\circ}\text{C}$  である。L 温度  $700^{\circ}\text{C}$  では Photo. 1 に示したようにかなりの部分がオーステナイト化しているので、 $300^{\circ}\text{C}$  はほぼこのオーステナイト化した部分の  $M_s$  点に相当しているものと思われる。一般的にオーステナイトは冷却速度が遅くなるほどその冷却過程でやや安定化され室温に多量に残留し、焼もどし後もそのまま残る。しかしこのオーステナイトは室温では安定であつても低温では不安定でマルテンサイト変態しやすく靱性を低下させる。したがって Fig. 7 に見られる現象は L 処理時に生成するオーステナイトをできるだけマルテンサイト化し、その後これを焼もどした方がよいことを示して

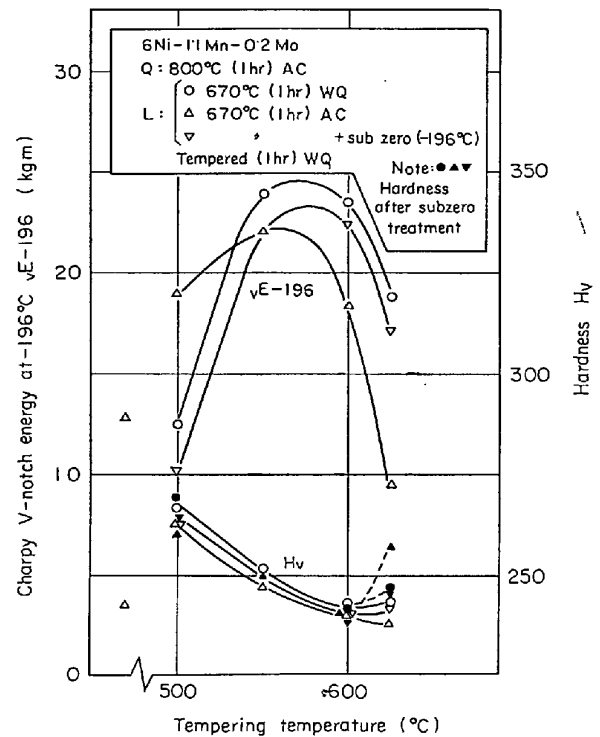


Fig. 8. Effect of the cooling rate and subzero treatment after L-heat treatment.

いる。

ところで L 温度が  $670^{\circ}\text{C}$  の場合には  $T_s$  の低下による靱性低下の度合いが小さい。これは次のように説明することができる。すなわち  $670^{\circ}\text{C}$  で生成するオーステナイトは量も少なく、形も小さいので、Ni, Mn, C などの濃度が高く、したがって焼もどし後にそのまま残つても  $-196^{\circ}\text{C}$  で比較的安定に存在しうる。

Fig. 8 は L 処理後、オーステナイトをマルテンサイト化することによつて、 $-196^{\circ}\text{C}$  での衝撃値の焼もどし温度依存性が変化することを示している。すなわち L 処理後空冷した試料を深冷処理したのち焼もどすと、L 処理後水冷した試料と同じ傾向を示すようになる。このことは  $670^{\circ}\text{C}$  で生成するオーステナイトは水冷することによつて一部マルテンサイト変態するが、残りの部分はきわめて安定であることを示している。

### 3.4 残留オーステナイト量の定量

焼もどし時に生成し冷却後に残留するオーステナイトが低温用 Ni 鋼の靱性を支配する重要な要因の一つであることはこれまでもよく議論されてきた<sup>1)~4), 8)~13)</sup>。そこで L 処理を加えたことにより室温および  $-196^{\circ}\text{C}$  での残留オーステナイト量がどのように変化するかを X 線回析により調べた。Fig. 9 はその結果である。QLT 材と比較すると、QLT 材の残留オーステナイト量はかなり多く、しかも  $-196^{\circ}\text{C}$  でも安定であることがわかる。

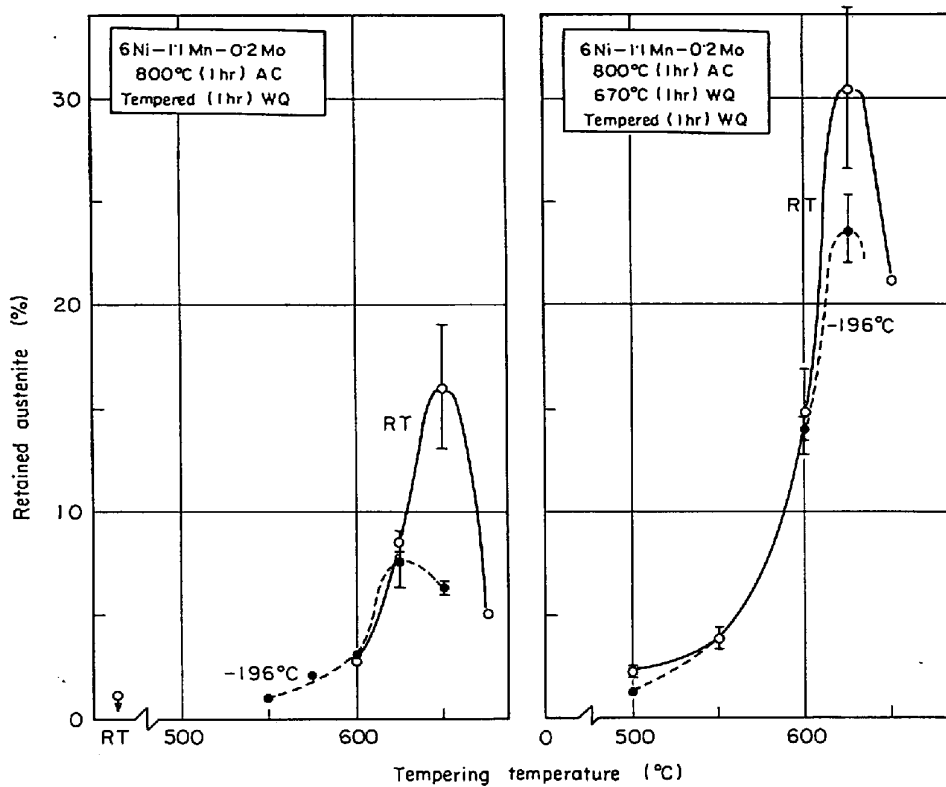


Fig. 9. The amount of retained austenite at room temperature and  $-196^{\circ}\text{C}$  after tempering.

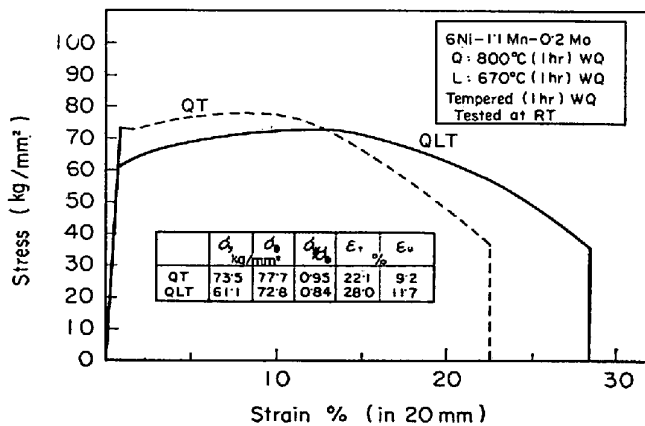


Fig. 10. Effect of L-heat treatment on tensile properties.

これは Photo. 1, 2 に示した微視組織と対応している。

### 3.5 引張特性

引張試験の結果の一例を Fig. 10 に示す。L 処理を加えたことにより引張強さ、降伏強さ共に低下するが、とくに後者の低下の度合いが大きいので、降伏比が 0.1 程度小さくなる。全伸び、一様伸びが大きくなり、延性の向上が著しいことを示している。

## 4. 考 察

緒言で述べた考えにしたがい、微細マルテンサイト組

織の靱性に及ぼす影響について調べた。Fig. 2 に示すように  $\alpha$ - $\gamma$ 2 相共存域熱処理 (L 処理) を加えると、焼もどし処理後の靱性が著しく向上する。L 処理後の最適な組織は細長い島状のマルテンサイトがフェライト地を細かく分断している (Photo. 1)。この組織をもう一度  $A_{c1}$  点以下の温度で焼もどすと、マルテンサイトの部分は焼もどされて、この中に再びオーステナイトが生成する。その結果最終的な組織はよく焼もどされたフェライトと微細なオーステナイトを含む焼もどしマルテンサイトとからなる混合組織となる。この微細なオーステナイトは旧オーステナイト粒界のみならずフェライト地全体に様に生成しているので、旧オーステナイト粒界の識別は困難である。このような組織に対応して QLT 材に含まれる残留オーステナイト量は QT 材のそれよりも多い (Fig. 9)。また残留オーステナイト量が多いこととフェライト地が L 処理温度のような高温で十分焼もどされていることによつて引張強さも降伏強さも低下する。

L 処理による靱性向上の効果 (L 処理効果) の機構について考察してみる。まず第一に、すでに指摘したように<sup>1)2)</sup>、安定な残留オーステナイトが脆化しやすい旧オーステナイト粒界を覆うことによる焼もどし脆化感受性の減少について考えてみよう。6%Ni 鋼はとくに焼も

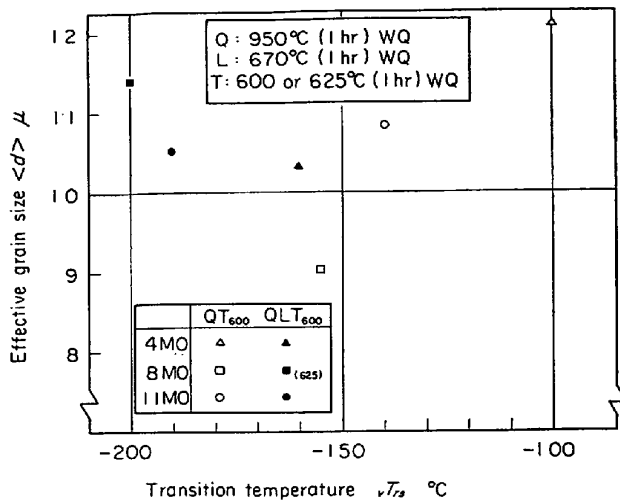


Fig. 11. Effect of L-heat treatment on the relation between Charpy V-notch transition temperature and effective grain size in fracture facets. L-heat treatment does not affect the effective grain size but lowers the transition temperature in all steels.

どし脆化しやすいので、上述のような効果が現われやすいと考えられる。事実、組織をみると旧オーステナイト粒界の識別が困難なほどオーステナイトが生成しているし、また焼もどし脆化するような熱処理を加えても衝撃値は低下しない (Fig. 2, 6)。しかしながら L 処理効果をこれだけで説明することは困難である。なぜならば 600°C 付近で焼もどした場合にはもともと QT 材には粒界破断は見られず、しかも L 処理効果はやはり大きいからである。

第二に組織の微細化について考えてみる。HARDWICK<sup>9)</sup> は焼もどし時に生成するオーステナイトの役割の一つとしてフェライト地の分割・微細化を挙げた。もしこれが事実ならば、L 処理を加えたことによつて劈開破面単位 (有効結晶粒径<sup>14)</sup>) はかなり小さくなつてしまうと予想される。QLT 材と QT 材とについてシャルピー破面の劈開破面単位を光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡で測定した<sup>14)</sup> (シャルピー試験で劈開破壊するように両試料ともオーステナイト化温度を 950°C に高くしてある)。結果を Fig. 11 に示す。この結果から明らかなように QLT 材の有効結晶粒径は QT 材のそれとほとんど差がない。したがつて微細な組織自体は靱性向上効果を示していないと考えてよい。

第三にフェライト地の回復について考えてみる。フェライト鋼の靱性は一般に回復の度が進み、降伏強さ、引張強さが低下するほど向上することはよく知られている。低温用 Ni 鋼も不安定なオーステナイトが生成しない範囲ならば焼もどしの度が進むほど靱性は向上す

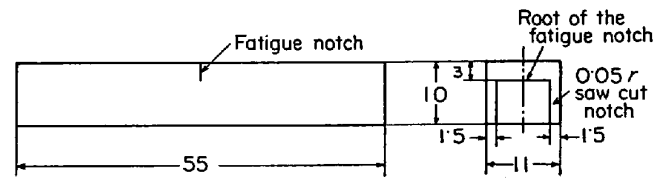


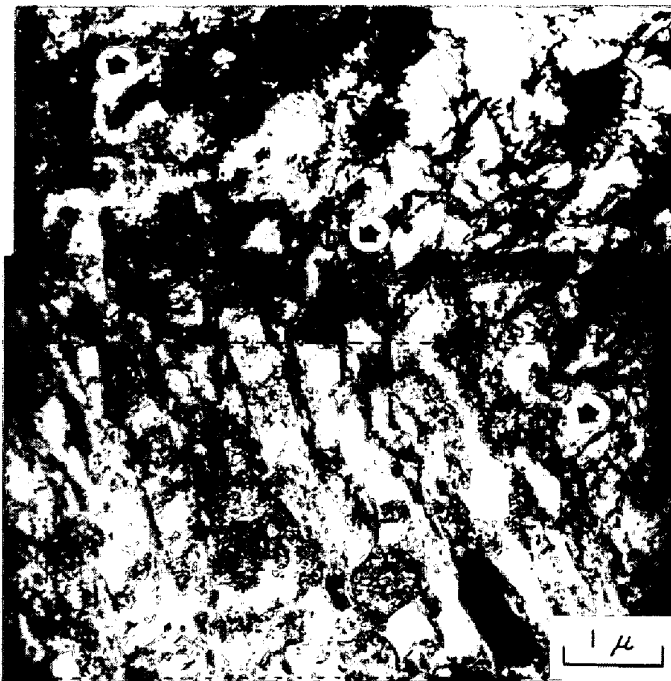
Fig. 12. Geometry of the constrained-fatigue-notched specimen.

る<sup>1)~3)</sup>。しかしながら今の場合、フェライト地の回復は 600°C でもすでにかなり進んでおり、L 処理温度の 670°C がそれほどフェライト地を回復させ靱性を顕著に向上させるとは考えにくい。焼もどし温度の低い領域 (500~550°C) ではこの効果はかなり大きいと考えてよいが、600°C 付近の焼もどしについてはさらに別の要因を考えねばならない。

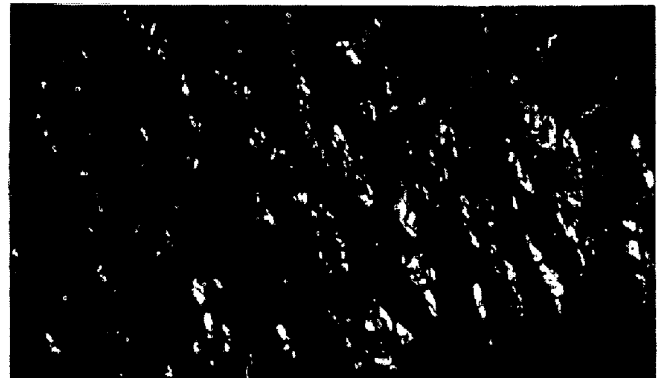
最後に残留オーステナイトの役割について考えてみよう。これについてはこれまでもしばしば議論されてきた。MARSCHALL ら<sup>10)</sup> および HARDWICK<sup>9)</sup> はその有用であることを主張し、それに対して KRÖN ら<sup>11)</sup> は無用であることを明らかにしようとした。著者らのうち一部は、-196°C で安定に存在する残留オーステナイトでも -196°C での衝撃荷重または塑性変形によつてマルテンサイトに変態するものは靱性に有害であることを明らかにした<sup>9)</sup>。それでは QLT 材中の残留オーステナイトはどうなるであろうか？ L 処理時の温度は通常の焼もどし温度よりも高いので、C や N ばかりでなく Ni や Mn なども比較的容易に拡散しオーステナイトの島はこれらの元素で富化されると考えられる。このオーステナイトは冷却によつて大部分マルテンサイトになるが、これをもう一度  $A_{C1}$  点以下の温度で焼もどすと、このマルテンサイト中で再びオーステナイトが生成する。母材よりも溶質元素濃度の高いマルテンサイト中で生成するので、QLT 材中のオーステナイトの化学組成は QT 材中のそれよりもより濃縮された状態であると考えられる。その結果このオーステナイトの  $M_s$  点は低下し、-196°C での残留オーステナイト量は Fig. 9 に示すように増加する。しかしこれだけでは靱性向上は期待できない。そのためには -196°C での塑性変形に対しても安定であること、すなわち  $M_d$  点が十分に低いことが必要である<sup>3)</sup>。しかしながら残留オーステナイトの形状が小さすぎて、その化学組成を求めることが技術的に困難なので、 $M_s$  点および  $M_d$  点を知ることは現時点では不可能である。

ところで最近、破面近傍の微視組織を薄膜で直接観察する技術が芳賀らによつて開発された<sup>15)</sup>。これは破面に鉄メッキを施し、破面に垂直方向に薄片を切出しジェッ



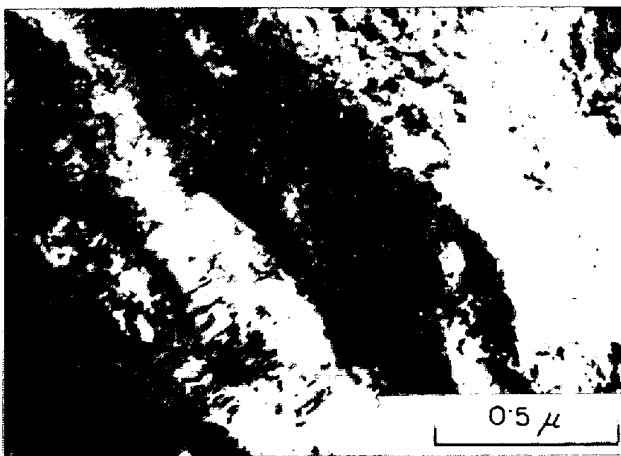


(a)

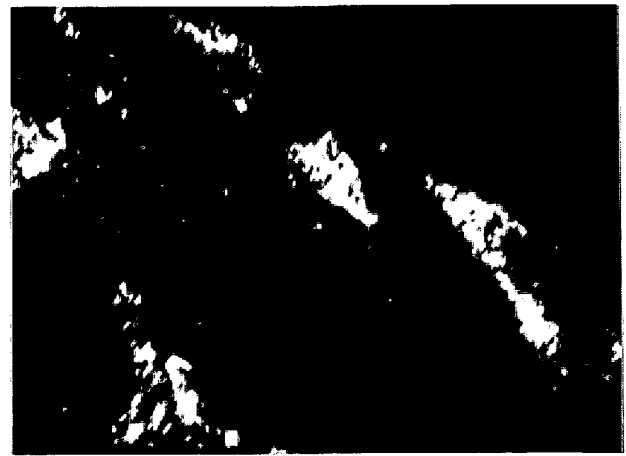


(b)

Photo. 5. Transmission electron micrograph of an iron plated fracture region of a QLT specimen showing a good many austenite islands in the neighbourhood of a fracture surface.  
a) Bright field image, b) Dark field image of the region enclosed by the dotted lines. Contrast is due to (220)  $\gamma$  Bragg reflection.



(a)



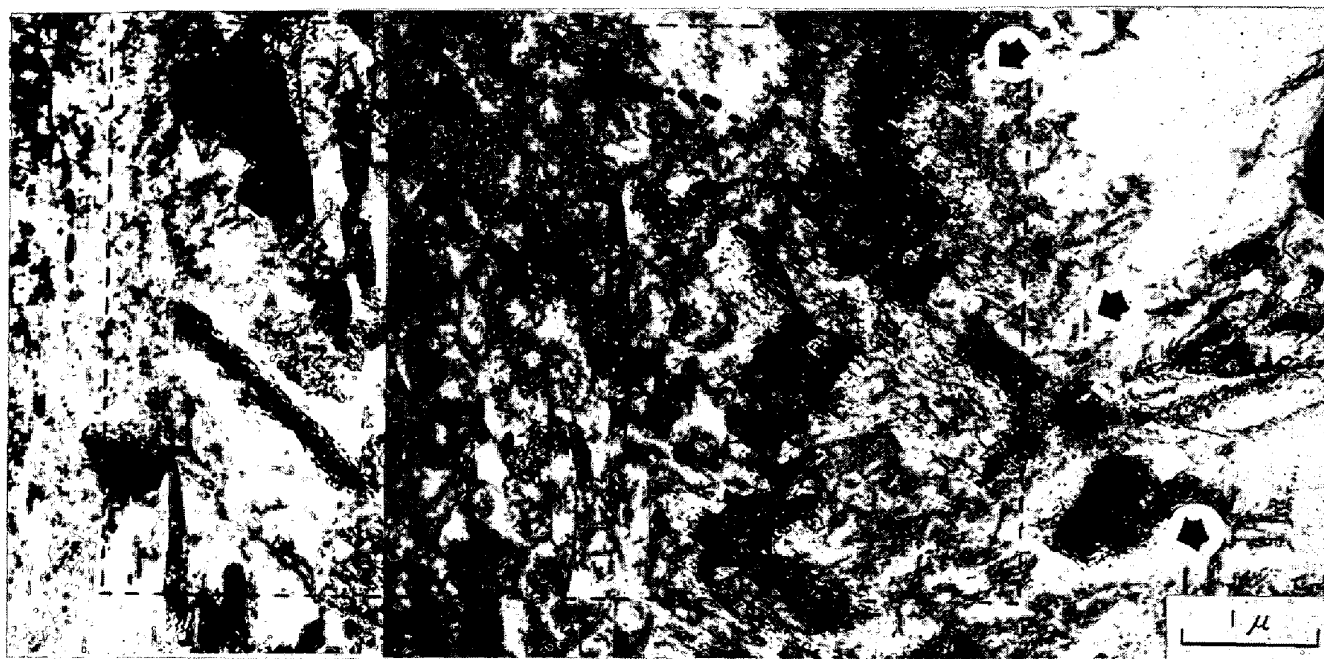
(b)

Photo. 6. Transmission electron micrograph of a QLT specimen A reverted austenite island is divided by twinned martensites.  
a) Bright field image, b) Dark field image. Contrast is due to (311)  $\gamma$  Bragg reflection.

ト研摩で破面近傍の薄膜を作製する方法である。この技術を利用すれば劈開破壊が伝播する際に生ずる塑性変形によつて残留オーステナイトがマルテンサイトに変態するかどうかを確かめることができる。

本実験で用いた 6%Ni 鋼は最適熱処理を施した場合には QT 材でも QLT 材でも破面遷移温度は  $-196^{\circ}\text{C}$

以下になり見かけ上差がない (Fig. 2)。そこで熱処理条件を少しかえてオーステナイト化温度を  $950^{\circ}\text{C}$  にすると Fig. 11 に見られるように QT 材と QLT 材とで大きな差が現われる (おそらく  $800^{\circ}\text{C}$  でオーステナイト化した場合でも  $-196^{\circ}\text{C}$  以下の温度域で破面遷移温度が異なっているものと思われる)。この場合の  $-196$



(a)



(b)

Photo. 7. Transmission electron micrograph of a QT specimen showing infrequently found austenite islands in the neighbourhood of a fracture surface.

a) Bright field image, b) Dark field image of the region enclosed by the dotted lines. Contrast is due to (200)  $\gamma$  Bragg reflection.

$^{\circ}\text{C}$  での衝撃破面を比較すると QLT 材の方にはかなりの延性破面が含まれており、破面近傍が受けた塑性変形量は QT 材にくらべて大きいと思われる。正確な比較をするにはどちらも同じように脆性破壊した状態にする必要がある。そこで Fig. 12 に示すような拘束ノッチを持つ疲労ノッチ付きの衝撃試験片で試験を行なった。 $-196^{\circ}\text{C}$  で QT 材, QLT とも完全に脆性破壊し、その

ときの衝撃値はそれぞれ  $0.3 \text{ kg m}$ ,  $0.8 \text{ kg m}$  である。破面は前者はやや平坦であり、後者はかなり凹凸が激しいがどちらも劈開破面である。これらの破面近傍の薄膜組織を Hitachi HU-1000 D を用いて観察した。

Photo. 5 は QLT 材についての結果である。破面は矢印で示した点を結んだ線に沿って紙面に垂直に入っており、この線の右上側が鉄メッキ部、左下側が試料である。

(b) の暗視野像は (a) の破線で囲まれた部分を示したものであるが、破面のすぐ近傍でもオーステナイトが多量に認められる。なおこのオーステナイトをよく観察すると双晶型マルテンサイトが観察され、オーステナイトの一部がマルテンサイト変態していることがわかる (Photo. 6)。これに対して QT 材では Photo. 7 に示すようにオーステナイト量がきわめて少ない。しかしこの場合オーステナイトの島があまりに小さく、また双晶マルテンサイトも認められないのでマルテンサイト変態が起こっているかどうかは明らかでない。

以上の観察結果から QLT 材中の安定なオーステナイト量は QT 材中のそれにくらべてきわめて多いと考えられる。割れが進行するときに安定な残留オーステナイトが塑性変形または部分的なマルテンサイト変態による応力緩和によつて shock absorber として働くと考えられる。劈開破壊はオーステナイトが完全にマルテンサイトに変態し終わるまでは発生しないであろう\*。したがつて残留オーステナイトの島が破壊進行時の変形に対しても安定ならばこの安定なオーステナイトの島の量が多いほどよい靱性を与えるものと結論できる。

以上のことから QLT 材では多量の安定な残留オーステナイトの存在により靱性が向上し遷移温度が  $-196^{\circ}\text{C}$  以上に低下したということができよう。予歪脆化の減少は QLT 材でも予歪によつて脆化するのであろうが、遷移温度が  $-196^{\circ}\text{C}$  よりも低いために見かけ上  $-196^{\circ}\text{C}$  での衝撃値はほとんど変化しないのであろう。またオーステナイトの出方には方向性があるわけではないので (一つの旧オーステナイト結晶粒の中でも逆変態によつて生成するオーステナイトは一方向にそろつてはいない。たとえば Photo. 1 参照。), このオーステナイトが有効に働く場合には靱性の異方性は小さくなるであろう。Fig. 3 に見られる C 方向の靱性の向上はこの理由によると考えられる。

## 5. 結 論

6%Ni 鋼の低温靱性を向上させるための新しい熱処理方法について研究を行ない次のような結果を得た。

(1) 焼もどし処理の前に  $\alpha-\gamma_2$  相共存域 ( $A_{C1} \sim A_{C3}$  間) での熱処理を加えることにより、通常の熱処理を受けた 9%Ni 鋼と同等以上の低温靱性を付与することができる。

\* 通常の  $-196^{\circ}\text{C}$  での V シャルピー衝撃試験では、QLT 材は延性破壊するのきわめて大きい塑性変形を受け、残留オーステナイトはほとんどマルテンサイトに変態しているのが観察された。しかし変態が完了するまでに大きな塑性変形エネルギーが吸収されたと考えることができる。

(2) この熱処理法はまた C 方向試験片の靱性を向上させ、焼もどし脆化感受性、予歪脆化感受性を小さくする。

(3) 引張強さ、降伏強さ、降伏比は減少する。また全伸び、一様伸びは増しその結果延性が向上する。

(4) これらの効果はまず第一に多量の微細かつ低温での衝撃荷重に対しても安定な残留オーステナイトの存在によるものであり、第二に焼もどし脆化の抑制、第三にフェライト地の十分な回復に伴う延性の向上によるものである。

終わりに臨み、研究の推進にあつて終始ご指導いただいた基礎研究所名誉所長 水島三一郎博士、同所長 大竹正博士および同副所長 長島晋一博士に心から御礼を申し上げますと共に、有益なご助言、ご討論をしていただきました京都大学教授 高村仁一博士および基礎研究所 井上 泰博士に感謝いたします。また破面薄膜の観察を行ない、写真を提供していただきました当社製品技術研究所 芳賀博世氏に感謝いたします。

## 文 献

- 1) S. NAGASHIMA, T. ŌOKA, S. SEKINO, et al.: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 402
- 2) 長島, 大岡, 関野, 三村, 藤島, 矢野, 桜井: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 128
- 3) 大岡, 三村, 矢野, 杉野, 樋泉: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 442
- 4) 桜井, 矢野, 井上, 三村, 青木: ibid., 33 (1969), p. 856
- 5) 日本特許公報, 特公昭 46-13498 (1971)
- 6) 米国特許 No. 3619302 (1971. 11. 9)
- 7) 大岡, 杉野: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 435
- 8) G. R. BROPHY and A. J. MILLER: Trans. ASM, 41 (1949), p. 1185
- 9) D. HARDWICK: Iron Steel, 34 (1961), p. 414
- 10) C. W. MARSCHALL, R. F. HEHEMANN, and A. R. TROIANO: Trans. ASM, 55 (1962), p. 135
- 11) M. KRÖN, A. CONSTANT, et al.: Mém. Sci. Rev. Met., 58 (1961), p. 901
- 12) 鈴木, 藤田: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 1957
- 13) G. POLI, M. L. PAGANINI, and V. BULCKAEN: Mém. Sci. Rev. Met., 68 (1971), p. 143
- 14) 井上, 松田, 岡村: Trans. JIM, 11 (1970), p. 36
- 15) H. HAGA and H. MIMURA: Trans. JIM, 13 (1972), p. 155

## 討 論

【質問】 金材技研 河部義邦

1. 処理後深冷した場合、 $\gamma$  が  $\alpha'$  に変態することは必要な条件なのか? または適度な  $\gamma$  相が生成し組織が微細化されることのみが問題であり、それが  $\alpha'$  に変態す

るか、 $\gamma$  相として残るかは問題でないと考えているのか (次の焼もどしによる安定  $\gamma$  相の析出と関連して)。

【回答】 本文「考察」を参照。  $\alpha'$  に変態することが必要と考えている。

【質問】 日大・大学院 片桐俊幸

Grain size の影響は?

【回答】 L 処理の効果は grain size のいかにかわらず現われる。 Fig. 2 と Fig. 12 とではオーステナイト化温度は異なるが、どちらの場合でも QLT 材の方がよい靱性を示す。しかしその絶対値 (衝撃値でも遷移温度でも) は grain size が小さい方がすぐれているのは一般の場合と同様である。

【質問】 神鋼中研 三沢博士

1. QLT 処理の有効性と Ni 量の関係は?
2. QLT 処理が有効であるということ、逆変態時の  $A_1$  点に  $A_{C1}^{\text{true}}$  と  $A_{C1}^{\text{conv.}}$  の 2 段の変態点が現われることと関係があるか?
3. L 処理温度は  $\alpha + \gamma$  2 相域のどのあたりが好ましいのか?

【回答】

1. 残留オーステナイトが靱性を支配している鋼種 ( $\text{Ni} \geq 4.0\%$ ) にもつとも効果的であろう。
2. 変態点を下げて逆変態オーステナイトを生成しやすくするという点で関係があると考えられる。
3.  $A_{C1}$  (true  $A_{C1}$ ) と  $A_{C3}$  のほぼ中間の温度である。 Fig. 2 参照。

【質問】 早大・理工学研 佐野正之

1. 用いた試料の N 量が少ないのは特別な意味があるのか。また N を増して  $\gamma$  の安定化はできないか。

2. Mo の添加は炭化物の生成を目的としているのかあるいは  $\gamma$  に固溶して安定化に寄与することを期待しているのか?

【回答】

1. 真空溶解鋼であるから N が少ないのであつて特別の意味はない。N 量に関係なく L 処理効果は見られる。

2. 主目的は焼もどし脆化の抑制であるが、残留オーステナイトを安定化させる意味もある。詳しくは本文の文献 1), 2) を参照。

【質問】 日本鋼管技研 山田 真

1.  $-196^\circ\text{C}$  で安定な  $\gamma$  量と  $-196^\circ\text{C}$  の衝撃値とは絶対値でみて直接的な関係があるか?

2. QLT 処理により焼もどし脆性感受性が減少する理由は?

【回答】

1. 靱性支配要因には焼もどし脆性、フェライト地の回復の程度なども複雑にからんでおり、定量的な関係を明らかにすることは今の段階ではできない。しかし残留オーステナイトの靱性のみが靱性を支配している場合には、安定オーステナイト量が多いほど靱性もよいと考えている (考察参照)。

2. 旧オーステナイトの粒界に新しいオーステナイトが生成し、旧  $\gamma$  粒界の記憶が失われるからであろう (本文参照)。