

論 文

UDC 669.15'24'71-194.3-157.8 : 669.15'24'295-194.3-157.8 : 669.15'24'25'28-194.3-157.8 : 539.4.016.3 : 538.21

Fe-Ni-Al, Fe-Ni-Ti および Fe-Ni-Co-Mo 系
マルエージ鋼の析出硬化および磁性*

添野 浩**・土屋 正利***

Precipitation Hardening and Magnetic Properties of Fe-Ni-Al,
Fe-Ni-Ti and Fe-Ni-Co-Mo Maraging Steels

Kô SOENO and Masatoshi TUCHIYA

Synopsis:

Precipitation hardening, tensile properties, and D. C. magnetic properties of Fe-(5~20)% Ni-(0.59~1.57)% Al, Fe-(5~20)% Ni-(0.5~1.8)% Ti, and Fe-(8~18)% Ni-10% Co-5% Mo maraging steels were investigated.

Maximum hardness produced by aging at 475 °C were measured as a function of additional amount of aluminium or titanium. In the nickel range from 10 to 20%, titanium addition is more effective in hardening than aluminium addition is. However, in 5% nickel level, aluminium addition is more helpful in age-hardening.

It is considered that a meta-stable phase is formed in aging the Fe-18% Ni-10% Co-5% Mo and Fe-14% Ni-10% Co-5% Mo maraging steels at 425 °C. Precipitation hardening produced by aging the Fe-10% Ni-10% Co-5% Mo and Fe-8% Ni-10% Co-5% Mo maraging steels at 425 °C is markedly decreased. Accordingly, it is implied that either meta-stable phase is not formed or is slightly formed in aging at 425°C.

Small amounts of pearlite structure formed by the cellular precipitation reaction are found in the Fe-5% Ni-1.57% Al maraging steel aged at 475°C for 50 hr and 100 hr. Except the Fe-5% Ni-1.57% Al maraging steel, the pearlite cellular structure is not found in the Fe-Ni-Al maraging steels, aged at 475 °C nearly to their maximum hardness.

Considerable drop in toughness is often observed in the Fe-Ni-Ti maraging steels age-hardened at 475 °C to hardness over about Hv; 450. Molybdenum addition is effective in suppressing the drop in toughness. The upper limit of the tensile strength of the Fe-Ni-Al maraging steels aged at 475°C is about 140 Kg/mm². Regarding the Fe-Ni-Al, and Fe-Ni-Ti maraging steels having tensile strength less than about 140 kg/mm², no difference in elongation is found in tensile test.

Magnetic properties of the maraging steels depend mainly on their chemical compositions. On comparing coercive force and magnetic induction at the same hardness level, the magnetic properties of the Fe-Ni-Al maraging steels are softest and those of the nickel maraging steels containing cobalt and molybdenum are hardest.

(Received Nov. 9, 1973)

1. 緒 言

Fe-Ni-Al, Fe-Ni-Ti および Fe-Ni-Co-Mo 系などは、現在実用化されているニッケル・マルエージ鋼の基本組成として重要で、時効硬化および析出相などに関して、多くの研究^{1)~25)}が行なわれているが、析出過程についてはなお未解決の問題が多い。そこで本報では、Fe-Ni-Al, Fe-Ni-Ti および Fe-Ni-Co-Mo 系で、主として Ni 量を変動させて時効硬化性および析出過程を検討するとともに、比較的研究が少ない Fe-Ni-Al および Fe-Ni-Ti 系の強靱性を引張り試験によつて検討した。

なお最近、ニッケル・マルエージ鋼を宇宙船の発電機およびモータのロータに用いるため、Fe-Ni-Co 系マルエージ鋼の磁性を測定した研究^{26)~28)}がみられる。従来の構造用合金鋼は、強度を増加すると抗磁力も増加しやすく、飽和磁気も減少して、磁氣的性質も硬くなり易いが、ニッケル・マルエージ鋼は高い強度を有するにもかかわらず、磁氣的性質が比較的軟かいことが注目されたためである。宇宙船の例に限らず、高速で回転させる高

* 昭和 48 年 11 月 9 日 受付

** (株)日立製作所日立研究所 工博

*** (株)日立製作所日立研究所

Table 1. Chemical compositions of the alloys used.

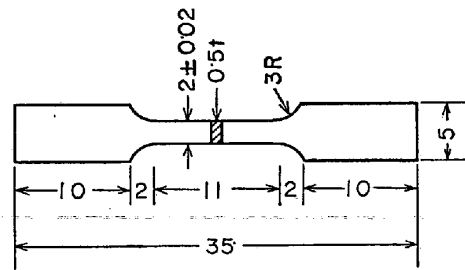
No	Ni (%)	Al (%)	Ti (%)	Co (%)	Mo (%)	Mn (%)
1	20	1.56	—	—	—	0.15
2	20	1.07	—	—	—	0.15
3	20	0.83	—	—	—	0.15
4	20	0.59	—	—	—	0.15
5	15	1.56	—	—	—	0.15
6	15	1.07	—	—	—	0.15
7	15	0.83	—	—	—	0.15
8	10	1.56	—	—	—	0.15
9	10	1.07	—	—	—	0.15
10	10	0.83	—	—	—	0.15
11	5	1.57	—	—	—	0.15
12	5	1.07	—	—	—	0.15
13	5	0.83	—	—	—	0.15
14	20	0.2	1.8	—	1.0	0.15
15	20	0.2	1.8	—	—	0.15
16	20	0.2	1.0	—	1.0	0.15
17	20	0.2	1.0	—	—	0.15
18	20	0.2	0.5	—	—	0.15
19	15	0.2	1.8	—	1.0	0.15
20	15	0.2	1.8	—	—	0.15
21	15	0.2	1.0	—	1.0	0.15
22	15	0.2	1.0	—	—	0.15
23	15	0.2	0.5	—	—	0.15
24	10	0.2	1.8	—	—	0.15
25	10	0.2	1.0	—	—	0.15
26	10	0.2	0.5	—	—	0.15
27	5	0.2	1.8	—	—	0.15
28	5	0.2	1.0	—	—	0.15
29	18	0.15	0.7	10.0	5.0	0.15
30	18	0.15	—	10.0	5.0	0.15
31	14	0.15	—	10.0	5.0	0.15
32	10	0.15	—	10.0	5.0	0.15
33	8	0.15	—	10.0	5.0	0.15

周波モータなどにおいても、高強度で磁氣的性質がすぐれたロータ材が要求される場合があるので、本報でも Fe-Ni-Al, Fe-Ni-Ti および Fe-Ni-Co-Mo 系マルエージ鋼の磁性を測定して比較検討を行なった。

2. 実験方法

2.1 試料

試料の化学組成を Table 1 に示す、試料 No 1~No 13 は Fe-(5~20)%Ni-(0.59~1.57)%Al, 試料 No 14~No 28 は Fe-(5~20)%Ni-(0.5~1.8)%Ti, 試料 No 29~No 33 は Fe-(8~18)%Ni-10%Co-5%Mo 系マルエージ鋼である。いずれの試料にも Mn が添加されているが、これは不純物の S を MnS にして試料の加工性をよくするためである。また Fe-Ni-Ti 系と Fe-Ni-



(All dimensions in mm)

Fig. 1. Tensile test specimen.

Co-Mo 系マルエージ鋼に添加された Al は脱酸の目的である。なお Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼に添加された Mo は、時効試料の靱性を改善するためである。すなわち既報²⁵⁾において、Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼は時効すると脆化しやすい傾向があり、これを防止するのに Mo の添加が有効であることを指摘した。

いずれの試料も、真空溶解した電解鉄 (1 mm² に圧延され、湿水素焼鈍によつて C と N とがトレース程度まで除去されている) に添加元素を配合して、非消耗電極型アーク炉 (Ar 雰囲気) で約 80 gr 溶解した。この方法で溶解すると、ほぼ配合値どおりの組成になることを予備実験で確認しているが、Table 1 に示した組成は配合値である。鑄塊を 1100°C, 24 hr 真空中で均質化後熱間鍛造し、つぎに中間焼鈍と冷間加工とを繰返して 0.1 mm² (薄膜観察用) および 0.5 mm² (磁性、硬度および引張り試験用) の板を作成した。なお板厚 1 mm のところで、650°C, 8 hr の湿水素焼鈍を行なつておいて、Table 1 の各試料とも C および N の含有量はトレース程度である。いずれの試料も最終的には 900°C, 1 hr 溶体化処理後急冷し、所定の時効を行なった。

2.2 引張り試験および磁性の測定

引張り試験は Fig. 1 に示す試験片で行なつた。磁性の測定は、0.5(t) × (10(w)) × 66 mm(l) の試験片 16 枚を 1 組にし、試験片寸法にあわせて作ったエプスタイン枠を用いた。1 次コイルの巻数は 500 Turn × 4 = 2000 Turn, 2 次コイルは 5 Turn × 4 = 20 Turn で、交流消磁した試料の直流 B-H 曲線を自記磁束計で記録し、最大磁化力 H_m = 100 Oe からもどして描いた履歴曲線から、磁化力 10, 25, 50, 100 Oe における磁束密度 B₁₀, B₂₅, B₅₀, B₁₀₀ および残留磁束密度 Br, 抗磁力 H_c などをよみとつた。なお最大磁化力 100 Oe における磁束密度 B₁₀₀ は、ほぼ飽和磁束密度 B_s とみなしうる。なお磁性の測定に用いた試料は、α ⇄ γ 変態を数回くり返して集合組織をほぼランダムにしたものである。

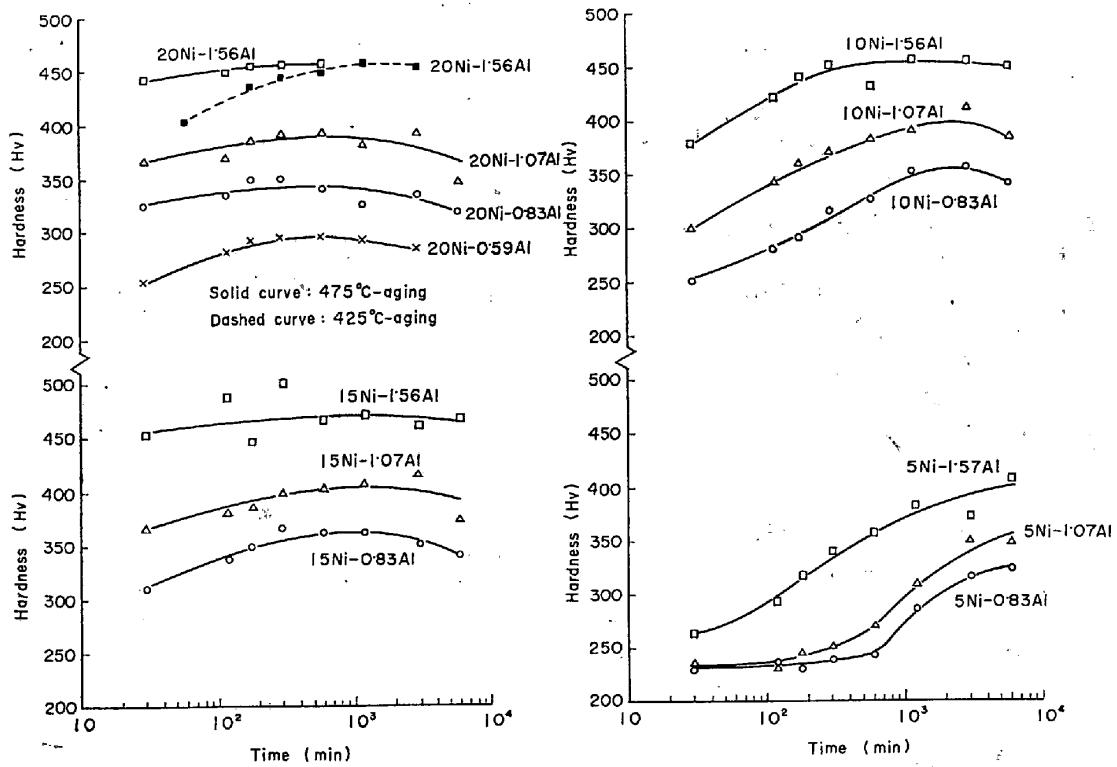


Fig. 2. Vickers hardness number as a function of aging time at 475°C and 425°C for the Fe-Ni-Al maraging steels.

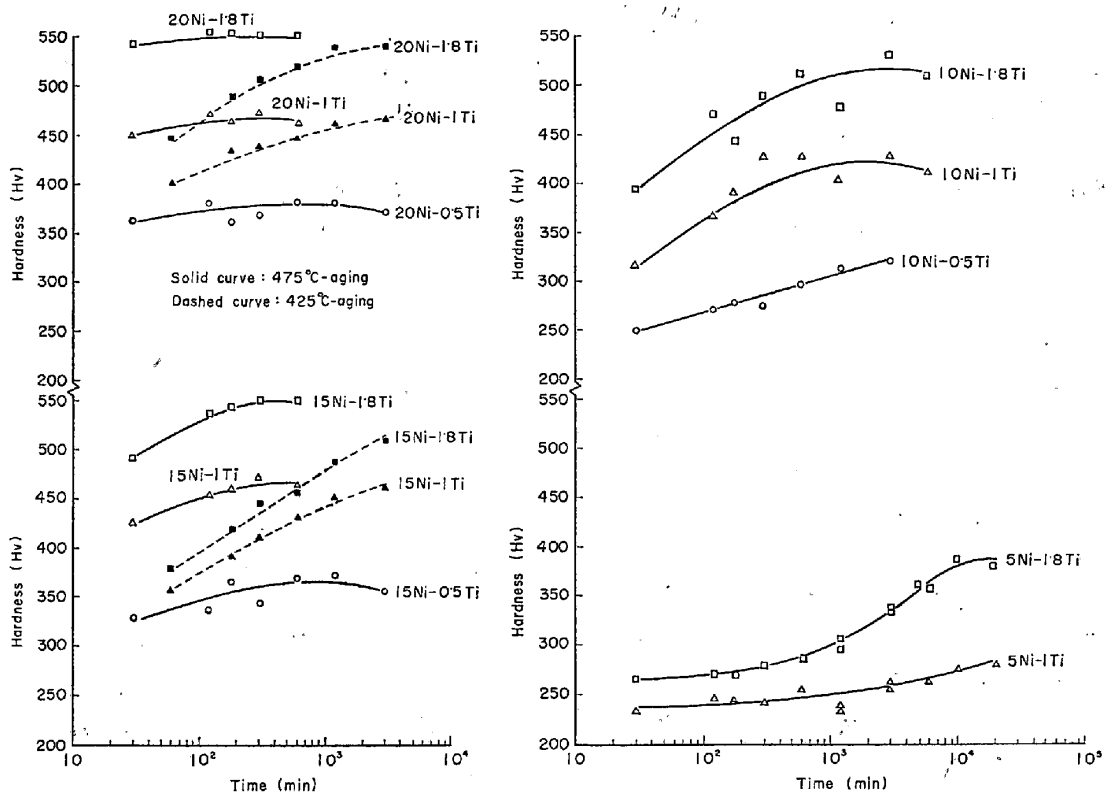


Fig. 3. Vickers hardness number as a function of aging time at 475°C and 425°C for the Fe-Ni-Ti maraging steels.

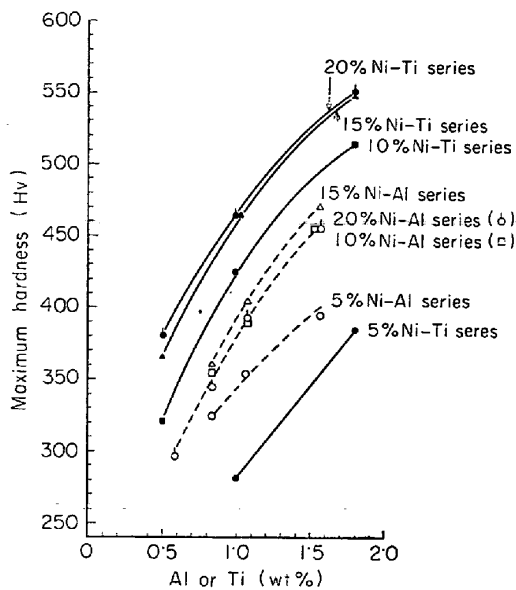


Fig. 4. Maximum hardness produced by isothermal aging at 475°C as a function of aluminium or titanium addition.

3. 実験結果および検討

3.1 時効硬化

恒温度効にともなう Fe-Ni-Al および Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼の硬度変化を Fig. 2 および Fig. 3 に示す。主として 475°C で時効したが、一部の試料については 425°C でも時効を行なった。最大硬度に到達する時間を Fe-Ni-Al と Fe-Ni-Ti 系とで比較すると、Ni 量 10% までは Fe-Ni-Al と Fe-Ni-Ti 系との間に大きい差は認められないが、Ni 量が 5% に減少すると Fe-5%Ni-(1, 1.8)%Ti の時効硬化は Fe-5%Ni-(0.83, 1.07, 1.57)%Al に比較してかなりおくれ、とくに Fe-5%Ni-1%Ti はほとんど時効硬化しない。

Fig. 4 は 475°C 恒温度効における最大硬度と Al および Ti 量との関係であるが、Ni 量が 10~20% の範囲に関する限り wt% 当りの硬化量は Al よりも Ti が大きい、Ni 量が 5% になると、とくに Fe-Ni-Ti 系において最大硬度が著しく減少し、wt% 当りの硬化量は Ti よりも Al の方が大きくなる。また 475°C 恒温度効における最大硬度は、Ni 量 10~20% の範囲では、Fe-Ni-Al 系も Fe-Ni-Ti 系も Ni 量に大きくは依存しないことも注目される。

Fe-Ni-Al および Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼中での析出については多数の研究があり、Fe-Ni-Al 系では $(Fe, Ni)_3Al$ (DO_3)⁴⁾⁵⁾, $(Fe, Ni)Al$ (B_2 , C_5Cl)^{6)~8)} など、Fe-Ni-Ti 系では $(Fe, Ni)_3Ti$ η 相 (DO_{24})^{10)~13)}, $(Fe, Ni)Ti$ (B_2 , C_5Cl)^{15)~18)}, $(Fe, Ni)_2Ti$ Laves 相¹⁴⁾ な

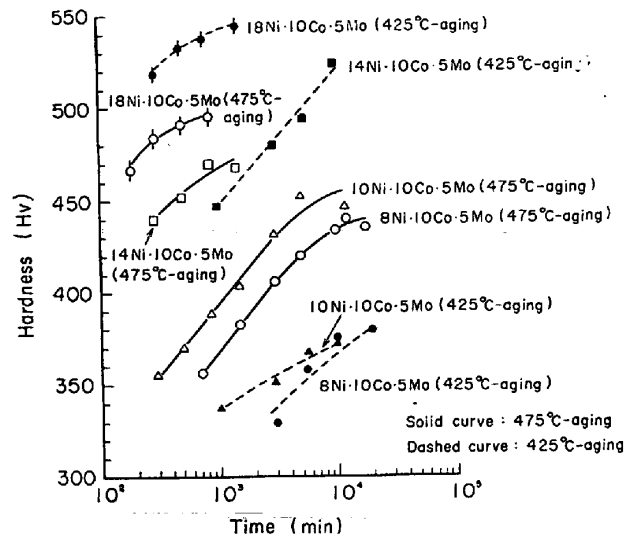


Fig. 5. Vickers hardness number as a function of aging time at 475°C and 425°C for the Fe-(8~18)% Ni-10% Co-5%Mo maraging steels.

どが報告されている。鈴木²⁹⁾は、Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼の研究結果を総合すると、高 Ni マルテンサイトで $(Fe, Ni)_3Ti$ η 相、低 Ni マルテンサイトで $(Fe, Ni)Ti$, フェライト合金で Fe_2Ti Laves 相が析出すると考えられることを指摘しているが、Fe-Ni-Al 系においても Ni 量によつて析出相が変化する可能性もある。Fig. 4 で、Fe-Ni-Al と Fe-Ni-Ti 系とでは、Ni 量の低いところで析出硬化量に差があらわれることを指摘したが、これらの系の析出硬化量と Ni 量との関係については、Ni 量による析出相の変化を考慮しないと十分には検討できないので、今後の問題である。

Fig. 5 は Fe-(8~18)%Ni-10%Co-5%Mo 系マルエージ鋼の 475°C と 425°C の恒温度効曲線である。Ni 量の高い Fe-(18, 14)%Ni-10%Co-5%Mo は 425°C 時効の方が最大硬化量が明らかに大きい、Ni 量の低い Fe-(10, 8)%Ni-10%Co-5%Mo の場合は、425°C で 10⁴min 時効しても時効硬化が 475°C 時効に比較して著しく小さい。

概略組成で Fe-18%Ni-(8~9)%Co-5%Mo のマルエージ鋼の場合、約 450°C を境にして高温側と低温側とで異なる析出相が形成され、低温側の析出相は高温側の析出相よりも析出硬化が著しく、析出速度も大きいことが明らかにされている¹⁹⁾²¹⁾²³⁾²⁴⁾。したがって Fe-18%Ni-10%Co-5%Mo の 425°C 時効における硬化は、低温側析出相の形成による。Fe-14%Ni-10%Co-5%Mo の場合も 425°C 時効における硬化が著しく、また以下に述べるように硬化速度も大きいので、Fe-18%Ni-10%Co-5%Mo と同様と考えられる。すなわち比抵抗および

Table 2. Tensile strength (σ_B) and elongation (ϵ) of the Fe-Ni-Al and Fe-Ni-Ti maraging steels aged at 475°C.

Specimen	Aging time	2 hr	3 hr	5 hr	10 hr	20 hr	50 hr	100 hr
		σ_B (kg/mm ²), ϵ (%)	σ_B (kg/mm ²), ϵ (%)	σ_B (kg/mm ²), ϵ (%)	σ_B (kg/mm ²), ϵ (%)	σ_B (kg/mm ²), ϵ (%)	σ_B (kg/mm ²), ϵ (%)	σ_B (kg/mm ²), ϵ (%)
No 1	20Ni· 1.56Al	135.0 5.2	138.6 6.3	139.7 5.9	140.5 6.4	—	—	—
2	20Ni· 1.07Al	—	121.0 7.3	118.6 7.4	119.9 7.4	115.8 7.8	—	—
3	20Ni· 0.83Al	—	109.0 10.0	104.9 8.7	106.9 7.9	101.8 8.7	—	—
5	15Ni· 1.56Al	—	133.8 5.5	—	137.4 6.2	136.6 6.7	139.5 7.4	—
6	15Ni· 1.07Al	—	112.3 7.7	—	114.7 7.8	113.3 7.6	118.6 6.0	—
7	15Ni· 0.83Al	—	100.6 9.6	—	103.1 8.2	101.1 8.2	105.8 7.5	—
8	10Ni· 1.56Al	—	—	114.3 8.6	120.6 9.6	113.5* 2.6*	118.7* 3.1*	—
9	10Ni· 1.07Al	—	—	97.9 10.8	104.2 10.7	102.1 7.5	107.5 8.1	—
10	10Ni· 0.83Al	—	—	79.4 10.4	87.2 9.8	87.1 7.9	92.3 8.4	—
11	5Ni· 1.57Al	—	—	—	87.8 17.8	92.5 16.5	98.8 13.7	83.2* 1.7*
12	5Ni· 1.07Al	—	—	—	—	70.9 16.0	81.0 13.8	83.8 14.5
13	5Ni· 0.83Al	—	—	—	—	58.5 16.4	75.2 13.7	81.0 13.7
14	20Ni· 1.8Ti·1Mo	—	182.9 5.0	—	—	—	—	—
15	20Ni· 1.8Ti	—	120* Brittle	—	—	—	—	—
16	20Ni·1Ti· 1Mo	151.1 6.7	154.0 6.2	150.3 5.7	149.7 5.9	—	—	—
17	20Ni·1Ti	143.1 6.1	141.8 6.5	141.9 6.3	141.8 6.1	—	—	—
18	20Ni· 0.5Ti	113.2 8.2	113.0 7.3	110.3 8.5	109.9 8.1	—	—	—
19	15Ni· 1.8Ti·1Mo	141.0* 1.0* Brittle	183.0 4.2	160.6* 1.1 Brittle	155.7* 1.0* Brittle	—	—	—
20	15Ni· 1.8Ti	71.4* Brittle	120.1* Brittle	50* Brittle	50* Brittle	—	—	—
21	15Ni·1Ti· 1Mo	144.9 5.8	150.6 6.3	148.2 6.6	146.4 6.0	—	—	—
22	15Ni·1Ti	119.5* Brittle	148.7 4.5	128.1* Brittle	144.2* 1.7* Brittle	—	—	—
23	15Ni· 0.5Ti	103.0 10.0	107.6 10.5	105.8 10.3	104.3 9.3	—	—	—
24	10Ni· 1.8Ti	—	82.8* Brittle	83.3* Brittle	106.1* Brittle	84.9* Brittle	—	—
25	10Ni·1Ti	—	106.2 12.3	110.6 11.3	119.7 6.2	122.3 8.6	—	—
26	10Ni· 0.5Ti	—	—	—	79.3 14.0	81.4 13.0	89.6 10.1	—
27	5Ni·1.8Ti	—	—	—	—	—	94.5 12.8	105.2 12.0
28	5Ni·1Ti	—	—	—	—	—	65.9 15.6	71.2 15.2

* relates with plotting in Fig. 8

硬度変化などから求められている高温側および低温側析出の活性化エネルギーは、30~50 kcal/mol の範囲である¹⁹⁾²³⁾²⁴⁾、Fe-14%Ni-10%Co-5%Mo を 475°C で時効して例えば Hv=460 に硬化するに要する時間は、Fig. 5 から約 650 min であるから、425°C でも 475°C と同一析出がおこっていると仮定すると、425°C 時効で

Hv=460 に硬化するに要する時間は約 2 750~7 200 min (30~50 Kcal/mol) である。実際には約 1 500min で Hv=460 に硬化しているので、425°C 時効における硬化速度は高温側の析出から外挿されるものより大きいとみることができる。

析出相の過飽和度を減少させると、低温側の析出相が

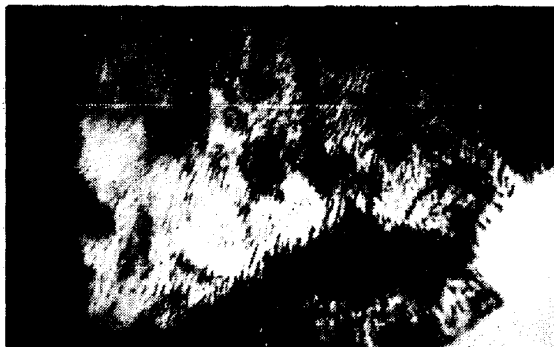
(a) ($\times 17\,000$) (3/4)(b) ($\times 17\,000$) (3/4)(c) ($\times 26\,000$) (3/4)(d) ($\times 26\,000$) (3/4)

Photo. 1. Transmission electron micrographs of the Fe-5%Ni-1.57%Al maraging steel aged at 475°C for 50 hr.

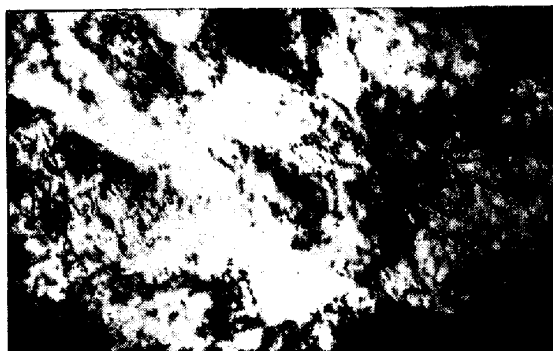
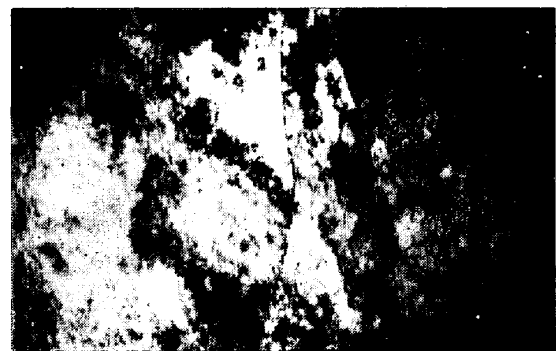
(a) Aging at 475°C for 10hr ($\times 26\,000$) (3/4)(b) Aging at 475°C for 50hr ($\times 26\,000$) (3/4)

Photo. 2. Transmission electron micrographs of the Fe-10%Ni-1.56%Al maraging steel aged at 475°C.

形成されなくなることが PETERS ら¹⁹⁾によつて明らかにされている。したがつて Ni 量を少なくして析出相の過飽和度を低減した Fe-(10, 8)%Ni-10%Co-5%Mo の場合、低温側の析出相が形成されなくなることが考えられる。さらに高温側析出の活性化エネルギーを 50 kcal/mol 程度に仮定すると、425°C 時効における硬化量は、475°C と同一析出がおこつているとしても説明できることなどの点から、Fe-(8, 10)%Ni-10%Co-5%Mo の場合、425°C 時効において低温側の析出相が形成されないか、または形成されてもその量が少ないと考えられる。

3.2 引張り試験結果

引張り試験は、主として Fe-Ni-Al および Fe-Ni-Ti

系マルエージ鋼について行なつた。結果を Table 2 に示す。

Fe-Ni-Al 系マルエージ鋼で、Fe-10%Ni-1.56%Al と Fe-5%Ni-1.57%Al が長時間時効すると脆化するの注目されたので、電子顕微鏡で薄膜の透過観察を行ない、脆化した試料と脆化しない試料の組織の差を検討した。すなわち Fe-5%Ni-1.57%Al は 475°C, 50 hr 時効(脆化しない)と 475°C, 100 hr 時効(脆化)、Fe-10%Ni-1.56%Al は 475°C, 10 hr 時効(脆化しない)と 475°C, 20 hr および 50 hr 時効(いずれも脆化)試料の組織の差を検討した。

代表的な時効組織の例を Photo. 1 および Photo. 2

に示す。Fe-5%Ni-1.57%Al の 475°C, 50hr 時効試料には、Photo. 1 (a) および (b) にみられるように、パーライト状の粒界反応組織が部分的に生成している（旧オーステナイト粒界に比較的多いが、マルテンサイトのラス境界にもみられる）のが観察された（なお 475°C, 20 hr 時効試料には粒界反応組織は認められなかった）。Photo. 1 (c) は粒界反応組織の部分撮影した例である。475°C, 100 hr の時効組織になると、薄膜の観察において粒界反応組織を見出しやすくなり、明らかに粒界反応組織の生成量は増加している。すなわち時効で脆化した試料と脆化しない試料の組織の差として明白に認められるのは、粒界反応組織の生成量が異なることである。なお Photo. 1 (d) と Photo. 2 との比較から明らかのように、Fe-5%Ni-1.57%Al の転位密度は Fe-10%Ni-1.56%Al に比較して著しく小さい（この原因の一部は Fe-5%Ni-Al 系の M_s 点が約 600°~650°C で、高温にあるためと考えられる）。

Fe-Ni-Al 系の粒界反応については別に詳しく報告³⁰⁾するが、Al 量の少ない Fe-5%Ni-1.07%Al は 475°C で 100 hr 時効しても粒界反応はおこらない。また粒界反応部の硬度は、Hv で約 390~400 と推定される結果が得られた。粒界反応をおこしていない領域を仮りに均一析出部とよぶと、Fig. 2 から明らかのように、Fe-5%Ni-1.57%Al は 475°C, 50 hr の時効では、なお最大硬化に到達しないので、時効時間の経過とともに均一析出部の硬度が漸次増加し、粒界反応部よりもかなり硬化した段階に到達することが考えられる。このような段階においては、クラックは硬度が比較的小さい粒界反応部に

発生しやすくなり、また粒界反応組織も増加するので、クラックが粒界反応部を伝ばして低い応力で破断するようになることが考えられる。なお Fe-5%Ni-Al 系の析出においては、均一析出部および粒界反応部ともに、析出相は $C_{54}Cl(B2)$ の NiAl であることがすでに明らかにされているが⁶⁾著者らも同様な結果であった。

Fe-10%Ni-1.56%Al の場合、脆化する段階まで時効した試料は、Photo. 2 (b) にみられるように、主として旧オーステナイト粒界に比較的大きな析出物が多く生成しているのが、とくに注目された。なお 475°C, 50hr までの時効では、粒界反応組織の生成は認められなかった。

Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼は、Ti 含有量 1.8% で、時効硬化量の大きい試料において、とくに脆い傾向である。Table 2 の結果と Fig. 3 に示した時効曲線とから、Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼について、硬度と抗張力との関係をプロットしたのが Fig. 6 である。脆化して低い応力で破断するのは、硬度 (Hv) 約 450 以上に時効硬化する試料に頻発する傾向である。Hv 約 450 以上に時効硬化する試料に Mo を添加すると、脆化を緩和するのに有効であるが、これについては Fe-20%Ni-1.8%Ti 系マルエージ鋼を用いて、既報²⁵⁾で詳しく報告した。すなわち時効によつて脆化するのは、結晶粒界（主として旧オーステナイト粒界）に比較的大きな析出物と、その近傍に析出物がほとんどない領域が形成されるためと考えられ、このような時効組織は Mo の添加によつて生成

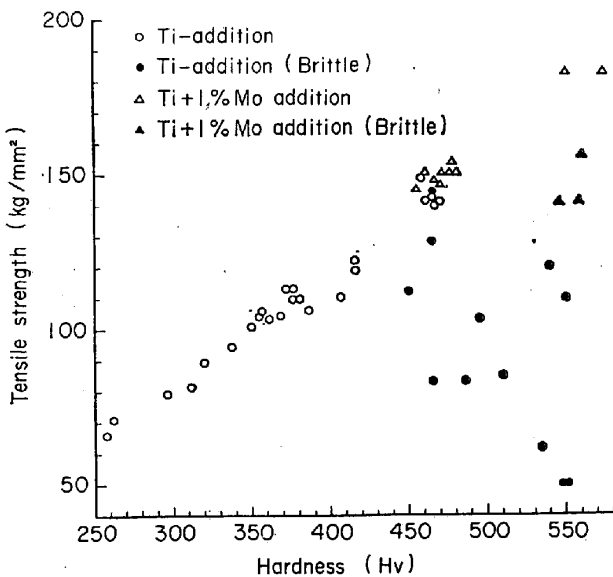


Fig. 6. Tensile strength vs. hardness for the Fe-Ni-Ti maraging steel.

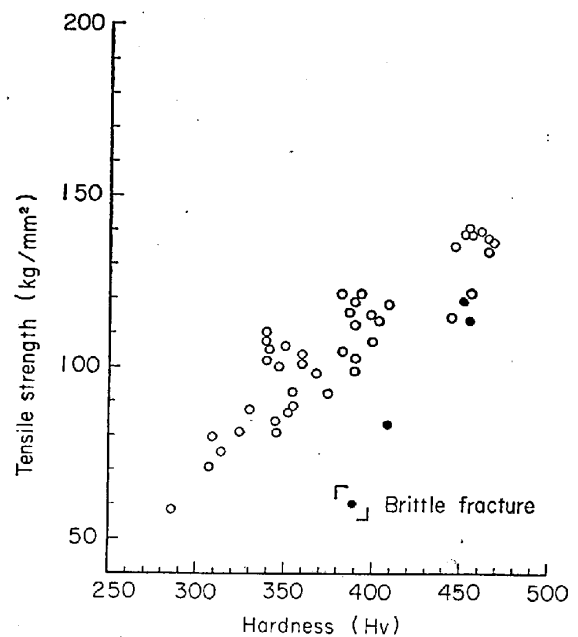


Fig. 7. Tensile strength vs. hardness for the Fe-Ni-Al maraging steels.

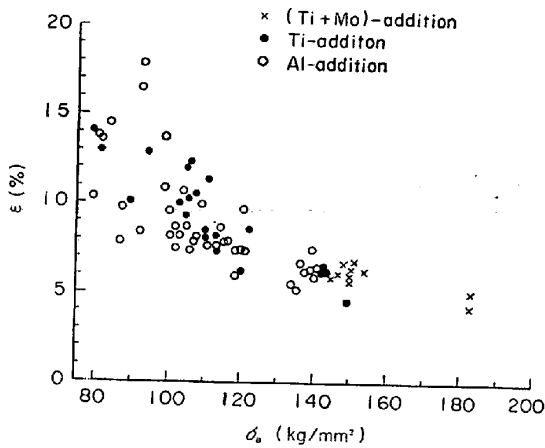


Fig. 8. Tensile strength (σ_B) vs. elongation (ϵ) for the Fe-Ni-Al and Fe-Ni-Ti maraging steels. (Plotting the data asterished in Table 2 is omitted.)

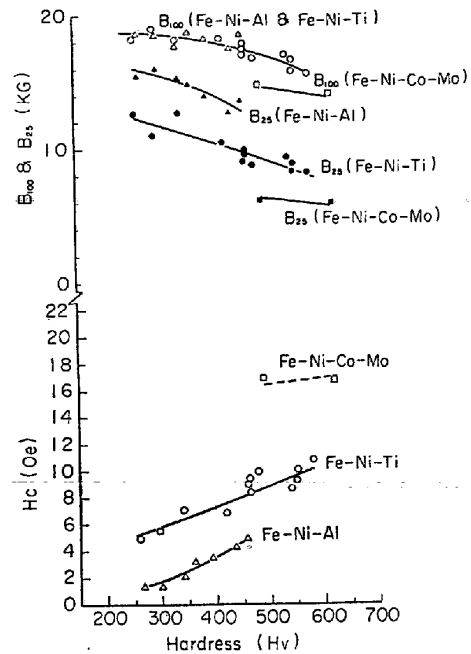


Fig. 9. Magnetic properties of the maraging steels.

を抑制されることを明らかにした。

Fig. 7 は、Table 2 と Fig. 2 とから、Fe-Ni-Al 系マルエージ鋼について時効硬度と抗張力との関係をプロットした結果であるが、Fe-5%Ni-1.57%Al および Fe-10%Ni-1.56%Al が長時間時効後に脆化する場合を除くと、脆化して低い応力で破断する例はなかつた。しかしさらに大きい時効硬化の範囲で、Fe-Ni-Ti 系と同様に脆化するかどうかは今後の問題である。

Fig. 8 は、 $\sigma_B \geq 80 \text{ kg/mm}^2$ の範囲において、時効硬度から推定される σ_B より明らかに低い応力で破断する脆い場合 (Table 2 に * 印を付したデータ) を除いて、

σ_B と ϵ との関係をプロットした結果である。 σ_B が約 $140 \text{ kg/mm}^2 \sim 80 \text{ kg/mm}^2$ の範囲においては、Fe-Ni-Al と Fe-Ni-Ti 系との間に、伸びに明らかな差が認められないようである。なおすでに指摘したように、 $\sigma_B > 140 \text{ kg/mm}^2$ の範囲では、Mo を添加した Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼が脆化しにくい。

3.3 磁性

すでに示した時効曲線を参考にして各試料を 475°C

Table 3. Magnetic properties

No	Chemical composition (%)						Magnetic properties						Hardness Hv	Aging
	Ni	Al	Ti	Co	Mo	Mn	B ₁₀ (KG)	B ₂₅ (KG)	B ₅₀ (KG)	B ₁₀₀ (KG)	Br (KG)	Hc (Oe)		
1	20	1.56	—	—	—	0.15	8.5	13.6	16.8	18.6	7.9	4.9	454	475°C-3hr
8	10	1.56	—	—	—	0.15	7.3	12.7	15.4	17.5	6.2	4.2	435	475°C-50hr
9	10	1.07	—	—	—	0.15	8.9	14.0	16.4	18.3	6.4	3.4	390	〃
10	10	0.83	—	—	—	0.15	10.1	14.9	16.9	18.7	6.9	3.1	360	〃
11	5	1.57	—	—	—	0.15	13.0	15.3	16.4	17.9	8.0	2.1	340	〃
12	5	1.07	—	—	—	0.15	13.8	16.0	17.1	18.6	6.0	1.3	300	〃
13	5	0.83	—	—	—	0.15	12.3	15.5	16.8	18.6	5.2	1.4	265	〃
14	20	0.2	1.8	—	1.0	0.15	2.8	8.2	12.0	15.6	6.4	10.8	577	475°C-3hr
15	20	0.2	1.8	—	—	0.15	3.3	8.8	12.9	16.6	6.5	9.9	551	〃
16	20	0.2	1.0	—	1.0	0.15	3.2	8.8	13.0	16.8	6.4	9.9	477	〃
17	20	0.2	1.0	—	—	0.15	3.7	9.7	13.8	17.4	6.6	9.3	462	〃
19	15	0.2	1.8	—	1.0	0.15	3.7	8.5	12.2	15.9	6.1	9.3	550	〃
20	15	0.2	1.8	—	—	0.15	4.1	9.4	13.2	16.9	6.2	8.7	540	〃
21	15	0.2	1.0	—	1.0	0.15	3.8	9.1	13.2	17.2	6.1	8.9	459	〃
22	15	0.2	1.0	—	—	0.15	4.3	9.9	14.1	17.7	6.5	8.4	463	〃
25	10	0.2	1.0	—	—	0.15	4.6	10.5	14.7	18.2	6.2	6.9	420	475°C-10hr
26	10	0.2	0.5	—	—	0.15	5.6	11.1	15.5	18.9	5.8	5.6	295	〃
27	5	0.2	1.8	—	—	0.15	6.4	12.7	15.8	18.0	8.5	7.0	340	475°C-50hr
28	5	0.2	1.0	—	—	0.15	7.2	12.7	16.2	18.3	6.8	5.0	260	〃
29	18	0.15	0.7	10	5	0.15	1.2	5.9	10.0	14.0	6.1	16.7	619	475°C-3hr
30	18	0.15	—	10	5	0.15	1.3	6.1	10.6	14.6	6.6	16.8	490	〃

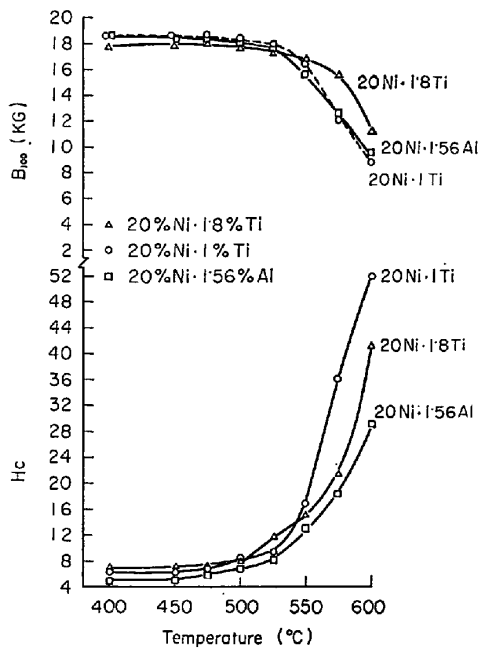


Fig. 10. Changes in coercive force (H_c) and magnetic induction (B_{100}) by aging for 30 min.

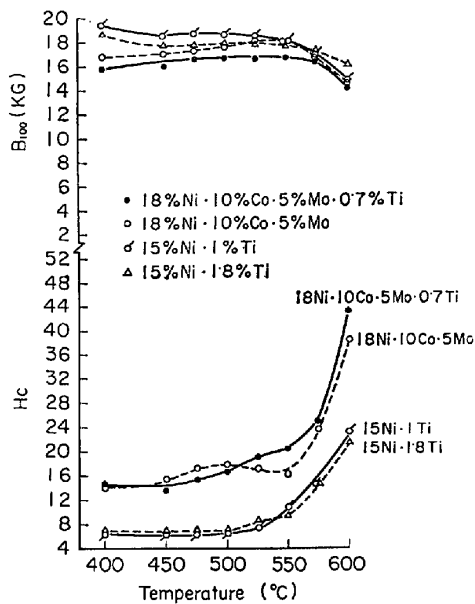


Fig. 11. Changes in coercive force (H_c) and magnetic induction (B_{100}) by aging for 30 min.

で時効し、磁性の測定を行なった結果を Table 3 に、また硬度と H_c , B_{100} , B_{25} などとの関係をプロットした結果を Fig. 9 に示す。Fig. 9 から明らかなように、磁氣的性質は、同一硬度水準で比較すると、Fe-Ni-Al 系マルエージ鋼が最も軟質で、Fe-18%Ni-10%Co-5%Mo 系マルエージ鋼が最も硬質である。また Table 3 から明

らかなように、Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼に Mo を添加すると H_c が増加し、 B_{25} , B_{100} などは減少する。

いずれの系統のマルエージ鋼においても、 H_c , B_{100} などの磁氣的性質は試料の化学組成によつてほぼ定まり、過時効によつて γ 相が生成しない限り、時効して硬度が増加してもほとんど磁氣的性質は変動しないことを確認している。すなわちいずれのマルエージ鋼においても、析出相が微細なため、時効によつて硬化が進んでも磁氣的性質がほとんど変動しないものと考えられる。DIJKSTRA³¹⁾は、析出相が 800Å~1000Å 程度の大きさに成長しないと、析出相によつて H_c が増加しないことを明らかにしている。Fig. 9 は同一化学組成の試料について硬度と磁氣的性質との関係を示すものではなく、横軸の硬度は化学組成の変動を含んでいる。すなわち Fig. 9 は、Fe-Ni-Al および Fe-Ni-Ti 系において、時効硬度を増加するために Al および Ti の含有量を増加すると、磁氣的性質が硬くなることを示している。

Fig. 10 および Fig. 11 は同一試料を各温度で 30 min くり返し時効して、室温における磁性を測定した結果である。時効温度を上昇すると基質が Ni 量の低い bcc 格子の α 相と、Ni 量の高い fcc 格子の γ 相に分解することが知られている。生成する γ 相の Ni 含有量が高くて、その Curie 点が室温以上であれば、 γ 相の生成によつて H_c および B_{100} はあまり変動しないが、時効温度が上昇すると生成する γ 相の Ni 量が低下して室温で非磁性の γ 相になるため、 H_c が増加し B_{100} が減少する²⁶⁾²⁸⁾³²⁾。

4. 総 括

本研究のおもな結果を要約すると次の通りである。

(1) Fe-Ni-Al と Fe-Ni-Ti 系の 475°C 時効における最大析出硬化量を比較すると、Ni 量が 10~20% の範囲に関する限り、Al wt% 当りの硬化量より Ti wt% 当りの硬化量の方が大きい、Ni 量が 5% に減少すると傾向が逆になり、Al wt% 当りの硬化量の方が大きくなる。なお 475°C 時効における最大析出硬化量は、Ni 量 10~20% の範囲では、Fe-Ni-Al 系も Fe-Ni-Ti 系も Ni 量に大きくは依存しない。

(2) Fe-(14, 18)%Ni-10%Co-5%Mo は 475°C と 425°C とで異なる析出相が形成され、425°C 時効の方が析出硬化が著しい、425°C 時効で形成される析出相を

* Fe-Ni 2元系 γ 相の Curie 温度は、64~68 at/o Ni の範囲で最高 504°C を示し、28 at/o Ni で 100°C、 γ 相の Ni 濃度がさらに減少すると Curie 点も低下して室温で非磁性の γ 相になる³³⁾。なおニッケルマルエージ鋼の場合、析出 γ 相に析出硬化元素などが固溶されるため、析出 γ 相の Curie 温度は、Fe-Ni 2元系の γ 相の Curie 温度とは異なっていると推定される。

準安定相とよぶことにすると、Ni量を少なくして析出相の過飽和度を低減した Fe-(8, 10)%Ni-10%Co-5%Mo マルエージ鋼は、425°C における硬化速度が小さく、準安定相は形成されないか、または形成されてもその量が少ないと考えられる。

(3) Fe-5%Ni-Al 系の 475°C 時効において、粒界反応組織を生成する最低 Al 量は 1.57% に近いとみられ、Fe-5%Ni-1.57%Al を 475°C で 50 hr および 100 hr 時効すると少量の粒界反応組織が生成する。なお Fe-(10, 15)%Ni-1.56%Al および Fe-20%Ni-1.56%Al は、475°C でそれぞれ 50 hr および 20 hr まで時効しても粒界反応組織の生成は認められなかった。

(4) Fe-(5~20)%Ni-(0.5~1.8)%Ti 系マルエージ鋼の場合、時効試料が脆化して低い応力で破断するのは、Hv 約 450 以上に時効硬化した試料に頻発する傾向である。このような脆化を緩和する方法として Mo の添加が有効である。

なお Fe-(5~20)%Ni-(0.59~1.57)%Al 系マルエージ鋼の場合、475°C 時効で得られる最高硬度 (Hv) は約 465, 最大抗張力 (σ_B) は約 140 kg/mm² であるが、 σ_B 約 140 kg/mm² 以下の時効強度の範囲においては、Fe-Ni-Al と Fe-Ni-Ti 系との間に伸びに明らかな差は認められない。

(5) Fe-Ni-Al, Fe-Ni-Ti および Fe-Ni-Co-Mo 系マルエージ鋼の磁性を同一時効硬度水準で比較すると、Fe-Ni-Al 系マルエージ鋼の磁性が最も軟質で、Fe-Ni-Co-Mo 系の磁性が最も硬質である。なお磁性は試料の化学組成によつてほぼ定まり、時効において γ 相が析出しないう限り、時効硬度が増加しても磁性はほとんど変動しない。

本研究を行なうに当り、ご指導を賜わつた日立金属小野健二博士、日立研究所飯塚富雄部長、佐々木良一博士ならびに薄膜の観察でご援助いただいた近崎充夫氏、熱心に測定に従事された田口和夫氏らに深甚なる謝意を表す。

文 献

- 1) S. FLOREEN: Trans. ASM, 57 (1964), p. 38
- 2) M. D. PARKAS and V. I. SNITSAR: Phys. Met. Metallog., 17 (1964) 3, p. 75
- 3) G. R. SPEICH: Trans. AIME, 227 (1963), p. 1426
- 4) E. HORNBOKEN and W. A. MEYER: Z. Metallk., 58 (1967), p. 372, p. 445
- 5) J. M. CHILTON and C. J. BARTON: Trans. ASM, 60 (1967), p. 528
- 6) 金尾, 荒木, 沼田, 青木: 鉄と鋼, 54 (1968), p. 967
- 7) 金尾, 青木: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 658, 51 (1965), p. 1097
- 8) 金尾, 荒木, 沼田: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 610
- 9) S. FLOREEN and G. R. SPEICH: Trans. ASM, 57 (1964), p. 714
- 10) K. A. MALYSHEV and M. M. VASIMEVSKAYA: Phys. Mt. Metallog., 18 (1964) 5, p. 80
- 11) A. F. YEDNERAL, V. M. KARDONSKY, and M. D. PARKAS: Phys. Met. Metallog., 24 (1967) 4, p. 85
- 12) I. CHENG and G. THOMAS: Trans. ASM, 61 (1968), p. 14
- 13) 川原: 金属学会誌, 32 (1968), p. 1062, 33 (1969), p. 849
- 14) B. G. REISDORF: Trans. ASM, 56 (1968), p. 783
- 15) V. M. KARDONSKY and M. D. PARKAS: Phys. Met. Metallog., 19 (1965) 2, p. 133
- 16) 金尾, 荒木, 沼田, 中野: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 1854
- 17) 金尾, 青木, 荒木, 沼田: 鉄と鋼, 53 (1967), p. 887
- 18) A. V. GAVRILOVA, M. D. DZHIBUTI, and Y. D. TYAPKIN: Phys. Met. Metallog., 24 (1967), 6, p. 126.
- 19) D. T. PETERS and C. R. CUPP: Trans. AIME, 236 (1966), p. 1420
- 20) H. MARCUS, L. H. SCHWARTZ and M. E. FINE: Trans. ASM, 59 (1966), p. 468
- 21) D. T. PETERS: Trans. AIME, 239 (1967), p. 1981
- 22) 清水, 岡本: 金属学会誌, 35 (1971), p. 204
- 23) 河部, 金尾, 宗木: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 1388
- 24) 添野, 黒田: 鉄と鋼, 55 (1969), p. 1243
- 25) 添野, 黒田: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1663
- 26) K. DETERT: Trans. ASM, 59 (1966), p. 262
- 27) C. R. HONEYCUTT and E. A. STEIGERWALD: Trans. ASM, 59 (1966), p. 113
- 28) D. T. PETERS: Cobalt, 52 (1971), Sept., p. 131
- 29) 鈴木: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 822
- 30) 近崎, 添野: 鉄と鋼, 59 (1973) 11, S 671
- 31) L. J. DIJKSTRA and C. WERT: Phys. Rev., 79 (1950), p. 979
- 32) D. T. PETERS: Trans. ASM, 61 (1968), p. 62
- 33) M. HANSEN: Constitution of Binary Alloys, (1958), p. 681