

論 文

UDC 539.4.015.1 : 669.15'24-192 : 539.52 : 539.56 : 620.186 : 620.187

微細 2 相組織をもつ Fe-Ni 合金の機械的性質について*

淀川 正進**・田中 実***

Mechanical Properties of Fe-Ni Alloys Having Microduplex Structures

Masayoshi YODOGAWA and Minoru TANAKA

Synopsis:

The relationship between structures and mechanical properties of seven materials having microduplex structures consisting of ferrite (α), martensite (α') and austenite (γ) in Fe-Ni alloys has been studied by means of microscopic observation, tensile test and impact test.

The strength of the ($\alpha+\gamma$) microduplex structures is larger than that expected by the rule of mixture due to the grain refinement. Their ductility at low temperatures is improved remarkably compared with that of α' . The shape of their grains markedly affects their mechanical properties. ($\alpha+\gamma$) microduplex structures containing the unstable γ show the maximum strength and large elongation at a 50-50 phase ratio when they are tested at -196°C . Their low temperature toughness is lower than that containing the stable γ . The tensile properties of ($\alpha'+\gamma$) duplex structure are almost explained by the rule of mixture. The tensile behavior of ($\alpha+\alpha'$) microduplex structures are similar to that of α' .

1. 結 言

最近、2相のいずれもがある程度の延性を有し、また類似の結晶粒径を持つ2相混合組織合金の強度あるいは塑性変形に関する研究が行なわれている¹⁾。この種の合金には鉄合金だけをとって見ても、フェライト・パーライト鋼、不完全焼入鋼、高Ni低温用鋼、2相ステンレス鋼など、実用的にも重要な鋼が含まれる。またFe-Ni合金²⁾あるいはFe-Ni-Cr合金³⁾⁻⁶⁾については、2相組織を得ると同時に、結晶粒を超微細化する加工熱処理が試みられており、超微細粒合金としても注目されている。さらにこれらの合金系では、組成あるいは試験条件を適当に選ぶことにより、高温において微細粒超塑性⁷⁾⁸⁾、低温において変態超塑性あるいはTRIP現象⁹⁾¹⁰⁾を生じるなど極めて興味深い性質を有する。したがって、2相合金あるいは微細2相合金の強度、延性、靱性あるいはそれらの改善について知見を得るためには、この種の合金の組織と機械的性質の関連を総合的に調べる必要がある。

Fe-Ni 2元合金は、高Niではオーステナイト(γ)、

低Niではフェライト(α)であり、その中間では γ 域より冷却するとマルテンサイト(α')が得られる。この α は($\alpha+\gamma$)領域に時効すると層状($\alpha+\gamma$)組織となり、冷間加工後時効すると粒状2相組織となる。すなわち、Fe-Ni合金は単一の合金系で多種類の単相および2相組織を得ることができ、上記の目的を達成するには極めて好都合な合金である。本研究は、このFe-Ni合金系で得られた7種の微細2相組織の機械的性質を調べ、強度、延性および靱性に及ぼす(1)相の種類の影響、(2) γ の挙動と役割、(3)結晶粒の微細化と形状の効果について検討したものである。

2. 試料および実験方法

Fe-Ni合金の試料には、焼入れ処理により α' の得られる6Ni, 9Ni, 15Ni, 24Ni合金、室温まで冷却すると γ であるが深冷処理を施すと α' となる30.5Ni, 31.5Ni合金および -196°C に冷却しても γ である35Ni合金の7種を選択した。各試料は、電解鉄、電解ニッケルを原料として、35kV高周波溶解炉により大気中で約4kgずつ溶製し、脱酸剤として0.1%のアルミニウムを添加した

* 昭和51年1月21日受付 (Received Jan. 21, 1976)

** 東京工業大学精密工学研究所 工博 (Research Laboratory of Precision Machinery and Electronics, Tokyo Institute of Technology, 4259 Nagatsuda Midori-ku Yokohama 227)

*** 東京工業大学名誉教授 (現: 芝浦工業大学) 工博 (Emeritus Professor, Tokyo Institute of Technology. Now at Shibaura Institute of Technology)

Table 1. Chemical compositions of alloys, wt%, bal. Fe.

Alloy	6Ni	9Ni	15Ni	24Ni	30.5 Ni	31.5 Ni	35Ni
Ni	6.18	9.11	15.02	23.67	30.60	31.80	35.51
Mn	0.12	0.23	0.23	0.21	0.30	0.30	0.30

Table 2. Heat treatments and microduplex structures of alloys.

Alloy	Heat treatment	Microduplex structure
15Ni	600°C aging	lamellar ($\alpha + \alpha'$)
	80% cold rolling + 600°C aging	globular ($\alpha + \alpha'$)
24Ni	450°C aging	lamellar ($\alpha + \gamma_s$)
	500°C aging	lamellar ($\alpha + \gamma_u$)
	80% cold rolling + 450°C aging	globular ($\alpha + \gamma_s$)
	80% cold rolling + 500°C aging	globular ($\alpha + \gamma_u$)
30.5 Ni	subzero treatment between M_s and M_f	($\alpha' + \gamma$)

α : ferrite, α' : martensite, γ : austenite, γ_s : stable γ
 γ_u : unstable γ

のち 50 mm ϕ の金型に鋳造した。また熱間鍛造性を改善するため 0.2~0.3% のマンガンを追加した。鋳塊は 1250°~1000°C で 20 mm ϕ に熱間圧延して素材とした。各試料のニッケルおよびマンガンの化学分析結果は Table 1 のとおりである。その他の不純物元素は 0.02% C, 0.02% Si で, P, S はさらに 1 桁小さい値であった。

溶体化処理は、すべての試片について 900°C \times 1hr 真空中に保持後水焼入れを行ない、原則としてさらに液体窒素中に 30 min 浸漬した。恒温時効処理は、温度変動を ± 3 deg C 以下に自動調節した電気炉中で行なった。本研究で用いた 7 種の微細 2 相組織とそれを得るための熱処理を Table 2 に示す。

組織観察は光学顕微鏡および二段カーボンレプリカ法を用いて JEMSS 小型電子顕微鏡により行ない、また薄膜観察を JEM200 電子顕微鏡により行なった。 γ 量は、島津製自記 X 線回折装置 VD-1A により MoK_{α} 線を用いて、(220) $_{\gamma}$, (311) $_{\gamma}$ および (211) $_{\alpha}$ の積分強度から求めた¹¹⁾。

引張試験は、平行部の直径 4 mm, 長さ 20 mm で全長 70 mm の丸棒試験片および平行部の厚さ 1 mm, 幅 5 mm, 長さ 20 mm で全長 75 mm の板試験片を用いて、インストロン型引張試験機により 2.5×10^{-2} / min の歪速度で行なった。シャルピー衝撃試験は V 型切欠標

準試片を用いて行なった。また試験後の破面を HSM2 走査電子顕微鏡により観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 金属組織

溶体化処理後水冷しさらに -196°C に深冷処理を施した合金の組織を光学顕微鏡により観察した。6~24Ni 合金はマッシュ α' であつたが、6Ni 合金では結晶粒が小さく粒界が明瞭に現われ α に類似していた。30.5Ni 合金は大部分がレンズ状 α' であつたがマッシュ α' も一部に認められ、また γ が残留していた。35Ni 合金は -196°C に冷却しても γ であつた。

Photo. 1 は、24Ni および 15Ni 合金の恒温時効による組織変化である。24Ni 合金を 450°C 時効すると、旧 γ 粒界あるいは α' のラス境界から γ が析出し、時効時間とともに γ 量は増大し、 γ と α (α' 母相は γ 析出とともに Ni 濃度は低下し、転位密度も減少して α' の特徴を失うので以後 α と呼ぶ) の層状組織となる。1000hr 時効後の α , γ の厚さはいずれも 0.2~0.3 μ である。24Ni 合金を 500°C で恒温時効しても同様の組織変化を生じ、 γ の析出速度は 450°C 時効に比して速い。15Ni 合金を 600°C で時効しても同様の組織変化を起こす。しかし室温で得られる組織は ($\alpha + \alpha'$) 混合組織である。600°C で析出する γ の Ni 濃度は約 18% と推定されその M_s 点は室温よりかなり高く¹²⁾、時効後の冷却中に γ は α' に変態するからである。また 100hr 時効で得られる α , α' の厚さは 0.4~0.5 μ である。

Photo. 2 は、24Ni および 15Ni 合金の透過電顕組織である。Photo. 2-a は 24Ni 合金の焼入組織で、高密度の転位を含むラス束から成る典型的なラス α' (マッシュ α') である。これを 500°C \times 30hr 時効した組織が Photo. 2-b である。ラス境界からレンズ状あるいは板状に析出した γ が α と交互に並んだ層状組織である。15Ni 合金の焼入組織は Photo. 2-a の 24Ni 合金のものと同様のラス α' で、それを 600°C \times 20hr 時効した組織が Photo. 2-c である。転位密度の高い相が α' 、低い相が α である。この α' は既述のように時効中に析出した γ の薄い板が時効後の冷却に際して変態したもので薄いラスが重なり合つて 1 つの α' 板状粒を形成している。

Photo. 2-d は、24Ni 合金の α' 組織を 80% 冷間圧延したものである。転位密度は極めて高く、一部がセル状を呈している。この合金を 500°C \times 5hr 時効した組織が Photo. 2-e である。0.3~0.7 μ の粒径の α と γ の粒状混合組織で、 γ 中には小さな双晶も認められる。こ

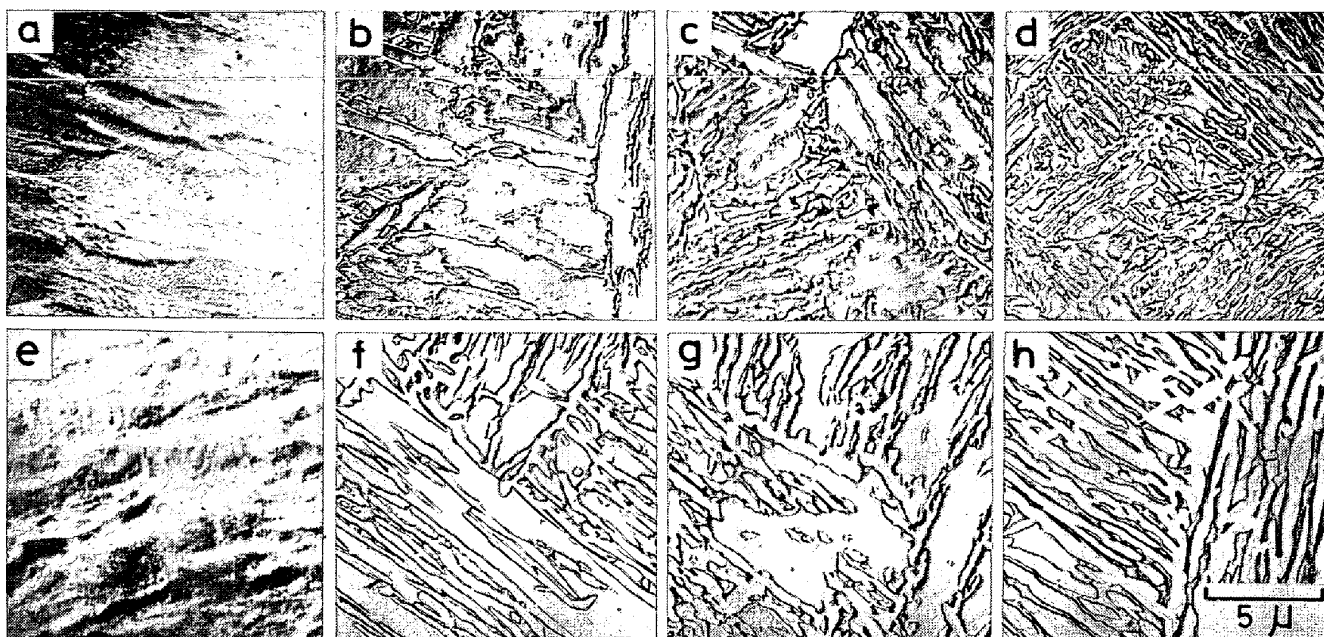


Photo. 1. Electron micrographs of the Fe-24Ni alloy aged at 450°C and the Fe-15Ni alloy aged at 600°C
 24Ni alloy : (a) as quenched, (b) 20hr aged, (c) 100hr aged, (d) 1000hr aged.
 15Ni alloy : (e) as quenched, (f) 3hr aged, (g) 20hr aged, (h) 100hr aged.

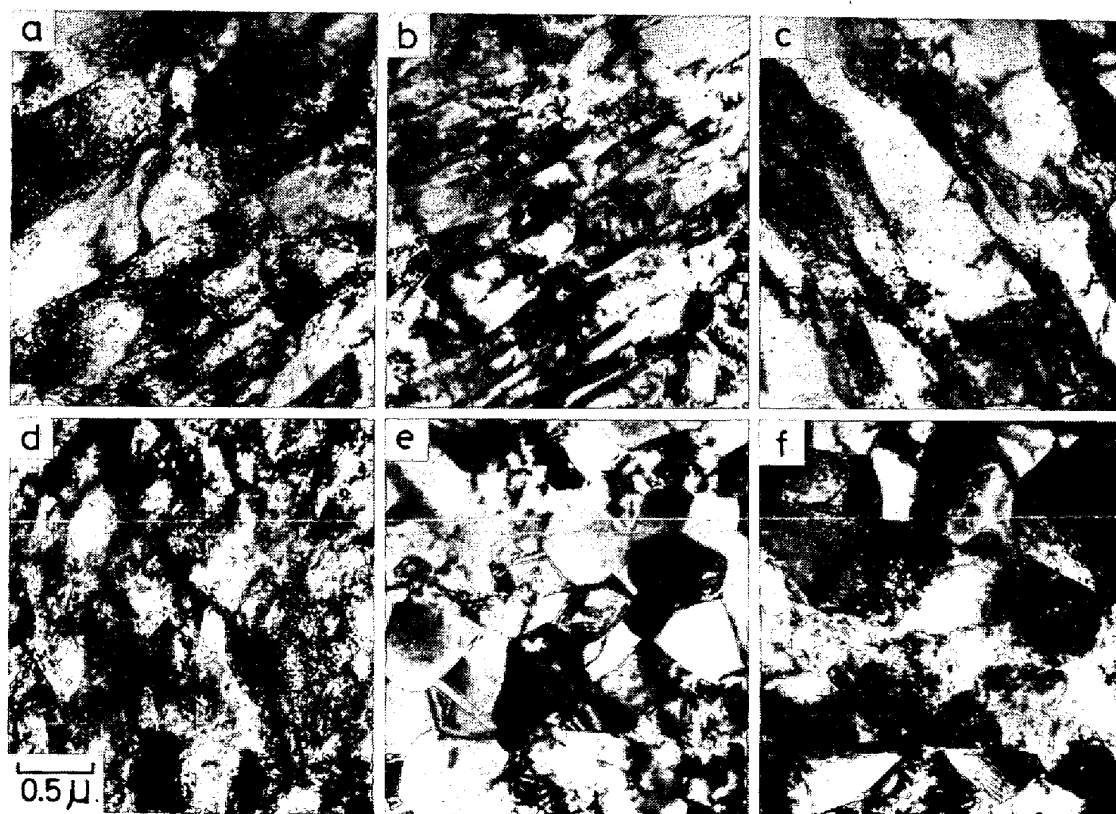


Photo. 2. Transmission electron micrographs of Fe-Ni alloys. (a) 24Ni alloy as quenched, (b) 24Ni alloy aged at 500°C for 30hr, (c) 15Ni alloy aged at 600°C for 20hr, (d) 24Ni alloy rolled by 80%, (e) 24Ni alloy aged at 500°C for 10hr after rolled by 80%, (f) 15Ni alloy aged at 600°C for 5hr after rolled by 80%.

れは時効中に α' 母相の再結晶と γ の析出が同時に生じたもので、時効時間が長くなるとともに γ 量が増加し α 、 γ 粒のいずれもが成長し粗大化する。15Ni 合金の α' 組織を 80% 冷間圧延すると Photo. 2-d と同様の

組織が得られ、それに $600^{\circ}\text{C} \times 5\text{hr}$ 時効を施した組織が Photo. 2-f である。Photo. 2-e と同様の粒状組織であるが、転位密度の高い α' と低い α の混合したものでいずれの粒径も $0.5 \sim 1\mu$ である。この α' も前述のように時効により生じた γ が冷却時に変態したものである。1つの α' 結晶粒中にラスはほとんど認められず、したがって1つの γ 粒がそのまま1つのラスに対応する α' に変態したものと考えられる。時効時間が長くなり、結晶粒径が $1.5 \sim 2\mu$ 程度になると、1つの旧 γ 粒中に複数のラスが認められるようになる。

3.2 単相合金の機械的性質

Fig. 1 は、焼入後深冷処理を施した Fe-Ni 合金の応力-歪曲線の典型的な3つの例である。9~31.5Ni 合金の α' 組織はいずれも 24Ni 合金と同様の引張曲線を示した。このように2相組織を構成する α (6Ni 合金の α' は α に類似), α' , γ 組織は、それぞれ特徴ある応力-歪曲線を有する。

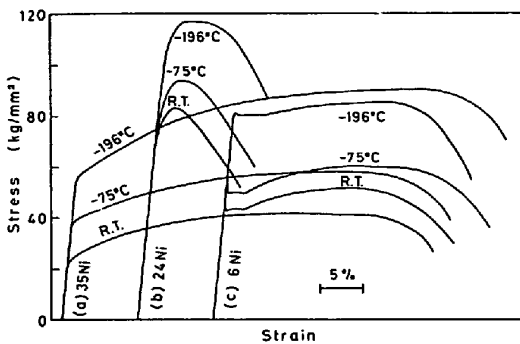


Fig. 1. Some typical stress-strain curves tested at room temperature, -75° and -196°C for Fe-Ni alloys quenched from 900°C and treated at -196°C for 30 min.

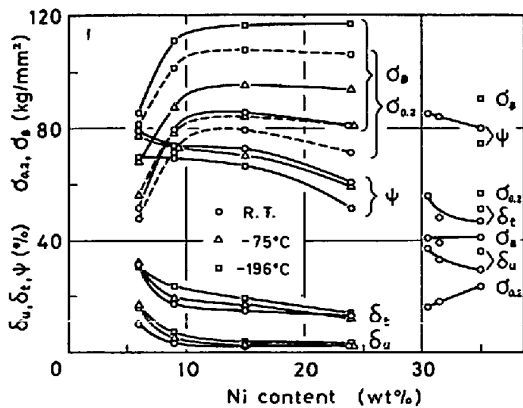


Fig. 2. Mechanical properties of Fe-Ni alloys. $\sigma_{0.2}$: 0.2% proof strength, σ_B : tensile strength, ψ : reduction of area, δ_u : uniform elongation, δ_t : total elongation.

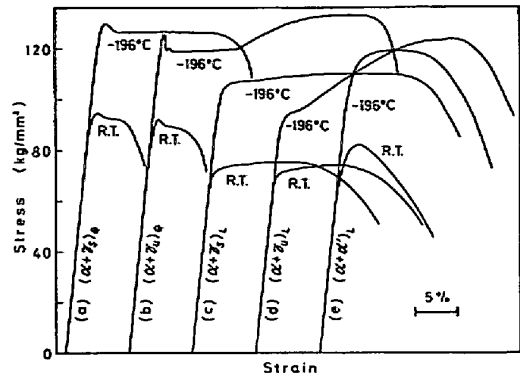


Fig. 3. Some typical stress-strain curves tested at room temperature and -196°C for Fe-Ni alloys having the microduplex structures. (a) 24Ni alloy aged at 450°C for 100hr after 80% cold rolled, globular ($\alpha + \gamma_s$), $C_{\gamma} = 31\%$, (b) 24Ni alloy aged at 500°C for 5hr after 80% cold rolled, globular ($\alpha + \gamma_u$), $C_{\gamma} = 40\%$, (c) 24Ni alloy aged at 450°C for 1000hr, lamellar ($\alpha + \gamma_s$), $C_{\gamma} = 41\%$, (d) 24Ni alloy aged at 500°C for 30hr, lamellar ($\alpha + \gamma_u$), $C_{\gamma} = 43\%$, (e) 15Ni alloy aged at 600°C for 20hr, lamellar ($\alpha + \alpha'$), $C_{\alpha'} = 50\%$. C_{γ} : amount of γ , $C_{\alpha'}$: amount of α' .

Fig. 2 は、これらの引張試験から得られた機械的性質の Ni 濃度による変化である。0.2% 耐力 ($\sigma_{0.2}$) および引張強さ (σ_B) は 10%Ni 以上ではほぼ一定となり、ROBERTS らの報告¹³⁾と一致した。均一伸び (δ_u)、全伸び (δ_t) および絞り (ψ) は、Ni 濃度とともに減少する。30.5~35Ni は γ 組織の引張性質である。

3.3 微細2相合金の応力-歪曲線

Fig. 3 は、微細2相合金の応力-歪曲線の例である。24Ni 合金の 450°C 時効により生成する γ の M_d 点は -196°C 以下で、以後これを安定な γ (γ_s) と呼ぶ。 500°C 時効により生成する γ は、 M_d, M_s 点が $-75^{\circ}\text{C} > M_d > -196^{\circ}\text{C} > M_s$ であり、 -196°C で引張試験を行なうと α' 変態を生じ、これを不安定な γ (γ_u) と呼ぶことにする。粒状の ($\alpha + \gamma_s$)_c 微細2相組織の応力-歪曲線(a)は、不連続降伏後リューダース変形を生じ、見かけ上全く加工硬化せずに破断する。この塑性不安定現象は微細粒金属に共通の現象で²⁾¹⁴⁾、本組織では特に室温で早期に起こり伸びも小さい。層状の ($\alpha + \gamma_s$)_L 組織の場合(c)は、加工硬化は極めて小さいが塑性不安定現象は起こさず伸びも大きい。このように同じ ($\alpha + \gamma_s$) 微細2相組織でもその結晶形状により著しい差異が認められる。 γ_u を含む ($\alpha + \gamma_u$) 組織の応力-歪曲線は、層状(d)および粒状組織(b)の両者とも -196°C で大きな加工硬

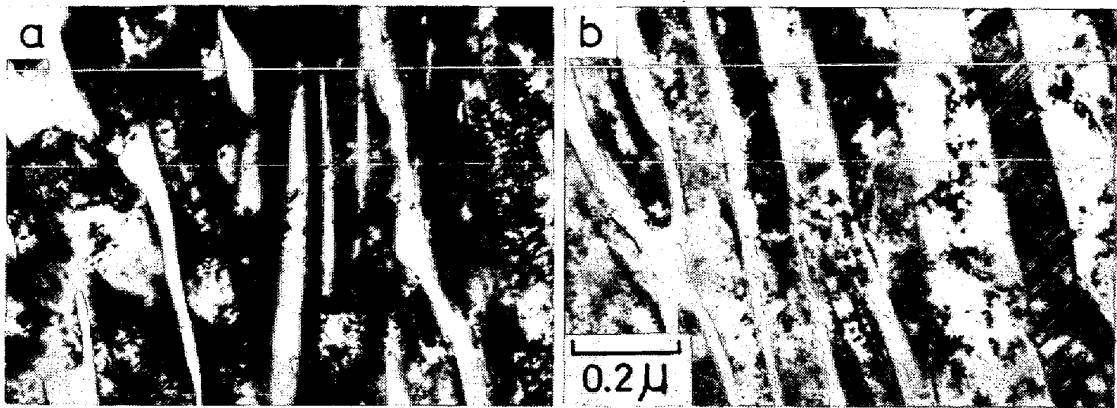


Photo. 3. Transmission electron micrographs of the locally contacted section of the tensile specimen for the Fe-24Ni alloy tested at -196°C after aged at 500°C for 30hr.

化を生じる。 γ_u が引張変形中に α' 変態して加工硬化を生じ、強さ、伸びが増大したものである。 Photo. 3 は、 $(\alpha+\gamma_u)_L$ 組織を -196°C で引張試験した際の試片の局部変形部の電顕組織である。層状組織の明るい粒が α 、暗い粒が α' である。この α' は試験前には γ であつたものが引張変形中に変態したもので、Photo. 3 (a) 中には 0.1μ 以下の厚さのラスが観察される。また極めて稀ではあるが、(b) に示すような微細な双晶が内在する α' も認められた。このように変形中に γ の α' 変態することが確認された。

15Ni 合金の層状 $(\alpha+\alpha')_L$ 微細 2 相組織の応力-歪曲線 Fig. 3 (e) は、硬化率の高い加工硬化を生じ、その形状は α' 単相の曲線に類似している。粒状の $(\alpha+\alpha')_C$ 組織も同様であつた。 $(\alpha+\alpha')$ では、加工硬化率が高くしかも高密度転位の内在する α' 粒を含むため微細 2 相組織でも加工硬化を生じ、 α' 単相と類似の変形挙動を示すと考えられる。以上のように微細 2 相組織の応力-歪曲線に現われる塑性変形挙動は、相の種類および結晶粒形状により明瞭な相違が認められる。

3.4 機械的性質の温度依存性

Fig. 4 は、 α' 、 γ 単相および $(\alpha+\gamma_s)$ 微細 2 相組織の機械的性質と温度の関係である。全ての組織の引張性質はほぼ同様の温度依存性を示す。すなわち、温度の低下とともに $\sigma_{0.2}$ 、 σ_B 、 δ_t は増加し、 ψ は減少する。また図中には示されていないが、 $(\alpha+\alpha')$ 組織の引張性質は α' 単相のものと極めて類似していた。 α' の温度低下に伴う δ_t の増加はわずかであるが、 γ のそれは大きい。 $(\alpha+\gamma_s)_L$ の δ_t の温度依存性はその中間である。また $(\alpha+\gamma_s)_C$ は塑性不安定現象を特に室温で早期に起こすため、 δ_t の見かけの負の温度依存性は大きかつた。これらの δ_t の低温での増加は主として δ_u の増大によるもので、局部伸び $(\delta_t - \delta_u)$ は一定あるいはむしろ減少する。一般

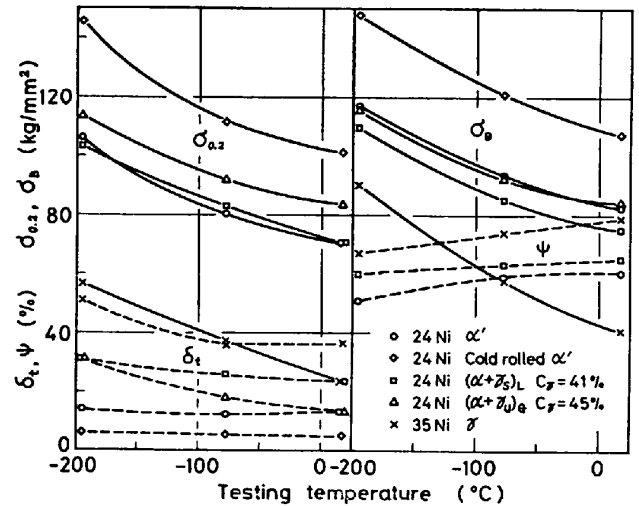


Fig. 4. Relationship between mechanical properties and temperature of the Fe-Ni alloys.

に積層欠陥エネルギーの低い fcc 金属は低温で伸びが増大し¹⁵⁾、銅の低温での δ_u の増加は不安定変形開始応力の増大によると言われている¹⁶⁾。しかし Fe-Ni 合金の fcc 相の積層欠陥エネルギーは大きく、また bcc 相も同様の温度依存性を持つ。bcc, fcc 相ともに温度降下に從つて強度が増加するにもかかわらず延性も増大するという一般の金属とは逆の温度依存性の原因は明らかではないが、これは Fe-Ni 合金固有の特性と考えられ、後述する $(\alpha+\gamma)$ 組織の優れた低温靱性と密接に関係すると認められる。

3.5 微細 2 相合金の機械的性質

Fig. 5 は、微細 2 相組織の機械的性質と第 2 相の体積率との関係である。(a)、(b)および(c)、(d)における 0% γ (100% α) の値は、それぞれ 24Ni 合金の焼入組織およびその冷間加工後の組織すなわち α' 単相の値を使用した。また(a)、(c)および(b)、(d)の 100

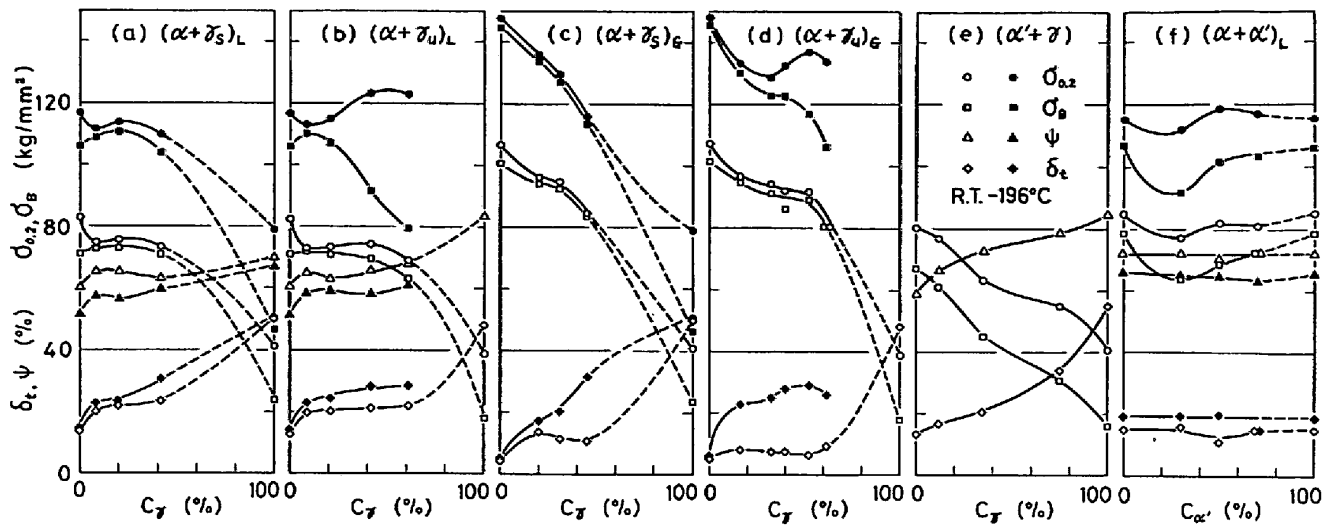


Fig. 5. Relationship between mechanical properties and the amount of second phase for Fe-Ni alloys having the microduplex structures. (a) 24Ni alloy, lamellar ($\alpha + \gamma_s$), (b) 24Ni alloy, lamellar ($\alpha + \gamma_u$), (c) 24Ni alloy, globular ($\alpha + \gamma_s$), (d) 24Ni alloy, globular ($\alpha + \gamma_u$), (e) 30.5Ni alloy, ($\alpha' + \gamma$), (f) 15Ni alloy, lamellar ($\alpha + \alpha'$).

$\% \gamma$ の値は、それぞれ低温でも安定な 35Ni および低温で加工誘発変態を起こす 31.5Ni 合金のものである。(e) の 0% γ (100% α') の値は、Fig. 2 より外挿して求めた。(f) の 0% α' (100% α) および 100% α' の値は焼入組織のもので同一値である。Fig. 5 は、以上のように 100% α の値を 100% α' で代用し、さらに時効処理による各相の体積率の変化に伴う結晶粒径、合金濃度あるいは転位密度などの内部構造の変化を考慮しないで、単純に第 2 相 (時効による生成相) の体積率で整理したものである。したがって (e) を除いて、時効による機械的性質の変化を、横軸に時効時間をとる代わりに析出相の生成量をとって表わしたと考えることもできる。

Fig. 5 (a) は層状 ($\alpha + \gamma_s$)_L 微細 2 相組織の機械的性質である。田村ら¹⁷⁾によると 2 相合金の各相の $\sigma_{0.2}$ あるいは σ_B の比が 3 以下のときには、強度について混合則が成立する。本合金のそれらは室温で 2.9 および 2.0 で混合則が成り立つ。混合則は $C_\gamma = 0, 100\%$ の値を結ぶ直線で表わされるが、 $\sigma_{0.2}$ と σ_B の実測値は C_γ のほぼ全範囲で混合則を著しく上まわる。0% γ (100% α) の値が 100% α' の代用値であり、実際の 100% α の値はさらに低い値¹³⁾であることを考慮すると、これらと混合則の差はさらに拡大する。 $\sigma_{0.2}$, σ_B の絶対値としては約 20% γ で極大となるが、混合則からの増加量としては 40~50% γ が最大である。この混合則からの強度増加の原因としては、両相の合金濃度の変化、転位密度、結晶粒微細化が考えられる。この合金の 450°C 時効により生成する γ の Ni 濃度は約 35% と推定されるの

で¹²⁾、100% γ の値としては 35Ni 合金を用いた。一方 α の Ni 濃度は γ の析出とともに減少するが、Fig. 2 に示すように 10%Ni (γ が約 60% 生成したときに相当する) までは強度は一定である。C, Mn は γ に濃縮するが、C, Mn が全て γ に濃縮したとしても、50% γ 析出状態でこれらの濃度は高々 0.04%, 0.4% 程度で、その固溶強化は小さい。また α は C, Mn が稀薄になる分だけ逆に軟化する。20% γ 以下の組織では α 中に転位がセル状に残存しているのが観察され、これによる強化も考えられるが、41% γ では Photo. 3-b のように α , γ ともに転位はほとんど認められない。したがって ($\alpha + \gamma$)_L 組織の強度の混合則からの増加に対するこれらの Ni, C, Mn の濃度変化、転位密度などの寄与は小さく、大部分は結晶粒微細化によると考えられる。すなわち、この合金では 0% γ (100% α') で約 40 μ の粒径 (旧 γ 粒径) が、41% γ では α , γ ともに 0.2~0.3 μ の厚さとなる。一方、 δ_e , ψ は 20% γ までは混合則を上まわるが、延性に及ぼす結晶粒微細化の影響は小さい。

粒状 ($\alpha + \gamma_s$)_G 微細 2 相組織の機械的性質が Fig. 5 (c) である。 $\sigma_{0.2}$, σ_B は γ 量の増加とともに減少する。しかし 0% γ (100% α) の値は 80% 冷間圧延により加工硬化した α' の代用値であるので、実際の 0% γ の値はそれよりもかなり小さいと認められる。電顕観察によると約 30% γ 以下の組織では母相の α にセル状転位などの前加工の影響が残存していたが、それ以上では Photo. 3-c のように α も完全に再結晶し加工の影響は

認められない。したがって時効前の冷間圧延による加工硬化の影響を考慮しても 30~50% γ の $(\alpha+\gamma)_C$ の $\sigma_{0.2}$, σ_B は混合則より極めて大きい。この主原因は $(\alpha+\gamma)_L$ について述べたと同様に結晶粒微細化である。MILLER²⁾も Fe-Ni 微細粒合金の強化を結晶粒微細化として PETCH の式を用いて説明している。結晶粒径は 20, 31, 43% γ でそれぞれ約 0.25, 0.4, 0.6 μ である。層状組織 (a) と比較すると、粒状組織の $\sigma_{0.2}$, σ_B が 15~20 kg/mm² 程大きく、強度に対しては微細 2 相化は粒状組織が層状より効果的である。しかし δ_t は室温で著しく小さい。43% γ の -196°C における δ_t が増加しているのは、この試験条件では塑性不安定現象が抑制され、加工硬化を生じたからである。このように粒状微細粒合金でも塑性不安定現象を抑止すれば、延性を著しく改善することができ、この種の合金の実用化にはその改善方法の開発が必要である。

層状および粒状の $(\alpha+\gamma_u)$ 微細 2 相組織の機械的性質 (Fig. 5 (b) および (d)) は、室温では $(\alpha+\gamma_s)$ 組織と同様の傾向である。この γ_u は室温では安定であるので、この結果は当然である。-196°C では σ_B が 50% γ 付近で最大となり、同時に δ_t も増加する。これらの変化は γ_u の TRIP 現象によるものである。この γ_u に組成が近いと認められる 30.5Ni 合金について低温で引張試験を行なったが、TRIP に伴う σ_B の増加は小さかった。 γ_u への C, Mn の濃縮を考慮してもこの σ_B の増加は説明できない。したがって 50% γ 付近の σ_B の顕著な増加の主要な原因は 2 相微細化が TRIP に及ぼす効果と考えられる。TRIP 現象の結晶粒度依存性は小さいという報告¹⁸⁾もあるが、この報告中の合金より本組織の結晶粒径はさらに 1 桁小さい。また 30.5Ni 合金の歪誘起 α' はレンズ状であるが、本組織のそれは -196°C で生成するにもかかわらず、Photo. 3 に示すように大部分がラス α' である。田村ら¹⁰⁾によると、TRIP 現象は微細なラス α' が歪とともに刻々生成されるとき最も顕著に現われる。 $(\alpha+\gamma_u)$ 組織の γ は微細粒であるので、生成する α' はさらに微細となる。また γ 粒は他の γ 粒と α 粒により分断されているので、変態が他の γ 粒へ伝播しにくいであろう。したがって微細 2 相化は、上記の微細な α' が刻々と生成する条件を満足させるような効果を持ち、 σ_B , δ_t を増加させると考えられる。層状および粒状 $(\alpha+\gamma_u)$ 組織の -196°C の δ_t はほぼ同程度であるが、強度は粒状組織がかなり高い。

Fig. 5 (e) は、 $(\alpha'+\gamma)$ 2 相組織の室温における引張性質である。 $(\alpha'+\gamma)$ 組織は、30.5Ni 合金を $M_s(-40$

°C) と $M_f (<-196^\circ\text{C})$ の間に冷却することにより得た。-196°C に冷却すると 88% α' が得られた。引張性質はほぼ混合則に従って γ 量とともに変化している。この 2 相組織は時効処理により得たものと違って、各相の組成、微細構造などは体積率により変化せず、その微細化の程度もわずかである。しかも 2 相の強度比も小さいので混合則に合う。また得られた引張曲線の形状もほぼ歪一定モデルにより説明できた¹⁹⁾。

層状の $(\alpha+\alpha')_L$ 微細 2 相組織の引張性質が Fig. 5 (f) である。20~30% α' での $\sigma_{0.2}$, σ_B の減少を除けば、引張性質の α' 体積率による変化は小さい。0% α' (100% α) の $\sigma_{0.2}$, σ_B が 100% α' と同一値を使用しており、実際はそれよりもかなり小さいことを考慮しても、これらの 2 相微細化による変化は大きくない。 $(\alpha+\gamma)_L$ に比して組織が多少粗大なこともあるが、主要な原因は 2 相ともに性質の類似した bcc であることと考えられる。粒状の $(\alpha+\alpha')_C$ 組織についても $(\alpha+\gamma)$ におけるような結晶の形状による明瞭な差異は認められなかった。延性に関しても 2 相微細化による変化はほとんどなく、 $(\alpha+\alpha')$ 組織の利点は少ない。

以上の 7 種の微細 2 相組織の σ_B と δ_t との関係をまとめた図が Fig. 6 である。室温では全ての 2 相組織が α' と γ を結ぶバンドの中に入り、 σ_B が増加すると δ_t は減少する。 $(\alpha+\gamma)$ 組織の σ_B が Fig. 5 に示したように混合則をかなり上まわつたにもかかわらず、このような平凡な関係となつたのは、 δ_t が 2 相微細化により著

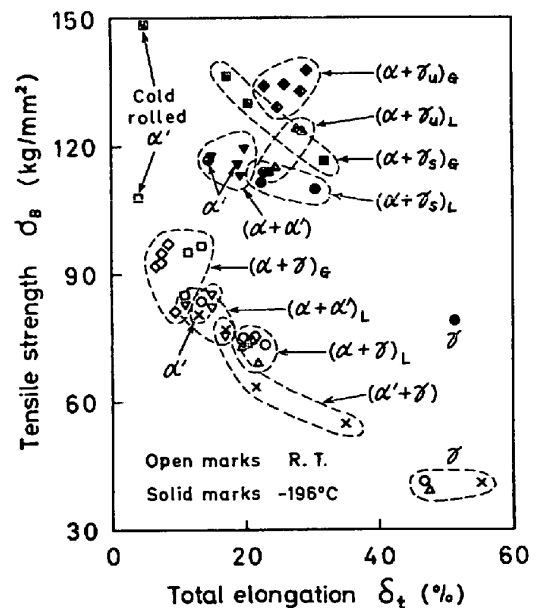


Fig. 6. Relationship between tensile strength and total elongation at room temperature and -196°C for Fe-Ni alloys having the microduplex structures.

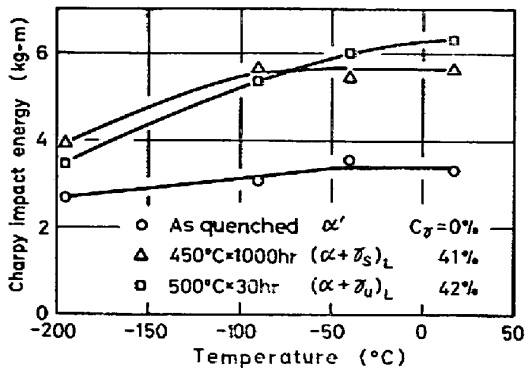


Fig. 7. Charpy impact energy-temperature curves of the Fe-24Ni alloy having the lamellar $(\alpha+\gamma)$ microduplex structures.

しい好影響を受けないからである。 $(\alpha+\gamma)_G$ 組織は、 α' と同じ δ_t に対して σ_B を 10~15 kg/mm² 上げる可能性がある。一方、-196°Cでは $(\alpha+\alpha')$ 組織を除いて、他の2相組織は α' と γ を結ぶ線より上にくる。 $(\alpha+\gamma_u)$ 組織では TRIP 現象により σ_B と δ_t とが比例関係にある。結晶粒形状の影響を比較すると、 $(\alpha+\gamma_s)$ 、 $(\alpha+\gamma_u)$ 組織のいずれも、層状に比して粒状の強度、延性の関係が著しくよい。このように $(\alpha+\gamma)$ 微細2相組織は、室温に比して-196°Cで σ_B が 30~50 kg/mm² も増加するにもかかわらず、 δ_t も増大するという強度と延性の優れた組合せが得られた。これは微細2相化の効果に加えて、各相が既述のように温度の低下とともに強度、延性のいずれもが増加する温度依存性を持つためと考えられる。

3.6 衝撃エネルギー

24Ni 合金の α' 、 $(\alpha+\gamma_s)_L$ 、 $(\alpha+\gamma_u)_L$ の3種の組織についてシャルピー試験を行なった。Fig. 7はこれらの衝撃エネルギー-温度曲線である。いずれの組織の衝撃エネルギーも温度低下とともに徐々に減少するが、-196°Cでもかなり大きい値を有する。しかし2相のものは

α' 単相に比して全般に大きく、靱性は微細2相化することにより明らかに改善される。また同じ2相組織でも γ_u を含むものは室温付近では γ_s を含むものより大きな値を持つが、-90°C以下では逆転する。-90°C以下では γ_u が衝撃時に α' 変態するためであるが、これについては次項で述べる。

粒状2相組織については試験を行なわなかったが、-196°Cでの延性が層状組織より良好なので、低温での靱性も粒状組織の方が優れているであろう。高Ni低温用鋼では層状 $(\alpha+\gamma)$ 組織を利用しているが、加工熱処理によりこれを粒状組織にすればさらに低温靱性の改善される可能性がある。

3.7 破面組織および亀裂

Photo. 4は、3種の微細2相合金の-196°Cで試験した引張試片の破面中央部の走査電顕写真である。いずれも dimple pattern から成る延性破面を呈している。 α' あるいは γ 単相合金の破面も Photo. 4 と同様で、試験温度、Ni 濃度、組織、単相か2相かによる破面様相に及ぼす影響はほとんど認められなかった。これらの相あるいは組織は全て室温および低温で延性に富むため類似の延性破面を呈すると考えられる。シャルピー試験における破面観察も行なったが、その破面は引張試験の場合と同様であった。

24Ni 合金の α' および $(\alpha+\gamma_s)_L$ 、 $(\alpha+\gamma_u)_L$ 微細2相組織について、V型切欠シャルピー試片を用いて静的曲げ試験により亀裂を発生させ、亀裂の様相を観察した。Photo. 5は亀裂先端部の断面写真である。 α' の亀裂は α' 粒内を波状に進行しているのに対し(a)、 $(\alpha+\gamma_s)_L$ の亀裂は成長したボイドが結合した様相を呈する(b)。 $(\alpha+\gamma_u)_L$ の亀裂も $(\alpha+\gamma_s)_L$ と同様であった。このように α' および $(\alpha+\gamma)_L$ 組織の引張およびシャルピー試験における破面は類似の dimple pattern であるが、亀裂の形状には明瞭な相違が現われ、Fig. 7の衝

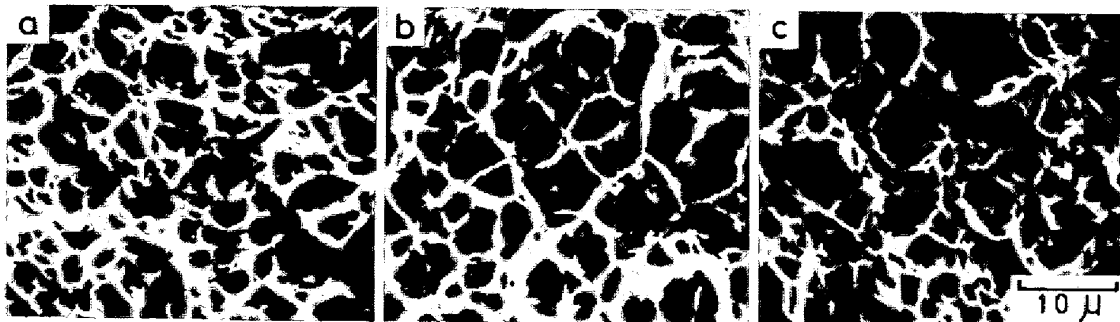


Photo. 4. Tensile fracture surfaces of Fe-Ni alloys tested at -196°C, (a) 24Ni alloy having the lamellar $(\alpha+\gamma_s)$ microduplex structure (aged at 450°C for 1000hr), (b) 24Ni alloy having the lamellar $(\alpha+\gamma_u)$ microduplex structure (aged at 500°C for 30hr), (c) 15Ni alloy having the lamellar $(\alpha+\alpha')$ microduplex structure (aged at 600°C for 20hr).

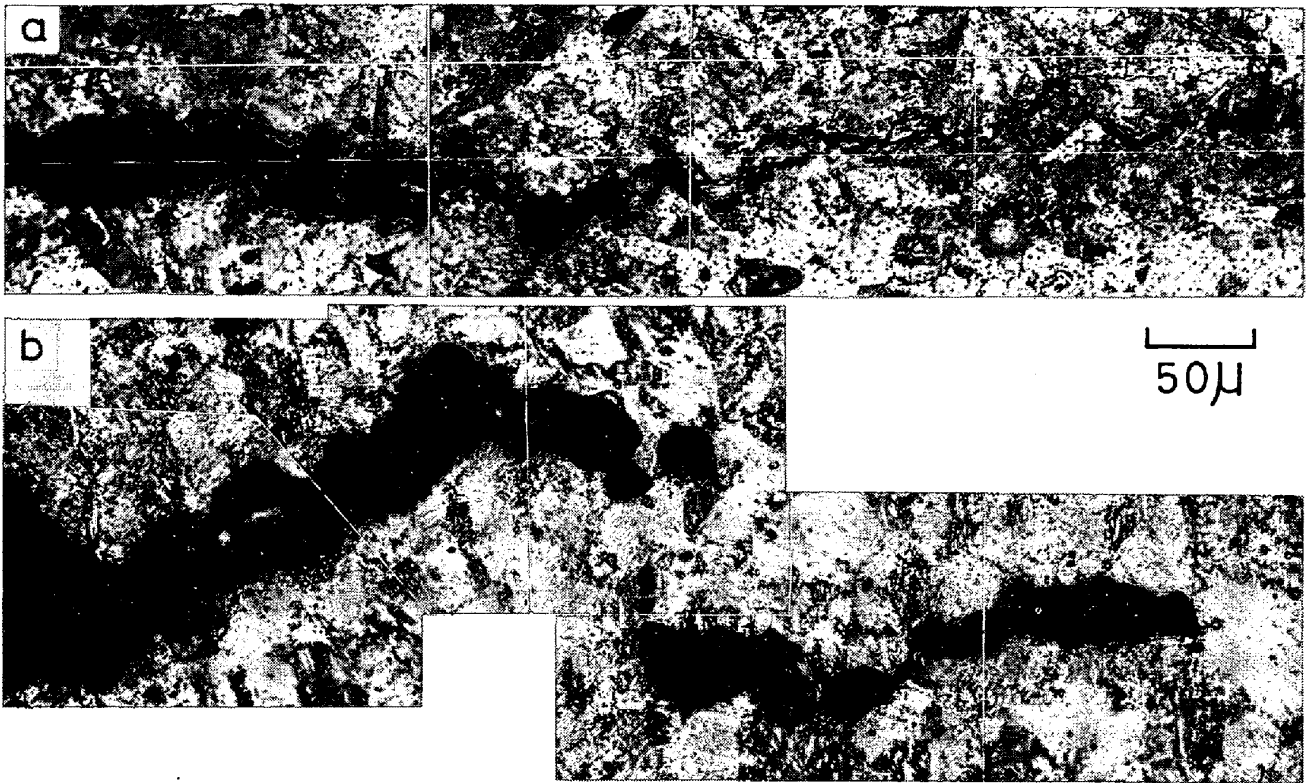


Photo. 5. Cracks in static bending specimens tested at -196°C for the Fe-24Ni alloy.
(a) martensite (as quenched), (b) lamellar ($\alpha+\gamma_s$) microduplex structure
(aged at 450°C for 1000hr).

撃エネルギーの差に対応する。

($\alpha+\gamma$)_L 組織ではポイドあるいはその周囲の塑性変形域の大きさに比して、 α 、 γ 粒は極めて微細である。したがって、 α および γ は亀裂の進行あるいはポイドの生成・成長に対して、 α と γ の平均化した結晶として影響を及ぼすと考えられる。すなわち、 -196°C でも比較的高い衝撃エネルギーを持つ α 相とさらに衝撃値の大きい γ 相との 2 相微細組織の靱性は、 α' に比して極めて優れたものとなる。しかし、 γ が不安定であると亀裂先端部で生じる塑性変形により α' 変態を起こし、亀裂近傍では ($\alpha+\alpha'$) となり、その部分の靱性は低下するので、低温では γ_s を含む組織より衝撃値が劣る。Fig. 7 に示すように ($\alpha+\gamma$) 組織の低温靱性は α' に比して著しく改善されるが、 γ_s を含むものがより良好で、これは Ni 低温用鋼についても認められている²⁰⁾。

3-8 ステンレス鋼との比較

HAYDEN ら⁴⁾⁻⁶⁾ はステンレス鋼を用いて微細 2 相組織の強靱性について詳細に調べている。Fe-Cr-Ni 合金の α 相は靱性-脆性遷移温度が室温以上であり、また劈開破壊を起こす。 γ 相は $\sigma_{0.2}$ の温度依存性が極めて小さい。また ($\alpha+\gamma$) 2 相組織は粒状で、結晶粒径は 7μ 程度と本研究で得られたものより 1 桁大きく、 γ は加工の影響に

より帯状組織を呈する。彼らはこの ($\alpha+\gamma$) 組織の 40~50% γ で強度と靱性の優れた組み合わせを得ている⁴⁾⁵⁾。

Fe-Ni 合金の α 、 γ 相はともに強度、伸びが低温で増加し、Fe-Cr-Ni 合金と著しく異なる。しかし ($\alpha+\gamma_s$)_L 組織の強度と延性の組合せとしては 40% γ 付近が良好で、($\alpha+\gamma_u$) 組織では -196°C で 50% γ が最も優れていた。したがって ($\alpha+\gamma$) 微細 2 相組織は各相の性質によらず 50-50 付近が最良の相比である。この 2 相等量組織では、一般に結晶粒が最も微細化され、両相の性質の最適の組合せが得られると考えられる。Fe-Ni 合金は、 α 、 γ 両相ともに延性に富むが逆に強度あるいは両相の強度比が小さく、第 3 元素の添加などにより少なくとも 1 相の強度を上げ、微細 2 相化の効果をさらに有効に利用できるようにする工夫が必要である。

さらに HAYDEN ら⁶⁾ は、Fe-Cr-Ni 合金を用いて劈開破壊を起こし強度の低い α 相の強靱性を、強く靱性のある α' で 2 相微細化することにより改善しようと試みた。2 相組織にすることにより α の靱性は改善されたが 100% α' が最も強靱であると結論されている。Fe-Ni 合金の場合も ($\alpha+\alpha'$) 組織の引張性質は α' 単相とほぼ同様で、2 相微細化の効果は小さい。したがって 2 相微細組織による強靱化は、構成する相が fcc (γ) と bcc

(α)と結晶構造が異なるときに特に有効で、結晶粒形状は塑性不安定現象が抑制できれば層状より粒状が優れていると結論される。

4. 結 言

本研究は、Fe-Ni 合金において得られた α , α' , γ から成る7種の微細2相組織について、組織観察、引張試験、衝撃試験を行ない、組織と強度、延性および靱性の関係について調べたものである。結果を要約すると次のとおりである。

(1) Fe-Ni 合金の α , α' , γ 組織は、温度の低下とともに強度、延性が増加し、類似の温度依存性を持つ。

(2) ($\alpha + \gamma$) 微細2相組織は、結晶粒微細化により混合則から予想されるより強化され、その低温における延性は α' に比して著しく改善される。また結晶粒の形状は機械的性質に顕著な影響を及ぼす。

(3) 不安定 γ を含む ($\alpha + \gamma$) 微細2相組織は、 -196°C で 50-50 相比のときに強さが最大となり伸びも増加する。しかし低温靱性は安定な γ を含む2相組織より劣る。

(4) ($\alpha' + \gamma$) 2相組織の引張性質はほぼ混合則に従う。

(5) ($\alpha + \alpha'$) 微細2相組織の引張挙動は α' 単相組織のそれに類似する。

(6) 2相微細組織による強靱化は ($\alpha + \gamma$) のときに特に有効で、低温では粒状組織が層状より優れている。

文 献

- 1) 友田, 田村: 日本金属学会会報, 14(1975), p. 657
- 2) R. L. MILLER: Met. Trans., 3(1972), p. 905
- 3) R. C. GIBSON, H. W. HAYDEN, and J. H. BROPHY: Trans. ASM, 61(1968), p. 85
- 4) H. W. HAYDEN and S. FLOREEN: Trans. ASM, 61(1968), p. 474
- 5) S. FLOREEN and H. W. HAYDEN: Trans. ASM, 61(1968), p. 489
- 6) H. W. HAYDEN and S. FLOREEN: Met. Trans., 1(1970), p. 1955
- 7) H. W. HAYDEN, R. C. GIBSON, H. F. MERRICK, and J. H. BROPHY: Trans. ASM, 60(1967), p. 3
- 8) 平野, 山口, 三崎, 山根: 日本金属学会誌, 38(1974), p. 385
- 9) R. A. KOT and V. WEISS: Met. Trans., 1(1970), p. 2685
- 10) 田村, 牧, 波戸, 油井: 日本金属学会誌, 33(1969), p. 1383
- 11) R. L. MILLER: Trans. ASM, 56(1964), p. 892
- 12) M. HANSEN and K. ANDERKO: Constitution of Binary Alloys, (1958), p. 677 [McGraw-Hill]
- 13) M. J. ROBERTS and W. S. OWEN: Trans. ASM, 60(1967), p. 687
- 14) W. B. MORRISON: Trans. ASM, 59(1966), p. 824
- 15) H. CONRAD: High-Strength Materials, ed. by V. F. Zackay, p. 436
- 16) 福島, 後藤: 材料科学, 9(1972), p. 323
- 17) 田村, 友田, 山岡, 金谷, 小沢, 赤尾: 鉄と鋼, 59(1973), p. 454
- 18) 牧, 友田, 田村: 日本金属学会誌, 38(1974), p. 871
- 19) 友田, 黒木, 田村: 鉄と鋼, 61(1975), p. 107
- 20) 矢野, 桜井, 三村, 脇田, 小沢, 青木: 鉄と鋼, 59(1973), p. 752