

論 文

UDC 669.15'24'26-194.56/.57 : 669.112.227.1 : 543.4.013.3.

2相ステンレス鋼の靱性におよぼすオーステナイトの影響*

星野 明彦**・中野 恵司**・金尾 正雄***

Influence of the Amount of Austenite on the Toughness
of Two Phase Stainless Steels

Akihiko HOSHINO, Keishi NAKANO, and Masao KANAO

Synopsis:

The variation in toughness of Fe-Cr-Ni alloys having variable amount of austenite (γ) have been investigated in order to estimate the influence of γ on the susceptibility to 475°C embrittlement and σ phase embrittlement of two phase stainless steels, and the principal results are summarized as follows.

(1) In case of heating at 700°C, the ferritic alloy was embrittled immediately by carbide precipitation. In the alloys containing more than 20% γ , there observed no embrittlement by carbide precipitation. However, marked embrittlement is observed after prolonged heating by formation of σ phase. The embrittlement by σ phase produced by decomposition of ferrite could not be reduced by coexisting γ .

(2) On aging at 500°C of water-quenched specimens, the maximum increases in hardness and Charpy impact transition temperature appeared at 20% γ , where the maximum residual stress of ferrite was observed by means of X-ray measurement. It was supposed that this promoting action for 475°C embrittlement resulted partially from the residual stress in ferrite produced by rapid quenching of two phase alloys.

1. 緒 言

フェライト・オーステナイト相よりなる2相ステンレス鋼はオーステナイト系ステンレス鋼の難点である応力腐食割れへの対策として開発されてきた鋼種であり、この鋼種の電気化学的特性¹⁾に加えて、機械的性質にもより多くの関心が払われてきた。

これまで2相ステンレス鋼の機械的性質におよぼすオーステナイト (γ) 量の影響については、FLOREEN, HAYDEN²⁾、田村, 友田³⁾ および深瀬, 遅沢ら⁴⁾によつて研究されており、FLOREEN ら²⁾および田村ら³⁾の研究では Tie-line 合金が使用され、前者は切欠靱性を主とし、一方後者では、強さに観点をおいて研究が行なわれてきた。

これらの研究結果として、2相ステンレス鋼の耐力はフェライト (α) 量および粒径に依存し、一方靱性はオーステナイト (γ) 量によつて改善されることが明らかにされ、2相ステンレス鋼の長所はその微細混合組織にあることが強調されてきた。

2相ステンレス鋼は、このように強度と靱性にはすぐ

れた材料ではあるが、一方では微細混合組織であるために組織不安定性が難問となつている。例えば溶接のような高温加熱によつて α 量が著しく増大し⁵⁾、その結果靱性に悪影響をおよぼすことがあり、また2相ステンレス鋼は焼なまし後徐冷すると σ 相靱性や 475°C 脆性が現れやすいことも問題であり、目下のところ組織および品質の安定性が要望されている。

そこで本研究においては、 α/γ 比の異なる合金を σ 相生成域および 475°C 脆性域において再加熱し、それに伴う組織変化が機械的性質、特に切欠靱性におよぼす影響について検討することにした。

2. 供試材および実験方法

この実験に使用した7種類の合金の化学組成は Table 1 に示す通りで、この場合 α/γ 比だけを変化させ、各相中の Cr, Ni 量は合金毎に異なる Tie-line 合金となることを目標として、電解鉄、電解クロムおよび電解ニッケルを主原料として真空高周波溶解炉によつて 17 kg 鋼塊を溶製した。ただし、この中で A6 合金だけは 7 kg 鋼塊として溶製し、通常脱酸剤としての Al, Ti

* 昭和 50 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 52 年 11 月 14 日受付 (Received Nov. 14, 1977)

** 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku Tokyo 153)

*** 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

Table 1. Chemical composition of alloys (wt%).

	C	Cr	Ni	Si	Mn	P	S	Ti	Al	N
A1	0.011	31.09	3.15	0.005	0.004	0.003	0.012	0.002	0.001	0.0099
A2	0.011	28.39	4.67	0.006	0.006	0.003	0.011	0.008	0.001	0.0091
A3	0.008	26.58	5.64	0.006	0.002	0.002	0.009	0.054	0.015	0.0077
A4	0.009	25.30	6.03	0.005	0.002	0.003	0.009	0.022	0.001	0.0094
A5	0.005	23.55	7.05	0.006	0.003	0.002	0.008	0.026	0.002	0.0066
A6	0.005	21.35	8.04	0.009	0.043	0.004	0.009	0.028	0.005	0.0083
A7	0.010	19.34	8.94	0.009	0.004	0.003	0.010	0.046	0.006	0.0073

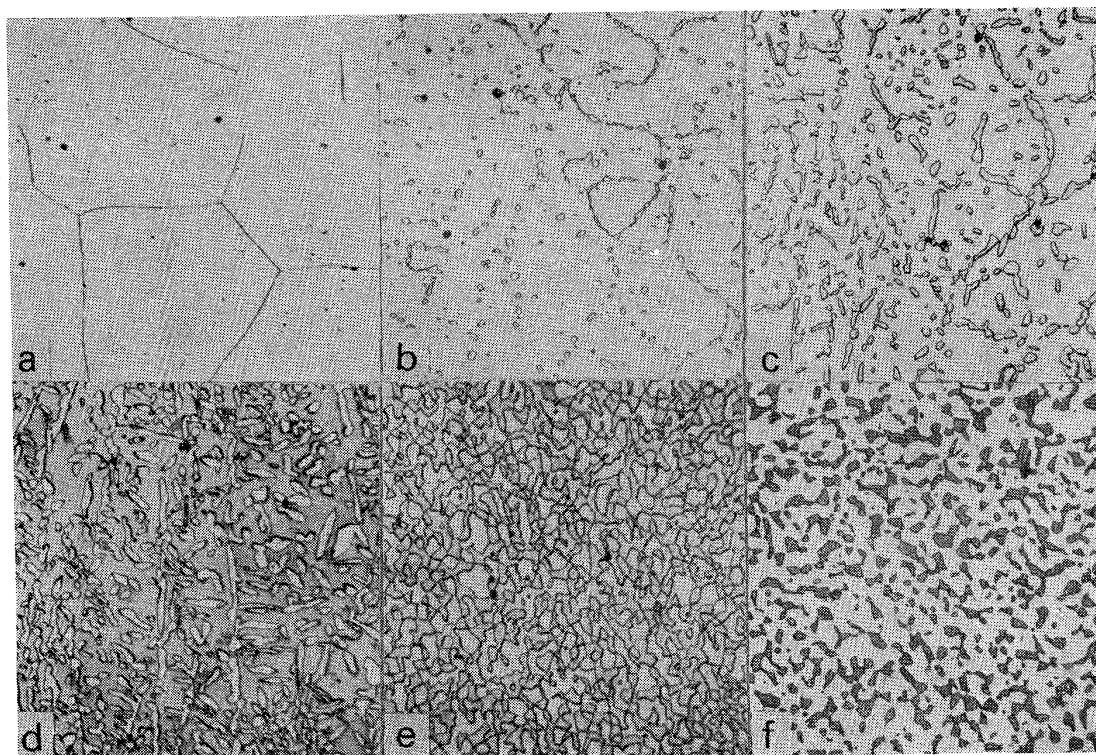
($\times 400 \times 12/13$)

Photo. 1. Microstructures of alloys annealed at 1000°C.

(a) A1, (b) A2, (c) A3, (d) A4, (e) A5, (f) A6
For alloys A4-A6, additionally etched by Murakami's reagent.

以外に Mn も添加して硫化物によると思われる熱間加工割れに備えた。

これら鋼塊を 1200°C \times 1 h の均熱後、13 mm 角の棒材に熱間圧延し、これより、標準シャルピー衝撃試験片 (JIS 4号) を作成した。焼なまし条件は 1000°C 水冷とし、その後の σ 相生成のための再加熱温度は 700°C⁶⁾ とし、また 475°C 時効は前報⁷⁾ の結果より 500°C で実施した。

熱処理による組織変化の観察には 10% 蓚酸水溶液による電解腐食法 (6V, 5~10 sec) を適用し、場合によっては村上試薬を併用した。

3. 実験結果および考察

3.1 焼なまし水冷材について

3.1.1 焼なまし組織

1000°C なまし後水冷した A1~A6 合金の横断面の光学顕微鏡組織を Photo. 1 に示した。A1 合金は、1000°C において α 単相であり、その粒径は 60 μ 程度に成長している。A2 合金は焼なまし温度において微量の γ 相と平衡するために、 α の有効粒径は小さくなる。その後は Cr 量低下、Ni 量上昇によつて γ 量が次第に増大し、A7 合金はほぼオーステナイト合金となる。これら合金の α 量はリニアル・アナリシス法によつて測定され、その値は Table 2 の通りである。また硬さ (ビ

Table 2. Ferrite content and hardness of alloys used.

	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7
α %	100	93	80	67	45	21	1
Hv	200	200	202	203	202	180	165

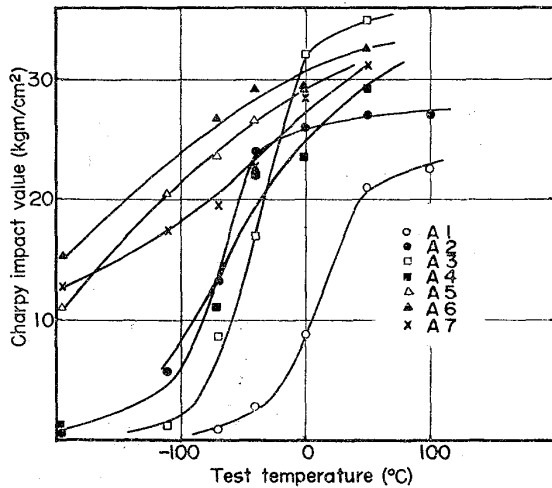


Fig. 1. Charpy impact transition curves for alloys annealed at 1000°C followed by water quenching.

ッカーズ 10 kg 荷重) もこの表中に併記したが、マトリックスが γ 相になると硬さは若干低下する。

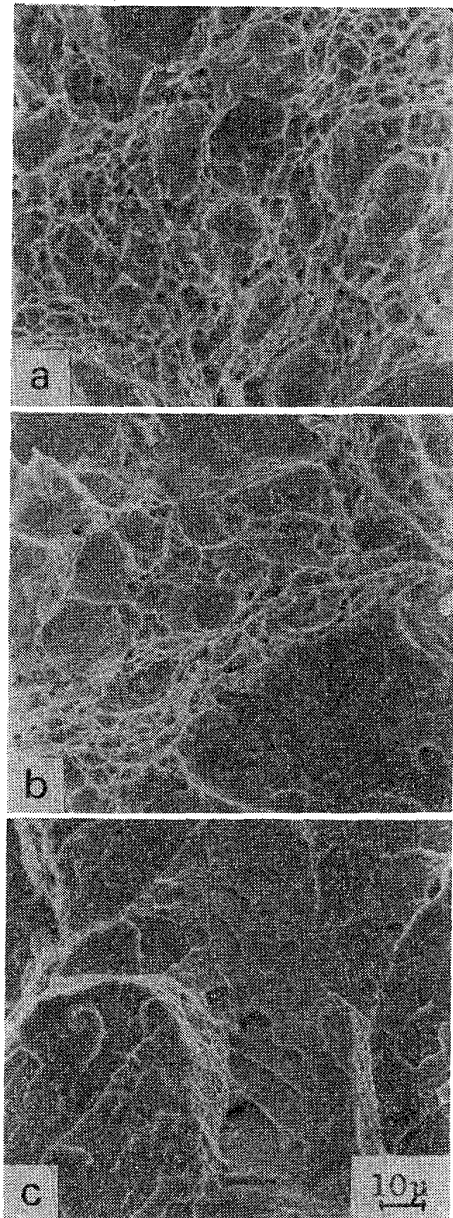
3.1.2 衝撃遷移曲線

1000°C 焼なまし水冷材について求めたシャルピー衝撃遷移曲線を Fig. 1 に示した。結晶粒が、粗大化した A1 合金の衝撃遷移温度は常温近傍にあり、遷移温度の粒度依存性が認められた。組織中に γ 相が存在すると、Photo. 1 b のように α 相の有効粒径が微細化するとともに、 γ 相の特性としての亀裂伝播抑制作用とによつて衝撃遷移温度は低温側に移行する。

Photo. 2 (a)~(c) は 20% γ の A3 合金を 0°, -70° および -110°C の試験温度で破断した時の破面を示しており、0°C では全域において延性破断を呈しているが、-70°C ではへき開破壊が α 相で生じ、 γ 相では延性破壊となつている。試験温度が更に低下すると、 α 相では当然へき開破壊が生じ、残部の γ 相の破面には明瞭なディンプルは認められず、せん断破壊となるので塑性変形量は少なく、吸収エネルギーも低下する。

3.1.3 フェライト(α)量と衝撃遷移温度

Fig. 1 に図示した各合金のシャルピー衝撃遷移曲線において、衝撃エネルギーが最大エネルギーの 1/2 となる温度をエネルギー遷移温度 (vT_{rE}) とし、破面の 1/2



(a) 0°C, (b) -70°C, (c) -110°C

Photo. 2. Variation in fracture appearance with testing temperature for alloy A3 after Charpy impact test.

が結晶性破面となる所を破面遷移温度 (vT_{rs}) とし、これら遷移温度を α 量の関数としてプロットしたのが Fig. 2 である。 α 量の多い範囲では両者間にはよく一致しているが、 γ 量が増加すると差は拡大する傾向があり、これは γ 相がへき開破壊しないためと考えられる。更に Fig. 2 に関しては、結晶粒の粗大化により遷移温度が上昇した $\alpha=100\%$ の点を別にすれば、0~30% γ の領域ではエネルギー遷移温度の変化を γ 量の関数として整理するのは困難であり、 γ 量以外の要因が関与している。しかし γ 量が 40% を超えると衝撃遷移温度の γ 量依存性が顕著に認められた。

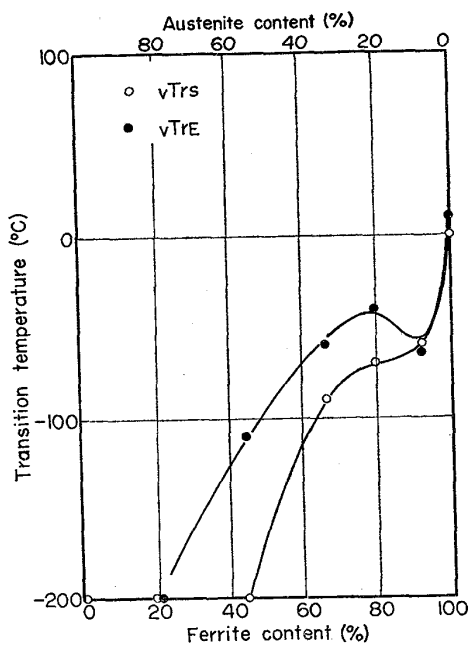


Fig. 2. Relation between ferrite content and Charpy impact transition temperature.

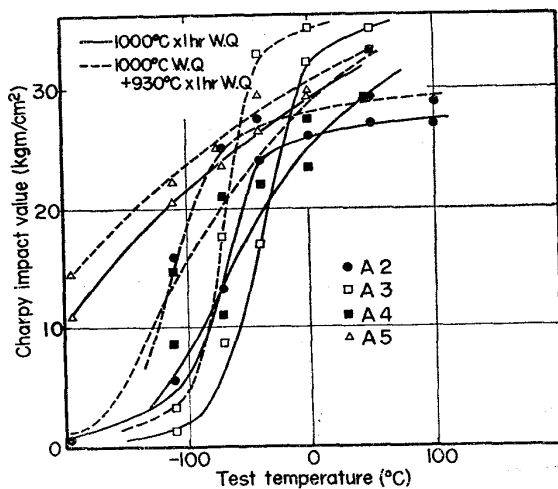
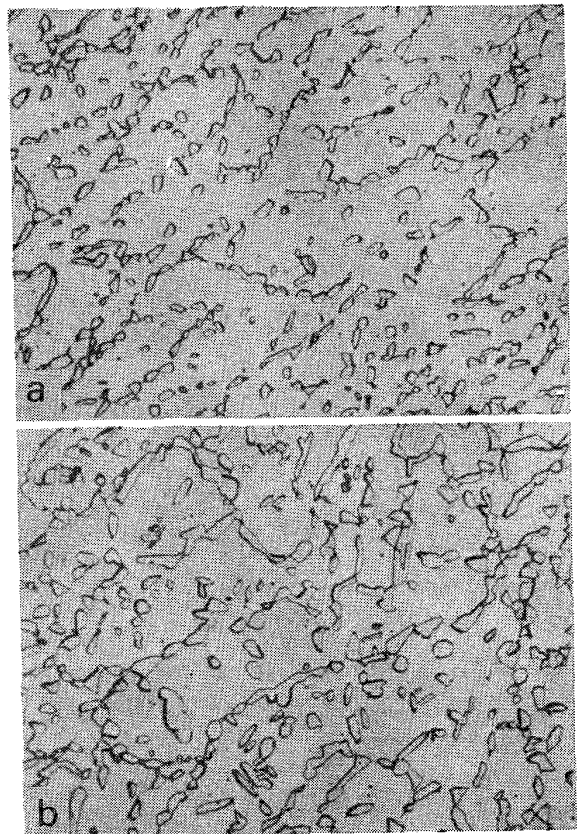


Fig. 3. Shifts of Charpy impact transition curves with annealing temperature.

40% γ 以上の領域における衝撃遷移温度の低下については、1000°C 焼なまし材の場合 γ 量が 45% を超えると γ 粒径が成長し始めるという甘粕⁸⁾ の研究結果によって説明されるであろう。

ところで、0~30% γ の領域においては衝撃遷移温度の γ 量依存性は見られなかったが、1000°C \times 1/2 h の焼なまし後 930°C \times 1 h の再焼なましによつて γ 量は A2 合金では 7→10% に、A3 合金は 20→23.5% に、そして A4 合金は 33→36% にそれぞれ増加した。

これらの試料について衝撃遷移曲線を調べると、Fig. 3 に破線で示したように約 3% の γ 量の増大によつて遷



($\times 600 \times 12 \times 13$)

Photo. 3. Influence of annealing temperature on the microstructure of alloy A3.

(a) 1000°C \times 1 h

(b) 1000°C \times 1/2 h + 930°C \times 1 h

移温度は 30~50°C ばかり低温側へ移行した。低温焼なまし処理の効果を A3 合金について調べた結果を、Photo. 3 に示した。ここでは α 粒径としては差は認められないけれども、 γ 量の増加は γ 粒の成長として現れて遷移温度の低下に寄与したものと考えられる。

Fig. 3 の結果からも γ 量の増大は遷移温度上昇をもたらすものとは考えられず、0~30% γ の領域での遷移温度の変化を説明するには他の要因を挙げねばならない。

この合金系は Tie-line 合金であるために α 相中の Cr および Ni 濃度は A2~A6 合金においてはほぼ等しいので α 相中の Cr や Ni 濃度の影響について検討は一応除外してもよいと考えられる。そこで、残る要因としては、HAYDEN ら⁹⁾ の提唱する微量 Ti の効果や、 α , γ 共存効果であろう。

HAYDEN らは 2 相ステンレス鋼の変形および破壊の研究において Ti (C, N) 粒子がへき開割れの起点として作用し、衝撃遷移温度の上昇を誘起することを示唆している。ところで 80% α の A3 合金の Ti 含有量は他の合金に比較して高かつた点より、Fig. 2 の α 量一衝撃遷

移温度曲線における A3 合金の遷移温度を低温側へ補正すべきであろう。

ここで 100% α の Al 合金の遷移温度の補正について触れると、Al 合金の α 粒径は A3 合金に比較すると約 3 倍であり、この場合 PLUMTREE¹⁰⁾ の粒径補正法によると不純物 (C+N+O) の少ない高純度 Fe-25%Cr 合金では 80° に相当し、一方不純物の多い合金では遷移温度の粒径依存性は前者より少なくなり遷移温度の補正値は約 20° となることを Fe-25%Cr フェライト合金について調べてきた。

Al 合金の不純物 (C+N+O) は約 500 ppm であり、また衝撃遷移曲線も Fig. 1 に示したように高純度合金と異なり遷移領域が若干見られるので、補正値としては 20° が適当な値と考えられる。このように Al 合金の遷移温度を 20° 低温側へ移行し、また A3 合金については前述のように低温側へ補正すれば今までよりは γ 量と衝撃遷移温度との関係は明瞭となるが、今一つの要因である α/γ 共存 (界面) 効果については後述する。

3.2 700°C 再加熱の影響

3.2.1 700°C 再加熱による組織変化

Fe-Cr-Ni 合金における σ 相生成速度は 700°C において最大となるので⁶⁾、本実験においてもこの温度で長時間加熱し、その組織変化について観察を行った。

α 単相合金である Al 合金では短時間加熱によつて炭窒化物の粒界析出が生じた。この合金における C+N=200ppm は 700°C においては固溶限を超えるので大部分が粒界析出したものと想像される。1000°C において 7% γ を含有する A2 合金をこの 700°C で加熱するとやはり短時間で Al 合金と同様に過飽和固溶体より炭窒化物が大傾角粒界に析出し、この場合少量の γ 相は不安定化して消失する。(Photo. 4 a)

しかし更に加熱を継続すると、Photo. 4(b)に示すように粗大化した α 粒界に沿つて γ 相が網状に再析出する傾向が見られ、次第に粒内にも γ 相が析出し始める。Photo. 4(c)に示すように粒界の(α/γ) 界面に σ 相が核生成し、 $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma$ 反応によつて σ 相の生成が進行すると γ 量も増大するけれども、この場合は Photo. 3 に示したような界面移動による γ 粒の成長によらず、JOLLY¹¹⁾ が発表したように拡散能低下のために α 粒内に優先析出して組織の微細化をもたらす。(Photo. 4 d)

A2 合金の組織変化は特殊で、炭素と合金元素である Cr や Ni との拡散速度の差および粗大化した α 粒径と Ni の拡散能との関係に起因している。TRICOR¹²⁾ によればこの温度域における各相中の C 原子の拡散速度は、Cr に比べて 10^6 倍も大きいことが指摘されている。そのため加熱初期には固溶炭素の拡散律速によつて粒界

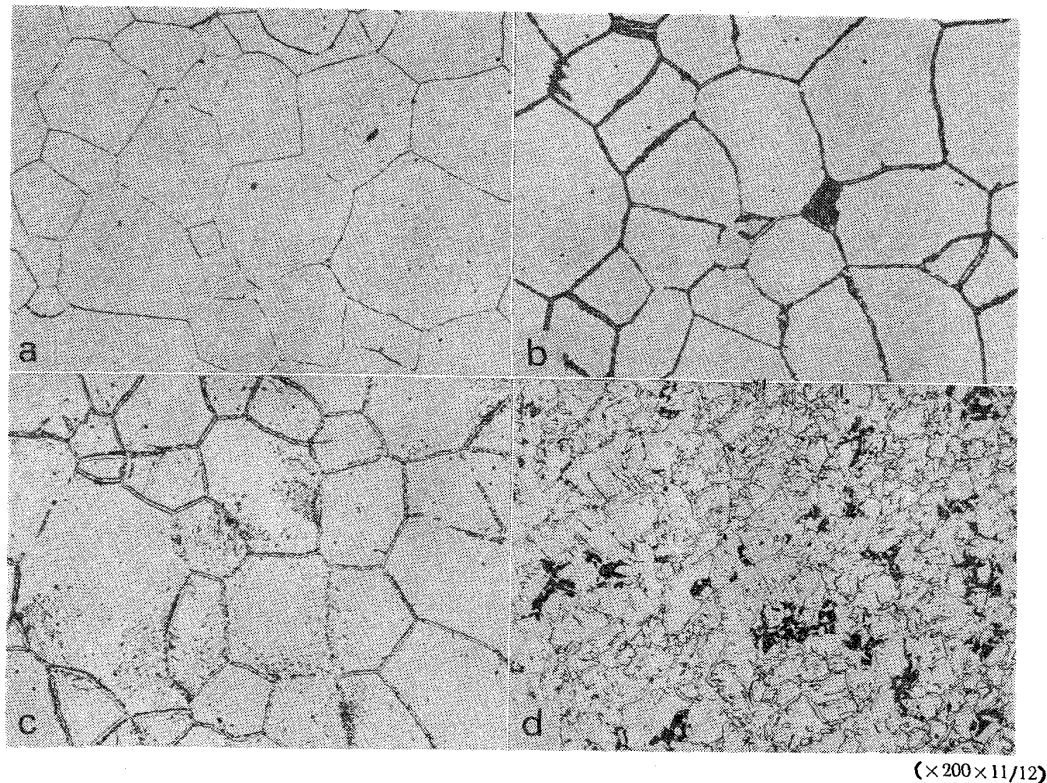


Photo. 4. Variation in microstructure of alloy A2 with heating time at 700°C.
(a) 1h (b) 8h (c) 20h (d) 96h

上への炭化物析出および γ 相の不安定化が現れるが、長時間後にはCr, Niの拡散によつて700°Cでの平衡組織に接近すべく γ 相の再析出が生じる。 γ 相はCやNに対する固溶限が大きいので粒界炭化物は再固溶する傾向が認められた。この合金の組織変化は単に合金元素、特にNiの拡散速度の小さいことに起因するのではなく、粗大化した α 粒径との相対的關係による。すなわち粒界に γ 相が析出後は粒内よりのNiの新たな供給が不可能となり周辺部のNiが枯渇するので γ 相の成長は制限され結局 α 粒内に優先析出したものと考えられる。

20% γ を含有するA3合金においては上述のような炭化物析出に伴う組織変化はもはや現れず、長時間加熱によつて僅かな γ 量の増加が現れたにすぎなかつた。この合金においても長時間後には σ 相生成が観察された。結局C+N=200 ppmの合金は700°Cにおいては20% γ の存在によつて十分な固溶能力を保持したことを意味し、2相ステンレス鋼での炭化物析出抑制に必要な γ 量は固溶C+N量もしくは温度の関数となる。

これ以上の γ 相を含有する合金においては顕著な組織変化は検知できず、長時間後に σ 相生成が観察できるが何れの合金においても20h後には α/γ 界面に痕跡が現われ、48h後には明瞭に現れた。 σ 相生成以前に炭化物が生成する合金を別にすれば、A3~A6合金における σ 相生成開始時間には大差がなく、これはTie-line合金であるために α 相中のCr量が同程度であつたためと考えられる。

また、 γ 単相合金であるA7合金では σ 相生成は観察されなかつた。この結果からも前報⁷⁾で述べたように2相ステンレス鋼における σ 相の生成は高クロム・フェライト相の分解によるもので、また高純Fe-Cr-Ni合金では α 相中のCr量が律速因子であることを実証してい

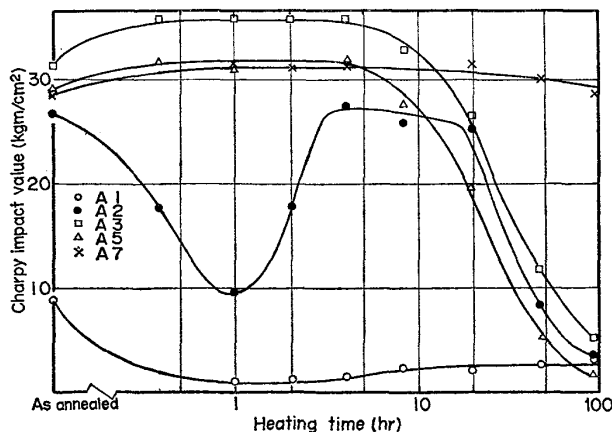


Fig. 4. Variation in Charpy impact value at 0°C with heating time at 700°C.

る。

3.2.2 700°C再加熱による衝撃値の変化

1000°C焼なまし水冷材を700°Cにおいて再加熱し加熱時間に伴う0°Cでのシャルピー衝撃値の変化をFig. 4に示した。 α 単相のAl合金においては短時間加熱によつて衝撃値が著しく低下し、これは前項の組織変化で述べた粒界炭化物の析出に基因するものである。なおこの合金の衝撃値が長時間加熱によつて僅かながら上昇しつつあるのは、初期に粒界析出した炭化物の凝集粗大化に基因することがMATHERNE¹⁹⁾の結果より推察される。

A2合金においても加熱初期にはAl合金に類似した衝撃値の低下が起るけれども、加熱時間が長くなると衝撃値が上昇する傾向が現われて切欠靱性は回復する。しかしながら加熱時間を更に延長すると衝撃値の急激な低下が現れた。A2合金におけるシャルピー衝撃値の変化は組織変化によつて説明することができ、初期の低下は粒界炭化物の析出、引続いて現れる靱性の回復は粒界への γ 相の再析出と粒界炭化物の消失、そして最後の急激な低下は σ 相生成にそれぞれ対応していた。

20% γ 以上含有する合金においては加熱初期の衝撃値の低下は最早現れないが、20h以上では α 相を含有する合金の衝撃値は低下し始め、これは α 相の分解による微量の σ 相生成によるものである。この場合 γ 相の存在は最早靱性に寄与しないことが確認された。

A7合金は700°C加熱においてもシャルピー衝撃値の変化が殆んど現れず、これは2相ステンレス鋼の σ 相生成には γ 相が無関係であることを示唆している。

3.3 500°Cにおける時効

3.3.1 500°C時効による硬さの変化

前報の結果⁷⁾によれば2相ステンレス鋼の475°C時効反応は500°Cにおいて最も顕著であつたので、本実

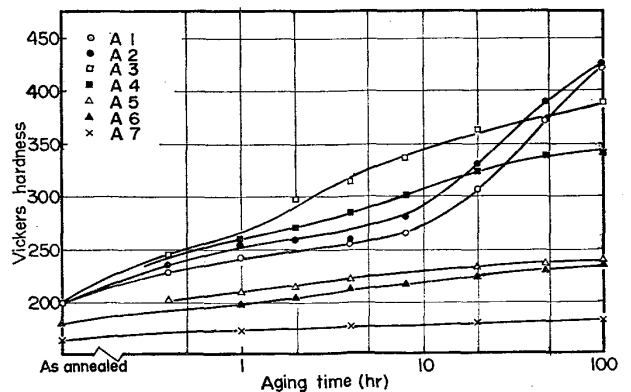


Fig. 5. Increase in hardness with aging time at 500°C.

験においては $500^{\circ}\text{C} \times 100\text{h}$ までの時効による硬さ変化を調べた。Fig. 5 は時効時間に伴う各合金の硬さ変化を示している。α量の多い A1 および A2 合金においては時効初期の硬化度は小さいけれども、10h 後からは急激に上昇する傾向が見られた。一方 20% γ の A3 合金と 33% γ の A4 合金では加熱初期における硬化度の大きいことが注目され、このような挙動は深瀬ら⁴⁾ によつても報告されている。

この温度域で現れる硬化は、b.c.c. Fe-Cr 合金の 2 相分離による Cr rich 相の析出に起因し、現在ではスピノーダル分解¹⁴⁾ によつて生じるものと考えられている。この反応機構の場合は σ 相生成のような核発生・成長機構における潜伏期が現れないのが特徴である。したがつて 475°C 時効による硬化は時効初期より、この反応に関与する α 相の量に相応して現れるものと予測されたが、結果として A1 および A2 合金では時効初期に一種の停滞現象が認められた。

JACOBSSON ら¹⁵⁾ による 18Cr-2Mo フェライト・ステンレス鋼の 475°C 時効硬化機構に関する最近の研究によれば、 475°C 時効過程で硬さ上昇が停滞する期間について引張試験結果を解析し、時効時間に伴う内部応力の低下および変形摩擦力の上昇を認めている。そこで硬さ変化に対しては両者の相殺の結果として停滞が生じることを彼らは明らかにし、結果として 475°C 時効による 2 相分離反応は硬さ変化には明瞭には現れないが、Cr rich 相の析出による摩擦力増大の結果として衝撃遷移温度の上昇をもたらすことを示唆してきた。A1 および A2 合金の時効初期における硬化度の低いことは上述の相殺作用によつて説明できるであろう。

この A1, A2 合金での硬化挙動と A3, A4 合金での挙動との相異は、2 相分離の反応機構がスピノーダル

機構か核発生・成長機構かによるものでなく、結局 A3 A4 合金での時効初期における硬化挙動を説明するには α/γ 共存 (界面) の影響を考慮せざるを得ない。

一方 γ 相を 50% 以上含有する合金では時効による硬化度は A3, A4 合金に比較すると、非常に小さくなり γ 単相の A7 合金では時効による硬さの変化はほとんど現れていない。

3.3.2 時効による衝撃値の変化

上述の硬さ変化に対応するシャルピー衝撃値 vE_0 の変化を Fig. 6 に示した。α 単相合金の衝撃遷移温度は焼なまし状態においてすでに常温近くにあり、その後の 500°C での時効による遷移温度上昇²⁾ の結果としてこの合金が短時間内に脆化するのとは予測された通りである。一方 7% γ の A2 合金では衝撃値の低下は緩慢となる。ところで、この A2 合金の衝撃値の時効時間に伴う低下に比較すると、A3 および A4 合金は 20~33% の γ 相を含有するにもかかわらず、 500°C での時効によつて A2 合金よりも短時間内に脆化したことは注目に値する。すなわち、2 相ステンレス鋼における γ 相の存在は靱性向上に寄与するところ大きく、(3.1.2) や (3.1.3) の項で前述したように応力緩和による亀裂伝播の抑制作用が顕著であつた。しかし Fig. 6 の結果から明らかことは、 475°C 脆化の進行が必ずしも γ 量に応じて軽減されず、むしろ無関係に現れる感があるので、この範囲の γ 量の合金の硬化および脆化挙動については後に詳細に検討する必要がある。

γ 量が 50% を超えると、時効による硬化度の小さいことにも関連して、γ 相本来の亀裂伝播抑制作用のために時効時間に伴うシャルピー衝撃値の低下は非常に緩慢となり、ほぼ γ 単相合金である A7 合金について長時間時効後においても衝撃値の変化はほとんど認められなかつた。

3.4 γ 量と衝撃遷移温度上昇との関係

3.4.1 $500^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ 時効による遷移温度の上昇

20~33% γ を含む合金における 475°C 脆化機構を詳細に検討するため、先ず $500^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ の短時間加熱による衝撃遷移温度の変化を調べた。時効前の 1000°C 水冷材のエネルギー遷移温度の値は Fig. 1 より決定した値であり、 $500^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ 時効によるエネルギー遷移温度および遷移温度上昇 (ΔvTr_E) を Table 3 に表示した。なお、比較のために 1000°C 空冷材の時効前後のエネルギー遷移温度と時効による遷移温度上昇も Table 3 に併記した。

この $500^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ の時効処理の場合、最大衝撃エネルギー (上部棚エネルギー) はほとんど異ならず、衝撃遷

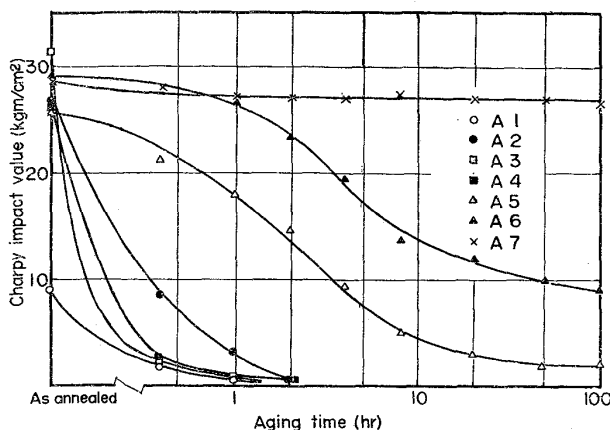


Fig. 6. Decrease in Charpy impact value at 0°C with aging time at 500°C .

Table 3. Variation in Charpy impact transition temperature ($^{\circ}\text{C}$) with aging at $500^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$, for water quenched and air cooled specimens.

	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7
1000 $^{\circ}\text{C}$ W.Q.	20	-80	-50	-85	-100	-200	—
+500 $^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$	120	40	100	60	-40	—	—
$\Delta_v T_{rE}$	100	120	150	135	70	—	0
1000 $^{\circ}\text{C}$ A.C.	125	30	0	-40	-75	—	—
+500 $^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$	175	135	105	50	-15	—	—
$\Delta_v T_{rE}$	50	105	105	90	60	—	—

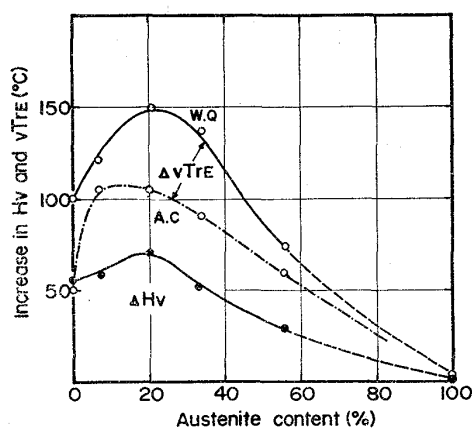


Fig. 7. Correlation between increase in hardness and Charpy impact transition temperature for alloys containing variable amount of austenite after aging at 500°C for 1h.

移温度の上昇だけが認められた。Table 3 より明らかのように、20~33% γ を含有する A3 および A4 合金の水冷材では時効によって著しい遷移温度上昇が現れた。ここで $500^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ 時効による衝撃遷移温度の上昇 ($\Delta_v T_{rE}$) 並びに硬さ増加 (ΔH_v) を γ % の関数としてプロットすれば Fig. 7 の関係が得られ、結果として硬さと遷移温度上昇との間には密接な関係のあることが認められ、これらは同一機構によって促進されたものと考えられた。空冷材の遷移温度上昇は Fig. 7 に一点鎖線で示したが、時効前に炭窒化物析出によって著しく脆化する Al 合金を除けば、空冷材では水冷材のような異常は現れず、遷移温度上昇は α % に比例していた。しかし空冷材の場合、冷却過程において 2 相分離が起るので時効前の遷移温度は若干高くなる。

3.4.2 焼なまし水冷材の α 相中の残留応力

前述の水冷材における 475°C 脆性の促進作用は α 相

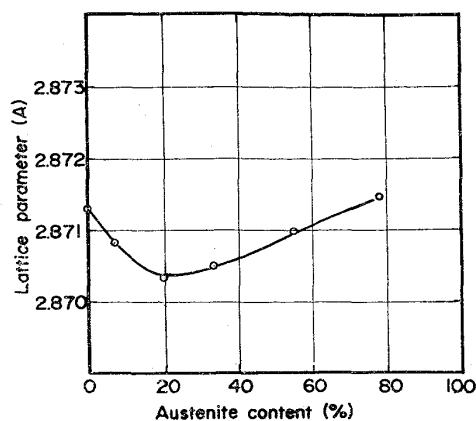


Fig. 8. Variation in lattice parameter of ferrite phase with austenite content of alloys water quenched from 1000°C .

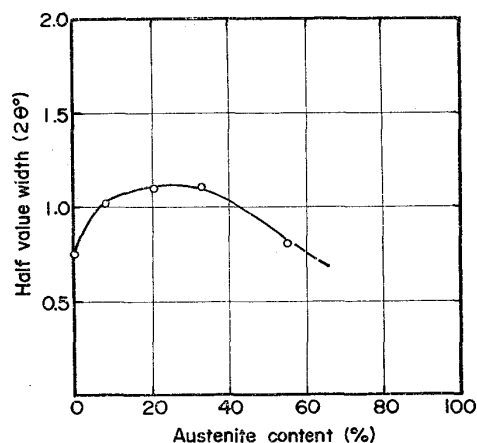


Fig. 9. Variation in half value width of $\alpha(211)$ diffraction line with austenite content of alloys water quenched from 1000°C .

中に存在する残留応力に起因するものと考え、時効前の 1000°C 水冷材 (縦断面) の α 相について X 線回折を実施した。

この際、Cr- K_{α} 線を使用し、 α 相の (110) (200) (211) 回折線を用いて決定した各合金の格子定数の値を共存 γ 量の関数としてプロットすると Fig. 8 の関係が得られた。また (211) 回折線の半価幅の共存 γ 量に伴う変化は Fig. 9 に示されている。 α 単相の合金では K_{α_1} と K_{α_2} 回折線が分離しているので半価幅測定上支障はなかったが、共存 γ 量の増加によって回折線の拡がりを生じて、 K_{α_1} と K_{α_2} とが重複するので、Fig. 9 での半価幅は、Rachinger の補正法を適用して K_{α_1} 回折線の値として表している。

Fig. 8 において、20% γ の合金の格子定数が最小となり圧縮応力の存在を予測させる。一方 Fig. 9 でも共存 γ 量の増加に伴って半価幅は増大し、 α 相中の残留応力

が20~30% γ において最大となり、その後 γ 量が増加すると残留応力は低下することが明らかとなった。

この実験に使用した合金は Tie-line 合金であり、A2~A6 合金については α および γ 相中の Cr および Ni 量はほぼ等しいので、Fig. 8 の格子定数や Fig. 9 の残留応力の γ 量による変化は固溶元素量の影響とは考えられず、むしろ熱膨張係数が著しく異なる α , γ 両相の共存に起因する残留応力が20% γ において最大となり、一方 γ 相を共存しない α 単相合金では残留応力が低かつたものと考えられた。2相共存に起因する微視的残留応力は相応力¹⁶⁾として知られており、2相合金を高温域より急冷した場合、熱膨張係数の小さい α 相には圧縮応力が残り、一方大きい γ 相には引張残留応力が発生する。この微視的な残留応力の発生機構については鋼材の焼入初期に温度低下が大きく、収縮量の多い表面層に引張応力が作用し、また後期に表面応力がいったん0となった以後では収縮量の大きい中心部に引張応力小さい表面層には圧縮残留応力が作用するという熱応力による巨視的な残留応力の発生機構を用いて説明できる。

時効過程における残留応力の緩和については、荒木、藤村¹⁷⁾が冷間加工した2相ステンレス鋼について調べ、 α 相の回復は2段に現れ、第1段は300~400°Cで現れるが第2段の回復は500~600°Cで現れることを明らかとした。したがって水冷によつて発生した残留応力も500°Cでの短時間加熱によつて容易に消失しないことを示唆している。

結局、2相分離による475°C脆化は α 相中の残留応力によつて促進され、水冷による残留応力が最大となる20% γ 合金では時効によつて遷移温度が付加的に上昇することが明らかとなった。2相共存でも50% γ 以上の合金では急冷による α 相の残留応力も少なく、しかも2相分離に関与する α 量も少ないので、時効による硬さや遷移温度上昇が緩慢となったものと想像される。ところで、残留応力の発生機構については前述のように推察されたが、20% γ において最大となる原因については今後の研究において解明されるであろう。

従来フェライト系ステンレス鋼の衝撃遷移温度は固溶 Ni 量の増加とともに低下することが FLOREEN²⁾ や岡田・細井¹⁸⁾によつて報告されてきたが、中野ら¹⁹⁾はフェライト粒径が微細な場合には固溶 Ni 量の効果はなく、2相混合組織の場合にも α 相の化学組成は最早問題でなく、 γ 量の方が靱性には効果的であることを提唱してきた。

2相ステンレス鋼の靱性については前述の焼なまし材だけでなく、475°C時効材においても α 相中の化学組成(特に Cr 濃度)よりも γ 量の効果が優先することを示

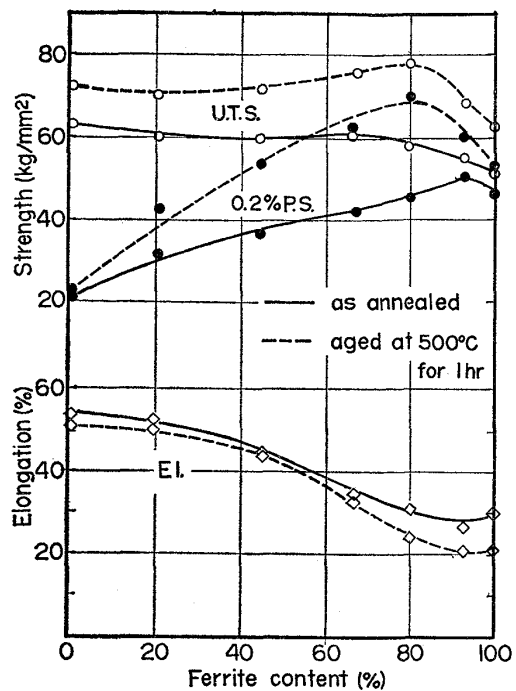


Fig. 10. Relation between ferrite content and mechanical properties for as-annealed and aged specimens.

唆してきたが⁷⁾、本実験のように γ 量を広範囲に変化させた場合には上述の α 相の化学組成や合金中の γ 量の2要素以外に α , γ 共存のために発生する α 相の弾性圧縮応力 (α/γ 共存効果) という要因も重要で、特に475°C脆化においては無視できない要因となるものと結論された。更にこの弾性歪は α/γ 共存効果として時効前の焼なまし水冷材の衝撃遷移温度上昇にも関連していると考えるのが妥当であろう。

3.5 引張特性について

1000°C焼なまし水冷材および500°C×1h時効材の丸棒試験片 ($D=4\text{ mm}\phi$, $L=25\text{ mm}$) をクロスヘッド速度0.5 mm/minで試験した結果を α 量の関数として Fig. 10 に示した。

焼なまし水冷材の場合、その0.2%耐力は $\alpha=100\%$ の点を除けば、 α 量に比例して増大し、一方引張強さは α 量とは関係なく一定値となる。田村ら¹³⁾は、Tie-line 2相合金の研究において耐力の増加は α 量と比例関係にあつて混合則の成立することを示したが、Fig. 10での混合則の成立も強度比 $G=\sigma(\alpha)_{0.2}/\sigma(\gamma)_{0.2}=3$ であつたことによる。Fig. 10の α rich側では耐力および引張強さが低下しているのは結晶粒径の影響と考えられる。耐力が α 量依存性を示すのに対して引張強さが α 量によつて変化しないのは、前報⁷⁾において示した γ 相の加工硬化による寄与である。

焼なまし水冷後 500°C × 1h 時効した場合 0.2%耐力は A7 合金を除いて増大するが、この時効材においては最早混合則は認められず、80% α の合金が時効によつて最大値を示した。混合則が適用できないのは α 相の 2 相分離のために強度比 $C > 3$ となつたこと以外に、前項でも述べたように、 $\alpha = 80%$ ($\gamma = 20%$) 近傍において硬さ、衝撃遷移温度の上昇を誘起した機構が 0.2% 耐力にも当然波及したものと考えられる。

更に付記すべきことは、Al 合金の時効材を引張試験した場合、応力-歪曲線上に双晶発生が検出されており、したがつて Fig. 10 の時効材の耐力が α rich 側で低下した原因として、結晶粒粗大化とそれに付随する双晶変形を挙げることができる。475°C 時効材での双晶変形については宮崎ら²⁰⁾の研究において説明されているように、時効によつて降伏応力が増大すると、変形機構がこれまでの γ 変形より、双晶変形へと移行するためである。引張強さも耐力と同様に時効によつて上昇し、80% α において最大値がもたらされた。

伸びに関しては α 量の増大につれて低下する傾向があるけれども、Fig. 10 より明らかなことは 60% α 以下では焼なまし材と時効材との値に差はなく、この結果より 500°C × 1h の短時間時効によつて強さは上昇しても延性は損なわれないことが明らかで、田村ら²¹⁾も 2 相ステンレス鋼を長時間時効しても引張延性の低下が少いことを発表している。

4. 結 言

σ 相および 475°C 脆化感受性におよぼす γ 量の影響を調べるため、 α - γ 比の異なる Tie-line Fe-Cr-Ni 合金を 1000°C 水冷後再加熱し、組織変化に伴う硬さおよび靱性の変化について調べた結果、次のような結論が得られた。

(1) 1000°C 焼なまし水冷材のシャルピー衝撃遷移温度は 40% γ 以上では著しく低下する。しかし、30% γ までの領域では γ 量以外に、 α 結晶粒径、Ti 量および α/γ 共存による残留応力の作用が介入し、遷移温度を上昇させる。

(2) σ 相の生成する 700°C で再加熱した場合、 α 単相合金は炭化物の粒界析出によつて短時間内に脆化した。また γ 量の少い合金も同様に脆化し、この場合炭化物析出のために γ 相が不安定化して消失する。しかし長時間加熱すると粗大化した α 粒界に γ 相が再析出して靱性は回復する。2 相組織の合金を長時間加熱すると α 相の分解によつて σ 相が生成し、シャルピー衝撃値は急激に降下する。この σ 相脆化に対しては共存する γ 相は何

らの緩和作用も示さなかつた。

(3) 500°C での時効によつて α 相の 2 相分離が現れ硬化とともに脆化をもたらす。この場合 20~33% の γ 相を有する合金は時効初期に著しい硬化および衝撃遷移温度の上昇を示した。X線回折測定の結果、焼なまし水冷後の α 相の残留応力はこの γ 量において最大となることが明らかとなつた。結局このような残留応力が 475°C 脆化を促進し、この残留応力は熱膨脹係数が異なる α , γ の 2 相共存合金を急冷したことによつて発生したものと結論された。なお、475°C 脆化感受性は 40% 以上の γ 相の存在によつて緩和された。

終りに、本実験に協力して頂いた桑島正尚 (現在、日本電工) および飯野考之 (現在、帝都ゴム) の両氏に謝意を表します。

文 献

- 1) J. HOCHMANN, A. DESESTRET, P. JOLLY, and R. MAYOUD: Métaux, (1975) No. 593, p. 1
- 2) S. FLOREEN, and H. W. HAYDEN: Trans. ASM, 61 (1968), p. 489
- 3) 田村今男, 友田 陽, 山岡幸男, 金谷三郎, 小沢正俊, 赤尾 明: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 454
- 4) 深瀬幸重, 遅沢浩一郎, 伊藤譲一: 鉄と鋼, 55 (1969), S 570
- 5) 泉 久司, 砂田久吉, 篠田軍治: 日本金属学会誌, 35 (1971), p. 324
- 6) F. G. E. BEETGE and F. P. A. ROBINSON: Metal. Mat. Met. Rev., 9 (1973), p. 408
- 7) 星野明彦, 金尾正雄, 中野恵司: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 804
- 8) 甘粕知一郎: 三菱製鋼技報, 10 (1976) No. 1-2, p. 12
- 9) H. W. HAYDEN and S. FLOREEN: Trans. ASM, 61 (1968), p. 474
- 10) A. PLUMTREE and R. GUILLBERG: J. Testing Eval., 2 (1974), p. 331
- 11) P. JOLLY and J. HOCHMANN: Mem. Scient. Rev. Met., 70 (1973), p. 117
- 12) R. TRICOT and R. CASTRO: Mem. Scient. Rev. Met., 63 (1966), p. 657
- 13) G. MATHERNE, J. LEFEVRE, and R. TRICOT: Mem. Scient. Rev. Met., 71 (1974), p. 841
- 14) R. LAGNEBORG: Trans. ASM, 60 (1967) p. 67
- 15) P. JACOBSSON, Y. BERGSTÖN, and B. AROUSSON: Met. Trans, 6A (1975), 1577
- 16) 日本材料学会編: X線応力測定法 (1971) p. 206 306 [養賢堂]
- 17) 荒木弘安, 藤村全戒: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 275
- 18) 岡田秀弥, 細井祐三, 小川洋之: 鉄と鋼, 59 (1973), S 155
- 19) 中野恵司, 金尾正雄, 星野明彦: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 1219
- 20) 宮崎 亨, 中垣正敏, 矢島悦次郎: 日本金属学会誌, 38 (1974), p. 70
- 21) 田村今男, 磯上勝行, 牧 正志, 藤原正二: 日本金属学会誌, 40 (1976) p. 353