

論 文

UDC 669.15'24'28-194 : 669.14.018.41 : 539.55

極低炭素-11Ni-Mo 系鋼の低温靱性*

長井 寿**・柴田 浩司***・藤田 利夫***

Low Temperature Toughness of Carbon free-11Ni-Mo Steels

Kotobu NAGAI, Koji SHIBATA, and Toshio FUJITA

Synopsis:

The effects of micro-structures and molybdenum alloying on the low temperature toughness have been investigated in carbon-free 11%Ni- 0 to 4%Mo steels reheated below each A_f temperature after double normalizing. In spite of very low content of C, N, P, S, and other impurities in these steels, temper embrittlement appeared in reheating or slow cooling in the range of 450° to 525°C. To inhibit this embrittlement the following two methods were shown effective. One was using substructures which had a small amount of fresh martensite and the other was alloying of 1% molybdenum. There was the optimum molybdenum content, because at higher contents age-hardening and solution hardening by this element became the inevitable cause of the low temperature brittleness. Further, it was concluded that the 1% molybdenum steel having a small amount of fresh martensite showed excellent properties in both strength at room temperature and toughness at -196°C. This steel is expected to have a good toughness also at temperatures below -196°C.

1. 結 言

-196°C以下で使用可能な b. c. c. 系鋼がいくつか提案されている^{1)~3)}。S. JIN¹⁾らは Fe-12Ni-0.25Ti 合金 (以下組成量はすべて重量パーセントで表わす) で組織微細化を行い、シャルピー試験において -267°C でも脆化しないことを報告している。石川ら²⁾は Fe-13Ni-3Mo-0.2Ti 合金で Mo 添加により強度上昇をはかり、破壊靱性試験で -269°C でもへき開破面が現われないことを示している。S. JIN³⁾らはまた Fe-8Ni-2Mn-0.25Ti 合金において、組織微細化を行つたうえに残留オーステナイト (以下 γ_R) を生成させて、シャルピー試験で -267°C でも脆化しないことを示した。

さて、シャルピー遷移温度と Ni 量の関係についてみると従来研究されたものの多く⁴⁾²²⁾は C 量が約 0.1% の鋼においてであり、かつ特別な熱処理を施したものから得られたものではない。低温靱性にとって極めて有害である C, N の影響と P, S, O による粒界脆化の影響を極力除いた場合の Fe-Ni 合金におけるシャルピー遷移温度と Ni 量の関係については不明であり、高価な Ni の低減の可能性が十分考えられる。また微視組織の寄与に関しても γ_R の役割を中心として微視組織と低温靱性

の関係については未解決な問題が多い⁶⁾⁷⁾。さらに焼もどし脆性の抑制も極めて重要な問題である。前述の研究には焼もどし脆性の有無についての報告はないが、5.5%Ni 鋼, 9% Ni 鋼における最適焼もどし温度域の狭さは、450°~550°C 付近で現われる“高温焼もどし脆性”によるところが多い⁵⁾⁹⁾。この焼もどし脆性は、強度が最も低下するような焼もどし温度域で熱処理をする不合理さの原因となつており、焼もどし脆性の抑制に重点をおいた研究も必要である。

そこで我々は C, N, P, S, O をそれぞれ数 10 ppm に抑えた 11%Ni 鋼において Mo を添加し、可能な限り焼もどし脆性の抑制をはかるとともに、この系の鋼における微視組織と機械的性質、特に室温から -196°C でのシャルピー吸収エネルギー (以下吸収エネルギーと略す) との関係詳しく調べた。本研究は、最終的には -269°C 付近までシャルピー試験において脆性破壊しない 11%Ni 鋼の開発を目標としているが、従来の報告によると³⁾⁴⁾²²⁾ Ni 量がこの程度になると吸収エネルギー遷移曲線は、粒界脆化のない限りなだらかなるので、ここでは -196°C での機械的性質ができるだけすぐれたものを得ること、およびすぐれた性質を与える要因を明らかにすることにより、より低温における使用の展望を得

* 昭和 54 年 2 月 16 日受付 (Received Feb. 16, 1979) 昭和 54 年 4 月・10 月本会講演大会にて発表

** 東京大学工学部 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku 113)

*** 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo)

Table 1. Chemical composition of steels in wt%.

	C	Mn	P	S	Ni	Mo	N	Al	O
M 1	0.005	0.50	0.006	0.004	11.09	—	0.0026	0.015	0.0056
M 2	0.004	0.50	0.003	0.006	11.12	0.21	0.0033	0.024	0.0018
M 3	0.006	0.50	0.003	0.006	11.12	0.40	0.0030	0.023	0.0037
M 4	0.004	0.50	0.003	0.005	11.12	0.58	0.0032	0.021	0.0039
M 5	0.003	0.50	0.003	0.005	11.12	0.77	0.0033	0.021	0.0023
M 6	0.004	0.52	0.006	0.008	10.89	1.00	0.0032	0.012	0.0038
M 7	0.005	0.52	0.006	0.007	10.83	1.98	0.0027	0.008	0.0051
M 8	0.005	0.51	0.007	0.007	10.73	2.95	0.0025	0.006	0.0047
M 9	0.005	0.54	0.007	0.007	11.05	4.09	0.0027	0.003	0.0051

ようとした。

2. 実験方法

供試鋼の組成を Table 1 に示す。従来低合金鋼では Mo の最適量は 0.2~0.5% にあるとされていたが⁹⁾、著者らは以前 11Ni-2Mo 鋼で良好な低温靱性を得ている¹⁰⁾ので、ここでは Mo の添加量を 0% から固溶限量に近い 4% まで変化させた。溶解の際の脱酸は、Al を銑塊重量の 0.1% 加えることによつて行つた。また 0.5% の Mn は脱酸を完全なものとする目的で添加した。これらの供試鋼はすべて 17 kg 高周波真空誘導炉で溶製し、銑塊を 1200°C に加熱し鍛造後、1200°C から熱間圧延で 14 mm 厚の板および 10 mm 径の丸棒を作製した。その後板材より T 方向に 2 mm V ノッチシャルピー試験片 (JIS 4 号試験片) を切り出し、丸棒より平行部径 4 mm、平行部長さ 20 mm の丸棒引張試験片を作製した。熱処理は 900°C と 780°C (一部 810°C) でともに 1 h 加熱後水冷の二段焼ならしで細粒化したのち、450~750°C の各温度で 1 h 再加熱して水冷した。シャルピー試験は、試片を液体窒素などの冷却剤で十分に冷却後、取り出して直ちに行つた。引張試験はインストロン型引張試験機 (TOM5T) を用い、液体窒素に浸漬しながらクロスヘッド速度 1 mm/min で行つた。一部室温での試験も行つた。微視組織の観察は電子顕微鏡 (JEM150) を用い、シャルピー試験片の破面観察は走査型電子顕微鏡 (JSM-T20) で行つた。

3. 実験結果

3.1 引張特性

若干の降伏降下現象の見られる 450~575°C 再加熱材を除いて、降伏応力を 0.2% 耐力で評価した。再加熱温度による強度変化は、Mo 量によらず Fig. 1 のようになる。すなわち 400~450°C に時効硬化のピークが現われ、過時効および焼もどしによつてその後強度は低下するが、 σ_B は 600°C、 σ_y は 630°C で極小値をとり、

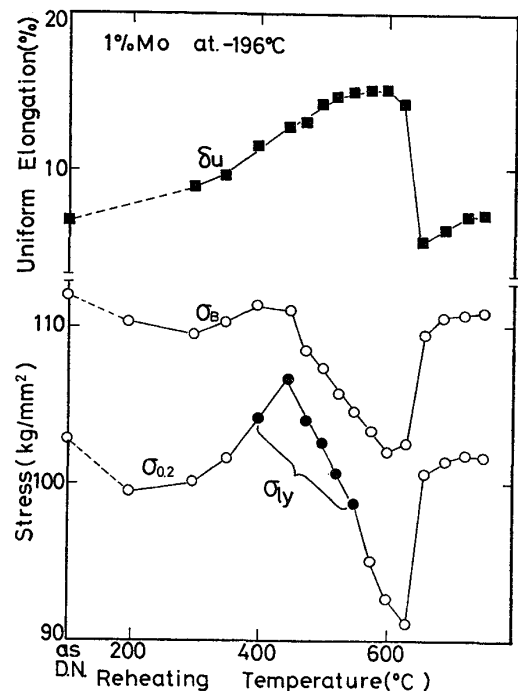


Fig. 1. Changes in tensile properties of the 11%Ni-1%Mo steel by reheating temperatures.

690°C で焼ならしま材の強度水準と同程度になる。時効硬化のピークは σ_B より σ_y にはつきりと現われ、0%Mo 鋼でも見られるが、Mo が多いほど顕著である。一方、伸びは再加熱温度の上昇に伴つて徐々に増大し、550~575°C で最大となるが、その後低下し焼ならしま材と同水準になる。Fig. 2 は再加熱温度が 575°C である場合の引張特性に対する Mo 量の影響をまとめて示したものである。これによると Mo は強度を上昇させ、一樣伸びを低下させているが他の再加熱温度についても同様の結果が得られた。

3.2 -196°C でのシャルピー吸収エネルギー

各鋼の -196°C での吸収エネルギーの再加熱温度による変化を Fig. 3 (a), (b) に示す。Mo 量によつて吸収エネルギー変化は大きく異なるが、再加熱温度で整理す

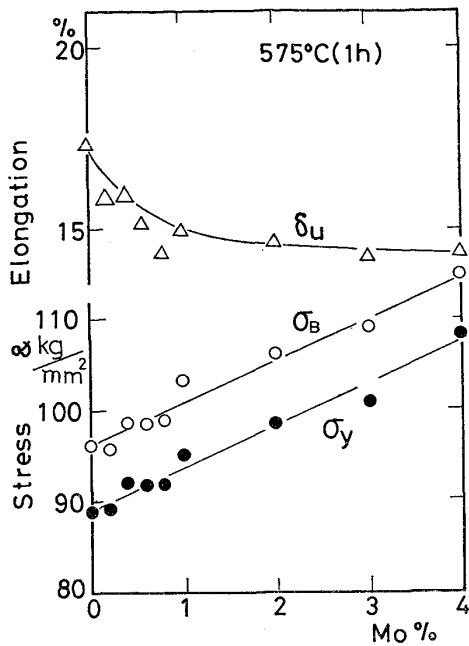


Fig. 2. Effect of Mo content on tensile properties of the 11%Ni-Mo steels reheated at 575°C for 1 h.

Table 2. Observation of fractured surface except shear lips in specimens reheated at 475°-550°C by scanning electron microscopy.

Mo	475°C	500°C	525°C	550°C
0%	B	B	B	D
0.2	B	B	B	D
0.4	B	B	D	D
0.6	B	B	D	D
0.8	B	B	D	D
1.0	D	D	D	D
2.0	D	D	D	D
3.0	B	B + D	B + D	D
4.0	B	B	B	D

B : brittle D : ductile

ると以下ようになる。1) 450°C 再加熱材 (以下例えば 450°C 材と記す。) では全鋼種で完全に脆化している。2) 475°~550°C材では Mo 量によって挙動は大きく異なる。3) 575°~630°C 材で最大の吸収エネルギーを示す。4) 660°C 以上では全般的に吸収エネルギーは低下し、その値は焼ならしま材と同程度となるが、鋼種によつては 690°C や 720°C など完全に脆性破壊することがある。

475°~550°の領域での吸収エネルギー変化に対する Mo の影響は特に興味深い。0%Mo 鋼では 475°~525°C で吸収エネルギーが極めて低く完全に脆化しているが、Mo 量の増加とともにこの脆化が抑制され、脆化再加熱温度域が狭くなる。しかし、Mo が 3% を越えると再び脆化

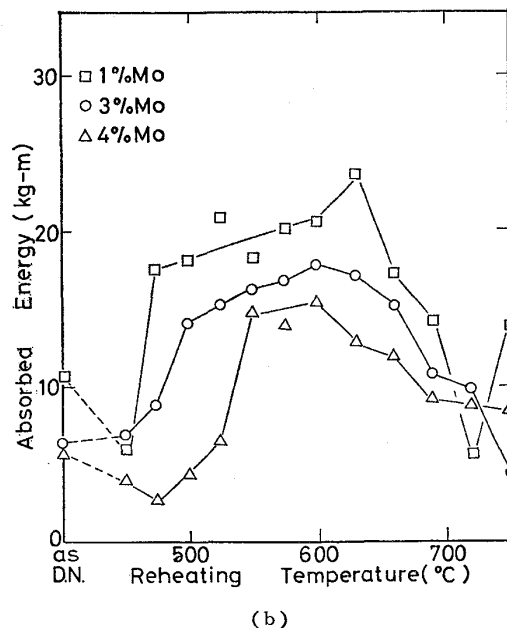
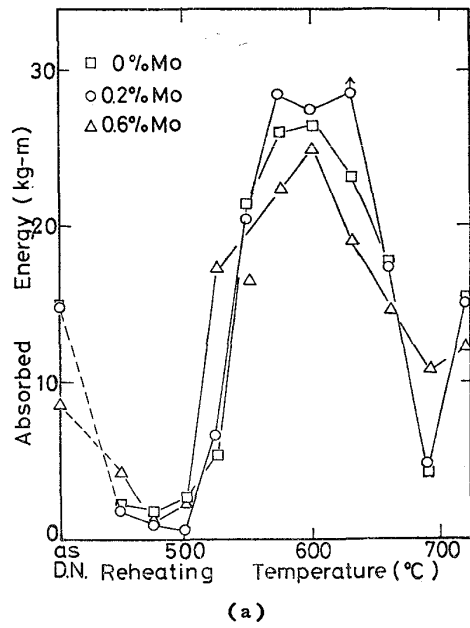


Fig. 3. Effect of reheating temperatures on the absorbed energy at -196°C of the 11Ni-Mo steels; (a) 0, 0.2 and 0.6%Mo, (b) 1, 3 and 4%Mo.

再加熱温度域は拡大する。2%Mo鋼は 1%Mo 鋼と同様の広い再加熱温度域で脆化が抑制され、この両鋼で脆性抑制効果が大きい。Table 2 に各鋼の 475°~550°C 材の shear lip 部を除いた破面を観察した結果をまとめて示すが、これからも同様の結論が導かれる。最適再加熱温度域の低温側への拡大は次のような利点ももたらす。つまり 1%Mo 鋼は 525°C±50°C の再加熱においてすぐれた -196°C 吸収エネルギーを与えるので、実用的に 525°C 再加熱が可能である。これは例えば 575°C 再加

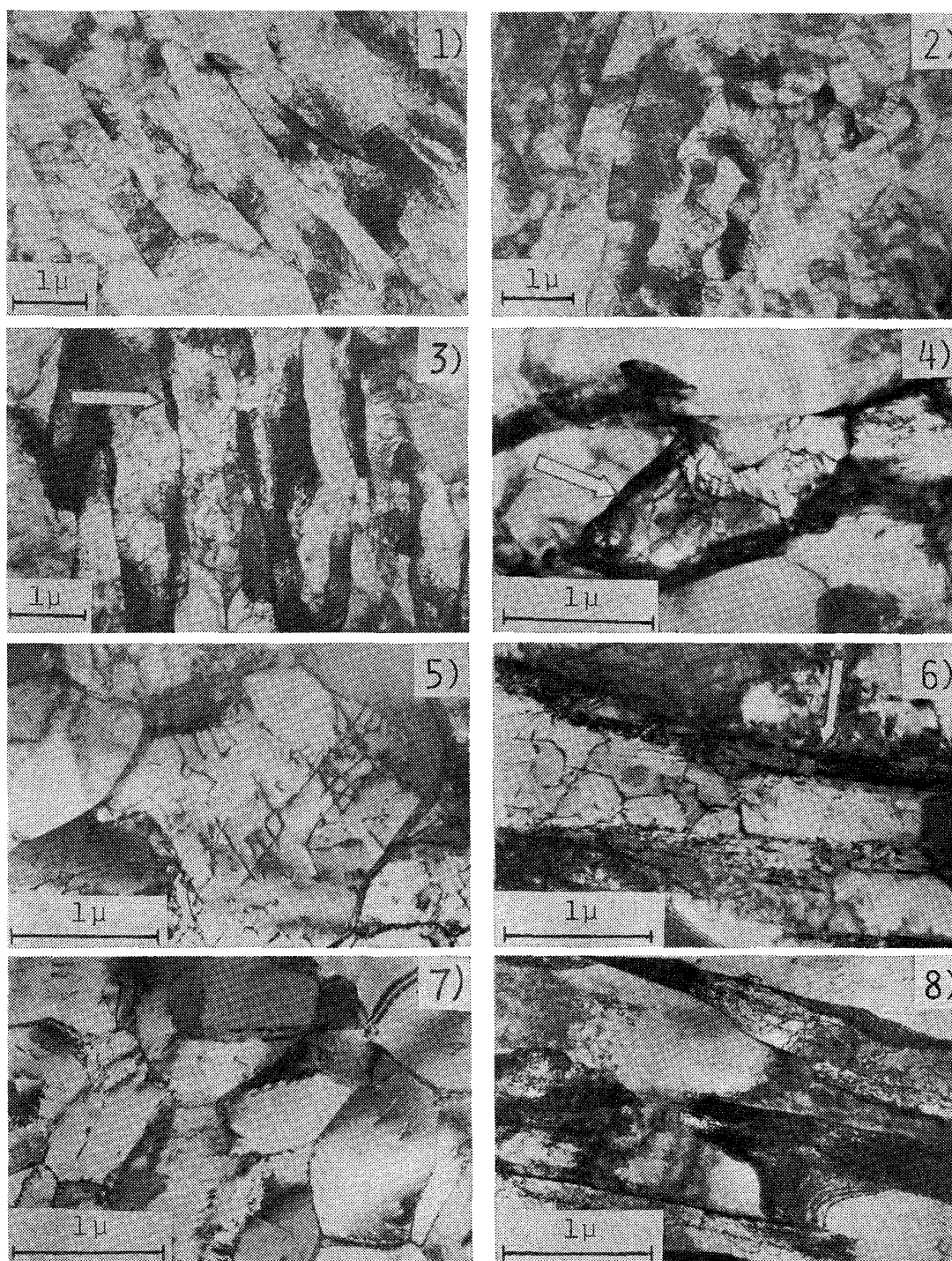


Photo. 1. Electron micrographs of Fe-11%Ni-1%Mo steel reheated at each temperature; 1) 500°C, 2) 550°C, 3) 575°C, 4) 5) 600°C, 6) 630°C, 8) 660°C; arrowed microstructures are fresh martensite.

熱材と比較すると吸収エネルギーには差がない (Fig. 3 (b)) のに, -196°C での降伏応力で 6 kg/mm^2 改善することになる. (Fig. 1) この強化量を Mo 増量で得ようとすると Fig. 2 から 1% 以上の増量が必要であるが, 吸収エネルギーは Mo 増量と共に徐々に低下するので (Fig. 3) 得策ではない.

3.3 微視組織

再加熱温度による微視組織の変化は, 強度や伸びの変化と同様に Mo 量によつて大きな差はない. 熱膨張によつて A_s 点 (逆変態開始温度) を測定 (加熱速度 $6^{\circ}\text{C}/\text{min}$) すると各鋼の値は $585^{\circ}\pm 5^{\circ}\text{C}$ となり, Mo 量による A_s 点変化はほとんど認められない. A_s 点は以下に述べる再加熱温度による微視組織変化と深い関係があ

Table 3. Amount of retained austenite of the 11% Ni-1%Mo steel isothermally reheated.

	1	2	4	8	16	32	48 h
550°C	—	—	2.2	3.2	2.7	3.9	3.1
575°C	—	—	—	—	—	—	—
600°C	—	—	—	—	—	—	—

: in percentage

るので、As 点に差のない今回のような場合は、各鋼の微視組織、引張特性の再加熱温度による変化は、ほぼ共通したものとなる。よつて、ここでは Photo. 1 に 1%Mo 鋼の微視組織変化を代表例として示す。焼ならしめまま材では転位密度の高いラスマルテンサイト (α') 組織であるが、575°C までの再加熱では徐々に転位密度が低下している。575°C からラス境界などに転位密度の高い組織 (Photo. 1 矢印) が見られるが、次に述べるようにこれは 逆変態 オーステナイト (γ) が冷却時に マルテンサイト 変態して生じた fresh α' である。Table 3 は 550°C~600°C で再加熱時間を変化させた場合の、X 線ディフラクトメーターによる室温での γ_R 量の測定結果を示したものである。これからわかるように、1%Mo 鋼で室温において γ_R が観察されるのは、550°C 以下で長時間加熱した場合のみである。575°C 以上では γ_R は室温でも検出されていない。9%Ni 鋼等と比較して、逆変態 γ が不安定であるのは、本系鋼の C 量が極めて低いことによると考えられる。しかし、熱膨張により求めた Ms 点は、Mo 添加によつて低下するので、 γ 相自体は Mo 増量によつて安定度を増してはいる。

600°C, 630°C 材ではラス内の急速な回復が起こり、 α' 相は低転位密度のサブグレイン構造をとるようになる。660°C 以上では主として fresh α' が含まれる組織となる。

また Mo 添加による結晶粒微細化は認められず、0~2%Mo 鋼で前 γ 粒径にほぼ差はなく、3% 以上ではかえつて粗粒化の傾向があつた。

3.4 微視組織と低温における機械的性質

Fig. 4, 5 はそれぞれ -196°C における一様伸びと σ_y 、吸収エネルギーと σ_y の関係を示したものである。焼もどし α' 単相、焼もどし α' +少量 (10% 以下) の fresh α' 、主として fresh α' からなる組織とにわけて表示した。一様伸びは fresh α' 単相の場合、焼もどし α' 単相に比較して同じ σ_y で約 8% 小さい値となり、fresh α' を少量含む場合もわずかに低下している。一方、吸収エネルギーでは靱性状態を保つ場合、一様伸びで得ら

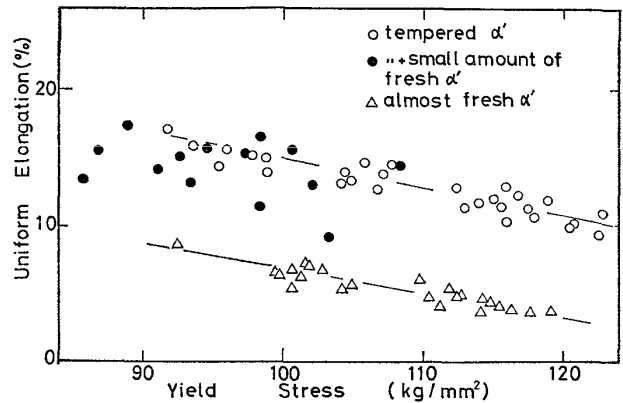


Fig. 4. Relationship between uniform elongation and yield strength of the 11%Ni-Mo steels having various microstructures.

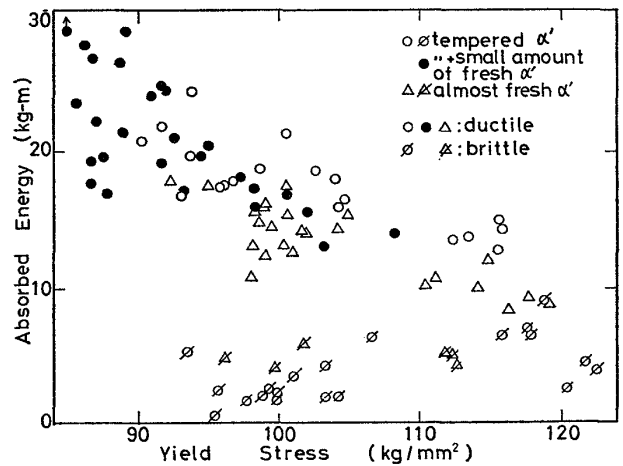


Fig. 5 Relationship between absorbed energy and yield strength of the 11%Ni-Mo steels having various microstructures.

れたような各組織による明確な差は見られなくなる。

Fig. 5 は σ_y で整理した場合であるが、 σ_B で整理すると各組織による差はますます不明りようになり、靱性状態の吸収エネルギーはすべてひとつのバンドにまとまるようになる。このことは Fig. 1 から説明できる。すなわち 575°C 以上で再加熱した焼もどし α' +少量の fresh α' 、fresh α' 単相の場合、それ以下の温度での再加熱による焼もどし α' 単相の場合よりも σ_B と σ_y の差が大きい。したがつて、 σ_y で整理した場合に比べ fresh α' を含む 2 種類の組織のプロットは焼もどし α' 単相よりも高強度側へ移動し、結果としてバンドの幅が狭くなる。一様伸びについては、 σ_y での整理と同様の結果が σ_B での整理の場合でも得られる。

さて、Fig. 5 に立ちもどつてみると靱性状態を示す場合同じ σ_y に対して fresh α' 単相の組織の吸収エネルギーが劣っているのは明らかであるが、fresh α' を少量含

Table 4. Comparison of Charpy absorbed energy at -196°C between water cooled materials and furnace cooled materials.

	500°C		550°C		600°C		630°C	
	W.C.	F.C.	W.C.	F.C.	W.C.	F.C.	W.C.	F.C.
0%	2.4	1.4	21.5	6.3	26.4	11.6	23.1	18.1
0.2	0.6	—	20.4	1.8	27.4	22.9	28.4	24.1
0.4	3.6	—	24.1	5.8	24.2	24.0	16.8	19.1
0.6	2.3	—	16.5	4.2	24.8	22.4	19.0	21.3
0.8	2.4	—	19.4	3.6	24.8	19.4	21.8	20.3
1.0	18.6	12.8	18.4	20.7	20.7	17.1	23.7	18.1
2.0	13.5	8.0	15.7	12.6	19.4	14.5	16.9	13.9
3.0	14.1	13.2	16.2	11.8	17.8	16.2	17.0	14.9
4.0	4.5	4.6	14.7	3.8	15.3	8.3	12.8	10.3

: in kg·m

む場合、焼もどし α' 単相の吸収エネルギーにまさる例がいくつか見られる。このことは、fresh α' を含む 575°~630°C 材において各鋼での最大の吸収エネルギーを示したこととあわせて注目される結果である。

以上の結果をまとめると次のようになる。焼もどし α' 単相組織は焼もどし脆性が現われない限り低温延性・靱性ともすぐれている。少量の fresh α' を含む焼もどし α' 組織では、fresh α' を含む分だけ延性は悪いが、低温靱性はその限りではない。fresh α' をある程度以上含む組織は延性・靱性ともに不利である。

3.5 再加熱後の徐冷の影響

この種の鋼においては、再加熱後の冷却速度による脆化感受性の小さいことが望ましい。そこで再加熱後の徐冷処理による吸収エネルギーの変化を調べた。Table 4 は、500°C, 550°C, 600°C, 630°C 再加熱後の水冷材と炉冷材の吸収エネルギーを比較したものである。0%Mo 鋼、4%Mo 鋼では徐冷による吸収エネルギーの低下は著しい。0.2~0.8%Mo 鋼でも 550°C 材に著しい低下が認められる。しかし、1~3% Mo 鋼ではこの低下は小さい。なお徐冷による強度変化はほとんどないが、高 Mo 側で 3~5 kg/mm² 程度のわずかな上昇が認められる。炉冷材でも靱性状態を維持するものが、強度上昇にみあった吸収エネルギー低下を示すのに対して、脆化するものの吸収エネルギー低下は強度上昇分によつて評価はできない。また微視組織との関連では、fresh α' を少量含む 630°C 炉冷材で全鋼種において吸収エネルギーの低下は小さい。同じく 600°C 炉冷材でも、脆化の度合いの大きい 0%, 4%Mo 鋼において、fresh α' を全く含まない 550°C 炉冷材と比較して吸収エネルギーの低下が小さいなど、一般的にすぐれた耐脆化感受性を示す。

徐冷による脆化の程度をよりいつそう高めるために、600°C 材に G. E. 炉冷型ステップクーリング処理 (600

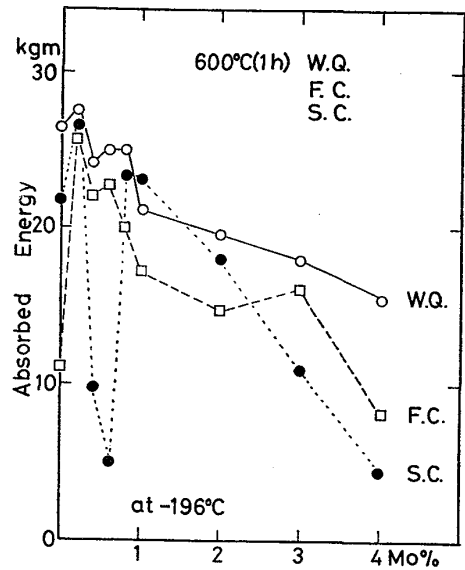


Fig. 6. Effect of Mo content on absorbed energy of the 11%Ni-Mo steels slow-cooled after reheating at 600°C for 1 h (W.Q.; water quenching, F.C.; furnace cooling, S.C.; step cooling; G. E. type).

°C, 1 h → 538°C, 15 h → 524°C, 24 h → 496°C, 60 h → 468°C, 125 h → 315°C → A. G., 中間の冷却は炉冷) を施した。600°C 材の水冷材、炉冷材の結果とあわせて Fig. 6 に示す。Fig. 6 からわかるようにステップクーリング処理によつて、0.4%, 0.6%Mo 鋼にも吸収エネルギーの著しい低下が認められる。また 3%Mo 鋼では比較的吸収エネルギーは高いが脆性破面を含んでいるので好ましくない。

結局、徐冷に対しては 1~2%Mo 鋼が良好な耐脆化性を示すことになる。

3.6 450°C 材の脆性遷移

全鋼種の -196°C の破面に脆性破面が認められる再加熱温度は、本研究の範囲では 450°C のみである。そこで 450°C 材の脆性遷移に及ぼす Mo の影響を調べた。吸収エネルギー遷移曲線は 0~0.8%Mo 鋼で急激な脆性遷移を示し、2% 以上ではなだらかとなり、1%Mo 鋼はそれらの中間の形状を示す。Mo の影響を評価するために 50% 破面遷移温度を求めたが、Fig. 7 にその結果を示す。これによると 0% および 4%Mo 鋼がかなり高い遷移温度を示すが、他は -180°C より低く、中でも 3%Mo 鋼が -196°C 以下と最も低い値を示し、1%Mo 鋼がその次に良い値を示している。また、Mo 2% 以上では lower shelf energy が比較的高いという結果も得られた。

以上述べた結果を総合的に判断すると、1%Mo 鋼が最も耐脆化性にすぐれていることになる。この鋼では

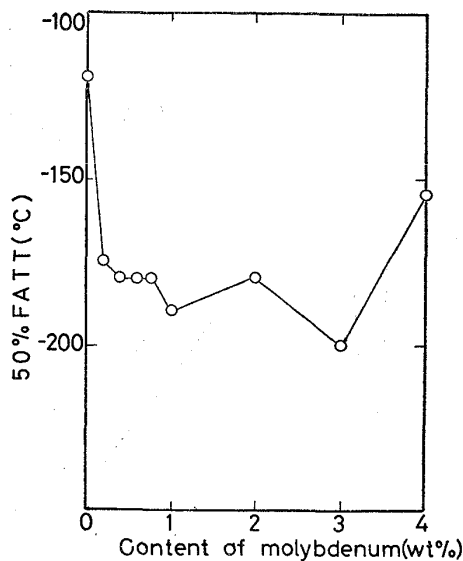


Fig. 7. Variation in the 50%FATT of specimens reheated at 450°C with the molybdenum content.

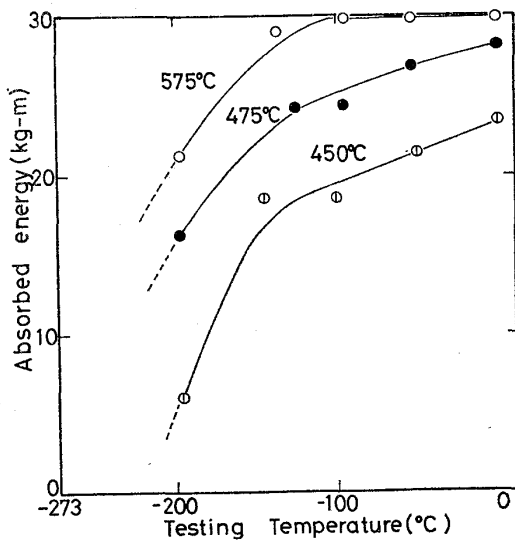


Fig. 8. Effect of reheating temperatures on the absorbed energy transition in the 11Ni-1Mo-0.5Mn steel.

15 kg·m 以上の良好な吸収エネルギーを得ることのできる再加熱温度域が約 200°C の幅を持ち、かつこの温度域で加熱したものは徐冷による脆化感受性も小さい。強度・靱性のバランスの面でも、20 kg·m 程度の -196°C 吸収エネルギーが得られる範囲での常温の降伏強度が 58~65 kg/mm² となることが確められておりすぎている。Fig. 8 に 1%Mo 鋼の 450°C, 475°C, 575°C 各再加熱材の 0°C から -196°C までの遷移曲線を示す。450°C 材では、-196°C で脆性破面（一部に粒界破面）が現われて脆化するが、475°C, 575°C では 100% 延性破面である。この図から少なくとも 575°C 材はかな

り遷移温度の低いことが予想される。

4. 考 察

4.1 fresh α' と低温靱性

加熱中に逆変態 γ が生じるとマトリクスでの C, N および不純物元素濃度が低下するだけでなく、 γ の析出により粒界面積が増大し、単位粒界面積あたりの不純物濃度が低下することもいわれている⁸⁾。この逆変態 γ が室温まで冷却しても残留する場合については、古くから 9%Ni 鋼を中心として多くの研究⁹⁾²²⁾がなされているが、室温まで冷却する間に変態して fresh α' となる場合についての詳しい研究はほとんどない⁶⁾。本研究で用いた鋼種の 1h 再加熱材では前述したとおり、加熱時生成する逆変態 γ は室温ですべて α' に変態している。このような fresh α' については、ここで挙げた効果について γ_R と同等の役割を果たす可能性がある。そこで Mo の効果を除いて fresh α' の役割のみを知るために 0%Mo 鋼において、500°C, 24h 加熱, 525°C, 12h 加熱, 550°C, 6h 加熱の熱処理を施し、各温度の 1h 加熱材（微視組織は焼もどし α' 単相）の -196°C での吸収値、硬さおよび破面とそれぞれ比較した。（Photo. 2）500°C, 24h 材は焼もどし α' 単相であるが、550°C, 12h 材, 550°C, 6h 材は極少量 2~3% 程度の fresh α' を含む焼もどし α' 組織である。これらすべて長時間加熱により吸収エネルギーに大幅な改善が得られ、破面も大半がディンプル状の延性破面となるが、一部に Photo. 2 に示すような脆性破面が残存する。550°C 長時間加熱材では擬へき開破面のみであるが、500°C, 525°C 長時間再加熱材では、従来粒界破面とされている¹¹⁾ものと類似の破面（Photo. 2 矢印）が、それらの 1h 材と同様に観察される。これらの結果からわかることは、この加熱温度域では、吸収エネルギー自身の増加は α' の焼もどしだけによつても可能であることである。極少量の fresh α' は、吸収エネルギー自身の改善にとつて不可欠なものではなく、むしろ粒界破面などの脆性破面を完全に防止してはいないことが注目される。しかし、fresh α' が少し多くなる 600°C, 630°C 炉冷材では、Table 4 に示したように徐冷による脆化の度合いが小さくなることや後述する Fig. 9 の結果からも少量の fresh α' を含む場合脆化感受性が小さくなるのは明らかである。

さて、fresh α' を少量含む微視組織が生成される再加熱温度で吸収エネルギーの最大値が得られたことは、 γ_R に関する従来の議論との関連で興味深い。5.5%Ni 鋼, 9%Ni 鋼においては同様の焼もどし温度で少量の γ_R が生成し、すぐれた低温靱性を示す。従来、低温靱性に寄

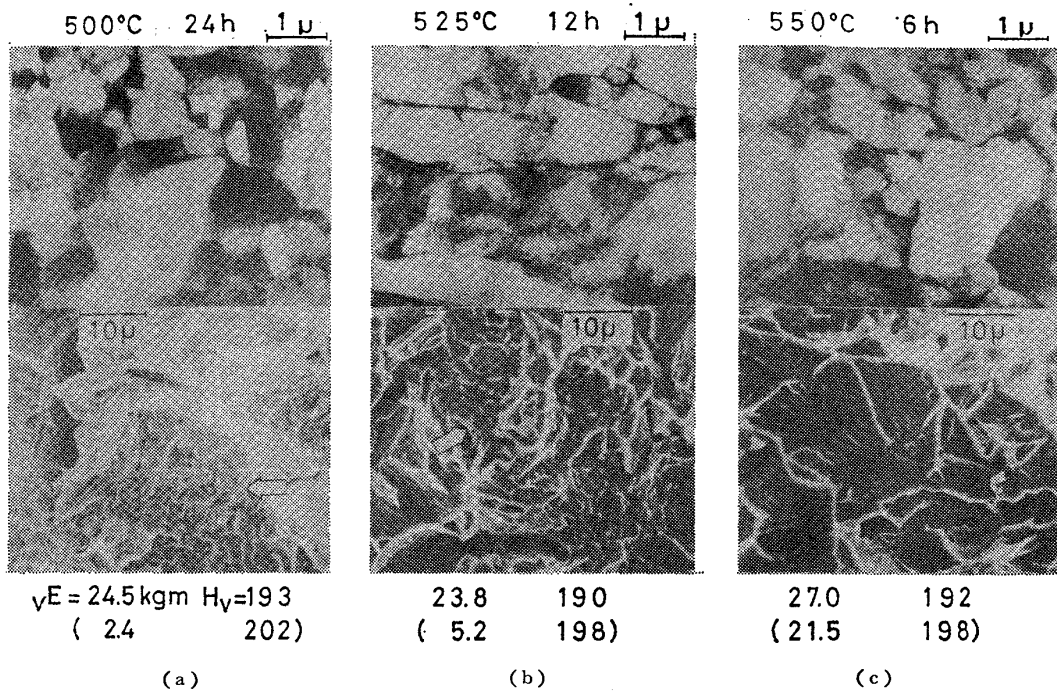


Photo. 2. Transmission electron micrographs and scanning electron micrographs of Fe-11%Ni-0%Mo steel; (a) 500°C for 24h, (b) 525°C for 12h, (c) 550°C for 6h; arrowed fractured surface show intergranular feature. Absorbed energy and Vickers hardness of each specimen are given, and these values of materials reheated for 1h at each temperature are also given in parentheses.

与する γ_R は安定なものとして、深冷や塑性変形によって容易に α' は変態するものは、低温靱性にとって有害であるとされている⁵⁾⁹⁾。本系鋼では生成する fresh α' 中の C 量は、Fe-Ni-C 三元系状態図¹⁸⁾ からみても平衡量が 0.1% を越えることはありえず、9%Ni 鋼の 0.3~0.9%²¹⁾、1.8~2.8%²⁰⁾ というデータと比較してかなり少ないと考えられるので、それだけ延性的要素が高いことを考慮する必要がある。しかし、600°C 付近で熱処理をしてすぐれた低温靱性を得ようとする場合安定な γ_R が必要不可欠ではなく、当初から α' に変態していても吸収エネルギーを低下させない例があることを本研究の結果は示している。このように当初から γ_R でなく、少量の fresh α' として存在する場合、fresh α' の C 濃度と低温靱性の関係、fresh α' の脆性遷移温度に及ぼす影響などについて検討を加え、低温靱性には γ_R が安定であることが必要であるとした従来の報告と関連させて、その役割を明らかにしていく必要がある。

4.2 450°C 再加熱による脆化

この系の鋼では 400~450°C で時効硬化のピークが観察されるが、これが脆化の原因となる可能性がある。しかし、以下のような考察から、この時効硬化の脆化に対する寄与は小さいことがわかる。

Photo. 3 は 0.4%Mo 鋼の 450°C、1h および 96h

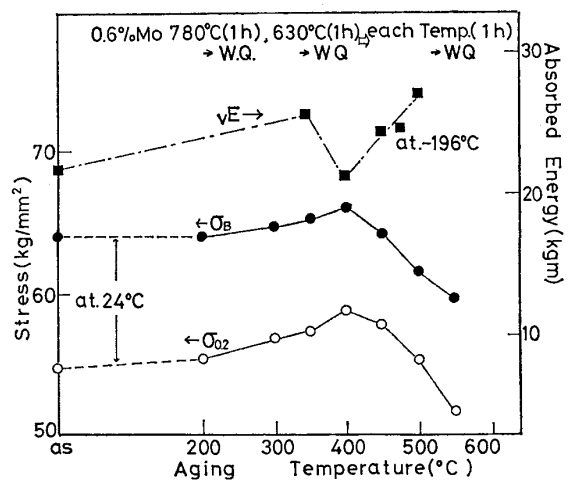


Fig. 9. Changes of strengths and absorbed energy of the 11%Ni-0.6%Mo steel by aging after reheated at 630°C for 1 h.

再加熱材の微視組織と破面を硬さ・吸収エネルギーとともに示したものである。これによると 96h 加熱によつて硬さが低下しても、吸収エネルギーは増加せず、かえつて粒界破面が観察されるようになり、いわゆる焼もどし脆性の特徴を示している。また、Fig. 9 は、0.6%Mo 鋼を一度 630°C、1h 加熱で少量の fresh α' を含む焼もどし α' 組織にして、焼もどしによる脆化への感受性を減少させてから、再び各温度で加熱した際の機械的性質

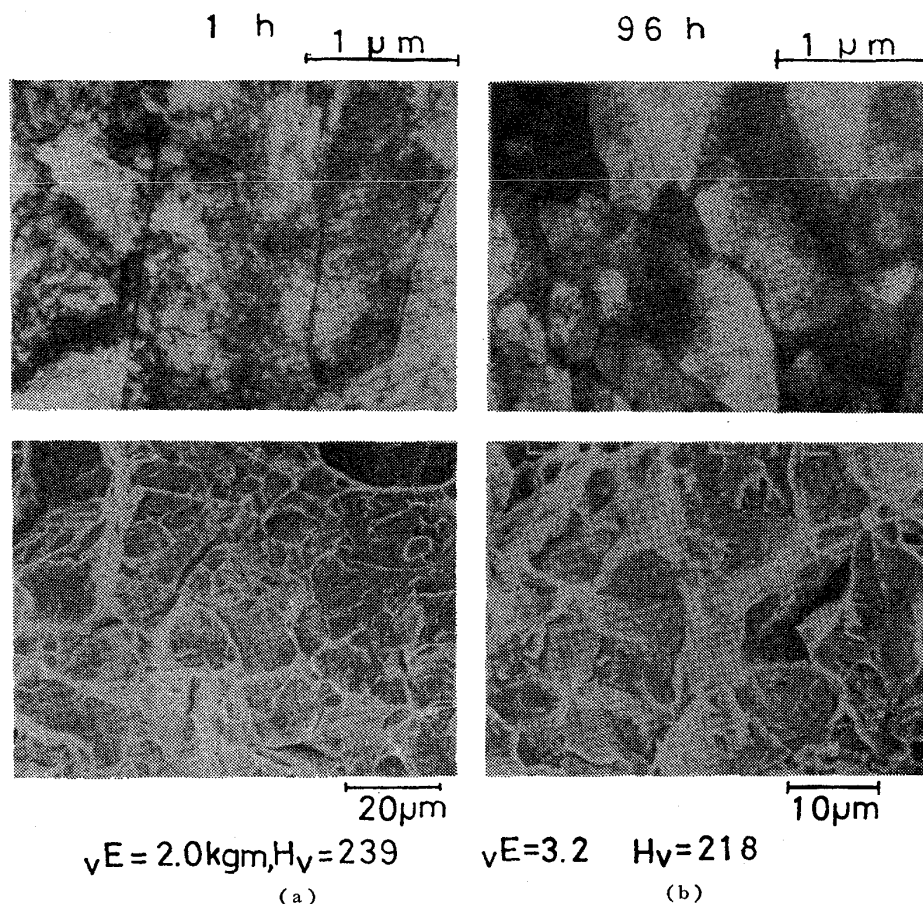


Photo. 3. Transmission electron micrographs and scanning electron micrographs of Fe-11%Ni-0.4%Mo steel reheated at 450°C for (a) 1h and (b) 96h. Absorbed energy and Vickers hardness of each specimen are given.

の変化を示したものである。Fig. 9 においても Fig. 1 と同様の時効硬化が認められ、硬化分も同程度であるのに対し、加熱前材に対する -196°C での吸収エネルギー低下は、Fig. 3 (a) と比較するとごくわずかである。さらに、 450°C での脆化は長時間加熱で粒界破面が現われるようになるなど、 $475^{\circ}\sim 525^{\circ}\text{C}$ での脆化と同様の現象が見られる。したがって 450°C での脆化は主として焼もどし脆性によるものと考えられる。

なお、 $450^{\circ}\sim 550^{\circ}\text{C}$ では降伏点降下が現われ、転位に対する何らかの pinning 作用があることを示している。この現象と時効硬化との関連は十分明らかではないが、Fig. 3 (a) に示すように降伏点降下が見られても脆化しない場合があり、この現象も $450^{\circ}\sim 525^{\circ}\text{C}$ 再加熱での脆化の主因となることはないと考えられる。

この時効硬化の原因については、析出相によるものか規則相によるものかの区別を含めてその機構は不明である。 -196°C での本研究の結果から、この時効硬化現象の低温靱性に与える影響は軽微であることがわかったが、より低温で脆化の避けがたい要因となる可能性もあり、これらの硬化は、低温靱性にとって好ましい現象と

はいえない。石川²⁾らは、C free-13Ni-3Mo 系鉄合金でわずかな時効硬化を認めているが、著者らが C free-11Ni-Mo 系鋼で時効硬化・溶体化処理後の徐冷中硬化について詳しく検討した研究¹²⁾でも、無視できない硬化現象が観察された。また、谷野¹³⁾の 10Ni 鋼に関する研究でも、C free で Mo を添加した場合に 400°C で時効硬化のサブピークが得られている。彼らは Fe-10Ni-8Co 3 元系でも同様のピークが得られたところから、短範囲の規則格子によるものと考えているが、詳細は不明である。著者らも電顕観察、X 線によつて硬化相の検出・同定を試みたが検出できなかった。

4.3 Mo 添加について

Mo の最適添加量を 1% としたが、機械的性質の面からみると Mo の増量は吸収エネルギーを犠牲にし、強度上昇を得たことになる。よつて Mo 増量が積極的側面を持つのはすぐれた耐焼もどし脆化性を得る点である。その意味での Mo の最適添加量は、低炭素低合金鋼でおおよそ 0.2~0.5% の範囲にあり¹⁵⁾、一般的に高 Ni 側では減少する傾向にある¹⁴⁾²²⁾。今回の 1% はこれらの結果から見ると特殊なものである。不純物元素量を

低減することが適量を増加させることは考えにくいので、組成的には、C, N 量が上記の鋼種に比して極めて低いことだけが大きな相違点として挙げられる。しかしながら焼もどし脆性感受性に対してNはほとんど影響を及ぼさず¹⁶⁾、CについてもC量の低減が焼もどし脆性そのものをなくするわけではないが、脆化感受性を下げるとされている¹⁷⁾¹⁸⁾。よつて、極低 C, N であることも1%Mo が適量となる説明を与える要因とは考えられない。

Mo が3~4% では、時効硬化・固溶強化による強度上昇自身が脆化にとつて無視できない要因となる。すなわち Fig. 5 において、脆性破壊したものの吸収エネルギーは、靱性材のバンドから離れて σ_y によらずほぼ 6 kg·m 程度の値を示すが、高 σ_y 側つまり高 Mo 側の靱性材のバンドは、脆性材のプロットと差がつかなくなっている。そのような領域ではへき開による破壊応力と降伏応力が同程度になつていてと考えられる。また、破面観察によると高 Mo 側の鋼では、本研究の範囲内において明確な粒界破面は認められなかつた。しかし、Table 4 で示した徐冷材の脆化については、その吸収エネルギー低下を徐冷中の強度上昇分だけで説明するには無理である。従来の報告では、高 Mo 側で再び焼もどし脆性が顕著になるとするものが多い¹⁵⁾が、この脆化も焼もどし脆性によるところが多いものと考えられる。

5. 結 言

極低 C-11Ni-Mo 系鋼の低温靱性に及ぼす微視組織および Mo 添加の影響を調べた結果以下のことがわかつた。

1) C, N, P, S 量を低くした 11Ni-Mo 系鋼においても、450°~525°C 付近で再加熱およびこの温度域を徐冷した場合に、“高温焼もどし脆性”と類似の脆化現象があらわれる。

2) この脆化は、微視組織の調整もしくは Mo の添加によつて抑制される。微視組織については少量の fresh α' を含む焼もどし α' 組織の抑制効果が強い。

3) Mo 添加量には最適があり、1% 添加が最も顕著な脆化抑制効果を示す。

4) この 11Ni-1Mo 鋼は、15 kg·m 以上のすぐれた -196°C シャルピー吸収エネルギーを、約 200°C もの広い再加熱温度域で得ることができ、かつこの温度域で加熱されたものは、徐冷による脆化の程度が小さいという、極めてすぐれた低温靱性を有する。また常温の降伏強度が 58~65 kg/mm² で 20 kg·m 程度の -196°C 吸収エネルギーを得ることができ、強度・靱性のバランスも

すぐれている。

5) また 1%Mo 鋼は -196°C 以下の温度でもすぐれた靱性を有することが期待される。

最後に、この研究を進めるにあたり御助力をいただいた脇山義朗氏に深く感謝の意を表します。

文 献

- 1) S. JIN, J. W. MORRIS, Jr., and V. F. ZACKAY: Met. Trans.: 6A (1975), p. 141
- 2) 石川圭介, 津谷和男, 丸山典夫: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 1032
- 3) S. JIN, S. K. HWANG, and J. W. MORRIS, Jr.: Met. Trans., 6A (1975), p. 1721
- 4) G. R. BROPHY and A. J. MILLER: Trans. ASM, 41 (1949), p. 1185
- 5) 矢野清之助, 桜井 浩, 三村 宏, 脇田信雄: 小沢 勉, 青木宏一: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 752
- 6) K. J. KIM: Met. Sci. Eng., 33 (1978), p. 5
- 7) C. K. SYN, B. FULTZ, and J. W. MORRIS, Jr.: Met. Trans., 9A (1978), p. 1635
- 8) D. HADWICK: Iron and Steel, 34 (1961), p. 414
- 9) 例えば大岡耕之, 三村 宏, 矢野清之助, 杉野和男, 樋泉 武: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 442
- 10) 長井 寿, 柴田浩司, 藤田利夫: 鉄と鋼, 63 (1977), S 406
- 11) H. OHTANI, H. C. FENG, C. J. McMAHON, Jr., and R. A. MULFORD: Met. Trans., 7A (1976), p. 87
- 12) 長井 寿, 柴田浩司, 藤田利夫: 鉄と鋼, 64 (1978), S 328
- 13) 谷野 満, 渡辺利夫, 森川博文, 金沢正午, 矢田浩: ibid., 59 (1973), A169
- 14) 島崎正英, 徳重裕之, 宮沢 護: ibid., 64 (1978), S 323
- 15) 例えば日本鉄鋼協会材料研究委員会: 鋼の焼もどし脆性に関する研究, (1976) 3月
- 16) W. STEVEN and K. Balajiva: JISI, 193 (1959), p. 141
- 17) J. R. COW, Jr., D. E. STEIN, A. M. TURKALO, and R. P. LAFORCE: Trans. AIME, 242 (1968), p. 14
- 18) A. PREECE and R. D. CARTER: JISI, 173 (1953), p. 387
- 19) R. D. ROMIG, Jr., and J. I. GOLDSTEIN: Met. Trans., 9A (1978), p. 1599
- 20) 瀬川 清, 長嶋晋一, 関野昌蔵, 島田春夫: 鉄と鋼, 49 (1963), p. 914
- 21) 鈴木重治, 船越督己: ibid., 61 (1975), A45
- 22) 長嶋晋一, 大岡耕之, 関野昌蔵, 三村 宏, 藤島敏行, 矢野清之助, 桜井 浩: ibid., 58 (1972), p. 128