

## 論 文

UDC 539.389 : 539.412 : 669.14.018.29 : 669.15'24'25'28-194.55

## 1 700MPa 級 18Ni マルエージ鋼の引張変形過程と一様伸び

坂木 庸晃\*・杉本 公一\*<sup>2</sup>・宮川 大海\*Tensile Deformation Process and Uniform Elongation of  
1 700 MPa Grade 18Ni Maraging Steel

Tsuneaki SAKAKI, Kohichi SUGIMOTO, and Ohmi MIYAGAWA

## Synopsis :

The characteristics of plastic deformation of 1 700 N/mm<sup>2</sup> grade maraging steel were revealed from the precise true stress-true strain curves and the strain hardening rate-true strain curves, and from the observation of dislocation structure. The factors affecting the uniform elongation were discussed.

1) The plastic deformation was mainly composed of the four kinds of fundamental stages.

2) In the solution-treated or under-aged steels, the plastic deformation was composed of the first stage which was affected by the martensite transformation and by the aging, and of the third and the fourth stages with linear hardening. The uniform elongation of these steels was determined by the character of the first stage.

3) In the over-aged steels, the second stage with high strain hardening rate due to coarse precipitate particles appeared, and so the uniform elongation increased largely.

4) The reverted austenite precipitated in over-aged steels increased slightly the uniform elongation.

## 1. 緒 言

超強力鋼は一般に降伏応力が高い反面一様伸びが小さいという共通の性質をもっている。代表的な超強力鋼であるマルエージ鋼は、焼入性が極めてよく溶体化状態で降伏応力が低く十分な延性をもつためマルフォーミングが可能であり、時効状態では降伏応力が十分高かつ韌性に富んでいるため<sup>1)6)-8)20)</sup> 広く用いられている。しかし、マルエージ鋼の降伏応力と一様伸びは時効条件の影響を著しく受ける。一様伸びは低温時効の初期段階では溶体化状態よりやや大きい<sup>19)</sup>が、最高時効状態において著しく低下し、過時効状態に入ると著しく増加する<sup>10)18)19)</sup>ことが報告されている。一様伸びが増加する原因としては、過時効状態では粗大析出粒子によるオロワン機構および逆変態オーステナイトの影響<sup>19)</sup>、低温時効の初期段階では Mo rich zone を転位が剪断することによるひずみ硬化率の増加<sup>19)</sup>が考えられているが、必ずしも定量的に検討されたわけではない。

本研究では、18Ni1700N/mm<sup>2</sup> 級マルエージ鋼の正確な真応力-真ひずみ曲線および、ひずみ硬化率-真ひずみ曲線を求め、転位組織の観察と組み合わせることによつ

て、本鋼の基本的な引張変形過程を明らかにし、また一様伸びを支配している因子について知見を得たので以下に報告する。

## 2. 実 験 方 法

## 2.1 供試材と熱処理

供試材は市販の 18Ni1700N/mm<sup>2</sup> 級マルエージ鋼である。その化学成分を Table 1 に示す。素材から引張試験用試験片 (平行部長さ 50 mm, 直径 5 mm の丸棒状肩付) およびオーステナイト量測定用試験片 (平行部長さ 20 mm, 幅 8 mm, 厚さ 2 mm の板状肩付) を切り出した。その後、820°C で 1 h 保持後空冷してマルテンサイト組織にしたのち、300~580°C でそれぞれ 3 h の時効を施し、溶体化材を含めて、7 種類の熱処理材を実験に供した。なお、熱処理はすべて高純度 Ar 中で行った。

## 2.2 引張試験

## (1) 公称応力-公称ひずみ曲線

引張試験はインストロン型引張試験機を用いて、室温でひずみ速度  $2.7 \times 10^{-4}$ /s にて行つた。伸びは試験片平行部に差動トランスを取り付けて測定し、公称応力-公称

昭和 52 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 55 年 11 月 14 日受付 (Received Nov. 14, 1980)

\* 東京都立大学工学部 工博 (Faculty of Technology, Tokyo Metropolitan University)

\*<sup>2</sup> 東京都立大学工学部 (Faculty of Technology, Tokyo Metropolitan University, 2-1-1 Fukazawa Setagaya-ku 158)

Table 1. Chemical analysis of 1700 N/mm<sup>2</sup> grade maraging steel. (wt%)

| C    | Si   | Mn   | P     | S     | Ni         |
|------|------|------|-------|-------|------------|
| 0.03 | 0.03 | 0.05 | 0.008 | 0.006 | 17.57      |
| Mo   | Co   | Al   | Ti    | Fe    | Inclusions |
| 4.88 | 7.62 | 0.09 | 0.43  | Bal.  | 0.025      |

ひずみ曲線を求めた。なお、標点間距離は 50 mm とした。

## (2) 真応力-真ひずみ曲線, ひずみ硬化率-真ひずみ曲線

真ひずみは試験片平行部を 9 分割し, おおのこの箇所にて変形中の断面積の変化を逐次マイクロメータで測定することにより求めた。すなわち, わずかの塑性ひずみを与える荷重  $P_1$  まで負荷したのち完全に除荷し, 弾性ひずみを取り去った状態で上記各部の直径を測定した。つぎに荷重を段階的に増加させて同様の測定を繰り返す。荷重  $P_1, P_2, \dots, P_i, \dots$  に対応する試験片の平均直径  $d_1, d_2, \dots, d_i, \dots$  を求め, 試験片の初期平均直径  $d_0$  を用いて, 真ひずみ  $\epsilon_i = \ln(d_0/d_i)^2$  および真応力  $\sigma_i = 4P_i/\pi d_i^2$  を算出した。くびれの開始後は, もつともくびれた部分の直径を用いて真ひずみと真応力を求めた。  $\epsilon_i$  と  $\sigma_i$  を用いて真応力-真ひずみ曲線を書き, この曲線の接線の傾きからひずみ硬化率を求め, ひずみ硬化率-真ひずみ曲線を作成した。なお, くびれの進行に伴う 3 軸応力の発生<sup>24)</sup>に対する補正は行わなかつた。

## 2.3 逆変態オーステナイト量の測定

逆変態オーステナイトの発生と加工誘発変態の有無について知るため, 前述の板状試験片を用いて, 熱処理をしたままあるいは所定の塑性ひずみを与えたのち, X線ディフракトメータを用いて  $\{220\}_\gamma$ ,  $\{311\}_\gamma$  および  $\{211\}_\alpha$  の回折線の積分強度を測定し, MILLER の提案した式<sup>25)</sup>を用いてオーステナイトの体積率を求めた。また同時に,  $\{211\}_\alpha$  回折線の半価幅の変形に伴う変化を測定した。

## 2.4 薄膜電子顕微鏡観察

熱処理と変形による下部組織の変化を調べるため, 100 kV 透過型電子顕微鏡を用いて, 熱処理ままおよびこれに所定のひずみを与えた供試材について薄膜電顕観察を行った。転位を固着するため供試材に 150°C で 1 h の加熱を施したのち, 精密カッターを用いて 0.2 mm 厚の板を切り出し, 過塩素酸アルコール溶液を用いてジェット法および窓枠法を併用した電解研磨を施して薄膜を作製した。

## 3. 実験結果

### 3.1 引張特性

溶体化材 (S.T.) および各時効材の公称応力-公称ひずみ曲線を Fig. 1 に示す。図中の矢印はくびれの開始点である。0.2% 耐力, 引張強さ, 一様伸び, 破断伸びおよび紋りの時効温度による変化を Fig. 2 に示す。一様伸びとは, くびれの開始点における公称ひずみである。結果を要約すると,

- 1) 0.2% 耐力と引張強さは 480°C 時効のとき最も高く, 530°C 時効ではこれに次いで高い。
- 2) 一様伸びは 480°C 時効のとき最小で, 過時効では著しく大きくなる。また, 380°C 時効においても比較

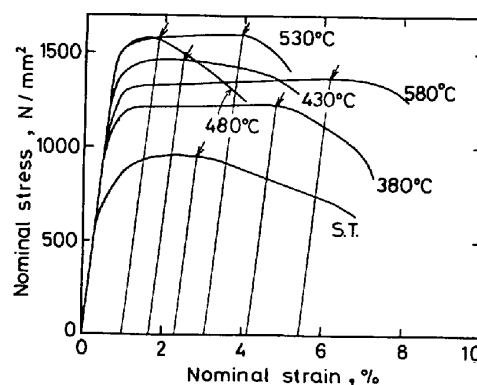


Fig. 1. The nominal stress-nominal strain curves. Arrows in the figure denote the onset of local necking.

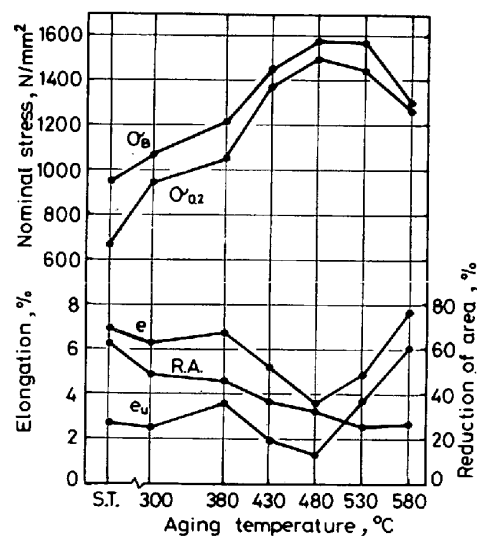


Fig. 2. The mechanical properties as a function of aging temperature (for 3h aged).  $\sigma_{0.2}$ : 0.2% offset proof stress,  $\sigma_B$ : ultimate tensile strength,  $e_u$ : uniform elongation,  $e$ : rupture elongation, and R.A.: reduction of area. The gauge length: 50 mm.

的大きい一様伸びが認められる。

3) やや過時効ぎみの 530°C 時効材は、0.2% 耐力も高く一様伸びもかなり大きく好ましい性質を示す。

### 3.2 溶体化材および時効材の変形過程と一様伸び

溶体化材および各時効材の真応力-真ひずみ曲線を Fig. 3 に、ひずみ硬化率-真ひずみ曲線(H)および真応力-真ひずみ曲線(S)を Fig. 4 に示す。供試材のひずみ硬化率の変化に着目すると、変形過程は両図中に I, II, III, ... などの数字で示したいくつかの基本的な変形段階の組み合わせから成ることがわかる。第一段階はマルテンサイト変態とその後の時効処理中に生ずる回復および析出の影響を著しく受ける初期段階、第二段階は粗大析出粒子によるオロワソループ型の変形を起こす段階、第三段階は直線硬化の段階(前期)、そして第四段階は同じく直線硬化の段階(後期)である。また、後の項で I', II' 段階を考える。両図中の矢印はくびれの開始点を示しており、Fig. 1 の矢印と対応している。

Fig. 4 から明らかなように、すべての熱処理材において H, S 両曲線の交点とくびれの開始点は極めてよく一致している。これは変形応力のひずみ速度依存性成分が極めて小さいことを意味している<sup>23)</sup>。以下、溶体化材お

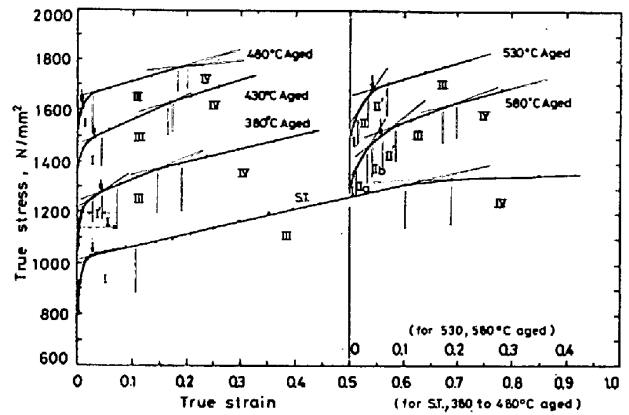


Fig. 3. The true stress-true strain curves. I, II, III, ... in the figure mean the stages of deformation. Arrows denote the onset of local necking.

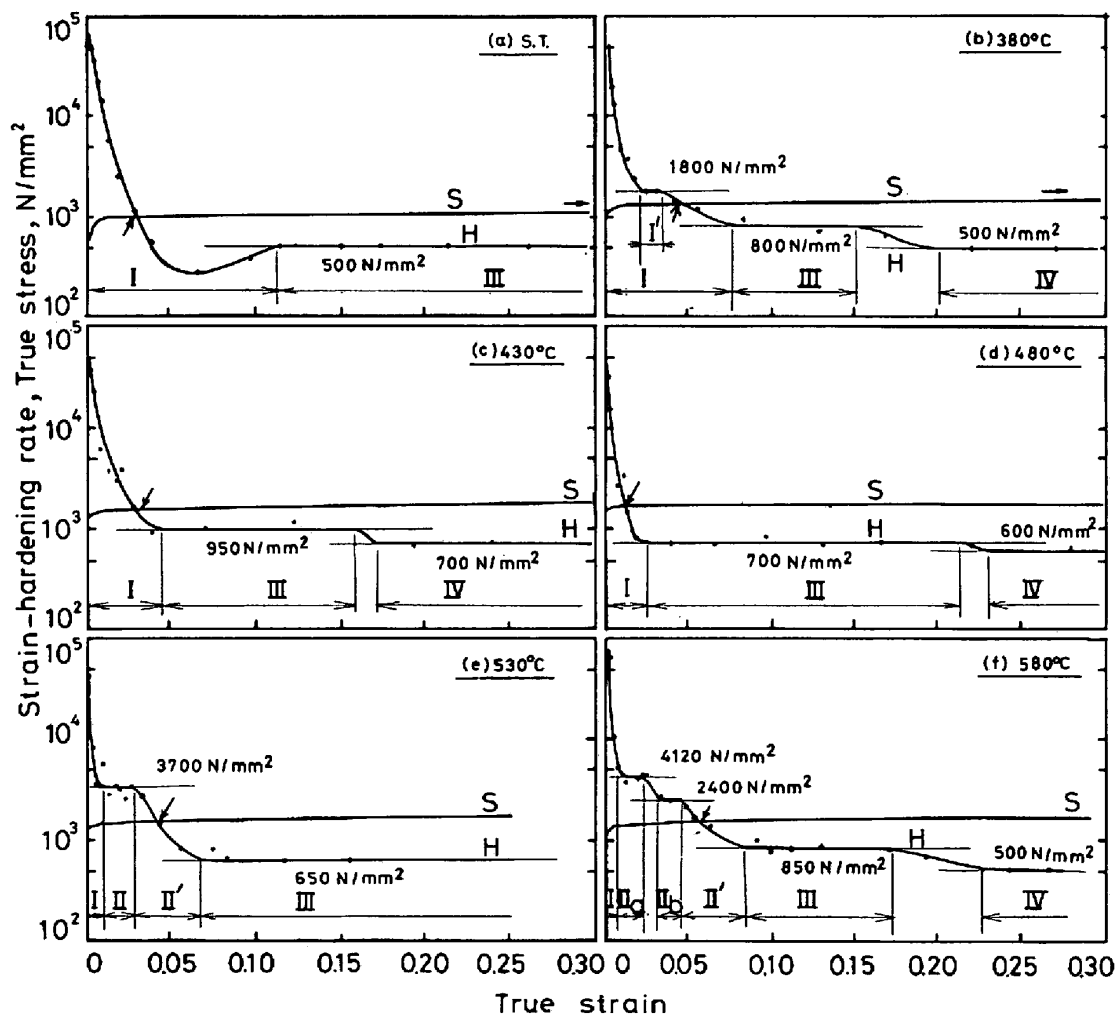


Fig. 4. The strain hardening rate-true strain curves (H), and the true stress-true strain curves (S). Symbols in the figure coincide with those in Fig. 3.

よび低温側時効材 (時効温度 300~480°C) と高温側時効材 (時効温度 530, 580°C) に分けて変形過程を説明する。

### 3.2.1 溶体化材および低温側時効材

溶体化材の変形過程は I, III, IV の 3 段階からなる (Figs. 3, 4(a)). 変形初期の第 I 段階 ( $\epsilon=0\sim0.11$ ) はマルテンサイト組織の特徴をよく表しており, 初期ひずみ硬化率は極めて高いが変形が進むにつれてひずみ硬化率はかなり急速に低下し極小値を経たのちやや増加した。第 III 段階 ( $\epsilon=0.11\sim0.60$ ) は直線硬化区間であり, ひずみ硬化率は 500 N/mm<sup>2</sup> であつた。第 IV 段階 ( $\epsilon=0.70\sim$ 破断) はより低いひずみ硬化率 100 N/mm<sup>2</sup> をもつ直線硬化区間であつた。耐力のもつとも高い 480°C 時効材に比較して, 溶体化材の一樣伸びは比較的大きかつたがこれは変形応力が低いことと変形初期のひずみ硬化率が比較的高いことに起因するものである。

380°C 時効材 (Fig. 4(b)) では第 I 段階の中ごろに 1800 N/mm<sup>2</sup> という高いひずみ硬化率をもつ第 I' 段階が現れるため第 I 段階におけるひずみ硬化率の低下が溶体化材の第 I 段階に比較して極めて遅くなる。その結果, くびれの開始が遅れ一樣伸びが増大した。このあとは第 III および第 IV 段階という 2 つの直線硬化区間が続く。なお, 300°C 時効材にも第 I' 段階が現れたが, その区間が短かつたために, 一樣伸びの増加はなかつた。

430°C 時効材 (Fig. 4(c)) では, かなり短い第 I 段階のあと直線硬化の第 III, IV 段階が続く。この時効材の特徴は第 III 段階のひずみ硬化率が 950 N/mm<sup>2</sup> で, 他の時効材の第 III 段階のそれに比較して最も高い点である。

480°C 時効材 (Fig. 4(d)) では回復が進んだため第 I 段階でのひずみ硬化率の低下が極めて速く, かつ変形応力をもつとも高いので一樣伸びは最小であつた。

以上述べたことから, 溶体化材および低温側時効材の一樣伸びは第 I 段階における変形の進行に伴うひずみ硬化率の低下のしかたに直接支配されていることが明らかになつた。

### 3.2.2 高温側時効材

高温側時効材には過時効材特有の高いひずみ硬化率をもつ第 II 段階が現れ, これが一樣伸びを増大させる直接的な原因となつた。第 II 段階は後で述べるように粗大析出物によるオロワソループ型の変形段階である。530°C 時効材では Fig. 4(e) に示すように, 極めて短い第 I 段階のあとひずみ硬化率が 3700 N/mm<sup>2</sup> である直線硬化の第 II 段階と, 放物線硬化<sup>30)</sup>の第 II' 段階が続く。くびれは第 II' 段階の中ごろで生じるため一樣伸びは大きく

なり約 4% に達する。第 III 段階はひずみ硬化率の低い直線硬化区間であり, この段階のうちに破断する。580°C 時効材 (Fig. 4(f)) では, 第 II 段階が a と b に分かれて長く続き, くびれはその後の第 II' 段階で生ずる。このとき一樣伸びは約 6% である。この時効材の第 III 段階はひずみ硬化率が高く 850 N/mm<sup>2</sup> であり, 530°C 時効材のそれより高いがこれは 4.2.2 で述べるように逆変態オーステナイトの影響によるものである。

### 3.3 逆変態オーステナイトと加工誘発変態

マルエージ鋼に高温または長時間の時効を施すと, 逆変態オーステナイトが発生することが広く知られている<sup>1)~3)10)11)15)</sup>。本研究では溶体化材および 480°C 以下の時効材ではオーステナイトは検出されず, 530°C 時効材で約 3 vol%, 580°C 時効材では約 34 vol.% の逆変態オーステナイトが検出された。これらの結果は他の研究者の報告<sup>2)3)15)</sup>とよく一致する。

つぎに, 580°C 時効材に室温で 0~10% の引張変形を与えたのち, オーステナイトの体積率と  $\{211\}_\alpha$  の回折線の半価幅の変化を測定した結果を Fig. 5 に示す。

この図は同一条件で試験した 3 本の供試材に関するものである。無ひずみ状態で平均 34 vol% 含まれていた逆変態オーステナイトは, 主に第 II<sub>a</sub> 段階に相当する 0.8~2.4% の変形を与える間に約 33 vol% に減少し, その後はほぼ一定値を保つた。そして,  $\{211\}_\alpha$  回折線の半価幅も 2.4% のひずみにいたるまでは急速に広がりその後は漸増した。このような変化から, 逆変態オーステナイトの一部が主に第 II<sub>a</sub> 段階においてマルテンサイト変態を起こしたことがわかる。

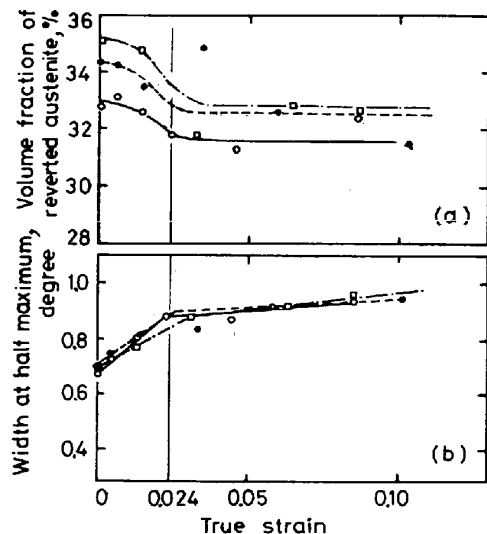


Fig. 5. The volume fraction of reverted austenite (a), and the width of  $\{211\}_\alpha$  line at half maximum (b), in 580°C aged steel as a function of plastic strain.

### 3.4 薄膜電顕観察

溶体化材および時効材の薄膜電顕写真の一例をPhoto. 1に示す。溶体化材は無ひずみ状態では、(1a)に示すようにマルテンサイトラス内に高密度転位がほぼ一様に分布しており、これは過去の報告例<sup>4)5)9)11)17)</sup>と同様である。溶体化材に変形を与えると転位が再配列し、(1b)に示すように第I段階の中ごろ ( $\epsilon=0.07$ )からラス内に比較的転位密度の低い領域が形成され、第III段階ではセ

ルが形成される傾向が認められた。しかし、セル壁の幅は広く不明瞭であった。上記のことから、溶体化材の第I段階はマルテンサイト変態によつて導入された高密度転位が再配列する段階であると考えられる。

480°C時効の無ひずみ材では、(2a)に示すように溶体化材に比較して転位密度が低く転位はラス内で網目を作つており、時効中に回復が進んだことを示している。また、(2b)に示すように微細な析出物が多数認められ、こ

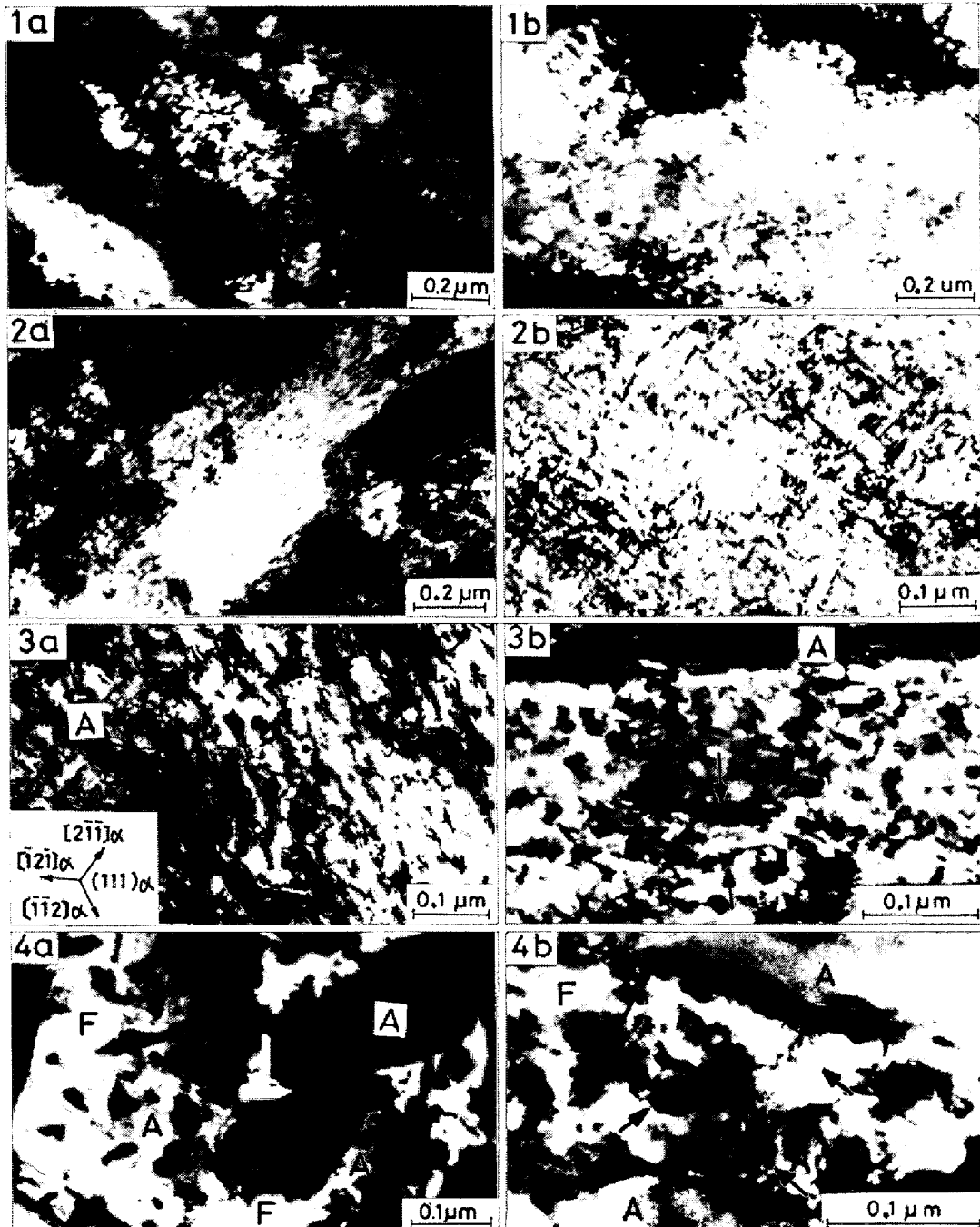


Photo. 1. Thin foil micrographs. 1) Solutionized, (a) undeformed and (b) deformed ( $\epsilon=0.2$ ). 2) Aged at 480°C, (a) undeformed and (b) deformed ( $\epsilon=0.1$ ). 3) Aged at 530°C, (a) undeformed and (b) deformed ( $\epsilon=0.02$ ). 4) Aged at 580°C, (a) undeformed and (b) deformed ( $\epsilon=0.04$ ).

れらは主として  $\text{Ni}_3\text{Mo}$  型析出物<sup>3)5)13)16)17)</sup> であると考えられる。この時効材を変形させると変形のごく初期 ( $\epsilon \approx 0.006$ ) から転位がプラナー状に並びはじめ、第Ⅲ段階 ( $\epsilon = 0.1$ ) では(2b)に示すように明瞭な直線状の転位配列を示す。ラス境界付近には密度の高い転位が認められるが、ラス内にセルが形成される傾向はない。また、オロワソループが形成された形跡もみられない。この時効材の変形の特徴は Fig. 4(d) に示したように、第Ⅰ段階において変形の進行に伴うひずみ硬化率の低下が極めて著しく、これが原因で一様伸びが最小になつた点にあるが、その理由は上に述べたようにオロワソループ型の変形が起こらなかつたことにある。

530°C 時効の無ひずみ材 (3a) では、転位密度が極めて低く転位上およびウィッドマンステッテン状の棒状析出物が多数認められた。その大きさは直径 5 nm、長さ 25 nm ほどである。従来の報告によれば、この時効条件では  $\text{Ni}_3\text{Mo}$  型析出物<sup>3)4)6)</sup> または  $\text{Fe}_2\text{Mo}$ <sup>8)12)</sup>、 $\sigma\text{-FeMo}$ <sup>16)</sup> が析出し、 $\text{Ni}_3\text{Mo}$  型ならば素地の  $\langle 111 \rangle_\alpha$  方向を長手方向にもつ棒状析出物である<sup>17)</sup>といわれている。(3a)では棒状析出物の多くは  $\langle 2\bar{1}\bar{1} \rangle_\alpha$  方向に平行であるが、これは写真面が  $(111)_\alpha$  であるため、 $\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle_\alpha$  方向に長く成長した  $\text{Ni}_3\text{Mo}$  型析出物が  $(111)_\alpha$  面上に投影されてみかけ上  $\langle 2\bar{1}\bar{1} \rangle_\alpha$  方向に平行に観察されたものと解釈できる。また、ラス境界に沿つて A で示したフィルム状の逆変態オーステナイトが認められ、これも従来の報告と一致する。この時効材に第Ⅱ段階 ( $\epsilon = 0.02$ ) の変形を与えると、(3b) 中に矢印で示したように析出粒子によつて動きを止められた転位が認められ、この段階ではオロワソ機構による変形が起こつていことが明らかである。また、第Ⅲ段階の初期 ( $\epsilon = 0.095$ ) ではラス内にプラナーに配列した転位群が多数観察された。

580°C 時効の無ひずみ材 (4a) では析出物はさらに粗大化し、直径 20 nm 長さ 40 nm ほどの棒状析出物と直径 30 nm ほどの球状析出物が見られる。前者は  $\text{Ni}_3\text{Mo}$  型<sup>17)</sup>、後者は  $\text{Fe}_2\text{Mo}$ <sup>8)</sup> であると考えられる。また、A で示すように逆変態オーステナイトが著しく増えてラス境界のみでなくラス内部にも多数析出している。逆変態オーステナイトは  $0.02 \times 0.2 \times 10 \mu\text{m}$  ほどの大きさをもつ平板状であり、その内部には析出物は含まれていないようである。この時効材に第Ⅱ<sub>b</sub> 段階 ( $\epsilon = 0.04$ ) の変形を与えると (4b)、粗大析出粒子に転位が巻きついた状態が観察され(矢印)、オロワソ機構で変形していることが明らかになつた。また、逆変態オーステナイトの加工誘発変態の形跡は確認できなかつた。

## 4. 考 察

### 4.1 低温側時効材のひずみ硬化

本実験で明らかにされた溶体化材および低温側時効材の変形の特徴は、次の 2 点である。

1) 溶体化材および 300~480°C 時効材の一様伸びは第Ⅰ段階における変形の進行に伴うひずみ硬化率の低下のしかたに直接支配されており、第Ⅰ段階におけるひずみ硬化率の低下の遅い 380°C 時効材では一様伸びが大きく、ひずみ硬化率の低下の極めて著しい 480°C 時効材では一様伸びが最小であつた。

2) 第Ⅲ段階のひずみ硬化率は析出の生ずる 380~480°C 時効材において全般的に高く、とくに 430°C 時効材においてもつとも高かつた。

480°C 時効材のひずみ硬化と一様伸びについては、すでに 3.4 で述べたのでこの節では 300~380°C 時効材の第Ⅰ段階と、第Ⅲ段階について考察する。

#### 4.1.1 第Ⅰ段階について

300 および 380°C 時効材には第Ⅰ段階での変形の進行に伴うひずみ硬化率の低下を遅らせる第Ⅰ' 段階が現れたので、この時効条件における析出挙動について考えてみよう。従来の研究によると、1700 N/mm<sup>2</sup> 級マルエージ鋼またはこれと類似の合金では時効温度 450°C (3 h 時効の場合) を境にして低温側と高温側では析出の機構が異なることが見いだされており<sup>11)19)</sup> 低温側の時効では Mo rich zone が形成され<sup>11)14)21)22)</sup>、高温側の 480°C × 3 h 時効では主として  $\text{Ni}_3\text{Mo}$  型析出物が析出する説<sup>3)5)6)17)</sup>が有力である。

PETERS と CUPP<sup>11)</sup>の実験によると、300°C × 3 h 時効では Mo rich zone はごくわずかに形成されるのみであり、380°C × 3 h では全形成量の 50% 程度、430°C × 3 h 時効によつてほぼ全量が形成される。また、SERVANT<sup>21)</sup>も、414°C × 4~14 h の時効によつて Mo rich zone が最も密に形成されることを示した。したがつて、300°C および 380°C 時効材のみに現れて 430°C 時効材には現れない第Ⅰ' 段階は、Mo rich zone に起因するとは考え難い。

また、PETERS と CUPP<sup>11)</sup>は Mo を含まない Fe-18 Ni-8Co-0.017C 合金を 427°C で 0.1~1 h 時効すると、微量の炭化物が析出してわずかに硬化することを示した。C の拡散の活性化エネルギーが 84 kJ/mol<sup>26)</sup>であることを考慮すれば、本実験で行つた 300°C × 3 h または 380°C × 3 h の時効は 427°C × 0.12 h または 1.1 h の時効に相当し、PETERS と CUPP の示した炭化物の析出による硬化の条件とよく一致する。したがつて、第Ⅰ'

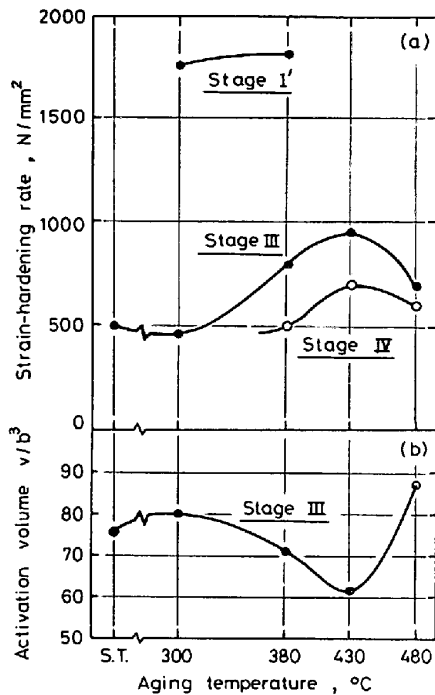


Fig. 6. The strain hardening rate in stages I', III and IV (a), and the activation volume in stage III (b), as a function of aging temperature.

段階はマルテンサイト変態時に導入された高密度の転位が 300~380°C の時効によつて微量析出したセメンタイトによつて固着され、比較的大きなひずみにいたるまで動きにくい転位が作られて、変形に伴う転位の再配列が困難になつたために生じたのであろう。なお、430°C 以上の時効においてはセメンタイトが粗大化して固着作用が失われたため第 I' 段階が消失したのであろう。

#### 4.1.2 第三段階について

第三段階のひずみ硬化率は Fig. 6(a) に示すように溶体化材および 300°C 時効材では極めて低かつたが、380~480°C 時効材では高い値をとり、とくに 430°C 時効にて極大となつた。

480°C 時効材では、ひずみ硬化率の高い第二段階が現れなかつたことから析出粒子剪断型の変形が起こつていてと考えてよく、また 380°C、430°C 時効材でも Mo rich zone 剪断型の変形であると推定される。したがつて、380~480°C 時効材の第三段階のひずみ硬化率が溶体化材および 300°C 時効材のそれに比較して高いことに対するひとつの理由として、転位が微小析出粒子を剪断すると転位が通つたあとのすべり面上では析出相の断面積が減少しせん断抵抗が低下するため転位が特定のすべり面に集中し<sup>27)</sup>、その結果として交差すべりが困難になつてひずみ硬化率が上昇するという河部らの考え<sup>19)</sup>をあげることができる。

つぎに、第三段階の変形 (真ひずみで 0.1 付近) に対する活性化体積を CONRAD の方法<sup>28)</sup> で求めたところ、Fig. 6(b) に示すように、Mo rich zone がかなり形成されている 380°C 時効では活性化体積が小さくなり、Mo rich zone が最も密に形成されている 430°C 時効材で極小となり、Mo rich zone が復元し<sup>14)</sup> 代わりに Ni<sub>3</sub>Mo 型析出物が析出する 480°C 時効材ではかえつて増大する。そして、活性化体積の極小と第三段階のひずみ硬化率の極大はちょうど対応している。α-Fe およびその固溶体合金の変形は、転位がダブルキンクを形成してパイエルの山を乗り越える過程に支配されている<sup>28)</sup>。もし、転位が Mo rich zone あるいは析出粒子を剪断しながら前進するとき、新たに形成されるダブルキンクの長さが隣接する 2 つの zone あるいは粒子の間隔に制限されてしまうと考えると、Mo rich zone が最も密に分布している 430°C 時効材において活性化体積が極小になつたことを合理的に説明できる。そして、Mo rich zone によつて活性化体積が小さく制限されることが 430°C 以下の時効における著しい硬化<sup>11)</sup> のひとつの原因になつているとも考えられる。さて、ダブルキンクの長さが zone によつて短く制限されれば、らせん転位が交差すべり面上にダブルキンクを作ることが困難になつて交差すべりを起こす頻度が低下し、ひずみ硬化率が高くなることが考えられる。結論として、低温側時効材の第三段階のひずみ硬化は、zone または析出粒子の剪断により転位がひとつのすべり面に集中すること<sup>27)</sup>、および zone の密な分布によつて活性化体積が小さく制限されることの双方に支配されていると考えた方がよい。なお、第四段階のひずみ硬化率が 430°C 時効のとき極大になつたのも同じ理由によるものと考えられる。そして、Mo rich zone で強化された 430°C 時効材が、第三、IV 段階という大きなひずみにいたるまで高いひずみ硬化率を維持していることは注目に値する。

#### 4.2 高温側時効材のひずみ硬化と逆変態オーステナイトの役割

本研究で明らかにされた高温時効材の変形の特徴は、ひずみ硬化率の極めて高い第二段階の出現とそれに伴う一様伸びの増加である。従来の研究によれば、過時効による降伏応力の低下と一様伸びの増加の原因として析出粒子の粗大化と逆変態オーステナイトの析出が考えられている<sup>2)(11)(18)(19)</sup> が定性的な説明に限られており必ずしも明確な結論が得られていない。この節では、高温側時効材の降伏応力とひずみ硬化率に対する粗大析出物と逆変態オーステナイトの寄与を半定量的に解析し、とくに第二段階の高いひずみ硬化率がいずれに起因するものであ

るかを明らかにする。

#### 4.2.1 530°C 時効材

530°C および 580°C 時効材の第II段階が粗大析出物に起因するオロワソープ型の変形段階であることは、それぞれ Photo. 1(3b), (4b) より明らかである。ここでは、530°C 時効材の第II段階のひずみ硬化率を TANAKA と MORI のモデル<sup>31)</sup>を用いて計算し、実測値と比較検討する。

このモデルによれば、塑性変形を起こさない球状の粗大析出物を含みオロワソープ型の変形を起こす合金ひずみ硬化率は次式で与えられる。

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \frac{(7-5\nu)E}{10(1-\nu^2)} \cdot \frac{f}{1-f} \quad (1)$$

ここで、 $E$ は母相のヤング率、 $\nu$ はポアソン比、 $f$ は析出物の体積率であり、析出物の弾性定数は母相のそれと等しいと仮定した。棒状析出物がランダムに析出しているときは球状の析出物による硬化と同じである<sup>32)</sup>ので、供試材のひずみ硬化率は(1)式を用いて算出できる。

過時効材に含まれる析出物の体積率については、BANDI ら<sup>16)</sup>が 1700 N/mm<sup>2</sup> 級マルエージ鋼を 480°C で 30 h または 64 h 時効したとき 5.5~6.9% であると報告しているので、本鋼の 530°C×3 h 時効材には少なくとも 5 vol.% 程度の析出物が含まれていると考えてよい。析出物の体積率が 5% であれば、(1)式から第II段階のひずみ硬化率は 6600 N/mm<sup>2</sup> になるはずである。しかし、実測されたひずみ硬化率は 3700 N/mm<sup>2</sup> であり、計算値のおよそ半分に過ぎない。これに対するひとつの理由は次のように説明できる。530°C 時効材には Photo. 1(3a) に示したように棒状の Ni<sub>3</sub>Mo 型析出物が主として  $\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle_{\alpha}$  方向に析出している。 $\langle 1\bar{1}\bar{1} \rangle_{\alpha}$  方向は母相のすべり方向であるため、析出物と平行な方向にすべりが起こると析出物と平行な転位ループができる。このループを作っている2本の平行な転位は互いに逆符号のらせん転位であるため互いに引き合つて交差すべりを起こし合体消滅することができる。その結果、この転位ループの作る内部応力は緩和されてしまいひずみ硬化には寄与しない。これが、第II段階のひずみ硬化率の実測値が計算値より低くなるひとつの理由である。

もし、析出粒子が2次硬化鋼に析出する V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> のように  $\{100\}_{\alpha}$  面に平行に析出する円盤状析出物<sup>34)</sup>、または Mo<sub>2</sub>C のように  $\langle 100 \rangle_{\alpha}$  方向に平行に析出する針状析出物<sup>35)</sup>であれば、このような内部応力の緩和は起こらず、高いひずみ硬化率を与えるであろう。

#### 4.2.2 580°C 時効材

530°C 時効材では、その中に含まれる逆変態オーステ

ナイトは 3 vol.% にすぎないのでその影響は無視した。しかし、580°C 時効材には 34 vol.% も含まれているため、フェライト( $\alpha$ )相とオーステナイト( $\gamma$ )相の混合した2相合金として変形過程を取り扱い、粗大析出粒子を含む $\alpha$ 相と逆変態オーステナイト( $\gamma$ )相がこの時効材の降伏応力ひずみ硬化率におよぼす影響を明らかにする。

まず、 $\gamma$ 相と $\alpha$ 相の降伏応力とひずみ硬化率について以下のように仮定する。

1) オーステナイト( $\gamma$ )相 逆変態オーステナイトは、3.3 で述べたように塑性ひずみが2.4%にいたるまでの第I、II<sub>a</sub>段階では加工誘発変態を起こすため、ひずみ硬化率が高く、その後は通常のオーステナイトのひずみ硬化率に等しいと考えられる。田村ら<sup>36)</sup>は、Fe-29Ni-0.26C 鋼を Md 点と Ms 点の中間の温度で変形させて加工誘発変態が起こるときのひずみ硬化率は 2200 N/mm<sup>2</sup> であると報告しているので、580°C 時効材の第I、II<sub>a</sub>段階でのオーステナイトのひずみ硬化率  $H'_{\gamma}$  を 2200 N/mm<sup>2</sup> と仮定する。また、加工誘発変態を起こさない第II<sub>b</sub>段階以後の $\gamma$ 相のひずみ硬化率  $H''_{\gamma}$  は、304L 鋼のひずみ硬化率 1130 N/mm<sup>2</sup><sup>37)</sup> に等しいと仮定する。この値は Ni が富化された逆変態オーステナイト<sup>11)16)</sup>のひずみ硬化率の上限を与えるものである。以上述べた仮定と後で求める $\gamma$ 相の降伏応力  $Y_{\gamma}$  を用いて、 $\gamma$ 相の真応力-真ひずみ曲線を推定して模式的に表すと Fig. 7 に示すオーステナイト( $\gamma$ )の曲線となる。なお、図中の2相合金( $\alpha+\gamma$ )の曲線は 580°C 時効材の真応力-真ひずみ曲線を模式化したものである。

2) フェライト( $\alpha$ )相  $\alpha$ 相の降伏応力  $Y_{\alpha}$  は 530

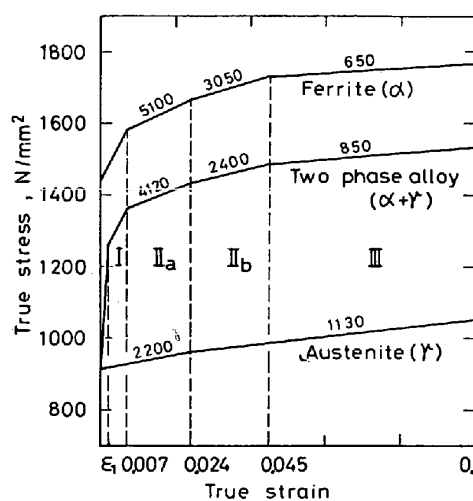


Fig. 7. Models of true stress-true strain curves of austenite phase, ferrite phase and two phase alloy. Numerals in the figure designate the strain hardening rate in N/mm<sup>2</sup>.



°C 時効材の 0.2% 耐力 1440 N/mm<sup>2</sup> に等しいと仮定する。この値は析出物がより粗大化した  $\alpha$  相の降伏応力の上限を与えるものである。また、第 III 段階の  $\alpha$  相のひずみ硬化率  $H''''_{\alpha}$  は、530°C 時効材の第 III 段階のひずみ硬化率 650 N/mm<sup>2</sup> に等しいと仮定する。

つぎに、2 相合金の降伏とひずみ硬化について論じた TOMOTA らの理論<sup>30)</sup>に従ってこの時効材の変形過程を考え、上記の仮定、および耐力と各段階でのひずみ硬化率の実測値から、 $\gamma$  相の降伏応力  $Y_{\gamma}$  と  $\alpha$  相の第 II<sub>a</sub>、II<sub>b</sub> 段階のひずみ硬化率  $H''_{\alpha}$ 、 $H'''_{\alpha}$  を求めよう。この理論によれば、外から加えた引張応力  $\sigma$  が軟らかい  $\gamma$  相の降伏応力  $Y_{\gamma}$  に達したとき  $\gamma$  相が降伏する。そして、2 相合金の平均塑性ひずみ ( $\alpha$ ,  $\gamma$  両相の塑性ひずみの加重平均値) が臨界値  $\epsilon_1$  に達すると硬い  $\alpha$  相が降伏する。このとき 2 相合金に作用している引張応力  $Y$  は、十分よい近似をもつて次式で表される<sup>30)</sup>。

$$Y = f_{\gamma} \cdot Y_{\gamma} + f_{\alpha} \cdot Y_{\alpha} \quad \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 $f_{\gamma}$  は  $\gamma$  相の体積率 (=0.34)、 $f_{\alpha}$  は  $\alpha$  相の体積率 (=0.66) である。TOMOTA らの理論<sup>30)</sup>によれば、 $\epsilon_1$  は 0.2% 程度の小さな値であるため  $Y$  は 580°C 時効材の 0.2% 耐力 1260 N/mm<sup>2</sup> に等しいと考えてよい。

(2) 式に  $Y$  と  $Y_{\alpha}$  の値を代入すると、 $\gamma$  相の降伏応力  $Y_{\gamma}$  の下限値 910 N/mm<sup>2</sup> が求まる。軟らかいといわれている  $\gamma$  相がこのような高い降伏応力をもつのは、微細かつ極めて薄い板状に析出しているためである。そして、580°C 時効材の耐力の低下は析出物の粗大化と逆変態オーステナイトの析出の双方に起因するといえる。

外から加えた応力が  $Y$  を超えると、 $\alpha$  相と  $\gamma$  相が同時に塑性変形し、任意の変形段階における 2 相合金のひずみ硬化率  $d\sigma/d\epsilon$  は十分よい近似をもつて  $\gamma$  相と  $\alpha$  相のひずみ硬化率  $H_{\gamma}$ 、 $H_{\alpha}$  の加重平均値で表される<sup>30)</sup>。つまり、

$$d\sigma/d\epsilon = H_{\gamma} \cdot f_{\gamma} + H_{\alpha} \cdot f_{\alpha} \quad \dots\dots\dots (3)$$

第 II<sub>a</sub> 段階における  $d\alpha/d\epsilon$  の実測値 4120 N/mm<sup>2</sup> と先に仮定した  $H'_{\gamma} = 2200$  N/mm<sup>2</sup> を (3) 式に代入すると、 $\alpha$  相のこの段階でのひずみ硬化率  $H''_{\alpha} = 5100$  N/mm<sup>2</sup> が求まる。また、第 II<sub>b</sub> 段階での  $d\alpha/d\epsilon$  の実測値 2400 N/mm<sup>2</sup> と先に仮定した  $H'_{\gamma} = 1130$  N/mm<sup>2</sup> から、 $\alpha$  相のこの段階でのひずみ硬化率  $H''_{\alpha} = 3050$  N/mm<sup>2</sup> が求まる。第 III 段階において先に仮定した  $H'_{\gamma}$  と  $H''_{\alpha}$  の値を (3) 式に代入して、2 相合金のひずみ硬化率  $d\alpha/d\epsilon$  を計算すると 810 N/mm<sup>2</sup> となつて、これは実測値 850 N/mm<sup>2</sup> に極めて近い。したがって、 $H'_{\gamma}$  と  $H''_{\alpha}$  に関する仮定はほぼ正しいとみてよい。以上述べたことから、 $\alpha$  相の真応力-真ひずみ曲線を推定して模式的に表すと

Fig. 7 のフェライト ( $\alpha$ ) 相の曲線となる。

つぎに、第 II<sub>a</sub>、II<sub>b</sub> 段階における  $\alpha$  相のひずみ硬化について考えてみよう。上の計算で求めた  $\alpha$  相の第 II<sub>a</sub> 段階でのひずみ硬化率  $H''_{\alpha} = 5100$  N/mm<sup>2</sup> は、析出物の体積率 5% を仮定して計算した値 6600 N/mm<sup>2</sup> より小さいが、530°C 時効材の実測値に比べればはるかに大きい。この理由としては、析出粒子が粗大化したことおよび回転楕円体型析出物<sup>8)</sup>の割合が増したため、4・2・1 で述べたらせん転位ループの消滅が困難になつたことが考えられる。この時効材の第 II 段階は a と b に分かれているが、これは棒状析出物と回転楕円体型の析出物が混在しており、両者の形状の違いから 2 次すべり系の活動<sup>30)</sup>あるいはプリズマティックパンチング<sup>30)31)</sup>などによる内部応力の緩和が開始して、放物線硬化<sup>30)</sup>の段階に入るときの臨界塑性ひずみが異なることに起因するのであろう。また、逆変態オーステナイトの一部が主として第 II<sub>a</sub> 段階においてマルテンサイト変態を起こしたのは、棒状析出物の両端部に発生した強い引張の内部応力によつて誘発された結果であらう。

結論として、580°C 時効材の第 II<sub>a</sub>、II<sub>b</sub> 段階においては、粗大析出粒子を含む  $\alpha$  相のひずみ硬化率は逆変態オーステナイトの加工誘発変態および通常の変形によつて生ずるひずみ硬化率よりはるかに高いことが明らかとなつた。そして、580°C 時効材に生ずる大きな一様伸びは主として  $\alpha$  相内に含まれる粗大析出粒子によるものであつて、逆変態オーステナイトの寄与は極めて小さい。

しかし、逆変態オーステナイトの存在によつて第 III 段階のひずみ硬化率が増加することは、破壊靱性において鋭いき裂の先端部に生ずる塑性ひずみの集中を避ける効果を発揮し、破壊靱性の向上に役立つであらう。

## 5. 結 言

18Ni1700 N/mm<sup>2</sup> 級マルエージ鋼の正確な真応力-真ひずみ曲線およびひずみ硬化率-真ひずみ曲線を求め、転位観察と対応させることによつて、この鋼の変形過程と一様伸びを支配している因子を明らかにした。得られた結果を要約すると以下のようなになる。

- 1) この鋼の変形は主として 4 種類の基本的な変形段階の組み合わせから成っている。
- 2) 溶体化材および低温側時効材は、マルテンサイト変態と時効の影響を反映している第 I 段階と、直線硬化の第 III、IV 段階から成っている。これらの材料の一様伸びの大きさは、時効による第 I 段階の性質の変化に直接支配されている。
- 3) 過時効材には粗大析出粒子に起因するひずみ硬化

率の高い第Ⅱ段階が現れ、これが過時効材の一様伸びを増加させる直接的な原因になる。

4) 過時効材に析出する逆変態オーステナイトは、降伏応力を低下させ、第Ⅱ段階のひずみ硬化率を引き下げる。そして、過時効材の一様伸びの増加に対する寄与は極めて小さい。

終わりに臨み、供試材を提供して下さった日産自動車(株)荻窪工場の中之瀬恩氏に謝意を表します。また卒業研究生として実験に加わった角田健次、田所保二両君の労を多とします。

#### 文 献

- 1) R. F. DECKER, J. T. EASH, and A. J. GOLDMAN: Trans. ASM, 55 (1962), p. 58
- 2) S. FLOREEN and R. F. DECKER: Trans. ASM, 55 (1962), p. 518
- 3) B. G. REISDORF: Trans. ASM, 56 (1963), p. 783
- 4) G. R. SPEICH: Trans. Met. Soc. AIME, 227 (1963), p. 1426
- 5) A. J. BAKER and P. R. SWANN: Trans. ASM, 57 (1964), p. 1008
- 6) S. FLOREEN and G. R. SPEICH: Trans. ASM, 57 (1964), p. 714
- 7) S. FLOREEN: Trans. ASM, 57 (1964), p. 38
- 8) G. P. MILLER and W. I. MITCHELL: JISI, 203 (1965), p. 899
- 9) G. P. MILLER and W. I. MITCHELL: JISI, 203 (1965), p. 895
- 10) P. LEGENDRE: Cobalt, 29 (1965), p. 171
- 11) D. T. PETERS and C. R. CUPP: Trans. Met. Soc. AIME, 236 (1966), p. 1420
- 12) H. MARCUS, L. H. SCHWARTZ, and M. E. FINE: Trans. ASM, 59 (1966), p. 468
- 13) J. M. CHILTON and C. J. BARTON: Trans. ASM, 60 (1967), p. 528
- 14) D. T. PETERS: Trans. Met. Soc. AIME, 239 (1967), p. 1981
- 15) D. T. PETERS: Trans. ASM, 61 (1968), p. 62
- 16) W. R. BANDI, J. L. LUTZ, and L. M. MELNICK: JISI, 207 (1969), p. 348
- 17) 清水謙一, 岡本尚機: 日本金属学会誌, 35 (1971), p. 204
- 18) C. A. PAMPILLO and H. W. PAXTON: Met. Trans., 3 (1972), p. 2895
- 19) 河部義邦, 金尾正雄, 宗木政一: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 1388
- 20) 鈴木朝夫: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 822
- 21) C. SERVANT, G. MAEDER, and G. CIZERON: Met. Trans., 6A (1975), p. 981
- 22) 徳永洋一, 森重光之: 日本金属学会誌, 43 (1979), p. 834
- 23) T. TAKEUCHI: Japanese J. Appl. Phys., 6 (1967), p. 156
- 24) P. W. BRIDGMAN: Trans. ASM, 32 (1944), p. 553
- 25) R. L. MILLER: Trans. ASM, 57 (1964), p. 892
- 26) P. G. SHEWMON: Diffusion in Solids, (1963), p. 64 [McGraw-Hill]
- 27) E. HORNBOKEN: Proceedings ICSTIS, Suppl. Trans. ISIJ, Part II, (1971), p. 997
- 28) H. CONRAD: High Strength Materials, ed. by V. F. ZACKAY, (1965), p. 436 [John Wiley & Sons]
- 29) J. E. DORN and S. RAJNAK: Trans. Met. Soc. AIME, 230 (1964), p. 1052
- 30) M. F. ASHBY: Oxide Dispersion Strengthening, ed. by G. S. ANSELL, T. D. COOPER, and F. V. LENEL, (1966), p. 143 [Gordon & Breach]
- 31) K. TANAKA and T. MORI: Acta Met., 18 (1970), p. 931
- 32) K. TANAKA, K. WAKASHIMA, and T. MORI: J. Mech. Phys. Solids, 21 (1973), p. 207
- 33) K. TANAKA, K. NARITA, and T. MORI: Acta Met., 20 (1972), p. 297
- 34) 西田卓彦, 谷野 満: 日本金属学会誌, 29 (1965), p. 728
- 35) 谷野 満, 西田卓彦, 青木宏一: 日本金属学会誌 30(1966), p. 894, JISI, 205(1967), p. 874
- 36) 田村今男: 鉄と鋼: 56(1970), p. 429
- 37) Y. OHTAKARA, T. NAKAMURA, and S. SAKUI: Trans. ISIJ, 12 (1972), p. 36
- 38) Y. TOMOTA, K. KUROKI, T. MORI, and I. TAMURA: Material Science and Engineering, 24 (1976), p. 85