

UDC 669.14.018.295 : 669.15'24'25'26'295-194.3 : 539.4.015 :
539.55.015

論 文

超強力マルエージ鋼の強度と靱性におよぼす
前オーステナイト結晶粒径の影響河部 義邦*・宗木 政一*²・高橋 順次*²Effect of Prior Austenite Grain Size on Strength and Toughness
of an Ultrahigh Strength Maraging Steel

Yoshikuni KAWABE, Seiichi MUNEKI, and Junji TAKAHASHI

Synopsis :

The prior austenite (γ) grain sizes have been controlled in the range of 7~80 μm using cold working-recrystallization treatment, and these effects on tensile properties and fracture toughness have been investigated for a 2750 MPa grade 17Ni-20Co-6Mo-1.5Ti maraging steel.

Tensile properties were strongly dependent on the prior γ grain size. Tensile strength and reduction of area mainly exhibited a linear function of the reciprocal of the square root of the prior γ grain size, but the unstable fracture in a low stress level occurred without showing reduction of area when the prior γ grain sizes were coarser than a critical size. Fracture toughness was almost independent of the prior γ grain size and the fracture mode was quasi-cleavage type. Thus, it was concluded that the prior γ grain size had the pronounced influence on crack initiation but no or only a small effect on crack propagation.

1. 緒 言

著者らは既報¹⁾において、超強力マルエージ鋼の強靱性と組織との関係を検討し、高強度下において延性、靱性を同時に改善するには、残留析出物のない状態で微細な結晶粒組織に調整することが必要なことを明らかにした。更に、そのような組織に調整するには、基本的には三つの処理法、すなわち、1) 高温加工熱処理、2) 繰り返し熱処理、3) 冷間加工-再結晶処理、が考えられることを指摘した。

そこで、これらの処理条件の最適化を図り、前オーステナイト(γ)結晶粒の微細化により強靱性の改善を図ってきた^{2)~5)}。しかし、その処理を行う過程で結晶粒径以外の影響が同時に含まれてくる。例えば、高Mo鋼では、加工熱処理中、冷却過程のオーステナイト相中で析出が生じる。またオーステナイト域への再加熱を行う処理では加熱途上において、粗大な析出物を生成しやすい。(この析出物は主にマルテンサイト相中で析出することが明らかにされている¹³⁾。)更に、細粒化を促進する

ため加工熱処理における圧延終了温度を低下させると、未再結晶状態での加工が加えられ、マルテンサイト下部組織が影響を受ける。これらの影響が重複し、結晶粒径の影響を正しく把握することができなかつた。

そこで、本研究は低Mo系の鋼種を用い、冷間加工-再結晶法を適用して結晶粒径のみを変化させた試料を作製し、強度、延性、靱性におよぼす前 γ 粒径の影響を検討したものである。

2. 試料および実験方法

供試材の化学成分を Table 1 に示した。この組成は、オーステナイト中での析出を阻止して結晶粒径のみを調整すると共に、2750 MPa の強度水準を得ることを目的として選定されたもので、18Ni系2400 MPa級鋼に比較してMo量はほぼ等しく、CoとTi量を若干高めた鋼種である。この供試材は高周波真空溶解で17.5 kg鋼塊に溶解し、1200°C、24 h均質化した後、30 mm厚に熱間にて圧延した。この素材について、前 γ 粒径を調整するため、Fig. 1の模式図に示す処理を施した。まず、

昭和52年10月日本金属学会講演大会シンポジウムにて発表 昭和55年7月24日受付 (Received July 24, 1980)

* 金属材料技術研究所筑波支所 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Sakura-mura Niihari-gun 305)

*² 金属材料技術研究所筑波支所 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals)

Table 1. Chemical composition of steel used. (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Fe
0.006	0.006	0.001	0.003	0.004	16.61	18.75	5.76	1.53	0.026	bal.

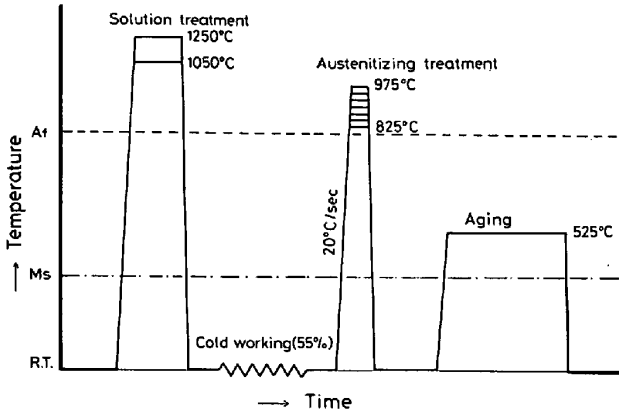


Fig. 1. Schematic diagram of cold working-recrystallization treatment for controlling the prior γ grain size.

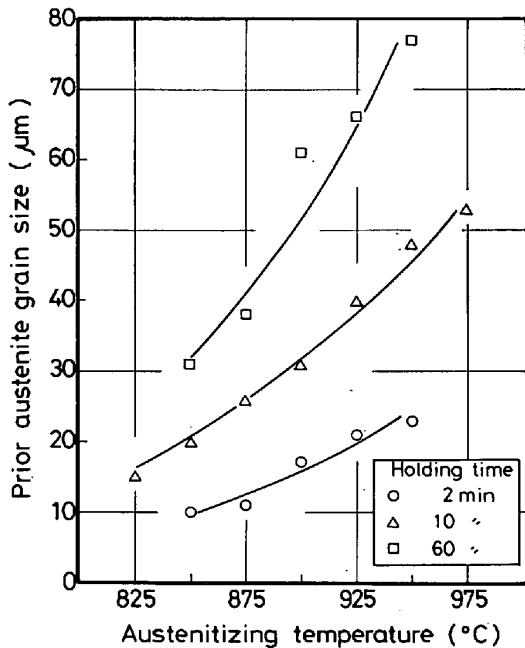


Fig. 2. Effects of austenitizing temperature and holding time on the prior γ grain size. The specimens were solution treated at 1250°C.

析出物を完全に固溶化するとともに初期粒径を変えるため、1050°Cと1250°Cで1h溶体化処理を行った。その後、55%の冷間圧延を加えた。この圧延材から13mm角の試片を切り出し、高周波式急速加熱冷却装置を用い、20°C/sの加熱速度で825°Cから975°Cの25°C間隔の温度に加熱し、2、10、60min保持した後、圧縮空気を吹付けて急冷した。なお、オーステナイト化温度

の最低温度を825°Cとしたのは、本鋼の A_f 点が820°Cであるためである。

前 γ 粒径は、550°Cで10minの時効を施し粒界での優先析出を促した後、15%クロム酸水溶液で電解腐食して前 γ 粒界を現出させて、截片法(linear intercept法)で測定した。

引張試験は直径3.5mm、平行部長さ16mmの丸棒試験片を用い、平面歪み破壊靱性(K_{Ic})試験は10mm角、長さ55mmの3点曲げ試験片を用いた。試験片はすべて、525°Cで4h時効して試験に供した。なお、これらの試験はいずれも室温で行い、引張試験の歪み速度は $2.1 \times 10^{-3}/s$ (クロスヘッド速度2mm/min)であった。

3. 実験結果

3.1 前オーステナイト結晶粒径

1050°Cと1250°C溶体化処理状態で、それぞれ110と300 μm であった前 γ 粒径を、上記処理を適用すると、7~80 μm の結晶粒組織に調整することができた。

Fig. 2とPhoto. 1は、1250°C溶体化処理材について、前 γ 粒径におよぼすオーステナイト化温度と保持時間の影響を示したものである。オーステナイト化温度が825°C、850°Cのように低い場合も析出物は認められず、均一に再結晶した整粒組織が得られた。そして、オーステナイト化温度の上昇、および保持時間の増加に伴い前 γ 粒径は大きくなる。このように、前 γ 粒径はオーステナイト化温度と保持時間の両者に依存して変化するので、Larson-Millerのパラメータ

$$T(C + \log t) \quad T: K, t: s, C: \text{定数}$$

を用いた整理を試みた。まず、定数 C を同じ粒径を与える T 、 t の二つの組み合わせから求め、1050°C溶体化材では $C=13$ 、1250°C溶体化材では $C=8$ の時、最もよく一本の曲線で整理できることがわかった。Fig. 3はその定数を用い、前 γ 粒径をパラメータ $T(C + \log t)$ に対して図示したものである。このように、溶体化温度によって定数 C の最適値は異なるが、同じオーステナイト化処理条件下における前 γ 粒径を溶体化処理温度の影響として比較するには、同じ定数を用いる必要がある。そこで、両者の中間の $C=10$ を用いて整理したのが、両曲線の中央に示したプロットである。このように定数 C が

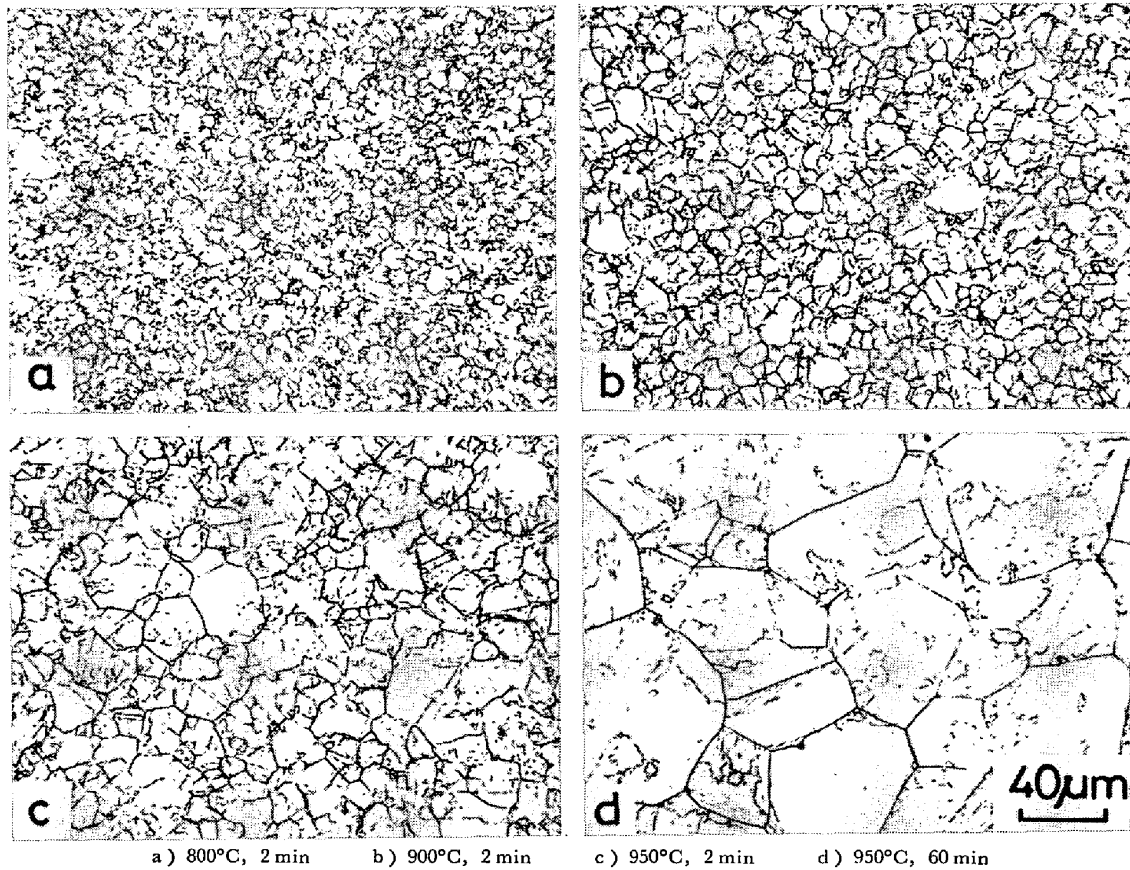


Photo. 1. Optical micrographs, showing the effects of austenitizing temperature and holding time on the prior γ grain size.

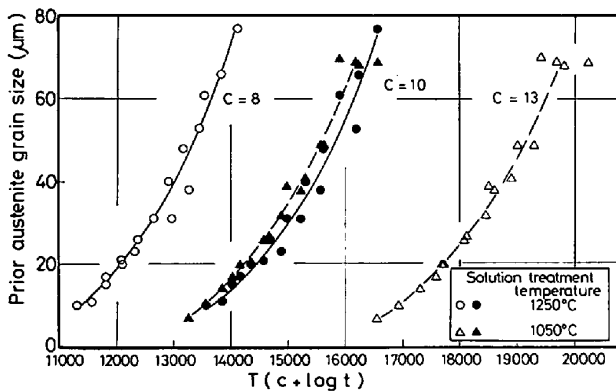


Fig. 3. Change of the prior γ grain size as a function of the Larson-Miller parameter $T(c + \log t)$. (T : austenitizing temperature (K), t : holding time (s), c : constant). The specimens were solution treated at 1050°C or 1250°C.

多少変わつても、曲線のばらつきはそれほど大きくなるものではない。この曲線から明らかなように、同じオーステナイト化処理条件下における前 γ 粒径は、溶体化処理温度が高いほうがいくぶん小さくなる傾向が認められた。

3.2 引張性質と破壊靱性

Fig. 4 は、1250°C 溶体化処理材について、引張強

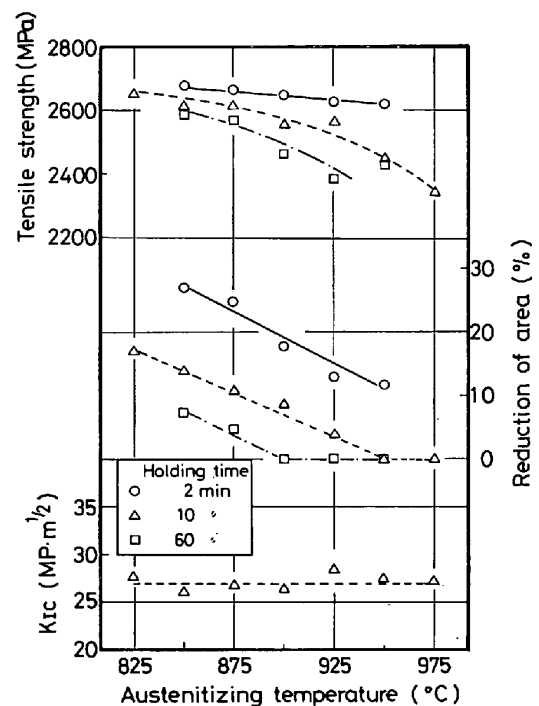


Fig. 4. Effects of austenitizing temperature and holding time on tensile properties and fracture toughness. The specimens were solution treated at 1250°C and aged at 525°C for 4 h.

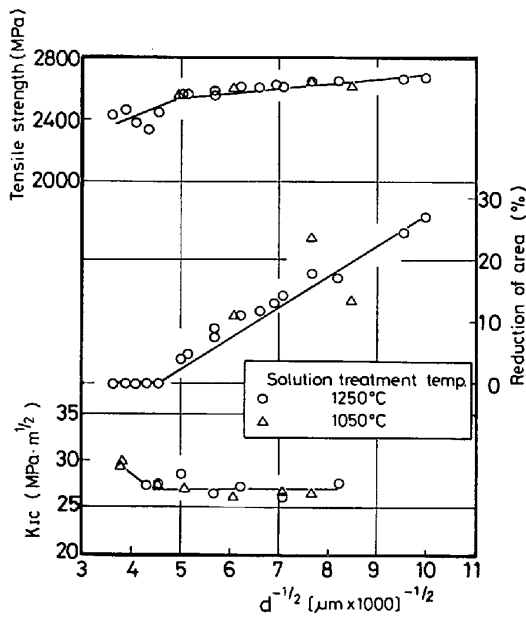


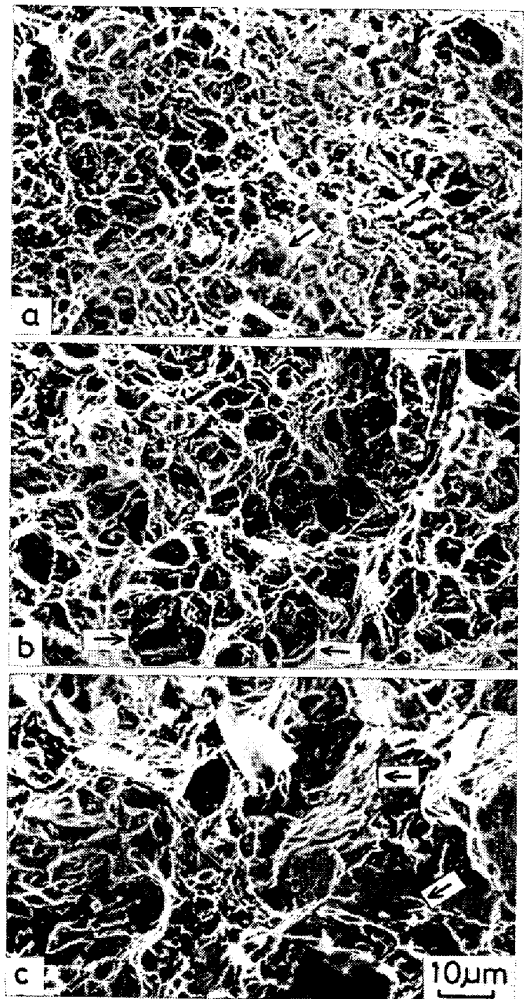
Fig. 5. Tensile properties and fracture toughness plotted as a function of the reciprocal of the square root of the prior γ grain size for all the specimens. Specimens were aged at 525°C for 4 h.

さ、絞り、および破壊靱性におよぼすオーステナイト化温度と保持時間の影響を示したものである。

この図には0.2%耐力を図示していないが、本鋼の降伏比はいずれも99%程度の値を示すので、引張強さとほぼ等しいと考えてよい。引張強さと絞りはオーステナイト化処理条件に強く依存し、オーステナイト化温度の上昇、および保持時間の増加に伴いいずれも低下する。一方、破壊靱性はオーステナイト化温度にほとんど依存しないで、一定値を保っている。

Fig. 5は、両溶体化処理材について、引張強さ、絞り、および破壊靱性を前 γ 粒径(d)の $-1/2$ 乗の関係として図示したものである。引張強さは、 $d^{-1/2}$ が4.5より大きい領域では $d^{-1/2}$ に比例して上昇する。すなわち、Hall-Petchの関係が成立する。しかし、 $d^{-1/2}$ が4.5以下になると、すなわち前 γ 粒径が大きくなると、低応力破壊が生じ、破壊強さもかなりのばらつきを示すようになる。引張強さが $d^{-1/2}$ に比例して増加する領域では、絞りもまた $d^{-1/2}$ に比例して増加する。そして、低応力破壊が生じる領域では、当然のことながら、絞りはすべて0%となる。この図に明りように示されているように、平滑引張試験では低応力破壊が生じる限界粒径が存在し、本鋼の限界粒径は約50 μm である。

一方、破壊靱性は $d^{-1/2}$ が4以上の場合は前 γ 粒径にまったく依存しない。しかし、 $d^{-1/2}$ が4以下になると、破壊靱性は若干大きくなる傾向がうかがえる。



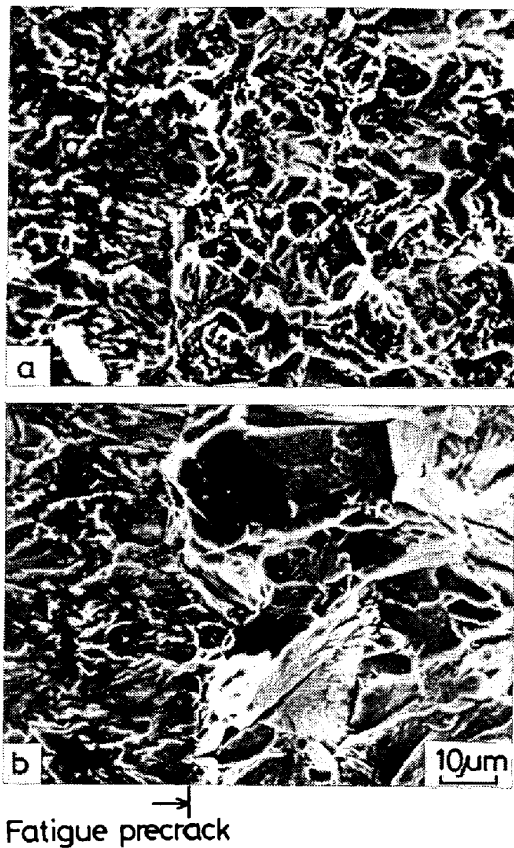
a) 850°C, 2 min b) 900°C, 2 min c) 900°C, 10 min

Photo. 2. Scanning electron micrographs in normal rupture region of tensile specimen, showing the effects of austenitizing temperature and holding time. Arrows point to intergranular fracture.

3.3 破面観察

Photo. 2は、引張試験片ノーマルラプチャー部の破面を走査電顕を用いて観察したものである。これらの破面は、a) 前 γ 粒径10 μm 、絞り27%、b) 同17 μm 、同18%、c) 同31 μm 、同9%にそれぞれ対応するものである。いずれもディンプルを主体とした破面であるが、部分的に粒界割れが認められる。前 γ 粒径が9 μm の場合でも、写真中矢印で示す位置に粒界割れが認められ、前 γ 粒径が大きくなるに伴い粒界割れの破面率が増加する。一方、低応力破壊が生じた試験片は、いずれも擬へき開破面を呈している。このように、平滑引張試験において、絞りが $d^{-1/2}$ に比例する領域では、粒界割れが部分的に認められるのが特徴である。

Photo. 3は、破壊靱性試験片の疲労予き裂先端部の破面を示したものである。前 γ 粒径の大小にかかわらず、擬へき開破面を呈している。ただ、前 γ 粒径が小さい場



a) 850°C, 10 min b) 950°C, 10 min

Photo. 3. Scanning electron micrographs of fracture surface at the tip of fatigue precrack in fracture toughness specimen, showing the effect of austenitizing temperature.

合は、若干ディンプルが混在した破面になり、また、擬へき開の破面単位は前 γ 粒径が大きくなるほど大きくなる。このように、破壊靱性試験では前 γ 粒径によつて破面の様式がほとんど変化しない特徴があり、また平滑引張試験に比較し、粒界割れが認められない違いがある。

4. 考 察

4.1 絞りの結晶粒径依存性

本実験では、絞りは低応力破壊が生じ0%を示す領域と、 $d^{-1/2}$ に比例して増加する領域とが認められた。しかし、この両領域は絞りの結晶粒径依存性の全体像を示すものではなく、従来から指摘されている⁶⁷⁾ように、更に $d^{-1/2}$ が大きくなると絞りが $d^{-1/2}$ にほとんど依存しない領域が現れるはずである。ただ、このような超強力材料ではその変化の起こる $d^{-1/2}$ が大きいため、すなわち著しい細粒側に移行しているため、本実験で前 γ 粒径を調整した範囲ではその変化が認められなかつたものと思われる。

絞りが $d^{-1/2}$ に比例して増加する範囲では、破面上に、部分的に粒界割れが認められた。粒界割れの難易度

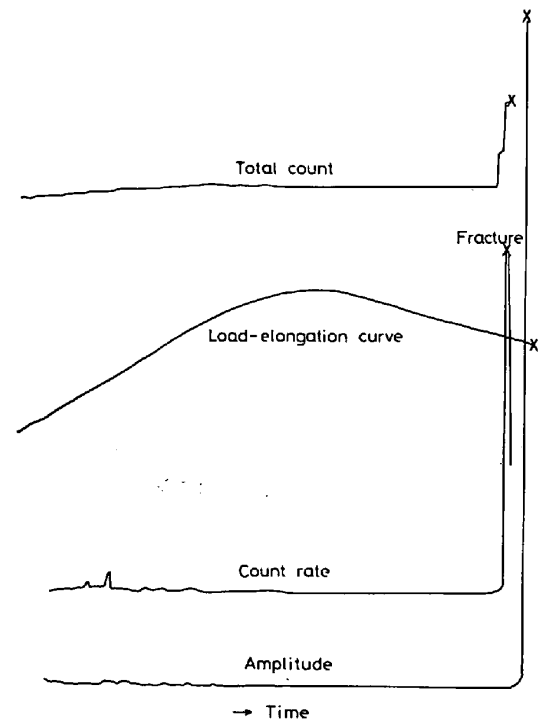


Fig. 6. A. E. measurement during tensile test for the specimen having the prior γ grain size of 12 μm .

は粒界強度と粒界への応力集中の程度に支配される。したがつて、粒径が大きくなるほど、粒界割れの発生は容易になる。しかし、本鋼種のように破面全体が粒界割れを呈するのではなく、部分的に粒界割れが認められるにすぎない場合は、この粒界割れの発生が絞り値に直接影響をおよぼすか否かは、絞り値がき裂発生（その初期成長過程をも含む）に支配されるか、またはき裂伝播に支配されるかによつて異なるであろう。そこで、引張試験における微小き裂の発生時点を明らかにするため、アコースティック・エミッション(A.E.)を用いて検討した。Fig. 6はその結果の一例である。A.E.のcount rateに最もよく示されているように、試験片の破断直前にき裂が発生し、直ちに最終破断に繋がっている。

マルエージ鋼は高純度の原材料を用い真空溶解によつて溶製されているので、不純元素および介在物は非常に少なく、また微細な析出物が均一に分散した組織なので、き裂発生はかなり困難な材料に属する。したがつて、A.E.の検出結果にも示されているように、試験片が破断するか否かは、そしてその時の絞り値は、き裂の発生に支配されているといえよう。そして、き裂発生に粒界破壊様式が関与するため、絞りが $d^{-1/2}$ に比例して変化するものと推察される。

4.2 破壊靱性の結晶粒径依存性

本実験で、破壊靱性は前 γ 粒径にほとんど依存せず、

また破面の様式は擬へき開を呈することが示された。このような完全脆性破壊域での破壊靱性の結晶粒径依存性については、本実験と同様ほとんど依存しないという報告⁸⁾⁹⁾と、 $d^{-1/2}$ に比例して若干上昇するという報告¹⁰⁾¹¹⁾がある。後者は、降伏強さの結晶粒径依存性に起因して破壊靱性が変化すると説明されているが、前者についてはその理由は説明されていない。著者らも、この点について考察することはできない。ただ、破面単位は前 γ 粒径によつて変化するので、粒界はき裂伝播に対し若干の抵抗を有するものと思われるが、破壊靱性値に影響をおよぼす程度ではないと言える。そして、引張試験結果を含めて考慮すると、前 γ 粒径はき裂発生に対しては大きな影響をおよぼすが、き裂伝播に対してはほとんど影響をおよぼさないことが理解されよう。

なお、著者らは既報¹³⁾において、18Ni 2050 および 2400 MPa 級マルエージ鋼の破壊靱性がオーステナイト結晶粒度に依存しないことを報告している。これらの鋼種の場合は、破面の様式は主にディンプル破壊を呈し、き裂先端での塑性変形域の大きさと粒径との関係から粒界破壊様式を取りえないため、破壊靱性が結晶粒度に依存しないのだと説明した。それに対し今回の結果は、擬へき開破面を呈する場合についても、破壊靱性が結晶粒度に依存しないことを示したものである。

また、破面については、引張試験片では粒界割れが部分的に認められたのに対し、破壊靱性試験片では認められなかった。このような差は一つには既報¹³⁾でも説明したように、破壊靱性試験におけるき裂先端の塑性変形域の大きさが非常に小さいことに起因するものと思われる。塑性変形域の大きさ (r_p) は、 $r_p = 1/6 \pi (K_I / \sigma_y)^2$ で表され¹²⁾、本実験の $K_I = 27 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、 $\sigma_y = 2650 \text{ MPa}$ を代入すると、 r_p は約 $5 \mu\text{m}$ となる。この大きさは本実験が調整した最小の粒径よりも小さく、結晶粒界へ応力集中がおよばないので粒界割れが起こらない。しかも、材料の強度が高いのでき裂先端での3軸応力性が高まり、へき開破壊を起こしたものであろう。

なお、Fig. 5 では $d^{-1/2}$ が4以下になると破壊靱性の増加する傾向が認められた。この点については現在まったく不明で、現象としての再現性の確認を含めて、今後の課題としたい。

5. 結 言

17Ni-20Co-5Mo-1.6Ti 系超強力マルエージ鋼について、冷間加工-再結晶法を適用して結晶粒径のみを調整した試料を作製し、強度、延性、靱性におよぼす前オーステナイト結晶粒径の影響を検討した。結果を要約する

と次のとおりである。

(1) 冷間加工後のオーステナイト化温度と保持時間を調整することにより、均一に再結晶した $7\sim 80 \mu\text{m}$ の前 γ 粒径(d)を有する組織が得られた。

(2) 前 γ 粒径はオーステナイト化温度と保持時間の両者に依存して変化する。そこで、Larson-Miller のパラメータ $T(C + \log t)$ による整理を試み、適切な定数 C を選ぶと前 γ 粒径はこのパラメータでよく整理できることを示した。

(3) 引張強さと絞りは $d^{-1/2}$ が4.5以上の範囲では $d^{-1/2}$ に比例して増加する。しかし、 $d^{-1/2}$ が4.5以下では低応力破壊が発生し、上記比例関係は成立しなくなる。そして、絞りが $d^{-1/2}$ に比例して変化する現象は、絞りがき裂発生挙動に強く支配され、しかも粒界破壊様式が関与するためであることを考察した。

(4) 破壊靱性は前 γ 粒径にほとんど依存せず、破面は擬へき開様式を呈することを明らかにした。

本研究を遂行するにあたり、御指導いただいた金属材料技術研究所強力材料研究部長内山郁博士に感謝の意を表します。また、実験に御協力いただいた谷治治男氏にお礼申し上げます。

文 献

- 1) 河部義邦, 中沢興三, 宗木政一: 鉄と鋼, 62 (1976) 9, p. 1229
- 2) 河部義邦, 宗木政一, 中沢興三, 谷治治男: 鉄と鋼, 63 (1977) 10, p. 1691
- 3) 河部義邦, 宗木政一, 中沢興三: 鉄と鋼, 64 (1978) 7, p. 1063
- 4) K. NAKAZAWA, Y. KAWABE, and S. MUNEKI: Mat. Sci. Eng., 33 (1978) 1, p. 49
- 5) 中沢興三, 河部義邦, 宗木政一: 鉄と鋼, 65 (1979) 5, p. 542
- 6) 安中 嵩, 荒木 透: 日本金属学会誌, 36 (1972) 12, p. 1202, 38 (1974) 9, p. 877
- 7) 細見広次, 芦田喜郎, 波戸 浩, 石原和範: 鉄と鋼, 61 (1975) 7, p. 1012
- 8) W. L. PHILLIPS: Met. Trans., 4 (1973) 1, p. 388
- 9) W. DAHL and W. B. KRETZSCHMANN: Fracture 1977, 2 ICF4, Waterloo, Canada, p. 17
- 10) D. A. CURRY and J. F. KNOTT: Met. Sci., 10 (1976) 1, p. 1
- 11) F. R. STONESIFER and R. W. ARMSTRONG: Fracture 1977, 2 ICF4, Waterloo, Canada, p. 1
- 12) F. A. McCLINTOCK and G. R. IRWIN: ASTM STP. 381 (1964), p. 84
- 13) 河部義邦, 金尾正雄, 中沢興三, 宗木政一: 鉄と鋼, 60 (1974) 2, p. 269