

論 文

Fe-Ni-1.8Ti 系マルエージ鋼の機械的性質に及ぼす
時効条件の影響添 野 浩*・土 屋 正 利*²Effect of Aging Conditions on Mechanical Properties of
Fe-Ni-1.8Ti Maraging Steels

Kō SOENO and Masatoshi TSUCHIYA

Synopsis:

Tensile properties and resistivity changes during isothermal aging have been investigated for Fe-10Ni-1.8Ti, Fe-15Ni-1.8Ti and Fe-20Ni-1.8Ti maraging steels. In order to investigate the effect of strain rate on elongation, a crosshead speed has been varied from 0.005 to 10 mm/min.

Two stage precipitation appears in the resistivity curves of the maraging steels. Embrittlement caused by the decrease in strain rate is found in the maraging steels containing fine and coherent precipitates, formed in the first precipitation stage. Brittle fracture irrespective of strain rate is also found in the Fe-10Ni-1.8Ti and Fe-15Ni-1.8Ti maraging steels strengthened fully by the first precipitation stage. When the second precipitation stage progresses, elongation increases with the decrease in tensile strength. The embrittlement caused by the decrease in strain rate is not found in the maraging steels containing precipitates formed in the second precipitation stage. It is considered that slip bands produced in plastic deformation are less intense in the maraging steels containing precipitates which are difficult to be cut by movement of dislocations.

1. 結 言

Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼に顕著な析出硬化が認められることは周知で、析出相に関する研究も多く¹⁾、実用鋼としては Fe-(20, 25)Ni-1.6 Ti が知られている。しかし Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼の延性は、主要硬化元素として Co, Mo, 補助硬化元素として Ti を含有する 18 Ni 系マルエージ鋼に比較して劣るとされている。この理由は十分明確でないが、旧オーステナイト粒界²⁾あるいはラス境界³⁾などに比較的粗大な析出相が形成されやすいことも一つの原因と考えられている。一方、三島、鈴木、田中らは Fe-8Ni-Ti マルエージ鋼の機械的性質に関する研究⁴⁾において析出相と延性との間に密接な関連があり、NiTi の析出は脆化をとめない、Ni₃Ti η 相 (DO₂₄) の析出によつて延性が向上することを明らかにしている。

著者らは⁵⁾⁻⁸⁾、210 kg/mm² 級および 245 kg/mm² 級 18 Ni 系マルエージ鋼、280 kg/mm² 級 13Ni-15Co-10 Mo-0.2Ti マルエージ鋼などの機械的性質と時効組織

との関係を検討し、転位の運動によつて剪断されるような微細整合析出相が形成されている時効段階の試料を低歪み速度で引張ると延性が顕著に劣化することを明らかにした。時効条件の調整によつて転位の運動で剪断されにくい析出相にし、鋭いすべり帯(intense slip band)の生成傾向を低減すること、また転位の集積による粒界への応力集中を低減するためオーステナイト粒径を微細化すること⁹⁾などによつて、延性の歪み速度依存性も低減し、安定した延性が得られることを明らかにした⁵⁾⁻⁹⁾。

Fe-Ni-Ti 系マルエージ鋼については、延性の歪み速度依存性と時効条件との関係を検討した例が見当たらない。そこで Fe-(10, 15, 20)Ni-1.8Ti 系マルエージ鋼の延性を歪み速度と時効条件との関連において明らかにし、安定した延性が得られるような時効組織について検討する研究を行った。

2. 実 験 方 法

真空溶解した電解鉄(脱酸剤として 0.1%Al を添加)を厚さ 1 mm に圧延, C と N とを除去するために 650°C,

昭和 56 年 3 月 3 日受付 (Received Mar. 3, 1981)

* 日立製作所日立研究所 工博 (Hitachi Research Laboratory, Hitachi Ltd., 3-1-1 Saiwai-cho Hitachi 317)

*² 日立製作所日立研究所 (Hitachi Research Laboratory, Hitachi Ltd.)

Table 1. Chemical compositions of Fe-Ni-Ti ternary maraging steels used (wt%).

Ni	Ti	Mn	Al
10	1.8	0.1	less than 0.1
15	1.8	0.1	less than 0.1
20	1.8	0.1	less than 0.1

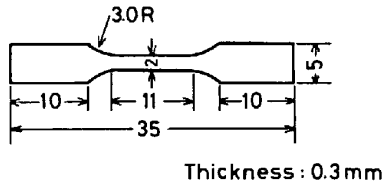


Fig. 1. Tensile test specimen.

24h 湿水素焼鈍し, さらに脱水素のため 10^{-5} Torr の真空中で 650°C ~ 室温まで炉冷した鉄に純度 99.9% 以上の Ti および Mn を所定量配合し, 非消耗電極型アーク炉 (Ar 雰囲気) で溶解した. 鑄塊を 10^{-5} Torr, 1050°C , 8h 均質化してから熱間鍛造, さらに 10^{-5} Torr, 1100°C , 1h 均質化してから冷間加工によつて厚さ 1 mm の引張試験片用圧延板および電気抵抗測定用として直径 1.5 mm の線を作つた. Table 1 に試料の配合組成を示す. 本実験の溶解方法によれば, 化学分析値と配合値とは分析誤差の範囲で一致することを既に確認している²⁾¹⁰⁾.

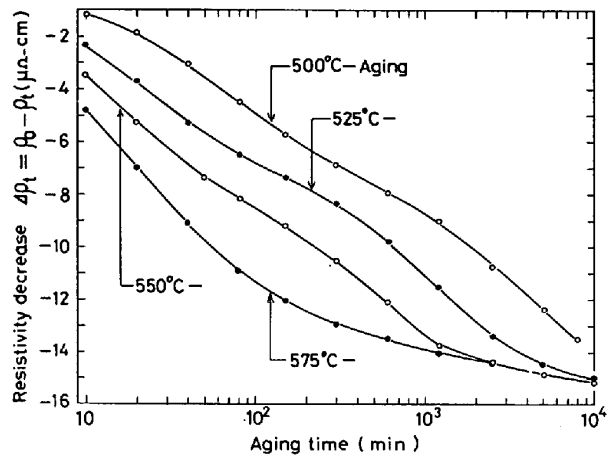
溶体化は 900°C , 1h 加熱後水冷で, オーステナイト粒度は ASTM No. 6.5~7.5 である. いずれの時効温度においても 300 min までは塩浴中で時効し, さらに長時間時効する場合には塩浴中 300 min 時効後水冷し, 試料を洗滌して高純度 Ar を密封した加熱炉に試料を移して時効を継続した. 時効後試料の両面を研磨して厚さ 0.3 mm にし, Fig. 1 の試験片をクロスヘッド速度 0.005 (歪み速度 $\dot{\epsilon}=0.76 \times 10^{-5}\text{s}^{-1}$), 1.0 ($\dot{\epsilon}=1.52 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$), 10 mm/min ($\dot{\epsilon}=1.52 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$) で引張つた. なお析出過程を追跡するため, 通常の 4 端子法により, 等温時効にともなう液体窒素温度における比抵抗の変化を測定した.

3. 実験結果および検討

3.1 Fe-10Ni-1.8Ti の時効と機械的性質

液体窒素温度における比抵抗減少を Fig. 2 に, また引張性質を Fig. 3~6 に示す[†]. なお時効した Fe-(10, 15, 20) Ni-1.8Ti の荷重-伸び曲線から均一伸び ϵ_u を求めて検討した結果, 本実験における歪み速度の範囲では歪み速度にほとんど依存しないことが判明したので,

[†] 引張性質は, 3~5 本の試験片を引張り, 結果を平均して図示した. 後に述べる Fe-15Ni-1.8Ti および Fe-20Ni-1.8Ti についても同様である.



ρ_0 : Specific resistivity after solution-treatment.
 ρ_t : Specific resistivity after aging.

Fig. 2. Resistivity change at liquid nitrogen temperature during isothermal aging of the Fe-10Ni-1.8Ti maraging steel.

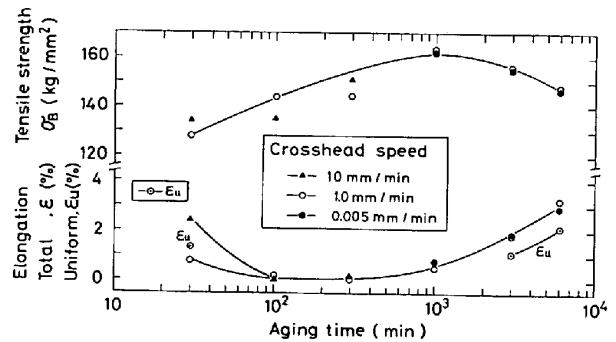


Fig. 3. Tensile properties of the Fe-10Ni-1.8Ti maraging steel aged at 500°C .

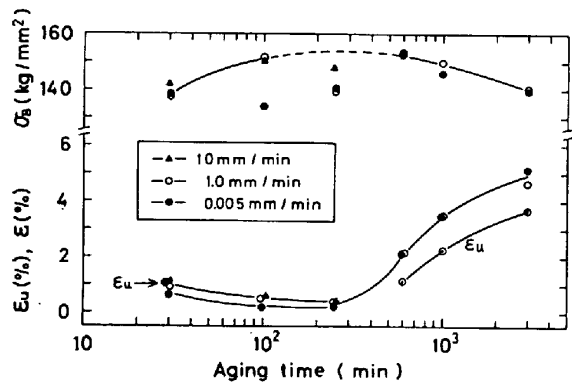


Fig. 4. Tensile properties of the Fe-10Ni-1.8Ti maraging steel aged at 525°C .

局部伸びをともなつて破断した試験片の荷重-伸び曲線から ϵ_u を求め, 歪み速度を考慮しないで平均した結果も Fig. 3~6 に示した. なお延性が著しく低減し, 本実験で採用したすべての歪み速度において局部伸びを示さずに破断した場合には ϵ_u (明らかでない) を図示しなかつた.

Fig. 2 の時効曲線から, 500°C ~ 550°C の等温時効で

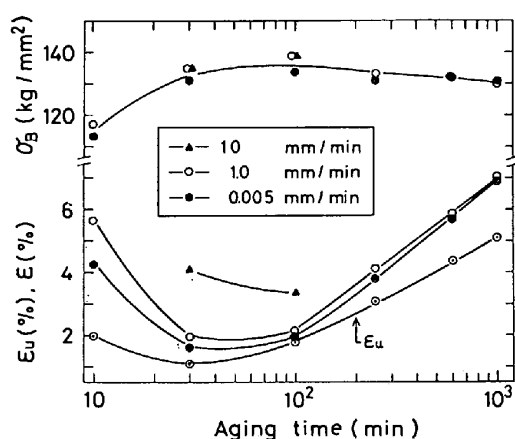


Fig. 5. Tensile properties of the Fe-10Ni-1.8Ti maraging steel aged at 550°C.

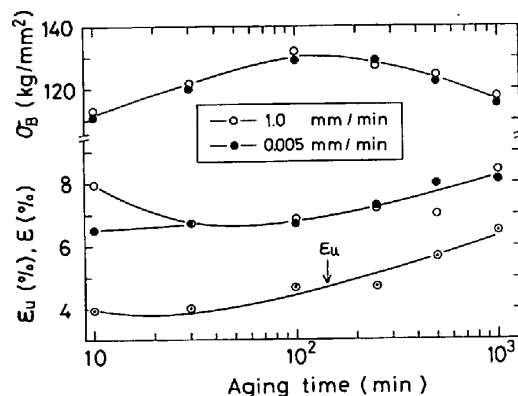


Fig. 6. Tensile properties of the Fe-10Ni-1.8Ti maraging steel aged at 575°C.

は比抵抗が明らかに2段階に減少し¹⁰⁾、したがって析出過程を2つに大別(以下第1および第2段の析出過程とよぶ)できることがわかる¹⁰⁾。また Fig. 2 と Fig. 3, 4 との対比から、500° および 525°C で第1段の析出を十分進行させて強化すると、歪み速度にかかわらず局部伸びを示さずに破壊し¹²⁾、低応力破壊も認められるようになる。500°C, 3000 および 6000 min, 525°C, 1000 および 3000min 時効試料など明らかなように、第2段析出の進行にともない強度は減少するが延性は増加し、また低歪み速度の引張りを行つても延性の低減が認められなくなる。

550°C 時効の場合 (Fig. 5 参照), 10~100 min 時効試料で明らかなように、第1段の析出が進行しても500° および 525°C 時効の場合のように延性が顕著には減少しない。しかし歪み速度の低減による延性の減少は顕著である。なお第2段析出の進行による延性の増加は、500° および 525°C 時効などの場合と同様、均一伸び ϵ_u の増加によるため、第2段の析出が進行しても局部伸

¹²⁾ 走査型電顕による破面の観察では、へき開によつて破壊が進行したとみられる。

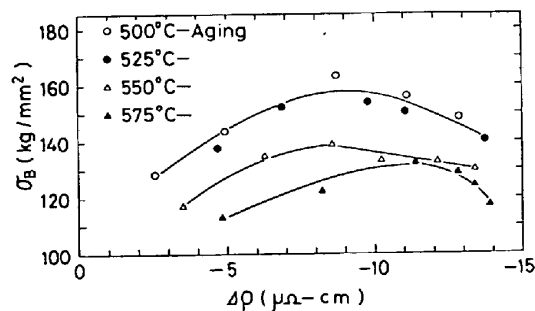


Fig. 7. Tensile strength versus resistivity decrease of the Fe-10Ni-1.8Ti maraging steel.

び ϵ_1 の変化は少ない (Fig. 3~5 参照)。Fig. 2 と Fig. 3~6 との対比から比抵抗減少量と引張強さとの関係を求めた結果が Fig. 7 である。Fig. 2 から明らかなように、500°, 525° および 550°C 時効の場合、 $\Delta\rho_t$ が -8 から $-9\mu\Omega\text{-cm}$ に達するまでの過程が第1段の析出に相当する。第1段の比抵抗減少過程において同一比抵抗減少量に対応する引張強さを比較すると、500° および 525°C 時効の場合に比較して550°C 時効で得られる引張強さは明らかに小さい。すなわち 550°C 時効の比抵抗減少曲線で第1段析出とみなされる過程でも、実際には第2段の析出過程で形成される析出相も混入して形成され、このため 550°C で第1段の析出が進行しても延性は顕著に減少しなかつたと推定される。

575°C 時効においては (Fig. 6 参照), Fig. 7 および Fig. 2 の比抵抗減少曲線の形状などから推定されるように、比較的短時間の時効から第2段析出過程で形成される析出相が生成し、このため延性が大きくまた短時間の時効試料を除くと延性に歪み速度依存性が認められない。

3.2 Fe-15Ni-1.8Ti の時効と機械的性質

Fig. 8 に比抵抗減少曲線, Fig. 9~12 に引張性質を示す。比抵抗減少曲線から明らかなように、525°C 以下の等温時効では析出過程を2つに大別でき¹⁰⁾、また 475° および 500°C で時効時間の経過にともなう引張性質 (Fig. 9~10) の変化は、Fe-10Ni-1.8Ti の500° および 525°C 時効の場合と同様な特徴を示している。すなわち、第1段の析出で強度が十分に増加しない段階の試料では、延性の歪み速度依存性が顕著であるが、強度が十分増加すると歪み速度にかかわらず延性が小さい。なお 500°C, 3000 min 時効試料で明らかなように、第2段析出の進行にともない強度が減少して延性は増加し、しかも低歪み速度の引張りを行つても延性は減少しない。

ここでは、Fig. 7 のような比抵抗減少量と引張強さとの関係図を省略したが、Fe-10Ni-1.8Ti の場合と同様、時効温度を上昇すると、比抵抗減少曲線の上で第1段析

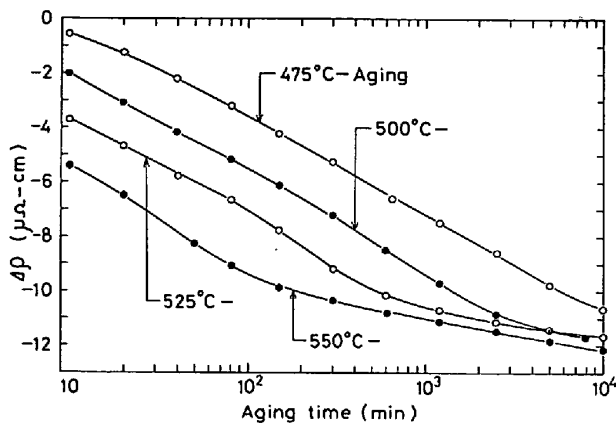


Fig. 8. Resistivity change at liquid nitrogen temperature during isothermal aging of the Fe-15Ni-1.8Ti maraging steel.

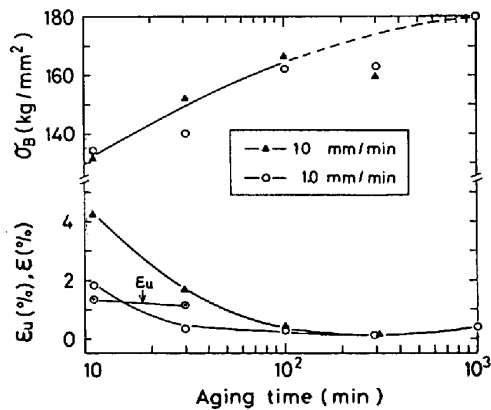


Fig. 9. Tensile properties of the Fe-15Ni-1.8Ti maraging steel aged at 475°C.

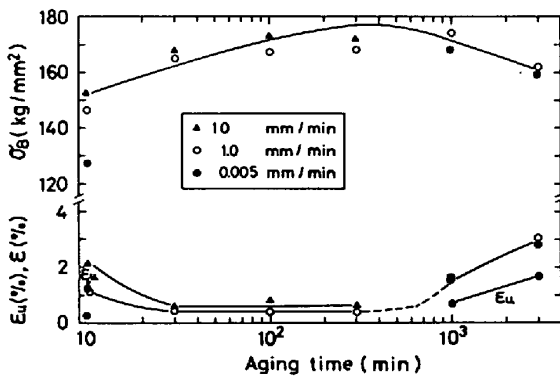


Fig. 10. Tensile properties of the Fe-15Ni-1.8Ti maraging steel aged at 500°C.

出とみなされる過程でも実際には第2段析出で形成される析出相が混入してくる量が増加する傾向になり、このため 525°C 時効 (Fig. 11 参照) では 475°C および 500°C で第1段析出を十分進行させた場合 (Fig. 9, 10) のようには延性の顕著な劣化がおこらなかつたと考えられる。とくに 550°C 時効においては、Fig. 12 から明らかかなように比較的短時間の時効から第2段析出で形成

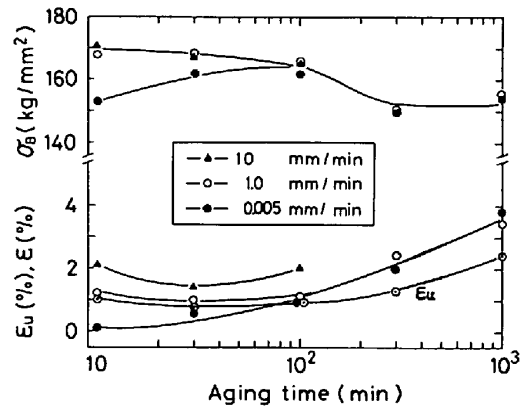


Fig. 11. Tensile properties of the Fe-15Ni-1.8Ti maraging steel aged at 525°C.

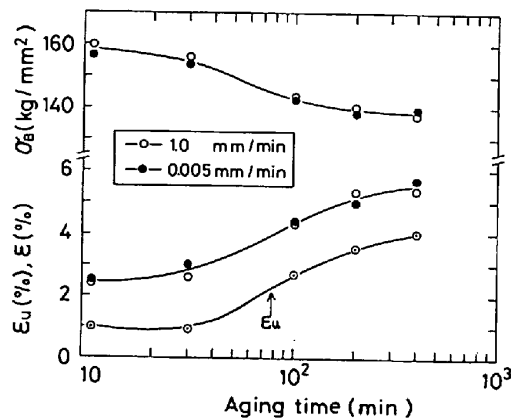


Fig. 12. Tensile properties of the Fe-15Ni-1.8Ti maraging steel aged at 550°C.

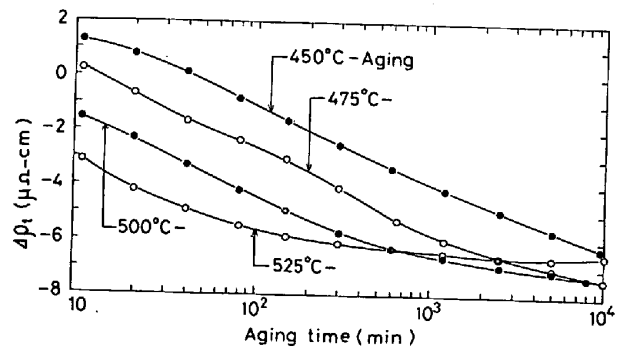


Fig. 13. Resistivity change at liquid nitrogen temperature during isothermal aging of the Fe-20Ni-1.8Ti maraging steel.

される析出相が生成し、このため歪み速度に依存しない安定した延性を示すと考えられる。

3.3 Fe-20Ni-1.8Ti の時効と機械的性質

比抵抗減少曲線および引張性質を Fig. 13 および Fig. 14~17 に示す。Fe-20Ni-1.8Ti の場合、時効初期に比抵抗が増加することを既に報告したが¹⁰⁾、この析出過程の影響で、450°C および 475°C で短時間時効後の比抵抗 (Fig. 13 参照) は、溶体化試料に比較して増加してい

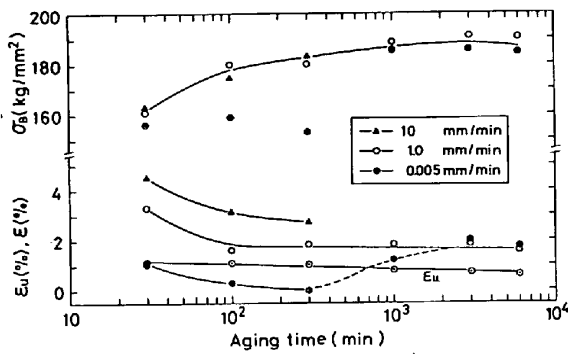


Fig. 14. Tensile properties of the Fe-20Ni-1.8Ti maraging steel aged at 450°C.

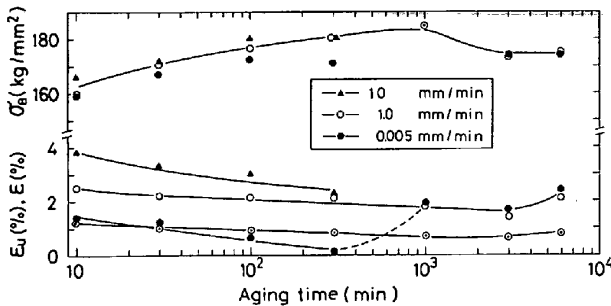


Fig. 15. Tensile properties of the Fe-20Ni-1.8Ti maraging steel aged at 475°C.

る。Fig. 13 の 475°C 時効曲線でとくに明らかなように、Fe-20Ni-1.8Ti の場合においても比抵抗は 2 段階に減少する¹⁰⁾。本報では、比抵抗が増加し最大に達するまでの析出過程¹⁰⁾を無視して、時効時間の経過ともなう比抵抗減少が最初に停留するまでの過程、例えば 475°C 時効の場合には約 100~200 min 程度までの時効を便宜上第 1 段析出、その後の過程を第 2 段析出とよぶことにする。

450°~500°C 時効における引張性質 (Fig. 14~16 参照) から明らかなように、第 1 段析出で強化された Fe-20Ni-1.8Ti の延性には顕著な歪み速度依存性が認められる。しかし第 1 段の析出で十分強化された Fe-10Ni-1.8Ti および Fe-15Ni-1.8Ti のように、歪み速度にかかわらず延性の小さい破壊をおこす現象は認められなかった。なお Fe-20Ni-1.8Ti の場合も第 2 段析出の進行にともない強度は減少し、また歪み速度に依存しない延性を示すようになる。時効温度を 525°C にすると、Fig. 17 で明らかなように、比較的短時間の時効試料においても歪み速度の低減による延性の減少は認められない。

Fe-(10, 15, 20)Ni-1.8Ti のいずれにおいても、第 1 段の析出過程で強化されると延性の歪み速度依存性が顕著であるか、あるいは十分に強化された Fe-(10, 15)Ni-1.8Ti の場合にみられるように歪み速度にかかわらず

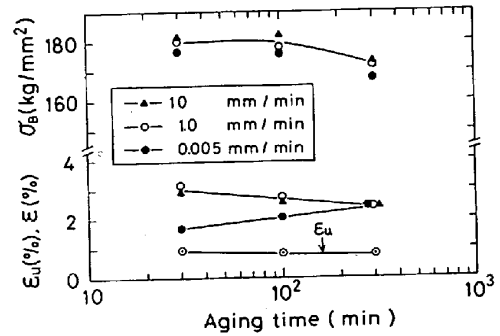


Fig. 16. Tensile properties of the Fe-20Ni-1.8Ti maraging steel aged at 500°C.

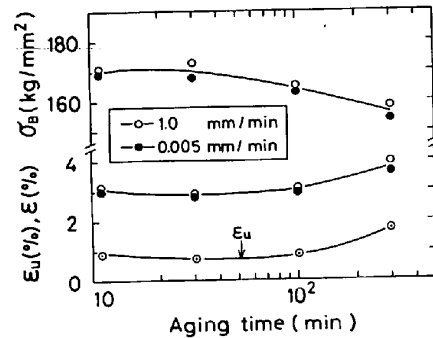


Fig. 17. Tensile properties of the Fe-20Ni-1.8Ti maraging steel aged 525°C.

延性の著しく小さいへき開破壊をする。第 1 段の析出過程では、微細な整合析出相が形成されると推定されるので、塑性変形において直線状の鋭いすべり帯が形成されやすいと考えてよい^{5)~8)11)~16)}。直線状の鋭いすべり帯が旧オーステナイト粒界、他の鋭いすべり帯あるいは引張試験片表面¹³⁾などと交る領域に大きい応力集中が形成されやすく、試料中に微量に含有される水素あるいは引張試験中に大気中からピックアップした水素が応力集中領域に偏析してクラックの発生を容易にし、水素脆性すなわち歪み速度の低減によつて延性が減少する現象を示すと考えられる^{5)~8)}。第 1 段析出で十分強化された Fe-(10, 15)Ni-1.8Ti において歪み速度にかかわらず延性の小さいへき開破壊が認められることを指摘したが、直線状の鋭いすべり帯が強い障害物 (おそらく主として旧オーステナイト粒界) にブロックされるとき、あるいは {110} 面上の鋭いすべり帯が相互に交るときなどにへき開破壊を誘発すると考えてよいことが既に明らかにされている¹⁷⁾。本実験における時効条件では第 1 段の析出で強化された Fe-20Ni-1.8Ti には、歪み速度にかかわらず延性の小さい破壊をおこす現象がみられなかったが、Fe-(10, 15)Ni-1.8Ti などに比較してすべり帯の鋭

¹³⁾ 鋭いすべり帯が引張試験片表面に交ると、鋭いすべりの階段が試験片表面に形成される場合があり、このような領域が応力集中源になる可能性も考えられる。

さが Fe-20Ni-1.8Ti においてより少ないと推定される。

析出相については既報¹⁰⁾で考察したが、Fe-15Ni-1.8Ti と Fe-20Ni-1.8Ti に関する限り、第 1 段析出では Ni₃Ti(DO₃) が形成されると推定され¹⁰⁾、第 1 段析出進行後のミクロ的構造に根本的な差があるとは考えにくい。したがって第 1 段析出を進行させた場合に、Fe-(10, 15)Ni-1.8Ti などに比較して Fe-20Ni-1.8Ti のすべり帯の鋭さがより小さい(推定)のは、主として Ni 含有量の差によると考えられる。

既報¹⁰⁾で考察したように、第 2 段の析出ではいずれの試料においても Ni₃Ti(DO₂₄) が形成される。第 2 段析出の進行にともない転位の運動で剪断されにくい Ni₃Ti(DO₂₄) が増加するので鋭いすべり帯の形成傾向が減少し、引張りにおいて強い応力集中領域が形成される傾向が低減すると考えられる。このような時効組織の場合、水素脆性があらわれにくく、歪み速度を低減しても延性の減少が認められなくなる^{5)~8)}。第 2 段析出を十分進行させた時効組織の引張変形では、Ni₃Ti(DO₂₄) のまわりに転位輪が形成され、これが転位の発生源(Frank-Read 源)に対して外部応力と逆方向の応力を及ぼし、転位源の活動を阻止するように作用して急速な加工硬化をひきおこす。すなわち、真応力 σ_{tr} と真歪み ϵ_{tr} との間に

$$\sigma_{tr} = K\epsilon_{tr}^n$$

n : 加工硬化指数, K : 定数

なる関係が成り立ち、 $n = \epsilon_u$ 以上に引張ると局部収縮がおこるので、 n の増加は ϵ_u の増加を意味することになる。

以上の検討から、転位の運動で剪断されやすい微細整合析出相が形成されていて引張りで鋭いすべり帯が生成しやすいか、あるいは析出をさらに進行させて転位の運動で剪断されにくい硬い析出相を混入し塑性変形で鋭いすべり帯を生成しにくくするかが、Fe-(10, 15, 20)Ni-1.8Ti マルエージ鋼の延性を支配する最も重要な因子になるとするのが妥当と考えられる。

4. 総 括

(1) Fe-(10, 15)Ni-1.8Ti の比抵抗は等温時効において 2 段階に減少する。Fe-20Ni-1.8Ti は時効のごく初期に比抵抗がわずかに増加するが、最大値に達してから以後の比抵抗減少は Fe-(10, 15)Ni-1.8Ti の場合と同様 2 段階に進行する。

(2) 第 1 段の比抵抗減少過程(第 1 段析出)では、微細な整合析出相が形成されると推定され、この時効段階の試料では歪み速度の低減によつて延性が顕著に減少

し、いわゆる水素脆性の特徴を示す。あるいは第 1 段析出で十分強化された Fe-(10, 15)Ni-1.8Ti の場合には、歪み速度にかかわらず延性の小さいへき開破壊がみられる。

(3) 第 2 段の比抵抗減少過程(第 2 段析出)ではいずれの場合も Ni₃Ti(DO₂₄) の析出量が増加すると推定されるが、延性は増加し、また低歪み速度の引張りを行つても延性の減少が認められない。

Fe-(10, 15, 20)Ni-1.8Ti において、短時間の時効でも水素脆性やへき開破壊がみられないようにするには、Ni 含有量の低い試料ほど時効温度を高温にする必要がある。

(4) 転位の運動で剪断されやすい微細整合析出相が形成されていて、引張りで鋭いすべり帯が生成しやすいと顕著な水素脆性の特徴を示すかあるいは歪み速度にかかわらずへき開破壊する。析出が第 2 段階まですすみ、転位の運動で剪断されにくい硬い析出相を含有するようになると、塑性変形で鋭いすべり帯が生成しにくくなるので延性は増加し、また水素脆性の特徴もみられなくなる。

本研究を行うに当たり、実験に御協力いただいた田口和夫氏に深甚なる謝意を表す。

文 献

- 1) 鈴木朝夫: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 822; Trans. ISIJ, 14 (1974), p. 67
- 2) 添野 浩, 黒田哲郎: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1663
- 3) 細見広次, 芦田喜郎, 波戸 浩, 石原和範: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 1012
- 4) 三島良直, 鈴木朝夫, 田中 実: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 496
- 5) K. SOENO, T. KURODA, and K. TAGUCHI: Trans. ISIJ, 19 (1979), p. 484
- 6) 添野 浩, 田口和夫, 土屋正制: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 665
- 7) K. SOENO: Trans. ISIJ 掲載予定
- 8) 添野 浩, 田口和夫: 鉄と鋼, 66 (1980), p. 677; Trans. ISIJ, 21 (1981), p. 469
- 9) 黒田哲郎, 添野 浩: 鉄と鋼, 66 (1980), p. 1361
- 10) 添野 浩: 金属学会誌, 39 (1975), p. 1059
- 11) A. KELLY and R. B. NICHOLSON: Precipitation Hardening, Progress in Material Sci., 10 (1963)
- 12) 安中 嵩, 荒木 透: 金属学会誌, 36 (1972), p. 1202
- 13) 安中 嵩, 荒木 透: 金属学会誌, 38 (1974), p. 877
- 14) 河部義邦, 金尾正雄, 宗木政一: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 1388
- 15) 河部義邦, 金尾正雄, 中沢興三, 宗木政一: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 269
- 16) 河部義邦, 中沢興三, 金尾正雄, 宗木政一: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 1613
- 17) 例えば A. S. TETELMAN and A. J. MCEVILY, Jr. (宮本博訳): 構造材料の強度と破壊 I (1970), p. 220 [培風館]