

© 1983 ISIJ

## Fe-Ni-Al 系マルエージ鋼の引張性質

論文

添野 浩\*・土屋 正利\*<sup>2</sup>・田口 和夫\*<sup>2</sup>

## Tensile Properties of Fe-Ni-Al Maraging Steels

Kō SOENO, Masatoshi TSUCHIYA, and Kazuo TAGUCHI

## Synopsis :

Tensile properties and resistivity changes during isothermal aging have been investigated on Fe-Ni-Al maraging steels with and without about 0.4% molybdenum. Nickel content was varied from 10 to 17.5%, and aluminum contents were about 1.5 and 2.5%.

Cellular precipitation was found to be completely suppressed by the addition of 0.4% molybdenum. When cellular precipitation progressed, strength decreased with the increase in ductility (reduction of area). Ductility tended to increase by the rise in aging temperature, or by lengthening aging time. However, it was found that the increase in ductility became difficult with the increase in aluminum content or with the decrease in nickel content. The lack in ductility was considered to be connected with the difficulty to cross-slip.

## 1. 緒 言

Fe-Ni-Al 系マルエージ鋼は顕著な析出硬化を示すことが知られている<sup>1)~3)</sup>。硬化は主として均一析出によるが、均一析出と並行して粒界反応型の析出もしばしば発生して強度低下の原因になるが<sup>4)5)</sup>、粒界反応型析出の生成を抑制する方法については既に明らかにされている<sup>4)5)</sup>。なお析出相としては BCC 相の NiAl とする結果が多いが<sup>3)~6)</sup>、(Fe, Ni)<sub>3</sub>Al(DO<sub>3</sub> 型) とした研究もある<sup>3)</sup>。

Fe-Ni-Al 系マルエージ鋼を実用する上で問題になるのは、時効によつて脆化しやすいことである<sup>6)</sup>。脆化する原因として粒界偏析や粒界析出などが指摘されたが<sup>7)8)</sup>、すべりなどの塑性挙動の時効にともなう変化に最も注目する必要があることも指摘されている<sup>6)9)</sup>。著者らも Fe-Ni-Co-Mo-(Ti) 系<sup>10)~15)</sup> および Fe-Ni-Ti 系<sup>16)</sup> などのマルエージ鋼の時効による脆化が、時効試料の塑性挙動に支配されると考えられる結果を明らかにしてきた。Fe-Ni-Al 系マルエージ鋼は高強度の軟質磁性材料として実用的価値もあり<sup>17)</sup>、時効による脆化の原因をさらに明確にして安定した延性を示す時効組織について検討する必要がある。このため引張性質に及ぼす時効条件(時効温度、時間)および化学組成などの影響を検討する研究を行った。

## 2. 実験方法

用いた試料の組成を Table 1 に示す。0.1% の Al 添加で脱酸溶解した後厚さ 1 mm に冷間圧延して湿水素焼鈍(700°C, 24 h)した電解鉄に、各種の合金元素(純度はいずれも 99.9% 以上)を加え、非消耗電極型アーク炉で溶解した試料である。電解鉄板を湿水素焼鈍した理由は C および N を完全に除去するためであり、また Mo を添加した試料(Table 1 参照)を作つた理由は、粒界反応型析出の生成を抑制するためである<sup>4)5)</sup>。

鑄塊を約 7 mm 径の丸棒に熱間鍛造し、均質化(1050°C, 13 h, 10<sup>-5</sup> Torr)した後引張試験用および電気抵抗測定用として、それぞれ 3 mm および 1.5 mm 径の線材を作つた。いずれの試料の場合も 3 mm 径の線材を長さ 35 mm に切断し、900°C, 1 h 溶体化後水冷、さら

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

Ni	Al	Mo	Mn
10	1.47	—	0.1
10	1.47	0.43	0.1
15	1.46	—	0.1
15	1.46	0.43	0.1
17.5	1.46	—	0.1
17.5	1.46	0.43	0.1
15	2.46	—	0.1
15	2.46	0.43	0.1
17.5	2.46	—	0.1
17.5	2.46	0.43	0.1

昭和 57 年 3 月 19 日受付 (Received Mar. 19, 1982)

\* (株)日立製作所日立研究所(現: 芝浦工業大学)工博 (Hitachi Research Laboratory, Hitachi Ltd., Now Shibaura Institute of Technology)

\*<sup>2</sup> (株)日立製作所日立研究所 (Hitachi Research Laboratory, Hitachi Ltd., 3-1-1 Saiwai-cho Hitachi 317)

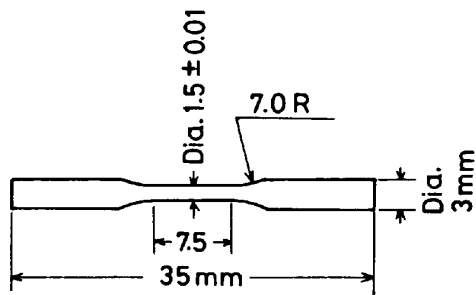


Fig. 1. Tensile test specimen.

に所定の時効を行つてから Fig. 1 に示す試験片に仕上げ、クロスヘッド速度 1 mm/min で引張試験を行つた。オーステナイト粒度は各試料の間で大差なく、ASTM No. 5.5~No. 6.5 の範囲であつた。なお析出の進行を明らかにするため、1.5 mm の線材を引張試験片と同一条件で溶体化し、等温時効にともなう電気抵抗（液体窒素温度）の変化を通常の 4 端子法で測定した。

Fe-Ni-Al 系マルエージ鋼に粒界反応型析出が生成する可能性があることを述べたが、硝酸アルコールで腐食し光学顕微鏡で観察すれば、粒界反応部と均一析出部とを明瞭に区別できることを既報<sup>5)</sup>で明らかにした。本報では粒界反応層を既報<sup>5)</sup>と同様点算法で測定した。

### 3. 実験結果および検討

#### 3.1 Fe-(10~17.5)Ni-1.5Al 系マルエージ鋼

時効にともなう比抵抗減少および引張性質を Fe-10Ni-1.5Al-(0.4Mo) について測定した結果を Fig. 2, Fig. 3 に示す。Mo 含有の有無により時効にともなう比抵抗減少に大きな差があらわれるが (Fig. 2 参照)、これは粒界反応組織の有無によると考えられる。Mo を含有しない試料の粒界反応量を点算法で測定した結果も Fig. 2 に示したが、粒界反応組織の生成は Mo の添加によりほぼ完全におさえられる。すなわち Fig. 2 の各時効温度で最も長時間時効した Mo 含有試料について、電顕による薄膜の透過観察でも組織を検討したが、粒界反応組織の生成が認められなかつた。粒界反応組織の生成により析出が急速にすすみ、また時効温度の上昇により粒界反応組織が生成しやすくなることも明らかである。

Fig. 3 は 2 本の試験片を引張つた結果の平均<sup>†</sup>を示したが、粒界反応組織の生成量が増加するにともない引張強さは減少し絞りが増加する。粒界反応組織の生成が認められない Mo 含有試料の引張性質に注目すると、絞りは 500° および 525°C 時効試料で小さく、時効温度を 550°C に上昇すると増加する傾向が認められる。

† 以後に述べるいずれの試料の場合も同様である。

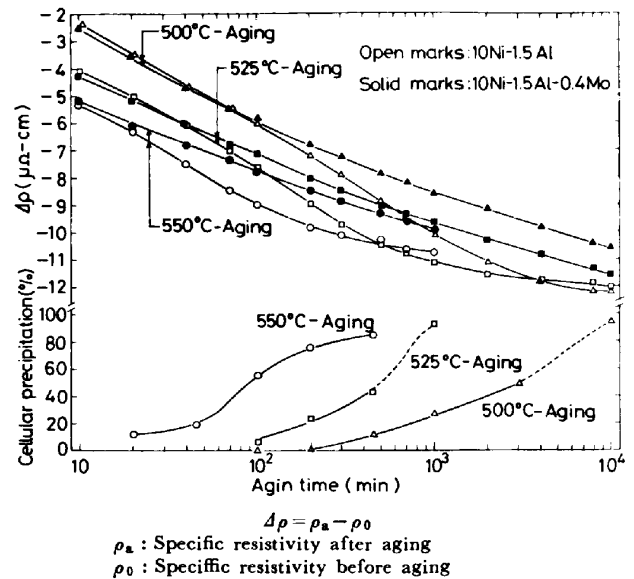


Fig. 2. Fe-10Ni-1.5Al and Fe-10Ni-1.5Al-0.4Mo: The change in specific resistivity at liquid nitrogen temperature and volume fraction of cellular precipitation during isothermal aging.

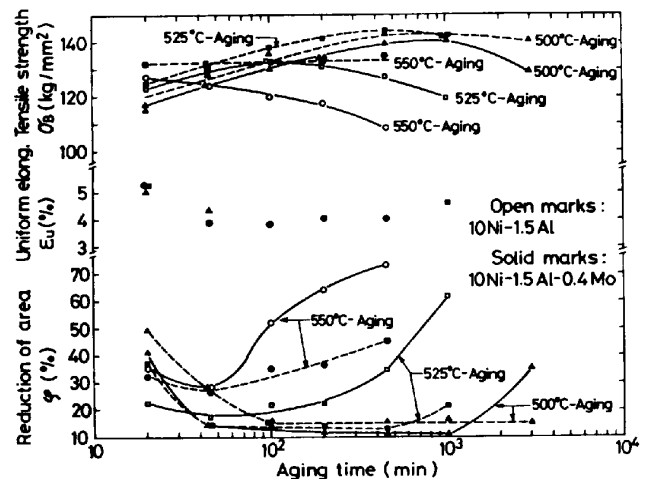


Fig. 3. Tensile properties of Fe-10Ni-1.5Al and Fe-10Ni-1.5Al-0.4Mo maraging steels.

Mo を添加した試料について 575°C, 20~200 min 時効（粒界反応を生成しない）を追加し、引張強度と絞りとの関係を図示したのが Fig. 4 である。時効温度の上昇により、絞りが増加する傾向が明らかである。500° および 525°C で比較的短時間時効した試料の絞りは大きい、既に明らかにした著者らの一連の研究<sup>10)~16)</sup>から、このような時効条件の試料を低歪み速度で引張ると絞りが低減する可能性もあり、今後の課題である。

Fig. 2 に、Mo 含有試料の荷重-伸び曲線から均一伸び ( $\epsilon_u$ ) を求めた結果も示した。図示した  $\epsilon_u$  は 550°C 時効試料で得た結果が大部分であるが、約 20% 以上の絞りが認められるような場合に明瞭な局部伸びをとる

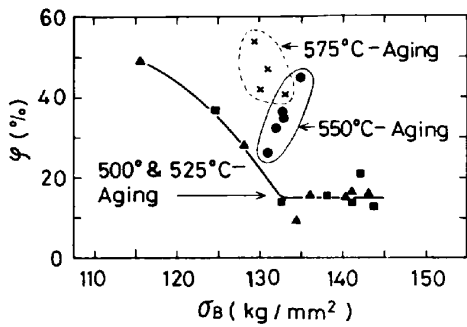


Fig. 4. Reduction of area versus tensile strength of Fe-10Ni-1.5Al-0.4Mo maraging steel.

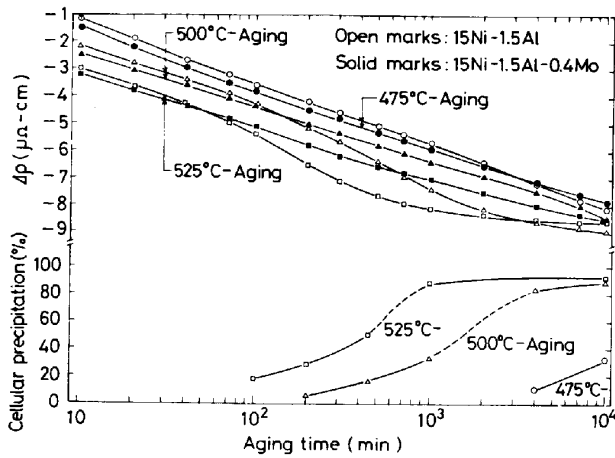


Fig. 5. Fe-15Ni-1.5Al and Fe-15Ni-1.5Al-0.4 Mo: The change in specific resistivity at liquid nitrogen temperature and volume fraction of cellular precipitation during isothermal aging.

ら荷重-伸び曲線が得られるためである<sup>†2</sup>。

Fe-15Ni-1.5Al-(0.4Mo) および Fe-17.5Ni-1.5Al-(0.4Mo) で得られた結果をそれぞれ Fig. 5, Fig. 6 および Fig. 7 に示す。Fig. 5 から明らかなように、粒界反応組織は Fe-15Ni-1.5Al に生成するが、Mo の添加によつて粒界反応組織の生成を防止することができる。なお Fe-17.5Ni-1.5Al-(0.4Mo) 系の場合には、Mo の有無にかかわらず Fig. 7 に示した時効条件の範囲において粒界反応組織の生成が認められなかつた。

引張性質は主として Mo 含有試料で得た結果を示したが、Fig. 6 および Fig. 7 から明らかなように、いずれの場合の絞りも Fe-10Ni-1.5Al-0.4Mo (Fig. 3 参照) に比較して大きい。さらに等温長時間時効後に、強度減少によつて説明できない絞りの増加傾向が認められ、これは Fe-10Ni-1.5Al-0.4Mo において時効温度の上昇によつて絞りが増加することと本質的には同じ現象と考えられる。既に指適したように、比較的短時間の時

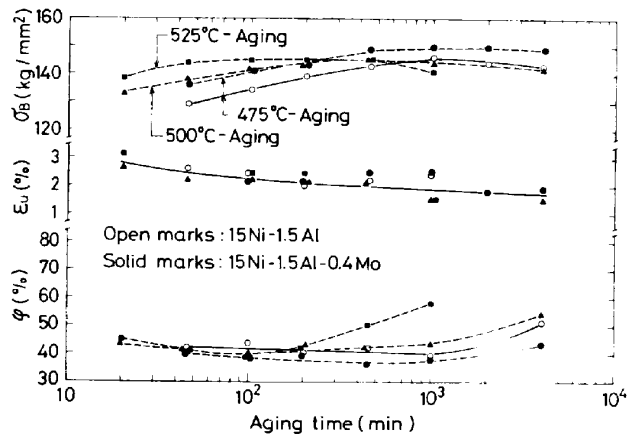


Fig. 6. Tensile properties of Fe-15Ni-1.5Al and Fe-15Ni-1.5Al-0.4Mo maraging steels.

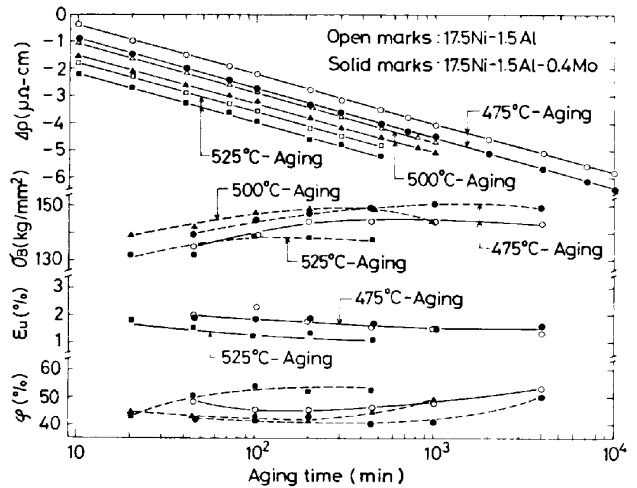


Fig. 7. Fe-17.5Ni-1.5Al and Fe-17.5Ni-1.5Al-0.4Mo: The change in specific resistivity at liquid nitrogen temperature and tensile properties during isothermal aging.

効試料を低歪み速度で引張ると絞りが減少する可能性がある。そこで、時効時間にもなる絞りの変化を低歪み速度の引張りによりさらに明確にし得る可能性もあり、今後の課題である。

Fe-17.5Ni-1.5Al-(0.4Mo) 系の場合、Fig. 7 から明らかなように、時効温度を上昇すると  $\epsilon_u$  が減少する傾向が認められた。 $\epsilon_u$  は強度が増加すると一般に減少することが知られている<sup>18)</sup>。525°C 時効試料は 475°C 時効の場合に比較して強度が小さいばかりでなく  $\epsilon_u$  も小さい。時効温度を上昇した試料において交さすべりが比較的小さいことを示すと考えられる。Fig. 8 は  $\epsilon_u$  と強度との関係を示した結果であるが、同一強度水準での  $\epsilon_u$  の比較において、Ni 含有量の増加にともない  $\epsilon_u$  が減少するとしてよい。 $\epsilon_u$  は塑性挙動に最も影響され、Fe-10Ni-1.5Al-0.4Mo は他の 2 種のマルエージ鋼に比較して交さすべりをおこしにくいと考えられ

<sup>†2</sup> 以下に示す  $\epsilon_u$  は、いずれの場合も約 20% 以上の絞りが得られるような荷重-伸び曲線から求めた結果である。

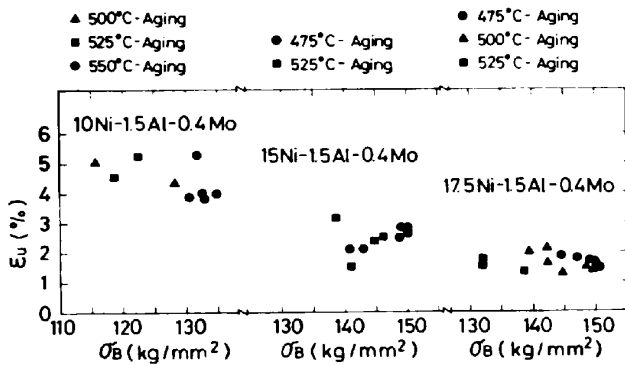


Fig. 8. Uniform elongation versus tensile strength of the maraging steels indicated in the figure.

る。すなわち交さすべりが比較的容易ですべり帯がわん曲しながら隣接結晶粒につながる塑性変形をする場合には、加工硬化しにくいので  $\epsilon_u$  は比較的小さい。一方交さすべりが困難で結晶粒界を境にしてそれぞれの結晶方位に依存した特定の方向 ( $\langle 111 \rangle$ ) にすべるような塑性変形をする場合には粒界に転位の集積が著しく、大きな応力集中を形成してクラックの発生が容易になると考えられる。比較的低温で時効した Fe-10Ni-1.5Al-0.4Mo が絞りの小さい破断をするのは、上記のような塑性挙動によるとするのが妥当と考えられる。

Fe-10Ni-1.5Al-0.4Mo の時効温度を上昇、あるいは他の 2 種のマルエージ鋼では一定温度で長時間時効すると絞りが増加する傾向になることを既に指摘した。Fe-17.5Ni-1.5Al-(0.4Mo) では時効温度の上昇により  $\epsilon_u$  が減少する傾向も認められた。すなわち一定組成のマルエージ鋼でも、時効条件によつて塑性挙動が変動することが明らかである。時効条件を考慮すると、析出が進行し転位の運動で析出相が剪断されにくくなる時効組織において延性が増加する傾向になると考えられる。析出の進行が十分でなく、転位の運動で析出相が比較的容易に剪断される場合に交さすべりがおこりにくく、鋭いすべり帯が生成しやすいことが知られている<sup>10)</sup>。

3.2 Fe-(15~17.5)Ni-2.5Al 系マルエージ鋼

電気抵抗の変化および代表的な引張試験結果を Fig. 9 ~ Fig. 12 に示す。Fig. 5 と Fig. 9, Fig. 7 と Fig. 11 との比較から明らかなように、Al 含有量を増加すると粒界反応組織は生成しやすくなる。また Fe-15Ni-2.5Al の方が Fe-17.5Ni-2.5Al に比較して粒界反応組織を生成しやすいことも明らかである。2.5%Al 含有の場合にも、粒界反応組織の生成は 0.4%Mo の添加により防止される (引張性質を検討した時効条件の範囲において) ことを電顕による薄膜の透過観察で確認した。

Fig. 10 および Fig. 12 から明らかなように、2.5%Al

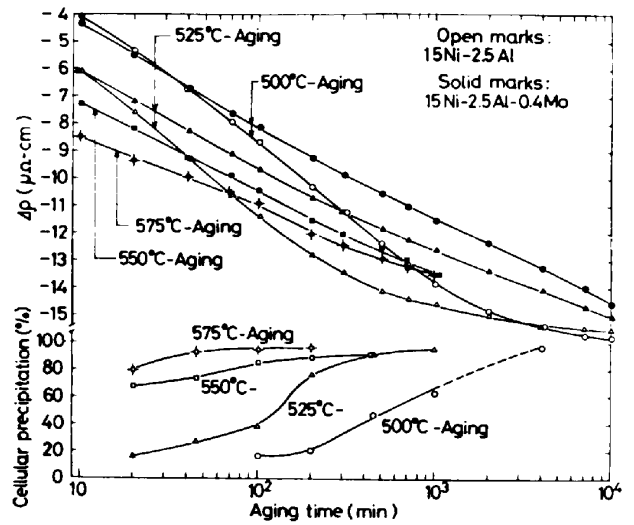


Fig. 9. Fe-15Ni-2.5Al and Fe-15Ni-2.5Al-0.4 Mo : The change in specific resistivity at liquid nitrogen temperature and volume fraction of cellular precipitation during isothermal aging.

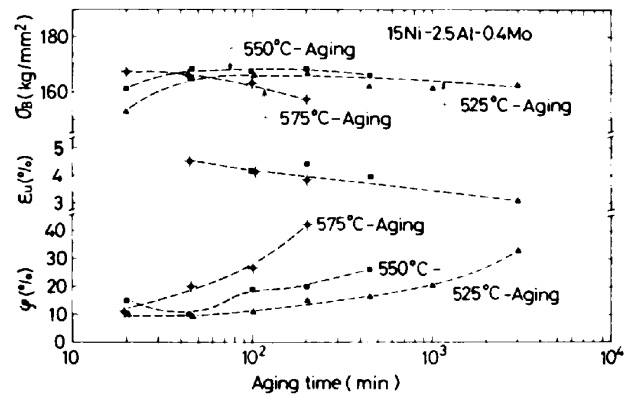


Fig. 10. Tensile properties of Fe-15Ni-2.5Al-0.4Mo maraging steel.

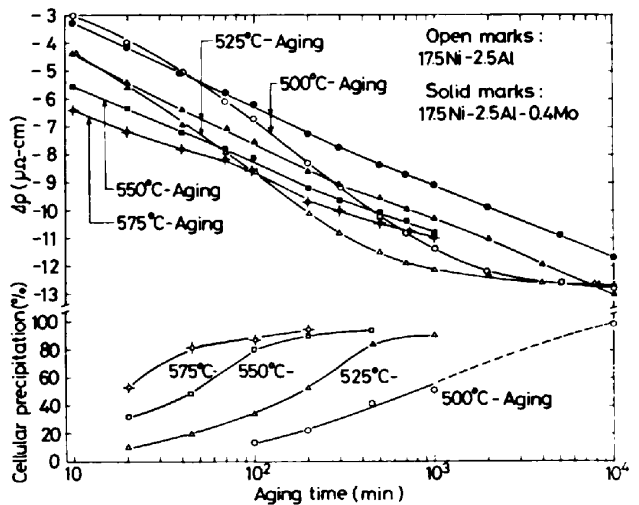


Fig. 11. Fe-17.5Ni-2.5Al and Fe-17.5Ni-2.5Al-0.4Mo : The change in specific resistivity at liquid nitrogen temperature and volume fraction of cellular precipitation during isothermal aging.

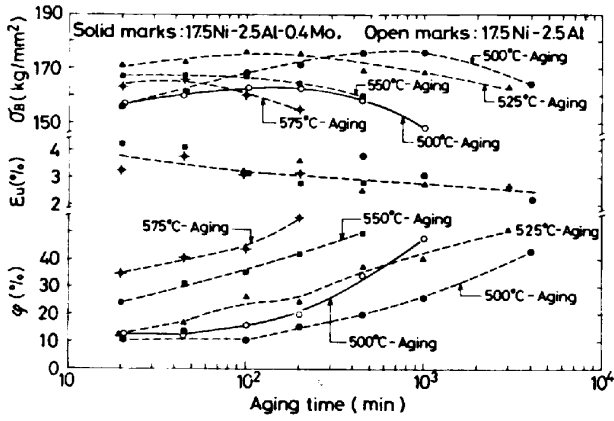


Fig. 12. Tensile properties of Fe-17.5Ni-2.5Al and Fe-17.5Ni-2.5Al-0.4Mo maraging steels.

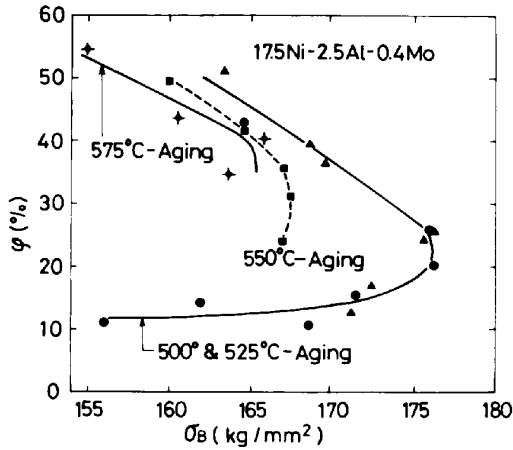


Fig. 13. Reduction of area versus tensile strength of Fe-17.5Ni-2.5Al-0.4Mo maraging steel.

含有試料を比較的短時間時効した後の絞りはい小さい。1.5%Al 含有試料の場合と同様、時効温度を上昇するか一定温度で長時間時効すると絞りは増加する傾向になるが、この傾向は Fe-17.5Ni-2.5Al-0.4Mo においてより顕著である。一例として Fig. 13 に絞り引張強度との関係を示すが、相互の関係は単純でない。引張性質を検討した時効条件の範囲では、逆変態  $\gamma$  相の生成を示す電気抵抗の増加<sup>20)~22)</sup> は認められない。そこで時効温度の上昇あるいは一定温度での長時間時効によつて絞りが増加するのは、時効条件による塑性挙動の変化に主因があると考えられる。鋭いすべり帯の生成傾向や交さすべりの困難さなどが、転位の運動で剪断されにくい析出相の量を増加すると低減すると考えられることを前節で指摘した。Fig. 12 の 500°C 時効の例でも明らかのように、粒界反応組織が少量生成しても絞りがとくに減少する傾向は認められない。また粒界反応組織を生成しない場合、高温あるいは長時間時効後に延性の増加が認められることなどから、時効による脆化を粒界偏析や粒界析出

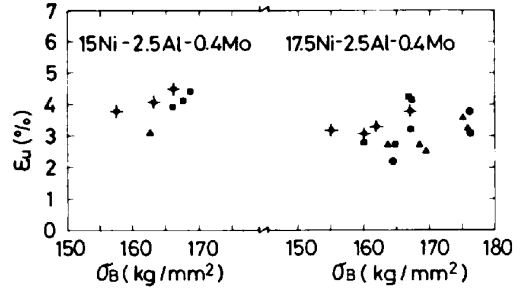


Fig. 14. Uniform elongation versus tensile strength of the maraging steels indicated in the figure.

などによつて説明する考え方<sup>7)8)</sup>には疑問がある。

Fig. 10 および Fig. 12 に示した  $\epsilon_u$  のデータは少ないが、これは約 20% 以上の絞りが認められる場合でないといふ  $\epsilon_u$  を評価しにくいからである。得られた  $\epsilon_u$  を引張強度との関係で示したのが Fig. 14 であるが、引張強度による  $\epsilon_u$  の変化傾向は明らかでない<sup>3)</sup>。しかし  $\epsilon_u$  は時効時間の増加にともない減少する傾向を示す<sup>14)</sup> (Fig. 10 および Fig. 12 参照)。既に指摘したように、交さすべりがおこりやすい場合に  $\epsilon_u$  が小さいとすると、一定組成の試料に関して時効時間を長くすると交さすべりがおこりやすい傾向になることを示すと考えられる。 $\epsilon_u$  に及ぼす時効温度の影響が、Fig. 7 に示した Fe-17.5Ni-1.5Al-(0.4Mo) の場合のように明らかでないのは、それぞれの時効温度について絞りが比較的増加した試料の  $\epsilon_u$  のみを示したためであろう。

Fig. 8 と Fig. 14 との比較から、2.5%Al 系試料は同一 Ni 含有量の 1.5%Al 系試料に比較して高強度であるにもかかわらず  $\epsilon_u$  が大きい。すなわち 1.5%Al 系試料に比較して 2.5%Al 系試料において交さすべりがおこりにくいことを示すと考えられる。なお 2.5%Al 系試料の場合、とくに Fe-15Ni-2.5Al-0.4Mo の絞りを増加するのが困難であるが、Fe-15Ni-2.5Al-0.4Mo の  $\epsilon_u$  は Fe-17.5Ni-2.5Al-0.4Mo の  $\epsilon_u$  に比較してやや大きい場合が多い (Fig. 14 参照)。本報ではデータを省略したが、Fe-10Ni-2.5Al-0.4Mo の場合にも 575°C、200 min 時効で粒界反応組織の生成は認められず、その引張性質は  $\sigma_B = 162 \text{ kg/mm}^2, \phi = 11\%$  で、絞りの増加は Fe-15Ni-2.5Al-0.4Mo に比較してさらに困難である。Al 量の増加あるいは Ni 量の減少にともない高温あるいは長時間時効後にも延性の小さい引張性質を示す傾向が明らかになつたが、これは交さすべりをおこしにくい時効組織が高温あるいは長時間の時効後にもなお保持される傾向になるためと考えられる。

<sup>13), 14)</sup> これらは、前節の 1.5%Al 系試料の場合においても同様であつた。

## 4. 総 括

1) Fe-(10~17.5)Ni-(1.5~2.5)Al 系マルエージ鋼には粒界反応組織が生成する。粒界反応組織の生成量が増加すると引張強度は減少し、延性は増加する。Al 含有量の増加あるいは Ni 含有量の低減により、粒界反応組織は生成しやすくなるが、十分な時効強度を得るにはその生成を防止する必要がある。本報で検討した 575°C 以下の時効に関する限り、0.4%Mo の添加で粒界反応組織の生成を防止することができる。なお粒界反応組織を生成する試料では析出が急速に進行するので、析出にともなう電気抵抗減少は粒界反応組織を生成しない試料に比較して急速である。

2) 時効温度を高くするか一定温度で長時間時効すると、比較的小さい均一伸びを示す時効組織になり延性(絞り)は増加する傾向になる。しかし Al 量の増加あるいは Ni 量の減少にともない、高温あるいは長時間時効後にも均一伸びの大きい時効組織がなお保持される傾向となり、延性の高い引張性質を得るのが困難になる。均一伸びの大きさは交さすべりの難易と関係があり、交さすべりがおこりにくい場合に均一伸びが大きいと考えられる。

3) 鋭いすべり帯の生成傾向が低減し交さすべりが比較のおこりやすい時効組織において、高い延性が得られると考えられる。高温あるいは長時間時効後に延性が増加する傾向になることから、時効による脆化を粒界偏析や粒界析出などによつて説明するのは困難である。

本研究を行うに当たり、熱心に測定を遂行された橋本健一氏に深甚なる謝意を表す。

## 文 献

- 1) G. R. SPEICH: Trans. Metall. Soc. AIME, 227 (1963), p. 1426
- 2) S. FLOREEN: Trans. ASM, 57 (1964), p. 38
- 3) 鈴木朝夫: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 822; Trans. ISIJ, 14 (1974), p. 67
- 4) 金尾正雄, 荒木 透, 沼田英夫, 青木孝夫: 鉄と鋼, 45 (1968), p. 967
- 5) 近崎充夫, 添野 浩, 日本金属学会誌, 39 (1975), p. 817
- 6) 安中 嵩, 荒木 透: 日本金属学会誌, 36 (1972), p. 1203
- 7) S. FLOREEN and G. R. SPEICH: Trans. ASM, 57 (1964), p. 714
- 8) D. R. SQUIRES and E. A. WILSON: Metall. Trans., 3 (1972), p. 575
- 9) 安中 嵩, 荒木 透: 日本金属学会誌, 38 (1974), p. 877; 39 (1975), p. 1194
- 10) 添野 浩: 日本金属学会会報, 20 (1981), p.928
- 12) K. SOENO, T. KURODA, and K. TAGUCHI: Trans. ISIJ, 19 (1979), p. 484
- 13) 添野 浩, 田口和夫, 土屋正利: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 665
- 14) K. SOENO: Trans. ISIJ, 21 (1981), p. 469
- 15) 添野 浩, 田口和夫: 鉄と鋼, 66 (1980), p. 677; Trans. ISIJ, 21 (1981), p. 618
- 16) 添野 浩, 土屋正利: 鉄と鋼, 68 (1982), p. 309
- 17) 添野 浩, 土屋正利: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 1363
- 18) 須藤 一: 日本金属学会会報, 14 (1975), p. 7
- 19) A. KELLY and R. B. NICHOLSON: "Precipitation Hardening", Progress in Material Science, 10 (1963) [Pergamon Press Ltd., London]
- 20) D. T. PETERS and C. R. CUPP: Trans. Metall. Soc. AIME, 236 (1966), p. 1420
- 21) D. T. PETERS: Trans. ASM, 61 (1968), p. 62
- 22) 添野 浩: 日本金属学会誌, 39 (1975), p. 528