

© 1985 ISIJ

Fe-15Ni-3Mn 系時効硬化鋼の時効および窒化による変形の防止

技術報告

石原 襄*・永井 正一*²

Suppression against Distortion of Fe-15Ni-3Mn Age-hardening Steel due to Aging and Nitriding

Joo ISHIHARA and Masaichi NAGAI

Synopsis:

This research project has been carried out in order to develop a new material whose dimensional aspects may be little affected during aging while providing excellent wear resistance, high strength, and good machinability. A series of Fe-Ni-Mn age-hardening steels were alloyed with different quantities of vanadium, cobalt, and molybdenum to improve their properties. Dimensional changes and mechanical properties were checked at various conditions of aging and nitriding.

The results are summarized below.

1. When 3 to 10 percent of vanadium is added to these steels, it is possible to reduce dimensional changes almost completely during aging.
2. By adding 10 percent vanadium to these steels, it is possible to limit the expansion of the surface layer within 1 μm during nitriding and the nitrided layer hardness of HV 1 200 can be reached.
3. High strength of 211 kgf/mm² may be obtained through Fe-10V-3Mn steel with 2 to 3 percent of molybdenum.
4. The best chemical composition in these steels is Fe-10V-15Ni-3Mn-3Mo. In this steel, tensile strength of 211 kgf/mm², matrix-hardness of HV610 and nitrided layer hardness of HV 1 200 are attained by aging for 8 h at 450°C and nitriding for 3 h at 450°C.

A total change in length due to nitriding is usually found to be no more than 1 μm .

1. 緒 言

メカトロニクス等の精密な部品を作成する際に要求される材料の性能として硬化処理の際に寸法変化がないこと、強度および耐摩耗性が大で被加工性が良いことがあげられる。

このような要求に最も適した材料としては低い硬さの時に切削し、その後の時効で硬化し、時効の際に変形しない材料が望ましいが、そのような材料は見当たらない。例えば 18%Ni マルエージ鋼は時効硬化の際に 0.8% 程度収縮する¹⁾。前報で²⁾述べたように筆者らはこの目的のために Fe-Ni-Mn 系^{3)~6)}の合金を選んだ。Fe-Ni-Mn 系合金で最も硬化能の大きな組成は Fe-12Ni-6Mn 合金であるが、この組成では硬化した状態で脆性材料である。この合金の脆性を改良して引張強さを向上させ、さらに窒化層の硬さを増加させ、同時に窒化の際の変形を少なくすることを目的として上記合金へ V を添加した^{7)~10)}。前報では Fe-Ni-Mn 系合金に V を添加した

場合の引張強さの向上について述べた。

そこで本報では Fe-Ni-Mn-V 系合金にさらに Mo, Co^{11)~13)}を添加して引張強さの向上を図り、同時に時効硬化の際に発生する変形量、窒化層の硬さ、窒化による変形量を調査し、最初に述べた開発目標を満たす組成を提案した。

2. 実験方法

試料を得るための溶解原料およびその溶解法、試験片の加工法、熱処理法等は前報²⁾に準じた。Table 1 に引張強さを調査するために用いた試料の組成を示す。

Fig. 1 に変形率測定に使用した試験片の形状及び寸法を示す。寸法測定に当たっては溶体化処理のままの試験片寸法を基準として時効及び窒化による寸法変化を調査した。また窒化処理時の変形は時効処理時の変形と重複するので各試料の時効処理のみの場合の変形量をあらかじめ調査し、その結果を用いて窒化後の寸法変化を補正して算出した。

昭和 59 年 7 月 27 日受付 (Received July 27, 1984)

* (株)日立製作所日立研究所 (現:(株)日立製作所日立茨城工業専門学院) 工博 (Hitachi Research Laboratory, Hitachi, Ltd., Now Hitachi Technical college, 2-17-2 Nishinarusawa-cho Hitachi 316)

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

Table 2 の No. 1~3 は変形率測定に用いた試料の組成である。窒化処理には 10 kW (D. C. 1000 V, 10 A) のイオン窒化装置を使用した。用いた窒化ガス中の H₂ と N₂ の混合比を 1:1 とし圧力は 3 Torr (=400 Pa) と一定にした。また窒化深さおよび窒化層の硬さを測定するための試料の窒化温度は 450°C (723 K) とし、窒化時間のみを 1~52 h の範囲で変化させた。その際窒化時間が 5 h 未満の場合は時効時間が不足して基地の硬さが低いので、その場合は窒化時間と加算した時間が 5 h になるように予備時効を施した後にイオン窒化処理を行った。

Table 1. Chemical composition of specimens.

No.	Element (%)							
	C	Si	Mn	Ni	V	Mo	Co	Fe
120	<0.01	0.23	2.99	15.00	9.99	0.99	—	Bal
121	"	0.24	2.96	14.86	9.91	1.98	—	"
122	"	0.27	2.99	14.99	10.00	2.96	—	"
123	"	0.29	2.99	15.01	9.99	3.95	—	"
124	"	0.31	2.99	15.03	10.01	5.01	—	"
128	"	0.13	2.99	15.02	4.97	1.01	—	"
129	"	0.17	3.01	15.03	5.01	3.01	—	"
130	"	0.20	3.04	14.97	5.03	5.04	—	"
131	"	0.08	2.96	15.00	3.03	0.97	—	"
132	"	0.12	3.04	15.04	3.00	3.03	—	"
133	"	0.16	3.01	15.00	3.00	5.00	—	"
134	"	0.23	2.95	14.78	9.85	0.98	9.22	"
135	"	0.28	2.95	14.81	9.87	2.96	9.23	"
136	"	0.31	2.93	14.80	9.87	4.93	9.20	"
137	"	0.02	2.91	14.80	2.96	0.97	9.18	"
138	"	0.12	2.95	14.83	2.96	2.95	9.23	"
139	"	0.17	2.93	14.80	2.97	4.93	9.21	"

Table 2. Chemical composition of specimens.

No.	Element (%)									Note
	C	Si	Mn	Ni	V	Mo	Co	Cr	Fe	
No. 1	0.06	0.24	3.19	15.49	2.95	4.69	9.10	—	Bal.	Age hardening steel
No. 2	0.07	0.32	3.17	15.50	10.12	1.59	—	—	"	
No. 3	0.05	0.26	2.69	15.78	0.65	1.78	5.76	—	"	
No. 4	"	0.31	2.75	15.19	0.60	1.75	3.84	—	"	
No. 5	"	0.28	3.00	15.41	—	1.78	2.06	1.69	"	

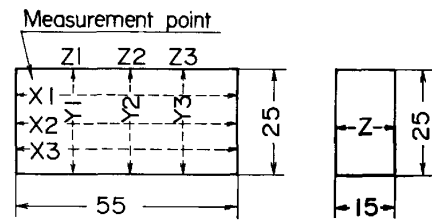


Fig. 1. Test piece for dimensional change and the measuring points.

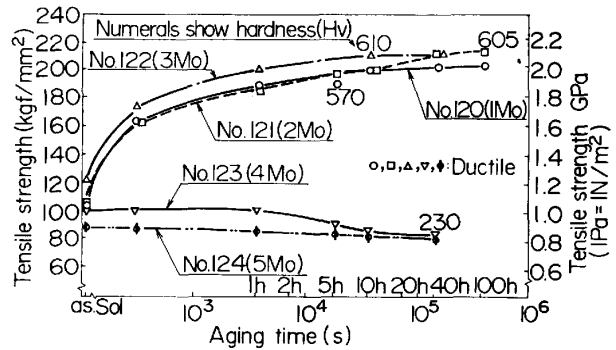


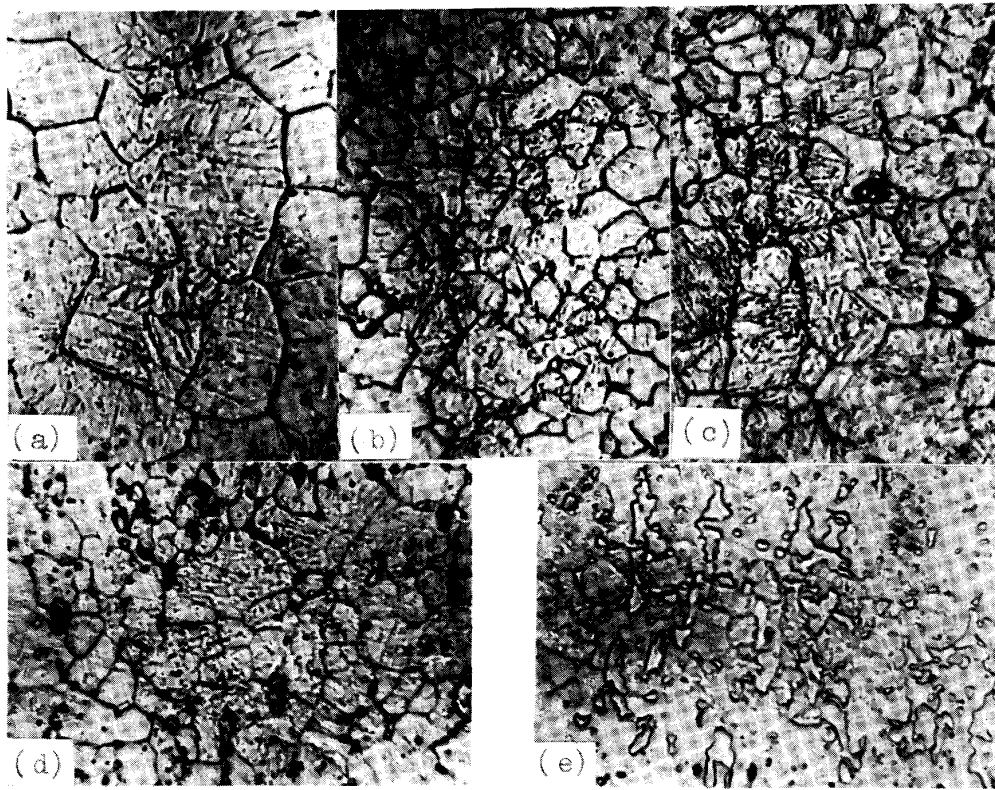
Fig. 2. Change of tensile strength during aging of Fe-10V-15Ni-3Mn-Mo alloys. Quenched from 900°C, subzero treated at -196°C and aged at 450°C.

なお窒化硬さは Table 2 に示す、No. 1~No. 5 組成の 5 試料について調査した。

3. 実験結果

3.1 Fe-V-Ni-Mn 合金の引張強さ、硬さに及ぼす Mo, Co の影響

Fig. 2 は 900°C で溶体化した Fe-10V-15Ni-3Mn-Mo 合金の 450°C 時効後の引張強さと硬さに及ぼす Mo の影響を示す。この結果 Mo 量が 4% 以上では時効硬化性がなくなることがわかった。Photo. 1 にこれらの組織を示した。(d)より Mo 量の少ない場合はマルテンサイト量が多いが、Mo 量が 3.95% 以上の(d) (e)では基地中の残留オーステナイト量が多くなっている。そして Mo 量が 2% では硬さ HV 600 以上、引



(a) 0.99%Mo, (b) 1.98%Mo, (c) 2.96%Mo, (d) 3.95%Mo, (e) 5.01%Mo

Photo. 1. Micro-structures of Fe-10V-15Ni-3Mn-Mo alloys, water-quenched from 900°C followed by aging at 450°C for 10 h. (×1000)

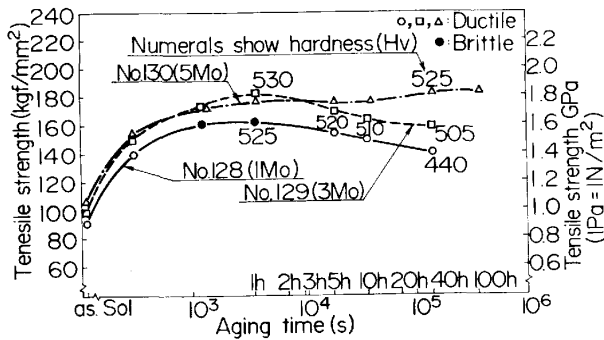


Fig. 3. Change of tensile strength during aging of Fe-5V-15Ni-3Mn-Mo alloys. Quenched from 900°C, subzero treated at -196°C and aged at 450°C.

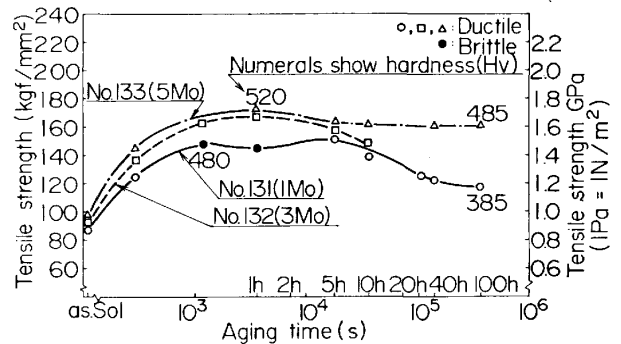


Fig. 4. Change of tensile strength during aging of Fe-3V-15Ni-3Mn-Mo alloys. Quenched from 900°C, subzero treated at -196°C and aged at 450°C.

張強さで 210 kgf/mm² 以上という値が得られた。

次に、V量が 5% の場合について調査した。Fig. 3 は 900°C で溶体化した Fe-5V-15Ni-3Mn-Mo 合金の 450°C 時効後の引張強さ及び硬さに及ぼす Mo の影響を示す。Vが 5% の場合は 1%Mo の添加ではあまり引張強さの増加はみられない。そして Mo の添加量が 3% 及び 5% になった場合には時効後の引張強さが増大する。また、5%V 添加の場合は 10%V 添加の場合と異なつて Mo 量が 5% でも時効硬化する。

次に V量を 3% の場合について示す。Fig. 4 は 900°C で溶体化した Fe-3V-15Ni-3Mn-Mo 合金の 450°C 時効後の引張強さ及び硬さに対する Mo の影響を示した。Mo の効果は 5%V 合金の場合と同様な傾向を示すが、得られる引張強さはそれより若干低い。以上のように V量 5% 以下では Mo 量が多い合金の方が引張強さ大きい、V量が 10% の場合は Mo 量が 4% 以上になるとマルテンサイト変態が抑制され時効硬化が生じなくなるので、Mo の添加量は 3% 以下に制限しなけ

ればならない。

次に Fig. 5 に Fe-10V-15Ni-3Mn-Mo 合金に Co を添加した場合の時効後の引張強さと硬さの変化を示す。本合金に Co を添加すると Mo 量が 3% で時効硬化しなくなり、Mo 量が 1% では時効硬化はするが、得られる引張強さは Co を添加しない場合より低い。

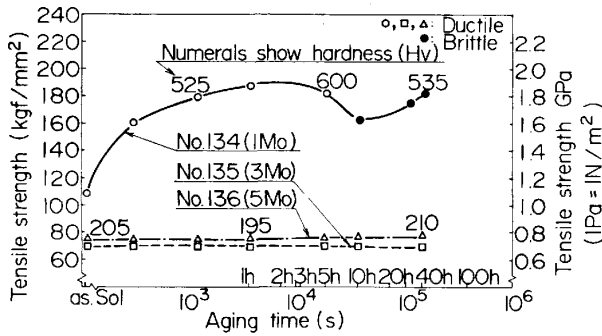


Fig. 5. Change of tensile strength during aging of Fe-10V-15Ni-3Mn-Mo-9.2Co alloys. Quenched from 900°C, subzero treated at -196°C and aged at 450°C.

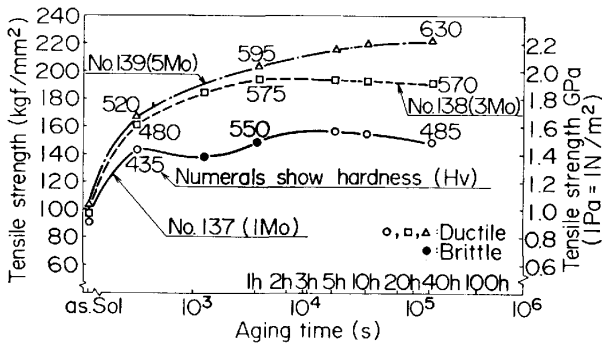


Fig. 6. Change of tensile strength during aging of Fe-3V-15Ni-3Mn-Mo-9.2Co alloys. Quenched from 900°C and aged at 450°C.

Photo. 2 にこれらの組織を示すが、Mo 量が 2% 以上の場合に基地の残留オーステナイト量が多く、時効硬化しなくなるのはこのためである。

Fig. 6 は Fe-3V-15Ni-3Mn-Mo 合金に Co を 9.2% 添加した場合の時効硬化特性を示す。そしてこの場合には Mo 量の多いほど Co 添加による効果が認められた。すなわち Mo 量 5% では引張強さは 220 kgf/mm² を越し、硬さは HV 630 で延性もある。以上のように 10%V 合金に Co を添加しても引張強さは増加しないが、3%V 合金に Co を添加すると引張強さは大きく増加した。以上得られた材料のうちでは Fe-3V-15Ni-3Mn-9Co-5Mo 合金が最も引張強さ、硬さが高く、Fe-10V-15Ni-3Mn-3Mo 合金の引張強さがこれに次いでいる。その他の材料はこれに及ばない。これらの比較図を Fig. 7 に示す。

3.2 時効による寸法変化

Fig. 8 は Fe-3V-15Ni-3Mn-4.7Mo-9.1Co 合金について 900°C から溶体化処理し、450°C で時効処理した場合の時効時間による寸法変化率を示したものであ

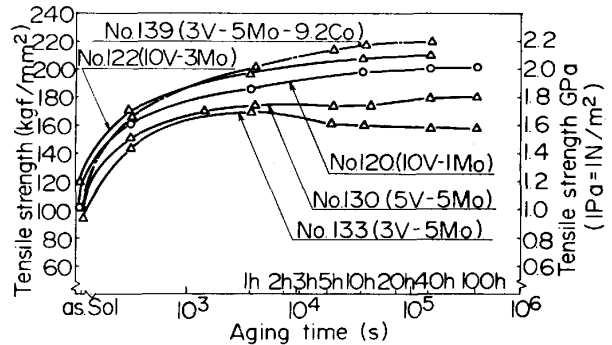
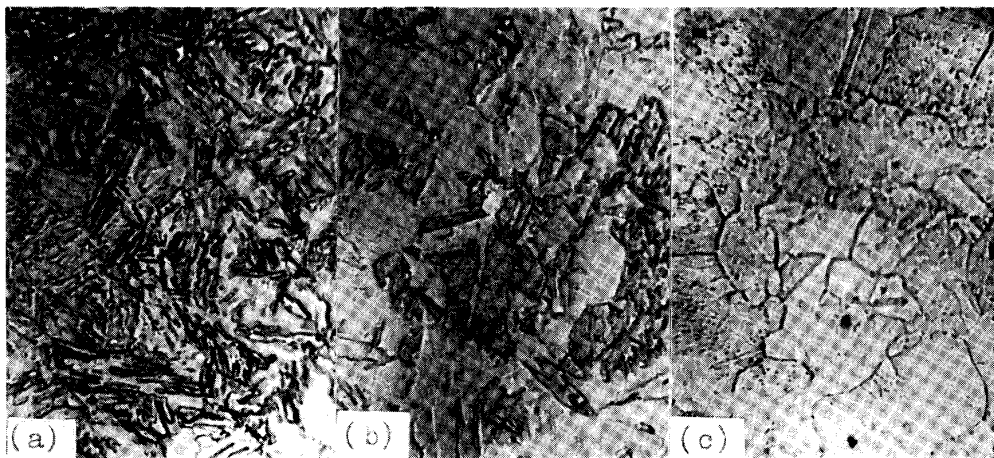


Fig. 7. Change of tensile strength during aging.



(a) 0.98%Mo, (b) 2.96%Mo, (c) 4.93%Mo

Photo. 2. Micro-structures of Fe-10V-15Ni-3Mn-9.2Co-Mo alloys, water-quenched from 900°C, followed by aging at 450°C for 10 h. (×1000)

る。なおここで変形率は溶体化処理状態を基準とし、符号の+は膨脹-は収縮を示す。図から明らかのように時効処理に伴う変形は3軸方向ともほとんど同じ挙動を示し、この点では異方性がほとんどない。そして時効時間30 min までは膨脹を示し、それ以上では収縮に転じ、450°C の時効では15 h の処理で変形は零になる。

Fig. 9~Fig. 11 では No. 1~No. 3 合金の時効温度による変形挙動を示した。なお前述のように時効による寸法変化の異方性はないので、ここでは X, Y 軸についての結果のみ示した。Fig. 9 に示すように時効温度が高くなると初期時効における膨脹率が減じ、長時間時効での収縮率は逆に大きくなる。その結果寸法変化が零を示す時効時間は短時間に移行する。この収縮は析出のためと思われる。

Fig 10. に示す 10%V 合金も 3%V 合金と同様の傾向を示すが、3%V 合金より膨脹量が少なくなっている。一方V量が 0.65% の No. 3 材 (Fig. 11) では 50 h 以内の時効では膨脹のみを示す。同図に示した 18%Ni マルエージ鋼の変形率とくらべると本合金の変形率がいかに少ないかがわかる。

以上の3組成について寸法変化を比較すると Fig. 12 に示すように時効の途中の変化は No. 1 が最も大きく、

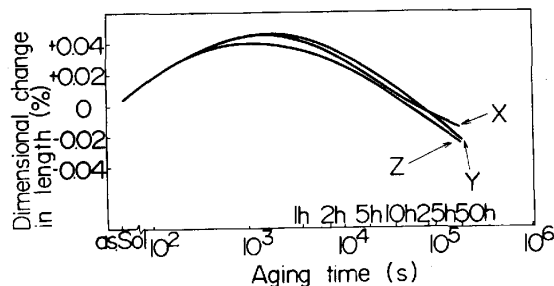


Fig. 8. Dimensional change in length during aging of Fe-3V-15Ni-3Mn-5Mo-9Co alloy. (Aged at 450°C).

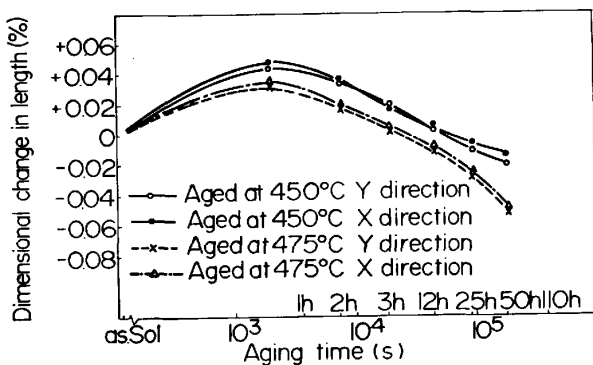


Fig. 9. Dimensional change in length during aging of Fe-3V-15Ni-3Mn-5Mo-9Co alloy. Quenched from 900°C and subzero treated at -196°C.

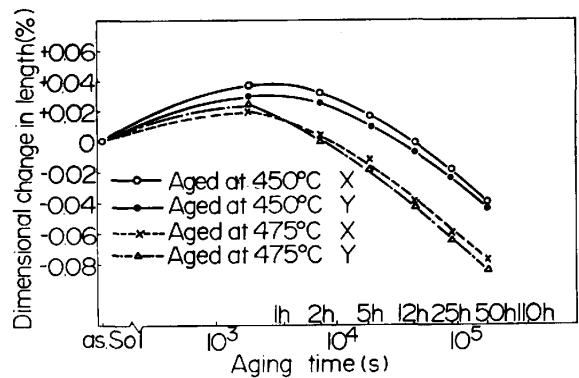


Fig. 10. Dimensional change in length during aging of Fe-10V-15Ni-3Mn-1.5Mo alloy. Quenched from 900°C and subzero treated at -196°C.

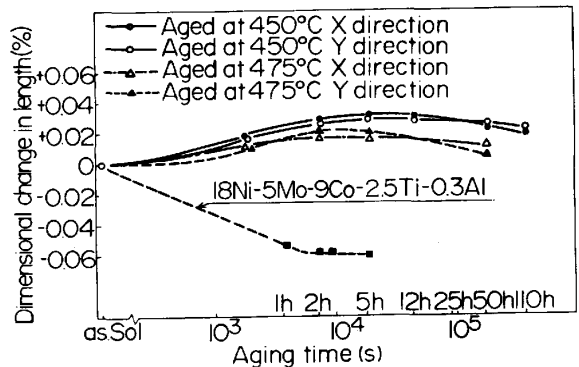


Fig. 11. Dimensional change in length during aging of Fe-0.65V-15Ni-3Mn-2Mo-6Co alloy. Quenched from 900°C and subzero treated at -196°C.

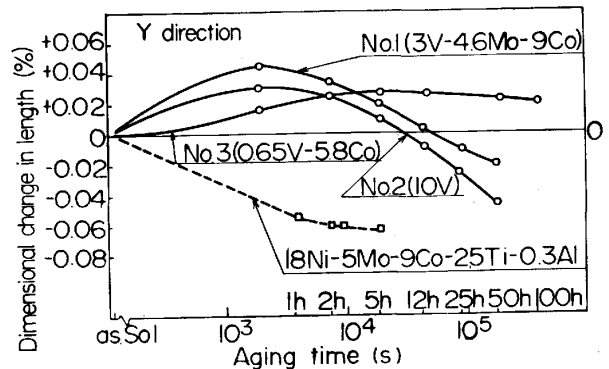


Fig. 12. Dimensional change in length during aging. Quenched from 900°C and subzero treated at -196°C. Aged at 450°C.

No. 3 が最も小さいが、No. 1, No. 2 は変形率が零になる時効時間を持つので、その時間だけ時効すれば実用上はよい。すなわち変形率が零になる時間は 450°C で時効した場合に No. 1 では 12 h を少し越え、No. 2 では 12 h より少し短い程度であるが、この程度の時効時間では過時効にはならず、また破壊も延性破壊である。

一方 18%Ni マルエージ鋼は収縮のみであるので、実用上不便である。

3.3 イオン窒化

Fig. 13 に No. 1~5 合金についてイオン窒化した場合の窒素侵入量を示す。各合金共窒化時間の 1/2 乗に比例して重量は増加している。そしてイオン窒化処理による試料の重量増加率は V 含有量の多い試料ほど大きいことが知られる。すなわちイオン窒化時間 30 h の場合について見ると V を 10% 含む試料 (No. 2) は V 0.65% の試料 (No. 3) に比べて約 2 倍の重量増加が認めら

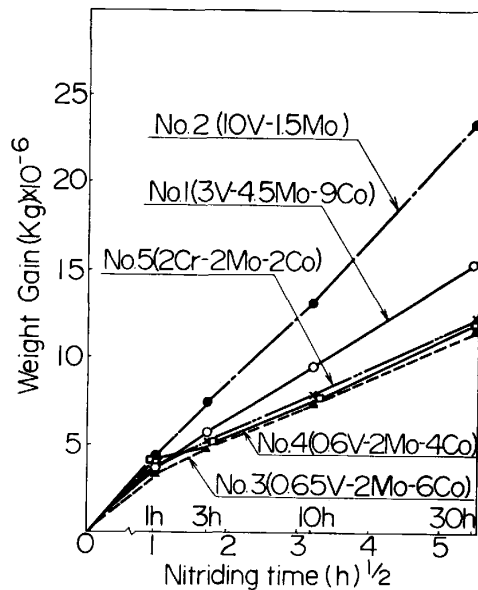


Fig. 13. Relationship between weight gain and nitriding time for bending test pieces.

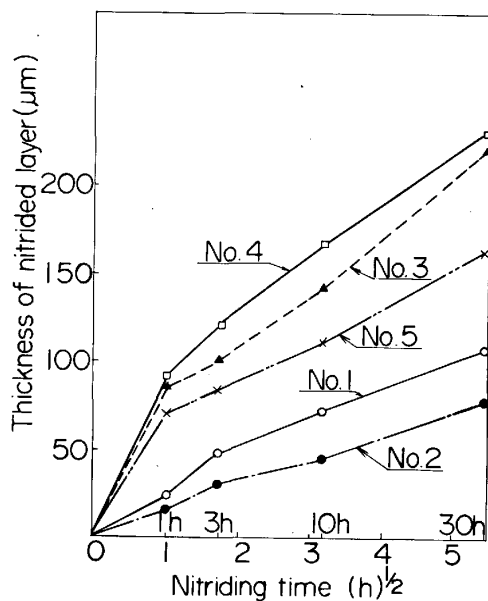


Fig. 14. Relationship between thickness of nitrided layer and nitriding time.

れる。V は窒素と親和力が強いので試料への窒素侵入を促進させることが知られる。ついで Cr 1.69% の試料 (No. 5) について見れば、V 量約 0.65% の No. 3 及び V 量 0.6% の No. 4 とほぼ同等の効果であることがわかる。

Fig. 14 は各試料のイオン窒化時間と窒化層厚さとの関係を示す。窒化層の厚さは顕微鏡組織により測定した。図から窒化層の厚さは上述の窒化増量の場合とは逆に V 含有量の多い試料ほど薄い窒化層を示している。V 添加によつて窒素侵入量は増加するが、一方でその侵入窒素は V と結合して V 窒化物を形成するため合金内部への窒素の拡散侵入が妨げられるものと考えられる。したがつて V の多い試料ほど窒化層の窒素濃度が大きいことが容易に推察される (10%V 合金では 10 h 以上の窒化でいわゆる白層が見られた)。

Fig. 15 は各試料を 450°C で 10 h イオン窒化処理した場合の窒化層の硬さ分布を示す。図において V 量 3% 以上の No. 1, No. 2 の合金の場合には窒化層内での硬さはほぼ一定値を示す。しかし V 量 0.65% の No. 3 及び V 量 0.6% の No. 4 及び Cr 量 1.69% の No. 5 では表面からの距離が大きくなるにしたがつて硬さはゆるやかに低下している。また窒化層の硬さは V 量の多いほど高い値を示しており、No. 2 (10%V) の場合は HV 1200 を有している。

次に窒化による寸法変化については Fig. 16 に示すように窒化による膨脹変形量は V 量の多い試料ほど小さ

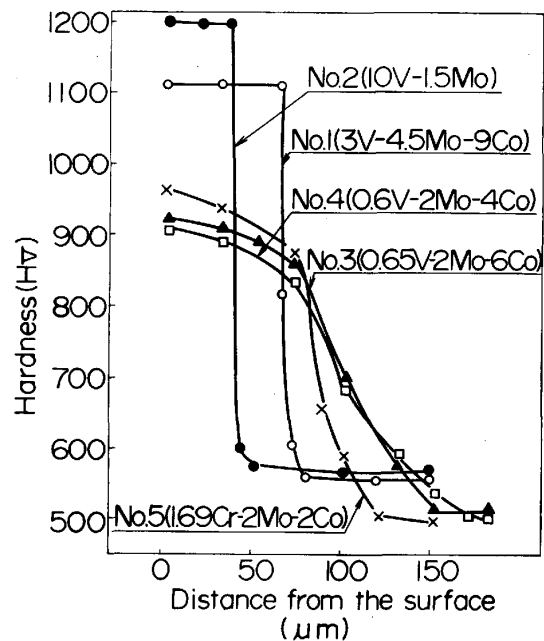


Fig. 15. Hardness-depth curves for various specimens ion-nitrided at 450°C for 10 h.

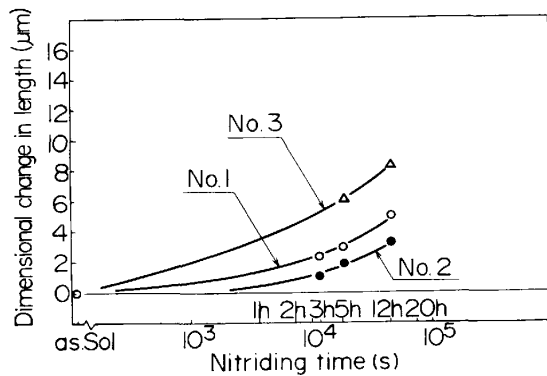


Fig. 16. Dimensional change in length during nitriding. Nitrided at 450°C, quenched from 900°C and subzero treated at -196°C.

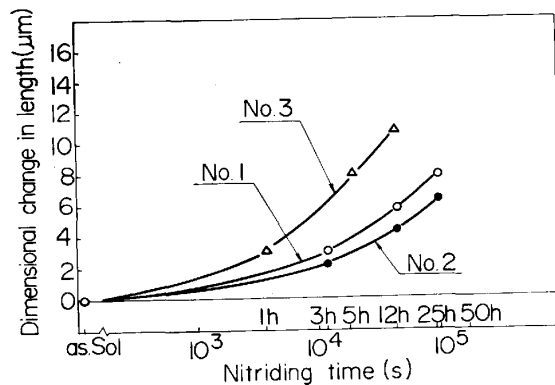


Fig. 17. Dimensional change in length during nitriding. Nitrided at 475°C, quenched from 900°C and subzero treated at -196°C.

い (これは窒化層が薄いためである). 10%V 合金 (No. 2) では 3h の窒化で 1 μm の膨脹を示すのみである. 同一の試料で窒化時間が長くなると膨脹量が多くなるのは窒化層が厚くなるためである. また窒化温度が 475°C (Fig. 17) の場合は前者より膨脹量が多い. これは窒化温度が高いため同一の窒化時間でも窒化層の厚さが厚いためと思われる. 以上のように窒化による膨脹量は窒化厚さによつて変わるが, 膨脹の絶対量は大きなものではない. 打抜型材として実用に供した経験では No. 2 合金を用いて 1 μm 以内の膨脹量で使用することが有利であることが判明した. なお窒化温度と時効温度は同一温度にすることが可能なので通常同一温度で処理するが, その際時効と窒化は同時に進行するものである.

前報に述べたように本合金はメカトロニクス部品用材料を開発することを目的としたものであり, 開発目標性能は以下の 3 項目である.

- (1) 時効前後の寸法変化をゼロとする.
- (2) 窒化後に内部の基地の硬さ HV 500 以上, 引張強さ 160 kgf/mm² 以上あるもの.
- (3) 耐摩耗性向上のため窒化層の硬さを HV 1000

以上とする.

以上の目標を満たす合金として Fe-10V-15Ni-3Mn-3Mo 合金が適している. 本合金は引張強さ 211 kgf/mm² 基地の硬さ HV 610, 窒化層の硬さ HV 1200, 時効変形が零, 窒化による膨脹が 1 μm 以内である.

4. 結 言

以上の実験の結果, 引張強さ, 硬さが大で時効変形量を零にすることが可能な合金を開発した. 得られた結果を要約すると下記ようになる.

- (1) Fe-10V-15Ni-3Mn 合金に Mo を添加した場合に Mo 量が 2~3% の場合に最も引張強さが強くなり, 得られる硬さは HV 610, 引張強さは 211 kgf/mm² である.
- (2) Fe-5V-15Ni-3Mn 合金及び Fe-3V-15Ni-3Mn 合金に Mo を 1~5% 添加した場合は Mo 量 5% で最も引張強さが大きい, V10% の場合より引張強さ, 硬さも低い.
- (3) Fe-V-15Ni-3Mn 合金に Co を 9.2% 添加した場合は V 量 10% では Co の効果はなく, V3% の場合は Co の効果が大きく, 引張強さ 220 kgf/mm², 硬さ HV 630 を得る.
- (4) 本合金で V 量が 3% から 10% までの場合は時効による変形量が零になる時効処理時間が必ず存在する.
- (5) 本合金では V 量を 10% 含む場合は窒化深さは浅いが, 窒化層の硬さは HV 1200 に達し, 窒化処理による膨脹量は最も少ない.
- (6) Fe-10V-15Ni-3Mn-3Mo 合金を 450°C で 8h 時効後 3h 窒化処理したものが最良と考える. すなわち本合金の引張強さ 211 kgf/mm², 硬さ HV 610, 窒化層の硬さ HV 1200 時効変形が零, 窒化による膨脹 1 μm 以内である.

文 献

- 1) 日下邦男, 岩丸正明: 金属材料, 9 (1969) 9, p. 57
- 2) 石原 襄, 永井正一: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 889
- 3) 鈴木朝夫, 田中 実, 淀川正進: 日本金属学会誌, 31 (1967), p. 1075
- 4) 鈴木朝夫, 田中 実, 淀川正進: 鉄と鋼, 54 (1968), p. 776
- 5) 鈴木朝夫: 日本金属学会誌, 32 (1968), p. 1019
- 6) 鈴木朝夫, 田中 実, 小村淳輔: 日本金属学会誌, 31 (1967), p. 1016
- 7) S. FLOREEN: Trans. ASM, 57 (1964), p. 38
- 8) S. FLOREEN and G. R. SPEICH: Trans. ASM, 57 (1964), p. 714

9) 鈴木朝夫: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 822
 10) 山本 襄: 日本金属学会誌, 38 (1974), p. 1088
 11) M. TANAKA: Kyoto International Conference (1971), p. 196

12) D. T. PETERS and C. R. CUPP: Trans. Metall. Soc. AIME (1966) 236, p. 1420
 13) D. T. PETERS and C. R. CUPP: Trans. Metall. Soc. AIME (1967) 239, p. 1981

コ ラ ム

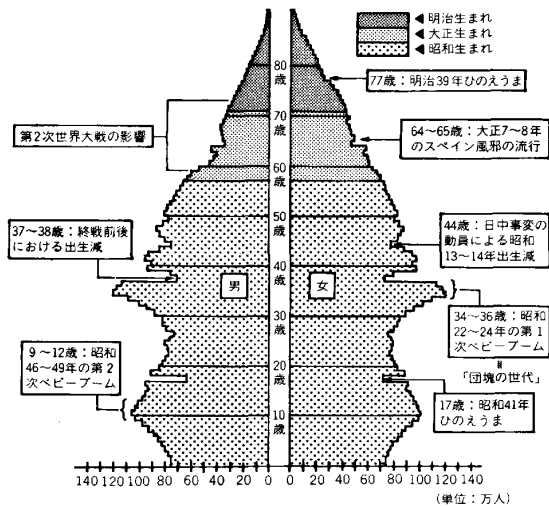
21 世紀の頭脳労働の担手

今 40 才台の方々の中には、お子さんの幼稚園入園願書を入手するために、徹夜を経験された方々がおられるのではないだろうか。ところが最近では、入園希望者が少なく経営不振となり、閉鎖する幼稚園が出はじめている、とのことである。図1を見ると、この10年間で出生数が25%も減少しており、さもありなむ、という感がある。これは第2次ベビーブームの終結に対応している。この出生数の減少が、近々私立大学の経営に影響を与えるだろうということで、各私大はサバイバル策を模索中である。この出生数の減少は、15~20年後の就職人口に影響するようになる。

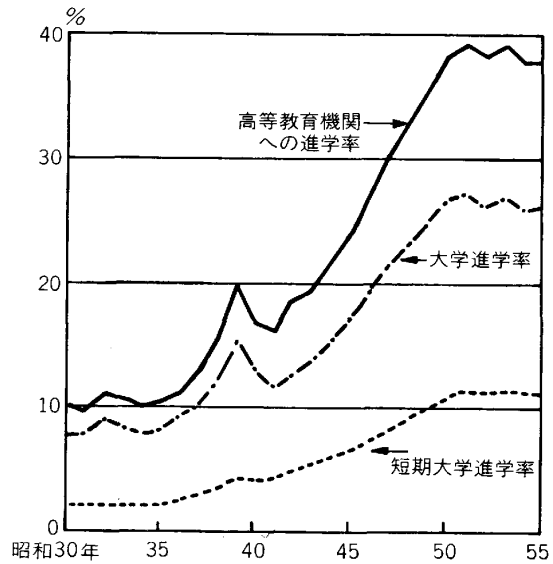
出生数減少は過去になかったわけではなく、第1次ベビーブーム後にも存在していた。このときにあまり問題とならなかったのは、ベビーブームが異常と考えられていたからであろう。また、国民の教員水準の向上意欲により、幼稚園志願者、高等教育志願者の割合が

増加し(図2)それらに入園入学する者の絶対数は減少しなかつた。高等教育を受けたこれらの世代が就職年齢に達したとき、頭脳労働者数はあまり減少しなかつたが、単純労働者数が減少した。このため単純労働者の賃金が上昇し、これが省力化遂行の駆動力ともなり、また本来頭脳労働に従事するはずの人が単純労働に従事するような現象もあらわれた。

第2次ベビーブーム以後はどうなるだろうか。高等教育の進学率の伸びは完全に頭打ちである。この世代が就職年齢になると、単純労働者はもとより頭脳労働者も減少する。物まねの時代の20世紀が終り創意工夫の21世紀となる日本にとって、気がかりなデータである。おそらく、このようなときには、キャリアウーマンが今以上に生き生きと活躍してくれるのではなかろうか。(千葉工業大学金属工学科 雀部 実)



出典: 総務庁統計局「昭和58年10月1日現在推計人口」
 図1 我が国の人口ピラミッド (昭和58年10月1日現在)



(注) 進学率はそれぞれの入学者数(いわゆる浪人を含む.)を3年前の中学校卒業生数で除した比率である。
 出典: 文部省編, 我が国の教育水準 p. 22
 図2 高等教育機関への進学率