

© 1986 ISIJ

# 18Ni マルエージ鋼の強度と靱性におよぼす 未再結晶溶体化処理の影響

論文

栗林一彦\*・堀内良\*

## Influence of Solution Treatment under Unrecrystallized Austenite (Unrecrystallized Solution Treatment) on Strength and Toughness of 18%Ni Maraging Steel

Kazuhiko KURIBAYASHI and Ryo HORIUCHI

## Synopsis:

An addition of small amount of boron, at most several tens ppm, to 18%Ni maraging steel raised remarkably the recrystallization temperature of reversely transformed austenite up to about 1 200 K. This effect of boron addition was utilized to solution treatment of 18%Ni maraging steel under unrecrystallized austenite. It was shown that martensites transformed from unrecrystallized austenites, which contain a numerous number of dislocations, have a marked quality for their high strength and toughness. In consequence, solution treatment under unrecrystallized austenite was found to be a promising heat treatment to improve the mechanical properties of 18%Ni maraging steel.

### 1. 緒 言

ラスマルテンサイト組織 ( $\alpha'$ ) を示す 18%Ni マルエージ鋼を加熱すると 900 K 付近からオーステナイト ( $\gamma$ ) に逆変態する。この逆変態が完了した直後の組織は Fe-Ni 合金<sup>1)2)</sup>と同様にマルテンサイト変態前の旧  $\gamma$  組織と同一の結晶粒径を示し、粒界の位置も旧  $\gamma$  粒界の位置と同じである<sup>3)4)</sup>。この  $\gamma$  相は高密度の転位を含み、1 100 K~1 200 K に加熱すると再結晶を生じることもよく知られている。18%Ni マルエージ鋼の溶体化処理は、通常この再結晶による  $\gamma$  結晶粒の微細化の効果を併せ考えた再結晶温度直上への加熱がとられている。一方、 $\alpha'$  相において時効により析出する Mo や Ti の金属間化合物の溶体化は 18%Ni 系では  $\gamma$  域に加熱することによつて進行する。したがつて Mo や Ti の均一な固溶のみを目的とするならば必ずしも再結晶温度以上に加熱する必要はない。むしろ再結晶温度以下での溶体化処理を行うことができれば、 $\gamma$  相中の高密度の転位が保存され、冷却時のマルテンサイト変態は転位を含む  $\gamma$  相を母相として生じることになる。したがつて未再結晶  $\gamma$  の温度域での溶体化処理 (未再結晶溶体化処理) は、熱処理のみでオースフォームと類似の効果が期待されることになる。実際、細見ら<sup>5)</sup>は 18%Ni マルエージ

鋼について再結晶温度以上の温度で溶体化処理した後、 $4_f$  点以上で再結晶温度以下の温度で再び溶体化処理を施した時に強度が約 50 MPa 高くなることを見出している。また牧ら<sup>4)</sup>は未再結晶  $\gamma$  より生成した  $\alpha'$  のラスの幅が再結晶  $\gamma$  から生成した  $\alpha'$  のラスの幅よりかなり微細化することを明らかにしている。しかし通常の 18%Ni マルエージ鋼では、4 ks 程度の恒温保持で溶体化が完了する下限の温度は再結晶の開始する温度に近く、未再結晶溶体化処理を行うことは、小型試験片を用いた実験室での熱処理の場合には可能であつても、実用的には容易ではない。未再結晶溶体化処理が今日まで実用的な熱処理としてほとんど顧みられなかつたことは、このような原因によると考えられる。したがつて未再結晶溶体化処理がマルエージ鋼の強度と靱性の向上に対し有効な熱処理であるとすれば、この熱処理の実用性を確保するには、逆変態  $\gamma$  の再結晶温度を上昇させる方途を見出すことが先決となる。本報では、微量のボロンの添加が 18%Ni マルエージ鋼の逆変態  $\gamma$  の再結晶温度を上昇させる効果があること、したがつて微量のボロンの添加により未再結晶溶体化処理が容易となり、この熱処理により本鋼の強度と靱性が向上することを明らかにした結果を報告する。

昭和 60 年 12 月 27 日受付 (Received Dec. 27, 1985)

\* 宇宙科学研究所工博 (The Institute of Space and Astronautical Science, 4-6-1 Komaba Meguro-ku, Tokyo 153)

Table 1. Chemical compositions of the present 18%Ni maraging steels.

	Ni	Co	Mo	Ti	B
A steel	18.2	8.7	4.9	0.86	
B steel	18.0	9.1	5.1	0.60	0.001
C steel	18.2	8.5	5.3	0.48	0.003

C, P, S: &lt;0.004 Si, Mn: &lt;0.04 Al: 0.08~0.11

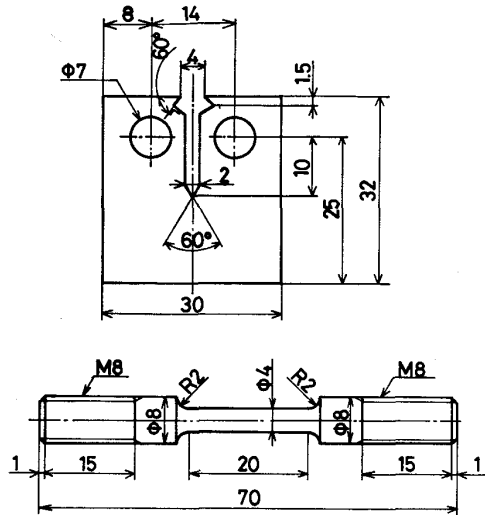


Fig. 1. Tensile and compact tension type specimens.

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材および熱処理

試料は 2.0 GPa 級の 18%Ni マルエージ鋼である。逆変態  $\gamma$  の再結晶温度におよぼすボロンの影響を調べるために Table 1 に示すようにボロン無添加の A 鋼種、ボロンを 10 ppm 添加した B 鋼種、ボロンを 30 ppm 添加した C 鋼種の三種を用いた。熱処理には塩浴炉を用い、焼入れは水冷とした。なお、以下に述べる組織観察、機械的性質の測定には、前歴を消去する目的で 1473 K, 4 ks の加熱後、水冷した試料を出発材として用いた。この高温溶体化処理のため  $\gamma$  結晶粒径は約 300  $\mu\text{m}$  となった。

### 2.2 再結晶温度の測定

逆変態  $\gamma$  の再結晶の開始温度、および終了温度は、1023 K から 1223 K の範囲で 25 K ごとに、それぞれ 4 ks 保持後直ちに水冷した 10 mm  $\times$  10 mm  $\times$  20 mm のブロック状試片の中心部の組織の光学顕微鏡観察により定めた。

### 2.3 溶体化の完了する下限温度

加熱時間を 4 ks とした時の溶体化が完了する下限の温度を推定するため、種々の温度で溶体化処理を行った試料の時効処理 (753 K, 18 ks) 後の硬度測定と、示差熱

分析により溶体化が完了し固溶に伴う吸熱が認められなくなる温度の測定を行った。

### 2.4 機械的性質

機械的性質の測定には、Fig. 1 に示す平行部の寸法が 4 mm  $\phi$   $\times$  20 mm の平滑丸棒試験片、および板厚 10 mm、板幅 25 mm の Compact tension 型の試験片を用い、それぞれ 0.2% 耐力  $\sigma_{0.2}$ 、引張応力  $\sigma_B$ 、絞り  $\phi$ 、伸び  $\delta_t$ 、および ASTM E-399 に準拠した方法により平面ひずみ破壊靱性  $K_{IC}$  を求めた。いずれも所定の溶体化処理後に試験片に加工し、未時効状態の機械的性質を測定する場合以外は、試験片加工後に時効処理を施して測定に供した。

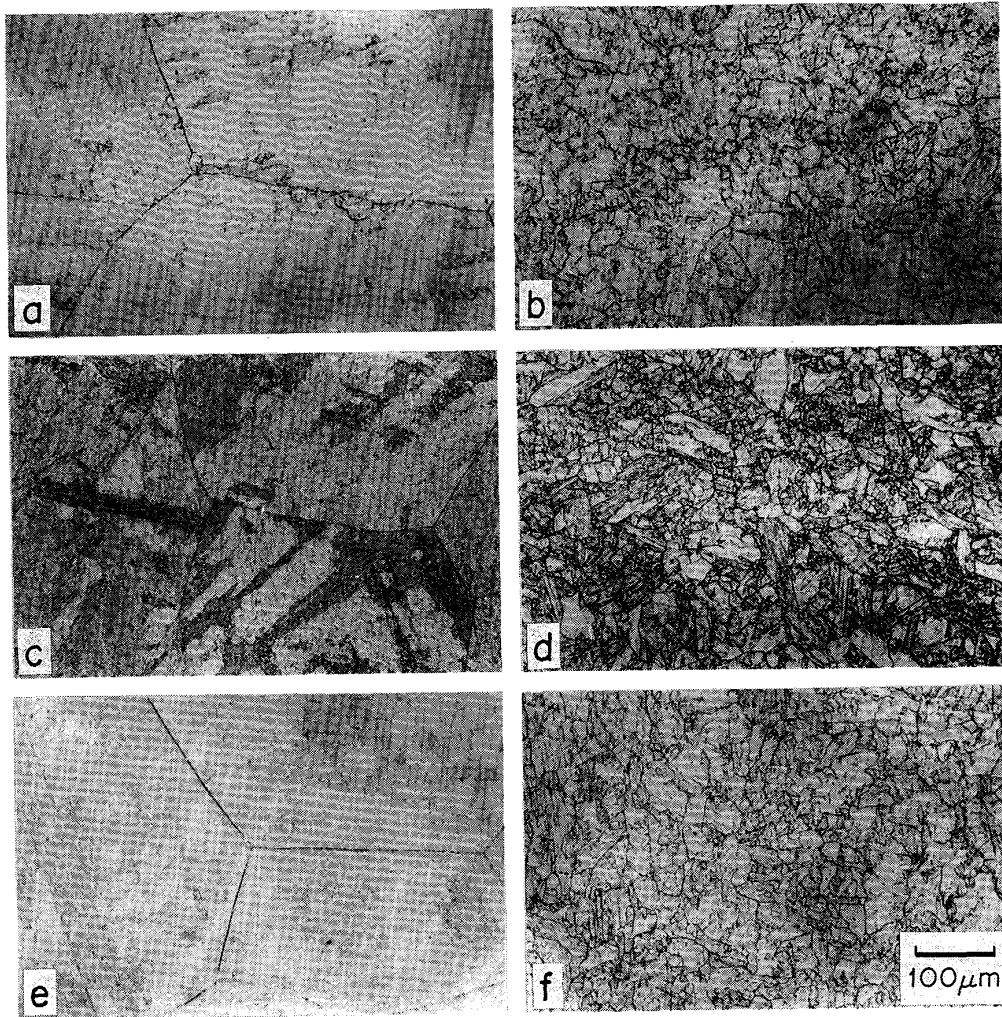
## 3. 実験結果

### 3.1 逆変態オーステナイトの再結晶温度におよぼすボロン添加量の影響

Photo. 1 (a) (b) は、ボロン無添加の A 鋼種について 1473 K, 4 ks の加熱処理後水焼入れした出発材に対して、それぞれ 1048 K, 4 ks, 水冷、および 1098 K, 4 ks, 水冷した試料に対して 10% クロム酸水溶液による電解腐食で  $\gamma$  粒界を出現させた試料の組織写真である。1048 K, 4 ks では粒界三重点近傍に小さな再結晶粒の発生が認められるものの、マトリックスは出発材の粗大粒の状態を示しており再結晶はほとんど進行していない。これを 1098 K, 4 ks にすると再結晶は完了し、出発材の粗大粒は細粒に変わっている。ボロンを 10 ppm 添加した B 鋼種については、c, d に示すように 1123 K, 4 ks では未再結晶の状態であり、1173 K, 4 ks で再結晶が完了している。さらにボロンを 30 ppm 添加した C 鋼種では、e, f に示すように 1173 K, 4 ks では未再結晶のままであり、1198 K, 4 ks で再結晶が完了した。組織観察から求めた再結晶開始温度は A 鋼種で 1048 K、B 鋼種で 1123 K、C 鋼種で 1173 K であり、ボロン無添加の試料に比べて、ボロンを 10 ppm 添加した試料では約 75 K、30 ppm 添加した試料では約 125 K 上昇している。

### 3.2 溶体化の完了する下限温度

Fig. 2 は A 鋼種と C 鋼種について、それぞれの温度で 4 ks の保持後、水冷した試料について、753 K, 18 ks の時効後のビッカース硬度を示している。Table 1 に示したように、A 鋼種は C 鋼種と比べて、Ti 量が多いため硬さのレベルは高くなっているが、いずれも、1023 K~1048 K で最高硬度を示し、それ以下の温度では硬度は急激に低下している。したがって硬さの変化からは 4 ks の保持による溶体化の下限の温度は 1033 K



a : A steel, 1 473K, 4ks-WQ+ 1 048K, 4ks-WQ  
 b : A steel, 1 473K, 4ks-WQ+ 1 098K, 4ks-WQ  
 c : B steel, 1 473K, 4ks-WQ+ 1 123K, 4ks-WQ  
 d : B steel, 1 473K, 4ks-WQ+ 1 173K, 4ks-WQ  
 e : C steel, 1 473K, 4ks-WQ+ 1 173K, 4ks-WQ  
 f : C steel, 1 473K, 4ks-WQ+ 1 198K, 4ks-WQ

Photo. 1. Optical micrographs of A, B and C 18% Ni maraging steels showing grain structures of reversely-transformed austenites, before and after recrystallization, respectively.

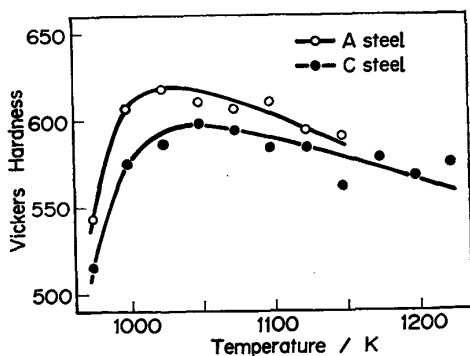


Fig. 2. Variation of vickers hardness as a function of solution treatment temperature in A and C steels. Each specimen was aged at 753K for 18ks.

付近とみなしてよい。

Fig. 3 (a) はC鋼種について 1 473 K から焼入れた試料を室温から 0.1 K/s の昇温速度で加熱した場合の示

差熱の変化を示している。示差熱の測定では、標準試料として Pt を用い、標準試料と熱容量がほぼ等しくなるように調整した円筒状の試料を用いた。Fig. 3 (a) では 810 K 付近に析出による発熱がみられるが、温度の上昇につれて逆変態による吸熱反応と析出物の再固溶による吸熱が重なった複雑な示差熱曲線が観察される。逆変態および溶体化の完了は発熱も吸熱も生じない状態と考えてよいから、この曲線からは 1 050 K 付近と考えられる。ただしこれは 0.1 K/s の連続的な昇温過程の場合であり、一定温度に 4 ks 保持した条件には対応しない。示差熱の測定は比熱測定のような絶対量の測定ではないので、発熱ピークや吸熱ピークの位置や大きさは昇温速度に依存して変化するため、析出や変態の正確な解析は困難であるが、逆に発熱も吸熱も生じない状態を検出するのは容易である。したがって、あらかじめ一定温度で 4

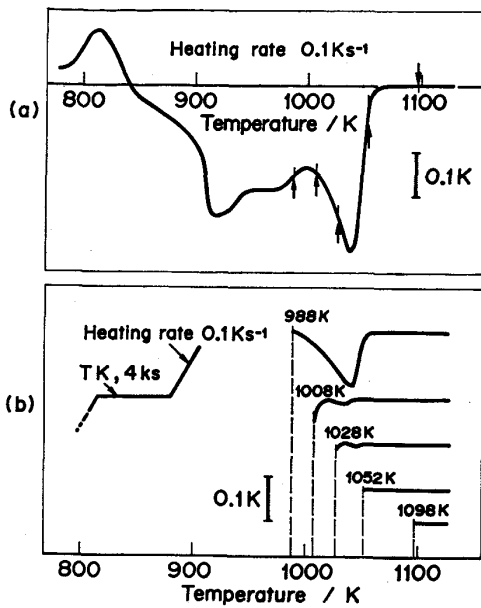


Fig. 3. DTA (differential thermal analysis) curves in C steels, (a) DTA curve, heated continuously at a rate of 0.1 K/s from room temperature to 1130 K. (b) DTA curves, heated subsequently to the isothermal holding at 988 K, 1008 K, 1028 K, 1052 K and 1098 K for 4 ks, respectively.

ks 保持した試料を直ちに 0.1 K/s の一定昇温速度で昇温した場合の示差熱変化から溶体化の完了を判定することを試みた。この結果が Fig. 3 (b) に示されている。988 K, 4 ks 保持では明瞭な吸熱が見られるが、保持温度の上昇とともに吸熱は減少し 1028 K, 4 ks ではわずかな変化が認められるものの 1052 K, 4 ks 以上ではまったく変化が見られなくなる。この結果は、先の時効硬化の硬さ測定で 1023 K~1048 K の溶体化処理で最高硬度を示した Fig. 2 の結果とも一致している。添野ら<sup>9)</sup>は、本実験と同様の Fe-Ni-Co-Mo-Ti 系マルエージ鋼において溶体化の完了する温度と Mo, Ti の添加量との関係を比抵抗の測定と透過電顕の観察から定めている。彼らの結果によると、本実験で用いた 5%Mo-(0.5~0.8) %Ti では溶体化の完了する温度は 1030 K~1040 K となり、上述の硬さ測定と示差熱の測定による結果とよく符合している。したがって、この試料の 4 ks 保持における溶体化完了下限温度は 1033 K 程度とみなしてよい。この下限温度は、A, B, C 三鋼種でほとんど差は認められなかつた。したがって未再結晶溶体化処理が可能な温度域は、前述の再結晶開始温度と併せて考えて、加熱保持時間を 4 ks とした場合、A 鋼種では 1033 K から 1048 K の 15 K, B 鋼種では 1033 K から 1123 K の 90 K, C 鋼種は 1033 K から 1173 K の 140 K となる。

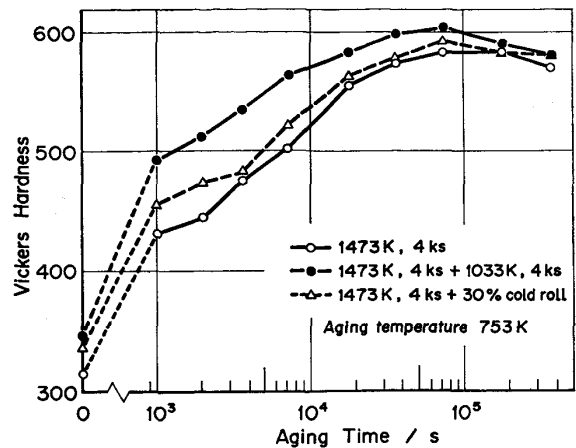


Fig. 4. Variation of vickers hardness during isothermal aging at 753 K in C steels, experienced through three kinds of heat and mechanical pre-treatments.

### 3.3 時効条件の設定

Fig. 4 は、1473 K, 4 ks 水冷の高温溶体化を行ったもの、これに更に 1033 K, 4 ks 水冷の未再結晶溶体化処理を施したもの、および高温溶体化処理材に 30% の冷間加工 (マルフォーム) を加えたものの時効による硬さの変化を示している。未再結晶溶体化処理を行ったものは、高温溶体化処理材に 30% のマルフォームを加えたものより、既に焼入状態で硬さが高く、また時効の初期には硬化も大きい。しかし時効の進行とともにその硬度差は小さくなり、最高硬度を示す 72 ks 時効ではほぼ時効前の硬度差と同程度の差となつている。強度レベルが 1.7 GPa から 2.0 GPa 級の 18%Ni マルエージ鋼の時効処理では、753 K, 10.8~18 ks (900 F, 3~5 h) が広く用いられている<sup>7)</sup>。この時効条件は、図から明らかかなように最高硬度より約 10% 程度下まわつた硬度値を与える亜時効の状態に相当している。本実験では強度、靱性などの機械的性質を測定するための時効処理としては、いずれの前処理でも最高硬度を示す 753 K, 72 ks と、通常行われている 753 K, 18 ks の二種類の時効処理を行った。

### 3.4 機械的性質におよぼす未再結晶溶体化処理の影響

Fig. 5 は、C 鋼種について 1473 K, 4 ks から水冷した出発材とその後に逆変態  $\gamma$  の未再結晶温度域である 1033 K から 1173 K までの温度範囲で、それぞれ 4 ks 恒温保持後水冷した試料の  $\sigma_B$ ,  $K_{IC}$  の溶体化温度依存性を示している。時効条件は 753 K, 18 ks である。 $\sigma_B$  は溶体化の下限温度である 1033 K での未再結晶溶体化処理により出発材の高温溶体化処理材より約 340 MPa 上昇している。未再結晶温度域でも溶体化温度の上昇につれてこの効果は減少するが、 $K_{IC}$  は 1063 K から

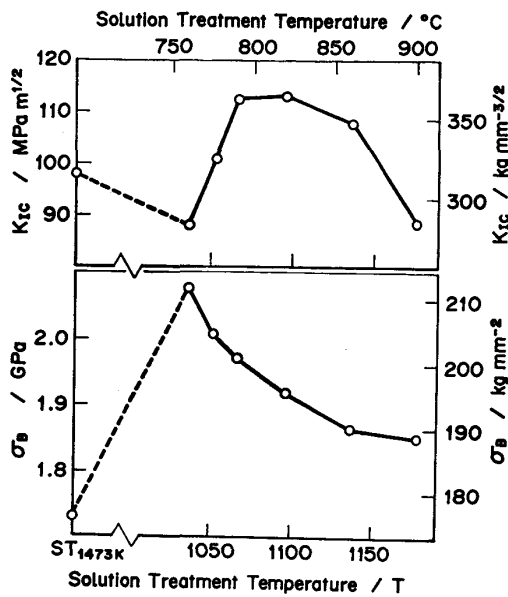


Fig. 5. Variation of mechanical properties with solution treatment temperatures in C steels, aged at 753K for 18ks.

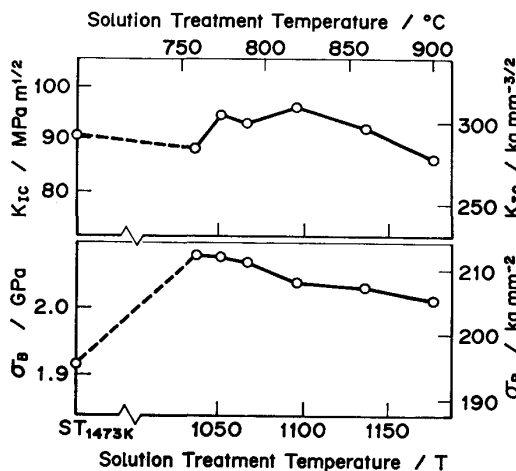


Fig. 6. Variation of mechanical properties with solution treatment temperatures in C steels, aged at 753K for 72ks.

1093 K の温度域での溶体化処理によつて向上する。

Fig. 6 は 時効条件を 753 K, 72 ks とした場合の  $\sigma_B$  と  $K_{IC}$  の溶体化温度依存性を示している。Fig. 5 と比較して、溶体化温度の変化に対する  $\sigma_B$  と  $K_{IC}$  の変化の程度は小さくなるものの、 $\sigma_B$  は溶体化温度の低下とともに単調に増加し、また  $K_{IC}$  は 1063 K から 1093 K の温度域で向上し、溶体化温度に対する依存性には Fig. 5 と類似の傾向が認められる。

未再結晶温度域の高温部、特に 1133 K 以上の温度での溶体化処理を施したものでは、 $\sigma_B$  の低下とともに  $K_{IC}$  も低下する。この強度と靱性の低下については次節で検討するが、加熱温度の上昇に伴う  $\gamma$  の回復によ

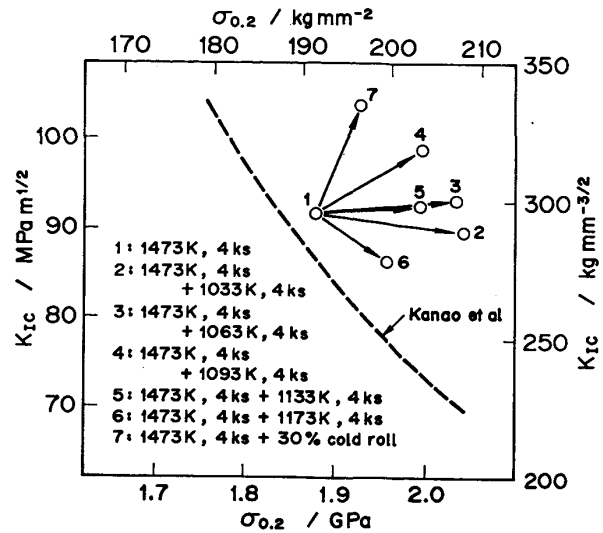


Fig. 7. Changes of  $\sigma_{0.2}$  and  $K_{IC}$  due to 30% marforming and various unrecrystallized solution treatments in C steels.

る影響と、特に 1173 K, 4 ks の溶体化処理では、ポロン含有化合物の粒界析出による脆化が開始しているものと考えられる。

Fig. 7 は、1473 K, 4 ks の熱処理後に水冷した出発材の  $\sigma_{0.2}$  と  $K_{IC}$  が未再結晶溶体化処理によつて、どのように変化するかを示している。ただし、時効条件はいずれも 753 K, 72 ks である。図中に破線で示された曲線は、合金組成を変えることによつて強度レベルを変化させた場合の 18%Ni マルエージ鋼について、金尾ら<sup>8)</sup>によつて求められた  $\sigma_{0.2}$  と  $K_{IC}$  の関係を示している。高強度鋼においては、一般に強度と靱性は背反し、強度を上昇させると、 $K_{IC}$  が著しく低下する。したがつて、材質の強靱化に対する評価としては強度と靱性がともに向上する場合のみでなく、強度の向上により靱性が低下する場合でも、その低下量が予期される値より小さい場合には強靱化が図られたものと考えてよい。Fig. 7 に示した曲線について金尾らは  $K_{IC} \propto \sigma_{0.2}^{-3.2}$  の関係を求めている。この関係を 2.0 GPa 級 18%Ni マルエージ鋼の強度と破壊靱性の関係の基準とし、比例定数  $D$  をとすれば、

$$D = K_{IC} \sigma_{0.2}^{3.2}$$

となり、 $D$  値の大きいものほど、強靱性が向上した材質と考えることができる。数値を無次元化するため上式を

$$D = (K_{IC}/K_{IC}^0) (\sigma_{0.2}/\sigma_{0.2}^0)^{3.2}$$

とし、 $K_{IC}^0$ ,  $\sigma_{0.2}^0$  として出発材の値 ( $K_{IC}^0 = 91.5 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ ,  $\sigma_{0.2}^0 = 1870 \text{ MPa}$ ) を用いると、金尾らの曲線に対する  $D$  は  $D = 0.955$  となる。図中の種々の熱処理を行った 1, 2, ..., 6 の点に対する  $D$  をそれぞれ  $D_1, D_2,$

…、 $D_6$  とすると、 $D_1=1.00$ 、 $D_2=1.25$ 、 $D_3=1.31$ 、 $D_4=1.29$ 、 $D_5=1.23$ 、 $D_6=1.07$  となる。18%Ni マルエージ鋼の  $K_{IC}$  と  $\sigma_{0.2}$  の関係が上式で与えられるとするならば、これらの  $D$  値は出発材の  $D$  値 ( $D_1$ ) を基準とした場合の材質の強靱性を表す指標となる。したがって、未再結晶温度域の低温側での溶体化処理による強靱性の向上率は 25%~31% となる。

30% のマルフォームを加えたものはものは  $D_7=1.23$  となり  $D$  値として見ると 1133 K の未再結晶溶体化処理とはほぼ同等の強靱性の向上が見られる。しかし、この場合は靱性の向上に特徴があり<sup>†</sup>、一方、未再結晶溶体化処理は強度の上昇が特徴となっている。

#### 4. 考 察

##### 4.1 溶体化処理の際の回復の影響

$\alpha'$  組織を示す 18%Ni マルエージ鋼を加熱し、 $\gamma$  相に逆変態させると、旧  $\gamma$  相と同一の組織となり、結晶粒径はもちろん、結晶粒界の位置も同一となる。しかし、この  $\gamma$  相は高密度の転位を含み、加熱温度を上昇させると再結晶を生じ、ほとんど転位を含まない再結晶粒組織に変化する。

本報で明らかにしたように微量のボロンの添加により、この再結晶温度が著しく上昇し、4 ks の恒温保持で溶体化が十分に進行し、また  $\gamma$  相が未結晶組織を保つ温度範囲は 30 ppm のボロンを添加した C 鋼種では 1033 K から 1173 K となる。しかし結晶粒組織の上で変化が認められないとしても、加熱温度の上昇は回復の進行を促し、転位密度を低下させることが考えられる。未再結晶溶体化処理は、転位を含む  $\gamma$  相を母相とすることによってマルテンサイトの強靱化を図つたものであるから転位密度を大幅に低下させるような回復の進行は望ましくないものと思われる。

Fig. 8 は、C 鋼種について未再結晶温度域の種々の温度で 4 ks の溶体化を行つたものを  $\gamma$  相の状態のまま  $M_d$  点以上の 653 K で高温引張試験を行つた場合と、同様な溶体化処理後に水冷して  $\alpha'$  組織としたものを時効処理することなく引張試験を行つた場合について  $\sigma_{0.2}$  を求めた結果である。図では、高温の 1473 K、4 ks の溶体化処理を行つた再結晶状態の  $\sigma_{0.2}$  を基準として、これに更に未再結晶溶体化処理を加えたものの耐力の上昇分 ( $\Delta\sigma_{0.2}$ ) と溶体化温度の関係を示している。未再結晶状態の  $\gamma$  組織は転位密度が異なるのみで、結晶

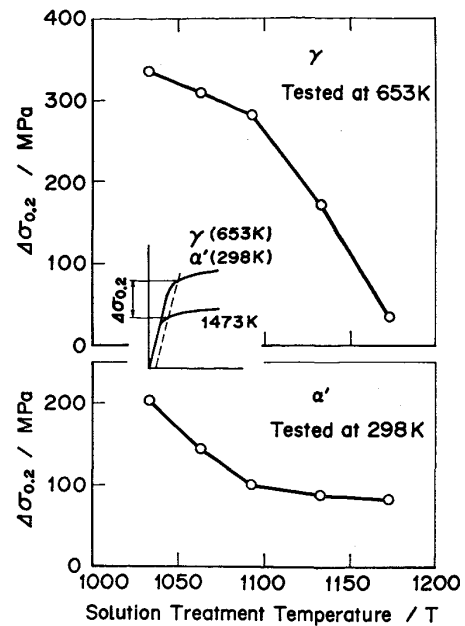


Fig. 8. Variation of  $\Delta\sigma_{0.2}$  increments of  $\sigma_{0.2}$  with solution treatment temperatures in C steels. Upper part of this figure indicates  $\Delta\sigma_{0.2}$  in austenite tested at 653K and lower part of this figure in martensite tested at room temperature, respectively.

粒径などは旧  $\gamma$  組織と同一であるから、 $\gamma$  相の状態での耐力の変化を支配しているものは転位密度の変化と考えられる。図から明らかのように 1100 K 以上の溶体化処理では回復が急速に進み、転位密度の低下が著しくなる。

$\alpha'$  組織についても、先の  $\gamma$  相の場合と同様、1473 K、4 ks の溶体化処理材の  $\sigma_{0.2}$  を基準として、耐力の上昇分 ( $\Delta\sigma_{0.2}$ ) と溶体化処理温度の関係として示している。溶体化処理温度が低く、転位密度の高い  $\gamma$  から形成された  $\alpha'$  の強度は高く、 $\gamma$  中の転位密度の低下とともに強度は低下する。しかし  $\gamma$  の回復が急速に進行する 1100 K 以上の領域では、耐力はほとんど変化がなく、ここでは  $\gamma$  相の転位密度と対応した関係にはない。 $\gamma$  相の回復の進行によりサブグレイン組織をとることの影響とも考えられるが、この理由は明らかにできていない。

未再結晶溶体化処理後、時効処理を行つたものの強靱化は 1100 K 以下の溶体化処理で顕著であることを Fig. 5, Fig. 6, Fig. 7 で示した。この範囲では溶体化温度が低いほど、強度が高く、破壊靱性は溶体化温度が高いほど逆に高い。しかし強度と靱性の相関として考えた強靱性には、いずれも 25~31% の向上が現れ、この原因が  $\gamma$  相の高い転位密度に由来したものと考えることは妥当と思われる。

<sup>†</sup> 加工度を大きくすれば強度の向上も期待できるが  $K_{IC}$  の測定には 10 mm の板厚を必要としたため本実験では加工度は 30% に制限された。

Table 2. Variation of mechanical properties due to solution treatment under unrecrystallized austenite in coarse-grained and fine-grained C steels.

$d$ ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	$\sigma_B$ (MPa)	$\phi$ (%)	$K_{IC}$ (MPam)	$D$	
300	R	1 870	1 930	26	91.5	1.00
	U	1 990	2 040	30	97.0	1.29
30	R	1 940	1 990	56	85.3	1.04
	U	2 030	2 090	58	92.3	1.31

R: Recrystallized solution treatment  
 U: Unrecrystallized solution treatment (1093K, 4ks→WQ)  
 Aging condition: 753K, 72ks  
 D: Index of strengthening and toughening  
 $D = (K_{IC}/K_{IC}^0) (\sigma_{0.2}/\sigma_{0.2}^0)^{3.2}$   
 Where  $K_{IC}^0$  and  $\sigma_{0.2}^0$  are values of standard material heat-treated at 1473K for 4ks

#### 4.2 オーステナイト結晶粒径の影響

本報で基準とした試料は 1473 K, 4 ks の高温溶体化処理材であるため,  $\gamma$  粒径は約 300  $\mu\text{m}$  の粗大粒となつている. 18%Ni マルエージ鋼において  $\gamma$  粒径の微細化は延性値 (伸び, 絞り), 強度, 破壊靱性のすべてを向上させると報告されている<sup>9)</sup>. したがって実用的な微細粒組織についても未再結晶溶体化処理の効果を検討する必要がある. Table 2 に C 鋼種について粗大  $\gamma$  粒と微細  $\gamma$  粒組織<sup>12)</sup>を持つ試料の再結晶溶体化処理と未再結晶溶体化処理の  $\sigma_{0.2}$ ,  $\sigma_B$ ,  $\phi$ ,  $K_{IC}$  と 3.4 で定義した強靱化指標の  $D$  値を示した.

再結晶溶体化処理状態で比較すると, 結晶粒の微細化により  $\phi$  の上昇が顕著であり,  $\sigma_{0.2}$ ,  $\sigma_B$  も上昇している.  $K_{IC}$  は若干低下するが  $D$  値としてはほとんど変化しない. 未再結晶溶体化処理でも結晶粒の微細化により,  $\phi$  の顕著な上昇と  $\sigma_{0.2}$ ,  $\sigma_B$  の上昇が見られ, 強度の上昇に対応して  $K_{IC}$  が若干低下する点は再結晶溶体化処理のものと同様であるが, 未再結晶溶体化処理は, 微細粒組織に対しても粗大粒組織の場合と同様に, 靱性を損なわずに強度を向上させている. 粗大粒組織の再結晶溶体化処理を基準とした  $D$  値は粗大粒の未再結晶溶体化処理で 1.29, 微細粒の未再結晶溶体化処理で 1.31 と両者共にほぼ 30% の向上となる. したがって,  $D$  値に関する限り, 旧  $\gamma$  組織によらず未再結晶溶体化処理による強靱化は 30% 程度と見ることができ.

未再結晶溶体化処理の効果が組織に依存しないこと

<sup>12)</sup> ボロンを 30 ppm 含む C 鋼種の逆変態  $\gamma$  の再結晶温度である 1223 K, 4 ks の熱処理で,  $\gamma$  の結晶粒は 30  $\mu\text{m}$  程度に微細化される. しかし, この熱処理によると, 粒界に  $M_3B_2$  型のほう化物の析出が生じ, 破壊靱性は低下する. この傾向は Fig. 5 で, 1133 K 以上の温度での溶体化処理で, 強度と靱性が共に低下することからもうかがわれる. このほう化物の析出は別報で詳述するように, 1250 K 付近を鼻とする C 曲線を示すため, この温度以上の高温で短時間の熱処理を加えれば, 析出のない再結晶組織を得ることができる. 本報で行った微細粒組織の調整は, 塩浴炉により 1373K, 100s の熱処理によって析出を避けて粒径を 30  $\mu\text{m}$  としたものである.

は, 溶接部のように組織の制御が十分には行い難い部分の性能向上の熱処理としても適用可能と考えられる. 実際, 溶接構造として製作されているロケットチャンバーにもこの未再結晶溶体化処理の適用を試み, 慎重な校正試験を現場作業として行い, 有効性を確認して, 実機の製作に適用している.

#### 4.3 オースフォーム, マルフォームとの比較

未再結晶溶体化処理は熱処理のみで  $\gamma$  相中の転位密度を高め, この  $\gamma$  から生じたマルテンサイトを強靱化しようとするもので, その特徴は靱性を損なわずに強度を上昇させるというオースフォームに類似した効果にある. オースフォームが加工によつて  $\gamma$  相中の転位密度を高めるのに対し, 未再結晶溶体化処理は変態によつて導入された転位をそのまま保つことを狙つているので, 両者には類似の効果が現れるはずである. 安中ら<sup>10)</sup>の報告によると, マルエージ鋼は炭素をほとんど含まないためオースフォームによる強度上昇の効果は炭素を含む鋼に比して小さいとされ, KURA ら<sup>11)</sup>は 18%Ni マルエージ鋼の 616 K におけるオースフォームにより, 加工度 1% あたり約 2 MPa の強度の上昇を報告している.

Fig. 5 に示されたように未再結晶溶体化処理による 200 MPa を越える強度の上昇は, かなり大きな加工度のオースフォームと同等になる.

マルエージ鋼の強化法としてはマルフォーム (冷間加工) の効果が知られており, 加工度 1% 当たり, 3MPa 程度の強度の上昇が報告されている<sup>12)</sup>. また詳細は別報にゆずるが, 本鋼種では前述のようにマルフォームと未再結晶溶体化処理の組み合わせが可能であり, マルフォームによつて導入されたマルテンサイト中の高い転位密度を逆変態  $\gamma$  に引き継がせることにより, この熱処理の強靱化効果をさらに拡大向上させることもできる.

### 5. 総 括

18%Ni マルエージ鋼に微量のボロンを添加することにより高密度の転位を含む逆変態  $\gamma$  の再結晶温度を著しく上昇させることができた. この効果を利用して, 溶体化処理を目的とする熱処理中にも再結晶による転位の消滅を阻止して, 高密度の転位を含む  $\gamma$  をマルテンサイトの母相とする未再結晶溶体化処理を実用的に可能とした.

熱処理のみでオースフォーム類似の効果も期待できるこの未再結晶溶体化処理による材質の強靱化の詳細を実験的に検討し, 未再結晶溶体化処理はマルエージ鋼に対して実用性の高い効果的な熱処理となることを明らかにした.

## 文 献

- 1) N. NISHIYAMA: *Sci. Rep. Tohoku Univ., Series 1*, 23 (1934), p. 637<sup>\*</sup>
- 2) S. KAJIWARA: *Phil. Mag.*, A39 (1979), p. 325
- 3) 細見広次, 芦田喜郎, 波戸 浩, 安宅 龍, 石原和範, 中村 均: *鉄と鋼*, 64 (1978), p. 595
- 4) 牧 正志, 森本啓之, 田村今男: *鉄と鋼*, 65 (1979), p. 1598
- 5) 波戸 浩, 石原和範, 芦田喜郎, 細見広次: *鉄と鋼*, 59 (1973), S523
- 6) 添野 浩, 土屋正利, 田中和夫, 黒田哲郎: *鉄と鋼*, 69 (1983), p. 815
- 7) R. F. DECKER, J. T. EASH and A. J. GOLDMAN: *Trans. ASM*, 55 (1962), p. 58
- 8) 金尾正雄, 河部義邦: *日本金属学会会報*, 12 (1973), p. 309
- 9) 宗木政一, 河部義邦, 高橋順次: *鉄と鋼*, 69 (1983), S556
- 10) 安中 嵩, 荒木 透: *日本金属学会誌*, 32 (1968), p. 1008
- 11) E. B. KULA, C. F. HICKEY, Jr.: *Trans. AIME*, 230 (1964), p. 1707
- 12) 添野 浩, 黒田哲郎, 土屋正利, 田口和夫: *鉄と鋼*, 62 (1976), p. 220