

© 1989 ISIJ

論 文

マルエージング鋼の遅れ破壊特性におよぼす
Ni, Co, Mo, Ti および Al 含有量の影響細見 広次*・森本 啓之*²・芦田 喜郎*³Effects of Ni, Co, Mo, Ti and Al Contents on the Delayed-
failure Susceptibility of Maraging Steels

Koji HOSOMI, Hiroyuki MORIMOTO and Yoshio ASHIDA

Synopsis:

Effects of alloy compositions on the delayed-failure susceptibility have been studied on Ni-Co-Mo-Ti-Al maraging steels by means of tensile tests with varied strain rates, electron microscopy and fractography.

The results are as follows: Strengthening only by Ti and/or Al additions causes the enhancement of the delayed-failure susceptibility, while the addition of Mo is effective in suppressing the susceptibility by preventing the harmful precipitation along prior austenite grain boundaries. Co also acts as an inhibitor for the delayed-failure when strengthened by Ti and/or Al and Mo, while the addition of Co is not necessary for the tensile strength below 200 kgf/mm². Ni is most effective in suppressing the delayed-failure as well as strengthening.

A Co-free 18Ni-2Mo-2Ti maraging steel exhibited the tensile strength as high as 200 kgf/mm² and very low delayed-failure susceptibility.

All fracture surfaces of tensile specimens with high delayed-susceptibility were intergranular at the crack initiation site near the surface of the specimen.

Key words: maraging steels; Co-free maraging steel; alloying elements; ultra-high strength; delayed-failure; hydrogen embrittlement.

1. 緒 言

一般に、鉄鋼材料は、高強度化に伴って遅れ破壊等の脆化の危険が高くなることがよく知られており、マルエージング鋼においても、比較的低温で時効した場合に延性の引張速度依存性が顕著になり、低速引張で延性が著しく低下することが報告されている^{1)~9)}。これは、高強度と低温時効組織とが遅れ破壊感受性を高めたためと考えられている。また、比較的高温で時効した場合には、遅れ破壊感受性が改善されることが報告されている⁵⁾⁷⁾¹⁴⁾、その改善の程度は組成や強度レベルによつて異なるものと考えられる。

マルエージング鋼の高強度化をはかるには、強化元素の含有量を増加させるのが最も容易な方法であるが、遅れ破壊感受性の低い超高張力鋼を合金設計するために

は、強化に利用する合金元素の種類、量と遅れ破壊感受性との関係を明らかにしておく必要がある。本研究では、Ni, Co, Mo, Ti および Al 量を変えたマルエージング鋼を用いて、延性の引張速度依存性から遅れ破壊感受性を評価して、マルエージング鋼の強化に利用される合金元素の種類および量の強度と遅れ破壊感受性におよぼす影響を検討した。

2. 実 験 方 法

2.1 供試材

Ni-Co-Mo-Ti-Al 系のマルエージング鋼について、Ni: 9~18%, Co: 0~8%, Mo: 0~5%, Ti: 0~3%, Al: 0~0.5% の範囲で合金元素の含有量を変えて、遅れ破壊感受性におよぼす影響を検討した。

供試材は真空高周波溶解により 10 kg 鋼塊を溶製し、

昭和 58 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 63 年 8 月 26 日受付 (Received Aug. 26, 1988)

* (株)神戸製鋼所技術情報企画部 工博 (Technical Information & Planning Department, Kobe Steel, Ltd.)

*² (株)神戸製鋼所材料研究所 (Materials Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd., 1-3-18 Wakihama-cho Chuo-ku Kobe 651)

*³ (株)神戸製鋼所材料研究所 工博 (Materials Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd.)

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

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Co	Mo	Ti	Al
0 Ti	<0.0004	0.007	<0.001	0.001	0.0038	18.02	—	2.00	<0.02	0.12
0.5 Ti	0.0009	<0.004	0.002	0.001	0.0032	17.98	—	2.07	0.55	0.11
1 Ti	<0.0004	0.005	0.001	0.001	0.0034	18.18	—	2.04	0.92	0.12
1.5 Ti	<0.0004	0.009	0.002	0.001	0.0031	17.68	—	2.05	1.54	0.085
2 Ti	<0.0004	0.005	<0.005	0.001	0.0032	18.06	—	1.98	1.99	0.014
2.5 Ti	<0.0004	0.009	0.004	0.002	0.0028	17.63	—	2.05	2.54	0.087
0.3 Al	0.0004	0.010	0.004	0.001	0.0033	17.79	—	2.06	2.04	0.30
0.5 Al	<0.0004	0.008	0.002	0.001	0.0028	17.80	—	2.09	2.03	0.50
0 Mo	<0.0004	0.011	0.001	0.001	0.025	17.72	—	<0.01	2.02	0.086
0.5 Mo	0.0058	0.011	0.002	0.018	0.028	17.84	—	0.53	1.95	0.114
1 Mo	0.0049	0.007	0.002	0.004	0.022	17.77	—	1.04	1.94	0.114
5 Mo	0.0044	0.009	0.002	0.001	0.026	17.65	—	4.67	2.28	0.10
9 Ni	0.0054	<0.001	0.001	0.010	0.0021	9.03	—	2.09	1.96	0.115
12 Ni	0.0057	0.003	0.002	0.006	0.0026	12.06	—	2.04	1.94	0.110
15 Ni	0.0044	0.003	0.003	0.004	0.0028	15.03	—	1.91	1.96	0.118
2 Co	0.0024	0.005	<0.005	0.001	0.0031	18.18	2.00	1.98	2.00	0.013
4 Co	0.0009	0.007	0.0017	0.001	0.0026	17.86	3.99	2.02	2.00	0.10
6 Co	0.0007	0.007	<0.001	0.001	0.0025	17.76	6.34	2.04	2.01	0.10
8 Co	0.0006	0.009	<0.001	0.001	0.0023	17.96	8.36	2.03	2.04	0.10
6 Co-1.5 Ti	0.0006	0.009	<0.001	0.001	0.0025	17.83	6.46	2.05	1.56	0.097
6 Co-2.5 Ti	0.0005	0.009	<0.001	0.001	0.0025	17.86	6.59	2.02	2.57	0.10
6 Co-3 Ti	0.0008	0.008	<0.001	<0.001	0.0023	17.61	6.41	2.03	2.98	0.10
6 Co-0.3 Al	0.0012	0.007	0.0028	0.001	0.0024	17.86	6.26	1.99	2.03	0.28
6 Co-0.5 Al	0.0008	0.007	0.0012	0.002	0.0027	17.97	6.38	2.01	1.96	0.50

N : <18 ppm O : <70 ppm

1200°C, 8 h の均質化処理後, 熱間鍛造および熱間圧延により 10 mm 厚の板材に仕上げた. 各鋼の化学組成を Table 1 に示した. 各鋼の組織状態をそろえるため, 溶体化処理は再結晶組織の得られる条件, 時効処理はほぼ最高硬さの得られる条件を採用した. 多くの成分系でそれぞれ, 850°C, 30 min, AC および 500°C, 3 h, AC であったが 5% Mo 材では再結晶温度が高いため 900°C, 30 min, AC の溶体化処理を施した. また, Ni 量の低下とともに再結晶温度は上昇し, ピーク時効条件も長時間側へ移行することがわかったので, 15% Ni 材では 950°C, 30 min, AC および 500°C, 5 h, AC, また 12% Ni, および 9% Ni 材では 950°C, 30 min, AC および 500°C, 16 h, AC の溶体化処理および時効処理を施した.

2.2 引張試験

引張試験には, 平行部の径 3.5 mm, ゲージ長さ 20 mm の丸棒平滑引張試験片を用いた. 室温大気中にて, 引張歪み速度 (以下 $\dot{\epsilon}$) を $5 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$ の範囲に変えて引張試験を行い, 引張強さと絞りを測定した. 遅れ破壊感受性は, 高速引張の代表として $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$, 低速引張の代表として $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の場合の絞り値の差から, 速度低下に伴う脆化度として評価した. なお, 引張試験片は時効処理の前後で平行部をエメリー紙の #1000 で仕上げ研磨し, 表面疵を取り除いた後, デシケーター内に保管し, 引張試験直前に取り出した.

2.3 組織観察

遅れ破壊感受性におよぼす析出物の影響を調べるため

カーボン抽出レプリカ法による透過電子顕微鏡観察を行った. 腐食液は塩化第 2 鉄のアルコール溶液 (塩化第 2 鉄 10 g + エタノール 120 cc + 塩酸 30 cc), 電解液は 10% アセチルアセトン溶液 (アセチルアセトン 10 cc + メタノール 89 cc + テトラメチルアンモニウムクロライド 1 g) を使用した. 電解はく離条件は電流密度 20~40 (mA/cm²) であった.

2.4 破面観察

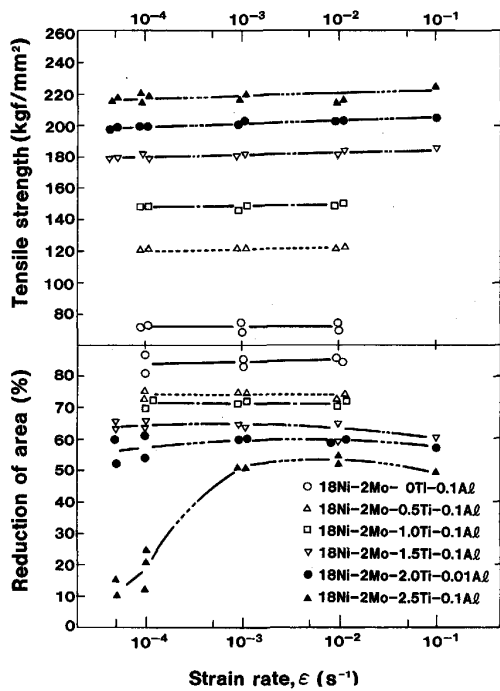
絞りが, 低速引張と高速引張で著しく変化する遅れ破壊感受性の高い鋼種について, 低速引張 ($\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$) と高速引張 ($\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ または $1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$) との引張試験後の破面を走査型電子顕微鏡にて観察した.

3. 実験結果および考察

3.1 引張性質の引張速度依存性におよぼす合金元素の影響

a) Ti, Al および Mo の影響

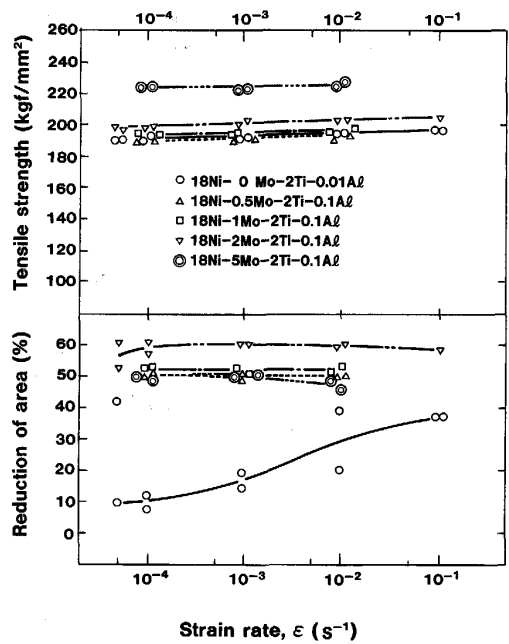
18Ni-2Mo-0.1Al を基本組成とし, Ti 量を 0 から 2.5% まで変えた場合の引張強さと絞りの $\dot{\epsilon}$ による変化を Fig. 1 に示す. 引張強さは, Ti 量の増加とともに上昇し, 72 kgf/mm² から 217 kgf/mm² まで変化する. しかし, 各 Ti 量で $\dot{\epsilon}$ を $5 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$ の範囲で変化させても, 引張強さはほぼ一定で, 引張強さの $\dot{\epsilon}$ 依存性は認められない. 一方, 絞りは Ti 量の増加による強度上昇に伴い低下するが, 2.0% までは $\dot{\epsilon}$ によらず



Solution annealing : 850°C, 30 min, AC Aging : 500°C, 3 h, AC
 Fig. 1. Relation between Ti contents and the strain rate dependence of the tensile properties of 18Ni-2Mo-Ti-0.1Al maraging steels.

ほぼ一定の値であるのに対し、2.5%では $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-5}$ および $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で絞りが著しく低下する現象が認められる。この低速引張時の延性の著しい低下は、遅れ破壊によるものと考えられ、18%Ni マルエージング鋼でも比較的低温で時効した場合に同様の現象が報告されている^{1)~9)}。本研究ではすべてほぼピーク時効状態で評価することにより、低温時効の遅れ破壊におよぼす影響をとり除いている。その結果、Ti量の増加により高強度化を図れば、Ti量2.5%以上で遅れ破壊感受性が高くなることがFig. 1から明らかになった。

つぎに、18Ni-2Mo-2Ti系で引張強さと絞り値におよぼすAl量の影響について調べた結果0.5%Al添加で $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の場合に絞りの低下が認められ、遅れ破壊感受性の高くなったことがわかった。一方、Mo量の影響はFig. 2に示したようにTi、Alの場合と少し異なる。すなわち、18Ni-2Ti-0.1Alを基本系に、Mo量を0~5%に変化させると、強度レベルの最も低い0%Moの場合に、絞りの $\dot{\epsilon}$ 依存性が大きく、遅れ破壊感受性が高い。0.5%以上のMo添加により、絞りの $\dot{\epsilon}$ 依存性はなくなり、5%Moでは225 kgf/mm²の強度レベルでも絞りは約50%一定で、遅れ破壊現象は認められない。



Solution annealing : 0 ~ 2Mo 850°C, 30 min, AC, 5Mo 900°C, 30 min, AC Aging : 500°C, 3 h, AC

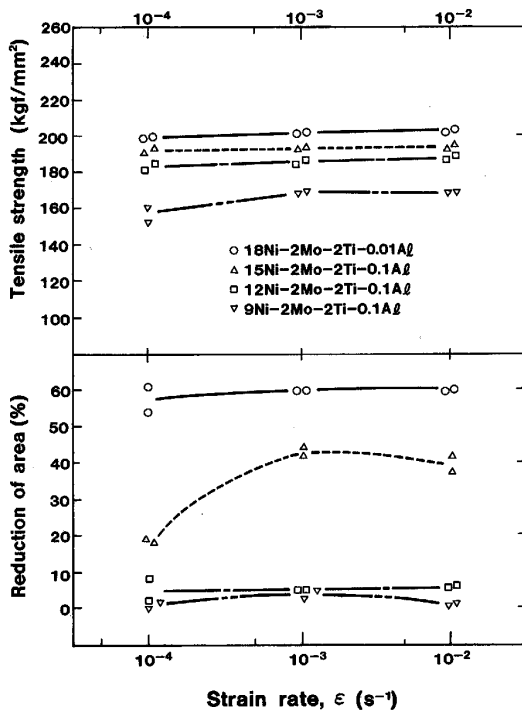
Fig. 2. Relation between Mo contents and the strain rate dependence of the tensile properties of 18Ni-Mo-2Ti-0.1Al maraging steels.

b) Niの影響

Ni量の遅れ破壊感受性におよぼす影響を検討するため、2Mo-2Ti-0.1Alを基本系にNi量を9~18%に変化させて、引張強さおよび絞りの $\dot{\epsilon}$ 依存性を調べた。その結果、Niの影響はFig. 3に示すとおりで、強度が増すと、遅れ破壊感受性が高くなるという通常の結果とは逆の結果が得られた。すなわち、18%Niでは、絞りの $\dot{\epsilon}$ 依存性は認められないが、Ni量を減少させて15%にすると、引張強さが低下するにもかかわらず、 $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の低速引張時の絞りが著しく低下する現象が認められ、遅れ破壊感受性が高くなることがわかった。さらに、12%Ni、9%Niでは、高速引張である $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ においても、絞りが低下した。

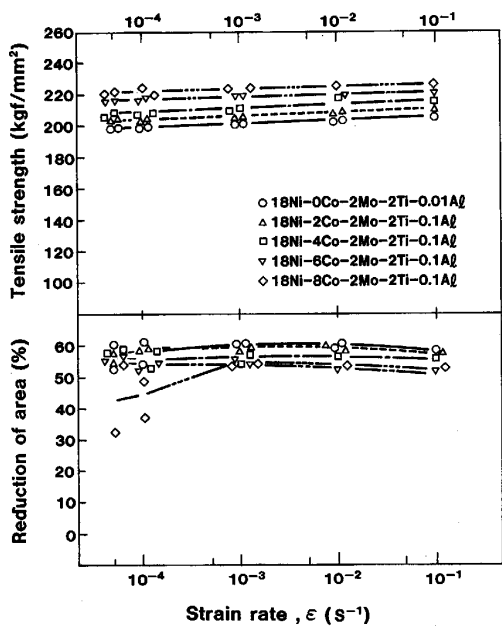
c) Coの影響

18Ni-2Mo-2Ti-0.1Alを基本系として、Coを0~8%の範囲で変化させた場合の結果をFig. 4に示した。Co6%以下では絞りは全ての $\dot{\epsilon}$ の範囲で一定であったが、8%Coでは $\dot{\epsilon}$ が $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 以下の低速引張時に絞りが少し低下した。すなわち、Co添加により強化すると、6%Coまでは遅れ破壊は認められないが、8%Coで少し現れる。そこで、6%Co系でさらにTi、Al量を増加して高強度化した場合の遅れ破壊感受性の変化を調べ、CoとTiあるいはAlとの同時添加の効果を検討し



Solution annealing : 18Ni 850°C, 30 min, AC. 9 ~ 15Ni 950°C, 30 min, AC
 Aging : 18Ni 500°C, 3 h, AC. 15Ni 500°C, 5 h, AC. 12, 9Ni 500°C, 16 h, AC

Fig. 3. Relation between Ni contents and the strain rate dependence of the tensile properties of Ni-2Mo-2Ti-0.1Al maraging steels.



Solution annealing : 850°C, 30 min, AC Aging : 500°C, 3 h, AC

Fig. 4. Relation between Co contents and the strain rate dependence of the tensile properties of 18Ni-Co-2Mo-2Ti-0.1Al maraging steels.

た. その結果 Co と同時添加すれば, Ti または Al の単独添加に比べてより高強度まで遅れ破壊感受性を高めることなく強化できることがわかった. 以上のように Co の添加は遅れ破壊を抑制する効果があるが, 引張強さが 200 kgf/mm² 以下では Co の添加は必須ではない. すなわち, Co 無添加の 18Ni-2Mo-2Ti 鋼は, 200 kgf/mm² の引張強さで, すぐれた耐遅れ破壊特性を示すことが明らかになった.

d) 脆化度におよぼす各合金元素の影響

以上, 述べたように, 同じ強度レベルでも遅れ破壊感受性は, 高強度化のために利用した合金元素の種類により異なることがわかった.

河部ら¹⁰⁾ は遅れ破壊感受性の評価法として高速引張と低速引張における絞り値の相対値を用いた. 本研究においても同様に高速引張 ($\dot{\epsilon}=1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) と低速引張 ($\dot{\epsilon}=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) との絞り値の比較から, 遅れ破壊感受性を表すパラメーターとして,

$$\text{脆化度} = \{(\phi_1 - \phi_2) / \phi_1\} \cdot 100 (\%)$$

を用いた. ここで ϕ_1 および ϕ_2 はそれぞれ $\dot{\epsilon}=1 \times 10^{-2}$ および $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の場合の絞り値である. この脆化度 (Degree of embrittlement) により遅れ破壊感受性の大小を評価し, 遅れ破壊感受性におよぼす合金元素と強度レベルの影響を検討した.

Fig. 5 に試験した全鋼種における脆化度と引張強さとの関係をまとめて示した. 図中の矢印は各合金元素量の増加の方向を示している. 本図から明らかなように強度レベルが同じでも合金元素の種類によって脆化度が異なり, また合金元素の増減と脆化度の増減の方向も一致していない. すなわち, Mo, Ti, Al はともに析出強化

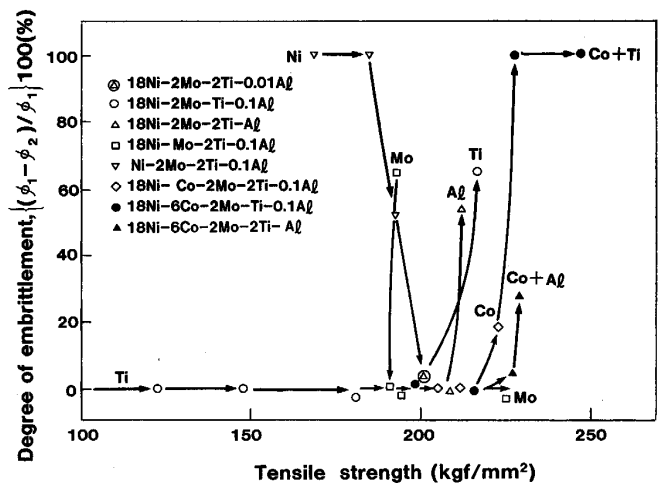
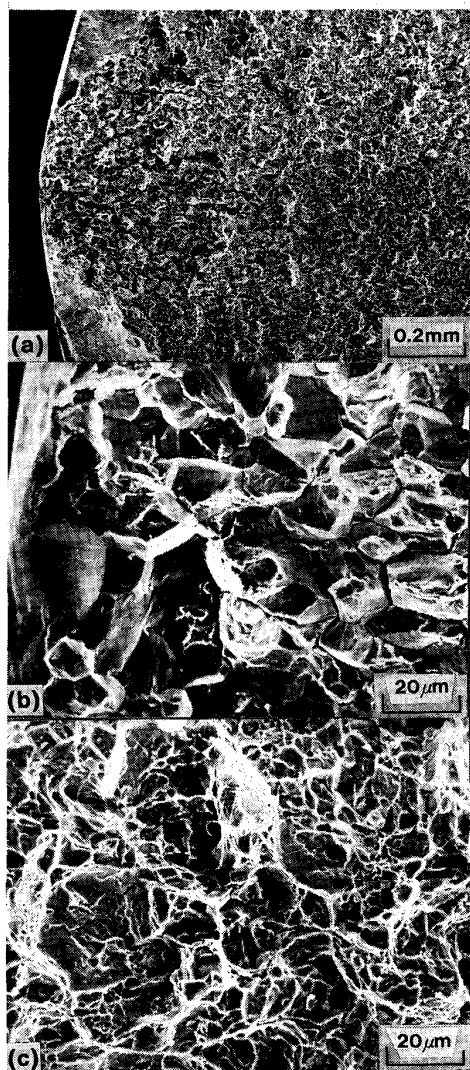


Fig. 5. Effects of tensile strength and increasing alloying additions on the degree of embrittlement of Ni-Co-Mo-Ti-Al maraging steels.

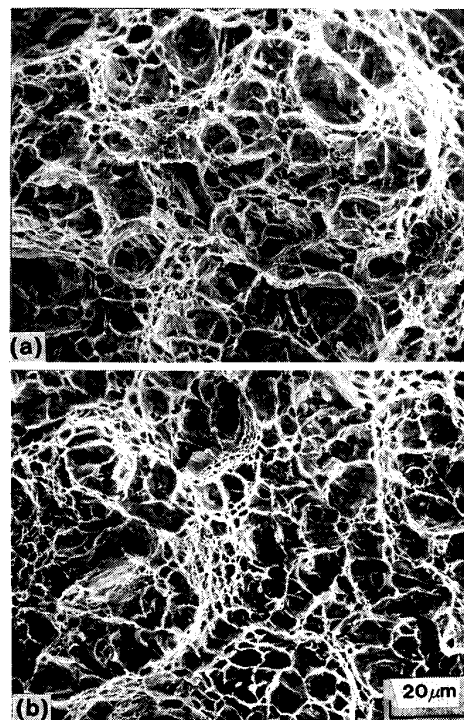


Solution annealing : 850°C, 30 min, AC Aging : 500°C, 3 h, AC
Strain rate : $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$

(a), (b) Crack initiation area (near the surface of the test piece)
(c) Crack propagation area (1 mm apart from the crack initiation site)

Photo. 1. Scanning electron micrographs of the fracture surface of the tensile test piece after a low strain rate tension of 18Ni-2Mo-2.5Ti-0.1Al maraging steel.

元素であるが、その中でも Mo 量を増して強化した場合には、Ti, Al 量を増して強化した場合に比べて、遅れ破壊感受性が低く、遅れ破壊感受性を高めることなく、より高強度まで強化できる。なお、0%Mo では強度が低いにもかかわらず遅れ破壊感受性は高い。また、Ni 量の増加は引張強さを増すにもかかわらず脆化度を著しく改善する効果がある。Co 添加により高強度化をはかった場合、Ti, Al の場合に比べて、遅れ破壊感受性は低い。また、Ti, Al で強化する場合でも、Co と同時添加すれば、より高強度まで遅れ破壊感受性を高めること



Solution annealing : 850°C, 30 min, AC Aging : 500°C, 3 h, AC
Strain rate : $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$

(a) Crack initiation area (central part of the fracture surface)
(b) Crack propagation area (near the surface of the test piece)

Photo. 2. Scanning electron micrographs of the fracture surface of the tensile test piece after a high strain rate tension of 18Ni-2Mo-2.5Ti-0.1Al maraging steel.

なく強化できる。したがって Co の添加は、遅れ破壊の発生を抑制する効果があると考えられる。

3.2 破面の特徴

高速引張と低速引張で絞りが著しく変化する遅れ破壊感受性の高い鋼について、引張試験片の破面観察を実施した。Photo. 1 は、2.5%Ti 材を $\dot{\epsilon}=1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の低速で引張った場合の破面で、(a)の低倍率破面写真に見られるシェブロンパターンから判断して、破壊の起点は引張試験片の表面近傍にあり、粒界破面である。この場合引張強さの低下が認められないので、低応力領域でのき裂の進展は起こらず、最高荷重点を過ぎた後に、引張試験片表面から進入した水素によりき裂が発生伝播したと考えられる。き裂の伝播部はディンプル破面であるが、ディンプルは小さく延性の低いことを示している。なお、この場合の絞りは 21% であつた。この 2.5%Ti 材を $\dot{\epsilon}=1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ の高速で引張ると絞りは 55% で、Photo. 2 のように破壊は試験片断面のほぼ中央から発生し、起点部、伝播部ともディンプル破面であつた。同様に、遅れ破壊により延性が低下した 0.5%Al, 0%Mo,

Table 2. Characteristic features of the fracture surface of low and high strain rate tensions of steels with high degree of embrittlement.

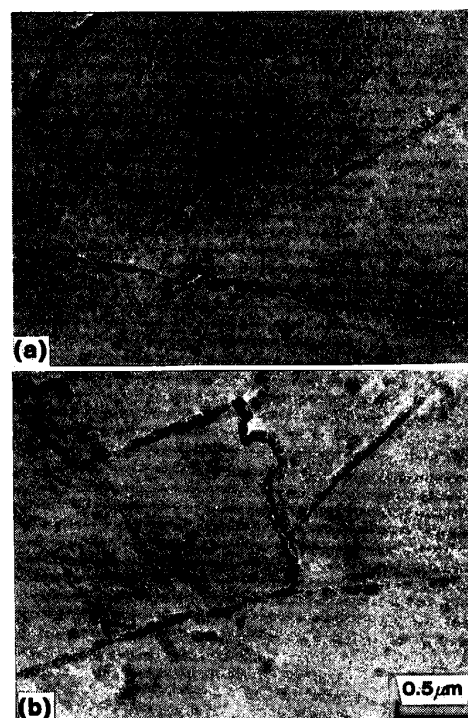
Strain rate, $\dot{\epsilon}$	$1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$		$1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$	
	Initiating area	Propagating area	Initiating area	Propagating area
Steel				
18Ni-2Mo-2.5Ti-0.1Al	GB	D	D	D
18Ni-2Mo-2Ti-0.5Al	GB	D	D	D
15Ni-2Mo-2Ti-0.1Al	GB	QC	D	D
18Ni-8Co-2Mo-2Ti-0.1Al	D	D	D	D
18Ni-0Mo-2Ti-0.1Al	GB	GB	D*	D*

GB: Grain boundary fracture QC: Quasi cleavage fracture D: Dimple fracture *: Strain rate $1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$

15%Ni, 8%Co 材等の破面を調べた。その結果をまとめると Table 2 に示すとおりである。低速度引張で遅れ破壊した場合の破面の特徴は、起点が引張試験片の表面近傍にあり、粒界破面である。ただし、8%Co 材では遅れ破壊による脆化の程度が小さく、絞りは 37% で、ディンプル破面であつた。き裂の伝播部の破面形態は、組成により異なり、粒界、擬へき開、ディンプルであつた。高速で引張り、遅れ破壊を起こさせない場合は、すべての鋼種で全面ディンプル破面であつた。

4. 考 察

遅れ破壊感受性は強度レベルの上昇に伴い、著しく増大する。遅れ破壊に影響をおよぼす因子としては、この他に、マルテンサイト組織、旧オーステナイト粒径、不純物元素の粒界偏析などがある。また、18%Ni マルエージング鋼では、高強度化に伴って、比較的低温で時効した場合に、引張性質の依存性が著しくなり、低まで引張ると延性が低下することが報告されている^{1)~9)}。その理由を添野ら^{7)~9)}は、低温時効において基質と整合した微細な析出相が形成され、それが変形に際して転位によつてせん断され、すべりが少数のすべり面上に集中するため、粒界などで応力集中が著しく増大し、そこへ水素が拡散集中してきて、遅れ破壊き裂が発生し、伝播するためと考えた。一方、浅山¹¹⁾は、遅れ破壊は変形様式に左右されるというよりも、き裂先端での環境中の水分の分解反応に大きく左右され、この分解反応が低温時効組織により促進されると考えている。いずれにしても、低温時効組織は、遅れ破壊感受性を増大させるので、本研究では低温時効による遅れ破壊を避けるため、時効条件として比較的高温の 500°C でのピーク時効条件を各鋼について採用し、合金元素の影響だけを評価できるようにした。しかし、ピーク時効条件で時効しても、析出物の析出状態は、組成により変化することが予想される。たとえば、粒界上に酸化物などの粗大欠陥が存在す

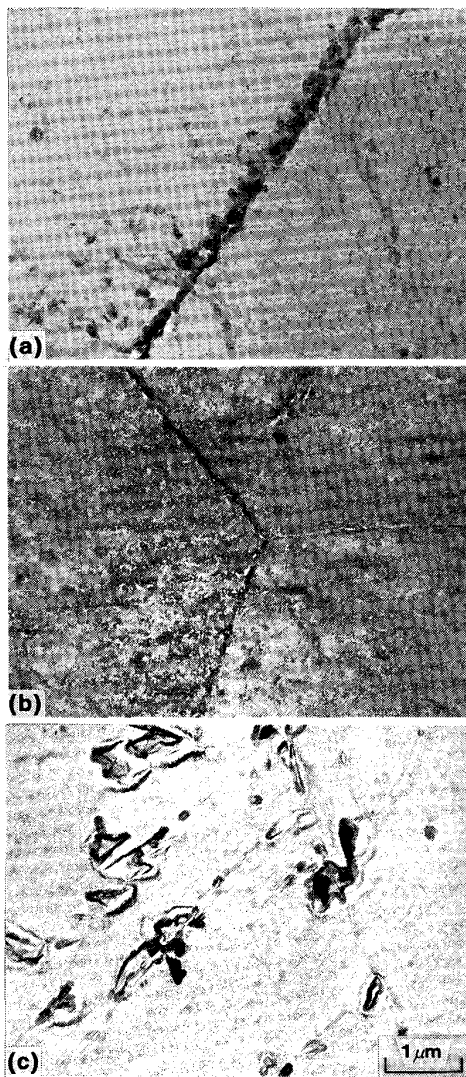


Solution annealing: 850°C, 30 min, AC Aging: 500°C, 3 h, AC
Ti contents: (a) 2% (b) 3%

Photo. 3. Transmission electron micrographs of the precipitates in 18Ni-6Co-2Mo-Ti-0.1Al maraging steels.

ると近傍に水素がトラップされ、遅れ破壊の起点となることが報告されている¹⁵⁾。したがって、粒界近傍の析出状態が遅れ破壊に影響していることが予想されるので、各鋼について、抽出レプリカ法により析出状況を観察した。

Photo. 3 は、析出状態におよぼす Ti 量の影響を示したもので、遅れ破壊感受性の低い 2.0%Ti 材と、高い 3.0%Ti 材では、粒界上の析出物の大きさに差が認められる。すなわち、遅れ破壊感受性の高い 3.0%Ti 材の場合は、粒界上の析出物が少し大きく、これが遅れ破壊感受性を高めた一因と考えられる。



Mo contents : (a) 0%, (b) 2%, (c) 5%
 Solution annealing : (a), (b) 850°C, 30 min, AC. (c) 900°C,
 30 min, AC
 Aging : 500°C, 3 h, AC

Photo. 4. Transmission electron micrographs of the precipitates in 18Ni-Mo-2Ti-0.1Al maraging steel.

また、Mo は析出状態を変化させる。Photo. 4 に示したように、0% Mo では粒界上に比較的大きな析出物があり、これが遅れ破壊感受性を増大させていると考えられる。この析出物は、電子線回折により Ni_3Ti (η 相) と同定された¹²⁾。Mo を添加すると、強度が上昇するにもかかわらず、低速引張時に遅れ破壊を起こさなくなる理由は、2% Mo 材の写真のように、粒界上の比較的大きな析出物が消失するためである。また、同じ強度レベルでも、Mo 量の増加により強化した場合の遅れ破壊感受性は、Ti, Al 量を増加した場合に比べて低い。すなわち、5% Mo 材では、高 Ti, Al 材で遅れ破壊感受性が高くなるような引張強さ 225 kgf/mm^2 のレベルでも、

低速引張で延性は低下しない。これは、Mo 量の増加により 5% Mo 材では M_f 温度が低下して、Photo. 4(c) のように微細なオーステナイト相が分散した組織になっており、この組織が遅れ破壊感受性を低下させている可能性がある。また、Mo 系の析出物で強化したマルテンサイト組織が、Ti, Al 系の析出物で強化したマルテンサイト組織に比べて、遅れ破壊感受性が低いことも考えられる。

Co 量の析出状態におよぼす影響は小さく、Co 量を変えたいずれの鋼種においても粒界上に粗大な析出物は認められなかった。

また、Ni 量の析出状態におよぼす影響も小さく、遅れ破壊感受性の高い 12% Ni 材、低い 18% Ni 材ともに、粒界上には粗大な析出物は認められない。したがって、Fig. 3 に示したような Ni の遅れ破壊感受性におよぼす顕著な影響を、粒界上の析出物で説明することはできない。そこで、他の要因について検討した。

Ni 量が増えれば、時効析出相が変化し、その整合・非整合性が遅れ破壊感受性に影響することが予想される。三島¹³⁾ らは、Fe-Ni-Ti 系元素の析出相は Ni 量 8~10% 付近で遷移し、高 Ni 合金では Ni_3Ti 相 (DO_{24}) が、低 Ni 合金では NiTi 相 (B2) が析出し得ることを熱力学的考察により示している。しかし、比較的 Ni 量の低い Fe-8Ni-1.5Ti 合金においても、ピーク時効状態の析出相は Ni_3Ti 相 (DO_{24}) と同定されている¹³⁾ ので、今回用いた 9~18% Ni 系でも、遅れ破壊感受性を評価したピーク時効状態では、Ti 系の析出相は Ni 量によらず Ni_3Ti 相 (DO_{24}) と考えてよい。

BECK らは、Fe-Ni 二元合金において Ni 量の増加は水素の固溶限を増加し、また水素の拡散速度を低下させると報告している¹⁶⁾。マルエージング鋼においても、添加 Ni 中の固溶 Ni に同様の効果があると考え、遅れ破壊感受性に影響をおよぼす因子として、固溶 Ni 量について検討した。

まず、各鋼の固溶 Ni 量を計算するため、①Ti は添加量すべてが Ni_3Ti として析出する、②Al は 0.1% では析出強化に寄与しないが、添加量のうち 0.1% 以上はすべて Ni_3Al として析出する、③Mo は 2% 以下では析出強化に寄与しない、と仮定した。18Ni-2Mo-0.1Al では時効硬化現象が認められなかったため 2% Mo, および 0.1% Al は析出物として析出しないと仮定した。

以上の仮定から、各鋼について固溶 Ni 量を計算し、遅れ破壊による脆化度と固溶 Ni 量の関係として表したのが Fig. 6 である。なお、粒界上の粗大析出物が遅れ

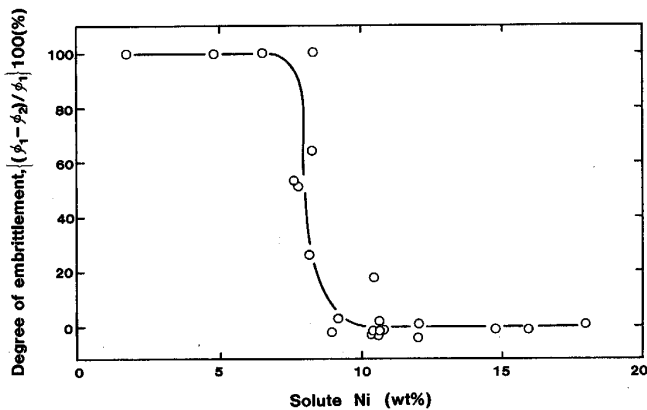


Fig. 6. Effect of Ni contents in solid solution on the degree of embrittlement of the all steels tested.

破壊の原因と考えられる 0% Mo 材, および, 残留オーステナイトとマルテンサイトの 2 相組織である 5% Mo 材についてはプロットから外した。図から明らかなように, 遅れ破壊感受性は, 固溶 Ni 量が約 9% 以下になると, 著しく高くなる。換言すれば, 固溶 Ni 量が約 10% 以上となるように合金設計すれば, 遅れ破壊感受性を高めることなく高強度化できる可能性がある。このように, 固溶 Ni 量は, マルエージング鋼の遅れ破壊に大きな影響をおよぼす因子であることが明らかになった。

5. 結 言

マルエージング鋼の遅れ破壊感受性を, 引張試験の絞り値の引張速度依存性から評価し, つぎのような結果が得られた。

1) 強度の上昇とともに遅れ破壊感受性は高くなるが, その傾向は析出強化元素である Ti, Al, Mo で差があり, Mo 量を増して強化した場合は Ti, Al の場合に比べて遅れ破壊感受性は低い。なお, Mo を添加しない場合は, 粒界上に比較的大きな析出物があり, 遅れ破壊感受性は高い。したがって Mo の添加は遅れ破壊感受性の低減に有効である。

2) Ni 量は 18% では遅れ破壊感受性は低いが, Ni

量の減少に伴い, 強度が低下するにもかかわらず遅れ破壊感受性は高くなる。固溶 Ni 量は遅れ破壊に大きな影響をおよぼす因子で, 固溶 Ni 量が約 9% 以下になると遅れ破壊感受性は著しく高くなる。

3) Co 添加により強化した場合の遅れ破壊感受性は, Ti, Al の場合よりも低く, Co の添加は遅れ破壊を抑制する効果がある。しかし引張強さが, 200 kgf/mm² 以下では Co 無添加でも遅れ破壊感受性は認められず, Co 無添加の 18Ni-2Mo-2Ti 鋼で 200 kgf/mm² の引張強さとすぐれた耐遅れ破壊特性を示すことがわかった。

4) 低速引張で遅れ破壊した場合, 破壊の起点部は試験片の表面近傍にあり粒界破面を呈するが, 伝播部は組成により粒界, 擬へき開, あるいはデンプル破面であった。

文 献

- 1) G. W. TUFFNELL and R. L. CAIRNS: *Trans. Am. Soc. Met.*, **61** (1968), p. 798
- 2) C. S. CARTER: *Metall. Trans.*, **1** (1970), p. 1551
- 3) C. S. CARTER: *Metall. Trans.*, **2** (1971), p. 1621
- 4) 河部義邦, 金尾正雄, 中沢興三, 宗木政一: *鉄と鋼*, **60** (1974), p. 269
- 5) 河部義邦, 中沢興三, 金尾正雄, 宗木政一: *鉄と鋼*, **60** (1974), p. 1613
- 6) 添野 浩, 黒田哲郎, 田口和夫: *鉄と鋼*, **64** (1978), p. 1056
- 7) 添野 浩, 田口和夫, 土屋正利: *鉄と鋼*, **65** (1979), p. 665
- 8) 添野 浩, 田口和夫: *鉄と鋼*, **66** (1980), p. 677
- 9) 黒田哲郎, 添野 浩: *鉄と鋼*, **66** (1980), p. 1361
- 10) 河部義邦, 宗木政一, 高橋順次: *鉄と鋼*, **68** (1982), p. 2514
- 11) 浅山行昭: *日本金属学会誌*, **46** (1982), p. 1081
- 12) 細見広次, 森本啓之, 芦田喜郎: *鉄と鋼*, **74** (1988), p. 2025
- 13) 三島良直, 鈴木朝夫, 田中 実: *鉄と鋼*, **63** (1977), p. 496
- 14) S. YAMAMOTO and T. FUJITA: *Proc. the 2nd International Conference on Fracture* (1969), p. 425
- 15) G. M. PRESSOUYRE: *Current Solutions to Hydrogen Problems in Steels*, ed. by C. G. INTERRANTE and G. M. PRESSOUYRE, ASM (1980), p. 18
- 16) W. BECK, J. O. M. BOCKRIS, M. A. GENSHAW and P. K. SUBRAMANVAN: *Met. all Trans.*, **2** (1971), p. 883