9%Ni 鋼におけるオーステナイトの析出および微細組織*

大岡 耕之** 杉野 和男**

Takayuki Ōoka and Kazuo Sugino : The Study on 9% Nickel Low Carbon Steels.

— The Precipitation of Austenite and the Microstructure.

The change in microstructure on quenching and tempering, and the precipitation process of austenite in 9% nickel steels with 0.001, 0.01 and 0.1% carbon, which were carefully prepared by vacuum melting, have been investigated by transmission electron microscopy and the X-ray diffraction method and from the transformation characteristics on continuous cooling. The main results are as follows: (1) The typical structure of a 0.1% C 9 Ni steel, when cooled at rates above 2.5°C/min, is the mixed structure of martensite and bainite which contain dislocations of high density. The internal twins were also observed in the martensite and the oriented carbide-precipitates in the bainite. In steels with the carbon content less than 0.01%, when quenched from the austenite field, the massive structure with dislocations of comparatively low density was observed. (2) The volume fractions of the austenite retained on cooling or precipitated on tempering were determined by the X-ray method, and it was found that the retained austenite played an important role in the enhancement of the precipitation of austenite particularly in the early stage of tempering. (3) On tempering a 0.1% C 9 Ni steel at about 525°C, a considerable amount of austenite is formed at the expense of carbides precipitated there. The austenite thus formed is extremely stable even at -196°C. However, the austenite precipitated on tempering at higher temperatures such as above 600°C becomes less stable, thereby it is transformed into martensite on cooling from the tempering temperature. The stability of the precipitated austenite is also much reduced as the carbon content of specimen is lowered.

(Received November 11, 1965)

I. 緒 言

低温用鋼材としての 9% Ni 鋼は近年におけるたとえばメタンガスの利用開発など著しい需要と相まって、その重要性が再び注目をあびてきている。9% Ni 鋼が液体窒素の沸点 -196°C においてもなお優れた靱性を有している原因としては、この鋼の最適焼戻し温度が安定なオーステナイトの析出開始温度付近に存在するというを根拠として、その優れた靱性が析出オーステナイトによるものであるとする考え方があり、従来多くの研究がかかる観点からなされて来た^{(1)~(3)}。なかでも Marschall ら⁽⁴⁾は、焼戻し過程で析出するオーステナイトを X 線で定量し、衝撃吸収エネルギーと -196°C でもなお安定なオーステナイト量との間にかなり良い相関のあることを指摘した。現在では、9% Ni 鋼の優れた靱性の原因として一般的に考えられていることとして、(1) 焼戻し過程で鋼中の C, N が析出オーステナイトに集まる結果、フェライトが著しく清浄化される。(2) 亀裂伝播に対してオーステナイトが阻止作用を持つ。(3) フェライト粒の微細化などがあげられる⁽²⁾。

これに対して Kron ら⁽⁵⁾は、衝撃破面の観察を行なつて析出オーステナイトが亀裂伝播の抵抗として働いた形跡が見当たらないとして、亀裂伝播に対するオーステナイトの阻止作用を否定している。また従来の 9% Ni 鋼に関する研究では、材料の脆性に重要な役割を果たす微量不純物元素の

存在あるいはその除去に対する考慮が必ずしも十分に払われていない。さらに破壊の機構を考える上に重要な焼戻し過程における微細組織の変化、とくに析出オーステナイトの性質も明らかでない。このように前にあげた原因には直接的証拠に乏しく、一般的に信じられている靱性によらずオーステナイトの機能について再検討の必要がある。

この鋼の焼戻し過程で示す優れた靱性を支配する因子を明らかにするためには、まずその組織が熱処理によつてどのように変化するかを調べておく必要がある。本研究はその目的のため出来るだけ純粋な素材を用いて真空溶解炉で溶製した 9% Ni 鋼で、C.C.T. 曲線の作成、X 線によるオーステナイトの定量、電子顕微鏡観察などにより、焼入れ、焼戻し微細組織、オーステナイトの析出、その安定性、および炭素含有量の減少による組織の変化などについて研究したので、その結果についてここに報告する。

II. 実 験 方 法

試料は電解鉄、電解ニッケルを素材として 10 kg 真空溶解炉で溶製した 9% Ni 鋼で、Table 1 に示すごとく Ni, Mn などの主要合金元素含有量を 9% Ni 鋼の標準成分とし、炭素含有量のみを 0.001~0.10% の範囲に変えた。主に 0.1% C 9% Ni 鋼について実験を行なつたが、必要に応じて他の 9% Ni 鋼についても炭素含有量の影響を検討し

** 八幡製鉄株式会社 東京研究所 (Tokyo Research Institute, Yawata Iron and Steel Co., Ltd., Kawasaki)

* 1964 年 10 月本会富山大大会に発表

(1) G. R. Brophy and A. J. Miller: Trans. ASM, **41** (1949), 1185.

(2) D. Hardwick: Iron and Steel, **34** (1961), 414.

(3) R. E. Lismser: J. Inst. Metals, **89** (1960~61), 145.

(4) C. W. Marschall, R. F. Hehemann and A. R. Troiano: Trans. ASM, **55** (1962), 135.

(5) M. Krön, A. Constant, A. Clerc, J. Plateau, G. Henry, M. Robert and C. Crussard: Mém. Sci. Rev. Met., **58** (1961), 901.

た。なお不純物金属元素の混入量はきわめて少なく、0.001%程度である。

Table 1 Chemical composition of specimens (wt%).

C	Ni	Mn	Si	P	S	Al	N	O
0.001	8.95	0.85	0.244	0.005	0.005	0.014	0.0009	0.001
0.01	8.95	0.77	0.218	0.005	0.007	0.008	0.0008	0.0007
0.045	8.95	0.80	0.222	0.006	0.003	0.013	0.0010	0.001
0.10	8.98	0.78	0.227	0.006	0.003	0.016	0.0012	0.001~2

10 kg 鋼塊を 5 mm 厚まで熱間圧延し、荒研削後 1150°C×12 hr の拡散焼鈍をなし、変態点測定および連続冷却変態曲線作成用試料、X線によるオーステナイト定量用試料、電子顕微鏡直接観察用試料を作成した(なお変態点および連続冷却変態曲線作成用試料は 15 mm 熱延板から採取した)。以下測定の概要を述べる。

1. 変態点測定および連続冷却変態曲線の作成*

変態点の測定は河島式熱膨張計を用い、2.5°C/min の加熱冷却速度で測定した。また連続冷却変態曲線の作成にあたって、試料にシアン化銅、硫酸銅溶液で銅の二重メッキを行ない、酸化を防止してオーステナイト領域から種々の冷却速度で冷却し、各試料の変態点、組織、硬度および各組織の面積率を測定した。連続冷却過程における変態点の決定は、60°C/sec 以上の急冷領域では熱分析法により、60°C/sec 以下の緩徐冷領域では電子管式膨張計により測定した。組織の面積率は Hurlbut counter (Jewel counter) を用いて、lineal analysis (0.1 mm 間隔、4 mm×10 mm 本走査)を行なつて求めた。

2. X線によるオーステナイト量の定量

X線による鉄鋼中のオーステナイトの定量法については Cohen や Beu ら^{(6)~(8)}がよく研究している。われわれも同様に熱処理過程で、析出するオーステナイト量を定量した。試料を熱処理後またはさらに -196°C にただちに深冷処理し、X線回折線の積分強度からオーステナイト量を計算した。試料は 5 mm 厚の焼鈍板から 25 mm×25 mm×3 mm の試片を切出し、真空中で所定の熱処理を行なつた後化学研磨で約 2 mm 厚まで研磨を行ない、最後に電解研磨して表面を仕上げた。測定は比較的量の多い場合(約 2% 以上)は Diffractometer を用い、それ以下ではバックグラウンドを極力下げ回折線を明瞭に分離するため、Johansson 型モノクロメーターを持つ Guinier double diffraction camera を用いた。その camera 構成を Fig. 1 に示す。標準線

として透過側 camera に約 15 μ の Al 箔をおき、入射 X 線の一部が Al 箔で回折されたものを用いることにし、残り

Fig. 1 Schematic illustration of the Guinier double diffraction camera with precision monochromator.

の透過した X 線を試料にあてることにした⁽⁹⁾。使用した X 線は FeK α 線で試料への入射角は 45 度である。また集合法 camera のために生ずる各回折線のフィルムへの照射角の相違による影響をのぞき⁽¹⁰⁾、回折線の黒化度を適当におさえ、さらに露出時間を短縮するため半径 45 mm の Debye-Scherrer 型のフィルムホルダー Q を新しく作成した**。また試料回転装置 (0.5 rev/min) をとりつけた。使用したオーステナイト回折線は (220) τ 、(311) τ でこれを平均し、標準線は (220) α を用いた。検量線はフェライトに対しては電解鉄粉をさらに H₂ 還元したものを用い、オーステナイトに対しては 20% Ni 鋼をヤスリがけして粉末とし 650°C×30 min 真空中で焼なましたもの*** (ともに <400 mesh) を用いて求めた。フィルムは 20.0±0.2°C で現像し、その黒化度を microphotometer で測定したが、黒化度と X 線強度の関係は別に回転セクターによる方法で求めた。普通 diffractometer を用いた方法での計算は各結晶粒による方位が完全に等方的である場合に成立するのであるが、われわれの用いた試料では優先方位を完全にとり除くことは困難であつた。それゆえ定量にあつては各試料について (200) α 、(211) α 、(220) α 回折線の強度比を理論値のそれと比較したが、これによる誤差は ±15% 以下であつたので、そのまま使用することにした。また用いた回折線は (111) τ 、(211) α である。積分強度の計算は Gauss の数値積分公式を用い、Burroughs E 101 で行なつた。この方法によりオーステナイト量を 0.5% 以下 0.2% 程度まで精度よく測定することが可能となつた。

3. 電子顕微鏡直接観察

電子顕微鏡直接観察用薄片試料は、5 mm 厚の焼鈍板を

* 変態点および連続冷却変態曲線作成用試料の使用鋼塊の分析値は 0.12%C, 9.37%Ni, 0.80%Mn, 0.26%Si, 0.006%P, 0.003%S, 0.15%Al である。

(6) B. L. Averbach and M. Cohen: Trans. AIME, **176** (1948), 401.

(7) B. L. Averbach, L. S. Castleman and M. Cohen: Trans. ASM, **42** (1950), 112.

(8) K. E. Beu: Trans. AIME, **194** (1952), 1327.

(9) F. S. Gardner, M. Cohen and D. P. Antia: Trans. AIME, **154** (1943), 306.

(10) E. J. W. Whittaker: Acta Cryst., **6** (1953), 218.

** 各回折線はこの場合にもはつきり分離している。

*** 9%Ni 鋼の析出オーステナイトの平均成分に対応するものとしてとくに溶製した。その化学成分は 20% Ni, 3.0%Mn, 0.45%C, 残 Fe である。

冷間圧延後 0.6 mm×20 mm×20 mm に切断し、試料表面の酸化を防止するため真空中で、また銅の二重メッキを行なつて熱処理し、Bollmann 法を修正した電解研摩により薄片にした。電解液は磷酸-無水クロム酸および氷酢酸-無水クロム酸溶液を併用した。

III. 実験結果および考察

1. 9% Ni 鋼の変態特性

(1) 変態点

0.001% C および 0.1% C 9 Ni 鋼の変態点を河島式熱膨張計で測定した結果を Table 2 に示す。この鋼たとえば

Table 2 Transformation characteristics of 9% Ni steels (°C).

Specimens	Act ₁	Acc ₁	Ac ₃	Ar ₃	Ar'	Ar''
0.001% C 9 Ni Steel	590	660	725	525	—	—
0.1% C 9 Ni Steel	540	615	720	405	310	160

Heated and cooled at the rate of 2.5°C/min

0.1% C 鋼では加熱時に 615°C の変態開始温度よりかなり低い 540°C 近くで正常の膨張曲線からのずれ (収縮) が観察される。この初期の変態開始温度 (540°C), Act₁, 通常の変態開始温度 (615°C), Acc₁ は Brophy ら⁽¹⁾ の報告とよく一致しており、これは後に述べた電子顕微鏡直接観察および X 線による測定結果からオーステナイトの析出によるものであることが認められる。冷却時オーステナイトは過冷され、Ar₃ は 405°C, Ar' は 310°C で Ms 点は 160°C である。0.001% C 鋼の Act₁, Acc₁ は 0.1% C 鋼に比して高いが、Ac₃ はほとんど変らない。また冷却時オーステナイトは過冷されることが少なく、Ar₃ は 525°C と高い。この冷却時の変態微細組織および炭素含有量の影響については別項 (4), (5) で述べる。

(2) 連続冷却変態曲線

Fig. 2 は 0.1% C 9 Ni 鋼を 900°C (結晶粒度 JIS No. 5.5)

Fig. 2 C.C.T. diagram of 0.1% C 9 Ni steel.

および 790°C (JIS No. 7.0) に 1 hr 保持したときの C.C.T. 曲線である。図中 M はマルテンサイト、Zw はベーナイト、

F はフェライトの領域を示す。丸印内の数字は各試験片のビッカース硬度、冷却曲線上の小さい数字は各組織の面積率である。0.1% C 9 Ni 鋼の連続冷却変態組織の特色は、マルテンサイトとベーナイトの混合組織が広範囲に存在することである。これはベーナイト変態が炭素の拡散のみによつて進行するため、ベーナイト組織の生成は早い、フェライトの析出には Ni の拡散を必要とするため、その生成が著しく抑制されるためであろう。冷却速度が早く組織がマルテンサイトのみの場合、Ms 点は約 310°C である。これは Steven ら⁽¹¹⁾ が Ms 点におよぼす合金成分の変化について提出した実験式から求めた値にほぼ一致している。この Ms 点の低下は主に Ni 成分によるものである。またさきに示した C.C.T. 曲線より 2.5°C/min にて測定した Ms 点は 160°C と非常に低下している。これは初析フェライトおよびベーナイトの析出に伴う未変態オーステナイトの成分変化によると考えられる。このことは後述する残留オーステナイトが冷却速度の減少によつて、増加することからも推察される。またオーステナイト結晶粒の細かい 790°C 加熱の場合は、900°C 加熱に比して変態点が若干高い。これは 790°C 加熱の場合のオーステナイト粒が小さく、粒界の増加により変態が促進されるためと考えられる⁽¹²⁾。

(3) 焼入れ、焼戻し過程におけるオーステナイトの析出

0.1% C 9 Ni 鋼の連続冷却変態曲線 (Fig. 2) によれば、この鋼はオーステナイト領域からの冷却速度の広い範囲にわたつて、マルテンサイトとベーナイトの混合組織を形成する。X 線回折による定量分析の結果、これらの組織にはオーステナイトが残留していることが認められる。この結果を Fig. 3 に示したが、この図において二重丸で囲んだ数字は残留オーステナイトの容積分率 (%) をあらわし、一重丸で囲んだ数字はこれらの試料を 550°C×1 hr で焼戻した後に 196°C に深冷処理した場合に、なお残留したオーステナイト量を示している。水冷した試料にはほとんどオーステナイトを含まないが、冷却速度が遅くなるにしたがつて残留オーステナイトが増加する⁽⁹⁾。すなわちマルテンサイト、ベーナイト混合組織には無視し得ない量のオーステナイトを含んでいる。しかもこれらの残留オーステナイトの一部は深冷処理によつてもマルテンサイト化しない。この結果、残留オーステナイトを含まない水冷組織 (マルテンサイト) と残留オーステナイトを含む空冷組織 (マルテンサイト、ベーナイト混合組織) とでは焼戻し過程でのオーステナイトの析出に差異があることが予想される。Fig. 4, 5 に水冷材および空冷材の恒温焼戻し過程におけるオーステナイトの析出の状況

(11) W. Steven and A. G. Haynes: JISI, **183** (1956), 349.

(12) J. Bartord and W. S. Owen: JISI, **197** (1961), 146.

を示す。Fig.5 から明らかなように、空冷材中の残留オーステナイトは 300°C では 60 min, 400°C ならば 20 min で

恐らくは高密度の転位の存在に助けられた Ni, Mn などの拡散の促進によつて急速にオーステナイトの析出を開始するものと考えられる。また 575°C×20 hr, 600°C×1 hr 以上の焼戻し処理では、析出オーステナイトの -196°C における安定性は低下し、焼戻し後の冷却時にマルテンサイト化し、オーステナイト量はかえつて減少するに至る。Fig.6 は各温度で 1 hr 焼戻した場合の焼戻し時の析出オーステナイト量をレプリカ写真上における lineal analysis によつて求め、X線で定量した焼戻し後の水冷試料および -196°C に深冷処理した試料のオーステナイト量と比較して示したものである。575°C の焼戻し温度までは、析出したオーステナイトは安定で常温における測定と深冷処理後の測定においても変化はない。しかしこの温度以上の焼戻し温度では著しく不安定となり、冷却中にマルテンサイト化することが認められる。

Fig.3 Continuous cooling curves of 0.1% C 9 Ni steel. Numbers in double circles indicate the volume fraction (%) of austenite retained in specimens cooled at various rates from 800°C. Numbers in single circles show the percent austenite at -196°C in specimens quenched from 800°C and tempered at 550°C.

Fig.4 Percent austenite at -196°C vs. tempering time in 0.1% C 9 Ni steel quenched from 800°C and tempered at temperatures indicated.

Fig.5 Percent austenite at -196°C vs. tempering time in 0.1% C 9 Ni steel air-cooled from 800°C and tempered at temperatures indicated.

ほとんど分解する。500°C の場合は 5 min でその大部分が一旦消失するが、興味あることには 20~60 min で逆に析出を開始する。この析出開始時期は残留オーステナイトを含まない水冷材に比べてかなり早いのが特色である。これは残留オーステナイトの分解直後の C, Ni, Mn など溶質原子が富化した領域が、その後の容易析出領域となり、

Fig.6 Percent austenite vs. tempering temperature in 0.1% C 9 Ni steel air-cooled from 800°C. (Volume fractions are determined at such stages as indicated in the figure.)

また 9% Ni 鋼の炭素含有量が減少すると、同じ焼戻し温度における析出オーステナイト量は減少し、またその安定性も低下する。たとえば 0.01% C, 0.001% C 9 Ni 鋼では、800°C×1 hr 水冷, 600°C×1 hr 焼戻したものでは残存するオーステナイト量はそれぞれ 3.5%, 0.5% 以下となつてしまう。

(4) 焼入れ、焼戻し微細組織とオーステナイトの析出

前項の連続冷却変態組織とその焼戻し組織の微視的な構造およびオーステナイトの析出の様子を明らかにするた

め、0.1% C 9 Ni 鋼について電子顕微鏡直接観察を行なった。熱処理は主として $800^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ hr}$ 加熱後水冷または空冷し、水冷材について種々の温度に焼戻しを行なった。つぎに焼入れ、焼戻しの主要段階の微細組織の変化について述べる。

(a) 水冷組織 (マルテンサイト)；この鋼の水冷組織は大部分が内部に tangle した高密度の転位を持つ針状マルテンサイトである。しかし一部には双晶欠陥を持つマルテンサイトが認められる。マルテンサイト晶の大きさは 0.3 から 2μ 程度の幅を持つ。その一例を Photo. 1 に示す。

Photo.1 Transmission electron micrograph of 0.1% C 9 Ni steel water-quenched from 800°C (1 hr), showing the martensite with internal twins or dislocations of high density.

通常この程度の炭素量を含む炭素鋼では下部ベーナイトに類似したオートテンパーされた組織の一部を示すが⁽¹³⁾、この鋼ではそれが認められない。これは主として Ni による M_s 点の低下のためと考えられる。

(b) 空冷組織 (マルテンサイト、ベーナイト混合組織)；

Photo. 2 は空冷によって得られた組織の一例である。この試料の冷却速度は Fig. 2 中の AC 曲線に相当し、水冷によって得られたのと、同じ形態を有するマルテンサイト

Photo.2 Transmission electron micrograph of 0.1% C 9 Ni steel air-cooled from 800°C (1 hr), showing the bainite with oriented carbide platelets and the martensite with dislocations of high density.

と、特定方位に針状炭化物を析出したベーナイトから成っている。冷却速度が小さくなるにしたがつてベーナイト量は増加して来るが、その大きさならびに形態にはほとんど相違を認めることが出来なかつた。

(c) 水冷マルテンサイトの焼戻し組織； $300^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ hr}$ の場合：前述のように水冷によって生じたマルテンサイト晶の大きさは分布を持つているが、大きなマルテンサイト晶は比較的転位の消失が進み、周辺のフェライト地に強い歪を与えて Widmanstätten 状に析出した炭化物が認められる。また比較的小さなマルテンサイト晶には炭化物の析出

Photo.3 Transmission electron micrograph of 0.1% C 9 Ni martensite tempered at 300°C for 1 hr.

は認められず水冷したままのものとの差は認めがたく、また転位密度は依然として高く、少なくとも写真から観察した限りではあまり大きな変化はない (Photo. 3)。

$500^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ hr}$ の場合：この段階になると、元のオーステナイトおよびマルテンサイト粒界に $0.2 \sim 1 \mu$ 程度の片状炭化物が非常に多く見られる。一方粒内の針状炭化物も残存している。針状炭化物は前述の比較的大きいマルテンサイト晶に認められ、小さな晶は直接その粒界に片状炭化物を析出している。針状炭化物はさらに長時間の焼戻しによって解離が進行し、その方向性は顕著でなくなる。焼戻しの進行に伴ってマルテンサイト晶は転位の消失、再配列が進み sub-grain が形成され、その粒界にこれらの針状炭化物が残存することが薄膜観察から認められる。粒界に存在する炭化物は焼戻し時間が長くなると、片状から粒状となるが、亜粒界に存在する炭化物に比して大きく $0.5 \sim 1 \mu$ のものが多い。さらに X 線によるオーステナイトの定量から明らかなように $500^{\circ}\text{C} \times 120 \text{ hr}$ の焼戻しではオーステナイトの析出が顕著となるが、その際炭化物は非常に減少している。この傾向は焼戻し温度が 525°C 、 550°C となるにつれて短時間側にずれ、 $550^{\circ}\text{C} \times 120 \text{ hr}$ では完全に炭化物は消失している。しかし 525° 、 550°C に 1 hr 焼戻したものは炭化物はかなり多く粒内、粒界ともに存在している。

オーステナイトの析出は極く初期には元のオーステナイトおよびマルテンサイト粒界に粒状に析出するが、量が増加するにつれ紡錘形状になり、その幅、長さともに成長する。

$575^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ hr}$ の場合：従来この温度程度の焼戻しが 9%

(13) P.M.Kelly and J.Nutting: JISI, 197 (1961), 199.

Ni 鋼の最適焼戻し温度といわれて来ているが、**Photo. 4** に示すようにオーステナイトがマルテンサイト結晶粒界や元

Photo. 4 Transmission electron micrograph of 0.1% C 9 Ni martensite tempered at 580°C for 1 hr. Note austenite (A) precipitated at grain boundaries.

Photo. 5 Transmission electron micrograph of 0.1% C 9 Ni martensite tempered at 575°C for 20 hrs. Note the selected-area electron diffraction pattern taken from the framed area.

のオーステナイト結晶粒界に沿って、周辺のフェライトと明瞭に区別され安定に生成していることがわかる。**Photo. 5** の枠内の電子回折は双晶を有するオーステナイトが元のマルテンサイト粒界に析出していることを示している。結晶粒内炭化物はほとんど完全に消失するが、粒界の粒状炭化物についてはこの視野ではあまりはつきりとはわからないけれども、レプリカ観察によるとなお残存して析出オーステナイトと共存する。マルテンサイト結晶は完全に焼戻しを終了し、転位密度は減少し多数の亜粒界を形成している。しかしこの段階では、フェライト晶の粗粒化は認められない。これはオーステナイトが元のマルテンサイト粒界に生じ、その成長を妨げているためとも考えられる。

600°C×1 hr の場合：この焼戻し温度になると炭化物は極端に減少しほとんど認められなくなる。これはこの温度がオーステナイト、フェライト 2 相領域に入り、炭化物は溶解して炭素はほとんどオーステナイトに吸収されてしまうと考えられる。析出オーステナイトの一部は不安定となり、冷却に際してマルテンサイトに変化する。このことは

焼戻し時間が長くなるとますます顕著となり、またその焼戻し時に生じたオーステナイトはほとんど元のマルテンサ

Photo. 6 Transmission electron micrograph of 0.1% C 9 Ni steel tempered at 600°C for 5 hrs. Note martensite (M) transformed from the precipitated austenite on cooling from the tempering temperature.

Photo. 7 Transmission electron micrograph of 0.001% C 9 Ni steel water-quenched from 900°C (1 hr), showing dislocations of comparatively low density. An optical micrograph is shown for comparison.

イト粒界をおおうようになり、120 hr 焼戻しでは完全にながつてしまう。このオーステナイトが冷却時に変態して生じたマルテンサイトは、やはり tangle した高密度の転位を持つ針状マルテンサイトであるが、一部双晶欠陥を持つマルテンサイトも観察される。その一例を **Photo. 6** に示す。

(5) 焼入れ、焼戻し微細組織におよぼす炭素含有量の影響

炭素含有量が 0.001% 程度の水冷組織 (冷却速度 1700 °C/sec) は **Photo. 7** に示すように比較的転位が少なくなっている。これは光学顕微鏡組織 (**Photo. 7** 枠内) から, Gilbert らが指摘した massive structure^{(14)~(16)} と考えられ、0.1%

(14) R.H. Goodenow, S. J. Matas and R.F. Hehemann: Trans. AIME, **227** (1963), 651.

(15) G.R. Speich and P.R. Swann: JISI, **203** (1965), 480.

(16) A. Gilbert and W. S. Owen: Acta Met., **10** (1962), 45.

C 鋼の水冷組織に比して転位密度がかなり小さいのが特色である。この傾向は炭素量が減少するにしたがつて顕著と

Photo.8. Transmission electron micrograph of 0.001% C 9 Ni steel water-quenched from 900°C (1 hr) and tempered at 600°C (1 hr). Most austenites have readily been transformed into martensites (M) on cooling from the tempering temperature, very few austenites (A) being retained between the ferrites (F).

なり、水冷組織において一応転位密度の大きいマルテンサイト組織を得るには 0.01% C 以上の炭素量が必要である。炭素含有量が低くなつた場合の他の重要な特色は、焼戻し組織におけるフェライト結晶粒の粗大化の傾向が顕著となることであり、その一例を Photo.8 に示す。

IV. 総 括

炭素含有量を変えた 9% Ni 鋼の熱処理特性、焼入れ、焼戻し過程の微細組織の変化、オーステナイトの析出の様

子を C.C.T. 曲線、X線によるオーステナイトの定量、電子顕微鏡直接観察などから研究した結果、

(1) 0.1% C 9 Ni 鋼はオーステナイト領域からの冷却速度の広い範囲にわたつてマルテンサイト、ベーナイト混合組織を形成し、フェライトは 2.5°C/min 以下の冷却速度の場合にはじめて見出される。

(2) 0.1% C 9 Ni 鋼の水冷マルテンサイトは tangle した高密度の転位を持つ針状マルテンサイトである。また炭素含有量が低くなるにつれ水冷マルテンサイト内の転位密度はかなり減少し、0.01% C 以下となると massive structure となる。

(3) マルテンサイト、ベーナイト混合組織は無視出来ない量の残留オーステナイトを含み、その存在は 500°C 以上の焼戻し時におけるオーステナイトの初期の析出段階において析出をかなり促進させる。

(4) マルテンサイトあるいはベーナイトを焼戻すと、500°C 程度の焼戻し温度から元のオーステナイト粒界やマルテンサイト粒界に -196°C でも、なお安定なオーステナイトを析出する。炭化物はオーステナイトの析出に伴つて消失してゆく。一方マルテンサイト内部の転位は逐次消失し、亜粒界が形成されてゆく。焼戻しが進行するにつれ、オーステナイトは急速に成長するが、反面不安定となり焼戻しからの冷却時に変態し、転位密度の高い一部に双晶欠陥を有するマルテンサイトとなる。

終りに臨み、研究の推進に当つて、終始御指導をいただいた東京研究所々長水島三一郎博士、同次長池上卓穂博士に謝意を表するとともに実験を担当して下さいの方々に感謝致します。

また、その都度適切な御助言をいただいた大阪大学名誉教授西山善次博士、京都大学教授高村仁一博士に厚く御礼申し上げます。