9% Ni 鋼の靱性におよぼす冷間加工の影響*

桜井 浩** 矢野清之助** 井上 泰**
三村 宏** 青木 宏一**

Hiroshi Sakurai, Seinosuke Yano, Tohru Inoue, Hiroshi Mimura and Koichi Aoki : Effect of Cold Deformation on Notch Toughness of 9% Ni Steel. It is well known that the notch toughness of 9% Ni steel is embrittled by cold deformation, especially by deformation at -196°C . Therefore, we clarified this phenomenon in the light of the correlation between cold deformation (prestraining 4% by tensile test) and the metallurgical characteristics such as the susceptibility of temper brittleness or the stability of temper-formed austenite. The main results are as follows: (1) In the low tempering temperature range ($800^{\circ}\text{C}\cdot 1\text{ hr}$ -oil quenched $\rightarrow 500^{\circ}\text{C}\cdot 1\text{ hr}$ -water cooled), it seems that the weakening of the temper-embrittled grain boundaries is accelerated by prestraining and the transition temperature rises. (2) In the high tempering temperature range ($800^{\circ}\text{C}\cdot 1\text{ hr}$ -OQ $\rightarrow 600^{\circ}\text{C}\cdot 1\text{ hr}$ -WC), it is concluded that the deformation is constrained by martensite transformed during prestraining at -196°C and it causes a pronounced rise in the transition temperature. (3) In the optimum heat treatment ($800^{\circ}\text{C}\cdot 1\text{ hr}$ -OQ $\rightarrow 575^{\circ}\text{C}\cdot 1\text{ hr}$ -WC), the rise in the transition temperature is not observed. But in the case of slow quenching, i.e. air cooling, the amount of retained austenite increases and it remains after tempering. Therefore, the retained austenite transforms to martensite by prestraining at -196°C and the rise in the transition temperature is observed. (4) It seems that the rise in the transition temperature by prestraining at R. T. is caused by strain ageing.

(Received March 7, 1969)

I. 緒 言

われわれは以前に、9%Ni 鋼の靱性を支配している要因について調べ、 550°C 以下または 600°C 以上の焼もどしで靱性が低下するのは主として、それぞれ焼戻脆性または析出オーステナイトの低温浸漬時さらに低温変形時の不安定化によることを明らかにした⁽¹⁾。ところで、9%Ni 鋼は室温および低温での予歪により靱性が低下することが知られており、とくに -196°C での予歪による低下が著しいことが報告されている⁽²⁾。この現象は9%Ni 鋼においてのみ観察されることから、9%Ni 鋼の冶金学的な特徴と関連があることが予想される。この観点から、さきに述べた冶金学的要因が、室温および低温での冷間加工による脆化にどのように影響を与えるかを解明するための実験を行なった。

II. 実 験 方 法

1. 素 材

供試材として真空溶解鋼と電炉鋼を用いた。試料の作製手続きはつぎのとおりである。

真空溶解鋼は電解鉄、電解 Ni などを素材とし 10 kg 真空溶解炉により溶製した。電炉鋼は八幡製鉄所 60 t エル式電炉による商用 9%Ni 鋼を用いた。それぞれの化学組成を Table 1 に示す。

2. 試 験 方 法

(1) 予歪試験

Fig.1 (a) に示す予歪用試験片の側面の一つに 10 mm ごとに標線をいれ、歪速度 $8 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で引張り歪を加えた。温度は室温および液体窒素温度である。予歪量は標線間隔をコンパレーターで測定することによりほぼ 4% にそろえた^{††}。

(2) 衝撃試験

予歪後の試験片より 2 個ずつの 2 mm V ノッチシャルビー衝撃試験片 (JIS 4 号) を切出した。また予歪なしのものは熱処理後の角棒より切出した。こののちそれぞれについて衝撃遷移曲線を求めた。

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

* 1967 年 10 月本会札幌大会に一部発表

(1) 大岡, 三村, 矢野他: 本誌, 30 (1966), 442.

(2) 日立造船: 低温用 9% Ni 鋼の溶接加工に関する研究 (9 N 委員会, 9 N-56-65), (1965).

† $10 \times 10 \times 55 (\text{mm}^3)$ の試片の圧延方向に平行で圧延面に直角な側面の一つに 0.2 mm 深さの刻みをいれてこの部分に刃型を圧入し、2 mm V ノッチを持つプレスノッチシャルビー衝撃試験片を作製した。

†† ASME 規格では 3% 以上の予歪を与えた場合に応力除去焼鈍をすることを義務づけているので、4% を選んだ。

Table 1 Chemical compositions of specimens (wt%)

Specimens	Ni	Mn	C	Si	P	S	Al	N	O	Cr
V1	8.62	0.76	0.10	0.22	0.004	<0.003	0.013	0.0018	<0.001	<0.002
V2	8.90	0.41	0.09	0.25	0.003	<0.003	0.011	0.0013	<0.002	<0.002
V3	8.76	0.39	0.06	0.22	0.004	<0.003	0.017	0.0018	<0.001	<0.002
D1	8.77	0.65	0.10	0.22	0.008	0.006	0.022	0.0067	0.003	0.051
D2	8.84	0.46	0.05	0.23	0.007	0.006	0.020	0.0094	0.002	0.046
D3	8.87	0.45	0.06	0.19	0.009	0.006	0.030	0.0075	0.001	0.053

V1, V2 and V3; vacuum melted steels

D1, D2 and D3; commercial electric arc melted steels

Fig.1 Size of the testpieces for (a) prestraining and (b) tensile test

(3) 引張試験

Fig.1(b)に示す試験片で引張試験を行なった。歪速度は $8 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ である。

以上のほかにビッカース硬度の測定、電子顕微鏡による衝撃破面観察、レプリカ組織および薄膜組織観察、プレスノッチシャルピー衝撃試験などを行なった。

III. 実験結果

1. 焼もどし温度の影響

Fig.2はD1鋼を焼戻脆化域である500°Cで焼もどした場合の結果である。この材料はMnおよびC量が多くまた真空溶解鋼に比べて焼戻脆性に対する感受性も強いので遷移温度はかなり高い。室温予歪により遷移温度は10~15°C上昇し、-196°Cでの予歪によれば30°C程度の大きな上昇を示す。予歪によるビッカース硬度(Hv)の上昇は8~9程度で、室温予歪と-196°C予歪との差はほとんど認められない。Fig.3は同じくD1鋼の575°C焼もどしの場合の結果である。この焼もどし温度では焼戻脆性による脆化はなく、また析出したオーステナイト相も安定であり、-196°Cでの衝撃値は25 kg-m/cm²を越す。予歪による遷移温度の上昇はこの試験温度範囲では不明であるが、室温予歪と低温予歪との差はないようである。Fig.4はD1鋼の600°C焼もどしでの結果である。衝撃値は-196°Cで20 kg-m/cm²程度になり、575°C焼もどし材にくらべてやや低い。室温予歪により遷移温度は10°C以上の上昇を示しているが、最も注目すべき特徴は低温予歪材の遷移温度が室温予歪材のそれよりも30°C以上も高く、Hvの変化も図中に示してあるように500°C焼もどし材に比して変化が大きい。このような傾向は真空溶解鋼についても認められ

Fig.2 Charpy impact value v.s. temperature curves for D1 800°C(1 hr) OQ, 500°C(1 hr) WQ

Fig.3 Charpy impact value v.s. temperature curves for D1 800°C(1 hr) OQ, 575°C(1 hr) WQ

た、まとめてTable 2に示す。V2鋼、V3鋼はMn、P量ともに少なく、焼戻脆性に対する感受性の小さい材料であるが、500°C焼もどし材でも-196°C予歪による遷移温度の上昇は比較的小さい。

Fig. 4 Charpy impact value v.s. temperature curves for D1 800°C(1 hr) OQ, 600°C(1 hr) WQ

Fig. 5 Charpy impact value v.s. temperature curves for D1 800°C(1 hr) AC, 575°C(1 hr) WQ

Table 2 Summary of the impact and hardness tests for specimens V1, V2 and V3

Specimens	Heat treatment	Unprestrained			Prestrained 4% at R.T.			Prestrained 4% at -196°C		
		$\sqrt{E-196}$ (kg-m/cm ²)	vT_{RE} (°C)	Hv	vT_{RE} (°C)	ΔvT_{RE} (°C)	Hv	vT_{RE} (°C)	ΔvT_{RE} (°C)	Hv
V1	800°C(1 hr) AC 575°C(1 hr) WQ	14.0	-190	239	-180	10	248	-180	10	252
V2	800°C(1 hr) WQ 575°C(1 hr) WQ	12.0	-185	232	-175	10	243	-170	15	244
V3	800°C(1 hr) WQ 500°C(1 hr) WQ	17~28	-190	244	-175	15	253	-165	25	253

以上の結果から判断すると、焼もどし温度によって予歪による靱性の低下に寄与している要因が異なっているものと思われる。

2. オーステナイト化後の冷却速度の影響

Fig. 5はD1鋼について、オーステナイト化後の冷却速度を空冷にして575°Cに焼もどした場合の予歪の影響を示したものである。D1鋼の油冷材についてはすでにFig. 3にも示したように室温予歪と-196°C予歪との間で靱性の変化に差がない。これに対して空冷材の場合には、室温予歪の影響がほとんどないにもかかわらず、-196°C予歪による遷移温度の上昇は30°C以上である。D2鋼について水冷材と空冷材とを比較した場合も同様であり、空冷材の室温予歪と-196°C予歪との差は、遷移温度で15°C程度であつた。水冷材ではFig. 6に示すように上のような差はない。

以上の結果を見ると、いずれの場合でも室温予歪による遷移温度の上昇は、高々20°C程度であり大きくない。

Fig. 6 Charpy impact value v.s. temperature curves for D2 800°C(1 hr) WQ, 575°C(1 hr) WQ

しかし予歪を与える温度が下がることによって遷移温度が大幅に上昇する。

3. 時効の影響

室温予歪による遷移温度の上昇はあまり大きくないことがわかったが、時効が加わった場合には遷移温度が大きく上昇することが考えられる。Fig.5 および Fig.6 は、それぞれ D1 鋼および D2 鋼について、室温予歪後 100°C で 1 時間時効した場合の遷移曲線を描き加えたもので、室温予歪の影響の小さい D2 鋼水冷材の場合に、時効の影響が顕著に現われていることがわかる。同じ D2 鋼でも焼もどし後空冷すると、このような 100°C×1 時間の時効の影響が出てこなくなる (Fig.7)。

4. 組織観察

焼もどし温度を変えた場合の組織の変化を、D1 鋼につ

Fig.7 Charpy impact value v.s. temperature curves for D2 800°C(1 hr) WQ, 575°C(1 hr) AC

いて Photo.1 に示す。これらは Fig.2, 3, 4 にそれぞれ対応する。500°C 焼もどし材には粒内にも粒界にも多量の大きなセメントライトが見られるが、575°C 焼もどし材ではこれらのセメントライトは大部分溶解してしまい、代わって析出オーステナイトが見られるようになる。この析出オーステナイトの量は 600°C 焼もどし材ではさらに増加する。lineal analysis の結果によれば 575°C 焼もどし材で約 10 %, 600°C 焼もどし材で約 20 % である。

Photo.2 は D2 鋼について、オーステナイト化後の冷却速度をかえた場合の焼もどし後の組織を示したものである。冷却速度が空冷の場合には残留オーステナイトの量が増し、これを焼もどしてもフェライト地の中にオーステナイトがそのまま残っているのが認められる。D1 鋼についても同様の結果が得られた。

Photo.3 は D1 鋼油冷材の 600°C 焼もどしの場合の予歪前後の電子顕微鏡による薄膜組織である。予歪を与えない試料では析出オーステナイトはほとんどそのままの形で残っているが、-196°C で予歪を受けた試料ではほとんどがマルテンサイト化しているのが認められる。

5. 引張試験

Photo.1 に示したような組織の異なる試料に予歪を加えた場合、その後の機械的諸性質の変化はそれぞれの試料によって違ってくる。硬度の変化については図中に示したが、600°C 焼もどし材の予歪を加えたのちの硬度上昇がとくに大きく、しかも室温予歪と -196°C 予歪との差がビッカース硬度で 15 も異なることは、他のもつと低い温度での焼もどし材では見られない特徴である。

Fig.8 は D1 鋼の降伏強度が予歪によってどのように変化するかを 500°C 焼もどし材と 600°C 焼もどし材について、種々の試験温度で測定したものである。500°C 焼もどし材では予歪による降伏強度の上昇はほとんど見られないのに対して、600°C 焼もどし材では大きく上昇し、とくに

Photo.1 Extraction replicas of specimen D1
(a) 800°C(1 hr) OQ, 500°C(1 hr) WQ; (b) 800°C(1 hr) OQ, 575°C(1 hr) WQ; (c) 800°C(1 hr) OQ, 600°C(1 hr) WQ

Photo.2 Extraction replicas of specimen D2

(a) 800°C(1 hr) WQ, 575°C(1 hr) WQ; (b) 800°C(1 hr) AC, 575°C(1 hr) WQ

(a) not prestrained

(b) prestrained 4% at -196°C Photo.3 Transmission electron micrographs of specimen D1, 800°C(1 hr) OQ, 600°C(1 hr) WQ
(a) after cooled to -196°C ; (b) after prestrained 4% at -196°C A; austenite, M; martensite

Fig.8 Yield stress v.s. temperature curves for D1

(a) 800°C(1 hr) OQ, 500°C(1 hr) WQ
(b) 800°C(1 hr) OQ, 600°C(1 hr) WQ

Fig.9 Stress-strain curves for D1

(a) 800°C(1 hr) OQ, 500°C(1 hr) WQ
(b) 800°C(1 hr) OQ, 575°C(1 hr) WQ
(c) 800°C(1 hr) OQ, 600°C(1 hr) WQ

-196°C 予歪による上昇が室温予歪による上昇より約 8 kg/mm² も大きい点が注目される。Fig. 9 は各温度での焼もどし材の予歪時の応力-歪曲線を示したもので、600°C 焼もどし材の -196°C での予歪による加工硬化の度合が、他に比べてとくに大きい点が特徴である。これら二つのグラフに見られる現象には析出オーステナイト相が関与しているものと思われる。すなわち 600°C 焼もどしにより約 20% 析出したオーステナイトは不安定であり、液体窒素中に浸漬したときか、あるいは液体窒素中で予歪を受けることにより、マルテンサイト変態するものと思われる。そこで 600°C 焼もどし材を液体窒素中に 2 時間浸漬したのち、室温で引張試験を行なつたところ、加工硬化の度合は室温予歪時のそれとほとんど差がなかった。このことから液体窒素中での予歪による大きな加工硬化は主として析出オーステナイトが、浸漬しただけではマルテンサイト変態しないが、-196°C で変形を受ける際にマルテンサイト化することによるものと考えてよいであろう。この推論を裏づける事実が Photo. 3 である。

IV. 考 察

1. オーステナイト相の役割

9% Ni 鋼の靱性におよぼすオーステナイト相の役割についてはすでに明らかにしたが⁽¹⁾、予歪による靱性の低下についても III. 1., 2. で述べた現象には、析出オーステナイト相のマルテンサイト化が原因となつていと考えられる。D1 鋼は 575°C 焼もどしで -196°C での衝撃値が最大になるが、このときの析出オーステナイト相の量は約 10% である。600°C 焼もどしで約 20% に増加するが、同時に非常に不安定になり、-196°C での予歪によつてマルテンサイト変態することが、Photo. 3 に示されている。このとき応力-歪曲線には大きな加工硬化が現われ (Fig. 9)、降伏応力の上昇 (Fig. 8)、硬度の大幅な増加をもたらす (Fig. 4)。こうして生じたマルテンサイトは衝撃荷重時の変形を拘束し、劈開性破壊を誘起して遷移温度の上昇をもたらすものと考えられる。同様に、焼入れ速度が遅い場合には焼入れ後および焼もどし後もオーステナイトが多量に残留し (Photo. 2 (b))、これが予歪によつてマルテンサイト変態して衝撃値が低下するものと考えられる (Fig. 5)。したがつてその低下の度合は焼入れ性の悪い材料ほど大きい。Mn, C 含有量が高く焼入れ性のよい V1 鋼では空冷しても残留オーステナイト相の量は 4% 弱に過ぎず、焼もどし後も安定であり、これに対応して -196°C 予歪による遷移温度の上昇は、Table 2 に示したように小さい。

2. 焼戻脆性の影響

焼戻脆性も 9% Ni 鋼の靱性を支配している要因の一つであるが、その影響は予歪による脆化にも関連す

る。D1 鋼は Mn, C 量ともかなり高く、また一般の鋼に比して P などの不純物元素も非常に低いとはいえ、真空溶解鋼よりはやはり高く、焼戻脆性に対する感受性が高い。このような材料を 500°C で焼もどした場合、焼戻脆性により粒界が脆化するが、以下に述べるようにこれに予歪が加わるとさらに粒界が脆化するものと考えられる。すなわち 500°C 焼もどし材は、予歪後の硬度の上昇が他の焼もどし温度での焼もどし材にくらべて小さく (Fig. 2)、また降伏応力の上昇も小さい (Fig. 8)。さらに遷移温度直下での衝撃破断後の破面観察によると、予歪のない場合には粒界破面はほとんど見られず、靱性破面および劈開性破面が大部分であるが、室温予歪材では 20~30% の粒界破面が観察される。これに対して V3 鋼は Mn, C 量とも低くまた P などの不純物元素の含有量も低いので、焼戻脆性に対する感受性は小さく、したがつて Table 2 に示したように、500°C に焼もどした材料でも予歪による遷移温度の上昇は比較的小さい。また破面観察の結果でも粒界割れはほとんど観察されない。

これらの事実から、500°C 焼もどし材の予歪による脆化は、結晶粒自体の機械的諸性質の変化よりも、粒界の脆化が助長されることによるものと考えられる。

3. 時効の影響

粒界の脆化が見られない最適焼もどし温度以上で焼もどした場合の室温予歪による脆化については、析出オーステナイトのマルテンサイト化もほとんど認められず、別の機構によるものと思われる。

室温予歪による遷移温度の上昇は、9% Ni 鋼のみでなく

Fig. 10 V-notch and P-notch Charpy impact value v.s. temperature curves for specimen D3 800°C (1 hr) AC, 570°C (1 hr) WQ

一般の実用鋼でも見られる現象であり、これは歪時効によるものと考えられている⁽³⁾。Fig. 6 から明らかなように、室温予歪後さらに $100^{\circ}\text{C} \times 1$ 時間時効すると、遷移温度が大きく上昇することから、9%Ni 鋼の室温予歪による脆化も歪時効によるものと考えられる。すなわち予歪材は予歪後衝撃試験片を切出すので、約 7 日間程度の室温時効を受けることは避けられないからである。時効の影響はプレスノッチテストで最もよく示されている (Fig. 10)。プレスままの試料は室温でプレスノッチをいれたのち、ただちに (15~20 秒以内) 液体窒素中に浸漬し、その日のうちに各温度で衝撃試験を行なったものである。この結果を見ると加工を受けていない 2 mm V ノッチ試片では、時効の影響は全く認められないのに対して、プレス加工を受けた試料では室温 10 日の時効によつて約 10°C の遷移温度の上昇が見られ、さらに時効が進んだ試料では、 $15^{\circ}\sim 20^{\circ}\text{C}$ 上昇している。したがって室温予歪材に見られる脆化は、歪時効によるものと考えてよいであろう。歪時効の影響は同様に -196°C 予歪材にも 1, 2. で述べた要因に重畳して現われる。

一方焼もどし後空冷すると時効の影響が見られなくなる (Fig. 7) のは、焼もどし後の空冷の途中で大部分の固溶 C, N が析出してしまい歪時効が起りにくくなるからであろう。

V. 結 論

(1) 低温焼もどし ($500^{\circ}\text{C} \times 1$ hr) により粒界が脆化して

(3) たとえば長谷部：住友金属, 10 (1958), 155.

いる場合には、冷間加工により衝撃遷移温度が上昇する。これはもともと弱い粒界が加工によつてさらに脆化することによるものと考えられる。

(2) 高温焼もどし ($600^{\circ}\text{C} \times 1$ hr) により析出オーステナイトが低温で不安定な場合には、やはり加工により遷移温度が上昇し、とくに -196°C での加工による脆化が著しい。これは低温で加工されることにより析出オーステナイトがマルテンサイト変態する結果、衝撃荷重による変形が拘束されるからであると考えられる。

(2) 焼戻脆性が消え、不安定な析出オーステナイトもほとんどない最適焼もどし温度 ($575^{\circ}\text{C} \times 1$ hr) で焼もどした場合には、成分・熱処理条件によつて靱性におよぼす冷間加工の影響が異なるが、一般にはその影響は少ない。ただしオーステナイト化処理後の冷却速度が遅い場合には、残留オーステナイトの量が増し、焼もどしのあとでも不安定なオーステナイトとして残るので、(2) で述べた機構によつて靱性が低下するものと考えられる。

(4) 室温での加工による遷移温度の上昇は、歪時効の影響によるものと考えられる。

おわりに臨み、研究の推進に当たつて終始ご指導をいただいた東京研究所所長 水島三一郎博士に謝意を表するとともに実験に協力して下さつた方々に感謝いたします。また、その都度適切な御助言をいただいた京都大学教授 高村仁一博士に厚くお礼申し上げます。