[ 253 ]

学位の種類 工 学 博 士

学位記番号 論工博第99号

学位授与の日付 昭和41年6月21日

学位授与の要件 学位規則第5条第2項該当

学位論文題目 9%ニッケル鋼に関する研究

(主 查) 論文調査委員 数 授 高 村 仁 一 数 授 足 立 正 雄 数 授 田 村 今 男

## 論文内容の要旨

この論文は、鉄鋼材料としては最も過酷な使用条件たとえば -200°C 前後の低温においても、すぐれた靱性をもつ9%ニッケル鋼について、今日なお諸説のあるその靱性の本質、および本研究により開発された新しい型の9%ニッケル鋼に関する研究結果をまとめたもので、第1章緒言を含め6章から成っている。

第2章は研究の順序として,まず従来系統的研究に欠けている本鋼の熱処理変態特性と微視組織,とくに
物性との関連で問題となる焼入焼戻過程におけるオーステナイトの残存および析出挙動と,これらに及
ぼす炭素含有量の影響について研究し,(1)加熱冷却過程の変態点および精密な連続冷却変態曲線の測定から,9% Ni 鋼がオーステナイト領域からの冷却速度の広い範囲にわたって,マルテンサイトとベーナイトの混合組織を形成すること,またオーステナイト化温度と炭素含有量が連続冷却変態特性に最も大きな影響を与えることなどを示したばかりでなく,(2)電子顕微鏡直接観察によって,炭素含有量の異なる 9% Ni 鋼のマルテンサイトやベーナイトの微視組織を系統的に解析し,冷却速度の減少と共に無視できない量のオーステナイトが残存すること,炭素含有量が0.05%以下になると焼入によるマルテンサイト中の転位密度が急速に減少し,さらに0.01%以下では massive structure が形成されることを明らかにした。

また,焼戻過程におけるマルテンサイトの回復再結晶および炭化物の析出解離やオーステナイトの析出 過程を詳細に検討し,例えば 0.1% C 9% Ni 鋼では析出オーステナイトの安定性が 575°C×1 hr 以上の 焼戾により,さらに炭素含有量の低下と共に急速に失われ,析出オーステナイトの一部は焼戾後の冷却過程あるいは -196°C への深冷処理によって転位密度の高いマルテンサイトに変態することを指摘した。

第3章は、9% Ni 鋼の靱性と最も深い関係を有すると従来から考えられているオーステナイト相の焼 入時の残存量および焼戾過程における析出量、さらに析出オーステナイトの安定性を支配する因子など を、X線ギニエ集中法カメラを用いて精密定量した結果を述べたものである。

まず X 線ギニエ集中法カメラによるオーステナイト量の定量法を確立し, これにより 0.5 %程度の微量

まで精度よく定量しうることを示した。この精密定量法によって、連続冷却時の残留オーステナイト量、 焼戻過程における残留オーステナイトの分解、焼戻時のオーステナイトの析出におよばす残留オーステナ イトの影響、析出オーステナイトの安定性と熱処理や炭素含有量との関係などを明らかにした。これらの 結果は、後述するように、9% Ni 鋼の靱性に及ばすオーステナイト相の役割に関する従来の学説を批判す る有力な資料を提供するものである。

第4章は、前章までの基本的検討にもとづいて、9% Ni 鋼の靱性の本質を明らかにしようとしたもので、本論文の中心の一つをなすものである。このため、特に純粋な素材を用い、不純物の混入に注意して真空溶製した 0.1% C 9% Ni 鋼を種々の温度で恒温焼戾を行い、衝撃吸収エネルギーその他の機械的性質の変化を、電子顕微鏡直接観察、衝撃破面レプリカ観察、抽出レプリカ観察、内部摩擦、歪時効硬化量などの測定と対比しつつ詳細に追究した。その結果、9% Ni 鋼のすぐれた低温 靱性の主因が、液体窒素温度でも安定な析出オーステナイトの存在にあるとする Marschall らを代表とする従来の学説を覆す結論を得た。すなわち、低温における衝撃吸収エネルギーが、安定なオーステナイトの析出量の増加と共に低下することを見出し、これらのオーステナイトの存在はむしろ、低温衝撃時にマルテンサイト変態を伴って劈開性破壊を助長し、その靱性を著しく阻害するものであることを明らかにした。

本研究に用いた 0.1% C 9% Ni 鋼は,800°C 前後からの水冷または空冷後  $525^\circ \sim 550^\circ$ C での焼戾処理により, $-196^\circ$ C における  $2\,\mathrm{mmV}$  ノッチ・シャルピー値として  $25\sim 27\,\mathrm{Kg-m/cm^2}$  のようなすぐれた性質を示す。この最適条件は,オーステナイト領域からの水冷または空冷により生じたマルテンサイトやベーナイト晶内の高密度の転位がかなり回復し,しかも粒界破壊を特色とする  $400^\circ \sim 500^\circ$ C での焼戾処理で主として粒界に析出する粒状炭化物が解離し,それに代って  $0.1\,\mu$  以下の微細なオーステナイトが析出し始めてはいるが,低温衝撃時にマルテンサイト変態をおこし易い充分に成長したオーステナイトがまだみられない状態に対応し,これが 9% Ni 鋼のすぐれた靱性の本質であると結論している。

本章ではさらに,焼戻脆性の重要な特徴である焼戻後の冷却依存性が,フェライト中の固溶炭素の粒界への拡散偏析による粒界エネルギーの低下によること,しかもこの種の脆化現象が最適焼戻温度範囲で最も顕著にあらわれることを見出し,このことから熱戻後の冷却速度を極力早くする必要のあることを指摘している。また靱性におよぼす結晶粒度の影響について検討を加え,粗粒化を伴うような熱処理,例えば950°C以上のオーステナイト化温度とかオーステナイト領域からの徐冷などは著しく靱性を劣化させること,逆に700°C前後からの焼入で微細なマルテンサイトを形成させれば普通なら脆化のおこる500°C前後で焼戻しても良好な靱性がえられることを明らかにしている。

第5章は、9% Ni 鋼を構成する主要合金元素である炭素、マンガン、ケイ素の役割についての研究結果と、その考察から見出された新しい型の 9% Ni 鋼について述べたものである。

まずマンガンの影響であるが、含有量が1.0%以上に増加すると、500°C を中心とする焼尿脆性が顕著となり、粒界の脆化が高温焼戾領域にまで及ぶ。逆にマンガン量が0.8%から0.4%程度にまで減少すると、焼尿脆性が著しく緩和され優れた靱性を示すに至る。しかし、さらにマンガン量が低くなると組織の粗大化を伴い、靱性はかえって劣下する。またケイ素量の減少も焼尿脆性を著しく緩和する。たとえば、0.1% C 9% Ni 鋼ではケイ素含有量が0.1%以下になると、500°C 焼尿脆性はほとんど消失するに至る。

次に炭素の影響であるが、炭素量0.04%程度までは含有量の減少とともにその靱性は向上する。しかし炭素量がこれ以下になると、粗大組織となり靱性がかえって劣下する。興味あることは、このような極低炭素の場合でも適当な温度で長時間、たとえば 0.015% C 9% Ni 鋼を 600°C なら  $5\sim20$ 時間、575°C なら 120時間焼戻すことによってオーステナイトを $15\sim20\%$ 以上析出せしめると、-196°C での衝撃値が 35 Kg-m/cm² 以上という驚くべき靱性を示すことである。この原因としては、(1)極低炭素 9% Ni 鋼の析出オーステナイトはきわめて不安定で、焼戻後の冷却時に変態してほとんどマルテンサイトになるが、その炭素含有量が低いためマルテンサイト自身充分な靱性に富んでいること、(2)多量のオーステナイトの析出によりフェライト生地中の炭素量が減少し清浄化されること、などが挙げられる。さらにマンガン含有量が高いほど適正熱処理範囲が広くなり、また強度も増加する。したがってこの型の鋼は、従来の 9% Ni 鋼とは機構的に全く異なる新らしい型の 9% Ni 鋼であることが明らかとなった。

第6章は結言で、以上を総括したものである。

## 論文審査の結果の要旨

9%ニッケル鋼は近年その需要が増大しつつある低温強靱鋼であるが、適正な熱処理のもとで液体窒素温度のような低温でもすぐれた靱性を示すのがその特徴である。著者は今日なお諸説の定まらないこの鋼の靱性の本性を明らかにするため、とくに不純物の混入に注意して真空溶製した一連の9%ニッケル鋼を用いて種々の熱処理に伴う衝撃吸収エネルギーその他の力学的性質の変化を、著者の確立したX線ギニエ集中法カメラによるオーステナイトの精密定量法や、電子顕微鏡による実物薄膜ならびにレプリカ観察、電子回折、内部摩擦などの測定と対比しつつ広汎かつ詳細に研究し、9%ニッケル鋼のすぐれた低温靱性の主因が、深冷処理でも安定な析出オーステナイトの存在にあるとする Marschall らによって代表される従来の学説を覆す結論をえた。すなわち、低温衝撃値が焼戻時に析出するオーステナイト量の増加と共にほぼ直線的に低下することを始めて明らかにし、オーステナイトの存在はむしろ衝撃時にマルテンサイト変態を伴って劈開性破壊を助長し、靱性を著しくそこなうものであることを指摘した。

9%ニッケル鋼のすぐれた靱性は、マルテンサイトやベーナイト晶内の高密度の転位が回復した状態で、粒界破壊を特徴とする脆化焼戾温度範囲で粒界に析出する粒状炭化物が解離し、これに代わって 0.1 ミクロン以下の微細なオーステナイトが析出し始めてはいるが、析出オーステナイトが低温衝撃時にマルテンサイト変態をおこすに至るほど充分には成長しない状態に対応して得られることを明らかにしている。また最適焼戾温度範囲でもみられる焼戾脆性の重要な特徴である焼戾後の冷却速度依存性が、フェライト中の固溶炭素の粒界への拡散偏析による粒界エネルギーの低下に起因することを指摘したばかりでなく、結晶の粗大化を伴うような熱処理はすべて靱性をそこなうことを明らかにしている。

著者はさらに9%ニッケル鋼の主要合金元素,たとえば炭素,マンガン,シリコンなどの微視構造ならびに靱性におよぼす影響をくわしく検討し、その結果、従来の9%ニッケル鋼とは機構的に全く異なる新しい型の極低炭素低温強靱鋼をつくるのに成功した。これは極低炭素マルテンサイトが充分な靱性に富むことを利用したもので、炭素量が0.03%あるいはそれ以下の9%ニッケル鋼を適当な温度で長時間焼戾を行い,不安定なオーステナイトを15%以上折出させ、焼戾後の冷却過程でマルテンサイト変態を行わせた

もので、-196°C での衝撃吸収エネルギーが  $35\,\mathrm{Kg-m/cm^2}$  以上という極めてすぐれた靱性を示すことができる。

これを要するにこの論文は、9%ニッケル鋼の靱性の本質を解明すると共に、新しい型の低温強靱鋼を 見出したもので、学術上工学上寄与するところが少なくない。よって本論文は工学博士の学位論文として 価値あるものと認める。