

予備時効後の冷間圧延と再時効による 18%Ni マルエージ鋼の強化*

添 野 浩**・黒 田 哲 郎***

土 屋 正 利***・田 口 和 夫***

Strengthening of 18%Ni Maraging Steels by Cold Rolling after Pre-aging and Re-aging

Kô SOENO, Tetsuro KURODA,

Masatoshi TUCHIYA, and Kazuo TAGUCHI

Synopsis:

Thermomechanical treatments for improving tensile strength of 18% Ni maraging steels have been investigated. The thermomechanical treatments applied to the 210 kg/mm² and 245 kg/mm² grades maraging steels include a) cold rolling and aging, b) cold rolling in preaged conditions with and without subsequent re-aging at about 500°C.

Increases in strength produced by cold rolling and aging are given as a function of the reduction in thickness. The tensile strength in the transvers direction reaches to a peak and then decreases because of the drop in elongation.

The increase in strength produced by cold rolling in the pre-aged conditions is small. However, the tensile strength is greatly increased by the subsequent re-aging. The tensile strength in the transverse direction is remarkably improved by a thermomechanical treatment including preaging at 500°C, cold rolling, and re-aging at about 500°C.

1. 緒 言

ウラン濃縮遠心分離機の薄肉回転胴に 18%Ni マルエージ鋼が用いられるようになり、周速を増加するため、回転胴をできるだけ高強度にすることが望まれている。薄肉回転胴の製造には冷間スピニング加工 (Marstraining) が用いられるので¹⁾、スピニング加工における加工硬化と時効による硬化とを重畳させて回転胴を強化することができる。遠心分離機においては、回転胴と端板(18%Ni マルエージ鋼) とが溶接されるので、溶接部の強度には Marstraining の効果は寄与しないが、遠心力によって回転胴に作用する応力が溶接部にも同等以上に作用するとは限らないので、回転胴を製造するときの加工硬化を強化に利用できる。

なおスピニング加工と板圧延とにおける材料の流動の比較から、回転胴の円周方向は圧延板の直角方向 (Transverse Direction) に、また回転胴の長手方向は圧延板の圧延方向 (Rolling Direction) に類似した機械的性質になることが推定される。したがって圧延板の機械的性質からスピニング加工で製造した回転胴の機械的性質を類推することができる。

圧延板について研究した結果では²⁾³⁾、冷間圧延後に時効すると、ほぼ加工硬化量に相当する強度増加が得られる²⁾。しかし加工度が過大になると、時効後に直角方向の延性が劣化して、かえって強度が減少する傾向になる。Ausforming^{4)~6)}に比較して Marstraining²⁾³⁾⁵⁾⁷⁾⁸⁾は効果的な強化法であるが、18% Ni マルエージ鋼の加工硬化が比較的小さい⁹⁾¹⁰⁾ため、Marstraining による強化量

* 昭和50年12月19日受付 (Received Dec. 19, 1975)

** (株)日立製作所日立研究所 工博 (Hitachi Research Lab., Hitachi Ltd., 1-1, 3 chome, Saiwai-cho, Hitachi 317)

*** (株)日立製作所日立研究所 (Hitachi Research Lab., Hitachi Ltd.)

Table 1. Chemical compositions of 18% Ni maraging steels investigated.

Strength Level (kg/mm ²)	No.	Chemical composition (%)										
		Ni	Co	Mo	Ti	Al	C	Si	Mn	P	S	Other
210	210-C	18.36	9.28	5.17	0.85	0.10	0.004	0.01	0.02	0.003	0.004	N 0.004
245	245-A	17.15	12.70	3.71	1.73	0.12	0.005	0.06	0.05	0.007	0.004	
	245-B	18.22	12.12	3.88	1.59	0.12	0.003	<0.01	<0.01	0.002	0.004	

も顕著ではない。

KULA および HICKEY, Jr⁵⁾ は, Marstraining における加工硬化を増加する目的から, 900°F (482°C) で 3 hr 時効した 175 kg/mm² 級マルエージ鋼の冷間加工を試みている。その結果, クラックなしに冷間加工できるがほとんど加工硬化しないので, 強化法としての意義がないことを指摘している。なお加工後に 700°F (371°C) で 1 hr 再時効する実験も行なっているが, 再時効によって少量の強化がおこるとされている。

本論文は, KULA, HICKEY, Jr⁵⁾ らの研究を拡張して予備時効 (Pre-aging) した試料を冷間圧延と再時効 (Re-aging) で強化する方法を, 通常の Marstraining で強化する方法と比較して検討した結果である。

2. 実験方法

試料の組成を Table 1 に示す。いずれも厚さ約 10 mm の圧延板 (820°C 溶体化材) として購入した材料である。この圧延板を 2.5 mm t, 3 mm t および 4 mm t に冷間圧延して 950°C, 1hr 溶体化して研究に用いた。すなわちこれらの溶体化材を, さらに 2.5 mm t → 0.67 mm t (肉厚低減率 73.2%), 3 mm t → 1 mm (66.7%) および 4 mm t → 2 mm t (50%) に冷間圧延し, 820°C で 1 hr 溶体化してオーステナイトに結晶粒度を ASTM No. 10.5~No. 11.5 の範囲に微細化した²⁾³⁾。次に塩浴炉で Pre-aging してから最終的に約 0.5 mm t まで冷間圧延し, Pre-aging 後の加工度を 25% (0.67 mm t → 0.5 mm t), 50% (1 mm t → 0.5 mm t) および 75% (2 mm t → 0.5 mm t) にし, これらを Re-aging して引張試験を行なった。Re-aging の条件は, 210 kg/mm² 級マルエージ鋼で 480°C, 5hr, 245 kg/mm² 級マルエージ鋼で 500°C, 5hr である。

Fig. 1 に引張試験片を示す。引張試験片の長手方向を圧延方向 (R. D.) および直角方向 (T. D.) に一致させそれぞれの方向の引張強度を測定した。

Pre-aging → 冷間圧延 → Re-aging による強化を, Marstraining (溶体化 → 冷間圧延 → 時効) による強化と比較するため, Table 1 の試料を既報²⁾³⁾ と同様な方法 (し

Smooth tensile test specimen

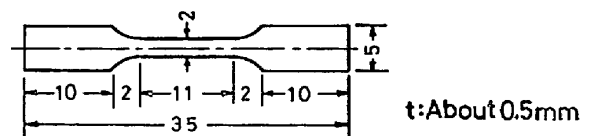


Fig. 1. Tensile test specimen.

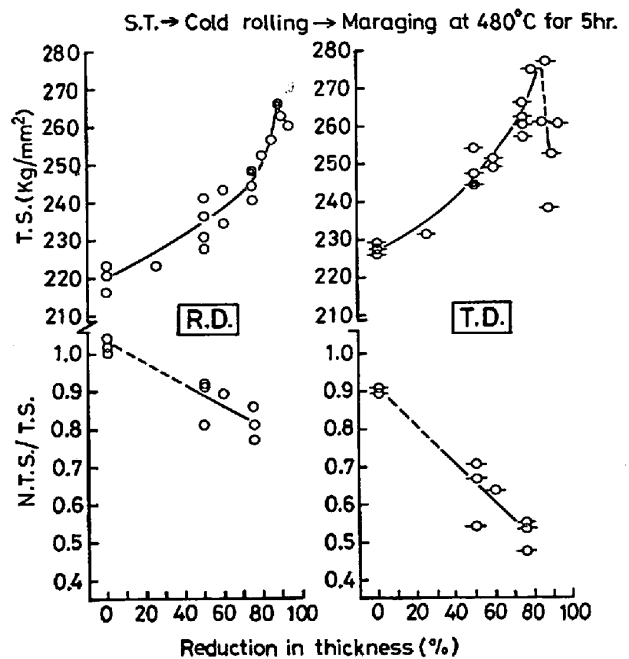


Fig. 2. Effect of cold rolling on tensile properties of the 210-C maraging steel.

たがって方法の詳細については省略する)で Marstraining して強化した場合についても引張試験を行なった。このとき用いた引張試験片は NASA 型平滑試験片 (厚さ 1 mm t) および応力集中係数 (Kt) 11.4 の NASA 型切欠試験片 (厚さ 1 mm t) である (試験片の形状については既報²⁾³⁾ を参照されたい)。方法の要点は Marstraining における所定の加工度で 1 mm t になるよう, あらかじめ肉厚を種々に調整した板材を用いた。なお, これらの板材は, 820°C で 1hr 溶体化され, オーステナイト結晶粒度が ASTM No. 10.5~No. 12 の範囲に微細化されている。

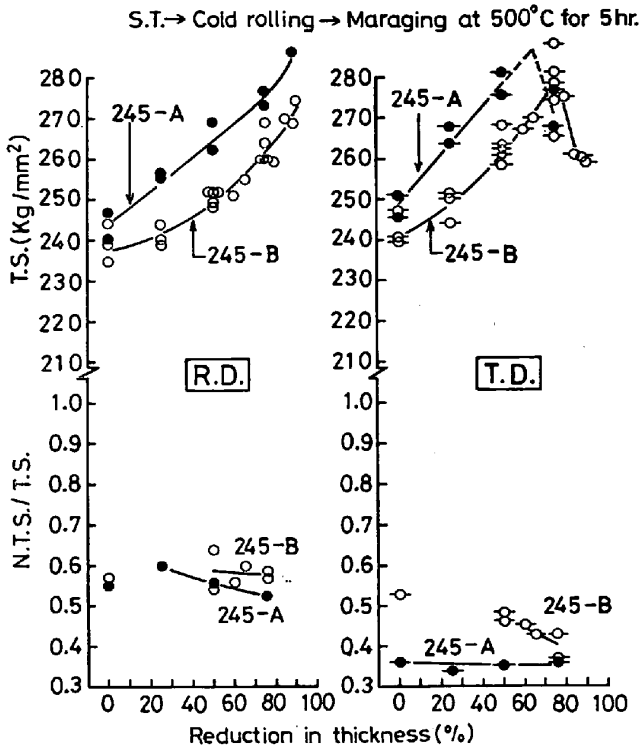


Fig. 3. Effect of cold rolling on tensile properties of the 245-A and 245-B maraging steels.

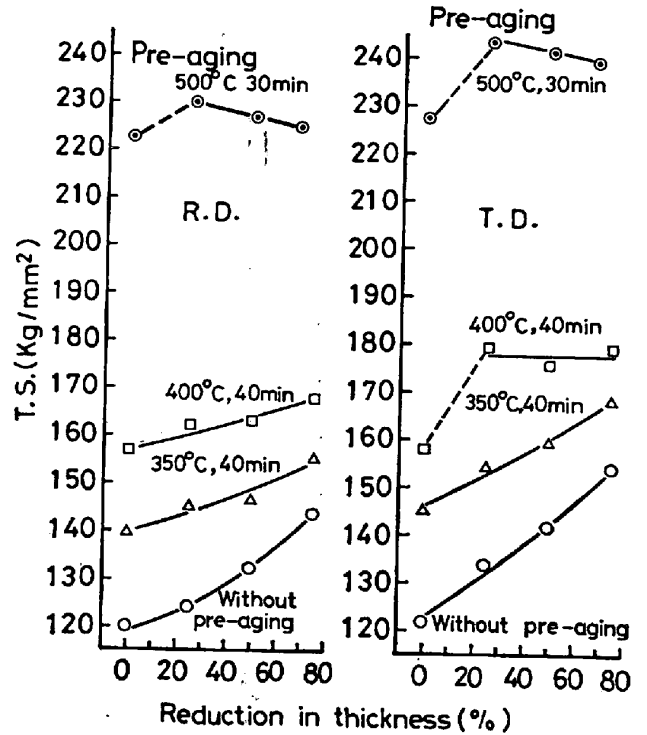


Fig. 5. Cold work hardening of the 245-A maraging steel with and without pre-aging.

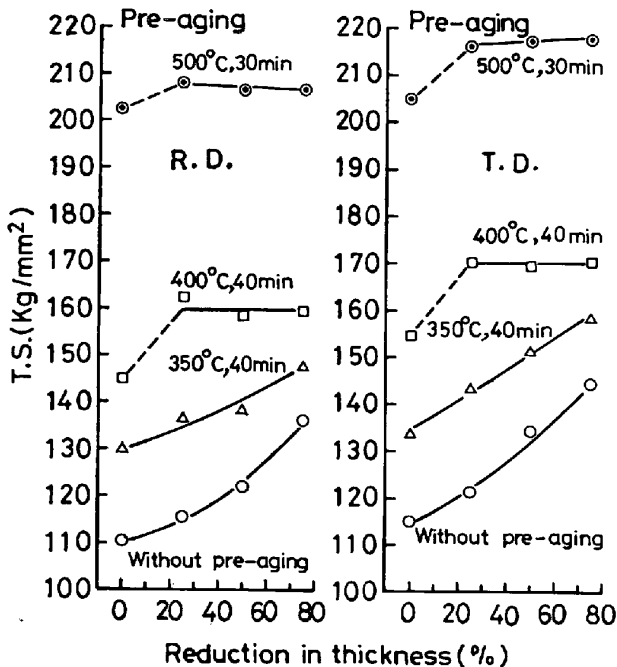


Fig. 4. Cold work hardening of the 210-C maraging steel with and without pre-aging.

3. 実験結果および検討

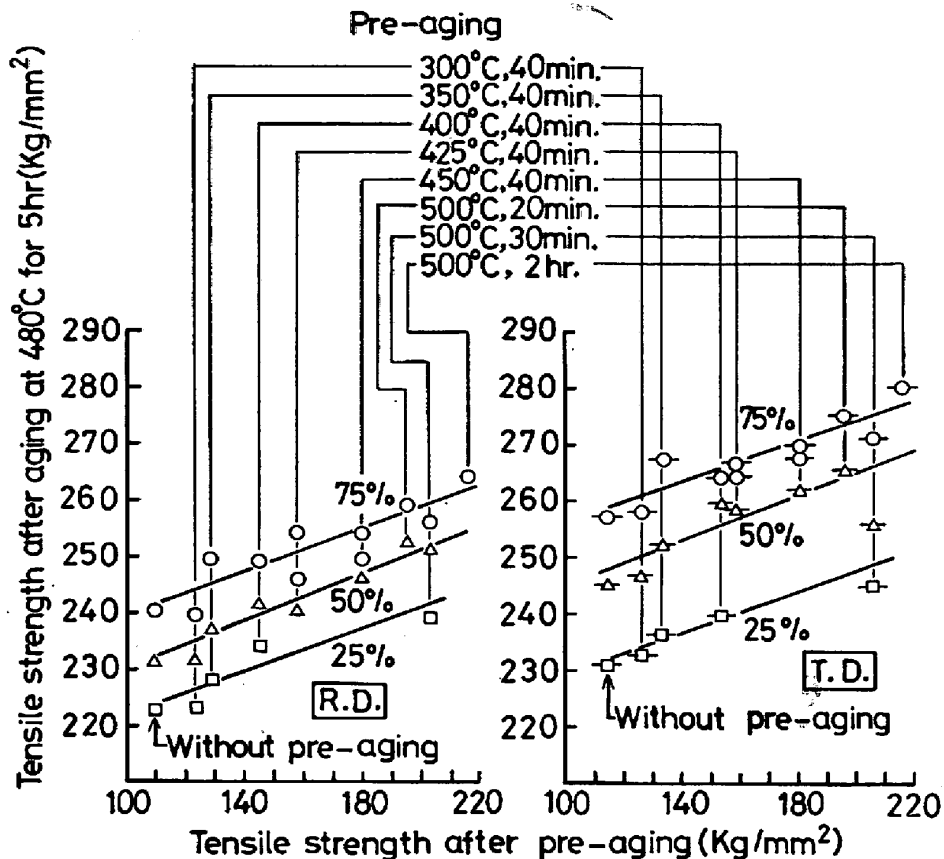
Fig. 2 および Fig. 3 は溶体化材を冷間圧延後に時効して強化する方法を検討した結果で、圧延加工度によ

つて引張性質がどのように変化するかを示した図である。圧延加工度が過大になると、時効後に直角方向の延性劣化が顕著になり、低い応力で破断するようになるため、直角方向の強度は減少する。したがって圧延板の直角方向の強度には、冷間圧延→時効による強化法で到達しうる限界強度があらわれる。

次に Pre-aging→冷間圧延→Re-aging による強化を検討するため、溶体化材を 300~500°C 間の所定温度に保持された塩浴炉中で Pre-aging してから冷間圧延(加工度: 25%, 50% および約 75%) し、これをそのまま、あるいは Re-aging (210-C : 480°C 5hr, 245-A および 245-B : 500°C 5hr) した後に引張強度を測定した。Pre-aging→冷間圧延の状態での引張試験を行なった結果を Fig. 4, Fig. 5 に、また Pre-aging→冷間圧延→Re-aging した後の引張強度を Pre-aging 後の引張強度に対して、プロットした結果を Fig. 6, Fig. 7, Fig. 8 に示す*。

Fig. 4 および Fig. 5 から明らかなように、Pre-aging の温度を高くして強度を大きくした試料ほど加工硬化量が低減する。とくに 400°C あるいは 500°C で Pre-aging した試料の加工硬化は比較的小さい加工度で飽和し、また加工度の増加にともなわずかに軟化する傾向(例え

* Fig. 2 から Fig. 8 に示した測定点は、3本の試験片を引張った結果を平均した値で、数個の測定点がある場合は、同様な実験をくり返したことを意味する。



S.T. → Pre-aging → Cold rolling → Aging at 480°C for 5 hr.

Fig. 6. Tensile strength of the 210-C maraging steel, solution-treated, pre-aged, cold rolled, then aged at 480°C for 5 hr.

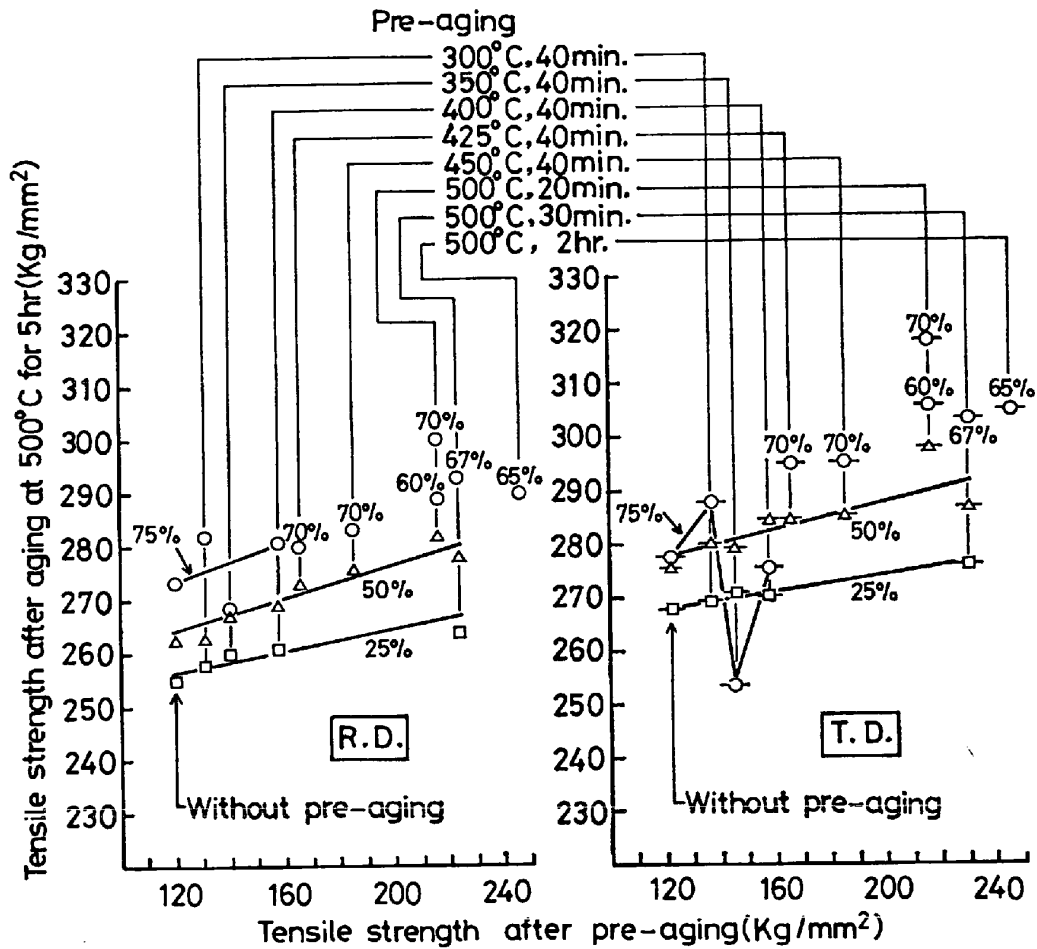
ば Fig. 5 の 500°C, 30 min Pre-aging 試料) すらみられる。KULA, HICKEY, Jr. ら⁵⁾も 900°F 3hr 時効した 175 kg/mm² 級マルエージ鋼の冷間加工で、加工によつて軟化する傾向があることを指摘して、加工による析出相の再固溶とミクロ的な残留応力の影響などを考えられる原因として定性的に述べているが、原因の究明はなお今後の問題である。河部ら⁹⁾は、種々の強度レベルに時効した 18% Ni マルエージ鋼の応力 (σ)-歪 (ϵ) 曲線を検討して、強度レベルが高くなるほど均一伸びが減少することを明らかにしているが、これは $\sigma = Ke^n$ において、強度レベルが高くなるほど n が小さくなることを意味するので、Fig. 4 および Fig. 5 の結果は河部ら⁹⁾の結果に一致した傾向と考えられる。

Pre-aging した試料を冷間加工のみで十分強化することはできず (Fig. 4 および Fig. 5), Pre-aging → 冷間圧延 → Re-aging によつて高強度になる (Fig. 6 ~ Fig. 8)。ここで Re-aging の温度を 480° あるいは 500°C にした理由は、Co, Mo を主要な析出硬化元素とする 18% Ni マルエージ鋼においては、約 460°C 以下の低温

側で形成される析出相^{11)~14)}が、おくれ破壊に対する感受性を高くするとされているためである^{15)~19)}*。なお 245-A および 245-B を Pre-aging で約 150~160 kg/mm² 以上に強化した材料は、用いた圧延機で肉厚を 75% 一定に低減するのが困難であつたため、60~75% の範囲に圧延して Re-aging した試料の引張強さをプロットした (Fig. 7 および Fig. 8)。

Fig. 2 および Fig. 3 から明らかのように、溶体化材を冷間圧延後に時効して強化する方法では、圧延板の直角方向の最高限界強度が、210-C の場合約 85% の加工度、245-A と 245-B ではそれぞれ 65% および 75% 付近の加工度にあられる。Pre-aging → 冷間圧延 → Re-aging 後における 210-C の引張強度 (Fig. 6) の測定では、圧延方向、直角方向ともに延性の劣化による低底

* 約 460°C 以下で形成される準安定相は、Co, Mo, Ni などの含有量が比較的高く、固溶体の過飽和度が大きい場合に析出する^{11)~20)}。したがつて約 460°C 以上で Pre-aging して過飽和度を低減すると、Re-aging の温度を約 460°C 以下にしても、上記の準安定相は形成されない¹¹⁾。なお約 460°C 以下で Pre-aging して準安定相が形成されている場合は、本論文のような Re-aging 温度において、準安定相は漸次還元して消失する^{12)~14)}。



S.T.→Pre-aging→Cold rolling→Aging at 500°C for 5hr.

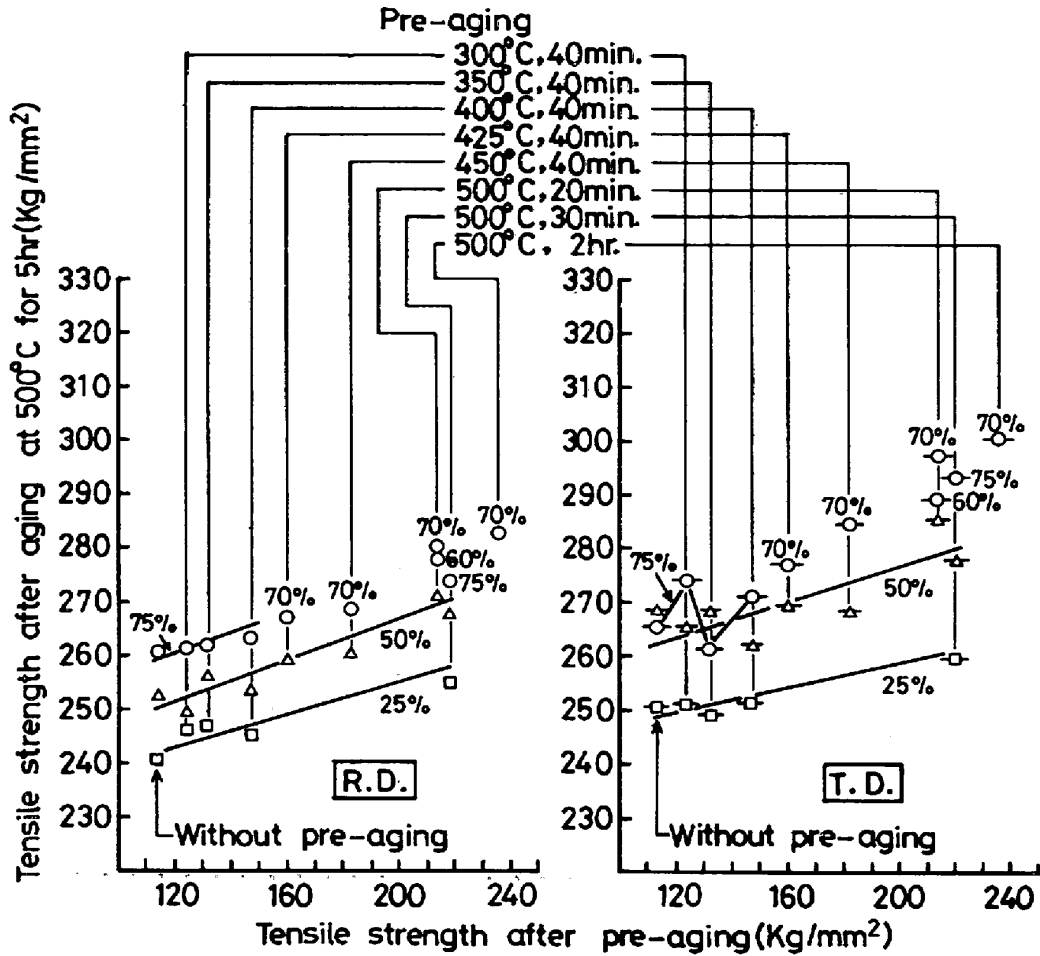
Fig. 7. Tensile strength of the 245-A maraging steel, solution-treated, pre-aged, cold rolled, then aged at 500°C for 5hr.

力破断が認められず、したがって直角方向の強度測定でとくに明瞭にあらわれる限界加工度が、Pre-agingして硬化させてもなお75%より高い加工度側にあると推定される。Pre-aging→冷間圧延→Re-agingした245-A (Fig. 7) および245-B (Fig. 8) においては、約400°C以下でPre-agingして、Pre-aging後の強度が150~160 kg/mm²以下の試料を75%冷間圧延してからRe-agingした場合、直角方向の延性が劣化して低い応力で破断しやすい傾向になる。このため直角方向の強度は小さく、ばらつきも大きい。しかし、約425°C以上でPre-agingして150~160 kg/mm²以上に強化した245-A および245-B を60~75%の範囲に圧延してRe-aging した場合には、延性の劣化による直角方向の低応力破断はおこりにくい傾向が認められた。さらに荷重-伸び曲線の検討から、425°あるいは450°CでPre-agingした試料より、500°CでPre-agingして約200 kg/mm²以上に強化した試料を冷間圧延(60~75%)→

Re-agingして強化する方が、圧延方向、直角方向ともに、強度が大きいにもかかわらず延性が比較的良い傾向が認められた。

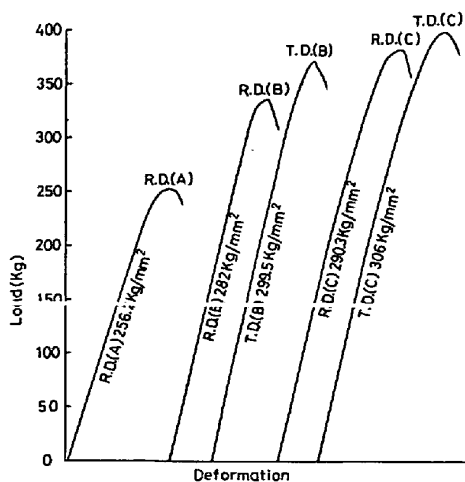
Fig. 9に荷重-伸び曲線の例を示すが、500°CでRe-agingしてから冷間圧延→Re-agingした試料は (Fig. 9のR.D.(C) およびT.D.(C)), 450°あるいは425°CでPre-agingして冷間圧延→Re-agingした試料 (例えば Fig. 9のR.D.(B) およびT.D.(B)) より強度が高いにもかかわらず延性が比較的良好的である。なお同様な傾向が210-Cにおいても認められた。

Pre-aging→冷間圧延→Re-agingによる強化法の特徴の1つは、500°CでPre-agingして高強度にした試料を冷間圧延してからRe-agingすることにより、圧延板の直角方向の強度を、溶体化材を冷間圧延→時効で強化する方法では到達できない程度まで増加できることである。すなわち溶体化材を冷間圧延するより、高強度材を冷間圧延する方が直角方向の延性劣化がおこりにくい傾



S.T.→Pre-aging→Cold rolling→Aging at 500°C for 5hr.

Fig. 8. Tensile strength of the 245-B maraging steel, solution-treated, pre-aged, cold rolled, then aged at 500°C for 5hr.



- (A) S.T.→Aging (500°C, 5hr)
- (B) S.T.→Pre-aging (450°C, 40min)→Cold rolling (70%) Aging (500°C, 5hr)
- (C) S.T.→Pre-aging (500°C, 20min)→Cold rolling (70%) Aging (500°C, 5hr)

Fig. 9. Load-deformation curves of the 245-A maraging steel.

向が認められる。

既に示した Fig. 2 および Fig. 3 で、加工度 0% の試料の R.D. と T.D. 方向における強度の比較から明らかなように、本研究に用いた試料は、溶体化状態で既に機械的性質に異方性がある。この異方性の主な原因を選択方位が残存するためとするのは困難なように考えられる。すなわち 18%Ni マルエージ鋼は、溶体化温度のいかんにより、均質化される程度が異なるため、マルテンサイト変態の温度区間に著しい差があらわれることを前報³⁾で指摘した。凝固組織や非金属介在物などの影響ばかりでなく、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態においても組成の不均一が導入されやすいことを考慮すると、試料をつくる段階で導入された不均質部の配向も機械的性質の異方性として注目する必要があると考えられる。以上を Mechanical fibering による異方性とよぶことにすると、溶体化試料に残存する機械的性質の異方性は、Mechanical fibering に主な原因があるとするのが妥当と考えられる。冷間圧

延と時効で強化される場合には、冷間圧延で Mechanical fibering がさらに発達するとともに、選択方位形成 (Crystallographic fibering) の影響が重畳される (時効温度では再結晶しないので²⁾、圧延集合組織が残存する²¹⁾。なお Pre-aging された試料の冷間圧延では、塑性流動にともなう析出物の配向も考慮する必要があるかもしれない。冷間圧延と時効とで強化される材料において、機械的性質の異方性あるいは過大な冷間圧延を行なうと直角方向の延性が劣化することなどの原因として、Mechanical fibering と Crystallographic fibering のいずれが重要因子であるかは、本論文に述べた実験の範囲からは即断できない。

Pre-aging → 冷間圧延 → Re-aging において、500°C の Pre-aging でも本実験の時効時間では析出を完了していない。Pre-aging 試料の冷間圧延によつて転位密度が増加し、Re-aging の温度で転位の再配列をおこして²¹⁾ 微細なセル構造が形成されるとともに析出もさらに進行して高強度になると考えられる。

なお、Fig. 6~Fig. 8 の Pre-aging 後の強度から明らかのように、溶体化材および Pre-aging 後の試料を含めて、210-C は 110~220 kg/mm²、245-A および 245-B は 120~245 kg/mm² の強度範囲の試料を冷間圧延 (25%、50% および約 75%) したことになるが、Pre-aging で 200 kg/mm² 以上に強化した 245-A および 245-B の冷間圧延において浅い耳われが発生する程度であつた。Pre-aging で高強度にした試料を約 350°C で温間加工することも試みたが、加工性が劣化し、著しい耳われが発生するようになる。これは溶質原子によつて転位の移動が妨げられるようになるためと考へているが、詳細については別に報告する予定である。

4. 総 括

(1) 溶体化材を冷間圧延 → 時効で強化する方法においては、圧延方向に比較して直角方向の強化量が大きい。しかし圧延加工度にともなう延性の減少が直角方向で大きいため、圧延加工度が過大になると直角方向の延性が劣化して低い応力で破断するようになる。

(2) Pre-aging で約 220 kg/mm² (210 kg/mm² 級マルエージ鋼) および約 245 kg/mm² (245 kg/mm² 級マルエージ鋼) まで強化した試料の冷間圧延を試みたが強度が大きい試料ほど加工硬化が小さい。これは $\sigma = K\epsilon^n$ において、強度の大きい試料ほど n が小さいこと

に相当する。したがつて、溶体化材を Pre-aging → 冷間圧延の方法のみで、十分に強化することはできない。

(3) Pre-aging → 冷間圧延 → Re-aging (480°~500°C) の方法によつて強度を増加することができる。とくに約 500° で Pre-aging して高強度にした試料を冷間圧延してから Re-aging することにより、圧延板の直角方向の強度を、溶体化材を冷間圧延 → 時効で強化する方法では到達できない程度まで増加できる。これは溶体化材を冷間圧延するより、高強度材を冷間圧延する方が直角方向の延性劣化がおこりにくいからである。

本研究を行なうに当たり、御支援をいただいた日立研究所、飯塚富雄部長および佐々木良一博士に深甚なる謝意を表す。

文 献

- 1) 西原, 細見: FAPIG, 第 65 号 1972-5
- 2) 添野, 黒田, 土屋, 田口: 鉄と鋼, 62(1976), p. 220
- 3) 添野, 黒田, 土屋, 田口: 鉄と鋼, 62(1976) 8, p. 1009
- 4) R. H. BUSH: Trans. ASM, 56(1963), p. 885
- 5) E. B. KULA and C. F. HICKEY, Jr.: Trans. AIME, 230(1964), p. 1707
- 6) 安中, 荒木, 渡辺: 金属学会誌, 32(1968), p. 1008
- 7) R. F. DECKER, J. T. EASH, and A. J. GOLDMAN: Trans. AIME, 245(1969), p. 1937
- 9) 河部, 金尾, 宗木: 鉄と鋼, 59(1973), p. 1388
- 10) 大沢, 荻原, 中川, 井上, 森井, 小泉: 金属学会誌, 32(1968), p. 95
- 11) D. T. PETERS and C. R. CUPP: Trans. AIME, 236(1966), p. 1420
- 12) D. T. PETERS: Trans. AIME, 239(1967), p. 1981
- 13) 添野, 黒田: 鉄と鋼, 55(1969), p. 1243
- 14) 添野: 金属学会誌, 39(1975), p. 529
- 15) A. T. STAVROS and H. W. PAXTON: Met. Trans., 1(1970), p. 3049
- 16) 山本, 藤田: “鋼の強靱性” 1971, p. 283, 日本クライマックス・モリブデン・デベロップメント社
- 17) 河部, 金尾, 中沢, 宗木: 鉄と鋼, 60(1974), p. 269
- 18) 河部, 中沢, 金尾, 宗木: 鉄と鋼, 60(1874), p. 1613
- 19) 中里, 寺崎: 鉄と鋼, 61(1975), p. 841
- 20) 添野, 土屋: 鉄と鋼, 60(1074), p. 1363
- 21) H. J. RACK and D. KALISH: Met. Trans., 5(1974), p. 685